

# 高品質シリコンウエハの安定供給のための加工技術と検査技術の開発

—シリコンウエハ加工変質層の測定・分析—

小松 利安・鈴木 大介・岩坂 聡<sup>\*1</sup>・久慈 照信<sup>\*1</sup>・森田 大<sup>\*1</sup>・小屋 聖<sup>\*1</sup>・萩原 親作<sup>\*2</sup>

## Development of Processing and Testing Technology for a Stable Supply of High Quality Silicon Wafer

—Measurement and analysis technique for damaged layer on silicon wafer—

Toshiyasu KOMATSU, Daisuke SUZUKI, Akira IWASAKA<sup>\*1</sup>, Terunobu KUZU<sup>\*1</sup>,  
Dai MORITA<sup>\*1</sup>, Kiyoshi KOYA<sup>\*1</sup> and Shinsaku HAGIWARA<sup>\*2</sup>

### 要 約

現状のシリコンウエハ加工では、硬質のダイヤモンド砥石を使用するため加工ダメージが大きい。また、エッチング加工においても、使用するエッチング液が毒劇物であるため、環境への負荷が大きいという問題がある。そこで「炭」砥石を用いて、最終研磨加工の一部とエッチング加工の工程を置き換えることが可能か、共同研究を行った。当センターの研究分担は、シリコンウエハの加工変質層を測定・分析する評価技術の確立である。具体的には、①斜め研磨法を用いた評価方法、②ラマン分光分析を用いた評価方法、の2種類について検討し、炭砥石による研削加工によって、高品位の加工面が可能になることを確認した。

### 1. 緒 言

現状のシリコンウエハ加工では、硬質のダイヤモンド砥石を用いた研削・研磨加工が主であり、加工ダメージが大きい。また、エッチング加工においても、使用するエッチング液が毒劇物であるため、環境への負荷が大きく、加工作業が危険であるという問題がある。そこで、環境負荷が少なく、シリコンウエハに与えるダメージを軽減する加工方法として、山梨大学で研究していた「炭」砥石<sup>1-3)</sup>をシーズ技術として、最終研磨加工の一部とエッチング加工の工程を置き換えることが可能か、共同研究を行った。

当センターの研究分担は、シリコンウエハの加工変質層を測定・分析する評価技術の確立である。シリコンウエハは高品位の仕上加工面が要求されるため、その表面は加工変質層が存在しないよう加工する必要がある。本研究で開発する炭砥石は、最終仕上加工に用いるため、加工変質層が従来加工品と比較してどの程度発生するか、正確に測定・分析する評価技術の確立が必要である。

そこで、①斜め研磨法を用いた評価方法、②ラマン分光分析を用いた評価方法、の2種類について、その有用性について検討した。

最初に、従来方法で加工されたシリコンウエハの加工変質層を、本研究で検討した評価方法で測定し、得られた特性データを基にして、炭砥石を用いた研削加工面の評価を行った。

### 2. 実験方法

#### 2-1 斜め研磨法を用いた評価方法

最初に、加工変質層をクラック長さとして数値的に評価する方法として、古くから使用され実績のある斜め研磨法を用いて、実験を行った。図1に示すように、試料断面に5°の傾斜を付けると、断面方向に発生する亀裂等が、約11倍に拡大され視覚的に観察しやすくなる点があるが、斜め研磨法のメリットである。

従来は、試料を傾斜治具に固定し、試料研磨装置を用いて研磨加工する前処理を行っていた<sup>4)</sup>。しかし、機械的な研磨加工自体が、加工変質層を発生する可能性もあり、注意が必要であった。そこで、本研究では、アルゴンガスをイオン化して試料に噴き付け、イオンミーリン

