

DOI <https://doi.org/10.9725/kstle.2017.33.3.106>

## 사파이어 화학기계적 연마에서 결정 방향이 재료제거 특성에 미치는 영향

이상진<sup>1,2</sup> · 이상직<sup>1,\*</sup> · 김형재<sup>1</sup> · 박철진<sup>1</sup> · 손근용<sup>2</sup>

<sup>1</sup>한국생산기술연구원 정밀가공제어그룹

<sup>2</sup>인제대학교 나노융합공학부, 나노매뉴팩처링연구소

### Effect of Crystal Orientation on Material Removal Characteristics in Sapphire Chemical Mechanical Polishing

Sangjin Lee<sup>1</sup>, Sangjik Lee<sup>1,\*</sup>, Hyoungjae Kim<sup>1</sup>, Chuljin Park<sup>1</sup> and Keunyoung Sohn<sup>2</sup>

<sup>1</sup>Precision Manufacturing & Control R&D Group, Korea Institute of Industrial Technology

<sup>2</sup>Department of Nanoscience and Engineering, Center for Nanomanufacturing, Inje University

(Received March 28, 2017; Revised May 31, 2017; Accepted June 2, 2017)

**Abstract** – Sapphire is an anisotropic material with excellent physical and chemical properties and is used as a substrate material in various fields such as LED (light emitting diode), power semiconductor, superconductor, sensor, and optical devices. Sapphire is processed into the final substrate through multi-wire saw, double-side lapping, heat treatment, diamond mechanical polishing, and chemical mechanical polishing. Among these, chemical mechanical polishing is the key process that determines the final surface quality of the substrate. Recent studies have reported that the material removal characteristics during chemical mechanical polishing changes according to the crystal orientations, however, detailed analysis of this phenomenon has not reported. In this work, we carried out chemical mechanical polishing of C(0001), R(1 $\bar{1}$ 02), and A(11 $\bar{2}$ 0) substrates with different sapphire crystal planes, and analyzed the effect of crystal orientation on the material removal characteristics and their correlations. We measured the material removal rate and frictional force to determine the material removal phenomenon, and performed nano-indentation to evaluate the material characteristics before and after the reaction. Our findings show that the material removal rate and frictional force depend on the crystal orientation, and the chemical reaction between the sapphire substrate and the slurry accelerates the material removal rate during chemical mechanical polishing.

**Keywords** – crystal orientation(결정 방향), chemical mechanical polishing(화학기계적 연마), friction force(마찰력), material removal Rate(재료 제거율), sapphire(사파이어)

### 1. 서 론

사파이어( $\alpha$ -alumina, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)는 우수한 기계적, 화학적, 열적, 광학적 특성들을 가지는 재료로서, 결정 방향에 따라 다양한 분야의 기판 재료로 적용되고 있다[1]. 사파이어의 C(0001)면은 발광 다이오드(light emitting

diode), 레이저 다이오드(laser diode) 제작에 사용되며, R(1 $\bar{1}$ 02)면은 IC 응용을 위한 실리콘의 이종성장(hetero epitaxial deposition)에, A(11 $\bar{2}$ 0)면은 일정한 유전상수와 절연 특성이 요구되는 복합 마이크로 전자(hybrid micro-electronic) 분야의 기판 재료로 주로 사용되고 있다[2].

사파이어의 화학기계적 연마에서 사파이어는 경도가 높고 화학적으로 안정하여 재료 제거율이 낮으며, 결정 방향에 따라 재료적 특성이 다른 이방성으로 인해 재료 제거 특성의 차이가 발생한다[3]. 다양한 분야에 사

\*Corresponding author : sjiklee@kitech.re.kr  
Tel: +82-51-974-9344, Fax: +82-51-974-9291

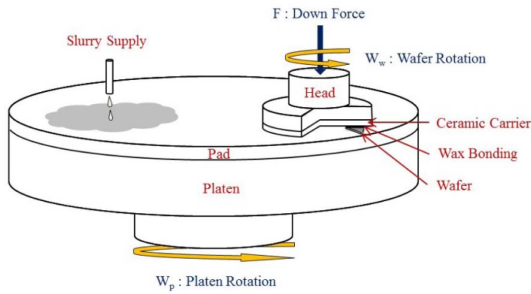


Fig. 1. Schematic diagram of CMP process.

