

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2017-522721

(P2017-522721A)

(43) 公表日 平成29年8月10日(2017.8.10)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
HO 1 L 21/205 (2006.01)	HO 1 L 21/205	4 G O 7 7
C 3 O B 29/38 (2006.01)	C 3 O B 29/38	D 4 K O 3 O
C 3 O B 25/18 (2006.01)	C 3 O B 25/18	5 F O 4 5
C 2 3 C 16/34 (2006.01)	C 2 3 C 16/34	5 F 1 5 2
HO 1 L 21/20 (2006.01)	HO 1 L 21/20	

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 33 頁)

(21) 出願番号 特願2016-568626 (P2016-568626)
 (86) (22) 出願日 平成27年5月20日 (2015. 5. 20)
 (85) 翻訳文提出日 平成29年1月18日 (2017. 1. 18)
 (86) 国際出願番号 PCT/EP2015/061132
 (87) 国際公開番号 W02015/177220
 (87) 国際公開日 平成27年11月26日 (2015. 11. 26)
 (31) 優先権主張番号 1454507
 (32) 優先日 平成26年5月20日 (2014. 5. 20)
 (33) 優先権主張国 フランス (FR)

(71) 出願人 594016872
 サントル、ナショナル、ド、ラ、ルシェ
 ルシュ、シアンティフィク、(セーエヌエ
 ルエス)
 フランス国パリ、リュ、ミケ、ランジュ、
 3
 (74) 代理人 100091982
 弁理士 永井 浩之
 (74) 代理人 100091487
 弁理士 中村 行孝
 (74) 代理人 100082991
 弁理士 佐藤 泰和
 (74) 代理人 100105153
 弁理士 朝倉 悟

最終頁に続く

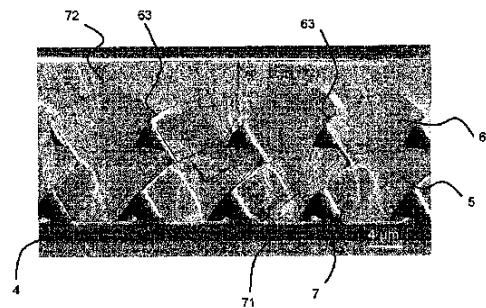
(54) 【発明の名称】 半極性 I I I 族窒化物層を含む半導体材料の製造方法

(57) 【要約】

本発明は、半極性 I I I 族窒化物層を含む半導体材料を、周期的に離れた複数の溝を有する半極性出発基板であって、それぞれの溝が結晶方位 C (0 0 0 1) の第 1 の傾斜側面と、異なった結晶方位の第 2 の傾斜側面とを有する半極性出発基板から製造する方法であって、

- I I I 族窒化物の結晶を、溝の第 1 の傾斜側面上に形成させる段階 (2) であって、I I I 族窒化物の結晶の横方向の成長が、隣接する I I I 族窒化物の結晶間の重なりを誘発させるとともに、I I I 族窒化物の結晶が合着するまで成長を継続させて合着した I I I 族窒化物の結晶の層を形成させるのに適するように、I I I 族窒化物の結晶の成長パラメータが適合されている段階 (2)、
- 2 次元の I I I 族窒化物層を、合着した I I I 族窒化物の結晶の層上に形成させる段階 (3) を含む方法に関する。

FIG 13



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

半極性の I I I 族窒化物層を含む半導体材料を、周期的に距離 L 2 だけ離れた複数の溝 (4 0) を有する出発基板 (4) であって、それぞれの溝 (4 0) が、結晶方位 C (0 0 0 1) の第 1 の傾斜側面 (4 1) と、異なった結晶方位の第 2 の傾斜側面 (4 2) とを有する出発基板 (4) から製造する方法であって、

- I I I 族窒化物の第 1 の結晶 (5) を、溝 (4 0) の第 1 の傾斜側面 (4 1) 上に形成させる段階 (2) であって、I I I 族窒化物の結晶 (5) の横方向の成長が、隣接する I I I 族窒化物の結晶 (5) 間の重なりを誘発させるとともに、第 1 の結晶 (5) 間の重なり領域に沿って広がった空洞 (5 3) を、隣接して重なる 2 つの第 1 の結晶間の交差箇所

10

- 2 次元の I I I 族窒化物層を予め形成された I I I 族窒化物の結晶 (5 、 6) 上に形成させる段階 (3)

を含む、方法。

【請求項 2】

第 2 の結晶 (6) を第 1 の結晶 (5) 上に形成させる段階 (2 - 2) であって、I I I 族窒化物の第 2 の結晶 (6) の横方向の成長が、隣接する I I I 族窒化物の第 2 の結晶 (6) 間の重なりを誘発させるとともに、第 2 の結晶 (6) の重なり領域に沿って空洞 (6 3) を形成させるのに適するように、I I I 族窒化物の第 2 の結晶 (6) の成長パラメータが適合されている段階 (2 - 2) をさらに含む、請求項 1 に記載の方法。

20

【請求項 3】

I I I 族窒化物の結晶 (5 、 6) の成長 (2 、 2 - 2) が、有機金属気相エピタキシー M O V P E 又は水素化物蒸気相エピタキシー H V P E によって実施され、かつ、2 次元の I I I 族窒化物層の形成 (3) が、有機金属気相エピタキシー M O V P E 、水素化物蒸気相エピタキシー H V P E 又は分子のビームエピタキシーによって実施される、請求項 1 及び 2 のいずれか一項に記載の方法。

【請求項 4】

出発基板 (4) をテクスチャリングする段階 (1) をさらに含み、段階 (1) が、出発基板 (4) に複数の溝 (4 0) を形成させるステップを含む、請求項 1 ~ 3 のいずれか一項に記載の方法。

30

【請求項 5】

前記複数の溝を形成させる前記ステップが、

- 開口部 (4 4) を含む周期 L 2 のマスク (4 5) を堆積させるサブステップ、
- 酸浴中での化学的エッチングに先立って、前記マスクを含む出発基板 (4) を、アンモニア N H 3 、及び / 又は、二水素 - 二窒素 H 2 / N 2 混合物を含む雰囲気下、9 0 0 を超える温度でアニーリングするサブステップ、

- 出発基板 (4) を酸浴中に導入することにより、マスク (4 5) の開口部 (4 4) を通じて出発基板 (4) をエッチングして、溝 (4 0) を形成させるサブステップ

を含む、請求項 4 に記載の方法。

40

【請求項 6】

前記エッチングサブステップが、

- N H 3 、 H 2 、 N 2 下でのアニーリングの後又は前に、反応性イオンエッチングにより、前記基板を乾式エッチングすること、及び

- 前記基板を 2 6 0 で湿式エッチングすること

を含む、請求項 5 に記載の方法。

【請求項 7】

摩耗された領域を形成させる前記マスク下における横方向の摩耗により、初期開口部 (4 4) を超える幅の複数の溝 (4 0) を形成させるように、基板 (4) をエッチングするステップのパラメータが適合されており、該複数の溝のそれぞれが、結晶方位 C (0 0 0

50

1)の第1の傾斜側面(41)と、平面C(0001)と異なった結晶方位の第2の傾斜側面(42)、例えばサファイアrの場合には平面(1-101)とを有する、請求項5及び6のいずれか一項に記載の方法。

【請求項8】

前記摩耗された領域を覆うマスクの部分が、超音波浴中の処理を含む清浄処理により除去され、清浄処理の終わりに、基板(4)が、その表面に、実質的に垂直な側面及び溝(40)を有する帯状のマスク(43)を備える、請求項7に記載の方法。

【請求項9】

マスク(45)を堆積させるサブステップが、SiO_xもしくはSiN_xの層又は金属層などの誘電層の堆積、及び、開口部(44)を形成させるための、例えばフォトリソグラフィによる、前記マスクのエッチングを含む、請求項5～8のいずれか一項に記載の方法。

10

【請求項10】

傾斜側面(41)から発生する結晶欠陥を遮断するように、マスク層(45)の厚さが、200nm～100マイクロメートルである、請求項5～9のいずれか一項に記載の方法。

【請求項11】

第1の結晶(5)を形成させる段階(2)が、
 - III族窒化物の緩衝層を、III族窒化物層の有機金属気相エピタキシーMOVPEにより、750未満の温度で堆積させるステップ(22)、
 - 前記緩衝層を、水素を含む雰囲気下、950を超える温度で熱的にアニーリングして、各溝の方位Cの第1の傾斜側面(41)への前記緩衝層の固相移動を生じさせるとともに、それにより、結晶方位C(0001)の第1の結晶核を溝(40)の第1の側面(41)上に形成させるステップ(23)
 を含む、請求項1～10のいずれか一項に記載の方法。

20

【請求項12】

第1の結晶を形成させる段階(2)が、第1の結晶(5)を第1の結晶核上で成長させるステップ(24A)を含み、第1の結晶を成長させるステップ(24A)が、900～1300の温度、 $0.2 \times 10^5 \text{ Pa} \sim 1 \times 10^5 \text{ Pa}$ の圧力で実施される、請求項11に記載の方法。

30

【請求項13】

第1の結晶を形成させる段階(2)が、結晶面(11-20)などの、(0001)に垂直な平面に沿った第1の結晶(5)の成長速度を超える、結晶面(0001)に沿った第1の結晶の成長速度に適する配向成長ステップ(24B)を含む、請求項12に記載の方法。

【請求項14】

III族窒化物の第2の結晶(6)を形成させる段階(2-2)が、
 - シラン及びNH₃に対する950を超える温度での曝露により、第2のSiN_x層(25)を、予め存在する第1の結晶(5)上に堆積させるステップ、
 - 750未満の温度で、III族窒化物の第2の緩衝層を前記第2のSiN_x層上に堆積させるステップ(26)、
 - 前記第2の緩衝層を、水素を含む雰囲気下、950を超える温度で熱的にアニーリングして、前記緩衝層を結晶(5)の面a(11-20)及びc(0001)へ固相移動させるとともに、それにより、第2の結晶核を、第1の結晶(5)の面a(11-20)及びc(0001)上に形成させるステップ(27)
 を含む、請求項2に記載の方法。

40

【請求項15】

第2の結晶(6)を形成させる段階(2-2)が、第2の結晶(6)を前記第2の結晶核上で成長させるステップ(28A)であって、900～1300の温度、 $0.2 \times 10^5 \text{ Pa} \sim 1 \times 10^5 \text{ Pa}$ の圧力で実施されるステップ(28A)を含む、請求項14

50

に記載の方法。

【請求項 16】

第2の結晶(6)を形成させる段階(2-2)が、結晶面(11-20)などの、(0001)に垂直な平面に沿った第2の結晶(6)の成長速度を超える、結晶面(0001)に沿った第2の結晶(6)の成長速度に適する配向成長(28B)ステップを含む、請求項15に記載の方法。

【請求項 17】

出発基板(4)が、公称平面に対しておよそ3°の方位のずれを有してもよい結晶方位r(1-102)のサファイア基板である、請求項1~16のいずれか一項に記載の方法。

10

【請求項 18】

自己支持性の又は外来基板上にエピタキシーされた半極性GaN層を含む半導体材料であって、前記半導体材料が、合着したIII族窒化物の結晶(5、6)、隣接するIII族窒化物の結晶(5、6)の重なりを含む半極性GaN層を含み、前記半導体材料が、重なる結晶の合着後、2つの隣接する結晶間の交差箇所で、結晶(5)間の会合面に広がった空洞(53、63)を含み、広がった空洞(53、63)のそれぞれが、前記結晶間の重なり領域に沿って広がっていることを特徴とする、半導体材料。

