

科学研究費助成事業（学術研究助成基金助成金）研究成果報告書

平成 25 年 5 月 31 日現在

機関番号：17401

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2011～2012

課題番号：23656110

研究課題名（和文） ダイヤモンドパワーデバイス製作のための超平坦面創成プロセスの開発

研究課題名（英文） Development of an ultra-smooth polishing technique required for the diamond power device fabrication

研究代表者

久保田 章亀 (KUBOTA AKIHISA)

熊本大学・大学院自然科学研究科・准教授

研究者番号：80404325

研究成果の概要（和文）：

パワー半導体デバイス製造でダイヤモンド基板に求められる要求を満足するために、われわれは、過酸化水素水中において鉄の表面上で生成される活性種を利用した新しい研磨方法を開発し、この手法を単結晶ダイヤモンド表面の平坦化に適用した。その結果、ダイヤモンド基板全面の平坦化を実現するとともに、表面粗さが RMS:0.082 nm の超平滑表面を得ることに成功した。

研究成果の概要（英文）：

To satisfy the demand for diamond substrates in power semiconductor device fabrication, we have developed a novel polishing method utilizing reactive species generated on Fe catalyst surface in hydrogen peroxide solution and applied the proposed technique to flatten a single-crystal diamond substrate. As a result, the whole area on the diamond surface could be equally smoothed and an atomically smooth surface with an rms roughness of 0.082 nm is obtained by our proposed method.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
交付決定額	3,000,000	900,000	3,900,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学，生産工学・加工学

キーワード：超精密加工，研磨，ダイヤモンド

1. 研究開始当初の背景

ダイヤモンドは、物質中で一番高い硬度や高い熱伝導率、非常に小さい熱膨張率など、他の半導体材料と比べ、非常に優れた特性を持っていることから、他材料を圧倒的に凌駕する高耐圧、低損失、高速動作等を実現できる究極のパワー半導体デバイス用材料として期待されている。最近、1 インチサイズのダイヤモンド基板の作製やダイヤモンドの持つポテンシャルを示すデバイス性能データが報告されており、ダイヤモンドデバイスを作製するために必要な要素技術に関する研究開発が活発化する気運が高まっている。今後、ダイヤモンドの持つ物性を十分に生か

した良好なデバイスを作製するためには、ダイヤモンドの結晶成長技術とともに、デバイスの下地となるダイヤモンド基板を原子レベルで平坦、かつ無擾乱に仕上げる加工技術が必要不可欠であると言われているが、そのようなダイヤモンドの加工技術はこれまでに確立されていない。

2. 研究の目的

研究代表者は、高硬度かつ化学的に安定なシリコンカーバイド (SiC) や窒化ガリウム (GaN) などの難加工材料の加工を実現するために、過酸化水素水溶液中において遷移金属微粒子 (鉄微粒子) 表面上で生成される化

学的に活性な OH ラジカル (hydroxyl radical) を利用した新しい加工法を開発し、ダメージのない原子レベルで平坦な SiC や GaN 基板表面の作製に成功している。

本研究では、この提案手法を高度化し、単結晶ダイヤモンド基板の加工に適用することによって、ダイヤモンド基板の高精度加工を実現することを目的としている。

3. 研究の方法

(1) 溶液環境下でのダイヤモンド加工可能性の検討

過酸化水素水中において、鉄製工具を作用させることによってダイヤモンドが加工できる可能性を実験的に検証した。

(2) ダイヤモンド基板の加工特性評価

過酸化水素水溶液中でのダイヤモンド基板の加工可能性を検証した実験データをもとに、3 mm 角から 1 インチサイズのダイヤモンド基板が加工できる加工装置を設計・試作した。また、この試作加工装置を用いて、3 mm 角の単結晶ダイヤモンド(100) 基板を加工し、その加工特性を実験的に明らかにした。

