

# Dislocation densities of CMP processed sapphire wafers for GaN epitaxy

황성원 남정환 신귀수 김근주 서남섭

전북대학교 기계공학과

## 초록

The sapphire wafers for blue light emitting devices were manufactured by the implementation of the surface machining technology based on micro-tribology. This process has been performed by grinding, lapping and polishing. The surfaces of sapphire wafers were mechanically affected by residual stress and surface default. This mechanical stress and strain can be cured by thermal annealing process. The sapphire crystalline wafers were annealed at 1100~1400°C and then characterized by double crystal X-ray diffraction. The sample showed good quality of crystalline wafer surface with full width at half maximum of 16 arcsec for the 4-hour heat-treatment at 1300°C.

*Keywords : Blue-LED sapphire wafer, surface residual stress, thermal annealing*

## 1. 서론

질화물반도체는 사파이어기판을 이용하여, 사파이어결정은 종유석처럼 성장시키는 Verneuil법으로 제조되고 있다.[1] 또한 양질의 결정 성장법에는 결정씨앗 부위를 식혀가면서 성장하는 Czochralski (CZ)법,[2] Heat exchange melting (HEM)법,[3] 수평 Bridgeman (HB)법[4] 등이 있다.

사파이어기판은 Hexa-Rhombo R3c 대칭성을 갖는 결정체로서 Fig. 1에서와 같이 c축 방향의 격자상수가 13.001Å을 갖으며, a축 방향으로는 4.765Å의 격자간 거리를 갖는다. 사파이어 면방향 (orientation plane)에는 C(0001)면, A(1120)면, R(1102)면 등이 있다. 청색광소자용 사파이어기판으로는 C면의 경우, 비교적 GaN박막의 성장이 용이하여 선호되고 있다.

본 연구에서는 GaN 계 화합물반도체 웨이퍼용으로 부가가치가 높은 사파이어기판 가공기술 개발을 위한 결정의 기계적 변형특성을 조사하기 위해 연마공정 및 기계-화학적인 폴리싱공정, 열처리공정 수행 후 X-Ray 회절분석 반치폭을 해석하여 웨이퍼의 결정특성을 확인하였다.

## 2. 연마 메카니즘

사파이어기판 가공에서 미세한 연마제나 연마액(slurry)을 사용하는 경우, 마찰, 마모의 분야에서의 마모량은 마찰하였을 때의 주행거리와 압력에 비례한다. 이러한 상대속도, 압력, 시간의 곱에 비례하는 연마의 가공량은 Preston의 법칙에 따른다.[5]

반도체 소자용 웨이퍼의 표면을 경면화하여 가공에 따른 변질층을 제거하는데는 여러 가지 단계의 공정상태가 있다. 이것은 재료 제거의 규모에 지배되어 비교적 큰 연마제나 polisher 의 철부가 연마 운동 케적에 따라 작용하여 재료 제거가 진행하면 밭의 이랑이나 회절격자 같은 요철, 케적의 교차가 있으면 각뿔이나 원추 같은 요철로 표면이 덮어진다. 요철 형성을 위한 기계적 작용은 마찰과 같이 여러 가지의 규모로 가공물 표면의 원자의 배열을 어지럽혀 가공 변질층을 형성하는 것이 된다. 요철 형성의 규모가 작게 되어 한계에 달하면 단결정 상태의 재료층에서는 원자현미경(STM)상에서 원자가 규칙적으로 배열한 상태가 나타난다. 이렇게 단결정 상태의 표면층이 되면 가공 변질층의 존재를 측정하는 것도 어렵고 이상적인 초평탄면에 가까운 연마 면이라고 할 수 있다

