

学術論文

単結晶シリコンの吸収係数温度依存性測定

福世文嗣* 大村悦二** 福満憲志* 森田英毅*

Measurement of Temperature Dependences of Absorption Coefficient of Single Crystal Silicon

Fumitsugu FUKUYO, Etsuji OHMURA, Kenshi FUKUMITSU and Hideki MORITA

*浜松ホトニクス(株) (〒438-0193 磐田市下神増 314-5)

**大阪大学大学院 (〒565-0871 吹田市山田丘 2-1)

f-fukuyo@etd.hpk.co.jp

(原稿受付 2006年9月8日)

By focusing and scanning a permeable nanosecond pulse laser in the inside of a silicon wafer, a modified layer is formed at an arbitrary depth. A silicon wafer with the internal modified-layer can be separated into individual chips by applying outside stress without giving any damage to the wafer surface compared with the conventional blade dicing method. This cutting technology of silicon wafer is called "stealth dicing" and attracts attention in the semiconductor industry as a novel dicing method. The formation mechanism of modified layer can be explained by the laser absorption induced by the temperature dependence of absorption coefficient. We measured the temperature dependences of absorption coefficient of single crystal silicon ahead of its analysis. In this paper, the measurement method and the results of measurement are described. Measuring range is from room temperature to 783 K. The temperature dependence of absorption coefficient is expressed approximately by $\mu = 12.991e^{0.00482447} - 52.588e^{-0.00022627}$ [1/cm].

Key words: single crystal silicon, measurement, absorption coefficient, temperature dependence, 1064 nm, laser, internal processing

1. 緒 言

近年, 透過性のパルスレーザを材料内に集光照射して内部加工を行う試みが多く行われている. フェムト秒レーザによるガラスの内部加工^{1),2)}のように, 多光子吸収を利用するものが多く見られる一方で, ナノ秒レーザなどのパルス幅の比較的長いレーザによるガラスの内部加工も行われている^{3),4)}. さらには, ナノ秒レーザをシリコン単結晶内部に集光して水平にスキャンすることにより, シリコン内部に局所的に帯状の多結晶領域を形成する加工も行われている. この帯状の改質層に垂直に引張応力を作用させると, 改質層から上下に延びた亀裂が表面まで進展することで, シリコンウェハは容易に分断することができる. この技術はステルスダイシング(SD)と称され, 新しいダイシング技術として半導体業界で注目されている⁵⁾. その内部改質層形成機構は, 吸収係数の温度依存性に起因するレーザの内部吸収によって説明されている^{7),8)}.

単結晶シリコンの吸収係数の温度依存性については, Weakliem と Redfield の報告⁹⁾がある程度で, ほかに見当たらない. しかも, 彼らの測定結果は 473 K までしか報告されていない. そこで, 著者らは, SD における内部改質層形成機構を解析するに先立って, 単結晶シリコンの吸収係数の温度依存性の測定を行った. 本論文では, その測定方法と測定結果を報告する.

2. 測定方法

Fig. 1 に示すように, 大気中から板厚 L の単結晶シリコ

ン基板に強度 I_0 で p 偏光のレーザ光を斜め入射する場合, 表面 S_a および裏面 S_b における反射率 R は, ともに

$$R = \left(\frac{n_2 \cos \theta_1 - n_1 \cos \theta_2}{n_2 \cos \theta_1 + n_1 \cos \theta_2} \right)^2 = \frac{\tan^2(\theta_1 - \theta_2)}{\tan^2(\theta_1 + \theta_2)} \quad (1)$$

で与えられる. ここで, n は屈折率, 添字 1, 2 はそれぞれ空気とシリコンを表す. θ_1, θ_2 は, それぞれ面 S_a, S_b におけるレーザ光の入射角度を表す. レーザ光に対する単結晶シリコンの吸収係数を μ とすれば, 減衰率 U は

$$U = \exp\left(-\frac{\mu L}{\cos \theta_2}\right) \quad (2)$$

で与えられる.

