

指 導 教 員	厨川 常元 教授
研究指導教員	
審 査 委 員 (○印は主査)	<u>○厨川 常元 教授</u> <u>1 羽根 一博 教授</u> <u>2 久保 百司 教授</u> <u>3 水谷 正義 准教授</u>

博士学位論文

窒化ガリウムウェハの
紫外線援用高効率・低ダメージ加工に関する研究

令和元年度

(令和元年7月5日提出)

東北大学大学院工学研究科
機械システムデザイン工学専攻

鷹巣 良史

Ultraviolet assisted processing of gallium nitride wafer for high efficiency and low damage.

Yoshifumi TAKASU

Abstract

Semiconductor technology is used for everything in modern society. Research on advanced semiconductors has been actively conducted in recent years in order to further improve the technologies equipped with many of these semiconductor technologies. Single crystal gallium nitride (GaN), which is a wide gap semiconductor material, has expected to be utilized for power devices with low power loss, and development of high quality and large diameter of GaN wafer has been promoted. However, the excellent properties of GaN as advanced semiconductors reversely prevent from efficient wafer manufacturing process. Chemical mechanical polishing (CMP), which is the final step in wafer production and removes the damaged layer on wafers with both chemical and mechanical actions, is a great example. Because GaN is chemically inactive with both acid and alkali, CMP of GaN takes about 330 times as long time as CMP of silicon wafers. For reducing the burden in CMP, it is essential to develop a new process method.

The objective of this research is to realize a new high efficiency and low damage GaN wafer processing method. The processing efficiency is improved by irradiating the hydrogen peroxide solution (HP) with ultraviolet (UV) light using the reaction of hydroxyl (OH) radical and GaN surface. The processing damage to the GaN wafer is reduced by the tape grinding using an elastic body. High efficiency and low damage GaN wafer processing is developed by combining the effect of surface modification and the tape grinding mechanism.

Chapter 1 describes the background of this dissertation. It includes the characteristics and applications of GaN expected as a next-generation semiconductor wafer material and a problem of minimizing the damaged layers caused by grinding processing. Thereby direction to solve the problem is focused on high efficiency and low damage grinding process.

Chapter 2 depicts the basic processing characteristics of GaN material examined with scratching tests using a Vickers indenter. The brittle-ductile fracture transition behavior was analyzed not only via observation of the surface topography but also via exposure the internal fracture state with potassium hydroxide etching to reveal the relationship between the fracture behavior and the amount of indentation. The analysis result can predict the possibility of processing in the ductile state, for which high precision processing is required in the grinding processing for the Ga surface of GaN material.

Chapter 3 illustrates the investigation revealing the mechanism of GaN wafer surface oxidation with OH radicals. The OH radicals were attempted to be generated by UV light irradiation in HP solution on the GaN surface, and the thickness of the formed oxide film was measured with a transmission electron microscope (TEM). The result illustrates that the thickness of the oxide film formed by the reaction between the GaN surface and OH radical was as less than 1 nm. The results suggested that the grinding method to achieve the repetition of the formation and removal of the oxide film would be effective for improving the processing speed.

In Chapter 4, a grinding method suggested in the previous chapter was developed. The grinding machine included an elastic wheel, grinding tape and surface oxidizing system. In the tape grinding method, abrasive tape in which abrasive grains are dispersed on a resin material is wound around an elastic wheel instead of abrasive wheel, and processing is performed by relative motion of rotation and sliding while pressed against a wafer. The deformation of the elastic wheel and the grinding tape was expected to enlarge the contact area and to avoid becoming excessive cutting depths. The mechanism of surface oxidizing is the same as the previous chapter. The OH radicals generated with the UV irradiation in the HP solution and maintaining the processing state in the ductile state. As a result, in the tape grinding method by combining UV irradiation in HP the processing speed was improved more than six times compared to the case without employing the surface oxidizing system.

Chapter 5 focuses on the development of an inspection method capable of performing nondestructively and rapidly for evaluating the amount of the damaged layer on large-sized GaN wafers. The photoluminescence (PL) was adopted to detect the damage due to the luminant principle that the light emission intensity decreases with the crystal damage. The damage depth was accurately detected with a TEM that is a destructive inspection and even can visualize crystalline structures and the correlation of the PL signal and the damage depth was then detected. From the correlation between the thickness of the damaged layer in the TEM and the PL emission, it was found that the thickness of the remaining damaged layer can be evaluated by the PL method. A macroscopic measurement method using a photomultiplier tube was then invented to evaluate the entire wafer surface rapidly and a correlation between the damaged layers and the luminescent strength was ascertained. In addition, we constructed an optical system by combining micro-and macroscopic measurements to perform the evaluation of damaged layers on a 2-inch GaN wafer. The result suggested the removal state of damaged layers can be evaluated in the nondestructive processing on the entire surface of the 2-inch wafer.

Chapter 6 introduced a processing device capable of processing to wafer by combining the tape grinding method with UV irradiation in HP. Processing experiments were performed on a 2-inch wafer using the invented processing device and a nondestructive inspection device by means of photoluminescence method. As a result, it is found that the processing efficiency can be improved even with a 2-inch wafer by this proposed method.

In Chapter 7, device verification was conducted by epitaxial growth on a GaN 2-inch wafer processed using the proposed method. As a result, it is found that the device quality equal to that of the conventional method can be obtained.

In Chapter 8, the general conclusions of this research are summarized.

窒化ガリウムウェハの 紫外線援用高効率・低ダメージ加工に関する研究

目次

第 1 章 序論	1
1.1 研究背景	1
1.2 次世代半導体について	3
1.2.1 従来の半導体ウェハ	3
1.2.2 次世代半導体ウェハの特徴	5
1.2.3 GaN 材料の特徴と期待されるアプリケーション	7
1.3 GaN ウェハに求められる要求仕様	10
1.3.1 GaN ウェハ製造プロセス	10
1.3.2 結晶成長工程	12
1.3.3 ウェハ形状形成工程	14
1.3.4 平面仕上げ加工工程	15
1.3.5 GaN ウェハ加工での課題	18
1.4 従来の硬脆性材料への高精度加工取組	19
1.4.1 近年の GaN 材料への加工技術	19
1.4.2 触媒基準エッチング法	19
1.4.3 大気圧プラズマエッチング法	19
1.4.4 紫外線援用研磨法	20
1.4.5 従来法の特徴と問題点	20
1.5 本論の目的	21
1.6 本論文の構成	21
第 2 章 GaN ウェハへの加工特性評価	25

2.1	緒言	25
2.2	実験装置および加工方法	26
2.2.1	GaN 結晶構造	26
2.2.2	実験方法	27
2.2.3	形状評価方法	30
2.3	単一ダイヤモンドでの脆性破壊領域と延性破壊領域	32
2.3.1	スクラッチ加工中の加工痕形状及び荷重の変化	32
2.3.2	水酸化カリウム (KOH) エッチングによる被加工物内部状態評価	35
2.3.3	加工痕内部形状の TEM 評価	40
2.3.4	延性状態の臨界切り込み量	42
2.4	結言	44
第 3 章 ヒドロキシルラジカル援用の効果		46
3.1	緒言	46
3.2	GaN ウェハ Ga 表面への OH ラジカルの効果検証	47
3.2.1	GaN 材料 Ga 面への援用効果の可能性	47
3.2.2	OH ラジカルの発生方法	48
3.2.3	分析方法	50
3.2.4	実験方法	52
3.2.5	実験結果	54
3.3	結言	62
第 4 章 テープ研削法の提案		64
4.1	緒言	64
4.2	弾性体を用いたテープ研削機構の提案	65
4.2.1	テープ研削機構の構成要素	65
4.2.2	切込み量に関する理論的検証	66
4.2.3	テープ研削試験条件	68
4.2.4	テープ研削試験結果	70
4.3	複合機構での検証	73
4.3.1	複合機構の構成と実験条件	73

4.3.2	実験結果	75
4.4	結言	76
第5章 GaNウェハ非破壊検査装置の開発		78
5.1	緒言	78
5.2	フォトルミネッセンス法を用いた加工変質層測定	79
5.2.1	フォトルミネッセンス原理	79
5.2.2	冷却 CCD カメラを用いたマクロ計測	81
5.2.3	検証実験	83
5.3	TEMとの相関評価	85
5.3.1	実験条件	85
5.3.2	検証結果	86
5.4	マクロ領域での測定方法提案	91
5.4.1	装置コンセプト	91
5.4.2	検証実験	94
5.5	結言	97
第6章 ウェハ対応テープ研削装置の開発		99
6.1	緒言	99
6.2	UV+HP 援用テープ研削機構装置構成	100
6.3	GaN ウェハでの加工検証	105
6.3.1	加工レート測定方法	105
6.3.2	弾性体硬度と加圧力の変化における加工レートの検証	106
6.3.2.1	加工条件	106
6.3.2.2	加工結果	107
6.3.3	砥粒サイズと加圧力の変化における加工レートの検証	114
6.3.3.1	加工条件	114
6.3.3.2	加工結果	114
6.4	結言	118
第7章 デバイス性能評価		120

7.1	緒言	120
7.2	加工変質層除去時間の検証	121
7.2.1	ラップ加工面からの加工変質層除去時間検証	121
7.2.2	測定結果	125
7.2.3	UV+HP 援用テープ研削機構加工面からの加工変質層除去時間検証	129
7.3	デバイス性能評価	132
7.3.1	発光層形成	132
7.3.2	評価結果	133
7.4	結言	135
第 8 章 結論		136
8.1	本論文で得られた結果	136
8.2	本研究の工学的意義	139
8.3	本研究の工業的意義	139
謝辞		140

第1章 序論

1.1 研究背景

社会のスマート化が進む中，半導体デバイス技術はさらなる進化を遂げている．人々の暮らしや社会をより豊かで安全なものにするため，様々な機器の，高機能化，高性能化などにおいて，半導体デバイスの進化が必要不可欠となっている．反面，現在世界の電力消費量は図 1.1 に示すように年間約 3%拡大しており^{1,1)}，地球環境問題やエネルギー資源の枯渇問題を加味すると，電力制御で大きな省エネルギーを狙えるインバータなどの電力変換・制御装置のキーコンポーネントであるパワーデバイスでの低損失化が求められている^{1,2)}．

日本の電力供給に目を向けると，2011 年 3 月の東日本大震災とそれに伴う原子力発電所の稼働停止を受けて，化石燃料（石油・石炭・天然ガス等）への依存度が高まっている．発電に用いる化石燃料の利用量を削減するために，発光ダイオード（LED）の省エネ特性が注目されており，中でも照明は国内の総電力消費量の 16%（内，家庭用 25%，業務・産業用 75%）を占めるため，省電力化の潜在力が高い．図 1.2 に示す LED 照明による省電力ポテンシャルと費用対効果の試算から，全照明の LED 化によって 61%にあたる 922 億 kWh の電力消費量が削減できる^{1,3)}．しかしそれでも総電力消費量の 7%相当を照明が消費することから，LED の更なる高効率化の実現は喫緊を要する市場課題である．

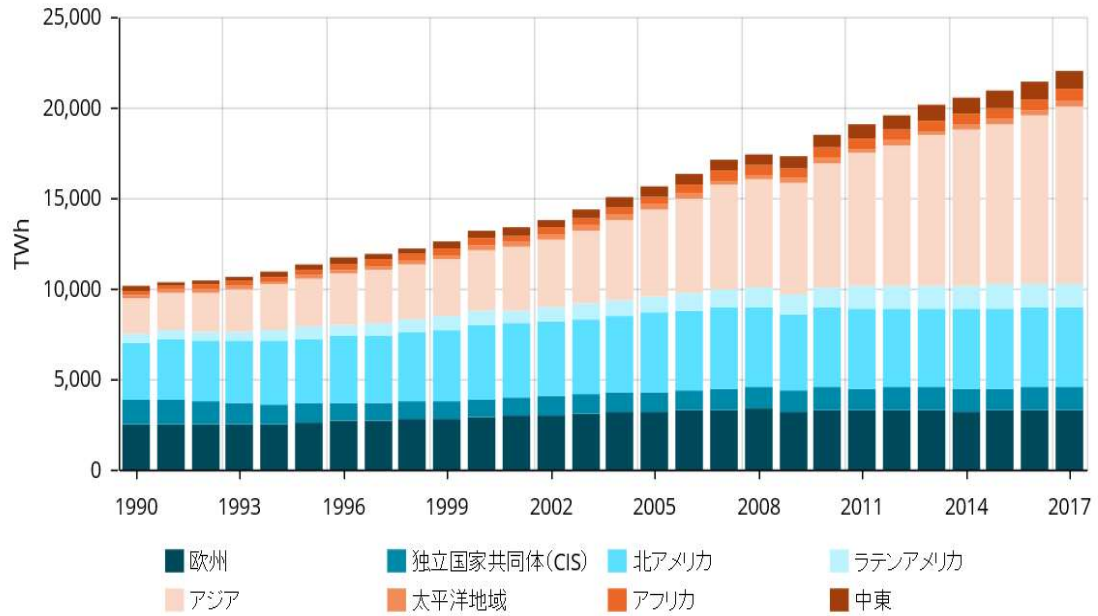


図 1.1 世界の電気使用量^{1.1)}

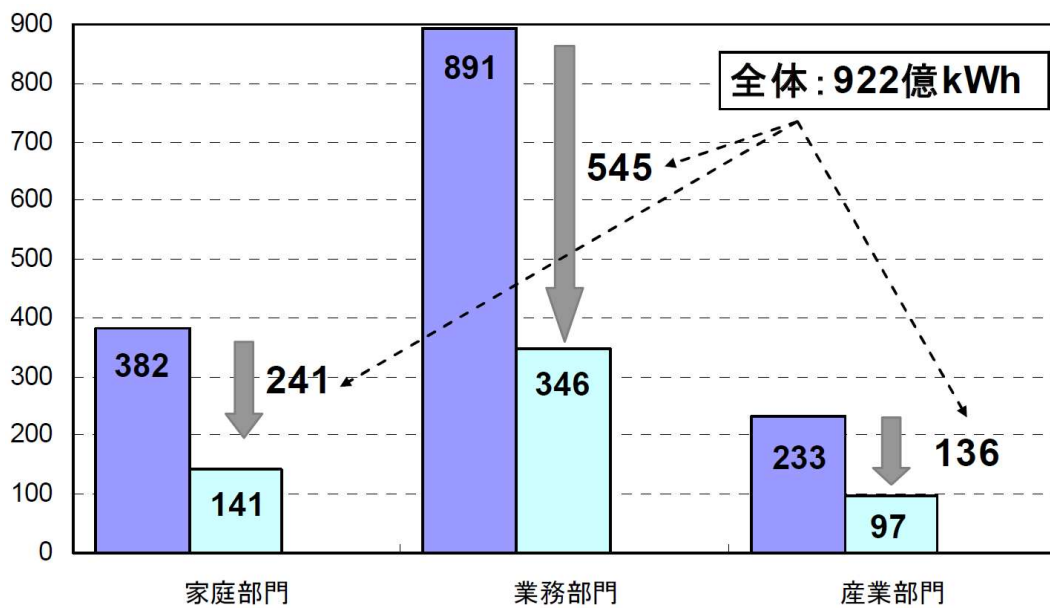


図 1.2 LED 照明による省電力ポテンシャルと費用対効果の試算^{1.3)}

1.2 次世代半導体について

1.2.1 従来の半導体ウェハ

20 世紀後半のエレクトロニクスの革命的な進歩により、社会は大きく変化した。特に集積回路 (IC) の活用により、デジタル化が推進し、PC やスマートフォンの普及、近年ではあらゆるモノをインターネットに接続する IoT (Internet of Things) に注目が集まる。その集積回路を形成する材料はシリコン (Si) 半導体が現在の主流である。高純度で無欠陥な Si バルク単結晶を比較的安価に大口径で大量生産できる技術が確立されてから、半導体デバイスのウェハとして Si ウェハが一般的に用いられるようになった^{1.4)}。しかしながら、近年 Si ウェハを用いた元素半導体では性能向上に限界も見えてきた^{1.5)}。例えばスイッチング素子として用いられるパワーデバイスの電力損失には、オン状態の電力経路に存在する電気抵抗 (オン抵抗) による導通損失と、オン状態とオフ状態の切り替え時に発生するスイッチング損失がある。低損失化には、オン抵抗の低減とスイッチングの高速化が必要である。現在主流の半導体パワーデバイスとしては Si からなる MOSFET (Metal Oxide Semiconductor Field Effect Transistor) や IGBT (Insulated Gate Bipolar Transistor) が広く用いられている。図 1.3 に Si の耐圧とオン抵抗の関係を示した簡略図を示す。オフ状態、すなわち逆バイアス状態の半導体は電子や正孔が存在しない空乏状態となり電流を遮断するが、空乏領域に絶縁破壊電界強度 E_{cr} を超える電界が印加されると、電子・正孔の雪崩現象が生じて、本来通過することの出来ない絶縁体を電子・正孔が通過することで通電する^{1.6)}。この現象を防ぐために、不純物を低濃度にドーピングした厚みのある層を耐圧維持層として挿入することによって最大電界強度を半導体材料そのものの絶縁破壊電界強度以下に抑えている。一方で、オン状態ではこの耐圧維持層が電気抵抗として作用するため、高耐圧と低オン抵抗は両立しないという課題がある^{1.7)}。このように Si デバイスは、材料物性に起因する性能限界に近付いており、高耐圧を維持した上で、今後の更なる低オン抵抗化と高速化は困難になりつつある。そこで次世代半導体デバイスの開発として Si パワーデバイスの限界を超えた低損失デバイスの実現への期待が高まっている^{1.5)}。

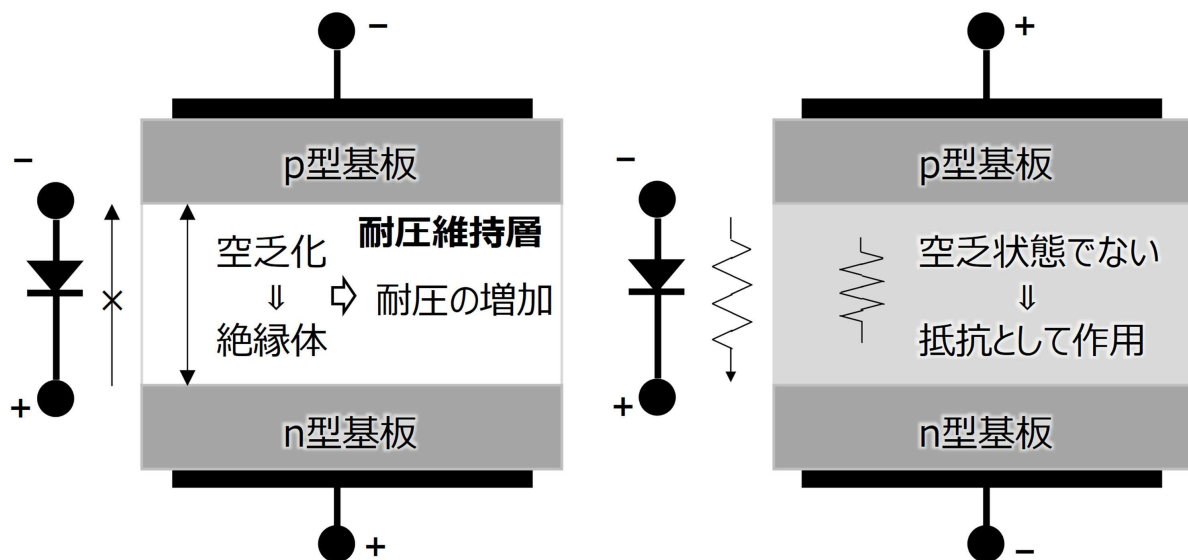


図 1.3 Si 耐圧とオン抵抗の関係^{1.5)}

1.2.2 次世代半導体の特徴

次世代半導体デバイスを構成するウェハ材料はバンドギャップが大きく、ワイドギャップ半導体とも呼ばれる。表 1.1 に半導体材料の物性値を示す。ワイドバンドギャップであると、そもそもの電子・正孔対の生成に大きなエネルギーが必要なため、Si で発生していたキャリアの雪崩現象が起こりにくい^{1.8)}。熱により電子が価電子帯から伝導帯に励起され発生するキャリアである真性キャリア濃度はバンドギャップに依存する。室温ではこの濃度は十分に低いが、温度上昇と共に増加する。半導体の導電制御はドナー、またはアクセプター形の不純物をドーピングすることにより行われる。動作温度が上昇するにしたがい、真性キャリア濃度が増加し、不純物のドーピング濃度に近くなるとデバイス動作は正常に行われなくなる。そのためバンドギャップが大きい物質、すなわち真性キャリア濃度が低い材料は、高温動作で有利である^{1.9)}。またパワーデバイスでは給電した電力の半分近くが熱として失われるため、放熱は試料の実装法、パッケージ、さらには冷却法（水冷、空冷）に影響を与える重要な課題であることから大きな熱伝導率も重要な利点である^{1.10)}。加えて、パワーデバイスにおける重要なパラメーターである絶縁破壊耐圧に関しても、窒化ガリウム（GaN）、炭化シリコン（SiC）は Si に比べ 1 桁大きい。高い電界が印加できるということは、デバイス設計を行う上で 2 つの方向にメリットがある。一つは、デバイスの寸法を固定した場合、より高い電圧が印可できるということである。もう一つは電源電圧を固定した場合、より微細なデバイスを作製出来ることである。図 1.3 にあるように構造を考えた場合、耐圧とオン抵抗（電力損失）はトレードオフの関係にある。絶縁破壊耐圧の増加により両者を同時に向上させることが出来る。図 1.4 に Si、SiC、GaN の耐圧とオン抵抗値を示す。オン抵抗の材料限界は絶縁破壊電界の 3 倍に反比例するため、GaN デバイスでは理論上 Si 限界の約 3 桁の低オン抵抗化が期待できる^{1.11)}。

デバイスの高速性について、SiC、GaN の電子移動度に関してゲルマニウム（Ge）はもとより Si にも及ばないが、電子飽和速度は高い。移動度は低電界、飽和速度は高電界におけるキャリアの動き易さを示すので、パワーデバイス等の高電界がかかるデバイスへの応用を考えると、SiC、GaN は Si を凌ぐ高周波特性の可能性はある^{1.12)}。

またパワーデバイスの性能指数であるバリガ（Baliga）指数は、GaN は Si や SiC の値を上回ることから、パワーデバイスへの応用に対して非常に高いポテンシャルをもつ材料であるといえる。

表 1.1 半導体材料の物性値^{1.13)}

	Si	SiC(4H)	GaN
絶縁破壊電界強度 E_{cr} (MV/cm)	0.3	3.0	3.3
バンドギャップ(eV)	1.1	3.3	3.4
熱伝導率(W/cm-K)	1.5	4.9	2.1
飽和電子速度(1×10^7 cm/s)	1	2	2.5
電子移動度($\text{cm}^2/\text{V}\cdot\text{s}$)	1500	1000	1200
性能指数($\epsilon \mu_0 E_{cr}^3$)	1	565	957

高電圧下のオン抵抗小(低損失)

200°C以上の高温で動作

スイッチング速度を早くできる

電流密度を高くしやすい

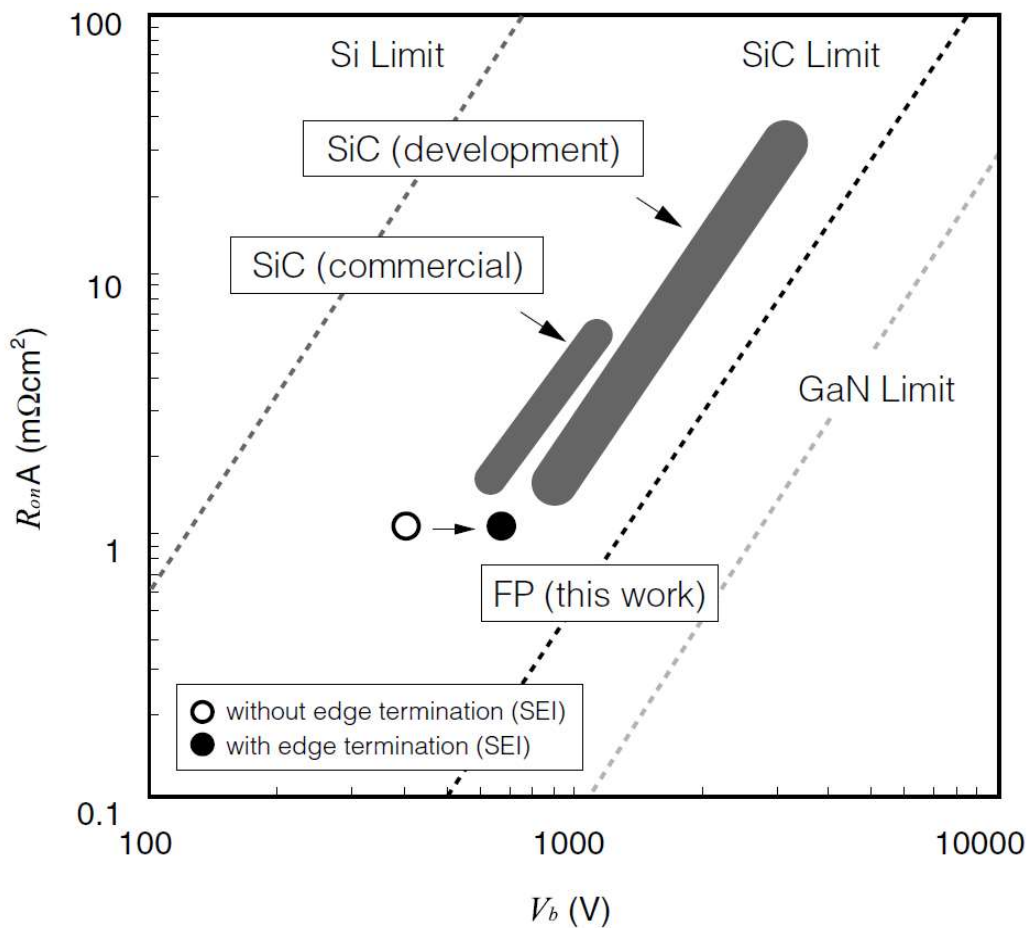


図 1.4 Si, SiC, GaN の耐圧とオン抵抗値^{1.14)}

1.2.3 GaN 材料の特徴と期待されるアプリケーション

1.2.2 で説明したように GaN 材料は、バンドギャップが 3.4 eV と大きく、

- (1) 熱伝導率が高く放熱性に優れる
- (2) 高温での動作が可能
- (3) 電子の飽和速度が速い
- (4) 絶縁破壊電圧が高い

などの特長を有しているためパワーデバイスへの応用に対して期待されている。特に GaN は飽和電子速度の高さより SiC が高パワーでの応用に期待されているのに対して、高速化での応用に期待されている。図 1.5 に GaN, SiC のパワーデバイスへの応用分野を示す。

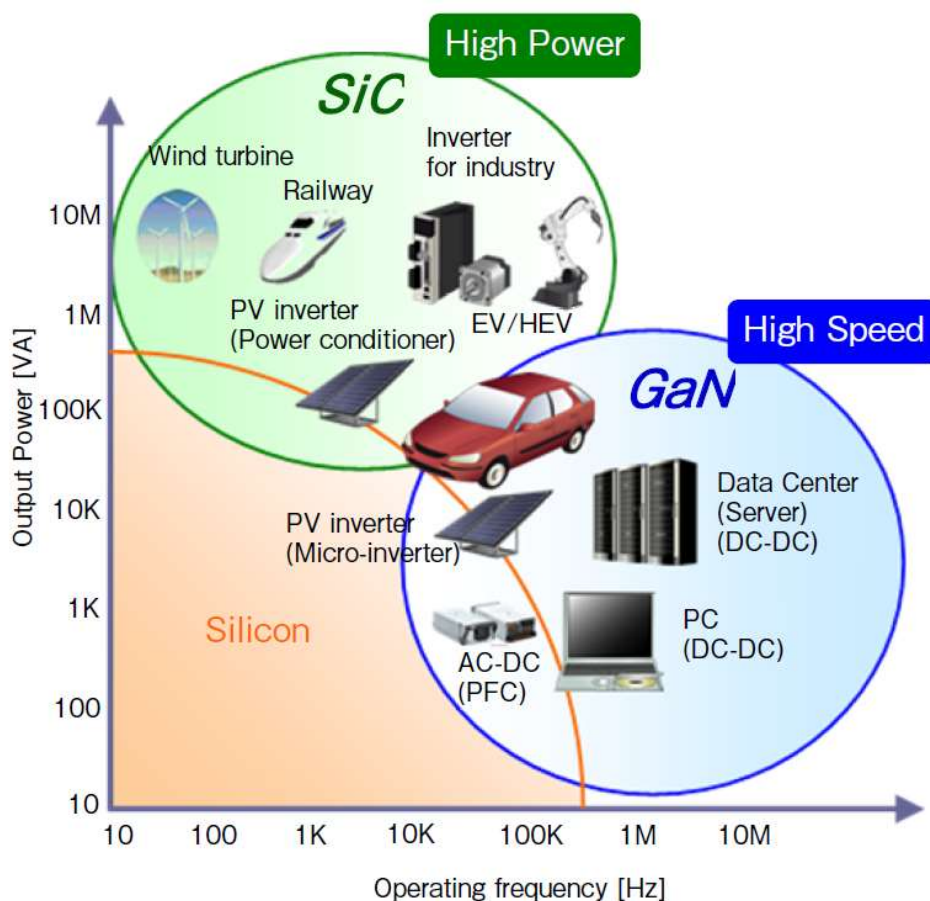


図 1.5 GaN, SiC のパワーデバイスへの応用分野^{1.15)}

また GaN は青色 LED の開発、製造に必須の材料であり、照明用白色 LED の商品化に大きく貢献している。LED の製造では現在サファイアウェハ上に GaN を成膜してデバイスを形成しているが、サファイアと GaN との格子定数が異なり格子不整合が 13.8% と非常に大きく、サファイアウェハ上に GaN を成膜した際、結晶欠陥が多く発生する。結晶欠陥の影響により LED チップに大電力を投入すると LED の発光効率が低下するドループ現象の影響可能性も報告されている^{1,16)}。そのため、ウェハとして GaN 材料を用いる GaN on GaN デバイス構造により消費電力低減、小型軽量化への期待が高まっている。図 1.6 にサファイアと GaN での結晶成長模式図を示す。

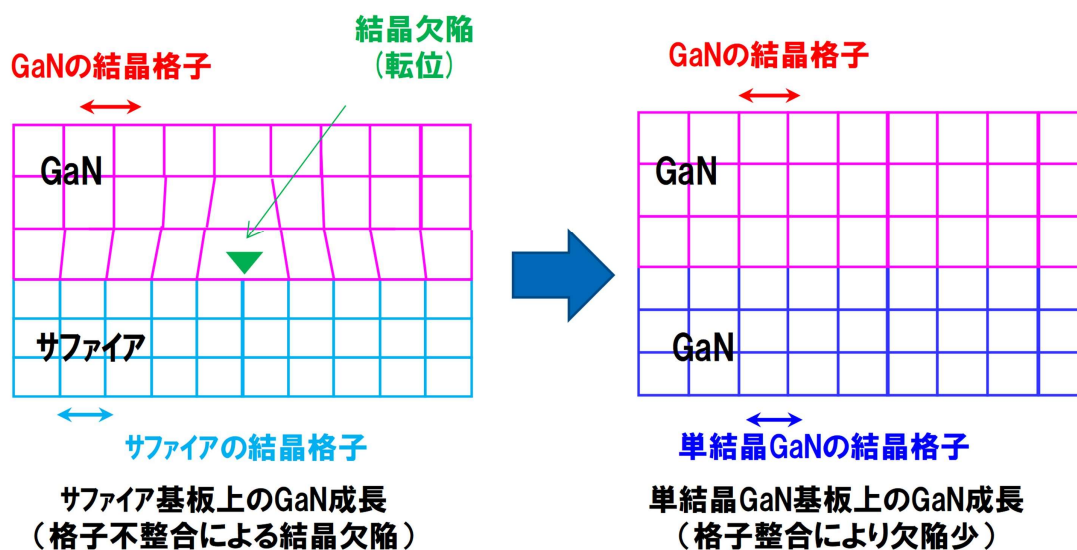


図 1.6 サファイアと GaN での結晶成長模式図

LED での GaN on GaN アプリケーションの特長は、欠陥が少ないことにより均一な発光ならびに小面積チップに対する大電流の導通が可能となるため、GaN on サファイアの LED と比較して、同一の光出力量をより小さなデバイスで得ることができる。また欠陥が少ないことのもう一つの特徴として、漏れ電流の経時変化が小さく、そのため電流、熱ストレスに強く、長寿命化が期待でき高信頼性に繋がる。さらに、同一材料のため、異種材料界面の屈折率差による反射を低減でき、放出した光を多く取り出せるため灯具のコストや大きさ、重量を削減でき省エネ化が達成できる。図 1.7 に GaN on GaN による LED の高性能化を示す。

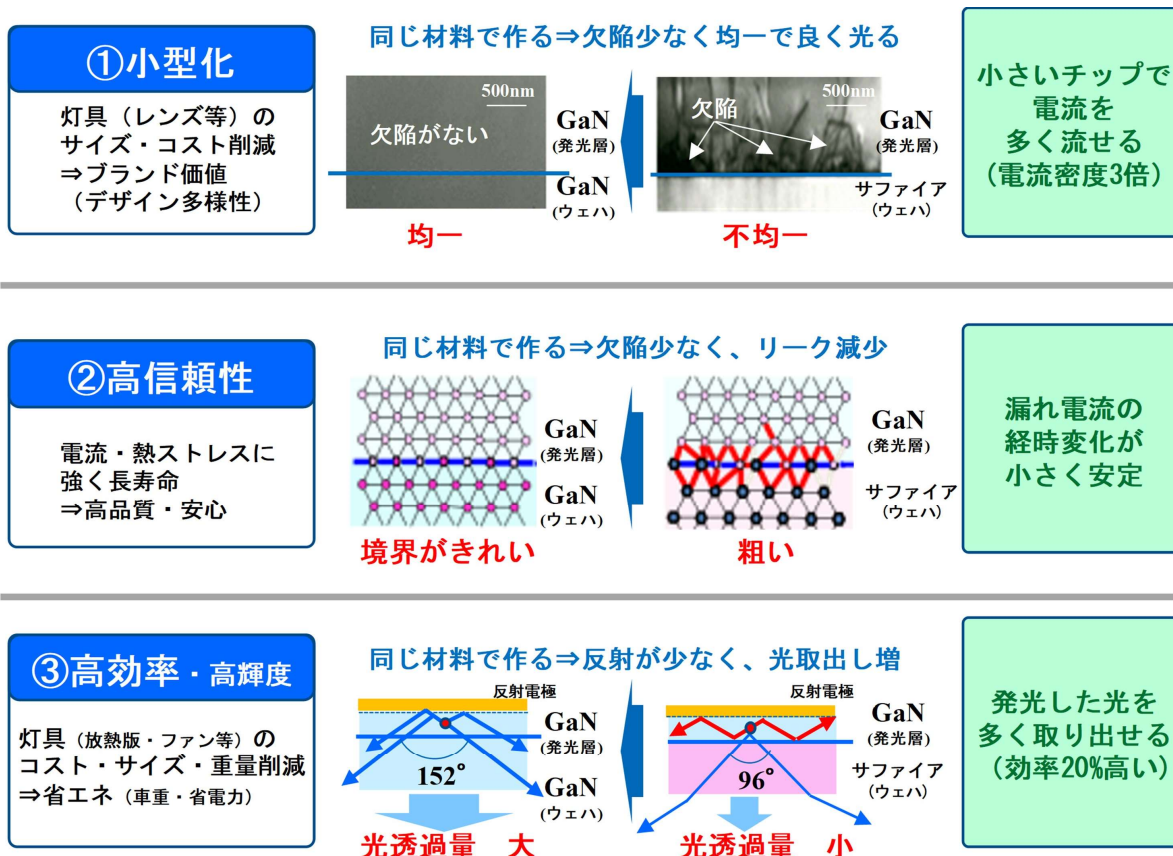


図 1.7 GaN on GaN による LED の高性能化

以上のように、GaN 材料は次世代半導体材料として、省エネルギーを実現するパワーデバイスへの応用や、小型、高信頼性、省エネルギーの LED への応用が期待されており、デバイスを構成する GaN ウェハの実現が求められている。

1.3 GaN ウェハに求められる要求仕様

1.3.1 GaN ウェハ製造プロセス

GaN ウェハ製造プロセスを図 1.8 に示す。GaN ウェハの製造は大きく GaN 結晶を成長させる結晶成長工程と成長させた結晶のウェハ形状への加工を行う形状形成工程、デバイス形成面であるウェハ表面を加工する平面仕上げ工程からなる。

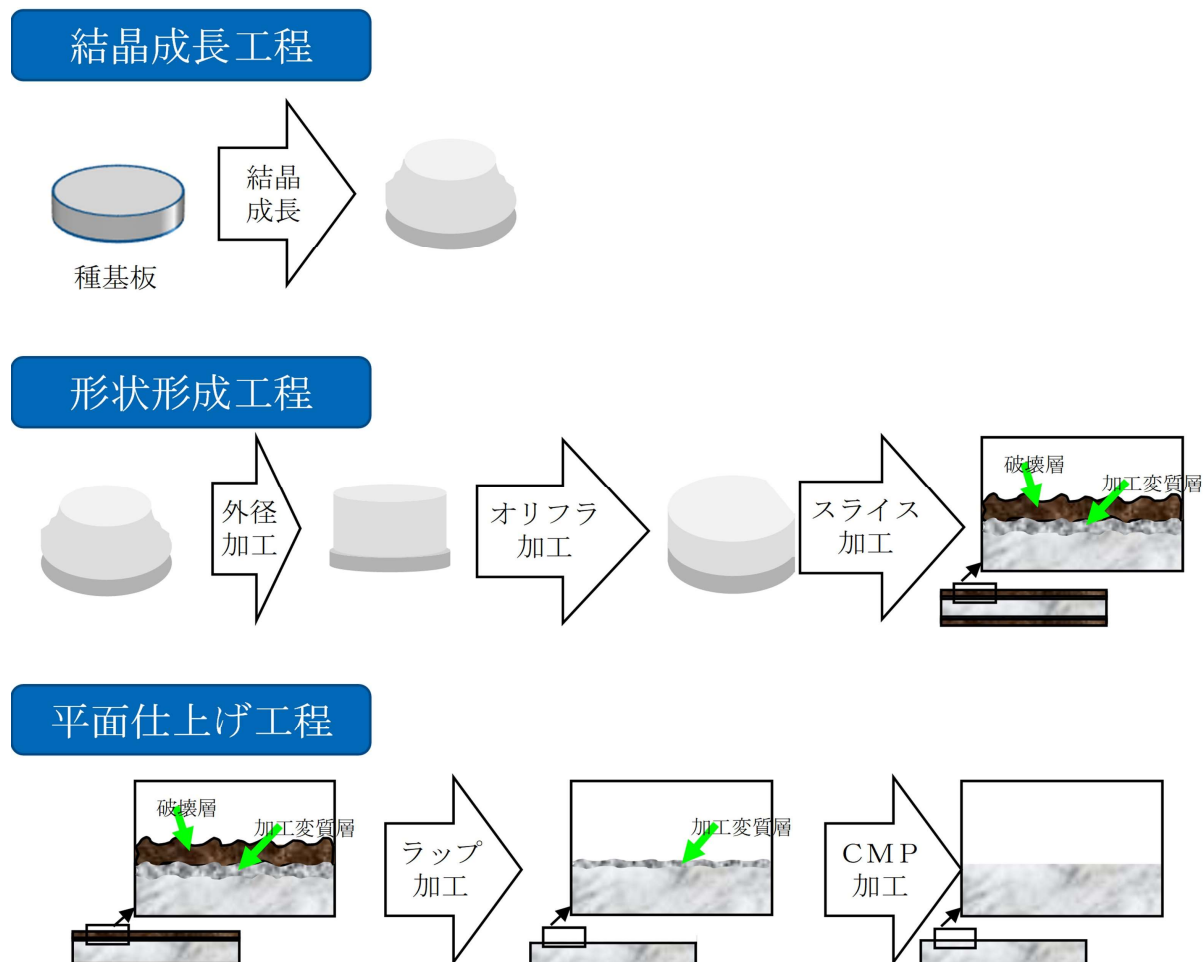


図 1.8 GaN 製造プロセス

結晶成長後の GaN 材料は最終ウェハ形状に加工される。ウェハ形状の要求仕様はデバイス形成工法に依存するが、厚み、直径などの形状仕様はある程度標準化も進んできている。表 1.2 に 4 インチウェハの要求仕様を示す。要求仕様に仕上がるようにウェハ形状形成工程と最終仕上げ平面加工工程を実施する。特にデバイス形成面である表面の表面仕上げについては、表面粗さが 1 nm Ra 以下であり原子レベルで平坦化が必要な高精度な表面形状と表面に加工変質層が存在せず、原子の乱れが生じていない状態を求められる。

表 1.2 4 インチ GaN ウェハ形状要求仕様

項目	仕様
厚み	0.33-0.40mm
直径	99.0~101.0mm
オリフラ面方位	(11-20)
オリフラ長さ	29.5~33.5mm
表面仕上げ	表:加工変質層無, Ra1nm以下 裏:梨地
反り	0.01-0.03mm以下

ウェハ表面を原子レベルで平坦化する必要性は、半導体デバイス形成工程における露光技術の微細化より導かれる。半導体デバイスはフォトマスク上に形成されたパターンをウェハ上に塗布されたレジストに、露光技術を用いて転写することで回路パターンを形成している。解像度 δ は以下の Rayleigh の式で表される。

$$\delta = k_1 \frac{\lambda}{NA} \quad (1.1)$$

ここで、 k_1 はレジスト材料のリソグラフィのプロセス性能に関する定数、 λ は光の波長、NA (Numerical aperture) は開口度である。これまで光露光装置の解像度の向上は λ を短くすること、NA を上げることによって成されてきた。1970 年代には水銀ランプの g 線 ($\lambda = 436 \text{ nm}$) を用いられたが、現在では ArF エキシマレーザ ($\lambda = 193 \text{ nm}$) が用いられている^{1.17) 1.18)}。また、NA は次式で表される。

$$NA = n \cdot \sin \theta \quad (1.2)$$

ここで、 n はレンズとウェハ間の媒質の屈折率、 θ は最大入射角である。空気の屈折率 n が 1 であるので NA が 1 を超えるレンズは設計することができなかったが、液浸露光が出現し、NA は 1 を超え、NA は年々増加している。一方で焦点深度 t は次式で表される。

$$t = k_2 \frac{\lambda}{NA^2} \quad (1.3)$$

ここで k_2 は定数である。このため、低波長と高 NA 化は焦点深度を小さくする、すなわち、微細な回路パターンを転写する際に焦点距離をウェハ全体で等しくする必要がある。そのためウェハの表面を原子レベルで平坦化することが必要となる。

1.3.2 結晶成長工程

GaN は融点が非常に高く、また窒素の平衡蒸気圧が極めて高いため、Si の製造方法で用いられる融液からのバルク結晶の引き上げは困難である。このため、GaN の製造方法としては、サファイアなどの異種ウェハ上にエピタキシャル結晶成長する手法が一般的に用いられている^{1.19)}。エピタキシャル結晶成長は、下地のウェハの結晶とある一定の結晶方位関係を持って結晶層を成長させる方法であり、下地ウェハの結晶と同じ格子定数持つ結晶を成長させる場合をホモエピタキシャル結晶成長、異なる格子定数を持つ結晶を成長させる場合をヘテロエピタキシャル成長という。GaN のエピタキシャル結晶成長法は 1000 °C 以上の成長温度が必要で、腐食性の高いアンモニアガスを原料として用いるため、化学的に安定なサファイア、ヒ化ガリウム (GaAs) または SiC ウェハが一般的に使用されている。サファイアウェハは安価で大口径化も容易であるため、ウェハとして活用しやすいが、GaN ウェハとの格子定数の不整合の割合が 18%ほどあり、熱膨張係数差も大きく、熱伝導性は SiC に比べ劣っている。GaAs ウェハは GaN との格子定数不整合の割合が 20%ほどあるが、熱膨張係数差がサファイアウェハよりも小さく、結晶成長の後の冷却時の熱応力による反りやクラックを低減できる。また高出力を要求されるアプリケーションにおいては、ウェハ上の作りつけたデバイスからの放熱を良くするために、熱伝導性が高い方が良く、ウェハを薄層化する等の工夫^{1.20)}や、熱伝導性の高い SiC ウェハを用いる。しかしながら現状では SiC ウェハは高価で、大口径化は困難である。GaN との格子不整合は SiC ウェハでも 3% といずれのウェハを用いても大きい。そのため良好な結晶を得るには低温バッファ層の存在が不可欠である^{1.21)}。GaN のエピタキシャル結晶成長法として、MOCVD (Metal-Organic Chemical Vapor Deposition)、MBE (Molecular Beam Epitaxy)、HVPE (Hydride Vapor Phase Epitaxy) 法が挙げられる^{1.22)1.23)}。MOCVD 法では、原料は窒素 (N) 用にアンモニアが、またガリウム (Ga) 用にトリメチルガリウム、トリエチルガリウムが用いられている。400–500 °C の低温でアモルファス窒化アルミニウム (AlN) または GaN 薄層 (10–20 nm) を堆積した後、成長温度まで昇温し、固相成長させる。高密度な柱状の成長核が形成され、これらを種として本成長を行う。成長の過程で結晶同士が合体を繰り返し、大きな単結晶が形成される^{1.24)1.25)}。MBE 法は、超高真空 (10^{-8} – 10^{-9} Pa) 中で目的の結晶を構成する元素あるいは元素を含む材料を加熱蒸発させ、加熱された基板結晶上に結晶を堆積させる方法で、N 原料にアンモニアや窒素ガスを、また Ga 原料に金属ガリウムを用い、成長温度は 800 °C 程度である。当初、低温バッファ層表面の極性制御が十分でなく MOCVD の方が高品質な膜形成が出来ていたが、MBE 法によって MOCVD を凌ぐ結果も報告されるようになった^{1.26)1.27)}。HVPE 法は Ga 原料と塩化水素 (HCl) ガスを反応させ塩化ガリウム (GaCl) を生成し、アンモニアと共にウェハ表面に供給し、100 °C 程度の高温で分解、成長する手法である。結晶性は MBE 法や、MOCVD 法に劣るものの、成長速度が数十 nm/min と大きいため、成長した GaN をウェハから切り離し、フリースタANDINGのバルク結晶を製造する技術として用いられている^{1.28)}。

通常、サファイアウェハを用いて MOCVD 法で成長した GaN 膜には 10^8 cm^{-2} オーダーの転位が含まれており、更なる転位の低減のために ELO (Epitaxial Lateral Overgrowth) 等の成長技術の研究もおこなわれている^{1.29) 1.30)}。

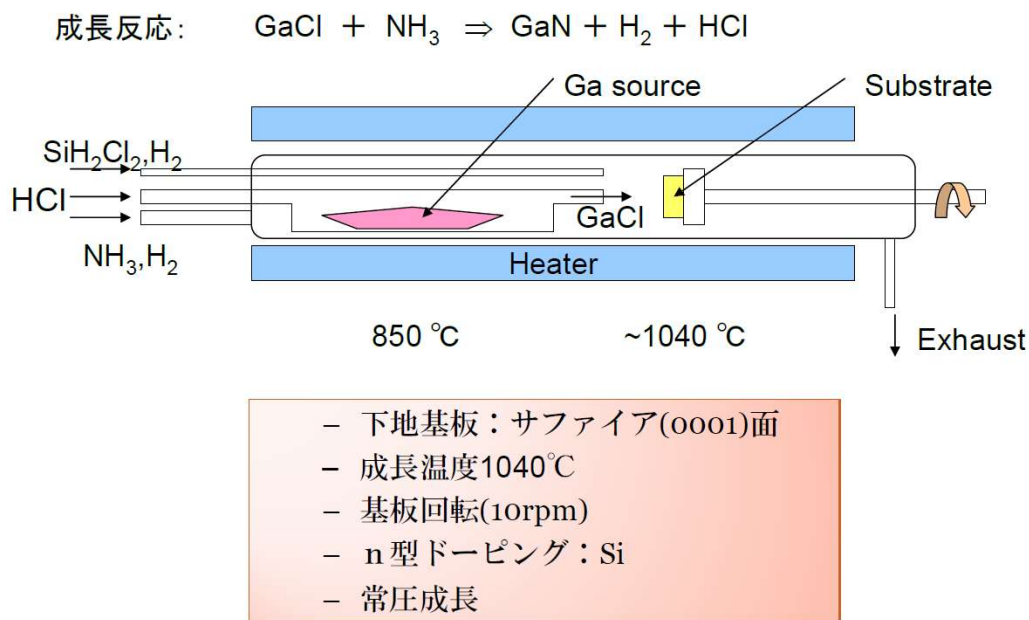


図 1.9 HVPE 法概念図

また GaN 材料の厚膜化の開発も進められており、成長初期に微小な種を形成することで GaN 結晶単体での数百 μm の成長実現が報告されている^{1.31)}。

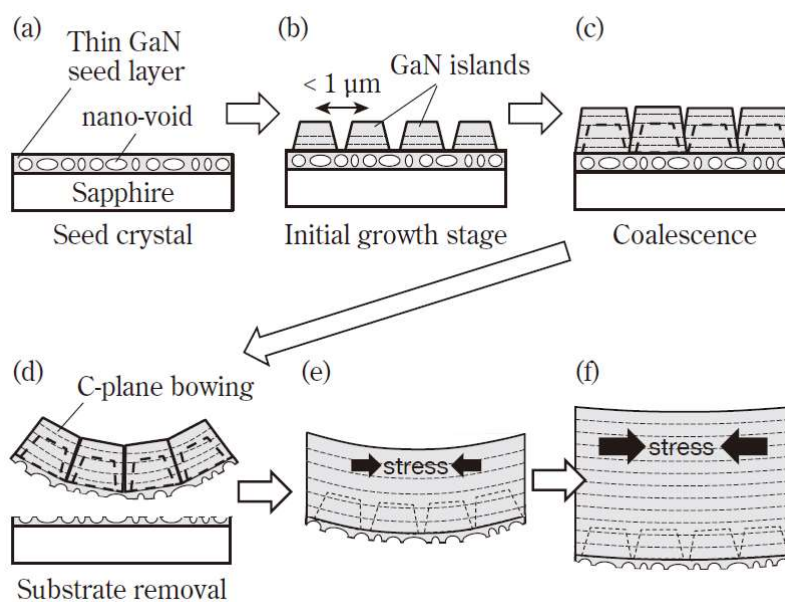


図 1.10 GaN 圧膜成長法^{1.31)}

1.3.3 ウェハ形状形成工程

半導体材料として多肢に渡る特徴を有する GaN 材料だが、加工という観点ではビッカース硬度が 1800 Hv–2000 Hv と Si の 1050 Hv と比較して硬く、かつ脆い材料であるため、難加工材として知られている。また、化学的に安定なため、酸やアルカリとの反応がほとんど起こらないことも加工を難しくする一因となっている^{1,32)}。

形状形成工程では結晶成長後の GaN 材料をウェハ形状に加工するため、素材を円柱状に加工する外形加工、結晶軸の方向を示す直線部を形成するオリフラ (Oriental Flat) 加工、GaN 材料を複数枚に切り分けるスライス加工、また表面の凹凸を除去し平坦な面を加工する平面加工が必要である。

これらの加工工程のなかで、真円度が必要な外形加工、平坦性が必要なオリフラ加工、平面加工の場合、通常被削材より硬質な材料を用いて機械的に材料を除去する。GaN 材料の場合は、GaN よりも硬質であるダイヤモンドが用いられる。加工法としては、GaN 材料の硬度が高いため、ダイヤモンドバイトを用いた切削加工ではダイヤモンドバイトの刃先が欠けてしまい、求める形状加工が出来ない。そのためダイヤモンド砥粒をバインダで固めた砥石を高速に回転させて材料を加工する研削加工が用いられる。

研削加工は微細かつ不規則な形状、分布をしている多数の砥粒切れ刃からなる微細な切削作用の集積であるため、砥粒 1 個あたりの切削断面積が非常に小さい。また高速に回転させるために切削速度に相当する砥石周速度が高く、切削では加工出来ない硬い材料を加工できるという特徴がある。また研削時の被加工物との抵抗や熱衝撃によって砥粒の粉碎や、脱落が生じ、新しい切れ刃が発生する自生作用があり、研削砥石を適度に損耗させることによって安定的に加工を行うことが出来る。このような特徴から切削では加工出来ない硬い材料の形状形成加工では研削加工法を適用するのが一般的であり、GaN 材料においても形状形成工程にて用いられる。

一方 GaN 材料に研削加工を行うと、ガラスやセラミックと同じように弾性変形領域を超えた応力により、固体材料の原子結合が切断されるために起こる脆性破壊と呼ばれる破壊現象が起こる。この破壊現象により加工面近傍の結晶は破壊され、表面粗さが悪化する。また破壊時に結晶内部への応力も発生し、応力によって結晶内部の結晶構造の乱れが発生する。この結晶構造の乱れがある層を加工変質層と呼ぶ。GaN 材料をデバイス形成用ウェハとして使用するためには、その後のデバイス形成のため、原子レベルで結晶構造の乱れが無い平坦な面が必要であり、研削加工により発生する脆性破壊面の平坦化だけでなく、内部の加工変質層の除去が必要となる。

ガラスやセラミックスの硬脆性材料の脆性破壊挙動については、多くの研究がなされており、研削加工時の条件次第では、脆性破壊挙動ではない、弾性変形領域でせん断破壊による加工が進む延性状態での加工が出来る^{133)-1.35)}。しかしながら GaN 材料については、単結晶材料として世の中に供給されたからまだ年月が経過されていないこともあり、研削加工での脆性及び延性挙動は詳しく研究されていない。

1.3.4 平面仕上げ加工工程

形状形成工程にてウェハ形状の必要寸法を加工した後、デバイス形成面の脆性破壊面の平坦化と加工変質層の除去を行い、原子レベルでの平坦面を加工する、平面仕上げ加工工程を実施する。平面仕上げ加工工程では、GaN よりも硬度が高いダイヤモンドスラリーを用いたラップ研磨加工を行い、脆性破壊による凹凸の平坦加工を行う。その後 CMP (Chemical Mechanical Polishing) 工程にて加工変質層を完全に除去し、原子レベルでの平坦化である表面粗さ 1 nm Ra 以下の高精度平面加工を実施する。図 1.11 にラップ工程の加工図を示す。また図 1.12 に CMP 工程の加工図を示す。