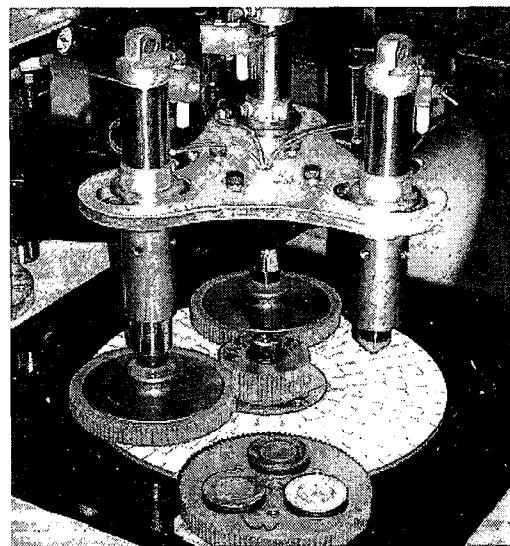
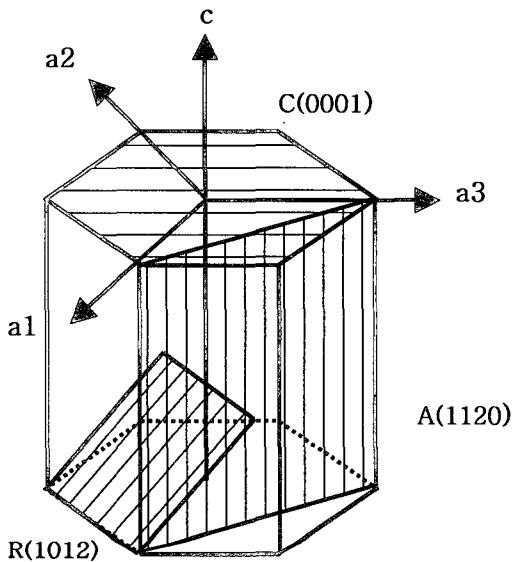


Fig.1 Crystalline orientations of sapphire crystal Fig.2 Diamond grinding process of sapphire wafer

공업적인 광학소자용으로 glass lens 등의 연마에서는 pitch polisher와 Bengala(날실은 명주, 씨줄은 무명으로 짠 줄무늬 직물)나 세리아 분말 등을 물에 분산시킨 연마제를 쓰면 고품질의 거울 면 마무리가 가능하게 되어 왔다. glass 연마면의 표면 거칠기는 5nmRy 전후가 얻어지고 이 연마조건은 해저 동축 케이블 중계기용 수정 발진자 기판이나 빛 통신용의 전기 광학소자의 제작에 적용된다.[6]

반도체웨이퍼 제작에서 이 광학 연마를 적용하는 경우, 겉보기에는 거울 면으로 마무리되고 있더라도 미세한 scratch가 etching에서 검출되는 등 반도체 포토리소그래피 공정을 통한 planar 기술에 적용하기에는 어려움이 따른다. 리소그래피 기술은 투영 노광방식으로 수행되고 있어 빛의 파장과 렌즈의 개구수에 관계하게 된다. 해상도를 높이기 위해 파장을 작게 하고 개구수를 크게 하면 따라서 초점심도도 얇아지게 되고 웨이퍼 표면의 요철이 초점을 벗어나게 됨으로써 한계에 이르게 된다.[7]

이러한 배경에서 반도체 웨이퍼의 평탄화 기술의 중요성이 인식되었고 기계화학적인 연마 (chemical and mechanical polishing: CMP) 방식이 도입되었다. CMP mechanism은 원리적으로 평

탄화 가공을 위한 것으로 디바이스 제조 웨이퍼의 철부를 우선적으로 제거하는 것이다. 패턴의 철부와 요부의 두 가지가 같은 속도로 식각되는 등방성의 습식 화학 etching 공정과는 다르게 CMP는 본질적으로 비등방성의 공정이다.

초정밀 평탄한 왜곡면이 없는 표면을 얻기 위한 공정으로는 연삭(grinding)과 절단(slicing), 연마(lapping)와 광택(polishing) 공정이 수행된다. 성장된 단결정의 형상은 제조법에 따라 다르기 때문에, 사파이어기판의 가공공정은 결정성장법에 따라 다소 차이가 있지만, 일반적인 가공공정은 다음과 같다.

우선 성장된 사파이어 인고트에 대해 단결정의 결정방위를 X선에 의하여 정밀 측정하게 된다. 사파이어기판의 면방향(orientation plane)이 C(0001)면이 되도록 원통형 인고트를 드레싱하게 된다. 외주 드레싱은 다이아몬드 숫돌로 연삭하고, 이 경우의 외경공자는  $\pm 0.25\text{mm}$  이내여야 한다. 또한 오리엔테이션 plat를 평면 연삭 정반을 사용하여 가공하게 된다.

