

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号  
特許第7618401号  
(P7618401)

(45)発行日 令和7年1月21日(2025.1.21)

(24)登録日 令和7年1月10日(2025.1.10)

(51)国際特許分類	F I
C 3 0 B 29/38 (2006.01)	C 3 0 B 29/38 C
	C 3 0 B 29/38 B
	C 3 0 B 29/38 D
	C 3 0 B 29/38 A

請求項の数 26 (全16頁)

(21)出願番号	特願2020-114475(P2020-114475)	(73)特許権者	000002060
(22)出願日	令和2年7月1日(2020.7.1)		信越化学工業株式会社
(65)公開番号	特開2022-12558(P2022-12558A)		東京都千代田区丸の内一丁目4番1号
(43)公開日	令和4年1月17日(2022.1.17)	(73)特許権者	000190149
審査請求日	令和5年6月2日(2023.6.2)		信越半導体株式会社
			東京都千代田区大手町二丁目2番1号
		(74)代理人	100166545
			弁理士 折坂 茂樹
		(72)発明者	久保田 芳宏
			群馬県安中市磯部二丁目13番1号 信
			越化学工業株式会社 精密機能材料研究
			所内
		(72)発明者	川原 実
			東京都千代田区大手町二丁目6番1号
			信越化学工業株式会社 本社内
			最終頁に続く

(54)【発明の名称】 大口径ⅡⅡ族窒化物系エピタキシャル成長用基板とその製造方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項1】

窒化物セラミックスからなるコアが厚み0.05μm以上1.5μm以下の封止層で包み込まれた構造を有する支持基板と、

前記支持基板の上面に設けられ、0.5μm以上3.0μm以下の厚みを有する平坦化層と、

前記平坦化層の上面に設けられ、0.1μm以上1.5μm以下の厚みの単結晶の種結晶層と、

前記支持基板の下面に設けられる応力調整層と

を備えるⅡⅡ族窒化物系エピタキシャル成長用基板。

10

【請求項2】

前記種結晶層が、表面に凹凸パターンを有することを特徴とする請求項1に記載のⅡⅡ族窒化物系エピタキシャル成長用基板。

【請求項3】

前記種結晶層の前記凹凸パターンが、周期的な溝、0.1〜3°のオフ・アングル、およびドット構造から選ばれることを特徴とする請求項2に記載のⅡⅡ族窒化物系エピタキシャル成長用基板。

【請求項4】

前記コアが、窒化アルミニウムセラミックスであることを特徴とする請求項1〜3のいずれか1項に記載のⅡⅡ族窒化物系エピタキシャル成長用基板。

20

## 【請求項 5】

前記封止層が、窒化ケイ素を含むことを特徴とする請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の III 族窒化物系エピタキシャル成長用基板。

## 【請求項 6】

前記平坦化層が、酸化ケイ素、酸窒化ケイ素、及びヒ化アルミニウムのいずれかを含むことを特徴とする請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の III 族窒化物系エピタキシャル成長用基板。

## 【請求項 7】

前記種結晶層が、 $Si<111>$ 、 $SiC$ 、サファイア、窒化アルミニウムまたは窒化アルミニウムガリウムであることを特徴とする請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の III 族窒化物系エピタキシャル成長用基板。

10

## 【請求項 8】

前記種結晶層が窒化アルミニウムまたは窒化アルミニウムガリウムであり、  
前記種結晶層の抵抗率が  $1 \times 10^6 \cdot \text{cm}$  以上であることを特徴とする請求項 1 ~ 7 のいずれか 1 項に記載の III 族窒化物系エピタキシャル成長用基板。

## 【請求項 9】

前記応力調整層が、単体のシリコンを含むことを特徴とする請求項 1 に記載の III 族窒化物系エピタキシャル成長用基板。

## 【請求項 10】

窒化物セラミックスからなるコアを用意するステップと、  
前記コアを包み込むように厚み  $0.05 \mu\text{m}$  以上  $1.5 \mu\text{m}$  以下の封止層を成膜して支持基板とするステップと、  
前記支持基板の上面に厚み  $0.5 \mu\text{m}$  以上  $3.0 \mu\text{m}$  以下の平坦化層を成膜するステップと、  
前記支持基板の下面に応力調整層を成膜するステップと、  
前記平坦化層の上面に  $0.1 \mu\text{m}$  以上  $1.5 \mu\text{m}$  以下の厚みの単結晶の種結晶層を設けるステップと  
を備える III 族窒化物系エピタキシャル成長用基板の製造方法。

20

## 【請求項 11】

前記種結晶層は、表面に凹凸パターンを有するように設けられることを特徴とする請求項 10 に記載の III 族窒化物系エピタキシャル成長用基板の製造方法。

30

## 【請求項 12】

前記種結晶層の前記凹凸パターンが、周期的な溝、 $0.1 \sim 3^\circ$  のオフ・アングル、およびドット構造から選ばれることを特徴とする請求項 11 に記載の III 族窒化物系エピタキシャル成長用基板の製造方法。

## 【請求項 13】

前記封止層を LPCVD 法で成膜することを特徴とする請求項 11 または 12 に記載の III 族窒化物系エピタキシャル成長用基板の製造方法。

## 【請求項 14】

前記平坦化層をプラズマ CVD 法、LPCVD 法、および低圧 MOCVD 法のいずれかで成膜することを特徴とする請求項 11 ~ 13 のいずれか 1 項に記載の III 族窒化物系エピタキシャル成長用基板の製造方法。

40

## 【請求項 15】

前記種結晶層を設けるステップは、  
1 面をイオン注入面とする III 族窒化物の単結晶基板を用意するステップと、  
前記イオン注入面からイオン注入して前記単結晶基板に剥離位置を形成するステップと、  
前記イオン注入面と前記平坦化層とを接合して接合基板とするステップと、  
前記接合基板を前記剥離位置で種結晶層と単結晶基板残部とに分離するステップと、  
前記分離するステップで得られた種結晶層に前記凹凸パターンを設けるステップと  
を備えることを特徴とする請求項 11 ~ 14 のいずれか 1 項に記載の III 族窒化物系エ

50

ピタキシャル成長用基板の製造方法。

【請求項 16】

前記単結晶基板を用意するステップにおいて、サファイア基板上にMOCVD、HVPE法、およびTHVPE法のいずれかにより窒化アルミニウムまたは窒化アルミニウムガリウムのエピタキシャル層をエピタキシャル成長したものを窒化アルミニウムまたは窒化アルミニウムガリウムの前記単結晶基板として作製することを特徴とする請求項 15に記載のIII族窒化物系エピタキシャル成長用基板の製造方法。

【請求項 17】

前記単結晶基板を用意するステップにおいて、昇華法で作製した小口径の単結晶若しくは昇華法で作製したAlN基板を下地としてMOCVD法、HVPE法、およびTHVPE法のいずれかで窒化アルミニウムまたは窒化アルミニウムガリウムのエピタキシャル層をエピタキシャル成長して得られる小口径の単結晶を貼り合わせて前記単結晶基板を得ることを特徴とする請求項 15に記載のIII族窒化物系エピタキシャル成長用基板の製造方法。

10

【請求項 18】

前記剥離位置を形成するステップにおいて、前記剥離位置を前記エピタキシャル層内に形成することを特徴とする請求項 16または17に記載のIII族窒化物系エピタキシャル成長用基板の製造方法。

