各種ラップによる Si 単結晶の鏡面仕上*

—鏡面ラッピングに関する研究 (第1報)—

津 和 秀 夫** 肥 田 満***

Mirror Finish of Si Single Crystal Using Various Laps

—Studies on the Mirror Lapping (1st Report)—

Hideo TSUWA, Mitsuru HIDA

Although a great quantity of Si single crystal have been used as semiconductor materials in electronic circuits, serious problems still remain for obtaining the mirror-finished surfaces with scratch-free and non-deformed layer. It is most important for mirror-finished Si surfaces to clarify the forming mechanism of mirror-finish. Taking these into considerations, Si single crystals are lapped under the various working conditions, and their characteristics are discussed concerning the mechanism of mirror lapping.

The results are as follows: (1) In case of bonded abrasives, the mirror finished surfaces are formed as the aggregation of fine scratches, for both restriction of abrasive behavior and irregularly sized cutting edges, and fine scratches are not removed. (2) With fine loose abrasives (size: about 0.1μ), the mirror finished surfaces are produced, on which no scratch is observed under the electron microscope ($\times 4000$). (3) As to the mirror finish, pitch lap is superior to other laps, but the long time required for working. (4) By PE lap, finishing surface roughness is about 0.1μ ($H_{\max}$). As working time takes short, this lap is suited to produce pre-treated surface of scratch-free mirror finish.

1. は じ め に

近年, 各種装置の性能向上の一対策として, その各部位の仕上面あらさが問題となり, 極限においてはまったくきずのない鏡面が要求されるようになった¹⁾. 特に本研究に使用した半導体材料 Si の場合は, 加工層の少ないことが必要であり, 仕上面の生成機構を明らかにしていくことは重要なことであると考え.

ところで, この方面の研究は特定加工条件での加工層を扱ったものが多く, Wolfe ら²⁾ はハンドポリシした面の加工層について, Dash³⁾ は光学的ポリシした面の加工層を薄板の変形で考察し, 種々の砥粒を用いたラップ仕上面の加工層を Buck ら⁴⁾ は PME 法で, Faust⁵⁾ はエッチ速度より求めている. 小野ら⁶⁾ はシリカ 10μ を用いて仕上後のひずみ層を電子回折で, Stickler ら⁷⁾ は金相学的ポリシ面の加工層を透過電子顕微鏡で観察している. 小林ら⁸⁾ は種々のラップを用いて 0.1μ 程度までの加工, さらに今中ら⁹⁾¹⁰⁾¹¹⁾¹²⁾ は種々の加工条件で WA #4000 までのラッピングなどを行なっているが, 浅い

引っかききずが観察される. その中でポリエステル砥石 (PE 砥石と呼称) による加工も行ない WA #600PE 砥石で 0.1μ 以内の仕上面を得ている. 加藤ら¹³⁾ は A #1000 の砥粒によるラップ仕上面, 電解研摩面などについて X 線 2 回反射積分強度測定により加工層を求めている. 井田ら¹⁴⁾ は金相学的および光学的にポリシし, その表面構造の検討, ポリシ過程の追跡, さらにポリシ加工機構をエッチ速度と超微小引っかきかたさからみた加工層について詳細な研究がなされているがこの場合もわずかにきずが観察されている. Jensen¹⁵⁾ は加工技術について述べている.

以上のようにまったくきずの観察されない鏡面までの研究は少ない. そこで筆者らは, きずの観察されない鏡面加工を目指して, まず種々のラップを用い種々の加工条件でラッピングを行ない, 加工性能, ならびに砥粒の作用に着目して鏡面生成の機構について考察した.

2. 実験装置および方法

実験装置の概略図とその諸元を図 1 に示す. 図 1(a) は修正輪方式, 同図(b) は往復動を加えたそれぞれ定圧片面ラップ盤である. ラップは鋳鉄, PE 砥石, ピッチ [ピッチに砥粒を混入したピッチ砥石 (P 砥石と呼称) を含

*原稿受付 昭和45年4月18日, 昭和42年度関西地方定期学術講演会 (昭和42年7月18日) にて発表.