4. 研究成果

(1) 溶液環境下でのダイヤモンド加工可能性の検討

図 1 は、本研究で用いた実験装置の概念図である。この加工装置は、溶液中において、鉄製工具とダイヤモンド表面を接触させながら相対的に往復運動させることができる。溶液中でのダイヤモンド基板加工の可能性は、工具とダイヤモンド基板との接触部に形成される加工痕の有無によって判断した。また、本実験では、溶液中での化学的作用がダイヤモンドの加工に有効であることを明らかにするために、荷重や走査速度などの機械的作用に関する加工パラメータをできるだけ低く設定した。さらに、過酸化水素水中、純水中、大気中において、同一加工条件下でダイヤモンド基板の加工を試みることによって、溶液中で生成される OH ラジカルがダイヤモンドの加工に及ぼす効果を検証した。

図 2 は、過酸化水素水中で加工後の単結晶ダイヤモンド表面の観察結果である。測定領域 2.5 mm×1.9 mm において、ダイヤモンド基板上に加工痕がはっきりと確認できた。さらに、得られた加工痕の断面プロファイルから、加工幅が 243 μm、加工深さが 8.5 nm であることがわかった。過酸化水素水中と同一加工条件で大気中、純水中で行った実験では、図 2 で見られるような加工痕をダイヤモンド基板上で確認することはできなかった。この実験結果から、溶液中で生成された OH ラジカルが、ダイヤモンドの加工に効果的に作用している可能性が明らかになった。

本実験では、低圧・低速なマイルドな加工条件下にもかかわらず、物質中で一番硬度の高いダイヤモンド基板表面上に加工痕が得られることがわかった。この実験結果は、過酸化水素水中での提案加工プロセスがダイヤモンド基板の新しい超精密加工法になりうる可能性を示唆しているものと考えられる。

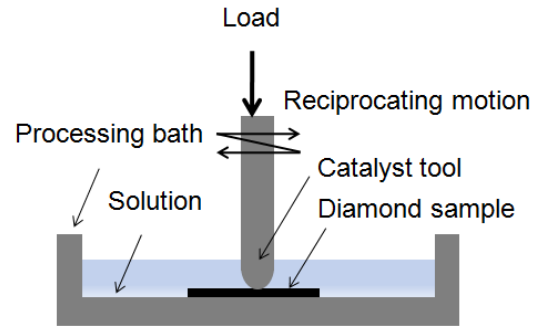


図 1 溶液環境下におけるダイヤモンド基板加工の検証実験装置の概念図

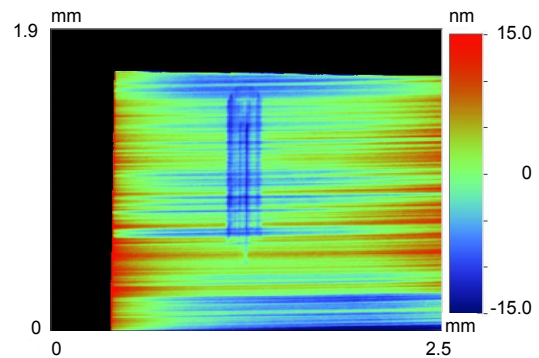


図 2 ダイヤモンド基板表面上の加工痕

(2) ダイヤモンド基板の加工特性評価

数 mm 角サイズから 1 インチサイズ程度のダイヤモンド基板加工に対応できる装置を設計・試作した。図 3 は、本研究で用いた実験装置の概念図である。回転テーブル上の加工槽中央部に鉄定盤を配置し、ダイヤモンドサンプルを一定荷重のもとで鉄定盤に押しつけながら回転・相対運動させてダイヤモンドを加工する装置構成になっている。本研究で用いたダイヤモンド基板は、住友電気工業株式会社製のスミダイヤ Ib 型(100)面の試料であり、サイズは 3 mm×3 mm×1.5 mm である。加工前後の表面粗さ、加工レートは、走査型白色干渉顕微鏡、原子間力顕微鏡を用いて測定した。本実験では、過酸化水素水中において、表 1 に示す実験条件下でダイヤモンドを加工し、ダイヤモンドの加工特性を調査した。

