

科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和 5 年 5 月 23 日現在

機関番号：14401

研究種目：挑戦的研究（萌芽）

研究期間：2021～2022

課題番号：21K18677

研究課題名（和文）超音波を援用したワイドギャップ半導体基板のスラリーレス電気化学機械研磨装置の開発

研究課題名（英文）Development of slurry-less electrochemical mechanical polishing machine for wide-gap semiconductor substrates applying ultrasonic vibration

研究代表者

山村 和也（Yamamura, Kazuya）

大阪大学・大学院工学研究科・教授

研究者番号：60240074

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 5,000,000円

研究成果の概要（和文）：ワイドギャップ半導体基板の研磨は現在化学機械研磨が主流であるが、加工能率が低く、用いるスラリーのコストと環境負荷が大きい等、数多くの問題を有する。これらの問題を解決するため、陽極酸化により表面を軟質化し、母材よりも低硬度な固定砥粒を用いて改質層を除去するスラリーレス超音波/陽極酸化援用電気化学機械研磨プロセスを新たに開発した。

本開発の結果、4H-SiC(0001)基板の研磨において、機械研磨における研磨レート0.05 $\mu\text{m}/\text{h}$ に対して陽極酸化を援用することで64倍の3.2 $\mu\text{m}/\text{h}$ 、陽極酸化に加えてさらに超音波振動をウエハに印加することで288倍の14.6 $\mu\text{m}/\text{h}$ の研磨レートを達成した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

難加工材料であるSiCウエハを陽極酸化により軟質化させ、軟質固定砥粒を用いて改質層を除去することでダメージフリーかつ高能率な研磨を実現し、また、超音波振動をウエハ表面に印加することで酸化を促進することでさらに研磨レートを向上することに成功した。本成果は、従来の化学機械研磨（CMP）における研磨レートを2桁以上凌駕するものであり、研磨技術を革新する点において工学的に大きな意義がある。またCMPでは、薬液を含むために環境負荷が大きなスラリーを研磨液として用いていたが、開発した手法ではスラリーを用いないため環境負荷を低減できる研磨法として社会的な意義を有する。

研究成果の概要（英文）：Chemical mechanical polishing is currently the mainstream method for polishing wide-gap semiconductor substrates, but it has many problems such as low processing efficiency, high cost of the slurry to be used, and high environmental load. In order to solve these problems, we developed a new slurry-less ultrasonic/anodization-assisted electrochemical mechanical polishing process that softens the surface by anodization and removes the modified layer using fixed abrasive grains with lower hardness than the base material. As a result, in the polishing of 4H-SiC (0001) substrates, the polishing rate of 3.2 $\mu\text{m}/\text{h}$, which is 64 times higher than the polishing rate of 0.05 $\mu\text{m}/\text{h}$ in mechanical polishing, was obtained by applying anodization. Furthermore, by applying ultrasonic vibration to the wafer in addition to anodizing, we achieved a polishing rate of 14.6 $\mu\text{m}/\text{h}$, which is 288 times higher than mechanical polishing.

研究分野：超精密加工

キーワード：ワイドギャップ半導体 電気化学機械研磨 陽極酸化 SiC 超音波振動 スラリーレス

1. 研究開始当初の背景

SiC や GaN 等のワイドギャップ半導体は、低炭素社会を実現する低損失パワーデバイスの作製に不可欠な材料である。しかしながら、高硬度かつ化学的に不活性のため、既存の製造プロセスでは要求仕様を満足するウエハを高効率に得ることが困難である。現在、これらの材料の研磨法としてアルカリ等の薬液と遊離砥粒を含むスラリーを用いた CMP (Chemical Mechanical Polishing) プロセスが用いられている。しかしながら、加工能率が低い、材料の表面欠陥がアルカリ等の薬液成分によって浸食されて形成されるエッチピットのために表面粗さが悪化する、凝集による砥粒の粗大化が生じてスクラッチが形成される、スラリーの価格および環境負荷が大きい、等の問題点を多数有する。また、半導体ウエハの CMP における費用の内訳であるが、費用全体の 86% を占める消耗品のうち、59% がスラリーであり、スラリーの使用は製造コストを引き上げる要因となっている。

