

(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
2015年2月12日(12.02.2015)



(10) 国際公開番号
WO 2015/019539 A1

- (51) 国際特許分類:
H01L 21/3065 (2006.01) H05H 1/46 (2006.01)
H01L 21/306 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2014/003425
- (22) 国際出願日: 2014年6月26日(26.06.2014)
- (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 2013-163442 2013年8月6日(06.08.2013) JP
- (71) 出願人: シャープ株式会社(SHARP KABUSHIKI KAISHA) [JP/JP]; 〒5458522 大阪府大阪市阿倍野区長池町2番2号 Osaka (JP).
- (72) 発明者: 永森 基(NAGAMORI, Motoi); 〒5458522 大阪府大阪市阿倍野区長池町2番2号 シャープ株式会社内 Osaka (JP). 園田 孝徳(SONODA, Takanori); 〒5458522 大阪府大阪市阿倍野区長池町2番2号 シャープ株式会社内 Osaka (JP). 西田 貴信(NISHIDA, Takanobu); 〒5458522 大阪府大阪市阿倍野区長池町2番2号 シャープ株式会社内 Osaka (JP). 坂本 健次(SAKAMOTO, Kenji); 〒5458522 大阪府大阪市阿

倍野区長池町2番2号シャープ株式会社内 Osaka (JP). 鈴木 芳英(SUZUKI, Yoshihide); 〒5458522 大阪府大阪市阿倍野区長池町2番2号シャープ株式会社内 Osaka (JP).

(74) 代理人: 山本 秀策, 外(YAMAMOTO, Shusaku et al.); 〒5300011 大阪府大阪市北区大深町3-1 グランフロント大阪 タワーC Osaka (JP).

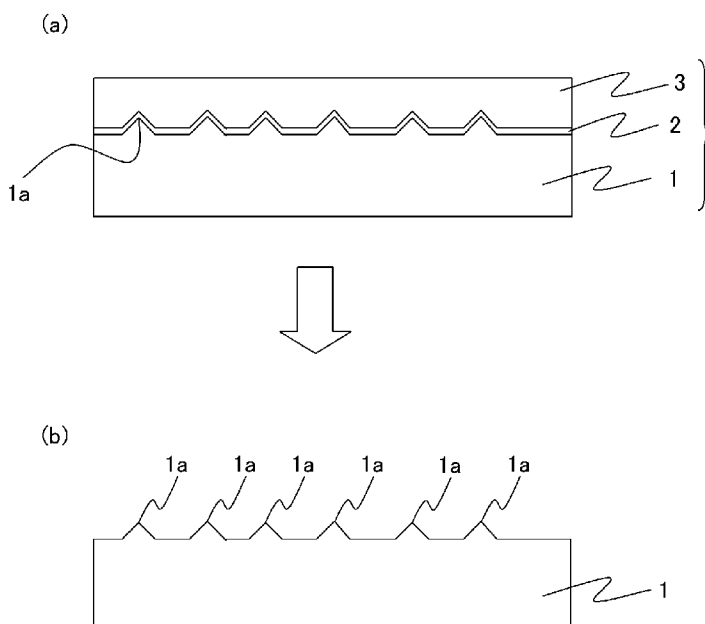
(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME,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

[続葉有]

(54) Title: METHOD FOR MANUFACTURING RECYCLED SUBSTRATE

(54) 発明の名称: 再生基板の製造方法



(57) Abstract: The purpose of the present invention is to recycle a high-quality PSS from a PSS with an unusable GaN layer using a simple method without adversely affecting the crystalline property and the surface topography of the substrate. The method includes a first dry etching process wherein a semiconductor substrate (10) comprising a buffer layer (2) (AlN layer) and one layer (or more) of a nitride semiconductor layer (3) (GaN layer) formed on a sapphire substrate (1) is dry-etched so as to remove the nitride semiconductor layer (3) (GaN layer) and buffer layer (2) (AlN layer) therefrom.

(57) 要約: 簡便な方法で、基板の結晶性や表面凹凸形状に悪影響を与えずに、使用不可能になったGaN層付きPSS基板を品質良く再生する。サファイヤ基板1上にバッファ層2 (AlN層) 窒化物半導体層3 (GaN層) が1層 (または複数層) 形成された半導体基板10に対してドライエッチングにより前記窒化物半導体層3 (GaN層) および前記バッファ層2 (AlN層) を除去する第1ドライエッチング工程を有している。



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:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

明 細 書

発明の名称：再生基板の製造方法

技術分野

[0001] 本発明は、半導体層を順次成膜して積層された半導体ウエハに対して、その基板を再び利用するために、半導体ウエハから使用不可能になった半導体層を除去して再生基板を製造する再生基板の製造方法に関する。

背景技術

[0002] この種の従来の再生基板の製造方法は、加熱処理により半導体ウエハから半導体層を昇華させて取り除く特許文献1および、ブラスト材を噴射して半導体ウエハから半導体層を機械的に削って除去する特許文献2に提案されている。

[0003] 図13(a)～図13(c)は、特許文献1に開示されている従来の再生基板の製造方法の一例を示す模式図である。

[0004] まず、図13(a)に示すように、再生処理の対象となる半導体ウエハ100は、基板101と、基板101上に成膜された半導体層102とを備えている。

[0005] 半導体ウエハ100を構成する基板101としてはサファイア基板を用いる。また、半導体層102としては、III-V族化合物半導体層、中でもIII族窒化化合物半導体層が好ましい。例えば、InGa_{1-x}N_x、AlGa_{1-x}N_xまたはGa_{1-x}N_xからなるバッファ層を基板101上に備えている。この場合の半導体ウエハ100は、例えば青色光を出力する青色発光チップさらには青色発光チップを用いた発光装置を製造するための出発材料になっている。

[0006] 次に、図13(b)に示すように、除去工程では、半導体ウエハ100に対して加熱処理を施すことにより半導体層102の除去を行う。この加熱処理は半導体層102の昇華点以上でかつ基板101の融点より低い温度に半導体ウエハ100を加熱する。

[0007] この除去工程は、半導体ウエハ100を加熱装置のチャンバ内に設置する

ウエハ設置工程と、加熱装置のチャンバ内を減圧する減圧工程と、半導体ウエハ 100 の温度を上昇させる昇温工程と、半導体ウエハ 100 を所定の温度に一定の時間保持する温度保持工程と、半導体ウエハ 100 から半導体層 102 が熱により除去されて残った基板 101 の温度を下げる降温工程とを有している。

[0008] その後、図 13 (c) に示すように、洗浄工程では、除去工程によって半導体層 102 が除去された基板 101 に対して洗浄剤を用いた洗浄を行う。

[0009] このように、以上の従来の再生基板の製造方法では、半導体層 102 を取り除く除去工程としての加熱工程と、半導体層 102 を取り除いた基板 101 の表面を洗浄する洗浄工程とを有している。

[0010] このようにして、半導体ウエハ 100 から、使用不可能になった半導体層 102 を取り除いて、基板 101 を再び利用可能に再生することができる。

[0011] 図 14 (a) ~ 図 14 (d) は、特許文献 2 に開示されている従来の再生基板の製造方法の一例を示す模式図である。

[0012] まず、図 14 (a) に示すように、基板再生処理の対象となる半導体ウエハ 200 は、サファイア基板などの基板 201 と、この基板 201 上に成膜された半導体層 202 とを備えている。半導体層 202 は、例えば InGa_N、AlGa_N または Ga_N からなるバッファ層を初めとする III 族窒化物化合物半導体層である。

[0013] 次に、図 14 (b) に示すように、ブラスト処理工程では、処理対象となる半導体ウエハ 200 に対してブラスト材を噴射して半導体ウエハ 200 から半導体層 202 を除去する。

[0014] ブラスト処理工程ではブラスト装置を用いる。ブラスト装置は、半導体ウエハ 200 を搬送する搬送部と、半導体ウエハ 200 の半導体層 202 側に向けて、ブラスト材を水に混合したスラリをノズルから噴射するブラスト処理部と、噴射後のスラリなどを回収する回収部と、ブラスト装置全体を統括的に制御する制御部とを備えている。

[0015] このブラスト材としては、III 族窒化物化合物（例えば Ga_N）よりも

硬く、サファイア基板以下の硬さを持つものを用いる。具体的には、サファイア基板を構成する物質である酸化アルミニウムの粒（アルミナ粒）をブラスト材に用いている。これは、ブラスト処理工程の後にサファイア基板にアルミナ粒の一部が残ったとしても、サファイア基板とアルミナ粒とが同種であるため、再生後の基板１０１に残存するブラスト材がその後の工程に及ぼす影響を極めて小さくするためである。

[0016] その後、図１４（ｃ）に示すように、熱処理工程では、半導体層２０２が除去された基板２０１を所定温度（例えば摂氏１４００度）に加熱する。半導体層２０２が取り除かれた基板２０１に対して熱処理を施すことにより、基板２０１における結晶歪みの除去を図っている。

[0017] 続いて、図１４（ｄ）に示すように、研磨工程では、熱処理が施された基板２０１に対して基板２０１の表面を研磨する。この研磨工程では、基板２０１を載せる定盤と、基板２０１の表面を研磨する研磨パッドとを有する研磨装置を用いる。

[0018] このように、再生基板の製造方法では、ブラスト処理工程と、熱処理工程と、研磨加工工程とを有している。

先行技術文献

特許文献

[0019] 特許文献１：特開２０１１－６６３５５号公報

特許文献２：特開２０１１－８６６７２号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0020] 特許文献１に開示されている上記従来の再生基板の製造方法では、加熱処理により半導体ウエハ１００の基板１０１上から半導体層１０２を昇華させて熱的に取り除いており、特許文献２に開示されている上記従来の再生基板の製造方法では、ブラスト材を噴射させて半導体ウエハ２００の基板２０１上から半導体層２０２を機械的に削って除去している。

[0021] ところが、特許文献 1、2 のように、熱的、機械的に半導体層として窒化物半導体層の剥離を行うと、基板の結晶性に悪影響を与えたり、基板表面の凹凸形状に悪影響を与える虞がある。特に、サファイヤ基板の表面に凹凸構造の断面三角形の P S S 形状を正確に維持して基板を再生する必要がある。

[0022] 本発明は、上記従来の問題を解決するもので、簡便な方法で、基板の結晶性や表面凹凸形状に悪影響を与えずに、使用不可能になった窒化物半導体層付き基板を品質良く再生することができる再生基板の製造方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0023] 本発明の再生基板の製造方法は、基板上に窒化物半導体層が一または複数層形成された半導体基板に対してドライエッチングにより少なくとも該窒化物半導体層を除去する第 1 ドライエッチング工程を有するものであり、そのことにより上記目的が達成される。

[0024] また、好ましくは、本発明の再生基板の製造方法において、前記基板と前記窒化物半導体層の間にバッファ層が設けられており、該窒化物半導体層および該バッファ層を除去する前記ドライエッチングにより残った残渣を除去するウェットエッチング工程をさらに有する。

[0025] さらに、好ましくは、本発明の再生基板の製造方法におけるウェットエッチング工程で過酸化水素水と硫酸の混合液を用い、前記バッファ層は A I N 層であり、前記残渣として A I 化合物および該 A I N 層の残渣をさらに除去する超音波残渣除去工程を有し、該超音波残渣除去工程で用いる薬液は、過酸化水素水とアンモニア水の混合液であるかまたは、過酸化水素水、アンモニア水および純水の混合液である。

[0026] さらに、好ましくは、本発明の再生基板の製造方法において、前記基板と前記窒化物半導体層の間にバッファ層が設けられ、前記第 1 ドライエッチング工程は、ドライエッチングにより該バッファ層の表面またはその近傍位置まで該窒化物半導体層を除去する第 2 ドライエッチング工程と、該バッファ層をエッチストップ層としてドライエッチングにより残りの該窒化物半導体

層を除去する第3ドライエッチング工程とを有する。

[0027] さらに、好ましくは、本発明の再生基板の製造方法における第2ドライエッチング工程として Cl_2 ガスと SiCl_4 ガスの混合ガスを用いて前記バッファ層の表面またはその近傍位置までエッチング進行後、前記第3ドライエッチング工程として該 Cl_2 ガスに対する SiCl_4 ガスの流量比を増加させるようにガス流量を調整する。

[0028] また、好ましくは、本発明の再生基板の製造方法における半導体基板の基板表面には凹凸加工が施されている。

[0029] さらに、好ましくは、本発明の再生基板の製造方法におけるドライエッチングには塩素ガスおよび塩素系ガスの少なくともいずれかを用いる。

[0030] さらに、好ましくは、本発明の再生基板の製造方法における基板と前記窒化物半導体層の間に AlN バッファ層が設けられており、過酸化水素水と硫酸の混合液を用いたウエットエッチングにより前記ドライエッチング工程で除去した後の Al 化合物および AlN バッファ層の残渣を除去するウエットエッチング工程を有する。

[0031] さらに、好ましくは、本発明の再生基板の製造方法におけるウエットエッチング工程で除去した後の Al 化合物および AlN バッファ層の残渣をさらに除去する超音波残渣除去工程を有し、該超音波残渣除去工程で用いる薬液は、過酸化水素水とアンモニア水の混合液であるかまたは、過酸化水素水、アンモニア水および純水の混合液である。

