

**スピニングにおける回転円板上の
三次元境界層流れに関する研究**

2008年3月

熊本大学大学院自然科学研究科

木村 誠一

目次

目次

記号

第1章 序論

1.1 研究の背景	1
1.1.1 半導体製造の歴史	1
1.1.2 半導体製造工程およびリソグラフィ工程	2
1.1.3 スピンコーティングとその問題点	3
1.2 過去の研究	5
1.2.1 回転円板上の流れに関する過去の研究	5
1.2.2 スピンコーティング装置内での回転円板上の流れに関する研究	10
1.3 本研究の目的と本論文の構成	13
参考文献	16

第2章 低速回転円板上流れと流速および温度計測

2.1 緒言	17
2.2 実験装置 (LDVによる三次元速度分布の計測)	17
2.2.1 気流の測定方法	19
2.2.2 実験条件	20
2.3 LDVによる流速計測結果および考察	21
2.3.1 排気無しにおける回転円板上流速分布	21
2.3.2 排気流量とキャッチカップが回転円板上流れに及ぼす影響	23
2.3.3 各測定高さにおける周方向および半径方向速度分布	28
2.3.4 塗布液膜への影響	31
2.4 実験装置および方法 (赤外線サーモグラフィを用いた円板表面の温度計測)	32
2.4.1 乾燥の基礎理論	32
2.4.2 実験装置概要	36
2.4.3 実験方法	37
2.4.4 実験条件	38
2.4.5 データ処理	39

2.5 実験結果および考察 (赤外線サーモグラフィを用いた円板表面の温度計測)	41
2.5.1 時系列温度変化	41
2.5.2 乾燥状況と時間的溫度変化率	42
2.5.2.1 各回転数における時間的溫度変化率	42
2.5.2.2 乾燥過程の可視化画像	44
2.5.2.3 速度分布と乾燥との関係	48
2.5.2.4 乾燥と薄膜の盛り上がりとの関係	50
2.6 結 言	51
参考文献	52
第3章 定常高速回転時に発生する遷移渦に関する実験		
3.1 結 言	53
3.2 実験装置の概要	53
3.3 定常回転時における円板上の境界層近傍流れの可視化および気流測定	55
3.3.1 油膜を用いた表面流れの可視化	55
3.3.2 熱線流速計の検定および測定方法	56
3.3.3 気流の計測条件およびデータ処理法	58
3.4 実験結果および考察	60
3.4.1 過去の研究における Re_c および Re_t	60
3.4.2 回転円板上の境界層近傍流れの可視化	62
3.4.2.1 回転数による影響	62
3.4.2.2 排気流量による影響	66
3.4.3 高速回転円板上の境界層流れ	69
3.4.3.1 排気流量による影響	69
3.4.3.2 遷移渦の高さ方向への変化	74
3.4.3.3 高さ方向への排気流量の影響	79
3.5 結 言	84
参考文献	85
第4章 回転加速時における遷移渦の過渡現象に関する実験		
4.1 結 言	86
4.2 実験装置の概要	86
4.3 回転加速時における円板上の境界層近傍流れの可視化および気流測定	88
4.3.1 注入トレーサ法による可視化実験	88
4.3.2 熱線流速計での測定方法および時系列解析の方法	89

4.4 実験結果および考察	90
4.4.1 過渡現象におけるレイノルズ数の定義	90
4.4.2 回転加速中における円板上の境界層近傍流れの可視化	91
4.4.3 回転加速中における回転円板上の境界層流れ	96
4.4.3.1 回転加速中における時系列データとスペクトルの関係	96
4.4.3.2 回転加速度がおよぼす Re_c , Re_t への影響	100
4.4.3.3 排気流量がおよぼす Re_c , Re_t への影響	104
4.5 結 言	106
参考文献	107
第5章 結 言	108

謝 辞

記 号

a	:	回転加速度	rpm/s
f_{peak}	:	パワースペクトルのピーク周波数	Hz
F	:	遠心力	N
N	:	回転数	rpm
N_{max}	:	過渡現象における定常回転時での回転数	rpm
p	:	回転円板上に生じる圧力	Pa
p_0	:	大気圧	Pa
Q	:	排気流量	m ³ /min
r	:	半径方向座標	m
r_{A1}	:	油膜法による不安定点の半径	m
r_{A2}	:	油膜法による遷移点の半径	m
r_{c1}	:	層流が不安定になる第1臨界半径	m
r_{c2}	:	乱流へと遷移する第2臨界半径	m
r_{H1}	:	熱線流速計による不安定点の半径	m
r_{H2}	:	熱線流速計による遷移点の半径	m
R	:	円板半径	m
Re	:	回転円板上の気流のレイノルズ数	-
Re^I_c, Re_c	:	遷移渦 (Type I) の臨界レイノルズ数	-
Re^I_t, Re_t	:	遷移渦 (Type I) の遷移レイノルズ数	-
Re^{II}_c	:	遷移渦 (Type II) の臨界レイノルズ数	-
T	:	円板表面温度	°C
U_c	:	遷移渦の発生位置速度	m/s
v_r	:	半径方向速度	m/s
v_z	:	軸方向速度	m/s
v_θ	:	周方向速度	m/s
V_M	:	モータードライバ電圧値	V
V_r	:	半径方向平均速度	m/s
V_z	:	軸方向平均速度	m/s
V_θ	:	周方向平均速度	m/s
\bar{V}_r	:	半径方向速度の周方向平均速度	m/s
\bar{V}_θ	:	周方向速度の周方向平均速度	m/s
$\bar{V}_{r,rms}$:	半径方向速度の周方向平均乱れ度	m/s

$\bar{V}_{\theta,rms}$:	周方向速度の周方向平均乱れ度	m/s
W	:	回転円板に対する平均相対速度	m/s
W_r	:	回転円板に対する半径方向平均相対速度	m/s
W_z	:	回転円板に対する軸方向平均相対速度	m/s
W_{θ}	:	回転円板に対する周方向平均相対速度	m/s
z	:	鉛直方向座標	m
δ	:	速度境界層の厚さ	m
ζ	:	円板表面からの無次元距離	-
θ	:	周方向座標	m
μ_a	:	空気の粘度	Pa · s
ν_a	:	空気の動粘度	m ² /s
ρ_a	:	空気の密度	kg/m ³
τ_w	:	壁面せん断応力	N
ω	:	角速度	rad/s
ω_c	:	時間 $t_{c,r}$ における角速度	rad/s

第1章 序 論

1.1 研究の背景

1.1.1 半導体製造の歴史⁽¹⁾

近年の目覚ましい文明の発達の一つに半導体の歴史を欠かすことができない。半導体の歴史は真空管の発明とともに始まった。真空管は1904年イギリスのFlemingにより二極管と呼ばれる種類のものが発明された。1906年にはアメリカのForestにより三極管と呼ばれる真空管が発明された。そしてこの真空管を18000本使ったENIAC (Electronic Numerical Integrator and Computer)⁽²⁾と呼ばれる世界初の電子計算機が1946年に完成した。しかし総重量は30トンにも達し大電力を必要とし、過度の発熱に加え真空管の信頼性が低いことから継続使用ができなかった。そのような中、トランジスタ (Transistor) が1947年開発された。このトランジスタの導入により、コンピュータ部品の小型化、高密度化が進み計算機の性能が一段と向上し、ついにテキサスインスツルメンツ社が1958年に世界初の集積回路のデモンストレーションに成功した。その後、1970年代に入るとLSI (Large-Scale Integration) の時代になり、70年代後半には超LSIの世代となり半導体はより高集積化していき現在に至る。インテル社の創始者の一人であるMooreは1965年、半導体の集積密度は18~24ヶ月で倍増するという経験則 (ムーアの法則) を提唱した。これまでに何度もムーアの法則は成り立たなくなるという限界説があったが、この説は幾度となく打破されており現在もなお技術進歩している。

半導体デバイスの製造には主にSi (シリコン) を材料としており、99.99999999% (イレブン・ナイン) の「超高純度の単結晶構造」でなければならない。半導体デバイスの製造では、まず超高純度のSiを円筒の塊に形成した後にスライスし、表面を鏡面加工してウェーハ (Wafer) が作られる。このウェーハに半導体デバイスを作ることになる。半導体デバイスの製造においてまず考慮されることは、ウェーハの表面部分の広さである。この表面部分が広ければウェーハ一枚から作られる半導体デバイスの数は増える。ウェーハの口径が大きくなれば、その分多くの半導体デバイスが製造可能となりコストの低下につながる。しかし、ウェーハの口径が大きくなる分、関連設備も更新していく必要が出てくる。これには莫大な費用がかかるため、より大口径のウェーハを実現するには、製造装置メーカーを含め、作る側 (ウェーハメーカー) とユーザー側 (半導体メーカー) の双方に多くの問題および課題が存在している。それでも半導体デバイスの量産が始まった1970年代当時の口径が3インチ (約75 mm) から始まり、「3.5年に1インチ増」のペースで大口径化してきた。現在は12インチ (約300 mm) 対応の装置が導入されており、近い将来さらに大口径のウェーハが主流となることが予想される。新しい大口径のウェーハでは最先端の技術を用いた高集積で複雑な半導体デバイスが作られるため、ウェーハに要求される様々な仕様も一世代前よりも高度で複雑になる。そのため半導体に関する研究は現代社会にとって非常に重要な研究の一つとなっている。

1.1.2 半導体製造工程およびリソグラフィ工程

IC (Integrated Circuit) の製造工程は、大きく前工程と後工程に分けられる⁽³⁾。前工程は拡散工程とも呼ばれている。この工程には300~400ものプロセスがあり、最終的にシリコンウェーハ上にIC回路を作りこむ工程である。一方、後工程とは、完成したウェーハ上のICチップを1個1個検査 (G/W 検査) した後、ウェーハを切り分け、良品チップだけをリードフレームに乗せ (マウント)、チップ上の電極とリードフレーム上の電極を細い金線で接続する (ボンディング)。さらに樹脂でICチップを封入・保護し、品名などを捺印し、リードにメッキをし、リードフレームから1個1個のICを切り分け、リードを様々な形状に加工・成形する。こうして仕上がったチップを最終検査し、初めて製品として完成する。このようなICの製造工程でも、特に前工程は多数の工程からなり、プロセスの性格上、各種材料薄膜を形成する成膜工程、薄膜にパターンニングとエッチングを施し、一定形状に加工するリソグラフィ (写真蝕刻) 工程、シリコンに導電型不純物を微量添加する不純物添加工程などに大別される。

本研究が対象とするスピンコーティング (Spin Coating) の技術はリソグラフィ工程⁽⁴⁾で使用される。リソグラフィ工程は写真技術を利用して薄膜に回路パターンを焼き込む工程であり、リソグラフィ工程の工程図を図 1.1 に示す。まず、フォトレジスト (感光性樹脂) をウェーハ上に滴下 (AD) した後、高速回転 (COT) し、レジストの薄膜を塗布する。その後、一度薄膜を焼き固め (HP)、ICの回路パターンが焼き付けられたガラスマスクを通し、紫外線をフォトレジストに照射して回路図を薄膜に転写する (EXP)。その後、写真の現像と同様に露光部分のレジストを溶剤で溶かし、マスクパターンがレジストに転写される。スピンコーティングの大きな特徴として、円板を回すという極めてシンプルな機構で薄膜を形成できる点が挙げられる。そのため、場所、設備等のコスト面を考えると化学変化を利用し薄膜を形成するCVD法やPVD法^{(5),(6)}と比較すると非常に有利な方法である。

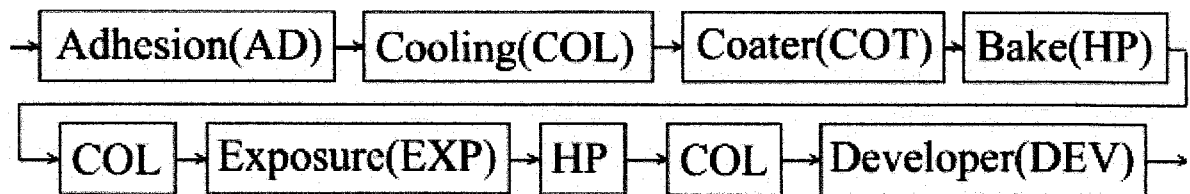


Fig.1.1 Flow diagram for photolithography process

1.1.3 スピコーティングとその問題点

図 1.2 に示すようにスピコーティングは回転するウェーハ上に液体を滴下し、その遠心力により液体を円板上に広げる方法であり、ウェーハを高速回転させて表面に厚さ 0.5 μm 程度のレジスト膜を均一に形成するために使われる。機械的機構上、円板を回すという極めて単純な作業で円板上に薄膜を形成することができるが、薄膜を達成するためには様々な物理現象が作用する。その一例を図 1.3 に示す。過去の研究⁽⁷⁾⁻⁽¹⁹⁾においては、これらの物理現象を考慮した様々な研究が行われてきた。

現在のスピコーティング技術では、精密機器製品の高精度化、IC の微細化に伴い、より均一な薄膜形成技術が求められている。レジスト膜の厚さに極度の凹凸があると、膜に回路のパターンを焼き込む際にピンボケ状態になり、微細なパターンが形成できなくなる。そのため、レジスト膜の均一な生成は非常に重要なことである。円板上に生成される液膜の厚さは時間とともに薄くなるが、揮発性の溶媒に固形物を溶かした液体を滴下した場合、溶媒が液膜から蒸発するにつれて溶質濃度が上昇し、粘度が増加するため流れは減衰・停止する。この結果、溶質分のみからなる薄膜が円板上に形成される。レジストの膜厚は主にレジスト粘度、円板の回転速度およびレジストに含まれる溶媒の種類により決まる。レジストは感光性であり、温度・湿度に敏感であるためクリーンルーム内のレジストを扱うエリアでは特別にオレンジの照明を使用し、温度・湿度の制御にも注意しなければならない。さらに、ウェーハの回転速度が高速であるため、滴下したレジストの大半が外周へ飛び散ってしまう。ところが、円板の回転速度を遅くするとレジストを均一に塗布することが困難である。現在の改善策として、円板上にあらかじめアルコール系の有機溶剤を塗布し、レジストの滑りの向上を促し、ウェーハの回転に変化を与え経験的に制御している。しかしながら、それでも大半のレジストが無駄になっているのが現状である。

さらに問題点として、回転円板上で発生する三次元の遷移渦が筋として出現し、一様な塗布を妨げていることが知られている。そのため、塗布したレジストはウェーハを低速回転で乾燥させる。しかしながら、この過程でウェーハエッジ部に図 1.3 に示すようなレジスト膜の盛り上がりが生じ、均一な薄膜形成が妨げられている。今現在このようなウェーハに生じた欠陥部分は切り落とされ無駄になっているため、これらの問題点を解決する手段を見つけることは半導体の製造に対して経済的にも非常に有意義である。

また、図 1.2 で示されるように、スピコーティングでは、ウェーハは通常、キャッチカップ内に設置され、レジストが塗布される。さらに、排気流れによる下降流が存在し、ウェーハ表面およびカップ内の気流をスムーズに下方へと導き、レジストの飛散や巻き上がりによるウェーハへの再付着、溶媒蒸気の外部への流出を防いでいる。ウェーハエッジ部での盛り上がりは、キャッチカップ形状を変化させることで改善されることが実験的に確認されており、キャッチカップと排気流れが回転円板上の気流に影響を与えていると考えられ、それらを調査することは、スピコーティングによる薄膜形成技術の高精度化に大変重要である。

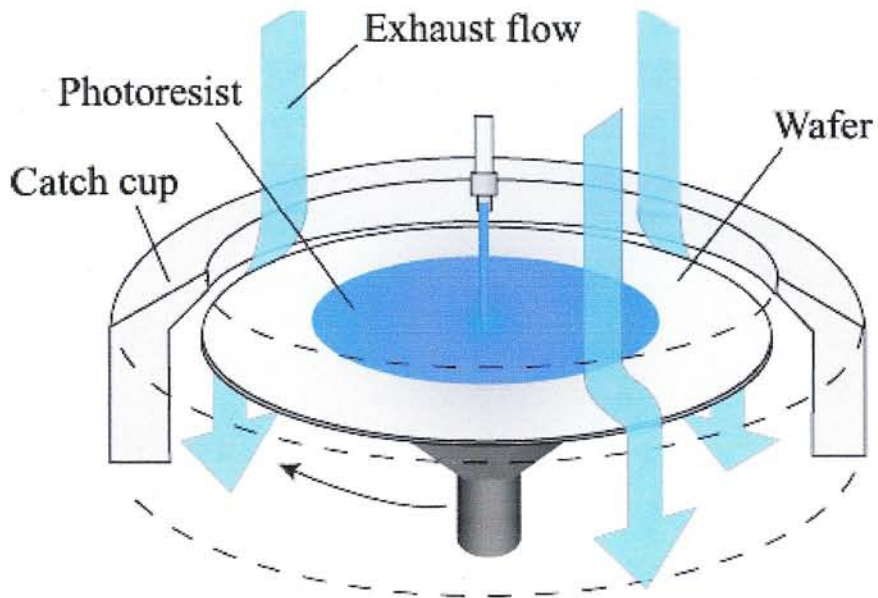


Fig. 1.2 Schematic view of the spin coating

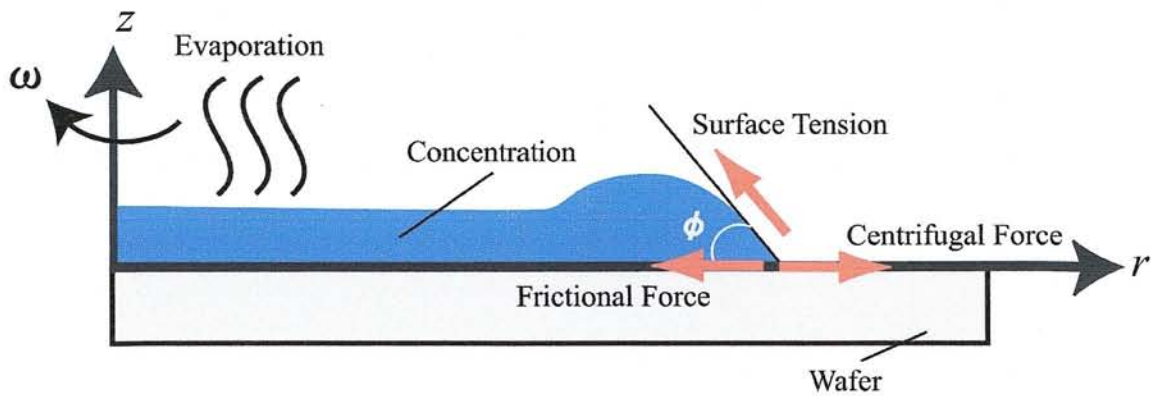


Fig 1.3 Physical phenomena relating to spin coating

1.2 過去の研究

1.2.1 回転円板上の流れに関する過去の研究

回転円板は機構上極めて単純な構造であるため、工学上、様々な分野に使用されている。回転円板上の気流の流れという観点から例を挙げれば、本研究で取り扱うスピコーティングが挙げられ、静止一回転円板間、回転円板同士の間の流れではハードディスクのプラッタ間の流れやジェットエンジンのタービン部などのターボ機械内部に多く存在し、様々な研究⁽²⁰⁾⁻⁽²²⁾が行われてきた。回転円板上の気流の流れは、三次元境界層の最も簡単な例であるとともに、von Karman の理論的研究^{(23),(24)}からナビエ・ストークス (Navier-Stokes) 方程式の層流の厳密解が知られているために、多くの理論的、および実験的研究によって、微小攪乱の振る舞いが明らかにされている。

ここで、von Karman の研究より導かれた層流の厳密解について述べる。図 1.4 に回転円板近傍の流れの様子を示す。図は円筒座標系で示されており、円筒座標系は円板中心を原点にとり、半径方向に r 、円板に垂直上向きに z 、円板上部からみて反時計回りを θ とし、各方向の速度成分は $(r, \theta, z) = (v_r, v_\theta, v_z)$ と表す。また、代表寸法として円板の半径を R 、一定角速度を ω とし、左回り (反時計方向) に回転する。回転円板周辺の流体は静止をしており、代表角速度 ω は一定で回転しているものとする。回転円板近傍の流れは、回転円板表面の摩擦を通して運ばれ、遠心力の働きによって外側へ放出される。また、回転円板上の流れを定常、軸対称と仮定し、それらの条件として、 $\partial/\partial t = 0$ 、 $\partial/\partial \theta = 0$ を考慮した。以上の条件と回転円板の端部の影響を無視できるという条件を考慮した Navier-Stokes 方程式は次のようになる。

$$v_r \frac{\partial v_r}{\partial r} - \frac{v_\theta^2}{r} + v_z \frac{\partial v_r}{\partial z} = -\frac{1}{\rho_a} \frac{\partial p}{\partial r} + \nu_a \left\{ \frac{\partial^2 v_r}{\partial r^2} + \frac{\partial}{\partial r} \left(\frac{v_r}{r} \right) + \frac{\partial^2 v_r}{\partial z^2} \right\} \quad (1.1)$$

$$v_r \frac{\partial v_\theta}{\partial r} + \frac{v_r v_\theta}{r} + v_z \frac{\partial v_\theta}{\partial z} = \nu_a \left\{ \frac{\partial^2 v_\theta}{\partial r^2} + \frac{\partial}{\partial r} \left(\frac{v_\theta}{r} \right) + \frac{\partial^2 v_\theta}{\partial z^2} \right\} \quad (1.2)$$

$$v_r \frac{\partial v_z}{\partial r} + v_z \frac{\partial v_z}{\partial z} = -\frac{1}{\rho_a} \frac{\partial p}{\partial z} + \nu_a \left\{ \frac{\partial^2 v_z}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial v_z}{\partial r} + \frac{\partial^2 v_z}{\partial z^2} \right\} \quad (1.3)$$

また、非圧縮粘性流体の連続の式は次のようになる。

$$\frac{\partial v_r}{\partial r} + \frac{v_r}{r} + \frac{\partial v_z}{\partial z} = 0 \quad (1.4)$$

ここで、 ρ_a は空気の密度、 ν_a は空気の動粘度を表す。円板表面は滑りが存在しないと仮定することで、境界条件は、次のようになる。

$$z = 0 : v_r = 0, v_\theta = r\omega, v_z = 0$$

$$z = \infty : v_r = 0, v_\theta = 0$$

円板の端に運ばれる流体の層の厚さを見積るために、この厚さを δ と仮定をする。中心軸から距離 r で回転している層において、流体粒子に作用する単位体積あたりに働く遠心力は、次のように表わせる。

$$F_{rv} = \rho_a r \omega^2 \quad (1.5)$$

次に、中心軸から距離 r における微小体積は $dr \cdot r d\theta$ と高さ δ を用いて、次のように表わせる。

$$V = dr \cdot r d\theta \cdot \delta \quad (1.6)$$

よって、遠心力は、

$$F_r = \rho_a r^2 \omega^2 \delta dr d\theta \quad (1.7)$$

流体要素には、壁面せん断応力 τ_w が作用し、周方向速度とは図 2.1 のように角 θ をなす。半径方向のせん断応力が遠心力と等しいと仮定をした場合、次のように書ける。

$$\begin{aligned} \tau_w \sin\theta dr r d\theta &= \rho_a r^2 \omega^2 \delta dr d\theta \\ \tau_w \sin\theta &= \rho_a r \omega^2 \delta \end{aligned} \quad (1.8)$$

また、壁面せん断応力の周方向成分は、回転円板表面における周方向速度の速度こう配に比例しなければならないため、次のような関係式が得られる。

$$\tau_w \cos\theta \approx \mu_a r \omega / \delta \quad (1.9)$$

式 (2.8), (2.9) より、 θ を微小であると仮定し τ_w を消去すれば、境界層の厚さ δ は以下のように見積もられる。

$$\delta \approx \sqrt{\frac{\nu}{\omega}} \quad (1.10)$$

式 (1.1) ~ (1.3) を一体化するために、壁からの無次元距離 ζ ($\sim z/\delta$) を導入すると、式 (1.10) より、次のように書くことができる。

$$\zeta = z \sqrt{\omega/\nu} \quad (1.11)$$

さらに、各方向の速度を以下の式のように仮定をする。

$$v_r = r\omega F(\zeta) \quad (1.12)$$

$$v_\theta = r\omega G(\zeta) \quad (1.13)$$

$$v_z = \sqrt{\nu\omega} H(\zeta) \quad (1.14)$$

また、圧力に関しては以下の式のように仮定する。

$$p = p_0 + \rho\nu\omega P(\zeta) \quad (1.15)$$

ここで、 $F(\zeta)$, $G(\zeta)$, $H(\zeta)$, $P(\zeta)$ は ζ の関数であり、式 (1.12) ~ (1.15) を式 (1.1) ~ (1.3) にそれぞれ代入すると次式のようなになる。

$$2F + H' = 0$$

$$F^2 + F'H - G^2 - F''' = 0$$

$$2FG + HG' - G'' = 0$$

$$P' + HH' - H'' = 0$$

またこのときの境界条件は

$$\zeta = 0; F = 0, G = 1, H = 0, P = 0$$

$$\zeta = \infty; F = 0, G = 0$$

この常微分方程式を解くことで解が求められる。この常微分方程式は最初に von Karman によって、後に W. G. Cochran によって求められている。求められた解の一部を表 1.1 と図 1.4 に示す。以下の章では Karman の層流解より算出した速度三成分を Karman の理論値と述べる。

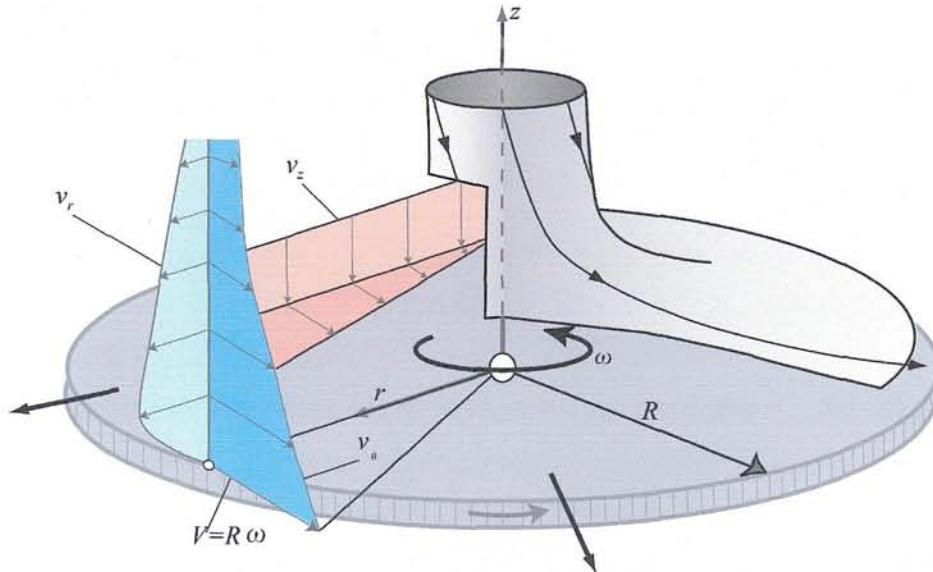


Fig.1.4 Flow in the neighborhood of a disk rotating in a fluid at rest

Table 1.1 Functions for the velocity and pressure distribution in the neighborhood of a disk Rotating(See Table 5.2 in Ref.(24))

ζ	$F(\zeta)$	$G(\zeta)$	$-H(\zeta)$	$P(\zeta)$
0	0	1.0	0	0
0.1	0.046	0.939	0.005	0.092
0.2	0.084	0.878	0.018	0.167
...
1.0	0.180	0.468	0.266	0.395
...
2.5	0.084	0.131	0.674	0.395
...
4.0	0.026	0.035	0.826	0.393
...
4.4	0.018	0.024	0.844	0.393
∞	0	0	0.886	0.393

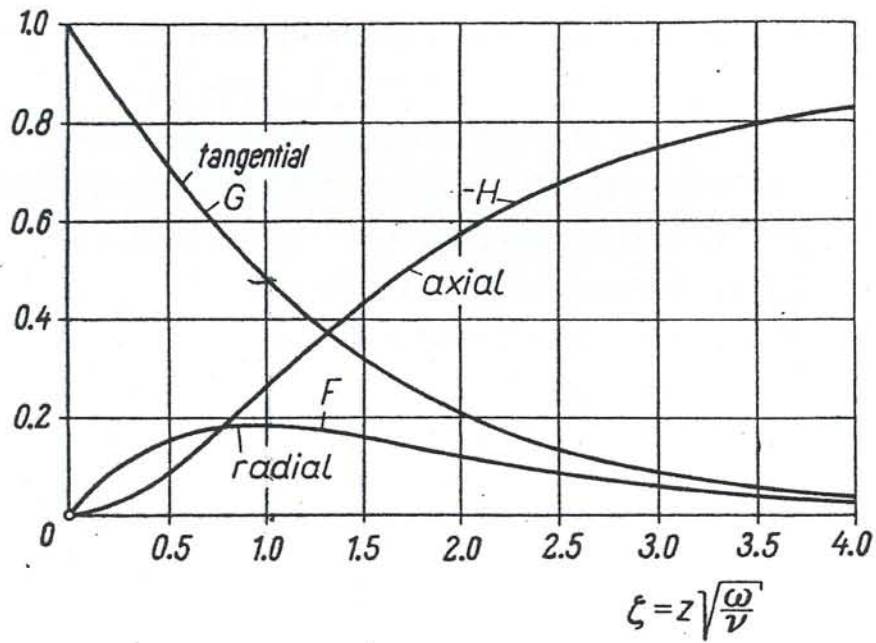


Fig.1.5 Velocity Distribution near a Disk Rotating (See Fig.5.13 in Ref.(24))

Table 1.2 Classification of transient vortices

	Type I	Type II
Schematic View		
Number of Spirals	About 30	About 7
Feature	<ul style="list-style-type: none"> • $Re^I_c \approx 82000$ • Stationary 	<ul style="list-style-type: none"> • $Re^{II}_c \approx 3700$ • Traveling

三次元境界層が二次元の境界層と本質的に異なる点は、速度分布に変曲点を持つ横流れ (C-F) 不安定が生じることである。Gregory と Walker⁽²⁵⁾はこの流れの可視化実験を行い、層流域と乱流域の間の環状領域に同じ角度で周方向に並ぶ螺旋状の渦列を観察した。渦軸の周方向となす角度は約 14°、環状に並ぶ渦の個数は約 30 個である。このように、C-F 不安定による定在渦の発達とその崩壊による乱流への遷移は、回転円板境界層や後退翼境界層⁽²⁶⁾で広く観察されている。なお、回転円板流れには、横流れ不安定の臨界値より低レイノルズ数領域にもう一つの不安定現象が現れ、弱い進行波型擾乱を発生させていることが知られており、C-F 不安定に対する第二の不安定性という意味合いから Type II 不安定と呼ばれた⁽²⁷⁾。この不安定は Parallel Instability などとも呼ばれている。このように遷移渦には二つの Type が存在し、その概要については表 1.2 に示す。ここで回転円板上の気流におけるレイノルズ数は以下の式のように定義する。

$$Re = \frac{r^2 \omega}{\nu_a} \quad (1.16)$$

ここで、 r を局所半径位置、 ω を角速度、 ν_a を円板上気流の動粘度を表す。以下では遷移渦は省略しそれぞれ Type I、Type II と記述する。この遷移渦に関しては流れの安定性理論⁽²⁸⁾に深く関係のある部分であり、これまでに多くの実験と解析⁽²⁹⁾⁻⁽³⁶⁾がなされている。

Itoh^{(37),(38)}は、三次元境界層中には壁面に平行な面内における外部流線の曲率に起因した遠心力型の不安定性も存在することを線形安定理論によって示し、これを流線曲率 (S-C) 不安定と呼ぶとともに、Type II はこの S-C 不安定による進行波であり、後退円柱境界層や回転円板境界層などでも同種の不安定性が生じ得ることを示した。回転円板境界層では S-C 不安定の臨界レイノルズ数は C-F 不安定による臨界レイノルズ数よりも小さいため、C-F 不安定による定在渦が現れるレイノルズ数では、二つの不安定性が共存する可能性がある。ただし、安定性理論において、S-C 不安定の増幅率は C-F 不安定のものに比べて小さいため、乱流遷移に寄与するのは通常 C-F 不安定の方であると考えられる。西沢ら⁽³⁹⁾は点源から周期的な攪乱を与える手法を用いて両不安定波の分散性の違いを利用し、かつ円盤上に固定された熱線で計測することにより C-F 進行波と S-C 進行波を明確に分離することに成功した。さらに、観察された不安定波の波数ベクトルや位相速度が Itoh の線形安定理論の結果とよく一致することを示した。回転円盤流れにおいて C-F 不安定による進行波が理論と整合して実験的に検出されたのはこれが最初である。回転円板流れにおいて 2 種類の進行波が存在することは Lingwood⁽⁴⁰⁾によってもすでに実験的に観察されていた。Lingwood は円板上に設けられた孔から微小な局所攪乱を導入して波束を形成し、これを円板の外部に固定された座標系から熱線で計測した。その結果、波束は二種類の進行波によって構成されており、一方ではレイノルズ数が低いときに、もう一方は高いときにそれぞれ支配的になることを示している。

1.2.2 スピンコーティング装置内での回転円板上の流れに関する研究

先に述べたように、回転円板のみを対象にした実験や解析は数多くあるが、スピンコーティングを対象にした研究は数少ない。数少ない実験例として Bornside ら⁽⁴¹⁾⁻⁽⁴³⁾の実験を挙げる。Bornside らは、実際のスピンコーティング装置を用いて写真 1.1 に示すように四塩化チタンによる可視化実験を行った。この写真は回転数 $N=3000$ rpm, 排気流量 $Q=0.4$ m³/min の条件で行ったもので、上述の進行波型の不安定波 (Type II) を可視化している。Bornside らはこれら可視化によって得られた結果と数値解析により回転円板上には三つの流れ領域が存在していることを報告している。この円板上の流れ領域について図 1.6 に示す。回転速度と気体の粘度などを固定すると、この状態は円板中央からの半径位置によって関係付けられる。第 1 臨界半径 (r_{c1}) よりも小さい半径領域では、層流状態にある。第 2 臨界半径 (r_{c2}) よりも半径が大きい領域ではその流れは乱流となる。この二つの領域の間では、流れが遷移状態にあり円板上には三次元の遷移渦が筋として現れると報告されている。Bornside らはこの渦をエクマン螺旋 (Ekman Spiral) と述べている。回転円板上におけるレイノルズ数 Re は、Type I はおよそ 30 本の渦巻線を $80000 < Re_c^I < 85000$ で描き始め、Type II ではおよそ 7 本の渦巻線を $2000 < Re_c^{II} < 2500$ で描き始める。また Type I, Type II の遷移渦は、それぞれ逆の角度を持って現れる。さらに Type I の遷移渦は円板とともに回転するので円板とともに回転する座標系からは静止しているように見えるが、Type II の遷移渦は移動しているかのように見えると報告されている。

Zhu ら⁽⁴⁴⁾は、CFD によりスピンコーティング装置内の流れを求めている。このとき円板の回転方向は反時計回りである。計算には二次元と三次元の格子を用いている。図 1.7 に回転数 N を 2500 rpm に固定し、排気部における排気流速 V_e を変化させた計算結果を示す。図 1.7 (a) の条件では、円板上の気流が排気孔に進入せず、カップに衝突して巻き上がっている様子が分かる。しかし、排気を増加させると図 1.7 (b) で示すようにその巻きかえりが減少し、気流が排気孔へスムーズに進入している。図 1.8 に三次元の格子を用いた結果を示す。図 1.8 (a) の条件の場合、下降流が円板に衝突後キャッチカップに沿うようにして大きく巻き上がっている様子が確認できる。図 1.8 (b) の条件の場合、回転数が低い条件ではあるがそれに加えて排気流速が大きいため、図 1.8 (a) で確認された巻き上がりが発生していない様子が分かる。

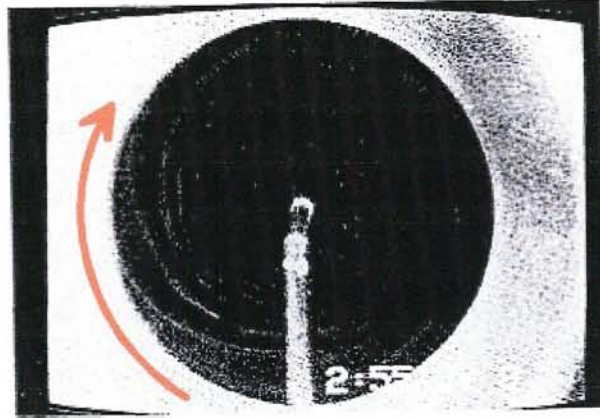


Photo 1.1 Photograph of Flow Instability Showing Type II Spirals
 ($N = 3000 \text{ rpm}$, $Q = 0.4 \text{ m}^3/\text{min}$, See Fig.2 in Ref.(42))

- Laminar state
- Three-dimensional and transient (Transient vortices)
- Fully turbulent

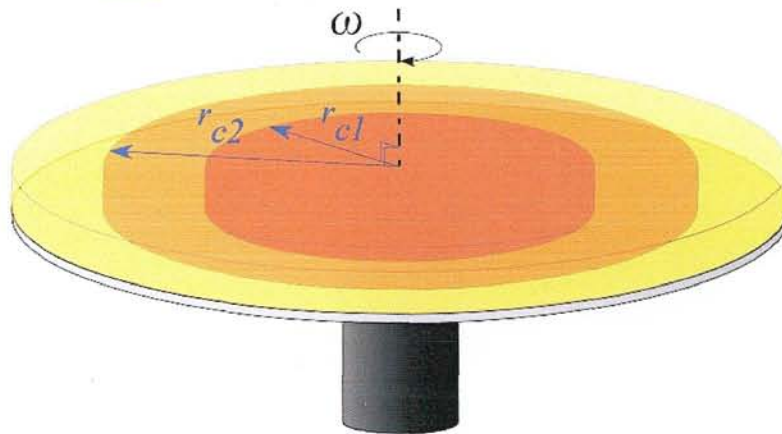
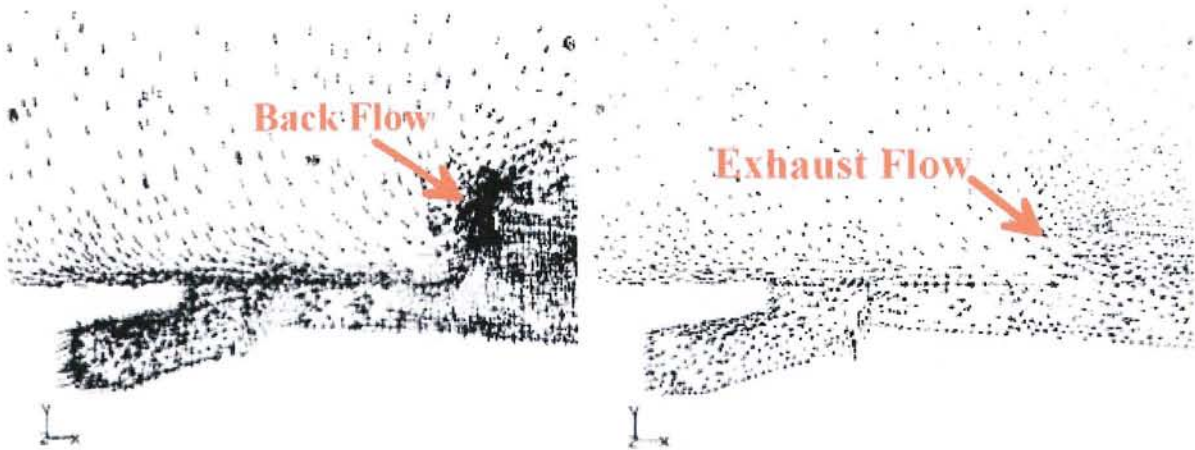


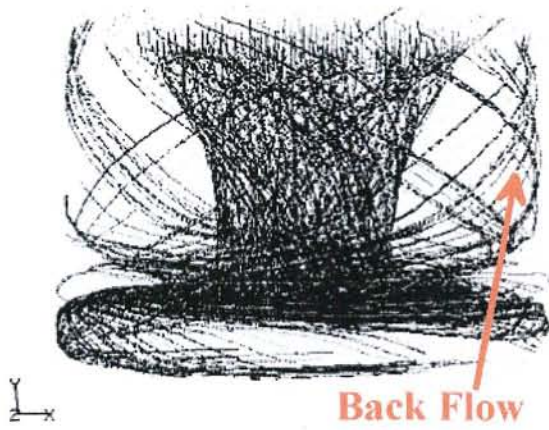
Fig.1.6 Three flow regimes observed on a rotating disk (Ref.(41),(42))



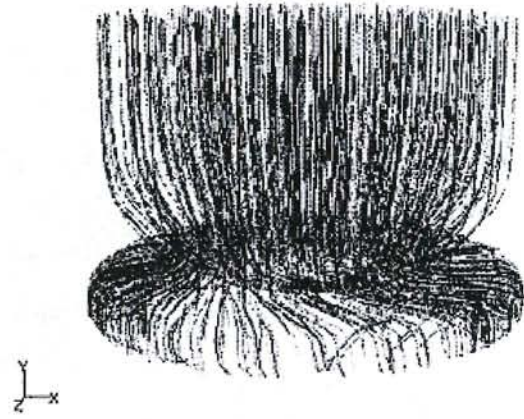
(a) $N = 2500 \text{ rpm}$, $V_e = 1.3 \text{ m/s}$

(b) $N = 2500 \text{ rpm}$, $V_e = 3.6 \text{ m/s}$

Fig.1.7 Velocity vectors near the rotating disk (See Fig.8 and Fig.9 in Ref.(44))



(a) $N = 2500$ rpm, $V_e = 1.3$ m/s



(b) $N = 1000$ rpm, $V_e = 3.6$ m/s

Fig.1.8 Air flow pathlines above the rotating disk (See Fig.6 and Fig.10 in Ref.(44))

1.3 本研究の目的と本論文の構成

本研究の目的は、スピコーティングにおける様々なパラメータが、回転円板上の気流に及ぼす影響を実験により把握し、スピコーティングによる高精度な薄膜形成技術に貢献することを目的とする。先で述べた過去の研究を踏まえ、高速回転で発生する回転円板上の気流の遷移現象に関しては多くの研究がなされている。しかしながら、スピコーティングを用いる際には必要不可欠であるキャッチカップと排気流れを伴った回転円板上の気流の様子についての詳細な研究はあまりなされていない。また、先で述べた研究では円板が定常回転する場合に発生する遷移渦に関するものがほとんどである。しかしながら、スピコーティングでは円板の回転を加速しながら行われることが一般的である。本論では、特にキャッチカップおよび排気流れを伴う回転円板上の気流の様子について、さらに円板の回転加速度が遷移渦の初生に及ぼす影響について述べる。

本論文の構成は序論と結論を含め、全五章で構成されている。以下に各章の概要を説明する。

第二章では、スピコーティングの低速回転における乾燥工程にて発生する液膜の盛り上がりに関する問題に着目した。まず、液膜の盛り上がりを確認される円板のエッジ部付近において、レーザードップラ流速計 (LDV) を用いて周方向、半径方向および軸方向速度分布を計測し、キャッチカップ形状と排気流れの円板上境界層に及ぼす影響を調査した。さらに、流速計測の結果を踏まえ、異なるキャッチカップ形状における液膜の乾燥特性を調査するために、また、赤外線サーモグラフィを用いて、回転円板表面の温度を計測し、液膜が乾燥する過程を時間的溫度変化率として算出し、異なるキャッチカップ形状における液膜の乾燥特性について考察を行った。

第三章では、スピコーティングの高速回転における液膜を広げる過程にて発生する遷移渦に関する問題に着目した。まず、油膜法を用いた可視化実験を行い、定常状態の高速回転時における排気流れとキャッチカップが遷移渦に及ぼす影響について調査した。その後、熱線流速計 (HWA) を用いた円板上の気流の測定により、円板上の流速と乱れ度を求め、さらに流速の結果よりパワースペクトルを算出し、遷移渦の特性について考察を行った。

第四章では、第三章に引き続いて遷移渦に関する問題に着目し、特に回転加速中における遷移渦の過渡現象について述べる。まず、気流トレーサ法を用いた可視化実験より、遷移渦の発達過程について調査した。その後、熱線流速計 (HWA) を用いて、回転開始時から定常回転までの速度の時系列データを測定し、周波数解析を行うことで遷移渦の発達時間、遷移渦の崩壊時間に関して考察を行った。

第五章では以上の章における結果を総括する。

参考文献

- (1) 水野文夫, 鷹野致和, (2006), “半導体がわかる本”, オーム社, pp.28-36.
- (2) 中岡哲郎, (1981), “技術の歴史”, 筑摩書房, pp.770-777.
- (3) 菊池正典, (1999), “半導体のすべて”, 日本実業出版社, pp.12-19, pp.72-133.
- (4) 大山英典, 葉山清輝, (2004), “半導体デバイス工学”, 森北出版株式会社, pp.124-129.
- (5) 朝蒔立男, (2005), “薄膜作成の基礎”, 日刊工業新聞社, pp.121-154.
- (6) 真下正夫, 畑朋延, 小島勇夫, (1999), “[図解] 薄膜技術”, 日本表面科学会, pp.1-22.
- (7) A. Acrivos, M. J. Shah, and E. E. Petersen, (1960), “On the flow of a non-newtonian liquid on a rotating disk”, *J. Appl. Phys.*, Vol.31, No.6, pp. 963-968.
- (8) A. G. Emslie, F. T. Bonner, and L. G. Peck, (1958), “Flow of a viscous liquid on a rotating disk”, *J. Appl. Phys.*, Vol.29, No.5, pp. 858-862.
- (9) L. W. Schwartz and R.V. Roy, (2004), “Theoretical and numerical results for spin coating of viscous liquids”, *Phys. Fluids*, Vol.16, No.3, pp.569-584.
- (10) A. Kitamura, (2001), “Thermal effects on liquid film flow during spin coating”, *Phys. Fluids*, Vol.13, No.10, pp.2788-2794.
- (11) B. G. Higgins, (1986), “Film flow on a rotating disk”, *Phys. Fluids*, Vol.29, No.11, pp.3522-3529.
- (12) T. G. Myers, and M. Lombe, (2006), “The importance of the Coriolis force on axisymmetric horizontal rotating thin film flows”, *Chemical Engineering and Processing*, 45, pp.90-98.
- (13) B. S. Dandapat, B. Santra and A. Kitamura, (2005), “Thermal effects on film development during spin coating”, *Phys. Fluids*, Vol.17, No.6, pp.2788-2794.
- (14) L. A. Dorfman, (1967), “Flow and heat transfer in a film of viscous liquid on a rotating disk”, *Inzhenerno-Fizicheskii Zhurnal*, Vol.12, No.3, pp.309-316.
- (15) 小原拓, 大橋秀雄, 松本洋一郎 (1991), “回転円盤上の薄膜形成”, 日本機械学会論文集 (B編), 57 巻 543 号, pp.3807-3814.
- (16) 松本洋一郎, 小原拓, 照屋功, 大橋秀雄 (1988), “回転円盤上における液膜形成過程 (第 1 報, 初期過程の数値解析)”, 日本機械学会論文集 (B編), 54 巻 499 号, pp.569-574.
- (17) 小原拓, 松本洋一郎, 島本憲夫, 大橋秀雄 (1989), “回転円盤上における液膜形成過程 (第 2 報, 熱・物質移動を伴う薄膜化過程の数値解析)”, 日本機械学会論文集 (B編), 55 巻 514 号, pp.1641-1648.
- (18) 北村哲浩, 長谷川英治 (1997), “回転円盤上の液膜流れへの熱の影響”, 日本機械学会論文集 (B編), 63 巻 611 号, pp.2322-2329.
- (19) 北村哲浩 (2001), “回転円盤上の液膜流れへの熱の影響 (第 3 報, 一次元モデルの数値解析)”, 日本機械学会論文集 (B編), 67 巻 653 号, pp.37-43.
- (20) N. P. Hoffmann and F. H. Busse, (2001), “Linear instability of Poiseuille-Couette-Ekman flow:

- Local results for flow between differentially rotating disks with throughflow”, *Phys. Fluids*, Vol.13, No.9, pp.2735-2738.
- (21) A. Cros and P. Le Gal, (2002), “Spatiotemporal intermittency in the torsional Couette flow between a rotating and a stationary disk”, *Phys. Fluids*, Vol.14, No.11, pp.3755-3765.
 - (22) E. Serre, E. Tuluszka-Sznitko and P. Bontoux, (2004), “Coupled numerical and theoretical study of the flow transition between a rotating and a stationary disk”, *Phys. Fluids*, Vol.16, No.3, pp.688-706.
 - (23) Von Kármán, Th., (1921), “Über laminare und turbulente Reibung”, *ZAMM* 1, pp.233-252.
 - (24) Schlichting, (1955), “Boundary Layer Theory”, McGraw-Hill, pp.83-89.
 - (25) N. Gregory, J. T. Stuart, W. S. Walker, (1955), “On the stability of three-dimensional boundary layers with application to the flow due to a rotating disk”, *Philos. Trans. A* 248, pp.155-199.
 - (26) Y. Kohama, (1986), “Some Expectation on the Mechanism of Cross-flow Instability in a Swept Wing Flow”, *Acta Mechanica*, 66, pp.21-38.
 - (27) 社団法人日本流体力学会, (1998), “第 2 版流体力学ハンドブック”, 丸善株式会社, pp.313.
 - (28) 水島二郎・藤村薫, (2003), “流れの安定性”, 朝倉書店, pp.1-10.
 - (29) Y. Kohama, (1984), “Study on boundary layer transition of a rotating disk”, *Acta Mechanica*, 50, pp.193-199.
 - (30) R. Kobayashi, Y. Kohama, and Ch. Takamada, (1980), “Spiral vortices in boundary layer transition regime on a rotating disk”, *Acta Mechanica*, 35, pp.71-82.
 - (31) Y. P. Kohama, (2000), “Three-dimensional boundary layer transition study”, *Current Science* Vol.79, pp.800-807.
 - (32) H. L. Reed and W. S. Saric, (1989), “Stability of three-dimensional boundary layers”, *Ann. Rev. Fluid Mech.*, (1989), 21, pp.258-284.
 - (33) S. Jarre, P. Le Gal, and M. P. Chauve, (1995), “Experimental study of rotating disk instability. I. Natural flow”, *Phys. Fluids*, Vol.8, No.2, pp.496-507.
 - (34) S. Jarre, P. Le Gal, and M. P. Chauve, (1995), “Experimental study of rotating disk instability. II. Forced flow”, *Phys. Fluids*, Vol.8, No.11, pp.2985-2994.
 - (35) A. J. Colley, P. W. Carpenter, P. J. Thomas, R. Ali, and F. Zoueshtiagh, (2006), “Experimental verification of Type-II-eigenmode destabilization in the boundary layers over a compliant rotating disk”, *Phys. Fluids*, Vol.18, 054107.
 - (36) T. Astarita, G. Cardone and G. M. Carlomagno, (2002), “Spiral vortices detection on a rotating disk”, *ICAS 2002 Congress proceedings*, pp.361.1-361.8.
 - (37) N. Itoh, (1997), “Theoretical Description of Instability Waves in Flow on a Rotating Disk”, *Trans. Japan Soc. Aero. Space Sci.*, pp.262-279.

