

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第4770513号  
(P4770513)

(45) 発行日 平成23年9月14日(2011.9.14)

(24) 登録日 平成23年7月1日(2011.7.1)

(51) Int.Cl.

F I

H O 1 L 33/32 (2010.01)

H O 1 L 33/00 1 8 6

請求項の数 3 (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願2006-51163 (P2006-51163)  
 (22) 出願日 平成18年2月27日(2006.2.27)  
 (65) 公開番号 特開2007-234671 (P2007-234671A)  
 (43) 公開日 平成19年9月13日(2007.9.13)  
 審査請求日 平成20年7月25日(2008.7.25)

(73) 特許権者 000241463  
 豊田合成株式会社  
 愛知県清須市春日長畑1番地  
 (74) 代理人 100071526  
 弁理士 平田 忠雄  
 (72) 発明者 池本 由平  
 愛知県西春日井郡春日町大字落合字長畑1  
 番地 豊田合成株式会社内  
 (72) 発明者 平田 宏治  
 愛知県西春日井郡春日町大字落合字長畑1  
 番地 豊田合成株式会社内  
 (72) 発明者 伊藤 和博  
 京都府京都市左京区吉田本町36番地1  
 国立大学法人京都大学内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 発光素子およびその製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

サファイア基板の表面にTiNバッファ層をスパッタリングにより形成する第1の工程と、

前記TiNバッファ層の窒化処理をした後、前記TiNバッファ層の表面に発光する層を含むIII族窒化物系化合物半導体材料からなる発光素子部を形成する第2の工程と、

前記発光素子部の前記III族窒化物系化合物半導体材料側から前記サファイア基板に達する深さでカット部を設ける第3の工程と、

前記カット部を設けられた前記サファイア基板を硝酸系エッチング液に浸漬する第4の工程と、

前記硝酸系エッチング液によるTiNバッファ層の溶解に基づいて前記サファイア基板から分離した前記発光素子部を収集する第5の工程とを含むことを特徴とする発光素子の製造方法。

【請求項 2】

前記硝酸系エッチング液は、硝酸と氷酢酸と水の混合体である請求項1に記載の発光素子の製造方法。

【請求項 3】

前記硝酸系エッチング液は、硝酸と氷酢酸と水とが1：1：1の割合で混合された混合体である請求項1に記載の発光素子の製造方法。

【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、III族窒化物系化合物半導体からなる発光素子およびその製造方法に関し、特に、サファイア基板のリフトオフにおけるダメージを抑えることができ、生産性に優れる発光素子およびその製造方法に関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

従来、III族窒化物系化合物半導体からなる発光素子として、窒化ガリウム (GaN) を用いた発光素子が知られている。GaNを成長させる基板としては、入手および加工の容易なサファイア基板が広く用いられている。

10

## 【0003】

サファイア基板上にGaNあるいはAlNのバッファ層を設けてGaN系半導体層を形成することで、結晶品質の安定したGaN系発光素子が形成される。このようなGaN系発光素子は青色系の発光色の光を発することから、近年、白色光の光源としてより高い光取出し効率を有するものが求められている。

## 【0004】

発光素子の光取出し効率を左右する要因として、発光素子を構成する材料の屈折率がある。GaN系半導体層の屈折率 $n$ は約2.4であるのに対し、サファイア基板の屈折率 $n$ は約1.7であることから、素子内で発せられる光の入射角によってはGaNとサファイアの界面において全反射が生じ、外部放射されずに吸収されて損失が生じる。このような問題を解消するものとして、サファイア基板をリフトオフすることが知られている。

20

## 【0005】

サファイア基板をリフトオフする方法として、例えば、TiN膜を表面に有するサファイア基板にGaN膜を成長させた後、このサファイア基板をマイクロ波加熱装置に収容して加熱処理を行うことにより、サファイア基板とGaN膜とを分離する結晶基板の製造方法が提案されている(例えば、特許文献1参照。 )。

【特許文献1】特開2004-269313号公報

## 【発明の開示】

## 【発明が解決しようとする課題】

## 【0006】

30

しかし、特許文献1によると、GaNとサファイア基板の界面を熱分離しているため、GaNに熱分離によるダメージが及び、発光効率の低下を生じるという問題がある。また、レーザを照射することによってサファイア基板とGaNの界面を選択的に熱分離するリフトオフでも同様の問題が生じる。また、レーザ照射によるサファイアリフトオフではレーザを走査しなければならないことから、工程数が増加して生産性の向上を図ることが難しい。