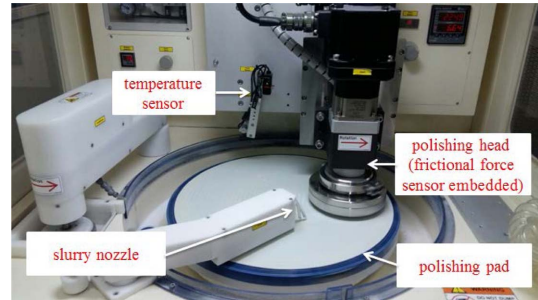


Fig. 2. CMP polishing equipment with temperature sensor and frictional force monitoring device.

파이어 기판을 적용하고 응용하기 위해서는 각 결정 방향 기판의 재료 제거 효율을 향상시켜야 하며, 이를 위해 각 결정면의 재료적 특성, 화학기계적 연마 특성에 대한 연구와 이에 대한 자세한 분석은 필수적이다.

본 연구에서는, 서로 다른 결정 방향 C, R, A면 사파이어 기판에 대한 화학기계적 연마를 수행하고, 결정 방향이 재료 제거 특성에 미치는 영향과 그 상관관계를 규명하고자 하였다. 연마 속도와 압력에 따른 재료 제거 현상을 분석하기 위해 실시간 마찰력 모니터링을 실시하고, 공정 조건이 각 결정 방향 기판의 재료 제거 특성에 미치는 영향력을 평가하였다. 또한, 재료 제거율과 마찰력의 차이가 발생하는 원인을 알아보기 위해 나노 압입법(nano-indentation) 측정을 통해 반응 전, 후 각 결정면의 기계적 특성을 비교 분석하였다.

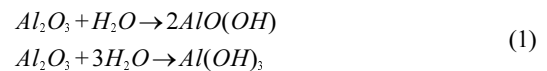
## 2. 사파이어의 화학기계적 연마 메커니즘

화학기계적 연마(chemical mechanical polishing, CMP)는 기판의 최종 표면 품질을 결정하는 핵심 공정으로, 가공 입자를 화학액에 현탁시킨 슬러리를 가공물과 연질의 패드 사이에 개재시킨 상태에서 연마 헤드를 가압 및 정반과 같이 상대운동 시킴으로써 재료 표면에 화학 반응층을 형성시킨 후, 슬러리 내에 있는 연마입자의 기계작용으로 가공물을 제거하는 재료 제거 메커니즘을 가진다[4].

사파이어의 화학기계적 연마 공정에서 일부 연구자들은 사파이어 기판과 슬러리 사이의 접촉계면에서는 화학 반응이 발생하며, 이 때 슬러리는 사파이어의 반응에 결정적인 기여를 한다고 보고하였다[5]. 이 때, 발생하는 사파이어 기판과 슬러리의 화학 반응식은 아래의 식 (1)과 같다.

Table 1. Experimental conditions of CMP process

Parameters	Conditions
Equipment	Poli-500 (GNP Technology)
Wafer	Epi-ready 2 inch sapphire wafer (C-, R-, A-plane)
Pad	Polyurethane impregnated felt pad (Suba-600, NITTA-HAAS, Japan)
Slurry	Alkaline colloidal silica slurry (Compol-80, FUJIMI Corporation)
Slurry flow rate	320 ml/min
Head & Platen velocity	30, 60, 90, 120 rpm
Pressure	200, 300, 400 gf/cm <sup>2</sup>
Polishing time	30 min



## 3. 공정 변수가 재료 제거 특성에 미치는 영향

### 3-1. 실험 방법 및 내용

본 실험에서는 연마 패드가 부착된 정반의 회전속도와 기판에 가해지는 압력을 공정 변수로 하여 사파이어 C, R, A면 기판에 대한 화학기계적 연마를 수행하고 이에 대한 재료 제거율과 마찰력을 평가하였다. 실험에는 마찰력 모니터링 장치가 포함된 연마장비를 사용하였다. 연마 패드는 부직포에 폴리우레탄을 함침시킨 연질 패드를 사용하였으며, 슬러리는 연마 입자가 함유된 알칼리성 콜로이드 실리카 슬러리와 초순수를 1:1로 혼합하여 사용하였다. 연마 헤드와 정반의 회전

