

## パルスレーザー照射により生ずる Si 中ボイド近傍の性状

[研究代表者] 岩田博之 (総合技術研究所, 工学部電気学科)

[共同研究者] 河口大祐 (浜松ホトニクス, 名古屋大未来材料・システム研)

[共同研究者] 坂 公恭 (総合技術研究所)

### 研究成果の概要

透過性パルスレーザーを用いたステルスダイシング (SD) 法によって形成される Si ウェハ内部の損傷を電子顕微鏡で解析した。レーザー誘起損傷領域は焦点部を先頭としてレーザー入射方向に伸びた円柱状領域内に、ボイド、Si の高圧相、グライドセット転位、微小亀裂とこれらを縦に貫くチムニー状の組織からなる。観察されたボイドには 2 タイプあり、周囲に高圧相が生成しているものと全くないものがある。

ステルスダイシングにより Si 中に導入された欠陥はボイド、微小亀裂、グライドセット転位とこのうち、ボイドの多くはその周辺に結晶欠陥や歪をほとんど伴わず、ボイドの内部に存在していたはずの Si は行方不明である。これらの Si 原子は①結晶内に格子間原子(I)として分散している、②結晶表面に到達し消滅する、③内部に発生した微小亀裂の表面に到着し消滅するのいずれかである。①の場合には試料を加熱すれば I は転位ループとして析出するはずである。しかし、そのような I の析出はないことが確認された。③の微小亀裂はボイドに連結していないので除外できる。Si 原子の唯一の行き先は②の結晶表面と考えるのが自然である。

本研究では Si ウェハにレーザーを照射し、レーザー入射面と出射面を SEM で観察し、レーザー入射面および出射面で亀裂がボイド周辺で止められていること、また TEM 観察からバンドコンターがボイド周辺で折れ曲がりがなく、ボイドを囲む Si にひずみがないことを示している。これらの観察結果をもとにボイド形成、亀裂発生の機構について報告する

**研究分野:** 透過型電子顕微鏡, レーザプロセッシング

**キーワード:** TEM, STEM, ステルスダイシング, ボイド, 転位

### 1. 研究開始当初の背景

ステルスダイシング (SD) 法ではウェハ内部にレーザーを集光させるため、ウェハ表層部に損傷を与えることなしに、ウェハ内部にのみ損傷を誘起させることができる。すなわち、ウェハ内部に集光した透過性のパルスレーザーを水平方向にスキャンすることによりウェハ内部に何らかの応力集中点の列を形成する。その後、ウェハにレーザー走査線と垂直な方向に引張応力(通常はレーザー入射面を上にし、x 軸に関する曲げモーメント)を加えることにより、応力集中点を起点として亀裂がウェハ上下に

進展し、ウェハを割断することができる。亀裂の起点となる応力集中部の損傷組織に関しては、1) 多結晶 Si およびボイドの形成、2) 非晶質 Si の形成が提唱されている。また、最近 Verburg らは、改質部の TEM 観察を行い、ラマン分析の結果と併せ、3) 転位等の格子欠陥と非晶質 Si および Si の高圧相である Si-III/Si-XII が形成されることを示した。この観察結果に基づき、非晶質 Si および Si の高圧相はダイヤモンド Si より高密度であることから、これによる体積差がボイドの生因であると結論された。

