

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 29 年 6 月 21 日現在

機関番号：82718

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2015～2016

課題番号：15K21684

研究課題名(和文)窒化物半導体深紫外発光ダイオードの短波長化に向けた電極の開発

研究課題名(英文)Development of Electrodes on Deep UV Light Emitting Diodes Using Nitride Semiconductors for Short Wavelengths

研究代表者

黒内 正仁 (KUROUCHI, Masahito)

神奈川県産業技術センター・電子技術部・主任研究員

研究者番号：10452187

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,200,000円

研究成果の概要(和文)：深紫外AlGaIn発光ダイオードは短波長化する上で、Al組成が高いAlGaInを必要とするが、低抵抗のオーミック電極を得ることが困難である。そこで、アニール処理によってN脱離しやすいN極性面を利用する3次元形状の形成技術の構築を行う。高密度パターンの形成のために、電子線リソグラフィの検討を行った。ハーフピッチ50nmのラインアンドスペースパターンを形成する方法について調べた。ドーズ量と電子線露光領域幅とパターンサイズの関係は2変数2次関数がよく合う結果となった。近接効果補正の条件を実験結果から得られたフィッティングパラメータから推定できることが分かった。

研究成果の概要(英文)：Difficulty in forming low-resistance ohmic contacts of deep UV light emitting diodes (LEDs) using Al-rich AlGaIn is an important issue. Ohmic contacts on N-polar AlGaIn plane have high potential because N-vacancies are generated efficiently in N-polar AlGaIn plane by annealing process due to high evaporation rate of N. N-polar plane can be exposed by formation of 3-dimensional structures. Purpose of present study is to develop processing techniques of such 3-dimensional structures. In order to form high density patterns, electron beam lithography was investigated. Exposure conditions of half-pitch 50nm line-and-space patterns were examined. The relationship among dose, exposure area width and pattern size was fitted by 2-variable 2nd order functions, giving a fine fit. Conditions of proximity effect correction (PEC) are estimated from fitting parameters obtained from experimental data.

研究分野：結晶工学

キーワード：窒化物半導体 窒化アルミニウムガリウム オーミック電極 電子線リソグラフィ

1. 研究開始当初の背景

窒化物半導体である AlGaN の発光ダイオードは発光波長ピークを 200 nm ~ 360 nm の紫外線領域に制御することが可能であり、様々な利点 (小型、低電圧動作、水銀フリー) により殺菌やオゾンセンサー、医療への応用、水銀ランプの置き換えが期待されている。

AlGaN の発光ダイオードは可視光領域に近い波長においては実用化されている一方で、短波長の発光ダイオードは Al 組成が高い AlGaN の高品質結晶を必要とするため、技術難易度が高い。また、バンドギャップが高いために不純物ドーパの効率が悪いなどの理由から Al 組成の高い領域で良好なオーミック電極が得られていない問題がある。

2. 研究の目的

(1) これまでの高 Al 組成 AlGaN の研究は高品質結晶が得やすい III 族極性の結晶で行われているが、低抵抗の電極を作製するためにはドナーとなる N 空孔の増加が課題となっている。N 極性面はアニール処理によって N 脱離しやすいことから、これを利用することでドナーとなる N 空孔を形成しやすくなる。そこで、III 族極性の結晶に対して、図 1 に示す 3 次元形状の加工を行い、壁面に N 極性面を形成することで、N 空孔の生成量を増加させて、電極の抵抗の低減につながると期待できる。そこで、3 次元形状の形成技術の構築を行い、オーミック電極を改善する実験手法を明らかにする。

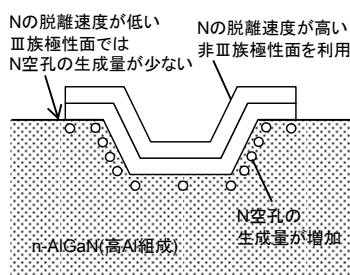


図 1. 非 III 族極性面を持つ 3 次元的な電極構造の利点

3. 研究の方法

(1) 3 次元形状の形成に計画当初は安価で高スループットであるナノインプリント技術で形成されたレジストパターンを利用して AlGaN 結晶をエッチングして、3 次元形状の形成と電極作製技術を検討する計画であったが、装置のトラブルにより、AlGaN 結晶のエッチングが行えない問題が生じた。そこで、ナノインプリントより、高密度化が容易な電子線リソグラフィの検討を行う。電子線リソグラフィでは、EBSD (Electron BackScatter Diffraction: 電子線後方散乱回折法) により、試料形状と面方位の関係をあらかじめ調べることによって、作製したい結晶面とレジストパターンの向きをより高精度に合わせる

ことができ、本研究に適している。まず、電子線リソグラフィによって、hp (half-pitch: ハーフピッチ) が 100nm のラインアンドスペース (LS: Line and Space) パターンを形成して、課題抽出を行う。

