

プラズマとの出会い



若 者

孫 栄 硯*

Encounter with Plasma

Key Words : Plasma, Nanomanufacturing

はじめに

「プラズマは、荷電粒子がかなりの割合で存在することを特徴とする、固体・液体・気体と並ぶ物質の4つの基本的な状態の1つ」、プラズマのウィキペディアではそう記載されている。エネルギーの観点から見ると、固体にエネルギーを加えて液体に、液体にエネルギーを加えると気体に、気体にさらにエネルギーを加えていくと、非常に反応性が高くなったプラズマ状態になる。実際、宇宙の質量の99%以上はプラズマ状態である。しかし、自分の大学までの知識では、プラズマについてあまり関心がなく、プラズマのことを知らずに、固体・液体・気体の三状態物質と共存してきた。大学を卒業して留学することを決めて、大学院に進学してから、研究内容が大きく変わり、高エネルギーを有するプラズマを用いた超精密加工法の研究を知り始め、宇宙に99%以上存在しているプラズマが私の生活にも入り込んできた。修士課程を経て、プラズマを用いた超精密加工プロセスの開発に取り込み、博士課程を経て教員としてのキャリアを築く中で、おそらく一生続けることになるだろうと思う。ある意味、私とプラズマとの出会いが、自分の人生を書き換えるきっかけとなった。

なぜプラズマを使う？

単結晶のSiC、GaN、ダイヤモンド等のワイドギャップ半導体は、高温環境下においても信頼性の高い動作が可能であり、低損失パワーデバイスの作製に不可欠な材料である。これらの材料は高硬度かつ化学安定性を有しているため、従来の機械加工法では、要求されたダメージフリーな原子レベル平滑表面を実現するのは極めて困難である。それに対して、プラズマの中には電子とイオン以外に、不対電子をもっている反応性が高いラジカルも大量存在するため、化学的に安定な材料とも反応ができ、上記材料の無歪加工には有効であると考えられる。

プラズマ CVM (Chemical Vaporization Machining)

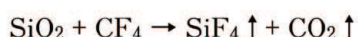
水晶振動子とは、水晶の圧電効果を利用して、電子機器を動作させるための安定した周波数を発信する電子部品である。生産性を高めるためには半導体デバイスの作製プロセスと同様に、大型の水晶ウエハ上に多数の振動子を形成した後に、個々の水晶振動子に細分化する。しかし、従来の両面機械研磨による水晶ウエハの薄板化では、キャリアもしくはウエハそのものが破損したり、研磨中の面圧分布に起因するウエハ厚さの分布が生じたりしてしまう。水晶の共振周波数は厚さに反比例するため、厚さの分布は水晶ウエハ上に形成する個々の振動子の共振周波数のばらつきを引き起こす。50 MHzの基本波であれば厚さは約33 μm となり、極めて薄いため、従来の機械加工法では極めて困難でした。そこで、我々のグループは、水晶ウエハの厚さばらつきを解消するとともに機械研磨の限界を超えて薄片化することができる手法として、数値制御プラズマ CVM の適用を提案した。数値制御プラズマ CVM とは、大気圧プラズマによって生成した反応種を材料表面に作用させ、揮発性の反応生成物に変えることによ



* Rongyan SUN

1991年7月生まれ
大阪大学大学院 工学研究科 精密科学・
応用物理専攻博士後期課程 (2022年)
現在、大阪大学大学院 工学研究科
附属精密工学研究センター 助教
博士 (工学)
専門/精密加工
TEL : 06-6879-7294
FAX : 06-6879-7294
E-mail : r-sun@prec.eng.osaka-u.ac.jp

り被加工物を化学的に除去する加工法である。CF₄ プラズマを用いて水晶を加工する場合、



の反応による材料が除去される。プラズマ CVM 法は非接触な化学的な超精密加工法であるため、薄い脆性材料の破損を防ぎ、表面変質層も形成されない。小径の電極を用いて局所的な大気圧プラズマを発生させ、加工物に対するプラズマの接触時間を制御することにより、任意の自由曲面形状をナノメートルの精度で創成できる。