\*1 アポロ電子株式会社

\*2 国立大学法人山梨大学工学部

グを行うクロスセクションポリッシャ（日本電子㈱，SM-09010）を使用した．試料は装置内で図2に示すように傾斜させて設置し，上面に金属製遮蔽板をのせて，上からアルゴンイオンガスを噴き付けた．イオンの加速電圧は5kV，加工時間は12時間で一定とした．さらに，クラックの観察を容易にするために，斜め研磨面を1mol / lのNaOH水溶液で2時間，アルカリエッチングを行った．

5°の角度で斜め研磨した試料を走査型電子顕微鏡（日本電子㈱，JXA-8900RL）で上面から観察し，クラック長さを顕微鏡写真上のスケールから読みとり，断面方向の深さを算出して評価を行った．また，非接触で測定が可能な，コンフォーカル顕微鏡（レーザテック㈱，H1200）で斜め研磨面の形状を確認した．

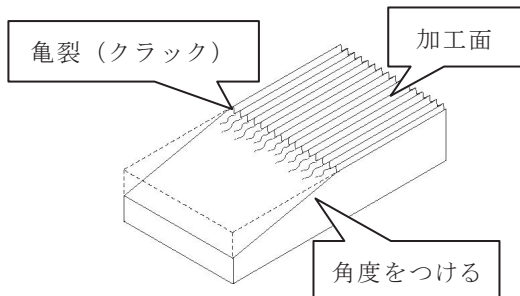


図1 斜め研磨面の概念図

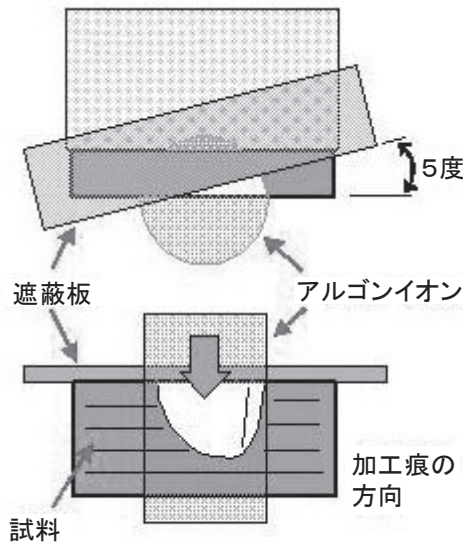


図2 試料固定方法

### 2-2 ラマン分光分析を用いた評価方法

次に，ラマン分光分析方法を用いた方法について検討を行った．本研究で使用したラマン分光分析装置（Renishaw社，inVia Raman Microscope）は，波長532nmの半導体レーザーが入射光源である．このレーザー光を試料表面に照射すると，反射光の大半は入射光と同じ波

長になるが，非常に弱い，入射光とは異なる波長の光が観測される現象がある<sup>5)</sup>．その光をラマン散乱光，入射光波長からのずれ量をラマンシフトという．このラマンシフトは，試料自体を構成する分子の振動によって発生しており，試料の種類によってどの程度の差が生じるか分かっている．分析例として，鏡面加工されたシリコンウエハを分析した場合の結果を図3に示す．横軸は，波長の逆数になる波数（ $\text{cm}^{-1}$ :1cm当たりの波の数）である．シリコン自体のラマンシフトは，約 $520\text{cm}^{-1}$ に現れる．また，残留応力によるひずみが存在すると，ラマンシフトは無ひずみの場合より大きなずれが発生する<sup>6)</sup>．図4に示すように，ラマンシフトが増加した場合は試料表面に圧縮応力が，逆に減少した場合は引張応力が作用していることを表している．

