

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 7 日現在

機関番号：14401

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2013～2014

課題番号：25630026

研究課題名(和文)陽極酸化を援用した金型用SiC材の高効率・高精度形状創成と表面仕上げ法の開発

研究課題名(英文)Development of highly efficient and high precision figuring and finishing technique applying anodic oxidation for mold material made of SiC

研究代表者

山村 和也(Yamamura, Kazuya)

大阪大学・工学(系)研究科(研究院)・准教授

研究者番号：60240074

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,100,000円

研究成果の概要(和文)：電解質スラリー中における陽極酸化を援用した電気化学機械研磨法を高精度ガラスモールド用の金型材料として有望な反応焼結SiC材に対して適用することを目的とし、基礎加工特性の評価により適用可能性を探究した。反応焼結SiC材はSiC相とSi相の異なる2相から構成されるが、SiC相の酸化レートとSi層の研磨レートが等しくなる条件を適用し、滞留時間制御により反応焼結SiC材の平坦化を行ったところ、加工前後における平坦度は808 nmから184 nmに、自乗平均粗さに関しては2.65 nmから0.98 nmまでそれぞれ改善し、本手法により反応焼結SiC材の形状修正及び平滑化が同時に行えることが示された。

研究成果の概要(英文)：We proposed application of electrochemical mechanical polishing (ECMP), which is using a slurry as the electrolyte, for fabricating an ultraprecise glass lens mold made of reaction sintered silicon carbide (RS-SiC) material. RS-SiC is composed from SiC phase and Si phase, and SiC is easily oxidized anodically whereas Si is seldom oxidized. We have experimentally obtained optimal conditions in which oxidation rate of SiC and polishing rate of Si are same. By applying numerically controlled ECMP using optimal conditions for planarization of RS-SiC substrate, flatness and surface roughness are decreased from 808 nm to 184 nm and from 2.65 nm rms to 0.98 nm rms, respectively. Obtained result indicates that developed technique enables us to realize figure correction and smoothing of RS-SiC substrate simultaneously.

研究分野：超精密加工

キーワード：陽極酸化 反応焼結SiC 金型材料 形状修正 数値制御加工

1. 研究開始当初の背景

デジタルカメラ等に用いられる非球面レンズは、収差が少ないことから焦点距離の短縮や光学系に必要なレンズの枚数を減らすことができ、光学機器の高性能化、小型軽量化に欠かせない。非球面レンズの材質には従来プラスチックが用いられてきたが、高屈折率、表面硬度、温度安定性、分散率の選択幅が広い等の観点から、高性能光学部品の作製にはガラス材料が用いられている。ガラス材料はプラスチック材料よりも軟化温度が高いため、高精度ガラスモールド用の金型材料には、耐熱性、耐摩耗性、化学的安定性に優れた高硬度の難加工材料が用いられる。この中でも代表的な金型材料として CVD-SiC や焼結 SiC が挙げられる。しかしながら、SiC 材の最終仕上げ研磨ではダイヤモンド砥粒が用いられるため、光散乱の要因となるスクラッチや、摩耗や剥離によって金型寿命を短くする加工変質層が生成されてしまう。一方、パワーデバイス作製の単結晶 SiC の表面をダメージフリーに研磨仕上げする手法として、CMP (Chemical Mechanical Polishing) プロセスが開発されているが、研磨レートが 0.5 $\mu\text{m}/\text{h}$ 以下と非常に遅く、表面粗さを低減するための最終仕上げには適用できるものの、型形状を基板材料に形成する上で要求される加工能率と加工の空間分解能は有しないため、自由曲面の形状創成加工に対応した革新的な加工法の開発が望まれている。

2. 研究の目的

本研究では、電解質スラリー中における陽極酸化を援用した電気化学機械研磨法を高精度ガラスモールド用の金型材料として有望な反応焼結 SiC 材に対して適用することを目的としている。