【請求項 19】

前記単結晶基板残部を、下地基板として再利用することを特徴とする請求項 17または18に記載のIII族窒化物系エピタキシャル成長用基板の製造方法。

20

【請求項 20】

前記単結晶基板残部を、更に別のIII族窒化物系複合基板の製造における単結晶基板として再利用することを特徴とする請求項 15～19のいずれか1項に記載のIII族窒化物系エピタキシャル成長用基板の製造方法。

【請求項 21】

前記コアが窒化アルミニウムセラミックスであることを特徴とする請求項 11～20のいずれか1項に記載のIII族窒化物系エピタキシャル成長用基板の製造方法。

【請求項 22】

前記封止層が窒化ケイ素を含むことを特徴とする請求項 11～21のいずれか1項に記載のIII族窒化物系エピタキシャル成長用基板の製造方法。

30

【請求項 23】

前記平坦化層が酸化ケイ素、酸窒化ケイ素、およびヒ化アルミニウムのいずれかを含むことを特徴とする請求項 11～22のいずれか1項に記載のIII族窒化物系エピタキシャル成長用基板の製造方法。

【請求項 24】

前記種結晶層が、Si<111>、SiC、サファイア、窒化アルミニウムまたは窒化アルミニウムガリウムであることを特徴とする請求項 12～23のいずれか1項に記載のIII族窒化物系エピタキシャル成長用基板の製造方法。

【請求項 25】

前記種結晶層は、窒化アルミニウムまたは窒化アルミニウムガリウムであり、前記種結晶層の抵抗率が $1 \times 10^6 \cdot \text{cm}$ 以上であることを特徴とする請求項 11～24のいずれか1項に記載のIII族窒化物系エピタキシャル成長用基板の製造方法。

40

【請求項 26】

前記応力調整層が単体のシリコンを含むことを特徴とする請求項 10に記載のIII族窒化物系エピタキシャル成長用基板の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、窒化アルミニウム(AlN)、窒化アルミニウムガリウム(Al<sub>x</sub>Ga<sub>1-x</sub>

50

N (ただし、 $0 < x < 1.0$ )、窒化ガリウム (GaN) 等の III 族窒化物単結晶のエピタキシャル成長に用いるための種基板に関する。

【背景技術】

【0002】

結晶性 AlN 系、GaN 系等の III 族窒化物の基板は広いバンドギャップを有し、短波長の発光性や高耐圧で優れた高周波特性を持つ。このため、III 族窒化物の基板は、発光ダイオード (LED)、レーザ、ショットキーダイオード、パワーデバイス、高周波デバイス等のデバイスへの応用に期待されている。特に AlN および  $Al_xGa_{1-x}N$  ( $0.5 < x < 1.0$ ) の単結晶から作製された LED の深紫外線領域 (UV-C; 200 ~ 280 nm) の発光波長には殺菌効果が報告されており (非特許文献 1)、更なる高品質化、大口径化、低価格化が求められている。

10

【0003】

AlN は常圧下では融点を持たないことから、シリコン単結晶等で用いられる一般的な融液法での製造は難しい。

【0004】

非特許文献 2 および非特許文献 3 には、1700 ~ 2250 °C、 $N_2$  雰囲気下で、SiC や AlN を種結晶として昇華法 (改良レリー法) で AlN 単結晶基板を製造する方法が記載されている。しかしながら、結晶成長に高温を要するなどの装置上の制約により、低コスト化が難しい上、4 インチ以上の大口径化も困難であった。

【0005】

20

また、特許文献 1 には、シリコン基板や AlN 基板を下地基板としてハイドライド気相成長 (HVPE) 法で AlN 層を成長させる方法が記載されている。しかしながら、この方法ではシリコンを下地基板に用いると熱膨張率や格子定数の違いに起因する AlN 層の転位密度を低減することが困難である。一方、下地基板として結晶性の良い昇華法 AlN 基板を使うと転位密度を低減できる反面、下地基板自体が小口径でしかも高価なため、大口径基板での低コスト化が困難であった。これらの欠点を補うべく、非特許文献 4 にはベース基板と種基板を兼ねたサファイア基板上に一括、MOVPE 法で AlN 膜を 5  $\mu$ m 積層後、エッチングによりそこに溝を付けた後に、更に HVPE 法で目的の厚みに成膜する方法が開示されている。上記の溝構造により HVPE 成膜時に形成されるボイドが熱膨張差による応力の緩和層として働き、その結果クラックが防止される。しかしこれはベース基板が 4 インチ以下の場合のみ有効であり、ベース基板が 6、8、12 インチ等の大口径の場合はクラックや大きな反りが発生し問題であった。

30

【0006】

特許文献 2 には、熱膨張率が AlN 単結晶に近く低廉な AlN セラミックスをベース基板とし、このベース基板を  $Si_3N_4$  等で封止した上でシリコン <111> 単結晶を薄膜転写した複合基板を種結晶として GaN 単結晶などの III 族窒化物をエピタキシャル成長させる方法が記載されている。しかしながら、この方法で例えば AlN や  $Al_xGa_{1-x}N$  ( $0 < x < 1$ ) の単結晶をエピタキシャル成膜すると、シリコン <111> の種結晶と目的の AlN や  $Al_xGa_{1-x}N$  ( $0 < x < 1$ ) の単結晶の格子定数の違いから転位密度を低減することが難しく、また封止層や平坦化層等との親和性や熱膨張率差などで成膜基板のクラックや反りを小さくするのも難しい。これらは、後工程のデバイス製作における特性劣化や歩留まり低下に影響し、結果的に作製されるレーザや LED、高周波デバイス等の高品質化、低コスト化の妨げとなっていた。

40

【0007】

そこで、本発明者等はこれ等の欠点を排除すべく、鋭意検討した結果、本発明に至ったものである。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0008】

【文献】特許第 4565042 号

50

【文献】特許第6626607号

【非特許文献】

【0009】

【文献】LEDs Magazine Japan;2016年12月、p30～p31

【文献】SEIテクニカルレビュー；No.177号、p88～p91

【文献】フジクラ技報；No.119号、2010年Vol.2、p33～p38

【文献】Journal of Crystal Growth 411(2015)、p38～p44

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0010】

本発明は上記事情に鑑みなされたものであり、III族窒化物、特に深紫外線領域（UV-C；200～280nm）の発光ダイオード用として好適な $AlN$ や $Al_xGa_{1-x}N$ （ $0.5 < x < 1.0$ ）の単結晶を大口径で高品質、安価に作製可能なIII族窒化物エピタキシャル成長用基板とその製法を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0011】

