



先端研究基盤共用・プラットフォーム形成事業 フォトンファクトリーの産業利用促進 利用報告書

課題番号： 2014I012

研究責任者： 堀本真樹、山口精研工業株式会社

利用施設： 高エネルギー加速器研究機構 放射光科学研究施設 BL-3C

利用期間： 2014年10月～2015年6月

X線トポグラフィーによる SiC 単結晶ウエハにおける 加工由来の表面欠陥の評価

Evaluation of mechanical-process-induced surface damages in SiC wafer by using X-ray topography

堀本真樹¹、本間健弘¹、林良樹¹、姚永昭²

Sanaki HORIMOTO¹, Takehiro HONMA¹, Yoshiki HAYASHI¹, Yongzhao YAO²

¹山口精研工業株式会社、²一般財団法人 ファインセラミックスセンター

¹Yamaguchi Seiken Kogyo Co., Ltd., ²Japan Fine Ceramics Center

アブストラクト：

炭化ケイ素 (4H-SiC) は、ダイヤモンドに次ぐ高硬度を持ち、化学的にも安定であるため、SiC ウエハの平坦化加工が困難である。本研究では、放射光 X 線トポグラフィー (XRT) を用いて非破壊で化学機械研磨 (Chemical Mechanical Polishing, CMP) 由来の欠陥を検出する可能性を検討した。市販 3 インチ SiC ウエハに様々な加工条件で研削および化学機械研磨を行い、加工で導入された表面欠陥を放射光 X 線トポグラフィーで観察、評価する方法を検討した。その結果、研削による表面線状傷は XRT で観察できたが、基板表面加工の最終仕上げ工程である CMP で導入される表面変質層は確認されなかった。

4H-SiC is a very hard material next to diamond and chemically inert. Therefore, the planarization of SiC is always a formidable task. In this work, commercial wafers which have been chemical mechanical polished by the supplier are used. Lapping or chemical mechanical polishing (CMP) was carried out for these wafers by the authors under various polishing conditions. We examined the feasibility of using X-ray topography to evaluate the surface defects and surface damages caused by the planarization process. The results showed that XRT was very effective to reveal scratch-like damages introduced by lapping, but difference in CMP-induced lattice distortion within the topmost surface was not found for different CMP conditions.

キーワード： SiC、研削、機械研磨、化学機械研磨、ダメージ層、表面欠陥、格子歪み

1. はじめに：

1-1. 背景

低炭素社会の実現に向けて、省エネルギーに必須の低損失・高耐圧・高温、高速動作パワーデバイスが期待されている。半導体材料 SiC は、従来の Si に比べ、バンドギャップが約 3 倍、絶縁破壊電界強度が約 10 倍、熱伝導率が約 2.5 倍と優れており、Si の限界を超える省エネかつ高温動作可能なパワーデバイス材料として、発電・送電・蓄電、電気自動車、省エネ家電など様々な分野で注目を集めている。

この SiC パワーデバイスは、形状、表面性状などを整えた SiC ウエハを基板としてホモエピタキシャル (基板とエピ膜が同じ物質である) で成長させた膜上に作られる。SiC は優れた特性を有している一方、高硬度 (モース硬度約 9.5)、脆性材料であるうえ化学的に安定なので、機械加工の困難さに伴う高コストと加工後の基板表面欠陥密度の高さが問題となっている。特に、基板表面加工の最終仕上げ工程である化学機械研磨 (Chemical Mechanical Polishing, CMP) は基板上に成長させたエピ膜の品質に直接に影響を与えるので、パワーデバイスの高性能化をする

