

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 10 月 14 日現在

機関番号：33302

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2013～2015

課題番号：25420070

研究課題名(和文) 難加工性材料の電界・スラリー流れ場制御型高能率研磨加工システムの開発

研究課題名(英文) Development of High Efficiency Chemical Mechanical Polishing Method of Hard-to-Process Materials Using Slurry Behavior Control

研究代表者

畝田 道雄 (Uneda, Michio)

金沢工業大学・工学部・教授

研究者番号：00298324

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,000,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、低消費電力化を背景にLED需要が増加する中、基板材料となるサファイアの高能率研磨加工システムを開発する。このとき、研磨液(スラリー)流れ場の定量評価手法を積極的に利用して、研磨条件がスラリー流れ場に及ぼす影響、並びにその流れ場と研磨特性との相関を解明し、最適な粘度と濡れ性を有するスラリーを明らかにする。さらに、スラリーへの電界制御印加による流れ場制御を検証し、電界印加に対し効果的な運動特性を示すスラリーの解明も含めた最適化を図り、高能率研磨加工の実現を目指す。その結果、電界印加によってスラリー挙動の制御に成功し、汎用研磨装置で適用可能な条件で約3倍の研磨能率向上を達成した。

研究成果の概要(英文)：The sapphire wafer used as the LED substrate, and this substrate is required a high flatness. Chemical mechanical polishing (CMP) is used for fabricating flatness. This research project investigates the analysis of CMP mechanism by using the visualization of the contact interface when the suede type polishing pad was used in CMP. In particular, the linear velocity ratio, defined as the ratio of slurry flow velocity to pad linear velocity, has effect on the removal rate and contact interface behavior. This research project clarified the relationship between the linear velocity ratio and contact interface behavior from the viewpoints of number of pores which is important property of the suede type polishing pad. Furthermore, this project focuses on the control method of the slurry particles by electrophoresis. As a result, the linear velocity ratio is effective parameter for making the optimized contact interface and stability of removal rate during CMP.

研究分野：精密工学

キーワード：サファイア 研磨・CMP スラリー流れ場 研磨能率 研磨条件 電界印加

1. 研究開始当初の背景

近年、低消費電力化や環境保護への動きを背景に、LED用基板材料としてのサファイアや窒化ガリウムの需要が増大している。一般的に、これらの材料には高い平滑性や無擾乱性が求められ、その製造プロセスには「研磨加工」が用いられている。しかしながら、これらは非常に高い硬脆性に加えて、化学的な高安定性という「難加工性」を有することから、低い研磨能率に起因する研磨加工プロセスの長時間化が問題視されている。

ところで、研磨加工は工作物と研磨パッド相互間の接触界面に専用研磨液（以下、スラリー）を介在させ、工作物と研磨パッドを相対運動させることによって工作物を加工する方式であり、接触界面におけるスラリーの流れ場は研磨特性に大きな影響を及ぼす。一方、現状の研磨条件は経験則で決められているのみであり、難加工性を示す材料に対しては数時間単位での研磨作業（場合によっては24時間体制での研磨作業）が必要になっている。このような中において、研磨能率を向上させようと、研磨速度や圧力を増加させる試みも一部で行われているが、過剰な機械的条件の増加は工作物にスクラッチを与える等の悪影響を及ぼしやすい問題がある。さらには、少しでも高い研磨能率を得ようと高濃度のスラリーが現場で使用される傾向にあるが、スラリー濃度と研磨能率は比例関係に無く、スラリー濃度の増加に伴い研磨能率は飽和することが明らかとなっている。また、供給されたスラリーが実際の研磨加工に寄与する割合は数%とも言われており、環境保護の観点からも無駄なスラリー消費を抑える必要がある。このことを背景に、化学的側面からのスラリー開発も試みられているが、スラリーが接触界面でどのように作用するかに関する評価手法が皆無であることに起因して、結果的にはノウハウ依存型からは脱却できていない。すなわち、研磨能率の向上によるプロセス時間の短縮が工業的に強く求められており、その実現のためには、研磨加工で生じる現象を体系的且つ定量的に評価した上で、新たな研磨加工システムとそれに対応するスラリーを設計・試作する必要がある。