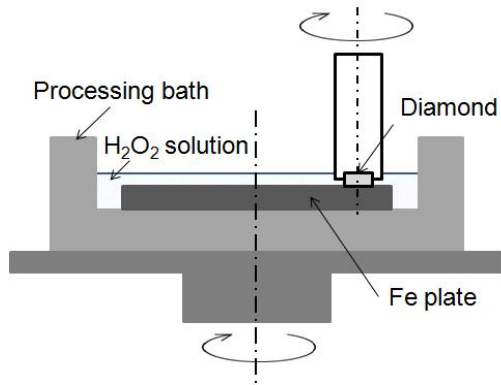


図3 ダイヤモンド基板の加工装置概念図

表1 実験条件

基板	Single-crystal diamond(100)
研磨板	Fe
溶液	H ₂ O ₂
荷重	3000 g
テーブル回転数	120 rpm
サンプル回転数	250 rpm
加工時間	9 h

加工前後のダイヤモンド基板の表面全体を位相シフト干渉顕微鏡 (Slope 像) で測定した結果を図4に示す。加工前の表面上には、ダイヤモンド砥粒を用いた加工によって導入された研磨痕が確認されたが、加工後の表面上には、研磨痕は確認できず、提案手法によって、基板表面全体が平滑化していることがわかった。

つぎに、加工前後のダイヤモンド基板の表面凹凸の測定結果を図5に示す。測定領域は、72 μm × 54 μm である。加工前のダイヤモンド基板の表面粗さは、P-V: 12.481 nm, Rms: 2.190 nm, Ra: 1.830 nm であったのに対して、加工後のダイヤモンド基板の表面粗さは、P-V: 1.557 nm, Rms: 0.147 nm, Ra: 0.117 nm であり、加工前に存在した凹凸が完全に除去され、原子レベルで平滑化な表面が得られた。

さらに高分解能で表面凹凸を評価するために、加工前後のダイヤモンド表面を原子間力顕微鏡で測定した (図6)。測定領域は、500 nm × 500 nm である。加工後の表面の表面粗さが、P-V: 1 nm, rms: 0.1 nm を下回る超平滑表面であることがわかった。

最後に、加工前後のダイヤモンド表面をラマン分光装置で測定した結果を図7に示す。両スペクトルを比較したが、1332 cm⁻¹ 以外にピークがみられないことから、加工によって

グラファイトなどへの構造変化が生じていないことも確認できた。

これらの結果から、溶液環境下での鉄の触媒反応を利用することによって、ダイヤモンド基板を高精度に加工できることがわかり、常温・常圧下における溶液中での化学反応を利用した新しいダイヤモンド加工プロセスの可能性を示すことができた。

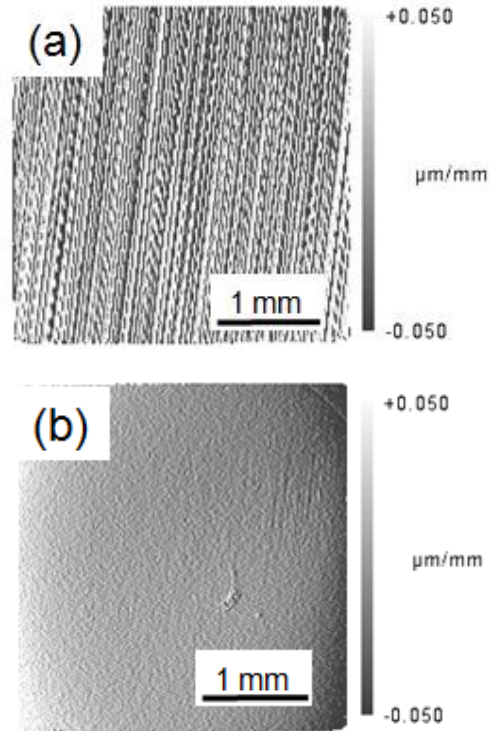


図4 加工前後のダイヤモンド表面の観察像 (Slope 像)