속도는 30, 60, 90, 120 rpm, 연마 압력은 200, 300, 400 gf/cm<sup>2</sup>으로 설정하여 실험을 진행하였다. 실험에 사용된 각 결정 방향 기판들은 430 μm의 두께와, 0.3 nm 이하의 표면 거칠기를 가지는 Epi-ready 상태의 기판을 사용하였으며, 자세한 실험 조건은 Table 1에 정리하였다.

3-2. 결정면에 따른 재료 제거 특성

Fig. 3은 공정 변수인 연마 속도, 압력 변화에 따른 각 결정면의 재료 제거율 결과이다. 모든 결정면에서 재료 제거율은 연마 속도, 압력에 대해 비례하여 증가하는 것을 알 수 있다.

일반적인 연마 공정에서 재료 제거율은 Preston 방정식을 따른다고 알려져 있다. 이는 재료 제거율이 연

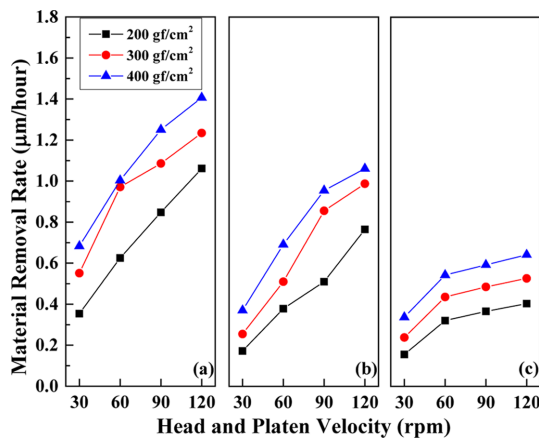


Fig. 3. Material removal rate of each crystal orientation substrate according to pressure and the velocity (a) C-plane, (b) R-plane, (c) A-plane.

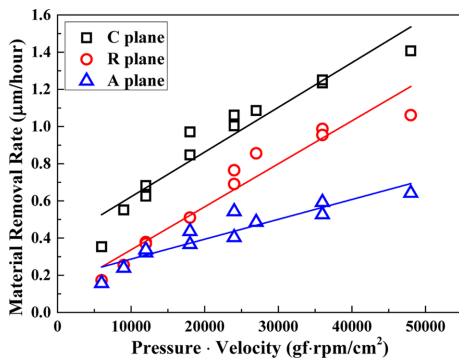


Fig. 4. Correlation of material removal rate with each crystal orientation for the product of the values of the pressure and the velocity.

마 압력과 속도에 선형 비례한다는 방정식으로 그 수식은 아래와 같다[6].

$$\dot{q} = K \cdot P \cdot V \tag{2}$$

식 (2)에서  $\dot{q}$ 는 단위 시간 당 재료 제거율,  $K$ 는 Preston 상수,  $P$ 는 연마 압력,  $V$ 는 연마 속도를 의미한다. 식 (2)를 적용하여 위 결과를 분석해 보았을 때, 모든 결정면은 Preston 방정식을 잘 따르는 것을 알 수 있다. 재료 제거율의 결과를 Fig. 4의 압력과 속도의 곱에 대한 재료 제거율의 관계로 분석해 보았을 때, 동일한 공정 조건하에서 재료 제거율은 C, R, A면의 순서로 크게 나타났다. 이 결과는 재료 제거율이 결정 방향에 의존한다는 것을 의미한다.

3-3. 결정면에 따른 마찰 특성

Fig. 5는 공정 변수인 연마 속도, 압력 변화에 따른 각 결정면의 마찰력 결과이다. 모든 결정면에서 마찰력은 연마 속도에 비해 연마 압력에 보다 지배적인 영향을 받는 것을 확인하였다. 또한 Fig. 4의 결과와 마찬가지로, 동일한 공정 조건에서 마찰력은 C, R, A면의 순서로 크게 나타났다.

