

平成 26 年 6 月 10 日現在

機関番号：17401

研究種目：若手研究(A)

研究期間：2011～2013

課題番号：23686027

研究課題名(和文) 省エネルギー SiC パワーデバイス製作のための高能率・高精度ウエット加工法の開発

研究課題名(英文) Development of the high efficiency high precision wet processing method required for the SiC power device fabrication

研究代表者

久保田 章亀 (Kubota, Akihisa)

熊本大学・自然科学研究科・准教授

研究者番号：80404325

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 21,000,000 円、(間接経費) 6,300,000 円

研究成果の概要(和文)：パワー半導体デバイス製造で SiC 基板に求められる要求を満足するために、われわれは、過酸化水素水中において鉄の表面上で生成される活性種を利用した新しい研磨方法を開発し、この手法を単結晶 SiC 表面の平坦化に適用した。その結果、2 インチ SiC 基板全面の平坦化を実現するとともに、表面粗さが RMS:0.1nm オーダの超平滑表面を得ることに成功した。さらに、われわれは、SiC 基板の溶液中での加工能率を向上させるためのいくつかの実験的要因を得ることに成功した。

研究成果の概要(英文)：To satisfy the demand for SiC substrates in power semiconductor device fabrication, we have developed a novel polishing technique utilizing reactive species generated on Fe catalyst surface in hydrogen peroxide solution and applied the proposed technique to flatten a single-crystal SiC substrate. As a result, overall 2-inch SiC wafers could be smoothed and an atomically smooth surface with an rms roughness of 0.1 nm level is obtained by our proposed method. Furthermore, we succeeded in getting various experimental factors to improve the process efficiency in an aqueous solution.

研究分野：機械工学

科研費の分科・細目：生産工学・加工学

キーワード：超精密加工 鉄触媒援用研磨 紫外光援用ウエットエッチング シリコンカーバイド(SiC)

1. 研究開始当初の背景

温室効果ガスの排出を抑える低炭素社会の実現に向けて、電力利用の効率化を担う次世代パワーデバイス用材料として、SiC や GaN などのワイドバンドギャップ半導体が注目されている。しかしながら、SiC や GaN は高硬度かつ化学的に安定であるため、加工することが非常に難しく、現状では、切断加工、研削加工、ダイヤモンド砥粒を用いた多段階の機械研磨ののち、複数回の化学機械研磨が行われてデバイス用基板が製造されている。このため、基板製造にかなりの時間・コストがかかっており、SiC パワーデバイス普及の大きな妨げになっている。SiC パワーデバイスを作製するためには、Si 半導体作製時の加工技術を高度化した従来型技術では基板製造に対応することは難しく、革新的な高能率・高精度加工技術の開発が急務になっている。

2. 研究の目的

われわれは、過酸化水素水溶液中において遷移金属触媒表面上（本研究では主に鉄を利用）で生成される化学的に非常に活性な反応種である OH ラジカル (hydroxyl radical) を SiC 基板と反応させ、SiC 基板の最凸部を化学的に表面改質して加工しやすくし、改質された領域を除去・エッチングすることによって SiC 基板表面を化学的に除去する平坦化加工法を提案・開発している。これは、加工に用いる微粒子や定盤と SiC 基板間での化学的相互作用を劇的に促進できる新たな反応系を加工プロセス中に導入し、表面上へのダメージ形成を低減、あるいはなくすることができれば、従来よりも高能率に SiC 基板を加工できるのではないかと考えたからである。

本研究では、本手法をさらに高度化するとともに、溶液環境下での紫外光による表面改質とエッチングの相乗効果を利用した SiC のウエット加工法を新たに提案・開発することによって、SiC の高能率・高精度加工の実現可能性を検証することを目的にしている。