【請求項 19】

広がった空洞(53、63)のそれぞれが、少なくとも、前記基板の結晶ファセット(0001)により画定される平面を覆う平面内に広がっている、請求項18に記載の半導体材料。

20

【請求項 20】

前記III族窒化物層が、400秒角未満の半値全幅を有する、これらの平面上におけるX線ビームの入射角の関数としての、結晶面{11-22}のX線回折強度の曲線により特徴付けられる、請求項18及び19のいずれか一項に記載の半導体材料。

【請求項 21】

請求項1~27のいずれか一項に記載の方法を実施することにより得られ、 $1.3 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$ 以下の、好ましくは $7 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ 未満の転位密度を有する、請求項18~20のいずれか一項に記載の半導体材料。

【請求項 22】

請求項1~27のいずれか一項に記載の方法の第1段階の1及び2を実施することにより得られ、陰極ルミネセンスにより測定される $1.1 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$ 以下の、好ましくは $5 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ 未満の非放射性中心の密度を有する、請求項18~21のいずれか一項に記載の半導体材料。

30

【請求項 23】

請求項1~27のいずれか一項に記載の方法を実施することにより得られ、 $1 \times 10^3 \text{ cm}^{-1}$ 以下の、好ましくは 70 cm^{-1} 以下の透過電子顕微鏡測定によって決定される積層欠陥密度を有する、請求項18~22のいずれか一項に記載の半導体材料。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

40

【0001】

本発明は、窒化ガリウム層などの周期表のIII族元素の窒化物の半極性層を含む半導体材料の製造の一般的技術分野に関する。

【0002】

とりわけ、本発明は、表面積が大きく半極性窒化ガリウム層を含む半導体材料のウェファの製造に関する。

【0003】

半導体材料は、発光ダイオード(LED)又はレーザダイオード(LD)などの半導体構造の製作が意図されている場合がある。

【背景技術】

50

【 0 0 0 4 】

周期表Ⅲ族の元素の窒化物に基づく半導体材料は、エレクトロニクス及び光電子工学分野において、とりわけ発光ダイオード（LED）又はレーザダイオード（LD）などの半導体要素の製造のために重要な地位を占めることが増している。

【 0 0 0 5 】

半導体材料に基づくⅢ族窒化物を製造するための最新の方法は、サファイア基板などの異なった性質の出発基板で窒化ガリウムGaNの結晶などの結晶を成長させる、いわゆるヘテロエピタキシー技法に依存する。

【 0 0 0 6 】

それにも拘わらず、ヘテロエピタキシー技法は、Ⅲ族窒化物構造中に転位などの多数の結晶欠陥を誘発して、Ⅲ族窒化物系要素の性能及び寿命を限定する。

10

【 0 0 0 7 】

これらの欠陥は、出発基板（その上でⅢ族窒化物の成長が実施される）とそれから半導体要素が製造されるⅢ族窒化物層との間の材料における差から生ずる。

【 0 0 0 8 】

例えば、窒化ガリウム（GaN）層の製造の場合に、成長のために一般的に使用される出発基板は、結晶格子パラメータ（即ち格子胞セルパラメータ）及び熱膨張パラメータがGaNと非常に異なるサファイアである。

【 0 0 0 9 】

現在では、製造技法における改善により、限られた数の結晶欠陥を有するGaN層（連なった転位の密度 $TDD < 5 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$ ）を製造することが可能である。

20

【 0 0 1 0 】

大部分の最新の製造方法は、極性と呼ばれる方位C（0001）のGaN層を得ることを可能にする。実際、これらの製造方法では、方位C（0001）のサファイアAl₂O₃基板を使用してGaN層を成長させる。

【 0 0 1 1 】

極性方位のGaN層上に生じさせたオプトエレクトロニクスのコンポーネント、電子部品は、就中、材料の非理想的六方晶系の構造（c/a比が1.633と異なる）及びGaN結合のイオン性の特徴に基づく分極効果に従う。このことは極性GaN層で生ずる発光ダイオード（LED）の内部量子効率などの、これらのオプトエレクトロニクスコンポーネント、電子部品の効率をかなり低下させる。

30

【 0 0 1 2 】

何年の間、多数の研究グループが、これらの分極効果を部分的に排除した他の結晶方位（半極性方位）に関わった。

【 0 0 1 3 】

それにも拘わらず、C（0001）と方位が異なったサファイアAl₂O₃基板上のGaN層の成長によって、半極性又は非極性方位のGaN層を得ることが可能になるとしても、そのような半極性GaN層の結晶の品質は、とりわけ、積層欠陥（BSF）が原因で、オプトエレクトロニクスコンポーネント、電子部品の製造を可能にするためには十分でない。半極性又は非極性GaNの欠陥密度を減少させる狙いで、下記論文に記載されたように、エピタキシーの横方向の過成長（ELO）の技法が開発された。

40

・「Improved quality (11-20) a-plane GaN with sidewall lateral epitaxial overgrowth」
Imer B., Wu F., DenBaars S., 及びSpeck J., 2006 Appl. Phys. Lett. 88061908;

・「Sidewall epitaxial lateral overgrowth of nonpolar a-plane GaN by metalorganic vapor phase epitaxy」, Iida D, Kawashima T., Iwaya M., Kamiyama S., Amano H. 及びAkasaki I., 2008 Phys. Stat. Sol. c51575;

50

- ・「Improvements in a-plane GaN crystal quality by a two-step growth process」Hollander J.L., Kappers M.J., McAleese C. 及び Humphreys C.J. 2008 Appl. Phys. Lett. 92101104
- ・「Improved semipolar (11-22) GaN quality using asymmetric lateral epitaxy」、de Mierry P., Kriouche N., Nemoz M. 及び Nataf G. 2009 Appl. Phys. Lett. 94191903。

【0014】

同様に、下記論文に記載されているように、テクスチャリングされた基板からの選択的領域成長 (SAG) エピタキシーの技法が開発された。

- ・「Investigation on microstructure in GaN epitaxial growth on the stripe-patterned r-plane sapphire substrates」、Chen H.G., Ko T.S., Chang L., Wu Y.H., Lu T.C., Kuo H.C. and Wang S.C. 2008 J. Cryst. Growth 3101627;

- ・「Growth and coalescence behavior of semipolar (11-22) GaN on pre-structured r-plane sapphire substrates」、Schwaiger S., Metzner S., Wunderer T., Argut I., Thalmair J., Lipski F., Wieneke M., Blasing J., Bertram F., Zweck J., Krost A., Christen J. and Scholz F. 2011 Phys. Stat. Sol. b248588;

- ・「Semipolar GaN films on patterned r-plane sapphire obtained by wet chemical etching」、de Mierry P., Kriouche N., Nemoz M., Chenot S. and Nataf G. 2010 Appl. Phys. Lett. 96231918;

- ・「Growth Mechanism of Nonpolar and Semipolar GaN Layers from sapphire Sidewalls on Various Maskless Patterned Sapphire Substrates」、Okada N., Oshita H., Kurisu A. and Tadatomo K. 2011 Jpn. J. Appl. Phys. 50035602」;

- ・「A Nonpolar a-Plane GaN Grown on a Hemispherical Patterned r-Plane Sapphire Substrate」、by Yoo G., Park H., Lim H., Lee S., Nam O., Moon Y., Lim C., Kong B. and Cho H. 2011 Jpn. J. Appl. Phys. 50042103;

- ・「Semipolar GaN grown on foreign substrates: a review」、Scholz F. 2012 Semicond. Sci. Technol. 27024002;

- ・「Growth of Semipolar (11-22) GaN Layer by Controlling Anisotropic Growth Rate in r-Plane Patterned Sapphire Substrate」、Okada N., Kurisu H. and Tadatomo K. 2009 Appl. Phys. Exp. 2091001。

【0015】

これらの技法は、半極性 GaN 層の構造的品質に改善をもたらすが、極性 GaN の品質

10

20

30

40

50

を得ることは可能にならない。

【0016】

これらと同様、一例である文献GB2502818では、横方向の及び局在化されたGaN結晶の成長を得るためのナノ柱を生じさせることが提案されている。前記結晶は合着により集合して、マスクとそれらの接合点の間に三角形の空洞を残す。しかしながら、欠陥は、結晶間で伝播して、得られる層の品質は最適ではない。

【0017】

現在では、品質が極性GaN層のものに近い半極性GaN層を得ることを可能にする唯一の方法は、

- 非常に厚い極性GaN層を成長させること、
- 極性GaN層を横断的に切って半極性GaNの溝(trench)を得ること、及び
- 半極性GaNの溝を研磨すること

にある。

【0018】

この方法により、 $1 \sim 5 \text{ cm}^2$ の表面積の半極性GaNの溝を得ることが可能になり、これらの溝は、極性GaN層と実質的に同一の品質を有する。それにも拘わらず、これらの溝の寸法が小さいために、この方法の工業化は可能にならない。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0019】

本発明の目的は、

- 極性III族窒化物層と同じ寸法を有し、及び
- 極性III族窒化物層と実質的に同等又はそれをさらに超える品質を有する半極性III族窒化物層を製造する方法を提案することである。

【課題を解決するための手段】

【0020】

この目的のために、本発明は、半極性のIII族窒化物層を含む半導体材料を、周期的に距離Lだけ離れた複数の溝を有する出発基板であって、それぞれの溝が、結晶方位C(0001)の第1の傾斜側面と、異なった結晶方位の第2の傾斜側面とを有する出発基板から製造する方法であって、

- III族窒化物の第1の結晶を、溝の第1の傾斜側面上に形成させる段階であって、III族窒化物の結晶の横方向の成長が、隣接するIII族窒化物の結晶間の重なりを誘発させるとともに、第1の結晶間の重なり領域に沿って空洞を形成させるのに適するように、III族窒化物の結晶の成長パラメータが適合されている段階、

- 2次元のIII族窒化物層を予め形成されたIII族窒化物の結晶上に形成させる段階

を含む方法を提案する。

【0021】

上記方法の好ましい非限定的な態様は、以下の通りである：

【0022】

- 上記方法が、第2の結晶を第1の結晶上に成長させる段階であって、III族窒化物の第2の結晶の横方向の成長が、隣接するIII族窒化物の第2の結晶間の重なりを誘発させるとともに、第2の結晶の重なり領域に沿って空洞を形成させるのに適するように、III族窒化物の第2の結晶の成長パラメータが適合されている段階をさらに含む；

【0023】

- III族窒化物の結晶の成長が、有機金属気相エピタキシーMOVPE又は水素化物蒸気相エピタキシーHVPEによって実施され、かつ、2次元のIII族窒化物層の形成が、有機金属気相エピタキシーMOVPE、水素化物蒸気相エピタキシーHVPE又は分子ビームエピタキシーによって実施される；

【0024】

10

20

30

40

50

- 上記方法が、出発基板をテクスチャリング (texturing) する段階をさらに含み、該段階が、出発基板に複数の溝を形成させるステップを含む；

【0025】

- 複数の溝を形成させるステップが、
 - 開口部を含む周期 L 2 のマスクを堆積させるサブステップ、
 - 酸浴中での化学的エッチングに先立って、マスクを含む出発基板を、アンモニア NH₃、及び / 又は、二水素二窒素 H₂ / N₂ 混合物を含む雰囲気下、900 を超える温度でアニーリングするサブステップ；
 - 出発基板を酸浴中に導入することにより、マスクの開口部を通して出発基板をエッチングして、溝を形成させるサブステップ

