

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 30 年 6 月 28 日現在

機関番号：32503

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2015～2017

課題番号：15K05731

研究課題名(和文)AFMを用いた研磨加工素過程とナノ・マイクロ加工の研究

研究課題名(英文)Study on characterization of polishing and nano-micro processing with AFM(Atomic Micro Scope)

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) 3,800,000円

研究成果の概要(和文)：重要度が増している研磨技術の高度化を目指して、研磨技術の素過程の検討を行った。本研究では、研磨におけるナノスケール切れ刃の加工についてAFMの触針を用いて検討を行った。触針を代表的な砥粒材料であるダイヤモンド、シリカ、セリア、アルミナ、ジルコニア等で作製し、石英製の光ファイバの端面に対して加工した。光ファイバを用いることによって光学的に加工変質の評価が行える。またAFMの改造によって液中での加工を可能とし、液の化学作用も評価した。また、加工前後の触針磨耗量をFESEMによって評価した。検討の結果この実験は実際の研磨加工をよく反映し、研磨における切れ刃の作用の解析に有用であることがわかった。

研究成果の概要(英文)：Nano-micro scratch machining to SiO₂ glass by atomic-force-microscope (AFM) with various tip materials was applied for investigating the fundamental characteristics of polishing. The AFM tip can be assumed to a nano-shaped cutting edge of a polishing abrasive. SiO₂, Al₂O₃, ZrO₂, CeO₂, and diamond were used as materials to simulate a polishing abrasive. The machining environment was liquid (pure water and pH; 10). Therefore, chemical aspects could be studied. Although the diamond tip causes large subsurface damage, the CeO₂ tip causes very little subsurface damage. The SiO₂ tip machines deeper scratches under the pH;10 condition with very little subsurface damage. The amount of abrasion on the SiO₂ tip is about the same as the amount of machining. On the other hand, the amount of abrasion on the CeO₂ tip is 37 times lower than the amount of machining. It is therefore concluded that AFM nano-scratch machining simulates the chemical aspects of polishing very well.

研究分野：生産加工

キーワード：AFM 研磨加工

1. 研究開始当初の背景

(1) IOT時代を控え半導体デバイスへの需要が高まるとともにその性能もより高性能化が求められている。そこで、従来からあるシリコン研磨技術も径の大型化に対応した加工のさらなる高速化、あるいは複雑化する多層配線の平坦化研磨の高精度化など多くの課題を要求されている。さらには大面積化するLCD、センサー部品としてMEMS基板などへの需要が高まっている。

(2) また、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、軽量のパワーデバイスが必要となっている。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。

(3) さらに、メカトロニクス部品の高度化に伴いその制御系としてのシステムオンチップ、システムオンボード等のハイブリッド化が今後本格的に進んでいく中、シリコン、ガラスのみでなく、金属、プラスチック等の複合された基板の研磨に最適な技術の確立が求められている。

(4) 以上のように研磨技術の高度化は現在重要な課題である。また、その重要性は多岐にわたる。

2. 研究の目的

(1) このような高度化への要求が高まっているにもかかわらず研磨技術は、その素過程が良くわかっていない。したがって大きな技術的な進歩も無いままに、使用資材の選択も含めて技術者の経験と勘に頼った運用が行われていた。

(2) 研磨技術の素過程が良くわかっていない理由の一つとして、研磨技術は複雑な技術の複合であることが考えられる。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。

もう一つの理由は、切れ刃の代表的な大きさがナノ形状になる研磨技術では、切れ刃が非常に小さく加工の状況が把握し難い、また、その加工に化学的要素も入ってくるので解析が難しいためと思われる。

(3) そこで、研究はまず研磨加工をそれぞれの要素に分割しそれぞれについて、検討することを目的とした。まず、微細砥粒のナノ切れ刃と基板の摺動について検討をした。こ

