

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 29 年 6 月 20 日現在

機関番号：34416

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2014～2016

課題番号：26420065

研究課題名(和文)メカノケミカル砥粒砥石を用いた次世代研磨による高硬度基板材料の高効率超平滑加工

研究課題名(英文)High efficient super-planarization of hard materials for a wafer by the advanced superfinishing with the mechanochemical super abrasive stones

研究代表者

山口 智実 (Yamaguchi, Tomomi)

関西大学・システム理工学部・教授

研究者番号：10268310

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)：ガラスやサファイアなど硬脆基板材料の超平滑加工に対して、新たに開発したメカノケミカル(MC)砥粒用ビトリファイド結合剤を用いて、硬質砥粒砥石並みの結合力をもつMC砥粒砥石、およびMC砥粒に硬質超微細砥粒を複合した複合砥粒砥石(MC複合砥粒砥石)による超仕上げを適用した。その結果、ガラスに対しては、従来の研磨加工に比べ1/5に加工時間を短縮できた。また、超硬であるサファイアに対しては、ダイヤモンド砥石による多段工程から成る超仕上げにより、従来ラッピングの1/4程度の加工時間で2.0 nmRaの超平滑面が得られた。

研究成果の概要(英文)：The superfinishing with the new vitrified bonded mechanochemical/mechanochemical hard abrasive stones has been applied to the super-planarization of hard materials for a wafer like glass, sapphire and so on, In the super-planarization of glass, the machining time of the superfinishing has been one-fifth of that of conventional polishing. On the other hand, in that of sapphire as super hard material, the machining time of the multistage superfinishing has been one-fourth of that of conventional lapping. Moreover, this superfinishing has achieved the surface roughness of 2.0 nmRa.

研究分野：超精密加工

キーワード：超平滑化加工 超仕上げ ダイヤモンド超砥粒砥石 サファイア 光学ガラス メカノケミカル 複合砥粒砥石

1. 研究開始当初の背景

一般に工作物表面の平滑加工の最終仕上げに用いられるポリシングは、平坦性、平滑性、無擾乱性の両立が難しく精度保証が容易でない、自動化が困難、また、スラリーやポリシャに関わる環境面など、多くの問題を抱えている。特に、ガラスやシリコンなど硬脆材料の超平滑加工で行われる、メカノケミカル(MC)反応を有する MC 砥粒を用いたポリシングでは、超平滑化は可能であるものの、上述した問題に加えて加工能率が非常に低いといった問題がある。

我々は、その問題の解決策として、MC 砥粒である CeO_2 および $BaSO_4$ を従来の硬質砥粒並みに安定して結合できるピトリファイド結合剤の開発に成功した。そして、硬質砥粒砥石並みの結合力をもつ MC 砥粒砥石、および MC 砥粒に CBN 等の硬質の超微細砥粒を複合した複合砥粒砥石(MC 複合砥粒砥石)を新たに開発し、主に軸受鋼(SUJ2)の超仕上げにおいて、硬質微細砥粒砥石に比べ加工変質層の薄い良好な加工表面を生成できることを明らかにした。また、この CeO_2 / CeO_2 複合砥粒砥石を用いて、光学ガラスとしてよく用いられる BK7 の超仕上げによる平滑加工を行い、従来の加工に比べ 1/5~1/4 の加工時間にて、同等の表面粗さを得られることがわかった。さらに、12 nmRa まで平滑化した単結晶シリコンを MC 反応を促進する高めの加工液で $BaSO_4$ 砥石を用いて超仕上げした結果、120 秒で 1.4 nmRa の超平滑面を得ることができた。このように、過去の研究(科研 No.20560119 および No.23560143)で、MC / MC 複合砥粒砥石を用いて従来の遊離砥粒研磨に代わる高能率の研磨技術を実現することができている。

