OUKA
The University of Osaka
Institutional Knowledge Archive

Title	Development of highly-efficient slurryless ultrasonic vibration assisted electrochemical mechanical polishing for silicon carbide wafers
Author(s)	楊, 暁喆
Citation	大阪大学, 2022, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://doi.org/10.18910/87734
rights	
Note	

The University of Osaka Institutional Knowledge Archive : OUKA

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

The University of Osaka

様式３

論　文　内　容　の　要　旨

氏　名　（　YANG XIAOZHE　）	
論文題名	Development of highly-efficient slurryless ultrasonic vibration assisted electrochemical mechanical polishing for silicon carbide wafers （SiCウエハに対する高能率スラリーレス超音波援用電気化学機械研磨法の開発）

論文内容の要旨

A novel, high-efficiency, low-cost, and damage-free polishing technique called slurryless ultrasonic vibration assisted electrochemical mechanical polishing (UAECMP) is proposed and developed in this thesis. Surface modification of difficult-to-machine materials by ultrasonic vibration assisted anodic oxidation and the removal of this modified layer by ultrasonic vibration assisted fixed-soft-abrasive polishing were effectively combined in UAECMP. To investigate the effects and mechanism of ultrasonic vibration on the anodic oxidation of SiC, anodic oxidation of 4H-SiC (0001) was first studied through a series of anodic oxidation and electrochemical mechanical polishing (ECMP) experiments. The effects of ultrasonic vibration on the anodic oxidation of SiC were confirmed using ultrasonic vibration assited anodic oxidation experiments and its effects on the material removal rate (MRR) and surface roughness in slurryless UAECMP were investigated. Additionally, the mechanism behind the UAECMP polishing technique was clarified.

In Chapter 1, the background of this study, includes the properties and applications of the SiC substrates polished in this study, and the aims of this study were described.

In Chapter 2, to realize high-efficiency, high-quality, low-cost manufacturing of single crystal SiC wafers, the current SiC wafer manufacturing process was described and its characteristics were analyzed. Polishing techniques that are applied in the final processing step of SiC wafers were summarized and their advantages and disadvantages were discussed. Furthermore, the application of ultrasonic vibration in the fields of chemical, physical, and machining applications were introduced and the performance of ultrasonic vibration in these applications was reviewed. On the basis of these results, slurryless UAECMP was proposed.

In Chapter 3, the effects of electrolyte type, electrolyte concentration, and electric current density on the anodic oxidation of SiC, as well as the accompanying mechanism were investigated. On the basis of the obtained results, the anodic oxidation system of SiC in NaCl aqueous solution was modeled, and the anodic oxidation mechanism of SiC was clarified.

In Chapter 4, dominant factors, including temperature, doping concentration, damage, and strain, and their action mechanisms in anodic oxidation and ECMP of the 4H-SiC (0001) surface were investigated experimentally and theoretically.

In Chapter 5, a ultrasonic vibration assisted anodic oxidation setup was developed and the effects of ultrasonic vibration on the anodic oxidation of 4H-SiC (0001) surfaces, including the anodic oxidation rate, the structure of the oxide layer, oxidation uniformity, etc., were investigated. Moreover, the difference between applying ultrasonic vibration to the electrolyte and to the SiC wafer was compared and discussed.

Chapter 6 introduced the developed slurryless UAECMP machine and used it to perform slurryless UAECMP of 4H-SiC wafers. Also, theoretical analyses of the polishing process of slurryless UAECMP were performed to evaluate its performance and clarify the underlying mechanisms.

In Chapter 7, the thesis was summarized.