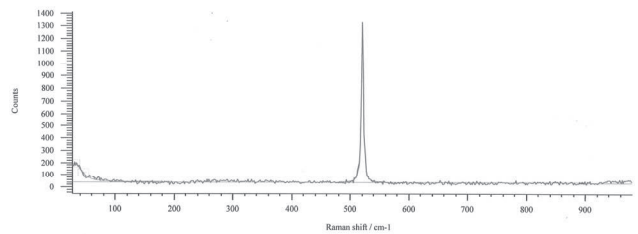


図3 鏡面加工したシリコンウエハのラマン分光分析例

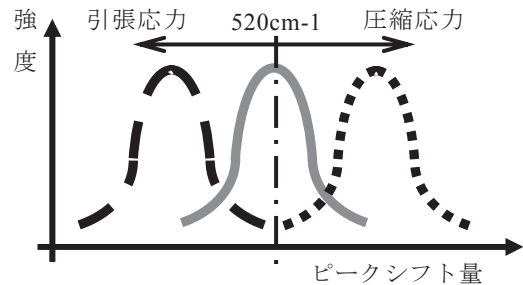


図4 残留応力によるラマンシフト量の変化

## 3. 実験結果

### 3-1 シリコンウエハ損傷評価の確立

炭砥石の評価を行う前に，各評価方法でシリコンウエハの加工変質層を測定すると，どのような特性データが得られるか検討する必要がある．そこで，市販のダイヤモンド砥石の#360と#1000，および#1500で研削加工した評価用試料を準備した．加工条件は，砥石回転数：5500rpm，切込速度： $0.3\mu\text{m}/\text{sec}$ である．従来加工方法による，最終的な仕上加工面も含めた4種類の評価用試料について比較・検証を行った．各試料の表面粗さを表1に示す．なお，シリコンウエハの厚さは0.6mmになるよう調整した．

表 1 各試料の表面粗さ

加工面	表面粗さ (nmRa)
# 3 6 0	351.34
# 1 0 0 0	20.61
# 1 5 0 0	9.16
仕上加工面	0.27

斜め研磨面の形状を測定した結果を図 5 に示す。イオンミリングで、特に斜め研磨面の上部が 5° の傾斜面に加工されていることが確認できた。

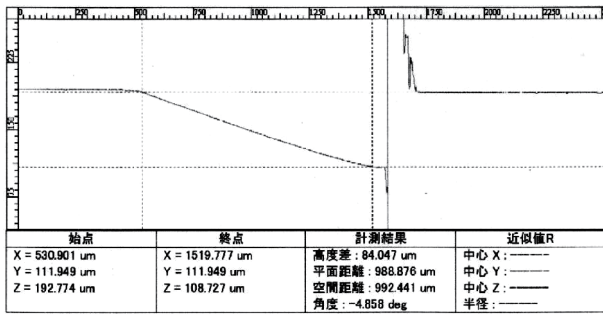
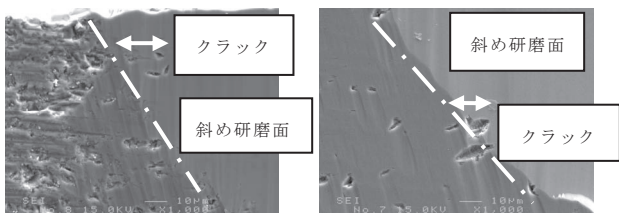


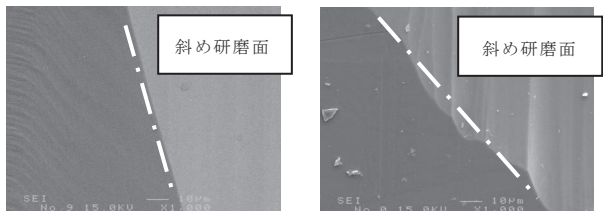
図 5 斜め研磨面の形状測定結果

走査型電子顕微鏡を用いて観察した画像を図 6 に、算出したクラック長さの測定結果を図 7 に示す。クラック長さは、#360 の場合で 2 μm 程度、#1000 の場合で 1 μm 程度であった。#1500 の場合と仕上加工面の場合、本方法でクラックを観察することができなかった。



