

# 高速レーザー照射による単結晶 Si 研削加工ダメージの完全修復

慶應義塾大学 理工学部 機械工学科

教授 閻 紀旺

(平成 21 年度一般研究開発助成 AF-2009208)

キーワード：単結晶シリコン，加工ダメージ，レーザー修復

## 1. 研究の目的と背景

単結晶シリコン（以下 Si と記す）は、重要な半導体材料であると同時に、優れた赤外線光学レンズ材料でもある。単結晶 Si の形状創成は、通常、ダイヤモンド工具を用いた超精密切削や延性モード研削などの機械加工プロセスによって行われている。一方、機械加工による Si 単結晶のアモルファス化や転位の発生によって表面内部には数十～数百 nm のダメージ層が形成される。加工ダメージ層は極めて薄いものであるが、Si の機械的・電氣的・光学的性能に大きな影響を及ぼす。そのため、国内外においてダメージ層の除去に関する研究開発が活発に展開されている。現在、エッチングおよび化学的機械研磨(CMP)などの一連のプロセスで加工ダメージ層の除去が行われているが、ダメージの残留や生産能率の低下、形状精度の劣化そして廃液の排出による環境汚染などが問題となっている。また、今後ますます重要になる非球面や自由曲面などの曲面形状および微細形状の修復が困難である。

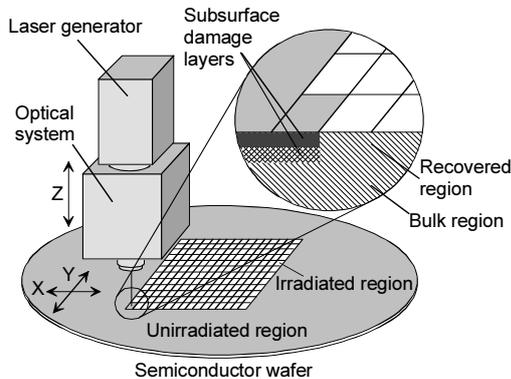


図1 レーザ修復の概略図

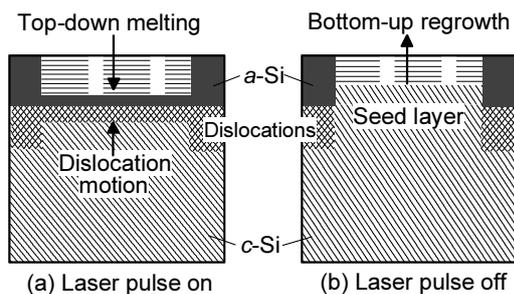


図2 平滑表面のレーザー修復原理

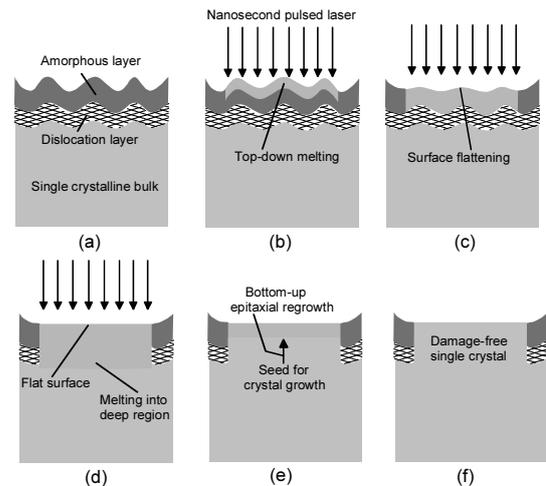


図3 凹凸表面の修復原理

そこで、本研究では、ダメージ層除去の代わりに、ナノ秒パルスレーザー照射によるダメージの完全修復技術を提案する。図1に加工ダメージ層のレーザー修復の概略を示す。すなわち、加工表面に超短パルスレーザーを走査しながら照射することにより加工ダメージ層を工作物のバルク部分と同様な結晶組織に回復させる方法である。図2に、平滑表面（例えば超精密切削面）のダメージ修復モデルを示す。すなわち、ダメージ層のある Si ウエハ表面にナノ秒パルスレーザーを照射すると、ダメージ層部分のレーザー吸収率がバルク領域より高くなっているため、ダメージ層が瞬間的に熔融する (a)。その後無転位のバルク領域を種としてナノ秒速で液相エピタキシャル結晶成長させる (b) ことで、加工ダメージを完全な単結晶に修復する。本研究では、これまでの超精密切削面への単発照射の成果<sup>1)</sup>を踏まえて、ナノ秒パルスレーザーを高速多軸移動機構へ搭載し、研削加工された表面凹凸の多い Si ウエハにレーザー照射を行う。加工ダメージ層を完全な単結晶構造に修復すると同時に、ウエハ表面の研削痕をナノメートルレベルに平坦化させる技術を開発する。図3に示すように、Si 表層が熔融する際に表面張力が発生する。この表面張力を利用して、ダメージ修復が行われると同時に、ウエハ表面の研削条痕を平滑化させることが可能である。このように、表面の無欠陥化と平滑化を同時に達成させることで、全く新しい単結晶基板の製造方法が実現できると考えられる。

