

2024年度  
プラズマを援用したダイヤモンド基板の高能率研磨プロセスの開発補助事業  
に関する研究報告書

国立大学法人 大阪大学  
大学院工学研究科  
附属精密工学研究センター  
教授 山村和也

JKA Social Action  
競輪とオートレースの補助事業



この報告書はオートレースの補助により作成しました。  
<https://hojo.keirin-autorace.or.jp>

# 目次

1	研究の目的と背景 .....	3
2	実施内容.....	3
2-1	プラズマ援用研磨専用研磨プレートの開発 .....	3
2-2	プラズマ生成条件の探索 .....	5
2-3	レーザ照射による PCD 基板の前処理法（表面平坦化）の開発 .....	7
2-4	PCD 基板のプラズマ援用研磨における最適加工パラメータの探索 .....	10
2-5	PCD 基板と GaN 基板の異種材料接合による放熱特性の評価 .....	13
3	今後予想される効果.....	14

## 1 研究の目的と背景

低炭素社会を実現するため、二酸化炭素を始めとする温室効果ガスの排出削減策が強力に推進されている。中でも、高効率モータや電気自動車の普及におけるエネルギー効率の向上策として、低損失パワーデバイスの導入は不可欠である。GaN-HEMT（高電子移動度トランジスタ）は、高速スイッチング、低オン抵抗など優れた特性によって、低損失な高周波パワーデバイスとして期待されているが、高出力動作時の熱対策が大きな課題となっている。GaN-HEMTの発熱問題を解決するため、物質中で最も熱伝導率の高いダイヤモンドを接合して発生した熱を分散させるヒートスプレッダーとして用いることで放熱性能を向上させる提案がある。その場合、生産コストとウエハサイズを考慮すると、多結晶ダイヤモンド（PCD: Poly-crystal Diamond）を用いた放熱基板の作製手法を早期に確立する必要がある。

異種材料接合法を用いる場合、界面の熱抵抗はダイヤモンドの表面状態に大きく依存する。従来のダイヤモンド砥粒を用いた機械的な研磨手法では、スクラッチ、欠陥、アモルファスカーボン等が生成されることで、実効的な熱伝導率が大きく低下する。また、半導体基板の研磨に用いられる化学機械研磨（CMP: Chemical Mechanical Polishing）では、ダメージの導入は無いが研磨レートが極端に小さく実用的ではない。したがって、接合界面の熱抵抗を小さくするため、ダメージが無い極めて滑らかな『完全表面』を高能率に作製できる新しい研磨手法の開発が強く望まれている。

本事業では、申請者が独自に開発した高能率・無歪研磨法であるプラズマ援用研磨法（PAP: Plasma-assisted Polishing）をPCD基板の平坦化と平滑化処理に適用して異種材料接合を実現する。

## 2 実施内容

### 2-1 プラズマ援用研磨専用研磨プレートの開発

プラズマ援用研磨における研磨プレートの材質とダイヤモンド基板の研磨特性の相関を評価した。今回の実験においては、これまでに実施した比較実験により最も研磨レートが大きく、研磨面の表面粗さも小さかった石英ガラスプレートと新たに単結晶シリコン製研磨プレートの比較を行った。

#### 1) 表面粗さの評価

図1に同一の単結晶ダイヤモンド基板をシリコンプレートと石英ガラスプレートを用いて交互に2時間ずつ、それぞれ4回（合計8回、トータル研磨時間16時間）研磨した際の表面粗さの変遷を示す。本結果より、シリコンプレートを用いた場合は平均粗さが0.2-0.3 nmであるのに対し、石英プレートを用いた場合は平均粗さが0.3-0.4 nmであり、シリコンプレー

トの方がより小さな表面粗さが得られることを明らかにした。

## 2) 研磨レートの評価

図2に同一の単結晶ダイヤモンド基板をシリコンプレートと石英ガラスプレートを用いて交互に2時間ずつ、それぞれ4回（合計8回、トータル研磨時間16時間）研磨した際の研磨レート（MRR: Material Removal Rate）の変遷を示す。本結果より、石英ガラスプレートよりもシリコンプレートを用いた方が約4倍の研磨レートが得られることを明らかにした。

## 3) 研磨プレートの表面粗さと研磨特性の相関評価

シリコン、石英ガラス両研磨プレートにおいて、研磨時間の増加とともに表面粗さは増加し（項目1）、研磨レートは減少する（項目2）結果が得られたため、研磨プレートの表面粗さと単結晶ダイヤモンド基板の研磨特性の相関を評価した。評価は表面粗さと研磨レートがともに優れたシリコンプレートに関して行った。

図3(a)はシリコンプレートの表面粗さの走査白色顕微干涉計（SWLI）像であるが、研磨時間の増加とともに摩耗が進行し、表面粗さが徐々に小さくなることがわかる。この時のダイヤモンド研磨面の原子間力顕微鏡（AFM）像を図3(b)に、平均粗さを図3(e)に示すが、シリコンプレートの摩耗とともに表面粗さが増加し、ばらつきも大きくなることがわかる。8時間の研磨が終了した後にシリコンプレートの表面を赤外ナノ秒パルスレーザの照射により初期状態と同様の表面粗さになるようにリセットして（図3(c)）研磨を行うと、図3(d)に示すようにダイヤモンド基板の表面粗さは減少した。また、図3(f)に示すようにプレートの摩耗とともに減少していった研磨レートに関しても、プレートの表面粗さをリセットすることで初期の研磨レートに戻ることがわかる。これらの結果より、プラズマ援用研磨によるダイヤモンドの研磨においては、研磨プレートの表面は適度に荒れている方が研磨面の表面粗さが小さく、研磨レートは大きくなることを明らかにした。