[0032] さらに、好ましくは、本発明の再生基板の製造方法における過酸化水素水、アンモニア水および純水の混合液の混合比は、 $1:1:1$ から $1:1:2.5$ の範囲内である。

[0033] さらに、好ましくは、本発明の再生基板の製造方法における超音波残渣除去工程での超音波出力は 100W から 500W の範囲内である。

[0034] さらに、好ましくは、本発明の再生基板の製造方法における薬液温度は、摂氏 20 度から摂氏 45 度である。

[0035] 本発明の再生基板の製造方法は、基板上にバッファ層とその上層に窒化物

半導体層が形成された半導体基板に対してドライエッチングにより該バッファ層またはその近傍位置まで該窒化物半導体層を除去する第2ドライエッチング工程と、該バッファ層をエッチストップ層としてドライエッチングにより該窒化物半導体層を除去する第3ドライエッチングとを有するものであり、そのことにより上記目的が達成される。

[0036] また、好ましくは、本発明の再生基板の製造方法における半導体基板の基板表面には凹凸加工が施されている。

[0037] さらに、好ましくは、本発明の再生基板の製造方法における第2ドライエッチング工程として Cl_2 ガスと SiCl_4 ガスの混合ガスを用いて前記バッファ層の凹凸表面またはその近傍位置までエッチング進行後、前記第3ドライエッチング工程として該 Cl_2 ガスに対する SiCl_4 ガスの流量比を増加させるようにガス流量を調整する。

[0038] さらに、好ましくは、本発明の再生基板の製造方法における第3ドライエッチング工程により前記窒化物半導体層を取り除いた後に、薬液によりバッファ層を除去するバッファ層除去工程を有する。

[0039] さらに、好ましくは、本発明の再生基板の製造方法におけるバッファ層は AlN 層である。

[0040] さらに、好ましくは、本発明の再生基板の製造方法における薬液は硫酸と過酸化水素水の混合液である。

[0041] 上記構成により、以下、本発明の作用を説明する。

[0042] 本発明においては、基板上に窒化物半導体層が一または複数層形成された半導体基板に対してドライエッチングにより少なくとも窒化物半導体層を除去する第1ドライエッチング工程を有している。

[0043] これによって、ドライエッチングによる簡便な化学的な方法により、従来のように基板の結晶性や表面凹凸形状に悪影響を与えずに、不純物混入などで使用不可能になった GaN 層付き PSS 基板などの窒化物半導体層付き基板を品質良く再生することが可能となる。

発明の効果

[0044] 以上により、本発明によれば、ドライエッチングによる簡便な化学的な方法により、従来のように基板の結晶性や表面凹凸形状に悪影響を与えずに、使用不可能になったGaN層付きPSS基板などの窒化物半導体層付き基板を品質良く再生することができる。

図面の簡単な説明

[0045] [図1] (a) および (b) は、本発明の実施形態1における再生基板の製造方法を説明するための基板断面図である。

[図2] 本発明の実施形態1における再生基板の製造方法の流れを示す工程図である。

[図3] 図1の再生基板の製造方法のICPドライエッチングに用いる基板処理装置の断面構造を模式的に示す要部構成図である。

[図4] (a) ~ (c) は、本発明の実施形態2における再生基板の製造方法を説明するための基板断面図である。

[図5] 本発明の実施形態2における再生基板の製造方法の流れを示す工程図である。

[図6] プラズマを用いない、高温雰囲気下での塩素ガスによるドライエッチングに用いる基板処理装置の断面構造を模式的に示す要部構成図である。

[図7] (a) ~ (c) は、本発明の実施形態3における再生基板の製造方法を説明するための基板断面図である。

[図8] 本発明の実施形態3における再生基板の製造方法の流れを示す工程図である。

[図9] (a) ~ (d) は、本発明の実施形態4における再生基板の製造方法を説明するための基板断面図である。

[図10] 本発明の実施形態4における再生基板の製造方法の流れを示す工程図である。

[図11] 上記実施形態1~4の各再生基板の製造方法の関係について説明するためのブロック図である。

[図12] 本発明の実施形態1~4の各再生基板の製造方法により製造された再

生基板を用いた窒化物半導体発光素子の要部構成例を示す縦断面図である。

[図13] (a) ~ (c) は、特許文献 1 に開示されている従来の再生基板の製造方法の一例を示す模式図である。

[図14] (a) ~ (d) は、特許文献 2 に開示されている従来の再生基板の製造方法の一例を示す模式図である。

符号の説明

- [0046]
- 1 サファイヤ基板
 - 1 a P S S 形状 (凹凸形状)
 - 2 バッファ層 (A I N 層)
 - 2 a バッファ層 (A I N 層) や A I 化合物の残渣
 - 3、3 A 窒化物半導体層 (G a N 層)
 - 4 1 n 型コンタクト層
 - 4 2 p 型コンタクト層
 - 5 1 多重層
 - 5 2 発光層
 - 6 電子ブロック層
 - 7 透光性薄膜電極
 - 8 1 p 電極
 - 8 2 n 電極
 - 9 保護膜
 - 1 0、1 0 A 半導体基板 (単結晶性基板)
 - 1 1 基板処理装置
 - 1 2 処理チャンバ
 - 1 3 上部電極
 - 1 4 下部電極
 - 1 5 プラズマ
 - 1 6 E S C 電極
 - 2 0 窒化物半導体発光素子

3 1 基板処理装置

3 2 処理チャンバ

3 3 電気炉

3 4 ステージ

3 5 ボート

3 6 ガス導入部

3 7 ガス排気部

発明を実施するための形態

[0047] 以下に、本発明の再生基板の製造方法の実施形態 1 ～ 4 について図面を参照しながら詳細に説明する。なお、各図における構成部材のそれぞれの厚みや長さなどは図面作成上の観点から、図示する構成に限定されるものではない。また、繰り返し断面三角形の凹凸形状の個数も実際のデバイスと一致していなくてもよく、図示および説明の便宜を考慮した個数としたものであり、図示する構成に限定されるものではない。

[0048] (実施形態 1)

本実施形態 1 では、ドライエッチング (G a N 除去または A l N + G a N 除去) について説明する。

[0049] 図 1 (a) および図 1 (b) は、本発明の実施形態 1 における再生基板の製造方法を説明するための基板断面図である。

[0050] 図 1 (a) および図 1 (b) において、本実施形態 1 の再生基板の製造方法は、サファイヤ基板 1 の凹凸上に薄いバッファ層 2 とその上層に窒化物半導体層 3 が形成された半導体基板 1 0 をドライエッチングすることにより半導体基板 1 0 から窒化物半導体層 3 または、バッファ層 2 および窒化物半導体層 3 を取り除いて再生基板とする第 1 ドライエッチング工程を有している。

[0051] この半導体基板 1 0 において、表面に繰り返し断面三角形の凹凸構造が形成された厚さ例えば約 1 3 0 0 μ m の基板としての例えばサファイヤ基板 1 上に、窒化アルミニウム (A l N) から成る膜厚が例えば約 5 0 n m の薄

いバッファ層 2 が成膜されている。バッファ層 2 の表面は、サファイヤ基板 1 上の凹凸形状が反映された凹凸形状になっている。その上に窒化物半導体層 3 としてノンドープの GaN から成る膜厚が例えば約 $10\ \mu\text{m}$ のノンドープ GaN 層が成膜されている。窒化物半導体層 3 (GaN 層) の表面は平坦になっている。これらのサファイヤ基板 1、その上の AlN 層のバッファ層 2 およびその上のノンドープ GaN 層などの窒化物半導体層 3 が単結晶性基板 (GaN 層付き PSS 基板) を構成している。この単結晶性基板 (GaN 層付き PSS 基板) を用いてその上に上下のクラッド層間に発光層が挟まれて半導体発光素子が形成される。

[0052] 図 2 は、本発明の実施形態 1 における再生基板の製造方法の流れを示す工程図である。

[0053] 図 2 に示すように、ステップ S 11 の GaN 付き PSS 基板受け入れ工程において、表面繰り返し断面三角形状の凹凸形状 (PSS 形状 1 a) を持つサファイヤ基板 1 上にバッファ層 2 (AlN 層) の薄膜が形成され、その上層に表面が平坦な厚い窒化物半導体層 3 (GaN 層) が形成された半導体基板 10 を、ドライエッチングを行う基板処理装置のチャンバ内の所定ステージ位置に導入する。

[0054] 次に、ステップ S 12 の第 1 ドライエッチング工程において、基板処理装置のチャンバ内に塩素ガス (Cl_2) を供給してドライエッチングを行う。これによって、窒化物半導体層 3 (GaN 層) および基板表面の凹凸形状上のバッファ層 2 (AlN 層) の薄膜を除去する。

[0055] 第 1 ドライエッチング工程 (窒化物半導体層除去工程) では、半導体基板 10 の窒化物半導体層 3 を上にして、基板処理装置のチャンバ内のステージ上に固定して、その上方に供給した塩素ガス (Cl_2) によってドライエッチングを行って GaN 層の窒化物半導体層 3 さらに薄い AlN 層からなるバッファ層 2 を共に除去することにより、図 1 (b) に示すように表面の繰り返し断面三角形状の凹凸形状 (PSS 形状 1 a) を持つサファイヤ基板 1 を得ることができる。

- [0056] このように、ステップS 1 3で窒化物半導体層3（Ga N層）さらにバッファ層2（Al N層）を取り除いて表面が凹凸形状のPSS形状1 aを持つサファイヤ基板1（PSS基板）を得ることができる。このようにして、サファイヤ基板1（PSS基板）を再生基板として製造することができる。
- [0057] ここで、図1の再生基板の製造方法のドライエッチングに用いる基板処理装置としてのICP（誘導結合プラズマ）装置について説明する。
- [0058] 図3は、図1の再生基板の製造方法のドライエッチングに用いる基板処理装置の断面構造を模式的に示す要部構成図である。
- [0059] 図3において、この基板処理装置11は、ICP（誘導結合プラズマ）装置であることから処理チャンバ12内に設けられた上部電極13と下部電極14とが独立して制御可能であり、下部電極14上に絶縁基板である半導体基板10を直に搭載可能である。
- [0060] この基板処理装置11は、処理室としての処理チャンバ12内の下部電極14におけるステージ上に半導体基板10を配置し、上部電極13と下部電極14それぞれに独立して電力を供給して、処理チャンバ12内の処理ガスとしての塩素ガス（Cl₂）や塩素系ガス（例えばSiCl₄）をプラズマ化して基板処理（ドライエッチング）を行う基板処理装置11において、上部電極13のみに電力を供給して、不活性ガスに比べてプラズマ化し易い電子放出率の高い、処理チャンバ12内に供給した処理ガスとしての塩素ガス（Cl₂）や塩素系ガス（例えばSiCl₄）をプラズマ化して半導体基板10に電荷を帯電させて下部電極14側に半導体基板10を静電吸着させた基板固定状態で基板処理（ドライエッチング）が実施可能となる。
- [0061] この基板処理装置11は、プロセス達成に必要な圧力の冷却用の裏面Heを確保しながら、上部電極13だけを制御して、絶縁基板の半導体基板10上の表面積を、メカニカルチャックを用いず、静電吸着により最大限に活用した状態で、従来のように不活性ガスではなく処理ガスを処理チャンバ12内に導入して処理ガス圧力を所定圧力に調整する処理ガス圧力調整工程（スタビリティ工程）内で、処理ガスをプラズマ化したプラズマ15により、半

導体基板 10 上にプラズマ 15 の陰電荷を帯電させて、下部電極 14 のステージ上に半導体基板 10 を静電吸着してこれを保持固定する吸着保持工程を設けている。

[0062] その後、上部電極 13 と下部電極 14 とが共に制御されてプラズマエッチングが実施される。このプラズマエッチングによって、窒化物半導体層 3 としての GaN 層およびバッファ層 2 としての AlN 層を除去する。

[0063] この吸着保持工程において、処理ガスとして電子放出率の高いガス種の塩素ガス (Cl_2) や塩素系ガス (例えば SiCl_4) を選択する。上部電極 13 のみの RF 印加により、その電子放出率の高いガス種のプラズマ 15 を生成し、半導体基板 10 の表面への吸着力確保に十分な電荷の供給を確保する。ESC 電極 16 への ESC 電圧の印加により、半導体基板 10 の表面に帯電された電荷と合わせて十分な半導体基板 10 の下部電極 14 の表面への吸着力を得ることができる。吸着保持工程の ESC 電極 16 への ESC 電圧の印加タイミングは、スタビリティ工程の開始時に開始する。基板吸着工程は、絶縁基板の半導体基板 10 を、静電チャック (ESC) により静電吸着させる。

[0064] 上部電極 13 と下部電極 14 の RF 個別制御、ESC 方式の採用および半導体基板 10 の絶縁体表面への電子放出率が効果的になる条件(ガス種、RF POWER、印加タイミングなど)の選択を行う。要するに、処理ガスとしてプラズマ化し易い電子放出率の高いガス種を選択する。ここでは、電子放出率の高いガス種として例えば塩素ガス (Cl_2) や塩素系ガス (例えば SiCl_4) を用いる。

