

酸化物単結晶の育成とウェーハの高品質・高能率化に関する研究開発*¹

—単結晶ウェーハの研磨技術の確立*²—

日原 政彦・八代 浩二・小松 利安・上條 幹人*³・勝又 信行*³・小池 光*⁴・望月 正実*⁴
三木 常義*⁴・塚原 優*⁵・市川 半*⁵・中川 恭彦*⁶・垣尾 省司*⁶・服部 光郎*⁷・清宮 紘一*⁷

Research and Development regarding High Quality / High Performance of Lithium Tantalate Single Crystal's Solidifying Growth and SAW Wafer*¹

—Polishing and Their Evaluation Technologies for Lithium Tantalate Single Crystal Wafer*²—

Masahiko HIHARA, Koji YATSUSHIRO, Toshiyasu KOMATSU, Mikito KAMIJYO*³, Nobuyuki KATSUMATA*³
Hikaru KOIKE*⁴, Masami MOCHIZUKI*⁴, Tsuneyoshi MIKI*⁴, Masaru TSUKAHARA*⁵, Nakaba ICHIKAWA*⁵
Yasuhiko NAKAGAWA*⁶, Syoji KAKIO*⁶, Mitssuo HATORI*⁷ and Koiti SEIMIYA*⁷

要 旨

本研究開発は、5 試験研究機関による産学官体制のもとに、次世代移動体通信機器への大幅な需要増加が見込まれる、タンタル酸リチウム (LiTaO₃) 等の酸化物単結晶素材における、大口径・長尺化製品の高品位で安定した育成方法の確立、ウェーハ製品の高能率・高機能性を付与した研磨・洗浄技術の確立および工程の改善、並びにデバイスにおける性能評価技術の確立等を目的として実施した。なお、本報告は、山梨県工業技術センターで得られた研究開発成果の中で、単結晶の評価およびELID研削手法を用いたLiTaO₃単結晶ウェーハの高精度・高品質研磨技術の技術開発とその適用性について述べる。

Abstract

Joint research among five research institutions, KOIKE CO. LTD Yamanashi Industrial Technology Center, Yamanashi University, TIM CO. LTD and the Mechanical Engineering Laboratory of the Ministry of International Trade & Industry has been carried out financed by the New Energy and Industrial Technology Development Organization (NEDO). The purpose of this research is to establish high quality, high accuracy and high performance for the surface of the LiTaO₃ single crystal wafer from the Electrolytic In-Process Dressing (ELID) process. The evaluations of the wafer surface were made by analyses of half-value breadth of X-ray diffraction profiles, SEM observations and measurement of the surface roughness. The values of the half-value breadth on the surface of each polished wafer were about the same 0.08Hw, when cut by wire saw and polished by lapping and also, the values of the half-value breadth on the surface by polishing was about 0.06Hw. The value of the half-value breadth, as well as strain induced polished surface, of the surface worked by ELID process showed same value between the wire saw and the lapping processes. In the ELID process, effect of particle sizes of the polishing grindstone and working conditions on surface roughness were studied. The surface polishing of LiTaO₃ single crystal wafer of diameter size 4 inches by the ELID process was possible work by using a vacuum clamp method. The surface roughness after polishing by ELID process showed the same result as the measurement of the half-value breadth for the surface roughness obtained from the wire saw and the lapping process. These results indicate that ELID process is an effective method not only for the polishing of the LiTaO₃ wafer, but could also be extended to the polishing of similar materials such as ceramics.

1. はじめに

タンタル酸リチウム単結晶 (LiTaO_3) は、現状のシステムより高い周波数帯域での安定な発振が可能で、通信周波数の有効活用や高速データ処理に不可欠なデバイスに期待されている。そのため、 LiTaO_3 単結晶ウェーハの精密鏡面加工技術の確立は、デバイス製品の安定化にとって非常に重要である。しかし、この素材のラッピング加工能率は非常に悪く、現状行われている遊離砥粒を用いた両面ラッピング研磨加工では、加工工数や段取りに係る時間の増加に伴う経費の上昇を招き、工程短縮を求められている。

