

< 기술논문 >

GaN 증착용 사파이어 웨이퍼의 표면가공에 따른 압흔 특성

신귀수* · 황성원** · 김근주†
(2004년 6월 29일 접수, 2005년 3월 2일 심사완료)

Surface Lapping Process and Vickers Indentation of Sapphire Wafer for GaN Epitaxy

Gwisu Shin, Sungwon Hwang and Keunjoo Kim

Key Words: Blue-LED Sapphire Wafer(사파이어웨이퍼), Thermal Annealing(열처리), Indentation(과
괴인성), Recrystallization(재결정), FWHM(반폭치)

Abstract

The surface lapping process on sapphire wafer was carried out for the epitaxial process of thin film growth of GaN semiconducting material. The planarization of the wafers was investigated by the introduction of the dummy wafers. The diamond lapping process causes the surface deformation of dislocation and micro-cracks. The material deformation due to the mechanical stress was analyzed by the X-ray diffraction and the Vickers indentation. The fracture toughness was increased with the increased annealing temperature indicating the recrystallization at the surface of the sapphire wafer. The sudden increase at the temperature of 1200°C was correlated with the surface phase transition of sapphire from α -Al₂O₃ to β -Al₂O₃.

1. 서론

광반도체로 사용되는 질화물반도체는 박막을 성장할 경우에 높은 열에너지를 수반하기 때문에 사파이어기판을 이용하며, 사파이어결정은 중유석처럼 성장시키는 Verneuil법으로 제조되고 있다.⁽¹⁾ 또한 양질의 결정 성장법에는 결정씨앗 부

위를 식혀가면서 성장하는 Czochralski (CZ)법,⁽²⁾ 표면 가열에 의한 열교환 방식인 Heat exchange melting (HEM)법,⁽³⁾ 대구경용 사파이어 웨이퍼를 성장하는 수평 Bridgman (HB)법⁽⁴⁾ 등이 있다.

사파이어기판은 Hexa-Rhombo R_{3c} 대칭성을 갖는 결정체로서 Fig. 1에서와 같이 c축 방향의 격자상수가 12.991 Å을 갖으며, a축 방향으로는 4.758 Å의 격자간 거리를 갖는다. 사파이어 면방향(orientation plane)에는 C(0001)면, A(1120)면, R(1012)면 등이 있다. 청색광소자용 사파이어기판으로는 C면의 경우, 비교적 GaN 박막의 성장이 용이하여 선호되고 있다.

이러한 사파이어 기판은 재료의 특성상 특별한 매카니즘을 갖으며 웨이퍼의 정밀한 광역 평탄화

* 전북전략산업기획단

** 회원, 전북지방 중소기업청

† 책임저자, 전북대학교 기계공학과

E-mail : kimk@chonbuk.ac.kr

TEL : (063)270-2317 FAX : (063)270-2315

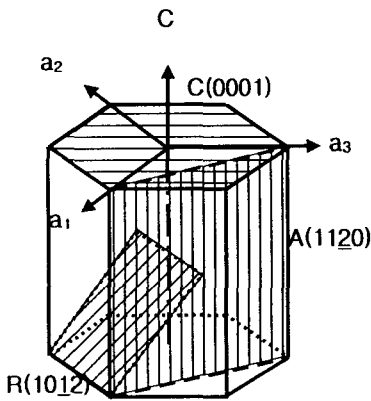


Fig. 1 Structure and plane direction of sapphire crystal

를 위해서 기계화학적인 연마(CMP : Chemical Mechanical Polishing) 기술이 널리 확산되어 사용되고,⁽⁵⁻⁷⁾ 특히 GaN계 전기소자의 특성 파악을 위해 열처리 및 품질에 미치는 영향에 관한 연구가 활발히 진행되고 있다.^(8,9) 또한 압입곡선을 분석하여 박막의 잔류응력을 평가하는 연구도 진행되고 있다.⁽¹⁰⁾

본 연구에서는 GaN계 화합물반도체 웨이퍼용으로 부가가치가 높은 사파이어기판 가공기술 개발을 위한 결정의 기계적 변형특성을 조사하기 위해 연마공정과 열처리공정 수행 후 X-Ray 회절 분석 반폭치를 해석하여 이 웨이퍼의 결정특성을 확인하였다.