**正 会 員 大阪大学工学部

***学生会員 大阪大学工学部 (大阪府都島区東野田町9)

表 1 実験条件

試料 Si 単結晶 (111) 面 前加工面 (1)スライシング後 A#1200 で湿式ラッピングした面 $H_{max} 4.2\mu$ (2)(1)の試料の化学研磨した面 (前加工層の除去)								
	ラ ッ プ	砥 粒	乾式湿式	工 作 液	工作液供給量 圧力 (g/cm ²)	砥粒率 (%)	速 度 (m/min)	
ラップ圧力の影響	鋳 鉄	A#800, ± 2000 , ZrO ₂	乾 式	軽 油	8g/min 連続供給	30, 60, 120, 160, 170, 200,	結合剤の項参照	
	P E 砥石	A#800					30	25 (容積比)
		A#3000					20	
砥粒率の影響	P E 砥石	A#800	乾 式			200	15 20 30 (容積比)	25
速度の影響	P E 砥石	A#800	乾 式	軽 油	8 g/min 連続供給	200	30	25 100 (容積比)
		A#3000					20	
工作液の影響	P E 砥石	A#3000	湿 式	アセトン, 水 白灯油, 軽油 スピンドル油 マシン油	10 g/min 連続供給	200	20 (容積比)	25
結合剤の影響	鋳 鉄	A#800, ± 2000 , ZrO ₂	乾 式	軽 油	8 g/min 連続供給	30, 60, 120, 170, 200	ラップ剤濃度 (重量比) 15	25
	P E 砥石	上 記 各 条 件						
	ビッチ	A#2000 ZrO ₂	湿 式	水	8 g/min 連続供給	90	(1)ラップ剤濃度 (重量比) 10 (2)濃度の減少	7
	P 砥石	A#2000 ZrO ₂	湿 式	水	8 g/min 5 分間隔	90	38, 60 40 (重量比)	7

ラ ッ プ 盤 諸 元

ラップ	鋳鉄 P E 砥石 : A#800 砥粒率 : 15(%) (容積比) 20 A#3000 砥粒率 : 20(%) (容積比)	ラップ	ビッチ P 砥石 : A#2000 砥粒率 : 38(%) (重量比) 60 ZrO ₂ 砥粒率 : 40(%) (重量比)
ラップ回転数	40, 80, 320 (rpm)	ラップ回転数	33(rpm)
ラップ直径	150, 320 (mm)	ラップ直径	120(mm)
		フリクション 回転数	66(rpm)
		ストローク	40(mm)

図 1 ラッピング装置ならびに諸元

む] の 3 種類である。P E 砥石に使用した砥粒は以前の実験で A 系砥粒が C 系砥粒に比較して平滑な面を得たので A 砥粒を用いた。試料 Si 単結晶は (111) 面で前加工面としてスライシング後 A#1200 で湿式ラッピングした面とその面を化学研磨して前加工層を除いた 2 種類である。表 1 に本実験の加工条件を示す。仕上量は試料の重量減を測定し単位面積当りの仕上量, 仕上しろに換算してある。仕上面あらさは触針式あらさ計で測定し H_{max} で表わした。さらに顕微干涉計, 位相差顕微鏡, 微分干涉顕微鏡, 電子顕微鏡を併用して鏡面生成過程を追跡した。

3. 実験結果および考察

3.1 鋳鉄ラップによる鏡面ラッピング特性

広く一般に行なわれているラッピングで湿式法, 乾式法の加工条件により仕上量, 仕上面あらさの加工性能が大きく変

A#800, 圧力: 120g/cm²

図2 鑄鉄ラップ, 乾式法による Si 仕上面の顕微干涉計写真

A#800, 圧力: 120g/cm²

図3 鑄鉄ラップ, 湿式法による Si 仕上面の位相差顕微鏡写真

ZrO₂, 圧力: 120g/cm²

図4 鑄鉄ラップ, 湿式法による Si 仕上面の顕微干涉計写真

化する。まず乾式法で A#800 の砥粒を用いると容易に $H_{\max}$ 0.1μ 程度の鏡面となる (図2)。この図から明らかのように微細な引っかききずが観察されるが粒径を小さくしてもそのきずは小さくなるが消滅しない。湿式法では従来より仕上量を目的とした加工なので図3に示すようにその仕上面は遊離砥粒による転動, あるいい引っかき破壊の集積の結果, 梨地面になるとされてきた。しかし本実験で用いた平均粒径 0.4μ 程度の ZrO_2 の微細砥粒の場合は図4に示すように従来の乾式法で #3000 程度以上の砥粒を用いた面に匹敵する鏡面を生じ, 湿式法

