

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2012-178617

(P2012-178617A)

(43) 公開日 平成24年9月13日(2012.9.13)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
H01L 21/304 (2006.01)	H01L 21/304 622W	3C049
B24D 3/00 (2006.01)	B24D 3/00 350	3C063
B24D 3/32 (2006.01)	B24D 3/00 320B	5F057
B24D 3/10 (2006.01)	B24D 3/32	
B24B 1/00 (2006.01)	B24D 3/10	

審査請求 有 請求項の数 14 O L (全 23 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2012-139635 (P2012-139635)
 (22) 出願日 平成24年6月21日 (2012.6.21)
 (62) 分割の表示 特願2009-544217 (P2009-544217) の分割
 原出願日 平成19年12月21日 (2007.12.21)
 (31) 優先権主張番号 60/882, 351
 (32) 優先日 平成18年12月28日 (2006.12.28)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(71) 出願人 593150863
 サンーゴバン セラミックス アンド プラスティクス, インコーポレイティド
 アメリカ合衆国, マサチューセッツ, ワーセスター, ニュー ボンド ストリート 1
 (74) 代理人 100099759
 弁理士 青木 篤
 (74) 代理人 100077517
 弁理士 石田 敬
 (74) 代理人 100087413
 弁理士 古賀 哲次
 (74) 代理人 100093665
 弁理士 蛭谷 厚志

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 サファイア基板の研削方法

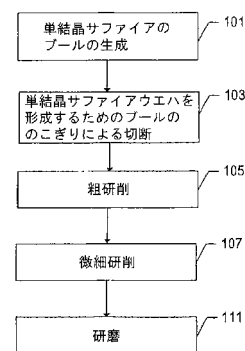
(57) 【要約】

【課題】 大きなサイズの高品質基板の製造に好適なサファイア基板の研削方法を提供する。

【解決手段】 サファイア基板を機械加工する方法は、第1の固定砥粒を使用してサファイア基板の第1の面を研削する工程および第2の固定砥粒を使用して前記サファイア基板の前記第1の面を研削する工程を含み、前記第2の固定砥粒が、前記第1の固定砥粒に比べて小さな平均粒径を有し、前記第2の固定砥粒が自生作用する。

【選択図】 図1

図1



【特許請求の範囲】

【請求項 1】

第 1 の固定砥粒を使用してサファイア基板の第 1 の面を研削する工程、および第 2 の固定砥粒を使用して前記サファイア基板の前記第 1 の面を研削する工程を含み、前記第 2 の固定砥粒が、前記第 1 の固定砥粒よりも小さい平均粒径を有し、前記第 2 の固定砥粒が自生作用する、サファイア基板を機械加工する方法。

【請求項 2】

前記第 1 の固定砥粒が自生作用する請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

前記第 1 の固定砥粒を使用した前記サファイア基板の前記第 1 の面の研削が、ピーク垂直力を前記第 1 の面に加えることを含み、前記ピーク垂直力が約 50 N/mm 幅以下である請求項 2 に記載の方法。

【請求項 4】

前記ピーク垂直力が、研削している時間の間、実質的に一定である請求項 3 に記載の方法。

【請求項 5】

前記第 1 の固定砥粒が、ボンド材料マトリックス中に粗砥粒粒子を含む請求項 2 に記載の方法。

【請求項 6】

前記第 1 の固定砥粒が、約 30 vol% 以下の粗砥粒粒子を含む請求項 5 に記載の方法。

【請求項 7】

前記粗砥粒粒子が、約 300 ミクロン以下の平均粒径を有する請求項 5 に記載の方法。

【請求項 8】

前記粗砥粒粒子が、ダイヤモンド、立方晶窒化ホウ素およびそれらの組み合わせからなる群から選択される材料を含む請求項 5 に記載の方法。

【請求項 9】

前記第 1 の固定砥粒が、約 70 vol% 以下のボンド材料マトリックスを含む請求項 5 に記載の方法。

【請求項 10】

前記ボンド材料マトリックスが合金を含む請求項 9 に記載の方法。

【請求項 11】

前記第 1 の固定砥粒が、約 20 vol% 以上の気孔率を有する請求項 5 に記載の方法。

【請求項 12】

前記第 1 の固定砥粒を使用して前記サファイア基板の前記第 1 の面を研削する工程が約 30 ミクロン以上の材料を取り除くことを含む請求項 1 に記載の方法。

【請求項 13】

前記第 1 の固定砥粒を使用して前記サファイア基板の前記第 1 の面を研削する工程が、約 40 ミクロン以上の材料を取り除くことを含む請求項 12 に記載の方法。

【請求項 14】

前記サファイア基板を研削する工程が、前記第 1 の面に対向する、前記サファイア基板の第 2 の面を研削する工程をさらに含む請求項 1 に記載の方法。

【請求項 15】

前記サファイア基板の前記第 2 の面を研削する工程が、約 30 ミクロン以上の材料を取り除くことを含む請求項 14 に記載の方法。

【請求項 16】

前記第 1 の固定砥粒を使用して研削する工程が、約 2000 rpm 以上の速度で研削することを含む請求項 1 に記載の方法。

【請求項 17】

前記第 2 の固定砥粒が、ボンド材料マトリックス中に微細砥粒粒子を含む請求項 1 に記

載の方法。

【請求項 18】

前記第2の固定砥粒が、25vol%以下の前記微細砥粒粒子を含む請求項17に記載の方法。

【請求項 19】

前記第2の固定砥粒が、0.5vol%以下から10vol%までの前記微細砥粒粒子を含む請求項18に記載の方法。

【請求項 20】

前記微細砥粒粒子が、ダイヤモンド、立方晶窒化ホウ素およびそれらの組み合わせからなる材料の群から選択される請求項17に記載の方法。

10

【請求項 21】

前記微細砥粒粒子が、約100ミクロン以下の平均粒径を有する請求項17に記載の方法。

【請求項 22】

前記微細砥粒粒子が、約50ミクロン以下の平均粒径を有する請求項21に記載の方法。

【請求項 23】

前記第2の固定砥粒が、約70vol%以下のボンド材料マトリックスを含む請求項17に記載の方法。

【請求項 24】

前記ボンド材料マトリックスが合金を含む請求項23に記載の方法。

20

【請求項 25】

前記第2の固定砥粒が、約30~70vol%の範囲内の気孔率を有する請求項17に記載の方法。

【請求項 26】

前記第2の固定砥粒を使用した前記サファイア基板の前記第1の面の研削が、前記第1の面に対してピーク垂直力を加えることを含み、

前記ピーク垂直力が約50N/mm以下である請求項1に記載の方法。

【請求項 27】

前記ピーク垂直力が、研削している時間の間、実質的に一定である請求項26に記載の方法。

30

【請求項 28】

前記第2の固定砥粒を使用して研削する工程が、約2000rpm以上の速度で研削することを含む請求項1に記載の方法。

【請求項 29】

前記第2の固定砥粒を使用して研削する工程が、約5.0ミクロン以上の材料を前記サファイア基板の前記第1の面から取り除くことを含む請求項1に記載の方法。

【請求項 30】

前記第2の固定砥粒を使用して研削する工程が、前記サファイア基板の前記第1の面から約10ミクロン以上の材料を取り除くことを含む請求項29に記載の方法。

40

【請求項 31】

サファイアブールをワイヤソーで切断して前記サファイア基板を形成する工程をさらに含む請求項1に記載の方法。

【請求項 32】

サファイアリボンからサファイア円盤を形作り、前記サファイア基板を形成する工程をさらに含む請求項1に記載の方法。

【請求項 33】

前記第2の固定砥粒を使用して研削する工程の後に、前記サファイア基板の前記第1の面を研磨する工程をさらに含む請求項1に記載の方法。

【請求項 34】

50

前記基板の前記第 1 の面を研磨する工程が、研磨材スラリーを使用して前記面を研磨することを含む請求項 33 に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、サファイア基板および該基板の仕上げ削り方法を一般に指向している。

【背景技術】

【0002】

第 3 族元素および第 5 族元素の単結晶窒化物材料に基づいた半導体の特性を持つ成分は、発光ダイオード (LED)、レーザーダイオード (LD)、ディスプレイ、トランジスタおよびディテクターなどの装置には理想的である。特に、第 3 族および第 5 族の窒化物化合物を使用した半導体素子は、紫外線および青色/緑色の波長領域の発光装置に役に立つ。たとえば、AlGaN、InGaN およびそれらの化合物などのガリウム窒化物 (GaN) および関連材料は、需要が高い窒化物半導体材料のもっともよく知られた例である。

10

【0003】

しかし、半導体の特性を持つ窒化物材料などのブル (boule) および基板の製造が多く理由で困難であることが証明されてきている。したがって、異種基板材料上における半導体の特性を持つ窒化物材料のエピタキシャル成長は、現実味のある、これに代わるものと考えられている。SiC (炭化ケイ素)、Al₂O₃ (サファイアまたはコランダム) および MgAl₂O₄ (スピネル) を含む基板は、よく知られた異種基板材料である。