そこで、本研究では、セラミックスやガラス等、硬脆材料の高精度加工法の一つであるELID研削法を LiTaO_3 単結晶の研磨に応用し、固定砥粒砥石を用いての高精度表面加工の創製を目的として、各種の検討を行った。加工表面粗さや研削抵抗値、研削加工面の観察等の測定を行い、ELID研削法の最適条件について検討した。

2. 実験方法及び装置

2-1 実験方法

ELID研削法は、鋳鉄のような金属ボンド材と砥粒を結合させた砥石を用い、研削加工過程において、砥石表面と加工液間に電解作用を付加させ、微細砥粒の突出により、高精度研削加工を可能にした方法である。その構成は、研削加工機に電極を取り付け、砥石をプラス (+)、電極をマイナス (-) にし、専用の研削液を介して砥石表面の電解を行うものであり、図1にELID研削法の装置の概要図を示す。

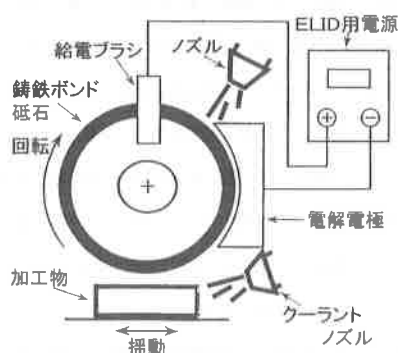


図1 ELID平面研削法の装置概念図

- * 1 平成11年度即効型技術開発コンソシウム研究開発事業にて実施。
- * 2 本研究内容は、紙面の都合上、山梨県工業技術センターで実施した研究成果について記載した
- * 3 技術第二部、* 4 (株)コイケ、* 5 (株)ティ・アイ・エム
- * 6 山梨大学工学部、* 7 連携機関: 工業技術院機械技術研究所、協力機関: 工業技術院電子総合技術研究所、山梨21世紀産業開発機構

図2には、ELID電解研削に伴う研削メカニズムの概念図を示す。電解開始直後の砥石表面ではボンド材が溶出するが、やがて陽極反応により不導体被膜が生成され、砥石の過度な電解が抑制される。この状態から研削加工を始めると、砥石の摩耗に伴い不導体被膜も剥離し、電解が再開される。加工工程中でこの繰り返しを行うものがELID研削法の特徴である。

なお、この利点は、微細砥粒で作製した砥石を汎用加工機に取り付けて使用でき、仕上面は鏡面研削加工面と同等な加工面が得られる。このことから、従来のラッピングおよびポリッシング加工の工程が、ELID研削法を用いることで、その研磨工程の一部を省略できる可能性が期待できる。

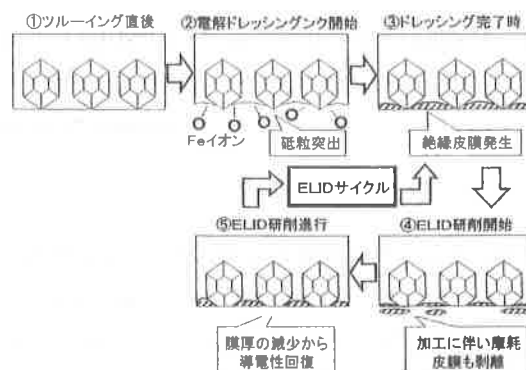


図2 電解が作用する砥石表面の概念図

このELID研削法に用いる砥石は、多様な種類および形状のものがあるが、本実験では、ストレート砥石と軸付砥石の2種類を用いて、図3に示す各装置により平面研削加工を行った。

ストレート砥石は、外径 ϕ 200mm、幅10mm、砥石層3mmの、鋳鉄ボンドダイヤモンド砥石(富士ダイス社製)を使用した。なお、用いた砥粒粒度は、#325、#1000、#2000および#4000の計4種類のダイヤモンド砥石である。各粒度における平均砥粒粒径を表1に示す。軸付砥石を用いたELID研削の場合、従来のメタルボンド砥石を使用する。

マシンニングセンタによるELID研削は、電解用電極を加工機本体から電気的に絶縁させて、ELID研削装置を取り付けた。砥石工具の研削方向は、2種類の実験ともにトラバース研削で行い、一往復当たり1mmづつ揺動させて加工を行った。砥石の切り込みは、加工面から完全に砥石が離脱した時に、所定量の切込を行う方法で加工した。