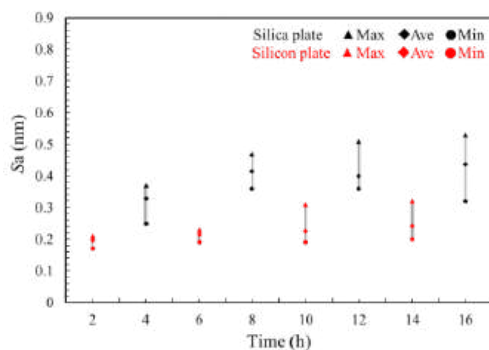


図 1 研磨プレート材質と表面粗さの相関

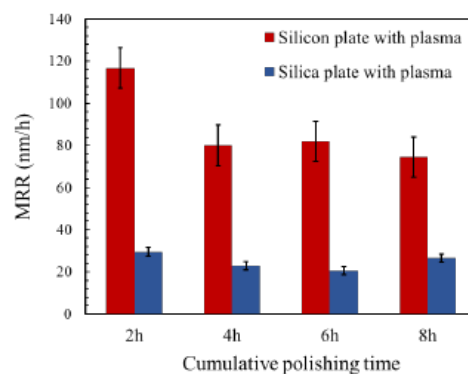


図 2 研磨プレート材質と研磨レートの相関

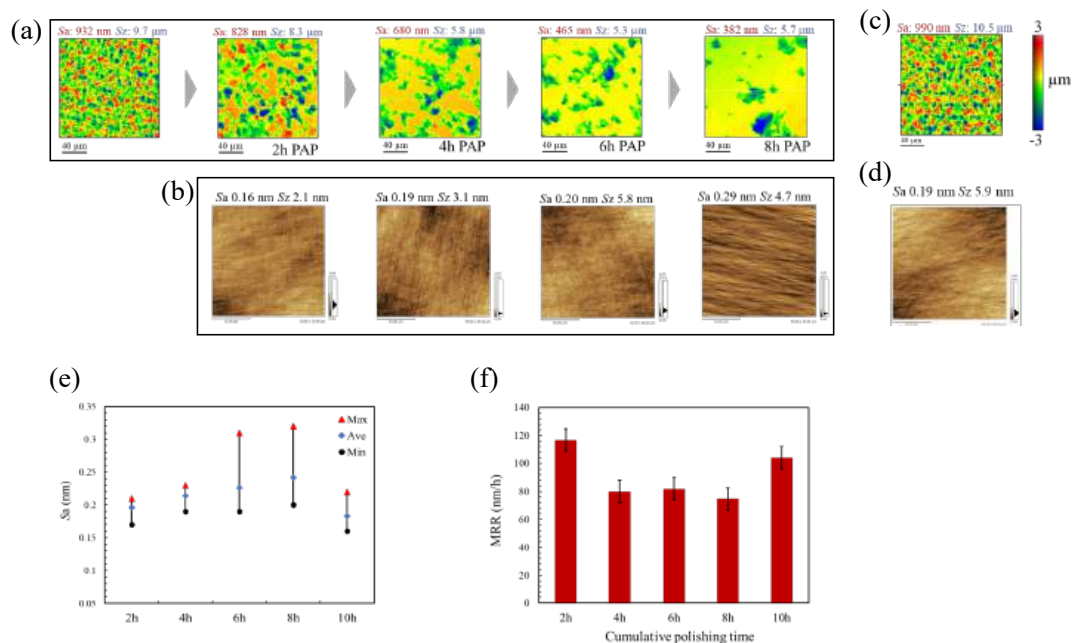


図3 シリコンプレートの表面粗さと研磨特性の相関

## 2-2 プラズマ生成条件の探索

酸素濃度依存性に関して評価した結果を図4に示す。実験条件は、研磨プレートの回転数250 rpm、PCD基板の回転数24 rpm、研磨圧力92 kPa、作動圧力6.2 torr、投入電力150Wである。酸素濃度が増加すると研磨レートは増加し、正の相関があることがわかる。しかしながら発光分光測定により計測した酸素原子からの発光強度 ( $\lambda=777\text{nm}$ ) は酸素濃度が増加すると減少する。このとき、放射温度計で計測した石英ガラス製の研磨プレートの表面温度は上昇していることから、本条件における研磨レートは表面反応律速である可能性が示唆された。

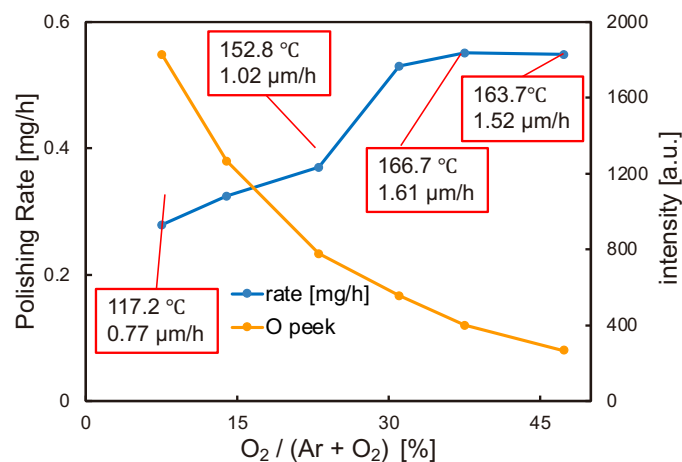


図4 研磨レート、酸素原子発光強度、研磨プレート表面温度と酸素濃度の相関

図5に作動圧力依存性を示す。実験条件は研磨プレートの回転数250 rpm、PCD基板の回転数24 rpm、研磨圧力92 kPa、Ar流量100 sccm、O<sub>2</sub>流量80 sccm、投入電力100 Wは固定とし、作動圧力を2.2, 6.2, 10.2 torrと変化させた。作動圧力の増加とともに研磨レート、酸素原子からの発光強度、研磨プレートの表面温度が増加することがわかった。