本発明は発明者等の多くの試行の結果により、

（1）窒化物セラミックスからなるコアが厚み $0.05\mu m$ 以上 $1.5\mu m$ 以下の封止層で包み込まれた構造を有する支持基板と、

前記支持基板の上面に設けられ、 $0.5\mu m$ 以上 $3.0\mu m$ 以下の厚みを有する平坦化層と、

前記平坦化層の上面に設けられ、表面に凹凸パターンを有する $0.1\mu m$ 以上 $1.5\mu m$ 以下の厚みの単結晶の種結晶層と

を備えること、

（2）支持基板（ベース基板）とエピ膜とが略同じ熱膨張率を有すること、

（3）凹凸パターンが薄膜転写した種結晶表面に周期的な溝やドット構造、あるいは $0.1\sim 3^\circ$ のオフ・アングルのパターン形成をすること、

により、大口径でもクラックや反りを発生させず、又、成膜時の結晶欠陥を側面に集中させ、高純度、高品質のエピ結晶成長ができるIII族窒化物系エピタキシャル成長用基板と、その製造方法を発明したものである。本発明は上記の（1）、（2）、（3）の個々の要素により効果を得るものであるが、3者が揃った場合に相乗効果により極めて顕著な効果が得られるものである。

【0012】

上記の課題を解決すべく本発明の実施形態に係るIII族窒化物系エピタキシャル成長用基板は、窒化物セラミックスからなるコアが厚み $0.05\mu m$ 以上 $1.5\mu m$ 以下の封止層で包み込まれた構造を有する支持基板と、支持基板の上面に設けられ、 $0.5\mu m$ 以上 $3.0\mu m$ 以下の厚みを有する平坦化層と、平坦化層の上面に設けられ、表面に凹凸パターンを有する $0.1\mu m$ 以上 $1.5\mu m$ 以下の厚みの単結晶の種結晶層とを備える。

【0013】

本発明では、III族窒化物系エピタキシャル成長用基板は、支持基板の下面に応力調整層を更に備えるとよい。

【0014】

本発明では、コアは、窒化アルミニウムセラミックスであるとよい。また、封止層は、窒化ケイ素を含むとよい。また、平坦化層は、酸化ケイ素、酸窒化ケイ素、及びヒ化アルミニウムのいずれかを含むとよい。また、応力調整層が、単体のシリコンを含むとよい。

【0015】

本発明では、種結晶層は、 $Si<111>$ 、 $SiC$ 、サファイア、窒化アルミニウムまたは窒化アルミニウムガリウムであるとよい。そして、種結晶層の凹凸パターンが、周期的な溝、 $0.1\sim 3^\circ$ のオフ・アングル、およびドット構造から選ばれることが好ましい。また、種結晶層が窒化アルミニウムまたは窒化アルミニウムガリウムの場合には抵抗率

10

20

30

40

50

が  $1 \times 10^6 \cdot \text{cm}$  以上であることが好ましい。

【0016】

また、本発明の実施形態に係るⅢ族窒化物系エピタキシャル成長用基板の製造方法は、窒化物セラミックスからなるコアを用意するステップと、コアを包み込むように厚み  $0.05 \mu\text{m}$  以上  $1.5 \mu\text{m}$  以下の封止層を成膜して支持基板とするステップと、支持基板の上面に厚み  $0.5 \mu\text{m}$  以上  $3.0 \mu\text{m}$  以下の平坦化層を成膜するステップと、平坦化層の上面に、表面が凹凸パターンを有する  $0.1 \mu\text{m}$  以上  $1.5 \mu\text{m}$  以下の厚みの単結晶の種結晶層とを設けるステップとを備える。

【0017】

Ⅲ族窒化物系エピタキシャル成長用基板の製造方法は、支持基板の下面に応力調整層を成膜するステップを更に備えるとよい。

10

【0018】

本発明では、封止層をLPCVD法で成膜するとよい。また、平坦化層をプラズマCVD法、LPCVD法、および低圧MOCVD法のいずれかで成膜するとよい。

【0019】

本発明では、種結晶層を設けるステップは、1面をイオン注入面とするⅢ族窒化物の単結晶基板を用意するステップと、イオン注入面からイオン注入して単結晶基板に剥離位置を形成するステップと、イオン注入面と平坦化層とを接合して接合基板するステップと、接合基板を剥離位置で種結晶層と単結晶基板残部とに分離するステップと前記で得られた種結晶層に凹凸パターンを設けるステップとを備えるとよい。

20

【0020】

本発明では、単結晶基板を用意するステップにおいて、大口径の基板を市販基板として得易い  $\text{Si} < 111 >$ 、 $\text{SiC}$ 、或いはサファイア基板については、市販基板をそのまま利用することができる。一方、大口径が得難い窒化アルミニウムまたは窒化アルミニウムガリウムの場合は、大口径のサファイア基板上でMOCVD、HVPE法、およびTHVPE法のいずれかにより、窒化アルミニウムまたは窒化アルミニウムガリウムを積層して単結晶の大口径基板を作製して用いるとよい。あるいは、昇華法で作製した小口径の単結晶若しくは昇華法で作製したAIN基板を下地としてHVPE法、HVPE法、およびTHVPE法のいずれかで窒化アルミニウムまたは窒化アルミニウムガリウムのエピタキシャル層をエピタキシャル成長して得られる小口径の単結晶を貼り合わせて単結晶基板を得るとよい。

30

【0021】

また、単結晶基板にエピタキシャル層が積層されている場合には、剥離位置を形成するステップにおいて、剥離位置をエピタキシャル層内に形成するとよい。この場合、単結晶基板残部を、下地基板として再利用するとよい。あるいは、単結晶基板残部を、更に別のⅢ族窒化物系複合基板の製造における単結晶基板として再利用するとよい。

【0022】

本発明では、コアは、窒化アルミニウムセラミックスであるとよい。また、封止層は、窒化ケイ素を含むとよい。また、平坦化層は、酸化ケイ素、酸窒化ケイ素、及びヒ化アルミニウムのいずれかを含むとよい。また、応力調整層が、単体のシリコンを含むとよい。

40

【0023】

本発明では、種結晶層は、種結晶層が、 $\text{Si} < 111 >$ 、 $\text{SiC}$ 、窒化アルミニウムまたは窒化アルミニウムガリウムであるとよい。そして、種結晶層には凹凸パターンが形成されるとよい。凹凸パターンは、周期的な溝、 $0.1 \sim 3^\circ$  のオフ・アングル、およびドット構造から選ばれることが好ましい。また、種結晶層の抵抗率は、 $1 \times 10^6 \cdot \text{cm}$  以上であることが好ましい。

【発明の効果】

【0024】

本発明によれば、高品質で大口径なⅢ族窒化物の単結晶を安価に作製可能なⅢ族窒化物エピタキシャル成長用基板を提供することができる。

50

## 【図面の簡単な説明】

【 0 0 2 5 】

【図 1】複合基板 1 の断面構造を示す図である。

【図 2】複合基板 1 を製造する手順を示す図である。

【図 3】単結晶基板 20 として用いられる昇華法で作製した基板を示す模式図である。

【図 4】単結晶基板 20 として用いられる単結晶エピタキシャル層基板の構造を示す模式図である。

## 【発明を実施するための形態】

【 0 0 2 6 】

以下、本発明の実施形態について詳細に説明するが、本発明は、これらに限定されるものではない。

10

【 0 0 2 7 】

本実施形態に係る複合基板 1 の断面構造を図 1 に示す。図 1 に示した複合基板 1 は、支持基板 3 上に平坦化層 4 及び表面が凹凸パターンを有する  $0.1 \mu\text{m}$  以上  $1.5 \mu\text{m}$  以下の厚みの単結晶の種結晶層 2 が積層された構造を備えている。また、必要に応じて、支持基板 3 の平坦化層 4 が積層された面とは反対の面（下面）には、応力調整層 5 が設けられる。

