

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局

(43) 国際公開日  
2020年12月3日(03.12.2020)



(10) 国際公開番号

WO 2020/241760 A1

(51) 国際特許分類:  
C30B 7/10 (2006.01) H01L 21/205 (2006.01)  
C30B 25/20 (2006.01) C30B 29/38 (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2020/021132

(22) 国際出願日: 2020年5月28日(28.05.2020)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:  
特願 2019-101183 2019年5月30日(30.05.2019) JP  
特願 2019-113569 2019年6月19日(19.06.2019) JP

(71) 出願人: 三菱ケミカル株式会社(MITSUBISHI CHEMICAL CORPORATION)  
[JP/JP]; 〒1008251 東京都千代田区丸の内一丁目1番1号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: 磯 憲司(ISO, Kenji); 〒1008251 東京都千代田区丸の内一丁目1番1号 三菱ケミカ

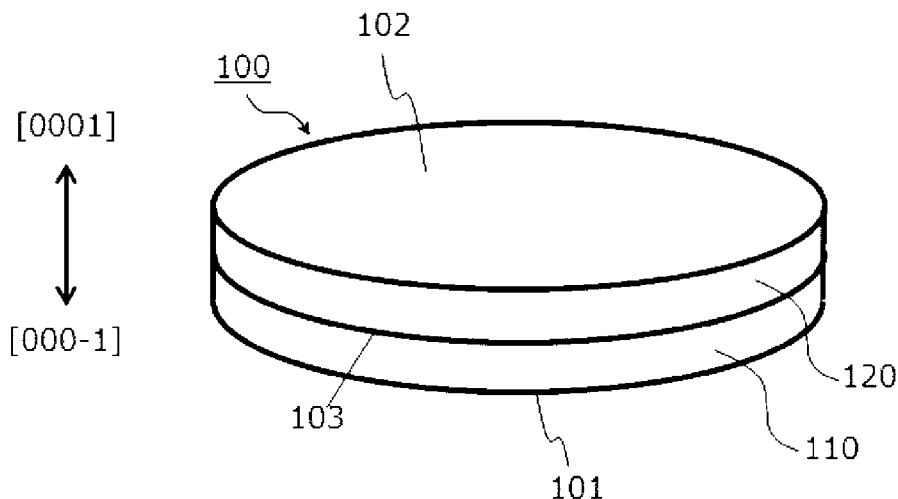
ル株式会社内 Tokyo (JP). 江夏 悠貴(ENATSU, Yuuki); 〒1008251 東京都千代田区丸の内一丁目1番1号 三菱ケミカル株式会社内 Tokyo (JP). 下山 謙司(SHIMOYAMA, Kenji); 〒1008251 東京都千代田区丸の内一丁目1番1号 三菱ケミカル株式会社内 Tokyo (JP).

(74) 代理人: 特許業務法人秀和特許事務所(IP FIRM SHUWA); 〒1030004 東京都中央区東日本橋三丁目4番10号 アクロポリス 2 1ビル8階 Tokyo (JP).

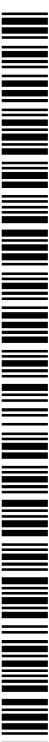
(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ,

(54) Title: GAN SUBSTRATE WAFER AND METHOD FOR MANUFACTURING SAME

(54) 発明の名称: GaN基板ウエハおよびその製造方法



(57) Abstract: To provide a GaN substrate wafer that has an appropriate crystallinity as a substrate for a semiconductor device and an improved productivity and a method for manufacturing the same. A GaN substrate wafer with (0001) orientation that has a first region provided on the N-polarity side and a second region provided on the Ga-polarity side, with the re-growth interface interposed, wherein: the minimum thickness of the second region is 20 μm or greater; in the first region, the concentration of at least one element selected from among Li, Na, K, F, Cl, Br and I is equal to or higher than  $1 \times 10^{15}$  atoms/cm<sup>3</sup>; and the second region satisfies one or more requirements selected from the following (a) to (c). (a) The Si concentration is equal to or higher than  $5 \times 10^{16}$  atoms/cm<sup>3</sup>. (b) The O concentration is equal to or lower than  $3 \times 10^{16}$  atoms/cm<sup>3</sup>. (c) The H concentration is equal to or lower than  $1 \times 10^{17}$  atoms/cm<sup>3</sup>.



WO 2020/241760 A1

NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT,  
QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL,  
ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG,  
US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保  
護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS,  
MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM,  
ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ,  
TM), ヨーロッパ (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), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM,  
GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類 :

一 国際調査報告 (条約第21条(3))

---

(57) 要約 : 半導体デバイス用の基板として好適な結晶性と改善された生産性を有する GaN 基板ウエハ  
およびその製造方法を提供すること。(0001) 配向した GaN 基板ウエハであって、再成長界面  
を挟んで N 極性側に設けられた第一領域と、Ga 極性側に設けられた第二領域とを有し、該第二領域  
の最小厚さが 20 μm 以上であり、該第一領域における Li、Na、K、F、Cl、Br および I から  
選ばれる元素のうち少なくともひとつの元素の濃度が  $1 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$  以上であり、かつ、  
該第二領域が、次の (a) ~ (c) から選ばれる一以上の条件を充たしている、GaN 基板ウエ  
ハ: (a) Si 濃度が  $5 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$  以上である。(b) O 濃度が  $3 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$   
以下である。(c) H 濃度が  $1 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$  以下である。

## 明 細 書

発明の名称： GaN基板ウエハおよびその製造方法

### 技術分野

[0001] 本発明は、GaN（窒化ガリウム）からなる基板ウエハと、その製造方法に関する。基板ウエハとは、半導体デバイスを製造するときに基板として用いられるウエハを意味する。

### 背景技術

[0002] アモノサーマル法で成長されたGaN結晶をシードに用いて、意図的にドーピングしないバルクGaN結晶や各種不純物でドーピングしたバルクGaN結晶をHVPE（Hydride Vapor Phase Epitaxy）で成長させることが試みられている（非特許文献1）。

GaN基板には、導電性もしくはキャリア濃度を高める目的のため、あるいは、抵抗率を高くする目的のために、ドーパントを $1 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ 以上の濃度で添加することがしばしば求められる。

### 先行技術文献

#### 非特許文献

[0003] 非特許文献1：M. Bockowski, et al., Journal of Crystal Growth 499 (2018) 1-7

### 発明の概要

#### 発明が解決しようとする課題

[0004] アモノサーマル法によれば、成長環境が平衡状態に近いので、高い結晶性を持つGaN結晶を成長させることが可能である。

しかし、アモノサーマル法で成長させたバルクGaN結晶からスライスしたGaNウエハを、そのまま基板ウエハとして半導体デバイスの製造に用いるのは、生産効率の観点からすると得策ではない。

例えば、アモノサーマル法で成長されるバルクGaN結晶は、意図しないドーピングのせいで高い不純物濃度を有することが多く、それ故に、ドーパ

ント濃度が成長ロット毎に大きくばらつき易い。

また、アモノサーマル法では、密閉された容器内で原料を消費しながらGaN結晶が成長するので、成長環境中のGaN原料濃度とドーパント原料濃度の比率が結晶成長の開始から終了まで一定ということがなく、それ故に、内部のドーパント濃度分布が均一なバルクGaN結晶を成長させることも容易ではない。

これらが原因となって、アモノサーマル法で成長させたバルクGaN結晶をスライスして製造されるGaNウエハでは、ウエハ間での電気特性のバラツキが大きくなる。その結果、電気特性が所定の仕様を充たさないために、目的とする半導体デバイスの製造に使用することが許容されない製品、すなわち不適合品が多く発生する。

[0005] 一方、HVPEでは、アモノサーマル法と比べ不純物濃度が低いGaN結晶を成長させることが可能である他、GaN結晶の成長中、終始、各原料を一定の供給レートで外部から成長容器内に供給し続けることができるので、ドーパントが所定濃度で均一性よく添加されたバルクGaN結晶を成長させることが可能である。

従って、アモノサーマル法で成長させたバルクGaN結晶からスライスしたGaNウエハをシードに用い、HVPEでバルクGaN結晶を成長させれば、そこからスライスされるGaNウエハは結晶性が良好で、しかも電気特性のバラツキも小さく、半導体デバイス用の基板ウエハとして最適と考えられる。

しかし、この基板ウエハは、HVPEで成長させたバルクGaN結晶をスライスする工程を経て製造されるので、生産効率が必ずしも良好とはいえない。GaN結晶は硬いので、クラックを発生させないようにスライスには長時間をかける必要がある。そして、スライス加工ではカーフロスの発生が不可避である。

### 課題を解決するための手段

[0006] 一般に、半導体デバイスの製造過程では使用される基板ウエハの大部分が

加工により除去されるので、GaN基板ウエハは電気特性のバラツキが小さな結晶で形成された領域をおもて面側にのみ部分的に有していれば十分であることに本発明者等は気付いた。

本発明はかかる着想に基づきなされたものであり、その実施形態には以下が含まれる。

- [0007] [1] (0001) 配向したGaN基板ウエハであって、再成長界面を挟んでN極性側に設けられた第一領域と、Ga極性側に設けられた第二領域とを有し、
- 該第二領域の最小厚さが $20\mu\text{m}$ 以上であり、
- 該第一領域におけるLi、Na、K、F、Cl、BrおよびIから選ばれる元素のうち少なくともひとつの元素の濃度が $1 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 以上であり、かつ、
- 該第二領域が、次の(a)～(c)から選ばれる一以上の条件を充たしている、GaN基板ウエハ：
- (a) Si濃度が $5 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である。
  - (b) O濃度が $3 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$ 以下である。
  - (c) H濃度が $1 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以下である。
- [2] 以下の(1)～(3)から選ばれるいずれかの条件を充たす、前記[1]に記載のGaN基板ウエハ。
- (1)  $50\text{mm}$ 以上 $55\text{mm}$ 以下の直径と $250\mu\text{m}$ 以上 $450\mu\text{m}$ 以下の厚さを有する。
  - (2)  $100\text{mm}$ 以上 $105\text{mm}$ 以下の直径と $350\mu\text{m}$ 以上 $750\mu\text{m}$ 以下の厚さを有する。
  - (3)  $150\text{mm}$ 以上 $155\text{mm}$ 以下の直径と $450\mu\text{m}$ 以上 $800\mu\text{m}$ 以下の厚さを有する。
- [3] 前記第二領域の最小厚さが $300\mu\text{m}$ 以下である、前記[1]または[2]に記載のGaN基板ウエハ。
- [4] Ga極性側の主面が平坦面である、前記[1]～[3]のいずれかに

記載のGaN基板ウエハ。

[5] Ga極性側の主面に対し前記再成長界面が傾斜している、前記[4]に記載のGaN基板ウエハ。

[6] 前記第二領域における前記再成長界面が傾斜している方向の一方端と他方端との間の厚さ差が $200\mu\text{m}$ を超えない、前記[5]に記載のGaN基板ウエハ。

[7] 前記第一領域において、H濃度が $1 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、前記[1]～[6]のいずれかに記載のGaN基板ウエハ。

[8] 前記第一領域において、O濃度が $1 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、前記[1]～[7]のいずれかに記載のGaN基板ウエハ。

[9] 前記第一領域において、F濃度が $1 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、前記[1]～[8]のいずれかに記載のGaN基板ウエハ。

[10] 前記第二領域の少なくとも一部において、補償不純物の総濃度が $1 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、前記[1]～[9]のいずれかに記載のGaN基板ウエハ。

[11] 前記第二領域がGa極性側の主面を少なくとも含む主ドープ領域を有し、かつ、該主ドープ領域における補償不純物の総濃度が $1 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、前記[10]に記載のGaN基板ウエハ。

[12] 前記主ドープ領域における補償不純物の総濃度が $1 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、前記[11]に記載のGaN基板ウエハ。

[13] 前記主ドープ領域において、補償不純物の総濃度がドナー不純物の総濃度の2倍以上である、前記[11]または[12]に記載のGaN基板ウエハ。

[14] 前記主ドープ領域が、炭素および遷移金属元素から選ばれる一種以上の元素を含有する、前記[11]～[13]のいずれかに記載のGaN基板ウエハ。

[15] 前記主ドープ領域に最も高い濃度で含有される不純物がFe、MnまたはCである、前記[11]～[14]のいずれかに記載のGaN基板ウエハ。

エハ。

[16] 前記主ドープ領域がGaN極性側の主面から特定長以内の領域であり、該特定長が $20\mu\text{m}$ 以上である、前記[11]～[15]のいずれかに記載のGaN基板ウエハ。

[17] 前記主ドープ領域において、c軸方向に沿った補償不純物の総濃度の変動が、中央値から $\pm 25\%$ の範囲内である、前記[11]～[16]のいずれかに記載のGaN基板ウエハ。

[18] 前記主ドープ領域がGaN極性側の主面から特定長以内の領域であり、該特定長が前記第二領域の最小厚さの $50\%$ 以上である、前記[11]～[17]のいずれかに記載のGaN基板ウエハ。

[19] 前記第二領域における補償不純物の総濃度が $5 \times 10^{19} \text{ atoms/cm}^3$ 以下である、前記[10]～[18]のいずれかに記載のGaN基板ウエハ。

[20] 前記第二領域の少なくとも一部において、ドナー不純物の総濃度が $1 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、前記[1]～[9]のいずれかに記載のGaN基板ウエハ。

[21] 前記第二領域がGa極性側の主面を少なくとも含む主ドープ領域を有し、かつ、該主ドープ領域におけるドナー不純物の総濃度が $1 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、前記[20]に記載のGaN基板ウエハ。

[22] 前記主ドープ領域におけるドナー不純物の総濃度が $2 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、前記[21]に記載のGaN基板ウエハ。

[23] 前記主ドープ領域に最も高い濃度で含有される不純物がSiまたはGeである、前記[21]または[22]に記載のGaN基板ウエハ。

[24] 前記主ドープ領域において、Siを除くドナー不純物の総濃度がSi濃度の $10\%$ 以下である、前記[21]または[22]に記載のGaN基板ウエハ。

[25] 前記主ドープ領域において、SiおよびOを除くドナー不純物元素の濃度が、独立して $1 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 未満である、前記[24]

に記載のGaN基板ウエハ。

[26] 前記主ドープ領域において、Ge濃度が $1 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ 以上であり、かつ、Si濃度が $4 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、前記[23]に記載のGaN基板ウエハ。

[27] 前記主ドープ領域がGaN極性側の主面から特定長以内の領域であり、該特定長が $20 \mu\text{m}$ 以上である、前記[21]～[26]のいずれかに記載のGaN基板ウエハ。

[28] 前記主ドープ領域において、c軸方向に沿ったドナー不純物の総濃度の変動が、中央値から $\pm 25\%$ の範囲内である、前記[27]に記載のGaN基板ウエハ。

[29] 前記主ドープ領域がGaN極性側の主面から特定長以内の領域であり、該特定長が前記第二領域の最小厚さの $50\%$ 以上である、前記[21]～[28]のいずれかに記載のGaN基板ウエハ。

