

機関番号：14401
 研究種目：基盤研究（B）
 研究期間：2008～2010
 課題番号：20360068
 研究課題名（和文） 大気開放プラズマを用いた無歪高能率ナノ精度形状創成プロセスの開発
 研究課題名（英文） Development of high-efficient damage-free figuring process using open-air type atmospheric pressure plasma
 研究代表者
 山村 和也（YAMAMURA KAZUYA）
 大阪大学・工学研究科・准教授
 研究者番号：60240074

研究成果の概要(和文)：

特殊構造の電極を開発し、真空チャンバーを用いることなく完全な大気開放下でプラズマを発生できる数値制御(NC)加工装置を開発した。本装置を用い、厚さが100 μm以下である水晶ウエハの厚さムラを2分以内に10nmレベルまで均一化することに成功した。また、大気圧水蒸気プラズマの照射による表面改質と砥粒研磨加工とを組み合わせたプラズマ援用研磨法を提案し、単結晶 SiC のシリコン面に対してステップ/テラス構造が観察されるほどの原子レベルで平滑な表面を得た。

研究成果の概要(英文)：

A chemical finishing process using open-air type atmospheric pressure plasma is proposed to correct the nonuniformity in thickness of the quartz wafer. In this process, free figuring without mask pattern can be realized by numerically controlled scanning of the localized removal area. The thickness uniformity of commercially available quartz wafer is improved from 123 nm to 15 nm only by one correction process without any subsurface damage. Furthermore, a novel polishing technique named plasma-assisted polishing was proposed for the finishing of silicon carbide material. The irradiation of helium-based water vapor plasma efficiently oxidized the surface of single-crystal 4H-SiC (0001), and a result of nanoindentation test revealed that the hardness of SiC decreased by one order of magnitude compared with the unprocessed surface. Plasma-assisted polishing using CeO₂ abrasive enabled us to improve the surface roughness of commercially available SiC wafer without introducing crystallographical subsurface damage, and a scratch-free atomically flat surface with an rms roughness of 0.1 nm level was obtained.

交付決定額

(金額単位:円)

	直接経費	間接経費	合計
2008年度	6,000,000	1,800,000	7,800,000
2009年度	5,100,000	1,530,000	6,630,000
2010年度	3,100,000	930,000	4,030,000
総計	14,200,000	4,260,000	18,460,000

研究分野:工学

科研費の分科・細目:機械工学、生産工学・加工学

キーワード:特殊加工、超精密加工、大気圧プラズマ、無歪加工

1. 研究開始当初の背景

トップダウン方式によりナノ精度の基板を作製するプロセスとして、従来の機械加工技術を極限まで高精度化する試みがなされている。機械加工は接触加工プロセスであるため、切り込み深さや加工圧力を一定に保つために、振動の影響を

低減するための機械の高剛性化、運動精度を向上するための静圧軸受の適用、熱変形を低減するための高精度温度管理等、あらゆる装置構成要素の高度化が行なわれている。しかしながら、これらの措置は装置価格の上昇、インフラの高度化、ランニングコストの上昇等を伴うため、一般的

な加工産業において普及させる上で大きなバリアとなっていることは否めない。機械的加工法以外のナノ精度加工プロセスとしては、イオンビーム加工が挙げられるが、真空チャンバーや排気ポンプ、ガス供給設備等の高価なインフラを必要とするために装置導入時のイニシャルコストが高くなってしまふ。また、イオンビーム加工は作動圧力が低く、反応種であるイオンの密度が低いために加工速度が遅い。従って、生産性の観点から、大量生産が必要とされる電子デバイス作製の半導体基板の仕上げ加工等に適用することはできない。これらの問題点を解決するため、大気圧プラズマプロセスを用いた非接触化学加工に基づく低コストなナノ精度基板一貫創成プロセスを実用化するという着想に至った。本戦略は、既存技術の高精度化によって加工精度の向上を図るアプローチとは一線を画す独創的なものと言える。

2. 研究の目的

本研究では、大気圧プラズマプロセスを基幹技術として適用し、本プロセスが有する再現性ならびに制御性の高い化学反応現象を除去あるいは成膜プロセスに利用することで、

- 1) 加工物表面に結晶学的なダメージを与えない、形状加工、研磨プロセスを実現する。
- 2) 工具等が被加工物に対して非接触に作用するため、機械精度に依存せず、また振動・温度等の周囲環境の変動の影響を受けることなくナノ精度の自由曲面を再現性良く決定論的に創成する。
- 3) 機械剛性や厳密な環境温度管理が不要であるため、イニシャルコストおよびランニングコストがともに低コストであるナノ精度超精密加工システムを構築する。

