

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2009年9月3日(03.09.2009)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2009/107567 A1

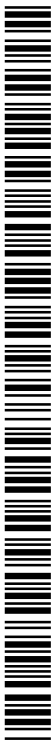
- (51) 国際特許分類:
H01L 21/304 (2006.01) H01L 21/306 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2009/053112
- (22) 国際出願日: 2009年2月16日(16.02.2009)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2008-045425 2008年2月27日(27.02.2008) JP
特願 2009-026834 2009年2月9日(09.02.2009) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 住友電気工業株式会社(SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.) [JP/JP]; 〒5410041 大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号 Osaka (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 石橋 恵二 (ISHIBASHI, Keiji) [JP/JP]; 〒6640016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友電気工業株式会社伊丹製作所内 Hyogo (JP). 三上 英則(MIKAMI, Hidenori) [JP/JP]; 〒6640016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友電気工業株式会社伊丹製作所内 Hyogo (JP). 松本 直樹(MATSUMOTO, Naoki) [JP/JP]; 〒6640016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友電気工業株式会社伊丹製作所内 Hyogo (JP).
- (74) 代理人: 川瀬 茂樹(KAWASE, Shigeki); 〒6620911 兵庫県西宮市池田町12-33 ラ・ヴィータ西宮1704 川瀬特許事務所 Hyogo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- 規則 4.17 に規定する申立て:
— 発明者である旨の申立て (規則 4.17(iv))
- 添付公開書類:
— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

(54) Title: METHOD FOR MACHINING NITRIDE SEMICONDUCTOR WAFER, NITRIDE SEMICONDUCTOR WAFER, PROCESS FOR PRODUCING NITRIDE SEMICONDUCTOR DEVICE, AND NITRIDE SEMICONDUCTOR DEVICE

(54) 発明の名称: 窒化物半導体ウエハーの加工方法と窒化物半導体ウエハー及び窒化物半導体デバイスの製造方法並びに窒化物半導体デバイス

(57) Abstract: Disclosed is a method for machining a nitride semiconductor wafer that, when a nitride semiconductor crystal is subjected to back grinding, outer periphery grinding (chamfer), and surface grinding/polishing to produce a mirror wafer, causes no significant warpage, is free from cracking, and can realize a high substrate production process yield, and a high device in-plane yield. The outer peripheral part of a nitride semiconductor wafer is chamfered with a rubber grinding stone or a resin foam bonded grinding stone comprising 0 to 40% by weight of oxide abrasive grains to allow a work affected layer having a thickness of 0.5 μm to 10 μm to stay on the outer peripheral part.

(57) 要約: 窒化物半導体結晶から裏面研削、外周研削(チャンファー)、表面研削・研磨してミラーウエハーとする際に、反りが少なく、クラックが発生せず、基板作製プロセス歩留まりが高く、デバイス面内歩留まりが高い加工方法を提案する。窒化物半導体ウエハー外周部を0~40重量%の酸化珪石を含むゴム砥石或いは発泡レジンボンド砥石でチャンファーし、外周部に加工変質層を0.5 μm~10 μmの厚さで残すようにする。



WO 2009/107567 A1

明 細 書

窒化物半導体ウェハーの加工方法と窒化物半導体ウェハー及び窒化物半導体デバイスの製造方法並びに窒化物半導体デバイス

5

技術分野

この発明は窒化物半導体ウェハーの外周加工方法（チャンファー加工方法）に関する。窒化ガリウム（GaN）、窒化アルミニウム（AlN）など3族窒化物半導体はバンドギャップが広く、発光素子や電子デバイスとしての用途がある。大きいGaN単結晶、AlN単結晶は天然に存在しない。異種材料の下地基板の上に原料ガスを流して気相反応で合成する気相成長法、あるいは窒素ガスを金属ナトリウム中に溶解させGaと反応させることで合成するナトリウムフラックス法や超臨界状態のNH₃とGaを反応させることで合成するアモノサーマル法と呼ばれる液相法によって作られる。

初めの頃は自立した窒化ガリウムあるいは窒化アルミニウムなどのウェハーが得られなかった。サファイヤウェハーの上に、GaN、InGaN、AlGaN薄膜など3族窒化物半導体薄膜をエピタキシャル成長させて発光素子を作っていた。その後GaNの広い自立結晶基板が気相成長法や液相成長法によって製造可能になってきた。現在は、1インチ直径（約25mm）や2インチ直径（約50mm）の自立したGaNウェハー、AlNウェハー、AlGaNウェハー、あるいはInGaNウェハーが作られる。

20 気相あるいは液相成長させて作った結晶（as-grown）は、表面が平坦でなく厚みもばらついている。これを研削、研磨して表面を平滑にしてミラーウェハーとする。

半導体ウエハーはその上に各種のデバイスが作られる基板となるので、表面は平滑でクラックや反りが無いということが条件となる。

ウエハーの外周部が尖っているとそこから欠けたりするのでウエハーの外周部は面取りをする。これをチャンファーという。GaNなどの窒化物半導体結晶は脆くて硬いので

5 チャンファーには特別の工夫が必要である。

背景技術

シリコン (Si) ウエハーでもGaAsウエハーでも取扱いに便利のように円形の基板が多く利用される。GaN基板などの窒化物基板でも円形のウエハーが製造される。

10 半導体ウエハーはミラーウエハーにするために表面が研磨される。目的に応じて、両面をミラーにする場合もあるし、片面だけをミラーにする場合もある。

面の研磨とは別に、ウエハーの外周部の研削、研磨もある。ウエハーの側周縁が尖っていると欠け易いし細かい屑片ができて表面を傷つけたり汚したりするからである。そ

15 方で、ウエハーの側周縁を面取りする。側周縁だけでなくウエハーの側面も研削・研磨することもある。ウエハーの外周部(面の周辺部および側面)を斜めに研削する作業をチャンファー或いはチャンファリングと言う。ベベリングと呼ぶこともあり、これらは同義である。

Siウエハーでもチャンファーが成される。しかし、SiウエハーとGaNウエハーなどの窒化物半導体ウエハーは、硬さ、脆さ、堅牢さ等が異なるし化学的な特性も相違

20 する。SiよりもGaNなどの窒化物結晶は硬くて脆い。GaNのGa面などのIII族面を化学的にエッチングすることは困難である。

Siウエハーで利用されるチャンファー技術を直ちにGaNなどの窒化物半導体ウエハーのチャンファーに転用することはできない。Siウエハーで確立されたチャンファー技術がGaNなどの窒化物半導体ウエハーでも使えるということはない。

5 各々の半導体ウエハーは化学的、機械的な特性が異なるから独自のチャンファー技術が要求される。各々の半導体に最適のチャンファー方法を試行錯誤して、一から探していかなくてはならない。

特許文献1は、これまで実在しなかった窒化ガリウムの自立基板をELO (Epitaxial Lateral Overgrowth) によって初めて作ることができたので、外周部を面取りし、オリエンテーションフラット (OF) を付けたというものである。ELOは下地基板として(111) GaAsウエハーを採用する。GaAsウエハーの上に蜂の巣状に分布する細かい窓のあるSiO₂マスクを付け、その上にHVPE法でGaN薄膜を横方向成長させ、転位を減らし、マスクの上で結晶粒が合体した後にはC面成長させる。

15 気相成長を続け100μm以上の厚みのGaN結晶にし、GaAs下地基板を除去して、自立GaN基板とする。それは1枚の矩形に近い結晶であるが、円形に研削して円形のウエハーとすることができる。方位と表裏を区別できるように、側周の(1-100)面或いは(2-1-10)面にOF (Orientation Flat)、IF (Identification Flat) を付ける。

20 特許文献1は側周縁に5°～30°の傾斜角で面取りしたり、半径0.1mm～0.5mmで円形断面に面取りするということを述べている。前者の場合は円錐台面の砥面を持つ円形砥石を回転させ、GaNウエハーの外周部を円形砥石に(外接)接触させ、

外周部を $5^{\circ} \sim 30^{\circ}$ の傾斜をなすように削っていくのである。円形砥石は樹脂で固定砥粒を台面に保持したレジンボンド砥石である。

5 或いは半径 $0.1\text{ mm} \sim 0.5\text{ mm}$ の半円断面凹部を持つ糸コマ状の円形の砥石を回転させ、GaNウエハーの外周部を当てて（外接）回転させることによって半円形断面の面取りをすることもできる。

しかしレジンボンド砥石で外周部をチャンファーするとウエハーが割れたり、クラックが発生したりすることが分かった。レジンボンドというのは樹脂によって砥粒を固定した砥石ということである。

10 特許文献2では、異種基板の上に窒化ガリウムを成長させ基板を除去して自立したGaNウエハーとしたGaN基板は、下地基板とGaNの熱膨張率や格子定数の違いのために反りが大きい、ということを問題にしている。ウエハーの中心と周辺部の高さの差は $\pm 40\ \mu\text{m} \sim \pm 100\ \mu\text{m}$ にもなる、と述べている。

15 ウエハーを研磨すると研磨面に加工変質層ができる。研磨によって加工変質層を導入すると加工変質層が面を広げる作用があつて、それによって反りを小さくすることができる、と言っている。また加工変質層をエッチングして薄くすると面を押し広げる作用が減るとも言っている。そうすると表面と裏面の研磨とエッチングを組み合わせることによって窒化ガリウムウエハーの反りを減らすことができる、という。

20 つまり裏面側（窒素面）が凹に反っている場合、裏面側を研磨すると加工変質層が裏面側にできそれが裏面を広げようとする。それによって裏面側が凸になり反りの方向が逆転する。それでは逆に困るので、裏面側をエッチングして加工変質層を除去する。加工変質層が薄くなると裏面を押し広げる力が減るので反りが減る。

ただし、表面側（G a 面）は堅牢であり、研磨が難しい、と述べている。表面側はエッチングも難しいが、表面（G a 面）は塩素プラズマによるドライエッチングが可能である、という。窒化ガリウムウエハーで、研削研磨後に、加工変質層が表面側で10 μ m厚み、裏面側で50 μ m厚みで存在することがある。裏面側は、研磨とエッチングの
5 組み合わせによって加工変質層を10 μ m～50 μ mの間の適当な値に調整できるから、反りをかなり少なくすることができる。

特許文献2の実施例1は、表面方向に50 μ m深さの凹の反りがあるG a Nウエハーを表面研削して表面方向に30 μ mの凸である反りにし、表面をドライエッチングして表面側に20 μ mの凹である反りのウエハーとし、さらに裏面を研削、ドライエッチ
10 グして表面側に5 μ mの凹である少ない反りのウエハーとしている。特許文献2は研削、エッチングの組み合わせによって最終的に2インチウエハー換算で反りを+30 μ m～-20 μ mに減少させることができると主張している。

正は表面が凸になる反り、負は表面が凹になる反りだとして定義されている。よって特許文献2はG a Nウエハーにおいて、表面凸反りが30 μ mから、表面凹反りが20
15 μ mという凹凸反りの範囲に入れることができると述べているのである。

特許文献3は、レジンボンドダイヤモンド砥石をG a Nウエハーのエッジに外接回転させてG a Nウエハーのチャンファを行うと、G a Nは脆く硬い材料であるからエッジが欠けたりウエハーが割れたりするので望ましくないと述べている。

特許文献3はそこで、砥石を付着させたテープ砥石をウエハーのエッジの長手方向に
20 接触させウエハーを回転させることによってウエハーの面取りをするというテープ砥石チャンファリング法を提案している。砥石が摩耗するとテープを少しずつ送り新しい砥面を出してエッジ研磨を同じ状態で行うようにできる。エッジはテープに内接するから

接触圧が小さく衝撃も掛からない。レジンボンド砥石を外接回転させる手法に比べて歩留まりが向上すると説明している。

本願の図11は特許文献3（特開2004-319951号）によって初めて提案されたテープチャンファー装置の斜視図である。本願の図12はテープ砥石とエッジの接
5 触部分の断面図である。

ウエハーWは回転盤（図示しない）に真空チャック等で固定してある。テープ砥石TにエッジSが内接している。内接部分の中心角は 40° ～ 90° であるとしている。弾力性のあるテープとの接触であるからエッジが破損したり割れたりすることを防ぐことができる」と述べている。

10 特許文献1：特開2002-356398「窒化ガリウムウエハー」（特願2001-166904）

特許文献2：特開2005-136167「窒化物半導体基板の製造方法と窒化物半導体基板」（特願2003-370430）

特許文献3：特開2004-319951「エッジ研磨した窒化物半導体基板とエッ
15 ジ研磨したGaN自立基板及び窒化物半導体基板のエッジ加工方法」（特願2003-275935）

窒化ガリウムなどの窒化物半導体自立結晶が気相成長法や液相成長法で製造できるようになった。液相成長法では大型結晶を得るのは困難である。気相成長法によって広い下地基板の上に窒化ガリウムを厚く堆積させ窒化ガリウムの部分をワイヤーソーで切断
20 し窒化ガリウムの大型自立結晶基板を作製することができる。これを裏面研削、チャンファー、表面研削・研磨して窒化物半導体ミラーウエハーとする。

研削によって厚い（ $10\ \mu\text{m}\sim 50\ \mu\text{m}$ ）加工変質層が接触部分に発生する。裏面研削では裏面に、外周研削では外周部に、表面研削では表面に加工変質層ができる。加工変質層は結晶構造の乱れを持つ表面層である。転位も多量に含む。不純物を含むものではない。加工変質層が表面、裏面に残ってはいけないので表面、裏面の加工変質層はエッチングによって殆ど除去される。この発明は外周部の研削（チャンファー）を問題にする。SiやGaAsなど従来の半導体ウエハーのチャンファーにはダイヤモンド砥粒を樹脂や金属で基盤に固定したレジンボンド砥石やメタルボンド砥石が使われてきた。これらは鋭利で硬く堅牢でチャンファー時間は短くて済む。Si、GaAsウエハーは柔らかく靱性もあるのでレジンボンド、メタルボンド砥石が適するのである。しかしこれらはGaNチャンファーに転用できない。レジンボンド砥石やメタルボンド砥石によってGaNウエハーをチャンファーすると、割れ欠けの（クラック）発生率が高く、厚い加工変質層を生じ、大きい反りを引き起こすことが分かってきた。GaNは硬度が高く靱性が低く脆いから衝撃に弱い。クラック発生率が高いのは、レジンボンド、メタルボンド砥石は基盤に対する砥粒の固定が硬直しており砥粒とウエハーの接触衝撃を吸収できないからである。レジンボンド、メタルボンド砥石によるチャンファーによって割れ欠けが頻繁に起こり、そうでなかったとしても外周部に $20\ \mu\text{m}\sim 50\ \mu\text{m}$ もの厚い加工変質層Mができる。また反りも大きくなる。反りの曲率半径は $1\ \text{m}$ 以下ということもある。高硬度高脆性のGaNウエハーのチャンファーには従来のレジンボンド、メタルボンド砥石は不適である。

窒化物半導体ウエハーを割れ欠けしないように外周研削する加工方法を提供することが本発明の第1の目的である。反りの少ない窒化物半導体ウエハーを得るための外周研削加工方法を提供することが本発明の第2の目的である。外周部の加工変質層厚みを制

御した窒化物半導体の外周研削加工方法を提供することが本発明の第3の目的である。基板作製プロセス歩留まりの高い窒化物半導体の外周研削加工方法を提供することが本発明の第4の目的である。デバイス面内歩留まりの高い外周研削加工方法を提供することが本発明の第5の目的である。また、デバイス面内歩留まりの高い窒化物半導体ウエ
5 ハーを得る事が本発明の第6の目的である。なお本出願では、ウエハーの表面、裏面の平面の外側の領域を周辺部とし、平面と側面の角を側周縁とし、平面の周辺部と側面を含めて外周部とする。

発明の開示

10 本発明の窒化物半導体ウエハーは、アズグロウンの基板の裏面を研削、エッチングし、ダイヤモンドあるいはダイヤモンドと酸化物の混合砥粒を柔軟なボンディング材で固定した砥石によって外周研削（チャンファー）して、ウエハー外周部の加工変質層の厚みを0.5 μm～10 μm、特に望ましくは1 μm～3 μmとし、表面を研削、研磨、エ
15 ッチングしたものである。柔軟なボンディング材というのはゴム、或いは発泡樹脂である。ダイヤモンド砥粒の粒径はある程度細かくて3000番手から600番手である。またダイヤモンド砥粒に酸化物砥粒を混合して酸化物の化学的作用とダイヤモンドの機械的作用の複合作用で研削する。ダイヤモンド砥粒の機械的效果に加えて酸化物の化学的効果で表面を除去するのでこれをメカノケミカル効果という。酸化物砥粒はFe₂O
20 ₃、CuO、MnO₂、Cr₂O₃、ZnOなどである。柔軟性に富む砥石でチャンファーするので時間が長く掛かる場合もある。

細かいダイヤモンド砥粒と酸化物砥粒を柔軟な材料で基盤に付けた砥石でチャンファーすることによって、ウエハー外周へかかる衝撃を和らげ、割れ欠け（クラック）の発

生を防ぎ、加工変質層の厚みを低減し、反りを抑える。外周部への機械衝撃を緩和するためにゴムボンド、発泡樹脂ボンド砥石を利用する。外周部に発生する加工変質層Mの厚みdは、外周部が受けた衝撃を測定する尺度にもなる。ダイヤモンド砥粒が粗くボンド材が硬直していると衝撃力が大きい。そのとき外周部を後で観察すると加工変質層厚みdが厚くなっている。ダイヤモンド砥粒が細かくボンド材が柔軟であると衝撃力が小さい。そのとき外周部を後で観察すると加工変質層厚みdが薄くなっている。

低番手砥粒を樹脂、金属で基盤に固定したレジンボンド、メタルボンドなど硬質の砥石で外周部を削ると加工変質層厚みdが $20\mu\text{m}\sim 50\mu\text{m}$ にもなる。この場合は衝撃が強すぎ割れ欠けが起こる。本発明が $d=0.5\mu\text{m}\sim 10\mu\text{m}$ になるように柔軟な砥石で優しくチャンファーすることによって、割れ欠け、反りを抑制している。柔軟な砥石にするためゴム、発泡樹脂をボンド剤とし、粒径の小さい高番手のダイヤモンド砥粒を使い、酸化物を混ぜるようにする。割れ欠け、反りの少ないGaNウエハーのチャンファーが可能となる。適当な優柔性の砥石でチャンファーすると、外周部加工変質層厚みdが $0.5\mu\text{m}\sim 10\mu\text{m}$ になる。この厚みの加工変質層により反りを抑制し、デバイスの歩留まりを向上することができる。

窒化ガリウム自立結晶（アズグロウンウエハー）から出発する加工の工程全般を説明する。図1の順にウエハーを加工する。厚み調整のため裏面（窒素面）研削（A）をする。これによって裏面に厚い加工変質層Mが発生する。加工変質層Mというのは結晶構造が歪んだ層をいう。多数の転位が存在する。加工変質層はCL（カソードルミネセンス）によって他の部分と区別して観察できる。CL観察で厚みdを測ることもできる。加工変質層は不純物を含む層ではない。加工変質層が裏面に厚く残るのは望ましくない。加熱したKOH、NaOH、 H_3PO_4 水溶液で裏面（窒素面）をエッチング（B）す

る。これによって裏面の加工変質層を除去する。なお、裏面研削は研磨で代替することもできる。

高番手のダイヤモンド砥粒、或いはダイヤモンド砥粒と酸化物をゴム又は発泡樹脂でボンドした柔軟性ある砥石で窒化ガリウムウエハーの外周部を研削する（C）。ウエハー外周部の研削をチャンファー加工と呼ぶ。チャンファーするのはウエハーの割れ、欠けを防ぐためである。

G a Nウエハーのチャンファーに使用する砥石はゴム砥石が好ましいと本発明者は考える。ゴム砥石というのは、砥石基盤にゴムをボンディング剤として砥粒を固定したものである。砥粒はダイヤモンドなど硬質の素材である。ゴムをボンディング剤とするので、ゴムボンディング砥石或いはゴムボンド砥石というべきであるが、ここでは簡単にゴム砥石と呼ぶ。砥粒がゴムだということではない。G a Nウエハーの外周研削にゴム砥石を使用するのは本発明が初めてである。

チャンファーの後、ウエハーの表面を研削（D）、研磨（E）する。研削では表面に10 μ m～50 μ mの厚い加工変質層Mができる。研磨では表面に0.1 μ m～20 μ mの加工変質層ができる。エピタキシャル成長用の基板としては、表面粗さが平滑で、表面に加工変質層Mが存在しないものが望まれる。そのため研削後に研磨工程で表面を平滑化する。更に、気相エッチング（F）によって表面の加工変質層Mがなくなるまで除去する。ウエハー加工はそのように裏面研削A、裏面エッチングB、チャンファーC、表面研削D・研磨E、気相エッチング（F）の工程からなる。本発明の工夫は裏面研削A、表面研削D・研磨Eにはない。本発明はチャンファー工程Cを改良するものである。

本発明の骨子は、窒化物半導体ウエハー外周部を、高番手ダイヤモンド砥粒あるいはダイヤモンド砥粒と酸化物砥粒をゴム、発泡樹脂で固定したゴム砥石あるいは発泡レジ

ンボンド砥石でチャンファー加工し、外周部の加工変質層厚みを $0.5\mu\text{m}\sim 10\mu\text{m}$ 、特に望ましくは $1\mu\text{m}\sim 3\mu\text{m}$ にしたことにある。外周部の加工変質層を $0.5\mu\text{m}\sim 10\mu\text{m}$ に抑えることによって、クラック発生、反りが少なくなる。後の工程におけるチッピングも減り、製品歩留まりも上がる。

- 5 以下により詳しく述べる。研削によって結晶表面には格子構造の乱れた加工変質層Mが必ず発生する。加工変質層Mの厚みdは、研削に使われる固定砥粒の粒子が大きい程厚くなり、又加工負荷が強い程厚くなる。その反対に研削に使われる固定砥粒が小さく、加工負荷が弱い程、加工変質層Mは薄くなる。

- 10 ウエハーの加工は、図1に示すように、裏面研削A、裏面エッチングB、外周研削(チャンファー)C、表面研削D、研磨E、表面エッチングFの順で行う。研削条件にもよるが裏面研削Aによって、 $10\mu\text{m}\sim 50\mu\text{m}$ 程度のかかなり厚い加工変質層Mが裏面に発生する。加工変質層が厚く残留するのは望ましくない。裏面の加工変質層を加熱したKOH、NaOH、又は H_3PO_4 水溶液で除去する。

- 15 N面とGa面は化学的、物理的な性質が異なる。裏面(窒素面; N面; 000-1面)は表面より物理的・化学的に弱くてKOH、NaOH、又は H_3PO_4 水溶液で除去できる。裏面をエッチングできるものであれば、他のアルカリ、酸を用いても良い。表面(Ga面; 0001面)は化学的により堅固でKOH、NaOH、又は H_3PO_4 水溶液では除去できない。従って裏面と表面では加工変質層除去の手段が異なる。

- 20 次いでウエハーの外周部をチャンファーする。砥粒をゴムで固めたゴム(ボンド)砥石あるいは発泡樹脂で砥粒を固めた発泡レジンボンド砥石を回転させ、ウエハー外周部に接触させ外周部を面取りする。固定砥粒はダイヤモンド砥粒、或いはダイヤモンドと酸化物の混合砥粒である。ゴムボンド砥石、発泡レジンボンド砥石が含むダイヤモンド

砥粒の番手は例えば600番～3000番とする。番手というのは砥粒の平均の直径の大きさを表す用語である。数字が大きいほど細かい砥粒を意味する。チャンファーによってウエハーの外周部が面取りされるが、同時に外周部に加工変質層が発生する。加工変質層の厚み d を $0.5 \mu\text{m} \sim 10 \mu\text{m}$ とする。より好ましくは $d = 1 \mu\text{m} \sim 3 \mu\text{m}$ とする。ダイヤモンド砥粒の粒径が大きい（番手が小さい）砥石でチャンファーすると d が $20 \mu\text{m} \sim 50 \mu\text{m}$ になり、反りが大きくしばしば研削中に割れ欠けが生ずる（クラック）。砥粒の粒径を小さくすると d を減らすことができるがそれだけでは不十分である。酸化物砥粒を加えてダイヤモンドの機械作用を緩和するのも有効である。酸化物には Fe_2O_3 、 Cr_2O_3 、 MnO_2 、 CuO 、 ZnO 、 Fe_3O_4 などの化学的に不安定な酸化物を用いることができる。本発明者が初めて金属酸化物で、ある種の砥粒が化学作用を持ち、それが窒化物の研削を促進する効果を有することを発見した。これを本発明者はメカノケミカル研削（mechanochemical grinding）と名付けた。

メカノケミカル研削は、酸化物砥粒による酸化等の反応により窒化物の表面を軟質化し、研削の負荷を低減する方法であり、研削加工時の加工変質層やクラックを抑制できる。

酸化物といっても SiO_2 、 Al_2O_3 のような安定な酸化物は不適でこれらはメカノケミカル研削の作用がない。安定な酸化物を加えても d を $10 \mu\text{m}$ 以下にするにはなかなか至らない。砥石基盤に砥粒を固定するボンディング材は柔軟性をもつゴムあるいは発泡樹脂にする。ダイヤモンド砥粒の番手を高く、酸化物砥粒を加え、ボンド材を柔軟にする、という3つの条件を相補的に組み合わせることで d を $10 \mu\text{m}$ 以下にすることができる。本発明は窒化物半導体ウエハーのチャンファーに初めてゴムボンド砥石、発

泡樹脂ボンド砥石の使用を提案する。本発明は窒化物半導体ウェハーのチャンファーに初めて酸化物砥粒混合砥石を提案する。

- この後更に表面を研削する。表面に加工変質層が入る。表面はデバイスをその上に作る面であるからミラー状態でなければならない。そのため表面を研磨する。研磨には粗い砥粒を使う粗研磨と、細かい砥粒を使う仕上げ研磨を行うことができる。例えば粗研磨には粒径 $30\ \mu\text{m}$ ~ $3\ \mu\text{m}$ の砥粒を用いることができ、仕上げ研磨には $3\ \mu\text{m}$ ~ $0.1\ \mu\text{m}$ の砥粒を用いることができる。研磨によってウェハーの表面に加工変質層が入る。なお、平面加工である研削、研磨は生産性と表面品質の両立のために表面について段階的に実施することが多いが、どちらかを省略することもできる。この場合、研削には番手が 3000 番 ~ 8000 番の砥石を用い、研磨には $30\ \mu\text{m}$ ~ $15\ \mu\text{m}$ の砥粒を用いることができる。研削で高番手の砥石を用いる事により研磨を省略することや、研磨で粗い砥粒を用いることにより研削を省略することもできる。この場合、研削には番手が 3000 番 ~ 8000 番の砥石を用い、研磨には $30\ \mu\text{m}$ ~ $15\ \mu\text{m}$ の砥粒を用いることができる。
- 加工変質層はこの段階で表面と外周部に存在する。気相エッチングによって表面だけ加工変質層を除去する。加工変質層の除去は、化学機械研磨 (CMP) により実施してもよい。外周部には $0.5\ \mu\text{m}$ ~ $10\ \mu\text{m}$ 、より好ましくは $1\ \mu\text{m}$ ~ $3\ \mu\text{m}$ の厚みの加工変質層が残留する。外周部は平面である表面、裏面と異なり、加工変質層をエッチングで除去して厚みを制御することは困難である。ウェハーの加工は、上記の工程の他に、窒化物インゴットをスライスして基板を作製し、その後に裏面エッチング B、外周研削 C、表面研磨 E、気相エッチング F を実施することもできる。スライスにより厚みを調整することができるため、裏面研削 A、表面研削 D を省略することができる。スライス

時に加工変質層が生成するため、裏面および表面のエッチングは実施する。この場合、例えばスライス→裏面エッチングB→気相エッチングF→外周研削C→表面研磨E→気相エッチングFの工程となる。気相エッチングFは1回でもよい。また2回目のエッチングはCMPにより代替することができる。なお、外周研削Cはインゴットの状態で実施してからスライスすることもできる。

細かいダイヤモンド砥粒、或いはダイヤモンド砥粒の他に酸化物を柔軟なボンディング材で基盤に固定したゴムボンド砥石、発泡樹脂ボンド砥石によって窒化物半導体ウエハーをチャンファーしたので、ウエハー割れやクラック発生を抑制することができる。ウエハー外周部の加工変質層を $0.5\mu\text{m}\sim 10\mu\text{m}$ 、より好ましくは $1\mu\text{m}\sim 3\mu\text{m}$ 厚みとしたので、反りの小さい窒化物半導体ウエハーを得ることができる。クラック発生率も少なく基板製造歩留まりを増強できる。更に窒化物半導体基板の上に作製したデバイスの歩留まりも向上させることができる。

