

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和 3 年 6 月 11 日現在

機関番号：81406

研究種目：基盤研究(C)（一般）

研究期間：2018～2020

課題番号：18K03894

研究課題名（和文）微量液滴の支配的動作環境を破壊する電界ハイブリッド移動攪拌技術の開発

研究課題名（英文）Development of electric field hybrid mobile agitation technology that destroys the dominant operating environment of trace droplets

研究代表者

赤上 陽一（Akagami, Yoichi）

秋田県産業技術センター・企画事業部・専門員

研究者番号：00373217

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,400,000円

研究成果の概要（和文）：高硬度な研磨試料において、研磨時に発生するスクラッチ痕は生産上の障害になっている。この原因として、研磨スラリーに内在する当初nmオーダーの砥粒が、凝集作用によって $\mu\text{m}$ オーダーとなり、砥粒数が減少することで、研磨効率の低下と本凝集作用によって高い研磨加工圧を受けやすくなり、研磨試料に深いスクラッチ痕が生じることが知られている。そこで、nmオーダーの砥粒を含む微量液滴を攪拌させながら液滴移動するメカニズムの構築を確認し、得られた攪拌移動技術を精密研磨のスラリーに適用することで、加工性が低い次世代パワー半導体の研磨レートを2倍以上に向上させつつ、表面粗さの低下を抑制する新たな効果を得た。

研究成果の学術的意義や社会的意義

$\mu\text{L}$ オーダーの液滴は表面張力の支配が強く、簡便に移動させることは困難である。このため、精密研磨に用いる微量液滴内の微細な砥粒は凝集を生じ易く、研磨作用に時間を要したり研磨試料に悪影響が生じることが知られている。そこで、微量液滴を簡便に移動できる技術と移動時に攪拌する技術が求められているが、これまで存在しなかった。そこで、電界強度を絶えず変化可能な環境と液滴が移動する電極に傾斜を与えることで液滴の重心位置を変化させることで、液滴に3次元的な攪拌運動を提供しながら移動可能な技術を生み出すことに成功した。本技術を高硬度な材料の研磨に用いることで研磨効率の向上が図られ、日本の半導体産業に貢献できる。

研究成果の概要（英文）：In this research and development, scratch marks generated during the polishing process of hard polishing samples have become an issue in terms of productivity. The reason for this is that the abrasive grains inherent in the polishing slurry are initially on the order of nm, but due to agglomeration, they become on the order of  $\mu\text{m}$ , resulting in a decrease in polishing efficiency due to a decrease in the number of slurry particles and a situation where the polishing process pressure is easily applied due to the agglomeration effect. In this study, we elucidated the mechanism of easy droplet transfer by simple agitation of small droplets and confirmed the reproducibility of the mechanism.

研究分野：加工学および生産工学関連

キーワード：電界砥粒研磨技術 電界攪拌技術 表面張力 微量液滴 交流電界

### 1. 研究開始当初の背景

2015年度の国内の医療費は42兆円強であり、2025年度には60兆円に達する見通しである。この抑制策として日頃より健康に配慮する健康診断の受診率向上が提案されている。このような背景から、その場で検査結果が得られるPOCT (Point Of Care Testing) 技術の確立が求められている。そこで、検査の簡易化を可能とするデバイスの小型化が必要不可欠となる。こうした中、解決しなければいけない技術課題として微量液滴の移動攪拌技術があり、液滴の分散性を確保しながら分析装置等へ移動する技術の創出が求められている。一方、高度情報通信技術分野は益々発展が期待され、高速で省エネに富む高能率な次世代パワー半導体デバイスの出現が求められている。その普及に向けて要となる技術に高速精密研磨技術がある。これまで、物質固有の誘電率に着目し、外部よりスラリーに電界を与えて得られる吸引力を活用した電界砥粒制御技術や電界攪拌技術により砥粒の凝集を避けることにより生産性に富んだ加工技術を提案することで、次世代パワー半導体の加工コストを低減することで加速度的な普及促進が見込まれる。本研究開発は、このような社会要請に対する解決の一助になる。