Jo 등은 사파이어 연마에서 재료 제거율과 마찰에 너지가 선형 관계에 있는 것을 보고하였다[7].

$$\dot{q} = K' \cdot F_f \cdot s \tag{3}$$

식 (3)에서  $\dot{q}$ 는 단위 시간 당 재료 제거율,  $K'$ 는 재료 제거 상수,  $F_f$ 는 마찰력,  $s$ 는 상대 이동 거리를

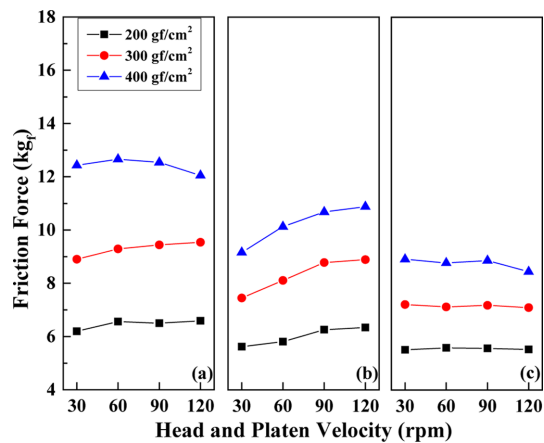


Fig. 5. Friction force of each crystal orientation substrate according to pressure and the velocity (a) C-plane, (b) R-plane, (c) A-plane.

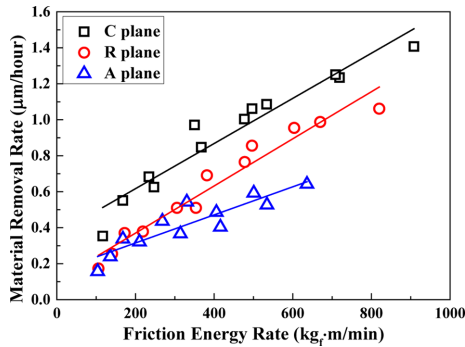


Fig. 6. Correlation of material removal rate with each crystal orientation for friction energy rate.

의미한다. 이상의 결과를 토대로 마찰 에너지에 기반한 재료 제거 방정식 식 (3)을 이용하여 재료 제거율과 마찰 에너지에 대한 결과를 Fig. 6에 나타내었다. Fig. 6에서 모든 결정면에서 재료 제거율과 마찰 에너지는 선형 관계에 있으며, 사파이어의 결정 방향은 재료 제거율과 마찰력에 영향을 주는 인자임을 확인하였다. 하지만, 마찰 에너지와 재료 제거율 사이의 기울기는 결정면에 따라 다르게 나타났으며, 이는 마찰력에 의한 연마 입자의 기계적 제거 이전에 기관과 슬러리 사이의 화학 반응에 의해 표면 특성의 정도가 결정 방향에 따라 달라졌기 때문으로 판단된다.

#### 4. 결정면의 특성이 재료 제거에 미치는 영향

##### 4-1. 실험 방법 및 내용

결정 방향에 따라 재료 제거율과 마찰력의 차이가 발생하는 이유를 살펴보기 위한 실험을 진행하였다. 본 실험에서는 C, R, A면 사파이어 기관과 슬러리 사이의 화학 반응에 따른 재료의 특성 변화를 분석하기 위해 반응 전, 후의 기관들을 나노 압입 장치를 이용하여 측정하였다. 측정에 활용된 각 결정면 기관들은 Epi-ready 상태의 반응 전 기관과 슬러리가 담겨있는 비커에 12시간동안 담귀 반응시킨 기관을 각각 사용하였다.