20

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【特許文献 1】特表 2005 - 525242 号公報

【特許文献 2】特開昭 56 - 152562 号公報

【特許文献 3】米国特許出願公開第 2002 / 0052169 号明細書

【特許文献 4】特開 2003 - 236735 号公報

【特許文献 5】特開 2003 - 165042 号公報

【発明の概要】

30

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

そのような異種基板は、半導体の特性を持つ窒化物材料、特に GaN と異なる結晶構造を有し、したがって格子の不整合を有する。そのような不整合ならびに被覆している半導体材料層の応力および欠陥性などの付随の問題にもかかわらず、産業界は広い表面積である高品質基板、特にサファイア基板を要求している。しかし、大きなサイズの高品質基板の製造には、課題が残っている。

【課題を解決するための手段】

【0006】

一態様は、a 面方位、r 面方位、m 面方位および c 面方位からなる群から選択された結晶学上の方位を有し、そして約 0.037 μm/cm² 以下の nTTV を有する概して平らな表面を含むサファイア基板に関する。ここで、nTTV は、概して平らな表面の表面積で規格化された全厚み変化量であり、基板は、約 9.0 cm 以上の直径を有する。

40

【0007】

別の態様は、a 面方位、r 面方位、m 面方位および c 面方位からなる群から選択された結晶学上の方位を有し、そして約 3.00 μm 以下の TTV を有する概して平らな表面を含むサファイア基板に関する。ここで、TTV は、概して平らな表面の全厚み変化量である。基板は、約 6.5 cm 以上の直径および約 525 μm 以下の厚みを有する。

【0008】

別の態様は、第 1 の固定砥粒を使用してサファイア基板の第 1 の面を研削し、第 2 の固

50

定砥粒を使用してサファイア基板の第1の面を研削することを含むサファイア基板の機械加工方法に関する。第2の固定砥粒は、第1の固定砥粒よりも小さい平均粒径を有し、第2の固定砥粒は自生作用する (self-dressing)。

【0009】

別の態様は、複数のサファイア基板を含むサファイア基板ロットの供給方法に関し、その方法は、第1の面がc面方位を有するように、砥粒を使用してそれぞれのサファイア基板の第1の面を研削することを含む。ここで、サファイア基板ロットが、少なくとも20枚のサファイア基板を含む。それぞれのサファイア基板は、(i)c面方位、(ii)m面の結晶学上の方位差(θ_m)および(iii)a面の結晶学上の方位差(θ_a)を有する第1の面を有し、(a)方位差 θ_m の標準偏差 σ_m が約0.0130以下である、および(b)方位差 θ_a の標準偏差 σ_a が約0.0325以下である、の少なくとも一方である。

10

【0010】

別の態様は、少なくとも20枚のサファイア基板を含むサファイア基板ロットに関する。それぞれのサファイア基板は(i)c面方位、(ii)m面の結晶学上の方位差(θ_m)および(iii)a面の結晶学上の方位差(θ_a)を有する第1の面を有し、(a)方位差 θ_m の標準偏差 σ_m が約0.0130以下である、および(b)方位差 θ_a の標準偏差 σ_a が約0.0325以下である、の少なくとも一方である。

【発明の効果】

【0011】

一態様によれば、第1の固定砥粒を使用してサファイア基板の第1の面を研削する工程および、第2の固定砥粒を使用してサファイア基板の第1の面を研削する工程を含む方法が提供される。第2の固定砥粒が、第1の固定砥粒よりも小さい平均粒径を有するように、第2の固定砥粒が第1の固定砥粒より細かく、第2の固定砥粒が自生作用砥粒面である方法がさらに提供される。

20

【図面の簡単な説明】

【0012】

添付図面を参照することにより、本開示をよりよく理解することができ、またその数々の特徴および利点を当業者に明らかにすることができる。

【図1】図1は、一態様による基板の形成方法を説明するフローチャートである。

【図2】図2は、一態様による研削装置の説明図である。

30

【図3A】図3Aは、従来の研削工具と比較して、一態様による研削工具の使用を比較するプロットである。

【図3B】図3Bは、従来の研削工具を使用した場合のプロットである。

【図4】図4は、一態様による研磨装置の説明図である。

【図5】図5は、c面方位サファイア基板における方位差の説明図である。異なる図面における同じ参照符号の使用は、同様のまたは同一の部材を示す。

【発明を実施するための形態】

【0013】

説明として、遊離砥粒および固定砥粒に砥粒を一般に分類することができる。遊離砥粒は、一般に、粉末状のまたは懸濁液を形成する液体媒体中の粒子状の、砥粒粒子または砥粒砂からなる。固定砥粒が、砥粒砂同士に関して砥粒砂の位置を固定する材料のマトリックス中の砥粒砂を利用する点で、固定砥粒は遊離砥粒と一般に異なる。固定砥粒には、一般に、ボンド砥粒およびコート砥粒がある。コート砥粒の例には、紙やすりがある。つまり、コート砥粒は、概して平らなシート(またはベルトやフラップ(flap)などを形成するために平らなシートを幾何学的操作したもの)である。それらは、可撓性を有する基板に依存しており、その上には、砥粒砂ならびに様々な大きさおよび構造の膜が堆積される。それに比べて、ボンド砥粒は、一般にそのような基板に依存せず、砥粒砂は、マトリックス結合材料を使用して相互に関連した位置に固定され、砥粒砂はその中に分散される。そのようなボンド砥粒構成要素は、一般に形作られ、または成形され、そして、ボンドマトリックスが軟化し、流れ出しそして砥粒砂を濡らすボンドマトリックス硬化温度(

40

50

一般に750以上)で加熱処理され、そして冷却される。環状、円錐形、円柱、円錐台状、様々な多角形などの様々な3次元形状を利用することができ、そして、研削ホイール、研削ブロック、研削ビット(bit)などとして形作ることができる。本明細書に記載されている特定の態様は、ボンド砥粒の形態の固定砥粒構成要素を利用する。

【0014】

図1を参照して、一態様による基板の形成方法をフローチャートで説明する。その処理は、工程101で、単結晶サファイアのプールの生成で始まる。わかるように、半導体の特性を持つ装置、特にLED/LD用途のための基板として使用するのに好適な任意の大きさまたは形状を有するブランク(blank)またはプールにサファイアを形成することができる。そのようなものとして、一般的な形状は、実質的な円柱状の輪郭を有するプールである。プールの所望の大きさおよび形状ならびに結晶の方位に基づいて、チョクラルスキー法、EFG(Edge-Defined Film Fed Growth)法もしくはキュプロス法または他の技法などの技法を使用して単結晶サファイアの生成を成し遂げることができる。

10

【0015】

工程101で単結晶サファイアを生成した後、工程103で、サファイアを切断してウエハを形成するために、プールまたはブランクののこぎりによる切断に取りかかることができる。特定の態様によれば、のこぎりによるサファイアの切断には、実質的な円筒形状を有するサファイアプールのワイヤーソーによる切断がある。サファイアプールのワイヤーソーによる切断によって、未仕上げサファイアウエハが複数できる。一般に、ワイヤーソーによる切断処理時間は、約2.0時間などの約数時間から約30時間まで変わる可能性がある。未仕上げサファイアウエハの望ましい厚みは、約10mm未満となることができ、たとえば、約8.0mm未満もしくは約5.0mm未満である。一態様によれば、工程103のワイヤーソーによる切断の後のサファイアウエハの厚みは、約3.0mm未満の厚みであり、たとえば、約1.0mm未満の厚みである。

20

【0016】

一態様によれば、固定砥粒ワイヤー要素、または砥粒粒子でめっきもしくは被覆されたワイヤーアレイなどの要素を使用してワイヤーソーによる切断を行う。一実施では、立方晶窒化ホウ素物(CBN)またはダイヤモンドなどの超砥粒を複数のワイヤー上に被覆し、そしてサファイアプールを速い速度(たとえば、5000rpmまで)で回転させる。そして、ワイヤーグリッド(grid)をサファイアプールで押すと、それによって、1つの工程で、プール全体が薄く切断される。この科学技術の一例は、FAST(固定砥粒スライシングテクノロジー(slicing technology))などの非糸巻き型のワイヤーソープールであり、マサチューセッツ州のセレームのCrystal Systems Inc.によって提供される。別の例は、スプール-スプールワイヤーソーシステムである。

30

【0017】

EFG法によって生産された、一般にリボン状またはシート状の単結晶原材料の場合、ワイヤーソーによる切断処理を必要なしとしてもよく、内部を取り除いた(形をした)ウエハを直接、研削工程へ進めることができる。

40

【0018】

説明のため、用語「ウエハ」および「基板」は、本明細書では同じ意味で使用され、作られまたは処理されている切断されたサファイア材料を表す。サファイア材料は、光電装置の形成などのための半導体層をその上にエピタキシャル成長させるための基板として使用される。仕上げの済んでいないサファイア片をウエハとし、仕上げの済んだサファイア片を基板として普通に表すことが多いが、本明細書で使用されているように、これらの用語は必ずしもこの違いを含むものではない。

