

## 研究報告アーカイブ

照射面の状態を深さ方向にも定量的に評価するため、透過型電子顕微鏡(TEM)による断面の直接観察を行うこととした。そこで、出力を5倍に上げレーザアプレーションが起こる出力で表面にラインマーリングを施した。ラインマーリングを含む領域から観察用試料を切り出し、断面TEM観察を行った。ラインマーリング箇所およびその周辺における断面状態を図8に示す。ダイヤモンド基板上面の黒いコントラストは試料表面保護・導電性処理のためのオスミウムコート層である。その下層がダイヤモンド基板最表面に相当するが、図8(a)のマーリング周辺部では1nm未満の白いコントラストの層が、図8(b)のマーリング部では約10nmの白いコントラストを持つ層が観察された。この白いコントラスト層周辺をさらに詳細に観察するため、高倍率TEM画像の観察を行った。その結果を図9に示す。最表面(領域1)においては、はっきりとした原子配列格子が確認できずアモルファス状態になっていることが分かる。一方、最表面から約30nm程度基板内部に入った表面下領域(領域2)では、規則正しい原子配列が確認でき、本来のダイヤモンド基板の状態を保っていることが分かる。このことから、最表面の約10nm厚程度の部分のみに疑似ラジカル場が形成されていることが明らかとなった。

さらに、fsレーザ照射の研磨工程に与える影響を調査する目的で、同一ダイヤモンド基板上の異なる領域にfsレーザの出力を段階的に変えて照射した試料を作成した。その時の基板表面写真を図10に示す。基板上を4つの領域に分け、レーザ出力を747mW、594mW、472mWおよび375mWにて10mm/sのスキャンスピードで照射した。Fsレーザのパルス周波数は10MHzとした。出力が高い領域ではレーザアプレーションが発生して黒く変色しており、出力が低くなるにつれてその状態

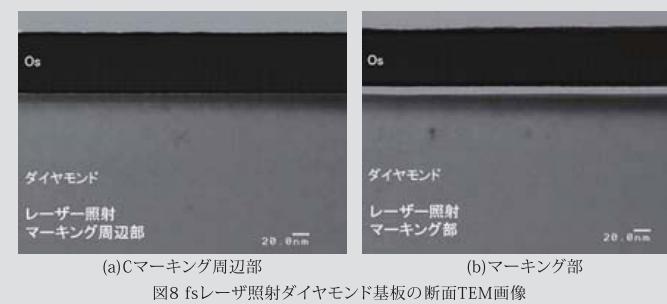


図8 fsレーザ照射ダイヤモンド基板の断面TEM画像

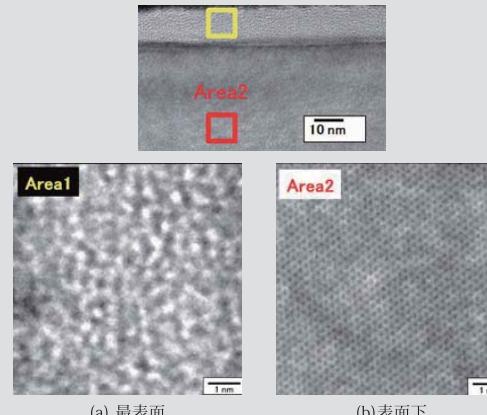


図9 fsレーザ照射後ダイヤモンド基板極表層の断面TEM高倍率画像

が緩和されていることが分かる。なお、等間隔に配置された黒いマークが見えるが、これは象限を明らかにするために基板裏面に施した刻印である。この基板表面観察においては、非破壊検査法の一つであるレーザラマン分光により観察を行った。その結果を図11に示す。1580cm<sup>-1</sup>付近の幅広いブロードなピークはアモルファスカーボン由来のピークで、全ての条件で表面がアモルファス化していることが分かる。また、1332cm<sup>-1</sup>に鋭いピークが確認できるスペクトルがあり、ダイヤモンド由来のピークを示している。出力が弱くなるにつれダイヤモンド由来のピークが大きくなってきており、アモルファスとダイヤモンド構造が混在している様子が分かる。レーザラマン分光は観察深さが1μm程度と比較的深い情報を得ることとなるため、極表層の分析が可能なXPS等の表面分析手法と併用することにより詳細な表面状態の解析に繋がるものと思われる。

