

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 15 日現在

機関番号：14303

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2012～2014

課題番号：24760105

研究課題名(和文)紫外光照射による光化学反応を重畳したSiC単結晶の高効率鏡面研削

研究課題名(英文)High efficiency mirror-like surface grinding of SiC by UV-ray assisted grinding

研究代表者

山口 桂司(Yamaguchi, Keishi)

京都工芸繊維大学・工学科学研究科・助教

研究者番号：00609282

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)：紫外光照射による光化学反応を重畳したSiC単結晶の高効率鏡面研削を実現するため、単粒研削を模した漸増切込み試験(スクラッチ試験)によってSiC単結晶の基礎的な加工特性を明らかにした。その結果、延性モードで加工可能な臨界切込み量は、紫外光照射なしでは $0.03\mu\text{m}$ だったのに対して紫外光照射されたSiC表面には酸化物が形成されることで2～3倍まで大きくなることが明らかになった。さらに紫外光照射時に熱を与えることによって形成される酸化物の厚さは飛躍的に大きくなり、臨界切込み量も増大することが明らかになった。

研究成果の概要(英文)：Ultraviolet-ray (UV-ray) assisted grinding was proposed to the high-efficiency mirror like surface grinding of SiC. In this study, the machining characteristics of SiC was clarified by the gradually increase cutting experiment (scratch test). As the result, the critical cutting depth of ductile mode cutting increased with the oxide formation on SiC surface caused by UV-ray irradiation. Moreover, the thickness of the oxide was increased exponentially by heating with UV-ray irradiation and it is clarified that the critical cutting depth of SiC was also increased.

研究分野：生産加工

キーワード：SiC スクラッチ試験 紫外光 延性モード

1. 研究開始当初の背景

SiCは、物理的・電氣的に優れた特性を有し、化学的にも非常に安定であることから、電気エネルギーの高効率利用を可能とする次世代半導体デバイスや、次世代照明である発光デバイスなどへの応用が期待されている。しかしながら、SiCはダイヤモンド、cBNに次ぐ硬度を有し、熱的・化学的に極めて安定であるため、加工が非常に困難な材料である。一般的なSiC基板の加工工程では、ウェハを切り出した後、複数回の研削加工やダイヤモンド砥粒を用いたラッピングにより平面度出しが行われ、その後、コロイダルシリカ等を用いたケミカルメカニカルポリッシング(CMP)が行われて最終的に仕上げられており、基板製造にかなりの時間やコストを要している。このため、加工表面上にダメージのない超平坦SiC基板表面を高効率に作製することのできる新しい加工プロセスの開発が求められており、研究開発も盛んに行われている。一方、最終的な鏡面加工プロセスでは除去効率は非常に低く、その前工程の開発も重要である。しかしながら、その前工程にあたる高効率な除去加工に関する報告が少ないのが現状である。したがって、高効率な除去加工を実現することが、今後のSiC基板の実用化に向けて非常に重要な課題である。

2. 研究の目的

本研究では、SiCの高効率鏡面加工法として、UVアシスト研削を提案した。本手法は、SiCの研削加工において、紫外光照射による光化学反応を重畳することで、従来以上の切込みで延性モード研削を可能とする高効率研削を実現しようとするものである。光化学反応によりSiC表面に軟質な酸化物が形成されるため延性モード領域が拡大し、高品位な鏡面を高効率に得られる可能性がある。ここでは、大きく以下の2つを目的とする。

(1) SiCの加工における延性-脆性遷移点を評価することで、延性モード領域で加工可能な臨界切込み深さを明らかにする。また、SiCの臨界切込み深さにUV照射による光化学反応が与える影響を明らかにすることで、UVアシスト研削の可能性を検討する。

(2) UVアシスト研削用の砥石を試作し、SiCの高効率鏡面加工を試みる。ダイヤモンドを含有した砥石および軟質な酸化セリウム(CeO₂)粒子を含有した砥石などによるSiCの高効率鏡面研磨の可能性を検討する。

