

# SiC单晶片 CMP超精密加工技术现状与趋势

肖强<sup>1,2</sup> 李言<sup>1</sup> 李淑娟<sup>1</sup>

(1 西安理工大学机械与精密仪器工程学院,西安 710048)

(2 西安工业大学机电工程学院,西安 710032)

**文 摘** 综述了半导体材料 SiC 抛光技术的发展,介绍了 SiC 单晶片 CMP 技术的研究现状,分析了 CMP 的原理和工艺参数对抛光的影响,指出了 SiC 单晶片 CMP 急待解决的技术和理论问题,并对其发展方向进行了展望。

**关键词** SiC 单晶片,化学机械抛光,粗糙度,抛光效率

## Situation and Development Trends of CMP for SiC Monocrystal Slice

Xiao Qiang<sup>1,2</sup> Li Yan<sup>1</sup> Li Shujuan<sup>1</sup>

(1 School of Mechanical and Precision Instrument Engineering, Xi'an University of Technology, Xi'an 710048)

(2 School of Mechanical and Electronic Engineering, Xi'an Technological University, Xi'an 710032)

**Abstract** The development of CMP technology for SiC single crystal is described. The progress and problems of CMP for SiC single crystal are reviewed in the paper, the theory of CMP for SiC single crystal and the influence of technical parameters are discussed, then the future prospect of CMP is outlined.

**Key words** SiC mono-crystal, CMP, Roughness, Polishing efficiency

### 0 引言

SiC 单晶片是继第一代半导体材料 (Ge 和 Si)、第二代半导体材料 (GaAs, InP 等) 之后发展起来的第三代半导体材料,具有大的禁带宽度、高饱和电子漂移速度、高击穿电场强度、高热导率、低介电常数和抗辐射能力强等优良的特性,在高温、高频率、大功率、抗辐射、不挥发存储器件及短波长光电子器件和光电集成等应用场合是理想的半导体材料之一,特别是在极端条件和恶劣环境下应用, SiC 器件的特性远远超过了 Si 器件和 GaAs 器件<sup>[1]</sup>。SiC 单晶片的应用要求晶片表面超光滑、无缺陷、无损伤, SiC 的加工质量和精度直接影响器件的性能。SiC 单晶的硬度是刚玉的 1.8 倍,石英的 3 倍,仅小于金刚石。SiC 单晶的压缩强度高于其弯曲强度,材料表现为较大的硬脆性。在单晶的加工过程中, SiC 的莫氏硬度为 9.2,仅次于金刚石,所以晶体的切割、研抛难度极大,大直

径、高质量的单晶生长技术和高精度、高效率、低成本的晶体基片加工技术是 SiC 单晶衬底材料制备技术的关键和发展方向<sup>[2]</sup>。

本文综述了半导体材料 SiC 抛光技术的发展,介绍了 SiC 单晶片 CMP 技术的研究现状,并对其发展方向进行了展望。

### 1 SiC 单晶片超精密加工发展现状

超精密加工的主要手段是超精密抛光。超光滑表面是指表面粗糙度均方根值小于 1 nm 的表面,具有表面无任何损伤、变质,亚表面无破坏,无表面应力的特征。目前已开发了一系列的无加工变质层、无表面损伤的超精密加工方法。它们包括化学机械抛光 (CMP)、电化学抛光 (ECMP)、催化剂辅助抛光 (CACMP) 或催化剂辅助刻蚀和摩擦化学抛光 (TCP),又称为无磨料抛光。

ECMP<sup>[3]</sup>是基于电化学氧化和氧化层抛光去除

收稿日期: 2009 - 09 - 04

基金项目: 陕西省重点实验室建设基金项目资助 (09JS099)

作者简介: 肖强, 1976 年出生, 副教授, 博士研究生, 主要从事精密与超精密加工。E-mail: jeff\_1976@163.com

两个原理相结合。通过控制抛光时的电流密度实现对晶片表面的氧化速率控制,进而限制抛光速率。但这种方法会受到晶片掺杂浓度的制约,不能用于低掺杂和杂质浓度分别均匀性不佳的晶片。

