

2 インチ SiC 基板の紫外光支援研磨に関する研究

坂本武司*, 久保田章亀*, 峠 睦*

Ultraviolet-assisted polishing of 2 inch SiC substrate

Takeshi SAKAMOTO, Akihisa KUBOTA and Mutsumi TOUGE

シリコンカーバイド(SiC)基板は、その優れた特性から次世代パワーデバイス半導体への応用が期待されている。しかし、SiCは、ダイヤモンド、cBNに次ぐ硬度を有し、熱的、化学的に安定であるため、加工がきわめて困難な材料である。筆者らは、単結晶SiC基板や単結晶ダイヤモンド基板などの高硬度材料に対する鏡面加工技術として、紫外光照射を援用した超精密研磨技術を開発した。本報では、2インチサイズのSiC基板に対してAs-slice面以前加工を施し、その後紫外光支援研磨により最終仕上げを行う一連のプロセスを報告する。2段階のダイヤモンドラッピングによる前加工を行い、As-slice面から1hr以内で1 μ m程度の平坦性と、Ra:0.5nmの平滑性を持つ面に仕上げた。次に、紫外光支援研磨により、基板全体をRa:0.19nm~0.28nm、Rz:2.12nm~3.00nmのサブナノメートルオーダーの超平滑な面に、削除率256nm/hrで仕上げる事ができた。

Key words: SiC, ultraprecision machining, ultraviolet-ray irradiation, X-ray photoelectron spectroscopy (XPS)

1. 諸言

天然資源が乏しいわが国において、省エネルギーや環境負荷低減の必要性から、電力エネルギーの有効利用は大変重要な課題である。現在、一般に使用されているパワー半導体材料はシリコン(Si)ではあるが、さらなる高機能化に対応するには、物性面で性能限界にきているといわれている。炭化ケイ素(SiC)基板を用いたパワーデバイスはSi基板のものに比べると、低い電力損失、高速スイッチ、高温動作が可能である。そのため、電気駆動自動車や産業機器、家庭用電化製品での利用が期待されており、精力的な研究、開発が行われている。従来は困難であった結晶成長の技術も進歩しており、高品質な大口径基板の製造も可能になってきた。しかし、SiCはダイヤモンド、立方晶窒化ホウ素(cBN)に次ぐ硬度を持ち、かつ化学的にも安定なことから、研磨を行うことが非常に難しい材料である。SiC基板を用いてパワーデバイスを作成する工程は、ウェハに切り出した後、複数回の研削加工やダイヤモンド砥粒を用いたラッピングにより平坦化が行われる。その後さらに複数回のコロイダルシリカ等を用いたケミカルメカニカルポリッシング(CMP)を施すことで仕上げられており、基板製造にかなりの時間とコストを要している。また、これらの工程を経て製造されたSiC基板表面上には研磨痕や加工変質層が残留しており、エピタキシャル成長用基板として十分な品質の表面を得ることは難しい。このことがSiC半導体の普及を妨げる課題の一つとなっている。SiC半導体の普及を急速に進展させるためには、大口径SiC基板に対する高効率で超高精度な新しい加工プロセスが求められている。

現在、加工表面上にダメージのない超平滑なSiC基板を形成するために、酸化クロム砥粒を用いた研磨¹⁾、高アルカリ(pH > 10)のコロイダルシリカスラリーを用いた研磨²⁾、スラリーに電流を流しながら加工する研磨³⁾、弾性体に白金蒸着を行った研磨パッドをフッ化水素酸溶液中において利用したSiC基板の新しい平坦化加工法⁴⁾⁵⁾、プラズマを援用した無歪超平滑仕上げなどの研究⁶⁾などが試みられ、原子レベルで平坦な表面を得られることが報告されている。

このような中、我々は加工表面上にダメージを与えることなく超平滑なSiC基板を高効率に製作することを目的に、紫外光照射による光化学反応を応用した新しい加工プロセスを開発している^{8)~13)}。本プロセス(以下、UVアシスト研磨)は、被加工物表面上に紫外光を直接照射することで被加工物表面の最表面を酸化させ、その生成した軟質な酸化物を効率的に除去することにより研磨が進行するという大きな特徴を有している。

