(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第3868156号
(P3868156)
(45)発行日　平成19年1月17日(2007.1.17)　(24)登録日　平成18年10月20日(2006.10.20)

(51)Int.Cl.　F I
C30B 29/38 (2006.01)　C30B 29/38 D

請求項の数 3　(全 10 頁)

(21)出願番号　特願平11-237200
(22)出願日　平成11年8月24日(1999.8.24)
(65)公開番号　特開2001-64097(P2001-64097A)
(43)公開日　平成13年3月13日(2001.3.13)
審査請求日　平成15年4月23日(2003.4.23)

(73)特許権者　000006747
株式会社リコー
東京都大田区中馬込１丁目３番６号
(74)代理人　100085213
弁理士　鳥居　洋
(72)発明者　皿山　正二
東京都大田区中馬込１丁目３番６号　株式会社　リコー内

審査官　五十棲　毅

最終頁に続く

(54)【発明の名称】結晶成長方法および結晶成長装置およびＩＩＩ族窒化物結晶

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

外部から窒素原料を供給しながら、反応容器内で、少なくともＩＩＩ族金属を含む融液とフラックスと前記窒素原料とを用いてＩＩＩ族窒化物結晶を成長させる結晶成長装置であって、前記窒素原料として気体が用いられ、気体の窒素原料の圧力が制御可能となっており、気体の窒素原料を反応容器に供給するために第１のガス供給装置が設けられ、第１のガス供給装置は、気体の窒素原料を貯めておくための第１のシリンダーを備えており、該第１のガス供給装置の第１のシリンダー内の窒素原料圧力は、反応容器内の窒素原料圧力以上となっていることを特徴とする結晶成長装置。

【請求項２】

請求項１記載の結晶成長装置において、反応容器と第１のガス供給装置の間には、第２のガス供給装置がさらに設けられ、第２のガス供給装置は、反応容器に供給される気体の窒素原料を貯めておくための第２のシリンダーを備えており、第２のガス供給装置の第２のシリンダーには、第１のガス供給装置の第１のシリンダーから気体の窒素原料が充填可能に構成され、少なくともＩＩＩ族窒化物を結晶成長させる間は、第２のガス供給装置と第１のガス供給装置とが分離されており、第２のガス供給装置の第２のシリンダー内の窒素原料圧力は、反応容器内の窒素原料圧力以上となっていることを特徴とする結晶成長装置。