CACP,又称为催化剂辅助刻蚀<sup>[4-6]</sup>,在晶片抛光时使用催化剂加快化学去除的作用。

TCP是当 SiC 晶体材料在一定的溶液环境中与某种硬度的材料产生摩擦时,会激发 SiC 的分解。使用这种机理的抛光方法,被称为摩擦化学抛光又称为无磨料抛光,Zhize 等人<sup>[7]</sup>用 TCP 方法对 SiC 单晶片抛光,抛光效率为 0.2~0.4 μm/h,2 cm ×2 cm 的 SiC 单晶片样品的表面粗糙度为 3 nm。为了应用于器件制造和外延生长,对于单晶材料最终的表面质量有严格的要求,即晶片表面的均方根粗糙度达到纳米以下。实际中,只有使用 CMP 加工的最终表面能够达到这一目标。尽管被认为是进行硅片平坦化、获得超光滑无损伤表面的最有效方法,但它的材料去除机理、过程变量对硅片表面材料去除速率和非均匀性的影响等方面的许多问题还没有完全研究清楚,特别是对于不同半导体材料的反应机理还需进一步研究。

20 世纪 90 年代以来, SiC 单晶 CMP 超精密加工及器件的研制受到美、日、俄、西欧等国家的极大关注,成为研究热点。法国的 NOVCSiC 公司通过 CMP 加工工艺获得了均方根粗糙度 (RMS) 为 0.15 nm 的 6H - SiC 和 4H - SiC 的 (0001) 晶向和偏角的 Si 面。抛光片的双晶 X 射线衍射摇摆曲线的半高宽 (FWHM) 为 20~25 arcsec。美国 Cree 公司是目前能提供用于 LED 的高质量 SiC 衬底的少数厂家之一<sup>[8]</sup>。山东大学晶体材料国家重点实验室已获得表面粗糙度在 1 nm 以下的 6H - SiC 单晶晶片。陈秀芳等人使用胶体 SiO<sub>2</sub> 抛光液对 6H - SiC 单晶片抛光,获得 2 μm ×2 μm 区域 0.1 nm 的粗糙度<sup>[9]</sup>。

## 2 SiC 单晶片的 CMP 加工

### 2.1 CMP 技术原理

CMP 的原理是粘在抛光机上盘的加工表面与抛光机下盘浸有抛光液的多孔抛光布吸附的抛光液中的氧化剂、催化剂等物质在设定温度下反应(温度由反应放出热、冷却水、摩擦热等因素决定),上下盘高速反向运转,抛光液连续流动,加工表面的反应物被不断的剥离,新抛光液补充进来,反应产物随抛光液带走,新裸露的被加工表面又被氧化,产物再被剥离下来而循环反复。CMP 既有化学作用又有机械作用,CMP 实际上是磨粒磨损下的电化学腐蚀过程<sup>[10-12]</sup>。CMP 示意图见图 1。

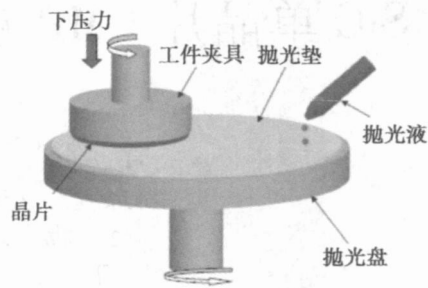


图 1 CMP 示意图

Fig 1 Schematic of CMP process

### 2.2 SiC 单晶片 CMP 磨削材料去除速率

经 C. L. Neslen 等<sup>[13]</sup>试验研究,在 CMP 中抛光液温度、抛光液 pH 值、抛光压力、抛光垫旋转速率对 SiC 单晶片材料去除速率的影响,不同的温度和抛光液 pH 值对材料的去除速率没有显著的影响,最大的影响是旋转速率和抛光压力。抛光温度主要是通过改变抛光垫组织的动态剪切参数来影响材料去除速率的。而更高的抛光液 pH 值并不必然导致材料去除速率的提高,它主要依赖于抛光液的类型。增加抛光压力能显著提高去除速率,但过高的压力会损坏抛光垫,从而增加抛光成本。抛光垫的速率与抛光速率之间有着密切关系<sup>[14-18]</sup>。山东大学陈秀芳等人对其进行了研究,因为 CMP 实现的是纳米级的抛光,所以其抛光速率较慢。为去除研磨所造成的加工变质层单纯的 CMP 会耗费大量的时间。为了提高效率,可采用不同的抛光布和不同的抛光液配比,逐层去除研磨阶段的损伤层。具体的抛光过程分为粗抛和精抛,在合适的压力和磨盘转速下,粗抛的材料去除速率为 0.5~1.5 μm/h,用显微镜观察表面只有零星的“小坑”,用台阶仪测粗糙度在 7 nm 左右;精抛的材料去除速率可达 0.1~0.5 μm/h,用显微镜观察表面非常光亮,无划痕和麻点等抛光缺陷,台阶仪测粗糙度 <5 nm<sup>[19]</sup>。

