

令和 6 年 5 月 22 日現在

機関番号：14401

研究種目：研究活動スタート支援

研究期間：2022～2023

課題番号：22K20410

研究課題名（和文）プラズマ援用研磨プロセスによる単結晶GaN基板の高効率無歪加工

研究課題名（英文）Highly efficient damage-free polishing of GaN using plasma-assisted polishing

研究代表者

孫 栄硯（SUN, RONGYAN）

大阪大学・大学院工学研究科・助教

研究者番号：50963451

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 2,200,000円

研究成果の概要（和文）：GaNウエハの加工コストを削減し、加工品質と効率を向上させるために、減圧PAP法を提案した。PAP研磨レートを律速している表面改質レートを向上させるために、ガス種、チャンバー圧力、反応ガス濃度、電力密度等のプラズマ発生条件を最適化した。最適なプラズマ改質条件を用いて、GaNウエハの減圧PAP実験を実施した。PAP前のGaNウエハはCMPによって研磨されたが、スラリー中に含まれるアルカリ成分が結晶欠陥部においてエッチピットが多数存在した。一方で、1時間PAP加工によって、ピットフリーかつ表面粗さSa 0.2 nmのGaN表面が得られた。

研究成果の学術的意義や社会的意義

GaNは高硬度ゆえに粗加工にはダイヤモンド工具を用いた機械加工が適用され、最終仕上げにはスラリーと呼ばれるアルカリ等の薬液と砥粒を含む懸濁液を用いたCMPプロセスが一般的に用いられる。しかし、材料の表面欠陥がアルカリ成分によって浸食されてエッチピットが形成されるために表面粗さが悪化する、凝集による砥粒の粗大化によりスクラッチが形成される、スラリーの購入コストと環境負荷が大きい等、多数の問題点を有している。本研究では、スラリーを用いない完全ドライな減圧プラズマ援用研磨法の開発により、GaNウエハの加工コストの低減とGaNデバイスの社会実装に貢献できる。

研究成果の概要（英文）：To reduce the processing cost of GaN wafers and improve processing quality and efficiency, vacuum PAP (Plasma-Assisted Polishing) process was proposed. The plasma generation conditions such as gas species, chamber pressure, reaction gas concentration, and power density to enhance the surface modification rate, which is limiting the PAP polishing rate, were optimized. Using the optimal plasma modification conditions, vacuum PAP experiments were conducted on GaN wafers. Before PAP, the GaN wafers were polished by CMP (Chemical Mechanical Polishing), but numerous etch pits were present in the crystal defect regions due to the alkaline components in the slurry. In contrast, after 1 hour of PAP, a pit-free GaN surface with a surface roughness of Sa 0.2 nm was obtained.

研究分野：精密加工

キーワード：プラズマ援用研磨

1. 研究開始当初の背景

ワイドギャップ半導体 GaN 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、低損失高周波パワーデバイスの作製に不可欠な材料である。GaN の優れた特性を生かすためには、ダメージが無く原子レベル平滑な GaN 表面が要求される。GaN は高硬度ゆえに粗加工にはダイヤモンド工具を用いた機械加工が適用され、最終仕上げにはスラリーと呼ばれるアルカリ等の薬液と砥粒を含む懸濁液を用いた CMP (Chemical Mechanical Polishing) プロセスが一般的に用いられる。GaN と工具の硬度差を利用する機械加工プロセスでは、塑性変形や脆性破壊といった石器時代以来変わっていない破壊現象を利用するため、熱衝撃を受けた時に破壊の原因となるマイクロクラック、スクラッチ、電子物性の劣化の原因となる加工変質層が生成される。したがって、機械加工プロセスを適用する限り、必然的にダメージが導入されるために、機能性材料が有する優れた電子的・機械的・化学的な性質を維持できない。さらに、CMP プロセスは、材料の表面欠陥がアルカリ成分によって浸食されてエッチピットが形成されるために表面粗さが悪化する、凝集による砥粒の粗大化によりスクラッチが形成される、スラリーの購入コストと環境負荷が大きい等、多数の問題点を有している。したがって、スラリーを用いない革新的な完全無歪仕上げ加工プロセスの実現が強く望まれている。

