微粒ダイヤモンド砥石によるシリコン ウエハの正面研削*

三宅正二郎** 中田 宏** 渡辺純二** 黒田久雄**

Face Grinding of Silicon Wafer with Resin
Bonded Fine Grained Diamond Wheel

Shojiro MIYAKE, Hiroshi NAKATA,
Junji WATANABE and Hisao KURODA

The face grinding properties with polyoxybenzoyl and thermosetting polyimide bonded fine grained diamond wheel were studied. The results are as follows: (1) Analytical and experimental considerations on the flatness of the ground silicon wafer were made by evaluation of grinding system stiffness, micro-scratching tests and grinding experiments. The main cause for the error of the flatness is variations of the residue. This residue

is determined by the grinding force which results from the rate of removal over a specified period of time. (2) In the "mechanical-chemical grinding" of the silicon wafer, an aqueous solution of potassium hydroxide (KOH), an etchant for silicon, was employed as the grinding fluid, and the complex effect of the mechanical-chemical reaction on the silicon can diminish the grinding force, the amount of error of the flatness, the generation of cracks and damage layer depth.

Key words: face grinding, silicon wafer, fine grained diamond wheel, flatness, mechanical-chemical grinding, damage.

1. 緒 言

近年、大規模集積回路の高速化、高密度化の要求に従い、その材料基板であるシリコンウエハの加工には、高精度、高品位な加工が要求されている¹⁾²⁾。

一方、著者らはフェライトの精密研削用として、芳香族ポリエステル系結合剤から成る微粒ダイヤモンド砥石を開発し、フェライトのような硬ぜい材料についてもクラックの発生しない、高能率な研削加工が可能であることを明らかにした³⁾⁴⁾。この微粒ダイヤモンド砥石を用いてシリコンウエハの研削を行う場合、正面研削^{5)~7)}では横型平面研削に比べて均一な加工面が得られやすい。また、作用砥粒数も多く、表面の凹凸の修正効果があり、微小な切込み深さで砥粒が作用するので、加工精度が向上し、表面粗さ、加工変質層も小さくなると考えられる。

本研究では、試作したカップ型の微粒ダイヤモンド砥石を用いた正面研削を取り上げ、シリコンウエハの加工面の平面度について、解析的、実験的に検討し、平面度を改善するための加工条件を明らかにした。更に、水酸化カリウム (KOH) 溶液を研削液として用い、機械的な研削に、KOH 溶液による化学的溶去作用を複合して、研

削特性、特に研削抵抗の低減による平面度の向上および加工面品位の改善を図った結果についても述べる。

2. 研削抵抗と平面度

2.1 平面度変化要因の検討

正面研削では、砥石が作用するシリコンの形状の変化に伴って、単位時間当たりの除去量が異なり、研削抵抗の垂直成分 F_V が変動することによって切残しの差が生じる。研削系の変形により、砥石送り方向の加工物形状が形成されるモデルを図1のように考える。すなわち定常状態における各部の切残しは基準となる加工物端部での切残し量 y_0 と形状 y の和として表され、これに新たな切込み量 d を加えたものが設定切込みとなる。真実切込は、定常状態では d とほぼ等しい。

研削抵抗の垂直成分 F_V は、真実切込み d と単位時間当たり砥石が作用する加工物の面積 dS の積に比例する。

$$F_V = k_1 \cdot d \cdot dS \quad (1)$$

ここで、 k_1 は単位除去体積当たりの研削抵抗を示す。

また、研削系の剛性 k_2 を考慮すると、切残し量 $y + y_0$ と F_V の間に次式が成立する。

$$y_0 + y = \frac{F_V}{k_2} \quad (2)$$

従って送り方向の形状 y は次式で示される。

$$y = \frac{k_1 \cdot d \cdot dS}{k_2} - y_0 \quad (3)$$

次に dS を砥石と加工物が重なる面積の変化 (図1(a))

* 原稿受付 昭和56年10月14日。昭和51年度精機学会秋季大会学術講演会(昭和51年10月12日)および精機学会昭和52年度関西地方定期学術講演会(昭和52年6月8日)にて発表。