【0019】

図1で説明されている態様によれば、工程103ののこぎりによる切断を経て複数のサファイアウエハを形成した後、未仕上げサファイアウエハの表面を処理することができる

50

。一般的に、未仕上げサファイアウエハの対向する主要な面の一方または両方を、表面の仕上げを良くするために研削することができる。一態様によれば、未仕上げサファイアウエハを工程105で粗研削処理を行う。粗研削工程に、未仕上げサファイア基板の主要な面の両方を研削することを含ませることができる。一般に、粗研削処理では、ワイヤソーによる切断処理によって生じた主要な面のでこぼこを取り除くのに十分な量の材料を、適当に速い材料除去速度で取り除く。たとえば、粗研削処理では、未仕上げサファイア基板の主要な面から材料を約30ミクロン以上、たとえば、約40ミクロン以上取り除くことができ、または未仕上げサファイアウエハの主要な面から材料を約50ミクロン以上取り除くことができる。

【0020】

一般に、粗研削処理では、ボンド材料マトリックス中に粗砥粒粒子を含有する固定粗砥粒を利用することができる。粗砥粒粒子には、アルミナ、シリカ、炭化ケイ素、アルミナ-ジルコニアなどを含む結晶材料またはセラミック材料などの従来の砥粒粒子が含まれ得る。さらに、またはあるいは、粗砥粒粒子には、ダイヤモンドおよび立方晶窒化ホウ素またはそれらの混合物を含む超砥粒粒子が含まれ得る。特定の態様では、超砥粒粒子を利用する。超砥粒粒子を利用するそれらの態様では、上記のそれらなどの非超砥粒セラミック材料をフィラー材料として利用することができる。

【0021】

粗砥粒への追加の言及では、粗砥粒粒子は、約300ミクロン以下の、たとえば、約200ミクロン以下の、またはさらに約100ミクロン以下の平均粒径を有することができる。特定の態様によれば、粗砥粒粒子の平均粒径は、約2.0ミクロンと約300ミクロンとの間の範囲内、たとえば、約10ミクロンと200ミクロンとの間の範囲内、そして、さらに特に約10ミクロンと100ミクロンとの間の範囲内である。典型的な粗粒子は、約25ミクロンから75ミクロンまでの範囲内の平均粒径を有する。

【0022】

上述したように、粗砥粒は、ボンド材料マトリックスを含む。一般に、ボンド材料マトリックスには、金属または合金が含まれ得る。好適な金属には、鉄、アルミニウム、チタニウム、銅合金、ニッケル、銀、ジルコニウム、それらの合金などがある。一態様では、粗砥粒は、約90vol%以下のボンド材料、たとえば、約85vol%以下のボンド材料を含有する。一般的には、粗砥粒は、約30vol%以上のボンド材料、またはさらに約40vol%以上のボンド材料を含有する。特定の態様では、粗砥粒は、約40vol%と90vol%との間の範囲内の量のボンド材料を含有する。特定の砥粒ホイールの例には、米国特許第6102789号明細書、同第6093092号明細書および同第6019668号明細書に記載されているものがあり、参照によって本明細書に組み込まれる。

【0023】

一般に、粗研削処理には、未仕上げサファイアウエハをホルダー上に供給することと、粗砥粒表面に対して相対的にサファイアウエハを回転させることが含まれる。図2を簡単に参照して、部分切欠概略形態で示されている典型的な研削装置200の図を説明する。研削装置200には、ウエハ203が少なくとも部分的にホルダー201に隠れるようにホルダー201上に供給された未仕上げウエハ203がある。ホルダー201を回転させることができ、したがって、ホルダー201は未仕上げウエハ203を回転させる。未仕上げウエハ203に対して相対的に、砥粒リム207を有する研削ホイール205（切欠形態で示されている）を回転させることができ、したがって、研削ホイール205が未仕上げウエハの表面を研削する。ウエハ203および研削ホイール205を略同じ方向（たとえば、両方とも時計回りまたは反時計回り）に回転させることができるが、回転軸のずれによって研削がもたらされる。図に示すように、研削ホイール205の回転に加えて、研削ホイール203に対して下方力209を働かせることができる。

【0024】

図に示すように、粗砥粒は、内側のホイールの外周の周りに実質的に環状の砥粒リム2

10

20

30

40

50

07を有する砥粒ホイールとなることができる。一態様によれば、微細研削処理は、1分当たり約2000回転(rpm)よりも大きな速度で、たとえば、約3000rpmよりも大きな速度で、たとえば、3000~6000rpmの範囲内の速度で砥粒ホイールを回転させることを含む。冷却水および有機冷却液を含む冷却液を一般的に使用する。

【0025】

特定の態様では、自生作用粗砥粒面を使用する。従来の固定砥粒の多くと違って、自生作用砥粒は、使用中に目直しまたは追加の調整を一般に必要とせず、精密な一定の研削に特に好適である。自生作用に関連して、ボンド材料マトリックスは、特定の組成、多孔性、および粒子に関する濃度を有することができ、砥粒粒子が摩滅した平面に進展したとき、ボンド材料マトリックスの所望の破壊を達成する。ここで、マトリックスの負荷応力の増加が原因で、摩滅した平面が進展するにしたがってボンド材料マトリックスは破壊する。破壊によって磨耗した粒子がなくなり、それとともに新たな粒子および新たな切削縁が現れることが望ましい。特に、自生作用粗砥粒のボンド材料マトリックスは、約6.0MPa \cdot m^{1/2}未満、たとえば、約5.0MPa \cdot m^{1/2}未満、または、特に約1.0MPa \cdot m^{1/2}と3.0MPa \cdot m^{1/2}との間の範囲内の破壊靱性を有することができる。

10

【0026】

一般に、自生作用粗砥粒は、ボンド材料を、気孔、一般に互いに連結した孔に部分的に置き換える。したがって、実際のボンド材料の含有量は、上記の値よりも減少する。1つの特定の態様では、粗砥粒は、約20vol%以上の、たとえば、約30vol%以上の、約30vol%と約80vol%との間のたとえば、約30vol%~約80vol%の、および約30vol%~約70vol%の範囲を一般的にもなつて気孔率を有する。一態様によれば、粗砥粒は、約50vol%~約70vol%気孔率を有する。孔は開放していても閉じていてもよく、より高いパーセンテージの気孔率を有する粗砥粒では、一般に孔は開放して連結している気孔であることが理解されるであろう。気孔の大きさは、一般に、約25ミクロン~約500ミクロンの間の、たとえば約150ミクロン~約500ミクロンの間の大きさの範囲内になり得る。前述の気孔関連の値および本明細書に記載のものは、予備機械加工するまたは予備研削する様々な要素に関連して決まる。

20

【0027】

一態様によれば、粗砥粒粒子含有量は、自生作用能力をさらに改善するために制限される。たとえば、粗砥粒は、約50vol%以下、40vol%以下、30vol%以下、たとえば約20vol%以下、または、さらに約10vol%以下の粗砥粒粒子を含む。1つの特定の態様では、粗砥粒は、約0.5vol%以上かつ約25vol%以下の粗砥粒粒子、たとえば、約1.0vol%と約15vol%との間の範囲内の粗砥粒粒子、または、特に約2.0vol%と約10vol%との間の範囲内の粗砥粒粒子を含む。

30

【0028】

図3を簡単に参照して、自生作用砥粒面と従来の砥粒面との間で、研削時間を関数とした研削ホイールにかけられた通常の応力を比較する2つのプロットを説明する。図に示すように、示されている3つの研削動作301、302および303(301~303)のそれぞれの研削動作中で、自生作用砥粒は、ピークがほぼ一定の垂直力を有する。さらに、ピーク垂直力は、研削動作301~303のそれぞれの間で実質的に変わらない。それに比べて、個々の研削動作304、305、306および307(304~307)の間で、ならびに個々の研削動作304~307のそれぞれの研削動作中に、従来の砥粒面は、効果的に表面を研削するのに必要な応力で増加を示す。そのような研削中の垂直力の増加は、表面および表面近くの著しい欠陥(高欠陥密度)を引き起こす可能性を高くし、目直し作業の頻度を多くしても研削は一定しない。

40

【0029】

一態様によれば、自生作用粗砥粒を使用して研削している間のピーク垂直力には、研削動作の時間に基板表面に加えた約200N/mm幅以下の応力(基板と研削ホイールとの間の接触領域に沿って測定した)がある。別の態様では、研削動作時間に加えられたピーク垂直力は、約150N/mm幅以下、たとえば、約100N/mm幅以下、または、さ

50

らに約50N/mm幅以下である。

【0030】

粗研削の後、約1ミクロン未満のウエハは平均表面粗さ R_a を一般的に有する。平面度(flatness)、湾曲(bow)、反り(warp)、全厚み変化量および表面粗さを含む基板の巨視的特徴のみならず、表面下の破損、たとえば破損した結晶性などのより細かい尺度の欠陥を改善(特に結晶転位の減少または除去を含む)するために、一般的に微細研削をその後実施する。