2. 研究の目的

このような背景のもと、該当グループはスラリーを使用せずに、完全ドライなプラズマ援用研磨法(Plasma Assisted Polishing : PAP)を提案した。PAP は、プラズマにより生成した反応ラジカルの照射により高硬度な表面を改質して軟質化する。つぎに、母材と軟質化した表面層の中間高度を有する軟質な砥粒を用いて、軟質化した表面層のみを除去する。理論検証実験では、単結晶 GaN に対して大気圧 PAP プロセスを適用することで、ピットフリーかつ原子レベルで平滑な高品質表面を得ることに成功したが、その平滑化メカニズムはまだ不明である。また、大気圧下で大面積なプラズマを発生するのは困難であり、局所研磨しか実現できなかったため、CMP を凌駕する研磨レートが得られていない。そこで、本研究では、PAP の平滑化メカニズムを解明した上で、安定な大面積プラズマを発生して、既存研磨法を凌駕する研磨レートを実現することで、従来の研磨プロセスの限界を打破する革新的な高能率ダメージフリー研磨プロセスを実現することを目的とする。

3. 研究の方法

本研究では、研究目的を達成するために、研究期間内において、

- 1) 減圧プラズマ援用研磨装置の立ち上げ
- 2) プラズマ種の検討
- 3) プラズマ発生条件の最適化
- 4) 改質層と砥粒材質の固体間相互作用メカニズムの解明
- 5) 砥石の目詰まり・目つぶれに対する、プラズマオートドレスの適用
を行い、単結晶 GaN 基板に対する低コスト・高能率・高品質仕上げプロセスを構築

4. 研究成果

1) プラズマ改質レートの向上
プラズマ援用研磨における研磨レートは、加工対象材料の表面改質レートと改質層の除去レートで決まる。現状では、表面改質レートが全体の研磨レートを律速している。大面積の単結晶 GaN のプラズマ援用研磨においては、プラズマ改質レートを向上するために、プラズマ照射面積を増加するのは一番効率的な方法である。大気圧プラズマより、減圧下でのプラズマは不安定なアーク放電に移行しにくくなり、大面積かつ安定なグロー放電状態を維持しやすい。したがって、プラズマ照射面積を増加するため、大気圧プラズマの代わりに、減圧プラズマの適用を検討した。

図 1 に減圧プラズマ援用研磨装置を示す。チャンバー内をドライポンプを用いて減圧した。マスフローコントローラを用いてプロセスガスを供給し、チャンバー圧力制御ユニットを用いて排気速度をコントロールすることで真空チャンバー圧力を制御した。高周波電源 ($f = 13.56$ MHz) を電極に印加すると、電極と基板の間に大面積なグロー放電プラズマが発生した。2 inch ウエハより面積が大きい電極を使用したため、2 inch ウエハの全面プラズマ照射が実現した。

プラズマ援用研磨プロセスでは、GaN 基板の表面において行う酸化やフッ化反応による改質層を形成する。プラズマ中に酸化やフッ化反応に寄与する O ラジカルや F ラジカルの密度と改質レートの相関を明らかにすると、改質レートの最大化が図れる。従って、最初段階では、マルチチャンネル分光器を用いたプラズマの発光分光分析による反応ラジカルの種類および密度を計測した。

プラズマ改質レートはプラズマ中の反応ラジカル密度に大きく依存する。ガス圧力が低いほど大面積かつ安定なグロー放電状態を維持しやすいが、ラジカル密度も低くなる。反応ガス濃度