ためには、CMP 工程中の欠陥発生抑制は重要である。

1-2. 目的

筆者らは SiC 基板表面 CMP 研磨用研磨剤（スラリー）の開発に従事している。非破壊での研磨品質の評価は研磨剤開発の上で重要なツールとなる。今回の PF 産業利用トライアルユースでは、二段階の目的がある。第一段階では、研削、機械研磨（MP）、CMP 加工により SiC ウェハ表面に導入された結晶欠陥の X 線トポグラフィを用いた検出の可否を確認する。各加工工程で導入された欠陥の深さや歪みの大きさが異なるため、XRT の適用範囲を検討する。第二段階では、XRT 観察が CMP 加工による微小な表面歪み場などの観察に有効であれば、スラリーの組成や砥粒サイズの研磨品質に及ぼす影響および CMP 加工条件との関連を検討する。その結果に基づき、スラリー開発の指針を構築する。

2. 実験：

2-1. 実験計画

本実験では、図1のように、まず市販 CMP ウェハを用い、山口精研（YSK）にて様々な条件（研削、CMP）で加工する。次に、加工済のウェハを放射光 XRT で観察し、原子核乾板で撮影する。今回の測定の実験の目的は、結晶成長由来の欠陥を観察することではなく、加工由来の表面サブミクロン程度の歪み場に敏感な測定を行うことである。そのため、X 線侵入深さを制御する必要があり、入射角依存性や全反射に近い条件での XRT 観察を検討する。得られた XRT 像は山口精研および JFCC で解析し、JFCC で表面欠陥をエッチピットとして検出できる化学エッチングを行う。エッチング結果と XRT 像との比較により、研磨により導入される表面欠陥を評価する。

2-2. 試料

本実験では、下記米国 Dow Corning 社或いは X 社（社名開示不可）の 3 インチ市販 CMP ウェハ（n 型 10^{19}cm^{-3} 、[11-20] 方向 4° オフ、表面 CMP 加工済）を使用した。

ウェハ③DC 社 Si 面 CMP 加工	YSK 条件 1
ウェハ④DC 社 Si 面 CMP 加工	YSK 条件 2
ウェハ⑤DC 社 Si 面 CMP 加工	YSK 条件 3
ウェハ⑥DC 社 未加工	納品状態
ウェハ⑨X 社 Si 面研削加工	YSK 条件 5

山口精研

3インチSiCウェハのCMP加工
(二回目以降の実験は前回結果をもとに砥粒種類と加工条件の改良を行う)

KEK-PF (XRT測定)

X線トポ観察(2~3回)
ウェハ 3-5枚/回
Si面,C面、g=11-28
(エネルギー、入射角依存性)

山口精研+JFCC

X線トポ像 データ解析
転位分類、欠陥の物性検討
(必要に応じて、欠陥のTEM評価)

山口精研

砥粒の研磨品質への影響の検討

図1 実験のフローチャート

2-3. 放射光 XRT 観察

放射光 XRT 観察は PF BL-3C で行った。実験に使用した光学系は図2に示す。3 インチウェハの中心部に、単色化した X 線（波長 $\lambda = 1.128\sim 1.26 \text{ \AA}$ ）を微小角（ 0.19° 、 0.23° 、 2.0° と 5.0° ）で入射（Grazing-incidence mode）させ、(11-28) 回折面の反射光を利用した。受光側に PiN ダイオード検出器を設置し、11-28 回折ピークを受光するように結晶の面方位を調整し、 ω ロッキングカーブを測定した。次に、受光側を CCD カメラに切り替え、XRT 画像を確認しながら試料位置や方位を微調整し、原子核乾板撮影に使用する露光時間や減衰 Al ホイルの枚数を決定した。最後に、原子核乾板で撮影し、所定の手順で現像した。

