紫外光を用いた先進的研磨法の実用化に関する研究

2014 年 3 月

熊本大学大学院自然科学研究科

坂本　武司

― 目次 ―

第１章　序　論

1.1 研究の背景・・・ 1
1.2 既往の研究・・・ 6
1.2.1 硬脆材料の鏡面研磨技術・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 6
a)ラッピングとポリシング(機械的な研磨加工）・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 6
b）CMP と MCP（機械的な作用と化学的な作用を複合させた研磨加工）・ 7
1.2.2 SiC とその平滑化技術・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 8
1.2.3 ダイヤモンドとその平滑化技術・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 11
1.2.4 合成石英を工具として使った加工・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 15
1.2.5 紫外光を用いた加工・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 16
1.3 本研究の目的・・・ 18
1.4 本論文の構成・・・ 19
参考文献・・ 20

第２章　UV アシスト研磨のメカニズムの検証

2.1 はじめに・・・ 24
2.2 UV アシスト研磨の理論・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 26
2.2.1 光化学の概要・・・ 26
2.2.2 機械的な研磨作用・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 29
2.3 UV アシスト研磨による SiC 基板表面の除去メカニズムの検証・・・・・・・・ 30
2.3.1 UV アシスト研磨による SiC 基板表面の除去メカニズムの概念・・・・・ 30
2.3.2 UV アシスト研磨により発生する CO ガスの検出・・・・・・・・・・・・・・・・・ 32
2.3.3 大気中における UV 照射の効果の検証・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 33
2.3.4 熱酸化現象の検証・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 36
2.3.5 研磨雰囲気が研磨レートに及ぼす影響の検証・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 38
2.3.6 研磨雰囲気が UV 照射の効果に及ぼす影響の検証・・・・・・・・・・・・・・・ 41
2.3.7 MCP による表面改質の検証・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 44
2.4 UV アシスト研磨によるダイヤモンド基板表面の除去メカニズムの検証・・・ 46
2.4.1 UV アシスト研磨によるダイヤモンド基板表面の除去メカニズムの概念 46
2.4.2 ダイヤモンド基板表面の除去メカニズムの検証実験・・・・・・・・・・・・・・ 47
2.4.3 研磨雰囲気および UV 照射の効果の検証・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 48
2.4.4 ダイヤモンド基板の除去メカニズムの考察・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 49
2.4.5 ダイヤモンド基板から発生する発光現象の分析・・・・・・・・・・・・・・・・・ 51
2.4.6 UV アシスト研磨により発生する CO ガスの検出・・・・・・・・・・・・・・・・・ 53

2.4.7 UV アシスト研磨により生成した研磨粉の分析・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 55
2.4.8 ダイヤモンド基板表面の除去メカニズムモデルの提案・・・・・・・・・・・・ 57
2.5 おわりに・・・ 58
参考文献・・・ 59

第 3 章　SiC 基板の超平滑研磨加工
3.1 はじめに・・・ 60
3.2 ダイヤモンドラッピングによる前加工技術・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 60
3.3 大口径合成石英定盤による SiC 基板の UV アシスト研磨・・・・・・・・・・・・・・ 65
3.3.1 φ350mm の合成石英定盤による 2 インチ基板の研磨特性・・・・・・・・ 65
3.4 管状石英工具による SiC 基板の局所加工と工具形状の検討・・・・・・・・・・・ 69
3.4.1 φ25mm 肉厚 2.5mm の管状石英工具による研磨特性・・・・・・・・・・・・ 69
3.4.2 φ25mm 肉厚 4.0mm の管状石英工具による研磨特性・・・・・・・・・・・・ 73
3.4.3 φ50mm 肉厚 10mm の管状石英工具による研磨特性・・・・・・・・・・・・・ 77
3.5 おわりに・・・ 81
参考文献・・・ 82

第 4 章　ダイヤモンドウェハの超平滑研磨加工
4.1 はじめに・・・ 83
4.2 10mm 角ダイヤモンドウェハの研磨特性・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 84
4.3 モザイクウェハの研磨特性・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 87
4.3.1 モザイクウェハの接合部の研磨特性・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 88
4.3.2 モザイクウェハ全面の研磨特性・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 90
4.4 ダイヤモンドウェハの欠陥評価・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 93
4.5 おわりに・・・ 95
参考文献・・・ 96

第 5 章　ダイヤモンド工具の高度化加工
5.1 はじめに・・・ 97
5.2 PCD 製工具の鋭利化技術・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 98
5.2.1 PCD エンドミルの鋭利化・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 98
5.2.2 鋳造用アルミニウム合金に対する切削性能・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 99
5.2.3 高張力マグネシウム合金に対する切削性能・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・101
5.3 CVD ダイヤモンド膜付工具の鋭利化技術・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 102
5.3.1 CVD ダイヤモンド膜付工具の鋭利化・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 102
5.3.2 UV アシスト研磨による CVD 膜の研磨特性・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・103

5.3.3 研磨面の異なる CVD 膜付工具の製作と性能評価・・・・・・・・・・・・・・・・ 106
5.4 ダイヤモンド整列砥粒工具のツルーイング技術・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 114
5.4.1 ダイヤモンド砥粒整列砥石について・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・ 114
5.4.2 UV アシストツルーイング技術の開発・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・115
5.4.3 フライス加工への適用・・・ 121
5.5 おわりに・・・ 123
参考文献・・・ 124

第 6 章　総　括・・・ 126

謝　辞

第 1 章　序　論

1.1　研究の背景

筆者が本学の博士後期課程に入学する直前，2011 年 3 月 11 日（金）14 時 46 分，太平洋三陸沖を震源として発生した東北太平洋沖地震は，東北から関東で甚大な被害をもたらし，東日本大震災となった．地震により発生した津波が人や車や街を飲み込んでいく様子を我々はテレビの中継放送で見ていることしかできなかった．津波により発生した福島第一原子力発電所の事故は，国際原子力事象評価尺度（INES）で最悪レベルの 7（深刻な事故）に分類される大惨事となった．発電施設の崩壊のため，電力不足が懸念された東日本への送電を行うことも検討されたが，東日本と西日本では電気の周波数が異なるため，全国に 3 カ所（佐久間周波数変換所（30 万 kW），新信濃変電所（60 万 kW），東清水変電所（10kW））しか存在しない周波数変換所の全容量 100 万 kW しか融通することができなかった．定期検査により稼働停止中の原子力発電所を再稼働することには安全性の保障が疑問視されており，筆者が論文を執筆している平成 25 年 11 月現在，国内で稼働する原発 50 基すべてが稼働を停止した状態となっている．これまで原子力発電で担っていた電力の発電は LPG ガスと石油を燃やす火力発電で賄っており，過剰運転による発電所設備の老朽化と二酸化炭素の発生が懸念されている．今後，原子力発電所が全く再稼働しないということは考えられないが，安全性の保障や核廃棄物の処理など課題は多く，慢性的な発電量不足に陥ることは容易に想像できる．これまでも省エネルギーの必要性は声高に叫ばれてきたが，電気エネルギーの恩恵とそれを使用することによるリスクが存在することを我々がこれほど切実に実感することは初めての経験だと考えられる．わが国の電力網システムは世界的に評価が高かったが，意外と脆弱で，持続可能なシステムには至っていないことが明らかとなった．

次世代電力網システム（スマートグリッド）の実現は震災前から提案されていた．電力の流れを送電側，受電側双方で制御し，最適化することができる理想的な送電網によって電力の損失を少なくし，効率的な消費をするシステムの実現である．**図 1.1** に電力ネットワークとスマートグリッドの概念図を示す．今後，日本が原子力発電からの脱却や二酸化炭素の削減などを目指し，風力発電や太陽光発電など，自然エネルギーを利用した発電設備を普及させることを考えた場合，それらの発電量は非常に不安定であるため，スマートグリッド化による高効率な送電と消費が期待されている．スマートグリッド化のキーテクノロジーとなるのがパワーエレクトロニクスである[1)]．エレクトロニクスは，電気の利用技術として電気工学から真空管の発明を契機に波状してきた．半導体を用いたダイオードやトランジスターの作製・利用技術の進展に伴い，コンピュータの発展を後押しして IT（Information Technology）技術を生

み，今日の情報化社会を生み出すに至っている．また，技術が進展・成熟するに従って，電力エネルギーの変換・制御においてもエレクトロニクスが応用され，パワーエレクトロニクスという技術分野を形成した．そこではエネルギーとしての電力が処理の対象となり，情報通信分野以上に省エネルギー技術として位置づけられる．エレクトロニクスというと，目には見えない電子の挙動を魔法のようなもので制御しているようなイメージを持つ人もいるかもしれないが，半導体素子などのハードウェアの発達こそがエレクトロニクス技術の発達である．低損失で高速動作が可能な CPU 半導体を用いた電力送電の効率的な管理と，高性能パワー半導体を用いた高効率な電力の変換と制御がスマートグリッド化を実現する上で求められている．

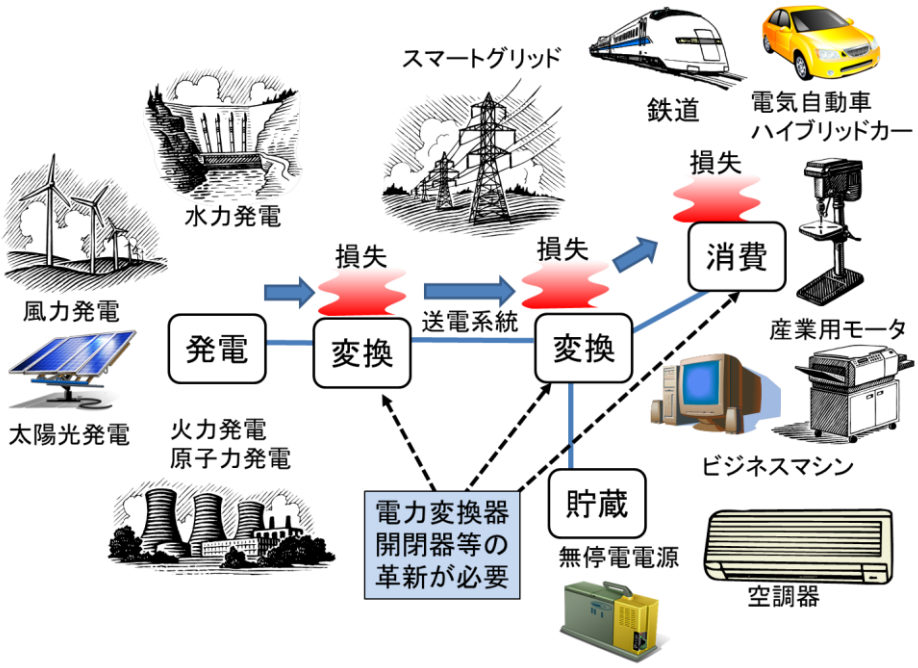


図 1.1　電力ネットワークとスマートグリッドの模式図

現在，多種多様な電気・電子機器に使用されているパワー半導体材料はシリコン（Si）であるが，物性面における性能限界により，今後の機能高度化ニーズに対応することは不可能であると言われている．従来の Si 半導体に対して，次世代半導体材料として提案されている材料は，炭化ケイ素（SiC），窒化ガリウム（GaN），ダイヤモンドなどがある [2)3)]．**表 1.1** に従来の半導体材料である Si，GaAs と，次世代半導体材料として提案されている SiC，GaN，ダイヤモンドの特性を示す．

表 1.1　従来の Si，GaAs 半導体とワイドバンドギャップ半導体の物性値

	Traditional semiconductors		Wideband gap semiconductors		
	Si	GaAs	GaN	4H-SiC	Diamond
禁制帯幅 バンドギャップ(eV)	1.12	1.42	3.42	3.26	5.47
電子移動度(cm^2/Vs)	1350	8500	1500	1000	2000
絶縁破壊電界強度 (MV/cm)	0.3	0.4	3	2.8	8
飽和ドリフト速度 (cm/s)	1.0×10^7	1.0×10^7	2.4×10^7	2.2×10^7	2.5×10^7
熱伝導率（W/cmK）	1.5	0.46	1.3	4.9	20
Johnson の性能指標 トランジスタの周波数，パワー性能	1	1.8	580	420	4400
Keyes の性能指標 熱的高周波数限界	1	0.52	1.5	5.8	32
Baliga の性能指標 高パワー，高周波数における損失	1	15	850	470	13000

SiC，GaN，ダイヤモンドは，構成元素として C や N 等の周期律表中で第 2 周期に位置する軽元素を含んでおり，一般に Si や GaAs に比べて結晶の格子定数が小さく，半導体材料として一番の基礎特性であるバンドギャップ値が大きくなるという特性を持つワイドバンドギャップ半導体である．格子定数が小さいという特徴は，必然的に原子間の結束が強いということに関係する．材料特性の観点から着目すると，大きな原子間結合エネ

ルギーと小さな構成原子の質量により，ワイドバンドギャップ半導体はフォノンエネルギーが大きくなり，熱伝導度や飽和ドリフト速度，絶縁破壊電圧といった物性値が極めて大きな値となる．これらの材料特性は，デバイスとして利用した際に低損失，高耐圧，高速動作等の特性をもたらし，高温動作素子，低損失高パワー素子等，高出力の省エネルギーデバイスとしての優位な特性となる．パワー半導体に利用するための性能指数（Figure of Merit）が今までにいくつか提案されている．高周波デバイスへの応用を評価する Johnson 指標，熱的な高周波数限界を評価する Keyes 指標，高パワー高周波数に対する損失を評価する Baliga 指数などがあり，いずれもワイドバンドギャップ半導体の方が Si 半導体と比べると大きい値であり，低損失かつ高性能な半導体材料として期待できる．

高性能な半導体デバイスを製作するためには，エピ膜の成長を妨げることがないように，基板を加工変質層などのない超平滑に研磨する必要がある．また，パターンを焼き付けるときの焦点距離を基板全面で等しくするため，基板全体の平坦性も保たれなくてはならない．しかし，SiC，GaN，ダイヤモンドは物理的にも非常に硬くて脆い難加工性材料である．また，化学的にも安定しているため，エッチングなどの化学的な加工も難しい．SiC は，サイリスタなどのパワー半導体として既に実用化されている例もあるが，SiC を製品基板にするまでには，マルチワイヤーソーによる切断粗加工，ダイヤモンド砥石による研削，粒度の違う砥粒による複数回のダイヤモンドラッピング，複数回の CMP（化学的機械的研磨加工）を施す必要がある．加工に費やする膨大な時間とコストは普及を妨げる大きな課題となっている．同じく，ダイヤモンドは，SiC を凌駕する究極の半導体材料として期待されている[4]が，物質中でもっとも硬く，化学的にも安定しているので，化学反応を応用した研磨加工も非常に困難である．中世から行われているスカイフ研磨は，鋳鉄定盤にオリーブオイルとダイヤモンド粒子を付着させて高速で研磨を行う研磨加工であるが，熱的化学反応と機械的な研磨作用による研磨であり，加工面の表面には砥粒による微細なスクラッチと加工変質層が生成される．レーザーなどの熱的なエネルギーを使用して加工することも考えられているが，研磨に比べると広い範囲を精密に加工できないことに加えて，熱による変質層が生成されるという問題がある．従来の研磨法では，半導体基板に加工することは不可能である．

また，ダイヤモンドはその硬さを利用した金型や工具への利用が広く行われており，精密で微細な加工を施すことが求められている．多結晶ダイヤモンド（Polycrystalline Diamond：以下 PCD と表記）および CVD（Chemical Vapor Deposition：化学気相成長）ダイヤモンドは，非鉄金属の切削工具や金型用耐摩耗材として注目されている[5)~7)]．PCD は，粒子径 0.5μm~25μm の微粒ダイヤモンドをコバルト（Co）

などの結合助剤を用いて，千数百度，約 5 万気圧の高温高圧化で焼結したものである．硬度，化学的安定性，耐摩耗性などの優れた特性を有し，放電加工である程度形状を造りこむことができ，単結晶ダイヤモンドと比較してコスト的に有利であることから，切削工具に広く用いられている．最近では金型の摩耗が激しい部位への組込み，精度確保のための耐摩耗材として用いられ始めている．CVD ダイヤモンドは任意の形状にコーディングすることが可能であることや，比較的容易にダイヤモンドを得ることができることが大きな特徴である．どちらも旋削工具や金型として用いられているが，バイトの刃先の鋭利化やノーズ R の曲面の研磨，金型の曲面を研磨することは非常に困難である．複雑な形状のダイヤモンド工具を研磨加工することができれば，高精度で長寿命な工具や金型とすることができる．また，工具用に造られた人工単結晶ダイヤモンドは PCD や CVD ダイヤモンドと比較すると小さいが，硬さと稜線の鋭利さは PCD や CVD ダイヤモンドでは到達できないものをもっている．単結晶ダイヤモンドを整列ダイヤモンド砥粒として利用した切削工具は，砥粒の突出し高さを調整することが困難である．単結晶ダイヤモンド砥粒を用いた工具に対して，研削砥石の突出し高さのばらつきを抑えて調整する（ツルーイング）技術が開発できれば，高効率かつ高精度な切削加工，さらには超精密研削も可能な高いポテンシャルを有した工具とすることができる．

SiC とダイヤモンドを超平滑平坦に研磨加工して半導体として利用すること，複雑な形状のダイヤモンドを研磨加工して，高精度，高効率，長寿命な工具として利用すること，どちらも限られた電力エネルギーを無駄なく有効に消費し，安いコストで高品位なモノをつるくということが共通している．もし，SiC，ダイヤモンドを精密に研磨できる新しい研磨技術を開発することができれば，これを実現することができる．

化学的に安定な物質を励起して変質させるには，電子を価電子帯から伝導体に移動させる必要がある．通常，半導体の価電子帯に存在する電子を伝導帯に移すためには熱のエネルギーが必要である．熱エネルギーの代わりとして，紫外光のエネルギーを研磨加工に応用する試みがこれまでに試みられている [8)9)]．物理学の量子論によると，光になる光子が持っているエネルギーはその振動数に比例し，波長には反比例する．したがって，価電子帯の電子を励起させるためには物質により決まった特定の波長よりも短い波長の光を与えればよい．いわゆるバンドギャップのエネルギーが大きい物質ほど短い波長の光を照射する必要がある．紫外域の波長を有する光を用いれば，SiC やダイヤモンドなどの大きいバンドギャップを持つ物質も励起することが可能である．SiC 基板やダイヤモンド基板に対する実用的な研磨法として，紫外光を用いた先進的な研磨法の開発が期待されている．

1.2　既往の研究

1.2.1　硬脆材料の鏡面研磨技術 [10)]

鏡面研磨はその言葉通り，鏡のような面を得るために行う研磨である．古代の鏡は銅や青銅などの厚い板を滑らかに加工して反射鏡にした金属の鏡であった．それが 12~13 世紀頃からガラスの鏡が普及し始め，16~17 世紀頃には金属の鏡に代わってガラスの鏡が普及した．また，ガラス加工の歴史はレンズ研磨の歴史でもある．BC200 年ごろのギリシャの拡大レンズから，AD1600 年代の顕微鏡および望遠鏡の発明，1675 年のレンズの研磨へのピッチ（pitch）の使用，1927 年 Preston[11)] により，それまでは職人の勘で行われていたレンズの研磨に研磨圧力と研磨の相対速度に理論的な裏付けを与えるとともに，様々な研磨方式が提案された．さらに 1933 年電子顕微鏡が登場した後もレンズはより高倍率，高精度を求められつつ，加工技術も発展してきた．半導体のフォトリソグラフィーに用いられる露光装置ステッパーのレンズはその代表例である．このように，ガラスの加工で活躍してきた研磨技術は，近年の半導体素子の微細化および多層化による基板表面の平坦化にも応用されている．例えば，Si 基板上にタングステン，アルミニウムおよび銅などで作られた配線と，酸化物および窒化物で作られた絶縁物を一様に除去することが求められ，CMP(Chemical Mechanical Polishing)が開発された．CMP による研磨加工はまだいくつか課題が残されているが，現在もっとも普及している鏡面研磨技術である．

a）ラッピングとポリシング（機械的な研磨加工）[12)]

金属や砥石などの硬質工具，またはポリシングパッドなどの軟質工具の工具面に，金属酸化物，炭化物，ホウ化物，ダイヤモンドなどの砥粒を混ぜた研磨剤や研磨液を供給し，そこに工作物を擦りつける加工をラッピングまたはポリシングという．従来のガラスレンズやプリズムの加工分野では，粗い砥粒と硬質工具のラップによる粗面研磨がラッピング，微細な砥粒と軟質工具であるポリシングパッドによる鏡面研磨がポリシングという区別が用いられてきた．金属加工などの他の分野では粗い砥粒と軟質工具，微細砥粒と硬質工具という組合せの研磨もあり，ラッピングとポリシングの言葉の使い分けは難しい．ラッピングが粗面研磨を，ポリシングが鏡面研磨を代表する研磨というように加工された仕上げ面の粗さで区別することがよいと考えられる．次に説明する CMP や MCP 研磨は，平滑面を得ることには長けているが，パッドや砥石は比較的に軟らかいので，平坦面を得ることは容易ではない．金属性の回転定盤を用いるラッピングやポリシングであれば，平坦面を得ることが比較的容易である．

b） CMP と MCP（機械的な作用と化学的な作用を複合させた研磨加工）[13)~17)]

半導体の製造において欠かせない工程である CMP は，ウェハ，スラリー，およびパッドなどの各々の性質と複雑な化学的・物理的相互関係のもとに成り立っている．しかし，そのメカニズムは数多くの因子の定性的・定量的な関係のため，まだ充分に明確にされていない．近年の一般的な見解としては，基板の表面を化学反応により改質させ，その改質された表面を機械的に除去する工程であると考えられている．基板の表面はスラリー中の化学種によって酸化膜が生成されていることが多く，このことが CMP の重要な 1 つのポイントである．半導体素子の材料としては，下地になる Si 基板から配線および分離膜のような Cu/Low-k 材料までさまざまなものが研究され，実用化されている．このように，半導体素子には異種の材質が使用されており，これらの性状によりスラリーやパッドなどの選択も変わり，さらにその研磨モデルも異なる．CMP の研磨モデルとしてもっとも明らかにされているのは SiO_2 膜の CMP メカニズムで，ガラスの研磨技術から研究された．Si 基板のポリシング法としても定着しており，デバイスウェハの平坦化プロセスの基本技術として多用されている．

MCP は機械的に加えられたエネルギーにより誘起される化学反応を応用する研磨技術である．通常の粉末の固相合成法を例えると，単に粉末を乳鉢に入れて擦ることやボールミル粉砕 (ball milling) などのような実験からも反応が促進される．通常の MCP の加工メカニズムは，圧力がかけられた軟質の砥粒が硬質の加工対象に加えられると，瞬間的に高圧・高温により互いに固相反応を起こし，それによりできた加工変質層が除去され，さらに，研磨加工中の雰囲気 ($BaCO_3$ 砥粒による Si 基板の研磨) や砥粒の触媒作用 (Cr_2O_3 砥粒による SiC 基板の研磨) などが固相反応にかかわることが報告されている．このような MCP 技術の長所としては，

① 微小な接触点に瞬間的な高温高圧による化学反応によるため変質層が少なく，平滑な鏡面が得られやすい．
② ドライ雰囲気の研磨が実現できるため，主にウェット雰囲気の CMP よりクリーンな作業環境が得られる．
③ 相対的に軟質の砥粒を施すため，加工対象に欠陥を残さない．
④ 研磨加工に困難とされているセラミックス材のような脆性物質に適する．

などのことが挙げられる．

以上のように，CMP および MCP に関する各々の特徴およびメカニズムについて述べたが，両方とも研磨対象の表面が化学的または機械的なエネルギーを加えることによって改質されることは同じであり，きわめて重要であることが理解できる．

1.2.2　SiC とその平滑化技術

SiC は天然には存在しない化合物であり，1 気圧では融解せずに昇華する．SiC の結晶は Si や GaAs (超高圧下は除く) ではみられないポリタイプが存在し，六方晶である 6H-SiC および 4H-SiC，立方晶の 3C-SiC が代表的なものある．さらに 8H, 15R, 21R など既知のポリタイプは 200 種類以上あるとされる．また 3C-SiC を β-SiC と呼び，他の全てのポリタイプをまとめて α-SiC と呼ぶこともある．**図 1.2** に代表的な 3 種類の SiC ポリタイプの積層順序を示す．また，**表 1.2** にそれぞれの物性を示す．従来，デバイス化の研究にはおもに 6H-SiC が用いられてきたが，4H-SiC の方が移動度が高いことや移動度の異方性が小さいことから，現在は 4H-SiC が主に使用されている．SiC は共有結合を有する化合物半導体であり，さらに Si と比較してバンドギャップが約 2 倍以上，絶縁破壊電界強度が約 10 倍，電子飽和速度が約 2 倍，熱伝導率が約 3 倍以上という優れた特性から，高温，高速，大電流デバイスとして注目され研究されている．例えば，発電所・変電所から自動車，家電製品などに幅広く使用されるパワーデバイスの観点からすると，小型化・低損失化および高効率化がより要求されており，さらに高出力化や高信頼化が必要とされる通信用の高周波デバイス，自動車および人工衛星などで使用される耐熱・耐放射線デバイスに関しても開発が熱望されている．ワイドバンドギャップ半導体の中で，SiC は他のワイドバンドギャップ半導体と違って，p 型および n 型の伝導性が容易に制御できることや，Si と同様の熱酸化で Si 酸化膜が得られ，MOS 構造の作製が可能なことも，デバイス作製上きわめて大きな利点である．4 インチ径以上の単結晶ウェハが市販されており，その上へホモエピタキシャル成長で素子化が可能であることも，他のワイドバンドギャップ半導体にはない特徴であり，SiC がワイドバンドギャップ半導体の中で，もっとも素子化の研究が進んでいる．デバイス化を進めるためには SiC 基板の大口径化，高品質化の課題を解決することと，基板の高能率，高品質な研磨技術の研究と開発が必要とされている．

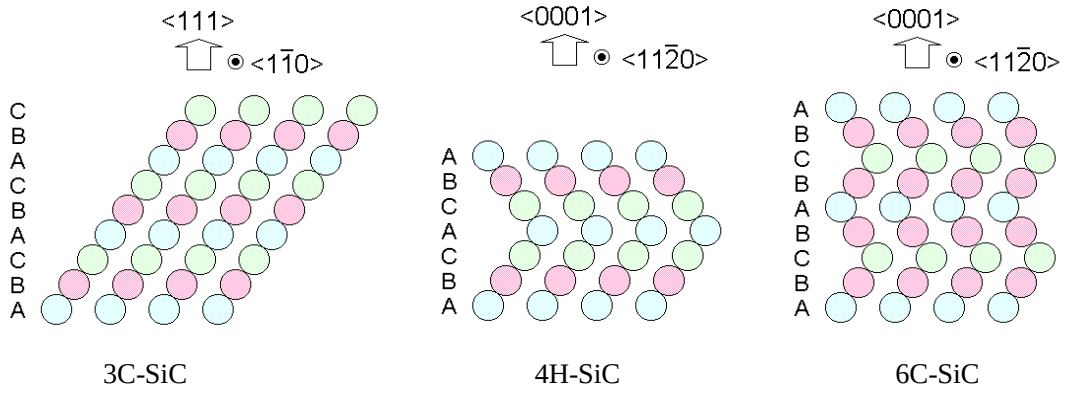


図 1.2　代表的な SiC ポリタイプの積層順序
同図における“○”は Si-C 対を意味し，“A，B，C”の表記は，六方細密充填構造における 3 種類の原子の占有位置（Si-C 対に相当）を意味している．

表 1.2　代表的な SiC ポリタイプの特性値

	3C-SiC	4H-SiC	6H-SiC
積層構造	ABC	ABCB	ABCACB
格子定数(Å)	4.36	a=3.09 c=10.08	a=3.09 c=15.12
禁制帯幅 バンドギャップ(eV)	2.23	3.26	3.02
電子移動度(cm^2/Vs)	1000	1000(⊥c) 1200(//c)	450(⊥c) 100(//c)
正孔移動度(cm^2/Vs)	50	120	100
絶縁破壊電界強度 (MV/cm)	1.5	2.8	3.0
飽和ドリフト速度 (cm/s)	2.7×10^7	2.2×10^7	1.9×10^7
熱伝導率（W/cmK）	4.9	4.9	4.9
比伝導率	9.72	9.7(⊥c) 10.2(//c)	9.7(⊥c) 10.2(//c)

通常の SiC の加工は，被削材より硬質なダイヤモンド砥粒を用いて機械的に材料を除去するダイヤモンドラッピングで主である．しかし，機械的研磨は硬質砥粒による押込みや引っかき作用により，加工面には結晶粒が微細化し，結晶格子のひずみが形成されるなど，いわゆる加工変質層が残留する．母材と異なる結晶性をもつ加工変質層は，結晶表面の電気伝導を機能として利用する MOS デバイスのリーク電流増加等の特性劣化やエピタキシャル成長の際に欠陥になるため，極小にする必要がある．

一方，フォトリソグラフィーなどのデバイス製造工程では，基板に対して高い形状精度が要求される．このため，形状精度の低下の原因ともなるエッチングのような化学研磨による加工変質層の除去量も最小限に抑える必要がある．したがって，加工変質層のない高品質な表面の形成と高い形状精度を持つ基板の形成という 2 つの条件を満たす研磨技術の開発が必要とされている．以下に近年の SiC の研磨加工技術および研究についてまとめる．

Suga[18]および Kikuchi[19]らはドライの雰囲気で酸化クロム (Cr_2O_3) のディスクを用いて Si 面と C 面の結晶面に対するメカノケミカル現象を用いた研磨を行い，さまざまな分析の結果から詳細に報告した．その結果によると，酸化クロムの酸素は SiC との反応に参加せず，空気中の酸素が SiC に反応し，この時の酸化クロムは反応を促

進する触媒物質としての役割を果たす. 研磨のメカニズムは, 砥粒と試料の局所的な接触点の高温・高圧状態となり，さらに酸化クロムの触媒反応の影響のため，表面が相対的に軟質のアモルファス化し，それが砥粒により除去されると考えられている．さらに，その反応の可能性を次式のように考察した．

$$SiC + O_2 \rightarrow \text{amorphous } SiO_2 + \text{amorphous C} \quad (1\text{-}1)$$

$$SiC + xO_2 \rightarrow \text{amorphous Si-C-O} \quad (1\text{-}2)$$

Li ら [20]は陽極酸化法を応用した ECMP (Electro-Chemical Mechanical Polishing) の研磨技術を提案した．この研究では pH10 のシリカスラリーを用い，陽極酸化溶液として KNO_3 と H_2O_2 を使用して研磨を行うことで，削除率が向上することを明らかにした．しかし，この研磨技術では陽極酸化工程と研磨工程を 2 段階で行うと滑らかな面が得られるものの，同時に行った場合は平滑な研磨面が得られないことが課題になった．

SiC 基板の CMP の研究はコロイダルシリカを用いた研磨が主軸になっており，Zhou ら [20] および Neslen ら [21]による報告がある．Zhou らは，アルカリ性（pH > 10）のスラリーと温度上昇（約 55℃以上）の条件下でスクラッチのない優れた表面が得られたと報告している．Neslen らの研究では，温度，スラリーの pH，圧力，回転率を因子として研磨レートとの関係を研磨前後の基板の重さ変化により考察した．その結果として温度および pH の因子より圧力および回転率の方が非線形であるが高いことを示した．しかし，このような CMP の共通点は数時間単位の非常に長い研磨時間が必要であるため, より短時間での鏡面研磨技術が必要とされている. 他にも，摩擦化学反応を応用したトライボケミカル研磨 (tribochemical polishing) の研究も活発に行われている [23)~25)].

Yamauchi ら [23)~25)] は，弾性体に白金を蒸着した工具を用いて，フッ化水素中で SiC 基板を研磨し，触媒作用によって酸化したか反応部位をフッ化水素で除去する触媒基準エッチング（Catalyst Referred Etching : CARE）法を提案しており，基板全面において平滑な加工面を獲得しているが，フッ化水素は人体にきわめて有害であることから，研磨部は完全に密閉する必要があり，装置が大がかりとなる問題がある．

Yamamura ら [26)27)]は，水蒸気プラズマを SiC 基板上で発生させることで表面を酸化させ，酸化セリウム砥粒で研磨することで高い加工能率と超平滑な面が得られたと報告しており，SiC 基板が酸化した際にフッ化水素では除去できない Si-O-C 結合の膜を除去するために研磨加工が欠かせないことを示している．

1.2.3　ダイヤモンドとその平滑化技術

ダイヤモンドの物理的な性質を**表 1.3** に，ダイヤモンドの型とその物性値を**表 1.4** に示す [28]．ダイヤモンドは硬さだけでなく，熱伝導率も物質中もっとも高い．紫外線の透過率をもとに分類すると天然ダイヤモンドにはⅠ型とⅡ型の 2 つのタイプがあり，Ⅰ型の頻度が圧倒的に高い．表にダイヤモンドのタイプ別の物性を示す．Ⅰ型とⅡ型では紫外線や赤外線に対する物性以外の物理的性質も違っている．その原因は主要な不純物である窒素の含有量の差で，Ⅰ型は最高 0.2%もの窒素が含まれているのに対して，Ⅱ型は ppm 以下のオーダである．天然のダイヤモンドは地下深部の高温高圧下で成長したうえで高速で地表近くまで運ばれてくるので，その間に焼きなまし過程を経験する．その結果，窒素含有量の高いⅠ型では窒素は数百~1000 $Å^2$ 程度の薄板として偏析する．窒素含有量が少ないⅡ型では偏析は起こらない．置換型で存在する．このような純粋なⅡ型の中に，Al や B のような三価の不純物が含まれると，電気抵抗値は 10~10^3ohm/cm と下がり半導体的性質を示すようになる．そこで，Ⅰ型とⅡ型をそれぞれⅠa，Ⅰb 型，Ⅱa，Ⅱb 型と 4 つに分類する必要がある．窒素含有量が多く，焼きなましにより偏析が生じたものがⅠa 型，人造ダイヤモンドのように窒素含有量が多く，焼きなましを経験せず窒素が置換型で存在しているものはⅠb 型．窒素含有量が少なく，不純物が含まれないものはⅡa 型．窒素含有量が少なく，Al や B が少量含まれるものがⅡb 型となる．ダイヤモンドの特性を活用するときにはその目的に最適の型を選ぶ必要がある．ヒートシンクとして使うためにはⅡa 型，半導体的性質を活用する場合はⅡb 型を使う必要がある．

表 1.3　ダイヤモンドの物性値

性質	値
格子定数	A=3.567Å
結合距離	1.54Å
硬さ	地球上でもっとも硬い（モース硬度：10） 5700~10400kfg/mm^2
引張り強さ	1.2GPa 以上
圧縮強さ	100GPa 以上
摩擦係数（動的）	0.03
弾性率	最少　(k=5.42×10^{12}dynes/cm^2)
圧縮率	最少　(3.3×10^{-7}cm^3/kg)
音速	1.8×104m/s
密度	3.52g/cm^3
ヤング率	1.22GPa
線膨張係数	もっとも小さい(0.8±0.1)×10^{-6}K^{-1}
熱伝導率	Ia 型：6~10 W/cmK もっとも高い　II 型：20～26W/cmK
熱衝撃	3.0×108W/m
屈折率（591nm）	高い（2.41）
分散	適当　（0.044B-G）
誘電率（300K）	5.7
電子移動度	2200cm^2/Vs
ホール移動度	1600cm^2/Vs
禁制帯幅（バンドギャップ）	5.45eV
電気抵抗	IIa 型以外は絶縁体（10^{16}ohm/cm） IIa 型のみ半導体（10~10^{3}ohm/cm）

表 1.4　ダイヤモンドの型とその物性値

型	Ia 型	Ib 型	IIa 型	IIb 型
紫外線吸収	3400Åから始まる		2250Åから始まる	
赤外線吸収	6~13μm に吸収帯		6~13μm に吸収帯なし	
色	無色，淡黄色 褐色	明るい黄色 こはく色	無色 褐色	ブルー
結晶の形	多面体		不規則な外形	
劈開面	荒れている		なめらか	
X 線スパイク反射	あり	なし	なし	なし
熱伝導率	6~10W/cmK		20～26W/cmK	
電気抵抗	10^{16}ohm/cm			$10\sim10^{3}$ohm/cm
不純物	最高 0.5%の N_2，薄板状	N_2 高い 置換型	純粋	B を微量含む
産出	大半の天然結晶	人造結晶	大形宝石室 天然結晶	

現在，産業用に使用されるダイヤモンドのほとんどが人工的に大量生産されたもので，合成法には 3 種類ある．GE により開発された高圧（約 5 万気圧），高温（約 1500℃）で合成する高温高圧合成法, 爆薬の衝撃波を使う爆発法, 定圧（約 0.1 気圧）のメタンと水素から成る原料ガスをプラズマ等で反応させる気相合成（CVD：Chemical Vapor Deposition）法がある．1980 年代後半から 1990 年代にかけてアメリカで半導体開発を目的としたダイヤモンド研究開発の国家プロジェクトが行われたが，当時の技術段階では半導体材料として使用できるダイヤモンドは完成しなかったという経緯がある．しかし，近年日本を中心として行われた電子デバイスの開発を目的としたダイヤモンドの研究の結果，ダイヤモンド半導体の実現が将来実現可能なレベルになってきている．産総研ダイヤモンド研究センターは，大型単結晶ダイヤモンドウェハの実現を目的として，2003 年からマイクロプラズマ CVD 法による大型単結晶ダイヤモンドの合成に関する研究を進め，表面温度を 1200℃付近で精密に制御し，反応ガスへの窒素の混入量を正確に制御することで方位が異なる異常結晶の成長を抑制できることを発見した．さらにダイヤモンド結晶の成長条件を最適化することで，毎時 50μm の高速合成を可能にした．「ダイレクトウェハ化技術」と名付けられたウェハ化技術は，種となる単結晶ダイヤモンドに予めイオンを注入して，表面直下に欠陥層を導入しておく．気相成長後，欠陥層がグラファイト構造になるの

で，電気化学的なエッチングなどによってグラファイト部分を除去する．この方法は，種結晶のごく一部が切断時になくなるが，その消耗は 1μm 以下に抑えることができるので，種結晶を何度も繰り返して利用することができるのに咥えて，切り離したウェハ結晶を種結晶とすることも可能である．

また，電子デバイスにとって重要な課題である p 型や n 型の電導度制御，すなわち不純物のドーピングにより特定の位置に低抵抗な n 型をつくることは，これまで困難とされてきたが，2012 年，産総研は高濃度のリン不純物を添加した n 型ダイヤモンド半導体を選択的に形成する結晶成長技技術を開発し，これにより n-p-n を横方向に接合した接合型電界効果トランジスターの作製に成功している．このトランジスターはオフ時の漏れ電流が小さく，7 桁以上の高いオン・オフ比であることが報告されている．

ダイヤモンドは化学的・物理的な安定性や高い強度などからもっとも加工しにくい物質である．そのため，一般にダイヤモンドは切削工具として利用されている[30]．単結晶ダイヤモンド，PCD，超硬合金に CVD ダイヤモンドコーティングを施されたものなど，様々な種類のダイヤモンドが工具として用いられている．工具としての使用は実用化されているが，さらにダイヤモンドを普及させるためには乗り越えるべき課題が幾つか存在する．その一つがダイヤモンドの加工である．さらに，単結晶ダイヤモンドはその結晶面によって耐摩耗性が異なり，特に (111) 面がもっとも優れた面とされている．結晶面に影響されない新たな加工技術があれば，耐摩耗性に優れた新しい工具を開発することができる．

従来の機械的な研磨加工の課題を解決するため，熱化学反応を利用した研磨加工[31)~33)]およびレーザー[34)35)]やイオンビーム[36)]，放電[37)]などの高エネルギービームを用いるなど，さまざまな方法が研究されてきた．しかし，依然として多数の課題が残っている．例えば，レーザーを利用した方法としては，広い面を加工することが不可能であり，さらに本研究で用いるダイヤモンド膜の場合は，膜厚がそれほど厚くないためこの方法では困難である．熱化学反応を利用した方法では，1000℃近い高温領域での反応を利用するため，実験装置が大規模になりすぎ，コストの面でも実用化には難しいとされる．また，高温領域ではダイヤモンドの表面だけではなく，バルク (bulk) もグラファイト化や炭化などの相変化が起こる危険性が指摘されている．

酸化剤を用いて表面を改質してその面だけを除去する化学的・機械的なエネルギーを用いた研磨加工技術の研究も報告されている．Thornton ら[38)]は回転ディスクとダイヤモンド膜の間に KNO_3 の溶液を用いて研磨を行った．さらに Kuhnle ら[39)]，Münzinger ら[40)]は酸化剤として $NaNO_3$ および KNO_3 を使用し，Wang ら[41)]は $LiNO_3$ および KNO_3 の混合を使用した．しかし，試料保持法の難しさや研磨時間が長く，超精密な研磨技術の確立には至っていないのが現状である．