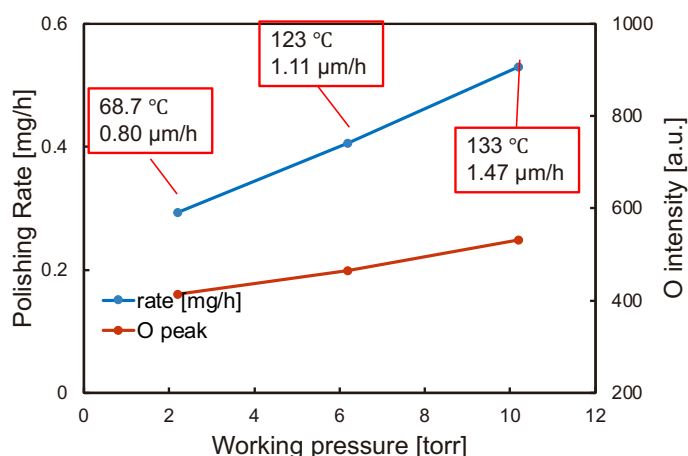


図5 研磨レート、酸素原子発光強度、研磨プレート表面温度と作動圧力の相関

図6に投入電力依存性を示す。実験条件は研磨プレートの回転数250 rpm、PCD基板の回転数24 rpm、研磨圧力92 kPa、Ar流量100 sccm、O<sub>2</sub>流量80 sccm、作動圧力6.3 torrは固定とし、投入電力を100, 150, 200 Wと変化させた。投入電力の増加とともに研磨レート、酸素原子からの発光強度、研磨プレートの表面温度が増加することがわかった。

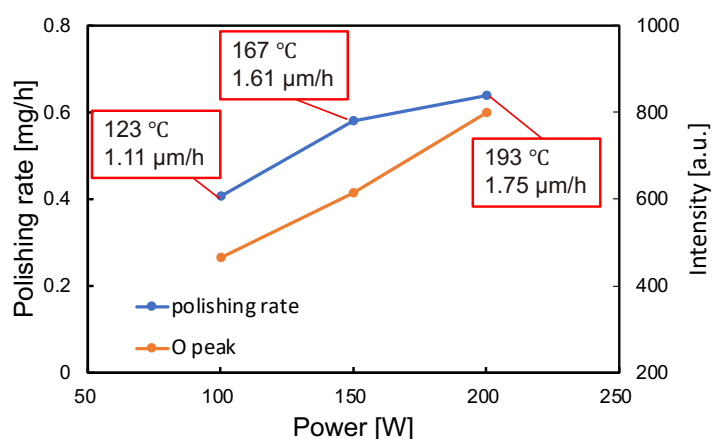


図6 研磨レート、酸素原子発光強度、研磨プレート表面温度と投入電力の相関

これらの結果より、酸素濃度、作動圧力、投入電力と研磨レートの間には正の相関があることがわかり、特に研磨プレートの表面温度がダイヤモンドの除去現象に対して大きな影響を与えることが示唆された。今後、プラズマ援用研磨の除去メカニズムの解明において、温度の寄与を明らかにしたい。

### 2-3 レーザ照射によるPCD基板の前処理法（表面平坦化）の開発

CVD法によって製造された初期状態のPCD基板には100  $\mu\text{m}$ 以上の大きなうねりが存在することもあり、直接PAPを適用すると長時間の加工時間を要してしまう。レーザトリミングをPAPの前処理に導入することでPCD基板の平坦化・平滑化に要するプロセス時間の短縮を図る。本研究では波長1064 nm のナノ秒レーザを用いてPCD基板のレーザトリミングを行い、基板断面のうねりの除去および、基板の表面モフォロジーについて評価を行った。