われわれはこれまでに、UVアシスト研磨によって5mm角のSiC試料の表面をサブナノメートルオーダーに研磨することに成功している¹²⁾¹³⁾。しかし、UVアシスト研磨を実用化技術として確立させるためには、さらに大きな試料に対して研磨実験を行う必要がある。そこで本研究では、単結晶インゴットからスライスされた2インチ単結晶4H-SiC基板のSi面に対してUVアシスト研磨を試みた。As-slice面に対して前加工として2段階のダイヤモンドラッピングを施し、その後新しく開発した縦型UVアシスト研磨装置を用いて最終仕上げ加工を行うまでの一連のプロセスを実験により検証した。本報では、検証結果を詳細に説明すると共に、測定して得られた基板の加工面性状およびUVアシスト研磨の削除率の結果を報告する。

* 熊本大学: 〒860-8555 熊本県熊本市中央区黒髪2-39-1
Kumamoto University

(学会受付日: 2013年2月12日)

2. ダイヤモンドラッピングによる前加工

2.1 実験方法および実験条件

本研究における UV アシスト研磨は、一般的な鏡面仕上げ技術と同様に加工能率が低い。そのため、より高効率でかつ高精度な前加工が必要となる。今回の実験では、15 インチ定盤を有するラップ盤を用いたダイヤモンドラッピングを前加工とした。

前加工には2段階の湿式ダイヤモンドラッピングを適用した。まず、1次研磨として、粒子径 2 μm ~6 μm のダイヤモンド砥粒を用いたラッピングを施し、単結晶インゴットをスライシングしたときに生じたソーマークを削り取ると共に、平坦性を整えた。次に、2次研磨としてダイヤモンド砥粒を用いたラッピングを施し、基板表面の面平均粒子径 0.5 μm の粗さを向上させた。表 1 にそれぞれのラッピングにおける加工条件を示す。加工後の SiC 基板表面の粗さは光干渉式面粗さ計 (Zygo New View 7300) で測定した。また、削除率は研磨圧力を 16.5kPa と 30.0kPa とし、以下の方法で求めた。すなわち、SiC 基板表面上にあらかじめ削除率を測定するための微小溝をダイシングマシンで導入し、図 1 に示す溝の交点 5 か所の深さをレーザ顕微鏡 (キーエンス VK-8500) で 1hr ごとに測定し、研磨時間に対する傾きの値から削除率を求めた。

表 1 ラッピングの加工条件

基板		4H-SiC 4°off (0001) 2 inch wafer
1 次 研磨	砥粒	2 μm ~6 μm ダイヤモンド(0.15 wt%)
	スラリー	リタケ AF-T + 水道水 + 砥粒
	定盤	Sn-Bi
	研磨時間	45 min
2 次 研磨	砥粒	0.5 μm ダイヤモンド(0.15 wt%)
	スラリー	リタケ AF-T + 水道水 + 砥粒
	定盤	Sn
	研磨時間	15 min
加工圧力		16.5 kPa (30 kPa)
定盤回転数		60 rpm

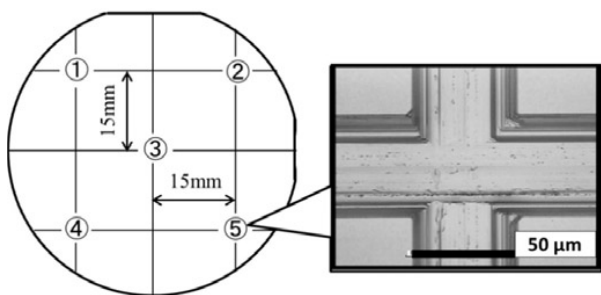


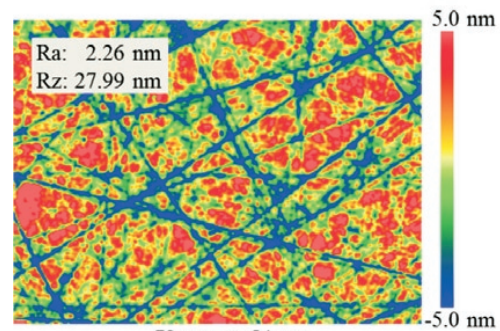
図 1 削除率計測のための加工深さ測定箇所 (レーザ顕微鏡像)

2.2 実験結果

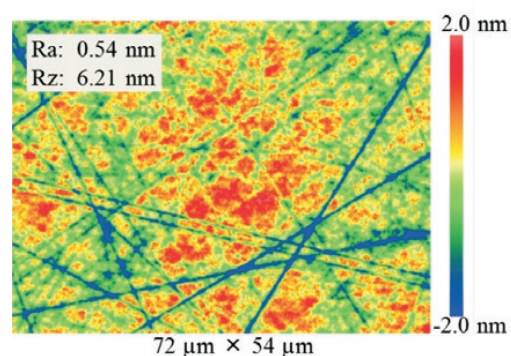
SiC 基板の As-slice 面を 1 次研磨により平坦、平滑な面とするためには、45min の研磨時間が必要であった。その後、研磨時間 15min の 2 次研磨により基板表面の面粗さを向上さ