압입 측정에는 Anton paar 사의 NHT-AE-0000 나노 압입 장비를 사용하였고, 베르코비치(berkovich) 팁이 포함된 인덴터를 이용해 측정을 진행하였다. 시료에 가해주는 최대 압입 하중은 50 mN, 압입 속도는 100 mN/min으로 설정하였다. 실험에 사용된 자세한

Table 2. Experimental conditions of nano-indentation

Parameters	Conditions
Equipment	NHT-AE-0000 (Anton Paar)
Tip	Berkovich diamond tip
Max. load	50 mN
Loading rate	100 mN/min
Unloading rate	100 mN/min
Holding time	3 sec
Poisson's ratio	0.30

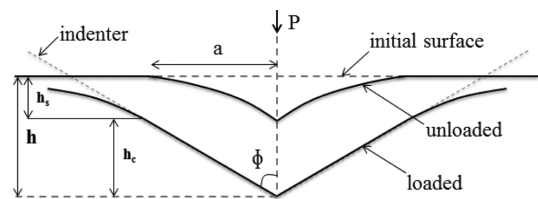


Fig. 7. Schematic illustration of the nano-indentation measurement.

측정 조건들은 Table 2에 나타내었다.

##### 4-2. 결정 방향에 따른 재료 물성의 변화

사파이어의 연마에서 재료 제거율은 재료의 경도에 반비례한다고 알려져 있다[8]. 재료의 경도는 아래의 식 (4)로 계산된다[9].

$$H = \frac{P}{A} \tag{4}$$

식 (4)의  $P$ 는 인가 하중,  $A$ 는 환산 접촉면적을 의미하며, 베르코비치 팁에서  $A$ 는 다음과 같이 정의된다.

$$A = 23.897h_c^2 \tag{5}$$

식 (5)에서  $h_c$ 는 환산 접촉면적( $A$ )에 영향을 미치며,  $A$ 값은 다시 경도( $H$ ) 값을 변화시키므로  $h_c$ 값은 경도를 결정하는 중요한 인자임을 알 수 있다. 반응 전, 후 각 결정면의  $h_c$ 값 변화를 측정하기 위해 Fig. 7과 Fig. 8을 적용하였으며, 이로부터 계산된 결과를 Table 3에 나타내었다.  $P_{max}$ ,  $h_{max}$ ,  $h_f$ ,  $h_s$ ,  $h_c$  값은 각각 최대 하중, 최대 압입 깊이, 영구 변형량, 탄성 변형량, 인가된 하중에서의 압입 깊이를 의미하며, 여기서  $h_c$ 는  $h_{max}$ 와  $h_s$ 의 차를 뜻한다.

측정 결과로부터, 각 결정면은 동일한 인가 하중에

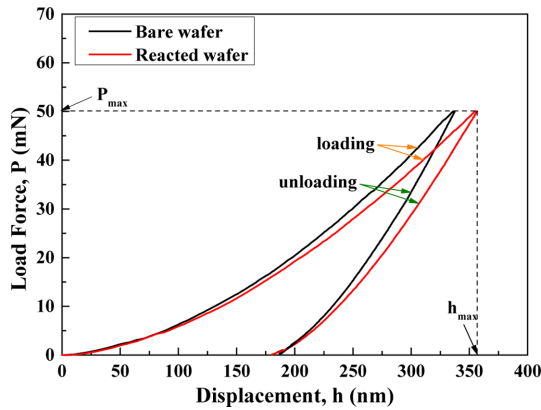


Fig. 8. Indentation load-displacement data about sapphire C-plane bare wafer and reacted wafer.

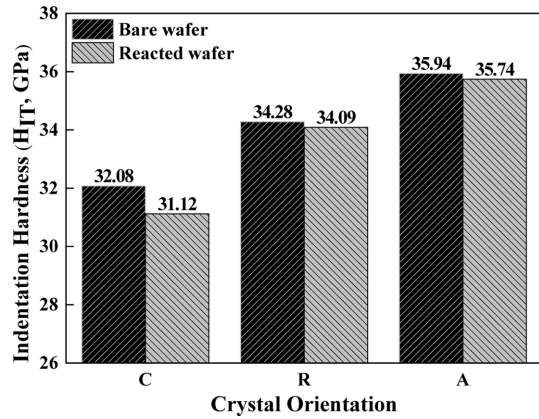


Fig. 9. Hardness of each crystal orientation bare wafer and reacted wafer.