いま面 S_a および S_b における多重反射を考えると, 最初

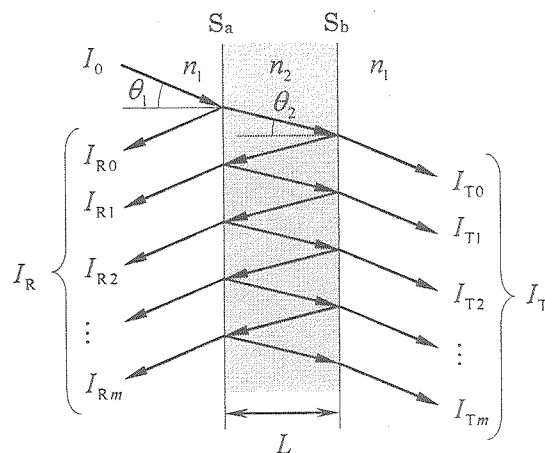


Fig. 1 Multiple reflection of light in permeable thin plate

に面 S_a において反射する光強度 I_{R0} と面 S_b で最初に透過する光強度 I_{T0} は

$$I_{R0} = RI_0 \quad (3)$$

$$I_{T0} = (1-R)^2 UI_0 \quad (4)$$

となる。面 S_b で m 回、面 S_a で $m-1$ 回反射した後、面 S_a から出射する光強度 I_{Rm} は

$$I_{Rm} = (1-R)^2 R^{2m-1} U^{2m} I_0, \quad m=1, 2, 3, \dots \quad (5)$$

面 S_b で m 回、面 S_a で m 回反射した後、面 S_b から出射する光強度 I_{Tm} は

$$I_{Tm} = (1-R)^2 R^{2m} U^{2m+1} I_0, \quad m=1, 2, 3, \dots \quad (6)$$

となる。したがって、面 S_a からの見かけの反射光強度 I_R と面 S_b からの透過光強度 I_T は、それぞれ

$$I_R = \sum_{m=0}^{\infty} I_{Rm} = RI_0 + \frac{(1-R)^2 RU^2}{1-R^2 U^2} I_0 \quad (7)$$

$$I_T = \sum_{m=0}^{\infty} I_{Tm} = \frac{(1-R)^2 U}{1-R^2 U^2} I_0 \quad (8)$$

以上より、 p 偏光のレーザ光を入射したときの単結晶シリコン基板の表裏面における見かけの反射率 $R_a (= I_R/I_0)$ と透過度 $T_a (= I_T/I_0)$ はそれぞれ

$$R_a = R + \frac{(1-R)^2 RU^2}{1-R^2 U^2} \quad (9)$$

$$T_a = \frac{(1-R)^2 U}{1-R^2 U^2} \quad (10)$$

となる。

式(9)、式(10)より、

$$U = \frac{R_a - R}{RT_a} \quad (11)$$

ならびに、 R に関する二次方程式

$$(2-R_a)R^2 - (T_a^2 - R_a^2 + 2R_a + 1)R + R_a = 0 \quad (12)$$

が得られる。したがって、見かけの反射率 R_a と透過度 T_a を実測すれば、式(12)より反射率 R が求まり、式(11)より減衰率 U が求まる。反射率 R が求まると、式(1)右辺第 2 式より θ_2 が求まる。その結果、空気の屈折率 n_1 を 1 とすると、スネルの法則からシリコンの屈折率 n_2 が

$$n_2 = \frac{\sin \theta_1}{\sin \theta_2} \quad (13)$$

により求まる。また、式(2)から

$$\mu = -\frac{1}{L} (\log U) \cos \theta_2 \quad (14)$$

により、シリコンの吸収係数 μ を求めることができる。

特に $\theta_1 = 45^\circ$ のときは、式(12)より反射率 R が求まると、式(1)が

$$R = \frac{(1 - \sin 2\theta_2)^2}{(1 + \sin 2\theta_2)^2} \quad (15)$$

と表されるので、 θ_2 が容易に求まる。その結果、式(13)より、屈折率 n_2 が

$$n_2 = \frac{1}{\sqrt{2} \sin \theta_2} \quad (16)$$

により求まる。吸収係数 μ は式(14)から求めることができる。

垂直入射 ($\theta_1 = 0^\circ$) の場合は、見かけの反射率 R_a は測定できない。そこで、シリコンの屈折率 n_2 が既知であるとする、式(1)右辺第 1 式より

$$R = \left(\frac{n_2 - 1}{n_2 + 1} \right)^2 \quad (17)$$

となるので、反射率 R が求まり、式(10)から直接減衰率 U が求まる。

3. 入射角 45° での透過度と見かけの反射率測定

供試材料は、Table 1 に材料特性を示す、厚さ $104 \mu\text{m}$ で 10 mm 角、表面は鏡面、裏面は CMP 面に仕上げた単結晶シリコンである。表面粗さは、ZYGO 製三次元表面構造解析顕微鏡 New View 200 を用いて測定した。測定結果の例を Fig. 2 に示す。表面粗さは、測定に用いるレーザ波長 1064 nm と比較して十分小さく、反射光および透過光の散乱は無視できることがわかる。