【請求項３】

請求項１または請求項２記載の結晶成長装置を用いてＩＩＩ族窒化物結晶を成長させる

ことを特徴とする結晶成長方法。
【発明の詳細な説明】
【０００１】
【発明の属する技術分野】
本発明は、結晶成長方法および結晶成長装置およびIII族窒化物結晶に関する。III族窒化物結晶を用いたデバイスは、光ディスク用青色光源や青色発光ダイオード、高温動作の高周波電子デバイス等に応用可能である。
【０００２】
【従来の技術】
現在、紫～青～緑色光源として用いられているＩｎＧａＡｌＮ系(III族窒化物)デバイスは、そのほとんどがサファイアあるいはＳｉＣ基板上にＭＯ－ＣＶＤ法(有機金属化学気相成長法)やＭＢＥ法(分子線結晶成長法)等を用いた結晶成長により作製されている。サファイアやＳｉＣを基板として用いる場合には、III族窒化物との熱膨張係数差や格子定数差が大きいことに起因する結晶欠陥が多くなる。このために、デバイス特性が悪く、例えば発光デバイスの寿命を長くすることが困難であったり、動作電力が大きくなったりするという問題がある。
【０００３】
さらに、サファイア基板の場合には絶縁性であるために、従来の発光デバイスのように基板側からの電極取り出しが不可能であり、結晶成長した窒化物半導体表面側からの電極取り出しが必要となる。その結果、デバイス面積が大きくなり、高コストにつながるという問題がある。また、サファイア基板上に作製したIII族窒化物半導体デバイスは劈開によるチップ分離が困難であり、レーザダイオード(ＬＤ)で必要とされる共振器端面を劈開で得ることが容易ではない。このため、現在はドライエッチングによる共振器端面形成や、あるいはサファイア基板を１００μｍ以下の厚さまで研磨した後に、劈開に近い形での共振器端面形成を行なっている。この場合にも、従来のＬＤのような共振器端面とチップ分離を単一工程で、容易に行なうことが不可能であり、工程の複雑化ひいてはコスト高につながる。
【０００４】
この問題を解決するために、サファイア基板上にIII族窒化物半導体膜を選択横方向成長やその他の工夫を行なうことで、結晶欠陥を低減させることが提案されている。
【０００５】
例えば文献「Japanese Journal of Applied Physics Vol.36 (1997) Part 2, No.12A, L1568-1571」(以下、第１の従来技術と称す)には、図３に示すようなレーザダイオード(ＬＤ)が示されている。図３のレーザダイオードは、ＭＯ－ＶＰＥ(有機金属気相成長)装置にてサファイア基板１上にＧａＮ低温バッファ層２とＧａＮ層３を順次成長した後に、選択成長用のSiO_2マスク４を形成する。このSiO_2マスク４は、別のＣＶＤ(化学気相堆積)装置にてSiO_2膜を堆積した後に、フォトリソグラフィー，エッチング工程を経て形成される。次に、このSiO_2マスク４上に再度、ＭＯ－ＶＰＥ装置にて２０μｍの厚さのＧａＮ膜３'を成長することで、横方向にＧａＮが選択成長し、選択横方向成長を行なわない場合に比較して結晶欠陥を低減させている。さらに、その上層に形成されている変調ドープ歪み超格子層(ＭＤ－ＳＬＳ)５を導入することで、活性層６へ結晶欠陥が延びることを防いでいる。この結果、選択横方向成長および変調ドープ歪み超格子層を用いない場合に比較して、デバイス寿命を長くすることが可能となる。
【０００６】
この第１の従来技術の場合には、サファイア基板上にＧａＮ膜を選択横方向成長しない場合に比べて、結晶欠陥を低減させることが可能となるが、サファイア基板を用いることによる、絶縁性と劈開に関する前述の問題は依然として残っている。さらには、SiO_2マスク形成工程を挟んで、ＭＯ－ＶＰＥ装置による結晶成長が２回必要となり、工程が複雑化するという問題が新たに生じる。
【０００７】

また、別の方法として、例えば文献「Applied Physics Letters, Vol.73, No.6, P832-834 (1998)」(以下、第２の従来技術と称す)には、ＧａＮ厚膜基板を応用することが提案されている。この第２の従来技術では、前述の第１の従来技術の２０μｍの選択横方向成長後に、Ｈ－ＶＰＥ(ハイドライド気相成長)装置にて２００μｍのＧａＮ厚膜を成長し、その後に、この厚膜成長したＧａＮ膜を１５０μｍの厚さになるように、サファイア基板側から研磨することにより、ＧａＮ基板を作製する。このＧａＮ基板上にＭＯ－ＶＰＥ装置を用いて、ＬＤデバイスとして必要な結晶成長を順次行ない、ＬＤデバイスを作製する。この結果、結晶欠陥の問題に加えて、サファイア基板を用いることによる絶縁性と劈開に関する前述の問題点を解決することが可能となる。

【０００８】

しかしながら、第２の従来技術は、第１の従来技術よりもさらに工程が複雑になっており、より一層のコスト高となる。また、第２の従来技術の方法で２００μｍものＧａＮ厚膜を成長させる場合には、基板であるサファイアとの格子定数差および熱膨張係数差に伴う応力が大きくなり、基板の反りやクラックが生じるという問題が新たに発生する。