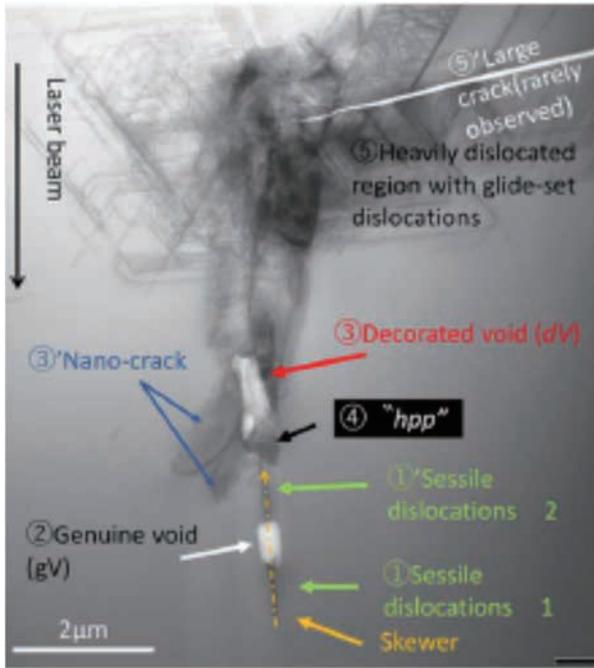


Fig. 1 HV-BF-STEM で捕らえた厚膜内のレーザー誘起欠陥の全体像

しかし、TEM を用いて詳細に結晶欠陥の解析を進める中、本研究報告第 19 号に報告したように高圧層の体積はごく僅かであり、形成メカニズムに多くの矛盾および疑問があることがわかった。

## 2. 研究の目的

これら矛盾の解消を図るため、本研究はレーザー照射による Si の改質の様子を詳細に解析するため、電子顕微鏡を用いた詳細な組織観察を行った。ここでは特にボイド形成、亀裂発生の機構においてレーザー入射面および出射面で亀裂がボイド周辺で止められていること、またボイド周辺の歪について述べる事とする。

## 3. 実験方法

用いたレーザーの波長は近赤外域 1342nm、パルス幅 90ns、エネルギー 3.3  $\mu$ J、焦点深さは 38  $\mu$ m。厚さ 0.6mm の Si (001) ウェハの上部から<100>方向にレーザー照射した。

改質層が TEM 薄膜内に収まるようにレーザー照射方向

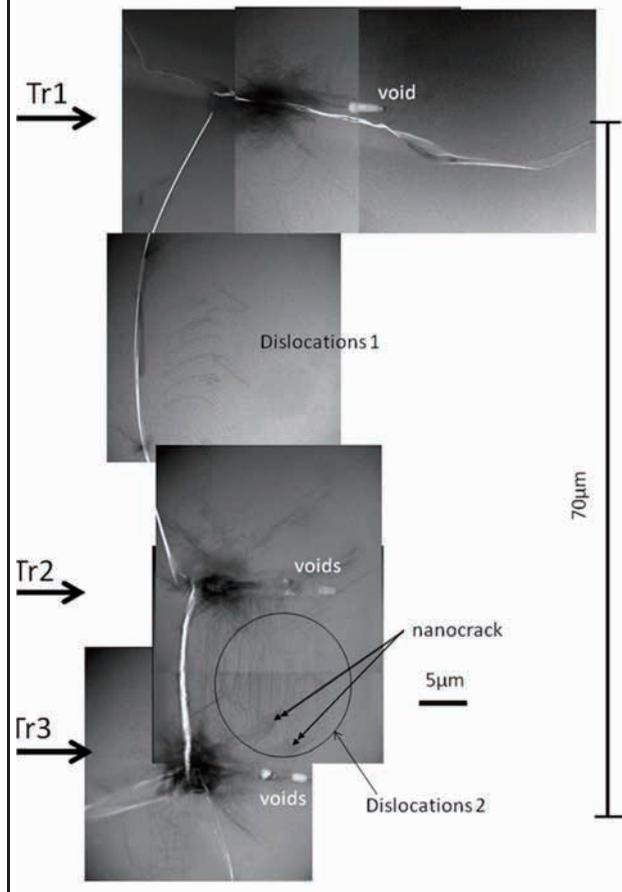


Fig. 2 複数の高密度転位領域を起点に発生しているクラックとその近傍のボイド

が膜面に平行になるような TEM サンプルを作製した。

切断前の改質層近傍をまるごと 1  $\mu$ m 超える極厚の TEM 試料内に留まるよう試料作製した。高い電子線透過力を持つ明視野走査透過モード (BF-STEM) を利用し微細構造を調べた。用いた装置は超高圧 (1000KV) TEM (JEM-1000KRS) および普及型 STEM (JEM-2100Plus) である。

## 4. 研究成果

レーザー誘起損傷領域は Si の熱吸収係数の温度依存性により焦点よりも表面側に高温領域が形成される [1] ことから、レーザーの集光焦点部を最深の頂点としてレーザー入射方向に広がる円錐状に改質層が形成される。

