

令和元年5月22日現在

機関番号：14101

研究種目：研究活動スタート支援

研究期間：2017～2018

課題番号：17H06762

研究課題名(和文) 表面活性化接合を用いたp型ダイヤモンド/n型AlGaInヘテロ構造紫外発光素子

研究課題名(英文) AlGaIn/Diamond DUV Light Sources Fabricated by Direct Wafer Bonding

研究代表者

林 侑介 (Hayashi, Yusuke)

三重大学・地域イノベーション学研究所・助教

研究者番号：00800484

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,300,000円

研究成果の概要(和文)：AlGaIn/ダイヤモンドのウェハ接合の実現を目指し、両面スパッタによる反り制御技術を開発した。サファイア基板の表面と裏面にAlNを成膜することで熱応力を抑制し、反り量の制御に成功した。デバイス応用においても、LED構造を含むAlGaIn側の反り量を大幅に抑制することが可能である。さらに、AlN/サファイアテンプレートを用いたウェハ接合に取り組み、2インチウェハにおける接合に成功した。さらに透過率スペクトルは数値計算とよく一致することから接合界面におけるバンドテイリングや光吸収は十分抑制されていることが示唆された。

研究成果の学術的意義や社会的意義

紫外波長のレーザダイオードはフォトリソグラフィや医療用途への応用が期待されているが、UV-C波長(200~280 nm)では電流注入型のレーザダイオードは実現されていない。本成果はAlGaIn系発光層上にp型ダイヤモンドを接合するための基盤技術であり、深紫外発光素子における課題解決に大きく貢献することが期待される。

研究成果の概要(英文)：In order to realize AlGaIn / diamond wafer bonding, we developed a curvature control technology by double-sided sputtering. Thermal stress was suppressed by depositing AlN on the front and back surfaces of the sapphire substrate, leading to the successful control of curvature. Also in device application, it is possible to significantly suppress the amount of curvature on the AlGaIn side including the LED structure. Furthermore, we performed wafer bonding using AlN / sapphire templates and succeeded in bonding with 2 inch wafers. Additionally, it is suggested that the light absorption due to band tailing is sufficiently suppressed because the transmittance spectrum is in good agreement with the numerical calculation.

研究分野：結晶工学

キーワード：ダイヤモンド AlGaIn

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19、CK - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

ノーベル物理学賞を受賞した青色発光ダイオード(LED)に代表されるように、窒化ガリウム(GaN)を主材料とした発光素子の開発は日本の研究機関によって牽引されてきた。現在では、光出力が4Wを超える青色レーザダイオード(LD)が商用化されるに至っている。その一方で、フォトリソグラフィや医療用途での需要がある紫外光のUV-C波長(200~280nm)では、電流注入型LDは実現されていない。最も大きな障壁となっているのは、Al組成の高い窒化アルミニウムガリウム($Al_xGa_{1-x}N$)経路では正孔電流量が非常に小さいことである。つまり、電子の供給に対して正孔の供給は不十分であるために、従来のような発光再結合効率を実現することが難しい。これは、AlGaNのアクセプタは室温ではほとんど活性化されないためであり、新規的なドーピング方法の導入や透明電極の利用といった導電率を改善するための取り組みが検討されてきた。これまでに報告されている正孔導電率とバンドギャップ E_g の関係をFig.1に示す。UV-C波長(200~280nm)で材料が透明であるには4.4~6.2eVのバンドギャップが要求されるが、この範囲で10S/cmを超えるような高い導電率は実現されていない。この理由は、Al組成が高くなるにつれて、アクセプタ準位は大きく増加すること、そして正孔をトラップする欠陥が形成されやすくなるためである。

精力的な取り組みによって2013年には 2.1×10^{-2} S/cmの導電率が $Al_{0.7}Ga_{0.3}N$ のバルクにおいて得られており、変調ドーピングや分極ドーピングといったテクニックと組み合わせることで更なる向上が図られているものの、物性的限界を克服するための決定的な提案・実証はなされていない。このことは、p型GaNで0.5S/cmの導電性が得られた1992年から25年経った現在でも、III族窒化物半導体における導電性と透明性のトレードオフを解消できていないことを意味する(S. Nakamura, et al., JJAP, 1992)。