### 2.3 SiC 单晶片 CMP 磨削表面质量

目前经过 CMP 抛光后的 SiC 单晶片表面粗糙度小于 0.5 nm。经研究发现虽然 SiC 的化学惰性高,稳定性好,但是 SiC 晶体 Si 面表面是一层 Si 的悬键,抛光过程中,晶体与抛光液的摩擦界面上的机械能一部分转化为热能,使界面真实接触部位处于高温高压状态,处于这种状态的界面是不稳定的, SiC 表面的一层原子很容易渗透到抛光液中,并与其中的碱反应生成溶于水的盐:  $\text{Si} + 2\text{NaOH} + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{Na}_2\text{SiO}_3 + 2\text{H}_2$ ,如果将反应生成物控制在晶体表层极小的深

http://www.yhclgy.com 宇航材料工艺 2010 年 第 1 期

度内,因加工尺度很小,抛光液中的软质磨粒就可以在不伤及 SiC 母体的情况下使其脱落,可以获得一般机械加工达不到的超精密表面,同时又露出新鲜的表面,这就是一边反应生成易于去除的局部软质异物,一边进行加工的 CMP 法<sup>[20]</sup>。有研究表明<sup>[21]</sup>,采用质软抛光布,控制晶片上的压力在 20~60 kPa,选择 20~40 的抛光温度,对 SiC 晶片进行纳米级精抛光。当抛光布为 Nitta Haas Suba 800、抛光转速为 80 r/min,抛光压力为 500 kPa,抛光机器为 Engis Japan, EJ-380 N,抛光液组成为 40% SO<sub>2</sub> 胶体、强氧化剂 10 g/L、pH = 7.4,精抛条件合适的时候,其表面粗糙度可以达到 0.3 nm<sup>[22]</sup>。

图 2 为 O. Eryu 等人对 6H-SiC 单晶片 CMP 后的表面质量图。试验中抛光压力为 60~100 kPa,抛光垫选择 POVOL KOGYO KT 型抛光垫,抛光液选用粒径为 0.05 μm、浓度为 20% 的 SO<sub>2</sub> 溶液<sup>[23]</sup>。

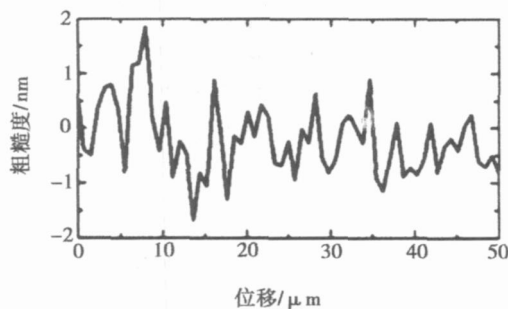


图 2 CMP 后 SiC 单晶片表面粗糙度  
Fig 2 Roughness of SiC surface after CMP

## 2.4 CMP 影响因素分析

### 2.4.1 抛光液

抛光液是影响 CMP 的决定性因素。它影响 CMP 的化学过程和机械作用过程,还影响最终的加工表面质量。抛光液由水、抛光粉和一些添加剂(表面活性剂、稳定剂、分散剂)等组成<sup>[5]</sup>,适合的抛光液能达到化学作用和机械作用的最佳效果,抛光效率高、质量好,而且要求流动性好、不易沉淀或结块、悬浮性能好且无毒。抛光液的化学作用在晶片的 CMP 过程中起着重要作用。抛光液的组成及 pH 值、抛光粉粒径及浓度、抛光液流速及流动途径等对工件表面粗糙度和材料去除速率都有影响。抛光液所以选择 pH 值为 7~11 是因为 6H-SiC 分(000-1) C 面和(0001) Si 面,对 C 面的抛光是选择酸性抛光液,而对 Si 面应选择碱性抛光液。6H-SiC 的化学性质非常稳定,但在抛光过程中,晶片表面与抛光液中的磨料之间剧烈摩擦,其接触的瞬间温度非常高,表面同抛光液中碱液反应,形成软质层,抛光液中的强氧化剂在抛光过