【 0 0 2 8 】

支持基板（ベース基板）3 は、当該支持基板 3 の芯材となるコア 31 と、コア 31 を覆う封止層 32 とを備える。

20

【 0 0 2 9 】

コア 31 に用いる材料は、耐熱性や安定性に優れ、大口径サイズを安価に入手できる窒化物セラミックスが好ましい。窒化物セラミックスとしては、窒化アルミニウム（ $\text{AlN}$ ）、窒化ケイ素（ $\text{Si}_3\text{N}_4$ ）、窒化ガリウム（ $\text{GaN}$ ）、窒化ホウ素（ $\text{BN}$ ）またはこれらの混合体などを用いることができる。 $\text{AlN}$ は、目的の III 族窒化物結晶と格子定数や熱膨張係数が近いので変形の少ない高品質の III 族窒化物結晶を作製することが可能であり、特に好ましい。また、 $\text{AlN}$ は、熱伝導性が高いため、加熱を含む後工程における熱伝達に優れる点でも好ましい。

【 0 0 3 0 】

コア 31 の形状およびサイズは、厚さ  $200 \sim 1000 \mu\text{m}$  のウエハー形状とすると、通常の半導体プロセスラインにのせることができるので好ましい。加えて、コア 31 の表面を鏡面仕上げとしておくと、支持基板 3 の表面の凹凸を低減でき好ましい。

30

【 0 0 3 1 】

$\text{AlN}$ をコア 31 として用いる場合、 $\text{AlN}$ セラミックスの製造方法は種々あるが、 $\text{AlN}$ 粉と焼結助剤、有機バインダー、溶剤などを混合して、ウエハー状のグリーンシートを作製、脱脂した後に  $\text{N}_2$  雰囲気下で焼結して研磨する、所謂シート成型 / 常圧焼結法を用いることが生産性を高くできる点で好ましい。焼結助剤としては、 $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、 $\text{Al}_2\text{O}_3$ 、 $\text{CaO}$  等から選ばれるが、特に  $\text{Y}_2\text{O}_3$  を焼結助剤として含むと焼結後の基板の熱伝導性が高く発現するため好適である。

【 0 0 3 2 】

封止層 32 は、コア全体を覆うように隙間無く包み込んで封止する層であり、 $0.05 \mu\text{m}$  以上  $1.5 \mu\text{m}$  以下の厚みを有する。このような構造とすることで、コア 31 のセラミックス材料に起因する物質が支持基板 3 の外部に漏出するのを防ぐことができる。

40

【 0 0 3 3 】

例えば  $\text{AlN}$ セラミックスをコア 31 として用いると  $\text{AlN}$ や焼結助剤として加えた  $\text{Y}_2\text{O}_3$  に起因する元素物質や、セラミックスを焼結する際に用いた断熱材や炉材、容器などから不純物としてセラミックスに取り込まれた物質が漏出する可能性がある。このような物質が支持基板 3 の外に漏出すると、目的とする  $\text{AlN}$ をエピタキシャル成長させる際に不純物として取り込まれて、品質を低下させる要因となりやすい。

【 0 0 3 4 】

50

封止層 3 2 の厚みが厚いと後工程で加熱冷却を繰り返した際に封止層 3 2 の表層と内部との間の熱応力に耐えられなくなり、剥離が生じやすい。したがって種々の膜を選び、組み合わせたとしても封止層 3 2 は  $1.5 \mu\text{m}$  を超える厚みは好ましくない。一方、コア 3 1 に起因する物質を封止する機能としては厚みが  $0.05 \mu\text{m}$  未満では不十分である。以上のことから、封止層 3 2 の厚みは  $0.05 \mu\text{m}$  以上  $1.5 \mu\text{m}$  以下の範囲が好ましい。窒化物セラミックスに起因する材料物質を封止する効果が高いため、封止層 3 2 の材料は窒化ケイ素 ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) よりなる膜が好ましい。

【0035】

封止層 3 2 は、緻密な膜となっていると、封止性能が高まるので好ましい。また、封止層 3 2 は、焼結助剤などの不純物を含まず、純度が高い膜になっていること好ましい。このようにすることで封止層 3 2 は、自体に起因する意図せぬ物質の支持基板 3 の外への漏出が抑制されるので好ましい。

【0036】

このような、高純度な膜は MOCVD 法、常圧 CVD 法、LPCVD (低圧 CVD) 法、スパッター法、などの成膜法を用いて成膜することができる。特に LPCVD 法を用いると緻密な膜を形成できるうえ、膜のカバレッジ性に優れるため好ましい。

【0037】

また、封止層 3 2 の材料として窒化ケイ素を用いる際、窒化ケイ素とコアとの密着性を高めるために、酸化ケイ素 ( $\text{SiO}_2$ ) や酸窒化ケイ素 ( $\text{Si}_x\text{O}_y\text{N}_z$ ) などの膜を封止層の一部としてコア 3 1 との間に設けてもよい。しかしその場合でも剥離を避けるため、封止層 3 2 全体の厚みは  $0.05 \mu\text{m}$  以上  $1.5 \mu\text{m}$  以下の範囲とすることが好ましい。

【0038】

支持基板 3 の上面には、封止層 3 2 上に厚み  $0.5 \mu\text{m}$  以上  $3.0 \mu\text{m}$  以下の平坦化層 3 が積層される。平坦化層 4 を積層することにより、コア 3 1 や封止層 3 2 などに起因する種々のボイドや凹凸を埋め、種結晶が転写するために十分な平滑性が得られる。ただし、平坦化層 4 の厚みが厚過ぎると反り等の原因になり、好ましくない。このため、平坦化層 4 の厚みは  $0.5 \sim 3.0 \mu\text{m}$  が好適である。即ち、平坦化層 4 の厚みが  $0.5 \mu\text{m}$  未満だと支持基板 3 に生じたボイドや凹凸を十分に埋めることができないため好ましくない。また、平坦化層 4 の厚みが  $3.0 \mu\text{m}$  以上だと反りが発生し易いため好ましくない。

【0039】

なお、支持基板 3 の平坦化層 4 が積層された上面とは反対側の面 (下面) には、応力調整層 5 を設けられる。応力調整層 5 は、平坦化層 4 を積層することにより生じる応力を相殺し、反りを低減する。

【0040】

また、平坦化層 4 は支持基板 3 の種結晶層 2 を積層する側の片面 (上面) のみに積層すればよいが、支持基板の両面 (上面および下面) 若しくは支持基板全体を覆うように成膜してもよい。このようにすると下面に積層した材料が応力調整層 5 として作用し、基板上下で平坦化層 4 に起因する応力が構造上相殺されるので基板の反りが更に低減される。

【0041】

また、応力調整層 5 として、単体のシリコン (多結晶シリコンなど) を積層してもよい。このようにすることで、静電チャックによる吸着・離脱にも対応した複合基板となる利点がある。