一方、基板材料に関して、シリコン以外にも石英ガラスやサファイアなどの高硬度脆性材料が用いられているが、近年、高輝度 LED のニーズの拡大から、特にサファイアウエハの超平滑加工への要求が増している。サファイアの超平滑加工法としては、主としてダイヤモンド遊離砥粒による機械的ラッピングとコロイダルシリカ(SiO_2)遊離砥粒を用いた MC ラッピング/ポリシングによる様々な加工技術の研究がなされているが、どの研究にも共通して加工能率の低さという問題を抱えている。

2. 研究の目的

我々の今までの研究で、光学ガラスや単結晶シリコンに対し MC / MC 複合砥粒砥石を用いた超仕上げにより、従来の MC 遊離砥粒によるポリシングに比べ、短時間で同等の平滑面が得られている。よって、今注目されているサファイアなどの高硬度基板材料に対しても、従来の遊離砥粒方式よりも能率の良い超平滑加工の実現が期待できる。そこで、本研究では、高硬度基板材料に対する MC / MC 複合砥粒砥石による高能率超平滑加工の

実現を目指し、以下の2つの課題に取り組んだ。

(1) ガラスに対する表面下損傷 (SSD)のない超平滑面の実現

基板材料では、スクラッチ痕や SSD のない平滑面が要求されるが、特にガラスでは比較的深くに SSD が存在することが多く、しかも、定圧加工において加工条件に対するその分布状態は明らかになっていない。そこで、本課題では、まず、ガラスにおいて各加工条件に対する SSD の分布状態を明らかにするために、加工量をサブミクロンオーダーで測定する方法を確立することで各加工条件に対する SSD の分布状態を明らかにし、それによって SSD が発生しない加工条件の割り出しから SSD のない超平滑面の実現を行う。

(2) サファイアに対する多段超仕上げ工程の確立

基板材料では、特にスクラッチ痕や SSD のない平滑面が要求されるが、サファイアなどの高硬度材料では、最終超仕上げのみでこれらのダメージを除去するのは難しい。そこで、サファイアのダメージレスな超平滑面を実現するため、MC / MC 複合砥粒砥石による多段超仕上げ工程の確立を図る。

3. 研究の方法

(1) ガラスに対する表面下損傷 (SSD)のない超平滑面の実現

実験には、芯無平面超仕上げ盤(西部自動機器製、STK50-FSC)を用いた。仕上げ量の測定において、工作物の高さや質量測定では、工作物の大きさに対する変化量が小さく測定が困難である。そのため、光学ガラス表面につけた、ある基準深さの変化量から求めることを考えた。この基準深さは、測定箇所による深さの違いがなく、形状が変化しないことが必要である。ここから、硬さ試験機でピッカーズ圧痕を付ける方法を考えた。

はじめに、表面粗さを整えた光学ガラスに試験荷重 1000, 2000, 3000, 4000mN で圧痕を付けた。試験直後や精密仕上げ(圧力: 0.165MPa, 砥石速度: 96.0m/min., 工作物速度: 22.0m/min., 振動周波数: 6.67Hz, 振動振幅: 0.5mm, 超仕上げ時間: 900sec., 工作液: 防錆材入り水)中に圧痕先端に亀裂が生じない条件を調査する。続いて、試験方法を負荷 - 除荷試験に変え、Table 1 に示す試験荷重と負荷 - 除荷速度で圧痕を付け、同様に亀裂が生じない条件を調査した。これらの圧痕

Table 1 Test conditions.

No.	Test load mN	Unloading speed mN/s
1	4000	4.32
2		8.64
3	3000	4.32
4		8.64
5	2000	4.32
6		8.64
7	1000	4.32
8		8.64

の精密仕上げ前後の深さ変化から仕上げ量を求める。測定にはレーザー顕微鏡を用い、圧痕の最も深い箇所の深さを基準深さとした。組成の異なる4種の光学ガラス(石英ガラス, BK7, SK16, SF6)に対して実験を行い、亀裂が生じない条件を調べた上で仕上げ量を測定した。