- (38) 伊藤信毅, (2002), “三次元境界層の不安定性と遷移予測” 日本機械学会論文集 (B 編), 68 卷 668 号, pp.966-967.
- (39) 西沢 啓, 高木 正平, (2002), “回転円盤流における波束型攪乱の乱流遷移”, 日本流体力学学会誌 ながれ, Vol.21, No.2, pp. 173-174.
- (40) R. J. Lingwood, (1996), “An Experimental Study of Absolute Instability of the Rotating-Disk Boundary-Layer Flow,” J. Fluid Mechanics, Vol.314, pp.373-405.
- (41) D. E. Bornside and R. A. Brown, (1992), “The effects of gas phase convection on mass transfer in spin coating “ , J. Appl. Phys., Vol.73, No.2, pp. 585-600.
- (42) S. Wahal, A. Oztekin, D. E. Bornside and R. A. Brown, (1993), “Visualization of a gas flow instability in spin coating systems”, Appl. Phys. Lett. , Vol.62, No.20, pp. 2584-2586.
- (43) Öztekin, D. E. Bornside and R. A. Brown, (1995), “The connection between hydrodynamic stability of gas flow in spin coating and coated film uniformity”, J. Appl. Phys., Vol.77, No.6, pp. 2297-2308.
- (44) X. Zhu, F. Liang, A. Haji-Sheikh and N. Ghariban, (1998), “A Computational and Experimental Study of Spin Coater Air Flow”, Proc.SPIE., Vol.3333, pp.1441-1451.

第2章 低速回転円板上流れの流速および温度計測

2.1 緒言

スピンコーティングでは乾燥工程の低速回転時に、エッジ部近傍においてレジスト膜の盛り上がりが生じることが問題となっている。この現象は、キャッチカップ形状を変化させることで改善できることが実験的に確認されている。このエッジ部近傍の盛り上がりの原因を探るため、本研究ではレーザードップラ流速計(以後、LDV と称す)を用いた回転円板上境界層の三次元速度分布の計測を行った。その結果、カップ形状によって異なるエッジ部近傍の速度分布がレジスト膜の乾燥に影響を及ぼし、盛り上がりの改善につながりうることが示唆された。その裏づけのために回転円板上境界層の速度分布とレジスト膜の乾燥の関係を見出すため、赤外線サーモグラフィを用いて液膜の乾燥過程における回転円板表面の温度変化を計測し、円板表面温度が定率に低下する区間を使用した時間的溫度変化率を算出した。本章では、本実験の概要を説明した後、実験結果および考察を述べる。

2.2 実験装置 (LDV による三次元速度分布の計測)

本実験で使用した装置の概略を図 2.1 に示す。装置はスピンコーティング装置およびトラバース装置などの計測補助機器により構成され、安全のためその周囲をアクリル板により囲まれ、開閉可能な扉となっている。装置全体の主な動作は⑥コントロールパネルより、回転速度、①円板の上下、⑩LDV プローブのトラバースを制御した。なお、半径方向および周方向速度を計測する際には、垂直方向 (z 軸方向) のトラバースには専用のコントローラがあり、これを操作して位置調整を行う。トラバース装置はサーボモータで駆動され、水平方向 (x 軸方向) と垂直方向の二次元移動が可能である。 x 軸方向には 100 分の 1 mm の精度で、 z 軸方向には 1000 分の 1 mm の精度でトラバースさせることができる。また、軸方向速度を計測する際には、円板に対し水平方向からレーザ光を挿入する必要があるため、別途トラバース装置(シグマ光機株式会社製)を設置し、水平方向と垂直方向のトラバースを行った。このトラバース装置は、 x 軸方向には 200 分の 1 mm の精度で、 z 軸方向には 1000 分の 1 mm の精度でトラバースさせることができる。

また回転速度は ± 1 rpm の精度で最大 4000 rpm まで大きくすることが可能である。円板には計測毎の円板のぶれ幅を一定にする目的から、直径 12 inch (300 mm) のチャック一体型のアルミ板を使用し、⑩真空ポンプにより吸着されている。また、この円板は、LDV 計測において、レーザ光が円板上で反射することを防止するため、表面に黒色化が施されている。

装置天井部は大気開放となっており、⑨吸引ブローアを用いて装置内に下降気流を強制的に発生させることができる。その流量 Q は⑧オリフィスにより測定した。オリフィス板の絞り孔径は 34 mm で開口比は約 0.77 である。また排気流量 Q は最大 3.5 m³/min まで大きくすることが可能である。この下降流は②キャッチカップ内へ導かれウェーハ上を通過し、排気孔へと流

出する。今回の計測では、Cup A と Cup B の2種類のキャッチカップを使用した。このキャッチカップは容易に交換が可能である。本研究では LDV 測定に使用する光散乱粒子としてドライアイスに水を投入したときに発生する霧状の水蒸気を使用し、⑤供給装置より円板上に供給を行った。この粒子はドライアイスによって冷やされたものであるため、円板上に水滴となることを防ぎ安定した計測が可能となる。また、水に投入するドライアイスの量を変化させることにより、安定した量の粒子供給が可能である。

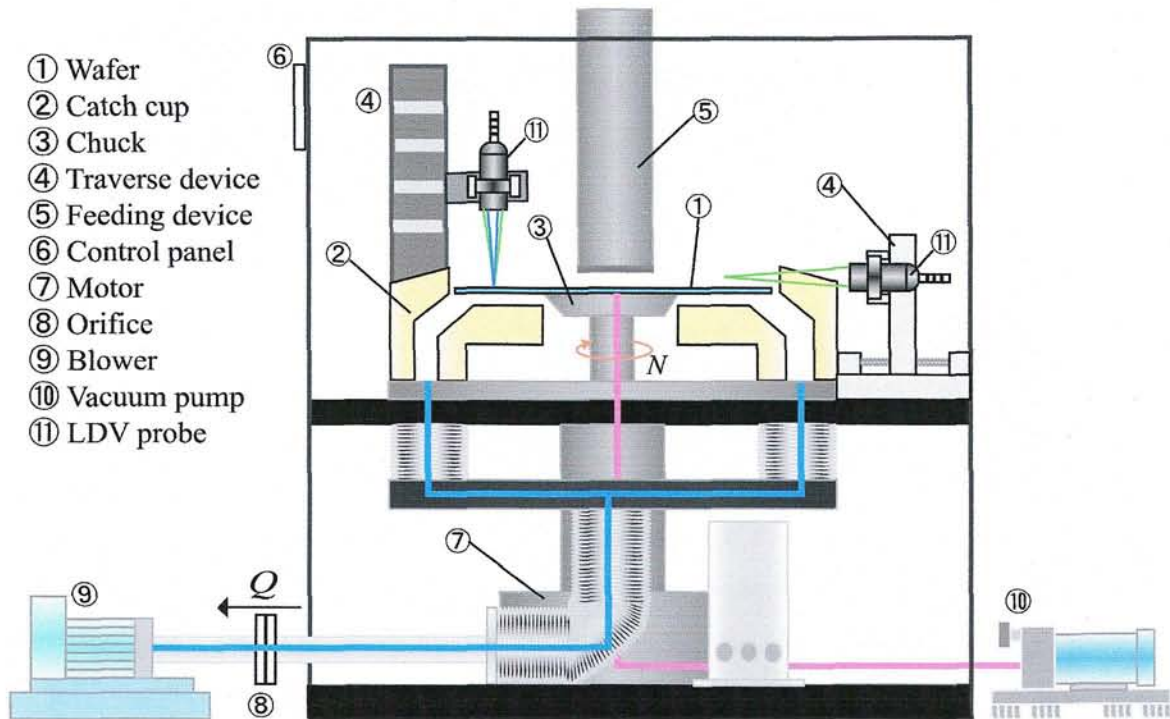


Fig.2.1 Schematic view of the experimental apparatus

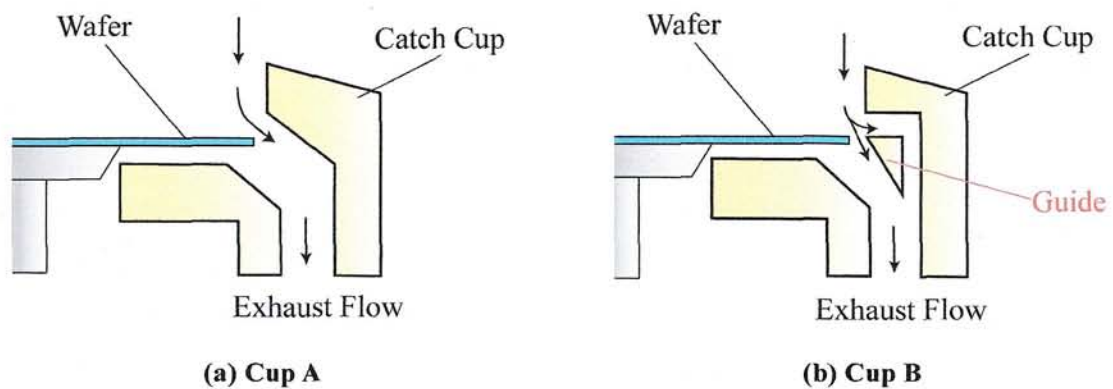


Fig.2.2 Flow between the outer edge of spin coating apparatus and catch cup

2.2.1 気流の測定方法

本研究では周方向、半径方向、軸方向の三成分について計測を行った。ここでは各成分の計測方法について述べる。周方向および半径方向速度を測定する際には、スピコーティング装置に設置されているトラバース装置に LDV プロブを取り付け、測定部を各半径位置に移動させながら行う。本実験では回転円板上の詳細な流れ場の把握を目的としており、特にエッジ部近傍は流れ場が急激に変化していることから、測定位置の設定精度が非常に重要となる。また、測定したい速度成分に対して垂直にレーザー光が入射されなければ、他方向の速度成分を計測してしまい、正確な速度を得られなくなってしまう。そのため正確な半径方向および周方向の速度成分を得るためには、LDV プロブを設置する際の回転や向きに非常に注意を払わなければならない。また、回転円板上の速度分布は軸方向に大きく変化するため、測定高さの決定は非常に重要な作業となる。今回の計測では、半径方向速度の計測に波長 514.5 nm (Green) のレーザー光を、周方向速度に 488.0 nm (Blue) のレーザーを用い、焦点距離 80 mm のレンズを用いて周方向および半径方向速度の二次元同時計測を行った。

次に、軸方向速度の計測について説明をする。軸方向速度を計測するためには、LDV プロブから出るレーザー光を円板と水平な方向から入射させる必要がある。そのため、半径方向および周方向速度の計測とは異なり、別途トラバース装置をスピコーティング装置の外部に設け、LDV プロブのトラバースを行った。(図 2.1 の右側①LDV プロブに描く) また、このようにレーザー光を入射させようとする、円板の周りに設置されているキャッチカップが邪魔になってしまう。そこで、レーザー光を入射させるためのスリットを、キャッチカップの側壁に設けた。スリットは円板上の気流に大きく影響を与えないよう、レーザー光が入射できる範囲で小さく設けている。軸方向速度を計測する際には、円板の上下からレーザー光が交差し測定部を形成する。そのため、プロブに取り付けるレンズの焦点距離が短い場合、下方から入射されるレーザー光が円板に接触してしまい、計測が出来なくなる。この理由から、今回の計測にはなるべく焦点距離が長いレンズを使用することが望まれる。しかしながら、焦点距離が長いレンズを使用した場合、焦点距離が短いレンズに比べ、散乱光が受光部に到達するまでに長い距離を通過し、受光する散乱光の強度が弱くなると共にデータレートが低くなってしまふ。以上を考慮し、軸方向速度計測には、焦点距離が 170 mm レンズを使用した。このレンズを使用した場合、測定できる半径位置の範囲は、 $r/R \geq 0.93$ であった。

2.2.2 実験条件

LDVによる気流計測における実験条件について表 2.1 に示す。半径方向および周方向速度計測においては、円板回転数 $N = 1000$ rpm に固定し、排気流量および円板表面からの測定高さをパラメータに計測を行った。軸方向速度計測においては、円板回転数 $N = 1000$ rpm, 測定高さ z を 1.6δ に固定し、排気流量のみをパラメータに実験を行った。なお、いずれの計測においても Cup A, B, 二つのキャッチカップを使用して実験を行った。半径方向および周方向速度計測において、半径方向の分割幅は、 $0.5 \leq r/R \leq 0.9$ では 0.1 刻み、 $0.9 \leq r/R \leq 0.98$ では 0.01 刻み、 $0.98 \leq r/R \leq 1.0025$ では 0.0025 刻みと、外周方向に刻み幅を小さくした。軸方向速度計測においては、半径方向の刻み幅は $0.93 \leq r/R \leq 0.98$ の範囲で 0.01 刻み、 $0.98 \leq r/R \leq 1.0025$ では 0.0025 刻みで計測した。

Table 2.1 Condition for the LDV measurement

Velocity component	V_r / V_θ	V_z
N (rpm)	1000	
Q (m ³ /min)	0.0 / 2.0	
Cup	Cup A / Cup B	
δ (mm)	1.0 δ / 1.5 δ / 2.0 δ	1.6 δ
r / R	$0.5 \leq r/R \leq 1.0025$ (22 points)	$0.93 \leq r/R \leq 1.0025$ (17 points)
Focal length	80 mm	170 mm

2.3 LDVによる流速計測結果および考察

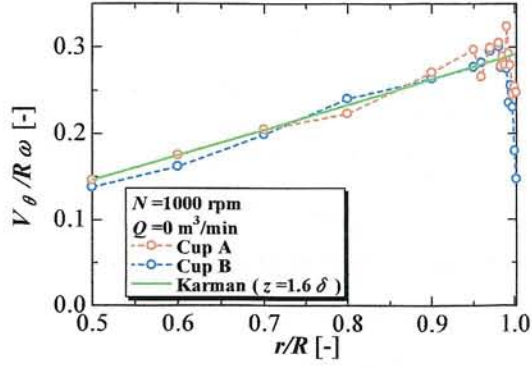
2.3.1 排気無しにおける回転円板上流速分布

図 2.3, 図 2.4, 図 2.5 に, 円板回転数 $N=1000$ rpm, 測定高さ $z=1.6\delta$, 排気流量 $Q=0$ m³/min を固定条件とした周方向, 半径方向, 軸方向の各絶対速度および, それぞれのエッジ部近傍の拡大図 ($0.95 \leq r/R \leq 1.0025$) を示す. 横軸には半径位置 r を円板半径 R で無次元化した r/R , 縦軸には計測値を円板外周回転速度 $R\omega$ で無次元化した平均速度 V_θ, V_r, V_z をそれぞれ示す. また, 軸方向速度分布の計測は, 円板と水平方向からレーザ光を挿入するため, レーザ光が円板と接触しない範囲で $0.93 \leq r/R \leq 1.0025$ のエッジ部近傍のみの計測結果である. 図にはそれぞれ Cup A, B の計測値を示し, 軸方向速度分布のみカップを設置しない場合の速度分布を重ねて示す. また, LDV 計測における測定高さ $z=1.6\delta$ における Karman の理論値を実線で示す.

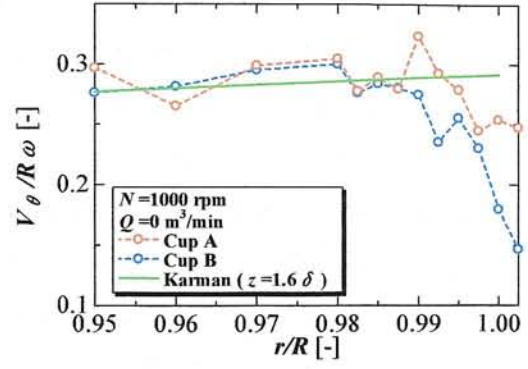
図 2.3 (a), 図 2.4 (a) より, 周方向および半径方向速度は, Cup A・B 共に層流領域 ($0.0 \leq r/R \leq 0.8$) において速度勾配が Karman の理論式とよく一致しており, 良好に計測が行われたといえる. また, エッジ部近傍の拡大図から, 各速度成分は共に無次元半径 $r/R \leq 0.99$ の範囲において, Karman の理論値とほぼ一致していることが分かる. このことから, 排気流れが存在しない場合, $r/R \leq 0.99$ の範囲においてエッジ部が速度分布に与える影響はほとんど無いと考えられる. また, 図 2.5 に示す軸方向速度も, 速度の絶対値は非常に小さいが, $0.93 \leq r/R \leq 0.99$ において, 同様の傾向を得ており, 極エッジ部近傍を除き無限回転円板を仮定した層流境界層に非常に近い流れ場であるといえる. また, $N=1000$ rpm では, $r/R \geq 0.70$ において回転円板上の流れ場は, 層流状態から遷移状態へと移行する. しかしながら, 本実験による速度分布にその影響はほとんど現れていない.

さらに, 周方向速度は $r/R \geq 0.99$ において, 半径方向速度は $r/R \geq 0.98$ において, Cup A の速度が Cup B に比べて大きな値を示している. これらの結果より, 円板上の極エッジ部近傍では, 排気流れが存在しない場合でもキャッチカップ形状の影響を受けていると思われる. Cup B ではエッジ部に近い位置にガイドが設置されていることから, このガイドの存在により, 円板外へ向かう流れが遮られることで, 小さな速度を示したと考えられる. なお, 軸方向速度に関しては, Cup B と Cup A の速度分布の間にはほとんど違いは見られず, この傾向を確認することは出来なかった. これは, 円板表面での軸方向への流れは非常に小さいために影響が現れなかったと考えられる.

図 2.5 に示す軸方向速度に関して, $r/R \geq 0.99$ の範囲では, 軸方向速度が若干ではあるが理論値に比べて小さい速度分布を示している. これは, 円板に対して上方に向かう速度であり, 円板上の気流が円板外へ押し出される際, わずかに上向きに流れていることを示している. キャッチカップが無い場合の速度分布と比較しても同様の傾向を示していることから, カップ形状の影響ではなく, エッジ部の影響を受けたことで, 無限回転円板を仮定した理論値とは異なる値を得たと考えられる.

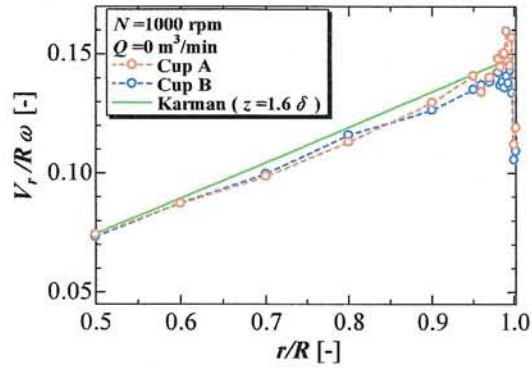


(a) Profile of V_θ at $r/R \geq 0.5$

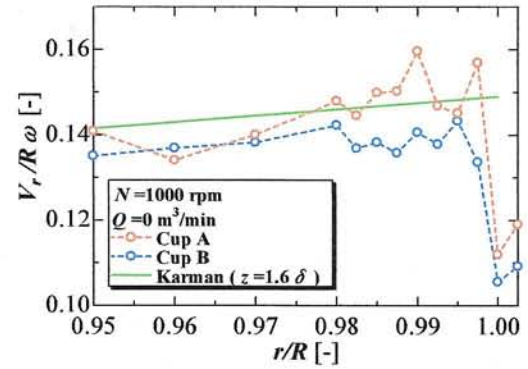


(b) Profile of V_θ near the disk edge

Fig. 2.3 Radial distributions of V_θ ($N=1000$ rpm $Q=0$ m³/min $z=1.6 \delta$)



(a) Profile of V_r at $r/R \geq 0.5$



(b) Profile of V_r near the disk edge

Fig. 2.4 Radial distributions of V_r ($N=1000$ rpm $Q=0$ m³/min $z=1.6 \delta$)

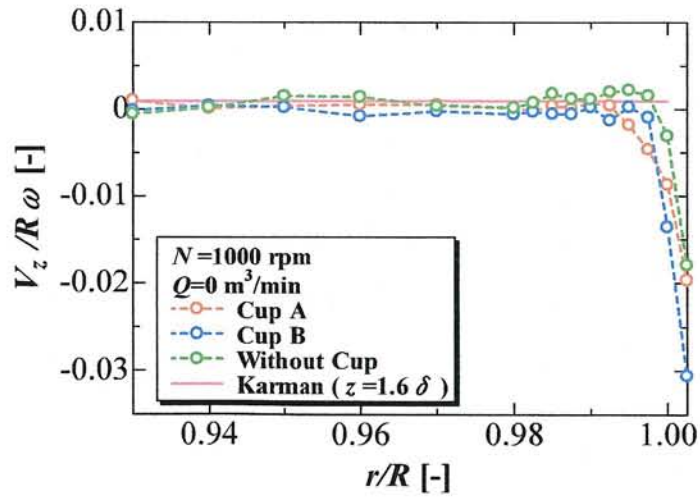


Fig. 2.5 Radial distributions of V_z ($N=1000$ rpm $Q=0$ m³/min $z=1.6 \delta$)

2.3.2 排気流量とキャッチカップが回転円板上流れに及ぼす影響

図 2.6, 図 2.7, 図 2.8 に, 円板の回転速度 $N=1000$ rpm, 測定高さ $z=1.6\delta$ を固定条件とし, Cup A, B, 排気流量 $Q=0$ および $2\text{ m}^3/\text{min}$ をパラメータとした周方向, 半径方向および軸方向の速度分布図を示す. ここでは, スピンコーティングにおける薄膜の乾燥には回転するウェーハに対する相対速度が関係すると考えられるので, 各速度を相対速度で表現する. また, エッジ部近傍の拡大図 ($0.95 \leq r/R \leq 1.0025$) をあわせて示す. なお, 軸方向速度は前項と同様に $0.93 \leq r/R \leq 1.0025$ のみの計測結果を示す. また, それぞれの図には LDV 計測における測定高さ $z=1.6\delta$ における Karman の理論値を重ねて示す.

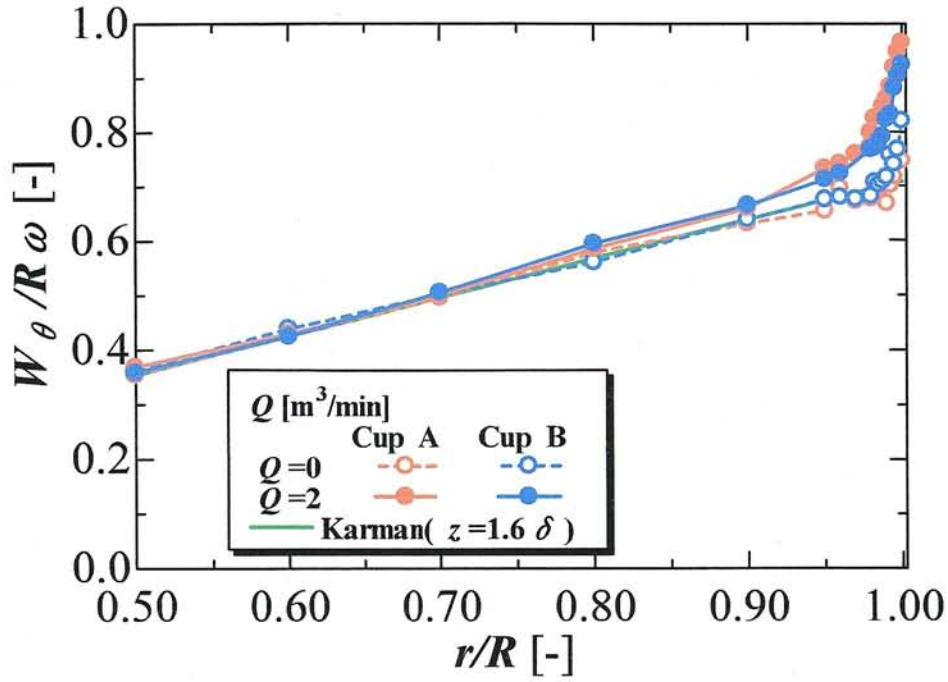
図 2.6(a) より, $Q=2\text{ m}^3/\text{min}$ における周方向速度分布は, Cup A, B 共に $r/R < 0.8$ の範囲で, $Q=0\text{ m}^3/\text{min}$ の速度分布とほぼ一致し, 排気流れの影響はほとんど受けていないと考えられる. しかしながら, $r/R \geq 0.8$ の範囲では $Q=0\text{ m}^3/\text{min}$ に比べ小さな値をとり, Karman の理論値とも異なる値を示している. 図 2.6(b) の拡大図を見ると, $r/R \geq 0.98$ のエッジ部近傍では, 速度の上昇が特に大きく, 排気流れの影響を強く受けている. また, $r/R \geq 0.95$ における Cup B の速度分布は, Cup A と比較すると小さい値をとることが確認され, Karman の理論値により近い値を示していることが分かる. これは過去の熱線流速計の計測結果⁽¹⁾と一致する傾向である.

図 2.7(a) に示す $Q=2\text{ m}^3/\text{min}$ の半径方向速度分布も, $r/R \leq 0.9$ の範囲では $Q=0\text{ m}^3/\text{min}$ の速度分布と非常に近い値を示しており, 排気流れの影響はほとんど受けていないと考えられる. 図 2.7(b) では $r/R > 0.9$ の範囲において $Q=0\text{ m}^3/\text{min}$ に比べ大きな値をとり, Karman の理論値からも異なる値を示している. 特に $r/R \geq 0.98$ の範囲では, 大きく速度分布が上昇しており, 排気流れの影響を強く受けていることがわかる. さらに, $r/R \geq 0.96$ では Cup A の速度分布は Cup B に比べて大きな値を示すことが確認され, 周方向速度と同様に Cup B の速度分布は, Karman の理論値により近い値を示していることが確認された. また, Cup A, B との速度差に関してはエッジ部に向かうに従い, Cup A, B の速度差が大きくなっていることが確認できる. 特に Cup A の速度分布は, エッジ部に向かうに従い, その半径方向の勾配が大きくなり, $r/R=1.00$ では Cup B の値の 1.4 倍近い値を示している.

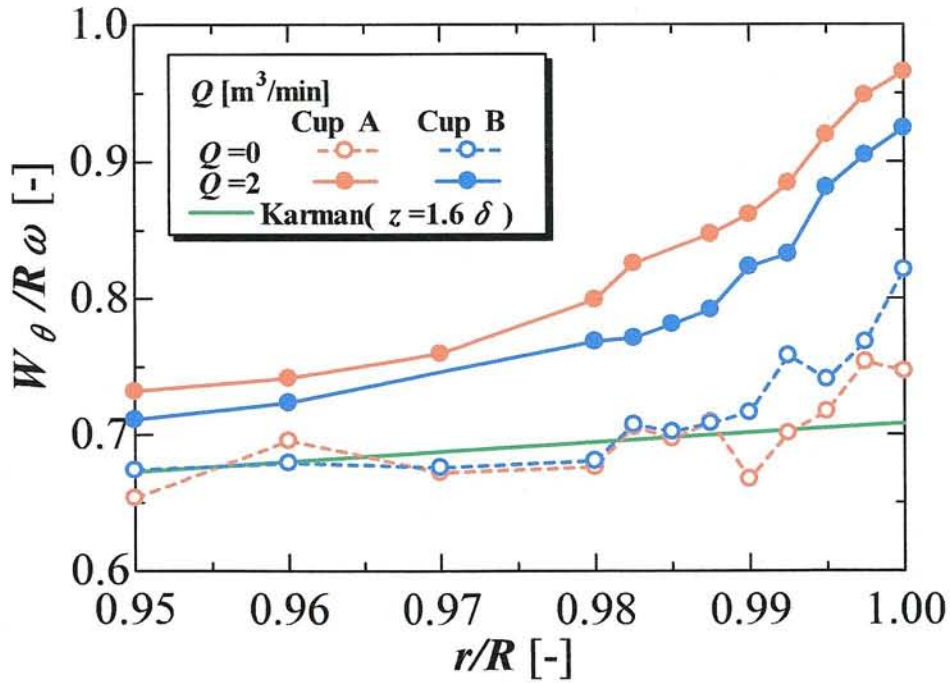
図 2.8 に示す $Q=2\text{ m}^3/\text{min}$ の軸方向速度分布は, $r/R < 0.95$ の範囲において $Q=0\text{ m}^3/\text{min}$ と非常に近い値を示しており, 排気流れの影響をほとんど受けていないものと思われる. $r/R \geq 0.95$ の範囲で, 流速分布はエッジ部に向かうに従い大きな値を示すと同時に, Cup A, B の速度分布に違いが現れ, Cup A の速度分布は Cup B に比べ大きな値をとる. その後, $r/R=0.98$ を境に排気流れの影響を強く受け, 速度分布は急激に上昇する. また, 周方向および半径方向速度に比べ, 軸方向速度は排気流れの影響が極エッジ部近傍のみに限定されているように思われる. これは, 軸方向速度の絶対値が非常に小さいことに加え, 円板に向かって垂直に流れる速度成分であり, 内側領域では円板表面の影響を受けているため速度が増加しないと考えられる. また, 極エッジ部近傍において, Cup A, B の速度差はエッジ部に向かうに従い, わずかに大きくなっているものの, 半径方向速度のように, 大幅に増加するような傾向は見られず, 周方向速度と

同様にエッジ部に向かうにつれても速度差に大きな変化は見られなかった。

以上の結果より、周方向および半径方向速度において、排気流れの影響は $r/R \geq 0.8$ 付近にまで及んでいると思われる。そして各速度成分において、 $r/R \geq 0.98$ より排気の影響を強く受け、速度分布が急激に変化する。また、 $r/R \geq 0.95$ の範囲では、Cup A, B の速度分布に違いが現れ、Cup A は Cup B に比べ、Karman の理論値から離れた値を示している。このことから Cup A は Cup B に比べ排気流れの影響をより受け易い構造だといえる。

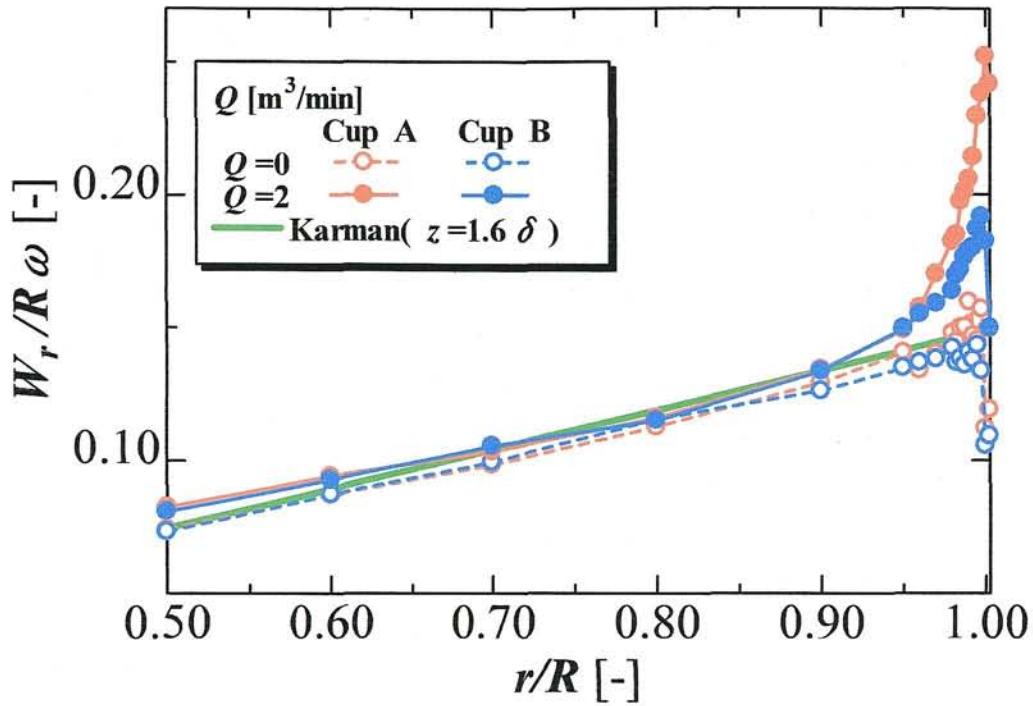


(a) Profile of W_θ at $r/R \geq 0.5$

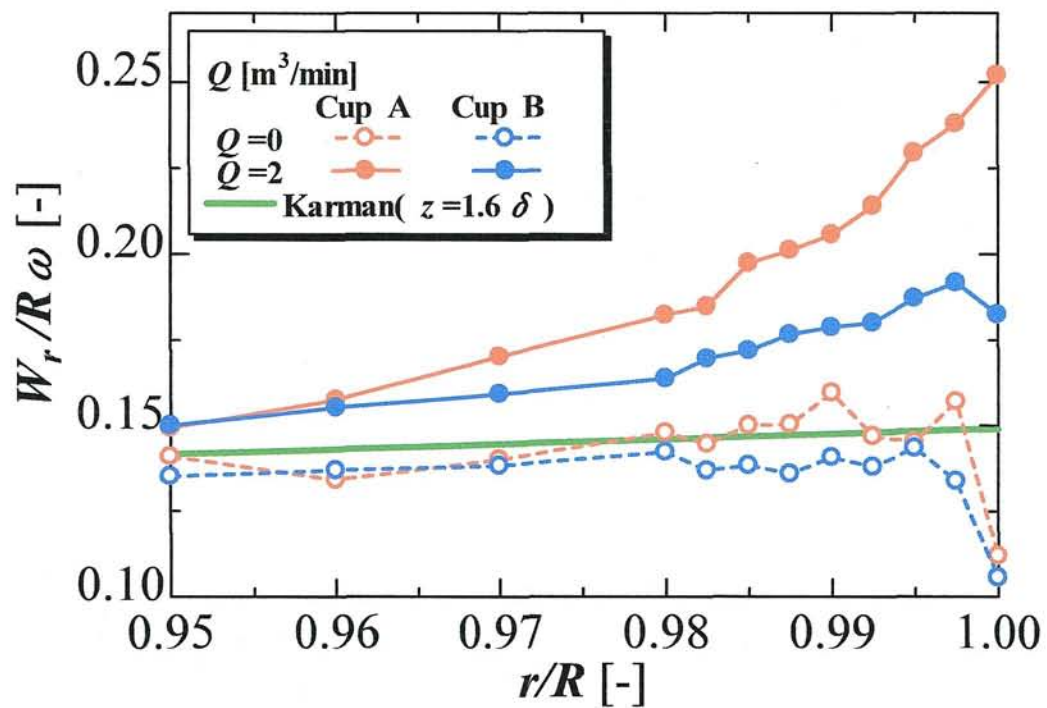


(b) Profile of W_θ near the disk edge

Fig. 2.6 Radial distributions of W_θ ($N=1000$ rpm $z=1.6 \delta$)



(a) Profile of W_r at $r/R \geq 0.5$



(b) Profile of W_r near the disk edge

Fig. 2.7 Radial distributions of W_r ($N=1000$ rpm $z=1.6\delta$)

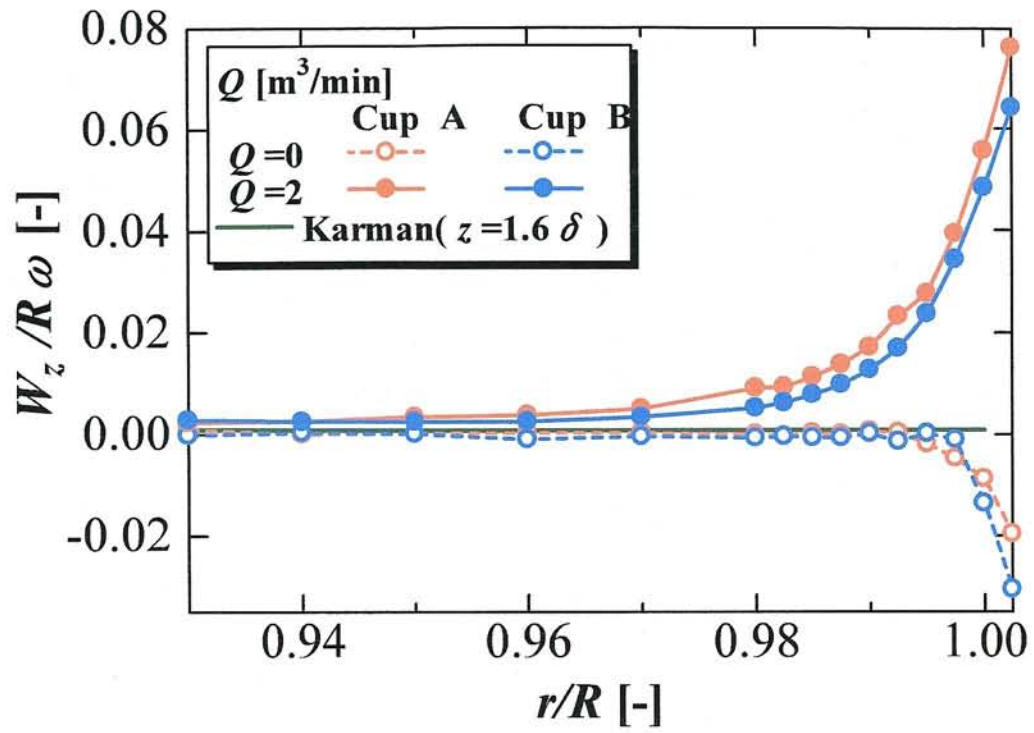


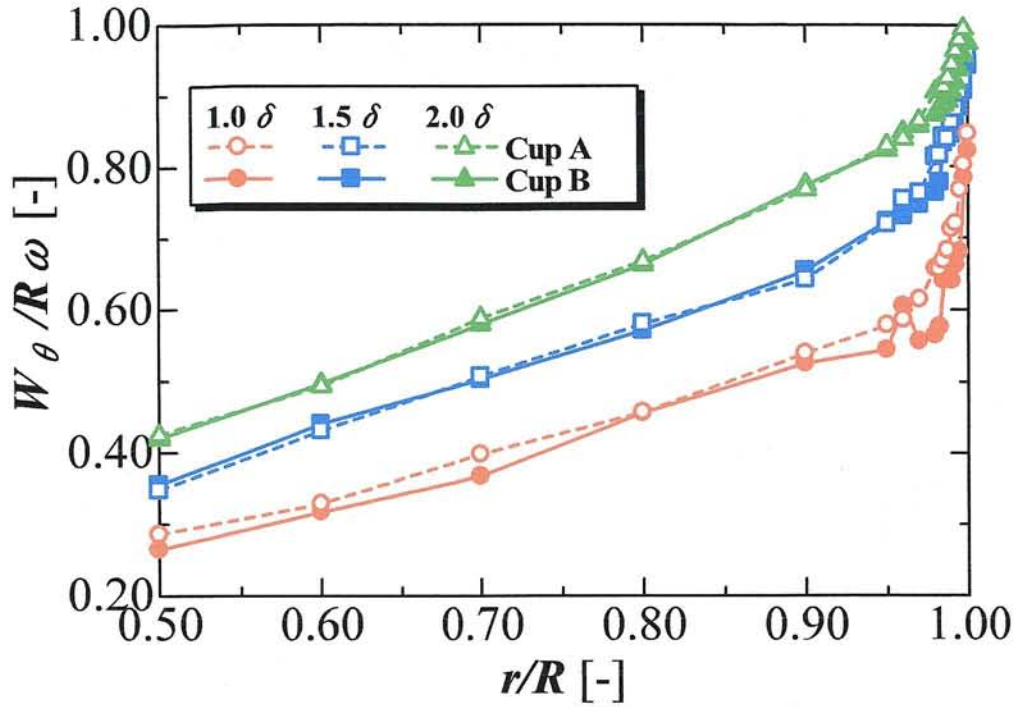
Fig. 2.8 Radial distributions of W_z near the disk edge ($N=1000$ rpm $z=1.6\delta$)

2.3.3 各測定高さにおける周方向および半径方向速度分布

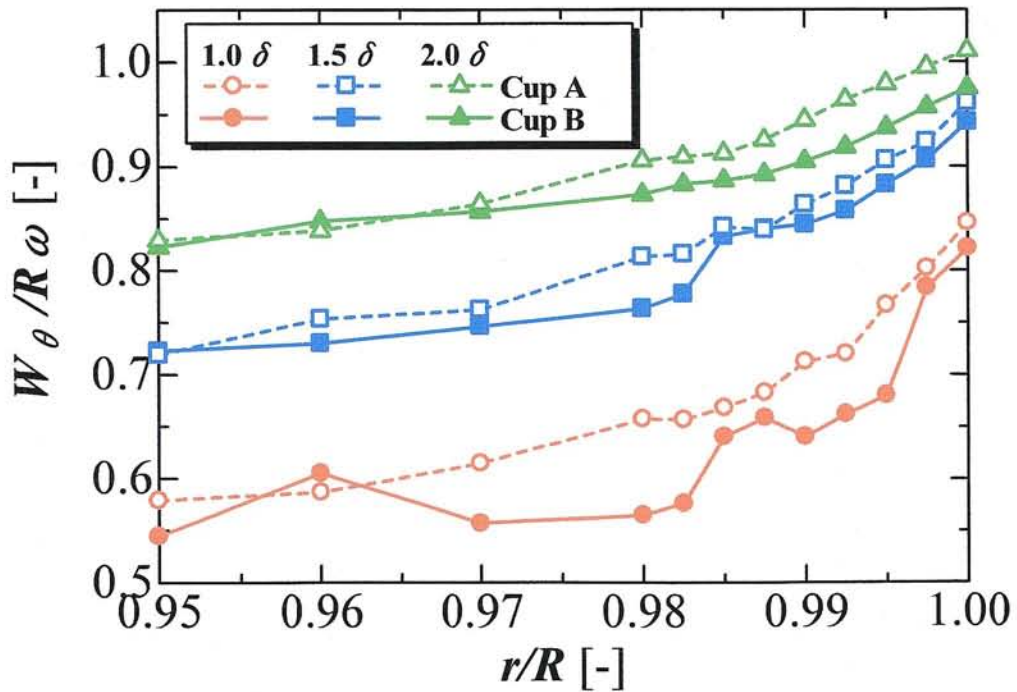
図 2.9, 図 2.10 に排気流量 $Q = 2 \text{ m}^3/\text{min}$, 円板の回転速度 $N = 1000 \text{ rpm}$ を固定条件とし, 測定高さを $z = 1.0 \delta, 1.5 \delta, 2.0 \delta$ に変化させて得られた Cup A, B の周方向相対速度分布および半径方向相対速度分布を示し, エッジ部近傍の拡大図 ($0.95 \leq r/R \leq 1.00$) をあわせて示す.

