

平成 27 年 6 月 23 日現在

機関番号：32503

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2012～2014

課題番号：24560143

研究課題名(和文) エイエフエムナノ加工による研磨加工素過程のシミュレーション実験に関する研究

研究課題名(英文) Characterization of Polishing elementary steps with Atomic-Force-Microscope nano machining

研究代表者

松井 伸介 (Matsui, Shinsuke)

千葉工業大学・工学部・教授

研究者番号：50612769

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,200,000 円

研究成果の概要(和文)：AFM触針を研磨砥粒のナノ切れ刃とみなし、液中で光ファイバ端面コア近傍をスクラッチ加工することによって石英ガラスに対する研磨の基礎過程の検討をした。AFMシステムを用いることによって加工荷重と切れ刃軌跡を制御し、液と触針の材質を変化させた。また、ファイバ端面の光学特性を測定することにより加工変質層の評価も行った。その結果、AFMスクラッチ加工の化学的側面を含めた基礎過程を明らかにした。そしてそれは触針材質に依存し、実際の研磨加工を良く反映していることがわかった。従って本方法によって直接研磨加工におけるナノ形状砥粒と基板との加工特性を検討できる可能性があることがわかった。

研究成果の概要(英文)：Nano-micro scratch machining on the optical fiber end-plane was conducted by Atomic force micro-scope. The machining was done with a AFM tip which can be assumed to a nano-shape cutting edge of an abrasive, and with the machining load which is controlled by the AFM cantilever system. Tip driving by AFM system is enabling to use a well-defined trajectory. This nano-micro machining is thought to reveals the elementary-step of the polishing whose mechanism has not been well-understood yet. The optical fiber for telecommunication used in our experiments is made of silica (SiO<sub>2</sub>) glass with high purity. Chemical aspects of polishing also can be investigated by the cutting edge material and the scratching atmosphere changing.

研究分野：生産加工

キーワード：研磨加工 原子間力顕微鏡 メカのケミカル作用

## 1. 研究開始当初の背景

(1) 研磨技術の高度化は現在、重要な課題となっている。例えば、今後ますます重要となってくるハイブリッドカー、電気自動車等では、より高性能、低コストなパワーデバイスが必要となってくる。これを実現するためには SiC、GaN、ダイヤモンドなどの非常に硬い材料基板の鏡面・ダメージレス研磨が必要であるといわれている。しかし、まだ、特にダイヤモンド基板のように非常に硬い材料では、比較的高速で大面積な実用的な研磨方法が確立されていない。

(2) 平面ディスプレイ用などの大型ガラス基板に対する研磨技術は重要である。そこで従来ガラスに対して一般的に用いられてきた酸化セリウム砥粒に対し、より低価格で、高速かつ低ダメージなガラス基板用の新しい砥粒、研磨技術の開発が必要とされている。

(3) 大規模、高速化する CPU 半導体デバイスの多層配線層の研磨、大面積化する LCD、シリコン基板の研磨技術、高機能化する MEMS デバイスの基板研磨技術に対して、その品質を悪化させず、高速・低コストに加工する新研磨技術が必要である。また、金属等の異種材料を含む基板上面の平坦化研磨加工も必須の加工工程となっている。

## 2. 研究の目的

背景で述べたように研磨技術の高度化は重要な課題である。ところが研磨の素過程はあまり検討されず、よくわかっていないのが現状である。それは研磨加工が複雑な要素の複合によって行われることが原因と考えられる。まず研磨液の中で加工における切れ刃である砥粒は、どのような状態にいるか、単分散しているのか、ある程度凝集し 2 次粒子を作っているのかという問題がある。また、砥粒が研磨パッドにどのように保持されているかもよくわかっていない。そして、ある程度の表面粗さを有する研磨パッドのどの部分のどの割合が基板と接触しているかということもわかっていない。このように、研磨技術ではパッドと基板の摩擦、砥粒と基板との摺動等非常に多くの要素が絡み合っている。そこでまず、ナノ切れ刃である微細砥粒と基板の摺動の素過程を切り出し検討することをこの研究では検討した。最も重要であるこの過程とその他の過程を分離しそれぞれを検討することで、研磨技術全体を理解することを図った。そしてこれによって得られた知識をもとに研磨技術を高度化することが本研究の目的である。