(2) サファイアに対する多段超仕上げ工程の確立

一般に、MC 砥粒砥石は、硬質砥粒砥石よりも加工選択性が高いため、加工時間と共に被削材との真実接触圧力が低下することでMC 反応が鈍り加工能率は落ちる。そこで、硬質砥粒を加えたMC 複合砥粒砥石では、硬質砥粒による機械的除去により被削材との真実接触圧力の低下を抑えることで、MC 反応を維持しながら加工することができる。しかし、サファイアは超高硬度材料なので、MC 複合砥粒砥石であっても、硬質砥粒の摩耗が激しく真実接触圧力の低下を抑制できないため、平滑化を進めることは困難である。

そこで、サファイアの超平滑化を達成するためには、まず、ダイヤモンド超砥粒(SD)砥石による多段超仕上げである程度の平滑化を達成した後、最終工程でMC/MC 複合砥粒砥石による超仕上げを行うことを考えた。

まず、SD2000, SD4000, SD6000, SD20000の4種類の砥石を用いて Table 2 に示す4通りの組合せを設定して、SD 砥石による多段超仕上げの特性について芯無平面超仕上げ盤(西部自動機器製, STK50-FSC)を用いて調べた。なお、SD2000, SD4000, SD6000の超仕上げ条件は以下のとおりである：圧力：0.9MPa, 砥石速度：452.4m/min., 工作物速度：77.0m/min., 振動周波数：16.7Hz, 振動振幅：0.5mm, 超仕上げ時間：60sec., 工作液：防錆材入り水。また、SD20000の超仕上げ条件は以下のとおりである：圧力：0.9MPa, 砥石速度：18.3m/min., 工作物速度：85.8m/min., 振動振幅：0mm, 超仕上げ時間：300sec., 工作液：なし。

4. 研究成果

(1) ガラスに対する表面下損傷(SSD)のない超平滑面の実現

Fig.1, Fig.2 に、ピッカーズ圧痕をつけた直後のガラス表面の観察画像の一例を示す。どちらも石英ガラスのものであり、Fig.1 は押し込み試験荷重 2000mN である。Fig.1 (b) を見てもわかるとおり、圧痕先端に亀裂が生じている。このような圧痕では、除去高さを測定することはできないので、深さの基準とするこ

Table 2 Multistage superfinishing processes

	Stage 1	Stage 2	Stage 3	Stage 4
(1)	SD4000	SD20000		
(2)	SD2000	SD4000	SD20000	
(3)	SD2000	SD6000	SD20000	
(4)	SD2000	SD4000	SD6000	SD20000

Table 3 Optimum conditions

Workpiece material	Test load mN	Unloading speed mN/s
Quartz glass	3000	4.32
BK7	4000	4.32
SK16	4000	8.64
SF6	4000	17.28

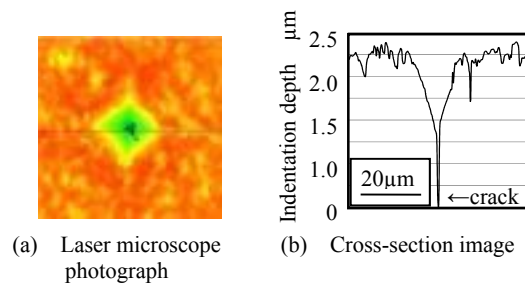


Fig.1 Indentation result (cracking).

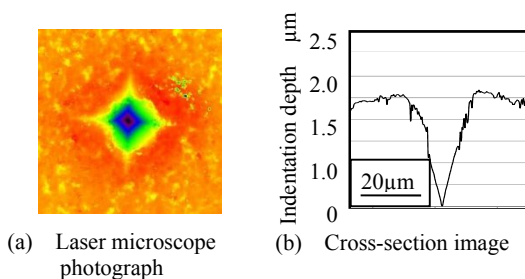


Fig.2 Indentation result (3000mN, 4.32mN/s)