10

【0026】

- 上記エッチングサブステップが、
 - NH₃、H₂、N₂ 下でのアニーリングの後又は前に、反応性イオンエッチングにより、基板を乾式エッチングすること、及び
 - 基板を 240 ~ 280 の温度で湿式エッチングすること

【0027】

- 摩耗された領域を形成させるマスク下における横方向の摩耗により、初期開口部を超える幅の複数の溝を形成させるように、基板をエッチングするステップのパラメータが適合されており、該複数の溝のそれぞれが、結晶方位 C (0001) の第 1 の傾斜側面と、平面 C (0001) と異なった結晶方位の第 2 の傾斜側面、例えばサファイア r の場合には平面 (1 - 101) とを有する；

20

【0028】

- 摩耗された領域を覆うマスクの部分が、超音波浴中の処理を含む清浄処理により除去され、清浄処理の終わりに、基板が、その表面に、実質的に垂直な側面及び溝を有する帯状のマスクを備える；

【0029】

- マスクを堆積させるサブステップが、SiO_xもしくはSiN_xの層又は金属層などの誘電層の堆積、及び、開口部を形成させるための、例えばフォトリソグラフィによる、マスクのエッチングを含む；

30

【0030】

- 傾斜側面 i から発生する結晶欠陥を遮断するように、マスク層の厚さが、200 nm ~ 100 マイクロメートルである；

【0031】

- 第 1 の結晶を形成させる段階が、
 - III 族窒化物の緩衝層を堆積させるステップ、
 - 緩衝層を熱的にアニーリングして、各溝の方位 C の第 1 の傾斜側面への緩衝層の固相移動を生じさせるとともに、それにより、第 1 の結晶核を形成させるステップ

40

【0032】

- 緩衝層を堆積させるステップが、有機金属気相エピタキシー MOVPE により、750 未満の温度で III 族窒化物層を堆積させることを含む；

【0033】

- 緩衝層を熱的にアニーリングするステップが、水素を含む雰囲気下、950 を超える温度で実施されて、結晶方位 C (0001) の第 1 の結晶核を溝の第 1 の側面上に創り出す；

【0034】

- 第 1 の結晶を形成させる段階が、第 1 の結晶を第 1 の結晶核上で成長させるステップを含む；

50

【0035】

- 第1の結晶を成長させるステップが、900 ~ 1300 の温度、 0.2×10^5 Pa ~ 1×10^5 Pa の圧力で実施される；

【0036】

- 第1の結晶を形成させる段階が、結晶面(11-20)などの、(0001)に垂直な平面に沿った第1の結晶の成長速度を超える、結晶面(0001)に沿った第1の結晶の成長速度に適する配向成長(oriented growth)ステップを含む；

【0037】

- 配向成長ステップが、 0.03×10^5 Pa ~ 0.5×10^5 Pa の圧力、900 ~ 1300 の温度、及び、250 ~ 3000 のV族/III族の比で実施される；

10

【0038】

- III族窒化物の第2の結晶を形成させる段階が、
 - シラン及びNH₃に対する950 を超える温度での曝露により、第2のSiNx層を、予め存在する第1の結晶上に堆積させるステップ、
 - III族窒化物の第2の緩衝層を、第2のSiNx層上に堆積させるステップ、
 - 第2の緩衝層を熱的にアニーリングして、緩衝層を結晶面a(11-20)及びc(0001)へ固相移動させるとともに、それにより、第2の結晶核を形成させるステップを含む；

20

【0039】

- 第2の緩衝層を堆積させるステップが、III族窒化物層の有機金属気相エピタキシーEVPOMによる、温度750 未満での堆積を含む；

【0040】

- 緩衝層を熱的にアニーリングするステップが、水素を含む雰囲気下、950 を超える温度で実施されて、第2の結晶核を結晶面a(11-20)及びc(0001)上に創り出す；

【0041】

- 第2の結晶を形成させる段階が、第2の結晶を第2の結晶核上に成長させるステップを含む；

【0042】

- 第2の結晶を成長させるステップが、900 ~ 1300 の温度、 0.2×10^5 Pa ~ 1×10^5 Pa の圧力で実施される；

30

【0043】

- 第2の結晶を形成させる段階が、結晶面(11-20)などの、(0001)に垂直な平面に沿った第2の結晶の成長速度を超える、結晶面(0001)に沿った第2の結晶の成長速度に適する配向成長ステップを含む；

【0044】

- 配向成長ステップが、 0.03×10^5 Pa ~ 0.5×10^5 Pa の圧力、900 ~ 1300 の温度、及び、250 ~ 3000 のV族/III族の比で実施される；

【0045】

- 出発基板が、結晶方位r(1-102)のサファイア基板である；

40

【0046】

- 出発基板が、公称平面(nominal plane)に対しておよそ3°の方位のずれを有してもよい結晶方位r(1-102)のサファイア基板である；

【0047】

- III族窒化物層が、半極性の方位(11-22)の窒化ガリウム層である。

【0048】

また、本発明は、自己支持性の又は外来基板上にエピタキシーされた半極性GaN層を含む半導体材料であって、合着したIII族窒化物の結晶、隣接するIII族窒化物の結晶の重なりを含む半極性GaN層を含むことを特徴とする半導体材料に関する。

50

【0049】

半導体材料の好ましい非限定的な態様は、以下の通りである：

【0050】

- 材料が、重なる結晶の合着後、結晶間に広がった空洞 (extended cavities) を含む；

【0051】

- 広がった空洞のそれぞれが、結晶間の重なり領域に沿って広がっている；

【0052】

- 広がった空洞のそれぞれが、少なくとも、基板の結晶ファセット (crystallographic facet) (0001) により画定 (defined) される平面を覆う平面に広がっている；

10

【0053】

- III族窒化物層が、400秒角未満の半値全幅を有する、これらの平面上のX線ビームの入射角の関数としての、結晶面 {11-22} のX線回折強度の曲線により特徴付けられる；

【0054】

- $1.3 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$ 以下の、好ましくは $7 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ 以下の転位密度を有する材料が、本発明による方法を実施することにより得られる；

【0055】

- $1.1 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$ 以下の、好ましくは $5 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ 以下の陰極ルミネセンスにより測定される非放射性中心の密度を有する材料が、本発明による方法の第1段階を実施することにより得られる；

20

【0056】

- $1 \times 10^3 \text{ cm}^{-1}$ 以下の、好ましくは 70 cm^{-1} 以下の透過電子顕微鏡測定により決定される積層欠陥密度 (stacking fault density) を有する材料が、本発明による方法を実施することにより得られる。

【0057】

本発明による方法及び関連する製品の他の利点及び特性は、非限定的な例として示された幾つかの実施の変更に関する以下の記載から、そして、添付図面から、明らかになるであろう。

【図面の簡単な説明】

30

【0058】

【図1】図1は、本発明による半導体材料を製造する方法の例を示す図である。

【図2a】図2aは、出発基板、とりわけサファイアrの基板をテクスチャリングする様々なステップを模式的に説明する横断面図である。

【図2b】図2bは、テクスチャリングする前のマスクを模式的に示す平面図である。

【図3】図3は、成長の10分後の方位(11-22)の半極性GaN結晶の横断面における走査電子顕微鏡(SEM)像である。

【図4】図4a~4dは、出発基板上における半極性GaN層の成長の様々な例を示す図である。

【図5】図5は、1.5時間成長後に得られた重なっているIII族窒化物の結晶の横断面におけるSEM像である。

40

【図6】図6は、図5の結晶の完全な合着後に得られた方位(11-22)の半極性GaN層の横断面におけるSEM像である。

【図7】図7は、半極性GaN層及び極性GaN層の14Kにおけるフォトルミネッセンススペクトルを示すグラフである。

【図8】図8a及び8bは、半極性GaN層の溝(trench)(図8a)及び上面(図8b)で発光されたルミネッセンスを示す77Kにおける陰極ルミネッセンス像である。

【図9】図9は、半極性GaN層の表面の透過電子顕微鏡(TEM)像である。

【図10a】図10aは、2つの隣接するGaN結晶の会合(meeting)によって形成された合着空洞(coalescence cavity)に直接的に沿って位置する領域のTEM像である。

50

【図10b】図10bは、GaN結晶の成長の第1ステージにおける転位（dislocation）の湾曲（curvature）を示す模式図である。

【図11a】図11aは、ファセットcに近い領域のTEM像である。

【図11b】図11bは、マスクによる結晶欠陥の遮断を示す図である。

【図12】図12は、第1のGaN結晶と第2のGaN結晶の重ね合わせ（superposition）を含むGaN層を示すSEM像である。

【図13】図13は、第1のGaN結晶と第2のGaN結晶との重ね合わせを含むGaN層を示すSEM像である。

【図14】図14は、図13に対応するGaN層の表面の77Kにおける陰極ルミネセンス像である。

【図15】図15は、試料が平面（11-22）に垂直な軸の一方の側に傾斜している場合に、平面（11-22）により回折された強度の半値全幅の測定を示す図である。

【発明を実施するための形態】

【0059】

III族窒化物系半導体材料を製造する方法の例を、ここで詳細に説明する。

【0060】

上記方法は、窒化ガリウム（以下「GaN」と称する）の層を含む半導体材料の製造に関して説明される。

【0061】

但し、以下で説明する方法が、GaN以外のIII族窒化物層、例えば、発光ダイオードなどの半導体構造を製造するために使用され得る任意の合金（Ga、Al、In、B）Nなど、を含む材料を成長させるために使用することができることは、当業者に自明である。

【0062】

1. 製造方法

図1を参照して、GaN層を含む半導体材料を製造する方法の例を説明する。

【0063】

方法は、サファイアタイプの出発基板をテクスチャリングする段階1と、テクスチャリングされたサファイアから第1のGaN結晶を形成する段階2と、必要に応じて実施されてもよい、第1のGaN結晶上に第2のGaN結晶を形成する段階2-2と、結晶（第1又は第2の結晶）を合着（coalescence）して2次元のGaN層を形成させる段階3とを含む。

【0064】

1.1. テクスチャリング段階

テクスチャリング段階1の目的は、結晶方位r（1-102）のサファイア基板などの出発基板4に溝40を創り出すことにある。この基板は、場合により、公称方位（nominal orientation）に対しておよそ3°の方位のずれ（disorientation）を有していてもよい。

【0065】

これらの溝は、当業者に公知のエピタキシー関係（epitaxy relations）に従って、GaN（0001）の成長を可能にする少なくとも1つのファセットを含む傾斜側面（inclined flanks）を有する。

【0066】

好ましくは、これらの溝40は、周期的な間隔で離れている。これにより、GaN層を含む半導体材料であって、半導体構造の製造に有用なGaN層の表面が規則的に間隔を置いて離れている（そのことが前記構造の製造を容易にする）半導体材料を得ることが可能になる。

【0067】

各溝40は、2つの傾斜側面41、42：

- GaN（0001）の成長に適する結晶方位C（0001）の第1の傾斜側面41、

10

20

30

40

50

及び

- 異なった結晶方位の（即ち、平面C以外の）、例えば、サファイアrの場合には結晶方位（1-101）の、第2の傾斜側面42を含む。

【0068】

出発基板4は、Si、AlN、GaN、GaAs、Al₂O₃（サファイア）、ZnO、SiC、LiAlO₂、LiGaO₂、MgAl₂O₄、4H-SiC、又は、基板の傾斜側面から窒化ガリウム（0001）の成長を実施するための、当業者に公知の任意の他のタイプの出発基板の中から選択することができる。それは、数百マイクロメートル、一般的に350マイクロメートルの厚さを有することができる。