## 【0007】

従って、本発明の目的は、サファイア基板のリフトオフにおけるダメージを抑えることができ、生産性に優れる発光素子およびその製造方法を提供することにある。

## 【課題を解決するための手段】

40

## 【0016】

また、本発明は、上記の目的を達成するため、サファイア基板の表面にTiNバッファ層をスパッタリングにより形成する第1の工程と、前記TiNバッファ層の窒化処理をした後、前記TiNバッファ層の表面に発光する層を含むIII族窒化物系化合物半導体材料からなる発光素子部を形成する第2の工程と、前記発光素子部の前記III族窒化物系化合物半導体材料側から前記サファイア基板に達する深さでカット部を設ける第3の工程と、前記カット部を設けられた前記サファイア基板を硝酸系エッチング液に浸漬する第4の工程と、前記硝酸系エッチング液によるTiNバッファ層の溶解に基づいて前記サファイア基板から分離した前記発光素子部を収集する第5の工程とを含む発光素子の製造方法を提供する。

50

## 【0017】

このような製造方法によれば、カット部から浸透する硝酸系エッチング液に溶解し易いTiNバッファ層を溶解することにより、発光素子部のダメージを抑えつつ、III族窒化物系化合物半導体と屈折率差の大なるサファイア基板との分離および素子単位の分割を効率良く行える。

## 【発明の効果】

## 【0018】

本発明によると、サファイア基板のリフトオフにおけるダメージを抑えることができ、生産性を向上させることができる。

## 【発明を実施するための最良の形態】

10

## 【0019】

(本発明の実施の形態)

図1は、本発明の実施の形態に係る窒化物半導体素子としてのIII族窒化物系化合物半導体発光素子(以下「発光素子」という。)の断面図である。以下の説明では、サファイア基板とTiNバッファ層を除いた部分を発光素子部という。

## 【0020】

(発光素子部1Aの構成)

この発光素子部1Aは、p側およびn側の電極を水平方向に配置した水平型の発光素子部であり、III族窒化物系化合物半導体を成長させる成長基板であるウエハー状のサファイア基板10と、サファイア基板10上に形成されるTiNバッファ層11と、Siドープの $n^+$ -Ga<sub>0.99</sub>N層12と、Siドープの $n$ -Al<sub>0.1</sub>Ga<sub>0.9</sub>N層13と、InGa<sub>0.5</sub>N/Ga<sub>0.5</sub>Nの多重量子井戸構造を有するMQW(Multiple-Quantum Well)14と、Mgドープの $p$ -Al<sub>0.1</sub>Ga<sub>0.9</sub>N層15と、Mgドープの $p^+$ -Ga<sub>0.99</sub>N層16と、 $p^+$ -Ga<sub>0.99</sub>N層16に電流を拡散させるITO(Indium Tin Oxide)からなる電流拡散層17とを順次積層して形成されており、TiNバッファ層11から $p^+$ -Ga<sub>0.99</sub>N層16までを有機金属気相成長法(MOCVD)法によって形成し、硝酸系のエッチング液に浸漬することでTiNバッファ層11を溶解させることによりサファイア基板10をリフトオフしている。

20

## 【0021】

TiNバッファ層11は、Tiターゲットを用いてArとN<sub>2</sub>の雰囲気中でスパッタリングにより厚さ約100nmで形成される。TiNバッファ層11の形成後にMOCVD装置内でアンモニア(NH<sub>3</sub>)とH<sub>2</sub>の雰囲気中において1050の温度条件で1分間保持することによりTiNバッファ層11表面の窒化処理を行う。窒化処理後に炉内の温度1150まで昇温してGa<sub>0.99</sub>Nの成長を行う。

30

## 【0022】

$n^+$ -Ga<sub>0.99</sub>N層12および $p^+$ -Ga<sub>0.99</sub>N層16は、キャリアガスとしてH<sub>2</sub>を使用し、NH<sub>3</sub>とトリメチルガリウム(TM<sub>G</sub>)をサファイア基板10が配置されたリアクタ内に供給することにより形成される。

## 【0023】

$n^+$ -Ga<sub>0.99</sub>N層12については、 $n$ 型の導電性を付与するためのドーパントとしてモノシラン(SiH<sub>4</sub>)をSi原料として使用し、窒化処理を施されたTiNバッファ層11上に厚さ約4μmで形成される。

40

## 【0024】

$p^+$ -Ga<sub>0.99</sub>N層16については、 $p$ 型の導電性を付与するためのドーパントとしてシクロペンタジエニルマグネシウム(Cp<sub>2</sub>Mg)をMg原料として使用する。また、 $n$ -Al<sub>0.1</sub>Ga<sub>0.9</sub>N層13および $p$ -Al<sub>0.1</sub>Ga<sub>0.9</sub>N層15については、上記したもののほかに更にTM<sub>A</sub>をリアクタ内に供給することによって形成される。