[0065] 以上により、本実施形態 1 によれば、サファイヤ基板 1 上にバッファ層 2 (AlN 層) が形成され、その上に窒化物半導体層 3 (GaN 層) が 1 層 (または複数層) 形成された半導体基板 10 に対して、ドライエッチングにより、窒化物半導体層 3 (GaN 層) およびその下のバッファ層 2 (AlN 層) を除去する第 1 ドライエッチング工程を有している。

[0066] これによって、プラズマエッチングによって、窒化物半導体層 3 としての

GaN層およびバッファ層2としてのAlN層を除去する熱的な除去方法や機械的な除去方法を用いないドライエッチングだけの化学的な簡便な除去方法により、従来のように熱的または機械的に結晶性や表面凹凸形状に悪影響を与えることなく、所望の特性が得られず使用不可能になっていたGa系窒化物半導体層（GaN層を含む）付きPSS基板などの窒化物半導体層付き基板としての半導体基板10からGaN層およびAlN層を除去して基板再生を可能とする。

[0067] 本実施形態1では、高流量条件の塩素ガス（ Cl_2 ）をプラズマ化してICPドライエッチングを行い、窒化物半導体層3（GaN層）および凹凸形状上のバッファ層2（AlN層）の薄膜を共に除去する第1ドライエッチング工程として説明したが、これに限らず、第1ドライエッチング工程は、高流量条件の塩素ガス（ Cl_2 ）をプラズマ化してICPドライエッチングを行って、凹凸形状の上方のバッファ層2（AlN層）の手前または表面までの窒化物半導体層3（GaN層）だけを除去する実施形態3で説明する第2ドライエッチング工程としてもよい。

[0068] 本実施形態1の第1ドライエッチング工程において、塩素ガス（ Cl_2 ）または、塩素ガス（ Cl_2 ）と塩素系ガス（ SiCl_4 ）の混合ガスを用い、混合ガスの場合は、塩素ガス（ Cl_2 ）に対する塩素系ガス（ SiCl_4 ）の混合比は半分以下とする。これは後述する実施形態3の第2ドライエッチング工程に対応している。

[0069] この場合、本実施形態1の第1ドライエッチング工程は、ドライエッチングによりバッファ層2（AlN層）の表面またはその近傍位置まで窒化物半導体層3（GaN層）を除去する第2ドライエッチング工程と、バッファ層2（AlN層）をエッチストップ層としてドライエッチングにより残りの窒化物半導体層3（GaN層）を除去する第3ドライエッチング工程とを有するように構成することもできる。これは次の実施形態3で詳細に説明する。

[0070] なお、本実施形態1では、説明を簡略化するために、半導体基板10から窒化物半導体層3または、バッファ層2および窒化物半導体層3を取り除く

場合について説明したが、これに限らず、第1ドライエッチング工程として、半導体基板10の代わりに、基板上に窒化物半導体層が複数層形成された半導体基板に対してドライエッチングにより複数の窒化物半導体層を除去する場合もある。

[0071] これは、例えば、半導体基板10上に、複数の窒化物半導体層として上下のクラッド層およびその間に発光層が挟まれて形成された半導体発光素子から、上下のクラッド層およびその間の発光層を取り除いた後に、半導体基板10からさらにバッファ層2および窒化物半導体層3を取り除く場合などである。

[0072] (実施形態2)

上記実施形態1では、ドライエッチングを行ってGaN層およびAlN層を除去して基板再生を行う場合について説明したが、本実施形態2では、ドライエッチングおよびウエットエッチング(AlN残渣除去)を行いさらに超音波洗浄(AlN残渣除去)を行ってGaN層およびAlN層を除去して残渣なく基板再生を行う場合について説明する。

[0073] 図4(a)～図4(c)は、本発明の実施形態2における再生基板の製造方法を説明するため基板断面図である。図5は、本発明の実施形態2における再生基板の製造方法の流れを示す工程図である。

[0074] まず、図4(a)および図5に示すように、ステップS21のGaN付きPSS基板受け入れ工程において、表面繰り返し断面三角形状の凹凸形状(PSS形状1a)を持つサファイヤ基板1上にバッファ層2(AlN層)の薄膜が形成され、その上層に表面が平坦な厚い窒化物半導体層3(GaN層)が形成された半導体基板10を、ICPドライエッチングを行う基板処理装置のチャンバ内の所定ステージ位置に導入する。

[0075] 次に、図4(b)および図5に示すように、ステップS22の第1ドライエッチング工程において、基板処理装置11のチャンバ12内に塩素ガス(Cl_2)を供給して塩素ガス(Cl_2)をプラズマ化してICPドライエッチングを行う。

[0076] これによって、窒化物半導体層 3 (GaN 層) および凹凸形状上のバッファ層 2 (AlN 層) の薄膜を除去する。このとき、サファイヤ基板 1 の表面の凹凸形状間にバッファ層 2 (AlN 層) が一部 (残渣 2a) 残ってしまう。

[0077] その後、図 4 (c) および図 5 に示すように、ステップ S 23 の過酸化水素水処理工程により、ドライエッチングで生成される Al 化合物とバッファ層 2 (AlN 層) が一部残渣 2a として残ったサファイヤ基板 1 を軽いエッチング処理工程として過酸化水素水に浸漬した後に、ステップ S 24 の硫酸処理工程により Al 化合物とバッファ層 2 (AlN 層) が残渣 2a として残ったサファイヤ基板 1 に対して、薬液として過酸化水素水 (H_2O_2) と硫酸 (H_2SO_4) との混合液を用いて Al 化合物とバッファ層 2 (AlN 層) の残渣 2a を除去する。さらに、ステップ S 25 の水洗工程において、サファイヤ基板 1 (PSS 基板) に付いた Al 化合物やバッファ層 2 (AlN 層) の残渣 2a を純水によって水洗いして除去する。これらのステップ S 23 の過酸化水素水処理工程、ステップ S 24 の硫酸処理工程およびステップ S 25 の水洗工程によりステップ S 20A のウエットエッチング処理工程が構成されている。

[0078] 続いて、図 4 (c) および図 5 に示すように、ステップ S 26 の超音波洗浄処理工程により Al 化合物やバッファ層 2 (AlN 層) の極小さい残渣 2a が残ったサファイヤ基板 1 を、薬液として、31 パーセントの過酸化水素水および 30 パーセントのアンモニア水の混合液または、31 パーセントの過酸化水素水、30 パーセントのアンモニア水および純水の混合液を用いてこれに浸漬させる。

[0079] この状態で、超音波振動装置で使用する超音波出力を 100W~500W で超音波洗浄処理を実施する。このとき、過酸化水素水が 2.6 リットルおよびアンモニア水が 2.6 リットル、純水が 25.8 リットルの混合液を用いた。

[0080] 薬液として、これらの過酸化水素水、アンモニア水および純水の混合液の

比（体積比または重量比）を、1 : 1 : 1 から 1 : 1 : 25（ここでは 1 : 1 : 10 を用いている）の範囲で用いる。このときの超音波洗浄で使用する薬液温度は室温 RT（例えば摂氏 20 度または摂氏 25 度）～摂氏 45 度の温度範囲である。

[0081] なお、ステップ S 24 の硫酸処理工程は表面の凹凸形状（PSS 形状 1 a）に悪影響を及ぼすので、できる限り処理時間を短く設定して残渣 2 a を一部残した状態でも次の超音波洗浄処理工程を実施して残渣を完全に除去している。

[0082] さらに、ステップ S 27 の水洗工程において、サファイヤ基板 1（PSS 基板）に付いた Al 化合物残渣やバッファ層 2（AlN 層）の極小さい残渣 2 a が残ったサファイヤ基板 1 を純水によって水洗いして残渣 2 a を除去する。ステップ S 28 でこれを乾燥処理する。これらのステップ S 26 の超音波洗浄処理工程およびステップ S 27 の水洗工程、ステップ S 28 の乾燥工程によりステップ S 20 B の超音波残渣除去工程が構成される。

[0083] このように、窒化物半導体層 3 およびバッファ層 2 を取り除いた後に、PSS 形状 1 a 間に Al 化合物やバッファ層 2（AlN 層）の一部残渣 2 a が残ったサファイヤ基板 1（Al 残渣付き PSS 基板）に対してステップ S 20 A のウエットエッチング処理工程により Al 化合物やバッファ層 2（AlN 層）の一部残り（残渣 2 a）を取り除いて、ステップ S 20 B の超音波残渣除去工程でその極小さい残渣 2 a を完全に取り除いて表面が凹凸形状の PSS 形状 1 a を持つサファイヤ基板 1（PSS 基板）を品質良く得ることができる。このようにして、サファイヤ基板 1（PSS 基板）を再生基板として良好に製造することができる。

[0084] 以上により、本実施形態 2 によれば、ドライプロセスとウエットプロセスを組み合わせることにより、GaN 層／AlN 層の剥離を完全に品質良く行うことができる。化学的な簡便な除去方法により、サファイヤ基板 1 の結晶性や表面の凹凸形状に悪影響を与えず PSS 基板を容易かつ品質良く再生することができる。

[0085] なお、本実施形態2の第1ドライエッチング工程であるが、ここではプラズマドライエッチングを用いたが、これに限定されず、プラズマを用いない、高温雰囲気下での塩素ガスによるドライエッチングを用いても構わない。

[0086] 図6は、プラズマを用いない、高温雰囲気下での塩素ガスによるドライエッチングに用いる基板処理装置の断面構造を模式的に示す要部構成図である。

[0087] 図6において、この基板処理装置31は、一または複数の半導体基板10が収容される処理チャンバ32、処理チャンバ32の上下に配設され、処理チャンバ32に対して加熱を行うための電気炉33、処理チャンバ32内で一または複数の半導体基板10を載置するためのステージ34およびポート35を有している。処理チャンバ32には、その内部に塩素系ガスなどのエッチングガスを導入するためのガス導入部36および、その内部から塩素系ガスなどのエッチングガスを排気するガス排気部37が設けられている。

[0088] この基板処理装置31は、処理チャンバ32内に一または複数の半導体基板10を配置し、加熱を行いながら塩素系ガスを内部に導入することによってドライエッチング処理を行うようになっている。代表的な条件は、大気圧下で加熱温度は摂氏800度である。

[0089] (実施形態3)

上記実施形態1では、ドライエッチングを行ってGaN層およびAlN層を除去して基板再生を行う場合について説明し、本実施形態2では、ドライエッチングおよびウェットエッチングを行いさらに超音波洗浄を行ってGaN層およびAlN層を除去しかつAlN層の残渣を除去して基板再生を行う場合について説明したが、本実施形態3では、 Cl_2 ガスに対する SiCl_4 高流量条件のICPドライエッチングにより、AlN層をエッチストップ層として残ったGaN層だけを除去する場合について説明する。

[0090] 図7(a)～図7(c)は、本発明の実施形態3における再生基板の製造方法を説明するための基板断面図である。図8は、本発明の実施形態3にお

ける再生基板の製造方法の流れを示す工程図である。

- [0091] まず、図7(a)および図8に示すように、ステップS31のGa₂N付きPSS基板受け入れ工程において、断面三角形状の表面繰り返し凹凸形状（PSS形状1a）を持つサファイヤ基板1上にバッファ層2（AlN層）の薄膜が形成され、その上層に表面が平坦な厚い窒化物半導体層3（Ga₂N層）が形成された半導体基板10を、ICPドライエッチングを行う基板処理装置のチャンバ内の所定ステージ位置に導入する。この凹凸形状の深さは0.5μmである。
- [0092] 次に、図7(b)および図8に示すように、ステップS32の第2ドライエッチング工程において、Cl₂ガスに対するSiCl₄ガスの低流量条件でICPドライエッチングを行う。即ち、Cl₂ガスに対するSiCl₄ガスの混合比（体積比）が0.4で低選択比条件（レート比がGa₂N≒AlN≒Al₂O₃）となるようにCl₂ガス流量に対してSiCl₄ガス流量を低ガス流量とし、Cl₂ガス流量を高くしてGa₂Nに対しては高レートで素早くエッチングを進行させてICPドライエッチングを行う。このICPドライエッチングは凹凸形状のバッファ層2（ここではAlN層）の表面または手前（先端部近傍）またはその先端部まで行う。
- [0093] これによって、凹凸形状のバッファ層2（AlN層）の表面または手前（先端部近傍）またはその先端部までの窒化物半導体層3（Ga₂N層）をより早く除去する。このとき、SiCl₄ガスとCl₂ガスの混合比は12:28で、SiCl₄ガス流量がCl₂ガス流量の半分（体積比）以下の値になっている。
- [0094] その後、図7(c)および図8に示すように、ステップS33の第3ドライエッチング工程において、Cl₂ガスに対するSiCl₄ガスの高流量条件でICPドライエッチングを行う。即ち、高選択比条件（レート比がGa₂N>Al₂O₃>AlN）となるようにCl₂ガス流量に対してSiCl₄ガス流量を高ガス流量とし、ICPドライエッチングを行う。SiCl₄ガスは、バッファ層2（AlN層）に対してエッチングレートが非常に低いのでこれ