10

【0069】

図2aを参照すると、テクスチャリングする段階1は、第1ステップにおいて、マスク45を周期L2で、開口部44を含む帯状の形態で堆積させることを含む。マスク45の開口部44は、出発基板4中に創り出される溝40の位置を画定（define）することを可能にする。

【0070】

有利なことに、この第1ステップの後、基板を、（H₂、N₂、NH₃）を含むガス環境中において、900以上の温度でアニーリングすることができる。これは、化学的エッチングの間に、再現性のある様式で、完全に配向（oriented）した（とりわけ、サファイアrの基板の表面と58°の角度で配合した）ファセットC（0001）の形成を有利にする効果を有する。

20

【0071】

次に、出発基板4を、開口部44を通じてエッチングして、溝40を形成させる。出発基板4のこのエッチングは、例えば、出発基板4を、温度を260にした、例えば式H₃PO₄/H₂SO₄（1:3の体積比率）の酸浴中に導入することにより実施される。

【0072】

このエッチングは、最初に、RIE（反応性イオンエッチング）タイプの乾式エッチング、続いて、酸浴中への、例えば240~280の温度、好ましくは260にした上記酸浴中への、出発基板4の導入によっても実施することができる。

【0073】

湿式化学的エッチングは、マスクの下で深いエッチングと同時に横に一方向のエッチングを成し遂げ、鋸歯状物（crenelation）43とも呼ばれる、溝の上に付着したマスクキャップにより覆われたファセットC41の外見をもたらす。溝40及び鋸歯状物43の幅は、化学的摩耗時間（chemical abrasion time）に依存する。エッチングステップ中に形成された2つのファセットC41間の距離は、一定のままであり、L2と等しい。開始時（エッチング前）におけるマスクの周期L2は、このようにして、エッチング後の2つのファセットCの間隔を規定（define）することを可能にする。L2の値は、例えば10µmである。ファセットCから形成された結晶核の合着に必要な時間は、L2に依存する。成長が水素化物蒸気相エピタキシー（HVPE）によって実施される場合、高い成長速度により、L2は少なくとも1mmまで増大することが可能になる。

30

40

【0074】

次に、摩耗された領域を覆うマスクの部分（「キャップ」）が、基板を、少なくとも1分間、例えば脱イオン水、アセトン又はイソプロパノールであってもよい浴中で超音波浴に曝露することを含む清浄処理（cleaning procedure）により除去される。このステップの後に得られたマスクの側面は、急勾配であり、ファセットCの上に侵入（encroach）しない。エッチング後の基板の超音波浴への曝露は、マスク残留物を排除することを可能にする。

【0075】

テクスチャリング段階1の終わりに、溝40を含むテクスチャリングされた出発基板4が得られ、各溝は、結晶方位C（0001）の第1の傾斜側面41と、異なった結晶方位

50

(1-101)の第2の傾斜側面42とを含み、鋸歯状物43は、急勾配の端部を有するマスクであって、サファイアの側面に侵入しないマスクによって覆われる。基板4の上側のファセットr上のマスクの存在は、マスク45により覆われた領域上のGaNの任意の寄生的成長(parasitic growth)を回避することを可能にする。

【0076】

溝40は、幅/幅比が1未満、又は0.1未満の深さを有する。例として、図2aの溝40は、6000nmの幅に対して200nmの深さを有する。溝40をこの寸法にすることにより、小さい寸法のファセットを得ることが可能になる。溝40の深さに関連するファセット(0001)のサイズは、例えば300nmであるが、欠陥を誘発し得る表面を形成する核を減少させるためには、300nm未満であることが有利であり、少なくとも200nmと等しいことが好ましいが、それ未満であってもよい。化学的摩耗により、小さい寸法のファセットを得ることが可能になる。

10

【0077】

マスク45は、誘電材料又は金属材料製のマスクであってもよい。マスク45が誘電マスクである場合、構成材料は、好ましくは、SiNx(SiN、Si₃N₄など)又はSiO₂又はTiNタイプのものである。これにより、マスク端部に生ずる欠陥を最小化し、それにより、後でその上にエピタキシーされる窒化ガリウム層の品質を改善することが可能になる。マスク45が金属マスクである場合、構成材料は、好ましくは、タングステン(W)又はモリブデン(Mo)又はクロム(Cr)タイプのものである。(この場合、金属が、酸浴中でエッチングされる間、誘電により保護されなければならないことに注意すべきである)。

20

【0078】

マスクがSiNxタイプのものである場合、マスク45の堆積は、GaN成長チャンバー中で、シラン及びアンモニアから直接出発基板に実施されてもよい。マスクのこの堆積は、当業者に公知の任意の他の技術により実施されてもよい。

【0079】

例えば、一実施形態において、マスク45(誘電又は金属)の堆積ステップは、

- 成長支持体の表面全体上への層(誘電又は金属)の堆積、及び
- 層(誘電又は金属)中の開口部を画定して、出発基板の表面のマイクロメートルオーダーの領域を露出させるような、(誘電又は金属)層の(とりわけ、フォトリソグラフィによる)エッチングを含む。

30

【0080】

エッチング中に画定された開口部44は、断続的であっても、帯状の形態であってもよい。有利なことに、断続的な開口部44は、半径10マイクロメートル未満の円に形成(inscribe)されてもよいが、帯状形態の開口部44は、10マイクロメートル未満の幅を有し、帯状部分の長さは、出発基板4の寸法によって限定されるだけである。

【0081】

好ましくは、マスク層45の厚さは、少なくとも200nmに等しい。これにより、BSFの積層欠陥(stacking defect)及びGaN結晶の形成の後期の段階で形成されるGaN結晶に存在する転位(dislocation)の部分を遮断することが可能になる。特に、ファセットCに平行な厚さdの任意の欠陥領域は、 $d / \cos(\quad)$ 以上の厚さeのマスクにより効率的に遮断され得る(は、ファセットcが表面となす角度である(図11bを参照されたい))。

40

【0082】

1.2. GaN結晶形成段階

有利なことに、テクスチャリングされた出発基板4は、アンモニアNH₃雰囲気下、900を超え、好ましくは1000を超える温度で、第1のGaN結晶5を形成する段階2を実施中に、基板4のアニーリングを含む窒化の第1ステップ20を含むことができる。これにより、GaNの堆積の任意の後期のステップを容易にすることが可能になる。

50

【0083】

第1のGaN結晶5の形成の段階2は、好ましくは、例えば、シランSiH₄への及びアンモニアNH₃への、900を超え、好ましくは1000を超え温度での曝露による、出発基板4の上への、単層10個未満の厚さのSiNx層の堆積ステップ21と、それに続く第1の緩衝層、例えばGaNの堆積ステップ22とを含む。

【0084】

第1の緩衝層は、低温で（典型的には、750未満の温度で）、例えば、有機金属気相エピタキシー（MOVPE）又は水素化物蒸気相エピタキシー（HVPE）による堆積技術を実施することにより、堆積される。（第1の）緩衝層の厚さは、好ましくは、25nmを超える。

10

【0085】

次に、第1の緩衝層を熱処理して、出発基板4の溝40における結晶方位C（0001）の傾斜側面41の表面レベルへの、第1の緩衝層の移動を誘発させる。

【0086】

より詳細には、水素下、950以上の温度で熱的にアニーリングするステップ23を実施して、この移動を誘発し、結晶方位C（0001）の第1の結晶核を、出発基板4の溝40の結晶方位C（0001）の傾斜側面41上に形成させる。

【0087】

次に、第1のGaN結晶5の成長ステップ24A（例えばMOVPE又はHVPEにより）を、結晶方位C（0001）のGaNの第1の結晶核上に実施する。この成長ステップ24Aは、900～1300の温度、0.2パール～1パールの圧力、即ち0.2×10⁵Pa～10⁵Paの圧力、及び、500～6000のV族/III族の比で実施することができる。

20

【0088】

好ましくは、MOVPE反応器の関係で、このステップ24Aのための成長パラメータは、0.5パール～1パール（即ち0.5×10⁵Pa～1×10⁵Pa）の圧力、1080～1100の温度、1000～3500のV族/III族の比であってもよい。これらのパラメータが、反応器及び採用される成長方法（MOVPE又はHVPE）の関数として変化することは明らかである。

【0089】

第1の結晶5を形成させる段階2は、このように、結晶面（11-20）などの、結晶面（0001）に垂直な平面に沿った第1の結晶5の成長速度を超える、結晶面（0001）に沿った第1の結晶5の成長速度に適する配向成長ステップ24Bを含む。第1の結晶5の配向成長のために、及び、この成長が、互いに離れたファセット上で起こるという事実に基づいて、ファセット間の基板4上における第1の結晶5の成長は存在しないので、三角形の空洞52は、基板4と第1の結晶5との間でファセット間に形成される。

30

【0090】

したがって、ステップ24Bの間に、成長パラメータ（例えばMOVPE又はHVPEによる）は、ある結晶面の成長速度を他の結晶面の成長速度と比較して有利にするように適合される。より詳細には、成長パラメータは、平面（11-20）に沿った第1の結晶5の成長速度を、他の平面、とりわけ平面C（0001）及び（11-22）に沿った成長速度と比較して制限するように適合される。これにより、隣接する第1のGaN結晶5の間で重なることを有利にすることが可能になる。

40

【0091】

とりわけ、配向成長ステップ24Bは、0.03パール～0.5パール（即ち、0.03×10⁵Pa～0.5×10⁵Pa）の圧力、900～1300の温度、及び、250～3000のV族/III族の比で実施することができる。好ましくは、配向成長ステップ24Bは、0.1パール～0.5パール（即ち、0.1×10⁵Pa～0.5×10⁵Pa）の圧力、1000～1300の温度、及び、500～3000のV族/III族の比で実施される。

50

【0092】

この重なりは、第1のGa₂N結晶5を通じて伝播する結晶欠陥の遮断を誘発する。高品質の半極性Ga₂N層を含む半導体材料は、それにより得られる。

【0093】

第1のGa₂N結晶5の成長は、隣接する第1のGa₂N結晶5が重なるまで継続される。この重なりは、長引かされたステップ24Bにより強調されてもよく、それにより、重なり終端で会合平面(meeting plane)内の結晶間に広がった空洞53の創出がもたらされる。好ましくは、第1の結晶の重なりは、1μmを超える距離にわたって、成長の方向に広がる。

【0094】

三角形の空洞52は、基板4と接触しており、ファセットに局在化する領域における第1の結晶5の配向成長から生ずるが、それに対して、広がった空洞53は、第1の結晶の相互の交差から生ずる。

【0095】

一般的に言えば、広がった空洞53は、三角形の空洞52の上に位置するが、それは、三角形の空洞は、第1の結晶がまだ出合わないレベルに位置するが、それに対して、広がった空洞53は、この出合いのレベルに位置するからである。