A#3000

図5 PE 砥石表面の電子顕微鏡写真

図6 粒度の相違による砥石面あらさの関係

A#800

図7 PE 砥石の断面写真

と乾式法の仕上面あらさの差がなくなり, 局部的には湿式法による面のほうがより平滑な部分を生じている。

以上のことより微細砥粒の使用による微量加工が鏡面生成にとって重要であること, さらに湿式法ですぐれた鏡面生成が可能であることが判明した。

3.2 PE 砥石によるラッピング特性

3.2.1 PE 砥石面の観察

PE 砥石試作の主たる目的は遊離砥粒出現の防止と弾性作用による切れ刃高さの均整化による平滑な鏡面の生成にある。その砥石面を観察すると図5に示すように結合剤と砥粒よりなり気孔はほとんど存在しない。さらに砥粒は確実に埋めこまれ, その形状も鋭角なものは少なく曲率半径の大きい円すい状である。その砥石面あらさを図6に示すが, 粒度に比例しており, 成形時に砥粒粒度に応じた結合剤の弾性挙動のはたらいいたことが推察される。この砥石の断面写真を図7に示す。その砥石面あらさには砥粒だけでなく結合剤の部分も多く関係していることがわかる。

3.2.2 ラッピング特性

湿式法と乾式法の関係: 仕上量の傾向は従来のラッピングに類似している。仕上面あらさは図8に示すように乾式法, A#3000 を用いた場合目つまりにより $H_{\max}$

図8 PE砥石, 湿式法 乾式法による仕上面あらさの関係

0.1 μ 程度の鏡面となり, わずかに図9の顕微干涉写真に引っかききずとして観察される。湿式法では目つまりをしないのでラップ面あらさが直接仕上面あらさに影響し, A#3000, 加工時間30分で0.1 μ 程度に達するが, それ以後改善されにくい。そこで仕上面に影響する目つまりの変化を追跡してみると(図10), 目つまりは凸起部を中心に生じ, 詳細に観察すると全面が平滑になるのではなく絶えず変動し, それも凸起部がわずかに存続している。従来の砥石面の再成形は巨視的なものといえる。またPEのみのラップで加工した場合には仕上量が測定できないほど少なく, 引っかききずも生じない。また凸起部もほとんど観察されない。したがってこの凸起部は砥粒の存在により生じたもので, その際砥粒のみが加工に寄与して仕上面あらさに影響していることが推察され, ラップ面あらさの重要性がわかる。

ラップ圧力の影響: 仕上量は圧力に比例する。仕上面あらさは湿式法の場合, 図11に示すように圧力の高いほど平滑な面となる。乾式法の傾向も類似している。これらの関係より湿式法では砥石面の転写といっても圧力に応じた砥粒切れ刃高さの均整化により圧力の高い方が平滑な面となり, 乾式法ではそれに加えて目つまりをとまなうので早く平滑な面が得られると考えられる。

砥粒粒径の影響: 加工初期には粒径の小さいほど仕上面あらさはあらいが加工の経過とともにその差は少なく

A#3000, 圧力: 60g/cm²

図9 PE砥石, 乾式法によるSi仕上面の顕微干涉計写真

A#800

図10 PE砥石面のラッピング中の目つまりによる変化

なる(図12)。これは粒径の大きいほど砥石面あらさがあらく, そのため仕上量も多く早く前加工面あらさを細かくするとともに目つまりも早い。他方粒径が小さいと砥石面は平滑で仕上量は少なくとも目つまりをする。いずれにしても目つまりによる砥石面の再成形に原因する。