図 2.9 において, 前述のように円板上の気流は排気流れの影響を受け, エッジ部に向かうに従い, 増加する傾向が見られる. 各測定高さにおいて, 同様の傾向が見られるが, 特に測定高さが低いほど, この傾向が顕著に現れている. このことから, 円板表面にさらに近い位置では, よりこの傾向は強く現れると推測される.

図 2.10 においても, 前述のように円板上の気流は排気流れの影響を受け, エッジ部に向かうに従い, 各測定高さにおいて増加傾向を示している. また, 各測定高さにおいて, 極エッジ部近傍では速度が減少していることが確認された. この速度の減少量は, Cup A に関しては, 測定高さにはほとんど依存していないように見えるが, Cup B に関しては, 測定位置が高くなるに従い, 減少している.

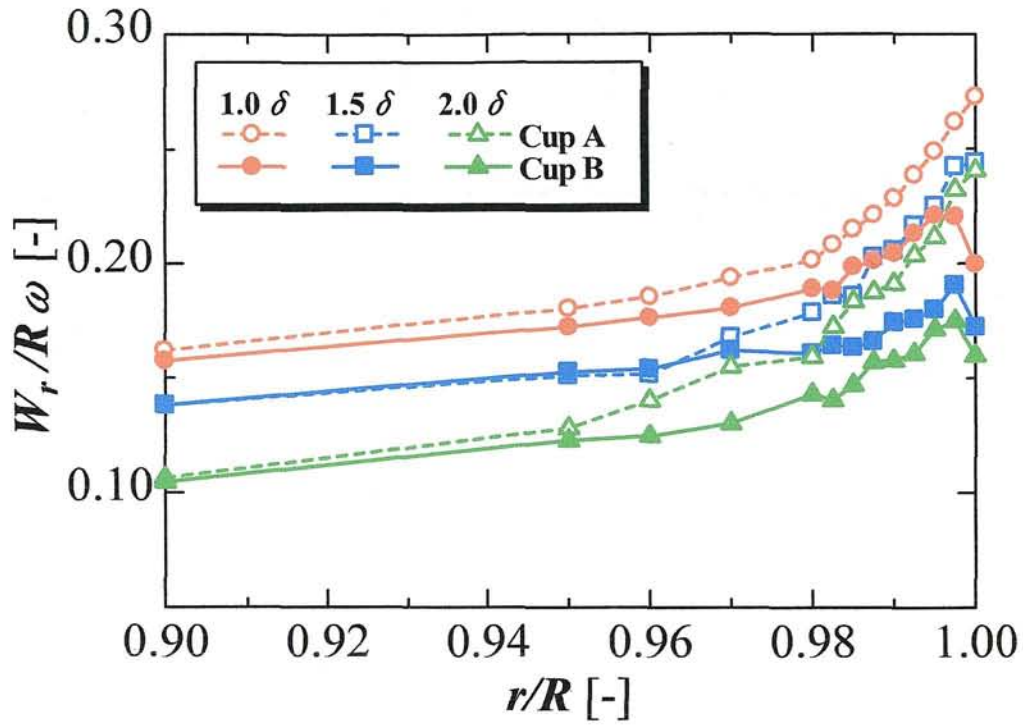


(a) Profile of W_θ at $r/R \geq 0.5$

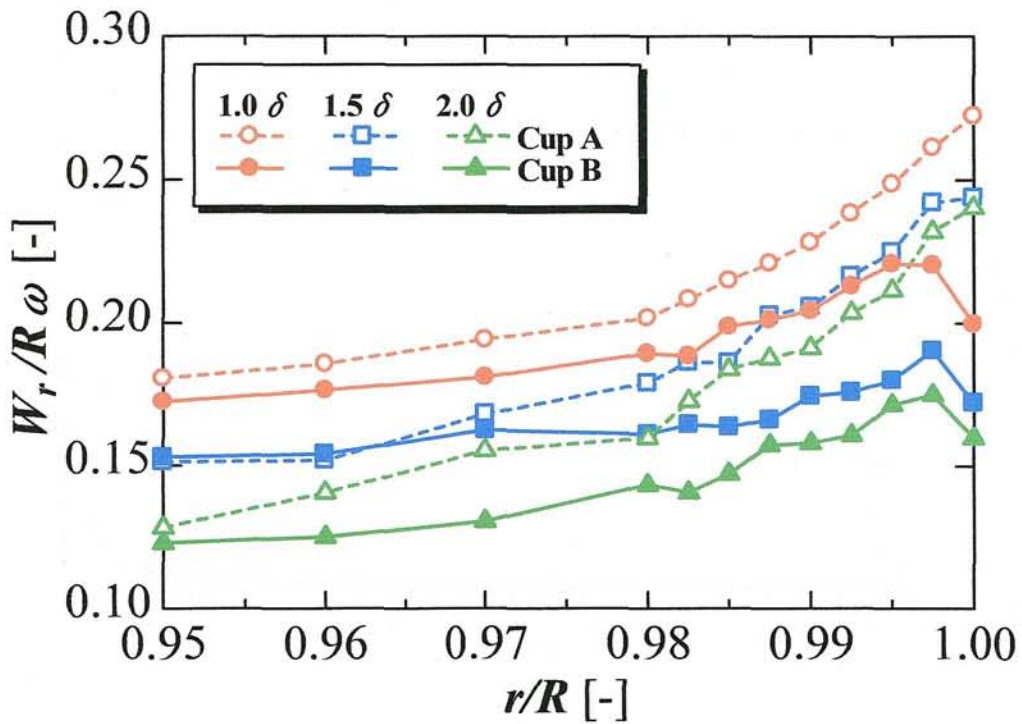


(b) Profile of W_θ near the disk edge

Fig. 2.9 Radial distributions of W_θ at $z=1.0 \delta$, 1.5δ , 2.0δ ($Q=2 \text{ m}^3/\text{min}$)



(a) Profile of W_r at $r/R \geq 0.5$



(b) Profile of W_r near the disk edge

Fig. 2.10 Radial distributions of W_r at $z = 1.0\delta, 1.5\delta, 2.0\delta$ ($Q = 2 \text{ m}^3/\text{min}$)

2.3.4 塗布液膜への影響

スピコーティングの乾燥過程において、エッジのごく近傍に生じる膜厚の不均一性の要因は、半径方向に乾燥速度が異なることで生じると考えられる。極エッジ部近傍の液膜は、内側に比べ早く乾燥することで、液膜表面がかさぶたのように固化することにより、膜厚の減少が停止してしまう。液膜表面の乾燥速度には、液膜と接する気流の速度が大きく影響していると考えられ、スピコーティングの乾燥過程において、円板上の気流の流れ場は Karman の理論値に近いことが理想的であると考えられる。

前項までの結果より、排気流れの影響は $r/R = 0.8$ 付近にまで及んでいると思われ、エッジ部に向かうにつれ、徐々に理論値との差が大きくなり、 $r/R \geq 0.98$ の極エッジ部近傍では、排気流れの影響を強く受け、速度分布は理論値から大きく逸脱する。

図 2.11 は前述した各速度成分の LDV 計測結果を、円板との相対速度で示したものである。いずれの速度成分においても、Cup B の速度分布は Cup A に比べ小さく、より Karman の理論値に近い値を示している。このため、Cup B ではフォトレジストが比較的緩やかに乾燥したと考えられ、エッジ部近傍の膜厚が平坦化されたと推測される。

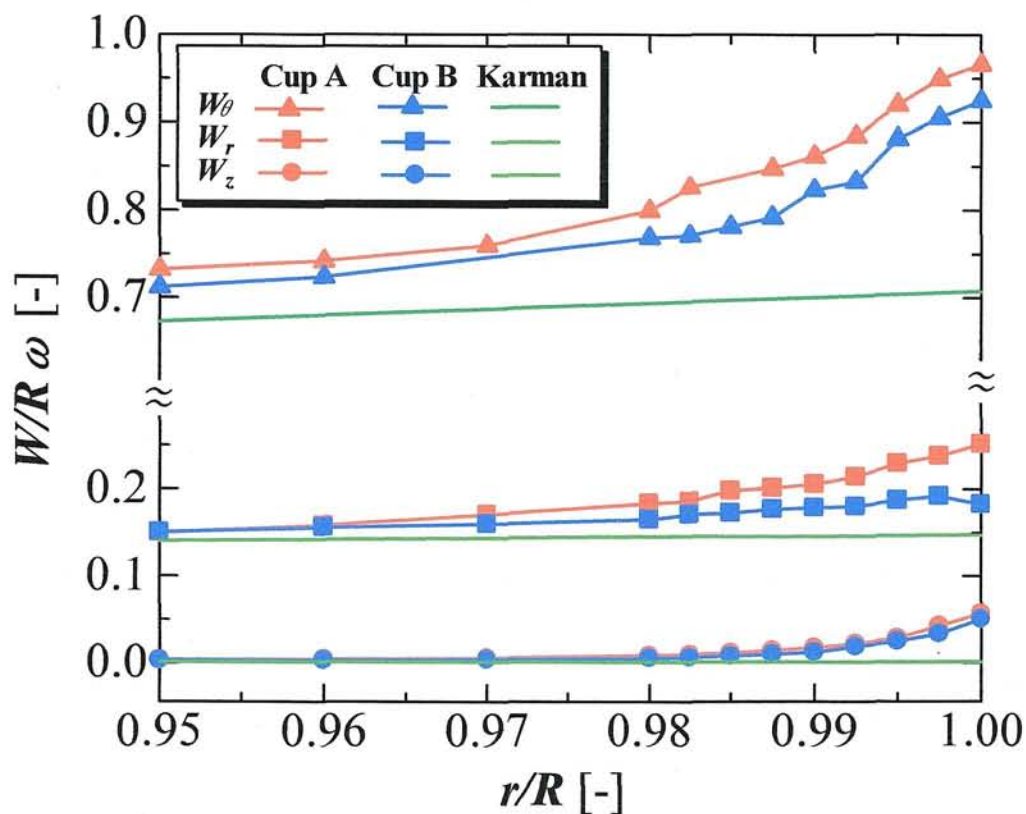


Fig. 2.11 Radial distribution of W

2.4 実験装置および方法（赤外線サーモグラフィを用いた円板表面の温度計測）

前述で示した各速度成分のLDV計測結果より、Cup Bの速度はCup Aに比べ小さく、よりKarmanの理論値に近い値を示しており、この結果、Cup BではCup Aに比べ、フォトレジストが比較的緩やかに乾燥したと考えられる。この節からは、回転円板上境界層の速度分布とレジスト膜の乾燥の関係を見出すため、赤外線サーモグラフィ^{(2),(3)}を用いて液膜の乾燥過程における回転円板表面の温度変化の実験について述べる。この実験では、円板表面温度を計測し、円板表面温度が定率に低下する区間を使用した時間的溫度変化率を算出した。はじめに乾燥に関する基本理論を確認し、実験の概要を説明した後結果と考察を述べる。

2.4.1 乾燥の基礎理論

◎乾燥過程における熱収支

乾燥とは、水分あるいは溶剤を含んだ材料に熱を加えて水分(溶剤)を気化蒸発し、固体製品を得る操作である。湿り固体材料以外に、泥状、液状材料もまたその対象となる。乾燥する際の最も一般的な方法は熱風を乾燥対象にあてて加熱し、材料中の水分を蒸発除去する方法である。^{(4),(5),(6)} このとき、乾燥対象にあてる熱風の性質が乾燥の進行を予測するのにきわめて重要である。図2.12のように空気中におかれた水滴を考える。水滴には、空気から熱が流入し(対流伝熱)、同時に水分が蒸発することで、蒸発潜熱が消費される。ここで、水滴について熱収支を考えると、

$$\begin{aligned} & (\text{空気から水滴に流入する熱量：対流伝熱量}) - (\text{水分の蒸発に使用される熱量：蒸発潜熱量}) \\ & = (\text{水滴の温度上昇に使用される熱量：水滴の顕熱量}) \end{aligned}$$

が成り立ち、次式で表される。

$$h(T_g - T_p) - k_H(H_s - H_g)r_w = \frac{1}{A} \frac{d(m_p C_p T_p)}{dt} \quad (2.1)$$

ここで、 A は水滴の表面積、 C は比熱、 H は絶対湿度、 h は熱伝達係数、 k_H は物質移動係数、 m は質量、 r_w は蒸発潜熱である。また、添え字として g は空気、 p は水滴全体の平均、 s は飽和を示す。

また、図2.13のように板上に乾燥対象が置かれ、熱風中で上下面より受熱し、乾燥対象上面のみから水分が蒸発する場合を考えると、

$$\begin{aligned} & (\text{乾燥対象上面へ到達する熱量}) - (\text{水分の蒸発に使用される熱量：蒸発潜熱量}) \\ & = (\text{水分の温度上昇に使用される熱量：水滴の顕熱量}) \end{aligned}$$

が成り立つ。ここで、乾燥対象上面へ到達する熱量は、

(乾燥対象上面へ到達する熱量)

= (上面より伝わる熱量：対流伝熱量) + (熱風により下面から伝わる熱量)

が成り立つ。

特に、熱風により下面から伝わる熱量に関して、

(熱風により下面から伝わる熱量： Q)

= (空気から板に流入する熱量： Q_1)

= (板から乾燥対象内部に伝わる熱量： Q_2)

= (乾燥対象内部より乾燥対象上面に伝わる熱量： Q_3)

がそれぞれ等しいと仮定すると、それぞれの熱量は次式のように表すことができる。

$$Q_1 = h(T_g - T_i)A \quad (2.2)$$

$$Q_2 = \frac{\lambda_t(T_i - T_i)}{l_t} A \quad (2.3)$$

$$Q_3 = \frac{\lambda(T_i - T_d)}{l} A \quad (2.4)$$

式 (2.2)、式 (2.3)、式 (2.4) を用い、それぞれの温度差を求めて整理すると、次式で表される。

$$Q = \left(\frac{1}{1/h + l/\lambda + l_t/\lambda_t} \right) (T_g - T_d) A \quad (2.5)$$

よって、図 2.13 の場合における乾燥対象上面に関する熱収支は次式で表される。

$$\left(h + \frac{1}{1/h + l/\lambda + l_t/\lambda_t} \right) (T_g - T_d) - k_H (H_s - H_g) r_w = \frac{1}{A} \frac{d(m_p C_p T_p)}{dt} \quad (2.6)$$

ここで、 A は乾燥面の面積、 l は厚さ、 λ は熱伝導率である。また、添え字なしは乾燥対象となる材料層、添え字 i は乾燥対象内部、 d は乾燥対象上面、 t は板を示す。

◎乾燥期間

乾燥過程は、図 2.14 示すように材料予熱期間(図中 I の期間)・定率乾燥期間(図中 II の期間)・減率乾燥期間(図中 III の期間)の3つの乾燥期間から成っている。

材料予熱期間

材料予熱期間は、材料が初期条件から乾燥条件によって定まるある平衡温度まで達するための期間である。乾燥速度も定率乾燥速度にまで変化する。

定率乾燥期間

定率乾燥期間は、材料温度は一定のまま受熱量はすべて水分蒸発のみに費やされる期間で、乾燥速度は一定である。定率乾燥速度は、熱風の温度や湿度など乾燥条件に大きく依存する。材料内部の水分が液状水として乾燥表面まで運ばれている間は定率乾燥期間が続き、表面含水率の低下で液状水移動が表面まで及ばなくなった瞬間に減率乾燥期間に入る。この瞬間の材料内平均含水率はその乾燥条件に対する限界含水率である。限界含水率は、材料の種類や乾燥条件によって決まる。一般に、材料中の水分拡散速度が高い場合や、定率乾燥速度が低い条件で乾燥すると、限界含水率が低くなる。

減率乾燥期間

減率乾燥期間では、表面から次第に材料温度が上昇し始め、受熱量は減少し、乾燥速度も時間とともに減少する。材料表面付近の水分が少なくなると、水分蒸発が材料表面のみならず、材料内部でも起こるようになる。このとき、水分の蒸発に使われない熱によって材料表面温度が上昇し、材料への熱の流入速度が減少するため、蒸発速度も減少する。蒸発は乾燥が進行するにつれて材料のさらに深い部分で起こるようになる。熱は熱伝導によって蒸発面まで材料中を移動するため、材料の熱特性が乾燥速度に大きく影響する。物質移動の面から見ると、材料内部では、材料内空隙中を蒸発した水蒸気が移動しており、このときの移動抵抗によって材料内空隙中の湿度が影響を受ける。移動抵抗が大きいと空隙中の湿度が高くなり、蒸発速度が低くなる。この移動抵抗は、材料内部に蒸発面が後退するほど大きくなるため、乾燥の進行に伴い乾燥速度は低くなる。

以上のことを踏まえると、乾燥過程と熱は非常に関連性が高い。本研究で対象とするスピンコーティングにおける薄膜の乾燥速度と気流を把握するためには、回転円板の表面温度を計測することが有効である。以下にその実験方法を述べる。

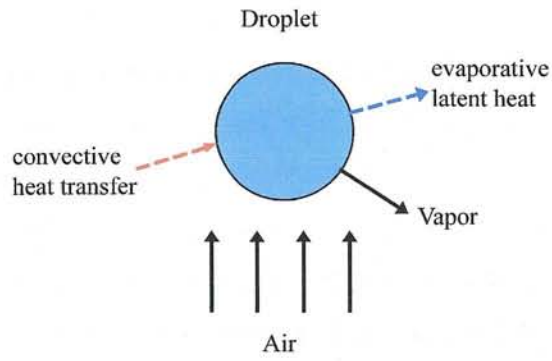


Fig.2.12 Heat balance (Drop in air)

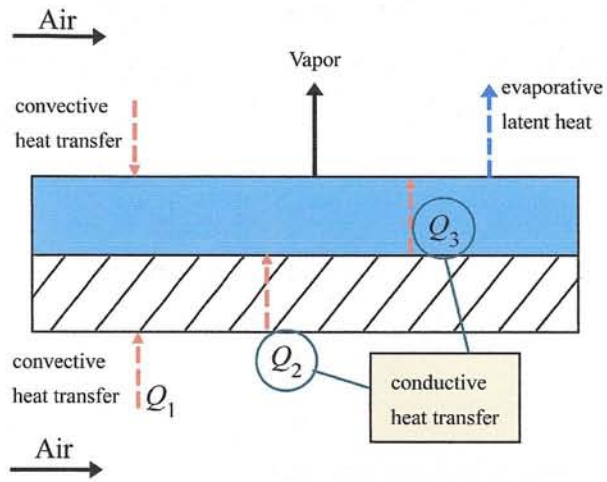


Fig.2.13 Heat balance (Liquid on a board in air)

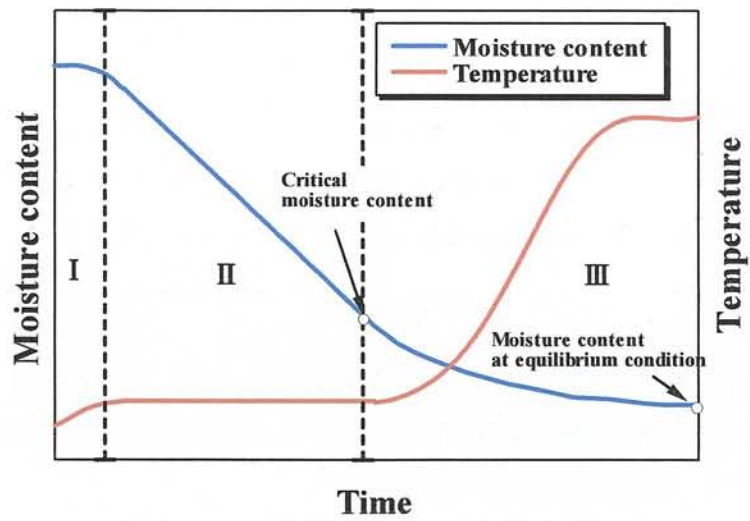


Fig.2.14 Time variation in moisture content

2.4.2 実験装置概要

図 2.15 は赤外線サーモグラフィを用いた円板表面の温度計測時に使用した装置の概略図である。装置の概要は LDV 計測で述べたとおり、実験装置はスピコーティング装置および計測補助機器により構成されている。温度計測では、回転円板上に溶液を滴下し、その蒸発に伴う円板表面の温度変化を円板上方から計測するため、装置内に赤外線カメラの設置台を設けた。赤外線サーモグラフィは、設置台の上部に設けた穴の開いたアクリル板を通して、回転円板の鉛直上方に設置した。設置台は図の左右に移動可能で、任意の位置における円板表面温度分布を計測できる。滴下溶液はスピコーティング装置天井部の容器から、マイクロポンプを駆動力とし、設置台に取り付けたノズルを通して円板上に吐出される。また、マイクロポンプとノズルの間には電磁弁を設置し、任意の時間で円板上に溶液を滴下できる。

シリコンウェハは赤外線透過率の高い物質であるため、円板背後にある物質が放出する赤外線を透過させてしまう。そのため、今回のように赤外線サーモグラフィを用いて、円板表面の温度分布を計測するには不向きである。そこで本実験では、温度計測では黒体塗料で表面を黒色化した放射率の高いチャック一体型のアルミ円板を利用した。また、赤外線サーモグラフィは、装置の測定原理上、外部からの赤外線の進入が温度測定の見誤差となるため、装置全体を暗幕で覆った。

乾燥過程での円板表面の可視化実験では、スピコーティング装置の天井部に別途設置台を設け、デジタルビデオカメラを設置し、円板の鉛直上方より撮影した。その他、スピコーティング装置の詳細な説明に関しては LDV 計測と重複するためここでは割愛する。

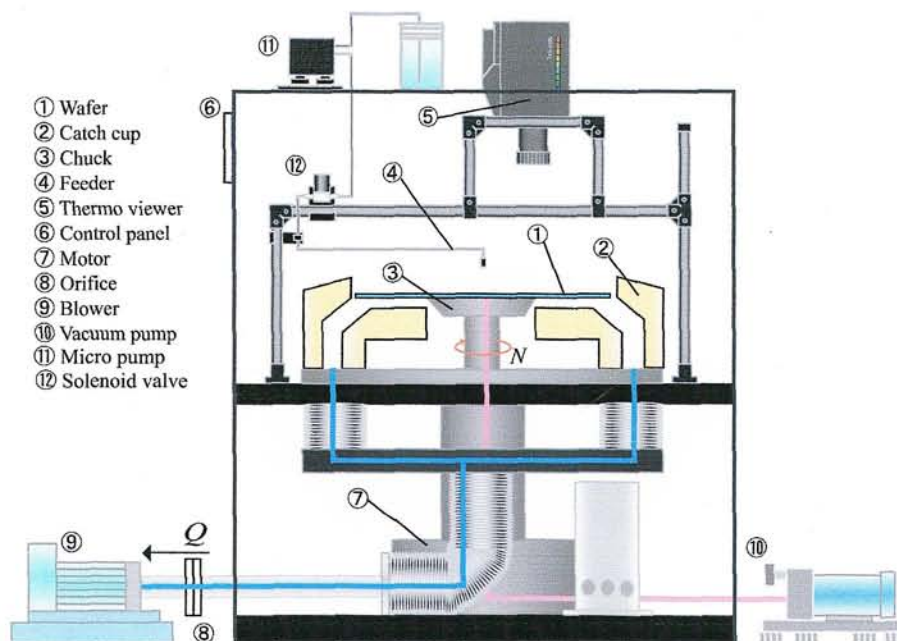


Fig.2.15 Schematic view of the experimental apparatus

2.4.3 実験方法

温度計測で使用した実験機器の構成を図 2.16 に示す。本実験では、回転円板上に溶液を滴下し、その乾燥過程の円板表面温度変化を計測する。乾燥特性を評価するための時間的溫度変化率は、後述するように、溶液の滴下が終了した後の、円板表面温度が定率に低下する区間において算出した。時間的溫度変化率の算出区間を決定するためには、溶液の滴下開始および終了の時刻を把握する必要がある。そのため、A/D 変換ボード(YOKOGAWA, WE 7000)を用いて、溶液の滴下を制御する電磁弁への供給電圧を記録する。また、A/D 変換ボードの計測開始信号を、赤外線サーモグラフィのトリガ信号として使用することで、電磁弁への供給電圧の記録と、赤外線サーモグラフィの計測開始を同期する。赤外線サーモグラフィと A/D 変換ボードは接続された PC で操作し、計測を開始する。トリガ信号を用いた計測では、計測データは熱画像として赤外線サーモグラフィの内部メモリに記録される。

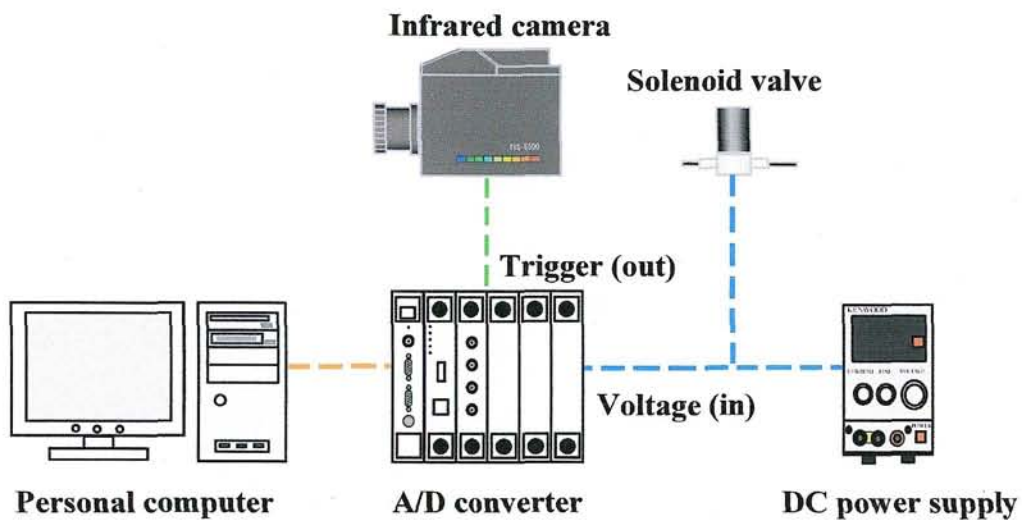


Fig.2.16 Schematic view of the experimental system

2.4.4 実験条件

表 2.2 に本実験の実験条件を示す。本実験では、カップ形状のエッジ部付近での乾燥速度に及ぼす影響を調査する目的で、円板回転数 $N=1000$ rpm, 排気流量 $Q=2$ m³/min を固定し、Cup A, B において円板表面温度の計測を行った。また、回転速度が乾燥速度に与える影響について調査するために、排気流量を $Q=2$ m³/min と一定にし、円板回転数 $N=1000, 2000, 3000$ rpm と変化させ、Cup A, B に対し円板表面温度を計測した。全ての計測において、赤外線サーモグラフィのフレームレートは 30 Hz とし、溶液の滴下時間は 3 秒、滴下溶液には乾燥特性の違いがより顕著に現れるように、揮発性の高いエタノールを使用した。なお、各計測は同条件において複数回行い、温度変化率はその平均値を示す。

また、回転円板上の乾燥過程の様子を捉えるために、デジタルビデオカメラを用いた可視化実験を行った。パラメータとしてカップ形状は Cup A, 排気流量 $Q=2$ m³/min を固定し、円板回転数 N をパラメータとして 1000, 2000, 3000 rpm について実験した。滴下溶液および滴下時間は温度計測と同じである。

Table 2.2 Experimental condition for temperature measurement

	Temperature measurement	Visualization test
N [rpm]	1000 / 2000 / 2500 / 3000	1000 / 2000 / 3000
Catch cup	Cup A / Cup B	Cup A
Frame rate [Hz]	30	
Q [m ³ /min]	2	
Test liquid	Ethanol	
Liquid dropping time [s]	3	

2.4.5 データ処理

計測によって取得した熱画像より、円板表面温度の時系列および時間的溫度変化率を求める。この手順について以下に示す。

- ① 取得した熱画像より、雑音成分を除去した時間平均熱画像を作成する。
- ② 時間平均化した熱画像より円板のエッジを抽出する。
- ③ 抽出したエッジを真円の一部と仮定し、最小二乗法により熱画像での円板の中心位置および半径を算出する。
- ④ 各時間の熱画像に対し、円板の半径位置ごとに平均温度を算出する。
- ⑤ 各半径位置での温度の時系列を構成する。
- ⑥ 定率に温度が低下する区間での、時間的溫度変化率を最小二乗法によって算出する。

撮影された熱画像より、各半径位置での時間的溫度変化率を算出するためには、その半径位置に対応する画素を特定する必要がある。そのために、本実験では、熱画像に示される円板のエッジを抽出し、円板中心とエッジまでの距離から、各半径位置に対応する画素を特定した。

まず、エッジの抽出方法について、円板の境界では各画素が検知した温度値の変化が大きいため、画素値に対して微分演算を行えば、エッジを検出できる。ただし、デジタル化された画像に対しては、微分演算の代わりに差分演算を行う。さらに、通常の差分演算では、雑音成分にも反応してしまうため、オペレータを用いて差分演算を行う。オペレータとは、隣接画素同士の演算を表現する一組の係数のことである。本実験で用いたオペレータを図 2.17 に示す。これらの数値列は、周囲の画素にその位置に対応する係数を乗じて和をとる計算を示している。本実験では、円板のエッジが熱画像を行方向に横切っているため、列方向の画素値の変化を捉え、閾値の設定を容易に行えるようオペレータを決定した。また、熱画像の雑音成分を抑える目的で、温度変化の小さい熱画像を加算平均したのち、エッジを抽出した。図 2.18 に取得した熱画像を示す。この熱画像に対し、図 2.17 に示すオペレータを用いて演算を行い、この演算値がある閾値を超えた場合、その画素をエッジとした。図 2.19 に示す抽出されたエッジは、図 2.18 の熱画像から読み取れる円板のエッジを適切に抽出していることが分かる。

温度の時系列を取得する方法について以下に述べる。図 2.18 より今回取得された熱画像には温度ムラがあり、画像中央部の温度が、周辺温度に比べ比較的低温で表示されている。この温度ムラにより生じる誤差を除去するため、溶液を滴下する前の熱画像を用い、各画素の基準となる参照温度とした。

時間的溫度変化率の取得方法について以下に述べる。図 2.20 (a)に $N=1000$ rpm、図 2.20 (b)に $N=3000$ rpm の場合の、参照温度からの円板表面での温度変化量 ΔT を時系列として示す。図中に示す実線①は滴下終了時刻を示しており、円板回転数が異なる図 2.20 (a)と図 2.20 (b)で定率に温度が低下する区間に相違がある。そのため、回転数ごとに実線②から実線③までの

時間的溫度変化率を算出する区間を設定した。 $N=1000$ rpm の場合、滴下終了後 1.5s から滴下終了後 4.5 s までの 3 s 間、 $N=3000$ rpm の場合、滴下終了後 0.5 s から滴下終了後 1.2 s までの 0.7s 間とした。

0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	0	0	0	0
0	0	0	3	0	0	0
0	0	0	-1	0	0	0
0	0	0	-1	0	0	0
0	0	0	-1	0	0	0

Fig.2.17 Operator of edge extraction

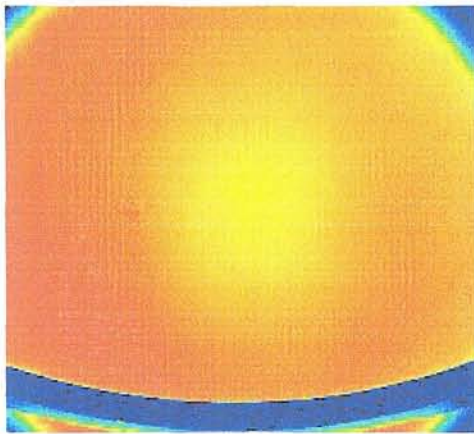


Fig.2.18 Thermal image

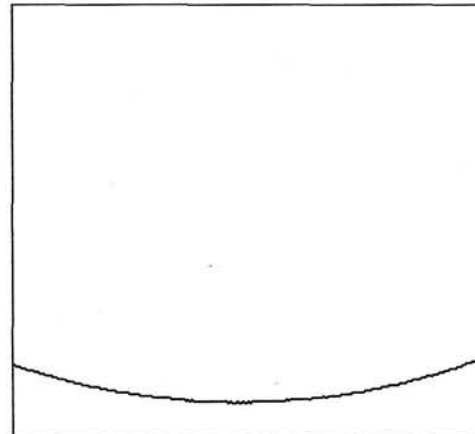
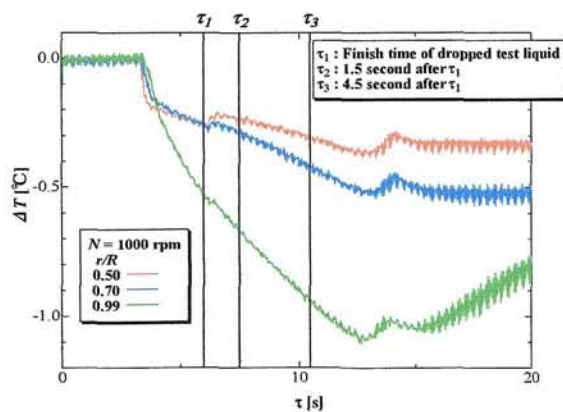
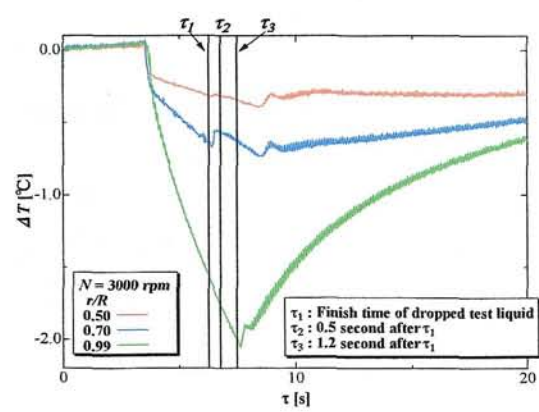


Fig.2.19 Extracted disk edge



(a) $N = 1000$ rpm



(b) $N = 3000$ rpm

Fig.2.20 Time series variations in temperatures of three radial positions

2.5 実験結果および考察（赤外線サーモグラフィを用いた円板表面の温度計測）

2.5.1 時系列温度変化

図 2.21 に、 $Q=2\text{ m}^3/\text{min}$ 、 $N=1000\text{ rpm}$ 、Cup A における、各画素の参照温度からの温度の時系列を示す。図は半径位置 $r/R=0.5, 0.6, 0.7, 0.8, 0.9, 0.99$ での温度変化を示しており、縦線は溶液の滴下開始および終了時刻である。図より、溶液の滴下開始と同時に円板表面温度が急激に低下し時間の経過と共に各半径位置で温度が異なっていることが分かる。滴下直後に各半径位置においてほぼ同じ温度変化を示しているが、これは、滴下前の円板温度に比べ、滴下溶液の温度が若干低かったためであり、溶液による温度降下と考えられる。滴下が終了した後、円板上の溶液膜が乾燥し、さらに円板表面温度は低下する。その後、ある時刻で乾燥によって奪われる蒸発潜熱と気流からの対流伝熱によって流入する熱量の大きさが等しくなり、円板表面温度は極小値を迎える。この時点で $r/R=0.99$ のエッジ部では、初期温度より 1.2°C 程度低下している。極小値を境に、溶液の蒸発により奪われる熱量に比べ、対流伝熱により円板に流入する熱量が大きくなり、円板温度は緩やかに上昇する。

円板表面温度が極小値を迎えた後、一旦温度分布が不規則に変化している。これは、円板上の溶液が乾燥し、円板表面の放射率が変化したものではないかと考えられるが、詳細は把握できていない。溶液の滴下が終了した直後にも不規則な変化が、特に円板内側で観察される。これも同様に、溶液の滴下が終了したことにより円板表面の放射率が変化したものではないかと考えられる。いずれの温度変化も原因の詳細は把握できていないが、時間的溫度変化率を算出する区間と異なるため、影響は大きくないものと思われる。なお、この現象は滴下溶液に純度 99.5% のエタノールを使用した場合にのみ見られる現象であり、液膜の急激な乾燥が影響しているとも考えられる。

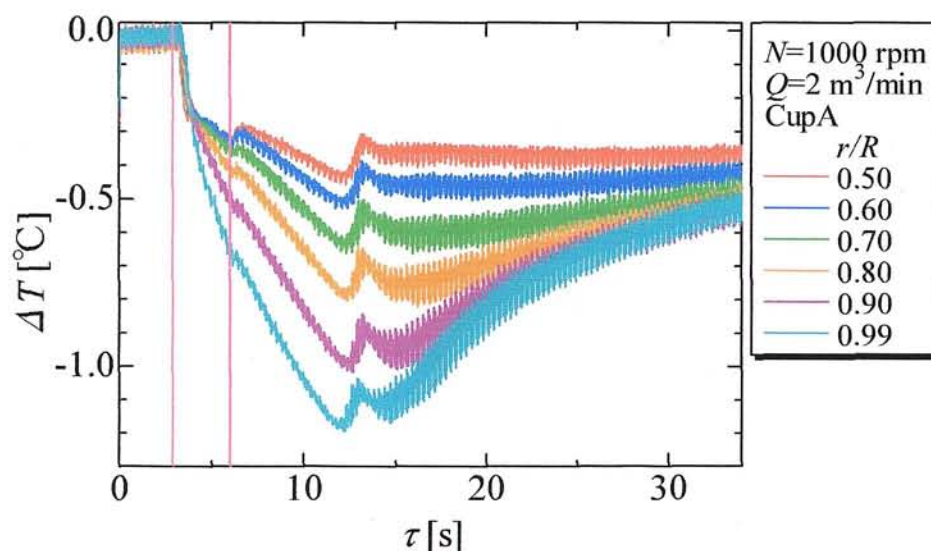


Fig.2.21 Time series variations in temperatures of six radial positions ($N=1000\text{ rpm}$)

2.5.2 乾燥状況と時間的溫度変化率

2.5.2.1 各回転数における時間的溫度変化率

図 2.22 に Cup B, $Q=2\text{ m}^3/\text{min}$ とし, 回転数を $N=1000, 2000, 2500, 3000\text{ rpm}$ と変化させた円板表面温度の時間的溫度変化率を, 図 2.23 に各回転数における円板上のレイノルズ数を示す. 図 2.22 は横軸に無次元半径 r/R を, 縦軸には時間的溫度変化率 $-\Delta T/\Delta \tau$ を示す. なお, 図には複数回行った計測結果の平均値を示している. 図 2.23 中の Re^l_c (critical Reynolds number) は回転円板上に形成される層流境界層が不安定になるレイノルズ数であり, Re^l_t (transition Reynolds number) は乱流へと遷移するレイノルズ数である. これらの値は Malik ら⁽⁷⁾⁽⁸⁾が安定性理論および熱線流速計を用いて得た値で, それぞれ $Re^l_c = 8.2 \times 10^4$, $Re^l_t = 3.1 \times 10^5$ である.

図 2.22 より, 時間的溫度変化率はエッジ部に向かうに従い, また, 円板回転数の増加に伴い大きな値を示していることが分かる. 特に, $N=2000, 2500, 3000\text{ rpm}$ では, 円板上のある半径位置で, 時間的溫度変化率が急激に増加している. $N=3000\text{ rpm}$ では, $r/R=0.99$ で $0.35\text{ }^\circ\text{C/s}$ 程度であり, $N=1000\text{ rpm}$ の場合に比べ約 3.5 倍大きな値を示している.

図 2.26 から $N=1000\text{ rpm}$ の場合, 回転円板上の境界層は全領域で層流状態もしくは層流に近い遷移状態である. $N=2000\text{ rpm}$ の場合, エッジ部に向かうにつれて, 層流状態から乱流に近い遷移状態へと変化する. $N=3000\text{ rpm}$ の場合では, $r/R=0.4$ より遷移状態へと変化し, $r/R \geq 0.8$ の領域では, 完全に乱流状態へと遷移する. この円板上境界層の状態の相違により, 円板回転数が増すにつれて, 時間的溫度変化率が大きな値を示したと考えられる.

また, 前述したように, $N=1000\text{ rpm}$ を除いて, 円板上のある半径位置より, 時間的溫度変化率の急激な上昇が確認できる. $N=3000\text{ rpm}$ の場合, $r/R > 0.7$ でその変化が見られる. $N=3000\text{ rpm}$ の場合の流れ場は, 図 2.26 より $0 \leq r/R \leq 0.4$ で層流状態, $0.4 < r/R < 0.8$ で遷移状態, $0.8 < r/R < 1.0$ で乱流状態である. そのため, $N=3000\text{ rpm}$ の場合は, 流れ場の発達に伴って, 周囲から円板表面への熱伝達も層流熱伝達から乱流熱伝達へと遷移する. 乱流熱伝達では, 層流熱伝達時の分子運動による熱伝導に加え, 不規則な速度変動に基づく乱流の混合作用によって熱移動が生じるため, 乾燥が促進されたものと考えられる. また, 遷移領域では, 層流領域と乱流領域を滑らかに接続するように, 時間的溫度変化率は上昇する.

$N=2000\text{ rpm}$ の場合, $r/R > 0.9$ で時間的溫度変化率の半径方向勾配に変化が見られる. この回転数では, 各半径位置で流れ場の状態は完全に乱流へと遷移していないものの, エッジ部付近では乱流に近い状態となっている. そのため, エッジ部付近では乾燥が促進され $-\Delta T/\Delta \tau$ がこのような変化をしたものと考えられる. また, 円板回転数が大きくなるに従い, 時間的溫度変化率が急激に上昇する半径位置も円板中心へと移動している様子が分かる. 以上の結果より回転円板表面温度の時間変化率は円板上の気流の状態をよく反映していると考えられる.