2. 研究の目的

導電性と透明性のトレードオフを解決する新規的な材料系として、表面活性化接合(Surface Activated Bonding)を利用したダイヤモンド/AlGaNヘテロ構造を提案する。ダイヤモンドの正孔移動度 $3800 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ は、GaNの $170 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ や窒化アルミニウム(AlN)の $14 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ と比較すると10~100倍高い値であり、ホウ素を $1 \times 10^{20} \text{ cm}^{-3}$ 台までドーピングすることで100S/cmを超える導電率が得られている(T. Borst, et al., PSS(a), 1996)。バンドギャップは5.5eV(バンドギャップ端波長は225nm)であることから、UV-C帯にあたる200~280nmの長波長側で透明である。Figure

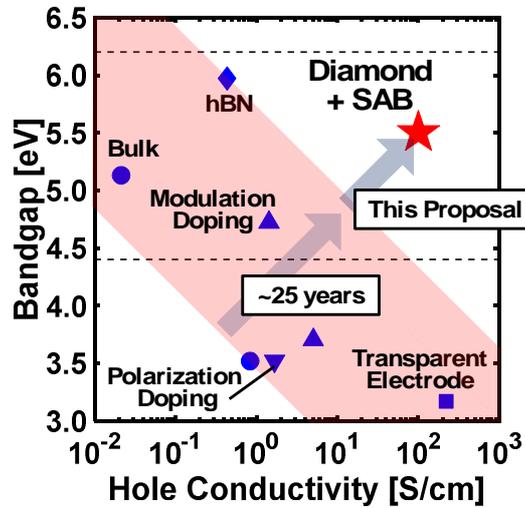


Fig. 1 正孔導電率とバンドギャップの関係

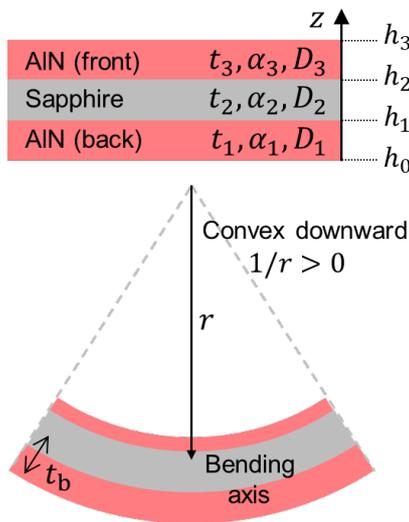


Fig. 2 両面スパッタの模式図

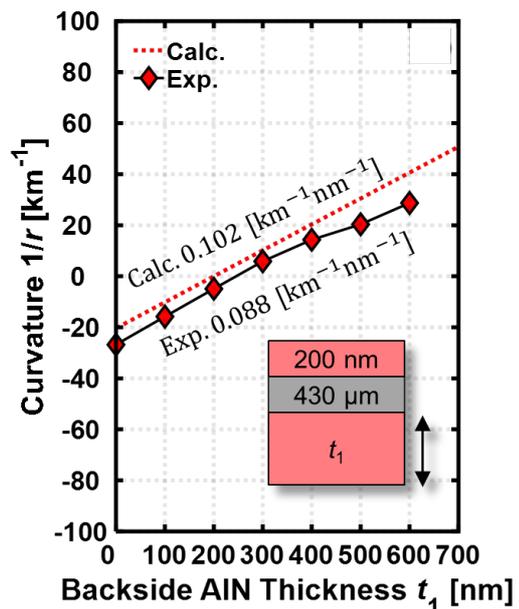


Fig. 3 両面スパッタによるウェハ反り制御

1 からわかるように、ダイヤモンドの正孔導電率とバンドギャップは、既存の材料特性を大きく上回る。

3. 研究の方法

このように理想的な組み合わせであるにもかかわらず、ダイヤモンド基板上 AlN の結晶成長は容易ではないことがミュンヘン工科大学や NTT 物性研究所の先駆的な研究により明らかにされていた(C. Miskys, *et al.*, APL, 2003/Hirama, *et al.*, APL, 2011)。線欠陥が大量に発生してしまうことがその要因であった。

従来のボトムアップ的な結晶成長法に対して、表面活性化接合法はトップダウン的なアプローチである。Ar 原子ビームで表面酸化膜を除去し、ダングリングボンド同士を直接的に結合させる本手法は常温接合を可能にする(H. Takagi, *et al.*, APL, 1996)。つまり、これまで考慮していた格子定数や熱膨張係数といった物性値に捉われずに異種結晶ヘテロ構造を実現できることが最大のメリットである。