を利用し、 SiCl_4 ガスのガス流量を多くすることでバッファ層2の AlN をエッチストップ層として残った窒化物半導体層3A (GaN 層)だけをエッチング除去することができる。

[0095] 凹凸形状の上のバッファ層2 (ここでは AlN 層) の表面または手前 (先端部近傍) またはその先端部までで残った半導体基板10Aに対して、 SiCl_4 高流量条件の高選択比条件で、 ICP ドライエッチングにより、バッファ層2の AlN をエッチストップ層としてその上の残った窒化物半導体層3A (GaN 層) をエッチング除去する。このとき、 SiCl_4 ガスと Cl_2 ガスの混合比は12:28から、56:28 (「56」は Cl_2 ガスの「28」の2倍) として SiCl_4 ガス流量を Cl_2 ガスの2倍 (体積比) に上げている。この場合、 Cl_2 ガス流量に対して SiCl_4 ガス流量を半分以下 (例えば0.4) から2倍に上げて高選択比条件 (レート比が $\text{GaN} > \text{Al}_2\text{O}_3 > \text{AlN}$) と調整することで、 AlN をエッチストップ層としてその上の窒化物半導体層3の GaN 層だけを残渣なく綺麗にエッチング除去して AlN 層を残すことができる。

[0096] 以上の SiCl_4 ガスの低流量条件は SiCl_4 ガスが Cl_2 ガスの0.2~1倍 (体積または重量) のガス流量 (体積) に設定し、以上の SiCl_4 ガスの高流量条件は SiCl_4 ガスが Cl_2 ガスの1~3倍 (体積または重量) 、より好ましくは1.5~3倍 (エッチングストップの見極めがより容易) のガス流量 (体積) に設定する。この場合に、 SiCl_4 ガスの流量が多いほどバッファ層2 (ここでは AlN 層) をエッチストップ層 (エッチングストップ層) として用いることができる。

[0097] また、 SiCl_4 ガスが Cl_2 ガスの3倍 (体積混合比) を超えると、凹凸形状の深さ ($0.5\mu\text{m}$) との関係から、 Cl_2 ガスの濃度がうすくなって窒化物半導体層3A (GaN 層) に対するエッチング速度が遅くなり過ぎるため、これ以上、 SiCl_4 ガスの流量比を多くする意味がなくなる。表面の凹凸形状の深さが $0.5\mu\text{m}$ よりも深くなると、 SiCl_4 ガスの Cl_2 ガスに対する流量比を3倍 (体積混合比) よりも大きくする必要がある。表面

の凹凸形状の深さ（段差）としては $0.3\mu\text{m} \sim 1\mu\text{m}$ 程度のものを用いている。したがって、凹凸形状の深さが $0.5\mu\text{m}$ の場合に、 SiCl_4 ガスが Cl_2 ガスの1～3倍（体積または重量）のため、凹凸形状の深さが $1\mu\text{m}$ の場合には、 SiCl_4 ガスが Cl_2 ガスの1～6倍（体積または重量）になる。

[0098] 一方、 SiCl_4 ガスが Cl_2 ガスの半分程度、例えばここでは0.4程度としたが、 SiCl_4 ガスの Cl_2 ガスに対する混合比が0.2よりも下回ると、バッファ層2（ AlN 層）の先端部で一旦エッチングの進行を止める制御が難しくなる。もちろん、窒化物半導体層3（ GaN 層）をドライエッチングするのに SiCl_4 ガスの混合比は0であってもよい。ここでは具体的に、 SiCl_4 ガスの低流量条件は、 SiCl_4 ガスと Cl_2 ガスの混合比が12：28に設定しており、 SiCl_4 ガスの高流量条件は、 SiCl_4 ガスと Cl_2 ガスの混合比が56：28に設定している。

[0099] このように、ICPドライエッチングは Cl_2 ガスと SiCl_4 ガスとを混合することにより窒化物半導体層3（ GaN 層）を順次取り除いて、凹凸表面近傍のバッファ層2（ AlN 層）の表面または手前（先端部近傍）またはその先端位置までエッチング進行後、 Cl_2 ガス流量に対する SiCl_4 ガス流量比を増加させて、バッファ層2をエッチストップ層として窒化物半導体層3A（ GaN 層）だけを取り除く。これによって、 GaN 層の残渣なく、PSS形状1a上にバッファ層2（ AlN 層）の薄膜が残ったサファイヤ基板1（ AlN 付きPSS基板）を得ることができる。このようにして、バッファ層2（ AlN 層）の薄膜が残ったサファイヤ基板1（ AlN 付きPSS基板）を再生基板として製造することができる。

[0100] したがって、本実施形態3によれば、ICPドライエッチングを Cl_2 ガスと SiCl_4 ガスとを混合することにより行い、凹凸表面のバッファ層2（ AlN 層）の表面またはその近傍位置までエッチング進行後、 SiCl_4 ガスの流量比を増加させるように調整して、バッファ層2（ AlN 層）をエッチストップ層として窒化物半導体層3（ GaN 膜）を除去するという化学的

簡便な除去方法で、従来のようにサファイヤ基板 1 の結晶性や凹凸形状に悪影響を与えず、A I N 付き P S S 基板を高品質で再生することができる。

[0101] この場合には、凹凸表面のバッファ層 2 (A I N 層) をそのまま用いることができるので、バッファ層 2 (A I N 層) を形成する工程を省略することができる。また、本実施形態 3 は、上記実施形態 2 のステップ S 2 0 A のウエットエッチング処理工程と、ステップ S 2 0 B の超音波残渣除去工程がないため、より少ない工程数で、再生基板を製造することができる。

[0102] (実施形態 4)

上記実施形態 3 では、S i C l₄ 高流量条件の I C P ドライエッチングによりバッファ層 2 (A I N 層) をエッチストップ層として窒化物半導体層 3 (G a N 膜) だけを除去する場合について説明したが、本実施形態 4 では、S i C l₄ 高流量条件の I C P ドライエッチングによりバッファ層 2 (A I N 層) をエッチストップ層として窒化物半導体層 3 (G a N 層) を除去した後に、さらに、薬液 (ウエットエッチング) によりバッファ層 2 (A I N 層) を除去する場合について説明する。

[0103] 図 9 (a) ~ 図 9 (d) は、本発明の実施形態 4 における再生基板の製造方法を説明するための基板断面図である。図 1 0 は、本発明の実施形態 4 における再生基板の製造方法の流れを示す工程図である。

[0104] まず、図 9 (a) および図 1 0 に示すように、ステップ S 4 1 の G a N 付き P S S 基板受け入れ工程において、表面繰り返し断面三角形状の凹凸形状 (P S S 形状 1 a) を持つサファイヤ基板 1 上にバッファ層 2 (A I N 層) の薄膜が形成され、その上層に表面が平坦な厚い窒化物半導体層 3 (G a N 層) が形成された半導体基板 1 0 を、I C P ドライエッチングを行う基板処理装置のチャンバ内の所定ステージ位置に導入する。

[0105] 次に、図 9 (b) および図 1 0 に示すように、ステップ S 4 2 の第 2 ドライエッチング工程において、C l₂ ガスの高流量条件で基板処理装置のチャンバ内に C l₂ ガス (塩素ガス) を供給して C l₂ ガス (塩素ガス) をプラズマ化して半導体基板 1 0 を I C P ドライエッチングして、凹凸形状の上方の

バッファ層2（AlN層）の手前までの窒化物半導体層3（GaN層）をより早く除去する。このとき、 SiCl_4 ガスと Cl_2 ガスの混合比は12：28で、 Cl_2 ガス流量が SiCl_4 ガス流量の倍（体積比）以上になっており、 SiCl_4 ガス流量が Cl_2 ガス流量の半分（体積比）以下になっている。

[0106] その後、図9（c）および図10に示すように、ステップS43の第3ドライエッチング工程において、高選択比条件（レート比が $\text{GaN} > \text{Al}_2\text{O}_3 > \text{AlN}$ ）となるように Cl_2 ガス流量に対して SiCl_4 ガス流量を高ガス流量として、ICPドライエッチングを行う。

[0107] 凹凸形状の上方のバッファ層2（ここではAlN層）の表面または手前（先端部近傍）またはその先端部までで残った半導体基板10Aに対して、 SiCl_4 高流量条件の高選択比条件で、ICPドライエッチングにより、バッファ層2のAlNをエッチストップ層（エッチングストップ層）としてその上の残りの窒化物半導体層3AのGaN層をエッチング除去する。このとき、 SiCl_4 ガスと Cl_2 ガスの混合比を56：28程度とする。この場合、 Cl_2 ガス流量に対して SiCl_4 ガス流量を1.5倍から3倍程度（ここでは2倍）に上げて高選択比条件（レート比が $\text{GaN} > \text{Al}_2\text{O}_3 > \text{AlN}$ ）と調整することで、AlNをエッチストップ層としてその上の残った窒化物半導体層3AのGaN層だけをエッチング除去する。

[0108] このように、ドライエッチングは塩素ガス（ Cl_2 ガス）および塩素系ガス（ SiCl_4 ガス）により窒化物半導体層3（GaN層）を途中まで取り除いて、凹凸表面近傍のバッファ層2（AlN層）の表面または手前（先端部近傍）またはその先端部までエッチング進行後、 Cl_2 ガスに対して SiCl_4 ガスの混合比を増加して、バッファ層2をエッチストップ層として残った窒化物半導体層3Aだけを取り除く。これによって、PSS形状1a上にバッファ層2（AlN層）の薄膜が残ったサファイヤ基板1（AlN付きPSS基板）を得ることができる。

- [0109] 続いて、図9（d）および図10に示すように、ステップS44の薬液処理工程において、薬液として過酸化水素水（ H_2O_2 ）と硫酸（ H_2SO_4 ）との混合液を用いたウエットエッチングによりバッファ層2（AlN層）を除去する。
- [0110] さらに、ステップS45の水洗工程において、サファイヤ基板1（PSS基板）に付いたバッファ層2（AlN層）の残渣を純水によって水洗いして除去する。ステップS46でこれを乾燥処理する。これらのステップS44の薬液処理工程およびステップS45の水洗工程、ステップS46の乾燥工程によりステップS40のウエットエッチング処理工程が構成される。
- [0111] このように、バッファ層2をエッチストップ層として窒化物半導体層3だけを取り除いた後に、PSS形状1a上にバッファ層2（AlN層）の薄膜が残ったサファイヤ基板1（AlN付きPSS基板）に対してステップS40のウエットエッチング処理工程によりバッファ層2（AlN層）を取り除いて、ステップS47で表面が凹凸形状のPSS形状1aを持つサファイヤ基板1（PSS基板）を得ることができる。このようにして、サファイヤ基板1（PSS基板）を再生基板として製造することができる。
- [0112] したがって、本実施形態4によれば、化学的な簡便な除去方法で、サファイヤ基板の結晶性や凹凸形状に悪影響を与えずにPSS基板を高品質で再生できる。なお、このステップS40のウエットエッチング処理工程の後に上記実施形態2のステップS20Bの超音波残渣除去工程を行ってもよい。
- [0113] 図11は、上記実施形態1～4の各再生基板の製造方法の関係について説明するためのブロック図である。
- [0114] 図11に示すように、まず、ステップS51で、高流量条件の塩素ガス（ Cl_2 ）によって、ICPドライエッチングを行い、窒化物半導体層3（GaN層）および凹凸形状上のバッファ層2（AlN層）の薄膜を共に除去する。これが上記実施形態1の第1ドライエッチング工程である。
- [0115] または、ステップS51において、高流量条件の塩素ガス（ Cl_2 ）をプラズマ化してICPドライエッチングを行って、凹凸形状の上方のバッファ層

2 (A I N層)の手前までの窒化物半導体層3 (G a N層)だけを除去する。これが上記実施形態3の第2ドライエッチング工程である。

[0116] 次に、ステップS 5 2で、低流量条件の塩素ガス (C l₂) をプラズマ化してI C Pドライエッチングを行い、バッファ層2のA I Nをエッチストップ層としてその上の窒化物半導体層3のG a N層をエッチング除去する。これが上記実施形態3の第3ドライエッチング工程である。P S S形状1 aは上記実施形態1の第1ドライエッチング工程後のものに比べて良好である。

[0117] その後、ステップS 5 3で硫酸処理を含むウエットエッチング処理工程を行い、ステップS 5 4で超音波洗浄処理を含む超音波残渣除去工程を行ってG a N層およびA I N層を除去しかつA I N層の残渣を除去して基板再生を行う。これが、上記実施形態2のウエットエッチング工程および超音波残渣除去工程である。したがって、上記実施形態2では、上記実施形態1の第1ドライエッチング工程後に、ウエットエッチング工程および超音波残渣除去工程が順次実施される。

[0118] 上記実施形態4は、C l₂ガス低流量条件のI C Pドライエッチングによりバッファ層2 (A I N層)をエッチストップ層として窒化物半導体層3 (G a N層)を除去した後に、さらに、ステップS 5 3で硫酸処理を含むウエットエッチング工程を行って、バッファ層2 (A I N層)を除去してP S S基板を再生する。その後、ステップS 5 4の超音波洗浄処理を含む超音波残渣除去工程を行ってより確実に表面上の残渣を除去するようにしてもよい。