## 【0025】

MQW14は、キャリアガスとしてN<sub>2</sub>を使用し、トリメチルインジウム(TM<sub>I</sub>)とTM<sub>G</sub>をリアクタ内に供給することによって形成される。InGa<sub>0.5</sub>Nの形成時にはTM<sub>I</sub>とTM<sub>G</sub>が供給され、Ga<sub>0.5</sub>Nの形成時にはTM<sub>G</sub>が供給される。

50

## 【 0 0 2 6 】

図 2 は、本発明の実施の形態に係る発光素子部の製造工程（電極形成工程まで）を部分的に示す拡大図である。

## 【 0 0 2 7 】

まず、図 2（a）に示すように、ウエハー状のサファイア基板 10 上に上記した TiN バッファ層 11 から p<sup>+</sup>-Ga<sup>+</sup>N 層 16 までの Ga<sup>+</sup>N 系半導体層を MOCVD 法によって形成し、p<sup>+</sup>-Ga<sup>+</sup>N 層 16 上にスパッタリングによって電流拡散層 17 を形成する。

## 【 0 0 2 8 】

次に、図 2（b）に示すように、電流拡散層 17 から n<sup>+</sup>-Ga<sup>+</sup>N 層 12 にかけてドライエッチングで除去することにより電極形成部 20 を形成する。

10

## 【 0 0 2 9 】

次に、図 2（c）に示すように、電流拡散層 17 の表面に蒸着法によって Au からなる p 側電極 18 を形成し、電極形成部 20 に露出した n<sup>+</sup>-Ga<sup>+</sup>N 層 12 に n 側電極 19 を形成する。

## 【 0 0 3 0 】

図 3 は、本発明の実施の形態に係る発光素子部の製造工程（素子分離工程まで）を部分的に示す拡大図である。

## 【 0 0 3 1 】

次に、図 3（a）に示すように、Ga<sup>+</sup>N 系半導体層を形成されたウエハー状のサファイア基板 10 に対して p 側電極 18 側からサファイア基板 10 の約半分の深さまでダイシングブレードで溝入れを行ってカット部 21 を形成する。

20

## 【 0 0 3 2 】

次に、図 3（b）に示すように、ウエハーを硝酸系のエッチング液 30 に浸漬して TiN バッファ層 11 を溶解する。本実施の形態では、硝酸系のエッチング液 30 として硝酸：氷酢酸：水 = 1：1：1 の割合で混合されたエッチング液 30 を用いた。このエッチング液 30 は、カット部 21 に露出している TiN バッファ層 11 を溶解しながら TiN バッファ層 11 とサファイア基板 10 との間に浸透する。

## 【 0 0 3 3 】

図 3（c）は、サファイア基板 10 をリフトオフした発光素子部 1A を示し、TiN バッファ層 11 が溶解することによって発光素子部がサファイア基板から分離され、そのことによって発光素子 1 が形成される。

30

## 【 0 0 3 4 】

図 4 は、ウエハーをリフトオフして複数の発光素子部を得るまでの概略工程図である。

## 【 0 0 3 5 】

図 4（a）に示すウエハー 10A は、サファイア基板 10 に TiN バッファ層（図示せず）を介して発光素子部 1A を結晶成長させたものであり、電流拡散層、p 側電極、および n 側電極を有している。さらに発光素子部 1A に応じて格子状にカット部 21 が設けられたものである。

## 【 0 0 3 6 】

図 4（b）は、図 4（a）のウエハー 10A を溶液槽 31 内のエッチング液 30 に浸漬した状態である。この浸漬に基づいてカット部 21 に露出した TiN バッファ層のエッチングが行われ、TiN バッファ層の溶解が進行するにつれてウエハー 10A のサファイア基板と発光素子部 1A との間にエッチング液 30 が浸透する。

40

## 【 0 0 3 7 】

図 4（c）は、図 4（b）のウエハー 10A から発光素子部 1A がリフトオフされた状態である。発光素子部 1A はエッチング液 30 中に残存しており、サファイア基板のみとなったウエハー 10A を取り出した後に発光素子部 1A を収集して洗浄処理を施し、チップマウンターで実装対象に実装する。