3. 研究の方法

(1) 鉄触媒を援用した研磨法による単結晶 SiC 基板の高精度加工の実験的検証

鉄触媒援用研磨法によって、2 インチ単結晶 SiC 基板を全面加工できることを検証するために、鉄定盤上に過酸化水素水と鉄微粒子を混合した研磨液を滴下しながら研磨し、加工後の SiC 表面の表面粗さや加工変質層について詳細に評価した。

(2) ローカル研磨法による単結晶 SiC 基板の高精度加工の実験的検証

2 インチ単結晶 SiC ウエハ表面の凸部を効率的に除去するために、マグネット工具に鉄微粒子を保持させ、工具を 2 インチ SiC ウエハ表面上で一定荷重を付与した状態で接触させながら、相対運動させて基板全面の研磨

を試みた。さらに、GaN 基板のローカル研磨の適用可能性についてもあわせて検討した。

(3) 鉄触媒を援用した研磨法による単結晶 SiC 基板の高能率加工の可能性の実験的検証

鉄触媒援用研磨法によって、単結晶 SiC 基板の加工能率の高能率化を図るために、酸化セリウム添加スラリーを用いた加工能率向上の検討、鉄定盤の表面粗さ制御による加工能率向上の検討、紫外光を導入した場合の加工能率の向上の検討を行った。

(4) 紫外光援用ウエットエッチングの基礎的検討

溶液環境下において紫外光を利用した化学的加工法によって、SiC や GaN などの難加工材料をダメージフリーで高能率に加工できる可能性を実験的に検証した。

4. 研究成果

(1) 鉄触媒を援用した研磨法による単結晶 SiC 基板の高精度加工の実験的検証

鉄微粒子を用いた研磨法によって 2 インチ単結晶 SiC 基板の平坦化を試みた。本実験で使用した加工装置の概念図を図 1 に示す。本実験では、同心円状溝を有する鉄定盤を利用し、研磨粒子には粒子径が数ミクロンの高純度鉄微粒子を用いた。また、加工用の試料は、2 インチサイズの As-slice 4H-SiC (000-1) 基板を用いた。実験条件を表 1 に示す。加工液は、過酸化水素水に鉄微粒子を混合させて作製した。加工後の基板表面は、金属顕微鏡、走査型白色干渉顕微鏡、および原子間力顕微鏡、高分解能透過型電子顕微鏡を用いて観察、評価した。

加工前後の 2 インチ単結晶 SiC ウエハを観察した結果を図 2 に示す。

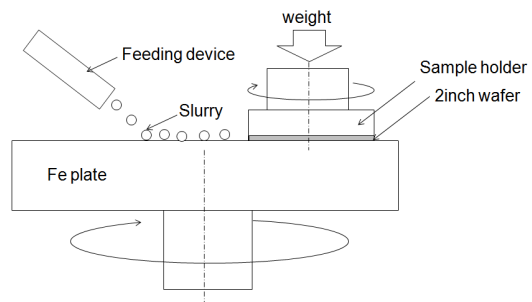


図 1 実験装置概念図

表 1 実験条件

基板	4H-SiC (000-1) 0°off
定盤	iron plate
加工液	H ₂ O ₂ Fe particles (3 wt%)
供給速度	3 ml/min
加工時間	10 h
圧力	0.09 Mpa
定盤	30 rpm
試料回転数	30 rpm

加工前の As-slice SiC 基板表面上には、基板をスライスする時に生じたと思われる深い傷が残っていたこと、切断後の基板表面のうねりが大きかったことから、本提案手法で 2 インチ表面を全面鏡面化するのに 10 時間を要した。また、金属顕微鏡で観察した結果より、加工前の基板には、凹凸ならびにスクラッチが多数見られたが、加工後の表面にはスクラッチが一切ない良好な面であることが確認できた。

つぎに、加工前後の表面凹凸を詳細に評価するために、走査型白色干渉顕微鏡を用いて加工面の表面凹凸を評価した。図 3 は、加工面の $64 \mu\text{m} \times 48 \mu\text{m}$ の領域の表面凹凸を測定した結果である。測定領域の表面プロファイル値は、Rms 0.86 nm , Rz 5.69 nm であった。本手法では、鉄製定盤の表面粗さが加工表面の粗さ形成と深く関係しており、鉄製定盤の表面粗さを改善すれば、SiC 基板の表面粗さも改善される。