http://www.yhclgy.com 宇航材料工艺 2010年 第1期

程中起到催化作用,它可以使晶片表面形成较软的氧化层,这层软质在抛光的过程中很容易被抛光布去除。试验表明选用 pH 值为 7~11、SO<sub>2</sub> 质量分数为 2%~60% 的抛光液,当抛光液中 SO<sub>2</sub> 胶体小于 2% 时,抛光的去除速率变得比较慢,表面也容易出现划伤;但当抛光液浓度为一定值时,其抛光速率不再改变;在其他抛光条件不变的情况下,浓度在 60% 和 20% 时,其速率几乎相等。在配置抛光液浓度时,要从抛光速率和抛光液成本考虑选择合适的抛光液浓度,粒径为 5.1 μm 的 SO<sub>2</sub> 胶体抛光液,并加入适量强氧化剂。

### 2.4.2 磨粒

磨粒的大小及其分布、浓度和种类对材料的去除都将产生重要的影响。磨粒的直径越大,单个磨粒的机械能越高,但是一定浓度下,磨粒尺寸的增加降低了磨粒的个数。Luo 等的研究表明磨粒大小的分布对材料去除有重要影响。磨粒浓度越大,材料去除速率越高,但是过高的浓度又降低了材料去除速率。SO<sub>2</sub> 是芯片抛光常用的磨料,Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 和 SiO<sub>2</sub> 用于金属抛光,此外,也可以使用 CeO<sub>2</sub> 等。不同磨料的硬度不同,对材料去除也将产生一定的影响。

### 2.4.3 抛光垫

首先,加工区域的抛光粉主要借助抛光垫的支撑作用,贮藏抛光液,对晶体表面产生作用力,实现材料去除;传输压力到样品表面,使压力均匀分布。因此,抛光垫在流场作用下的变形和抛光垫局部的显微硬度都会直接影响抛光粉对晶体表面的作用力,从而影响抛光效率和晶体表面材料去除的均匀性,其中抛光垫力学性质,如硬度、弹性等对抛光垫的变形产生重要影响。其次,抛光垫是抛光反应产物流出加工区域、新的抛光液进入加工区域的重要渠道,因此抛光垫的组织特性,如表面粗糙度、微空形状、孔隙率、沟槽形状分布等表面因素对抛光液在加工区域的流量及其分布等有重要影响。从而影响抛光液效率和表面材料去除的均匀性。

### 2.4.4 抛光参数

CMP 抛光过程参数,如抛光压力和抛光垫转速等对材料去除速率和抛光表面质量有显著影响。材料去除速率随着抛光压力和抛光垫转速的增大而增加,抛光表面质量随压力增大而变差,抛光压力和抛光垫转速越大,工件和抛光垫之间的摩擦力就越大,抛光温度越高,抛光过程中,抛光液对工件的腐蚀效果越明显,材料去除速率越大。因此,适当的选择抛光垫转速和抛光压力可以提高工件表面质量,CMP

是一个复杂的化学机械过程,它与被抛光材料、抛光液、抛光垫以及抛光工艺参数等均有关,它们之间存在复杂的相互作用。目前,抛光要素之间的相互影响、相互作用及其与抛光性能的关系研究还有待加强,这对于实现这些因素的相互最佳配合,以达到满意的 CMP 效果,以及探索确切的 CMP 机理至关重要。

## 2.5 SiC 单晶片 CMP 抛光存在的问题

目前,如人们对诸如抛光参数(如压力、转速、温度等)对平面度的影响、抛光垫—浆料—片子之间的相互作用、浆料化学性质(如组成、pH 值、粒径等)对各种参数的影响等比较基础的基础机理了解甚少,因而定量确定最佳 CMP 工艺,系统地研究 CMP 工艺过程参数,建立完善的 CMP 理论模型,满足各种超大型集成电路生产对 CMP 工艺的不同要求,是研究 CMP 技术的重大课题。