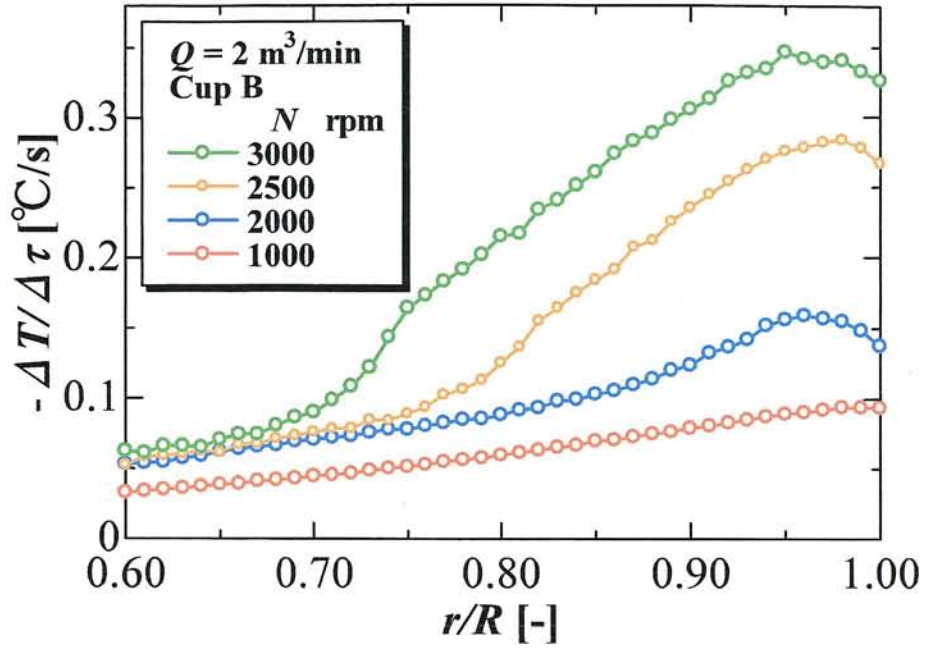


Fig.2.22 Radial distribution of $\Delta T/\Delta \tau$

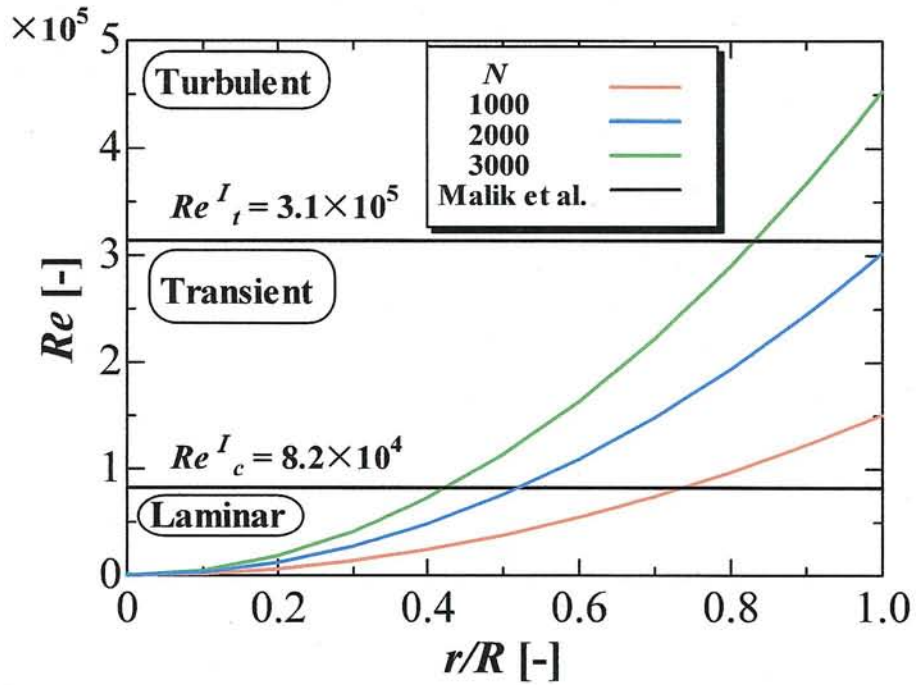


Fig.2.23 Relation between Re and transitional region

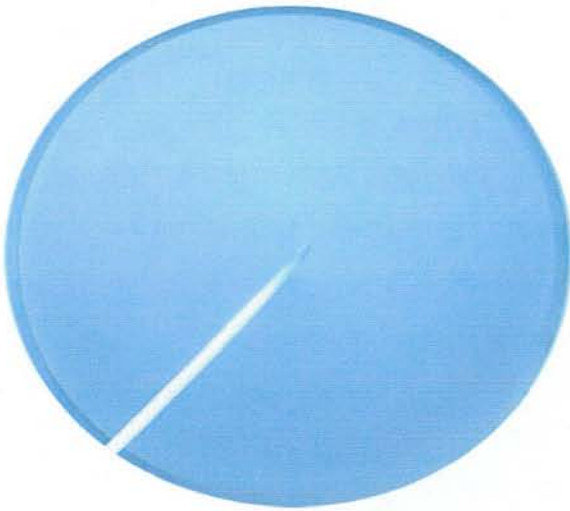
2.5.2.2 乾燥過程の可視化画像

写真 2.1, 2.2, 2.3 に回転数 $N = 1000, 2000, 3000$ rpm における、滴下溶液の乾燥過程を可視化した画像を示す。各回転数の画像は (a) 溶液滴下前, (b) 溶液滴下直後, (c)–(e) 乾燥中, (f) 乾燥後を示す。(a) と (b) の画像を比べると、溶液を滴下した直後では、円板表面に溶液膜が形成され円板表面が光沢を帯びている様子が分かる。写真 2.1 の $N = 1000$ rpm の場合、(c) (d) の写真に示す乾燥の初期段階では、円板全体を溶液膜が覆っているのが分かるが、その後、(e) に示す写真では、円板表面全体が均一に乾燥する様子が確認された。

写真 2.2 に示す $N = 2000$ rpm では、 $N = 1000$ rpm と異なり、円板表面に形成された溶液膜が、エッジ部近傍から円板中心へと乾燥が進んでいく様子が確認できる。(c)~(e) に示す乾燥中の円板表面は、 $r/R = 0.9$ 付近より外側の領域で溶液膜の乾燥が終了している。特に、写真 2.2 (d) に示す $r/R = 0.9$ より内側の領域では、円板表面の溶液膜により濡れている様子が分かる。その後、この濡れていた $r/R > 0.9$ の領域では、 $N = 1000$ rpm の場合と同様に半径位置によらず均一に乾燥が終了した。

写真 2.3 に示す $N = 3000$ rpm では、 $N = 2000$ rpm の場合と同様にエッジ部から乾燥が進行していく様子が確認された。しかしながら、 $N = 2000$ rpm の場合とは異なり、写真 2.3 (d) に示す $r/R = 0.75$ 付近までは徐々に内側へ乾燥が進行し、その後、 $r/R < 0.75$ の領域で均一に乾燥が終了する。

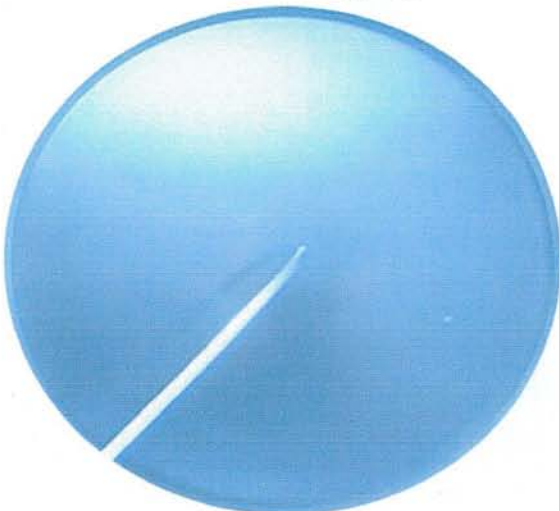
$N = 1000$ rpm の場合、図 2.25 に示したように、時間的溫度変化率は滑らかに上昇しており、可視化においても円板表面全体で溶液が一様に乾燥している様子が確認できた。 $N = 2000, 3000$ rpm の場合、半径位置は多少異なるものの、高い時間的溫度変化率を示すエッジ部近傍では乾燥が早く進行し、滑らかな変化を示す円板中心領域では均一に乾燥が進んでいる。時間的溫度変化率は、円板表面での熱移動に伴う溫度変化を良好に捉えており、円板表面をデジタルビデオカメラで可視化することで確認された乾燥状態と強い相関性を示している。以上の結果より、本実験で計測した、円板表面溫度の時間変化率は乾燥速度を定性的に示す指標として、有効なものであると考えられる。



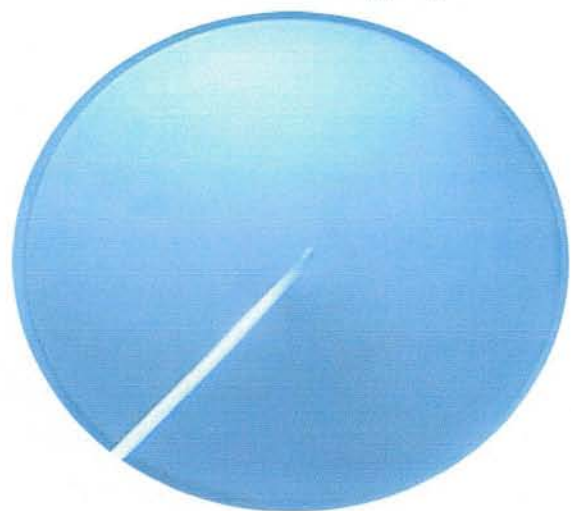
(a) Before Dropping



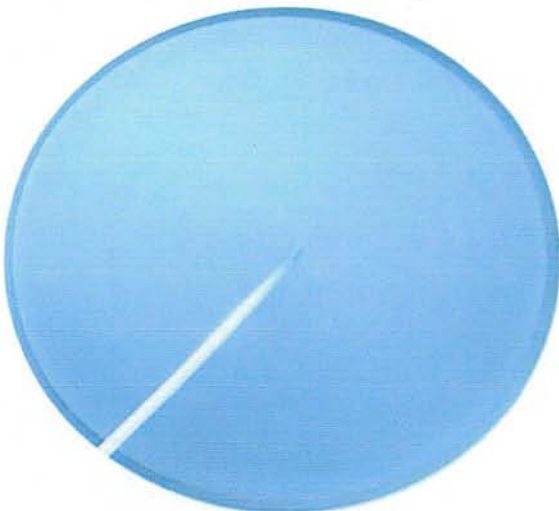
(b) 0.03 s after dropping



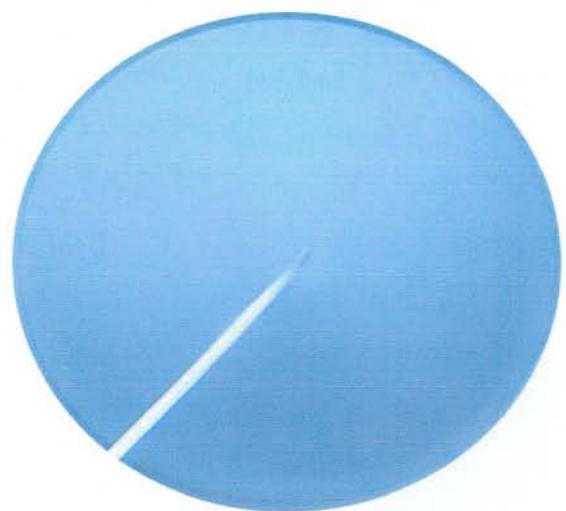
(c) 5.6 s after dropping



(d) 13.5 s after dropping

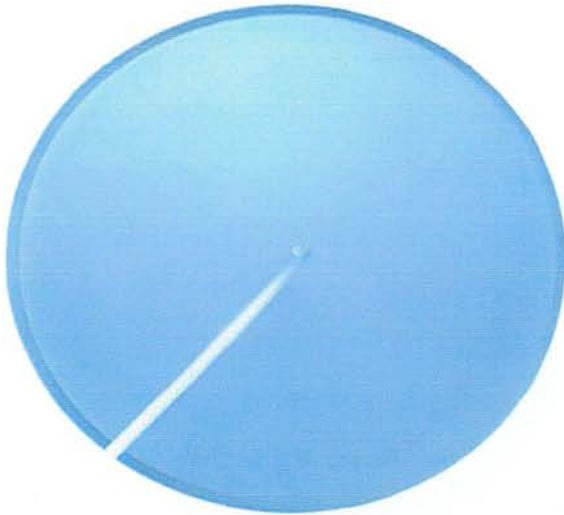


(e) 44.1 s after dropping

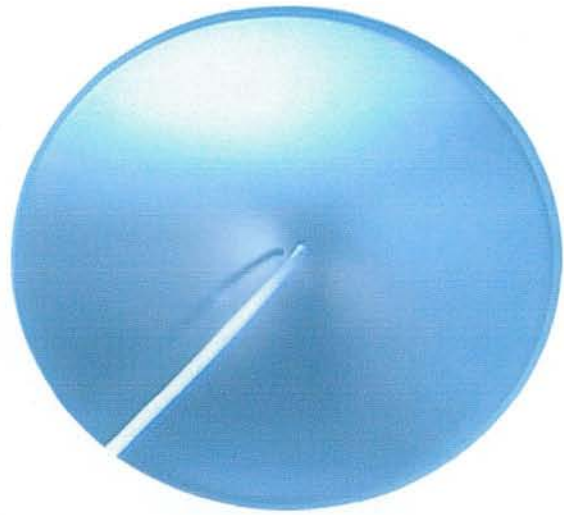


(f) 57.7 s after dropping

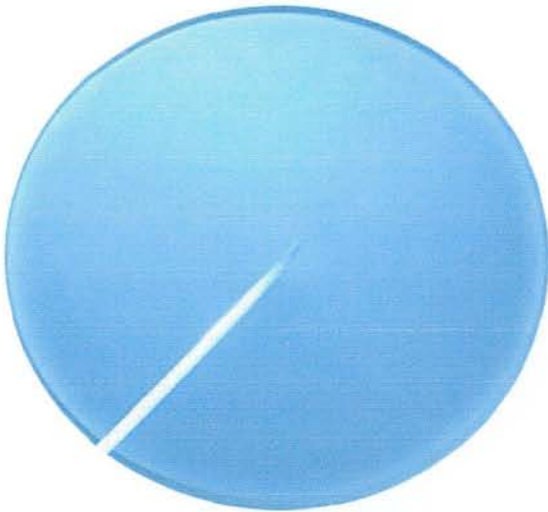
Photo 2.1 Visualized image in drying process ($N = 1000$ rpm)



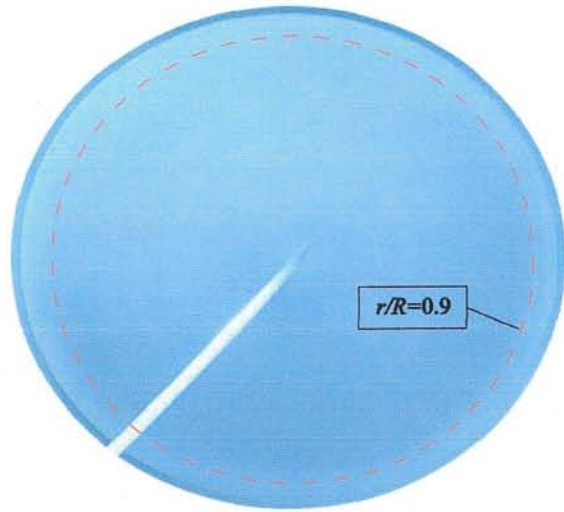
(a) Before Dropping



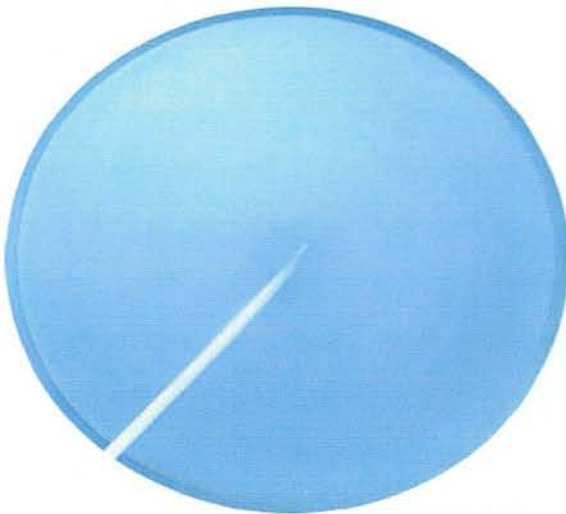
(b) 0.03 s after dropping



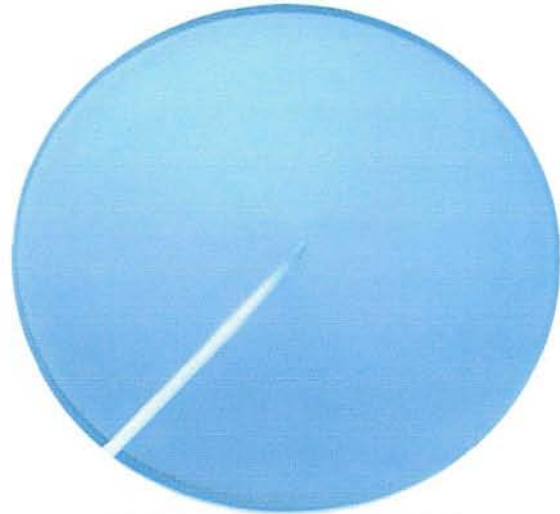
(c) 17.3 s after dropping



(d) 21.6 s after dropping

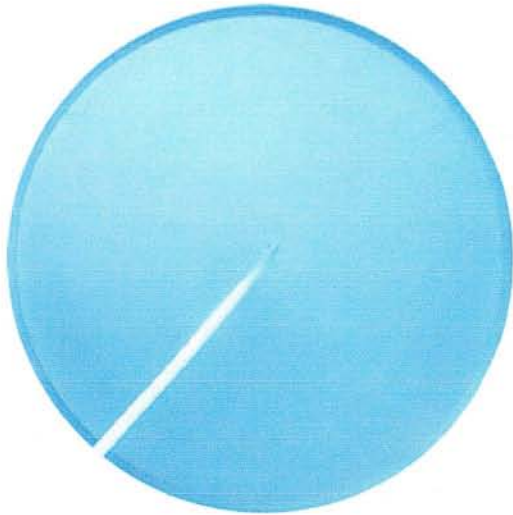


(e) 23.7 s after dropping

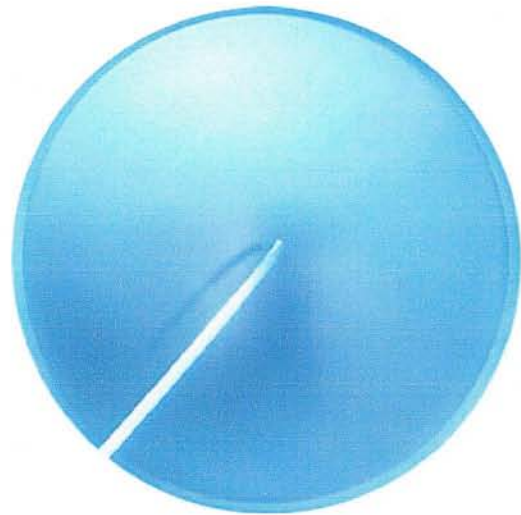


(f) 28.7 s after dropping

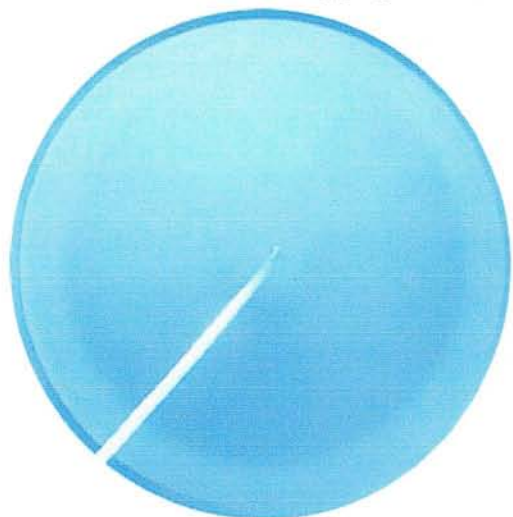
Photo 2.2 Visualized image in drying process ($N = 2000$ rpm)



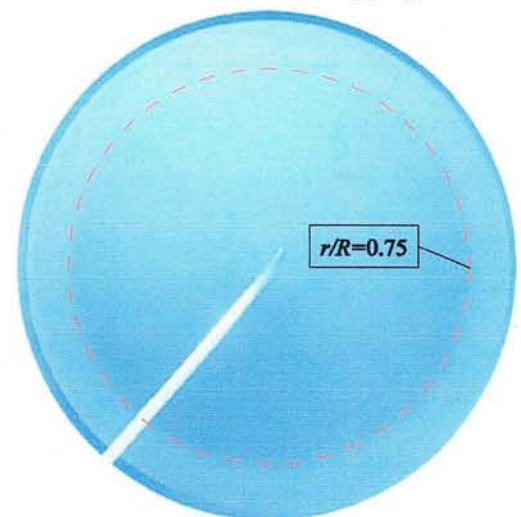
(a) Before Dropping



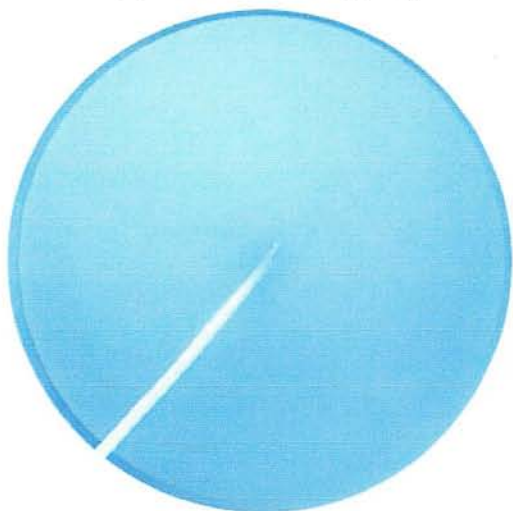
(b) 0.03 s after dropping



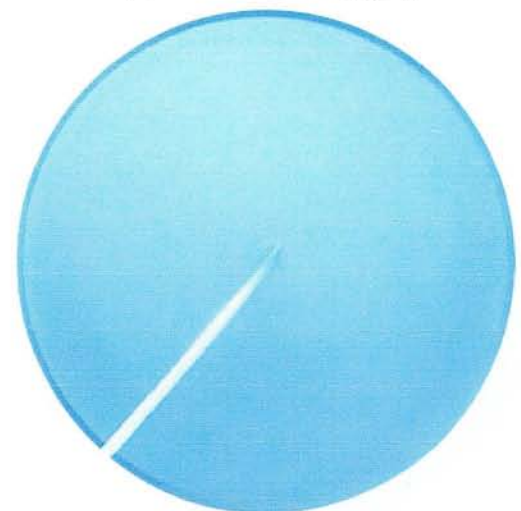
(c) 1.67 s after dropping



(d) 2.53 s after dropping



(e) 2.73 s after dropping



(f) 3.13 s after dropping

Photo 2.3 Visualized image in drying process ($N = 3000$ rpm)

2.5.2.3 速度分布と乾燥との関係

図 2.24 に $Q = 2 \text{ m}^3/\text{min}$, $N = 1000 \text{ rpm}$, Cup A, Cup B での時間的溫度変化率の半径方向分布を示す。図は、横軸に無次元半径 r/R を、縦軸には時間的溫度変化率を示す。なお、図には複数回の計測により得た平均値を示している。また図 2.25 にエッジ部付近の $z = 1.6 \delta$ における、円板上境界層の速度分布と、図 2.24 に示した時間的溫度変化率の分布を重ねて示す。なお、速度分布は、回転円板との相対的な周方向速度と半径方向速度の合成速度である。

$r/R < 0.75$ の領域ではカップ形状による、速度分布の時間的溫度変化率への影響は、図 2.24 よりほとんど確認できないほど小さい。 $0.75 \leq r/R \leq 0.85$ では Cup B に比べ Cup A の時間的溫度変化率がわずかに大きな値をとる。 $r/R > 0.85$ では、両カップによる相違は顕著になり、エッジ部に向かうにつれて大きくなる。 $r/R = 0.98$ で Cup A は $0.095 \text{ }^\circ\text{C/s}$ の最大値をとり、この半径位置での Cup B は、Cup A の値より、5%程度小さい。つまり、 $r/R > 0.85$ において、Cup B に比べ Cup A の方が、液膜の乾燥が相対的に早く進行しているといえる。

また、 $r/R = 1.00$ のごく近傍では両カップ共に時間的溫度変化率が減少、もしくは一定の値を取っている。この原因については現時点で把握できていないが、カップにより時間的溫度変化率の極大値となる位置が異なるなど、傾向の相違があることから、この領域での時間的溫度変化率の分布に対し、カップ形状が影響していると推測される。また、図 2.25 で速度と時間的溫度変化率は同様の傾向を示しており、Cup B に比べ Cup A の方がいずれも大きい値をとっている。

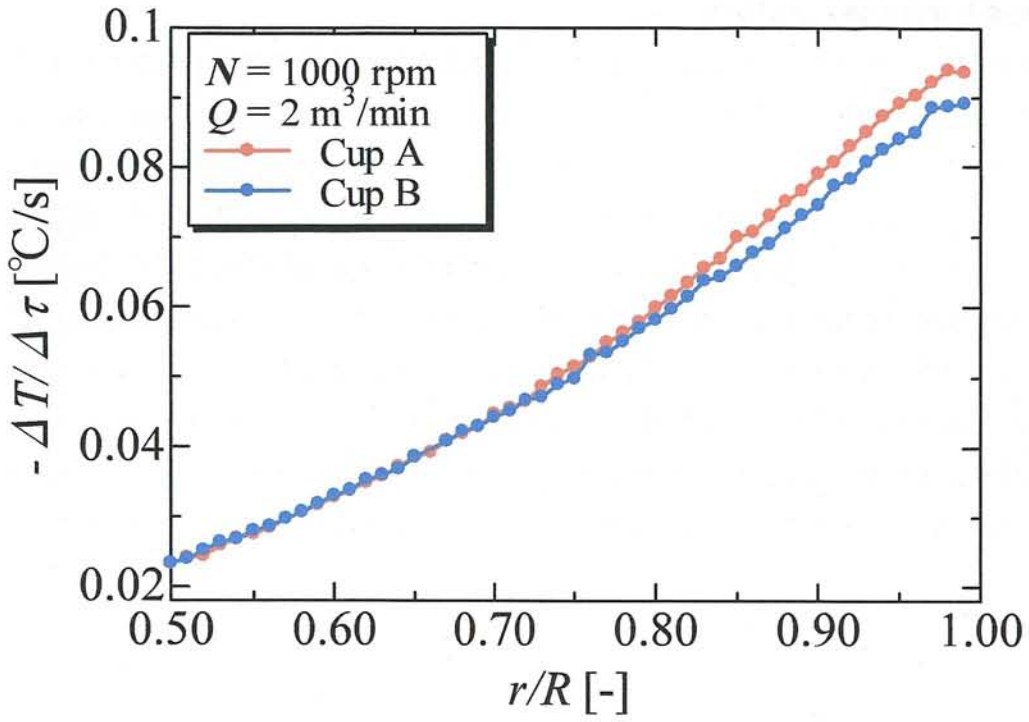


Fig.2.24 Radial distribution of $\Delta T/\Delta\tau$

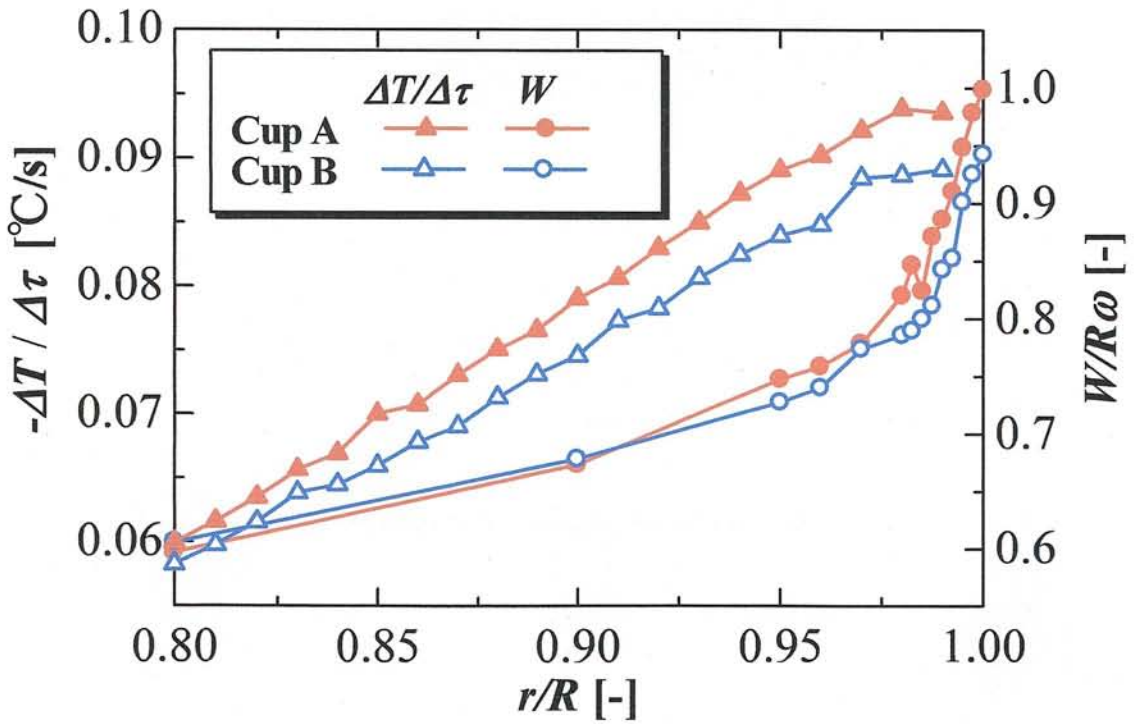


Fig.2.25 Radial distribution of $\Delta T/\Delta\tau$ and W

2.5.2.4 乾燥と薄膜の盛り上がりの関係

低速回転時における回転円板上における境界層の流速測定および、回転円板表面の温度分布計測の結果から、低速回転時におけるエッジ部近傍でのレジスト膜厚の盛り上がりについて考察する。図 2.26 にはエッジ部近傍におけるウェーハ上のレジストが盛り上がりを生じている場合の模式図である。エッジ部近傍では、回転円板に対する相対速度が、層流境界層と仮定した場合の相対速度より大きいため乾燥が早く進行し、先に液膜表面に皮膜が形成され、内部に溶媒を含んだまま蒸発が停止する。そのため、その時点で液膜は固定され、膜厚はそれ以上減少しなくなる⁽⁹⁾。一方、円板中心付近では、液膜表面と内部で乾燥が緩やかに進行するため、内部での溶媒の残留が少なく、エッジ部近傍よりも薄く均一な膜が形成される。Cup B では、Cup A に比べてエッジ部近傍での相対流速が層流境界層の場合における相対速度に近く、エッジ部近傍でも円板中心付近と同程度に乾燥が緩やかに進行し、膜厚の均一化へとつながったものと考えられる。

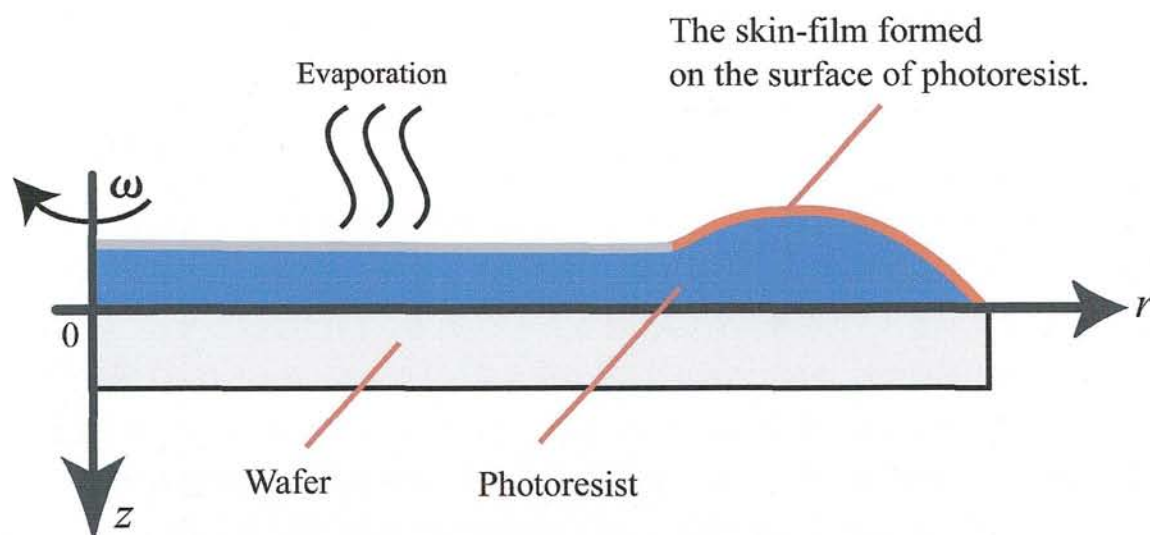


Fig.2.26 Schematic view of the dry process near the disk edge in spin coating

2.6 結 言

本章では、スピコーティングにおいてエッジ部近傍における盛り上がりが生じる原因を追究するため、まず LDV を用いた回転円板上の気流の計測を行い、排気流れとキャッチカップ形状が円板上の境界層流れに及ぼす影響や、円板上の気流とレジスト膜の乾燥との関係について考察を行った。その結果、排気が無い場合、各速度成分とも $r/R < 0.99$ の領域において、キャッチカップ形状に無関係に Karman の理論値にほぼ一致することが確認された。また、各速度成分を円板との相対速度で考慮した場合、 $r/R \geq 0.80$ の範囲で排気流れの影響を受け、各速度成分ともに増加しており、この傾向はエッジ部に近いほど顕著に現れることが確認された。今回の LDV での気流の計測結果より、スピコーティングにおいて、エッジ部近傍での膜厚の増加が改善された Cup B の相対速度分布は、各速度成分に共通して Cup A に比べて小さい値を示し、Karman の理論値に近い値であることが明らかになった。このため、Cup B ではレジストの乾燥が比較的緩やかに乾燥したと考えられ、エッジ部近傍の膜厚が平坦化されたと推測される。

さらに、この推測を検証するために、赤外線サーモグラフィを用いて回転円板表面温度を計測し、回転円板上の溶液が定率で蒸発する期間での時間的溫度変化率を算出し、Cup A, B のエッジ部近傍の乾燥について調査を行った。まず、デジタルビデオカメラで回転円板上の乾燥過程を可視化する実験より、回転円板表面温度の時間変化率が乾燥速度を評価する指標となることがわかった。さらに、Cup A の時間的溫度変化率はエッジ部近傍において Cup B よりも大きく、乾燥がより早く進行していると考えられ、乾燥速度も速度分布と同様にキャッチカップの形状に影響しているものと考えられる。

以上の結果を踏まえ、低速回転時におけるエッジ部近傍でのレジスト膜厚の盛り上がりについて考察した。エッジ部近傍での相対速度は、回転円板上に形成された層流境界層の相対速度より大きいため、レジストの乾燥が早く進行すると考えられる。これが要因となり、レジスト液膜表面に皮膜が形成され、内部に溶媒を含んだまま蒸発が停止すると考えられる。そのため、その時点で液膜は固定され、膜厚の減少が抑えられ、これがエッジ部近傍における盛り上がりの原因となることが考えられる。一方、円板中心付近では、液膜表面と内部で乾燥が緩やかに進行するため、内部での溶媒の残留が少なく、エッジ部近傍よりも薄い均一な膜が形成される。今回使用した Cup B では、Cup A に比べてエッジ部近傍での相対流速が層流境界層と仮定した場合の相対速度に近く、エッジ部近傍でも円板中心付近と同程度に乾燥が緩やかに進行し、その結果、膜厚の均一化へとつながったものと考えられる。

参考文献

- (1) S. Kimura, M. Munekata, H. Kurishima, K. Matsuzaki and H. Ohba, (2005), "Influences of the Exhaust Flow on the Boundary Layer Flow on the Wafer Surface in Spin Coating System", *Journal of Thermal and Fluid Sciences*, Vol.14, No2, pp.130-135.
- (2) 三栄レポート No.106, http://www.necsan-ei.co.jp/general/th/report/ie_report.pdf
- (3) 橘藤雄・秋山守・岡本芳三・森下輝夫, (1965), "伝熱論", コロナ社, pp.228-232.
- (4) 谷口彰敏, (2006), "乾燥大全集", 情報機構, pp.3-14.
- (5) 水科篤郎・桐栄良三, (1979), "化学工学概論", 産業図書, pp.202-218.
- (6) 社団法人化学工学協会, (1978), "改訂四版化学工学便覧", 丸善, pp.693-713.
- (7) M. R. Malik, S. P. Wilkinson and S. A. Orszag, (1981), "Instability and Transition in Rotating Disk Flow", *AIAA Journal*, Vol.19, No.9, pp.1131-1138.
- (8) H. L. Reed and W. S. Saric, (1989), "Stability of three-dimensional boundary layer", *Ann. Rev. Fluid Mech*, 21, pp.235-284.
- (9) 小原拓・大橋秀雄・松本洋一郎, "回転円盤上の薄膜形成", *日本機械学会論文集*, 57 巻 543 号, B(1991-11), pp.167-174.

第3章 定常高速回転時に発生する遷移渦に関する実験

3.1 緒言

本章ではスピンコーティングにおいて定常高速回転時に発生する遷移渦 (Type I) (以下 Type I と示す) の特性について可視化実験と回転円板上の気流の計測を行った結果について述べる。可視化実験では墨汁と台所用洗剤を調合した油膜を用い、Type I による筋を円板上で観察した。また、回転円板上の気流の計測においては、熱線流速計を用いて回転と同期した計測を行い、排気流量の影響について考察を行った。本章では、実験概要を説明するとともに、Type I に関する過去の研究を述べた後、結果および考察を行う。

3.2 実験装置の概要

本実験で使用した装置の概略図を図 3.1 に示す。装置はスピンコーティング装置およびトラバース装置などの計測補助機器により構成され、安全のためその周囲をアクリル板により囲まれている。両開きとなっているその扉は装置駆動中に開閉すると、ウェーハの吸着を除いて自動的にあらゆる動作が緊急停止するようになっている。装置全体の主な動作は⑥コントロールパネルで制御し、回転速度、①ウェーハの上げ下げ、および熱線のトラバースをここで操作する。なお、垂直方向 (z 軸方向) のトラバースには専用のコントローラがあり、これを操作して位置調整を行う。トラバース装置はサーボモータで駆動され、水平方向 (r 軸方向) と垂直方向の 2 次元移動が可能である。 r 軸方向には 100 分の 1 mm の精度で、 z 軸方向には 1000 分の 1 mm の精度でトラバースさせることができる。また回転速度は ± 1 rpm の精度で最大 4000 rpm まで上げることが可能である。ウェーハの③チャックへの設置は、写真 3.3 に示す専用の金具を用いる。円板には直径 12 inch (300 mm) のものを使用し、ウェーハをチャックに固定するために⑩真空ポンプにより吸着した。さらに、ウェーハのセットにおける人為的な誤差を無くすため、直径 12 inch (300 mm) のチャック一体型のアルミ板を導入した。またウェーハを上げ下げするために、圧縮機を用いている。装置天井部は大気開放となっており、⑨吸引ブロワーを用いて装置内に下降気流を強制的に発生させることができる。その流量 Q は⑧オリフィスにより測定した。オリフィス板の絞り孔径は 34 mm で開口比は 0.6 である。また流量係数は 0.74 とした。この排気流量 Q は最大 $3.5 \text{ m}^3/\text{min}$ である。この下降流は②キャッチカップ内へ導かれウェーハ上を通過し、排気孔へと流出する。可視化実験では装置上部に取り付けた⑭デジタルカメラ (Nikon D100) により円板を真上から撮影した。またその際、照明としてハロゲンランプを 2 台使用した。2 台の照明の設置位置は固定し、毎回ほぼ同じ状態で撮影ができるように工夫した。照明の角度はウェーハ表面の様子が明確に撮影可能となるように調節する必要がある。熱線流速計での速度計測では⑪プローブの高さの位置合わせのために④顕微鏡を使用した。またウェーハの回転と同期した計測を行うため、⑬デジタルレーザセンサの出力をトリガの信号とした。

次に本実験で使用したキャッチカップを図 3.2 に示す。これは、前章の低速回転円板上の流れを計測した時に使用したカップと同様のものを使用した。ウェーハはキャッチカップ内で回転し、その回転方向はウェーハ上方から見て時計回りである。排気によって生じる下降流をキャッチカップによりウェーハ表面およびカップ内へとスムーズに流している。前述の送風機により排気流れが生じる。この排気流れのウェーハ外周部における速度は各排気流量により変化し、排気流量 Q が $1 \text{ m}^3/\text{min}$ の場合 3.5 m/s 、 $2 \text{ m}^3/\text{min}$ の場合 7.0 m/s 、 $3 \text{ m}^3/\text{min}$ の場合 10.4 m/s である。

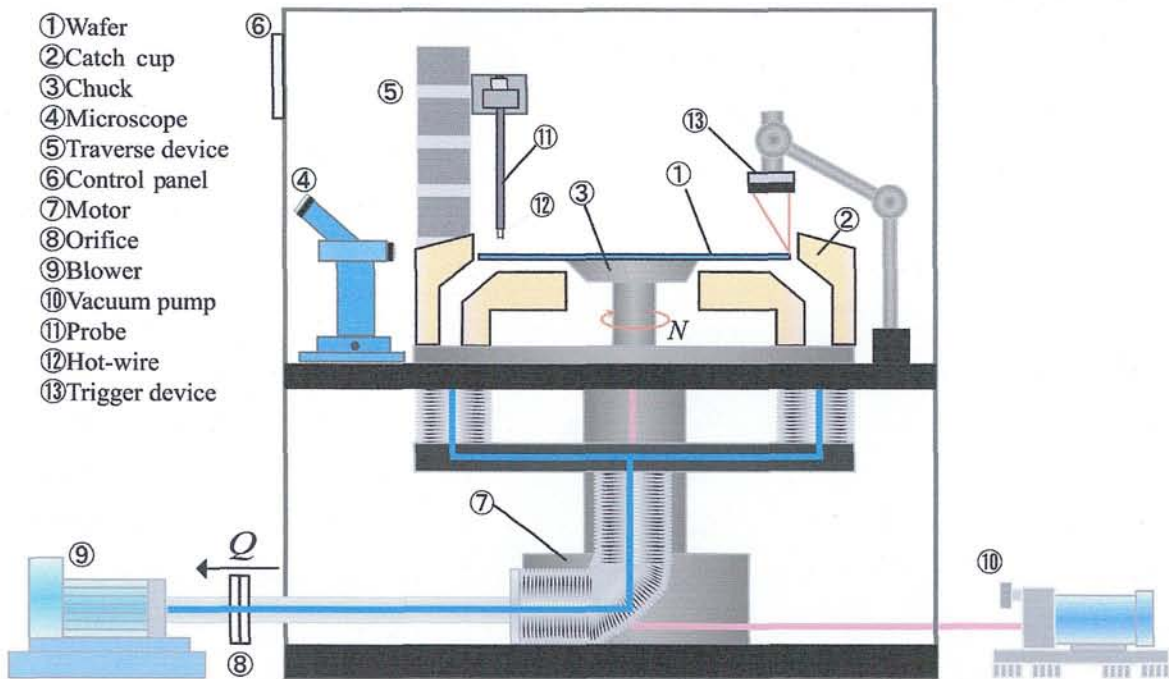


Fig.3.1 Schematic view of the experimental apparatus (Shoryokukagiken)

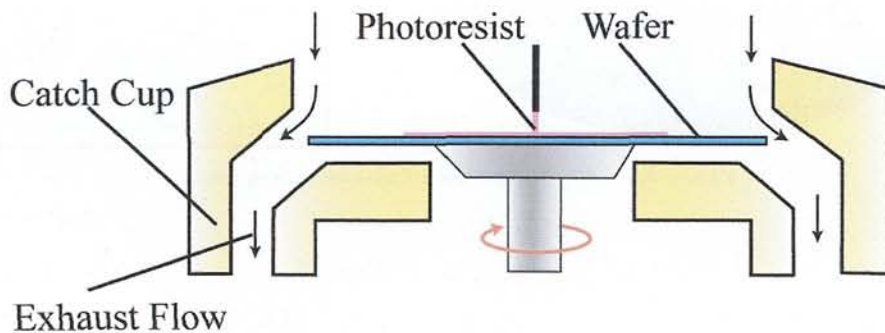


Fig.3.2 Schematic view of catch cup (Cup A) geometry

3.3 定常回転時における円板上の境界層近傍流れの可視化および気流測定

3.3.1 油膜を用いた表面流れの可視化⁽¹⁾

“見えないものを見る”ための手段が可視化手法である。その可視化手法は多種多様にわたっているが、本研究では墨汁と台所用洗剤の混合液を使用した。この油膜は墨汁と台所用洗剤を体積比1:1で十分に混ぜ合わせた混合液である。これは本実験装置において遷移渦を可視化するために適した溶液である。油膜の塗布には径0.4 mmのノズルをもつ供給装置を使用した。よく混ぜ合わせた油膜を装置に入れ、滴下にはコックを用いた。このノズルからは25 ml/minの一定量の油膜が滴下される。

可視化実験では回転数は $N=3000$ rpmを適用し、送風機による排気流量 Q を0~3 m³/minまで変化させた。可視化実験で得られた、画像の一例を写真3.1に示す。写真から見られるようにType Iの遷移渦を目視により確認することができる。

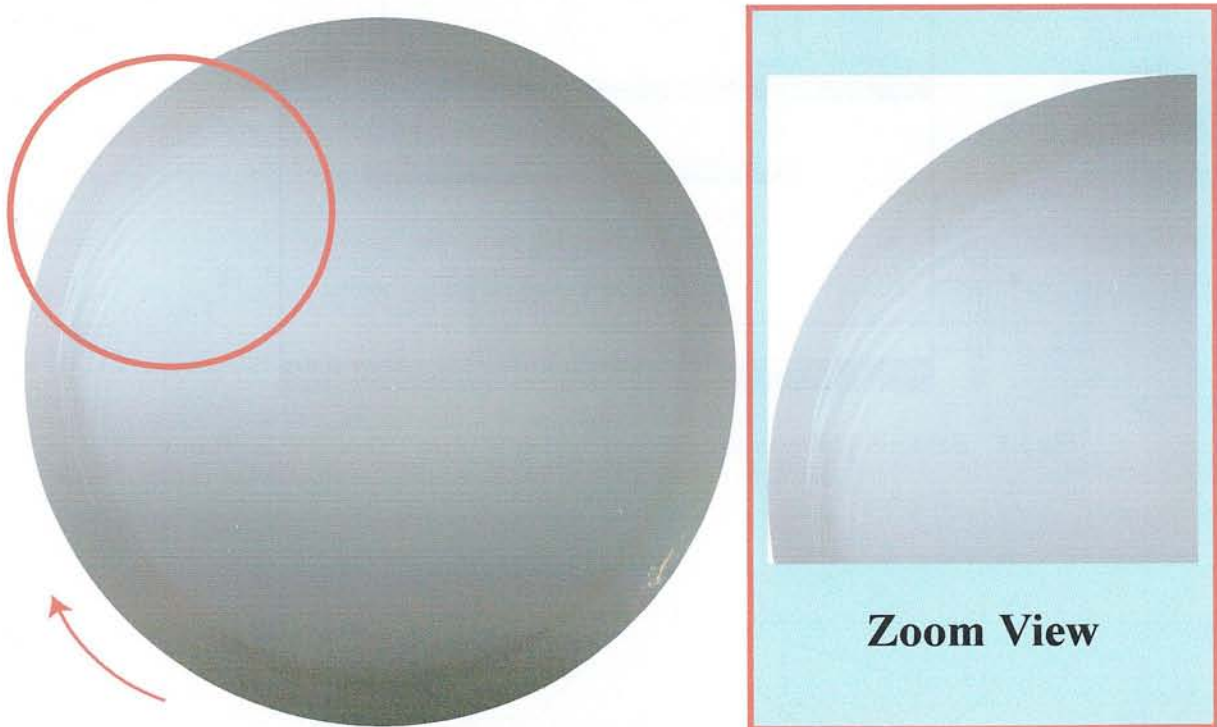


Photo 3.1 Photo sample of visualization test

3.3.2 熱線流速計の検定および測定方法

本研究では遷移渦が発生する遷移領域を対象にするため、流速の計測には高い周波数応答性が求められるため、回転円板上の気流の測定については I 型の熱線流速計を使用した。図 3.3 に本実験の熱線を用いた検定システム概略図を示す。I 型熱線による出力電圧はプローブに取り付けたケーブルを通り、熱線流速計を経由し、AD 変換ボードを介して PC にデータを保存した。また熱線の検定のため、風洞に据え付けたピトー管で取り込まれた圧力は、圧力変換器、アンプ、AD 変換ボードを介して PC に取り込まれる。なお、各出力電圧は AD 変換ボードで 10 kHz でサンプリングされ、50000 個のデータより平均値を算出した。

図 3.4 に測定時における測定システム概略図を示す。検定時に AD 変換ボードへと接続していたピトー管からのケーブルとトリガ信号のケーブルを付け替える。本実験ではデジタルレーザセンサを利用して円板回転に同期した測定を行った。レーザ光をエッジ部に調整すると、ウェーハ外周部またはアルミ板外周部に刻まれたノッチが 1 回転ごとにレーザ光をさえぎることを利用した。これによりセンサから出力される波形を用いて回転と同期をとった。トリガレベルはトリガの状態により随時設定を行った。計測中は常にその波形の状態をオシロスコープにより確認しトリガとして適していない波形の出力の場合はその度に調節を行った。本実験では I 型熱線を使用した。熱線ごとに受感部の形状が異なるため、計測部の最も高い点を高さ設定の際の対象として調節を行った。その熱線の装置への取り付けに関して、ウェーハ表面を z 軸方向の原点とした。熱線およびウェーハの取り付け方は、毎度変化するので計測の度にこの原点設定が必要である。