せた。図 2 に加工後の SiC 基板表面の Zygo 画像とその面粗さを示す。測定範囲 72 \times 54 μm において、1 次研磨後の SiC 基板表面の面粗さは Ra:2.26nm, Rz:27.99nm, 2 次研磨後の SiC 基板表面の面粗さは Ra:0.54nm, Rz:6.21nm であった。図 3 に前加工終了後の基板をオプティカルフラットで平面度を観察した一例を示す。この場合、縞の間隔は 0.6 μm の高低差に相当する。基板全体において、1 本から 2 本の縞しか確認することができないことから、SiC 基板表面がマイクロメートルオーダーで平坦に仕上げられていることがわかる。1 次研磨、2 次研磨を通して、1hr 以内で As-slice 面からサブナノメートルオーダーの平滑性、マイクロメートルオーダーの平坦性を持った面に仕上げることができた。

図 4 に測定した削除率を示す。1 次研磨の削除率は、研磨圧力が 16.5kPa のとき 4.9 $\mu\text{m}/\text{hr}$ 、研磨圧力が 30kPa のとき 24.5 $\mu\text{m}/\text{hr}$ であった。2 次研磨の削除率は、研磨圧力が 16.5 kPa のとき 1.7 $\mu\text{m}/\text{hr}$ 、研磨圧力が 30kPa のとき 8.3 $\mu\text{m}/\text{hr}$ であった。研磨圧力を大きくすることで研磨時間は短縮できるが、前加工のダメージは表面だけではなく、基板表面のスクラッチを取り囲むように基板の中に潜傷といわれる欠陥が生じる¹⁴⁾¹⁵⁾と考えられる。安易に研磨圧力を大きくすると、その後の仕上げの研磨時間を余計に必要とする可能性がある。Kawata¹⁶⁾は SiC のダイヤモンドラッピング加工圧力を 20kPa~35kPa としているが、今回の前加工では 16.5kPa と比較的小さな研磨圧力のもとで、1 次研磨、2 次研磨 1hr 以内に前加工を完了させることができた。



(a) 1 次研磨後



(b) 2 次研磨後

図 2 前加工された SiC 基板(0001)の Zygo 像

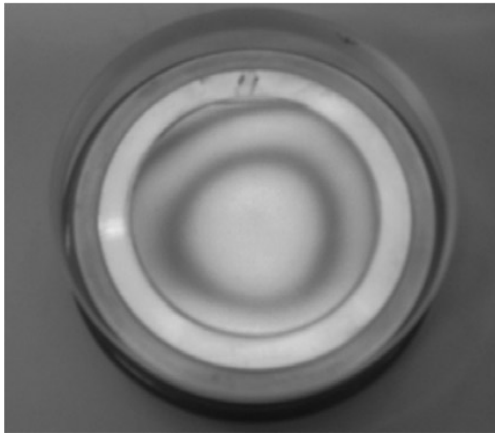
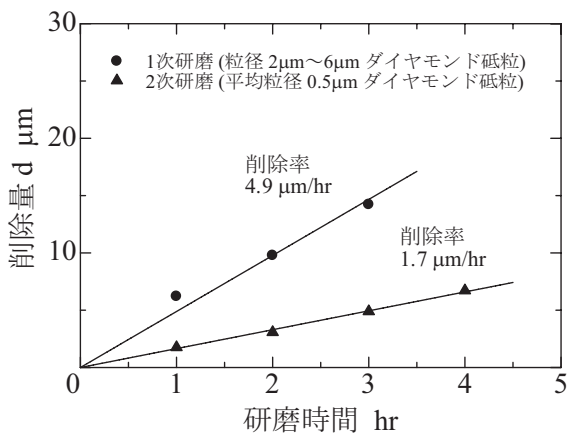
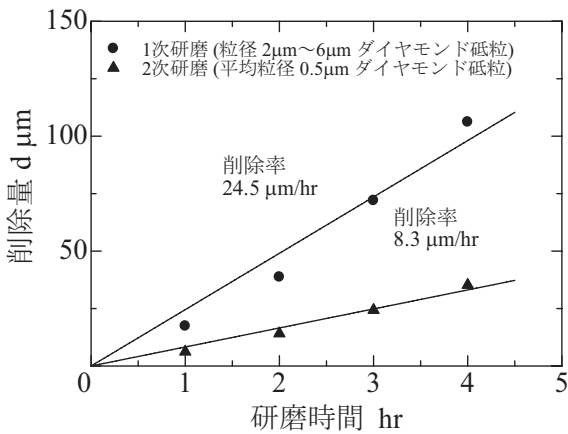