### 2.5.1 CMP 加工材料去除机理

国内对 SiC 单晶片研究很少,未能形成体系。包括纳米磨损的基本机理和纳米固体颗粒的作用规律等一系列科学问题,以及抛光液、抛光垫、工件三者之间的物理化学作用、微观流体力学、接触力学作用、化学腐蚀和氧化作用、润滑作用和机械作用的平衡关系等。CMP 加工中工件和抛光垫间所处的润滑状态与材料去除关系密切,并且如考虑到抛光工艺参数如压力、转速和抛光液的黏度、流动性等变化时对液膜厚度的影响,情况将更为复杂,这都有待于进一步的研究。

### 2.5.2 CMP 工艺方面的问题

在 CMP 加工中,由于目前加工控制还处于半经验状态,难以维持稳定的、一次性通过的生产运转,因而开发实用的在线检测工具是必须的;另外抛后片子表面残留浆料的清除是 CMP 后清洗工艺的主要课题,在实际生产中,片子表面残留物超标也是造成成品率下降的主要因素之一<sup>[24~25]</sup>。

## 2.6 CMP 发展趋势

(1) 研究 SiC 单晶的材料去除理论基础与模型设计, SiC 单晶片的显微结构及超光滑表面的微观形貌特征;研究 SiC 单晶片超光滑表面的形成机理与原子级材料去除机理,建立 CMP 的理论模型。

(2) CMP 的发展主要是抛光浆的研究,相应的 CMP 浆料及机理还有待进一步研究,应从溶胶型  $\text{SiO}_2$  和其他新的磨料粒子;可溶性有机碱的络合和缓冲特性,如何避免碱金属粒子的玷污,如何保持抛光浆液的稳定性等方面进行研究。

(3) 采用软质抛光垫,同时采用软质微细抛光粉(纳米级),甚至比工件还要软的磨料,结合化学作用促进表面的界面化学反应,提高抛光速率和表面质量,实现材料的原子级去除且不损伤材料本体表面,获得表面变质层和表面粗糙度极小的优质表面。

(4) 探讨超声波辅助 CMP,综合各种加工方法的优点,互相取长补短。降低制造成本,提高加工效率,减小变质层厚度,提高材料表面质量。

## 3 结束语

随着第三代半导体的不断发展,基于 SiC 衬底的光学部件和电子产品要求也在不断地提高, SiC 衬底抛光变得越来越重要。抛光片作为外延的最佳衬底,也随之成为研究热点,未来 SiC 会向大尺寸、更低缺陷水平方向发展。十余年来,作为唯一的可以达到全局平面化的表面精加工技术, CMP 技术的应用取得了迅速发展。但由于 CMP 产生背景的特殊性及 CMP 加工影响因素的复杂性,其理论研究相对欠缺,限制了 CMP 加工精度的进一步提高,所以必须研究确切的 CMP 机理。同时,针对现有 CMP 技术中存在的加工划痕等难题,需要进一步探索 SiC 单晶片的 CMP 超精抛光技术。

### 参考文献

- 1 王世忠等. SiC 单晶的性质、生长及应用. 无机材料学报, 1999; 14(4): 527 ~ 534
- 2 Kato T, Wada K, Hozome E et al High throughput SiC wafer polishing with good surface morphology Materials Science Forum, 2007; (556/557): 753 ~ 756
- 3 Canhua L, Ishwarab B, Rongjun W. Electro-Chemical mechanical polishing of silicon carbide Journal of Electronic Materials, 2004; 33(5): 481 ~ 486
- 4 Hideyuki H, Yasuhisa S Novel abrasive-free planarization of 4H - SiC (0001) using catalyst Journal of Electronic Materials, 2004; 35(8): 11 ~ 14
- 5 Hideyuki H, Yasuhisa S Novel abrasive-free planarization of Si and SiC using Catalyst Towards Synthesis of Micro-/Nano-Systems, 2006; 10(1): 267 ~ 270
- 6 Yasuhisa Sana, Hidekazu Minura Atomic-scale flattening of SiC surfaces by Electroless chemical etching in HF solution with Pt catalyst Appl Phys Lett, 2007; 90(4): 202106 - 202109
- 7 Zhize Zhu, Viktor Murator Tribochemical polishing of silicon carbide in oxidant solution Wear, 1999; 225 ~ 229(2): 848 ~ 856
- 8 姜守振,徐现刚,李娟. 单晶生长及其晶片加工技术的进展. 半导体学报, 2007; 28(5): 810 ~ 814
- 9 Chen Xiufang, Xu Xiangang Anisotropy of chemical Mechanical polishing in silicon carbide substrates Materials Science <http://www.yhclgy.com> 宇航材料工艺 2010年 第1期

and Engineering B, 2007; 142 (1) : 28 ~ 30

10 Zhou L, Audurier V, Pirouz P. Chemo-mechanical polishing of silicon carbide. Electrochem. Soc., 1997; 144 (6) : 161 ~ 163