【０００９】

この問題を回避するために、特開平１０－２５６６６２号では、厚膜成長する元の基板（サファイアとスピネル）の厚さを１ｍｍ以上とすることが提案されている。このように、厚さ１ｍｍ以上の基板を用いることにより、２００μｍの厚膜のＧａＮ膜を成長させても、基板の反りやクラックを生じさせないようにしている。しかしながら、このように厚い基板は、基板自体のコストが高く、また研磨に多くの時間を費やす必要があり、研磨工程のコストアップにつながる。すなわち、厚い基板を用いる場合には、薄い基板を用いる場合に比べて、コストが高くなる。また、厚い基板を用いる場合には、厚膜のＧａＮ膜を成長した後には基板の反りやクラックが生じないが、研磨の工程で応力緩和し、研磨途中で反りやクラックが発生する。このため、厚い基板を用いても容易に、結晶品質の高いＧａＮ基板を大面積化で作製することはできない。

【００１０】

一方、文献「Journal of Crystal Growth, Vol.189/190, p.153-158 (1998)」(以下、第３の従来技術と称す)には、ＧａＮのバルク結晶を成長させ、それをホモエピタキシャル基板として用いることが提案されている。この技術は、１４００～１７００℃の高温、および数１０ｋｂａｒもの超高圧の窒素圧力中で、液体ＧａからＧａＮを結晶成長させる手法となっている。この場合には、このバルク成長したＧａＮ基板を用いて、デバイスに必要なIII族窒化物半導体膜を成長することが可能となる。従って、第１および第２の従来技術のように工程を複雑化させることなく、ＧａＮ基板を提供できる。

【００１１】

しかしながら、第３の従来技術では、高温，高圧中での結晶成長が必要となり、それに耐えうる反応容器が極めて高価になるという問題がある。加えて、このような成長方法をもってしても、得られる結晶の大きさは高々１ｃｍ程度であり、デバイスを実用化するには小さ過ぎるという問題がある。

【００１２】

この高温，高圧中でのＧａＮ結晶成長の問題点を解決する手法として、文献「Chemistry of Materials Vol.9 (1997) p.413-416」(以下、第４の従来技術と称す)には、Ｎａをフラックスとして用いたＧａＮ結晶成長方法が提案されている。この方法は、フラックスとしてのアジ化ナトリウム(NaN_3)と金属Ｇａとを原料として、ステンレス製の反応容器(容器内寸法；内径＝７．５ｍｍ、長さ＝１００ｍｍ)に窒素雰囲気で封入し、その反応容器を６００～８００℃の温度で２４～１００時間保持することにより、ＧａＮ結晶を成長させるものである。この第４の従来技術の場合には、６００～８００℃程度の比較的低温での結晶成長が可能であり、容器内圧力も高々１００ｋｇ／ｃｍ^{2}程度と第３の従来技術に比較して圧力を低くできる点が特徴である。しかし、この方法の問題点としては、得られる結晶の大きさが１ｍｍに満たない程度に小さい点である。この程度の大きさではデバイスを実用化するには第３の従来技術の場合と同様に小さすぎる。