ラップ研磨加工では砥粒を介して一定の圧力の下に工具と被加工物を相対運動させることにより、工具形状を被加工物表面に転写する加工法である。少量のダイヤモンドスラリーを適時研磨定盤上に滴下し、加工を行う。ガラスやセラミック材料のような硬脆性材料のラップ研磨加工では、ダイヤモンドスラリーの砥粒径が大きいと、加工能率は上がるものの研削加工と同様に脆性破壊主体の凹凸面が形成されるため、平坦な面は加工しにくい。そのため、スラリーの砥粒径は小さいサイズを採用することが多いが、平坦な面を加工できる一方加工能率は低下する。GaN 材料においては 1 μm 以下のダイヤモンドスラリーを用いることで最終 3 nmRa 以下の平滑面を形成できる。ラップ加工では加工面を平滑面に加工できるという特徴があるが次の課題もある。

- ・遊離砥粒を用いた加工法であるため、加工時間が長くなる。
- ・加工時に内部に応力は発生し、加工変質層を形成する。
- ・発熱を伴う加工のため、加工状態を始終一定に保つことが困難である。

ラップ加工では加工面平坦化のために、加工能率が低い砥粒径の小さいスラリーを用いるが、一方加工時間が長くなるために、発熱による加工状態の変化を抑制しないとウェハの外周部が速く加工されてしまい端ダレの形状になるなど、加工不良が発生しやすい。そのため加工面の平滑化と加工時間のバランスを保つことが必要で、表面粗さを評価することで加工完了の条件設定をすることが多い。表面粗さだけの評価では内部加工変質層の厚みまではわからないため、経験的に内部加工変質層の厚みよりも大きい厚み除去を後工程の CMP 工程に求められ、最終的な原子レベルの平坦面の形成は CMP 工程にて実施される。

CMP 工程は、半導体工程に導入されており、Si の平坦化に主として用いられる。また最近では層間絶縁膜の平坦化や、金属と素子の間の分離など適用範囲が広がってきている。通常 CMP はスラリーとウェハ間の化学反応とスラリー内の研磨剤の機械的な作用によりウェハ表面の加工を行う工程である。Si では研磨剤と化学溶液で作られるスラリーの研究が進み、コロイダルシリカとアルカリ溶液で作られるスラリーを用いた CMP での研磨レートは 1000 nm/min と非常に高速に研磨できる。しかしながら化学的に安定な GaN 材料においては、化学反応がほとんど起こらないために、研磨レートが低い^{1,36)}。図 1.13 に Si と新規半導体材料として期待されている GaN, SiC, ダイヤモンドの硬さと化学反応性を示す。Si の CMP で一

第1章 序論

一般的に用いられるコロイダルシリカを研磨剤とした場合の GaN の加工レートは 3 nm/min と非常に遅く、前加工で残っている加工変質層の除去に時間がかかり、加工コストが高くなる。このことは GaN ウェハが世の中に普及するための一つの弊害となっている。加えて CMP ではワーク表面に傷を残さず平滑度を上げるために、比較的柔らかい研磨布を用いる。柔らかい研磨布は加圧すると変形するため、研磨量が増えるにつれて、被加工物の平坦性も損なわれ、外周部の加工量が大きくなる縁ダレと呼ばれる現象などが発生し、形状精度の劣化が大きくなる。そのため、CMP 工程での加工時間の増加は加工コスト、形状精度の両面から大きな課題となる。

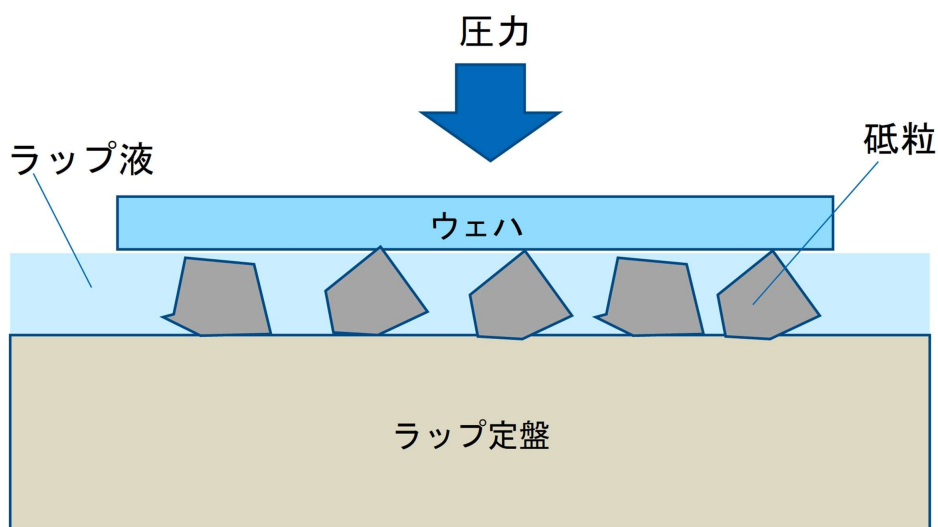


図 1.11 ラップ加工概念図

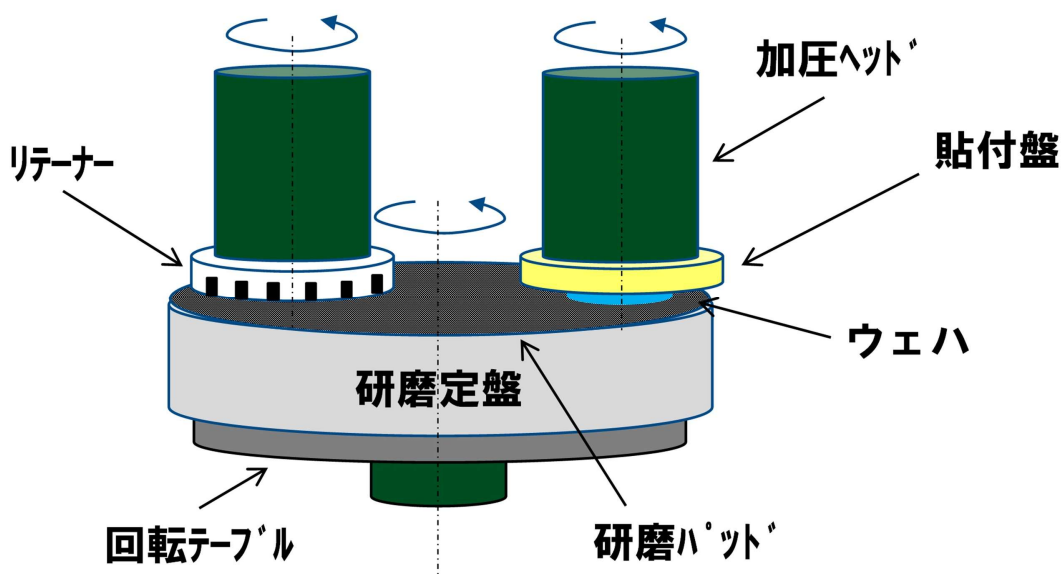


図 1.12 CMP 工程概念図

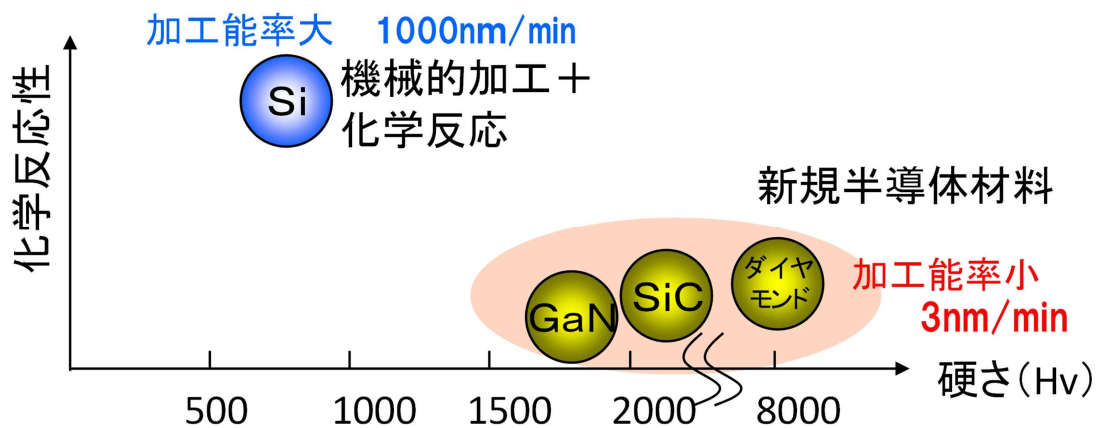


図 1.13 化学反応性とビッカース硬度

1.3.5 GaN ウェハ加工での課題

GaN ウェハ製造プロセスでは結晶成長による GaN 結晶の製造, ダイヤモンド砥粒を用いた研削・研磨加工による形状形成工程, 平面加工工程と CMP による最終仕上げ工程があるが, CMP 工程に至るまでの研削・研磨加工には多くの課題が残されている。

前述の通り, GaN は硬脆性材料であるため, 条件によっては, 加工面あるいはその内部に脆性破壊を起因とするクラックが生じる。クラックは原子配列が乱れた状態であり, ウェハ表面の原子配列に沿った成長をさせる次工程でのデバイス形成が出来ず, ウェハ表面に発生している原子配列の乱れは完全に除去する必要がある。つまりウェハ内部のクラックの深さによって平面仕上げ工程にかかる時間が左右される。ラップ加工で表面の凹凸は除去するが内在的な原子配列が乱れた層である加工変質層は残ったまま CMP 工程に引継ぐ。CMP 工程では加工変質層を全て除去する必要があるため, ウェハ内に一部だけでも加工変質層の厚い領域が出来てしまうと, 最終仕上げ工程での除去量が最大加工変質層厚みに依存することから, CMP 工程での除去量が大きくなる。GaN の CMP レートが Si と比較して約 1/330 であるため, 除去量の大きさは加工時間の増加と共に形状精度の劣化に繋がる。そのためウェハの製造の観点から, CMP 工程の前工程での研削・研磨加工において, 最大加工変質層厚みを低減し, かつ高速に加工することが極めて重要となる。

1.4 従来の硬脆性材料への高精度加工取組

1.4.1 近年の GaN 材料への加工技術

GaN の高能率化の取組では、同じ次世代半導体として期待されている SiC が、硬脆性材料で、酸やアルカリとの化学反応性の低いなど、GaN と同様にウェハ加工での高能率化の課題があり、SiC ウェハ高能率化の研究展開もみられる。GaN の高能率化の取組として、最終仕上げ工程での加工変質層の除去速度向上と高平坦化を課題とし、酸やアルカリとの化学反応性の低さから酸やアルカリよりも反応活性の高いラジカルとの反応に着目した研究が多い。以下に近年の GaN 材料への加工技術及び研究についてまとめる。

1.4.2 触媒基準エッチング法

山内らは、CMP 後のウェハ表面に残存する研磨痕や加工変質層に着目し、デバイス用ウェハとしての平滑な表面を得るために、過酸化水素中に鉄表面上で生成される OH ラジカルを利用した SiC ウェハ表面研磨法を提案し、GaN 材料への適用を検討した^{1.37)}。加工原理としては鉄触媒表面上で過酸化水素水を活性化させることにより、表面近傍で活性な OH ラジカル反応種を生成するフェントン反応を利用している。式(1.4)にフェントン反応式を示す^{1.38)}。



大気中で鉄触媒だけでは加工痕が確認されなかったが、過酸化水素水環境化では加工痕が確認され純水環境化の 4 倍の除去体積が確認出来ており、OH ラジカルを用いることにより化学的な作用を GaN 加工に取り入れることが有効であると提案している。

1.4.3 大気圧プラズマエッチング法

土肥らは、大気圧プラズマと CMP 法を融合した Plasma Chemical Vaporization Machining (P-CVM) 法を提案し、ヘリウム (He) ガス、酸素 (O₂) ガス、アルゴン (Ar) ガスを用いて酸素プラズマを発生させ GaN ウェハ表面の酸化物形成による高能率化に取り組んでいる。CMP 法だけと比較して提案工法では 3 倍弱の加工レート向上が確認出来ており^{1.39)}、酸素プラズマの活性種により加工レート向上が有効であることがわかる。

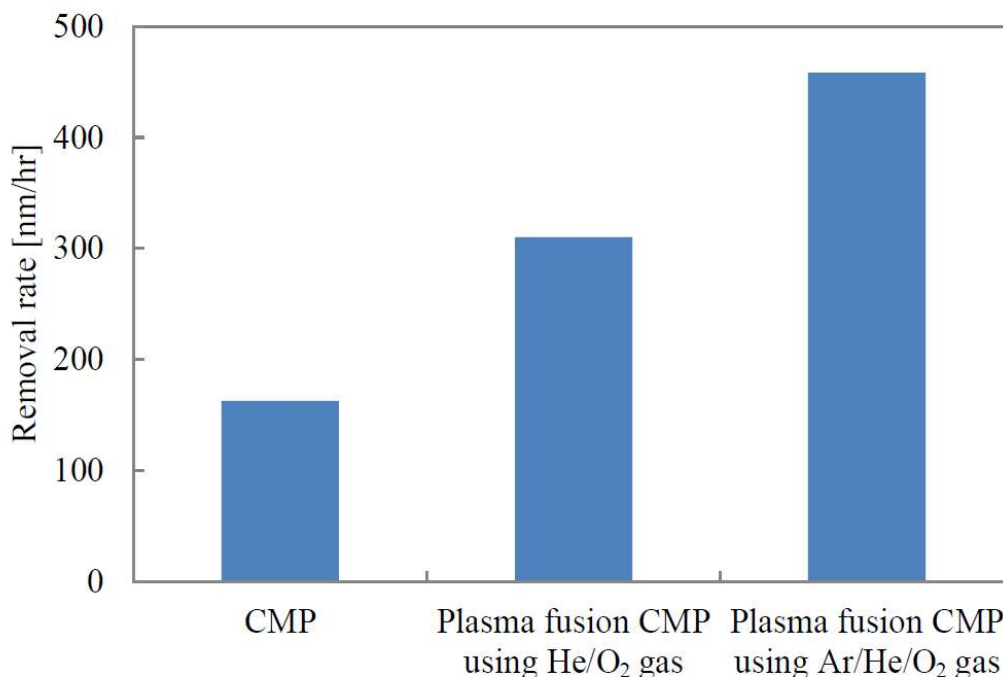


図 1.14 Processing characteristics of GaN substrate with CMP and plasma fusion CMP using He/O₂ gas and Ar/He/O₂ gas.^{1.39)}

1.4.4 紫外線援用研磨法

坂本ら^{1.40)}は、SiC ウェハに紫外線を照射し照射部の表層を活性化させ、空気中の水分と反応することで OH ラジカルの発生と OH ラジカルと表層との反応により酸化膜が生成されることを確認した。また、その厚みは照射時間によって増加し、飽和した。さらに、大口径 SiC ウェハに対応した紫外線アシスト研磨装置と管状合成石英工具を開発し、ウェハ全面において良好な平滑研磨面を得た。伊東ら^{1.41)}は、紫外光と光透過型研磨布、強アルカリ機能水の効果を複合させることによる研磨加工を検討し、紫外線援用が無い時の加工レート 2.3 nm/h に対して、紫外線照射により 43.0 nm/h へ加工レートが向上したことを示した。

1.4.5 従来法の特徴と問題点

上述のように、GaN ウェハの高効率化について、OH ラジカルを用いた化学反応性の付与の有用性を示している報告が多くある。しかしながら多くの報告は最終工程の CMP での高効率化に着目されており、研削加工でのウェハに発生するダメージの低減と高効率化の報告事例はほとんど存在しない。ウェハ製造プロセスとして形状形成工程は欠かすことが出来ない工程であり、研削加工工程での加工仕上がりは、平面加工工程での除去量に大きく影響する。

1.5 本論文の目的

次世代半導体として注目されている GaN はバンドギャップが大きく、また 絶縁破壊電圧が大きい等、従来の半導体ウェハ材料である Si よりも優れた物性値を示す。しかし、GaN 材料は 酸やアルカリの化学反応性が低く、また、硬脆性材料であるため形状形成工程での加工状態によって平面仕上げ工程での除去量が大きくなる。特に化学的に不活性であるため、CMP 加工に膨大な時間がかかってしまい、生産性を著しく害しているという課題がある。そこで、本研究では研削加工において脆性破壊を生じさせない加工方法と、OH ラジカルとの化学作用を援用し、ウェハ 表層を軟質な酸化膜に改質することによって加工レートの向上を両立するウェハ対応可能な高精度高能率新規工法の実現を目的とする。

1.6 本論文の構成

本論文は 8 章から構成されている。

第 1 章は序論である。本論文の研究の背景として次世代半導体ウェハ材料として期待されている GaN の特性とアプリケーションを述べ、現状のウェハ製造プロセスにおいて課題が存在していることを示し、課題解決の方向として、研削工法の高能率高精度化に着目したことを述べた。

第 2 章では GaN 材料 Ga 面の基本加工特性について、研削砥粒 1 つでの挙動を模擬的に評価できるビッカース圧子を用いたスクラッチ試験により考察を行った。GaN 材料の脆性-延性破壊挙動について表面形状の分析だけでなく、ウェットエッチングによる内部破壊状態の分析を実施することにより、GaN 材料における砥粒押し込み量による脆性-延性破壊挙動を明らかにした。その結果から GaN 材料 Ga 面への研削加工において高精度加工である延性状態での加工可能性を予見することを述べた。

第 3 章では GaN 材料 Ga 面への OH ラジカル援用によるウェハ表面改質のメカニズムを考察するために、過酸化水素水中での紫外線照射による OH ラジカルの発生に着目し、酸化膜生成厚さを分析した。分析した結果、酸化膜厚みが非常に小さいことより、酸化膜生成と除去を繰り返す研削工法が加工速度向上において有効であることを予見することを述べた。

第 4 章では過酸化水素水中での紫外線照射による OH ラジカル発生による酸化膜の生成と延性状態での加工状態を維持し、酸化膜の生成と除去を繰り返すことが出来る研削工法として弾性体を用いたテープ研削加工方法を提案し、低ダメージ加工の検討を実施した。テープ研削加工方法は砥石の代わりに樹脂素材上に砥粒を分散させたテープ（研削テープ）を弾性ホイールに巻きつけ、ウェハに押し付けた状態で回転および摺動の相対運動により加工を行う。結果としてテープ研削工法において、延性状態にて加工できることの実証と過酸化水素水中での紫外線援用効果と複合することにより、援用効果が無い場合と比較し 6 倍以上の加工

速度向上を行えることが判明したことを述べた。

第5章では GaN 加工変質層を非破壊で検査できる方法としてフォトルミネッセンス (PL) 法に着目し、冷却 CCD カメラを用いたマイクロ測定法を考案した。加工変質層を有する GaN ウェハを用いて破壊検査である透過電子顕微鏡 (TEM) との相関検証を実施し、TEM での加工変質層厚みと PL 発光量の関係性より、PL 法にて残存加工変質層厚みを評価できることが判明した。またウェハ全面を高速に評価する方法として光電子増倍管を用いたマクロ計測法を考案し、CMP 加工による加工変質層減少量と発光量の相関が観察できた。またマイクロ測定、マクロ測定を組み合わせた光学系を構築し、加工変質層評価を実施した。結果として非破壊にて加工変質層の除去状態を評価できることが判明したことを述べた。

第6章では過酸化水素中での紫外線援用効果とテープ研削法を複合した機構をウェハサイズの加工へ展開が出来る加工装置を考案した。考案した加工装置により2インチ GaN ウェハの Ga 面に対して加工実験を実施した。結果本提案工法によって2インチウェハにおいても加工能率の向上ができることが判明したことを述べた。

第7章では本提案工法によって加工した2インチ GaN ウェハ Ga 面へのエピタキシャル成長法による LED デバイス検証を実施した。結果として、従来工法と同等のデバイス品質を得られることが判明したことを述べた。

第8章は結論である。本論文によって得られた結果についてまとめた。

参考文献

- 1.1) グローバルエネルギー統計イヤーブック 2018, ホームページ
<https://yearbook.enerdata.jp/electricity/electricity-domestic-consumption-data.html>, (2019年5月3日アクセス)
- 1.2) 低消費電力・高効率化の実現に向け量産化の動きが本格化している次世代パワー半導体の世界市場を調査 富士経済 Marketing Research & Consulting Group ホームページ
<https://www.fuji-keizai.co.jp/market/18023.html> (2019年5月3日アクセス)
- 1.3) 末広 茂, 柴田 善朗, LED 照明による省電力ポテンシャルと費用対効果の試算, ホームページ <https://eneken.ieej.or.jp/data/3891.pdf> (2019年5月3日アクセス)
- 1.4) JEITA 半導体部会, 半導体の歴史, ホームページ <http://semicon.jeita.or.jp/history/> (2019年4月16日アクセス)
- 1.5) 須田淳, Si を超える SiC と GaN の性能, なぜパワー素子に向くのか 日経エレクトロニクス, No.1103, (2013), 90-95.
- 1.6) 白藤 純嗣, 犬石 嘉雄, 半導体における電子なだれ現象, 応用物理, 39, 6 (1970), 508.
- 1.7) 八尾 勉, SiC パワー-デバイスの可能性 (特集 高耐圧パワー-デバイス・モジュールの新展開), OHM, 84, (1997), 43-47.
- 1.8) 大野 泰夫, 菽 金平, デバイスの微細化限界と窒化ガリウムトランジスタ, 電子情報通信学会技術研究報告. LQE, レーザ・量子エレクトロニクス, 102, 118 (2002), 69-72
- 1.9) 塩島 謙次, ワイドギャップ半導体材料の特徴-電子デバイス開発の観点から, 電気学会論

- 文誌 C (電子・情報・システム部門誌), 122, 1 (2002), 6-9
- 1.10) 池田 良成, 吉原 克彦, パワーモジュールの熱設計, 富士時報, 74, 6 (2001), 370-373
- 1.11) 寺島 知秀, ワイドバンドギャップ半導体によるパワーデバイスの性能改善と課題, 材料, 64, 9 (2015), 701-706.
- 1.12) 山口 浩, 次世代パワーエレクトロニクスの研究動向, 電気学会論文誌 B (電力・エネルギー部門誌), 132, 3 (2012), 209-212.
- 1.13) H.Ueda et al, GaN - Based Power Devices, Panasonic Technical journal, 55, 2 (2009), 21-25.
- 1.14) 堀井 拓, 宮崎 富仁, 斎藤 雄, 橋本 信, 田辺 達也, 木山 誠, GaN 基板上縦型 SBD の FP 構造による高耐圧化, SEI テクニカルレビュー, 174, (2009), 77-85
- 1.15) 上田 哲三ほか, 車載応用に向けての次世代パワーデバイス-GaN, SiC, Panasonic Technical Journal, 61, 1 (2015), 67-71.
- 1.16) 勝野 弘ほか, 快適な LED 照明空間を演出する高出力近紫外光 LED, 東芝レビュー, 66, 7 (2011), 42-45.
- 1.17) 東木 達彦 ほか, 半導体リソグラフィ技術の動向と東芝の取組み, 東芝レビュー, 67, 4 (2012), 26.
- 1.18) 菅井 和己, 最先端 Si 半導体デバイスにおける CMP プロセス, 精密工学会誌, 78, 11 (2012), 928-931.
- 1.19) S. Nakamura, GaN Growth Using GaN Buffer Layer, Jpn. J. Appl. Phys., 30, 10A (1991), 1705-1707.
- 1.20) Y. Ando et al, A 110-W AlGaIn/GaN heterojunction FET on thinned sapphire substrate, IEDM Tech Dig., (2001), 381-384.
- 1.21) 平松 和政, 天野 浩, 小出 典克, 赤崎 勇, MOVPE 法によるサファイヤ基板上への GaN 結晶成長におけるバッファ層の効果, 日本結晶成長学会誌, 15, 3 (1998), 334-342.
- 1.22) 角谷 正友, 福家 俊郎, MOCVD 六方晶 GaN 薄膜成長と極性構造, 応用物理, 70, 2 (2001), 178-182.
- 1.23) 坊山 晋也 ほか, 加圧 HVPE 法による高品質 GaN 結晶成長, 電子情報通信学会技術研究報告. LQE, レーザ・量子エレクトロニクス, 102, 117 (2002), 41-44.
- 1.24) I. Akasaki et al, Effects of AlN buffer layer on crystallographic structure and on electrical and optical properties of GaN and Ga_{1-x}Al_xN (0 < x ≤ 0.4) films grown on sapphire substrate by MOVPE, J. Crystal Growth, 98, 1-2 (1989), 209-219.
- 1.25) K. Hiramatsu, S. Itoh, H. Amano, I. Akasaki, N. Kuwano, T. Shiraishi, K. Oki, Growth mechanism of GaN grown on sapphire with AlN buffer layer by MOVPE, Journal of Crystal Growth, 115, 1-4 (1991), 628-633.
- 1.26) B Heying et al, Control of GaN surface morphologies using plasma-assisted molecular beam epitaxy, Journal of Applied Physics, 88, 4 (2000), 1855-1860.
- 1.27) J. W. P. Hsu et al, Direct imaging of reverse-bias leakage through pure screw dislocations in GaN films grown by molecular beam epitaxy on GaN templates, Appl. Phys. Lett. 81, 1 (2002), 79-81.
- 1.28) K. Fujito et al, Bulk GaN crystals grown by HVPE, Journal of Crystal Growth, 311, 10 (2009), 3011-3014.

- 1.29) Y. Ujiie et al, Epitaxial Lateral Overgrowth of GaAs on a Si Substrate, *Jpn. J. Appl. Phys.*, 28 (1989), 337-339.
- 1.30) 碓井 彰 ほか, ハイドライド気相成長法による高品質 GaN 結晶の育成, *日本真空学会誌*, 54, 6 (2011), 369-375
- 1.31) 藤倉 序章 ほか, GaN 単結晶基板の開発, *住友化学 技術誌*, (2018), 38-47.
- 1.32) D.Zhuang et al, Wet etching of GaN, AlN, and SiC, a review, *Materials Science and Engineering, R: Reports* 48.1 (2005), 1-46.
- 1.33) 吉田 武司, 庄司 克雄, 厨川 常元, 単粒研削におけるセラミックスの延性・脆性遷移挙動の評価, *砥粒加工学会誌*, 42, 10 (1998), 430-435.
- 1.34) 吉田 武司, 庄司 克雄, 厨川 常元, セラミックスの研削溝生成に及ぼす延性・ぜい性挙動の影響, *日本機械学会論文集 C 編*, 65, 635 (1999), 2940-2945
- 1.35) 江田 弘 ほか, ガラス引っかけ過程の延性発現の検証, *精密工学会誌*, 64, 4 (1998), 613-618.
- 1.36) 玉井 一誠 ほか, Si, サファイヤ SiC GaN の研磨とそのメカニズム, (独) 日本学術振興会「結晶加工と評価技術」第 127 回研究会 (.2011)
- 1.37) J. Murata, A. Kubota, K. Yagi, Y. Sano, H. Hara, K. Arima, T. Okamoto and K. Yamauchi, Chemical planarization of GaN using hydroxyl radicals generated on a catalyst plate in H₂O₂, *Journal of Crystal Growth.*, 310, 7 (2008).
- 1.38) 西田 雄三, Fenton 反応とヒドロキシラジカル, *The Chemical Times*, 236 (2015), 8-16.
- 1.39) TK. Doi, Y. Sano, S. Kurokawa, H. Aida, O. Ohnishi, M. Uneda, K. Ohyama, Novel Chemical Mechanical Polishing / Plasma-Chemical Vaporization Machining (CMP/P-CVM) Combined Processing of Hard-to-Process Crystals Based on Innovative Concepts, *Sensors and Materials.*, 26, 6 (2004), 403.
- 1.40) 坂本 武司, 久保田 章亀, 峠 睦筆, 2 インチ SiC 基板の紫外光支援加工研磨に関する研究, *砥粒加工学会誌*, 57, 8 (2013), 524-529.
- 1.41) 伊東 利洋 ほか, GaN 研磨加工高能率化の研究, *精密工学会学術講演会講演論文集*, 2017 年度精密工学会秋季大会, A14.

第2章 GaN ウェハへの加工特性評価

2.1 緒言

本章では GaN ウェハのデバイス形成面として用いられる Ga 面の基本加工特性を評価する。GaN ウェハは劈開面を持つ結晶構造からなり、硬脆性材料であるため、条件によっては、加工面あるいはその内部に脆性破壊を起因とするクラックや転位などの欠陥が生じる。ウェハの製造の観点から、研削加工工程におけるクラック発生機構を解明することは極めて重要となる。その一方で、これまで GaN 材料に対しての研削加工メカニズムは Si^{2.1)-2.3)}や GaAs^{2.4)-2.7)}と比較すると研究成果が少なく、クラック発生機構に関して詳細な研究は行われていないのが現状である。そこで本章では、GaN の研削加工時におけるクラック発生機構を明らかにすることを目的とした。

2.2 実験装置および加工方法

2.2.1 GaN 結晶構造

図 2.1 に GaN の結晶構造を示す。GaN は通常ウルツ鉱型結晶構造を取り、GaN ウェハとしては極性面である Ga 面（(0001) 面）をエピタキシャル成長面に使用することが多い^{2.8)-2.10)}ことから、本研究では Ga 面に対する延性-脆性破壊挙動について解明することにした。Ga 面では面に対して垂直方向に劈開面を有しており、劈開方向は[100], [110], [010]方向にある。そのため、劈開面が面に対して平行方向にある場合と比較して、クラックは長くなる傾向となるので、クラックの除去工程の長時間化が問題となる。

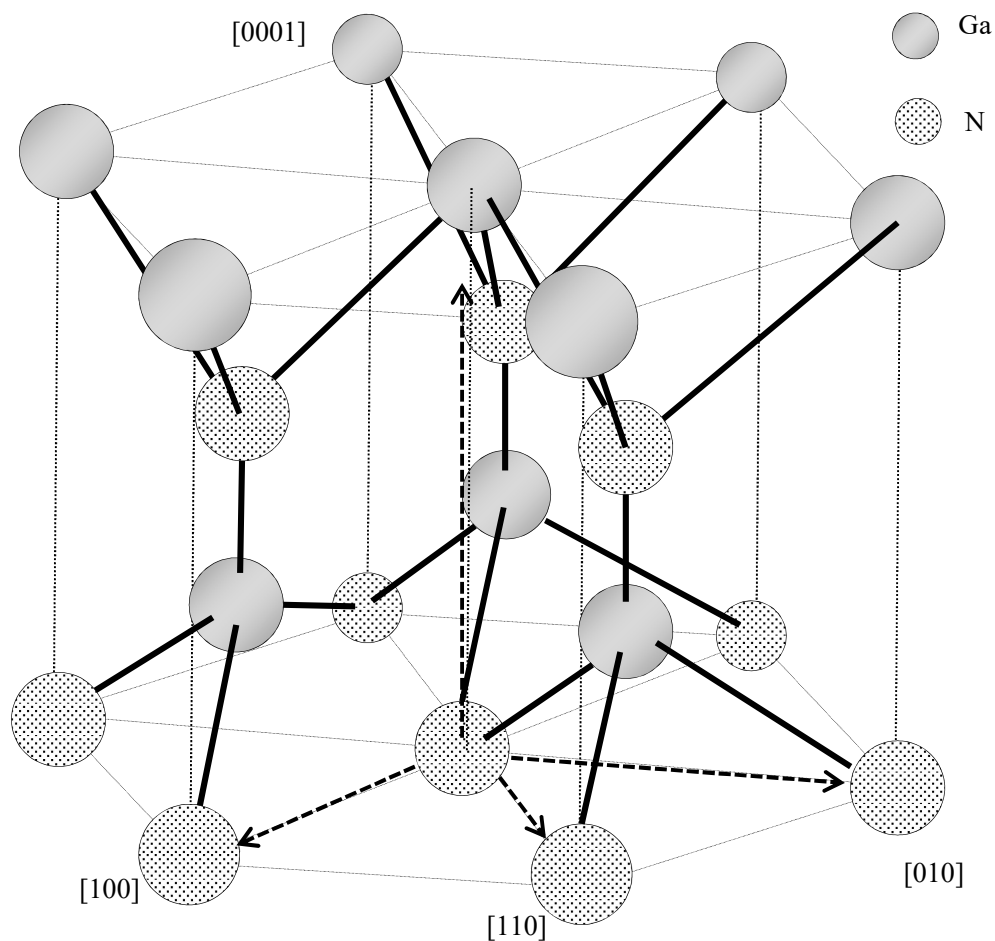


図 2.1 GaN 結晶構造

2.2.2 実験方法

GaN 素材の延性-脆性破壊挙動の評価法として、ビッカース圧子を用いたスクラッチ試験法を実施した。図 2.2 に実験装置構成、図 2.3 にスクラッチ試験モデルを示す。実験装置として、XYZ 直進駆動 3 軸（割出分解能 1 nm）と工具回転軸、ワーク回転軸を有する 5 軸制御超高精度加工装置（ナガセインテグレックス社製 MIC-300）を用いた。被削材の GaN ウェハは Ga 面を加工面とし、加工機 Y 軸方向（水平駆動方向）が劈開方向となるように加工機 B 軸を用いてセッティングを実施した。加工時の加工抵抗は B 軸上に設置した動力計

（Kistler 社製）を用い、GaN ウェハ試験片は熱可塑性ワックスにより動力計の上に固定した。GaN ウェハにはコロイダルシリカスラリーによる CMP 加工済みのものを用いており、表面粗さが 10 μm 範囲で 0.5 nm Ra 以下、無加工変質層であることを、それぞれ原子間力顕微鏡（AFM）およびカソードルミネッセンス（CL）測定装置で確認している。工具にはダイヤモンド砥粒を用いた研削加工の加工状態を想定し、負角で加工できる対面角 136 度のビッカース圧子を用いた。圧子の向きは図 2.3 に示すように四角錐の底面の対角線が切削方向に一致するよう設定し、前方 2 面がすくい面、後方 2 面が逃げ面となるようにした。

このようなセッティングのもと、スクラッチ試験では、ビッカース圧子の GaN ウェハ試験片への切込み量を微小領域から少しずつ増加できるように、ビッカース圧子を Y 軸、Z 軸で駆動し、水平方向 2.7 mm の距離を垂直方向 3 μm の総切込み量となるように加工プログラムを作成した。これにより切込み量を微量から徐々に大きくした際の GaN ウェハの延性加工から脆性加工への加工状態変化を把握する。実際のスクラッチ試験では、ウェハに接触する点から離れた状態でダイヤモンド圧子の駆動を開始することで、ダイヤモンド圧子と GaN ウェハとの接触点の誤差を無視してダイヤモンド圧子が GaN ウェハと接触開始する箇所が生じるように実験を行っている。実験条件の詳細を表 2.1 にまとめる。

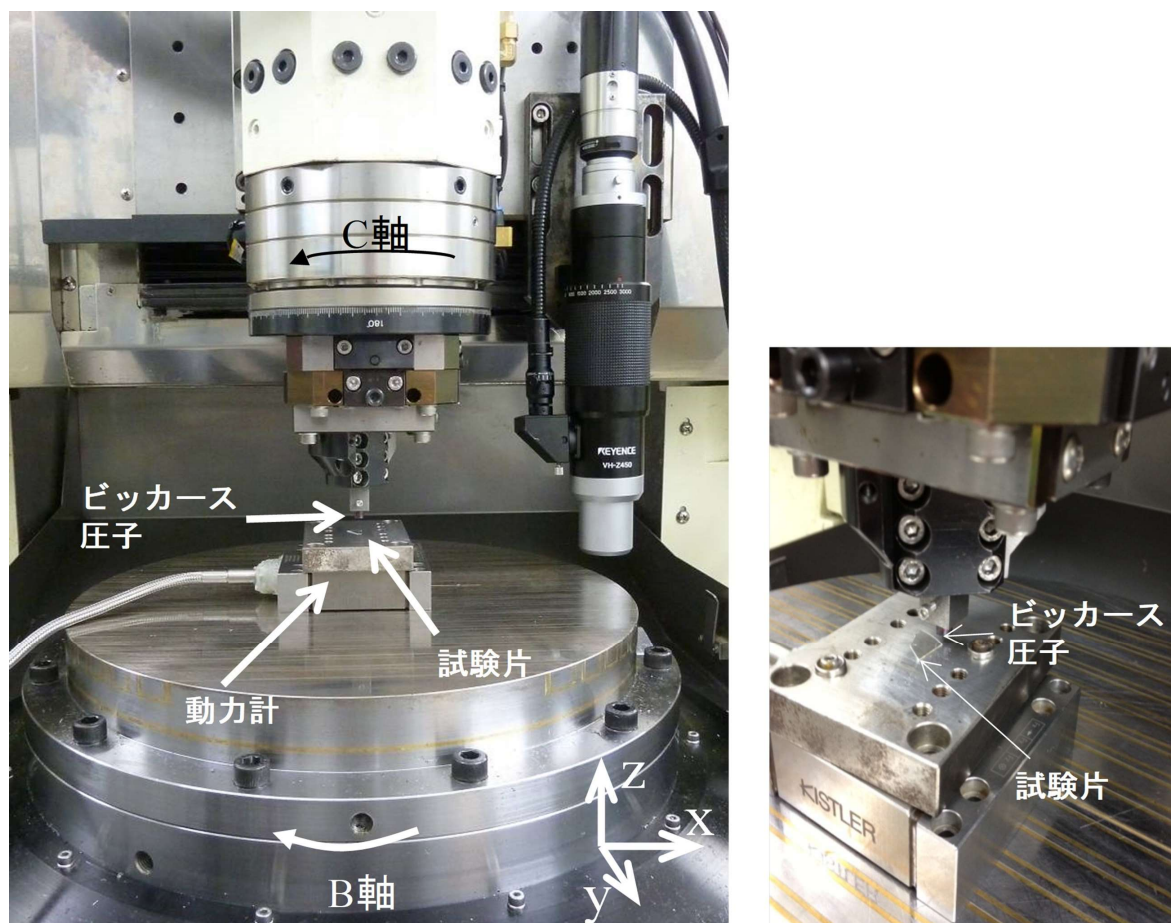


図 2.2 実験装置構成

表 2.1 スクラッチ試験実験条件

実験装置	超精密微細加工機 MIC-300 ナガセインテグレックス製 Z 軸, Y 軸移動分解能 1 nm
送り速度	50 mm/min
スクラッチ長さ	2.7 mm
切込み量	0~3 μm
材料	単結晶 GaN ウェハ (Ga 面)
工具	ビッカース圧子 (対面角 136°)

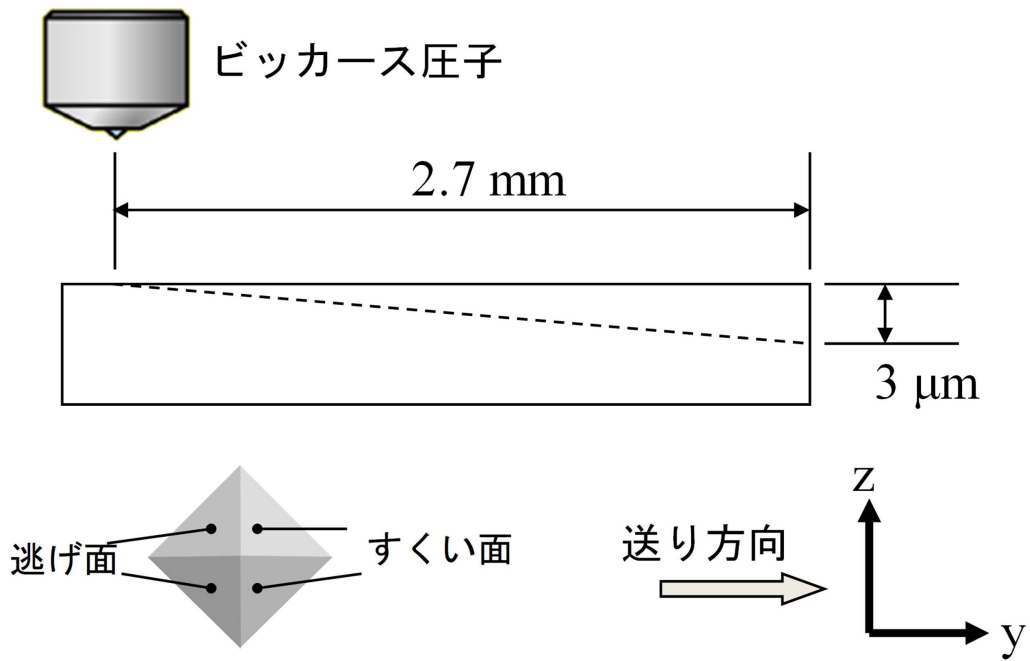


図 2.3 スクラッチ試験モデル

2.2.3 形状評価方法

本実験では、形状評価方法として、走査電子顕微鏡（Scanning Electron Microscope：以下 SEM）と透過電子顕微鏡（Transmission Electron Microscope：以下 TEM）を用いた。SEM は電子線を試料に当てて表面を観察する装置であり、光学顕微鏡よりも高い分解能を有するため、材料や半導体デバイス、医学、生物学など、様々な分野で幅広く利用されている。測定原理として、電子銃を用いて電子源から電子線を発生させて加速することで試料に電子線を到達させ、電子線照射点から発生した信号電子を検出器により検出する。検出した信号電子の量を各点の輝度として表示したものが SEM 画像となる。信号電子の発生量は表面の凹凸構造で変化するため、SEM 画像には試料の表面形態が映し出され、表面形態の観察に用いられる。明瞭な SEM 画像を得るためには、電子源から発生した電子がガス分子と衝突しないで試料に到達させるように測定雰囲気をも 10^{-2} - 10^{-3} Pa の真空状態とすることや、試料に到達する電子線の加速電圧の設定と加速した電子線を試料上に電子スポットとして集束する集束レンズと対物レンズの収差補正等、最適な条件設定と補正調整が必要である。代表的な電子源はタングステン（W）フィラメントであり、電子線照射により試料から発生する信号電子は、エネルギーが 50 eV 以下の 2 次電子と 50 eV より高いエネルギーの反射電子がある。2 次電子と反射電子は通常、別々の検出器で検出する。2 次電子と反射電子を試料の材質や表面の凹凸によって、加速電圧と併せて適切に選択することも明瞭な SEM 像を得るために必要である。TEM は光学顕微鏡と同様に試料の拡大投影像を得るための装置で電子顕微鏡の一種である。高電圧で加速された電子線を試料に照射して、試料を透過した電子線の透過率の違いによる干渉像を拡大して観察する。試料の表面・内部構造や構成している成分の違いにより、電子線の透過割合が異なり、観察場所によって検出する電子線の密度が変わる。この密度の変化を輝度として表示したものが TEM 画像となる。TEM では条件を最適化することで、サブ nm の原子配列構造の観察も可能であり、原子配列の乱れである内部加工変質の評価方法として適している。一方 TEM での撮影は照射した電子線が試料を透過することが前提となるため、観察する試料は 100 nm 以下まで薄く加工する必要がある、破壊検査となってしまう。試料を 100 nm 以下まで薄く加工するためには、通常集束イオンビーム

（Focused Ion Beam：以下 FIB）を用いる。FIB はイオン源から放出されたイオンを静電レンズにより試料表面に集束させ、照射する。イオン源として一般的に Ga 液体金属イオン源が用いられ、引き出し電極の電界により電界蒸発を起こし、 Ga^+ イオンビームを発生させる。発生したイオンビームを電界により加速し、静電レンズにより集束させる。 Ga^+ イオンビームにはスパッタリング効果があり試料の除去を行える。またスパッタリング時にも試料表面より 2 次電子が発生するため、2 次電子を検出器にて検出することで SEM と同じように表面形状の観察ができる。また有機金属ガスを導入しながら Ga^+ イオンビームを試料表面に操作することで、試料表面に付着膜を生成することも可能である。これらの FIB の特徴を用いて、観察を行いながら、スパッタリングを行い、100 nm 以下の厚さに試料を加工する。

上述のとおり SEM と TEM の大きな違いは結像の方式であり、SEM では電子線を試料に衝突させ、放出される 2 次電子を検出して結像するのに対し、TEM では厚さ 100 nm 以下の薄く加工した試料に電子線を透過させる結像する。SEM はある程度広い範囲の試料表面の構造観察に用いられ、TEM は狭い領域を観察するのに適しており、本評価では試料表面の

形状観察にSEM，内部形状評価にTEMを用いた．図2.4にSEMとTEMの関係図を，図2.5にFIBによるTEM測定試料製造プロセスを示す．

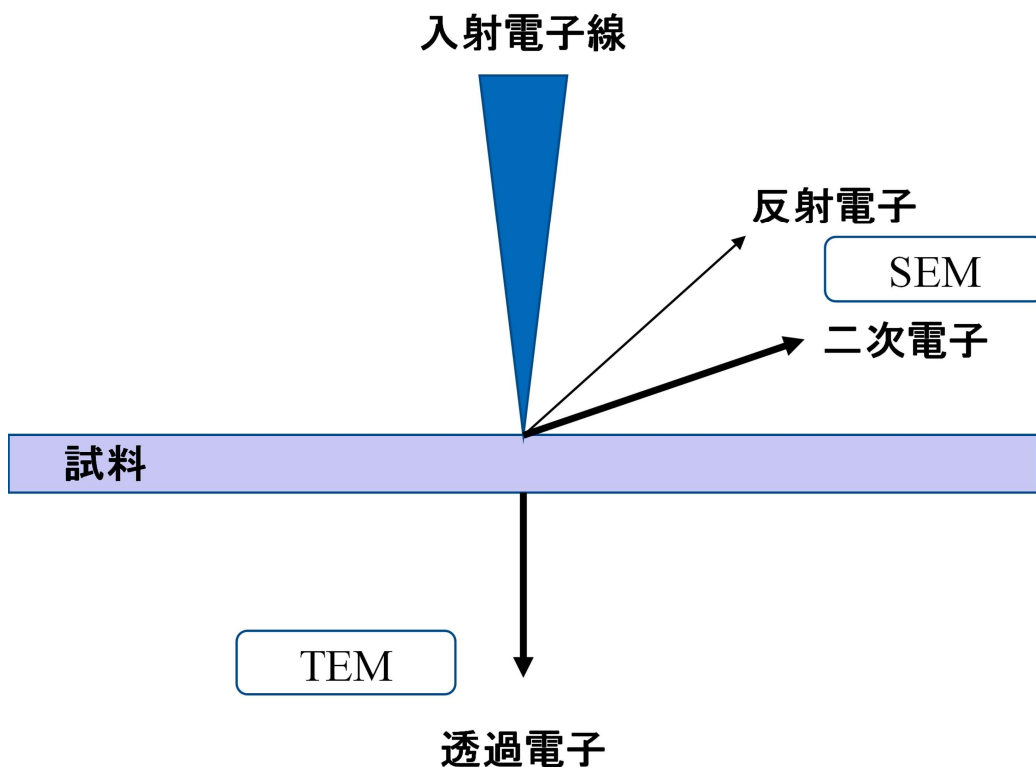


図 2.4 SEM と TEM の関係図

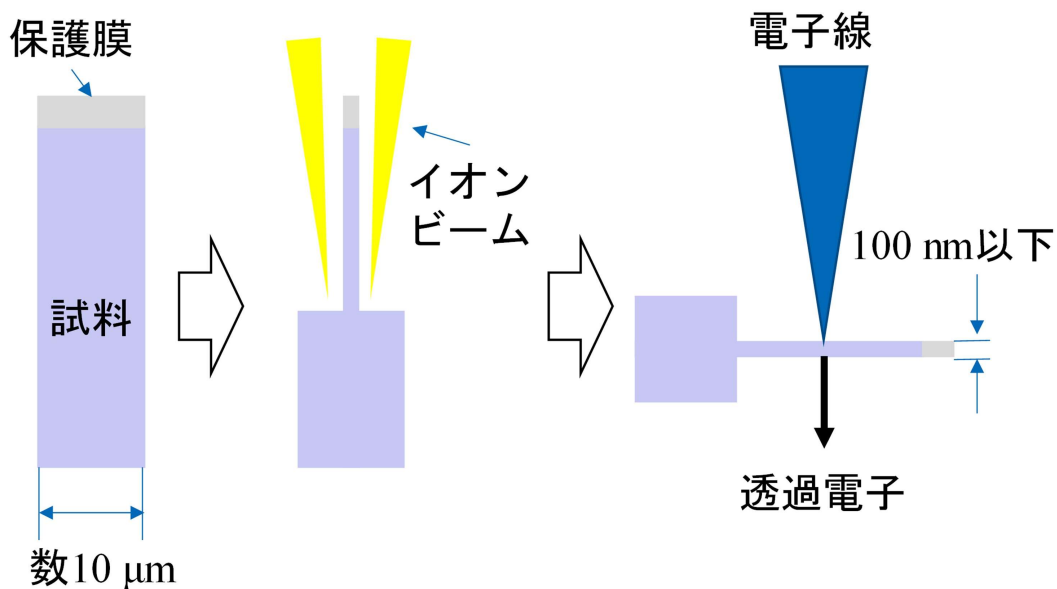


図 2.5 FIB による TEM 測定試料製造プロセス

2.3 単一ダイヤモンドでの脆性破壊領域と延性破壊領域

2.3.1 スクラッチ中の加工痕形状及び荷重の変化

スクラッチ後の試験片表面をレーザプローブ式顕微鏡（三鷹光器社製 NH-3）で観測した加工結果を図 2.6 に示す。上段は倍率 10 倍で撮影して画像スティッチングにより加工溝全体を表示した光学画像であり，図 2.6 下段は脆性破壊が開始した部位の拡大像（倍率 100 倍）である。観察結果より，脆性破壊であるクラックが発生した直前の溝幅は約 $3.6\ \mu\text{m}$ で，クラック発生位置は加工開始から $0.3\ \text{mm}$ の距離の部位で発生した。クラック発生位置以降では，加工面の脆性破壊の割合は大きくなり， $1\ \text{mm}$ を超えると溝が脆性破壊面となり溝幅を光学画像からは評価できない状態となった。

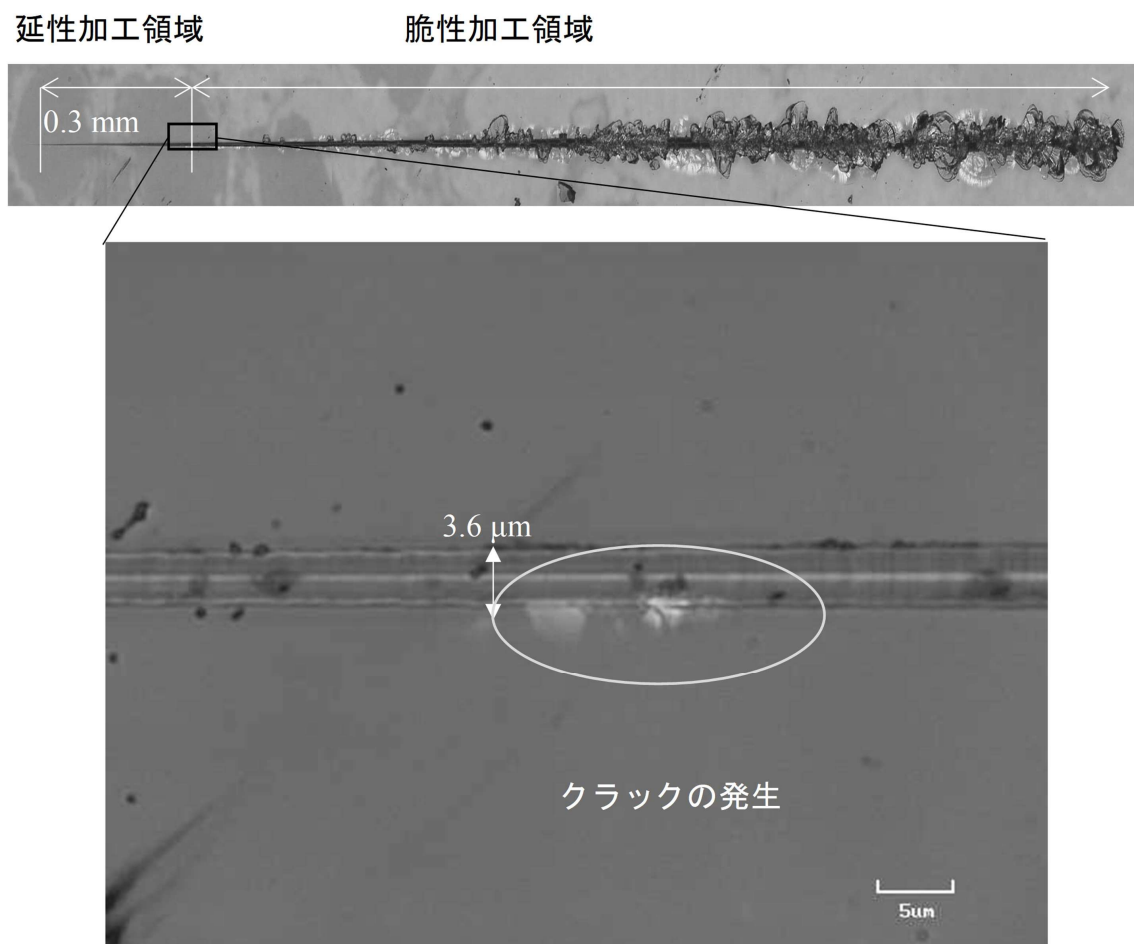


図 2.6 加工結果

図 2.7 に Y 軸方向の加工抵抗 (水平力: 以下, F_h と略す), 図 2.8 に Z 軸方向の加工抵抗 (垂直力: 以下, F_n と略す) を示す. 縦軸には加工抵抗を横軸には距離を示す. ここで, 加工開始位置は, 波形が安定して現れた図 2.8 の F_n の値が増加し始めた位置とした. また, 加工開始位置からの加工距離を L とする. 図 2.7 より, 脆性破壊開始点である $L=0.3$ mm での F_h は 1.8 N であった. $F_h > 1.8$ N では, 脆性破壊状態が大きくなり, $F_h \geq 8$ N の部分では, 波形に乱れが発生している. これは脆性破壊の影響が大きくなり, 大きなクラックが発生した際に, ビッカース圧子への圧力が開放されるためであると考えられる. 同様の傾向は図 2.8 の F_n でも確認できる. 脆性破壊開始点での水平力は 4.0 N であった. また F_n, F_h のピーク抵抗 $F_{n,max}, F_{h,max}$ を比較すると, $F_{h,max} = 10.2$ N であることに對して, $F_{n,max} = 36.0$ N であり, $F_{n,max} / F_{h,max} \approx 3.6$ である.