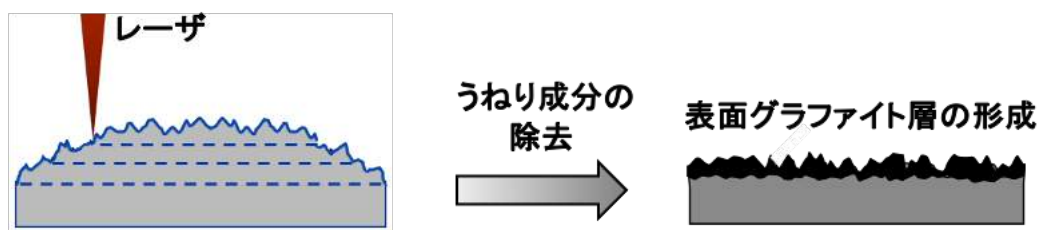


図7 レーザトリミングの概念図

レーザトリミングの概念図を図7に示す。本実験で用いたPCD基板（10 mm × 10 mm）はSi基板上にMP-CVD法により成膜後、Si基板を除去した基板である。レーザトリミングプロセスの概要は以下の通りである。まず走査型白色干渉計（SWLI: Scanning White Light Interferometer）を用いてPCD基板表面の3次元形状を測定し、MATLABで3Dモデルを作成する。3Dモデルを高さ方向に等間隔にスライスすることで等高線を作成し、等高線の層ごとにレーザで除去することで平坦化を図る。なお、実験にあたってPCD基板表面に厚さ60 nmのAu膜をスパッタ装置で成膜した。室温におけるダイヤモンドのバンドギャップが5.47 eVであるため光子エネルギーが1.17 eVである波長1064 nmのレーザ光は吸収されずに透過する。Au膜を成膜することで、Au膜がIRレーザ光を吸収し、エネルギーを熱としてPCD基板に伝達することによりPCDのグラファイト化と熱的なアブレーション加工が行われる。一旦グラファイト層が形成されると、グラファイト層がAu膜と同様にレーザ光の吸収と熱の伝達の役割を担う。

図8に本実験で用いたレーザトリミングシステムの概要を示す。本実験の加工条件は、レーザの繰り返し周波数は40 kHz、走査速度は800 mm/s、出力は2 W、エネルギー密度は800

J/cm<sup>2</sup>とし、送りピッチは 10  $\mu$ m、3Dモデルの高さ方向の等高線間隔は0.9  $\mu$ mとした。なおIRレーザの焦点は基板表面になるように調整し、焦点におけるスポット径は15.8  $\mu$ mであった。レーザトリミング後、SWLIと走査型電子顕微鏡 (SEM) によって基板表面を評価した。

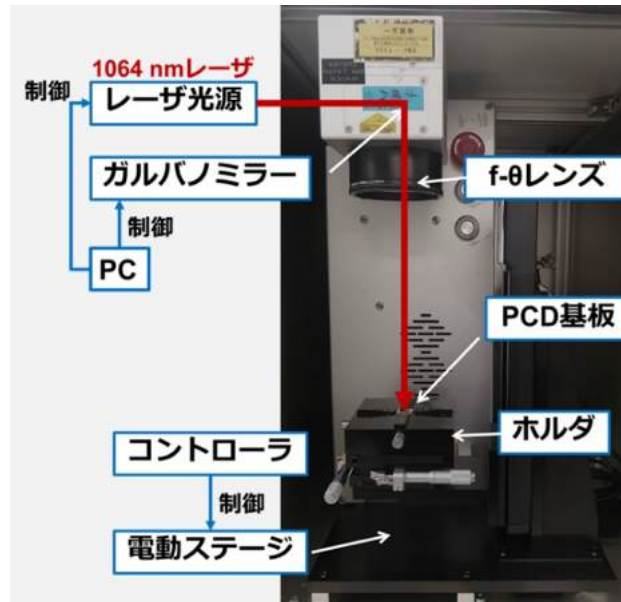


図8 レーザトリミングシステムの概要]

図9にレーザトリミング前後の基板の断面曲線を示す。断面曲線における高周波成分の粗さはPAP時に高い研磨圧力が作用するので容易に除去できる。したがって、研磨時間に大きな影響を及ぼす低周波のうねり成分に着目するため、測定データに波長300  $\mu$ mのlow pass filterを適用した。図9に示すように、初期状態における断面A-Bの p-v値は148.0  $\mu$ mであったが、1回目のレーザトリミング (11分47秒) によって断面A-Bのp-v値は68.0  $\mu$ mに低減した。さらに2回目のレーザトリミング (5分31秒) により、断面A-Bのp-v値は52.9  $\mu$ mまで低減した。図10にレーザトリミング前後のPCD基板のSEM像を、図11にSWLI像を示す。レーザが照射された箇所はグラファイトに相転移しており、図10(a)、(b)のSEM像を比較すると、ファセットで構成されたPCDの鋭い結晶粒はグラファイト化に伴って丸みを帯びたことが確認された。高硬度のPCD結晶粒が軟質で丸みを帯びたグラファイトに相転移したことで、PAP時に容易に除去が可能となる。



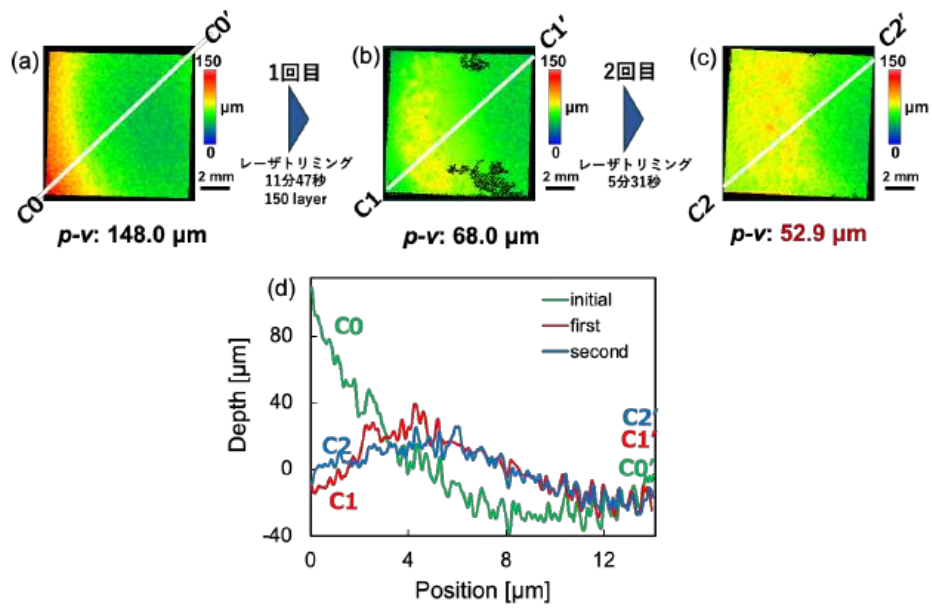


図9 レーザトリミング前後のPCD基板全面のSWLI像。(a) 初期状態、(b) レーザトリミング（1回目）、(c) レーザトリミング（2回目）、(d) レーザトリミング前後の基板の断面曲線の変化