以上のことから、ダイヤモンド基板に対して、先に述べたSiC基板と同様の効果が現れており、後に続く研磨工程において同様に劇的な高能率化が期待できる。

本研究は、前処理行程としての疑似ラジカル場形成に関して、SiC基板および単結晶ダイヤモンド基板を加工対象として、fsレーザを基板表面に照射することで、加工表面の極表層に微小欠陥種(疑似ラジカル場)を形成するための基礎検討を行ってきた。その結果として、fsレーザ照射により、

- ① 微的な細かい凹凸を有する表面周期構造(リップル)が形成されることで、研磨中のスラリーが隅々に行き渡り化学反応がより促進される、
- ② 表面がアモルファス化されることで、単結晶構造よりも硬度が低い表面状態となり研磨が進行しやすくなる、
- ③ 大気中でのレーザ照射により化学的に極めて安定であった表面が酸化されることで、研磨が促進される、

と言った相乗効果が期待できることを明らかにした。

今後は、fsレーザにより前処理を施したダイヤモンド基板に対して、研磨工程における疑似ラジカル場形成効果を検証する必要がある。また、さらなる高能率加工を目指し、異なる基板表面粗さを有する難加工基板に対して、フルエンスなどのレーザ照射条件を変更し、疑似ラジカル場の形成のされやすさの違い、またその範囲(特に深さ方向)についても調査していく必要がある。



図10 出力別fsレーザ照射を施されたダイヤモンド基板

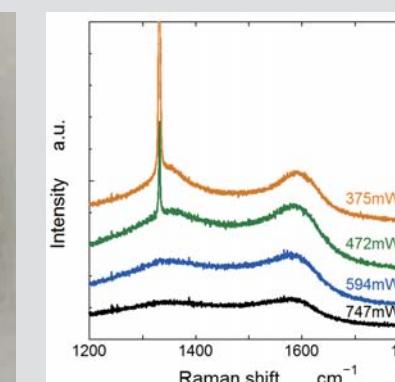


図11 出力別fsレーザ照射を施されたダイヤモンド基板のラマンスペクトル

### (2) 基本型プラズマ融合CMP加工装置(A-type)による超難加工材料の基本的加工特性 —加工原理と加工メカニズムの検証—

#### 共同研究者 佐野泰久

(大阪大学大学院工学研究科 准教授)



プラズマ化学的気化加工法(Plasma Chemical Vaporization Machining, プラズマCVM, P-CVM, PCVM)は大気圧プラズマを用いたプラズマエッティング法であり(森・山内、特許第2521127号)、半導体デバイス製造工程で用いられる低圧下でのプラズマエッティングと比較して、1)活性種密度が高く高加工速度が期待できる、2)イオンエネルギーが小さく加工面にダメージが残らない、3)プラズマが広がりにくく所望の場所のみ加工可能、といった特徴を有している。機械加工では高能率な加工が困難な、炭化ケイ素(SiC)や窒化ガリウム(GaN)、ダイヤモンドといった硬脆材料を比較的高能率に加工可能であることから、これら次世代パワー半導体材料の高能率加工法として期待されている。しかしながらP-CVMにおいては、被加工物表面上のプラズマに触れている部分全てでエッティングがおこるため、表面の凸部・凹部ともにエッティングされてしまい、平坦化加工には不向きであった。

そこで、何らかの方法で表面凸部のみの結晶性を乱すことができれば、結晶性の乱れた場所での化学エッティングはそうでない場所に比べて高速であろうから、凸部のエッティング速度が凹部に比べて増大し、P-CVMに平坦化作用を付与することができるのではないかと考えた。予備実験として、SiC, GaNそしてダイヤモンドの研磨面を試料とし、ライン状のプラズマを発生可能なP-CVM予備実験装置を用いて、短時間の加工と表面形状計測を繰り返し、形成された加工溝の深さの変化を測定することにより、P-CVM加工速度の加工深さ依存性を調査した。その結果(図1)いずれの試料においても、表面から数10 nmから100 nm程度の領域において加工速度が増大することが確認できた(図1赤丸部)。各試料表面未加工部を断面TEMによってその表面層を観察したところ、加工速度の増大がみられる領域の結晶性は著しく乱れていることが確認でき、以上の結果より、P-CVMの加工速度は加工変質層において増大することが確認できた。