【００１３】
【発明が解決しようとする課題】
本発明は、第１や第２の従来技術の問題点である工程を複雑化させることなく、第３の従来技術の問題点である高価な反応容器を用いることなく、かつ第３や第４の従来技術の問題点である結晶の大きさが小さくなることなく、高性能の発光ダイオードやＬＤ等のデバイスを作製するための実用的な大きさのIII族窒化物結晶を提供し、また、このようなIII族窒化物結晶を成長させることの可能な結晶成長方法および結晶成長装置を提供することを目的としている。
【００１４】
本発明は、さらに、安定的な窒素原料の供給を可能とし、フラックスの安全性を確保することの可能な結晶成長方法および結晶成長装置およびIII族窒化物結晶を提供することを目的としている。
【００１５】
【課題を解決するための手段】
上記目的を達成するために、請求項１記載の発明は、外部から窒素原料を供給しながら、反応容器内で、少なくともＩＩＩ族金属を含む融液とフラックスと窒素原料とを用いてＩＩＩ族窒化物結晶を成長させる結晶成長装置であって、窒素原料として気体が用いられ、気体の窒素原料の圧力が制御可能となっており、気体の窒素原料を反応容器に供給するために第１のガス供給装置が設けられ、第１のガス供給装置は、気体の窒素原料を貯めておくための第１のシリンダーを備えており、該第１のガス供給装置の第１のシリンダー内の窒素原料圧力は、反応容器内の窒素原料圧力以上となっていることを特徴としている。
【００１６】
また、請求項２記載の発明は、請求項１記載の結晶成長装置において、反応容器と第１のガス供給装置の間には、第２のガス供給装置がさらに設けられ、第２のガス供給装置は、反応容器に供給される気体の窒素原料を貯めておくための第２のシリンダーを備えており、第２のガス供給装置の第２のシリンダーには、第１のガス供給装置の第１のシリンダーから気体の窒素原料が充填可能に構成され、少なくともIII族窒化物を結晶成長させる間は、第２のガス供給装置と第１のガス供給装置とが分離されており、第２のガス供給装置の第２のシリンダー内の窒素原料圧力は、反応容器内の窒素原料圧力以上となっていることを特徴としている。
【００１７】
また、請求項３記載の発明は、請求項１または請求項２記載の結晶成長装置を用いてIII族窒化物結晶を成長させることを特徴としている。
【００１９】
【発明の実施の形態】
以下、本発明の実施形態を図面に基づいて説明する。本発明は、反応容器内で、少なくともIII族金属を含む融液とフラックスと窒素原料とを用いてIII族窒化物結晶を成長させる結晶成長装置であって、窒素原料として気体が用いられ、気体の窒素原料の圧力が制御可能となっており、気体の窒素原料を反応容器に供給するために第１のガス供給装置が設けられ、第１のガス供給装置は、気体の窒素原料を貯めておくための第１のシリンダーを備えており、該第１のガス供給装置の第１のシリンダー内の窒素原料圧力は、反応容器内の窒素原料圧力以上となっている。
【００２０】
なお、ここで、窒素原料とは、窒素分子、原子状窒素、あるいは窒素を含む化合物から生成された窒素分子や原子状窒素のことである。また、本発明で、フラックスとは、その材料自体が直接化合物を作ることなく、III族窒化物を低温，低圧で成長させることが可能なように作用するもののことであり、フラックスは、III族金属を含む融液に予め溶け込ませておいても、あるいは、気体の状態で結晶成長領域に供給しても良い。
【００２１】
図１は本発明に係る結晶成長装置の構成例を示す図である。図１を参照すると、反応容器

１０１内には、少なくともIII族金属(例えば、Ｇａ)を含む融液、より具体的には、例えば、III族金属(例えば、Ｇａ(ガリウム))とフラックス(例えば、金属ＮａあるいはＮａを含む化合物(アジ化ナトリウムなど))との混合融液１０２が収容されている。また、反応容器１０１には、結晶成長可能な温度に制御可能な加熱装置１０５が具備されている。

【００２２】

また、反応容器１０１内の気体と融液１０２の境界領域である気液界面１１３に接するように、種結晶（例えば、ＧａＮ結晶）１０３が設けられている。

【００２３】

また、本発明において、窒素原料としては窒素ガスが用いられ、窒素ガスを反応容器１０１内に供給するため、反応容器１０１の外部には、第１のガス供給装置１２０が設けられている。ここで、第１のガス供給装置１２０は、気体の窒素原料を貯めておくための第１のシリンダー１１０と、第１のバルブ１１１とにより構成されている。これにより、窒素ガスは、窒素ガスが充填された第１のガス供給装置１２０の第１のシリンダー１１０から窒素供給管１０６を介して、反応容器１０１外から反応容器１０１内に供給可能となっている。

【００２４】

ここで、窒素圧力を調整するために、圧力調整機構が窒素供給管１０６の途中に設けられている。この窒素ガスの圧力調整機構は、圧力センサー１０７及び圧力調整弁１０８から構成されており、圧力センサー１０７で測定された圧力情報がケーブル１０９を介して圧力調整弁１０８に伝わり、圧力調整弁１０８で圧力調整がなされ、反応容器１０１内の窒素圧力が所望の値に設定されるようになっている。この時、窒素ガスが充填された第１のシリンダー１１０内の窒素ガス圧力は、III族窒化物（例えばＧａＮ）結晶が、結晶成長する際に生じる反応容器１０１内の圧力以上になるように、窒素ガスが充填されている。