こでは、研磨砥粒の切れ刃と同程度の大きさを持つAFM (Atomic Force Microscope) 触針を砥粒と同一の材質で作成、それをAFMシステムで制御しながら駆動することによってスクラッチ加工を行い研磨加工の素過程を評価した。そして、その他ポリシャと試料との接触の検討、実際の研磨加工との比較、さらには、触針への機能膜形成によるナノ・マイクロ加工への展開等を目指した。そしてこれら様々な検討を総合して、新しい加工技術の開発を行うことを目的とした。

3. 研究の方法

(1) AFM触針によるスクラッチ加工によって研磨の素過程を検討し、研磨のメカニズムの明確化を目指す。具体的には、形状の明確なAFM触針先端(先端曲率は $0.1\mu\text{m} \sim 1\mu\text{m}$)を研磨におけるナノ形状切れ刃とし、加工荷重(数 $10\mu\text{N} \sim$ 数百 μN)をカンチレバーにより制御することによってAFMシステムを用いて材料表面に加工条件の良くわかったスクラッチ加工を行い評価する。この際、触針材質として研磨に用いられる砥粒と同一のものを用いるだけでなく、加工液、被加工材を様々に変えることによって、切れ刃が非常に小さくなることによって起こる機械的な効果だけでなく化学的な効果も検討する。加工前後の触針をFESEM また、被加工材としてシリカ材料としての光ファイバを用いれば、そのコア近傍をスクラッチ加工し端面の反射光を測定することによって、加工ダメージも測定可能となる。光ファイバ端面は最終仕上げによって反射減衰量55dB以上のほとんど加工ダメージのない状態のものを用いた。図1に光ファイバ端面へのスクラッチ加工の概念図をしめす。

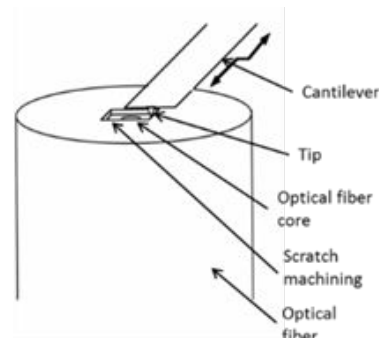


図1 AFMによる光ファイバ端面へのスクラッチ加工

(2) その他にはポリシャと試料の摺動が研磨に与える影響では、ポリシャに作成した溝の形状による研磨速度向上への影響の検討を行った。また、GaN, SiC等の難加工材基板に対し、光化学作用を含んだ化学作用援用による加工の高速化の検討、さらには、触針への高性能膜の形成をECR(Electron Cyclotron Resonance)スパッタ法による堆積を用いて検討を行った。

4. 研究成果

(1) 純水中で荷重を変化させて各種材料

の触針を用いてシリカ製の光ファイバ端面に加工した結果、加工深さは、荷重 $50\ \mu\text{N}$ では、ダイヤモンドで $2.4\ \text{nm}$ 、アルミナで $0\ \text{nm}$ 、ジルコニアで $1.4\ \text{nm}$ 、シリカで $0.6\ \text{nm}$ 、酸化セリウムで $2.6\ \text{nm}$ となった。また、反射減衰量は、ダイヤモンドで $44\ \text{dB}$ 、アルミナで $56\ \text{dB}$ 、ジルコニアで $55\ \text{dB}$ 、シリカで $56\ \text{dB}$ 、酸化セリウムで $56\ \text{dB}$ となった。一方 $80\ \mu\text{N}$ では、ダイヤモンドで $4.3\ \text{nm}$ 、アルミナで $0.3\ \text{nm}$ 、ジルコニアで $1.8\ \text{nm}$ 、シリカで $1.0\ \text{nm}$ 、酸化セリウムで $4.0\ \text{nm}$ となった。また同荷重で反射減衰量は、ダイヤモンドで $41\ \text{dB}$ 、アルミナで $52\ \text{dB}$ 、ジルコニアで $55\ \text{dB}$ 、シリカで $54\ \text{dB}$ 、酸化セリウムで $57\ \text{dB}$ となった。加工量は、加工荷重が増えるといずれの触針でも、増加したことがわかる。ダイヤモンドでは、加工量が増えると反射減衰量も減少し、加工変質層が厚くなる。しかし、セリア、ジルコニア触針では、加工量が増えても、反射減衰量がほとんど変化しない。これらの触針材料は、加工量はダイヤモンドに匹敵する（特に酸化セリウムでは、ほぼ同等）にもかかわらず、反射減衰量は加工前とほとんど変わらず、ほとんど加工により加工ダメージが発生しない。これはこれらの触針による加工において化学的な作用が大きく作用したためと考えられる