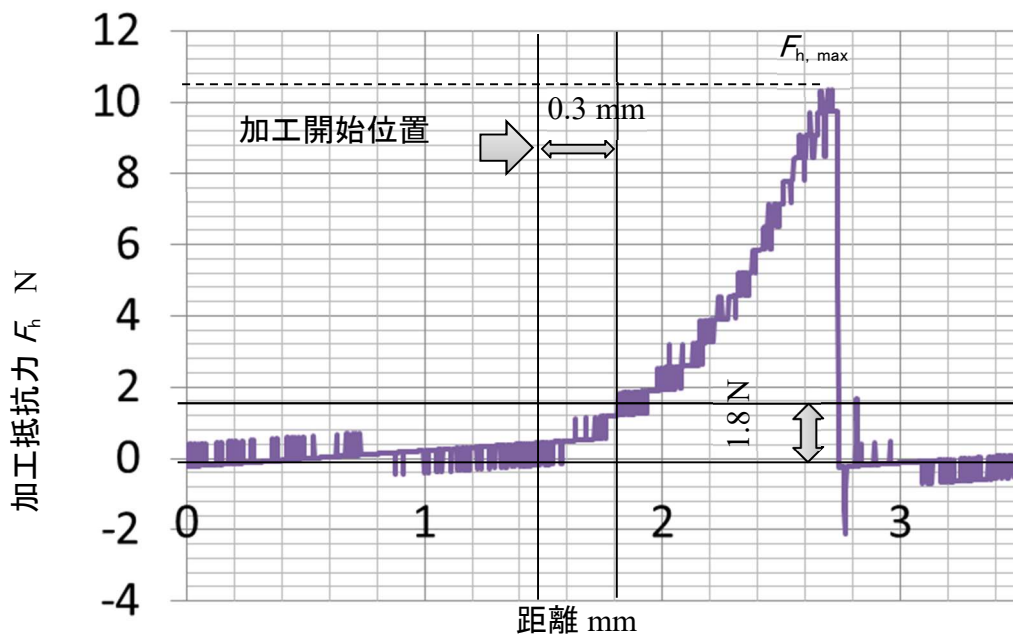


図 2.7 スクラッチ試験時の水平力

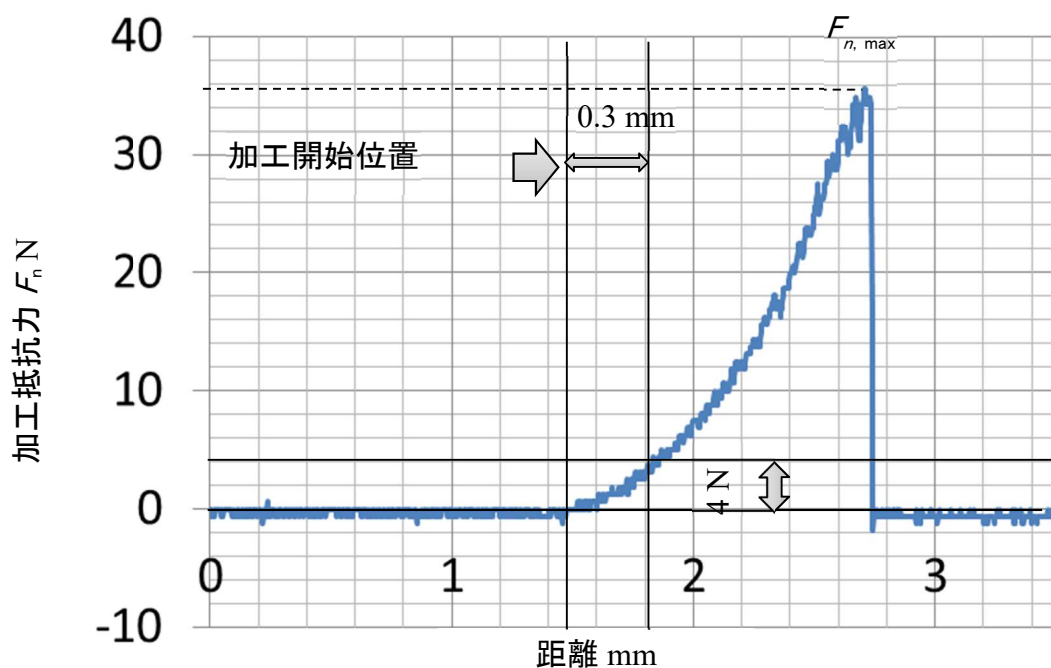


図 2.8 スクラッチ試験時の垂直力

加工抵抗を理論式から考えると、圧力を p 、圧力が作用する物体の Z 軸方向投影面積を A_z 、圧力が作用する物体の Y 軸方向投影面積を A_y とすると $F_n = pA_z$ 、水平分力 F_h は摩擦力を考えないと、 $F_h = pA_y$ で計算できる。ビッカース圧子の形状から圧子の半頂角を α 、正四角推の底辺の長さを a として A_z 、 A_y を計算すると式(2.1)、(2.2)となる。

$$A_z = \frac{1}{2} a^2 \quad (2.1)$$

$$A_y = \frac{\sqrt{2} a^2}{4 \tan \alpha} \quad (2.2)$$

式(2.1)、(2.2)を用いて F_n / F_h を計算すると $F_n / F_h = A_z / A_y = 3.50$ となった。これは実験結果の 3.6 と近い値であり、理論値と実験結果が大幅にずれていないことから、GaN ウェハの延性-脆性評価をするうえで工具の固定方法や、ウェハの固定方法など加工抵抗に与える因子のセッティングが実験をするうえで妥当であると判断した。

2.3.2 水酸化カリウム (KOH) エッチングによる被加工物内部状態評価

スクラッチ痕による GaN ウェハ内部の加工変質層の評価を実施し、内部クラックが発生しているかについて調査した。内部状態を評価するために、機械的な作用を与えない熔融 KOH ウェットエッチングを実施した。実験条件を表 2.2 に示す。また、図 2.9 にエッチング試験の模式図を示す。

表 2.2 エッチング条件

エッチング温度	150 °C
エッチング時間	5 分
KOH 濃度	100%

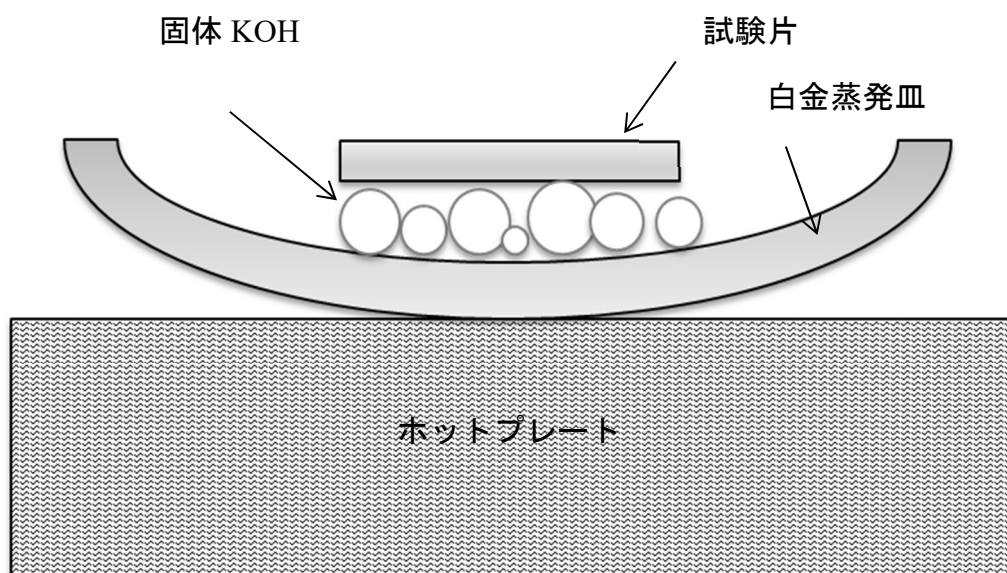


図 2.9 エッチング試験模式図

エッチング試験では、白金蒸発皿の上に固体 KOH を載せ、Ga 面を固体 KOH と接触する方向に配置し、ホットプレートにより加熱し 150 °C になったところで加熱を止め、5 分間エッチングを実施した。なお、ホットプレート上の温度が 85 °C 近辺に達すると固体 KOH は溶融を開始する。

加工開始部のエッチング前後の SEM (Keyence 社製 VE-7800, 測定倍率 5000 倍, 加速電圧 10 kV) 画像を図 2.10 および図 2.11 にそれぞれ示す。

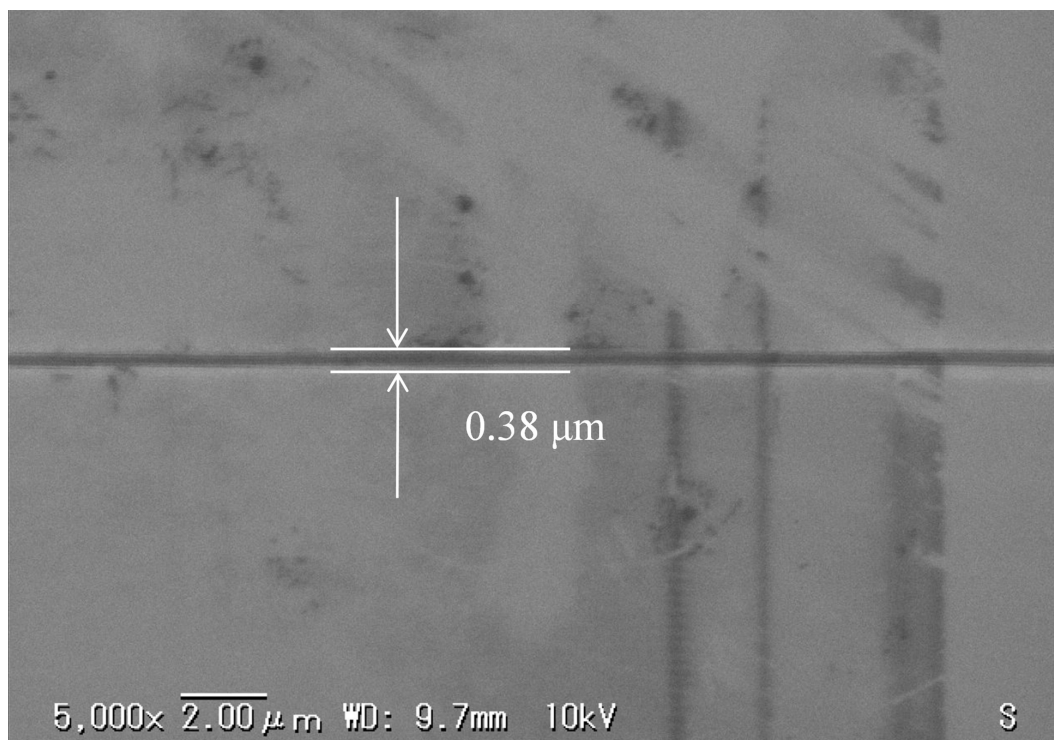


図 2.10 加工開始部 エッチング前

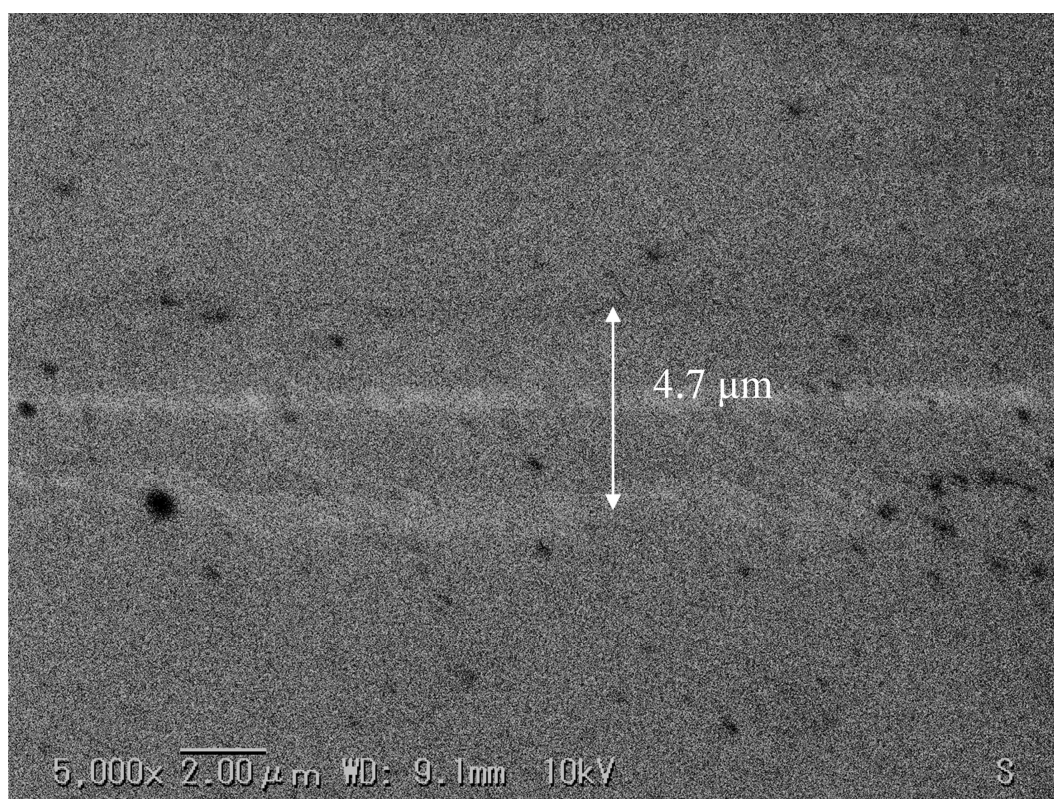


図 2.11 加工開始部 エッチング後

図 2.10, 2.11 より, エッチング前後で溝幅が $0.38\ \mu\text{m}$ から $4.7\ \mu\text{m}$ へ広がっていることが確認できる. 一方で, クラックの発生は確認されず, スクラッチ痕の状態に大きな変動は確認されない. KOH のウェットエッチングでは, GaN ウェハの Ga 面は原子が均一に並んでいる状態ではエッチングされず, ピット等の原子が不均一な状態ではエッチングされることから²¹⁾, ダイヤモンド圧子を用いたメカニカルな加工では微小領域においても原子が不均一な状態が発生しており加工変質層が生成されていると推測される. この結果より, ダイヤモンド固定砥粒を使った研削加工や, ダイヤモンド遊離砥粒を使ったラップ加工のような機械的加工法では加工変質層が残存するため, 最終的に半導体用 GaN ウェハとして要求される原子配列の乱れが無い平滑表面を得るためには, 研削加工において, 加工変質層を限りなく小さく, かつ平坦な状態にすることが必要である.

次にウェットエッチング後にスクラッチ痕の状態が大きく変化した $L \geq 0.2\ \text{mm}$ の領域の SEM 観察を実施した. 図 2.12, 図 2.13 にウェットエッチング前後の SEM 画像をそれぞれ示す.

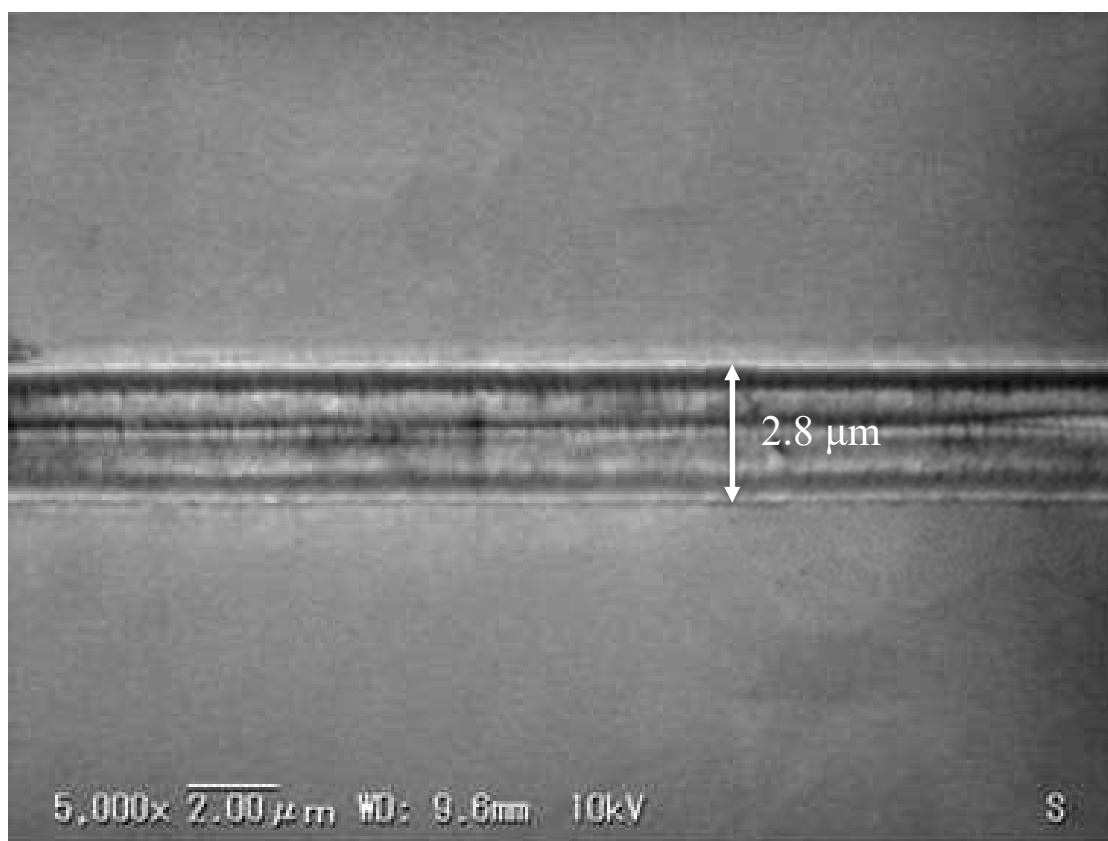


図 2.12 加工開始点から 0.2 mm エッチング前

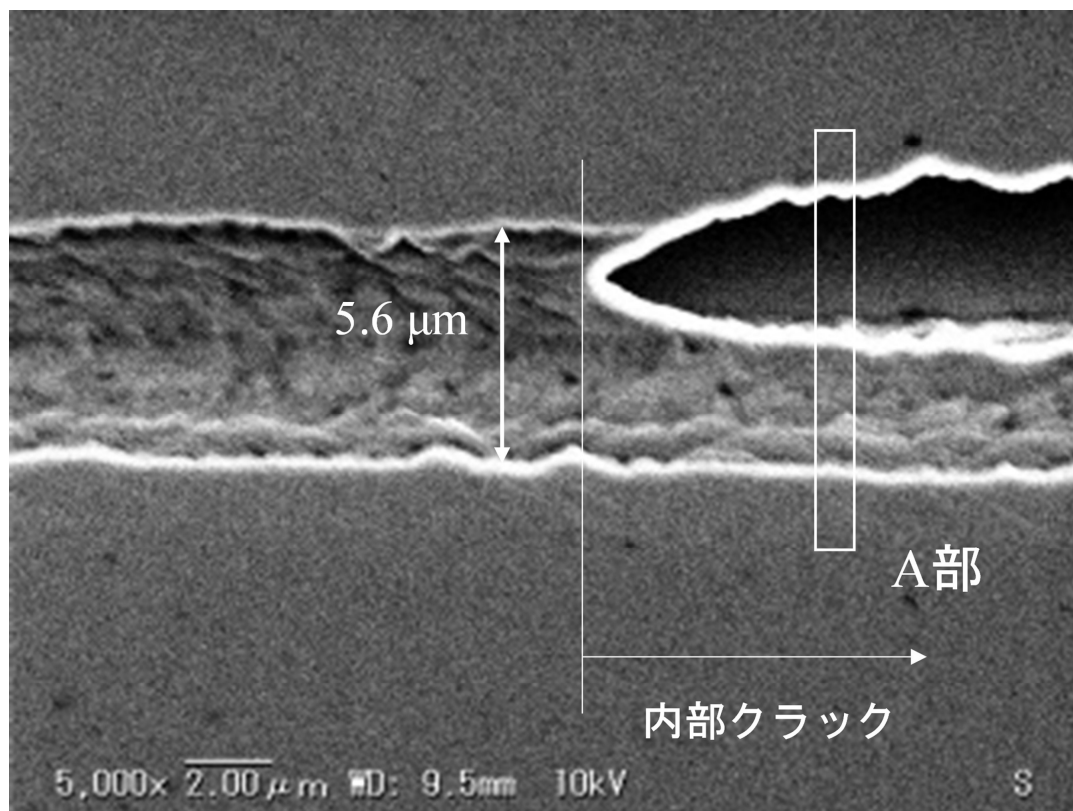


図 2.13 加工開始点から 0.2 mm エッチング後

これらの図より、内部クラックの発生する直前のスクラッチ痕の溝幅はエッチング前では $2.8 \mu\text{m}$ であったのに対して、エッチング後は $5.6 \mu\text{m}$ であった。加工開始部と同様に、エッチング前後で溝幅は増加しており、スクラッチ時に内部に加工変質層が発生していることが確認できる。溝幅の変化量は、 $L=0$ 付近では、約 12 倍の広がりであったのに対して、 $L=0.2 \text{ mm}$ 付近では約 2 倍であった。加工変質層の影響は、圧子の切り込みが微小なスクラッチ開始初期はスクラッチ痕の溝幅方向に影響が大きいですが、切り込みが大きくなるにつれて幅方向の影響は小さくなっている。このことは、ウェハ表面と内部での変質層の広がり方が異なり、圧子の加圧力の増加とともに変質層への影響が幅方向よりも深さ方向に広がっているためと推測される。

また、図 2.12 からエッチング前には見かけ上スクラッチ痕に大きな変化は確認されないが、図 2.13 ではスクラッチ痕の途中から幅方向、深さ方向ともに加工変質層が広がっている部分を確認できる。この点について、エッチングによって原子配列に乱れのある部分が除去されていると考えると、表面に存在する顕在的なクラックの発生は、 $L \geq 0.3 \text{ mm}$ で確認されたが、 $L=0.2 \text{ mm}$ の位置から、潜在的なクラックである内部クラックは発生している。このことより、GaN ウェハ Ga 面では潜在的クラックの発生が顕在的なクラック発生に先んじることが明らかとなり、表面状態のみの評価ではなく内部状態の延性-脆性破壊状態の評価が GaN ウェハの研削時には必要であるといえる。なお、次項では図 2.13 で確認され

た内部クラックについて、TEMにより詳細な観察を行い、研削加工が材料内部に及ぼす影響について検討する。

2.3.3 加工痕内部形状の TEM 評価

図 2.14 に図 2.13 A 部の TEM による断面観察結果を示す。TEM 測定試料の FIB 加工は JEOL 製デュアルビーム装置 (JIB-4600F) を用いて Ga^+ イオンビームにより実施した。また TEM 観察は FEI 社製 Titan 80-300 装置を用い、加速電圧 300 kV にて測定を実施した。

同図より、A 部のスクラッチ痕の性状が変化した部分は、通常のスクラッチ痕の溝部よりも深さ方向、幅方向共に広がっていることがわかる。そのため、潜在的なクラックが発生すると加工変質層の大きさが深さ方向、幅方向共に広がる。また潜在的クラックが顕在的クラックよりも先に発生している理由として、加工変質層の溝幅に対する影響からも推測されるが、圧子の加圧力による影響が、ウェハ内部方向へ広がっているために、内部のクラックが先に発生すると推測できる。次に図 2.14 B 部の TEM 画像を図 2.15 に示す。同図より、内部クラックの底面に加工変質層は確認されず、原子が規則的に整列した状態が観察された。このことにより、熔融 KOH のウェットエッチングによって加工変質層部分の除去がされていたことも併せて確認できた。

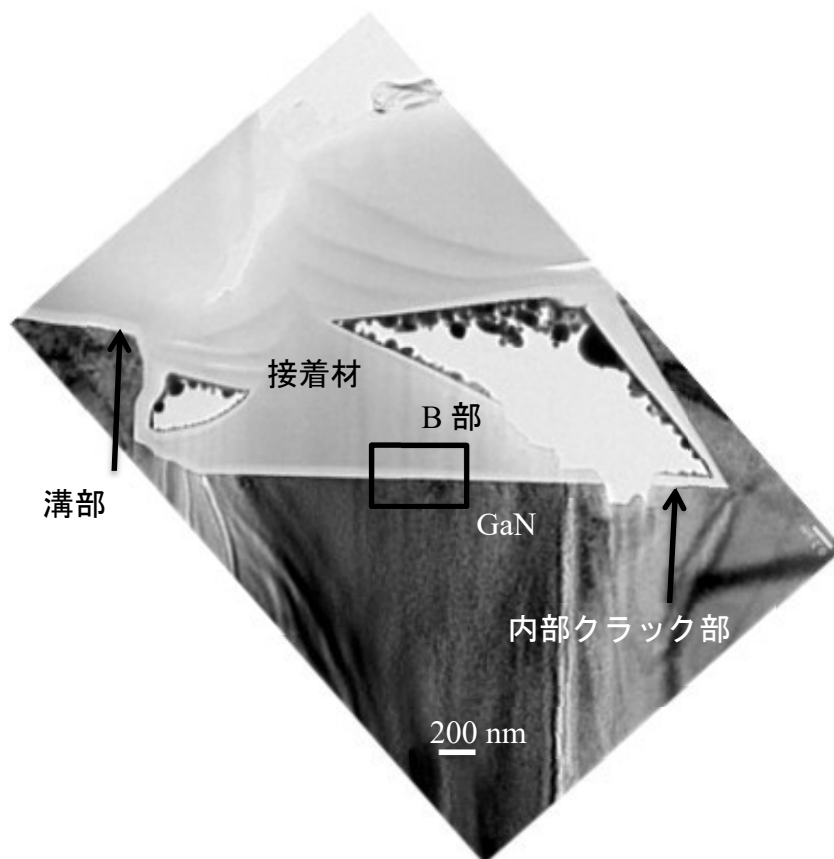


図 2.14 A 部断面 TEM 画像

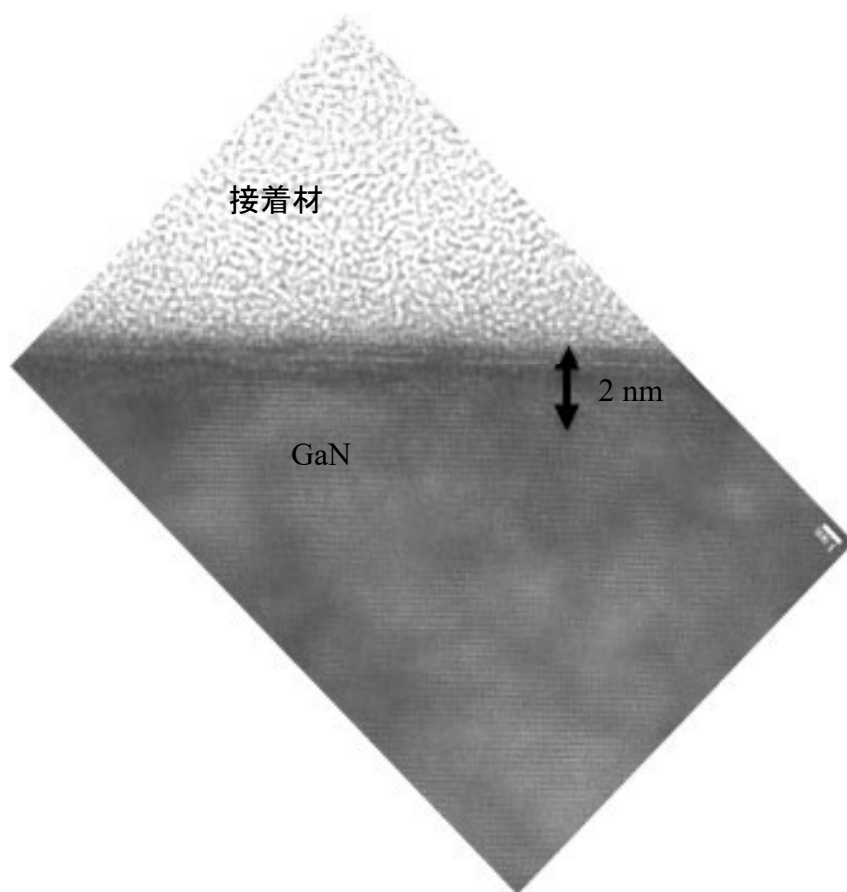


図 2.15 B 部断面 TEM 画像

2.3.4 延性状態の臨界切込み量

スクラッチ試験および材料内部評価の結果より、延性加工状態は加工開始点位置から距離 0.2 mm までの位置で発生することが明らかとなった。そこでこれらの結果をふまえて、実際の研削条件を導くために GaN ウェハの弾性回復率を考慮した切込み深さを計算する。スクラッチ溝深さを d_g 、工具切込み深さを d_t 、工具設定切込み深さを d_i 、ビッカース圧子の半頂角を α 、切削溝の半頂角を β 、GaN ウェハの弾性回復量を d_e とし、 d_g 、 d_t 、 d_i との関係を図 2.16、 α と β の関係を図 2.17 に示す。

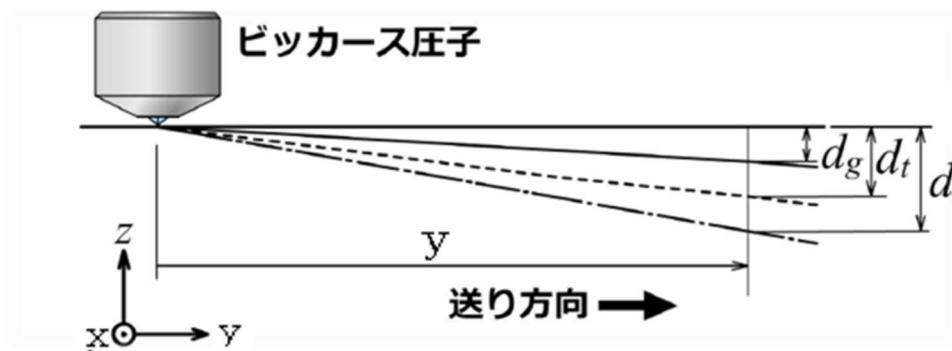


図 2.16 溝深さ，切込み深さ，設定切込み深さの関係

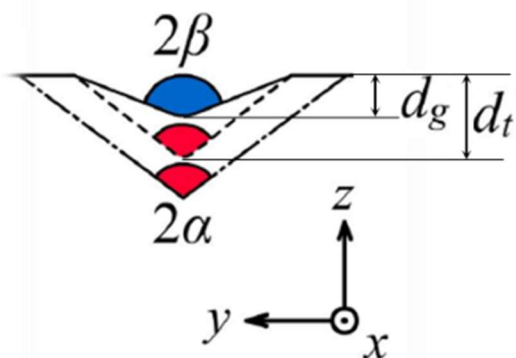


図 2.17 ビッカース圧子，切削溝の半頂点角の関係

GaN ウェハの弾性回復率 d_e は、工具切込み深さ d_t と d_g の差分より求められ、ビッカース圧子の半頂角 α 、切削溝の半頂角 β から計算すると式 (2.3) となる。

$$d_e = d_t - d_g = d_g \left(\frac{\tan \alpha}{\tan \beta} - 1 \right) \quad (2.3)$$

各加工距離での d_g と β を測定し、 d_c を計算し d_t を求めグラフにプロットしたものを図 2.18 に示す。

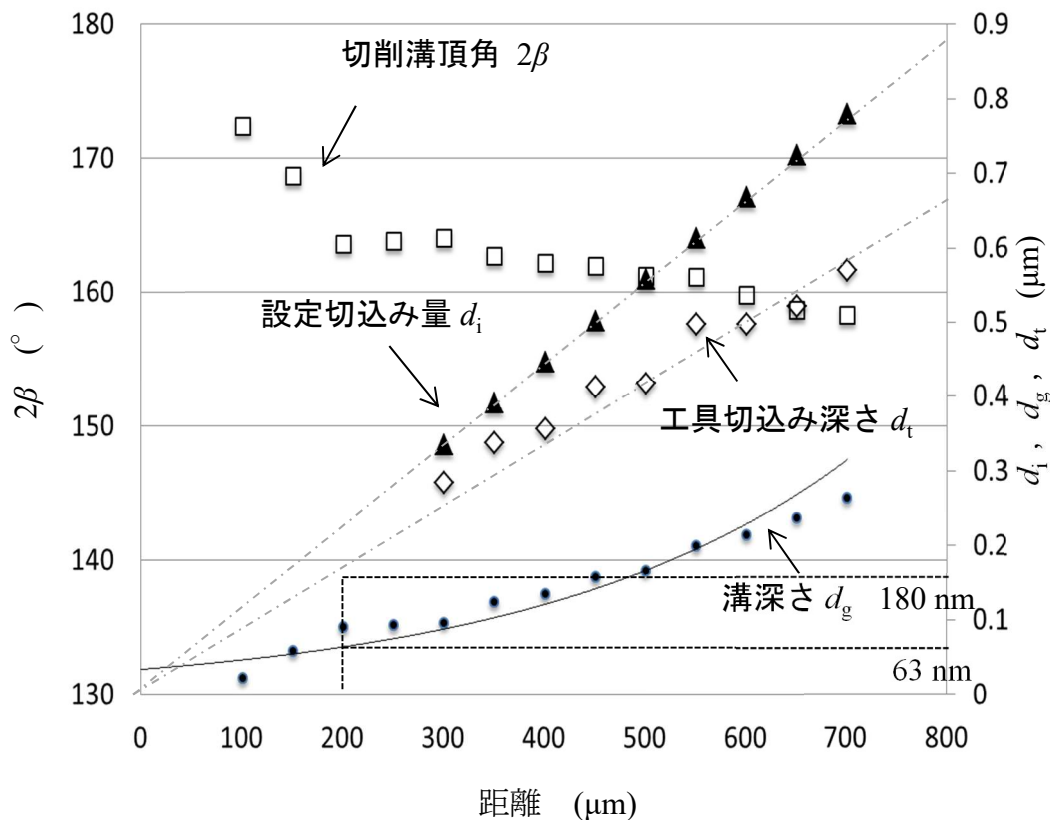


図 2.18 工具切込み深さ

延性加工状態と脆性加工状態の変化点である加工開始位置から距離 200 μm の位置での工具切込み深さを図 2.18 のプロットより算出すると工具切込み深さは 180 nm であった。これより GaN ウェハの Ga 面に対して、延性状態で研削加工するためには $d_t \leq 180 \text{ nm}$ に設定することが必要ということが判明した。

2.4 結言

GaN ウェハ Ga 面のクラック発生機構を明らかにするために、ビッカース圧子を用いたスクラッチ試験を実施した。本研究で得られた結果を以下に示す。

- (1) GaN ウェハ Ga 面をスクラッチした場合、クラック発生箇所は溝幅が $3.6\ \mu\text{m}$ の位置で発生し、その後クラックは大きくなっていくことが明らかとなった。また、スクラッチ試験中の加工抵抗結果より、送り方向の抵抗力よりも切込み方向の抵抗力の方が大きいことが明らかとなった。
- (2) 溶融 KOH ウェットエッチングによりスクラッチ痕の内部状態を調べると、内部クラックの発生は溝幅が $2.8\ \mu\text{m}$ の位置で発生しており、表面で確認できるクラックの発生よりも工具の切込み量が小さい位置でクラックが発生することが確認された。そのため、GaN ウェハ Ga 面の延性-脆性破壊挙動を評価するためには内部状態まで評価する必要があることが明らかとなった。
- (3) 内部クラック発生箇所の断面観察結果より、内部クラックによって、加工変質層が拡大しており、内部クラックの発生する脆性加工領域で加工すると内部変質層が延性状態での加工よりも大きくなることが明らかとなった。そのため研削加工を行う際には延性加工領域で加工することによって加工変質層を小さく抑える必要があるといえる。
- (4) GaN ウェハの弾性回復率よりクラックを発生させないための工具切込み量は $180\ \text{nm}$ 以下であることが明らかとなった。

参考文献

- 2.1) T.C.Wu, N.Morita and Y.Yoshida, Study on the grinding of silicon single crystal (2nd report, The effect of temperature and local rate on brittle-ductile transition), Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng. Ser. C, 58, 555 (1992), 3398
- 2.2) V. Domnich and Y. Gogotsi, Phase transformation in silicon under contact loading, Rev. Adv. Mater. Sci., 3 (2002), 1.
- 2.3) Y. Gogotsi, G. Zhou, S. S.Ku and S. Cetinkunt, Raman microspectroscopy analysis of pressure-induced metallization in scratching of silicon, Semicond. Sci. Technol., 16 (2001), 345.
- 2.4) Z. C. Li, L. Liu, X. Wu, L. L. He and Y. B. Xu: Indentation induced amorphization in gallium arsenide, Mater. Sci. Eng. A, 337 (2002), 21
- 2.5) G. S. White, S. W. Freiman and A. M. Wilson, Indentation determination of crack growth parameters in gallium arsenide, J. Am. Ceram. Soc., 74 (1991), 419
- 2.6) T. H. Fang, W. J. Chang and C. M. Lin, Nanoindentation and nanoscratch characteristics of Si and GaAs, Microelectronic Eng, 77 (2005), 389.
- 2.7) N. Morita, N. Kawasegi, Y. Tashiro, K. Ooi, S. Yamada, N. Takano and T. Oyama, Dependence of crack generation process on crystal orientation in scratching of gallium arsenide, J. Soc. Abr.Tech,

- 51,9 (2007),547.
- 2.8) A. Shintani and S. Minagawa, Optical Properties of GaN Light Emitting Diodes, Journal of the Electrochemical Society, 123, 11 (1976), 1725
- 2.9) V. Ramachandran et al, Inversion of wurtzite GaN(0001) by exposure to magnesium, Appl. Phys. Lett., 75, 6 (1999), 808.
- 2.10) S. K. Hong et al, Band alignment at a ZnO/GaN (0001) heterointerface, Appl. Phys. Lett., 78, 21 (2001), 3349.
- 2.11) M.Hock. Ng et al, GaN nanotip pyramids formed by anisotropic etching, Journal of Applied Physics, 94, 1 (2003), 650

第3章 ヒドロキシルラジカル援用の効果

3.1 緒言

本章では GaN ウェハ加工レート向上を目的にラジカル援用効果について検証する。GaN ウェハの Ga 面は酸やアルカリの化学反応がほとんど起こらないが、第 1 章で述べたようにラジカルに着目して GaN ウェハの平面仕上げ加工の高精度化、高能率化の研究もおこなわれている。また GaN ウェハと同様に化学反応性の低い SiC においてもラジカル援用効果の研究が盛んであり^{3.1)}、また GaN においてもシミュレーションなどにより表面反応への援用効果の可能性が示唆されている。本章では延性領域での加工状態を維持しながら、更なる高速化を実現できる加工機構の提案に向け、GaN ウェハへのヒドロキシル (OH) ラジカル作用効果の検証として、紫外線 (UV) と過酸化水素水 (Hydrogen peroxide, 以下 HP) の反応を利用した OH ラジカル発生機構を考案し、GaN ウェハ Ga 面での本機構での表面改質について検証を実施した。

3.2 GaN ウェハ Ga 表面への OH ラジカルの効果検証

3.2.1 GaN ウェハ Ga 面への援用効果の可能性

GaN ウェハ Ga 面への化学反応として、酸やアルカリでは反応がほとんど起こらないが、OH ラジカルとの反応では、Ga-N 結合内に酸素が入り込み、表面酸化を促進する可能性があることが量子分子動力学シミュレーション^{3,2)}にて報告されている。シミュレーションではCMP 加工をモデルとし、酸、アルカリ、OH ラジカル環境下での GaN ウェハ Ga 面への結合状態の解析を実施している。アルカリである水酸化ナトリウム (NaOH) 環境化では Ga-O 結合への電子供与がダングリングボンド中の電子により行われ、ダングリングボンドが非占有になることで表面が安定化するが、酸性である過酸化水素 (H_2O_2) 環境化では、Ga-O 結合への電子供与はダングリングボンド中の電子と Ga-N バックボンド中の電子により行われ、Ga-N バックボンドの共有結合性が弱まることを見出している。さらに OH ラジカルを加えた CMP 加工モデルのシミュレーションを実施し、OH ラジカルが GaN ウェハ Ga 面表面に作用することで O 原子が GaN 結合内に入り込み Ga-N 結合が切れ Ga-O 結合を形成することを見出した。このことより OH ラジカルを援用することで GaN ウェハ Ga 表面改質できる可能性を示された。

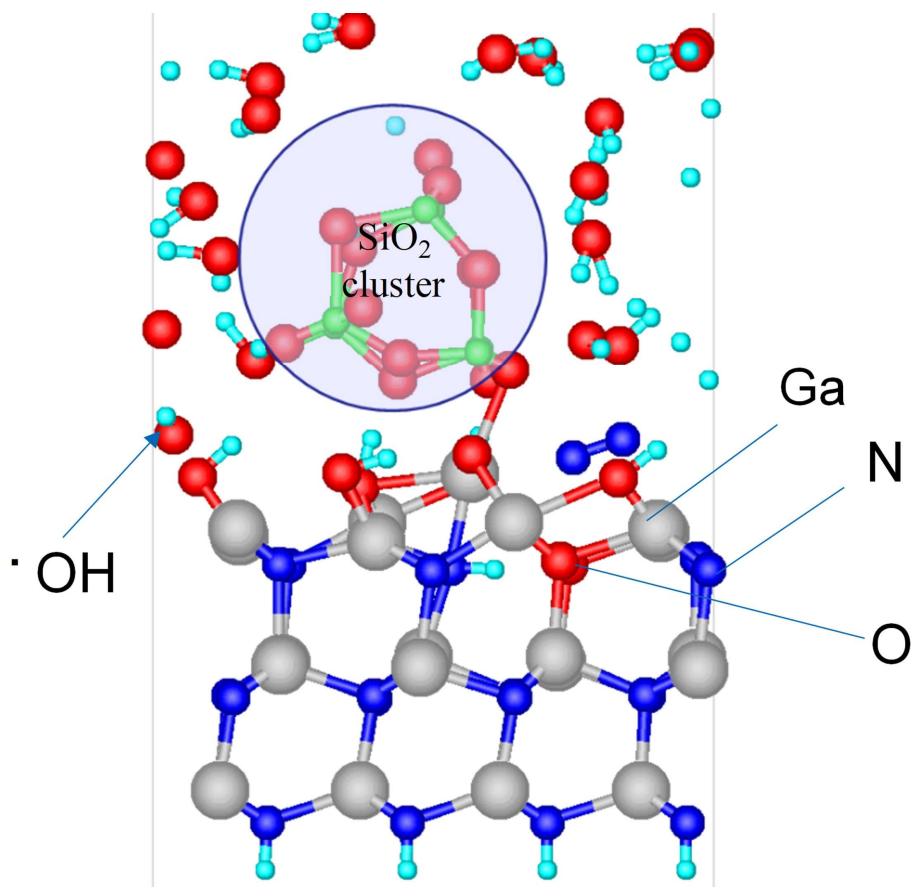


図 3.1 OH ラジカル反応時の GaN ウェハ Ga 面シミュレーション^{3,2)}

3.2.2 OH ラジカルの発生方法

ここでは GaN ウェハ Ga 面において、OH ラジカルを発生させる方法として、UV と HP の反応を利用した OH ラジカル発生機構を考案した。HP に UV を照射した際の化学反応式は理論的には式(3.1)で示される。



OH ラジカルは活性化エネルギーが高く反応性に富み、そのため生成されたラジカルの平均寿命は約 75 μs と非常に短い^{3,3)}。また HP に UV を照射した場合のラジカル発生量について、UV 波長が短いほど OH ラジカルの発生量が多いことも報告^{3,4)}されている。今回は波長 300 nm 以下の波長も有し、400 nm 以下の短波長領域に総出力エネルギーの半分以上のエネルギー領域を有する低圧水銀ランプを用いた。

また GaN 結合エネルギーの観点からも OH ラジカルの発生が考えられる。光のエネルギー E は

$$E = h\nu \quad (3.2)$$

で表される。ここで、 h はプランク定数、 ν は光の振動数を示す。また光の波長を λ とすると、

$$\nu = \frac{c}{\lambda} \quad (3.3)$$

の関係が成り立つので、式(3.2)、(3.3)から、以下の関係が成り立つ。

$$E = \frac{hc}{\lambda} \quad (3.4)$$

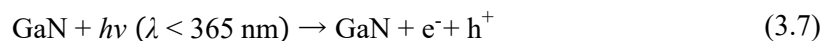
これらの式から光の波長が小さいほどエネルギーは高くなることが分かる。次に式(3.4)を λ について解くと、

$$\lambda = \frac{hc}{E} \quad (3.5)$$

GaN のバンドギャップは表 1.1 に示したように、3.39 eV である。よって、この式に、 $h = 6.626 \times 10^{-34}$ [J · s]、 $1 \text{ eV} = 1.6022 \times 10^{-19}$ [J]、 $c = 2.9979 \times 10^8$ [m/s]を代入すると、

$$\lambda = \frac{6.626 \times 10^{-34} \cdot 2.9979 \times 10^8}{3.39 \cdot 1.6022 \times 10^{-19}} \approx 365.73 \text{ [nm]} \quad (3.6)$$

となり、計算によると理論値の波長 λ は約 365.73 nm を示し、この計算式から Ga-N の結合解離のためには約 365 nm 以下の波長の光が必要であることが分かる。次にこの波長域の UV を照射した場合にどのような現象が発生するかを考察する。GaN に UV ($\lambda < 365 \text{ nm}$) を照射すると、表面が励起され、電子 e^- とホール h^+ が生成される。



このように一瞬生成された電子およびホールは、通常反応に参加せずに受け入れたエネルギーを熱に発して再結合する。しかし、連続的な光の照射の場合はこれらの電子およびホールが表面上に連続的に生じ、反応に参加する確率が上がると考えられる。このホールが反応に参加した場合、ホールは大気中の水分子と化学的な反応を起こし、OH ラジカルが生成する。



3.2.3 分析方法

OH ラジカル援用による GaN ウェハ Ga 面の反応性評価を、元素分析や化学結合状態の定量評価が可能な、XPS (X-ray Photoelectron Spectroscopy) にて実施した。XPS による GaN 表面の分析は、GaAs ウェハ上への GaN 薄膜形成状態の評価^{3,5)}や、Si ウェハ上への GaN 薄膜形成状態の評価^{3,6)}、また GaN 表面の洗浄状態の評価^{3,7)}などに用いられている。

XPS は、X線照射により放出される光電子の運動エネルギー分布を測定し、試料表面に存在する元素の種類・存在量・化学結合状態を分析する手法である。XPS では化学結合状態の評価ができるため、別名 ESCA (Electron Spectroscopy for Chemical Analysis) とも呼ばれている^{3,8)}。励起源として軟 X 線を用いているため、励起光による試料損傷が少なく、絶縁物の帯電も容易に除去できることから、金属材料だけでなく、高分子材料など多くの材料に対して測定が可能である。

次に XPS の測定原理を説明する。XPS は Mg-K α , Al-K α などの軟 X 線を物質表面に照射することで光電効果により、表面物質中の原子に束縛されている電子が X 線のエネルギーによる物質のイオン化に伴い放出される。放出された光電子 e^- を静電型エネルギー分光器にて、電場により光電子の飛行軌道を偏向させ、電場量と偏向量の関係から光電子の運動エネルギーを測定し、分析を行う。固体表面における光電子放出の模式図を図 3.2 に示す。物質表面にエネルギー $h\nu$ の光子 (X線) を照射し、放出した光電子の運動エネルギーを E_k とすると、その軌道電子の結合エネルギー (束縛エネルギー) E_b との間には、

$$E_k = h\nu - E_b - \phi \quad (3.9)$$

が成り立つ。ここで ϕ は固体の仕事関数である。

式(3.9)において、 $h\nu$ は用いる X 線の種類から定まり、 E_k は測定運動エネルギーであるので、仕事関数 ϕ がわかれば E_b が求められる。電子の運動エネルギーはフェルミレベルから測定すると物質間の比較がしやすいので、この場合には、

$$E_k = h\nu - E_b \quad (3.10)$$

となる。図 3.3 は、この模式図を示している。図に示されるように、観測される電子のエネルギー分布は物質の内殻や価電子帯の情報をもっている。したがって、式(3.10) から $h\nu$ が一定であれば、結合エネルギー E_b が求められる。各軌道電子の結合エネルギーは元素ごとに異なるから、 E_k を測定することにより、容易に元素の同定が可能となる。また、同一元素の同一軌道の結合エネルギーは、注目している原子のまわりの状態・環境により、その値は微妙に変化する。この変化量 (化学シフトと呼ばれる) を測定することにより、物質の構成元素の化学結合状態分析が可能となる。X 線照射で生成する光電子は固体試料の内部深くにおいても生成する。しかし、この発生した光電子は非弾性散乱や弾性散乱により、容易にエネルギーの一部を失ったり、方向を変えたりし、大部分は試料吸収されてしまい平均自由行程が 2-3 nm である。そのため XPS で測定した試料表面からの情報は最表面から最大 2-3 nm ま

での範囲の情報となる。

次に UV + HP 援用により GaN ウェハ Ga 表面状態の変化を XPS にて測定した結果を示す。

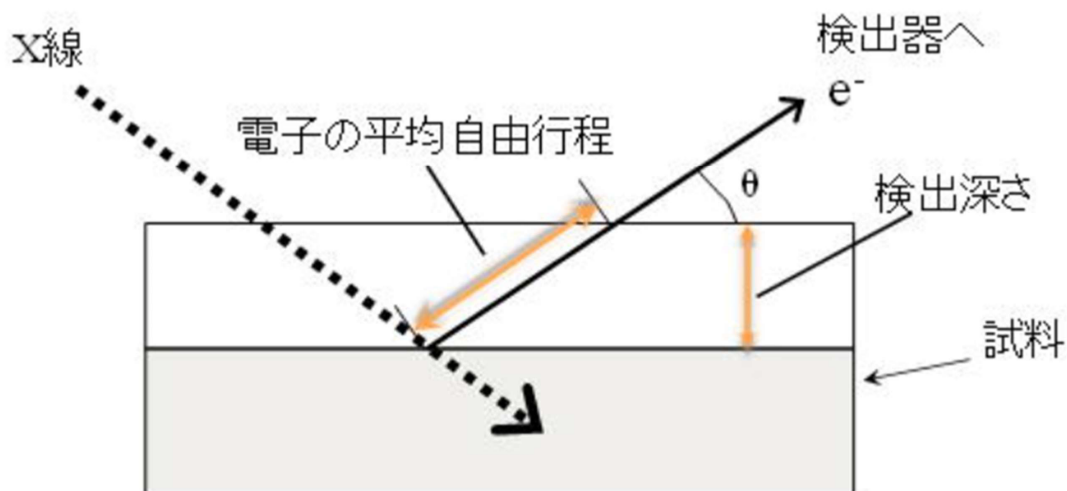


図 3.2 固体からの光電子放出の模式図^{3.9)}

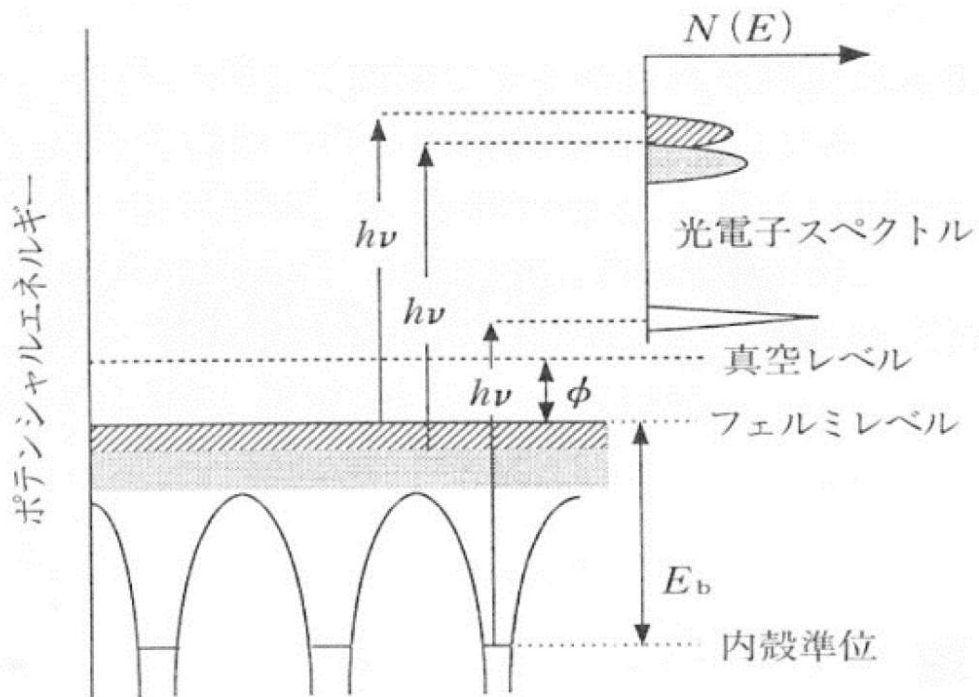


図 3.3 観測される電子のエネルギー分布^{3.10)}

3.2.4 実験方法

実験構成を図 3.4 に示す。GaN ウェハから $\square 10\text{mm}$ の薄片を切り出し、Ga 面が UV 光源側に向く状態で HP 中に浸し、UV 光を Ga 面に対して直接照射した。また温度の影響を検証するために、ヒータの上にビーカーを配置し加熱できる構成とし、HP の水位は UV 照射によって試料表面から気泡が発生する位置を目安に、表面から 3 mm の位置とした。この構成により GaN ウェハ Ga 面との OH ラジカルの反応による表面酸化状態の有無と最表面からの酸化状態の深さ依存性を検証した。表面の酸化状態の検証は、XPS による元素分析にて行い、測定装置は PHI ESCA-5600 (アルバック・ファイ社製) を用い、X 線は軟 X 線である Mg - K α 線を使用した。分析の手順としてまず GaN ウェハ薄片 Ga 表面を測定面になるように装置内にセットし、真空度が $5.0 \times 10^{-7} \text{ Pa}$ 以下になるまで真空引きを実施し、全エネルギー範囲を走査して計測された光電子の個数 (光電子強度) をプロットするワイドスペクトルの計測を実施した (ワイドスキャン)。ワイドスペクトルを計測することで、目的としている表面を測定できているか、また汚染や帯電の影響が発生していないかを詳細測定の前に確認した。次に Ga ピーク、O ピーク、N ピークについて走査エネルギー範囲を細かく設定したナロースペクトルの計測を実施した (ナロースキャン)。ナロースキャンによって測定場所での Ga, O, N の元素量割合と、ピークシフトによる結合状態から、GaN と酸化ガリウム (Ga_2O_3) の定量的化学状態の情報を得た。また表面からの深さ方向での Ga 酸化物の定量的化学状態の情報を得るために、最表面からアルゴン (Ar) イオンによるイオンミーリングにより微量加工 (加工レート: SiO_2 換算で約 5 nm/min) し、その加工面に対して随時 XPS による評価を繰り返し実施した。実験条件を表 3.1 に示す。

まず室温での UV+HP の援用効果の有無において表面状態を検証した。(試験条件 (1),(3)) この評価では同一試料内で測定場所による結果の影響を評価するために 2 ヶ所を測定した。続いて HP 含侵だけの試料と、加熱を加えて作成した試料の分析を同様に実施した。(試験条件 (2), (4), (5))。また表面から内部状態の酸化状態を評価するために、UV + HP 援用効果の無い試料 (試験条件(1)) を基準として用い、イオンミーリングによる加工と XPS による測定を行った。この際の XPS の測定は表面状態での測定方法と同様に実施した。

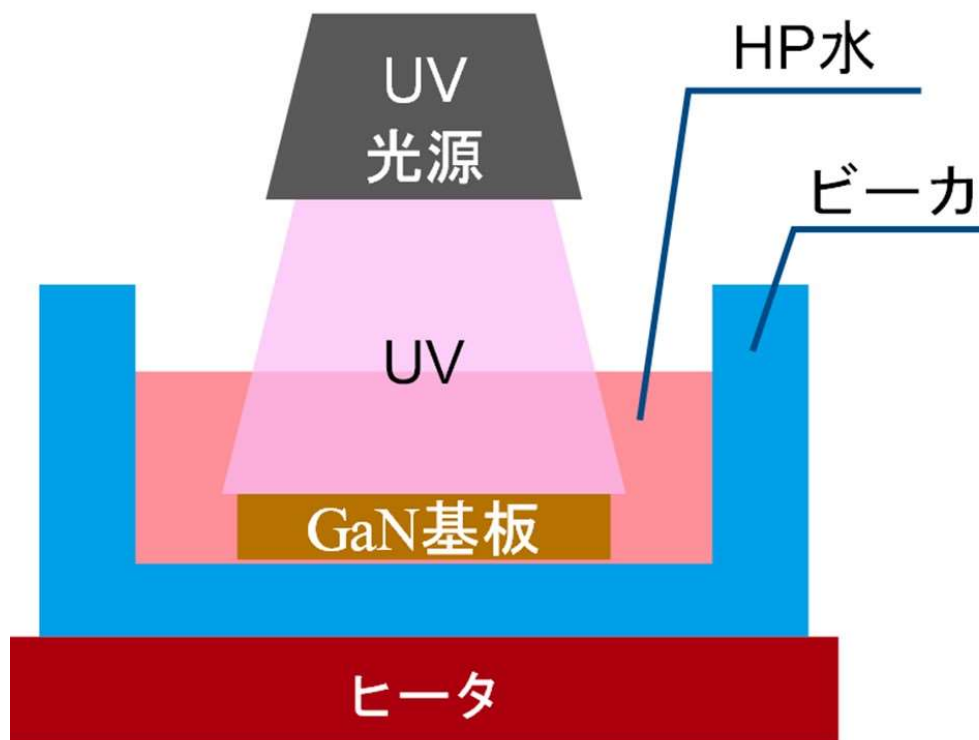


図 3.4 実験構成

表 3.1 実験条件

試料	GaN ウェハ Ga 面
試料サイズ	10 mm
紫外線光源	低圧水銀ランプ
紫外線照射強度	100 W
過酸化水素濃度	30 wt%
照射時間	10 min
試験条件	(1) CMP 後 (UV 照射無) (2) HP 含侵のみ (3) UV 照射有, 室温 (22 °C) (4) UV 照射有, ヒータ加熱 50 °C (5) UV 照射有, ヒータ加熱 100 °C

X 線光電子分光分析 (XPS)	
装置	PHI ESCA-5600 (アルバック・ファイ社製)
使用 X 線	Mg-K α 線
分析領域	400 μm ϕ

3.2.5 実験結果

初めに試験条件(1), (3)の室温での UV 照射無, 有の GaN ウェハ Ga 表面の分析結果である XPS ワイドスペクトルを図 3.5 に示す. ワイドスペクトルより, GaN 結晶の Ga 軌道のピークが測定されており, 目的としている表面を測定できてことを確認できた. 加えて全てのピークにおいてほぼ同等のスペクトル形状であり, 大きなスペクトルの乱れもないことから, 汚染や帯電の影響が発生していないことも確認できた. 次にナローズペクトルの結果を Ga ピークについて図 3.6, N ピークについて図 3.7, O ピークについて図 3.8 に示し, ナローズペクトルより試料表面の元素比率を求めた結果を表 3.2 に示す.