入射角 45° での透過度と見かけの反射率測定に用いた実験系を Fig. 3 に示す。上記シリコン単結晶サンプル SI を、まずセラミックベース CB 上に固定した。これを最大加熱設定温度 813 K のホットプレート HP 上に入射ビームに対して 45° の角度で設置し、ガラスチャンバー GC で覆った。ガラスチャンバー GC には、レーザ光の入射口および、透過光と反射光の出口として、直径 10 mm のポートを設けた。ホットプレート HP のガラスチャンバー GC で覆われていない部分からの放熱によってホットプレート HP に温度分布が生じ、ガラスチャンバー GC 内の温度が低下するのをできるだけ防ぐため、ガラスチャンバー GC とホットプレート HP をテストチャンバー CH で覆って、外界から隔離した。テストチャンバー CH にもガラスチャンバー GC と同様のポートを設けた。測定に使用したレーザ光源 LS の仕様

Table 1 Property of material under test

Material	Single crystal silicon
Dopant	Phosphorus
Type	N
Crystal surface orientation	[100]
Resistance	700-1300 Ωcm
Surface finish	Mirror
Rear face finish	CMP

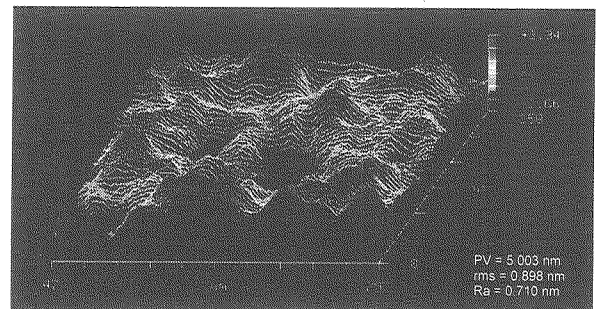


Fig. 2 Surface roughness of surface of a single crystal silicon sample

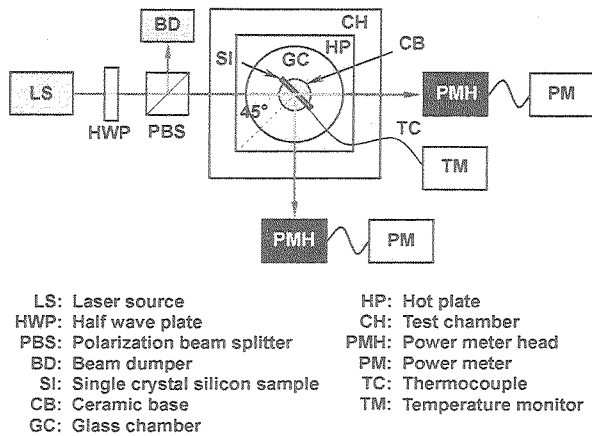


Fig. 3 Experimental setup for measurement of transmittance and apparent reflectivity for incident angle 45 degree

Type of laser	Diode pump solid state
Wavelength	1064 nm
Output power	1 W (with power hold)
Oscillation mode	Continuous wave
Beam profile	Gaussian (TEM ₀₀)
Polarization	Linear (vertical)
Extinction ratio	< 1%

を Table 2 に示す。レーザ光源 LS において、1%以下の安定性を維持するようにフィードバック制御され出力 1W で射出されたレーザ光は、1/2 波長板 HWP および偏光ビームスプリッター PBS で 10 mW に制御され、テストチャンバー CH とガラスチャンバー GC のポートを通してシリコン単結晶サンプル SI に入射角 45°で照射した。ビームはウェハ表面上で直径 3 mm とした。シリコン単結晶サンプル SI に入射するレーザパワーを 10 mW としたのは、偏光ビームスプリッター PBS の消光率が 1%以下であることと、レーザ光によるサンプル加熱の影響を抑制するためである。