ことを実現し、新しい実用的な超精密加工技術としてバリアフリーに供することを目的としている。

3. 研究の方法

(1) パルス変調プラズマの適用

AT カット水晶ウエハの厚さ分布を均一化するプロセスに大気開放型のプラズマプロセスを適用した場合、加工速度増加のために印加電力を上げると、熱応力による基板割れが問題となる。本問題を解決するため、印加する高周波電力を連続波(CW)からパルス変調(PM)とすることにより、加工速度の増加と基板温度の低下を両立することを検討する。

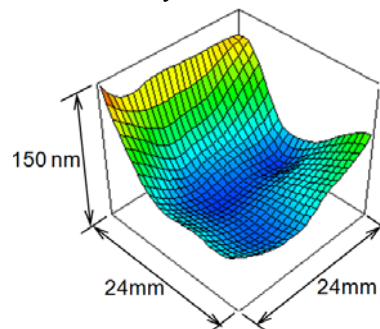
(2) プラズマ援用研磨特性の評価

4H-SiC(0001)面に対する研磨能率の向上をプラズマプロセスにおける反応ガス種、高周波電力

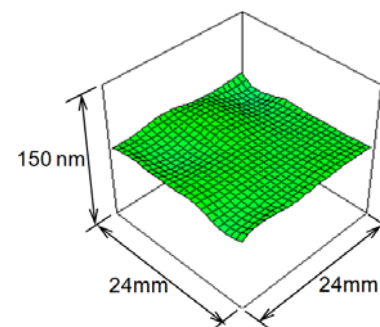
密度の最適化によって行う。最適化の評価手法として、プラズマの発光分光分析によるラジカル種密度の計測、顕微干涉計、触針式粗さ計、SEM, AFM を用いた研磨面のモフォロジー解析、X 線光電子分光による化学結合状態の解析、ナノインデンテーションテストによる表面硬度の測定を用いる。

4. 研究成果

パルス変調の条件として、繰り返し周波数 50kHz、duty 比 40%、平均投入電力を 160W とした場合、同一平均電力の投入条件下においては CW プラズマを適用した場合と比較して、約 2.5 倍の体積加工速度が得られた。このときのプラズマオン時間は 8 μ sec、プラズマオフ時間は 12 μ sec であり、プラズマオン時における印加電圧の波高値は $160 \times 100 / 40 = 400$ W 相当である。パルス変調プラズマを適用することで、瞬間的に高い電圧の印加が可能となり、反応種であるフッ素ラジカル(プロセスガスは He, CF₄, O₂)の生成量が増大するとともに、プラズマオフ時間の導入によってガスが冷却されることによって基板への熱流入が低減し、熱応力による基板の破損を防止できると考えられる。また、平均投入電力を一定にしているにも関わらず、duty 比 50%と 60%の時は、CW



(a) 厚さ分布修正前 122.6 nm (p-v)



(b) 厚さ分布修正後 14.9 nm (p-v)

図1 ATカット水晶ウエハにおける厚さ分布の修正加工結果

プラズマの時と比べて体積加工速度は小さくなった。これは、PMプラズマ適用時は、投入電力とフッ素ラジカル生成量との関係が非線形であり、**duty** 比を小さくして、プラズマオン時における電圧波高値を増大させるほうがラジカル生成量の増加に効果的であることを示唆する。このパルス変調条件を適用し、ATカット水晶ウエハの厚さ分布修正を行った。その結果、図1に示すように、24 mm角の評価領域内において、修正前には最大差として123 nmあった厚さ分布を修正後には14.9 nmに向上できた。また、平均厚さからの標準偏差に関しても5 nm以下が得られている。このときの修正に要した時間は1分47秒であり、実用化の上で十分な結果と言える。

ヘリウムベースの大気圧水蒸気プラズマを照射することにより、SiC, WC等の高硬度難加工材料の表面が軟質化することを見出した。これらの材料に対してナノインデンテーション試験により硬度を測定したところ、単結晶SiCは約1/8に、WCは約1/40に低下することが分かった。また、酸素プラズマを照射した場合と比較すると水蒸気プラズマを照射した方の酸化レートが大きいことも分かり、OHラジカル(2.80V)とOラジカル(2.42V)の酸化ポテンシャルの差により酸化レートの差が生じたと考えられる。これらの結果を踏まえ、単結晶4H-SiC (0001) on-axis基板に