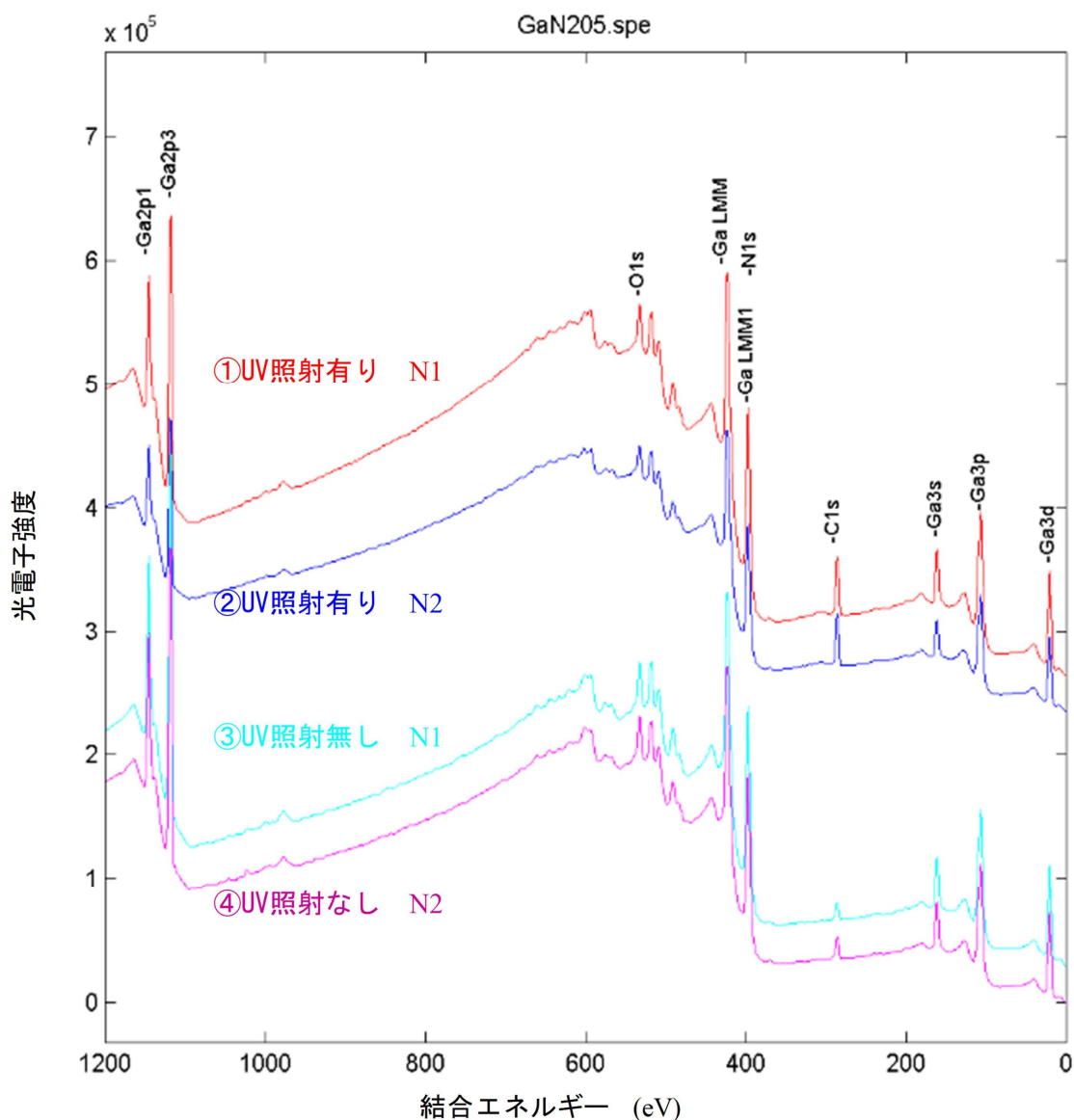


図 3.5 XPS ワイドスペクトル

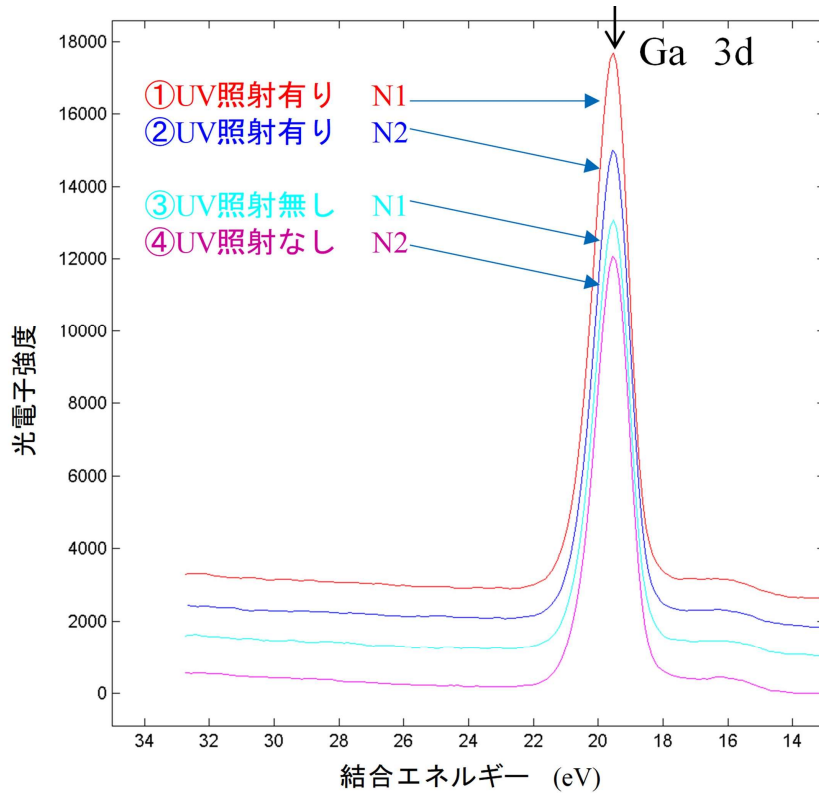


図 3.6 XPS ナROWSPEクトル (Ga)

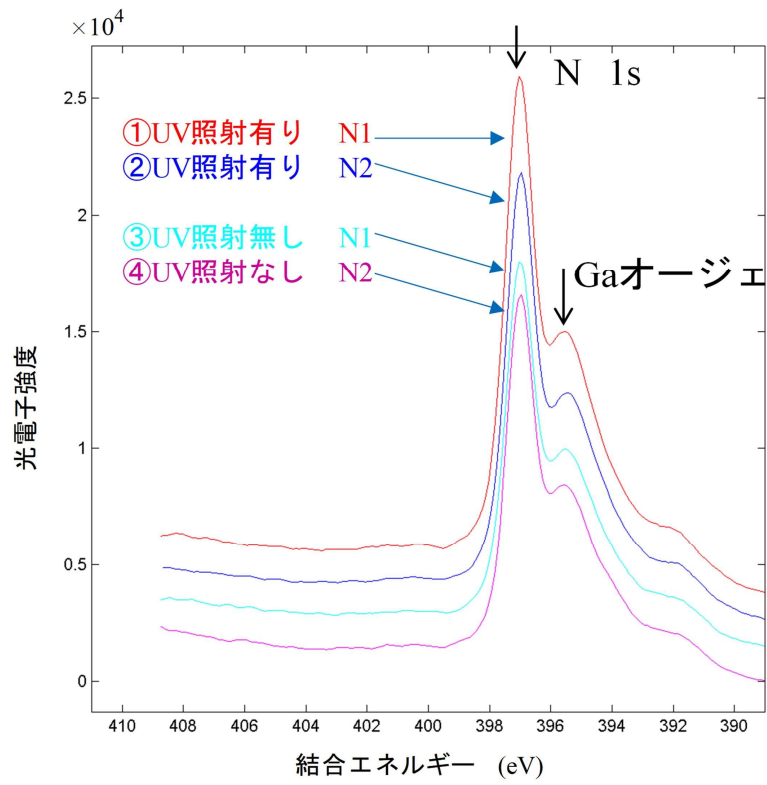


図 3.7 XPS ナROWSPEクトル (N)

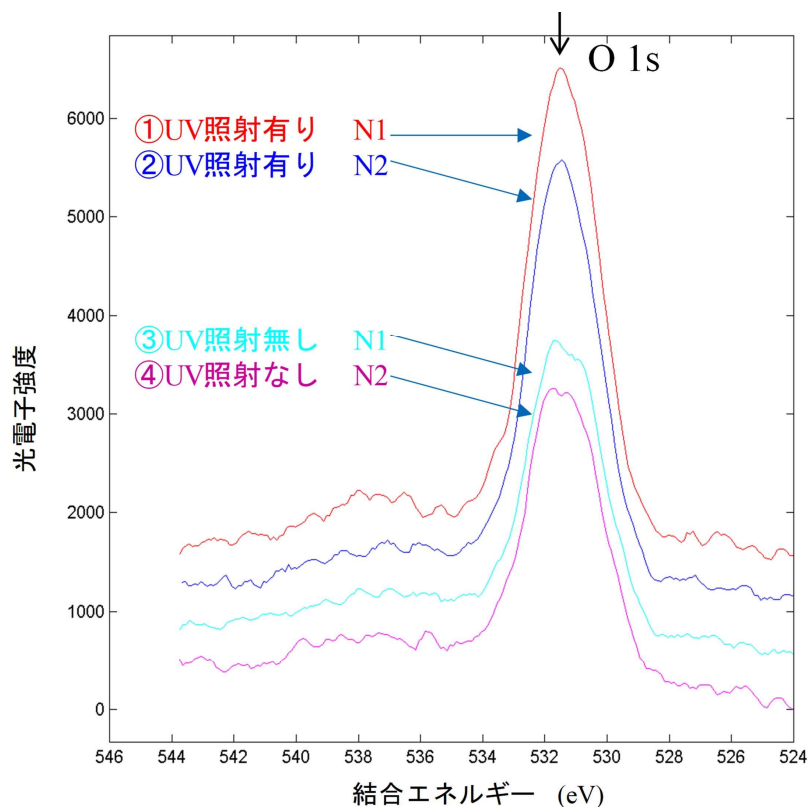


図 3.8 XPS ナROWSペクトル (O)

表 3.5 XPS 元素比率 (単位 : at%)

	N	O	Ga
UV 照射有 N1	27.0	13.1	59.9
UV 照射有 N2	26.9	13.0	60.1
平均	26.9	13.1	60.0
UV 照射無 N1	27.2	9.6	63.2
UV 照射無 N2	26.4	10.0	63.6
平均	26.8	9.8	63.4

表 3.5 の結果より、UV 照射によって O の元素比率が照射無の場合と比較して、平均値で 3.3 at% 上昇していることがわかる。また 2 カ所の測定結果には大きな差が発生しておらず、誤差は UV 照射無試料での N 元素量の 0.8 at% が最大で平均して 0.4 at% の誤差であった。

次に各元素のナROWSペクトル結果より Ga_2O_3 結合成分を抽出するように Ga 3d ピークと O 1s ピークについてピークシフトを行い、酸化量を測定した。Ga 3d ピークシフトによるナROWSペクトルを図 3.9 に O 1s ピークシフトによるナROWSペクトルを図 3.10 に示す。また各ナROWSペクトルから計算された Ga 3d ピークでの酸化物割合を表 3.6 に O 1s ピークでの酸化物割合を表 3.7 に示す。なお Ga 3d ピークでの酸化物割合は GaN

第3章 ヒドロキシルラジカル援用の効果

と Ga_2O_3 の比較のため、ピーク面積比により算出し、O 1s ピークの割合は OH 基と Ga_2O_3 の比較であり、両方とも酸化されている場合は増加することから表 3.5 の O 定量値をピーク面積により按分して算出した。

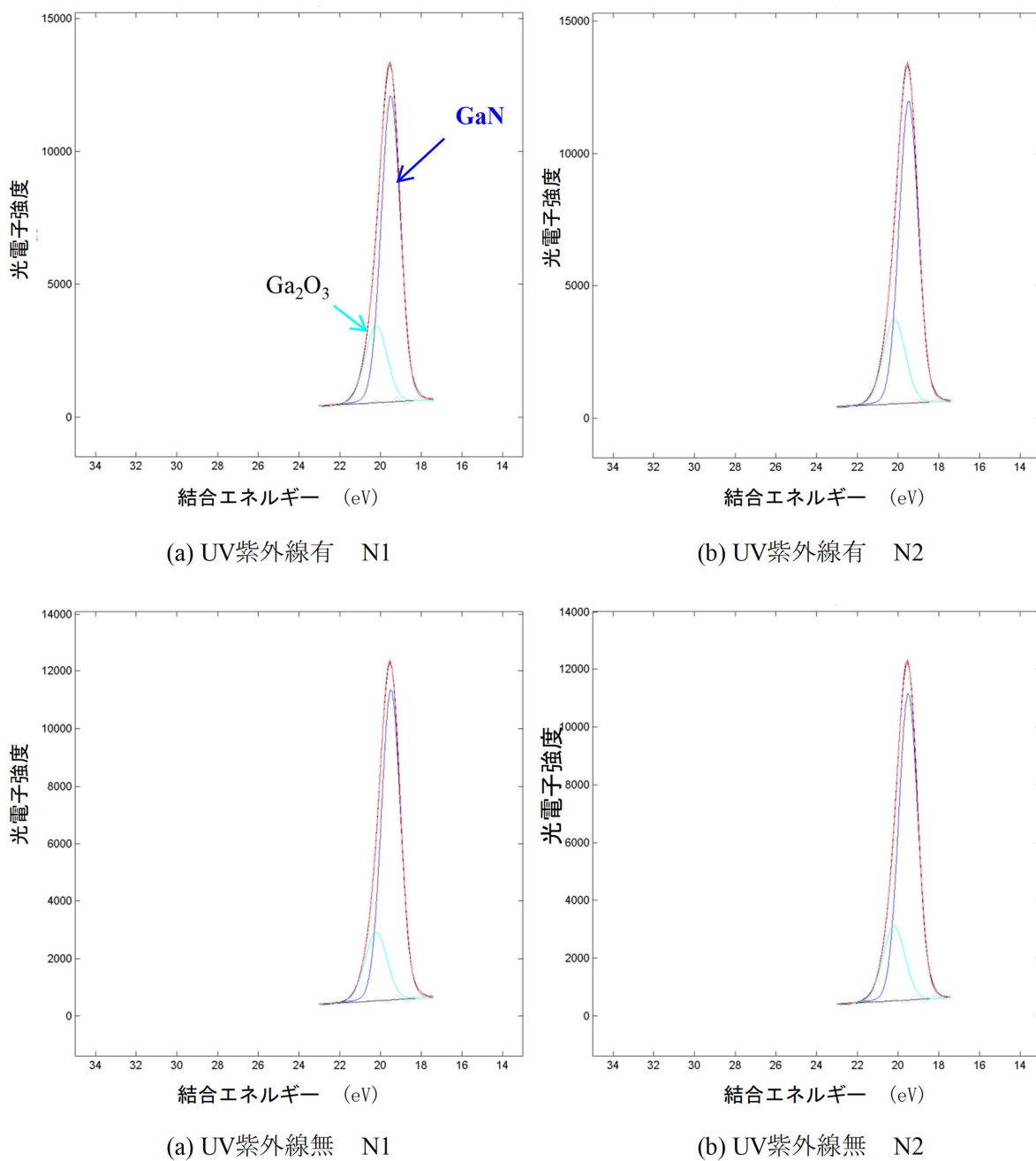


図 3.9 Ga3d 結合エネルギーのピークシフト結果

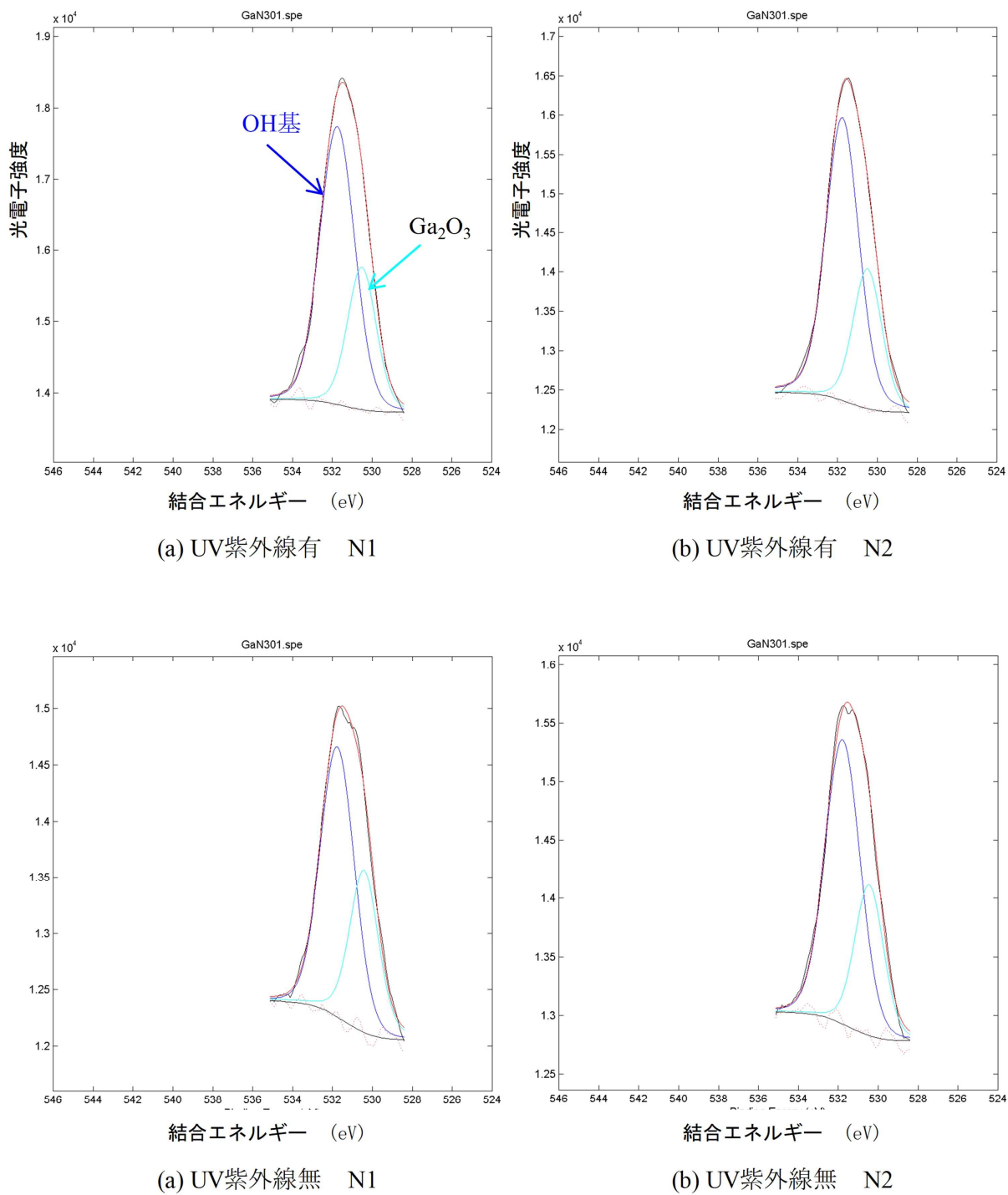


図 3.10 O1s 結合エネルギーのピークシフト結果

表 3.6 Ga 3d ナローズペクトルでの酸化物比率 (単位 :%)

		GaN	Ga ₂ O ₃
UV 照射有	N1	72.9	17.1
UV 照射有	N2	73.1	16.9
	平均	73.0	17.0
UV 照射無	N1	74.1	15.9
UV 照射無	N2	74.5	15.5
	平均	74.3	15.7

表 3.7 O 1s ナローズペクトルでの酸化物比率 (単位 :at%)

		OH 基	Ga ₂ O ₃
UV 照射有	N1	4.2	12.2
UV 照射有	N2	4.7	12.3
	平均	4.5	12.3
UV 照射無	N1	3.8	10.6
UV 照射無	N2	3.6	11.6
	平均	3.8	11.1

表 3.6 の結果より, UV 照射によって Ga₂O₃ の Ga 3d ナローズペクトルでの割合は増加し, 平均値で 2.3 % の増加であった. また表 3.7 より O 1s ナローズペクトルの OH 基, Ga₂O₃ 量は共に UV 照射により増加し OH 基は平均値で 0.7 at%, Ga₂O₃ は 1.2 at% の増加となった. 本結果より, UV + HP 機構によって常温条件化において GaN ウェハ Ga 面の酸化量が増加することが判明した

同様の評価方法により, 試験条件 (2), (4), (5) の分析を実施した. 試験条件 (1)-(5) における酸素割合の結果を図 3.11 に示す.

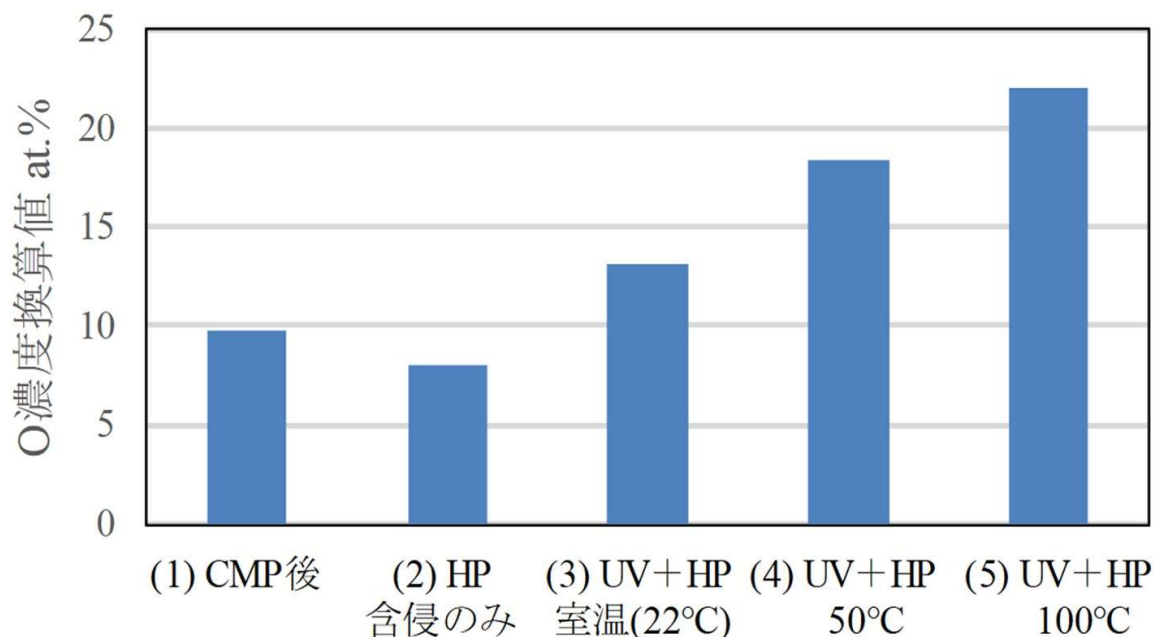


図 3.11 GaN ウェハ Ga 面最表層での酸素割合

図 3.11 より UV + HP 援用無を基準として、UV + HP 援用により 22 °C 条件では、酸素割合が 3.3 at% 上昇、50 °C 条件では、8.6 at% 上昇、また 100 °C 条件では、12.3 at% の上昇であった。そのため UV + HP 援用により GaN ウェハ Ga 表面での酸素割合が増加し、さらに加熱の効果により増加割合は大きくなることが分かった。本結果により GaN ウェハ Ga 表面に対して UV + HP という構成によって表面の酸素割合が増加することが判明した。また CMP 後よりも HP 含侵のみで表面の酸素濃度が低くなっていることがわかった。CMP 後の洗浄工程において有機系酸化物の薄膜が生成され、過酸化水素水に含侵することで除去されたと推測される。

次に、温度 50 °C、100 °C での UV 照射した試料の照射面からの内部方向の酸素濃度の測定結果を図 3.12 に示す。酸素濃度の測定には XPS ナローズペクトルの Ga 3d ピークのピークシフトによる Ga₂O₃ のピーク面積比より算出した。図 3.12 より CMP 後の試料を基準として、CMP 後の酸素濃度と同じ濃度になる深さは、50 °C 条件の試料で、0.3 nm、100 °C 条件の試料でも 0.45 nm となり、酸化反応は 0 – 0.45 nm 程度の極表面反応しか起きていないことがわかる。このことより、UV + HP 援用で生成される酸化膜厚みは非常に小さく、またラジカルの寿命が約 75 μs 以下ということを考えて、短い時間にて反応が終了し、その後反応が深さ方向に進展しないと予測される。本結果より OH ラジカル活性種の反応を利用した加工速度向上を実施するためには、表面を酸化させる工程と酸化した Ga ウェハを除去する工程を高速に繰り返す機構が効果的と推測される。

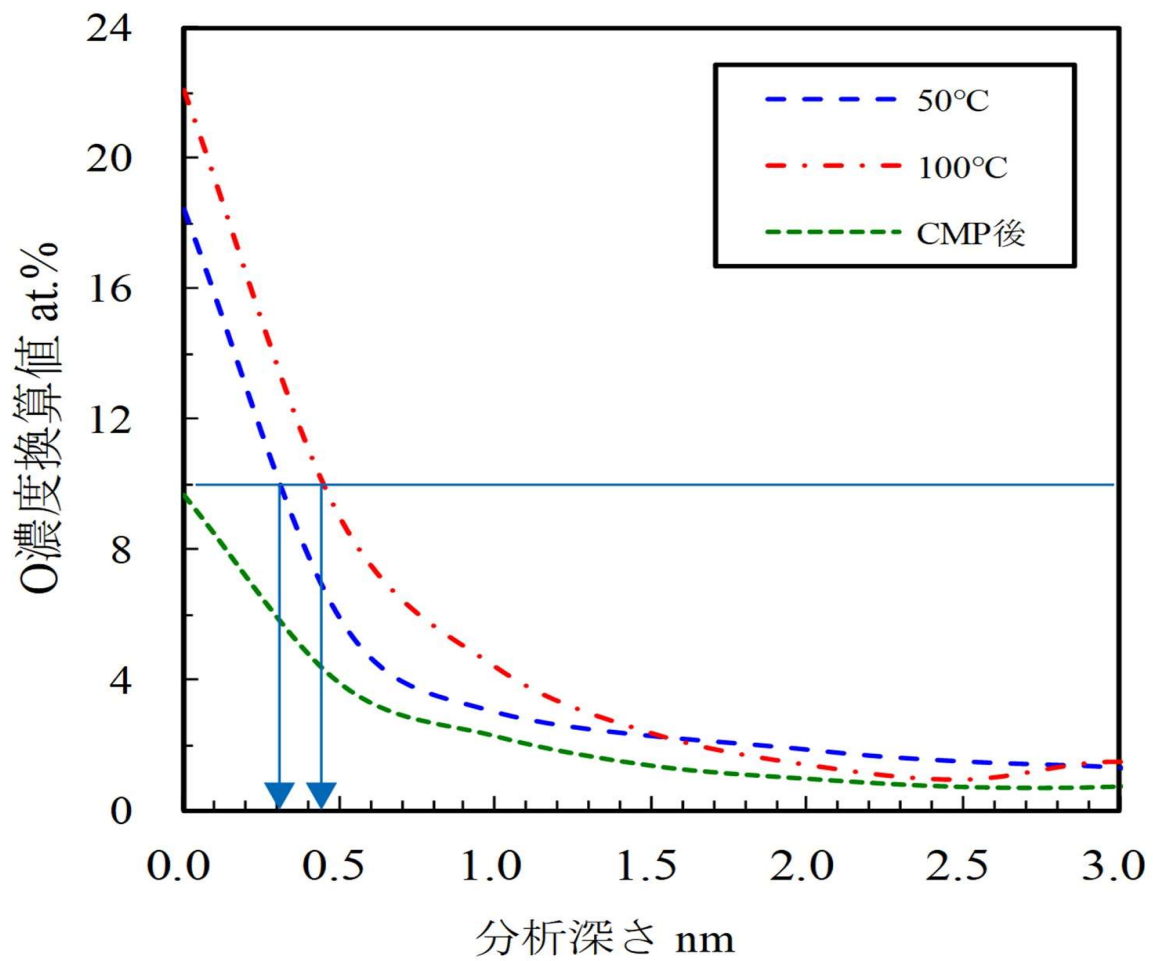


図 3.12 試料照射面から内部方向への酸素濃度測定結果

3.3 結言

本章では GaN ウェハ加工レート向上を目的にラジカル援用効果について XPS 分析を用いて検証を実施した。本研究にて得られた結果を以下に示す。

- (1) GaN ウェハ Ga 面への UV + HP 援用により、常温での評価において、O の元素比率が照射無の場合と比較して、2 試料の平均値で 3.3 at % 上昇していることがわかった。XPS ナローズペクトル分析により、Ga 3d ナローズペクトルでの Ga₂O₃ の割合は援用効果により増加し、平均値で 2.3 % の増加であった。O 1s ナローズペクトルの OH 基、Ga₂O₃ 量は共に UV 照射により増加し OH 基は平均値で 0.7 at %、Ga₂O₃ は 1.2 at % の増加となった。本結果より常温条件化において UV+HP 援用により GaN ウェハ Ga 面の酸化量が増加することが判明した
- (2) UV + HP 援用無を基準として、UV + HP 援用により 50 °C 条件では、酸素割合が 8.6 at % 上昇、また 100 °C 条件では、12.3 at % の上昇であった。そのため UV + HP 援用により GaN ウェハ Ga 表面での酸素割合が増加し、さらに加熱の効果により増加割合が加速されることが分かった。本結果により GaN ウェハ Ga 表面に対して UV + HP という構成によって表面の酸素割合が増加することが判明した。
- (3) 深さ方向での Ga 酸化物の定量的化学状態の情報を得るために、最表面から Ar イオンによるイオンミリングにより微量加工し、その加工面に対して随時 XPS による評価を繰り返し実施した。酸素濃度の測定は XPS ナローズペクトルの Ga 3d ピークのピークシフトによる Ga₂O₃ のピーク面積比の酸素濃度から算出た。結果として CMP 後の試料を基準として、CMP 後の酸素濃度と同じ濃度になる深さは、50 °C 条件の試料で、0.3 nm、100 °C 条件の試料でも 0.45 nm となり、酸化反応は 0 - 0.45 nm 程度の極表面反応しか起きていないことが明らかとなった。
- (4) HP+UV 照射で生成される酸化膜厚みは非常に小さく、またラジカルの寿命が約 75 μs 以下ということ考えると、短い時間にて反応が終了し、その後反応が深さ方向に進展しないと予測され、OH ラジカル活性種の反応を利用した加工速度向上を実施するためには、表面を酸化させる工程と酸化した GaN ウェハを除去する工程を高速に繰り返す機構が効果的と推測される。

参考文献

- 3.1) T.C.Wu, N.Morita and Y.Yoshida, Study on the grinding of silicon single crystal (2nd report, The effect of temperature and local rate on brittle-ductile transition), Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng. Ser. C, 58, 555 (1992), 3398.
- 3.2) K. Kawaguchi, T. Aizawa, Y. Higuchi, N. Ozawa, M. Kubo, Chemical mechanical polishing mechanisms for gallium nitride, Proc. Int. Conf. on Planarization/CMP Technol. (2014) 39.
- 3.3) 佐野 浩亮, 内海 英雄, 活性酸素・フリーラジカルの分析, 化学と生物, 37, 5 (1999) 328.
- 3.4) T. Toki et al, Synergistic interaction between wavelength of light and concentration of H₂O₂ in

- bactericidal activity of photolysis of H₂O₂, J. BIOSCI. BIOENG., 119, 3 (2015) 358.
- 3.5) R. Carin, J. P. Deville, J. Werckmann, An XPS study of GaN thin films on GaAs, Surface and Interface Analysis, 16, 1-12 (1990), 65-69.
- 3.6) J. Ohta et al, RHEED and XPS study of GaN on Si(1 1 1) grown by pulsed laser deposition, Journal of Crystal Growth, 233, 4 (2001), 779-784.
- 3.7) 黒河 明, オゾンを用いた表面処理方法, Journal of the Vacuum Society, 56, 8 (2013), 307-314.
- 3.8) JAIMA X 線電子分光法 (XPS) の原理と応用
ホームページ <https://www.jaima.or.jp/jp/analytical/basic/electronbeam/xps/> (2019年4月20日アクセス)
- 3.9) Japan Research Lab X 線光電子分光法 (XPS, ESCA) の原理・特徴 (概略, 基本情報)
ホームページ <http://analysis.ikaduchi.com/xps.html>. (2019年4月20日アクセス)
- 3.10) XPS(X 線光電子分光法) スペクトル化学状態化学シフトケミカルシフト ホームページ
<http://techdb.podzone.net/xpsstate/> (2019年4月20日アクセス)

第4章 テープ研削法の提案

4.1 緒言

本章では、第2章で得た GaN ウェハ Ga 面に対して高精度加工を行うための工具切込み量の制御と、第3章で得た UV+HP 機構による OH ラジカル援用に対して表面を酸化させる工程と酸化した GaN ウェハを除去する工程を高速に繰り返す構成を踏まえ、UV+HP 機構と複合可能かつ低ダメージでの加工可能な工法を検討した。ウェハ加工の重要な要素としてウェハ全面での平面度を維持させる必要があり、本提案機構では、前加工において平面加工を実施した状態を想定して機構を検討した。加えて加工点近傍にて OH ラジカルを発生させるため、加工点近傍に UV が届き、かつ繰り返し被加工面との相対運動が可能な円柱形状を採用した。またウェハ全面への加工性を担保させかつ延性加工状態での加工できる機構として弾性体を用いたテープ研削機構を考案し、考案した研削機構にて GaN ウェハ Ga 面に対して延性加工状態にて加工できるかの実証と UV + HP 援用による複合機構での加工レートの向上についての実証を行った。

4.2 弾性体を用いたテープ研削機構の提案

4.2.1 テープ研削機構の構成要素

提案テープ研削機構の構成要素を図 4.1 に示す。砥石の代わりに樹脂素材上に砥粒を分散させたテープ（研削テープ）を弾性ホイールに巻きつけ、ウェハに押し付けた状態で回転および摺動の相対運動により加工を行う。コンタクトホイールに弾性体を採用することで、同図に示すように弾性ホイールは接触点で荷重により大きく変形する。弾性ホイールの接触点での変形の結果、加工域での有効切れ刃数が増加する。有効切れ刃数の増加は砥粒 1 個当たりの切込み深さを減少させ、均一な加工が可能となることから低ダメージで平滑な仕上げが期待される。またテープの巻き取り機構を加えれば、常に新しい砥粒を接触点に供給でき、従来の砥石を用いた研削加工で安定的な加工に欠かすことのできない砥石表面への目詰まりを除去するドレッシング工程や加工による砥石摩耗での砥石形状を修正するツルーイング工程を行う必要が無く、長時間での加工においても安定した加工状態を維持することが可能である。テープ研削での加工精度の向上として、樹脂素材上に様々な凹凸形状のパターンを成形することで、押付圧力を問わずに粗さ向上ができるという報告もある^{4.1)}。加えて、テープを巻き取り加工するという機構から、砥粒を高密度に配置しても目詰まりによる研削機能の低下の影響が小さく、有効切れ刃数を増加することが可能である。そして円柱形状をコンタクトホイールに採用することで、加工域は線接触的になり、面接触となる一般的な研磨加工と比較して加工点近傍に UV が届き、HP の援用と併せることで加工点近傍での OH ラジカルの発生を行うことができる。

生産という観点からも特徴があり、テープ研削の機構では複数枚同時加工であるラップ加工や CMP と異なり、1 枚ずつの加工が可能のため、必要量だけ生産が可能で、仕掛在庫の削減が見込める。さらに異なる砥粒材質、サイズのテープを繋げることにより、テープ材を変更することなく、複数の条件の加工を連続で行うことができる。このことより工具交換による段取り時間を無くすことが出来、加工機の有効稼働時間（実加工を行っている時間）を長くすることが出来る。また生産コスト低減を目的に使用済みテープの再利用方法として超音波振動の活用による加工特性の再生なども報告されている^{4.2)}。

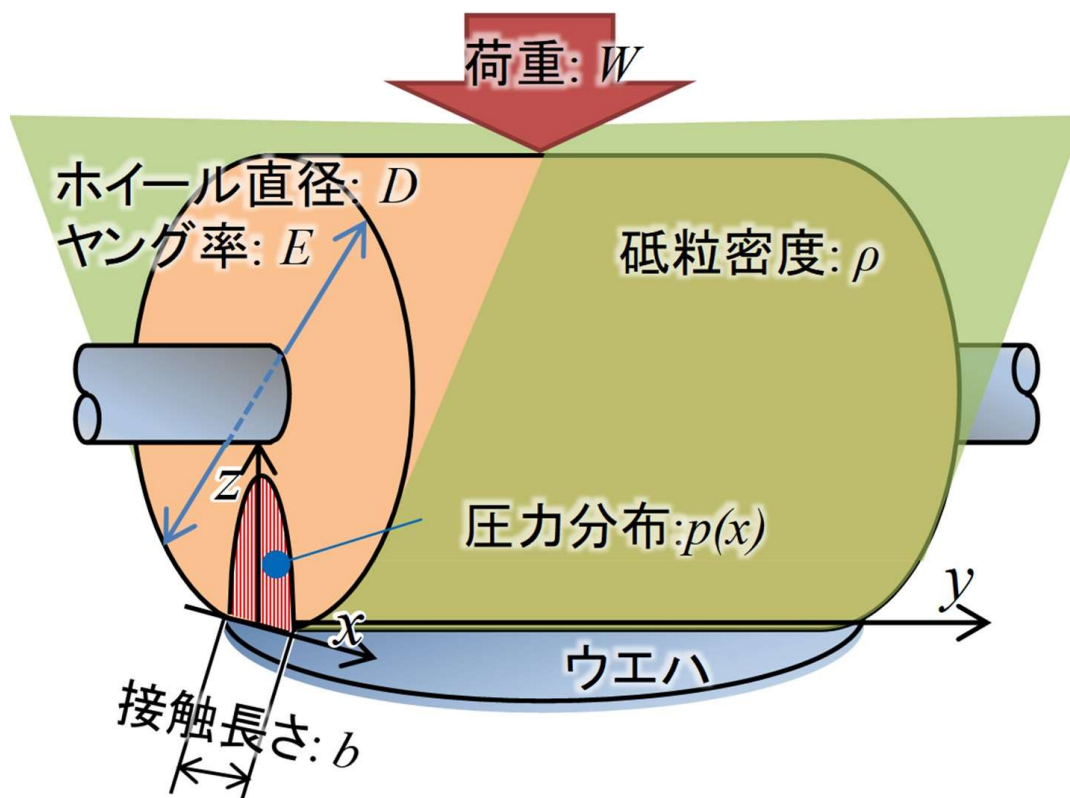


図 4.1 テープ研削機構モデル

4.2.2 切込み量に関する理論的検証

続いて、テープ研削における砥粒の最大切込み深さについて検証する。弾性ホイールとウエハの接触を円筒体対平面のヘルツ接触と仮定すると、 x の位置における接触圧 $p(x)$ 、接触幅 b は弾性ホイールのヤング率 E 、接触長さ L 、ホイール直径 D および負荷荷重 W より次式で表される^{4.3)}。

$$p(x) = \frac{2W}{\pi b L} \sqrt{1 - \left(\frac{x}{b}\right)^2} \quad (4.1)$$

$$b = 2 \sqrt{\frac{DW}{\pi E L}} \quad (4.2)$$

砥粒が受ける力が砥粒の投影断面積に比例すると仮定すると、ウエハに作用する最大切削力 f_{\max} は使用する砥粒の最大粒径 d_{\max} と最大接触圧 $P_{\max} (= p(0))$ を用いて次式のように表せる。

$$f_{\max} = \frac{\pi d_{\max}^2}{4} p_{\max} \quad (4.3)$$

第2章で求めた延性-脆性加工の臨界切込み深さ $\delta_c = 180 \text{ nm}$ であったことから砥粒サイズは小さい方が延性加工状態を再現できると仮定し、#10000での砥粒サイズを想定し切込み深さを考察した。なお、第2章の結果より、UV + HPでの表面改質は0.45 nm以下と極表面で行われ、臨界切込み深さの2.7%であるため、表面改質の影響は無視して計算を実施した。表4.1の条件と式(4.3)よりにてこの弾性体の接触状態で考えられる最大切削力 f_{\max} を計算すると、

$$f_{\max} = 1.03 \text{ } \mu\text{N} \quad (4.4)$$

となる。次に切削深さ δ と加工力 f の関係について、切削断面積に比例する、すなわち係数 k を用いて

$$f = k\delta^2 \quad (4.5)$$

と表せることを仮定する。前報の臨界切込み深さ $\delta_c = 180 \text{ nm}$ および臨界切削力 $f_c = 0.5 \text{ N}$ を用いて式(6)の k を求め、 f_{\max} の際の切込み深さを計算すると、

$$\delta = 0.26 \text{ nm} \quad (4.6)$$

となる。この深さは改質層の深さ 0.45 nm よりも小さいため、#10000での砥粒を用いた加工での除去量にて問題無いと判断し、最大砥粒径が 0.001 mm サイズであるダイヤモンド#10000を用いた。

表 4.1 計算条件

臨界切削力 f_c	0.5 N
ホイール直径 D	25 mm
接触長さ L	100 mm
ヤング率 E	45 MPa
負荷荷重 W	250 N
砥粒径 d_g	0.001 mm

4.2.3 テープ研削試験条件

テープ研削機構の GaN ウェハへの適用可能性を検証するための実験装置を図 4.2 に示す。X 方向の高速揺動 (Max 2000 回/min) が可能な平面研削盤 (ナガセインテグレックス製 SHSD 80 α) に弾性体 (ウレタンゴム材) と研削テープを治具にて固定している。平面研削盤概観図を図 4.3 に示す。治具は平面研削盤の Y 軸, Z 軸方向への駆動軸上に固定し, GaN ウェハへの研削テープの Y 軸方向の位置決めを Y 軸駆動により, また切込みを Z 軸駆動により実施した。試料は GaN ウェハを $\square 10$ mm の小片に切り出し, Ga 面が被加工面になるように熱溶融性ワックスにて, 治具に貼り付け, 治具を X 軸方向に往復運動する揺動テーブル上に固定した。本構成により, 試料と研削テープの相対位置として試料中央がテープ接触点となるように 3 軸の駆動軸より位置決めを行った。加工は Z 軸によりテープをウェハと接触させて X 軸の揺動運動により実施した。

本機構による GaN ウェハ除去量と, 加工変質層の発生について検証するため, 表面仕上げの異なる 2 種の試料を準備した。ウェハ除去量の検証用には GaN ウェハ Ga 面を平面研削盤にて加工面全面が加工されてから, 更に $2\ \mu\text{m}$ 切込みを行い, 粗加工した試料 (表面粗さ Ra 10.3 nm) を用いた。また, 加工による加工変質層評価には GaN ウェハ Ga 面をコロイダルシリカ砥粒での CMP 加工にて加工変質層を完全に除去し, 表面粗さを Ra 0.3 nm の面粗さに仕上げた試料を用いた。テープ研削加工条件を表 4.2 にまとめる。

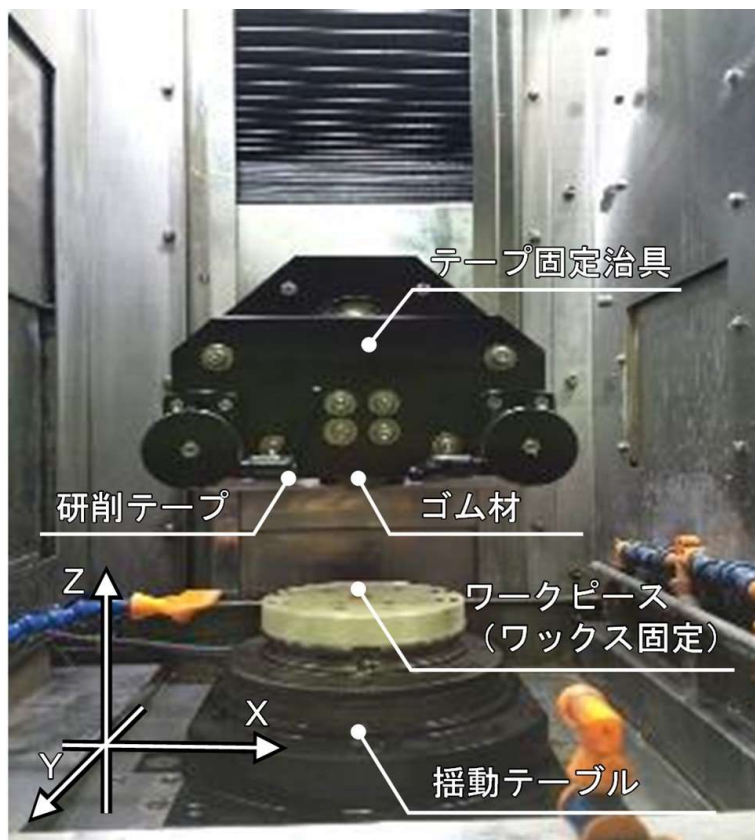


図 4.2 テープ研削機構実験装置



図 4.3 平面研削盤概観（ナガセインテグレックス製 SHSD 80 α）

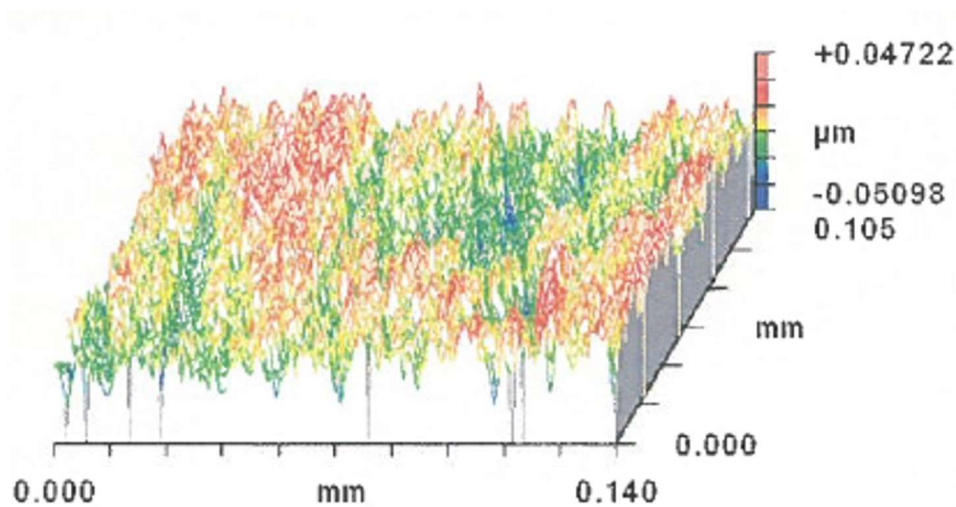
表 4.2 テープ研削条件

試料	GaN ウェハ Ga 面
加工前の表面	平面加工（除去量検証用）Ra 10.3 nm CMP 仕上げ（加工変質層評価用）Ra 0.3 nm
試料サイズ	□10 mm
加工装置	ナガセインテグレックス製 SHSD 80 α
弾性体	ウレタンゴム ショア硬度 90
砥粒サイズ	ダイヤモンド#10000（粒径 1 μm）
加工条件	
揺動幅	±2.5 mm
揺動回数	1000 回/min
加工時間	5 min

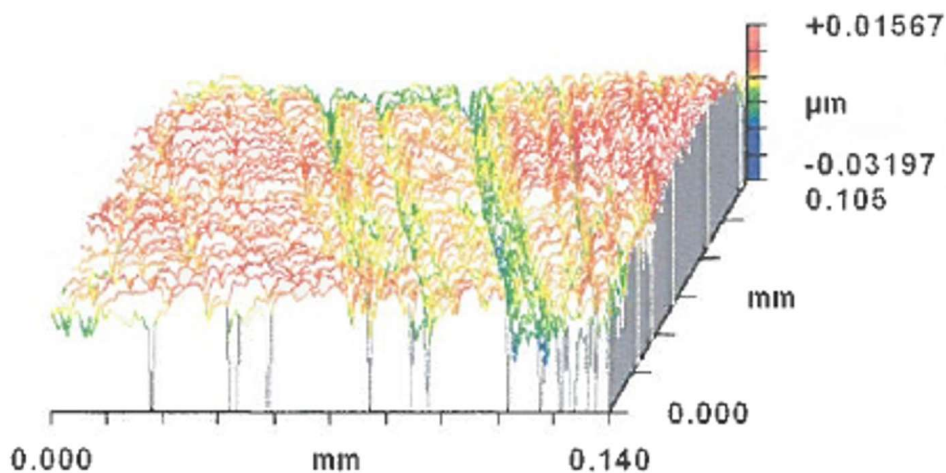
4.2.4 テープ研削試験結果

粗加工を実施した GaN ウェハ Ga 面への加工前，加工後の表面粗さを白色干渉型表面測定器（ZYGO 社 NewView）により測定した．測定条件として，50 倍対物レンズを用いて縦 0.105 mm 横 0.140 mm の範囲を測定し，表面粗さは Ra 値を評価した．結果を図 4.4 に示す．