다음에 오리엔테이션 plat의 면을 흑연 또는 유리나 세라믹의 막대에 접착하고 웨이퍼형상의 디스크로 절단하게 된다. 웨이퍼 slicing에는 다이어몬드 숫돌분말을 전착한 외주변 절단기, 내주변 절단기, 밴드톱을 사용하거나 또는 SiC 숫돌분말이나 다이어몬드 분말을 사용한 강철밴드 및 와이어톱에 의한 래핑 절단법등이 사용된다. 주로 활용되는 방법은 흑연에 부착하여 와이어톱을 이용하여 절단하는 경우이다. 절단된 웨이퍼 두께의 치수공자는  $\pm 0.13\text{mm}$ 로서 절단시의 두께는 후공정의 연마깊이 ( $0.2\sim 0.6\text{mm}$ )를 고려하여 결정하게 된다. 사파이어는 고경도이기 때문에 다이어몬드 숫돌을 사용하여도 절단능률은 타 결정재료에 비해 지극히 낮으며, 웨이퍼용 얇은 디스크는 연마공정에서 형상의 정밀도를 내는 것이 곤란하기 때문에 절단시에 평탄도 및 평행도를 확보하는 것이 중요하다.

본 연구에서는 양면 래핑된 사파이어 웨이퍼 소재를 사용하여 다음의 공정을 수행하였다.

Slicing된 사파이어기판 모재를 이용하여 표면을 경면처리하는 연마공정에는 구체적으로는 1차 및 2차 연삭공정(grinding), 1차 및 2차 연마공정(lapping), 광택공정(Chemical and mechanical polishing), 표면식각공정(surface etching)등으로 분류된다.

1차 연삭공정에서는 일정두께로 1차 가공한 후 Fig. 2에서와 같은 2차 연삭공정의 다이어몬드 정반에서 3매를 1개 지그에 장착하여 웨이퍼간 높이의 격차를 제거하는 평탄화를 수행하게 된다. 또한 1 차 lapping 공정의 동정반상에서 다이어몬드 슬러리(slurry)의  $5\mu\text{m}$  입도(5000 mesh)에서 경면화와 평탄화를 수행하며 다시 2 차 lapping 공정에서는 동정반에  $2\mu\text{m}$  입도(12000 mesh)의 슬러리로 경면화를 반복한다. 최종 CMP 공정에서는 슬러리를 사용하지 않고 실리콘겔(gel)상태의 광택제를 이용하여 폴리우레탄 정반에서 광택(polishing) 공정을 수행하게 된다.

### 3. 실험결과 및 고찰

표면연마 및 폴리싱 공정 후 수행하는 열처리(annealing) 공정은 웨이퍼를 일정시간 동안 높은 온도로 처리하는 것으로서 반도체공정에서 주로 불순물의 활성화 및 확산이나 손상된 결정격자나 비정질화된 부위의 재결정화를 위해 사용된다. 이러한 열에너지로 구동력으로 하는 열적 활성화 과정에 의해 반응이 진행되며 온도변화에 따라 반응속도가 지수적으로 변화한다.

웨이퍼 표면의 기계적인 연마로 인해 손상된 격자를 복구(curing)하기 위해서는 높은 활성화 에너지가 필요하다. 불순물의 확산에너지보다도 손상된 격자의 치유에 필요한 활성화에너지가 크

기 때문에 고온에서의 열처리가 필요하다. 열처리로(furnace)에서의 열처리는 고온을 제공하며 반도체 결정의 웨이퍼 측면에서는 응력을 최소화하기 위한 예비단계를 거치기 때문에 10분 이상의 열처리 준비시간이 필요하다. 이 시간이 실제 고온에서 손상된 층을 치유하는데 요구되는 시간보다 긴 시간이며 불필요한 확산과정이 일어나는데는 충분한 시간이다. 이러한 확산과정을 최소화하고 curing를 하기 위해서는 급속 가열방식(rapid thermal annealing)이 바람직하다.