### 2. 研究の目的

本研究の目的は、次世代パワー半導体の普及を支援する高効率で高品位な研磨技術の開発である。これまで、半導体基板加工における重大な欠陥の一つとして、スクラッチ痕の発生が挙げられる。これを回避するためには、研磨スラリーにおける砥粒凝集抑制方法の確立が求められているが、未だに解決に至っていない。そこで、これまで十分に検討されていなかった研磨スラリー供給方法における砥粒分散維持技術の開発をスタートした。

具体的には、凝集し易い微量な薬剤や研磨スラリーを次工程の装置に供給搬送する技術とする。始めに液滴の重心位置を変化させ移動させるために、滴下基板に傾斜を持たせ、次に試料となる微量液滴を基板上に滴下する。しかし、微量液滴には表面張力の作用により固定される。そこに変動電界を与えると吸引力が生じて、液滴の重心位置が変化することで液滴を移動させる技術である。加えて、本液滴が移動する際には回転攪拌も生じる事も判明し、これまで存在しない技術の確立を目的とする。

### 3. 研究の方法

#### 3-1 電界液滴移動攪拌技術の開発について

微量液滴には表面張力により基板上にとどまろうとする力が存在するため、ある傾斜角度を有する基板上の液滴であっても移動現象が生じない。そこで図1、2に示すような実験模試図に基づく実験装置を構成して液滴移動現象に必要な諸条件を明らかにする。

#### <実験条件>

図1に示すように上電極の傾斜角度は5°一定とし、電極間距離は8mmとし、上電極に接する基板の下側面に絶縁性撥水テープを固着させて液を滴下した。その滴下量は5、10、20、30 $\mu$ Lとして液滴移動開始周波数を調べた。用いる印加電圧は4kV一定とした。その結果を図3に示す。液滴が移動する周波数は、液滴量が小さいほど印加電圧の周波数を高くする必要があることを図3に示す。

次に、図2に示すように下基板に角度を持たせて、下基板上に液滴を滴下し、図1同様に絶縁性撥水テープを介して平行平板の電極配置構成にした。その滴下量は5~100 $\mu$ Lとして液滴移動開始周波数を調べた。

図2のように傾斜させた基板上に液滴を滴下して変動電界を与えると、液滴は上下に振動し、さらに傾斜基板上ため、重力成分の水平方向が作用して液滴の重心位置が変化し、液滴は攪拌移動する。液滴した液滴量と移動開始周波数との関係は図4に示す。

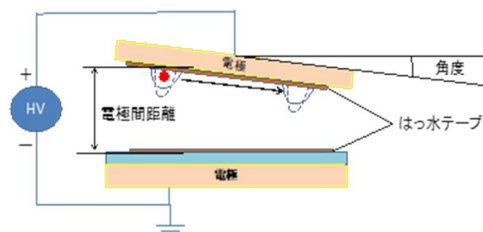


Fig.1 The test of droplet transfer stirring system on the upper substrate under electric field.

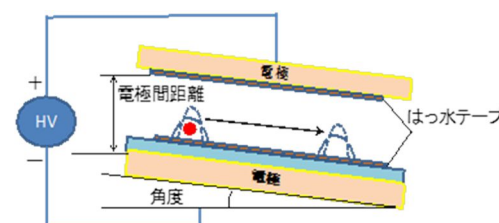


Fig.2 The test of droplet transfer stirring system on the low substrate under electric field.

図1の液滴攪拌移動システムよりも図2のシステムの方が、液滴移動開始周波数は、いくぶん高くなる結果を得たが、液量と移動周波数との関係は同様の傾向を示した。液滴の操作性を考慮すると、図2のシステムは図1に比べて操作性に富むものと考えられる。