【0096】

これらの広がった空洞は、これらの空洞の1つと出会う欠陥の完全な遮断を確実にする。

【0097】

第1のGa₂N結晶5の成長ステップが終わると、第1のGa₂N結晶の形成の段階2は停止される。

【0098】

上記方法は、合着の段階3を実施することにより、2次元のGa₂N層が得られるまで継続することができる。2次元のGa₂N層を得るために、例えば、以下の成長条件を実施することができる：0.03~0.8パール(即ち、 0.3×10^4 Pa~ 0.8×10^5 Pa)の圧力、1060~1080の温度、及び、1500~4000のV族/III族の比。

【0099】

変形例では、上記方法は、第1のGa₂N結晶5上に第2のGa₂N結晶6を形成する段階2-2を実施することにより、継続することができる。段階2-2は、段階2と同じステップを含み、成長条件は同様な条件が選ばれる。段階2のステップを1回又は複数回繰り返すことにより、半導体材料のGa₂N層の結晶の品質をさらに改善することが可能になる。

【0100】

第2の結晶の形成段階2-2が実施されるとき、上記方法は、シラン及びNH₃への、950を超える温度での曝露による、第1のGa₂N結晶5上におけるSiNx層の堆積ステップ25を含むことができる。次に、第2の緩衝層の堆積ステップ26を実施する。この第2の緩衝層は、第1の緩衝層と同じ条件下で(即ち、MOVPE又はHVPEにより低温750未満で)堆積させたGa₂N層であってもよい。

【0101】

第2の緩衝層は、熱的にアニーリングされて(ステップ27)、第2の結晶性結晶核を、第1の結晶5の表面に、好ましくは、結晶5の結晶面c(0001)及びa(11-20)上に形成する。好ましくは、該緩衝層を熱的にアニーリングするステップ27は、水素を含む雰囲気下、950を超える温度で実施されて、結晶5の面a(11-20)及びc(0001)上に第2の結晶核を創る。

【0102】

次に、第2の結晶核からの第2のGa₂N結晶6の成長ステップ28AをMOVPE又はHVPEにより実施する。

10

20

30

40

50

【0103】

第2の結晶6を形成させる段階2-2は、結晶面(11-20)などの、(0001)に垂直な平面に沿った第2の結晶6の成長速度を超える、結晶面(0001)に沿った第2の結晶6の成長速度に適する配向成長ステップ28Bを含む。

【0104】

したがって、配向成長ステップ28Bは、ステップ28Aに続いて実施され、このステップでは、第2のGaN結晶6の成長の条件が、平面c(0001)及び(11-22)に沿ったそれらの成長を有利にして、平面a(11-20)に沿ったそれらの成長を遅くするように適合される。これにより、隣接する第2のGaN結晶6間の重なりを有利にすることが可能になる。

10

【0105】

とりわけ、配向成長ステップ28Bは、0.03パール~0.5パール(即ち、 $0.03 \times 10^5 \text{ Pa}$ ~ $0.5 \times 10^5 \text{ Pa}$)の圧力、900 ~ 1300の温度、及び、250~3000のV族/III族の比で実施することができる。好ましくは、配向成長ステップ28Bは、0.1パール~0.5パール(即ち、 $0.1 \times 10^5 \text{ Pa}$ ~ $0.5 \times 10^5 \text{ Pa}$)の圧力、1000 ~ 1300の温度、及び、500~3000のV族/III族の比で実施される。

【0106】

結晶6の重なりが得られたら、この重なりは、広がった空洞63をもう一度形成させて、これらの空洞の1つと出会う欠陥の完全な遮断を可能にするために、さらに強調されてもう一度作製されてもよい。

20

【0107】

上記方法は、表面が実質的に平坦な半極性GaN層を含む半導体材料が得られるように、2次元のGaN層が得られるまで第2のGaN結晶6を合着させる段階3を含む。2次元のGaN層を得るために、例えば、以下の成長条件を実施することができる：0.03~0.8パール(即ち、 $0.3 \times 10^4 \text{ Pa}$ ~ $0.8 \times 10^5 \text{ Pa}$)の圧力、1060~1080の温度、及び、1500~4000のV族/III族の比。

【0108】

段階3の終わりに、半導体材料は、

- 溝40を有する出発基板4(例えば、サファイアr(1-102))、
 - GaN結晶5、6を含み、隣接する結晶5、6の重なりを有する半極性結晶方位(例えば、方位(11-22))の平面状GaN層
- を備える。

30

【0109】

この半導体材料のGaN層の表面上で観察される欠陥だけが、合着及び転位の接合箇所であり、その濃度は $1 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$ 未満である。

【0110】

有利なことに、出発基板は、自己支持性の半極性GaN層を含む半導体材料得るためなどの、当業者に公知の任意の分離技術によって、GaN層から分離することができる。

【0111】

上記方法の実施の様々な例を、ここで説明する。

40

【0112】

2. 実施例

2.1. 実施例1

以下の実施例において、GaN層がその上でエピタキシーされる出発基板は、結晶方位r(1-102)の直径50.8mmのサファイア円板である。200nmの厚さの誘電性SiO₂又はSi₃N₄のマスクを堆積させる第1ステップは、フォトリソグラフィ方法により実施される。マスクは、幅7µm及び開口部3µmのサファイアの方向[11-20]に平行な帯状の形態で堆積される。

【0113】

50

この基板は、1000 を超える温度で、例えば、 H_2 、 NH_3 、 N_2 などのガスの存在下、必要に応じて、アニーリングすることができる。

【0114】

次に、基板の表面を10ミクロン周期の平行な鋸歯状物の形態にエッチングする。このテクスチャリングは、260 にされた酸浴（体積比率1：3の H_3PO_4 / H_2SO_4 ）中での化学的エッチングにより得られる。図2aに示されるように、鋸歯状物40のいずれの側の各側面41、42も傾斜しており、サファイアの結晶面C（0001）及び{1-101}に対応する。鋸歯状物の上部43は、厚さ200nmの誘電性 SiO_2 又は Si_3N_4 の層43により覆われ、サファイアの摩耗された部分を覆うマスクの残りの部分は、超音波に曝されたアセトン、イソプロパノール又は H_2O 浴中の清浄化により除去されている。

10

【0115】

GaNの成長は、蒸気相エピタキシー反応器中で有機金属化合物の熱分解（MOVPE）により実施される。元素Gaは、トリメチルガリウム（TMG）により提供され、元素Nは、アンモニア（ NH_3 ）により提供される。これらの2種の前駆体ガスは、サファイアの表面上で熱分解されてGa-N結合を形成する。

【0116】

第1のステップでは、基板を、1080 で7分間、ガスの混合物（ NH_3 、 N_2 、 H_2 ）に曝すことにより窒化して、次に、シラン SiH_4 及び NH_3 に曝すことにより SiN_x 層を堆積させる。

20

【0117】

第2のステップでは、27nmの緩衝GaN層を低温（580 ）で堆積させる。

【0118】

次に、温度を1100 に上げる。この段階中に、緩衝層は、固相拡散により、サファイア4の結晶方位C（0001）の側面41に再分布されて結晶核を形成する。

【0119】

次に、結晶方位C（0001）の側面41上に局在化された結晶核から、GaNの成長を再び継続する。図3は、0.8パール、即ち $0.8 \times 10^5 Pa$ の圧力下、1080の温度及び3500のV族/I II族の比で、10分間の成長後に得られたGaN結晶5の形態を示す。

30

【0120】

図3に示されるように、GaN結晶5の結晶方位C（0001）は、サファイア4の結晶方位C（0001）に平行である。このエピタキシー関係は、極性サファイア（平面C）上の極性GaN（平面C）の成長の関係と同様である。サファイア4の結晶方位C（0001）の側面41は、傾斜しているため、GaNの軸C（0001）も、サファイア4の表面に垂直な「sp」に対して傾斜している。この傾斜は、約58°の角度を有し、そのことは、GaN結晶の半極性方位（11-22）を示す。この方位は、X線回折により確認される。

【0121】

次に、GaN結晶5の成長を、0.1パール（即ち $0.1 \times 10^5 Pa$ ）の圧力、1100の温度及び500のV族/I II族の比で、それらの重なりが得られるまで継続する。成長条件によって、図3に示される三角形の形状のGaN結晶5は、ある結晶面に沿ったGaNの成長速度を他の結晶面に沿ったGaNの成長速度と比較して有利にするために改質することができる。とりわけ、反応器中における圧力及びアンモニアの流れを改変することが可能である。

40

【0122】

本発明による方法の利点をさらによく理解するために、図4a~4dは、テクスチャリングされた4（図4b~4d）又はテクスチャリングされていない（図4a）サファイア上のGaNの成長の様々な例を示す。図4a~4dに示される直線7及び71は、それぞれ積層欠陥（stacking faults）（今後BSFと称する）及び転位（dislocations）に対

50

応する。B S F 7は、六方晶系の格子胞セルの底面(0 0 0 1)における平面状欠陥であり、転位7 1は、図1 0 aのT E M像に示されるように、ファセットCから発生して底面(0 0 0 1)で直角に伝播する線状欠陥である。

【0 1 2 3】

図4 aは、結晶方位m(1 - 1 0 0)のテクスチャリングされていないサファイア4の上の半極性G a N(1 1 - 2 2)の平面状エピタキシーの場合(即ち非局在化)を表す。図4 aで観察されるように、黒線により表されるB S F 7は、サファイア基板4とG a N層との間の界面で形成されて、サファイア基板の表面全体にわたって広がる。B S F 7の表面密度は非常に高い。この密度は、典型的には $1 0^5 \text{ cm}^{-1}$ のオーダーである。B S Fと関連する転位は、 $1 0^{10} \text{ cm}^{-2}$ のオーダーの密度を有する。

10

【0 1 2 4】

図4 b、4 c、4 dは、テクスチャリングされたサファイア4の結晶方位C(0 0 0 1)の側面4 1からの半極性G a N結晶5の局在化された成長を示す。B S F 7は、この時、サファイア4の結晶方位C(0 0 0 1)の側面4 1のレベルでサファイア/G a N界面に局在化されており、それがそれらの密度をかなり減少させる。成長は、ファセットCのレベルで起こるという事実に基づいて、ある転位7 1は、ファセットに垂直の方向に伝播して、次に底面(0 0 0 1)で直角に曲がる(図1 0 a)のT E Mを参照されたい)。

【0 1 2 5】

図4 b及び4 cに示される例では、B S F 7及び転位7 1は、G a N層の表面5 1まで伝播するが、それに対して、図4 dに示される例では、B S F 7及び転位7 1は、隣接する結晶5間の接合のレベルでそれらの重なりに基づいて遮断される。合着区域における広がった空洞5 3の存在は、転位の非常に効率的な遮断を可能にする。

20

【0 1 2 6】

したがって、平面a(1 1 - 2 0)の成長速度が平面C(0 0 0 1)の成長速度より低い成長条件を選択することにより、隣接する結晶5の重なり及び空洞5 3の形成が有利になり、これにより、B S F 7及び転位7 1を遮断することが可能になる。このようにして、図4 dに示されるように、G a N結晶5の成長を実施することにより、G a N層の品質が改善されるように、B S F 7及び大部分の転位7 1を選別除去することが可能になる。

【0 1 2 7】

図4 dに示される例による結晶5における増大は、低圧及び低アンモニア流という条件について、実験的に生じさせた。図5は、0.1パール、即ち $0.1 \times 10^5 \text{ Pa}$ の圧力下、1 1 0 0の温度及び5 0 0のV族/I I I族の比で1.5時間成長させた後に得られたG a N結晶5の横断面における走査電子顕微鏡像である。図5で見ることができるよう、隣接する結晶5の重なりは、B S F 7及び転位7 1の遮断を有利にする。