【0042】

平坦化層 4 の材料は、酸化ケイ素 ( $\text{SiO}_2$ )、酸化アルミニウム ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )、窒化ケイ素 ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ )、炭化ケイ素 ( $\text{SiC}$ ) 或いは酸窒化ケイ素 ( $\text{Si}_x\text{O}_y\text{N}_z$ ) や、シリコン ( $\text{Si}$ )、ヒ化ガリウム ( $\text{GaAs}$ )、ヒ化アルミニウム ( $\text{AlAs}$ ) 等から選ぶとよい。特に、酸化ケイ素 ( $\text{SiO}_2$ )、酸窒化ケイ素 ( $\text{Si}_x\text{O}_y\text{N}_z$ )、ヒ化アルミニウム ( $\text{AlAs}$ ) は、平坦化時の研削や研磨が容易で且つ、目的とする AlN 等の III 族窒化物をエピタキシャル成長した後、支持基板 3 を分離するための犠牲層になり易いので好ましい。

10

20

30

40

50



## 【 0 0 4 3 】

平坦化層 4 の成膜はプラズマ C V D 法又は L P C V D 法、或いは低圧 M O C V D 法などからその必要膜質と成膜効率から任意に選ぶことができる。積層された平坦化層 4 の膜の状況により、成膜後に焼き締め熱処理や C M P 研磨を施し、種結晶層 2 の形成に備えられる。

## 【 0 0 4 4 】

支持基板 3 の上面に形成された平坦化層 4 の上には高品質な  $\text{Si} \langle 111 \rangle$ 、 $\text{SiC}$ 、サファイア、窒化アルミニウムまたは窒化アルミニウムガリウムの単結晶からなる種結晶層 2 が形成される。種結晶層 2 は、表面に凹凸パターンを有する。種結晶層 2 の厚みは  $0.1 \mu\text{m}$  以上  $1.5 \mu\text{m}$  以下とすることが好ましい。このようにすることで、高品質な種結晶層 2 を形成することが可能になる。即ち、上記の単結晶の基板に対してイオン注入剥離を適用して高品質な結晶層を薄膜転写することができる。種結晶層 2 の厚みが  $0.1 \mu\text{m}$  未満ではイオン注入時のダメージ層が略、その厚みに近いと、良好な種結晶とは成り得ない。また、種結晶層 2 の厚みが  $1.5 \mu\text{m}$  以上になるとイオン注入装置が莫大な大きさになり、莫大な投資を必要とし、現実的でない。

10

## 【 0 0 4 5 】

このとき使用される高品質の上記の単結晶とは、一般の熔融法（C Z 法、F Z 法）、昇華法、M O C V D 法（有機金属気相成長法）、H V P E（ハイドライド気相成長法）法、および T H V P E 法（トリハライド気相成長法）の何れかによって、得られる単結晶、あるいはエピタキシャル成長した単結晶であることが好ましい。また当該単結晶の E P D は  $1 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$  以下と極めて低い転位密度の結晶であることが好ましい。

20

## 【 0 0 4 6 】

また、種結晶層 2 の表面の凹凸パターンは、 $\text{Si} \langle 111 \rangle$ 、 $\text{SiC}$ 、サファイア、窒化アルミニウムまたは窒化アルミニウムガリウムをイオン注入剥離により薄膜転写した後に、その表面にリソグラフィーで数  $\mu$  ～数十  $\mu\text{m}$  の周期的な溝やドット構造を作製するか、あるいはエッチング等により  $0.1 \sim 3$  度のオフ・アングルを形成することにより形成することができる。パターンはその種結晶基板の性状により、適宜、選ばれる。

## 【 0 0 4 7 】

種結晶層 2 は、目的とするエピタキシャル成長させる膜の組成と一致する必要はないが結晶型が類似し、できるだけその格子定数も A 1 N に近いことが好ましい。一方、熱膨張率は A 1 N に近いに越したことはないが、種結晶層 2 は薄膜転写により極薄く形成されるため、コアのベース基板に比べ、反りへの影響はほとんど無視することができる。これに対して、ベース基板と種結晶を兼ねた厚い種結晶基板においては、エピタキシャル成長させる膜との熱膨張率に差がある場合、成膜時の基板の反りが大きく、割れやクラックが発生する。

30

## 【 0 0 4 8 】

また、種結晶層 2 が窒化アルミニウムまたは窒化アルミニウムガリウムの場合は、その抵抗率が  $1 \times 10^6 \cdot \text{cm}$  以上とすることが好ましい。このようにすると、種結晶層 2 上にエピタキシャル成膜された目的材料に取り込まれる不純物を低減でき、目的材料の着色（すなわち光吸収）を抑制することができる。

40

## 【 0 0 4 9 】

続いて、図 2 を参照して、本実施形態に係る I I I 族窒化物系エピタキシャル成長用基板の製造方法の手順を説明する。はじめに、窒化物セラミックスからなるコア 3 1 を準備する（図 2 の S 0 1）。続いて、コア 3 1 を包み込むように厚み  $0.05 \mu\text{m}$  以上  $1.5 \mu\text{m}$  以下の封止層 3 2 を成膜して支持基板 3 とする（図 2 の S 0 2）。このとき、封止層 3 2 は、L P C V D 法で成膜するとよい。

## 【 0 0 5 0 】

続いて、支持基板 3 の上面に厚み  $0.5 \mu\text{m}$  以上  $3.0 \mu\text{m}$  以下の平坦化層 4 を成膜する（図 2 の S 0 3）。平坦化層 4 は、プラズマ C V D 法、L P C V D 法、および低圧 M O C V D 法のいずれかで成膜するとよい。また、支持基板 3 の下面に応力調整層 5 を更に成

50

膜する（図2のS04）。なお、平坦化層4と応力調整層5は同時に製膜してもよい。

【0051】

また、S01～S04とは別に、種結晶層2を剥離転写するためのIII族窒化物の単結晶基板20を用意する（図2のS11）。この単結晶基板20を用意する具体的な手法については後述する。続いて、単結晶基板20の1面（イオン注入面）からイオン注入を行い、単結晶基板20内に剥離位置（脆化層）21を形成する（図2のS12）。このとき注入するイオンは、例えば、 $H^+$ 、 $H_2^+$ 、 $Ar^+$ 、 $He^+$ 等とするとよい。

【0052】

次に、単結晶基板20のイオン注入面を、支持基板3上に形成した平坦化層4と接合して接合基板とする（図2のS21）。そして、接合基板における単結晶基板20の剥離位置21で、単結晶基板20を分離する（図2のS22）。このようにすることによって、支持基板3の上の平坦化層4の上に $Si<111>$ 、 $SiC$ 、サファイア、窒化アルミニウムまたは窒化アルミニウムガリウムのいずれかの単結晶膜が種結晶層2として薄膜転写され、剥離位置21で種結晶層2と単結晶基板20の残部とに分離した後、種結晶層2に凹凸パターンを設ける。これらの工程を経て支持基板3、平坦化層4、凹凸パターンが設けられた種結晶層2が積層され、III族窒化物系複合基板となる。一方、分離されたIII族窒化物の単結晶基板20の残部は、再びこの表面を研磨してイオン注入面とすることによって、更に別のIII族窒化物系複合基板を作製する際の種結晶層を薄膜転写するために繰り返し利用することができる。

【0053】

なお、単結晶基板20のイオン注入面を一旦シリコンウエハ等の別の仮支持基板に接合して、分離して種結晶層2が仮支持基板に接合した状態にしておき、この仮支持基板上の種結晶層2を平坦化層4に接合した上で、仮支持基板を種結晶層2から切り離す工程を行ってもよい。このようにすることで、平坦化層4に接合する種結晶層2の上下を反転することができる。