2. 연마 특성

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.⁽¹¹⁾

반도체 소자용 웨이퍼의 표면을 경면화하여 가공에 따른 변질층을 제거하기 위해서는 여러 가지 단계의 공정상태가 있다. 이것은 재료 제거의 규모에 지배되어 비교적 큰 연마제나 연마기의 철부가 연마 운동 궤적에 따라 작용하여 재료 제거가 진행하면 발의 이랑이나 회절격자 같은 요

철, 궤적의 교차가 있으면 각뿔이나 원추 같은 요철로 표면이 덮여진다. 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 연마면이라고 할 수 있다.

이러한 배경에서 반도체 웨이퍼의 평탄화 기술의 중요성이 인식되었고 최근에 기계화학적인 연마(CMP) 방식이 도입되었다. CMP 메커니즘은 평탄화 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), 연마(lapping)와 폴리싱(polishing) 공정이 수행된다.

사파이어는 매우 단단하지만 취약한 재료로서 파괴강도는 비교적 높으나 파괴인성이 아주 낮고 변형이 거의 일어나지 않아 갑자기 파괴를 일으키기 때문에 파괴의 예측이 어렵다. 이러한 취약 재료에 대한 기계적 특성에 관한 연구는 주로 구조용 세라믹스를 중심으로 연구되어 왔으며 사파이어 경우에는 연구된 결과가 미흡하다. 따라서 본 연구에서는 세라믹스 파괴거동에 근거한 사파이어의 파괴강도를 측정하였다. 연마시 유발된 표면 응력을 감소시키기 위해 다양한 분위기에서 열처리 및 표면식각 공정을 통해 사파이어의 품질을 개선하였으며 각각의 공정 단계별로 비커스 강도 측정을 통해 정량화 하였다.

압입흔적은 형태에 따라 균열이 압입자국을 완전히 둘러싸고 있는 Median크랙 길이로부터 파괴인성(K_{Ic})을 얻는 Lawn에 의해 다음 식이 제안되었다.^(12,13)

$$K_{Ic} = \frac{1}{\pi^{\frac{3}{2}} \times \tan 68^\circ} \times \frac{P}{C^{\frac{3}{2}}} \\ = 0.0726 \times \frac{P}{C^{\frac{3}{2}}} \quad (1)$$

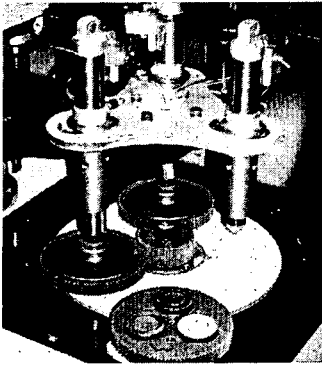


Fig. 2 Diamond fixed abrasive lapping process of sapphire wafer

여기서, P 는 압입하중, C 는 median 균열길이이다.

연마된 사파이어 웨이퍼 표면의 잔류 응력(residual stress)에 의한 표면결함(surface defect) 및 변위량을 알기 위해서 국소적인 C(0006)회절 피크점 부근에서 회절세기를 정밀 측정하기 위해 X-선 빔을 더욱 정렬시킬 필요가 있으며, X-선을 2번 결정면(Ge)에 회절시켜 빔을 정렬시킨 다음, 시료에 이중결정 X-선 회절(DCXD) 실험을 수행하였다.

3. 실험 결과 및 고찰

본 연구를 수행하기 위해 제작한 실험장비는 Fig. 2와 같이 세라믹 정반을 갖는 연마장치로 구성되어 있다. 2인치 사파이어 웨이퍼 3~9개를 1개조로 회전하는 회전지그가 3세트 장착되어 1회 가공시 9~27매를 동시에 가공할 수 있다.