2. 研究の目的

CMP の諸問題を解決するため、研究代表者である山村は、薬液を用いずに硬脆材料の表面を陽極酸化により軟質化し、軟質層のみを母材よりもやわらかな固定砥粒を用いて除去することで、スラリーを用いずにピットフリーかつダメージフリーな表面を得る革新的な陽極酸化援用電気化学機械研磨 (Electrochemical Mechanical Polishing: ECMP) プロセスを考案し、特許出願を行った。これまでに、単結晶 SiC の研磨において、陽極酸化メカニズムを解明するとともに、スライスウエハに対して 23 $\mu\text{m}/\text{h}$ (通常の CMP における研磨レートの 40 倍以上) の研磨レートを達成している。

しかしながら、現状の CMP プロセスを新手法に置き換える“ゲームチェンジ”を実現するためには研磨レートのさらなる増加が鍵となる。本研究では、研磨レートを律速する陽極酸化を局所歪場の形成により促進するとともに形成された酸化膜の除去を増進するため、超音波振動を印加する超音波援用電気化学機械研磨 (Ultrasonic Assisted Electrochemical Mechanical Polishing: UAECMP) 装置を開発し、その効果を評価する。また、表面粗さの悪化に影響を及ぼす酸化膜の形成状態をリアルタイムに計測して最適な酸化状態を能動的に制御する、世界初の能動制御型超音波援用電気化学機械研磨 (Active Controlled Ultrasonic Assisted Electrochemical Mechanical Polishing: AC-UAECMP) プロセスを構築し、ワイドギャップ半導体材料や金型用難加工材料に対するスラリーレスの低コストな革新的超精密研磨プロセスを世界に先駆けて実現することを研究目的とする。

3. 研究の方法

本研究では研究目的を達成するために、

- (1) 超音波援用能動制御型電気化学機械研磨装置の試作。
- (2) 電気化学インピーダンス分光による研磨プロセスの *in-situ* モニタリングと最適制御。
- (3) 単結晶 SiC、GaN ウエハの表面粗さを 0.2 nm rms 以下に仕上げる研磨条件の最適化。

を行い、パワーデバイス用ワイドギャップ半導体ウエハに対する超音波援用電気化学機械研磨プロセスの有用性を明らかにする。具体的な研究項目は以下の通りである。

① 超音波援用スラリーレス電気化学機械研磨 (ECMP) 装置の試作

提案する複合研磨法においては超音波の援用により、酸化レートと研磨レートが増加することが当該グループの基礎研究によりわかっている (Electrochem. Commun. **100** (2019) 1-5.)。本研究では、図 1 に示す超音波援用 ECMP 装置を試作し、ウエハサイズでの高効率性を実証するとともに、研磨レートの増加メカニズムを解明し、スラリーを用いない新しい高能率研磨の学理の構築を行う。

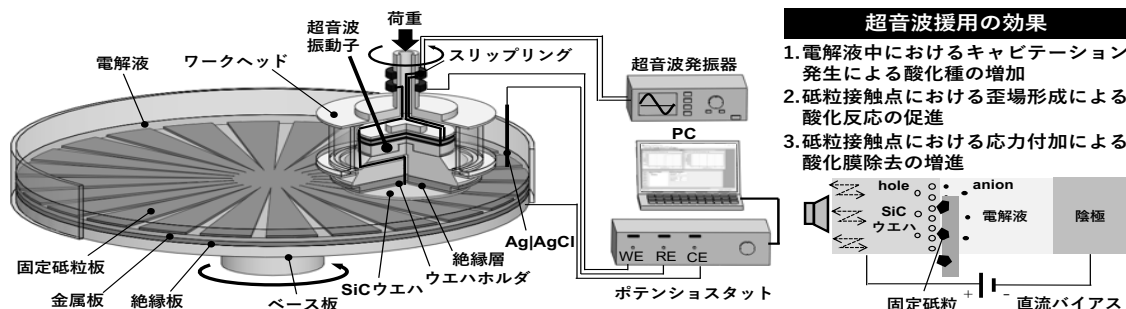


図 1 超音波を援用した新しいスラリーレスの能動制御型電気化学機械研磨装置の試作

② 電気化学的表面改質複合研磨プロセスの *in-situ* モニタリングと最適制御

電圧の印加方法を直流からパルス的に印加することで陽極酸化時に基板表面上で発生する酸素

泡が引き起こす酸化膜の形成ムラを抑制し、研磨後の表面粗さをさらに低減できる可能性がある。そこで、以下の機構を前年度に試作した装置に付加して本仮説を実証する。

- (i) プロセス中の酸化レートを電気化学インピーダンス測定により*in-situ*にモニターし、酸化レートと研磨レートの比が一定となるようにフィードバック制御する機構を開発する。また、本制御機構を動作させることにより、研磨レートと表面粗さが再現性良く得られることを検証する。
- (ii) 電解液の種類と組成、ならびにパルス電圧の印加条件(パルス幅、周期、デューティ比)を研磨レートと表面粗さの観点から最適化する。

