

平成 28 年度

戦略的基盤技術高度化支援事業

「次世代パワーデバイス用ウエハ加工工程を簡略化する超均一組織研削
砥石の開発」

研究開発成果等報告書

平成 29 年 3 月

担当局	中部経済産業局
補助事業者	一般財団法人ファインセラミックスセンター

第1章 研究開発の概要

次世代自動車で電池に蓄えられた電力を有効に利用するためにはパワーデバイスの高性能化が急務である。このパワーデバイス用ウエハは、高硬度な脆性材料故、加工による品質低下と加工コストが用途拡大の障害になっている。高速で低ダメージ・超平滑面を得る研削砥石の開発を目標とし、機械研磨レスで厚み精度が高く、コストの低いウエハ加工工程を実現する。砥粒・結合剤・気孔が均一に分散した超均一組織砥石製造法を確立する。

1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

(二) 精密加工に係る技術に関する事項

1 精密加工に係る技術において達成すべき高度化目標

(4) 川下分野特有の事項

4) その他の川下分野に関する事項

a. 自動車分野に関する事項

川下製造業者等の特有の課題及びニーズ

オ. ハイブリッド化、EV化、燃料電池化

電気自動車・ハイブリッド車などの次世代自動車においては電池に蓄えられた電力を無駄なく効率良く使用するために、直流を交流に変換する装置に使用されるパワーデバイスが必要である。このパワーデバイスに要求される性能は、低損失・高耐圧・高温、高速動作、小型化などの面で厳しくなり、最早、シリコンで実現可能な性能の限界(理論性能)を超えたと言える。次世代自動車パワーデバイス用材料としてはSiC、GaN、ダイヤモンド等が有望視されており、これらの材料への移行が課題である。

②高度化目標

ウ. 難加工材・新材料加工対応

次世代自動車パワーデバイス用材料は、高硬度・脆性材料で、且つ、化学的に安定な為、シリコンに比べ加工が遥かに難しい。ウエハの加工コストはウエハ価格の1/2を占めており、加工工程の簡略化、高速化が緊急の課題である。加えて、デバイス生産コスト抑制のために

ウエハは大口径化の傾向にあり、6inch ウエハへ適用可能な加工プロセスが要求されている。従来はバルク結晶の切断からウエハ仕上げまでの工程で切断・研削・機械研磨・化学機械研磨の 4 工程を要した。大口径ウエハ加工を苦手とする機械研磨工程を省略した 3 工程にして加工コストの低減を図る。本研究開発では機械研磨以上の表面品質を実現する研削砥石を開発する。

平成 29 年 3 月末の目標値と達成値を以下に示す。

項目	目標値	達成値	達成度合い
砥粒粒度設計	中心粒径の 1σ より粗目をカット	1σ 以上の粗目は全粒子の 10%以下、 2σ 以上の粗目カット。 研削結果とコスト面から現状以上の粗目カットは不要と判断した。	100%
結合剤粒径設計	砥粒中心粒径の規定倍以上の粗目をカット	砥粒中心粒径の規定倍以上の粗目を 5%以下に抑制。	100%
原料配合技術の開発	均一分散性に優れた原料配合剤の作製	分散性の優れた原料配合剤の作製に成功。 課題：分散性の管理基準の策定	100%
造粒技術の開発	均一性、流動性に優れた二次粒子の作製	均一性：砥粒と結合剤が均一分散。 流動性：成型時に偏りの生じない流動性の高い二次粒子の作製に成功。	100%
塊粒密度	1 個/cm ² 以下	EDX による組成分析と研削面の形状から塊粒の有無を推定、Ra・Rz の減少、研削痕無、砥粒領域からの結合剤成分検出から問題となる塊粒はないと判断	100%
研削速度	5 μ m/min 以上 (4inch ウエハ仕上加工)	6.4 μ m/min	128%
	1 μ m/min 以上 (6inch ウエハ仕上加工)	3.7 μ m/min	370%
ウエハ平坦化に要する加工コスト	30%以上減	CMP を除いた加工時間約 80%短縮が可能。	266%
表面平滑性	Ra<1nm、Rz<5nm	Ra 0.5nm, Rz 3.2nm (#50000 砥石)	151%
TTV	2 μ m 以下 (6inch ウエハ)	19.7 μ m* *表 #30000 裏 #2000 砥石で加工 ユーザニーズは<5 μ m	10%

トータル研削加工コスト	30%以上減	CMP を含めた加工時間 40%短縮が可能となった	100%
加工変質層厚	エピ転写法で 0.5 μm 以下	検討実験中	100%
	ステップポリッシュ法で 0.2 μm 以下	1 μm 以下(ひび・割れ) 市場調査から 1 μm 以下で 十分なことがわかった	

1-2 研究体制

(1) 研究組織・管理体制

事業管理機関 一般財団法人ファインセラミックスセンター

——間接補助——→ 株式会社ニートレックス本社

総括研究代表者(PL) 株式会社ニートレックス本社 技術開発室 室長 柴田剛

副総括研究代表者(SL) 一般財団法人ファインセラミックスセンター 材料技術研究所
機能性材料グループ 主席研究員 石川由加里

【事業管理機関】 一般財団法人ファインセラミックスセンター

管 理 員

氏 名	所属・役職	実施内容(番号)
山本義明	研究企画部・次長	4,5
石川由加里	材料技術研究所機能性材料グループ・グループ長	4,5

(2) 研究者氏名、協力者

【事業管理機関】 一般財団法人ファインセラミックスセンター

研究員

氏 名	所属・役職	実施内容（番号）
石川由加里	材料技術研究所機能性材料グループ・グループ長	2-3,3-3
菅原義弘	ナノ構造研究所電池材料解析グループ・上級研究員	2-2, 2-3,3-3
佐藤功二	材料技術研究所機能性材料グループ・上級技師	3-3
姚永昭	材料技術研究所機能性材料グループ・上級研究員	2-3
早川一幸	材料技術研究所材料評価・試作グループ・上級技師補	2-3, 3-3
横江大作	ナノ構造研究所微構造・電子顕微鏡基盤グループ・上級技師補	2-2, 2-3, 3-3

【間接補助事業者】

株式会社ニートレックス本社

氏 名	所属・役職	実施内容（番号）
柴田剛	技術開発室・室長	1-1, 1-2, 3-1, 3-2, 4
村田 英寛	技術開発室・リーダー	1-1,
岡田 要司	技術開発室・主任	1-2
南本 貴司	技術開発室・リーダー	2-1
八代 政志	製造技術室・主事	2-2, 2-3,

アドバイザー 3名

1-3 成果概要

砥石構成材である砥粒・結合剤の粒度分布を設計し、粗目を抑えた砥粒・結合剤を得た。砥粒と結合剤が均一分散した原料の配合方法・条件を検討した上で二次粒子を作製し、砥粒と結合剤が均一分散した二次粒子の製造に成功した。上記、二次粒子を原料として砥石を製造し、砥粒・結合剤・気孔が均一に分散した砥石構造の製造に成功した。

開発した砥石6水準とベンチマーク砥石 1 水準、研削条件を4水準とり、研削性能の高い砥石および研削条件の抽出を行った。研削速度は 4inch ウエハで 6.4 $\mu\text{m}/\text{min}$ （目標値

5 $\mu\text{m}/\text{min}$ 以上)、6inch ウエハで 3.7 $\mu\text{m}/\text{min}$ (目標値 1 $\mu\text{m}/\text{min}$ 以上)、表面粗さは、Ra 0.51nm (目標値<1nm) , Rz 3.15nm(目標値<5nm)となり目標値を達成した。一方、TTV は 19.7 μm (目標値<2 μm)、加工変質層(ひび・われ)厚は 1 μm 以下(目標値<0.2 μm)で目標値に達していない。前者はアドバイザーから、5 μm 以下が望ましいとのコメントを得たので、5 μm 以下を目標に今後検討を続ける。後者は市場調査の結果、1 μm 以下で十分なことがわかった。

1-4 当該研究開発の連絡窓口

一般財団法人 ファインセラミックスター

材料技術研究所 機能性材料 グループ

主席研究員 石川 由加里

Tel:052-889-1666 (内線 562) Fax:052-871-3599

E-mail:yukari@jfcc.or.jp

第2章 本論

（１）砥石構成材料の開発

（１－１）砥粒の開発（株式会社ニートレックス本社）（平成 26，27，28 年度実施）

粗大砥粒による研削面への深い傷の発生を抑制することを目標に以下の検討を行う。粒子径分布測定器で設計の粒度分布実現の確認を行う。

- ・砥粒粒度設計：粗目砥粒のカット
- ・砥粒再分級技術開発：設計砥粒粒度の実現

砥粒の粒度設計を実施し、中心粒径 1σ を超える粗目は全粒子の 10% 以下、 2σ 以上の粗目をカットした。本件は、平成 28 年度に導入した粒子径分布測定装置で確認した。さらに、研削結果とコスト面から現状以上の粗目カットの必要性を検討し、不要と判断した。

（１－２）結合剤の開発（株式会社ニートレックス本社）（平成 26，27，28 年度実施）

砥粒と気孔の保持に十分な強度を得られる結合剤の量と砥粒への均一付着に適した結合剤粒径を中心に検討する。

- ・結合剤粒度設計：粗目結合剤のカット
- ・結合剤の再分級技術開発：設計結合剤粒度の実現

結合剤の粉碎方法を検討し、砥粒の中心粒径の規定倍（規定 A）の平均粒径の結合剤を作製することに成功した。また、結合剤の再分級を実施し、砥粒中心粒径の規定倍（規定 B）を超える粗目を全結合剤の 5% 以下に抑制した。本件は、平成 28 年度に導入した粒子径分布測定装置で確認した。

（２）砥石構成材料の開発

（２－１）原料配合技術の開発（株式会社ニートレックス本社）（平成 26，27，28 年度実施予定）

- ・原料配合剤製造法の検討

砥粒・結合剤の凝集を抑え、砥粒・結合剤の均一分散した原料配合剤を製造する。

- ・原料配合剤中の砥粒・結合剤の分散度合評価

分散状態測定器を用いて原料配合剤の分散状態を制御する。

砥粒・結合剤をそれぞれ凝集させることなく均一に分散させて配合した原料配合剤を製造する方法を複数検討し、分散性の向上する方法を選定した。その上で、砥粒径に合わせた原料の配合条件を検討し、適切な条件を決定した。性能の高い砥石を安定して製造するためには、本原料配合工程が最も重要なことがわかった。原料配合剤の分散性を測定する装置を平成27、28年度に導入し、分散性と砥石性能の関係を調べた。分散性の良し悪しは判定できるが、分散性の管理基準を策定するにはデータの蓄積がまだ十分ではなく、今後の課題である。