加工変質層厚み d はチャンファーの機械衝撃の強さを後で判定する尺度にもなり、それが $0.5\mu\text{m}\sim 10\mu\text{m}$ だということは砥石とウエハー外周の接触が柔軟で衝撃が弱かったということの意味する。

図面の簡単な説明

図1は、下地基板の上に気相成長し下地基板を除去したアズグロウンの窒化物半導体円形結晶からミラーウエハーを製造する工程を示す工程図。

図2は、GaNウエハーの加工変質層の厚み d とウエハーの反り U の関係についての実験結果を示すグラフ。横軸は対数表示した外周部加工変質層の厚み($d:\mu\text{m}$)で縦軸は反り $U(\mu\text{m})$ である。

図3は、GaNウエハーの外周部加工変質層の厚み d と基板作製プロセス歩留まり Y （実線）及びクラック発生率 C （破線）の測定結果を示すグラフ。横軸は対数表示した外周部加工変質層の厚み（ d ： μm ）、右縦軸はクラック発生率 C （%）、左縦軸は基板作製プロセス歩留まり Y （%）である。

5 図4は、GaNウエハーの外周部加工変質層の厚み d と、ウエハーの上に作製したデバイスの面内歩留まり Q の関係について測定結果を示すグラフ。横軸は対数表示した外周部加工変質層の厚み（ d ； μm ）、縦軸はデバイス面内歩留まり Q （%）である。

図5は、本発明の方法によって製造された外周部に $0.5\mu\text{m}\sim 10\mu\text{m}$ 、より好ましくは $1\mu\text{m}\sim 3\mu\text{m}$ の厚みの加工変質層を有するGaNウエハーの断面図。

10 図6は、本発明の方法によって製造された外周部に $0.5\mu\text{m}\sim 10\mu\text{m}$ 、より好ましくは $1\mu\text{m}\sim 3\mu\text{m}$ の厚みの加工変質層を有し側面にも加工変質層を有するGaNウエハーの断面図。

15 図7は、本発明の方法によって製造された外周部に $0.5\mu\text{m}\sim 10\mu\text{m}$ 、より好ましくは $1\mu\text{m}\sim 3\mu\text{m}$ の厚みの加工変質層を有し側面の加工変質層を完全に除去しているGaNウエハーの断面図。

図8は、本発明の方法によって製造された外周部に $0.5\mu\text{m}\sim 10\mu\text{m}$ 、より好ましくは $1\mu\text{m}\sim 3\mu\text{m}$ の厚みの加工変質層を有し側面にも加工変質層を有するGaNウエハーの断面図。

20 図9は、ウエハーの外周部（側面を含む）をゴム砥石によって丸く形成するチャンファ加工を示す断面図。

図10は、ウエハーの外周部をゴム砥石によって傾斜面となるようにするチャンファ加工を示す断面図。

図11は、特開2004-319951（特願2003-275935）によって提案されたテープ砥石の長手方向にGaNウエハーの外周部を広く接触させウエハーを回転させることにより外周部を研磨するチャンファー加工装置を示す斜視図。

5 図12は、特開2004-319951（特願2003-275935）によって提案されたテープ砥石の長手方向にGaNウエハーの外周部を広く接触させ、ウエハーを回転させることにより外周部を研磨するチャンファー加工装置を示す断面図。

図13は、水平面に置いた直径DのウエハーWの中心の高さUによって反りを定義することを示す断面図。

10 図14は、試料1～11についての加工変質層厚みd（ μm ）とウエハー反りU（ μm ）の関係を示すグラフ。数字は試料番号である。○は合格の試料、×は不合格の試料（以下同じ）。

図15は、試料1～11についての加工変質層厚みd（ μm ）とクラック発生率C（%）の関係を示すグラフ。数字は試料番号である。

15 図16は、試料1～11についての加工変質層厚みd（ μm ）とデバイス歩留まりQ（%）の関係を示すグラフ。数字は試料番号である。

図17は、試料12～18についての酸化物砥粒比率（wt%）とウエハー外周部酸素量O（at%）の関係を示すグラフ。酸化物砥粒比率+ダイヤモンド砥粒比率=100%。

20 図18は、試料12～18についての酸化物砥粒比率（wt%）とウエハー外周部加工変質層厚みd（ μm ）の関係を示すグラフ。

図19は、試料12～18についての酸化物砥粒比率（wt%）とチップング発生率p（%）の関係を示すグラフ。

図20は、試料12～18についての酸化物砥粒比率（wt%）とデバイス歩留まりQ（%）の関係を示すグラフ。

図21は、試料19～26について加工変質層厚みd（ μm ）とウエハー外周部金属量m（at%）の関係を示すグラフ。

5 図22は、試料19～26について加工変質層厚みd（ μm ）とチッピング発生率p（%）の関係を示すグラフ。

図23は、試料19～26について加工変質層厚みd（ μm ）とデバイス歩留まりQ（%）の関係を示すグラフ。

10 図24は、試料1～26について加工変質層厚みd（ μm ）と外周部面粗度Ra（ μm ）の関係を示すグラフ。

図25は、発光素子デバイスを作製するために本発明の窒化ガリウムウエハーの上にn-GaN薄膜、n-AlGaN薄膜、発光層、p-AlGaN薄膜、p-GaN薄膜をエピタキシャル成長させたエピタキシャルウエハーの断面図。

15 図26は、発光素子デバイスを作製するために本発明の窒化ガリウムウエハーの上にGaN薄膜、AlGaN薄膜、GaInN薄膜をエピタキシャル成長させ、p側電極とn側電極を形成したデバイスの1素子分の断面図。

図27は、デバイスチップをエピダウン（p側が下にn側が上に）にパッケージのステムにAuSn半田で固定し、n側電極をワイヤでリードピンに接続した発光素子デバイスの縦断面図。

20 図28は、試料12～18についてのウエハー外周部の酸素量O（at%）とチッピング発生率p（%）の関係を示すグラフ。

図29は、試料12～18についてのウェハー外周部の酸素量O (at%) とデバイス歩留まりQ (%) の関係を示すグラフ。

図30は、試料19～26についてのウェハー外周部の金属量m (at%) とチップング発生率p (%) の関係を示すグラフ。

5 図31は、試料19～26についてのウェハー外周部の金属量m (at%) とデバイス歩留まりQ (%) の関係を示すグラフ。

発明を実施するための最良の形態

10 窒化物基板は、III族窒化物（例えばGaN、AlN、InN、AlGaN、InGaN）で構成されている。GaNの場合には、HVPE法やフラックス法やアモノサーマル法によって成長させる。AlNの場合には、HVPE法や昇華法やフラックス法で成長させる。InNはHVPE法で成長させる。成長した窒化物のインゴットから、ワイヤーソーやブレードソーでスライスして基板を得る。平面加工は研削、研磨により行う。エッチングはウエットエッチング或いはドライエッチングで行う。

15 直径5インチ（12.7cm）、厚さ850 μ mのGaN基板について、ゴム（ボンド）砥石、多孔質レジンボンド砥石によって、外周の面取り加工（チャンファー：外周研削）を行った。無発泡のレジンボンド砥石やメタルボンド砥石、電着砥石は硬すぎて窒化物半導体ウェハーチャンファーに不適である。ゴム砥石のボンド材は、加工時の弾性変形、除去性の観点からクロロプレン系ゴム（CR：chloroprene rubber）を用いた。ゴム硬度は加工時のクラック、ダメージを抑制する観点から40
20 ～60と低硬度のものがよい。

多孔質レジンボンド砥石は空孔率が20～50%を用いた。レジンボンドを多孔質にするためには、原料に炭酸カルシウムなどの炭酸塩を混合し、焼成時にガスを発生させることによってなされる。砥粒固定のためのレジンとしては例えばポリビニールアルコール (PVA: polyvinyl alcohol) やフェノールを用いる。

- 5 砥石に固定する砥粒はダイヤモンド砥粒を用いた。アルミナ (Al_2O_3) 砥粒、シリコンカーバイド (SiC) 砥粒、ボロンナイトライド (BN) 砥粒でダイヤモンド砥粒を代替することが可能である。ダイヤモンド、アルミナ、シリコンカーバイド、ボロンナイトライドは殆ど作用が同じなので、ダイヤモンドを代表例にして以後説明する。ダイヤモンド砥粒の番手 (#) は220番から6000番を用いた。番手は砥粒粒径を
- 10 表す尺度である。高番手ほど細粒を、低番手ほど粗粒を意味する。

粗い砥粒を使うと短時間で加工することができるが、クラック (研削中の割れ欠け)、反りが大きくなる。細かい砥粒を使うと時間がかかり過ぎ、反り、クラックも却って増えることがある。ボンド材中の固定砥粒の含有率は体積比で3～20%とした。

- 15 ウエハー外周の面取り部の加工変質層厚み d は、 $0.5 \mu m \sim 10 \mu m$ が良い。加工変質層の厚み d が $0.5 \mu m$ より小あるいは $10 \mu m$ より大では反りが増加する。また、クラックの発生率が増加する。加工変質層はより好ましくは $1 \sim 3 \mu m$ がよい。反りは外周の加工変質層と結晶の内部応力、表面、裏面の加工変質層により影響される。また、ウエハーの直径、厚みにより反りは影響される。加工変質層は、劈開面のCL (カソードルミネセンス)、TEM (透過型電子顕微鏡) で評価することができる。

- 20 外周の面取り部の粗さは、Ra (算術平均粗さ) 基準で $Ra 0.07 \mu m \sim Ra 3 \mu m$ が良い。Ra は面粗度の表現法のひとつで、全ての測定点の高さの平均高さからのズレの絶対値を積算し平均したものである。Rms (二乗平均粗さ) は、全ての測定点の

高さの平均高さからのズレの2乗の平均の平方根である。表面の凹凸の不規則性によってそれぞれ異なり R_a と R_{ms} は一致しないし比例もしない。粗さが $R_a 0.07 \mu m$ より小あるいは $R_a 3 \mu m$ より大では、最終製品の基板の外周部の不純物の量が増加した。不純物は砥粒のボンドや基板を保持するワックスから発生する。外周部の粗さはより好ましくは $R_a 0.15 \mu m \sim R_a 1 \mu m$ が良い。外周部の粗さは波長 $658 nm$ の半導体レーザを用いたレーザ顕微鏡で $30 \mu m \square$ ($30 \mu m \times 30 \mu m$) の範囲で測定した。

番手の極めて高いダイヤモンド砥粒を用いる砥石で窒化ガリウムウエハーをチャンファアできる。番手のあまり高くないダイヤモンド砥粒単独砥石によるチャンファアでは機械的作用が強すぎ外周部が荒れる。外周部の粗さを低減させるためには、ダイヤモンド砥粒と酸化物砥粒（粉末）との複合砥粒の砥石を用いるのがよい。化学反応を誘起させるために不安定な酸化物粉末を選ぶ。酸化物の化学的作用により、必要なダイヤモンド砥粒の機械的作用を減らし衝撃を軽減できる。酸化物砥粒は、 Fe_2O_3 、 Fe_3O_4 、 Cr_2O_3 、 CuO 、 Co_3O_4 、 MnO_2 、 ZnO から選ばれる砥粒を用いることができる。酸化物砥粒は化学作用と機械作用からなるメカノケミカル効果を持つ。酸化物砥粒のメカノケミカル効果により表面の除去を促進し、ダイヤモンド砥粒だけのときより低い負荷（衝撃）で面取り加工（チャンファア）を実施することができる。そのため平滑でダメージの少ない表面が得られる。シリカ（ SiO_2 ）、アルミナ（ Al_2O_3 ）など安定な酸化物砥粒は適さない。なお、窒化物基板の（0001）面（Ga面）は安定であり、化学的耐久性が高い。そのためメカノケミカル効果での研削加工は効率が低い。外周研削では、（0001）面から傾斜した面を対象とするために化学的な耐久性が低く、効率的なメカノケミカル研削が実現できる。

研削雰囲気と酸化物との影響によって酸素が外周部へ混入する。外周の面取り部の酸素量は3 at%～20 at%が良い。酸素量が3 at%より小では、チッピングが生じ易い。20 at%より大では、外周部の素子の不良発生率が増加する。外周部の酸素量は、酸化物砥粒の配合比によって制御することができる。また、加工後の洗浄時に、洗浄液の酸化効果の調整により、制御することができる。好ましくは酸素量が5 at%～15 at%であるのが良い。外周部の組成は、AES (Auger Electron Spectroscopy) により測定できる。

前記の基板を用いて、様々の半導体デバイスを形成することができる。たとえば発光素子デバイスを作るには、n型GaN結晶基板の上に厚さ1 μmのn型GaN層、厚さ150 nmのn型Al_{0.1}Ga_{0.9}N層、発光層、厚さ20 nmのp型Al_{0.2}Ga_{0.8}N層、厚さ150 nmのp型GaN層を順次積層したエピウエハーを作る。発光層は厚さ10 nmのGaN層で形成される障壁層の4層と、厚さ3 nmのGa_{0.85}In_{0.15}N層で形成される井戸層の3層とが交互に積層された多重量子井戸構造のものとする (図25)。

さらに、n型基板裏面(000-1)面にn側電極、p-GaN層上面にp側電極を付ける。例えば2 mm角のLEDチップとしパッケージのステムに付ける。基板裏面側をステムに付ける(エピアップ)場合、n側電極は広くし、p型電極は狭く形成する。光はp側から外部へ出る。p側をステムに付ける(エピダウン)場合、n型電極は狭く、p側電極を広くし、p側をステムに接合する(図26)。エピダウンでステムに付ける(図27)とGaNは透明なのでGaN基板側から光を外部へ出すことができる。発光層がステムに近くステム金属を伝わって熱が逃げるので放熱性が良い。GaNの熱

伝導率が良いのでGaN基板からも放熱が進む。サファイヤよりGaNの熱伝導率が高いので、GaN基板発光素子は大型チップで大出力にするのに適している。

実施例 1

5 1. 多様な加工変質層厚みのGaNウエハーの作製

気相成長法によって作製した複数枚の2インチ（約50mmφ）円形窒化ガリウムウエハーを準備した。ドーパントはシリコン（Si）或いは酸素（O）でn型の基板である。これを表面ミラーウエハーにするため次の加工を行った。図1にその工程図を示す。

A. 裏面研削、

10 B. KOH裏面エッチング、

C. 600番手～3000番手のゴム砥石によるチャンファァー、

D. 表面研削、

E. 研磨（粗、仕上げ）、

F. 気相エッチング

15 A. 裏面研削はウエハーWの厚みを所定の範囲の値にするための工程である。裏面（窒素面）研削によってウエハー厚みが減少する。それとともに研削によって加工変質層Mが裏面に発生する。加工変質層Mは目視や走査電子顕微鏡（SEM）観察では分からない。カソードルミネッセンス（CL）や蛍光顕微鏡あるいは透過型電子顕微鏡（TEM）によって識別できる。表面近くでCLや蛍光顕微鏡で発光しない部分、あるいは、
20 TEMの明視野像で周囲よりも暗い部分が加工変質層Mである。加工変質層Mの厚みdもCLや蛍光顕微鏡、あるいはTEMによって測定できる。例えばSEMとCLで同一

位置を観察し、加工の影響を受ける表面近くの非発光部領域の厚みから評価する。この過程で導入される裏面の加工変質層Mは $d = 10 \mu\text{m} \sim 50 \mu\text{m}$ である。

B. 加工変質層Mが残るのは望ましくないから裏面の加工変質層Mを除去する。Bのエッチングは、裏面研削で生じた加工変質層Mを除くものである。濃度25%のKOH溶液を90℃に加熱して10分～120分間エッチングする。時間を変えて、エッチング量を $1 \mu\text{m} \sim 50 \mu\text{m}$ 程度の範囲で変える。

C. チャンファーはウエハーWの外周部を斜めに或いは丸く面取りするものである。チャンファーにレジンボンド砥石を使うと、先述のように外周部から割れたりクラックが入ったりする。特許文献3のテープ砥石を使うと時間がかかる。そこで割れやクラックを防ぐために本発明はゴム砥石を使う。

ゴム砥石は、固定砥粒をゴムによって基盤に固定したものである。ウエハーに外接させて砥石を回転させてウエハーの外周部を傾斜面に或いは丸い曲面になるよう面取りする。

図9は円曲面を持つ鼓型ゴム砥石GによってウエハーWの外周部（側面を含む）Eをチャンファーしている状態を示す。これは側面を含む外周部Eを丸く面取りする。

図10は傾斜円錐面を持つ円錐台形型ゴム砥石Hによってウエハーの外周部Eをチャンファーしている様子を示す。これは上下縁を2回面取りする。角型に傾斜した面取りをする。この場合は、ウエハーの側面はチャンファーされない。なお、砥石の形状は上記鼓型、円錐台形に限定されず、小型の砥石を変位して外周加工を実施することにより、ウエハー外周部の面取り形状を形成しても良い。

チャンファーは初め600番手のゴム砥石を使う。次いで2000番手のゴム砥石を用いる。600番手のゴム砥石でチャンファーすると、外周部Eの面粗度が $Ra 0.3$

μm 程度になる。2000番手のゴム砥石でチャンファースるとウエハーの外周部がRa0.07 μm 程度の面粗度になる。これによって外周部Eは平滑になる。チャンファースによって外周部Eに加工変質層Mが生ずる。

D. 表面研削によって厚みが約600~550 μm であったウエハーWの厚みを5050 μm ~520 μm 程度にする。研削量は時間によって変えることができる。例えば580 μm の厚みのウエハーを510 μm まで表面研削すると約60分かかる。これによってウエハーWの表面に加工変質層Mが生ずる。

E. 研磨は、表面の粗研磨と仕上げ研磨よりなる。粗研磨と仕上げ研磨によって表面が平滑面となる。表面、外周部に加工変質層Mが存在する。加工変質層Mの厚みdは研削量によって異なるが10 μm ~50 μm 程度である。

F. ウエハー表面の加工変質層の除去は、メカノケミカルポリッシュ(MCP)、電解研磨、液相エッチング及び気相エッチング等の種々可能であるが、今回は、高温にした塩素を含むガスを使った気相エッチングによって加工変質層Mを除去した。表面(Ga面)は化学的にも物理的にも裏面(N面)より堅固であって、アルカリエッチングでは表面を腐食しにくい。そこで表面の加工変質層除去は気相エッチングによった。

研削、エッチングの条件を変えてウエハー外周部の加工変質層Mの厚みdが異なるウエハーを幾つも作った。できたGaNウエハーの外周部加工変質層Mの厚みはd=0 μm ~20 μm 程度である。

2. 外周部加工変質層厚みdと反りUの関係

ウエハーの反りの表現方法は幾つかある。ウエハーの中心線の曲率半径Rとか、曲率1/Rとか、ウエハー中心の高さなどである。ここでは反りは2インチウエハー換算で平坦面にウエハーを置いたときの中心の高さUで表している。

図13に定義を示す。 $U = D^2 / 8R$ の関係がある。Dはウェハーの直径で、Rは曲率半径である。ウェハーの反りUをそれぞれ測定した。

そこで、ウェハー外周部の加工変質層Mの厚みdを変数として、反りUとの関係を調べた。その結果を図2に示す。横軸は外周部加工変質層厚みd (μm) を対数表示したものである。縦軸は反りU (μm) である。

他にも様々な因子があるが、反りUが外周部加工変質層厚みdのほぼ一価の関数で表されるということが分かる。反りUは外周部加工変質層厚みdが $3\mu\text{m} \sim 20\mu\text{m}$ の範囲で単調に増加することが分かった。d = $10\mu\text{m}$ で反りは $50\mu\text{m}$ になる。d = 0.

5 $5\mu\text{m} \sim 10\mu\text{m}$ で反りは $50\mu\text{m}$ 未満である。 $3\mu\text{m} \sim 1\mu\text{m}$ で極小となる。外周部加工変質層厚みdが $1\mu\text{m}$ より薄くなると反りが却って大きくなる傾向が見られた。

3. 外周部加工変質層厚みdとクラック発生率Cの関係

ウェハーのクラック発生率Cも調べた。図3にその結果を示す。図3の横軸は外周部加工変質層厚みdで、右縦軸はクラック発生率C (%) である。破線がクラック発生率を示す。クラックは様々な因子によって起こるが、これも外周部加工変質層の厚みdとほぼ一義的な関係があることが分かった。

15 クラック発生率C (%) は外周部加工変質層厚みdが $3\mu\text{m} \sim 10\mu\text{m}$ の範囲で単調に増大する。 $1\mu\text{m} \rightarrow 0\mu\text{m}$ でクラック発生率が上昇する。d = 0. $5\mu\text{m} \sim 10\mu\text{m}$ でクラック発生率を50%以下にできる。クラック発生を極小にする外周部加工変質層の厚みdは $3\mu\text{m}$ 以下である。

20 4. 外周部加工変質層厚みdと基板作製プロセス歩留まりYの関係

基板作製プロセスの歩留まりY (%) も調べた。ウエハー (基板) 作製の出来映えは多様な因子によって左右されるが、基板作製プロセス歩留まりYは外周部加工変質層の厚みdとほぼ一義的な関係があるということが分かった。

図3の実線の曲線が基板作製プロセス歩留まりと外周部加工変質層厚みdの関係を示す。基板作製プロセス歩留まりYは外周部加工変質層厚みdが3 μm ~ 10 μm の間で80% ~ 75%程度である。d = 0.5 μm ~ 10 μm で基板作製プロセス歩留まりYは72 ~ 80%である。d = 10 μm で76%である。10 μm ~ 20 μm ではもっと落ちるので図示していない。

外周部加工変質層厚みdが1 μm で基板作製プロセス歩留まりYが75%程度に低下する。dが0 μm へ下がると基板作製プロセス歩留まりYが60%程度に低下する。

基板作製プロセス歩留まりYを72 ~ 80%に維持するには0.5 μm ~ 10 μm 程度の外周部加工変質層厚みdが適している。

5. 外周部加工変質層厚みdとデバイス面内歩留まりQの関係

ウエハーの上に発光素子などのデバイスを作製してデバイスの面内歩留まりQも調べた。デバイス面内歩留まりQもウエハーの外周部加工変質層Mの厚みdと強い関係があることが分かった。

図4に測定結果を示す。厚みdが1.7 μm 程度で極大の80%程度となる。dが3 μm を越えるとデバイス面内歩留まりQは低下していく。反対に外周部加工変質層厚みdが0 μm に近づくとデバイス面内歩留まりQは50%を経て40%以下に急激に低下する。デバイス面内歩留まりQを60%以上にするには外周部加工変質層の厚みdを0.5 μm ~ 10 μm 程度にしなければならない。デバイス面内歩留まりQを70%以上にするにはdを1 μm ~ 5 μm 程度にしなければならない。

外周部加工変質層厚み $d = 0 \mu\text{m}$ が良いように思えるが、上の結果からはそうではないことが分かる。 $d = 0.5 \mu\text{m} \sim 10 \mu\text{m}$ 、特に望ましくは $1 \sim 3 \mu\text{m}$ の外周部加工変質層が残留しているのが良いということが明らかになる。

5 反り U 、基板作製プロセス歩留まり Y 、クラック発生率 C 、デバイス面内歩留まり Q の全てを勘案し、表面に残留する外周部加工変質層 M の厚み d は $1 \mu\text{m} \sim 3 \mu\text{m}$ にするのが良いということが分かる。

上記は 2 インチの GaN ウエハーに対して、裏面研削、裏面エッチング、外周研削、表面研削、表面研磨、気相エッチングを実施した場合について記載した。 GaN インゴットからスライスしてウエハーを得て、裏面エッチング、外周研削、表面研磨、気相エッチングを実施した場合についても、同じ結果が得られた。

上記は GaN ウエハーについて記載したが、 AlN や AlGaIn あるいは InGaIn などの窒化物ウエハーでも同じ結果が得られた。

本発明はそのような結果の堆積に基づいて、気相成長したアズグロウンの窒化物半導体ウエハーを裏面研削、チャンファー、表面研削研磨してミラーウエハーに加工する際、
15 ゴム砥石或いは発泡樹脂砥石でチャンファーしウエハー外周部の加工変質層を $0.5 \mu\text{m} \sim 10 \mu\text{m}$ 、より好ましくは $1 \mu\text{m} \sim 3 \mu\text{m}$ 残留させるという手法を提案する。

図 5 ～ 図 8 はそのような手法で作製された窒化物半導体ウエハー W の概略の断面図を示す。

図 5 は円形研磨面を持つ鼓型ゴム砥石 (G) でチャンファーしたウエハーの表面の加工変質層 M を完全に除去し、外周部に $0.5 \mu\text{m} \sim 10 \mu\text{m}$ 、好ましくは $1 \mu\text{m} \sim 3 \mu\text{m}$ の加工変質層 M を残留させている。

図6は円形研磨面を持つ鼓型ゴム砥石(G)でチャンファーしたウエハーの表面の加工変質層Mを完全に除去し、外周部(側面を含む)に $0.5\mu\text{m}\sim 10\mu\text{m}$ 、好ましくは $1\mu\text{m}\sim 3\mu\text{m}$ の加工変質層Mを残留させている。

5 図7は傾斜円錐面を持つ円錐台形型ゴム砥石(H)でチャンファーしたウエハーの表面及び側面の加工変質層Mを完全に除去し、外周部に $0.5\mu\text{m}\sim 10\mu\text{m}$ 、好ましくは $1\mu\text{m}\sim 3\mu\text{m}$ の加工変質層Mを残留させている。

図8は傾斜円錐面を持つ円錐台形型ゴム砥石(H)でチャンファーしたウエハーの表面の加工変質層Mを完全に除去し、外周部(側面を含む)に $0.5\mu\text{m}\sim 10\mu\text{m}$ 好ましくは $1\mu\text{m}\sim 3\mu\text{m}$ の加工変質層Mを残留させている。

10

実施例2

実施例2 ; 試料1~11、表1 ; 図14、15、16

15 チャンファーはウエハーが大口径になるほど困難になる。クラック、反りの問題が生じやすく、半導体デバイスを形成した際に、歩留まりが低下しやすい。本発明が大口径ウエハーに適用可能であれば有用性は一層増大する。

そこで実施例2~4では、直径5インチ厚み $850\mu\text{m}$ の大口径大厚みのGaNウエハーに1段階チャンファーを行った26例を述べる。5インチ径GaNウエハーは本発明が初めて提案するもので類例がない。図14~図24に数字で試料番号を印した。○は合格、×は不合格の試料である。窒化ガリウムウエハーの加工のうち、試料1~26
20 の全てに共通である工程についてここで説明する。

GaN基板の加工

図1の工程図に示すように、GaNウエハーの裏面研削(A)をし、それによって裏面にできた加工変質層をKOHで除去し(B)、外周部を加工(C;チャンファ加工:研削の一種)し、表面を研削し(D)、表面を研磨し(E)、表面にできた加工変質層を気相エッチング(F)で除去する工程を行なう。本発明はCのチャンファに特徴があるが全工程A~Fを説明する。

(1) GaN基板の成形加工

HVPE法により成長させた直径5インチ(127mm)のn型GaNインゴット(ドーパント:O)をワイヤーソーで(0001)面に平行な面で切り出して厚さ850 μ mの基板を得た。得られた基板に対して裏面研削を行った(工程A)。研削は#6000のダイヤモンド砥石を用いた。研削によって裏面に加工変質層ができた。研削後に濃度15%のKOH水溶液で50 $^{\circ}$ Cのエッチングを実施し加工変質層を除去した(工程B)。裏面のエッチングは、エッチング速度が十分あれば、NaOH、H₃PO₄等の、その他のアルカリ、酸の水溶液を用いることができる。また、ドライエッチングでの加工変質層除去も可能であった。エッチング後の基板について、表1に示す砥石を用いて、GaN基板の面取り加工(工程C)を実施した。その後に表面の研磨加工を実施した。

(2) GaN基板表面のラップ、CMP(化学機械研磨)

GaN基板(窒化物結晶)のN原子面側のC面(裏面;(000-1)面)をセラミック製の結晶ホルダーにワックスで取り付けた。ラップ装置に直径600mmの定盤を設置し、スラリー供給口からダイヤモンドの遊離砥粒が分散されたスラリーを定盤に供給しながら、定盤をその回転軸を中心に回転させ、結晶ホルダー上に重りを載せることにより、GaN基板表面を定盤に押しつけながらGaN基板を結晶ホルダーの回転軸を