세라믹 정반의 입도는 600 mesh이며 평탄도가 $\pm 5 \mu\text{m}$ 이다. 회전지그의 가장자리는 기어형태로 다이아몬드 정반의 회전기어와 맞물려 회전하며 회전지그의 중심을 공기압으로 누름으로써 접촉력을 증가시킬 수 있고 회전속도를 변속할 수 있다.

본 연구를 수행하기 위하여 광반도체용 사파이어 웨이퍼의 초평탄화 과정에서 Preston의 법칙에 따른 메커니즘을 분석하였다. 사파이어 웨이퍼 마모량은 연마정반과 웨이퍼 마찰시 주행거리와 압력에 비례한다. 이러한 웨이퍼간 마모량 및 웨

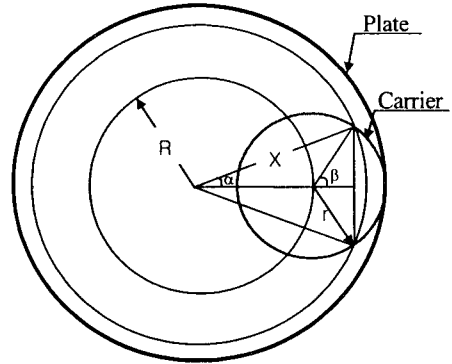


Fig. 3 Geometric diagram of fixed abrasive lapping plate and wafer carrier

이퍼내의 불균일도(WIWN)를 알기 위해 웨이퍼 연마장치를 도식화하여 연마거리를 계산하고 정반반경에 따른 이론 연마 깊이를 산출하여 사파이어 웨이퍼 내부의 불균일성을 측정하고, 연마 효율을 확보하였다.

Fig. 3과 같이 사파이어 웨이퍼를 부착한 캐리어(carrier)와 연마 정반 플레이트(plate)를 도식화하여 정반 중심과 웨이퍼 캐리어의 원주 회전에 따른 연마거리를 산출하고 이를 캐리어 직경 및 연마 깊이 그래프로 연마정반의 변형을 계산한다면 다음 식으로부터 Fig. 4와 같은 연마거리를 얻을 수 있다.

$$r \sin \beta = R \sin \alpha \tag{2}$$

$$L(X) = 2X \cos^{-1} \left(\frac{R^2 + X^2 + r^2}{2RX} \right) \tag{3}$$

이 식에서, r 은 웨이퍼 캐리어의 직경, R 은 정반플레이트중심과 웨이퍼 캐리어 중심간의 거리, X 는 정반중심으로부터 웨이퍼 캐리어 원주 상의 임의의 점까지의 거리, α 와 β 는 정반 중심과 웨이퍼 중심이 웨이퍼 원주 상의 연마궤적과 이루는 각도 그리고 $L(X)$ 는 X 에 따른 연마거리이다.

Fig. 4의 그래프 이론값은 연마 후의 정반 편평도 측정값과 일치함을 보였다. 정반의 최대 연마점에서 웨이퍼가 최소 연마된다. 연마거리가 정반 바깥쪽으로 치우쳐지며, 외곽에서는 급격한 변화가 예상된다.

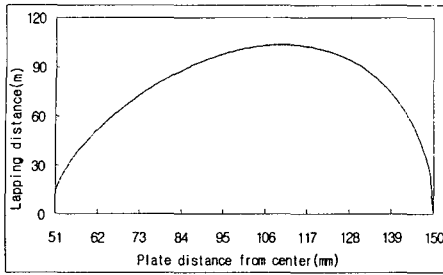
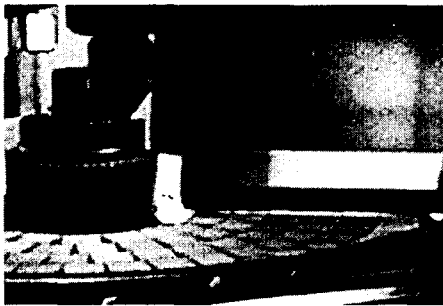
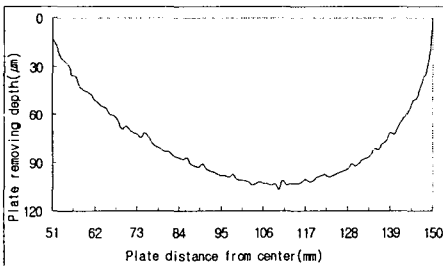