加工面粗さの測定は、触針式表面粗さ測定機(東京精密社製: hasndysurfE-30A)を使用し、表面粗さ値は数値比較は中心線平均粗さ(Ra)により、5箇所を測定し、平均値で整理した。

なお、本実験における加工面粗さの測定は、触針式の表

表1 各粒度における砥粒粒径

| 砥粒粒度 | #325 | #1000 | #2000 | #4000 |
|-----------|-------|-------|-------|-------|
| 平均粒径 (μm) | 63 | 15 | 6.88 | 4.06 |
| 粒度分布 (μm) | 40~90 | 10~20 | 5~10 | 2~6 |

面粗さ測定機を用いて行った。研削抵抗値は切削工具動力計(佐藤マシナリー社製:AST-ZGS1)を用いて、研削加工面の観察は走査型電子顕微鏡(日本電子社製:JSM-5310LV, 本事業設置備品)により各々行った。

ELID研削時の研削抵抗の測定には、切削工具動力計を用いた。この動力計は、板ばねに接着した抵抗線ひずみゲージで、研削抵抗値を検出する方法であり、得られたデータの校正は、校正線図に基づき、プリンタに出力された波形から行った。また、研削加工面の観察においては、各加工表面をアセトンで脱脂後、金蒸着を行い、二次電子像から表面状態を観察した。

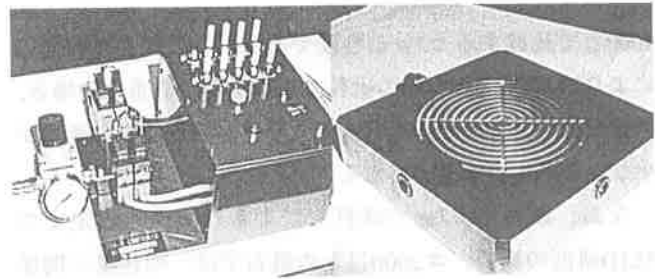
実験で使用した試験片(研削面)の寸法は、実際の製造ラインで加工している4インチウェーハのままと、電子顕微鏡等での観測や研削抵抗値の測定用とした試料片(10mm角)の2種類とした。LiTaO₃ウェーハのような非磁性材料表面を研削加工する場合、従来は、熱軟化性のワックスで研削治具に接着して固定しているが、ワックスを用いると試験片を確実に固定できるメリットがあるものの、試験片の着脱や脱脂に時間がかかる等の欠点がある。

そこで、実際の加工現場での使用を考慮して、より効率的な固定方法が必要と考え、本研究では、図4に示す真空チャックを使用してウェーハを吸引固定する方法を採用した。この場合、加工物の吸引面における表面粗さが悪いと、真空漏れが生じ固定できないことがある。そこで、実用化のためには、ワイヤソー切断加工面の固定に試作した吸引方式の治具が使用可能か否かを、従来のワックスによる固定強度と本手法を比較検討したところ、同程度の特性が得られた。この結果から、研削実験は、ワックス使用時の加工条件を用いて平面研削を行った。



(a) 精密平面研削盤 (b) マシニングセンタ

図3 使用した汎用加工機



(a) 真空発生装置 (b) 真空吸引チャック

図4 使用した真空チャック装置(本事業設置備品)

よって、本研究では、図4に示す真空チャック方式と、従来からの熱軟化性ワックス方式との2種類の固定方法について、各研削特性に与える影響を検討した。

3. 結果および考察

3-1 ストレート砥石によるELID平面研削加工

最初に、粒度の異なる4種類の砥石を用いて、電流値を一定とし、電圧20, 60および90Vの3種類に変化させたときの、電解条件の違いによる加工表面粗さの影響について検討した。通常、生産ラインに流れている、ワイヤソー切断後のLiTaO₃ウェーハ板厚は、0.7mmであるが、ELID研削による基礎的な特性値を得る目的から、試料片の厚さは0.7mmと4.0mmとの2種類を準備した。

図5は、従来の固定方法である熱軟化性のワックスで研削治具に接着固定し、ワイヤソーによる単結晶の切断加工面からELID研削加工を行った時の砥石粒度と表面粗さとの関係を示す。