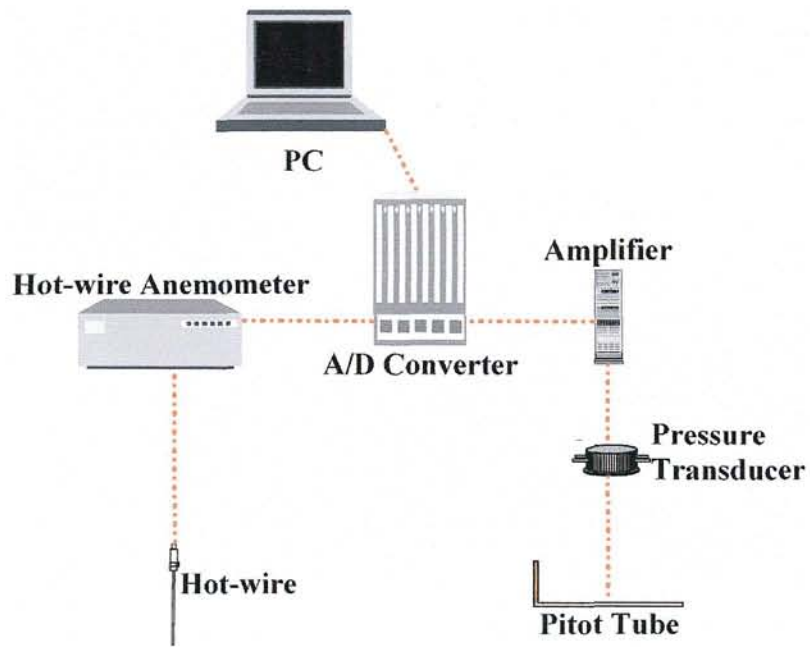


Fig.3.3 Schematic view of the system for hot-wire calibration

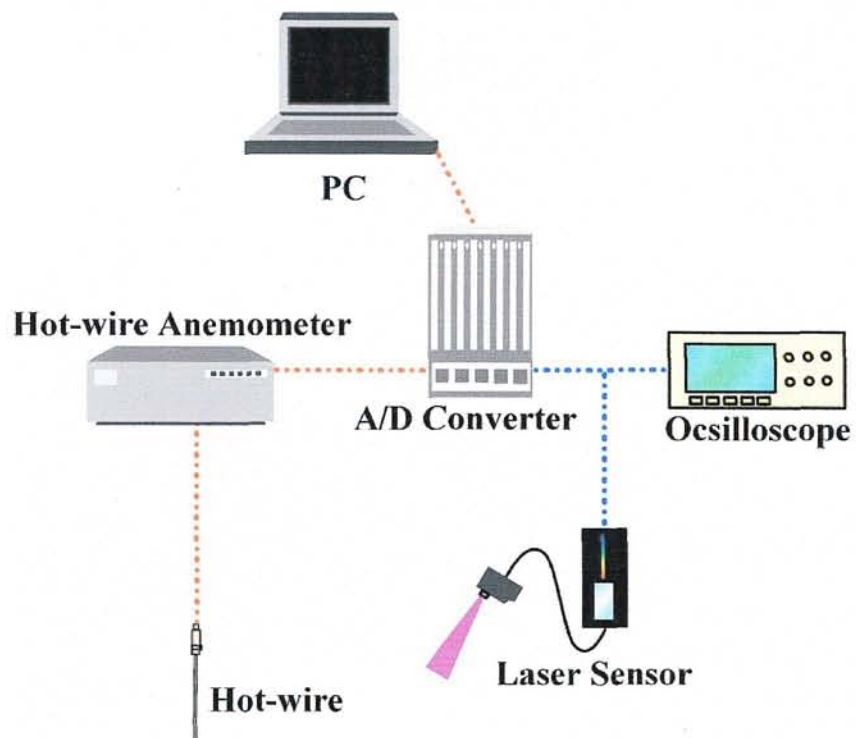


Fig.3.4 Schematic view of the system for hot-wire measurement

3.3.3 気流の計測条件およびデータ処理法

表 3.1 に計測条件を示す。本実験で使用した AD 変換ボードの時間分解能が 10×10^{-5} s, つまり最大サンプリング周波数が 100 kHz である。次式から各回転数における周方向の分割数 N_d が決まる。

$$N_d = \frac{60}{N} \times 100000 \quad (3.1)$$

今回使用したトリガは手動で設定しているため個人誤差が生じやすい。その影響を減らすため計測装置のメモリの限界まで測定を行っている。また 1 回の計測では図 3.5 に示すように、この点数をさらに 250 回繰り返し計測する。トリガの閾値は例として 4 V の場合を示している。この閾値は経験的に設定したものである。データを処理する際、 360° 分のデータのみ使用し、その 250 回分のデータより平均値、乱れ度を算出した。熱線による気流の計測高さは、初期高さ設定において、ウェーハ表面から式(3.1)で示される境界層厚さ δ を利用し、測定後に式(1.13)を用いることで測定高さを算出した。

Table 3.1 Conditions for the hot-wire measurement at high rotating

N (rpm)	3000
Q (m³/min)	0,2
δ (mm)	0.219
z (mm)	0.33 / 0.44 / 0.79 (1.5 δ / 2 δ / 3.6 δ)
r / R	0.025 ~ 1.0
Sampling Frequency (kHz)	100
Number of N_d	2000
Sampling Rate ($\times 250$ rotations)	4096
$\Delta\theta$ (deg.)	0.18
Cup	Cup A

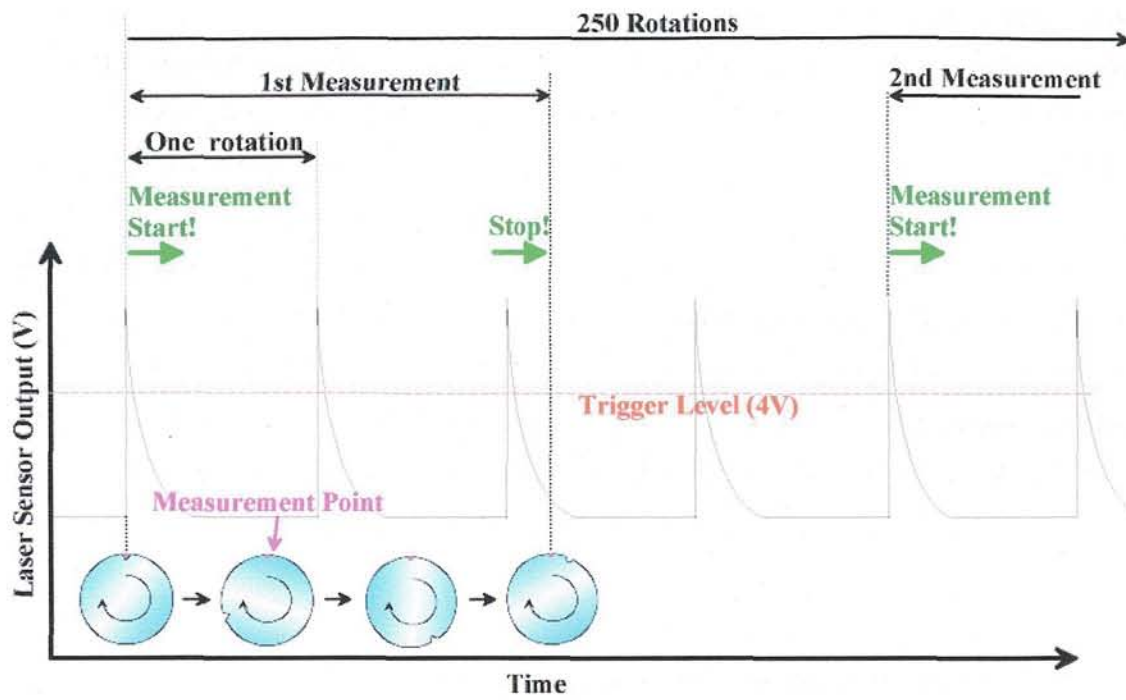


Fig.3.5 Measurement timing with trigger

3.4 実験結果および考察

3.4.1 過去の研究における Re_c および Re_t

前述の実験方法を用いた定常高速回転時に発生する Type I に関する実験結果を示す。3.4.2 では油膜法による可視化結果、3.4.3 では熱線流速計による計測結果について考察する。

図 3.6 は第一章に過去の実験として取り上げた Bornside ら⁽³⁾ が示した回転円板上の流れの概略図である。この図中に示すように、 r_{c1} は層流が不安定になる第 1 臨界半径（不安定点）でありこの位置から遷移渦の Type I が発生する。また r_{c2} を乱流へと遷移する第 2 臨界半径（遷移点）とし、この位置から乱流へと遷移する。以後、この臨界半径は円板の直径 R で無次元化したものを示している。ここでそれぞれの領域におけるレイノルズ数を Re_c (Critical Reynolds Number of Type I), Re_t (Transition Reynolds Number of Type I) とする。進行波である遷移渦の Type II の不安定波が発生する臨界レイノルズ数を $Re_c^{\prime\prime}$ (Critical Reynolds Number of Type II) とする。図 3.7 にはその Re_c , Re_t さらに各回転数における円板上での Re を円板の無次元半径の関数として示した。 $Re_c^{\prime\prime}$ に関しては参考値として示し、本研究では対象にしない。これら臨界レイノルズ数の値は Malik ら⁽⁴⁾ が安定性理論および熱線流速計を用いて得た値で、それぞれ $Re_c = 8.2 \times 10^4$, $Re_t = 3.1 \times 10^5$, $Re_c^{\prime\prime} = 3700$ である。Malik 以外の報告に関しては表 3.2 に挙げる。本研究ではそれらの代表として Malik らの値との比較を行った。

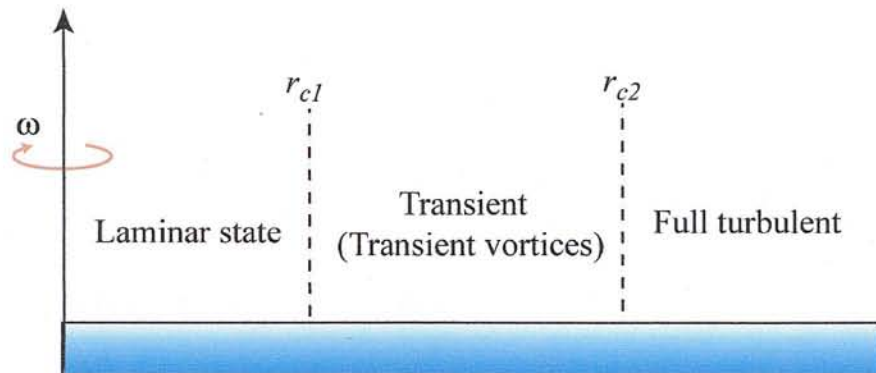


Fig.3.6 Schematic diagram showing three flow regimes on a rotating disk (Ref.3)

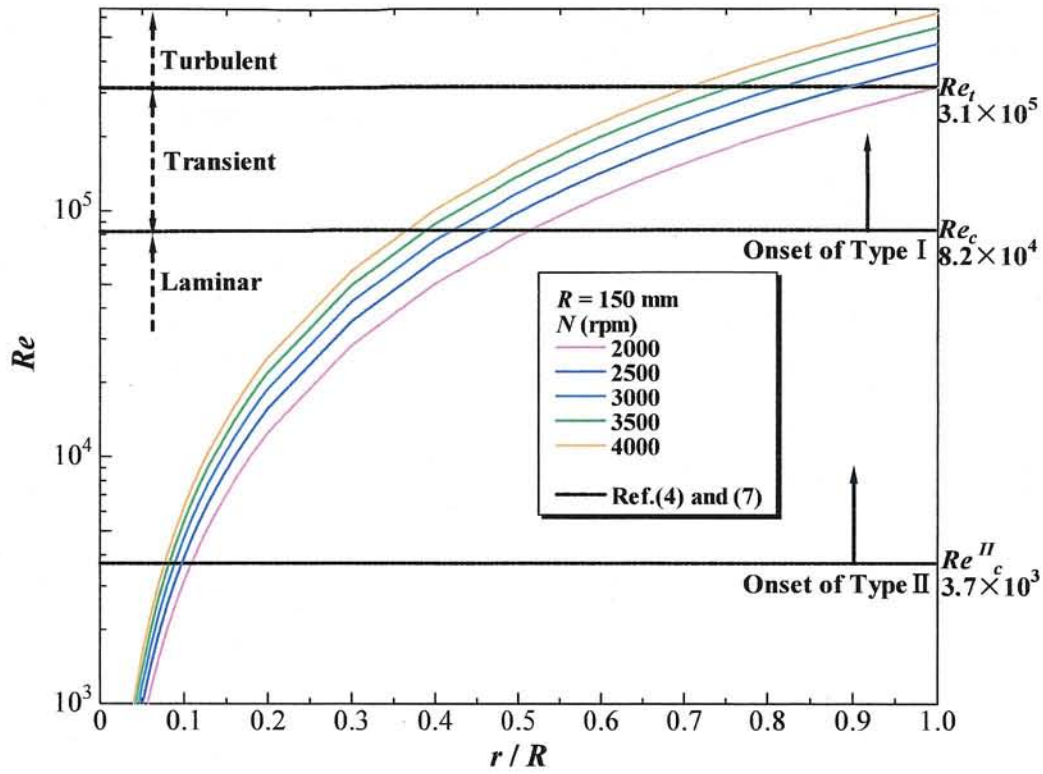


Fig.3.7 Relation between r/R and Re on a rotating disk

Table 3.2 Experimental Re_c and Re_t

Investigators	Re_c	Re_t	Methods of measurements
Gregory et al. ⁽⁵⁾	1.9×10^5	2.8×10^5	Visualization (China-clay technique)
Kobayashi et al. ⁽⁶⁾	8.8×10^4	3.2×10^5	Hotwire
Malik et al. ⁽⁴⁾ Wilkinson and Malik ⁽⁷⁾	8.2×10^4	3.1×10^5	Theoretical analysis and Hotwire
Öztekin et al. ⁽⁸⁾	$8.0 \sim 8.5 \times 10^4$	-	Hotwire

3.4.2 回転円板上の境界層近傍流れの可視化

この節では、油膜法を用いた可視化実験の結果を示し、その考察を述べる。実験の際、円板は時計回りに回転しており、写真は実験終了後に静止した円板を真上から撮影したものである。

3.4.2.1 回転数による影響

図 3.8 に示すように油膜法を用いた可視化実験における臨界半径をそれぞれ r_{A1} (不安定点), r_{A2} (遷移点) と定義する。油膜法では円板上でのせん断応力で気流による可視化パターンが形成されるため、負の流れ角をもった可視化パターンが発生する。写真 3.2 に排気流量 Q を $0 \text{ m}^3/\text{min}$ に固定し、回転数のみを変化させたときの結果を示す。これらの写真より 2500 rpm からはっきりと円板外周部に螺旋状の筋が観察できた。回転数を増加すると r_{A1} が円盤の内側へ移動する。これは Type I が回転円板上の遷移領域に発生する三次元構造をもった渦で、局所レイノルズ数に依存して発生するためである。発生した筋の本数は全条件において 29 ~ 33 本の範囲で確認することができた。乱流領域においては、非常に薄い膜が何重にも重なっているようなパターンが観察される。

また得られた臨界半径を表 3.3 および図 3.9 に示す。図 3.9 は図 3.7 に得られた値をプロットしたものである。臨界半径 r_{A1} と r_{A2} は Malik ら⁽⁴⁾の示した値とは多少異なる結果が得られた。それは油膜法によって得られた可視化パターンは局所的に観察が困難な部分もあり、そのためここで得られた臨界半径は不確かさが大きいためであると思われる。しかし各回転数における r_{A1} と r_{A2} に挟まれた領域は図中の遷移領域に全て含まれるため、発生した螺旋状の筋は Type I によるものであると考えられる。なお、2000 rpm における r_{A2} は 300 mm の円板上には存在しないため観察することはできなかった。

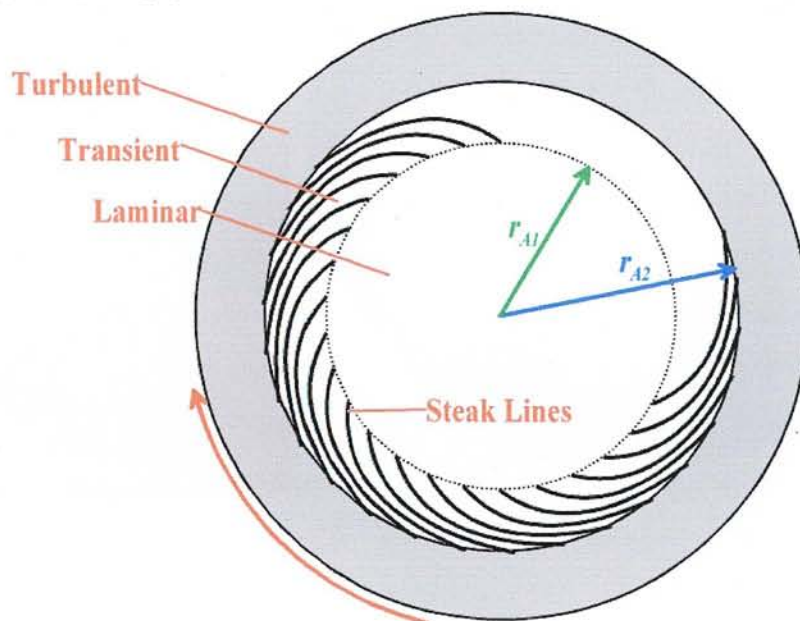
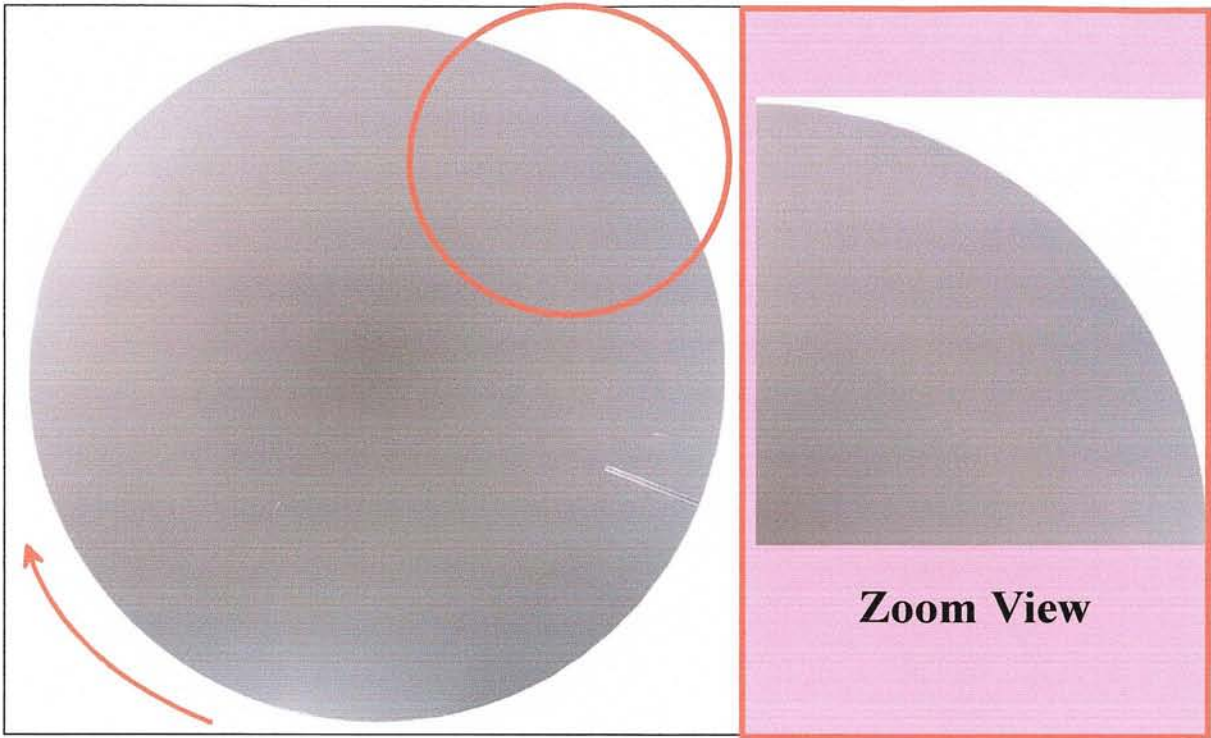
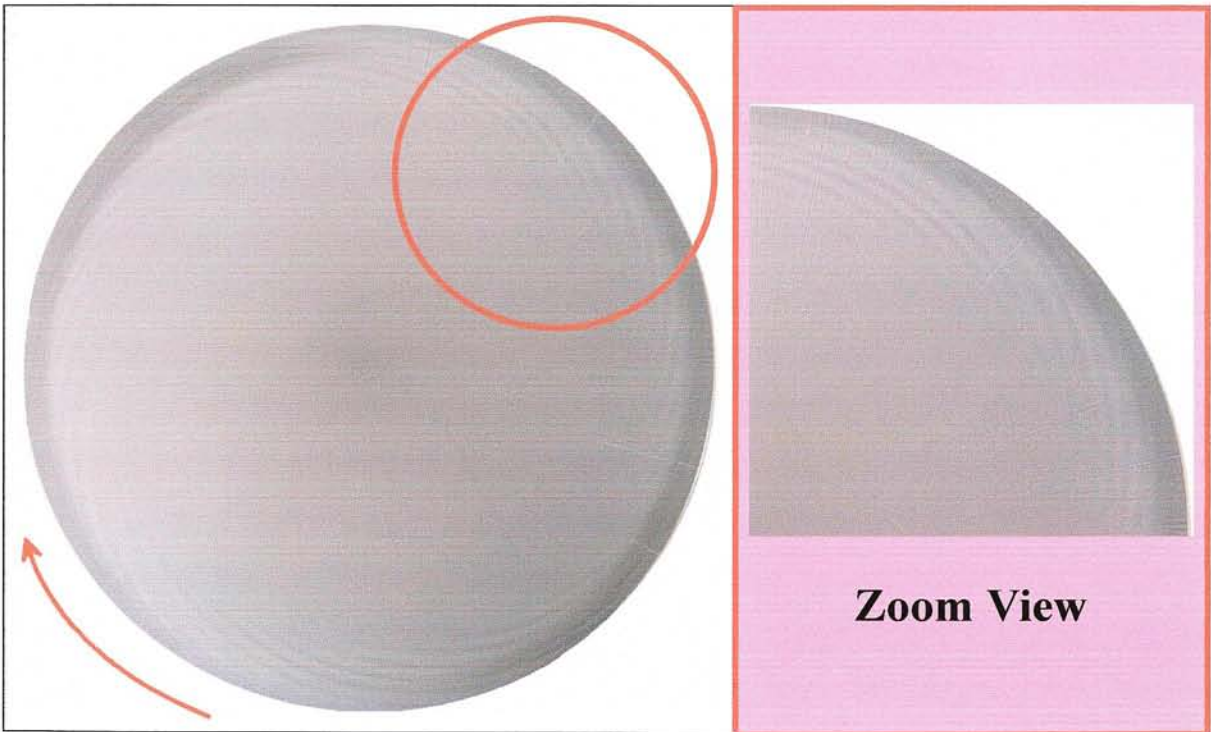


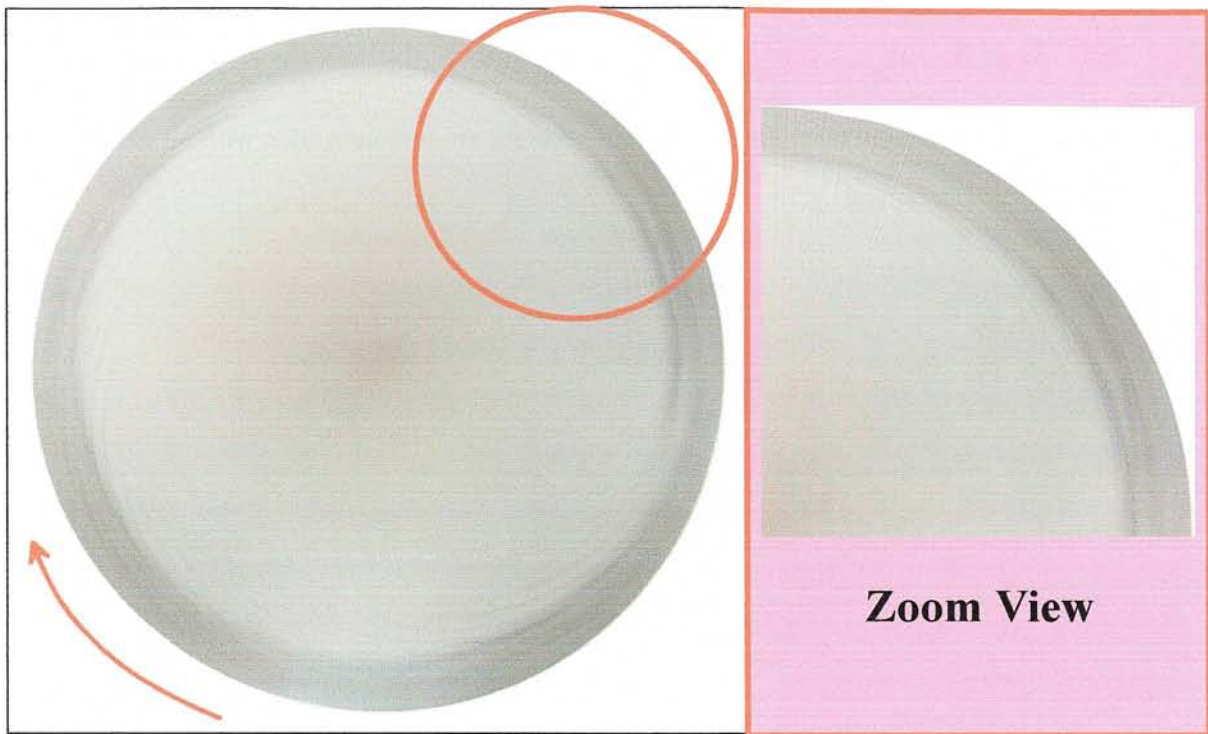
Fig.3.8 Definition of critical and transition positions with oil film



(a) $N = 1000$ rpm



(b) $N = 2500$ rpm



(c) $N = 3000$ rpm



(d) $N = 4000$ rpm

Photo.3.2 Snapshots of the disk surface ($Q = 0 \text{ m}^3/\text{min}$)

(a) $N = 1000$ rpm, (b) $N = 2500$ rpm, (c) $N = 3000$ rpm, (d) $N = 4000$ rpm

Table 3.3 Critical and transitional positions obtained from visualization with oil film

N (rpm)	2000	2500	3000	3500	4000
Q (m ³ /min)	0				
r_{A1} / R	0.88	0.796	0.733	0.67	0.635
r_{A2} / R	×	0.95	0.858	0.799	0.747

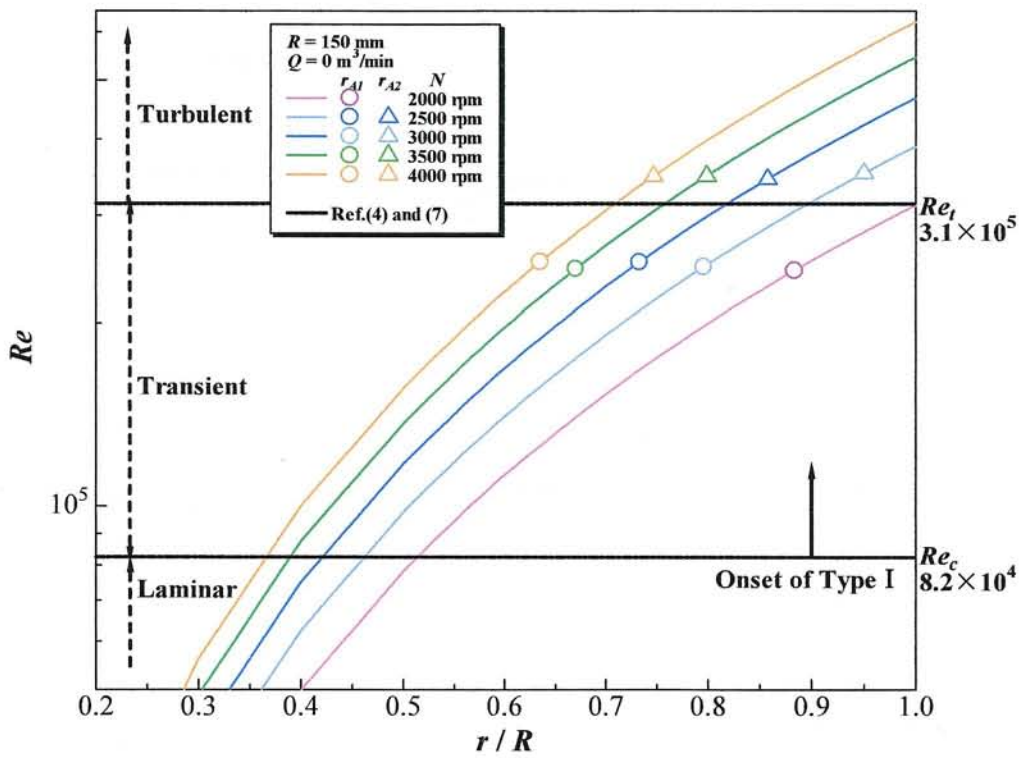
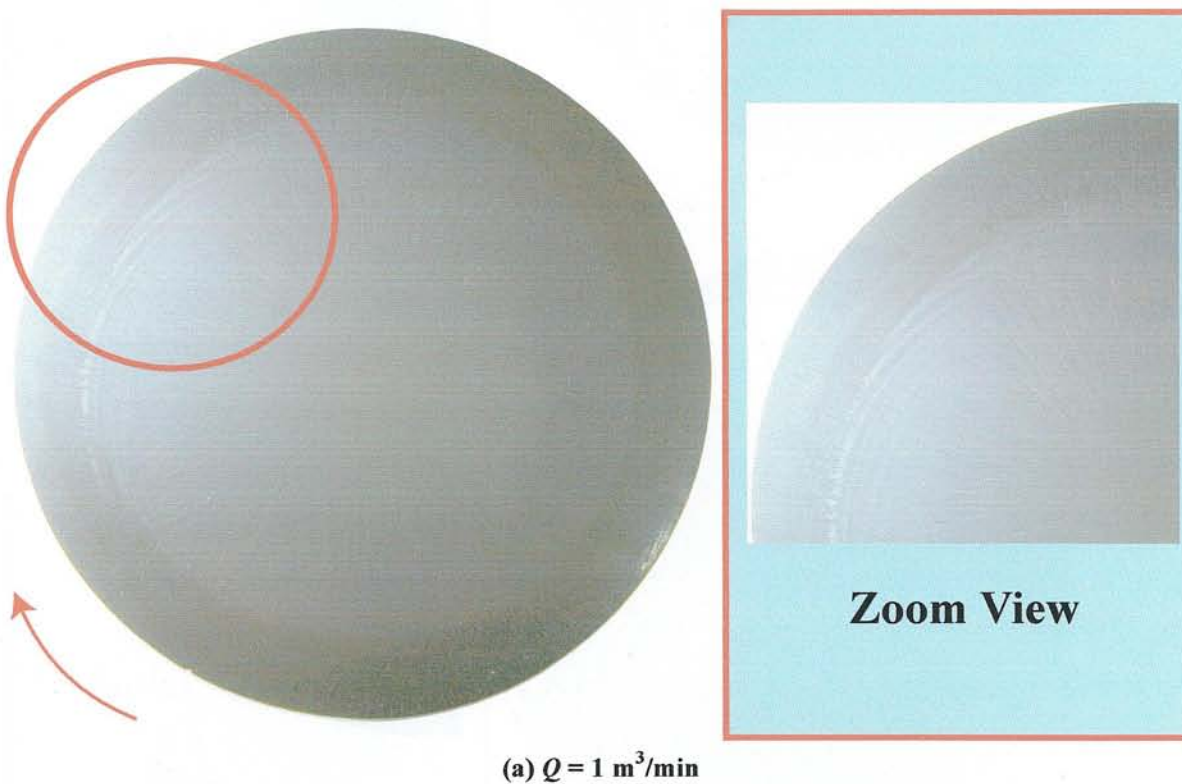
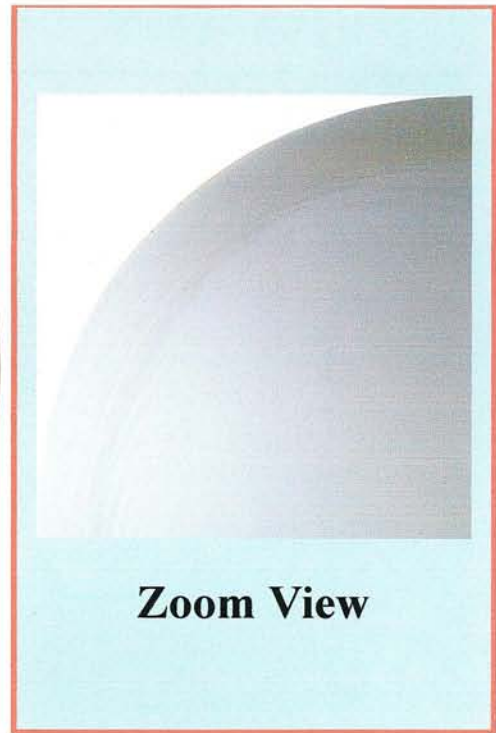
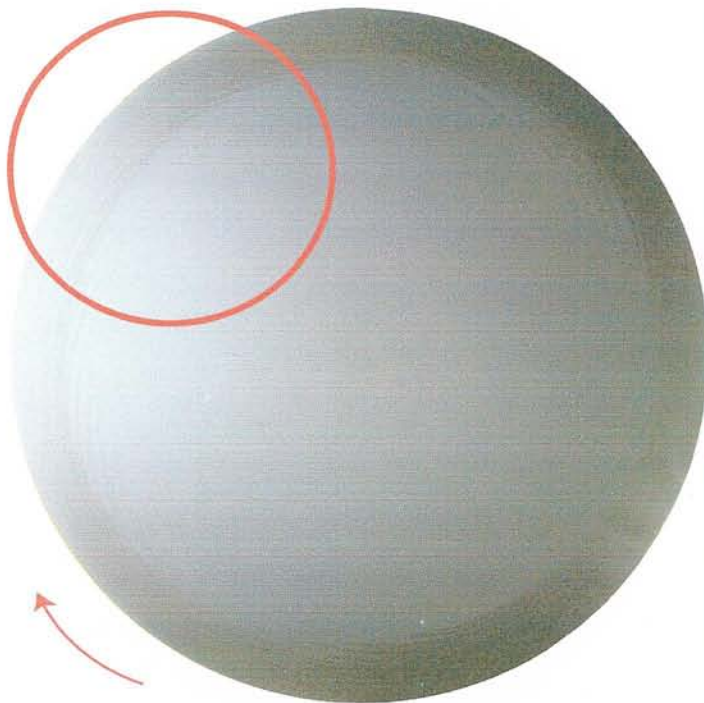


Fig.3.9 Re on a rotating disk obtained from visualization with oil film

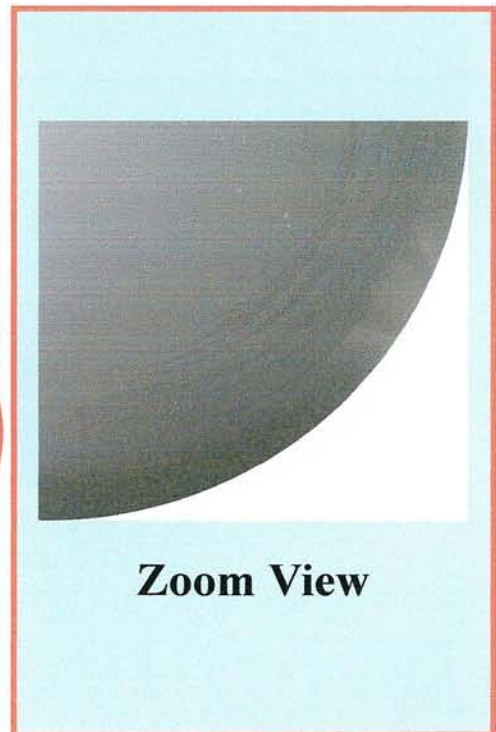
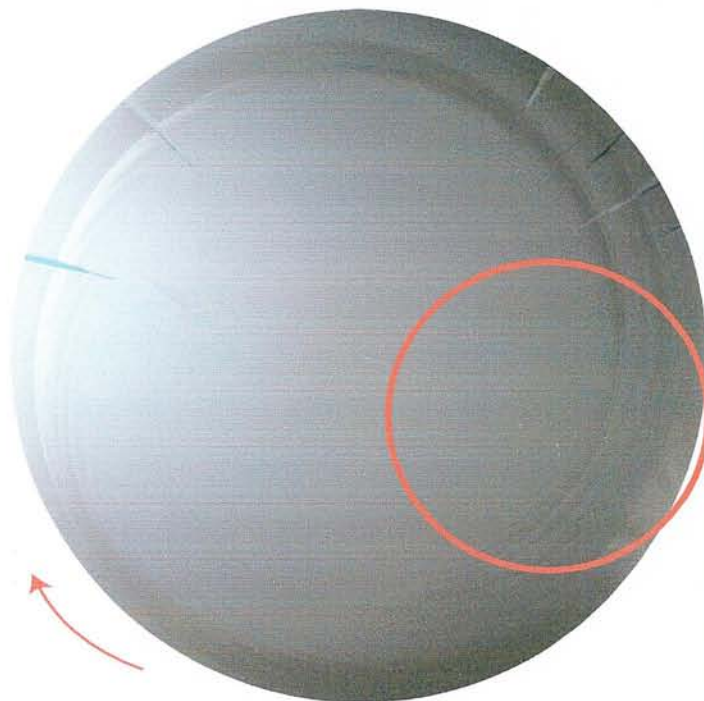
3.4.2.2 排気流量による影響

次に排気流量の影響について考察する。写真 3.3 に $N = 3000$ rpm において排気流量を変化させた実験で得られた油膜パターンを示す。排気流量による実験は排気流量 $3 \text{ m}^3/\text{min}$ を最大値に設定し、 $1 \text{ m}^3/\text{min}$ 刻みで実験を行った。この写真より排気流量を最大 $3 \text{ m}^3/\text{min}$ まで増やした場合でも、顕著な影響を観察することはできなかった。また、図 3.10 に観察された r_{A1} と r_{A2} の分布を示す。この図より $Q = 2 \text{ m}^3/\text{min}$ の時に排気流量と比較し臨界半径が小さいが、得られた可視化画像が不鮮明な部分もあるため、誤差範囲内にあると考えられる。以上のことを踏まえると、排気流量の違いによる顕著な変化は確認できなかった。つまり、この結果から排気流量は本実験装置の円板上に発生する Type I に大きな変化を与えていないことが考えられる。





(b) $Q = 2 \text{ m}^3/\text{min}$



(c) $Q = 3 \text{ m}^3/\text{min}$

Photo.3.3 Snapshots of the disk surface at $N = 3000 \text{ rpm}$

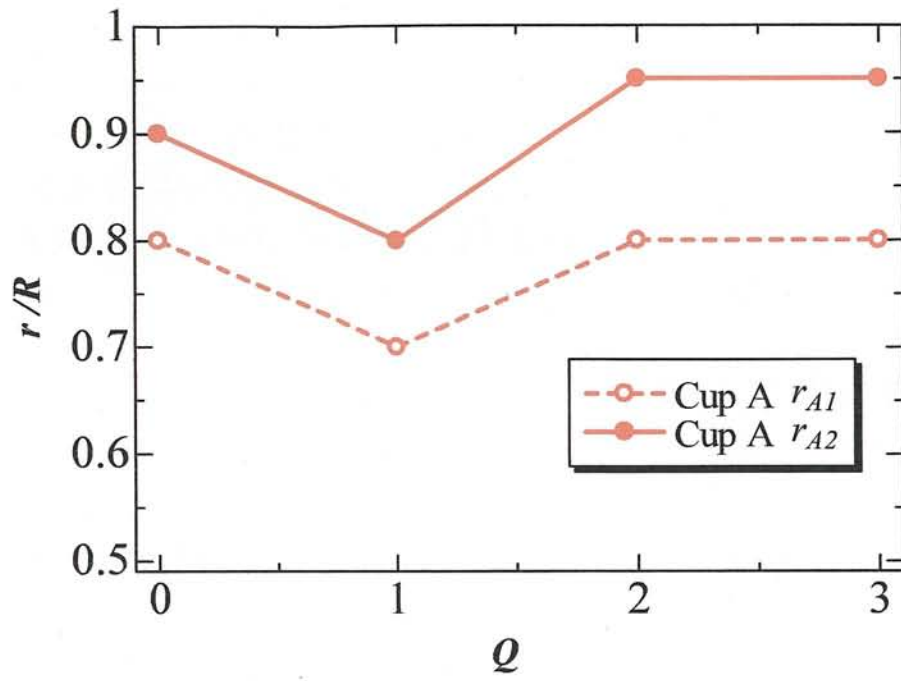


Fig.3.10 Effect of exhaust flow Q on critical radius

3.4.3 高速回転円板上の境界層流れ

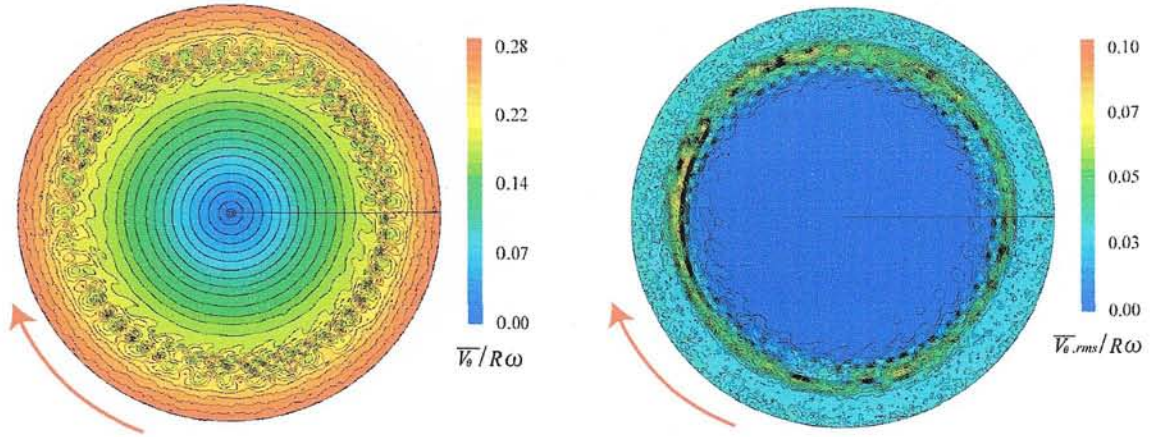
ここからは 3000 rpm の高速回転円板上の境界層流れについて考察する。I 型熱線のワイヤを回転円板の半径方向に、または回転円板の半径方向に垂直に向けて、流速の周方向成分または半径方向成分の時系列データを取得の後、平均周方向速度成分 \bar{v}_θ およびその乱れ度 $\bar{v}_{\theta,rms}$ 、平均半径方向速度成分 \bar{v}_r およびその乱れ度 $\bar{v}_{r,rms}$ を算出し、それらの分布について考察した。また得られたデータよりパワースペクトルを求めた。さらに時系列データより得られた臨界半径をそれぞれ r_{H1} , r_{H2} とした。

3.4.3.1 排気流量による影響

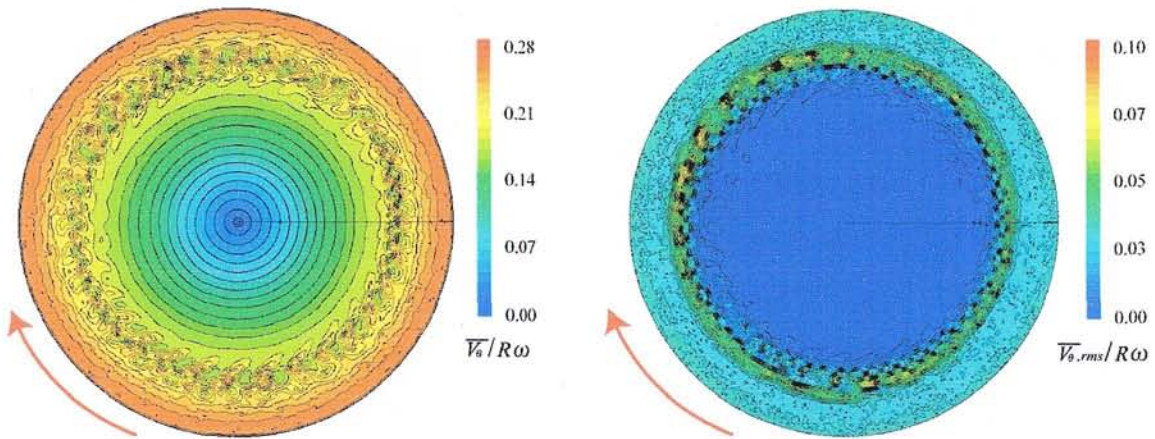
図 3.11 に円板からの高さ z が 0.33 mm (= 1.5 δ)、 $N = 3000$ rpm を固定条件として、周方向速度 \bar{v}_θ および $\bar{v}_{\theta,rms}$ の等値線図を示す。それぞれの値は円板外周速度 $R\omega$ によって無次元化されている。 $Q = 0$ m³/min, 2 m³/min の両周方向速度の等値線図より、周期的な速度差が $r/R=0.775$ 付近で確認された。また平均周方向速度は $Q = 2$ m³/min の時に $r/R=0.95$ より若干減少しているが、周期的な速度差が存在する $r/R=0.775$ ではほとんど違いは見られなかった。また、 $Q = 0$ m³/min, 2 m³/min の両乱れ度 $\bar{v}_{\theta,rms}$ の等値線図より、乱れ度のピークは $r/R=0.8$ に存在している。この半径位置は周期的な速度差の存在する $r/R=0.775$ とほぼ対応しており、これは速度差が高い乱れ度の原因であると考えられる。また、 $Q = 2$ m³/min の時に $r/R=0.95$ 付近から乱れ度が若干高い値を示しているが、これは排気による影響であると考えられる。

図 3.12 に円板からの高さ z が 0.33 mm (= 1.5 δ)、 $N = 3000$ rpm を固定条件として、半径方向速度 \bar{v}_r および乱れ度 $\bar{v}_{r,rms}$ の等値線図を示す。それぞれの値は円板外周速度 $R\omega$ によって無次元化されている。 $Q = 0$ m³/min, 2 m³/min の両半径方向速度の等値線図より、周方向速度で確認された $r/R = 0.775$ において周期的な速度差が確認できた。また、平均半径方向速度は $Q = 2$ m³/min の時に $r/R = 0.95$ で若干上昇をしているが、周方向速度で確認された $r/R = 0.775$ 付近では変化が見られなかった。 $Q = 0$ m³/min, 2 m³/min の両乱れ度 $\bar{v}_{r,rms}$ の等値線図では、周期的な速度差が確認される $r/R = 0.775$ 付近で最も大きなピークを示している。

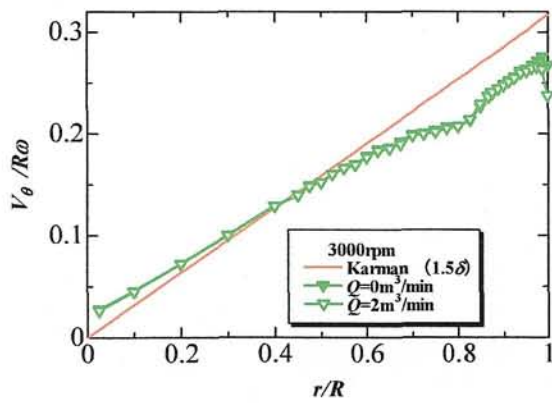
図 3.13, 図 3.14 に周方向速度、および半径方向速度の排気流量の有無による時系列データ、およびパワースペクトルを示す。時系列データの抽出半径位置は、下から順に、層流領域、速度変動が確認始めた半径位置 (r_{H1})、遷移領域、遷移領域と乱流領域の境界付近 (r_{H2}) を示す。時系列データより排気流量による r_{H1} , r_{H2} の顕著な変化は認められなかった。また、パワースペクトルは周方向速度および半径方向速度の遷移領域で 1500Hz 付近でピークが観測されている。また、周方向速度で確認されたピークとほぼ等しいことから、半径方向速度でも Type I が測定されているものと考えられる。