## 2. 実験方法

### 2. 1 レーザ照射装置

実験には2種類のNd:YAG レーザを使用した。1つは単発照射用の低周波 Nd:YAG レーザ(New Wave Research 社製, QuickLaze-50)である。波長は1064, 532, 355 nmの3種類が選択可能で, 最大 50 Hz でパルス照射が可能である。パルス幅は3-4 ns である。照射痕のサイズは焦点において60 μm 角まで拡大が可能であり, 照射範囲内でエネルギー密度はほぼ均一となっている。もう1つのレーザ発振器は大面積照射用の高周波 Nd:YAG レーザ(メガオプト社製, LR-SHG)である。LD 励起固体レーザであり, 波長は532 nm である。出力はLD 電流値とパルス周波数で変化するが, 1kHz で1W 以上の出力が可能である。パルス幅は約25 ns である。ビーム径は出口付近で約600 μm で, そこからビーム拡がり角2mrad(全角)で拡がっていく。レーザの強度分布はガウス分布である。レーザエネルギー密度が照射結果に大きな影響を及ぼすと考えられるため, パワーメータとビームプロファイラを用いてレーザエネルギー密度分布を測定した。また, レーザ照射ユニットは特別に開発した4軸高速リニアステージに取り付けられ, ステージの移動速度を調節することにより単発照射や照射領域のオーバーラップが可能である。図4は開発したレーザ修復装置の写真である。試料として, #8000の砥粒で研削したSi(100)ウエハを使用した。ウエハの表面粗さは0.002-0.003 μm Ra である。また, TEM 観察により表層部に10-30 nmのアモルファス層が確認され, その下に転位が存在していた。