2. 研究の目的

上記の時代的趨勢を背景にして、本研究では、現在、低消費電力化を背景にLEDの需要が増加する傾向に合わせて、その基板材料となるサファイアと窒化ガリウムを対象とした高能率研磨加工システムを開発する。このとき、従来、申請者が培ってきた専用研磨液（スラリー）流れ場の定量評価手法を積極的に利用することで、各種研磨条件がスラリー流れ場に及ぼす影響、並びにその流れ場と研

磨特性との相関を解明し、最適な粘度と濡れ性を有するスラリーを明らかにする。さらに、スラリーへの電界制御印加による流れ場制御を検証し、電界印加に対し効果的な運動特性を示すスラリーの試作も含めた全体最適化を図り、その結果、高能率研磨加工の実現を目指す。

3. 研究の方法

本申請研究では、「電界印加によるスラリー流れ場」制御手法の検討と「各種研磨条件が研磨特性（特に研磨能率）に及ぼす影響解明と最適化」について、適宜、詳細な実施項目の見直しを図りつつ、次に示す2つの項目を中心に研究を実施した。

(I) 電界印加委によるスラリー流れ場制御手法の検討

電界によるスラリー制御の現象確認として、(1)直流の電界におけるスラリー挙動、並びに、(2)継続した振動現象の確認のために交流の電界におけるスラリー挙動を検討した。

(II) 各種研磨条件が研磨特性（特に研磨能率）に及ぼす影響解明と最適化

スウェードパッドを用いたサファイア基板のCMPを対象に、6種類のパッドを用いて表層のナップ層の空孔が接触状態と研磨レートに及ぼす影響について、スラリー流れ場の計測や分析結果を含めて検討した。また、濡れ性や粘度の異なるスラリーを用いて研磨能率を評価するとともに、それに及ぼすスラリー流れ場を含めた消耗副資材の挙動を観察し、研磨メカニズム解明に繋げた。その結果として、研磨能率の大幅向上を可能にする汎用装置へ直ぐに適用可能な条件を見出した。

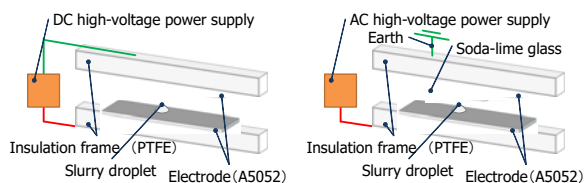
4. 研究成果

(I) 電界印加委によるスラリー流れ場制御手法の検討

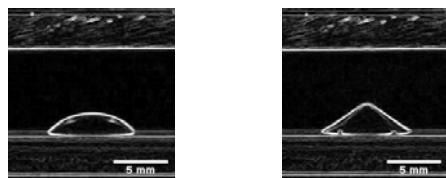
電界とは電荷を持つ物体が作り出す空間である。電荷を持った物体が空間内に入るとクーロン力を受ける。電界の強さ E は電圧を V 、電極間距離を r とすると、式(1)で表される。

$$E[\text{V/mm}] = \frac{V[\text{V}]}{r[\text{mm}]} \quad (1)$$

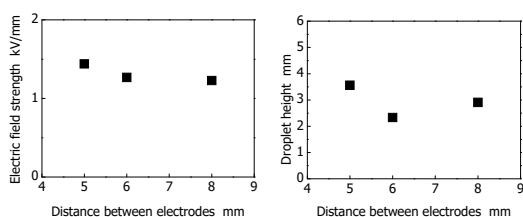
荷電粒子は電極板が作り出した電界の影響で電気泳動し同一荷電した電極板と反発し、逆荷電した電極板に引き寄せられて移動する。それをスラリー制御に応用することによって、スラリー液滴内の微細粒子である砥粒が荷電し、電界の影響によって移動制御を行い得ることが期待される。



(a) 直流電界 (b) 交流電界
 図 I-1 スラリーへの電界印加テスト



(a) 初期状態 (0kV) (b) 最大変位状態 (9.16kV)
 図 I-2 電界印加によるコーン形成確認



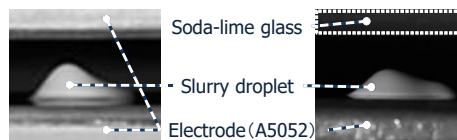
(a) 電界強度 (b) コーン高さ
 図 I-3 直流電界によるコーン挙動

図 I-1 に試作した電界発生装置のモデルを示す。直流電源を用いた実験では直流安定化高圧電源、交流電源を用いた実験では電極にネオントランスを用いてそれぞれ電界を印加した。観察にはコロイダルシリカスラリーを 20wt% に希釈し、10 μ L を下電極に滴下して、電界を印加した。観察画像の取得に直流電源ではデジタルカメラ、交流電源では高速度カメラを用いて同じ撮影距離から観察を行った。