本手法においては、高硬度な SiC 材料の表面を陽極酸化により軟質化するとともに、母材よりも軟質な砥粒を用いた研磨を同時に行うことにより、高能率かつダメージフリー

にガラスレンズ成形用の金型の仕上げをおこなう。

3. 研究の方法

本研究で提案する『電気化学機械研磨法』は、陽極酸化膜の除去を HF による化学的な溶解ではなく微細砥粒の擦過により力学的に行う。すなわち電解質と砥粒を混合したスラリー中において、研磨パッド側を陰極に、SiC 基板側を陽極にして研磨を行う。陽極酸化膜の形成と砥粒による酸化膜の除去を同時に行う本プロセスでは、酸化膜の形成速度と除去速度のバランスが重要である。すなわち酸化速度が大きすぎる場合には、厚く形成された酸化膜の一部に偶然に形成された欠陥を起点に酸化膜の溶出が起こりエッチピットの生成確率が増大することが予想される。陽極酸化プロセスにおいては極板間を流れる電流値 (クーロン / 秒) は酸化膜の形成速度に対応する。したがって、本電流値を *in situ* でモニターし、研磨条件に応じた最適な酸化膜の形成速度を維持できるように定電流制御を行うことで、エッチピットが形成されない研磨仕上げが可能になると考えられる。本項ではこれらの推測を実証するために以下の研究項目を実施する。

- (1) 電極を内蔵した研磨パッド (平面基板用大口径パッド、自由曲面用小径パッドの 2 種) を試作し、研磨特性 (研磨レート、表面粗さ) を評価する。
- (2) スラリー中に混合させる電解質の種類と組成、ならびにパルス電圧の印加条件 (パルス幅、周期、デューティ比) を研磨レートと表面粗さの観点から最適化する。陽極酸化時に流れる電流と各種研磨パラメータ (スラリー濃度、研磨圧力、研磨荷重、試料と定盤の相対速度) は、研磨レートと表面粗さに大きく関与すると考えられる。したがって、電流値と研磨パラメータの相関を実験的に評価し、表面粗さの低減において最適な組み合わせを探索する。

4. 研究成果

本研究では金型用材料として有望な反応焼結 SiC (Reaction sintered SiC: RS-SiC) を加工対象材料とした。本材料は SiC 相と Si 相の異なる 2 つの組成から構成されているため、2 相が同じレートで除去される酸化条件ならびに研磨条件の探索が必要である。酸化条件の最適化のために、単結晶 SiC 基板に対して酸化時間を 0-300 s の範囲で陽極酸化をおこなった。電解液にはセリアを 2.5 wt%、シリカを 1.5 wt%、NaOH を 0.002 wt% 含むスラリー溶液を使用した。陽極に RS-SiC、陰極に Pt を用いて、印加電圧を 10 V とし単結晶 SiC を酸化した。その後、基板を 40 wt% の HF 水溶液に 10 min 浸漬して酸化膜を除去することで、陽極酸化により反応した部分と非酸化の部分に生じる段差を白色顕微干涉計で測定した。この段差は陽極酸化により反応した SiC の量を示すものであるため、これを酸化深さと定義して、酸化量の指標として用いた。得られた酸化深さと酸化時間の関係を図 1 (a) に示す。

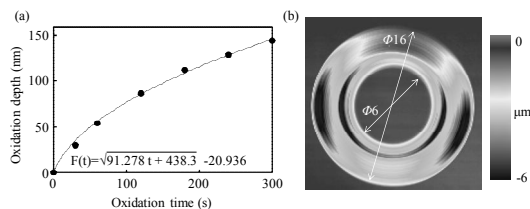


図 1 (a) SiC の酸化時間と酸化深さの関係 (b) Si の加工痕

この酸化深さの時間変化に対して、Si の熱酸化時の酸化速度を求める際に用いられる修正 Deal-Grove モデルを適用することで、実験に使用した溶液における SiC の初期酸化速度を求めた。得られた初期酸化レートは 7.84 $\mu\text{m}/\text{h}$ であった。次に、研磨条件の最適化のために、外径 16 mm、内径 6 mm のドーナツ型の研磨パッドを用いて Si 基板を 10 min 研磨した。研磨パッドの形状をドーナツ型としたのは、パッドの中央付近は円周付近に比べ回転速度が遅くなり加工が進行しにくいから