안정적인 고온을 형성하기 위해 본 연구에서는 열처리로를 사용하였다. 열처리로의 온도특성을 확인하기 위해 1000, 1200, 1400°C에서 1시간 유지시키도록 설정하여 온도의 분포를 확인하였다. Fig. 3은 열처리로의 가열시간에 따른 온도구배 곡선으로 예열 시간이 20-30분이 소요되며 가열 후 온도하강 곡선이 지수적으로 감소하는 양상을 보인다.

Fig. 4는 사파이어 웨이퍼의 CMP 폴리싱공정을 수행한 후에 열처리온도에 따른 항복응력의 변화를 나타낸다. 사파이어 웨이퍼는 상압분위기에서 1시간동안 열처리하면 기계적인 강도가 증가하며, 1200°C의 고온에서는 2-3배의 증가된 강도를 보인다. 하지만 그 이상의 온도에서는 강도가 증가되지 않으며 열처리 시간을 증가시켜도 커다란 변화를 보이지 않았다. 기계적인 강도의 변화는 표면층의 손상된 결정격자의 재결정화에 의해서 표면의 미세 변형 부위에서의 응력 집중 현상을 완화 및 제거하게 된다.

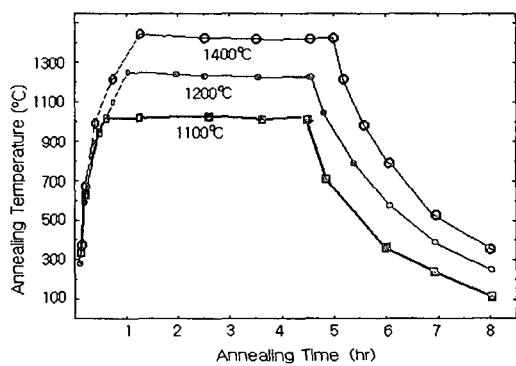


Fig. 3 Annealing temperature gradient of sapphire wafer

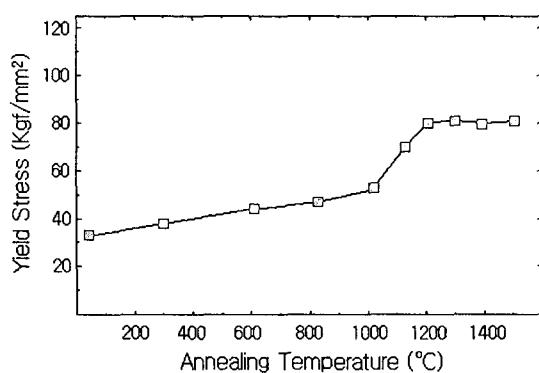


Fig. 4 Yield stresses after thermal annealing and wafer polishing processes

사파이어 웨이퍼의 표면가공으로 인해 형성된 결함의 특성을 파악하기 위해 X-선 C(0006) 회절 peak에 대한 DCXD 실험을 수행하였다. Fig. 5(a)에서 연마 및 폴리싱 공정을 수행한 후 아무런 후처리 공정 없이 세정한 표면의 시료에서의 조도에 따른 회절된 X-선 회절세기의 스펙트럼을 나타내며 반치폭 (FWHM)은 250 arcsec를 나타내었다.

폴리싱 공정을 수행한 시료에서 표면조도가 거칠어질수록 FWHM이 증가하며 200-400 arcsec의 영역을 갖는 비교적 큰 수치를 나타내며, 이는 조도가 클수록 표면의 접면적이 커지고 회절각의 산포가 증가됨을 알 수 있다. 조도에 따른 미세 결정간의 crack이나 전위(dislocation) 밀도가 매우 높음을 의미한다.

Fig. 5(b)는 폴리싱을 수행한 다음 1300°C에서 4 시간동안 열처리를 수행한 시료로 반치폭이 16 arcsec로 매우 작아짐을 알 수 있다. 사파이어 결정표면은 열처리 온도 1100~1400 °C 근처에서 재결정화에 따른 표면결정구조의 상전이(phase transition)이 일어남을 알 수 있다.[4] 열처리 공정은 polishing 공정 이후에 실행하였으며 그 이유는 열처리 이후에 polishing 을 할 경우 매번 연마에 대한 조건을 완전히 동일한 조건으로 일치시키기가 어렵기

때문이다. 열처리를 1100-1400°C 온도영역에서 수행함으로써 표면 전위밀도 및 결함이 눈에 띠게 감소함을 알 수 있다. 반치폭이 10-20 arcsec로 매우 작아짐을 알 수 있다.

