

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 29 年 8 月 3 日現在

機関番号：14401

研究種目：基盤研究(A) (一般)

研究期間：2013～2016

課題番号：25249006

研究課題名(和文) 大気圧プラズマを援用した硬脆ワイドギャップ半導体基板の高効率無歪仕上げ法の開発

研究課題名(英文) Development of highly efficient damage-free finishing technique for wide gap semiconductor substrate utilizing atmospheric pressure plasma

研究代表者

山村 和也 (Yamamura, Kazuya)

大阪大学・工学研究科 准教授

研究者番号：60240074

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 34,300,000円

研究成果の概要(和文)：本研究ではプラズマ照射による硬脆材料表面の軟質化と軟質砥粒による改質層の除去を複合したプラズマ援用研磨法を提唱し、ワイドギャップ半導体基板の高効率ダメージフリー仕上げ法として実用化するための研究を実施した。プラズマ発生用電極と表面改質層除去用のレジンボンド砥石を交互に配置したハイブリッド電極を有するプラズマ援用研磨装置をGaNウエハの研磨に適用し、研磨特性の評価を実施した。レジンボンド砥石表面のドレッシングを間欠的に実施することで、従来のCMPと比較して2.5倍の研磨レートをエッチビットフリーに得ることに成功した。本成果は高機能性の電子材料を高効率・高品位に仕上げる方法として極めて有用である。

研究成果の概要(英文)：Wide gap semiconductor materials are very promising materials for power device because of their excellent electrical and thermal properties. However, polishing rate of these materials is low and subsurface damage is formed in conventional polishing process. To resolve these issues, we proposed plasma-assisted polishing (PAP), which combines atmospheric-pressure plasma irradiation and soft abrasive polishing, to realize high-efficient and high-integrity finishing of difficult-to-polish materials, such as SiC, GaN and diamond, in dry condition. In the case of SiC and GaN, atomically smooth surfaces having clear step-terrace structure were obtained. In addition, XTEM observation results showed that there was no subsurface damage on the PAP processed surface. Especially, in the case of GaN, Despite the formation of many etch pits due to material defects in conventional CMP, no etch pits were observed on the surface processed by PAP.

研究分野：物理化学加工

キーワード：大気圧プラズマ 表面改質 研磨 ワイドギャップ半導体 ダメージフリー

1. 研究開始当初の背景

SiC やダイヤモンド等のワイドギャップ半導体は、高温環境下においても信頼性の高い動作が可能であり、次世代の低損失パワーデバイス作製の材料として期待されている。SiC に対しては、電気特性を劣化させるダメージを導入しない研磨法として、種々の CMP (Chemical Mechanical Polishing) プロセスが開発されているが、加工速度は $0.5 \mu\text{m/h}$ 以下と非常に遅い。また、ダイヤモンドに関してはいまだにスカイフ研磨と呼ばれる銑鉄定盤とダイヤモンドペーストを用いた低能率な研磨法が用いられており、生産性の観点からも加工速度の高速化が求められている。さらに、青色 LED や高周波デバイス用の半導体材料である GaN はサファイア基板上にヘテロエピタキシャル成長させて作製するが、デバイスグレードのサファイアウエハの研磨には 10 時間以上も要しており、研磨能率の大幅な向上が要求されている。

これらの要求に対し、デバイス作製の SiC 基板の加工に関しては、HF 溶液中で白金の触媒効果を利用した研磨、紫外光照射を援用した研磨が挙げられ、いずれも砥粒を用いずにナノメートルレベルの表面粗さを得ている。しかしながら、加工速度に関しては既存の CMP プロセスを凌駕する実用的な値は得られていない。また、 SiO_2 や酸化鉄等の軟質砥粒とサファイアとのメカノケミカル作用を利用した砥粒研磨技術も研究されておりその有効性が報告されているが、実用化には至っていないのが実情である。