さらに、加工後の表面のダメージを評価するために、高分解能透過型電子顕微鏡を用いて加工表面を観察した。図 4(a)は、市販の機械研磨面の高分解能透過型電子顕微鏡像であり、図 4(b)は、提案手法によって得られた加工表面の観察像である。市販の機械研磨面上には、数ナノメートルオーダーの小さな凹凸やダメージが確認できるが、提案手法で得られた加工表面上は、ダメージが一切なく、原子レベルで平坦な表面であることが確認できた。

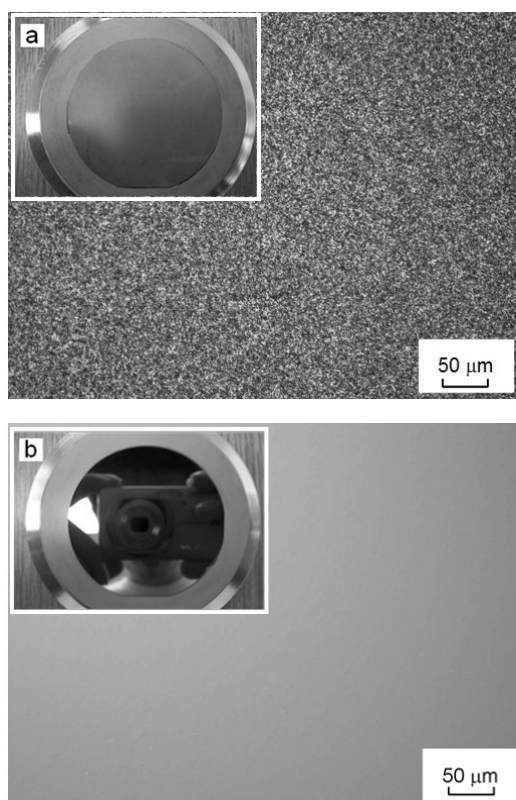


図 2 加工前後の金属顕微鏡像。挿入図は基板全面の写真

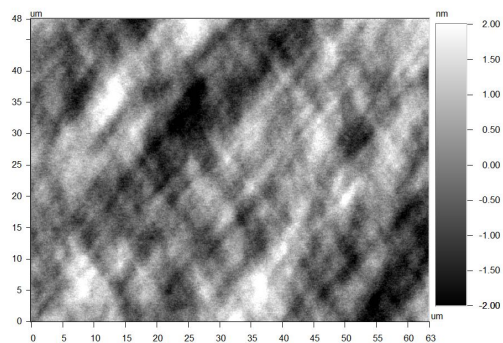


図 3 加工後の位相シフト干渉顕微鏡像

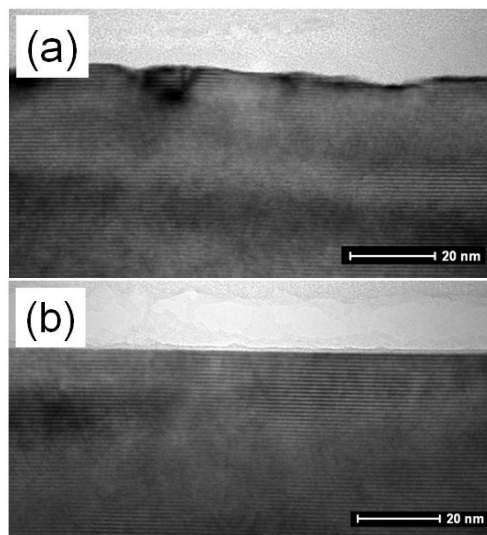


図 4 加工前後の高分解能透過型電子顕微鏡像

(2) ローカル研磨による単結晶 SiC 基板の高精度全面加工の実験的検証

ローカル研磨の可能性を検証するために、図 5 に示すようなローカル研磨装置を設計・試作した。回転テーブル上の加工槽内部に過酸化水素水を満たし、その加工槽中央部に 2 インチ SiC ウエハを固定した。そして、スピンドルに取り付けられた直径 10 mm のマグネット工具に粒径数ミクロンの鉄微粒子を保持させ、マグネット工具を SiC ウエハ上で一定荷重を付与させた状態で接触・相対運動させながら SiC ウエハ全面の加工を試みた。

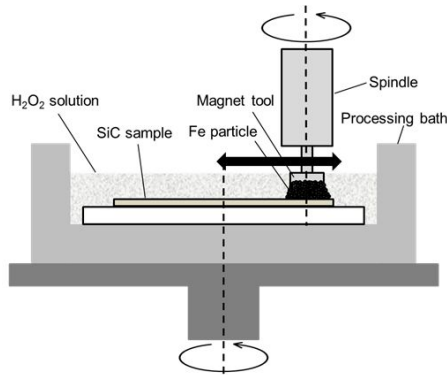


図 5 ローカル研磨装置の概念図