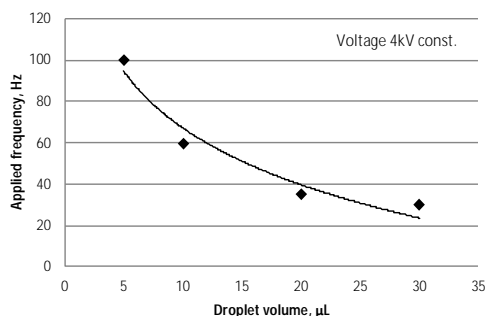


Fig.3 Relationship between droplet volume and applied frequency using Fig.1

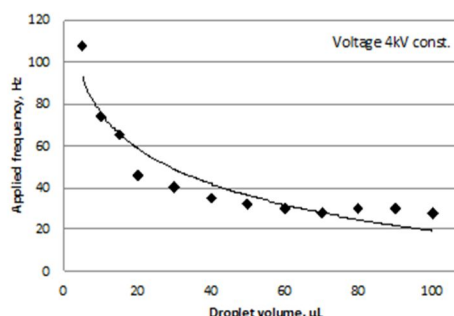


Fig.4 Relationship between droplet volume and applied frequency using Fig.2

図5、6に液滴移動時の様子を示す。これらの観察写真より、液滴は基板上にて、上下に振動しつつ回転運動しながら移動する現象を確認できた。

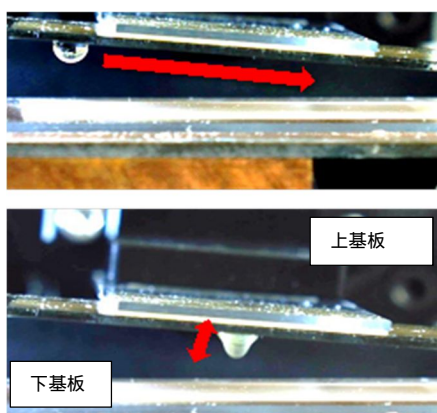


Fig.5 The moving droplet with stirring motion on the upper side substrate.

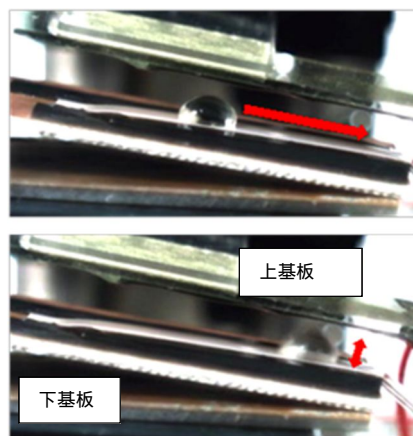


Fig.6 The moving droplet with stirring motion on the lower side substrate.

次世代パワー半導体を広く一般に普及するためには、優れた生産性を発揮する高精度な研磨技術の確立が必要不可欠である。これらを支える技術の一つとして、スラリー中における微細砥粒の凝集を抑制する技術開発が求められているが未達成である。本基板は、種々の優れた電気特性を有し、省エネルギー効果に富み、今後のカーボンニュートラル社会を支える材料として注目されている。一方、これらの基板は高硬度かつ高い化学的安定性に富み、いわゆる難加工材料として知られている。このため基板の表面加工仕上げ工程には多くの加工時間が必要とされ、製造コストに直接反映される。このためプロセスの高度化によるコストダウンが希求されている。そこで、本研究は基板の表面の仕上げ技術にナノサイズ研磨砥粒を活用し、電界攪拌移動技術を適用することで、低ダメージな加工の実現と併せて電界砥粒制御技術も活用することで、高効率な研磨加工プロセス開発を行い課題解決に寄与する。

これまで開発した電界砥粒制御技術は、交流電界を研磨中に印加して研磨砥粒の配置制御を実現し、研磨効率を向上させる技術である。しかし、ナノサイズ砥粒を研磨砥粒に適用した検討がなされていない。その理由として、ナノサイズ砥粒は容易に凝集するため、研磨プロセス中に基板に深いスクラッチ痕を生じさせ、研磨時間を増加させる恐れがあるためである。

そこで、電界攪拌移動技術を本加工プロセスに適用することで、ナノサイズ砥粒の凝集を抑制しつつ、研磨効率に優れた新たな研磨加工技術を通して本電界攪拌移動技術の有効性を検証する。

### 3-2 ナノサイズ砥粒スラリーに電界攪拌移動技術を適用した挙動観察について

電界下におけるナノサイズ砥粒スラリーの挙動観察は、銅電極を上下に対向させ、電極間距離を1mmとし、この間に電界印加装置にて基礎信号をファンクションジェネレータにて発生させ、この信号を利得1000の高電圧アンプにて昇圧して電極間に供給した。信号波形の観測にはデジ