1.2.4　合成石英を工具として使った加工

本研究と同じく，合成石英，もしくは酸化ケイ素を工具として硬脆材料の研磨に利用した研究を以下にまとめる．

半導体基板用材料への応用として，Yasunaga ら[42]は，極めて硬く（モース硬度：9），化学的にも安定しているサファイア（α-Al_2O_3 単結晶）を石英ガラスポリシャとして，SiO_2 砥粒を用いて乾式の研磨実験を行い，ダイヤモンドペーストを用いた機械的な研磨よりも高効率な加工が可能であることを示した．相対的に弱い物質である石英ガラスとサファイアの摩擦粉を用い，1,000℃の熱処理前後のX解回折パターンを調べた．さらに，摩擦粉の熱処理温度に対するムライトの生成率を比べた．その結果，Al_2O_3 および SiO_2 との間に摩擦による反応生成物が非晶質として生成し，熱処理により結晶化したことが明らかとなった．つまり，軟質の石英ガラスと硬質のサファイアとの間に摩擦による固相反応が起きていることを示す．このような摩擦表面は微視的にはきわめて滑らかであることも報告されている．

ダイヤモンドにガラスを押し付けるとダイヤモンドが摩耗することは昔から知られていたようである．ガラスを切断するためのガラス切りは天然のダイヤモンド粒子が用いられていたが，物質中でもっとも硬いはずのダイヤモンドがガラスを切ることで摩耗することがわかったからではないかと想像する．ガラス切りのダイヤモンドをガラス（SiO_2）円盤で研磨する最初の試みが，大正時代にわが国で行われた．数年の研究の結果，世界に類のないわが国独自の刃先研磨方法が確立された．ガラス切りをガラス円盤の外周を使って高能率，低コストに，かつ正確な角度面に研磨することに成功した．現在はその成果は海外にも認められ，品質も高く評価されて，広く諸外国に輸出されるに至っている．

学術的にダイヤモンドとガラスの摩耗について研究されたのは 1958 年の Bowden ら[43]の研究が最初であると思われる．ダイヤモンドでガラスをポリシングする機構を考えるため，ダイヤモンド単結晶をガラス板の上を滑らせて，表面変化を調べている．ダイヤモンドは台形のソリのような形状で，ガラス面を削り取るのではなく，表面に流動を起こさせるものである．ガラス面上をすべるダイヤモンドの摩耗率は，その結晶面に対するすべり方向で異なり，[100]/(100)は摩耗が著しく，[110]/(001)は摩耗し難い．また，摩耗量は湿度に著しく影響され，乾燥空気中では湿気中の 100 倍にも及んでいる．摩耗の家庭はダイヤモンドが無定形炭素に崩壊し，これが脱落するもので，すべり面の温度により促進され，機械的な引っかき効果もこれを助長することが示されている．Nishiguchi ら[44)~46)]は，塩化ビニールに酸化シリコン（SiO_2）の膜をスパッタリングによって蒸着した研磨皿を用いて，幅 2μm，長さ 4μm のキール形状のダイヤモンドバイトの微細研磨を行っている．研磨雰囲気の湿度を 60%から 20%にすることで，研磨能率が 1.7～2.0 倍に向上したことが報告されている．

1.2.5　紫外光を用いた研磨加工

本研究と同じく，紫外光を研磨加工に用いた例を以下にまとめる．

Hibi ら[47]はエキシマレーザーを用いて SiC の加工をおこなう Excimer Laser Assisted Machining (ELAMC)を提案している．波長 248nm のエキシマレーザーを集光レンズで通して 298rms で回転する焼結 β-SiC ディスクに照射し，照射直後の部位を SR0.15mm の球状ダイヤモンド工具で相対速度 53cm/s，研磨荷重 2.45N で研磨している．潤滑液として消イオン水を滴下している．XPS による分析により照射したレーザーの出力を上げると表面の酸化物の割合が多くなること，エキシマレーザーの出力が 2.0W のときよりも 0.4W のときの方が良好な加工形状と表面粗さを得ることができたことが報告されている．

Sato ら[48]は，スラリーや研磨パッドに酸化チタンを混入させ，回転中の研磨パッドに紫外光を照射することで, SiC 基板の面粗さと研磨レートを向上させたと報告している．紫外光を照射された酸化チタンによるフリーラジカルが生成されたことで SiC 基板の酸化が促進されたと推察される．通常，これらのラジカルは寿命が極めて短い．大気中におかれた粉末状酸化チタン光触媒から生成された O_2^- と OH の気中への拡散距離はそれぞれ 2000μm および 87μm，寿命は 70ms および 170μs 程度だと報告されている[49]．薄膜状の酸化チタン光触媒から生成される O_2^-は，大気中および純水中では 10^{14} 分子/cm^2 程度生成され，寿命は 50s および 70s 程度．また，アルカリ性水溶液に懸濁された 15mg の粉末状酸化チタン光触媒からは，0.1μM 程度の O_2^-が生成され，寿命は 600s 以上ある．計測されている OH の濃度は O_2^-の半分以下であり, 寿命はナノからマイクロ秒程度と考えられている. 研磨液中でのラジカルの挙動とて, OH ラジカルの寿命が多少長くなったとしても研磨に影響するとは考えにくく, O_2^-が研磨に作用したものと考えられる．また，同グループは OH ラジカルの濃度測定を行い，紫外光照射された酸化チタンよりも，過酸化水素水(H_2O_2)や過マンガン酸カリウム($KMnO_4$)の方が，OH ラジカルの濃度が高く，研磨レートも比例して高くなることを報告[49]している．OH ラジカルの方が O_2^-よりも酸化力が強いので，加工面でラジカルを発生させることで紫外光の効果を発揮できると考えられる．

Tanaka[51]は，研磨液中に蛍光染料カチロン（Cathilon Brilliant Flavine）と酸化アルミニウム，または二酸化チタンを混入し，波長 254nm，照度 0.6mW/cm^2 の紫外光を照射しながら無酸素銅とニッケルに対して研磨を行っている．カチロンと二酸化チタンのバランスによって研磨面の性状が異なることを報告している．

Kimura ら[52]は，pH4.7 の酸性水溶液（H_2O_2），中性の脱イオン水，pH10.5 のアルカリ性水溶液（NH_4OH）中に 4H-SiC 基板を入れ, 超高圧水銀ランプにより波長 220nm～450nm，照度 1000mW/cm^2 の紫外光を基板の Si 面，C 面に照射している．照射後の基板表面を XPS（X 線光電子分光法）を用いて分析し，アルカリ水溶液中で紫外

光を照射した Si 面が著しく酸化したことを確認している．通常，Si 面は C 面と比べると活性が弱く，酸化しにくいのであるが，この結果は非常に興味深い．

Kirino[53]は，穴を開けた研磨パッドの裏側から波長 172nm，照度 50ｍW の Xe エキシマランプを用いて，研磨液中の無酸素銅の研磨面に照射し，砥粒フリーの研磨が可能であることを報告している．

表 1.5 にこれまで紹介した研究で用いられた紫外光源と，本研究と，本研究の先行研究である Hang[8]，Yamaguchi[9]が使用した紫外光光源の特性を示す．照度/エネルギーは加工面に到達したものではなく，光源ランプ近傍の値だと考える．

表 1.5　紫外光源の特性

光源の名称	使用グループ	照射形式・サイズ	波長領域	照度/エネルギー
Xe エキシマランプ	本論文 Yamaguchi[9]	直管タイプ 200×30mm	172nm	50ｍW/cm^2
Deep UV ランプ ウシオ SP-9	本論文	スポットタイプ 集光型	200nm～ 400nm	8500ｍW/cm^2 (365nm)
Deep UV ランプ ハヤシトケイ LA-310UV-2	Hang[8] Yamaguchi[9]	スポットタイプ 集光型	270nm～ 400nm	3500mW/cm^2 (365nm)
エキシマレーザー	Hibi ら[47]	スポットタイプ 集光型	248nm	0.2W～2.0W
殺菌灯	Sato ら[48]	直管型 サイズ不明	254nm?	14μW/cm^2
高圧水銀ランプ	Tanaka[51]	直管タイプ サイズ不明	254nm	0.6mW/cm^2
超高圧水銀ランプ MEJIRO SHG-200	Kimura ら[52]	スポットタイプ 拡散型	220nm～ 450nm	1000mW/cm^2

1.3　本研究の目的

本章で説明してきたように，スマートグリッド化の実現などによる省エネルギー社会の実現のためには，現在の Si 半導体では性能限界に達しており，これ以上の発展は望めない．それに対し SiC 基板，ダイヤモンド基板は次世代パワーデバイス材料として期待されている．しかし，これらのワイドバンドギャップ半導体は物理的にも非常に硬くて脆い難加工性材料である．化学的にも安定しているため，エッチングなどの化学的な加工も難しい．高性能な半導体デバイスとするためには，エピ膜の成長を妨げないように加工変質層などのない超平滑な研磨面にする必要がある．また，パターンを焼き付けるときの焦点距離を基板全面で等しくするため，広い範囲で平坦性も保たれなくてはならない．また，ダイヤモンドはその硬さを利用した金型や工具への利用が広く行われており，複雑形状に対する研磨や，精密で微細な研磨を施すことが求められている．いずれも従来の研磨方法では克服する課題があり，新しい研磨技術の確立が望まれている．

本研究では，紫外光を照射することによる光化学反応を利用した先進的な研磨法（以下，UV アシスト研磨）の実用化について研究した．本プロセスを大口径の SiC 基板やダイヤモンドウェハに用いることで，加工変質層のない超平坦，平滑な研磨面とすることができ，パワー半導体の発展を飛躍的に牽引できる可能性がある．また，複雑形状のダイヤモンド工具や金型を精密に研磨することで，高品位な製品を製造することが可能となり，工具の寿命も長いため，限られた電力で効率的な生産を行うことが可能となる．

本研究の目的は，SiC 基板とダイヤモンド基板に対する UV アシスト研磨のメカニズムの検証を進めるとともに，実際に製品として使用できる形とサイズを持った素材に対応できるように UV アシスト研磨法を発展させ，実用技術として確立させることである．SiC 基板では，2 インチから 4 インチサイズの大口径基板に対応できる UV アシスト研磨装置を開発し，研磨特性を評価した．デバイス用ダイヤモンド基板では，マイクロプラズマ CVD 法によって製作された 10mm 角ダイヤモンドウェハ，接合技術により作成された 20mm 角サイズのダイヤモンドウェハの研磨に適用できる装置を開発し，研磨特性を評価した．また，工具用ダイヤモンドの研磨として，実際に市販されている PCD チップの研磨や CVD ダイヤモンド膜付工具の研磨，単結晶ダイヤモンドを用いた整列ダイヤモンド砥粒工具を研磨，成形する研磨装置を開発し，研磨特性と研磨した工具の性能評価を行い，その高度化を実現した．

1.4　本論文の構成

このような目的に基づき，本論文の構成を以下のようにまとめた.

第 1 章「序論」では，はじめに SiC やダイヤモンドなどのワイドバンドギャップ半導体が求められている背景と，その普及と実用化への課題が基板の研磨にあるということを説明し，これまでに行われている SiC 基板とダイヤモンドに対する平滑化技術, 本研究と同じく合成石英を工具として用いた加工, 紫外光を用いた加工を紹介し，SiC 基板とダイヤモンド基板の平滑化における課題を明らかにしたうえで，本論文の目的を述べた.

第 2 章「UV アシスト研磨のメカニズムの検証」では，SiC 基板，単結晶ダイヤモンドウェハに対する UV アシスト研磨のメカニズムを説明し，SiC 基板，単結晶ダイヤモンドウェハを用いた UV 照射実験，UV アシスト研磨実験を行い，研磨メカニズムの検証を行う.

第 3 章「SiC 基板の超平滑研磨加工」では，実際にパワー半導体デバイスとして使用されれる 2 インチサイズの単結晶 4H-SiC 基板, 4 インチサイズの単結晶 4H-SiC 基板に対応できる UV アシスト研磨装置と石英工具を開発し，研磨実験を行い，その研磨特性について論ずる.

第 4 章「ダイヤモンドウェハの超平滑研磨加工」では，産総研で開発が行われているマイクロ波 CVD 法で製作された 10mm 角ダイヤモンドウェハ, 接合技術によって製作された 20mm 角ダイヤモンドウェハに対応できる UV アシスト研磨装置を開発し，研磨実験を行い，その研磨特性について論ずる．さらに，単結晶ダイヤモンド Ib(100)面に対して UV アシスト研磨を行い，X 線トポグラフィーによる欠陥評価を論ずる.

第 5 章「ダイヤモンド工具の高度化加工」では，UV アシスト研磨を用いたダイヤモンド工具の高度化の例として，PCD，CVD 製工具の鋭利化技術とその性能評価，単結晶ダイヤモンド砥粒整列ブロックの UV ツルーイング技術とその性能評価について論ずる.

最後に，第 6 章「総括」では，各章で得られた知見を要約し，本研究の意義をまとめる.

【参考文献】

1） 奥村 元：ワイドギャップ半導体による先進パワーエレクトロニクス技術，KEC 情報誌，No.224（2013），pp.22-28.
2） 松波裕之　ほか：半導体 SiC 技術と応用　第 2 版，日刊工業新聞，2011 年 9 月 30 日　初版第 1 刷.
3） 荒井和雄，吉田 貞史：SiC 素子の基礎と応用，オーム社，平成 15 年 3 月 26 日 初版第 1 刷.
4） たとえば　鹿田 真一, 茶谷原 昭義 : ダイヤモンド系材料の技術開発と省エネ効果に関する調査，平成 20 年度 NEDO 調査報告書.
5） 小林 豊：焼結ダイヤモンド切削工具について，NEW DIAMOND，Vol.27，No.3(2011)，pp.13-16.
6） 長田 晃, :ダイヤモンドコーティング工具, NEW DIAMOND, Vol.27, No.3(2011), pp.21-25.
7） 片岡征二：ダイヤモンド膜のドライプレス金型への応用”，NEW DIAMOND, Vol.27，No.3(2011)，pp.26-29.
8） 洪 錫亨,“光化学反応を応用した次世代半導体基板の超精密加工に関する研究”, 熊本大学大学院　自然科学研究科　博士論文，2007 年 3 月.
9） 山口桂司,“次世代パワーデバイス材料およびダイヤモンド関連材料の紫外光支援加工による超精密加工技術に研究”, 熊本大学大学院　自然科学研究科　博士論文，2011 年 3 月.
10）たとえば　河西敏雄 : 新電子部品材料の研磨加工についての総論, 砥粒加工学会誌，Vol.56，No.9(2012)，pp.580-583.
11）Preston. F. W.：The theory and design of plate glass polishing machines，Journal of the Society of Glass Technology，(1927)，pp.214-256.
12）河西敏雄，安永暢男：高付加価値のための精密研磨，日刊工業新聞社，2010 年 2 月 26 日　初版第 1 刷.
13）安永暢男　ほか：軟質粒子による Si 単結晶のメカノケミカルポリシング，精密機械，Vol.44，No.9(1978)，pp.1105-1110.
14）須賀唯知　ほか：窒化けい素焼結体のメカノケミカルポリシング，精密工学会誌，Vol.55，No.12（1989），pp.2247-2253.
15）渡邉純二：メカノケミカルおよびケミカルメカニカルポリシング技術とそのメカニズム：トライボロジスト，Vol.42，No.10（1997），pp.749-754.
16）土肥俊郎 : CMP とその加工メカニズム, トライボロジスト, Vol.45, No.10（2000）, pp.713-720.

17）土肥俊郎：詳説　半導体 CMP 技術，工業調査会，2001 年 1 月 10 日　初版第 1 刷.
18）須賀唯知：非酸化物セラミックスのメカノケミカルポリシング，機械と工具，1991 年 6 月号，pp.92-96.
19）Masao Kikuchi，Yutaka Takahashi，Tadatomo Suga：Mechanochemical Polishing of Silicon Carbide Single Crystal with Chromium(III) Oxide Abrasive，J. Am. Ceram. Soc.，75，1(1992),，pp.189-194.
20）CANHUA LI, ISHWARA B. BHAT, RONGJUN WANG, and JOSEPG SEIER : Electro Chemical Mechanical Polishing of Silicon Carbide，Journal of ELECTRONIC MATERIALS，Vol.33，No.5(2004)，pp.481-486.
21）Ling Zhou，Valerie Audurier，Pirouz Pirouz，J. Anthony Powell：Chemomechanical Polishing of Sillicon Carbide，J. Electrochem. Soc.，Vol.144，No.6(1997)，L161-L163.
22）C. L. NESLEN，W. C. MITCHEL and R. L. HENGEHOLD：Effects of Process Parameter Variations on the Removal Rate on Chemical Mechanical Polishing of 4H-SiC，Journal of ELECTRONIC MATERIALS，Vol.30，No.10(2004)，pp.1271.
23）山内和人, 佐野泰久, 有馬健太 : 触媒表面基準エッチングによる単結晶 SiC, GaN 表面の平滑化，精密工学会誌，Vol.78，No.11(2012)，pp.947-951.
24）山内和人：半導体 SiC 基板の新しい研磨技術―触媒表面反応を利用した研磨技術の開発―，機械工学会誌，Vol.115，No.1128(2012)，pp.767-771.
25）Hideyuki Hara，Yasuhisa Sano，Hidekazu Mimura，Kenta Arima，Akihisa Kubota，Keita Yagi and Kazuto Yamauchi：Novel abrasive-freeplanarization of 4H-SiC (0001)，Journal of ELECTRONIC MATERIALS，Vol.35，No.8(2006)，L11-L14.
26）山村和也，瀧口達也，上田真己，鄧　輝，服部 梓，是津信行：プラズマ援用研磨による 4H-SiC (0001) 表面の高品位仕上げ加工，砥粒加工学会誌，Vol.55，No.9(2011)，pp.534-539.
27）DENG Hui，YAMAMURA Kazuya：OXIDATION OF 4H-SiC(0001) BY WATER VAPOR PLASMA IN PLASMA ASSISTED POLISHIG，Proceedings of the Tenth International Conference on Progress of Machining Technology，(2012)，pp.81-84.
28）瀬高信夫　ほか : 人造ダイヤモンド技術ハンドブック, サイエンスフォーラム，1989 年 2 月 10 日　第 1 版第 1 刷.
29）崎川範行：合成宝石の魅力，カラーブックス，昭和 60 年 6 月 30 日　発行.
30）たとえば　ダイヤモンド工業協会　編著 : ダイヤモンド工具マニュアル, 工業調査会，1979 年 5 月 10 日　発行.
31）楊 政峰, 戸倉 和, 吉川昌範 : 熱化学反応を利用したダイヤモンド研磨機の試作および性能，精密工学会誌，55，1(1989)，pp. 77-80.

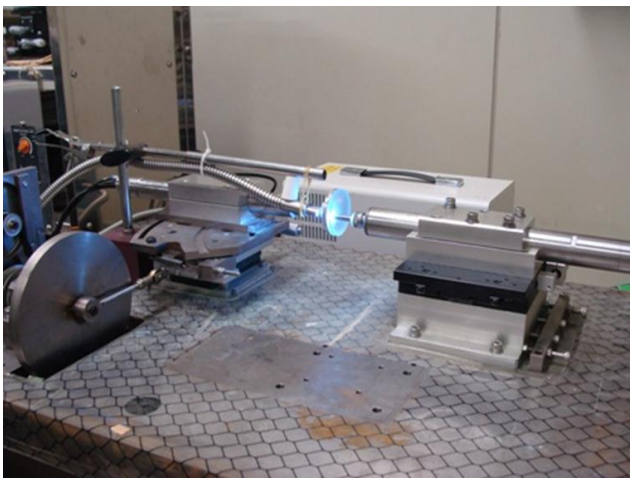
32）楊 政峰，吉川昌範：熱化学反応によるダイヤモンド膜の研磨―最適研磨条件の選定，精密工学会誌，57，1(1991)，pp.184-189.
33）楊 政峰，吉川昌範：熱化学反応によるダイヤモンド膜の研磨－研磨メカニズムについて，精密工学会誌，57，3(1991)，pp.504-509.
34）手塚信一，吉川昌範：YAG レーザー照射による気相合成ダイヤモンド薄板の加工，精密工学会誌，56，12(1990)，pp.2255-2260.
35）A.M. Ozkan,， A.P. Makshe and W.D. Brown ： Sequential Multiple-laser-assisted Polishing of Free-standing CVD Diamond Substrates,，Diamond Relat. Mater.，Vol.6，11(1997)，1789.
36）A. Hirata，H. Tokura and M. Yoshikawa：Smoothing of Chemically Vapour Deposited Diamond Films by Ion Beam Irradiation，Thin Solid Films，Vol.212(1997)，43.
37）Z. N. Guo，C. Y. Wang，T. C. Kuang：Investigation into Polishing Process of CVD Diamond Films，Mater. Manuf. Process.，Vol.17，1(2002)，45.
38）A.G. Thornton and J. Wilks：The Polishing of Diamonds in the Presence of Oxidizing Agents，Diamond Res，(Suppl. To Ind. Diam. Rev.)，(1974)，39.
39）J. Kuhnle and O. Weis：Mechanochemical Superpolishing of Diamond using NaNO3 or KNO3 as Oxidizing Agents，Surf. Sci.，Vol.340，(1995)，16.
40）P. C. Münzinger，O Weis：Growth of homoepitaxial diamond films on superpolished substrates in a pulsed microwave plasma，Diamond Relat. Mater.，4(1995)，958.
41）C.Y. Wang，F.L. Zhang, T.C. Kuang and C.L. Chen：Chemical/Mechanical Polishing of Diamond Films Assisted by Molten Mixture of LiNO3 and KNO3，Thin Solid Films，Vol.496，(2006)，698.
42）安永暢男，小原 明，今中 治 : 石英ガラスとの摩擦におけるサファイアの摩耗機構（第 1 報），精密機械，Vol.44，No.8(1978)，pp.939-944.
43）F. P Bowden and H. G. Scott：The Polishig, Surface Flow and Wear of Diamond and Glass，Proceedings the Royal Society London，A，248(1958)，368.
44）西口 隆，桝田正美，ダイヤモンドの微細成形加工（第 1 報）―微細溝研磨工具の製作―，精密工学会誌，Vol.54．No.8(1988)，pp．1519-1524.
45）西口 隆，桝田正美，ダイヤモンドの微細成形加工（第 2 報）―酸化けい素蒸着膜工具の研磨特性―，精密工学会誌，Vol.56．No.2(1990)，pp．323-328.
46）西口 隆，桝田正美，ダイヤモンドの微細成形加工（第 3 報）―酸化けい素蒸着膜工具の経年変化―，精密工学会誌，Vol.56．No.9(1990)，pp．1705-1710.
47）Yuko Hibi，Yuji Enomono，Kaoru Kikuchi and Nobuo Shikata：Excimer laser assisted chemical machining of SiC ceramic，Applied Physics Letter，Vol.66，(1995)，pp．817-818.

48）佐藤 誠，奥田和弘，砥粒内含研磨パッドの開発(5)，2007 年度精密工学会春季大会学術講演論文集，(2007)，pp．219-220.
49）指宿堯嗣：よくわかる最新光触媒の基本としくみ，秀和システム，2012 年 8 月 1 日　第 1 版第 1 刷　発行.
50）佐藤 誠，蛭子博志，野浪 亨，SiC 単結晶研磨におけるヒドロキシルラジカルの影響，2008 年度精密工学会春季大会学術講演論文集，(2008)，pp.207-208.
51）田中武司 : 光触媒とカチロンを用いたニッケル円筒の研磨現象について，精密工学会誌，Vol.77，No.4(2011)，pp．422-427.
52）松本匡史，木村景一，パナート・カチョーンルンルアン：SiC 単結晶に対する紫外光照射の及ぼす影響，日本機械学会講演論文集，No.088-1，（2008），pp．351-352.
53）桐野宙治 : 真空紫外光を用いた銅の超平滑化技術の開発，平成 23 年　大阪大学大学院工学研究科　博士論文.

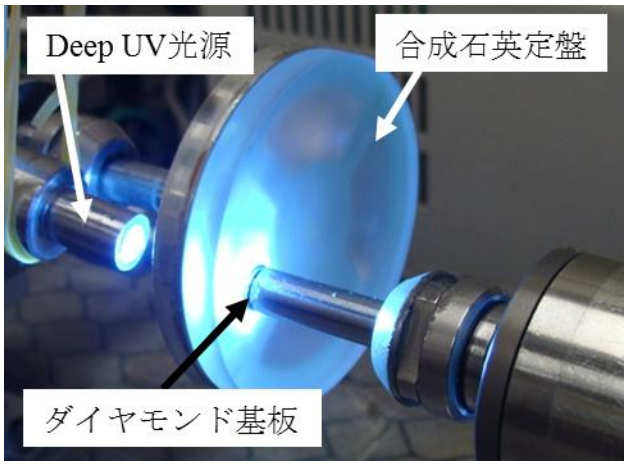
第 2 章　UV アシスト研磨のメカニズムの検証

2.1　はじめに

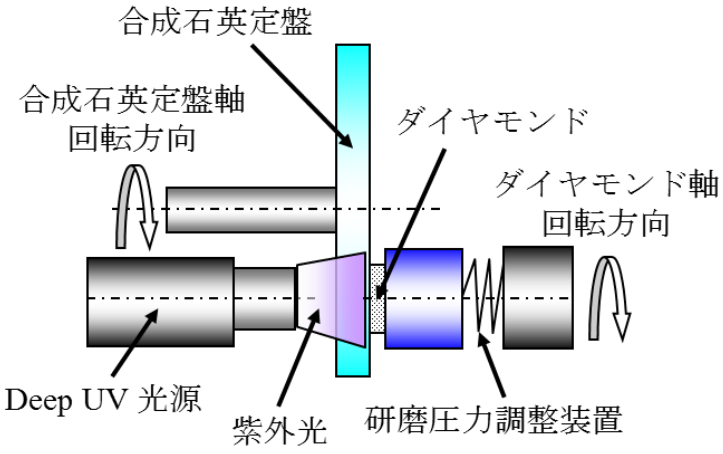
本研究で扱う材料は SiC 基板とダイヤモンドであるが，従来の研磨方法では技術的課題が残っていることを前章で述べた．このような中，筆者らの研究室では，加工表面上にダメージを与えることなく高能率に超平坦 SiC 基板表面を作製することを目的に，紫外光(以下 UV とも表記する)による光化学反応を利用した新しい加工法を提案・開発した．本手法は，被加工物表面上に UV を直接照射することで，ドライ環境で被加工物表面の最表面部を酸化させ，その酸化された領域をより効率的に除去することが大きな特徴である．**図 2.1** に本研磨法の有効性を最初に確認した横型 UV アシスト研磨装置とダイヤモンド基板の UV アシスト研磨の模式図を示す．合成石英定盤とダイヤモンド基板はどちらも回転軸に取り付けられており，一定の研磨圧力で押し付けられながら定圧研磨される．同時に，合成石英定盤の裏側から Deep UV 光源の UV をダイヤモンド基板の研磨面に照射する．SiC 基板を研磨する場合には，研磨能率を向上させるために酸化セリウム(CeO_2）粒子を合成石英定盤に塗布するが，基本的には同じ構成である．研磨中，ダイヤモンドは合成石英定盤との固相界面反応による MCP の作用と同時に，UV の光化学反応による作用も受ける．本章では，UV アシスト研磨のメカニズムを考察した後，SiC 基板，ダイヤモンドに対する UV アシスト研磨のメカニズムとその検証実験について述べる．



(a)横型 UV アシスト研磨装置



(b)研磨部



(c)ダイヤモンド基板の UV アシスト研磨の模式図

図 2.1　横型 UV アシスト研磨装置と UV アシスト研磨の模式図

2.2　UV アシスト研磨の概念

2.2.1　光化学の理論

本研究の新しい研磨因子である光の理解のため，通常の光の全般的な性質から光による化学反応をまず述べる．

光化学は光を吸収した物質の化学反応，または化学反応の結果に基づく様々な現象などを研究する分野である．このような光化学の反応は，植物の光合成や光による染料およびペイントの退色などのように自然環境にも見られ，われわれにとって身近な反応でもある．さらに，光の応用は産業的にも幅広く，例えば，フラット・パネルディスプレイの蛍光体および半導体の欠かせない工程であるリソグラフィ工程がその例である．

光の特性としては電磁波の性質を持ち，同時に粒子の性質も有する．このような特徴は，電子も同様であるが，電子は質量を有するので，質量を持たない光とは異なる．光を粒子として考えた場合は，光子 (もしくは光量子) と呼び，電磁波としての性質は波長および周波数，エネルギー，偏光と位相がある．波長による分類は多く知られており，それぞれ広く応用されている．

波長および周波数に対する光のエネルギーの大きさの関係を弾丸に例えると，弾丸の速度が同等である場合，そのエネルギーは弾丸の大きさに依存する．光の波長は弾丸の質量に相当する．大きな弾丸の方が破壊力が大きくなることと同様に，波長の短い光の光子 1 つのエネルギーは大きくなる．一方，小さい弾丸でも多数放つことで全体としてのエネルギーは大きくなる．振幅はこの弾丸の数に相当する．大きな弾丸が少しの場合と，小さな弾丸がたくさんの場合では合計の破壊エネルギーは同じでも，破壊の仕方は異なる [1)]．

光の現象としては，透過，反射，屈折および吸収という 4 つの現象を有する．このような特徴は様々な分野で活用されており，分析装置などのほとんどが光の現象を応用するといっても過言ではない．

光化学の基礎的な理論に触れてみる．光化学には第 1 法則 (Grotthus-Draper の法則) および第 2 法則 (Stark-Einstein の法則) が存在する．光化学の第 1 法則は「入射された光の内，物質に吸収された光だけが光化学反応を起こす」ということである．また，第 2 法則は「光の吸収は常に光子を単位にして行われ，常に分子または原子が一個の光子を吸収して光反応が起こる」ことを示している．この第 2 法則は Einstein の光子説により，光のエネルギーは

$$E = h\nu \qquad (2.1)$$

という関係になる．ここで h はプランク定数 (6.626×10^{-34}J・s) であり，ν は光の振動数を示す．さらにドブロイの式は，以下の式である．

$$P = h/\lambda \qquad (2.2)$$

ここで P は運動量，λは波長，h はプランク定数を示す．これらの式からは光の振動数が大きいほどエネルギーは高く，波長が短いほど運動量は大きくなることがわかる．

一方，実際の光化学反応は 100%の確率では発生せず，光を吸収した物質の一部のみに影響を与えるため，反応分子および反応原子の数は吸収された光子よりも少なくなる場合が多い．このような関係は式 2.3 から計算ができる．

$$\text{量子収率} = (\text{反応を行った分子数}) / (\text{吸収された光子数}) \qquad (2.3)$$

光化学反応には光の粒子性が多く関与しており，光子が持つ大きなエネルギーに起因する．**表 2.1** に紫外光，可視光線および赤外線の性質を示す [2)]．紫外光の波長領域は 400~200nm であり，この領域のエネルギーは 71.5～143.0kcal/mol に相当する．分子の結合のエネルギーは数十～百数十 kcal/mol であるため，この紫外光のエネルギーの強さが想像できる．さらに，表 2.1 には示していないが 200nm より短い波長の光である真空紫外光 (VUV : Vacuum Ultraviolet) の領域では，エネルギーの強さがより大きい [3)]．これらの光のエネルギーはより分かりやすく，熱のエネルギーに変換して比較ができる．分子または固体の場合，電子をより高いエネルギー準位に励起させると，温度 T ではボルツマン定数 k ($=1.3806\times10^{-23}$J・K^{-1}) を用い，$E = kT$ の熱のエネルギーが関与する．このエネルギーでは 0℃で 0.024eV, 1000℃においても高々0.11eV にしかならない．一方，400nm の光子が持つエネルギーは，熱のエネルギーに換算すると 36,000℃に相当することになる．これらのことから，光のエネルギーをうまく化学反応に応用できれば，熱反応だけでは困難な化学反応を容易に進行させることも可能となると推定できる．

表 2.1　様々な光（電磁波）の性質 [2)]

名称	波長 (λ)	波数	エネルギー	振動数 (ν)	分光学的手法
	nm	cm^{-1}	kcal/mole	sec^{-1}	
紫外光	200	50,000	143.0	15×10^{15}	電子スペクトル (電子遷移に伴う吸収と発光)
	300	33,333	95.3	1.0×10^{15}	
可視光	400	25,000	71.5	7.5×10^{14}	
	500	20,000	57.2	6.0×10^{14}	
	600	16,666	47.7	5.0×10^{14}	
	700	14,286	40.8	4.2×10^{14}	
赤外光	1,000	10,000	28.6	3×10^{14}	振動スペクトル
	5,000	2,000	5.8	6×10^{13}	
	10,000	1,000	2.86	3×10^{13}	

このようなことから，本研究ではより強力なエネルギーを持った紫外光を応用する．通常，紫外光は次のように分類する．真空紫外光は波長 10nm～200nm の高エネルギーの光であり，この波長帯は酸素分子や窒素分子の吸収帯にあるため大気を通過できず，真空中でないと伝播しないことより，真空紫外光と呼ばれている．紫外光の分類は未だ不確定な部分も多く，例えば波長 10nm 以下の EUV(極端紫外光)は，より波長の短い X 線との境界もあいまいであり，また，半導体業界では波長 13.5nm の光源を EUV(極端紫外光)と呼ぶ．フォトリソグラフィー技術やレーザー技術では，波長 300nm 以下の光を遠紫外線と表現することもある．

I)　320～400nm：UV-A，長波長紫外光
II)　280～320nm：UV-B，中波長紫外光
II)　280～200nm：UV-C，短波長紫外光
III)　200～ 10nm：VUV，真空紫外光
IV)　～ 10nm：EUV，極端紫外光

一般に光を吸収して高いエネルギー状態になった分子は，エネルギーの状態に従ってイオン化や蛍光および他の分子との衝突など多様な過程を通じて安定化する．実際に日常生活でよく見られる蛍光灯や PDP などがその例である．さらに，近年よく耳にする光触媒も，光を吸収させることによって高いエネルギー状態をつくることで生じる光化学反応を応用する技術であると言える．

2.2.2　機械的な研磨作用

研磨加工の仕組みに関する考え方は, 様々な研究より報告されてきた. その中でも機械的な作用はもっとも基本となる要素である．その機械的な作用に対する基本的な考え方は，前章でも紹介したプレストン (Preston) が 1927 年に発表した論文 [1-11] “The Theory and Design of Plate Glass Polishing Machines.”によって説明されている．彼は相対速度，圧力および時間による研磨レートの相互関係を経験的に明らかにした．次にそのプレストンの式を示す.

$$RR = KPV \qquad (2.4)$$

ここで RR (Removal Rate) は除去率を示しており，*P* (Pressure) は圧力，*V* (velocity) は相対速度，*K* (Preston constant) はプレストンの係数を示す．このようなプレストン式によると，除去率は圧力，相対速度およびプレストンの係数に比例することを示す．さらに，単位時間当たりの除去率を表している．一方，プレストンの式は単なる 3 つの関係を表しただけであり，もっとも重要なのはプレストンの係数である．上記の式(2.4)では，この係数が圧力 P と相対速度 V の相互作用のみに影響を受けているように見えるが，実際はもっと複雑である．例えば，CMP の場合はスラリー中の溶液，粉末およびパッドなどの研磨対象の相互作用による複数の因子がプレストンの係数にかかわってくる.

本研究で用いている UV アシスト研磨はドライ研磨なので，湿式で行われる CMP と比較すると研磨に係わる要素の数は少ないが，UV による光化学的な効果，微小領域における MCP 作用による化学的な効果が影響しており，単純な機械的除去として扱うことはできない．しかし，研磨圧力と相対速度による機械的な除去作用が，化学的な反応と複合的に作用して研磨が進行していることは事実である.