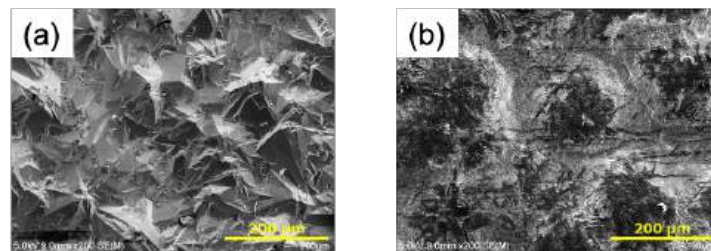


図10 レーザトリミング前後のPCD基板のSEM観察像、(a) 初期状態、(b) レーザトリミング後グラファイト化部

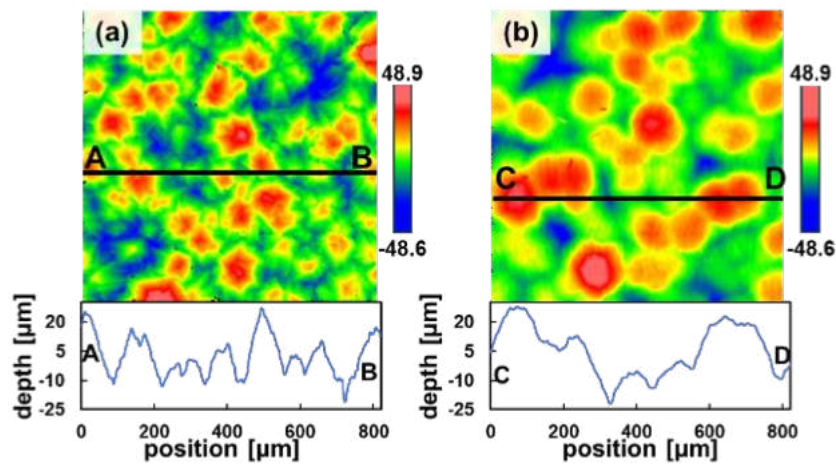


図11 レーザトリミング前後のPCD基板のSWLI像、(a) 初期状態、(b) レーザトリミング後のグラファイト化部

図12にプラズマ援用研磨のみ、およびレーザトリミングとプラズマ援用研磨を複合してPCD基板を研磨した場合における研磨特性を比較した結果を示す。プラズマ援用研磨のみの場合は基板周辺部の凸部の領域から徐々に研磨が進行するのに対し、レーザトリミングにより平坦化を行なった場合には全面において研磨が進行し、Sa 0.02  $\mu\text{m}$ の表面粗さを達成する時間を40 hから19 hまで大幅に短縮できた。

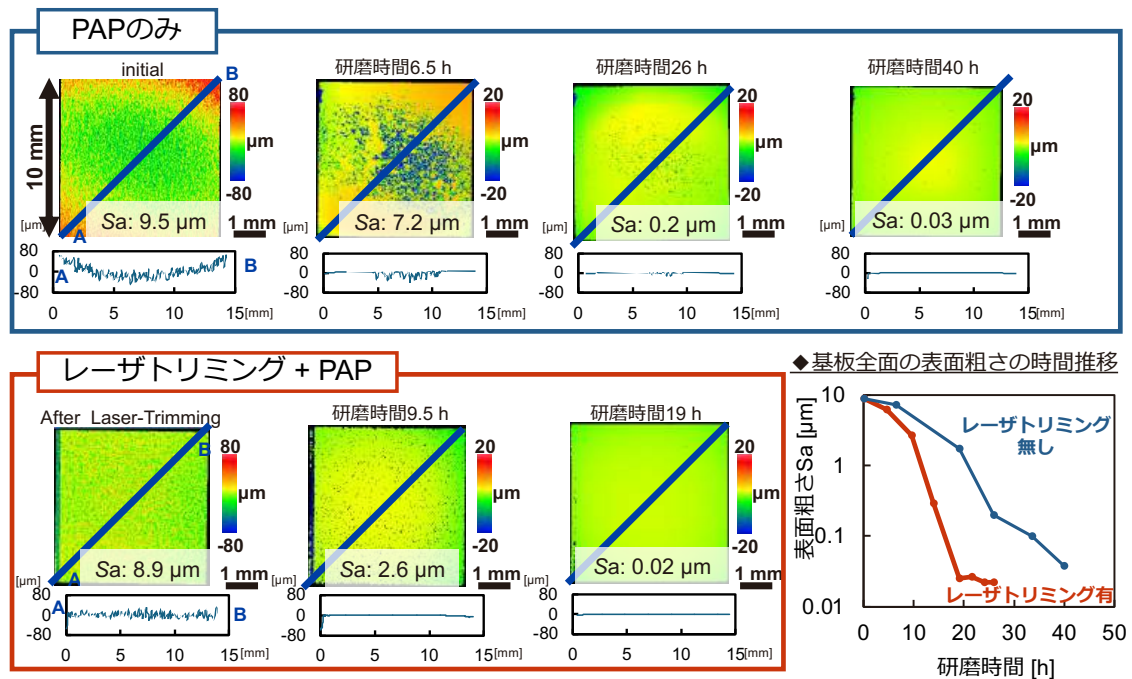


図12 レーザトリミング適用の効果

#### 2-4 PCD基板のプラズマ援用研磨における最適加工パラメータの探索

単結晶ダイヤモンド基板の(100)面に対してシリコンプレートおよび石英ガラスプレートを用いてプラズマ援用研磨を行った際の、ダイヤモンド基板の研磨レートおよび表面粗さの研磨圧力依存性を評価した。