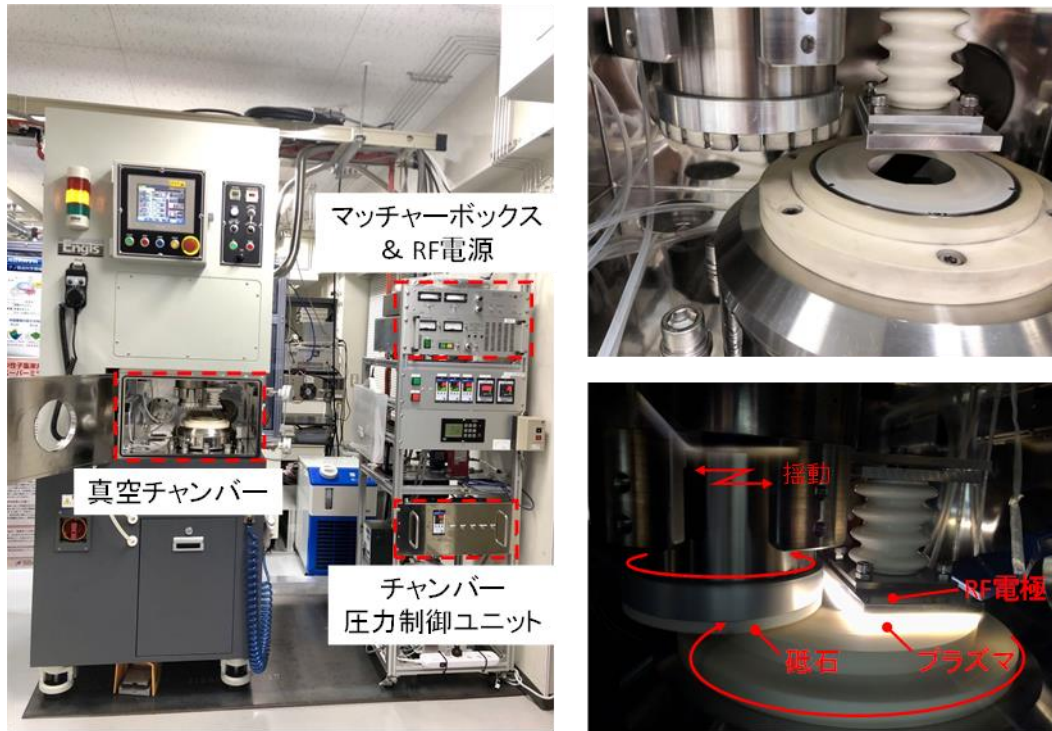


図1 減圧プラズマ援用研磨装置

を増加すると、ラジカル密度も上がるが、プラズマが発生しにくくなる。また電力密度を増加すると、反応ガスの分解率も上がって、改質レートの増加にも貢献できると考えられるが、電力密度が高すぎると、プラズマは不安定なアーク放電に移行しやすい。以上の要素を考慮した上で、改質レートを向上するため、改質レートに関わる反応ラジカル密度に影響するパラメータ（ガス圧力、反応ガス濃度、電力密度）を最適化する必要がある。

酸化ポテンシャルが酸化能力の指標となるため、F、OH、O ラジカルを用いた場合に改質レートが高まると考えられる。GaN の最大改質レートを得るためには、使用するガス種を選定するため、F、OH、O ラジカルを生成できる CF₄、水蒸気、O₂ プラズマそれぞれの発生条件を最適化し、相対する条件での改質レートを比較した。本報告書では、水蒸気プラズマの発生条件の最適化過程を一例として示す。図2に水蒸気プラズマの発光分光（OES）スペクトルを示す。308 nm の位置に強い OH のピークが検出された。本実験では、電極、GaN ウエハ、OES ファイバーの相対位置を固定し、水蒸気濃度、チャンバー圧力、電極とウエハのギャップ、及び印加電力を最適化することで、OES スペクトルにおける OH ピークの強度が最大となる条件を調査した。

本実験では、トータルガス流量（Ar/H₂O 混合ガス）を 1000 sccm に固定した。図3に、異なるチャンバー圧力条件下で、水蒸気濃度を变化させた際の OH ピーク強度を示している。ここでの印加電力は 60 W、ギャップ距離は 3 mm とした。各圧力条件において、特定の水蒸気濃度で OH ピーク強度が最大となる傾向が観察された。この挙動は、過剰な水分子によるクエンチング効果により、水蒸気濃度が高すぎるとプラズマ中の OH ラジカルが不活性化することに起因すると考えられる。なお、クエンチング効果は、チャンバー内の水分子に影響をうけるものであり、チャンバー圧力を上げると、水分子の数が増加し、最適な水蒸気濃度が低下する傾向が見られた。最適水蒸気濃度とチャンバー圧力の積分はあるレベルで一定であることが観察された。