[30] 前記第二領域におけるドナー不純物の総濃度が $5 \times 10^{19} \text{ atoms/cm}^3$ 以下である、前記[20]～[29]のいずれかに記載のGaN基板ウエハ。

[31] 前記[1]～[30]のいずれかに記載のGaN基板ウエハと、該GaN基板ウエハのGa極性側の主面上にエピタキシャル成長した一以上の窒化物半導体層と、を有するエピタキシャルウエハ。

[32] 前記[1]～[30]のいずれかに記載のGaN基板ウエハを準備する工程と、該GaN基板ウエハのGa極性側の主面上に窒化物半導体層をエピタキシャル成長させる工程と、を有するエピタキシャルウエハの製造方法。

[33] 前記[1]～[30]のいずれかに記載のGaN基板ウエハを準備する工程と、該GaN基板ウエハのGa極性側の主面上に窒化物半導体層を成長させてエピタキシャルウエハを得る工程と、前記GaN基板ウエハの前記第一領域の少なくとも一部を除去する工程と、を有する窒化物半導体デバイスの製造方法。

[34] 再成長界面を挟んでN極性側の領域とGa極性側の領域とを有するGa<sub>2</sub>N基板ウエハを製造する方法であって、アモノサーマル成長されたGa<sub>2</sub>N結晶からなるc面Ga<sub>2</sub>Nウエハを準備する第一工程と、該c面Ga<sub>2</sub>Nウエハ上に(0001)配向した厚さ20μm以上のGa<sub>2</sub>N膜をHVPEで成長させて積層構造ウエハを得る第二工程とを有すること、を特徴とする、Ga<sub>2</sub>N基板ウエハの製造方法。

[35] 前記Ga<sub>2</sub>N基板ウエハが、以下の(1)～(3)から選ばれるいずれかの条件を充たす、[34]に記載のGa<sub>2</sub>N基板ウエハの製造方法。

(1) 50mm以上55mm以下の直径と250μm以上450μm以下の厚さを有する。

(2) 100mm以上105mm以下の直径と350μm以上750μm以下の厚さを有する。

(3) 150mm以上155mm以下の直径と450μm以上800μm以下の厚さを有する。

[36] 前記c面Ga<sub>2</sub>Nウエハにおいて、Li、Na、K、F、Cl、BrおよびIから選ばれる元素のうち少なくともひとつの元素の濃度が $1 \times 10^{15}$  atoms/cm<sup>3</sup>以上である、前記[34]または[35]に記載のGa<sub>2</sub>N基板ウエハの製造方法。

[37] c面Ga<sub>2</sub>Nウエハが、Hを $1 \times 10^{17}$  atoms/cm<sup>3</sup>以上の濃度で含有する、[34]～[36]のいずれかに記載のGa<sub>2</sub>N基板ウエハの製造方法。

[38] 前記c面Ga<sub>2</sub>Nウエハにおいて、Oの濃度が $1 \times 10^{17}$  atoms/cm<sup>3</sup>以上である、前記[34]～[37]のいずれかに記載のGa<sub>2</sub>N基板ウエハの製造方法。

[39] 前記c面Ga<sub>2</sub>Nウエハにおいて、Fの濃度が $1 \times 10^{15}$  atoms/cm<sup>3</sup>以上である、前記[34]～[38]のいずれかに記載のGa<sub>2</sub>N基板ウエハの製造方法。

[40] 前記GaN膜の少なくとも一部において、補償不純物の総濃度が $1 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、前記[34]～[39]のいずれかに記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[41] 前記GaN膜が、c軸方向の領域長が $1 \mu\text{m}$ 以上であり、かつ、領域内の補償不純物の総濃度が $1 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、特定ドープ領域を有する、前記[40]に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[42] 前記特定ドープ領域における補償不純物の総濃度が $1 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、前記[41]に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[43] 前記特定ドープ領域において、補償不純物の総濃度がドナー不純物の総濃度の2倍以上である、前記[41]または[42]に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[44] c軸方向に沿った前記特定ドープ領域内の補償不純物の総濃度の変動が、中央値から $\pm 25\%$ の範囲内である、前記[41]～[43]のいずれかに記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[45] 前記領域長が、前記GaN膜の厚さの50%以上である、前記[41]～[44]のいずれかに記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[46] 前記特定ドープ領域の下端から、前記GaN膜と前記第二c面GaNウエハとの界面までの長さが、 $1 \mu\text{m}$ 以上である、前記[41]～[45]のいずれかに記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[47] 前記特定ドープ領域が、炭素および遷移金属元素から選ばれる一種以上の元素を含有する、前記[41]～[46]のいずれかに記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[48] 前記特定ドープ領域に最も高い濃度で含有される不純物がFe、MnまたはCである、前記[47]に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[49] 前記GaN膜における補償不純物の総濃度が $5 \times 10^{19} \text{ atoms/cm}^3$ 以下である、前記[40]～[48]のいずれかに記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[50] 前記GaN膜の少なくとも一部において、ドナー不純物の総濃度が $1 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、前記[34]～[49]のいずれかに記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[51] 前記GaN膜のうち、c軸方向に $20 \mu\text{m}$ 以上の領域長を有する特定ドープ領域において、ドナー不純物の総濃度が $1 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、前記[50]に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[52] 前記特定ドープ領域におけるドナー不純物の総濃度が $2 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、前記[51]に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[53] c軸方向に沿った前記特定ドープ領域内のドナー不純物の総濃度の変動が、中央値から $\pm 25\%$ の範囲内である、前記[51]または[52]に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[54] 前記特定ドープ領域のc軸方向の領域長が、前記GaN膜の厚さの $50\%$ 以上である、前記[51]～[53]のいずれかに記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[55] 前記特定ドープ領域の下端から、前記GaN膜と前記第二c面GaNウエハとの界面までの長さが、 $1 \mu\text{m}$ 以上である、前記[51]～[54]のいずれかに記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[56] 前記特定ドープ領域において、最も高い濃度で含有されるドーパントがSiまたはGeである、前記[51]～[55]のいずれかに記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[57] 前記特定ドープ領域において、Siを除くドナー不純物の総濃度がSi濃度の $10\%$ 以下である、前記[51]～[55]のいずれかに記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[58] 前記特定ドープ領域において、SiおよびOを除くドナー不純物元素の濃度が、独立して $1 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 未満である、前記[57]に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[59] 前記特定ドープ領域において、Ge濃度が $1 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$

$\text{cm}^3$ 以上であり、かつ、Si濃度が $4 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、前記[56]に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[60] 前記GaN膜におけるドナー不純物の総濃度が $5 \times 10^{19} \text{ atoms/cm}^3$ 以下である、前記[50]～[59]のいずれかに記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[61] 前記第二工程の後に、前記積層構造体を薄化する薄化工程を有する、前記[34]～[60]のいずれかに記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[62] 前記薄化工程の前後における前記GaN膜の厚さ差が $50 \mu\text{m}$ 以上である、前記[61]に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[63] 前記薄化工程の前後における前記GaN膜の厚さ差が $200 \mu\text{m}$ 以下である、前記[61]または[62]に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[64] 前記GaN基板ウエハのオフカット方位が、前記c面GaNウエハのオフカット方位と異なる、前記[61]～[63]のいずれかに記載のGaN基板ウエハの製造方法。

## 発明の効果

[0008] 半導体デバイス用の基板として好適な結晶性と改善された生産性を有するGaN基板ウエハおよびその製造方法が提供される。

## 図面の簡単な説明

[0009] [図1]図1は、実施形態に係るGaN基板ウエハを示す斜視図である。

[図2]図2は、実施形態に係るGaN基板ウエハを示す断面図である。

[図3]図3は、実施形態に係るGaN基板ウエハを示す断面図である。

[図4]図4は、実施形態に係るGaN基板ウエハを用いた窒化物半導体デバイスの製造工程を説明するための工程断面図である。

[図5]図5は、実施形態に係るGaN基板ウエハ製造方法を説明するための工程断面図である。

[図6]図6は、アモノサーマル法で用いられる結晶成長装置の基本構成を示す

模式図である。

[図7]図7は、HVPE装置の基本構成を示す模式図である。

### 発明を実施するための形態

[0010] 以下に本発明の実施の形態を詳細に説明する。以下に記載する構成要件の説明は本発明の実施形態の一例（代表例）であり、本発明はその要旨を超えない限り、これらの内容に特定はされない。

本明細書において「X～Y」（X，Yは任意の数字）と表現した場合、特記しない限り「X以上Y以下」の意と共に、「好ましくはXより大きい」及び「好ましくはYより小さい」の意を包含する。

また、本明細書において、2つ以上の対象を併せて説明する際に用いる「独立して」とは、それらの2つ以上の対象が同じであっても異なってもよいという意味で使用される。

[0011] 1. GaN基板ウエハ

本発明の一実施形態は、GaN基板ウエハに関する。

実施形態に係るGaN基板ウエハは、(0001)配向したGaN基板ウエハであって、再成長界面を挟んでN極性側に設けられた第一領域と、Ga極性側に設けられた第二領域とを有する。第二領域の最小厚さは20 $\mu$ m以上である。第一領域は、Li（リチウム）、Na（ナトリウム）、K（カリウム）、F（フッ素）、Cl（塩素）、Br（臭素）およびI（ヨウ素）のうち少なくともひとつを、 $10^{15}$  atoms/cm<sup>3</sup>以上の濃度で含有する。第二領域の不純物濃度に関しては、次の(a)～(c)から選ばれる一以上の条件が充たされる：

(a) Si（ケイ素）濃度が $5 \times 10^{16}$  atoms/cm<sup>3</sup>以上

(b) O（酸素）濃度が $3 \times 10^{16}$  atoms/cm<sup>3</sup>以下

(c) H（水素）濃度が $1 \times 10^{17}$  atoms/cm<sup>3</sup>以下

(0001)配向したGaNウエハとは、(0001)結晶面すなわちc面と平行または略平行な主面（大面積面）を有するGaNウエハであり、c面GaNウエハともいう。

なお、本明細書において「不純物」とは、GaN基板に含有されるGa元素及びN元素以外の成分を意味する。

[0012] 図1および図2に、実施形態に係るGaN基板ウエハの一例を示す。図1は斜視図であり、図2は断面図である。

図1および図2に示すGaN基板ウエハ100は、GaN結晶のみからなる、自立した基板ウエハであり、その2つの主面の一方はN極性面101、他方はGa極性面102である。N極性面101とGa極性面102は互いに平行である。

GaN基板ウエハ100は(0001)配向しており、(0001)結晶面に対するGa極性面102の傾斜は10度以下、好ましくは5度以下、より好ましくは2.5度以下である。該傾斜は0.2度以上1度未満、1度以上2.5度以下などであり得る。

[0013] GaN基板ウエハ100の直径は、通常45mm以上であり、95mm以上、あるいは145mm以上であってもよい。典型的には50~55mm(約2インチ)、100~105mm(約4インチ)、150~155mm(約6インチ)等である。

GaN基板ウエハ100の厚さの好ましい範囲は、直径に応じて変わる。直径が約2インチのとき、厚さは好ましくは250 $\mu$ m以上、より好ましくは300 $\mu$ m以上であり、また、好ましくは450 $\mu$ m以下、より好ましくは400 $\mu$ m以下である。直径が約4インチのとき、厚さは好ましくは350 $\mu$ m以上、より好ましくは400 $\mu$ m以上であり、また、好ましくは750 $\mu$ m以下、より好ましくは650 $\mu$ m以下である。直径が約6インチのとき、厚さは好ましくは450 $\mu$ m以上、より好ましくは550 $\mu$ m以上であり、また、好ましくは800 $\mu$ m以下、より好ましくは700 $\mu$ m以下である。

[0014] 上記の通り、GaN基板ウエハ100は通常円盤形であるが、変形例では、主面の形状が正方形、長方形、六角形、八角形、楕円形などであってもよく、不定形であってもよい。このような変形例の場合は、前記の直径を「主

面において重心を通る直線として最も短い長さ」と読み替えることができる。

[0015] GaN基板ウエハ100のN極性面101は「裏面」であり、鏡面仕上げられていてもよいし、粗面或いは艶消し仕上げられていてもよい。

GaN基板ウエハ100のGa極性面102は「おもて面」であり、GaN基板ウエハ100を用いて半導体デバイスを製造するときは、通常、Ga極性面102上に半導体層がエピタキシャル成長される。

Ga極性面102は結晶成長させたままの状態 (as-grown) の表面であり得るが、通常は、加工により平坦化されている。Ga極性面102を平坦化し、平坦面とするためになされる加工には、研磨およびCMP (Chemical Mechanical Polishing) から選ばれるひとつ以上が含まれ得る。これらの加工に加え、ダメージ層の除去を目的としてエッチングが行われ得る。平坦面の粗さは限定されるものではないが、例えば、原子間力顕微鏡 (AFM) で測定されるGa極性面102の根二乗平均 (RMS) 粗さとして、測定範囲  $2\ \mu\text{m} \times 2\ \mu\text{m}$  において好ましくは5 nm未満、より好ましくは2 nm未満、更に好ましくは1 nm未満であり、0.5 nm未満であってもよい。

Ga極性面102は切削によって形成された面であってもよいが、切削せずに研磨、CMP、エッチング等の平坦化のみを施された面であることが好ましい。

[0016] GaN基板ウエハ100は、その2つの主面の間に再成長界面103を有しており、再成長界面103を挟んでN極性側に第一領域110、Ga極性側に第二領域120を有している。「再成長界面」とは、任意の基板上にGaN結晶が成長した際に生じる境界面を意味し、その存在は、例えばGaN基板ウエハの断面を走査電子顕微鏡カソードルミネッセンス観察または蛍光顕微鏡観察することによって確認することができる。

再成長界面103は、Ga極性面102と平行であることが好ましい。再成長界面103がGa極性面102から傾斜しているとき、通常、第二領域120の厚さは傾斜方向の一方端で最小となり、他方端で最大となる。第二

領域120の該一方端における厚さと該他方端における厚さの差が200 $\mu$ mを超えないことが好ましい。

GaN基板ウエハ100を用いた窒化物半導体デバイスの製造過程では、最終的に第一領域110が除去されることが想定される。つまり、GaN基板ウエハ100を用いて製造される窒化物半導体デバイスチップは、第一領域110に由来する部分を含まないことが想定される。このような使用態様であれば、第一領域110をなすGaN結晶の電気特性に特段の制約はない。

[0017] 第一領域110は通常、アモノサーマル成長されたGaN結晶からなるので、Li（リチウム）、Na（ナトリウム）、K（カリウム）、F（フッ素）、Cl（塩素）、Br（臭素）およびI（ヨウ素）から選ばれる元素のうち少なくともひとつの元素を、 $1 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 以上の濃度で含有する。また、第一領域は、通常、H（水素）およびO（酸素）をそれぞれ独立に、 $1 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以上の濃度で含有する。

第一領域110がLi、NaおよびKのようなアルカリ金属元素を含有するのは、該領域をなすGaN結晶をアモノサーマル成長させるのに、アルカリ金属を含有する例えば $\text{LiNH}_2$ 、 $\text{NaNH}_2$ および $\text{KNH}_2$ のような化合物が触媒剤として使用されたときである。

