

Title	Development of highly-efficient slurryless electrochemical mechanical polishing for silicon carbide wafers
Author(s)	楊, 旭
Citation	大阪大学, 2019, 博士論文
Version Type	VoR
URL	<a href="https://doi.org/10.18910/73551">https://doi.org/10.18910/73551</a>
rights	
Note	

*Osaka University Knowledge Archive : OUKA*

<https://ir.library.osaka-u.ac.jp/>

Osaka University

## 論文内容の要旨

氏名 ( 楊 旭 )

## 論文題名

Development of highly-efficient slurryless electrochemical mechanical polishing for silicon carbide wafers  
(シリコンカーバイドウェハのための高能率スラリーレス電気化学機械研磨法の開発)

## 論文内容の要旨

Slurryless electrochemical mechanical polishing (ECMP), which uses anodic oxidation to modify the surfaces to a soft oxide layer and fixed soft abrasives to remove the oxide layer, was developed for the highly-efficient, low-cost, and damage-free polishing of SiC wafers. The anodic oxidation properties and mechanism of 4H-SiC (0001) surface were studied, and the manufacturing process of sliced SiC wafers using slurryless ECMP was established. The efficiency of ECMP was also further improved to reduce time and cost in the manufacture of SiC wafers.

In Chapter 1, the background of this study, the current issues in the manufacture of SiC wafers, the performance, properties and applications of SiC, and the aim of this study were described.

In chapter 2, the exist manufacturing process and polishing techniques of SiC wafers were reviewed to realize the highly-efficient, low-cost, and damage-free polishing and flattening of SiC wafer. The advantages and disadvantages of these polishing techniques were summarized. Slurryless ECMP was proposed to solve the problems in these polishing techniques and simplify the manufacturing process of SiC wafers. Furthermore, the feasibility of applying neutral electrolytes to slurryless ECMP was examined.

In chapter 3, anodic oxidation of 4H-SiC (0001) surfaces were conducted in neutral electrolytes. The anodic oxidation of 4H-SiC (0001) surface in neutral electrolytes and the softening effect of anodic oxidation were confirmed. Besides, the anodic oxidation properties and mechanism of 4H-SiC (0001) surface were investigated. On the basis of these results, strategy for obtaining smooth SiC surfaces using slurryless ECMP was proposed.

In chapter 4, a prototype slurryless ECMP machine was developed to realize the polishing of SiC wafers, the structure and polishing properties of this slurryless ECMP machine were introduced. Then, slurryless ECMP was applied to 4H-SiC wafers. The polishing properties of different grinding stones and the performance of two-step ECMP and simultaneous ECMP were investigated. The application results of slurryless ECMP to the sliced SiC wafers were introduced and analyzed. Besides, the polishing motions and polishing process of slurryless ECMP were optimized. The novel manufacturing process for 4H-SiC wafers was established by applying slurryless ECMP.

In chapter 5, slurryless ECMP with hard abrasives was proposed to further improve the MRR of ECMP. The relationship between MRR and SSD on the SiC surface was investigated, and the SSD induced by different grinding stones were also studied. Finally, the performance of ECMP with hard abrasives was evaluated by conducting ECMP experiment on a sliced 4H-SiC (0001) surface.

In this study, slurryless ECMP was proposed, developed and applied to 4H-SiC wafers. The anodic oxidation properties and mechanism of 4H-SiC (0001) surface and the polishing mechanism of slurryless ECMP were investigated and clarified. When applying slurryless ECMP to sliced 4H-SiC (0001) surfaces, MRRs of 10 - 23  $\mu\text{m}/\text{h}$  were obtained, and damage-free surfaces with  $S_q$  surface roughness less than 1 nm was obtained. By optimization of the polishing motion and the ECMP process, surface with step-terrace structure was obtained, the manufacturing process of 4H-SiC wafers using slurryless ECMP was established. By applying ECMP with hard fixed abrasives for sliced SiC surface, the polishing time of ECMP decreased from 2 h to 50 min in obtaining a smooth surface with  $S_q$  surface roughness less than 0.5 nm.