【0031】

ある状況では、第1の粗研削工程を省略、または一般的にスラリー形態の遊離砥粒を使用するラッピングと置き換えることができる。そのような場合、第2の研削動作では、上記の自生作用固定砥粒を利用する。

10

【0032】

図1で説明した態様に戻って、工程105の粗研削が完了すると、サファイアウエハは、工程107の微細研削処理を受けることができる。微細研削処理は、粗研削処理105によって生じた欠陥を実質的に取り除くために、材料を一般に取り除く。したがって、一態様によれば、微細研削処理では、サファイア基板の主要な面から約5.0ミクロン以上、たとえば、約8.0ミクロン以上、またはサファイアウエハの主要な面から約10ミクロン以上の材料を取り除く。別の態様によれば、約12ミクロン以上、または、さらに、約15ミクロン以上の材料をサファイア基板の表面から取り除くように、より多くの材料を取り除く。未仕上げサファイアウエハの主要な面の両方での研削を含むことができる工程105の粗研削処理とは対照的に、一方の面で一般的に微細研削工程107を始める。

20

【0033】

微細砥粒では、ボンド材料マトリックス中の微細砥粒粒子を含む固定微細砥粒を利用することができる。微細砥粒粒子には、アルミナ、シリカ、炭化ケイ素、アルミナ-ジルコニアもしくは、ダイヤモンドもしくは立方晶窒化ホウ素などの超砥粒粒子、またはそれらの混合物を含有する、結晶材料もしくはセラミック材料などの従来の砥粒粒子があり得る。特定の態様では、超砥粒粒子を利用する。超砥粒粒子を利用するそれらの態様では、上記のそれらなどの非超砥粒セラミック材料をフィラー材料として利用することができる。

【0034】

一態様によれば、微細砥粒は、約50vol%以下、40vol%以下、30vol%以下、たとえば、約20vol%以下、または、さらに、約10vol%以下の微細砥粒粒子を含有する。1つの特定の態様では、微細砥粒は、約0.5vol%以上かつ約25vol%以下の微細砥粒粒子、たとえば、約1.0vol%と約15vol%との間の範囲内の微細砥粒粒子、または、特に、約2.0vol%と約10vol%との間の範囲内の微細砥粒粒子を含有する。

30

【0035】

微細砥粒に対する追加の言及では、微細砥粒粒子は、約100ミクロン以下の、たとえば、約75ミクロン以下の、または約50ミクロン以下の平均粒径を有することができる。特定の態様によれば、微細砥粒粒子の平均粒径は、約2.0ミクロンと約50ミクロンとの間の範囲内、たとえば、約5ミクロンと約35ミクロンとの間の範囲内である。一般に、粗固定砥粒と微細固定砥粒との間の平均粒径の差異は、少なくとも10ミクロン、一般的に、少なくとも20ミクロンである。

40

【0036】

粗砥粒と同じように、微細砥粒は、金属または合金などの材料を含有し得るボンド材料マトリックスを含む。好適な金属には、鉄、アルミニウム、チタニウム、銅合金、ニッケル、銀、ジルコニウムおよびそれらの合金があり得る。一態様では、微細砥粒は、約70vol%以下のボンド材料、たとえば、約60vol%以下のボンド材料、または、さらに約50vol%以下のボンド材料を含有する。別の態様によれば、微細砥粒は、約40vol%以下のボンド材料を含有する。一般に、微細砥粒は、約10vol%以上、一般的に15vol%以上、または20vol%以上の量のボンド材料を含有する。

50

【0037】

さらに言えば、微細固定砥粒は、ある程度の気孔率を有し得る。1つの特定の態様では、微細砥粒は、約20vol%以上の、たとえば、約30vol%以上の、約30vol%と約80vol%との間の、たとえば、約50vol%～約80vol%の、または約30vol%～約70vol%の範囲を一般的にもなった気効率を有する。一態様によれば、微細砥粒は、約50vol%～70vol%の気孔率を有する。孔が開放されていても閉じていてもよいこと、およびより高いパーセンテージの気孔率を有する微細砥粒では、一般に、孔は開放されており、連結している気孔であることがわかるであろう。気孔の大きさを一般に約25ミクロンと約500ミクロンとの間の、たとえば、約150ミクロンと約500ミクロンとの間の大きさの範囲内にすることができる。

10

【0038】

工程107の微細研削処理に対する言及では、以前述べたように、微細砥粒は、自生作用する。自生作用粗砥粒と同様に、自生作用微細砥粒は、特定の破壊靱性を有する金属を一般的に含有するボンド材料マトリックスを含む。一態様によれば、ボンド材料マトリックスは、約6.0MPa \cdot m^{1/2}未満の、たとえば、約5.0MPa \cdot m^{1/2}未満の、または特に約1.0MPa \cdot m^{1/2}と約3.0MPa \cdot m^{1/2}との間の範囲内の破壊靱性を有することができる。自生作用微細研削の成分は、米国特許第6755729号明細書および同第6685755号明細書に記載されており、全体として参照することによって本明細書に組み込まれる。

20

【0039】

一般に、微細研削処理107は、粗研削処理105に関する上述の処理と同様な装置および処理を含む。それは、一般に未仕上げサファイアウエハをホルダー上に提供すること、および微細砥粒表面、一般に、内側のホイールの外周の周りに実質的に環状の砥粒リムを有する砥粒ホイールに相対してサファイアウエハを回転させることである。一態様によれば、微細研削処理は、1分当たり約2000回転(rpm)よりも大きな速度で、たとえば、約3000rpmよりも大きな速度で、たとえば、3000～6000rpmの範囲内の速度で砥粒ホイールを回転させることを含む。冷却水および有機冷却液を含む冷却液を一般的に使用する。

【0040】

上述したように、微細砥粒は、自生作用となることができ、したがって、一般に自生作用砥粒による上記の特性を有する。しかし、一態様によれば、微細研削の間のピーク垂直力は、研削動作の時間で約100N/mm幅以下の応力を加えることを含む。別の態様では、ピーク垂直力は、研削動作の時間で、約75N/mm幅以下、たとえば、約50N/mm幅以下、または、さらに、約40N/mm幅以下である。

30

【0041】

粗砥粒および微細砥粒の上記の記述は、実際の研削工具の固定砥粒構成要素に関する。明らかにされるべきであるように、固定砥粒構成要素が工具の本体全体を形成しなくてもよく、被加工物(基板)と接触するように設計された工具の一部のみを形成してもよく、そして、固定砥粒構成要素は切片(segment)の形状であってもよい。

【0042】

未仕上げサファイアウエハの微細研削の後、そのウエハは、約0.10ミクロン未満の、たとえば、0.05ミクロン未満の平均表面粗さRaを一般に有する。

40

【0043】

サファイアウエハ107の微細研削の後、そのウエハは、欧州特許第0221454(B1)号明細書などに開示されているものなどの応力除去処理を受けることができる。記述されているように、エッチング処理もしくはアニーリング処理で応力除去を実行してもよい。アニーリングは、1000を超える温度で、数時間行うことができる。

【0044】

図1の態様を再び参照すると、微細研削工程107の後、研削されたサファイアウエハは、工程111で、研磨を受けることができる。一般に、研磨では、ウエハの表面と機械

50

工具との間に供給されるスラリーを利用し、研磨動作を実施するために、ウエハおよび機械工具を相互に相対して動かすことができる。スラリーを使用する研磨は、一般に、化学的・機械的研磨（CMP）の範疇に属し、スラリーは、ウエハから正確な量の材料を除去することを容易にするために、液体媒体の中で懸濁されている、遊離した研磨材粒子を含有することができる。したがって、一態様によれば、研磨工程111は、研磨材および、材料の除去を高めたり、和らげたりする機能を果たすことができる添加剤化合物を含有するスラリーを使用するCMPを含むことができる。その化学成分は、たとえば、リン化合物であってもよい。実質的に、研磨材が機械的成分を与え、添加剤が化学的活性成分を与える。

【0045】

遊離研磨材は一般にナノサイズであり、1ミクロン未満、一般的に200ナノメートル未満の平均粒径を有する。一般に、粒子メディアン径は、少しばかりより狭い範囲内、たとえば、約10～約150nmの範囲内である。技術用語の明確化のため、約1ミクロン未満の粒子メディアン径は、以下の本明細書に記載の対象に一致する研磨処理を一般に意味し、そこでは、低い材料の除去速度で機械加工動作を実行することによって微細な表面に仕上げる。約2.0～約5.0ミクロンの大きさなどの約1.0ミクロンを超える粒子メディアン径では、一般に、機械加工動作は、ラッピング動作として特徴付けられる。特に有用な遊離研磨材は、多結晶もしくは非結晶性のアルミナの形態などのアルミナである。