2.3　UV アシスト研磨による SiC 基板表面の除去メカニズムの検証

2.3.1　UV アシスト研磨による SiC 基板表面の除去メカニズムの概念

硬度が高く，熱的・化学的に極めて安定な SiC 単結晶にダメージを与えることなく，原子レベルで高能率に加工を行うためには，機械的作用のみによる加工では不可能である．これは SiC が持つ結合距離の短い共有結合などがその原因とされる．このような硬質の材料には，多様な研磨加工技術のうち MCP（メカノケミカルポリシング）が適しているとされる．一般的に MCP および CMP のような鏡面研磨加工法の共通点は，化学的な作用による表面の改質と機械的な作用による改質物質の除去という 2 つの作用によって加工が進行することである．MCP は表面改質のエネルギー源として機械的な作用を用いる．機械的なエネルギー源としてはパッドおよび砥粒によって基板上に圧力を加え，その圧力により基板上の接触点が高圧・高温になる．この現象によって表面が通常より反応しやすくなり，表面の改質と同時に研磨加工が進行するとされている．しかし，MCP は長時間に達する研磨加工時間が大きな課題となっている．

本研究では，UV による化学反応を利用した SiC 基板の新しい加工法を開発した．この UV アシスト研磨の加工原理は，以下のように考えられる．

まず，Si-C の結合を解離するための光のエネルギーを示す．4H-SiC のバンドギャップは表 1.1 で示したように 3.26eV である．また，$h = 6.6262\times10^{-34}$ J･s，1eV = 1.6022×10^{-19}J，光速 c = 2.9979×10^{8} m/s を，次式に示す光のエネルギー式に代入することで，バンドギャップに相当する理論的な波長 (λ) が求められる．

$$E = (h\times c)/\lambda \qquad (2.5)$$

(2.5)を λ について変換し，

$$\lambda = (h\times c)/E \qquad (2.6)$$

上記の値を代入し，

$$\lambda = (6.6262\times10^{-34}\ \text{J・s} \times 2.9979\times10^{8}\ \text{m/s})/(3.26\ \text{eV} \times 1.6022\times10^{-19}\ \text{eV/J})$$
$$\fallingdotseq 380.32\ \text{nm}$$

計算による理論値の波長 (λ) は約 380.32nm を示す．この計算値から Si-C の結合の解離のためには約 380nm 以下の波長の光が必要であることがわかる．実際にこのようなエネルギーを加える時にどのような現象が発生するかを推察して述べる．

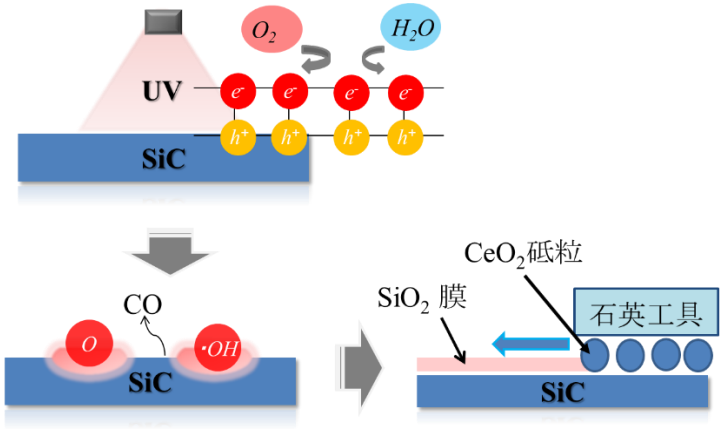


図 2.2　SiC 基板の UV アシスト研磨の模式図

図 2.2 に UV アシスト研磨の模式図を示す．SiC に計算値の波長（< 380nm）の光を照射すると表面が励起され，電子と正孔が生成される．（化学反応式 2.7）

$$SiC \xrightarrow{h\nu} SiC(e^- + h^+) \qquad (2.7)$$

このように一瞬生成された電子およびホールは，通常反応に参加せずに受け入れたエネルギーを熱に発して再結合する．しかしながら，連続的な光の照射の場合はこられの電子およびホールが基板上に連続的に生じ，反応に参加する確率を上げると考えられる．固体と固体の高速摩擦摺動する環境下で UV を照射すると，見かけ上の反応の活性化エネルギーは小さくなり，なだれ的に反応が起こる．この電子とホールが反応に参加した場合，電子は大気中の酸素，ホールは大気中の水分子と化学的な反応を起こし，寿命は極めて短いが非常に酸化力の強いヒドロキシルラジカル（OH・）や原子状酸素が生成される．（化学反応式 2.8~2.10）

$$e^- + O_2 \rightarrow O_2^- \qquad (2.8)$$

$$O_2^- + h^+ \rightarrow 2O \qquad (2.9)$$

$$H_2O + h^+ \rightarrow OH\cdot + H^+ \qquad (2.10)$$

母材である SiC より軟質な酸化膜が SiC 表面上に形成されるとともに，SiC の中の炭素 C は CO ガスとして放出される．（化学反応式 2.11）

$$SiC + 2\dot{O}H + 2\dot{O} \rightarrow SiO_2 + H_2O + CO \qquad (2.11)$$

形成された酸化膜（SiO_2）が CeO_2 砥粒と合成石英工具（SiO_2）により化学的機械的に除去され，SiC 基板の加工は進行する．

2.3.2　UV アシスト研磨により発生する CO ガスの検出

前項の(化学反応式 2.10)において，SiC 基板中の炭素原子 C は CO ガスとなって排出される．このことを検証するため，密閉容器内で UV アシスト研磨実験を行い確認した. **図 2.3** に CO ガス検出実験の模式図と装置写真を示す. CO ガスの検出器は，坑道作業者などの安全確保に用いられる小型ガスモニタ（理研計器　GX-2009）を用いた．CO ガスに対する検知範囲は 0～150ppm，分解能は 1ppm である．大気（湿度 50％程度）を密閉した容器内において，石英定盤を 750rpm，SiC 基板を 625rpm で回転させ，150kPa の圧力で研磨しながら，石英定盤の裏側から SiC 基板(0001)面に 200nm~400 nm の波長を持つ UV を照射した．**図 2.4** に CO ガス検出実験の結果を示す．UV の照射により CO ガスが発生することを確認するため，図中に矢印で示した時間のみ UV を照射した．UV の照射により，密閉容器内の CO ガス濃度が上昇していることがわかる．すなわち，SiC 基板中の C は UV アシスト研磨において CO ガスとなって排出されることが確認された．前述の（化学式反応式 2.11）を強力に支持する結果と考えている．なお，研磨中には CO_2 ガスも発生していると考えられるが，CO_2 ガスは大気中にも 400ppm 程度存在しており，研磨によって発生するガスとの区別が困難であるため，ここでの実験では CO ガスの発生を確認した．

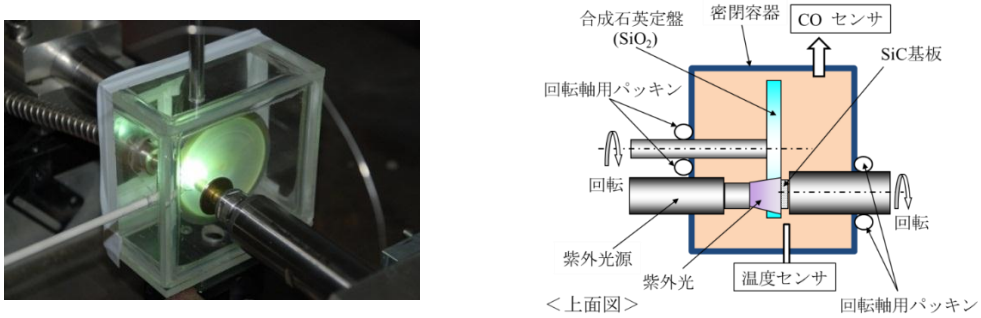


図 2.3　CO ガス検出実験の装置写真と上方から見た模式図

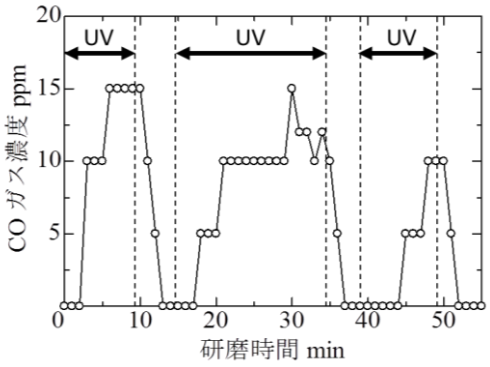


図 2.4　CO ガス検出実験の結果

2.3.3　大気中における UV 照射の効果の検証

X 線光電子分光法（XPS）を用いて，UV の照射による 4H-SiC 基板 Si 面および C 面への酸化膜（SiO_2）生成を確認した．

まず，薬液洗浄（SPM 洗浄）として，5mm 角の SiC 基板に対して以下の処理を施した．硫酸(H_2SO_4：97%wt)と過酸化水素水溶液(H_2O_2：30%wt)を 4 対 1 の割合で混合した溶液に 10 分間浸し，基板表面上の有機物や金属系の異物を洗浄した．1 分間流水ですすいだ後，フッ化水素水溶液（HF：30%wt）に 10 分間浸した後，1 分間流水ですすぎ，乾燥させた．

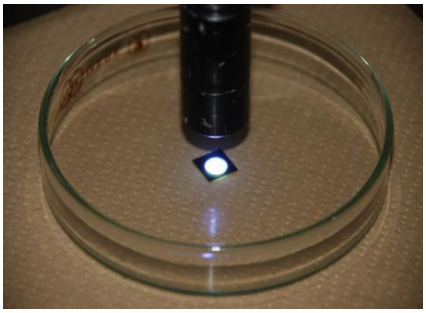
4H-SiC のバンドギャップよりも大きなエネルギーを持った UV（波長 380nm 以下）として Xe エキシマ UV 光源と Deep UV 光源の 2 種類の UV 光源を選定し，**表 2.2** に示す実験条件で UV を照射した．**図 2.5** に UV 照射実験の画像と模式図を示す．Xe エキシマ UV 光源は波長 172nm の UV を広い範囲に照射することができるが，大気中の O_2 に吸収されやすく，照射距離によって照度が大きく変化する．Deep UV 光源は波長 200nm～400nm の UV を局所的に強い照度で照射することができる．特徴の異なる 2 種類の光源を選定し，紫外光の波長や照度による影響を調査した．

UV 照射の後，XPS により SiC 基板表面の化学結合状態分析を行った．使用した X 線源は AlK_α（1486eV）で，帯電補正はシリコンと結合した炭素の C1s ピークの位置を 287.2eV として行った．光電子の取り込み角度 θ_e は 0°とした．**図 2.6** に XPS 測定結果の一例として，UV を照射していない SiC 基板と，Xe エキシマ UV 光源により波長 172nm，照度 8mW/cm^2 の UV を 30min 照射した SiC 基板 Si 面のスペクトルを示す．UV を照射した SiC 基板には，Si2p スペクトルに Si-C 結合を示す 100.4eV の他に酸化膜である Si-O_2 結合を示す 103.5eV のピークが認められ，最表面に酸化膜が生成されていることがわかる．

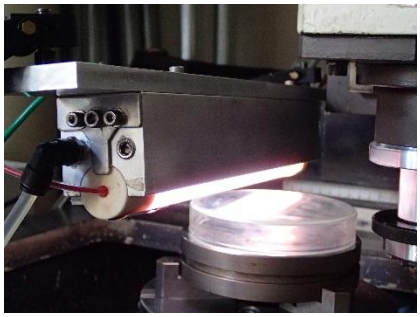
次に XPS のイオンスパッタによる深さ方向の分析を行い，UV の照射時間と生成される酸化膜の厚さの関係を求めた．XPS による深さ方向の分析を行い，酸化膜が検出されなくなるまでの深さをイオンスパッタによるエッチング時間から換算して酸化膜の厚みとした．**図 2.7** に結果を示す．波長の異なる 2 種類の UV 光源どちらの場合も酸化膜の生成が確認された．また，Si 面，C 面ともに酸化膜の生成が確認されており，C 面は Si 面に比べると照射時間に対して厚い酸化膜が生成されていることが確認された．また，照射時間によって酸化膜の厚さは増加するが，徐々に飽和する傾向が認められた．これは表面に生成された酸化膜が UV 照射による酸化の進行を抑制するためと考えられる．UV アシスト研磨の場合，研磨中に生成された酸化膜は常に除去されるため，研磨中の UV 照射による酸化レートは生成酸化物の影響を受けないと推察している．

表 2.2　大気中における UV 照射実験条件

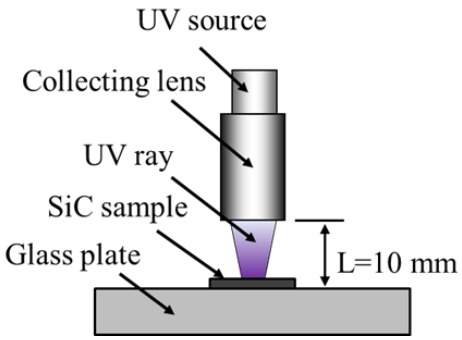
基板	4H-SiC 4°off 5mm 角基板(Si 面，C 面)	
UV 光源	Xe エキシマランプ UV 光源 M. D. Excimer	Deep　UV 光源 ウシオ SP-9
UV 波長	172nm	200-400nm
UV 照度 （実測値）	8mW/cm^2	8500mW/cm^2 （波長 365nm）
雰囲気	大気（湿度　約 60%）	
照射距離	5mm	10mm
照射時間	0min，5min, 10min, 30min	



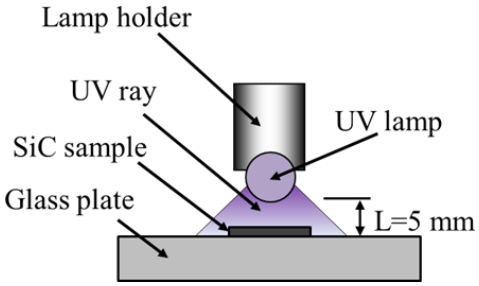
(a) Deep UV 光源



(b) Xe エキシマランプ光源



(c) Deep UV 光源による UV 照射の模式図



(d) Xe エキシマランプ光源による UV 照射の模式図

図 2.5　大気中における UV 照射実験の画像と模式図

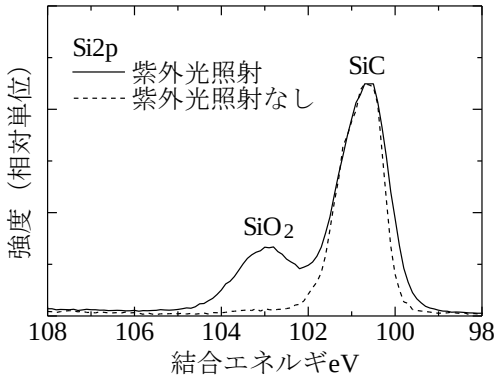
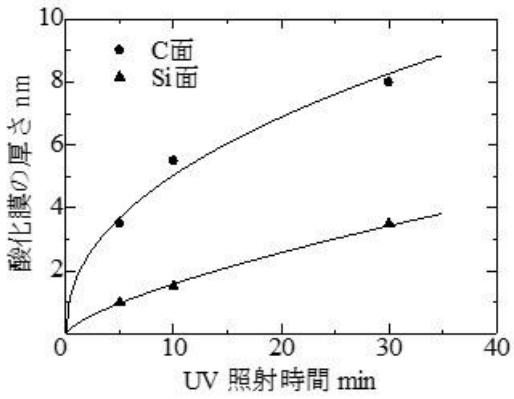
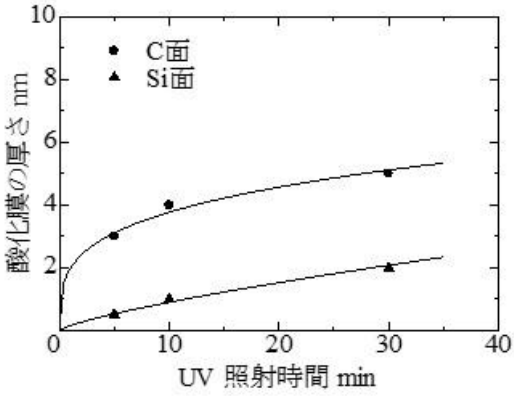


図 2.6　SiC 基板(0001)表面(Si 面)の XPS スペクトル
(波長 172nm，照度 8mW/cm^2，照射時間 30min)



(a)Xe エキシマランプ UV 光源



(b)Deep UV 光源

図 2.7　UV 照射により SiC 基板表面に生成した酸化膜の厚さ

2.3.4　熱酸化現象の検証

前項において，SiC 基板に UV を照射することで基板表面に酸化膜が生成されることを確認した．しかし，SiC 基板は温度上昇による熱酸化によって酸化膜を生成することが知られている．SiC 基板が熱酸化により酸化膜を生成する温度の確認と，UV を照射することによる SiC 基板表面の温度上昇を確認した．

SiC 基板の表面に酸化膜が生成される温度を調べるため，SiC 基板を電気炉で加熱した．加熱速度 10℃/min で 200℃，400℃，600℃までそれぞれ加熱し，1hr 保持した後炉冷した．XPS による表面分析を行い，基板表面の酸化膜の有無を確認した．**図 2.8** に XPS の結果を示す．400℃までは酸化膜を示す 103.5eV のピークがほとんど確認できないのに対して，600℃のときは明確に確認できる．これにより，SiC 基板表面に熱による酸化膜の生成が生じる温度は，400℃と 600℃の間であることがわかった．

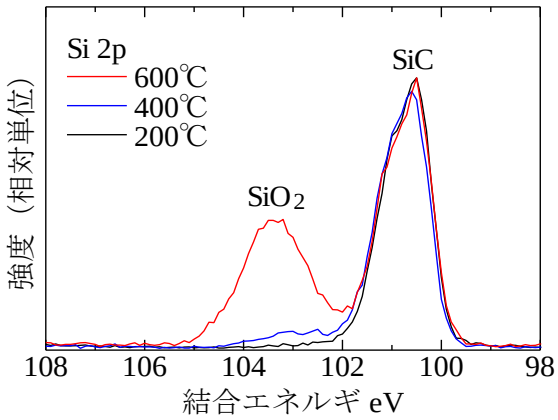
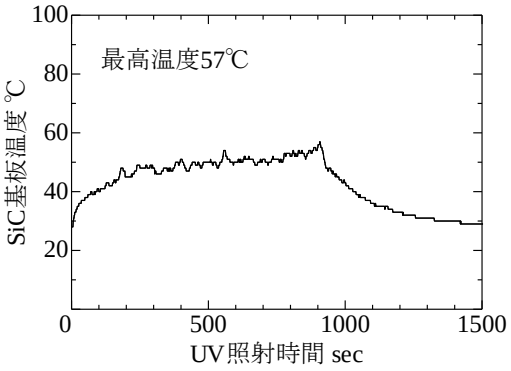
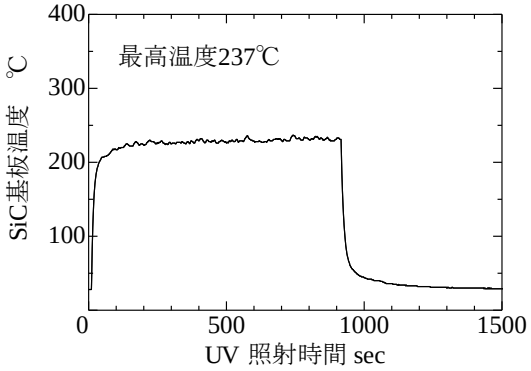


図 2.8　加熱後の SiC 基板(0001)表面（Si 面）の XPS スペクトル



(a)Xe エキシマランプ UV 光源



(b)Deep UV 光源

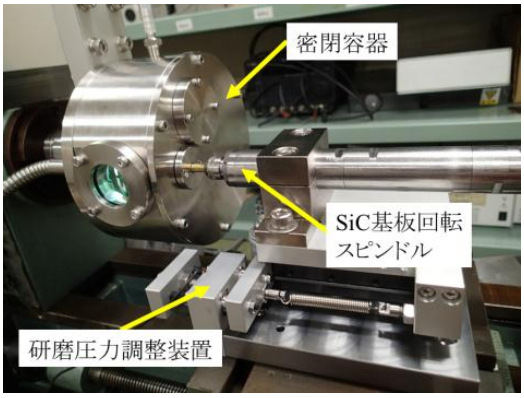
図 2.9　UV 照射と SiC 基板温度の変化

次に，UV 照射による SiC 基板表面の温度上昇を以下の実験により確認した．SiC 基板の C 面に K 熱電対を張り付け，Si 面から表 1 と同じ条件で UV を 15min 照射し，温度ロガー（日置電機　LR5021）で温度を記録した．**図 2.9**(a)，(b)に照射時間と基板温度の変化を示す．照射後急速に温度は上昇するが，図 2.9(a)のエキシマ UV 光源（波長 172nm）は約 57℃で温度が飽和し，図 2.9(b)の Deep　UV 光源（波長 200－400nm 中心波長 365nm）は約 237℃で温度が飽和した．

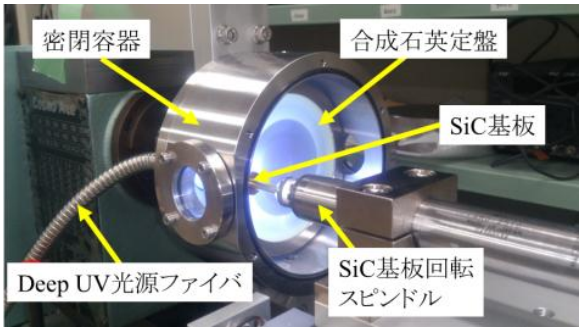
両者共に緻密な酸化膜が形成されていることは, 図 2.8 と同様に XPS で確認した．この酸化膜は温度上昇により生成された熱酸化膜とは考えにくい．特に，波長が 172nm のエキシマ UV 光源は, Deep　UV 光源と比べて少ない温度上昇で酸化膜が生成されている．以上のことから，UV 照射による酸化膜の生成は熱的な要因ではなく光化学的な作用であり，波長が短いほど大きい仕事関数を得て効率的に反応が進行すると考えられる．

2.3.5　研磨雰囲気が研磨レートに及ぼす影響の検証

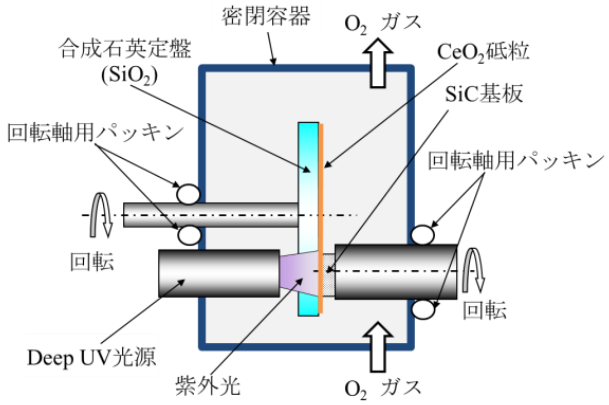
UV アシスト研磨のメカニズムにおいて，大気中の O_2 が活性酸素種を生成するために必要であると考えられる．そこで，研磨雰囲気の酸素濃度が UV アシスト研磨の研磨特性に与える影響を調べるため，雰囲気を制御した研磨実験を行った．**図 2.10**(a)~(c)に実験に使用した密閉容器 UV アシスト研磨装置の模式図と写真を示す．合成石英定盤と SiC 基板を回転させながら一定圧力で押し付けて研磨を行った．合成石英定盤には酸化膜を除去するため表面に酸化セリウム（CeO_2）粒子を塗布し，20min ごとに石英定盤上に塗布した．**図 2.11** に本研究で使用した酸化セリウム（CeO_2）の走査電子顕微鏡像（SEM 像）を示す．平均粒径 0.29μm，比表面積 BET : 156.9m^2/g に調質されており，粒径のばらつきが少ないことを確認した．密閉容器内に O_2 ガスを流し，O_2 リッチな研磨雰囲気中で UV アシスト研磨を行い，研磨レートを測定した．また，密閉容器の窓を解放して大気中の研磨レートも測定した．実験条件を**表 2.3** に示す．10mm 角の SiC 基板の Si 面に**図 2.12** に示す幅 50μm，深さ 50μm の微細な溝をダイシングマシンにより導入し，その交点 5 ヶ所の深さを光干渉式表面粗さ計（Zygo New View 7300）のプロファイル機能を用いて 1hr 研磨するごとに測定し，研磨量を平均して算出した．**図 2.13** に結果を示す．大気中における UV アシスト研磨の研磨レートは 0.860μm/hr であるのに対して，O_2 リッチな研磨雰囲気中における研磨レートは 1.487μm/hr と約 1.73 倍高い値を示した．これは，O_2 リッチな研磨雰囲気により UV 照射による酸化作用や，CeO_2 砥粒と合成石英工具（SiO_2）による MCP 作用が促進されたためであると考えられる．



(a)外観



(b)密閉容器の内部



(c)模式図（上面図）

図 2.10　密閉容器 UV アシスト研磨装置

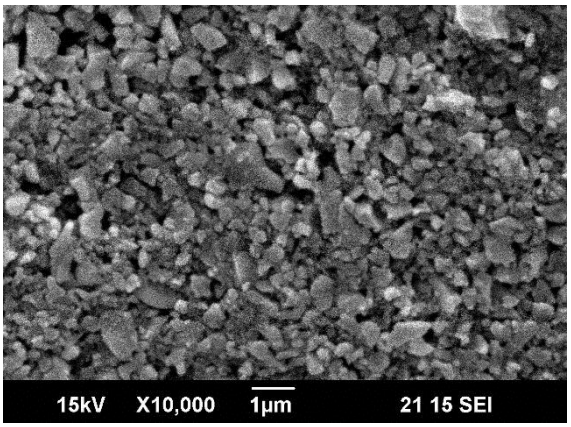


図 2.11　酸化セリウム(CeO_2) の SEM 像 (BET : 156.9m^2/g, average particle size : 290.6nm)

表 2.3　研磨雰囲気を制御した UV 研磨実験条件

基板		4H-SiC 4°off (0001)10mm 基板
工具		外径 φ100，厚さ 3mm，円板工具（ES 材）
雰囲気		O_2 rich，大気中（湿度 60%程度）
研磨圧力		100kPa
回転数	工具	500rpm
	SiC 基板	30rpm
相対速度		146m/min
UV 光源		Deep UV 光源　ウシオ SP-9
UV 波長		200-400nm
UV 照度（実測値）		1050mW/cm^2（中心波長 365nm）
研磨時間		1hr×5 回

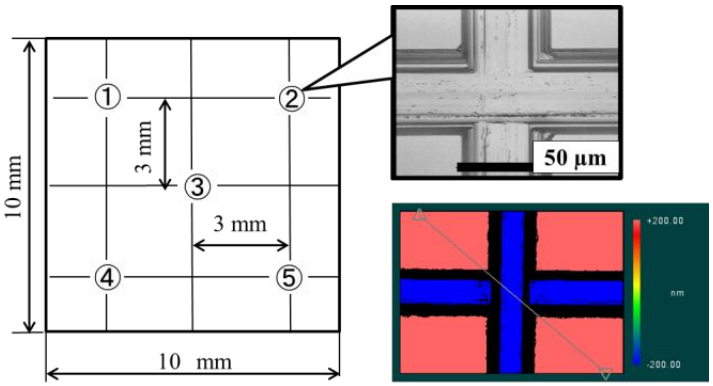


図 2.12　研磨レート測定用の溝と Zygo 測定画面

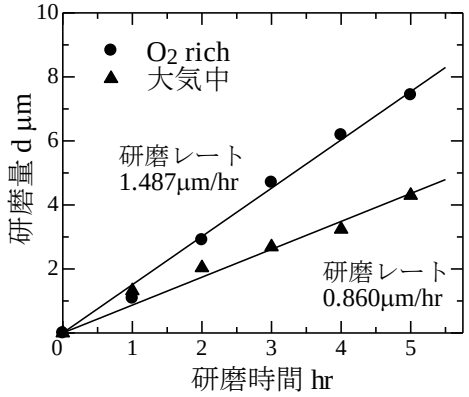


図 2.13　雰囲気を制御した UV アシスト研磨の研磨レート

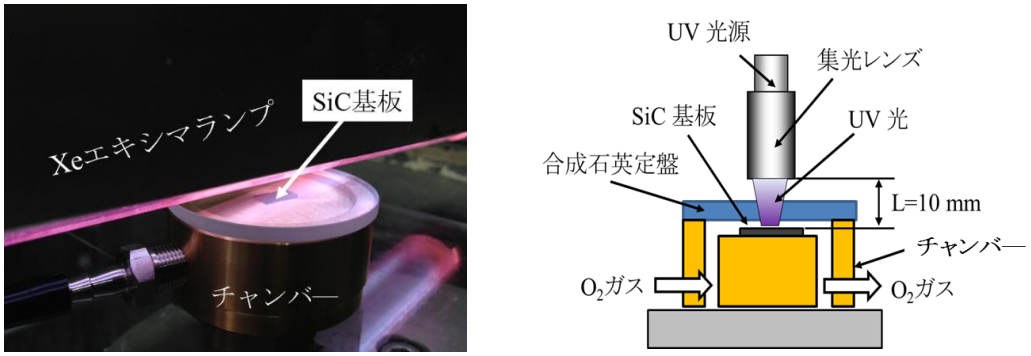
2.3.6　研磨雰囲気が UV 照射の効果に及ぼす影響の検証

前節の研磨雰囲気を制御した UV 研磨の実験において，大気中の研磨に比べて O_2 リッチな研磨雰囲気下の研磨レートは 1.73 倍高い値を示した．この理由として，以下の 2 つが考えられる．

① 研磨雰囲気により O ラジカルが増加し, UV 照射による酸化膜生成能力が向上した．
② 研磨雰囲気により CeO_2 や SiO_2 による MCP の化学的作用，または UV 照射との複合作用が向上した．

そこで，雰囲気を制御することによる UV 照射の酸化膜生成能力への影響を調査し, UV 照射による酸化膜生成のメカニズムを解明することが本節の実験の目的である．雰囲気を制御するためにチャンバー内で任意のガスをフローさせながら，5mm 角の 4H- SiC 基板 Si 面に対して，UV を 30min 照射した．UV 照射実験の画像と模式図を**図 2.14(a)(b)**に，実験条件は**表 2.4** に示す．試料の表面を XPS による表面分析を行うとともに，深さ方向の分析を行うことで各雰囲気における UV による酸化膜生成の傾向を調査した．Xe エキシマランプ光源により波長 172nm の UV を照射した基板の XPS 分析結果を**図 2.15**(a)~(d)に，Deep UV 光源により波長 200nm~400nm の UV を照射した基板の XPS 分析結果を**図 2.16**(a)~(d)に示す．波長 172nm の UV を照射した SiC 基板には雰囲気に関係なく酸化膜が生成されており，エッチング時間より換算した酸化膜厚さはいずれも 2.3nm であった．Deep UV 光源の UV を照射した SiC 基板は，O_2 リッチと大気中の雰囲気では酸化膜が確認され，厚さはいずれも 1nm であった．N_2 リッチの雰囲気では酸化膜が確認できなかった．

UV を照射することによる SiC 基板の酸化メカニズムは, 照射する UV の波長により異なる可能性が考えられる．波長 172nm の UV を照射した場合，雰囲気によらず酸化膜が生成され，Deep UV 光源の UV と比べて酸化膜の生成能力が高いことがわかった．これは雰囲気中の水分から OH ラジカルや O ラジカルが発生し，SiC 基板を酸化させたと考えられる．それに対して，Deep UV 光源の UV を照射した場合は，雰囲気中に O_2 がないと酸化膜を生成できていない．Deep UV 光源の場合は，大気中の O_2 が作用して表面が酸化するものと考えられる．前節の研磨実験では O_2 リッチの方が大気中と比べて研磨レートが高かった．しかし本項の実験では，O_2 リッチと大気中で, UV が生成する酸化膜の厚みに違いが確認できない. 研磨雰囲気による SiC 基板の酸化膜生成への影響は, UV 照射のみでは生じず, 研磨を行うことによる MCP の化学的な作用，またはそれと UV 照射との複合作用によって生じるものであると考えられる．



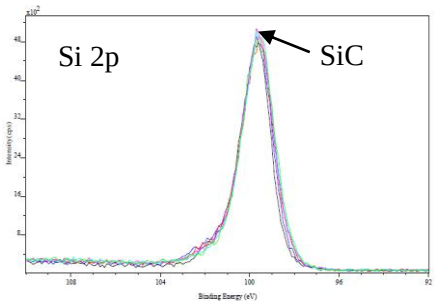
(a)全体の画像
（Xe エキシマランプ使用時）

(b)実験模式図
（Deep UV 光源使用時）

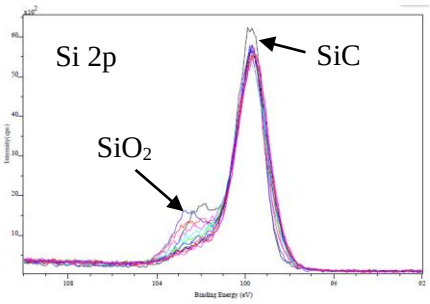
図 2.14　雰囲気制御下における UV 照射実験の模式図

表 2.4　雰囲気を制御した UV 照射実験条件

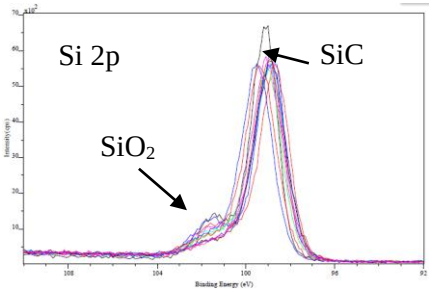
試料	4H-SiC　Si 面　5mm 角	
使用 UV 光源	Xe エキシマ UV 光源 （172nm）	Deep UV 光源　ウシオ SP−9 （200-400nm）
光源と試料との距離	5mm	10mm
チャンバー内の 雰囲気 （照度（測定値））	O_2 rich (10.0mW/cm^2)	O_2 rich (6400mW/cm^2)
	N_2 rich (25.2mW/cm^2)	N_2 rich (6400mW/cm^2)
	Air (16.8mW/cm^2)	Air (6400mW/cm^2)
照射時間	30min	



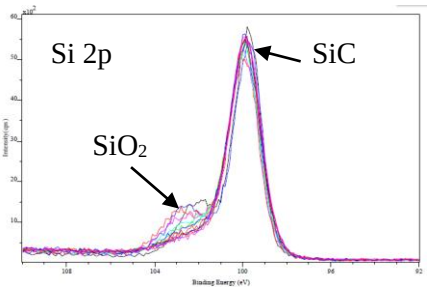
(a)未照射



(b) O_2-rich



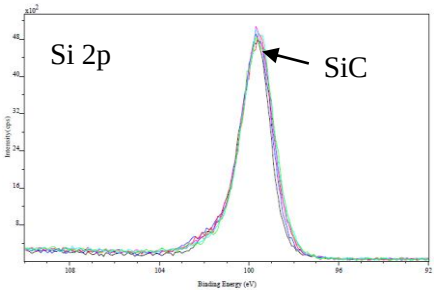
(c) Air



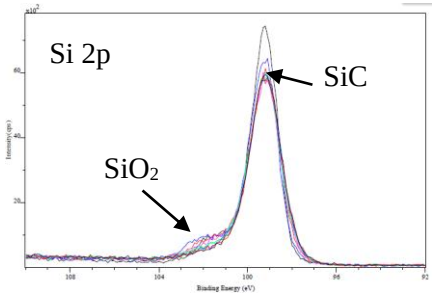
(d) N_2-rich

図 2.15　Xe エキシマランプで照射した SiC 基板の XPS 分析結果

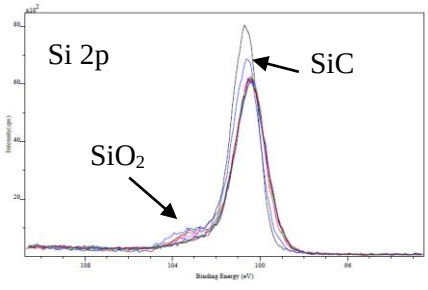
（横軸：Binding Energy eV，縦軸：Intensity(a.u.)　）



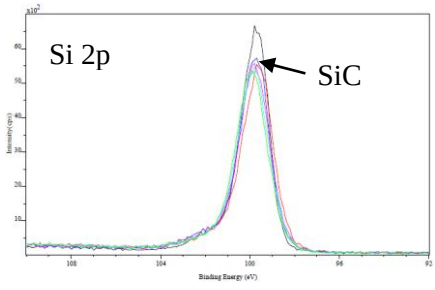
(a)　未照射



(b) O_2-rich



(c) Air



(d) N_2-rich

図 2.16　Deep UV 光源で照射した SiC 基板の XPS 分析結果

（横軸：Binding Energy eV，縦軸：Intensity(a.u.)　）

2.3.7　MCP による表面改質の検証

単結晶 SiC を研磨する際に，MCP の化学的な作用でも酸化膜が生成されることを確認するため，石英と同じく UV を透過し，酸化物セラミックスである単結晶サファイア基板(Al_2O_3)を工具として 4H-SiC 基板に UV アシスト研磨を行った．UV アシスト研磨には，合成石英定盤を工具として通常用いるが，石英は SiC の酸化物と同じく珪素の酸化物（SiO_2）であるため，加工後の基板表面から酸化物が検出されても，研磨により生成されたものなのか，石英定盤から付着したものかの区別ができない．そこで，石英以外の工具による UV アシスト研磨を試みた．

5mm 角の単結晶 4H-SiC 基板を用意し，図 2.1 で示した横型 UV アシスト研磨装置を用いて研磨を行った．UV 照射を行った研磨と，UV 照射を行っていない研磨を行い，研磨後の基板を XPS により表面分析した．UV 光源は，Deep UV 光源を使用した．実験模式図を**図 2.17** に，実験条件を**表 2.5** に示す．研磨実験後の SiC 基板表面の XPS 分析の結果を**図 2.18**(a)~(d)に示す．

研磨後の SiC 基板表面からは酸化膜を検出することはできなかったが，UV 照射の有無に係わらず，SiC 基板の C 面を研磨時に研磨粉が多量に生成された．この研磨粉の XPS 分析結果を**図 2.19** に示す．XPS のスペクトルから，この研磨粉は SiC 基板の酸化物（SiO_2）であることが確認された．また，この研磨粉からはサファイアの成分である Al の元素は確認できなかった．このことから，研磨試験後の SiC 基板表面には酸化膜が生成されなかったのではなく，生成された酸化膜をサファイア工具がすべて除去してしまったと考えられる．研磨試験の結果より，SiC 基板が工具との MCP の化学的な作用によって酸化膜（SiO_2）が生成され，生成された酸化物が除去されることがわかった．

表 2.5　サファイア基板を用いた UV アシスト研磨実験条件

基板		5mm 角 4H-SiC 基板
研磨面		Si 面，C 面
UV 光源		Deep UV 光源 ウシオ SP-9
回転数	SiC 基板	750rpm
	単結晶サファイア工具	625rpm
加工圧力		120kPa
加工時間		30min

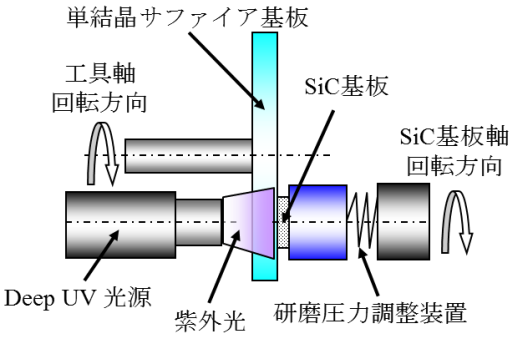
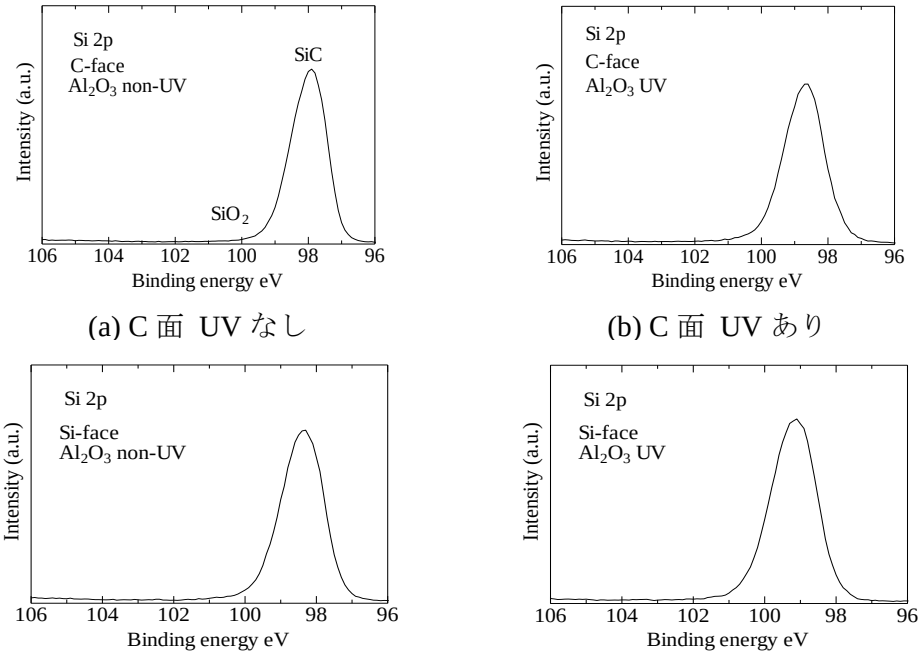


図 2.17　サファイア基板を用いた UV 研磨実験模式図



(a) C 面　UV なし　　(b) C 面　UV あり

(d) Si 面　UV なし　　(c) Si 面　UV あり

図 2.18　サファイア工具を用いた UV 研磨後の SiC 基板表面の XPS 結果

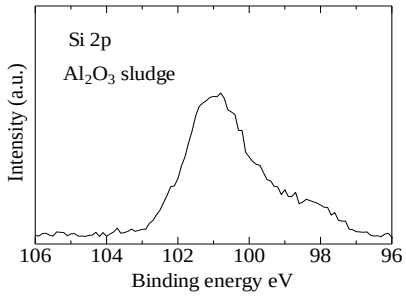


図 2.19　SiC 基板 C 面を研磨中に生成した研磨粉の XPS スペクトル

2.4　UV アシスト研磨によるダイヤモンド基板表面の除去メカニズムの検証

2.4.1　UV アシスト研磨によるダイヤモンド基板表面の除去メカニズムの概念

ダイヤモンドは熱伝導率，絶縁破壊電界など，物質中最高の特性を有し，次世代半導体デバイス材料の最強候補と考えられている[4]．一方，その化学的・物理的な安定さ故に加工やエッチングが困難であり，特に化学的な作用を複合的に与えて超精密研磨を行う CMP 技術の適用はほとんど報告されていない．X 線マスク基板に限らず，半導体デバイスなどへの応用が期待されるダイヤモンド基板やダイヤモンド膜の多くは，ひずみのない研磨面であることが必須条件であり，より高品位な平坦化研磨加工技術が必要とされている．

UV アシスト研磨はメカノケミカルな除去作用に UV 照射による光化学反応を重畳させた新しい研磨法である．ダイヤモンドの UV アシスト研磨のメカニズムも SiC 基板のものと基本的に違いはないと考えている．**図 2.20** に模式的に示すように，ダイヤモンドのバンドギャップエネルギー以上（$\lambda \leqq$約 225 nm）の光を照射すると，ダイヤモンドすなわち炭素原子の周囲の電子が荷電子帯から伝導帯に励起され，電子とホール（正孔，hole）の対が形成される．この電子とホールはそれぞれ空気中の酸素や水分子と反応し，寿命は短いものの酸化力が極めて強い活性酸素種やヒドロキシラジカルが発生する．これらの活性種がダイヤモンド表面の炭素原子を酸化し，CO や CO_2 ガスとして放出し，研磨が進行する．従来の機械的研磨であるスカイフ法に比べて機械的除去作用の割合が低く，研磨面にはグラファイト化や微細なクラックは発生せず[5]，超精密な研磨が可能である．

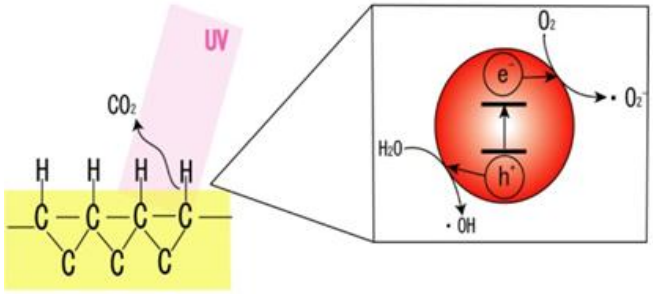


図 2.20　ダイヤモンドの UV アシスト研磨のメカニズム

2.4.2　ダイヤモンド基板表面の除去メカニズムの検証実験

本節以降はダイヤモンド半導体デバイス基板に必須な高品位表面を実現することを目的とし，そのために必要な研磨メカニズムの解明に取り組んだ実験と結果について述べる．研磨面性状や研磨レートに及ぼす UV 照射の効果や研磨雰囲気の影響を調べ，研磨中の CO ガスの検出や発光現象の解析，研磨粉の TEM 観察などにより研磨メカニズムに考察を加え，研磨モデルを提案した．このモデルをもとにダイヤモンド半導体デバイス基板の研磨条件を設定し，高品位なダイヤモンド基板が得られた．

本研究で用いた試料は 3mm×3mm×1mm の単結晶ダイヤモンド基板 I b(100)面であり，前節の図 2.1 に示した横型 UV アシスト研磨装置により行った．UV を石英板の裏側から照射し，単結晶ダイヤモンドを石英板にバネで押し付け，互いに同一方向に高速回転させている．研磨中の押付力は共和電業製小型ロードセル LMA-A-50N により常時確認した．石英板は直径 50mm，厚さ 3mm であり，波長 200 nm 付近での UV 透過率は紫外可視近赤外分光光度計（島津製作所，UV-3600）により約 90%であることを確認している．UV 光源はウシオ電機製 Deep UV 光源 SP-9 であり，光ファイバー出口での照度は 1200 mW/cm^2（浜松ホトニクス（株）製UV 照度計 C6080-02，センサーFD1398（中心感度 248 nm））であるが，基板表面では石英板および空気により吸収されるため約 300 mW/cm^2 まで減衰する．実験条件を**表 2.6** に示す．

測定機器は光学顕微鏡，位相シフト干渉顕微鏡（Zygo，1NewView7300），原子間力顕微鏡（島津製作所，SPM-9700），レーザー顕微鏡（キーエンス，VK-8500），微小薄膜 X 線回折（リガク，Rint-2500HV，CuKα，コリメータ 10 μm），電子線マイクロアナライザ（島津製作所，EPMA-1720），顕微ラマン分光装置（日本ローパー，NRS-RIP-2000），透過電子顕微鏡（FEI，Tecnai F20, FE-TEM，200 kV）を用いた．なお，研磨レートは，ダイヤモンド表面に直径約 50μm，深さ約 10μm の穴を FIB により導入し，研磨前後の穴深さの変化をレーザー顕微鏡で計測して算出した．