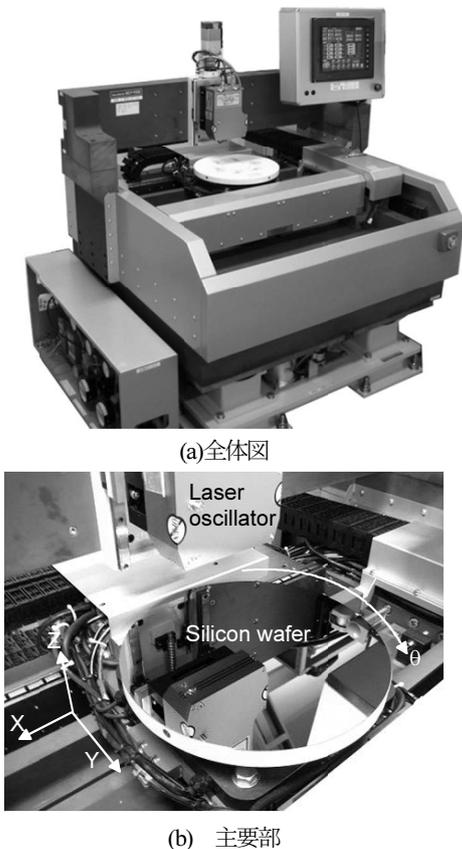


図4 開発した高速レーザ修復装置

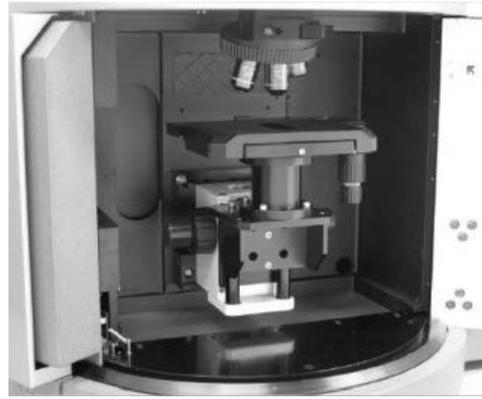


図5 顕微レーザラマン分光装置の概観

### 2. 2 欠陥評価方法

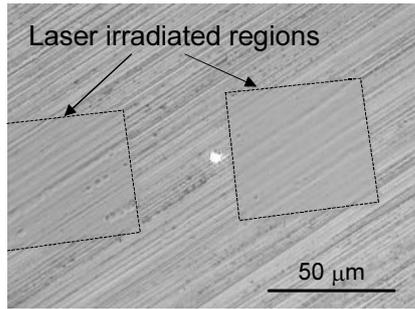
レーザ照射前後のSi ウエハ結晶性の評価には顕微レーザラマン分光光度計(日本分光(株)製, NRS-3100)を使用した。図5は分光装置の主要部の外観写真を示すものである。測定用のレーザの波長は532 nm, スポット径は1 μm である。露光時間は1秒, 積算回数は2回とした。Si のラマンスペクトルには主に470cm<sup>-1</sup>を中心波数としたアモルファスSiのブロードなピークと520cm<sup>-1</sup>を中心とした単結晶Siの鋭いピークが存在する。ウエハ結晶性の評価にはラマンピークの面積比を求める方法<sup>2)</sup>を使用した。すなわち, ピークが存在しない波数600-800 cm<sup>-1</sup>のスペクトル強度をベースにとり, 主に単結晶Siに起因する515-525 cm<sup>-1</sup>のスペクトル面積をA<sub>515-525</sub>とし, アモルファスや微結晶Siに起因する350-515 cm<sup>-1</sup>のスペクトル面積をA<sub>350-515</sub>とし, その面積の比r(ラマンスペクトル比と呼ぶことにする)を式(1)により求め, 結晶性の指標とした。rの値が大きければ大きいほど結晶性が良いことになる。この指標で, 欠陥のないアニールウエハのr値は0.85~0.90となる。

$$r = \frac{A_{515-525}}{A_{515-525} + A_{350-515}} \quad (1)$$

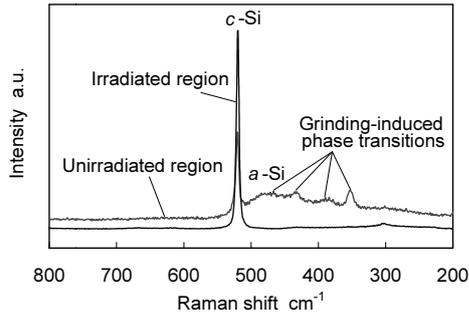
## 3. 研究結果

### 3. 1 研削面ダメージの修復効果

図6に, QuickLaze-50を用いてエネルギー密度0.30 J/cm<sup>2</sup>で照射した表面の顕微鏡写真と照射前後のラマンスペクトル変化を示す。写真より, 照射部分の表面研削痕が一部消えており, 平滑になっていることが確認できる。ラマンスペクトルでは, 照射前に複数の相変態現象が観察されているが, 照射後は単結晶Siのみが現れている。図7に, ラマンスペクトル比rのマッピング測定例を示す。このときの顕微鏡写真からも表面が平坦化されていることが確認できる。また, ラマンマッピング測定結果では, 照射全域でr値が0.85以上となっており, アモルファスSiが完全に単結晶化していることを示唆している。すなわち, レーザ照射により研削ウエハ表面のダメージ層の修復および研削痕の平坦化が同時に実現することができた。