図13に研磨レート（MRR）の研磨圧力依存性を示す。両研磨プレートともに研磨圧力の増加とともにMRRは増加し、シリコンプレートを用いた方が石英ガラスプレートよりも3～4倍研磨レートが大きくなることがわかった。

図14、15にSWLIで測定したダイヤモンド基板の表面粗さの研磨圧力依存性を示す。両研磨プレートともに研磨圧力が増加すると表面粗さは増加し、筋状の構造が形成されることがわかる。この表面構造を二次元のFFTにより解析すると研磨圧力が50kPa以外の条件では90°ごとにスペクトル強度が大きくなり、研磨現象の異方性が生じることがわかった。プラ

ズマを照射しない条件で研磨した場合には50 kPaの研磨圧力条件でも研磨面には異方性が現れていることがわかる。筋状の構造と平行な方向は(100)面の<100>方向であり、この方向は機械的な研磨においては易研磨方向であることが先行研究によりわかっている。酸素プラズマの照射を援用した場合には、ダイヤモンド基板の表面に吸着した酸素ラジカルが表面第1層と2層目間のバックボンドの結合力を低下させる等の化学的な作用が働くと推測される。以上より、化学的な作用の割合が大きい場合には方向依存性の無い等方的な研磨が進行するために良好な表面粗さが得られるが、研磨圧力が増加して機械的な作用の割合が大きくなると異方的な研磨が進行するために表面粗さが悪化すると考えられる。

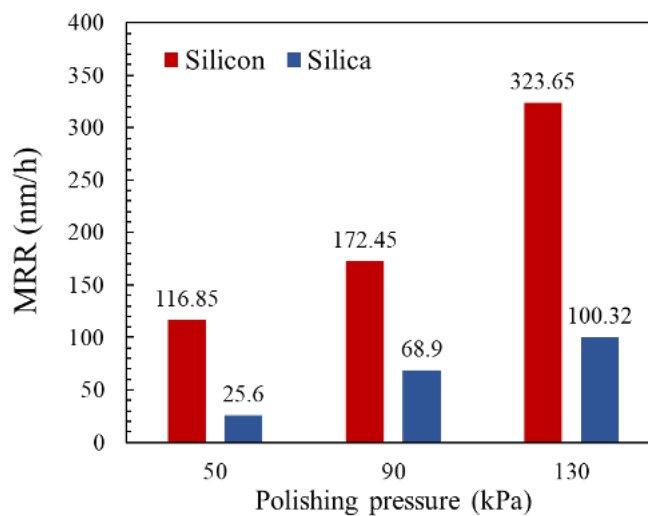


図13 研磨レートの研磨圧力依存性

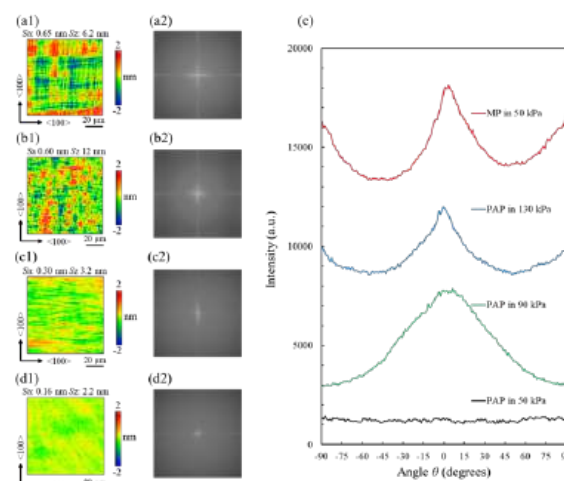


図14 シリコンプレートを用いた場合の表面粗さの研磨圧力依存性、(a1) SWLI像、(a2) 2D FFTイメージ MP 50 kPa, (b1) (b2) PAP 130 kPa, (c1)(c2) PAP 90 kPa, (d1)(d2) PAP 50 kPa. (e) 2D FFTスペクトル強度の角度依存性

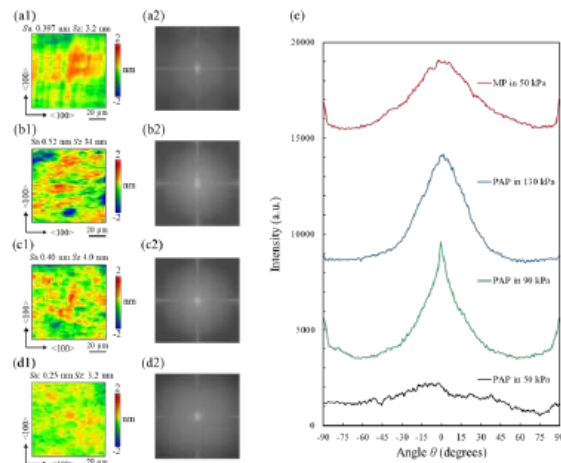


図15 石英ガラスプレートを用いた場合の表面粗さの研磨圧力依存性、(a1) SWLI像、(a2) 2D FFTイメージ MP 50 kPa、(b1) (b2) PAP 130 kPa、(c1)(c2) PAP 90 kPa、(d1)(d2) PAP 50 kPa. (e) 2D FFTスペクトル強度の角度依存性