【0046】

上述したように、リン添加剤はスラリーの中に存在し得る。一般的に、リン添加剤は、約0.05～約5.0wt%の間の範囲内、たとえば、約0.10wt%～約3.0wt%の間の範囲内の濃度で存在する。特定の態様では、少しばかりより狭い範囲、たとえば、約0.10wt%～約2.0wt%の大きさの濃度を利用する。一態様によれば、リン化合物は酸素を含み、その中では、酸素はリン元素と結合している。この種の材料は、オキシリン材料として知られている。特に、オキシリン化合物は1価、3価または5価の原子価状態のリンを含み、特定の態様では、リンが5価の原子価状態であるオキシリン化合物を利用することによって効果的な機械加工が実行されてきた。

【0047】

他の態様では、リンは、酸素に加えて炭素に結合することができ、一般に、ホスホン酸塩として知られている有機リン化合物を示す。他のリン化合物には、リン酸塩化合物、ピロリン酸塩化合物、次リン酸塩化合物、サブリン酸塩化合物、亜リン酸塩化合物、ピロ亜リン酸塩化合物、次亜リン酸塩化合物およびホスホニウム化合物がある。リン化合物の特定の化学種には、リン酸カリウム、ヘキサメタリン酸ナトリウム、ヒドロキシホスホノ酢酸（Belcor 575）およびアミノトリ-（メチレンホスホン酸）（Mayoquest 1320）がある。

【0048】

一般に、研磨材成分および、リン化合物を含有する添加剤を含むスラリーは、水性、すなわち水系である。実際、スラリーは、一般に、pHが約8.0よりも大きい、たとえば、約8.5よりも大きいような塩基性のpHを有する。pHは、約12の値まで及ぶことができる。

【0049】

図4は、研削されたサファイアウエハを研磨するための装置を簡単に言及して、一態様による研磨装置の基礎的な構造の略図を説明する。装置401には、この場合、研磨パッド410によって形成される機械工具および、研磨パッドを保持するプラテンがある。プラテンおよび研磨パッド410は、本質的に同じ直径である。プラテンは、矢印で説明されている回転方向に沿って、中心軸のまわりに回転可能である。テンプレート412は、基板414をそれぞれ受ける複数の円形くぼみを有し、基板414は、研磨パッド410とテンプレート412との間にはさまれる。基板414を保持するテンプレート412は、その中心軸のまわりを回転する。ここで、 r_p は、研磨パッドの回転の中心からテンブ

10

20

30

40

50

レート412の中心までの半径を示す。一方、 r_t は、それぞれの基板からテンプレートの回転の中心までの半径を示す。異なる構成を利用することができるが、装置401の構成は、研磨動作の構成を通常採用する。

【0050】

リン化合物のスラリーへの添加によって、材料除去速度(MRR)がリン系添加剤を有さないスラリーよりも一般に改善する。この点で、比率 MRR_{add}/MRR_{con} によってその改善を示すことができ、一態様によれば、比率 MRR_{add}/MRR_{con} は約1.2以上である。 MRR_{add} の意味は、研磨材およびリン化合物を含有する添加剤を含有するスラリーの材料除去速度であるのに対して、 MRR_{con} は、管理スラリーを使用した同一の処理条件下の材料除去速度である。管理スラリーは、リン化合物を含有した添加剤がない点を除いて本質的に上記のスラリーと同一である。他の態様によれば、その比率は、より大きく、たとえば、約1.5以上、または、さらに約1.8以上であり、ある試料のいくつかでは、リン化合物添加剤が入っておらずアルミナ研磨材のみ含有のスラリーに比べて2倍の除去速度であった。

10

【0051】

前述は、アルミナ系研磨スラリーに基づく態様を含む様々な態様を重点的に取り扱ってきたけれども、非常に優れた結果を招く他の研磨材材料を使用することができ、それには、シリカ、ジルコニア、炭化ケイ素、炭化ホウ素、ダイヤモンドおよびその他がある。確かに、リン系化合物を含有するジルコニア系スラリーは、特によい研磨特性を示してきた。すなわち、アルミナ基板上で、シリカのみに比べて30~50%改善された材料除去速度を示す。

20

【0052】

特定の態様によれば、a面方位、r面方位、m面方位またはc面方位を有し、制御された寸法を有する概して平らな表面を含む大面積サファイア基板を供給する。本明細書で使用されているように、「x面方位」は、結晶学上のx面に沿って一般に広がる主要な面を有する基板を示し、特定の基板仕様書、たとえば、最終顧客によって指示された仕様書によるx面から一般的にわずかに方位がずれている。特定の方位には、r面方位およびc面方位があり、ある態様では、c面方位を利用する。

【0053】

上で述べたように、基板は、所望の制御された寸法を有することができる。制御された寸法の測定の1つが全厚み変化量であり、TTV(全厚み変化量)およびnTTV(規格化全厚み変化量)のうちの少なくとも1つを含む。

30

【0054】

たとえば、一態様によれば、TTVは、一般に約3.00 μm 以下、たとえば約2.85 μm 以下、または、さらに約2.75 μm 以下である。前述のTTVパラメータは、大きなサイズのウエハ、特に制御された厚みを有する大きなサイズのウエハに関連する。たとえば、本態様では、約6.5cm以上の直径および約490 μm 以下の厚みを有することができる。ある態様によれば、前述のTTVパラメータは、著しく大きなサイズのウエハに関連し、著しく大きなサイズのウエハには、7.5cm以上、9.0cm以上、9.5cm以上、または10.0cm以上の直径を有するものがある。また、ウエハサイズを表面積の言葉で明細書に記入することができ、前述のTTV値は、約40 cm^2 以上、約70 cm^2 以上、約80 cm^2 以上、または約115 cm^2 以上の表面積を有する基板と関連することができる。さらに、ウエハの厚みを約500 μm 以下、たとえば、約490 μm 以下の値にさらに制御することができる。

40

【0055】

ウエハの大きさ、基板の大きさまたはプールの大きさに関連して使用されているように、「直径」の用語は、ウエハ、基板またはプールが入る円のもっとも小さなものを示すと認められる。したがって、そのような構成要素は平らな部分または複数の平らな部分を有しているのだから、そのような平らな部分は構成要素の直径に影響しない。

【0056】

50

様々な態様は、よく制御された n T T V、たとえば、約 $0.037 \mu\text{m}/\text{cm}^2$ 以下の n T T V を有する。特定の態様は、さらに優れた n T T V、たとえば、 $0.035 \mu\text{m}/\text{cm}^2$ 以下、または、さらに $0.032 \mu\text{m}/\text{cm}^2$ 以下の n T T V を有する。そのように制御された n T T V は、大きな基板、たとえば、約 9.0cm 以上、または、さらに、約 10.0cm 以上の直径を有するもので、特に達成されてきた。また、ウエハサイズを表面積の言葉で明細書に記入することができ、前述の n T T V 値は、約 90cm^2 以上、約 100cm^2 以上、約 115cm^2 以上の表面積を有する基板と関連することができる。

【0057】

サファイア基板の全厚み変化量値に言及すると、T T V は、サファイア基板におけるもっとも厚い厚みと最も薄い厚みとの間の差分の絶対値であり（ウエハの円周を囲むウエハの端から広がる 3.0mm の輪を一般的に含む端部除外ゾーンを除外する。）、そして、n T T V は、サファイア基板の表面積で規格化された値（T T V）である。全厚み変化量の測定方法は、ASTM 標準 F 1530 - 02 に載せてある。

10

【0058】

本明細書で開示されている他の規格化された特性と同様に、一般に、n T T V 値は、概して平らな表面および実質的に環状の周辺部を有し、基板の方位を同定するための平面を有し得るサファイア基板で規格化される。一態様によれば、サファイア基板は、約 25cm^2 以上の、たとえば、約 30cm^2 以上の、 35cm^2 以上の、または、さらに約 40cm^2 以上の表面積を有する。さらに、基板は、概して平らな表面が、約 50cm^2 以上の、または、さらに約 60cm^2 以上の、または約 70cm^2 以上の表面積を有するような、より大きな表面積を有し得る。サファイア基板は、約 5.0cm （ 2.0 インチ）よりも大きな、たとえば、約 6.0cm （ 2.5 インチ）以上の直径を有することができる。しかし、一般に、サファイア基板は、 7.5cm （ 3.0 インチ）またはそれよりも大きな直径を有し、特に 10cm （ 4.0 インチ）ウエハを含む。

20

【0059】

サファイア基板の特性をさらに言及すると、一態様によれば、サファイア基板の概して平らな表面は、約 100.0 以下の、たとえば、約 75.0 以下の、または約 50.0 以下の、または、さらに約 30.0 以下の表面粗さ R a を有する。さらに優れた表面粗さは、たとえば約 20.0 以下、たとえば約 10.0 以下、または約 5.0 以下に達することができる。