である。陽極酸化時と同一のスラリー溶液を用いて荷重を 500 g、研磨ヘッドの回転数を 1000 rpm とし研磨をおこなった。研磨の後、レーザーオートフォーカス型 3 次元測定器により加工痕形状を測定した。測定により、図 1 (b) のように研磨ヘッドの回転中心と中心を同じくするドーナツ型の加工痕が得られた。その回転中心から任意の距離の 4 か所で加工深さを求めた。それらを平均化し加工時間で除することで、回転中心を中心とする任意の直径の円の円周上の平均加工速度を取得した。

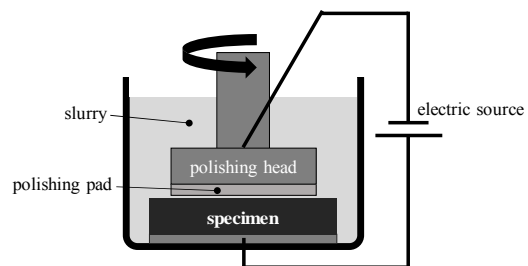


図 2 陽極酸化援用研磨装置の概略図

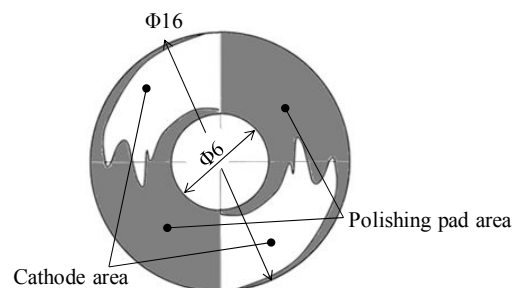


図 3 ハイブリッド研磨ヘッドの概略図

以上の結果を用いて、研磨パッド形状の最適化をおこなった。研磨ヘッドは図 2 に示すように陰極部と研磨部とが一体となっている。そのため、研磨パッド部の面積量を小さくすることで Si の研磨速度の減少が見込め、またパッドを小さくした分だけ陰極部が露出して SiC の酸化量が多くなる。そこで、SiC の初期酸化レートを各半径の円周上における Si の加工深さのデータと比較することで、酸化と研磨の作用する時間の割合を算出し、半径ごとに円周上の研磨パッドの量を調整した。ここで、SiC は酸化されると同時にその酸化膜は即座に除去され、SiC の初期酸化

レートはSiCの除去レートと等しいと仮定し、また、Si部はほとんど酸化しないことを確認している。本結果、図3に示すように2つの扇型を変形し対向させた形の電極と研磨パッドを複合したハイブリッド研磨ヘッドを試作した。

得られた最適加工条件と試作したハイブリッド研磨ヘッドを用いてRS-SiC基板の平坦化をおこなった。研磨ヘッドの数値制御走査による修正加工領域は16 mm × 16 mmである。図4に修正加工前後の形状変化を示す。