表 2.6　ダイヤモンドの UV アシスト研磨実験条件

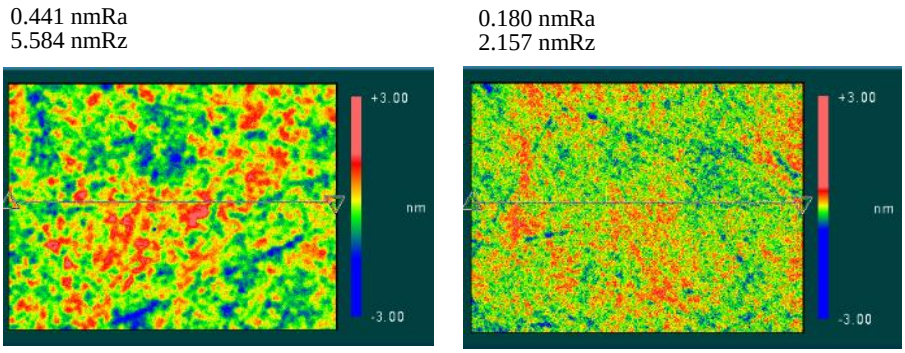
Specimen		Ib (100) plane
Rotational speed	Diamond substrate	1875 rpm
	Quartz disk	1875 rpm
Polishing pressure		1.0 MPa
Polishing time		120 min
Oscillation width		6 mm

2.4.3　研磨雰囲気および UV 照射の効果の検証

UV 照射の有無で 120 min 研磨した単結晶ダイヤモンド表面の位相シフト干渉顕微鏡写真を**図 2.21(a)(b)**に示す．UV 照射のない研磨面は 0.44 nmRa，5.58 nmRz であるのに対して，UV 照射した場合には 0.18 nmRa，2.16 nmRz の良好な研磨面が得られ，UV 照射により到達粗さが改善されていることがわかる．

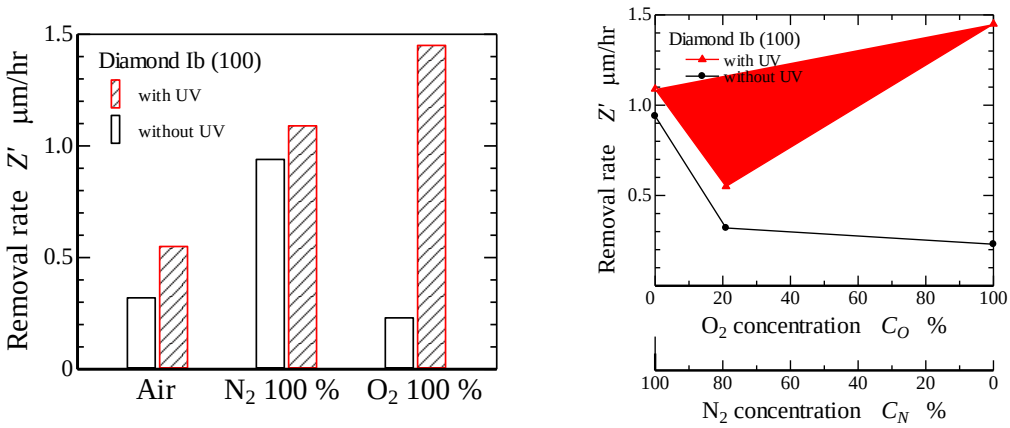
次に，3 種類の研磨雰囲気に UV 照射の有無を組み合わせた 6 種類の条件下で研磨レートを求めた．研磨雰囲気は，窒素 100 %，酸素 100 %および大気中である．結果を**図 2.22(a)**に示す．なお，図 2.22(a)の研磨レートの値は 60 min の研磨を 5 回行った平均値である．**図 2.22(b)**は図 2.22(a)の結果を酸素濃度および窒素濃度に対して整理したものである．これらの結果から，研磨レートは酸素 100 %の UV アシスト研磨においてもっとも高く，以下窒素 100 %，大気中の UV アシスト研磨となっている．UV 照射による研磨レートの増加率は，窒素雰囲気では 1.16，大気中では 1.72，酸素雰囲気では 6.30 であり，UV 照射の効果は酸素 100 %において顕著に認められる．また，窒素 100 %における研磨レートは UV 照射が無くても高く，酸素 100 %における研磨メカニズムとは異なることを示している．

図 2.23(a)~(c)は 3 種類の研磨雰囲気において UV 照射下で 3hr 研磨した表面を AFM で観察したものである．なお，Z 軸方向のスケールはいずれも同じにしている．酸素 100 %と大気中の表面性状は 0.07nmRa～0.08nmRa と同等であるが，窒素 100 %では 0.37nmRa と図 2.23(b)(c)と比較すると悪化しており，微小な凹凸が多く認められる．このことから，窒素 100 %における研磨メカニズムは異なることが確認できる．



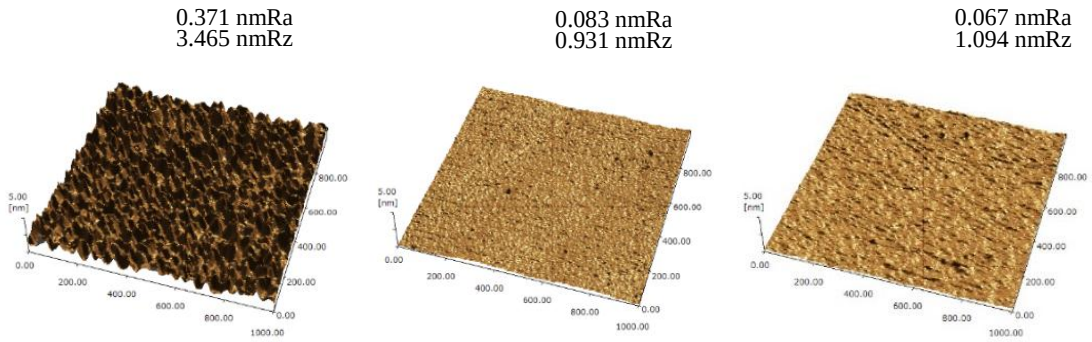
(a)UV 照射なしの研磨面　　(b)UV 照射有りの研磨面

図 2.21　UV 研磨後の単結晶ダイヤモンド基板　Ib(100)面
(測定範囲:72 μm×54 μm)



(a)研磨雰囲気ごとの研磨レート　　(b)酸素濃度が研磨レートに及ぼす影響

図 2.22　研磨雰囲気が研磨レートに及ぼす影響



(a)窒素　100%　　(b)酸素　100 %　　(c)大気中

図 2.23　3hr UV 研磨後のダイヤモンド表面の AFM 像
(測定範囲:1.0μm×1.0μm)

2.4.4　ダイヤモンド基板の除去メカニズムの考察

図 2.21～図 2.23 の結果より，窒素 100 %と酸素 100 %での研磨メカニズムは異なると考えることができる．本節ではそれぞれにおける研磨メカニズムを考察する．窒素 100 %でのダイヤモンドの研磨メカニズムには，前節までの結果から判断してトライボマイクロプラズマ [6)7)]が関与していると考えられる．トライボマイクロプラズマ（摩擦電磁気現象）とは，絶縁体同士の摩擦に伴い，電子，イオン，フォトンが放出され（トライボエミッション現象），固体表面やミクロなクラック内部に電荷分離による高電界が発生し，放出電子の加速化と周囲分子のイオン化によるトライボマイクロプラズマが発生する現象である [6)]．本研究で使用する石英とダイヤモンドは共に絶縁性の非常に高い物質であり，摩擦接触部分では摩擦新生面で発生する帯電が高電界を引き起こし，トライボマイクロプラズマが発生する．これにより，ダイヤ

モンドは微小な放電で除去され，図 2.23(a)の窒素 100 %の AFM 像で認められる微小な凹凸は個々の放電痕に相当すると考えられる．また，ダイヤモンド表面はグラファイト等の軟質物質へ変化し，それらが石英に除去されることにより研磨が進行する可能性もある．

一方，酸素 100 %での研磨メカニズムは以下のようになる [8]．ダイヤモンドのバンドギャップエネルギー以上（λ≦約 225 nm）の光を照射すると，ダイヤモンド中の電子が荷電子帯から伝導帯に励起し，電子とホール（正孔，hole）の対が形成される [9]．この電子とホールはそれぞれ空気中の酸素や水分子と反応し，寿命は短いものの酸化力が極めて強い活性酸素種やヒドロキシラジカルが発生する．これらの活性種がダイヤモンド表面の炭素原子を酸化し，CO や CO_2 ガスとして放出され，研磨が進行する．研磨雰囲気中の酸素濃度の増加により研磨レートが増加することは，ここで示したメカニズムを示唆するものである．研磨は石英板と接触しているダイヤモンドの極表面のみで原子レベルで加工されるため，超平滑な表面を効率良く実現できる．従って，ここで提案した研磨メカニズムを検証するためには，

① トライボマイクロプラズマの発生を示唆する研磨中の発光現象やカーボン物質の生成の確認．
② 酸化反応の証拠となる CO ガスの検出の確認．

が必須であり，次項ではこれらについて調べた結果を示す．

2.4.5　ダイヤモンド基板から発生する発光現象の分析

図 2.24 に示すように，大気中で単結晶ダイヤモンド Ib (100)面を研磨すると，黄緑色の発光が確認された．この発光のスペクトルを分光器により詳細に調べた．分光器のファイバーは石英板の裏に設置し，石英板を通過した光を計測した．発光スペクトルの測定は CCD 式マルチチャンネル分光光度測定装置（浜松ホトニクス（株）製 PMA-11）を使用した．波長域は 300～800 nm であり，検出器の露光時間は 20 sec とした．なお，UV 照射による分光器の損傷を回避するため，研磨中の UV 照射は行っていない．研磨雰囲気を窒素 100%，酸素 100%および大気の 3 種類に設定してスペクトル解析を行った．

観察された発光の波長ごとの発光強度の結果を**図 2.25** に示す．図 2.25 より，図 2.24 で認められた黄緑色の発光は可視域である 500 nm～600 nm のブロードなピークに起因していることがわかる．波長 300 nm から 400 nm の間の多くのピークは窒素の中性子分子の電子遷移 [10]により生じる発光エネルギーとほぼ一致したことから，この発光は 2.3.4 節で述べたトライボマイクロプラズマによるものと考えている．これらの結果は飯塚ら [7]が BK-7 と単結晶ダイヤモンド工具の摩擦試験で見出した発光と同じものである．彼らの結果は本研究では図 2.22(b)の UV 照射のない大気中の研磨に相当し，ダイヤモンド工具の摩耗の進行の一因となっていると考えられる．

図 2.26 に発光強度に対する研磨雰囲気の影響を示す．グラフの横軸は波長（nm）からエネルギー（eV）に変換している．図 2.26 の結果から，窒素雰囲気の各ピークの積分発光強度は大気中に比べて 14.2 %～38.1 %増加しており，研磨部の窒素濃度が高くなると窒素の中性分子の電子遷移が活発化してトライボマイクロプラズマの発生が促進され，図 2.22(b)に示した窒素 100 %における UV 照射無しでの高い研磨レートと良く対応している．一方，酸素 100 %では紫外域と可視域ともに発光強度は弱い．酸素の絶縁破壊電圧は窒素のそれより低いため放電エネルギーが小さく，酸素 100 %での UV 照射のない研磨の研磨レートが 0.23 μm/hr ともっとも小さい値となったと説明できる．

(a)石英定盤との発光現象　　(b)発光強度測定の様子

図 2.24　ダイヤモンド基板研磨中の発光現象

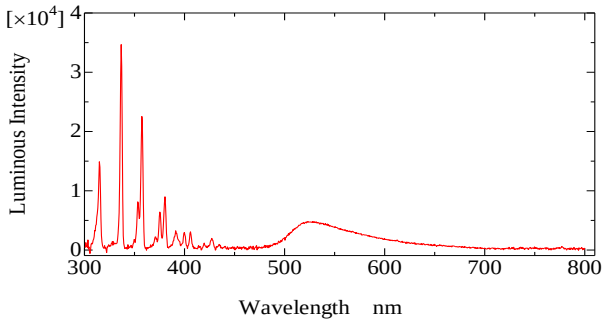
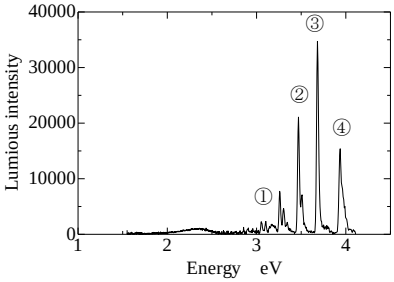
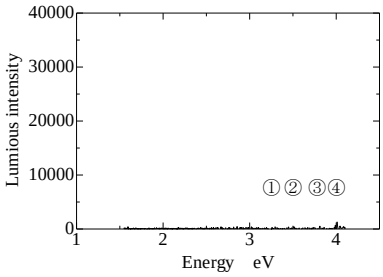


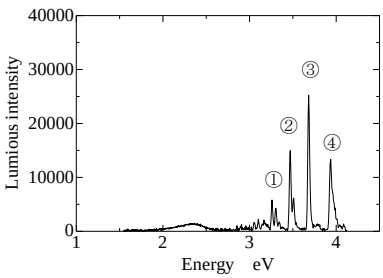
図 2.25　UV 照射のないダイヤモンド研磨中の放射スペクトル解析



(a) Nitrogen 100%



(b) Oxygen 100 %



(c) Atmosphere

図 2.26　ダイヤモンド研磨中の発光強度に対する研磨雰囲気の影響

2.4.6　UV アシスト研磨により発生する CO ガスの検出

ここでは, UV 照射によるダイヤモンド原子の酸化モデルを考える上でもっとも重要な UV アシスト研磨中の CO ガス放出の確認と濃度の測定を行った．なお，CO_2 ガスの放出も考えられるが，CO_2 は大気中に約 390 ppm（0.039 %）存在するため，ダイヤモンド原子の酸化による微量の CO_2 ガス濃度の増加を測定することは難しい．

研磨部を小型チャンバーで囲い，マルチガスモニター（理研計器製 GX-2009）を用いて研磨中の CO ガス濃度を測定した．UV 照射有りと無しにおける研磨中の CO ガスの挙動を**図 2.27** に示す．UV 照射下での研磨において約 17 ppm の CO ガスが検出され，UV 照射のない研磨では 0 ppm となっている．この結果は，UV 励起によりダイヤモンド表面の炭素原子が酸化され, CO ガスとして放出されるという研磨モデルを強く支持している．

研磨雰囲気が異なる UV アシスト研磨中の CO ガスの挙動を**図 2.28** に示す. なお，窒素 100 %での UV アシスト研磨では，前半の 10 min では CO ガスは検出されていないが，後半の 10 min では徐々に増加している．これは CO センサーの吸引のためチャンバー内が負圧となり, 大気中の酸素がチャンバー内に浸入したためである. 大気中，酸素 100 %での UV アシスト研磨ではそれぞれ 16 ppm，34 ppm の CO ガスが検出され，高い酸素濃度と CO ガス濃度の増加の良い対応が確認でき，図 2.22(b)の高い研磨レートを示した結果と一致している．

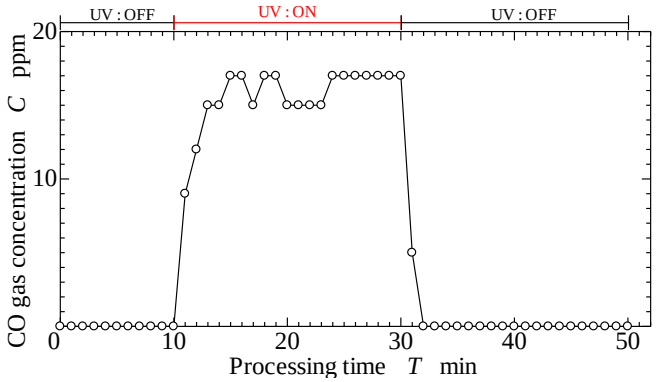


図 2.27　UV 照射の有無による研磨中の CO ガスの挙動

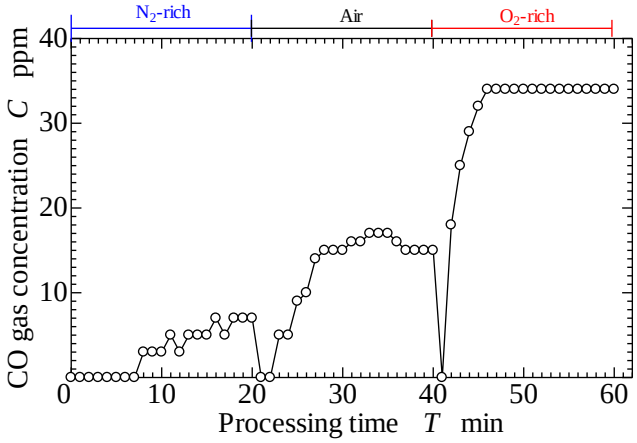


図 2.28　研磨雰囲気が異なる UV アシスト研磨中の CO ガスの挙動

2.4.7　UV アシスト研磨中により生成した研磨粉の分析

研磨レートの結晶面方位依存性を調べるため，ダイヤモンド基板側の回転を停止させて UV アシスト研磨を大気中で 1 hr したところ，基板保持具に研磨粉と考えられる黒色粉末の生成が認められた．その生成状況を**図 2.29** に示す．それらは石英板の出口側に多く認められ，切りくずや研磨粉が排出される方向と一致する．そのため，UV アシスト研磨中に生じた研磨粉と考え，成分，結晶構造などを解析した．
EPMA による解析結果より，研磨粉は C，Si，O から構成される物質であり，C が 95.83 wt%，Si が 4.17 wt%と大部分は炭素原子からなることが確認できた．微小薄膜 X 線回折では黒鉛に起因すると考えられるブロードな回折線しか検出されず，研磨粉は非晶質であるがダイヤモンドの一部がグラファイト化している可能性があることがわかった．顕微ラマンによる解析からは，ダイヤモンド構造を含むが，グラファイト構造も多く含む非晶質なアモルファスカーボンであることがわかった．
さらに，ダイヤモンド基板も回転させた通常の UV アシスト研磨における研磨粉の回収にも成功したため，透過型電子顕微鏡（TEM）により研磨粉の形態を観察した．結果の一例を**図 2.30** および**図 2.31** に示す．図 2.30 は図 2.29 に示したダイヤモンド保持具の回転を停止させた UV アシスト研磨から回収したものであり，研磨粉の結晶性が確認できないため，非晶質なアモルファスカーボンである可能性が高い．また，図 2.31 はダイヤモンド保持具も回転させた通常の UV アシスト研磨中に回収された研磨粉の結果であり，研磨粉の中にフラーレンの類似物質であるグラフェンシートが球殻状に閉じた構造を有するカーボンオニオン [11)-14)]が含まれていることが確認できる．カーボンオニオンは 10 nm 程度の大きさの同心円球殻多層構造粒子であり，黒鉛と同じく炭素原子がグラファイト結合して構成されている物質である．図 2.30 および図 2.31 の研磨粉が異なる構造を示したのは研磨域の温度差が原因であり，ダイヤモンド基板側も回転させることにより接触域は瞬間的に 1000℃以上 [13)]の高温に達したと推察される．これにより，ダイヤモンド構造がより高いエネルギーを持つトライボマイクロプラズマにより崩されてアモルファス状態の微粒子として削り取られ，最終的に安定なカーボンオニオンやカーボンナノチューブのようなグラファイト構造に変化したと推察している．これらは大気中の窒素により生成したものである．今後は酸素 100 %においては研磨粉が生成されず，カーボンオニオンも観察されないという明確な違いを調べる必要がある．

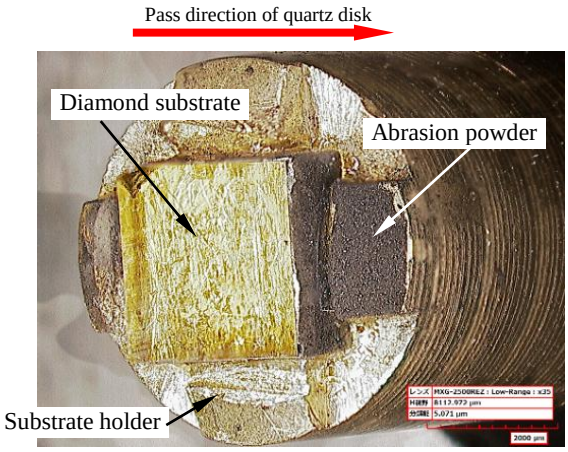


図 2.29　ダイヤモンド基板の UV 研磨後
基板ホルダに付着した黒い研磨粉
(UV 研磨中ダイヤモンド基板は固定)

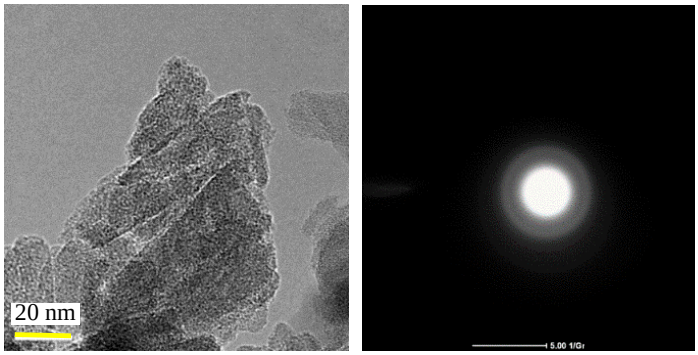


図 2.30　研磨粉の透過型電子顕微鏡（TEM）像と解析結果
（ダイヤモンド基板を固定した場合）

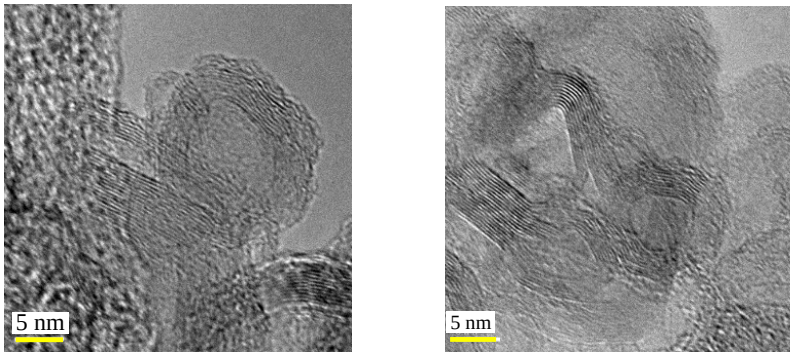


図 2.31　研磨粉の透過型電子顕微鏡（TEM）像
(ダイヤモンド基板を回転させた場合)

2.4.8　ダイヤモンド基板表面の除去メカニズムモデルの提案

以上の実験結果より，単結晶ダイヤモンド基板の UV アシスト研磨は 2 つのメカニズムにより被削材除去が行われていることが確認できた．ここでは 2 つの研磨メカニズムに基づき，2 つの研磨モデルを提案する．

Type P：トライボマイクロプラズマによりダイヤモンド構造が崩され，研磨粉として除去
Type U：紫外光励起によりダイヤモンド表面の炭素原子が酸化され，CO ガスとして除去

である．図 2.22(b)に示したように，酸素（窒素）濃度が異なると研磨レートは大きく変化する．酸素 0 %（窒素 100 %）では Type P が主体となり，酸素 100 %（窒素 0 %）では Type U が主体となるためである．大気中はこれらのメカニズムが混ざり合った値を示していると説明できる．Type P は窒素濃度が高いと研磨レートは増加するが，微小接触域での絶縁体同士の放電に起因するため，良好な研磨面性状は得られない．一方，Type U は酸素濃度の増加と共に活発化し，ダイヤモンドと石英が接触している領域でのみ原子的に除去されるため，研磨面直下に格子の乱れのない非常に優れた研磨面性状が得られる [15]．
研磨メカニズムが明らかとなり，Type P および Type U という 2 つの研磨モデルが提案できた．ダイヤモンド半導体デバイス基板を獲得するためには，研磨レートが高く、高品位な研磨面が得られる Type U 主体の研磨が望ましい．そこで，研磨域に酸素ガスを吹き付けながら 20 mm 角のダイヤモンドウェハを研磨した．その結果の一例を**図 2.32** に示す．Ra は図 2.21(b)とほぼ同等の値がウェハ全面で得られており，本研究で提案したモデルで設定した UV アシスト研磨条件で，大口径ダイヤモンドウェハの広域研磨に成功した．なお，研磨方法などの詳細は第 4 章で詳しく説明する．

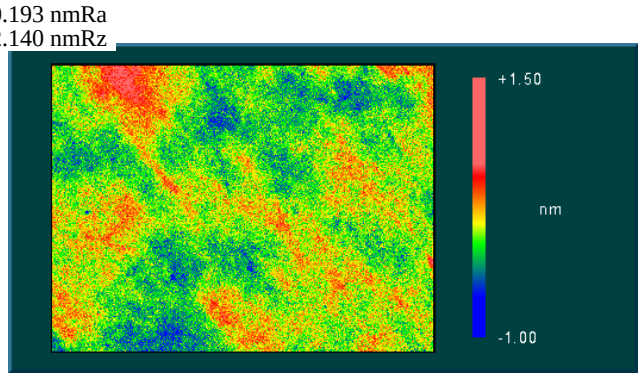


図 2.32　UV 研磨後の 20mm ダイヤモンド基板
(測定範囲：72 μm×54 μm)

2.5　おわりに

本章では, SiC 基板とダイヤモンド基板に対する UV アシスト研磨の加工メカニズムを説明し，検証実験によりその正当性を検討した.

以下に研究結果を示す.

（SiC 基板）

(1) UV 照射による光化学反応により SiC 基板が酸化されるモデルを提案し，Co ガスの放出の確認，濃度と研磨条件の強い相関，酸素 100 %における高い研磨レートにより，提案したモデルの正当性を確かめた.

(2) UV 照射により SiC 基板表面に酸化膜が生成すること，酸化膜の厚みは照射時間と共に増加すること，Si 面よりも C 面の方が厚い酸化膜を生成する傾向があることがわかった.

(3) 熱酸化によって SiC 基板表面に酸化膜を生成する温度を確認し，UV 照射による酸化膜生成と熱酸化が別のものであることを確認した.

(4) サファイア基板を用いた研磨実験により，UV の有無によらず SiC 基板の研磨から酸化物（SiO_2）を検出し，MCP 作用による酸化膜の生成を確認した.

(5) 雰囲気を制御した UV アシスト研磨実験を行い，酸素 100 %の UV アシスト研磨における研磨レートが大気中の 1.73 倍も高いことがわかった.

(6) 雰囲気を制御した UV 照射実験により，UV の照射雰囲気は，SiC 基板表面に生成する酸化膜の厚みにはあまり影響しないことがわかった.

（ダイヤモンド基板）

(1) 酸素雰囲気，大気中，窒素雰囲気において UV 照射の有無での研磨レートを測定し, 酸素 100 %の UV アシスト研磨における研磨レートがもっとも高いことがわかった.

(2) ダイヤモンド基板と石英の高速摩擦によりトライボマイクロプラズマが発生する研磨モデルを提案した. 研磨中の発光現象のスペクトル解析により, 窒素の電子遷移がトライボマイクロプラズマを発生していることを確かめ，提案した研磨モデルの正当性を確認した.

(3) UV 照射による光化学反応によりダイヤモンドが酸化されるモデルを提案し, Co ガスの放出の確認，濃度と研磨条件の強い相関，酸素 100 %における高い研磨レートにより，提案したモデルの正当性を確かめた.

以上の結果は，今後の UV アシスト研磨のシステムの設計に役立つものである.

【参考文献】

1） 大谷文章 : 光触媒のしくみがわかる本，技術評論社，2003 年 9 月 25 日　第 1 版第 1 刷.

2） 藤島 昭，瀬川 浩司 : 光機能化学，昭晃堂，p.123(2005).

3） 岩澤康裕，小間 篤 : 光機能化学，丸善株式会社，p．135(1998).

4） 鹿田真一 : パワーデバイス応用に向けたダイヤモンド半導体の開発状況, 応用物理，Vol.82，No.4(2013)，p.299.

5） Y. Kato, H. Umezawa, S. Shikata and M. Touge: Effect of an Ultraflat Substrate on the Epitaxial Growth of Chemical-Vapor-Deposited Diamond, Appl. Phys. Express, 6 (2013) 025506.

6） 中山景次 : トライボマイクロプラズマの世界，砥粒加工学会誌、51，8(2007) 453.

7） 飯塚　保，森田　昇，山口　誠，上野　滋 : 光学ガラスと単結晶ダイヤモンドの摩擦摩耗特性，砥粒加工学会誌，Vol.57，No.3(2013)，181.

8） J. Watanabe, M Touge and T. Sakamoto: Ultraviolet-Irradiated Precision Polishing of Diamond and Its Related Materials, Diamond and Related Materials，Vol.39，(2013)，p.14.

9） 大谷文章：光触媒標準研究法，東京図書（2005），p.44.

10）R.W.B. Pearse and A.G. Gaydon: The Identification of Molecular Spectra (4th ed.), Chapman and Hall (London, 1976).

11）平田敦，定永達郎，益富和之 : カーボンオニオン添加によるエポキシ樹脂基複合材コーティングへの自己潤滑性付与，精密工学会誌，78，4（2012） 327.

12）A. Hirata, M. Igarashi and T. Kaito: Study on solid lublicant properties of carbon onions produced by heat treatmentof diamond clusters or particles, Tribology International, 37(2004) 899.

13）西村一仁，笹岡秀紀，細見　暁，山中　博，江　南 : 熱処理ナノダイヤモンド砥粒の TEM 観察，砥粒加工学会誌，50，3（2006） 150.

14）Yu. V Butenko, S. Krishnamurthy, A. K. Chakraborty, V. L. Kuznetsov, V. R. Dhanak, M. R. C. Hunt and L. Siller: Photoemission study of onionlike carbons produced by annealing nanodiamonds, Physical review B, 71(2005) 075420.

15）Y. Kato, H. Umezawa, S. Shikata, M. Touge: Effect of an Ultraflat Subsurface on the Epitaxial Growth of Chemical-Vapor-Deposited Diamond, Appl. Phys. Express Vol.6, p.0225506, 2013.

第 3 章　SiC 基板の超平滑研磨加工

3.1　はじめに

炭化ケイ素（SiC）基板を用いたパワーデバイスは Si 基板のものと比べると，低い電力損失，高速スイッチ，高温動作が可能である．そのため，電気駆動自動車や産業機器，家庭用電化製品での利用が期待されており，精力的な研究，開発が行われている．従来は困難であった結晶成長の技術も進歩しており，高品質な大口径基板の製造も可能になってきた．しかし，SiC はダイヤモンド，立方晶窒化ホウ素（cBN）に次ぐ硬度を持ち，かつ化学的にも安定なことから，研磨を行うことが非常に難しい材料である．このことが SiC 半導体の普及を妨げる課題の一つとなっている．SiC 半導体の普及を急速に進展させるためには，大口径 SiC 基板に対する高効率で超高精度な新しい加工プロセスが求められている．

UV アシスト研磨を用いた先行研究において，5mm 角の SiC 試料の表面をサブナノメートルオーダに研磨することに成功している [5)6)]．しかし，UV アシスト研磨を実用化技術として確立させるためには，さらに大きな口径の試料に対して研磨実験を行う必要がある．そこで本章では，単結晶インゴットからスライスされた 2 インチサイズ以上の単結晶 4H-SiC 基板 Si 面に対する UV アシスト研磨を検討した．2 インチサイズの単結晶 4H-SiC 基板の As-slice 面に対して前加工として数段階のダイヤモンドラッピングを施し，その後新しく開発した縦型 UV アシスト研磨装置を用いて最終仕上げ加工を行うまでの一連のプロセスを実験により検証した．さらに，縦型 UV アシスト研磨装置を大幅に改造し，4 インチサイズの単結晶 4H-SiC 基板 Si 面の UV アシスト研磨にも対応できる装置を開発した．その装置開発と研磨特性について詳細に述べる．

3.2　ダイヤモンドラッピングによる前加工技術
—2 インチ SiC 基板の前加工における研磨特性—

本研究における UV アシスト研磨は，一般的な鏡面仕上げ技術と同様に加工能率が低い．そのため，より高効率でかつ高精度な前加工が必要となる．本研究では，15 インチ定盤を有するラップ装置（Engis 製）を用いたダイヤモンドラッピングを SiC 基板の前加工として施した．ラップ装置の画像とダイヤモンドラッピングの模式図を**図 3.1(a)~(c)**に示す．

前加工には 2 段階の湿式ダイヤモンドラッピングを適用した．まず，1 次研磨として，粒子径 2μm~6μm のダイヤモンド砥粒を用いたラッピングを施し，単結晶インゴットをスライシングしたときに生じたソーマークを削り取ると共に，平坦性を整えた．次に，2 次研磨として平均粒子径 0.5μm のダイヤモンド砥粒を用いたラッピング

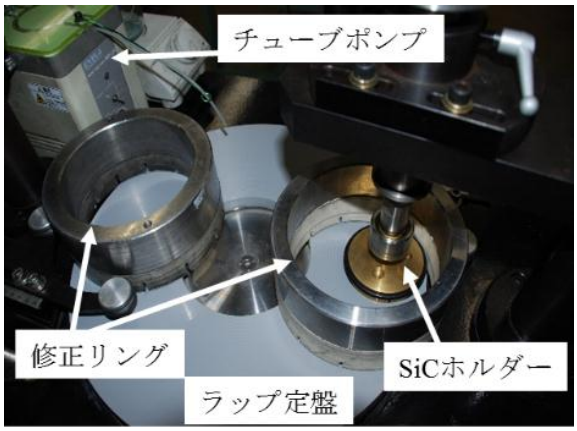
を施し，基板表面の面粗さを向上させた．**表 3.1** にそれぞれのラッピングにおける加工条件を示す．加工後の SiC 基板表面の粗さは光干渉式面粗さ計（Zygo New View 7300）で測定した．また，研磨レートは研磨圧力を 16.5kPa と 30.0kPa として，以下の方法で求めた．すなわち，SiC 基板表面上にあらかじめ研磨レートを測定するための微小溝をダイシングマシンで導入し，**図 3.2** に示す溝の交点 5 か所の深さをレーザ顕微鏡（キーエンス　VK-8500）で 1hr ごとに測定し，研磨時間に対する傾きの値から研磨レートを求めた．

SiC 基板の As-slice 面を 1 次研磨により平坦，平滑な面とするためには，45min の研磨時間が必要であった．その後，研磨時間 15min の 2 次研磨により基板表面の面粗さを向上させた．**図 3.3** に加工後の SiC 基板表面の Zygo 像とその面粗さを示す．測定範囲 72×54μm において，1 次研磨後の SiC 基板表面の面粗さは Ra：2.26nm，Rz：27.99nm，2 次研磨後の SiC 基板表面の面粗さは Ra：0.54nm，Rz：6.21nm であった．

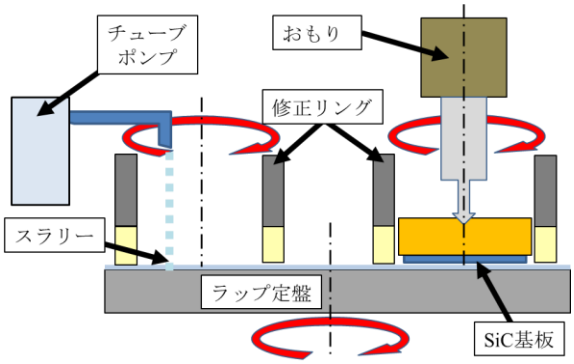
図 3.4 に前加工終了後の基板をオプティカルフラットで平面度を観察した画像を示す．この場合，縞の間隔は 0.3μm の高低差に相当する．基板全体において，1 本から 2 本の縞しか確認することができないことから，SiC 基板表面がサブマイクロメートルオーダで平坦に仕上げられていることがわかる．1 次研磨，2 次研磨を通して，1hr 以内で As-slice 面からサブナノメートルオーダの平滑性，マイクロメートルオーダの平坦性を持った面に仕上げることができた．

図 3.5 に測定した研磨レートを示す．1 次研磨の研磨レートは，研磨圧力が 16.5kPa のとき 4.9μm/hr，研磨圧力が 30kPa のとき 24.5μm/hr であった．2 次研磨の研磨レートは，研磨圧力が 16.5 kPa のとき 1.7μm/hr，研磨圧力が 30kPa のとき 8.3μm/hr であった．研磨圧力を大きくすることで研磨時間は短縮できるが，前加工のダメージは表面だけではなく，基板表面のスクラッチを取り囲むように基板の中に潜傷といわれる欠陥が生じる [7)8)] と考えられる．安易に研磨圧力を大きくすると，その後の仕上げの研磨時間を余計に必要とする可能性がある．Kawata ら [9)] は SiC のダイヤモンドラッピング加工圧力を 20kPa～35kPa としているが，今回の前加工では 16.5kPa と比較的小さな研磨圧力のもとで，1 次研磨，2 次研磨 1hr 以内に前加工を完了させることができた．

(a)装置全体画像



(b)ラップ定盤拡大画像



(c)ダイヤモンドラップの模式図

図 3.1　ラップ装置とダイヤモンドラップ

表 3.1　ダイヤモンドラッピングの加工条件

基板		4H-SiC 4°off (0001) 2 inch wafer
1 次 研磨	砥粒	2μm~6μm ダイヤモンド(0.15 wt%)
	スラリー	ノリタケ AF-T + 水道水 + 砥粒
	定盤	Sn-Bi
	研磨時間	45 min
2 次 研磨	砥粒	0.5μm ダイヤモンド(0.15 wt%)
	スラリー	ノリタケ AF-T + 水道水 + 砥粒
	定盤	Sn
	研磨時間	15 min
加工圧力		16.5 kPa または 30 kPa
定盤回転数		60 rpm

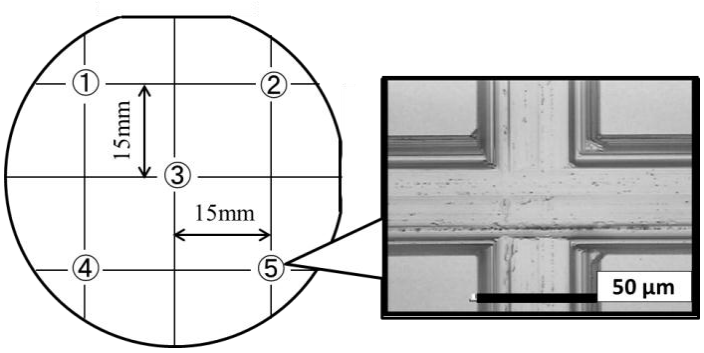
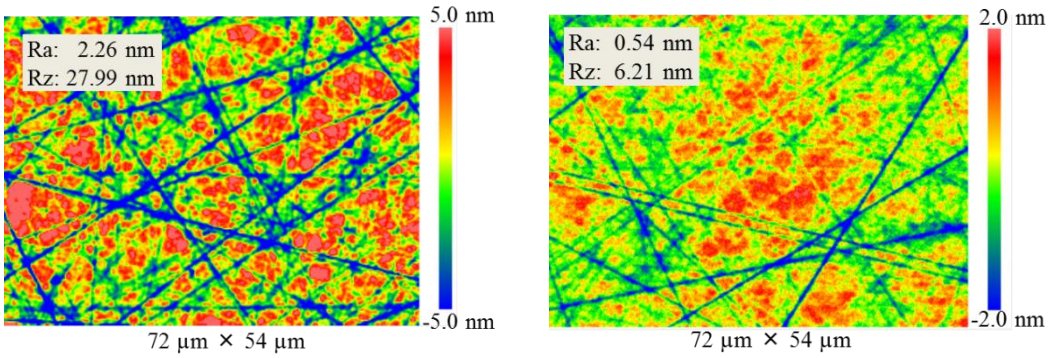