酸化レートと研磨レートのバランスを制御するパラメータとして、加工対象物の電位のみならず、酸化に寄与するイオンの電流値を決定する対向電極部とレジソンド砥石部の面積比による制御の可能性を検討する。高電位、すなわち酸化レートが大きいときには研磨パッド部の面積比率を大きくすることで、低表面粗さを維持したまま研磨レートを増加できることを検証する。

4. 研究成果

開発した単一超音波振動子を搭載した UAECMP 装置を用いて、4H-SiC (0001)ウエハの研磨特性を評価した。表1に実験条件を示す。本実験に使用した 4H-SiC ウエハのサイズは直径 20 mm で、砥石はビトリファイドボンドの酸化セリウム(セリア、平均粒径 1 μm)で、電解液は 1 wt%の NaCl 溶液を用いた。図 2 (a)、(b)、(c)に同じ研磨条件で機械研磨(MP) 5 h、電気化学機械研磨(ECMP) 10 min、UAECMP 10 min における SiC ウエハの除去量分布を示す。UAECMP 10 min では SiC ウエハが全体的におよそ 2-3 μm 除去されたのに対し、ECMP 10 min では 0.5 μm 程度、MP 5 h では僅か 0.25 μm 程度の除去量であった。図 2(d)に図 2(a)、(b)、(c)に示す MP、ECMP と UAECMP の平均除去量から算出した材料除去率(Material Removal Rate: MRR)を示す。MP の MRR は 0.05 $\mu\text{m}/\text{h}$ であったのに対し、ECMP の MRR は 3.2 $\mu\text{m}/\text{h}$ 、UAECMP の材料除去率は 14.5 $\mu\text{m}/\text{h}$ であった。陽極酸化を援用することで、同一条件における MP と比較して単結晶 SiC の MRR が 64 倍に増大し、更に超音波振動を印加することで MP と比較して MRR が 288 倍以上増大した。また、同一条件における ECMP と比較して UAECMP における SiC の MRR を 4.5 倍以上増大させることに成功した。

表 1 加工パラメータ

印加電圧 (V)	25
研磨圧力 (kPa)	30
砥石回転数 (rpm)	200
ウエハ回転数 (rpm)	50
揺動速度 (mm/s)	2
超音波振動周波数 (kHz)	35
超音波振動振幅 (μm)	1.5