【００２５】

すなわち、図１の結晶成長装置では、反応容器１０１の外部には、第１のガス供給装置１２０が設けられており、第１のガス供給装置１２０を通じて、気体の窒素原料が反応容器１０１に供給される。ここで、第１のガス供給装置１２０と反応容器１０１との間には、気体の圧力を制御することが可能な圧力調整機構が設けられており、また、第１のガス供給装置１２０の第１のシリンダー１１０内には、反応容器１０１内の窒素原料ガス圧力以上の圧力で、窒素原料ガスが収容されている。従って、窒素原料としての気体は、第１のシリンダー１１０から供給され、圧力調整機構で窒素原料のガス圧力が調整されて、反応容器１０１内に供給され、反応容器１０１内において、融液と窒素原料が反応しIII族窒化物を結晶成長させることが可能となる。

【００２６】

このような構成の結晶成長装置では、結晶成長可能な成長温度、窒素圧力、Ｎａ量の条件下において、種結晶１０３を核としてIII族窒化物結晶（例えばＧａＮ結晶）が成長し、フラックス（例えばＮａ）を含む融液１０２と外部から供給される窒素ガスとを原料として、時間経過と共にIII族窒化物結晶の大きさが大きくなっていく。この時、III族窒化物結晶の成長は、気液界面１１３で主に起こる。

【００２７】

ところで、本発明では、窒素ガスが充填されている第１のガス供給装置１２０の第１のシリンダー１１０内の窒素圧力（窒素原料圧力）が反応容器１０１内の圧力（窒素原料圧力）以上となっていることで、窒素ガスの圧力調整機構（１０７，１０８）を介して、反応容器１０１内の窒素原料圧力を所望の値に設定することが可能となる。このように、III族金属とフラックス（例えばＮａ）が十分ある状態で、窒素原料である窒素ガスの圧力が制御できることで、継続的なIII族窒化物結晶（ＧａＮ結晶）の成長が可能となり、III族窒化物結晶（ＧａＮ結晶）を所望の大きさに成長させることが可能となる。

【００２８】

上述の例では、III族窒化物として、ＧａＮを用いているが、それ以外にも、ＡｌＮ、ＩｎＮ、ＡｌＧａＮ、ＩｎＧａＮ、ＡｌＩｎＧａＮ等のIII族窒化物であっても、本発明を

適応可能である。また、上述の例では、フラックスとしてＮａを用いているが、Ｎａ以外にもその材料自体が直接化合物を作ることなく、III族窒化物を成長させる温度、圧力を低減する作用があるものであれば、本発明に適応可能である。

【００２９】

また、図２は本発明に係る結晶成長装置の他の構成例を示す図である。なお、図２において、図１と同様の箇所には同じ符号を付している。

【００３０】

図２の結晶成長装置は、図１の結晶成長装置において、第１のガス供給装置１２０の他に、さらに、第２のガス供給装置１３０が反応容器１０１の外部に設けられている。すなわち、第１のガス供給装置１２０と反応容器１０１との間には、反応容器１０１に供給される気体の窒素原料を貯めておくための第２のガス供給装置１３０がさらに設けられている。

【００３１】

ここで、第１のガス供給装置１２０は、窒素ガスが充填された第１のシリンダー１１０と、第１のバルブ１１１と、シリンダー連結管１１４とにより構成されている。また、第２のガス供給装置１３０は、第２のシリンダー１１２と、第２のバルブ１１８と、圧力センサー１０７と、圧力調整弁１０８と、ケーブル１０９と、窒素供給管１０６とにより構成されている。

【００３２】

そして、第１のガス供給装置１２０の第１のシリンダー１１０は、第１のバルブ１１１とシリンダー連結管１１４とを介して、第２のガス供給装置１３０の第２のシリンダー１１２に窒素ガスを供給可能に接続されている。また、第２のシリンダー１１２は、第２のバルブ１１８，圧力調整弁１０８及び窒素供給管１０６を介して、反応容器１０１に窒素を供給可能に接続されている。