(a) # 360 の場合

(b) # 1000 の場合



(c) # 1500 の場合

(d) 仕上加工面の場合

図 6 走査型電子顕微鏡画像

表面粗さに対するラマンシフトの変化について測定した結果を図 8 に示す。図 8 の縦軸は、仕上加工面の場合のラマンシフトのピーク位置を基準点として、各表面粗さのピーク位置がどの程度シフトしたか、ピーク位置の差を示す。ラマンシフトは 6 回繰り返して測定を行った。

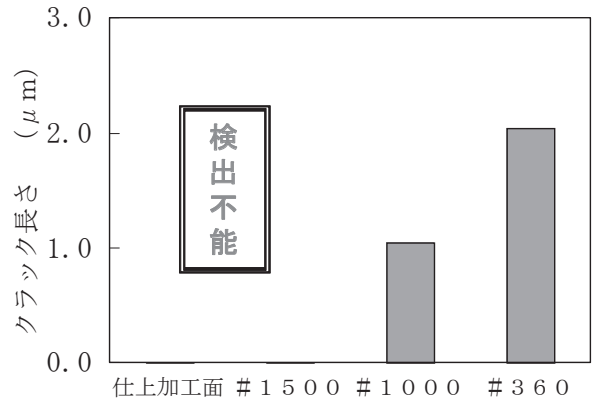


図 7 クラック長さの測定結果

表面粗さの値が大きくなると、ピーク位置がプラス方向にシフトし、シリコンウエハ表面に圧縮応力が発生していることが分かった。また、ダイヤモンド砥石 #1500 の場合、クラック自体は確認できなかったが、ラマンシフトは 0.1 cm<sup>-1</sup> 程度発生することが分かった。結晶構造レベルでのひずみが、加工表面に残留していると考えられる。

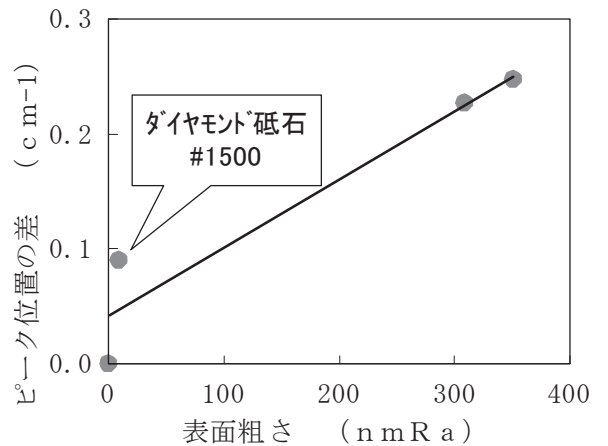


図 8 表面粗さに対するラマンシフトの変化

### 3-2 炭砥石による加工実験結果

前述した 2 種類の方法で、本研究で開発した炭砥石の研磨加工面を評価した。走査型電子顕微鏡画像を図 9 に、

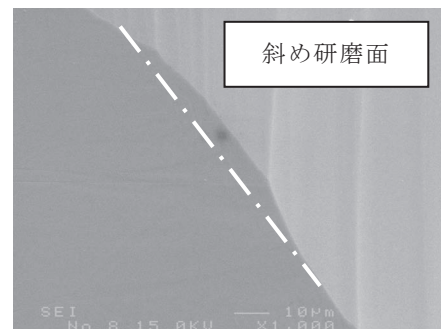


図 9 炭砥石を用いた場合の走査型電子顕微鏡画像

斜め研磨法を用いた評価方法の結果を図 10 に、ラマン分光分析を用いた評価方法の結果を図 11 に示す。クラック長さに関しては、従来の仕上加工面と同様、炭砥石による研削加工面でも確認できなかった。ラマン分光分析では、#1500 の場合よりピーク位置のシフト量は少なく、炭砥石による研削加工により、高品位の加工面が得られることが分かった。