一方、第一領域110がF、Cl、BrおよびIのようなハロゲン元素を含有するのは、該領域をなすGaN結晶をアモノサーマル成長させるのに、ハロゲン元素を含有する例えば $\text{NH}_4\text{F}$ 、 $\text{NH}_4\text{Cl}$ 、 $\text{NH}_4\text{Br}$ および $\text{NH}_4\text{I}$ のような化合物が触媒剤として使用されたときである。

[0018] 第二領域120は、第一領域110の上にHVPEで成長される。第一領域110と第二領域120との間に再成長界面103が存在するのは、第一領域110を成長させる工程と第二領域120を成長させる工程が連続していないからである。本明細書においてHVPEとは、ハイドライド気相成長法（Hydride Vapor Phase Epitaxy）を意味する。

第二領域120は、HVPEで成長されたGaN結晶からなるので、不純

物濃度に関し次の (a) ~ (c) から選ばれる一以上の条件を充たす。

(a) Si 濃度が  $5 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$  以上である。

(b) O 濃度が  $3 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$  以下である。

(c) H 濃度が  $1 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$  以下である。

第二領域 120 の成長においてシードの役割を担う第一領域 110 が、アモノサーマル成長された結晶性の良好な GaN 結晶からなることから、第二領域 120 をなす GaN 結晶も良好な結晶性を有する。

第二領域 120 の最小厚さは  $20 \mu\text{m}$  以上である。その理由は、GaN 基板ウエハ 100 を用いた窒化物半導体デバイスチップの製造過程で、基板ウエハ 100 から第一領域 110 が除去された後、残った第二領域 120 が該半導体デバイスチップの構造を支える基板としての役割を担い得るようにするためである。最小厚さとは、厚さが最小である箇所の厚さを意味する。

第二領域 120 の最小厚さは、 $50 \mu\text{m}$  以上、 $75 \mu\text{m}$  以上、更には  $100 \mu\text{m}$  以上、更には  $150 \mu\text{m}$  以上などであってもよい。

第二領域 120 の最小厚さは、好ましくは  $350 \mu\text{m}$  以下、より好ましくは  $300 \mu\text{m}$  以下であり、 $250 \mu\text{m}$  以下、 $200 \mu\text{m}$  以下などであってもよい。

Ga 極性面 102 と再成長界面 103 が平行で、第二領域 120 の厚さが一様であるときは、第二領域の厚さは全ての箇所で最小厚さであるとみなされる。

[0019] 第二領域 110 の意図的なドーピングは必須ではない。

通常の HVPE 技法を用いたとき、意図的なドーピングをしないことにより、ドナー不純物の総濃度が  $1 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$  未満の GaN 結晶を成長させることは容易である。なお「意図的なドーピング」とは、GaN 結晶を成長させる過程で、対象とする元素を原料として添加することを意味する。

ドナー不純物の総濃度とは、全ての種類のドナー不純物の濃度を足し合わせたものである。

GaN結晶中でドナーとして働くのは、Si、Ge（ゲルマニウム）、Sn（錫）などの14族元素と、O、S（硫黄）、Se（セレン）、Te（テルル）などの16族元素である。このうちSiおよびOは、意図的に添加しない場合であっても、HVPEで成長されたGaN結晶中には $1 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$ 以上の濃度で含有され得る。対照的に、SiおよびOを除くドナー不純物、例えば、Si以外の14族元素とO以外の16族元素は、意図的に添加しない限り、独立してHVPEで成長されたGaN結晶中に $1 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 以上の濃度で含有されることはない。

[0020] 一例では、第二領域110を少なくとも部分的に補償不純物でドーピングしてもよい。

補償不純物とは、GaN結晶中においてn型キャリアを補償する働きを持つ不純物であり、よく知られているのはC（炭素）と遷移金属元素である。遷移金属元素ではFe（鉄）とMn（マンガン）が代表的であり、その他にはCo（コバルト）、Cr（クロム）、V（バナジウム）、Ni（ニッケル）、Cu（銅）などが知られている。

HVPEで成長されるGaN結晶においては、意図的にドーピングしない限り、補償不純物の総濃度は $1 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 未満であり、ドナー不純物の総濃度を下回るのが普通である。従って、意図的にドーピングすることにより、補償不純物の総濃度を $1 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以上とすることができる。

他の一例では、第二領域110を少なくとも部分的にドナー不純物でドーピングしてもよい。

[0021] 好適例では、第二領域120のうち、Ga極性側の主面を少なくとも含む領域、具体的にはGaN基板ウエハ100のGa極性面102から特定長L以内にある領域が主ドープ領域120aと定められる。

第二領域120が補償不純物でドープされるとき、主ドープ領域120aにおける補償不純物の総濃度は、 $1 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以上、更には $2 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以上、更には $5 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$

以上であってもよく、好ましくは $1 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ 以上、より好ましくは $2 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ 以上であり、 $5 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ 以上などであってもよい。

第二領域120が補償不純物でドーピングされる時、主ドーピング領域120においては、補償不純物の総濃度がドナー不純物の総濃度の好ましくは2倍以上、より好ましくは5倍以上、更に好ましくは10倍以上であり、50倍以上であってもよい。

第二領域120が補償不純物でドーピングされる時、主ドーピング領域120をなすGaN結晶は半絶縁性、すなわち、その室温抵抗率が $1 \times 10^5 \Omega \cdot \text{cm}$ 以上とされてもよい。また、主ドーピング領域120に最も高い濃度で含有される補償不純物がFe、MnまたはCであることが好ましい。

[0022] 第二領域120がドナー不純物でドーピングされる時の、該第二領域の少なくとも一部の領域、例えば主ドーピング領域120aにおけるドナー不純物の総濃度は、 $1 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ 以上、更には $2 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ 以上であることが好ましく、 $5 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ 以上であってもよい。

第二領域120がドナー不純物でドーピングされる時、主ドーピング領域120aが最も高い濃度で含有するドナー不純物は、好ましくはSiまたはGeであり、それは主に次の2つの理由による。

第一に、SiとGeは、Oと並んで高い活性化率を示すドナー不純物である。活性化率とは、ドナー不純物でドーピングされたGaNにおける、ドナー不純物濃度に対するキャリア濃度の比率のことである。

第二に、Oを $1 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ 以上の濃度で含有するGaNを得るためにはファセット成長が必要であるのに対し、SiまたはGeを同じ濃度で含有するGaNはc面成長により得ることができる。

[0023] ファセット成長とは、(0001)配向したGaN膜を、成長表面がピットだらけとなるように成長させる技法である。対照的に、かかるGaN膜を成長表面が平らになるように成長させるのが、c面成長である。

貫通転位はピットの底に集まる性質を持つため、主ドーピング領域120aを

ファセット成長で形成した場合、Ga極性面102における貫通転位密度の均一性が低下する。しかし、半導体デバイスの製造者が好むのは、貫通転位密度の均一性が高いGaN基板ウエハである。

主ドープ領域120aをファセット成長で形成することは、基板ウエハ100の生産性の点でも不利である。なぜなら、ファセット成長させたGaN膜は、c面成長させたGaN膜に比べ、表面を平坦化するためにより多くの加工時間を要するからである。

[0024] 一例では、主ドープ領域120aにおける、Siを除くドナー不純物の総濃度をSi濃度の10%以下、更には5%以下、更には1%以下とすることで、この領域のキャリア濃度をSi濃度の調節により制御することが可能となる。

他の一例では、主ドープ領域120aにGeを $10^{18}$  atoms/cm<sup>3</sup>以上の濃度で含有させてもよい。このときの該領域におけるSi濃度は、好ましくは $4 \times 10^{17}$  atoms/cm<sup>3</sup>以上である。

[0025] 特定長Lは、通常1 μm以上であり、第二領域120の最小厚さを超えない範囲で任意に定め得る。

好ましい実施形態においては、GaN基板ウエハ100を用いた窒化物半導体デバイスチップの製造過程で、GaN基板ウエハ100から第一領域110に加えて第二領域120も一部除去し、主ドープ領域120aを露出させたときでも、残った主ドープ領域120aのみからなるGaN基板が該半導体デバイスチップの構造を支え得るように特定長Lが定められる。

この好ましい実施形態において、特定長Lは少なくとも1 μm以上、好ましくは10 μm以上、より好ましくは20 μm、更に好ましくは25 μm以上であり、50 μm以上、75 μm以上、100 μm以上、150 μm以上、200 μm以上などであってもよい。

また、特定長Lの下端（N極性面101側の端）から再成長界面までの長さは、好ましくは1 μm以上であり、より好ましくは5 μm以上であり、10 μm以上であり、また、該下端から該界面までの長さは、好ましくは50

$\mu\text{m}$ 以下、より好ましくは $30\mu\text{m}$ 以下である。

この好ましい実施形態において、特定長 $L$ は、第二領域120の最小厚さの好ましくは50%以上、より好ましくは75%以上、更に好ましくは90%以上である。

この好ましい実施形態では、主ドープ領域120a内において、GaN基板ウエハ100の厚さ方向であるc軸方向に沿った電気特性の変動が小さいことが望ましい。

従って、該領域120aに補償不純物が添加されるときには、該領域120a内におけるc軸方向に沿った補償不純物の総濃度の変動は、中央値から好ましくは $\pm 25\%$ 以内、より好ましくは $\pm 20\%$ 以内、更に好ましくは $\pm 15\%$ 以内、より更に好ましくは $\pm 10\%$ 以内である。

また、該領域120aにドナー不純物が添加されるときには、該領域120a内におけるc軸方向に沿ったドナー不純物の総濃度の変動は、中央値から好ましくは $\pm 25\%$ 以内、より好ましくは $\pm 20\%$ 以内、更に好ましくは $\pm 15\%$ 以内、より更に好ましくは $\pm 10\%$ 以内である。

[0026] 第二領域120が補償不純物でドープされる時、主ドープ領域120aを含め、第二領域120における補償不純物の総濃度は、過剰なドーピングによる結晶品質の著しい低下を避けるために、 $5 \times 10^{19} \text{ atoms/cm}^3$ 以下、更には $2 \times 10^{19} \text{ atoms/cm}^3$ 以下、更には $1 \times 10^{19} \text{ atoms/cm}^3$ 以下とされ得る。

第二領域120がドナー不純物でドープされる時、主ドープ領域120aを含め、第二領域120におけるドナー不純物の総濃度は、過剰なドーピングによる結晶品質の著しい低下を避けるために、 $5 \times 10^{19} \text{ atoms/cm}^3$ 以下、更には $2 \times 10^{19} \text{ atoms/cm}^3$ 以下、更には $1 \times 10^{19} \text{ atoms/cm}^3$ 以下とされ得る。

第二領域120の最下部、すなわち第一領域110と隣り合う部分では、主ドープ領域120aに意図的に添加された不純物と同種の不純物の濃度が第一領域110から離れるにつれて連続的または段階的に増加していてもよ

い。

[0027] 第二領域120は通常、HVPEで成長されるので、その不純物濃度に関し、次の(a')～(c')から選ばれる一以上の条件を充たす。

(a') Si濃度が $5 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$ 以上

(b') O濃度が $3 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$ 以下

(c') H濃度が $1 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以下

[0028] 一例では、図3に示すように、再成長界面103が粗面であってもよい。例えば、第二領域120を成長させる前に、第一領域110の表面をエッチングにより粗面化したとき、再成長界面103は粗面となり得る。再成長界面103に垂直に第一領域110から第二領域120に向かう方向を高さ方向とし、該再成長界面における最も高い点と最も低い点の間の高低差を該再成長界面の粗さrとしたとき、該粗さrは例えば $0.3 \mu\text{m}$ 以上 $12 \mu\text{m}$ 以下であり得る。

その他、図1～図3には示されていないが、GaN基板ウエハ100のエッジは面取りされていてもよい。また、GaN基板ウエハ100には、結晶の方位を表示するオリエンテーション・フラットまたはノッチ、おもて面と裏面の識別を容易にするためのインデックス・フラット等、必要に応じて様々なマーキングを施すことができる。

[0029] 第二領域120を補償不純物でドーピングしたとき、GaN基板ウエハ100は、GaN-HEMTのような横型デバイス構造の窒化物半導体デバイスの製造に好ましく用いられ得る。

窒化物半導体デバイスとは、デバイス構造の主要部を窒化物半導体で形成した半導体デバイスである。窒化物半導体は、窒化物系III-V族化合物半導体、III族窒化物系化合物半導体、GaN系半導体などとも呼ばれ、GaNを含む他、GaNのガリウムの一部または全部を他の周期表第13族元素(B、Al、In等)で置換した化合物を含む。

横型デバイス構造は、バイポーラトランジスタのような高電子移動度トランジスタ(HEMT)以外の電子デバイスにおいても、また、発光ダイオー

ド（LED）やレーザーダイオード（LD）のような発光デバイスにおいても採用され得る。

[0030] 第二領域120をドナー不純物でドーピングしたとき、GaN基板ウエハ100は、縦型デバイス構造を有する各種の窒化物半導体デバイスの製造に好ましく用いられ得る。

縦型デバイス構造は、レーザーダイオード（LD）、発光ダイオード（LED）などの発光デバイスや、整流器、バイポーラトランジスタ、電界効果トランジスタ、HEMTなどの電子デバイスにおいて採用され得る。

[0031] GaN基板ウエハ100を用いて窒化物半導体デバイスを製造するときは、図4（a）に示すようにGaN基板ウエハ100が準備された後、そのGa極性面102上に、図4（b）に示すように、第一窒化物半導体層210と第二窒化物半導体層220を少なくとも含むエピタキシャル膜200が有機金属気相成長法（MOVPE）で成長されることにより、エピタキシャルウエハが形成される。

例えば、窒化物半導体デバイスがHEMTであるとき、第一窒化物半導体層210と第二窒化物半導体層220は、それぞれ、アンドープGaNチャネル層とアンドープAlGaNキャリア供給層であり得る。

例えば、窒化物半導体デバイスがp-nダイオードであるとき、第一窒化物半導体層210と第二窒化物半導体層220は、それぞれ、n型GaN層とp型GaN層であり得る。

[0032] エッチング加工、イオン注入、電極形成、保護膜形成等を含み得る半導体プロセスが実行された後、エピタキシャルウエハは分断されて窒化物半導体デバイスチップとなるが、分断の前にエピタキシャルウエハを薄化するために、通常図4（c）に示すように、GaN基板ウエハ100の第一領域110の少なくとも一部が研削、エッチング等の方法で除去される。

この薄化加工は、エピタキシャルウエハの外周部にリング状の厚肉部が残るように行われ得る。つまり、エピタキシャルウエハの外周部を除いた部分においてのみ、GaN基板ウエハ100の第一領域110が除去され得る。

図4(c)では、薄化後のエピタキシャルウエハのN極性面側に主ドープ領域120aが露出するよう、GaN基板ウエハ100から第二領域120も部分的に除去されている。

第二領域120がドナー不純物でドープされているときは、第一領域110の除去により露出した第二領域120の表面に電極が形成された後、エピタキシャルウエハが分断されてもよい。