図 3.2　研磨レート計測のための加工深さ測定箇所



(a) 1 次研磨後　　(b) 2 次研磨後

図 3.3　前加工された SiC 基板（0001）の Zygo 像

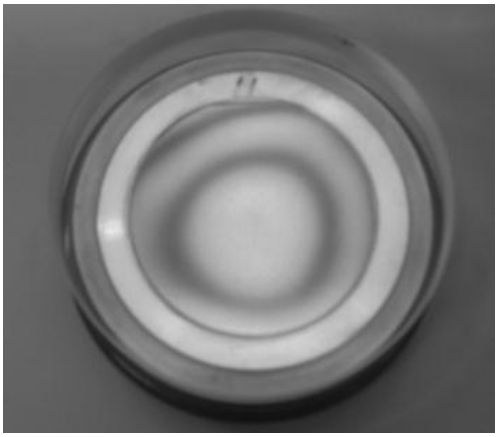
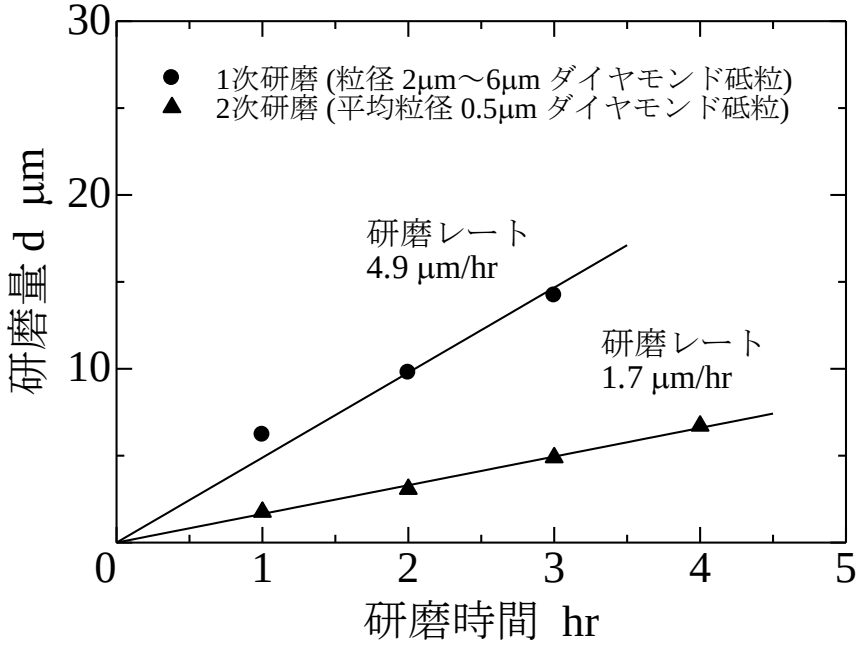
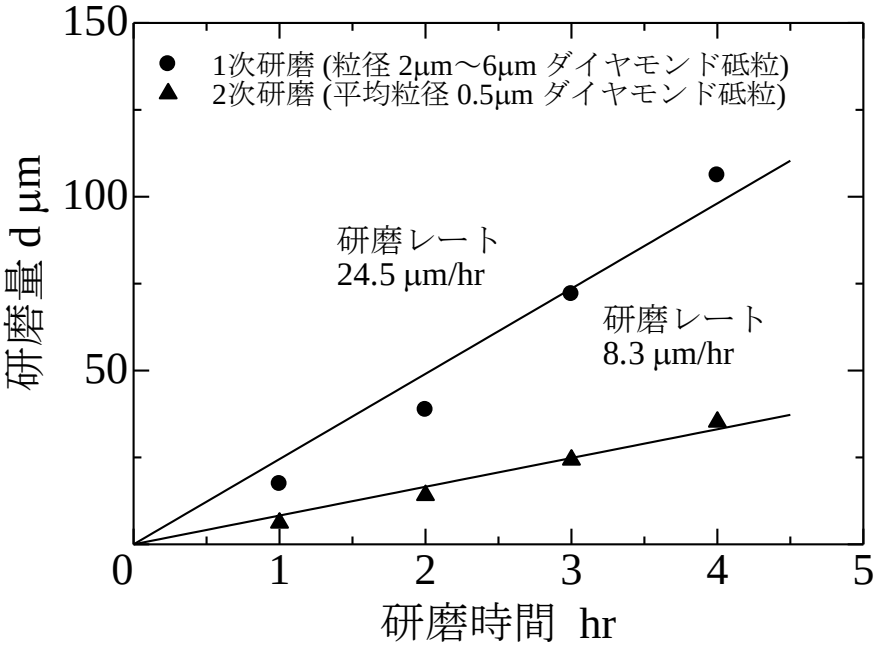


図 3.4　前加工された SiC 基板（0001）Si 面のオプティカルフラット像
（縞の間隔は 0.3µm の高低差に相当する）



(a)研磨圧力　16.5 kPa



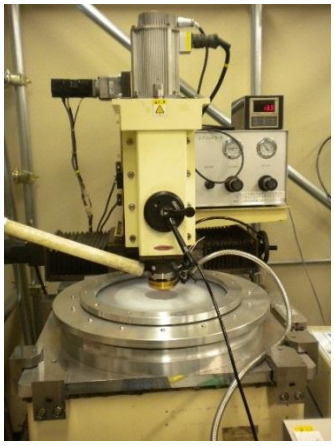
(b)研磨圧力　30.0 kPa

図 3.5　前加工における研磨圧力と研磨レートの関係

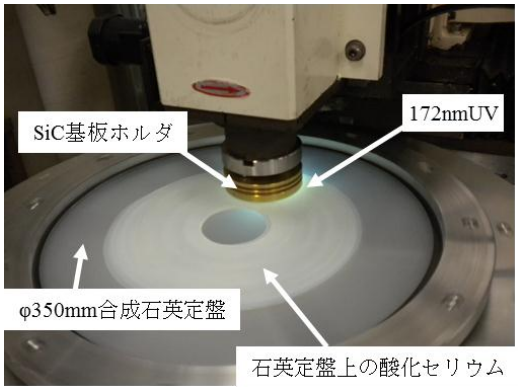
3.3　大口径合成石英による SiC 基板の UV アシスト研磨

3.3.1　φ350mm の合成石英定盤による 2 インチ基板の研磨特性

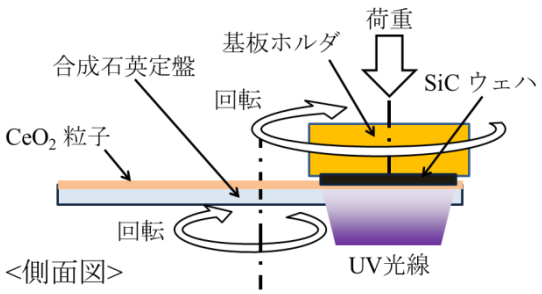
図 3.6(a)~(c)に大口径 SiC 基板の UV アシスト研磨に対応するために筆者が開発した縦型 UV アシスト研磨装置の画像と模式図を示す．本装置は，紫外光を透過させた合成石英定盤に SiC 基板を任意圧力で押し付けながら，定盤側，基板側をそれぞれ回転させることによって加工できる構成になっている．定盤には紫外光透過率が 90%以上の合成石英を使用し，紫外光源は石英定盤の裏側から加工点に直接照射されるように配置した．Xe エキシマランプ UV 光源を使用し，波長 172nm 照度は定盤の上面で 0.3mW/cm^2 であった．また，合成石英定盤の直径は 350mm であり，合成石英定盤の中心と SiC 基板の中心間距離は 82mm である．紫外光照射によって生成される酸化膜を効率的に除去するため，前章の図 2.11 で示した酸化セリウム（CeO_2）を定盤に塗布した．**表 3.2** に UV アシスト研磨の加工条件を示す．加工用のサンプルは前節でダイヤモンドラッピングを施した 2 インチ SiC 基板を用いた．基板側を 80rpm，石英定盤側を 100rpm で回転させ，15hr の研磨を行った．加工後，基板の表面粗さを Zygo により測定した．また，同じ研磨条件における研磨レートも計測した．



(a)装置全体画像



(b)合成石英定盤拡大図



(c) φ350mm 合成石英定盤を用いた UV アシスト研磨

図 3.6　縦型 UV アシスト研磨装置

表 3.2　UV アシスト研磨の加工条件

基板		4H-SiC 4°off (0001) 2 inch wafer
工具		ϕ350mm　合成石英定盤　(ES 材)
研磨圧力		100 kPa
回転数	SiC 基板	80 rpm
	石英定盤	100 rpm
相対速度		54.7 m/min
UV 光源		Xe エキシマランプ UV 光源
UV 波長		172 nm
UV 照度（測定値）		0.3 mW/cm^2
研磨時間		15 hr

図 3.7 に加工後の SiC 基板表面の Zygo 画像とその面粗さを示す．測定範囲 72×54 μm において，Ra:0.18 nm，Rz:1.92 nm と，図 3.3 に示した前加工後の面粗さと比較すると改善されていることがわかる．**図 3.8** に SiC 基板全体の面粗さの分布を示す．基板全面においてほぼ均一な表面粗さとなっており，前加工後の面粗さと比較しても改善されていることがわかる．

図 3.9 に求めた研磨レートを示す．　本加工条件で得られた研磨レートは 256nm/hr であった．SiC 基板の最終研磨で施されているコロイダルシリカスラリーを用いた CMP の研磨レートは，多くても 100nm/hr 程度といわれている．それと比較しても，今回の実験で得られた研磨レートは決して小さくない．なお，基板全面を研磨するのに 15hr の時間を要したのは，基板中心部の研磨がうまく進行しなったためである．

図 3.10(a)~(c)に UV アシスト研磨後の SiC 基板のオプティカルフラット像と Zygo のステッチ機能によるプロファイルを示す．前加工後の図 3.4 と比べて，平坦性が確保できていないことがわかる．この原因は，**図 3.11** に示すように，研磨圧力を与えるために SiC 基板を押し付けることで，合成石英定盤が変形し，基板の外周部に研磨圧力が偏り，中心部の圧力が相対的に低くなったのではないかと考えられる．また，研磨圧力が均一でないと，研磨によって発生する熱も基板全体で均一にならないため，SiC 基板を基板ホルダー固定しているエレクトロンワックスが局所的に軟化して平坦性が崩れてしまったのではないかと考えられる．この問題を解決するために合成石英定盤の厚みを厚くすると，紫外光の透過率が低下してしまう．SiC 基板に到達する紫外光の照度を増加させることができれば，研磨レートは向上することが期待できるため，合成石英定盤の厚さを安易に厚くすることはできない．そこで筆者は，縦型 UV アシスト研磨装置の大幅な改造を決意した．

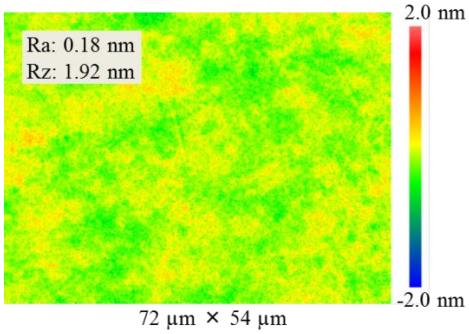
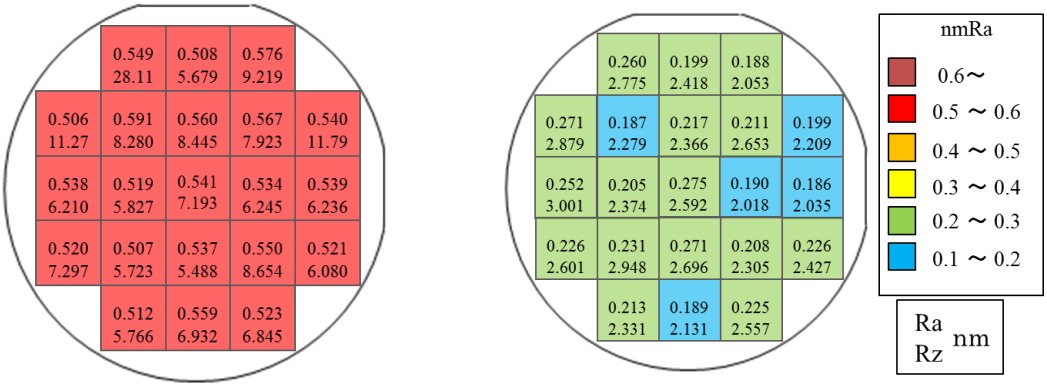


図 3.7　15hr UV アシスト研磨後の SiC 基板（0001）Si 面の Zygo 像
(測定範囲：72µm×54µm)



(a)前加工後　　(b) 15hr UV アシスト研磨後

図 3.8　基板全体の表面粗さの分布
(各ポイントの測定範囲：72µm×54µm)

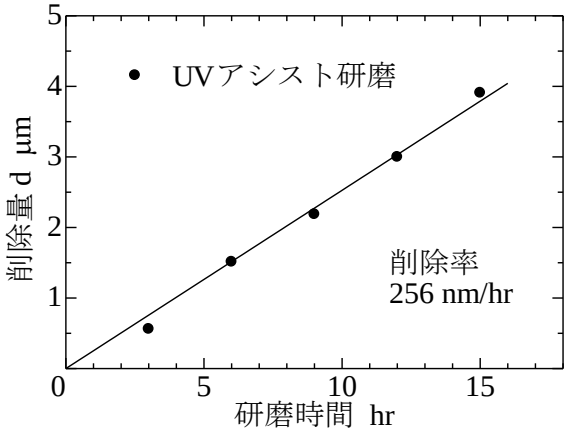
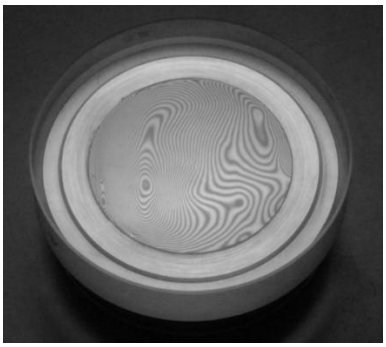
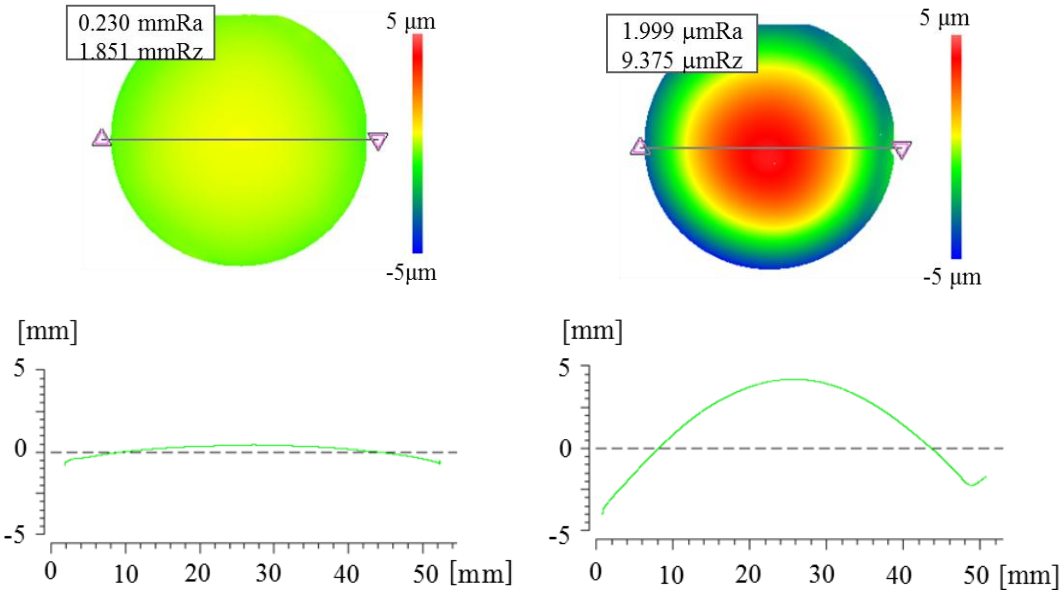


図 3.9　UV アシスト研磨の研磨レート



(a)UV アシスト研磨後の SiC 基板(0001)Si 面のオプティカルフラット像



(b)前加工後　　(c)UV アシスト研磨後

図 3.10　UV アシスト研磨後の SiC 基板（0001）Si 面のオプティカルフラット像と
UV アシスト研磨前後の基板全面の Zygo プロファイル

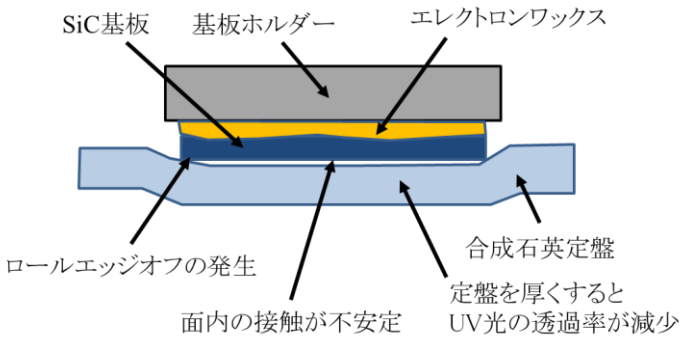


図 3.11　平坦性が確保できない原因

3.4　管状石英工具による SiC 基板の局所加工と工具形状の検討

3.4.1　φ25mm 肉厚 2.5mm の管状石英工具による研磨特性

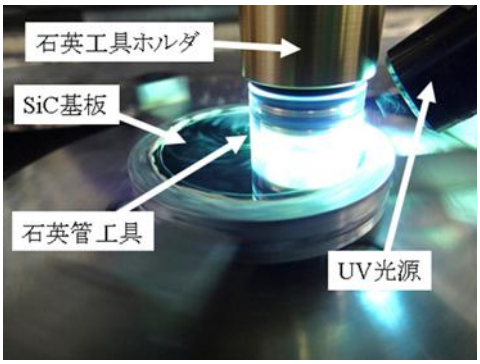
前節で用いた UV アシスト研磨装置は，下側に直径 350mm，厚さ 5mm の合成石英定盤を配置し，上側から 2 インチサイズの SiC 基板を任意圧力で押し付け，定盤側，基板側をそれぞれ回転させることによって研磨を行う構成であった．定盤には紫外光の透過率が 90%以上の合成石英を使用し，波長 172nm の Xe エキシマランプ UV 光源は石英定盤の裏側から加工点に直接照射されるように配置した．しかし，光源から定盤表面までの距離が 19mm と遠く，また酸化膜を除去するために定盤表面に酸化セリウム（CeO_2）を塗布したため，SiC 基板上の UV 照度は 0.3mW/cm^2 と非常に小さくなった．さらに，2 インチサイズの SiC 基板全面を合成石英定盤に押し付けて研磨を行うため，非常に大きな研磨荷重（2 インチ基板に 100kPa の研磨圧力をかけると約 20kgf）が作用し，石英板に弾性変形が生じることで基板外周部の研磨圧力が大きくなり，中心部への研磨が進行しないという問題があった．15hr 研磨を行うことで 2 インチサイズの SiC 基板全面を研磨することには成功したが，これ以上の 4 インチ基板などに対応した研磨技術とすることは難しいと判断し，大口径 SiC 基板に対応した研磨装置および石英工具の新たな開発を行った．

図 3.12(a)~(d)に改造した縦型 UV アシスト研磨装置と管状石英工具の写真と模式図を示す．工作物である SiC 基板はエレクトロンワックスで下側の基板ホルダー治具に固定し，上側に管状の石英工具を取り付けた．SiC 基板と石英工具を回転させ，任意の研磨圧力で研磨を行うことができる． Deep UV 光源を管状石英工具の側面から研磨加工部へ照射した．管状石英工具は外径φ25mm，肉厚 2.5mm，高さ 11mm の石英であり，研磨部に研磨効率を向上させるために CeO_2 粒子を塗布した．石英工具を管状とした理由は，

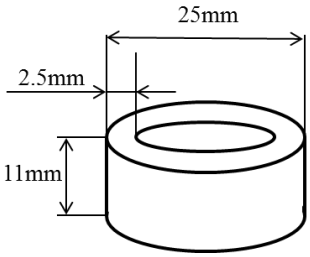
①O リングを利用することにより，石英工具と金属製の治具とを直接接触させることなく保持できる．
②O リングにより衝撃を吸収し，研磨による振動の発生を抑制することができる．
③管状工具の全側面から研磨部に紫外光を照射させることができる．
④SiC 基板と合成石英工具との接触面積の抑制による研磨荷重の低減．

などの利点が挙げられる．また，前章 2.3.5 の雰囲気を制御した SiC 基板の UV アシスト研磨の実験から，O_2 リッチな研磨雰囲気とすることで研磨レートの向上が期待できるため，工具の内側から O_2 ガスを供給し研磨レートの向上を図った．**表 3.3** に実験条件を示す. 実験に使用した SiC 基板は 4H-SiC の 4 インチサイズ基板 Si 面で，前加工として平均粒径 0.5μm のダイヤモンド砥粒を用いた片面ラッピングを施したものを使用した．加工前後の SiC 基板表面の粗さは Zygo で測定した．

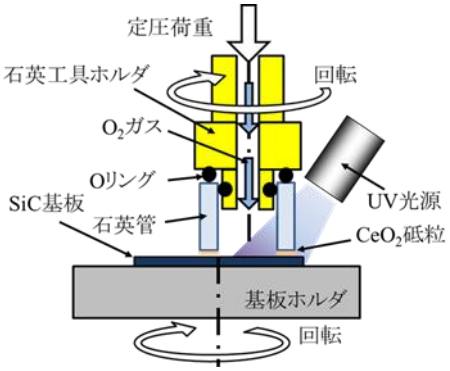
(a)装置全体画像



(b)研磨部の拡大画像



(c)管状石英工具の形状



(d)UV アシスト研磨

図 3.12　管状石英工具を用いた UV アシスト研磨装置

表 3.3　管状 UV アシスト研磨の加工条件

基板		4H-SiC 4°off (0001)2inch wafer
工具		外径 25mm，肉厚 2.5mm，高さ 11mm， 管状石英工具
研磨圧力		100 kPa
回転数	管状石英工具	1000 rpm
	SiC 基板	60 rpm
相対速度		69.7 m/min
UV 光源		Deep UV 光源　ウシオ SP-9
UV 波長		200-400nm
UV 照度（実測値）		50mW/cm^2
研磨雰囲気		O_2-rich
研磨時間		8 hr

図 3.13 に 8hr UV アシスト研磨加工後の SiC 基板表面の Zygo 画像とその面粗さを

示す．測定範囲 72×54 μm において，Ra:0.172 nm，Rz:2.105 nm と，図 3.3 に示した前加工後の面粗さと比較すると改善されていることがわかる．**図 3.14** に SiC 基板全体の面粗さの分布を示す．図 3.8(a)の前加工後と比較すると全体的に面粗さが改善しているのがわかる．図 3.8(b)の石英定盤を用いた UV アシスト研磨と比較すると，0.1nmRa～0.2nmRa のポイントが少し増えているが，全体的には面粗さの分布にばらつきがある．**図 3.15**(a)に SiC 基板全体の平坦性を Zygo プロファイルで示す．図 3.10(c)に示した以前の UV アシスト研磨後の基板よりも，平坦性が保たれていることがわかる．さらに，図 3.14(b)(c)に前加工後と今回の UV アシスト研磨後の基板の平坦性の変化を Zygo プロファイルにより示す．図 3.14(b)は，図 3.10(b)の前加工後のプロファイルの表示レンジを拡大し，図 3.14(c)は，図 3.14(a)の表示レンジを拡大して示したものである．前加工後の基板の平坦性と比較しても，管状石英工具を用いた UV アシスト研磨は平坦性を維持していることがわかる．研磨時間も以前の UV アシスト研磨と比べ，15hr から 8hr に短縮することができた．

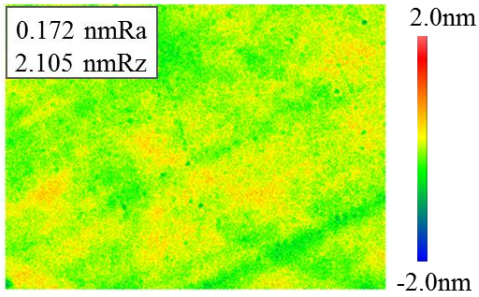


図 3.13　管状石英工具を用いて 8hrUV 研磨した基板の Zygo 像
(測定範囲：72μm×54μm)

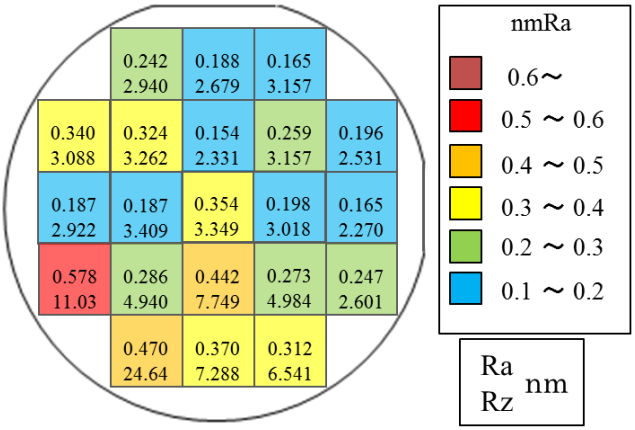
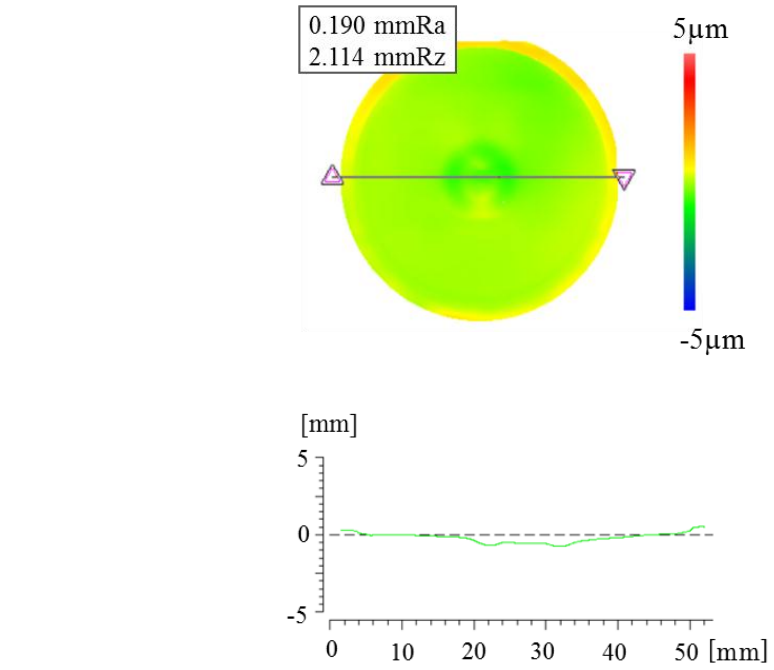
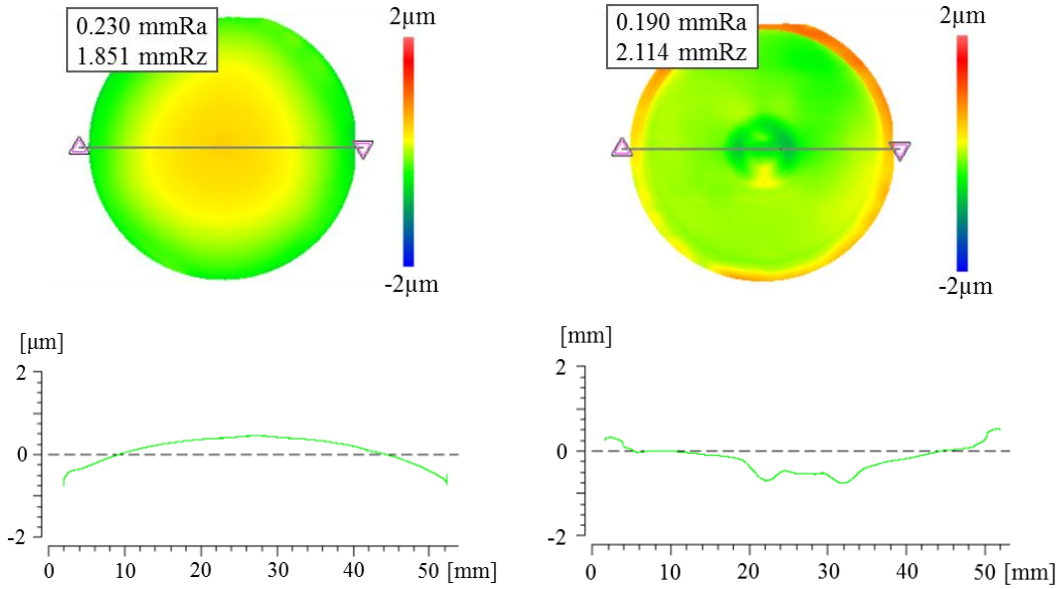


図 3.14　基板全体の面粗さの分布
(各ポイントの測定範囲：72μm×54μm)



(a) 8hr UV アシスト研磨後の基板全体の Zygo プロファイル



(b) 前加工後（拡大）　　(c) 8hrUV アシスト研磨後(拡大)

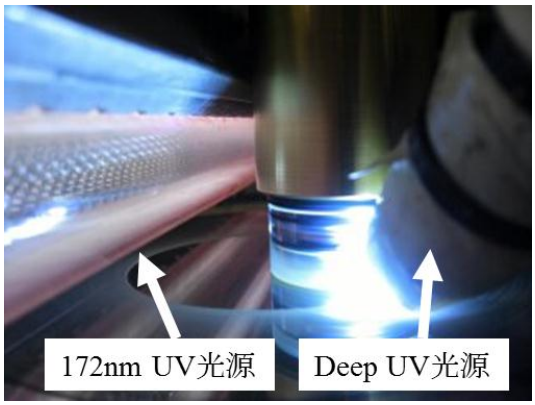
図 3.15　管状石英工具による UV アシスト研磨後の平坦性の変化

3.4.2　φ25 肉厚 4.0mm の管状石英工具による研磨特性

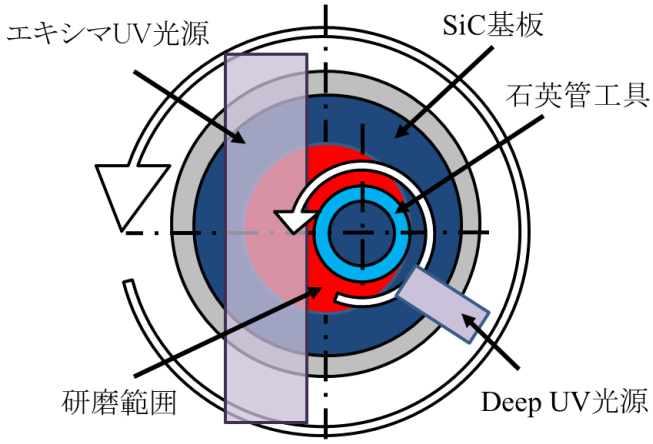
前節の UV アシスト研磨の実験結果から，管状石英工具の有効性が確認され，これを用いれば, 2 インチサイズを超える大口径な SiC 基板へも対応できるという見通しを得た．そこで，4 インチサイズの SiC 基板の UV アシスト研磨の実験を開始した．その最初の試みとして，4 インチ基板の中心部 2 インチサイズの領域に管状石英工具を用いた UV アシスト研磨を行った．**図 3.16**(a)~(c)にその画像と模式図を示す．前節では工作物である SiC 基板はエレクトロンワックスで下側の基板ホルダー治具に固定していたが，UV アシスト研磨は加工条件によって基板の温度が 100℃近く上昇することがあり，基板がホルダーからずれてしまう可能性もある．そこで，今回の実験では，真空吸着盤を用いて装置の下側に取り付けた．紫外光はエキシマ UV 光源を SiC 基板の広い範囲に直接照射し，Deep　UV 光源を管状石英工具の側面から研磨加工部へ照射した．Xe エキシマランプ UV 光源と SiC 基板の距離を 5mm とすることで，基板表面に照射されるエキシマ UV 光源の紫外光の照度は，以前の石英定盤を使用していた 0.3mW/cm^2 から 8mW/cm^2 に向上した．研磨面の増大による研磨時間の短縮と，研磨加工面のばらつきをなくすため，管状石英工具の肉厚を 2.5mm から 4.mm に変更し，管状石英工具は外径φ25mm，肉厚 4.0mm，高さ 11mm の合成石英となり，研磨部に研磨効率を向上させるために CeO_2 粒子を塗布した．また，前項と同様に工具の内側から O_2 ガスを供給し，O_2 リッチな研磨雰囲気とすることで研磨レートの向上を図った．**表 3.4** に実験条件を示す．実験に使用した SiC 基板は 4H-SiC の 4 インチサイズ基板 Si 面で，前加工として平均粒径 0.5μm のダイヤモンド砥粒を用いた片面ラッピングを施したものを使用した．加工前後の SiC 基板表面の粗さは Zygo で測定した．

図 3.17 に 3hr UV アシスト研磨後の SiC 基板表面の Zygo 像を示す．表面粗さが 0.169nmRa，1.887nmRz と良好な面粗さを得ることができた．**図 3.18** に基板全体での面粗さの分布を示す．前項の図 3.14 と比較すると，0.1nmRa～0.2nmRa のポイントは少ないが，全体で 0.3nmRa 以下の面粗さに仕上がっており，ばらつきも小さい．研磨時間も 8hr から 3hr と半分以下に短縮することができた．

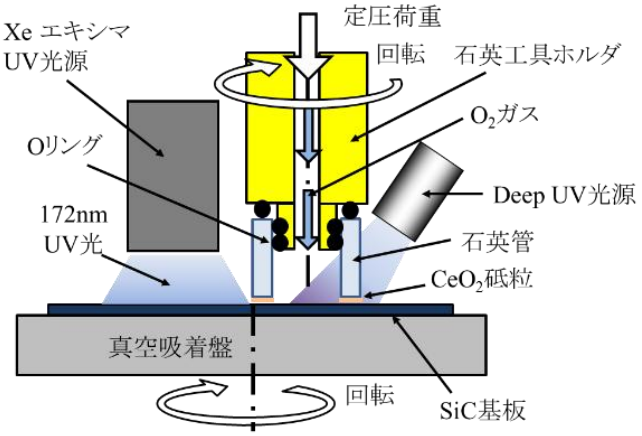
短時間で 2 インチサイズ領域の UV アシスト研磨を行うことができたことから，**図 3.19**(a)に示す工具の揺動，または図 3.19(b)に示す工具サイズの変更を行うことで 4 インチサイズ基板の全面を研磨することが可能である．



(a)外観



(b)上面模式図



(c)側面模式図

図 3.16　φ25mm 管状石英工具による 4 インチ基板の UV アシスト研磨

表 3.4　管状石英工具による 4 インチ SiC 基板 UV アシスト研磨の加工条件

基板		4H-SiC 4°off (0001)4inch wafer	
工具		外径 25mm，肉厚 4.0mm，高さ 11mm 管状石英工具	
研磨圧力		200kPa	
回転数	管状石英工具	1000rpm	
	SiC 基板	60rpm	
相対速度		69.7m/min	
UV 光源		Xe エキシマランプ UV 光源	Deep UV 光源
UV 波長		172nm	200-400nm
UV 照度（実測値）		8mW/cm^2	50mW/cm^2
研磨雰囲気		O_2-rich	
研磨時間		3hr	

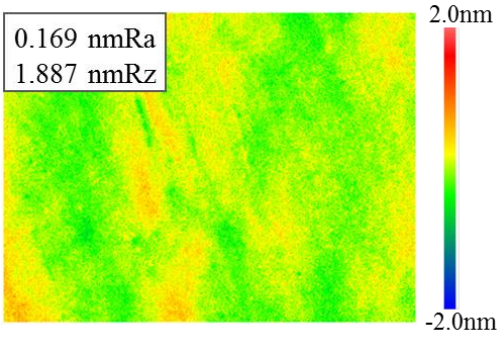


図 3.17　3hr UV アシスト研磨後の SiC 基板表面の Zygo 像
(測定範囲：72μm×54μm)

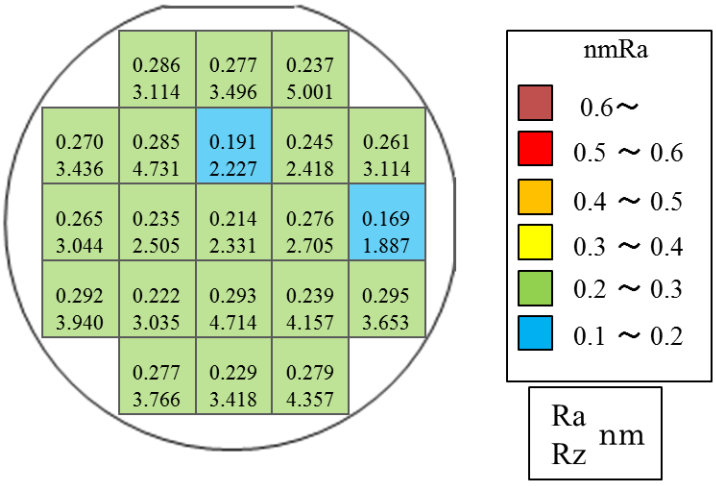
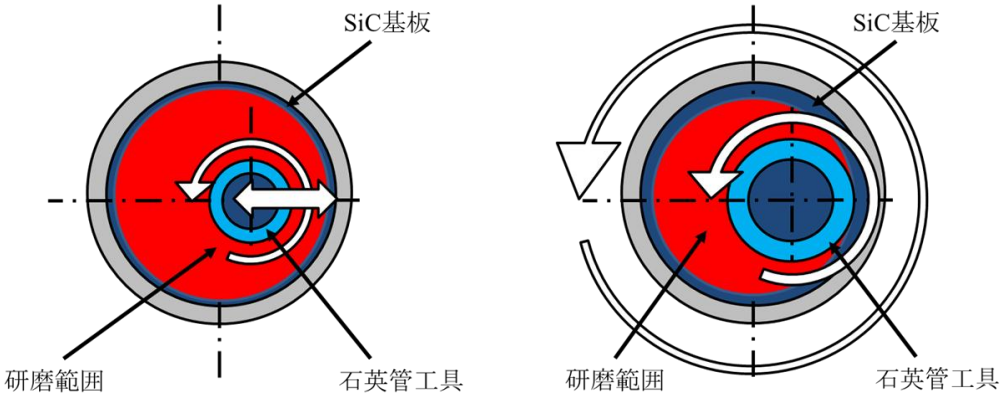


図 3.18　3hr UV アシスト研磨後の基板全体の面粗さの分布



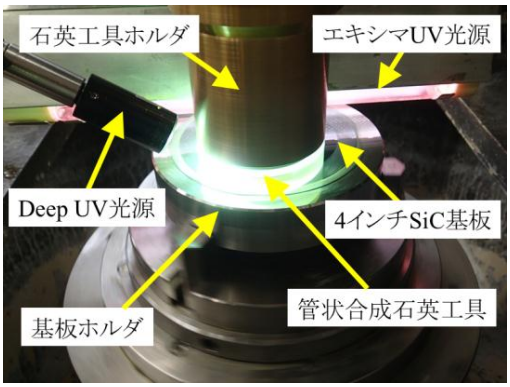
(a)工具の揺動　　(b)工具サイズの変更

図 3.19　小径管状石英工具で 4 インチ基板全面を研磨する方法

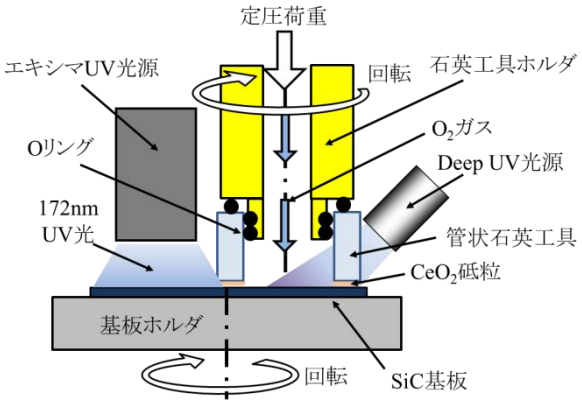
3.4.3　φ50mm 肉厚 10mm の管状石英工具による研磨特性

前項，図 3.19(b)に示した管状石英工具のサイズ変更による 4 インチサイズ SiC 基板の全面研磨を試みた．図 3.20 にその画像と模式図を示す．前節では工作物である SiC 基板は真空吸着盤により下側の基板ホルダー治具に固定していたが, 管状石英工具のサイズが大きくなったため, 研磨抵抗が増加し, SiC 基板がずれることがあった．このため，エレクトロンワックスにより基板ホルダーに固定した．紫外光は Xe エキシマランプ UV 光源を SiC 基板の広い範囲に直接照射し, Deep　UV 光源を管状石英工具の側面から研磨加工部へ照射した．研磨面の増大による研磨時間の短縮のため管状石英工具の形状を外径φ50 肉厚 10.0mm，高さ 11mm のものに変更し，材質ももっとも紫外光の透過率の高い ES 材を用いた．これまでと同様に研磨部には研磨効率を向上させるために CeO_2 粒子を塗布した．また，工具の内側から O_2 ガスを供給した．**表 3.5** に実験条件を示す．実験に使用した SiC 基板は 4H-SiC の 4 インチサイズ基板 Si 面で，前加工として平均粒径 0.5μm のダイヤモンド砥粒を用いた片面ラッピングを施したものを使用した．加工前後の SiC 基板表面の粗さは Zygo で測定した．

図 3.21 に UV アシスト研磨前後の SiC 基板表面の Zygo 像と表面粗さの一例を示す．UV アシスト研磨前は Ra:0.61nm，Rz：8.68nm であるのに対して，UV アシスト研磨後は Ra:0.23nm，Rz：2.64nm と非常に良好な面性状を得た．観察した表面はすじ状の加工条痕を完全に除去した滑らかな表面であり, UV アシスト研磨により研磨が進行したことを示している．**図 3.22** に 4 インチサイズ SiC 基板全体の表面粗さの分布を示す．前加工後の表面粗さが Ra:0.5nm~0.6nm，Rz：7nm~9nm 程度であるのに対して，UV アシスト研磨後は Ra:0.2nm~0.5nm，Rz：3nm~7nm であり，基板全面において表面粗さの改善を確認した. なお, 基板中心部と外周部で表面粗さに差が認められる．これは大口径基板を小径工具で加工するため，管状石英工具が通過する SiC 基板上の軌跡密度に違いが生じたためである．**図 3.23** に UV アシスト研磨前後のオプティカルフラット像を示す. 縞と縞の間隔は 0.3μm の高低差に相当する．SiC 基板全体で確認される縞の数は UV アシスト加工前後とも 1~2 本であり, 4 インチサイズの基板全体においてサブマイクロメートルオーダの平坦性を維持しつつ鏡面加工できたことを確認した.