** 正会員 日本電信電話公社武蔵野電気通信研究所(武蔵野市緑町3-9-11)

Fig. 1 Surface profile formed by face grinding

から求めると次式のようにになる。

$$dS = (at^{-2} + b) \sqrt{R_2^2 - \left(\frac{a}{t} - bt\right)^2} + \frac{1}{t} \left(\frac{a}{t} - bt\right)^2 \left(\frac{a}{t} + bt\right) \sqrt{R_2^2 - \left(\frac{a}{t} - bt\right)^2} + \frac{1}{t} \left(\frac{a}{t} + bt\right) \frac{1}{\sqrt{1 - \left\{ \frac{1}{R_2} \left(\frac{a}{t} - bt\right) \right\}^2}} \quad (4)$$

ここで、

$$\begin{cases} a = \frac{R_1^2 - R_2^2}{2v} \\ b = \frac{v}{2} \end{cases}$$

(R_1 : 砥石半径, R_2 : 加工物半径, t : 時間, v : 加工物送り速度) である。更に式(4)を式(1), (3)に代入すれば, F_r, y が求められる。ここで、単位除去体積当たりの抵抗 k_1 および研削系の剛性 k_2 はそれぞれシリコンの微小引っかけ実験、研削系の剛性を測定するところから評価できる。更に平面度は、 y の最大値となり、式(3)から平面度を向上させるために k_1 を減少させることが有効であると推察される。

2.2 研削系の剛性

平面度を考察するために、研削系の剛性 k_2 を評価した。負荷 p と研削系の変位 δ_d の関係を図2に示す。

実験式は、

Fig. 2 Stiffness of grinding system

$$p = a\delta_d^b \quad (a=0.011, b=2.1) \quad (5)$$

で示される。6 μm 以下の微小変位では、剛性が小さく、300 g で 6 μm 程度変位する。また変位が 10 μm 以上では、負荷-変位の関係は傾きが大きくなり、剛性 $k_2 = 0.5 \text{ kg}/\mu\text{m}$ 程度になる。

2.3 単粒引っかけ抵抗

シリコンウエハの砥粒加工特性を考察するうえで単粒引っかけ実験が有効である⁸⁾⁹⁾。ここでは、研削加工に微粒ダイヤモンド砥石を用いることとしたので、微小切れ刃に対する加工抵抗と変形形態を見ることとし、引っかけ子の切込み深さを変化させた。また、加工における化学的な複合効果を見るために、KOH 溶液中での引っかけ実験も行った。引っかけ子はダイヤモンド三角すい 112° のすい面引っかけ子であり、先端は 1 μm 以下の物を用いた。図3に示すように、単位除去体積当たりの抵抗は切込み深さが小さい場合、非常に大きい。硬ぜい材料は一般に微小負荷におけるせん断力には強い変形抵抗を示すが、引張力には弱い特性を持つ。従って高荷重では引っかけ痕周辺にクラックが生じ、変形抵抗が小さくなる。更に水酸化カリウム溶液中の引っかけ抵抗は蒸留水中の抵抗に比べて小さい。すなわち化学作用により、比除去エネルギーが減少することを示している。

微粒ダイヤモンドによる研削のように、各砥粒の切込み深さの小さい条件では、除去体積当たりの加工抵抗が著しく増大し、これが平面度誤差の原因となっている。従って、微小引っかけ実験結果から、研削においても、KOH 添加により除去体積当たりの研削抵抗の小さい加工が可能となり、“研削抵抗による平面度の誤差”の改善が期待できる。

3. 微小引っかけによる変形特性

化学作用のある研削液を用いた場合の加工面に与える

Fig. 3 Scratching resistance per unit volume

Fig. 4 Scratched trace

効果を見るために微小引っかきにおける変形特性を検討した。切込み深さに対する引っかき変形形態の変化を図4に示す。ここで、盛上がり高さ係数 γ は盛上がり高さ h_1, h_2 の平均値の条痕深さ d に対する比で定義した。蒸留水中では、 γ は引っかき痕深さ $0.1 \mu\text{m}$ まで増大し、それ以上で急減する。シリコンの塑性変形領域では、引っかき子は前面の材料を左右に流動させて盛上がりを形成する。切込み深さが大きくなると、切れ刃前面の材料にすべりが生じて切削が開始される。このため切削開始点で γ が急減する。一方、水酸化カリウム溶液中で引っかいた場合、室温では盛上がり高さ係数 γ は切込みの深い領域に平行移動する。これはKOHを添加することにより、シリコンの弾塑性変形領域でも化学作用で除去され、切込みが深くなるためと考えられる。またKOHを添加