[0119] このようにして、窒化物半導体層3 (G a N層)が除去されて再生されたA I N付きP S S基板や、窒化物半導体層3 (G a N層)およびバッファ層2 (A I N層)が除去されたP S S基板を製造することができる。このようにして除去されたP S S基板やA I N付きP S S基板から、その上に上下のクラッド層間に発光層が挟まれた半導体発光素子が形成される。これについて図1 2を参照しながら説明する。

[0120] 図1 2は、本発明の実施形態1～4の各再生基板の製造方法により製造された再生基板を用いた窒化物半導体発光素子の要部構成例を示す縦断面図で

ある。

[0121] 図12において、本実施形態1～4の各再生基板を用いた窒化物半導体発光素子20は、表面に凹凸形状（PSS形状1a）が形成された厚さ約1300 μ mの基板として例えばサファイヤ基板1上に、窒化アルミニウム（AlN）から成る膜厚約50nmのバッファ層2が成膜され、その上にノンドープのGaNから成る膜厚約10 μ mのノンドープGaN層である窒化物半導体層3が成膜されている。これらのサファイヤ基板1、バッファ層2および窒化物半導体層3（GaN層）から単結晶性基板の半導体基板10を構成している。ここでは、使用不能になった半導体基板10から、窒化物半導体層3（GaN層）およびバッファ層2（AlN層）のうちの少なくとも窒化物半導体層3（GaN層）を除去して上記実施形態1～4で得た再生基板（PSS基板またはAlN付きPSS基板）とし、この再生基板に再び、バッファ層2（AlN層）および窒化物半導体層3（GaN層）、または、窒化物半導体層3（GaN層）を付け替えて再生している。

[0122] さらに、この窒化物半導体発光素子20において、この単結晶性基板の半導体基板10上にシリコン（Si）を $1 \times 10^{18} / \text{cm}^3$ ドープしたGaNからなる膜厚約5 μ mのn型コンタクト層41（高キャリア濃度 n^+ 層）が形成されている。このn型コンタクト層41上に多重層51が形成され、この多重層51上には多重量子井戸構造の発光層52が形成されている。

[0123] さらに、この発光層52上に、Mgを $2 \times 10^{19} / \text{cm}^3$ ドープした膜厚25nmのp型Al_{0.15}Ga_{0.85}Nからなるp型層である電子ブロック層6が形成され、この電子ブロック層6上に、Mgを 8×10^{19} ドープした膜厚100nmのp型GaNからなるp型コンタクト層42が形成されている。このp型コンタクト層42上には、金属蒸着による透光性薄膜電極7（ITO）が形成され、透光性薄膜電極7の一部上にp電極81が形成され、一方、n型コンタクト層41の端部上にはn電極82が形成されている。最上部には、SiO₂膜よりなる保護膜9が形成されている。これによって、窒化物半導体発光素子20が構成されている。

[0124] なお、上記実施形態 1～4 では、表面に凹凸形状（PSS形状 1a）が形成されたサファイヤ基板 1 を用いた場合について説明したが、これに限らず、サファイヤ基板 1 などの基板表面に凹凸加工が施されていない場合にも上記実施形態 1～4 の発明を適用することができる。

[0125] 以上のように、本発明の好ましい実施形態 1～4 を用いて本発明を例示してきたが、本発明は、この実施形態 1～4 に限定して解釈されるべきものではない。本発明は、特許請求の範囲によってのみその範囲が解釈されるべきであることが理解される。当業者は、本発明の具体的な好ましい実施形態 1～4 の記載から、本発明の記載および技術常識に基づいて等価な範囲を実施することができることが理解される。本明細書において引用した特許、特許出願および文献は、その内容自体が具体的に本明細書に記載されているのと同様にその内容が本明細書に対する参考として援用されるべきであることが理解される。

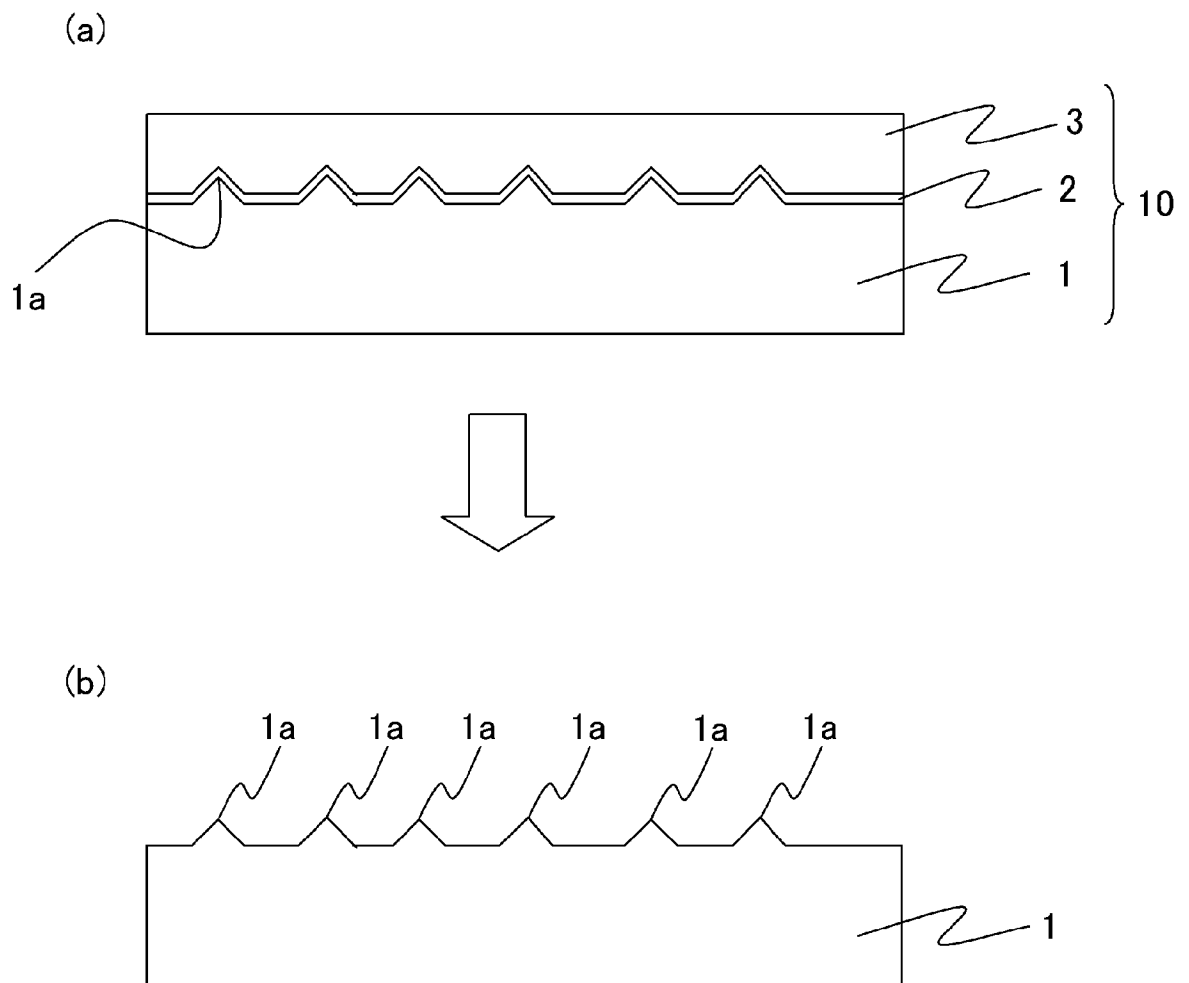
産業上の利用可能性

[0126] 本発明は、積層半導体層を成膜した積層半導体ウエハに対して、その基板を再び利用するために、積層半導体ウエハから積層半導体層を除去して再生基板を製造する再生基板の製造方法の分野において、簡便な方法で、基板の結晶性や表面凹凸形状に悪影響を与えずに、使用不可能になった GaN 層付き PSS 基板を品質良く再生することができる。

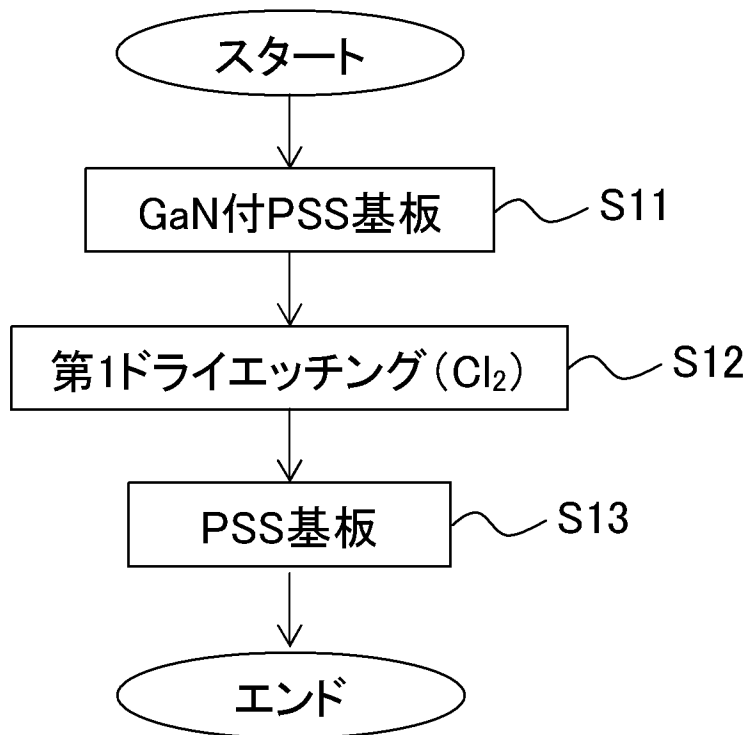
請求の範囲

- [請求項1] 基板上に窒化物半導体層が一または複数層形成された半導体基板に対してドライエッチングにより少なくとも該窒化物半導体層を除去する第1ドライエッチング工程を有する再生基板の製造方法。
- [請求項2] 前記基板と前記窒化物半導体層の間にバッファ層が設けられており、
、
該窒化物半導体層および該バッファ層を除去する前記ドライエッチングにより残った残渣を除去するウェットエッチング工程をさらに有する請求項1に記載の再生基板の製造方法。
- [請求項3] 前記ウェットエッチング工程で過酸化水素水と硫酸の混合液を用い、前記バッファ層はA I N層であり、
前記残渣としてA I 化合物および該A I N層の残渣をさらに除去する超音波残渣除去工程を有し、該超音波残渣除去工程で用いる薬液は、過酸化水素水とアンモニア水の混合液であるかまたは、過酸化水素水、アンモニア水および純水の混合液である請求項2に記載の再生基板の製造方法。
- [請求項4] 前記基板と前記窒化物半導体層の間にバッファ層が設けられ、前記第1ドライエッチング工程は、ドライエッチングにより該バッファ層の表面またはその近傍位置まで該窒化物半導体層を除去する第2ドライエッチング工程と、該バッファ層をエッチストップ層としてドライエッチングにより残りの該窒化物半導体層を除去する第3ドライエッチング工程とを有する請求項1に記載の再生基板の製造方法。
- [請求項5] 前記第2ドライエッチング工程としてC I₂ガスとS i C I₄ガスの混合ガスを用いて前記バッファ層の表面またはその近傍位置までエッチング進行後、前記第3ドライエッチング工程として該C I₂ガスに対するS i C I₄ガスの流量比を増加させるようにガス流量を調整する請求項4に記載の再生基板の製造方法。

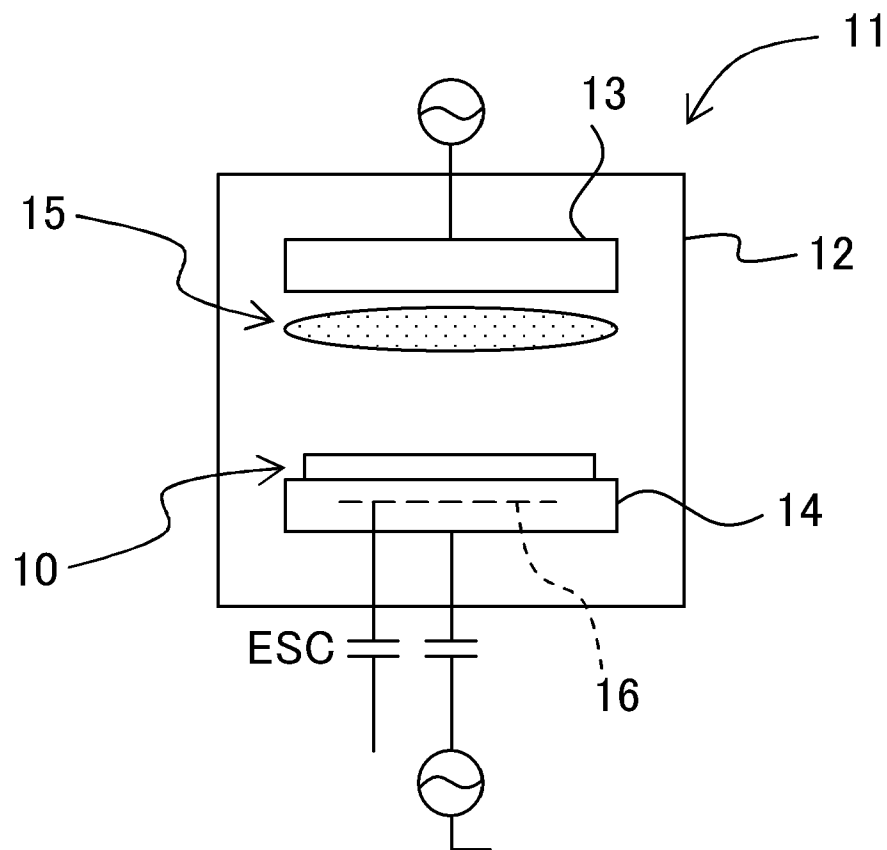
[図1]



