

大気圧プラズマプロセスをベースとした単結晶 CVD ダイアモンドウエハの平坦化・平滑化

大阪大学大学院工学研究科附属超精密科学研究センター ○道上久也, 田畑雄壮, 遠藤勝義, ◎山村和也
独立行政法人産業技術総合研究所ユビキタスエネルギー研究部門 山田英明, 茶谷原昭義, 李野由明

パワーデバイス用の単結晶CVDダイアモンドウエハに対し, 大気雰囲気下のマイクロ波プラズマジェットを数値制御走査させることで, ダイアモンド構造を保持したまま, 8 時間で平坦度を46.7 $\mu\text{m PV}$ から26.9 $\mu\text{m PV}$ に改善できた。また, ダイアモンドより軟質な石英ガラス砥石を用いたプラズマ援用研磨法により, 表面粗さを0.349 nm rmsから0.178 nm rmsに低減することに成功した。

1. 緒言

単結晶ダイアモンドは5.4 eVという広いバンドギャップを有し, SiCやGaNに比べて誘電率や絶縁破壊強度をはじめとした電子物性にも優れることから高性能なパワーデバイス用ウエハとして応用が期待されている。ダイアモンドウエハは化学気相合成(CVD)法で作製されるが, CVD成長後のウエハは表面に数10 μm 高さのうねりを有している。そのためCVDダイアモンドをデバイス用ウエハとして用いるためには平坦化・平滑化が必要である。しかし, ダイアモンドは物質中最高の硬度を有し化学的にも安定であることから難加工材料である。現在, 平滑化手法としてダイアモンド砥粒を用いたスライフ研磨法が一般的であるが, 硬質なダイアモンド砥粒を用いているため加工変質層の導入を避けることができず, デバイスとしてのパフォーマンスに悪影響を与える。そこで, スライフ研磨に代わるダメージフリーかつ高効率なダイアモンドウエハの平坦化・平滑化手法が求められている。この要求に対して, 熊本大学の峠らはダイアモンドの紫外線励起を援用した平滑化手法を提案している¹⁾。一方我々は, 大気圧プラズマプロセスをベースとしたダメージフリー平坦化・平滑化の適用を検討している。本報では本プロセスを単結晶CVDダイアモンドウエハに適用した結果を報告する。

2. 大気圧プラズマプロセスをベースとしたダイアモンドウエハの平坦化・平滑化の概念

Fig.1に我々の提案する大気圧プラズマプロセスをベースとした高効率ダメージフリー平坦化・平滑化の概要を示す。CVD成長後のダイアモンドウエハに対し, 大気雰囲気下でマイクロ波Arプラズマジェットを生成し, 加熱したダイアモンドウエハ上で数値制御走査させることで高効率に平坦化をおこない, その後大気圧プラズマ照射により表面を改質しながら, ダイアモンドより軟質な砥粒で研磨するプラズマ援用研磨法で平滑化をおこなう。本プロセスでは, 大気圧プラズマを用いた化学的効果が主体の平坦化・平滑化を一括しておこなえる。

3 実験結果・考察

3.1. マイクロ波プラズマジェットの数値制御走査による平坦化

本研究で用いたマイクロ波プラズマジェット装置の詳細を述べる。半同軸型の空洞共振器の中心に内径0.5 mmの窒化アルミニウム製のノズルを設置し, Arガスを供給した。空洞共振器にマイクロ波電界を印加し, 大気雰囲気下においてArプラズマを発生させた。大気中に吐出したArプラズマジェットは, 大気中の酸素分子を分解し, 原子状酸素を生成する。この原子状酸素がダイアモンド表面の炭素原子と反応し, 二酸化炭素となるこ

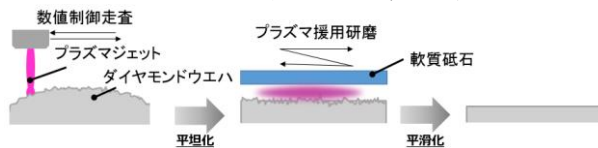


Fig1. 平坦化平滑化一括プロセスの概念図

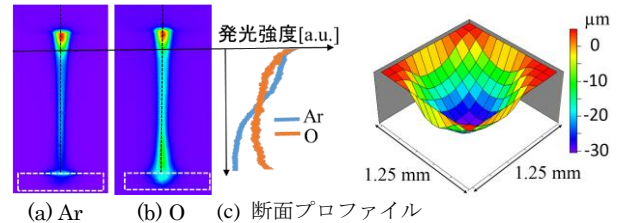


Fig.2. 発光強度分布像

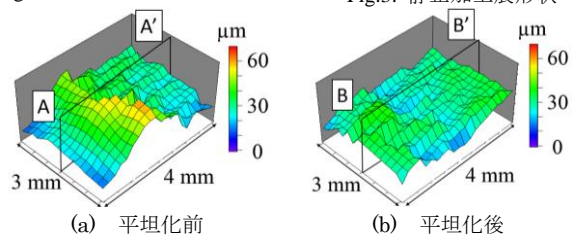


Fig.3. 静止加工痕形状

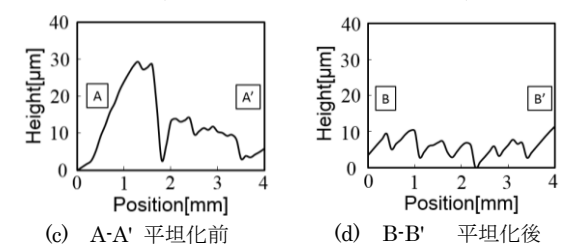
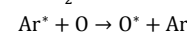
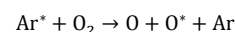