表面粗さは、砥石の粒度によってその値が変化し、電圧の違いによる表面粗さへの影響は少ないことが解った。また、#1000から高番手の砥石による表面粗さの変化は少なく、#2000と#4000の差は約0.01μm程度しか認められない。これは、前述の表1に示したように、砥石中の砥粒径

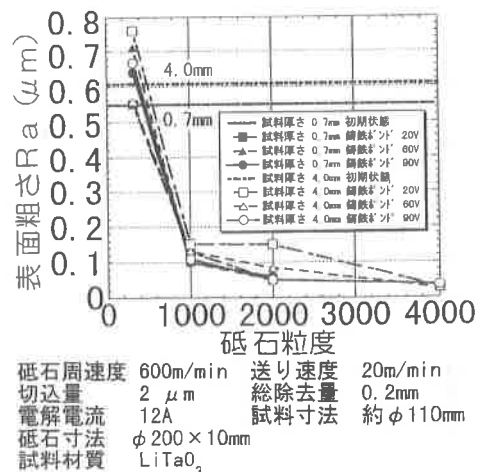


図5 ストレート砥石によるELID研削の表面粗さ

砥石周速度 600m/min 送り速度 20m/min
 切込量 2 μm 総除去量 0.2mm
 電解電流 12A 試料寸法 約φ110mm
 砥石寸法 φ200×10mm
 試料材質 LiTaO₃

の差は#325と#1000では約45 μ mとなるが、#2000と#4000とで比較すると3 μ m程度である。この粒径差の違いによりELID研削加工時の砥粒の突出量が、高番手の場合、明確な違いとして認められないために、表面粗さの変化が少なくなるものと考えられる。

なお、厚さが0.7mmの試料片によるワックス固定でのELID研削の場合、#2000以上の砥石では、切込量に関係なく、研削開始直後にウェーハ表面にクラックが発生するため、加工の継続は不可能となった。このことは、#2000以上となると、砥粒が微細になり、研削加工時の研削抵抗が大きくなるのが原因であると考えられる。

次に、ELID平面研削加工時の研削抵抗値の測定結果を、図6に示す。前加工の影響を受けないように、10 μ m程度表面を除去した後の初期抵抗値で比較を行った。測定には、一回の切込量を0.5 μ mから3.0 μ mまで4段階に変化させ、その他の加工条件や電解条件は一定として実験を行った。

#325および#1000の砥石では、切込量の増加に対する研削抵抗値の変化は少ないが、#2000以上の砥石では研削抵抗値が著しく増加した。なお、#2000の砥石では、切込量が0.5 μ mの状態、研削抵抗値の急激な増加が認められた。

これらの理由としては、#325および#1000の砥石では、砥粒径が大きく、電解作用との相乗効果により砥粒が十分に突出し、研削抵抗値が少なくなったためであり、反対に#2000および#4000の砥石の場合は、微細砥粒のため突出量が少なく、目つぶれや目詰まりが発生しやすいために、研削抵抗値が増加したものと推察される。このことから、抵抗値が急激に増加するまでの切込量がその砥石の最適加工条件と考え、#2000以上の砥石では、1 μ m以下の微少切込量での加工が必要と思われる。

各種の切込量でELID研削を行った場合の、加工表面粗さとその表面状態の観察結果を図7および図8に示す。

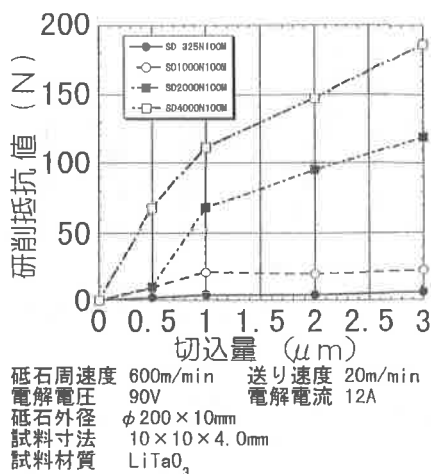


図6 ストレート砥石による研削抵抗値の変化

#325と#4000の砥石で表面粗さを比較すると、約7倍の違いが認められ、#325の砥石での加工面は、塑性流動が原因と考えられる研削痕と、その結果に伴う、大きな剥離の存在が研削表面に観察された。