本実験の詳細な加工条件を表2に示す。本実験では、基板中央部から基板外周部にかけて、走査距離 20 mm、走査速度 3 mm/s でマグネット工具を走査させた。また、工具および SiC ウエハをそれぞれ 1000 rpm、100 rpm で回転させた。本実験で使用した加工用試料は、2 インチサイズの 4H-SiC(0001) 4 度オフの 2 インチサイズの SiC ウエハである。また、ローカル研磨を行う前に、あらかじめ 0.25 ミクロンサイズのダイヤモンド砥粒でラッピング加工を施した。

図 6(a)は、本実験で用いた加工後の 2 インチ単結晶 SiC ウエハの写真である。また、図 6(b)は、加工前後の SiC 基板表面を半径方向に 3 mm 間隔で走査型白色顕微鏡を用いて 72 μm × 54 μm の領域を評価した結果である。加工前の基板表面の表面粗さは、Rms: 3 nm から 6 nm であったが、加工後の基板表面の表面粗さは、SiC ウエハの外周部を除いて、Rms: 0.2 nm を下回る超平滑面であることが確認できた。どの測定ポイントを見ても、加工前後で表面粗さが大幅に改善されていることから、ローカル研磨法の有用性を確認できた。

表 2 実験条件

基板	4H-SiC(0001) 4°off
加工液	H ₂ O ₂
粒子	Fe
荷重	2 kg
走査距離	20 mm
走査速度	3 mm/s
定盤	1000 rpm
試料回転数	100 rpm
加工時間	15 h

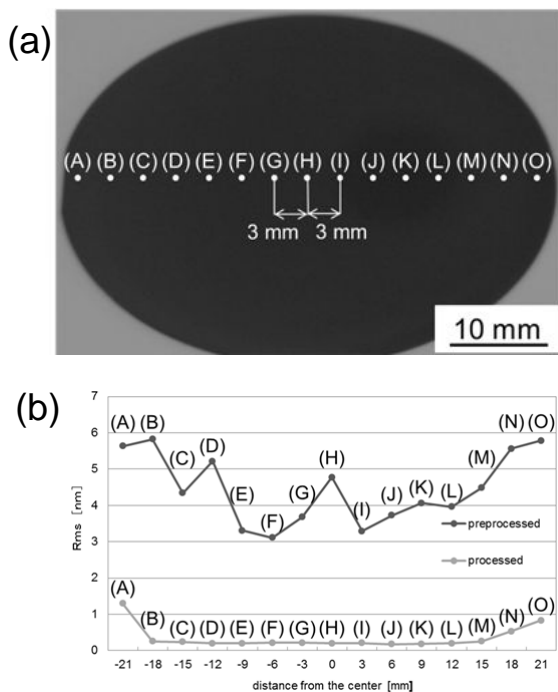


図 6 加工前後の SiC ウエハの各測定ポイントでの表面粗さの変化

図 7 は、測定ポイント (K) における加工前後の表面粗さの測定結果である。加工前の SiC 基板の表面粗さは PV: 68.997 nm, Rms: 4.064 nm, Ra: 3.103 nm であるのに対して、加工後の SiC 基板の表面粗さは PV: 1.687 nm, Rms: 0.184 nm, Ra: 0.147 nm であり、高い表面平滑性が得られた。