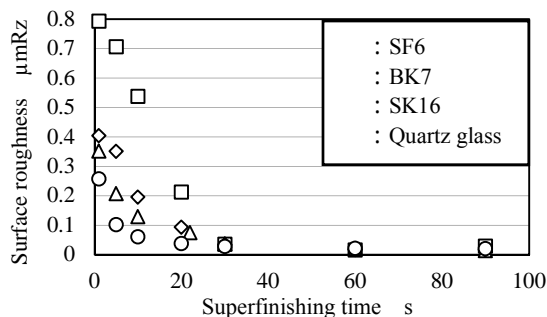


Fig.3 Roughness in each of superfinishing time

とはできない。一方、押し込み荷重と除荷速度を適当に設定すれば、Fig.2 に示すように亀裂のない圧痕が得られる。そこで、各種ガラスに対し、Table 1 に示す押し込み荷重 - 除荷速度の組合せで圧痕を付けた上で精密仕上げを行い、それぞれの最適条件を明らかにした。その結果を Table 3 に示す。石英ガラス、BK7、SK16、SF6 の順に亀裂進展が生じにくく、SF6 が最も圧痕を付けやすい結果となった。

これらの条件で圧痕を付け、先に示した超仕上げ条件で CeO₂ 砥石を用いた精密仕上げ実験を行った。各超仕上げ時間における最大高さ粗さ Rz の変化のグラフを Fig.3 に示す。Fig.3 より、超仕上げ時間 30 秒で表面粗さが一定になっている。次に、圧痕深さから求めた仕上げ量のグラフを Fig.4 に示す。Fig.4 より、超仕上げ時間 60 秒以降も一定の仕上げ量があることがわかる。各プロットの傾きが仕上げ速度を示し、光学ガラスごとに一定となっていることがわかる。SF6 が他のガラス

よりも仕上げ量が大きく、石英ガラスが小さい。圧痕の付けやすさに対し、仕上げられやすさが、BK7とSK16で逆転した。また、近似線と測定値との残差を Fig.5 に示す。Fig.5 より、いずれのガラスにおいても残差は $\pm 0.5\mu\text{m}$ 以下であった。以上のことから、超仕上げ時間からサブミクロンオーダーで仕上げ量を推定すること可能とする測定方法を見出すことができた。

(2) サファイアに対する多段超仕上げ工程の確立

Fig.6 (a) に前加工面の微分干渉顕微鏡画像と粗さ曲線を示す。Table 2 で示した条件 (1) の SD4000 砥石の仕上げ面は Fig.6 (b) に示す。前加工の深いスクラッチ痕が残留していたため、仕上げ量の少ない SD20000 砥石の前工程として適していなかった。次に、条件 (2) では、仕上げ量の大きい SD2000 砥石を加えることで、Fig.6 (c) に示すように、前加工の深いスクラッチ痕は除去できた。しかし、Fig.6 (d) に示すように SD2000, 4000 砥石によるスクラッチ痕を SD20000 砥石では除去できなかった。続いて、SD4000 砥石の代わりに SD6000 砥石を用いる条件 (3) の加工工程を検討した。この工程でも Fig.6 (e) に示すように多くのスクラッチ痕が残留した。これらの結果から、Fig.6 (c) に示す仕上げ面をさらに SD6000 砥石で超仕上げすることで、SD20000 砥石で除去できる程度にまでスクラッチ痕を除去できると考えた。この条件 (4) では、Fig.6 (f) に示すように SD20000 砥石で前工程のスクラッチ痕を除去できた。ここで Fig.7 に条件 (4) の加工工程における超仕上げ時間と表面粗さの関係を示す。Fig.7 より、多段階超仕上げによって、8 分間で 2nmRa の粗さが得られた。また、SD20000 砥石の切込み量は 10nm 程度であるため、推測される限界到達粗さは 2nmRa 程度である。以上の結果から、多段階超仕上げにより SD20000 砥石の限界到達粗さまで仕上げることができた。

このように、複数の砥石を組合せた多段階超仕上げにより、超仕上げ時間 8 分で 2nmRa の高精度仕上げ面を得た。しかし、砥石の組合せによっては仕上げ量が不十分なために、スクラッチ痕が残留する問題があった。スクラッチ痕の発生しない能率的な多段階工程を設計するためには、まず、各工程における仕上げ量を推定する必要がある。そして、仕上げ量を推定するためには、被削材と砥石間の真実接触圧力を求めなければならない。そこで、サファイアと砥石間の真実接触圧力を評価するため、まず弾性変形を考慮した砥石の作業面積率評価方法を開発した。