中心にして回転させ、n型GaNの表面（Ga原子面側；C面（0001）面）のラッピングを行った。

ここで定盤としては、銅定盤、錫定盤を用いた。砥粒粒径が9 μm 、3 μm 、2 μm の3種類のダイヤモンド砥粒（遊離砥粒）を準備し、ラッピングの進行とともに砥粒径
5 を段階的に小さくしていった。研磨圧力は100 $\text{g}/\text{cm}^2 \sim 500 \text{g}/\text{cm}^2$ とした。GaN基板及び定盤の回転数は何れも30回/min \sim 60回/minとした。かかるラッピングによりGaN結晶基板の表面は鏡面になった。

ポリッシュ装置に設置された直径600mmの定盤上にポリシングパッドを設置し、
スラリー液供給口から砥粒が分散されたスラリーをポリシングパッドに供給しながら、
10 回転軸を中心にしてポリシングパッドを回転させると共に、結晶ホルダー上に重りを載せることにより、GaN基板をポリシングパッドに押しつけながらGaN基板を結晶ホルダーの回転軸を中心として回転させ、GaNの表面（Ga原子面のC面（0001）面）のCMP（化学機械研磨）を行った。

スラリーは、砥粒として粒径2 μm の Al_2O_3 粒子を水に分散させて Al_2O_3 含有
15 量を5質量%とし、pH調整剤として HNO_3 を添加して、pHを2 \sim 4に調整することにより作製した。また、ポリシングパッドとしては、ポリウレタンのスエードパッドを用いた。定盤としてはステンレス鋼定盤を用いた。ポリシング圧力は50 $\text{g}/\text{cm}^2 \sim 600 \text{g}/\text{cm}^2$ とした。GaN基板及びポリシングパッドの回転数はいずれも30回/min \sim 70回/minとした。

20 (3) GaN基板の表面のドライエッチ、洗浄

CMP処理を行った基板について、塩素含有ガスを用いて、ICP-RIE装置でドライエッチングを実施した。エッチングガスには塩素を用いた。

ドライエッチング処理を行った基板について、希釈KOH水溶液とIPA（イソプロピルアルコール）で洗浄を実施した。最終状態の基板について、加工変質層、粗さ、反り、酸素量、金属量、チッピングの評価を行った。表面の粗さはいずれもRa 1.5 nmであった。裏面の粗さはいずれもRa 5.6 μmであった。他の結果を表1、2、3
5 に示す。

(4) n型GaN基板を含むLEDデバイス

n型GaN基板は、比抵抗 $1 \times 10^{-2} \Omega \text{ cm}$ 、キャリア密度 $3 \times 10^{18} / \text{cm}^3$ のものを用いた。n型GaN基板をMOCVD装置内に設置し、n型GaN基板の表面
（(0001)面）側に、MOCVD法により、厚さ1 μmのn型GaN層（ドーパント：Si）、
10 ト：Si）、厚さ150 nmのn型Al_{0.1}Ga_{0.9}N層（ドーパント：Si）、発光層、厚さ20 nmのp型Al_{0.2}Ga_{0.8}N（ドーパント：Mg）および厚さ150 nmのp型GaN層（ドーパント：Mg）を順次形成しエピタキシャルウエハーを得た。この1素子分を図25に示す。発光層は、厚さ10 nmのGaN層で形成される障壁層の4層と、厚さ3 nmのGa_{0.85}In_{0.15}N層で形成される井戸層の3層が交互に
15 積層された多重量子井戸構造とした。

つぎにn型のGaN結晶基板の他方の裏面（(000-1)面、N面）に第1の電極として、厚さ200 nmのTi層、厚さ1000 nmのAl層、厚さ200 nmのTi層、厚さ2000 nmのAu層から形成される積層構造を形成し、窒素雰囲気中で加熱することにより、直径100 μmのn側電極を形成した。一方p型GaN層上に第2の
20 電極として、厚さ4 nmのNi層、厚さ4 nmのAu層から形成される積層構造を形成し、不活性ガス雰囲気中で加熱することにより、p側電極を形成した。図26に電極を形成した一素子分のウエハーの断面図を示す。上記半導体ウエハーを2 mm角にチップ

化した後に、上記 p 側電極を Au Sn で形成された半田層でステムにボンディングした。さらに、上記 n 側電極をリードピンとワイヤでボンディングして、LED としての構成を有する半導体デバイスを得た (図 27)。

エピダウンであるのは、GaN 基板が透明であるから基板側から光を出すことができ、
5 しかも発熱する発光層がステムに近く熱伝導によってステムからパッケージを通じて放熱できるからである。サファイヤ基板 (40 W/mK) より GaN は熱伝導率 (210 W/mK) が約 5 倍高くて基板を通過して上部からも放熱が促進される。GaN 基板の優れた特長を遺憾なく発揮できる。得られた LED の光出力を、注入電流 4 A の条件で積分球を用いて測定した。電流を流すと素子の発光層から周りに光が出る。一部の光が上
10 向きに出て基板を通り外部へ出る。一部の光は下向きに出てステムで反射されて外部へ出る。パッケージ側面に当たった光も上向きに反射されて外部へ出る。2 mm 角の大きいチップで、エピダウンで固定され下向き光も上へ反射されるから大出力の発光素子となる。

発光素子の光出力は以下のように測定した。積分球内に配置された発光素子に所定の
15 電流 (4 A) を注入し、その発光素子から出た殆ど全ての光を積分球で集め集光点に置いたディテクタに集光された光パワーを測定した。LED としては、光出力が大きい方が高性能なデバイスとなる。光出力が 2 W 以上で良好な特性と判断し、2 W 未満だと不良と判定した。以上の加工、デバイス作製、検査は試料 1 ~ 26 に共通である。

試料 1 ~ 11 はダイヤモンド粒番手、ボンド材、酸化物比率を様々に変えて外周部の加工
20 変質層厚みを多様にし、反り、クラック、デバイス歩留まりを調べた。

表 1

外周加工	ボンド	種類	試験1	試験2	試験3	試験4	試験5	試験6	試験7	試験8	試験9	試験10	試験11
		材質	ゴム	ゴム	ゴム	ゴム	ゴム	レジン	ゴム	フェノール	メタル	メタル	重着
		ゴム硬度	CR	CR	CR	CR	CR	PVA	CR	フェノール	Cu-Sn	Cu-Sn	Ni
		体積%	40	40	40	45	50	-	60	-	-	-	-
		空隙率	0%	0%	0%	0%	0%	40%	0%	0%	0%	0%	0%
	砥粒	ダイヤ	6000	3000	3000	2000	1500	800	600	600	600	3000	3000
		酸化物	Fe ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	-	-	-	-	-	-	-	Fe ₂ O ₃	-
		酸化物量	20	20	-	-	-	-	-	-	-	20	-
基板特性	加工変質層d		0.3	0.5	1	2	3	6	10	13	18	13	16
	表面粗さRa		0.03	0.07	0.15	0.5	1	3	5	7	8	1	2
	反りU		20	10	7	6	5	5	12	25	50	28	43
	クランクC	発生率	9	4	2	0	1	2	5	12	26	14	22
デバイス	歩留Q		52	72	82	84	85	80	70	50	20	52	35

表1の最上欄は試料番号である。試料番号は1から11までである。基板特性はウエハー毎に測定した値である。試料毎に外周加工、基板特性、デバイス特性について表にしてある。

表1の2行目から下の外周加工と記した部分が、加工に用いる砥石の物性を示す。外周加工は研削であり、砥粒を固定した砥石を回転させ、外周に接触させて行う。ボンドというのは砥粒を基盤に固定する材料である。通常、砥石としては樹脂や金属によって砥粒を固定するレジンボンド、メタルボンド砥石あるいは砥粒を電着した電着砥石が頻用される。しかし本発明ではレジンボンド砥石、メタルボンド砥石、電着砥石などを用いない。これらは砥粒を基盤に剛直固定してしまうので望ましくない。

本発明はゴムボンド砥石、発泡レジンボンド砥石によって外周加工（研削）する。比較のためレジンボンド砥石、メタルボンド砥石、電着砥石によっても外周加工した。材質の欄はボンド材料の材質を示す。CRというのはクロロプレンゴム（chloroprene rubber）のことである。ゴムボンドの硬度をつぎの欄に示す。レジンボンド、メタルボンドの場合はもっと硬度が高く測定方法が異なる。樹脂（レジン）そのものだとなお弾力性に乏しく不可なので、樹脂を発泡させてさらに弾力性を高めると有用になる。発泡させるとレジンと気泡の複合物になる。気孔の体積比率を空孔率（体積％）という。空孔率で柔軟性を評価できる。

表中に酸化物砥粒の種類とその重量％を示す。100％から酸化物砥粒の重量％を引いたものがダイヤモンド砥粒の重量％である。

基板特性の欄には、外周加工後の4つの基板の特性を示す。一番目は外周部の加工変質層の厚さ（ μm ）である。CL（カソードルミネセンス）によって加工変質層の部分を他の部分と区別できる。外周部に残った加工変質層の厚さをCLによって測定する。

二番目の欄は表面粗さ (Ra) で μm が単位である。3番目の欄は基板の反りで、平坦面に外周部が接するようウエハーを置いたときの中央部の高さHで反りを表現する。広い面積 (大きい直径) をもつウエハーであるから高さで表した反りの値は大きい曲率で表現するとかなり小さい。二次関数で反りを近似したとすると曲率半径がRでウエハーの直径をDとすると中央部の高さをUとして、 $R = D^2 / 8U$ である。たとえば反り高さ $U = 20 \mu\text{m}$ とすると、 $D = 127 \text{mm}$ とすると、 $R = 100 \text{m}$ である。曲率に直すと $1/R = 0.01 \text{m}^{-1}$ である。

クラックというのは、外周研削中にウエハーが欠けたり割れたりするというものである。クラック発生率というのは、同じ条件の試料ウエハーのうち研削中に欠け割れが生じたものの枚数の全体の枚数に対する比である。試料1~11は様々な条件で外周研削し、後のウエハーの反り、クラック発生率、デバイス歩留まりを試験したものである。

デバイスの欄では1枚のGaNウエハーから取れた素子のうちの良好なものの比率を歩留まりとして示す。素子は大型の発光ダイオードで2mm角のチップ (面積 4mm^2) である。通常製造販売される汎用発光ダイオードは $300 \mu\text{m} \sim 500 \mu\text{m}$ 角である。それらに比べて15倍~40倍の面積をもつ大きい発光ダイオードである。直径 127mm のウエハーの面積は約 12000mm^2 であるから、チップ約3000個分の面積がある。チップをサンプリングしてパッケージに収容し、通電試験して歩留まりを調べた。面積 (2mm角) が大きいので確率論的に通常面積のチップ (0.3~0.5mm角) より歩留まりは低くなるが、それでもかなり高い歩留まりで良好な大型発光ダイオードを製造することができた。

図14は試料1~11について加工変質層厚み d (μm) とウエハー反り U (μm) の関係を示すグラフである。図中の数字は試料番号を表す。矢印で示す $d = 0.5 \mu\text{m}$

～10 μmというのは本発明で提案するdの範囲である。矢印で示すd = 1～3 μmというのは特に望ましい範囲である。図15は試料1～11について加工変質層厚みd (μm) とクラック発生率C (%) の関係を示すグラフである。図16は試料1～11について加工変質層厚みd (μm) とデバイス歩留まりQ (%) の関係を示すグラフである。

試料1 (Fe₂O₃; ゴム砥石; d = 0.3 μm; Q = 52%)

5インチ直径(127 mm)で850 μm厚みの円形GaNウエハーを裏面研削(A)、裏面エッチング(B)の後、クロロprenゴム(CR)をボンディング材料とするゴム砥石を用いて外周研削した(チャンファーC)。砥粒を基板に固定するボンディング材にゴムを使うのでゴムボンド砥石というべきであろうが簡単にゴム砥石と呼ぶ。かといってゴムで研削するのでなく研削材の主体はダイヤモンド砥粒である。ボンディング材のゴムは発泡できないので空孔率は0%である(レジンボンドの場合は発泡可能である)。ゴムは配合比によって硬度を変化させることができる。このゴム砥石のゴム硬度は40である。

15 固定砥粒はダイヤモンド砥粒と三二酸化鉄(Fe₂O₃)砥粒である。酸化物(Fe₂O₃)砥粒の比率は20重量%である。残り80重量%はダイヤモンド砥粒である。ダイヤモンド砥粒は6000番手のものを用いた。番手(#)というのは砥粒の大小を示す値で、数字が大きいかほど細かい粒子を示す。

6000番手は平均粒径約2.5 μmのダイヤモンド砥粒である。外周研削によってできた外周部の加工変質層の厚みは0.3 μmである。外周研削後(チャンファー後)の外周部の面粗度はRa 0.03 μmであった。チャンファーの後表面研削(D)し、表面を研磨(E)し、表面をエッチング(F)して表面の加工変質層を除き表面を平滑

にした。ウエハーの反りは $20\ \mu\text{m}$ である。クラックというのは外周研削の時のウエハー欠け割れを意味する。クラック発生率C (%) というのは外周研削時にウエハーが欠けたり割れたりしたウエハーの数を全体のウエハーの数で割り100を掛けたものである。最後の欄のデバイス歩留まり(Q) というのは、そのようなGaNウエハーの上に

5 前述の方法で発光ダイオード(2mm角)を作り、チップ分離しチップをステムに付けワイヤボンディングしパッケージに収納してLED素子とし、通電試験(4A)して発光の大きさを調べて合格品(出力2W以上)の数を全体のチップ数で割ったものである。試料1は歩留まりQが52%であるから良くない。不合格なのでグラフでは試料1を×で示す。加工変質層の厚みが $d=0.3\ \mu\text{m}$ で少ないから素子歩留まりが低いのであ

10 うと推量される。加工変質層厚みdを増やすには砥石の目をより粗くするか加工負荷を増加すれば良い。

試料2 (Fe_2O_3 ; ゴム砥石; $d=0.5\ \mu\text{m}$; $Q=72\%$)

5 インチ直径(127mm)で $850\ \mu\text{m}$ 厚みの円形GaNウエハーを裏面研削(A)、裏面エッチング(B)の後、クロロプレングム(CR)を材料とするゴム砥石

15 を用いて外周研削した(チャンファーC)。ゴム砥石の空孔率は0%である。ゴム硬度は40である。固定砥粒は80wt%のダイヤモンド砥粒と20wt%の三二酸化鉄(Fe_2O_3)砥粒である。ダイヤモンド砥粒は試料1よりすこし粗い3000番手のものを用いた。約 $5\ \mu\text{m}$ 平均粒径のダイヤモンド砥粒である。チャンファー後の外周部の加工変質層の厚みは $d=0.5\ \mu\text{m}$ である。より目の粗い砥石を使ったので加工変質

20 層厚みdが増えた。外周研削後の外周部の面粗度は $Ra0.07\ \mu\text{m}$ であった。粗い砥石を使ったので面粗度が大きくなったのである。チャンファーのあと表面研削(D)し、表面を研磨(E)し、表面をエッチング(F)して表面の加工変質層を除き表面を平滑

にした。ウエハーの反り（中心部の周辺部に対する高さU）は $10\ \mu\text{m}$ である。反りが少なくなっている。反りの曲率半径は $R = 200\ \text{m}$ である。クラック発生率Cは4%である。試料1の半分以下である。この基板の上に多数の発光ダイオードを作りチップ分離システムに搭載し電極を付けて通電試験（4A）し発光量を調べたことによるデバイス歩留まりは $Q = 72\%$ である。優れて高い歩留まりである。合格なのでグラフでは試料2を○で示す。グラフ中の試料の○×は以下同じである。外周面粗度は $Ra\ 0.07\ \mu\text{m}$ で試料1より粗く、外周部の加工変質層厚みが $0.5\ \text{mm}$ と試料1より厚い。高い歩留まりの原因は外周部の粗さ、加工変質層厚みによると考えられる。

試料3（酸化物砥粒なし；ゴム砥石； $d = 1\ \mu\text{m}$ ； $Q = 82\%$ ）

- 10 これまでと同じ5インチ直径（ $127\ \text{mm}$ ）で $850\ \mu\text{m}$ 厚みの円形GaNウエハーを裏面研削（A）、裏面エッチング（B）の後、クロロプレングム（CR）を材料とするゴム砥石を用いて外周研削した（チャンファーC）。ゴム砥石の空孔率は0%である。硬度は40である。酸化物砥粒は用いない。固定砥粒はダイヤモンド砥粒だけである。ダイヤモンド砥粒は試料2と同じ3000番手のものを用いた。チャンファー後の外周
- 15 部の加工変質層の厚みは $d = 1\ \mu\text{m}$ である。ダイヤモンドが100%で酸化物砥粒がない。機械的研削作用が大きく加工変質層厚みdが増えた。外周研削後の外周部の面粗度は $Ra\ 0.15\ \mu\text{m}$ であった。ダイヤモンド100%だから機械的作用が大きく外周面が粗くなったのである。チャンファーのあと表面研削（D）し、表面を研磨（E）し、表面をエッチング（F）して表面の加工変質層を除去し表面を平滑にした。ウエハーの
- 20 反りは $U = 7\ \mu\text{m}$ である。試料1、2に比べて反りが大きくなっている。反りの曲率半径は $R = 286\ \text{m}$ である。外周面の加工変質層が $1\ \mu\text{m}$ あるので反りが減った。クラック発生率Cは2%である。試料1、2より少ない。加工変質層が $d = 1\ \mu\text{m}$ あるからで

ある。試料 1、2 と同じようにして発光ダイオードを作製した製品歩留まりは $Q = 82\%$ であった。加工変質層厚みが $d = 1 \mu\text{m}$ であり、試料 1、2 より大きい。それで反り、クラック発生、歩留まりの全ての点で改善されている。

試料 4 (酸化物砥粒なし; ゴム砥石; $d = 2 \mu\text{m}$; $Q = 84\%$)

- 5 同じ寸法形状 (5 インチ径、 $850 \mu\text{m}$ 厚) の GaN ウエハーを裏面研削 (A)、裏面エッチング (B) ののち、クロロプレングム (CR) を材料とするゴム砥石を用いて外周研削した (チャンファー C)。空孔率は 0% である。硬度は少し硬く 45 である。固定砥粒はダイヤモンド砥粒だけである。ダイヤモンド砥粒は試料 1、2、3 より粗い
- 10 2000 番手 (平均粒径 $7 \sim 8 \mu\text{m}$) のものを用いた。チャンファー後の外周部の加工変質層の厚みは $d = 2 \mu\text{m}$ である。試料 3 に比べダイヤモンド砥粒がより粗いので機械的研削作用が大きく加工変質層厚み d が増えた。外周研削後の外周部の面粗度は $Ra 0.5 \mu\text{m}$ であった。目の粗いダイヤモンド砥粒の砥石を使ったので外周面がより粗くなったのである。チャンファーのあと表面研削 (D) し、表面を研磨 (E) し、表面をエッチング (F) して表面の加工変質層を除去し表面を平滑にした。ウエハーの反りは $U =$
- 15 $6 \mu\text{m}$ である ($R = 333 \text{m}$)。試料 1、2、3 に比べて反りが小さくなっている。外周面の加工変質層が $2 \mu\text{m}$ あるので反りが減った。クラック発生率 C は 0% である。試料 1、2、3 より少ない。全ての試料の中で最良のクラック抑制効果がある。加工変質層 $d = 2 \mu\text{m}$ がクラック最小を与える。試料 1、2、3 と同じようにして発光ダイオードを作製した製品歩留まりは $Q = 84\%$ であった。加工変質層厚みが $d = 2 \mu\text{m}$ であり、
- 20 試料 1、2、3 より大きい。それで反り、クラック発生、歩留まりの全ての点で改善されている。加工変質層の厚みは $d = 2 \mu\text{m}$ の近傍が最良の結果を与える。

試料 5 (酸化物砥粒なし; ゴム砥石; $d = 3 \mu\text{m}$; $Q = 85\%$)

5 インチ径 850 μm 厚の GaN ウエハーを裏面研削 (A)、裏面エッチング (B) ののち、クロロprenゴム (CR) を材料とするゴム砥石を用いて外周研削した (チャンファ C)。空孔率は 0% である。硬度は少し高く 50 である。固定砥粒はダイヤモンド砥粒だけである。ダイヤモンド砥粒は試料 1~4 より粗い 1500 番手 (平均粒径 5 10 μm) のものを用いた。チャンファ後の外周部の加工変質層の厚みは $d = 3 \mu\text{m}$ である。試料 1~4 に比べダイヤモンド砥粒がより粗いので機械的研削作用が大きく加工変質層厚み d がさらに増えた。外周研削後の外周部の面粗度は $R_a 1 \mu\text{m}$ であった。目の粗いダイヤモンド砥粒の砥石を使ったので外周面がより粗くなった。チャンファのあと表面研削 (D) し、表面を研磨 (E) し、表面をエッチング (F) して表面の加工変質層を除去し表面を平滑にした。ウエハーの反りは $U = 5 \mu\text{m}$ である ($R = 400 \text{ m}$)。試料 1~5 の中で最小である。 d が大きいので反りが減った。クラック発生率 C は 1% である。この点でも $d = 3 \mu\text{m}$ はよい結果を与えることが分かる。このウエハーの上に発光ダイオードを作製しチップ分離しパッケージに収納し発光試験した製品 (デバイス) 歩留まりは $Q = 85\%$ であった。製品歩留まりは試料 5 が最高である。反り、クラック発生、デバイス歩留まりの点で $d = 3 \mu\text{m}$ は好ましい値である。

試料 6 (酸化物砥粒なし; レジンボンド; $d = 6 \mu\text{m}$; $Q = 80\%$)

これまでと同じ寸法形状の (5 インチ径 850 μm 厚の) GaN ウエハーを裏面研削 (A)、裏面エッチング (B) の後、ポリビニールアルコール (PVA) をボンド材とする砥石を用いて外周研削した (チャンファ C)。これは樹脂をボンディング材とするのでゴム砥石でなくレジンボンド砥石である。ボンディング材の PVA 樹脂を発泡させ硬度を下げている。空孔率は 40% である。空孔が多いので柔軟なボンドとなっている。ゴム砥石と同じ手法では硬度を測定できない。固定砥粒はダイヤモンド砥粒だけで

ある。試料1～5より粗い800番手（平均粒径 $19\mu\text{m}$ ）のものを用いた。チャンファ後の外周部の加工変質層の厚みは $d = 6\mu\text{m}$ である。試料5に比べダイヤモンド砥粒がより粗いので機械的研削作用が大きく加工変質層厚み d が二倍に増えた。外周研削後の外周部の面粗度は $R_a 3\mu\text{m}$ であった。目の粗いダイヤモンド砥粒の砥石を使ったので外周面がより粗くなったのである。チャンファのあと表面研削（D）し、表面を研磨（E）し、表面をエッチング（F）して表面の加工変質層を除去し表面を平滑にした。ウエハーの反りは $U = 5\mu\text{m}$ である（ $R = 400\text{m}$ ）。反りは最小で試料5と同等である。最小 U を与えるのは $4\sim 5\mu\text{m}$ の d であろう。外周面の加工変質層が試料1～4より厚いので試料1～4より反りが減った。クラック発生率 C は2%である。試料1、2より少なく試料4、5より大きく試料3と同等である。ゴム砥石でなくても発泡させ柔軟性を増やしたレジンをボンドとする砥石でもクラックの発生を抑制できるということが分かる。これまでの試料と同じようにして発光ダイオードを作製した製品歩留まりは $Q = 80\%$ であった。高い製品歩留まりである。

試料1～6の結果は加工変質層厚み $d = 1\sim 3\mu\text{m}$ 程度が、クラック抑制、反り抑制、素子歩留まり向上という観点から優れて良い条件であることを示唆する。特に加工変質層厚み $d = 2\mu\text{m}$ が最大のクラック抑制を与え、歩留まりも高いことが分かる。

試料7（酸化物砥粒なし： $d = 10\mu\text{m}$ ； $Q = 70\%$ ）

5インチ径 $850\mu\text{m}$ 厚のGaNウエハーを裏面研削（A）、裏面エッチング（B）の後、クロロプレングム（CR）を材料とするゴム砥石を用いて外周研削した（チャンファC）。空孔率は0%である。硬度は高く硬く60である。固定砥粒はダイヤモンド砥粒だけである。ダイヤモンド砥粒は試料1～6より粗い600番手（平均粒径 $25\mu\text{m}$ ）のものを用いた。チャンファ後の外周部の加工変質層の厚みは $d = 10\mu\text{m}$ で

ある。試料 1～6 の間でもっとも厚い。試料 6 に比べダイヤモンド砥粒がより粗いので、機械的研削作用が大きく外周加工変質層厚み d がさらに増えた。外周研削後の外周部の面粗度は $R_a 5 \mu m$ であった。目の粗いダイヤモンド砥粒の砥石を使ったので外周面がより粗くなった。チャンファアのあと表面研削 (D) し、表面を研磨 (E) し、表面をエッチング (F) して表面の加工変質層を除去し表面を平滑にした。ウエハの反りは $U = 12 \mu m$ である ($R = 170 m$)。試料 2～6 に比べて反りが大きくなっている。外周面加工変質層が増えると却って反りが大きくなる。クラック発生率 C は 5% である。試料 1 より小さく試料 2～6 より大きい。 $d < 2 \mu m$ で d が減るとクラック発生率は増え、 d が増えるとクラック発生は減る。 $d = 2 \mu m$ で最小になり、これより d が増えるとクラック発生率 C は却って増えるということが分かる。発光ダイオードを作製した製品歩留まりは $Q = 70\%$ であった。 d が大きすぎて製品歩留まりが低下している。歩留まりが 82% 以上 ($Q \geq 82\%$) でなければならないとすると、加工変質層の望ましい厚み d は $1 \mu m \leq d \leq 3 \mu m$ である。歩留まりが 70% 以上であれば良いとすると、許される d の範囲は $0.5 \mu m \leq d \leq 10 \mu m$ に広がる。その場合、試料 1 は不合格 (×)、試料 2～7 は合格 (○) である。試料 2～5、7 からゴム砥石のゴム硬度は 40～60 の範囲が適することが分かる。

試料 8 (酸化物砥粒なし; レジンボンド; $d = 13 \mu m$; $Q = 50\%$)

5 インチ径 $850 \mu m$ 厚の GaN ウエハを裏面研削 (A)、裏面エッチング (B) の後、フェノール樹脂をボンド材とする砥石を用いて外周研削した (チャンファ C)。樹脂をボンディング材とするのでゴム砥石でなくレジンボンド砥石である。試料 6 と異なりフェノール樹脂をボンディング材とする。発泡させない。空孔率は 0% である。ゴム砥石と同じ手法では硬度を測定できない。固定砥粒はダイヤモンド砥粒だけである。

試料 1 ~ 6 より粗く試料 7 と同じ 6 0 0 番手 (平均粒径 $25 \mu\text{m}$) のダイヤモンド砥粒を用いた。チャンファー後の外周部の加工変質層の厚みは $d = 13 \mu\text{m}$ である。試料 7 に比べダイヤモンド砥粒の番手は同じであるが、砥石を基盤に固定するボンディング材が無発泡のフェノール樹脂で試料 7 より硬い。機械的研削作用が大きく加工変質層厚み d が試料 7 より大きい。外周研削後の外周部の面粗度は $Ra 7 \mu\text{m}$ であった。目の粗いダイヤモンド砥粒と、より硬いボンディング樹脂の砥石を使ったので外周面がより粗くなったのである。チャンファーのあと表面研削 (D) し、表面を研磨 (E) し、表面をエッチング (F) して表面の加工変質層を除去し表面を平滑にした。ウエハーの反りは $U = 25 \mu\text{m}$ である ($R = 80\text{m}$)。クラック発生率 C は 12% である。試料 1 ~ 7 より大きい。無発泡のレジンボンド砥石は硬すぎクラックが発生してよくないことが分かる。発光ダイオードを作製した製品歩留まりは $Q = 50\%$ であった。低い製品歩留まりである。歩留まりが $Q \geq 70\%$ を要求する場合、試料 8 は不合格である。

試料 1 ~ 8 の結果は、クラック抑制、反り抑制、素子歩留まり向上という観点から加工変質層厚み $d = 0.5 \mu\text{m} \sim 10 \mu\text{m}$ 程度が望ましいということの意味する。特に $d = 1 \sim 3 \mu\text{m}$ 程度が優れて良い条件であることが分かる。

試料 9 (酸化物砥粒なし ; メタルボンド ; $d = 18 \mu\text{m}$; $Q = 20\%$)

5 インチ径 $850 \mu\text{m}$ 厚の G a N ウエハーを裏面研削 (A)、裏面エッチング (B) の後、銅錫合金 (C u - S n) をボンド材とする砥石を用いて外周研削した (チャンファー C)。金属をボンディング材とするのでゴム砥石でなくメタルボンド砥石である。空孔率は 0% である。ゴム砥石と同じ手法では硬度を測定できない。固定砥粒はダイヤモンド砥粒だけである。試料 1 ~ 6 より粗く試料 7、8 と同じ 6 0 0 番手 (平均粒径 $25 \mu\text{m}$) のダイヤモンド砥粒を用いた。チャンファー後の外周部の加工変質層の厚みは