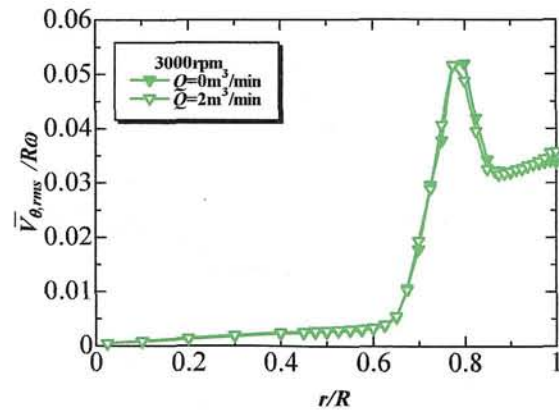
(a) $Q = 0 \text{ m}^3/\text{min}$



(b) $Q = 2 \text{ m}^3/\text{min}$



(c)

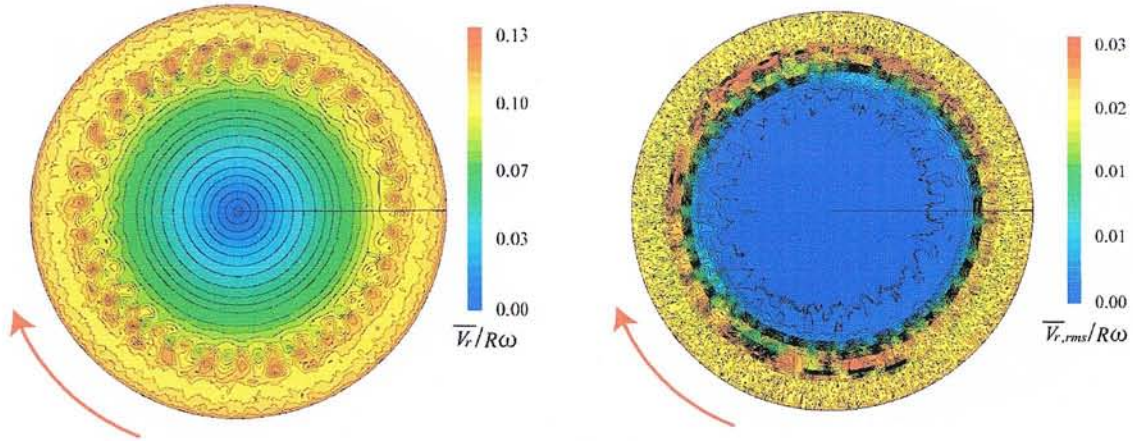


(d)

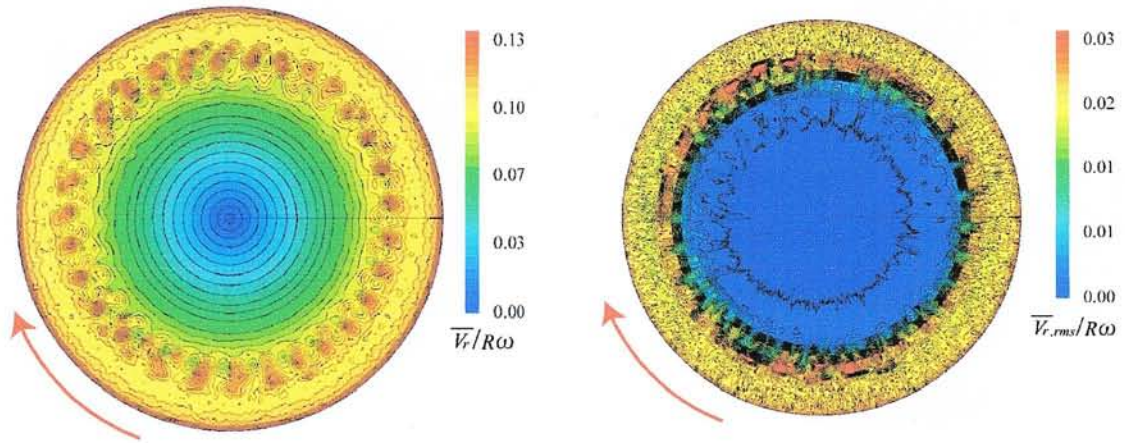
Fig.3.11 Contour maps of \bar{V}_θ and $\bar{V}_{\theta,rms}$ on the disk surface ($N = 3000 \text{ rpm}$, $z = 0.33 \text{ mm}$)

(a) $Q = 0 \text{ m}^3/\text{min}$, (b) $Q = 2 \text{ m}^3/\text{min}$, (c) Profile of \bar{V}_θ (Relation between r/R and $\bar{V}_\theta / R\omega$)

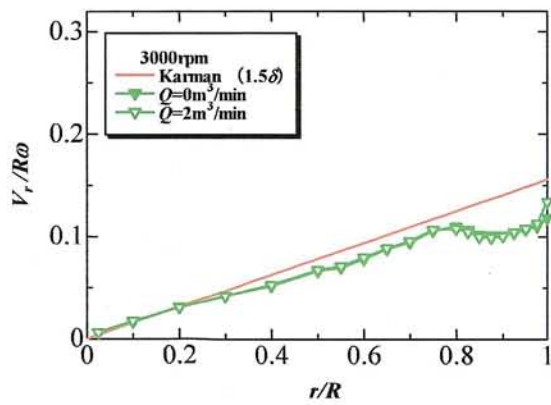
(d) Profile of $\bar{V}_{\theta,rms}$ (Relation between r/R and $\bar{V}_{\theta,rms} / R\omega$)



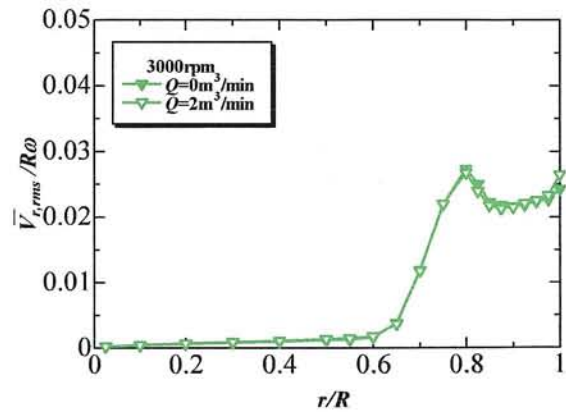
(a) $Q = 0 \text{ m}^3/\text{min}$



(b) $Q = 2 \text{ m}^3/\text{min}$



(c)

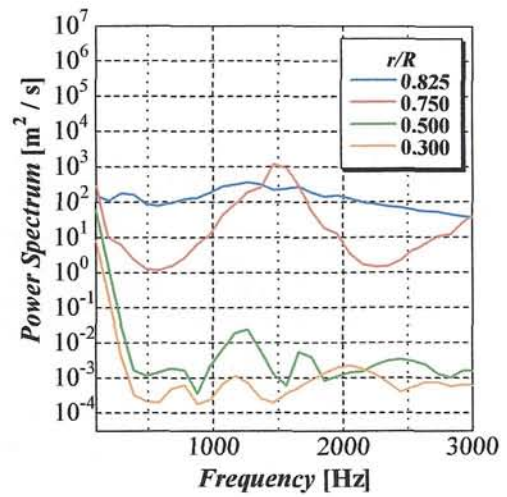
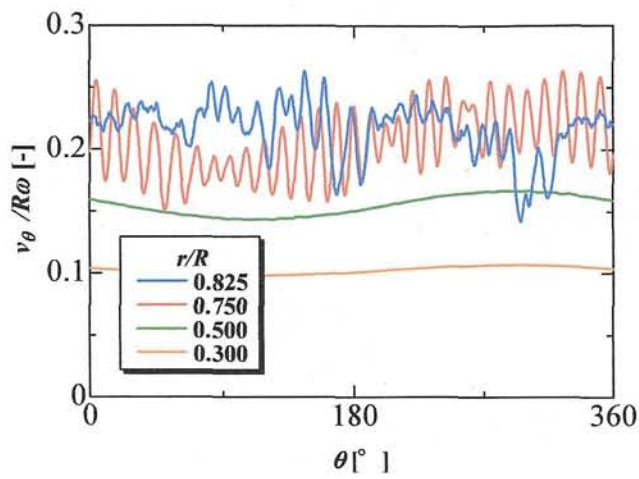


(d)

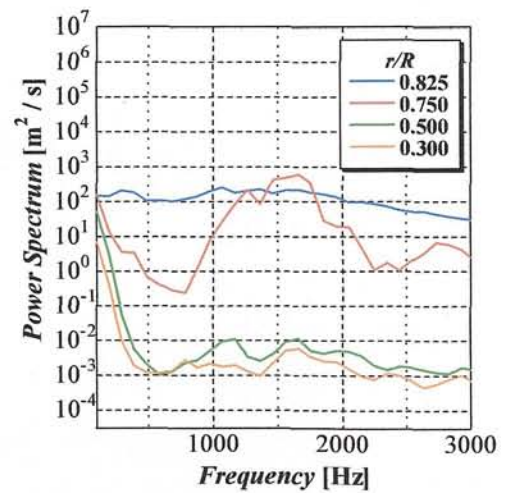
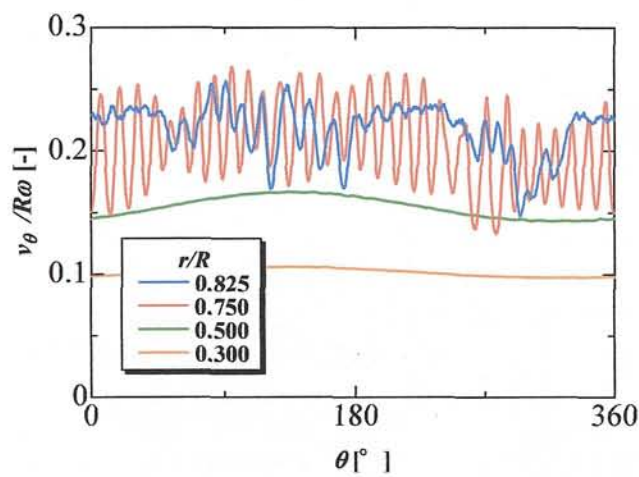
Fig.3.12 Contour maps of \bar{V}_r and $\bar{V}_{r,rms}$ on the disk surface ($N = 3000 \text{ rpm}$, $z = 0.33 \text{ mm}$)

(a) $Q = 0 \text{ m}^3/\text{min}$, (b) $Q = 2 \text{ m}^3/\text{min}$, (c) Profile of \bar{V}_r (Relation between r/R and $\bar{V}_r/R\omega$)

(d) Profile of $\bar{V}_{r,rms}$ (Relation between r/R and $\bar{V}_{r,rms}/R\omega$)

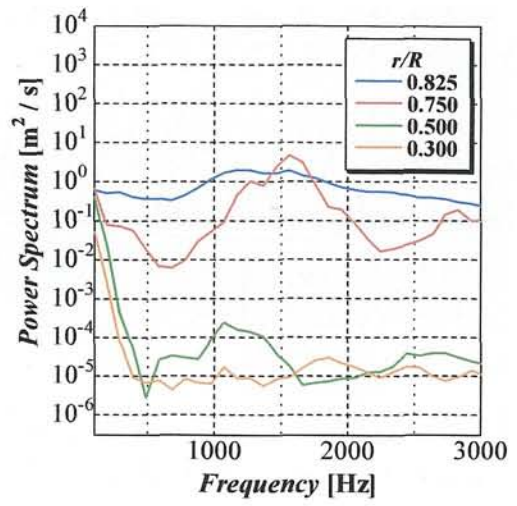
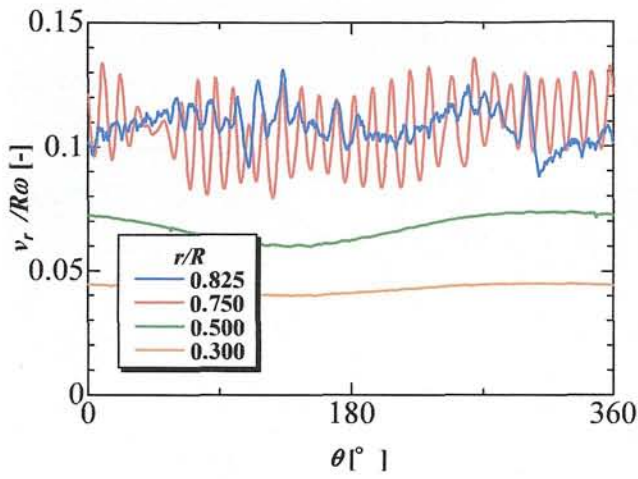


(a) $Q = 0 \text{ m}^3/\text{min}$

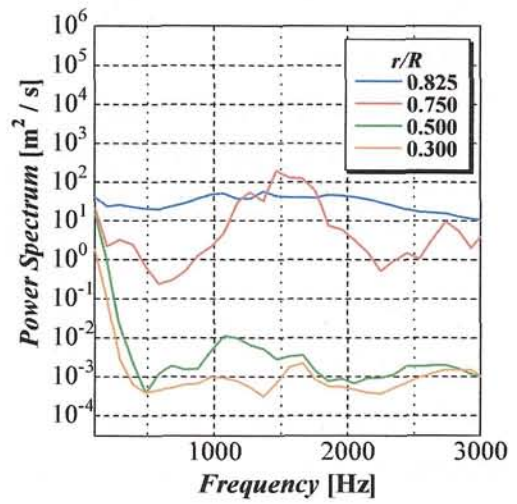
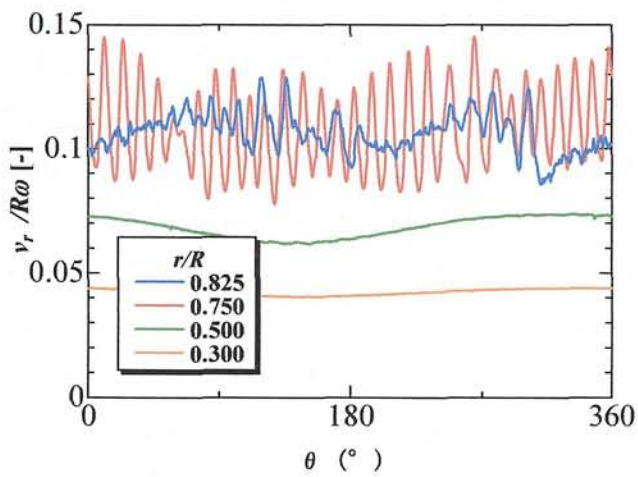


(b) $Q = 2 \text{ m}^3/\text{min}$

Fig.3.13 Time series of v_θ and power spectrum



(a) $Q = 0 \text{ m}^3/\text{min}$



(b) $Q = 2 \text{ m}^3/\text{min}$

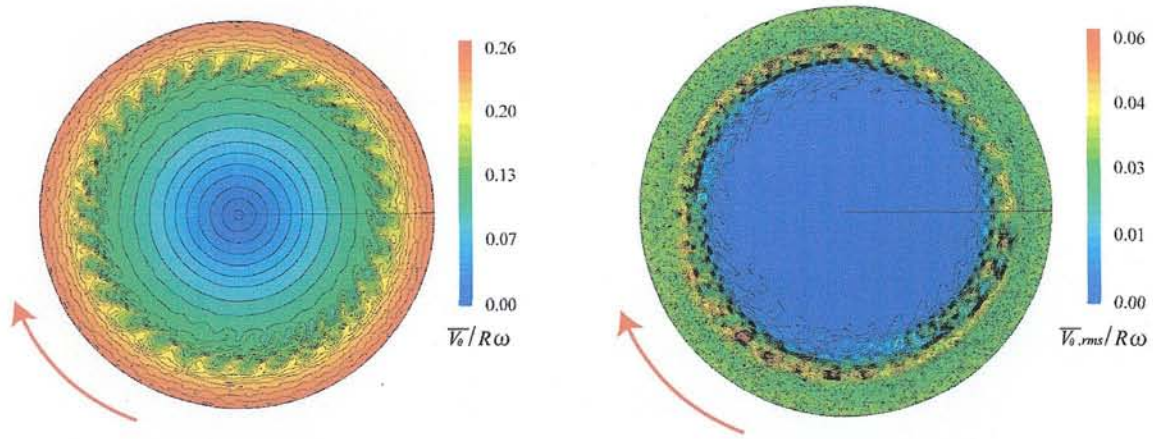
Fig.3.14 Time series of v_r and power spectrum

3.4.3.2 遷移渦の高さ方向への変化

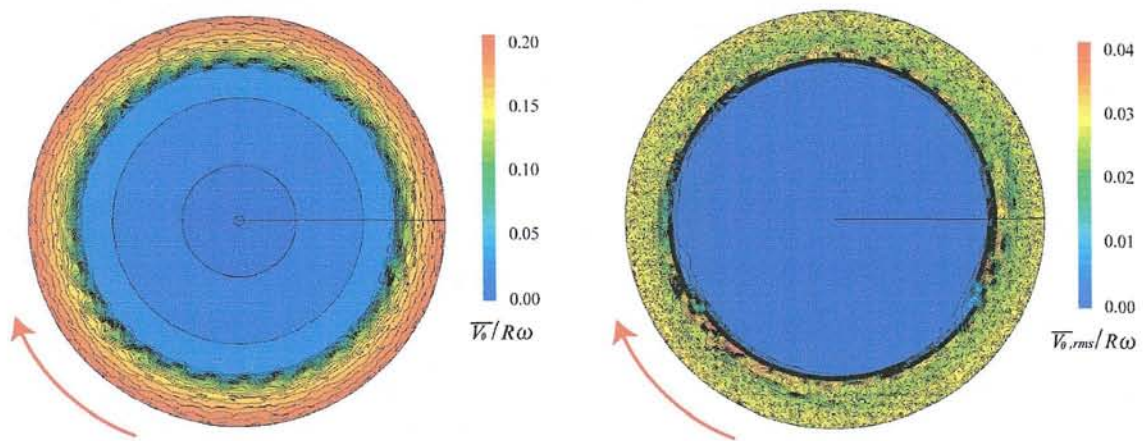
図 3.15 (a), (b) に $N = 3000$ rpm, $Q = 0$ m³/min の固定条件下で, 円板表面からの高さ z を変化させて得られた \bar{v}_θ の等値線図, および乱れ度の等値線図を示す. それぞれの値は円板外周速度 $R\omega$ によって無次元化されている. また, 図 3.15 (c) に $N = 3000$ rpm, $Q = 0$ m³/min の固定条件下で, 円板表面からの高さ z を変化させて得られた \bar{v}_θ をそれぞれの高さに対応した Karman の理論式とともに示し, 図 3.15 (d) にその乱れ度を示す. \bar{v}_θ の等値線図より $z = 2.0 \delta$, $z = 3.6 \delta$ とともに $r/R = 0.75$ 付近で周期的な速度差が存在しており, その半径位置に対応するように乱れ度の等値線図は等値線間隔が密になっていることが確認される. 次に, 図 3.15 (c) ではいずれの高さにおいても等値線図より周期的な速度差が確認された $r/R = 0.75$ 付近から急激な周方向速度の増加が確認された. この増加に対応し, 図 3.15 (d) より乱れ度も増加し $r/R = 0.8$ 付近にピークを持つことが確認できる.

次に, 図 3.16 (a), (b) に $N = 3000$ rpm, $Q = 0$ m³/min の固定条件下で, 円板表面からの高さ z を変化させて得られた \bar{v}_r の等値線図, および乱れ度の等値線図を示す. それぞれの値は円板外周速度 $R\omega$ によって無次元化されている. また, 図 3.16 (c) に $N = 3000$ rpm, $Q = 2$ m³/min の固定条件下で, 円板表面からの高さ z を変化させて得られた \bar{v}_r をそれぞれの高さに対応した Karman の理論式とともに示し, 図 3.16 (d) にその乱れ度を示す. \bar{v}_r に関する等値線図でも同様に, \bar{v}_θ の等値線図で確認された周期的な速度差が $r/R = 0.70$ で確認でき, その半径位置に対応するように乱れ度の等値線図は等値線間隔が密になっていることが確認される. この周期的な速度差の影響を受け, 図 3.16 (c) では $r/R = 0.70$ 付近から半径方向速度が増加し, 図 3.16 (d) より乱れ度の増加も確認できる.

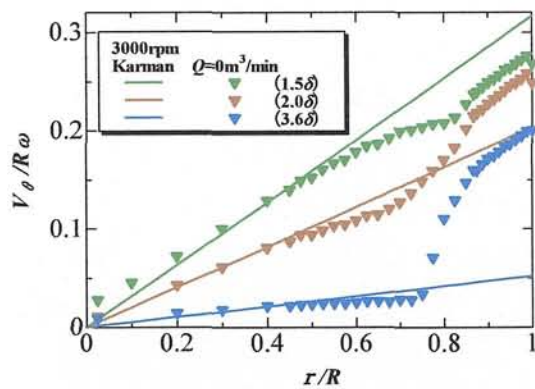
図 3.17, 図 3.18 にそれぞれの高さにおける $Q = 0$ m³/min による v_θ , v_r の時系列データ, およびパワースペクトルを示す. 時系列データの抽出半径位置は, 下から順に, 層流領域, 速度変動が見られ始めた半径位置 (r_{H1}), 遷移領域, 遷移領域と乱流領域の境界付近 (r_{H2}) を示す. 時系列データより今回測定した高さの範囲において高周波の周期的な速度変動が確認できる. また, パワースペクトルは周方向, 半径方向速度のそれぞれの遷移領域に対応する場所で 1500 Hz 付近でピークが観測されている. 高さ $z = 3.6 \delta$ では他の高さのパワースペクトルよりも低いパワーではあるものの, 1500Hz 付近でピークが確認され, このピークは前述した Type I による影響であると考えられる. 以上のことを踏まえると, Type I は高さ方向に構造を持つ渦であることが確認できる.



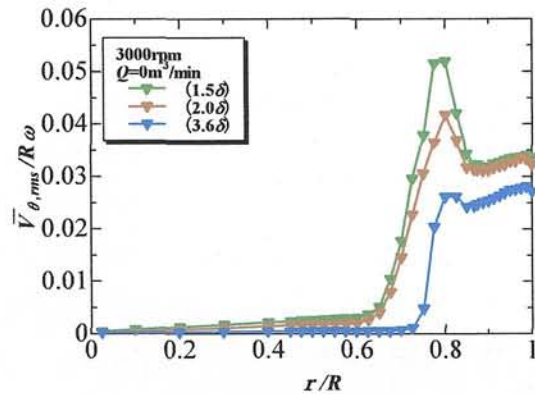
(a) Contour maps of \bar{V}_θ and $\bar{V}_{\theta,rms}$ ($z = 2.0\delta$)



(b) Contour maps of \bar{V}_θ and $\bar{V}_{\theta,rms}$ ($z = 3.6\delta$)



(c)



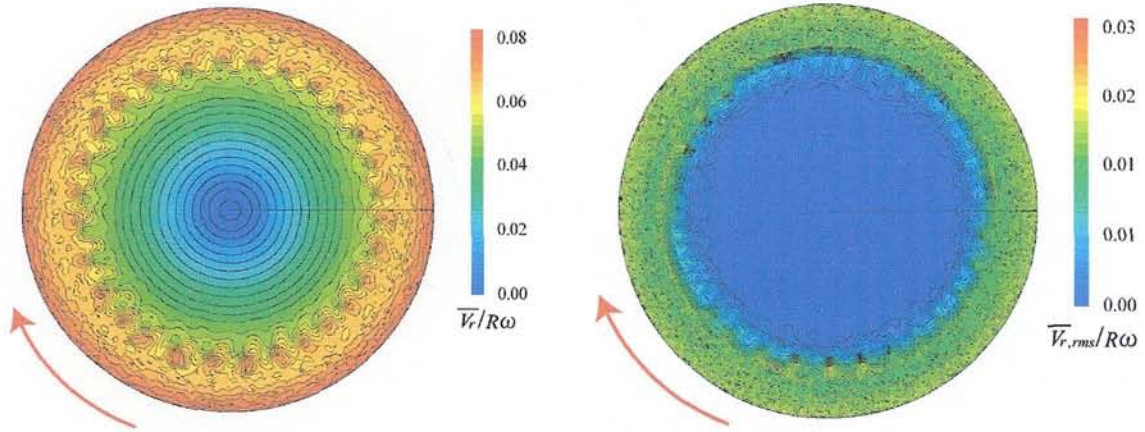
(d)

Fig.3.15 Contour maps of \bar{V}_θ and $\bar{V}_{\theta,rms}$ on the disk surface ($N = 3000$ rpm, $Q = 0$ m³/min)

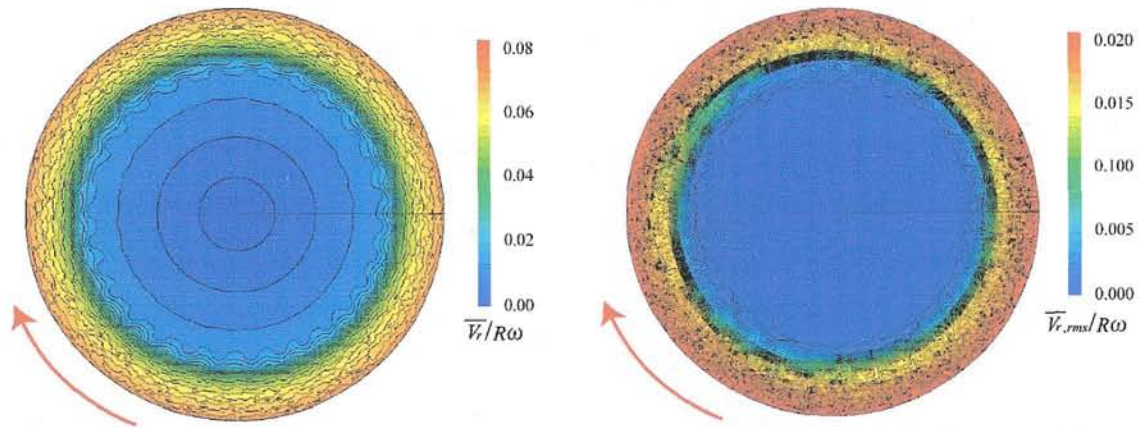
(a) $z = 0.44$ mm ($z = 2.0\delta$), (b) $z = 0.79$ mm ($z = 3.6\delta$)

(c) Profile of \bar{V}_θ (relation between r/R and $\bar{V}_\theta / R\omega$)

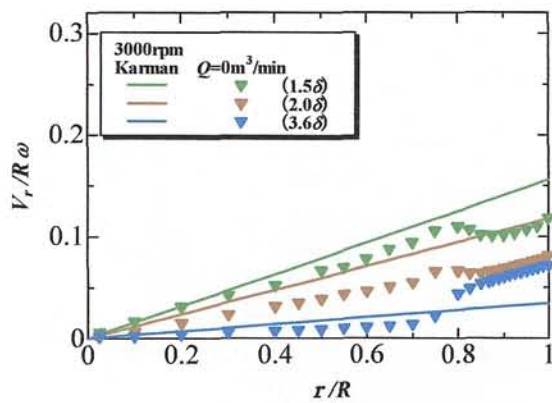
(d) Profile of $\bar{V}_{\theta,rms}$ (relation between r/R and $\bar{V}_{\theta,rms} / R\omega$)



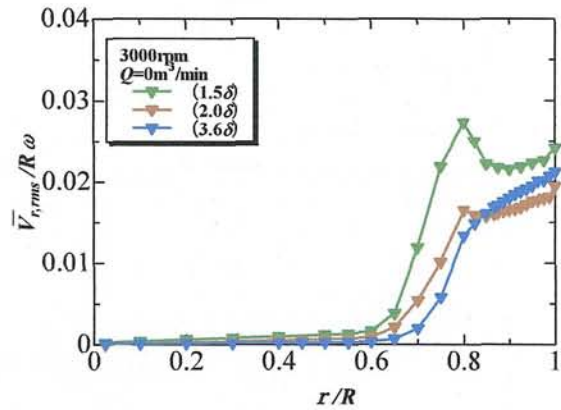
(a) Contour maps of \bar{V}_r and $\bar{V}_{r,rms}$ ($z = 2.0\delta$)



(b) Contour maps of \bar{V}_r and $\bar{V}_{r,rms}$ ($z = 3.6\delta$)



(c)



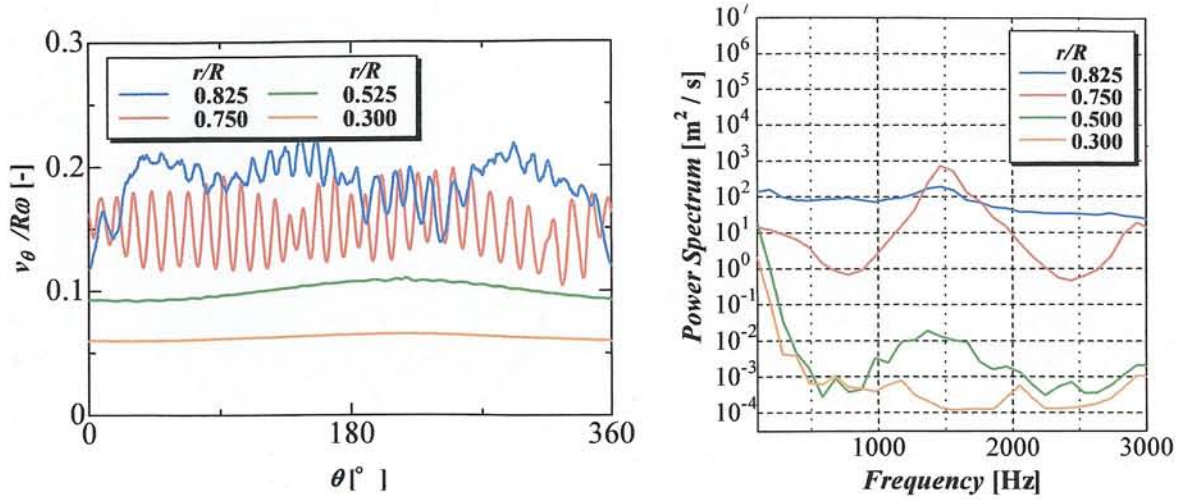
(d)

Fig.3.16 Contour maps of \bar{V}_r and $\bar{V}_{r,rms}$ on the disk surface ($N = 3000 \text{ rpm}$, $Q = 0 \text{ m}^3/\text{min}$)

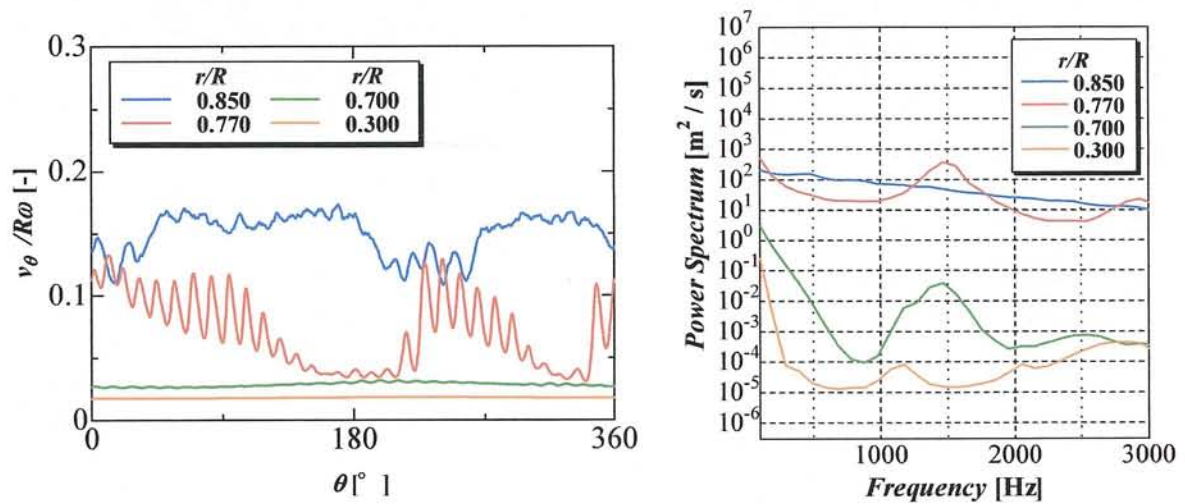
(a) $z = 0.44 \text{ mm}$ ($z = 2.0\delta$), (b) $z = 0.79 \text{ mm}$ ($z = 3.6\delta$)

(c) Profile of \bar{V}_r (relation between r/R and $\bar{V}_r/R\omega$)

(d) Profile of $\bar{V}_{r,rms}$ (relation between r/R and $\bar{V}_{r,rms}/R\omega$)

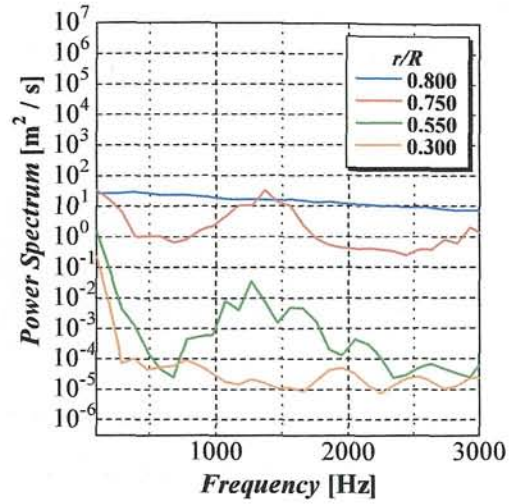
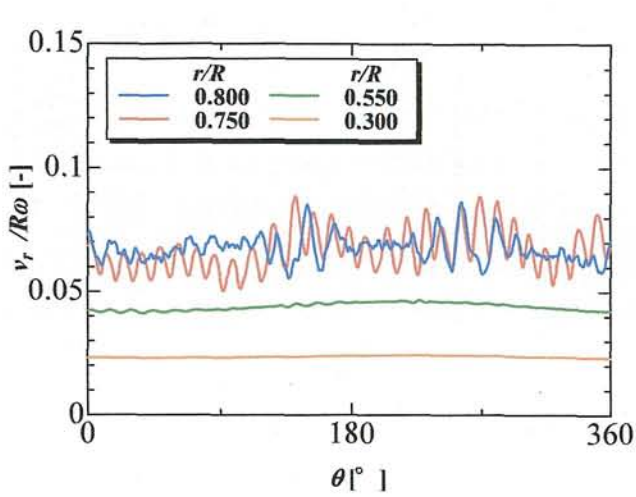


(a) $z = 0.44 \text{ mm}$ ($z = 2.0\delta$)

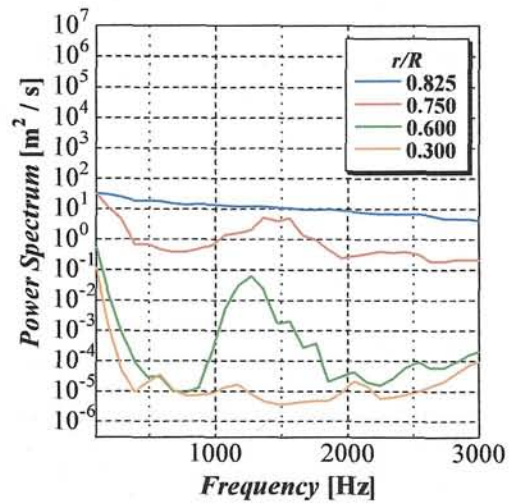
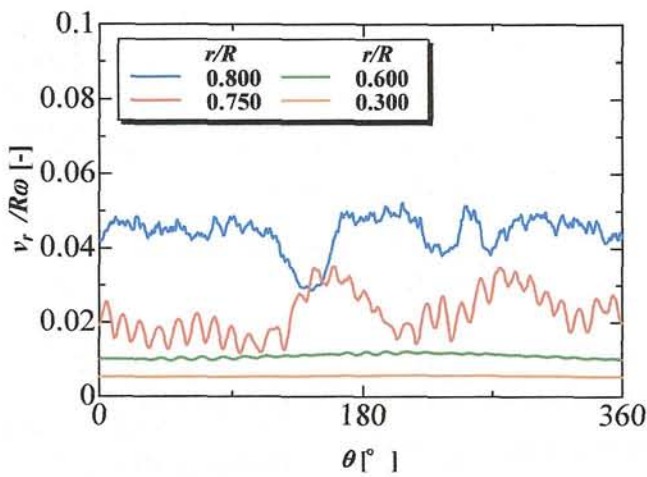


(b) $z = 0.79 \text{ mm}$ ($z = 3.6\delta$)

Fig.3.17 Time series of v_θ and power spectrum ($N = 3000 \text{ rpm}$, $Q = 0 \text{ m}^3/\text{min}$)



(a) $z = 0.44 \text{ mm}$ ($z = 2.0\delta$)



(b) $z = 0.79 \text{ mm}$ ($z = 3.6\delta$)

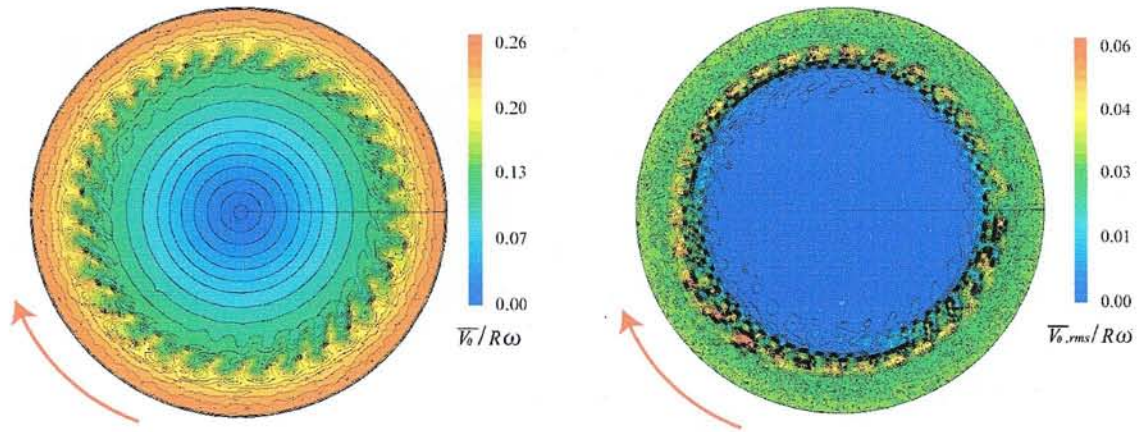
Fig.3.18 Time series of v_r and power spectrum ($N = 3000 \text{ rpm}$, $Q = 0 \text{ m}^3/\text{min}$)

3.4.3.3 高さ方向への排気流量の影響

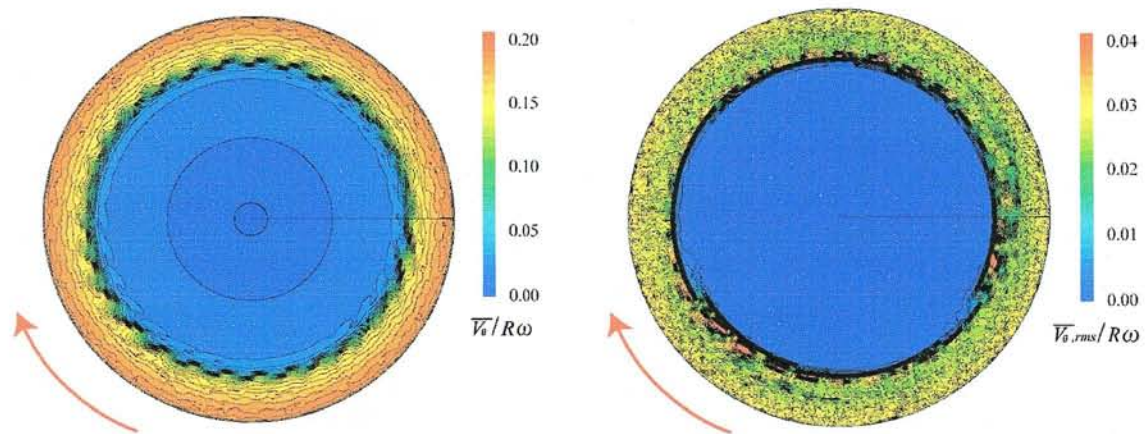
図 3.19 (a), (b) に $N = 3000 \text{ rpm}$, $Q = 2 \text{ m}^3/\text{min}$ の固定条件下で、円板表面からの高さ z を変化させて得られた \bar{v}_θ の等値線図、および乱れ度の等値線図を示す。それぞれの値は円板外周速度 $R\omega$ によって無次元化されている。また、図 3.19 (c) に $N = 3000 \text{ rpm}$, $Q = 2 \text{ m}^3/\text{min}$ の固定条件下で、円板表面からの高さ z を変化させて得られた周方向速度をそれぞれの高さに対応した Karman の理論式とともに示し、図 3.19 (d) にその乱れ度を示す。周方向速度の等値線図より $z = 2.0\delta$, $z = 3.6\delta$ とともに $r/R = 0.75$ 付近で周期的な速度差が存在しており、その半径位置に対応するように乱れ度の等値線図は等値線間隔が密になっていることが確認される。図 3.19 (c) では、図 3.15 (c) と比較し、いずれの高さにおいても $r/R = 0.90$ 付近から排気による影響を受けて速度が減少していることが確認された。このことより、排気流れの影響が高さ方向に及ぶことが推測される。図 3.15 (d) ではいずれの高さにおいても $r/R = 0.80$ で乱れ度のピークをとっていることが確認された。しかしながら、図 3.15 (c) と比較し、排気の影響により乱れ度のピーク値を取る半径位置に変化は見られなかった。このことより、周期的な速度は排気流れによる影響を受けていないことが推測できる。

図 3.20 (a), (b) に $N = 3000 \text{ rpm}$, $Q = 2 \text{ m}^3/\text{min}$ の固定条件下で、円板表面からの高さ z を変化させて得られた \bar{v}_r の等値線図、および乱れ度の等値線図を示す。それぞれの値は円板外周速度 $R\omega$ によって無次元化されている。また、図 3.20 (c) に $N = 3000 \text{ rpm}$, $Q = 2 \text{ m}^3/\text{min}$ の固定条件下で、円板表面からの高さ z を変化させて得られた v_r をそれぞれの高さに対応した Karman の理論式とともに示し、図 3.20 (d) にその乱れ度を示す。 \bar{v}_r の等値線図においても、 \bar{v}_θ の等値線図で確認された周期的な速度差が $r/R = 0.70$ で確認でき、その半径位置に対応するように乱れ度の等値線図は等値線間隔が密になっていることが確認される。図 3.20 (c) では $r/R = 0.90$ 付近から排気による影響を受け、 v_r が若干ではあるが増加していることが確認された。図 3.20 (d) ではどの高さにおいても $r/R = 0.65$ 付近から乱れ度が上昇し、排気流量の影響を受け円板端近傍で急激に増加したことが確認できる。

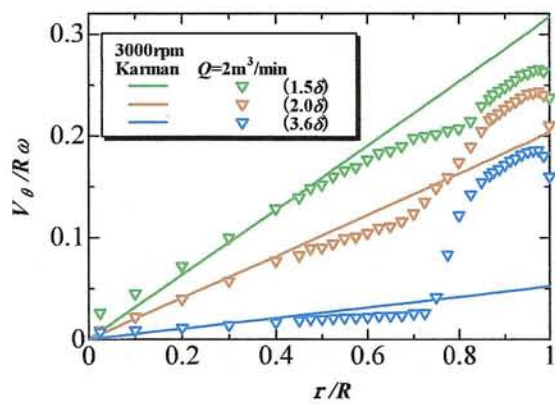
図 3.21 に $Q = 2 \text{ m}^3/\text{min}$ におけるそれぞれの高さでの v_θ , v_r の時系列データ、およびパワースペクトルを示す。時系列データの抽出半径位置は、下から順に、層流領域、速度変動が見られ始めた半径位置 (r_{H1})、遷移領域、遷移領域と乱流領域の境界付近 (r_{H2}) を示す。 $Q = 0 \text{ m}^3/\text{min}$ の場合と同様に、時系列データよりどの高さにおいても排気流量による r_{H1} , r_{H2} の顕著な変化は認められなかった。また、パワースペクトルは v_θ および v_r の遷移領域で 1500Hz 付近でピークが観測された。このことより排気流れにより、円板端近傍において速度分布に影響を与えるが、Type I の発生位置、発生個数に変化を及ぼさないことが確認できた。



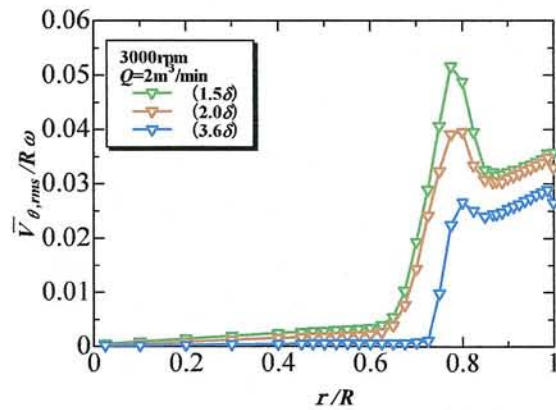
(a) Contour maps of \bar{V}_θ and $\bar{V}_{\theta,rms}$ ($z = 2.0 \delta$)



(b) Contour maps of \bar{V}_θ and $\bar{V}_{\theta,rms}$ ($z = 3.6 \delta$)



(c)



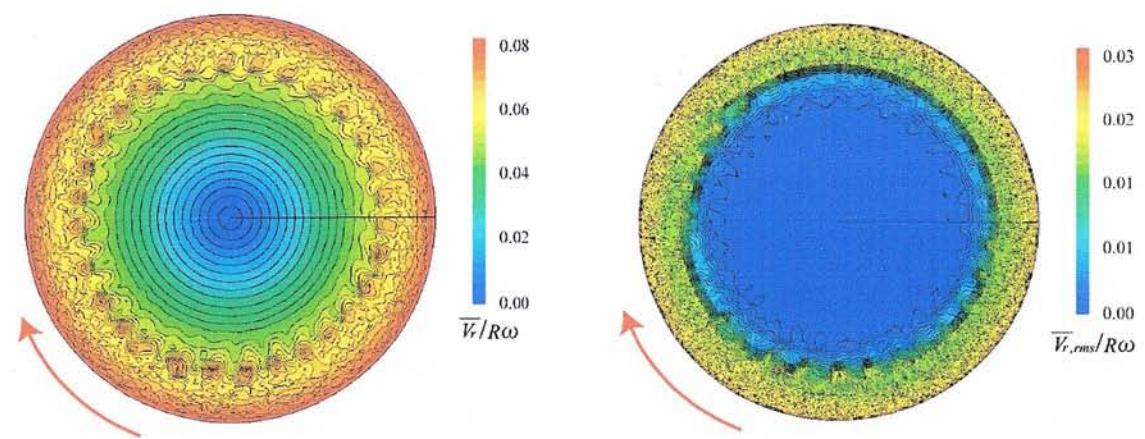
(d)