図 4.4 より加工前後で表面粗さは Ra 10.3 nm から Ra 4.2 nm へ低減しており，また，加工前の凸の部分から加工され，加工後の表面には平坦部が加工されていることがわかる．結果より，加工前の深い溝は除去しきれっていないが，本機構にて GaN ウェハの除去加工ができていないことは判明した．



(a) テープ研削前(粗仕上げ後) Ra 10.3 nm



(b) テープ研削後 Ra 4.2 nm

図 4.4 粗仕上げ面に対するテープ研削前後の表面性状

次に表面粗さが Ra 0.3 nm の光学鏡面を持つ試料に対しての加工性評価を実施した。加工結果を図 4.5 に示す。また加工後の GaN ウェハ概観図を図 4.6 に示す。加工前表面粗さ Ra 0.3 nm に対して加工後の表面粗さは Ra 0.314 nm とほぼ変化は無いが、研削による加工痕が確認でき、研削による除去加工ができていていると考えられる。次に加工による加工変質層の状態を評価するために TEM により断面の原子配列の観察を実施した。TEM 測定試料の FIB 加工は JEOL 製デュアルビーム装置 (JIB - 4600 F) を用いて Ga⁺イオンビームにより実施した。また TEM 観察は FEI 社製 Titan 80 - 300 装置を用い、加速電圧 300 kV にて測定を実施した。図 4.7 に示す結果より、加工面極表層において原子配列の乱れが原因の加工変質層が存在することがわかる。これはテープ研削を施したことによるダメージに起因するものであると考えられるが、同変質層にはクラックのような脆性破壊状態は観察されないことから、当初の狙いであった延性状態における除去加工が実施できたといえる。また最大加工変質層厚み $\delta_{SSD,max}$ も 146 nm と非常に小さく、加工での原子配列の乱れが少ない低ダメージ加工が実現されている。本実験により弾性体を用いたテープ研削機構によって、延性状態にて GaN ウェハの Ga 面を加工できることが判明した。

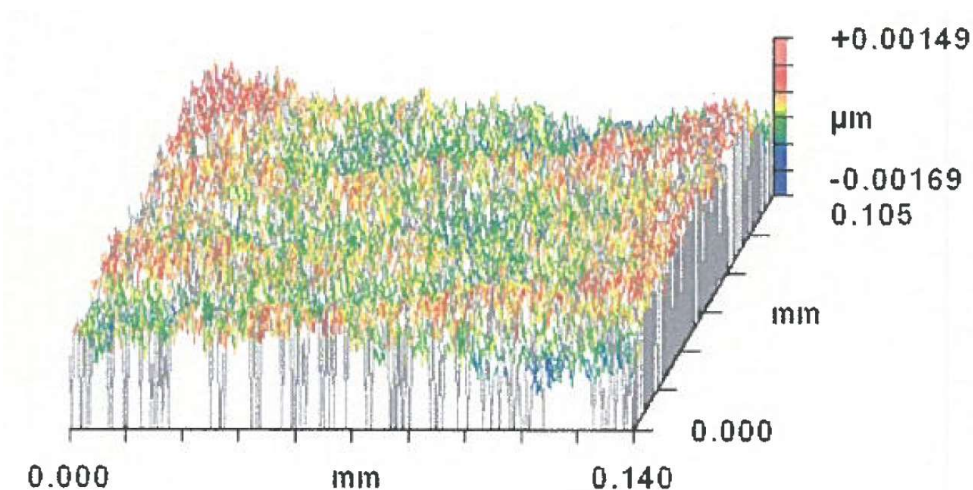


図 4.5 鏡面に対するテープ研削後の表面性状

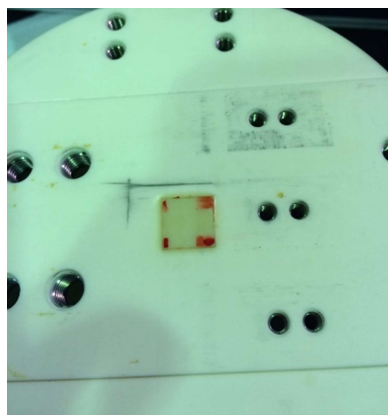


図 4.6 加工後試料概観

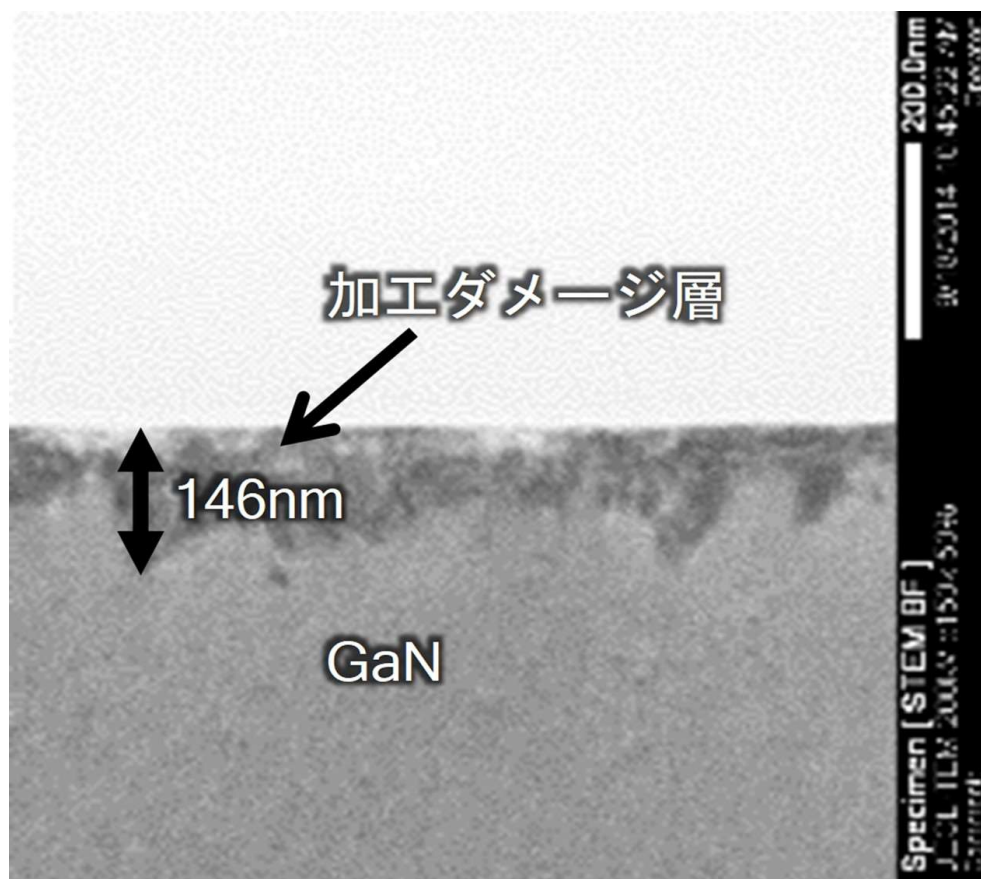


図 4.7 テープ研削後の断面 TEM 画像

4.3 複合機構での検証

4.3.1 複合機構の構成と実験条件

テープ研削機構により GaN ウェハ Ga 面をクラックが発生しない延性状態での加工ができることが判明したので、UV + HP との複合機構により高能率化の検証を実施した。複合機構では HP での装置汚染を防ぐために、ステンレス製の廃液トレイを設け、長時間の加工検証を実施できる検証モデル機を構築した。本機構での加工点近傍での加工モデルを図 4.8 に、検証装置概観を図 4.9 に示す。円柱状の弾性体に砥粒を保持した研削テープを巻き付け、試料と研削テープが接触部に HP が滞留するように、スポイトにて HP の滴下と、スポット型 UV 装置により研削テープと試料の接触点への照射を実施した。駆動軸として研削テープを X 方向に揺動する揺動機構と、Z 軸方向の移動を行うためのスライドレールを有し、GaN ウェハは Ga 面がテープとの接触面となるように熱溶融性ワックスにて固定した。また弾性体、テープ材、砥粒サイズはテープ研削機構で検証した条件を採用した。

本実験ではテープ研削による前加工での面粗さ除去速度を検証目的として、GaN ウェハの Ga 面を平面研削加工し、Ra 5.3 nm の表面粗さとした。また加工時間 10 分毎に表面粗さを先述の白色光干渉計にて倍率 50 倍の対物レンズにて測定し、Ra が 1 nm 以下となるまで加工を実施した。また加工バラツキの影響を鑑み、UV+HP 援用有、無でそれぞれ 3 サンプルを準備し、計 6 サンプルにて加工を実施した。実験条件を表 4.3 に示す。

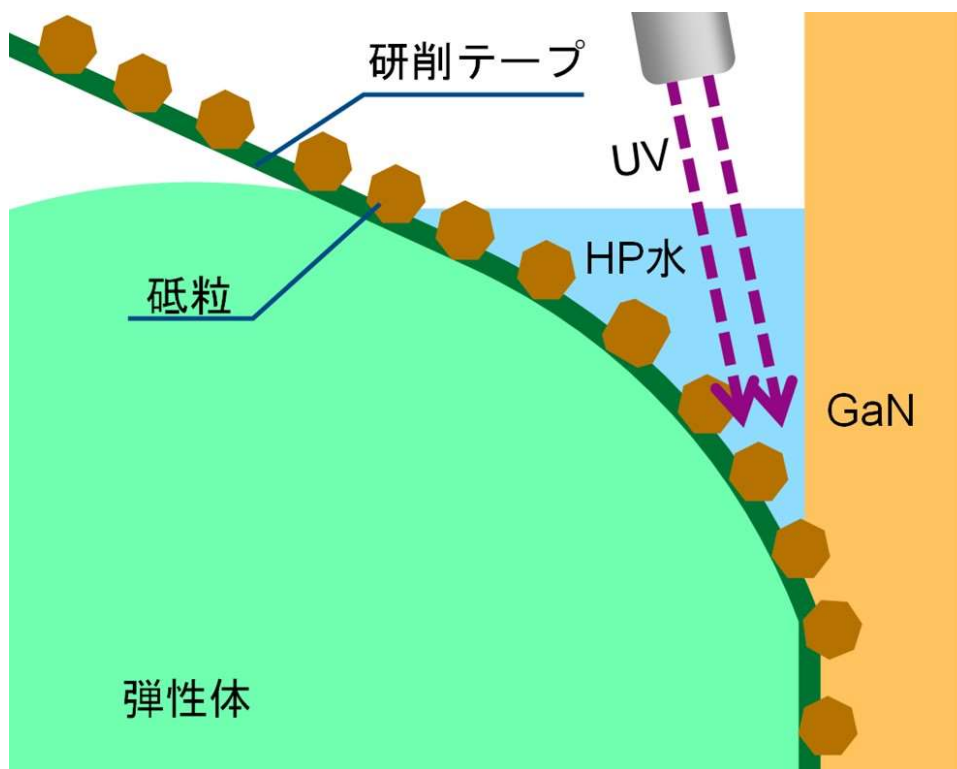


図 4.8 UV 援用テープ研削モデル

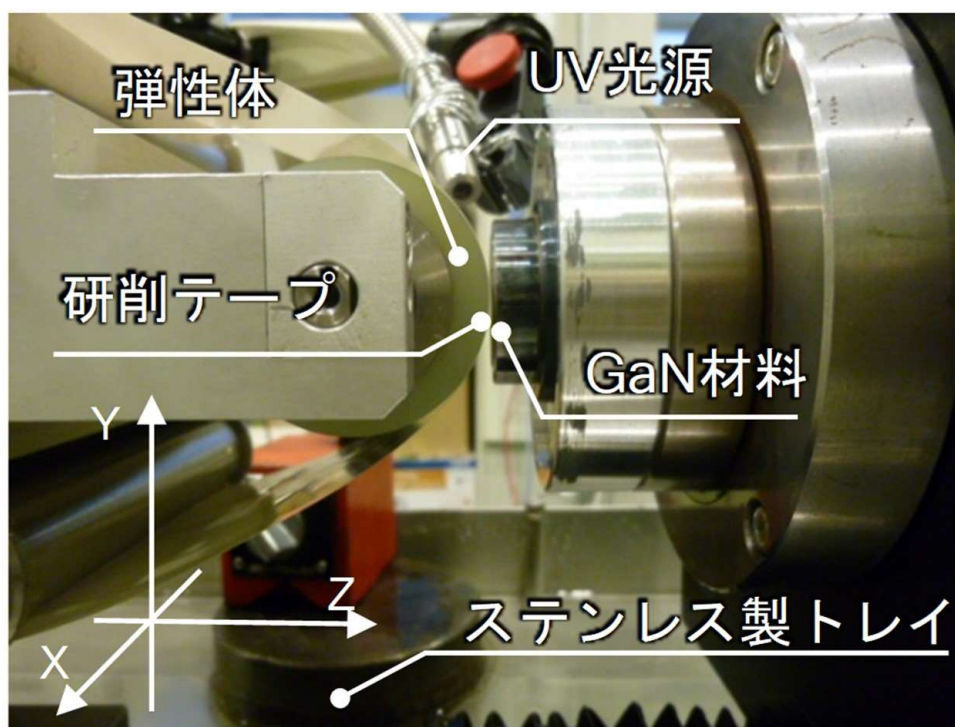


図 4.9 UV 援用テープ研削装置

表 4.3 複合機構試験条件

試料	GaN ウェハ Ga 面
試料サイズ	□10 mm
弾性体	ウレタンゴム ショア硬度 90
砥粒サイズ	ダイヤモンド#10000
加工条件	
揺動幅	±1.5 mm
揺動回数	500 回/min
UV 照射強度	1.0 W
UV 波長	365 nm
HP 濃度	30 wt%

4.3.2 実験結果

本検証機構での加工結果を図 4.10 に示す。

測定結果より、UV+HP 援用が無い場合において、表面粗さの低減は初期の 10 分までが最も大きく、最初の 10 分間で約半分の Ra 値になっていることがわかった。10 分以降は Ra 値の低減率は下がるものの徐々に低減し、目標である Ra 値 1 nm 以下には 60 分後の測定時に到達した。本挙動は表面粗さが粗い状態では、凹凸の高い部分を優先的に除去するため、初期が表面粗さの低減率が最も高く、凹凸の差が少なくなると平面部の面積が増加し、表面粗さの低減率が低下していると予測される。一方 UV+HP 援用での試料は最初の 10 分後の測定時にすでに表面粗さが 1 nm 以下になっていた。本結果より、提案したテープ研削機構によって GaN ウェハの Ga 面の平坦化が出来ることと、UV+HP 援用を用いることで、平坦化までの時間が低減することが判明した。UV+HP 援用による表面改質が極表層ということ鑑み、平坦化には加工による除去が支配的と考え、UV+HP 援用により援用が無い場合と比較して 6 倍以上の除去速度向上の効果がであると推測される。

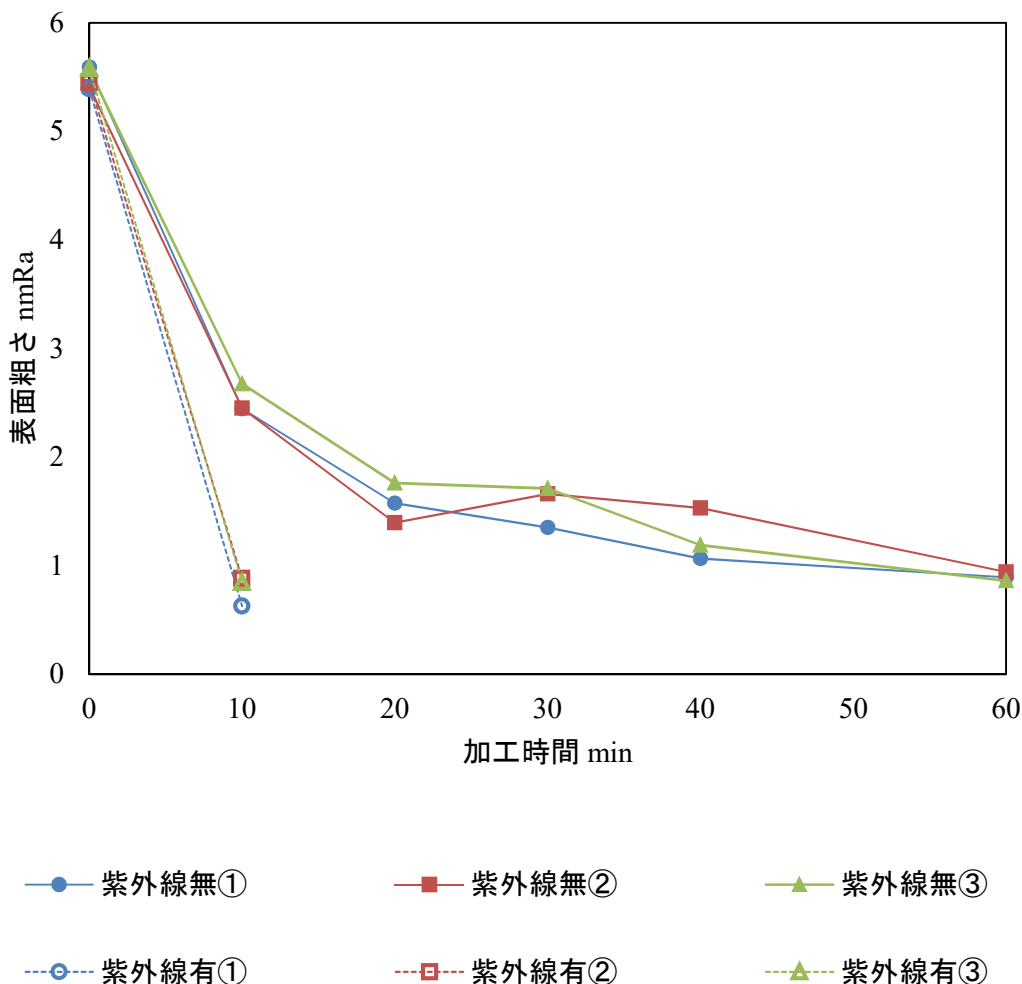


図 4.10 複合機構での加工結果

4.4 結言

GaN ウェハ Ga 面に対して低ダメージ加工を行うための工具切込み量の制御と、UV+HP 機構による OH ラジカル援用に対して表面を酸化させる工程と酸化した GaN ウェハを除去する工程を高速に繰り返す構成を踏まえ、UV + HP 機構と複合可能かつ低ダメージでの加工可能な工法として弾性体を用いたテープ研削機構を提案し、検証を実施した。本研究で得られた結果を以下に示す。

- (1) 弾性体を用いたテープ研削機構での除去能力の評価を粗加工を行った GaN ウェハにて実施した。Ga 面加工前、加工後の表面粗さを白色干渉型表面測定器により測定し、表面粗さは Ra 値を評価した結果、加工前後で表面粗さは Ra 10.3 nm から Ra 4.2 nm へと表面粗さが低減しており、加工後の表面には平坦部が形成されることがわかった。そのため本機構にて GaN ウェハの除去加工ができていることが判明した。
- (2) 加工変質層が無く Ra 0.3 nm の光学鏡面を持つ GaN ウェハに対しての加工性評価を実施し、加工後の表面粗さは Ra 0.314 nm とほぼ変化は無いが、研削による加工痕が確認でき、研削による除去加工ができていることがわかった。また加工による加工変質層の状態を TEM により実施し、加工面極表層において原子配列の乱れが原因の加工変質層が存在するが、同変質層にはクラックのような脆性破壊状態は観察されないことから、当初の狙いであった延性状態における除去加工できることがわかった。また最大加工変質層厚み $\delta_{SSD,max}$ も 146 nm と非常に小さく、加工での原子配列の乱れが少ない低ダメージ加工が実現でき、弾性体を用いたテープ研削機構によって、延性状態にて GaN ウェハの Ga 面を加工できることが判明した。
- (3) テープ研削機構と UV+HP との複合機構により UV+HP 援用効果の検証をテープ研削による前加工での面粗さ除去速度の評価により実施した。加工前ウェハは Ra 5.3 nm の表面粗さとし、また加工時間 10 分毎に表面粗さを白色光干渉計にて測定し、Ra が 1 nm 以下となるまで加工を実施した。UV+HP 援用が無い場合において、表面粗さの低減は初期の 10 分までが最も大きく、最初の 10 分間で約半分の Ra 値になっていることがわかった。10 分以降は Ra 値の低減率は下がるものの徐々に低減し、目標である Ra 値 1 nm 以下には 60 分後の測定時に到達した。一方 UV+HP 援用での試料は最初の 10 分後の測定時にすでに表面粗さ Ra が 1 nm 以下になっていた。本結果より、提案したテープ研削機構によって GaN ウェハの Ga 面の平坦化が出来ることと、UV+HP 援用を用いることで、平坦化までの時間が低減することが判明した。UV+HP 援用による表面改質が極表層ということを鑑み、平坦化には加工による除去が支配的と考えると、UV+HP 援用により援用が無い場合と比較して 6 倍以上の除去速度向上の効果の可能性があると判明した。

参考文献

- 4.1) 北島 弘一 ほか、難結晶化ポリエステルフィルム基材のラッピングテープの開発—付与し

- た凹凸形状が研磨特性に及ぼす影響一, 2003年度精密工学会秋季大会学術講演会論文集 (2003) 257.
- 4.2) 磯部 浩巳 ほか, 超音波振動によるラッピングテープの研磨特性の再生, 砥粒加工学会誌, .62, 8 (2018), 421.
- 4.3) 村木 正芳, 図解トライボロジー 摩擦の科学と潤滑技術, 日刊工業新聞 (2007).

第5章 GaN ウェハ非破壊検査装置の開発

5.1 緒言

第2章から第4章では GaN ウェハ小片に対して、低加工ダメージと UV + HP 援用での高能率化の検証を表面粗さと加工変質層の評価により実施した。加工面の評価方法は白色干渉計や AFM による表面の平坦性評価やカソードルミネッセンス法による結晶品質の評価^{5.1)}、また FIB 加工によって試料を作成する TEM での原子状態の評価が行われており^{5.2) 5.3)}、第2章、第4章では TEM による加工変層の評価を実施した。TEM では加工変質層の厚みも測定できるという利点があるが、FIB 加工によって TEM 試料を作成し、評価するため破壊検査であり、TEM 測定装置が高価で、かつ FIB での加工時間が長く、また加工した後のウェハは FIB の加工痕が残留するため使用できない。このようにウェハ製造プロセス内での加工変質層の評価手法としては活用が困難である。一方、結晶成長分野では GaN 結晶評価方法としてフォトルミネッセンス (PL) 法による PL 発光強度と結晶状態の評価が実施されている^{5.4) 5.5)}。PL 法では、結晶の整列状態により発光強度が変化し、結晶状態の乱れた加工変質層では、PL 発光強度は低下すると予測される。しかしながらウェハ評価として活用するためには、通常の PL 装置はスポット走査型であり、また分光することでディテクタに検出される光量が低下するため、1点あたりでも積算時間がかかり、非常に時間がかかってしまうため現実的でない。

本章では加工変質層と PL 発光強度の相関に着目し、GaN ウェハの加工変質層の高速・大面積かつ非破壊検査を可能とする装置を開発しその実用性について評価を行った。

5.2 フォトルミネッセンス法を用いた加工変質層測定

5.2.1 フォトルミネッセンス法原理

PL法の原理について説明する。外部からのエネルギー（紫外線、電子線、放射線、電圧など）によって物質の電子状態が基底状態から励起状態になる。励起された電子はすぐに安定な基底状態へと緩和する。その際に光（紫外 可視 赤外）として放出されることをルミネッセンス（Luminescence）という。PLは、フォトン（光）によって励起したときのルミネッセンスのことであり、光ルミネッセンスともいう。半導体中におけるPLの場合、その試料が持つバンドギャップ以上の光エネルギーを照射する必要がある。半導体のバンドギャップよりも大きなエネルギーの光を照射すると半導体中の電子が価電子帯から伝導帯へと励起され、後に正孔が残る。この電子・正孔対が基底状態へと遷移（再結合）するときに光を放出する。図5.1にPL法の発光モデルを示す。この放出光は、不純物や物質の欠陥の影響を受けやすい性質を持っており、放出光のスペクトルの詳細を分析することにより、不純物や物質の欠陥の情報を得ることが可能である。PL法には、試料から放出される光のパワー分布を測定しマッピングする方法と、分光することでパワーと波長を測定するスペクトル計測方法の2つの測定方法がある。光のパワー分布を測定しマッピングする方法により欠陥や不純物の存在を見つけることが出来、またスペクトル計測により欠陥や不純物の分布を測定し、評価物の良否を決定することが出来る。図5.2にGaNのPL法による測定結果を示す。スペクトル分析により、GaNのバンド端発光以外で計測されているイエロールミネッセンス部分が不純物での発光であり、発光波長や、発光量により不純物の詳細分析が行える。本章では、このPL法に着目し、加工変質層の残存状況の評価を行う測定機構の提案を目的とした。

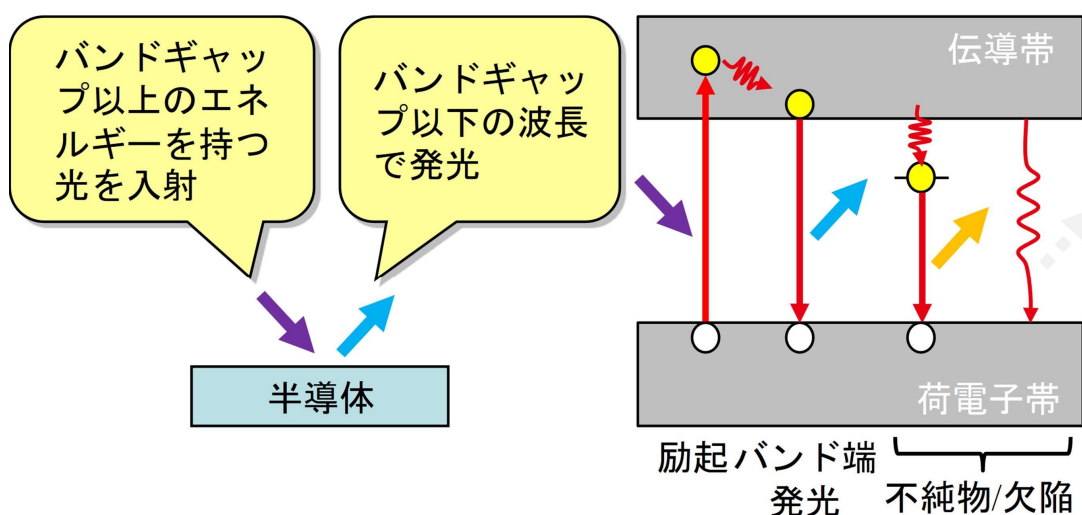


図 5.1 PL 法発光モデル

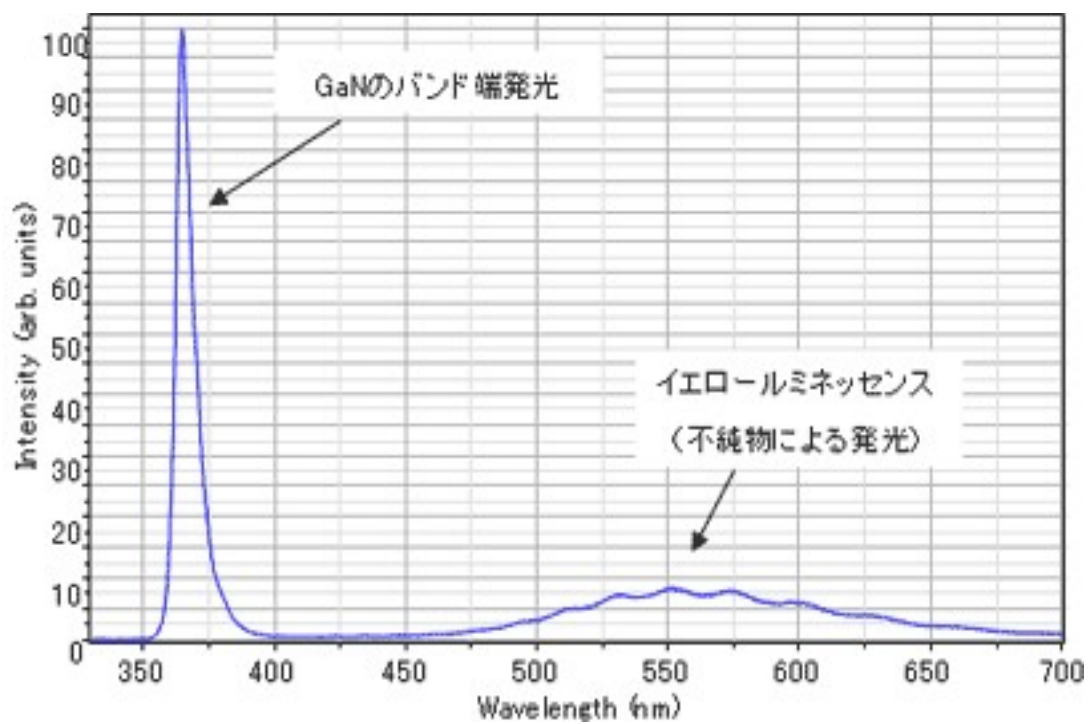


図 5.2 GaN の PL 法スペクトル計測結果^{5.6)}

5.2.2 冷却 CCD カメラを用いたマクロ測定装置

GaN の高分解能 PL イメージ取得するために、高倍率のレンズと二次元センサである冷却電荷結合素子 (Charge Coupled Device : 以下 CCD) を用いた構成を採用した。高倍率のレンズと CCD を用いることで画像取得における機械的動作を無くし、機械的動作による分解能低下の影響を排除した。またカメラの分解能に影響する信号雑音比 (signal-noise ratio : 以下 SN 比) を増加するために冷却 CCD を用いた。SN 比は次の要因により影響を受ける^{5,7)}。

- ・量子効率：入射フォトン数に対する発生した電子の数、波長により異なる。
- ・リードアウトノイズ：CCD 素子の電荷を読み出す時に発生するノイズ。読み出し速度 (周波数) に依存し、高速にするほど大きくなる。
- ・暗電流：光を当てない状態で発生する電荷によるノイズ。温度が高いほど大きくなる。
- ・ショットノイズ：光電面で生まれる量子化雑音で制御出来ないノイズ。

冷却 CCD カメラは微弱光を検出する際に、長時間露光を行うことで主に増大する暗電流を低減するため、ペルチェ等で冷却するカメラであり、カメラの分解能を向上できる^{5,8)}。次に励起光源として GaN のバンドギャップ以上のエネルギーを照射できる 365 nm 以下の波長領域の発光源を選定し、波長 300 nm の LED 光源を採用した。LED による励起光をダイクロイックフィルタで折り曲げ、GaN ウェハに照射し、PL 発光 (波長 : 365 nm) はダイクロイックフィルタを透過し、冷却 CCD に結像する構成とした。またダイクロイックフィルタと干渉フィルタにより、PL 発光以外の波長の光を除去し、光のパワー分布を測定しマッピングを行った。本構成では分光を行わず、PL 発光ピーク付近の比較的広い波長 (半値幅 10 nm) を一括して取得することで、取得時の光量を増加でき、計測時間が短く、狭い範囲からの光でも計測が可能である。図 5.3 に装置構成、図 5.4 に装置概観を示す。

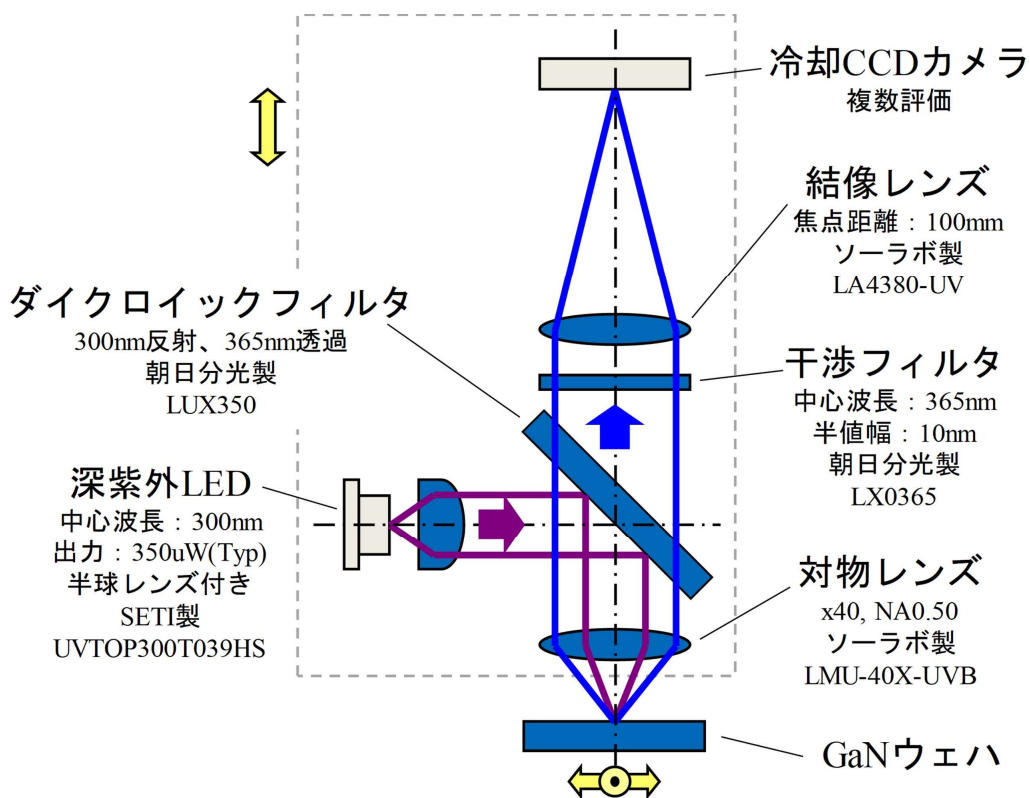


図 5.3 冷却 CCD カメラによる PL 装置構成

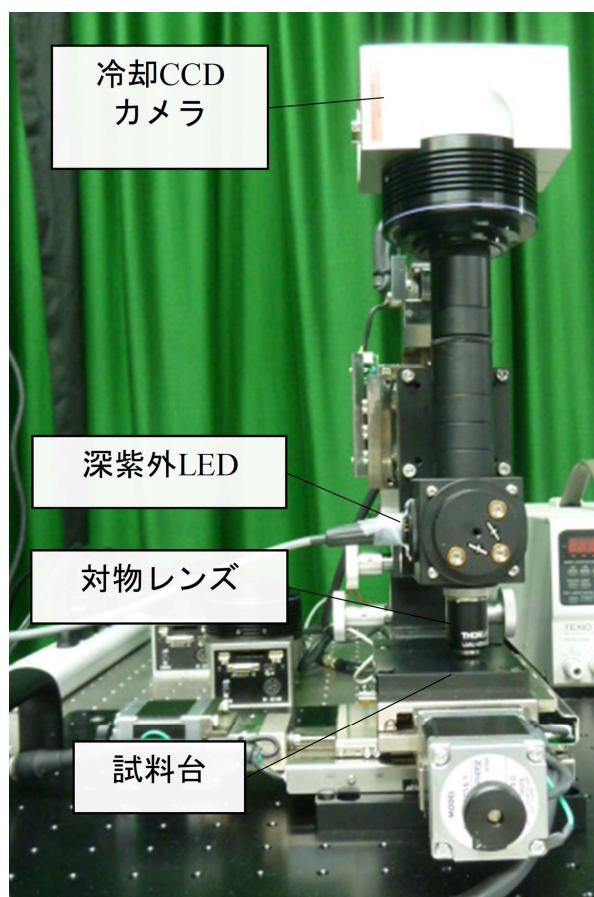


図 5.4 装置概観

5.2.3 検証実験

構成した装置にて GaN ウェハの Ga 面の加工変質層評価を実施した。異なる加工変質層の状態を評価するため、試料は加工変質層が無い GaN ウェハを□10 mm にダイシング装置により加工し 4 個の試料を作成した。4 個の内 3 個の試料は 0.5 μm ダイヤモンド砥粒ベースの油性スラリーを用いたラップ加工を 1 時間実施し、1 個の試料はそのまま評価に用いた（条件 (1)）また 2 個の試料はその後コロイダルシリカと 30 wt%濃度 HP を混合したスラリーを用いた CMP 加工を行い、内 1 個の試料では 1.5 時間実施（条件 (2)）、もう一つは 2 時間実施した（条件 (3)）。また残り 1 個の試料はダイシング後の状態（加工変質層が無い状態）にて測定に用いた（条件 (4)）。

PL 測定は測定ピッチ 0.23 μm にて□100 μm の範囲を測定した。また使用した励起光源は中心波長が 300 nm の深紫外 LED を用いた。実験条件を表 5.1 に、また各条件での測定結果を図 5.5 に示す。測定結果より、ラップ加工面（条件 (1)）では全面が黒く、発光が見られなかったことがわかった。これはラップ加工により加工面全面が加工変質層に覆われ、かつ加工変質層が厚いため発光していないと推測できる。次に条件 (2)、(3)の CMP 加工を実施した測定結果より、多数の直線状の黒い線がランダムに観察され、CMP 加工時間の増加により直線状の黒い線の量が減っていることがわかった。この結果から、CMP 加工により加工変質層が除去され、部分的に加工変質層が無い発光面が表れてきたと推測され、直線状の黒い線はラップ加工でのダイヤモンド砥粒の加圧によって発生した加工変質層と推測できる。また条件 (4)では直線状の黒い線は存在していないため、加工変質層が存在せず GaN ウェハからの発光だけが観察されたと推測できる。一方現構成には面内輝度分布が存在し、励起光源と CCD までの光学系での PL 発光のばらつきの低減が必要であることも判明した。図 5.6 に検証結果から導かれる加工変質層のイメージ図を示す。

表 5.1 実験条件

材料	GaN ウェハ Ga 面 (□10 mm)	
試料	条件 (1)	ラップ加工 1.0 h
	条件 (2)	ラップ加工 1.0 h + CMP 加工 1.5 h
	条件 (3)	ラップ加工 1.0 h + CMP 加工 2.0 h
	条件 (4)	未加工 (加工変質層無)
PL 評価条件		
LED 波長	300 nm	
計測範囲	□100 μm	
測定ピッチ	0.23 μm	

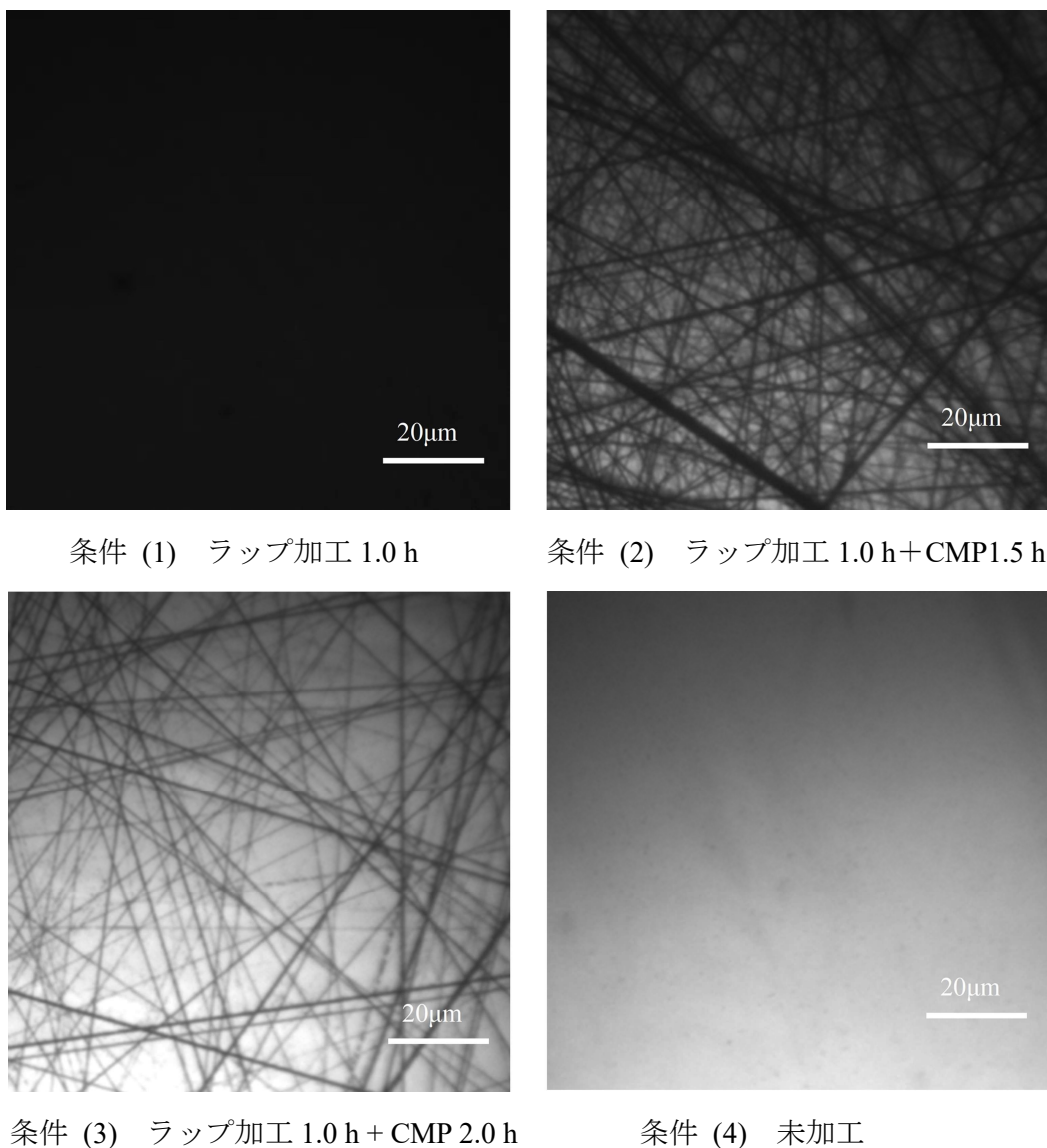


図 5.5 測定結果

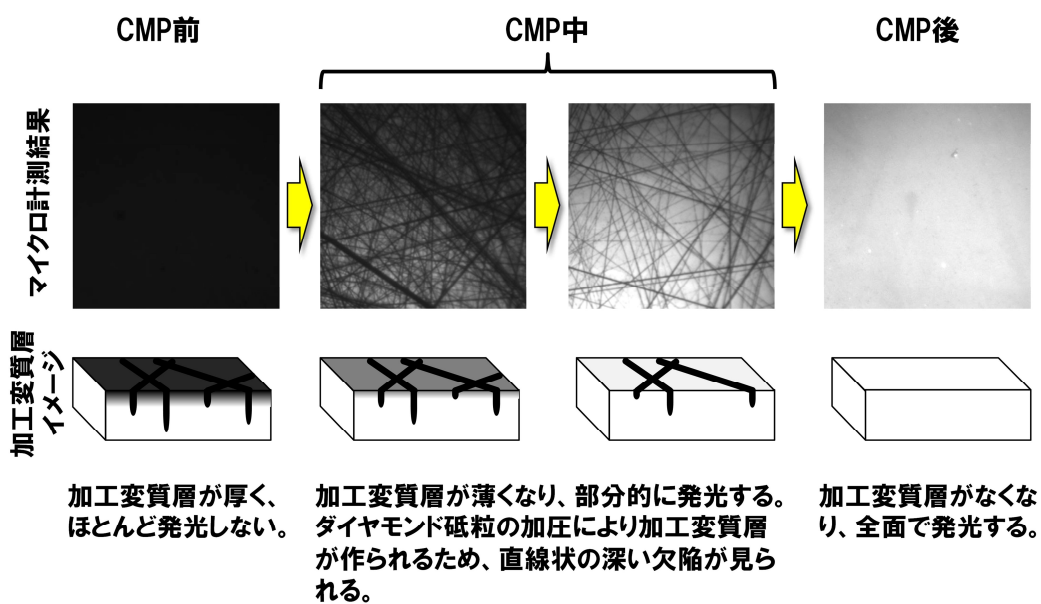


図 5.6 マイクロ計測結果での加工変質層イメージ

5.3 TEM との相関評価

5.3.1 実験条件

次に直線状の黒い線が加工変質層であるかを評価するために、PLの測定結果とTEMでの測定結果の比較検証を実施した。PL測定とTEMとの測定位置を併せるために、GaN ウェハに方向確認用の面取りと位置決め用のスクライブ加工を行い $\square 0.15\text{mm}$ の範囲で測定場所を選定した。図5.7にウェハと測定場所の位置関係を、図5.8にPL測定結果を示す。

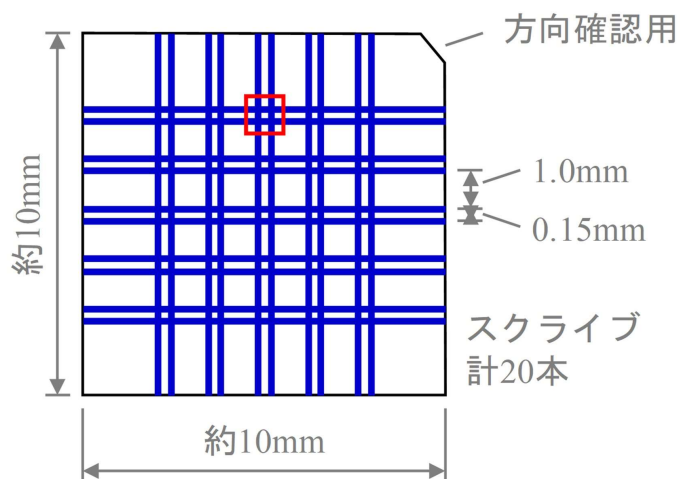


図 5.7 ウェハ測定場所の位置関係

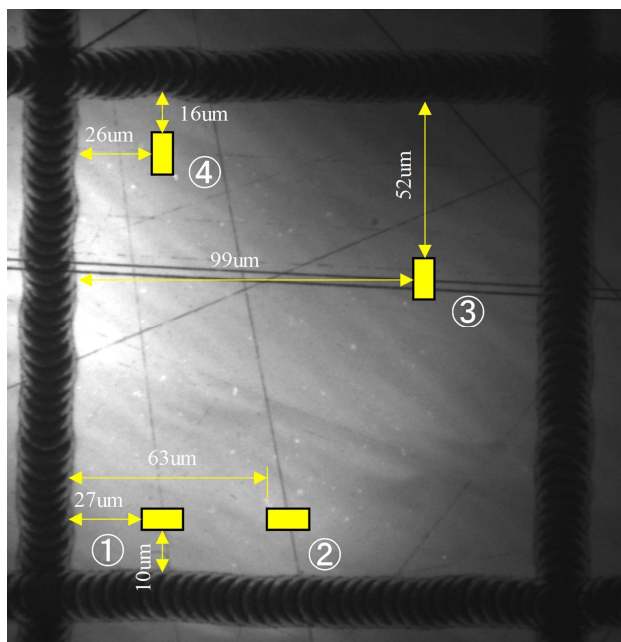


図 5.8 PL 測定結果

図 5.8 の PL 測定結果より，加工変質層と予測される直線状の黒い線について PL 光量を求め，光量が大きい順に 3 ヲ所 (① - ③) と，直線状の黒い線が無い場所 (④) の計 4 ヲ所を測定対象として選定した．測定方法として走査透過電子顕微鏡法 (Scanning transmission electron microscope ; 以下 STEM) と TEM を用いた．TEM は回折コントラスト (散乱コントラスト) が像に大きく寄与し試料の結晶性に関する情報を得る場合に有効であるが，回折コントラストの影響により変質層の存在を見つけるのに時間がかかる．STEM はドーナツ型の検出器を用い回折コントラストの影響を弱めることが出来るため，組成のコントラストが強くなり，TEM と比較して内部変質層の場所を特定しやすい特徴がある．このことからまず STEM により内部変質層の場所を測定し，その後詳細な結晶性を評価するために TEM にて測定を実施した．表 5.2 に実験条件を示す．

表 5.2 実験条件

試料	GaN ウェハ Ga 面 (□10 mm)
測定場所①PL 光量	9810
②PL 光量	9520
③PL 光量	3878
④PL 光量	11360
STEM/TEM 装置	日本電子製原子分解能分析電子顕微 (JEM-ARM200 F)
FIB 加工装置	JEOL 製デュアルビーム装置 (JIB-4600 F)
FIB イオン源	Ga ⁺ イオン

5.3.2 実験結果

図 5.9 に測定場所①部の STEM 画像，図 5.10 に測定場所①の TEM 画像，図 5.11 に測定場所②の STEM 画像，図 5.12 に測定場所②の TEM 画像，図 5.13 に測定場所③の STEM 画像，図 5.14 に測定場所③の TEM 画像，図 5.15 に測定場所④の STEM 画像を示す．STEM 測定結果より，測定場所①から③には加工変質層が存在し，測定場所④には加工変質層が存在していないことがわかった．このことより，本機構での測定による黒い直線状の模様は加工変質層であることが判明した．また TEM の結果より，測定場所①の加工変質層は線形状の変質層で，表面からの深さ方向の厚みは 50 nm であった．一方測定場所②では加工変質層の表面からの深さは 21 nm であるが，半円形状をしており，体積は測定場所①の加工変質層よりも大きい．測定場所③では 2 つの加工変質層があり，表面からの深さは 193 nm と 173 nm であり，形状も測定場所①，②と異なる形状をしていることがわかった．