[図2]

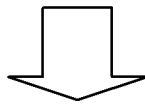
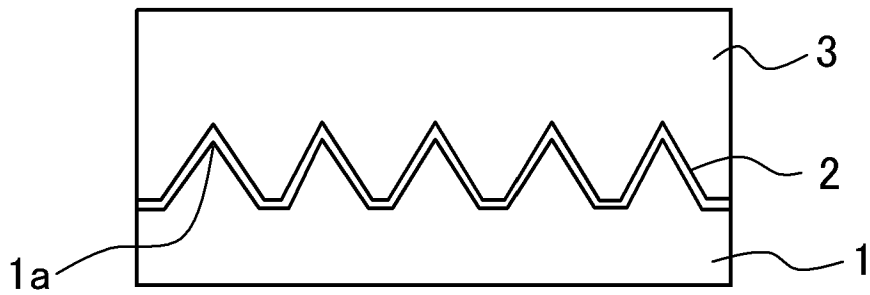


[図3]

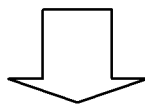
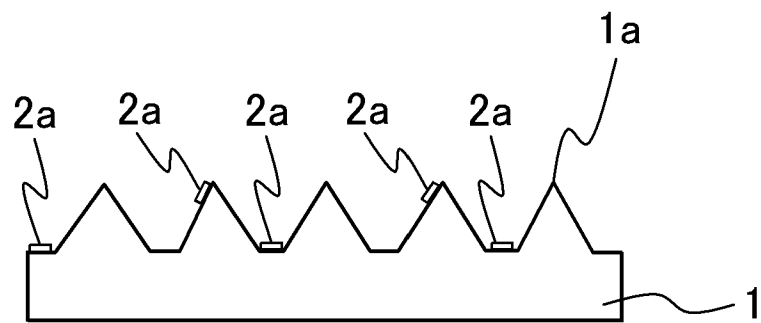


[図4]

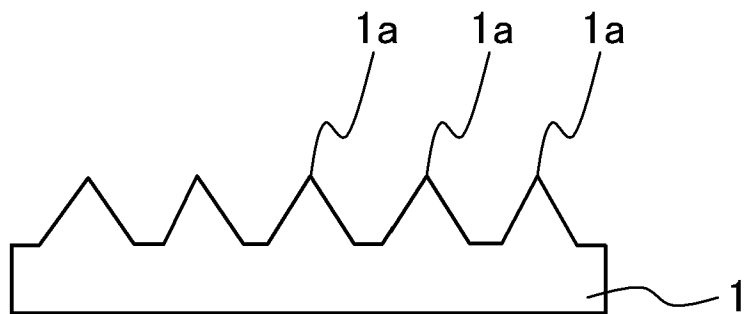
(a)



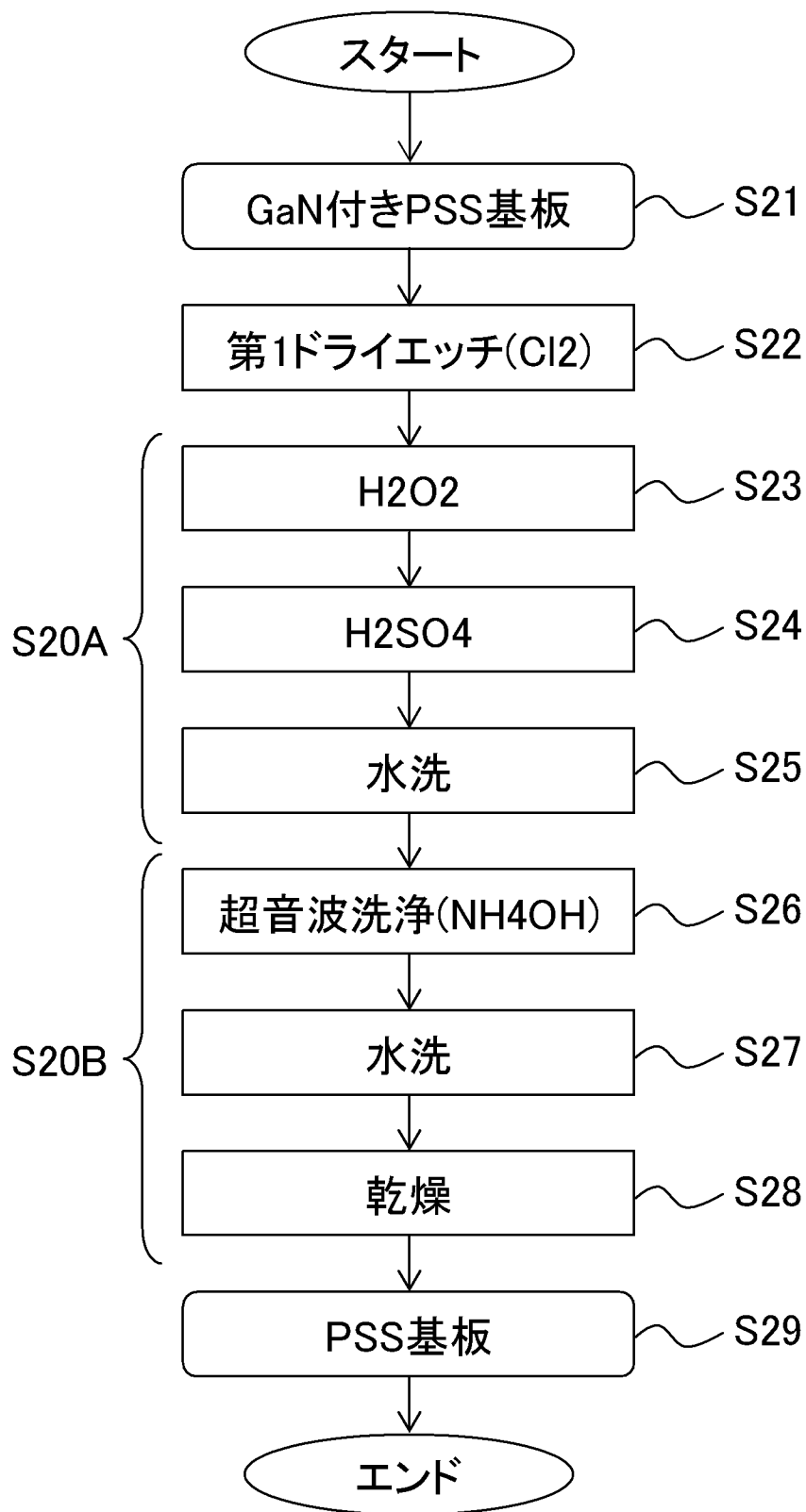
(b)



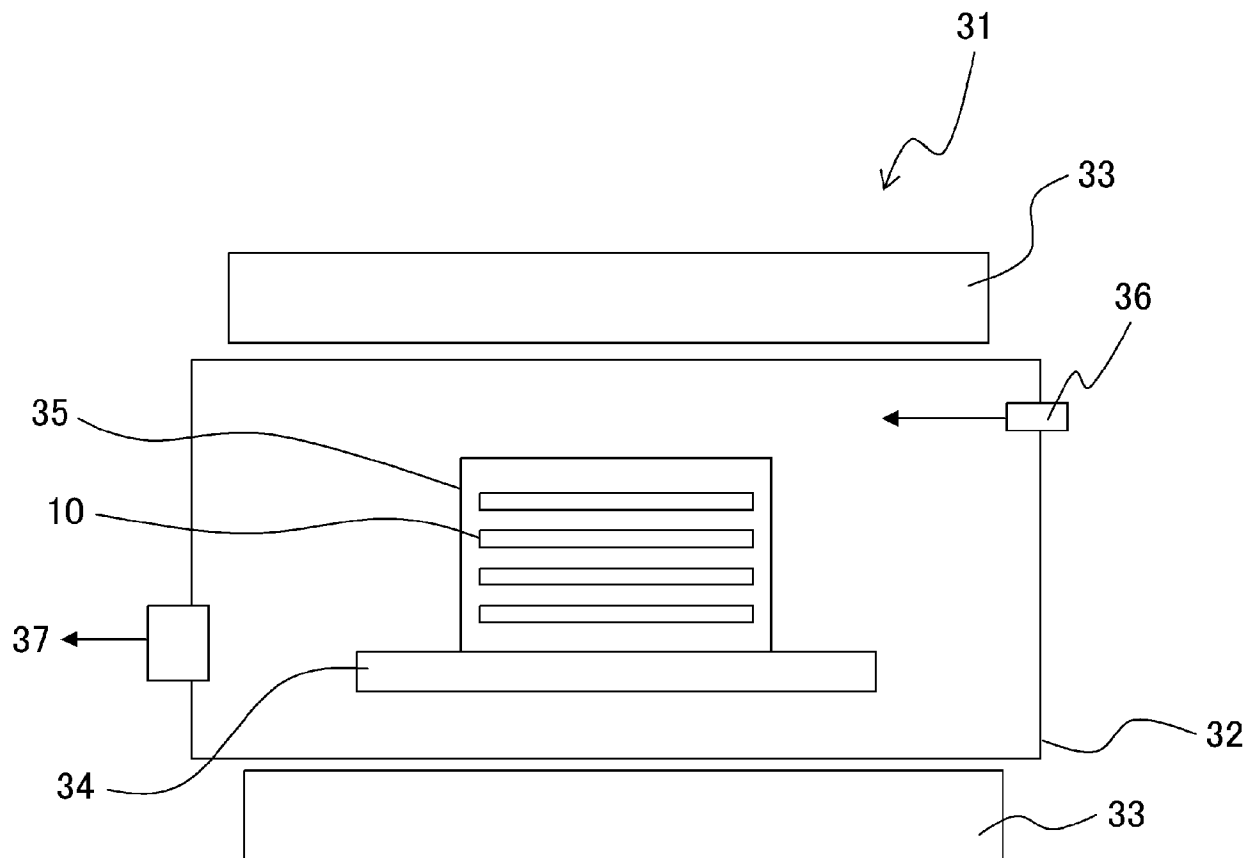
(c)



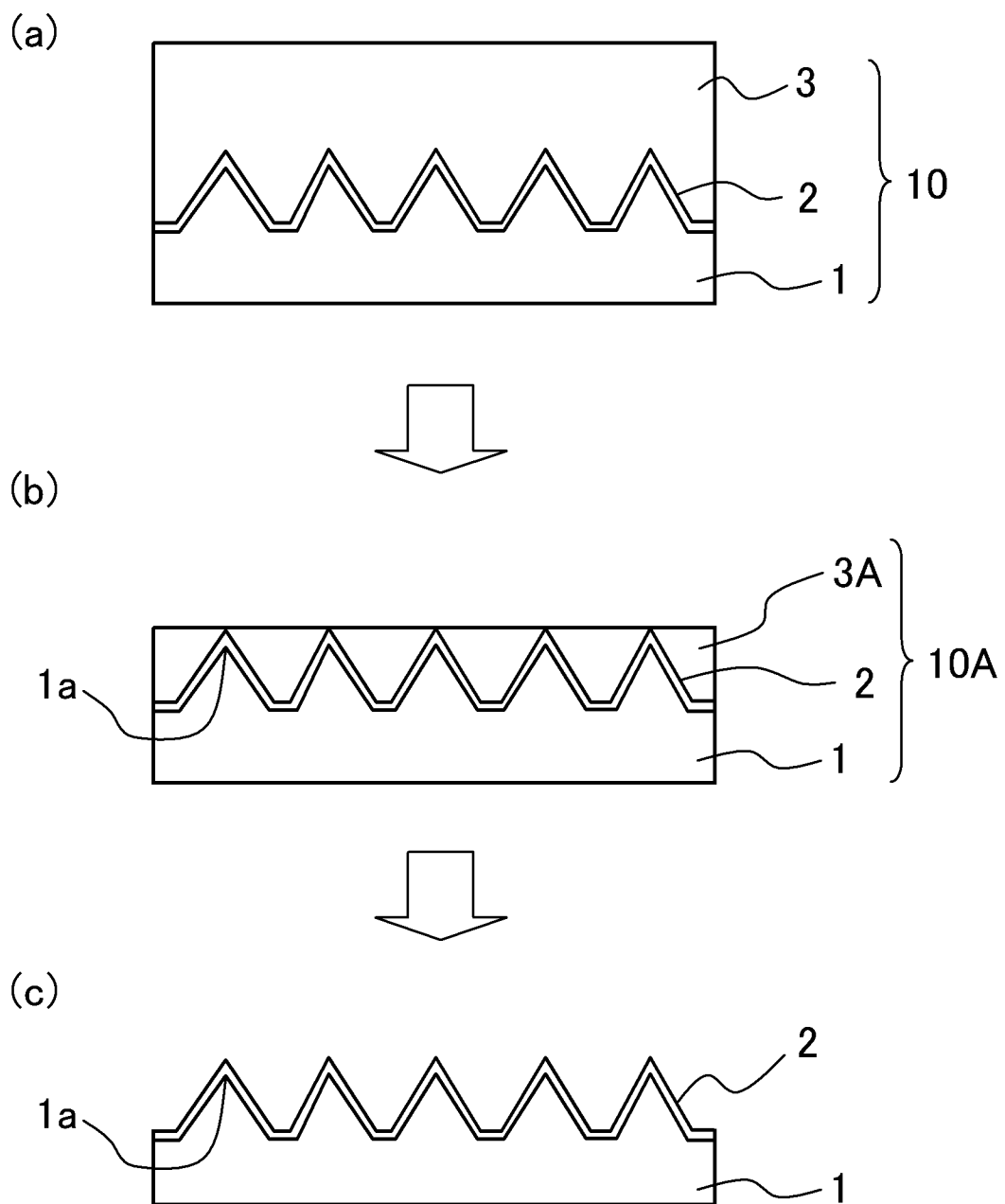
[図5]