（2-2）造粒技術の開発（株式会社ニートレックス本社/一般財団法人ファインセラミックスセンター）（平成26、27、28年度実施予定）

・造粒技術の開発

砥石製造に用いられた例の殆どない造粒法を用いて、原料配合剤から砥粒と結合剤が平均化した二次粒子を製造する。

・二次粒子構造の評価

砥粒と結合剤の均一分散状態を評価する。

外形が球状に揃い、内部は砥粒と結合剤が均一分散した二次粒子を製造することに成功した。

粒度 30000 砥粒を用いて製造方法(A, B, C)で作製した原料配合剤を用いて製造した二次粒子形状および構造を比較した（図 1）。樹脂埋め後切断して観察しているので二次粒子周りの暗いコントラストは樹脂である。製造方法 A で作製した原料配合剤を用いると二次粒子は、サイズ・形状ともに不揃いである。内部構造も砥粒が凝集した場所、結合剤が凝集した場所、中空（原料・結合剤とにもない）等があり、砥粒と結合剤の均一分散には程遠い。製造法 B で作製した原料配合剤を用いると球状二次粒子の割合が増加したが、不定形のものも残存している。内部構造も、結合剤と砥粒が均一分散したものの割合が増加したが、砥粒が凝集した二次粒子や中空を含んだ二次粒子が散見された。一方、製造法 C で作製した原料配合剤を用いると大部分が球状二次粒子となり、粒子内部は結合剤砥粒が均一分散していた。砥粒の凝集や中空を含んだ二次粒子は検出されなかった。以上の結果から、原料配合剤製造法 C が適切と判断した。砥粒粒度を 50000 にすると、砥粒粒度 30000 で最適とした条件では二次粒子内部の砥粒と結合剤の分散状態が十分でないことがわかったので、原料配合剤製造法 C において配合条件(a, b, c)の検討を実施した（図 2）。配合条件 a では、

結合剤と砥粒が比較的均一に分散しているが、一部、砥粒や結合剤が凝集している場所がある。配合条件 b では、砥粒・結合剤がそれぞれ凝集している場所が多くあり、分散性が劣った。配合条件 c では、砥粒・結合剤ともに均一に分散している。また、結合剤の見かけ上の粒径も配合条件 a に比べて小さくなっており、結合剤の凝集が改善したと判断した。従って、配合条件 c を最適条件とした。

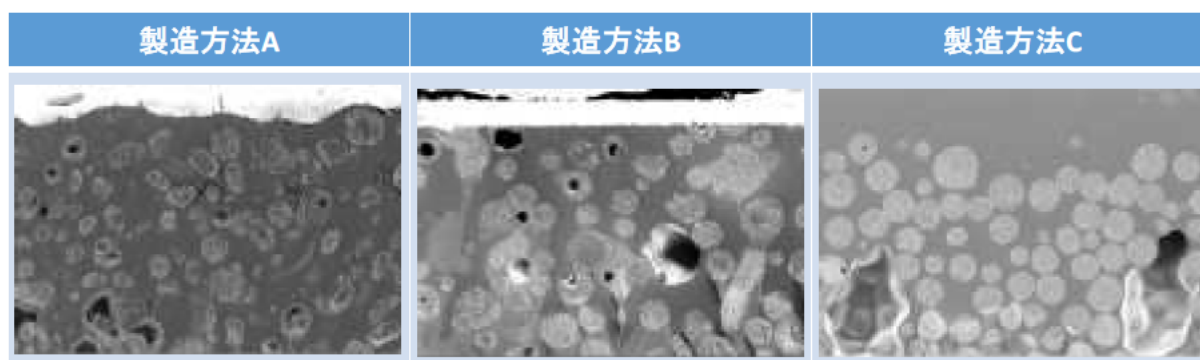


図 1 二次粒子の断面（粒度 30000）

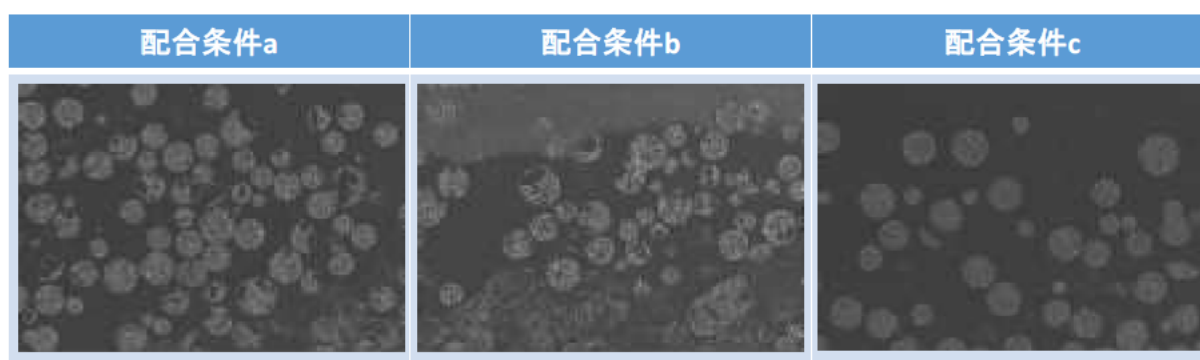


図 2 二次粒子の断面（粒度 50000）

（2－3）成型技術の開発（株式会社ニートレックス本社/一般財団法人ファインセラミックスセンター）（平成 26，27，28 年度実施予定）

・二次粒子の金型内への充填技術開発

二次粒子の粒径を制御して粒子の自由流動性を増し金型内に偏りなく充填することを目指す。
粒径の適正なサイズを絞り込む。

・プレス条件の検討

砥粒・結合剤・気孔の超均一分散状態を保持するプレス条件を見出す。

・成型焼成した砥石構造の評価

砥粒・結合剤・気孔の三次元分散状態と結合剤の厚みに関する情報を得る。

- ・評価法の開発

工程管理に使用可能な簡易な二次粒子・砥石構造の評価法を開発する。

前節で記述した様に、原料配合剤の製造方法 C を採用したことで、二次粒子形状が球状に揃った。その結果、二次粒子の流動性が増し、成型時に偏りが生じなくなった。二次粒子の流動性を安息角で管理するために測定法の検討を実施したが、安息角の再現性に問題がある一方、製造方法 C で作製した原料配合剤を原料とした二次粒子は内部構造に依らず（結合剤と砥粒の分散性に依らず）の高い流動性を示し、成型時に偏りが生じなかったため、製造コストを押し上げる二次粒子の流動性の管理は不要と判断した。

成型後の内部構造を観察すると、結合剤・砥粒の分散状態は、二次粒子の分布状態を引き継ぐことがわかった（図 3）。また、プレス圧が砥石構造に及ぼす影響は二次粒子間の空隙のサイズであり、プレス圧が大きいと二次粒子間の空隙は狭まることがわかった（図 4）。後述する様に、プレス圧が小さい砥石の研削速度が大きいことから、砥粒間の空隙が、研削屑の排出の役割（目詰まりの抑制）に効いていると推定している。