図3 前加工された SiC 基板(0001)のオプティカルフラット像 (縞の間隔は 0.6μm の高低差に相当する)



(a) 研磨圧力 16.5kPa



(b) 研磨圧力 30kPa

図4 前加工における研磨圧力と削除率の関係

3. UV アシスト研磨による最終仕上げ加工

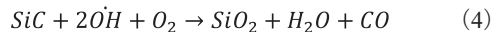
3. 1 UV アシスト研磨のメカニズム

上述のように、われわれは紫外光照射による化学反応を利用した SiC 基板の新しい加工法を提案・開発した。この研磨法の加工原理は以下のように考えられる。SiC のバンドギャップ (2.9 eV) よりも大きなエネルギーを有する紫外光 (波長 430nm 以

下) を SiC 表面に照射すると表面が励起され、電子と正孔が生成される。生成された電子は、大気中の酸素、正孔は大気中の水分子と化学的な反応を起こし、寿命はきわめて短い非常に酸化力の強いヒドロキシル・ラジカル (OH・) や活性酸素種が生成される。(化学反応式(1)~(3))



これらの非常に反応性の高い活性種が SiC 表面に化学的に作用し、母材である SiC より軟質な酸化膜が形成されるとともに、SiC 中の C は CO ガスとして放出される。(化学反応式(4))



形成された酸化膜 (SiO₂) が化学的、機械的に除去されることにより SiC 基板の UV アシスト研磨は進行する。

3. 2 UV アシスト研磨のメカニズム検証実験

3. 2. 1 XPS による酸化膜生成の確認

X 線光電子分光法 (XPS) を用い、紫外光の照射により SiC 基板 (0001) 面に酸化膜 (SiO₂) が生成されることを確認した。薬液洗浄 (SPM 洗浄) を施して金属汚染物と酸化膜を除去した SiC 基板 (0001) 面に対して、大気中 (湿度 50% 程度) で Xe エキシマランプ (波長 172nm) の紫外光を 20mW/cm² の照度で 30min 照射した。その後、XPS により SiC 基板表面の化学結合状態分析を行った。使用した X 線源は AlK_α (1486eV) で、帯電補正はシリコンと結合した炭素の Cls ピークの位置を 282.7eV として行った。光電子の取り込み角度 θ_e は 0°、45°、60° とし、大きくなるにつれて極表面からの情報が得られる。図 5 に SiC のピークで規格化を行った XPS 測定結果を示す。Si2p スペクトルに Si-C 結合を示す 100.4 eV の他に、酸化膜である Si-O₂ 結合を示す 103.6 eV にピークが確認できる。また θ_e の増加により Si-O₂ 結合を示すピークは増大しており、SiC 基板の最表面に酸化膜が生成していることが確認された。

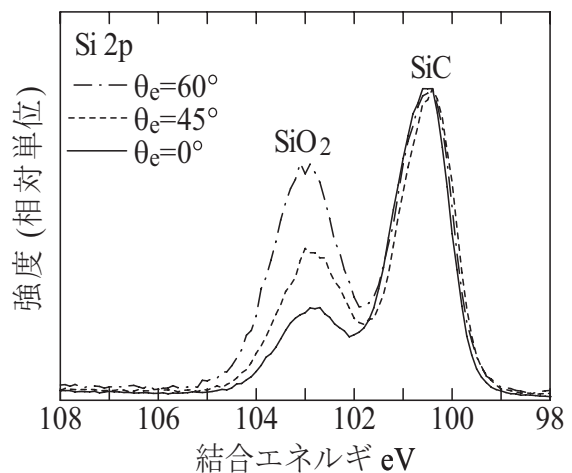


図5 紫外光照射後の SiC 基板(0001)表面の XPS スペクトル (波長 172nm, 照度 20mW/cm², 照射時間 30min)

次に XPS のイオンスパッタによる深さ方向の分析を行い、紫外光の照射時間と生成される酸化膜の厚さの関係を求めた。前述と同じ照射条件で照射時間の異なる SiC 基板を準備し、XPS による深さ方向の分析を行い、酸化膜が検出されなくなるまでの深さをイオンスパッタによるエッチング時間から換算して酸化膜の厚みとした。図 6 に結果を示す。照射時間の増加に対して酸化膜の厚さは飽和する傾向が認められる。これは表面に生成される酸化膜により、紫外光による酸化が進行しなくなるためと考えられる。UV アシスト研磨を行う場合、生成された酸化膜は常に除去されるため、実際の酸化レートは向上すると考えられる。