一方研究代表者である山村らは、大気圧プラズマを利用した化学的な加工法であるプラズマ CVM (Chemical Vaporization Machining) を 20 年以上にわたって研究・開発し、これまで Si 製 X 線集光ミラーの作製、SOI ウエハおよび水晶ウエハ厚さの均一化等、非球面光学素子の形状創成や機能材料の仕上げ加工において、ナノメートルレベルの精度を実現してきた³⁾。これらの材料はいずれもプラズマによって生成したフッ素ラジカルとの反応により表面原子が気化することで除去加工が進行し、SiC とダイヤモンドに関しては、機械研磨よりも格段に速い数十 $\mu\text{m}/\text{min}$ のエッチングレートを得ている。しかしながら、除去反応は等方的であり、積極的な平坦化・平滑化機構は作用しないため、原子レベルで平滑な表面を得ることは原理的に困難であった。以上の背景のもと、研究代表者は、

- (1) 局所プラズマの数値制御走査(数値制御プラズマ CVM)により基板の広領域における平坦化と加工変質層の除去を高効率かつ高空間分解能に行うプロセス
- (2) 加工物の表面を化学的に軟質化し、軟質化した層のみを母材よりも低硬度の砥粒を作用させて除去することでスクラッチフリーかつダメージフリーな表面を得る平滑化プロセス

を複合することで、高硬度ワイドギャップ半導体基板を高効率に仕上げる大気圧プラズマ援用プロセスの着想に至った。

2. 研究の目的

本研究では、数値制御プラズマ CVM における高速電力制御による加工の空間分解能の向上とプロセス時間の短縮、ならびにプラズマ援用研磨(PAP: Plasma Assisted Polishing)における適用可能材料の拡大を図り、高硬度ワイドギャップ半導体基板に対して平坦化から最終仕上げまでを一貫して行う新しいプロセス体系の構築を目的としている。具体的には改質した表面の硬度と改質速度を評価項目とし、大気圧プラズマ照射における改質条件の最適化を図るとともに、その結果を基に電極/研磨部一体型加工ヘッドを設計・製作する。また、改質した表面の研磨における加工特性(加工速度、表面粗さ)と、加工表面の物性(欠陥密度、電子物性、デバイスの動作特性)を評価し、プラズマ援用研磨における最適条件(砥粒材質、加工圧力)を得るとともに、粗加工から仕上げ加工までを大気圧プラズマ援用技術を基軸に一貫して行うプロセスを構築する。

3. 研究の方法

大気圧プラズマの援用を基軸とした加工変質層や厚さ分布除去の粗加工から無歪み研磨仕上げまでの超精密トータル加工プロセスの構築を目的とし、その実現のために以下の研究項目を実施した。

(1) 高周波電源出力の PWM 制御による高効率・高空間分解能平坦化プロセスの開発

局所プラズマの走査による形状創成プロセスを開発・実用化している世界的な拠点としては、大阪大学の当研究室を含め、Cranfield 大学(英)、IOM 研究所(独)、RAPT 社(米)の 4 拠点が挙げられるが、いずれにおいても、ワークテーブルの走査速度を変化させることで加工物上におけるプラズマの滞在時間を変化させ、所望する加工量分布の制御を行ってきた。しかしながら、除去すべき加工量の場所的な変化が大きいため、すなわち除去量変化の空間波長が短い場合には急激な加減速制御が必要となるため、テーブルの慣性質量、ならびにサーボモータの出力によって追従できる速度分布の限界値が決まっていた。本研究では、メカ制御ではなく、プラズマに投入する高周波電源の出力を加工面上の任意座標における目標加工量に応じて高速に増減することで加工量制御を行う方式を提案し、その可能性を検討する。具体的には電源出力のオン時間とオフ時間の比、すなわちデューティ比を変化させる PWM (Pulse Width Modulation) 制御による加工量制御を行う。

(2) 電極/固定砥石一体型加工ヘッドを搭載したプロトタイプ加工装置の作製と研磨特性の最適化

電極/固定砥石一体型加工ヘッドを搭載した研磨装置を新規に設計・試作する。加工ヘッドの形状としては、ウエハ状の単結晶 SiC、単結晶ダイヤモンド、サファイアの平坦化・平滑化に対応するものとし、本電極を用いた研磨特性を評価する。