実は、ちょうど私は博士前期課程に入学した年に、プラズマ CVM 技術の実用化成果が世の中に出た。京セラ株式会社はプラズマ CVM 技術を応用して、世界最小サイズの水晶振動子の量産化を世界ではじめて実現した。しかしながら、それまでのプラズマ CVM ではキャリアガスとして He ガスが用いられていた。産業で使用される He ガスは、主に天然ガスから製造される。供給元である天然ガス田の数が増やせない点があり、天然資源の枯渇や高コストなどの問題点は注目されている。これらの問題を解決するために、私は、He ガスを液体空気から蒸留により製造できる Ar ガスへ置換する研究に取り組んだ。

プラズマ CVM の場合、プロセスガスとして CF₄ を使用するが、キャリアガスとして Ar を使用する場合、大気圧 Ar プラズマはアーク放電へ轉移しやすい。少量のエタノールを添加すると、Ar プラズマとエタノールとのペニング効果により、安定な CF₄ 含有 Ar 大気圧プラズマの発生に成功した。しかしながら、エタノールから分解した C 系生成物は水晶ウエハ表面に堆積して、エッチングプロセスが抑制された。対策として、プロセスガスに O₂ を添加することにより、C 系堆積物を CO₂ などの揮発性生成物に変え、堆積物の形成を防止することで、エッチングプロセスが促進された。さらに、CF₄、O₂、エタノールの流量、加工ギャップ等を調整し、安定なプラズマが発生できかつ基板温度の上昇により水晶ウエハに双晶が発生しない最適加工条件を見出した。従来の He をキャリアガスとして使用した場合と比較して、同条件で Ar をキャリアガスとして使用すると、同等のエッチングレートが得られることが確認できた。He ガスを安価な Ar ガスへ代えることにより、エッチングレートが変わらずに、ガスコストを抑えることを可能とし、工業的に有用

であることを示した。^[1]

プラズマ援用研磨 (PAP: Plasma-assisted Polishing)

博士後期課程では、私はプラズマ CVM の研究を通じて、プラズマについての理解を深め、プラズマを利用した精密加工技術への理解を得た。プラズマ CVM においては、反応生成物は揮発性であるため、被加工物は直接プラズマによるエッチング反応で除去された。しかしながら、被加工材料の種類によっては、反応生成物は揮発性でない場合もある。これらの材料に対しては、プラズマ CVM 法は適用困難だが、プラズマで発生させた高反応性の反応種を照射することで、高硬度な表面を改質して軟質化させることが可能である。その後、軟質砥粒や極低研磨圧力条件を用いて、軟質化した改質層のみを除去することで、ダメージフリーな難加工材料高品質表面が高効率に得られる。これは、山村和也教授によって開発された PAP 技術である。図 1 に PAP プロセスの概念図を示す。

SiC、GaN 等のワイドギャップ半導体材料や、反応焼結 SiC、AlN 等の機能性セラミックス材料は、高硬度かつ化学的に不活性のため、所望の平坦度、表面粗さを高効率に得ることが極めて困難である。現在、これらの材料の最終仕上げ方法としてスラリーと呼ばれるアルカリ等の薬液と砥粒を含む懸濁液を用いた CMP (Chemical Mechanical Polishing) プロセスが用いられているが、スラリー研磨では、材料の表面欠陥がアルカリ成分によって浸食されて形成されるエッチピットのために表面粗さが悪化する、凝集による砥粒の粗大化によりスクラッチが形成される、スラリーの購入および廃棄する際の処理コストが大きい等、多数の問題点を有している。それに対して、PAP は完全ドライなプロセスであるため、スラリーを使用しない。スラリーの代わりに固定砥