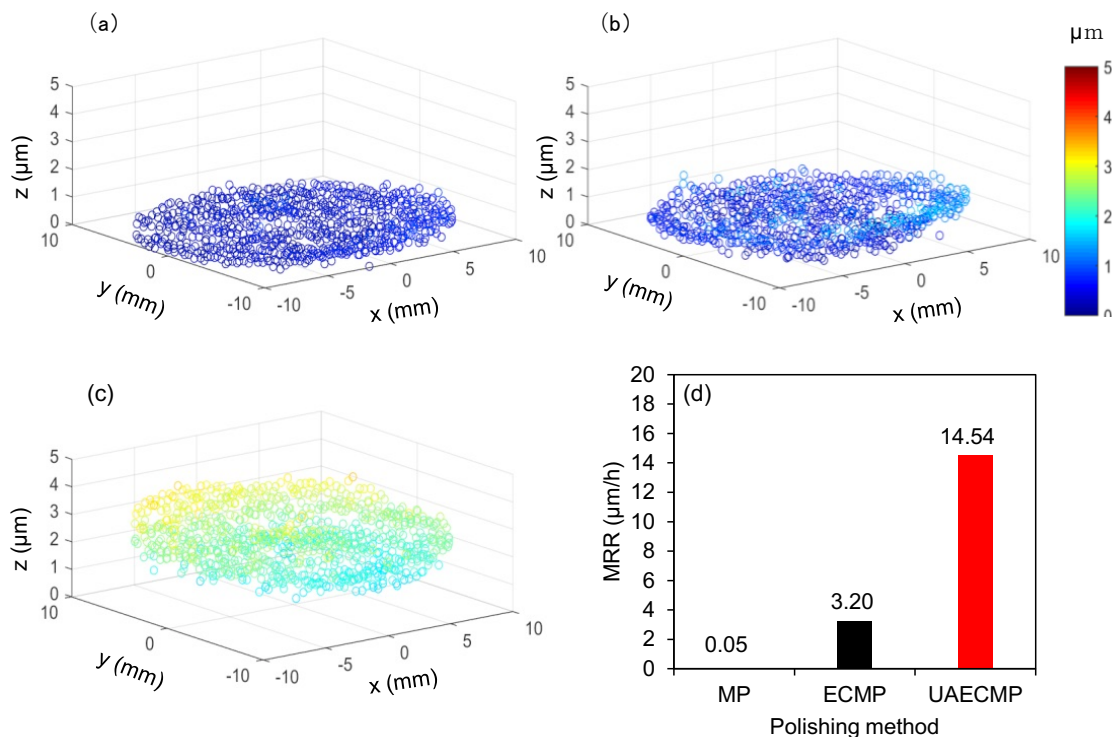


図 2 MP、ECMP と UAECMP の比較。(a)MP 5 h 前後における SiC ウエハの除去量分布、(b) ECMP 10 min 前後における SiC ウエハの除去量分布、(c) UAECMP 10 min 前後における SiC ウエハの除去量分布、(d)MP、ECMP と UAECMP の材料除去率(MRR)。

図 3(a)および(b)は、ECMP および UAECMP によって研磨された 4H-SiC(0001) 表面の走査白色顕微干涉 (SWLI) 像を示す。ECMP で得られた表面には研磨方向に沿った滑らかで連続的な研磨マークが見られたが、UAECMP で得られた表面の研磨マークには周期的な凹凸構造が見られる。UAECMP では、砥石が定常の研磨圧力に加えて超音波振動が重畳されて SiC 表面に接触しているため、SiC 表面と砥石の間に超音波振動による衝撃力が存在する。したがって、UAECMP 研磨した表面に見られる不連続な研磨マークはセラミックス砥粒の超音波振動により形成されたと考えられる。その結果、ECMP で得られた表面粗さ (0.528 nm Sq , 6.220 nm Sz) よりも UAECMP で得られた表面粗さ (1.993 nm Sq , 13.612 nm Sz) が悪化したと考えられる。

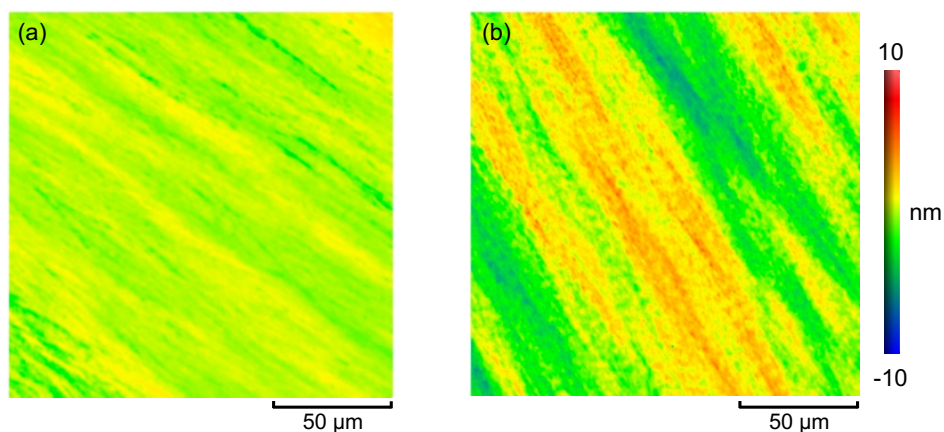


図 3 (a) ECMP 研磨した表面の SWLI 像; $Sq = 0.528 \text{ nm}$, $Sz = 6.220 \text{ nm}$ 。(b) UAECMP 研磨した表面の SWLI 像; $Sq = 1.993 \text{ nm}$, $Sz = 13.612 \text{ nm}$ 。