30

【0060】

上述の方法で処理されたサファイア基板の概して平らな表面は、優れた平面度を有することができる。表面の平面度は、最適参照平面（ASTM F 1530 - 02 を参照）からの表面の最大偏差であると一般的に理解される。この点で、規格化された平面度は、概して平らな表面上の表面積によって規格化された、測定された表面の平面度である。一態様によれば、概して平らな表面の規格化された平面度（n 平面度）は、約 $0.100 \mu\text{m}/\text{cm}^2$ よりも大きく、たとえば、約 $0.080 \mu\text{m}/\text{cm}^2$ 以下、または、さらに約 $0.070 \mu\text{m}/\text{cm}^2$ 以下である。さらに、概して平らな表面の規格化された平面度をより小さくすることができ、たとえば、約 $0.060 \mu\text{m}/\text{cm}^2$ 以下、または約 $0.050 \mu\text{m}/\text{cm}^2$ 以下にすることができる。

40

【0061】

本明細書で提供された方法にしたがって処理されたサファイア基板は、低減された反り（warping）を明示することができ、その反りは、規格化された反り（以下、n 反り）によって特徴付けられる。基板の反りは、基板の表面の中央における最適参照平面からの偏差であると一般に理解される（ASTM F 697 - 92（99）参照）。n 反り測定に関して、反りは規格化され、サファイア基板の表面積を明らかにする。一態様によれば、n 反りは、約 $0.190 \mu\text{m}/\text{cm}^2$ 以下、たとえば、約 $0.170 \mu\text{m}/\text{cm}^2$ 以下、または、さらに約 $0.150 \mu\text{m}/\text{cm}^2$ 以下である。

【0062】

また、概して平らな表面は、減少した湾曲（bow）を示すことができる。一般的に理

50

解されているように、表面の湾曲は、表面もしくは表面の一部のくぼみ、もしくはゆがみの測定値の絶対値であり、それは、基板の中心線から測定され、厚み変化量の存在に全く関係ない。本明細書で提供された方法にしたがって処理された概して平らな基板の表面は、減少した規格化湾曲（ n 湾曲）を示す。 n 湾曲は、規格化された湾曲測定であり、概して平らな表面の表面積を明らかにする。したがって、一態様では、概して平らな表面の n 湾曲は、約 $0.100 \mu\text{m}/\text{cm}^2$ 以下、たとえば約 $0.080 \mu\text{m}/\text{cm}^2$ 以下、または、さらに約 $0.070 \mu\text{m}/\text{cm}^2$ 以下である。別の態様によれば、基板の n 湾曲は、約 $0.030 \mu\text{m}/\text{cm}^2$ と約 $0.100 \mu\text{m}/\text{cm}^2$ との間の範囲内であり、そして、特に約 $0.040 \mu\text{m}/\text{cm}^2$ と約 $0.090 \mu\text{m}/\text{cm}^2$ との間の範囲内である。

【0063】

サファイア基板の方位に言及すると、上述したように、概して平らな表面は、 c 面方位を有する。 c 面方位には、製造によるもしくは意図的な、 c 面から概して平らな表面への、様々な方向の傾斜角が含まれる。この点で、一態様によれば、サファイア基板の概して平らな表面は、約 2.0° 以下の、たとえば、約 1.0° 以下の傾斜角を有することができる。一般的に、傾斜角は、約 0.10° 以上、または、 0.15° 以上である。傾斜角は、基板の表面に対する垂線と c 面との間に形成された角度である。

【0064】

本明細書の態様によれば、サファイアウエハの処理は、よく制御されたウエハ間精度に結果としてなることが望ましい。特に、 c 面方位ウエハに関して、サファイア結晶の c 面に対してウエハ表面の精密な方位が正確に固定され、特にウエハ間の結晶学上の相違によって定量化される。図5に関して、 Z は、サファイアの研磨された表面に対する単位垂線であり、 A 、 M および C は、 a 面、 m 面および c 面に対してそれぞれ垂直の正規直交ベクトルである。 A および M は、サファイア面によって定義された面上における A 、 M のそれぞれの射影である（ $A = A - Z(A, Z)$ 、 $M = M - Z(M, Z)$ ）。 a 方向の方位差は、 A と A および M を含む面上その射影との間の角度であり、 m 方向の方位差は、 M と A および M を含む面上その射影との間の角度である。方位差の標準偏差は、ウエハのロット、特に少なくとも20枚のウエハにわたる方位差の標準偏差である。

【0065】

本態様によれば、本明細書に記載されているように、処理が実施され、特に、上で詳細に記載された研削処理が組み込まれ、正確な結晶学上の方位を有するサファイアウエハが多く供給される。基板のロットは、20枚以上のウエハを一般に有し、30枚またはそれ以上のときも多く、それぞれのロットは、異なるサファイアのコアまたはプールからのウエハを有することができる。ロットは、個々の容器に詰められたいくつかのサブロットとなり得ることが認められる。ウエハロットは、ウエハロットにわたって、約 0.0130° 以下の、たとえば、 0.0110° 以下の、または、 0.0080° 以下の M の標準偏差 M を有することができる。ウエハロットは、ウエハロットにわたって、約 0.0325° 以下の、たとえば、 0.0310° 以下の、または、 0.0280° 以下の A の標準偏差 A を有することができる。

【0066】

LED/LD基板用のウエハ/基板の製造方法の先行技術と比較して、本態様は、注目し得る有利な点を提供する。たとえば、いくつかの態様によれば、自生作用研削微細砥粒ならびに特にCMP研削技法および化学作用をともなった、研削粗砥粒（多くの場合、自生作用固定粗砥粒）の利用によって、優れた幾何学的品質（すなわち、 n TTV、 n 反り、 n 湾曲および n 平坦度）を有し、精密に仕上げられたサファイアウエハの生産が容易になる。幾何学的品質の制御に加えて、正確なワイヤソーによる切断をともなった上述の処理によって、基板にわたって傾斜角変化量の優れた制御が行われた結晶ウエハの方位を正確に合わせることが容易になる。これらの点で、改良された幾何学的品質および基板から基板への面方位の正確な制御によって、より均一な発光品質を有する一定のLED/LD装置の生産が容易になる。

【0067】

10

20

30

40

50

本明細書に記載された様々な処理工程の後、処理を受けたサファイア基板の表面は、LED/LD装置の使用に好適な結晶構造を一般に有する。たとえば、本態様は、 $1\text{E}6/\text{cm}^2$ 未満の転位密度を有し、その転位密度はX線トポグラフィ分析によって測定される。

【0068】

大きなサイズの基板および制御された厚みを有する基板に関連して、本発明の態様によって、寸法制御および/または結晶学上方位の制御を達成したことは、特に注目すべきである。これらの点で、最先端技術によれば、一定の厚みでウエハの大きさ(表面積)が増加するにしたがって、寸法制御および結晶学上の制御が急速に悪くなる。したがって、最先端の処理では、一般に厚みを増加させることに頼って、寸法制御および結晶学上の制御を少なくとも部分的に維持することを試みる。それとは対照的に、本明細書の態様によって、厚みに関係なく、かつウエハもしくは基板の大きさの依存もより少なくして上記の制御が大いに可能となる。

10

【0069】

例

次の例によって、様々な態様によるウエハを処理する方法を示し、特に、改善された寸法品質および方位を有する大面積ウエハを生産するための処理パラメータを記述する。次の例では、2インチ、3インチおよび4インチの直径を有するc面のサファイアウエハを処理し、本明細書に示された態様にしたがって形作る。

【0070】

上述のように切断または薄く切られたプールで処理が始まる。ワイヤーソーによる切断技法を使用してプールを切断する。そこでは、ダイヤモンド粒子などの切断要素で被覆されたワイヤーの上方にプールを設置して回転させる。約2000rpmと5000rpmとの間の範囲内の高速でプールを回転させる。プールを回転させながら、プールの表面に対して接線方向に高速で一般に往復運動している多数の本数のワイヤーソーに接触させ、薄く切ることが容易になる。約100サイクル/分の速度で複数の本数のワイヤーソーを往復運動させる。薄く切ることが容易にするために、スラリーなどの他の液体を組み込むことができる。この場合、ワイヤーソーによる切断処理は、約4~8時間の間の範囲内の数時間続く。ワイヤーソーによる切断処理の時間は、切断されるプールの少なくとも直径の一部左右され、したがって、8時間よりも長く続く可能性があることが認められるであろう。

20

30

【0071】

ワイヤーソーによる切断の後、ウエハは、約1.0mm以下の平均厚みを有する。一般に、ウエハは、約1.0ミクロン未満の平均表面粗さ(Ra)、約30ミクロンの平均全厚み変化量および約30ミクロンの平均湾曲を有する。

【0072】

ウエハを生産するためにワイヤーソーによってプールを切断した後、ウエハは、研削処理を受ける。研削処理には、少なくとも第1の粗研削処理および第2の微細研削処理がある。粗研削処理に関して、Saint-Gobain Abrasives, Inc.で製造され、約60~80ミクロンの範囲内の平均粒径を有するダイヤモンド砂が組み込まれたPICO型ホイール、粗#3-17-XL040などの自生作用粗研削ホイールが使用される。この例で、ウエハの粗研削は、Strausbaugh 7AF超精密研削機を使用して完了する。粗研削処理のサイクルおよびパラメータを以下の表1に示す。