(a)外観

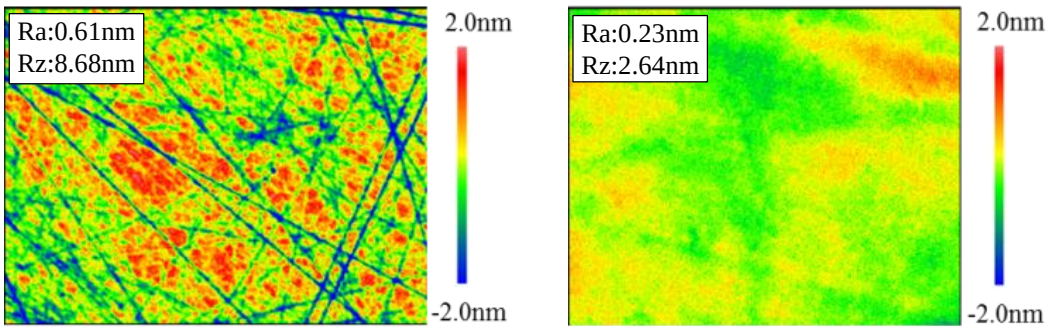


(b)側面模式図

図 3.20　φ50mm 管状合成石英工具を用いた 4 インチ基板の UV アシスト研磨

表 3　UV アシスト研磨の加工条件

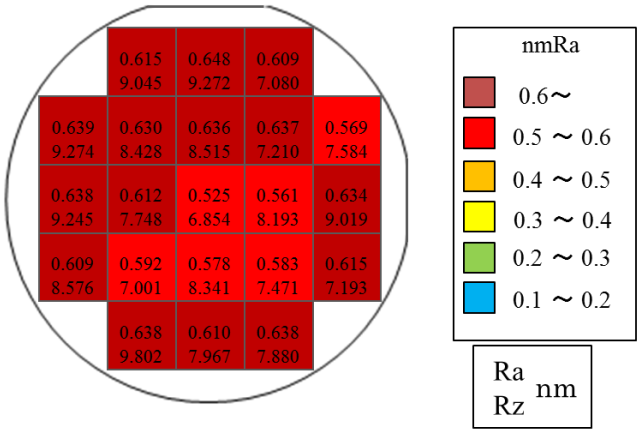
基板		4H-SiC 4°off (0001)4inch wafer	
工具		外径 50mm，肉厚 10mm，高さ 11mm 管状石英工具（ES 材）	
研磨圧力		100kPa	
回転数	管状石英工具	500rpm	
	SiC 基板	30rpm	
相対速度		78.5m/min	
UV 光源		Xe エキシマランプ UV 光源	Deep UV 光源
UV 波長		172nm	200-400nm
UV 照度（実測値）		8mW/cm^2	50mW/cm^2
研磨雰囲気		O_2-rich	
研磨時間		6hr	



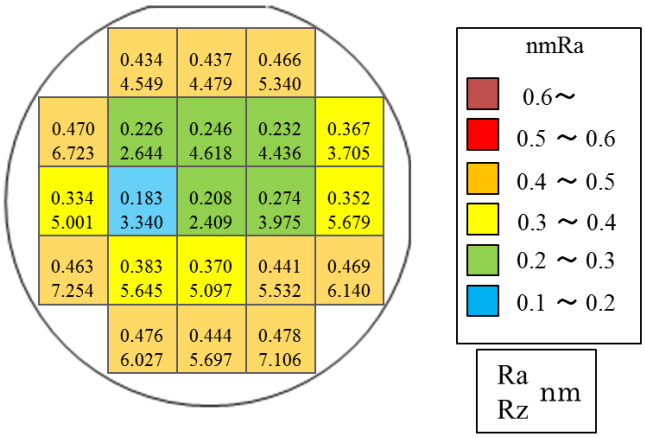
(a)前加工　　(b)UV アシスト研磨後

図 3.21　UV アシスト研磨前後の SiC 基板表面の Zygo 像

(測定範囲：72μm×54μm)



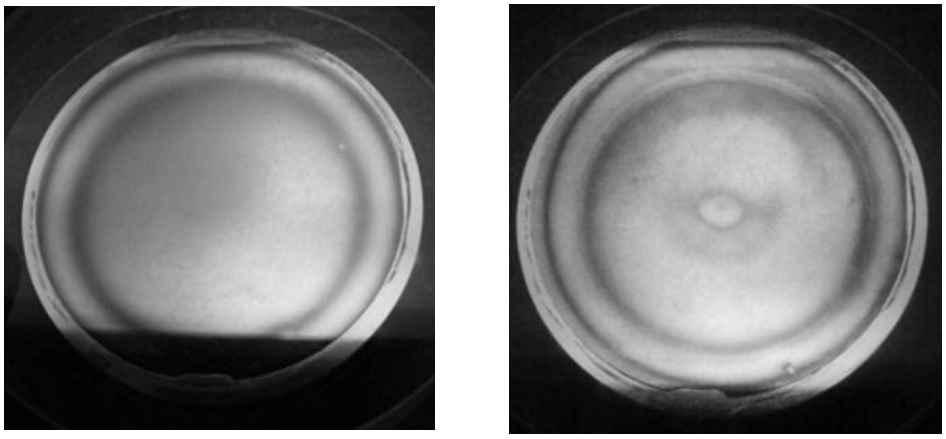
(a)前加工後



(b) 6hr UV アシスト研磨後

図 3.22　基板全体の面粗さの分布

(各ポイントの測定範囲：72μm×54μm)



(a)前加工後　　(b)UV アシスト研磨後

図 3.23　UV アシスト研磨前後のオプティカルフラット像
（縞と縞の間隔は 0.3μm の高低差に相当する）

3.5　おわりに

本章では，単結晶 4H-SiC 基板に対する UV アシスト研磨を実用化技術として確立するため，4 インチサイズの SiC 基板に対する超平滑，超平坦化技術について検討した．

以下に得られた結果を示す．

(1) 1 次研磨として，粒子径 2μm~6μm のダイヤモンド砥粒を，2 次研磨として平均粒子径 0.5μm のダイヤモンド砥粒を用いたダイヤモンドラッピングを施し，16.5kPa という比較的低い研磨圧力において，As-slice 面から 1hr 以内の研磨時間でサブナノメートルオーダの平滑性，サブマイクロメートルオーダの平坦性を持った面に仕上げることができた．

(2) 前加工の研磨圧力を 30kPa にすることで削除率が向上することが確認できた．1 次研磨の削除率は，研磨圧力が 16.5kPa のとき 4.89μm/hr，研磨圧力が 30kPa のとき 24.5μm/hr であった．2 次研磨の削除率は，研磨圧力が 16.5kPa のとき 1.7μm/hr，研磨圧力が 30kPa のとき 8.3μm/hr であった．

(3) φ350mm 大口径合成石英定盤を用いた 2 インチサイズ SiC 基板全面の UV アシスト研磨において，Ra:0.18nm，Rz:1.92nm（測定範囲：72μm×54μm）の非常に平滑な研磨面が基板全面において得られた．削除率は 256nm/hr であったが，基板全体の平坦性は 10μm 程度に低下し，基板全面を研磨するのに 15hr の研磨時間が必要であった．

(4) φ25mm 肉厚 2.5mm の管状石英工具を用いた 2 インチサイズ SiC 基板全面の UV アシスト研磨において，Ra:0.172nm，Rz:2.11nm（測定範囲：72μm×54μm）の非常に平滑な研磨面が得られた．基板全体でもほぼ 0.4nmRa 以下の平滑な研磨面であったが，基板全面の面粗さの分布にばらつきが認められた．基板全体の平坦性は 2μm 程度に改善したが，基板全面を研磨するのに 8hr の研磨時間が必要であった．

(5) φ25mm 肉厚 4.0mm の管状石英工具を用いた 4 インチサイズ SiC 基板中央 2 インチサイズ部分の UV アシスト研磨において，Ra:0.169nm，Rz:1.89nm(測定範囲：72μm×54μm)の非常に平滑な研磨面が得られた．基板全体でも 0.3nmRa 以下の平滑な研磨面が得られ，基板全面の面粗さの分布も均一となった．3hr の研磨時間で 2 インチサイズの領域を研磨できた．

(6) φ50mm 肉厚 10mm の管状石英工具を用いた 4 インチサイズ SiC 基板全面の UV アシスト研磨において，Ra:0.23nm，Rz:2.64nm（測定範囲：72μm×54μm）の非常に平滑な研磨面が得られた．基板全体でもほぼ 0.2～0.5nmRa 以下の平滑な研磨面であったが，基板全面の面粗さの分布には多少ばらつきが確認された．基板全体の平坦性はサブミクロンオーダであった．研磨時間は 6hr であった．

【参考文献】

1） 渡邉純二，洪 錫亨，山口桂司，峠　睦，黒田規敬：SiC 半導体表面の紫外線照射研磨加工への TiO_2 粒子および CeO_2 粒子の影響，砥粒加工学会誌，Vol.52，No.8(2008)，pp.459-463.

2） M. TOUGE, T. NAKANO, K. YAMAGUCHI, A. KUBOTA and J. WATANABE：Study on Precision Finishing of PCD by Constant-pressure Grinding and UV-polishing，Key Engineering Materials, 407-408(2009)，p.388.

3） S. ANAN, M. TOUGE, A KUBOTA and J. WATANABE: Study on Ultra Precision Polishing of Single Crystal Diamond Substrates under Ultraviolet Irradiation, Key Engineering Materials, 407-408(2009)，p.355.

4） 中野貴之，三好 瑛，峠　睦，渡邉純二：紫外線援用研磨による PCD の超精密加工，砥粒加工学会誌，Vol.53，No.4(2009)，pp.242-247.

5） 山口桂司，峠　睦，久保田章亀，中野貴之，渡邉純二：単結晶 SiC 基板の高能率鏡面仕上げ技術に関する研究，精密工学会誌，Vol.77，No.1(2011)，p.116.

6） 山口桂司，峠　睦，久保田章亀，室田忠俊，渡邉純二，豊福陽樹，沢見有輝：単結晶 SiC 基板の紫外光支援研磨特性における粒子の影響, 砥粒加工学会誌, Vol.55, No.4(2011)，pp.220-225.

7） Thomas G. Bifano and Steven C. Fawcett: Specific grinding energy as an in-process control variable for ductile-regime grinding, PRECISION ENGINEERING, Vol.13，No.4(1991)，p.256.

8） 阿部耕三：単結晶 SiC の研磨加工，砥粒加工学会誌，Vol.56，No.9(2012)，pp.588-591.

9） 河田研治，堀田和利：SiC 基板の超精密研磨，電子材料，Vol.49，No.9(2010)，pp.30-34.

第 4 章　ダイヤモンドウェハの超平滑化加工

4.1　はじめに

単結晶ダイヤモンドは不純物の添加により電気特性を制御でき，ワイドギャップ半導体としての性質を有するため，パワーデバイスへの応用が期待されている[1)]．1 章の表 1.1 に示したように，ワイドバンドギャップ半導体材料として近年開発が進んでいる炭化ケイ素（SiC）や窒化ガリウム（GaN）に比べてもダイヤモンドは高い熱伝導性，絶縁破壊電界強度などを有しており，優れた省エネ効果など付加価値の大きな半導体を実現することができる．半導体材料はひずみのない研磨面であることが必須条件であり，より高品位な平坦化研磨加工技術が必要とされる．しかし，ダイヤモンドは物質中でもっとも硬く，熱的，化学的にも安定であるため加工が極めて困難な材料であり，加工やエッチングが困難である．特に，化学的な作用を複合的に与えて超精密研磨を行う CMP 技術の適用はほとんど報告されていない．これまでに熱化学反応を利用した研磨およびレーザーやイオンビーム，放電などの高エネルギービームを用いた研磨など，さまざまな方法が研究されてきた．しかし，熱化学反応を利用した方法の多くは，1000℃近い高温領域での反応を利用するため実験装置が大規模になり，コスト面での実用化は難しい．

筆者は単結晶ダイヤモンドや PCD に対して UV アシスト研磨を行い，優れた到達面粗さや高い研磨レートを実現している[2)3)]．しかし，いずれも 3mm 角～5ｍｍ角の小さいダイヤモンドである．半導体として利用される基板には大面積化が求められている．現在，デバイス用ダイヤモンドはマイクロ波プラズマ CVD 法とダイレクトウェハ法によりウェハの大面積化が進んでいる．1 つの種結晶からは 10 mm 角のダイヤモンドウェハを作り出すことができており，更なる大面積化に対応すべく，モザイクウェハの作製が行われている[4)5)]．モザイクウェハとは複数の単結晶ダイヤモンドを接合し，それを成長させることで大面積化したウェハのことである．モザイクウェハの接合部表面にはうねりや傷が存在するため，これを超平滑，超平坦に研磨する新しい研磨技術も求められている．

本章では，10mm 角以上の大口径ダイヤモンドウェハに対応させた UV アシスト研磨について述べる．マイクロ波プラズマ CVD 法により作製された 10 mm 角のダイヤモンドウェハおよび複数の基板を接合して 20mm 角まで大口径化したダイヤモンドウェハ（以下，モザイクウェハ）に対して UV アシスト研磨を行い，研磨特性を評価した．また，4.5mm 角の Ib(100)単結晶ダイヤモンド試料に UV アシスト研磨を行い，X 線トポグラフィー（XRT）を用いてウェハの欠陥を評価した．

測定機器は光学顕微鏡，白色型位相干渉顕微鏡（Zygo, NewView7300, 以下 Zygo），原子間力顕微鏡（島津製作所，SPM-9700），X 線トポグラフィー（フォトンファクトリー　BL-15C）を用いた．

4.2　10 ㎜角ダイヤモンドウェハの研磨特性

マイクロ波プラズマ CVD 法により作製された 10 mm 角のダイヤモンドウェハの UV アシスト研磨に用いた横型 UV アシスト研磨装置を図 4.1 に示す．紫外光を石英板の裏側から加工面に照射し，ダイヤモンド試料と石英板をバネで押し付け，互いに同一方向へ回転させている．研磨中の押し付け力は共和電業製小型ロードセル LMA-A-50N により常時確認した．石英板は直径 50mm，厚さ 3mm であり，波長 200nm 付近での UV 透過率は紫外可視近赤外分光光度計（島津製作所, UV-3600）により約 90% であることを確認している．UV 光源はウシオ電機製 UV 照射装置 SP-9 であり，光ファイバー出口での照度は 1200mW/cm^2（浜松ホトニクス(株)製　UV 照度計 C6080-02，センサーFD1398　（中心感度 248nm））であるが，基板表面では石英板および空気により吸収されるため約 300mW/cm^2 まで減衰する．実験条件を**表 4.1** に示す．

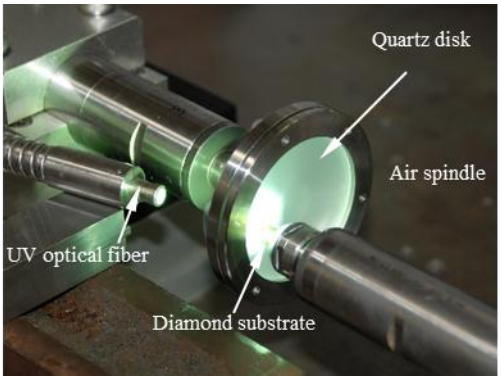


図 4.1　横型 UV アシスト研磨装置

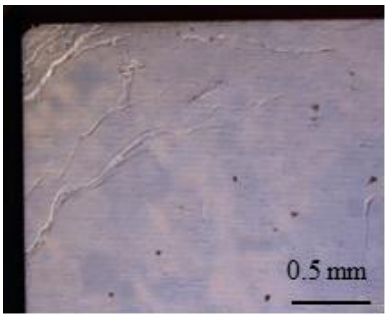
表 4.1　10mm 角ダイヤモンドの UV 研磨条件

Specimen		10mm×10mm×ｔ1.0mm Diamond wafer
Rotational speed	Diamond substrate	1250rpm
	Quartz disk	1875rpm
Polishing pressure		1.0MPa

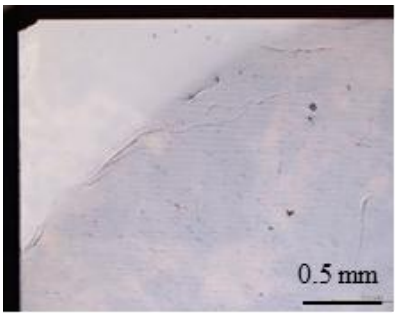
UV アシスト研磨を 30 min 行った結果を**図 4.2**(a)~(c)に，また，その後全面研磨が完了するまでの研磨面の表面粗さの推移を**図 4.3**(a)~(f)に示す．図 4.2(a)のように，研磨前の試料は前処理の加工痕や傷，模様，穴などが目立つ．30 min の UV アシスト研磨により，図 4.2(b)に示すように，傷や模様の取り除かれた領域がはっきりと観察できる．本試料は，図 4.3(a)の Zygo のスティッチング像からわかるように，ウェハ中心部が低く，外周部から研磨が進行している．図 4.2(c)は研磨により平坦化した領域の境目を Zygo により測定したものであり．傷の取り除かれた領域 A と平坦化が

なされていない領域 B で比べると，研磨が行われた領域 A の面粗さが向上していることがわかる．

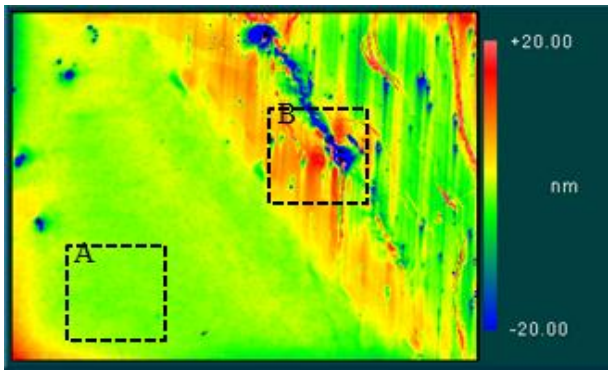
図 4.3(c)に示す 9.5hr で，試料全体のうねりや，加工痕，傷を取り除くことができた．また，図 4.3(d)および(f)の微小領域の観察結果から，うねりの大きな研磨痕が取り除かれた後に微小な凹凸が除去されて平滑な面が得られることがわかる. 図 4.4 に 11hr 研磨後の表面の AFM の測定結果を示す. 極微小領域においても平滑な面を得ることができ，0.067 nmRa，0.826 nmRz の非常に良好な平滑面を獲得した．



(a)UV 加工前



(b)UV 加工後



(c)境界面の Zygo 像　(測定範囲: 696 μm×522 μm)
(A:0.31 nmRa, 4.09 nmRz　B:8.48 nmRa, 1139.15 nmRz)

図 4.2　ダイヤモンドウェハの光学顕微鏡像および Zygo 像（UV 研磨 30min）

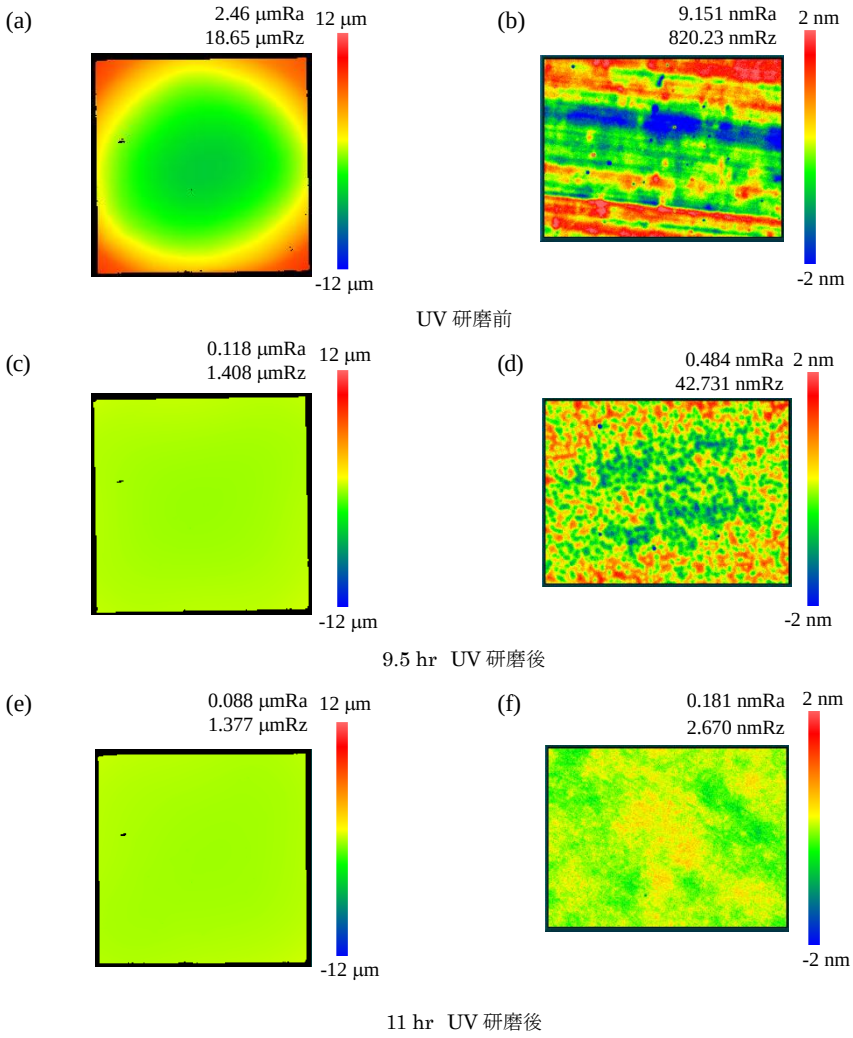


図 4.3　UV 研磨時間の増加によるダイヤモンド基板の表面性状の推移
(測定範囲:(a), (c), (e):10mm×10mm)
(測定範囲:(b), (d), (f):72μm×54μm)

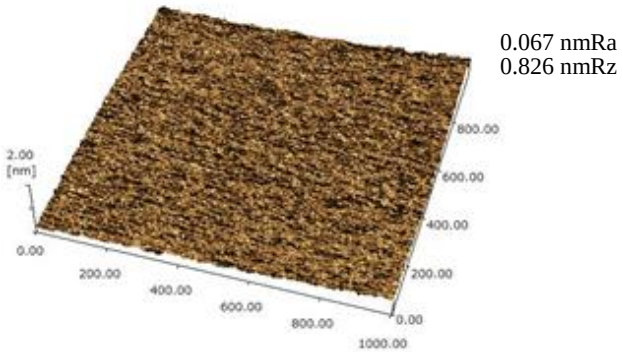
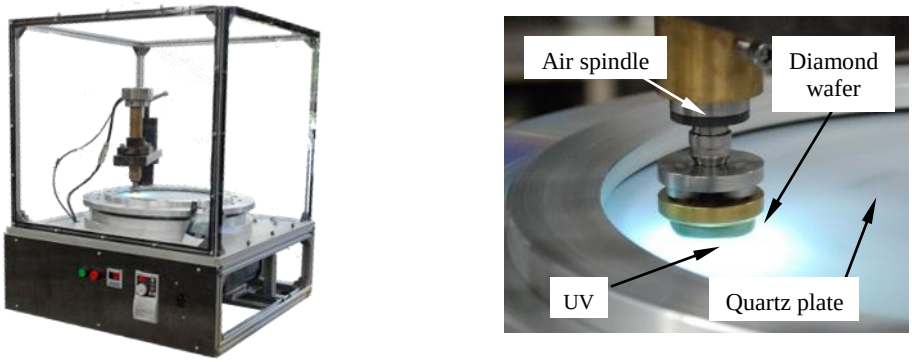


図 4.4　11hr　UV 研磨後のダイヤモンドウェハ　AFM 像
（測定範囲：1.0μm×1.0μm）

4.3　モザイクウェハの研磨

前節で述べたように，1 つの種基板を成長させた 10 mm 角のダイヤモンドウェハに対して UV アシスト研磨が適用できることが確かめられた．次に，モザイクウェハの接合部に対する UV アシスト研磨の可否について調べた．

モザイクウェハの UV アシストの UV アシスト研磨に用いた大形 UV アシスト研磨装置（縦型 4 号 UV アシスト研磨装置）を図 4.5 に示す．本装置は大型のダイヤモンドウェハを UV 研磨するために筆者らが新しく開発したものある．相対速度を向上させるため，石英板を直径 350 mm とした．また，UV アシスト研磨の研磨レートや到達面粗さは研磨部の雰囲気状態に依存するため，研磨中の湿度や酸素濃度を大型密閉容器により定常化し，研磨の安定化を図った．石英板の下側から UV を照射し，ダイヤモンドウェハを石英に 0.3 MPa の圧力で押し付け，互いに同一方向に回転させて研磨を行う．石英は直径 350 mm，厚さ 5 mm であり，波長 200 nm 付近での UV 透過率は紫外可視近赤外分光光度計（島津製作所，UV-3600）により約 90%であることを確認している．UV 光源はウシオ電機製 UV 照射装置 SP-9 を 3 本照射しており，光ファイバー出口での照度は 260 mW/cm^2（浜松ホトニクス（株）製UV 照度計 C6080-02，センサーFD1398（中心感度 248 nm））であるが，基板表面では石英板および空気により吸収されるため約 200 mW/cm^2 まで減衰する．実験条件を**表 4.2** に示す．



(a)装置の全体図　　(b)研磨部の拡大図

図 4.5　縦型 4 号　UV 研磨装置

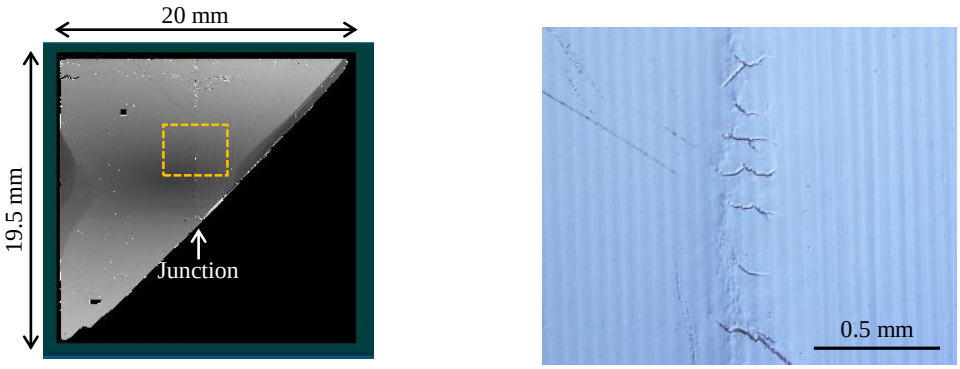
表 4.2　モザイクウェハの UV 研磨実験条件

Specimen		20mm×19.5mm×t1.0（triangle）接合部の研磨 21.3mm×16.7mm×0.7mm　基板全面の研磨 Mosaic diamond wafer
Rotational speed	Diamond substrate	1250rpm
	Quartz disk	1875rpm
Polishing pressure		1.0MPa

4.3.1　モザイクウェハ接合部の研磨特性

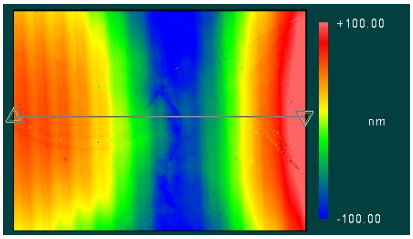
図 4.6 にモザイクウェハ接合部の研磨実験で用いたモザイクウェハの画像を示す. 図 4.6(a)は試料全体の写真であり，中央付近に縦に接合部が存在する．図 4.6(b)に接合部の光学顕微鏡写真を示す. 接合部には傷のような模様が入っており, 試料表面には前節で示した 10 mm 角ダイヤモンド基板と同様に前処理による加工痕が認められる．**図 4.7**(a)~(c)に UV アシスト研磨前後における接合部の Zygo 像を示す. 試料のうねりが大きく，観察箇所まで平坦化されるのに 69 hr という長い研磨時間を要した. 図 4.7(a)~(c)のラインプロファイルを抽出したものが図 4.7(d)である．図 4.7(a)では中心のうねりが大きく，200 nm 程度の高低差が存在し，中心に傷のようなものが確認できる．UV アシスト研磨後の図 4.7(b)では，図 4.7(a)で観察された高低差や傷が取り除かれ，フラットな面を得ることができている．その後，77 hr のプロファイルでは微小な凹凸が取り除かれており，さらに平滑な面を得ることができた.

以上のように，モザイクウェハに対して UV アシスト研磨を行い，接合部に割れや欠けなどのダメージを生じることなく，1 つの種基板からできた基板と同様に UV アシスト研磨できることが確認できた.

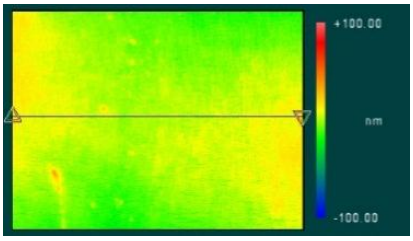


(a)基板全体の外観　　(b)接合部の拡大図

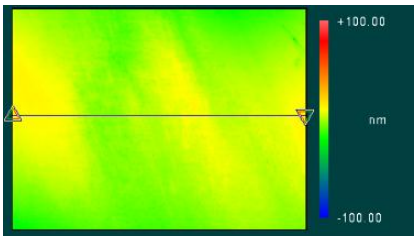
図 4.6　接合部研磨実験で用いたモザイクウェハの光学顕微鏡像



(a)UV 研磨前

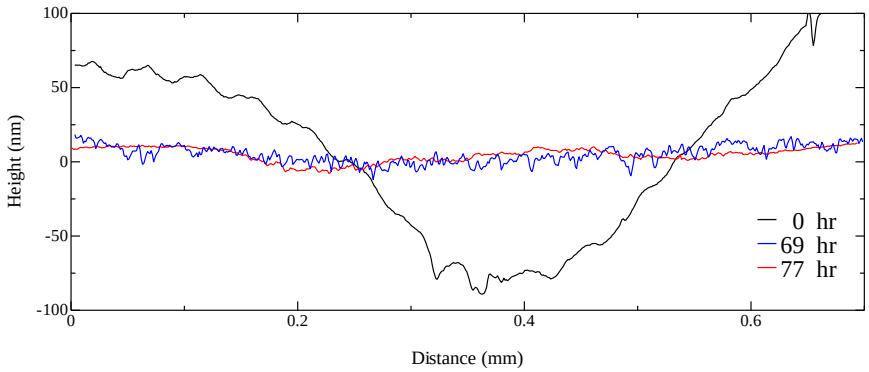


(b) 69hr　UV 研磨後



(c) 77hrUV 研磨後

(d)



(d)接合部のラインプロファイル

図 4.7　　UV 研磨時間の増加によるモザイクウェハ接合部表面性状の推移
(測定範囲：696μm×522μm)

4.3.2　モザイクウェハ全面の研磨特性

図 4.8 にモザイクウェハ全面の研磨実験で用いたモザイクウェハの画像を示す. このモザイクウェハはダイヤモンド基板を 4 枚接合した種基板から作製したものであり，ウェハサイズは 21.3 mm×16.7 mm×0.7 mm である．UV アシスト研磨の研磨レートは雰囲気中の酸素濃度が高いほど増加する [6]ため，本実験では**図 4.9** に示すような小型のアクリルパイプ製のチャンバーをウェハ近傍に新たに設置し，酸素濃度を確実に高くして UV アシスト研磨を行った.

O_2 100%の条件下で UV アシスト研磨を 33 hr 行った基板全面の Zygo 像を**図 4.10**(a)~(c)に示す. 図 4.10(a)(b)を比較すると，研磨前に存在した大きなうねりは取り除かれ，平坦化されていることがわかる．また，図 4.10(c)は全高さデータの累積ヒストグラムを示す. 本試料はうねりの方向が一方向でないことから，ラインプロファイルでは特徴が示せないため，高さデータの累積ヒストグラムを用いた．研磨前は-4 μm から 3 μm までゆるやかに増加しているのに対し，研磨後は-0.5 μm から 0.5 μm の高さの幅の中に収束している．このことからも面全体が平坦になっていることがわかる．基板の微小領域の Zygo 像を**図 4.11**(a)~(d)に示す．中心付近の微小領域の測定画像を図 4.11(d)(e)に，外周の微小領域の測定画像を図 4.11(f)(g)に示す．試料の外周部，中心部に関係なく，研磨前に存在したスクラッチや凸部は取り除かれ，表面粗さが向上していることがわかる. また, 接合部に割れなども生じずにモザイクウェハの全面研磨に成功した.

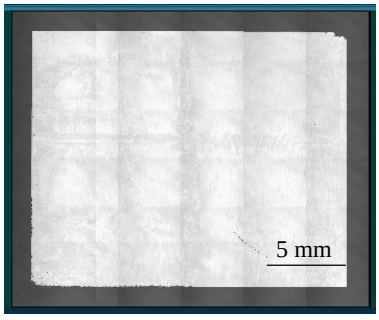


図 4.8　実験に使用したモザイクウェハの画像

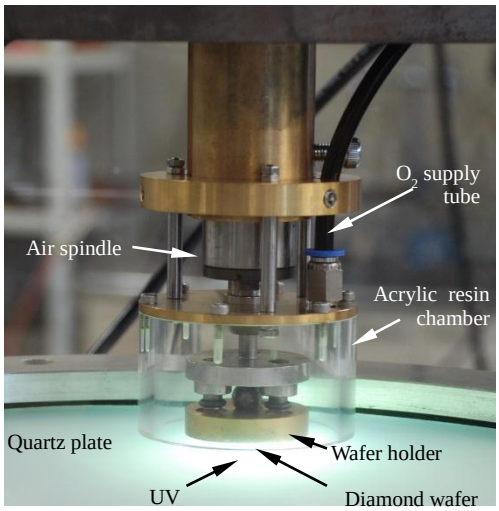
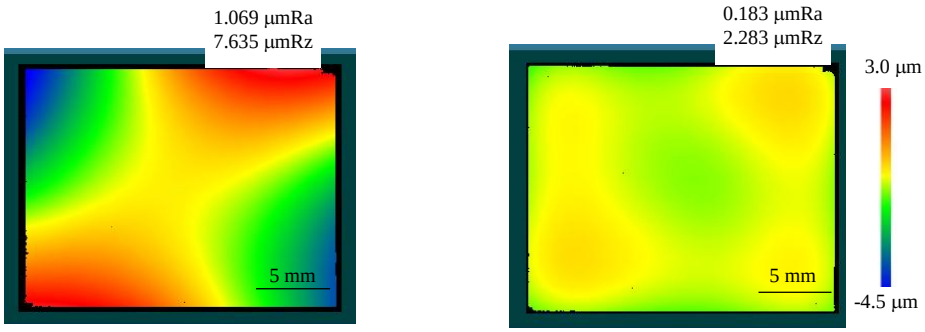
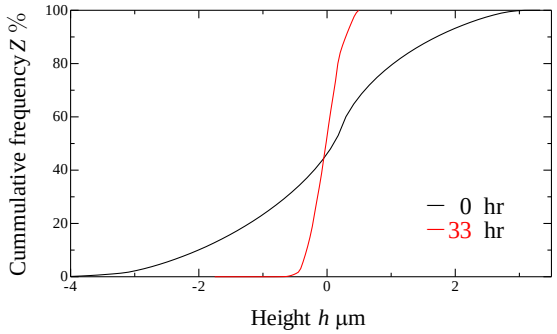


図 4.9　研磨雰囲気制御用チャンバー

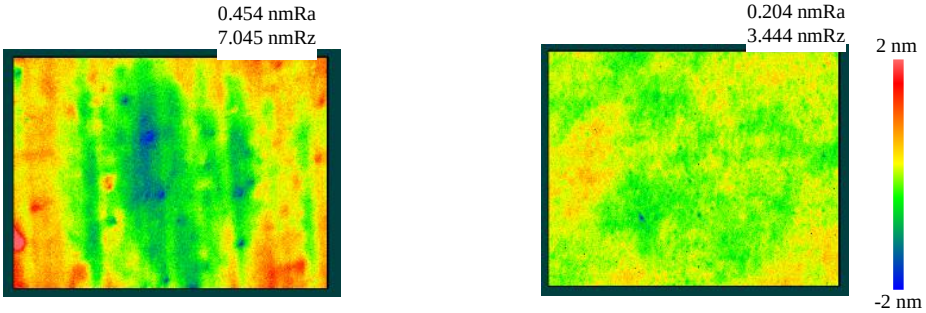


(a)UV 研磨前　　(b) 33hr　UV 研磨後



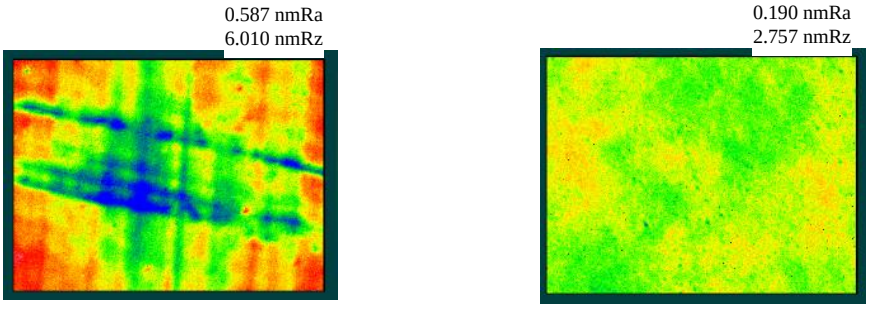
(c)高さデータの累積ヒストグラム

図 4.10　33hr　UV 研磨後のダイヤモンドモザイクウェハ（基板全面の Zygo 像）



(a)UV 研磨前　　(b) 33hr　UV 研磨後

中心部



(c)UV 研磨前　　(d) 33hr　UV 研磨後

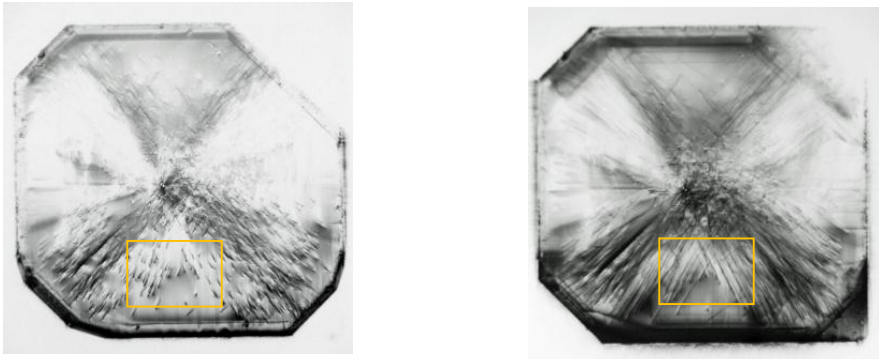
外周部

図 4.11　33hr　UV 研磨後のダイヤモンドモザイクウェハ
（基板微小領域の Zygo 像，測定範囲：72μm×54μm）

4.4　ダイヤモンドの欠陥評価

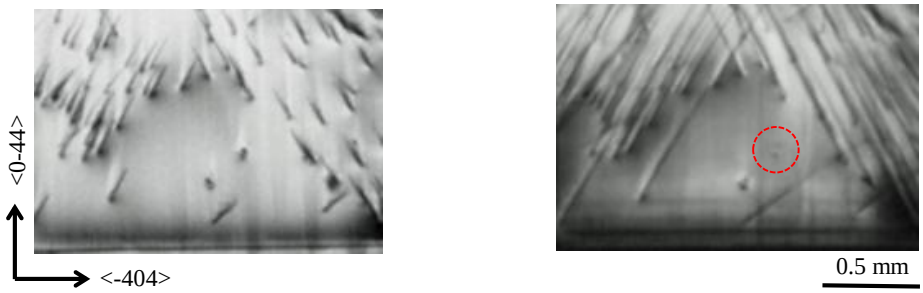
半導体デバイスの基板として利用するためには高精度な表面の獲得はもちろんのこと，基板の転位密度が重要になってくる．基板をエピタキシャル成長させた場合，転位の引継ぎや基板とエピタキシャル薄膜界面での格子不整合により新たな転位が発生するため，エピタキシャル薄膜内では転位が増加する傾向にある[7)-9)]．エピタキシャル薄膜に転位を有した場合，半導体としての性能低下や動作不良を引き起こすため，デバイスとして利用する基板の転位密度は重要な問題である．そのため，基板表面に存在する転位密度が UV アシスト研磨により増加しないことを確かめるため，研磨前後の X 線トポ像を観察した．

図 4.5 に示した大型 UV アシスト研磨装置を用いて，表 4.2 に示したモザイクウェハ研磨と同じ条件で UV アシスト研磨を 93 hr 行った．ウェハは 4.5 mm 角，厚さ 1.5 mm の Ⅰb(100)面の単結晶ダイヤモンドを用いた．UV アシスト研磨前後の X 線トポグラフィ像（以下，XRT 像）を**図 4.12**(a)~(d)に示す．図 4.12(a)(b)は試料全体の研磨前後の像であり，図 4.12(c)(d)は枠で囲った領域を拡大した図である．図 4.12(c)(d)を比較すると丸で囲んだ部分の転位が取り除かれている．また，新たに転位が発生している箇所は見受けられないことから，UV アシスト研磨は新たな転位欠陥を発生させない研磨法と判断できる．なお，全体の転位が伸びたように写っているのは，XRT の測定条件の違いによるものである．図 4.12(b)(d)の像が図 4.12(a)(c)に比べ．より深い位置まで観察しているため転位が伸びているように写っている．図 4.12(b)の図の右上のエッジが伸びていることからも深い層まで像を得ていることが確認できる．



(a)UV 研磨前　　(b) 93hr　UV 研磨後

ウェハ全体



(c)UV 研磨前　　(d) 93hr　UV 研磨後

拡大図

図 4.12　X 線トポグラフィー像

4.5　おわりに

本章では，デバイス用ダイヤモンドウェハに対する UV アシスト研磨の有効性を検討した．

以下に得られた結果を示す．

(1)　UV アシスト研磨により，0.2 nmRa 前後の非常に平滑な面を有するダイヤモンドウェハが得られた．

(2)　試料同士を接合した種基板から作製したモザイクウェハに対しても UV アシスト研磨は有効であり，接合部にダメージを与えることなく加工を行えることを確認した．

(3)　UV アシスト研磨はダイヤモンド基板に新たな転位欠陥を発生させることなく研磨できることを確認した．

【参考文献】

1） 鹿田真一 : パワーデバイス応用に向けたダイヤモンド半導体の開発状況, 応用物理，Vol.82，No.4(2013)，p.299.