4. 研究成果

これまでに進めた研究により、(1) 両面スパッタによるウェハ反り制御、(2) AlN/サファイア基板のウェハ接合、(3) ダイヤモンド基板の超精密研磨、(4) ダイヤモンド上 AlN キャップ層の成膜の3項目の成果を達成した。以下では各項目の詳細について説明する。

(1) 両面スパッタによるウェハ反り制御

AlN とサファイアは熱膨張係数が異なるため、ウェハに反りが生じることが知られている。特に我々のグループが開発した高品質 AlN/サファイアテンプレートは、スパッタ成膜した AlN を 1700 °C の高温で熱処理するため、大きな熱応力に起因して大きなウェハ反りが発生する。このウェハ反りは大面積かつ均一なウェハ接合を妨げるため、抑制が望まれていた。そこで、ウェハ両面にスパッタすることで応力をバランスさせ、反りを制御する技術を開発した(Fig. 2)。Figure 3 は表面を 200 nm、裏面膜厚を 0~600 nm で変化させた場合の反り量を示しており、特に両面の膜厚を一致させることで反りをほぼゼロにすることができている。LED 構造をこの上に成膜した場合でも、その反りを補償するように AlN 膜厚を設定すれば最終的な反り量をゼロにできるため、汎用性の高い技術の開発に成功した。

(2) AlN/サファイア基板のウェハ接合

Figure 4 にウェハ接合した 2 インチ径 AlN/サファイア基板の上面写真と断面構造模式図を示す。灰色に見える箇所は強固に接合しており、白く、また干渉縞のように見える箇所は未接合領域を示している。面積比で 80% 以上の接合面積を達成できたことから、2 インチ径ウェハにおける接合プロセスを確立することができた。ここで、AlN 層は 200 nm 厚のスパッタ膜であり、サファイア基板上に成膜している。ウェハ反転時に静電チャックで固定するため、100 nm の Ti 膜をサファイア基板裏面に蒸着している。

また、両面スパッタ基板を用いてウェハ接合を実施した。ウェハ接合装置が不調だったため、ウェハ全面での接合は達成できなかったものの、部分的な接合を確認した。この部分の透過率スペクトルを測定した結果を Fig. 5 に示す。測定結果は数値計算と一致することから、接合界面におけるバンドテイリングや光吸収は十分抑制されていることが示唆された。したがって LED のような光デバイスへの適合性に問題がないことが示された。AlGaIn 層を含むウェハ接合