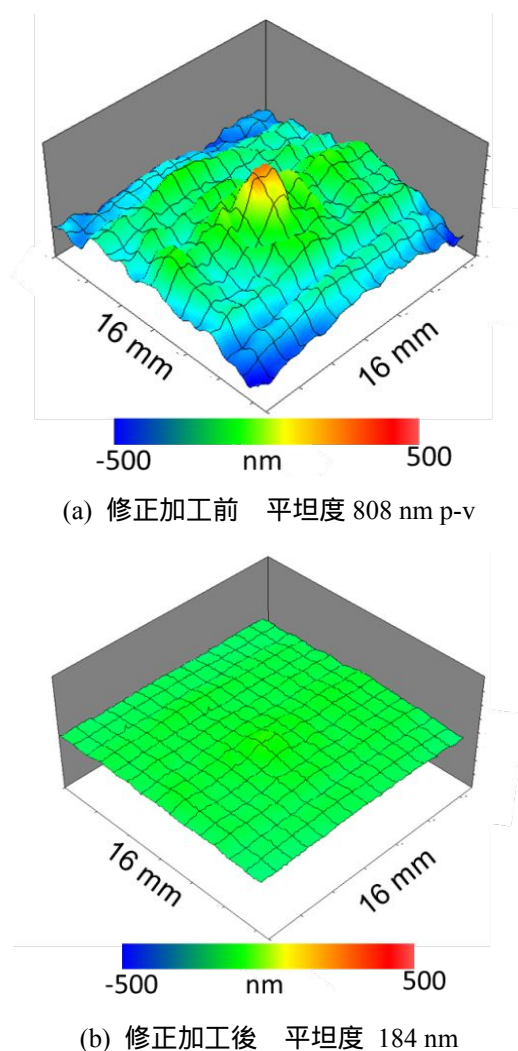


図4 修正加工前後の表面形状

修正加工の結果、平坦度（平面からの最大形状誤差値）に関しては808 nmから184 nmに改善できた。また、自乗平均粗さに関しても2.65 nmから0.98 nmまで改善できており、反応焼結SiC材の形状修正及び平滑化が同時に行えることを示せた。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計4件)

H. Deng, K. Hosoya, Y. Imanishi, K. Endo, K. Yamamura, Electro-chemical mechanical polishing of single-crystal SiC using CeO₂ slurry, *Electrochem. Commun.* 査読有、Vol. 52、2015、pp. 5-8

DOI: 10.1016/j.elecom.2015.01.002

N. Shimozono, X. Shen, H. Deng, K. Endo, K. Yamamura, Figuring and finishing of reaction-sintered SiC by anodic oxidation assisted process, *Key Eng. Mater.*、査読有、Vol. 625、2015、pp. 570-575、

DOI:10.4028/www.scientific.net/KEM.625.570

K. Yamamura, K. Hosoya, Y. Imanishi, H. Deng, K. Endo, Preliminary study on highly efficient polishing of 4H-SiC by utilization of anodic oxidation, *Adv. Mater. Res.* 査読有、Vol. 1017、2014、pp. 509-514、DOI:10.4028/www.scientific.net/AMR.1017.509

X. Shen, Y. Dai, H. Deng, C. Guan, K. Yamamura, Comparative analysis of oxidation methods of reaction-sintered silicon carbide for optimization of oxidation-assisted polishing, *Opt. Express*、査読有、Vol. 21、2013、pp. 26123-26135、DOI: 10.1364/OE.21.026123

〔学会発表〕(計15件)

今西勇介、遠藤勝義、山村和也、電気化学機械研磨による金型用SiC材の高エネルギー・ダメージフリー研磨(第1報) - 研磨中における電気化学測定の結果と得られた表面性状の相関 -、2015年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集(3.19@東洋大学 白山キャンパス)、2015、pp. 1011-1012

山村和也、細谷憲治、鄧輝、今西勇介、遠藤勝義、電気化学機械研磨による単結晶SiC基板の高エネルギー・ダメージフリー研磨(第1報) - 研磨レートの向上に関する検討 -、2015年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集(3.19@東洋大学 白山キャンパス)、2015、pp. 1003-1004

今西勇介、下園直樹、遠藤勝義、山村和也、反応焼結SiC材の陽極酸化援用研磨法における加工状態の電気化学的モニタリングに関する検討、電気加工学会全国大会(12.4@新潟大学)、2014、pp. 7-8

