OUKA
Osaka University Knowledge Archive

Title	Development of plasma-based nano-precision figuring and finishing techniques for brittle functional materials
Author(s)	Sun, Rongyan
Citation	大阪大学, 2022, 博士論文
Version Type	VoR
URL	https://doi.org/10.18910/88027
rights	
Note	

Osaka University Knowledge Archive : OUKA

https://ir.library.osaka-u.ac.jp/

Osaka University

様式３

論　文　内　容　の　要　旨

氏　名　（　孫　栄硯　）	
論文題名	Development of plasma-based nano-precision figuring and finishing techniques for brittle functional materials （脆性機能材料に対するプラズマを用いたナノ精度形状創成・表面仕上げ技術の開発）

論文内容の要旨

本論文では、超薄水晶ウエハ、反応焼結SiC、焼結AlNセラミックスなどの難加工脆性機能材料をターゲットとし、ダメージの無い高精度な表面を、高能率かつ低コストに得るために、プラズマCVMによる形状創成とプラズマ援用研磨による表面仕上げを組み合わせたプラズマナノ製造プロセスを開発した。

第1章では、本研究の背景と目的及び本研究の加工対象材料である難加工脆性機能材料の特性と用途について述べた。

第2章では、難加工材料に対して、既存の形状創成プロセスと仕上げプロセスの長所と短所のレビューを行った。プラズマCVMとプラズマ援用研磨の加工原理を示し、その特長について述べるとともに、プラズマCVMとプラズマ援用研磨と組み合わせたプラズマナノ製造プロセスの位置付けを示した。

第3章では、プラズマCVM技術の最適化を行った。従来、水晶ウエハに対するプラズマCVM加工においては、大気圧下で容易にプラズマを発生できるHeガスをキャリアガスとして使用してきた。このHeガスを安価なArガスへ代えることでガスコストを抑えることが工業的には望ましい。プラズマCVMの場合、プロセスガスとしてCF_4を使用するが、プロセスガスに少量のエタノールを添加すると、安定なCF_4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O_2を添加することにより、C系堆積物をCO_2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、CF_4、O_2、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。

第4章では、プラズマナノ製造プロセスを反応焼結SiCの超精密加工へ適用した。反応焼結SiCは結合助剤を用いないため、曲げ剛性や熱伝導率が通常の焼結SiCよりも優れているが、SiC以外にC粉末と反応しきれなかった未反応の残留Siを含んでいた。SiCとSiは化学的および機械的な性質の違いにより加工特性が異なるため、ナノ精度の形状創成ならびに表面仕上げを行うことが困難であった。これまで、プラズマCVM法はSi製のX線ミラーの作製や水晶ウエハなどの単一成分の材料に対してはナノ精度の形状創成を実現してきたが、RS-SiCのような多成分材料に対しては、成分毎のエッチングレートが異なるために、高精度加工は困難であった。したがって、良好な加工精度と表面粗さを実現するためには、SiC成分とSi成分のエッチングレートが等しくなる条件を探索する必要がある。本章では、CF_4プラズマに酸素を添加してO_2/CF_4比を増加させるとSiに対するFラジカルによるエッチング反応とOラジカルによる酸化反応が競合することにより、Siのエッチングレートが減少することを見出した。すなわち、SiC成分とSi成分に対するFラジカルによるエッチング反応とOラジカルによる酸化反応の違いを利用することで、両成分のエッチングレートを制御できた。ガス濃度の最適化を検討したところ、O_2濃度を90%とすることで、SiC成分とSi成分のエッチングレートが等しくなることを見出し、加工面の表面粗さを大幅に改善できた。本研究により、PCVM法は単成分材料のみならず、多成分材料に対しても幅広く応用できることを示せた。

第5章では、ドレスフリーなプラズマ援用研磨法の開発を行った。AlNセラミックスは焼結体材料であるため、従来の機械的な加工プロセスを適用した場合、AlN粒子間の結合強度が弱いため、表面から粒子が脱落する「脱粒」という現象が生じやすい。脱粒を抑制するため、極低研磨圧力条件が不可欠である。しかしながら、極低研磨圧力条件下でのドライ研磨プロセスでは、砥石の自生作用が起こらず、目詰まりが生じて、研磨レートが低下した。したがって、高研磨レートを維持するためには，砥石のドレッシングが必要であった。本章では、申請者はCF_4プラズマとビトリファイド砥石を使用したプラズマ援用研磨法を提案した。CF_4プラズマを用いたPAPにおいて，ドレッシングを実施しなくても、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、砥石の目詰まりが起こらず、また、CF_4含有プラズマの照射によりAlN基板の表面に除去されやすいAlF_3軟質層が形成されたため，プラズマ援用ドレッシングとプラズマ改質の相乗効果により，プラズマ照射無しの場合と比較して約2倍大きな研磨レートが得られた。プラズマ援用研磨法を用いてAlN基板の仕上げ研磨を行ったところ、従来の機械研磨法の限界を突破する*S*a表面粗さ3 nmを達成するとともに、脱粒フリーな平滑表面が得られた。本研究により、CF_4プラズマを用いたプラズマ援用研磨において，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エッチングされ，随時ドレッシング作用が生じることでドレスフリーなドライ研磨が実現でき、焼結AlNセラミックス基板に対して脱粒フリーかつナノオーダで平滑な表面を得た。