表1 研削条件

加工物	Si (100), $\phi 76 \times t 1$, $\phi 30 \times t 1$
装置	牧野フライス KGJP 改造
砥石	カップ型ダイヤモンドホイール (外形 150, 幅 5, 集中度 50) 結合剤: ポリオキシベンゾイル + 架橋ポリイミド + WS_2 平均粒径 (μm): 9 (#1500), 23 (#800), 28 (#600)
研削条件	砥石回転数: 2 200 rpm 送り速度: 25, 45, 60, 80 mm/ min 切込み量: 2, 3, 5, 8, 10, 15 μm KOH 添加量: 0, 1, 2, 5, 10 wt%

して、 40°C , 80°C に加熱した場合には盛上がりはほとんど観察されない。温度を上げることにより、化学的な作用が増大し、塑性流動部等活性化された部分が除去され、塑性流動による盛上がりは残らない。

蒸留水中の引っかきを行った場合、微小クラックが発生しやすく、 $0.2 \mu\text{m}$ の引っかき痕深さで $2 \mu\text{m}$ 程度の欠け幅が生じている。これに対し、KOH を添加した場合、室温では、欠け幅は半分程度に減少する。特に、KOH を加え 80°C に加熱した場合には、欠け幅は減少し、約 $0.5 \mu\text{m}$ 以下の引っかき痕幅では欠けは発生しない。

加工欠陥を小さくするためには、微細砥粒を用い砥粒の切込みを小さくする必要がある。その場合、抵抗が大きくなり、平面度誤差は増大し、品位と精度は相反条件となる。したがって、欠けの発生しない塑性領域内で、抵抗の少ない加工をする必要がある。最適な砥粒粒度等の加工条件を求めるのが課題となる。ここで、KOH を添加した場合、低切込みにすれば、クラックの発生しない、高精度な研削が可能となると考えられる。

4. 研削実験

4.1 実験方法

研削条件を表1に示す。加工物は Si (100) 面である。加工装置は立型のものであり、化学液を用いるのでステンレスで循環槽を作製するなどの改造を行った。耐熱、耐磨耗性に優れた芳香族ポリエステル系のダイヤモンド砥石を用い、整型は GC 砥石と乾式、低速でかみ合わせる方法を採用した。研削液の溶媒としては蒸留水を用い、KOH 添加量を変化させた。研削抵抗測定には支柱形動力計を用いた。加工面品位は、 $\text{HNO}_3 : \text{HF}$, 30 : 1 液を用いたエッチング速度の変化および電子回折により評価

Fig. 5 Vertical grinding force

Fig. 6 dS vs. distance

した。

4.2 研削面の平面度

図5に KOH 溶液を加えた場合の研削抵抗の垂直成分 F_V の測定値を示す。研削液の KOH 濃度を増加させるに従い、研削抵抗の値は減少するが、ほぼ同様の形状を示し、中心部より少しはずれた位置で最大値を示す。また、送り方向を逆にすれば、(a), (b) に示すようにほぼ対称の形状を示している。

図6に式(4)より算出した dS を示す。 dS は研削抵抗の垂直成分 F_V と良い対応を示す。最大値は $x=0.55$ の所で生じており、 F_V の測定結果の最大値とほぼ一致する。また、送り方向に対して対称の形状を示したことも dS の変化から理解できる。

図7は、研削抵抗の垂直成分 F_V とそれに対応する位置の試料面の基準からの距離 y との関係を示したものである。この関係は、図4に示した研削系の変形特性で変

Fig. 7 Vertical grinding force vs. surface profile

Fig. 8 Vertical grinding force and flatness

形量 $10 \mu\text{m}$ 以上の剛性の測定値とよい対応を示している。 $10 \mu\text{m}$ の始点のずれは、定常状態では、研削系に負荷がかかり、研削系がそれだけ変形している状態が形状測定 of 始点 y_0 になっていることに起因している。