タルオシロスコープを用い、波形は矩形波と電界強度は0.5~3kV/mm、周波数は1 Hz 及び 10 Hz とした。観察試料には平均粒子径 80nm、3 $\mu$ m の砥粒を、それぞれ動粘度 10cst のシリコンオイルに分散させて 1wt%に調整したスラリーとして電極間に滴下して、スラリーの挙動観察を実施した。

挙動観察の結果より、80nm 砥粒と 3 $\mu$ m 砥粒とでは、生じる柱状クラスターの形成し易さが異なり、80nm 砥粒は低い電界強度においても凝集を招く柱状クラスターを生じること得た。

### 3-3 ナノサイズ砥粒スラリーに電界攪拌移動技術を適用した研磨実験について

本研究開発で得られた電界攪拌移動技術にてスラリーを研磨装置に供給し、電界砥粒制御技術を適用した研磨プロセスにてその有効性を検証する研磨実験を実施した。

準備した平均粒子径 80nm、3 $\mu$ m の砥粒を用いてスラリーを調整し、傾斜した基板上に滴下後に、変動電界を与えることで、攪拌挙動を伴いながら研磨装置に提供され、電界砥粒制御研磨技術にて次世代パワー半導体基板を試料に研磨実験を行い、それらの結果をそれぞれ A、B、C、D にて示す。

Aは無電界下にて、3 $\mu$ m 砥粒を用いた研磨レートは、2.20 $\mu$ m(2200nm) /hr であった。表面粗さは PV 54.2nm であった。

Bは無電界下にて 80nm 砥粒を用いた研磨レートは、0.27 $\mu$ m(270nm)/hr であった。表面粗さは PV 3.4nm であった。

これより、砥粒の大きさは、AはBより37倍と大であるが、研磨レートの差は11倍と著しい効果は認められなかった。またAとBとの表面粗さの差は16倍と大きく悪化した。

Cは、電界強度0.5kV/mm下にて、80nm 砥粒を用いた研磨レートは0.60 $\mu$ m(600nm)/hr であった。無電界下のBに比べ2.2倍向上した。表面粗さPV 5.1nmで、Bとほぼ同等であった。

これより、電界の吸引力作用によって研磨下に平均粒子径80nmの砥粒が侵入して研磨作用が有効に発揮されていることが明らかになった。表面粗さは、BとCにて差が見られないことから凝集作用は抑制されているものと考えられる。

Dは、電界強度2kV/mmにて、80nm 砥粒を用いた研磨レートは0.42 $\mu$ m(420nm)/hr であった。表面粗さPV 6.3nmと若干低下した。

また、Dの電界強度2kV/mmとCの0.5kV/mmとで比較すると、Dは凝集作用を生じ、研磨下に砥粒クラスターを生じることで、スラリーの研磨下への侵入が低下し、研磨レートが低下し、本凝集作用によって表面品位も低下したものと考えられる。

今回の実験環境では80nm 砥粒を0.5kV/mmの電界環境にて研磨することで優れた研磨特性が得られた。

## 4. 研究成果

本研究で新たに微量な液滴を攪拌しながら移動できる電界移動攪拌技術を得た。この適用先を検討するために、凝集し易いナノサイズ砥粒を研磨スラリーとして電界砥粒制御研磨技術に導入した実証実験を行った。その結果、電界印加によって研磨効率は、約2.2倍に増進し、表面粗さは電界有無とでは、同等レベルという有効性を確認できた。

これらより、これまで適用を抑制してきたナノサイズ砥粒の使用は、電界移動攪拌技術と電界砥粒制御技術に合わせた研磨システムに適用することで高効率な研磨技術として新たな可能性が得られた。本研究は今後の日本のパワー半導体産業界に強く貢献することが期待できる。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計1件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 0件）

1. 発表者名 中村 竜太, 大久保義真, 赤上陽一
2. 発表標題 変動電界を用いた微小液滴向け移動攪拌技術の開発（第1報）
3. 学会等名 2019年秋季大会 精密工学会
4. 発表年 2019年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
研究分担者	中村 竜太  (Ryuta Nakamura)  (00634213)	秋田県産業技術センター・先進プロセス開発部・主任研究員   (81406)	
研究分担者	大久保 義真  (Yoshinobu Okubo)  (30826532)	秋田県産業技術センター・先進プロセス開発部・研究員   (81406)	

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------