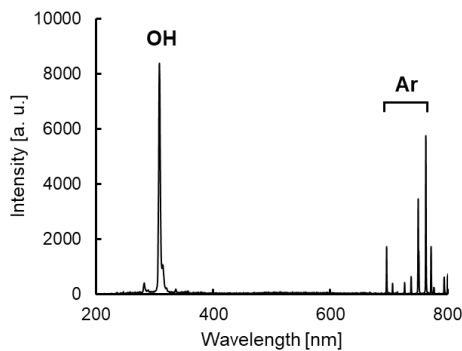


図2 水蒸気含有 Ar プラズマの OES スペクトル

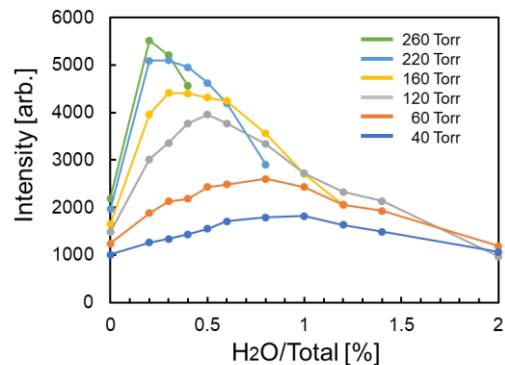


図3 OH ピーク強度と異なるチャンバー圧力・水蒸気濃度との関係（ギャップ 3 mm）

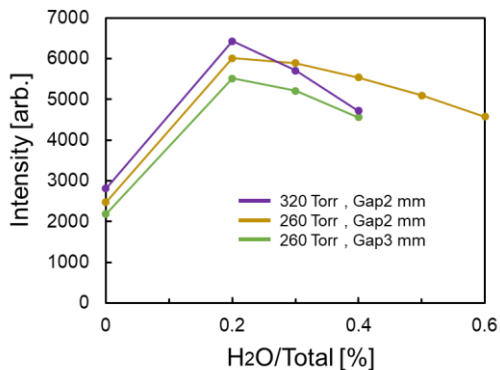


図 4 OH ピーク強度と異なるチャンバー圧力・水蒸気濃度・ギャップ距離との関係

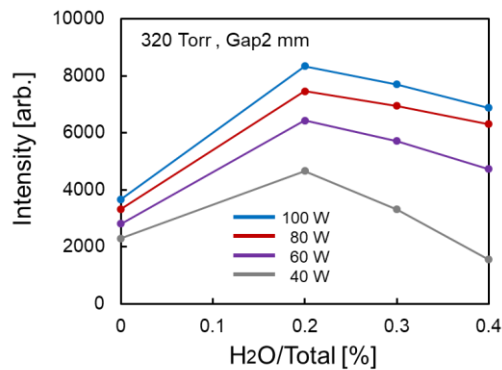


図 5 OH ピーク強度と異なる投入電力・水蒸気濃度との関係

さらに、チャンバー圧力の上昇とともにプラズマ中の OH ラジカルが増加することが確認された。これは、高い圧力下で粒子の衝突頻度が増加し、より効率的な励起と OH ラジカルの生成が促進されたと考えられる。しかしながら、チャンバー圧力が 260 Torr を超えると、同じギャップ距離 3 mm ではプラズマの発生が困難となった。パッシュェン法則によると、チャンバー圧力が高くなるに伴い、平均自由行程が小さくなり、プラズマを発生させるためにはギャップ距離を小さくする必要がある。そのため、ギャップ距離を 2 mm に縮め、さらにチャンバー圧力を上昇させることで、プラズマ発生が可能な状態に調整した。図 4 では、60 W でギャップ 2 mm での観測結果を示している。最大の OH ピーク強度が 320 Torr で観測され、これは定常グロー放電が維持できる上限であった。しかしながら、ギャップ距離を 1 mm にすると、320 Torr 以上の圧力でアーク放電が発生しやすくなり、安定なグロー放電を維持するのが難しくなった。図 5 では、チャンバー圧力が 320 Torr の条件下での投入電力と OH ピーク強度の関係を示している。投入電力の増加に伴って OH ピーク強度も増加する傾向が見られた。これらの結果から、投入電力がプラズマにエネルギーを効果的に供給し、OH ラジカルの励起を促進することが確認された。ただし、投入電力が 100 W を超えるとアーク放電が発生することが観察された。したがって、水蒸気プラズマの最適条件は、ギャップ距離 2 mm、チャンバー圧力 320 Torr、投入電力 100 W、全ガス中の水蒸気濃度 0.2% として確定した。