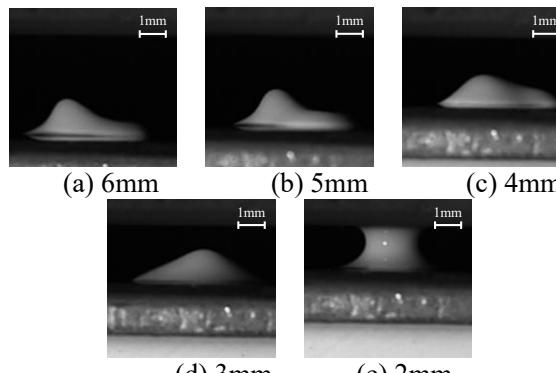
< 直流電界の場合 >

図 I-2 に液滴運動の観察結果を示す。スラリー液滴は図 I-2(a) の初期状態と比べ最大変位を示した図 I-2(b) はコーン先端が鋭くなる。電圧を上げていくとコーン先端からスパークが発生し、直後にコーンは潰れた。このことは電界を印加する際に電極を通してスラリー液滴に電荷が得られ、電気泳動現象によってスラリー液滴先端に荷電粒子が集中し上電極へ引きつけられコーン（円錐）を形成する。また、印加電圧を増加することで電荷の容量が過剰になり電荷が上電極に移動したことでスパークが発生したと考えられる。この現象を連続して行うことで液滴が振動することを確認できた。電極間距離が 5mm, 8mm は数サイクル振動した後、振動が止まり、6mm の場合は継続的に振動した。

スラリー液滴の観察画像から得た計測結果を図 I-3 に示す。図 I-3(a) から、電極間距離が大きいほど最大変位時の電界強さは弱くなった。電界強さは式(1)より、電極間距離 r



(a) ガラス無し (b) ガラス有り
 図 I-4 交流電界による液滴挙動



(a) 6mm (b) 5mm (c) 4mm (d) 3mm (e) 2mm
 図 I-5 電極間距離の影響

が大きくなるほどに弱くなるためにこのような傾向を示したと考えられる。図 I-3(b) から、電極間距離が短いほど液滴高さが高くなる。これは、電極間距離が短いほど電界強さが強くなりコーンが形成されやすくなるからである。電極間距離 6mm においては液滴が継続的に振動したために異なる傾向を示したと考えられる。

以上の結果より、スラリーを電界によって電氣的に制御し得る可能性を示した。

< 交流電界の場合 >

図 I-4 にスラリー液滴の電界印加時の観察結果を示す。図 I-4(a) は電極のみの状態にスラリー液滴を滴下したものでありスラリー液滴は印加した周波数 60Hz に追従し振動した。図 I-4(b) はウェーハに見立てたソーダガラスを上電極に貼りスラリー液滴の振動制御を行った結果である。

図 I-5 に各電極間距離におけるスラリー液滴の挙動を示し、電極間距離が 3~6mm においてスラリー液滴は電極に印加した 60Hz に追従して振動した。電極間距離が 2mm の場合スラリー液滴がコーンを生成するとソーダガラスに接触し液柱を生成し、振動は発生しなかった。電極に電界を印加する際に電極を通してスラリー液滴に電荷がたまり電気泳動が起こることによってスラリー液滴先端の荷電した粒子が高速に上下したことによってスラリー液滴が振動したと考えられる。

(II) 各種研磨条件が研磨特性（特に研磨能率）に及ぼす影響解明と最適化

表 II-1 に基準とした研磨条件、図 II-1 に研磨モデルを示す。本研究では修正リング式の汎用片面枚葉研磨装置を用い、6 種類のスウ

表 II-1 実験条件

Type of pad	Suede (6 types)
Pad hardness (Asker- A)	Approximately 60
Wafer (Material, Diameter)	Sapphire (C-plane), 4 inches in diameter
Offset e	200 mm
Type of slurry (Kinematic viscosity)	Colloidal silica (1.30 mm ² /s)
Slurry particle concentration	20 wt%
Slurry flow rate	5 g/min
Polishing time	10 min
Rotational speed (wafer & platen)	50 min ⁻¹
Polishing pressure	10 kPa