Fig.3.19 Contour maps of \bar{V}_θ and $\bar{V}_{\theta,rms}$ on the disk surface ($N = 3000$ rpm, $Q = 2$ m³/min)

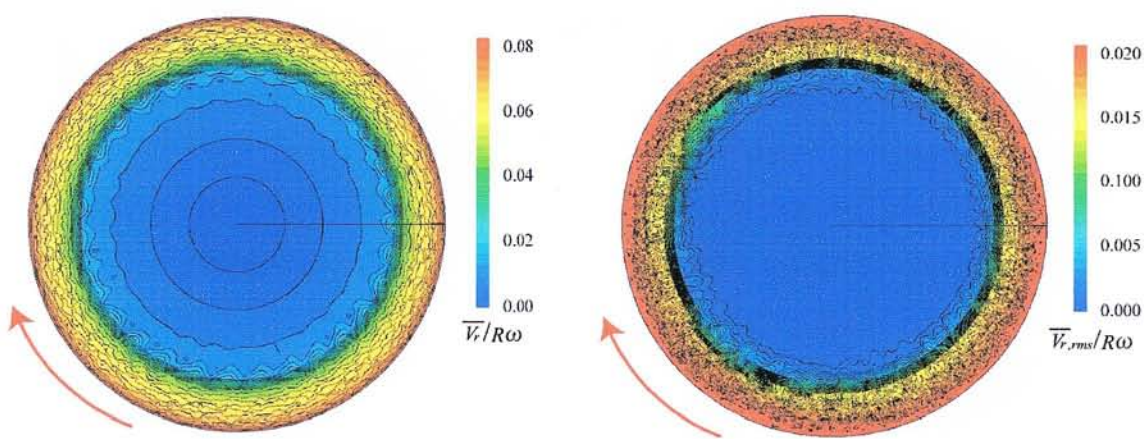
(a) $z = 0.44$ mm ($z = 2.0\delta$), (b) $z = 0.79$ mm ($z = 3.6\delta$)

(c) Profile of \bar{V}_θ (relation between r/R and $\bar{V}_\theta / R\omega$)

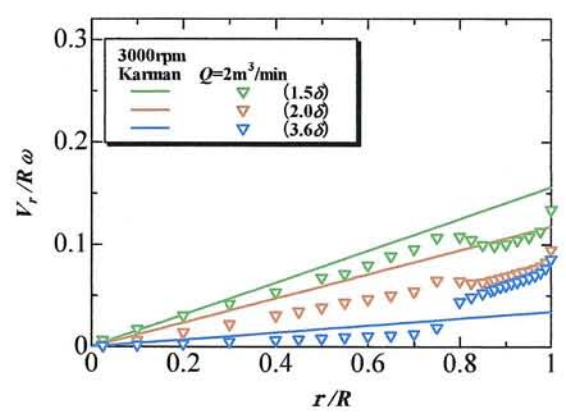
(d) Profile of $\bar{V}_{\theta,rms}$ (relation between r/R and $\bar{V}_{\theta,rms} / R\omega$)



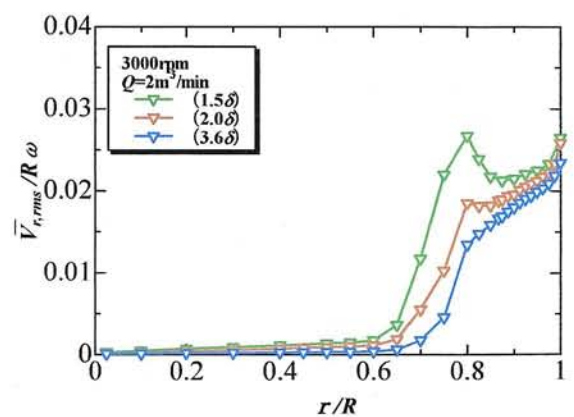
(a) Contour maps of \bar{V}_r and $\bar{V}_{r,rms}$ ($z = 2.0\delta$)



(b) Contour maps of \bar{V}_r and $\bar{V}_{r,rms}$ ($z = 3.6\delta$)



(c)



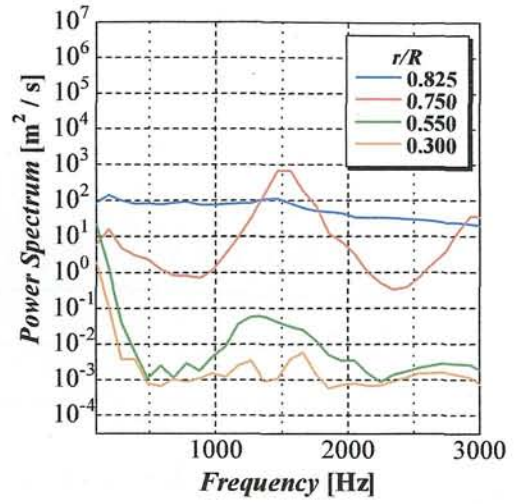
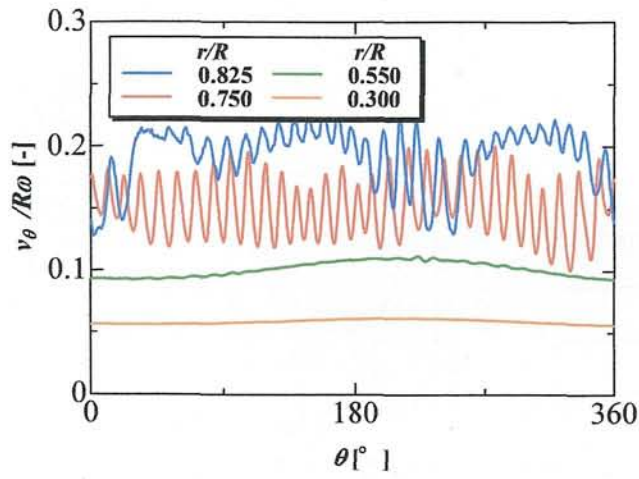
(d)

Fig.3.20 Contour maps of \bar{V}_r and $\bar{V}_{r,rms}$ on the disk surface ($N = 3000$ rpm, $Q = 2$ m³/min)

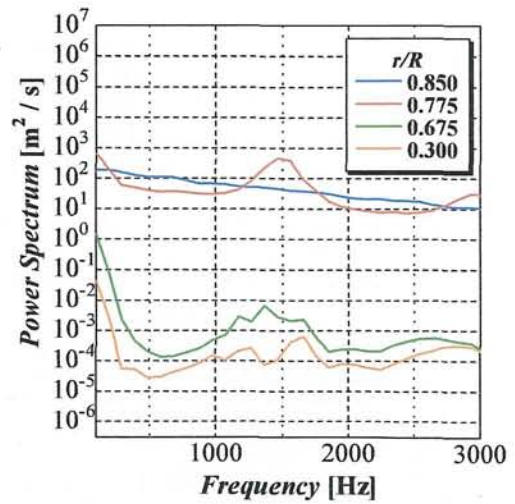
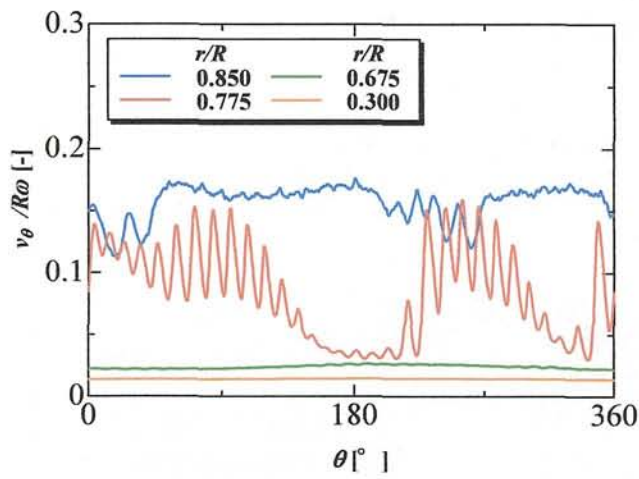
(a) $z = 0.44$ mm ($z = 2.0 \delta$), (b) $z = 0.79$ mm ($z = 3.6 \delta$)

(c) Profile of \bar{V}_r (Relation between r/R and $\bar{V}_r/R\omega$)

(d) Profile of $\bar{V}_{r,rms}$ (Relation between r/R and $\bar{V}_{r,rms}/R\omega$)

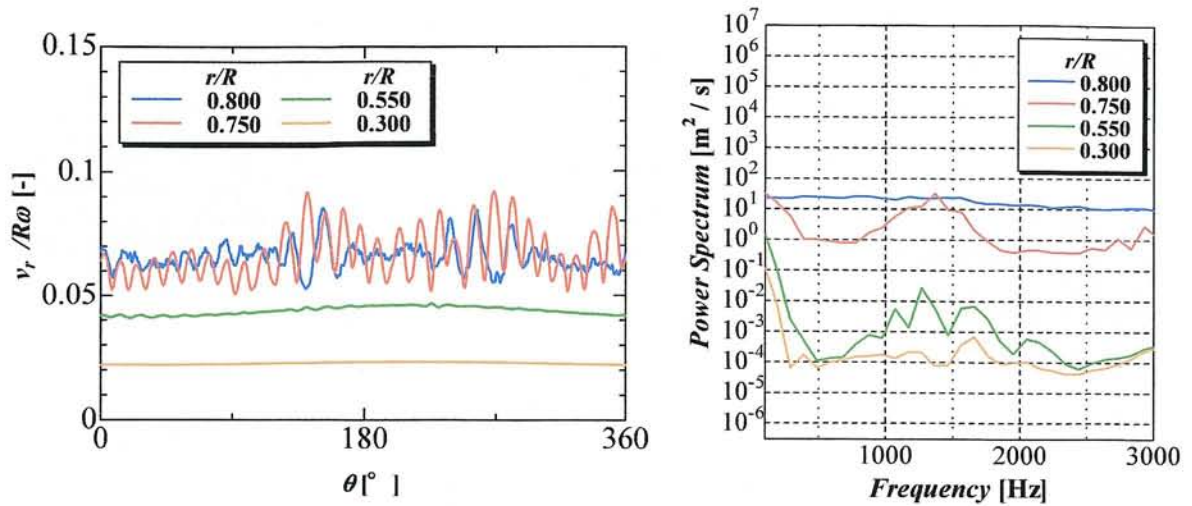


(a) $z = 0.44 \text{ mm}$ ($z = 2.0 \delta$)

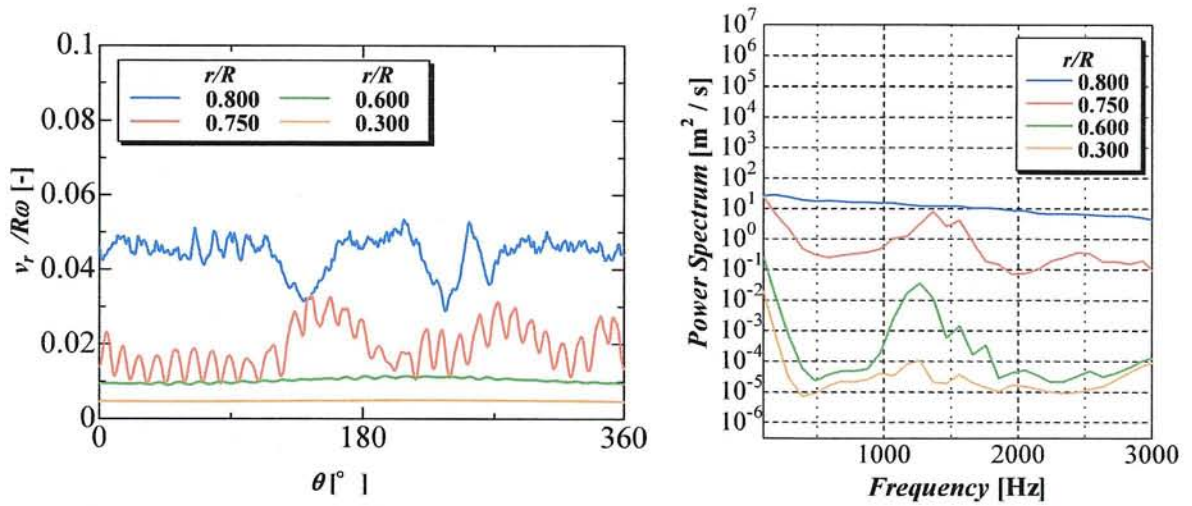


(b) $z = 0.79 \text{ mm}$ ($z = 3.6 \delta$)

Fig.3.21 Time series of v_θ and power spectrum ($N = 3000 \text{ rpm}$, $Q = 2 \text{ m}^3/\text{min}$)



(a) $z = 0.44 \text{ mm}$ ($z = 2.0\delta$)



(b) $z = 0.79 \text{ mm}$ ($z = 3.6\delta$)

Fig.3.22 Time series of v_r and power spectrum ($N = 3000 \text{ rpm}$, $Q = 2 \text{ m}^3/\text{min}$)

3.5 結 言

本章ではスピコーティングにおいて定常高速回転時に発生する遷移渦 (Type I) の特性について可視化実験と回転円板上の気流の計測を行った結果について述べた。可視化実験では墨汁と台所用洗剤を調合した油膜を用い、Type I による筋を円板上で観察した。また、回転円板上の気流の計測においては、熱線流速計を用いて回転と同期した計測を行い、排気流量の影響について考察を行った。

油膜法を用いた可視化実験では、Type I による 30~32 本の筋が観察された。しかし得られたパターンからは臨界半径の観察が困難であったため、Malik らが示す臨界半径とは異なる値が得られた。排気流量 Q を最大 $3 \text{ m}^3/\text{min}$ まで行ったがこれによる影響を得られた可視化パターンから確認できなかった。

熱線流速計による計測では、高速回転において周方向速度成分、半径方向速度成分を計測し得られたデータからパワースペクトルを算出した。まず、円板上の速度とその乱れ度の等値線図から Type I と思われる周期的な速度差を観察することができた。さらにパワースペクトルから Type I によるピークを確認することができた。また、時系列データから判定を行った Type I の出現臨界半径は排気流量の有無によらず、ほぼ一定の半径位置を示した。このため、排気流量により Type I は変化しないものと考えられる。次に円板表面からの高さ z を変化させて、周方向速度および半径方向速度の計測を行った。その結果、今回測定した高さの範囲においてもパワースペクトルから Type I によるピークを確認することができた。これにより、Type I は高さ方向に構造を持つ渦であることが確認できた。また、高さ方向における排気流れの影響に関しては、円板端近傍では排気流れの影響による速度分布の変化が確認できた。しかしながら、スペクトルのピーク値および時系列データより Type I の発生位置、発生個数には変化を及ぼさないことが確認できた。

参考文献

- (1) 中山泰喜・奥野武俊・佐賀徹雄・青木克己・辰野正和, (1998), “可視化技術の手ほどき”, 朝倉書店, pp. 1-34.
- (2) Schlichting, (1955), “Boundary Layer Theory”, McGraw-Hill, pp.83-89.
- (3) D. E. Bornside and R. A. Brown, (1992), “The effect gas phase convection on mass transfer in spin coating ”, J. Appl. Phys, Vol.73, No.2, pp. 585-600.
- (4) M. R. Malik, S. P. Wilkinson and S. A. Orszag, (1981), “Instability and Transition in Rotating Disk Flow”, AIAA Journal, Vol.19, No.9, pp.1131-1138.
- (5) N. Gregory, J. T. Stuart, W. S. Walker, (1955), “On the stability of three-dimensional boundary layers with application to the flow due to a rotating disk”, Philos. Trans. A 248, pp.155-199.
- (6) R. Kobayashi, Y. Kohama, and Ch. Takamada, (1980), “Spiral vortices in boundary layer transition regime on a rotating disk”, Acta Mechanica, 35, pp.71-82.
- (7) S. P. Wilkinson and M.R. Malik, (1985), “Stability Experiments in the Flow over a Rotating Disk”, AIAA Journal, Vol.23, No.4, pp.588-595.
- (8) A. Oztekin, D. E. Bornside and R. A. Brown, (1995), “The connection between hydrodynamic stability of gas flow in spin coating and coated film uniformity”, J. Appl. Phys., Vol.77, No.6, pp 2297-2308.

第4章 回転加速時における遷移渦の過渡現象に関する実験

4.1 緒言

前章までは、円板がある定常回転における場合に発生する Type I に関する研究に関して、述べてきた。特に、スピコーティングで必要不可欠である排気流れが Type I に及ぼす影響について調査を行い、排気流れは Type I の発生位置、発生個数には変化を及ぼさないことを述べた。しかしながら、スピコーティングでは円板の回転を加速しながら行われることが一般的であり、スピコーティングにおけるウェーハの回転加速中の Type I の生成過程に着目した研究はされていない。本章では、高速度カメラを用いた可視化実験により Type I の過渡現象を捉えることから始めた。その後、熱線流速計を用い、回転開始から定常回転までにおける時系列データを取得し、Type I が発生する過程における回転加速度および排気流れの影響について調査した。

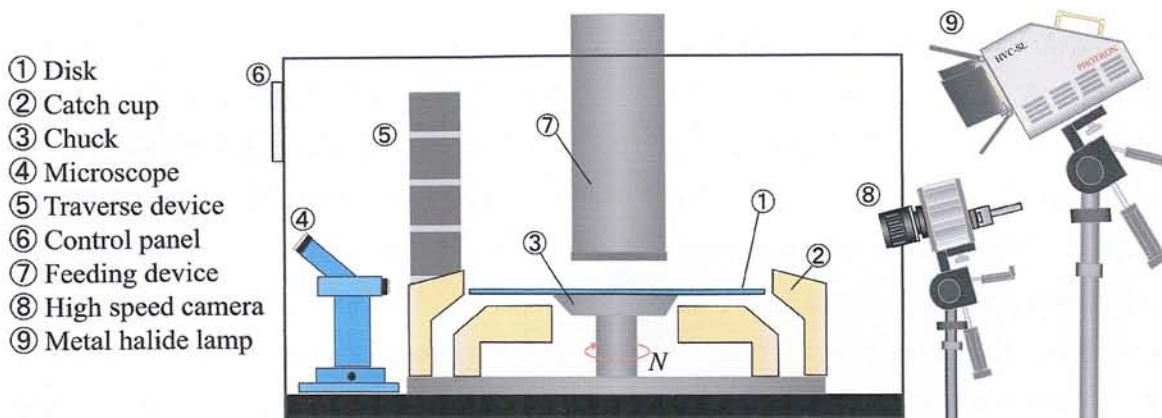
4.2 実験装置の概要

本実験で使用した装置の概略図を図 4.1(a), 図 4.1(b) に示す。各装置は第二章、第三章で使用したスピコーティング装置および計測補助機器により構成される。詳細については前章を参照されたい。ここでは、過渡現象に関する可視化実験および熱線流速計を用いた装置の説明を行う。

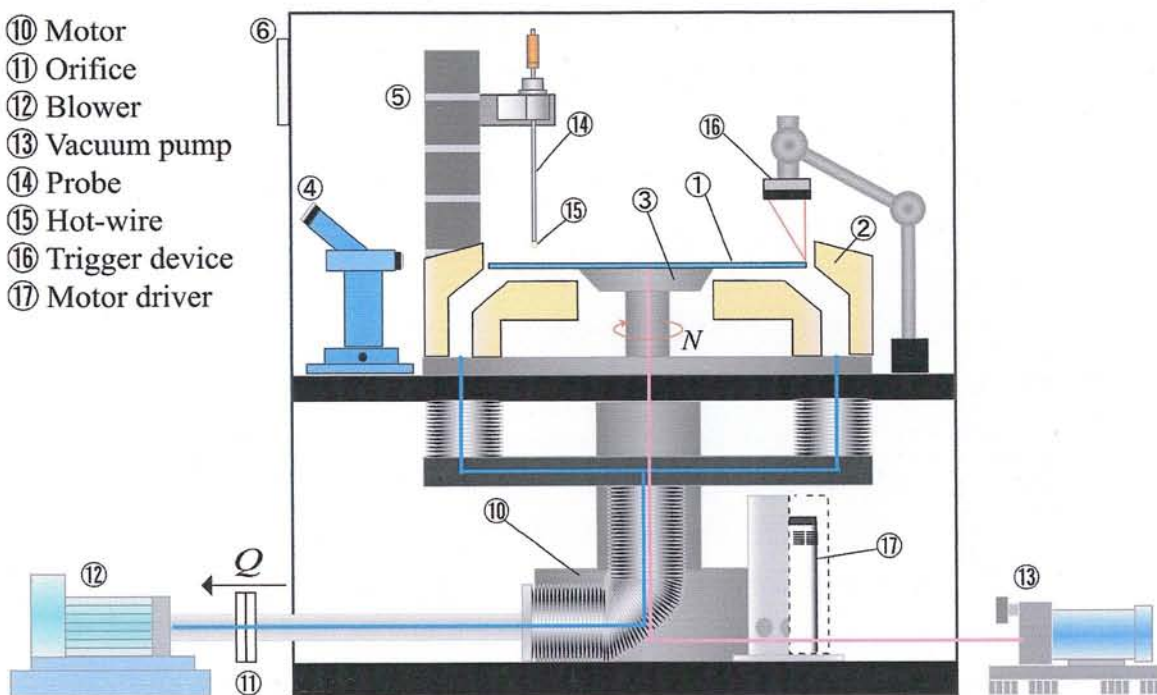
可視化実験を行った装置概略図を図 4.1(a) に示す。可視化実験では、注入トレーサ法を用いた。ドライアイス水を水に投じることで生じるミストを使用し、図 4.1 に示す供給装置⑤を通じて回転円板上の境界層内に供給した。撮影は高速度カメラ⑥を三脚に固定することで斜め上方から行い、光源にはメタルハライドランプ⑦を2方向から照射した。

熱線流速計を使用した装置概略図を図 4.1(b) に示す。各装置は可視化実験と同様にスピコーティング装置および計測補助機器により構成されている。熱線流速計での速度計測では第三章と同様に顕微鏡を使用した。さらに回転開始の時間を計測するため、モータドライバ⑧からの電圧値を用いた。

図 4.2 には可視化実験、熱線流速計での実験の両方で使用したキャッチカップを示す。これは、第二章、第三章で使用したカップと同様のものを使用した。



(a) Visualization test



(b) Hot-wire measurement

Fig.4.1 Schematic view of the experimental apparatus

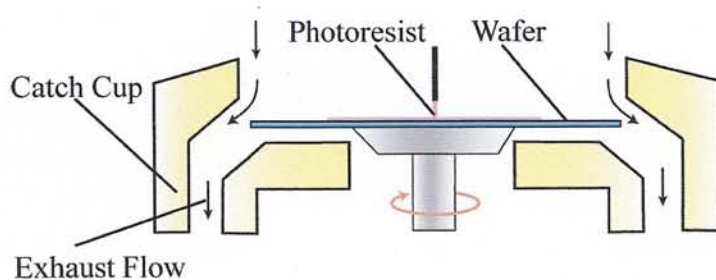


Fig.4.2 Schematic view of catch cup (Cup A) geometry

4.3 回転加速時における円板上の境界層近傍流れの可視化および気流測定

4.3.1 注入トレーサ法による可視化実験

本実験ではドライアイスから発生するミストを使用した注入トレーサ法により、高速度カメラにより斜め上方から撮影を行った。実験条件を表 4.1 に示す。高速度カメラは 1000 fps、シャッター速度を 4000 Hz とする。半径位置を特定する方法として、半径位置を $r/R = 0.1$ 間隔で記したシートを用いる。撮影領域は $r/R = 0.7$ から 1.0 とした。実験はトレーサ粒子をアルミ円板上に十分供給した後、 $N = 0$ rpm から $N = 3000$ rpm までを撮影する。本実験では回転加速度を 111.1, 333.3, 1000 rpm/s の三つの条件で行う。なお、回転開始時間は円板に目印として付着させたアルミテープの移動開始をもって 0 秒と定義する。撮影終了後、目視により Type I の発生時間および発生半径位置を特定する。特定方法を以下に示す。

- [1] 撮影したデータに対し、時間毎に Type I の存在を確認する。
- [2] 各半径位置に Type I が発達した時間をその半径位置での発生時間 $t_{c,r}$ とする。
- [3] 回転加速度別に撮影したデータを平均した Re_c として用いる。定義式は式 (4.2) に示す。

Table 4.1 Conditions for the visualization test in spin-up acceleration

N_{\max} [rpm]	3000
Q [m^3/min]	0
a [rpm/s]	111.1/ 333.3/ 1000
Frame rate [fps]	1000
Shutter speed [Hz]	4000
Tracer particle	CO ₂

4.3.2 熱線流速計での測定方法および時系列解析の方法

熱線流速計を用いた実験条件を表 4.2 に示す。本実験では回転加速度を一定にし、排気流れを変化させた場合と、回転加速度を最大 5000 rpm/s まで与えた場合における Type I の過渡現象を捉える実験条件を示す。両方の条件において、周方向速度成分の時系列データの取得を行う。使用した熱線流速計の検定および計測システムは第三章と同様である。熱線による気流の計測高さは、第三章の時と同様にウェーハ表面から式(3.1)で示される境界層厚さを利用し、測定後の Karman の理論式⁷⁾を用いて算出した。計測点においては、Type I が存在すると考えられる $r/R=0.5\sim 0.9$ の範囲において 0.1 刻みで 5 点計測を行った。計測信号については 5 kHz の LPF を通した熱線からの電圧値、モータドライバから円板の回転数に応じた電圧値の計 2 種類のデータを同時に計測する。

次に取得した時系列データの解析方法について述べる。本研究では時系列データより Type I の遷移レイノルズ数および臨界レイノルズ数を特定するために FFT を用いた周波数解析を行いパワースペクトルを求めた。FFT の解析条件として窓関数にはハニング窓、FFT に使用する計測点は 1024 点とした。その後、算出されたスペクトルのピークを目視により判断し、Type I の遷移レイノルズ数および臨界レイノルズ数を算出した。ここで、Type I の発生時間などの時間の表記については、FFT を使用した点数の中間値とする。例えば、サンプリング周波数 20kHz、回転開始から 102400~103424 点で Type I が発生したと仮定すると、5.12 s~5.17 s の中間である 5.15 s を発生時間とする。

Table 4.2 Conditions for the hot-wire measurement in spin-up acceleration

N_{\max} [rpm]	3000		
a [rpm/s]	111	333.3 / 500 / 1000	2500 / 5000
δ [mm]	0.219		
z [mm]	0.34 mm (1.6 δ)	0.34 mm (1.6 δ)	0.46 mm (2.1 δ)
Sample Frequency [kHz]	20	20	100
Sample number [-]	750000	400000	700000
LPF [kHz]	5		
Q [m ³ /min]	0 / 2	0	0

4.4 実験結果および考察

4.4.1 過渡現象におけるレイノルズ数の定義

前述の実験方法を用いた回転加速時に発生する Type I に関する実験結果を示す。4.4.2 では注入トレーサ法による可視化結果を 4.4.3 では熱線流速計による計測結果について考察する。実験結果を示す前に、本実験における Type I の遷移レイノルズ数および臨界レイノルズ数を次式のように定義した。

$$\omega_c = \frac{2\pi a t_{c,r}}{60} \quad (4.1)$$

$$Re_c = \frac{r^2 \omega_c}{\nu} \quad (4.2)$$

$$\omega_t = \frac{2\pi a t_{t,r}}{60} \quad (4.3)$$

$$Re_t = \frac{r^2 \omega_t}{\nu} \quad (4.4)$$

ここで r は局所半径位置 (m), ω は角速度 (rad/s), ν は空気の動粘度 (m^2/s), a は回転加速度 (rpm/s) を示す。本章で比較を行う Re_c および Re_t は第三章で用いた Malik ら⁽¹⁾⁽²⁾の値の他に Kobayashi ら⁽³⁾の値を例として比較に用いた。Kobayashi らは熱線流速計と気流の可視化実験より、遷移渦の個数を 31~32 個, $Re_c = 8.8 \times 10^4$, $Re_t = 3.2 \times 10^5$ と導き出している。

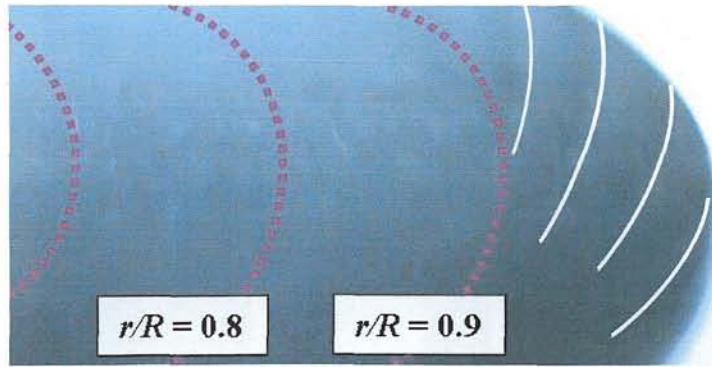
4.4.2 回転加速中における円板上の境界層近傍流れの可視化

この節では、注入トレーサ法を用いた可視化実験の結果を示し、その考察を述べる。実験の際、円板は時計回りに回転しており、写真は高速度カメラで撮影した1フレーム分の写真である。

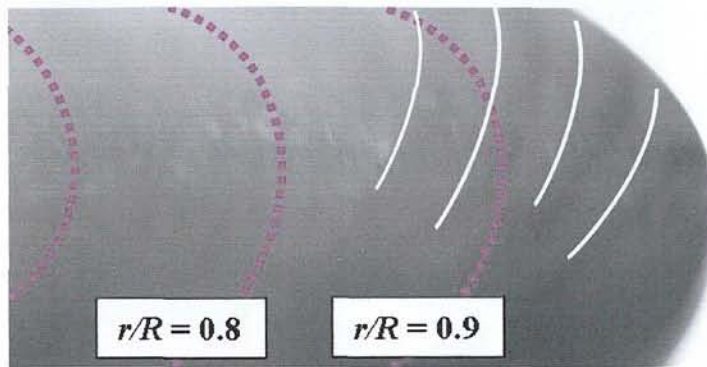
写真4.1に可視化により得られた画像の一例を示し、はじめに、 $a = 1000$ rpm/s の場合を写真4.1(a)に示す。上より $r/R = 0.9, 0.85, 0.8, 0.75$ の位置に Type I が到達した時間を示し、それぞれ 1.17, 1.28, 1.49, 1.68 s 後である。また、この時間は回転開始後の時間と等しい。取得した画像から、まず、Type I は回転円板端より円板中心に向かって移動する様子を捉えることができた。しかしながら、 $a = 1000$ rpm/s においては $r/R \leq 0.7$ では Type I を確認することはできなかった。また、時間が経つにつれ、円板のエッジ部よりトレーサ粒子が拡散していることから、円板端より乱流状態に遷移していることが推測される。

写真4.1(b), 写真4.1(c)にそれぞれ $a = 333.3$ rpm/s, $a = 111.1$ rpm/s の場合を示す。各時間は $r/R = 0.9, 0.85, 0.8, 0.75$ の位置に Type I が到達した時間を示す。 $a = 1000$ rpm/s と比較し、回転加速度を変化させても Type I は回転円板端より円板中心に向かって移動することが確認できた。

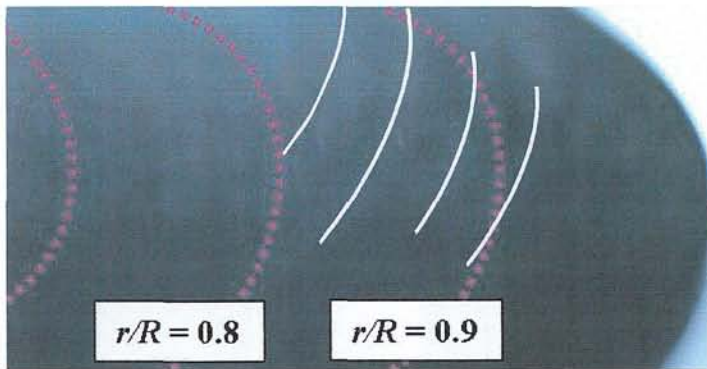
ここで、写真4.1(a)の $t_{c,0.9} = 1.17$ s を例に取り、Type I の Re_c を計算する。 $a = 1000$ rpm/s であり、 $t_{c,0.9} = 1.17$ s より、回転数が $N = 1170$ rpm と算出される。ここで、式(4.1), (4.2)よりを利用することで、この時の Re_c は約 147000 と算出される。これらの計算を踏まえ、図4.3に写真4.1より得られた Re_c を示す。横軸に回転数 N , 縦軸に Re_c をとる。図中には Malik らによる線形安定性解析によって示された $Re_c (= 8.2 \times 10^5)$, および, Kobayashi らの示す $Re_c (= 8.8 \times 10^5)$ をそれぞれ示す。この図より回転加速度が大きくなるに従い、 Re_c は増加する傾向にあることが確認できる。また、今回実験を行った回転加速度における Re_c は Malik ら, そして Kobayashi らの示す Re_c を上回っている。これらの結果より、回転加速度が Type I の発生に影響を及ぼしていることがわかる。



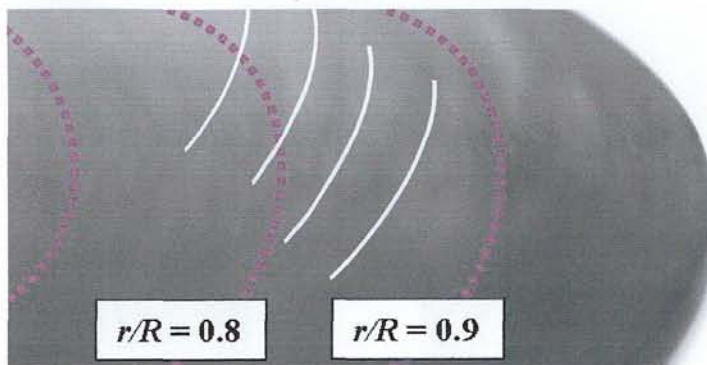
$t_{c,0.9} = 1.17 \text{ s}, N = 1173 \text{ rpm}$



$t_{c,0.85} = 1.28 \text{ s}, N = 1278 \text{ rpm}$

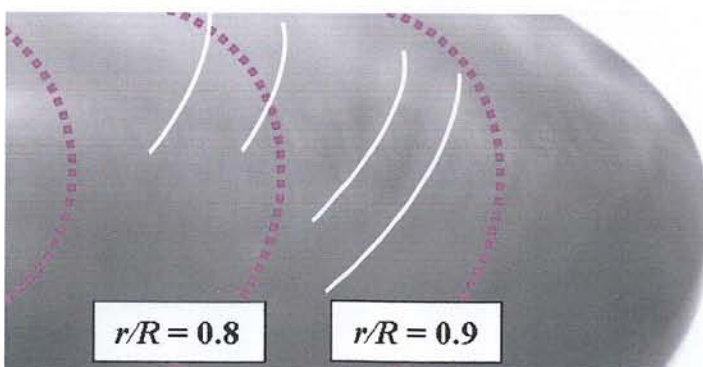
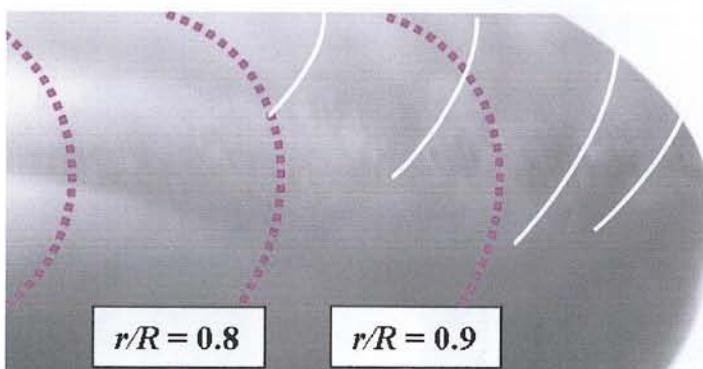
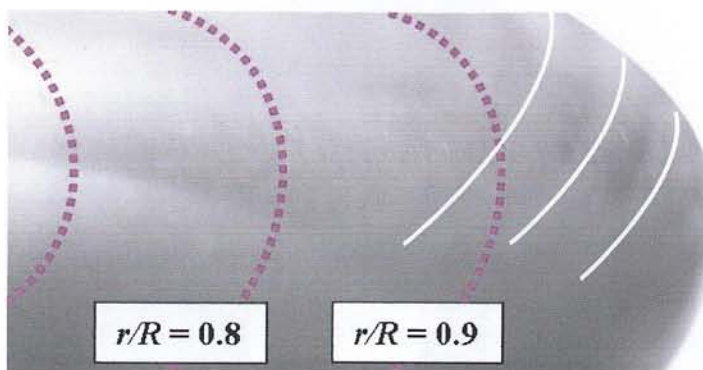
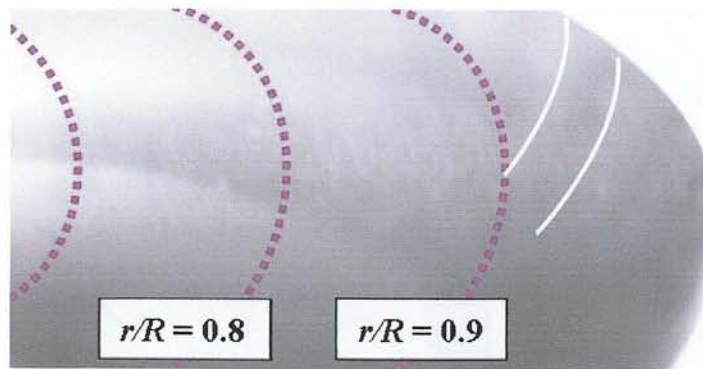


$t_{c,0.80} = 1.49 \text{ s}, N = 1487 \text{ rpm}$



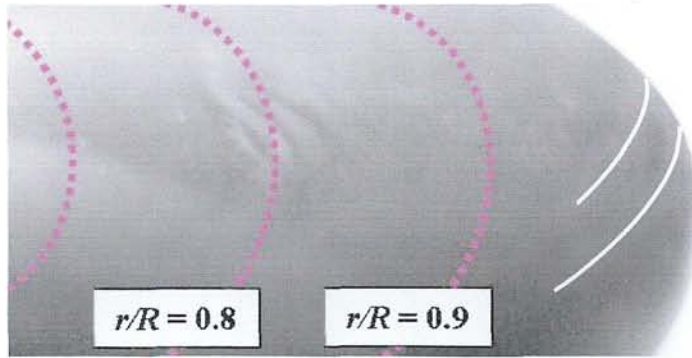
$t_{c,0.75} = 1.68 \text{ s}, N = 1677 \text{ rpm}$

(a) $a = 1000 \text{ rpm/s}$

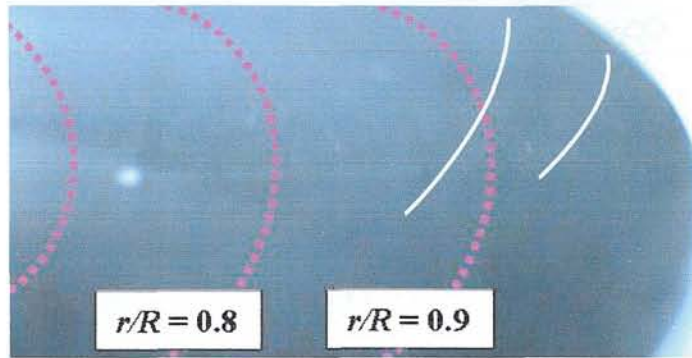


$t_{c,0.75} = 4.53$ s, $N = 1510$ rpm

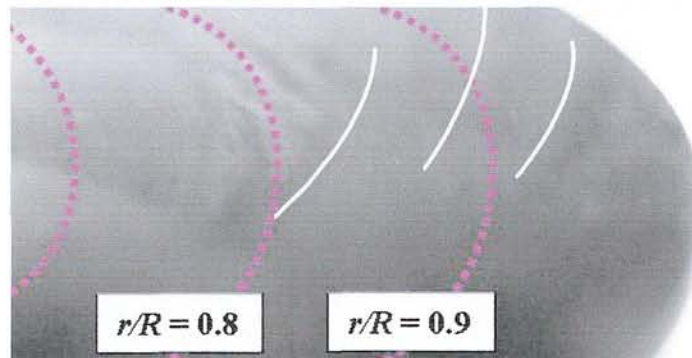
(b) $a = 333.3$ rpm/s



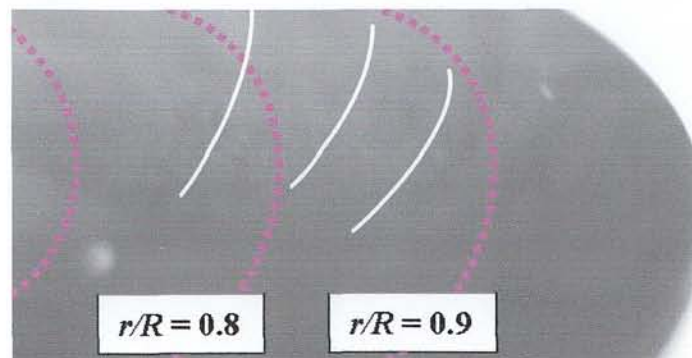
$t_{c,0.9} = 7.63 \text{ s}, N = 848 \text{ rpm}$



$t_{c,0.85} = 7.78 \text{ s}, N = 864 \text{ rpm}$



$t_{c,0.80} = 8.80 \text{ s}, N = 977 \text{ rpm}$



$t_{c,0.75} = 9.82 \text{ s}, N = 1091 \text{ rpm}$

(c) $a = 111 \text{ rpm/s}$

Photo 4.1 Results of visualization test in spin-up acceleration

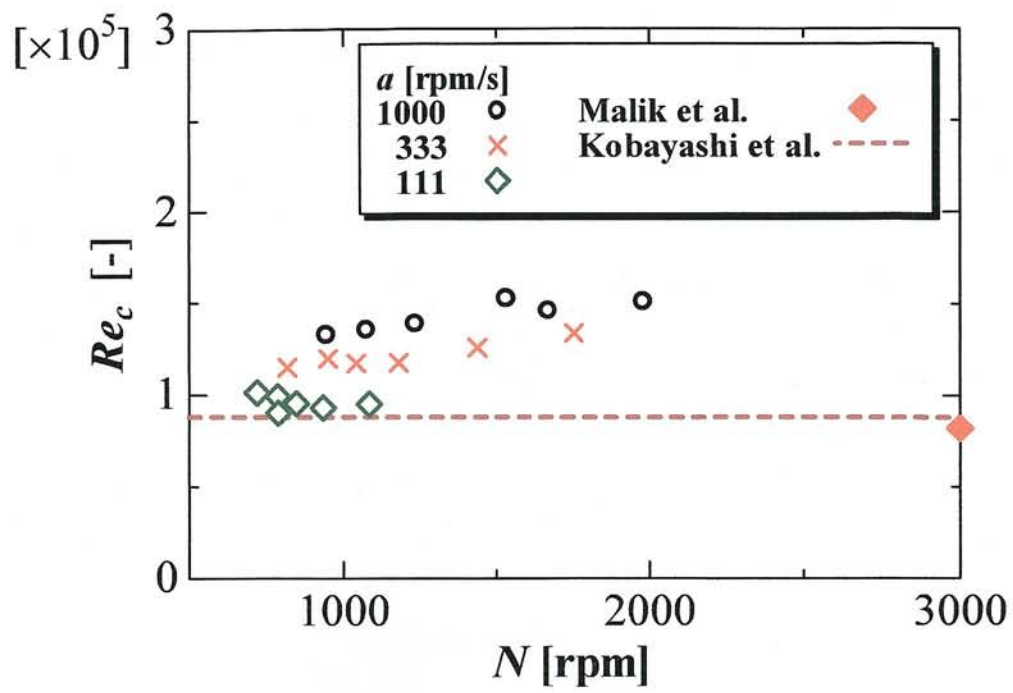


Fig.4.3 Radial distribution of Re_c (High speed camera)

4.4.3 回転加速中における回転円板上の境界層流れ

この節からは、熱線流速計を用い、回転開始から定常回転までにおける時系列データを取得し、Type Iが発生する過程における回転加速度、および排気流れの有無についての結果を述べる。

4.4.3.1 回転加速中における時系列データとスペクトルの関係

まず、本実験により得られた、時系列データとモータドライバ信号の関係を図 4.4 に示す。この時系列データは $a = 500 \text{ rpm/s}$, $r/R = 0.8$, $N_{max} = 3000 \text{ rpm}$ まで加速した例を示す。回転加速中では回転開始から 6 s 間は一定の回転加速度を受けて熱線の電圧値が変化している様子が分かる。その後、3000 rpm の定常回転になると気流は発達し、平均値がある一定となる速度を保持している様子が見て取れる。

図 4.5 には図 4.4 の時系列データの拡大図を時間別に示す。それぞれの時間は(a)層流域、(b)層流域～遷移域、(c)遷移域、(d)遷移域～乱流域にあると考えられる。図 4.6 に図 4.5 の時系列データより算出したパワースペクトルを示す。(a)では特徴的なピークは検出されない。(b)では 500 から 600 Hz 付近に微小なピークが検出される。このピークは図 4.5 (b) の時系列データで確認される低周波の中に生じる高周波成分であり、遷移渦の発生に起因するピークであると考えられる。また、時系列で確認される低周波は円板のぶれに起因するものである。(c)では、1000 Hz 付近にピークが検出され、この時刻における回転数は 2000 rpm であることから、このピークは遷移渦によるものと考えられる。(d)では、全体のスペクトル値が上がっており、特徴的なピークも見られないため、乱流域に移行した流れ場であることが推測される。