Fig. 4 Locus of lapping distance



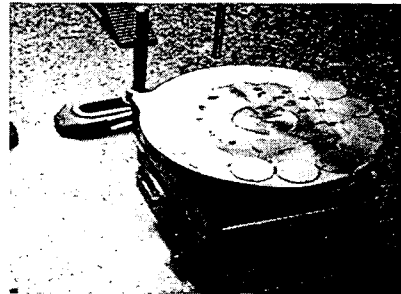
(a) The image of concaved diamond plate



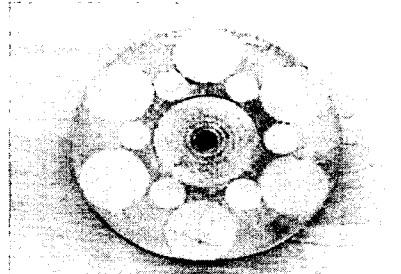
(b) The estimated depth of plate removal

Fig. 5 Deformation measurement of the lapping plate: (a) The plate image and (b) The removal depth of plate

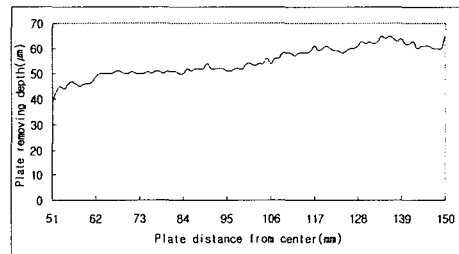
Fig. 5(a)는 사파이어 웨이퍼 연마 후 세라믹 정반의 변형 상태의 사진이며 이를 변형 측정기를 이용 측정한 그래프가 Fig. 5(b)이다. 이와 같이 연마시 캐리어의 가장자리는 중심보다 상대속도가 빨라 연마 속도가 캐리어 중심보다 빠르다. 이러한 연마 속도의 차이에 의해서 캐리어 중심이 불룩해지는 Bull's eye 효과가 나타난다. 이러한 Bull's eye 효과를 제거하기 위해 반도체소자 및 광소자 연마에 있어서는 정반의 드레싱이 필수공정으로 드레싱 공정 상태에 따라 소자의 품질에 결정적인 역할을 하고 있다.



(a) Outside arrangement



(b) Wafer and dummy wafer arrangement

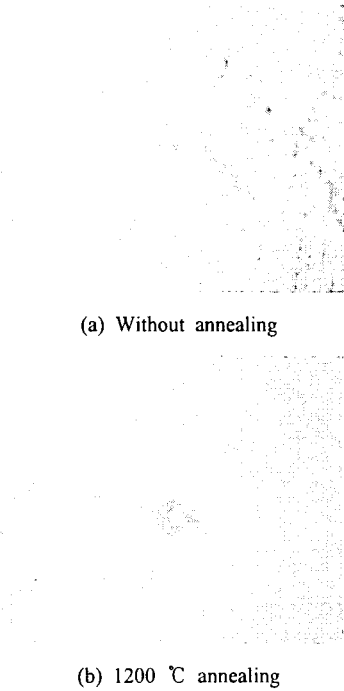


(c) Graph of deformation plate

Fig. 6 Wafer arrangements in carriers

Fig. 5와 같은 Bull's eye 효과를 제거하기 위해 캐리어에 부착된 사파이어 웨이퍼 점유면적 및 경사도는 접촉식 및 비접촉식 삼차원 측정기를 사용하여 측정하였다. 정반 중심부 마모와 상대적으로 캐리어 중심부의 불룩 현상을 확인하였다. Fig. 6(a), (b) 사진과 같이 더미웨이퍼를 활용한 결과 Fig. 6(c)와 같은 정반의 평탄화가 이루어져 사파이어 웨이퍼 가공 조건을 충족하였다.