なお、剥離部分を詳細に観察すると、これらの発生に規則性が認められるが、この原因は、研削過程での砥粒の接触が、ウェーハ表面に不均一な接触な接触が原因により生じたものと推察される。これらの事を考慮して、全体的な傾向を観察すると、切込量の変化に比べ砥石粒度の違いの場合が、加工面精度に与える影響は大きく、砥石番手が高くなるほど剥離部の存在は減少し、加工部中央では均一な微細研削痕が認められた。しかし、#4000の砥石の場合、切込量が増加すると表面粗さはわずかに増加し、加工痕に剥離部が多く存在した。この理由としては、砥粒の突出量以上に加工を行ったためと考えられる。また、#4000の砥石では、被加工物の先端部で割れ・欠けが発生している事が明らかとなった。

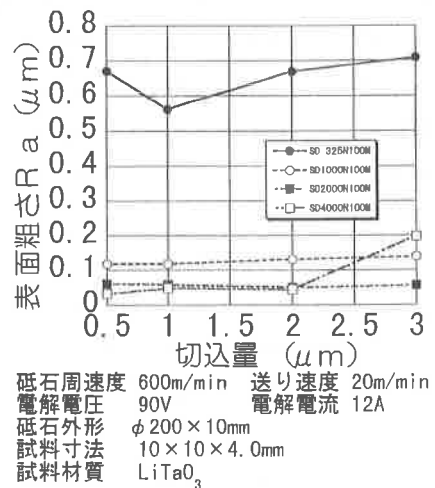


図7 切込量による表面粗さの変化

3-2 ELID研削法の適用性

実際の製造ラインに、ELID研削法を適用する場合を考慮して、各種の検討を行った。第一は、真空チャックによりウェーハを吸引固定して、研削が可能か否かの検討を行った。電解条件は90V・12A、試料片の厚さは0.7mm、使用した砥石は、前述したストレート砥石である。研削砥石粒度と表面粗さの関係について、熱軟化性のワックスで接着固定し研削した場合と、真空チャックによる固定とを比較した結果を、図9に示す。なお、図中の一点鎖線は、単結晶のLiTaO₃をワイヤソーで切断したままの表面粗さを示す。ウェーハの固定方法の違いによる表面粗さの変化は、明確に認められなかった。よって、真空チャックの場合でも、従来から得られている加工データと違いのないことが認められた。なお、#4000の砥石を用いてELID研削を行