Fig.4. 数値制御走査前後のウエハ表面形状、及びその断面図

とで加工が進行すると考えられる。まず, 大気雰囲気下のArプラズマジェット中に存在する励起状態のAr原子、及び原子状酸素の分布を確認するために, 狭帯域バンドパスフィルターを用いてAr原子(750.4 nm)とO原子(850.7 nm)からの二次元発光強度分布像を取得した。プラズマはArガス流量0.4 slm, 投入電力60 Wの条件で発生させた。Fig.2に, ノズルの先端から試料ホルダーまでの距離(以後加工ギャップと呼ぶ)を4 mmとしたときのO原子の発光強度分布を示す。点線で試料ホルダーの位置を示した。Fig.2.(b)より, 試料ホルダー表面にエッチングに必要な原子状酸素からの発光を確認することができた。また, Fig.2.(c)に示すように原子状酸素からの発光はプラズマジェットの中央付近ではほぼ一様であったのに対し, Ar原子からの発光は試料側に向かうにつれ減少することが確認された。このことから, 発光を伴わない準安定状態のAr^{*}が原子状酸素の発光に寄与しており, 以下に示す反応を引き起こすことにより酸素分子の解離及び原子状酸素の生成, 励起が生じていると考えられる²⁾。



平坦化をおこなうCVDダイアモンドウエハは産総研ユビキタスエネルギー研究部門において作製されたものを用いた³⁾。なお, 加工対象となるウエハの面方位は(100)である。ウエハの裏面には黒体塗料を塗布して赤外線の吸収効率を高め, ハロゲンランプによる赤外光照射によりウエハを加熱しながら加工した。本項ではすべてウエハ温度を400 $^{\circ}\text{C}$ として加工した。数値制御加

工における平坦化では、1 分間の静止加工痕と平坦化に必要な加工量分布からプラズマの走査速度分布を計算する。計算に使用する静止加工痕は、Arガス流量0.4 slm, 投入電力60 W, 加工ギャップ4 mmで取得した。Fig.3.にレーザオートフォーカスを利用した非接触三次元測定装置(三鷹光器製NH3-SP)で測定した静止加工痕の三次元形状を示す。Fig.3.より、静止加工痕の直径1.25 mm程度であった。数値制御走査による加工はその原理上、静止加工痕以下の短い空間波長成分は除去できない。そのため、本プロセスでは1.25 mm以上の長い空間波長成分の除去を目的とした。静止加工痕と加工前形状から走査速度分布を計算し、その走査速度分布に基づいてマイクロ波プラズマジェットを数値制御走査させて平坦化をおこなった。加工時間は約8 時間であった。Fig.4. にダイヤモンドウエハの加工前形状、及び加工後形状とその断面図を示す。ウエハ端部はプラズマが安定しなかったため、端部を除く4 mm×3 mmを評価領域とした。本結果より、数値制御加工により平坦度は46.7 μmPV から26.9 μmPV に改善された。Fig.4.(d)に示す断面図より、1.25 mm以上の長い空間波長成分が除去されていることがわかる。また、ラマン分光法を用いて加工後のダイヤモンド試料のグラファイト化の有無を評価したところ、アモルファスカーボン及びグラファイト構造に由来する1360 cm^{-1} - 1580 cm^{-1} のピークは観測されず、加工後もダイヤモンド構造は保持されることがわかった。なお、本稿の内容のうち、登壇者は主として3.1.項の平坦化の部分を担当した。