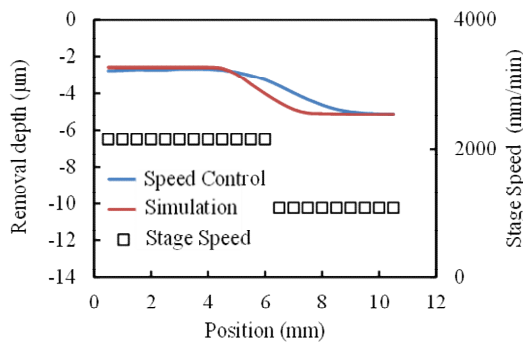
(3) プラズマ援用研磨における平滑化メカニズムの解明とプロセスパラメータの最適化

プラズマ援用研磨プロセスでは、大気圧プラズマの照射による研磨対象材料の表面改質、ならびに改質層の除去メカニズムを理解するとともに、理解に基づくプロセスパラメータの最適化による研磨レート的高速化が重要である。本項目ではワイドギャップ半導体材料の研磨特性を通常のCMPと比較して考察する。

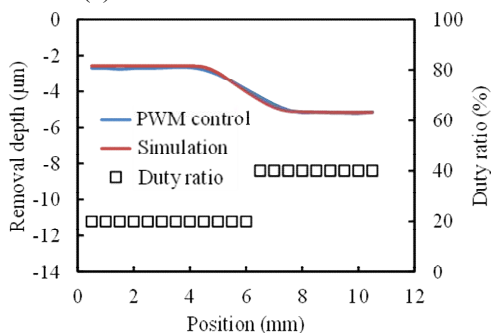
4. 研究成果

(1) PWM 制御方式における加工量制御の応答性評価

従来の走査速度制御方式と PWM 制御方式の加工量制御における応答性を比較するため、単結晶シリコンの一軸走査加工実験を行った。本実験では、走査中に加工量を急激に変化させるため、走査速度制御方式では走査速度を 1050 mm/min から 2100 mm/min まで、PWM 制御方式では繰り返し周波数は 1 kHz に固定して Duty 比を 38% から 19% まで急激に変化させた。図 1 に両方式による加工で形成された加工溝の深さ分布を、図 2 に加工誤差分布をそれぞれ示す。走査速度制御方式の場合には、走査速度が急激に変化する位置において約 20% の誤差が生じている。これはワークテーブルに働く慣性力により、走査速度が設定値に追従できないためであり、本方式においては不可避の現象である。一方、PWM 制御方式の場合には同位置における加工誤差は 4% 程度と大幅に低減できた。また、加工領域全体の加工誤差も概ね 5% 以下であり、PWM 制御方式による加工量制御の優位性を示せたと言える。



(a) 走査速度制御方式の場合



(b) PWM 制御方式の場合

図 1 設定加工量分布（赤線）と実加工量分布の比較

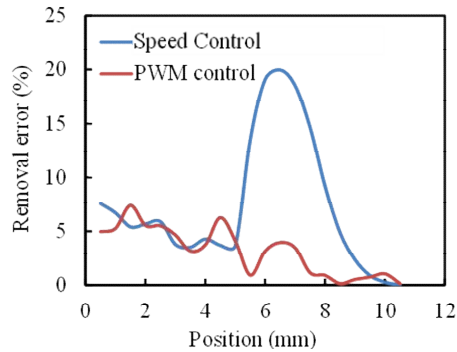


図 2 走査速度制御方式と PWM 制御方式における加工誤差分布

(2) 電極 / 固定砥石一体型加工装置の試作とその性能評価

図 3 に試作したウエハ用 PAP 装置の概要を示す。本装置は大きく分けて、プラズマ発生用の電極と研磨ヘッドが一体となったハイブリッド研磨ヘッド、ウエハを固定し直線揺動をおこなう回転ステージ、Z 軸方向の変位によって任意の荷重を印加する加圧・荷重測定機構、これらの研磨ヘッド、ステージ、加圧・荷重測定機構を支える本体で構成される。プラズマ生成用のプロセスガスには He または Ar ガスを使用し、ガスの流路を主流と副流の 2 つに分け、副流は超純水を入れたボトルを通過させる。マスフローコントローラ (MFC) を用いて副流のガス流量を調節することで、任意量の水分添加が可能である。プロセスガス中の水分量は露点計 (DPM) を用いて測定し、ガスはハイブリッド電極の中心を通して電極外部へフローされ、研磨ヘッドの外周に石英ガラスカバーを設置することで電極周辺への大気の巻き込みの抑制を図る構造とした。電極 - 試料ホルダ間に周波数 13.56 MHz の高周波電界を印加することで大気圧下においてプラズマが発生する。電極とウエハの両方を回転させることで、プラズマ照射と研磨を同時に作用させ、さらに、真空チャックを載置した回転ステージを直線揺動させることで 3 インチウエハ全面の研磨が可能である。