2） J. Watanabe，M Touge and T. Sakamoto：Ultraviolet-Irradiated Precision Polishing of Diamond and Its Related Materials，Diamond and Related Materials，Vol.39，(2013)，pp.14.

3） 峠　睦，渡邉純二，山口桂司 : 光化学反応を応用したダイヤモンド基板のハイブリッド研磨加工，砥粒加工学会誌，56，11（2012），734.

4） H.Yamada, A.Chayahara, H.Umezawa, N.Tsubouchi, Y.Mokuno, S.shikata： Fabrication and fundamental characterizations of tiled clones of single-crystal diamond with 1-inch size，Diamond and Related materials，Vol.24(2012)，pp.29-33.

5） H.Yamada, A.Chayahara, Y.Mokuno, S.shikata, N.Fujimori：Developments of elemental technologies to produce inch-size single-crystal diamond wafers，Diamond and Related materials，Vol.20(2011)，p.616.

6） 峠　睦，長野拓義，田川智彦，坂本武司，横井裕之，岩本知広，渡辺純二 : 紫外光励起による単結晶ダイヤモンドの研磨メカニズムに関する研究，精密工学会誌，Vol.80，No.1(2014)，pp.112-116.

7） H.Yamada，Y.Mokuno，A.Chayahara，S.shikata，N.Fujimori： Improvements of crystallinity of single crystal diamond plates produsd by lift-off process using ion implantation, Diamond and Related materials，Vol.19(2010)，p.128.

8） M.P.Gaukroger, M.J.Crowder, I.Friel, S.D.Williams, D.J.Txitchen： X-ray topography studies of dislocations in single crystal CVD diamond, Diamond and Related materials, Vol.17(2008)，p.262.

9） 加藤有香子，梅澤 仁 : エピタキシャルダイヤモンド薄膜のトポグラフィーによる観察，日本結晶学会誌，Vol.54，No.1(2012)，p.54.

第 5 章　ダイヤモンド工具の高度化加工

5.1　はじめに

ダイヤモンドはその硬さを利用した金型や工具への利用が広く行われており，精密で微細な細工を施すことが求められている．PCD，CVD ダイヤモンドが，非鉄金属の切削工具や金型用耐摩耗材として注目されていることは序論でも述べた．PCD は微粒ダイヤモンドの焼結材であり，硬度，化学的安定性，耐摩耗性などの優れた特性を有し，放電加工により所定の形状を造りこむことができる．また，単結晶ダイヤモンドと比較してコスト的に有利であることから，切削工具に広く用いられている．最近では金型の摩耗が激しい部位への組込み，精度確保のための耐摩耗材として用いられ始めている．

CVD ダイヤモンドは任意の形状にコーディングすることが可能であることや，比較的容易にダイヤモンを得ることができることが大きな特徴である．どちらも旋削工具や金型として用いられているが，バイトの刃先の鋭利化やノーズ R の曲面の研磨，金型の曲面を研磨することは非常に困難である．複雑な形状のダイヤモンドを研磨することができれば，高精度で長寿命な工具や金型となる．

また，工具用に造られた人工単結晶ダイヤモンドはそれほど大きなものではないが，硬さと稜線の鋭利さは PCD や CVD ダイヤモンドでは到達できないものをもっている．単結晶ダイヤモンドを整列ダイヤモンド砥粒として利用した切削工具は，フライス加工に匹敵する高能率，かつ高精度な加工を実現している．しかし，砥粒の突出し高さを調整することが困難で，数十 μm ものばらつきが解消できていない．研削砥石の突出し高さのばらつきを抑えて調整することをツルーイングというが，この工具に対して精密なツルーイングが実現できれば，さらに高精度な切削工具や超精密研削ホイールにすることができる．

本章では，UV アシスト研磨の応用としてダイヤモンド工具の高度化に着目し，その効果を論じる．

5.2　PCD 工具の鋭利化技術

5.2.1　PCD エンドミルの鋭利化

本節では PCD 製切削工具の刃先の鋭利化技術について論じる．PCD は単結晶ダイヤモンドと同じく，きわめて硬く，切削工具の切れ刃の丸み半径を小さくするような鋭利化は非常に困難である．それに対して，UV アシスト研磨は単結晶ダイヤモンドを原子レベルで研磨することが可能である．UV アシスト研磨の応用として，筆者は PCD 製のエンドミルの切れ刃の鋭利化研磨を試みた．逃げ面のマージン幅は 20μm に研磨した．切れ刃の鋭利さは，すくい面と逃げ面の間の丸み半径として定義した．**図 5.1** に刃先の鋭利化に用いた門型 UV アシスト研磨装置の画像を示す．刃先の丸み半径は予め設定した 6 点をレーザー顕微鏡(KEYENCE VK-8510)で測定して求めた．研磨時間と得られた刃先の丸み半径との関係を**図 5.2** に示す．刃先の丸み半径は，研磨初期に大きく減少し，その後研磨時間の増加とともに徐々に減少し，最終的には丸み半径 0.5μm の非常に鋭利な刃先に仕上がった．PCD はダイヤモンドとコバルトの複合材料であるため，硬さの差によって切れ刃に微小な凹凸が生じることが危惧されたが，切れ刃の先端は一様に鋭利な刃先が達成できた．

図 5.3 に UV アシスト研磨前後の刃先の SEM 像を示す．　図 5.3(a)には約 10μm 幅のチッピングが確認できる．図 5.3(b)の研磨後は切れ刃にチッピングは確認されず，非常に鋭利な切れ刃に仕上がっていることがわかる．

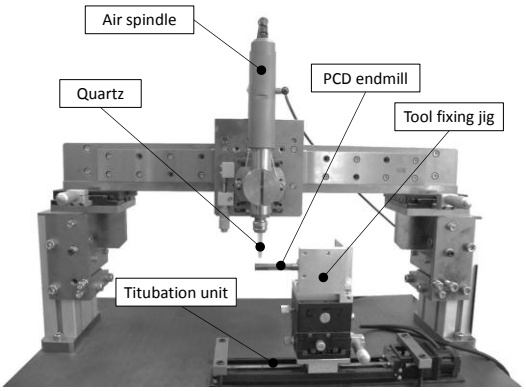


図 5.1　門型 UV アシスト研磨装置

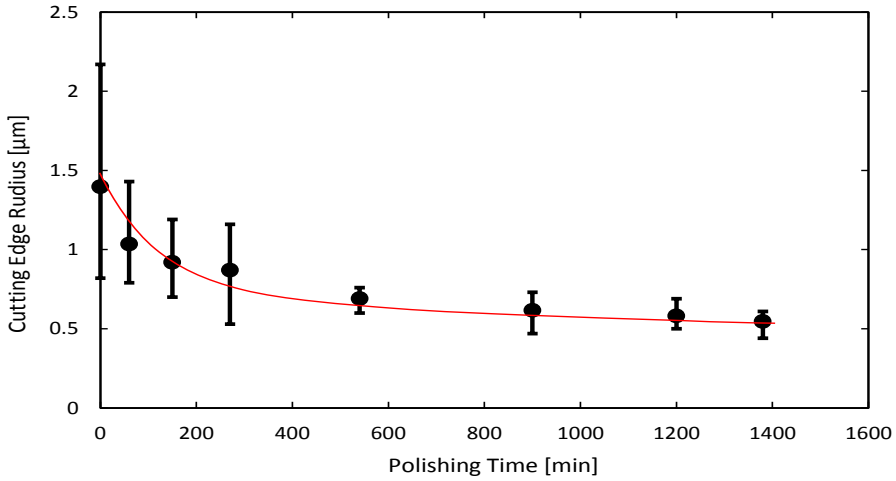
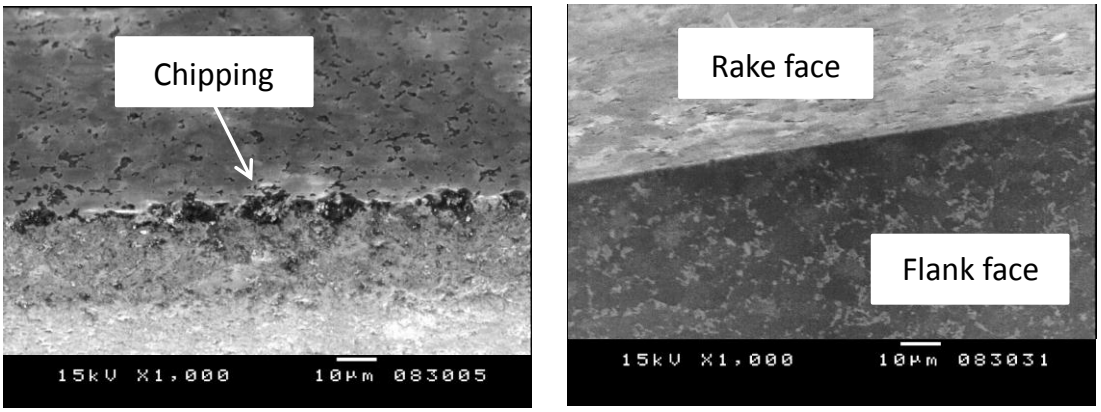


図 5.2　研磨時間と切れ刃の丸み半径の関係



(a)研磨前　　(b)UV アシスト研磨後

図 5.3　PCD エンドミル工具の切れ刃の SEM 像

5.2.2　鋳造用アルミニウム合金に対する切削性能

自動車用エンジンとして利用される鋳造用アルミニウム合金 JIS　ADC12 には，シリンダーなどの多くの穴が鋳物の工程で前もって開けてある．その穴は最終的にエンドミル工具で仕上げる必要がある．PCD 製のエンドミルはアルミ系の工作物との親和性が低く，摩擦係数も低くいため，仕上げ面も良好となることから頻繁に使用される．PCD 製切削工具の刃先を鋭利化することで，これらの穴の周りに生成されるバリの高さを抑制することができないかを検討した．本実験では，鋳物の段階であけられる穴のかわりに直径 9.5mm の穴をあらかじめ開けた．ADC12 の厚み 5mm の被削材を使用した．刃先円直径 8mm のエンドミルが工具経路に沿って半径 1mm を

連続的に移動した．最終的には仕上げられた穴の直径は 10mm になる． 実験条件を**表 5.1** に示す．切削速度は 30~206 m/min で，送り速度は 1000 mm/min であった．UV アシスト研磨による刃先の鋭利化の影響を調べるため，切れ刃の丸み半径は，研磨前が 1.4 μm，UV アシスト研磨後は 0.5 μm，摩耗したものが 4.8 μm の 3 種類を使用した．切れ刃の丸み半径と生成したバリの高さとの関係を**図 5.4** に示す．摩耗したものと鋭利化したものでは明確な違いが認められた．全体的に刃先の丸み半径が小さいと，生成されるバリの高さが小さくなる傾向がある．つまり，バリの高さを抑制する上で，切れ刃の丸み半径を小さくし，刃先を鋭利化することは有効であることが本実験により明らかになった．

表 5.1　鋳造用アルミ合金切削実験条件

工具	PCD 製エンドミル	
	直径	φ8mm
	切れ刃の丸み半径	0.5，1.4，4.8 μm
工作物	鋳造用アルミ合金　JIS ADC12	
	厚さ	5mm
	下穴直径	φ9.5mm
切削条件	切削速度	30，80，130，206 m/min
	送り速度	1000 m/min

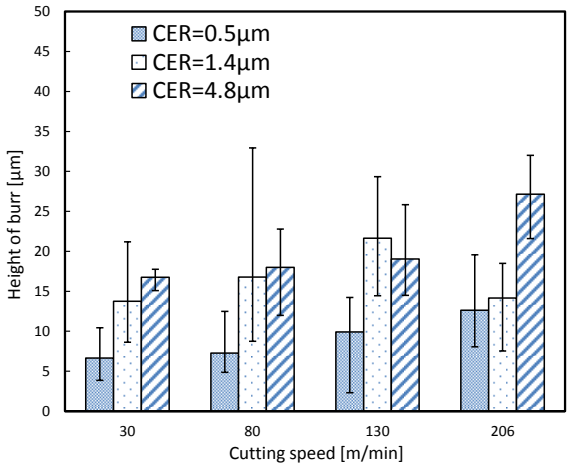


図 5.4　切れ刃の丸み半径とバリの高さとの関係（鋳造アルミ合金）

5.2.3　高張力マグネシウム合金に対する切削性能

マグネシウム合金は，アルミニウム合金よりも比強度が高く，材料を変更することで，従来品よりも重量を減らすことができる．最近，従来のマグネシウム合金に対して，高温強度が格段に進歩した高張力マグネシウム合金が開発されている [1)]．この合金は 600MPa 以上の引張り強さがあり，大きな荷重がかかる部位の部品にも使うことができる．開発されたばかりのこのマグネシウム合金には，切削性能に関するデータがまだ少ない．そこで，鋭利化した PCD 工具による切削実験を行った．実験条件は表 5.1 に示したアルミ合金の実験条件とほぼ同じであるが，厚み 7mm の帯状の工作物の側面に対する下向き削りを行った．得られた結果を**図 5.5** に示す．バリの高さはアルミ合金の結果と比べると高くなったが，刃先の丸み半径が小さい方が生成されたバリの高さを抑制できることがわかった．

切れ刃の丸み半径は，鋳造用アルミ合金への切削性能と同様に，高張力マグネシウム合金への切削性能にも効果があり，この新しい素材のための工具開発の重要なパラメータとなる．その一方で，研磨をしていない工具のバリの高さは，はばらつきが大きい．これは、図 5.3(a)の SEM 像の中で示されるような工具切れ刃のチッピングが最初から存在しており，工具切れ刃の丸みが大きくなっているからだと考えらえる．切削工具として，工具切れ刃の丸み半径を制御することは重要である．UV アシスト研磨によって，PCD 製工具の刃先の鋭利化と形状制御を行うことは有意義である．

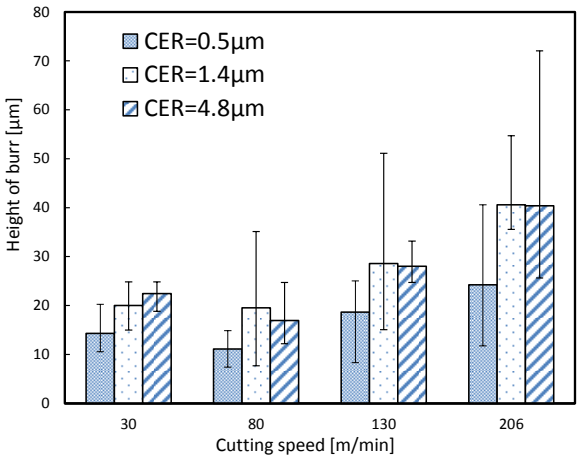


図 5.5　切れ刃の丸み半径とバリの高さとの関係（高張力マグネシウム合金）

5.3　CVD ダイヤモンド膜付工具の鋭利化

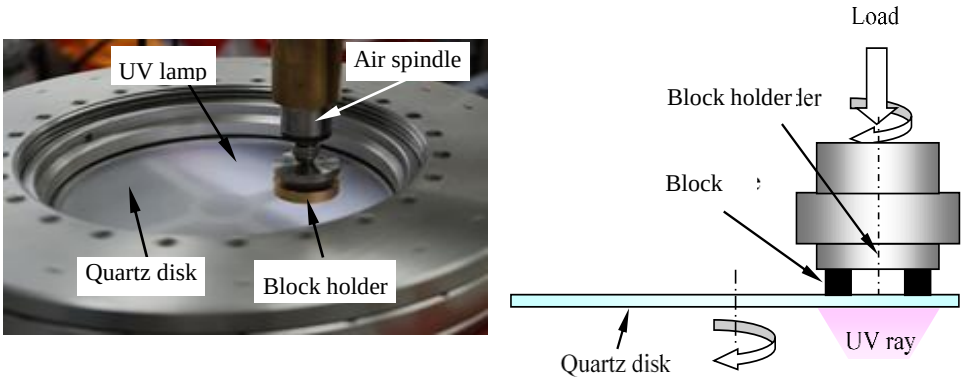
5.3.1　CVD 膜付工具の鋭利化

本節では CVD ダイヤモンド膜付工具の刃先の鋭利化と刃先面の研磨による切削抵抗の軽減について論じる．CVD ダイヤモンド膜は優れた耐摩耗性や摩擦特性，被膜可能な工具形状の柔軟性などから幅広く用いられており，更なる高性能化が期待されている．しかし，従来の CVD ダイヤモンド膜（以下，CVD 膜）はダイヤモンド結晶が柱状に成長するため，コーティング膜表面の凹凸が激しい．そのため，凝着が顕著に発生するアルミニウムなどの軟質材料を切削すると，被削材の一部が凹凸の激しい結晶の間に凝着し，工具の切削性能が低下する大きな要因となる．また，切れ刃の凹凸は切削加工面に転写されるため，良好な加工面品位が実現できない．CVD ダイヤモンド膜の表面粗さを改善するため，膜中のダイヤモンド結晶を微細化した工具が開発され，高い切削性能を示すことが報告されている [2]．また，CVD 膜を研磨する試みも行われている [3)~5)]．これらは切れ刃転写性の向上や凝着発生の抑制に大きな効果を挙げているが，切れ刃の丸みや凹凸の一部が残留しているため，完全に鋭利化された切れ刃による切削加工は実現されていない．ダイヤモンドと鉄系材料の熱化学反応を利用した研磨法も報告されているが，切れ刃に生じる熱影響層により工具寿命が短くなることが指摘されている [6)]．このため，多結晶ダイヤモンド（以下，PCD）製工具も含め，CVD 膜の切れ刃に損傷を与えないで鋭利化できる新たな研磨法の開発が求められている．これらの要求を満たす工具が実現できれば，優れた切れ刃転写性を生かすことにより，高価な超精密切削加工用単結晶ダイヤモンド工具の代替となり得ると期待されている．

筆者らは，ダイヤモンド基板の超平滑研磨が可能な UV アシスト研磨 [7)]を開発し，PCD 製工具切れ刃の鋭利化 [8)9)]や微細チャンファ付加 [10)]にも適用し，成果を挙げている．本項では，この UV アシスト研磨を CVD 膜の研磨に応用し，研磨が可能な装置を試作して基本的な研磨特性を調べた．CVD 膜付工具のすくい面を UV アシスト研磨して表面粗さを向上し，次に逃げ面を UV アシスト研磨することにより切れ刃の鋭利化を行った．これらの工具を用いてアルミニウム合金を切削し，切削性能に及ぼすすくい面および逃げ面の UV アシスト研磨の効果を調べた．また，切削加工面への切れ刃転写性を調べ，鋭利化した CVD 膜付超硬工具の精密切削加工への適用の可能性について検討した．工具逃げ面と工作物間の摩擦係数を実験的に求め，逃げ面の UV アシスト研磨により摩擦状態が改善されることを確認した．

5.3.2　UV アシスト研磨による CVD 膜の研磨特性

UV アシスト研磨による CVD 膜の基本的な研磨特性を明らかにするため，CVD 膜付超硬工具すくい面の研磨を行った．研磨した工具は 12.7 mm 角，厚さ 3.18 mm の市販の超硬合金母材に，厚さ 30 μm の CVD 膜を被膜したスローアウェイチップである．ノーズ半径は 0.8 mm であり，すくい面にはチップブレーカは設けられていない．すくい面の UV アシスト研磨に用いた研磨装置の写真および模式図を**図 5.6**(a)(b)に，また，UV アシスト研磨条件を**表 5.2** に示す．直径 200 mm の石英定盤を研磨工具とし，エアースピンドルにより回転するホルダに保持された CVD 膜付超硬工具のすくい面を下向きにし，石英定盤に任意の荷重で押しつけて研磨を行った．ここでは，すくい面全面に均等に紫外光を照射するため，照射域の広い Xe エキシマランプ（波長 172 nm）を石英定盤の下側から研磨域に照射した．



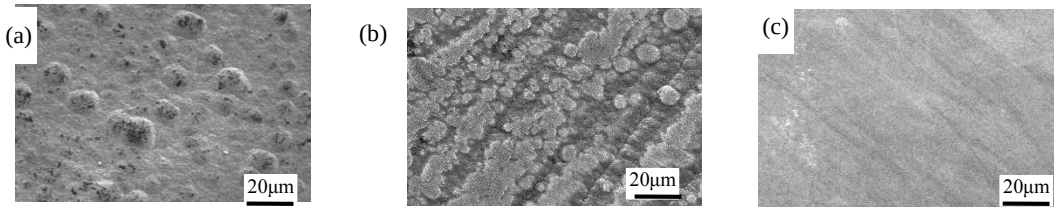
(a) 縦型 3 号 UV アシスト研磨装置　　(b)UVアシスト研磨模式図

図 5.6　すくい面の UV アシスト研磨

表5.2　UVアシスト研磨条件

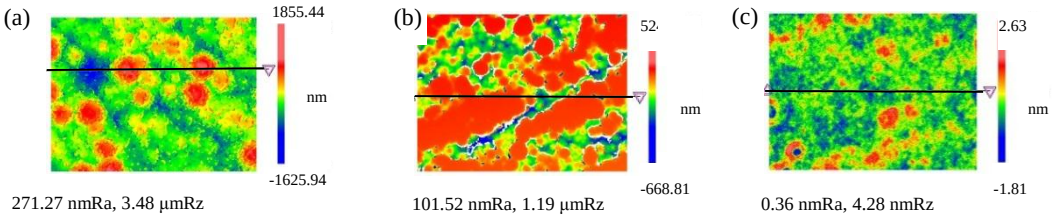
Work material		CVD diamond film coated carbide tool
UV-polishing conditions of rake face		
Quartz disk		Diameter 200 mm, thickness 3 mm
UV source		Wavelength 172 nm Output 50 mW/cm^2
UV intensity on quartz disk		3.6 mW/cm^2
Polishing pressure		0.2 MPa (20 min) 1.0 MPa (15 min)
Rotational speed	Quartz disk	100 rpm
	Work material	2000 rpm
UV-polishing conditions of flank face		
Quartz disk		Diameter 100 mm, thickness 3 mm
UV source		Wavelength 200 nm - 400 nm Output 1200 mW/cm^2
UV intensity on Quartz disk		300 mW/cm^2
Polishing pressure		0.2 MPa
Rotational speed	Quartz disk	1000 rpm
	Work material	90˚ / 50 min (Corner surface)

研磨の進行過程を走査型電子顕微鏡（SEM）により観察した結果を**図 5.7**(a)~(c)に示す．なお，未研磨工具の表面粗さは悪く，高い研磨圧力では石英板にキズが入るため，最初の 20 min 間の研磨圧力は 0.2 MPa と小さくしている．図 5.7(a)は未研磨の CVD 膜であり，表面には直径 10～20 μm のこぶ状の凸部が認められる．これを 20 min UV アシスト研磨することで，表面の凸部は石英板と接触して高温となり，紫外線照射による光化学反応が活性となって(b)のように優先的に研磨される．UV アシスト研磨をさらに 15 min（合計 35 min）行うと凸部は減少し，CVD ダイヤモンド膜の全面が UV アシスト研磨され，図 5.7(c)のように超平滑な研磨面を得ることができる．図 5.7 の表面粗さを光干渉式表面性状測定装置（Zygo NewView 7300，測定範囲 : 72 μm × 54 μm）により測定した結果を**図 5.8**(a)~(c)に示す．未研磨の CVD 膜の表面粗さは 0.271μmRa，3.48 μmRz と測定されたが，(c)に示す 35 min の UV アシスト研磨では 0.36 nmRa，4.28 nmRz のきわめて良好な研磨面が得られた．



(a) 研磨前　(b) 20 min UVアシスト研磨後　(c) 35 min UVアシスト

図 5.7　CVD 膜付工具の UV アシスト研磨の進行過程



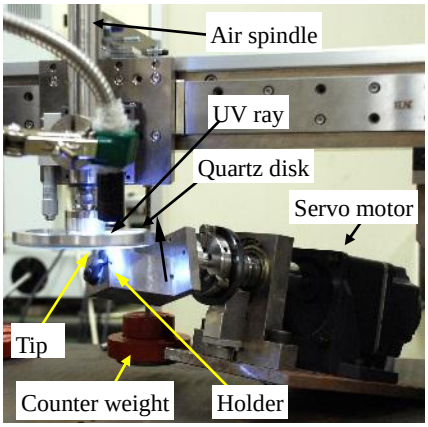
(a) 研磨前　(b) 20 min UVアシスト研磨後　(c) 35 min UVアシスト研磨後

図 5.8　UV アシスト研磨の進行過程の Zygo 像および表面プロファイル
(測定範囲 72.1 μm × 54.1 μm)

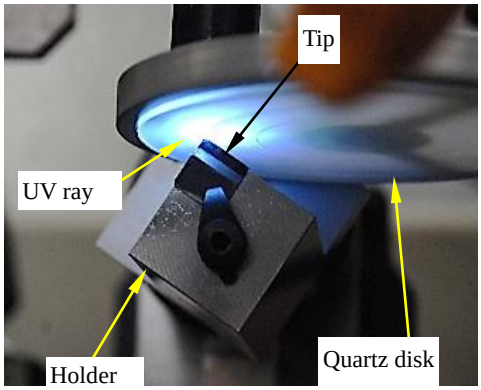
5.3.3　研磨面の異なる CVD 膜付工具の製作と性能評価

逃げ面を UV アシスト研磨するため，**図 5.9**(a)~(c)に示す研磨装置を新たに試作した．UV アシスト研磨条件は表 5.2 に示している．ここでの紫外光光源はコーナアール部集光して照射できる機器（波長 200 nm～400 nm）を用いた．図 5.9(c)に示すように，保持具（ホルダ）の回転中心と CVD 膜付超硬工具のコーナアール部の中心を一致させ，図 5.9(a)で示したサーボモータにより 50 min かけてコーナアール部全部を UV アシスト研磨した. 図 5.6 に示した研磨装置と組み合わせることにより, 未研磨, すくい面のみ，逃げ面のみ，すくい面および逃げ面の両面を研磨した 4 種類の CVD 膜付超硬工具を用意した.

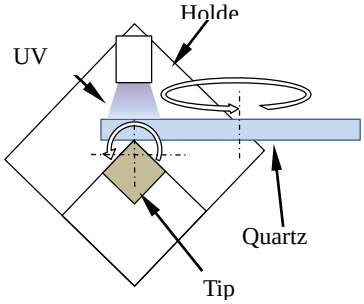
これらの工具の微細形状を SEM およびレーザー顕微鏡で観察した結果を**図 5.10**(a)~(d)に示す．なお，各図右側のプロファイルはレーザー顕微鏡により得られた切れ刃先端付近のプロファイルである. 比較しやすいことを考慮して, 図中の黒い線はいずれも未研磨工具の切れ刃の同一データを用いている．図 5.10(a)より，未研磨の切れ刃は丸みを帯びており，切れ刃プロファイルに半径 25 μm の円弧をフィッティングするとほぼ一致したことから，研磨前の切れ刃丸み半径は約 25 μm である．研磨したすくい面および逃げ面はそれぞれ良好な研磨面となっており，図 5.10(d)の両面を研磨した工具ではチッピングのない鋭利な稜線が形成されている．図 5.10(d)の切れ刃の丸味半径を３次元 SEM（エリオニクス，フィールドエミッション電子線３次元表面粗さ解析装置 ERA-8900FE）により評価したところ，約 280 nm と計測された．以上のように，UV アシスト研磨によりすくい面の表面粗さを向上させた後，逃げ面を UV アシスト研磨することにより切れ刃の鋭利化が実現できることがわかった.



(a)UV アシスト研磨装置

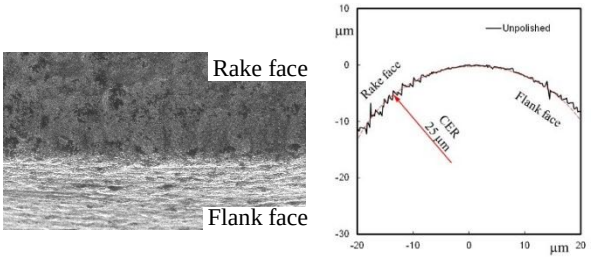


(b)研磨部の拡大

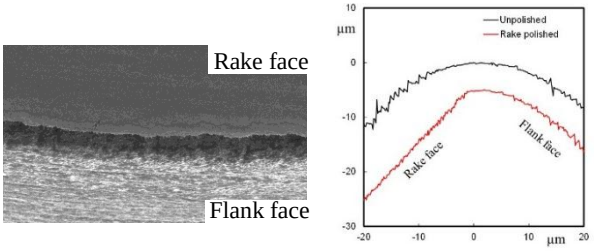


(c) 逃げ面の UV アシスト研磨

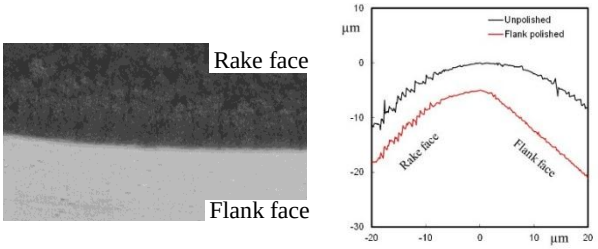
図 5.9　CVD 膜付超硬チップの逃げ面研磨



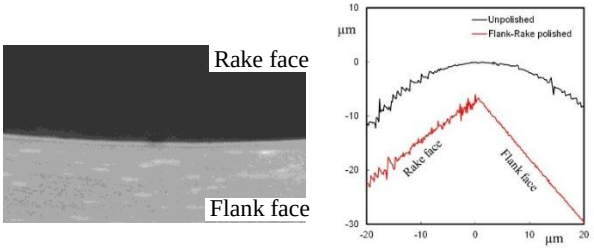
(a) 研磨なし　（UP-CVD）



(b) すくい面研磨面研磨　（RP-CVD）



(c) 逃げ面研磨　（FP-CVD）



(d) 逃げ面-すくい面研磨　（FRP-CVD）

図 5.10　CVD 膜付超硬工具の工具切れ刃の SEM 像およびレーザー顕微鏡のプロファイル

研磨面の異なる CVD 膜付工具の切削性能を評価するため，広く普及しているアルミニウム合金 A5052 の切削試験を行った．切削条件を**表 5.3** に示す．NC 旋盤を用いて丸棒の外周旋削を行い，切削面を Zygo により測定した．NC 旋盤の刃物台に取り付けた切削動力計（KISTLER 9257B）により，切削中の切削抵抗を測定した．

（加工面および切れ刃転写痕の表面粗さ）

各工具による加工面の工具送り方向の表面粗さを 5 点ずつ測定した結果を**図 5.11** に示す．未研磨工具（UP-CVD）による加工面がもっとも粗く，すくい面を研磨した工具（RP-CVD），逃げ面を研磨した工具（FP-CVD），両面を研磨した工具（FRP-CVD）の順に表面粗さは低下している．したがって，加工面の表面粗さ改善への寄与は逃げ面の研磨の方がすくい面の研磨よりも大きいことがわかる．これは弾性回復による切削新生面と逃げ面の接触は避けられず，逃げ面の表面粗さが切削面の表面粗さに強く影響するためである．また，両面を研磨した工具の表面粗さは未研磨工具の表面粗さに比べて Ra で約 20%，Rz で約 40%改善されており，UV アシスト研磨の効果が明瞭に認められる．Rz の改善率が高いのは，未研磨工具 CVD 膜上の大きな凸部が Rz を大きくしているためである．

表5.3　CVD膜付工具による切削実験条件

工作物	A5052　ϕ100 mm	
切削工具チップ CVDダイヤモンド膜超硬 (すくい角 : -5 ゜) (ノーズR：0.8 mm)	未研磨	UP-CVD
	すくい面-UVアシスト研磨	RP-CVD
	逃げ面-UVアシスト研磨	FP-CVD
	逃げ面-すくい面-UVアシスト研磨	FRP-CVD
切削速度 V_c	400 m/min	
切り込み深さ t	0.25 mm	
送りレート f	0.15 mm/rev	
切削距離 L_c	83.8 m	
切削油	非水溶性切削油，1.0 L/min	

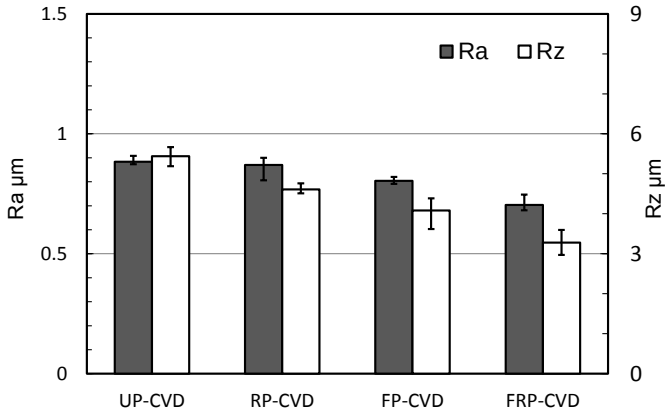


図 5.11　各工具による加工面，工具送り方向の粗さ

各工具による代表的な加工面を Zygo で計測したプロファイル（測定長 721 μm）を**図 5.12**(a)〜(d)に示す．図 5.12(a)の未研磨工具による切削加工面への切れ刃転写痕はもっとも粗い．図 5.12(b)のすくい面のみ研磨した工具では，未研磨工具に比較して転写形状が円弧に近づいているが，微小な突起はまだ残留している．図 5.12(c)の逃げ面のみを研磨した工具では微小な突起が減少し，転写痕は明らかに滑らかになっている．図 5.12(d)の両面を研磨した工具では，切れ刃のノーズ R 部輪郭が非常に高精度に転写されているのが認められる．最大粗さ（Rz）は理論粗さ（3.52 μm）に近く，良好な加工が行われていることを示している．

図 5.13 は加工面の切れ刃転写痕底部の表面粗さを比較したものである．CVD 膜付超硬工具のすくい面と逃げ面を UV アシスト研磨することで切削加工面に切れ刃形状が精密に転写され，引っかき傷がない滑らかな加工痕が得られている．このことより，すくい面と逃げ面の両面を UV アシスト研磨した CVD 膜付超硬工具による 10 nmRa レベルの精密切削の実現の可能性は高いと考えられる．

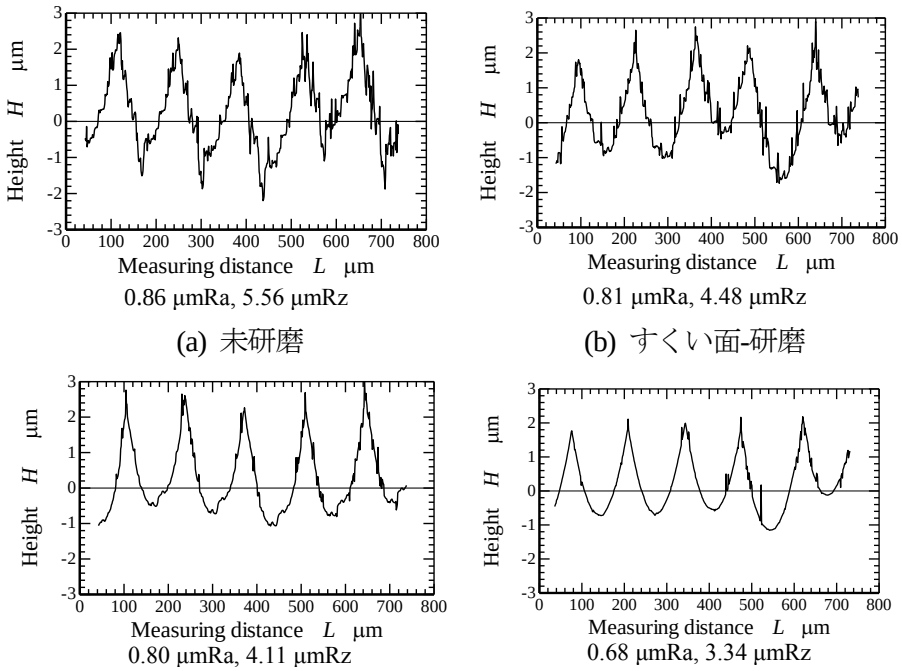


図 5.12　角工具による加工面の Zygo プロファイル

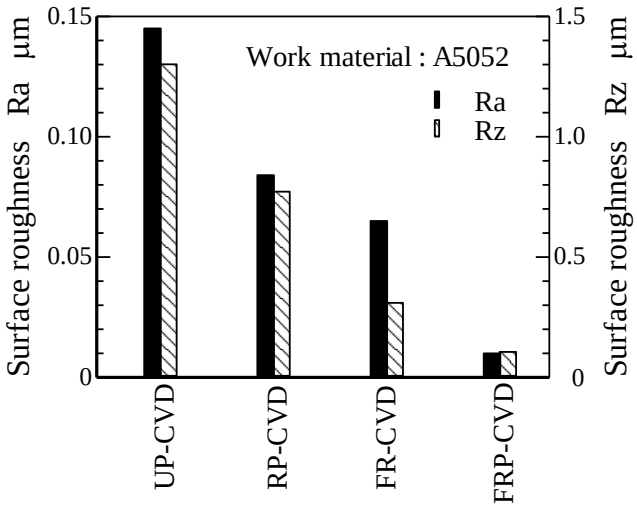


図 5.13　各工具による加工面切れ刃転写痕底部の粗さ

図 5.14 は 4 種類の工具の加工中の切削抵抗値を示している．未研磨工具と逃げ面のみ UV アシスト研磨した工具はほぼ同程度の切削抵抗を示しているが，すくい面のみ UV アシスト研磨した工具と両面を UV アシスト研磨して鋭利化した工具では切削抵抗は低下した．未研磨工具に比べて，これらの工具では主分力 F_c は 23%減少し，スラスト力 F_t および送り分力 F_f は半減している．すくい面の表面粗さは図 5.8(c)に示したように 0.3 nmRa 程度と非常に良好であり，切削抵抗の減少は摩擦係数の低下によるせん断角の増加や切りくず排出性の向上などが寄与していると考えられる．したがって，加工面の表面粗さの測定結果とあわせて考えると，CVD 膜付工具切れ刃のすくい面と逃げ面を UV アシスト研磨すると，すくい面研磨による切削抵抗の顕著な減少により加工が安定すると共に，逃げ面研磨により切れ刃の転写性が向上して高精度な加工が可能となる．

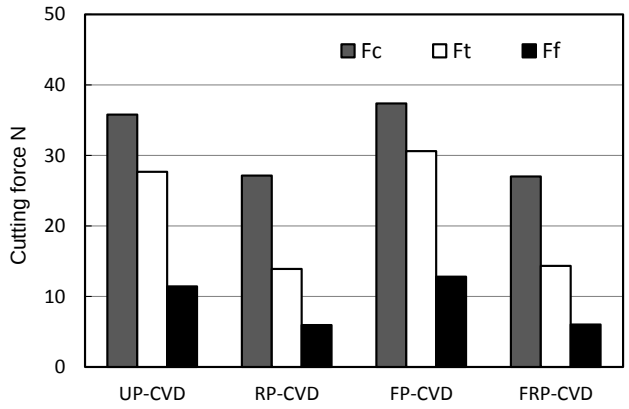


図 5.14　各工具の切削抵抗

切れ刃が通過した後の被削材新生面は刃先による圧縮力から解放され，弾性変形が回復する．そのため，被削材新生面は切削工具に対して逃げ角を設けているにも関わらず，被削材新生面と逃げ面の摩擦が発生する．工具刃先で創成された被削材新生面はこの摩擦により面性状が悪化すると同時に，切れ刃逃げ面の摩耗が促進される．したがって，切削工具逃げ面の表面粗さおよび被削材料との摩擦状態は加工面表面性状の改善には非常に重要である．UV アシスト研磨によりこれらの特性がどのように変化するかを調べるため，旋盤を用いた工具逃げ面と被削材の摩擦試験を行った．

摩擦試験の概略を**図 5.15** に示す．摩擦試験は未研磨工具と逃げ面のみを UV アシスト研磨した工具について行った．摩擦試験条件を**表 5.4** に示す．実際の切削速度における摩擦状態を推定することを目的としているため，摩擦速度は上記の切削加工

実験における切削速度と同じとした. UV アシスト研磨により鋭利化した刃先を有する PCD 工具[10]を用いて A5052 丸棒を外周旋削加工して同じ表面粗さとした後, 摩擦試験を行う工具に取り替えた. 被削材半径方向に任意の切り込みを与え, 主軸を逆転させながら工具を横方向に送った. 被削材は逆転しているため切削は行われず, 工具切れ刃を被削材に押し込んだ状態での摩擦が行われる．被削材に対する工具の押し込み量を変化させて試験を行った. このときの抵抗を動力計により測定し, 逃げ面と被削材間の摩擦係数を求めた. なお, 本摩擦試験における工具の押し込み量は切削時の弾性回復量の大きさに相当すると考えられるが，切削時の切り込み量と弾性回復量の数値的な関係は明らかにできなかった.

