

平成 30 年 9 月 6 日現在

機関番号：81406

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2015～2017

課題番号：15K05745

研究課題名(和文)電界活性化スラリー研磨技術

研究課題名(英文)Electric field activated slurry polishing technique

研究代表者

赤上 陽一 (Akagami, Yoichi)

秋田県産業技術センター・その他部局等・所長

研究者番号：00373217

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,700,000円

研究成果の概要(和文)：シリコンウェーハなど半導体基板の仕上げ加工技術として CMP が多用され、とくに最終仕上げではコロイダルシリカスラリーが主に使用される。本スラリーは、ナノレベルの粒子径をもつシリカ粒子を安定分散させたコロイド溶液であり、使用条件によっては、凝集による研磨特性の低下を引き起こすことがある。そこで、コロイダルシリカスラリーを研磨領域に供給する前に電界を印加し、シリカ粒子の分散性を支配するゼータ電位の制御を試みた。その結果、研磨効率を 11%向上させることに成功したのでその内容について報告する。

研究成果の概要(英文)：CMP is widely used as a finishing technology for semiconductor substrates such as silicon wafers, and especially colloidal silica slurry is mainly used for final finishing. This slurry is a colloidal solution in which silica particles having a nano-level particle diameter are stably dispersed, and depending on use conditions, polishing characteristics may be deteriorated due to aggregation. Therefore, before applying the colloidal silica slurry to the polishing region, an electric field was applied to try to control the zeta potential which dominates the dispersibility of the silica particles. As a result, we report to be succeed in improving the polishing increase efficiency 11%.

研究分野：精密加工 流体制御技術

キーワード：電界砥粒制御技術 電界攪拌技術

研究開始当初の背景

高度情報化社会の著しい発展には、高い集積度を有する半導体や超高記録密度のハードディスク、発光ダイオードなどさまざまな電子デバイスが貢献している。これらの電子デバイスには基板として超高品位に仕上げられたシリコン基板やガラス基板、サファイア基板が必要不可欠とされている。これらの基板仕上げ技術として CMP (Chemical Mechanical Polishing) が多用され、特に最終仕上げにおいてはナノオーダーのシリカ粒子をコロイド状に安定分散させたコロイダルシリカスラリーが主に使用されている。一方、本スラリーは、循環方式での使用や長期保管などによって、その優れた分散性が損なわれ、最終仕上げの研磨特性に大きな影響を及ぼすことが課題とされている。

1. 研究の目的

本研究は、電界が溶液中のシリカ粒子の帯電性に影響を及ぼすことを明らかにする。その上で、シリカ粒子の分散安定性の向上を図る電界による活性化技術を提案し、研磨特性の向上を図ることがゴールである。

スラリー供給時に集中的に電界を印加するシステムを開発し、コロイダルシリカスラリーの電界による活性化への可能性について予備実験し、コロイド粒子の分散状態に大きく影響するゼータ電位に着目し、コロイダルシリカスラリーに電界を印加後にその変化を確認する。

2. 実験方法と結果

予備実験として、コロイド粒子の分散状態に大きく影響するゼータ電位に着目し、コロイダルシリカスラリーに電圧を印加しその変化を確認する。57mm、間隙 2mm の平行平板間にスラリーを充填させた後、直流電圧を印加して、Malvern 社製ゼータサイザーナノ ZSP によってゼータ電位を測定する。

実験結果は、電圧印加によって -36mV から -48mV に変化することを確認できた。これより、コロイダルシリカの電界印加が粒子のゼータ電位を上昇させることを明らかにした。

次に、図1に示す様に、スラリー供給時に電界を印加できる「電界活性化ノズル」を開発した。ウレタン製のチューブ外周とチューブ内に電極を配置し、通過するスラリーに高圧電界を印加する。電界印加部のチューブの内径、全長はそれぞれ 4.0mm、550mm とし、チューブ内外の各電極を電界制御装置に接続し、電界を発生させた。なお、電界制御装置の構成は、基本信号を発生させるシンセサイザー (アジレント製 33120A)、増幅度 2000 の高電圧アンプ (トレック製 model 20/20B) とし、出力電圧の