図 4(a)および(b)は、振幅を $1 \mu\text{m}$ と $0.4 \mu\text{m}$ に設定した UAECMP で 10 min 研磨した 4H-SiC(0001) 表面の SWLI 像を示す。いずれの振幅条件においても研磨面には図 4(b)と同様の不連続な研磨マークが見られたが、超音波振幅の減少に伴い研磨マークのうねりの振幅が小さくなり、表面粗さが大幅に減少することが分かった。また、図 5(a)および(b)は、 $1 \mu\text{m}$ と $0.4 \mu\text{m}$ の振幅を用いた UAECMP における 10 min 研磨における SiC の除去量分布を示すが、それぞれの除去量は約 $1.5 \mu\text{m}$ および $1 \mu\text{m}$ である。図 5(c)は、振幅 0.4 , 1 , $1.5 \mu\text{m}$ の UAECMP の MRR を示す。UAECMP における MRR は、超音波振動の振幅の増加に伴い、増大することが分かった。超音波振動の振幅が大きくなると、SiC 表面とセラミックス固定砥粒の間の衝撃力が大きくなり、SiC 表面に生じるひずみが大きくなり、歪が大きいほど陽極酸化レートが大きくなるため、MRR も増加したと考えられる。

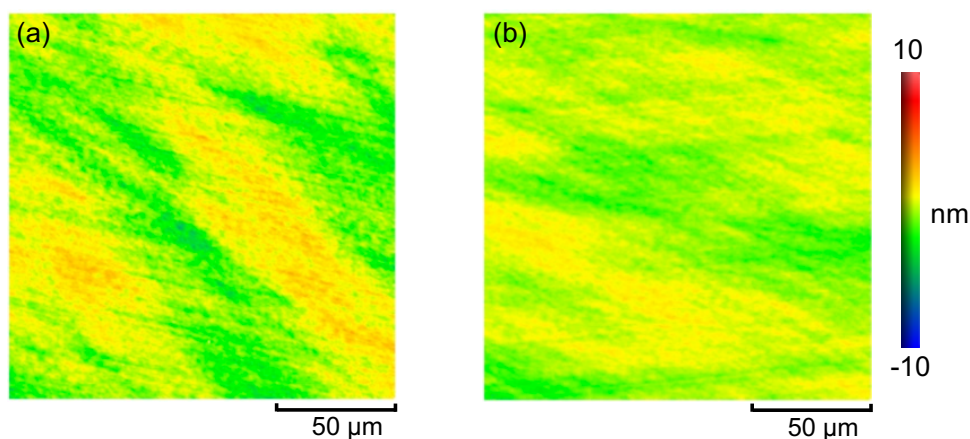


図 4 (a) $1 \mu\text{m}$ の振幅を用いた UAECMP で 10 min 研磨した SiC 表面の SWLI 像; $Sq = 1.237 \text{ nm}$, $Sz = 11.405 \text{ nm}$ 。(b) $0.4 \mu\text{m}$ の振幅を用いた UAECMP で 10 min 研磨した SiC 表面の SWLI 像; $Sq = 0.733 \text{ nm}$, $Sz = 5.705 \text{ nm}$ 。