Table 3.  $h_{max}$ ,  $h_s$  and  $h_c$  values of each crystal orientation bare wafer and reacted wafer

Crystal Plane		$h_{max}$ (nm)	$h_s$ (nm)	$h_c$ (nm)
C	Bare wafer	337.29	79.10	258.19
	Reacted wafer	356.33	94.18	262.15
R	Bare wafer	331.98	82.49	249.49
	Reacted wafer	333.61	83.35	250.26
A	Bare wafer	328.17	84.88	243.29
	Reacted wafer	329.02	85.26	243.76

대해 반응 전에 비해 반응 후 더 큰  $h_{max}$ ,  $h_s$ ,  $h_c$  값을 가졌다. 이 결과는 모든 결정면에서 화학 반응이 발생했으며 이로 인해 재료의 물성에 변화가 생겼음을 나타낸다. 반응 전, 후의  $h_c$  값을 비교, 분석해보았을 때, C면은 258.19 nm에서 262.15 nm로 주어진 하중에 대해 약 4 nm 증가하였으며, R (0.77 nm), A (0.47 nm) 면에 비해 더 많은 압입 깊이를 가졌다. 결과들을 종합해 볼 때, 사파이어의 결정면은 근본적으로 압입에 대한 저항이 C, R, A 순서로 작게 나타나며, 반응에 의해 그 차이가 더 심화되는 것을 확인하였다.

사파이어의 화학기계적 연마 공정은 주어진 연마 압력에서 재료 표면에 화학 반응층을 형성시킨 후 연마 입자의 기계작용을 통해 재료를 제거하는 원리를 가지며, 이 결과가 재료 제거율과 마찰력의 형태로 나타나게 된다. 연마입자의 관점에서 결과들을 살펴 볼 때, 연마 입자는 주어진 압력 하에서 재료 제거에 참여하므로 결과적으로 인가된 하중에서의 압입 깊이인  $h_c$

값이 재료 제거율과 마찰력에 영향을 미친다.

#### 4-3. 물성 변화와 재료 제거 특성의 상관관계

Fig. 9는 식 (4)를 통해 계산된 각 결정면의 반응 전, 후 경도 결과이다. 측정 결과에서, 사파이어 기판은 결정 방향에 따라 근본적으로 미소 경도의 차이가 존재하며, 모든 면에서 반응에 의해 경도가 감소하는 것을 확인할 수 있다. H. de Leeuw 등은 사파이어의 모든 결정면은 물리, 화학적으로 잘 흡착하며 모든 결정면에서 수화 반응이 발생하는 것을 보고하였고[10], Zhou 등은 사파이어의 화학기계적 연마 실험에서, 표면 화학 반응층의 형성에 의해 재료의 상대 경도 반응 전에 비해 감소함을 보고하였다[11]. 본 연구에서도 위의 연구 결과들과 같이 모든 결정 방향의 사파이어 기판은 기존의 기판 표면과 다른 화학 반응층을 형성하였고, 이로 인해 모재의 경도보다 더 낮은 경도 값을 가지는 것으로 판단된다. 또한 반응 전과 후의 경도 차이를 비교해보았을 때  $h_c$ 의 경향과 마찬가지로 C면에서 R, A면 보다 더 큰 경도 감소를 보였다. 앞서 말했듯이, 사파이어의 미소 경도는 결정면에 따라 근본적으로 다르지만 결정면 간의 상대적 경도차는 반응에 의해 더 심화된다. 이 결과를 연마 입자의 재료 제거 관점에서 분석해 보았을 때, 동일 압력 조건에서 연마 입자는 C, R, A면 기판의 순서로 국부적으로 깊게 압입되며, 가해주는 회전력에 대해 더 큰 저항을 갖게 된다. 이로 인해, C면에서는 가장 높은 마찰력이 발생되며, 더 큰 질삭 능력을 갖게 되므로 결과적으로 C면에서 가장 높은 재료 제거율이 나타나는 것으로 판단된다.

## 5. 결 론

사파이어의 결정 방향은 화학기계적 연마에서 재료 제거 특성에 영향을 미친다. 본 논문에서는 결정 방향이 재료 제거 특성에 미치는 영향과 그 상관관계를 규명하기 위한 연구들을 수행하였으며, 그 결과는 다음과 같다.