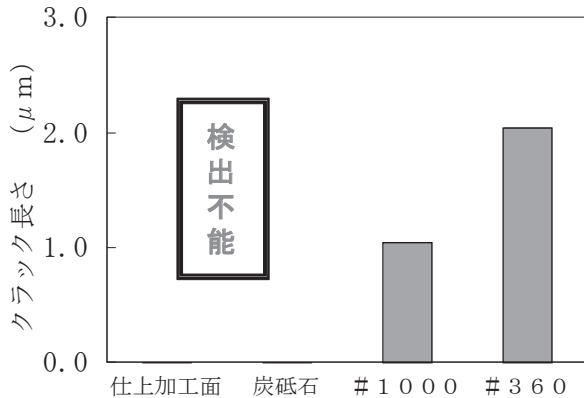


図 10 斜め研磨法を用いた評価方法の結果

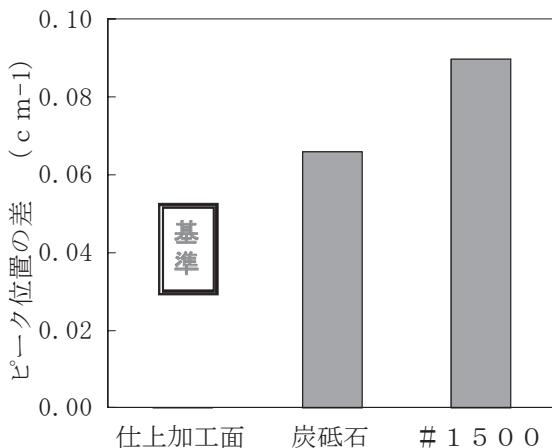


図 11 ラマン分光分析を用いた評価方法の結果

#### 4. 結 言

シリコンウエハの加工変質層を測定・分析する評価技術として、①斜め研磨法を用いた評価方法、②ラマン分光分析を用いた評価方法、の2種類について検討した。得られた結果は以下のとおりである。

- (1) イオンミリングを用いた斜め研磨法で、クラック長さを測定したところ、ダイヤモンド砥石 #360 で研磨加工した場合で  $2\mu\text{m}$  程度、#1000 の場合で  $1\mu\text{m}$  程度になることが分かった。
- (2) 斜め研磨法でクラックが確認できなかったダイヤモンド砥石 #1500 の研削加工面でも、ラマン分光分析を用いた評価方法では、加工ひずみによる圧縮応力の発生が確認できた。

- (3) 炭砥石による研削加工により、ダイヤモンド砥石 #1500 の研削加工面以上の、高品位な加工面が得られることが分かった。

#### 参考文献

- 1) 星野 弘一, REDZUAN Mohd, 久慈 照信, 倉島 優一, 萩原 親作: 環境に優しい炭砥石の開発, 精密工学会 山梨講演会講演論文集(2009), p.206-207 (2009)
- 2) 久慈 照信, 倉島 優一, 萩原 親作: 天然資源を用いた炭砥石の開発(第2報), 砥粒加工学会 学術講演会講演論文集(2009), p.193-194 (2009)
- 3) 萩原 親作, 久慈 照信, 倉島 優一, 清水 毅, 孕石 泰丈: 天然資源を用いた炭砥石の開発(第3報: 砥粒粒度), 砥粒加工学会 学術講演会講演論文集(2010), p.37-38 (2010)
- 4) 小松 利安, 藤原 和徳, 山田 博之, 大柴 勝彦: 磁場配列性複合砥石によるウエハ損傷の極小化と研磨装置の開発 - シリコンウエハ損傷評価の確立 - (第2報), 山梨県工業技術センター研究報告, No.19, p.115 (2005)
- 5) 濱口 宏夫, 平川 暁子 編: ラマン分光法, 学会出版センター発行, p.15 (2002)
- 6) 伊藤 忠, 東 博純, 野田 正治: ラマン分光法による LSI の局所応力の解析, 豊田中央研究所 R&D レビュー, Vol.29, No.4, p.43 (1994)