- d = 18 μ mである。試料7、8に比べダイヤモンド砥粒の番手は同じであるが、砥石を基盤に固定するボンディング材が銅錫合金でゴムや樹脂より硬いから、機械的研削作用が大きく加工変質層厚みdが試料7、8より大きい。外周研削後の外周部の面粗度はRa 8 μ mであった。目の粗いダイヤモンド砥粒とより硬いボンディング樹脂の砥石を使ったので外周面がより粗くなったのである。チャンファのあと表面研削(D)し、表面を研磨(E)し、表面をエッチング(F)して表面の加工変質層を除去し表面を平滑にした。ウェハーの反りはU = 50 μ mである(R = 40 m)。クラック発生率Cは26%である。試料1~8より大きい。メタルボンド砥石は硬すぎて外周研削に向かないということが分かる。発光ダイオードを作製した製品歩留まりはQ = 20%であった。
- 10 極めて低い製品歩留まりである。試料9は不合格である。

試料1~9の結果から、加工変質層厚みdが2 μ m~6 μ mで反りUは極小になり、6 μ m以上ではdとともに反りUも増えることが分かる。クラック発生率Cはd = 2 μ mで極小で、dが2 μ m以上ではdとともに増加する。製品歩留まりはd = 1~3 μ mで高くそれ以下でも以上でも歩留まりは低下する。

- 15 試料10 (Fe₂O₃; メタルボンド; d = 13 μ m; Q = 52%)

5インチ径850 μ m厚のGaNウェハーを裏面研削(A)、裏面エッチング(B)の後、銅錫合金(Cu-Sn)をボンド材とする砥石を用いて外周研削した(チャンファC)。メタルボンド砥石である。空孔率は0%である。固定砥粒はダイヤモンド砥粒とFe₂O₃砥粒である。ダイヤモンド砥粒80%、Fe₂O₃砥粒20%の配合比(重量%)である。ダイヤモンド砥粒は試料2と同じ細かい3000番手(平均粒径5 μ m)を用いた。この比率も試料2と同じである。試料2と違うのはボンディング材である。試料2はクロロプレンゴム(CR)が、試料10は銅錫がボンディング材である。

20

ゴムボンド砥石とメタルボンド砥石の違いを明かにするためである。チャンファー後の外周部の加工変質層の厚みは $d = 13 \mu\text{m}$ である。同じメタルボンドの試料 9 ($d = 18 \mu\text{m}$) に比べ d が下がっている ($13 \mu\text{m}$) のはダイヤモンド砥粒が細かいことによる。試料 2 ($d = 0.5 \mu\text{m}$) より大きいのは、ゴムボンディングとメタルボンディングの違いによる。砥粒の番手、配合比が同じであるのに d が $0.5 \mu\text{m}$ と $13 \mu\text{m}$ というように大きく相違する。それは弾力性に富むゴムボンディングが優れて良いということである。外周研削後の外周部の面粗度は $R_a 1 \mu\text{m}$ であった。目の細かいダイヤモンド砥粒と酸化物砥粒を使うので面粗度は小さい。金属ボンドなので試料 2 より面粗度は大きくなった。チャンファーのあと表面研削 (D) し、表面を研磨 (E) し、表面をエッチング (F) して表面の加工変質層を除去し表面を平滑にした。ウエハーの反りは $U = 28 \mu\text{m}$ である ($R = 80\text{m}$)。クラック発生率 C は 14% である。試料 1~8 より大きく試料 9 より小さい。目の細かいダイヤモンド砥粒を使っても、メタルボンド砥石はボンド部分が硬すぎて外周研削に向かないということが分かる。発光ダイオードを製作した製品歩留まりは $Q = 52\%$ であった。低い製品歩留まりである。要求製品歩留まり Q を 82% 以上とすると d の範囲は $1 \mu\text{m} \leq d \leq 3 \mu\text{m}$ 、 70% 以上とすると d の範囲は $0.5 \mu\text{m} \leq d \leq 10 \mu\text{m}$ となり、試料 10 は不合格である。要求される製品歩留まりが 50% 以上とすると、 $0.3 \mu\text{m} \leq d \leq 13 \mu\text{m}$ の範囲の d が許される。

試料 11 (酸化物なし；電着； $d = 16 \mu\text{m}$ ； $Q = 35\%$)

5 インチ径 $850 \mu\text{m}$ 厚の GaN ウエハーを裏面研削 (A)、裏面エッチング (B) の後、ダイヤモンド砥粒を電着した砥石を用いて外周研削した (チャンファー C)。電着砥石である。空孔率は 0% である。固定砥粒は細かい 3000 番手ダイヤモンド砥粒 100% である。試料 10 と違うのは酸化物を含まないこととボンディング材が違うこ

とである。同じ番手のダイヤモンド砥石を固定したものであるがボンディング材を用い
ず電着する。チャンファー後の外周部の加工変質層の厚みは $d = 16 \mu\text{m}$ である。試料
10より d が大きくなるのは、電着のため剛性が増えたのとダイヤモンド砥粒比率が高
いからである。外周研削後の外周部の面粗度は $R_a 2 \mu\text{m}$ であった。電着なので試料 3
5より面粗度は大きくなった。チャンファーのあと表面研削 (D) し、表面を研磨 (E)
し、表面をエッチング (F) して表面の加工変質層を除去し表面を平滑にした。ウエハ
ーの反りは $U = 43 \mu\text{m}$ である ($R = 46 \text{m}$)。クラック発生率 C は 22% である。反
り、クラック発生率 C とも、試料 9 に次いで大きく、加工変質層厚み d と強い相関があ
ることを示唆する。目の細かいダイヤモンド砥粒を使っても電着砥石は硬過ぎて外周研
10削に向かないということが分かる。発光ダイオードを作製した製品歩留まりは $Q = 3$
5% であった。許容できないほど低い製品歩留まりである。

試料 1 ~ 11 を見ると、外周部の表面粗さは加工変質層厚み d と一義的な相関はなく、
ダイヤモンド砥粒の大きさと比率に強く依存するようである。砥粒サイズが大きい (番
手が小さい) ほど面粗度 R_a は大きい。酸化物砥粒を含む場合は、ダイヤモンド砥粒の
15みの場合より R_a は小さい。試料 2、3、10、11 を比べてボンディング剤がゴムの
時に最も面粗度は低い、メタルでも電着でもあまり大きな差はない。さらに面粗度 R
 a と反り、クラック発生率 C 、歩留まりとの間には強い相関はないようである。反り、
クラック発生率、歩留まりを支配しているのは加工変質層厚み d であることが分かる。

製品歩留まり Q が 70% 以上を望むなら加工変質層厚み d を $0.5 \mu\text{m} \sim 10 \mu\text{m}$ に
20しなければならぬということが分かる。歩留まり Q が 82% 以上を期待するなら加工
変質層厚み d は $1 \mu\text{m} \sim 3 \mu\text{m}$ にしなければならぬ。反り (高さ U) を最小にするの
は $d = 3 \mu\text{m} \sim 6 \mu\text{m}$ である。クラック発生率 C を最小にするのは $d = 2 \mu\text{m}$ である。

これらの値は高い製品歩留まりを与える d の値の範囲に含まれる。だから高い歩留まり、低いクラック発生率、小さい反りを与えるには $d = 0.5 \mu\text{m} \sim 10 \mu\text{m}$ がよい。さらに望ましいのは $d = 1 \sim 3 \mu\text{m}$ である。

加工変質層 d の厚みはダイヤモンド砥粒の比率が大きいと増え、ダイヤモンド砥粒が粗いほど増える。加工変質層厚み d が大きいのは、電着、メタルボンド、レジンボンド、ゴムボンドの順である。 $d = 0.5 \mu\text{m} \sim 10 \mu\text{m}$ を与えるには柔らかいゴムボンドが良い。レジンボンドでも発泡させて柔軟にしたものは利用できる（試料6）。ダイヤモンド砥石の番手は3000番～600番の程度である。 d をさらに減らすにはダイヤモンドの比率を減らし酸化物砥粒を増やすのが有効である。酸化物砥粒は化学的作用で窒化物の表面に軟質層を形成するため、外周研削加工の負荷を低減して加工変質層を抑制することができる。 $d = 0.5 \mu\text{m} \sim 10 \mu\text{m}$ に対応する外周面粗度は $Ra 0.07 \mu\text{m} \sim Ra 5 \mu\text{m}$ である。 $d = 1 \mu\text{m} \sim 3 \mu\text{m}$ に対応する外周面粗度は $Ra 0.15 \mu\text{m} \sim Ra 1 \mu\text{m}$ である。

図14を見ると、外周部加工変質層厚み d が $10 \mu\text{m}$ より大きいと反りが $12 \mu\text{m}$ を越え、 d が $0.3 \mu\text{m}$ 以下で反りが $20 \mu\text{m}$ を越えることがわかる。反りを $12 \mu\text{m}$ 以下にするには $d = 0.5 \mu\text{m} \sim 10 \mu\text{m}$ にすればよいことが分かる。 $d = 1 \sim 3 \mu\text{m}$ だと反りを $7 \mu\text{m} \sim 5 \mu\text{m}$ に抑制できる。

図15を見ると、外周部加工変質層厚み d が $10 \mu\text{m}$ を越えるとクラック発生率 C が5%を越える。 d が $0.3 \mu\text{m}$ 以下でクラック発生率 C が9%を越える。 C を5%～0%にするには d が $0.5 \mu\text{m} \sim 10 \mu\text{m}$ とすればよい。 $d = 1 \sim 3 \mu\text{m}$ なら C を2%～0%にできる。

図16を見ると、外周部加工変質層厚みdが10μmを越えるとデバイス歩留まりQが70%未満となる。dが0.3μm以下で52%以下となる。Qを70%以上とするにはd=0.5μm~10μmとすればよい。d=1~3μmであればQを82%以上にできる。

5

実施例3

実施例3 ; 試料12~18 : 表2 : 図17、18、19、20、28、29

試料12~18はダイヤモンド砥粒は1000番手に、ゴム砥石のゴム硬度は50に固定し、酸化物を変えて外周研削し、外周部の酸素量、チップング、デバイス歩留まりについて試験したものである。ウエハーの準備、加工の順、デバイス作製は実施例2と同じである。外周部の酸素濃度がウエハーやデバイスの出来具合にどのように影響するのかを調べた。表2にその結果を示す。外周部酸素量は原子比率(at%)で示す。チップングというのは平面加工(研削、研磨)のときにウエハーの外周部が欠けたり割れたりするものである。デバイス歩留まりは、そのウエハー上に2mm角の発光ダイオードを作製し、通電試験して発光させたときの合否によって評価している。

10
15

表2

				試料12	試料13	試料14	試料15	試料16	試料17	試料18
外周加工	ボンド	種類		ゴム	ゴム	ゴム	ゴム	ゴム	ゴム	ゴム
		材質		CR	CR	CR	CR	CR	CR	CR
		ゴム硬度		50	50	50	50	50	50	50
		空孔率	体積%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%
	砥粒	ダイヤモンド	番手	1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000
		酸化物		-	Fe ₂ O ₃	Cr ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Cr ₂ O ₃	MnO ₂	Fe ₂ O ₃
		酸化物量	重量%	-	20	20	30	30	40	60
基板特性	加工変質層d		μm	5	2.5	2	2	1.5	1.5	1
	表面粗さRa		μm	1.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
	組成	酸素量O	at%	1	3	5	10	15	20	25
	チップング	発生率p	%	25	5	3	2	3	5	15
デバイス	歩留Q		%	73	78	85	84	85	80	61

外周研削に関し、クラック発生率と製品歩留まりで評価したとき外周部加工変質層厚みが $d = 0.5 \mu\text{m} \sim 10 \mu\text{m}$ 、特に $d = 1 \sim 3 \mu\text{m}$ であるのが望ましいということと、ボンディング剤としてゴムが最適で発泡レジンでも可能であることが試料 1 ~ 11 で明らかになった。ボンディング材については明かになったが砥粒をどうするかという問題がある。砥粒としてダイヤモンド 100% も可能であるが、ダイヤモンドと酸化物砥粒の組み合わせとしてもよい。試料 5 ~ 6 の中間の番手 1000 のダイヤモンド砥粒と酸化物砥粒の混合砥粒をもつ砥石で外周研削し表面研削、表面研磨、表面エッチングした。その工程でのチッピング発生率、最終製品歩留まりを調べた。クラックは外周研削でのウエハー外周部の割れ欠けを意味する。チッピングというのはその後の表面加工でのウエハー外周部の割れ欠けを意味する。酸化物砥粒は化学的作用で窒化物の表面に軟質層を形成するため、外周研削加工の負荷を低減することができる。そのような利点の他に、外周研削後の平面加工において外周部の酸化層の存在がチッピングを防ぐ作用があるということも分かってきた。酸化物砥粒で外周研削すると、酸化物が存在することによりウエハーに靱性を与え平面加工での破損の確率を減らすようである。

これを確かめるため、種類と量の異なる酸化物砥粒をダイヤモンド砥粒に混合した砥石を使って外周研削した。砥石はゴム砥石に、ダイヤモンド砥粒は 1000 番手に、ゴム砥石のゴム硬度は 50 に揃えた。酸化物砥粒の種類と量を変えた。図 17 は、試料 12 ~ 18 において砥石に含まれるダイヤモンド砥粒 (100 ~ 40 wt%) と酸化物砥粒 (0 ~ 60 wt%) の比率と、チャンファー後窒化ガリウムウエハー外周の酸素量の関係を示すグラフである。図 18 は、試料 12 ~ 18 において砥石に含まれるダイヤモンド砥粒 (100 ~ 40 wt%) と酸化物砥粒 (0 ~ 60 wt%) の比率と、チャンファー後窒化ガリウムウエハー外周の加工変質層厚みの関係を示すグラフである。図 19

は、試料 1 2 ~ 1 8 において砥石に含まれるダイヤモンド砥粒 (1 0 0 ~ 4 0 w t %) と酸化物砥粒 (0 ~ 6 0 w t %) の比率と、チャンファ後のウエハー平面加工におけるチップ発生率 p の関係を示すグラフである。図 2 0 は、試料 1 2 ~ 1 8 において砥石に含まれるダイヤモンド砥粒 (1 0 0 ~ 4 0 w t %) と酸化物砥粒 (0 ~ 6 0 w t %) の比率と、デバイス歩留まり Q の関係を示すグラフである。図 2 8 は、試料 1 2 ~ 1 8 においてウエハー外周部に含まれる酸素量 (a t %) と、チャンファ後のウエハー平面加工におけるチップ発生率 p (%) の関係を示すグラフである。図 2 9 は、試料 1 2 ~ 1 8 においてウエハー外周部に含まれる酸素量 (a t %) と、デバイス歩留まり Q (%) の関係を示すグラフである。

10 試料 1 2 (酸化物なし ; 0 % ; $d = 5 \mu m$; $p = 2 5 %$; $Q = 7 3 %$)

これまでと同じ 5 インチ径、 $8 5 0 \mu m$ 厚の G a N ウエハーを裏面研削 (A) 、裏面エッチング (B) の後、1 0 0 0 番手ダイヤモンド砥粒をクロロプレノゴム (C R) で基盤に固定した砥石を用いて外周研削した (チャンファ C) 。空孔率は 0 % である。ゴム硬度は 5 0 である。外周研削後の外周部の加工変質層厚みは $d = 5 \mu m$ 、面粗度は $R a 1 . 5 \mu m$ であった。チャンファのあと表面研削 (D) し、表面を研磨 (E) し、表面をエッチング (F) して表面の加工変質層を除去し表面を平滑にした。ウエハー外周部の酸素濃度は $O = 1 a t %$ である。この酸素はチャンファ砥石からの混入でなく、エッチング、平面加工、洗浄による酸化、および雰囲気により自然酸化した可能性がある。チップ発生率 p は 2 5 % である。2 5 % のウエハーは無駄になる。発光ダイオードを作製した製品歩留まりは $Q = 7 3 %$ であった。ミラーウエハーに加工できた後の歩留まりは高い。しかしその前段階での平面加工時のチップ発生率が高いのは望ましくない。より一層の工夫が必要である。

試料 1 3 (Fe_2O_3 ; 20 wt%; $d = 2.5 \mu\text{m}$; $p = 5\%$; $Q = 78\%$)

5 インチ径 $850 \mu\text{m}$ 厚の GaN ウエハーを裏面研削 (A)、裏面エッチング (B) の後、1000 番手ダイヤモンド砥粒 80 wt% と三酸化鉄 Fe_2O_3 砥粒 20 wt% の混合物をクロロプレンゴム (CR) で基盤に固定した砥石を用いて外周研削した (チャンファー C)。空孔率は 0% である。ゴム硬度は 50 である。外周研削後の外周部の加工変質層厚みは $d = 2.5 \mu\text{m}$ 、面粗度は $Ra 0.5 \mu\text{m}$ であった。試料 1 2 に比べ d が半減している。ダイヤモンド砥粒の量が少ないから機械的研削作用が弱くなり d が減った。試料 1 2 に比べ外周部面粗度も低い。柔らかい酸化物砥粒の作用で外周面がより平滑になった。チャンファーのあと表面研削 (D) し、表面を研磨 (E) し、表面をエッチング (F) して表面の加工変質層を除去し表面を平滑にした。ウエハー外周部の酸素濃度は $O = 3 \text{at}\%$ である。試料 1 2 の酸素濃度 (1 at%) の 3 倍である。酸化物砥粒の影響と考えられる。チッピング発生率 p は 5% である。試料 1 2 に比べてチッピング発生率は $1/5$ である。チッピング発生率が減ったのは外周部に酸化物が存在するからと考えられる。酸化物砥粒の化学作用でチャンファー時の内的な損傷を減らしそれがチッピングを抑えたということである。他の酸素残存試料でも同じことが言える。酸化物砥粒を使用する利点はここにある。発光ダイオードを作製した製品歩留まりは $Q = 78\%$ であった。チッピングが低く製品歩留まりが高いので望ましい。

試料 1 4 (Cr_2O_3 ; 20%; $d = 2 \mu\text{m}$; $p = 3\%$; $Q = 85\%$)

5 インチ径 $850 \mu\text{m}$ 厚の GaN ウエハーを裏面研削 (A)、裏面エッチング (B) の後、1000 番手ダイヤモンド砥粒 80 wt% と三酸化クロム Cr_2O_3 砥粒 20 wt% の混合物を CR (クロロプレンゴム) で基盤に固定した砥石を用いて外周研削した (チャンファー C)。空孔率は 0% である。ゴム硬度は 50 である。試料 1 3 と異なる

るのはクロムの酸化物砥粒を使うことだけである。外周研削後の外周部の加工変質層厚みは $d = 2 \mu\text{m}$ 、面粗度は $Ra 0.5 \mu\text{m}$ であった。試料 1 2 に比べ d が少なく、外周部面粗度も低い。ダイヤモンド砥粒の量が少ないから機械的研削作用が弱くなり d が減り面粗度も低い。酸化物砥粒の作用で表面がより平滑になった。チャンファアのあと表面研削 (D) し、表面を研磨 (E) し、表面をエッチング (F) して表面の加工変質層を除去し表面を平滑にした。ウエハー外周部の酸素濃度は $O = 5 \text{ at} \%$ である。試料 1 2 の 5 倍、試料 1 3 の 1.7 倍である。チャンファアに酸化物砥粒を使用したので酸素濃度が高い。試料 1 2、1 3 の比較から Fe_2O_3 より Cr_2O_3 の方が酸化効果が大きいことがわかる。チッピング発生率 p は 3% である。試料 1 2 に比べてチッピング発生率は $1/8$ である。チッピング発生率が減ったのは外周部に酸化物が存在するからである。酸化物砥粒を使用する利点である。試料 1 3 ($p = 5\%$) より酸素量が多いのでチッピング発生率が少ないのであろう。発光ダイオードを作製した製品歩留まりは $Q = 85\%$ であった。優れて高い歩留まりである。チッピングが低く製品歩留まりが高いので最も望ましい。

15 試料 1 5 (Fe_2O_3 ; 30%; $d = 2 \mu\text{m}$; $p = 2\%$; $Q = 84\%$)

5 インチ径 $850 \mu\text{m}$ 厚の GaN ウエハーを裏面研削 (A)、裏面エッチング (B) の後、1000 番手ダイヤモンド砥粒 70 wt% と Fe_2O_3 砥粒 30 wt% の混合物を CR (クロロプレンゴム) で基盤に固定した砥石を用いて外周研削した (チャンファア C)。空孔率は 0% である。ゴム硬度は 50 である。外周研削後の外周部の加工変質層厚みは $d = 2 \mu\text{m}$ 、面粗度は $Ra 0.5 \mu\text{m}$ であった。試料 1 4 とほぼ同じである。 Fe_2O_3 を使うが試料 1 3 より Fe_2O_3 砥粒が 30% でダイヤモンド砥粒の量が少ないから機械的研削作用が弱くなり d が減り面粗度も低い。柔らかい酸化物砥粒の作用で

表面がより平滑になった。チャンファアのあと表面研削 (D) し、表面を研磨 (E) し、表面をエッチング (F) して表面の加工変質層を除去し表面を平滑にした。ウエハー外周部の酸素濃度は $O = 10 \text{ at} \%$ である。 Fe_2O_3 を使う試料 13 に比べより酸素濃度が高いが Fe_2O_3 砥粒比率が多いからである。チッピング発生率 p は 2% である。

- 5 酸化物砥粒を使わない試料 12 に比べてチッピング発生率は $1/12$ である。酸化物砥粒を用いる試料 13、14 に比べてもチッピング発生率は低い。外周部酸素濃度がより高いからである。試料 12~15 からチッピング発生を減らしているのはウエハー外周部に含まれた酸化物だということが分かる。酸化物砥粒を使用する利点である。発光ダイオードを作製した製品歩留まりは $Q = 84\%$ であった。優れて高い歩留まりである。
- 10 チッピング発生率が低く製品歩留まりが高いので最も望ましい。

試料 16 (Cr_2O_3 ; 30%; $d = 1.5 \mu\text{m}$; $p = 3\%$; $Q = 85\%$)

- 5 インチ径 $850 \mu\text{m}$ 厚の GaN ウエハーを裏面研削 (A)、裏面エッチング (B) の後、1000 番手ダイヤモンド砥粒 70 wt% と Cr_2O_3 砥粒 30 wt% の混合物を CR (クロロプレングム) で基盤に固定した砥石を用いて外周研削した (チャンファ
- 15 ーC)。空孔率は 0% である。ゴム硬度は 50 である。外周研削後の外周部の加工変質層厚みは $d = 1.5 \mu\text{m}$ 、面粗度は $Ra 0.5 \mu\text{m}$ であった。試料 14 と比べると Cr_2O_3 砥粒比率が多いのでダイヤモンド砥粒比率が減り、機械的研削作用が弱くなり加工変質層厚み d は減る。面粗度 Ra は試料 14、15 と同じである。面粗度はダイヤモンド：酸化物砥粒比率で決まり、酸化物の種類にはよらないということがわかる。チャ
- 20 ンファアのあと表面研削 (D) し、表面を研磨 (E) し、表面をエッチング (F) して表面の加工変質層を除去し表面を平滑にした。ウエハー外周部の酸素濃度は $O = 15 \text{ at} \%$ である。 Fe_2O_3 を 30% 使う試料 15 に比べより酸素濃度が高いが、 Fe_2O_3

より Cr_2O_3 の方が酸化効果が大きいのであろう。チッピング発生率 p は 3 % である。発光ダイオードを作製した製品歩留まりは $Q = 85\%$ であった。優れて高い歩留まりである。チッピング発生率が低く製品歩留まりが高いので最も望ましい。試料 14、16 を比べると Cr_2O_3 砥粒の比率が 20、30 wt % であって相違するが、 p 、 Q は変

5 わらない。 Cr_2O_3 の好ましい添加量が 20~30 wt % にあるということである。

試料 17 (MnO_2 ; 40%; $d = 1.5 \mu\text{m}$; $p = 5\%$; $Q = 80\%$)

5 インチ径 850 μm 厚の GaN ウエハーを裏面研削 (A)、裏面エッチング (B) の後、1000 番手ダイヤモンド砥粒 60 wt % と二酸化マンガン MnO_2 砥粒 40 wt % の混合物を CR (クロロプレノゴム) で基盤に固定した砥石を用いて外周研削した

10 (チャンファー C)。空孔率は 0 % である。ゴム硬度は 50 である。外周研削後の外周部の加工変質層厚みは $d = 1.5 \mu\text{m}$ 、面粗度は $R_a 0.5 \mu\text{m}$ であった。試料 12 と比べるとダイヤモンド砥粒比率が減り、機械的研削作用が弱くなり加工変質層厚み d は減る。面粗度 R_a は試料 13~16 と同じである。チャンファーのあと表面研削 (D)

15 し、表面を研磨 (E) し、表面をエッチング (F) して表面の加工変質層を除去し表面を平滑にした。ウエハー外周部の酸素濃度は $O = 20 \text{ at}\%$ である。40 % もの酸化物を含む砥粒を使うので酸素濃度が高い。チッピング発生率 p は 5 % である。発光ダイオードを作製した製品歩留まりは $Q = 80\%$ であった。優れて高い歩留まりである。チッピング発生率が低く製品歩留まりが高いので好ましい。試料 12~17 の結果から二酸化マンガンの砥粒も外周研削砥石に利用できることがわかる。

20 試料 18 (Fe_2O_3 ; 60%; $d = 1 \mu\text{m}$; $p = 15\%$; $Q = 61\%$)

5 インチ径 850 μm 厚の GaN ウエハーを裏面研削 (A)、裏面エッチング (B) の後、1000 番手ダイヤモンド砥粒 40 wt % と Fe_2O_3 砥粒 60 wt % の混合物

をCR（クロロプレンゴム）で基盤に固定した砥石を用いて外周研削した（チャンファ
ーC）。空孔率は0%である。ゴム硬度は50である。外周研削後の外周部の加工変質
層厚みは $d = 1 \mu\text{m}$ 、面粗度は $Ra 0.5 \mu\text{m}$ であった。試料13、15と同じ Fe_2
5 O_3 を使うが Fe_2O_3 砥粒が多くダイヤモンド砥粒の量が少ない。機械的研削作用が弱
くなり d が減る。チャンファのあと表面研削（D）し、表面を研磨（E）し、表面を
エッチング（F）して表面の加工変質層を除去し表面を平滑にした。ウエハー外周部の
酸素濃度は $O = 25 \text{at}\%$ である。試料13、15に比べより酸素濃度が高い。 Fe_2
10 O_3 砥粒比率が多いからである。チッピング発生率 p は15%である。発光ダイオード
を作製した製品歩留まりは $Q = 61\%$ であった。高い歩留まりではない。チッピング発
生率が高く（ $p = 15\%$ ）製品歩留まりが低い（ $Q = 61\%$ ）ので不合格である。試料
18は、外周部の酸素濃度が高すぎると却ってチッピング発生率が増え、製品歩留まり
が下がるということを示唆する。試料12～18の結果からチッピング発生率 p が5%
以下で製品歩留まりが70%以上であるためには、外周部酸素量 O は $3 \text{at}\% \sim 20 \text{at}\%$
15 $\text{at}\%$ であるということが分かる。チッピング発生率 p が5%以下で製品歩留まりが8
0%以上であるためには外周部酸素量は $O = 5 \text{at}\% \sim 20 \text{at}\%$ である。結果として
の酸素量と酸化物砥粒の配合比の関係は酸化物の種類によって異なるが、酸化物砥粒は
20～40wt%がチッピングを減らすのに有効である。

図17を見ると、チャンファ砥石に付けた酸化物砥粒が多くなるほどウエハー外周
部酸素量が増えるということが分かる。試料13、14の比較、試料15、16の比較
20 から、同じ重量比でも Cr_2O_3 の方が Fe_2O_3 より残留酸素量が多いことが分かる。
クロム酸化物が鉄酸化物より反応性に富むこと、クロム酸化物が鉄酸化物よりも硬度が
高く研削時の影響が大きいことが考えられる。

図18を見ると、酸化物の比率が減るほど（ダイヤモンド比率が増えるほど）加工変質層厚み d が増えることがわかる。ダイヤモンドの機械的作用が強く働き d が増える。酸化物がダイヤモンドの機械的な破壊力を緩和していることが分かる。

図19を見ると、酸化物比率が20wt%～40wt%であるとチッピングを5%以下に抑えることができるということがわかる。ダイヤモンド砥粒だけ（試料12）の場合は特にチッピングが頻度高く起こる。