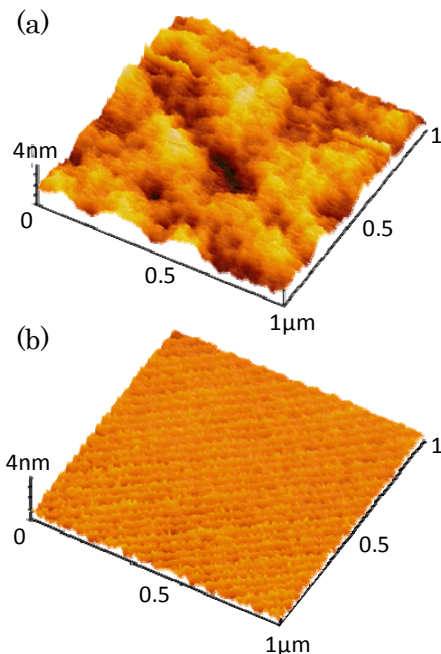


図2 4H-SiC (0001) on-axis ウエハの AFM 像
(a) 研磨前 3.055 nm p-v, 0.420 nm rms,
(b) 研磨後 1.270 nm p-v, 0.144 nm rms

対して酸化セリウム砥粒を用いた水蒸気プラズマ照射援用研磨を行ったところ、図2に示すよう

にスクラッチフリーかつステップ/テラス構造が見られるほどの原子レベルで平滑な表面が得られた。また、反射高速電子回折(RHEED)によりプラズマ援用研磨前後の結晶性を評価したところ、研磨前に存在していた格子歪が除去されて理想的な結晶格子間隔を得るとともに回折スポットの半値幅が減少することが確認できた。これらの結果は母材であるSiCよりも軟質な酸化セリウム砥粒を用いることでスクラッチフリーかつダメージフリーな平滑化加工が行えたことを意味するものであり、硬脆機能材料の高効率・高品位加工を実現する新しい加工法として発展する可能性を示せた。

4H-SiC(0001)基板に対してヘリウムベースの水蒸気プラズマを照射するとともに、アルミナおよび酸化セリウム砥粒を用いたプラズマ援用研磨実験を行った。XPS測定の結果、水蒸気プラズマの照射により表面が酸化され、酸化膜とSiCの界面にはSi-C-Oの遷移層が存在することが分かった。プラズマ援用研磨においてアルミナ砥粒を用いた場合には面内方向にうねりを有するステップテラス構造が観察されたのに対し、セリア砥粒を用いた場合にはうねりのない理想的なステップテラス構造が得られた。硬度が高いアルミナ砥粒の場合には、ランダムな運動によってSiC界面の遷移層が除去され、遷移層が除去された部分は酸化が進行するためにうねりを有するステップテラス構造が形成されたと考えられる。軟質な酸化セリウムを用いた場合は、界面層が除去されずに常にSiC上に残留しながら除去加工が進行するため、基板の結晶性ならびに結晶方位の傾きに依存する理想的なステップテラス構造が形成されたと推測される。また、酸化セリウム砥粒を用いた反応焼結SiC基板のプラズマ援用加工においては、ダイヤモンド砥粒を用いた通常の研磨と比較して加工面に形成されるスクラッチの密度とその深さを大幅に減少することができ、金型作製における高品位仕上げ法としての有用性を示せた。

今後、プラズマ援用研磨における除去メカニズムを解明するとともに、プラズマ照射条件ならびに砥粒の材質と運動方法等の最適化により研磨レートの向上を図る。

5. 主な発表論文等

[雑誌論文](計7件)

- (1) Kazuya Yamamura, Tatsuya Takiguchi, Masaki Ueda, Azusa N. Hattori, Nobuyuki Zettsu, High-integrity finishing of 4H-SiC