【0054】

続いて、単結晶基板20を用意する方法について説明する。単結晶基板20は大口径基板が市販基板として得易い $Si<111>$ 、 $SiC$ 、あるいはサファイア基板については、そのまま、市販基板を利用することができる。一方、大口径の基板が得難い窒化アルミニウムまたは窒化アルミニウムガリウムの場合は、大口径のサファイア基板上でMOCVD法、HVPE法、およびTHVPE法（トリハライド気相成長法）のいずれかにより、窒化アルミニウムまたは窒化アルミニウムガリウムを積層して単結晶の大口径基板を作製して用いるとよい。あるいは昇華法で作製した小口径の基板（昇華法基板）を使う場合、若しくは昇華法で作製したAlN基板を下地としその上にMOCVD法、HVPE法、THVPE法のいずれかで窒化アルミニウムまたは窒化アルミニウムガリウムを積層した結晶を使う場合には、小口径の単結晶を貼り合わせて大口径基板を作製して用いるとよい。

【0055】

図3は小口径の昇華法基板を、方位を合せて複数枚、貼り合せた大口径基板にイオン注入する場合の単結晶基板20の層構造を示す図である。図4は上記基板の貼り合せ基板を下地基板22とし、更にその上にMOCVD法、HVPE法、THVPE法のいずれかの方法でエピタキシャル成膜を行い、この単結晶エピタキシャル層基板を用いる場合の単結晶基板20の層構造を示す図である。この場合、イオン注入による剥離位置21をエピタキシャル層23内に設定するとよい。このようにすれば、昇華法で作製した高価なAlN基板を消費することなく種結晶層2を形成することが可能となり、製造コストを低減できる。加えて、MOCVD法、HVPE法、およびTHVPE法のいずれかの方法で $Al_xGa_{1-x}N$ 単結晶をエピタキシャル成膜形成する場合は、原料ガス組成などを調整することによって $Al_xGa_{1-x}N$ の $x$ の値を0～1の間を変化させることができるので、目的とする後工程のエピタキシャル成長に最適な値を選択できる利点がある。

【0056】

なお、昇華法で作製したAlN基板は一般に小口径、高価で着色し易いが、結晶特性が

10

20

30

40

50

優れている。図3のように、小口径の単結晶を複数枚、貼り合せて大口径基板を作製した後、イオン注入して $0.1\mu\text{m} \sim 1.5\mu\text{m}$ の厚みで薄膜転写を行い、残った単結晶基板の残部を次の複合基板の作製に再利用することにより繰り返し使用すれば、複合基板の作製にかかるコストも低減できる上、極めて良好な種結晶として機能する。加えて、これまでのように昇華法の基板を数百 $\mu\text{m}$ の厚い基板として使用せず、薄膜転写で、 $0.1\mu\text{m} \sim 1.5\mu\text{m}$ の極薄い薄膜状で使うため、元の基板のような着色は問題にならない。

#### 【0057】

更に、図4のように剥離位置をエピタキシャル層内に設定した場合、 $0.1\mu\text{m} \sim 1.5\mu\text{m}$ の厚みで薄膜転写を行い残った単結晶エピタキシャル層基板の残部を次の複合基板の作製に再利用するとよい。このようにすれば単結晶エピタキシャル層基板を繰り返し使用できるので、複合基板の作製にかかるコストを著しく低減できる。また、繰り返し使用の結果、エピタキシャル層部分が薄くなった単結晶エピタキシャル層基板の残部を下地基板として、エピタキシャル層をMOCVD法、HVPE法、THVPE法のいずれかの方法でエピタキシャル成膜をすることによりエピタキシャル層を再生すれば、最初の下地基板を繰り返し使用することができ、作製コストを更に低減することができる。

#### 【実施例】

#### 【0058】

以下に実施例及び比較例を挙げて、本発明をさらに具体的に説明するが、本発明はこれら実施例に限定されるものではない。

#### 【0059】

#### [実施例1]

#### (支持基板の準備)

(1) AlN粉、100重量部と焼結助剤として $\text{Y}_2\text{O}_3$ 、5重量部を、有機バインダー、溶剤などと混合して、グリーンシートを作製後、脱脂し、 $\text{N}_2$ 下、1900℃で焼結した、両面研磨の(直径)8インチ×t(厚み)725 $\mu\text{m}$ のAlN基板(AlN多結晶セラミックス基板)をコアとした。(2)このコア全体をLPCVD法により0.2 $\mu\text{m}$ 厚の窒化珪素層で包み込むように覆い、その上に更に別LPCVD装置を使い、0.6 $\mu\text{m}$ 厚の窒化ケイ素( $\text{Si}_3\text{N}_4$ )層で全体を包み込むように覆って、封止(封止層の総厚み=0.8 $\mu\text{m}$ )し、支持基板とした。

#### 【0060】

#### (平坦化層の積層)

支持基板の片面(上面)の $\text{Si}_3\text{N}_4$ 層上に更に平坦化の目的で、プラズマCVD法(ICP-CVD装置)で7 $\mu\text{m}$ 厚の $\text{SiO}_2$ を積層した。その後、この $\text{SiO}_2$ を1000℃で焼き締めた後、CMP研磨により、3 $\mu\text{m}$ 厚まで研磨・平坦化し表面粗さ $R_a = 0.15\text{nm}$ とした。

#### 【0061】

#### (種結晶の準備)

市販のCZ法で引き上げた8インチ $\text{Si} \langle 111 \rangle$ 基板に100keVで水素を深さ0.7 $\mu\text{m}$ (剥離位置)、ドーズ量 $6 \times 10^{17} \text{cm}^{-2}$ のイオン注入を実施した。このイオン注入後のAlN単結晶基板のイオン注入面と、先に準備しておいた支持基板の平坦化層とを接合した。その後、剥離位置(0.7 $\mu\text{m}$ 部分)で剥離・分離することによってAlN単結晶の種結晶層を支持基板に薄膜転写した。イオン注入と転写の際に種結晶層のSi単結晶が受けたダメージ部分をCMPで軽く研磨し、Si種結晶層の厚みを0.5 $\mu\text{m}$ とした。このSi種結晶層に溝深さ0.3 $\mu\text{m}$ 、溝幅3 $\mu\text{m}$ 、テラス幅5 $\mu\text{m}$ の周期的な凹凸のパターンを形成した。薄膜転写後のSi単結晶基板の残部(すなわち、支持基板に転写されずに剥離・分離された部分)は、イオン注入を何度も繰り返し実施することにより、多数の種結晶として利用でき、極めて経済的であった。以上により(1)AlNのセラミック・コアと(2)封止層との構造を有する支持基板に、3 $\mu\text{m}$ 厚の平坦化層及び、0.5 $\mu\text{m}$ 厚の $\text{Si} \langle 111 \rangle$ 種結晶層を備えた8インチのIII族窒化物系エピタキシャル成長用基板が得られた。