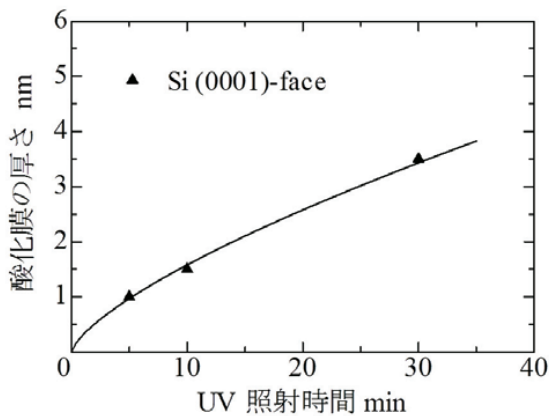


図 6 紫外光の照射時間と生成酸化膜の厚さの関係 (波長 172 nm, 照度 20 mW/cm²)

3. 2. 2 CO ガス検出の確認

前述の(化学反応式 5)において、SiC 基板中の炭素原子 C は CO ガスとなって排出される。このことを検証するため、密閉容器内で UV アシスト研磨実験を行い確認した。図 7 に CO ガス検出実験の模式図と装置写真を示す。CO ガスの検出器は、坑道作業者などの安全確保に用いられる小型ガスモニタ(理研計器 GX-2009)を用いた。CO ガスに対する検知範囲は 0 ~150ppm, 分解能は 1ppm である。大気(湿度 50 %程度)を密閉した容器内において、石英定盤を 750rpm, SiC 基板を 625rpm で回転させ、150kPa の圧力で研磨しながら、石英定盤の裏側から SiC 基板(0001)面に 200nm~400 nm の波長を持つ紫外光を照射した。図 8 に CO ガス検出実験の結果を示す。紫外光の照射により CO ガスが発生することを確認するため、図中に矢印で示した時間のみ紫外光を照射した。紫外光の照射により、密閉容器内の CO ガス濃度が上昇していることがわかる。すなわち、SiC 基板中の C は UV アシスト研磨において CO ガスとなって排出されることが確認された。上記の化学式反応式を強力に支持する結果と考えている。なお、研磨中には CO₂ ガスも発生していると考えられるが、CO₂ ガスは大気中にも存在しており、研磨によって発生するガスとの区別が困難であるため、今回は CO ガスの発生を確認した。

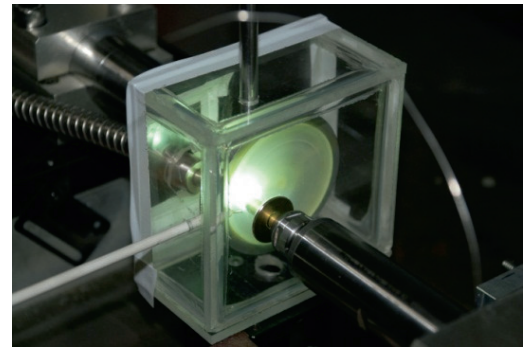
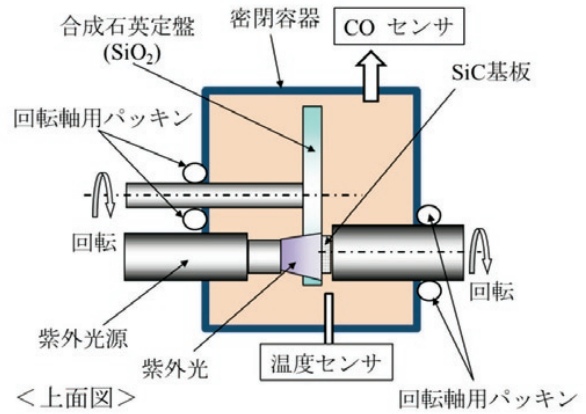