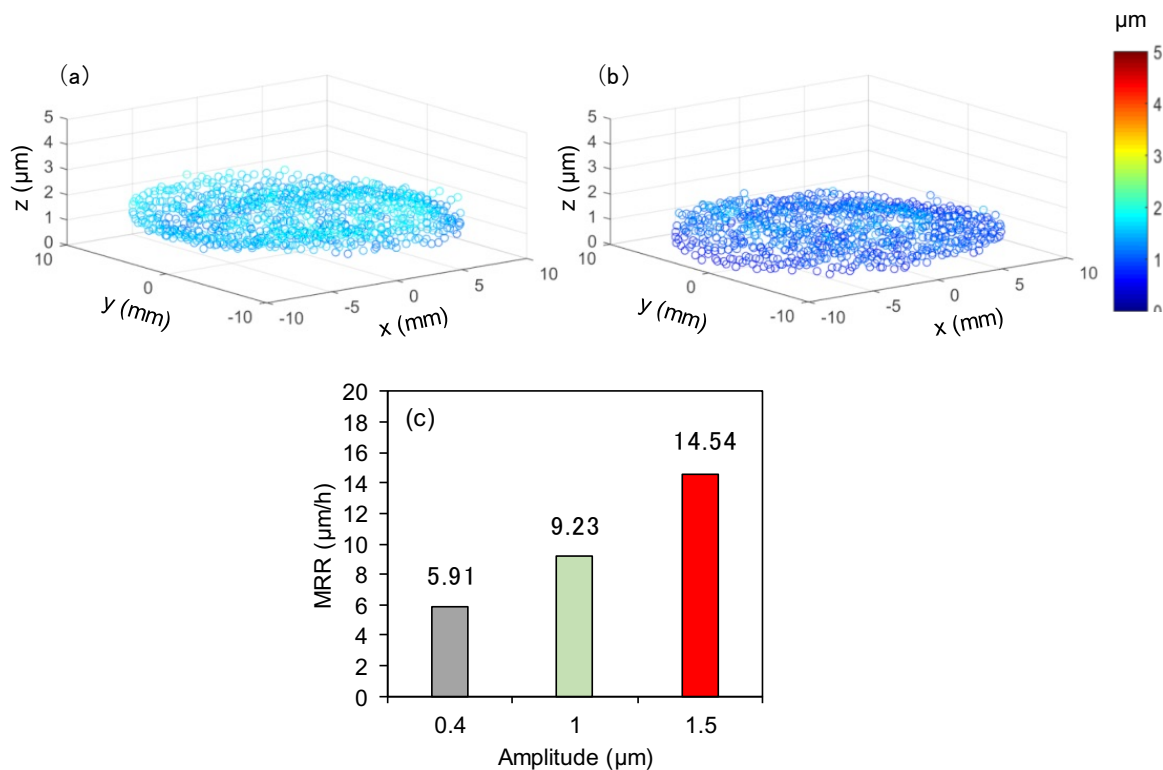


図5 (a) 1 μm の振幅を用いた UAECMP で 10 min 研磨した SiC ウエハの除去量分布。(b) 0.4 μm の振幅を用いた UAECMP で 10 min 研磨した SiC ウエハの除去量分布。(c) 材料除去率(MRR)と超音波振動の振幅の関係。

以上より、1.5 μm の超音波振動をセラ砥石に印加することで、得た SiC 表面の表面粗さは同じ条件の ECMP より少し大きくなるが、研磨レートは 4.5 倍以上増加することが実験的に分かった。また、UAECMP の MRR は超音波振動の振幅の増加により、さらに増大できると見られる。

また、研磨中における酸化膜の形成と除去状態をリアルタイムにモニターし、研磨特性を最適化する制御機構を開発することを目的として、SiC の陽極酸化における電気化学インピーダンス分光 (Electro-chemical Impedance Spectroscopy) 測定を行った。

図 6 に EIS 測定結果より算出した溶液抵抗 (R_0)、多孔質酸化膜部の抵抗 (R_1)、酸化膜と SiC の界面における抵抗 (R_2) を示す。これより、超音波振動を印加すると R_0 と R_1 は変化しないのに対し、酸化膜界面の抵抗 R_2 は減少することがわかる。これは超音波振動の印加により酸化反応が促進されたためと考えられる。本結果より、EIS 測定は ECMP において最適な研磨状態を制御する上で必要な研磨面の酸化状態をモニターする手法として適用できる可能性を示せた。

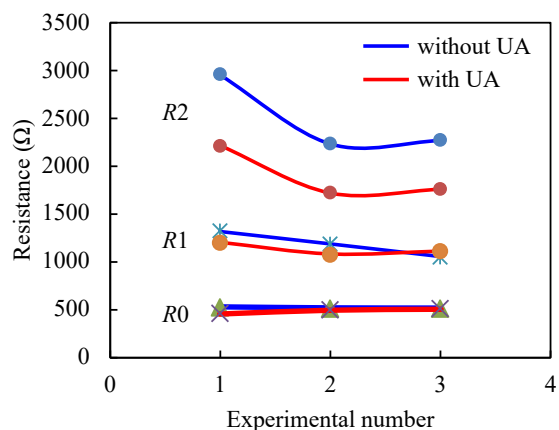


図 6 EIS 測定結果より算出した各抵抗

以上の成果は査読付きの英文ジャーナル 3 報にまとめて出版するとともに、国際会議 2 件、国内学会 6 件の発表を通して広く国内外に発信した。特に本研究で開発した超音波振動を援用した ECMP は世界的に見ても例が無く、先駆的な研究として位置付けられる。また、従来の研磨法である CMP では薬液を含むスラリーを研磨液として用いていたため、環境負荷が大きいという問題を有していたが、本手法ではスラリーを用いることなく、かつ、CMP と比較して 2 桁以上大きな研磨レートが得られる。したがって、本研究成果は、次世代の低炭素社会の実現に貢献する省電力パワーデバイスの製造に不可欠な SiC ウエハを、低環境負荷で高効率に作製する手法として生産技術の革新に大きなインパクトを与えるものと言える。