なお、GaN基板ウエハ100を用いた半導体デバイスは、窒化物半導体デバイスのみ限定されるものではない。

#### [0033] 2. GaN基板ウエハの製造方法

次に、本発明の別の実施形態であるGaN基板ウエハの製造方法について説明する。以下に記載する製造方法は、前記したGaN基板ウエハを製造する好ましい一形態である。また、以下に記載するGaN基板ウエハの製造方法によって得られるGaN基板ウエハの好ましい態様は、前記したGaN基板ウエハが挙げられる。

実施形態に係る前述のGaN基板ウエハ100は、好ましくは、以下に説明する方法により製造され得る。この方法は、再成長界面を挟んでN極性側の領域とGa極性側の領域を有するGaN基板ウエハの製造に適用されるものであって、次の工程を有する。

(i) アモノサーマル成長されたGaN結晶からなるc面GaNウエハを準備する第一工程。

(ii) 第一工程で準備したc面GaNウエハ上に(0001)配向した厚さ20 $\mu$ m以上のGaN膜をHVPEで成長させて積層構造体を得る第二工程。

本明細書において「ウエハ上に」は「ウエハの表面に」と同義である。

[0034] 上記の第一工程および第二工程を詳しく説明すると以下の通りである。なお、該第一工程で得られるc面GaNウエハおよび第二工程で得られるGaN膜の構造や特性として、それぞれ上述の第一領域および第二領域の構造や特性を適用することができる。

第一工程では、図5 (a) に断面図を示すc面GaNウエハ1が準備される。

c面GaNウエハ1は、アモノサーマル成長されたGaN結晶からなる。

c面GaNウエハ1をなすGaN結晶をアモノサーマル成長させるのに用いられる結晶成長装置が通常備える構成を、図6に模式的に示す。

図6を参照すると、結晶成長装置はオートクレーブを備えており、その内部にはバツフルで相互に区画された溶解ゾーンおよび成長ゾーンが設けられている。GaN結晶を成長させるとき、溶解ゾーンにはフィードストックが鉍化剤 (図示せず) とともに置かれ、成長ゾーンにはシードがワイヤで吊される。フィードストックは好ましくは多結晶GaNである。

[0035] 真空ポンプ、アンモニアポンプおよび窒素ポンプが接続されたガスラインが、バルブを介してオートクレーブと接続されている。オートクレーブに $\text{NH}_3$  (アンモニア) を入れる際には、アンモニアポンプから供給される $\text{NH}_3$ の量をマスフローメーターで確認することが可能となっている。

オートクレーブに入れられる $\text{NH}_3$ の量に応じて、所定温度に加熱されたときのオートクレーブ内の圧力が決まる。

シード、フィードストック、鉍化剤および $\text{NH}_3$ が入れられた後、オートクレーブは密封され、内部が超臨界状態となるように外側からヒーター (図示せず) で加熱される。溶解ゾーンと成長ゾーンのために温度勾配を設けるために、複数のヒーターによってオートクレーブの上部と下部は別々に加熱される。

溶解ゾーンではフィードストックが溶解し、成長ゾーンではGaNがシード上に再結晶する。

[0036] 鉍化剤には塩基性鉍化剤と酸性鉍化剤のいずれも使用できる。

好ましい塩基性鉍化剤はアルカリ金属元素を含有する化合物であり、代表的なものとして $\text{LiNH}_2$ 、 $\text{NaNH}_2$ および $\text{KNH}_2$ のようなアルカリ金属アミドが挙げられる。

好ましい酸性鉍化剤はハロゲン元素を含有する化合物であり、代表的なも

のとして、 $\text{NH}_4\text{F}$ 、 $\text{NH}_4\text{Cl}$ 、 $\text{NH}_4\text{Br}$ および $\text{NH}_4\text{I}$ のようなハロゲン化アンモニウムと、 $\text{GaF}_3$ 、 $\text{GaCl}_3$ 、 $\text{GaBr}_3$ および $\text{GaI}_3$ のようなハロゲン化ガリウムが挙げられる。

最も好ましく使用し得る鋳化剤は、不純物濃度の低い $\text{GaN}$ 結晶を高いレートで成長させ得る点から、 $\text{NH}_4\text{F}$ および $\text{GaF}_3$ のようなフッ素を含有する化合物であり、特に $\text{NH}_4\text{F}$ である。 $\text{NH}_4\text{F}$ は予め合成されたものを準備してオートクレーブに仕込んでもよいし、あるいは、オートクレーブ内またはオートクレーブに接続された反応容器内で、 $\text{NH}_3$ と $\text{HF}$ （フッ化水素）を反応させて合成してもよい。

一例では、 $\text{NH}_4\text{F}$ または $\text{GaF}_3$ を、 $\text{NH}_4\text{Cl}$ 、 $\text{NH}_4\text{Br}$ または $\text{NH}_4\text{I}$ と併用してもよい。

[0037] アルカリ金属元素を含有する化合物が鋳化剤として用いられるとき、シード上に再結晶する $\text{GaN}$ は、鋳化剤に由来するアルカリ金属元素を含有する。例えば、鋳化剤に $\text{KNH}_2$ が用いられるとき、シード上に再結晶する $\text{GaN}$ は $\text{K}$ を含有する。

ハロゲン元素を含有する化合物が鋳化剤として用いられるとき、シード上に再結晶する $\text{GaN}$ は、鋳化剤に由来するハロゲン元素を含有する。例えば、鋳化剤に $\text{NH}_4\text{F}$ が用いられるとき、シード上に再結晶する $\text{GaN}$ は $\text{F}$ を含有する。

どのような鋳化剤を使用しても、シード上に成長する $\text{GaN}$ 結晶は、通常、 $\text{H}$ （水素）および $\text{O}$ （酸素）をそれぞれ $1 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以上の濃度で含有する。

[0038] 再び図5（a）を参照すると、 $c$ 面 $\text{GaN}$ ウエハ1は、互いに平行な $\text{N}$ 極性面および $\text{Ga}$ 極性面を主面として有する。

実施形態に係る前述の $\text{GaN}$ 基板ウエハ100を製造する場合には、 $c$ 面 $\text{GaN}$ ウエハ1における $\text{Ga}$ 極性面の（0001）結晶面に対する傾斜角度（オフカット角）および傾斜方向（オフカット方向）を、 $\text{GaN}$ 基板ウエハ100が有すべきオフカット角およびオフカット方向と同じとすることが好

ましいが、必須ではない。

GaN基板ウエハ100が有すべきオフカット方位は、GaN基板ウエハ100を使用する半導体デバイスの製造者の要求に応じて様々であるが、様々なオフカット方位を有するc面GaNウエハ1を準備することは、GaN基板ウエハ100の生産効率の低下につながり得る。c面GaNウエハ1のオフカット方位によって、次の第二工程でc面GaNウエハ1上にHVPEでGaN膜2を成長させるときの最適条件が変わり得ることにも、注意が必要である。

[0039] c面GaNウエハ1の初期厚み $t_{1i}$ は、窒化物半導体デバイスの製造に用いられるGaN基板ウエハが通常有する厚さより薄くてもよい。なぜなら、多数の工程からなる半導体プロセスに耐える必要があるGaN基板ウエハと異なり、c面GaNウエハ1は次の第二工程までの間に破損しなければよいだけからである。

例えば、c面GaNウエハ1の直径が約2インチであるとき、その初期厚み $t_{1i}$ は好ましくは $300\mu\text{m}$ 以下であり、 $250\mu\text{m}$ 以下、更には $200\mu\text{m}$ 以下であってもよい。

[0040] 第二工程では、図5(b)に示すように、c面GaNウエハ1のGa極性面上に、(0001)配向した厚さ $20\mu\text{m}$ 以上のGaN膜2をHVPEで成長させて、積層構造体を得る。このとき、c面GaNウエハ1とGaN膜2の間には再成長界面が形成される。

通常、c面GaNウエハ1のGa極性面は、GaN膜2を成長させる前に研削、研磨、CMP等の技法を適宜用いて平坦に加工されるが(平坦化工程)、一例では、平坦化した該Ga極性面をエッチングで粗面に加工したうえで(粗面化工程)、GaN膜2を成長させてもよい。

HCl(塩化水素)をエッチングガスに用いると、GaNのGa極性面はエッチングマスクを用いることなく粗面化することが可能である。GaN膜2の成長に用いるHVPE装置にエッチング用のHCl供給ラインを設ければ、該HVPE装置のリアクター内で、GaN膜2の成長直前に、c面Ga

Nウエハ1のGa極性面を粗面化することもできる。

[0041] GaN膜2は、意図的にドーピングすることなく成長させてもよいし、あるいは、少なくとも部分的に、補償不純物またはドナー不純物でドーピングしてもよい。

好適例では、GaN膜2に特定ドーピング領域2aを設けてもよい。特定ドーピング領域2aは、c軸方向の領域長が、例えば1 $\mu$ m以上であり、10 $\mu$ m以上、20 $\mu$ m以上、25 $\mu$ m以上、50 $\mu$ m以上、75 $\mu$ m以上、100 $\mu$ m以上、150 $\mu$ m以上、200 $\mu$ m以上などでもあり得る。

特定ドーピング領域2aの上端（[0001]側の端）は、GaN膜2の上面から好ましくは10 $\mu$ m以内、より好ましくは5 $\mu$ m以内であり、GaN膜2の上面であってもよい。

特定ドーピング領域2aの下端（[000-1]側の端）から、c面GaNウエハ1とGaN膜2との界面までの長さは、好ましくは1 $\mu$ m以上であり、より好ましくは5 $\mu$ m以上であり、10 $\mu$ m以上であり、また、該下端から該界面までの長さは、好ましくは50 $\mu$ m以下、より好ましくは30 $\mu$ m以下である。

特定ドーピング領域2aのc軸方向の領域長は、更に、GaN膜2の厚さの50%以上であることが好ましく、75%以上であることがより好ましく、90%以上であることが更に好ましい。

[0042] GaN膜2を補償不純物でドーピングするとき、特定ドーピング領域2a内では、補償不純物の総濃度が少なくとも $1 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ であり、 $2 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以上、 $5 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以上、 $1 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ 以上、 $2 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ 以上、 $5 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ 以上などであってもよい。

GaN膜2を補償不純物でドーピングするとき、特定ドーピング領域2aにおいて、補償不純物の総濃度はドナー不純物の総濃度の好ましくは2倍以上、より好ましくは5倍以上、更に好ましくは10倍以上であり、50倍以上であってもよい。

GaN膜2を補償不純物でドーピングするとき、特定ドーピング領域2a内ではGaN結晶が半絶縁性、すなわち、その室温抵抗率が $1 \times 10^5 \Omega \cdot \text{cm}$ 以上であってよい。

[0043] GaN膜2をドナー不純物でドーピングするとき、特定ドーピング領域2a内では、ドナー不純物の総濃度が少なくとも $1 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ であり、好ましくは $2 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ 以上、より好ましくは $5 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である。

GaN膜2をドナー不純物でドーピングするとき、特定ドーピング領域2aに最も高濃度に添加するドナー不純物は、好ましくはSiまたはGeである。

一例では特定ドーピング領域2aにおける、Siを除くドナー不純物の総濃度をSi濃度の10%以下、更には5%以下、更には1%以下としてもよい。

他の一例では、特定ドーピング領域2aにGeを $1 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ 以上の濃度で含有させてもよい。このときの該領域におけるSi濃度は、好ましくは $4 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である。

[0044] 特定ドーピング領域2a内においては、c軸方向に沿った電気特性の変動が小さいことが望ましい。

従って、該領域2aに補償不純物が添加されるときには、該領域2a内におけるc軸方向に沿った補償不純物の総濃度の変動は、中央値から好ましくは±25%以内、より好ましくは±20%以内、更に好ましくは±15%以内、より更に好ましくは±10%以内である。

また、該領域2aにドナー不純物が添加されるときには、該領域2a内におけるc軸方向に沿ったドナー不純物の総濃度の変動は、中央値から好ましくは±25%以内、より好ましくは±20%以内、更に好ましくは±15%以内、より更に好ましくは±10%以内である。

[0045] GaN膜2が補償不純物でドーピングされる時、特定ドーピング領域2aを含め、GaN膜2における補償不純物の総濃度は、過剰なドーピングによる結晶品質の著しい低下を避けるために、 $5 \times 10^{19} \text{ atoms/cm}^3$ 以下、更には $2 \times 10^{19} \text{ atoms/cm}^3$ 以下、更には $1 \times 10^{19} \text{ atoms/cm}^3$

以下とされ得る。

GaN膜2がドナー不純物でドーピングされるとき、特定ドーピング領域2aを含め、GaN膜2におけるドナー不純物の総濃度は、過剰なドーピングによる結晶品質の著しい低下を避けるために、 $5 \times 10^{19} \text{ atoms/cm}^3$ 以下、更には $2 \times 10^{19} \text{ atoms/cm}^3$ 以下、更には $1 \times 10^{19} \text{ atoms/cm}^3$ 以下とされ得る。

[0046] GaN膜2の最下部、すなわちc面GaNウエハ1と隣り合う部分には、特定ドーピング領域2aに添加される補償不純物と同種の補償不純物を、その濃度がc面GaNウエハ1から離れるにつれて連続的または段階的に増加するように添加してもよい。

GaN膜2の成長厚み $t_{2g}$ は、製造すべきGaN基板ウエハのGa極性側領域の設計厚みに応じて設定すればよい。具体的には、 $20 \mu\text{m}$ 以上、 $50 \mu\text{m}$ 以上、 $75 \mu\text{m}$ 以上、 $100 \mu\text{m}$ 以上、 $150 \mu\text{m}$ 以上などであってもよく、また、 $500 \mu\text{m}$ 以下、 $350 \mu\text{m}$ 以下、 $300 \mu\text{m}$ 以下、 $250 \mu\text{m}$ 以下、 $200 \mu\text{m}$ 以下などであってもよい。

[0047] 前述のGaN基板ウエハ100を製造する場合、GaN膜2の成長厚み $t_{2g}$ は、該GaN基板ウエハにおける第二領域120の設計厚みと同じでもよいが、好ましくは該設計厚みより大きくすることで、後の薄化工程においてGaN膜2の表面の平坦化加工が可能となる。従って、GaN膜2の成長厚み $t_{2g}$ は、平坦化のための加工シロを確保するために、該第二領域120の設計最大厚みより $50 \mu\text{m}$ 以上大きいことが好ましく、 $100 \mu\text{m}$ 以上大きいことがより好ましい。 $200 \mu\text{m}$ を超える加工シロは必要とされないのが普通である。換言すれば、薄化工程の前後におけるGaN膜2の厚さ差が $200 \mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。

例えば、GaN膜2の成長厚み $t_{2g}$ が第二領域120の設計最大厚みより $50 \mu\text{m}$ 以上大きいとき、後の薄化工程ではGaN膜2の厚さが $50 \mu\text{m}$ 以上減じられる。換言すれば、薄化工程の前後におけるGaN膜2の厚さ差が $50 \mu\text{m}$ 以上となる。