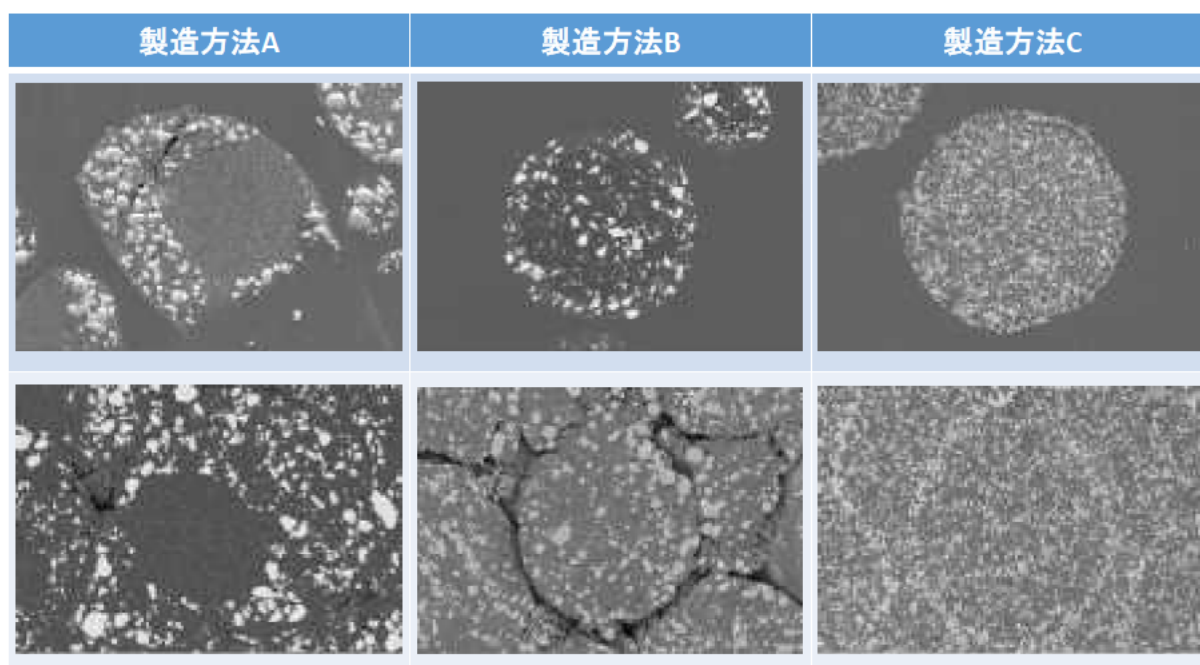


図 3 二次粒子（上段）と成型後（下段）の断面構造（粒度 30000）

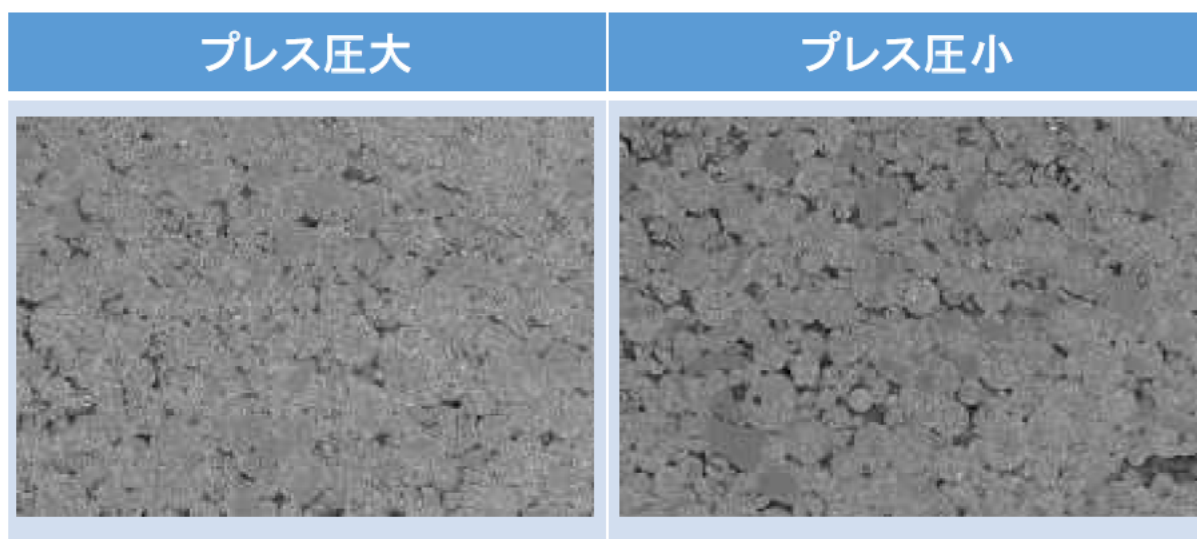


図 4 砥石構造のプレス圧依存性

成型・焼成した砥石の構造を次に示す（図 5）。結合剤と砥粒の分散が不十分な二次粒子で作製した砥石（2）では、数 μm の気孔が数十個観察されたが、分散性の良い二次粒子で作製した砥石（1）では、サブ μm の気孔が大部分となったが μm オーダーの気孔も複数個観察された。分散性をさらに向上させた二次粒子で作製した砥石（3）で検出された気孔はサブ μm 以下であった。（ここでは二次粒子間に空隙については議論していないことに留意いただきたい。）また、砥粒のみが凝集したと思われる領域を EDX 分析すると、図 6 に示す様に分散性の良い二次粒子で作製した砥石（1）では、砥粒成分（C）が強く、弱い結合剤成分（O）が若干検出されるのみだったが、分散性をさらに改善した二次粒子で作製した砥石（3）では、結合剤成分（O）も強く検出され結合剤と砥粒の均一分散（砥粒の周囲を結合剤が均一に覆っている）を判断できる。また、砥石には結合剤由来と推定される白く見える領域が観察される。この領域の分布状態は、二次粒子内部の結合剤と砥粒の分散状態に依存しない。さらに、結合剤の平均組成とは一致せず、結合剤を構成する一部の元素からなることから、焼結時に結合剤が組成ずれを起こした部分と推定している。結合剤組成を最適化することによりさらに砥石構造の均一性は増すものと思われる。

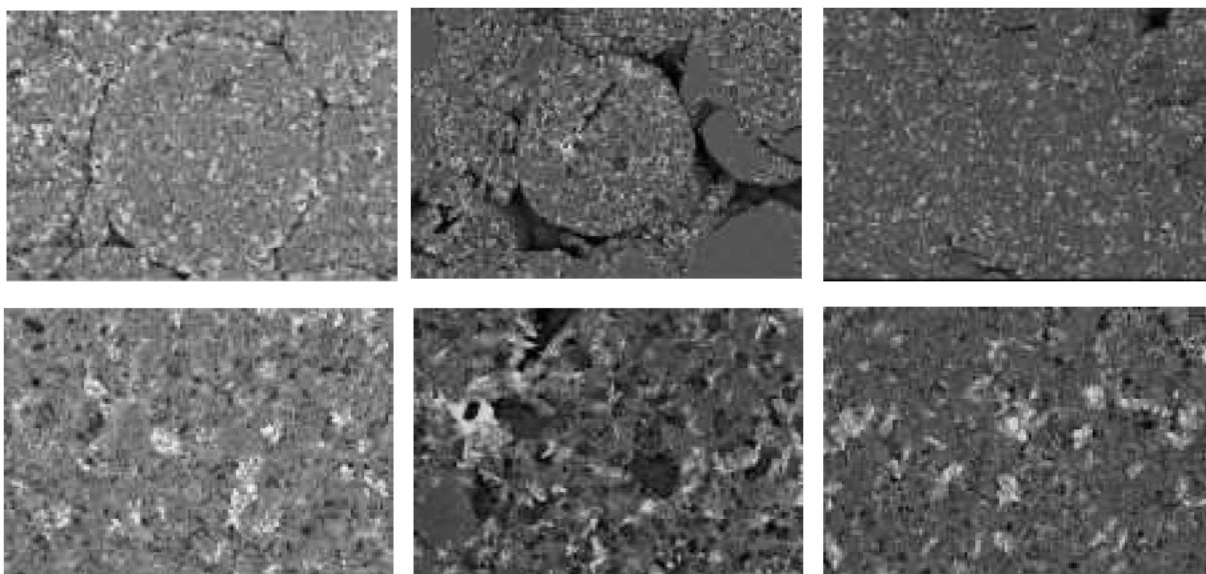


図 5 砥石の断面構造 上段:低倍、下段:高倍

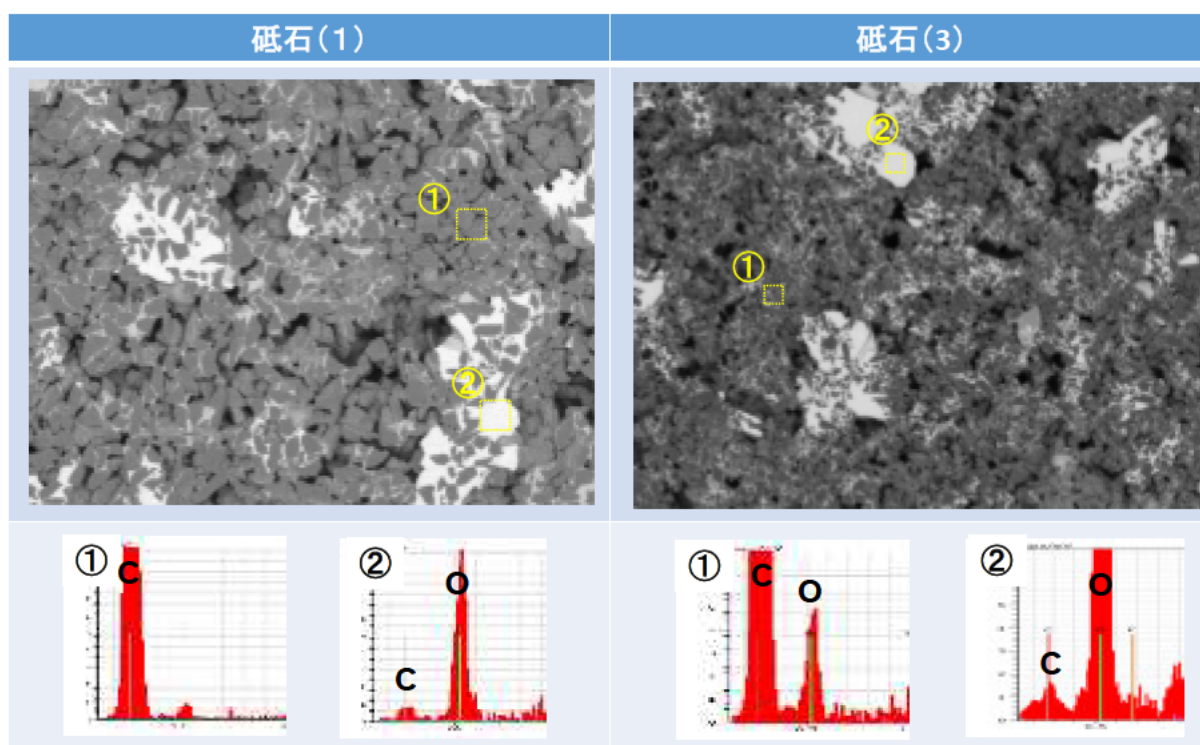


図 6 砥石構造のプレス圧依存性

上述した様に、砥石構造を決定するのは原料配合剤の分散状態であることがわかったので、工程は原料配合剤の分散状態で管理する方針であるが、分散性の管理基準を策定するにはデータの蓄積がまだ十分ではなく、今後の課題である。当面は、二次粒子内部の分散状態で判断できるため、SEM-EDX による断面分析で管理する。

(3) 研削砥石性能の実証

(3-1) 研削砥石の試作 (株式会社ニートレックス本社) (平成 26, 27, 28 年度実施予定)

項目2で開発した技術を用いてウエハ研削用の砥石を試作する。

開発砥石について、砥粒粒度 30000 では砥石硬さ(プレス圧) 3水準(H→G→Fの順に軟らかくなる)および、ベンチマーク砥石 1 水準を試作し、砥石種類による研削性能の比較を行った。表面形状は平成27年度に導入した非接触表面粗さ計を用いて評価した。

砥粒粒度 30000 砥石を用いて標準条件で研削性能を比較した結果を図 7に示す。ベンチマーク砥石(30kHbm)では研削速度・研削比ともに小さかったが、開発砥石(30kH)とすることで研削速度は約 4 倍、研削比は 1.7 倍と大幅に向上した。また、砥石の硬さを軟らかくすると(H→G→Fの順に軟らかくなる)研削速度・研削比ともに増加した。また、表面粗さRaおよびRzは 30kG砥石で最も小さく、それぞれ 1nm, 7nmとなった(図 8)。

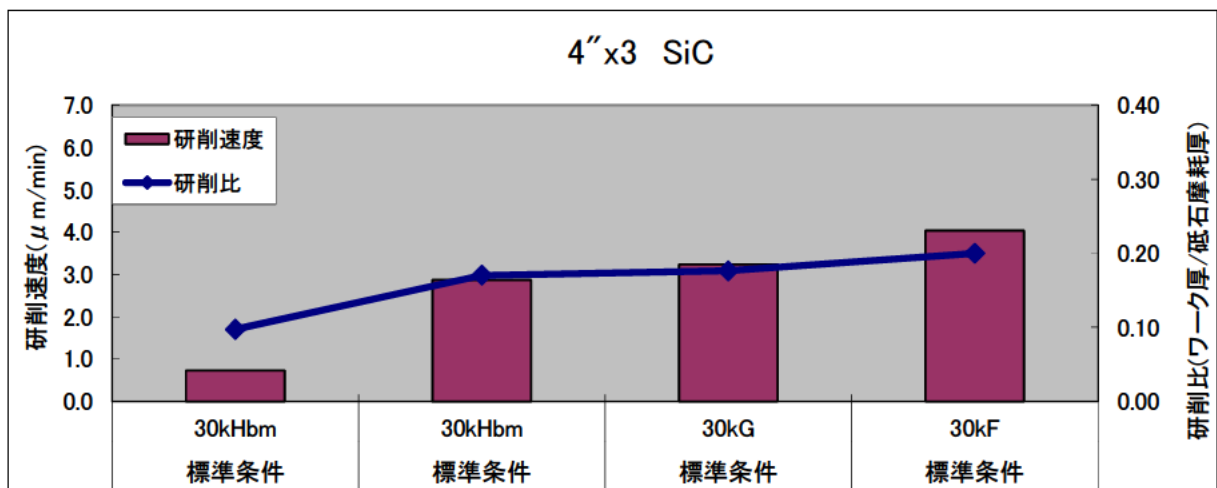


図 7 研削速度の砥石依存性 (粒度30000)