## 【0062】

## (基板の評価)

次いで、更に上記基板に対し以下の簡便なAlNエピタキシャル成長用基板としての評価を行った。即ち、上記AlNエピタキシャル用基板にMOCVD法で2μmのAlNを成膜し、転位密度を評価するべく溶融アルカリ(KOH+NaOH)エッチング法によりエッチピットを発生させエッチピット密度(Etch pit Density、以下EPDという)の測定を行った。また、結晶性の評価としてX線ロッキングカーブ(XRC)測定を行った。その結果、EPDは $3 \times 10^5 \text{ cm}^{-2}$ と極めて低い転位密度を示した。また、基板の(0002)面のXRC測定での半値幅FWHMは $321 \text{ arc sec}$ となり、高品質のAlN単結晶が得られた。これらの結果から、本実施例によるエピタキシャル用基板は優れていることが分かる。

10

## 【0063】

## [比較例1]

実施例1でSi種結晶層に凹凸のパターンを形成せず、フラットなSi<111>とした以外は全て同じ条件とした。本実施により(1)AlNのセラミック・コアと(2)封止層との構造を有する支持基板に、3μm厚の平坦化層及び、0.5μm厚のSi<111>種結晶層を備えた8インチのIII族窒化物系エピタキシャル成長用基板が得られた。

## 【0064】

## (基板の評価)

次いで、更に上記基板に対し以下の簡便なAlNエピタキシャル成長用基板としての評価を行った。即ち、上記AlNエピタキシャル用基板にMOCVD法で2μmのAlNを成膜し、転位密度を評価するために溶融アルカリ(KOH+NaOH)エッチング法によりエッチピットを発生させEPDの測定を行った。また、結晶性の評価としてXRC測定を行った。その結果、EPDは $3 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$ と極めて低い転位密度を示した。また、基板の(0002)面のXRC測定での半値幅FWHMは $731 \text{ arc sec}$ となり、転位密度、半値幅ともに実施例1より劣る結晶であった。

20

## 【0065】

## [実施例2]

## (支持基板の準備)

支持基板の構造として(1)コアは実施例1と同様のAlN多結晶セラミックス基板とした。(2)この封止層としてまず、AlNセラミックス・コア全体をLPCVD法による0.5μm厚のSiO<sub>2</sub>層で包み込む様に覆い、その上に更に別LPCVD装置で、0.8μm厚のSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>層で全体を封止(封止層の総厚み=1.3μm)し、支持基板とした。

30

## 【0066】

## (平坦化層ならびに応力調整層の積層)

支持基板の片面(上面)のSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>層上に更に平坦化の目的で、LPCVD法により酸窒化珪素を4μm積層した。その後、CMP研磨で酸窒化珪素層を3μm厚とした。基板全体が約30μmと大きく反ったため、その反りを矯正すべく、下面に応力調整層として、酸窒化珪素をLPCVD法により5μm厚で積層した。その後、静電チャックによる吸着・脱着に対応すべく、更にLPCVD法で多結晶Siを0.2μm付け加えた。その結果、反りが略、解消し静電チャックへの吸着・脱着も可能となった。

40

## 【0067】

## (種結晶の準備)

種結晶として用いるAlN結晶は、以下の手順による昇華法(改良レリー法)で作製した。まず、高純度化処理をした黒鉛製の成長容器中に更にTaC製坩堝を入れ、そのTaC坩堝の底部に高純度AlN原料を、上部にAlN結晶を設けた。高周波誘導加熱により成長容器と坩堝を加熱し、原料部を2000℃に保ち、原料の昇華分解を行い、上部のAlN結晶上にAlN単結晶を析出させた。このAlN単結晶をスライスし、研磨して厚さ200μmの平滑な2インチ基板を作った。因みに、この基板の面内8点等間隔で抵抗

50

率を測定したところ、 $1 \times 10^6 \text{ cm} \sim 3 \times 10^{11} \text{ cm}$ であった。また、波長  $230 \text{ nm}$  の光透過率は厚み  $100 \text{ }\mu\text{m}$  換算で  $0.2\%$  であった。

#### 【0068】

上記で作製の2インチ基板を正六角形のAlN基板とし、その複数枚を使い、方位を合せて8インチの石英基板に接着し、貼り合せた。その後、石英基板の外周を8インチ基板になる様に余分な部分を切断して整えた。このようにして作製した8インチのAlN単結晶基板に  $100 \text{ keV}$  で水素を深さ  $0.6 \text{ }\mu\text{m}$  (剥離位置)、ドーズ量  $8 \times 10^{17} \text{ cm}^{-2}$  のイオン注入を実施した。このイオン注入後のAlN単結晶基板のイオン注入面と、先に準備しておいた支持基板の平坦化層とを接合した。その後、剥離位置 ( $0.6 \text{ }\mu\text{m}$  部分) で剥離・分離することによってAlN単結晶の種結晶層を支持基板に薄膜転写した。イオン注入と転写の際に種結晶層のAlN単結晶が受けたダメージ部分をCMPで軽く研磨し、AlN種結晶層の厚みを  $0.4 \text{ }\mu\text{m}$  とした。

10

#### 【0069】

この種結晶層にエッチングで  $0.2^\circ$  のオフ・アングルを形成した。このAlN種結晶層の元基板は強く着色し、前記の如く波長  $230 \text{ nm}$  の光透過率が極めて低かったが、本発明の実施形態で説明したように薄膜を種結晶とするため、着色は見られず、波長  $230 \text{ nm}$  の光透過率は  $99.9\%$  であった。この薄膜転写後のAlN単結晶基板の残部 (すなわち、支持基板に転写されずに剥離・分離された部分) は、イオン注入を何度も繰り返し実施することにより、多数の種結晶として利用でき、極めて経済的であった。本実施により (1) AlNのセラミック・コアと (2) 封止層との構造を有する支持基板に、 $2 \text{ }\mu\text{m}$  厚の平坦化層及び、 $0.4 \text{ }\mu\text{m}$  厚のAlN種結晶層を備えた8インチのIII族窒化物系エピタキシャル成長用基板が得られた。

20

#### 【0070】

##### (基板の評価)

次いで、実施例1と同様に本実施例で得られたIII族窒化物系エピタキシャル成長用基板を簡便なAlNエピタキシャル成長用基板としての評価を行った。即ち、上記AlNエピタキシャル用基板にMOCVD法で  $2 \text{ }\mu\text{m}$  のAlNを成膜し、転位密度を評価するために溶融アルカリ ( $\text{KOH} + \text{NaOH}$ ) エッチング法によりEPDの測定を行った。また、結晶性の評価としてXRC測定を行った。その結果、EPDは  $2.3 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$  と極めて低い転位密度を示した。また、基板の (0002) 面のXRC測定での半値幅FWHMは  $132 \text{ arcsec}$  となり、高品質のAlN単結晶が得られた。これらの結果から、本実施例によるエピタキシャル用基板は優れていることが分かる。

30

#### 【0071】

##### [比較例2]

実施例2でAlN結晶を薄膜転写した後、全くオフ・アングルを形成せずに、薄膜をそのまま、種結晶層として使った以外は、同条件とした。このエピタキシャル用基板を実施例2と同様にMOCVD法で  $2 \text{ }\mu\text{m}$  のAlNを成膜し、評価した。その結果、EPDは  $6.5 \times 10^6 \text{ cm}^{-2}$  であった。また、基板の (0002) 面のXRC測定でのFWHMは  $1950 \text{ arcsec}$  で、結晶としては、実施例2に比べかなり質が劣っていた。これは種基板の大型化を図る為、AlN基板を複数枚使い、方位を合せて貼り合せたが、微妙な結晶方位の違い等が結晶成長に悪影響したものである。これに反し、実施例2では種結晶層の表面に凹凸パターンを積極的に設けた事により、むしろこれらの結晶欠陥や方位の微妙なズレなどの結晶成長への悪影響が吸収されるものと考えられる。本比較例より得られる基板は深紫外線用のIII族窒化物単結晶を成長させるためのエピタキシャル用基板としては結晶性が悪く不適であった。