化学エッチングに関しては、JFCC で開発した表面欠陥検出用エッチング液を用い、 510°C で 3 インチウェハ全面をエッチングし、降温した後純水で洗浄した。

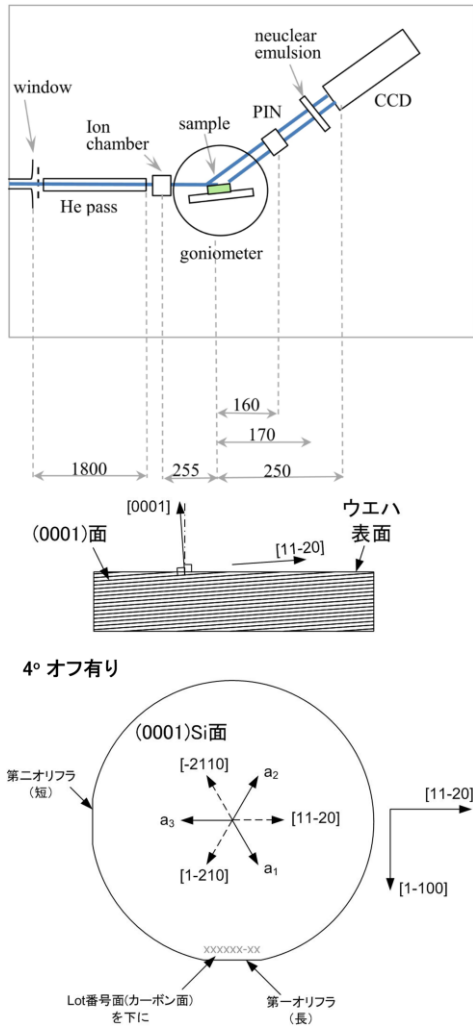


図2 BL-3CにおけるXRT測定的光学系(上)、およびSiCウエハの面方位(下)。

3. 結果および考察:

3-1. 入射角依存性

図3に入射角・出射角およびX線侵入深さの関係を示す。入射角5°の場合、動力学回折理論で見積もった侵入深さがおよそ2μmであり、吸収長のみを考えると、およそ6~8μmとなる。こ

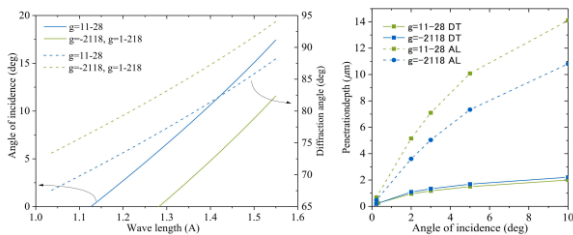


図3 入射角・出射角とX線波長の関係、および入射角とX線侵入深さの関係。DT:動力学回折理論に基づく侵入深さ; AL: $\mu t=1$ となる吸収長。

の侵入深さは成長由来の結晶欠陥を観察するには最適だが、CMPで加工したウエハの表面における歪み場を検出するためには、より浅い領域からの情報が重要であり、表面敏感な測定条件を検討する必要がある。

まず、X線侵入深さとXRT画像情報の入射角依存性を調べた。本実験において、単色X線の波長は入射角に応じて選択する。図3左図のシミュレーションに示すように、試料表面と0.19°のなす角ですれすれに入射する場合は、波長が約1.128Åである。理論的には、入射角が低いほど表面敏感な測定になるが、入射角が0.19°に近づいてくると、回折X線の強度が急激に低下するため、0.19°以下の測定は困難である。実際に、入射角を0.19°よりわずかに小さくする条件(以下、「0.19°以下」と呼ぶ)、および入射角を0.19°、2.0°と5.0°に設定し、CMP加工したウエハ③のCCD画像(図4)と原子核乾板画像(図5)の入射角依存性を確認した。

BL-3Cでは、X線のビーム幅が17mm(横)×7mm(縦)となり、ウエハ全面の撮影ができないため、主にウエハ中心部を評価することにした。図4に示すように、入射角を浅くすることによって、照射領域が広くなり、ビーム幅以上の撮影が可能となる。実際、0.19°で撮影すると、ウエハ中心部約17mm(横)×25mm(縦)の領域の情報を一度に獲得できる。