次にPCD基板に対してもプラズマ援用研磨における研磨圧力と表面粗さの相関を評価した。図16に研磨圧力と表面粗さの相関を示す。これより、単結晶基板と同様に研磨圧力の増減に対応して研磨面の表面粗さも増減することがわかり、表面粗さを低減するためには研磨圧力を低減して機械的な作用を小さくする必要がある。

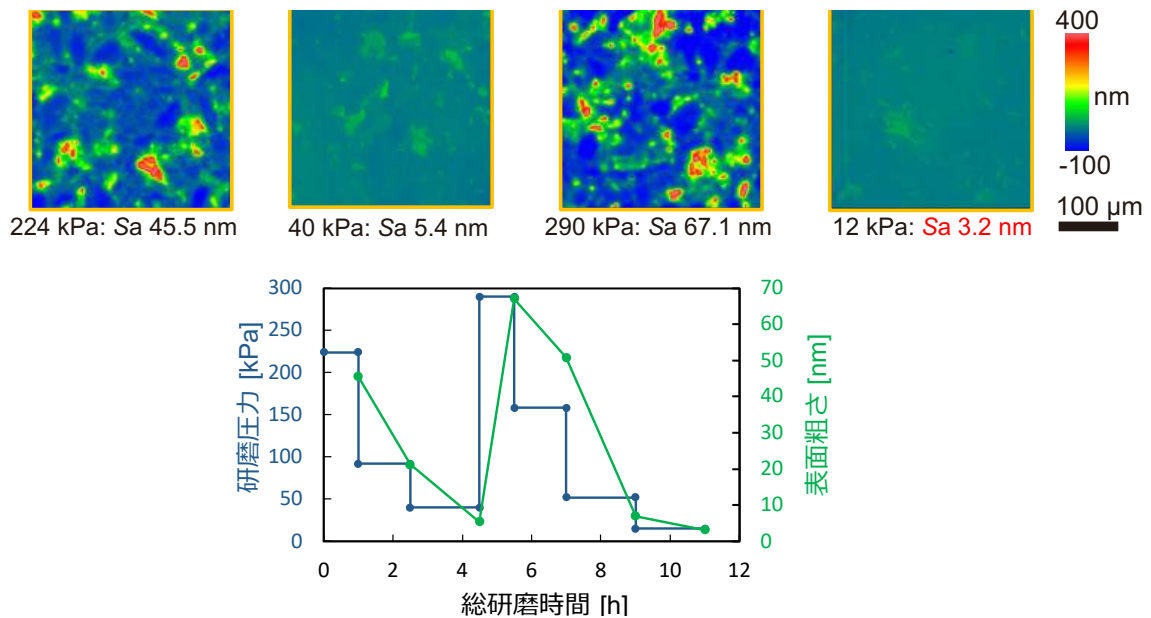


図16 PCDのプラズマ援用研磨における研磨圧力と表面粗さの相関

## 2-5 PCD基板とGaN基板の異種材料接合による放熱特性の評価

接合用のPCD基板にはメーカーによってCMP加工が施され、鏡面仕上げされた2インチサイズの基板を用いた。PCD基板のプラズマ援用研磨前の表面状態を観察した結果を図17に示す。まず、SEM観察によって、結晶の粒径は3~10  $\mu\text{m}$ 、異なる結晶粒の間に、面方位の違いによるコントラストが観察された。また、EBSD (Electron Backscatter Diffraction) とSWLI (Scanning White Light Interferometry) を用いて同点観察を行い、表面モフォロジーと結晶の面方位の相関関係を明らかにした。CMP加工後の表面では、Sa粗さは1~2 nm (84  $\times$  84  $\mu\text{m}$ )で、面方位が(100)を持つ結晶粒が表面から突出していることがわかる。図16(d)に示す断面プロファイルより、(100)面と(110)面の結晶における粒界段差は約20 nmである。本基板に対して、PAP加工を行った。