【００３３】

また、第２のガス供給装置１３０の圧力センサー１０７は、窒素供給管１０６の圧力を測定し、ケーブル１０９を介してその圧力情報を圧力調整弁１０８に伝えるようになっており、この窒素ガスの圧力調整機構により、反応容器１０１内の圧力を所望の値に設定することができる。この時、窒素ガスが充填された第１のシリンダー１１０，第２のシリンダー１１２内の窒素ガス圧力は、III族窒化物結晶（例えばＧａＮ結晶）が結晶成長する際に生じる反応容器１０１内の圧力以上になるように、第１のシリンダー１１０，第２のシリンダー１１２には窒素ガスが充填されている。ここで、第１のシリンダー１１０よりも第２のシリンダー１１２の方が窒素ガスの収容量(内容積)は小さくなっている。

【００３４】

このように、図２の結晶成長装置は、図１の結晶成長装置において、反応容器１０１と第１のガス供給装置１２０との間に、第２のガス供給装置１３０がさらに設けられ、第２のガス供給装置１３０は、反応容器１０１に供給される気体の窒素原料を貯めておくための第２のシリンダー１１２を備えており、第２のガス供給装置１３０の第２のシリンダー１１２には、第１のガス供給装置１２０の第１のシリンダー１１０から気体の窒素原料が充填可能に構成され、少なくともIII族窒化物を結晶成長させる間は、第２のガス供給装置１３０と第１のガス供給装置１２０とが分離されており、第２のガス供給装置１３０の第２のシリンダー１１２内の窒素原料圧力は、反応容器１０１内の窒素原料圧力以上となっている。

【００３５】

すなわち、図２の結晶成長装置では、第１のガス供給装置１２０と反応容器１０１との間に、第２のガス供給装置１３０が設けられ、第１のガス供給装置１２０の第１のシリンダー１１０には気体の窒素原料が貯えられており、第２のガス供給装置１３０の第２のシリンダー１１２には、第１のガス供給装置１２０の第１のシリンダー１１０から気体の窒素原料が充填できるようになっており、気体の窒素原料は、反応容器１０１内に、第２のガス供給装置１３０の第２のシリンダー１１２を通じて供給されるようになっている。この

際、第２のガス供給装置には、気体の圧力を制御することが可能な圧力調整機構が備わっており、第２のガス供給装置１３０の第２のシリンダー１１２内の窒素原料の圧力は、反応容器１０１内の窒素原料の圧力以上のものとなっている。従って、気体の窒素原料は、反応容器１０１内に第２のガス供給装置１３０の第２のシリンダー１１２から供給可能であり、反応容器１０１内で、融液１０２と窒素原料とが反応し、III族窒化物を結晶成長させることができる。

【００３６】

このような構成の図２の結晶成長装置では、結晶成長可能な成長温度、窒素圧力、Ｎａ量の条件下において、種結晶１０３を核としてIII族窒化物結晶（例えばＧａＮ結晶）が成長し、フラックス（例えばＮａ）を含む融液１０２と外部から供給される窒素ガスとを原料として、時間経過と共にIII族窒化物結晶の大きさが大きくなっていく。この時、III族窒化物結晶の成長は、気液界面１１３で主に起こる。

【００３７】

ところで、図２の結晶成長装置では、気体の窒素原料が充填されている第２のシリンダー１１２内の窒素圧力が、反応容器１０１内の圧力以上となっていることで、窒素ガスの圧力調整機構を介して、反応容器１０１内の窒素原料圧力を所望の値に設定することが可能となる。このように、III族金属とフラックス（例えばＮａ）が十分ある状態で、窒素原料である窒素ガスの圧力が制御できることで、継続的なIII族窒化物結晶（ＧａＮ結晶）の成長が可能となり、III族窒化物結晶（ＧａＮ結晶）を所望の大きさに成長させることが可能となる。

【００３８】

また、第１のシリンダー１１０と第２のシリンダー１１２との間に位置している第１のバルブ１１１をＧａＮ結晶が成長している間、閉じて、第１のシリンダー１１０と第２のシリンダー１１２とを分離することで、危険性の大きいフラックス（Ｎａ）が第１のバルブ１１１よりも上流（第１のシリンダー１１０側）に拡散することを防ぐことが可能となる。