第6章は総括で、本研究で得られた主な成果および今後に残された課題について述べた。

様式 7

論文審査の結果の要旨及び担当者

氏　名　（孫　栄硯）		
論文審査担当者	（職）	氏　名
	主査　教授	山村　和也
	副査　教授	遠藤　勝義
	副査　准教授	佐野　泰久
	副査　教授	山内　和人
	副査　教授	桑原　裕司
	副査　教授	渡部　平司
	副査　教授	森川　良忠
	副査　教授	荻　博次

論文審査の結果の要旨

本学位論文の審査は、提出論文の内容に基づき、8 名の審査委員によって行われている。

申請者の SUN RONGYAN 氏は、超薄水晶ウエハ、反応焼結 SiC、焼結 AlN セラミックスなどの難加工脆性機能材料をターゲットとし、ダメージの無い高精度な表面を、高能率かつ低コストに得るために、プラズマ CVM による形状創成とプラズマ援用研磨による表面仕上げを組み合わせたプラズマナノ製造プロセスの開発に取りくんでいる。

反応焼結 SiC は結合助剤を用いないため、曲げ剛性や熱伝導率が通常の焼結 SiC よりも優れているが、SiC 以外に C 粉末と反応しきれなかった未反応の残留 Si を含んでいる。SiC と Si は化学的および機械的な性質の違いにより加工特性が異なるため、ナノ精度の形状創成ならびに表面仕上げを行うことが困難である。これまで、プラズマ CVM 法は Si 製の X 線ミラーの作製や水晶ウエハなどの単一成分の材料に対してはナノ精度の形状創成を実現してきたが、RS-SiC のような多成分材料に対しては、成分毎のエッチングレートが異なるために、高精度加工は困難である。したがって、良好な加工精度と表面粗さを実現するためには、SiC 成分と Si 成分のエッチングレートが等しくなる条件を探索する必要がある。本論文では、申請者は CF_4 プラズマに酸素を添加して O_2/CF_4 比を増加させると Si に対する F ラジカルによるエッチング反応と O ラジカルによる酸化反応が競合することにより、Si のエッチングレートが減少することを見出した。すなわち、SiC 成分と Si 成分に対する F ラジカルによるエッチング反応と O ラジカルによる酸化反応の違いを利用することで、両成分のエッチングレートを制御できる。ガス濃度の最適化を検討したところ、O_2 濃度を 90%とすることで、SiC 成分と Si 成分のエッチングレートが等しくなることを見出し、加工面の表面粗さを大幅に改善している。本研究は、PCVM 法は単成分材料のみならず、多成分材料に対しても幅広く応用できることを示している。

AlN セラミックスは焼結体材料であるため、従来の機械的な加工プロセスを適用した場合、AlN 粒子間の結合強度が弱いため、表面から粒子が脱落する「脱粒」という現象が生じやすい。脱粒を抑制するため、極低研磨圧力条件が不可欠である。しかしながら、極低研磨圧力条件下でのドライ研磨プロセスでは、砥石の自生作用が起こらず、目詰まりが生じて、研磨レートが低下する。高研磨レートを維持するため，砥石のドレッシングが必要である。本論文では、申請者は CF_4 プラズマとビトリファイド砥石を使用したプラズマ援用研磨法を提案している。CF_4 プラズマを用いた PAP において，ドレッシングを実施しなくても、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るために、砥石の目詰まりが起こらず、また、CF_4 含有プラズマの照射により AlN 基板の表面に除去されやすい AlF_3 軟質層が形成されるため，プラズマ援用ドレッシングとプラズマ改質の相乗効果により，プラズマ照射無しの場合と比較して約 2 倍大きな研磨レートが得られている。プラズマ援用研磨法を用いて AlN 基板の仕上げ研磨を行ったところ、従来の機械研磨法の限界を突破する *S*a 表面粗さ 3 nm を達成するとともに、脱粒フリーな平滑表面を得られる。本研究により、CF_4 プラズマを用いたプラズマ援用研磨において，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エッチングされ，随時ドレッシング作用が生じることでドレスフリーなドライ研磨が実現でき、焼結 AlN セラミックス基板の脱粒フリースムーズ表面が得られる。

よって本論文は博士論文として価値あるものと認める。