ホットプレート HP は、温度が十分に飽和する時間間隔 (約 30 分) で制御温度をステップ的に変化させた。その結果、ガラスチャンバー GC 内はほぼ均一に加熱され、雰囲気温度によってシリコン単結晶サンプル SI が加熱される。シリコン単結晶サンプル SI の温度は J タイプ熱電対 TC で計測した。シリコン単結晶サンプル SI を透過したレーザ光と反射光はパワーメータヘッド PMH に入射し、パワーメータ (OPHIR 社製 PD300-3W (フィルタ OUT)) PM でそれぞれのパワーを同時計測した。

実測した透過光パワーおよび反射光パワーと入射光パワーの比で求めた透過度 T_a および見かけの反射率 R_a と試料温度の関係を Fig. 4 に示す。透過度 T_a は 298 K において 59.2% で、試料温度の上昇と共に透過度は急激に低下した。試料は最高 783 K まで加熱したが、そのときの透過度は 0.24% であった。本試料厚さ (約 100 μ m) で本測定系を用いる場合、ほぼ 800 K が測定限界といえる。一方、見かけの反射率 R_a は 298K において 30.9% で、ほぼ 550 K まで緩やかな低下傾向を示し 23.2% まで低下した。しかし、その後

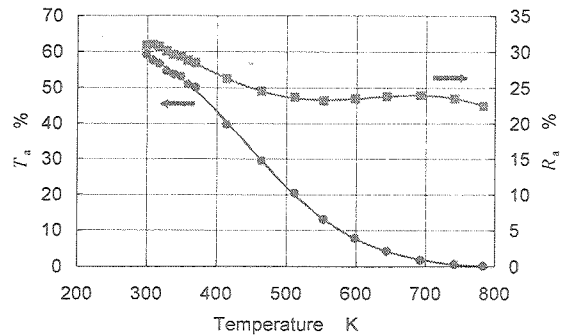


Fig. 4 Results of measurement of transmittance T_a and apparent reflectivity R_a

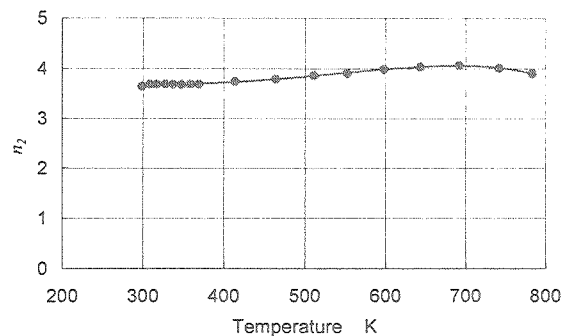


Fig. 5 Temperature dependence of refractive index of single crystal silicon n_2

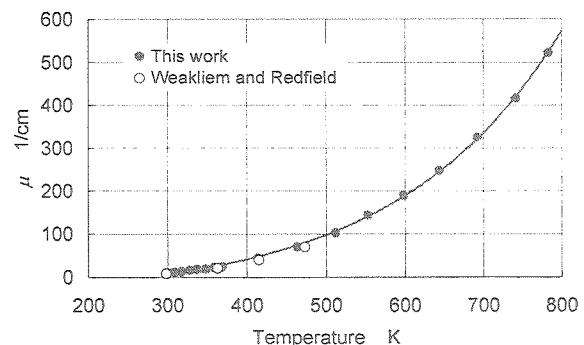


Fig. 6 Temperature dependence of absorption coefficient of single crystal silicon μ

700 K 付近までわずかながら増加し、700 K を超えると再び緩やかに低下するという現象が見られた。この原因は現在のところ明らかにできておらず、測定誤差の範囲での変動と考えている。

高温加熱時の酸化膜形成による光学特性への影響が懸念されたが、最高加熱温度到達後、自然冷却で室温に戻した後、再度透過度を計測したところ、加熱前と同じ結果が得られた。このことから、加熱によって試料の光学特性は特に変化しないことが確認された。

透過度 T_a と見かけの反射率 R_a が実測されると、式(16)と式(14)より屈折率 n_2 と吸収係数 μ を求めることができる。そこで、Fig. 4 の透過度 T_a および見かけの反射率 R_a の実測結果を用いてシリコンの屈折率 n_2 と吸収係数 μ を求めた。

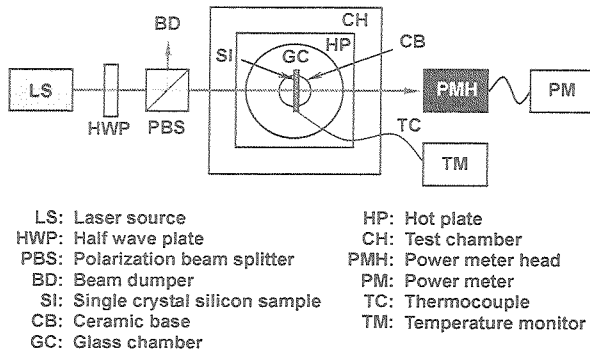


Fig. 7 Experimental setup for measurement of transmittance for vertical incidence