図28を見ると、酸素量が3at%～20at%であるとチッピングを5%以下に抑えることができるということが分かる。ダイヤモンド砥粒だけで加工して酸素量が1at%と少ない試料12の場合は特にチッピングが頻度高く起こる。

図20を見ると、酸化物比率が20wt%～40wt%であるとデバイス歩留まりを78%以上にできるということがわかる。

図29を見ると、酸素量が3at%～20at%であると、デバイス歩留まりを78%以上にできるということが分かる。

15 実施例4

実施例4；試料19～26；表3；図21、22、23、30、31

GaNウエハー外周研削に関しクラック発生率と製品歩留まりの観点から加工変質層厚みが $d = 0.5 \mu\text{m} \sim 10 \mu\text{m}$ 、特に $d = 1 \mu\text{m} \sim 3 \mu\text{m}$ が良いこと、ゴムボンディング砥石が適していることがわかった。チッピングを下げ、歩留まりを上げるための望ましい外周部酸素濃度 O が3at%～20at%であることがわかった。外周部の酸素濃度を上げるためには砥石に酸化物砥粒を混合すると良いこともわかった。

表3

			試料19	試料20	試料21	試料22	試料23	試料24	試料25	試料26	
外周加工	ボンド	種類	ゴム	ゴム	ゴム	ゴム	ゴム	ゴム	メタル	電着	
		材質	CR	CR	CR	CR	CR	CR	Fe	Ni	
		ゴム硬度	55	55	55	55	55	55	-	-	
		空孔率	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	0%	
		砥粒	ダイヤ	600	600	600	600	600	600	1500	1500
		酸化物		-	Fe ₂ O ₃	Cr ₂ O ₃	ZnO	CuO	CuO	-	-
	酸化物量	重量%	-	20	20	20	20	50	-	-	
基板特性	加工変質層d	μm	9	7	7	7	7	5	12	14	
	表面粗さRa	μm	4	2	2	2	2	2	4	4	
	組成	金属量 m at %	0	0.1	0.2	3	5	8	10	12	
	チップング	発生率 p %	22	8	4	7	15	15	25	30	
デバイス	歩留 Q	%	90	92	90	88	85	65	35	22	

試料19～26については、酸化物の量と種類を変えた砥石を用いチャンファークエーエハー外周にどの程度の金属不純物の存在が許容できるのかを調べた。表3において金属量というのはチャンファークエーエハー後の試料の外周部の金属量のことである。

5 図21は試料19～26について外周部加工変質層厚みdと外周部金属量m (at %) の関係を示すグラフである。破線のd = 10 μmは本発明の臨界の値を示す。

図22は試料19～26について外周部加工変質層厚みdとチップング発生率p (%) の関係を示すグラフである。破線のd = 10 μmは本発明の臨界の値を示す。

10 図23は試料19～26について外周部加工変質層厚みdとデバイス歩留まりQ (%) の関係を示すグラフである。破線のd = 10 μmは本発明の臨界の値を示す。図

30は試料19～26について外周部金属量mとチップング発生率p (%) の関係を示すグラフである。図31は試料19～26について外周部金属量mとデバイス歩留まりQ (%) の関係を示すグラフである。

試料19 (酸化物なし ; 0% ; d = 9 μm ; p = 22% ; Q = 90%)

15 これまでと同じ5インチ径、850 μm厚のGaNウエハーを裏面研削 (A)、裏面エッチング (B) の後、600番手ダイヤモンド砥粒をCR (クロロプレンゴム) で基盤に固定した砥石を用いて外周研削した (チャンファークエーエハーC)。空孔率は0%である。ゴ

ム硬度は55である。外周研削後の外周部の加工変質層厚みは $d = 9 \mu\text{m}$ 、面粗度は $R_a 4 \mu\text{m}$ であった。チャンファアのあと表面研削(D)し、表面を研磨(E)し、表面をエッチング(F)して表面の加工変質層を除去し表面を平滑にした。ウエハー外周部の金属濃度は $m = 0.1 \text{ at}\%$ である。金属酸化物を使わないので金属不純物が入らない。

- 5 チッピング発生率 p は22%である。22%のウエハーは無駄になる。発光ダイオードを作製した製品歩留まりは $Q = 90\%$ であった。歩留まりはよいがその前段階での平面研削時のチッピング発生が高いので望ましくない。ダイヤモンド砥粒の粒径が比較的大きいために機械的な衝撃が強く現れ、内的な損傷を生じことが考えられる。

試料20 (Fe_2O_3 ; 0.1%; $d = 7 \mu\text{m}$; $p = 8\%$; $Q = 92\%$)

- 10 5インチ径、 $850 \mu\text{m}$ 厚のGaNウエハーを裏面研削(A)、裏面エッチング(B)の後、600番手ダイヤモンド砥粒を80wt%、 Fe_2O_3 砥粒20wt%の混合からなる砥粒をCR(クロロプレンゴム)で基盤に固定した砥石を用いて外周研削した(チャンファアC)。空孔率は0%である。ゴム硬度は55である。外周研削後の外周部の加工変質層厚みは $d = 7 \mu\text{m}$ 、面粗度は $R_a 2 \mu\text{m}$ であった。チャンファアの
- 15 あと表面研削(D)し、表面を研磨(E)し、表面をエッチング(F)して表面の加工変質層を除去し表面を平滑にした。ウエハー外周部の金属濃度は $m = 0.1 \text{ at}\%$ である。チッピング発生率 p は8%である。これは受容できる値である。発光ダイオードを作製した製品歩留まりは $Q = 92\%$ であった。チッピング発生率 p は低く歩留まり Q も高い。これは合格である。鉄酸化物を使うので鉄(Fe)が外周に $0.1 \text{ at}\%$ 残留す
- 20 る。金属や酸素の存在は d を下げ p を下げる。それは金属、酸素自体が結晶を補強すること、チャンファアにおける内的な損傷を緩和することが考えられる。

試料21 (Cr_2O_3 ; 0.2%; $d = 7 \mu\text{m}$; $p = 4\%$; $Q = 90\%$)

5 インチ径、850 μm 厚のGaNウエハーを裏面研削 (A)、裏面エッチング (B) の後、600番手ダイヤモンド砥粒を80 wt%、 Cr_2O_3 砥粒20 wt%の混合からなる砥粒をCR (クロロプレングム) で基盤に固定した砥石を用いて外周研削した (チャンファーC)。空孔率は0%である。ゴム硬度は55である。外周研削後の

5 外周部の加工変質層厚みは $d = 7 \mu\text{m}$ 、面粗度は $R_a 2 \mu\text{m}$ であった。チャンファーのあと表面研削 (D) し、表面を研磨 (E) し、表面をエッチング (F) して表面の加工変質層を除去し表面を平滑にした。ウエハー外周部の金属濃度は $m = 0.2 \text{ at}\%$ である。チッピング発生率 p は4%である。これは受容できる値である。発光ダイオードを作製した製品歩留まりは $Q = 90\%$ であった。チッピング発生率 p は低く歩留まり Q も

10 高いからこれは合格である。酸化クロムを使うので、クロム (Cr) が外周に $0.2 \text{ at}\%$ 残留する。金属、酸素の残留は p を下げ d を減らす。酸素、金属の存在は結晶構造を補強するということ、チャンファーにおける内的な損傷を緩和することが考えられる。

試料22 (ZnO ; 3%; $d = 7 \mu\text{m}$; $p = 7\%$; $Q = 88\%$)

5 インチ径、850 μm 厚のGaNウエハーを裏面研削 (A)、裏面エッチング

15 (B) の後、600番手ダイヤモンド砥粒を80 wt%、 ZnO 砥粒20 wt%の混合からなる砥粒をCR (クロロプレングム) で基盤に固定した砥石を用いて外周研削した (チャンファーC)。空孔率は0%である。ゴム硬度は55である。外周研削後の外周部の加工変質層厚みは $d = 7 \mu\text{m}$ 、面粗度は $R_a 2 \mu\text{m}$ であった。チャンファーのあと表面研削 (D) し、表面を研磨 (E) し、表面をエッチング (F) して表面の加工変質

20 層を除去し表面を平滑にした。ウエハー外周部の金属濃度は $m = 3 \text{ at}\%$ である。チッピング発生率 p は7%である。これは受容できる値である。発光ダイオードを作製した製品歩留まりは $Q = 88\%$ であった。チッピング発生率 p は低く歩留まり Q も高いから

これは合格である。酸化亜鉛を使うので、亜鉛 (Zn) が外周に 3 at% 残留する。亜鉛、酸素の存在が p と d を下げる。酸素、金属の存在は結晶構造を補強すること、チャンファーにおける内的な損傷を緩和することが考えられる。

試料 23 (CuO ; 5% ; d = 7 μm ; p = 15% ; Q = 85%)

- 5 5インチ径、850 μm厚のGaNウエハーを裏面研削 (A)、裏面エッチング (B) の後、600番手ダイヤモンド砥粒を80 wt%、CuO砥粒20 wt%の混合からなる砥粒をCR (クロロプレンゴム) で基盤に固定した砥石を用いて外周研削した (チャンファーC)。空孔率は0%である。ゴム硬度は55である。外周研削後の外周部の加工変質層厚みは d = 7 μm、面粗度は Ra 2 μmであった。チャンファーのあと
- 10 表面研削 (D) し、表面を研磨 (E) し、表面をエッチング (F) して表面の加工変質層を除去し表面を平滑にした。ウエハー外周部の金属濃度は m = 5 at% である。チッピング発生率 p は 15% である。発光ダイオードを作製した製品歩留まりは Q = 85% であった。チッピング発生率 p は低いとはいえないが歩留まり Q が高いのでこれは許容できる。
- 15 銅 (Cu) は外周に 5 at% 残留する。金属、酸素の存在は p を下げ d を減らす。酸素、金属の残留は結晶構造を補強すること、チャンファーにおける内的な損傷を緩和することが考えられる。試料 20 ~ 23 を比べると同じように酸化物の比率は 20 wt% であるのに、残存金属量 m は、Cu (5 at%)、Zn (3 at%)、Cr (0.2 at%)、Fe (0.1 at%) の順序で多い。これは化学反応の反応性や、砥粒の
- 20 硬さ、洗浄での除去されやすさの影響がある。

試料 24 (CuO ; 8% ; d = 5 μm ; p = 15% ; Q = 65%)

5 インチ径、 $850\ \mu\text{m}$ 厚のGaNウエハーを裏面研削（A）、裏面エッチング（B）の後、600番手ダイヤモンド砥粒を50wt%、CuO砥粒50wt%の混合からなる砥粒をCR（クロロプレングム）で基盤に固定した砥石を用いて外周研削した（チャンファーC）。空孔率は0%である。ゴム硬度は55である。外周研削後の外周

5 部の加工変質層厚みは $d = 5\ \mu\text{m}$ 、面粗度は $Ra\ 2\ \mu\text{m}$ であった。チャンファーのあと表面研削（D）し、表面を研磨（E）し、表面をエッチング（F）して表面の加工変質層を除去し表面を平滑にした。ウエハー外周部の金属濃度は $m = 8\ \text{at}\%$ である。チップング発生率 p は15%である。発光ダイオードを作製した製品歩留まりは $Q = 65\%$ であった。チップング発生率 p が高く歩留まり Q が低いのでこれは不適である。CuO

10 を50%も含ませると不純物が増加するのでデバイス歩留まりを下げるのであろう。チップング発生率 p を最小にする金属量は $m = 0.2\ \text{at}\%$ 、歩留まり Q を最大にする金属量は $m = 0.1$ である。金属量が多ければ良いというものでもなく $m = 0.1 \sim 5\ \text{at}\%$ が良い。より好ましくは $m = 0.1 \sim 3\ \text{at}\%$ である。

15 試料19～23を比較すると、酸化物を適切量含ませた砥石で外周研削するほうがダイヤモンド砥粒だけの砥石より後工程でのチップング発生を減らすことができるということがわかる。

金属が外周に存在してチップングを防止するのであろう。製品歩留まりは変わらない。

ダイヤモンド砥粒が100%の試料19で $d = 9\ \mu\text{m}$ 、ダイヤモンド砥粒の比率が80%である試料20～23は $d = 7\ \mu\text{m}$ であるから、加工変質層の厚み d はダイヤモンド砥粒の分量によって決まるようである。

20

試料25（酸化物なし；10%； $d = 12\ \mu\text{m}$ ； $p = 25\%$ ； $Q = 35\%$ ）

5 インチ径、 $850\ \mu\text{m}$ 厚のGaNウエハーを裏面研削（A）、裏面エッチング（B）の後、1500番手ダイヤモンド砥粒を100wt%の砥粒を鉄（Fe）系のボンディング材で基盤に固定したメタルボンド砥石を用いて外周研削した（チャンファーC）。外周研削後の外周部の加工変質層厚みは $d = 12\ \mu\text{m}$ 、面粗度は $Ra\ 4\ \mu\text{m}$ であった。加工変質層厚み d 、面粗度が大きいのはダイヤモンドの比率が高くてメタルボンドだからである。チャンファーのあと表面研削（D）し、表面を研磨（E）し、表面をエッチング（F）して表面の加工変質層を除去し表面を平滑にした。ウエハー外周部の金属濃度は $m = 10\ \text{at}\%$ である。酸化物砥粒はないがボンディング材が鉄であるから外周部に10at%の鉄が残留する。チッピング発生率 p は25%である。発光ダイオードを作製した製品歩留まりは $Q = 35\%$ であった。チッピング発生率 p は高く歩留まり Q が低いのでこれは不適である。チッピング発生率が高く歩留まりが低いのは加工変質層 d が厚過ぎる（ $d = 12\ \mu\text{m}$ ）のと金属濃度が高過ぎる（10at%）からである。その原因はメタルボンドだからである。メタルボンド砥石は不適だということである。

試料26（酸化物なし；12%； $d = 14\ \mu\text{m}$ ； $p = 30\%$ ； $Q = 22\%$ ）

15 5インチ径、 $850\ \mu\text{m}$ 厚のGaNウエハーを裏面研削（A）、裏面エッチング（B）の後、1500番手ダイヤモンド砥粒をニッケルを用いた電着によって基盤に固定した電着砥石を用いて外周研削した（チャンファーC）。外周研削後の外周部の加工変質層厚みは $d = 14\ \mu\text{m}$ 、面粗度は $Ra\ 4\ \mu\text{m}$ であった。加工変質層厚み d 、面粗度が大きいのはダイヤモンドの比率が高くて剛性の高い電着砥石だからである。チャンファーのあと表面研削（D）し、表面を研磨（E）し、表面をエッチング（F）して表面の加工変質層を除去し表面を平滑にした。ウエハー外周部の金属濃度は $m = 12\ \text{at}\%$ である。酸化物砥粒はないがニッケルを用いて電着しているので、ニッケルが一部削ら

れ外周部に12at%のニッケルが残留する。チップング発生率pは30%である。発
光ダイオードを作製した製品歩留まりはQ=22%であった。チップング発生率pは高
く歩留まりQが低いのでこれは不適である。チップング発生率が高く歩留まりが低い
のは加工変質層dが厚過ぎる(d=14μm)のと金属濃度が高過ぎる(12at%)から
5 である。その原因は電着砥石を用いた加工だからである。電着砥石は不適だということ
である。

試料19~26からチップング発生率を15%以下にし、製品歩留まりを80%以上
にするには、加工変質層が10μm以下で金属量mが0.1~5at%であることがわ
かる。m=0.1~3at%ならチップングを8%以下に、歩留まりを88%以上にで
10 きる。

図24は試料1~26の全てについての加工変質層厚みd(μm)と外周部面粗度R
a(μm)の関係を示す。

dが大きくなると面粗度も大きくなる。ダイヤモンド砥粒が粗く酸化物比率が小さい
と物理作用が強くなるためdが大きくなり、面粗度も大きくなる。それで大体dとRa
15 は比例して増減する。

しかしdとRaが比例する主系列とは別に試料10、11のような比例関係から離脱
したものもある。これはメタルボンド、電着砥石のようにボンド剤が高剛性のものは、
面粗度は低くなっても加工変質層dが厚くなるということである。

メタルボンド、電着砥石はGANウエハーのチャンファァーに不適である。チャンファァ
20 ー加工の良否を判断するために外周部面粗度Raよりも加工変質層厚みdの方が適して
いることがわかる。図30は試料19~26について外周部金属量m(at%)とチッ
ピング発生率p(%)の関係を示す。金属量が0.1at%~5at%であればチッ

ピング発生率 p を 15%以下にできる。図 31 は試料 19～26 について外周部金属量 (at%) とデバイス歩留まり Q (%) の関係を示す。外周部の金属量が 0～5 at% であれば、デバイス歩留まり Q を 85%以上にできる。

請 求 の 範 囲

1. 窒化物半導体ウェハーの裏面を平面加工し、発生した裏面加工変質層をエッチングによって除去し、ダイヤモンド砥石によってウェハーの外周部を研削し、表面を平面加工し、発生した表面加工変質層を気相エッチングによって除去し、ウェハーの外周部に厚み0.5 μm～10 μmの加工変質層を残存させることを特徴とする窒化物半導体ウェハーの加工方法。
5
2. 窒化物半導体インゴットを切断してウェハーを切り出す工程と、裏面に発生した加工変質層をエッチングによって除去する工程と、ダイヤモンド砥石によってウェハーの外周部を研削する工程と、表面を平面加工する工程と、表面に発生した表面加工変質層を気相エッチングによって除去する工程を含み、ウェハーの外周部に厚み0.5 μm～10 μmの加工変質層を残存させることを特徴とする窒化物半導体ウェハーの加工方法。
10
3. 前記ダイヤモンド砥石が、3000番手～600番手で100wt%～60wt%のダイヤモンド砥粒と、0wt%～40wt%の酸化物砥粒をゴム或いは発泡樹脂をボンディング材とし基盤に固定した砥石であることを特徴とする請求項1または
15 2に記載の窒化物半導体ウェハーの加工方法。
4. 酸化物砥粒がFe₂O₃、Cr₂O₃、MnO₂、ZnO、CuO、Co₃O₄、Fe₃O₄の何れかであることを特徴とする請求項3に記載の窒化物半導体ウェハーの加工方法。
- 20 5. 窒化ガリウムウェハーの裏面を研削し、これによってウェハー裏面に加工変質層を発生させ、裏面加工変質層をKOH、NaOH、H₃PO₄のいずれかの溶液でエッチング除去し、窒化ガリウムウェハーの外周部をゴム砥石でチャンファー加工し、

これによってウエハーの外周部に加工変質層を発生させ、窒化ガリウムウエハーの表面を研削し、これによってウエハー表面に加工変質層を発生させ、ウエハー表面を粗い砥粒を用いて粗研磨したあと細かい砥粒を用いてさらに仕上げ研磨し、外周部加工変質層を完全に除去しないで $1\ \mu\text{m}\sim 3\ \mu\text{m}$ 残すことを特徴とする窒化物半

5 導体ウエハーの加工方法。

6. 外周部に面取り部を有し、外周面取り部の加工変質層の厚みが $0.5\ \mu\text{m}\sim 10\ \mu\text{m}$ であることを特徴とする窒化物半導体ウエハー。

7. 外周部の面取り部の面粗度が $Ra\ 0.07\ \mu\text{m}\sim Ra\ 3\ \mu\text{m}$ であることを特徴とする請求項6に記載の窒化物半導体ウエハー。

10 8. 外周部の面取り部の酸素量が $3\ \text{at}\%\sim 20\ \text{at}\%$ であることを特徴とする請求項6又は請求項7の何れかに記載の窒化物半導体ウエハー。

9. 外周部の面取り部の金属量が $0.1\ \text{at}\%\sim 5\ \text{at}\%$ であることを特徴とする請求項6～8の何れかに記載の窒化物半導体ウエハー。

15 10. 外周部にゴム砥石によって形成された面取り部を有し、外周部の面取り部は $1\ \mu\text{m}\sim 3\ \mu\text{m}$ の厚さの加工変質層を有することを特徴とする窒化物半導体ウエハー。

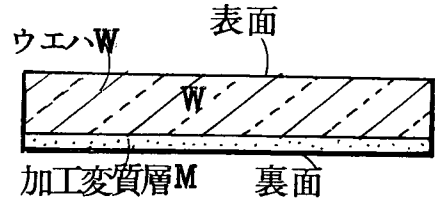
11. 請求項6～10の何れかに記載の窒化物半導体ウエハーの上に窒化物半導体薄膜をエピタキシャル成長させ、電極を形成し、チップ分離して作製することを特徴とする窒化物半導体デバイスの製造方法。

20 12. 請求項6～10の何れかに記載の窒化物半導体ウエハーの上にエピタキシャル成長させた窒化物半導体薄膜と、電極を備えることを特徴とする窒化物半導体デバイス。

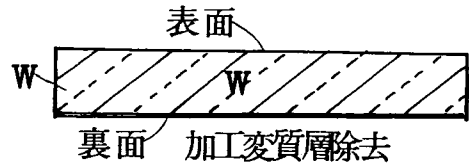
図

1

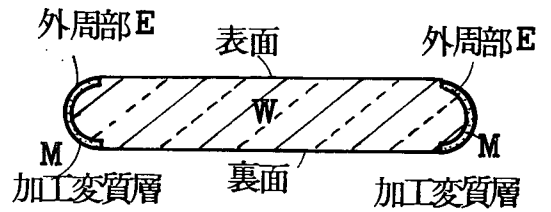
A 裏面研削



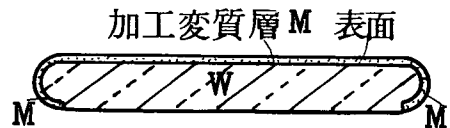
B KOHエツチング
N面エツチング



C チャンファァ加工
600番~3000番
ゴム砥石



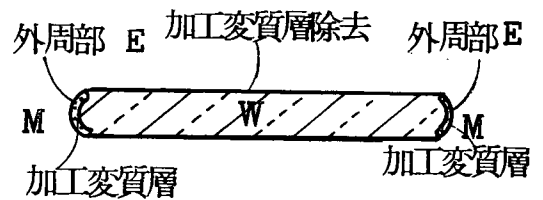
D 表面研削



E 研磨 (粗仕上げ)



F 気相エツチング



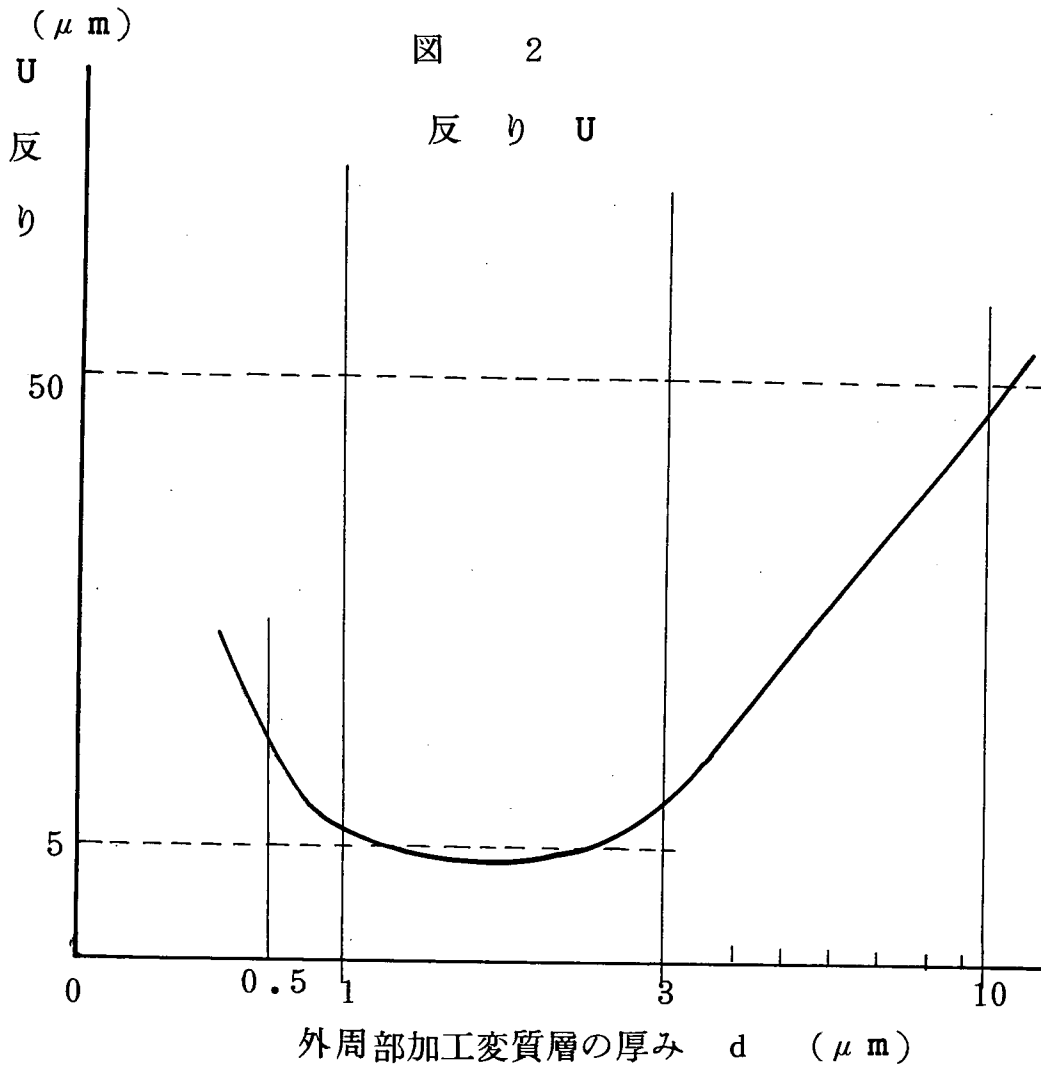


図 3

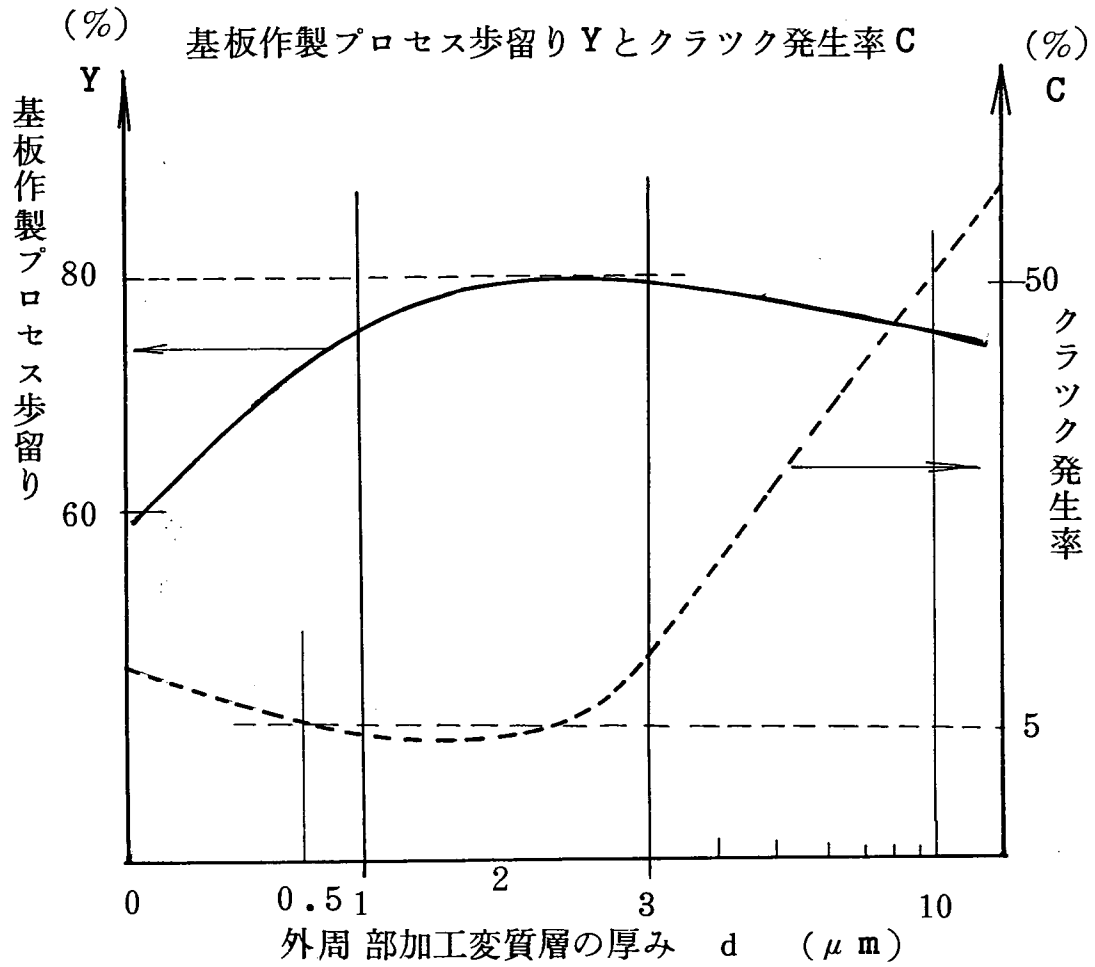
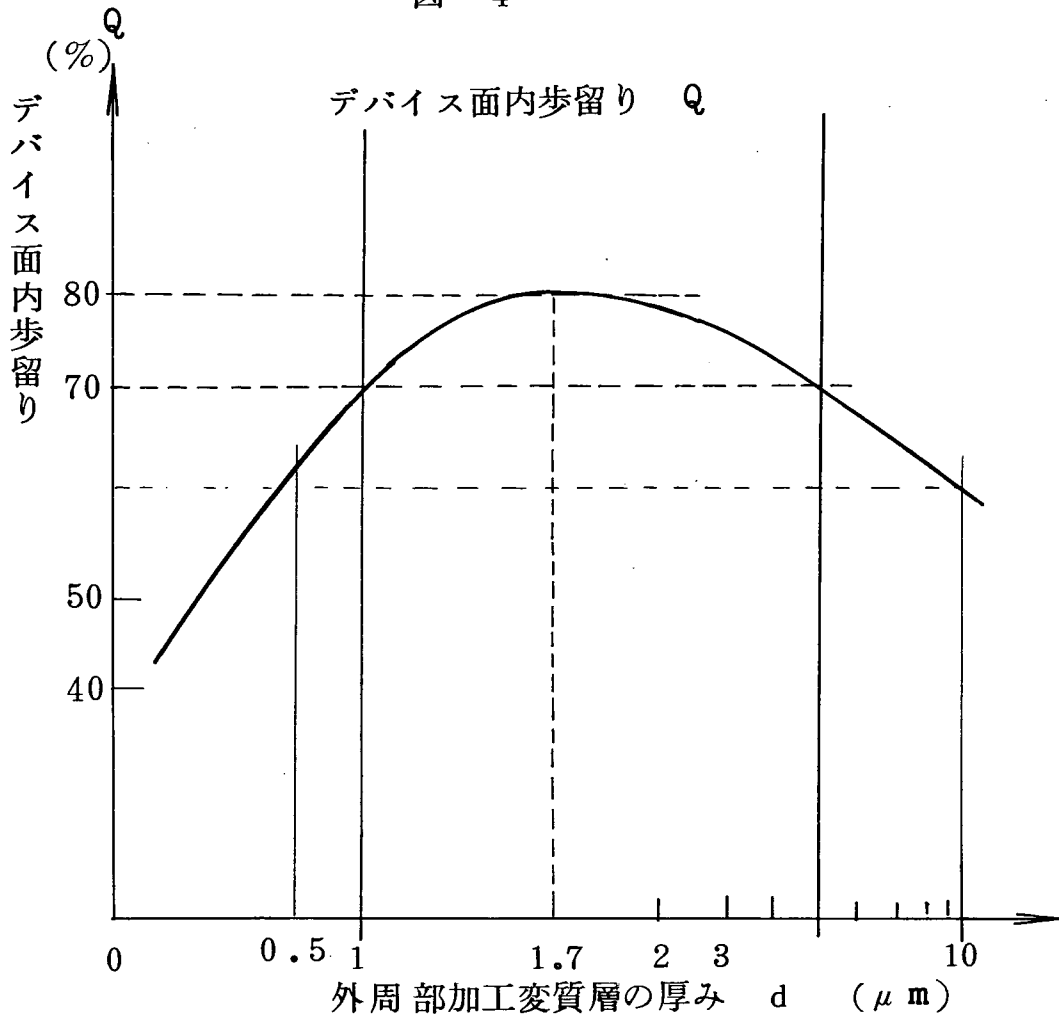