今後は実用サイズの SiC ウエハの研磨に対応するため、装置の大型化、研磨レートを向上させるための加工条件の最適化、および EIS 測定を用いた研磨状態のフィードバック制御機構の開発に取り組む。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計3件（うち査読付論文 3件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 Yang Xiaozhe, Yang Xu, Kawai Kentaro, Arima Kenta, Yamamura Kazuya	4. 巻 562
2. 論文標題 Dominant factors and their action mechanisms on material removal rate in electrochemical mechanical polishing of 4H-SiC (0001) surface	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Applied Surface Science	6. 最初と最後の頁 150130 ~ 150130
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.apsusc.2021.150130	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Yang Xiaozhe, Yang Xu, Gu Haiyang, Kawai Kentaro, Arima Kenta, Yamamura Kazuya	4. 巻 169
2. 論文標題 Charge Utilization Efficiency and Side Reactions in the Electrochemical Mechanical Polishing of 4H-SiC (0001)	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Journal of The Electrochemical Society	6. 最初と最後の頁 023501 ~ 023501
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1149/1945-7111/ac4b1f	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Yang Xiaozhe, Yang Xu, Gu Haiyang, Kawai Kentaro, Arima Kenta, Yamamura Kazuya	4. 巻 169
2. 論文標題 Charge Utilization Efficiency and Side Reactions in the Electrochemical Mechanical Polishing of 4H-SiC (0001)	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Journal of The Electrochemical Society	6. 最初と最後の頁 023501 ~ 023501
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1149/1945-7111/ac4b1f	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計8件（うち招待講演 0件/うち国際学会 2件）

1. 発表者名 H. Gu, Xu Yang, X. Yang, K. Kawai, K. Arima, K. Yamamura
2. 発表標題 Optimization of polishing parameters to make the polishing amount distribution uniform in slurryless electrochemical mechanical polishing of 4 inch 4H-SiC wafers
3. 学会等名 The 23rd International Symposium on Advances in Abrasive Technology (ISAAT2021) (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 谷海洋, 楊旭, 楊曉喆, 川合健太郎, 有馬健太, 山村和也
2. 発表標題 SiCウエハのスラリーレス電気化学機械研磨における研磨パラメータの最適化
3. 学会等名 精密工学会2021年度関西地方定期学術講演会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 谷海洋, 楊旭, 楊曉喆, 川合健太郎, 有馬健太, 山村和也
2. 発表標題 SiCウエハの超音波援用スラリーレス電気化学機械研磨に関する研究 - 研磨パラメータと砥石形状の最適化 -
3. 学会等名 2021年度砥粒加工学会学術講演会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 谷海洋, 楊旭, 楊曉喆, 川合健太郎, 有馬健太, 山村和也
2. 発表標題 SiCウエハのスラリーレス電気化学機械研磨法における砥石/ウエハ相対運動の改善
3. 学会等名 2021年度精密工学会秋季大会学術講演会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 谷海洋, 楊旭, 楊曉喆, 川合健太郎, 有馬健太, 山村和也
2. 発表標題 難加工材料に対するスラリーレス超音波援用電気化学機械研磨法の開発 (第3報) - 4インチSiCウエハ研磨の検討 -
3. 学会等名 2022年度精密工学会春季大会学術講演会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 H. Gu, Xu Yang, X. Yang, K. Kawai, K. Arima, K. Yamamura
2. 発表標題 Relative motion improvement and parameter optimization in slurryless electrochemical mechanical polishing of 4 inch 4H-SiC wafers
3. 学会等名 The 16th China-Japan International Conference on Ultra-Precision Machining Process (CJUMP2022) (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 木下亮祐, 曹健傑, 孫栄硯, 有馬健太, 山村和也, 青木一史
2. 発表標題 電気化学機械研磨による SiC の高能率スラリーレス加工法の開発 (第 9 報) - 電解液の液性における4H-SiC(0001) の 酸化特性の評価 -
3. 学会等名 2023年度精密工学会春季大会学術講演会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 曹健傑, 木下亮祐, 孫栄硯, 有馬健太, 山村和也
2. 発表標題 電気化学機械研磨によるSiCの高能率スラリーレス加工法の開発 (第10報) - パルス幅変調電圧の印加により4H-SiC(0001)の研磨レートの向上 -
3. 学会等名 2023年度精密工学会春季大会学術講演会
4. 発表年 2023年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8 . 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------