【００３９】

さらに、第２のシリンダー１１２の容量は、第１のシリンダー１１０の容量よりも小さく、前述の圧力調整機能を利用することで、高精度な圧力調整が可能となる。これは、第１のガス供給装置１２０の第１のシリンダー１１０よりも、第２のガス供給装置１３０の第２のシリンダー１１２の方が内容積が小さいことで、窒素原料の交換頻度を少なくしつつ、高精度な圧力制御，ガス供給制御が可能となる。即ち、第２のガス供給装置１３０の第２のシリンダー１１２の内容積が小さくなることで、微小なガスの消費でも圧力変動が顕著になり、圧力制御が可能となるためである。また、第１のシリンダー１１０の内容積が第２のシリンダー１１２の内容積より大きいことで、窒素原料ガスの交換頻度を少なくすることが可能となる。

【００４０】

このように、図１または図２の結晶成長装置を用いてIII族窒化物結晶を結晶成長させることができる。結晶成長方法の具体例として、III族金属としてＧａ、窒素原料として窒素ガス、フラックスとしてＮａを用い、反応容器の温度を７５０℃とし、窒素圧力を１００ｋｇ／ｃｍ^{2}Ｇに一定にする。このような条件下でＧａＮ結晶が成長可能である。

【００４１】

【発明の効果】

以上に説明したように、請求項１乃至請求項４記載の発明によれば、反応容器内で、少なくともIII族金属を含む融液とフラックスと窒素原料とを用いてIII族窒化物結晶を成長させる結晶成長装置であって、窒素原料として気体が用いられ、気体の窒素原料の圧力が制御可能となっており、気体の窒素原料を反応容器に供給するために第１のガス供給装置が設けられ、第１のガス供給装置は、気体の窒素原料を貯めておくための第１のシリンダーを備えており、該第１のガス供給装置の第１のシリンダー内の窒素原料圧力は、反応容器内の窒素原料圧力以上となっているので、第１あるいは第２の従来技術のように複雑な工

程を必要とせず、低コストで高品質なIII族窒化物結晶を得ることができる。さらに、１０００℃以下と成長温度が低く、１００ｋｇ／ｃｍ^{2}Ｇ程度と圧力も低い条件下でIII族窒化物の結晶成長が可能となるので、第３の従来技術のように超高圧，超高温に耐えうる高価な反応容器を用いる必要がない。また、窒素原料を供給する際、高精度な圧力制御機能により、安定的な窒素原料の供給が可能となり、結晶成長中の成長速度を安定に保持することが可能となって、継続的に結晶品質の高いIII族窒化物結晶を成長させることができる。従って、実用的な大きさの高品質のIII族窒化物結晶が実現可能となる。

【００４２】

特に、請求項２記載の発明によれば、請求項１記載の結晶成長装置において、反応容器と第１のガス供給装置の間には、第２のガス供給装置がさらに設けられ、第２のガス供給装置は、反応容器に供給される気体の窒素原料を貯めておくための第２のシリンダーを備えており、第２のガス供給装置の第２のシリンダーには、第１のガス供給装置の第１のシリンダーから気体の窒素原料が充填可能に構成され、少なくともIII族窒化物を結晶成長させる間は、第２のガス供給装置と第１のガス供給装置とが分離されており、第２のガス供給装置の第２のシリンダー内の窒素原料圧力は、反応容器内の窒素原料圧力以上となっているので、請求項１の作用効果に加えて、さらに次の効果がある。すなわち、第１のガス供給装置と第２のガス供給装置とが、結晶成長の間、分離されているので、フラックスの第１のガス供給装置への逆拡散を防ぐことができる。すなわち、通常、フラックスとして用いられる材料は、Ｎａのように活性であり、空気中でも容易に反応を起こすため、安全上問題がある。第１のガス供給装置へのフラックスの拡散を防ぐことで、窒素原料を交換する際にも、安全上の危険性を回避することが可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図１】本発明に係る結晶成長装置の構成例を示す図である。