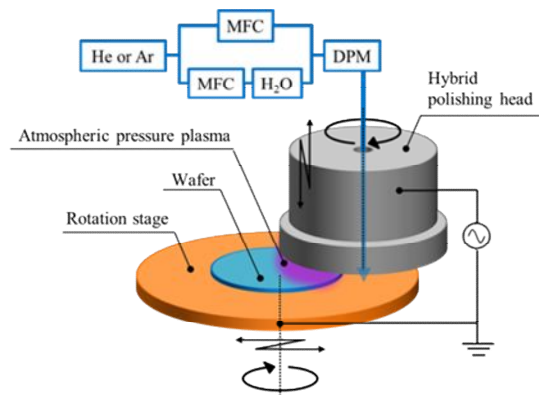
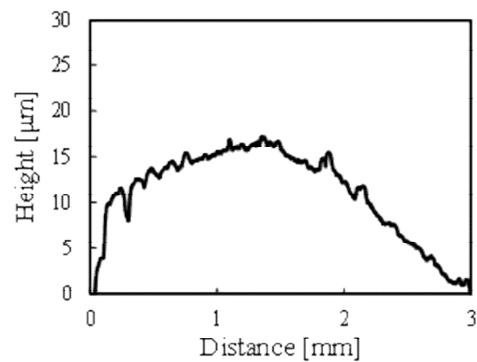


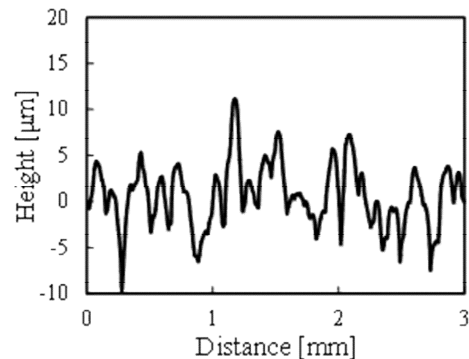
図 3 電極 / 固定砥石一体型加工装置の概略図

本装置を用いて GaN ウエハ (Ga 面) の研

磨実験を行った。砥石の表面性状と研磨レートの相関を調査するため、異なる砥石の表面性状を2パターン用意した。図4に異なる表面性状のレジンボンド砥石(シリカ砥粒、平均粒径 $0.3 \mu\text{m}$)の断面図を示す。図4(a)は、砥石が摩耗しており表面の凹凸が無い状態である。一方、図4(b)は、ドレッシング直後の砥石の断面図であり、多数の凹凸が形成されている。この2パターンの砥石の表面性状と GaN の研磨レートの相関を調査した。ここで、研磨中にドレッシング直後の砥石の表面性状を維持するため、10 s の PAP と 30 s のドレッシングを交互に繰り返した。プラズマ照射を行わず、図4(a)に示す表面性状の砥石のみで研磨をおこなった場合(w/o plasma) PAP を図4(a)に示す表面性状の砥石を用いて研磨をおこなった場合(PAP w/o dressing)、図4(b)に示す砥石の表面性状を維持するため10 s の PAP と 30 s のドレッシングを交互におこなった場合(PAP w/ dressing)の3パターンで GaN の研磨レートを比較した。GaN の研磨レートは、加工前後の質量変化から算出した。図5にCMPと各条件における GaN の研磨レートを示す。プラズマ照射をした場合(PAP w/o dressing)の GaN の研磨レートは 90.9 nm/h であり、プラズマ照射を行わなかった場合(w/o plasma)の 34.2 nm/h に比べて2.7倍増加した。本装置では、Ar中に混合した水蒸気がプラズマ中で解離することによって生成されたOHラジカルがGaN表面を酸化させる。形成された酸化層は軟質化しており、軟質砥粒でも研磨が可能となる。さらに、PAPとドレッシングを交互におこなった場合(PAP w/ dressing)の GaN の研磨レートは 193.1 nm/h であり、ドレッシングをおこなわなかった場合(PAP w/o dressing)に比べて2.1倍増加した。これは、プラズマ照射によって GaN 表面上に形成された酸化層の除去に、砥石の機械的除去作用およびシリカ砥粒とのメカノケミカル反応が関与したためと考えられる。このため、研磨することによって砥粒が砥石の結合剤である樹脂で被覆されてしまうと、GaNの機械的除去作用およびメカノケミカル反応の妨げとなってしまう。本実験では、ドレッシングを断続的にこなうことで砥粒の被覆を防ぎ、機械的除去作用およびメカノケミカル反応を妨げることなく高い加工速度を得られたと考える。また、本実験で得られた GaN の研磨レート 193.1 nm/h は、CMPにおける研磨レート 77 nm/h (H. Gong, et al., Appl. Surf. Sci. 338 (2015) 85) の2.5倍であった。このことから、PAPはCMPの代替が可能であることが示された。