In slurryless ECMP, the use of slurry and strong chemicals are abolished, which makes SiC wafers can be polished environmentally friendly with a low cost. Besides, the application of grinding stones makes the processed SiC surface not only smooth but also flat, expanding the application of ECMP from final polishing to flattening. On the basis of the results of slurryless ECMP obtained in this study, simplification of the current manufacturing process of SiC wafer by slurryless ECMP is confirmed, and the industrial application of slurryless ECMP is strongly expected and will be attempted in future studies.

## 論文審査の結果の要旨及び担当者

氏 名 ( 楊 旭 )			
	(職)	氏 名	
論文審査担当者	主 査	教授	山村 和也
	副 査	教授	山内 和人
	副 査	准教授	佐野 泰久
	副 査	教授	安武 潔
	副 査	教授	遠藤 勝義
	副 査	教授	桑原 裕司
	副 査	教授	森川 良忠
	副 査	教授	荻 博次

## 論文審査の結果の要旨

単結晶 SiC は広いバンドギャップ、高い熱伝導率、高い絶縁破壊電界などの優れた熱性能と電気性能を有するため、SiC を用いた電子デバイスは、高温、高出力、高周波数などの過酷な条件下においても信頼性の高い動作が可能であり、次世代のパワーデバイス用半導体材料として大きく期待されている。しかしながら、SiC は高硬度かつ化学的に不活性であるためにウェハ製造にかかわるスライシング、ラッピング、ポリシングのいずれのプロセスにおいても要求仕様を満足するウェハを高効率に得ることが極めて困難である。現在、SiC の最終仕上げ研磨法としてスラリーと呼ばれるアルカリ等の薬液と砥粒を含む溶液を用いた CMP (Chemical Mechanical Polishing) プロセスが一般的に用いられているが、その加工能率は大変低く、また、材料の表面欠陥がアルカリ成分によって浸食されて形成されるエッチピットのために表面粗さが悪化する、凝集による砥粒の粗大化が生じてスクラッチが形成される、スラリーの購入および廃棄する際の処理コストが大きい等の問題点を多数有している。

本研究では、SiC 表面を陽極酸化によって軟質化し、軟質化した層のみを母材よりも低硬度な固定砥粒を作用させて除去することでスクラッチフリーかつダメージフリーな表面を高効率に得る新しいスラリーレス電気化学機械研磨 (ECMP) プロセスを提案している。本論文では 4H-SiC (0001) 表面の陽極酸化特性とそのメカニズムの考察、および提案したスラリーレス ECMP を 4H-SiC (0001) 表面に適用した結果をまとめている。本研究で得られた主な結果は以下の通りである。

- (1) 中性電解液を用いた 4H-SiC (0001) 表面の陽極酸化を確認し、酸化した表面の硬度をナノインデンテーション法で測定して陽極酸化の改質効果を評価した。4H-SiC (0001) 表面の陽極酸化と酸化電位との関係性を評価した結果、酸化電位によって 5 種類の酸化状態が存在することを確認し、突起状の酸化物が不働態被膜の絶縁破壊により形成され、酸化レートが突起状酸化物のサイズと分布に大きく影響することが分かった。また、陽極酸化過程を AFM で逐次観察することより、突起状酸化物は CMP 研磨した表面に存在している原子レベルのピットから形成されたことをあきらかにし、SiC 表面におけるダメージが優先的に高速酸化されることがわかった。しかしながら、SiC 表面のダメージと原子レベルのピットを除去しても平滑な表面は得られず、一方で、酸化膜と母材である SiC の界面粗さは酸化時間の増加とともに粗くなり、多孔質の SiC が得られた。すなわち、SiC 表面の陽極酸化において、酸化の初期段階は表面のダメージ分布により支配され、ダメージ領域が全て酸化した後では SiC の異方性が酸化形態を支配することを解明した。
- (2) スラリーレス ECMP 装置を開発し、異なる砥石を用いた ECMP 研磨実験により、SiC の ECMP においてはセリア砥石が有効であることをあきらかにした。また、SiC 表面の陽極酸化特性に基づくと、スラリーレス ECMP においては SiC の酸化レートと酸化膜の除去レートとのバランスを制御することが重要であることから、より平滑な表面を得るためのプロセス条件を提案するとともに実証実験を行い、サブナノメートルオーダーの表面粗さを得た。