11 Jiang M, NO Wood, Komanduri R. On chemo-mechanical polishing (CMP) of silicon nitride ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) workmaterial with various abrasives. Wear, 1998; 220 (1) : 59 ~ 71

12 Troglob J A, Rajan K. Near surface modification of silica structure induced by chemical-mechanical polishing. J. Mater. Sci., 1994; 29 (17) : 4 554 ~ 4 558

13 Neslen C L, Mitchell W C, Hengehold R L. Effects of process parameters variations on the removal rate in chemical mechanical polishing of 4H - SiC. Journal of Electronic Materials, 2001

14 Pietsch G J, Higashi G S, Chabal Y J. Appl Phys Lett, 1994; 64: 3 115

15 Troglob J A, Rajan K, Mater J. Sci., 1994; 29: 4 554

16 Pietsch G J, Chabal Y J, Higashi G S. J. Appl Phys, 1995; 78: 1 650

17 Tseng W T, Wang Y L. J. Electrochem. Soc., 1997; 144: L15

18 Tseng W T, Chinn J H, Kang L C. J. Electrochem. Soc., 1999; 146: 1 952

19 李娟, 陈秀芳, 马德营等. SiC单晶片的超精密加工. 功能材料, 2006; 37 (1) : 71 ~ 72

20 Kenji K, Kazutoshi H. Polishing composition and polishing method: United States, 20070021040 A1. 2006 - 01 - 25

21 Gold S, Thesis Ph D. Chemical effects during silicon dioxide chemical planarization. Arizona State University, 2002

22 李响, 杨洪星, 于妍等. SiC化学机械抛光技术的研究进展. 半导体技术, 2000; 33 (6) : 470 ~ 472

23 Eryu O, Abe K, Takemoto N. Nanostructure formation of SiC using ion implantation and CMP. Nucl Instr and Meth in Phys Res, 2006; B 242 : 237 ~ 239

24 雷红, 雒建斌, 张朝辉. 化学机械抛光技术的研究进展. 上海大学学报 (自然科学版), 2003; 9 (6) : 494 ~ 500

25 Forsberg M. Effect of process parameters on material removal rate in chemical mechanical polishing of Si (10). Microelectron Eng, 2005; 77 (3 ~ 4) : 319 ~ 326

(编辑 任涛)

---

(上接第 4页)

30 Kamphaus J M, Rulke J D, Moore J S et al. A new self-healing epoxy with tungsten (VI) chloride catalyst. J. R. Soc. Interface, DOI 10. 1098/rsif. 2007. 1071

31 Wilson G O, Moore J S, White S R et al. Autonomic healing of epoxy vinyl esters via ring opening metathesis polymerization. Adv. Funct. Mater., 2008; 18: 44 ~ 52

32 Keller M W, White S R, Sottos N R. A self-healing poly (dimethyl siloxane) elastomer. Adv. Funct. Mater., 2007; 17: 2 399 ~ 2 404

33 Cho S H, Andersson H M, White S R et al. Polydimethylsiloxane-based self-healing materials. Advanced Materials,

2006; 18: 997 ~ 1 000

34 Mookhoek S D, Blaiszik B J, Fischer H R. Peripherally decorated binary microcapsules containing two liquids. Journal of Materials Chemistry, DOI 10. 1039/b810542a

35 Nancy Sottos, Soc J R, Scott White et al. Introduction: self-healing polymers and composites. Interface, 2007; (4) : 347 ~ 348

36 陈珍珍, 赵杰, 唐泽伟等. 微胶囊型自修复聚合物材料的研究进展. 化学世界, 2008; (11) : 692 ~ 696

(编辑 李洪泉)