真実接触圧力を求めるためには、砥石の作業面積率を知る必要がある。一般的に砥石の作業面は光電走査法により測定される。しかし、作業面以外に存在する砥粒からの反射光や、摩耗していない砥粒が存在すると正確に測定できない。さらに、照射光の強度、反射

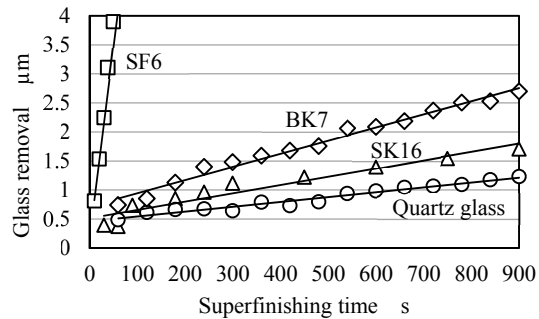


Fig.4 Comparison of removal rate of each glass.

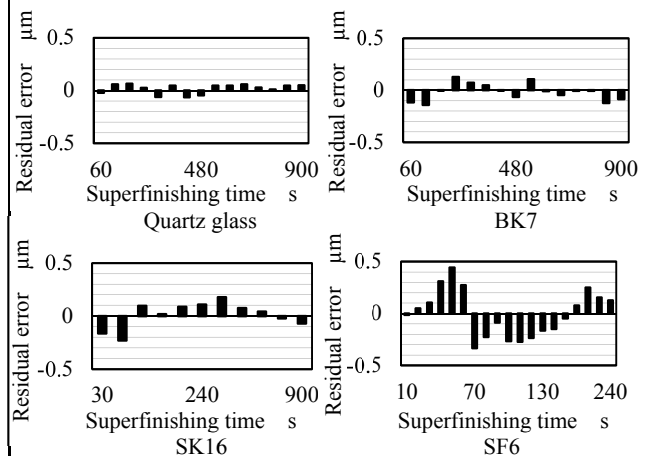


Fig.5 Comparison of residual error of each glass

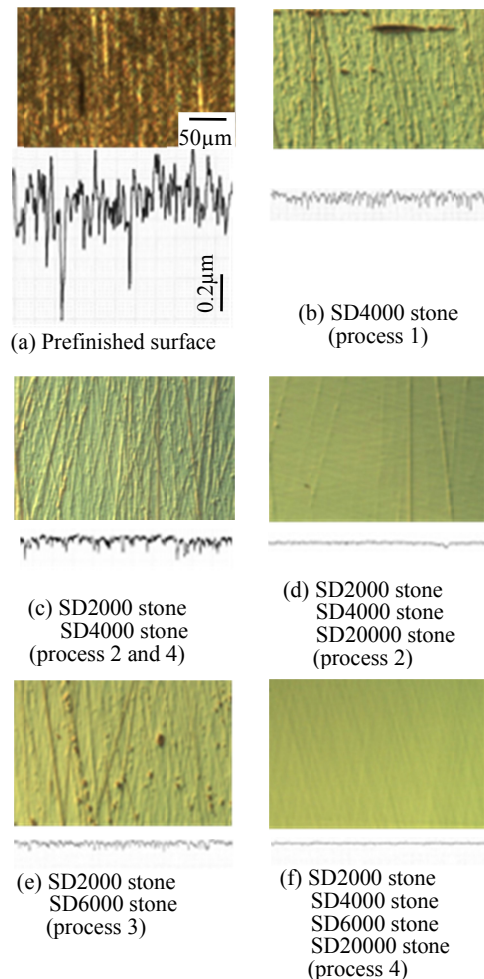


Fig.6 Superfinished surface of sapphire in each

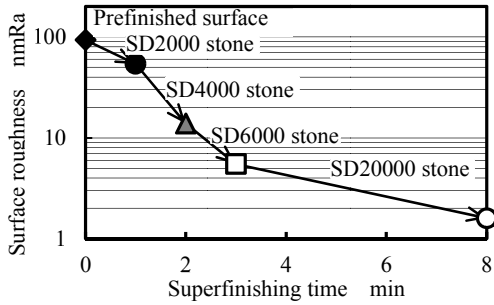


Fig. 7 Improvement of surface roughness in multistage superfinishing.