(2) 作製したパターンの線荒さが N 極性を利用する電極の抵抗に対して影響を与える可能性が懸念されるため、パターンのエッジ荒さを評価する方法を構築する。

(3) N 極性をもつ面の形成密度を上げるために hp 50nm の LS パターンを形成する方法について検討する。また、レジストパターンの断面形状を制御する方法について検討する。

4. 研究成果

(1) 電子線リソグラフィにて、ポジ型の EB レジスト (Gluon Lab 社, gL2000) を約 100nm の厚さで塗布した試料に 500pA のビーム電流で hp 100nm の LS パターンを描画して、レジスト線の線幅と間隔が 1:1 となるドーズ量依存性や電子線露光領域幅 ( $W_{ex}$ ) の条件の検討を行った。

ピッチを 200nm と一定にして、 $W_{ex}$  を 100nm, 80nm, 60nm としたときの開口幅とドーズ量の関係は図 2 に示す結果となった。 $W_{ex}$  が 100nm のときはドーズ量が  $100\mu C/cm^2$ 、 $W_{ex}$  が 80nm のときはドーズ量が  $150\mu C/cm^2$  でレジスト線の線幅と間隔が 1:1 となることが確認できた。作製したパターンは図 3 に示すようになり、エッジの荒れが確認され、その低減が必要と思われる。

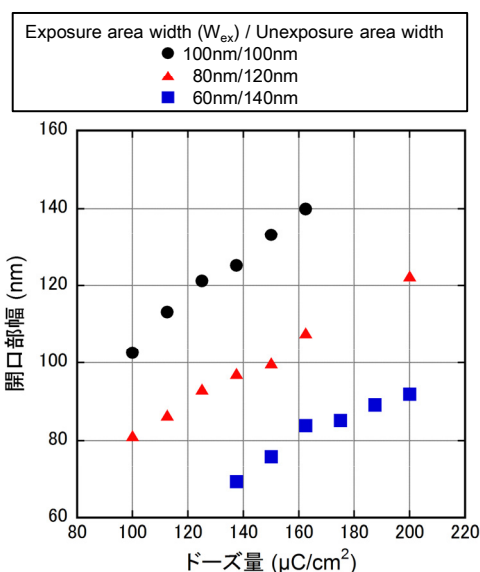


図 2. ハーフピッチ 100nm ラインアンドスペースパターンの開口部幅に対するドーズ量の依存性

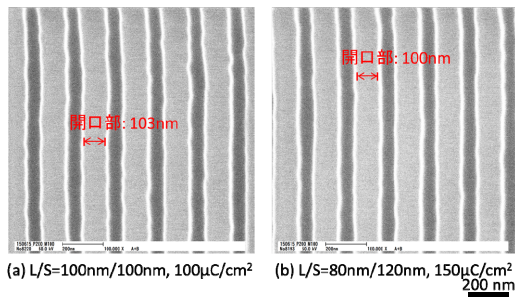


図3. ハーフピッチ 100nm ラインアンドスペースパターンの SEM 像

(2) 作製したパターンの線荒さを SEM (Scanning Electron Microscope:走査型電子顕微鏡)の観察画像から評価する解析するプログラムを作成した。そのプログラムによる解析結果は図4に示す評価例のようになり、線荒さの評価が可能となった。ビーム電流 500pA で描画したハーフピッチ 100nm の LS パターンの開口部の線荒さ(LER: Line Edge Roughness, 3σ)は 6.2nm という結果が得られた。さらに、線幅の評価にも適用が可能であり、先行研究①にある平均化による高精度の線幅評価が可能となった。

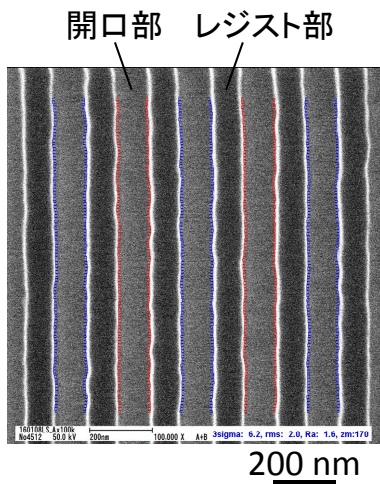


図4. ハーフピッチ 100nm ラインアンドスペースパターンの開口部の線荒さ(LER)の評価

(3) hp 50nm の LS パターンを形成する方法について調べた。このように小さいパターンは近接効果補正を必要とするが、その補正手段を少ない実験結果から効率的に調べる方法を検討した。電子線リソグラフィにて、ポジ型の EB レジスト(Gluon Lab 社、gL2000)を約 160nm の厚さで塗布した試料に 20pA のビーム電流で hp 50nm の LS パターンを描画して、レジスト線の線幅と間隔が 1:1 となるドーズ量依存性や電子線露光領域幅の条件の検討を行った。作製したパターンの SEM 像を図5に示す。描画条件を 20pA に下げるなどの最適化を行うことで、線荒さが少ないラインアンドスペースパターンを