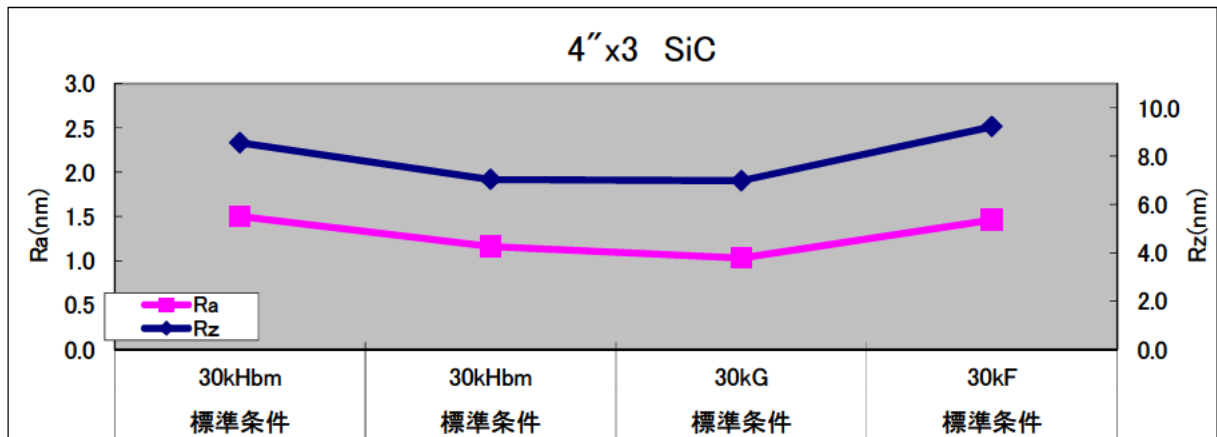


図 8 表面形状の砥石依存性（粒度30000）

砥粒粒度 50000 の砥石では、砥粒粒度 30000 の開発砥石の原料配合剤製造条件で製造した砥石（50kHおよび 50kG）と、原料配合条件を最適化した後に製造した砥石 50kHreを試作した。50kHおよび 50kGでは研削速度が $0.5 \mu\text{m}/\text{min}$ と小さいが、50kHreでは研削速度は 2 倍となった（図 9）。また、50kHおよび 50kGで研削したSiC ウエハ表面に目視で確認できる研削痕が無数にあったが、50kHre砥石で研削した表面には目視で観察できる研削痕は無かった。さらに、50kHreで研削した面の表面粗さが最も小さく $Sa=0.5\text{nm}$ 、 $Sz=42\text{nm}$ となり、 $Ra=0.51\text{nm}$ 、 $Rz=3.15\text{nm}$ （図 10）となった。従って、原料配合剤製造条件の最適化により研削性能が向上することがわかった。

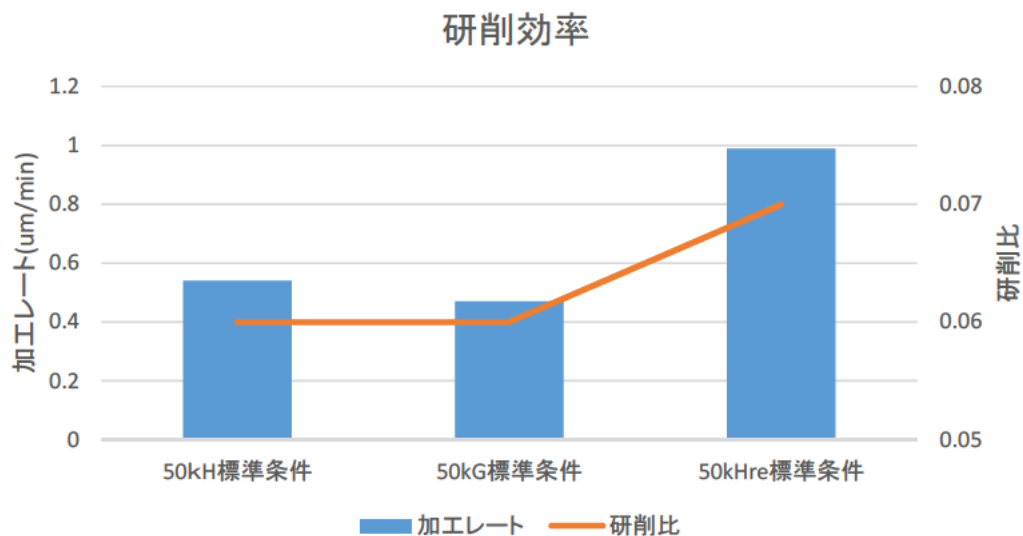


図 9 研削速度の砥石依存性（粒度50000）

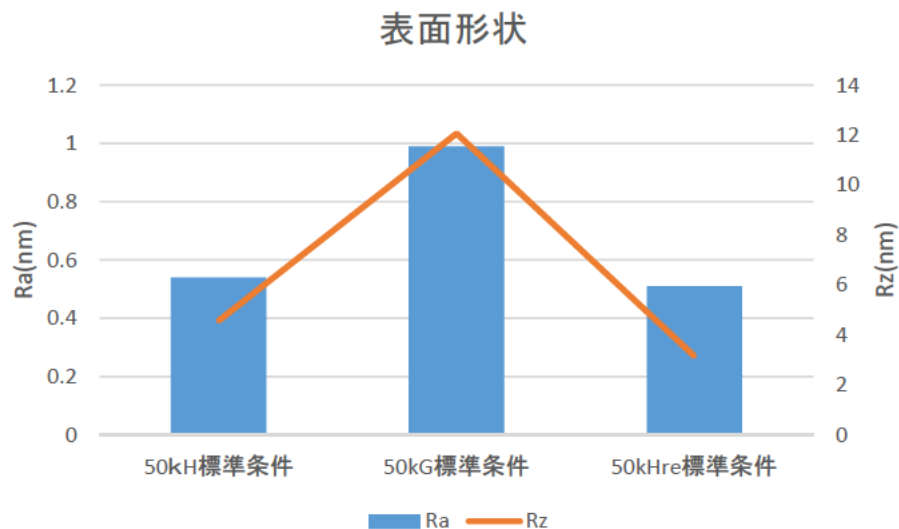


図 10 表面形状の砥石依存性（粒度50000）

（３－２）研削砥石の性能確認（株式会社ニートレックス本社）（平成 26, 27, 28 年度実施予定）

- ・研削条件の検討

本研究開発で導入するインフィード研削盤を用いて、開発した砥石の高品質・高能率の研削条件を決定する。開発砥石の加工品質（表面粗さ・そり・研削傷）を非接触表面粗さ計と SORI 測定器も用いて評価を行う。

- ・安定性の確認

開発砥石の自生作用の発現条件範囲を明確化にする。

- ・研削性能確認

ウエハを高能率加工（ $5\mu\text{m}/\text{min}$ (4inch ウエハ)、 $1\mu\text{m}/\text{min}$ (6inch ウエハ)) で加工しても研削面品質（表面平滑性）が機械研磨面品質以上であることを実証する。

＊本研究開発で得られた研削条件は、事業化の際には開示して販売を促進する。

平成26、27 年度に導入したインフィード研削機を用いて、開発した粒度砥石の高品位・高能率化が可能となる研削条件の検討を行った。自生作用が安定して発現する最適な研削条件の検討を行い標準条件とした。加工速度向上及び表面粗さ向上を狙いとして標準条件に対し、砥石回転数、ワーク回転数、切込速度、加工荷重をパラメータとして表 1 の加工条件を検討した。平成28年度開発した 30kHz の砥石を用いた研削において、高回転条件

下で最も研削速度が速くなり $6.42\mu\text{m}/\text{min}$ が得られた（図 11）。これはベンチマーク砥石の標準条件で得られた研削速度 $0.73\mu\text{m}/\text{min}$ の 8.8 倍に相当し、目標値 $5\mu\text{m}/\text{min}$ を充分達成する値である。高回転条件での R_a は 1.2nm で R_a が最も小さな低加工荷重の R_a 1nm より若干大きい R_z は 5.8nm と最も小さい（図 12）。砥石で更にスパークアウト研削を行うことにより、 $R_{a1.0\text{m}}$ 以下は充分達成できることは、平成 27 年度に確認した。平成 28 年度開発した 50kHz の砥石を用いた研削においても、研削速度の加工条件依存性は 30kHz 砥石と同様な傾向となり、高回転条件下で最も大きくなった（図 13）。4inch ウエハの研削速度は、 $1.8\mu\text{m}/\text{min}$ が得られた。高回転条件での R_a は 0.47nm で R_a の目標値 $<1\text{nm}$ の半分以下である。また、 R_z は 2.2nm と検討した条件の中で最も小さく R_z の目標値 $<5\text{nm}$ の半分以下である（図 14）。すなわち、スパークアウトを実施せずとも研削加工のみで目標値を達成した。加工変質層厚さを出来る限り小さくして CMP 取代を減することにより、インゴットスライス以降のトータル加工時間の削減を狙う場合は、30kHz の後に 50kHz を用いて仕上研削する選択肢も可能であることが今回の試験で示すことが出来た。但し、微分干渉顕微鏡で表面を観察すると図 15 に示す様に研削痕が観察される。

表 1 研削条件

加工条件	砥石回転数	ワーク回転数	切込速度	加工荷重
	min^{-1}	min^{-1}	$\mu\text{m} \cdot \text{min}^{-1}$	kgf
標準条件	150	130	10	30
低切込速度	150	130	5	30
高回転	300	280	10	30
低加工荷重	150	130	10	20

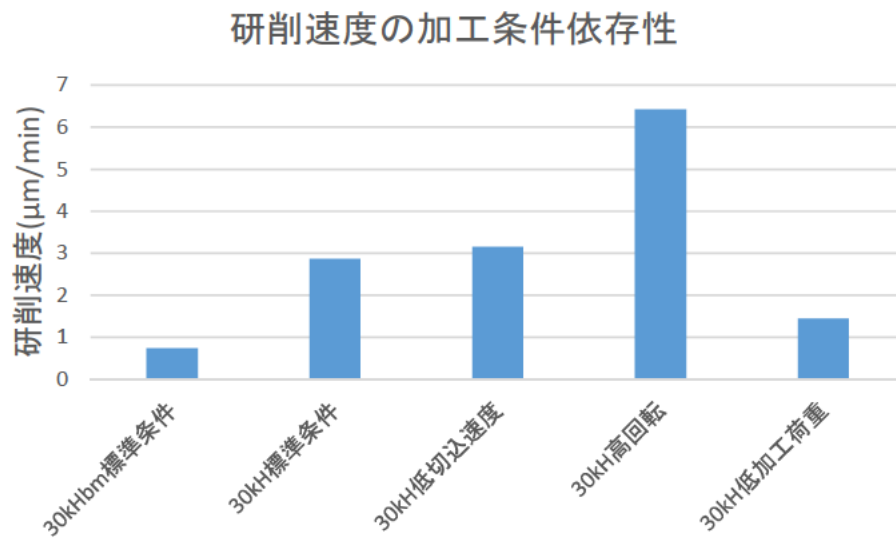


図 11 研削速度の研削条件依存性 (粒度30000)