摩擦係数の測定結果を**図 5.16** に示す．押し込み量によらず，未研磨工具は UV アシスト研磨により逃げ面を研磨した工具より摩擦係数は若干高く計測されている. 押し込み量を増加させると, 未研磨工具の摩擦係数は増加したが, 逃げ面を研磨した工具は逆に低下した. 未研磨工具の逃げ面の表面粗さは悪く, 逃げ面と被削材の摩擦領域における油膜の厚さを越える．そのため油膜を保持できず，固体摩擦状態に近く，押し込み量の増加による荷重の上昇と共に摩擦係数は増加する．一方，UV アシスト研磨した逃げ面は非常に平滑な面となっているため，400 m/min の切削速度においても膜切れが生じない境界潤滑状態が保て，押し込み量の増加により荷重が増加しても摩擦係数は低下している．したがって，CVD 膜付工具逃げ面の UV アシスト研磨は, 面の平滑化と切れ刃稜線の鋭利化効果に加え, 被削材新生面との摩擦状態を顕著に改善することができ，工具の切削性能向上に寄与していることがわかった.

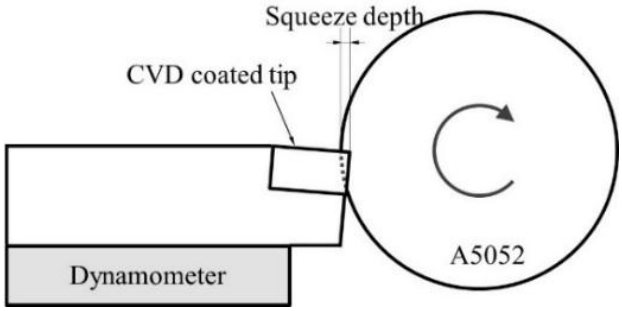


図 5.15　摩擦抵抗の試験

表5.4　摩擦試験の実験条件

試験対象工具	未研磨CVD工具（UP-CVD） 逃げ面-研磨　CVD工具（FP-CVD）
工作物	A5052　ϕ100 mm
摩擦速度	400 m/min
送りレート	0.15 mm/rev
押し込み量	5, 10, 15, 20 μm
切削油	非水溶性切削油　1.0 L/min

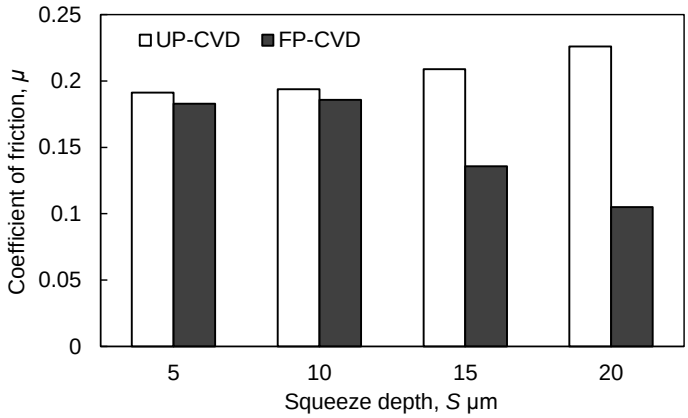


図 5.16　動摩擦係数の計測結果

5.4　ダイヤモンド砥粒整列砥石のツルーイング技術

5.4.1 ダイヤモンド砥粒整列砥石について

本節では，単結晶ダイヤモンドが用いられているダイヤモンド砥粒整列砥石の UV ツルーイングについて論じる．砥石作業面上の砥粒切れ刃先端位置（以下，先端位置）を精密に揃えることは，光学ガラスやセラミックスなどの硬脆材料の延性モード研削を実現するためには必要不可欠である [11]．この先端位置を揃えることは，切れ刃トランケーションもしくはマイクロツルーイング（精密ツルーイング）と呼ばれている [12]．これにより，研削に関与する砥粒切れ刃数，すなわち砥粒切れ刃密度が増加し，短い連続切れ刃間隔や 1 個の砥粒が除去する被削材体積の軽減とそれに伴う砥石の長寿命化が実現できる．

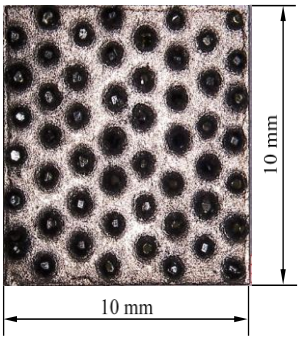
ダイヤモンド砥粒を一定間隔に配置させた砥粒単層固着ホイール [13]は，粗粒のダイヤモンド砥粒を台金に Brazing 法により規則的に固定した工具であり，高い砥粒突き出し高さと広い砥粒間隔がもたらす大きなチップポケットを特徴としている．このホイールはシリンダブロックなどの加工に適用され，フライス加工に匹敵する高能率加工を実現している．さらに，砥粒が強固に固着されているため工具寿命が長く，また規則的な砥粒間隔とばらつきを抑えた先端位置により高精度な研削加工面が安定して得られる．通常，このホイールはレジンボンドダイヤモンドホイールでツルーイングされて現場に供給されているが，先端位置のばらつきを数 μm 以内に揃えられる精密なツルーイングが可能となれば，超精密研削も実現できる高いポテンシャルを有していると考えられる．

そこで本節では，ダイヤモンド基板の研磨で実績のある紫外線照射援用超精密研磨（以下，UV アシスト研磨）を砥粒単層固着ホイールをモデル化したダイヤモンド砥粒整列ブロックの精密ツルーイングに適用し，UV ツルーイングという新たな技術の開発を目指した．UV アシスト研磨は，メカノケミカルポリシング（MCP）に紫外光照射による光化学反応を重畳させた新しい研磨法である [14][15]．これまで，ダイヤモンド基板などの超精密研磨を行い，比較的簡単な装置によりサブナノメータレベルの鏡面が短時間に得られることを報告している [8][16][17]．研磨に起因する表面直下のダメージ層の生成はほとんどなく [17]，削除率の面方位依存性も小さい．このことはツルーイングしたダイヤモンド砥粒へのダメージや先端位置のばらつきを究極のレベルまで抑えられることを意味している．なお，本節では紫外線（以下，UV）を用いたツルーイングを UV ツルーイングと呼び，従来の砥石などを用いた機械的なツルーイングと区別する．UV ツルーイングの結果，砥粒先端平坦部の鏡面化，先端位置のばらつきの抑制が高精度に実現できることが確認でき，フライス加工に応用してその加工性能を評価した．

5.4.2　UV アシストツルーイング技術の開発

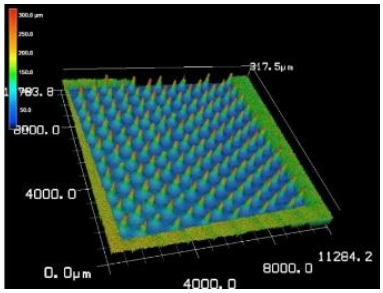
本研究で使用したダイヤモンド砥粒整列ブロックは，**図 5.17**(a)(b)に示す 10 mm 角のブロック（以下，ブロックと呼ぶ）とした．その上部に 0.9 mm 間隔で規則的に配列した 52 個の粒度 40 のダイヤモンド砥粒に対して UV ツルーイングを行った．UV ツルーイングは**図 5.6** で示した縦型 UV アシスト研磨装置により行った．UV ツルーイング条件を**表 5.5** に示す．この装置は，ブロックを回転させるためのスピンドル，直径 200 mm の石英板，172 nm の波長の UV ランプから構成されている．UV 光源直上の UV の照度は 30 mW/cm^2 であるが，石英板上の UV の照度は 3.36 mW/cm^2 と測定されている. 作用荷重は 58.8 N であり, 砥粒先端平坦部の直径を約 200 μm（図 5.20 参照）とし，ブロック上の砥粒のうち約 80%（40 個）が研磨されるとして加工圧力を求めている. あくまでも見かけの加工圧力ではあるが, 真実接触圧力とは懸け離れた値ではない．図 5.6(b)に縦型研磨装置の模式図を示す．UV は石英板の下部から照射し，ブロックに任意の荷重を加えた．石英板は UV ツルーイングにより若干摩耗するため，2 hr ごとに交換している．UV ツルーイング後の砥粒形状の変化や平坦部の表面性状は光学顕微鏡，レーザー顕微鏡，SEM および光干渉式表面性状測定装置（Zygo NewView7300）で観察した．また，先端位置や砥粒欠損率の測定は砥粒切れ刃 3 次元計測装置 [18]により行った

(a)



(a) 光学顕微鏡によるブロック全体の写真

(b)



(b) レーザー顕微鏡による
ブロック全体の3次元画像

図 5.17　本研究で使用したブロックの写真

表5.5　UVツルーイング条件

ダイヤモンド砥粒整列ブロック	#40, ピッチ0.9 mm
石英板	直径200 mm, 厚さ3 mm
UV光源	波長172 nm, 30 mW/cm^2 （石英板上で3.36 mW/cm^2）
ブロック回転数	2,000 rpm
石英板回転数	100 rpm
加工時間	最長 24 hr （1 hrごとに研磨は停止し，砥粒を観察している）
加工圧力	約50 MPa

図 5.18(a)(b)はブロックを上方および斜め上方から観察した SEM 写真であり，砥粒が規則的に配置されているのが確認できる．このブロックはレジンボンドダイヤモンドホイールでツルーイングされている．図 5.18(b)の SEM 写真よりわかるように，先端位置は不揃いであり，このまま UV ツルーイングすると一部の先端位置が高い砥粒が石英板に食い込み，石英板に大きなダメージを与える．そのため，ラップ盤を用い，スカイフ法を模して 2 μm~4 μm のダイヤモンド砥粒と鋳鉄定盤による前加工を 27 hr 行った．これにより，**図 5.19**(b)に示すように 80%～90%の砥粒先端に加工痕が確認でき，各砥粒の先端は平坦に加工され，先端位置の不揃いはある程度改善されている．なお，前加工における削除量の計測は行っていないが，初期の砥粒先端位置のばらつきが約 60 μm（図 5.24 参照）あることから，前加工における削除量は 50 μm～60 μm と考えている．

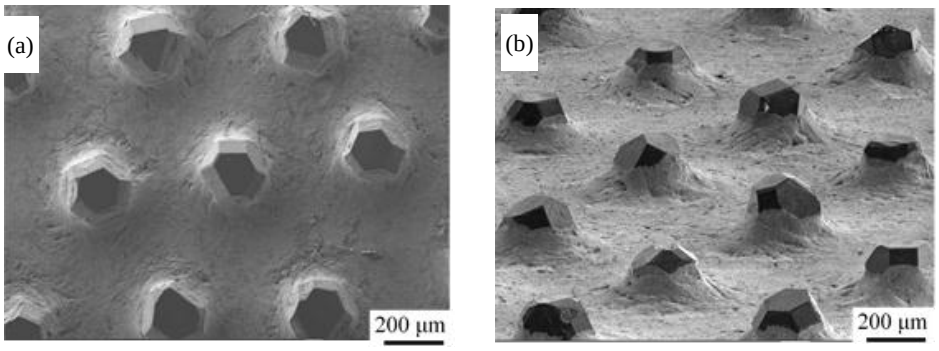
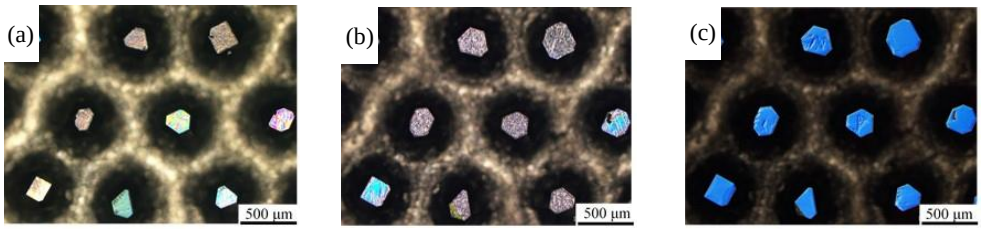
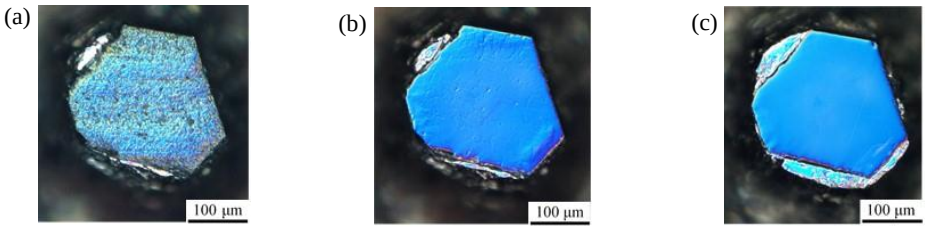


図 5.18　ブロック上のダイヤモンド砥粒の SEM 写真



(a) 機械的ツルーイング後　(b) 27 hr 前加工後　(c) 24 hr UV ツルーイング後

図 5.19 ツルーイング過程における砥粒先端平坦部の変化（同一領域）

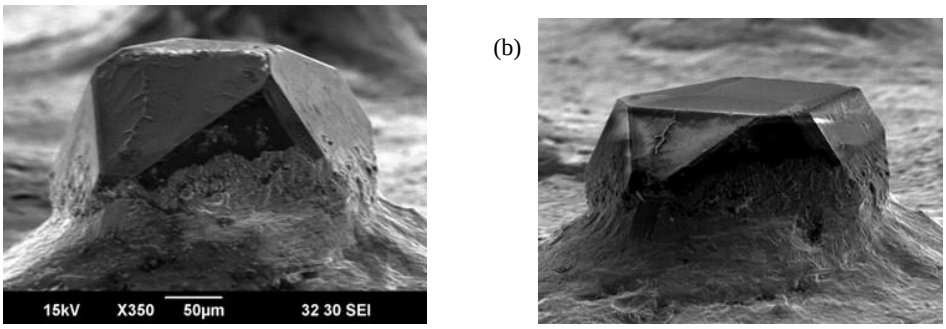


(a) 前加工後　(b) 60 min UV ツルーイン　(c) 210 min UV ツルーイン

図 5.20 UV ツルーイングによる同一砥粒の砥粒先端平坦部の表面性状変化

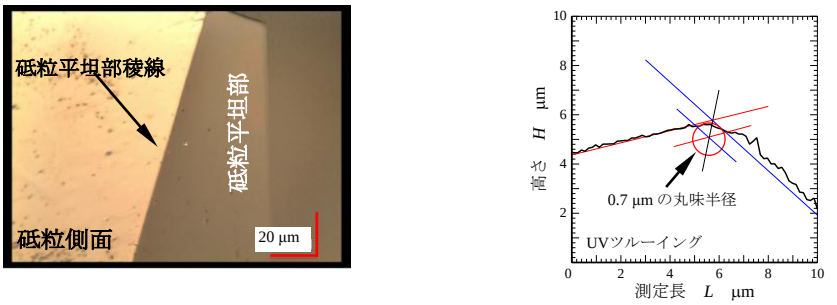
24 hr の UV ツルーイング後の砥粒を光学顕微鏡で観察した結果を図 5.19(c)に示す．なお，図 5.19(a)~(c)はブロック上の同一領域を観察したものである．各砥粒の先端に見られた前加工による加工痕は認められず，表面性状が良好になっていることから，ほぼすべての砥粒に UV ツルーイングが施されたことが確認できる．ここでの UV ツルーイング時間は 24 hr と長くなっているが，これは前加工による加工痕は約 1 hr の UV ツルーイングにより研磨されるが，その後はすべての砥粒が研磨されるまで UV ツルーイングを行ったためである．また，UV ツルーイングでの砥粒の削除量は測定していないが，3 mm 角の単結晶ダイヤモンド基板 Ib(100)面では 0.55 μm/hr と測定されていることから，24 hr の間の削除量は約 20 μm と考えている．より高倍率で同一砥粒について観察した結果を**図 5.20**(a)~(c)に示す．UV ツルーイングにより外周部や内部に欠けのない平坦部が形成され，その表面は UV アシスト研磨された単結晶ダイヤモンド基板と同等レベルに研磨されている．Zygo により 9 個の砥粒平坦部の仕上げ面粗さを計測した平均値は 6.8 nmRa であり，最良値は 0.57 nmRa であった．

(a)　(b)



(a)　前加工した砥粒　　(b)　330 min UVツルーイング

図 5.21　UV ツルーイングによる同一砥粒の形状変化（SEM 像）



(a)　砥粒稜線のレーザー顕微鏡写真　　(b)　稜線プロファイルと丸味半径

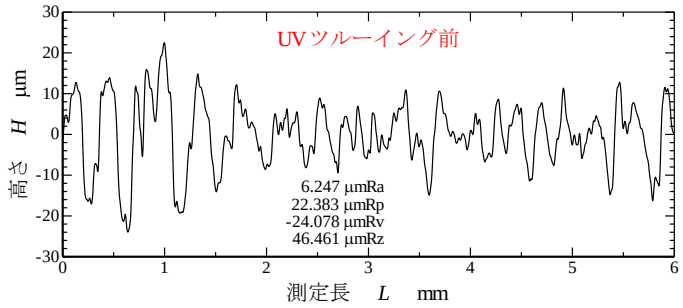
図 5.22　砥粒先端平坦部の外周部に形成された稜線の丸味半径計測結果

図 5.21(a)(b)に UV ツルーイングによる同一砥粒の形状変化を SEM により観察した結果を示す．図 5.21(a)の前加工を施した砥粒先端部の稜線は丸みを帯び，細かいチッピングの発生が確認できる．図 5.21(b)の UV ツルーイング後では砥粒のボンド面からの高さが減少して平坦部面積は増加しているが，砥粒平坦部外周の稜線は鋭利化されている．**図 5.22**(a)(b)はこの稜線の丸味半径をレーザー顕微鏡により測定した結果の一例であり，約 0.7 μm と計測された．この値はブロック上の他の砥粒においてもほぼ同様の丸味半径の値が得られている．

先端位置のばらつきの程度を数値化するため，被削材として市販のドレッサーボードを加工して砥粒先端を転写し，その表面粗さを触針式粗さ計により測定した．**図 5.23**(a)(b)に計測したプロファイルの一例を示す．前加工のみのブロックで加工した場合のドレッサーボード（DISCO 製 WA320N50B）の粗さは 6.25 μmRa，46.46 μmRz であるが，UV ツルーイングを 30 min 施した場合では 1.38 μmRa，11.95 μmRz まで改善されており，UV ツルーイングにより先端位置のばらつきが約 25%にまで解消されていることがわかる．

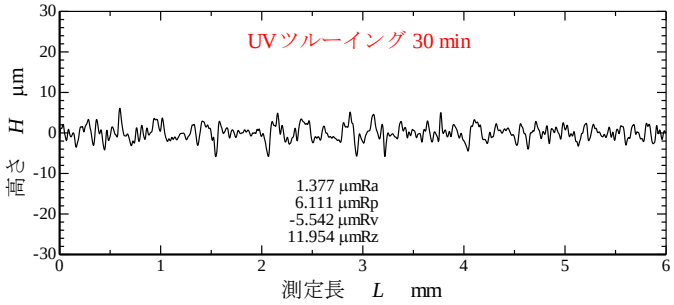
砥粒切れ刃 3 次元計測装置により，ブロック上の先端位置を計測し，10 μm ごとの度数を計測した結果を**図 5.24** に示す．図にはツルーイングなし（Received），レジンボンドダイヤモンドホイールによる機械的なツルーイング（Mechanical-truing，SD170B で総切込み 50 μm）および UV ツルーイングの 3 種類の計測結果を示している．ツルーイングなしの 140 μm および機械的なツルーイングの 50 μm の先端位置のばらつきは，UV ツルーイングにより 10 μm 以内に収まっていることがわかる．この結果は図 5.23 の結果とよく対応している．

(a)



(a)　UV ツルーイング前のブロック転写による表面粗さプロファイル

(b)



(b)　30 min UV ツルーイングしたブロック転写による表面粗さプロファイル

図 5.23　市販のドレスボードを用いた切れ刃転写実験

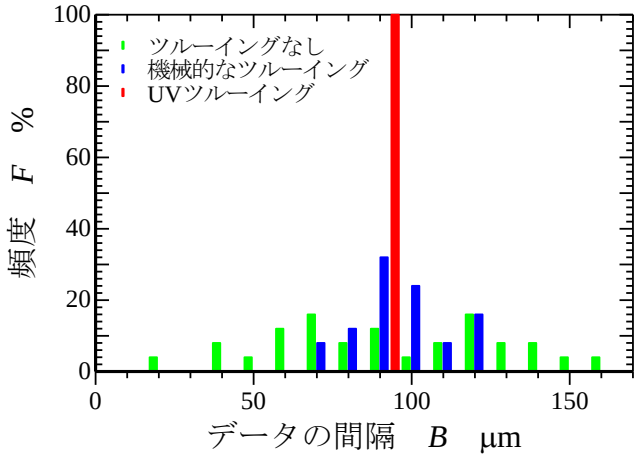


図 5.24　砥粒切れ刃3次元計測装置による砥粒先端位置のばらつきの計測結果

図 5.25 は 1 μm の切込みで SiC 基板を 1000 回研削してツルーイングとしたホイール [18]と UV ツルーイングしたブロックの砥粒欠損率 [18]を計測した一例である. UV ツルーイングでは欠損率がゼロの砥粒が約 25%存在している．このことは砥粒へのダメージがきわめて少ないことを示しており，今後の実験により研削回数の増加による砥粒の大きな割れの発生や砥粒摩耗の進行などに明瞭な有意差が観察されることが期待される.

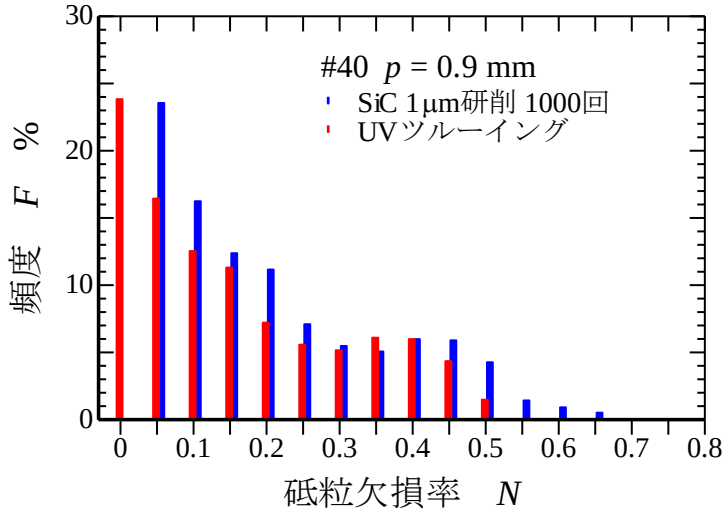
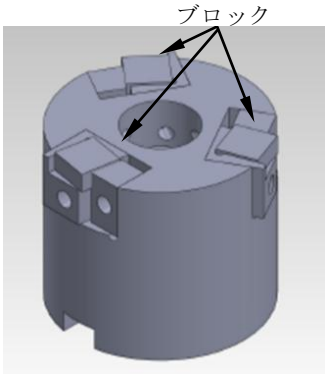


図 5.25　砥粒欠損率の計測結果
（SiC 基板研削によるツルーイングと UV ツルーイング）

5.4.3 フライス加工への適用

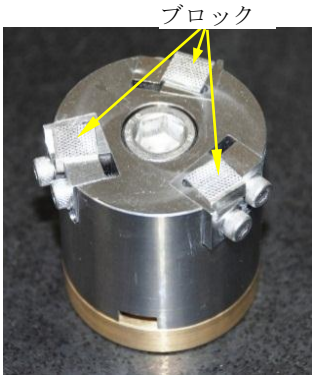
ツルーイングなし（Received），レジンボンドダイヤモンドホイールによる機械的なツルーイング（Mechanical-truing）および UV ツルーイングを施した 3 種類のブロックを**図 5.26** に示す自作のフライス工具にそれぞれ 3 個ずつ組み込み，幅 40 mm，長さ 100 mm のアルミ合金 A5052 を**表 5.6** に示す加工条件で NC マシニングセンタを用いてフライス加工を行った．ブロックをフライス工具とするのは，高さの揃った微小多刃工具であることを利用した工具負荷の低減，加工面性状の向上を目的としている．切削速度が 100 m/min と低い場合には加工面にむしれや深い条痕が発生し，切削状態は不安定であったが，切削速度の増加と共に良好な切削面となった．5,000 rpm（最外周のダイヤモンド砥粒で 785.4 m/min）で行った切削面を触針式粗さ計および Zygo で仕上げ面粗さを計測した結果を**表 5.7** に示す．また，Zygo の計測結果の一例を**図 5.27** に示す．15 nmRa，187 nmRz の良好な加工面が得られている．表 3 より，いずれも UV ツルーイングを施したブロックの結果がもっとも良好であり，表面の光沢も優れていることがわかった．

(a)



(a)　自作したフライス工具の 3D-CAD による外形図

(b)



(b)　自作したフライス工具の写真

図 5.26　ブロックを 3 個組み込んだ自作のフライス工具

表5.6　フライス加工条件

被削材	アルミ合金A5052
工作機械	NCマシニングセンタ Mori Seiki SV-400
工具	#40　10 mm角ブロック3枚組込 外径50 mm（図11参照）
切込み	50 μm
送り速度	190 mm/min
切削速度	5,000 rpm（最外周785.4 m/min）
ツルーイング条件	機械的ツルーイング：SD170Bホイールにより 総切込み50 μm UVツルーイング：表5.5参照

表5.7　仕上げ面粗さの計測結果（μm）

	触針式粗さ計 （測定長：4 mm）		Zygo （観察エリヤ： 72 μm×54μm）	
	Ra	Rz	Ra	Rz
ツルーイングなしReceived	0.47	2.22	0.24	2.29
機械的ツルーイング	0.18	1.06	0.20	1.51
UVツルーイング	0.05	0.46	0.02	0.19

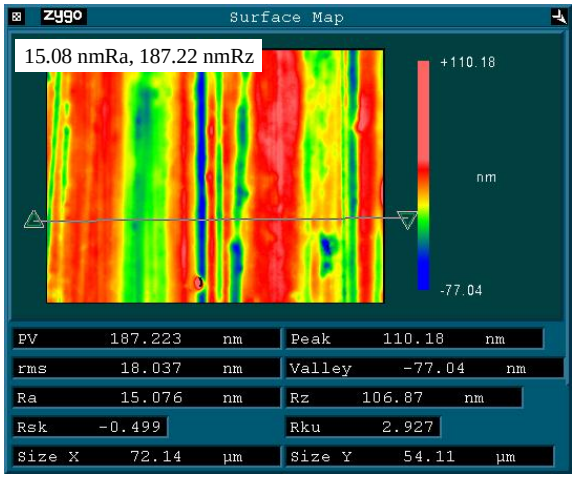


図 5.27 UV ツルーイングしたブロックによりフライス加工した
アルミ合金 A5052 の切削面の Zygo による評価結果の一例
（測定範囲：72 μm×54μm）

5.5　おわりに

本章では, UV アシスト研磨を用いたダイヤモンド工具の高度化の例として, PCD, CVD 製工具の鋭利化技術とその性能評価について検討した.

以下に得られた結果を示す.

PCD エンドミル

1） PCD エンドミル工具の切れ刃の鋭利化を行い，丸み半径 0.5μm の鋭利な刃先とすることができた.
2） 鋳造用アルミ合金 ADC12 および高張力マグネシウム合金に対して，切れ刃の丸み半径の異なるエンドミルで切削実験を行い，切れ刃を鋭利にすることによる仕上げ面の面粗さの向上を確認した.

CVD ダイヤモンド膜付超硬チップ

1） UV アシスト研磨により，CVD 膜は 0.3 nmRa と非常に平滑な面が得られた.
2） 逃げ面およびすくい面の両面を UV アシスト研磨することで，丸味半径 280 nm 程度の鋭利な切れ刃を得ることができた.
3） UV アシスト研磨により超鋭利化した CVD 膜付超硬工具を用いてアルミニウムの切削加工を行い, すくい面研磨は切削抵抗の減少に, 逃げ面研磨は切削面の表面粗さの改善にそれぞれ効果が認められた.
4） 逃げ面の UV アシスト研磨は工作物との摩擦係数を低減させる効果があり，切削性能向上に寄与していることを確認した.

ダイヤモンド砥粒整列砥石

1） ダイヤモンド砥粒が 0.9 mm 間隔で整列した砥石を模したダイヤモンド砥粒整列ブロックを UV アシスト研磨し, 砥粒切れ刃先端位置のばらつきを抑えた UV ツルーイング技術を開発した.
2） UV ツルーイングにより, 砥粒切れ刃先端位置のばらつきを 10 μm 以内に揃えることができた.
3） UV ツルーイングした試験片を自作のフライス工具に組み込み, アルミニウム合金 A5052 をフライス加工し，15 nmRa，187 nmRz の良好な加工面が得られた.

【参考文献】

1） Kawamura Y, Hayashi K, Inoue A, Masumoto T. Rapidly solidified powder metallurgy Mg97Zn1Y2 alloys with excellent tensile yield strength above 600 MPa, Materials Transactions 2001，Vol.42，pp.1172-1176.

2） 羽生博之：ダイヤモンド被膜の切削工具への応用，炭素，245 (2010)，p.206.

3） A. P. Malshe, B. S. Park, W. D. Brown and H. A. Naseem: A review of technique for polishing and planarizing chemically vapor-deposited (CVD) diamond films and substrates, Diamond and Related Materials，8(1999)，p.1198.

4） D. G. Bhat, D. G. Johnson, A. P. Malshe, N. Naseem, W. D. Brown, L. W. Schaper and C.-H. Shen: A preliminary investigations of the effect of post-deposition polishing of diamond films on the machining behavior of diamond-coated cutting tools, Diamond and Related Materials，4(1995)，p.921.

5） 奥住文徳，吉川昌範 : CVD ダイヤモンド切削バイトの加熱鉄板による刃先研磨装置の試作ならびにその特性，精密工学会誌，62，7(1996)，p.969.

6） 古城直道，樋口誠宏，山口智実，杉本隆史，島田尚一：炭素拡散に基づくダイヤモンド工具の熱化学研磨，日本機械学會論文集 C 編，76，(2010)，p.974.

7） 渡邉純二，峠　睦：紫外光励起によるダイヤモンドの超精密研磨技術，機械技術，60，5(2012)，p.46.

8） 中野貴之，三好瑛，峠　睦，渡邉純二 : 紫外線援用研磨による PCD の超精密加工，砥粒加工学会誌，53，4(2009)，p.242.

9） D. Ishimaru, M. Touge, H. Muta, A. Kubota, T. Sakamoto and S. Sakamoto: Burr suppression using sharpened PCD cutting edge by ultraviolet-ray irradiation assisted polishing, Procedia CIRP，1，(2012)，p.184.

10）石丸大祐, 坂本武司, 松永太介, 神﨑成広, 峠　睦 : UV アシスト研磨による PCD ノーズ R バイトの鋭利化技術の開発，2013 年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集，(2013)，p.91.

11）鈴木 弘，阿部守年，難波義治：メタルボンドダイヤモンド砥粒によるガラスセラミックスの延性研削，精密工学会誌，Vol.63，No.4(1997)，pp.535-539.

12）康 喜軍，田牧純一，久保明彦，町田有史，田中克敏：研削機構に及ぼす切れ刃トランケーションの効果―理論的考察と実験的検証―, 砥粒加工学会誌, Vol.51 ，No.5(2007)，pp.296-301.

13）井上靖章，峠 直樹，早坂謙司：ダイヤモンド単層固着ホイールによる精密研削加工，日本機械学会講演論文集，No.018-2(2001)，p.7.

14）渡邉純二，峠　　睦 : 紫外光励起によるダイヤモンドの超精密研磨技術，機械技術，60，5(2012)，p.46.

15）峠　睦, 渡邉純二, 山口桂司 : 光化学反応を応用したダイヤモンド基板のハイブリッド研磨加工，砥粒加工学会誌，Vol.56，No.11(2012)，pp.734-737.

16）S. ANAN, M. TOUGE, A. KUBOTA and J. WATANABE: Study on Ultra-Precision Polishing of Single Crystal Diamond Substrate under Ultraviolet Irradiation, Key Engineering Materials, 407-408(2009)，355.

17）山口桂司，峠　睦，久保田章亀，室田忠俊，渡邉純二，豊福陽樹，沢見有輝 : 単結晶 SiC 基板の紫外光支援研磨特性における粒子の影響，砥粒加工学会誌，Vol.55．No.4(2011)，pp.220-225.

18）坂口彰浩，川下智幸，松尾修二 : 画像処理を用いた砥石作業面 3 次元計測システムの開発，砥粒加工学会誌，Vol.56，No.12(2012)，pp.830-834.

第 6 章　総　括

本論文では，紫外光を照射することによる光化学反応を利用した先進的な研磨法（UV アシスト研磨法）の実用化について研究した．実際に研磨が必要とされている製品に対して本研磨法を適用する研磨装置を開発し，研磨を行った．研磨した製品の性能を評価した．

以下に本研究で得られた知見をまとめる．

第 1 章「序論」では，研究の背景，既往の研究，本研究の目的，論文の構成について論述した．

第 2 章「UV アシスト研磨のメカニズムの検証」では，UV アシスト研磨のメカニズムを検討し，SiC 基板，ダイヤモンド基板，それぞれの材料に対する UV アシスト研磨のメカニズムを検証する実験を行った．その結果，UV を SiC 基板に照射することで酸化膜が生成すること，その酸化膜は熱酸化で生成されたものではないことがわかった．単結晶サファイア基板による UV アシスト研磨を行い，生成された研磨粉を解析した結果，Si の酸化物（SiO_2）であることがわかった．UV 照射の効果だけではなく，石英工具との MCP 作用によっても SiC 基板が酸化して研磨されるというメカニズムが明らかになった．また，酸素 100%の雰囲気では研磨レートが向上することがわかった．ダイヤモンド基板に対する UV アシスト研磨でも，酸素 100%の研磨雰囲が一番件研磨レートが向上することがわかった．ダイヤモンド基板と石英の高速摩擦によりトライボマイクロプラズマが発生する研磨モデルを提案し，研磨中の発行現象のスペクトル解析により，窒素の電子変異がトライボマイクロプラズマを発生していることを確かめ，対案した研磨モデルの正当性をを確認した．

第 3 章「SiC 基板の超平滑研磨技術」では 2 インチサイズ以上の大口径 SiC 基板に対する UV アシスト研磨について検討した．ダイヤモンドラッピングを前加工とした基板に対して，φ350mm の大口径合成石英工具による 2 インチサイズの 4H-SiC 基板(0001)Si 面に対する UV アシスト研磨を 15hr 行い，Ra:0.18nm，Rz:1.92nm(測定範囲：72μm×54μm)の非常に平滑な研磨面が基板全面において得られた．削除率は 256nm/hr であった．しかし，基板全体の平坦性は前加工の 1μmRz から 10μmRz 程度に低下した．そこで，管状石英工具（φ25mm，肉厚 t=2.5mm，高さ 11mm）の開発を行い，8hr の UV アシスト研磨で Ra:0.172nm，Rz:2.11nm(測定範囲：72μm×54μm)の非常に平滑な研磨面が得られた．基板全体でもほぼ 0.4nmRa 以下の平滑な研磨面であった．基板全面の面粗さの分布はすこしばらつきが確認された．管状石英工具の肉厚を 2.5mm から 4.0mm に変更し，4 インチサイズの 4H-SiC 基板の中心 2 インチ分の研磨を行い，3hr の UV アシスト研磨で Ra:0.169nm，Rz:1.89nm(測定範囲：72μm

×54μm)の非常に平滑な研磨面が得られた．基板全体でも 0.3nmRa 以下の平滑な研磨面が得られ, 基板全面の面粗さの分布も均一となった. さらに, φ50mm 肉厚 10mm の管状石英工具を用いた 4 インチサイズ SiC 基板全面の UV アシスト研磨を 6hr 行い，Ra:0.23nm，Rz:2.64nm(測定範囲：72μm×54μm)の非常に平滑な研磨面が得られた．基板全体でもほぼ 0.2～0.5nmRa 以下の平滑な研磨面であった．基板全面の面粗さの分布はすこしばらつきが確認されたが，前加工面よりも基板全体で面粗さの改善が認められ，平坦性は 1μm 以下であった．本研究により，実際に研磨が求められている 2 インチサイズ以上の SiC 基板に対して超平滑，超平坦な研磨加工が可能となり，実用化への見通しができた.

第 4 章「ダイヤモンドウェハの超平滑研磨技術」では，デバイス用ダイヤモンドウェハの UV アシスト研磨について検討した．産総研で開発が行われているマイクロ波プラズマ CVD 法で作成された 10mm 角のダイヤモンドウェハに 11hr UV アシスト研磨を行い，0.067nmRa，0.826nmRz の非常に良好な平滑面を獲得した．また，接合技術により複数のダイヤモンドウェハを接合したモザイクウェハに対して UV アシスト研磨を行い，接合部に割れなどを生じることなくウェハ全面を研磨することに成功した．4.5mm 角，厚さ 1.5mm の単結晶ダイヤモンド Ib（100）面に対して 93hrUV アシスト研磨を行い，研磨前後で XRT 像による欠陥評価を行い，新たな転移欠陥が発生していないことを確認した．大きなダイヤモンドウェハに対しても欠陥などを導入することなく超平滑，超平坦な研磨が可能であることを確認した.

第 5 章「ダイヤモンド工具の高度化加工」では，実際に切削が可能な PCD エンドミルや CVD ダイヤモンド膜付チップの鋭利化，ダイヤモンド砥粒整列砥石の UV ツルーイングを行い，その性能評価を行った．PCD エンドミルの鋭利化では，切れ刃の丸み半径 0.5μm の非常に鋭利な刃先とすることができ，鋳造用アルミ合金 ADC12 と高張力マグネシウム合金に対して，仕上げ面の面粗さの向上を確認した．CVD ダイヤモンド膜付チップは，0.3nmRa の非常に滑らかな研磨面と切れ刃の丸み半径 280nm の鋭利な刃先とすることができた. アルミニウム合金 A5052 の旋削において，チップ逃げ面を研磨することによる切削抵抗の軽減と仕上げ面の面粗さの向上が確認された．ダイヤモンド砥粒整列砥石の砥粒先端位置のばらつきを 10μm 以下に抑え，アルミニウム合金 A5052 のフライス加工を行い，15nmRa，187nmRz の良好な研磨面が得られた.

以上，本論文では，UV アシスト研磨の実用化とその性能を研究し，実用化への見通しを明らかにした.

本論文で得られた成果は, UV アシスト研磨法を適用した製品が既存の製品よりも優れた性能を有した製品となったことを示しており, UV アシスト研磨法が実用技術として確立されたと確信している.

謝　辞

本研究は，平成 23 年 4 月より熊本大学大学院自然科学研究科博士後期課程産業創造工学専攻の 3 年間において行われたものです. 本研究の遂行にあたり多大なるご教示を頂くとともに, 本論文を草するにあたり熱心なご指導を賜った熊本大学先進マグネシウム国際研究センター　峠　睦　教授に謹んで感謝の意を表します.

また，本研究をまとめるにあたり，貴重な御助言と御教示を賜った熊本大学イノベーション推進機構　渡邉純二　客員教授，熊本大学大学院自然科学研究科　久保田章亀　准教授に感謝の意を表します.

ご多忙の折，本論文の審査員をご快諾いただきました，熊本大学大学院自然科学研究科　中西義孝　教授，熊本大学　衝撃・極限環境研究センター　外本和幸　教授に深く御礼申し上げます.

筆者がこの研究を遂行できたのも精密加工学研究室の方々のご協力に負うところが多く，皆様には貴重なご意見を頂きました．ここに記して厚く御礼申し上げます.

株式会社　東京精密　藤田隆　博士には, 本研究に関するご助言と御討議を賜りました．深く感謝申し上げます.

熊本県立短期大学校　中野貴之　准教授には，切削実験にご協力を賜りました．深く感謝申し上げます.

佐世保工業高等専門学校　川下智幸　教授，坂口彰浩　准教授，松尾修二　氏には，ダイヤモンド砥粒の計測にご協力を賜りました．深く感謝申し上げます.

鹿児島大学　機器分析施設　久保臣悟　氏には, XPS による計測にご協力を賜りました．深く感謝申し上げます.

有限会社　新輝工業　山口輝志　社長には，SiC 基板のダイヤモンドラッピングに関する御助言を賜りました．深く感謝申し上げます.

株式会社　九州シーケンス　坂本信弘　社長には, 研磨装置開発に関するご助言を賜りました．深く感謝申し上げます.

実験資材を提供していただいた株式会社　新菱, 株式会社　ノリタケカンパニーリミテド，東ソー　株式会社，株式会社　三徳の各社に心から感謝致します.

学位取得にご理解をいただき, 本研究を遂行する機会を与えてくださった熊本大学工学部技術部に感謝いたします．また，同僚技術職員の皆様からは日々激励と研究へのご協力を賜りました．深く感謝申し上げます.

本研究の一部は平成 25 年度　日本学術振興会　科学研究助成金奨励研究（No.25917013）の助成を受けて行われました．ここに記して感謝致します.

最後に様々な面で最大限の理解と協力をしてくれた家族に心から感謝します.

2014 年 3 月　坂本武司