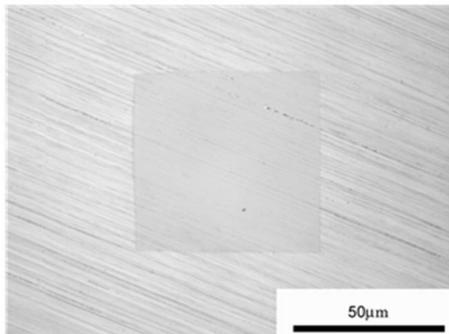


(a)顕微鏡写真

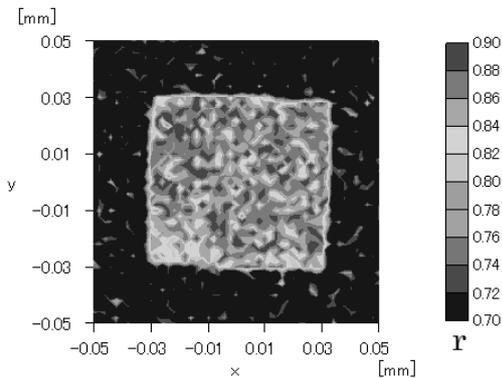


(b)ラマンスペクトル

図6 研削面修復前後の結晶性変化



(a) 顕微鏡写真



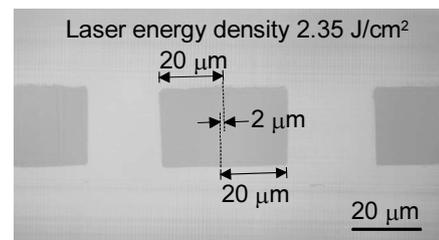
(b) ラマンマッピング

図7 研削面修復前後のラマンマッピング

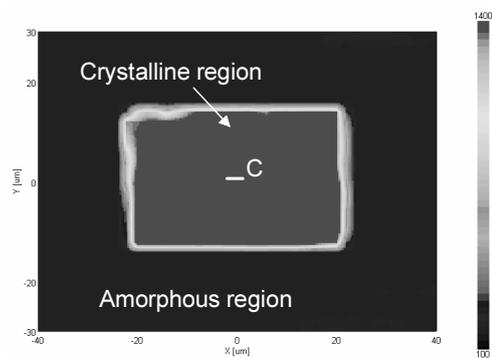
### 3. 2 オーバーラップ照射による大面積修復

次に、QuickLaze-50を用いてオーバーラップ照射を行い、境界の結晶性を評価した。図8は、オーバーラップ幅が2 $\mu\text{m}$ のとき

のSi超精密切削面の顕微鏡写真およびラマンマッピングの一例である。境界領域の表面形態が均一であり、結晶性にもムラが見られない。次に、高速照射可能なLR-SHGレーザを使用して実験を行い、各照射痕の一部をオーバーラップさせることで大面積照射を行った。使用したパルスエネルギーは1.0 Jである。照射後、各照射痕の中心を通る線上でラマンスペクトルの測定を行い、そのスペクトル比 $r$ の結果とその際のエネルギー密度分布の関係を求め図9に示した。図9(a)は単発照射の結果である。スペクトル比 $r$ の結果より、アモルファスから単結晶化している領域の直径が約250  $\mu\text{m}$ であることが確認できる。また、その領域における最低エネルギー密度が約0.48  $\text{J}/\text{cm}^2$ であり、パルス幅が3-4 nsのQuickLaze-50とはエネルギー密度において約0.20  $\text{J}/\text{cm}^2$ の差が生じている。図9(b)は照射間隔250  $\mu\text{m}$ のオーバーラップ照射の結果であり、全面においてエネルギー密度が0.48  $\text{J}/\text{cm}^2$ 以上であることから、照射全面においてアモルファスSiが確認できず、結晶化されたと考えられる。しかし、ラマン測定では転位残存の確認が困難であるため、最後にTEMによる断面観察によって転位を含めた結晶性評価を行った。その結果を図10に示す。(a)レーザ照射前のウエハ表面には、厚さが不均一のアモルファス層および転位層が形成されており、研削条痕による微小凹凸が多数存在している。(b)照射間隔が200  $\mu\text{m}$ (最低エネルギー密度0.53  $\text{J}/\text{cm}^2$ )では、アモルファス相が完全に結晶化されたが、若干の転位が残存している。したがって、転位を含めてダメージ層を完全に修復するにはより大きな最低エネルギー密度が必要であることがわかる。一方、(c)は照射間隔100  $\mu\text{m}$ (最低エネルギー密度0.61  $\text{J}/\text{cm}^2$ )の結果であり、アモルファスSiも転位も全く観察されず、ダメージ層が完全な単結晶構造に修復されている。

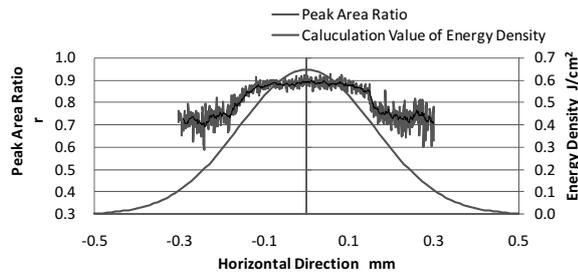


(a)