(a) 摩耗した砥石の表面性状



(b) ドレッシング直後の砥石の表面性状

図4 研磨実験に用いたレジンボンド砥石の表面性状

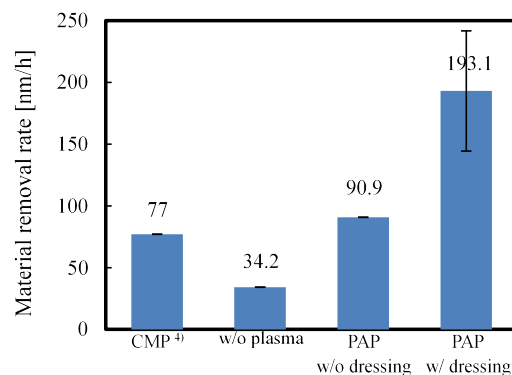


図5 各種条件における研磨レートの比較

(3) プラズマ援用研磨における平滑化メカニズムの解明とプロセスパラメータの最適化

サファイア基板にエピタキシャル成長させた GaN (0001) 基板に対しては、プラズマ照射による表面改質と砥粒研磨を分離して行った。表面改質においてはヘリウムガス (1 slm) に CF_4 (25 sccm) と O_2 (10 sccm) を混合したガスを高周波プラズマ中に供給し、 CF_4 が解離して生成した F ラジカルにより GaN 表面をフッ化させた。図6に示すように、フッ化させることで SiC の酸化と同様に GaN 表面の硬度も母材の約 60% 程度に低下した。このフッ化した表面に対してセリア砥粒 ($1.2 \mu\text{m}$) を含むレジンボンド砥石を用いて研磨すると、図7に示すようにステップ高さが 1-bilayer のステップ・テラス構造が見られる原子オーダーで平滑な表面が得られた。また、

図中の(a)に示される転位部にはエッチピットは見られない。一方、スラリーを用いた GaN (0001)基板の研磨においては、図 8 に示すように基板の転位部にエッチピットが形成されて表面粗さが大幅に悪化し、特にシリカスラリーを用いた場合(a)には、ピットの形成密度とサイズが大きいことが分かる。また、図 9 は研磨時間と表面粗さの関係を示したものであるが、シリカスラリーを用いた場合は研磨時間の増加とともに表面粗さは単調に増加するのに対し、セリアスラリー研磨の場合は横ばいとなり、プラズマ援用研磨の場合には表面粗さは単調に減少し、Sq (二乗平均平方根高さ)で 0.1 nm 以下が得られている。これらの違いが生じた要因としては、図 10 のモデル図で示すように、スラリー研磨においてはスラリー中に含まれるアルカリ成分によって GaN の転位芯がエッチングされてピットが生じるのに対し、プラズマ援用研磨においては、プラズマ照射により改質された表層のみがセリア砥粒の擦過により除去され、転位芯のエッチングは生じないためと推察しており、ドライプロセスの優位性が示されたと言える。