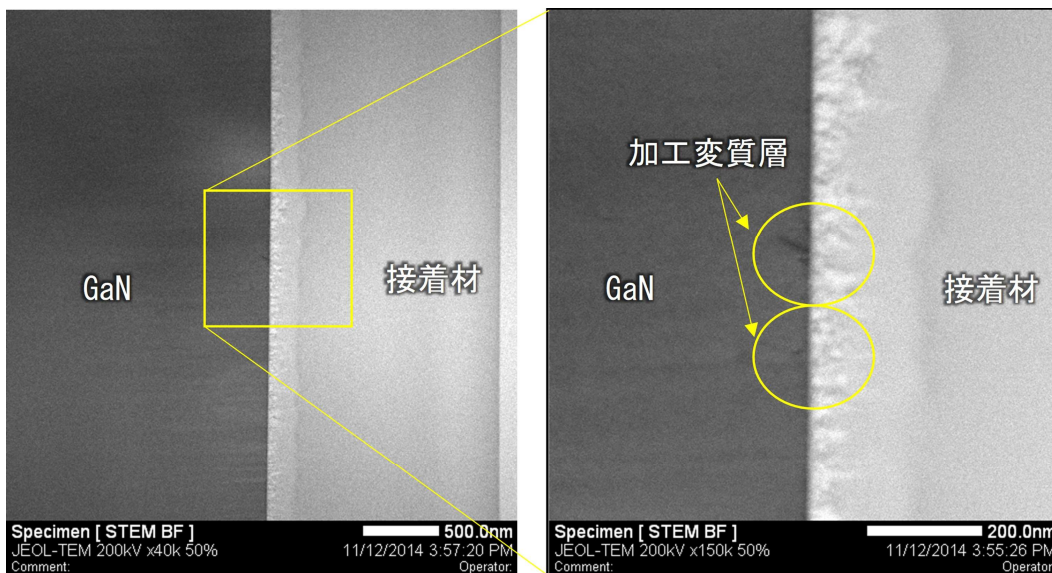


図 5.9 測定場所① STEM 画像

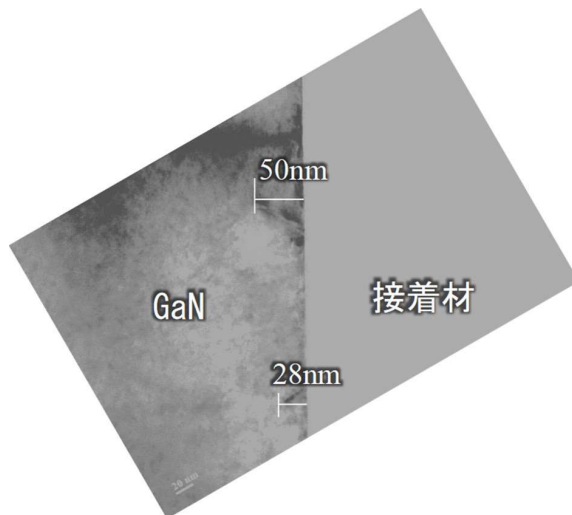


図 5.10 測定場所① TEM 画像

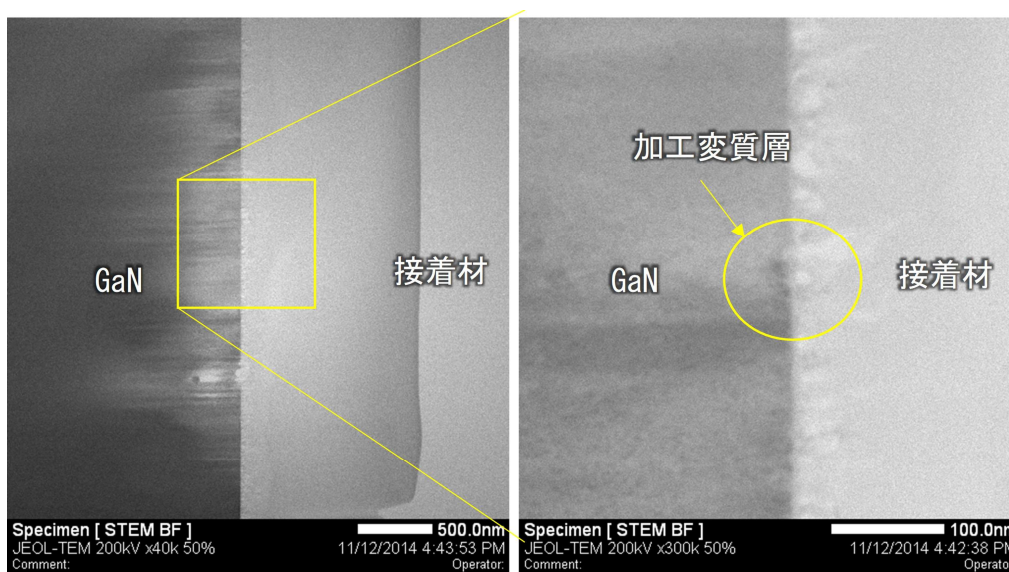


図 5.11 測定場所② STEM 結果

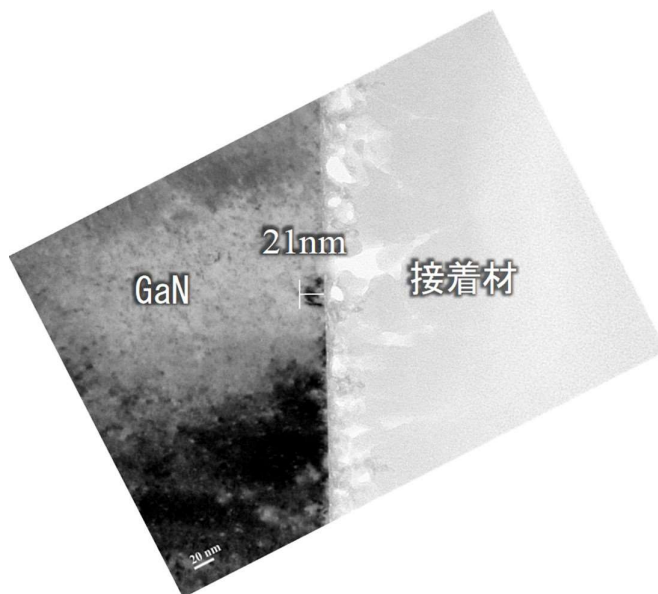


図 5.12 測定場所② TEM 画像

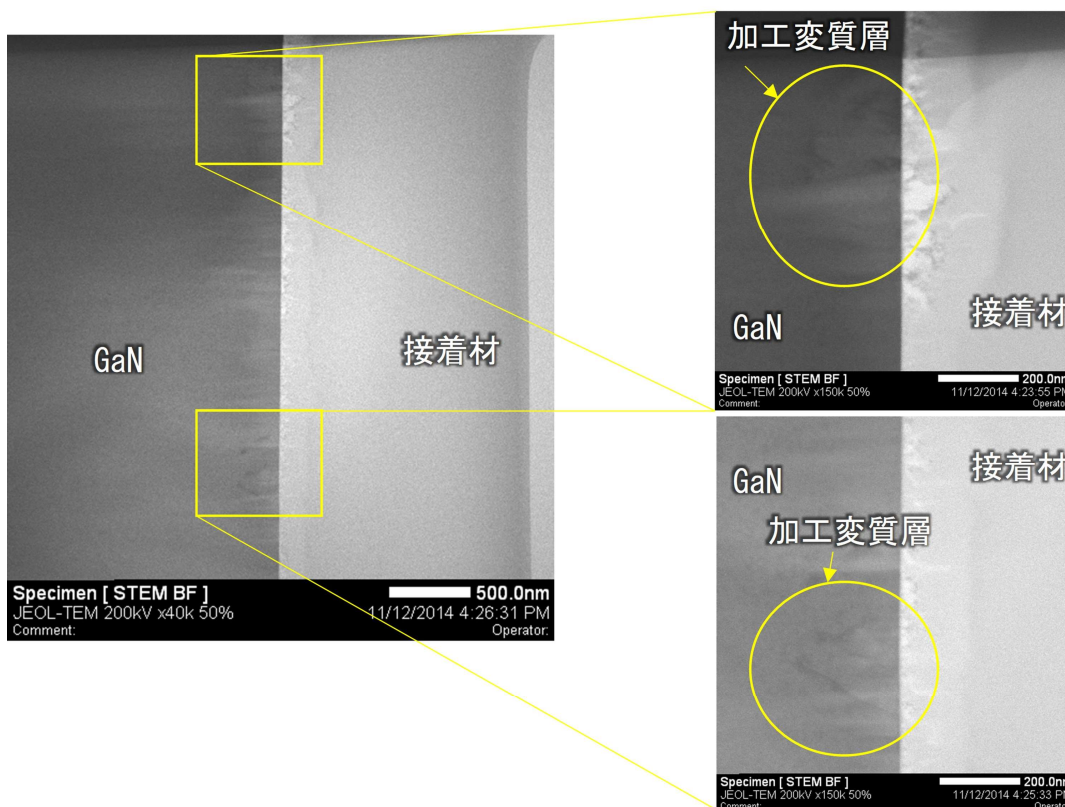


図 5.13 測定場所③ STEM 画像

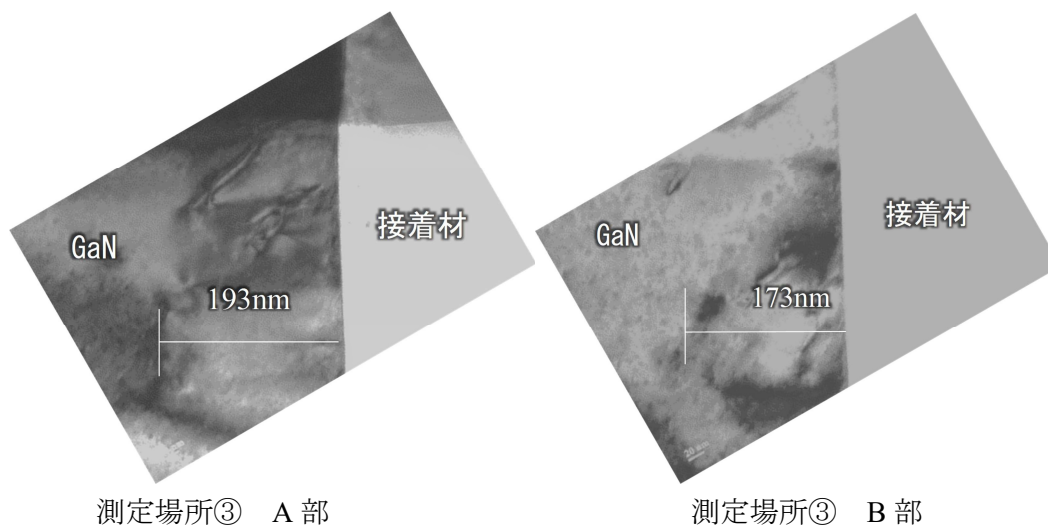


図 5.14 測定場所③ TEM 画像

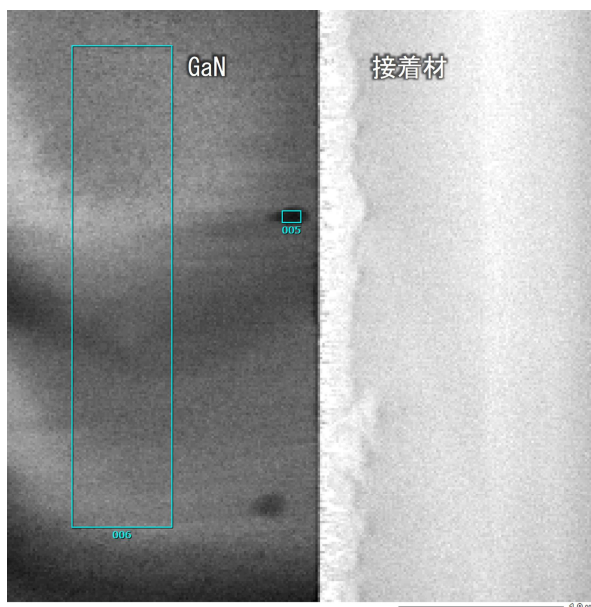


図 5.15 測定場所④ STEM 画像

次に図 5.16 に PL 発光量と加工変質層深さの関係を示す。図 5.16 では、PL 発光量がゼロの位置をバックグラウンドとした。PL 発光量と加工変質層は加工変質層の厚みが小さい部分では測定場所②のように面積の影響により加工変質層の厚みよりも PL 発光量が大きくでる傾向があるものの線形での比例関係を把握でき、PL 発光量を Y 軸に、加工変質層の厚みを X 軸にとると発光量と加工変質層の厚みは式(5.1)の関係となった。

$$y = -37.012x + 11085 \quad (5.1)$$

バックグラウンドの発光量は 1265 であるために、本機構で測定できる加工変質層の厚みは、式(5.1)から 256.32 nm 以下となり、加工変質層厚みが 256 nm 以下にまで薄くなれば、PL 発光量により残存加工変質層厚みを推測することが可能であることが判明した。

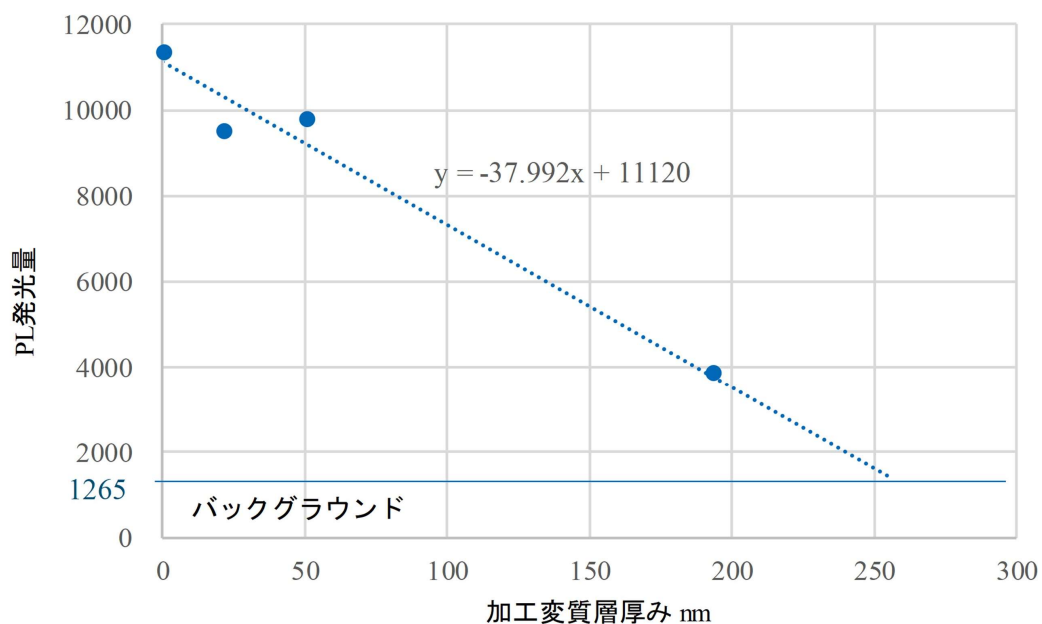


図 5.16 PL 発光強度と加工変質層の関係

5.4 マクロ計測との複合

5.4.1 装置コンセプト

ウェハサイズ（最大8インチ）の測定を目的に、1点当たりの測定速度を高める光電子倍增管を採用し^{5,9)}、冷却CCDとの複合化を実施した。励起発光源を深紫外LED（中心波長：300 nm）からより強度の高い水銀ランプ（中心波長：313 nm）へ変更することでPL発光量をLEDと比較して増加させ、かつ光電子倍增管を用いることで、短い時間で取り込める光量を増加させ、かつ取得光量を冷却CCDよりも少なく抑えこむことで、測定速度が速くなり、測定面全体でのPL発光強度のマクロ計測を高速に行える機構を考案した。ウェハ全面を測定することで、加工変質層の残存量の変化をウェハサイズで把握できる。ウェハ全面を測定するために、2軸（X、Y軸）の駆動軸を設け、軸駆動による対物レンズと試料との距離の誤差を補正するために、3角法を用いたオートフォーカス（AF）ユニットを設けた。本構成にすることで、光電子倍增管で測定するマクロ測定モードと冷却CCDで測定するマクロ計測モードを切り替えることにより、マクロ計測で測定対象の全体計測を行い、マイクロ計測により詳細計測を行える。またオートフォーカスユニットにより、高速に焦点合わせが可能で、軸駆動による全面自動計測が出来る。また実験機での課題であった面内輝度分布を低減するために、励起光源の輝度ばらつきの小さい範囲に光源を絞る視野絞りとし、光学系の中にバンドパスフィルターを配置した。装置構成を図5.17に、装置光学系を図5.18に、作成した装置概観を図5.19に、装置仕様を表5.3に示す。

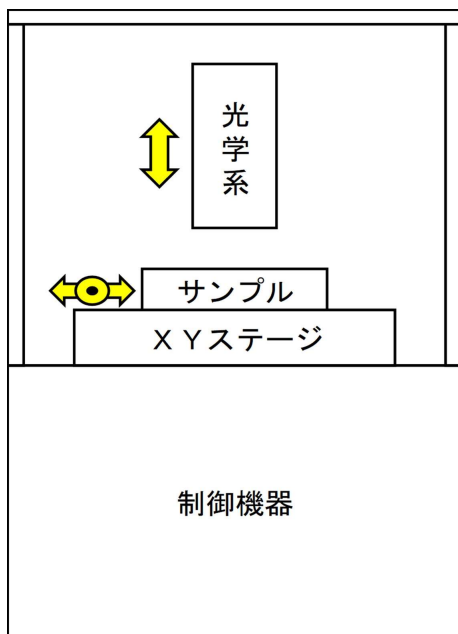


図 5.17 装置構成

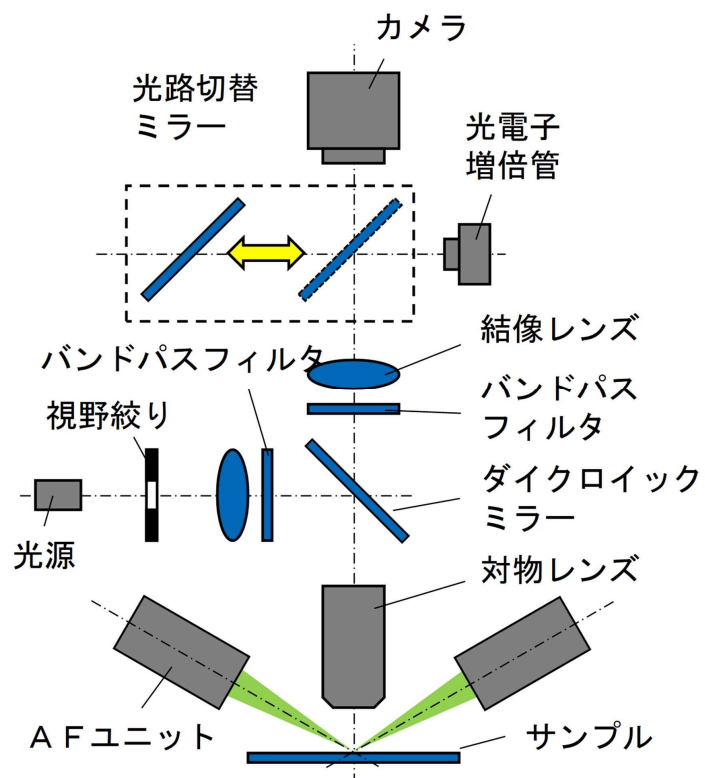


図 5.18 光学系構成



図 5.19 装置概観

表 5.3 装置仕様

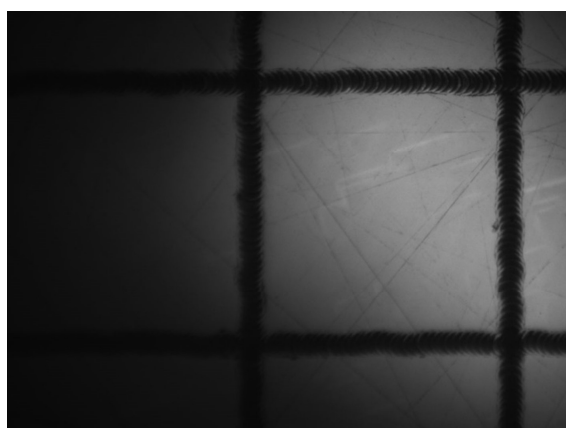
光源	方式	水銀キセノンランプ
	中心波長	313 nm
	出力	4500 mW/cm ² @ 365 nm
	ランプ寿命	> 4000 h
マイクロ計測	カメラ	冷却 CCD
	画素分解能	< 0.2 μm
	視野	250 x 190 μm
	焦点深度	±1.7 μm
	WD	> 7 mm(対物レンズ 11 mm)
	計測時間	< 0.5 s / point
マクロ計測	ディテクタ	光電子増倍管/光ファイバ+分光器
	スポット径	φ100 μm
	計測時間	(0.2 mm ピッチ, □150 mm) 30 分
オートフォーカス ユニット	方式	外付け斜入射方式
	光源	LED (565 nm)
	合焦点再現性	< ±1 μm
	合焦引き込み範囲	±0.4 mm
	合焦点速度	< 0.3 秒 / 200 μm
	検出系の分解能	±0.2 μm
	スポット径	80 μm x 1 mm (ライン状)
XY ステージ	移動量	> 200 x 300 mm
	分解能	0.5 μm (10 分割)
	最大速度	100 mm/s
	位置決め精度	(単軸一方向) 20, 30 μm
Z ステージ	移動量	> 30 mm
	分解能	< 0.5 μm (Half Step)
	最大速度	25 mm/s
	位置決め精度	(一方向) < 7 μm
	サンプル高さ	< 40 mm (15 mm)
	サンプルサイズ	< φ220 mm (φ175 mm)
振動対策	除振台	有り (オプション)
装置	サイズ	W900 x D900 x H1800 mm
	重量	< 400 kg

5.4.2 検証実験

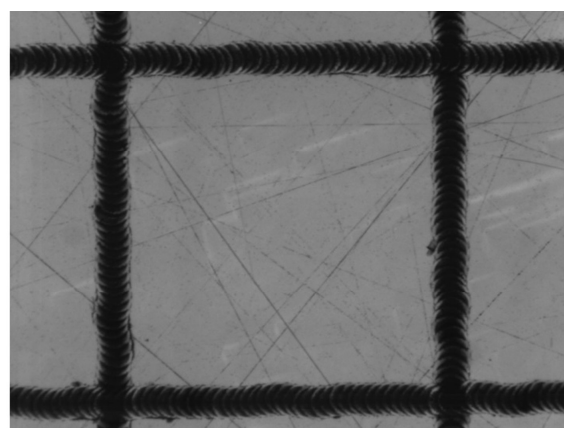
開発した検証機を用いて、冷却 CCD を用いたマイクロ計測での面内輝度分布評価を実施した。試料として 150 μm ピッチにてスクライブ加工をした GaN ウェハ Ga 面を測定し、初期開発の実験機の結果と比較評価した。表 5.4 に測定条件、図 5.20 に測定結果を示す。

表 5.4 マイクロ計測実験条件

試料	GaN ウェハ Ga 面 (□10 mm)
測定装置 (a)	初期実験機 (図 5.3 参照)
露光時間 (計測時間)	4 s
レンズ倍率	20 倍
励起光源	深紫外 LED (中心波長 300 nm)
測定範囲	250 μm ×188 μm
測定装置 (b)	マイクロ測定検証機 (図 5.18 参照)
露光時間 (計測時間)	0.5 s
レンズ倍率	25 倍
励起光源	水銀キセノンランプ (中心波長 313 nm)
測定範囲	200 μm ×150 μm



測定装置 (a) 測定結果



測定装置 (b) 測定結果

図 5.20 マイクロ計測 測定結果

図 5.20 の結果より，本開発検証機（測定装置 (b)）は，初期開発機（測定装置 (a)）と比較し，1 点当たりの計測時間を当初 4.0 s から 0.5 s に削減し，またレンズ倍率を 20 倍から 25 倍に拡大しても面内輝度分布は大幅な改善が見られ，かつ加工変質層の残存状態はより明瞭に測定できることが判明した。

次にウェハ全面での測定を目的としたマクロ計測を実施した。試料として□10 mm の GaN ウェハ 3 試料を用いた。0.5 μm ダイヤモンド砥粒をベースとした油性スラリーによるラップ加工 2.0 h 実施後，コロイダルシリカスラリーを用いた CMP 加工時間を変え試料を作成した。測定条件を表 5.5 に示す。

表 5.5 マクロ計測実験条件

試料	GaN ウェハ Ga 面 (□10 mm)
加工条件①	ラップ加工 2.0 h + CMP 1.0 h
加工条件②	ラップ加工 2.0 h + CMP 1.5 h
加工条件③	ラップ加工 2.0 h + CMP 2.0 h
測定装置	マクロ計測検証装置 (図 5.13 参照)
測定範囲	□12 mm
測定ピッチ	0.1 mm

図 5.21 に加工条件①の試料測定結果を，図 5.22 に加工条件②の試料測定結果を，そして図 5.23 に加工条件③の測定結果を示す。結果より，CMP 加工時間が長くなると GaN ウェハからの発光量が大きくなることがわかった。これは詳細測定であるマイクロ測定結果と同様の傾向を示しており，本構成によってウェハ範囲において加工変質層の状態が評価できることが判明した。また CMP 加工により加工変質層が除去され，図 5.16 の結果を踏まえると□10mm ウェハでは CMP を 2 時間実施するとウェハ全面での加工変質層の厚みは 256 nm 以下が支配的になっていると推測できる。

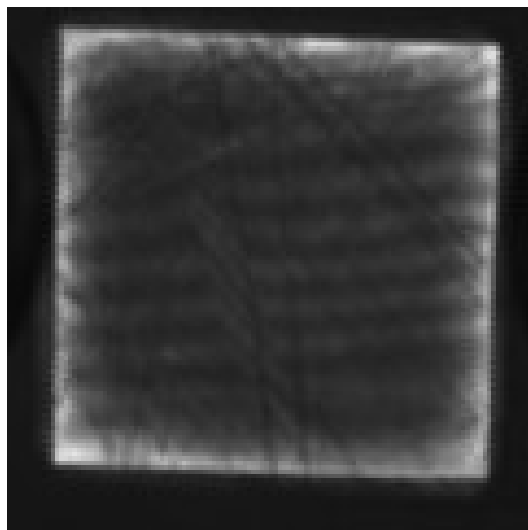


図 5.21 CMP 1.0 h PL 画像

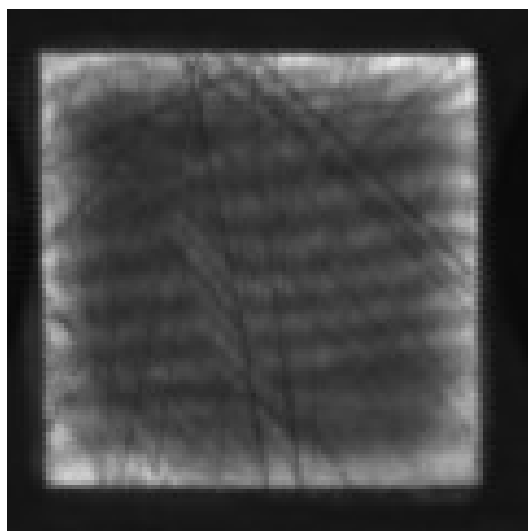


図 5.22 CMP 1.5 h PL 画像

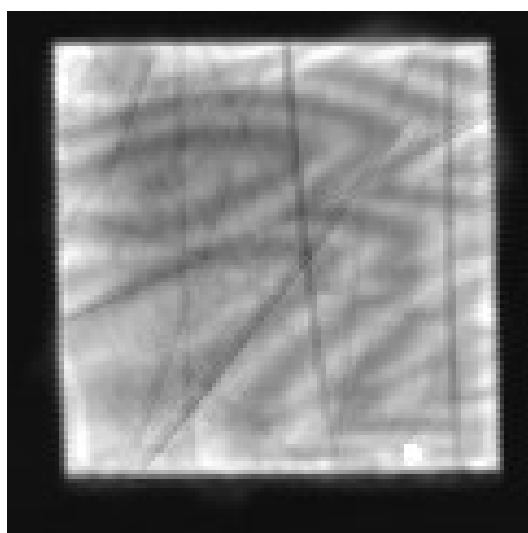


図 5.23 CMP 2.0 h PL 画像

5.5 結言

GaN ウェハの加工変質層を非破壊で検査できる装置として PL 法に着目し、ウェハでの評価を行える検査装置機構を提案し GaN ウェハ Ga 面の測定検証を実施した。本研究で得られた結果を以下に示す。

- (1) GaN の高分解の PL イメージを取得するために、高倍率のレンズと二次元センサである冷却 CCD を用いた構成を採用し、加工変質層の厚みが異なる試料にて、GaN ウェハ Ga 面の計測を実施した。ラップ加工により加工変質層を形成し、CMP 加工によって除去することで、CMP 加工時間を長くすると GaN ウェハ Ga 面からの PL 発光量も増加し、またラップ加工時のダイヤモンド砥粒の加圧によって発生したと想定される直線状の PL 発光量の低い（黒い）模様を計測できた。
- (2) 直線状の黒い模様が加工変質層であるかを評価するために、PL の測定結果と TEM での測定結果の比較検証を実施した。結果より、直線状の黒い模様の場所には加工変質層が存在し、また PL 発光量の高い部分では加工変質層が見つからなかった事より、直線状の PL 発光量の低い模様が加工変質層であることが判明した。加えて加工変質層の厚みと PL 発光量の関係より、本機構によって加工変質層厚みが 256 nm 以下の範囲において、PL 発光量より残存加工変質層の厚みを推測できることも判明した。
- (3) マイクロ領域の詳細測定に加えてウェハサイズでの全面測定も行うマクロ計測との複合機構を提案した。マクロ計測には 1 点当たりの測定速度を高める光電子倍增管を採用し、冷却 CCD との複合化の光学機構を提案した。また励起発光源に水銀ランプを用いて、測定範囲での輝度分布ばらつきを低減させるために光源を絞る視野絞りとバンドパスフィルターを配置することで、1 点当たりの測定時間が当初実験装置と比較して 1/8 で測定しても面内光量分布の低減できることが判明した。またマクロ計測によって $\square 10\text{mm}$ の GaN ウェハ Ga 面全体の測定を実施し、CMP 加工時間の増加と共に、面内 PL 発光量が増加することがわかった。このことより、本提案機構によりマクロ計測を用いることでウェハ全面において加工変質層の状態を評価と、マイクロ計測を用いることで詳細な加工変質層の残存量を評価できることが判明した。

参考文献

- 5.1) H. Aida, H. Takeda, S.-W. Kim, N. Aota, K. Koyama, T. Yamazaki, and T. Doi, Evaluation of subsurface damage in GaN substrate induced by mechanical polishing with diamond abrasives, *Appl. Surf. Sci.*, 292 (2014), 531-536.
- 5.2) X. Xu, R.P. Vaudo, G.R. Brandes, Fabrication of GaN wafers for electronic and optoelectronic devices, *Opt. Mater.*, 23 (2003), pp.1-5.
- 5.3) D. Hanser, M. Tutor, E. Preble, M. Williams, X. Xu, D. Tsvetkov, and L. Liu, Surface preparation of substrates from bulk GaN crystals, *Journal of Crystal Growth.*, 305 (2008), 372-376.
- 5.4) J. Baur, U. Kaufmann, M. Kunzer, and J. Schneider, Photoluminescence of residual transition metal

- impurities in GaN, Appl. Phys. Lett., 67 (1995), 1140-1142.
- 5.5) V. Y. Davydov, N. S. Averkiev, I. N. Goncharuk, D. K. Nelson, I. P. Nikitina, A. S. Polkovnikov, A.N. Smirnov, and M. A. Jacobson, Raman and photoluminescence studies of biaxial strain in GaN epitaxial layers grown on 6H-SiC, Appl. Phys. Lett., 82 (1997), 5097.
- 5.6) MST 材料科学技術振興財団フォトルミネッセンス法 ホームページ
<https://www.mst.or.jp/method/tabid/167/Default.aspx> (2019 年 5 月 12 日アクセス)
- 5.7) Roper Scientific CCD カメラとは ホームページ
http://www.roper.co.jp/Html/roper/tech_note/html/rp00.htm (2019 年 5 月 12 日アクセス)
- 5.8) M. Oishi, T. Katakura, S. Suzuki, Development of digital Radiography system using a cooled CCD camera, Jpn. J. Radiol. Technol., 50 (1994), 614.
- 5.9) S.Kon, Device for Measureing Rapidly Varying Light Intensity, Appl. Phys. Express, 27 (1958), 551.

第6章 ウェハ対応テープ研削装置の開発

6.1 緒言

第4章でのUV+HP援用弾性体を用いたテープ研削機構を実ウェハでの検証に展開することを目的に、本章では最大4インチウェハへの加工が実施できる加工装置機構を提案し、ウェハ全面での厚み評価を元に、弾性体であるテープコンタクトホイールの硬さと加圧力の関係が及ぼす加工レートの評価と、砥粒テープの粒子径と加圧力の関係が及ぼす加工レートの評価に対して、UV+HP援用効果を検証した。

6.2 UV + HP 援用テープ研削機構装置構成

ウェハ加工に対応できるように、第4章で得た知見をベースに装置構成を検討した。弾性体を用いたテープ加工機構について、砥粒テープの自動送りユニットを設け、常に新しい砥粒を接点に供給でき、従来の砥石を用いた研削加工で安定的な加工に欠かすことのできない砥石表面への目詰まりを除去するドレッシング工程や加工による砥石摩耗での砥石形状を修正するツルーイング工程を行う必要が無く、長時間での加工においても安定した加工状態を維持することを可能とした。本構成により、砥粒を高密度に配置しても目詰まりによる研削機能の低下の影響が小さく、砥粒径が小さい高番手の砥粒テープを用いても、有効切れ刃数を増加し加工状態を維持することができる。テープ自動送りユニットは装置 Y, Z 駆動軸上に設置し、テープヘッド部と GaN ウェハとの Y 軸方向の位置決めと、Z 軸駆動による切込みを行える構成とした。また、テープヘッド部に揺動機構を設け、駆動範囲 ± 1.0 mm の範囲において弾性体コンタクトホイールで支持される砥粒テープ部を Y 軸方向に揺動できるようにした。揺動機構により、砥粒テープが GaN ウェハ上にて Y 軸方向に走査することで、GaN ウェハの加工を行う。加えて、テープヘッド部には加圧力をシリンダーから供給するエア量によって制御する加圧力制御機構を設けて、加工時の加圧条件を変更できるようにした。装置には X 軸方向に駆動する駆動テーブルを設け、X 軸方向駆動テーブル上に回転ユニット機構を設置し、GaN ウェハは回転ユニット上に取り付ける構成とした。X 軸方向の駆動テーブルを含む装置のベースには、超精密マルチ成形研削盤（ナガセインテグレックス製 SHL350）を採用し、油圧軸受による高精度の位置決めと、高速での X 軸テーブルの駆動を実現した。この構成により、砥粒テープと GaN ウェハとの相対位置を X 軸駆動と回転テーブルにより変化させ、最大で4インチのウェハサイズまで砥粒テープとが GaN ウェハと接触し加工できるようにした。本提案機構構成を図 6.1 に示す。またテープヘッド部と GaN ウェハへ UV を照射し、HP を供給できるように UV は光導波路を伝達し加工点近傍にスポットで照射するスポット UV 光源を採用し、HP は HP 供給ユニットにより滴下する構成を用いた。UV+HP 構成図を図 6.2 に示す。

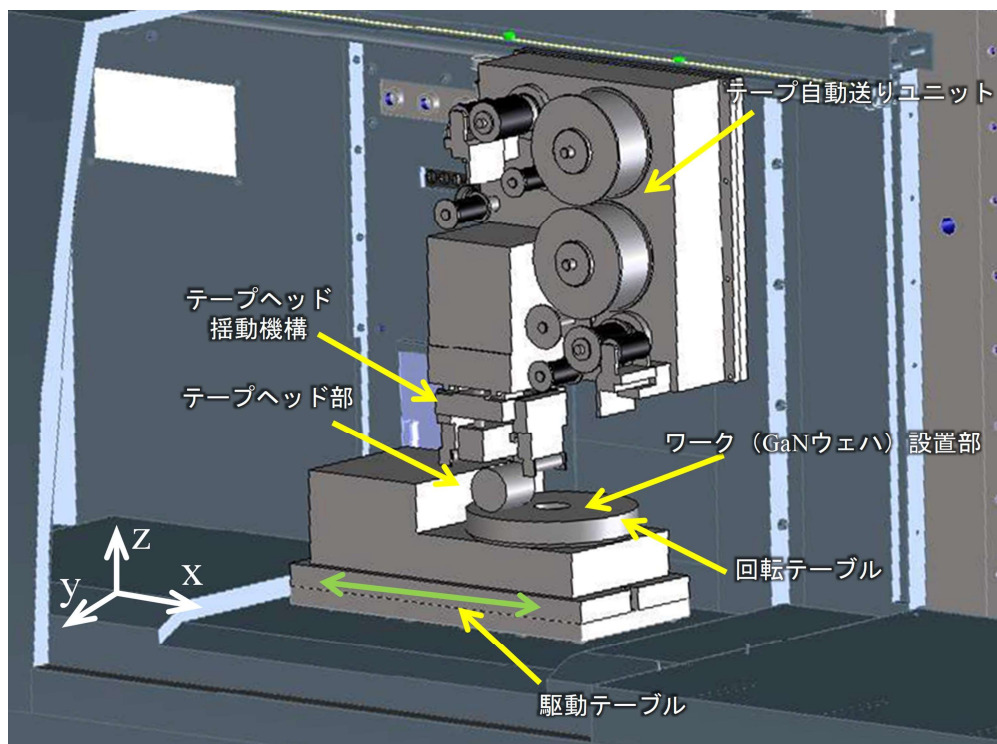


図 6.1 装置構成図

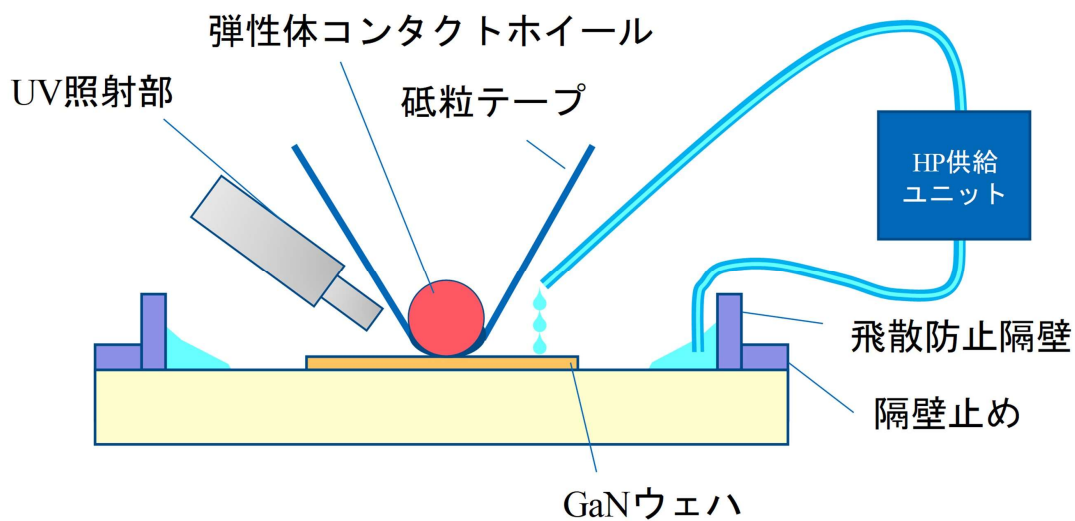


図 6.2 UV + HP 援用構成

図 6.3 本構成により構築した装置概観図を，図 6.4 にテープ研削機構ユニット部概観図を，図 6.5 にテープ研削機構部拡大画像を示す．また図 6.6 に UV + HP 援用加工時のテープ研削機構画像と表 6.1 に装置仕様を示す．



図 6.3 ウェハ対応テープ研削装置概観

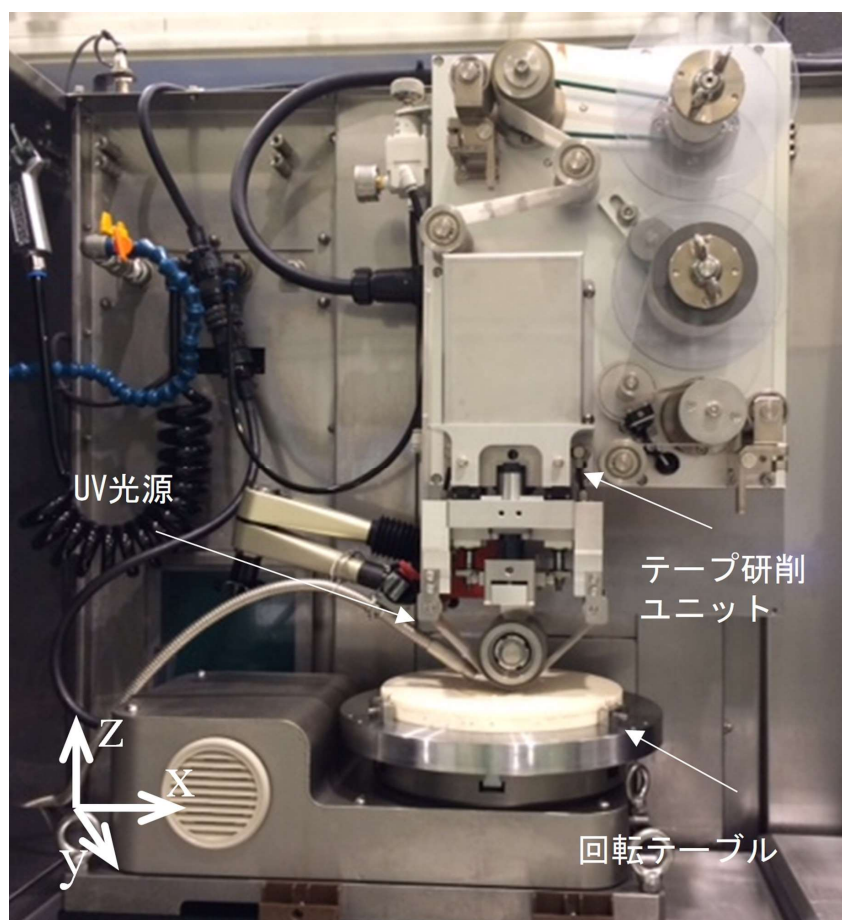


図 6.4 テープ研削加工機構部概観

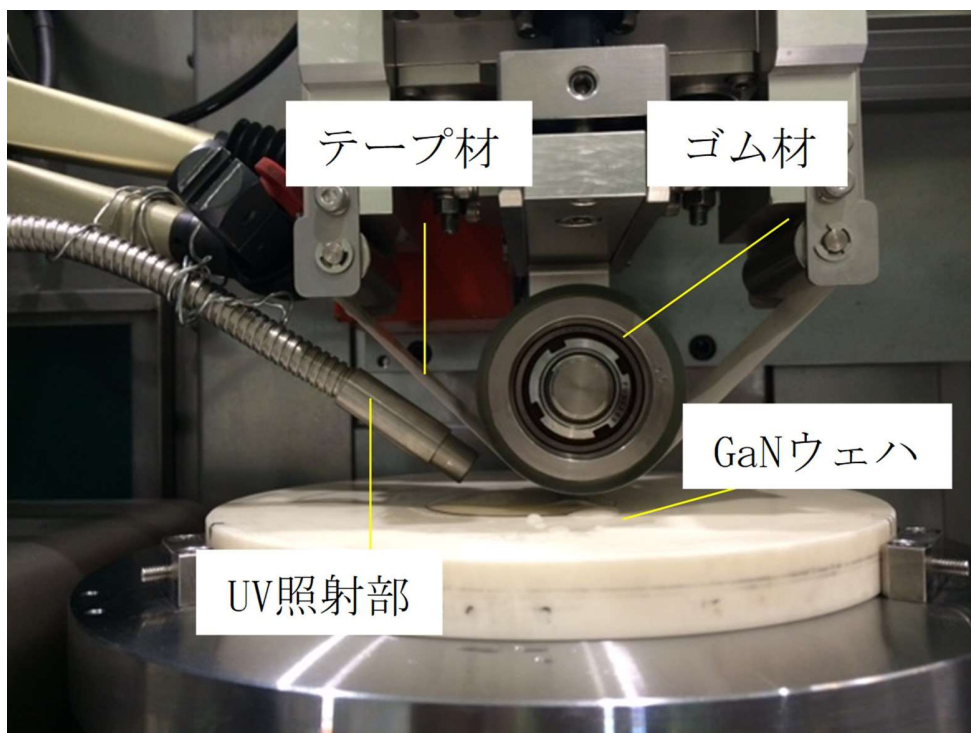


図 6.5 加工部拡大図

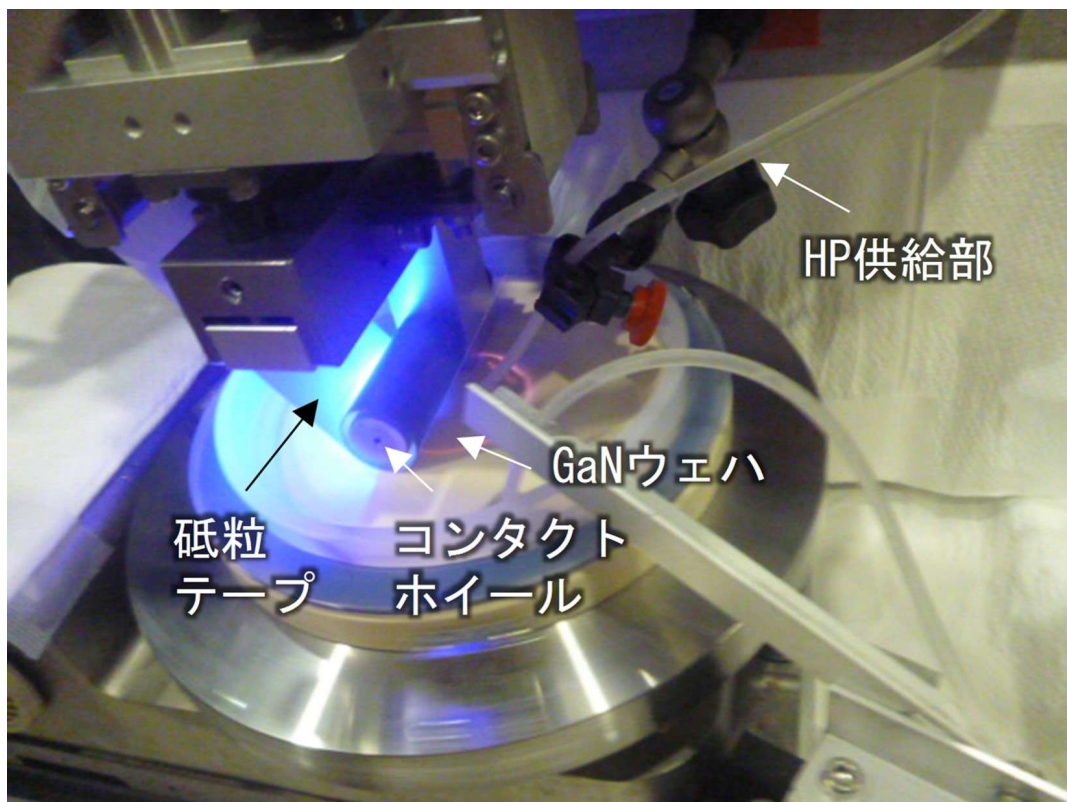


図 6.6 UV + HP 援用加工時のテープ研削機構画像

表 6.1 テープ研削機構 装置仕様

光源	方式	水銀ランプ (Asahi Spectra 製 REX-250)
	中心波長	365 nm
	出力	2100 mW/cm ² @365 nm
	ランプ寿命	> 4000 h
テープユニット	コンタクトホイールサイズ	>幅 100 mm
	揺動幅	< 2 mm
	揺動速度	1500 min ⁻¹
	砥粒テープサイズ	>幅 100 mm
	テープ送り速度	> 1 mm/min
回転ユニット	回転数	>100 min ⁻¹
	固定方式	チャック式
	分解能	1 min ⁻¹
HP 供給ユニット	滴下量	>100 cc/min
	分解能	1 cc/min
装置	ベース	超精密マルチ成形研削盤 (ナガセインテグレックス製 SHL350)
	サンプルサイズ	>4 インチ
X ステージ	移動量	> 340 mm
	最大速度	1000 反転/mm (幅 5 mm) 400 反転/mm (幅 100 mm)
	位置決め精度	0.1 μm
Y ステージ	移動量	> 195 mm
	最大速度	200 mm/s
	位置決め精度	0.1 μm
Z ステージ	移動量	> 50 mm
	最大速度	25 mm/s
	位置決め精度	0.1 μm

6.3 GaN ウェハでの加工検証

6.3.1 加工レート測定方法

ウェハ全面での加工レートを測定するために、第5章で開発したPL測定装置のオートフォーカス機能による高さ情報を元にウェハの厚みを計測し、加工前後のウェハ除去量を測定した。測定ポイントは4mm間隔で設定し、2インチウェハでは計81点を測定し評価した。図6.7に測定ポイントを示す。

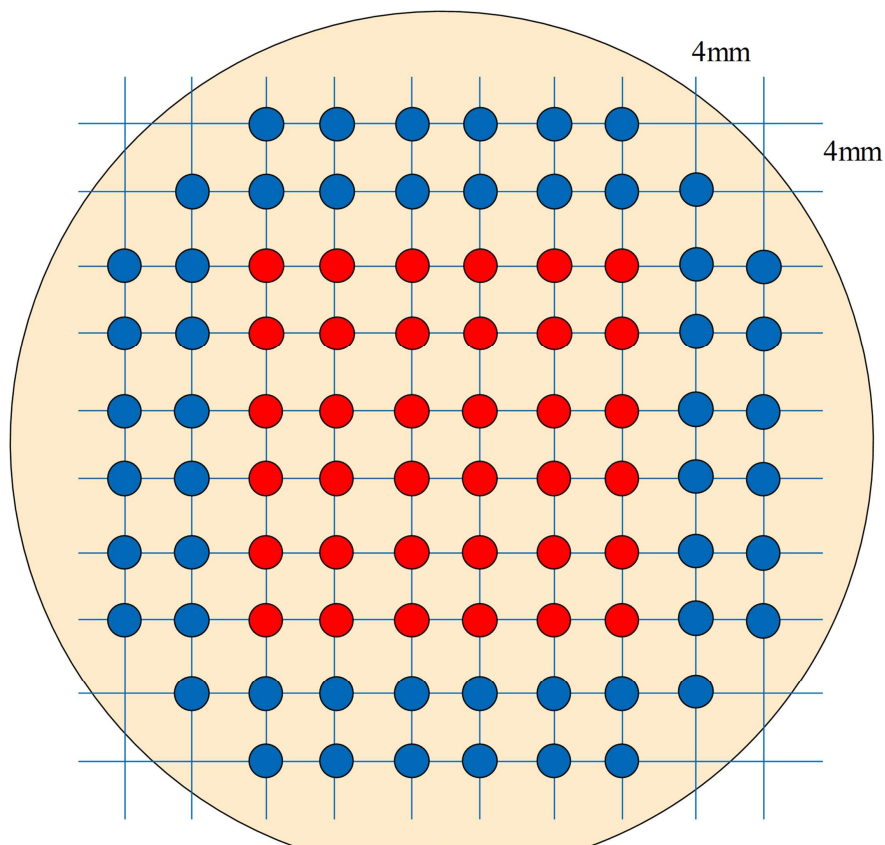


図 6.7 測定ポイント

6.3.2 弾性体硬度と加圧力の変化における加工レートの検証

6.3.2.1 加工条件

本提案機構による最適加工条件を選定するため、2 インチ GaN ウェハ Ga 面に対して、弾性体硬度を変え、UV + HP 援用の有無とテープ加圧力に対しての加工レートを検証した。加工条件 (1), (2), (3)では UV+HP 援用無のテープ研削機構での加工レート検証を加圧力とコンタクトホイールの硬さを変えることで実施した。また加工条件 (4), (5), (6)では、加工条件(1), (2), (3)に対して UV+HP 援用を加えて実験を行った。UV+HP 援用が無い場合は章4の結果より、援用有の場合と比較して加工レートが遅く、加工レート算出できる十分な加工除去量が測定できない可能性がある。そのため、UV+HP 援用を行う場合の加工時間を 30 min に設定し、章4での結果 (UV + HP 援用で6倍以上の加工レート向上) より、UV + HP 援用が無い場合の加工時間は UV+HP 援用を行う場合の加工時間の6倍の 180 min とした。表 6.2 に本検証での装置条件を、表 6.3 に加工条件を示す。

表 6.2 装置条件

試料	GaN ウェハ (2 インチ) Ga 面
UV 強度	2100 mW/cm ²
UV 波長	365 nm
HP 濃度	30 wt %
HP 滴下量	10 cc/min
テープユニット揺動幅	±1 mm
テープ送り速度	0.5 mm/min
工具	#10000 ダイヤモンド砥粒テープ (粒径 1 μm)
砥粒テープ材質	ポリエチレン
X 軸テーブル駆動幅	100 mm
X 軸テーブル駆動速度	400 反転/mm
回転ユニット回転数	96 min ⁻¹
コンタクトホイール材質(硬さ)	ウレタン (ショア硬度 50, 70, 90)
コンタクトホイールサイズ	直径 60 mm, 幅 100 mm

表 6.3 加工条件

加工条件 (1)	UV+HP 援用無 コンタクトホイール硬さ ショア硬度 50 加圧力 0.2 MPa, 0.3 MPa, 0.4 MPa 加工時間 180 min
加工条件 (2)	UV+HP 援用無 コンタクトホイール ショア硬度 70 加圧力 0.2 MPa, 0.3 MPa, 0.4 MPa 加工時間 180 min
加工条件 (3)	UV+HP 援用無 コンタクトホイール ショア硬度 90 加圧力 0.2 MPa, 0.3 MPa, 0.4 MPa 加工時間 180 min
加工条件 (4)	UV+HP 援用有 コンタクトホイール ショア硬度 50 加圧力 0.2 MPa, 0.3 MPa, 0.4 MPa 加工時間 30 min
加工条件 (5)	UV+HP 援用有 コンタクトホイール ショア硬度 70 加圧力 0.2 MPa, 0.3 MPa, 0.4 MPa 加工時間 30 min
加工条件 (6)	UV+HP 援用有 コンタクトホイール ショア硬度 90 加圧力 0.2 MPa, 0.3 MPa, 0.4 MPa 加工時間 30 min

6.3.2.2 加工結果

加工条件 (1), (2)では加工前後の除去量が計測できず, 加工レートの評価が出来なかった。これは, コンタクトホイールの硬度が低いため, 加圧に対してコンタクトホイールゴム材の変化量が大きく, 研削加工時に GaN ウェハ上で砥粒がコンタクトホイール側に逃げてしまうことにより, GaN ウェハの除去に寄与していないと推測される。次に加工条件 (3)加工結果を図 6.8 に示す。

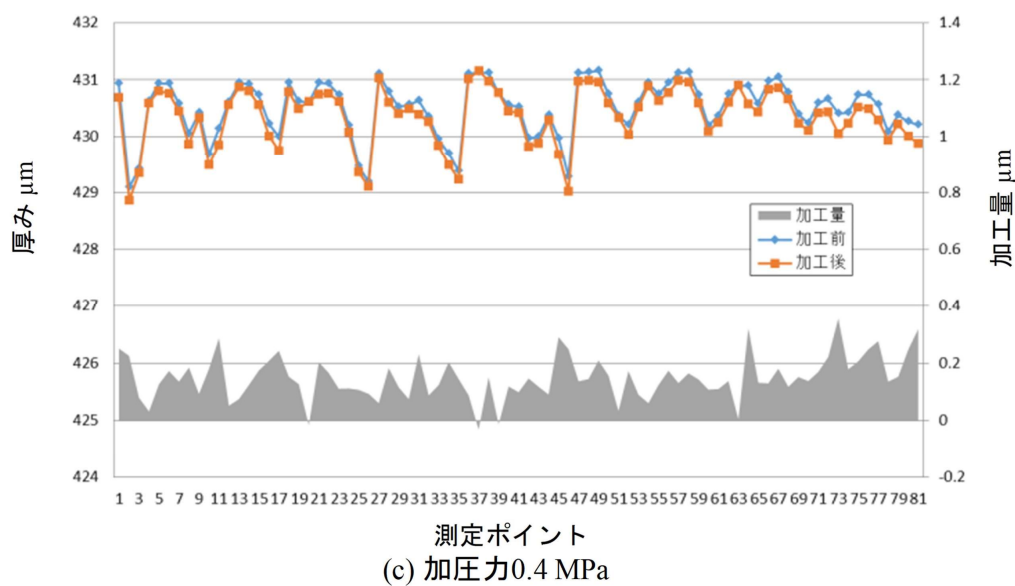
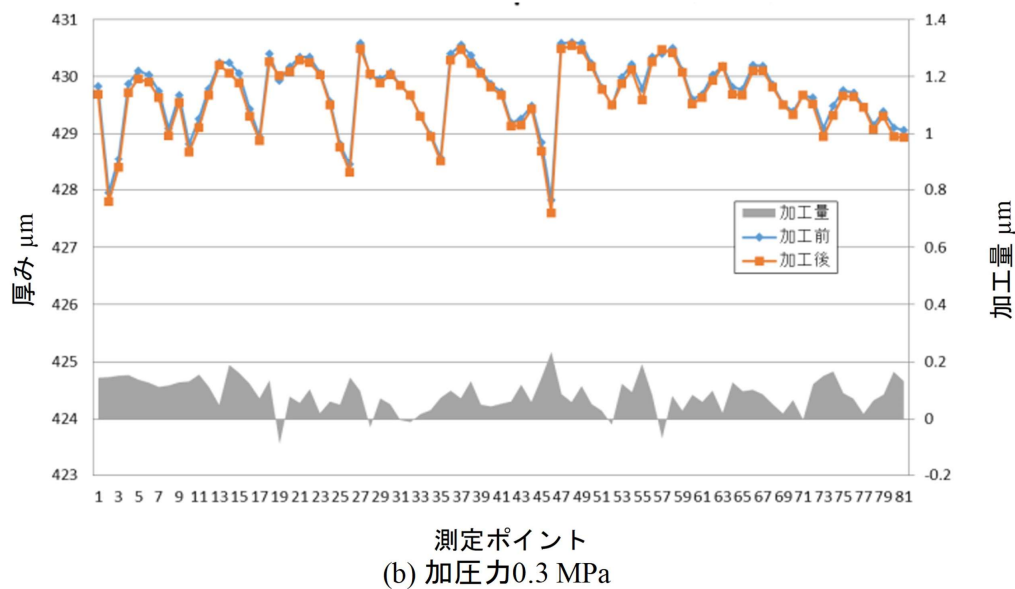
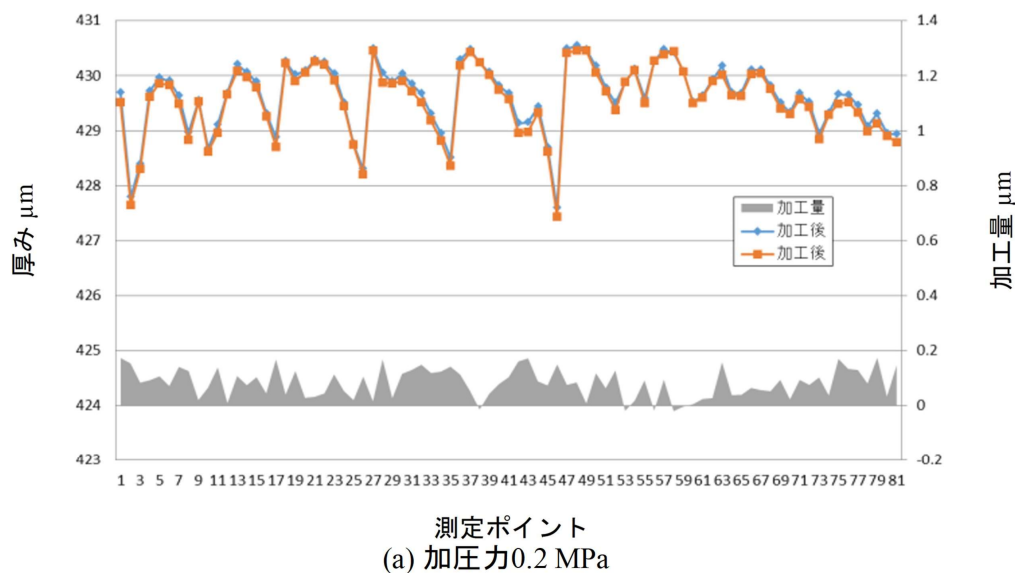
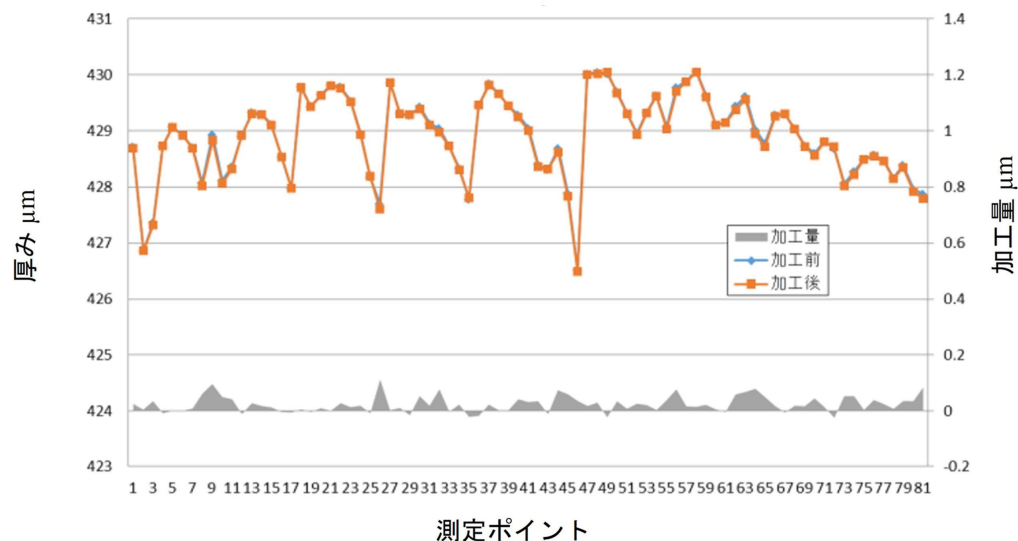