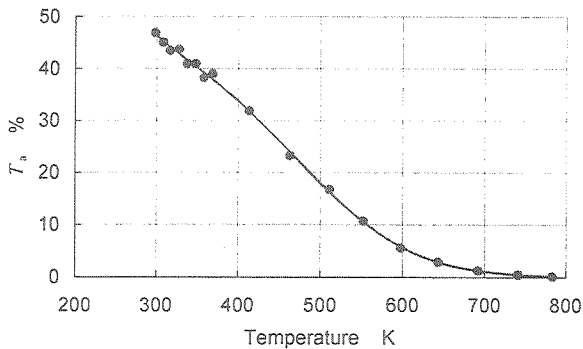


Fig. 8 Results of measurement of transmittance T_a

その結果をそれぞれ Fig. 5, Fig. 6 に示す。

シリコンの屈折率 n_2 は、室温付近から 373 K 付近までは $n_2 = 3.7$ 程度であるが、それよりも温度が高くなるとわずかながら上昇(700 K 付近で $n_2 = 4.06$ 程度)した後、再び低下して最高加熱温度 783 K で $n_2 = 3.9$ となった。ただしこのわずかな増減は、現在のところ測定誤差の範囲と考えている。

吸収係数 μ は室温付近で 5 cm^{-1} 程度であるが、温度の上昇と共に急激に上昇し、最高加熱温度 783 K で 550 cm^{-1} 程度まで上昇した。473 K までは Weakliem と Redfield⁹⁾ によって報告されているが、本研究の測定結果はそれらとほぼ一致している。ちなみに、Fig. 6 の測定結果の近似曲線は、次式のように表される。

$$\mu = 12.991 \exp(0.0048244T) - 52.588 \exp(-0.0002262T) \quad [1/\text{cm}] \quad (18)$$

4. 垂直入射での透過度測定

試料にレーザーを垂直入射すると、第 2 章で述べたように、シリコンの屈折率 n_2 が既知であるとする、式(17)より反射率 R が求まり、式(10)から直接減衰率 U が求まる。そこで、文献 10)を参考に、 $n_2 = 3.565$ で一定と仮定して吸収係数 μ を求め、前章の測定結果と比較した。

垂直入射での透過度測定に用いた実験系を Fig. 7 に示す。Fig. 3 の実験系でシリコン単結晶サンプル SI を入射レーザー光に垂直に配置したもので、光学系や測定系、加熱系はまったく同じ構成になっている。ここで用いたシリコン単結

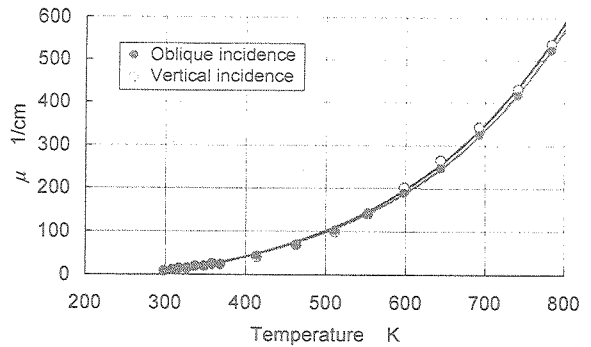


Fig. 9 Comparison of absorption coefficient between oblique incidence measurement and vertical incidence measurement

晶サンプルは厚さ $105 \mu\text{m}$ で 10 mm 角、表面は鏡面、裏面は CMP 面に仕上げたもので、表面粗さは Fig. 2 と同程度である。レーザー照射方法、加熱方法、計測方法も前章と同様である。

実測した透過光パワーと入射光パワーの比で求めた透過度 T_a と試料温度の関係を Fig. 8 に示す。透過度 T_a は 298 K において 46.9% で、試料温度の上昇と共に透過度は急激に低下した。最高加熱温度 783 K での透過度は 0.17% であった。Fig. 8 の透過度 T_a の実測結果を用いてシリコンの吸収係数 μ を求めた結果を Fig. 9 に示す。Fig. 5 のように屈折率 n_2 には温度依存性があることが確認されたが、 $n_2 = 3.565$ で一定と仮定して吸収係数 μ を求めても、本測定温度範囲では、吸収係数 μ の温度依存性の測定結果にそれほど影響はないといえる。

