

触媒作用を援用した化学ポリッシング法による 4H-SiC(0001)の加工

Catalyst Assisted Chemical Polishing of 4H-SiC (0001)

▲原英之, 佐野泰久, 三村秀和, 山内和人

Hideyuki HARA, Yasuhisa SANNO, Hidekazu MIMURA, Kazuto YAMAUCHI.

大阪大学大学院工学研究科精密科学・応用物理学専攻 〒565-0871 吹田市山田丘 2-1

E-mail: hara@up.prec.eng.osaka-u.ac.jp

In this research, the new planarization process using the catalyst as a polishing pad generating reactive species is proposed. Platinum and hydrogen fluoride are adopted as the catalyst and the pre-reactive species, respectively. We have considered that platinum acts to dissociate the hydrogen fluoride molecules and to generate reactive species like fluoride atoms and/or fluoride ions. The Nomarski differential interference contrast microscopy and atomic force microscope images of this processed surfaces showed a remarkable reduction in roughness. Furthermore crystallographically well-ordered surface is observed by low-energy electron diffraction.

1. 緒言

シリコンカーバイド (SiC) はシリコン (Si) 半導体と比べ、バンドギャップが約 3 倍、絶縁破壊電界が約 7 倍であるなどパワーデバイス材料として優れた物性値を有する¹⁾。しかし、SiC はダイヤモンドに次ぐ硬度を有しており、熱的・化学的に極めて安定であるため、その加工は困難である。

一般的に Si ウエハは、Si 単結晶を切断した基板を機械研磨して平面度を出したのち、表面の加工変質層を除去するため化学的エッチングを行い、Chemical Mechanical Polishing (CMP) で鏡面研磨して作製される。しかし、SiC は化学的に安定であるため、化学エッチングすることは難しく、また CMP の加工速度も Si と比べると極端に遅くなるため、加工速度と表面形状の両方において満足する加工法は確立されていない。

これまでに、プラズマ CVM²⁾ といった、プラズマを用いて活性な反応種を作り出す加工法によって SiC が高能率に加工できることがわかっているが、この加工法は等方的なエッチングプロセスであり、ウエハ全面を平坦化するには数値制御加工が必要である。しかし、ウエハの平坦化は高速かつ大量に行うことが求められ、数値制御加工は適さない。機械研磨のプロセスのように基準平面を転写することができ、かつ化学的加工が可能であれば、新しい平坦化加工法となる可能性がある。

本研究では、触媒を利用した新しい平坦化加工法を提案した。ポリッシングパッドに触媒として白金を用い、この白金が活性な反応種を作り出すことができると考えた。活性な反応種はフッ酸から作った。これらを示すため、加工装置を作製し、SiC の加工を行い、表面状態を金属顕微鏡、位相シフト干渉顕微鏡、原子間力顕微鏡 (AFM) 及び低速電子線回折 (LEED) によって評価した。

2. 実験方法

2.1 加工概念

加工概念図を図 1 に示す。触媒表面上に不活性な分子が吸着し、表面近傍で活性な反応種を作り出す。その表面に、被加工物を接触させると、化学反応が起こり加工される。未反応の反応種は白金表面でのみ活性で、水中に脱離すると即座に失活する。これにより、触媒表面が基準面となる加工法となる。

今回の研究では、触媒に白金を用い、活性な反応種を作り出す原料としてフッ酸を用いた。被加工物により、触媒と反応種の組合せを変えることによって、加工が可能であると考えられる。

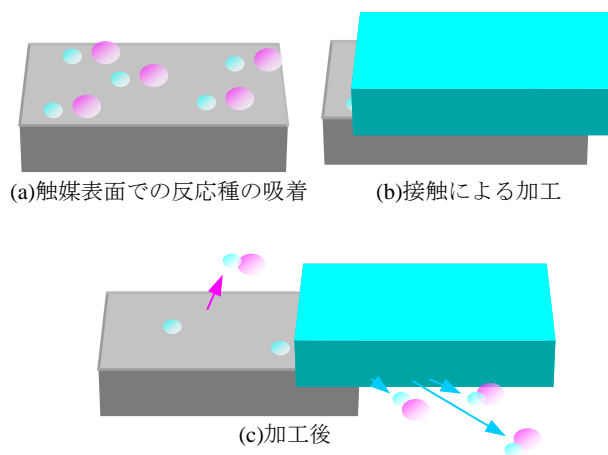


図 1 加工概念図

2.2 実験装置

ポリッシングパッドに白金を利用し、フッ酸中で研磨を行うことができる研磨装置を作製した。揮発性が高く腐食性のあるフッ酸を利用するため、接液部はフッ酸に耐性のある PTFE、ポリプロピレン、セラミック等を使用している。加工圧力はほぼ無加重～10kg 程度にコントロールすることができる。装置外観については図 2 に示す。

サンプル基板は 4H-SiC 2inch ウエハ(n 型, on axis, as lapped, 抵抗率:0.02～0.03 $\Omega \cdot \text{cm}$ マイクロパイプ:50～100 個/cm² 新日本製鐵製)を用いた。加工条件は、フッ酸濃度が 2%, 回転速度が 20rpm, 加工圧力が 1kg 程度である。この条件での加工速度は一時間あたり 100nm 程度である。