一方、光ファイバと同種の材料であるシリカ触針では、 $50\ \mu\text{N}$ で $0.7\ \text{nm}$ とダイヤモンドに比べ小さい加工量になっている。この場合同種材料同士がお互いに摩擦しあいながら加工されていると考えられるが、そのためダイヤモンド触針の場合のようなガラスの塑性流動による残留ひずみと考えられる加工ダメージもほとんど発生せず、加工量自体も小さくなっている。加工荷重の上昇により加工深さは、 $1.0\ \text{nm}$ と若干大きくなる。それに対し反射減衰量は、 $54\ \text{dB}$ とわずかに小さくなるが、 $55\ \text{dB}$ 近傍では、この違いは有意であるとしにくく、それほど変化しないべきである。

アルミナ触針では、 $50\ \mu\text{N}$ では、加工量が無く、そのため、反射減衰量も加工前後で変化しなかった。さらに高荷重の $70\ \mu\text{N}$ では、 $0.3\ \text{nm}$ とわずかに加工され、反射減衰量は、 $52\ \text{dB}$ と少し小さい値になって、アルミナ触針の加工特性については後ほど詳述する。

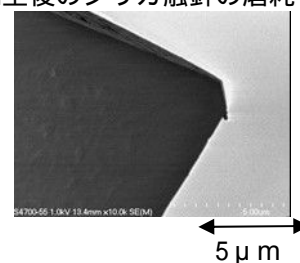
(2)次に pH を 10.0 としアルカリ側に变化させた時の加工特性を記す。pH は純水に KOH を溶解し調整した。ダイヤモンドでは、荷重 $80\ \mu\text{N}$ で、加工深さ $5.1\ \text{nm}$ 、反射減衰量 $40\ \text{dB}$ 、アルミナでは、 $80\ \mu\text{N}$ で $2.9\ \text{nm}$ 、 $51\ \text{dB}$ 、シリカでは、 $50\ \mu\text{N}$ で $3.3\ \text{nm}$ 、 $56\ \text{dB}$ 、 $80\ \mu\text{N}$ で、 $5.9\ \text{nm}$ 、 $56\ \text{dB}$ であった。ダイヤモンドでは、アルカリにすることによって加工量が増した。そして、これによってより大きな塑性流動による加工ダメージが形成されて反射減衰量の低下が起きたと思われる。一方シリカの場合は、pH を 10 にすると純水に比べ、大きく加工されるのがわかった。

また、この時も荷重が大きいほど加工量が大きいこともわかった。そして、反射減衰量は、両条件ともほぼ同一で $56\ \text{dB}$ となり加工ダメージは、ほとんど発生していないこともわかった。

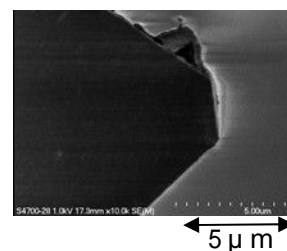
アルミナ触針では、 $80\ \mu\text{N}$ で pH を 10.0 まで上昇させると純水中より $2.5\ \text{nm}$ 大きく加工されることがわかる。また、このときの反射減衰量は $51\ \text{dB}$ となった。

(3)以上の結果と触針の摩耗量、および光ファイバ端面の加工量との関係を比べながら評価した。ダイヤモンド触針は、非常に多くの加工を行うと若干摩耗するが、数回の加工では摩耗は観察されず触針摩耗量は、純水中、アルカリ中とともに摩耗量は 0 と評価した。