## 3. 研究の方法

(1) AFM の触針を研磨技術における非常に小さい砥粒のナノ切れ刃と見立てる。そして AFM システムでスクラッチ加工することによってその加工特性を評価して研磨の素過程の検討をした。

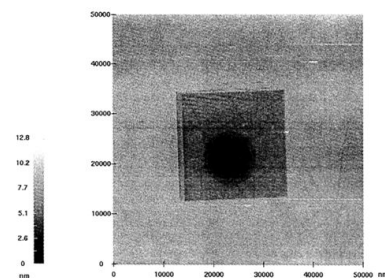
AFM システムを用いることで、加工荷重と切れ刃軌跡を容易に制御できる。触針の先端曲率半径は研磨により制御できる。加工は液

中で行い、砥粒をスラリーとして用いる研磨と同等の雰囲気となっている。これによって、雰囲気の化学成分を変化させたり、さらに触針材質を変化させたりして、切れ刃が小さくなると顕著になるといわれている加工における化学的側面の検討もできる様にした。

(2) AFM スクラッチ加工は、石英製であるシングルモード光ファイバ端面のコア(直径 20  $\mu\text{m}$ )を含む 50 $\mu\text{m}$  四方で行った。用いた AFM はカンチレバーの高さ測定を臨界角法で行っており、この測定用の顕微鏡対物レンズを用いて加工位置を同定もすることができる。スクラッチ加工後に端面からの反射光に相当する反射減衰量を測定することにより加工によって発生した加工変質層の評価が行える。また、触針先端を FESEM 観察することによって加工による切れ刃の摩耗の評価も可能となる。

## 4. 研究成果

(1) 砥粒の切れ刃に見立てて準備した AFM 触針材質は、ダイヤモンド、酸化ケイ素(シリカ)、酸化セリウム、酸化ジルコニウム(ジルコニア)、酸化アルミニウム(アルミナ)である。また、触針の先端曲率は、ダイヤモンド触針で 100 nm、他の材質触針では、200 nm である。スクラッチ加工は、数 10 から数 100  $\mu\text{N}$  の荷重をかけ、50  $\mu\text{m}$  四方をピッチ 50 nm、1 ライン 1 秒で行った。AFM 装置は、試料を駆動するチューブスキャナーを短く切断し、その上部に光ファイバコードも収納できるコネクタフェール固定治具を設置した。この固定治具には液だめも付随している。そして Oリングを介してフェールを固定することによって液の下部への漏えいを防ぐことを可能とした。図 1 にダイヤモンドでスクラッチ加工した光ファイバ端面を示す。



(a) 50 X 50  $\mu\text{m}$

図 1 スクラッチ加工されたファイバ端面

ダイヤモンド触針を用いたスクラッチ加工では、加工荷重が増えるとともに加工深さが深くなった。それに従い反射減衰量は小さくなり、反射光が増えた。このことは、以前のエリプソメータでの検討<sup>1)</sup>によると、ダイヤモンド切れ刃による加工量が増えることによってガラスの塑性流動による加工変質層が厚くなり反射減衰量が減ったものと考えられる。AFM の構造を中心にこれらを日本材料科学会に投稿した (vol. 51 No. 1 2014)。