- (0001) by plasma-assisted polishing, *Advanced Materials Research*, 査読有, **126-128** (2010) 423-428.
- (2) Masaki Ueda, Masafumi Shibahara, Nobuyuki Zettsu, Kazuya Yamamura, Effect of Substrate Heating in Thickness Correction of Quartz Crystal Wafer by Plasma Chemical Vaporization Machining, *Key Engineering Materials*, 査読有, **447-448** (2010) 218-222.
- (3) Mao Hosoda, Kazuaki Ueda, Mikinori Nagano, Nobuyuki Zettsu, Shoichi Shimada, Kazuo Taniguchi, Kazuya Yamamura, Fabrication of Damage-free Curved Silicon Crystal Substrate for a Focusing X-ray Spectrometer by Plasma Chemical Vaporization Machining, *Key Engineering Materials*, 査読有, **447-448** (2010) 213-217.
- (4) Kazuya Yamamura, Tetsuya Morikawa, Masaki Ueda, Mikinori Nagano, Nobuyuki Zettsu, Masafumi Shibahara, High Efficient Damage-Free Correction of Thickness Distribution of Quartz Crystal Wafer by Atmospheric Pressure Plasma Etching, *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, 査読有, **56** (2009) 1128-1130.
- (5) Kazuya Yamamura, Tetsuya Morikawa, Masaki Ueda: High-Efficient Damage-Free Correction of the Thickness Distribution of Quartz Crystal Wafer Using Open-Air Type Plasma CVM, *Key Engineering Materials*, 査読有, **407-408** (2009) 343-346.
- (6) Kazuya Yamamura, Tetsuya Morikawa, Masafumi Shibahara, Nobuyuki Zettsu, Yuzo Mori, Uniformization of AT cut quartz crystal wafer thickness using open-air type plasma CVM process, *Surf. Interface Anal.*, 査読有, **40** (2008) 1007-1010.
- (7) K. Yamamura, S. Shimada, Y. Mori, Damage-free improvement of thickness uniformity of quartz crystal wafer by plasma chemical vaporization machining, *Annals of the CIRP*, 査読有, **57** (2008) 567-570.

[学会発表] (計 28 件)

- (1) 細田 真央, 永野 幹典, 是津 信行, 山村 和也, 島田 尚一, 谷口 一雄, 数値制御プラズマ CVM によるヨハンソン型 Si(111)二重湾曲分光結晶のダメージフリー加工(第 4 報)ー表面粗さの生成要因に関する検討ー,

東日本大震災のため予稿集の発行のみ, 2011 年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集 (2011) 505-506.

- (2) Hui Deng, Masaki Ueda, Sho Morinaga, Nobuyuki Zettsu, Kazuya Yamamura, Finishing of reaction sintered SiC by plasma assisted polishing -Analysis of chemical and morphological structure of processed surface-, 東日本大震災のため予稿集の発行のみ, 2011 年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集 (2011) 287-288.
- (3) M. Hosoda, M. Nagano, N. Zettsu, S. Shimada, K. Taniguchi, K. Yamamura, Figuring of Damage-Free Cylindrical Silicon Crystal Substrate for a Focusing X-ray Spectrometer by Plasma Chemical Vaporization Machining, Third International Symposium on Atomically Controlled Fabrication Technology (11 月 24 日, Nov. 24-26, Osaka, JAPAN) (2010) P-7, 72-73.
- (4) M. Ueda, S. Morinaga, H. Deng, N. Zettsu, K. Yamamura, Machining Properties of Reaction-Sintered Silicon Carbide by Plasma Assisted Machining, Third International Symposium on Atomically Controlled Fabrication Technology (11 月 24 日, Nov. 24-26, Osaka, JAPAN) (2010) P-65, 188-189.
- (5) Kazuya Yamamura, Masaki Ueda, Tatsuya Takiguchi, Nobuyuki Zettsu, Plasma Assisted Polishing of Reaction-Sintered Silicon Carbide, 25th Annual Meeting of the ASPE (11 月 3 日, 31 Oct. - 4 Nov., Atlanta, USA) (2010) 61-64.
- (6) Kazuya Yamamura, Tatsuya Takiguchi, Masaki Ueda, Azusa N. Hattori, Nobuyuki Zettsu, Surface Modification by Water Vapor Plasma for Damage-free Roughness Smoothing of 4H-SiC, 63rd Gaseous Electronics Conference (GEC) and 7th International Conference on Reactive Plasmas(ICRP) (10 月 5 日, 4-8 Oct., Paris, France) (2010) DTP-067.
- (7) 細田真央, 植田和晃, 是津信行, 山村和也, 島田尚一, 谷口一雄, 数値制御プラズマ CVM によるヨハンソン型 Si(111)二重湾曲分光結晶のダメージフリー加工(第 3 報)-形状創成加工後の表面粗さの低減-, (9 月 28 日, 名古屋大学), 2010 年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集 (2010) 731-732.