また、図 8 は、加工前後の SiC 基板表面の原子間力顕微鏡像である。加工前の SiC 基板の表面粗さは PV: 7.014 nm, Rms: 0.699 nm, Ra: 0.562 nm であるのに対して、加工後の SiC 基板の表面粗さは PV: 0.575 nm, Rms: 0.054 nm, Ra: 0.043 nm であり、スクラッチの一切ない原子レベルで平滑な表面であることを確認できた。

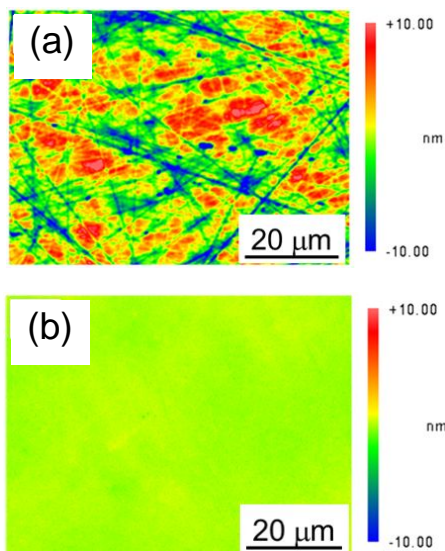


図 7 ローカル研磨前後の SiC 基板表面の走査型白色干渉顕微鏡像

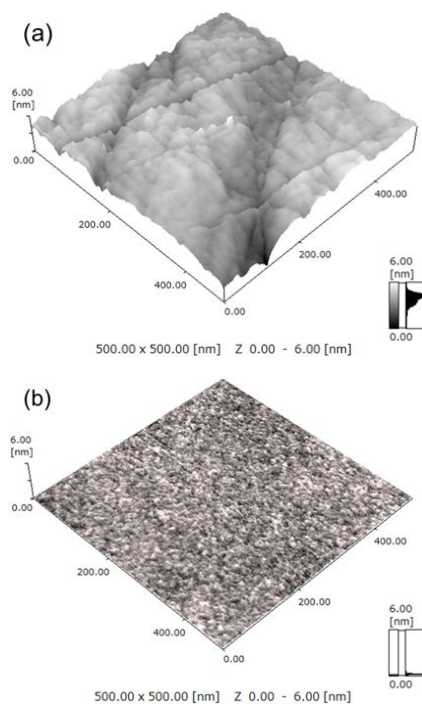


図 8 ローカル研磨前後の SiC 基板の表面の原子間力顕微鏡像

(3) 鉄触媒を援用した研磨法による単結晶 SiC 基板の高能率加工の可能性の実験的検討
 高能率加工を実現するために、過酸化水素水と鉄微粒子を混合して作製した研磨剤の中に、酸化セリウム微粒子を添加した研磨実験を試みた。図 11 は、各研磨剤を使用したときの SiC 基板の加工能率である。鉄微粒子に酸化セリウムを添加することによって、鉄微粒子のみの場合と比べて、40 パーセントの加工能率の向上を確認した。