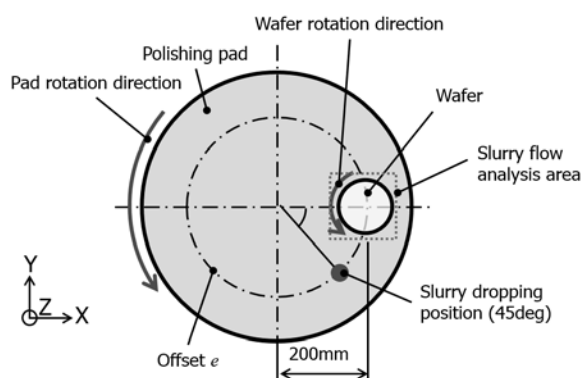


図 II-1 実験方法

スウェードパッドによる実験を行った。スウェードパッドのアスカーA 硬度は全て 60 に統一した。定盤直径は 600mm であり、定盤中心と基板中心の距離（オフセット）を 200mm に設定し、基板手前 45deg.の位置にスラリーを流量 5g/min で滴下した。定盤と基板回転数は基準条件を 50min⁻¹ に設定した。スラリーには電界印加検討と同じく、コロイダルシリカスラリーを純水で砥粒濃度 20wt% に希釈したものを用いた。

はじめに、6 種類のスウェードパッド表面を SEM で観察し、取得画像からナップ層の空孔数を計測した。図 II-2 に本研究で使ったスウェードパッドの番号と空孔数の関係を示す。

スラリー流れ場は DIC 法を用いて、接触界面を流れるスラリーのカメラ基準における 2 次元平面流れ場の平均流速で評価した。特に、DIC 法で計測したスラリー流速を、接触界面内における研磨パッドの線速度で除すことでスラリーのパッドに対する追従性（線速比）を評価した。

図 II-3 は各スウェードパッドによる研磨レートの結果である。この結果、研磨レートは空孔数が約 130/mm² (Pad 5') までは空孔数の増加に伴い増加するものの、それ以降、空孔数が増加しながらも研磨レートは減少した。以上から、空孔数には最適値が存在することを示唆した。

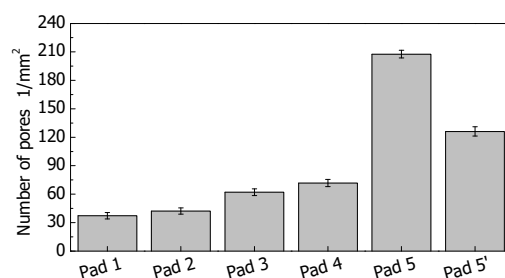


図 II-2 スウェードパッド番号と空孔数の関係

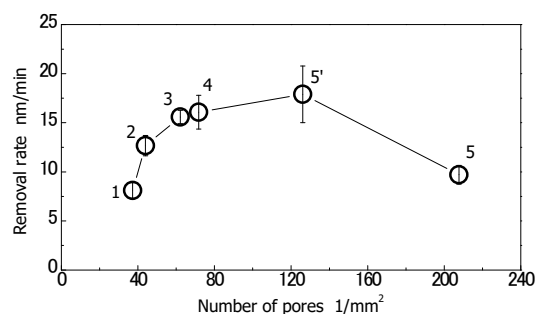


図 II-3 空孔数と研磨レートの関係

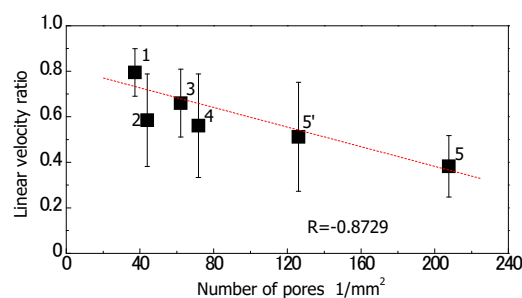


図 II-4 空孔数と線速比の関係

図 II-4 に空孔数と各パッドの線速比の関係を示す。この結果を直線近似すれば、空孔数の増加に伴い、総じて線速比は空孔数と強い相関をもって減少した。

ここで、重回帰分析を用いて研磨レートに及ぼす各因子の影響を検討した。重回帰分析には「研磨圧力」「基板・定盤回転数」「スラリー動粘度」「線速比」「研磨レート」のデータを使用した。表 II-2 に研磨レートを目的変数とした重回帰分析の結果を示す。この結果、すべての説明変数で有意性が見られ、特に線速比（あるいは、スウェードパッド空孔数）は研磨レートに影響を及ぼす因子と言え、この値を評価すれば研磨の状態を推定可能と言える。