[0048] 前述のGaN基板ウエハ100を製造する場合、直径が大きなウエハ、たとえば直径6インチのウエハであったとしても、GaN膜2の成長厚み $t_{2g}$ は500 $\mu\text{m}$ 以下に抑えることが可能である。

成長厚み $t_{2g}$ が小さくて済むことから、GaN膜2は比較的短時間で形成することができ、それ故に、副生物である $\text{NH}_4\text{Cl}$ （塩化アンモニウム）がHVPE装置の排気システムを閉塞させることを心配することなく、一度に多数のc面GaNウエハ1上にGaN膜2を成長させることが可能である。このことから、第二工程におけるスループットは極めて高いものとなり得る。

更に、GaN膜2の形成に要する時間が短いことは、HVPEリアクターの洗浄とメンテナンスに関連するコストの削減にも寄与し得る。一般的に、HVPEリアクターは、1回の成長工程の所要時間が短いときの方が劣化の進行が遅く、使用寿命が長くなる。

[0049] 成長厚み $t_{2g}$ が小さくて済むことは、特にGaN膜2を高濃度にドーピングする場合に、異常成長の発生による歩留り低下を防ぐうえで極めて好都合である。HVPEでは、ドーパントを $1 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ 以上の高濃度で含有するGaN結晶を1mmを超える厚さに成長させようとする、高い頻度で異常成長が発生するからである。

[0050] 第二工程の後、必要に応じて、図5(c)に示すように、第二工程で得た積層構造体を薄化する薄化工程が設けられる。

図5(c)では、c面GaNウエハ1の厚さが初期厚み $t_{1i}$ から最終厚み $t_{1f}$ に減じられるとともに、GaN膜2の厚さが初期厚み $t_{2i}$ から最終厚み $t_{2f}$ に減じられているが、薄化工程ではc面GaNウエハ1とGaN膜2のいずれか一方のみが加工されてもよい。

実施形態に係る前述のGaN基板ウエハ100を製造する場合、薄化工程において、c面GaNウエハ1とGaN膜2の厚さが、該GaN基板ウエハにおける第一領域110および第二領域120の設計厚みとそれぞれ一致するまで減じられる。

製造すべきGaN基板ウエハ100のオフカット方位と、c面GaNウエハ1のオフカットとが同じであるときは、薄化加工時の面方位の基準として、c面GaNウエハ1の裏面（積層構造体のN極性面）が用いられ得る。

製造すべきGaN基板ウエハ100のオフカット方位が、c面GaNウエハ1のオフカットと異なるとき、すなわちオフカット角とオフカット方向の少なくともいずれかが異なるときは、薄化加工の前に積層構造体の結晶方位がX線回折装置で確認される。

薄化工程において用いる加工技法は、研削、ラッピング、CMP、ドライエッチング、ウェットエッチング等から適宜選択することができる。

[0051] 上述の製造方法に含まれる第二工程で使用し得るHVPE装置について、図7を参照しつつ以下に説明する。

図7に示すHVPE装置10は、ホットウォール型のリアクター11と、該リアクター内に配置されたガリウム溜め12およびサセプター13と、該リアクターの外部に配置された第一ヒーター14および第二ヒーター15を備えている。第一ヒーター14および第二ヒーター15は、それぞれ、リアクター11を環状に取り囲んでいる。

リアクター11は石英管チャンバーである。リアクター11内には、主に第一ヒーター14で加熱される第一ゾーンZ<sub>1</sub>と、主に第二ヒーター15で加熱される第二ゾーンZ<sub>2</sub>がある。排気管P<sub>E</sub>は第二ゾーンZ<sub>2</sub>側のリアクター端に接続される。

第一ゾーンZ<sub>1</sub>に配置されるガリウム溜め12は、ガス入口とガス出口を有する石英容器である。

第二ゾーンZ<sub>2</sub>に配置されるサセプター13は、例えばグラファイトで形成される。サセプター13を回転させる機構は任意に設けることができる。

[0052] HVPE装置10でGaNを成長させるには、サセプター13上にシードを置いたうえで、第一ヒーター14および第二ヒーター15でリアクター11内を加熱するとともに、キャリアガスで希釈されたNH<sub>3</sub>（アンモニア）をアンモニア導入管P<sub>1</sub>を通して第二ゾーンZ<sub>2</sub>に供給し、また、キャリアガス

で希釈されたHCl（塩化水素）を塩化水素導入管P<sub>2</sub>を通してガリウム溜め12に供給する。このHClはガリウム溜め12の中の金属ガリウムと反応し、生じたGaCl（塩化ガリウム）が塩化ガリウム導入管P<sub>3</sub>を通して第二ゾーンZ<sub>2</sub>に運ばれる。

第二ゾーンZ<sub>2</sub>でNH<sub>3</sub>とGaClが反応し、生じるGaNがサセプター13上に置かれたシード上で結晶化する。

成長するGaNを意図的にドーピングするときには、キャリアガスで希釈されたドーピングガスをドーパント導入管P<sub>4</sub>を通してリアクター11内の第二ゾーンZ<sub>2</sub>に導く。

アンモニア導入管P<sub>1</sub>、塩化水素導入管P<sub>2</sub>、塩化ガリウム導入管P<sub>3</sub>およびドーパント導入管P<sub>4</sub>は、リアクター11内に配置される部分が石英で形成される。

NH<sub>3</sub>、HClおよびドーピングガスのそれぞれを希釈するキャリアガスには、H<sub>2</sub>（水素ガス）、N<sub>2</sub>（窒素ガス）またはH<sub>2</sub>とN<sub>2</sub>の混合ガスが好ましく用いられる。

[0053] HVPE装置10を用いてGaNを成長させるときの好ましい条件は、次の通りである。

ガリウム溜めの温度は、例えば500～1000℃であり、好ましくは700℃以上、また、好ましくは900℃以下である。

サセプター温度は、例えば900～1100℃であり、好ましくは930℃以上、より好ましくは950℃以上であり、また、好ましくは1050℃以下、より好ましくは1020℃以下である。

リアクター内のNH<sub>3</sub>分圧とGaCl分圧との比であるV/I/I比は、例えば1～20であり、好ましくは2以上、より好ましくは3以上であり、また、好ましくは10以下である。

V/I/I比は大き過ぎても小さ過ぎても、GaNの成長表面のモロロジーが悪化する原因となる。成長表面のモロロジー悪化は、結晶品質の低下の原因となり得る。

[0054] ある種のドーパントでは、GaN結晶への取り込み効率が、成長表面の結晶方位に強く依存する。成長表面のモホロジーが良好でない条件で成長させたGaN結晶の内部では、かかるドーパントの濃度の均一性が低下する。これは、モホロジーの悪い成長表面には、様々な方位のファセットが存在することによる。

GaN結晶への取り込み効率が成長表面の結晶方位によって明らかに異なるドーパントの典型例はO（酸素）であるが、Ge（ゲルマニウム）にも同様の傾向があることを本発明者等は見出している。後述するように、Geドーピングの際にキャリアガス中のH<sub>2</sub>のモル比を下げ過ぎない方がよいのは、このことに関係している。

OもGeもドナー不純物であることから、その濃度の均一性の低下は、比抵抗やキャリア濃度の均一性の低下につながる。

[0055] その他として、低過ぎるV／I／I比の使用は、成長するGaN結晶の窒素空孔濃度を増加させる。窒素空孔がGaN結晶やそれを用いたGaN基板、あるいはそのGaN基板上に形成される窒化物半導体デバイスに与える影響は今のところ明らかではないが、点欠陥であることから、濃度はできるだけ低くすべきと考えられる。

GaNの成長レートは、好ましくは40～200μm/hであり、リアクター内のNH<sub>3</sub>分圧とGaCl分圧の積をパラメータとして制御することができる。高過ぎる成長レートは成長するGaNの表面モホロジーを悪化させる。

前述の第二工程でGaN膜2をドーピングするときは、成長表面のモホロジー悪化を防ぐために、ドーピングガスの供給レートを、供給開始から数分ないし数十分かけて徐々に所定値まで増加させることが好ましい。

同じ理由から、ドーピングガスの供給は、GaN膜2を少なくとも数μm成長させた時点で開始することが好ましい。

[0056] GaN膜2に補償不純物を含有させる方法は限定されるものではないが、通常、ドーピングガスをHVPE装置内に導入する方法が採用される。

Cドーピングのためのドーピングガスには、例えば $\text{CH}_4$ （メタン）のような炭化水素ガスを用いることができる。

Feドーピングのためのドーピングガスには、例えば、気化させた塩化鉄を用いることができる。塩化鉄蒸気は、キャリアガス流通下で加熱した金属鉄に $\text{HCl}$ を接触させる方法で発生させ得る他、キャリアガス流通下で加熱して気化させたフェロセン（ビス（シクロペンタジエニル）鉄）を、ドーパント導入管内で $\text{HCl}$ と反応させる方法で発生させ得る。ここでフェロセンは、鉄を含有する他の有機化合物に置換してもよい。

Mnドーピングのためのドーピングガスには、例えば、導入管内に金属Mnを設置し、これを加熱するとともにキャリアガス等のフローによって用いることができる。

他の遷移金属元素をGa<sub>2</sub>Nに添加するときも、当該遷移金属元素の蒸気、或いは当該遷移金属元素の塩化物の蒸気をドーピングガスとして用いることができる。

[0057] Siドーピングのためのドーピングガスには $\text{SiH}_4$ （シラン）、 $\text{SiH}_3\text{Cl}$ （モノクロロシラン）、 $\text{SiH}_2\text{Cl}_2$ （ジクロロシラン）、 $\text{SiHCl}_3$ （トリクロロシラン）または $\text{SiCl}_4$ （テトラクロロシラン）を好ましく使用し得る。

Geドーピングのためのドーピングガスには $\text{GeH}_4$ （ゲルマン）、 $\text{GeH}_3\text{Cl}$ （モノクロロゲルマン）、 $\text{GeH}_2\text{Cl}_2$ （ジクロロゲルマン）、 $\text{GeHCl}_3$ （トリクロロゲルマン）または $\text{GeCl}_4$ （テトラクロロゲルマン）を好ましく使用し得る。

[0058] キャリアガス中の $\text{H}_2$ のモル比は、成長するGa<sub>2</sub>Nの不純物濃度に影響し得る。ここでいうキャリアガス中の $\text{H}_2$ のモル比は、リアクター外からリアクター内にキャリアガスとして供給される各ガス種の流量に基づいて算出される。

サファイア基板上にHVPEで成長させたGa<sub>2</sub>N結晶から切り出したc面Ga<sub>2</sub>NウエハのGa極性面上に、同じV/III比を用いて略同じ成長レー

トでHVPEにより成長させたSiまたはGeドープGaNの不純物濃度が、キャリアガス中のH<sub>2</sub>のモル比によりどのように変化するかを調べた結果を下記表1に示す。

[0059] [表1]

表1

| 不純物 | SiドープGaN中の濃度<br>[atoms/cm <sup>3</sup> ] |                          | GeドープGaN中の濃度<br>[atoms/cm <sup>3</sup> ] |                          | DL (検出下限)<br>[atoms/cm <sup>3</sup> ] |
|-----|--|--------------------------|--|--------------------------|---------------------------------------|
|     | H <sub>2</sub> モル比 = 0                   | H <sub>2</sub> モル比 = 0.7 | H <sub>2</sub> モル比 = 0                   | H <sub>2</sub> モル比 = 0.7 |                                       |
| Si  | 8×10 <sup>17</sup>                       | 2×10 <sup>18</sup>       | 7×10 <sup>16</sup>                       | 4×10 <sup>17</sup>       | 7×10 <sup>14</sup>                    |
| Ge  | < DL                                     | < DL                     | 1×10 <sup>19</sup>                       | 6×10 <sup>17</sup>       | 1×10 <sup>15</sup>                    |
| O   | 6×10 <sup>16</sup>                       | 8×10 <sup>15</sup>       | 2×10 <sup>17</sup>                       | 1×10 <sup>16</sup>       | 5×10 <sup>15</sup>                    |
| H   | 4×10 <sup>16</sup>                       | < DL                     | 7×10 <sup>16</sup>                       | < DL                     | 3×10 <sup>16</sup>                    |
| C   | < DL                                     | < DL                     | < DL                                     | < DL                     | 3×10 <sup>15</sup>                    |
| Cl  | < DL                                     | < DL                     | < DL                                     | < DL                     | 2×10 <sup>14</sup>                    |

[0060] 表1から分かるように、SiドープGaNのO濃度は、キャリアガスがN<sub>2</sub>のみのときSi濃度の10%以下である。Si以外のドナーは実質的にOのみなので、これはSiを除くドナーの総濃度がSi濃度の10%以下であることに等しい。キャリアガス中のH<sub>2</sub>のモル比を上げると、SiドープGaNのO濃度は更に低くなり、該モル比が0.7のときでSi濃度の1%未満となる。

[0061] 一方、GeドープGaNでは、キャリアガス中のH<sub>2</sub>のモル比が0（ゼロ）のとき、該モル比が0.7のときに比べ、Ge濃度が10倍以上高く、また、Si濃度に対するGe濃度の比もより高い。従って、一見すると、キャリアガス中のH<sub>2</sub>のモル比は低い方が好ましそうである。

しかし、キャリアガス中のH<sub>2</sub>のモル比が0のときと0.7のときとは、前者の方がO濃度も1桁高いことから分かるように、前者の条件を用いたときの方がGaNの成長表面モロロジーは悪く、Ge濃度が高いのもそのせいであることを本発明者等は確認している。キャリアガス中のH<sub>2</sub>のモル比が低過ぎる条件では、Ge濃度の均一性が低いGaN結晶が成長する。

[0062] 従って、GeドープGaNを成長させるときは、キャリアガス中のH<sub>2</sub>のモル比を0.3~0.7程度とすることが好ましく、そうして成長させたGeドープGaNでは、Ge濃度が1×10<sup>18</sup> atoms/cm<sup>3</sup>以上のとき、S

i 濃度が  $4 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$  以上である。

Si と Ge のいずれでドーブしたときも、HVPE で成長される GaN の O 濃度は、キャリアガス中の  $\text{H}_2$  のモル比を上げると低下する傾向があり、 $2 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$  以下、更には  $1 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$  以下となり得る。これは、成長中の表面モロロジーが改善されるためである。

[0063] HVPE 装置 10 を用いて成長される GaN は、意図的にドーピングしないときであっても、O および Si を SIMS (二次イオン質量分析) で検出可能な濃度で含有し得る。Si 源は、リアクターやリアクター内の配管に用いられる石英 ( $\text{SiO}_2$ ) であり、O 源は、かかる石英と、リアクター内に残留または侵入した水分の、いずれかまたは両方である。

図 7 では図示が省略されている部品を含め、リアクター 11 内に配置される部品には、石英とカーボンの他に、SiC (炭化珪素)、 $\text{SiN}_x$  (窒化ケイ素)、BN (窒化ホウ素)、アルミナ、W (タングステン)、Mo (モリブデン) などで形成されたものを用いることができる。そうすることで、HVPE 装置 10 を用いて成長される GaN における、Si、O および H を除く各不純物の濃度は、意図的なドーピングをしない限り、 $5 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$  以下とし得る。