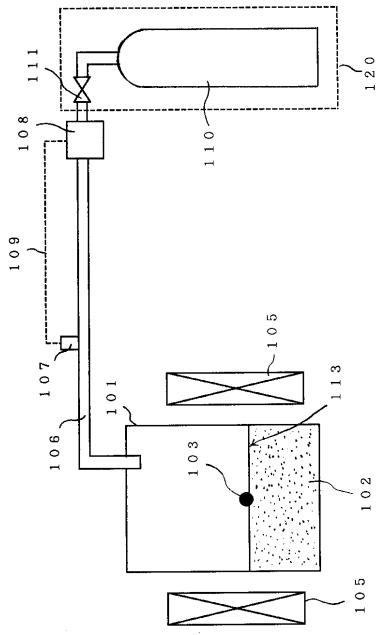
【図２】本発明に係る結晶成長装置の他の構成例を示す図である。

【図３】従来のレーザダイオードを示す図である。

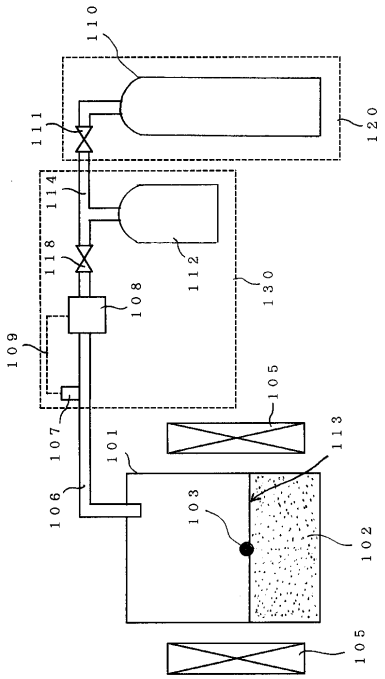
【符号の説明】

１０１	反応容器
１０２	融液
１０３	種結晶
１０５	加熱装置
１０６	窒素供給管
１０７	圧力センサー
１０８	圧力調整弁
１０９	ケーブル
１１０	第１のシリンダー
１１１	第１のバルブ
１１３	気液界面

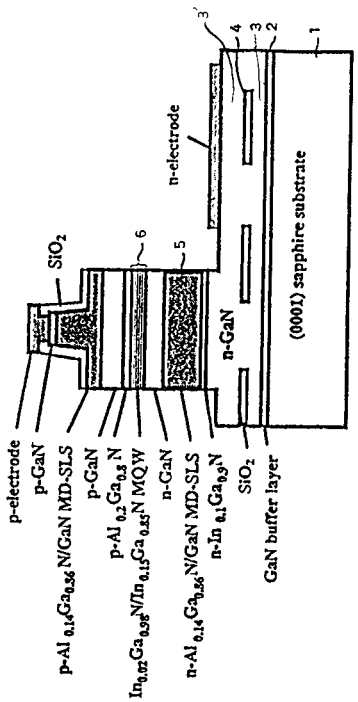
【図１】


111
120
110
108
109
107
105
101
113
106
103
102
105

【図２】


110
111
120
114
118
112
130
108
109
105
107
101
113
106
103
102
105

【図３】


3'
4
3
2
1
n-electrode
SiO2
6
5
n-GaN
(0001) sapphire substrate
p-electrode
p-GaN
p-Al 0.14Ga0.86N/GaN MD-SLS
p-GaN
p-Al 0.2Ga0.8N
In0.02Ga0.98N/In0.15Ga0.85N MQW
n-GaN
n-Al 0.14Ga0.86N/GaN MD-SLS
n-In 0.1Ga0.9N
SiO2
GaN buffer layer

フロントページの続き

(56)参考文献 特開平１１－０６０３９４（ＪＰ，Ａ）
国際公開第９９／０３４０３７（WO，Ａ１）
特開平１１－１１７０７０（ＪＰ，Ａ）
特開平０６－００５５２９（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
C30B 1/00-35/00
CA(STN)
JSTPlus(JDream2)