(2) 各種材料の触針による検討では、加工荷

重 50  $\mu$  N 固定とし加工量と反射減衰量を評価した。液雰囲気は純水とした。コネクタフェルール端面は、あらかじめ最終仕上げによって反射減衰量を 55dB 以上の加工ダメージがほとんどない状態にした。ダイヤモンドの加工では、4.4nm 程度加工していた。この加工によって端面には加工ダメージが発生し、反射減衰量は 39dB まで減少した。一方、光ファイバの材料である石英に対しモース硬度がほとんど同じか若干低い酸化セリウム、ジルコニア触針による加工では、加工深さがダイヤモンド触針より大きくそれぞれ 10.5 nm と 7.4 nm であった。また、反射減衰量はほとんど変化せずほぼ 55dB のままであった。切れ刃が、被加工材より軟らかいにも関わらず、ダイヤモンド触針より加工し、しかも加工ダメージがほとんど無いということは、これら 2 つの材料の触針による加工に機械的作用の他に何らかの化学的作用が大きく関わっていると考えられる。一方、シリカ触針では加工はされたが、加工深さは 0.7 nm と、非常に小さかった。また、反射減衰量は加工後ほとんど変化が無く加工ダメージは測定されなかった。一方、ダイヤモンドに次ぐ硬さをもち石英より硬いアルミナ触針では、予想に反しほとんど加工されなかった。加工されなかったため加工ダメージも反射減衰量測定によっては測定されなかった。このように、スクラッチ加工は、触針材質によって大きく左右され、それらは実際の研磨を反映するものであることが明らかになった。(3)次にダイヤモンド触針でスクラッチ加工した光ファイバ端面に対し、より加工ダメージの少ない材質の触針でスクラッチ加工を行い、加工深さと反射減衰量の変化を調べた。まずダイヤモンドで加工することによって反射減衰量が 45dB となった。前記した以前の検討によるとダイヤモンドによる加工で加工変質層は、その屈折率は粒径等の様々な加工条件でもほぼ同一の値(1.53)に上昇し、加工条件の違いで、その厚さが異なり反射減衰量が異なってくることがわかっている。それによるとこの 45dB の加工面の加工変質層は屈折率が 1.53 で厚さが 14nm と見積もることができる。このスクラッチ加工に対しジルコニア触針を用いて加工すると 10 nm 加工でき、反射減衰量は 47 dB になった。この値から、この段階で残っている加工変質層は、屈折率を同じ 1.53 と仮定すると厚さは 7 nm となり、10 nm の加工によって、ほぼそれに見合った加工変質層の除去が行えたことを確認できた。酸化セリウム触針でも同じようなダメージ除去ができることが確認されており、これらによりいわゆる仕上げ加工を AFM により実験的に検討できることが明らかになった。以上の(2)、(3)をまとめて ASPE 2013 Annual Meeting, ( 2013 年 10 月 20 日 ~ 2013 年 10 月 25 日 St. Paul(USA) ) および、European Society for precision engineering & nanotechnology ( 2014 年 06

月 02 日 ~ 2014 年 06 月 06 日、Dubrovnik(Croatia) ) で発表した。

(4)液雰囲気の pH を変化させ、シリカ触針を用いた加工を検討した。純水に水酸化カリウムを混入させることにより pH を 11.5 とした。加工の結果、深さは純水の場合の 0.7 から 7.1 と大きく深くなった。しかし反射減衰量は、ほとんど変化せず加工ダメージは測定されなかった。これは、シリカ同士の加工では、お互いが摩滅しながら加工が進むため、pH が上がりその加工速度が速くなっても、加工に材料の大きな変形が伴い、それによる残留ひずみが発生するわけで無いことがわかった。(5)触針の加工前と加工後の様子を観察しスクラッチ加工による摩耗の検討を行った。観察は FESEM で行った。その結果、最も摩耗していた触針はシリカであった。図 2 にシリカ触針の摩耗の様子を示す。

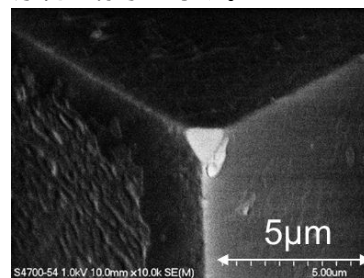


図 2 加工後のシリカ触針先端

シリカ触針の場合光ファイバと同一の材料であるため、お互いが摩滅し合いながら加工が進んだと考えられる。そのため、摩耗量が多く、また、加工面に塑性流動による加工変質層も無いと考えられる。実際、摩耗量と加工量をそれぞれその体積からモルに換算するとほぼ同じとなり、お互いに摩滅していることを裏付けられる。酸化ジルコニウム、酸化セリウムでは、加工量は、摩耗量に比べ大きい。例えば酸化セリウムではモル換算で 50 倍程度加工量の方が大きく、このことから加工に化学的作用が大きく関わっていることがわかる。一方、アルミナ触針では、光ファイバ端面を加工しなかったにもかかわらず摩耗していた。これは、シリカ砥粒は、アルミナ基板より軟らかいにもかかわらず加工するという、アルミナ基板のメカノケミカル研磨を示唆しているものと思われる。以上、述べたように液中での AFM スクラッチ加工によって、研磨における基礎過程をその化学的側面も含め明らかにした。そしてそれは実際の研磨加工良く反映していることがわかった。AFM スクラッチ加工によって直接研磨加工におけるナノ形状砥粒と基板との加工特性を検討できる可能性を見出すことができた。