- (3) スラリーレス ECMP をスライスウェハに適用し、酸化電流密度と研磨運動パターンを制御することで、スライスウェハ表面のソーマークを全て除去して表面の平坦化を実現し、1 nm オーダの表面粗さを得るとともに、23  $\mu\text{m}/\text{h}$  の非常に高い材料除去率を達成した。さらに研磨運動パターンを最適化することで、Sq 表面粗さ 0.397 nm が得られ、スラリーレス ECMP による平坦化と平滑化を確認した。また、共焦点型ラマン顕微鏡を用いて、スラリーレス ECMP によりダメージフリー研磨が実現できたことも確認した。SiC の陽極酸化と酸化電位の関係より、粗 ECMP と仕上げ ECMP から成る複合プロセスを提案した。粗 ECMP は高い電流密度または SiC 表面の不働態電位より高い電位を用いて SiC 表面を高速に研磨する。仕上げ ECMP では、SiC 表面の不働態電位または不働態電位より低い電位を用いて粗 ECMP で得た表面を仕上げる。10  $\text{mA}/\text{cm}^2$  の電流密度を用いた粗 ECMP 後の表面に残存する微小な突起構造を、不働態電位である 3 V の電位を用いた仕上げ ECMP で除去し、ステップテラス構造が観察される表面が得られ、提案した複合プロセスの有効性を実証した。
- (4) スラリーレス ECMP において SiC 表面の材料除去率と表面のダメージ層の関係を調査し、SiC 表面に浅いダメージ層を導入しながら高い材料除去率を維持する硬質固定砥粒を用いた ECMP を提案した。異なる砥石のダメージ層の導入効果を共焦点型ラマン顕微鏡で評価した結果、8000 番のダイヤモンド砥石を用いた ECMP をスライス表面の研磨に適用することで、表面の平坦化とともに 63.6  $\mu\text{m}/\text{h}$  の非常に高い研磨レートを得た。提案した硬質固定砥粒を用いた ECMP を含む、SiC ウェハの低コスト高効率ダメージフリー製造プロセスを提案した。本プロセスでは、スライス表面に対して、まず、表面のうねりと深いダメージ層を硬質固定砥粒で高効率に除去し、表面の平坦化とスライス時に形成された深いダメージ層を除去する。次に、軟質固定砥粒を用いた粗 ECMP により、前工程で得られた表面に残留している浅いダメージ層を高効率に除去し、ダメージフリーな表面を得る。最後に、仕上げ ECMP を用いて粗 ECMP において残留した高空間周波数の粗さ成分を除去し、原子レベルで平滑な表面を得る。提案した製造プロセスを 8000 番のダイヤモンド砥石とセリア砥石を用いた ECMP 実験で検証し、50 min の硬質固定砥粒を用いた ECMP とセリア砥石を用いた粗 ECMP で Sq 表面粗さ 0.429 nm を達成した。本結果は、セリア砥石のみを用いた ECMP における研磨効率の 2 倍以上であり、提案した製造プロセスの有効性を実証した。

以上のように、本論文はスラリーレス ECMP を提案し、SiC 表面の陽極酸化特性とメカニズムを解明するとともに、独自に開発したスラリーレス ECMP 装置を用いて、スラリーレス ECMP が SiC ウェハの研磨において高能率であることを実証した。さらに、SiC ウェハに対する革新的な高効率低コストダメージフリー製造プロセスを提案し、その優れた研磨性能を実証した。本研究で提案したスラリーレス ECMP により、スラリーと化学薬品の使用が削減され、SiC ウェハの低コストかつ環境負荷が小さな研磨が可能になり、今後、SiC ウェハ製造プロセスの簡略化と低コスト化が期待される。

よって本論文は博士論文として価値あるものと認める。