図5は各入射角で撮影した原子核乾板の光学顕微鏡像である。2°及び5°のXRT像では、成長由来の結晶欠陥、主に転位(点状:貫通転位、アーク状:基底面転位)が鮮明に検出されている。一方、入射角が0.19°及び0.19°以下となると、転位のコントラストが薄くなり、浅い領域の情報の比重が大きくなることが推定できる。いずれの入射角でも、成長由来の転位以外のコントラストが観察されず、加工由来ダメージと強く関連する線状傷の密度はほぼ0である。

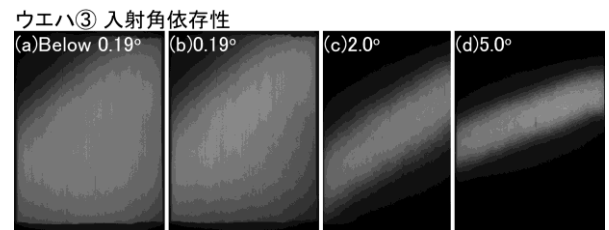


図4 CMP加工したウエハ③のXRT-CCD画像。入射角(a)0.19°以下、(b)0.19°、(c)2.0°、(d)5.0°。

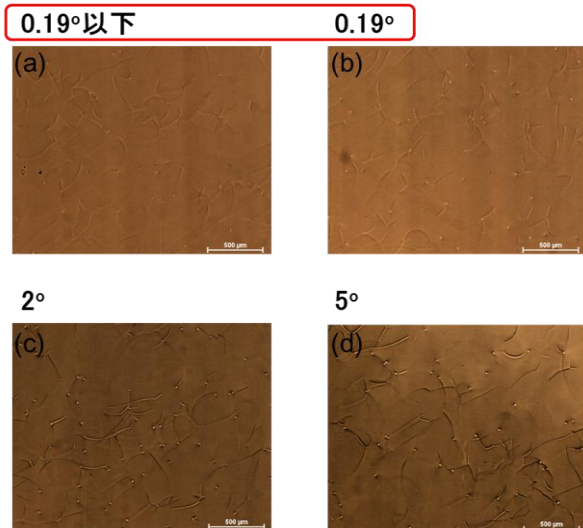


図5 CMP加工したウエハ③のXRT-原子核乾板像。入射角(a)0.19°以下、(b)0.19°、(c)2.0°、(d)5.0°。

次に、ウエハ⑨を用い、研削で加工した試料の表面状態を観察した。研削では、ダイヤモンドの砥粒を使用し、CMPより物理的に強い力を加え、表面層を削る。通常、数 μm まで傷が導入されると思われる。図6に示すように、研削程度の傷を観察することを目的とすれば、CCD画像でも十分に可能であることがわかった。更に、原子核乾板で撮影すると(図7)、より明瞭に線状傷が観察され、ダイヤモンド砥粒のサイズによる傷の深さの分類までできる。