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



(a) Without annealing

(b) 1200 °C annealing

Fig. 7 The formation of surface-cracks by Vickers indents for the annealed sapphire

사파이어의 상 전이에 의한 응력, 혹은 분극에 의해 유발되는 응력의 측정법은 인덴테이션(Indentation)법 및 X-선 회절법 등이 널리 소개되고 있다.⁽¹⁴⁻¹⁶⁾ 그 중 인덴테이션법은 시편의 모양이나 크기에 관계없이 많은 횟수의 측정이 가능하며 측정이 간단하고 신속하게 측정할 수 있다는 장점이 있다. 반면 인덴테이션 후 자발적으로 균열이 성장되어 정확한 파괴인성을 구하기 힘들며 시편 일부분의 정보밖에 얻을 수 없으며 균열이 전파하는 과정에서 기공 및 입자크기의 영향을 받기 때문에 이 방법으로 측정된 값은 절대값으로 취급하기는 어렵고 상대적인 비교치의 의미를 가지는 단점이 있다.

인덴테이션 방법은 Vickers pyramid indenter를 이용하는 것으로 잘 연마된 시편표면에 하중을 가하여 사각형의 압흔을 형성시킴으로써 그 사각형 모서리로부터 전파되어 나간 균열길이를 측정하여 파괴인성 값을 구한다.

Fig. 7은 Vickers pyramid indenter 시험기(ASASHI, AVK)로 시험한 결과로서 0.33mm 웨이퍼에 압입하중을 50N으로 10초간의 정류시간에

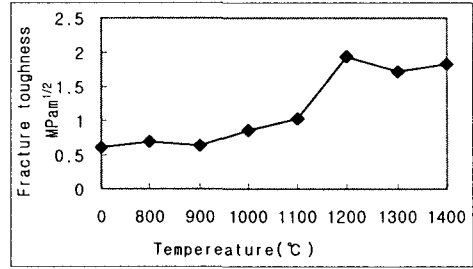


Fig. 8 Fracture toughness on temperature

의해 나타난 SEM 사진이다. 본 실험은 시편을 연마 후 증류수 100 ml에 염산을 30 ml 희석시킨 후 불산(HF)을 0.5 ml 섞은 용액에 시편을 10초 정도 담그는 화학적 에칭 후 관찰하였다. 사진에서 보는 바와 같이 압입시험에서 관찰되는 압흔과 동일하게 압흔 깊이와 모서리 방향의 전파된 균열길이가 재료의 파괴인성과 관련된다는 것을 알 수 있다. 1200°C 열처리 후 압흔 흔적이 열처리 전보다 상전이에 의한 즉, α-Al₂O₃ 구조가 열처리로 인해 β-Al₂O₃ 상으로 변환하여 기계적 강도의 증가로 압흔 깊이와 균열길이가 작음을 볼 수 있다.

Fig. 8은 사파이어 인덴테이션법으로 측정된 파괴인성의 변화를 온도별로 도시하였다. 800°C~1400°C의 온도 범위중 1200°C에서 측정된 파괴인성의 값이 가장 크게 나타나고 있다. 역시 상전이에 의한 기계적 물성이 증강하였음을 확인할 수 있다. 즉 표면 구조의 형태가 가열온도 1200도에서 1×1 α-구조에서 √31×√31 β-구조로 변환되어지면서 표면의 원자 재배열이 일어난다.⁽¹⁷⁻¹⁸⁾ 이러한 표면 원자간의 재배열은 원자간의 결합력을 증대시키며 기계적인 인성의 증가를 가져온다.

사파이어 웨이퍼의 표면가공으로 인해 형성된 결함의 특성을 파악하기 위해 X-선 C(0006) 회절 피크에 대한 DCXD 실험을 수행하였다.

Fig. 9(a)는 연마공정을 수행한 후 황산과 인산을 같은 비율로 하여 300°C 온도에서 30분간 표면식각을 수행하여 얻은 DCXD 회절곡선으로 반폭치이 200~400arcsec이다. 이러한 큰 반폭치를 감소시키기 위해 질소분위기의 전기로에서 800~1400°C 영역에서 각각 4시간 동안 열처리를 수행하였다.