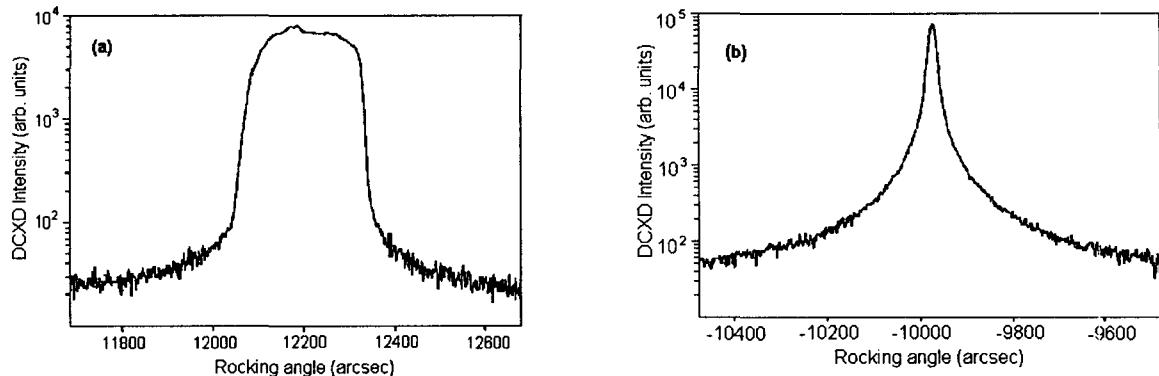


Fig. 5 DCXD spectra of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> C(0006) (a) after polishing and (b) after annealing

#### 4. 결론

청색광소자용 기판으로 사용하기 위한 사파이어 웨이퍼의 표면 연마가공공정을 slice 된 사파이어결정의 표면가공 공정을 수행하였다. 연마 및 폴리싱 공정을 수행한 웨이퍼 표면으로부터 이중결정 회절에 의한 반치폭은 200-400 arcsec 을 갖으며, 표면이 기계적인 스트레스에 의해 결정성이 손상됨을 알 수 있었다. 이러한 결정성의 손상은 결정 인고트의 절편화 또는 양면 연삭 및 연마에 따른 잔류 응력에 의한 손상으로 추정되며, 기계-화학적인 폴리싱공정을 수행한 후에 1300 °C로 4 시간 열처리할 경우, 반치폭이 16 arcsec 로 감소되어 양호한 웨이퍼의 결정특성을 보임을 확인하였다.

#### 후기

이 연구는 2002년도 전북대학교의 지원 연구비에 의하여 연구되었음.

#### 참고문헌

- [1] E. Fremy and A. Verneuil, C. r. Acad. Sci. (85), 1029 (1887)
- [2] Kh. S. Bagdasarov, "Synthesis of large single crystals of corundum", from "Ruby and sapphire" edited by. L. M. Belyaev (Nauka Pub. Moscow 1974), pp. 15-38.
- [3] M. V. Klassen-Nekiyudova, "Control of the processes of mechanical treatment of corundum using surfactant liquids", from "Ruby and sapphire" edited by L. M. Belyaev, (Nauka Pub. Moscow, 1974), pp 334-338.
- [4] 김근주, 고재천, 複緻 Bridgeman법으로 성장된 사파이어기판 가공 및 GaN 박막성장, 한국결정성장학회 (10), 350 (2000).
- [5] F. W. Preston, "The Theory and design of plate glass polishing machines", J. Soc. of Glass Tech., pp.214-256 (1927).
- [6] ABC전자(주)(안산)의 수정인고트를 성장하는 방식이 대표적인 열해리 방식임.
- [7] F. B. Kaufman *et al.*, J. Electrochem. Soc., (138), 11, 3460 (1991).