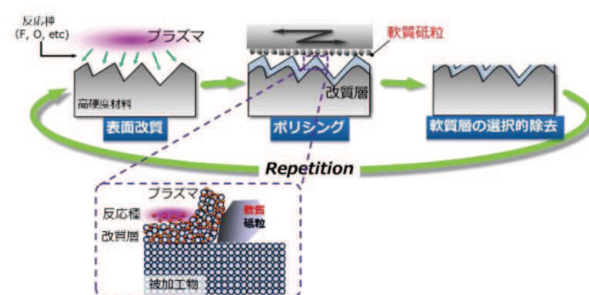


図 1 PAP プロセスの概念図

粒(砥石)を用いるため、以上の問題を解決できるが、研磨中に砥粒の摩耗により起こった「目つぶれ」や、砥粒の間に切りくずや砥石の破片などが詰まることにより起こった「目詰まり」などの問題が研磨速度低下の原因となる。ドレッシング(目直し)によって砥粒の突き出しを再び確保することで、砥石の切れ味を取り戻せるが、頻繁なドレッシングは加工能率の低下とコストの上昇に繋がる。博士後期課程では、私はドレスフリーなPAPプロセスの開発に取り込んだ。

図2に示すように、砥石は、「砥粒」、「気孔」、「ボンド剤」の3つの要素から構成されており、ボンド材で固定された砥粒は対象となる工作物を除去していく「刃」そのものになる。研磨中に砥粒の摩耗により起こった「目つぶれ」により砥粒の「刃」がなくなる。また、気孔に切りくずや砥石の破片などが詰まることにより起こった「目詰まり」も研磨速度低下の原因となる。本研究では、砥石表面のSdr値で砥石の表面状態を評価した。Sdr値は表面の展開面積比であり、定義領域の展開面積が定義領域の面積に対してどれだけ増加しているかを表す。すなわち、露出した砥粒が多いと砥石表面のSdr値が大きい、「目つぶれ」と「目詰まり」が発生すると砥石表面のSdr値が小さいと考えられる。

最初に、通常のドライ研磨におけるドレッシングの効果を検証するため、3時間のドレッシング無しドライ研磨実験と、30分ごとにドレッシングした3時間のドライ研磨実験を行った。走査型白色干渉計(Newview 8300)で30分ごとに砥石の表面を測定し、表面Sdr値で砥石の表面状態を評価し、図3に各研磨条件下での砥石表面Sdr値の変化をまとめた。ドレッシング無しのドライ研磨の場合には、砥石の「目つぶれ」、「目詰まり」が生じたため、研磨過程に寄与する露出された砥粒の数が減少し、3時間研磨後の砥石表面のSdr値は大幅減少し、研磨能力が低下したために研磨レートが遅く、AIN

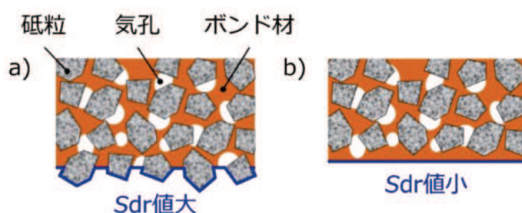


図2 Sdr値で砥石表面状態評価 (a) 初期状態 (b) 摩耗状態

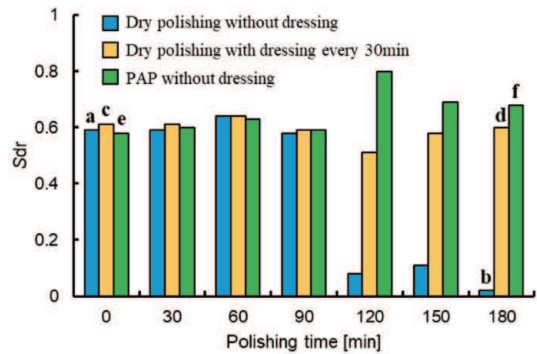
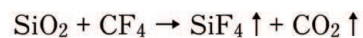