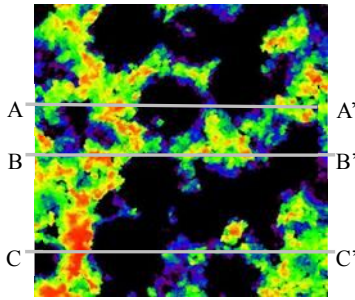


Fig. 9 Laser microscope photograph of SD4000 stone before superfinishing.

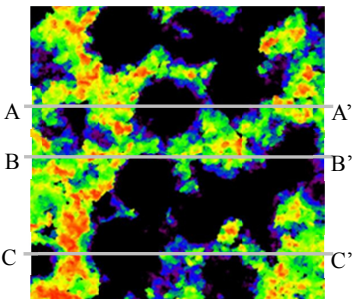
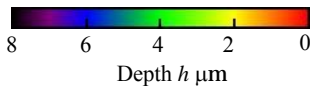


Fig. 11 Laser microscope photograph of SD4000 stone after superfinishing.

光の検出閾値により作業面積率が大きく変化する．そのため，測定条件に依存しない砥石の作業面積率測定方法を開発する必要がある．そこで，我々は弾性変形に注目した．砥石は加工中に弾性変形することが知られている．砥石の表面形状データから砥石圧力による弾性変形量を求めることを試みた．**Fig.8** に示すように砥石表面形状を直方体に分割し，各直方体が単純圧縮により変形すると仮定し弾性変形量を算出した．サファイアを平面と仮定すると，まずサファイアと深さ $h=0$ の砥石最表面が接触する．変形が進むと，より多くの砥石表面と接触するため，全体の弾性力は著しく増加する．全体の弾性力と砥石圧力による力 $A \cdot P_S$ が釣り合うまで変形させ，砥石最表面からの変形量を弾性変形量 h_e とした．この時の接触面積から砥石の作業面

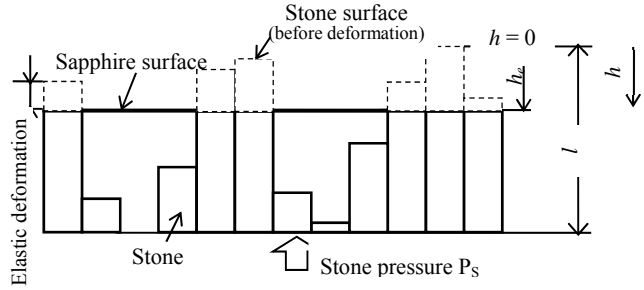


Fig.8 Contact model between stone and sapphire

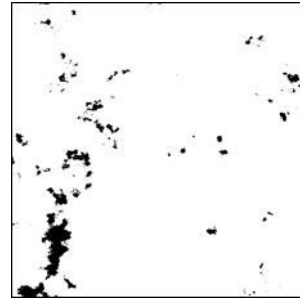


Fig.10 Calculated working area of SD4000 stone ($h_e=2.2\mu\text{m}$, $\eta=1.8\%$).

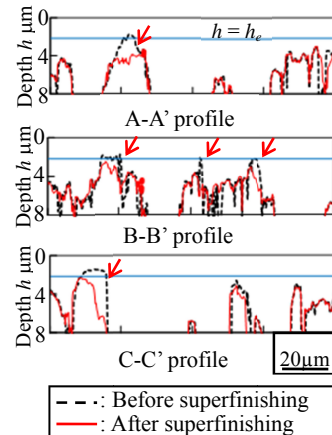


Fig.12 Comparison of stone profiles before and after superfinishing.