つぎに、研削ならびにラッピング処理することによって、表面粗さの異なる 2 つの鉄定盤を作製し、それぞれの鉄定盤を用いて SiC 基板を研磨し、鉄定盤の表面粗さと加工能率、加工精度の関係について実験的に検討した。その結果、表面粗さが研削処理よりも平滑に仕上げられるラッピング処理した鉄定盤で研磨した場合、20 パーセント以上の加工能率の向上が確認できた。また、表面粗さについても、ラッピング処理した鉄定盤を用いて研磨した方が高精度であることがわかった。これは、鉄定盤と SiC 表面の接触状態が加工能率や加工精度大きく関与していることを示唆している。

さらに、研磨中において、過酸化水素水中で鉄触媒と SiC 表面を作用させるなかで、紫外光を導入し、紫外光導入による SiC 基板の加工能率の向上、表面粗さの改善について実験的に検討した。その結果、加工プロセスに紫外光を導入することによって、高い表面精度を維持しながらも、加工能率を 1.7 倍に向上させることができた。

今後、ウエハサイズレベルの研磨での実証試験を行う予定である。

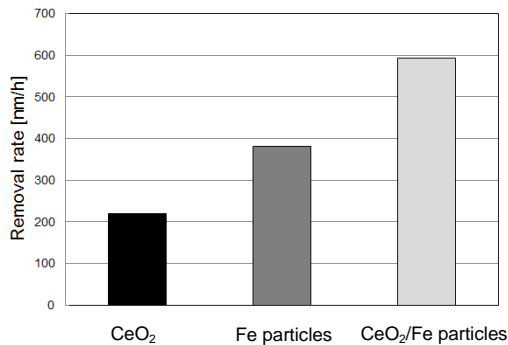
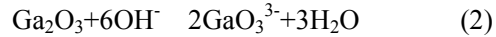
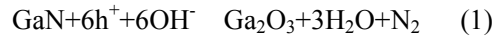


図 11 酸化セリウム添加による加工能率の向上

(4) 紫外光援用ウエットエッチングの基礎的検討

アルカリ溶液中において、GaN 基板表面上に紫外光を照射すると、反応式(1)で示されるように、基板表面上に酸化膜が形成される。この形成された酸化膜は、反応式(2)で示されるようにアルカリ溶液中でイオン化して、液中に溶解する。また、形成された酸化膜は、母材よりも軟質であるため、機械的作用によって除去できる。われわれは、これらの現象を効果的に利用して、ダメージフリーな GaN

基板の加工ができると考えた。



この手法の実現可能性を検証するために、基礎加工装置を作製した。この装置は、KOH (0.1 mol/l) 溶液で満たされた加工槽内に GaN 基板を固定し、試験管型の合成石英工具内部から紫外光を GaN 基板表面上に照射できる構造になっている。実験条件を表 3 に示す。本実験では、試験管型の合成石英工具を溶媒中で 1 mm 往復走査させて形成された加工痕の除去深さや表面粗さを走査型白色顕微鏡で詳細に評価した。また、加工用の GaN 基板は、提案加工法を行う前に、粒子径 0.25 ミクロンのダイヤモンド砥粒であらかじめラッピングしたものをを用いた。本実験では、紫外光照射の有効性を検証するために、紫外光照射の有無における加工精度、加工能率について評価した。

得られた表面の断面プロファイルを図 12 に示す。紫外光を照射しながら研磨した場合、表面凹凸が小さい断面プロファイルを得ることができた。また、紫外光を照射しながら研磨した場合は、照射せずに研磨した場合の 16 倍も加工能率が高いことがわかった。

光ウエットエッチングと機械研磨を併用した本手法と同様の方法によって、単結晶 SiC 基板の研磨を試み、図 7 に示す加工表面と同等の高精度表面を作製できた。しかしながら、大面積における安定した研磨の実現には至っておらず、今後さらに研究を進める必要がある。

表 3 実験条件

基板	2inch GaN substrate
加工液	KOH
工具	Synthetic quartz
荷重	500 g
走査距離	1 mm
走査速度	0.15 mm/s
加工時間	10 h