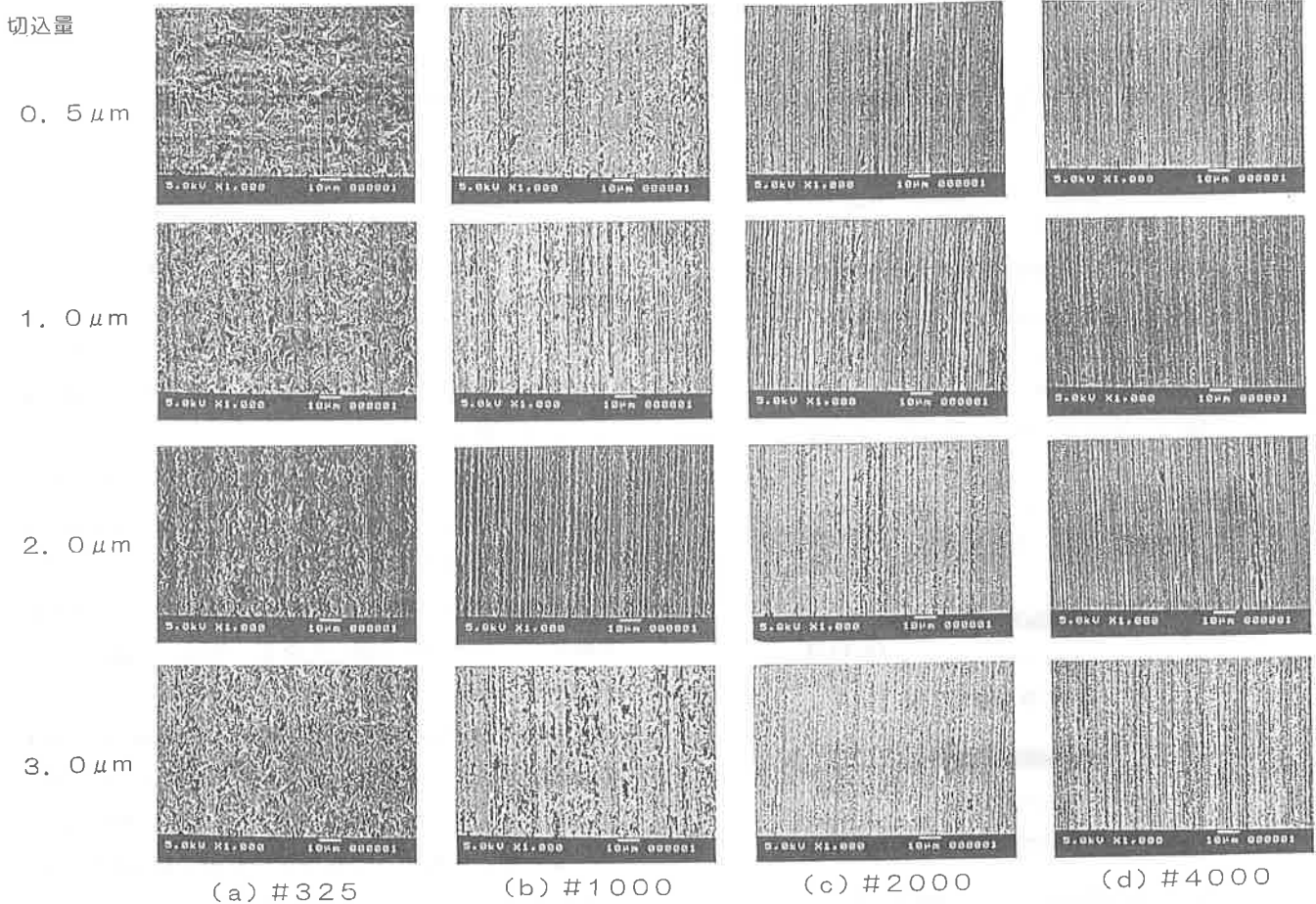


図8 ELID平面研削加工面のSEM観察結果

うと、研削開始と同時にウェーハが研削抵抗の増加により破壊した。よって、本研究で使用した平面研削盤では、高番手（砥粒粒度の微細化）の砥石に使用は難しいことが明らかとなった。

従来の加工とELID平面研削加工における表面粗さの違いについて検討した結果が図10である。従来法はLiTaO₃単結晶インゴットをワイヤソーで切断後、ウェーハ表面をラッピングとポリッシング工程により仕上加工を行っている。従来工程から得られた表面粗さは、図中の●印で示し、ELID平面研削の各砥石粒度の違いによる結果を各点線で各々示す。

ELID研削の場合、ウェーハ表面を10 μm程度研削した時の値を各々示す。#325でELID平面研削を行った場合、表面粗さは、切断後のウェーハの表面粗さに近い値となった。なお、#2000のELID研削加工面は、従来工程のポリッシング加工で得られた結果に近い値が得られた。このことから、LiTaO₃単結晶インゴットの研磨にELID平面研削法を適用する場合、砥石粒度の選択方法を確立すると可能になることが明らかとなった。