各スウェードパッドを用いた研磨中の接触界面内における液膜厚みの測定結果を図 II-5 に示す。また、同図には研磨レートも合わせて示し、それぞれの傾向に従いその領域に関して(1)~(3)の番号を割り付けた。その結果、空孔数が最も少ない Pad 1 では、推定液膜厚みが約 60μm と最も大きく、それ以降、空孔数の増加に伴って約 50μm 前後を保った

表 II-2 重回帰分析結果

R=0.8927	Partial regression coefficient	T-Value (Influenced) T>1.4	P-Value (Significant) P<0.2
y-intercept	13.23	2.726	0.1541
Rotational speed	0.1917	5.308	0.04134×10 ⁻³
Polishing pressure	0.6759	2.830	0.01123
Kinematic viscosity	-7.588	-4.893	0.5200×10 ⁻³
Linear velocity ratio	-10.29	-1.653	0.0984

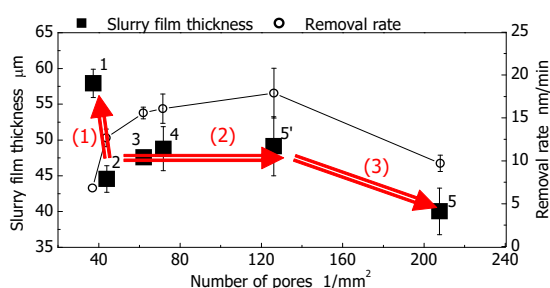


図 II-5 空孔数と推定液膜厚みの関係

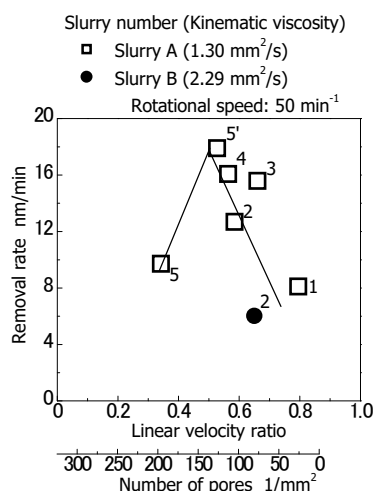


図 II-6 線速比並びに空孔数と研磨レートの関係

後に、Pad 5 では約 40µm と減少した。

空孔数、並びに線速比と研磨能率の関係を調査することで研磨条件の最適解の推定を試みる。図 II-6 にその結果を示す。この結果、線速比が 0.5 程度を示すときが最も研磨能率が高い条件となり、一方、0.6 を越えると研磨レートにばらつきを生じるとともに減少する。したがって、線速比が 0.5 程度を示した場合、適切な液膜厚みが形成されることから、機械的条件（回転数や研磨圧力）と消耗副資材などの作用機構の条件が最も良好となり、その結果、高い研磨能率を実現し得る。したがって、スウェードパッドの空孔数を調整し、線速比を制御して最適値を実現することは研磨能率の増加のために有効であるといえる。

一方、本検討結果で示したとおり、本研究によって得られた最適条件では約 3 倍の研磨能率向上達成に成功しており、且つ汎用研磨装置で直ぐに適用可能であることから、工学・工業上で非常に有益な結果を提示することに成功したと考えられる。

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 6 件)