3. 研究の方法

(1) 漸増切込み試験(以後、スクラッチ試験)が可能なスクラッチ試験機を製作し、SiCの加工特性を明らかにした。図1に製作したスクラッチ試験機を示す。試料はゴニオステージ上に配置され、微小な角度を与えて送りを与えることにより、ビッカース圧子による切

込み量が徐々に大きくなる。図2のモデルに示したように脆性破壊が生じた位置での切込み量を臨界切込み深さとして評価した。UV照射を行う場合は、事前に試料に対してUV照射を行った。また、研削熱の影響を調査するため、UV照射時に400℃で加熱しながらUV照射を行った試料に対してもスクラッチ試験を行った。

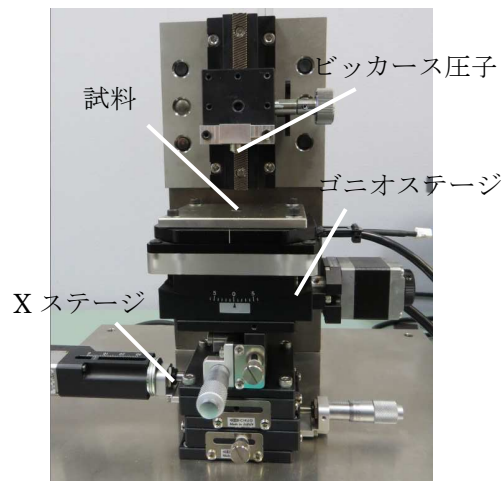


図1 スクラッチ試験機の外観

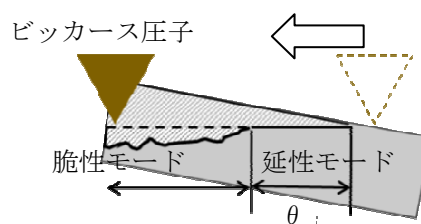


図2 スクラッチ試験モデル

(2) 試作したダイヤモンド砥石およびCeO₂砥石の基本的な加工特性を評価した。1800rpmで回転する試作砥石に□5mmにカットしたSiC試料を10Nの定荷重で押し当てることで定圧研削を模擬した。

4. 研究成果

(1) 図3に、SiC表面に形成したスクラッチ痕の一例としてUV照射なしの場合のレーザ顕微鏡による観察結果を示す。また、図4は表面にクラックが発生した図3中A部を測定顕微鏡で観察した結果である。表面にクラックが発生した場所における切込み深さをDc1値と定義すると、クラック発生点までの距離は173μmであったので、Dc1値は0.12μmとなった。

一方、材料内部に導入される内部クラックは表面からの観察では発見できない。研削工程での加工変質層を低減するには、内部クラックが導入される切込み量が重要である。そこで、内部クラックを検出するために、熔融KOHによるエッチングを行なった。図5はUV照射なしの条件における加工開始位置から37μm付近でのエッチング前後のSEM像である。エッチング前にはクラックが検出で

きなかった箇所でも、エッチング後にはクラックが検出されたことから、表面にクラックがなくても内部にはクラックが導入されることが分かる。したがって、臨界切込み深さは内部クラックが発生した点で評価し、その時の切込み深さを $Dc2$ と定義する。この時の $Dc2$ は $0.03\mu\text{m}$ であり、SiC をクラックレスで研削するには、砥粒切込み深さを $0.03\mu\text{m}$ 以下と非常に小さくしなければならないことが明らかになった。図 6 に各条件での $Dc2$ 値をまとめた。UV 照射のみの条件における $Dc2$ 値は $0.05\mu\text{m}$ 、 400°C に加熱しながら UV 照射した条件での $Dc2$ 値は $0.09\mu\text{m}$ となった。これの結果より、 $Dc2$ 値は UV 照射のみの条件で約 1.7 倍、UV 照射と熱を加えた条件で約 3 倍まで拡大することが分かった。UV 照射と熱の重畳によって酸化反応が促進され、軟質な酸化物が増加することにより $Dc2$ 値がより拡大したと考えられる。