観測には、デジタルオシロスコープ (アジレント製 54645A) を使用した。

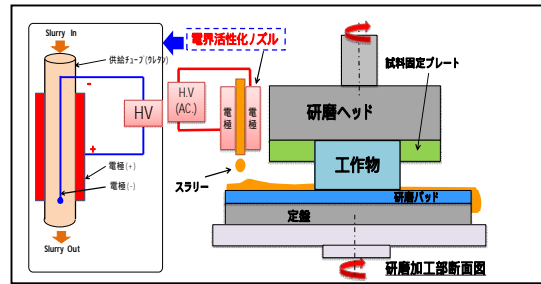


図1 電界活性化技術概要図
つづいて、電界活性化ノズルを装着した片面研磨装置 (不二越機械工業製 SLM-140) を使用した研磨実験を行った。

表1 電界印加条件

電極	材質	SUS304
	径	57mm
	間隙	2mm
印加電圧	6.7V DC	
印加時間	10分	
スラリー	コロイダルシリカ COMPOL50 (FUJIMI) (サファイア材研磨後)	
	体積	16ml

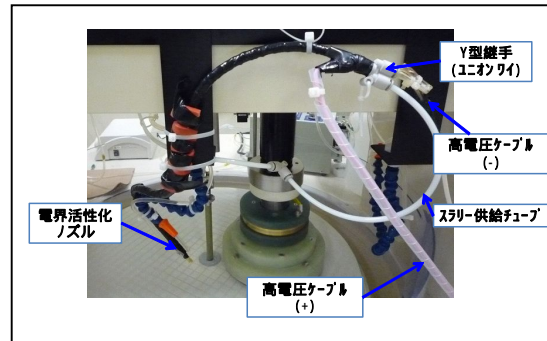


図2 スラリー供給部付近の外観

表2 研磨実験条件

スラリー	コロイダルシリカ COMPOL80 (FUJIMI) (平均 粒子径 72nm) + 水 (1:2)	
	供給率	13ml/min
試料	シリコン基板 2inch, t=0.6mm x 3	
研磨ヘッド	SUBA800, (NITTA HAAS)	
研磨機	片面研磨機 SLM-140 (不二越機械工業)	
研磨圧	20 kPa	
研磨時間	20 min	
回転数 (上/下)	80 min ⁻¹ / 80 min ⁻¹	
電界	波形	矩形波
	電圧	4.0kV

3. 研究成果

図3に印加周波数と粒子のゼータ電位、およびスラリーのpHの関係を示す。本図より、

周波数の増加に伴いゼータ電位が下降することを確認できるが、pHには変化が見られない。通常、粒子のゼータ電位は溶媒のpHによって変化するが、電界活性化においてはスラリー溶媒のpHを変化させることなくゼータ電位の制御が可能といえる。

一般的に、重力下のコロイド粒子が安定的に分散するためには、ブラウン運動が十分に作用する必要がある。しかし、粒子の衝突によって凝集が起きた場合、粒子に作用する重力が増加することから、ブラウン運動が弱くなる。したがって、分散粒子の凝集を抑制させるためには、粒子間の静電反発力が必要となる。