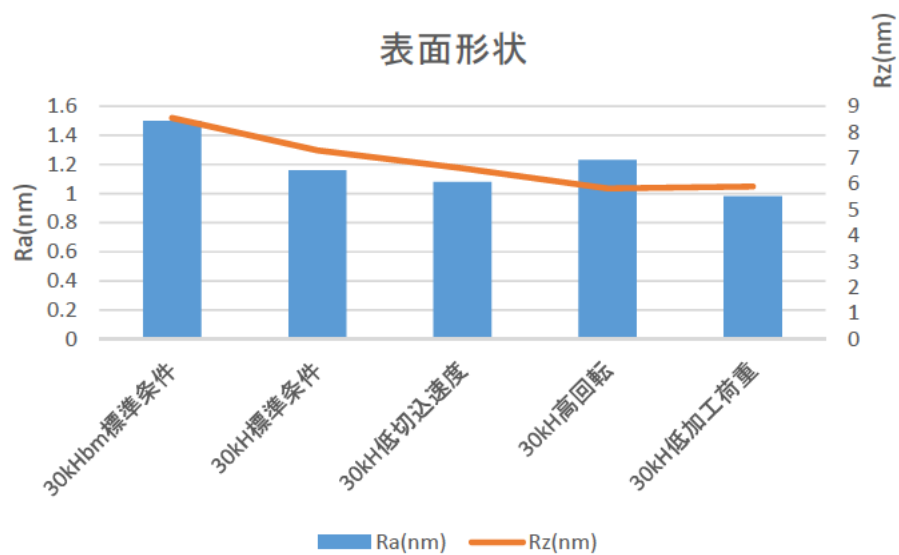


図 12 表面形状の研削条件依存性 (粒度30000)

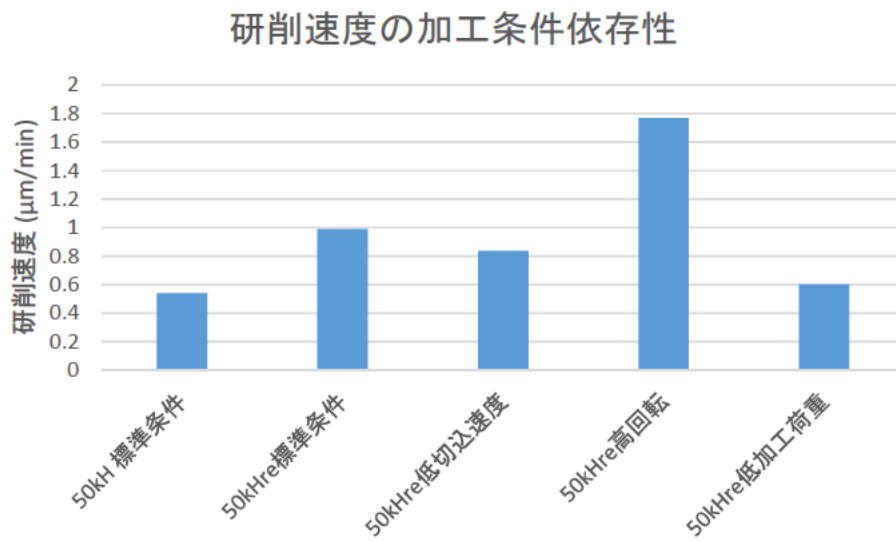


図 13 研削速度の研削条件依存性 (粒度50000)

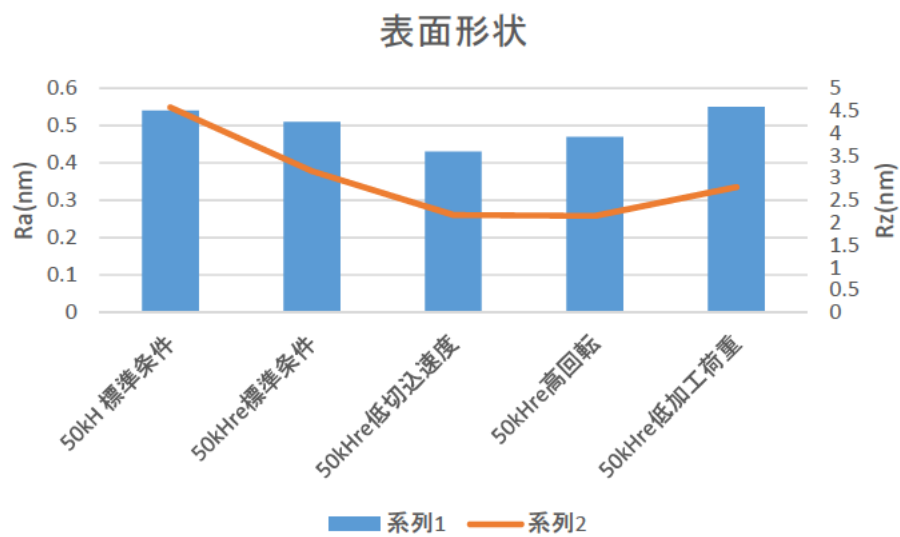


図 14 表面形状の研削条件依存性 (粒度50000)



図 15 研削表面の微分干渉像

平成28年度に導入した表面形状測定装置で加工後のウエハの TTV (GBIR)を測定した。その結果、30kHz の砥石で高回転の条件下で研削した 4inch SiC ウエハの GBIR は $16.1\mu\text{m}$ (図 16) が得られた。6inch のウエハでは $19.7\mu\text{m}$ であった。市販 4inch SiC ミラーウエハを比較測定した結果、GBIR は、 $9.1\mu\text{m}$ (図 17) であった。市販ミラーウエハと GBIR に約 $7\mu\text{m}$ の差が見られるが、この原因としては、ウエハ表面を砥粒粒度 50000 の砥石で、裏面を砥粒粒度 2000 の砥石で加工したウエハであるためトワイマン効果が生じたためであり、表裏の研削砥石粒度及び取代を揃えることによりこの差はなくなると確信している。市場の実勢としては、 $5\mu\text{m}$ 以下が要求されていることが、研究開発委員会におけるアドバイザーからの意見で判明したので、この値を目標に追試験を行う予定である。

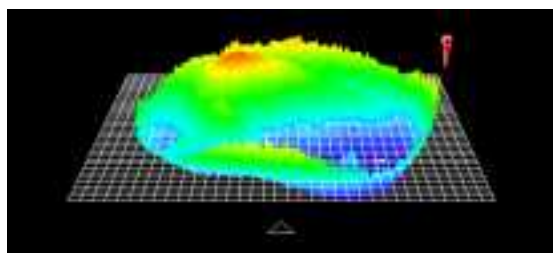


図 16 開発砥石で研削した 4inch SiC ウエハの表面形状 (GBIR= $16.1\mu\text{m}$)

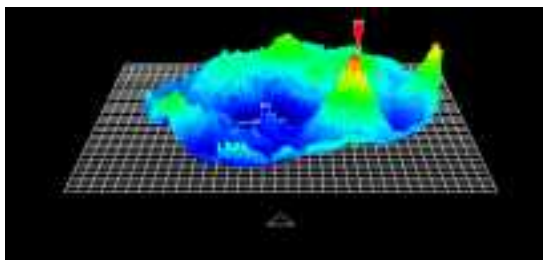


図 17 市販 4 inch SiC ミラーウエハの表面形状 (GBIR=9.1 μm)

(3-3) 研削品質の評価 (一般財団法人ファインセラミックスセンター) (平成 26, 27, 28 年度実施予定)

KOH エッチング装置を用いて研削面の結晶品質が機械研磨面品質以上であることを証明し、本開発砥石を用いた研削が機械研磨を代替することを証明する。

- ・研削導入欠陥種の同定

研削で導入された欠陥の種類を同定する。後工程で除去すべき欠陥を明確化する。

- ・加工ダメージ層厚の同定

デバイス寿命を損なうキラー欠陥等の分布深さを評価する。次工程である化学機械研磨工程で除去すべき層厚・コスト等を明確にする。

- ・エピ成長による砥石性能の保証

機械研磨工程を省いて加工したウエハ上に成長したエピ膜品質を評価し、機械研磨工程を省いてもエピ膜品質が従来以上となることを証明する。

【クラック】平成 27 年度に開発砥石(30kH)を用いて標準研削条件で研削したウエハ表面を CMP で 1 および 3 μm 除去した。1 μm 除去では表面粗さが 0.6nm、3 μm 除去では表面粗さが 0.2nm となった。機械研磨+CMP で得られる表面粗さは 0.2nm なので 1 μm 除去では十分でないことがわかった。平成 28 年度は前工程の加工変質層の除去が不十分なことを想定し、砥粒粒度 2000 の砥石による粗研削での削除量を 100 μm から 120 μm 、砥粒粒度 30000 砥石による研削での削除量を 25 μm から 30 μm とした。再度、開発砥石(30kH)を用いて標準研削条件で研削したウエハ表面を CMP で 1 および 3 μm 除去した後の表面粗さは 0.1nm 以下になり、クラック等を発生する加工変質層の除去が十分なされたと判断した。

【クラック・潜傷】粗研削と研削時の除去量を決定した上で、砥粒粒度 30000 の砥石を用

いて表 1の条件で研削した。表の標準条件の列が砥石性能依存性、30kH および 30kF の行が加工条件依存性を確認するための条件である。標準条件で砥石を替えて研削した表面を CMP で 1 および 3 μ m 除去した後に AFM および平成 26 年に導入した KOH エッチング装置を用いたエッチングで評価した。CMP で 1 μ m 除去でも AFM で測定した表面粗さ Ra は 0.1nm より小さかった。また、KOH エッチングで潜傷を顕在化させるとベンチマーク砥石(30kHbm)では潜傷が高密度に観察されたが、開発砥石(30kH, 30kG, 30kF)では大幅に減少する。特に 30kG, 30kF では 1 μ m 除去でも潜傷が殆ど生じていない(図 18)。(3-2)記載の研削性能と併せて判断すると 30kF 砥石が SiC ウエハの研削に最も適していると考えられる。