深い順にボイド、微小な高圧層 [2] が付着したボイド、グライドセット転位の集合体が観察された (Fig. 1)。

SD 法では、レーザ照射後にウェハ表面に引張応力が加わるように曲げモーメントを加えている。TEM 観察からボイドが割断に導くクラックの起点とはなっていない。転位集合域であるテール部は激しく塑性変形しており多数の転位が導入されている。テール部での塑性変形に伴い発生したクラックが割断を導く起点となっている。TEM 観察から隣接の転位集中部をつなぐようにクラックが存在を確認した。一方ボイドの近傍ではボイドを避けるようにクラックが存在する様子が観察された。

ダイヤモンド Si と Si の高压相の密度はそれぞれ  $2.34 \times 10^3 \text{kg/m}^3$  および  $2.55 \times 10^3 \text{kg/m}^3$  であり、その差は 8.2% である。SEM 観察によるボイドの直径は  $0.6 \sim 0.8 \mu\text{m}$  に達する。この寸法のボイドを形成するためには、ボイドの周辺に相当広い領域の非晶質相あるいは高压相が形成されるはずである。しかし、非晶質相および高压相の体積は小さい。

ステルスダッシングにより Si 中に導入された欠陥はボイド、微小亀裂、グライドセット転位とこれらを縦に貫くチムニー状の組織からなっている[1]-[3]。このうち、ボイドの多くはその周辺に結晶欠陥や歪をほとんど伴っていない。つまり、ボイドの内部に存在していたはずの Si は行方不明である。これらの Si 原子は①結晶内に格子間原子(I) として分散している、②結晶表面に到達し消滅する、③内部に発生した微小亀裂の表面に到着し消滅する、のいずれかである。①の場合には試料を加熱すれば I は転位ループとして析出するはずである。しかし、そのような I の析出は起きないことが確認されている。③の微小亀裂はボイドに連結していないので除外できる。Si 原子の唯一の行方は②の結晶表面である。レーザ入射面と出射面を SEM で観察した。レーザの焦点が深い箇所では亀裂が発生しているが、浅い箇所では亀裂は発生していなかった。一方、出射面では亀裂はボイド周辺で止められている。Fig. 3 はボイドの TEM 写真であるがバンドコンターはボイド周辺で折れ曲がりがなく、ボイドを囲む Si にひずみがないことを示している。

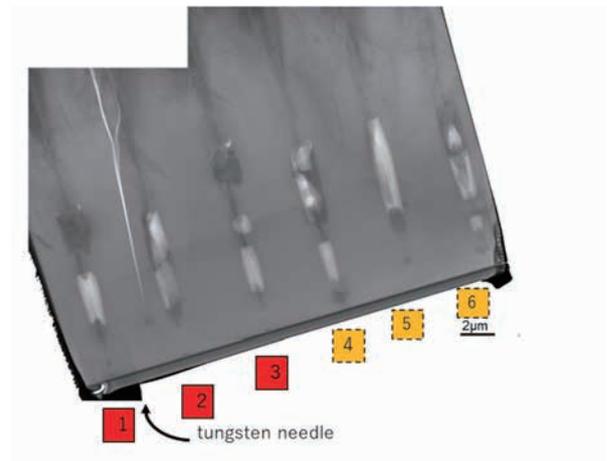


Fig. 3 出射面の直前を焦点とした複数のボイド近傍の TEM 像

#### 参考文献

- [1] Hiroyuki Iwata, Daisuke Kawaguchi and Hiroyasu Saka, Electron microscopy of voids in Si formed by permeable pulse laser irradiation, *Microscopy*,66(2017)328-336.
- [2] Hiroyuki Iwata, Daisuke Kawaguchi and Hiroyasu Saka, Crystal structures of high-pressure phases formed in Si by laser irradiation, *Microscopy*,67(2018)30-36.
- [3] Hiroyasu Saka, Hiroyuki Iwata and Daisuke Kawaguchi, Thermal stability of laser-induced modified volumes in Si as studied by in situ and ex situ heating experiments, *Microscopy*,67(2018)112-120.
- [4] Daisuke Kawaguchi, Hiroyuki Iwata and Hiroyasu Saka:Whereabouts of missing atoms in a laser-injected Si: Part 1, *Philosophical Magazine*, 99 (2019)1849 – 1865.