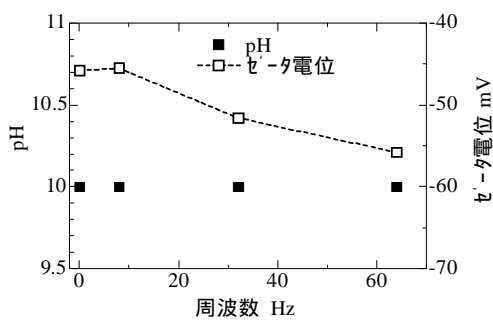


図3 ゼータ電位およびpHの周波数依存性

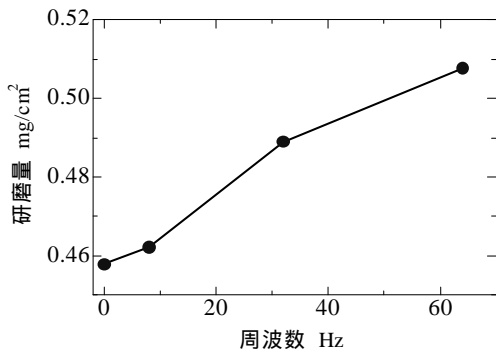


図4 印加周波数と研磨量の関係

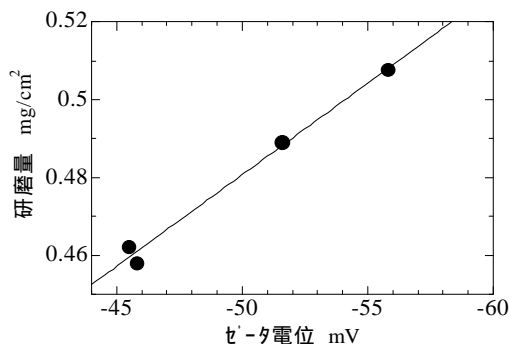


図5 ゼータ電位と研磨量の関係

本実験で明らかにしたとおり、電界活性化ノズルによって電界を付与されたスラリーは、図3に見られるよう、特定の周波数領域でゼータ電位の絶対値を増大させ、粒子間

の静電反発を誘発する。そして、粒子の分散性向上に寄与するものと考えられる。一方、図4に電界活性化スラリーによる研磨特性を示す。研磨量は印加周波数の増加に伴って上昇し、60Hzで11%向上した。これらの実験から、印加周波数を増加させることによってゼータ電位の絶対値が増加するとともに研磨量も増加することがわかった。このことは、図5に示したゼータ電位と研磨量の関係からも明らかである。換言すれば、電界活性化技術によりシリカ粒子の分散状態が改善され、研磨効率の向上が引き起こされたといえる。

5. 結論

開発した電界スラリー活性化技術によって、コロイダルシリカスラリー供給時に変動高電界を印加することによって、研磨に供給するスラリーの凝集を緩和し、分散活性化させることによって、コロイダルスラリーの寿命の延命化、すなわちシリカ粒子のゼータ電位を制御し、分散性向上を図ることに貢献し、11%の研磨レート向上が可能な新技術を開発することに成功した。

今後は研磨加工屑との分離技術に活かせることによってさらに本技術の可能性が広がる。

6. 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 1 件)

〔学会発表〕(計 1 件)
コロイダルシリカスラリーの電界活性化技術 平成 28 年 3 月
2016 年度精密工学会春季学術講演会論文集, pp. 847- 848
久住孝幸, 池田洋, 越後谷正 見, 中村竜太, 赤上陽一

〔図書〕(計 件)

〔産業財産権〕

出願状況 (計 1 件)

名称: ゼータ電位制御法を用いた処理方法
発明者: 赤上陽一, 中村竜太, 久住孝幸, 池田洋, 佐藤安弘, 南谷佳弘, 南 條博

権利者：秋田県 国立大学法人秋田大学
種類：特許
番号：特願 2015-025880
出願年月日：2015 年 2 月 12 日
国内外の別：国内

取得状況（計 1 件）

名称：ゼータ電位制御法を用いた処理方法

発明者：赤上陽一, 中村竜太, 久住孝幸, 池田洋, 佐藤安弘, 南谷佳弘, 南 條博
権利者：秋田県 国立大学法人秋田大学
種類：特許
番号：特許第 5891320 号
取得年月日：2016 年 2 月 26 日
国内外の別：国内

〔その他〕
ホームページ等

6. 研究組織

(1) 研究代表者

赤上陽一（アカガミ ヨウイチ）
秋田県産業技術センター 所長
研究者番号：00373217

(2) 研究分担者

中村竜太（ナカムラ リュウタ）
秋田県産業技術センター 主任研究員
研究者番号：00634213

久住孝幸（クスミ タカユキ）
秋田県産業技術センター 主任研究員
研究者番号：40370233