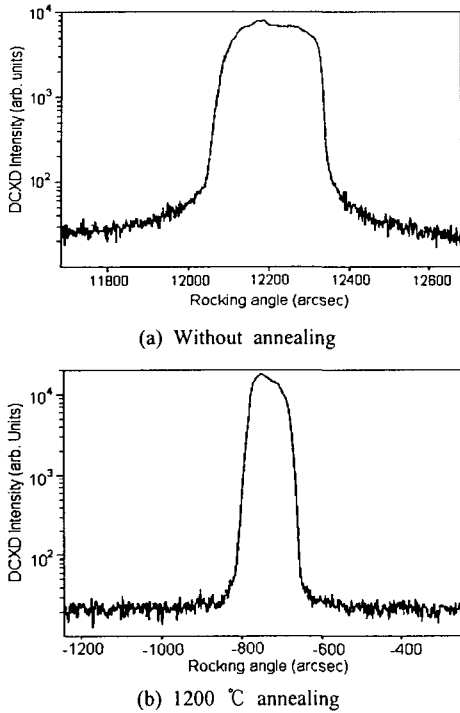


Fig. 9 DCXD spectra of Al_2O_3 C(0006) after lapping: (a) without annealing and (b) with annealing at $1200\text{ }^\circ\text{C}$

Fig. 9(b)는 연마 후 $1200\text{ }^\circ\text{C}$ 에서 4시간동안 열처리를 수행한 시료로 반폭치이 40 arcsec 로 매우 작아짐을 알 수 있다. 이는 기계적 가공에 따른 표면손상으로 인해 마이크로 크랙이 발생하였음을 의미하며 열처리 과정을 통해 줄어들음을 알 수 있다. 특히 사파이어 결정표면은 열처리 온도 $1200\text{ }^\circ\text{C}$ 근처에서 재결정화에 따른 표면결정구조의 급격한 변화를 주며 역시 연마된 표면의 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 구조가 열처리로 인해 $\beta\text{-Al}_2\text{O}_3$ 상으로 표면 상전이(phase transition)가 일어남을 의미 한다.

열처리 공정은 연마공정 이후에 실행하였으며 그 이유는 열처리 이후에 폴리싱을 할 경우 매번 연마에 대한 조건을 완전히 동일한 조건으로 일치시키기가 어렵기 때문이다.

4. 결론

청색광소자 기관용 사파이어 웨이퍼의 표면을 연마공정 및 열처리 공정에 의한 표면가공 공정

을 수행하였다. 연마 공정을 수행한 웨이퍼 표면으로부터 이중결정 회절에 의한 반폭치는 $200\sim 400\text{ arcsec}$ 을 갖으며, 표면이 기계적인 스트레스에 의해 결정성이 손상됨을 알 수 있었다. 이러한 결정성의 손상은 결정 잉곳의 절편화 또는 양면 연마 및 연마에 따른 잔류 응력에 의한 손상으로 추정되며, 연마공정을 수행한 후에 $800\sim 1400\text{ }^\circ\text{C}$ 로 4시간 열처리할 경우, 반폭치이 $40\sim 80\text{ arcsec}$ 로 감소되어 양호한 웨이퍼의 결정특성을 보임을 확인하였다. 열처리에 의해 사파이어 웨이퍼의 재결정화하면서 기계적강도가 증가하며, 약 $1200\text{ }^\circ\text{C}$ 에서 열처리 한 경우가 파괴인성이 크게 나타남을 알 수 있었다.