シリカ触針では、純水中で、pH ともに大きく摩耗した。しかしこの摩耗量は、加工形状から概算した加工量とほぼ同量であり、いずれの場合も、同種材料どうしであるので、お互いに摩擦しながら加工が進むと考えられる。それに対し、触針摩耗量に対する加工量の比は、ジルコニアで 4.76 。酸化セリウムに至っては、 37 と非常に大きくなる。ここで、摩耗量は、摩耗体積からモルで求めてある。したがって酸化セリウムでは、 1 個の分子が磨耗する間に 37 個のシリカを加工していることになる。このような大きなシリカの加工がされるにもかかわらず、加工ダメージもほとんど観測されずないということは加工に大きく化学作用が関与していることをここでも示している。図 2 に純水中と pH=10 の溶液中の加工後のシリカ触針の磨耗を示す。



(a) 純水中



(b) pH=10

図 2 シリカ触針磨耗

アルミナ触針ではすべての加工で触針が摩耗した。純水中の $50\ \mu\text{N}$ では、シリカへの加工はなかった。これは、シリカとアルミナの硬さの大きな違いを考えると不思議であるが、実はシリカの研磨砥粒は、その化学的作用によりより硬いアルミナ基板を加工するとされており、そのことがこの実験でも再現されたと思われる。実際、触針は摩耗して

いた。高荷重ではさすがに若干量の加工が行われたがやはりこの際も触針摩耗が多くなっていた。さらに pH 10.0 では、高荷重で加工深さは 2.9 nm となり比較的大きく加工された。この際反射減衰量は 51 dB となった。加工前の反射減衰量 56 dB と比べると明らかに小さくなっており加工ダメージの発生が認められる。しかしこの値は、純水中のダイヤモンドの場合の加工深さ 2.5 nm で、反射減衰量が 43 dB となったことと比べると著しく加工ダメージが小さい。アルミナによる加工では、ダイヤモンドとは異なる加工ダメージが形成される可能性があると思われる。

(4)その他の検討では、まず SiC、GaN 等の硬脆で非常に加工の難しい基板の研磨加工の検討を行った。これの基板は今後、新しいパワーデバイス用基板として注目されている。SiC 基板の加工では、酸化剤の種類のみならずその際の pH も加工特性影響を与えることがわかった。また、GaN の研磨では、研磨点に直接、紫外光を照射することによって加工速度の向上を検討した。紫外光の照射によって GaN 基板の加工速度が向上することを見出した。さらにこの際 pH を酸・アルカリへ変化させるとさらに向上することも見出した。今後は、これら材料への AFM ナノスクラッチ加工あるいはこれらの材料による触針によるナノスクラッチ加工によって加工メカニズムの究明へ展開する予定である。

また、小型ポリシャを高速に公転運動させて大きなガラス基板の部分研磨をする検討を行った。これは、この加工を基板上で移動制御することによって 3次元鏡面を作製することを目的としている。この際、ポリシャの研磨液保持能力が、加工速度に影響を与えるものと思われる。そこで表面にさまざまな溝形状を形成し、加工速度への影響を調べた。その結果、溝の本数だけでなく、溝の大きさすなわち研磨液の蓄える量も加工速度に影響を与えそうであることがわかった。研磨加工技術のもう一つの重要な要因であるポリシャと試料との接触の観点から今後展開させる。

触針に高性能な高機能膜を形成する目的で ECR(Electron Cyclotron Resonance)スパッタ法を用いたカーボン薄膜の形成の検討を行った。この膜は、ダイヤモンドとほぼ同等の硬さを持ちながら、導電性を有する膜である。CH₄ ガス添加による膜への水素の導入と基板バイアス印加による作成中のスパッタ膜へのエネルギーの付加によって、導電性が良いにもかかわらずさらに固い膜が作製可能なことがわかった。