## 【 0 0 3 8 】

（本実施の形態の効果）

50

上記した本発明の実施の形態によると、サファイア基板 10 の表面に硝酸系のエッチング液に溶解する TiN からなるバッファ層を設け、発光素子部 1A の GaN 系半導体層形成側から発光素子部 1A のサイズに応じたカット部 21 を設けた後に硝酸系のエッチング液に浸漬することでサファイア基板 10 のリフトオフを行うようにしたので、ウエハー状に形成された複数の発光素子部 1A をウエットエッチングによって効率良く形成することができる。

【0039】

この発光素子部 1A は、サファイア基板 10 と GaN 系半導体層との屈折率差に基づく界面反射に起因する光取出し性の低下を抑えたものだけでなく、レーザやマイクロ波を用いた加熱分離型のサファイア基板リフトオフに比べてダメージの少ないものとしてできる。

10

【0040】

また、TiN バッファ層 11 を硝酸系のエッチング液 30 で溶解する方法では、TiN が除去されることによって露出した  $n^+$ -GaN 層 12 の表面を荒らすことがないので、端面となる  $n^+$ -GaN 層 12 の形状性に優れる発光素子部 1A とできる。なお、 $n^+$ -GaN 層 12 を Si ドープで形成しても良く、この場合には  $n^+$ -GaN 層 12 を実装面に実装することが可能になる。

【0041】

また、本実施の形態では、1枚のウエハーをエッチング液 30 に浸漬する方法を説明したが、図 5 に示すように複数のウエハーをエッチング液 30 に浸漬してサファイア基板 10 をリフトオフするバッチ処理を行うことも可能である。

20

【図面の簡単な説明】

【0042】

【図 1】本発明の実施の形態に係る窒化物半導体素子としての III 族窒化物系化合物半導体発光素子の断面図である。

【図 2】本発明の実施の形態に係る発光素子部の製造工程（電極形成工程まで）を部分的に示す拡大図である。

【図 3】本発明の実施の形態に係る発光素子部の製造工程（素子分離工程まで）を部分的に示す拡大図である。

【図 4】ウエハーをリフトオフして複数の発光素子部を得るまでの概略工程図である。

30

【図 5】複数のウエハーをエッチング液に浸漬するバッチ処理を示す斜視図である。

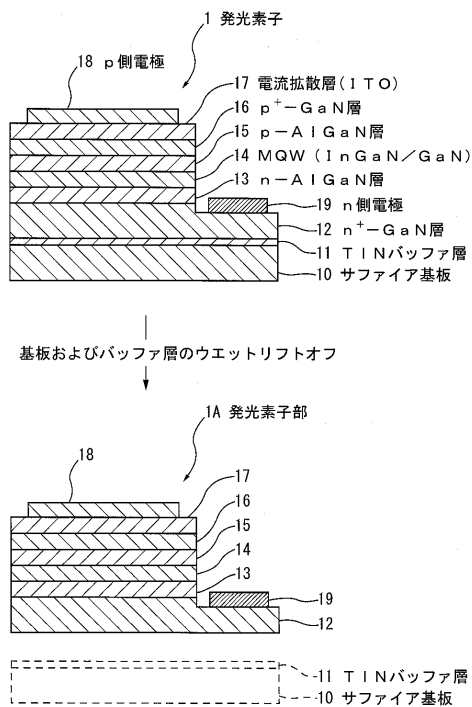
【符号の説明】

【0043】

1 ... 発光素子、1A ... 発光素子部、10 ... サファイア基板、10A ... ウエハー、11 ... TiN バッファ層、12 ...  $n^+$ -GaN 層、13 ...  $n$ -AlGaN 層、14 ... MQW (InGaN / GaN)、15 ...  $p$ -AlGaN 層、16 ...  $p^+$ -GaN 層、17 ... 電流拡散層 (ITO)、18 ...  $p$  側電極、19 ...  $n$  側電極、20 ... ダイシングブレード、21 ... カット部、30 ... エッチング液、31 ... 溶液槽