- (8) 上田真己, 森永 翔, 是津信行, 山村和也, プラズマ援用加工法の開発(第2報)-反応焼結 SiC 材の加工特性-, (9月27日, 名古屋大学), 2010年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集 (2010) 339-340.
- (9) 山村和也, 上田真己, 瀧口達也, 是津信行, プラズマ援用ポリッシングによる4H-SiC (0001) のスクラッチフリー加工, (8月28日, 岡山大学), 2010年度砥粒加工学会学術講演会講演論文集 (2010) 107-108.
- (10) Kazuya Yamamura, Plasma assisted finishing of difficult-to-machine materials, 2nd International Conference on Nanomanufacturing (nanoMan2010) (9月26日, 24-26 Sep., Tianjin, China) (2010).
- (11) Kazuya Yamamura, Tatsuya Takiguchi, Masaki Ueda, Azusa N. Hattori and Nobuyuki Zettsu, High-integrity finishing of 4H-SiC (0001) by plasma-assisted polishing, The 13th International Symposium on Advances in Abrasive Technology (9月20日, 19-22 Sep., Taipei, Taiwan) (2010).
- (12) Masaki Ueda, Masafumi Shibahara, Nobuyuki Zettsu, Kazuya Yamamura, Effect of Substrate Heating in Thickness Correction of Quartz Crystal Wafer by Plasma Chemical Vaporization Machining, International Conference on Precision Engineering (7月28日, ICoPE2010&13th ICPE, 28-30 July, Singapore) (2010).
- (13) Mao Hosoda, Kazuaki Ueda, Mikinori Nagano, Nobuyuki Zettsu, Shoichi Shimada, Kazuo Taniguchi, Kazuya Yamamura, Fabrication of Damage-free Curved Silicon Crystal Substrate for a Focusing X-ray Spectrometer by Plasma Chemical Vaporization Machining, International Conference on Precision Engineering (7月28日, ICoPE2010&13th ICPE, 28-30 July, Singapore) (2010).
- (14) K. Yamamura, T. Takiguchi, N. Zettsu, Development of Atmospheric Pressure Plasma Assisted High efficient and High integrity Machining Process of Difficult to Machine Materials, 10th International Conference of the European Society for Precision Engineering and Nanotechnology (6月3日, 31 May - 4 June, Delft, Netherland) (2010) 299-302.
- (15) 細田真央, 植田和晃, 是津信行, 山村和也, 島田尚一, 谷ロー雄, 数値制御プラズマCVMによるヨハンソン型 Si(111)二重湾曲分光結晶のダメージフリー加工(第2報), (5月28日, 京都大学), 精密工学会2010年度関西地方定期学術講演会講演論文集 (2010) 82-83.
- (16) 上田真己, 瀧口達也, 是津信行, 山村和也, プラズマ援用加工法の開発(第1報)-基礎実験装置の試作と加工特性の評価-, (5月28日, 京都大学), (5月28日, 京都大学), 精密工学会2010年度関西地方定期学術講演会講演論文集(2010) 62-63.
- (17) 細田真央, 植田和晃, 是津信行, 山村和也, 島田尚一, 谷ロー雄, 数値制御プラズマCVMによるヨハンソン型 Si(111)二重湾曲結晶のダメージフリー加工, (3月16日, 埼玉大学), 精密工学会第17回学生会員卒業研究発表講演会講演論文集 (2010) 17-18.
- (18) 上田真己, 永野幹典, 柴原正文, 是津信行, 山村和也, 大気開放型プラズマCVMによる AT カット水晶ウエハ厚さの修正加工ー基板加熱による加工速度の向上ー, (3月17日, 埼玉大学), 2010年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集 (2010) 307-308.
- (19) M. Ueda, M. Nagano, N. Zettsu, M. Shibahara, K. Yamamura, High-precision correction of thickness distribution of AT-cut quartz crystal wafer by pulse-modulated atmospheric pressure plasma etching, Second International Symposium on Atomically Controlled Fabrication Technology (11月25日, Nov. 25-26, Osaka, JAPAN) (2009) PO.72, 178-179.
- (20) M. Ueda, M. Nagano, N. Zettsu, M. Shibahara, K. Yamamura, High-precision finishing of AT-cut quartz crystal wafer by plasma chemical vaporization machining, 3rd International Conference of Asian Society for Precision Engineering and Nanotechnology (ASPEN2009)(11月11日, Nov. 11-13, Kitakyushu, Japan) (2009) 1P2-6.
- (21) 瀧口達也, 是津信行, 山村和也, 大気圧プラズマを援用した難加工材料加工プロセスの開発(第1報), (9月10日, 神戸大学), 2009年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集 (2009) 163-164.
- (22) 上田真己, 瀧口達也, 押鐘 寧, 柴原正