In this thesis, slurryless UAECMP is proposed, developed, and applied to SiC wafers. The anodic oxidation mechanism of SiC is clarified and, moreover, the effects of the dominant factors, which include temperature, doping level, damage, and strain, on anodic oxidation of the 4H-SiC (0001) surface is investigated. These results promote the understanding of the anodic oxidation process of SiC as well as the mechanism of ultrasonic vibration in SiC anodic oxidation. Rapid anodic oxidation of the SiC surface was realized using ultrasonic vibration assisted anodic oxidation and an extremely high MRR, 4.5 times that of conventional ECMP, was realized using the proposed method. Moreover, a very promising processing method, which combines slurryless UAECMP with ECMP for the manufacture of SiC wafers, is proposed.

様式 7

論文審査の結果の要旨及び担当者

氏　名　（　YANG XIAOZHE　）		
論文審査担当者	（職）	氏　名
	主査　教授	山村　和也
	副査　教授	山内　和人
	副査　准教授	有馬　健太
	副査　教授	遠藤　勝義
	副査　教授	桑原　裕司
	副査　教授	渡部　平司
	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

ワイドギャップ半導体 SiC は、高温環境下においても信頼性の高い動作が可能であり、低損失パワーデバイスの作製に不可欠な材料である。高性能なパワーデバイスを実現するためには、ダメージが無い極めて滑らかな SiC 表面が要求されるが、SiC は高硬度かつ化学的に安定な難加工材料であるため、現状では粗加工の段階においてはダイヤモンド工具を用いた機械加工が適用されている。しかしながら、硬度差を利用した破壊的な加工原理によって必然的にダメージを受けて電子物性が悪化するため、ダメージを除去するための研磨量が大きくなる。デバイス用のウエハ製造では、スライシング後に、研削、ラッピング、ポリシングなどの後工程が必要であるが、工程数が非常に多く、複雑で、時間が長い。また、最終仕上げにはスラリーと呼ばれるアルカリ等の薬液と砥粒を含む懸濁液を用いた化学機械研磨（CMP）プロセスが一般的に用いられるが、単結晶 SiC 基板を CMP によって研磨する場合、研磨速度が 0.5 μm/h 以下と極端に遅いため、研磨速度の大幅な向上が求められている。また、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、現状のプロセスでは多数の問題点を有している。したがって、次世代パワーデバイスの製造においては、難加工材料に対してダメージを与えることなく、一括的な加工を可能にするとともに、スラリーを用いない革新的な低コスト高能率研磨プロセスの実現が強く望まれている。

本研究では、単結晶 SiC 材をターゲットとし、ダメージの無い高精度な表面を、高能率かつ低コストに得るために、スラリーレス超音波援用電気化学機械研磨法(UAECMP)を提案した。UAECMP では、超音波振動を援用した陽極酸化による SiC の表面改質と、同じく超音波振動を援用した固定軟質砥粒研磨によりこの改質層を除去することで、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。本論文では、4H-SiC (0001)表面の陽極酸化メカニズムと陽極酸化に影響を及ぼす因子を明らかにするとともに、提案したスラリーレス UAECMP を 4H-SiC (0001)表面に適用した結果と、超音波振動が 4H-SiC (0001)表面の陽極酸化・研磨を促進するメカニズムを考察した結果をまとめている。本研究得られた主な結果は以下の通りである。

(1) 電解液の種類と濃度は 4H-SiC(0001)の陽極酸化レートに対して相関がなく、電流密度が 4H-SiC(0001)表面の酸化レートと酸化均一性を決定していることを確認し、陽極酸化に SiC が水と反応していることが判明した。電流密度が大きいほど、SiC 表面の陽極酸化が均一になり、酸化膜の緻密度が高くなることも確認した。また、電流密度・酸化電位の増加に伴い、SiC の陽極酸化に最大酸化レートが存在していることを確認した。さらに、SiC 陽極酸化の電荷利用効率を SiC－1 wt% NaCl 水溶液酸化システムをモデルすることで解明し、陽極である SiC の電位が 25 V を超えると水と塩素イオンの酸化反応が生じることで、SiC の酸化レートが減少することが分かった。