ウエハ⑨ 入射角依存性

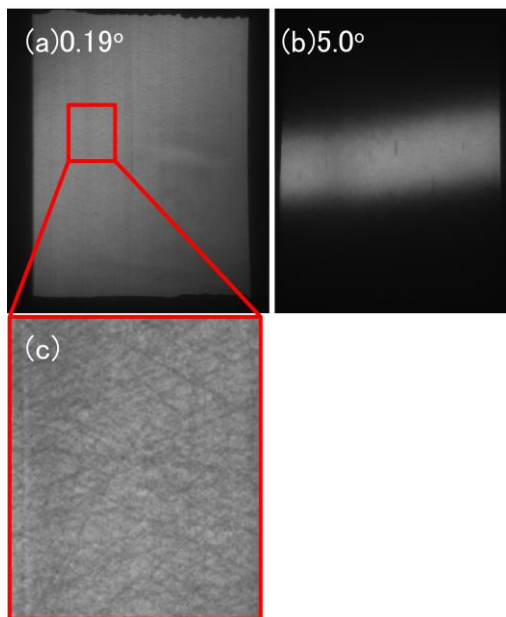


図6 研削で加工したウエハ⑨のXRT-CCD画像。入射角(a)0.19°、(b)5.0°。(c)図6(a)赤い枠に囲まれた部分の拡大像

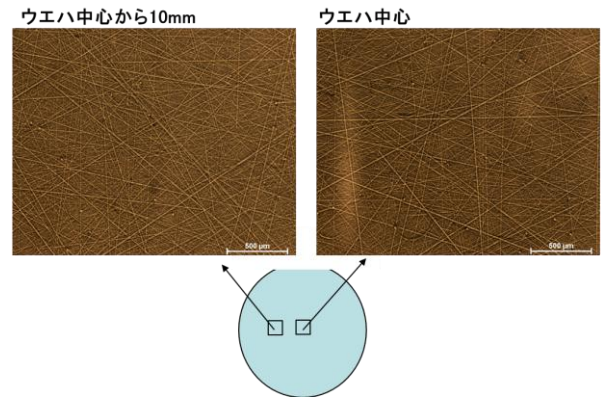


図7 研削で加工したウエハ⑨のXRT-原子核乾板像。入射角0.19°、左は中心から10mm、右はウエハ中心。

3-2. ウィークビーム条件での撮影

XRTでは、完全結晶の結晶面による回折と欠陥周囲の歪み場(湾曲した結晶面)による回折との強度差で結像し、欠陥を検出する。回折条件(Bragg条件)を満たす ω ロッキングカーブのピークから離れ、ロッキングカーブの裾の部分を利用すれば、完全結晶による回折が弱くなるが、欠陥個所の局所的な回折が強くなるため、より高分解能で欠陥周囲の微小な歪み場を強調できる。この手法はウィークビーム法と呼ばれ、電子顕微鏡分野でも広く使われている。今回の実験では、表面歪みを検出するため、ウィークビーム条件でのXRT観察を試みた。

ウエハ③ Weak beam条件撮影 入射角0.19°

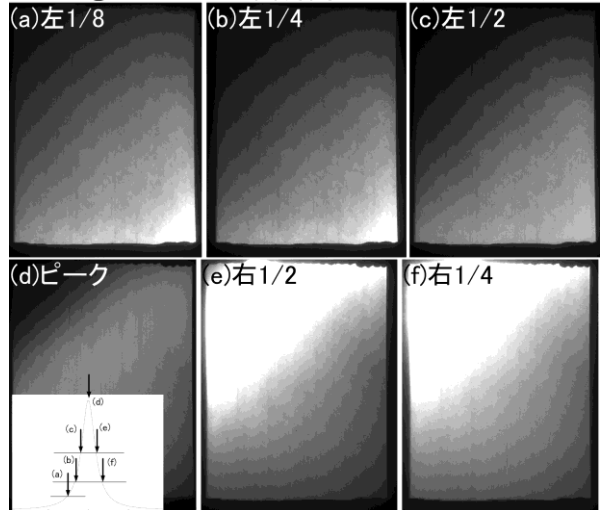


図8 入射角0.19°で撮影したウエハ③のXRT-CCD画像。画像(d)以外はウィークビーム条件(ピーク強度の1/2、1/4、1/8)。

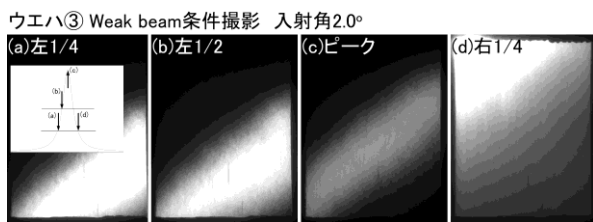


図9 入射角 2.0° で撮影したウエハ③のXRT-CCD画像。画像(c)以外はウィークビーム条件(ピーク強度の1/2、1/4)。

図8と図9に示すように、入射角を 0.19° と 2.0° にし、それぞれピーク強度の1/2、1/4、1/8で撮影した画像を比較した結果、ウィークビーム法では、成長由来の転位コントラストが強調されるが、ピーク強度で撮った画像より新たな欠陥情報は確認されなかった。