砥粒率の影響: 砥粒率の多いほど仕上量も多く目つまりを生じているのにもかかわらず仕上面あらさはあら

図11 PE砥石, 湿式法, 圧力変化による仕上面あらさの関係

図12 PE砥石, 乾式法, 粒度変化による仕上面あらさの関係

図13 PE砥石, 速度変化, 粒度変化による仕上り量, 仕上りの関係

(a) PE砥石, 工作液変化による仕上り量, 仕上りの関係

(b) 工作液の粘度と総仕上り量との関係

(c) PE砥石, 工作液変化による仕上面あらさの関係

図14 PE砥石, 工作液の影響

い、他方砥粒率が少ないと仕上量は少なく仕上面あらさも改善されない。したがって砥粒率20%前後をもつ砥石の効果をもっとも大きい。

速度の影響：仕上量の時間的変化を図13に示す。湿式法の場合、回転比4：1、加工時間30分、A#800の場合、約2.5倍、A#3000で約1.5倍である。乾式法では加工初期には類似した傾向を示すが徐々にゆるやかとなる。しかし高速でA#3000の場合、局部的にラップ焼けを生じ仕上面あらさは改善されない。すなわち結合剤の熱伝導率は $4 \times 10^{-4} \text{ cal/sec} \cdot \text{cm} \cdot ^\circ\text{C}$ 、試料接着剤も同じ程度に小さく、乾式法を用い、しかも高速で、さらに#3000の微細砥粒によった砥石面は#800の砥石面より以上に平滑で試料との接触が密接となる。同時に試料は薄く側面からの放熱が少なく、摩擦熱の大部分は試料に蓄積され局部的にラップ焼けを生ずる。したがって高速、乾式、微細砥粒による加工は不適であるとする。

工作液の影響：各種工作液による仕上量の時間的関係を図14(a)に示す。白灯油、軽油とその他の2つに大別され前者は加工時間30分で約3倍の仕上量である。同図(b)は粘度で表わしたものでレッドウッド50秒(30°C)付近に仕上量の最大値がある。この傾向はCMC増粘剤を加えた場合の結果とよく一致している。同図(c)は仕上面あらさの変化を示すもので軽油を用いた場合にもっとも平滑な鏡面をえている。マシン油ではなかなか加工されずアセトンでは引っかききずの多い鏡面となる。これらを工作液の浸透性、潤滑性の点から考えると、まず浸透性は、白灯油>軽油>スピンドル油>マシン油>水・アセトンの順で劣り、潤滑性として膜厚を考えると、荷重 200 g/cm^2 で理論上はアセトンで 1.6μ 、軽油 8.1μ 、スピンドル油 20.1μ となる。一方、試料前加工面あらさは約 4.2μ 、砥石面あらさはA#3000で約 4μ であると

ころからスピンドル油では加工がおそく、アセトンでは直接砥粒と接触し引っかききずを生じやすく、さらに砥石面に切りくずの堆積が他に比して多く観察されており、これが仕上量に影響していると考えられる。

3.3 ビッチ・ラップによるラッピング特性

種々の加工条件での仕上量の時間的変化を図15に示す。これから粒径の大小、前加工面のあらさの程度、ラップ剤濃度、同供給量、砥粒の作用の差異により仕上量が変化していることがわかる。P砥石の場合は工作液として水のみを用いたが平均粒径約 0.4μ の ZrO_2 の微細砥粒を使用しても引っかききずが観察され、他方ビッチのみのラップでは、同じ砥粒を用いても局部的に微細な転動、あるいは引っかきがあるので、きずの発生が観察され、不均一な砥粒の影響が認められる。そこでこの砥粒をろ紙でろ過し、さらに水ひきさせて得た約 0.1μ 程度の砥粒を用いると、長時間を要するが、まったく引っかききずの観察されない鏡面(電子顕微鏡：4000倍)がえられた。この場合にある程度の仕上量があり、また図16に示すように切りくずの堆積が観察され、これに加えて

図16 20時間ラッピング後ビッチ・ラップ上に Si 切りくずの堆積

図15 ビッチ・ラップによる仕上量、仕上しろの関係

図17 ビッチ・ラップによる Si 仕上面の顕微干涉計写真

(a)塑性流動 (b)熱流動

A#3000, 圧力: 200g/cm²

図18 PE砥石による Si 仕上面の電子顕微鏡観察

電子回折*では明りょうな単結晶パターン、菊地線が観察され、電子線透過深さより推定すると数10Å以内であり、加工変質層は非常に薄い、存在しないといってよいほどである。したがって仕上面は微小へき開、あるいは超微小引っかけを主体にしたものと考えられる。この仕上面の顕微干涉計写真を図17に示す。