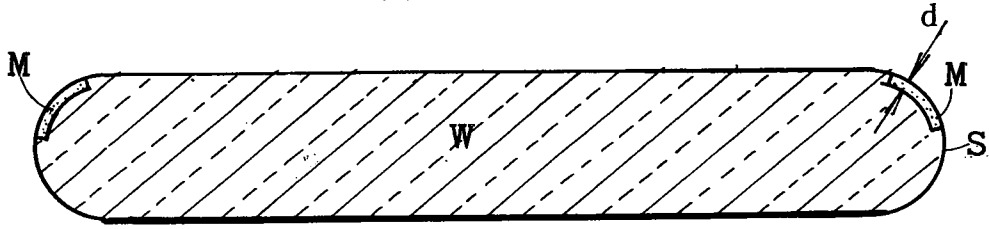
図 4



0.5 μ m ~ 10 μ m

図 5

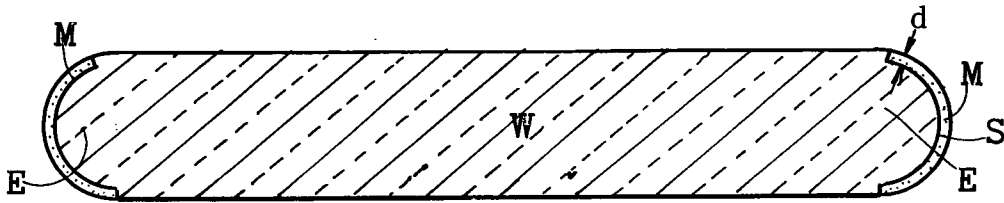
より好ましくは 1 μ m ~ 3 μ m



0.5 μ m ~ 10 μ m

図 6

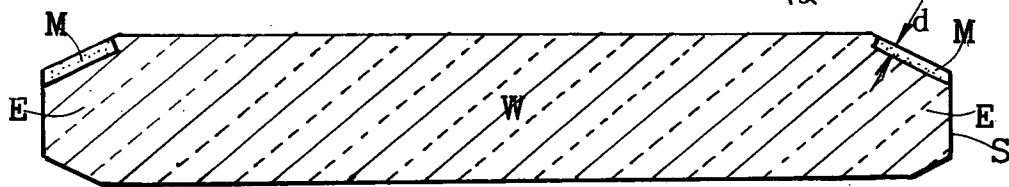
より好ましくは 1 μ m ~ 3 μ m



0.5 μ m ~ 10 μ m

図 7

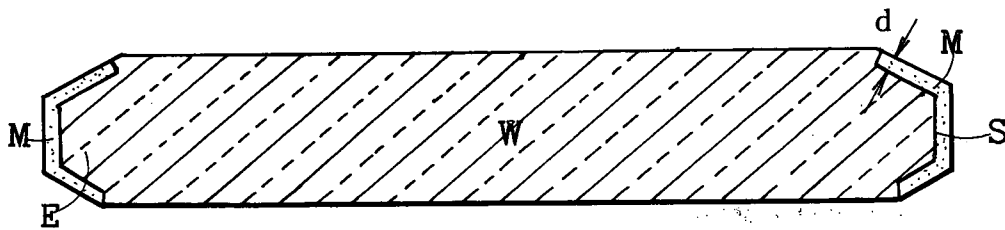
より好ましくは 1 μ m ~ 3 μ m
は



0.5 μ m ~ 10 μ m

図 8

より好ましくは 1 μ m ~ 3 μ m



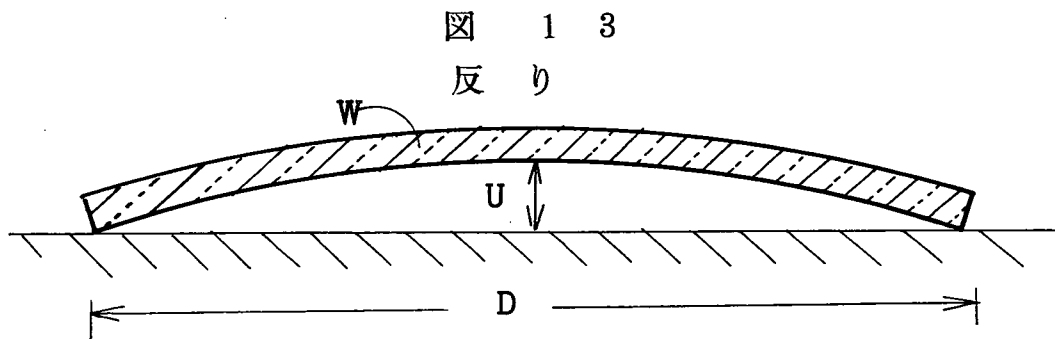
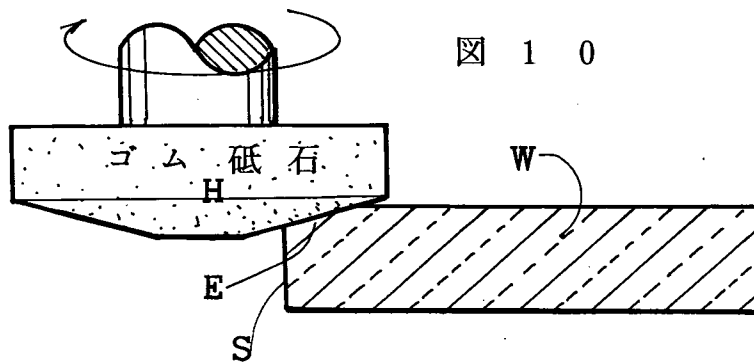
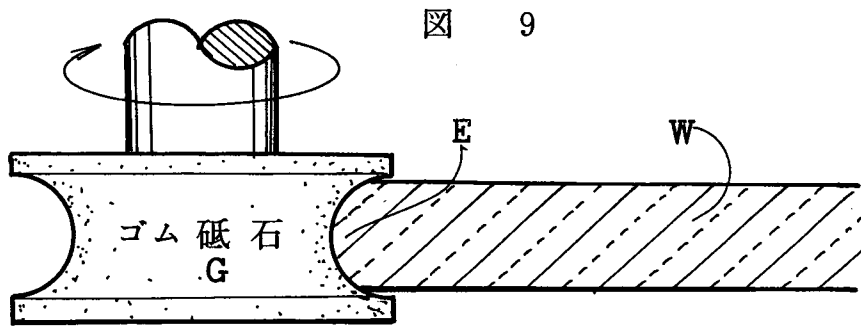


図 1 1
特開 2004-319951

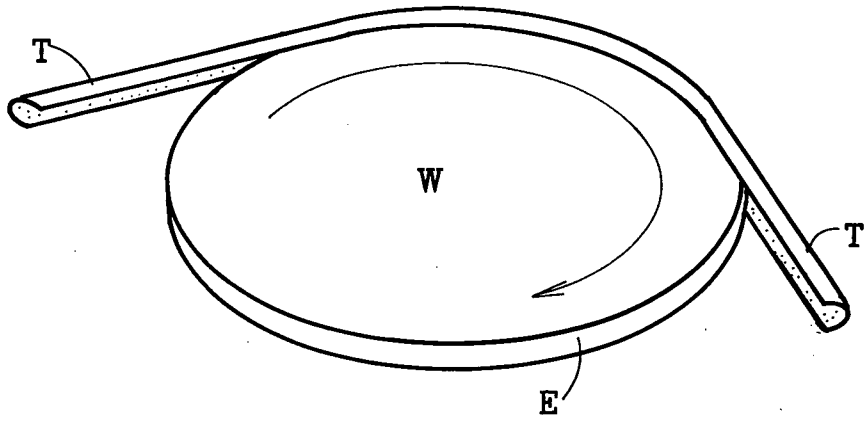


図 1 2

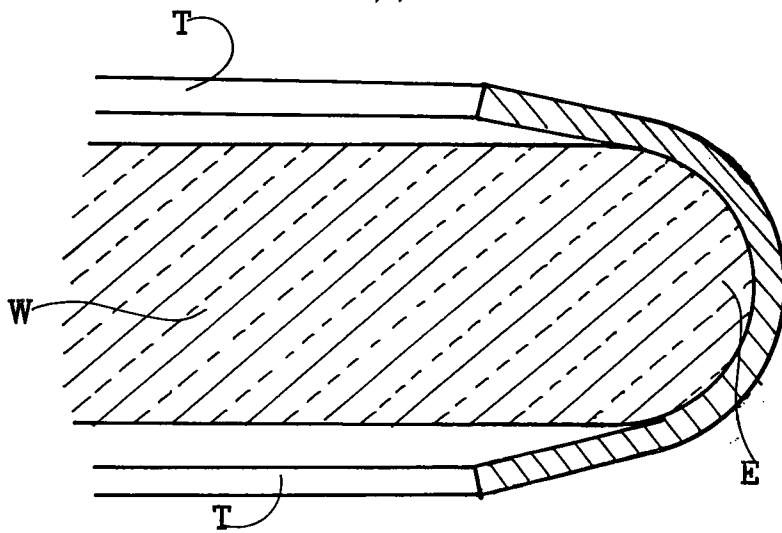


図 1 4

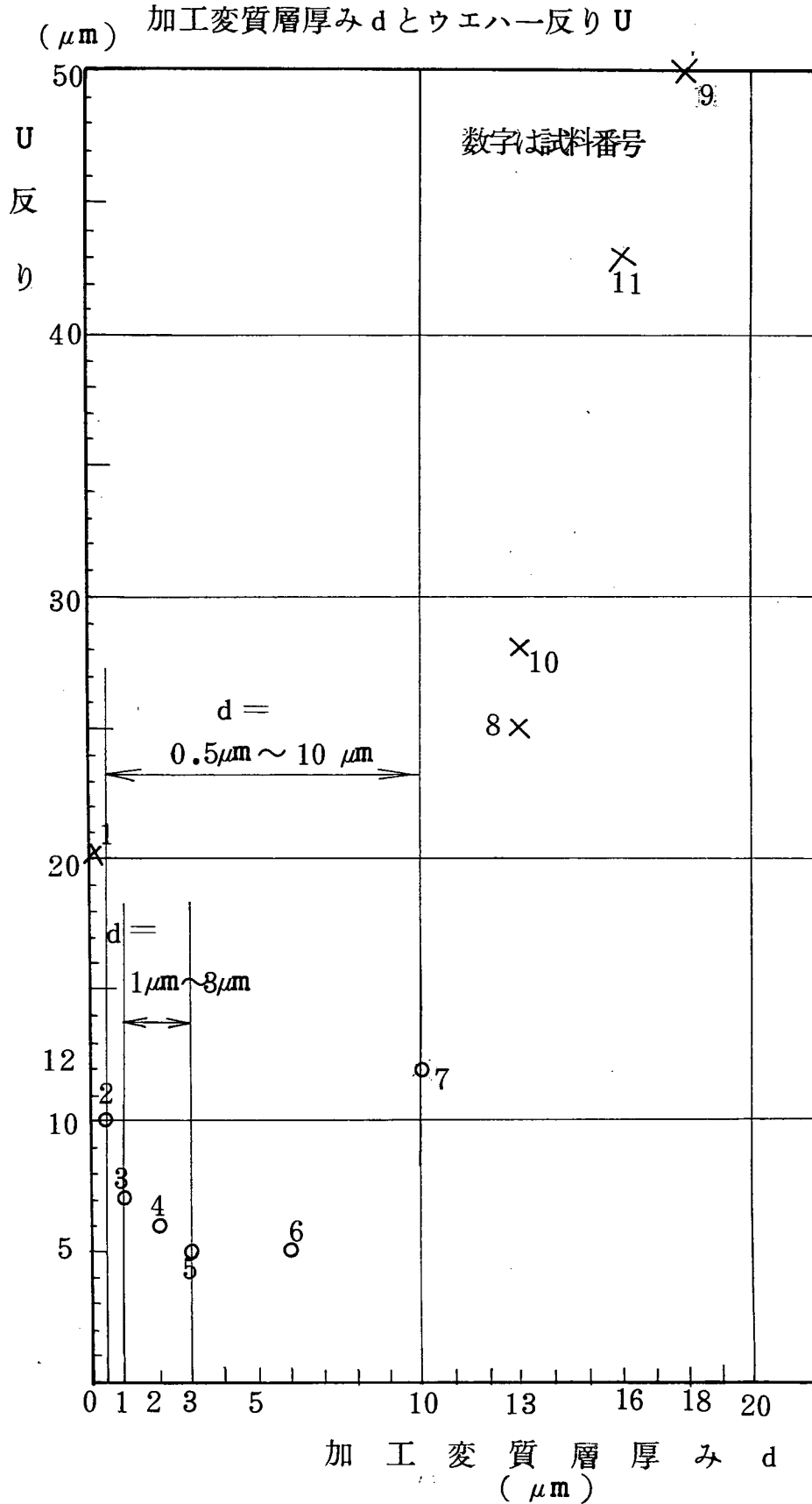
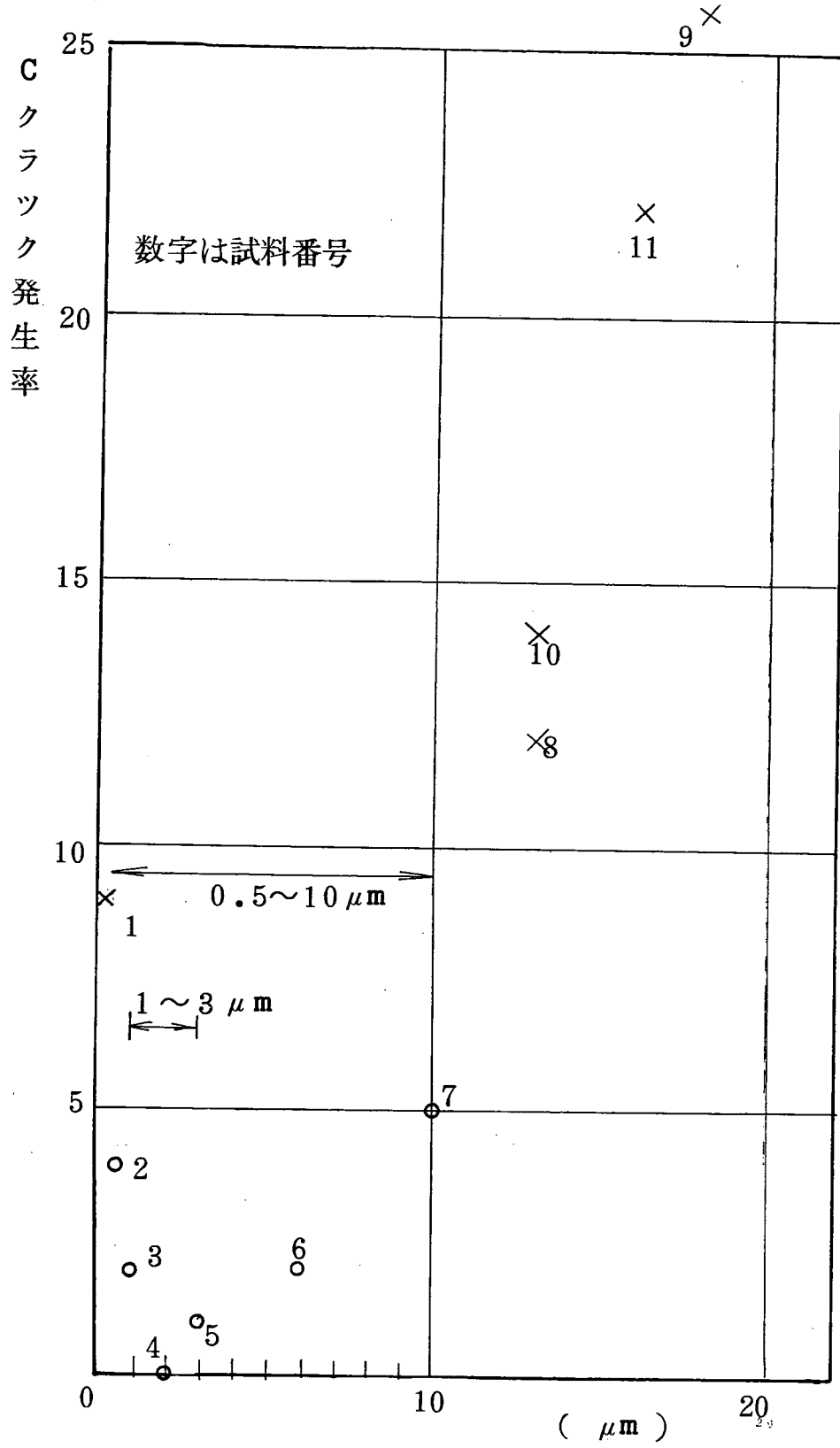