[0064] 以上、本発明を具体的な実施形態に即して説明したが、各実施形態は例として提示されたものであり、本発明の範囲を限定するものではない。本明細書に記載された各実施形態は、発明の趣旨を逸脱しない範囲内で、様々に変形することができ、かつ、実施可能な範囲内で、他の実施形態により説明された特徴と組み合わせることができる。

## 符号の説明

- [0065] 1 c 面 GaN ウエハ  
2 GaN 膜  
2 a 特定ドーブ領域  
10 HVPE 装置  
11 リアクター

- 1 2 ガリウム溜め
- 1 3 サセプター
- 1 4 第一ヒーター
- 1 5 第二ヒーター
- 1 0 0 GaN基板ウエハ
- 1 0 1 N極性面
- 1 0 2 Ga極性面
- 1 0 3 再成長界面
- 1 1 0 第一領域
- 1 2 0 第二領域
- 1 2 0 a 主ドープ領域
- 2 0 0 エピタキシャル膜
- 2 1 0 第一窒化物半導体層
- 2 2 0 第二窒化物半導体層

## 請求の範囲

- [請求項1] (0001) 配向したGaN基板ウエハであって、再成長界面を挟んでN極性側に設けられた第一領域と、Ga極性側に設けられた第二領域とを有し、該第二領域の最小厚さが $20\mu\text{m}$ 以上であり、該第一領域におけるLi、Na、K、F、Cl、BrおよびIから選ばれる元素のうち少なくともひとつの元素の濃度が $1 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 以上であり、かつ、該第二領域が、次の(a)～(c)から選ばれる一以上の条件を充たしている、GaN基板ウエハ：  
(a) Si濃度が $5 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である。  
(b) O濃度が $3 \times 10^{16} \text{ atoms/cm}^3$ 以下である。  
(c) H濃度が $1 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以下である。
- [請求項2] 以下の(1)～(3)から選ばれるいずれかの条件を充たす、請求項1に記載のGaN基板ウエハ。  
(1)  $50\text{mm}$ 以上 $55\text{mm}$ 以下の直径と $250\mu\text{m}$ 以上 $450\mu\text{m}$ 以下の厚さを有する。  
(2)  $100\text{mm}$ 以上 $105\text{mm}$ 以下の直径と $350\mu\text{m}$ 以上 $750\mu\text{m}$ 以下の厚さを有する。  
(3)  $150\text{mm}$ 以上 $155\text{mm}$ 以下の直径と $450\mu\text{m}$ 以上 $800\mu\text{m}$ 以下の厚さを有する。
- [請求項3] 前記第二領域の最小厚さが $300\mu\text{m}$ 以下である、請求項1または2に記載のGaN基板ウエハ。
- [請求項4] Ga極性側の主面が平坦面である、請求項1～3のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハ。
- [請求項5] Ga極性側の主面に対し前記再成長界面が傾斜している、請求項4に記載のGaN基板ウエハ。
- [請求項6] 前記第二領域における前記再成長界面が傾斜している方向の一方端

と他方端との間の厚さ差が $200\mu\text{m}$ を超えない、請求項5に記載のGaN基板ウエハ。

[請求項7] 前記第一領域において、H濃度が $1 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、請求項1～6のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハ。

[請求項8] 前記第一領域において、O濃度が $1 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、請求項1～7のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハ。

[請求項9] 前記第一領域において、F濃度が $1 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、請求項1～8のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハ。

[請求項10] 前記第二領域の少なくとも一部において、補償不純物の総濃度が $1 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、請求項1～9のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハ。

[請求項11] 前記第二領域がGa極性側の主面を少なくとも含む主ドープ領域を有し、かつ、該主ドープ領域における補償不純物の総濃度が $1 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、請求項10に記載のGaN基板ウエハ。

[請求項12] 前記主ドープ領域における補償不純物の総濃度が $1 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、請求項11に記載のGaN基板ウエハ。

[請求項13] 前記主ドープ領域において、補償不純物の総濃度がドナー不純物の総濃度の2倍以上である、請求項11または12に記載のGaN基板ウエハ。

[請求項14] 前記主ドープ領域が、炭素および遷移金属元素から選ばれる一種以上の元素を含有する、請求項11～13のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハ。

[請求項15] 前記主ドープ領域に最も高い濃度で含有される不純物がFe、MnまたはCである、請求項11～14のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハ。

[請求項16] 前記主ドープ領域がGaN極性側の主面から特定長以内の領域であり、該特定長が $20\mu\text{m}$ 以上である、請求項11～15のいずれか一

項に記載のGaN基板ウエハ。

- [請求項17] 前記主ドープ領域において、c軸方向に沿った補償不純物の総濃度の変動が、中央値から±25%の範囲内である、請求項11～16のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハ。
- [請求項18] 前記主ドープ領域がGaN極性側の主面から特定長以内の領域であり、該特定長が前記第二領域の最小厚さの50%以上である、請求項11～17のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハ。
- [請求項19] 前記第二領域における補償不純物の総濃度が $5 \times 10^{19}$  atoms/cm<sup>3</sup>以下である、請求項10～18のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハ。
- [請求項20] 前記第二領域の少なくとも一部において、ドナー不純物の総濃度が $1 \times 10^{18}$  atoms/cm<sup>3</sup>以上である、請求項1～9のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハ。
- [請求項21] 前記第二領域がGaN極性側の主面を少なくとも含む主ドープ領域を有し、かつ、該主ドープ領域におけるドナー不純物の総濃度が $1 \times 10^{18}$  atoms/cm<sup>3</sup>以上である、請求項20に記載のGaN基板ウエハ。
- [請求項22] 前記主ドープ領域におけるドナー不純物の総濃度が $2 \times 10^{18}$  atoms/cm<sup>3</sup>以上である、請求項21に記載のGaN基板ウエハ。
- [請求項23] 前記主ドープ領域に最も高い濃度で含有される不純物がSiまたはGeである、請求項21または22に記載のGaN基板ウエハ。
- [請求項24] 前記主ドープ領域において、Siを除くドナー不純物の総濃度がSi濃度の10%以下である、請求項21または22に記載のGaN基板ウエハ。
- [請求項25] 前記主ドープ領域において、SiおよびOを除くドナー不純物元素の濃度が、独立して $1 \times 10^{15}$  atoms/cm<sup>3</sup>未満である、請求項24に記載のGaN基板ウエハ。

- [請求項26] 前記主ドーピング領域において、Ge濃度が $1 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ 以上であり、かつ、Si濃度が $4 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、請求項23に記載のGaN基板ウエハ。
- [請求項27] 前記主ドーピング領域がGaN極性側の主面から特定長以内の領域であり、該特定長が $20 \mu\text{m}$ 以上である、請求項21～26のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハ。
- [請求項28] 前記主ドーピング領域において、c軸方向に沿ったドナー不純物の総濃度の変動が、中央値から±25%の範囲内である、請求項27に記載のGaN基板ウエハ。
- [請求項29] 前記主ドーピング領域がGaN極性側の主面から特定長以内の領域であり、該特定長が前記第二領域の最小厚さの50%以上である、請求項21～28のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハ。
- [請求項30] 前記第二領域におけるドナー不純物の総濃度が $5 \times 10^{19} \text{ atoms/cm}^3$ 以下である、請求項20～29のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハ。
- [請求項31] 請求項1～30のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハと、該GaN基板ウエハのGa極性側の主面上にエピタキシャル成長した窒化物半導体層と、を有するエピタキシャルウエハ。
- [請求項32] 請求項1～30のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハを準備する工程と、該GaN基板ウエハのGa極性側の主面上に窒化物半導体層をエピタキシャル成長させる工程と、を有するエピタキシャルウエハの製造方法。
- [請求項33] 請求項1～30のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハを準備する工程と、該GaN基板ウエハのGa極性側の主面上に窒化物半導体層を成長させてエピタキシャルウエハを得る工程と、前記GaN基板ウエハの前記第一領域の少なくとも一部を除去する工程と、を有する窒化物半導体デバイスの製造方法。
- [請求項34] 再成長界面を挟んでN極性側の領域とGa極性側の領域とを有する

GaN基板ウエハを製造する方法であって、  
アモノサーマル成長されたGaN結晶からなるc面GaNウエハを準備する第一工程と、  
該c面GaNウエハ上に(0001)配向した厚さ20 $\mu$ m以上のGaN膜をHVPEで成長させて積層構造ウエハを得る第二工程とを有すること、を特徴とする、GaN基板ウエハの製造方法。

[請求項35] 前記GaN基板ウエハが、以下の(1)～(3)から選ばれるいずれかの条件を充たす、請求項34に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

(1) 50mm以上55mm以下の直径と250 $\mu$ m以上450 $\mu$ m以下の厚さを有する。

(2) 100mm以上105mm以下の直径と350 $\mu$ m以上750 $\mu$ m以下の厚さを有する。

(3) 150mm以上155mm以下の直径と450 $\mu$ m以上800 $\mu$ m以下の厚さを有する。

[請求項36] 前記c面GaNウエハにおいて、Li、Na、K、F、Cl、BrおよびIから選ばれる元素のうち少なくともひとつの元素の濃度が $1 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、請求項34または35に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[請求項37] c面GaNウエハが、Hを $1 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以上の濃度で含有する、請求項34～36のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[請求項38] 前記c面GaNウエハにおいて、Oの濃度が $1 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、請求項34～37のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[請求項39] 前記c面GaNウエハにおいて、Fの濃度が $1 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、請求項34～38のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

- [請求項40] 前記GaN膜の少なくとも一部において、補償不純物の総濃度が $1 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、請求項34～39のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハの製造方法。
- [請求項41] 前記GaN膜が、c軸方向の領域長が $1 \mu\text{m}$ 以上であり、かつ、領域内の補償不純物の総濃度が $1 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、特定ドープ領域を有する、請求項40に記載のGaN基板ウエハの製造方法。
- [請求項42] 前記特定ドープ領域における補償不純物の総濃度が $1 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、請求項41に記載のGaN基板ウエハの製造方法。
- [請求項43] 前記特定ドープ領域において、補償不純物の総濃度がドナー不純物の総濃度の2倍以上である、請求項41または42に記載のGaN基板ウエハの製造方法。
- [請求項44] c軸方向に沿った前記特定ドープ領域内の補償不純物の総濃度の変動が、中央値から $\pm 25\%$ の範囲内である、請求項41～43のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハの製造方法。
- [請求項45] 前記領域長が、前記GaN膜の厚さの50%以上である、請求項41～44のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハの製造方法。
- [請求項46] 前記特定ドープ領域の下端から、前記GaN膜と前記第二c面GaNウエハとの界面までの長さが、 $1 \mu\text{m}$ 以上である、請求項41～45のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハの製造方法。
- [請求項47] 前記特定ドープ領域が、炭素および遷移金属元素から選ばれる一種以上の元素を含有する、請求項41～46のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハの製造方法。
- [請求項48] 前記特定ドープ領域に最も高い濃度で含有される不純物がFe、MnまたはCである、請求項47に記載のGaN基板ウエハの製造方法。
- [請求項49] 前記GaN膜における補償不純物の総濃度が $5 \times 10^{19} \text{ atoms/cm}^3$

s / c m<sup>3</sup>以下である、請求項40～48のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[請求項50] 前記GaN膜の少なくとも一部において、ドナー不純物の総濃度が $1 \times 10^{18}$  atoms / c m<sup>3</sup>以上である、請求項34～49のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[請求項51] 前記GaN膜のうち、c軸方向に20 μm以上の領域長を有する特定ドープ領域において、ドナー不純物の総濃度が $1 \times 10^{18}$  atoms / c m<sup>3</sup>以上である、請求項50に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[請求項52] 前記特定ドープ領域におけるドナー不純物の総濃度が $2 \times 10^{18}$  atoms / c m<sup>3</sup>以上である、請求項51に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[請求項53] c軸方向に沿った前記特定ドープ領域内のドナー不純物の総濃度の変動が、中央値から±25%の範囲内である、請求項51または52に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[請求項54] 前記特定ドープ領域のc軸方向の領域長が、前記GaN膜の厚さの50%以上である、請求項51～53のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[請求項55] 前記特定ドープ領域の下端から、前記GaN膜と前記第二c面GaNウエハとの界面までの長さが、1 μm以上である、請求項51～54のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[請求項56] 前記特定ドープ領域において、最も高い濃度で含有されるドーパントがSiまたはGeである、請求項51～55のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[請求項57] 前記特定ドープ領域において、Siを除くドナー不純物の総濃度がSi濃度の10%以下である、請求項51～55のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[請求項58] 前記特定ドープ領域において、SiおよびOを除くドナー不純物元

素の濃度が、独立して $1 \times 10^{15} \text{ atoms/cm}^3$ 未満である、請求項57に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[請求項59] 前記特定ドープ領域において、Ge濃度が $1 \times 10^{18} \text{ atoms/cm}^3$ 以上であり、かつ、Si濃度が $4 \times 10^{17} \text{ atoms/cm}^3$ 以上である、請求項56に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[請求項60] 前記GaN膜におけるドナー不純物の総濃度が $5 \times 10^{19} \text{ atoms/cm}^3$ 以下である、請求項50～59のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

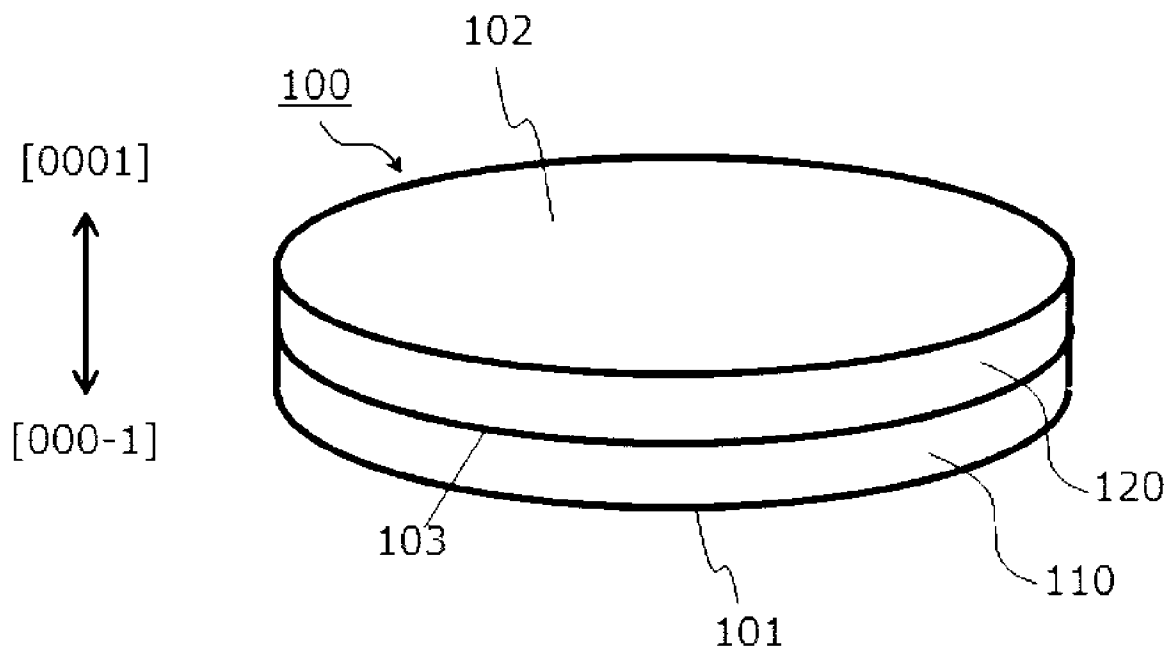
[請求項61] 前記第二工程の後に、前記積層構造体を薄化する薄化工程を有する、請求項34～60のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[請求項62] 前記薄化工程の前後における前記GaN膜の厚さ差が $50 \mu\text{m}$ 以上である、請求項61に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