4. 鏡面生成機構に関する一考察

本実験で用いた種々のラップによる鏡面生成機構を支配するパラメータとして、砥粒の作用—固定砥粒で作用させた場合と遊離砥粒で作用させた場合—に着目して整理するとつぎようになる。すなわち

- (1)固定砥粒の作用: a. 鋳鉄ラップ(乾式法)
b. PE砥石(乾式法, 湿式法)
c. P砥石(湿式法)
- (2)遊離砥粒の作用: a. 鋳鉄ラップ(湿式法)
b. ピッチ・ラップ(湿式法)

となる。まず固定砥粒の作用する場合: 湿式法(PE砥石, P砥石)による仕上面は、砥石面の不均一な切れ刃高さと砥粒運動の拘束により引っかけきずのある鏡面となる。乾式法(鋳鉄ラップ, PE砥石)による仕上面は、引っかけきずの切りくずがラップ面に堆積し、目つまりを生じ砥石面の再成形で摩擦作用が多くなり、図18(a)(b)に示すように熱軟化塑性変形の集積の結果、きずの少ない鏡面がえられるが、いずれも加工変質層が深い*。遊離砥粒の作用する場合、均一な微細砥粒による仕上面は、ラップのかたさ、あらさ、工作液の膜厚の影響で切れ刃高さの均整化、ならびに均等な応力分布を生じ、まったくきずの観察されない鏡面(電子顕微鏡: 4000倍)となる。ここで電子回折により加工変質層の観察されなかったこと*、仕上量の測定されているところから微小へき開、あるいは超微小引っかけを主体にした仕上面と

考えられる。粒径の大きい場合は、不均一な大きさをもつ砥粒などの影響で引っかけ破壊の集積を生じ、きずの多い鏡面、あるいは梨地面となる。

5. おわりに

種々のラップを用いたときの砥粒の作用に着目してSi単結晶の鏡面生成機構を追求し、つぎのような点を明らかにした。

- 1) 固定砥粒の場合、鏡面は砥粒運動の拘束と砥粒切れ刃高さの不均一さにより微細な引かけの集積として生成され、引っかけきずは消滅しない。
- 2) 微細な遊離砥粒(砥粒径約 0.1μ) の場合は、きずの観察されない鏡面が生成される(電子顕微鏡: 4000倍)。
- 3) 本実験に使用したラップの中では、加工に長時間を要するが、ピッチ・ラップがもっとも平滑な鏡面をつくる。
- 4) PE砥石による仕上面あらさは $H_{\max}$ 0.1μ 程度の鏡面である。加工時間が短く、きずを生じない鏡面の前加工面として適している。

おわりに、終始熱心に実験に協力された工学士大川幸明氏、村上修一氏に感謝するとともに、有益なご助言をたびたびいただいた研究室の諸氏、ならびにPE砥石、試料 Si 単結晶、ピッチについてご援助いただいた大阪金剛製砥(株)井上晴氏、三田恵治氏、大阪チタニウム製造(株)有村誠氏、九重電気(株)西沢剛氏にお礼申し上げます。

参考文献

- 1) 津和秀夫: 超精密加工, 18, 8 (1966) 18.
- 2) G.A. Wolfe, J.M. Wilber and J.C. Clark: Etching and Orientation Measurements of Diamond Type Crystals by means of Light Figures, Zeit. für Elektrochem., 61, 1 (1957) 1.
- 3) W.C. Dash: Distorted Layers in Silicon Produced by Grinding and Polishing, J. appl. Phys., 29 (1958) 228.
- 4) T.M. Buck and F.S. Mckim: The Surface Chemistry of Metals and Semiconductors, J. Wiley and Sons, N.Y. (1960) 116.
- 5) 小野貞正, 三上修, 鈴木文武: ゲルマニウムおよびシリコン単結晶の加工ひずみ, 通研実報, 10, 5 (1961) 925.
- 6) J.W. Faust Jr: Factors that Influence the Damaged Layer caused by Abrasion on Si and Ge, Electrochemical Technology, 2 (1964) 339.
- 7) R. Stickler and G.R. Booker: Transmission Electron Microscope Investigation of Removal of Mechanical Polishing Damage on Si and Ge by Chemical Polishing, J. Electrochem. Soc., 111, 4 (1964) 485.
- 8) 小林昭: 砥粒による半導体材料の加工, 精密機械, 27 (1961) 380.
- 9) 今中治: 半導体結晶のラッピングとラップ盤, 新金属, 7 (1963) 37.