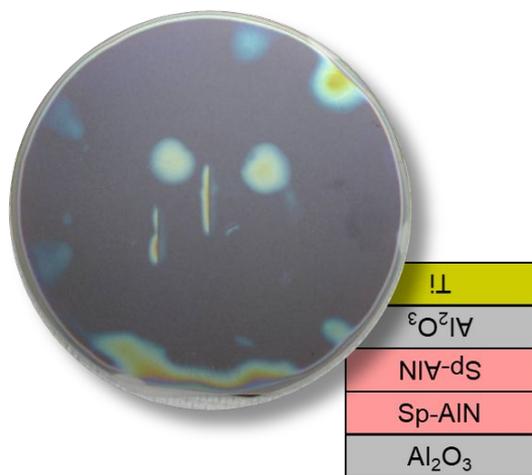


Fig. 4 接合ウェハの上面写真と断面構造の模式図

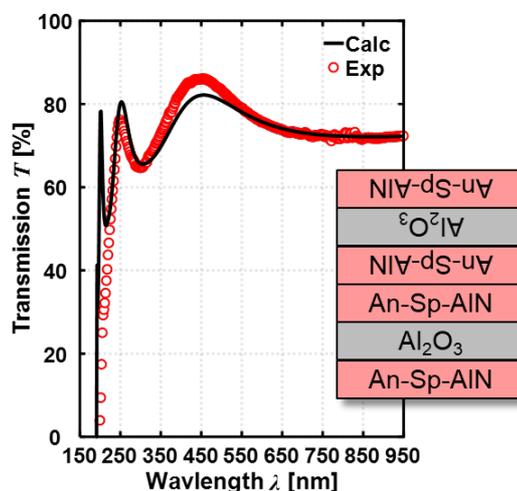


Fig. 5 接合したウェハの透過率スペクトル

については、平坦な表面を得るための成膜条件を詰めている段階である。

(3) ダイヤモンド基板の超精密研磨

ウェハ接合を達成するための条件としてまず、1 nm 以下の表面粗さが要求されるということは先行研究でわかっていたが、特にダイヤモンド基板ではマクロな指標である平面度も非常に重要であるということが本研究で明らかになった。Si のような既存の半導体基板では平面度は 1 μm 以下に制御されているが、ダイヤモンドは難加工材料であることもあり、現状で 20 μm 程度あることがわかった。このような要因があったために、AlN とダイヤモンドの接合に複数回挑戦したものの未成功に終わった。そこで、ダイヤモンド基板メーカーに依頼し、1 nm 以下の表面粗さと 1 μm 以下の平面度を両立するような基板研磨技術に取り組んだ。結果として、1 nm 以下の表面粗さと 2.3 μm の平面度を達成した。もともとの基板のクオリティが高ければ 1 μm 以下の平面度を達成できる感触は得られており、今後はこの超精密研磨技術を利用してウェハ接合を進める。

(4) ダイヤモンド上 AlN キャップ層の成膜

本論からは外れるものの、ダイヤモンド基板上の AlN 成膜にも挑戦した。ダイヤモンドは準安定層であるため、ウェハ接合のためのプラズマ照射で表面部が安定層のグラファイトに変化する可能性が考えられた。そこでダイヤモンド上に AlN を成膜し、表面のキャップ層として利用することを考えた。また、1700 $^{\circ}\text{C}$ の高温熱処理で AlN の結晶性を向上させた際も、AlN が表面保護層となりダイヤモンドのグラファイト化が抑制されることがわかった。同時に、(001) ダイヤモンドと(0001)AlN の面内配向を制御する手法も見出されたことから、高移動度トランジスタ用途の大面積 AlN/ダイヤモンド基板としての有用性が示唆された。

5 . 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 1 件)

1. Y. Hayashi, K. Tanigawa, K. Uesugi, K. Shojiki, and H. Miyake, “Curvature-Controllable and Crack-Free AlN/Sapphire Templates Fabricated by Sputtering and High-Temperature Annealing” J. Cryst. Growth, Vol.512, pp. 131-135, Apr. 2019. [査読有]

〔学会発表〕(計 3 件)

1. Y. Hayashi, K. Fujikawa, K. Uesugi, K. Shojiki, and H. Miyake, “Fabrication of c-AlN/a-Sapphire Templates by Sputtering and High-Temperature Annealing,” Compound Semiconductor Week 2019 (CSW 2019), MoB3-7, May 2019.
2. T. Shirato, Y. Hayashi, K. Uesugi, K. Shojiki, and H. Miyake, “High-Temperature Annealing of Sputter-Deposited AlN on Diamond Substrate,” Compound Semiconductor Week 2019 (CSW 2019), TuP-A-1, May 2019.
3. Y. Hayashi, K. Tanigawa, K. Shojiki, and H. Miyake, “Bowing Control of Sputtered AlN Caused by High Temperature Annealing,” 19th International Conference on Metalorganic Vapor Phase Epitaxy (ICMOVPE XIX), 4B-1.4, June 2018.

〔図書〕(計 0 件)

〔産業財産権〕

○出願状況 (計 2 件)

名称：窒化物半導体基板の製造方法、窒化物半導体基板及び光半導体デバイス

発明者：林侑介, 三宅秀人

権利者：同上

種類：特許

番号：特許願 2019-037838 号

出願年：2019

国内外の別：国内

名称：基板および基板の製造方法

発明者：林侑介, 三宅秀人

権利者：同上

種類：特許

番号：特許願 2018-037571 号

出願年：2018

国内外の別：国内

○取得状況（計 0 件）

名称：

発明者：

権利者：

種類：

番号：

取得年：

国内外の別：

〔その他〕

ホームページ等

6 . 研究組織

(1)研究分担者

研究分担者氏名：

ローマ字氏名：

所属研究機関名：

部局名：

職名：

研究者番号（8 桁）：

(2)研究協力者

研究協力者氏名：

ローマ字氏名：

※科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。