30

【0 1 2 8】

G a N結晶5が重なった後で、平滑な表面を有する2次元のG a N層が得られるように、0.1パール(即ち $0.1 \times 10^5 \text{ Pa}$)の圧力下、1 0 6 0の温度及び3 0 0 0のV族/I I I族の比で、成長を約2時間継続させる。

【0 1 2 9】

図6は、合着したG a N層の形態を示す。三角形の空洞5 2が、サファイア/G a N界面で、1 0ミクロンごとに周期的に空間的に離れていることに注目することができ、それは前に記載した局在化された成長様式に由来する。2つの隣接する結晶間の交差箇所における広がった空洞5 3の存在も注目することができる。これらの空洞は、図1 0 aのT E M像に示されるように、結晶欠陥の遮断に有利である。

40

【0 1 3 0】

このG a N層の品質は、フォトルミネッセンス(P L)及び陰極ルミネッセンス(C L)により評価された。

【0 1 3 1】

図7は、第1の及び第2のフォトルミネッセンスP Lスペクトル8 1、8 2を示す。第1のスペクトル8 1は、本発明による方法を実施することにより得られた半極性G a Nの

50

16 KにおけるPLスペクトルに対応する。第2のスペクトル82は、リファレンスとして役立つ極性GaNのPLスペクトルに対応する。

【0132】

見ることができるように、スペクトル81、82は、GaNの励起子の透過に対応する約3.48 eVの強い発光により特色付けられる。約3.48 eVのPL強度は、第1のスペクトルと第2のスペクトルで等価であることが第1に注目されてよい。これは、半極性GaN及び極性GaN中の非放射性欠陥の密度が同じオーダーの大きさであることを示す第1のしるしである。これらのスペクトルは、BSFに結びつく遷移に特徴的な約3.43 eVの如何なる発光も有しない。

【0133】

図8a及び8bは、本発明による方法を実施することにより得られた半極性GaNの溝の上及び表面におけるルミネッセンスの分布の77 Kにおける全色の陰極ルミネッセンス(CL)像である。

【0134】

暗い領域は、非放射性欠陥の存在と関連するルミネッセンスの非存在に対応する。したがって、これらの像は、欠陥の分布について直接情報を与える。BSFの遮断は図8aで強調されている。実際、これらの欠陥は、測定温度(77 K)で約3.43 eVのルミネッセンスを発する。結晶のBSF7は隣接する結晶と接する線で直接遮断される。図8bは、10ミクロンの距離で規則的に空間を置いて離れた局在化されたエピタキシーにより誘発された合着接合箇所72を示す。表面に現れる転位71に対応する及び転位を通して関連する非放射性箇所も観察することができる。2つの合着接合箇所72間のこれらの転位71の計数は、 $4.9 \times 10^7 \text{ cm}^{-2} \sim 5.7 \times 10^7 \text{ cm}^{-2}$ の密度を示す。この密度は、サファイア平面C上でエピタキシーされた極性GaNの層の密度未満のオーダーの大きさである。

【0135】

図9a及び9bのTEM像は、半極性GaNの合着した層の表面に現れる欠陥の分布を示す。図9a及び9bは、同じ像を示すが、しかしながら、図9bについては、図9aで可視の欠陥を視覚的マーカーにより正方形及び円を用いて強調してある。円は転位71によるものに対応し、正方形はBSF7に対応する。これらの欠陥の計数は、 $6.8 \times 10^7 / \text{cm}^2$ の転位密度及び69/cmのBSF密度を示し、後者の密度は、BSFの長さを足し合わせて、この量を計数する表面により除することにより得られる。

【0136】

図10bの概念図は、サファイア4のファセットC41から成長中のGaNの結晶核の発達を示す。黒線は、連なった転位71に対応し、点線は、中間の成長状態にある結晶を表す。連なった転位71が傾斜しているファセットに出会うと、それは新しい自由表面に向かって曲がり、底面(0001)で直角に伝播することにより終わる。この曲がるプロセスは、図10aのTEM像により示される。界面から垂直に伝播して、次に[11-20]の方向に90°で曲がる転位線のネットワークを明瞭に観察することができる。これらの転位71は、2つの隣接する結晶の交差箇所で作られた空白の空間53のレベルで停止される。

【0137】

さらに、底面(0001)(厚さ約30 nmの黒色領域)に限定されたBSF7は、SiO₂マスクにより停止される。

【0138】

図11aは、サファイアのファセットC41に近い区域のTEM像を示す。厚さ約300 nmのマスク43は、BSF7の遮断において非常に効率的な役割を演ずることが注目されるであろう。

【0139】

図11bは、マスクの厚さを増大させることにより、曲線を描いた転位71を含むさらに大量の結晶欠陥を遮断することが可能になることを示す。したがって、厚さdの欠陥の

10

20

30

40

50

領域は、 $\theta = 58.4^\circ$ で少なくとも約 $d / \cos(\theta)$ の厚さ e 、即ち、 $\text{GaN}(11-22)$ の場合には約 $2d$ の厚さを有するマスクにより可能性として遮断され得る。

【0140】

AFMにより測定される表面粗度(RMS)は、 $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ の試験された表面に対して 4 nm である。この値は、予め研磨する必要がないオプトエレクトロニクスコンポーネント、電子部品を生じさせるために許容される。表面の波状起伏が、合着接合箇所と平行な方向 $[1-100]$ で観察される。この波状起伏は、化学的機械的研磨により排除されて、必要であれば、工業的開発のために nm 未満の粗度を達成することができる。

2.2. 実施例 2

【0141】

上記実施例は、テクスチャリングされたサファイア $r(1-102)$ のファセット c からの GaN の局在化されたエピタキシーが、欠陥密度の低い方位 $(11-22)$ の半極性 GaN を得ることを可能にすることを示す。

【0142】

半極性 GaN 結晶の品質をさらに改善するために、結晶の重なりにより結晶欠陥を遮断する原理を2回繰り返す。

【0143】

図12は、上記の方法による第1の結晶5の上の第2の結晶6の成長を示す。第2の結晶6は：

- 単一の SiN_x 層を第1の結晶5上に堆積させること、
- 第2の緩衝 GaN 層 (30 nm) を 580° で堆積させること、
- 第2の緩衝層を熱処理すること、
- 第2の GaN 結晶6の成長を、高温 (1100°) で25分間、 0.8 パールで、1分当たり 3.5 リットル (s/m (1分当たりの標準リットル) と記される) の標準的な NH_3 の流れの下、 V 族/ III 族の比 = 3500 で実施することを完了した後に得られる。

【0144】

核形成が、第1の結晶5のファセット a 及び c 上で選択的に起こることは注目されるであろう。

【0145】

アンモニアの流れが1分当たり 0.5 標準リットルに、反応器内の圧力が 0.1 パールに同時に減少されて、これらの結晶核からの成長が2時間継続される。これらの成長条件は、結晶の方向 c への横方向の拡大 (非対称成長) を有利にする。最終の合着した構造の形態は、図13に示される。第1ステップ (第1の結晶) 及び第2ステップ (第2の結晶) 中の成長条件が同じであることは注意されるべきである。

【0146】

第1の結晶5及び第2の結晶6の成長のこの技法の目的は、欠陥をより選択的に除去することである。第1の結晶の成長の段階中に、サファイアのファセット c と第1の結晶の核形成層との間の界面で生じた積層欠陥及び曲線を描いた転位は隣接する結晶の結晶面の出会いによって残された空の空間53により効果的に停止される。

【0147】

他方、ファセット c に垂直方向における連なった転位は、合着接合箇所が発生した転位と同様に、表面上を自由に伝播する。これらの欠陥は、第2の結晶の成長の段階中に形成される三角形の空洞の第2の平面により、場合により遮断される。

【0148】

第2の結晶の成長のこの段階中に、BSF7は、下にある結晶のファセット a と緩衝層との界面で創り出され得る。これらの欠陥は、非対称成長のおかげで、隣接する結晶とで形成される広がった空洞63によりもう一度遮断される。

【0149】

結晶6の合着の段階3の後、表面を、全色の陰極ルミネセンス (CL) によって分析し

10

20

30

40

50

た。図 1 4 は、7 7 K における表面の陰極ルミネセンスを示す。

【 0 1 5 0 】

この温度で、B S F は、約 3 . 4 1 e V で強力なルミネセンスを放つ。B S F と関連するルミネセンスは、表面では観察されず、それは、これらの欠陥の選択的除去が効率的であったことを証明する。存在する欠陥は、排他的に連なった転位 7 1 である。実施例 1 (図 8 b) においてコントラストを付けられた黒線の態様の下に現れる合着接合箇所 7 2 は、図 1 4 では見えにくい。

【 0 1 5 1 】

第 1 の結晶及び第 2 の結晶の成長方法は、表面欠陥のより均一な分布をもたらす。黒い斑点の密度は、この図では $1 . 7 \times 10^8 \text{ cm}^{-2}$ である。

10

【 0 1 5 2 】

このタイプの基板が、オプトエレクトロニクスコンポーネント、電子部品のエピタキシーのために使用されるならば、洩れ電流、熱点などの表面欠陥の不均一な分布が不安定性を誘発し得る。

【 0 1 5 3 】

その結果として、結晶の成長の 2 ステップ法 (即ち第 1 の結晶及び第 2 の結晶) が、この分野における改善をもたらし得る。

【 0 1 5 4 】

図 1 5 は、試料が平面 (1 1 - 2 2) に垂直な軸のいずれかの側に傾斜している (「揺れる曲線 (rocking curve) 」 と称する) 場合の、平面 (1 1 - 2 2) により回折された強度の半値全幅 (F W H M) の測定を示す。この測定は、各方位角度、即ち X 線の入射平面が層の平面における結晶の方向となす角度について実施される。

20

【 0 1 5 5 】

ファイ = 9 0 ° で、X 線の発生平面は、方向 [1 1 0 0] (帯状部分に沿った方向) に平行である。F W H M の揺らぎは、層の平面における結晶の異方性の証拠となる。F W H M 値は 4 0 0 秒角未満である。

【 0 1 5 6 】

したがって、I I I 族窒化物層は、半値全幅 4 0 0 秒角未満を有するこれらの平面上における X 線ビームの入射角度の関数としての、結晶面 { 1 1 - 2 2 } の X 線回折強度の曲線により特徴付けられる。

30

【 0 1 5 7 】

これらの半極性基板が、自己支持性基板、即ちホスト基板 4 から分離された半極性層を生じさせるために使用することもできることは注目されるべきである。上記分離は、例えば、高い成長速度を可能にする H V P E 技法による上側の合着した層の濃厚化によって、2 次元の I I I 族窒化物層が形成されるまでの、結晶の合着の段階 3 中またはその終わりに起こり得る。

【 0 1 5 8 】

減少した寸法のファセットの媒介により、I I I 族窒化物層が基板 4 にのみ接続されている限り、基板 4 への接着は低く、濃厚化及び / 又は冷却中の機械的応力が分離を誘発するのに十分であり得ることは注目されるべきである。