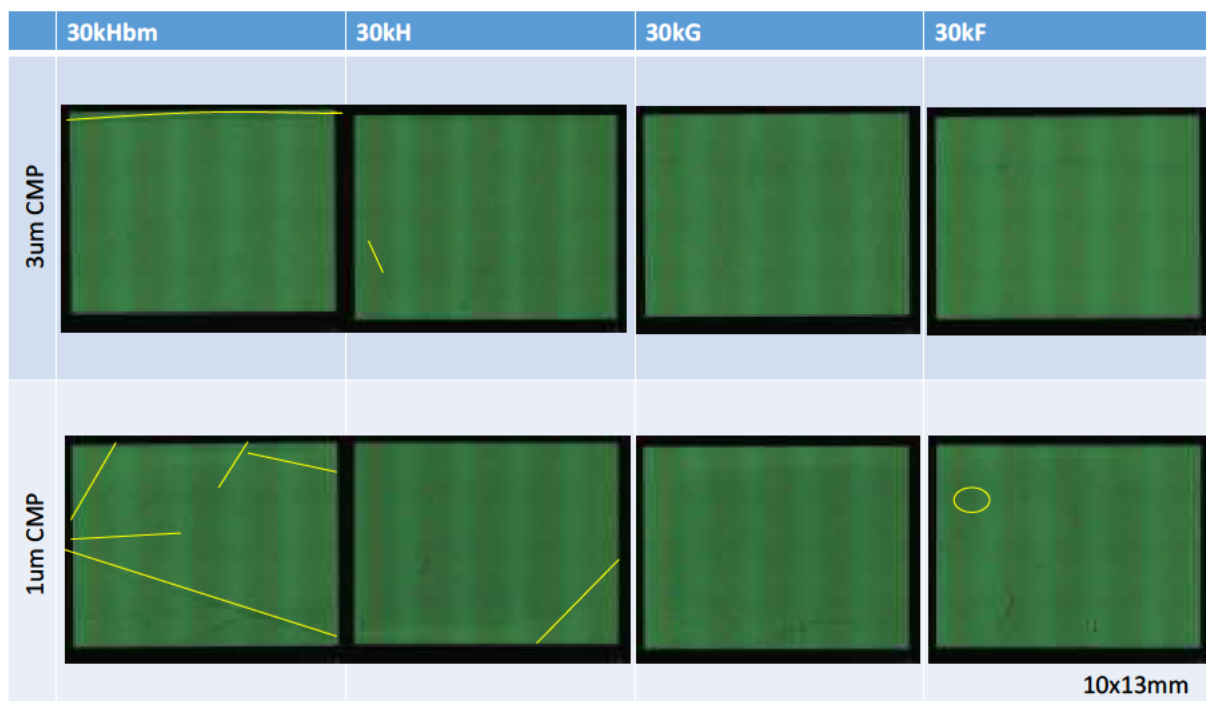


図 18 CMP 後 KOH エッチングで潜傷を顕在化させたウエハ表面のレーザー顕微鏡像
(黄線は潜傷、黄丸はチッピングと推定)

次に 30kH 砥石で加工条件を変えて研削したウエハを CMP で 1 および 3 μ m 除去した後に AFM および KOH エッチングで評価した。CMP で 1 μ m 除去でも AFM で測定した表面粗さ Ra は 0.1nm より小さかった。KOH エッチングで潜傷を顕在化させると 1 μ m 除去では、低切込速度および低荷重で潜傷が多く発生した(図 19)。3 μ m 除去では、すべての条件で潜傷は殆ど検出されなかった。以上の結果から、高回転条件で潜傷の発生が最も抑えられていると判断した。(3-2)記載の研削性能でも高回転条件で最も研削速度

が速いことから、最適な加工条件と判断した。

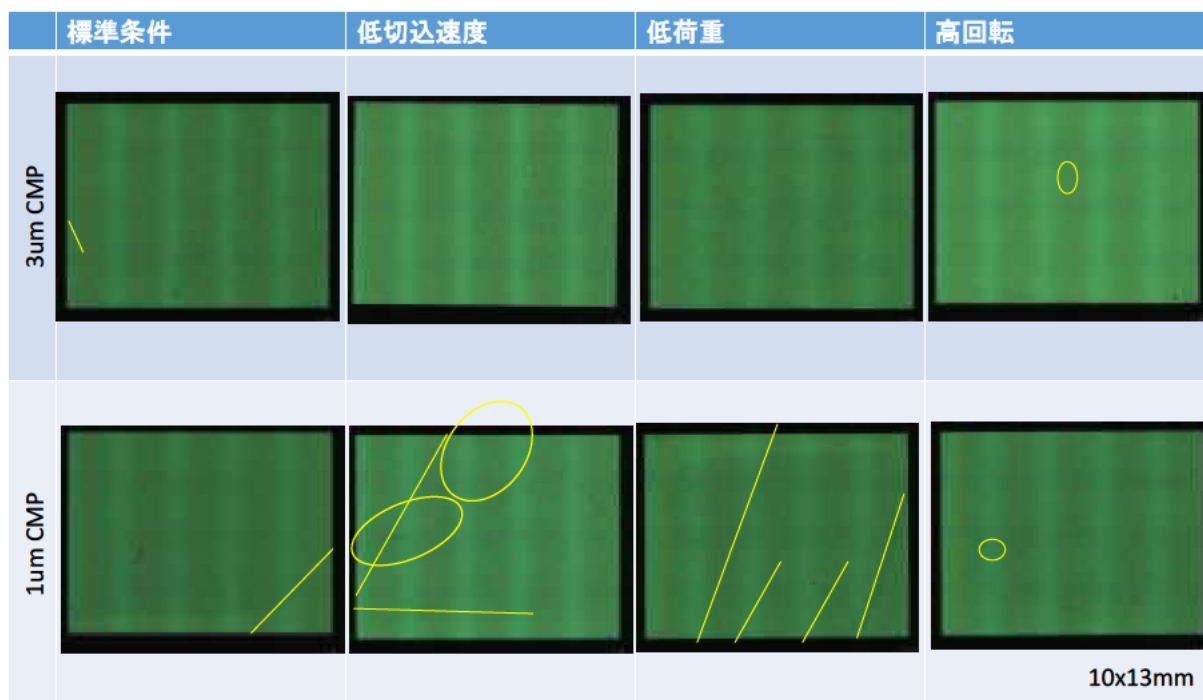


図 19 CMP 後 KOH エッチングで潜傷を顕在化させたウエハ表面のレーザー顕微鏡像
(黄線は潜傷、黄丸はチップと推定)

上と同様に砥粒粒度 50000 の砥石を用いて表 1 の条件で研削した。CMP で 1 μ m 除去でも AFM で測定した表面粗さ Ra は 0.1nm より小さかった。従って開発砥石で導入されるクラック等は 1 μ m 以下と考えられる。また、KOH エッチングで潜傷を顕在化させたが、低切込速度条件の研削面に CMP を 1 μ m 施したものに短い潜傷が検出されたのみで他の試料からは検出されなかった (図 20)。以上の結果から、50kHz 砥石で研削した面に導入される潜傷は 30kHz 砥石に比べ浅いこと、標準的な CMP 量で除去可能なことがわかった。

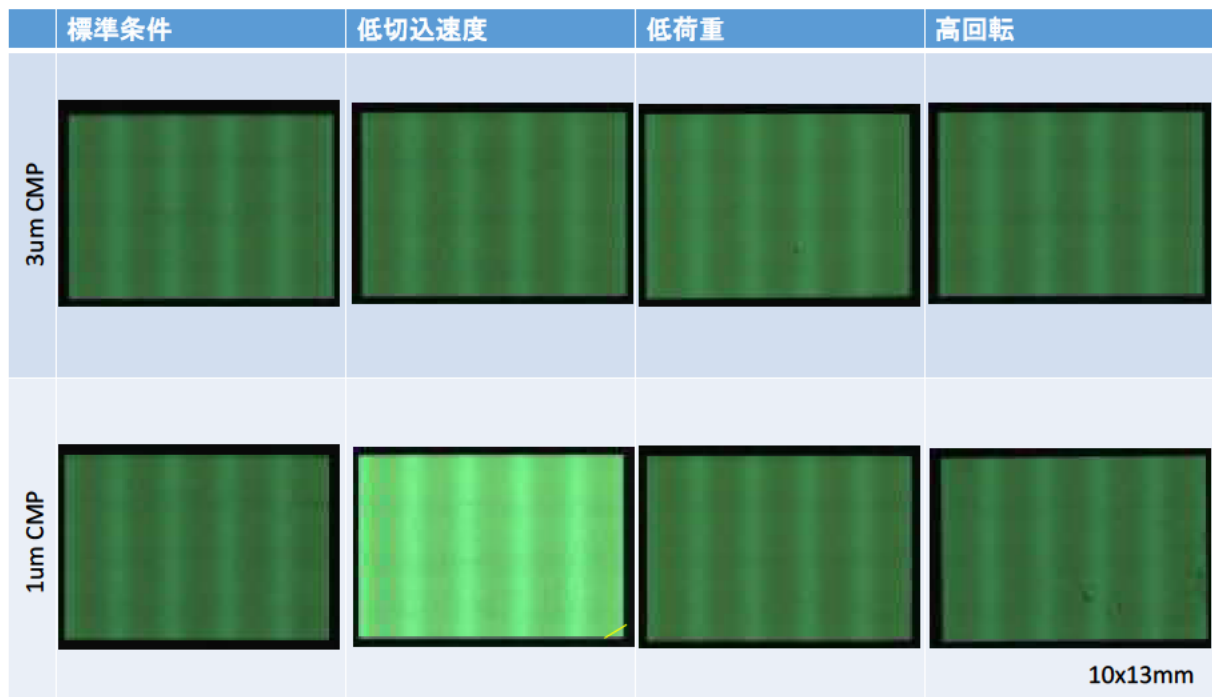


図 20 CMP 後 KOH エッチングで潜傷を顕在化させたウエハ表面のレーザー顕微鏡像
(黄線は潜傷)

【転位・積層欠陥】加工で導入された転位・積層欠陥の分布深さを STEM で観察した。その結果を図 21 に示す。試料は粒径 2000 の砥石で粗研削したものである。その結果、転位や積層欠陥のコントラストが表面から約 $0.9\mu\text{m}$ の深さまでは観察されるが、それより深い領域には観察されなかった。従って、開発砥石砥粒粒度 30000, 50000 で導入される転位・積層欠陥は $0.9\mu\text{m}$ より浅いと考えられる。