続いて、図2に示すように研磨盤のような機械的基準面を有する機械研磨によって、試料凸部への選択的ダメージ導入(疑似ラジカル場形成)を行い、ダメージが導入された層をP-CVMによって選択的にエッティングする、という2つのプロセスを交互に繰り返すこ

とによって高能率かつ表面に加工変質層を残すこと無く平坦化加工が実現できるのではないかと考えた。図3に設計製作した革新的CMP/P-CVM融合加工装置(基本型;Aタイプ)の外観写真ならびに加工部の模式図を示す。本装置は、機械的作用によって被加工物表面凸部の結晶性を乱すことのできるCMP処理部と、大気圧プラズマを生成して被加工物表面を化学的にエッティングすることのできるP-CVM処理部、そして両者間を行き来する回転運動可能な試料ホルダー部から成る。ドーナツ状の研磨盤とその中央に大気圧プラズマを発生させるための電極構造体が配置されており、試料ホルダーは研磨盤上では設定した圧力で研磨盤に対して加圧し、電極上では設定した間隙を保つことができる特殊な機構となっている。これら一連の動作は予め設定されたレシピに基づき、全て自動で行われる。なお、プラズマ発生は大気解放下にて行われるため、加工部には開口が設けられており、吸着剤を有した排気装置に接続され、負圧に保たれている。

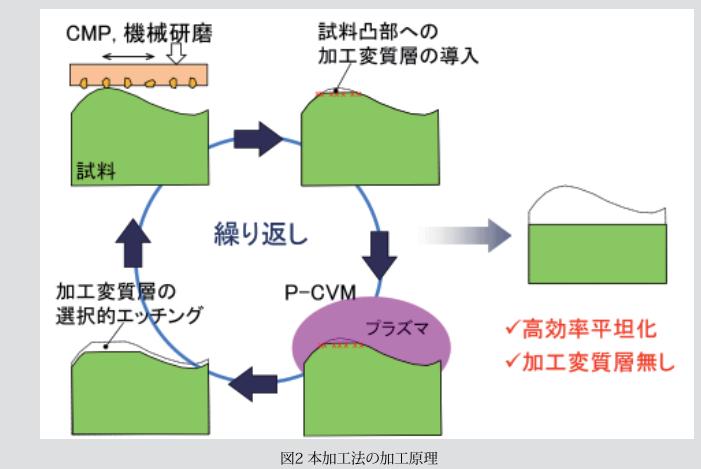


図2 本加工法の加工原理

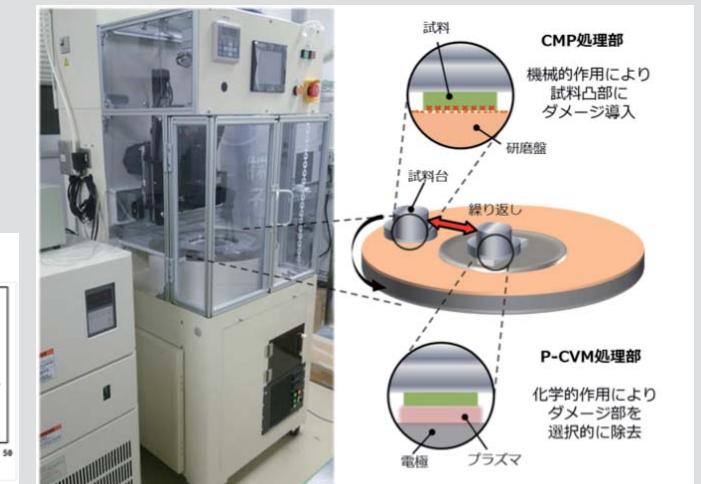


図3 革新的CMP/P-CVM融合加工装置(基本型;Aタイプ)の中心部模式図