40

【0073】

以下の表1および表2では、一連の相互に作用する研削工程を経て、材料が連続して取り除かれる。工程1~3は、示されたホイールおよびチャックの速度ならびに供給速度での能動的研削工程を表す。滞留は、バイアスをかけずに、すなわち、供給速度がゼロで実施される。さらに、リフトは、反対方向の供給速度で実施され、ホイールは、示された供給速度で基板の表面から上昇する。

【0074】

50

【表 1】

表 1 :

ホイール速度=2223 rpm	工程1	工程2	工程3	滞留	リフト
材料除去 (μm)	40	5	5	25反転	10
供給速度 ($\mu\text{m/s}$)	3	1	1		1
チャック速度 (rpm)	105	105	105	105	105

10

【0075】

粗研削処理の後、ウエハは、微細研削処理を受ける。微細研削処理もまた、Saint-Gobain Abrasives, Inc. で製造され、約10~25ミクロンの範囲内の平均粒径を有するダイヤモンド砥粒砂を利用するIRIS型ホイール細#4-24-XL073などの自生作用ホイールを利用する。さらに、この例の目的のために、ウエハの微細研削は、Strasbaugh 7AF超精密研削機を使用して完了する。粗研削処理と同様に、微細研削処理は、以下の表2に示される特定の処理サイクルおよびパラメーターをウエハに受けさせる。

【0076】

20

【表 2】

表 2

ホイール速度=2633 rpm	工程1	工程2	工程3	滞留	リフト
材料除去 (μm)	10	3	2	55反転	5
供給速度 ($\mu\text{m/s}$)	1	0.1	0.1		0.5
チャック速度 (rpm)	55	55	55	55	55

30

【0077】

粗研削処理および微細研削処理の後、サファイアウエハは、上述の応力除去処理を受ける。

【0078】

応力除去の後、サファイアウエハは仕上げ研磨を受ける。pHおよびリン酸塩ならびにアルカリおよびカルシウムの役割を調べるために、いくつかの研磨スラリーが調合された。以下に報告されている表3は、基準線となるスラリーであるスラリー1に対する向上を示す。研磨は、直径が2インチのC面サファイアパックを利用して実施され、Buehler製のECOLVLET 4研磨機上で研磨された。研磨は、H2パッド(ペンシルバニア州フィラデルフィアのRohm and Haas Companyから入手可能)上で、40ml/分のスラリー流速、400rpmのプラテン速度、200rpmのキャリアー速度、3.8psiの下方力で行われた。

40

【0079】

【表 3】

表 3

スラリー番号	pH	MRR (A/分)	出発 Ra (A)	60分のRa-中心 (A)	60分のRa-中間 (A)	60分のRa-端 (A)
1	9	842	7826	443	100	26
2	10	800	7686	481	27	35
3	11	1600	7572	150	10	7
4	12	1692	7598	27	6	8
5	11	1558	6845	26	32	18
6	11	1742	8179	9	13	9
7	11	1700	5127	10	9	10
8	11	1600	7572	150	10	7
9	11	1267	7598	43	51	148
10	11	1442				
11	11	158	7572	904	1206	475

10

20

【 0 0 8 0 】

【表 4】

表 4

スラリー番号	化学
1	NaOHをともなった10%固体アルミナスラリー
2	NaOHをともなった10%固体アルミナスラリー
3	NaOHをともなった10%固体アルミナスラリー
4	NaOHをともなった10%固体アルミナスラリー
5	NaOHをともなった10%固体アルミナスラリー+ピロリン酸ナトリウム
6	NaOHをともなった10%固体アルミナスラリー+1% Dequest 2066
7	NaOHをともなった10%固体アルミナスラリー+1% Dequest 2054
8	NaOHをともなった10%固体アルミナスラリー
9	KOHをともなった10%固体アルミナスラリー
10	水酸化アンモニウムをともなった10%固体アルミナスラリー
11	NaOHと1%塩化カルシウムをともなった10%固体アルミナスラリー

30

40

【 0 0 8 1 】

研磨データに関して、上記の表 3 および表 4 で見ることができるよう、スラリー 3 および 4 によって示されるように pH が 9 から 11 へ変わると、研磨の著しい改善が見られた。さらに、より良好な表面仕上げが見られ、より良好な生産性が示された。有機ホスホン酸（スラリー 6 および 7）ならびに無機リン酸塩（スラリー 5）は、表面仕上げおよび材料除去速度に対するさらなる向上を示す。

【 0 0 8 2 】

アルカリの pH が高くなると、除去速度および仕上げが向上する。そして、水酸化ナトリウムは、水酸化カリウム（スラリー 9）および水酸化アンモニウム（スラリー 10）に比べて、増加された pH（スラリー 8）で好適な方法を示す。スラリー 11 は、研磨材遊

50

離研磨材成分の場合のアルミナの使用と組み合わせて、材料除去の減速に著しい影響を示す。

【0083】

上記に示した処理手順をサファイアウエハに受けさせた後、ウエハの寸法形状のキャラクタリゼーションを実施した。本明細書で示された手順に従って処理されたサファイアウエハの寸法形状と、研削よりもむしろ遊離砥粒スラリーを使用したラッピングによる従来の方法を使用して処理されたウエハとを比較することによって、比較データを作成した。比較データを以下の表5に示す。TTVおよび反りの単位はミクロンである。一方、nTTVおよびn反りの単位はミクロン/cm²であり、直径(d)および厚み(t)をインチおよびミクロンでそれぞれ示す。

10

【0084】

【表5】

表5

	比較例			例		
	d=2", t=430 μm	3", 550 μm	4", 650 μm	2"	3", 470 μm	4", 470 μm
TTV	1.77	1.452	3.125	0.95	1.7	1.25
nTTV	0.087	0.032	0.039	0.05	0.04	0.015
反り	4.2	8.0	n/a	3.58	5.00	8.70
n反り	0.207	0.175		0.18	0.11	0.11

20

【0085】

全てのウエハの直径で、研削された表面に対する垂線は、ウエハのc軸から1°未満である。

【0086】

さらに、ウエハ間の変動の程度を検出するために、ウエハロットの中の複数のウエハの方位差_Mおよび_Aを測定し、標準偏差_Mおよび_Aで定量化した。結果を以下の表6に示す。

30

【0087】

【表6】

表6

表6、方位差の標準偏差

従来の処理	新しい処理	%改善
σ_M 0.018	σ_M 0.0069	61%
σ_A 0.0347	σ_A 0.0232	33%

40

【0088】

例にしたがって処理されたウエハは、改善された寸法形状、特に改善されたTTV, n

50

TTV、反りおよびn反り、ならびに方位差の標準偏差に換算した、改善された結晶学上の正確さを示す。表5のそれぞれの値は、少なくとも8個のデータの平均である。表6に示された標準偏差値は、前述の処理フローにしたがって作製されたウエハおよび、研削処理全体でラッピングを利用する従来の処理からのウエハの様々なウエハロットにわたって測定された。特に、例は、TTV値および湾曲値で定量化されたように改善された寸法形状を有し、それは、従来の処理で使用したウエハよりも薄いウエハ厚みで一般に達成された。また、本態様によって、それぞれのウエハにわたって寸法形状の制御および一律性ならびに複数のウエハロットにわたる結晶学上の制御が改善された。さらに、ウエハの直径が増加するにしたがって改善された寸法形状から明らかなように、本例によって拡張性が改善される。

10

【0089】

一般に仕上げ用途との関連で固定砥粒研削を利用してきたけれども、発明者は、厳格な寸法制御をとまなうサファイアウエハの処理は、特定の処理の特徴によって支えられていたことを発見した。従来の処理方法は、遅い供給速度および速いチャック速度によって、寸法形状を改善した。しかし、そのような遅い供給速度（たとえば、0.5ミクロン/秒）および速いチャック速度（たとえば、590rpm）によって、ウエハは、過度のn湾曲、n反り、および/またはnTTVを有するようになることが発見された。寸法制御を改善するために本明細書で利用された従来にない処理条件の成功の理由は、完全に理解されているわけではないが、特にサファイア基板の機械加工および特により大きな基板、たとえば、3インチおよび4インチのサファイア基板に関係しているように見える。

20

【0090】

著しく高い歩留まりおよび生産性をともなって処理する能動装置を支える本明細書の態様によれば、大面積、高品質基板が生産される。本明細書では、その処理手順によって、本ウエハが、繰り返し可能な、高い寸法精度の形状の、結晶学上のパラメーターを有するようになる。さらに、本明細書では、本態様は、処理技法、パラメーター、化学的性質および装置の独特の組み合わせを提供し、それは、最先端のものおよび従来の手順からの逸脱を示し、劇的に改善された寸法形状および結晶学上の精度を有するウエハを提供する。