プラズマ改質実験は、最適化した条件(320 Torr, 2 mm ギャップ, 0.2% 水蒸気濃度, 60 W)と、最適化された条件でのピーク強度を基準として、その半分の条件(120 Torr, 3 mm ギャップ, 0.5% 水蒸気濃度, 60 W)と 4 分の 1 の条件(40 Torr, 3 mm ギャップ, 1% 水蒸気濃度, 60 W)で GaN ウエハを用いて行った。プラズマ照射時間は、実際の PAP プロセスで使用される短時間をシミュレートするために 30 秒に設定した。プラズマ照射前後の GaN ウエハ表面の接合状態を X 線光電子分光法 (XPS) で評価し、Ga-O ピーク強度と Ga-N ピーク強度の比から改質 (酸化) 層の厚さを算出した。図 6 に OH ピーク強度と改質膜厚の関係を示す。OH ピーク強度が最も弱い条件 (最大値の 1/4 に相当) では、酸化膜の厚さはプラズマ照射前の自然酸化膜の厚さと大きな差はなかった。このことから、この条件では改質効果が確認できないことが示唆された。一方、ピーク強度が最大となる最適条件では、改質膜の厚さは約 0.38 nm であり、ピーク強度が半分になる条件では、改質膜の厚さは約 0.12 nm であった。これらの結果から、OH ピーク強度と改質レートには相関関係が存在することが示された。

同様に CF₄ プラズマと O₂ プラズマの最適発生条件を調査し、それぞれの最適条件での GaN ウエハの改質レートを比較すると、CF₄ プラズマの改質レートが最もはやいことが分かった。

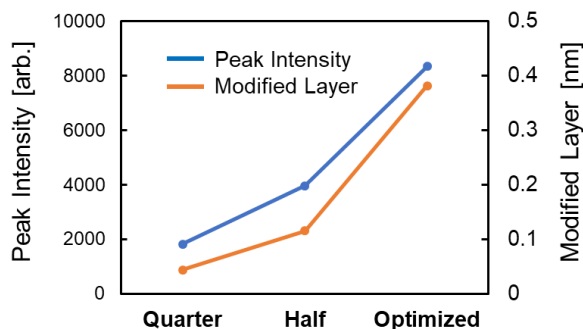


図 6 OH ピーク強度と改質膜厚の関係

2) GaN ウエハのプラズマ援用研磨

改質レートが最も速いCF₄プラズマを用いて、図7に示した減圧PAP装置でGaNのPAP実験を実施した。除去量を正確に判断するため、今回は左右の揺動を行わずに研磨実験を行った。PAP前後のGaNウエハの厚さ分布を測定し、その差分がPAPの除去量分布と考えられる。その結果を図8に示す。ウエハの元々の厚さムラの存在により、除去量分布が理想的なリング状にならず、均一でないことが確認された。除去量が多いエリアにおいて、PAP前後表面の走査型白色干渉顕微鏡 (Scanning White Light Interferometer, SWLI) 像も図8に示す。CMP法によってPAP前のGaNウエハが研磨されたが、図7でも示した通り、CMP後の表面には多数のピットが存在した。1時間のPAP加工によって、表面粗さSaが0.4 nmから0.2 nmまで低減され、ピットも完全に除去された。