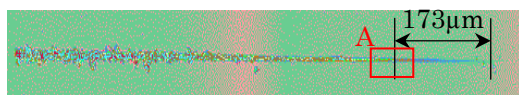


図 3 スクラッチ痕

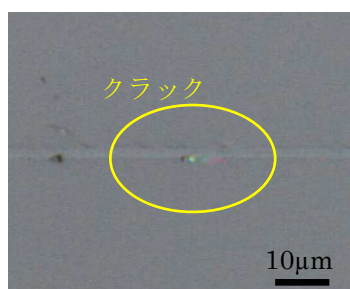


図 4 A 部の拡大画像

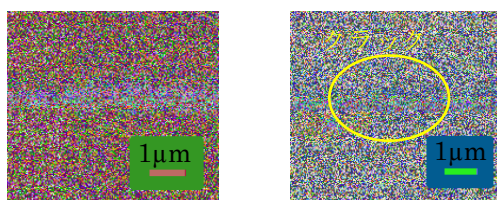


図 5 エッチングによる内部クラック検出

図 7 は SiC 表面の化学組成を X 線光電子分光法 (XPS) によって分析した $\text{Si}2p$ 軌道のスペクトルである。100.8eV 付近に生じる Si-C 結合のピークより高結合エネルギー側のピークは SiO_2 に由来することが知られている⁽¹⁾。UV 照射なしの条件では Si-O_2 結合 (103.5eV) に起因するスペクトルがわずかであることから、酸化物がほとんどないことがわかる。一方、UV 照射を行うことで、 Si-O_2 結合、 Si-O 結合 (102.9eV) に起因するスペクトルがブロードに現れていることから、SiC 表層にアモルファス状の酸化物が生成されていることがわかる。また 400°C に加熱しながら UV 照射を行った SiC 表面には、 Si-O_2 結合に起因するピークが明確に表れている

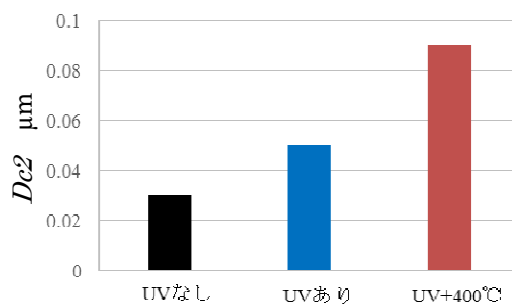


図 6 臨界切込み深さ

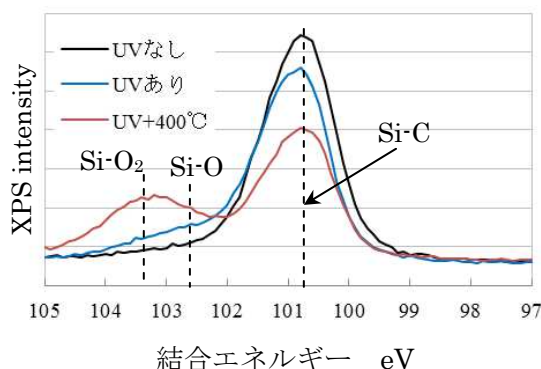
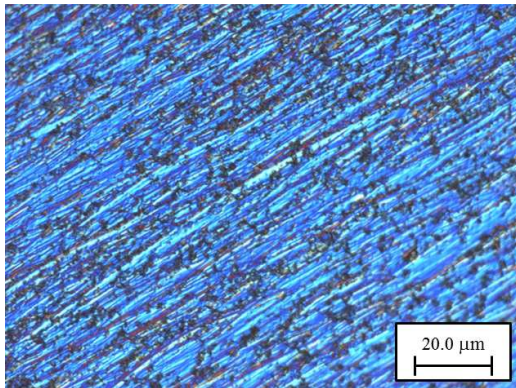


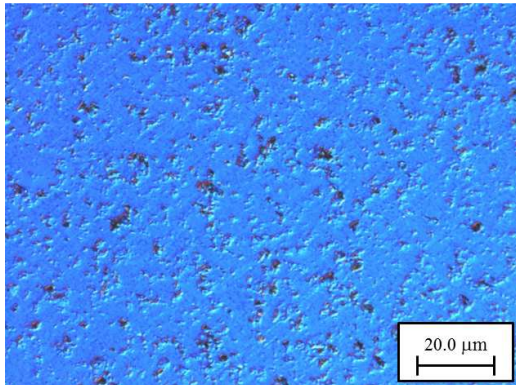
図 7 SiC 表面の XPS スペクトル

ことから、表層における酸化物の割合が大きくなることがわかる。これらのことから、UV 照射と熱の重畳によってさらに酸化反応が促進し、酸化物が多く生成されることで、臨界切込み深さが大きく拡大する可能性が示された。