図 2 装置構成

3. 結果及び考察

図3, 図4に金属顕微鏡によるSiC ウェハ加工後の表面の観察結果を示した。また, 図5に位相シフト干渉顕微鏡の観察結果についても示した。加工量を $1\mu\text{m}$, $2\mu\text{m}$ と増加させるにつれて, 平面が転写され, スクラッチのない平面が作製されている。また, 観察領域 $60\mu\text{m}\times 80\mu\text{m}$ の金属顕微鏡像は同一の位置を観察しているが, 新たなクラックが生成することなく, クラック密度が減少している。これは, SiC 表面凸部から順に, かつ化学的に加工が進んだためだと考えられる。



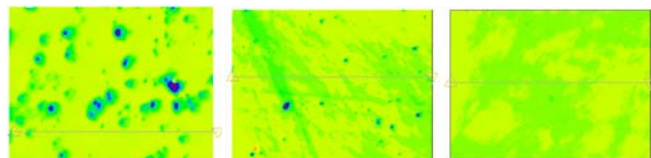
(a)未加工面 (b)加工量 $1\mu\text{m}$ (c)加工量 $2\mu\text{m}$

図3 金属顕微鏡観察結果
(観察領域 $0.88\text{mm}\times 1.14\text{mm}$)



(a)未加工面 (b)加工量 $1\mu\text{m}$ (c)加工量 $2\mu\text{m}$

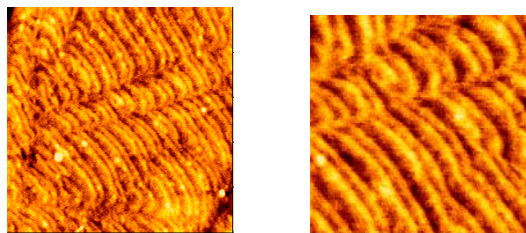
図4 金属顕微鏡観察結果
(観察領域 $60\mu\text{m}\times 80\mu\text{m}$)



(a)加工量 $1\mu\text{m}$ P-V : 33.54nm RMS : 1.038nm
(b)加工量 $2\mu\text{m}$ P-V : 28.30nm RMS : 0.548nm
(c)加工量 $3\mu\text{m}$ P-V : 1.236nm RMS : 0.142nm

図5 位相シフト干渉顕微鏡観察結果
(観察領域 $64\mu\text{m}\times 48\mu\text{m}$)

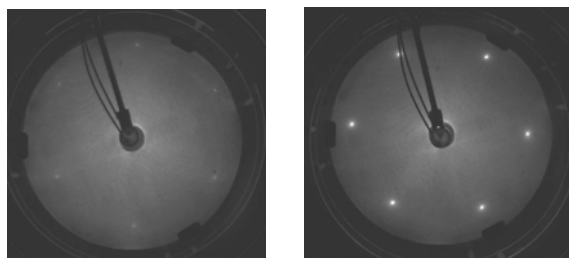
次に, AFM を用いて $3\mu\text{m}$ 加工後の表面を計測した結果を図6に示した。加工表面は, ステップテラス状の形状となっている。このことより, 本加工法は Step-Flow 型の加工原理であることがわかる。



(a)観察領域 $1\mu\text{m}\times 1\mu\text{m}$ P-V:2.649nm RMS:0.117nm
(b)観察領域 $500\text{nm}\times 500\text{nm}$ P-V:0.771nm RMS:0.095nm

図6 AFM 観察結果
(加工量 $3\mu\text{m}$)

次に加工表面の結晶状態を, LEED を用いて観察した。LEED スポットを図7に示す。入射エネルギー 65eV においてははっきりとした LEED スポットを確認することができ, 表面の結晶状態は良好であると考えられる。



(a)市販 SiC ウェハ面 (b)加工面

図7 LEED 観察結果
(電子線の入射エネルギー: 65eV)

以上の結果から, 今回提案した触媒作用を援用した加工法は, SiC ウェハを平坦化でき, 結晶構造も乱さないということがわかった。

また, 加工原理を解明する実験として, 触媒や活性種の原料を変えた場合, 加工が可能であるかを調べた。触媒をポリカーボネート樹脂に変えた場合, 活性種の原料を水のみに変えた場合とも, ほとんど加工現象が起こっていなかった。このことからわかることは, 白金とフッ酸の組合せが重要であるということである。

この加工法の加工原理は, フッ化水素分子 (HF) が白金の作用によって活性になり, その活性種が SiC を加工することによるものと考えている。しかしその他の加工原理の可能性として, 水分子が白金表面上で解離吸着し, 生成した OH 基が SiC を酸化しているということも考えられる。この場合, Si は SiO_2 と酸化された後すみやかにフッ酸によって除去され, C は CO_2 による脱離により除去されるという加工原理になる。この加工原理を解明するとともに, 加工速度を向上させることが今後の課題である。

4. 結言

触媒を利用した新しい平坦化加工法を提案し, これを用いて SiC ウェハの加工を行い, 加工表面を計測した。位相シフト干渉顕微鏡による計測で, 観察領域 $64\mu\text{m}\times 48\mu\text{m}$ において P-V : 1.236nm , RMS : 0.142nm , AFM による計測で, 観察領域 $500\text{nm}\times 500\text{nm}$ において, P-V : 0.771nm , RMS : 0.095nm であることがわかった。また, LEED による観察で, シャープな LEED スポットが観察され, 表面の結晶状態が良好であることが確認された。

以上のことにより, 触媒作用を援用した化学ポリシング法が SiC の加工に対して有用であると結論できる。

参考文献

- 1) 荒井和雄・吉田貞史共編 SiC 素子の基礎と応用 オーム社 (2003)
- 2) 森勇蔵, 山内和人, 山村和也, 佐野泰久 プラズマ CVM の開発, 精密工学会誌 66 (2000) pp.1280-1285