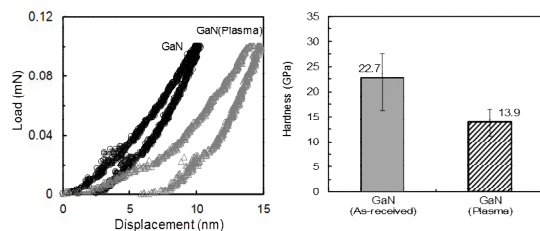


図 6 プラズマ照射前後における GaN (0001)表面の硬度

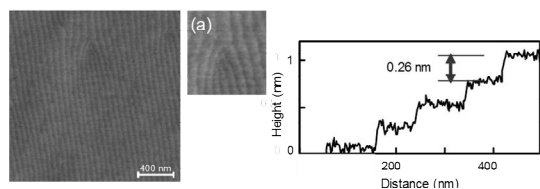


図 7 プラズマ援用研磨後の GaN (0001)表面の AFM 像

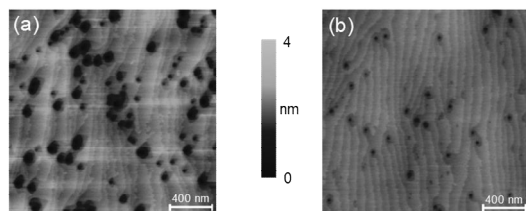


図 8 スラリー研磨後の GaN(0001)表面の AFM 像 (a)シリカスラリー, (b)セリアスラリー

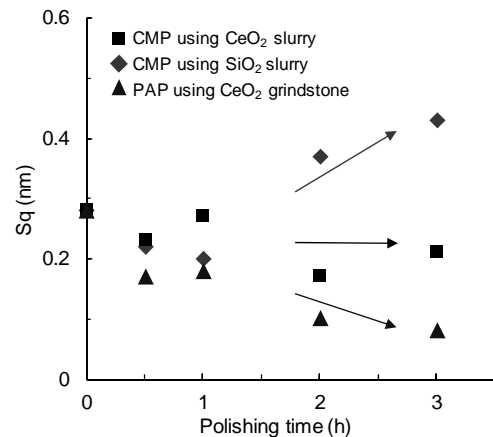
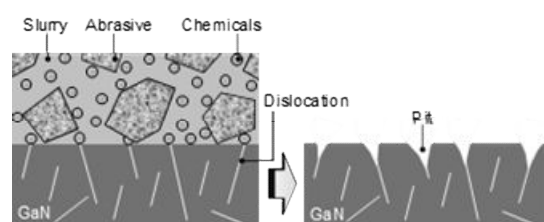
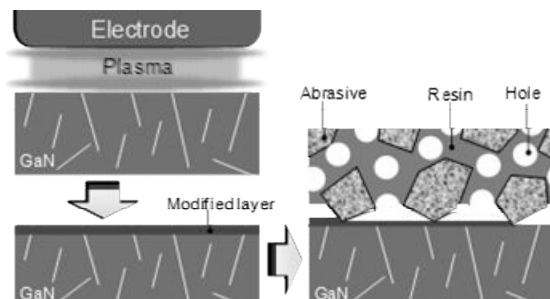


図 9 研磨時間と表面粗さの関係



(a) スラリー研磨



(b) プラズマ援用研磨

図 10 GaN 基板の研磨モデル

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 14 件)

H. Deng, K. Endo, K. Yamamura, Damage-free finishing of CVD-SiC by a combination of dry plasma etching and plasma-assisted polishing, Int. J. Mach. Tool. Man., 査読有, **115** (2017) 38-46.

doi.org/10.1016/j.ijmachtools.2016.11.002

doi: 10.1117/1.OE.55.10.105102

H. Deng, K. Endo, K. Yamamura, Atomic-scale and pit-free flattening of GaN by combination of plasma pretreatment and time-controlled chemical mechanical polishing, Appl. Phys. Lett., 査読有, **107** (2015) 051602 (4pp).

doi: 10.1063/1.4928195

H. Deng, K. Endo, K. Yamamura, Plasma-assisted polishing of gallium nitride

to obtain a pit-free and atomically flat surface, Annals of the CIRP, 査読有, **64** (2015) 531-534.