細谷憲治、今西勇介、遠藤勝義、山村和也、陽極酸化援用研磨による4H-SiCの平滑化に関する研究 - 膜形成速度および膜除去速度の最適化 -、電気加工学会全国大会(12.4@新潟大学)、2014、pp. 5-6

細谷憲治、今西勇介、遠藤勝義、山村和也、陽極酸化援用研磨による4H-SiCの平滑化に関する研究 - セリアスラリー

を電解液とした場合の研磨特性 -、2014 年度砥粒加工学会学術講演会講演論文集(9.11@岩手大学)、2014、pp. 15-16
今西勇介、下園直樹、遠藤勝義、山村和也、反応焼結 SiC 材の陽極酸化援用研磨における電極/研磨パッド複合ヘッドの開発、精密工学会 2014 年度関西地方定期学術講演会講演論文集(7.4@近畿大学・東大阪キャンパス)、2014、pp. 34-35
K. Hosoya, Y. Imanishi, K. Endo, K. Yamamura, Investigation of the anodic oxide layer/SiC interface morphology during anodic oxidation assisted polishing, The 15th International Conference on Precision Engineering (ICPE2014) (Jul. 23-25 (Jul. 24), Kanazawa, Japan)、2014、P20
細谷憲治、今西勇介、遠藤勝義、山村和也、陽極酸化援用研磨法の開発(第 2 報) - 陽極酸化における酸化膜界面粗さの酸化時間依存性 -、2014 年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集(3.18@東京大学 本郷キャンパス)、2014、pp. 641-642
細谷憲治、遠藤勝義、山村和也、4H-SiC の陽極酸化援用研磨による酸化膜形成メカニズムの考察、電気加工学会全国大会(12.5@愛知県産業労働センター(ウインクあいち))、2013、pp. 27-28
下園直樹、今西勇介、遠藤勝義、山村和也、陽極酸化援用加工による反応焼結 SiC 材の加工特性の評価、電気加工学会全国大会 (12.5@愛知県産業労働センター(ウインクあいち))、2013、pp. 25-26
N. Shimozono, X. Shen, H. Deng, K. Endo, K. Yamamura, Figuring and finishing of reaction-sintered SiC by anodic oxidation assisted process、5th International Conference of Asian Society for Precision Engineering and Nanotechnology (ASPEN2013) (12-15 Nov.(Nov. 13), Taipei, Taiwan)、2013、pp. 102
下園直樹、遠藤勝義、山村和也、陽極酸化援用加工を用いた反応焼結 SiC 材の高精度ダメージフリー加工に関する研究 - 陽極酸化における SiC と Si の酸化レートの評価 -、2013 年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集(9.12@関西大学千里山キャンパス)、2013、pp. 229-230
細谷憲治、遠藤勝義、山村和也、陽極酸化援用研磨法の開発(第 1 報) - 4H-SiC の基礎加工特性 -、2013 年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集(9.12@関西大学千里山キャンパス)、2013、pp. 227-228
下園直樹、遠藤勝義、山村和也、陽極酸化援用加工における反応焼結 SiC 材の基礎的加工特性の評価、精密工学会 2013 年度関西地方定期学術講演会講演論文

集(6.14@大阪工業大学・大宮キャンパス)、2013、pp. 66-67
細谷憲治、遠藤勝義、山村和也、陽極酸化援用研磨法の単結晶 4H-SiC 基板への適用に関する検討、精密工学会 2013 年度関西地方定期学術講演会講演論文集(6.14@大阪工業大学・大宮キャンパス)、2013、pp. 38-39

〔図書〕(計 0 件)

〔産業財産権〕

○出願状況(計 0 件)

○取得状況(計 0 件)

〔その他〕

ホームページ等

http://www.upst.eng.osaka-u.ac.jp/endo_lab/index.html

6. 研究組織

(1)研究代表者

山村 和也 (YAMAMURA, Kazuya)

大阪大学・大学院工学研究科・准教授

研究者番号：60240074