(5)AFM システムを用いた触針によるナノスクラッチ加工は、実験の結果、実際の研磨と比較的良く現象が一致し、研磨におけるナノ切れ刃の検討に有用であることがわかった。今後は、加工対象、それに対する評価法、高速駆動を含めた新たな触針等の検討を

行っていく。また、ナノスクラッチ加工と実際の研磨の比較をさらに続けるとともに、ポリシャと基板との接触・摺動問題等総合的な研磨の理解を最終的には目指していく。

5. 主な発表論文等

[学会発表](計 11 件)

Shinsuke Matsui and Atsunobu Une, High speed orbital revolution polishing with grooved small rectangular pad, The 20th International Symposium on Advances in Abrasive Technology, 2017年12月3日~2017年12月6日, Okinawa Institute of Science and Technology Graduate University (Okinawa Japan)

藤野雄大, 松井伸介, 遠藤謙人 矢島利康, 二宮大輔, 山本栄一, 伊東利洋, GaN 研磨加工高能率化の研究(第1報) -小型研磨機を用いた反射型光路による紫外線照射と強アルカリ機能水の効果-, 2017年精密工学会秋季学術講演会, 2017年9月20日~2017年9月22日, 大阪大学豊中キャンパス, (大阪府豊中市)

木村賢之心, 松井伸介, AFM ナノ・マイクロスクラッチ加工による研磨加工特性評価, 2017年砥粒加工学会学術講演会(ABTEC2017), 2017年8月30日~2017年9月1日, 福岡工業大学(福岡県福岡市)

藤野雄大, 松井伸介, 遠藤謙人, 矢島利康, 二宮大輔, 山本栄一, 伊東利洋, 小型研磨機による GaN の研磨加工特性の評価 -アルカリ液と紫外線照射の効果-, 2017年砥粒加工学会学術講演会(ABTEC2017), 2017年8月30日~2017年9月1日, 福岡工業大学(福岡県福岡市)

Shinsuke Matsui and Ken-noshin Kimura, Nano micro-scratch machining by atomic force microscope (AFM) for investigating fundamental characteristics of polishing, 17th International Conference & Exhibition(EUSPEN), 2017年05月29日~2017年06月02日, Hannover, Germany

Shinsuke Matsui and Mao Shiseki, Nano-micro scratch machining by atomic force microscope (AFM) to investigate the fundamental characteristics of the polishing, The 19th International Symposium on Advances in Abrasive Technology, 2016年10月02日~2016年10月05日, Stockholm, Sweden

明石幸治, 松井伸介, 梅村 茂, 若井 俊, 水素添加 ECR スパッタカーボン膜形成における基板バイアスの効果, 精密工学会秋季全国大会, 2016年09月06日~2016年09月08日, 茨城大学水戸キャンパス(茨城県水戸市)

志関真生, 松井伸介, AFM による光ファイバ端面のナノ・マイクロ加工, 精密工学

会秋季全国大会、2016年09月06日～2016年09月08日、茨城大学水戸キャンパス（茨城県水戸市）

松井伸介、青山卓也、小径パッドによる部分研磨の検討、2016年度砥粒加工学会学術講演会、2016年08月31日～2016年09月02日、兵庫県立大学姫路環境人間キャンパス（兵庫県姫路市）

志関真生、松井伸介、AFMによる光ファイバ端面のナノ・マイクロ加工 第5報 - 加工における触針材質および雰囲気の影響 -、2016年度砥粒加工学会学術講演会、2016年08月31日～2016年09月02日、兵庫県立大学姫路環境人間キャンパス（兵庫県姫路市）

志関真生、松井伸介、AFMによる光ファイバ端面のナノ・マイクロ加工 第4報 触針摩耗の検討、2015年度砥粒加工学会学術講演会、2015年09月09日～2015年09月11日、慶応義塾大学日吉キャンパス（神奈川県横浜市）

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 教授

研究者番号：50612769