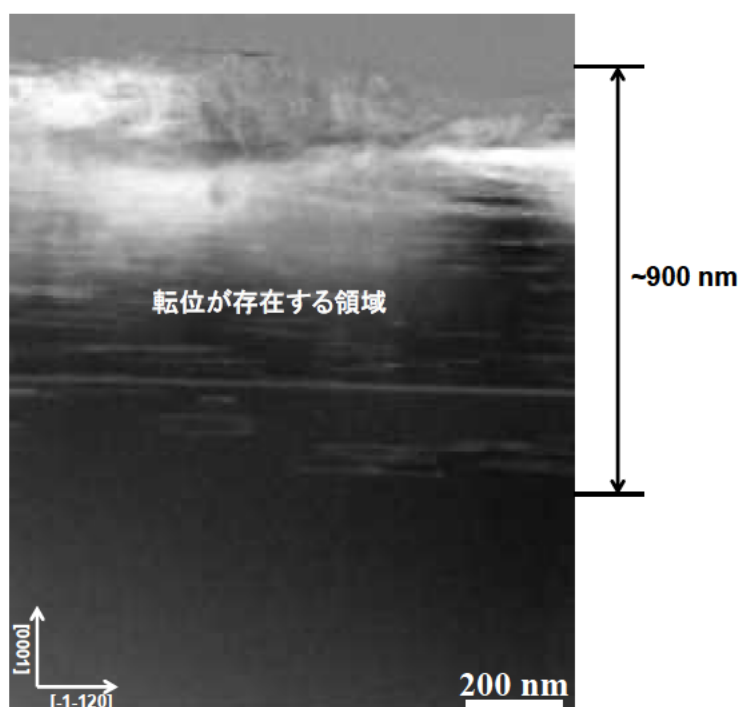


図 21 砥粒 2000 砥石で研削した SiC ウエハの断面 STEM 観察像

【ひずみ】砥粒粒度 2000 砥石および砥粒粒度 30000 砥石で研削した面の加工変質層厚を電子線後方散乱回析（EBSD）法を用いて評価した。当初は一般的な EBSD 解析で評価したが、精度を向上させるために Wilkinson 解析法を適用した。歪感度は 0.03% である。図 22 に示す様に研削試料を切り出した後に試料断面をイオンミリングして断面作製時の加工ダメージを除去した上で EBSD パターンを測定する。この EBSD パターンを精密に解析することで歪成分を抽出する。一般的な EBSD 分布は図 22 に示した。解析した歪成分の中からイメージしやすい面内および c 軸方向の歪分布を示す。粒径 2000 砥石で研削した面の断面歪マッピング図（図 23）では c 軸方向には表面から約 $4\mu\text{m}$ 、面内方向には約 $2\mu\text{m}$ まで変色領域（歪領域）が認められる。高精度な歪量の評価を行うため、各深さにおける平均歪量と最大歪量（絶対値）の深さ依存性をグラフ化した。深さ $30\mu\text{m}$ の平均歪量を基準として検討した。表面近傍の歪量は非常に大きいですが、測定法の感度とされる 0.03% 内に歪量が収まったのは、c 軸方向で深さ $7.5\mu\text{m}$ 、面内で深さ $1.5\mu\text{m}$ となった。平均歪量は深さと共に基準値に漸近していき、歪量が 0.01% に収まったのは c 軸方向で深さ $15\mu\text{m}$ 、面内で深さ $2.5\mu\text{m}$ となった。さらに基準値のノイズレベル内に歪量が収まったのは c 軸方向で深さ $24\mu\text{m}$ 、面内で深さ $5\sim 13\mu\text{m}$ となった。最大歪は面内では $[-1100]$ 方向で 32%、 $[-1-120]$ 方向で 7.9%、c 軸方向では 16% となった。面内の最大歪が方向によっ

て異なるのは、研削方向と関連があるものと推定している。最大歪は深さ 15~30 μm ではノイズレベルを超えて変化せず、面内では $[-1100]$ 方向で 0.07%、 $[-1-120]$ 方向で 0.02%、 c 軸方向で 0.03% となった。

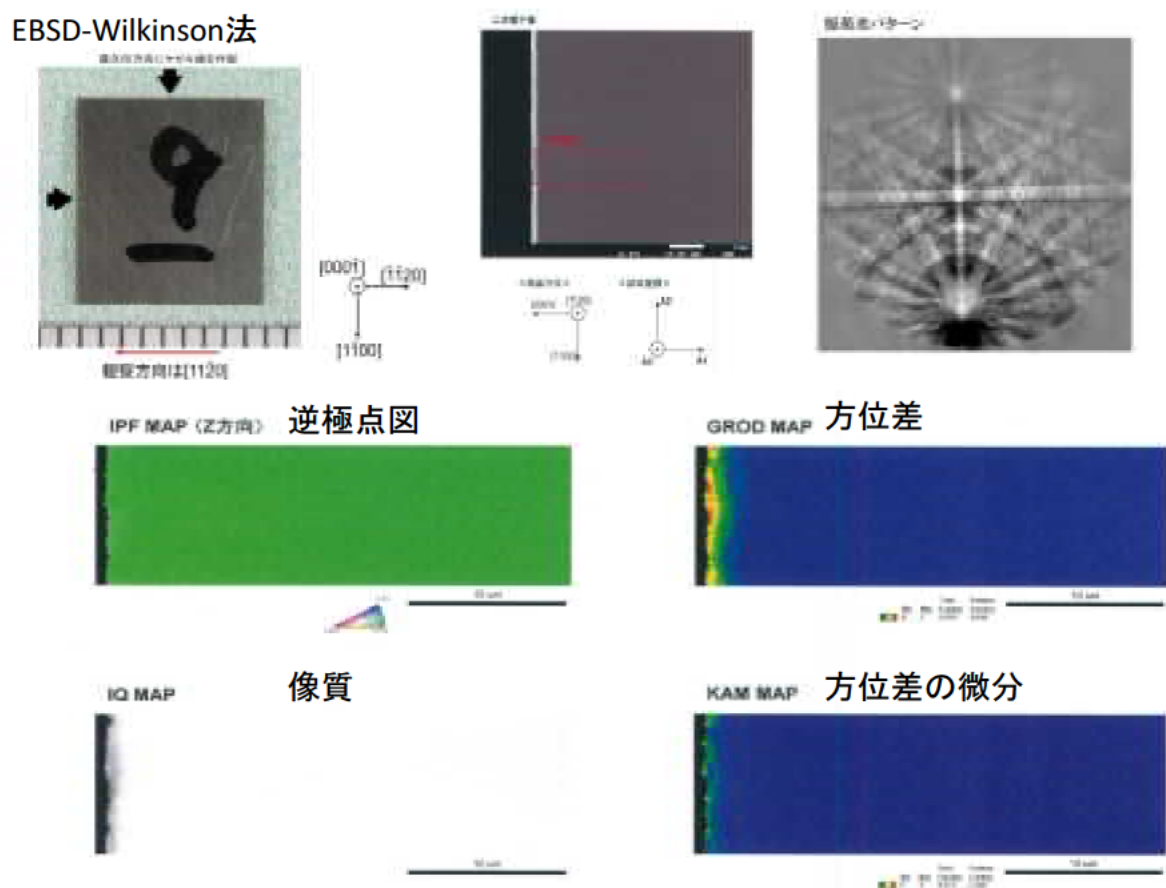


図 22 EBSD 測定法

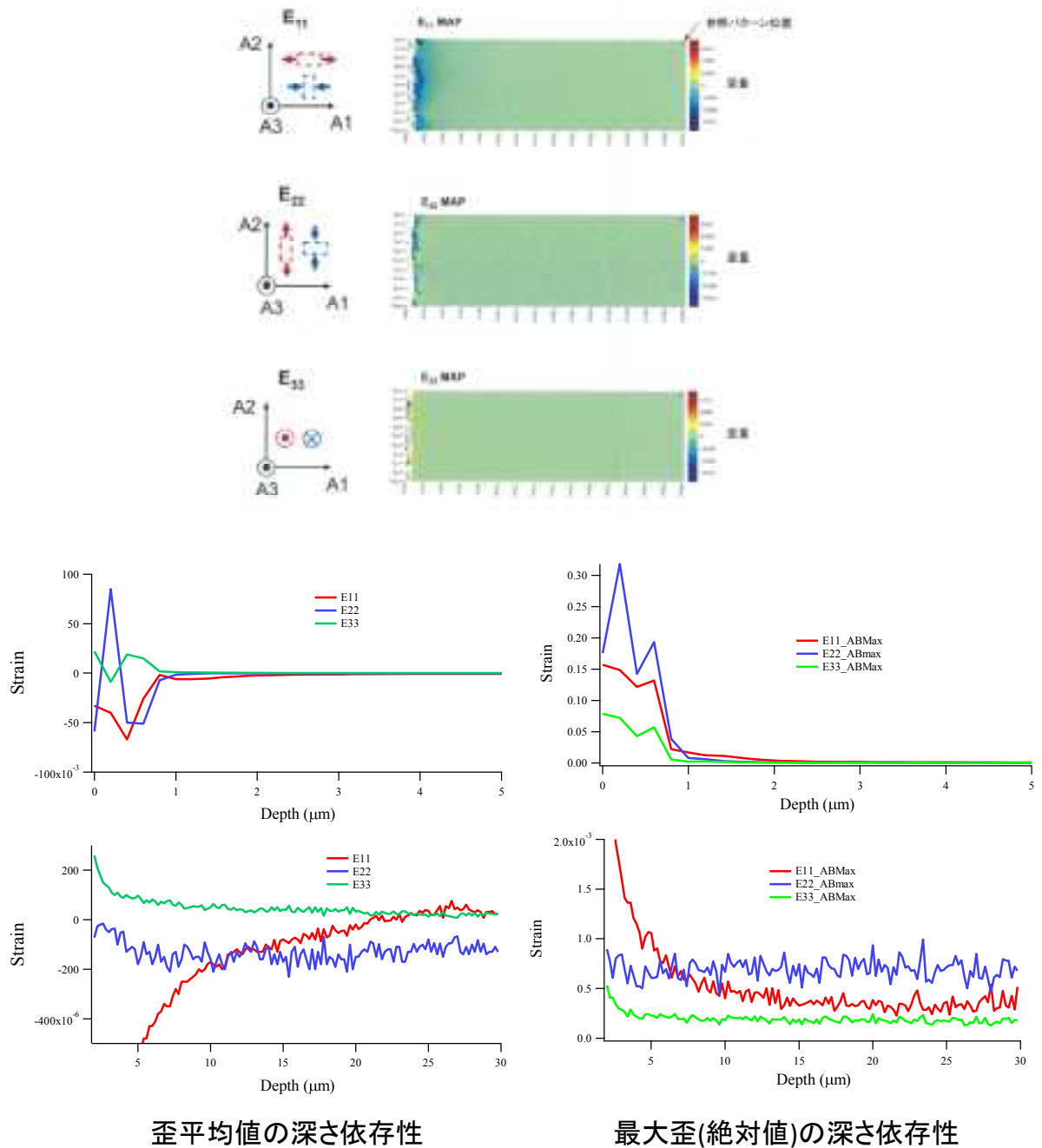


図 23 歪分布 (粒度 2000)

上と同様に粒径 30000 砥石で研削した面の断面歪マッピングでは c 軸方向には表面から約 $1 \mu\text{m}$ 、面内方向には約 $0.5 \mu\text{m}$ まで歪領域が認められる。高精度な歪量の評価を行うため、各深さにおける平均歪量と最大歪量(絶対値)の深さ依存性をグラフ化した(図24)。深さ $8 \mu\text{m}$ (最表面がグラフ上は深さ $2.2 \mu\text{m}$ にあるためグラフ上は深さ $10 \mu\text{m}$ に対応する。)の平均歪量を基準として検討した。($8 \mu\text{m}$ 以深の平均歪量は一定にならずに変化して

いるが、原因は現在のところ不明である。) 表面近傍の歪量は粒径 2000 砥石で研削した面に比べ小さい。測定法の感度とされる 0.03% 内に歪量が収まったのは、c 軸方向で $0.9\mu\text{m}$ 、面内で $0.5, 1.8, 3.4\mu\text{m}$ となった。平均歪量は深さと共に基準値に漸近してき、歪量が 0.01% に収まったのは c 軸方向で $1.5\mu\text{m}$ 、面内で $1.8, 3.4\mu\text{m}$ となった。さらに基準値のノイズレベル内に歪量が収まったのは c 軸方向で $3.7\mu\text{m}$ 、面内で $3.4, 3.6\mu\text{m}$ となった。最大歪は面内では $[-1100]$ 方向で 7.3%、 $[-1-120]$ 方向で 3.4%、c 軸方向では 2.4% となった。面内の最大歪が方向によって異なるのは、研削方向と関連があるものと推定している。最大歪は深さ $3\sim 7\mu\text{m}$ ではノイズレベルを超えて変化せず、面内では $[-1100]$ 方向で 0.05%、 $[-1-120]$ 方向で 0.02%、c 軸方向で 0.02% となった。