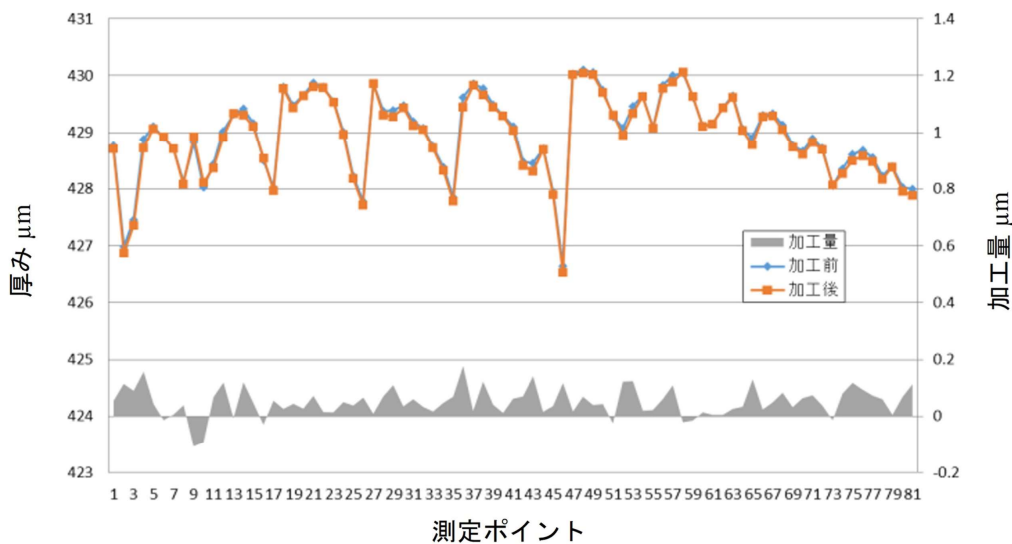
図 6.8 加工条件 (3) (UV + HP 援用無 ショア硬度 90) 加工結果

加工条件 (3)の加工結果より、測定ポイントの加工量平均値を加工量として算出し、加工量と加工時間から加工レートを求めると、加圧力 0.2 MPa での加工量は 82 nm, 加工レート 0.45 nm/min, 加圧力 0.3 MPa での加工量は 86 nm, 加工レート 0.47 nm/min, 加圧力 0.4 MPa での加工量は 149 nm, 加工レート 0.82 nm/min となった。同様に加工条件 (4), (5), (6)について加工量と加工レートを算出した。図 6.9 に加工条件 (4)の結果, 図 6.10 に加工条件 (5)の結果, 図 6.11 に加工条件 (6)の結果と、加工条件 (4)から(6)の加工レートを横軸に加圧力、縦軸に加工レートとして算出したグラフを図 6.12 に示す。図 6.9 より加工条件 (4)では、加圧力 0.2 MPa での加工量は 24 nm, 加工レート 0.80 nm/min, 加圧力 0.3 MPa での加工量は 50 nm, 加工レート 1.67 nm/min, 加圧力 0.4 MPa での加工量は 92 nm, 加工レート 3.07 nm/min となった。図 6.10 より加工条件 (5)では、加圧力 0.2 MPa での加工量は 96 nm, 加工レート 3.18 nm/min, 加圧力 0.3 MPa での加工量は 100 nm, 加工レート 3.35 nm/min, 加圧力 0.4 MPa での加工量は 155 nm, 加工レート 5.17 nm/min となった。図 6.11 より加工条件 (6)では、加圧力 0.2 MPa での加工量は 135 nm, 加工レート 4.50 nm/min, 加圧力 0.3 MPa での加工量は 196 nm, 加工レート 6.53 nm/min, 加圧力 0.4 MPa での加工量は 247 nm, 加工レート 7.06 nm/min となった。加工条件(3)と(6)の結果を比較すると、UV + HP 援用により、加圧力 0.2 MPa で加工レートが 9.95 倍, 加圧力 0.3 MPa で加工レートが 13.7 倍, 0.4 MPa で加工レートが 18.1 倍になることがわかり、加圧力が高いほど、UV + HP 援用の効果が上がることが判明した。これは加圧力が上がることによって加工時の温度が高くなり、OH ラジカルの反応性が上がることによる表面酸化膜厚が増加するためと考えられる。また加圧力について、今回 0.2 MPa から 0.4 MPa の範囲内での検討を行ったが、第4章式(4.5)と第3章での検討結果である改質層厚み 0.45 nm より、 $\delta = 45$ nm となる切削力から負荷荷重 W を計算すると 0.43 MPa となる。このことより、加圧力の増加により加工レートが向上するが、いくらでも加圧力を増加することは出来ず、0.43 MPa 以上の加圧力にすると脆性破壊状態になる可能性もある。

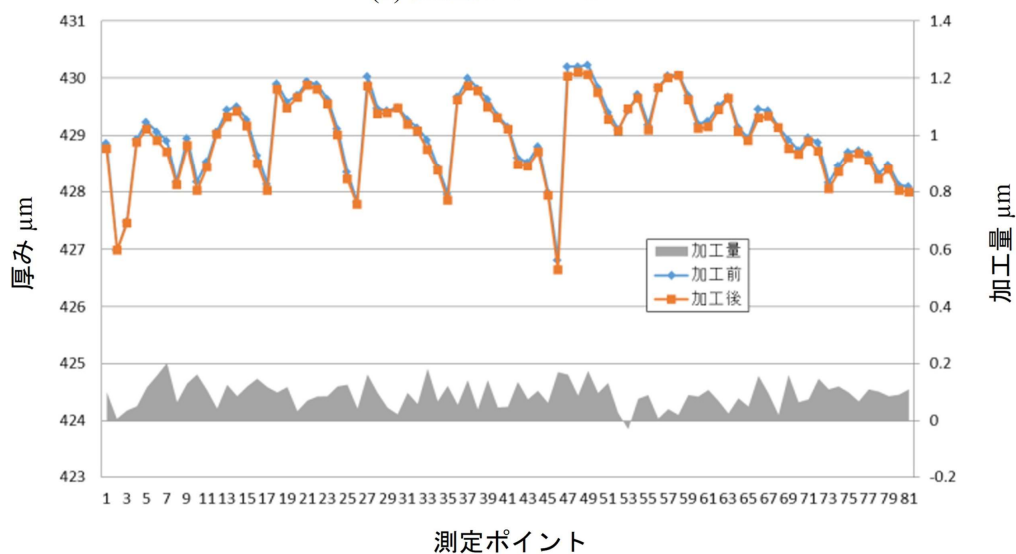
図 6.12 より、UV + HP 援用において、加圧力の増加と加工レートは比例関係があり、かつコンタクトホイールの硬度と加工レートにも比例関係があることがわかった。また UV + HP 援用が無い場合はコンタクトホイールの硬度が低いショア硬度 50, 70 においては加工出来ていなかったが、UV + HP 援用によって材料が除去され、ウェハ表面への加工できていることがわかった。これは UV + HP 援用により GaN 表面の酸化が進み、酸化物が GaN と比較して硬度が低いことから、コンタクトホイールの硬度が低くても、加工時に砥粒がコンタクトホイール側に逃げることなく、GaN ウェハ表面の酸化物を除去していると想定でき、UV + HP 援用によって、援用が無い場合では GaN ウェハ表面を除去できない砥粒押し付け圧の条件下においても GaN ウェハを除去できることが判明した。このことは現在 1 μ m 粒径のダイヤモンド砥粒を用いているが、更に小さい砥粒において材料除去できることや、ダイヤモンド以外の砥粒材において加工出来る可能性があると考えられる。この可能性を検証するために、ダイヤモンド粒径が 0.4 μ m の #20000 を砥粒に用いた砥粒テープでの加工検証を実施した。



(a) 加圧力0.2 MPa

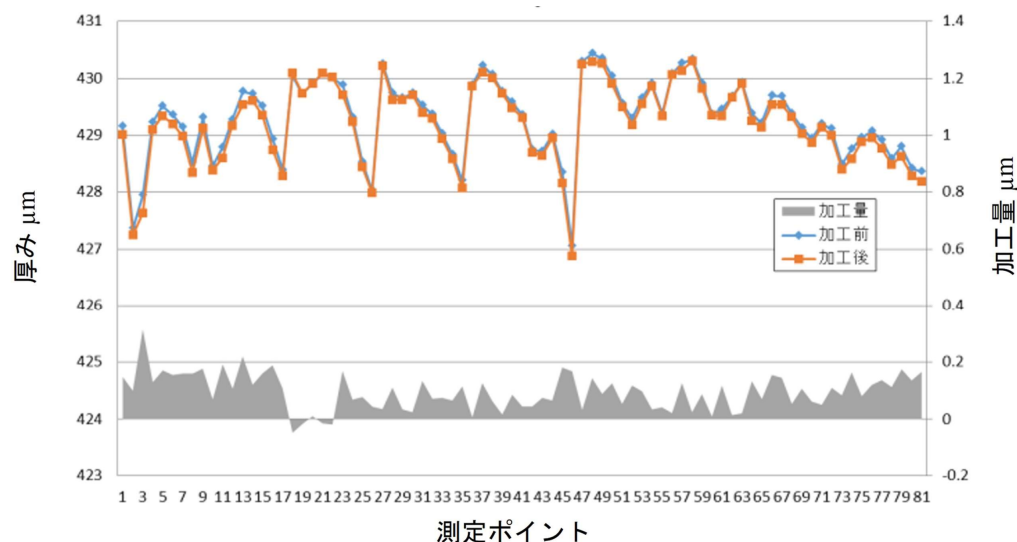


(b) 加圧力0.3 MPa

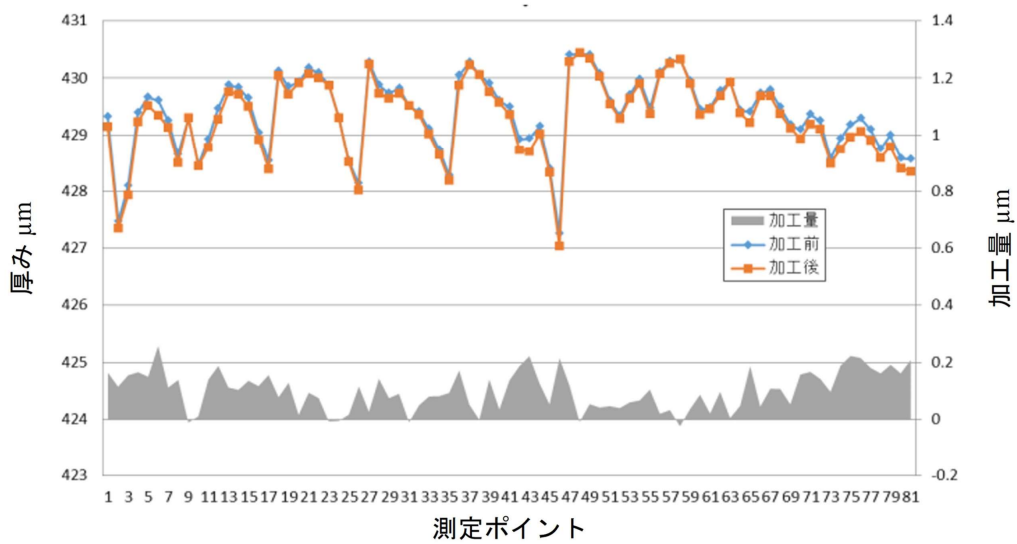


(c) 加圧力0.4 MPa

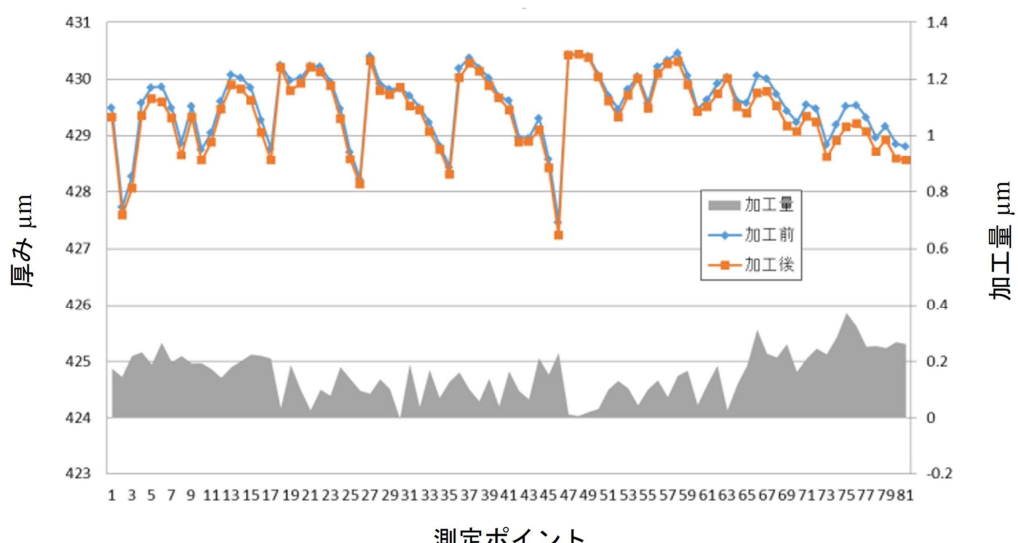
図 6.9 加工条件 (4) (UV + HP 援用有 ショア硬度 50) 加工結果



(a) 加圧力0.2 MPa

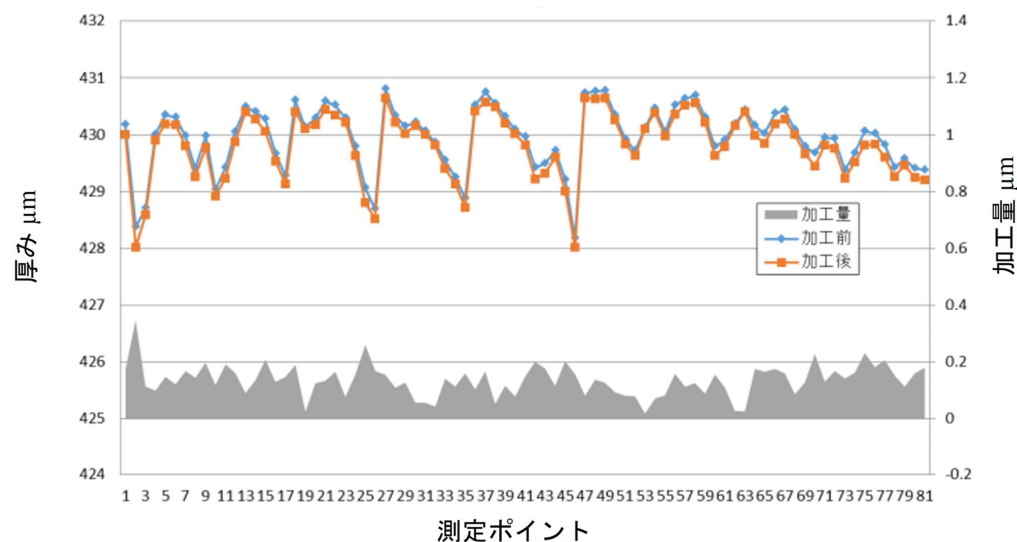


(b) 加圧力0.3 MPa

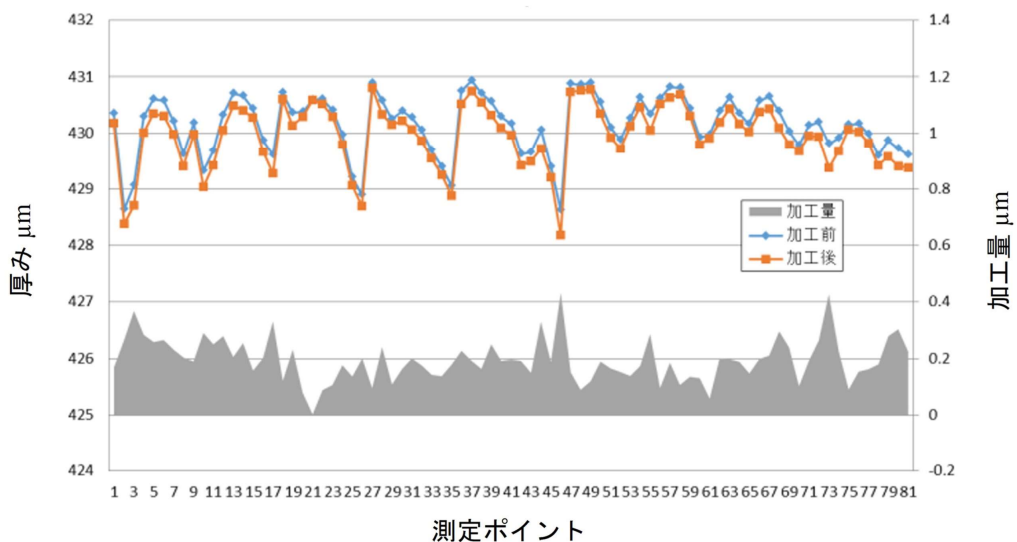


(c) 加圧力0.4 MPa

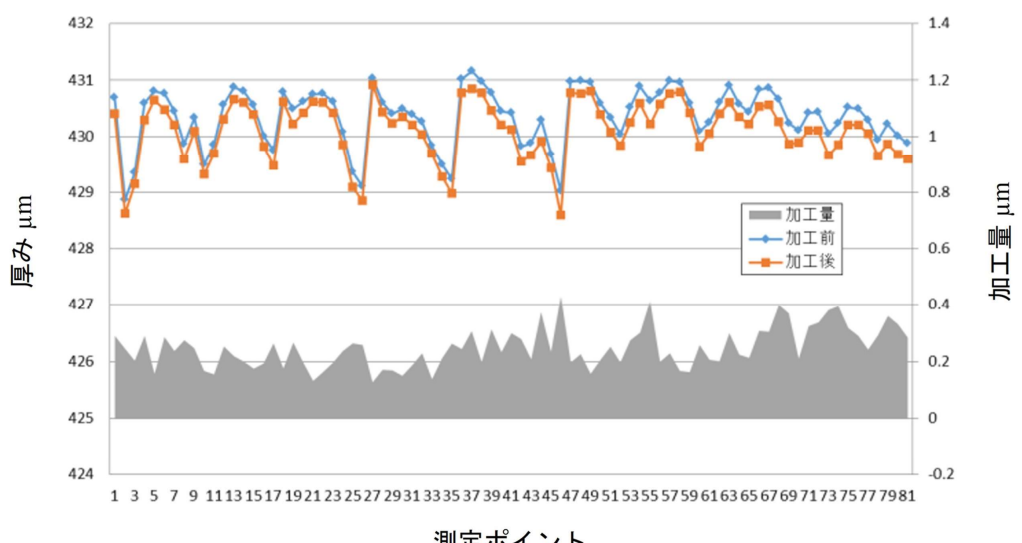
図 6.10 加工条件 (5) (UV + HP 援用有 ショア硬度 70) 加工結果



(a) 加圧力0.2 MPa



(b) 加圧力0.3 MPa



(c) 加圧力0.4 MPa

図 6.11 加工条件 (6) (UV + HP 援用有 ショア硬度 90) 加工結果

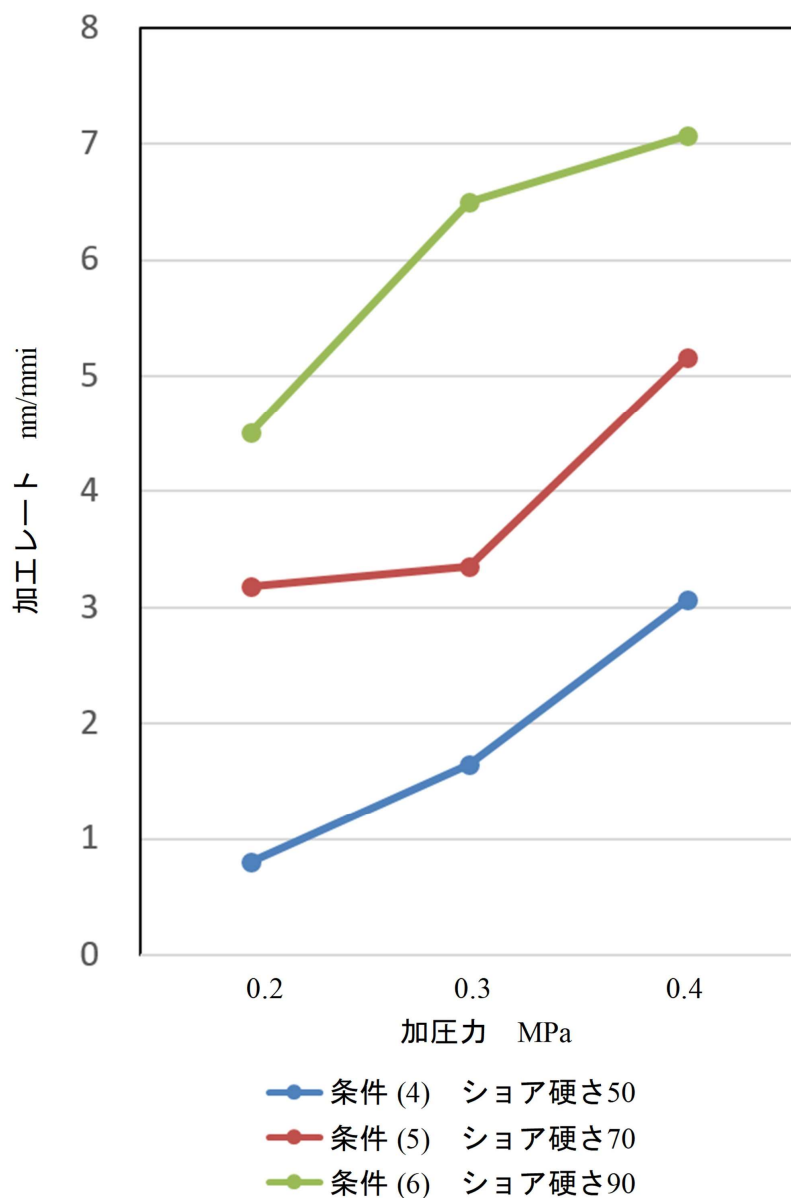


図 6.12 ショア硬さの違いによる UV+HP 援用での加圧力と加工レートの関係

6.3.3 砥粒サイズと加圧力の変化における加工レートの検証

6.3.3.1 加工条件

砥粒サイズ $0.4 \mu\text{m}$ の#20000 ダイヤモンド砥粒をポリエステル基材上にコーティングした砥粒テープを用いて加工検証を実施した。通常の研削加工では#20000の微粒砥粒は、加工による切り屑が研削砥石の砥粒表面を埋めてしまい、加工能率が低下する。そのため、加工と砥石の目立てであるドレッシングとを同時に行う超精密平面ホーニングの開発^{6.1)-6.3)}などの一部の加工法でしか使いこなしが出来ていない。本機構では常に新しいテープを供給することでドレッシングの必要が無いことと、UV+HP 援用により、1個当たりの砥粒の加圧力が低くても加工可能な可能性が示されたので、検証を実施した。表 6.4 に加工条件を示す

表 6.4 加工条件

加工条件 (7)	UV+HP 援用無
	コンタクトホイール硬さ ショア硬度 90
	加圧力 0.2 MPa, 0.3 MPa, 0.4 MPa
	砥粒番手#20000 (砥粒サイズ $0.4 \mu\text{m}$)
	加工時間 180 min
加工条件 (8)	UV+HP 援用有
	コンタクトホイール ショア硬度 90
	加圧力 0.2 MPa, 0.3 MPa, 0.4 MPa
	砥粒番手#20000 (砥粒サイズ $0.4 \mu\text{m}$)
	加工時間 30 min

6.3.3.2 加工結果

図 6.13 に加工条件 (7)の加工結果、図 6.14 に加工条件 (8)の加工結果を示す。加工条件 (7)では、加圧力 0.2 MPa, 0.3 MPa では加工除去が計測されず加工量の算出ができなかった。そのため図 6.12 は加圧力 0.4 MPa の結果だけとなる。また図 6.15 にコンタクトホイールのショア硬度が 90 の条件である加工条件 (3)の結果と加工条件 (6)の結果、そして加工条件 (7), (8)の結果から計算した加工レートを横軸加圧力、縦軸加工レートとしてプロットした図を示す。図 6.13 より、加工条件 (7)では加工量は 13 nm, 加工レートは 0.07 nm/min であることがわかった。このことより UV+HP 援用が無い場合は、#20000 ダイヤモンド砥粒を用いた加工では除去能力が低く、実加工での適用は困難であることが判明した。また図 6.14 より、加工条件 (8)の結果では、加工量は加圧力 0.2 MPa での加工量は 7 nm, 加工レート 0.23 nm/min , 加圧力 0.3 MPa での加工量は 9 nm, 加工レート 0.3 nm/min , 加圧力 0.4 MPa での加工量は 33 nm, 加工レート 1.10 nm/min となった。この結果より、UV+HP 援用により、加工レートが向上し、加圧力が低い状態でも研削能力が機能していることがわかった。

図 6.15 の結果より、UV+HP 援用無の#10000 ダイヤモンド砥粒の加工レートと UV+HP 援用有の#20000 ダイヤモンド砥粒の加工レートが同じくらいの加工レートであり、UV+HP 援用により、テープ研削機構だけでは加工が出来ない砥粒であっても、加工が出来る可能性が判明した。

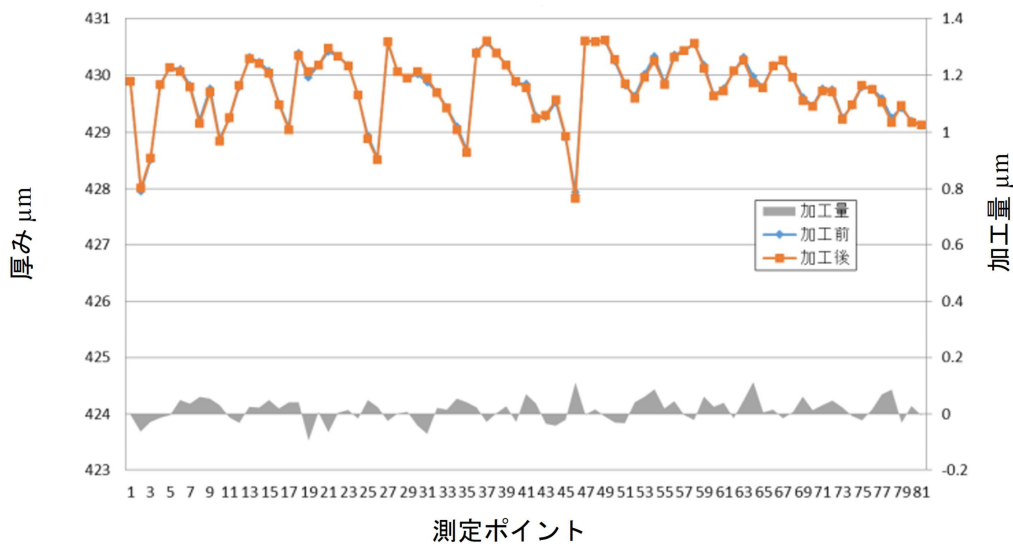
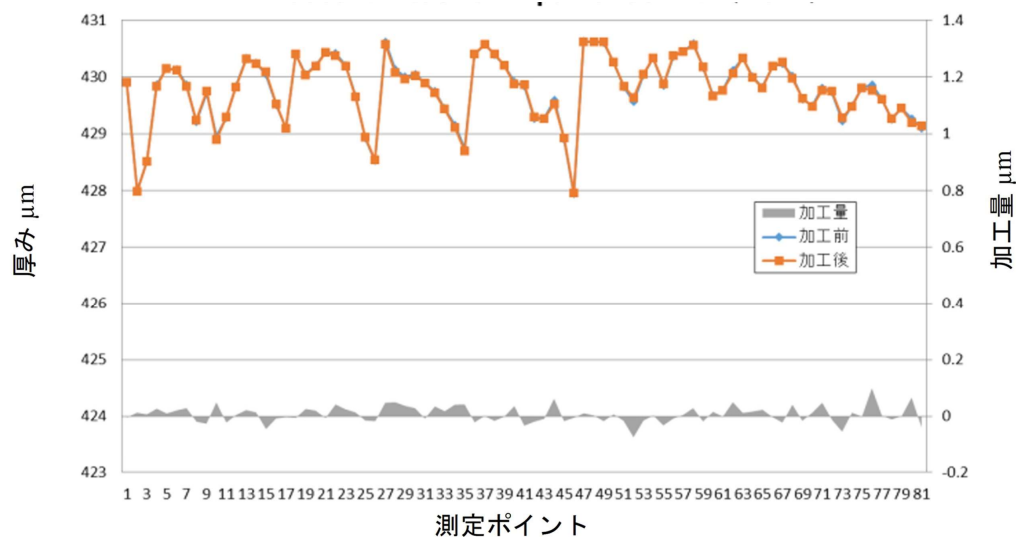
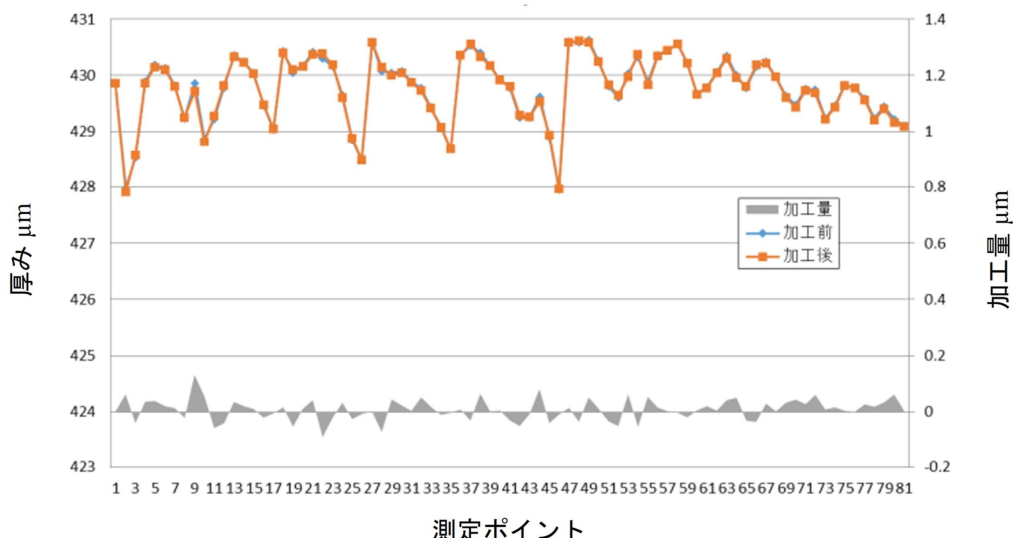


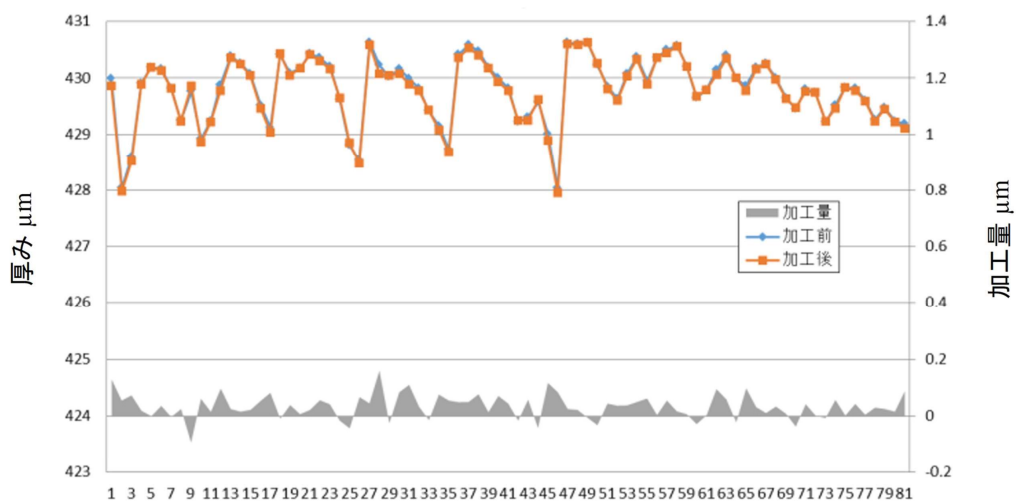
図 6.13 加工条件 (7) (加圧力 0.4 MPa) 加工結果



(a) 加圧力0.2 MPa



(b) 加圧力0.3 MPa



(c) 加圧力0.4 MPa

図 6.14 加工条件 (8) 加工結果

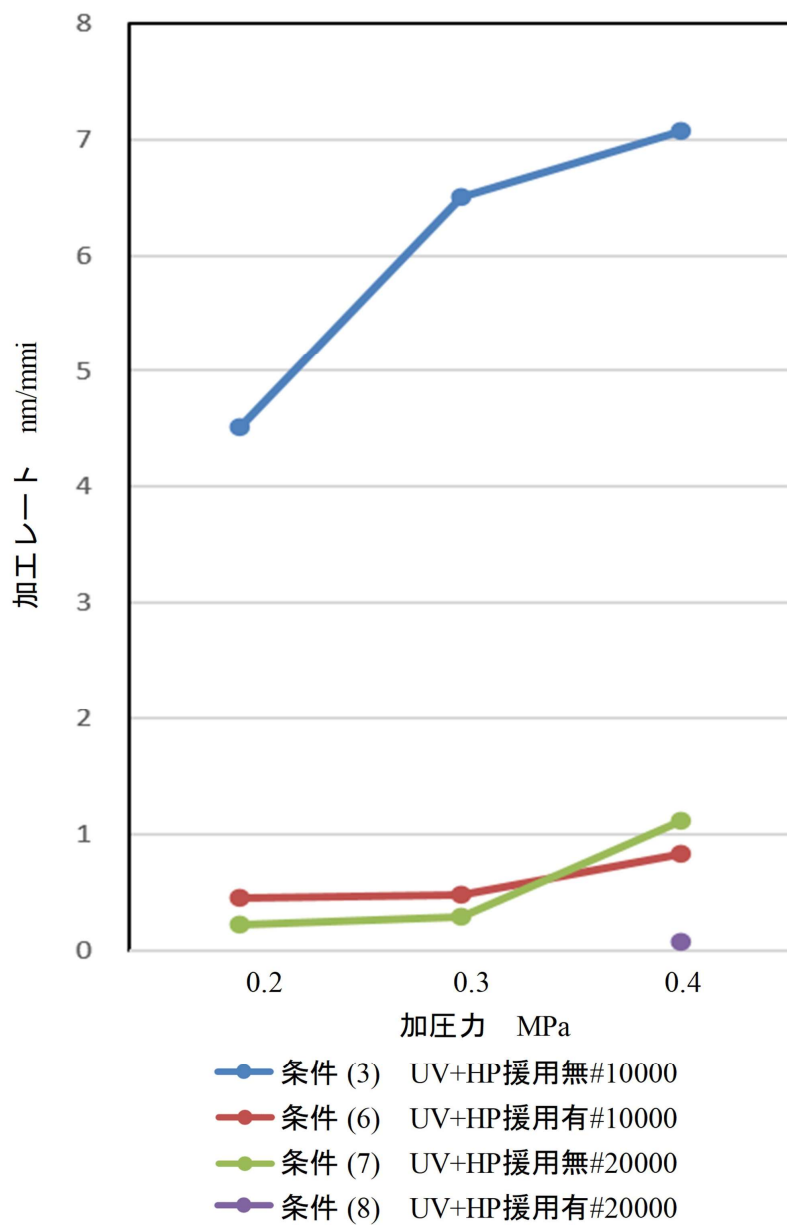


図 6.15 砥粒サイズの違いによる UV + HP 援用での加圧力と加工レートの関係

6.4 結言

UV + HP 援用弾性体を用いたテープ研削機構を実ウェハでの検証に展開することを目的に、本章では GaN ウェハ 4 インチサイズまで加工可能な、UV+HP 援用テープ研削機構として、砥粒テープの自動送りユニットとテープヘッド部に揺動機構を設け、更に X 軸方向駆動テーブル上に回転ユニットを設置する機構を提案した。加えて、テープヘッド部と GaN ウェハへの UV 照射と HP 供給に対して、光導波路を伝達し、加工点近傍にスポットで UV を照射するスポット UV 光源の採用と、HP 供給ユニットにより HP を滴下する構成を提案した。またウェハサイズの加工レート評価方法として、第 5 章で開発した PL 装置のオートフォーカス機能による高さ情報を元にウェハ厚み測定を実施し、2 インチサイズで 81 点の計測点によりウェハ全面の計測と加工前後の厚み量と加工時間の関係から加工レートの評価を行える測定方法を提案した。本提案機構と測定方法を用いて、弾性体であるコンタクトホイールの硬さと加圧力の関係が及ぼす加工レートの評価と、砥粒テープの粒子径と加圧力の関係が及ぼす加工レートの評価に対して、UV + HP 援用効果の有無での検証を実施した。本研究で得られた結果を下記に示す。

- (1) 提案装置機構と測定方法を用いて、2 インチ GaN ウェハ Ga 面の加工レート検証を実施した。UV + HP 援用有無での弾性体硬度と加圧力の変化における加工レートの検証を行い、ショア硬度 90 の弾性体コンタクトホイールを用いることで、UV + HP 援用により、加圧力 0.2 MPa で加工レートが 9.95 倍、加圧力 0.3 MPa で加工レートが 13.7 倍、0.4 MPa で加工レートが 18.1 倍になることがわかり、加圧力が高いほど、UV + HP 援用の効果が上がることが判明した。これは UV + HP 援用により GaN 表面の酸化が進み、酸化物が GaN と比較して硬度が低いことから、コンタクトホイールの硬度が低くても、加工時に砥粒がコンタクトホイール側に逃げることなく、GaN ウェハ表面の酸化物を除去していると想定でき、UV + HP 援用によって、援用無では除去できない低圧の加工条件であっても GaN ウェハを除去できることが判明した。
- (2) UV + HP 援用有無での砥粒サイズと加圧力の変化における加工レートの検証を実施し、UV + HP 援用が無い場合は、#20000 ダイヤモンド砥粒を用いた加工では除去能力が低く、実加工での適用は困難であることがわかった。また UV + HP 援用を行うことで#20000 ダイヤモンド砥粒を用いた加工が可能となり、UV + HP 援用無の#10000 と同等の加工能率を実現することがわかった。この結果より、UV + HP 援用により、テープ研削機構だけでは加工が出来ない砥粒であっても、加工が出来る可能性があることが判明した。

参考文献

- 6.1) Y.B Guo et al, Optimization of honing wheel structure parameters in ultra-precision plane honing,

Journal of Materials Processing Technology., 128, 1-3 (2002), 96-100.

- 6.2) T. Kuriyagawa, K. Nishihara, S. Suzuki, Y. B. Guo, K. Syoji, Improvement of Machined Surface Quality in Ultra-Precision Plane Honing, Key Engineering Materials , 238-239 (2003), 137-142.
- 6.3) S. Suzuki, N. Yoshihara, T. Kuriyagawa, Improvement of Machined Surface Flatness in Ultra-Precision Plane Honing, Key Engineering Materials, 291-292 (2005), 359-364.

第7章 デバイス性能評価

7.1 緒言

提案した UV+HP 援用テープ研削機構による 2 インチ GaN ウェハへのデバイス検証として、従来工法と提案機構で 2 つのウェハを用いて CMP 加工を実施し、CMP 加工における加工変質層除去時間の検証を行った。また CMP 加工を実施したウェハを用いた、LED 発光層のエピタキシャル成長による成膜形成を行い、LED 発光層の表面モフォロジーと PL 発光強度の評価を実施した。

7.2 加工変質層除去時間の検証

7.2.1 ラップ加工面からの加工変質層除去時間検証

デバイス検証用のウェハ製作として、遊離砥粒による両面ラップにより加工を実施した2インチウェハを準備し、ラップ加工面からのCMP加工による加工変質層除去時間をPL測定装置により評価した。図7.1に両面ラップ加工装置構成図、図7.2にCMP加工装置構成図を示す。また加工条件を表7.1に示す。PL測定装置では、マクロ測定によるウェハ全面での加工変質層評価とマイクロ測定による詳細測定を実施した。マクロ計測における測定点を図7.3に、マイクロ測定における測定点を図7.4に示す。また測定条件を表7.2に示す。測定はCMP加工2時間毎にCMP加工装置からウェハを貼付盤に貼付けた状態で外し、表面をエタノールにより洗浄後、PL測定装置にて測定した。PL測定装置では、ウェハ厚みも測定し、CMP加工前後でのウェハ厚み差より加工レートの評価も実施した。

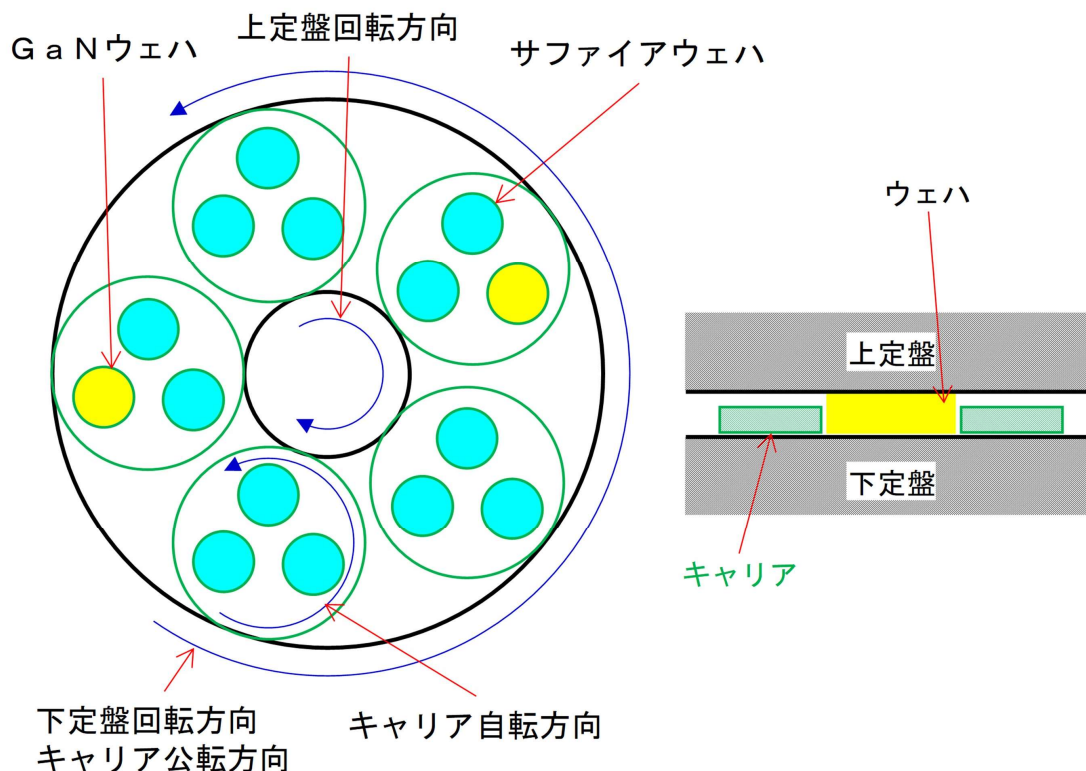


図 7.1 両面ラップ加工装置構成

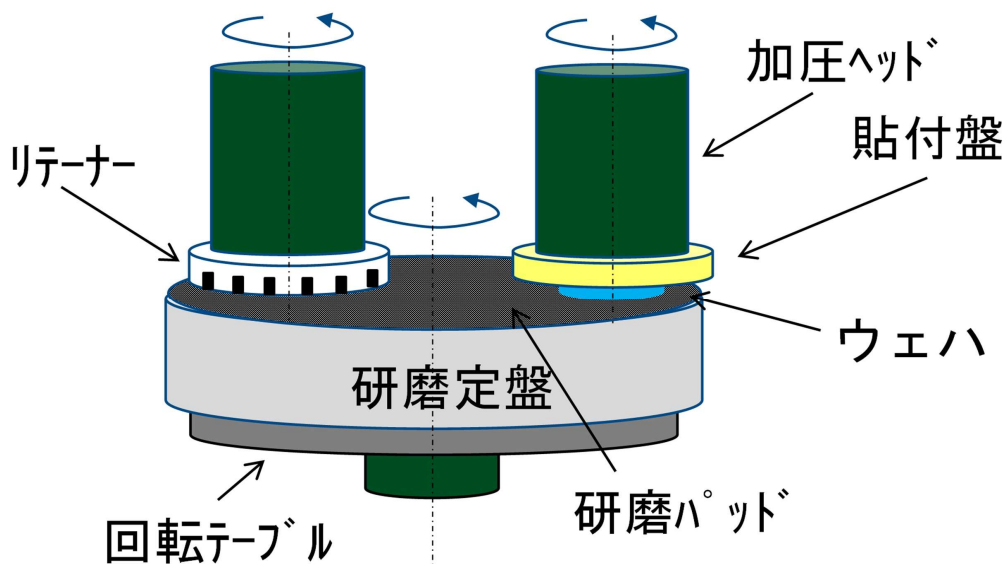


図 7.2 CMP 加工装置構成

表 7.1 加工条件

試料	GaN ウェハ (2 インチ) Ga 面
両面ラップ加工条件	
砥粒	ダイヤモンド砥粒 (粒径 3 μm) スラリー
加圧力	0.05 kg/cm^2
下定盤回転数	40 min^{-1}
上定盤回転数	13 min^{-1}
キャリア回転数	2.4 min^{-1}
CMP 加工条件	
装置	エンギス製高精度自動ラップ装置 (EJW-610 IFN-2 AL)
研磨パッド	不織布 (密度 0.41 g/cm^3 , 硬度 89)
スラリー	コロイダルシリカ + H_2O_2 30 wt% 水溶液
スラリー供給量	4 g/min
回転テーブル回転数	49 min^{-1}
ヘッド回転数	43 min^{-1}
加圧力	0.4 kg/cm^2

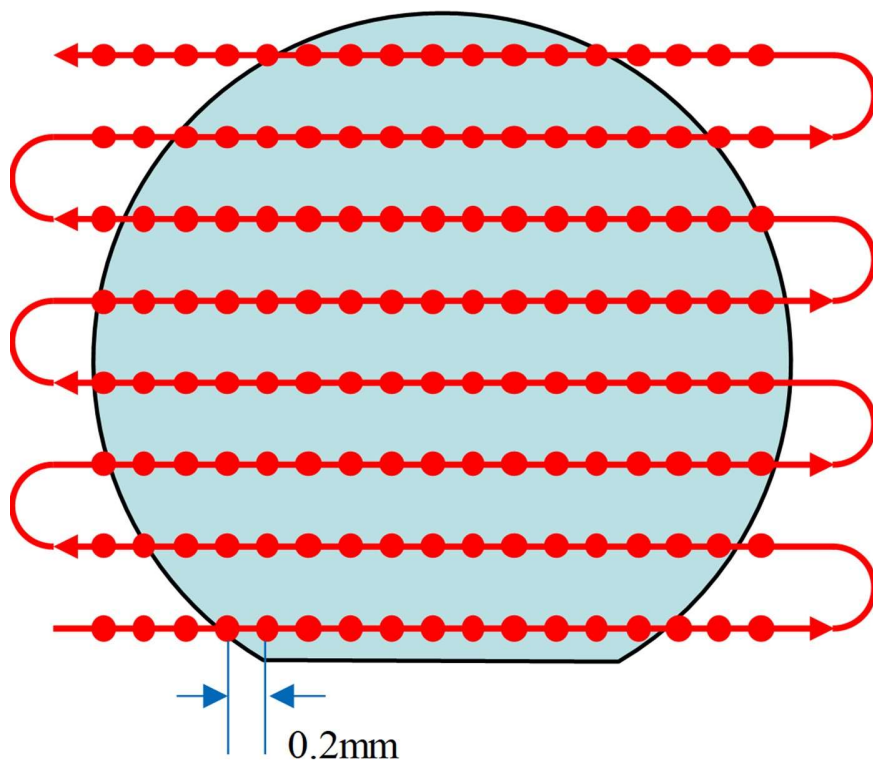


図 7.3 PL 測定マクロ評価測定位置

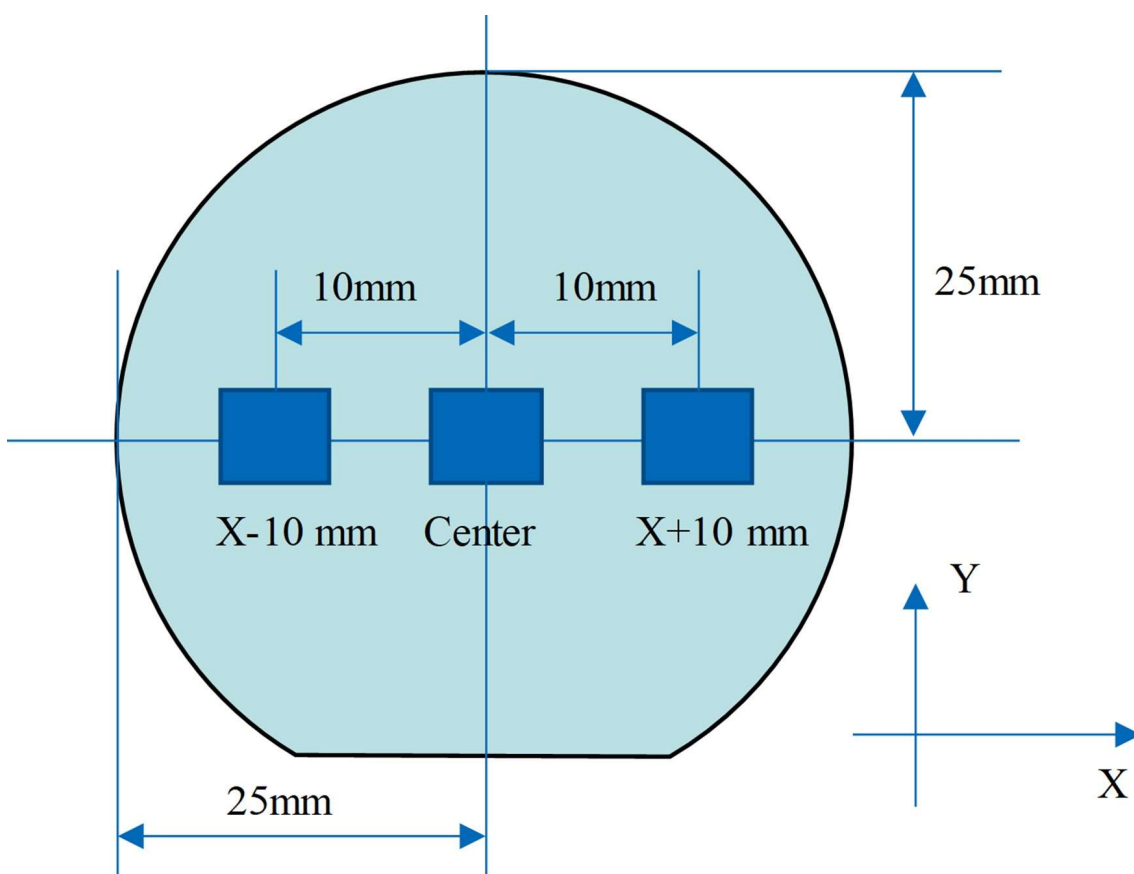


図 7.4 PL 測定マイクロ計測測定位置

表 7.2 測定条件

マクロ計測	
測定ピッチ	0.2 mm (□75 mm)
測定時間	3.5 min (2 インチ)
分解能	< 200 μ m
マイクロ計測	
測定位置	ウェハ中心 (Center) , X-10 mm, X+10 mm
測定時間	0.5 s
計測範囲	250 \times 150 μ m