* 電子回折(統報)

- 10) 今中治, 勅使川原永一, 奥富衛: 水熱合成法による単結晶アルミナのラッピング性能, 電気試験所彙報, 26, 11 (1963) 833.
 11) 今中治, 勅使川原永一: ポリエステル砥石によるホーニング (1), 機械工作, 10, 12 (1963) 45.
 12) 今中治, 勅使川原永一: ポリエステル砥石によるホーニング (2), 機械工作, 11, 2 (1964) 30.
 13) 加藤一郎, 篠崎俊昭, 後藤研一: シリコン, ゲルマニウム単結晶の破

- 碎—X線2回反射積分強度測定による検討—, 東芝レビュー, 19, 12 (1964) 1272,
 14) 井田一郎, 新井湧三, 鈴木誠: 半導体結晶のポリシ機構に関する研究, 通研実報, 13, 8 (1964) 1205.
 15) E.W. Jensen: Polishing Silicon Wafers, SCP and Solid State Technology, February (1967) 19.

—表紙説明—

広範囲差動電子マイクロメータ

Electronic Micrometer

本器は2個の検出器をもち薄板などの厚みを差動測定するもので0~1000 μ にわたる広範囲の変位を1目盛0.5 μ の感度で絶対値測定ができます。

微小変位を電気信号に変換するための検出器には直線性と安定性の優れた差動変圧器を使用しており, その電気信号をブリッジ回路によってメータに指示させます。

メータの感度は, HIGH (フルスケール: $\pm 10\mu$), MED ($\pm 50\mu$), LOW ($\pm 250\mu$) の3レンジに切換えることができます。ブリッジ回路は $1\mu \times 10$, $10\mu \times 10$, $100\mu \times 10$ の3個のディケードダイヤルを持ち, 測定値はこのディケードダイヤルの位置とメータの指示とで求められます。また差動測定なので各検出器に共通に検出される変位は打消されて指示されないので測定誤差がなく容易に広範囲の高精度測定ができます。

- 2個の検出器を使った差動方式なので安定確実にソリなどのある多種の被測物を測定できる。
- 演算切換回路を持っているので0.5 μ の高精度で1000 μ の広い範囲の測定がゲージなしでおこなえる。
- 広範囲特性は原理的にきわめて安定なディケードダイヤル方式によっているため繰返し誤差, その他の誤差が少ない。
- 測定力が約20~30gであるため測定力による誤差がきわめて小さい。
- 測定値の記録用出力信号をとり出せる。
- トランジスタを使用しているために小形, 長寿命であり起動直後から使用できる。

規 格

K-312A 広範囲差動電子マイクロメータ

測定範囲	0~1000 μ
指示範囲	ダイヤルとメータにより 0~1000 μ
メータ指示範囲	$\pm 10\mu$ $\pm 50\mu$ $\pm 250\mu$
目 量	0.5 μ 2 μ 10 μ
指示誤差	メータ指示範囲誤差 $\pm$ (目量+指示値の1%)以内 ダイヤルによる広範囲誤差 0~200 μ : $\pm 0.5\mu$ 以内 200~1000 μ : ダイヤル指示値の $\pm 3\%$ 以内
零点調整範囲	$\pm 50\mu$ 以上
出力電 源	$\pm 2V$ 以上 85~105V, 50/60c/s

K-107C スピンドル検出器

測定力	上30 $\pm 5g$, 下15 $\pm 5g$
差動特性	+250~ -100 μ の間0.5 μ 以内

K-405A リジッドスタンド

測定範囲	0~70mm
測定台直径	76mm
下部検出器の微動範囲	上下方向 0.2mm
寸法・重量	290 $\times$ 120 $\times$ 180mm, 8kg

(本 社) 東京都港区南麻布4-12-20

(03) 442-8171

(支 店) 大阪市東区高麗橋5-17

(06) 203-0961

安正電気株式会社

(名古屋) (052) 961-5786

(札幌) (0122) 26-8391

(福岡) (092) 76-5347

(厚木) (0462) 22-3311