図 1 5

(%) 加工変質層厚み d とクラック発生率 C



加工変質層厚み d

図 1 6

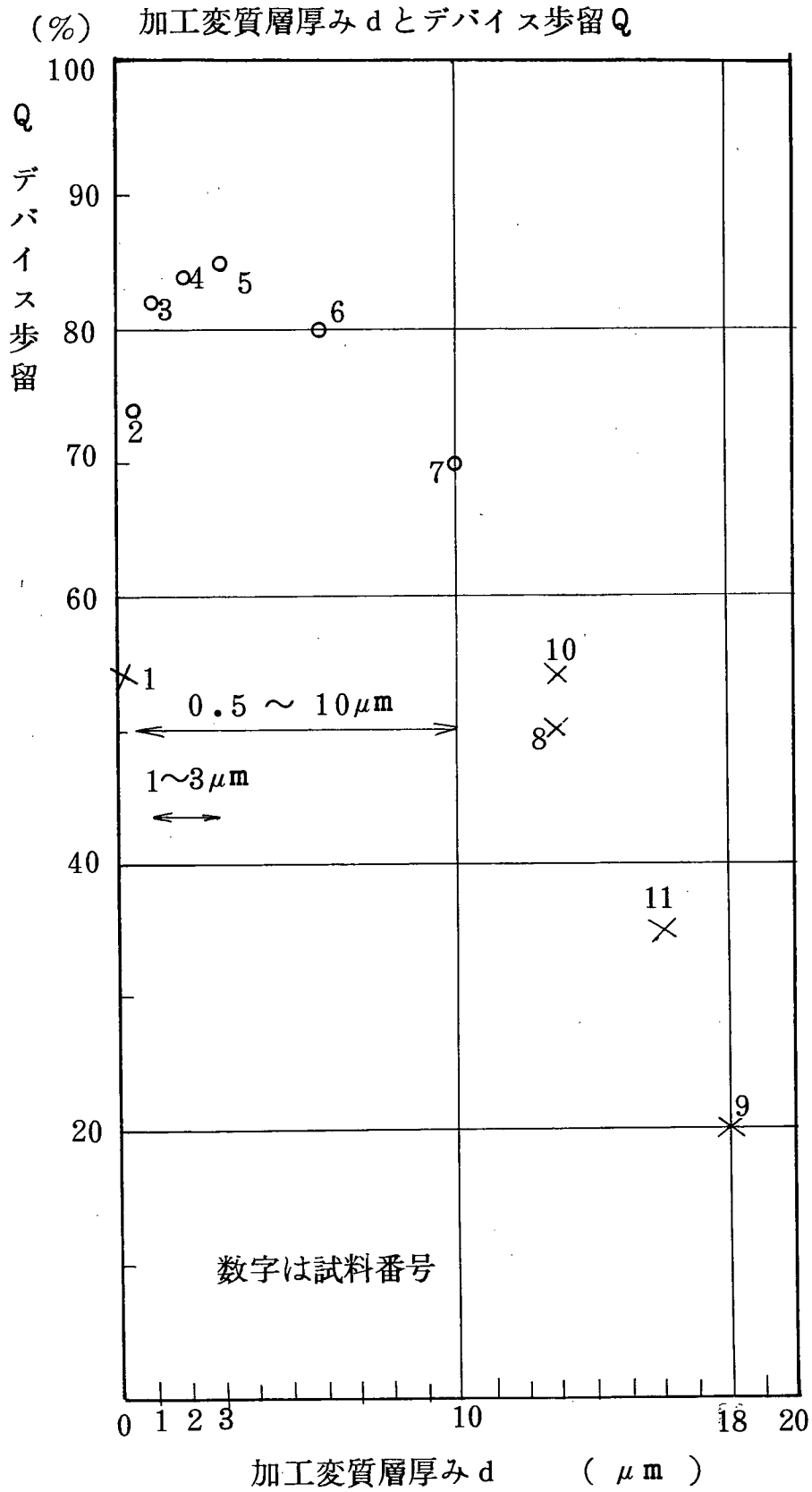


図 1 7

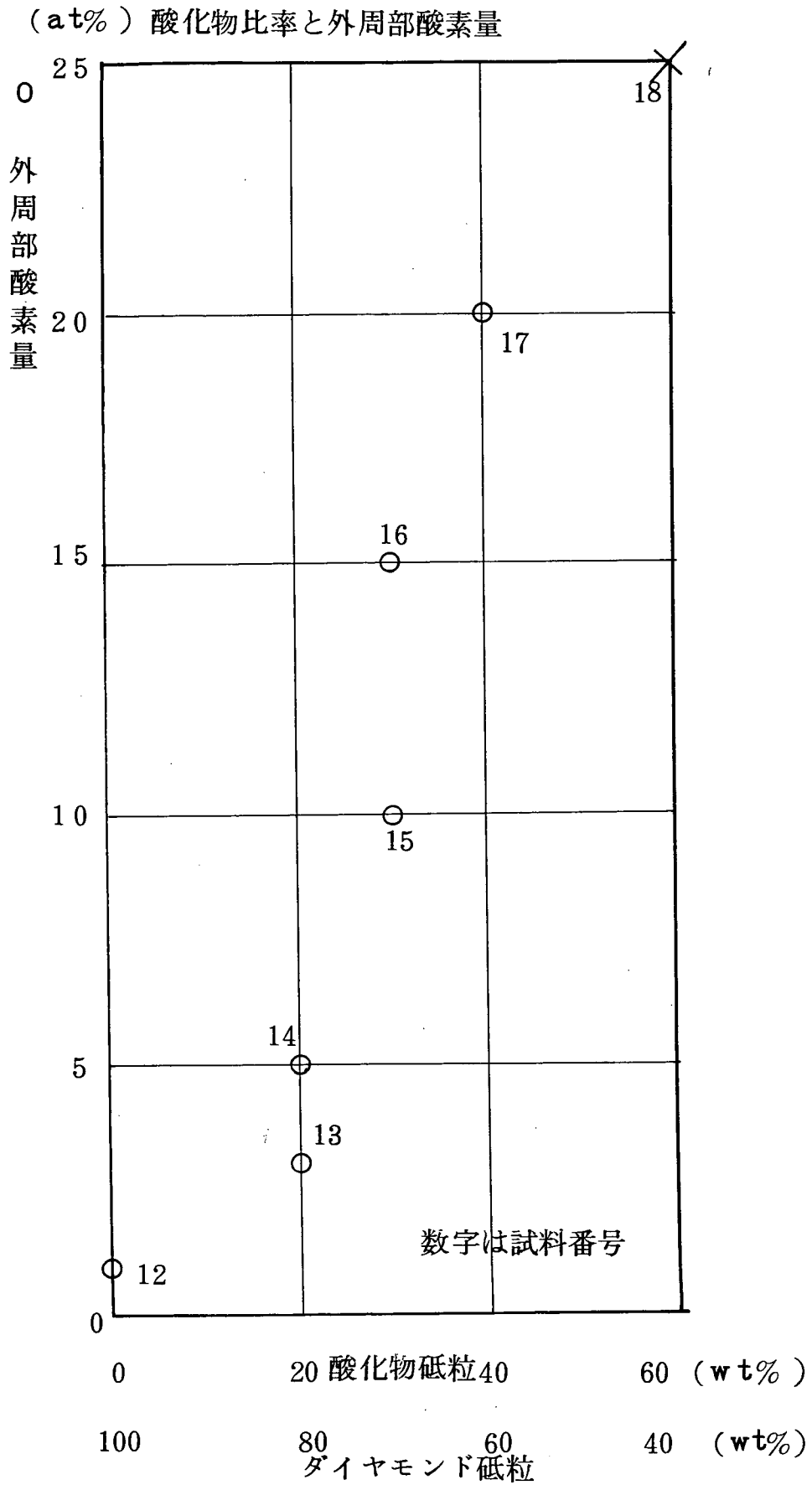


図 1 8

(μm) 酸化物比率と外周部加工変質層厚み d

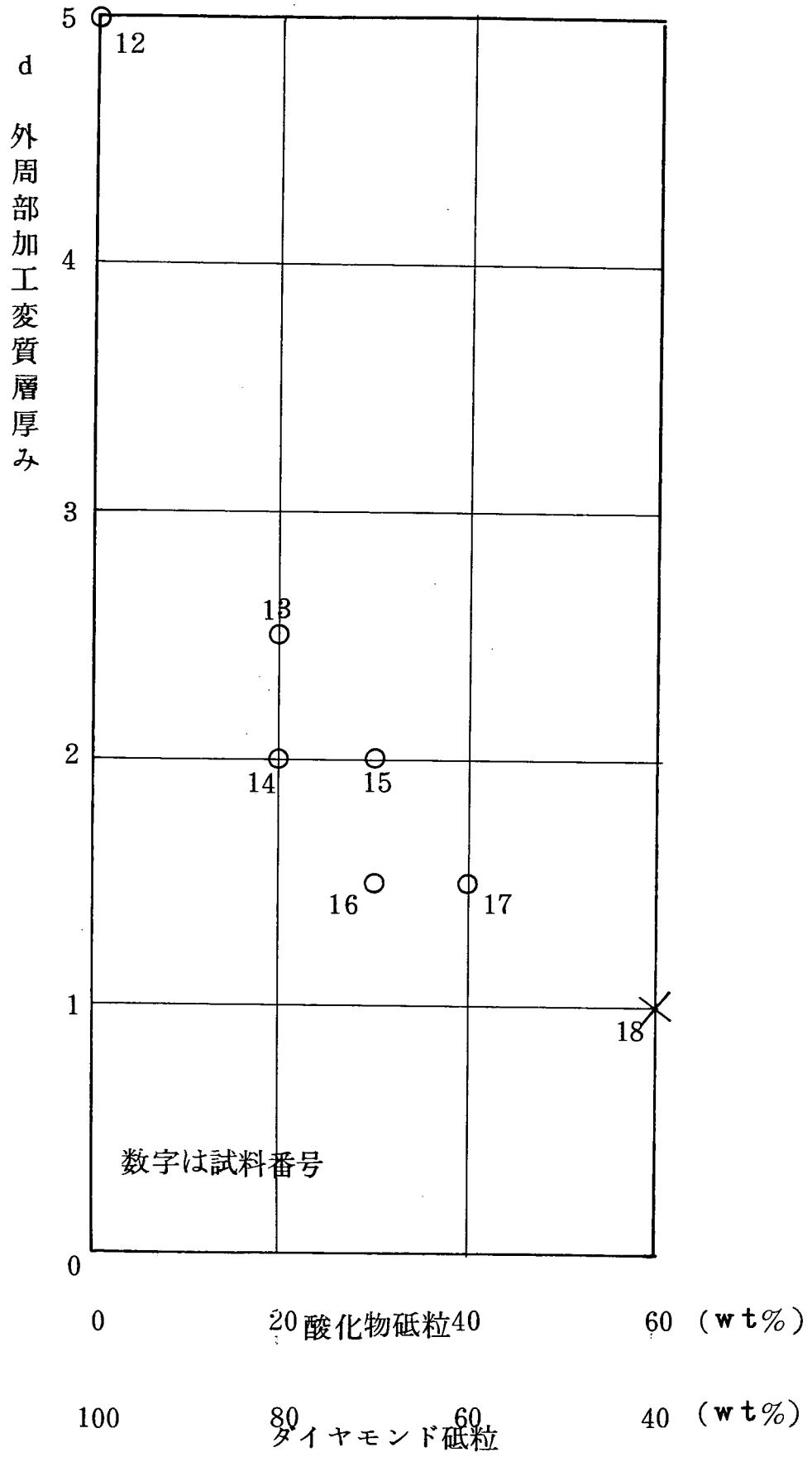


図 1 9

(%) 酸化物比率とチッピング発生率

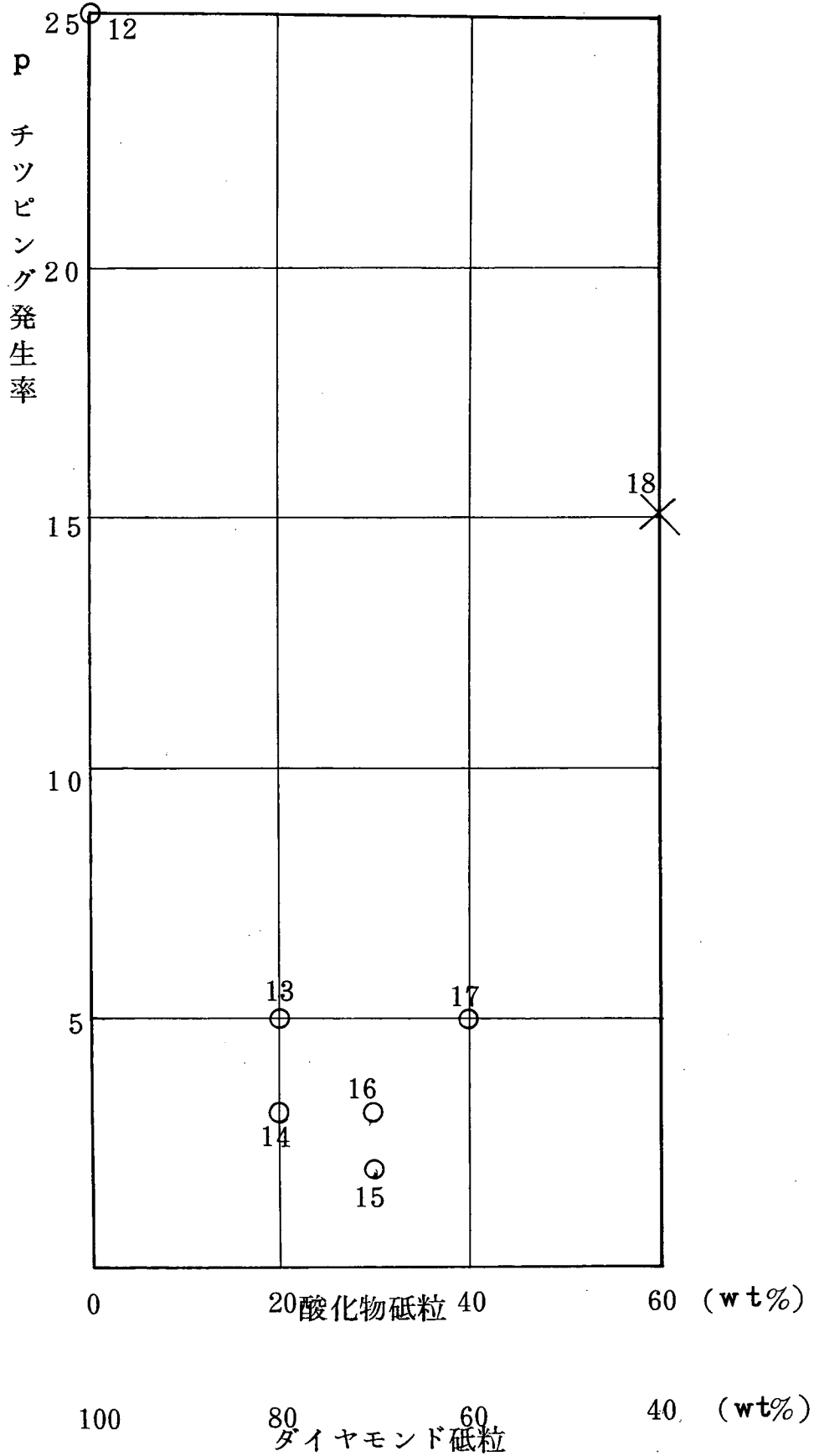


図 2 0

(%) 酸化物比率とデバイス歩留

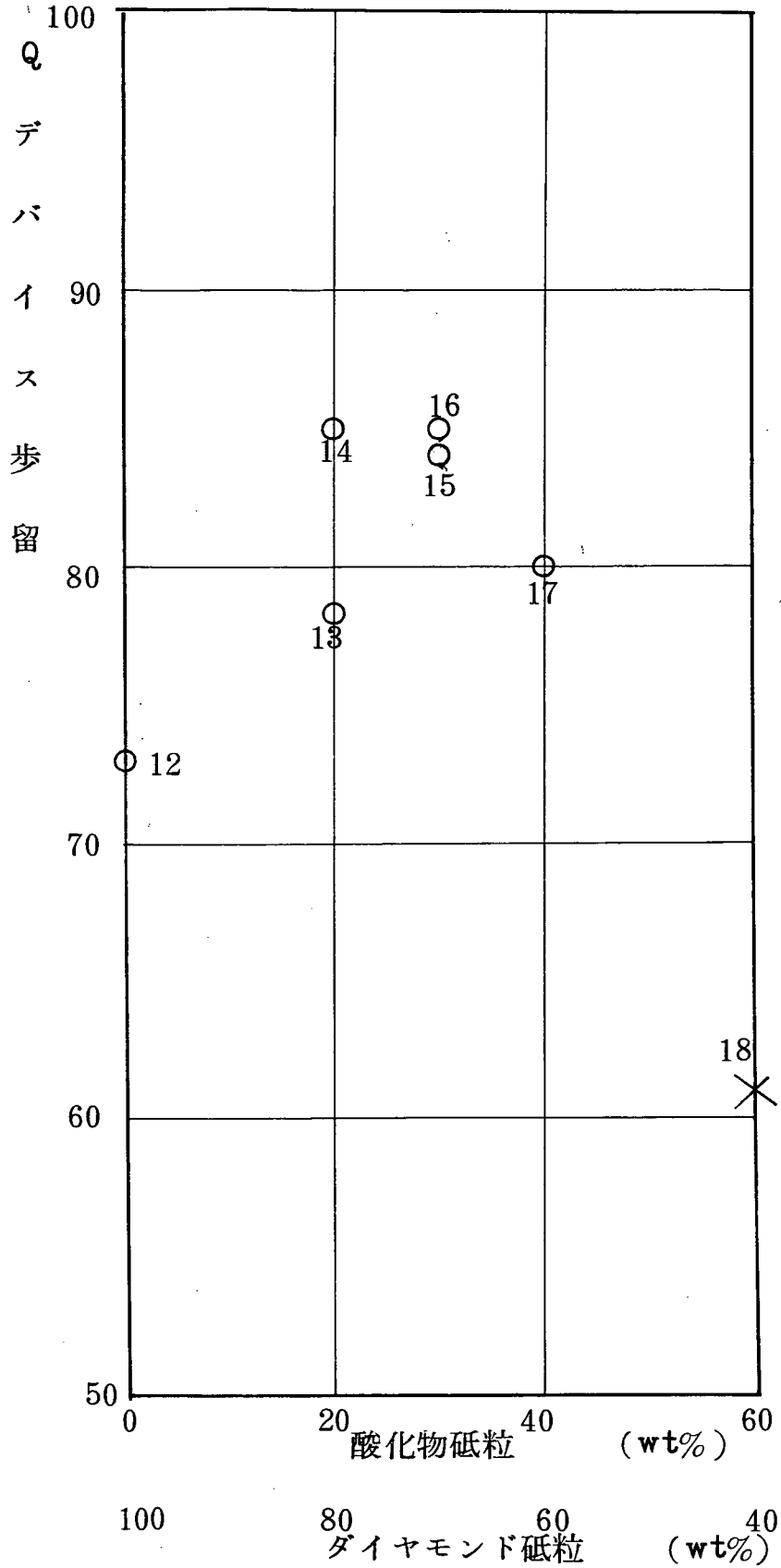


図 2 1

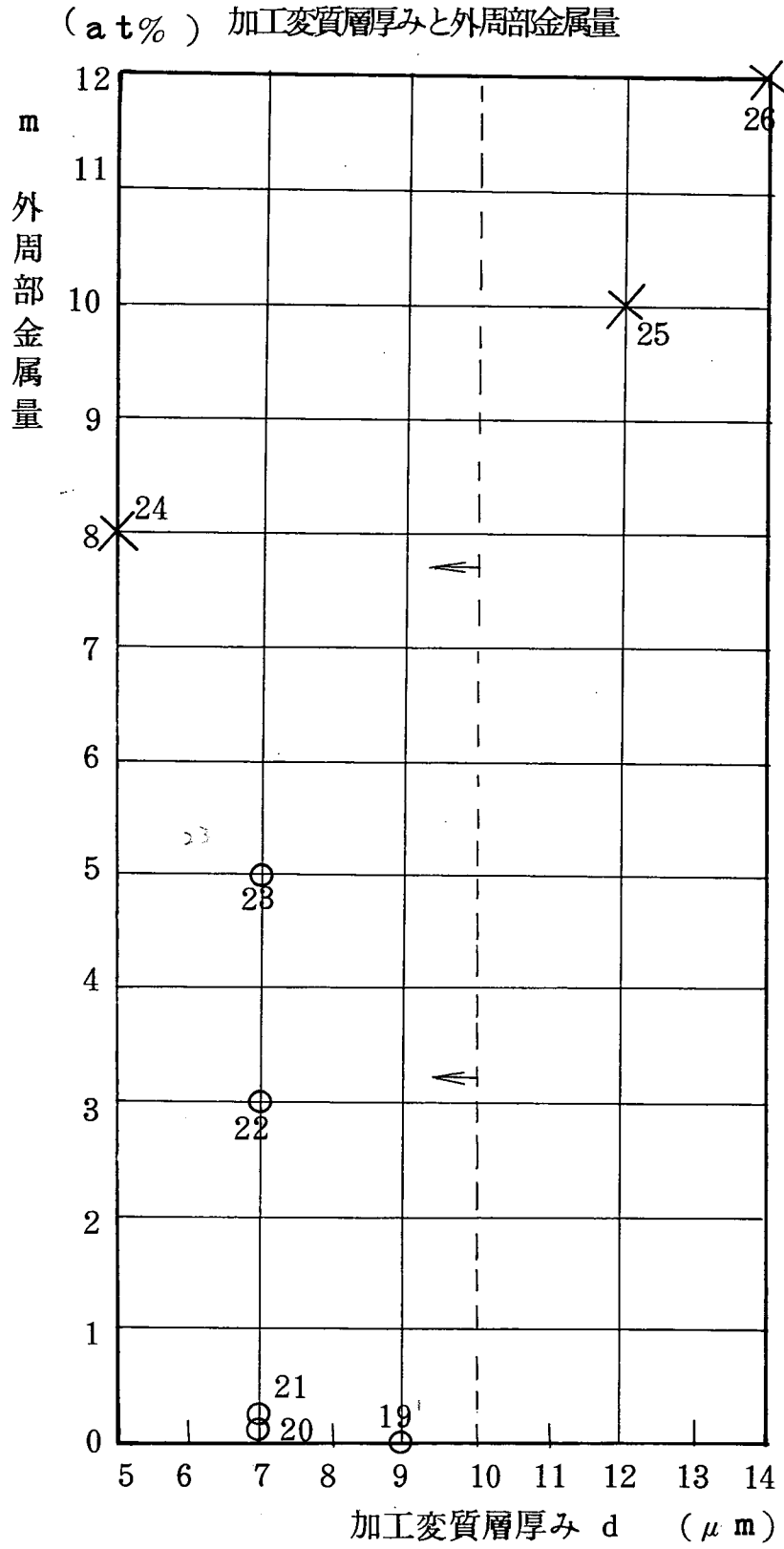


図 2 2

(%) 加工変質層厚みとチッピング発生率

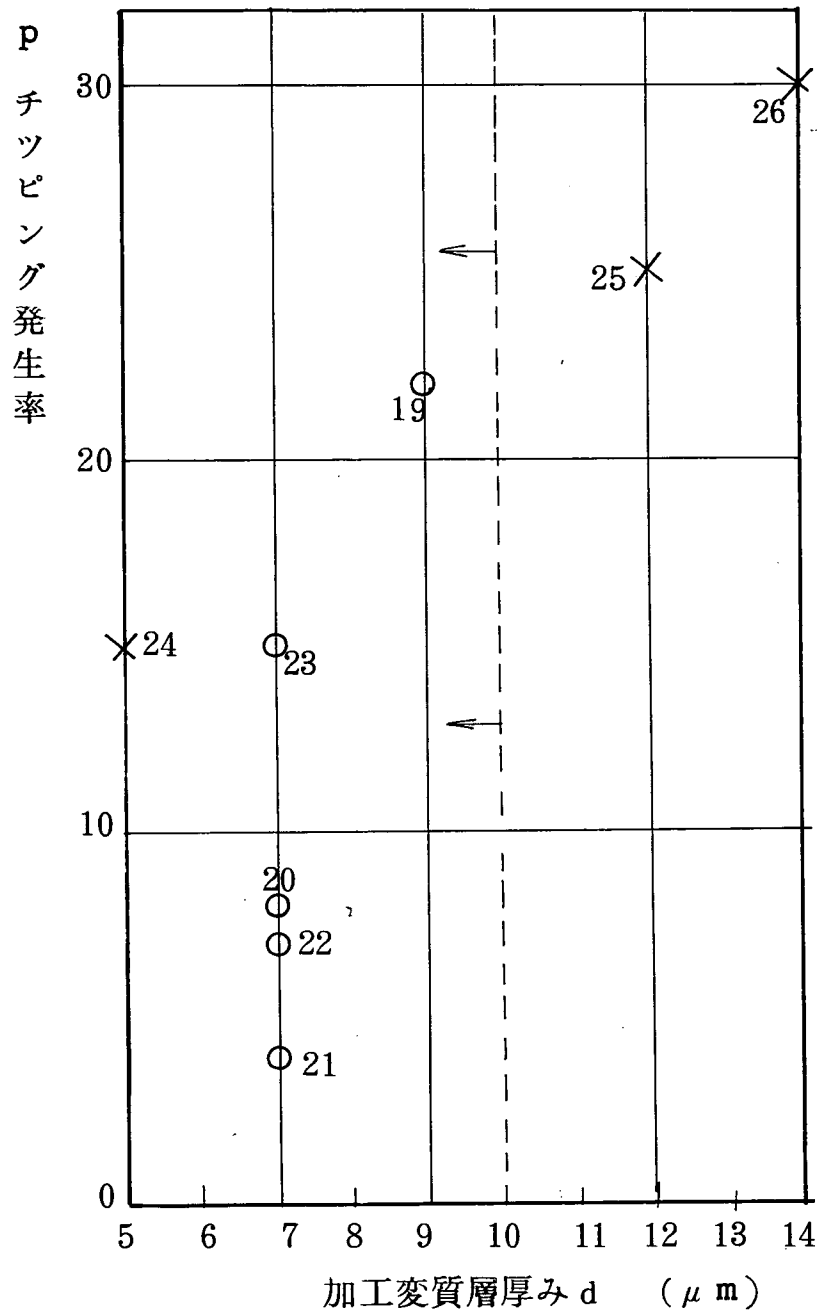


図 2 3

(%) 加工変質層厚みとデバイス歩留

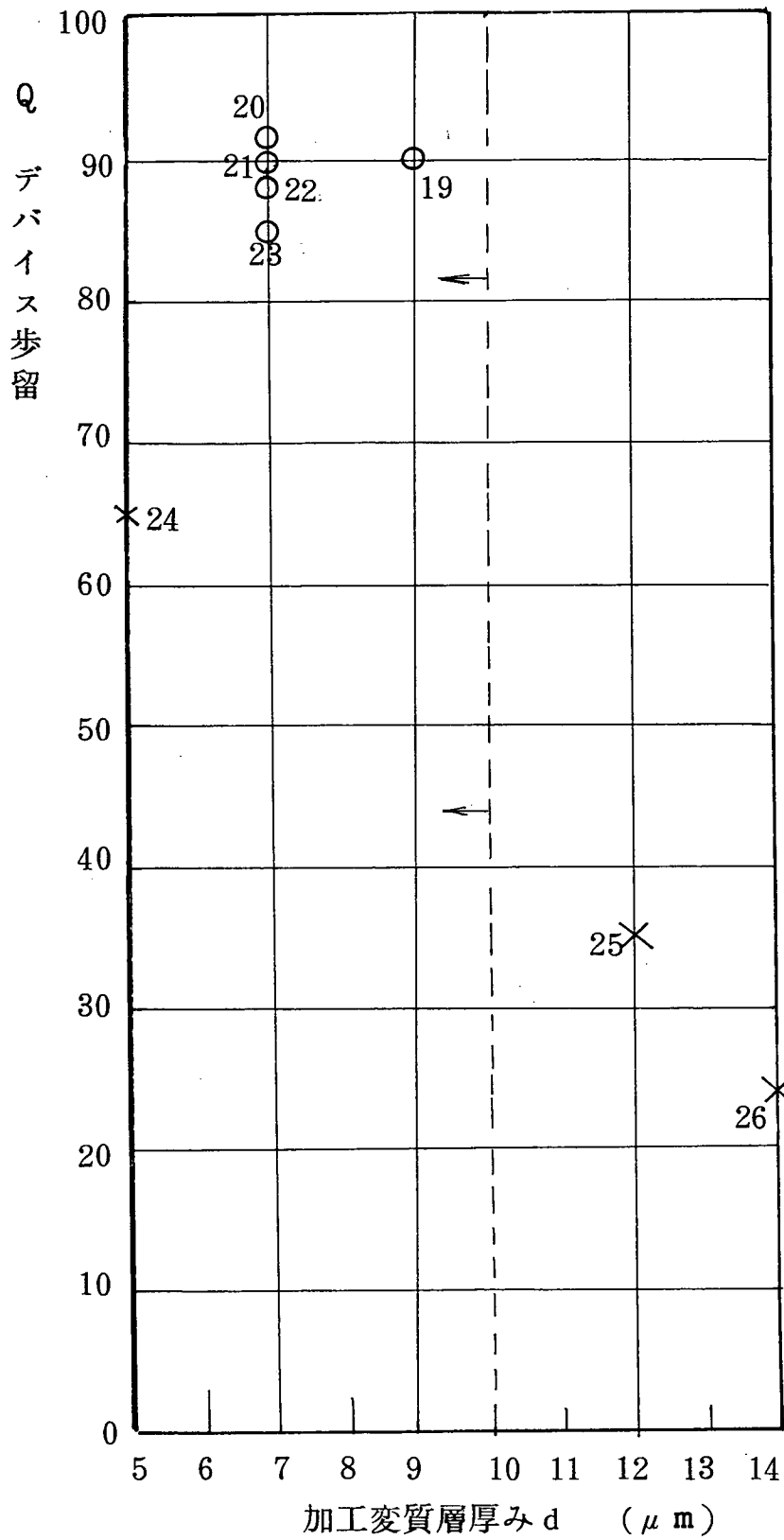


図 2 4

Ra (μm) 加工変質層厚みと外周部面粗度 Ra

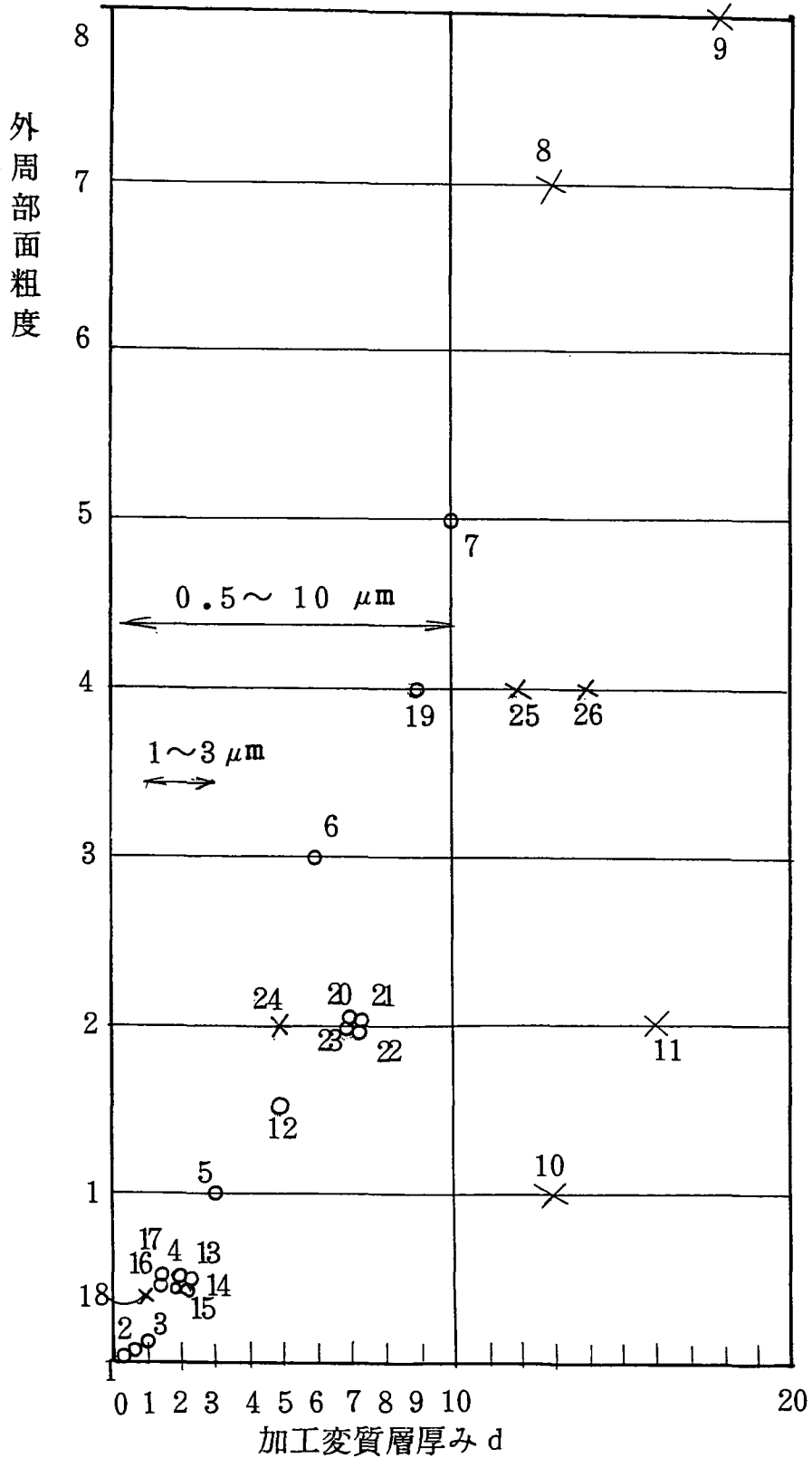


図 2 5

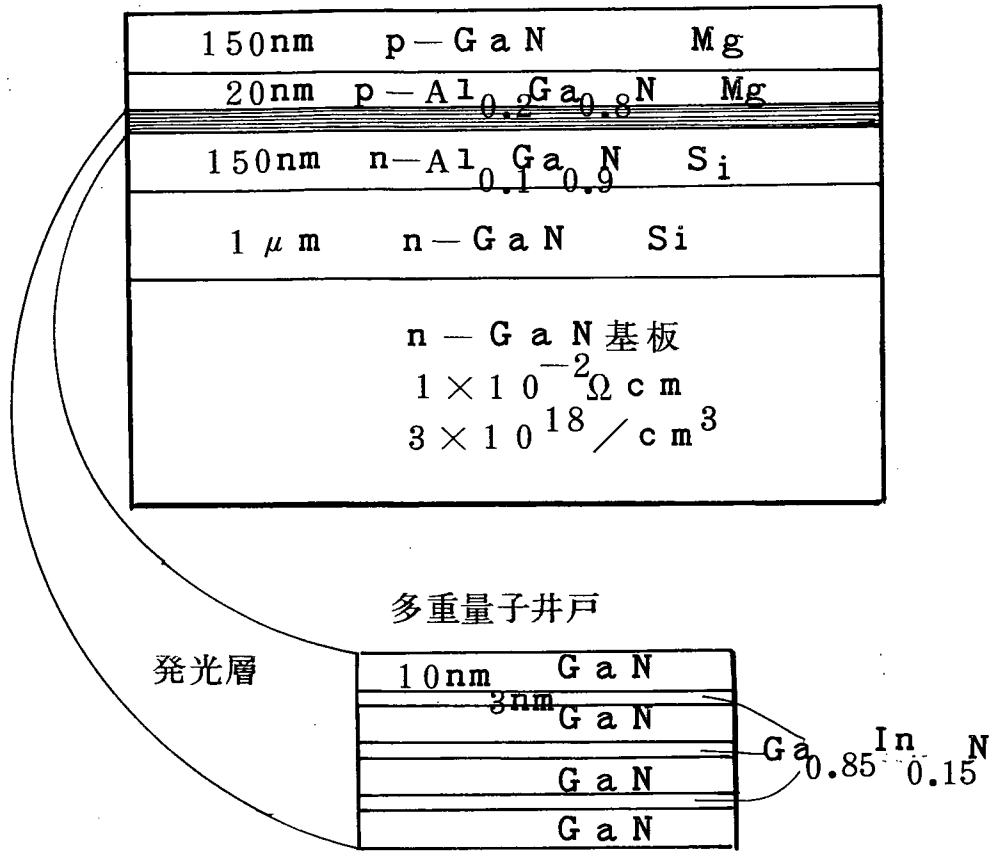


図 2 6

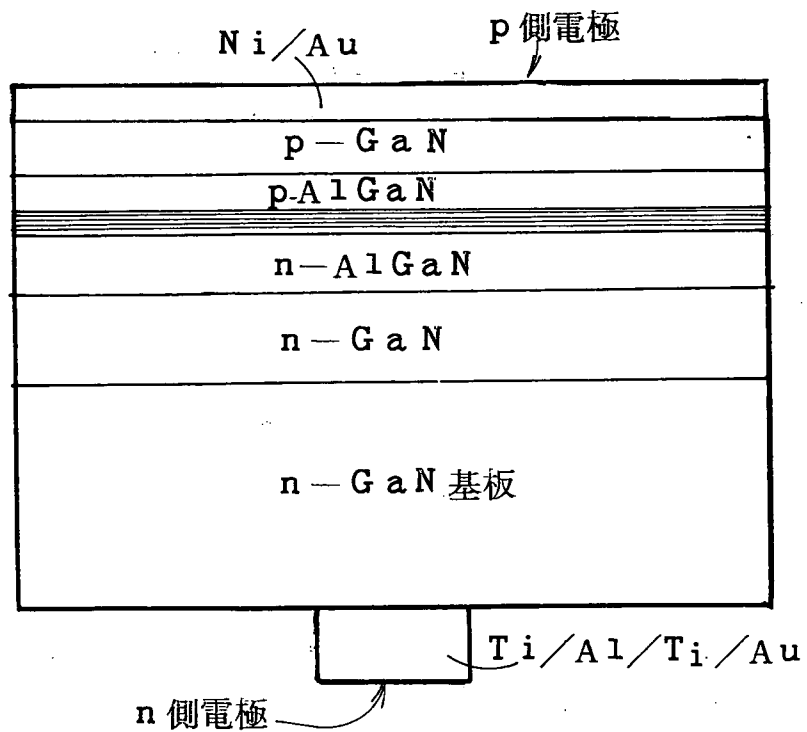


図 2 7

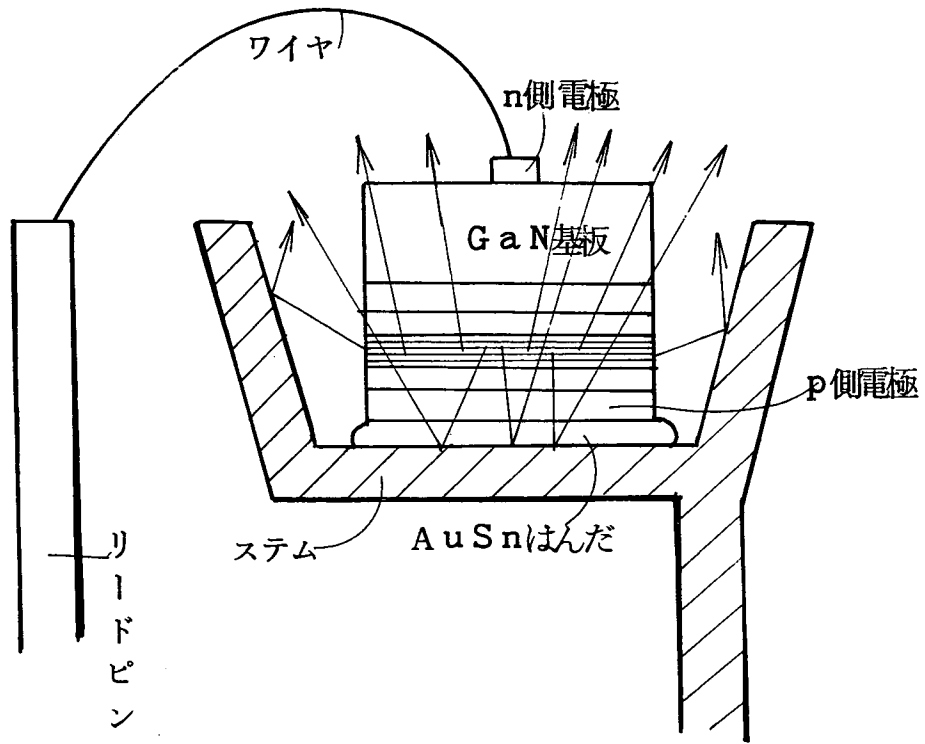


図 2 8

酸素量とチツピング発生率

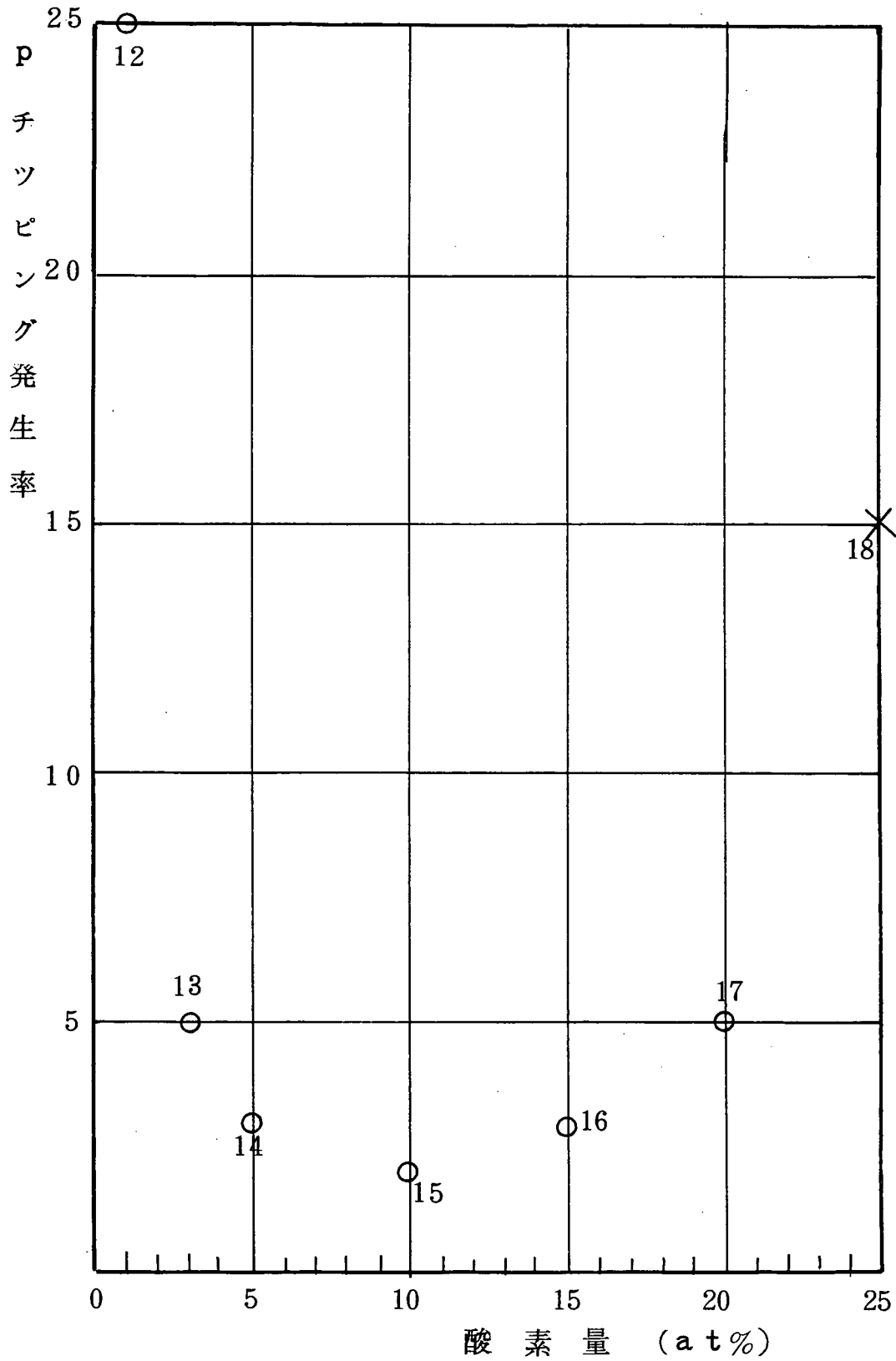


図 2 9

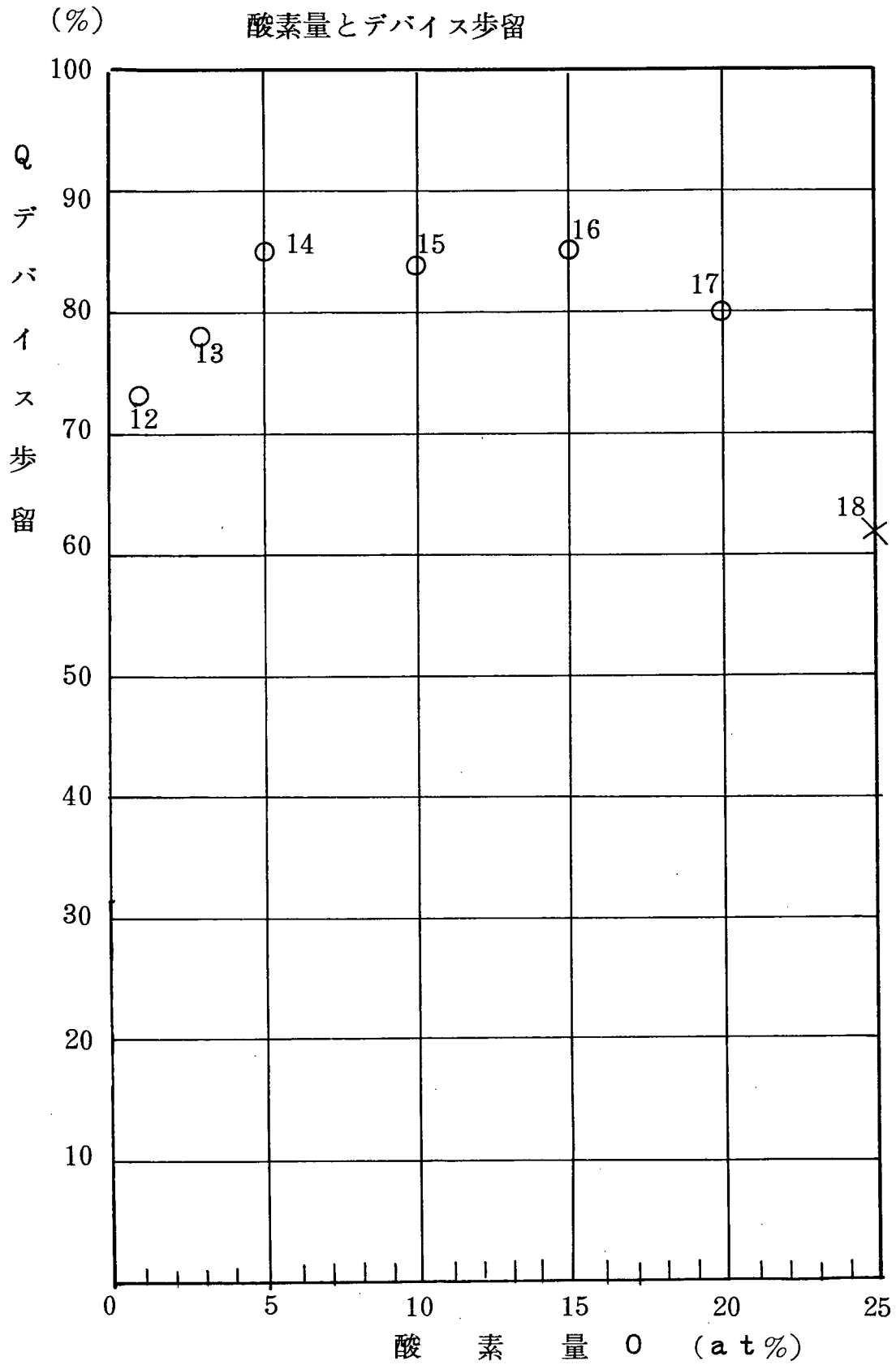


図 3 0

(%) 金層量とチツピング発生率

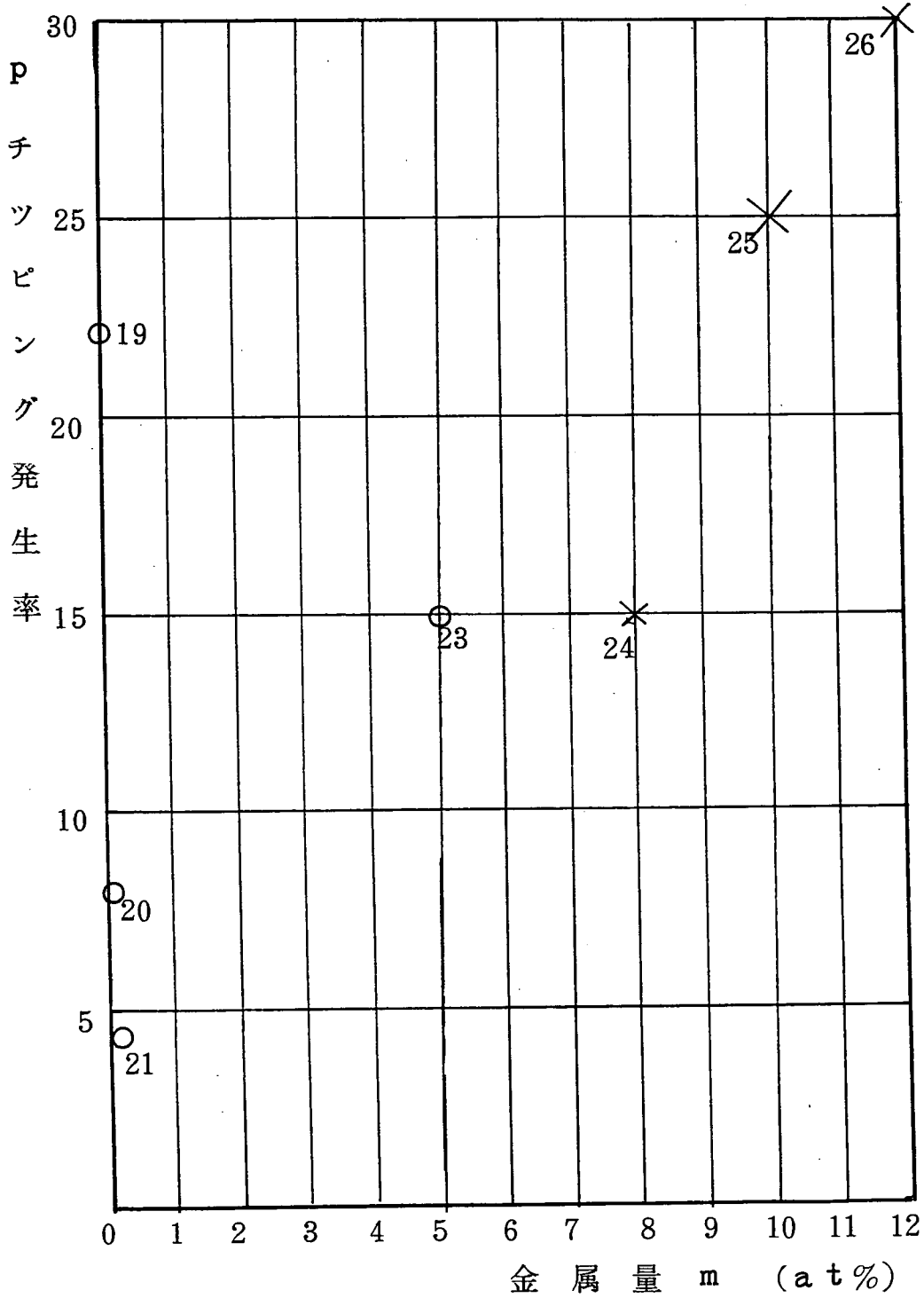
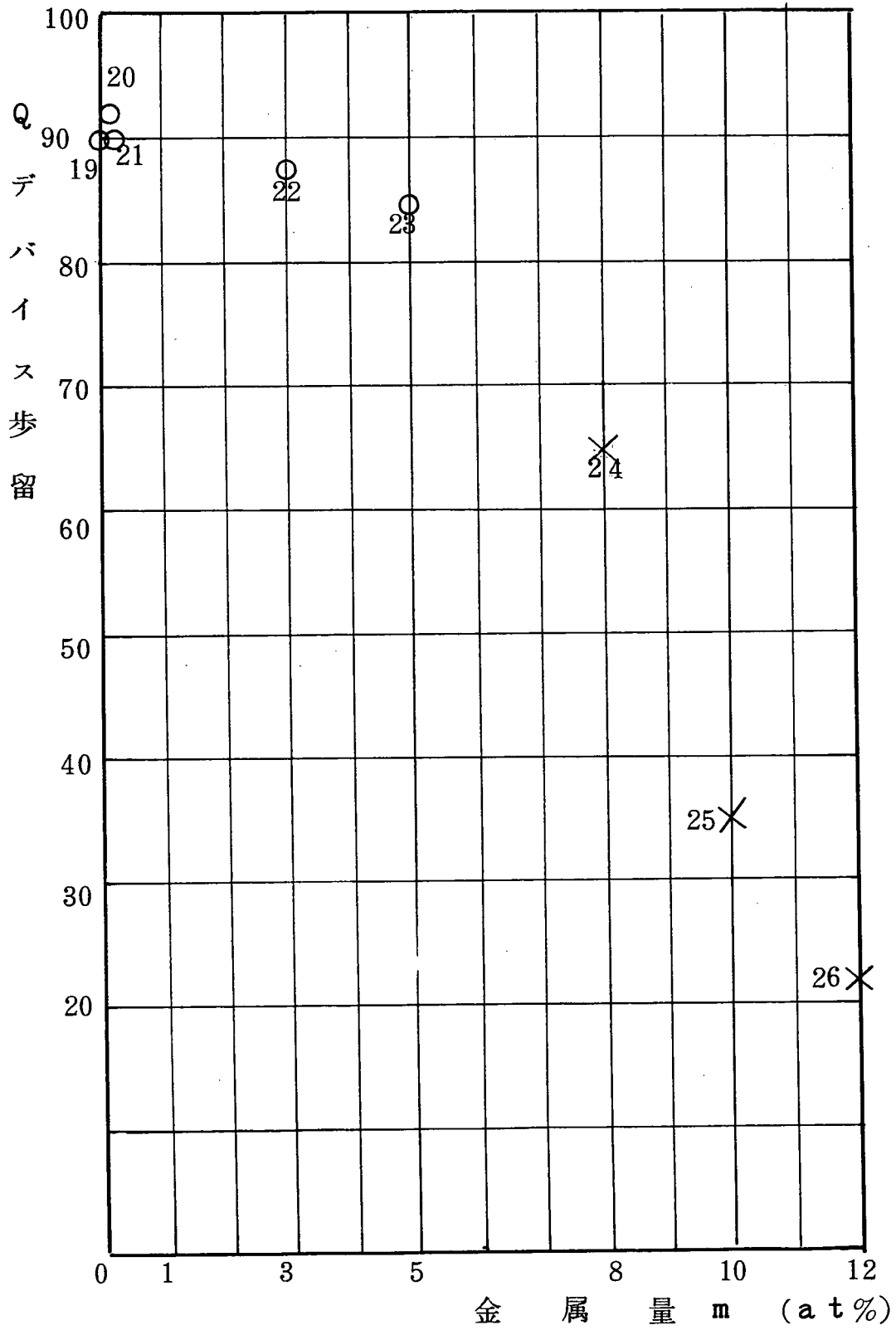


図 3 1

金属量とデバイス歩留



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2009/053112

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
H01L21/304 (2006.01) i, H01L21/306 (2006.01) i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
H01L21/304, H01L21/306

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2009
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2009	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2009

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 9-168947 A (Kabushiki Kaisha Takemasa), 30 June, 1997 (30.06.97), Full text; all drawings (Family: none)	6-9 1-5, 10-12
Y	JP 2005-136311 A (Matsushita Electric Industrial Co., Ltd.), 26 May, 2005 (26.05.05), Full text; all drawings (Family: none)	1-5

Further documents are listed in the continuation of Box C. See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)	"&" document member of the same patent family
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means	
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed	

Date of the actual completion of the international search 09 April, 2009 (09.04.09)	Date of mailing of the international search report 21 April, 2009 (21.04.09)
--	---

Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office	Authorized officer
Facsimile No.	Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2009/053112

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2005-136167 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 26 May, 2005 (26.05.05), Full text; all drawings & US 2005/0093101 A1 & US 2007/0167021 A1 & US 2007/0284696 A1 & EP 1528591 A2 & KR 10-2005-0041988 A & CN 1612290 A	1-5
Y	JP 2008-28259 A (Mitsubishi Chemical Corp.), 07 February, 2008 (07.02.08), Full text; all drawings (Family: none)	1-5
Y	JP 2007-42748 A (Hitachi Cable, Ltd.), 15 February, 2007 (15.02.07), Full text; all drawings (Family: none)	3-5,10-12
Y	JP 63-150158 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 22 June, 1988 (22.06.88), Full text; all drawings & US 5035087 A & EP 272531 A1 & DE 3771857 A & DE 3771857 C & CA 1307116 A & KR 10-1996-0015957 B	3-5,10-12
Y	JP 63-144966 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 17 June, 1988 (17.06.88), Full text; all drawings & US 5035087 A & EP 272531 A1 & DE 3771857 A & DE 3771857 C & CA 1307116 A & KR 10-1996-0015957 B	3-5,10-12
Y	JP 2001-138244 A (Mitsubishi Materials Corp.), 22 May, 2001 (22.05.01), Full text; all drawings & JP 2006-43884 A & US 6383238 B1 & EP 1126003 A1 & DE 60102951 D & DE 60102951 T & TW 473415 B & KR 10-2001-0050103 A & CN 1284531 A	3,4
Y	JP 2006-43884 A (Mitsubishi Materials Corp.), 16 February, 2006 (16.02.06), Full text; all drawings & JP 2001-138244 A & US 6383238 B1 & EP 1126003 A1 & DE 60102951 D & DE 60102951 T & TW 473415 B & KR 10-2001-0050103 A & CN 1284531 A	3,4

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2009/053112

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2004-158537 A (Shinko Electric Industries Co., Ltd.), 03 June, 2004 (03.06.04), Full text; all drawings & US 2004/0119166 A1 & US 2005/0212126 A1 & EP 1418617 A2 & EP 1801866 A2 & DE 60324376 D & KR 10-2004-0040352 A & CN 1499590 A	3,4