doi: 10.1016/j.cirp.2015.04.002

H. Deng, K. Endo, K. Yamamura, Competition between surface modification and abrasive polishing: a method of controlling the surface atomic structure of 4H-SiC (0001), Scientific Reports, 査読有, **5** (2015) 8947 (6pp).

doi: 10.1038/srep08947

H. Deng, K. Monna, T. Tabata, K. Endo, K. Yamamura, Optimization of the plasma oxidation and abrasive polishing processes in plasma-assisted polishing for highly effective planarization of 4H-SiC, Annals of the CIRP, 査読有, **63** (2014) 529-532.

doi: 10.1016/j.cirp.2014.03.043

Y. Takeda, Y. Hata, K. Endo, K. Yamamura, Open-air type plasma chemical vaporization machining by applying pulse-width modulation control, J. Phys. D: Appl. Phys., 査読有, **47** (2014) 115503 (6pp).

doi: 10.1088/0022-3727/47/11/115503

H. Deng, K. Yamamura, Atomic-scale flattening mechanism of 4H-SiC (0001) in plasma assisted polishing, Annals of the CIRP, 査読有, **62** (2013) 575-578.

doi: 10.1016/j.cirp.2013.03.028

[学会発表](計 70 件)

H. Dojo, K. Endo, H. Yamada, A. Chayahara, Y. Mokuno, K. Yamamura, Planarization of CVD grown single crystal diamond wafer by numerically controlled plasma chemical vaporization machining 16th International Conference of the European Society for Precision Engineering and Nanotechnology, 2016年6月1日, University of Nottingham, Nottingham (UK).

K. Yamamura, Y. Takeda, S. Sakaiya, D. Funato, K. Endo, High-spatial Resolution Figuring by Pulse Width Modulation Controlled Plasma Chemical Vaporization Machining, 18th CIRP Conference on Electro Physical and Chemical Machining (ISEM XVIII), 2016年4月20日, 東京大学・本郷キャンパス(東京都・文京区).
H. Deng, K. Endo, K. Yamamura, Polishing characteristics of CVD-SiC in plasma-assisted polishing, 15th International Conference of the European Society for Precision Engineering and Nanotechnology, 2015年6月4日, Leuven (Belgium).

H. Deng, K. Monna, T. Tabata, K. Endo, K. Yamamura, Optimization of the plasma oxidation and abrasive polishing processes in plasma-assisted polishing for highly effective planarization of 4H-SiC, 64th

CIRP General Assembly, 2014年8月27日, Nantes (France).

H. Deng, K. Yamamura, Study on oxidation processes of 4H-SiC (0001) for investigation of the atomically flattening mechanism in plasma assisted polishing, 13th International Conference of the European Society for Precision Engineering and Nanotechnology, 2013年5月30日, Berlin (Germany).

[図書](計 1 件)

K. Yamamura and Y. Sano, Springer, Chapter 41. Plasma-Based Nanomanufacturing Under Atmospheric Pressure, Handbook of Manufacturing Engineering and Technology, 2014, 1529-1547.

[産業財産権]

○出願状況(計 0 件)

○取得状況(計 2 件)

名称: パルス幅変調電力制御を用いた局所プラズマ処理方法及びその装置

発明者: 山村和也、佐野泰久

権利者: 国立大学法人大阪大学

種類: 特許

番号: 特許第 6048886 号

出願年月日: 2013年3月14日

取得年月日: 2016年12月2日

国内外の別: 国内

名称: 難加工材料の精密加工方法及びその装置

発明者: 山村和也、是津信行

権利者: 国立大学法人大阪大学

種類: 特許

番号: 特許第 5614677 号

出願年月日: 2010年2月25日

取得年月日: 2014年9月19日

国内外の別: 国内

[その他]

ホームページ等

http://www.upst.eng.osaka-u.ac.jp/endo_lab/index.html

6. 研究組織

(1)研究代表者

山村 和也(YAMAMURA, Kazuya)

大阪大学・大学院工学研究科・准教授

研究者番号: 60240074

(3)連携研究者

山田 英明(YAMADA, Hideaki)

産業技術総合研究所・先進パワーエレクトロ

ニクス研究センターダイヤモンド材料チーム・

主任研究員

研究者番号: 90443233