この結果は、研削抵抗の垂直成分 F_V によって研削系が変形し、加工面の送り方向の形状が形成されるという解析結果を実証するものである。

図8に、研削抵抗の垂直成分 $F_{V\text{max}}$ と平面度の測定結果を示す。平面度は加工面の送り方向における基準面からの距離 y の最大値となる。従って $F_{V\text{max}}$ と平面度 y_{max} の間にも同様に F_V と y の関係が成立する。図7に◎印で追記したものが、 $F_{V\text{max}}$ と y_{max} の関係を示している。

図9に粒度 #1500 の砥石による研削抵抗の垂直成分を示す。研削液に KOH を添加することにより抵抗は減少する。特に #1500 砥石のように微粒砥石では微小な切

Fig. 9 Vertical grinding force vs. KOH concentration

Fig. 10 Flatness vs. KOH concentration

込みになり, 引っかかり試験で見られたように, 切りくずが除去されない弾塑性変形領域における作用が多くなるが, KOH 添加により, この領域でも加工が進行するので F_v が減少する。また図 10 に 3 インチウエハを正面研削した場合の平面度を示す。KOH 添加によりウエハの平面度は向上する。特に, #1500 砥石のように微粒砥石を用いた場合にその減少率が大きい。

4.3 加工面品位

KOH を添加した研削面の平面度は向上しているが, 加工面の不均一性が増大している。表面には砥粒通過痕と見られる鋭利なスクラッチが観察される。これは, 引っかかり実験で見られたように, KOH 添加の効果として, 盛上がり現象等による加工面の平滑化の効果が小さいこと, 同じ切削により深くまで除去されるので, 砥粒の通過痕がそのまま表面の凹凸を形成することによると考えられる。このため, 表面粗さは, 図 11 のように KOH を加えることにより増大する。すなわち, 蒸留水では, 表面はパニシ効果等により, 塑性流動層がおおっているが,

Fig. 11 Surface roughness

Fig. 12 Ground surface
#1500, $v=25$ mm/min, $d=2$ μm

それが, KOH を加えることにより除去されることを示す。

加工面の顕微鏡写真を図 12 に示す。蒸留水を研削液とした加工面は乳白色であり, 一部ぜい性クラックが観

Fig. 13 Roughness of etched part
Etching time: 5 s, $\text{HNO}_3:\text{HF}=30:1$ solution,
#1500, $v=25$ mm/min, $\Delta=2$ μm

Fig. 14 Etching rate

察される。また表面は、パニン効果等によって生じた塑性流動層によりおおわれており、加工面表面の凹凸は小さい。しかし、 $\text{HNO}_3:\text{HF}$ の 30:1 液により表層を除くとぜい性破面が顕著に現れ、表面は凹凸が大きく、クラックは深部にまで達している。これに対し、KOH 10 wt% 溶液を研削液として加工した面は光輝面を示し、砥粒による通過痕によって形成されている。加工面を $\text{HNO}_3:\text{HF}$ 液によってエッチしてもクラックはほとんど検出されず、研削表面と同様で変化しない。 $\text{HNO}_3:\text{HF}$ の 30:1 液によるエッチング段差部の形状を図 13 に示す。蒸留水を研削液とした研削面をエッチした面の粗さは、研削加工表面（マスク部）に対して著しく大きい。これに対し、KOH 10% 溶液を研削液とした化学的複合研削面 (b) をエッチした面の表面粗さは研削面と同程度であり、表面粗さの変化も小さい。すなわち、#1500 の微粒砥石では、化学的複合研削面と通常の研削面の内部の構造はかなり違っており、KOH を加えた化学的複合研削には、加工時のクラックの発生を減少させる効果がある。

$\text{HNO}_3:\text{HF}$ の 30:1 液によって、研削面をエッチした場合のエッチング速度を図 14 に示す。加工変質層深さは、エッチング速度が一定の値になるエッチング深さ