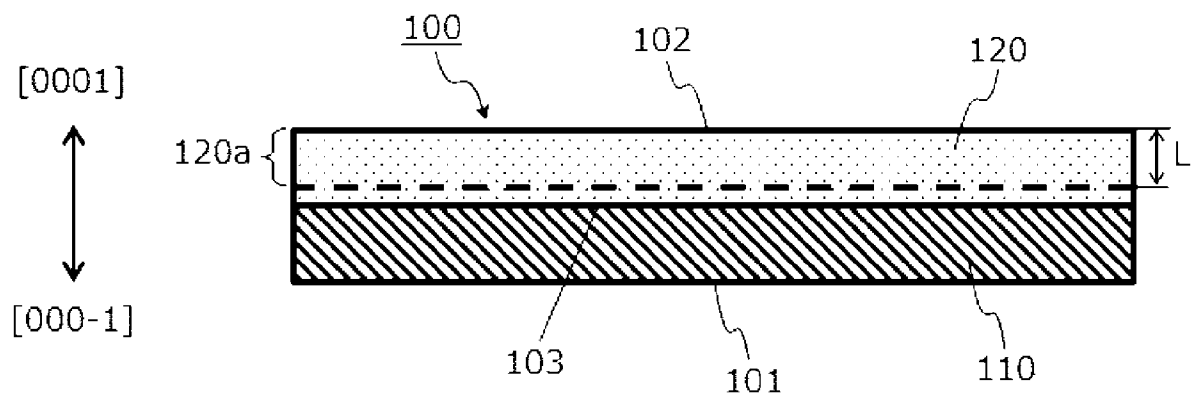
[請求項63] 前記薄化工程の前後における前記GaN膜の厚さ差が $200 \mu\text{m}$ 以下である、請求項61または62に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

[請求項64] 前記GaN基板ウエハのオフカット方位が、前記c面GaNウエハのオフカット方位と異なる、請求項61～63のいずれか一項に記載のGaN基板ウエハの製造方法。

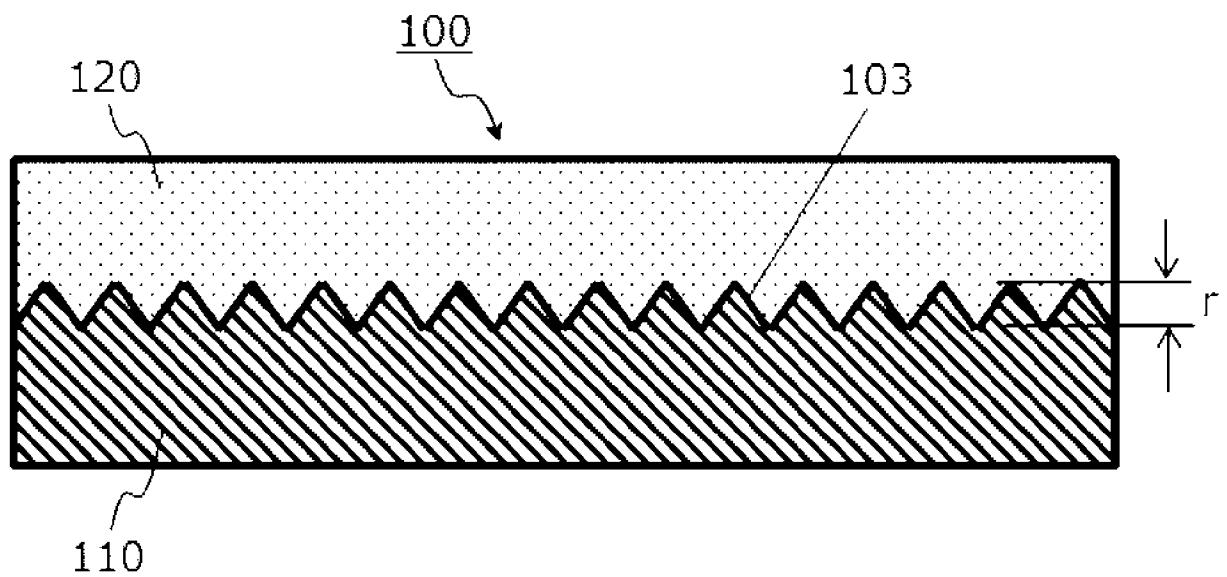
[図1]



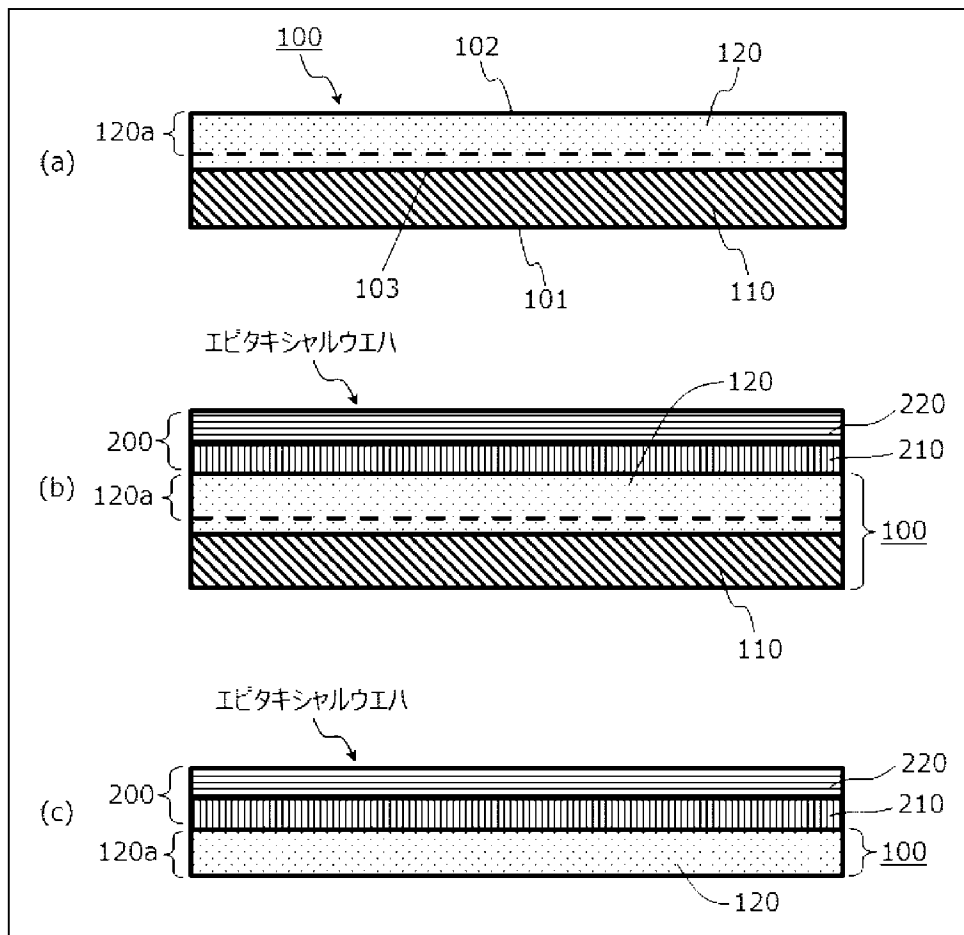
[図2]



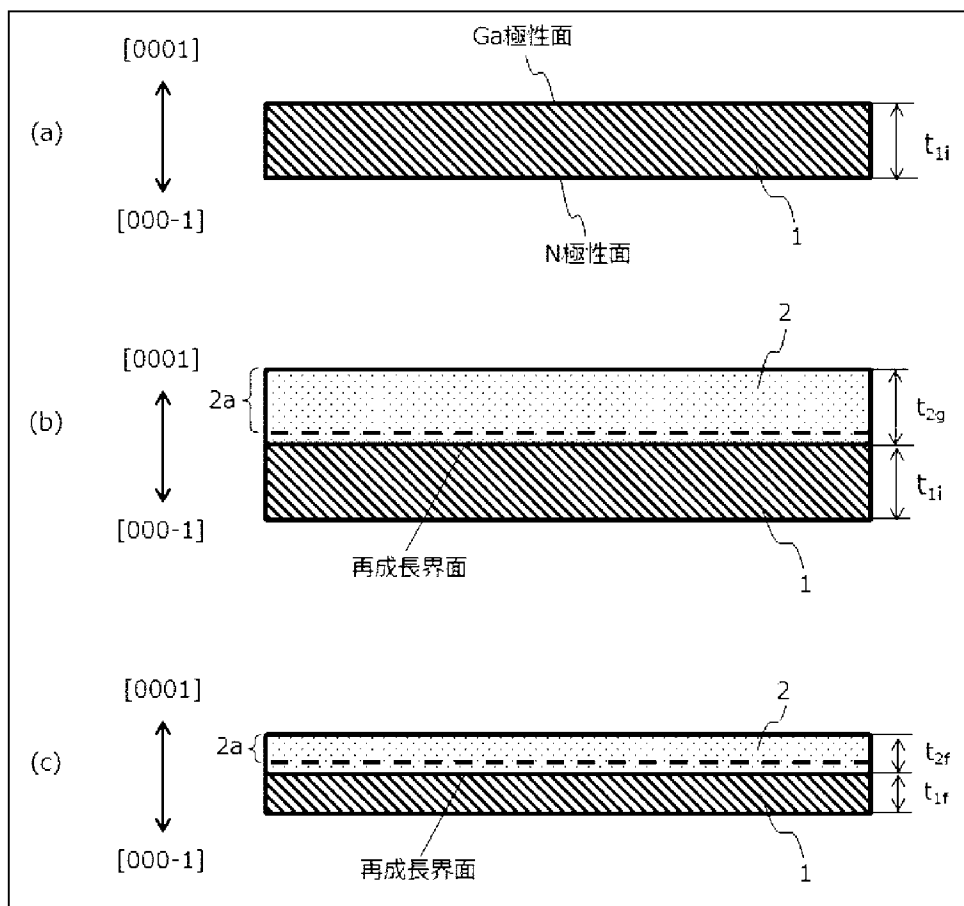
[図3]



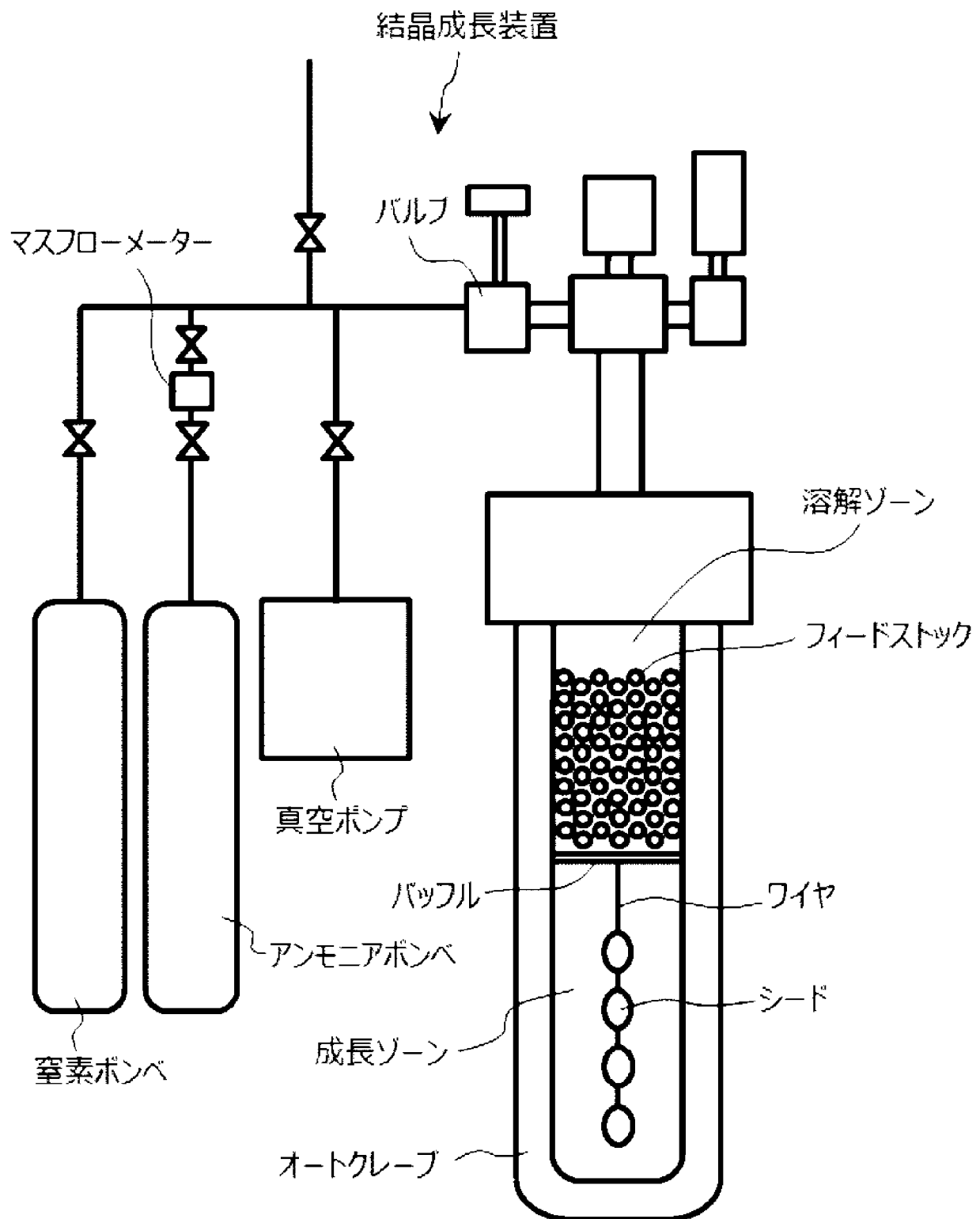
[図4]