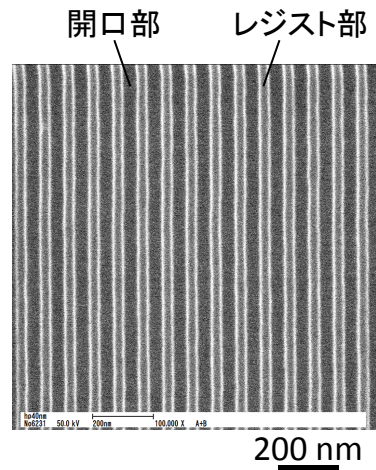


図5. ハーフピッチ 50nm ラインアンドスペースパターンの SEM 像

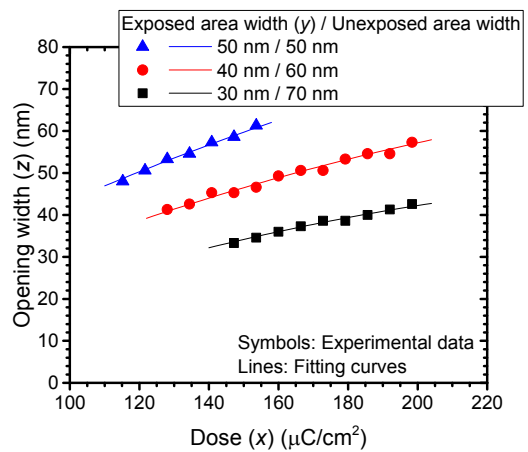


図6.ハーフピッチ 50nm ラインアンドスペースパターンの開口部幅に対するドーズ量の依存性

形成することができた。

観察した SEM 像を画像処理で解析して平均化処理を行うことで得られたパターンサイズと描画条件の関係を検討した。ドーズ量  $x$ 、電子線露光領域幅  $y$ 、パターン開口部幅  $z$  の関係を調べた結果、実験値は図6のシンボルで示すように明瞭なデータ傾向を示した。これに対して、式(1)に示す2変数の2次関数を試みた結果、実線で示したフィッティング曲線は実験値に対してよく合う結果が得られた。補正  $R^2$  は 0.99451 であり、良好な値を示した。

$$z = z_0 + a x + b y + c x^2 + d y^2 + f x y \quad (1)$$

式(1)とフィッティングパラメータから線幅と間隔が 1:1 となる条件は図7のように求めることができ、単純なパターンに対して、シンプルなモデル式で実験値から補間的な描画条件を容易に推定できることが分かった。また、弱いドーズ条件で長時間の現像処理を行うことで、順テーパー形状が形成でき

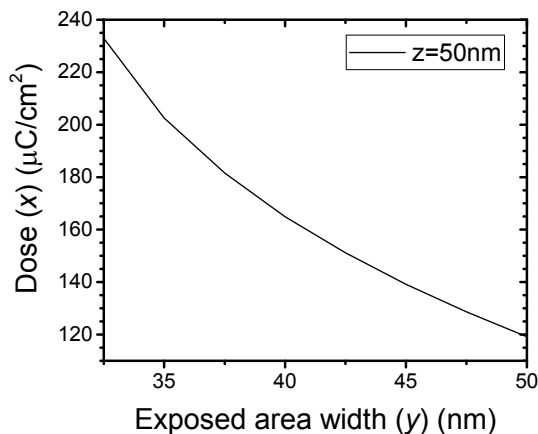


図 7. 50nm の開口部幅を得るための電子線露光領域幅  $y$  と必要ドーズ量  $x$  の関係の推定結果

ることが知られていることから、本結果によりレジストの形状制御に利用できることが推測される。

今後は得られたパターン形成条件を利用して、3次元構造を形成して、電極の評価を行う予定である。

電子線リソグラフィでの hp 50nm の LS パターン形成に関連した成果は電子線応用技術研究会 第 10 回研究会での講演依頼があり、注目を受けた技術であった。

#### <引用文献>

- ① B. Bunday, J. Allgair, K. Yang, S. Koshihara, H. Morokuma, A. Danilevsky, C. Parker, L. Page, Major trends in extending CD-SEM utility, Proceedings of SPIE, Vol. 6518, 2007, 651835