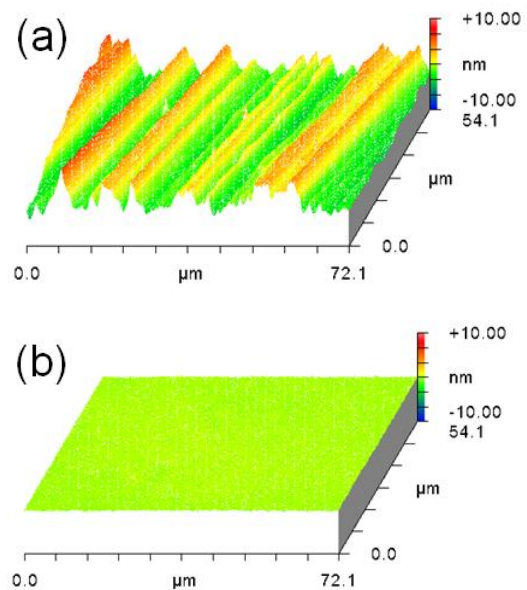


図5 加工前後のダイヤモンド表面の観察像
(a) 加工前 p-v: 12.481nm, rms: 2.190nm,
(b) 加工後 p-v: 1.557nm, rms: 0.147nm

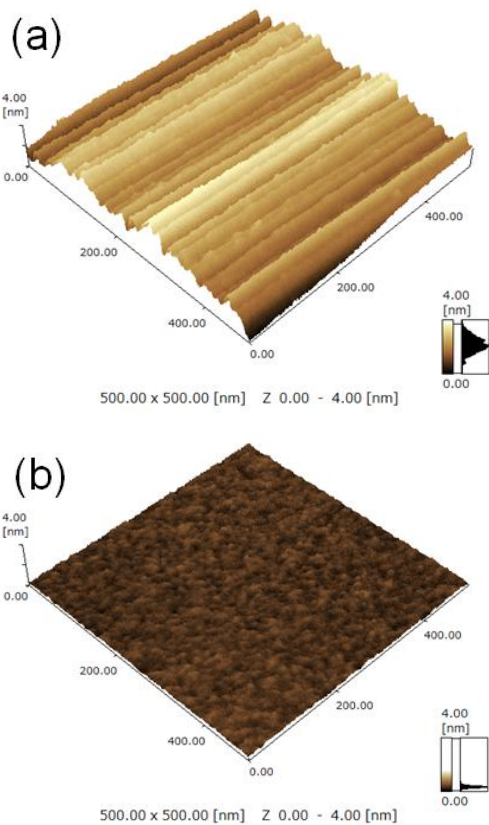


図6 加工前後のダイヤモンド表面のAFM像
 (a) 加工前 p-v: 4.271nm, rms: 0.645nm,
 (b) 加工後 p-v: 0.717nm, rms: 0.082nm

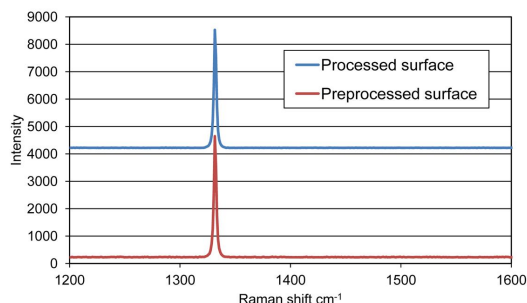


図7 ラマン分光による加工前後の測定結果

今後は、ダイヤモンド基板の加工能率の向上を目指した研究を実施し、粗から仕上げまでのダイヤモンドの一貫加工法の構築を目指すとともに、CVDダイヤモンドやPCDダイヤモンド(多結晶ダイヤモンド)基板に対して、提案する加工法を適用し、その加工特性の検証を通して、さまざまなキーデバイスの加工への応用展開を図りたい。