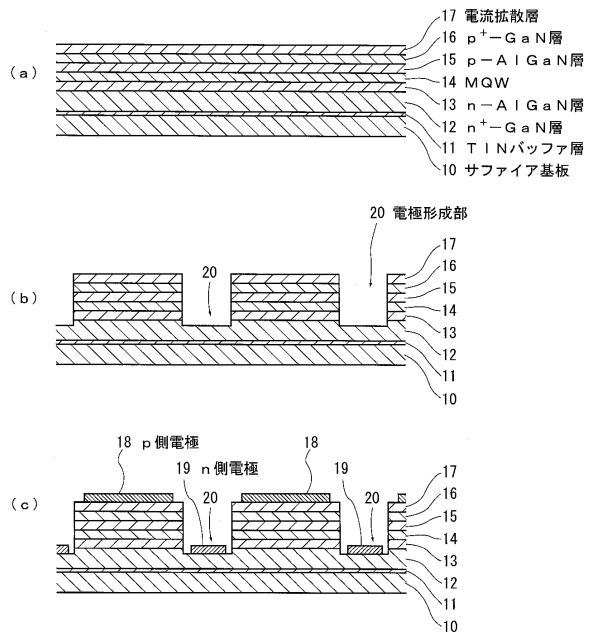
【圖 1】

图 1



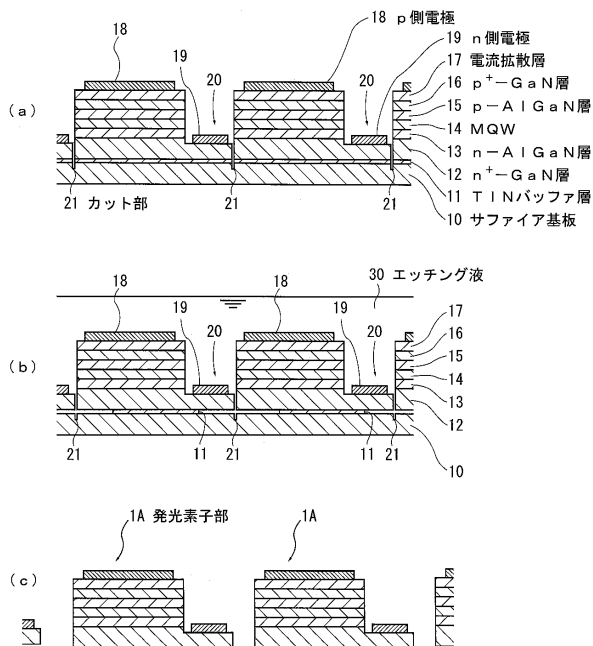
【 図 2 】

図 2

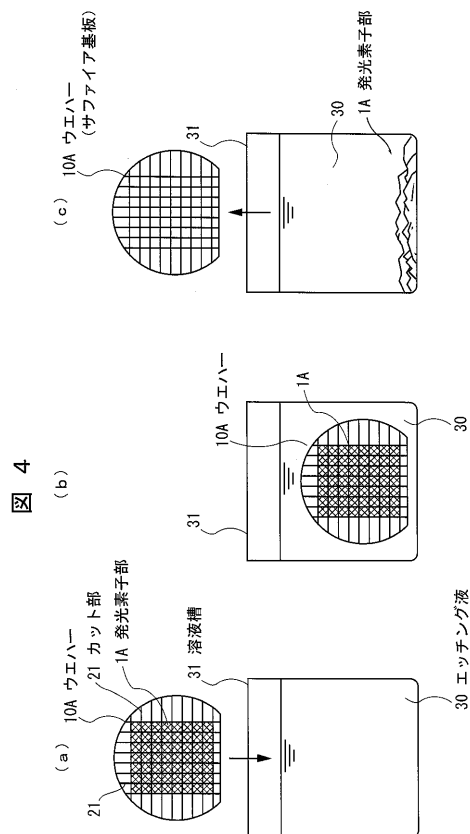


【 図 3 】

図 3

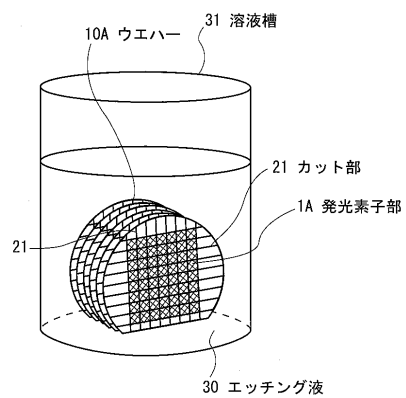


【 図 4 】



## 【図 5】

図 5



---

フロントページの続き

- (72)発明者 内田 悠  
京都府京都市左京区吉田本町3番地1 国立大学法人京都大学内
- (72)発明者 着本 享  
京都府京都市左京区吉田本町3番地1 国立大学法人京都大学内
- (72)発明者 村上 正紀  
京都府京都市左京区吉田本町3番地1 国立大学法人京都大学内

審査官 小林 謙仁

- (56)参考文献 特開2000-260760(JP, A)  
特開2002-343728(JP, A)  
特開2005-108943(JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
- |      |               |
|------|---------------|
| H01L | 33/00 - 33/64 |
| H01S | 5/00 - 5/50   |