#### 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 3 件)

- ① Manabu Yasui, Satoru Kaneko, Masahito Kurouchi, Hiroaki Ito, Takeshi Ozawa, and Masahiro Arai, Effect of metal ion concentration in Ni-W plating solution on surface roughness of Ni-W film, Japanese Journal of Applied Physics, 査読有, Vol. 55, No. 1S, 2016, 01AA22-1-3  
DOI:10.7567/JJAP.55.01AA22
- ② Manabu Yasui, Satoru Kaneko, Masahito Kurouchi, Hiroaki Ito, Takeshi Ozawa, and Masahiro Arai, Formation of highly planarized Ni-W electrodeposits for glass imprinting mold, Japanese Journal of Applied Physics, 査読有, Vol. 56, No. 1S, 2016, 01AB04-1-4  
DOI: 10.7567/JJAP.56.01AB04

- ③ 黒内正仁, 安井学, 小沢武, 電子線描画装置によるサブミクロンパターンの作製条件の検討, 神奈川県産業技術センター研究報告, 査読無, No.22, 2016, 55-57

[学会発表] (計 10 件)

- ① 安井学, 金子智, 黒内正仁, 伊藤寛明, 小沢武, 荒井政大, 金属イオン濃度が Ni-W めっき膜の平坦性に与える影響に関する一考察, 2015 年度日本機械学会年次大会, 2015 年 9 月 16 日, 北海道大学 工学部 (北海道・札幌市)
- ② 黒内正仁, 安井学, 小沢武, 電子線描画装置によるサブミクロンパターンの試作, 神奈川県ものづくり技術交流会, 2015 年 10 月 30 日, 神奈川県産業技術センター (神奈川県・海老名市)
- ③ 安井学, 金子智, 黒内正仁, 小沢武, 伊藤寛明, 荒井政大, 熱インプリント用金型材料としての Ni-W 膜の組成・結晶構造に関する研究, 第 23 回機械材料・材料加工技術講演会, 2015 年 11 月 14 日, 広島大学 東広島キャンパス (広島県・東広島市)
- ④ Manabu Yasui, Masahito Kurouchi, Hiroaki Ito, Takeshi Ozawa and Masahiro Arai, Study of metal ion concentration in Ni-W bath for glass imprinting mold, ISPlasma 2016/IC-PLANT2016, 2016 年 3 月 9 日, Nagoya University (愛知県・名古屋市)
- ⑤ 安井学, 金子智, 黒内正仁, 小沢武, 伊藤寛明, 荒井政大, めっき液中の金属濃度がインプリント金型用 Ni-W 膜に与える影響, 2016 年度日本機械学会年次大会, 2016 年 9 月 13 日, 九州大学伊都キャンパス (福岡県・福岡市)
- ⑥ 黒内正仁, 安井学, 小沢武, ハーフピッチ 40nm のラインアンドスペースパターンの作製, 神奈川県ものづくり技術交流会, 2016 年 10 月 28 日, 神奈川県産業技術センター (神奈川県・海老名市)
- ⑦ M. Yasui, H. Nakano, M. Kurouchi, Takeshi Ozawa, S. Kawano and S. Kaneko, Removal of SU8 with N-Methyl-2-Pyrrolidone Doping LiCl and H<sub>2</sub>O, 29th International Microprocesses and Nanotechnology Conference (NMC2016), 2016 年 11 月 11 日, ANA Crowne Plaza Kyoto (京都府・京都市)
- ⑧ Manabu Yasui, Satoru Kaneko, Masahito Kurouchi, Hiroaki Ito, Takeshi Ozawa and Masahiro Arai, Ni-W thick film processing with higher frequency of pulse plating, ISPlasma2017, 2017 年 3 月 4 日, CHUBU UNIVERSITY (愛知県・春日井市)
- ⑨ 黒内正仁, 安井学, 小沢武, 電子線描画装置によるラインアンドスペースパターン形成における 2 変数 2 次近似モデルの検討, 第 64 回応用物理学会春季学術講演会,

2017年3月14日、パシフィコ横浜（神奈川県・横浜市）

- ⑩黒内正仁、安井学、小沢武、電子線描画装置によるラインアンドスペースパターン形成における2変数2次近似モデルの検討、電子線応用技術研究会 第10回研究会、2017年6月9日、金沢工業大学大学院 虎ノ門キャンパス（東京都・港区）

〔図書〕（計 件）

〔産業財産権〕

○出願状況（計 0）

名称：  
発明者：  
権利者：  
種類：  
番号：  
出願年月日：  
国内外の別：

○取得状況（計 0）

名称：  
発明者：  
権利者：  
種類：  
番号：  
取得年月日：  
国内外の別：

〔その他〕

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

黒内 正仁 (KUROUCHI, Masahito)  
神奈川県産業技術センター・電子技術部・  
主任研究員  
研究者番号：10452187

### (2) 研究分担者

( )

研究者番号：

### (3) 連携研究者

( )

研究者番号：

### (4) 研究協力者

安井 学 (YASUI, Manabu)  
神奈川県産業技術センター・電子技術部・  
主任研究員