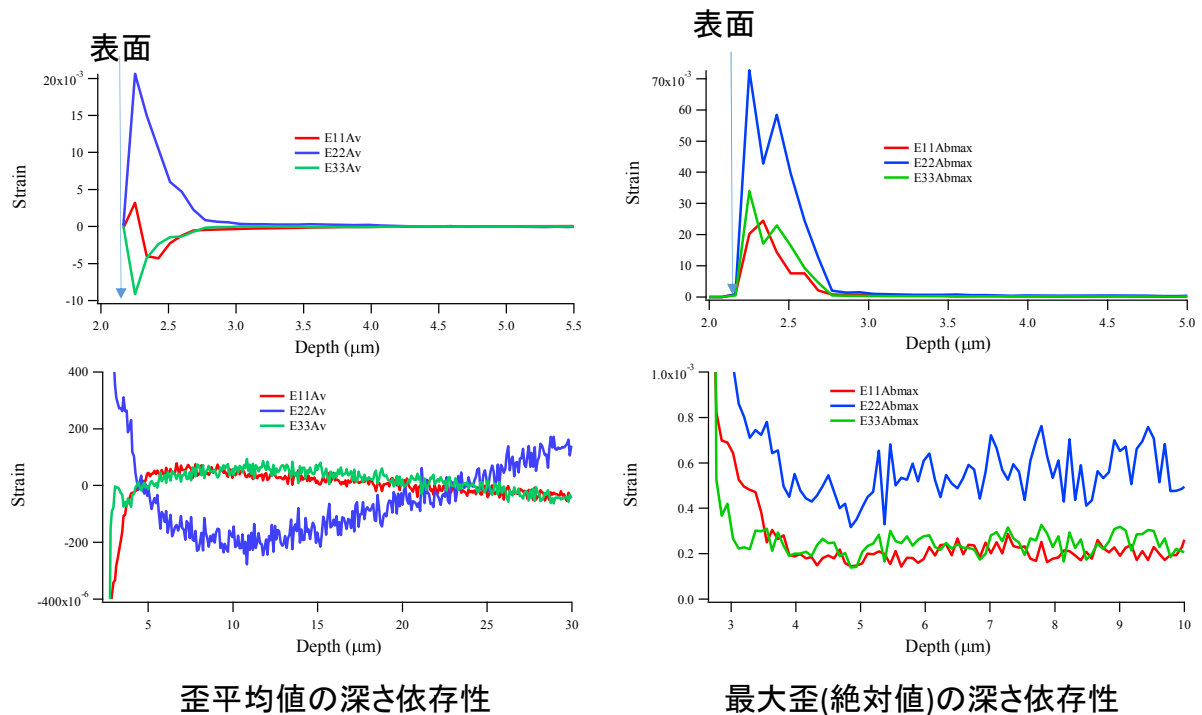


図 24 歪分布 (粒度 30000)

【取り代】 粒径 2000 の砥石で転位・積層欠陥分布の下端は図 21 に示した様に深さ $0.9\mu\text{m}$ であった。その際の歪量は最大で 2%、平均で 0.5% である。粒径 30000 の砥石でこれと同じ歪量になったのは、深さ $0.5\mu\text{m}$ である。本結果から、最低除去量は粒径 2000 の砥石で加工した場合で約 $1\mu\text{m}$ 、粒径 30000 の砥石で加工した場合で約 $0.5\mu\text{m}$ と考えられる。実際には電子顕微鏡で転位・積層欠陥が発生した領域のみを除去しただけでは、使用可能な面になることはほぼない。EBSD の歪感度を基準として除去量を推定すると粒径 2000 の砥石では $7.5, 15, 24\mu\text{m}$ 、粒径 30000 の砥石では $1.8, 3.4, 3.7\mu\text{m}$ の 3 段

階が考えられる。また、ウエハ加工の場合、ウエハ全面に渡って、加工変質層がないことが要求される。実際には、加工時のチップングや研削砥石からこぼれた砥粒の遊離砥粒化によるイレギュラーな加工変質層の深化への対応が今後の課題として残る。

【加工コストの低減】

2017 年度、公益社団法人砥粒加工学会 先進テクノフェア(ATF2017)において株式会社デンソーの長屋正武氏が講演で紹介した SiC ウエハの加工時間と比較して加工コストの低減度合を数値化した。6inch ウエハの場合粗研削にかかる時間が 120min から 7.4min へ、鏡面研磨・研削にかかる時間が 180min から 5.7min に削減されるため CMP を除いたウエハ平坦化に要する加工時間は従来の 4%、3inch ウエハでは粗研削にかかる時間が 30min から 5.4min、鏡面研磨・研削にかかる時間が 30min から 3.1min に削減されるため CMP を除いたウエハ平坦化に要する加工時間は従来の 14% となった、従って、CMP を除いたウエハ平坦化にかかる時間を 80%以上短縮することが可能になった。

また、表面粗さ Ra 1nm を下回る平坦な研削面の実現による CMP にかかる時間も 3/4 程度に短縮される。従って CMP にかかる時間が 6inch ウエハでは 1200min から 900min へ、3inch ウエハでは 120min から 90min に削減されるため CMP を含めた加工時間は 6inch で従来の 61%、3inch で従来の 55%となった。従って CMP を含めた加工時間を 40%短縮することが可能になった。

(4) 事業化の検討

パワーデバイス向けウエハの CMP 前の表面平坦化加工を遊離砥粒加工から固定砥粒加工に移行することへのメリットについて技術を紹介した。一部のユーザーは興味を示し、ニートレックス本社にてサンプル加工を実施した。また、砥石をサンプル出荷し、ウエハ加工受託メーカーに開発したサンプル加工を行ってもらうことが出来た。CMP に要する時間が機械研磨に比べ削減されることがわかった。さらに、ウエハのユーザーからのコンタクトが有り、研削する面の性状や履歴について、また仕上がりの現状や課題についての具体的な情報を取得し、ユーザーの要望に即した社内テストを行ない、製品開発方針を調整した。

平成28年 12 月に開催された JIMTOF では、本事業の研究開発内容をパネル展示した。その様子を図 25に示す。

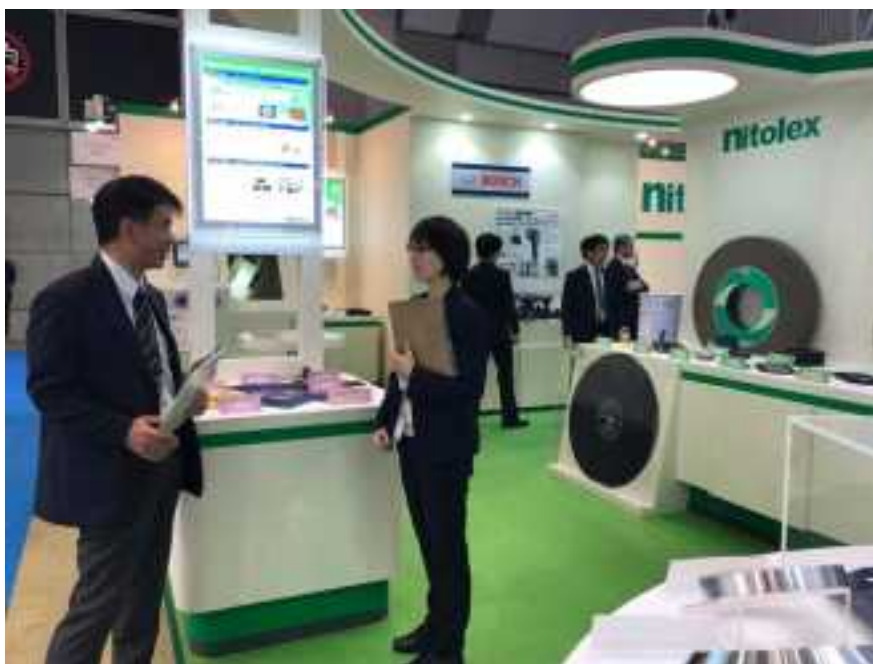


図 25 JIMTOF パネル展示の様子

(5) 進捗管理・物品管理

各年度において中間検査、中間評価ヒアリング（平成 26、27 年度）、事前検査、成果報告書納入時の最終報告に加え、年 2 回の研究開発委員会を開催した。

平成 26 年度

第 1 回研究開発委員会 平成 26 年 11 月 12 日

第 2 回研究開発委員会 平成 27 年 2 月 25 日

平成 27 年度

第 1 回研究開発委員会 平成 27 年 8 月 3 日

第 2 回研究開発委員会 平成 28 年 2 月 24 日

平成 28 年度

第 1 回研究開発委員会 平成 28 年 8 月 3 日

第 2 回研究開発委員会 平成 29 年 3 月 13 日

間接補助機関および事業管理機関に導入された装置について現地にて現物確認を行った。

間接補助機関

インフィード研削盤の現物確認 平成 27 年 3 月 9 日（月）

分散状態測定器の現物確認 平成 27 年 3 月 9 日（月）

非接触表面粗さ計の現物確認 平成 28 年 2 月 5 日（金）

インフィード研削盤用ポーラスチャックの現物確認 平成 28 年 2 月 5 日（金）

分散状態測定器センサーの現物確認 平成 28 年 2 月 5 日（金）

粒子径分布測定装置の現物確認 平成 28 年 12 月 27 日（火）

表面形状測定装置の現物確認 平成 28 年 12 月 27 日（火）

管理機関

KOH エッチング装置の検収 平成 27 年 2 月 19 日（木）

第3章 全体総括

研究開発成果

- ・ 砥粒・結合剤・気孔が均一に分散した砥石の開発に成功した。
- ・ 開発した砥石の研削性能は研削速度、表面平坦性において目標値を達成した。
- ・ 開発砥石で研削した面は、一般的な機械研磨面よりも CMP で研磨した後の表面平坦性に優れており、機械研磨を代替する性能を有していると考えられる。

研究開発後の課題・事業展開

技術課題

- ・ 均一分散砥石を安定して製造するための原料配合剤の分散性の管理基準策定
- ・ 研削ウエハの TTV の向上
- ・ 加工コストに直結する取り代の削減
- ・ 機械研磨フリーであることの実証

事業展開

- ・ パワーデバイス向けウエハの CMP 前の表面平坦化加工を必要とするユーザーへの、サンプル加工・サンプル出荷を継続し、開発砥石採用へ向けて、砥石構造性能の調整を継続する。
- ・ また、サンプル加工・出荷先を新たに開拓して評価をしていただく。
- ・ 塊粒がなく砥粒が均一に分散する砥石は、高品位の加工面を要求される研削加工において展開できると考えられる。まずは、要求性能が厳しく、即横展開できる砥石内容である高硬度脆性材料全般（サファイヤ、超硬、硬質ガラス、セラミックス）の加工用から展開する。また、超平滑化が可能なことから、ラッピング・ポリッシングといった遊離砥粒加工の代替加工方法としても使用でき、コスト・環境の負荷の低減、形状精度・加工能率の向上が見込まれる。