図3 異なる研磨条件下での砥石表面Sdr値の変化

の除去深さは500 nmであった。30分ごとにドレッシングを行なった場合には、砥粒の突き出しの確保により砥石表面のSdr値が維持されたため、研磨レートの低下が抑制され、3時間ドライ研磨後のAINの除去深さは750 nmに増加した。上記の結果により、砥石のドレッシングは研磨レート向上に効果的であることを示した。

頻繁な機械ドレッシングは加工能率の低下とコストの上昇に繋がる。PAPプロセスでは高反応性のプラズマを使用するため、プラズマを用いて砥石のボンド材を適切に除去できると、効率的なドレッシングが実現できるだろうとの発想ができた。PAPでは、AIN表面を改質するため、酸化ポテンシャルの高いフッ素系ガス(CF₄等)が選ばれた。それに合わせて、ビトリファイドボンド砥石が視野に入ってきた。ビトリファイドボンド砥石のボンド材主成分はシリカ(SiO₂)であるため、水晶ウエハのプラズマCVM加工反応式



をここでも利用できることが示唆された。上記のドライ機械研磨実験と同じ条件下で、CF₄プラズマとビトリファイドボンド砥石を用いたPAP実験を行った。意図的にドレッシングを行わずに実験を行ったが、ビトリファイドボンド砥石のボンド材主成分であるシリカがCF₄の分解により生成されたフッ素ラジカルによりエッチングされ、リアルタイムに適度なドレッシング作用が生じたために、3時間のPAP実験を行っても、砥石表面のSdr値は減少せず、砥粒の突き出しが維持され、ドレスフリーな研磨プロセス(図4)が実現できた。また、CF₄含有プラズマの照射によりAIN基板の表面に除去されやすいAlF₃軟質層が形成されたため、プラズ

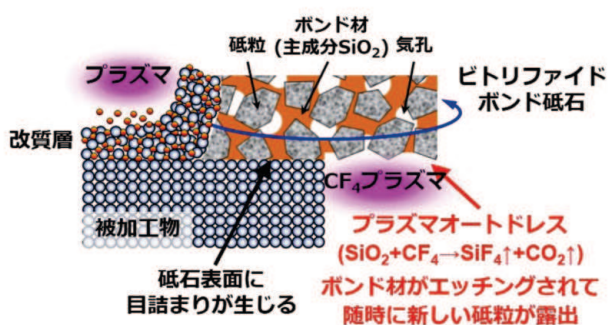


図4 オートドレスプラズマ援用研磨法の概念図

マ援用ドレッシングとプラズマ改質の相乗効果により、より高い研磨レートが得られ、AINの除去深さとして1000 nmを達成した。さらに、従来の機械研磨法の限界を突破するSa表面粗さ3 nmを達成した。^[2, 3]

おわりに

十年前の私は、プラズマのことを知らなかった。留学を経て、プラズマ分野に触れ始めた。修士課程の研究を通じて、プラズマに関する理解を深めた。その後、博士課程では、積み重ねた経験を活かし、プラズマを活用して研究課題を解決した。今後は、

プラズマを用いて新しい技術を生み出すことを目指す。これが私とプラズマの物語だ。最後に、このような執筆の機会をいただいた編集委員である桑原裕司教授並びに、師匠である山村和也教授に感謝申し上げます。

参考文献

1. R. Sun *et al.*, Etching Characteristics of Quartz Crystal Wafers Using Argon-based Atmospheric Pressure CF₄ Plasma Stabilized by Ethanol Addition, *Nanomanufacturing and Metrology*. **2** (2019) 168-176.
2. R. Sun *et al.*, High-quality plasma-assisted polishing of aluminum nitride ceramic, *CIRP Annals – Manufacturing Technology*. **69** (2020) 301-304.
3. R. Sun *et al.*, Novel highly-efficient and dress-free polishing technique with plasma-assisted surface modification and dressing, *Precision Engineering*. **72** (2021) 224-236.