図 7 CO ガス検出実験の上方から見た模式図と装置写真

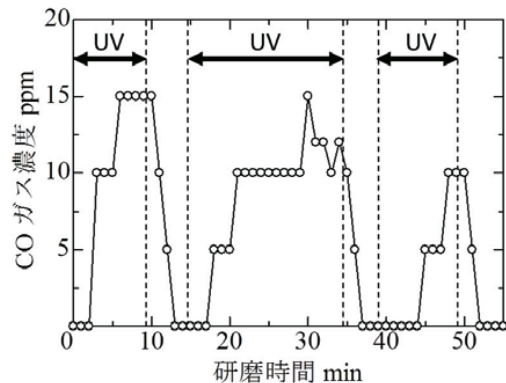


図 8 CO ガス検出実験の結果

3. 3 実験方法および実験条件

図 9 に大口径 SiC 基板の UV アシスト研磨に対応するために製作した縦型 UV アシスト研磨装置の模式図と装置写真を示す。本装置は、紫外光を透過させた合成石英定盤に SiC 基板を任意圧力で押し付けながら、定盤側、基板側をそれぞれ回転させることによって加工できる構成になっている。定盤には紫外光透過率が 90%以上の合成石英を使用し、紫外光源は石英定盤の裏側から加工点に直接照射されるように配置した。使用した紫外光源の波長は 172nm, 照度は定盤の上面で 0.3mW/cm²であった。また、合成石英定盤直径は 350mm であり、合成石英定盤の中心と SiC 基板の中心間距離は 82mm である。紫外光照射によって生成される酸化膜を効率

的に除去するため、前報¹³⁾で用いた酸化セリウム(CeO₂)を定盤に塗布した。表2にUVアシスト研磨の加工条件を示す。加工用のサンプルは前節でダイヤモンドラッピングを施した2インチSiC基板を用いた。基板側を80rpm、石英定盤側を100rpmで回転させ、15hrの研磨を行った。加工後、基板の表面粗さをZygoにより測定した。また、同じ研磨条件における削除率も計測した。

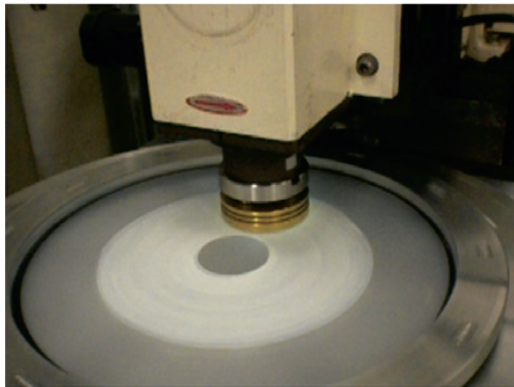
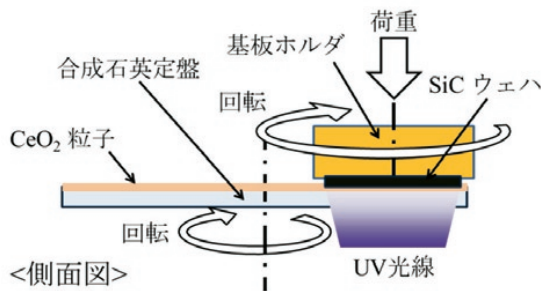


図9 縦型UVアシスト研磨装置の模式図と装置写真

表2 UVアシスト研磨の加工条件

基板	4H-SiC 4°off (0001) 2 inch wafer	
研磨圧力	100 kPa	
回転数	SiC 基板	80 rpm
	石英定盤	100 rpm
UV 波長	172 nm	
UV 照度(測定値)	0.3 mW/cm ²	
研磨時間	15 hr	

3.4 実験結果

図10に加工後のSiC基板表面のZygo画像とその面粗さを示す。測定範囲72×54 μmにおいて、Ra:0.18 nm, Rz:1.92 nmと、図2に示した前加工後の面粗さと比較すると改善されていることがわかる。図11にSiC基板全体の面粗さを示す。基板全面においてほぼ均一な表面粗さとなっており、前加工後の面粗さと比較しても改善されていることがわかる。

図12に求めた削除率を示す。本加工条件で得られた削除率は256nm/hrであった。SiC基板の最終研磨で施されているコロイダルシリカスラリーを用いたCMPの削除率は、多くても100nm/hr程度といわれている。それと比較しても、今回の実

験で得られた削除率は決して小さくない。なお、基板全面を研磨するのに15hrの時間を要したのは、基板中心部の研磨がうまく進行しなかったためである。この原因は、基板の外周部に研磨圧力が偏り、中心部の圧力が相対的に低くなったなどの理由が考えられる。また、SiC基板に到達する紫外光の照度を増加させることができれば、削除率は向上すると考えられる。UVアシスト研磨加工を実用技術とするためにさらなる研究・開発を行い、仕上げ加工に必要な時間を短縮することが今後の課題であると考えている。

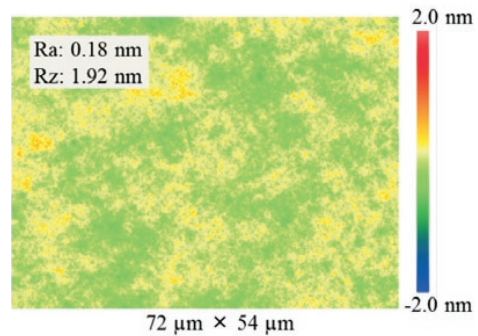
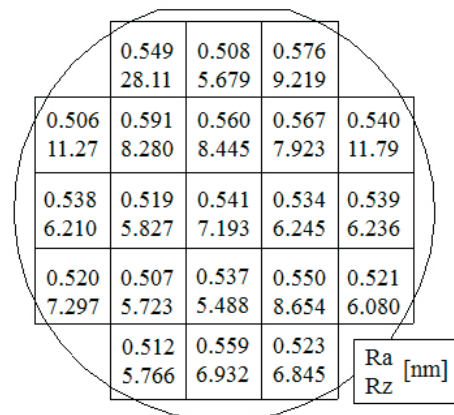
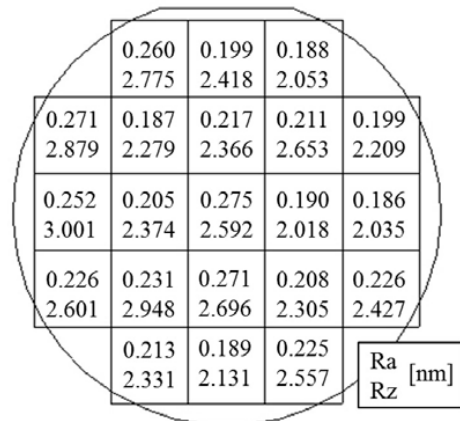


図10 UVアシスト研磨されたSiC基板(0001)のZygo像



(a)前加工後の表面粗さ



(b)UVアシスト研磨後の表面粗さ

図11 基板全体の表面粗さの比較

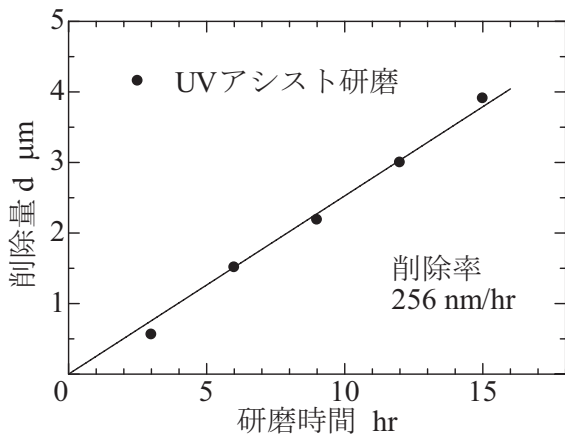


図 12 UV アシスト研磨の削除率

4. 結言

本研究では、紫外光支援加工を SiC 基板研磨の実用技術とするため、直径 2 インチサイズの単結晶 SiC 基板 Si 面に対して、As-slice から UV アシスト研磨による最終仕上げを行うまでの一連のプロセスを実験的に検証し、その加工面性状と加工能率を評価した。以下に、本研究で得られた成果ならびに知見をまとめる。

- 1) 1 次研磨として、粒子径 $2\mu\text{m}\sim 6\mu\text{m}$ のダイヤモンド砥粒を、2 次研磨として平均粒子径 $0.5\mu\text{m}$ のダイヤモンド砥粒を用いたダイヤモンドラッピングを施し、 16.5kPa という比較的低い研磨圧力において、As-slice 面から 1hr 以内の研磨時間でサブナノメートルオーダーの平滑性、マイクロメートルオーダーの平坦性を持った面に仕上げることができた。
- 2) 前加工の研磨圧力を 30kPa にすることで削除率が向上することが確認できた。1 次研磨の削除率は、研磨圧力が 16.5kPa のとき $4.89\mu\text{m/hr}$ 、研磨圧力が 30kPa のとき $24.5\mu\text{m/hr}$ であった。2 次研磨の削除率は、研磨圧力が 16.5kPa のとき $1.7\mu\text{m/hr}$ 、研磨圧力が 30kPa のとき $8.3\mu\text{m/hr}$ であった。
- 3) XPS を用いた計測により、紫外光を照射した SiC 基板 (0001)面に酸化膜が生成されることが確認された。また、密閉容器内で行った紫外光支援研磨により、SiC 基板中の炭素原子が CO ガスとなって排出されることを確認した。
- 4) 紫外光支援加工による最終仕上げ研磨を行い、測定範囲 $72\times 54\mu\text{m}$ において $Ra:0.18\text{nm}$ 、 $Rz:1.92\text{nm}$ の非常に平滑な