(6)AFM を用いた検討以外では、研磨におけるもう一つの重要な要素である、ポリシャと基板の接触の問題をピンチャックの適用範囲を調べる中で検討し発表した(精密工学会誌、79 巻、2013、1246 - 1250)。また、加工変質

層の影響を受けない現場組み立て用光コネクタを実現するための光ファイバマイクロテーパ技術を開発し論文発表した(砥粒加工学会誌、57巻、2013、459-464)。

参考文献：1) 松井伸介 大平文和 小藪国夫 松永和夫：“光ファイバの端面研磨と加工変質層 - 加工変質層と反射減衰量の関係 - ”, 精密工学会誌, 64 (1998) 1467

## 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 4 件)

松井伸介、梅村茂、佐藤天哉、光ファイバ端面の AFM によるナノ・マイクロ加工、日本材料科学会誌 “材料の科学と工業” 査読有、51 巻、2014、28 - 25

松井伸介、宇根篤暢、鴨打輝正、高精度加工用真空ピンチャックの開発(第 2 報) - ピン支持研磨によるディンプル発生に研磨パッドプロファイルが与える影響 -、精密工学会誌、査読有、79 巻、2013、1246 - 1250  
DOI:10.2493/jspe.79.1246

Hirofumi Suzuki, Mutsumi Okada, Katsuji Fujii, Shinsuke Matsui, Yutaka Ymagata, Development of micro milling tool made of single crystalline diamond for cutting, CIRP Annals of Manufacturing Technology, 査読有、vol.62, 2013 59-62  
DOI:10.1016/j.cirp.2014.03.59

松井伸介、阿部宜輝、光ファイバ端面マイクロテーパ加工技術の開発(第 2 報) - ラッピングフィルムによる平面研磨板の構成法 -、砥粒加工学会誌、査読有、57 巻、2013、459-464

DOI:10.11420/jsat.57.459

〔学会発表〕(計 7 件)

若井俊、上方翔平、松井伸介、梅村茂 ECR スパッタ法による高硬度・極薄膜作成のための検討、2015 年度精密工学会春季大会、2015 年 3 月 17 日～2015 年 3 月 19 日、東洋大学(東京都文京区)

佐藤天哉、松井伸介、梅村茂、AFM スクラッチ加工の加工特性の評価、2014 年度精密工学会秋季大会、2014 年 09 月 16 日～2014 年 09 月 18 日、鳥取大学(鳥取県鳥取市)

佐藤天哉、松井伸介、梅村茂、AFM による光ファイバ端面のナノ・マイクロ加工 - 第 3 報低ダメージ加工の検討 -、2014 年度砥粒加工学会学術講演会、2014 年 09 月 11 日～2014 年 09 月 13 日、岩手大学(岩手県盛岡市)

Shinsuke Matsui, Shigeru Umemura, Takaya Sato, Subsurface Damage Layer Reduction with Atomic Force Microscope Scratch Nano Machining on Optical Fiber end plane, European Society for precision engineering & nanotechnology, 2014 年 06

月 02 日～2014 年 06 月 06 日、Dubrovnik, (Croatia)

Shinsuke Matsui, Shigeru Umemura, Characterization of Nano-micro machining made by Atomic Force Microscope on Optical-fiber End Plane, ASPE 2013 Annual Meeting, 2013 年 10 月 20 日～2013 年 10 月 25 日 St. Paul (USA)

佐藤天哉、松井伸介、梅村茂、AFM による光ファイバ端面のナノ・マイクロ加工第 2 報 - 液雰囲気の検討 -、2013 年度砥粒加工学会学術講演会、2013 年 08 月 27 日～2013 年 08 月 29 日、日本大学(東京都千代田区)

松井伸介、AFM による光ファイバ端面のナノ・マイクロ加工、2012 年度砥粒加工学会学術講演会、2012 年 08 月 29 日～2012 年 08 月 31 日、同志社大学(京都府京田辺市)

〔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：

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

松井 伸介(MATSUI, Shinsuke)

千葉工業大学・工学部機械サイエンス学科・教授

研究者番号：50612769