참고문헌

- (1) Fremy, E. and Verneuil, A. 1887, *Acad. Sci.* Vol. 85, pp. 1029.
- (2) Kh. S. Bagdasarov, 1974, "Synthesis of Large Single Crystals of Corundum," from "Ruby and Sapphire" edited by L. M. Belyaev (Nauka Pub. Moscow), pp. 15~38.
- (3) Klassen-Nekiyudova, M. V., 1974, "Control of the Processes of Mechanical Treatment of Corundum using Surfactant Liquids," from "Ruby and Sapphire" edited by L. M. Belyaev, (Nauka Pub. Moscow), pp. 334~338.
- (4) Kim, K. and Koh, J. C., 2000, "GaN Epitaxial Growths on Chemically and Mechanically Polished Sapphire Wafers Grown by Bridgeman Method," *Journal of the Korea Association of Crystal Growth*, Vol. 10, No. 5, p. 350.
- (5) Shin Gwisu, Whang Sungwon, Kim Keunjoo and Suh Namsup, 2004, "Chemo-Mechanical Polishing Process of Sapphire Wafers for GaN Semiconductor Thin Film Growth," *Trans. of the KSME A*, Vol. 28, No. 1, pp. 85~91.
- (6) Cho Sunghwan, Kim Hyoungjae, Kim Hoyoun, Seo Heondeok, Kim Kyoungjun and Jung Haedo, 2001, "Study on the Improvement of the Slurry Dispersibility in CMP," *Trans. of the KSME A*, Vol. 25, No. 10, pp. 1535~1540.
- (7) Cho Sunghwan, Kim Hyoungjae, Kim Kyoungjun

- and Jung Haedo, 2002, "The Study on the CMP of Transparent Conductive ITO Thin Film for the Organic Electro-Luminescence Display," *Trans. of the KSME A*, Vol. 26, No. 5, pp. 975~985.
- (8) Reisman, A., Berkenblit M. and Cuomo, J., 1971, "The Chemical Polishing of Sapphire and MgAl Spinel," *J. of Chan. Electrochem. Soc.*, Vol. 118, No. 10, p. 1653.
- (9) Robinson, pp. H. and Wance, R. O., 1973, "The Chemical Polishing of Sapphire and Spinel," *RCA Review*, p. 34.
- (10) Lee Yunhee, Jang Jaeil and Kwon, Dongil, 2002, "Evaluation of Thin Film Residual Stress through the Theoretical Analysis of Nano-indentation Curve," *Trans. of the KSME A*, Vol. 26, No. 7, pp. 1270~1279.
- (11) Preston, F. W., 1927, "The Theory and Design of Plate Glass Polishing Machines," *J. Soc. of Glass Tech.*, pp. 214~256.
- (12) Marshall, D. B. and Evans. A. G., 1981, "Reply to Comment on Elastic/Plastic Indentation Damage in Ceramics: The Median/Radial Crack System," *Communication of the American Ceramic Society*, C-182.
- (13) Lee Ouksu, Son Insoo, Hong Sungkyung, Park WonKu and Hwang Sunkeun, 1995, "Measurement Fracture Toughness of WC-Co Composites by Micro-Vickers Indentations Cracks," *Journal of KSPE*, Vol. 12, No. 2, pp. 5~13.
- (14) Yoon Gangjoong and Jeon Hyeontag, 1995, "The Effects of Ti Film Thickness and Si Substrate Orientations on Phase Transitions of $TiSi_2$," *Korean Journal of the Materials Research*, Vol. 5, No. 7, pp. 820~829.
- (15) Park KiTae, Lee Byungryong, Park Kyuyeol and Hong Dongpyu, 2000, "A study on the Fracture Behavior in Silicon Wafer using the Ultra-Precision Micro Positioning System," *Journal of the Korean Society of Machine Tool Engineers*, Vol. 9, No. 1, pp. 38~44.
- (16) Lee Ouksu, 1997, "Residual Stress Interference by Two Micro-Vickers Indentations," *KSME International Journal*, Vol. 11, No. 4, pp. 379~385.
- (17) Chang, Chuan C., 1968, "LEED Studies of the (0001) Face of α -Alumina," *Journal of Applied Physics*, Vol. 39, No. 11, pp. 5570~5573.
- (18) French, T. M. and Somorjai, G. A., 1970, "Composition and Surface Structure of the (0001) Face of α -Alumina by Low-Energy Electron Diffraction," *The Journal of Physical Chemistry*, Vol. 74, No. 12, pp. 2489~2491.