- Michio Uneda, Keiichi Takano, Koji Koyama, Hideo Aida and Ken-ichi Ishikawa: Analysis of sapphire- chemical mechanical polishing using digital image processing, Special Issue on Micromechatronics for Information and Precision Equipment, "Mechanical Engineering Journal" of 2016 The Japan Society of Mechanical Engineers, 3, 1 (2016) 1-11.
- Michio Uneda, Keiichi Takano, Koji Koyama, Hideo Aida and Ken-ichi Ishikawa: Investigation of Chemical Mechanical Polishing Mechanism of Hard-to-Process Materials Using Commercially Available Single-Sided Polisher, International Journal of Automation Technology, 9, 5 (2015) 573-579.
- 畠田道雄, 福田有哉, 横川和弘, 堀田和利, 杉山博保, 玉井一誠, 森永 均, 石川憲一: サファイア CMP の研磨レートに及ぼすスラリーフローの影響, 砥粒加工学会誌, 58, 9 (2014) 583-588.
- Natsuko Aota, Hideo Aida, Yutaka Kimura, Yuki Kawamata and Michio Uneda: Fabrication Mechanism for Patterned Sapphire Substrates by Wet Etching, ECS Journal of Solid State Science and Technology, 3, 5 (2014) N69-N74.
- 畠田道雄, 福田有哉, 伊藤康昭, 堀田和利, 杉山博保, 森永 均, 石川憲一: サファイア基板のメカニカルポリッシングに及ぼす定盤表面性状の影響—定盤表面性状とスラリーフロー並びに研磨レートの関係—, 砥粒加工学会誌, 58, 5 (2014) 314-320.
- Koji Koyama, Hideo Aida, Michio Uneda, Hidetoshi Takeda, Seong-Woo Kim, Hiroki Takei, Tsutomu Yamazaki, and Toshiro Doi: N-Face Finishing Influence on Geometry of Double-Side Polished GaN Substrate, International Journal of Automation Technology, 8, 1 (2014) 121-127.

[学会発表] (計 8 件)

- 高野圭市, 畠田道雄, 小山浩司, 會田英雄, 石川憲一: サファイア CMP における研磨メカニズムの分析—スラリー並びに修正

リングが研磨レートに及ぼす影響－, 2015 年度砥粒加工学会学術講演会講演論文集, (2015) 38-41.

- Michio Uneda, Keiichi Takano, Koji Koyama, Hideo Aida and Ken-ichi Ishikawa: Influence of Linear Velocity Ratio on Removal Rate in Sapphire- Chemical Mechanical Polishing, Proceedings of 2015 JSME-IIP/ ASME-ISPS Joint Conference on Micromechatronics for Information and Precision Equipment (MIPE 2015), (2015) WeC-2-2. 【Excellent paper に贈られる MIPE Award を受賞】
- 早川光祐, 畝田道雄, 棚谷吉郎, 石川憲一: 電界印加によるスラリー制御の基礎研究, 2015 年度精密工学会北陸信越支部学術講演会, (2015) USB.
- 畝田道雄, 高野圭市, 小山浩司, 會田英雄, 片倉春治, 武居裕樹, 石川憲一: サファイア CMP における研磨メカニズムの分析, 2014 年度砥粒加工学会学術講演会講演論文集, (2014) 1-2.
- Michio Uneda and Keiichi Takano: Investigation of Polishing Mechanism of Sapphire-CMP Using Commercially Available Single-Sided Polisher, Workshop on Ultra-Precision Processing for Wide band gap Semiconductors 2014, Hilton Bath City Hotel, Bath, UK, Aug. 8, 2014. 【招待講演】
- 畝田道雄, 福田有哉, 伊藤康昭, 堀田和利, 玉井一誠, 森永 均, 石川憲一: サファイア CMP の研磨レートに及ぼすスラリーフローの影響, 2013 年度精密工学会秋季大会学術講演会, (2013) 961-962.
- Michio Uneda: Effects of In-Situ Monitoring and Its Impact on Chemical Mechanical Polishing of Compound Materials, Workshop on Ultra-Precision Processing for III-Nitride, Best Western Plus Pepper Tree Inn (Santa Barbara, USA), Oct.17, 2013. 【招待講演】
- Michio Uneda, Yuya Fukuta, Yasuaki Itou, Kazutoshi Hotta, Kazusei Tamai, Hitoshi Morinaga and Ken-ichi Ishikawa: Relationships Between Polishing Variables, Removal Rate and Slurry Flow in Sapphire-CMP, Proceedings of International Conference on Planarization/CMP Technology 2013, (2013) 277-280.

〔図書〕 (計 0 件)

〔産業財産権〕

○出願状況 (計 0 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 0 件)

名称 :
発明者 :
権利者 :
種類 :
番号 :
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

畝田道雄 (Uneda, MICHIO)
金沢工業大学・工学部・教授
研究者番号 : 00298324

(2)研究分担者

()
研究者番号 :

(3)連携研究者

()
研究者番号 :