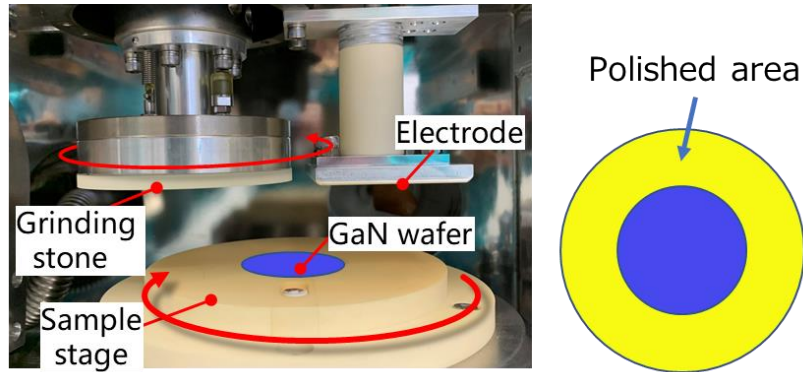


図7 単結晶 GaN ウエハの減圧 PAP 実験

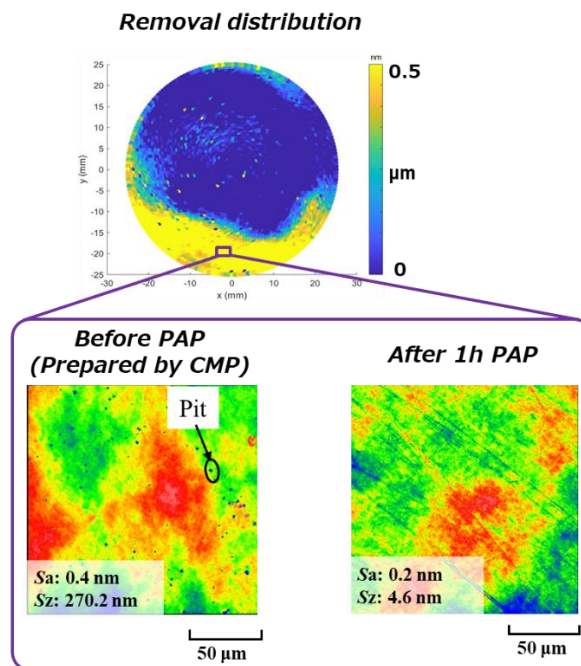


図8 PAPの除去量分布及び研磨前後表面のSWLI像

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計5件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 2件）

1. 発表者名 T. Tao, R. Sun, K. Arima, K. Kawai, K. Yamamura
2. 発表標題 Optimization of modification conditions used in plasma assisted polishing for improving the material removal rate of Gallium nitride
3. 学会等名 The 19th International Conference on Precision Engineering (ICPE 2022) (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 大西雄也, 北出隼人, 陶通, 永橋潤司, 孫栄硯, 有馬健太, 山村和也
2. 発表標題 固定砥粒を用いたGaNウエハの高エネルギー加工プロセスの構築 - ラップ加工で導入された加工変質層のプラズマ表面改質 -
3. 学会等名 精密工学会第30回学生会員卒業研究発表講演会講演
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Y. Ohnishi, T. Tao, R. Sun, Y. Ohkubo, K. Yamamura
2. 発表標題 Investigation of Plasma Gas for Modifying Gallium Nitride in Plasma-assisted Polishing
3. 学会等名 The 10th International Conference of Asian Society for Precision Engineering and Nanotechnology (ASPEN2023) (国際学会)
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 大西雄也, 北出隼人, 陶通, 永橋潤司, 孫栄硯, 有馬健太, 山村和也
2. 発表標題 固定砥粒を用いたGaNウエハの高エネルギー加工プロセスの構築 - ラップ加工で導入された加工変質層のプラズマ表面改質 -
3. 学会等名 精密工学会第30回学生会員卒業研究発表講演会
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 大西雄也, 陶通, 孫栄硯, 大久保雄司, 山村和也
2. 発表標題 水蒸気プラズマを用いたGaNウエハの表面改質
3. 学会等名 精密工学会2023年度関西地方定期学術講演会
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