LiTaO₃ウェーハを従来法で研磨した面と、各砥石によりELID研削を行った面との、ひずみの発生状態を、X線回

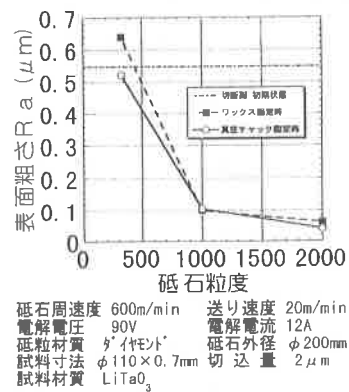


図9 固定方法の違いによる表面粗さの変化

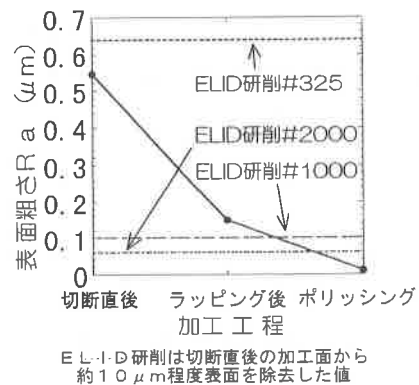


図10 従来の加工工程における表面粗さの変化

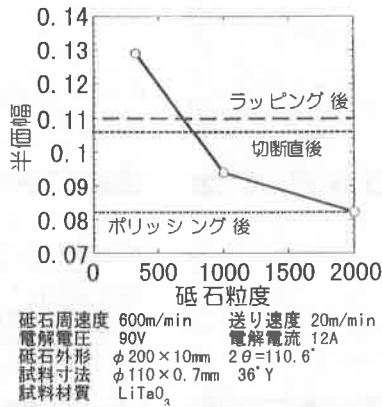


図11 X線回折法による加工面の評価

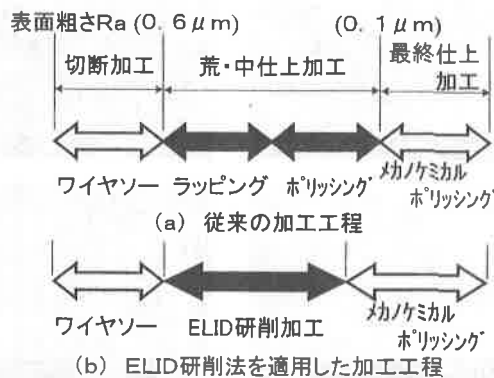


図12 ELID研削法の適用範囲の概念図

折法による半価幅の変化から評価した。その結果を図11に示す。表面粗さの変化とほぼ同じ傾向を示し、#2000のELID研削加工面は、従来法のポリッシング加工後の値に近い結果が得られた。

以上の結果から、LiTaO₃ウェーハへのELID研削法の適用は、従来から行われているラッピングとポリッシング加工の中間工程を補完できる可能性が考えられる。しかし、研削枚数および固定方法等の製造ラインの変更改善等、各種の検討を今後も行う必要性は考慮しなければならない。しかし、この手法を用いるとラッピング前の工程短縮によって有効な手法になるものと考えられる。なお、適用に当たっての工程の概念図を図12に示す。

なお、図9には示していないが、マシニングセンタで、#1000の軸付砥石を用いたELID研削加工面は、#2000の平面研削加工と同程度の表面粗さが得られることが他の研究から明らかとなった。

両者の加工方法を比較すると、平面研削加工は、砥石が被加工物と線接触するのに対し、軸付砥石の場合は面接触となる形態であり、よりラッピング加工に近い加工形態をとる。そのため、軸付砥石を用いたELID研削は、砥石研削とラッピングの両方の加工性能を兼ね備えた、高精度加工方法になる可能性を示唆している。

今後、これら各種のELID研削法を実際に製造されているウェーハの寸法において、研削可能かについて、加工条件、砥石粒度、電解条件および工具特性の観点から更に検討を行っていく予定である。

4. 結言

ELID平面研削法の適用による、LiTaO₃単結晶ウェーハの精密鏡面加工を行ったところ、以下の結果が得られた。

- 1) ストレート砥石を用いたELID研削による表面粗さは、電解条件の違いによる影響は少なく、用いた砥石粒度に大きく依存した。
- 2) 研削抵抗値においては、ELID研削過程における砥粒の突出量に起因すると考えられる、急激な変化が切込量0.5μm近傍で存在した。
- 3) 砥石の番手が増加する(砥粒の小径化)ほど、LiTaO₃単結晶ウェーハの研削面の先端部(端面)で割れ・欠けが発生し、研削は難しくなる。
- 4) #2000のELID平面研削加工面や、#1000の軸付砥石のLiTaO₃ウェーハ研削加工面は、従来法の加工工程で得られたポリッシング加工後の表面粗さと同程度の値が得られた。よって、従来法による工程の短縮にELID研削法の適用が有効な手法となることが明らかとなった。
- 5) 被加工物の固定に、試作した真空吸引チャックを用いたELID研削の実験においては、4インチウェーハの表面研削が可能となった。今後、大型で多数個のウェーハを同時に研削できる各種の方法を検討する。