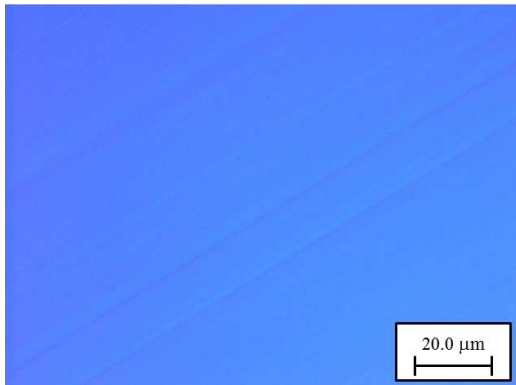
(2) 試作した砥石による SiC の加工面を図 8 示す。比較のため、石英定盤を用いた研磨面を図 8(c)に示した。図 8(a)に示したダイヤモンド砥石による加工面の表面粗さは 68nmRa 、図 8(b)の CeO_2 砥石による加工面の表面粗さは 32nmRa 、図 8(c)に示した石英定盤による研磨面の表面粗さは 7nmRa であった。一方、加工能率はダイヤモンド砥石で $152\mu\text{m}/\text{min}$ 、 CeO_2 砥石で $0.8\mu\text{m}/\text{min}$ 、石英定盤では $0.4\mu\text{m}/\text{min}$ となった。ダイヤモンド砥石では鏡面は得られなかったものの、非常に高効率な加工を実現した。この結果は SiC の粗加工法としてダイヤモンド砥石による定圧研削の可能性を示している。また、 CeO_2 砥石では砥粒は SiC よりも軟質であるにもかかわらず、鏡面化は進行していることから、 CeO_2 砥粒が有するメカのケミカル作用が効率的に作用していると考えられる。本研究では UV 照射を行いながらの加工は実現できなかったが、スクラッチ試験の結果を加味すれば、SiC の高効率な鏡面加工法として UV アシスト研削の可能性を見出した。



(a) ダイヤモンド砥石による加工面



(b) CeO₂ 砥石による加工面



(c) 石英定盤による研磨面

図 8 各砥石による加工面性状

<引用文献>

- (1) 鈴木昇, 固体表面上有機薄膜の XPS 測定とその応用, *Journal of Surface Analysis*, 16-1, (2009), 12-13.

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

〔雑誌論文〕 (計 件)

〔学会発表〕 (計 2 件)

- ①石橋崇洋, 太田稔, 江頭快, 山口桂司, 山田正良, 糸井正弘 “SiC の固定砥粒研磨における固定砥粒工具の開発” 2015 年度砥粒加工学会学術講演会 (ABTEC2015), 2015 年 9 月 9 日, 慶應義塾大学 (神奈川県横浜市).

- ②小辻利幸, 太田稔, 江頭快, 山口桂司: “SiC の臨界切込み深さに及ぼす UV 照射の影響” 2015 年度精密工学会関西地方講演会, 2015 年 6 月 23 日, 京都工芸繊維大学 (京都府京都市).

〔図書〕 (計 件)

〔産業財産権〕

○出願状況 (計 件)

名称:
発明者:
権利者:
種類:
番号:
出願年月日:
国内外の別:

○取得状況 (計 件)

名称:
発明者:
権利者:
種類:
番号:
出願年月日:
取得年月日:
国内外の別:

〔その他〕
ホームページ等

6. 研究組織

(1) 研究代表者

山口 桂司 (YAMAGUCHI, Keishi)
京都工芸繊維大学・工学科学研究科・助教
研究者番号: 00609282

(2) 研究分担者

()

研究者番号:

(3) 連携研究者

()

研究者番号: