

ポア自生パッドの開発とその研磨加工への応用*

— 超微細ダイヤモンドによるぜい性材料の研磨 —

黒部利次** 山田良穂*** 森田知之**** 山中喜彦****

Development of polishing pad with self generating porosity
- Nano-polishing of brittle material using ultra-dispersed diamonds -

Toshiji KUROBE, Yoshinori YAMADA, Tomoyuki MORITA and Yoshihiko YAMANAKA

The pad with self generating porosity has newly been developed, which is made of the petroleum pitch and the salt grains. Polishing of a silicon wafer is conducted using a new pad which is immersed into the slurry of the ultra-dispersed super fine diamonds. It is found that the surface roughness of silicon wafer decreases drastically with the polishing time, in which the slurry of polycrystalline diamonds yields a rapid decrease of surface roughness rather than that of singlecrystalline diamonds. Experiments show that the developed pad has an excellent performance for polishing of the silicon wafer rather than the conventional vesicant polyurethane pad.

Key words: nano-diamond, new pad, polishing, brittle material, surface roughness

1. 緒 言

ガラスやシリコンウエハ等のぜい性材料の研磨加工は、ラップ盤に高分子材料製のパッドを貼付しその上にスラリー（水等の溶媒に砥粒を懸濁させた液）を滴下しながら行われる。加工によってラップ仕上げされた粗面の基板（サブストレート）は鏡面となり、また加工変質層の極めて少ないサブストレートとなる。しかしながら、これらラップ加工されたサブストレートの研磨は、通常パッドを二段階に切り替えて行っている。初めは、硬質の高分子材料製不織布を用いて研磨し、ラップ仕上げされたサブストレート表面の微細なクラックを除去している。その後、軟質の発泡ポリウレタンパッドを用いて鏡面仕上げ加工を行っている。いずれのパッドも、加工時間の経過とともに次第に磨り減っていく。このため、パッドの粘弾性特性値も少しずつ変化していく。これは、研磨条件が徐々に変わっていくことを意味している。もし、加工によってパッドの粘弾性特性が変化しないパッドが開発されれば、研磨条件が常に一定となり安定した加工が行えることになる。

一般に、ぜい性材料の研磨加工は酸化セリウム (CeO₂) やシリカ (SiO₂) 等の軟質な砥粒を用いて行われている。加工は、砥粒と加工物の接触界面に生じるメカノケミカル反応を利用して行われる¹⁾。このため本加工法の場合、その加工原理から考えて加工物と砥粒の最適な組み合わせが必要となる。そこでもし、ダイヤモンド（硬質砥粒）を用いてラップ加工から鏡面加工まで一貫して行うことができれば、砥粒と加工物の組み合わせを考える必要はなく都合がよい。しかしながら、現在研磨加工用に市販されているダイヤモンドは、その粒径は微粒であってもサブミクロンのオーダーであり鏡面加工用には適さない。ダイヤモンドで鏡面研磨加工を行うには、超微細なダイヤモンドの入手が不可欠である。

本研究は、石油系ピッチを用いて発泡孔を自生するパッドの開発を目的としている。そして、開発したパッドを用いてぜい性材料の研磨加工を行い、在来の発泡ポリウレタンパッドとの比較検討を行った。研磨は、超微細ダイヤモンドを入手して行った。

2. 実験方法

2.1 ポア自生パッドの開発

通常、研磨加工に伴ってパッドは次第に磨り減っていく。本研究では、磨り減りが起きてもパッドの粘弾性特性があまり変わらないパッドの開発を試みた。新しい概念の基に製作したパッドは、ポアが自然に発生するパッド（ポア自生パッドと呼ぶ）である。図1に、ポア自生パッドの創成原理を示す。パッドの母材（溶媒）には、石油系ピッチを使用した。ポアの自生は、ピッチの中に塩粒(岩塩)を入れることで行われた。塩は、溶解した母材(ピッチ)の中に入れても溶けずその形状を保持する。パッドの製作手順は次の通りである。

①ピッチの塊を秤量しそれをビーカーの中に入れる。②篩分けした塩を秤量しそれをピッチの入れてあるビーカーに入れる。③ビーカーを電気コンロの上に置き通電してピッチを溶かす。そして、よく掻き混ぜる。④別途用意した銅製の研磨容器（以後、研磨槽と呼ぶ）に溶けたピッチを流し込む。⑤冷却後ピッチの

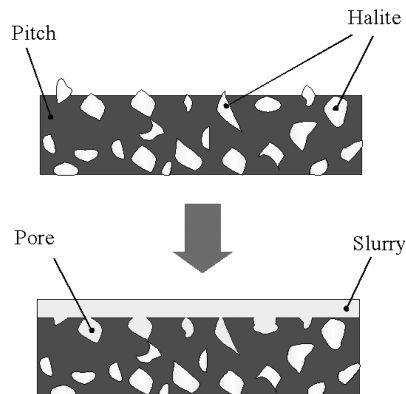


Fig. 1 Schematic view of manufacturing process of pad with self-generating porosity

* 原稿受付 平成 16 年 2 月 5 日

** 正 会 員 金沢大学工学部・元 (金沢市小立野 2)

*** 正 会 員 金沢大学工学部 (金沢市小立野 2)

**** 非 会 員 金沢大学工学部 (金沢市小立野 2)

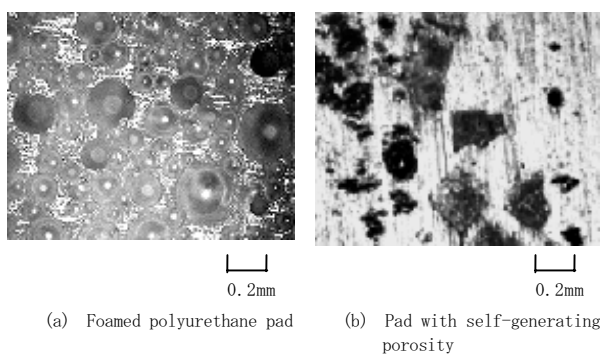


Fig. 2 Optical micrographs of surfaces of pads

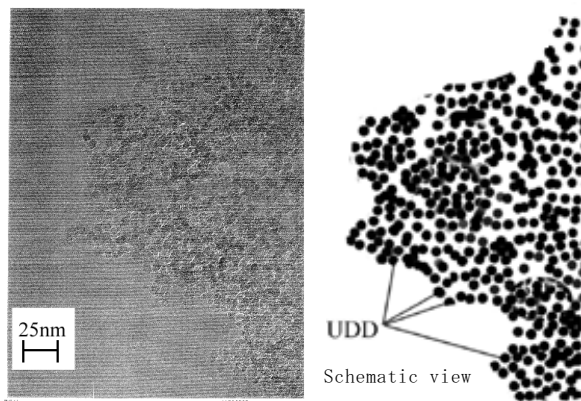


Fig. 3 Transmission electron micrograph of UDD

表面を旋削し平面を出す。⑥水を研磨槽に入れ、表面に顔を出している塩粒を溶解させる。ポアが自生する。ポア自生パッドは、①～⑥のプロセスを経て出来上がる。図2に、ポア自生パッドの光学顕微鏡写真を示す。発泡ポリウレタンパッドの写真も比較のため併載している。両パッドのポア形状とその寸法は比較的似ているが粘弾性特性はかなり異なると思われる。そのため、研磨特性も両パッドで違いがあると推察される。

本実験では、ポア自生用の溶質として塩を用いたが、原理的にはポアの自生作用を促す溶質として塩に限ることはない。要は、溶媒に不溶な溶質を選択し溶質が研磨液中に溶解すればよい。このためピッチが溶媒の場合、溶質として砂糖等を選んでよいことになる。

研磨実験は、主としてポア自生パッドを用いて行ったが、比較のため発泡ポリウレタンパッド（ベース層のない単層からなるパッド）についても行った。

2.2 研磨用砥粒

ダイヤモンドを用いてぜい性材料の鏡面研磨加工を行なうために、近年開発されたばかりの超微細ダイヤモンド(ナノダイヤと呼ぶ)を入手して実験を行った。ナノダイヤは²⁾、超高压爆射法によって創製される。具体的には、TNT 火薬と原料粉末を圧力容器釜と一緒にに入れて爆発させることにより造られる。爆射後、反応生成したダイヤモンド素原料を熱硝酸溶液等を用いて後処理してナノダイヤを得ている。

実験に供したナノダイヤは、図3に示す透過電子顕微鏡写真からも明らかなようにその平均粒径は非常に小さく（平均粒径は5nm）、粒径が揃っていることがわかる。さらにナノダイヤは溶液への分散性も極めてよいため、UDD (Ultra-dispersed diamond) と呼ばれる。単結晶ナノダイヤには、爆射直後のアニオン構造をしたカーボン表面層を持つ単結晶ダイヤモンド

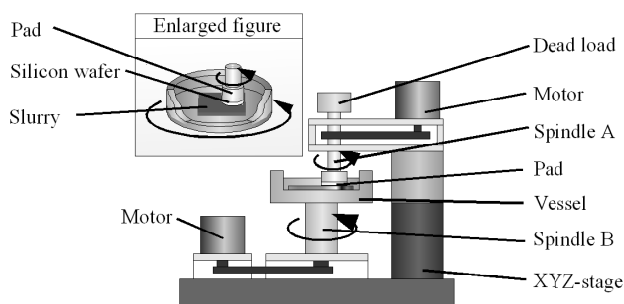


Fig. 4 Schematic view of polishing machine

Table 1 Polishing conditions

Pads	New pad with self-generating porosity Foamed polyurethane pad
Work piece	Silicon wafer
Slurry	
Grain	Ultra dispersed diamond
Solvent	Ion exchanged water
Concentration	5wt%
Revolution	
Spindle A	250rpm
Spindle B	50rpm
Polishing load	2N
Polishing time	0-180min

(未処理 UDD と呼ばれる) と化学処理を施しカーボン層を除去した単結晶ダイヤモンド (単に UDD と呼ぶ) の2種類がある。さらに、UDD を焼結して造った多結晶ダイヤモンドもある。多結晶ダイヤモンドの粒径は、単結晶ダイヤモンドの数倍～数十倍の大きさである。多結晶の場合、単位表面当たりにある切刃の数は極めて多いのが特徴である。

2.3 研磨装置および実験条件

図4に、研磨装置の概略図を示す。装置は、①研磨槽、②パッドを貼付した上部回転軸、③研磨槽や上部回転軸を駆動するモータ、④パッドと加工物(ワークと呼ぶ)の位置合わせを行うXYZステージ、等から成る。

実験には、ワークとしてシリコンウエハを用いた。研磨は、ラップ仕上げた粗面について行った。実験に際し、所定の寸法(30x30mm)に切り出したシリコンウエハを加工槽底部に接着剤で貼り付ける。次に、パッドを上部回転軸下端面に貼り付け、上部回転軸をワーク上に静かに置(負荷重零)く。研磨槽に、研磨液(スラリー)を入れる。スラリーは、ピーカにイオン交換水とナノダイヤモンドを入れて十分攪拌・懸濁させた液である。実験は、室温で行った。表1に、実験条件を示す。

2.4 評価方法

研磨した表面の評価は、光学顕微鏡写真撮影と触針式表面粗さ計(Taylor-Hobson : Talysurf4)を用いて表面プロフィールを測定することによって行った。また、ポア自生パッドの評価は天秤型粘弾性測定装置を用いて行った。

3. 実験結果

3.1 ポア自生パッドによる研磨

図5に、多結晶ダイヤモンドを用いてシリコンウエハを研磨したときの実験結果を示す。実験結果は、ポアのあるパッドとポアの無い(塩を入れない)パッドについてその研磨能を比較

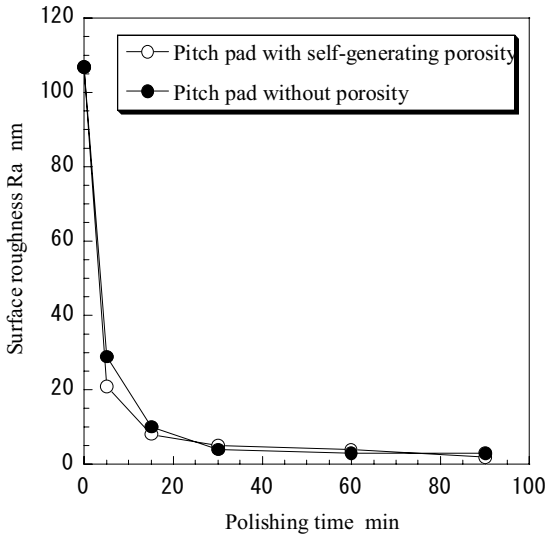


Fig. 5 Results of the polishing tests with pads with and without porosity

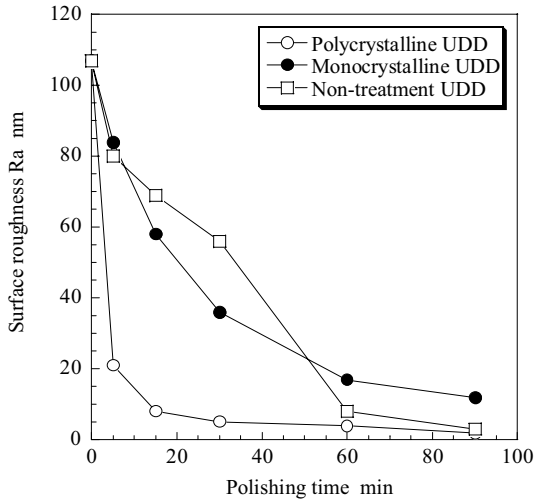


Fig. 6 Results of polishing tests with three kinds of UDD

したものである。研磨は、負荷荷重を2N、砥粒濃度を5wt%、パッドの回転数を250rpm、ワークの回転数を50rpmとして行った。表面粗さは、研磨時間の経過とともに急激に減少する。そして、約10分経過する辺りから漸減様態へと移行し、以後なだらかに表面粗さは低減していくことがわかる。表面粗さの絶対値は、ポア自生パッドの方が幾分か小さい。

図6に、各種ダイヤモンドを用いてシリコンウエハを研磨したときの実験結果を示す。実験は、ポア自生パッドを用いて行った。多結晶ダイヤモンドの場合には、研磨時間の経過とともに急激に表面粗さは減少し約30分経過後にはほぼ一定の値になる。一方、単結晶ダイヤモンド(UDD)と未処理単結晶ダイヤモンド(Non-treatment UDD)の場合には、表面粗さはなだらかに減少する。このことから、研磨能率を重視する場合単結晶ダイヤモンドよりも多結晶ダイヤモンドを用いた方がよいといえる。しかしながら、長時間にわたって研磨を続行すると単結晶ダイヤモンドの場合には表面粗さがさらに低下する可能性があり表面品位が向上すると期待される。今後、この点に関して更なる検討を行う必要がある。

図7に、90分研磨後のシリコンウエハ研磨面の光学顕微鏡写真と表面粗さプロフィールを示す。比較のため、研磨前の

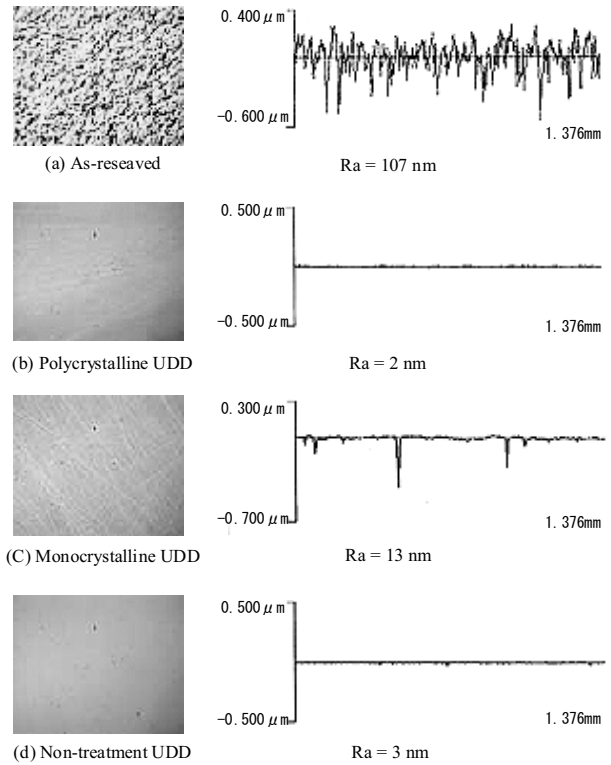


Fig. 7 Optical micrographs and profiles of work surfaces (pad with self-generating porosity, polishing time 90min)

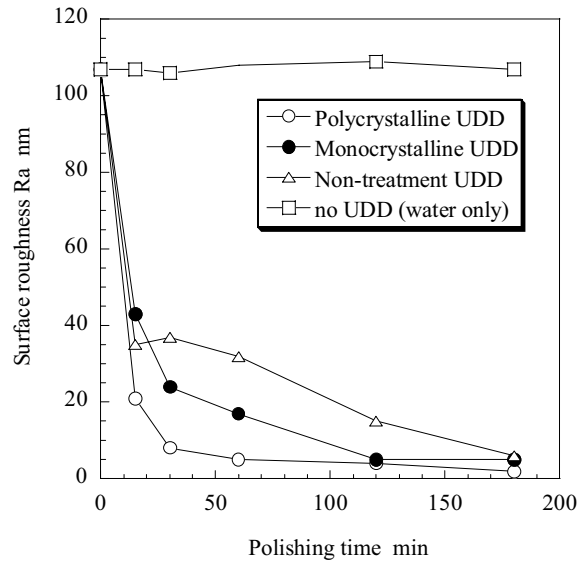


Fig. 8 Results of polishing tests with three kinds of UDD (foamed polyurethane pad)

ラップ面の写真も併記している。最も表面が滑らかなのは多結晶ダイヤモンドであり、次に未処理単結晶ダイヤモンドが良い。単結晶ダイヤモンドの場合には、この研磨時間範囲内ではまだ十分研磨がなされていないことがわかる。

3.2 発泡ポリウレタンパッドによる研磨

図8に、発泡ポリウレタンパッドを用いてシリコンウエハを研磨した結果を示す。表面粗さの値は、研磨時間の経過とともにいずれのダイヤモンドの場合も急激に減少する。しかしながら、多結晶ダイヤモンドが最も速く表面粗さが小さくなり、次に単結晶ダイヤモンドが続く。未処理ダイヤモンドの場合、研

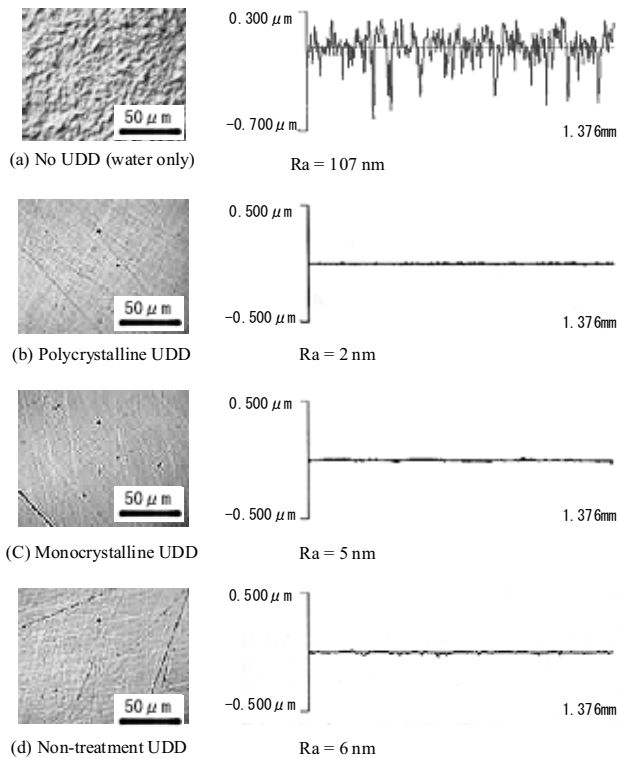


Fig. 9 Optical micrographs and profiles of work surfaces (foamed polyurethane pad, polishing time 180min)

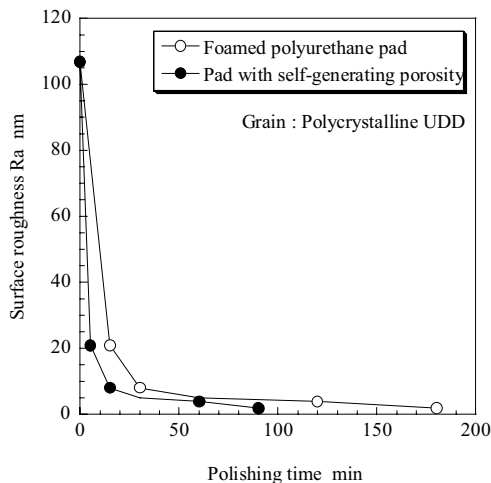


Fig.10 Results of polishing tests with foamed polyurethane pad and pad with self-generating porosity

磨初期に表面粗さは急激な減少を示すがその後なだらかな低減状態へと変化する。

図9に、180分研磨後の研磨面の光学顕微鏡写真を示す。図には、表面粗さプロフィールも併記している。180分研磨すると、表面はかなり滑らくなる。表面の平滑化の程度は、未処理単結晶ダイヤモンド、単結晶ダイヤモンド、多結晶ダイヤモンドの順が良い。多結晶ダイヤモンドに関しては、ポア自生パッドの場合と同様な平滑な研磨面が得られた。

図10に、ポア自生パッドと発泡ポリウレタンパッドに関する多結晶ダイヤモンドの実験結果を再整理して示す。表面粗さの低減は、ポア自生パッドの方が発泡ポリウレタンよりも速く表面粗さの絶対値も小さい。

4. 考 察

4.1 研磨機構

ポア自生パッドを新規に開発し、超微細ダイヤモンドを用いてシリコンウエハの研磨を行った。その結果、超微細のナノダイヤモンドは極めて優れた研磨能力を有していることが明らかとなった(図6, 図8)。また、ポア自生パッドは常用されている発泡ポリウレタンパッドよりも研磨能力を有していることがわかった(図10)。以下に、ナノダイヤモンドの表面粗さ低減機構について考える。また、ポア自生パッドの研磨に果たす役割について発泡ポリウレタンパッドとの比較のもとに考察する。

図6に示す実験結果から明らかのように、多結晶ダイヤモンドは単結晶ダイヤモンドに比して表面粗さの低減が急激であり、かつ表面粗さの値も小さい。このことは、多結晶ダイヤモンドは極めて優れた研磨能力を有していることを物語っている。以下に、その理由について考える。実験に供したナノダイヤの結晶粒径は、多結晶ダイヤモンドの場合約100nm、単結晶ダイヤは5nmである。すなわち、粒径に極めて大きな違いがあることがわかる。この粒径の差異は、砥粒の運動量 $T(T=mv)$ が両ダイヤモンドで異なることを示している。ここで、 m は砥粒の質量、 v は速度である。いま、 T_p を多結晶ダイヤモンドの運動量、 T_s を単結晶ダイヤモンドの運動量とし、スラリー中を流れる砥粒の流動速度 v は両ダイヤモンドであまり変わらないと想定されるので、 $T_p > T_s$ となる。研磨は、砥粒の加工物表面への衝突と引掻き作用によって行われるので、衝突エネルギーの大きい砥粒(運動量 T の大きい)ほど加工が速やかに行われることになる。多結晶ダイヤモンドの方が単結晶ダイヤモンドよりも速く表面粗さが低減したのはこのことが一因していると思われる。

一方、多結晶ダイヤモンドが優れた研磨能力を示すもうひとつの理由として、砥粒切刃が単結晶ダイヤモンドよりも多いことが挙げられる。多結晶ダイヤモンドは、微細な単結晶ダイヤモンドが集積したものであり砥粒表面の単位面積当たりに存在する切刃数も多い。このことは、研磨作用能力の増大を意味する。このため、加工量も必然多くなる。多結晶ダイヤモンドの表面粗さ低減の迅速化は、この多くの切刃によってもたらされていると考えられる。

ここで、単結晶ダイヤモンドと多結晶ダイヤモンドの研磨機構について検討する。研磨のモデル図を図11に示す。実験は、研磨荷重を一定としかつ砥粒濃度も一定として行っているため、砥粒の粒径 D が小さいほど加工物の表面に散布される砥粒数 N

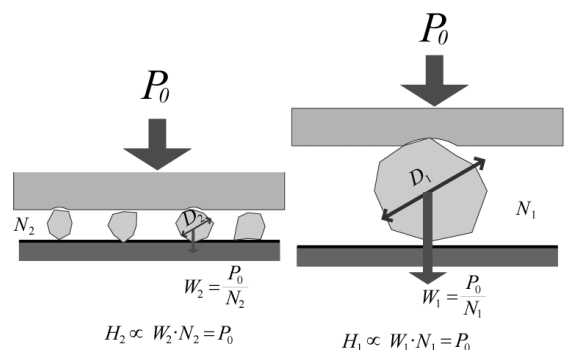


Fig.11 Schematic view of the effect of abrasive size on the polishing efficiency

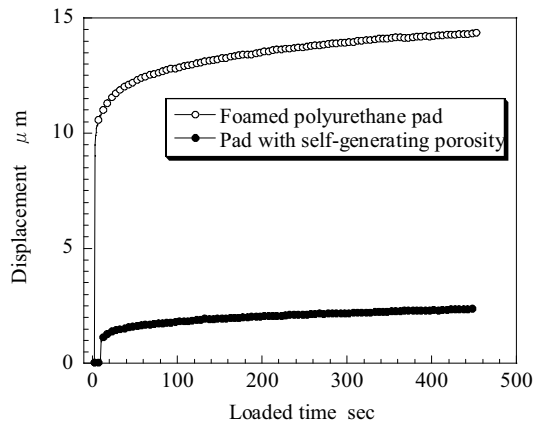


Fig. 12 Effect of displacement between foamed polyurethane pad and pad with self-generating porosity

は多いことになる。逆に、粒径が大きい砥粒ほど数が少ない。また、砥粒一個当たりに作用する研磨荷重 W は、粒径が小さい砥粒の場合は小さく、大きい砥粒は大きくなる。研磨(量)は、 W と N の積 $W \cdot N$ に比例すると考えられるので、多結晶ダイヤモンドと単結晶ダイヤモンドの加工量の多少は粒径だけで速断はできない。しかしながら、多結晶ダイヤモンドは粒径が大きい切れ刃の数も多く運動量も大きいので、その分加工量が多くなったものと推察される。

4.2 パッドの粘弾性特性が研磨に及ぼす影響

新しく開発したポア自生パッドは、在来の発泡ポリウレタンパッドに比べて研磨能力が高いことがわかった(図10)。以下に、その理由について考える。図2に示すように、表面構造的にはポア自生パッドも発泡ポリウレタンパッドもあまり大きな違いはないと思われる。このため、研磨能に影響を及ぼす因子としてはポリシャ自身の力学特性が考えられる。そこで、パッドの粘弾性特性を測定し比較検討した。測定は、天秤型の粘弾性測定装置を用いて行った³⁾。

図12に、ポア自生パッドと発泡ポリウレタンパッドの測定結果を示す。パッドの変形(変位)は、パッド表面に置いたセラミックス球圧子(φ1/4inch)3個に荷重79.2gを負荷した場合の結果を表す。パッドの変形特性は、MaxwellモデルとVoigtモデルを直列接合した4要素モデルで表記できるので³⁾、変位曲線から瞬間弾性、遅延弾性、粘性及び遅延時間の値が求められる。実測結果を表2に示す。発泡ポリウレタンパッドの粘弾性値は、ポア自生パッドの値に比べて大きいことがわかる。すなわち、発泡ポリウレタンパッドは極めて柔軟性に富んだパッドであるといえる。このことは、換言すればポア自生パッドは発泡ポリウレタンパッドに比べて剛いパッドであるといえる。

研磨のされ方は、スラリー中の砥粒の流動状態と砥粒のパッドによる保持状態に深く関わっている。ポア自生パッドと発泡ポリウレタンパッドを比較した場合、発泡ポリウレタンパッドは柔軟性(弾性率が小さい)を有しているため、図13に示すように砥粒との接触部位は負荷荷重のもとで大きく変形する。いま、加工物とパッドが相対運動すると、パッドと砥粒間ですべりが生じ両者の接触点が移動する。このとき、大きく変形していた部分は元に戻ろうとする。しかし、発泡ポリウレタンパッド自身の有する粘弾性特性のために変形部分の回復が速やかに進まず遅延が生じる。変形状態は、図13に模式的に示すようなものとなる。発泡ポリウレタンパッドの場合には、砥粒の保持

Table 2 Vesco-elastic properties of pads

	Foamed polyurethane pad	Pad self-generating porosity
Mean diameter of pore mm	0.40	0.61
Area ratio %	43.8	39.0
Spontaneous deformation value μm	30.6	3.2
Retarded deformation value μm	10.7	2.6
Viscosity μm/min	0.76	0.27
Retardation time sec	22.5	29.0

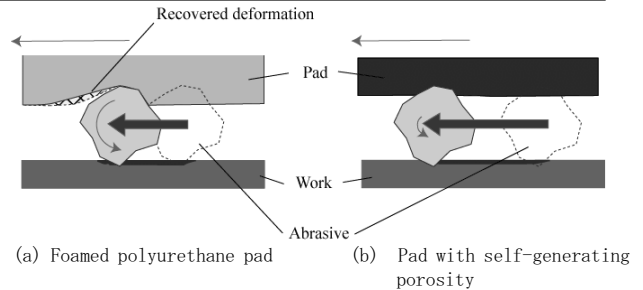


Fig. 13 Polishing mechanisms

が十分でなく砥粒の転動が生じ易いと考えられる。このことは、研磨作用力が弱くなることを意味する。すなわち、パッドの変形によって砥粒に付与される弾性エネルギー(力)がパッドの粘弾性効果のために一部消失し、研磨作用力として有効に作用しないことを物語っている。

これに対して、弾性率が大きくて硬く粘性に基づく変位の小さいポア自生パッドの場合は、負荷荷重下で一部の砥粒はパッド(ピッチ)表面に食い込み恰も固定砥粒のような状態となる。また、一部の砥粒はピッチパッド上を転動しながら移動する。このように、ポア自生パッドの場合は固定砥粒による研削作用と転動による引っ掻き作用が複合した形で研磨作用が営まれるものと思われる。このことが、発泡ポリウレタンパッドとポア自生パッドの研磨能の差になって現れたものと考えられる。

5. 結 言

石油系ピッチを母体とした新規なパッド(ポア自生パッド)を開発し、在来の発泡ポリウレタンパッドによる研磨特性と比較検討した。超微細ダイヤモンドを用いてシリコンウエハを研磨した結果、以下の結論を得た。

- (1) 新規に開発したポア自生パッドは、在来の発泡ポリウレタンパッドよりも優れた研磨能力を示す。
- (2) 超微細ダイヤモンドスラリーを用いた研磨において、多結晶ダイヤモンド砥粒は単結晶ダイヤモンド砥粒よりも優れた研磨能力を示す。
- (3) シリコンウエハを超微細ダイヤモンドスラリーを用いて研磨すると、ナノメートルオーダーの表面粗さまで仕上げることができる。

謝 辞

研磨装置は、金沢大学技術支援センターの協力を得て製作されたものであり、また超微細ダイヤモンドは輸入販売元のビジョン開発株式会社から提供を受けた。記して謝意を表す。

参 考 文 献

- 1) 今中 治: セラミック加工ハンドブック, 日刊工業新聞社 (1987) 138.
- 2) Danilenko V.V. : Synthesizing and sintering of diamond by explosion, Energoatomizdat (in Russian), Moscow (2003) 87.
- 3) 黒部利次, 西川勝信, 高山昌也: ポリシャの粘弾性挙動, 材料, **38**, 434 (1989) 1346.