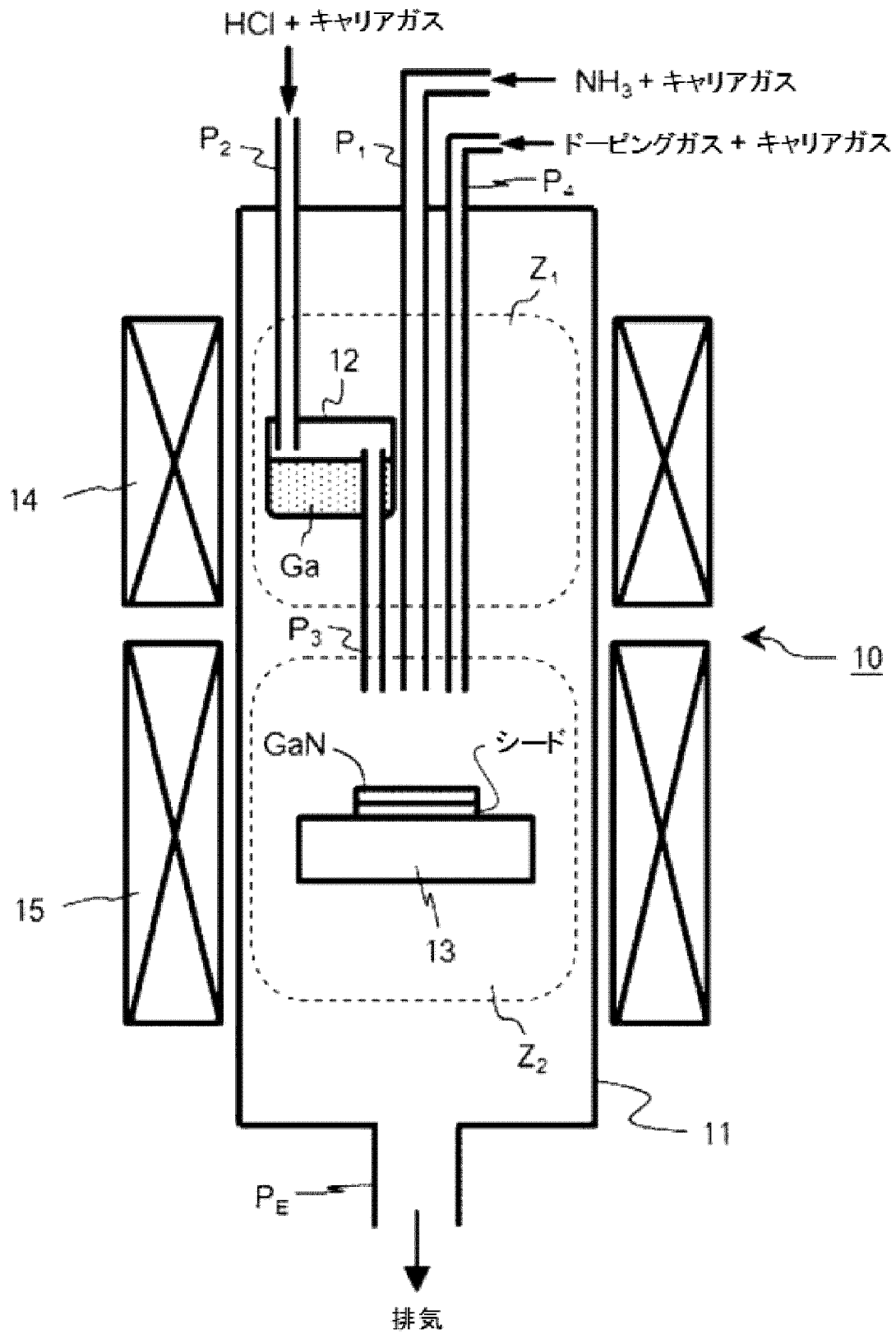
[図5]



[図6]



[図7]



**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.

PCT/JP2020/021132

| <p><b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b><br/>                 C30B 7/10 (2006.01)i; C30B 25/20 (2006.01)i; H01L 21/205 (2006.01)i; C30B 29/38 (2006.01)i<br/>                 FI: C30B29/38 D; C30B7/10; C30B25/20; H01L21/205<br/>                 According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC</p>   |   |   |   |   |  |           |   |                       |  |  |             |   |  |      |   |   |      |
|--|---|---|---|---|--|-----------|---|-----------------------|--|--|-------------|---|--|------|---|---|------|
| <p><b>B. FIELDS SEARCHED</b></p> <p>Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)<br/>                 C30B7/10; C30B25/20; H01L21/205; C30B29/38</p> <p>Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched</p> <table style="width:100%; border:none;"> <tr> <td style="width:80%;">Published examined utility model applications of Japan</td> <td style="text-align:right;">1922-1996</td> </tr> <tr> <td>Published unexamined utility model applications of Japan</td> <td style="text-align:right;">1971-2020</td> </tr> <tr> <td>Registered utility model specifications of Japan</td> <td style="text-align:right;">1996-2020</td> </tr> <tr> <td>Published registered utility model applications of Japan</td> <td style="text-align:right;">1994-2020</td> </tr> </table> <p>Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)</p>  |   |   | Published examined utility model applications of Japan  | 1922-1996   | Published unexamined utility model applications of Japan | 1971-2020 | Registered utility model specifications of Japan  | 1996-2020             | Published registered utility model applications of Japan | 1994-2020  |             |   |  |      |   |   |      |
| Published examined utility model applications of Japan   | 1922-1996   |   |   |   |  |           |   |                       |  |  |             |   |  |      |   |   |      |
| Published unexamined utility model applications of Japan   | 1971-2020   |   |   |   |  |           |   |                       |  |  |             |   |  |      |   |   |      |
| Registered utility model specifications of Japan   | 1996-2020   |   |   |   |  |           |   |                       |  |  |             |   |  |      |   |   |      |
| Published registered utility model applications of Japan   | 1994-2020   |   |   |   |  |           |   |                       |  |  |             |   |  |      |   |   |      |
| <p><b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b></p> <table border="1" style="width:100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="width:10%;">Category*</th> <th style="width:70%;">Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages</th> <th style="width:20%;">Relevant to claim No.</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>X<br/>Y</td> <td>JP 2016-533028 A (SEOUL SEMICONDUCTOR CO., LTD.)<br/>20.10.2016 (2016-10-20) paragraphs [0021], [0059]</td> <td>34, 35<br/>1-33, 36-64</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td>WO 2016/098518 A1 (MITSUBISHI CHEMICAL CORP.)<br/>23.06.2016 (2016-06-23) paragraphs [0001], [0015]</td> <td>1-33, 36-64</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td>WINSKA, M. et al., "Crystal growth of HVPE-GaN doped with germanium", Journal of Crystal Growth, 2017 abstract, 1., 2., 3.3., 4., fig. 5, 6, table 1</td> <td>1-33</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td>JP 2009-269816 A (TOHOKU UNIVERSITY) 19.11.2009 (2009-11-19) paragraphs [0032], [0047]-[0050], [0052]-[0053], [0092]-[0094]</td> <td>1-33</td> </tr> </tbody> </table>   |   |   | Category*   | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages  | Relevant to claim No.                                    | X<br>Y    | JP 2016-533028 A (SEOUL SEMICONDUCTOR CO., LTD.)<br>20.10.2016 (2016-10-20) paragraphs [0021], [0059] | 34, 35<br>1-33, 36-64 | Y  | WO 2016/098518 A1 (MITSUBISHI CHEMICAL CORP.)<br>23.06.2016 (2016-06-23) paragraphs [0001], [0015] | 1-33, 36-64 | Y | WINSKA, M. et al., "Crystal growth of HVPE-GaN doped with germanium", Journal of Crystal Growth, 2017 abstract, 1., 2., 3.3., 4., fig. 5, 6, table 1 | 1-33 | Y | JP 2009-269816 A (TOHOKU UNIVERSITY) 19.11.2009 (2009-11-19) paragraphs [0032], [0047]-[0050], [0052]-[0053], [0092]-[0094] | 1-33 |
| Category*  | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages  | Relevant to claim No.   |   |   |  |           |   |                       |  |  |             |   |  |      |   |   |      |
| X<br>Y   | JP 2016-533028 A (SEOUL SEMICONDUCTOR CO., LTD.)<br>20.10.2016 (2016-10-20) paragraphs [0021], [0059]   | 34, 35<br>1-33, 36-64   |   |   |  |           |   |                       |  |  |             |   |  |      |   |   |      |
| Y  | WO 2016/098518 A1 (MITSUBISHI CHEMICAL CORP.)<br>23.06.2016 (2016-06-23) paragraphs [0001], [0015]  | 1-33, 36-64   |   |   |  |           |   |                       |  |  |             |   |  |      |   |   |      |
| Y  | WINSKA, M. et al., "Crystal growth of HVPE-GaN doped with germanium", Journal of Crystal Growth, 2017 abstract, 1., 2., 3.3., 4., fig. 5, 6, table 1  | 1-33  |   |   |  |           |   |                       |  |  |             |   |  |      |   |   |      |
| Y  | JP 2009-269816 A (TOHOKU UNIVERSITY) 19.11.2009 (2009-11-19) paragraphs [0032], [0047]-[0050], [0052]-[0053], [0092]-[0094]   | 1-33  |   |   |  |           |   |                       |  |  |             |   |  |      |   |   |      |
| <p><input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C.      <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.</p>   |   |   |   |   |  |           |   |                       |  |  |             |   |  |      |   |   |      |
| <p>* Special categories of cited documents:</p> <table style="width:100%; border:none;"> <tr> <td style="width:50%;"> <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date</p> <p>"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)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> </td> <td style="width:50%;"> <p>"I" 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</p> <p>"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</p> <p>"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</p> <p>"&amp;" document member of the same patent family</p> </td> </tr> </table> |   |   | <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date</p> <p>"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)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p> | <p>"I" 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</p> <p>"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</p> <p>"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</p> <p>"&amp;" document member of the same patent family</p> |  |           |   |                       |  |  |             |   |  |      |   |   |      |
| <p>"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance</p> <p>"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date</p> <p>"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)</p> <p>"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means</p> <p>"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed</p>  | <p>"I" 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</p> <p>"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</p> <p>"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</p> <p>"&amp;" document member of the same patent family</p> |   |   |   |  |           |   |                       |  |  |             |   |  |      |   |   |      |
| <p>Date of the actual completion of the international search<br/>02 July 2020 (02.07.2020)</p>   |   | <p>Date of mailing of the international search report<br/>14 July 2020 (14.07.2020)</p> |   |   |  |           |   |                       |  |  |             |   |  |      |   |   |      |
| <p>Name and mailing address of the ISA/<br/>Japan Patent Office<br/>3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,<br/>Tokyo 100-8915, Japan</p>   |   | <p>Authorized officer</p> <p>Telephone No.</p>  |   |   |  |           |   |                       |  |  |             |   |  |      |   |   |      |

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**  
Information on patent family members

International application No.  
PCT/JP2020/021132

| Patent Documents referred in the Report | Publication Date | Patent Family  | Publication Date |
|---|------------------|--|------------------|
| JP 2016-533028 A                        | 20 Oct. 2016     | US 2015/0014817 A1<br>paragraphs [0021],<br>[0120]   |                  |
| WO 2016/098518 A1                       | 23 Jun. 2016     | WO 2015/006712 A2<br>US 2017/0362739 A1<br>paragraphs [0002],<br>[0060]-[0064]   |                  |
| JP 2009-269816 A                        | 19 Nov. 2009     | JP 2017-19709 A<br>US 2010/0140536 A1<br>paragraphs [0059],<br>[0074]-[0077],<br>[0079]-[0080],<br>[0120]-[0122]<br>WO 2007/119319 A1<br>EP 1995357 A1<br>KR 10-2008-0108980 A |                  |

|  |  |                |
|--|--|----------------|
| A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC））<br>C30B 7/10(2006.01)i; C30B 25/20(2006.01)i; H01L 21/205(2006.01)i; C30B 29/38(2006.01)i<br>FI: C30B29/38 D; C30B7/10; C30B25/20; H01L21/205  |  |                |
| B. 調査を行った分野<br>調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC））<br>C30B7/10; C30B25/20; H01L21/205; C30B29/38<br>最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの<br>日本国実用新案公報 1922-1996年<br>日本国公開実用新案公報 1971-2020年<br>日本国実用新案登録公報 1996-2020年<br>日本国登録実用新案公報 1994-2020年          |  |                |
| 国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）   |  |                |
| C. 関連すると認められる文献  |  |                |
| 引用文献の<br>カテゴリー*  | 引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示  | 関連する<br>請求項の番号 |
| X  | JP 2016-533028 A (ソウル セミコンダクター カンパニー リミテッド) 20.10.2016<br>(2016-10-20)<br>[0021], [0059]   | 34, 35         |
| Y  |  | 1-33, 36-64    |
| Y  | WO 2016/098518 A1 (三菱化学株式会社) 23.06.2016 (2016-06-23)<br>[0001], [0015]   | 1-33, 36-64    |
| Y  | IWINSKA, M., et al., Crystal growth of HVPE-GaN doped with germanium,<br>Journal of Crystal Growth, 2017<br>Abstract, 1., 2., 3.3., 4., Fig.5,6, Table 1   | 1-33           |
| Y  | JP 2009-269816 A (国立大学法人東北大学) 19.11.2009 (2009-11-19)<br>[0032], [0047]-[0050], [0052]-[0053], [0092]-[0094]   | 1-33           |
| <input type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input checked="" type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。  |  |                |
| * 引用文献のカテゴリー<br>“A” 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの<br>“E” 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの<br>“L” 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）<br>“O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献<br>“P” 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献 | “T” 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの<br>“X” 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの<br>“Y” 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの<br>“&” 同一パテントファミリー文献 |                |
| 国際調査を完了した日<br>02.07.2020   | 国際調査報告の発送日<br>14.07.2020   |                |
| 名称及びあて先<br>日本国特許庁(ISA/JP)<br>〒100-8915<br>日本国<br>東京都千代田区霞が関三丁目4番3号   | 権限のある職員（特許庁審査官）<br>末松 佳記 4G 3443<br>電話番号 03-3581-1101 内線 3465  |                |

国際調査報告  
 パテントファミリーに関する情報

国際出願番号  
 PCT/JP2020/021132

| 引用文献 |             |    | 公表日        | パテントファミリー文献 |                        |    | 公表日 |
|------|-------------|----|------------|-------------|------------------------|----|-----|
| JP   | 2016-533028 | A  | 20.10.2016 | US          | 2015/0014817           | A1 |     |
|      |             |    |            |             | [0021], [0120]         |    |     |
|      |             |    |            | WO          | 2015/006712            | A2 |     |
| WO   | 2016/098518 | A1 | 23.06.2016 | US          | 2017/0362739           | A1 |     |
|      |             |    |            |             | [0002], [0060]-[0064]  |    |     |
|      |             |    |            | JP          | 2017-19709             | A  |     |
| JP   | 2009-269816 | A  | 19.11.2009 | US          | 2010/0140536           | A1 |     |
|      |             |    |            |             | [0059], [0074]-[0077], |    |     |
|      |             |    |            |             | [0079]-[0080], [0120]- |    |     |
|      |             |    |            |             | [0122]                 |    |     |
|      |             |    |            | WO          | 2007/119319            | A1 |     |
|      |             |    |            | EP          | 1995357                | A1 |     |
|      |             |    |            | KR          | 10-2008-0108980        | A  |     |