40

#### 【0072】

##### [比較例3]

ベース基板と種基板を兼ねた、C面の8インチ (厚み  $725 \text{ }\mu\text{m}$ ) のサファイア基板の上層にエッチングで  $0.2^\circ$  のオフ・アングルを形成し、エピタキシャル用基板とした。この基板を実施例2と同様にMOCVD法で  $2 \text{ }\mu\text{m}$  のAlNを成膜し、評価した。その

50

結果、EPDは $5 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ であった。基板の(0002)面のXRC測定でのFWHMは $2500 \text{ arcsec}$ で、結晶としては、実施例2に比べかなり質が劣っていた。また、成膜後の基板は全体が大きく反り、真空チャックでは吸着できず、その後のデバイス加工ができなかった。

【0073】

[実施例3]

実施例1において平坦化層を $3 \mu\text{m}$ 厚の $\text{SiO}_2$ から $2 \mu\text{m}$ 厚の $\text{AlAs}$ に変えた以外、他は同じ条件にした。その結果、(1) $\text{AlN}$ セラミックのコアと(2)封止層との構造を有する支持基板に、 $2 \mu\text{m}$ 厚の $\text{AlAs}$ 平坦化層及び、 $0.5 \mu\text{m}$ 厚の $\text{Si}_{1-x}\text{Al}_x\text{N}$ 種結晶層を備えたIII族窒化物系エピタキシャル成長用基板が得られた。このIII族窒化物系エピタキシャル成長用基板に更にHVPF法で $\text{AlN}$ を $50 \text{ nm}$ 積層した。この積層物を $25\% \text{ HCl}$ 水溶液に浸漬して $\text{AlAs}$ 層を溶解し、 $50 \text{ nm}$ の $\text{AlN}$ 結晶を支持基板から切り離した。この $\text{AlN}$ 結晶を円筒研削、スライス、研磨を経て、無垢の8インチの $\text{AlN}$ 単結晶基板、50枚を得た。

【0074】

次いで、上記基板を $\text{AlN}$ のエピタキシャル用基板として実施例1と同じ簡便評価を行った。その結果、EPDは $5.0 \times 10^4 \text{ cm}^{-2}$ と極めて低い転位密度を示した。また、基板の(0002)面のXRC測定でのFWHMは $132 \text{ arcsec}$ と高品質の $\text{AlN}$ 単結晶が得られた。この物は着色が全く見られず、波長 $230 \text{ nm}$ での光線透過率も約90%と良好で深紫外線領域のデバイス基板として好適なものであった。

【0075】

以上で説明した通り、本発明によれば、高品質で大口径なIII族窒化物の単結晶を製作可能なIII族窒化物エピタキシャル成長用基板を安価に提供することができる。

【符号の説明】

【0076】

- 1 複合基板
- 2 種結晶層
- 3 支持基板
- 4 平坦化層
- 5 応力調整層
- 20 III族窒化物の単結晶基板
- 21 剥離位置
- 22 下地基板
- 23 エピタキシャル層

10

20

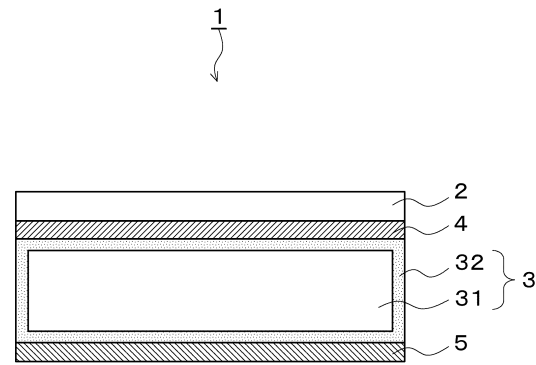
30

40

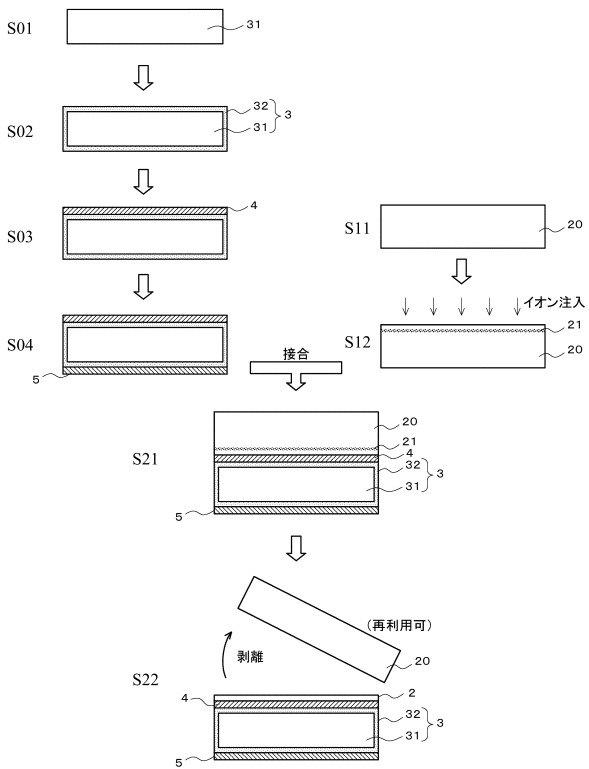
50

【図面】

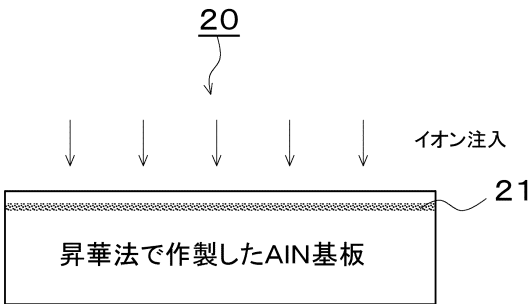
【図 1】



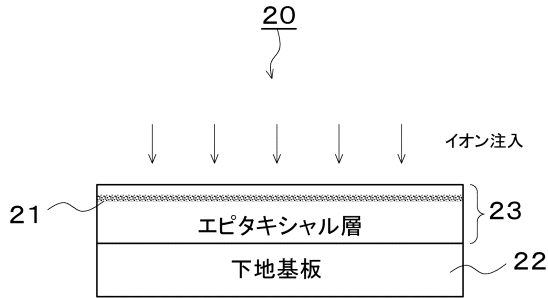
【図 2】



【図 3】



【図 4】



10

20

30

40

50

---

フロントページの続き

(72)発明者 山田 雅人

東京都千代田区大手町2丁目2番1号 信越半導体株式会社 本社内

審査官 今井 淳一

(56)参考文献 米国特許出願公開第2018/0005827(US, A1)

特開2017-114694(JP, A)

特開2004-336079(JP, A)

米国特許出願公開第2014/0070166(US, A1)

(58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)

C30B 29/38