積率 η を算出した．弾性変形量 h_e を求める式を(1)に示す．

$$A \cdot P_S = \sum_{h=0}^{h_e} a \cdot f(h) \cdot E \cdot \left(\frac{h_e - h}{l - h} \right) \quad (1)$$

ここで， A は観察領域の面積， a は各直方体の断面積， $f(h)$ は深さ h に端面が存在する直方体の個数， E は砥石の弾性率， l は砥石の凹凸である．砥石の弾性率 E は実測値を元に 10 GPa 程度とした．

Fig.9 にレーザ共焦点顕微鏡で撮影した SD 4000 I 110 V (SD4000)砥石の表面形状データの一例を示す．式 (1) を用いて弾性変形量 h_e を求めると， $h_e=2.2 \mu\text{m}$ となり，このとき作業面積率 $\eta=1.8\%$ となる．なお $P_S=0.90 \text{ MPa}$ ， $l=61.4 \mu\text{m}$ とした．この時の砥石の作業面を **Fig.10** に示す．次に，1 分超仕上げ後の

砥石表面の同一箇所を Fig.11 に示す。Fig.9 と Fig.11 より、大きく変化が見られる領域は Fig.10 の作業面に重なっている。変化が大きい3箇所の砥石断面を Fig.12 に示す。Fig.12 より、深さが算出した弾性変形量 h_e より浅い領域では摩耗などの変化が大きい。一方、深さが h_e より深い領域は変化が少ない。したがって、弾性変形を考慮した砥石の作業面積率評価方法を用いることで、砥石の表面形状から加工中の作業面を推定できる。

以上のように、加工中の弾性変形を考慮した新たな砥石の作業面積率評価方法とサファイアの接触面積率から真実接触圧力を求める方法を開発したことにより、以下のことを明らかにできる可能性がある。

-) 弾性変形を考慮した砥石の作業面積率評価方法を用いることで、砥石の表面形状から加工中の作業面を推定できる。
-) 砥粒切り込み量を測定することで、サファイアの接触面積と 限界到達粗さを推定することができる。

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)

Naomichi Furushiro, Tomomi Yamaguchi, Daisuke Hirooka, Noboru Matsumori, Kenichi Tanada: "Development of Removal Amount Estimation Method based on Calculation of Elastic Deformation of Superabrasive Stones during Multistage Superfinishing of Sapphire", International Journal of Automation Technology, 11, 4 (2017) accepted.

〔学会発表〕(計 4 件)

山口雅史, 古城直道, 廣岡大祐, 山口智実, 松森 昇, 棚田憲一: ダイヤモンド超砥粒砥石を用いたサファイアの多段超仕上げ, 2015 年度精密工学会春季大会 学術講演会, 東洋大学 (東京都) (2015.3.19)。

田中延瑛, 古城直道, 山口智実, 廣岡大祐, 松森 昇, 棚田憲一: 酸化セリウム砥石を用いた光学ガラスの精密仕上げ—ガラス仕上げ量のサブミクロンオーダー測定—, 2015 年度精密工学会秋季大会 学術講演会, 東北大学 (宮城県) (2015.9.6)。

山口雅史, 古城直道, 廣岡大祐, 山口智実, 松森 昇, 棚田憲一: ダイヤモンド超砥粒砥石を用いたサファイアの多段超仕上げ (第 2 報) —加工中の弾性変形を考慮した真実接触圧力と仕上げ量の関係—, 2016 年度精密工学会春季大会 学術講演会, 東京理科大学 (千葉県) (2016.3.15)。

Naomichi FURUSHIRO, Tomomi

YAMAGUCHI, Daisuke HIROOKA, Noboru MATSUMORI, Kenichi TANADA: Multistage Superfinishing of Sapphire with Vitrified-bonded Diamond Superabrasive Stones, ASPE 2016 Annual Meeting, Portland, USA (2016.10.25).

〔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

6. 研究組織

(1) 研究代表者

山口 智実 (YAMAGUCHI TOMOMI)

関西大学・システム理工学部・教授

研究者番号: 10268310

(2) 研究分担者

古城 直道 (FURUSHIRO NAOMICHI)

関西大学・システム理工学部・准教授

研究者番号: 80511716