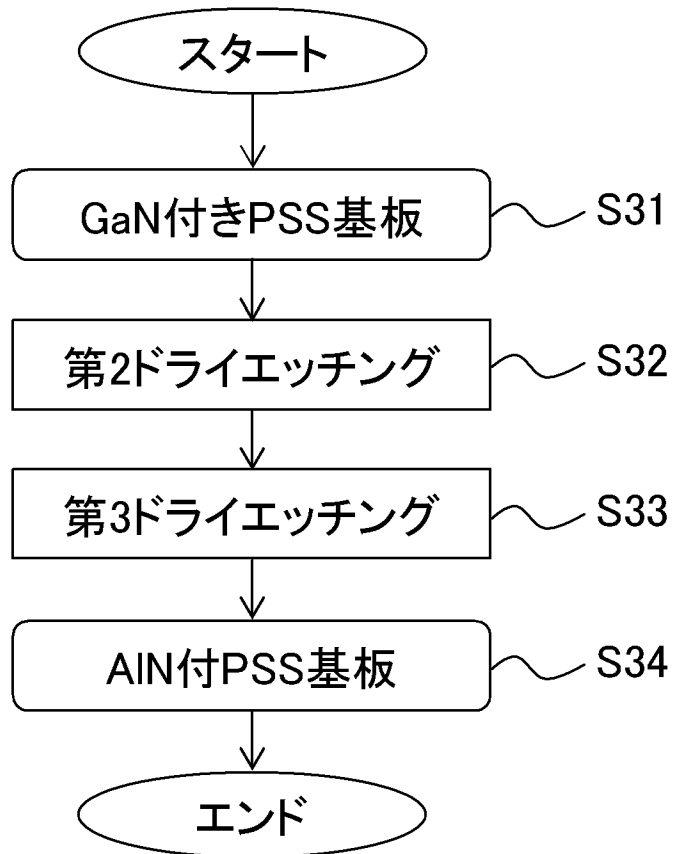
[図6]



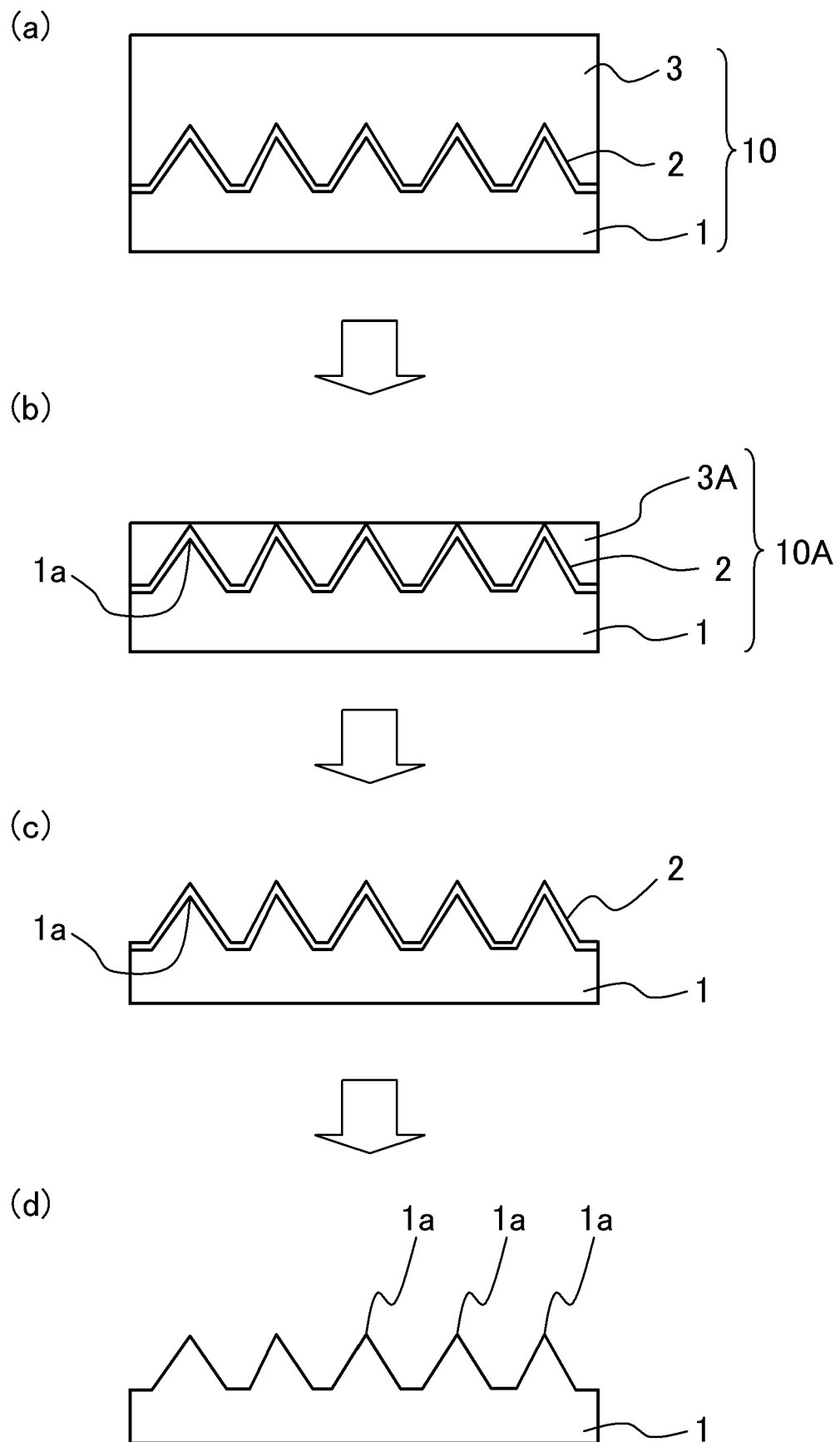
[図7]



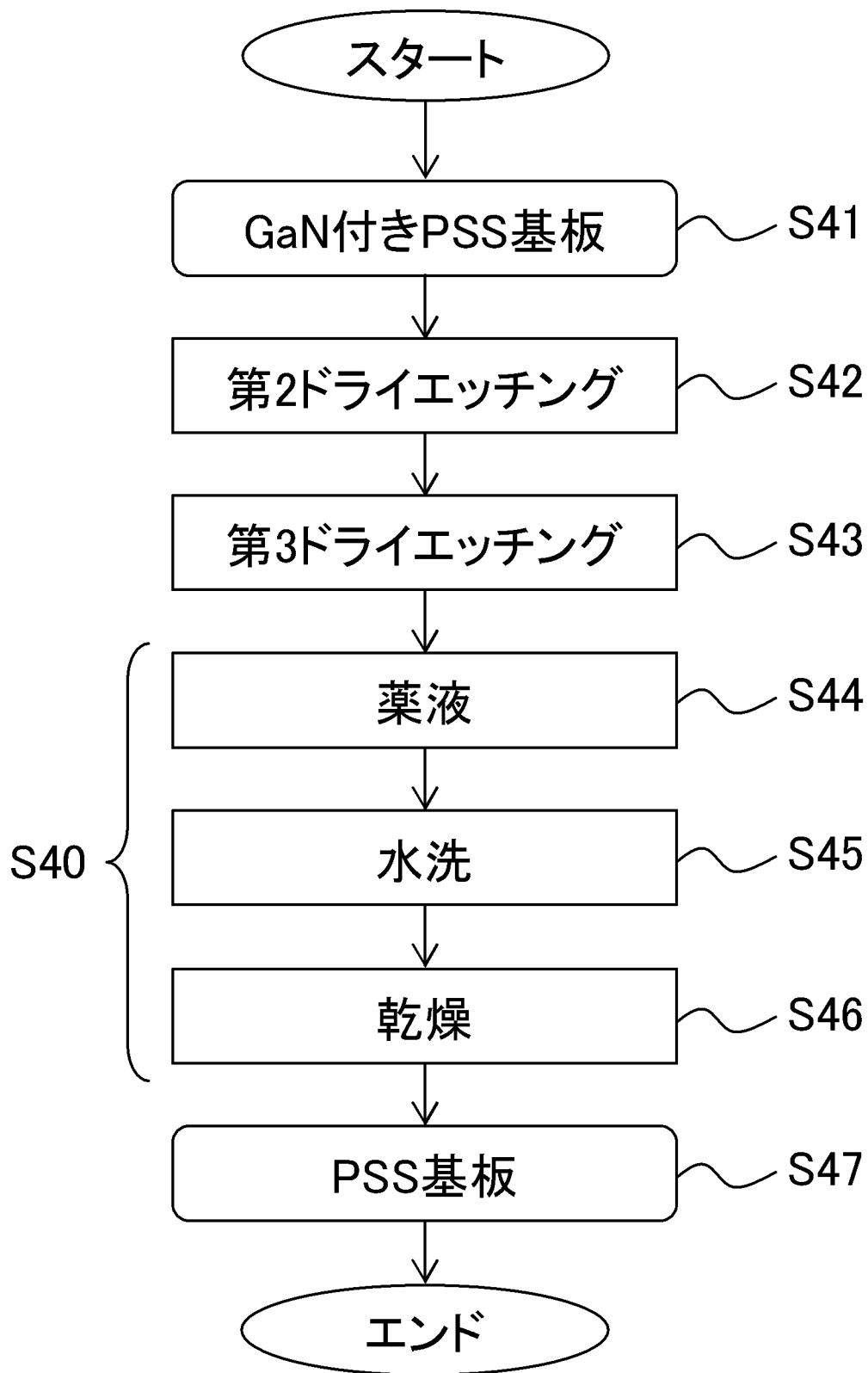
[図8]



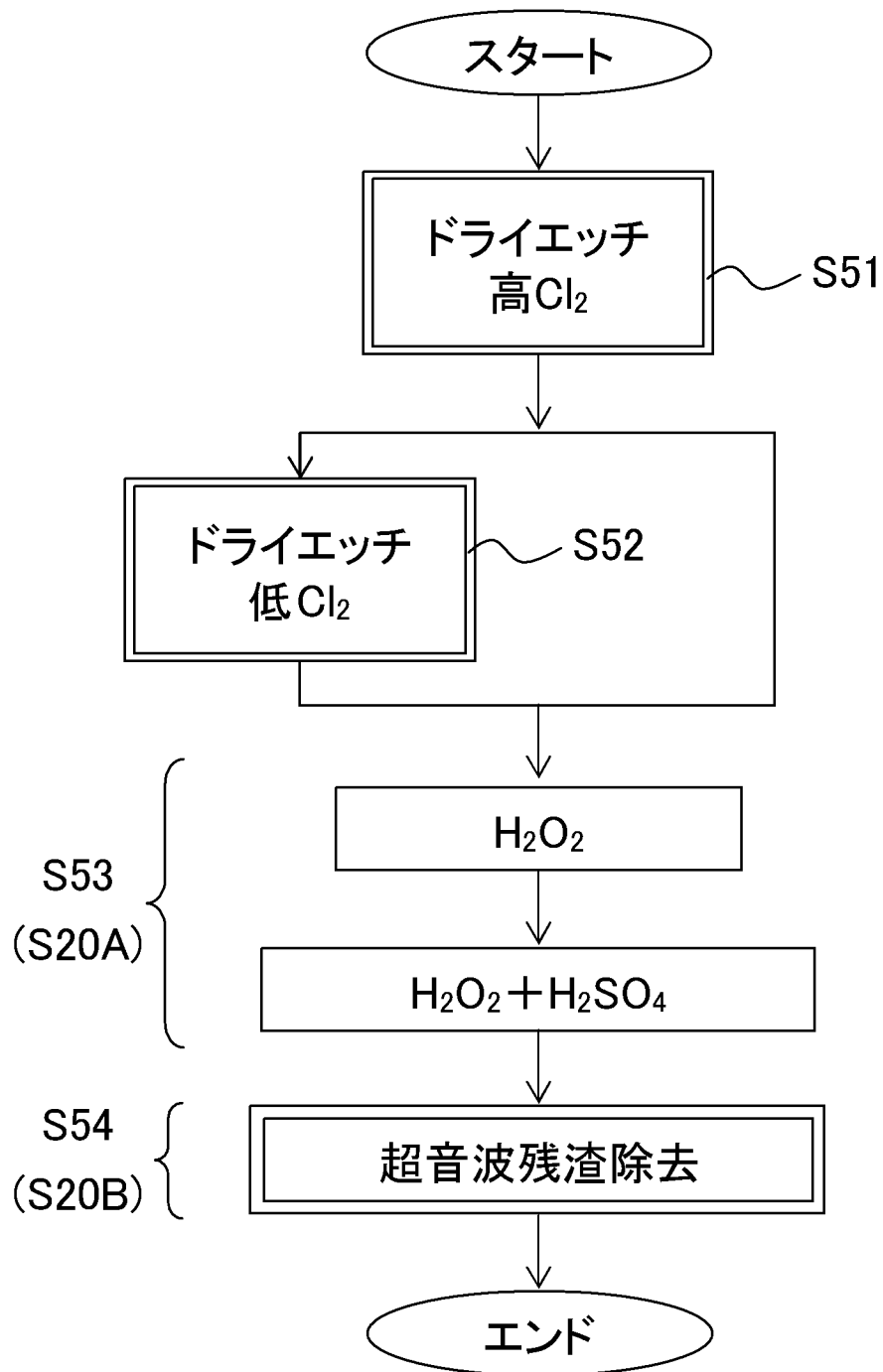
[図9]