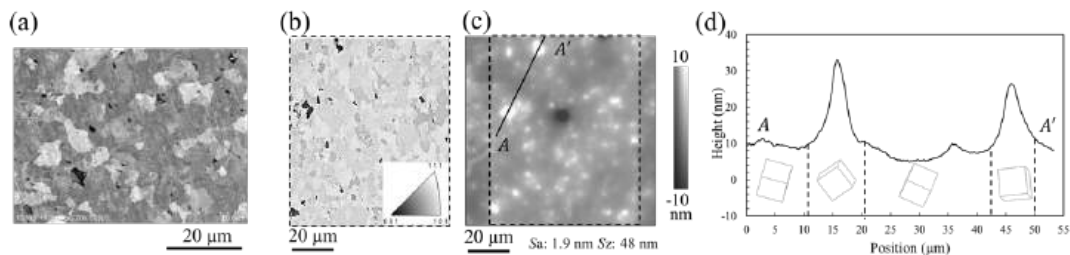


図 17 CMP 加工後における PCD 表面の(a) SEM 像、(b)EBSD 像、(c)SWLI 像、(d)断面プロファイル

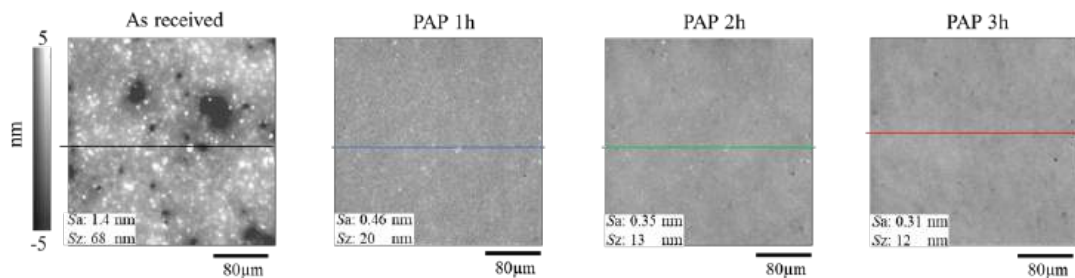


図 18 PCD 表面の SWLI 像 (a)CMP 加工後、(b)1h、(c)2h、(d)3h PAP 加工後

図18にPAP加工の1時間毎に同じ領域に対して表面モフォロジーの変化を観察した結果を示す。PAPによって粒界段差は減少し、表面粗さも徐々に改善されたことがわかる。図19に3時間のPAPを行った後の表面の断面プロファイルと粗さを示すが、面方位の違いに起因する粒界段差は消失し、表面粗さはSa 0.3 nmまで低減した。PAPでは、プラズマによって活性酸素ラジカルを生成し、研磨プレートとダイヤモンドの摩擦界面に酸素ラジカルが導入されることで活発な化学反応が生じ、化学的な結合の形成を促進する。その後、研磨プレートとの摺動によって、せん断応力によりC-C結合が切断され、ダイヤモンド表面からC



原子が除去されると考える。材料の除去は機械的な作用による結晶の塑性変形に依存しないために、異なる面方位の結晶に対しても等方的な材料除去を実現できると考える。

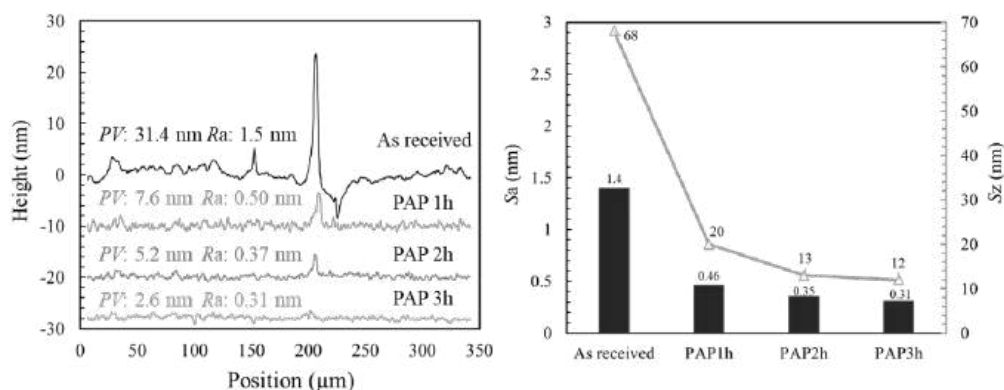


図 19 PCD 表面の(a)断面プロファイルの変化、(b)表面粗さの変化

図20にPAPを行った2インチPCD基板の3次元SWLI像を示す。PAP前には研磨レートの面方位依存性に起因する多数の凸状構造物が見られたが、PAP後には凸状構造は消失し、広領域にわたって粒界段差が無く、常温接合が可能なSa 0.3 nmオーダの超平滑面が得られた。今年度は計画していたPCD基板とGaN基板の接合界面における放熱特性評価の実施には至らなかったが、引き続き検討する予定である。

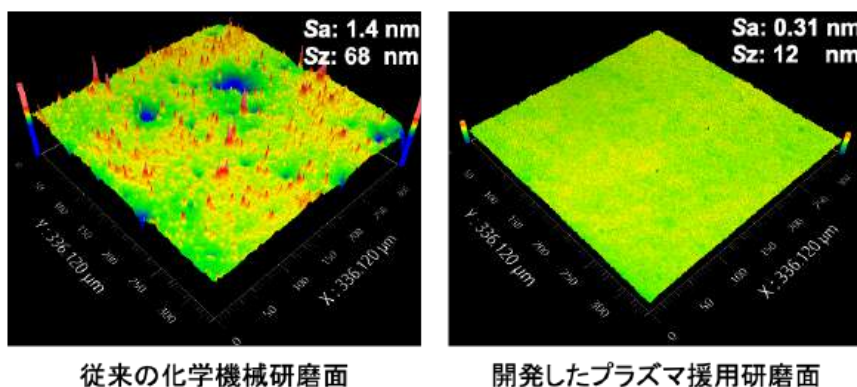


図20 PAP前後におけるPCD表面のSWLI像

### 3 今後予想される効果

#### 項目2-1 プラズマ援用研磨専用研磨プレートの開発

- 研磨レートの向上、表面粗さの低減

#### 項目2-2 プラズマ生成条件の探索

- 研磨レートの向上、表面粗さの低減

項目2-3 レーザ照射によるPCD基板の前処理法（表面グラファイト化）の開発

- トータル研磨時間の短縮

項目2-4 PCD基板のプラズマ援用研磨における最適加工パラメータの探索

- 研磨レートの向上、表面粗さの低減

項目2-5 PCD基板とGaN基板の異種材料接合による放熱特性の評価

- パワーデバイスの放熱特性の向上によるデバイス性能の向上、省電力化の実現