Y	JP 2007-517675 A (Diamond Innovations Inc.), 05 July, 2007 (05.07.07), Full text; all drawings & US 2007/0099548 A1 & EP 1706221 A & WO 2005/068099 A1 & DE 602004010849 D & CA 2548235 A & KR 10-2006-0121246 A & CN 1898039 A & AT 381391 T & ES 2298728 T	4
Y	JP 2000-265160 A (Sumitomo Osaka Cement Co., Ltd.), 26 September, 2000 (26.09.00), Full text; all drawings (Family: none)	4
Y	JP 2003-510418 A (3M Innovative Properties Co.), 18 March, 2003 (18.03.03), Full text; all drawings & US 6287353 B1 & EP 1228018 A & WO 2001/023323 A1 & DE 60009536 T & DE 60009536 D & AU 2977200 A & BR 14366 A & CA 2384780 A	4
Y	JP 2007-223004 A (Kure-Norton Co., Ltd.), 06 September, 2007 (06.09.07), Full text; all drawings & KR 10-2007-0046748 A	4
Y	WO 2007/018074 A1 (Kure-Norton Co., Ltd.), 15 February, 2007 (15.02.07), Full text; all drawings & JP 2008-272835 A	4
Y	JP 2007-254258 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 04 October, 2007 (04.10.07), Full text; all drawings & US 2006/0272572 A1 & EP 1731632 A2 & KR 10-2006-0127743 A & CN 1877877 A	11,12
Y	JP 2006-203058 A (Sumitomo Electric Industries, Ltd.), 03 August, 2006 (03.08.06), Full text; all drawings (Family: none)	11,12

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))
 Int.Cl. H01L21/304(2006.01)i, H01L21/306(2006.01)i

B. 調査を行った分野
 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))
 Int.Cl. H01L21/304, H01L21/306

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの
 日本国実用新案公報 1922-1996年
 日本国公開実用新案公報 1971-2009年
 日本国実用新案登録公報 1996-2009年
 日本国登録実用新案公報 1994-2009年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
X	JP 9-168947 A (株式会社岳将) 1997.06.30, 全文, 全図 (ファミリーなし)	6-9
Y		1-5, 10-12
Y	JP 2005-136311 A (松下電器産業株式会社) 2005.05.26, 全文, 全図 (ファミリーなし)	1-5
Y	JP 2005-136167 A (住友電気工業株式会社) 2005.05.26, 全文, 全図 & US 2005/0093101 A1 & US 2007/0167021 A1 & US 2007/0284696 A1 & EP 1528591 A2 & KR 10-2005-0041988 A & CN 1612290 A	1-5
Y	JP 2008-28259 A (三菱化学株式会社) 2008.02.07, 全文, 全図 (ファミリーなし)	1-5

C欄の続きにも文献が列挙されている。 パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー
 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的な技術水準を示すもの
 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
 「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願日の後に公表された文献
 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
 「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日 09.04.2009	国際調査報告の発送日 21.04.2009
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員) 岩瀬 昌治 電話番号 03-3581-1101 内線 3364

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	JP 2007-42748 A (日立電線株式会社) 2007. 02. 15, 全文, 全図 (ファミリーなし)	3-5, 10-12
Y	JP 63-150158 A (住友電気工業株式会社) 1988. 06. 22, 全文, 全図 & US 5035087 A & EP 272531 A1 & DE 3771857 A & DE 3771857 C & CA 1307116 A & KR 10-1996-0015957 B	3-5, 10-12
Y	JP 63-144966 A (住友電気工業株式会社) 1988. 06. 17, 全文, 全図 & US 5035087 A & EP 272531 A1 & DE 3771857 A & DE 3771857 C & CA 1307116 A & KR 10-1996-0015957 B	3-5, 10-12
Y	JP 2001-138244 A (三菱マテリアル株式会社) 2001. 05. 22, 全文, 全図 & JP 2006-43884 A & US 6383238 B1 & EP 1126003 A1 & DE 60102951 D & DE 60102951 T & TW 473415 B & KR 10-2001-0050103 A & CN 1284531 A	3, 4
Y	JP 2006-43884 A (三菱マテリアル株式会社) 2006. 02. 16, 全文, 全図 & JP 2001-138244 A & US 6383238 B1 & EP 1126003 A1 & DE 60102951 D & DE 60102951 T & TW 473415 B & KR 10-2001-0050103 A & CN 1284531 A	3, 4
Y	JP 2004-158537 A (新光電気工業株式会社) 2004. 06. 03, 全文, 全図 & US 2004/0119166 A1 & US 2005/0212126 A1 & EP 1418617 A2 & EP 1801866 A2 & DE 60324376 D & KR 10-2004-0040352 A & CN 1499590 A	3, 4
Y	JP 2007-517675 A (ダイヤモンド イノベーションズ、インク.) 2007. 07. 05, 全文, 全図 & US 2007/0099548 A1 & EP 1706221 A & WO 2005/068099 A1 & DE 602004010849 D & CA 2548235 A & KR 10-2006-0121246 A & CN 1898039 A & AT 381391 T & ES 2298728 T	4
Y	JP 2000-265160 A (住友大阪セメント株式会社) 2000. 09. 26, 全文, 全図 (ファミリーなし)	4
Y	JP 2003-510418 A (スリーエム イノベイティブ プロパティズ カンパニー) 2003. 03. 18, 全文, 全図 & US 6287353 B1 & EP 1228018 A & WO 2001/023323 A1 & DE 60009536 T & DE 60009536 D & AU 2977200 A & BR 14366 A & CA 2384780 A	4
Y	JP 2007-223004 A (クレノートン株式会社) 2007. 09. 06, 全文, 全図 & KR 10-2007-0046748 A	4
Y	WO 2007/018074 A1 (クレノートン株式会社) 2007. 02. 15, 全文, 全図 & JP 2008-272835 A	4
Y	JP 2007-254258 A (住友電気工業株式会社) 2007. 10. 04, 全文, 全図 & US 2006/0272572 A1 & EP 1731632 A2 & KR 10-2006-0127743 A & CN 1877877 A	11, 12
Y	JP 2006-203058 A (住友電気工業株式会社) 2006. 08. 03, 全文, 全図 (ファミリーなし)	11, 12