Fig. 15 RHEED patterns taken from Si(100) surface
#1500, $v=25$ mm/min, $\Delta=2$ μm

で求められる。#1500 砥石で蒸留水を研削液とした場合には、加工変質層深さは 1.3 μm である。これに対し、KOH 10 wt% 溶液による化学的複合研削では、加工変質層深さは 0.7 μm となる。すなわち、KOH を加えた化学的複合研削では、加工変質層深さは蒸留水による研削の 1/2 程度になる。

研削面、 $\text{HNO}_3:\text{HF}$ の 30:1 液によるエッチ面の反射電子回折像を図 15 に示す。最初、研削面はどちらもハロー像を呈する。しかし、 $\text{HNO}_3:\text{HF}$ の 30:1 液で 5 s エッチしたものは、蒸留水ではハロー像を呈するのに対し、化学的複合研削面は明りょうなスポットを示している。更に、化学的複合研削面を 10 s、0.41 μm 除いた場合、菊池線が観察され、良い結晶性が得られていることがわかる。蒸留水を用いた研削面について、菊池線が観察されるエッチング深さから、加工変質層深さを評価すれば約 1.5 μm となる。

これらの結果は、エッチング速度による加工変質層深さに対応し、KOH 添加による化学的複合研削面の加工変質層は小さいことを示している。しかし、電子回折による評価の方が差は顕著に現れており、化学的複合研削によれば、加工変質層の深さは 1/3 程度になる。更に、反応性スパッタエッチングを併用した評価を行っても加工変質層の深さは、1/2 程度に減少することを示してい

る¹⁰⁾。このように, KOH を添加した化学的複合研削によれば, 加工変質層の深さを $1/2 \sim 1/3$ に低減できる。

5. 結 言

微粒ダイヤモンド砥石によるシリコンウエハの正面研削について検討し, 以下に示す結果を得た。

- (1) シリコンウエハの正面研削の平面度について, 研削系の剛性評価, 微小引っかけ実験, 研削実験から検討した。平面度に関する誤差は切残しの差が主原因である。この切残しは単位時間当たりの除去体積に比例する研削抵抗の垂直成分によって定まる。
- (2) KOH 溶液を研削液として用いた化学的複合研削によれば, 平面度を向上でき, クラックの発生がなく, 加工変質層を $1/2 \sim 1/3$ に低減できる。これは, KOH 溶液の化学的複合作用による研削抵抗の低減と, 塑性流動等の切残しの低減, クラック発生の抑制等の効果によるものである。

最後に本研究の研削実験に御協力下さった電電公社武蔵野電気通信研究所, 鶴田兼吉氏に感謝の意を表します。

参 考 文 献

- 1) 岩淵真三郎, 村岡久志: 結晶切断・研摩技術, 電子材料, 10 (1976) 30.
- 2) 丸山光弘: LSI 生産技術, シリコン結晶技術, 電気化学, 42, 8 (1974) 390.
- 3) 三宅正二郎, 渡辺純二, 上野嘉之, 鶴田兼吉: フェライトの精密研削 (第 1 報), 精密機械, 43, 12 (1977) 1415.
- 4) 三宅正二郎, 鶴田兼吉, 渡辺純二, 上野嘉之: フェライトの精密研削 (第 2 報), 精密機械, 44, 9 (1978) 1050.
- 5) C. Pollock: The Effect of Some Operating Variables in Vertical Spindle Abrasive Machining of Mild Steel, Trans. ASME, Ser. B, 90, 2, (1968) 365.
- 6) 松井正己: 正面研削に関する研究, 精密機械, 40, 11 (1974) 1007.
- 7) H. O. Juchem: New Developments in Ceramics and Semiconductor Machining in Germany, Ind. Diamond Rev., 6, (1975) 208.
- 8) 井田一郎, 新井湧三: 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.
- 9) H. Nakata, S. Miyake & J. Watanabe: Mechanical-chemical Slicing for Si Single Crystals, Bull. JSPE, 12, 1, (1978) 45.
- 10) 三宅正二郎, 桑野博喜: 反応性スパッタエッチングで生じる Si 表面の加工欠陥の研究, 精密機械, 47, 12 (1981) 1483.