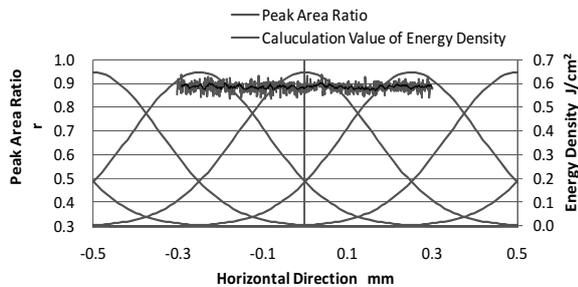


(b)

図8 オーバーラップ境界の結晶性評価



(a) 単発照射



(b) オーバーラップ照射

図9 オーバーラップ照射におけるラマンスペクトル比とレーザーエネルギー密度分布との関係

#### 4. 結論

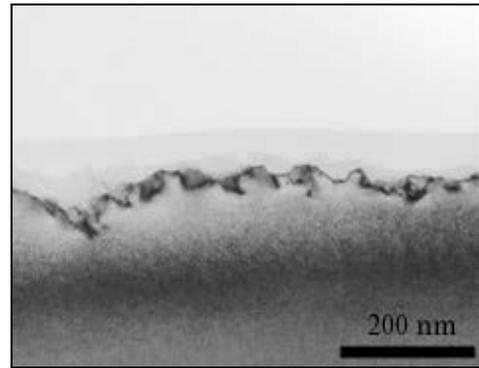
高周波ナノ秒Nd:YAGパルスレーザー照射を用いて研削Siウエハのダメージ層の完全修復を試みた結果、以下の結論を得た。

(1) 使用レーザーのパルス幅の差異により、アモルファスSiの結晶化に必要なエネルギー密度が異なる。(2) 高周波ナノ秒パルスレーザーを用いた移動照射により、大面積のウエハ修復が可能である。(3) 移動照射時の照射痕間隔をある臨界値以下に設定することで、ダメージ層の完全修復とウエハ表面研削条痕の平滑化と同時に実現できる。

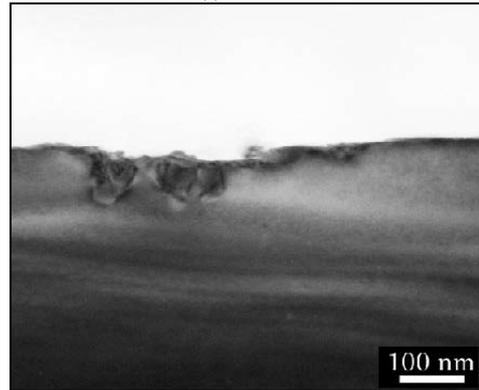
本提案技術は以下の特長を有している。(1) 材料の除去が全く伴わないため、機械加工で得られた基板の形状精度をそのまま維持することができる。(2) 高周波ナノパルスレーザーを使用することで短時間でダメージ修復が可能である。(3) 切りくずや化学廃液を全く排出せず、環境に悪影響を与えることのないクリーン技術である。(4) 曲面形状工作物への適用が可能で、局所の選択的修復や表面組織の制御も可能である。

#### 謝辞

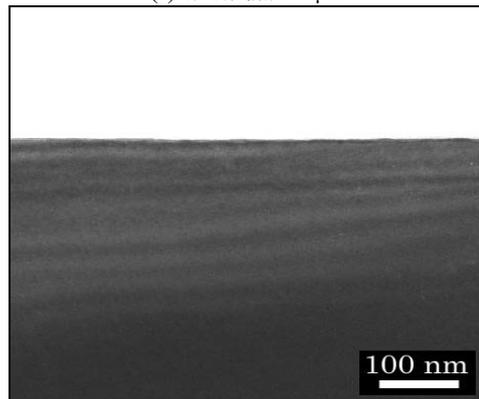
本研究の一部は財団法人天田金属加工機械技術振興財団平成21年度一般研究開発助成により行われたものであり、ここに深く感謝の意を表す。



(a) 照射前



(b) 照射間隔 200 μm



(c) 照射間隔 100 μm

図10 レーザ照射前および照射後のウエハ断面TEM写真

#### 参考文献

- (1) J. Yan, T. Asami and T. Kuriyagawa: Response of machining-damaged single-crystalline silicon wafers to nanosecond pulsed laser irradiation, *Semiconductor Science and Technology*, 22, 4 (2007) 392-395.
- (2) J. Yan, T. Asami and T. Kuriyagawa: Nondestructive measurement of machining-induced amorphous layers in single-crystal silicon by laser micro-Raman spectroscopy, *Precision Engineering*, 32 (2008) 186-195.