(2) 温度、ドーピング濃度、ダメージ、歪が SiC の陽極酸化レートに与える影響を調査した。これらの要因はすべて、

SiC の陽極酸化に促進効果があることが分かった。酸化電流密度の増加に伴い、SiC の陽極酸化レートが飽和するが、電解液温度の増加により SiC の飽和酸化レートが指数関数的に増加し、アレニウスの式と一致することを確認した。一方で、SiC の陽極酸化に対するダメージとドーピングの促進効果は、SiC 表面の加工による残留歪とドーピングによる歪に起因することを明らかにし、歪の制御可能な陽極酸化装置を適用することにより、陽極酸化レートと SiC 表面の歪との関係を定量的に調査し、圧縮歪と引張歪の両方が SiC の陽極酸化レートを増加させ、圧縮歪と引張歪が 0 から 450 $\mu\varepsilon$ に増加すると、SiC 表面の陽極酸化レートは 2 倍以上増加することが初めて分かった。更に、SiC の陽極酸化に対する歪の促進メカニズムは、導電性原子間力顕微鏡（C-AFM）観察により調査し、歪は SiC の電気特性に影響を及ぼし、SiC の導電性を高め、酸化しやすくすることを解明した。

(3) 超音波振動援用陽極酸化装置を開発し、4H-SiC (0001)表面に適用することで、超音波振動が SiC の陽極酸化に与える影響を調査した。超音波振動を電解液に印加すると、酸化初期段階で超音波振動により陽極酸化レートが約 34%上昇し、その後の酸化でも約 11%の促進を維持した。また、超音波振動を直接に SiC ウエハに印加することで、陽極酸化レートが 2 倍増加することを確認した。超音波振動が、超音波キャビテーションにより、SiC の陽極酸化における電荷移動および物質移動プロセスを強化し、電解質の流れと、SiC/電解液界面での反応物と生成物の拡散を促進し、さらに、瞬間的な高温、高圧、およびヒドロキシルラジカルを生成することで SiC の陽極酸化を促進すると推測される。

(4) スラリーレス UAECMP 装置を開発し、4H-SiC (0001)表面に適用し、UAECMP の性能を実験と理論的な解析によって評価した。4H-SiC（0001）表面の場合、UAECMP は電気化学機械研磨（ECMP）の 4.5 倍、機械研磨の 290 倍の材料除去率を達成したことを確認した。超音波振動が研磨領域の温度を上昇させ、損傷と局所的に一時的なひずみを SiC 表面に導入することにより、陽極酸化速度を増加させ、UAECMP の材料除去率を増加させたことを解明した。さらに、超音波振動の振幅を大きくすると、材料除去率が大幅に増加するが、砥石と SiC の表面衝撃で生成したピットによる表面粗さも大きくなる。SiC ウエハの既存の製造プロセスの簡素化・低コスト化を目指し、UAECMP と ECMP を組み合わせた SiC ウエハの高効率・高品質な研磨プロセスを提案した。

以上のように、本論文はスラリーレス UAECMP を提案し、SiC の陽極酸化メカニズムを解明する上で、4H-SiC（0001）表面の陽極酸化に対する、温度、ドーピング濃度、損傷、歪などの要因の影響を調査した。また、基礎研究用スラリーレス UAECMP 装置を用いて、SiC ウエハの研磨において高研磨レートであることを実証し、SiC ウエ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ている。本研究で提案したスラリーレス UAECMP によって、SiC ウエハの研磨において環境負荷が大きなスラリーを用いない低コストな研磨が可能になる。さらに、提案した UAECMP と ECMP の組み合わせ製造プロセスは、SiC ウエハを 1 台の UAECMP 装置、1 つのセリア砥石、および 1 回のウエハ設置作業により、スライス表面からデバイスグレードの表面仕上げに適用できることから、工業的な応用が強く期待されている。

よって本論文は博士論文として価値あるものと認める。