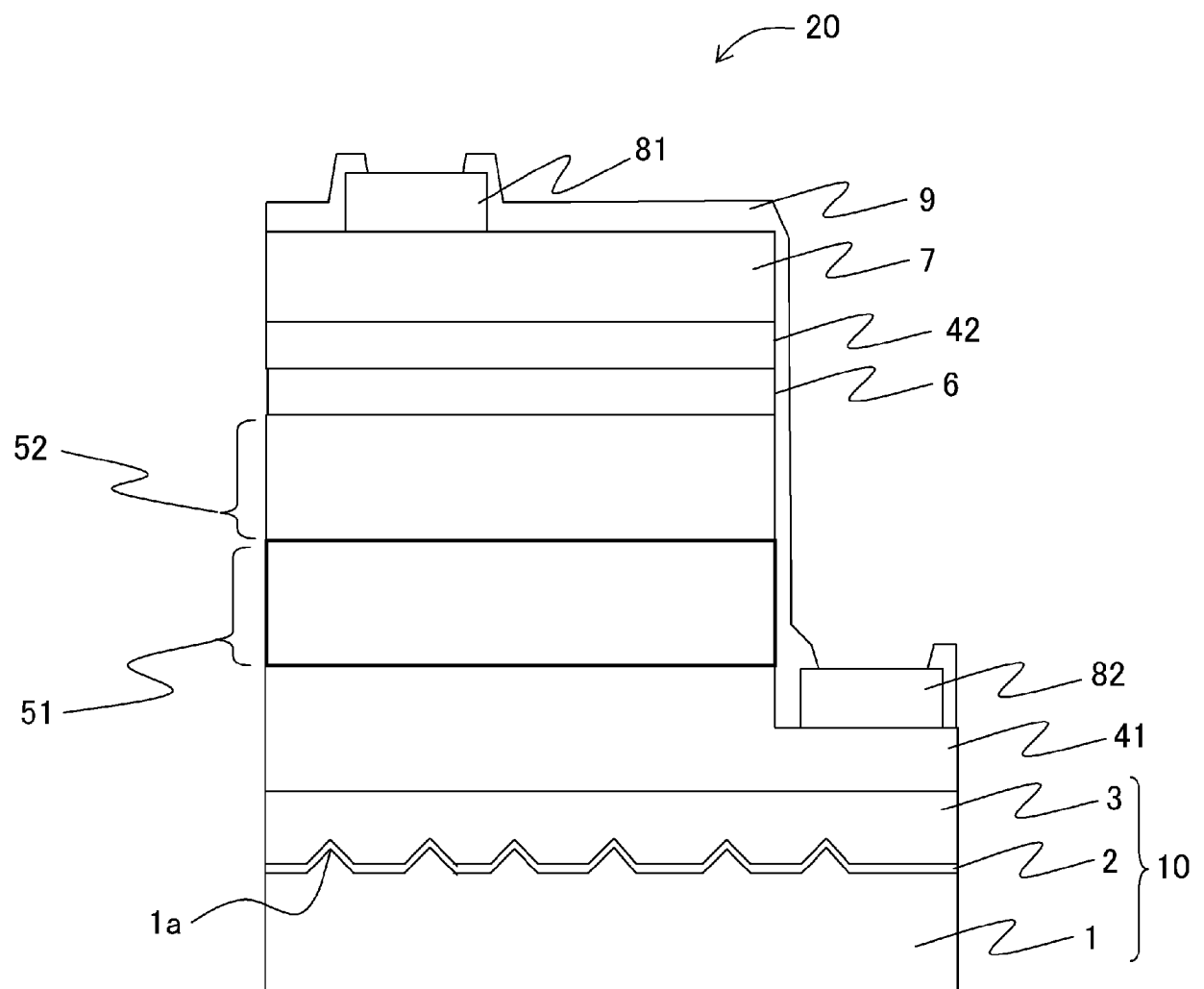
[図10]



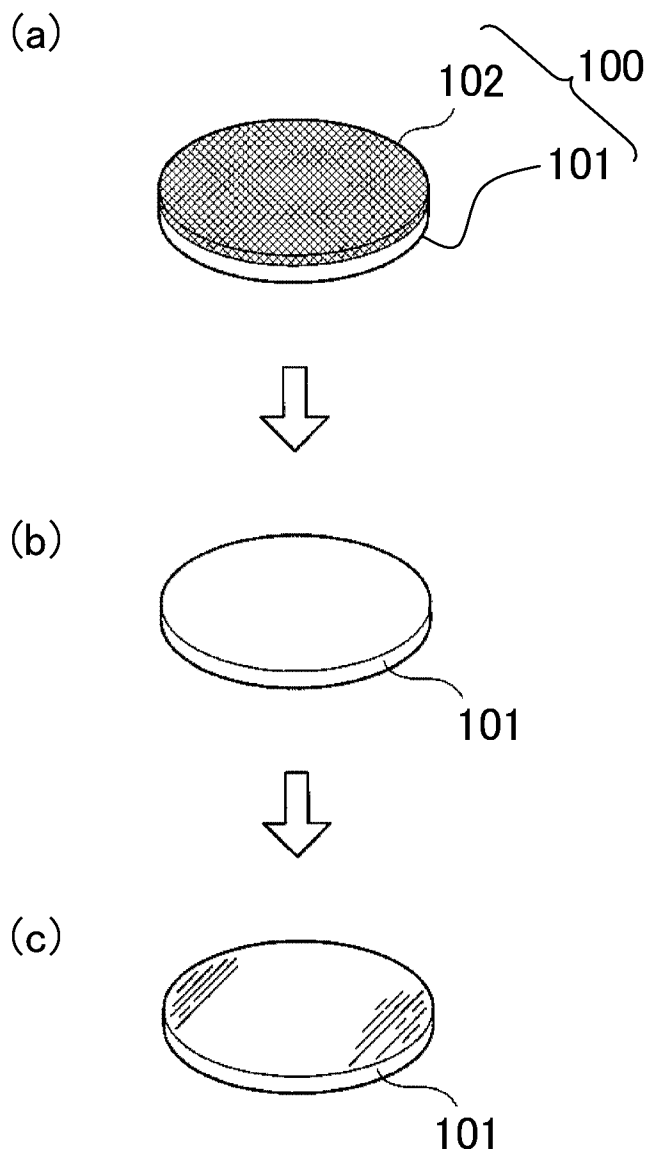
[図11]



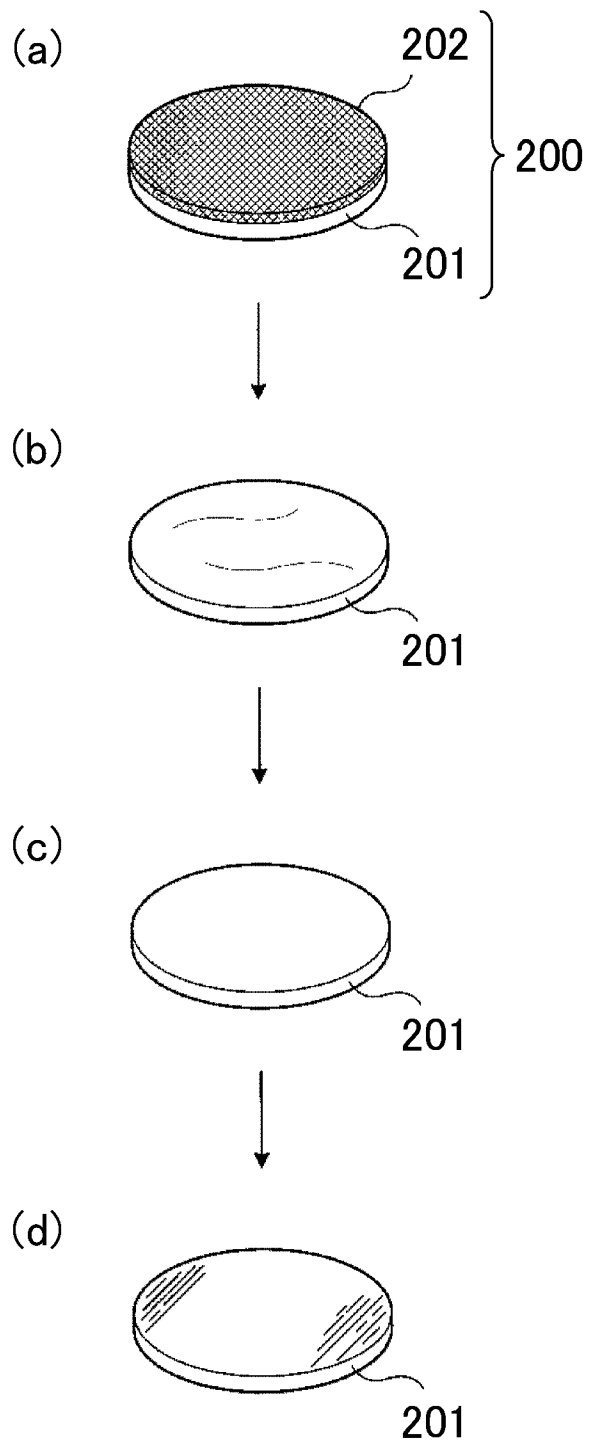
[図12]



[図13]



[図14]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2014/003425

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

H01L21/3065(2006.01)i, H01L21/306(2006.01)i, H05H1/46(2006.01)n

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)

H01L21/3065, H01L21/306, H05H1/46

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2014
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2014 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2014

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X A	JP 2006-518544 A (S.O.I.Tec Silicon on Insulator Technologies), 10 August 2006 (10.08.2006), paragraphs [0168], [0434] to [0452] & US 2005/0167002 A1 & EP 1588416 A & WO 2004/061944 A1 & DE 602004020181 D & FR 2849715 A & KR 10-2005-0092394 A & CN 1757106 A & AT 426918 T & TWB 00I309064	1, 2, 4 3, 5
X A	JP 2013-12719 A (Hitachi Kokusai Electric Inc.), 17 January 2013 (17.01.2013), paragraphs [0067] to [0068], [0082] & US 2012/0305026 A1	1 2-5

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ 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

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"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)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"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

"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

"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

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
03 September, 2014 (03.09.14)

Date of mailing of the international search report
16 September, 2014 (16.09.14)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. H01L21/3065(2006.01)i, H01L21/306(2006.01)i, H05H1/46(2006.01)n

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. H01L21/3065, H01L21/306, H05H1/46

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

日本国実用新案公報	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 4 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 4 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 4 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 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 請求項の番号
X A	JP 2006-518544 A（エス．オー．アイ．テック、シリコン、オン、インシ ュレター、テクノロジーズ） 2006.08.10, 段落【0168】、【0434】－【0452】 & US 2005/0167002 A1 & EP 1588416 A & WO 2004/061944 A1 & DE 602004020181 D & FR 2849715 A & KR 10-2005-0092394 A & CN 1757106 A & AT 426918 T & TWB 00I309064	1, 2, 4 3, 5

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ 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

「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

「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

「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）

「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献

「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矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの

「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

「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

「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

0 3 . 0 9 . 2 0 1 4

国際調査報告の発送日

1 6 . 0 9 . 2 0 1 4

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A / J P）

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

空 哲次

5 F

3 9 5 2

電話番号 03-3581-1101 内線 3516

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の 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 請求項の番号
X A	JP 2013-12719 A (株式会社日立国際電気) 2013.01.17, 段落【0067】－【0068】、【0082】 & US 2012/0305026 A1	1 2-5