研磨面が基板全面においても得られた。削除率は 256nm/hr であった。

謝辞

本稿では、熊本大学大学院 稲木匠君並びに熊本大学工学部 小田和明君にご協力をいただいた。XPS を用いた計測では、鹿児島大学 機器分析施設 久保臣悟氏にご協力をいただいた。ここに記して感謝申し上げます。

5. 参考文献

- 1) M. Kikuchi, Y. Takahashi, T. Suga, S. Suzuki and Y. Bando: Mechanochemical Polishing of Silicon Carbide Single Crystal with Chromium(III)Oxide abrasive, *J. Am. Ceram. Soc.*, 75, 1(1992)189.
- 2) L. Zhou, V. Audurier, P. Pirouz and J. A. Powell: Chemomechanical Polishing of Silicon Carbide. *J. Electrochem. Soc.* 144(1997)(6)L161-L163
- 3) C. Li, I. B. Bhat, R. Wang and J. Seiler: Electro-Chemical Mechanical Polishing of Silicon Carbide, *J. Electron. Mater.* 33, 5(2004)481.
- 4) Hideyuki Hara, Yasuhisa Sano, Hidekazu Mimura, Kenta Aria, Akihisa Kubota, Keita Yagi and Kazuto Yamauchi: Novel abrasive-free planarization of 4H-SiC (0001), *Journal of Electronic Materials.* 35,8(2006)L11-L14.
- 5) K. Yamauchi, Y. Sano, K. Arima: Smoothing of Single Crystalline SiC and Gan by Catalyst Referred Etching, *J. Jpn. Soc. Precision Eng.*, 78, 11(2012)947(in Japanese).
- 6) K. Yamamura, T. Takiguchi, M. Ueda, H. Deng, A. Hattori and N. Zetsu: *J. Jpn. Soc. Abras. Technol.*, 55, 9(2011) 534-539(in Japanese).
- 7) J. Watanabe, S. H. Hong, K. Yamaguchi, M. Touge and N. Kubota: Effect of TiO_2 and CeO_2 Particles on SiC Semiconductor Surfaces Polished under Ultraviolet-Ray Irradiation, *J. Jpn. Soc. Abras. Technol.*, 52, 8(2008)459(in Japanese).
- 8) M. Touge, T. Nakano, K. Yamaguchi, A. Kubota and J. Watanabe: Study on Precision Finishing of PCD by Constant-pressure Grinding and UV-polishing, *Key Engineering Materials*, 407-408(2009)388.
- 9) S. Anan, M. Touge, A. Kubota and J. Watanabe: Study on Ultra Precision Polishing of Single Crystal Diamond Substrates under Ultraviolet Irradiation, *Key Engineering Materials*, 407-408(2009)355.
- 10) M. Touge: Grinding of polycrystalline diamond, *J. Jpn. Soc. Abras. Technol.*, 46, 1(2002)13(in Japanese).
- 11) T. Nakano, M. Touge and J. Watanabe: Study of mirror finishing of PCD by constant-pressure dry grinding, *J. Jpn. Soc. Abras. Technol.*, 52, 7(2008)400(in Japanese).
- 12) K. Yamaguchi, M. Touge, A. Kubota, T. Nakano and J. Watanabe: Study on High Efficiency Mirror Finished Technique of Single-crystal SiC Substrate, *J. Jpn. Soc. Precision Eng.*, 77, 1(2011)116(in Japanese).
- 13) K. Yamaguchi, M. Touge, A. Kubota, T. Murota, J. Watanabe, Y. Toyohuku, Y. Sawami: Effect of particles on UV-polishing characteristics of single crystal SiC substrate, *J. Jpn. Soc. Abras. Technol.*, 55, 4(2011)220(in Japanese).
- 14) Thomas G. Bifano and Steven C. Fawcett: Specific grinding energy as an in-process control variable for ductile-regime grinding, *PRECISION ENGINEERING*, 13, 4(Oct.,1991)256.
- 15) Kozo Abe: Lapping and polishing of single crystal SiC, *J. Jpn. Soc. Abras. Technol.*, 56, 9(2012)588(in Japanese).
- 16) Kenji Kawata and Kazutoshi Hotta: Ultra-precision polishing for SiC substrate, *Electronic Materials and Parts*, 49, 9(2010)30(in Japanese).