40

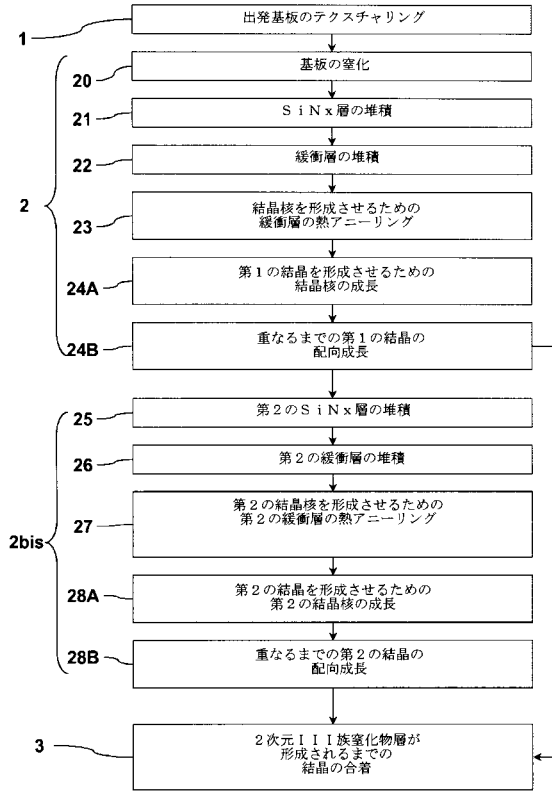
【 0 1 5 9 】

この場合、欠陥における顕著な減少が期待できる。実際、濃厚化は、転位の数における有意の減少をもたらす。成長中に、ある連なった転位は曲がり、ループを形成することにより互いに打ち消し合う。

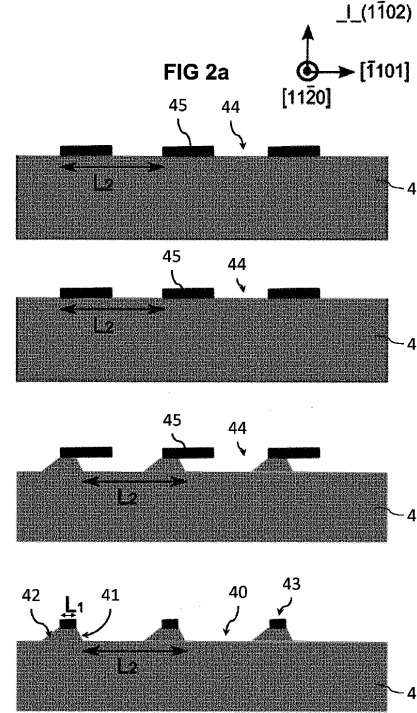
【 0 1 6 0 】

自己支持性半極性 G a N を得る狙いで、2 ステップ法により得られた層は、より適当であることが立証される。実際、2 ステージ中における三角形の空洞の存在は、H V P E 濃厚化中に、ホスト基板 (サファイア) から G a N を分離するために有益な追加の脆化を誘発するはずである。

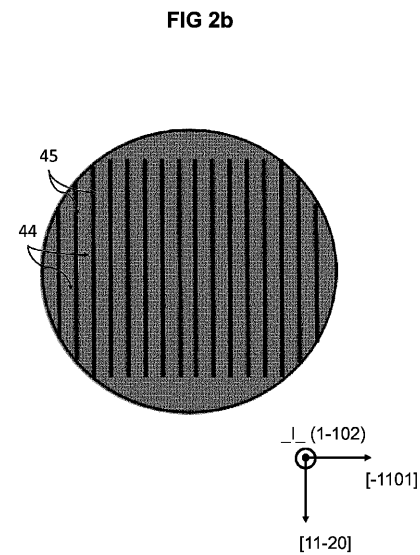
【 図 1 】



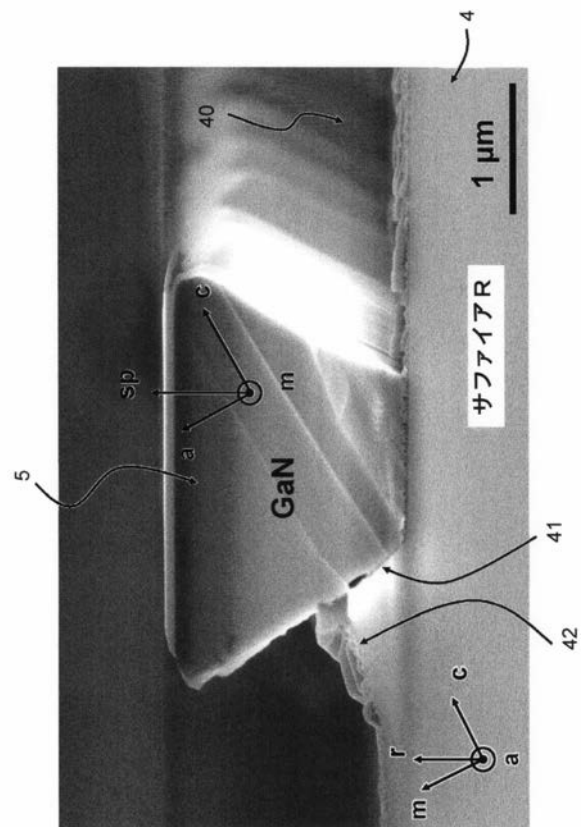
【 図 2 a 】



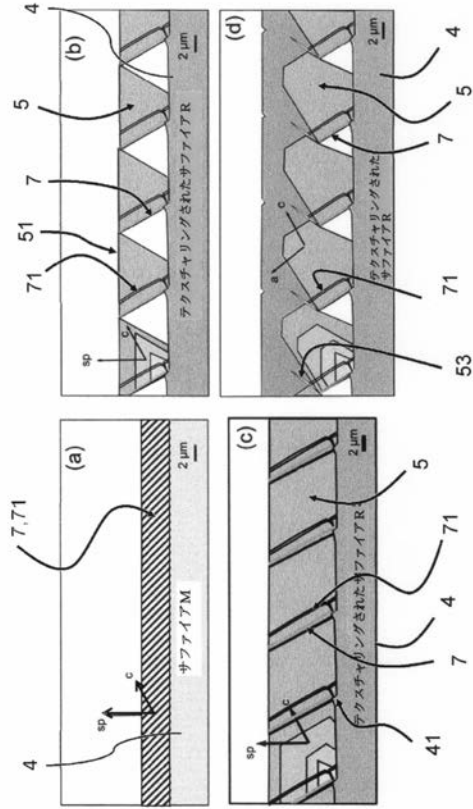
【 図 2 b 】



【 図 3 】



【 図 4 】



【 図 5 】

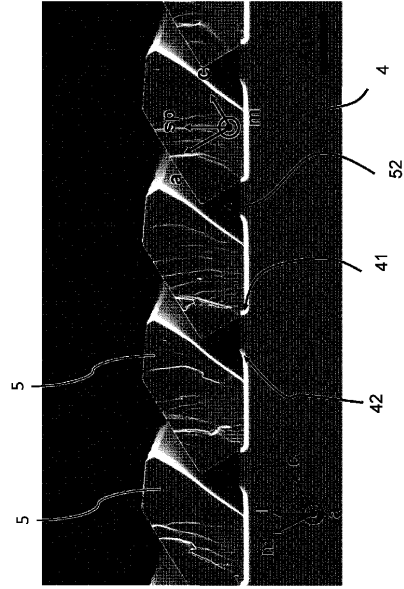
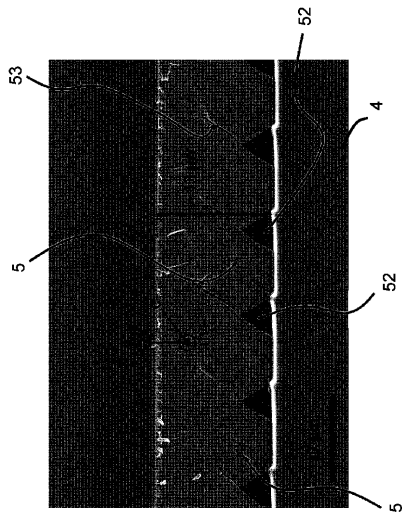