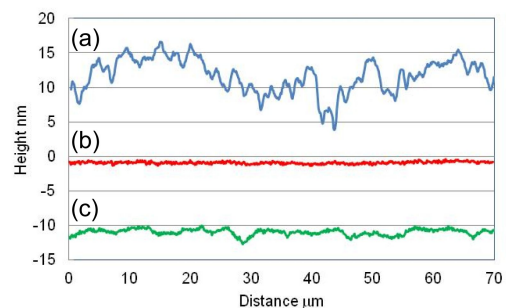


図 12 得られた断面プロファイル。(a) 未加工部、(b) 紫外光照射研磨、(c) 紫外光未照射研磨

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)

Akihisa Kubota, Kazuya Kurihara and Mutsumi Touge: Fabrication of smooth surface on 4H-SiC substrate by ultraviolet assisted local polishing in hydrogen peroxide solution, Key Engineering materials 523-524, (2012) 24-28. 査読あり

Akihisa Kubota, Yuya Ichimori, Mutsumi Touge: Surface polishing of 2-inch 4H-SiC wafer using Fe abrasive particles, Key Engineering materials 516, (2012) 487-491. 査読あり.

Akihisa Kubota, Masahiko Yoshimura, Sakae Fukuyama, Chihiro Iwamoto, Mutsumi Touge: Planarization of C-face 4H-SiC substrate using Fe particles and hydrogen peroxide solution, Precision Engineering, 36 (2012), 137-140. 査読あり.

〔学会発表〕(計6件)

安藤弘明, 久保田章亀, 峠 睦, 紫外光援用ウエットエッチングによる難加工材料の表面平滑化, 日本機械学会九州支部九州学生会第45回卒業研究発表講演会, 2014.3.4, 九州大学

永江 伸, 久保田章亀, 峠 睦, 溶液環境下での高精度ローカル研磨法の開発 - 2 インチ単結晶 SiC 基板の全面平坦化 -, 2013 年度公益財団法人精密工学会九州支部宮崎地方講演会第 14 回学生研究発表会, 2013.12.15, 宮崎大学.

永江 伸, 久保田章亀, 峠 睦, 溶液環境下での高精度ローカル研磨法の開発-単結晶 SiC 基板の基礎加工特性-, 2013 年度精密工学会秋季大会学術講演会, 2013.9.14, 関西大学.

永江伸, 久保田章亀, 峠 睦, 鉄の反応性を利用した難加工材料の精密加工法に関する研究, 日本機械学会九州支部九州学生会第 44 回卒業研究発表講演会, 2013.3.6, 阿蘇ファームランド(熊本).

永江 伸, 本山修也, 久保田章亀, 峠 睦, 小径工具を用いた単結晶 SiC 基板表面の平坦化に関する研究, 2012 年度公益財団法人精密工学会九州支部第 13 回学生研究発表会, 2012.12.8, 福岡工業大学.

一森佑也, 久保田章亀, 峠 睦: 単結晶 SiC 基板の研磨加工に関する研究, 2011 年度精密工学会秋季大会学術講演会, 2011.9.22, 金沢大学.

〔図書〕(計1件)

久保田章亀, ワイドバンドギャップ半導体基板の原子スケール平坦化加工, 化学

工業, 65 巻 1 号, 2014 5 ページ

〔産業財産権〕
出願状況(計1件)

名称: 加工方法及び加工装置
発明者: 久保田章亀
権利者: 熊本大学
種類: 特許
番号: 特願 2013-273289
出願年月日: 2013 年 12 月 27 日
国内外の別: 国内

取得状況(計4件)

名称: 触媒支援型化学加工方法及びそれを用いた加工装置
発明者: 久保田章亀
権利者: 熊本大学
種類: 特許
番号: 第 5343250 号
取得年月日: 2013 年 8 月 23 日
国内外の別: 国内

他 3 件

〔その他〕
ホームページ等

6. 研究組織

(1) 研究代表者

久保田章亀 (Kubota Akihisa)
熊本大学・大学院自然科学研究科・准教授
研究者番号: 80404325