7.2.2 測定結果

CMP 加工前の測定結果を図 7.5 に、CMP 加工 6 時間、8 時間、10 時間、12 時間、16 時間、20 時間の結果を図 7.6-11 に示す。CMP 加工を行うことにより、マクロ計測ではウェハ全面での発光量が増加し、加工変質層が除去されていく様子がわかる。また、CMP 加工時間が 12 時間以降ではマクロ計測での結果からは違いが見いだせないが、マイクロ計測により、ラップ加工のダイヤモンド砥粒により発生したと想定される線上の加工変質層が観察され、線状の加工変質層を完全に除去するための CMP 時間は 20 時間となった。また CMP 加工前後でのウェハ厚み差は、 $1.93\ \mu\text{m}$ であり、加工レートは $1.61\ \text{nm}/\text{min}^{-1}$ であった。

加えて開発した PL 測定装置によるマクロ計測、マイクロ計測では、共に模様のような陰影が見られた。CMP 加工の経時変化を観察することで、加工変質層が除去され PL 発光量は増加するが、模様のような陰影の比率は変わらなかった。このことよりこの陰影は加工変質層に寄与する陰影ではなく、ウェハ特有の模様と推測され、GaN ウェハ面内での不純物バラつきにより発生する模様であると想定される。

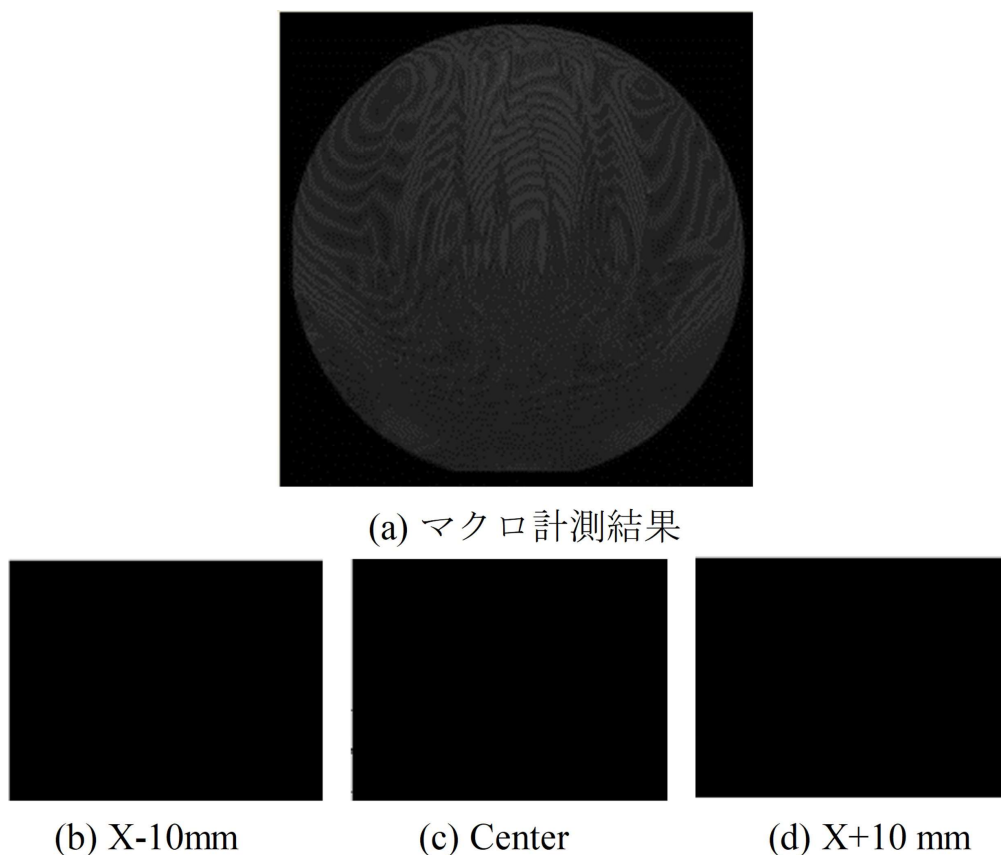
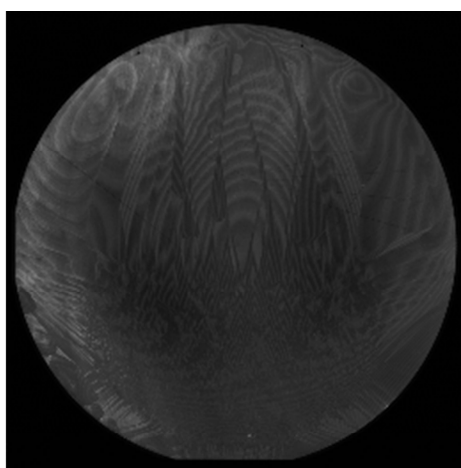
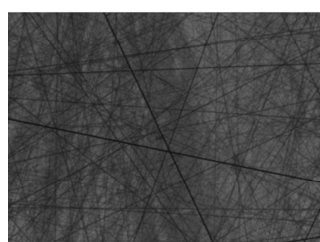


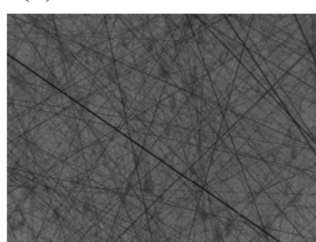
図 7.5 CMP 加工前 PL 測定結果



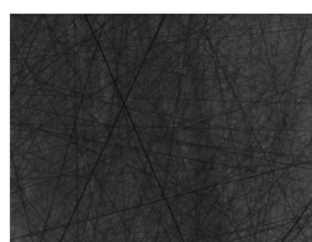
(a) マクロ計測結果



(b) X-10mm

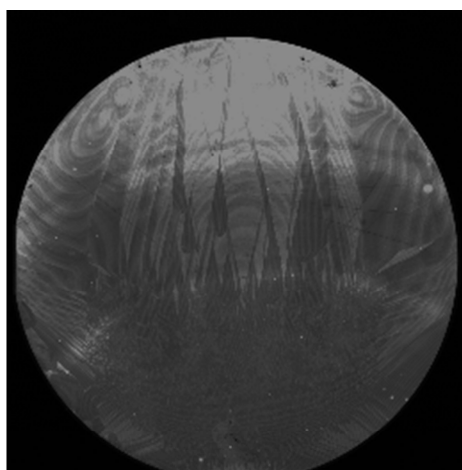


(c) Center

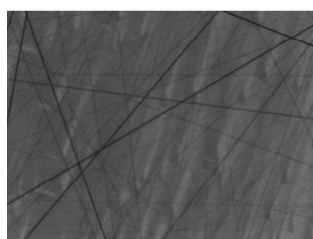


(d) X+10 mm

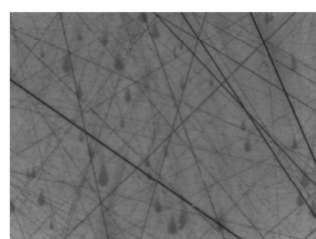
図 7.6 CMP 加工 6 時間 PL 測定結果



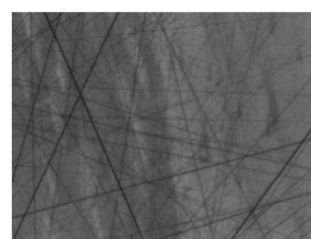
(a) マクロ計測結果



(b) X-10mm



(c) Center



(d) X+10 mm

図 7.7 CMP 加工 8 時間 PL 測定結果

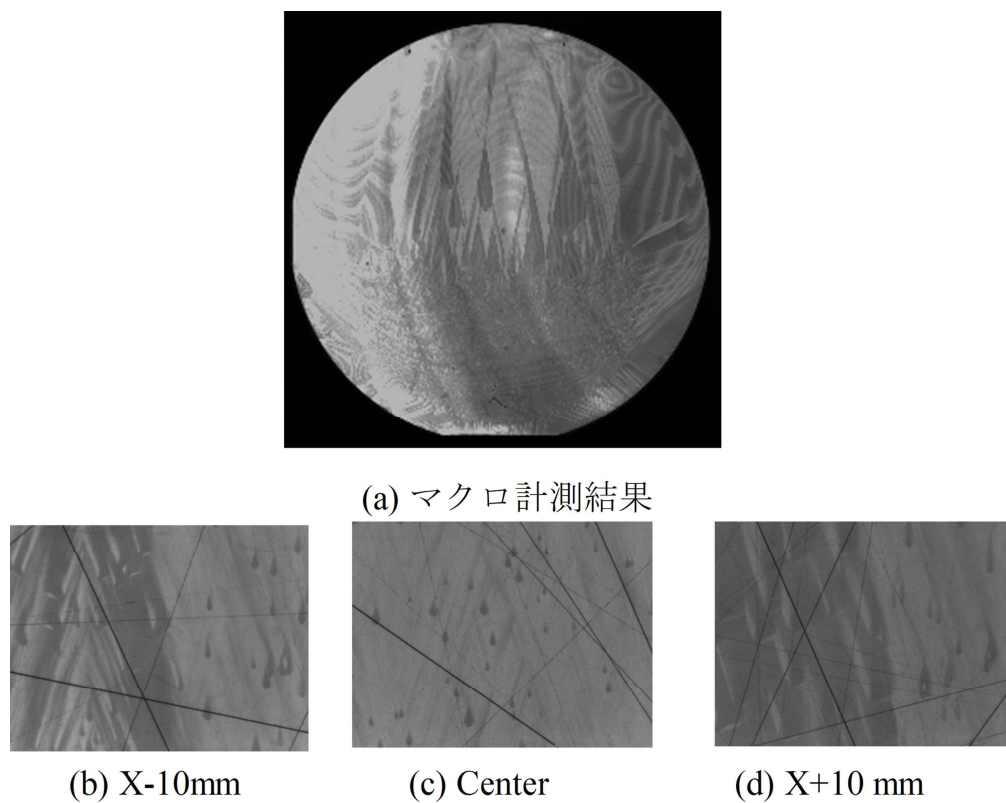


図 7.8 CMP 加工 10 時間 PL 測定結果

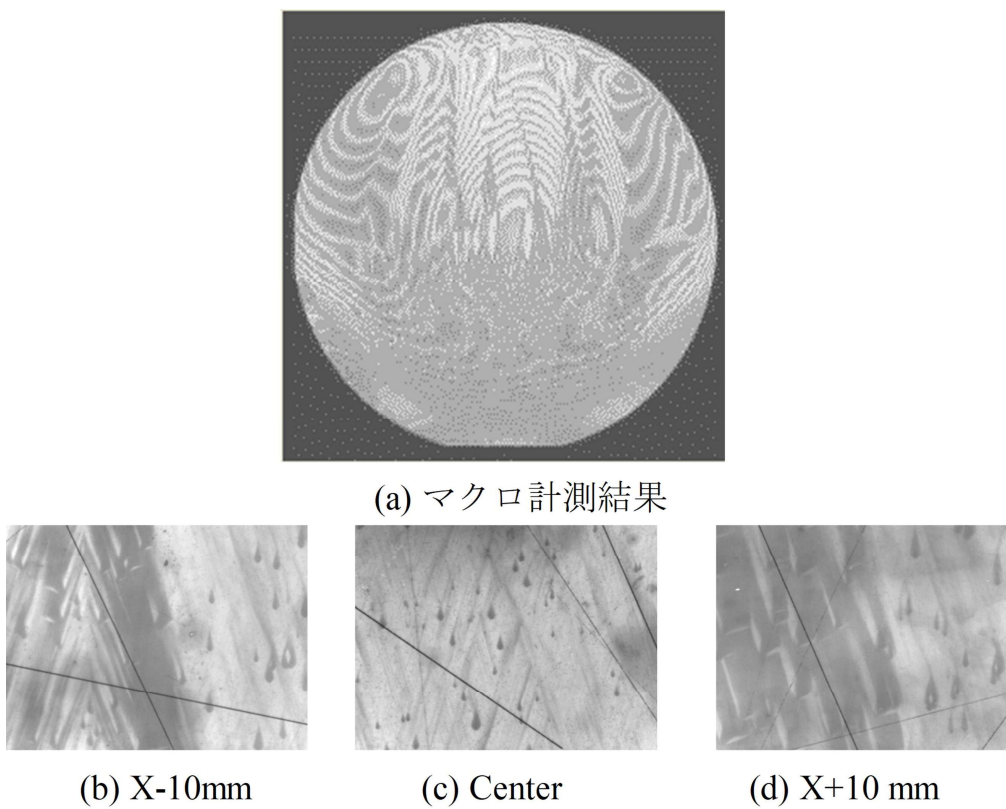


図 7.9 CMP 加工 12 時間 PL 測定結果

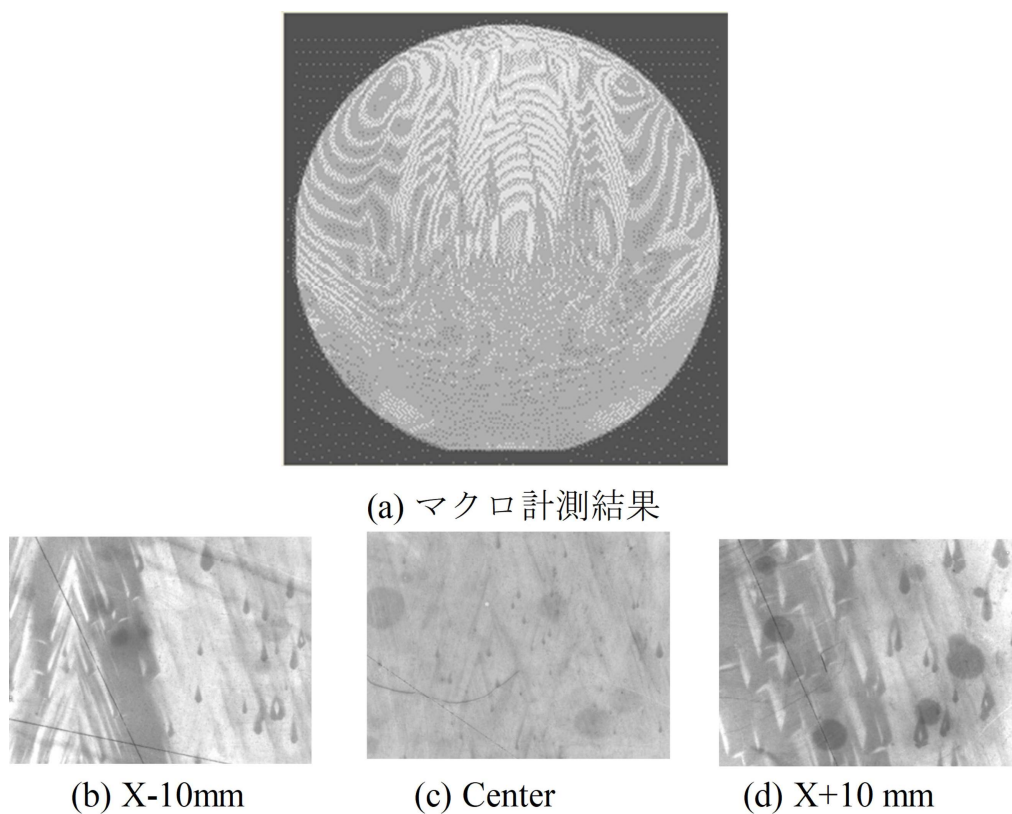


図 7.10 CMP 加工 16 時間 PL 測定結果

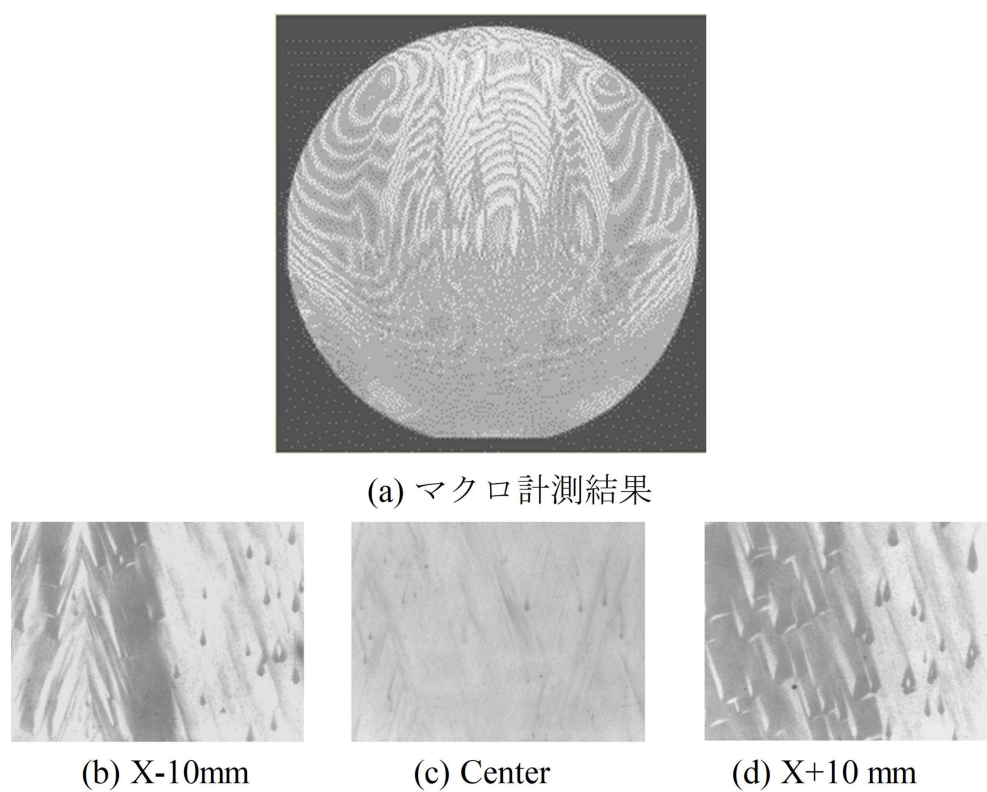


図 7.11 CMP 加工 20 時間 PL 測定結果

7.2.3 UV + HP 援用テープ研削機構による加工面からの加工変質層除去時間検証

次に本提案工法である UV+HP 援用テープ研削機構での加工面からの加工変質層除去時間を検証した。UV+HP 援用テープ研削面は両面ラップ面からラップ加工による加工変質層厚みを除去するために、厚み方向に 10 μm 加工した。また CMP 条件、PL 測定条件は、両面ラップ面からの加工変質層除去時間検証と同じ表 7.1, 表 7.2 の条件により、実施した。CMP 加工前の測定結果を図 7.12 に示す。また CMP 加工 2 時間, 4 時間, 6 時間, 8 時間の結果を図 7.13-16 に示す。UV+HP 援用テープ研削機構での加工面から加工変質層が無くなるまでの時間は 8 時間であった。また CMP 加工前後の厚み差は, 792 nm で加工レートは $1.65 \text{ nm}/\text{min}^{-1}$ であった。CMP の加工レートはラップ加工面からの CMP 加工も, UV + HP 援用テープ研削機構からの加工面もほぼ同等であることがわかり, CMP 加工での加工時間バラツキの影響は少ないと判断できる。本結果から推測される加工変質層厚みは CMP 加工前後のウェハ厚み差より, ラップ加工では, 1930 nm, 提案工法では 792 nm となることもわかった。本結果より, 提案工法を用いることで, 従来工法であるラップ加工面との比較で加工時間は約 2/5 に低減することが判明した。

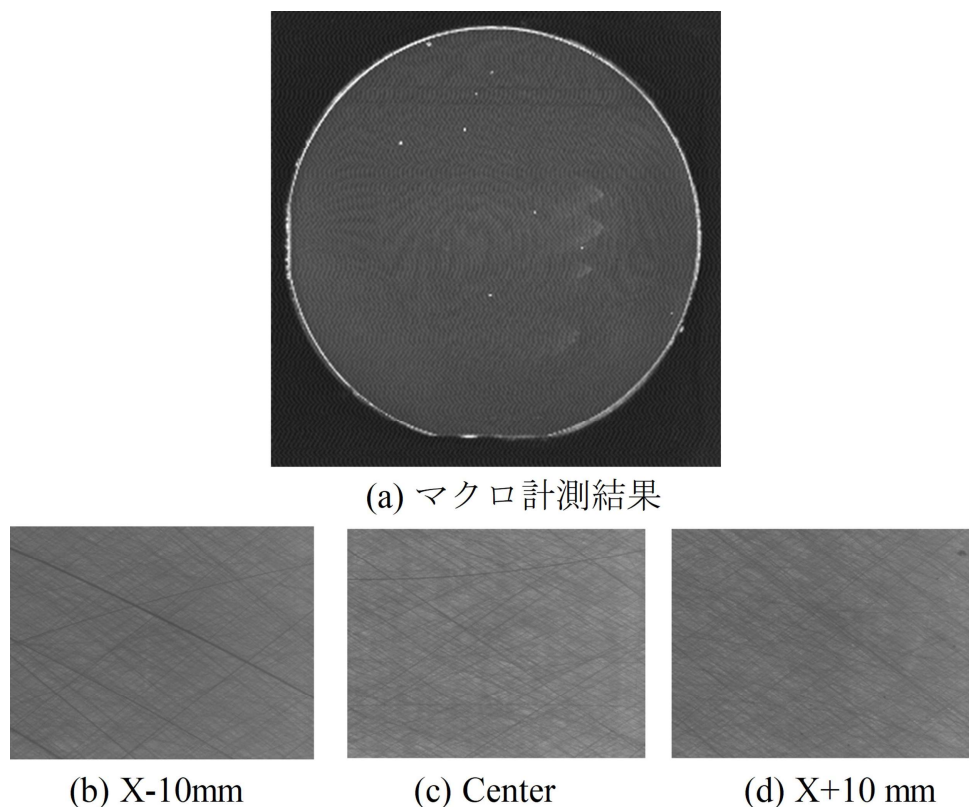


図 7.12 CMP 加工前 PL 測定結果

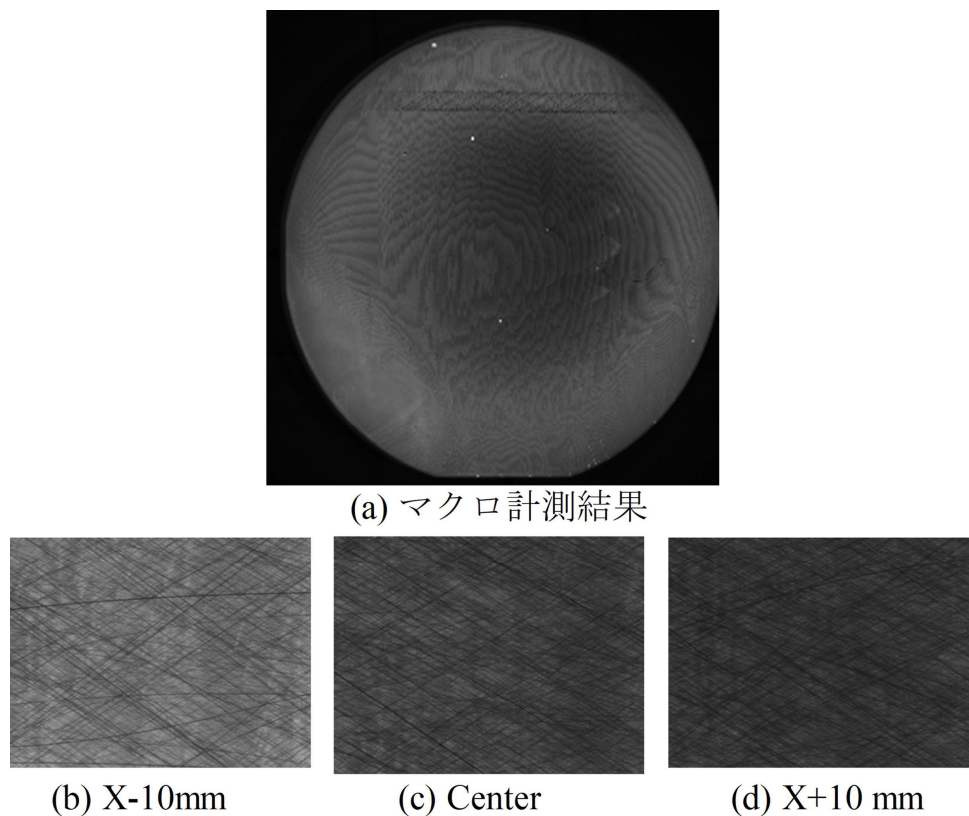


図 7.13 CMP 加工 2 時間 PL 測定結果

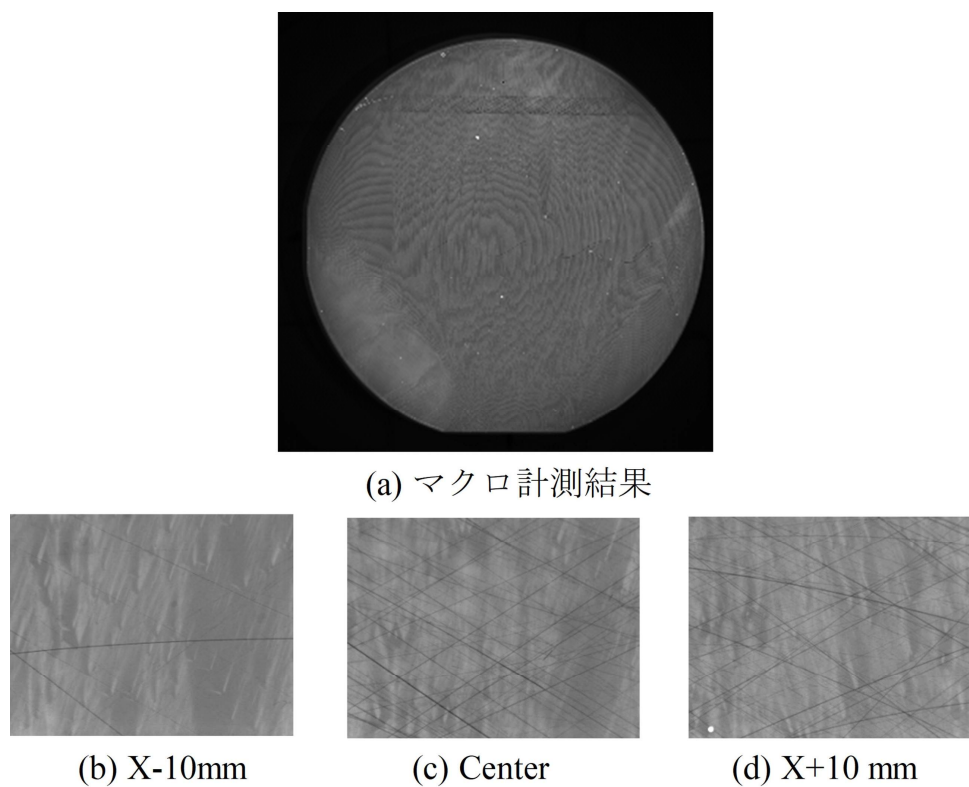


図 7.14 CMP 加工 4 時間 PL 測定結果

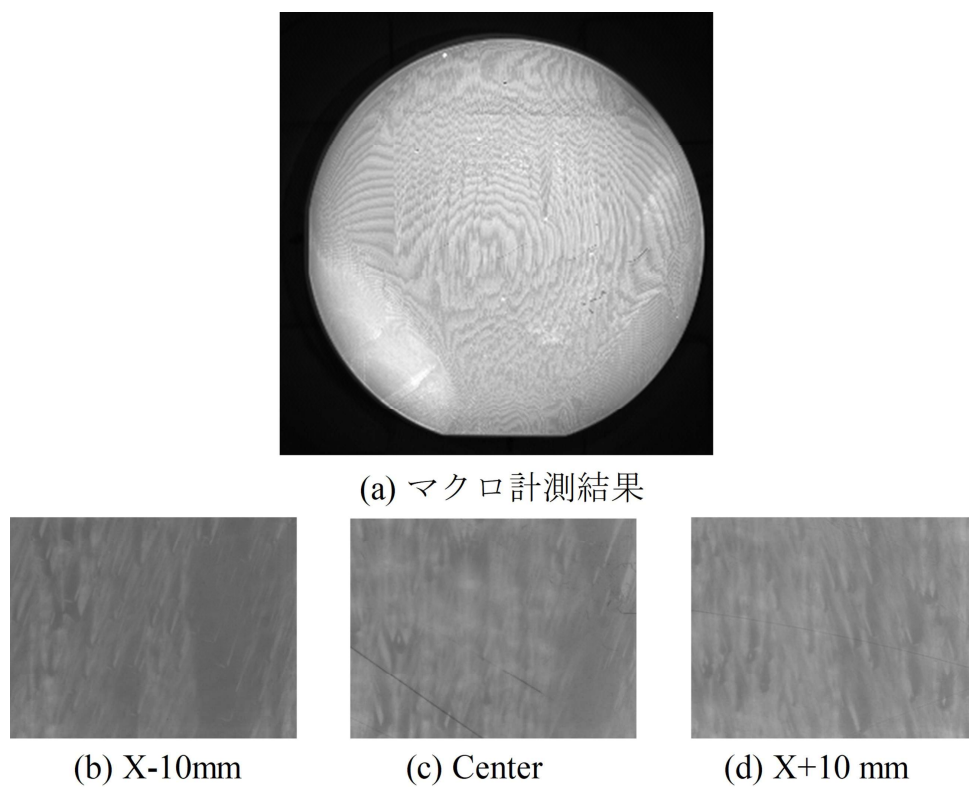


図 7.15 CMP 加工 6 時間 PL 測定結果

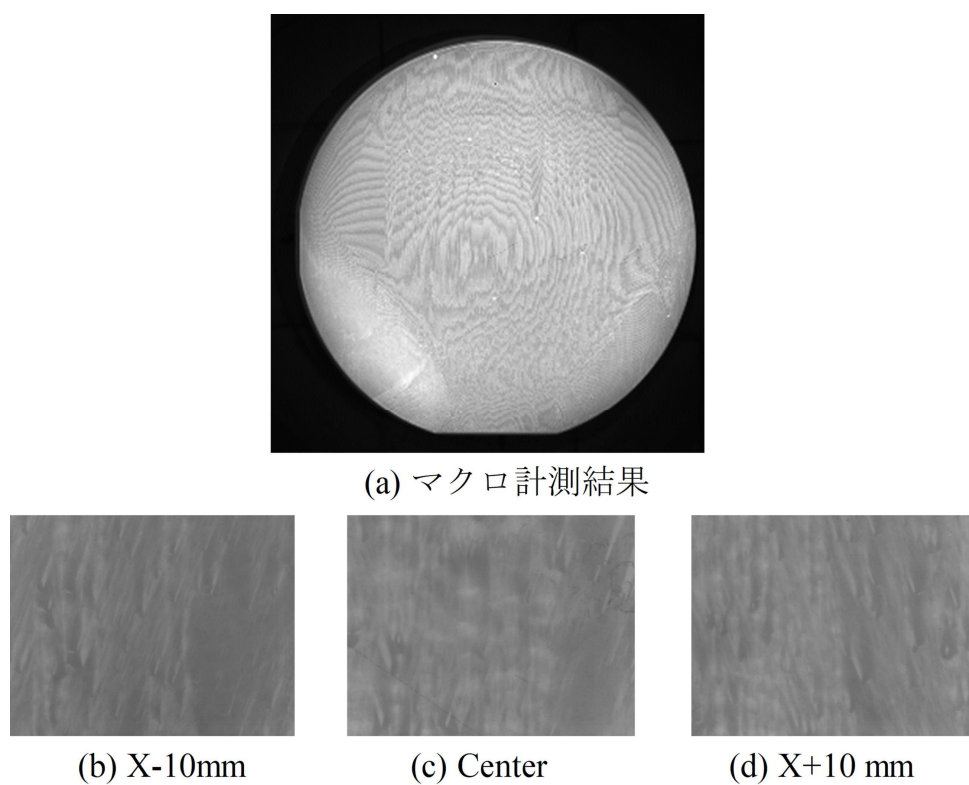


図 7.16 CMP 加工 8 時間 PL 測定結果

7.3 デバイス性能評価

7.3.1 発光層形成

本提案工法を用いて加工した GaN ウェハがデバイスとして機能するかを検証するため、GaN ウェハ上に図 7.17 の構成にて設計中心波長 450 nm の LED 発光層を気相エピタキシャル成長法である MOCVD (大陽日酸製) によって 2 μm 形成し、結晶成長した薄膜の評価を実施した。評価サンプルとして、従来工法によって加工した 2 インチ GaN ウェハ (図 7.11) と本提案工法によって CMP 加工を実施した 2 インチ GaN ウェハ (図 7.16) を用いた。また CMP 加工後の GaN ウェハについては、CMP 加工後のコロイダルシリカの残存と加工時の金属汚染を除去するために、RCA 洗浄を実施した。発光層の評価法として、光学顕微鏡による表面モフォロジーの評価と、PL 法による発光強度の評価を採用した。表面モフォロジーの測定位置は、図 7.4 の位置にて測定した。評価条件を表 7.3 に示す。

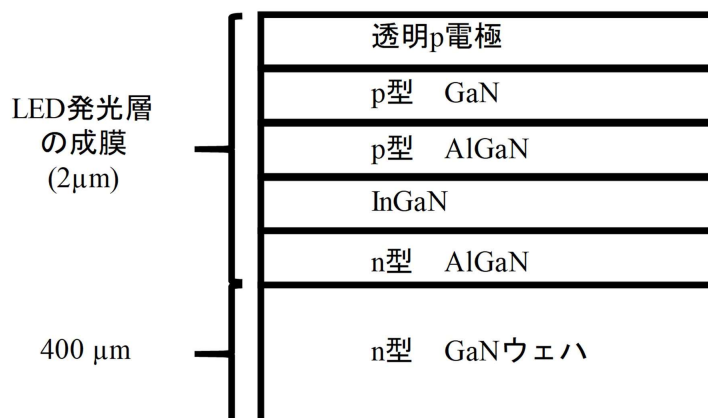


図 7.17 デバイス検証用構成図

表 7.3 測定条件

表面モフォロジー	
評価機	光学式顕微鏡
レンズ倍率	50 倍
PL 測定	
分光器	堀場製作所製 iHR320
励起光源 (He-Cd レーザ)	波長 325 nm (金門光波製 IK 3201 R-F)

7.3.2 評価結果

図 7.18 に従来工法での GaN ウェハ上に成膜された LED 発光層の表面モフォロジー結果を、図 7.19 に提案工法での GaN ウェハ上に成膜された LED 発光層の表面モフォロジー結果を示す。結果として、UV+HP 援用テープ研削機構によって加工した GaN ウェハにおいて、表面の異物や膜異常など見られず、従来工法と同等の表面モフォロジーが観察された。このことより、GaN ウェハの成長面が異常成長の原因となる加工変質層が無い状態で加工出来ていることが判明した。次に PL 測定装置による、LED 発光層の波長依存性とピーク強度の結果を図 7.20 に示す。設計中心波長 450 nm に対して、従来工法で加工した GaN ウェハに形成した LED 発光層は波長ピーク位置 461.1nm, 発光強度 5264.2 au であり、提案工法で加工した GaN ウェハに形成した LED 発光層は波長ピーク位置 458.7 nm, 発光強度 5091.2 au となり、どちらも設計した中心波長よりも長波長側にシフトしているが、発光強度は同等であることがわかった。本結果より、UV + HP 援用テープ研削機構で加工した GaN ウェハへの LED 発光層の成膜は従来工法と同等の品質の成膜が行えることが判明した。

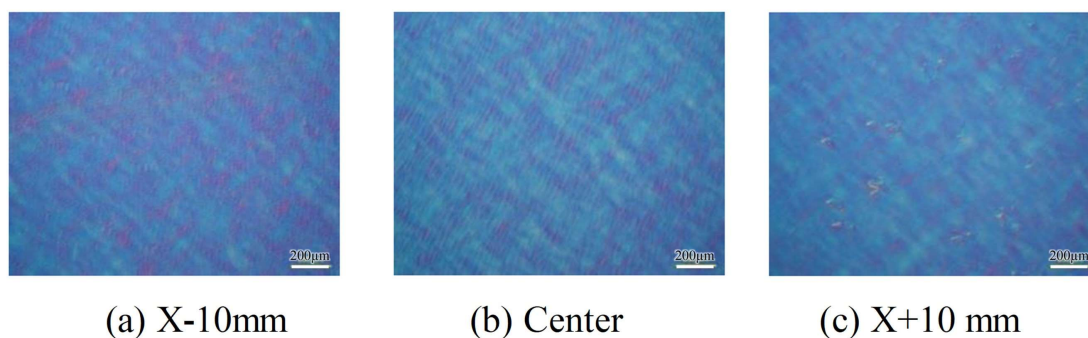


図 7.18 表面モフォロジー結果（従来工法）

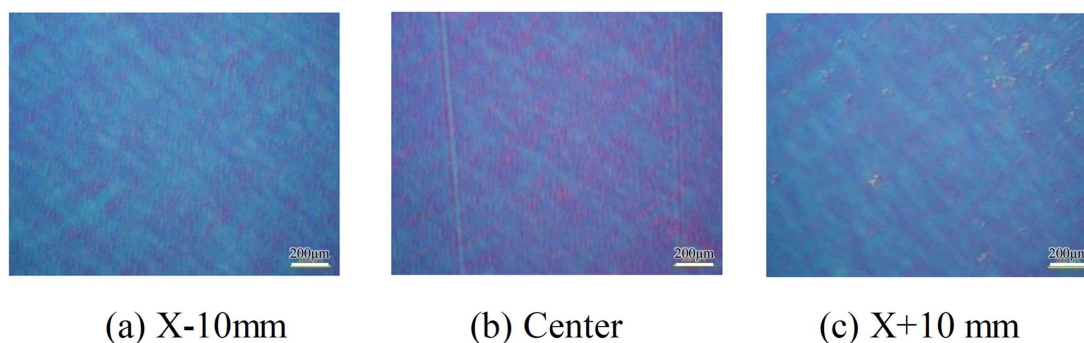


図 7.19 表面モフォロジー結果（提案工法）

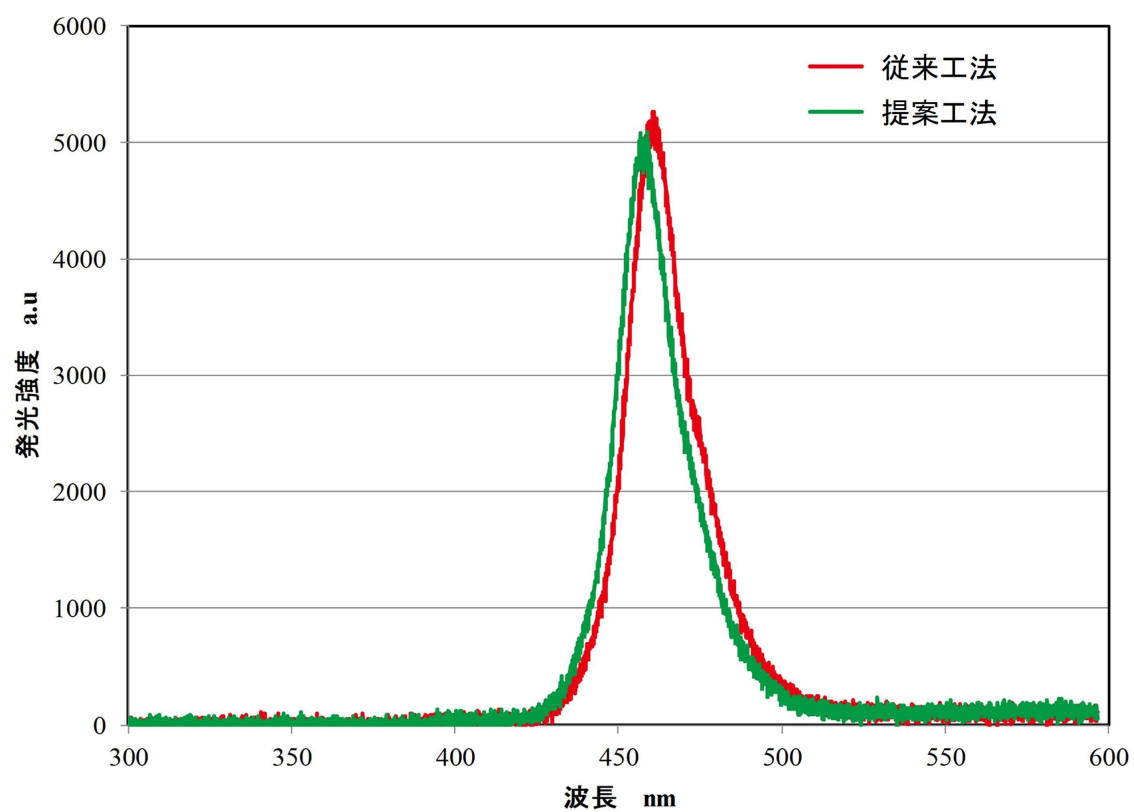


図 7.20 PL 測定結果

7.4 結言

提案した UV + HP 援用テープ研削機構による 2 インチ GaN ウェハへのデバイス検証として、従来工法のラップ加工面と提案機構での加工面のウェハに対して CMP 加工を実施し、加工変質層を除去するのに要する時間の比較検証を行った。また CMP 後のウェハを用いて、LED 発光層をエピタキシャル成長によって成膜し、LED 発光層の表面モフォロジーと PL 発光強度の評価を実施した。本研究で得られた成果を下記に示す。

- (1) 従来工法と提案機構における CMP 加工の結果、推測される加工変質層厚みは CMP 加工前後のウェハ厚み差より、ラップ加工では、1930 nm、提案工法では 792 nm となり、提案工法を用いることで、従来工法であるラップ加工面との比較で加工時間は約 2/5 に低減することが判明した。
- (2) UV+HP 援用テープ研削機構によって加工した GaN ウェハにおいて、表面の異物や膜異常など見られず、従来工法と同等の表面モフォロジーが観察され GaN ウェハの成長面が異常成長の原因となる加工変質層が無い状態で加工出来ていることが判明した。次に PL 測定装置による、LED 発光層の波長依存性とピーク強度の結果から、従来工法で加工した GaN ウェハに形成した LED 発光層は波長ピーク位置 461.1nm、発光強度 5264.2 au、提案工法で加工した GaN ウェハに形成した LED 発光層は波長ピーク位置 458.7 nm、発光強度 5091.2 au となり、どちらも設計した中心波長よりも長波長側にシフトしているが、発光強度は同等であった。そのため、UV + HP 援用テープ研削機構で加工した GaN ウェハは従来工法よりも CMP 加工時間が短いにも関わらず、LED 発光層は従来工法と同等の品質で成膜できていることが判明した。

第8章 結論

8.1 本論文で得られた結果

本論文では、従来の半導体材料である Si よりも高い物性値を示す次世代半導体材料として注目されている GaN に対して、化学的不活性であり硬脆材料であることからウェハ製造プロセスで形状形成工程での加工状態によって平面仕上げ工程での除去量が大きくなる等の困難さがあることを述べた。特に化学的に不活性であるため、CMP 加工に膨大な時間がかかってしまい、生産性を著しく害しているという課題点をあげた。その課題を解決すべく、研削加工において脆性破壊を生じさせない加工方法と、OH ラジカルとの化学作用を援用し、ウェハ表層を軟質な酸化膜に改質することによって加工レートの向上を両立するウェハ対応可能な高精度高能率新規工法の実現を目指した。その結果を以下にまとめる。

第 1 章では研究の背景について述べ、現状のウェハ製造プロセスにおいて課題が存在していることを示し、課題解決の方向として、形状形成工程に主として活用される研削工法の低ダメージ高能率化に着目した。さらに研究目的及び本論文の構成について述べた。

第 2 章では GaN 材料の基本加工特性について、ビッカース圧子を用いたスクラッチ試験を行うことで考察し、GaN 材料の脆性-延性破壊挙動の分析を表面形状だけでなく、熔融 KOH を用いた内部破壊状態の分析を実施することにより、表面で確認できるクラックの発生よりも工具の切込み量が小さい位置でクラックが発生することが確認された。そのため、GaN ウェハ Ga 面の延性-脆性破壊挙動を評価するためには内部状態まで評価する必要があることが明らかとなった。内部クラック発生箇所の断面観察結果より、GaN 材料においての砥粒押し

込み量による脆性-延性破壊挙動を明らかにした。その結果から GaN 材料 Ga 面への研削加工において高精度加工である延性状態での加工可能性を予見することを述べた。

第3章では GaN 材料への OH ラジカル援用によるウェハ酸化のメカニズムを考察するために、過酸化水素水 (HP) 中での紫外線 (UV) 照射による OH ラジカルの発生に着目し、ラジカル援用効果について XPS 分析を用いて反応による酸化膜生成厚さを分析した。分析した結果、UV + HP 援用により、ウェハ表面の酸素割合は上昇し、更に加熱の効果により増加割合が加速されることがわかった。また Ar イオンミーリングによる深さ方向の分析によって、UV+HP 援用による酸化反応は 0 - 0.45 nm 程度の極表面反応しか起きていないことが明らかとなった。結果 UV + HP 照射で生成される酸化膜厚みは非常に小さく、またラジカルの寿命が約 75 μ s 以下ということ考えると、短い時間にて反応が終了し、その後反応が深さ方向に進展しないと予測され、OH ラジカル活性種の反応を利用した加工速度向上を実施するためには、表面を酸化させる工程と酸化した GaN ウェハを除去する工程を高速に繰り返す機構が有効であると推測されることを述べた。

第4章では GaN ウェハ Ga 面に対して高精度加工を行うための工具切込み量の制御と、UV + HP 機構による OH ラジカル援用に対して表面を酸化させる工程と酸化した GaN ウェハを除去する工程を高速に繰り返す構成を踏まえ、UV + HP 機構と複合可能かつ低ダメージでの加工可能な工法として弾性体を用いたテープ研削機構を提案し、検証を実施した。テープ研削加工方法は砥石の代わりに樹脂素材上に砥粒を分散させたテープ (研削テープ) を弾性ホイールに巻きつけ、ウェハに押し付けた状態で回転および摺動の相対運動により加工を行った。結果としてテープ研削工法において、延性状態にて加工できることの実証と過酸化水素中での紫外線援用効果と複合することにより、援用効果が無い場合と比較し 6 倍以上の加工速度向上の効果があることを述べた。

第5章ではウェハサイズの加工への展開として GaN ウェハの加工変質層を非破壊で検査できる装置として PL 法に着目し、ウェハでの評価を行える検査装置機構を提案し GaN ウェハ Ga 面の測定検証を実施した。GaN の高分解の PL イメージを取得するために、高倍率のレンズと二次元センサである冷却 CCD を用いた構成を採用し、GaN ウェハ Ga 面の計測を行い、ラップ加工時のダイヤモンド砥粒の加圧によって発生したと想定される直線状の PL 発光量の低い (黒い) 模様を計測できた。この直線状の黒い模様が加工変質層であるかを評価するために、PL の測定結果と TEM での測定結果の比較検証を実施し、直線状の黒い模様の場所には加工変質層が存在し、また PL 発光量の高い部分では加工変質層が見つからなかったことより、直線状の PL 発光量の低い模様が加工変質層であることが判明した。加えて加工変質層の厚みと PL 発光量の関係より、本機構によって加工変質層厚みが 256 nm 以下の範囲にお

いて、PL 発光量より残存加工変質層の厚みを推測できることも判明した。マイクロ領域の詳細測定に加えてウェハサイズでの全面測定も行うマクロ計測との複合機構を提案し、マクロ計測によって□10 mm の GaN ウェハ Ga 面全体の測定を実施し、CMP 加工時間の増加と共に、面内 PL 発光量が増加することがわかった。このことより、本提案機構によりマクロ計測を用いることでウェハ全面において加工変質層の状態を評価と、マイクロ計測を用いることで詳細な加工変質量の残存量を評価できることが判明したことを述べた。

第 6 章では UV + HP 援用弾性体を用いたテープ研削機構を実ウェハでの検証に展開することを目的に、GaN ウェハ 4 インチサイズまで加工可能な、UV + HP 援用テープ研削機構として、砥粒テープの自動送りユニットとテープヘッド部に揺動機構を設け、更に X 軸方向駆動テーブル上に回転ユニットを設置する機構を提案した。加えて、テープヘッド部と GaN ウェハへの UV 照射と HP 供給に対して、光導波路を伝達し、加工点近傍にスポットで UV を照射するスポット UV 光源の採用と、HP 供給ユニットにより HP を滴下する構成を提案した。またウェハサイズの加工レート評価方法として、第 5 章で開発した PL 装置のオートフォーカス機能による高さ情報を元にウェハ厚み測定を実施し、2 インチサイズで 81 点の計測点によりウェハ全面の計測と加工前後の厚み量と加工時間の関係から加工レートの評価を行える測定方法を提案した。本提案機構と測定方法を用いて、弾性体であるコンタクトホイールの硬さと加圧力の関係が及ぼす加工レートの評価と、砥粒テープの粒子径と加圧力の関係が及ぼす加工レートの評価に対して、UV + HP 援用効果の有無での検証を実施した。結果本提案工法によって 2 インチウェハにおいても加工能率の向上ができることが判明したことを述べた。

第 7 章では提案した UV + HP 援用テープ研削機構による 2 インチ GaN ウェハへのデバイス検証として、従来工法のラップ加工面と提案機構での加工面のウェハに対して CMP 加工を実施し、加工変質層を除去するのに要する時間の比較検証を行った。また CMP 後のウェハを用いて、LED 発光層をエピタキシャル成長によって成膜し、LED 発光層の表面モフォロジーと PL 発光強度の評価を実施した。結果として、従来工法であるラップ加工面との比較で CMP 加工時間は約 2/5 に低減することが判明した。またデバイス評価では、UV + HP 援用テープ研削機構によって加工した GaN ウェハにおいて、表面の異物や膜異常など見られず、従来工法と同等の表面モフォロジーが観察され GaN ウェハの成長面が異常成長の原因となる加工変質層が無い状態で加工出来ていることが判明し、LED 発光層の発光強度も同等であった。そのため、UV + HP 援用テープ研削機構で加工した GaN ウェハは従来工法よりも CMP 加工時間が短いにも関わらず、LED 発光層は従来工法と同等の品質で成膜できていることが判明した。

第 8 章は結論である。

研削加工において脆性破壊を生じさせない加工方法と、OH ラジカルとの化学作用を援用し、ウェハ 表層を軟質な酸化膜に改質することによって加工レートの向上を両立するウェハ対応可能な高精度高能率新規工法の実現を目指し、本提案工法によって従来工法と同等のデバイス形成できる 2 インチ GaN ウェハを CMP 時間が約 2/5 で実現できることを示し、本提案工法の有用性を示した。

8.2 本研究の工学的意義

OH ラジカル援用加工における有用性を示唆した先行研究はあったものの、研削加工における低ダメージと OH ラジカル援用において詳細に検証した論文は無かった。本研究では GaN ウェハへの研削加工での延性-脆性破壊挙動の研究や、紫外線援用テープ研削加工による加工速度向上のメカニズムや低加工ダメージの研究により研削加工における低ダメージ・高能率化を示した。このことは工学的な意義は非常に高いと言える。

8.3 本研究の工業的意義

紫外線援用テープ研削機構の提案により従来の半導体材料である Si よりもバンドギャップが大きいことや、絶縁破壊電圧が高い等のように優れた物性値を持つ半導体材料である GaN が抱えるウェハ製造プロセスによる長時間化という課題の解決の糸口となった。さらに、ウェハ加工過程での紫外線+過酸化水素水援用加工の導入により、ウェハの研削加工時間ならびに加工コストを大幅に低減することが期待される。これにより、次世代半導体材料を利用したデバイスの市場普及を促進し、あらゆる産業等の様々な分野に広げることが可能になるため、工業的にも意義が高いと言える。

謝辞

本研究は、東北大学 大学院工学系研究科 博士課程において、主指導教員の東北大学 大学院医工学研究科 教授 厨川 常元 先生のご指導の下に行われたものであります。多くのご支援とご指導を賜りました 厨川 常元 先生ならびに東北大学 大学院工学研究科 准教授 水谷 正義 先生に心から感謝し厚く御礼申し上げます。

また、本研究に当たり、適切なお助言とご教授を頂きました東北大学 金属材料研究所 教授 久保 百司 先生に深くお礼申し上げます。

本論文をまとめるにあたり多くのご指導とご尽力を賜りました東北大学 大学院工学研究科 助教 嶋田 慶太 先生に深く感謝申し上げます。

学内事務関連について、東北大学 大学院工学研究科 機械機能創成専攻 厨川・嶋田／水谷 研究室 技術補佐員 藤田 美穂子 様、大変お世話になりました。御礼申し上げます。

又、厨川・水谷／嶋田研究室に関係しました多くの皆様にお世話になり、心から御礼申し上げます。

研究を行うにあたり、適切なお助言とご指導を頂きましたパナソニック株式会社 西田 一人 氏、南尾 匡紀 氏、ならびに 和田 紀彦 氏に深くお礼申し上げます。

共に研究を行い、ご協力を頂いたパナソニック株式会社 信岡 政樹 氏、岡山 芳央 氏、田代 功 氏、片岡 秀直 氏、横山 信之 氏、村岸 勇夫 氏、ならびに浦島 毅吏 氏に心より感謝致します。

最後になりましたが、6年の長きにわたり健康で大学に通えるようにと陰ながら応援してくれ、支えてくれました妻・知子並びに長女・史歩、長男・晃良にそして会社の皆様へ感謝いたします。