3-3. 全反射近傍での撮影条件についての検討

X線領域では、SiCの屈折率は1よりごくわずかに小さいので、X線が試料表面に臨界角 θ_c よりも小さな入射角で入射する時に、全反射が起こる。X線の臨界角での侵入深さはわずか数nm～数十nmであり、全反射条件近傍で撮影すれば、より表面敏感な測定ができる。実際に、試料のオフ角を考慮した臨界角 θ_c は約 $0.15^\circ \sim 0.20^\circ$ で、非対称の(11-28)面の回折波であれば、高角で受光できるが、試料表面による全反射を利用する場合、入射と反射X線の間には $0.3 \sim 0.4^\circ$ の角しかない。試料と検出器の距離が250mmなので、反射X線が入射ビームと重なり、分離できないことが式(1)でわかった。また、CCD検出器がダイレクトビームに照射されないように注意を払う必要がある。

$$250\text{mm} \times \tan(0.4^\circ) = 1.7\text{mm} < 7\text{mm} (\text{X線縦幅}) \dots (1)$$

3-4. CMP研磨条件による線状傷の形成とそのXRT観察

各CMP条件で加工したウエハのXRT像を図10に示す。納品状態の市販ウエハには、成長欠陥以外のコントラストが観察されず、線状研磨傷の密度はほぼ0である。条件1で加工したウエハは、市販基板の最表面を約 $1\mu\text{m}$ 削ったものであり、線状研磨傷は市販基板と同様に0で、加工工程中新たに線状傷を導入しなかったことがわかった。それに対して、条件2と条件3で加工したウエハには線状傷が確認され、CMP過程中異常な砥粒やウエハのチッピングなどによって導入したものと推測した。これは、JFCCでエッチングした結果と一致する。

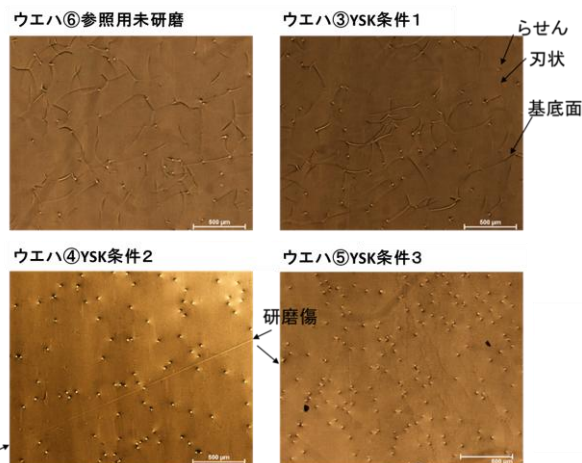


図10 各CMP条件で加工したウエハのXRT-原子核乾板像

4. まとめ: 本研究では、SiCにおける加工由来の結晶欠陥をXRTで検出・評価することを目的とした。研削によるダメージ、およびCMPで形成された線状傷はXRTで線状コントラストとして検出できるが、CMPによる微小な表面歪みや異常層は確認されなかった。今後、全反射を利用した、より表面敏感な測定条件を検討し、共同研究で研究を続ける予定である

謝辞

本研究の実施にあたり、多大なるご指導・ご協力をいただいた高エネルギー加速器研究機構・物質構造科学研究所古室先生、平野先生、高橋氏、山下氏に深謝する。

本研究開発の一部は中部経済産業局の戦略的基盤技術高度化支援事業により実施したものである。

また、本研究は、文部科学省の先端研究基盤共用・プラットフォーム形成事業の補助をいただき、実施致しました。

参考文献

- [1] A. Authier, Dynamical Theory of X-ray Diffraction (Oxford University Press, 2001).
- [2] H. Yamaguchi, H. Matsuhata and I. Nagai, Mater. Sci. Forum, 600-603 (2009) 313.

成果発表状況:

現状なし

*y_yao@jfcc.or.jp