5. 結 論

ステルスダイシング(SD)における内部改質層形成機構を解析するに先立って、波長 1064 nm の p 偏光レーザーに対する単結晶シリコンの吸収係数の温度依存性を測定した。本論文では、その測定方法と測定結果を報告した。測定温度範囲は室温から 783 K までである。

入射角 45° で透過度と見かけの反射率を測定すると、シリコンの屈折率 n_2 も測定できる。得られた屈折率は、室温付近から 373 K 付近までは $n_2 = 3.7$ 程度であるが、それよりも温度が高くなるとわずかながら上昇(700 K 付近で $n_2 = 4.06$ 程度)した後、再び低下して最高加熱温度 783 K で $n_2 = 3.9$ となった。ただしこのわずかな増減は、現在のところ測定誤差の範囲と考えている。

一方、吸収係数 μ は、室温付近では 5 cm^{-1} 程度であるが、温度の上昇と共に急激に上昇し、最高加熱温度 783 K で 550 cm^{-1} 程度まで上昇する結果が得られた。この測定結果は、次式で近似できる。

$$\mu = 12.991 \exp(0.0048244T) - 52.588 \exp(-0.0002262T) \quad [1/\text{cm}]$$

垂直入射で透過度を測定し、シリコンの屈折率 n_2 を文献値 3.565 で一定と仮定して吸収係数 μ を求めても、本研究の測定温度範囲では、吸収係数 μ の温度依存性の測定結果

にそれほど影響はないことが確認された。

なお, 本論文では p 偏光のレーザに対する吸収係数の温度依存性を測定したが, 式(1)を s 偏光のものに置き換えれば同様に測定可能である。

最後に, 表面粗さ測定でご指導, ご協力を賜った中部大学 難波義治教授に深甚の謝意を表す。

参考文献

- 1) Davis, K.M., Miura, K., Sugimoto, N. and Hirao, K.: Writing waveguides in glass with a femtosecond laser, *Optics Letters*, 21, (1996), 1729.
- 2) Cheng, Y., Sugioka, Y., Masuda, M., Shihoyama, K., Toyoda, K. and Midorikawa, M.: Optical gratings embedded in photosensitive glass by photochemical reaction using a femtosecond laser, *Optics Express*, 11-15, (2003), 1809.
- 3) Valle, G.D., Osellame, R., Chiodo, N., Taccheo, S., Cerullo, G., Laporta, P., Killi, A., Morgner, U., Lederer, M. and Kopf, D.: C-band waveguide amplifier produced by femtosecond laser writing, *Optics Express*, 13-16, (2005), 5976.
- 4) Wei, X.M., Chen, K.P., Coric, D., Herman, P.R. and Li, J.: F2-Laser microfabrication of buried waveguide structures in transparent glasses, *Proceedings of SPIE*, Vol. 4637, (2002), 251-257.
- 5) Cheng, J.-Y., Yen, M.-H., Wei, C.-W., Chuang, Y.-C. and Young, T.-H.: Crack-free direct-writing on glass using a low-power UV laser in the manufacture of a microfluidic chip, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 15, (2005), 1147-1156.
- 6) Fukuyo, F., Fukumitsu, K. and Uchiyama, N.: The stealth dicing technologies and their application, *Proceedings of the 6th Laser Precision Microfabrication*, (2005).
- 7) Ohmura, E., Fukuyo, F., Fukumitsu, K., Morita, H.: Internal modified-layer formation mechanism into silicon with nanosecond laser, *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, 17, (2006), 381.
- 8) Ohmura, E., Fukumitsu, K., Uchiyama, N., Atsumi, K., Kumagai, M. and Morita, H.: Analysis of internal modified-layer formation mechanism in stealth dicing, *Proceedings of the 66th Symposium of Japan Laser Processing Society*, (2006), 19. (in Japanese)
- 9) Weakliem, H.A. and Redfield, D.: Temperature Dependence of the Optical Properties of Silicon, *Journal of Applied Physics*, 50-3, (1979), 1491.
- 10) Palik, E.D. ed.: *Handbook of Optical Constants of Solids*, Academic Press, San Diego, (1985), 547.