- 文, 山村和也, 大気開放型プラズマCVMによるATカット水晶ウエハ厚さの均一化ー分光学的手法によるパルス変調プラズマの解析と加工特性との相関の考察ー, (9月10日, 神戸大学), 2009年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集 (2009) 159-160.
- (23) Masaki Ueda, Tetsuya Morikawa, Mikinori Nagano, Nobuyuki Zettsu, Masafumi Shibahara, Kazuya Yamamura, Improvement of the Thickness Distribution of AT-cut Quartz Crystal Wafer by Pulse-Modulated Atmospheric Pressure Plasma, 22nd Symposium on Plasma Science for Materials (6月15日, June 15-16, Tokyo, Japan) (2009) 64.
- (24) 上田真己, 森川徹也, 柴原正文, 山村和也, 大気開放型プラズマCVMによるATカット水晶ウエハの厚み修正加工ー加工精度向上のための2分割加工による温度変化の低減ー, (5月13日, 千里ライフサイエンスセンター), 精密工学会2009年度関西地方定期学術講演会講演論文集(2009) 57-58.
- (25) Kazuya Yamamura, Tetsuya Morikawa, Masaki Ueda ; High-Efficient Damage-Free Correction of the Thickness Distribution of Quartz Crystal Wafer Using Open-Air Type Plasma CVM, 9th International Conference on Progress of Machining Technology (9th ICPMT) (4月26日, April 25-28, Kunming, China) (2009).
- (26) 上田真己, 森川徹也, 山村和也, 柴原正文, 大気開放型プラズマCVMによるATカット水晶ウエハの厚み修正加工ー加工精度に影響を及ぼす要因の考察ー, (3月11日, 中央大学), 2009年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集 (2009) 259-260.
- (27) 森川徹也, 上田真己, 山村和也, 柴原正文, 森 勇藏, 大気開放型プラズマ CVM によるATカット水晶ウエハの厚み修正加工ーパルス変調プラズマを用いた修正加工の高精度化ー, (9月19日, 東北大学), 2008年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集 (2008) 805-806.
- (28) 森川徹也, 上田真己, 山村和也, 柴原正文, 森 勇藏, 大気開放型プラズマ CVM によるATカット水晶ウエハの厚み修正加工ーパルス変調プラズマの適用による厚み修正時間の短縮ー, (7月30日, 堺市産業振興センター), 精密工学会2008年度関西地方定期学術講演会講演論文集 (2008) 53-54.
- [図書] (計2件)
- (1) 佐野泰久, 山村和也, 山内和人, 大気圧プラズマ 基礎と応用 6.7.5 マイクロ/ナノ加工, 日本学術振興会プラズマ材料科学第153委員会, オーム社 (2009.10.15) 357-362.
- (2) 佐野泰久, 山村和也, 山内和人, 次世代パワー半導体ー省エネルギー社会に向けたデバイス開発の最前線ー 第1章第1節2 PCVM を用いた SiC 基板の薄化, NTS (2009.10.7) 57-66.
- [産業財産権]
- 出願状況(計1件)
- 名称: 難加工材料の精密加工方法及びその装置
- 発明者: 山村和也、是津信行
- 権利者: 国立大学法人大阪大学
- 種類: 特許
- 番号: 特願 2010-041092
- 出願年月日: 2010年2月25日
- 国内外の別: 国内
6. 研究組織
- (1) 研究代表者
- 山村 和也 (YAMAMURA KAZUYA)
- 大阪大学・工学研究科・准教授
- 研究者番号: 60240074
- (2) 研究分担者
- 是津 信行 (ZETTSU NOBUYUKI)
- 大阪大学・工学研究科・助教
- 研究者番号: 10432519