3.2. プラズマ援用研磨法による平滑化

Fig.5.にプラズマ援用研磨装置の概略を示す。プラズマ発生用の電源には周波数13.56 MHzの高周波電源を用いて、10 Wの電力を投入した。試料台と、それに対向するアルミニウム製円柱状電極(ϕ 12 mm)に高周波電界を印加し、電極の周辺に流量3 slmでArガスを流して、大気中で容量結合型のプラズマを発生させた。容量結合型のプラズマはマイクロ波プラズマと比べてプラズマ温度、プラズマ密度が低いエッチング作用はなく表面改質に効果的であると考えられる。砥石にはダイヤモンド砥粒より軟質な石英ガラス球を使用し、石英ガラス球(ϕ 5 mm)を電極底面に形成した凹みに固定した。電極底面と試料台に配置したダイヤモンド基板との間に容量結合型プラズマを生成しながら、石英ガラス球をダイヤモンド基板に押し当て、電極を回転させることでリング状に加工をおこなった。加工時間は48 分、電極の回転数は1000 rpm, 研磨荷重は485 g, 電極底部とダイヤモンド試料間のギャップは4 mmとした。ダイヤモンドウエハは3.1. 項と同様に産総研で作製されたダイヤモンドウエハの(100)面を用いた。ダイヤモンドウエハは加工前に硫酸と過酸化水素の混合液(SPM)で10 分間洗浄し、続けて10 分間超純水でリンスした。Fig.6.に走査型白色頭微干涉計(Zygo NewView)で測定したリング状加工痕と、その断面を示す。比較のために、プラズマを照射せずに8 時間加工をおこない取得したリング状加工痕断面の一部をFig.6.(a)に示す。この比較からプラズマによる表面改質が研磨レートの向上に効果的であることがわかる。本プラズマ援用研磨では、加工雰囲気中に存在する水分子がArプラズマによって分解されOHラジカルを生成し、そのOHラジカルによりH終端していたダイヤモンド表面が改質されOH終端したと考えて

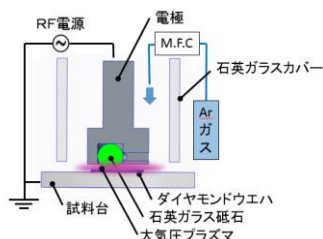


Fig.5. プラズマ援用研磨装置の概略図

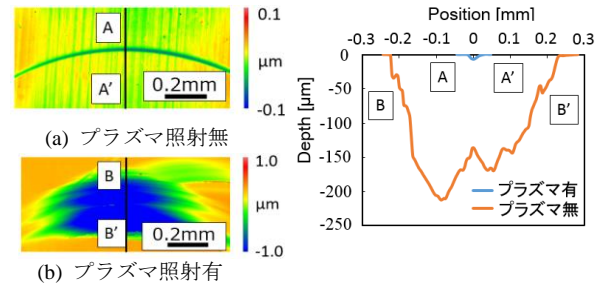


Fig.6. プラズマ照射の有無での研磨痕の比較

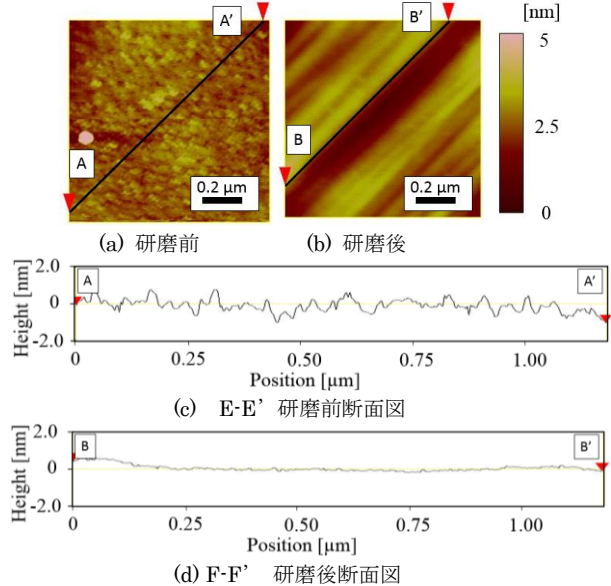


Fig.7. プラズマ援用研磨前後のウエハ表面、及び断面図

おり、プラズマの発光分光測定によって、OHラジカルからの発光を確認している。さらに、同じくOH終端している石英ガラス砥石表面と脱水縮合することでC-O-Siという化学結合を形成し、石英ガラス砥石と結合したダイヤモンド表面の炭素原子が軽微な機械的作用によって引き抜かれ研磨が進行していると考えている。Fig.7.にAFMで測定した加工前形状、及びプラズマ照射有りでの研磨したときの加工後形状とその断面図を示す。これより、プラズマ援用研磨により、表面粗さが0.349 nm rmsから0.178 nm rmsに低減されたことがわかる。

4 結 言

ダイヤモンドウエハに対しマイクロ波プラズマジェットの数値制御走査による平坦化と、プラズマ援用研磨による平滑化をおこない以下の結果を得た

- (1) 8 時間のマイクロ波プラズマジェットの数値制御走査により平坦度が46.7 μmPV から26.9 μmPV に改善され、平滑化の前工程としての適用が有用であることが示された。
- (2) 加工後のダイヤモンド表面にグラファイト構造は確認されず、ダイヤモンド構造が保持されることがわかった。
- (3) 石英ガラス砥石による研磨にプラズマによる表面改質を援用すると、研磨レートが大きく向上した。
- (4) 48 分のプラズマ援用研磨により表面粗さが0.349 nm rmsから0.178 nm rmsに改善され、プラズマ援用研磨が平滑化手法として有用であることが示唆された。

参考文献

- 1) J.Watanabe, *et al.*, *Diam. Relat. Mater.* **39** (2013) 4.
- 2) S.Rauf, *et al.*, *J. Appl. Phys.* **82** (1997) 2805.
- 3) H.Yamada, *et al.*, *Diam. Relat. Mater.* **20** (2011) 616.