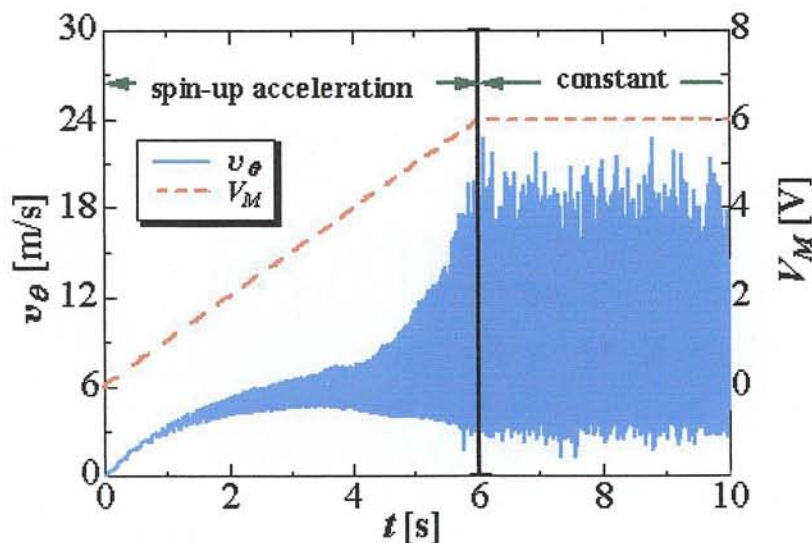
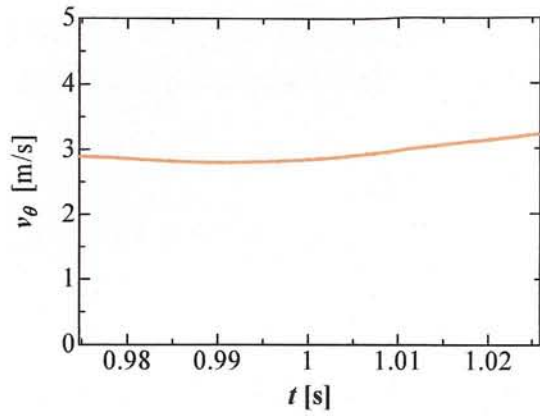
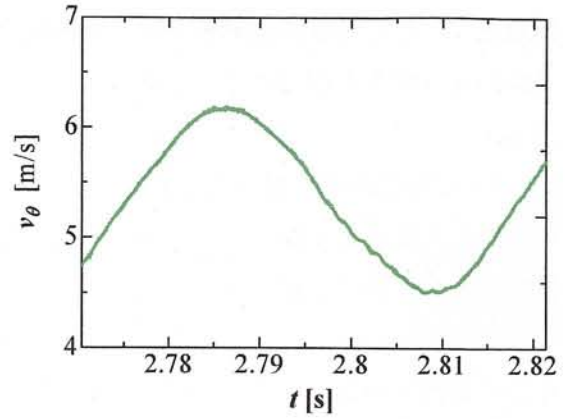


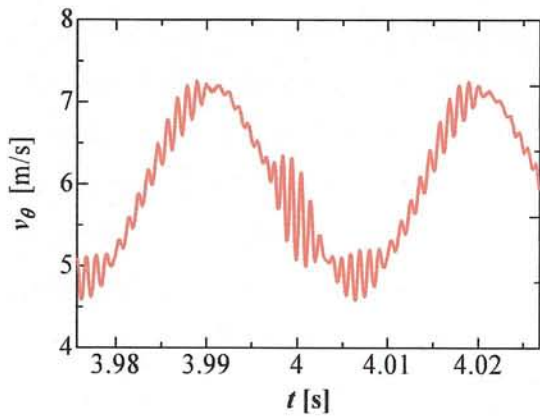
Fig.4.4 Relation between time series of v_θ and driver voltage ($a = 500 \text{ rpm/s}$, $r/R = 0.8$)



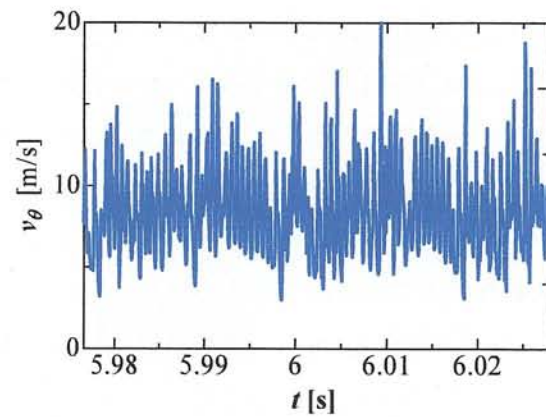
(a) 1.0 s, 500 rpm



(b) 2.8 s, 1400 rpm



(c) 4.0 s, 2000 rpm



(d) 6.0 s, 3000 rpm

Fig.4.5 Time series of tangential velocity ($a = 500$ rpm/s, $r/R = 0.8$)

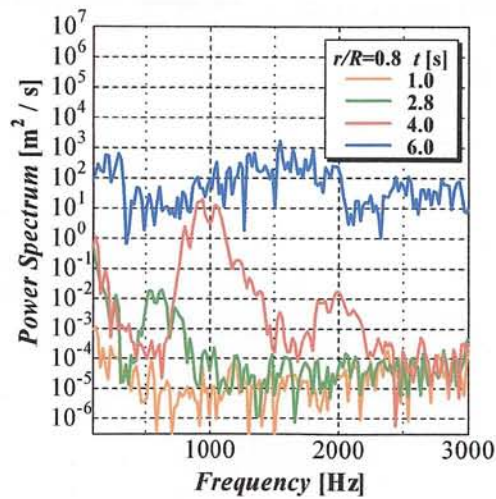


Fig.4.6 Power spectrum ($a = 500$ rpm/s, $r/R = 0.8$)

ここで、Type I の渦の個数と定常回転数におけるパワースペクトルピークの関係を示す。過去の研究⁽⁴⁾⁻⁽⁶⁾と第三章にて Type I の渦の個数は約 30 個であることが明らかである。ここで、30 個の渦が発生すると仮定すると、次式よりパワースペクトルのピーク周波数を算出することができる。

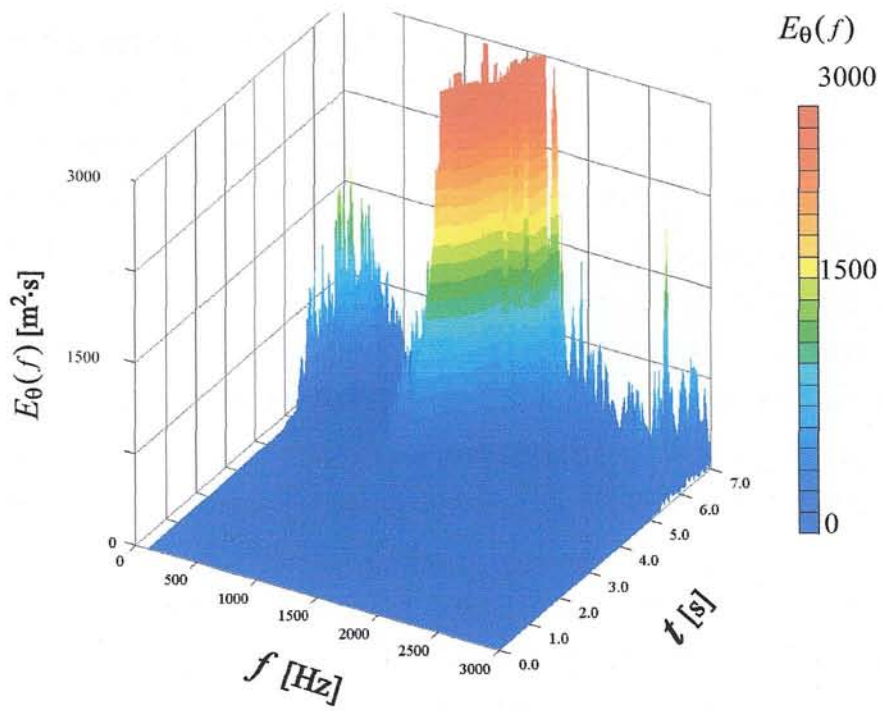
$$f_{peak} = \frac{N}{60} \times 30 \quad (4.5)$$

上記の条件の場合、パワースペクトルのピーク周波数は 1500Hz と求めることができる。そして、第三章で示した、3000 rpm の定常回転時において発生するパワースペクトルのピーク値に等しいことが確認できる。式 (4.5) において、Type I が 30 個発生する場合のパワースペクトルのピーク周波数を表 4.3 に示す。

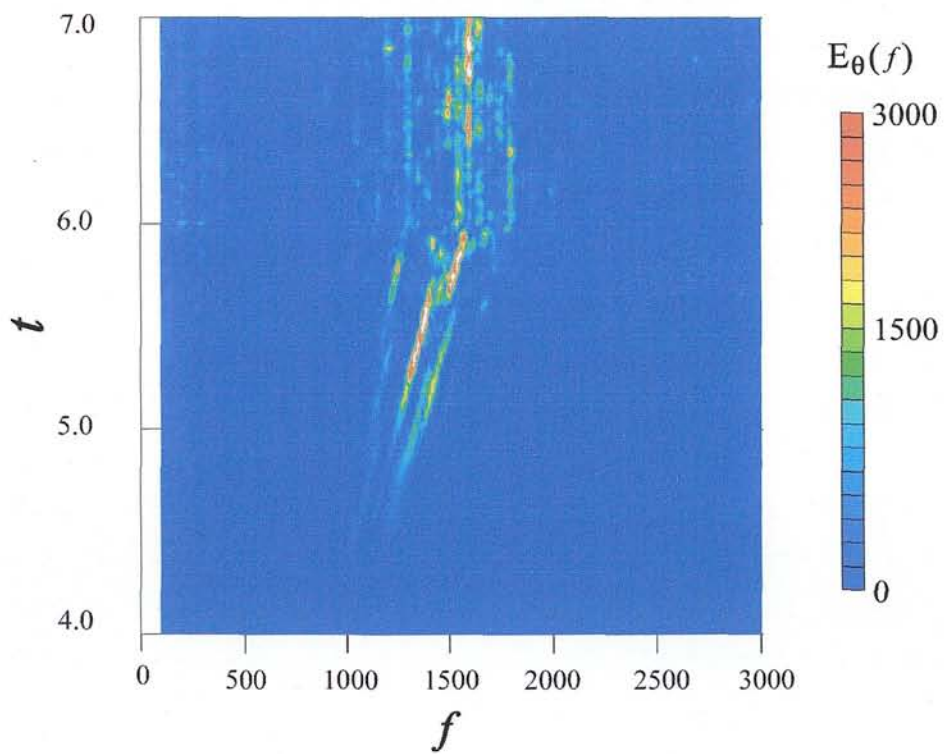
図 4.7(a)には図 4.6 で示したパワースペクトルの時間変化を表したカラーマップを示す。紙面奥行き方向に時間、縦方向にパワースペクトル、横方向に周波数をそれぞれ表す。スペクトルは時間が経過するにつれ、遷移渦が発生する 1500 Hz をピークとした変化が見て取れる。図 4.7(b)は横軸に周波数、縦軸に時間をとったパワースペクトルの時間変化を示す。この図より Type I より起因するピークは回転加速中に発生することがわかる。この場合、発生直後のピーク周波数は約 1200 Hz で回転数は約 2000 rpm に達しているものと考えられる。この周波数は、式 (4.5) で示す Type I が 30 個の渦と仮定した場合において、2000 rpm で生じるピーク周波数に一致する。この結果より、遷移渦の発生時より渦を 30 個形成することが考えられる。

Table 4.3 Relation between N and f_{peak}

N [rpm]	Peak frequency [Hz]
1600	800
2000	1000
2400	1200
2800	1400
3000	1500



(a) FFT 3-D power spectrum



(b) Spectrum of tangential velocity

Fig.4.7 3-D Power spectrum ($a = 500$ rpm/s, $r/R = 0.8$)

4.4.3.2 回転加速度がおよぼす Re_c , Re_t への影響

図 4.8 は周方向速度により求めた遷移渦の臨界レイノルズ数 Re_c と瞬時の回転速度 N との関係を示している。図中に Malik ら^{(1),(2)}, Kobayashi ら⁽³⁾ によって得られた Re_c もそれぞれ示している。また、図中に示す実線は実験結果を最小二乗近似したものである。可視化実験結果と同様、回転加速度が増すとともに Re_c が上昇することがわかる。いずれの回転加速度での Re_c も、定常回転での Re_c より高く、また $N_{\max} = 3000$ rpm に近づくほど Re_c は低下し、定常回転での Re_c に漸近している。 Re_c が右下がりであることは、遷移渦の発生位置が回転加速中に円板中心へ移動していることを表している。この特徴は可視化実験において遷移渦がエッジ部より発生し、円板中心側へ移動することと一致する。

図 4.9 は図 4.8 と同様に周方向速度から得られた遷移渦が各半径位置に到達したときの臨界レイノルズ数 Re_c である。回転加速度 a が大きいほど各半径位置での Re_c は大きく、また、遷移渦の発生位置が円板中心側に移動するにつれて Re_c は小さくなっており、定常回転時の Re_c に近づいている。

図 4.10 は速度計測から求めた遷移渦発生位置の円板中心方向への移動速度 U_c を示している。 $r/R \geq 0.70$ では a が大きいほど遷移渦の移動は高速であるが、遷移渦の発生位置が円板中心側に移動するにしたがい、移動が遅くなっている。上述したように、 a が大きいほど円板エッジ部での遷移渦の初生は遅れるが、 $r/R \geq 0.70$ の領域では発生位置の移動が速いため、円板中心側では回転加速度による Re_c の差が減少することが図 4.9 からわかる。

ここで a が Re_c に影響を及ぼした要因を考察する。円板の回転が加速される場合、境界層内の周方向速度の z 方向（円板に鉛直方向）分布が定常回転時の速度分布には即座に追従できないことが考えられる。そのため、円板が加速される場合、境界層内のある高さにおける周方向速度は、定常回転時の速度より小さくなっている。流れの遷移は境界層内速度に依存するため、流速が小さいことで定常回転時に比べて遷移が遅れ、その結果、加速度が大きいほど遷移渦の初生が遅れると考えられる。図 4.11 に $a = 100, 1000$ rpm/s, $r/R = 0.8, z = 1.6\delta$ における周方向速度（回転一周分のピーク値）を示す。同一の瞬間回転速度に対して $a = 100$ rpm/s の速度が $a = 1000$ rpm/s の速度をわずかではあるが上回っている。円板表面にさらに近い位置での計測が可能であれば、この差はより顕著になると考えられる。

図 4.12 に周方向速度から求めた、遷移渦が崩壊するときのレイノルズ数 Re_t （乱流に遷移する Re ）と回転速度 N との関係を示している。また、 Re_c の場合と同様に Malik ら^{(1),(2)}, Kobayashi ら⁽³⁾ によって得られた Re_t も示している。乱流遷移を示す Re_t は、いずれの加速度においても定常回転時の Re_t よりも低い値をとるが、 $Re_t = 2.8 \times 10^5$ から 3.1×10^5 付近に集中しているため、 Re_t に及ぼす回転加速度の影響は小さいものと考えられる。

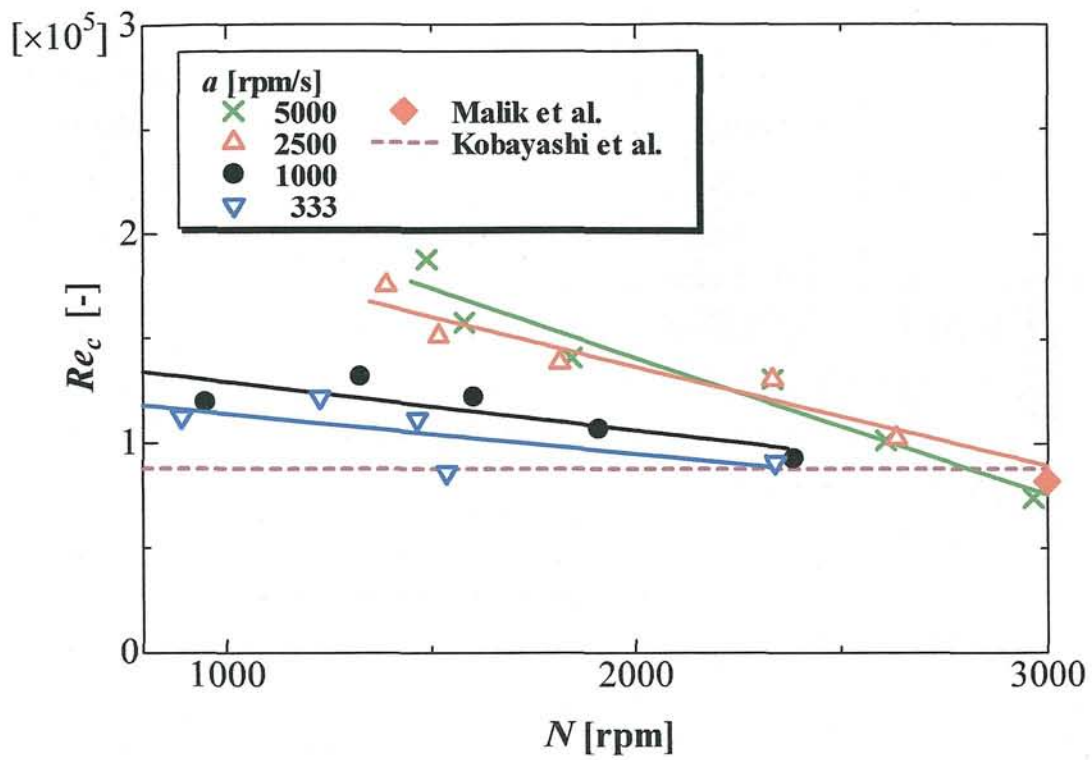


Fig.4.8 Relation between Re_c and N in accelerating

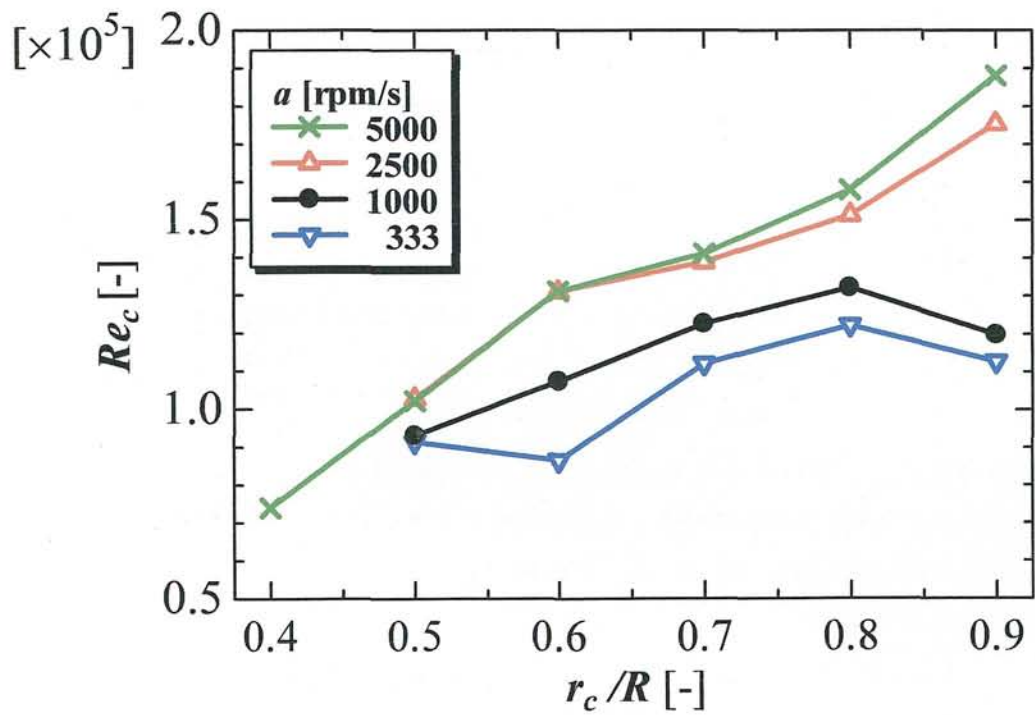


Fig.4.9 Radial distribution of Re_c

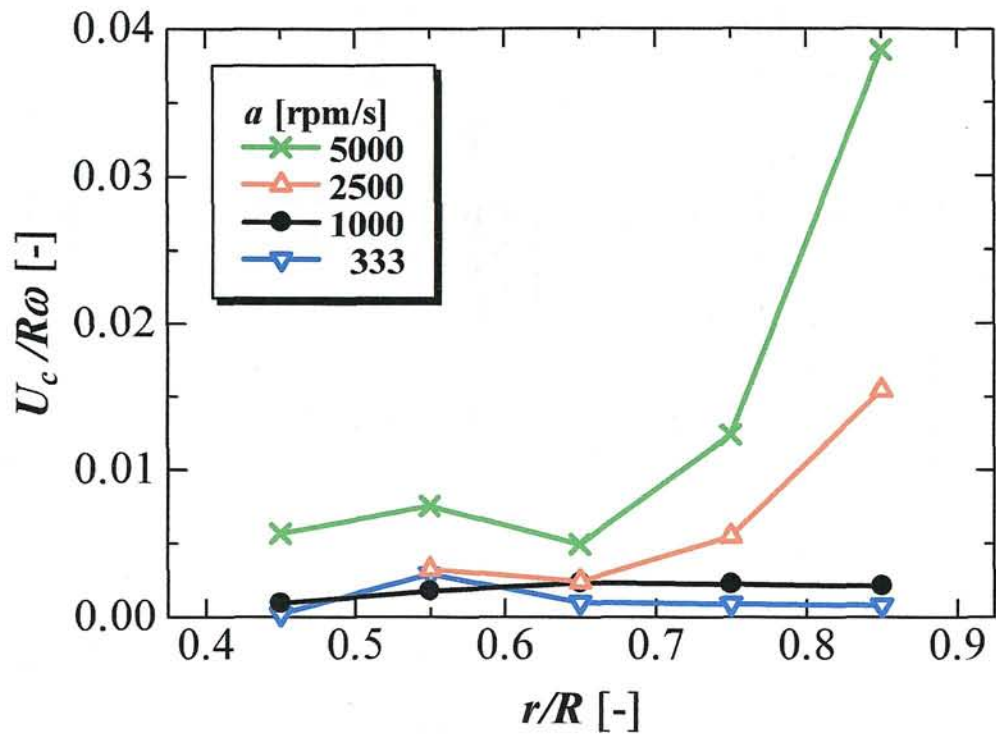


Fig.4.10 Radial distribution of $U_c/R\omega$

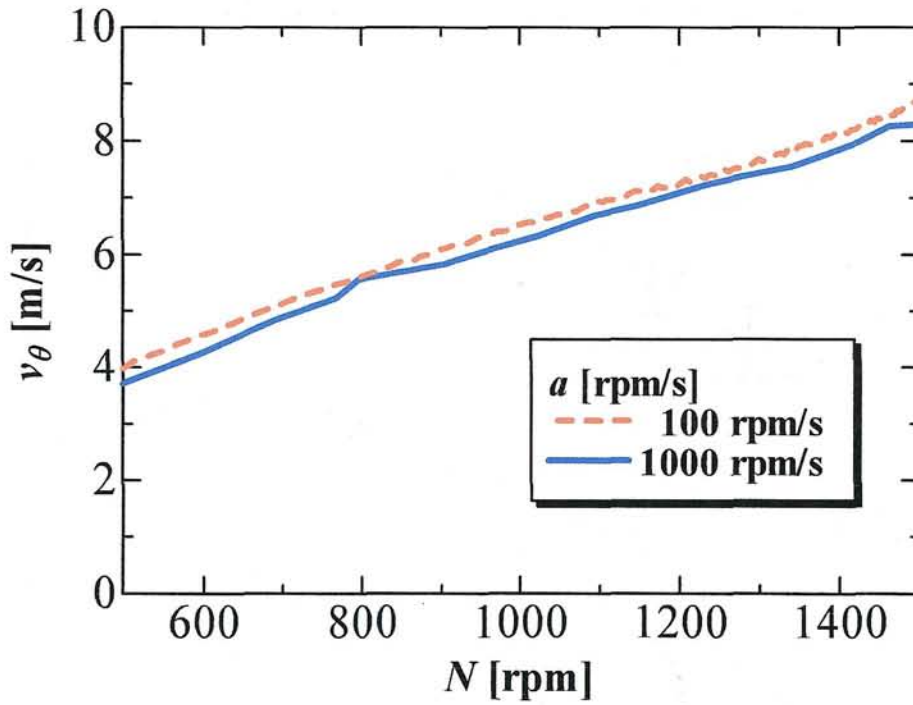


Fig.4.11 Time series of tangential velocity at $z = 1.6 \delta (r/R = 0.8)$

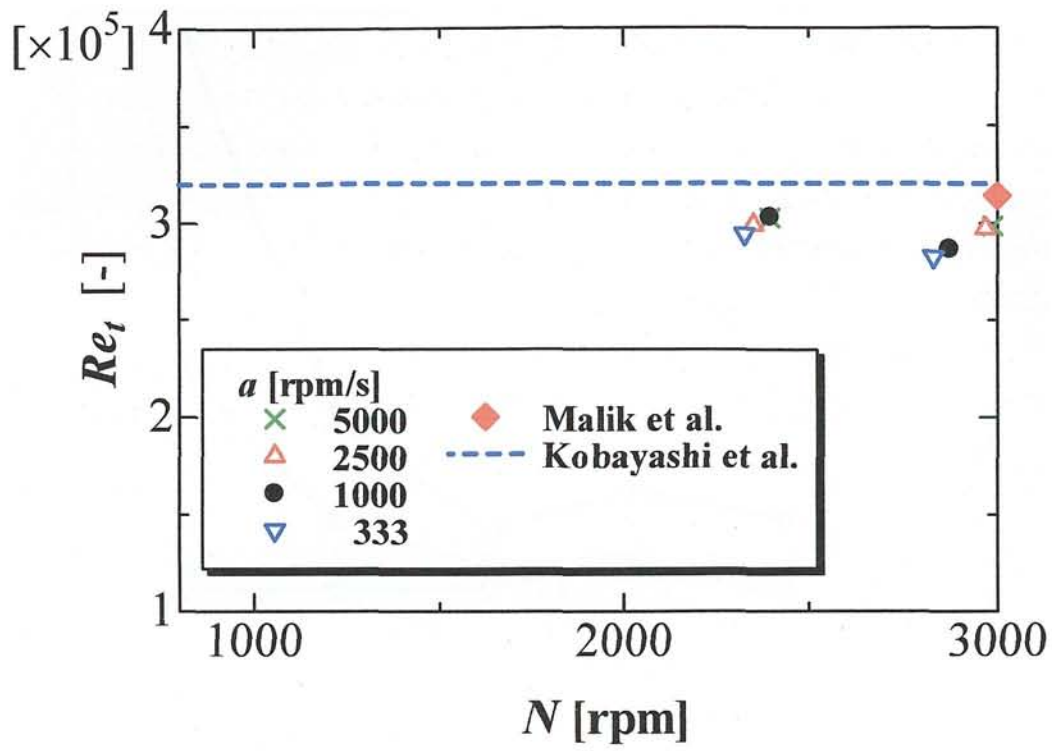


Fig.4.12 Relation between Re_t and N in accelerating

4.4.3.3 排気流量がおよぼす Re_c , Re_t への影響

図 4.13 には加速度 $a = 111.1 \text{ rpm/s}$ で固定し，排気流れの有無を変化させた場合における Re_c および図 4.14 には Re_t を描いたグラフである．横軸に回転数 N ，縦軸に Re_c , Re_t を与えている．両方の図ともに，図中の点線は可視化実験の結果と同様に Malik らによる線形安定性解析によって示された $Re_c (= 8.2 \times 10^5)$ および， $Re_t (= 3.14 \times 10^5)$ を示す．前節の回転加速度を変更した場合と同様に，排気の有無に寄らず， Re_c は Malik らが示した Re_c よりも高い値をとり， Re_t は Malik らが示した Re_t よりも低い値をとる．しかしながら，図中の Re_c , Re_t とともに排気流れの有無による差を確認することができなかった．

図 4.15 には排気流れの有無を変化させた場合での加速度 $a = 111.1 \text{ rpm/s}$, $r/R = 0.9$ の位置における時系列データを示す．この図より，排気の有無によって加速中における流速差はないことが言える．

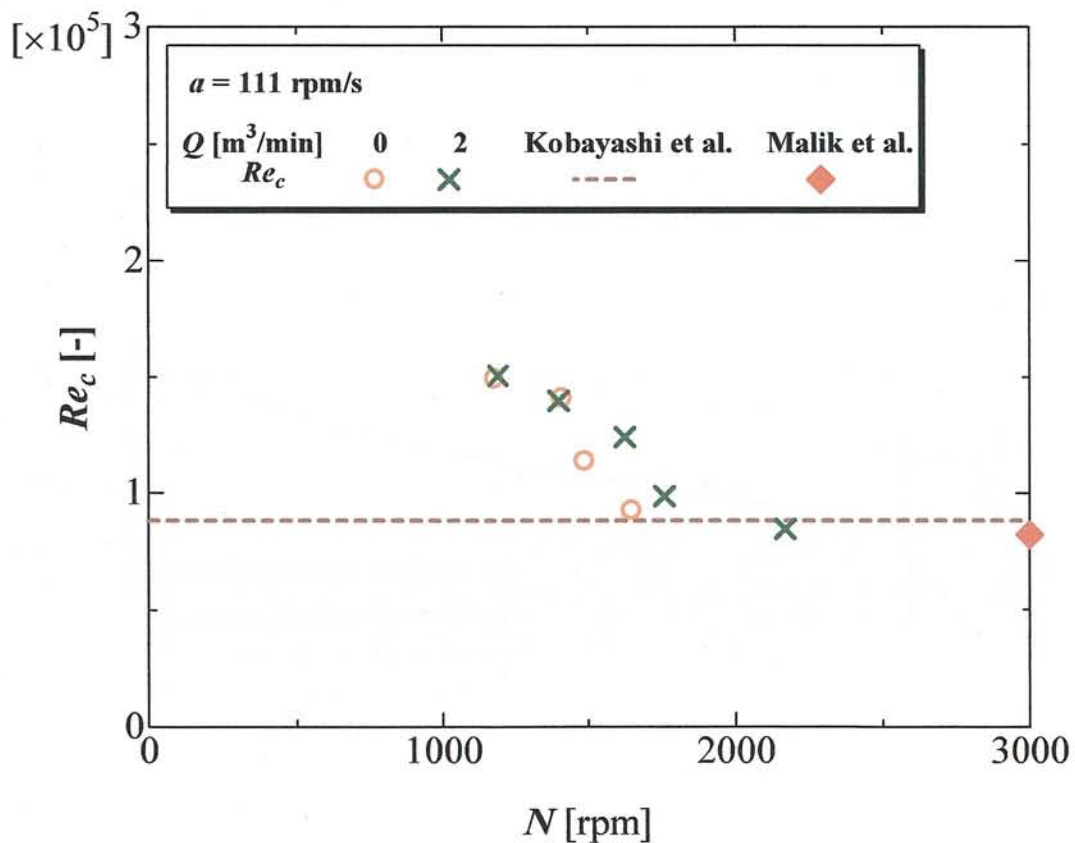


Fig.4.13 Relation between Re_c and N (Effect of exhaust flow)

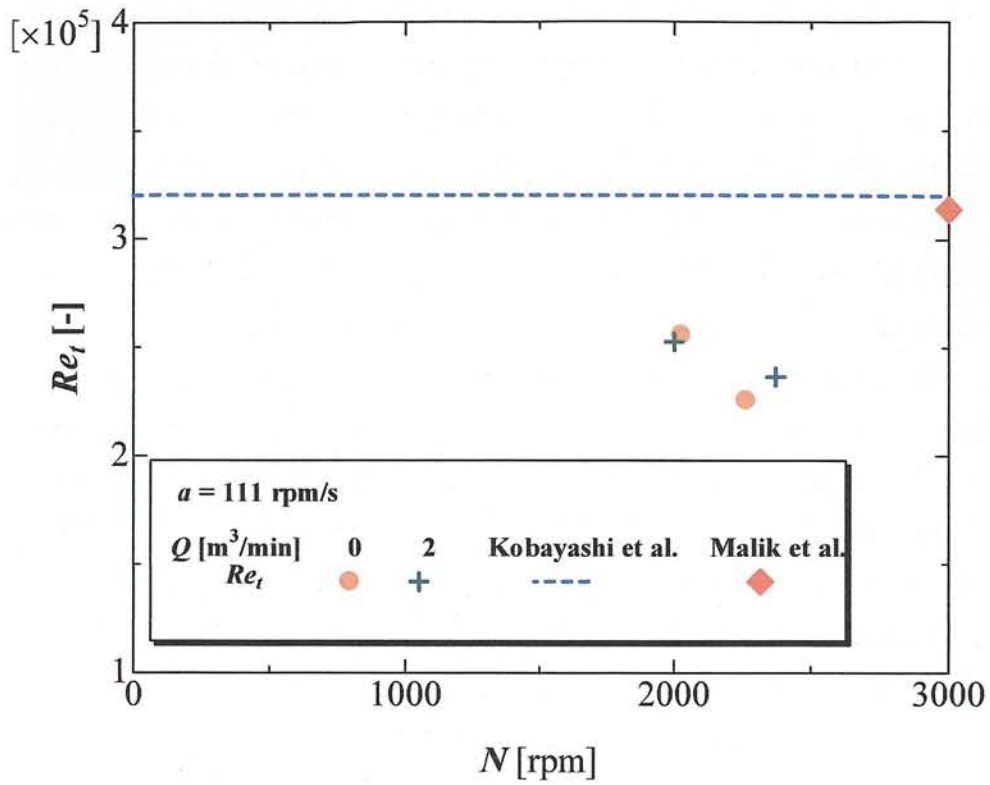


Fig.4.14 Relation between Re_t and N (Effect of exhaust flow)

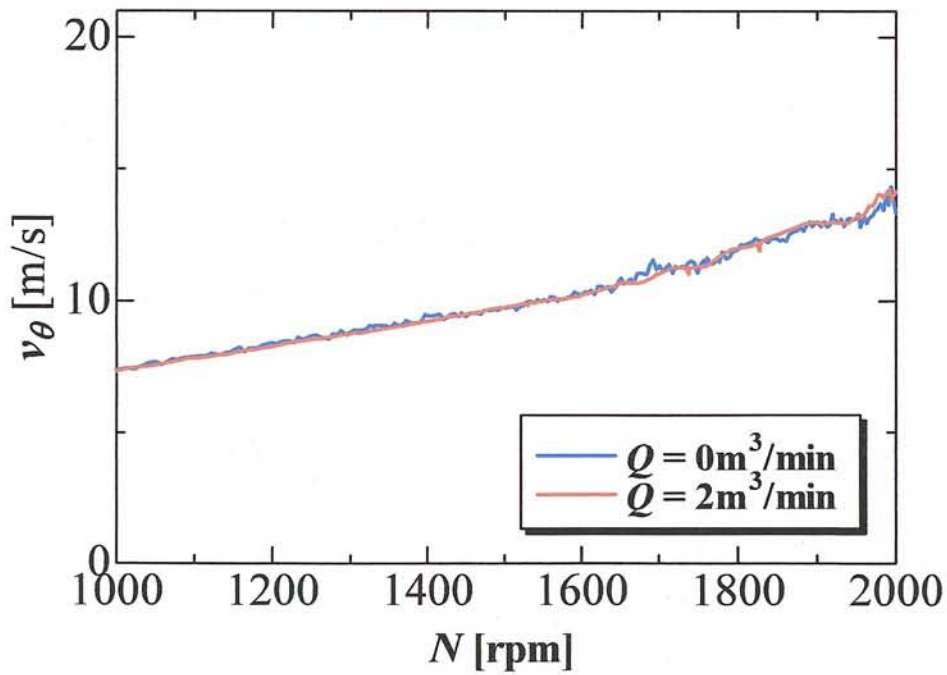


Fig.4.15 Time series of tangential velocity at $r/R = 0.8$ (Effect of exhaust flow)

4.5 結 言

本章ではスピンコーティングにおけるウェーハの回転加速中の Type I の生成過程に着目した高速度カメラを用いた可視化実験により Type I の過渡現象を捉え、また、熱線流速計を用い、回転開始から定常回転までにおける時系列データを取得し、Type I が発生する過程における回転加速度および排気流れの有無の影響について調査した。

可視化実験では回転円板端より円板中心に向かって移動する Type I の様子を捉えることができた。しかしながら、今回の実験においては $r/R \leq 0.7$ では Type I を確認することはできなかった。また、今回実験を行った回転加速度における Re_c は Malik らの示す Re_c を上回っている。さらに、回転加速度が速くなるに従い、 Re_c は増加する傾向にあること確認できた。これらの結果より、回転加速度が Type I の発生に影響を及ぼしていることが推測される。

次に熱線流速計を用い、Type I が発生する過程における回転加速度および排気流れの影響について調査した。回転速度が大きいほど遷移渦が発生する Re_c は高くなることを明らかにした。これは円板回転が加速される場合、境界層内速度の発達は円板回転速度に即座には追従できず、定常回転時と比べて流れの遷移が遅れるためである。また、遷移渦は発生直後より周方向に約 30 本あり、回転加速度が大きいほどエッジ部から円板中心へと高速に移動し、円板中心に近づくにつれその移動は遅くなることがわかった。一方、遷移渦が崩壊する Re_t は回転加速度によらずほぼ一定であることを示した。

排気流れの影響に関しては、 Re_c 、 Re_t とともに排気流れの有無による差は見られず、その時の回転加速中における周方向速度の差は確認することができなかった。

参考文献

- (1) M. R. Malik, S. P. Wilkinson and S. A. Orszag, (1981), "Instability and Transition in Rotating Disk Flow", *AIAA Journal*, Vol.19, No.9, pp.1131-1138.
- (2) S. P. Wilkinson and M.R. Malik, (1985), "Stability Experiments in the Flow over a Rotating Disk", *AIAA Journal*, Vol.23, No.4, pp.588-595.
- (3) R. Kobayashi, Y. Kohama, and Ch.Takamadate, "Spiral vortices in boundary layer transition regime on a rotating disk", *Acta Mechanica*, 35, (1980), pp.71-82.
- (4) Bornside, D. E. and Brown, R. A., (1992), "The effect of gas phase convection on mass transfer in spin coating ", *J. Appl. Phys.*, Vol.73, No.2, pp. 585-600.
- (5) Wahal, S. Oztekin, A., Bornside, D. E. and Brown, R. A. , (1993), "Visualization of a gas flow instability in spin coating systems", *Appl. Phys. Lett.* , Vol.62, No.20, pp. 2584-2586.
- (6) Öztekin, A., Bornside, D. E. and Brown, R. A., (1995), "The connection between hydrodynamic stability of gas flow in spin coating and coated film uniformity", *J. Appl. Phys.*, Vol.77, No.6, pp. 2297-2308.

第5章 結 論

本研究は、スピニングによる高精度な薄膜形成技術に貢献することを目的とし、スピニングでは必要不可欠であるキャッチカップ並びに排気流量が存在する回転円板上の気流の様子を実験により解明してきた。

第二章では、スピニングにおいてエッジ部近傍における盛り上がりが生じる原因を追究するため、まず LDV を用いた回転円板上の気流の計測を行い、排気流れとキャッチカップ形状が円板上の境界層流れに及ぼす影響や、円板上の気流とレジスト膜の乾燥との関係について考察を行った。その結果、排気が無い場合、各速度成分とも $r/R < 0.99$ の領域において、キャッチカップ形状に無関係に Karman の理論値にほぼ一致することが確認された。また、各速度成分を円板との相対速度で考慮した場合、 $r/R \geq 0.80$ の範囲で排気流れの影響を受け、各速度成分ともに増加しており、この傾向はエッジ部に近いほど顕著に現れることが確認された。今回の LDV での気流の計測結果より、スピニングにおいて、エッジ部近傍での膜厚の増加が改善された Cup B の相対速度分布は、各速度成分に共通して Cup A に比べて小さい値を示し、Karman の理論値に近い値であることが明らかになった。このため、Cup B ではレジストの乾燥が比較的緩やかに乾燥したと考えられ、エッジ部近傍の膜厚が平坦化されたと推測される。さらに、この推測を検証するために、赤外線サーモグラフィを用いて回転円板表面温度を計測し、回転円板上の溶液が定率で蒸発する期間での時間的溫度変化率を算出し、Cup A, B のエッジ部近傍の乾燥について調査を行った。まず、デジタルビデオカメラで回転円板上の乾燥過程を可視化する実験より、回転円板表面温度の時間変化率が乾燥速度を評価する指標となることがわかった。さらに、Cup A の時間的溫度変化率はエッジ部近傍において Cup B よりも大きく、乾燥がより早く進行していると考えられ、乾燥速度も速度分布と同様にキャッチカップの形状に影響しているものと考えられる。以上の結果を踏まえ、低速回転時におけるエッジ部近傍でのレジスト膜厚の盛り上がりについて考察した。エッジ部近傍での相対速度は、回転円板上に形成された層流境界層の相対速度より大きいため、レジストの乾燥が早く進行すると考えられる。これが要因となり、レジスト液膜表面に皮膜が形成され、内部に溶媒を含んだまま蒸発が停止すると考えられる。そのため、その時点で液膜は固定され、膜厚の減少が抑えられ、これがエッジ部近傍における盛り上がりの原因となることが考えられる。一方、円板中心付近では、液膜表面と内部で乾燥が緩やかに進行するため、内部での溶媒の残留が少なく、エッジ部近傍よりも薄い均一な膜が形成される。今回使用した Cup B では、Cup A に比べてエッジ部近傍での相対流速が層流境界層と仮定した場合の相対速度に近く、エッジ部近傍でも円板中心付近と同程度に乾燥が緩やかに進行し、その結果、膜厚の均一化へとつながったものと考えられる。

第三章ではスピニングにおいて定常高速回転時に発生する遷移渦 (Type I) の特性について可視化実験と回転円板上の気流の計測を行った結果について述べた。可視化実験では墨汁と台所用洗剤を調合した油膜を用い、Type I による筋を円板上で観察した。また、回転円

板上の気流の計測においては、熱線流速計を用いて回転と同期した計測を行い、排気流量の影響について考察を行った。油膜法を用いた可視化実験では、Type I による 30~32 本の筋が観察された。しかし得られたパターンからは臨界半径の観察が困難であったため、Malik らが示す臨界半径とは異なる値が得られた。排気流量 Q を最大 $3 \text{ m}^3/\text{min}$ まで行ったがこれによる影響を得られた可視化パターンから確認できなかった。熱線流速計による計測では、高速回転において周方向速度成分、半径方向速度成分を計測し得られたデータからパワースペクトルを算出した。まず、円板上の速度とその乱れ度の等値線図から Type I と思われる周期的な速度差を観察することができた。さらにパワースペクトルから Type I によるピークを確認することができた。また、時系列データから判定を行った Type I の出現臨界半径は排気流量の有無によらず、ほぼ一定の半径位置を示した。このため、排気流量により Type I は変化しないものと考えられる。次に円板表面からの高さ z を変化させて、周方向速度および半径方向速度の計測を行った。その結果、今回測定した高さの範囲においてもパワースペクトルから Type I によるピークを確認することができた。これにより、Type I は高さ方向に構造を持つ渦であることが確認できた。また、高さ方向における排気流れの影響に関しては、円板端近傍では排気流れの影響による速度分布の変化が確認できた。しかしながら、スペクトルのピーク値および時系列データより Type I の発生位置、発生個数には変化を及ぼさないことが確認できた。

第四章ではスピンコーティングにおけるウェーハの回転加速中の Type I の生成過程に着目した。高速度カメラを用いた可視化実験により Type I の過渡現象を捉え、また、熱線流速計を用い、回転開始から定常回転までにおける時系列データを取得し、Type I が発生する過程における回転加速度および排気流れの有無の影響について調査した。可視化実験では回転円板端より円板中心に向かって移動する Type I の様子を捉えることができた。しかしながら、今回の実験においては $r/R \leq 0.7$ では Type I を確認することはできなかった。また、今回実験を行った回転加速度における Re_c は Malik らの示す Re_c を上回っている。さらに、回転加速度が速くなるに従い、 Re_c は増加する傾向にあること確認できた。これらの結果より、回転加速度が Type I の発生に影響を及ぼしていることが推測される。次に熱線流速計を用い、Type I が発生する過程における回転加速度および排気流れの影響について調査した。回転速度が大きいほど遷移渦が発生する Re_c は高くなることを明らかにした。これは円板回転が加速される場合、境界層内速度の発達に円板回転速度に即座には追従できず、定常回転時と比べて流れの遷移が遅れるためである。また、遷移渦は発生直後より周方向に約 30 本あり、回転加速度が大きいほどエッジ部から円板中心へと高速に移動し、円板中心に近づくにつれその移動は遅くなることがわかった。一方、遷移渦が崩壊する Re_t は回転加速度によらずほぼ一定であることを示した。

排気流れの影響に関しては、 Re_c 、 Re_t とともに排気流れの有無による差は見られず、その時の回転加速中における周方向速度の差は確認することができなかった。

以上が本研究より得られた結論である。

謝 辞

本研究を遂行するに当たり、御懇篤な御指導と御鞭撻を賜った熊本大学工学部教授 大庭英樹博士に深甚の謝意を表します。また、本研究の全般にわたり多大なる御協力と御助言をいただきました熊本大学工学部准教授 吉川浩行博士、熊本大学工学部助教 宗像瑞恵博士に深く感謝致します。

本論文を纏めるに当たり、熊本大学工学部教授 佐田富道雄博士、鳥居修一博士、および原田博之博士には本研究の細部にわたり、貴重な御助言を頂きました。深くお礼申し上げます。

本研究は東京エレクトロン九州株式会社との共同研究であり、同社要素技術開発部の竹下和宏博士、栗島啓聡氏には実験装置の提供ならびに計測装置の購入に当たり、多大なる御協力をいただきました。ここに記し謝意を表します。

次に、著者は博士後期課程在籍中に熊本大学 21 世紀 COE プログラム「衝撃エネルギー科学の進化と応用」のジュニア・リサーチ・アソシエイトに所属する機会をいただき、様々なセミナーやポスター発表を通し、本研究に対する貴重な御助言を頂きました。この場を借りて、深くお礼を申し上げます。

本研究は著者が熊本大学流体機械工学研究室に在籍した当時から始まった研究であり、本研究の実験には多くの修了生、卒業生が参加され、この御助力は多大でありました。また、著者が在籍中において、多くの修了生、卒業生が本研究室から社会に出られました。苦楽を共にした日々は決して忘れることはありません。この場を借りて厚くお礼を申し上げ、これからの御活躍をお祈りいたします。

まだまだ感謝の意を表したい方はたくさんおられますが、非常に長くなるので割愛させていただくことを御容赦ください。

このように、学部の 4 年間、博士前期課程の 2 年間、博士後期課程の 3 年間と本当に多くの人と出会い、尊敬できる先生方、先輩方、良き後輩と多くの友人に恵まれました。これらの機会を与えていただいたことを大変嬉しく、そして誇りに思います。最後に長きに渡る学生生活を暖かく見守ってくれた家族に大変感謝いたします。この場を借りて感謝の意を表し、本論文の結びと致します。

2008 年 3 月

木村誠一