1) 화학기계적 연마에서 각 결정면의 재료 제거율은 연마 압력과 속도에 비례하여 증가하며 Preston 방정식의 거동을 잘 따르며, 동일 공정 조건에서 C, R, A 면의 순서로 재료 제거율은 높게 나타났다.

2) 마찰력은 연마 속도에 비해 연마 압력에 보다 지배적인 영향을 받으며, 마찰 에너지율과 재료 제거율은 비례 관계를 가진다. 또한, 재료 제거율과 마찬가지로 동일 공정 조건에서 C, R, A 면의 순서를 가진다.

3) 사파이어는 결정 방향에 따라 근본적으로 다른 경도를 가지며, 반응에 의해 차이가 더 심화된다. 이때, 연마 입자는 국부적으로 더 압입하여 높은 마찰력을 얻으므로 결과적으로 재료 제거율이 상승한다. 재료 제거율 및 마찰력의 차이는 기본적으로 각 결정면 간의 경도차이에 기인하며, 결정면에 따른 화학 반응 정도가 재료 제거율 차이를 보다 가속화하는 요인으로 작용한다.

## Acknowledgements

본 연구는 2016년도 산업통상자원부의 재원으로 한국산업기술평가관리원(KEIT, No. 10052882)과 한국산업기술진흥원(KIAT, No. M0000529)의 지원을 받아 수행한 연구과제입니다.

## References

[1] Shi, X., Pan, G., Zhou, Y., Xu, L., Zou, C., Gong, H., "A study of chemical products formed on sapphire (0001) during chemical-mechanical polishing", *Surface*

- and Coating Technology*, Vol. 270, pp. 206-220, 2015.
- [2] Zhou, P., Gao, P. F., Wang, W. F., Wen, D. H., "Anisotropic Lapping of Single Crystal Sapphire", *Advanced Materials Research*, Vol. 102, pp. 502-505, 2010.
- [3] Budnikov, A. T., Vovk, E. A., Krivonogov, S. I., Danko, A. Y., Lukiyenko, O. A., "Anisotropy of sapphire properties associated with chemical mechanical polishing with silica", *Functional Materials*, Vol. 17, pp. 488-494, 2010.
- [4] Wang, Y. G., Zhang, L. C., "On the chemo mechanical polishing for nano-scale surface finish of brittle wafers", *Recent Patents on Nanotechnology*, Vol. 4, pp. 70-77, 2010.
- [5] Zhu, H., Tessaroto, L. A., Sabia, R., Greenhut, V. A., Smith, M., Niesz, D. E., "Chemical Mechanical Polishing (CMP) anisotropy in sapphire", *Applied Surface Science*, Vol. 236, pp. 120-130, 2004.
- [6] Preston, F. W., "The theory and design of plate glass polishing machines", *J. Soc. Glass Tech*, Vol. 11, pp. 214-256, 1927.
- [7] Jo, W. S., Lee, S. J., Kim, H. J., Lee, T. G., Lee, S. B., "A study of material removal characteristics by friction monitoring system of sapphire wafer in single side DMP", *J. Korean Soc. Tribol, Lubr, Eng*, Vol. 32, pp. 56-60, 2016.
- [8] Toshiro K. Doi, Toshio Kasai, Hans K. Tonshoff, "Lapping and polishing", *Handbook of Ceramic Grinding & Polishing*, pp. 354-442, 1999.
- [9] Lee, K. Y., Lee, C. B., Kim, S. I., Lee, C. W., "the measurement errors of elastic modulus and hardness due to the different indentation speed", Vol. 19, pp. 360-364, 2010.
- [10] Neeuw, N. H., Parker, S. C., "Effect of Chemisorption and Physisorption of Water on the Surface Structure and Stability of  $\alpha$ -alumina", *Journal of the American Ceramic Society*, Vol. 82, pp. 3209-2316, 1999.
- [11] Zhou, Y., Pan, G., Shi, X., Gong, H., Xu, L., Zou, C., "AFM and XPS studies on material removal mechanism of sapphire wafer during Chemical Mechanical Polishing (CMP)", *Journal of Materials Science : Materials in Electronics*, Vol. 26, pp. 9921-9928, 2015.