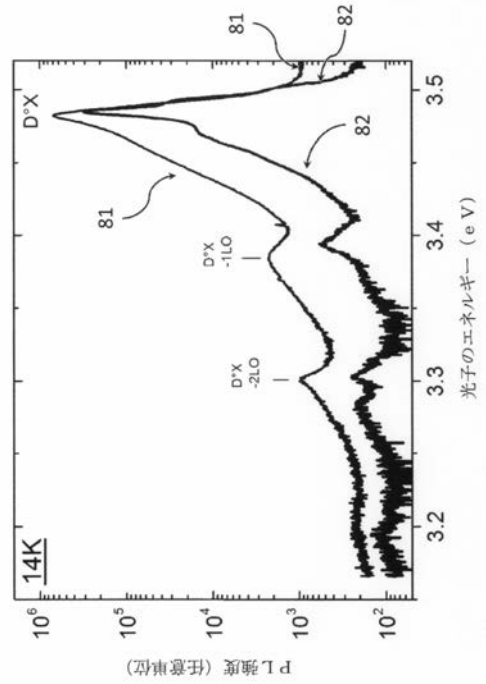
FIG 5

【 図 6 】

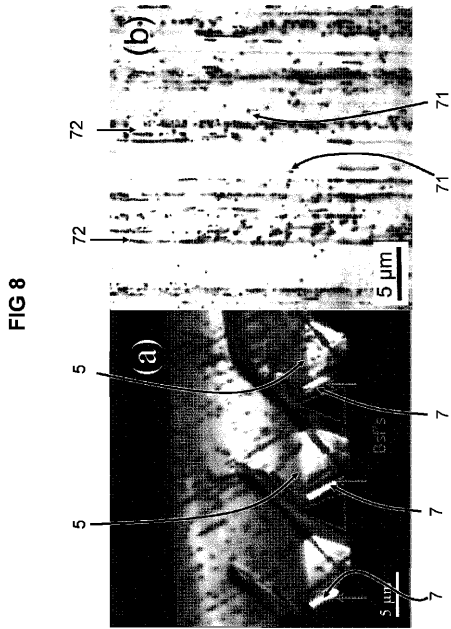
FIG 6



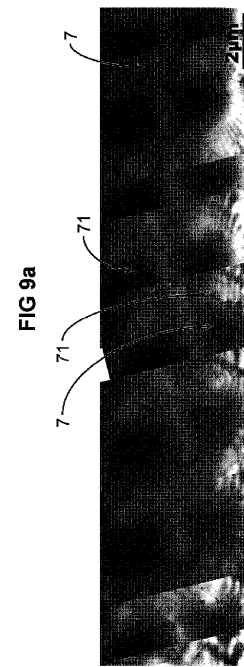
【 図 7 】



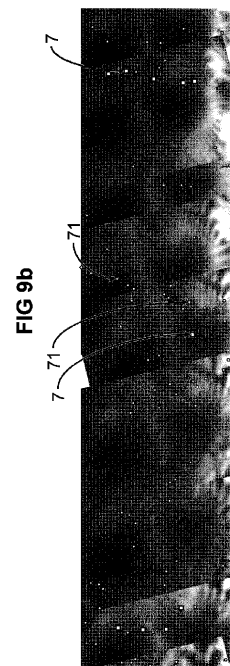
【 図 8 】



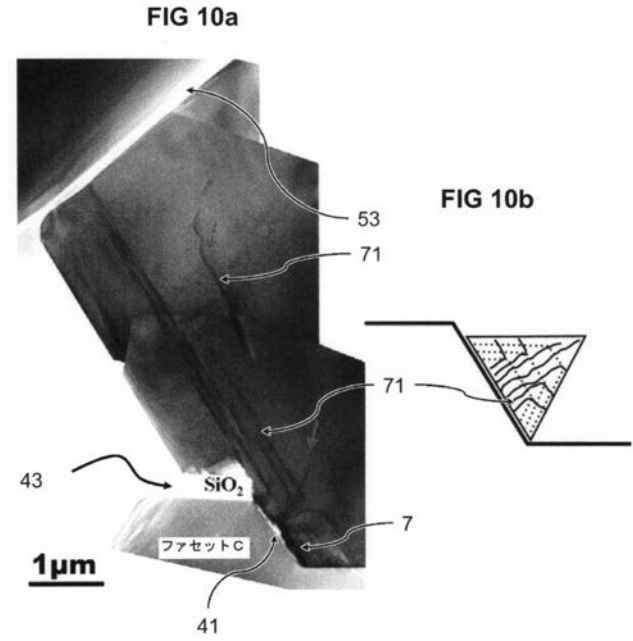
【 図 9 a 】



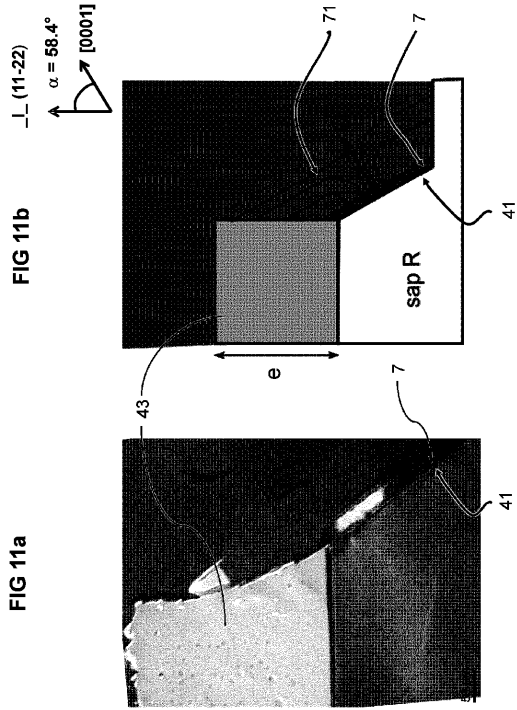
【 図 9 b 】



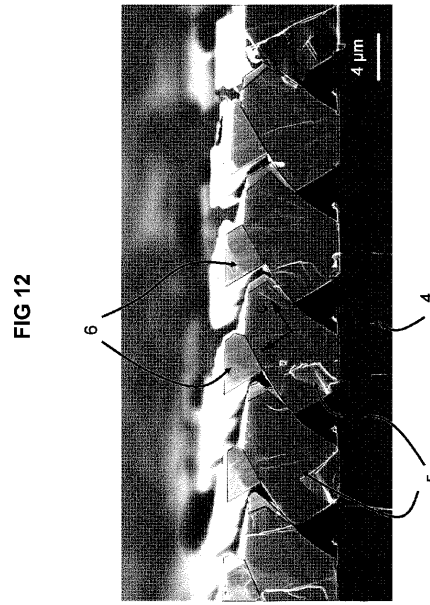
【 図 10 】



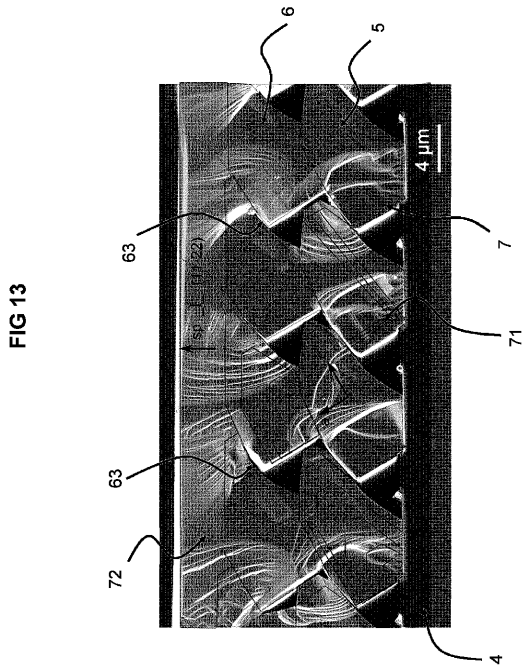
【 図 1 1 a - 1 1 b 】



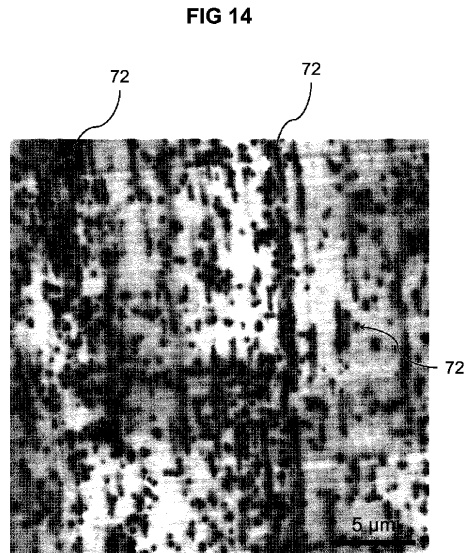
【 図 1 2 】



【 図 1 3 】

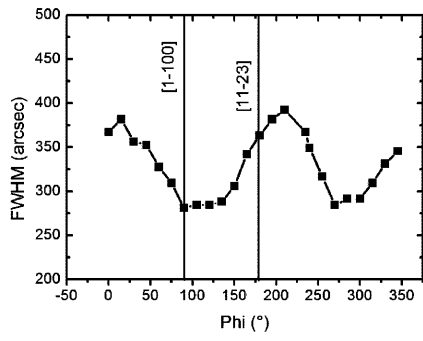


【 図 1 4 】



【 図 15 】

FIG 15



【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/EP2015/061132

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER INV. H01L21/20 ADD.		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED		
Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) H01L		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used) EPO-Internal, INSPEC, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	GB 2 502 818 A (NANOGAN LTD [GB]) 11 December 2013 (2013-12-11) figure 9; examples 1, 2, 4, 10 -----	1,3-13, 18-23 2,14-16
X	OKADA N ET AL: "Growth of semipolar (112) GaN layer by controlling anisotropic growth rates in r-plane patterned sapphire substrate", APPLIED PHYSICS EXPRESS JAPAN SOCIETY OF APPLIED PHYSICS THROUGH THE INSTITUTE OF PURE AND APPLIED PHYSICS JAPAN, vol. 2, no. 9, 2009, XP002734976, ISSN: 1882-0778 pages 091001-1 - pages 091001-2; figures 1, 2 ----- -/--	1,3,4,9, 11-13, 17,18, 20-23
A		2,14-16
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C.		<input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.
* Special categories of cited documents :		
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance		"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date		"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)		"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means		"&" document member of the same patent family
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed		
Date of the actual completion of the international search 7 August 2015		Date of mailing of the international search report 20/08/2015
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel: (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer Norga, Gerd

2

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No PCT/EP2015/061132

C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	SCHWAIGER S ET AL: "Growth and coalescence behavior of semipolar (1122) GaN on pre-structured r-plane sapphire substrates", PHYSICA STATUS SOLIDI B WILEY-VCH VERLAG GMBH GERMANY, vol. 248, no. 3, March 2011 (2011-03), pages 588-593, XP002734977, ISSN: 0370-1972	1,3,4, 9-13,17, 18,20-23
A	section "2. Experimental"; "3. Results and discussion"; figures 3-9 -----	2,14-16

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2015/061132

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date	
GB 2502818	A	11-12-2013	EP 2859578 A1	15-04-2015
			GB 2502818 A	11-12-2013
			TW 201405635 A	01-02-2014
			US 2015125976 A1	07-05-2015
			WO 2013182854 A1	12-12-2013

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/EP2015/061132

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE INV. H01L21/20 ADD.		
Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB		
B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE		
Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement) H01L		
Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche		
Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si cela est réalisable, termes de recherche utilisés) EPO-Internal, INSPEC, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X A	GB 2 502 818 A (NANOOGAN LTD [GB]) 11 décembre 2013 (2013-12-11) figure 9; exemples 1, 2, 4, 10 -----	1,3-13, 18-23 2,14-16
X	OKADA N ET AL: "Growth of semipolar (1122) GaN layer by controlling anisotropic growth rates in r-plane patterned sapphire substrate", APPLIED PHYSICS EXPRESS JAPAN SOCIETY OF APPLIED PHYSICS THROUGH THE INSTITUTE OF PURE AND APPLIED PHYSICS JAPAN, vol. 2, no. 9, 2009, XP002734976, ISSN: 1882-0778	1,3,4,9, 11-13, 17,18, 20-23
A	pages 091001-1 - pages 091001-2; figures 1, 2 ----- -/--	2,14-16
<input checked="" type="checkbox"/> Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents		<input checked="" type="checkbox"/> Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe
* Catégories spéciales de documents cités:		
"A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent		"T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
"E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date		"X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
"L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)		"Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
"O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens		"Z" document qui fait partie de la même famille de brevets
"P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée		
Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale	
7 août 2015	20/08/2015	
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale	Fonctionnaire autorisé	
Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Fax: (+31-70) 340-3016	Norga, Gerd	

2

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Demande internationale n°

PCT/EP2015/061132

C(suite). DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		
Catégorie*	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
X	SCHWAIGER S ET AL: "Growth and coalescence behavior of semipolar (1122) GaN on pre-structured r-plane sapphire substrates", PHYSICA STATUS SOLIDI B WILEY-VCH VERLAG GMBH GERMANY, vol. 248, no. 3, mars 2011 (2011-03), pages 588-593, XP002734977, ISSN: 0370-1972	1,3,4, 9-13,17, 18,20-23
A	section "2. Experimental"; "3. Results and discussion"; figures 3-9 -----	2,14-16

RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

Renseignements relatifs aux membres de familles de brevets

Demande internationale n°

PCT/EP2015/061132

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
GB 2502818	A	11-12-2013	EP 2859578 A1	15-04-2015
			GB 2502818 A	11-12-2013
			TW 201405635 A	01-02-2014
			US 2015125976 A1	07-05-2015
			WO 2013182854 A1	12-12-2013

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), EP(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US

(74)代理人 100126099
弁理士 反町 洋

(74)代理人 100172557
弁理士 鈴木 啓靖

(72)発明者 フィリップ、ド、ミエリー
フランス国バルボンヌ、プラセッテ、デ、アンテミス、62、レジダンス、リル、ベルト

(72)発明者 フロリアン、タンディーユ
フランス国ムージャン、リュ、デ、プティ、ポン、11

(72)発明者 フィリップ、パネーグ
フランス国アンティープ、リュ、ロベール、デノ、レ、パン、デ2、57

Fターム(参考) 4G077 AA03 BE15

4K030	AA05	AA06	AA11	AA13	BA08	BA38	BA40	BA55	CA05	DA02
	DA03	DA04	DA05	FA10	HA01	JA01	JA04	JA09	JA10	JA12
	LA14									
5F045	AB09	AB14	AC01	AC08	AC12	AD09	AD13	AD14	AD15	AD16
	AD17	AE25	AF09	AF13	BB12	CA10	DA53	DA67	DB02	HA02
	HA06									
5F152	LL03	LL05	LN34	LN35	LN36	MM01	MM10	NN03	NN05	NN07
	NN09	NN12	NN13	NN27	NP09	NP14	NP27	NQ09	NQ17	