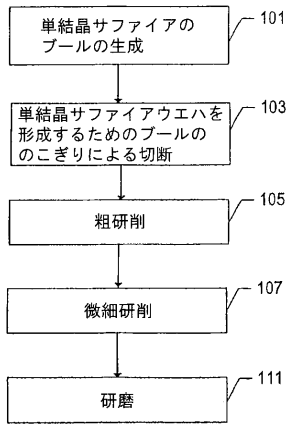
【0091】

上に開示された対象内容は説明に役立つと考えられるべきであり、限定的に考えられるべきでなく、そして付随する請求項は、本発明の正当な範囲内に入るような変形、向上、および他の態様の全てを含むことが意図されている。したがって、本発明の範囲は、法律によって許容される最大の範囲まで、最も広く許容される、以下の請求項およびそれらの均等物の解釈で決定されるべきであり、前述の詳細な記載によって制限または限定されるべきでない。

30

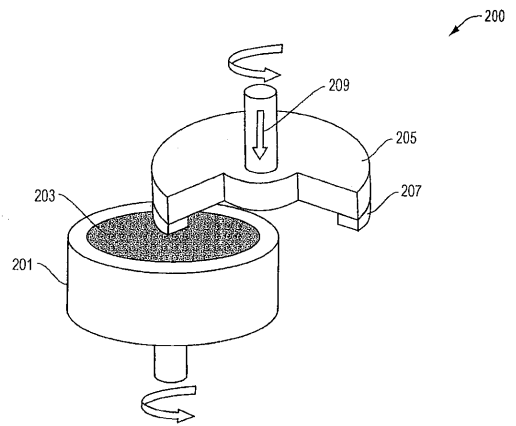
【 図 1 】

図1



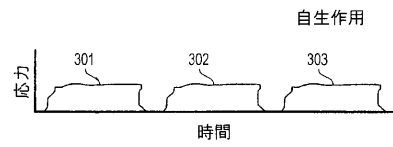
【 図 2 】

図2



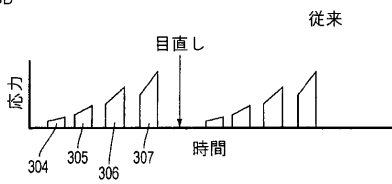
【 図 3 A 】

図3A



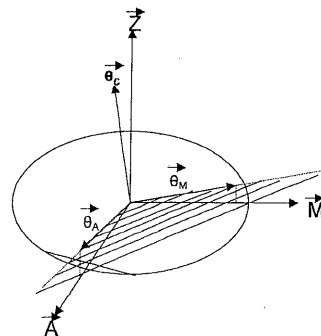
【 図 3 B 】

図3B



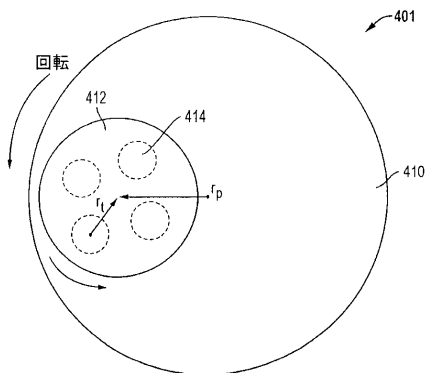
【 図 5 】

図5



【 図 4 】

図4



【手続補正書】

【提出日】平成24年6月21日(2012.6.21)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0060

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0060】

上述の方法で処理されたサファイア基板の概して平らな表面は、優れた平面度を有することができる。表面の平面度は、最適参照平面(ASTM F1530-02を参照)からの表面の最大偏差であると一般的に理解される。この点で、規格化された平面度は、概して平らな表面上の表面積によって規格化された、測定された表面の平面度である。一態様によれば、概して平らな表面の規格化された平面度(n平面度)は、約 $0.100\mu\text{m}/\text{cm}^2$ よりも大きくなく、たとえば、約 $0.080\mu\text{m}/\text{cm}^2$ 以下、または、さらに約 $0.070\mu\text{m}/\text{cm}^2$ 以下である。さらに、概して平らな表面の規格化された平面度をより小さくすることができ、たとえば、約 $0.060\mu\text{m}/\text{cm}^2$ 以下、または約 $0.050\mu\text{m}/\text{cm}^2$ 以下にすることができる。

【手続補正2】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

第1の固定砥粒を使用してサファイア基板の第1の面を研削する工程、および
前記サファイア基板の第1の面と対向するサファイア基板の第2の面を研削する工程、
ならびに

前記第1の固定砥粒と異なる第2の固定砥粒を使用して前記サファイア基板の前記第1の面を研削する工程を含み、

前記第1の固定砥粒が自生作用し、

前記第2の固定砥粒が、前記第1の固定砥粒よりも小さい平均粒径を有し、

前記第2の固定砥粒が自生作用し、

前記第2の固定砥粒を使用して前記サファイア基板を研削した後の前記サファイア基板は、 $0.037\mu\text{m}/\text{cm}^2$ 以下の規格化全厚み変化量(nTTV)、 $0.100\mu\text{m}/\text{cm}^2$ 以下の規格化された湾曲(n湾曲)および $0.100\mu\text{m}/\text{cm}^2$ 以下の規格化された平面度(n平面度)を有する、サファイア基板を機械加工する方法。

【請求項2】

前記第1の固定砥粒を使用した前記サファイア基板の前記第1の面の研削が、ピーク垂直力を前記第1の面に加えることを含み、

前記ピーク垂直力が $50\text{N}/\text{mm}$ 幅以下である請求項1に記載の方法。

【請求項3】

前記ピーク垂直力が、研削している時間の間、実質的に一定である請求項2に記載の方法。

【請求項4】

前記第1の固定砥粒が、ボンド材料マトリックス中に粗砥粒粒子を含む請求項1に記載の方法。

【請求項5】

前記第1の固定砥粒を使用して前記サファイア基板の前記第1の面を研削する工程が30ミクロン以上の材料を取り除くことを含む請求項1に記載の方法。

【請求項6】

前記第 1 の固定砥粒を使用して前記サファイア基板の前記第 1 の面を研削する工程が、40 ミクロン以上の材料を取り除くことを含む請求項 5 に記載の方法。

【請求項 7】

前記第 1 の固定砥粒を使用して研削する工程が、2000 rpm 以上の速度で研削することを含む請求項 1 に記載の方法。

【請求項 8】

前記第 2 の固定砥粒が、ボンド材料マトリックス中に微細砥粒粒子を含む請求項 1 に記載の方法。

【請求項 9】

前記微細砥粒粒子が、100 ミクロン以下の平均粒径を有する請求項 8 に記載の方法。

【請求項 10】

前記第 2 の固定砥粒が、30 ~ 70 vol % の範囲内の気孔率を有する請求項 8 に記載の方法。

【請求項 11】

前記第 2 の固定砥粒を使用した前記サファイア基板の前記第 1 の面の研削が、前記第 1 の面に対してピーク垂直力を加えることを含み、

前記ピーク垂直力が 50 N / mm 以下である請求項 1 に記載の方法。

【請求項 12】

前記ピーク垂直力が、研削している時間の間、実質的に一定である請求項 11 に記載の方法。

【請求項 13】

前記第 2 の固定砥粒を使用して研削する工程が、5.0 ミクロン以上の材料を前記サファイア基板の前記第 1 の面から取り除くことを含む請求項 1 に記載の方法。

【請求項 14】

サファイアリボンからサファイア円盤を形作り、前記サファイア基板を形成する工程をさらに含む請求項 1 に記載の方法。

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I テーマコード(参考)
H 0 1 L 21/304 6 3 1
B 2 4 B 1/00 B

(74)代理人 100128495
弁理士 出野 知

(74)代理人 100154391
弁理士 鈴木 康義

(72)発明者 タニケラ, プラーマナングム ブイ .
アメリカ合衆国, マサチューセッツ 0 1 5 3 2 , ノースボロ, マディソン ロード 1 1 7

(72)発明者 チンナカルパン, パラニアパン
アメリカ合衆国, オハイオ 4 5 0 6 6 , スプリングボロ, ジャニー レーン 2 2 5

(72)発明者 リズート, ロバート エー .
アメリカ合衆国, マサチューセッツ 0 1 6 0 6 , ウースター, ウェスト ボイルストーン ストリート 1 0 9 3

(72)発明者 チェリアン, アイザック ケー .
アメリカ合衆国, マサチューセッツ 0 1 5 4 5 , シュルーズベリー, トローブリッジ レーン 4 9

(72)発明者 ベダンタム, ラマヌジャム
アメリカ合衆国, マサチューセッツ 0 1 6 0 6 , ウースター, アロウシック ストリート 1 5

F ターム(参考) 3C049 AA02 AA09 CA05 CB02
3C063 AA02 AB02 BB02 BB07 BC02 BC03 BC09 EE16
5F057 AA12 BA12 BB12 CA36 DA11 DA15 EB16 EB17 EB18 EB20
GA02 GA03