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1件)

- ① Akihisa Kubota, Sakae Fukuyama, Yuya

Ichimori and Mutsumi Touge: Surface Smoothing of Single Crystal Diamond (100) Substrate by Polishing Technique, *Diamond and related materials*, 24 (2012), 59-62. 査読あり

[学会発表] (計11件)

- ① 永江 伸, 久保田章亀, 本山修也, 峠 睦, 鉄の反応性を利用したダイヤモンド基板表面平滑化法に関する研究, 2013年度精密工学会春季大会, 2013. 3. 15, 東京工業大学.
- ② 田北隆浩, 久保田章亀, 本山修也, 峠 睦, 高能率・高精度研磨法の新提案, 2013年度精密工学会春季大会, 2013. 3. 15, 東京工業大学.
- ③ 永江伸, 久保田章亀, 峠 睦, 鉄の反応性を利用した難加工材料の精密加工法に関する研究, 日本機械学会九州支部九州学生会第44回卒業研究発表講演会, 2013. 3. 6, 阿蘇ファームランド.
- ④ 田北隆浩, 久保田章亀, 峠 睦, 紫外光を利用した難加工材料の高能率・高精度加工法の開発, 日本機械学会九州支部九州学生会第44回卒業研究発表講演会, 2013. 3. 6, 阿蘇ファームランド.
- ⑤ 田北隆浩, 本山修也, 久保田章亀, 峠 睦, 紫外光照射を援用した単結晶ダイヤモンド表面の平坦化加工, 2012年度公益財団法人精密工学会九州支部第13回学生研究発表会, 2012. 12. 8, 福岡工業大学.
- ⑥ 久保田章亀, 峠 睦, 単結晶ダイヤモンド基板の超平坦化, 応用物理学会 SiC 及び関連ワイドギャップ半導体研究会第21回講演会, 2012. 11. 8, 大阪中央公会堂.
- ⑦ Akihisa Kubota, Shuya Motoyama, Sakae Fukuyama, Mutsumi Touge, Ultra-precision polishing method for single-crystal diamond substrate in hydrogen peroxide solution, the Tenth International Conference on Progress of Machining Technology, 2012. 9. 25, 新潟県 燕三条地場産業振興センター.
- ⑧ 本山修也, 久保田章亀, 峠 睦, 単結晶ダイヤモンド基板表面平滑化加工法の開発, 2012年度精密工学会秋季大会学術講演会, 2012. 9. 14, 九州工業大学.
- ⑨ 久保田章亀, 峠 睦: 触媒反応援用研磨法による単結晶ダイヤモンド基板表面の超平坦化, 2012年度精密工学会春季大会学術講演会, 2012. 3. 15, 首都大学東京.
- ⑩ 久保田章亀, 峠 睦, 単結晶ダイヤモンドの超平滑化加工, 応用物理学会 SiC 及び関連ワイドギャップ半導体研究会第20回講演会, 2011. 12. 8, ウィンクあ

いち.

- ⑪ 久保田章亀, 一森佑也, 峠 睦, 単結晶ダイヤモンド基板の超平坦化加工法に関する基礎的研究, 2011年度精密工学会秋季大会学術講演会, 2011.9.22, 金沢大学.

[産業財産権]

○出願状況 (計1件)

① 名称: 加工方法及び加工装置

発明者: 久保田章亀, 峠 睦

権利者: 熊本大学

種類: 特許

番号: 特願 2012-192834

出願年月日: 2012年9月3日

国内外の別: 国内

6. 研究組織

(1) 研究代表者

久保田 章亀 (KUBOTA AKIHISA)

熊本大学・大学院自然科学研究科・准教授

研究者番号: 80404325