

# マイクロ・ナノ融合環境での表面機能の発現・創生と体系化に関する研究 ーシリコンモールドによるダイヤモンドアレイ工具の作製ー

研究代表者 工学部 森田 昇

## 1. 緒 言

超精密加工技術の発展にともない、ナノメートルオーダーの機械加工技術が求められている。これを達成するためには、工作機械の高精度化とともに、切削工具の高精度化が必須である。工作機械については運動精度をナノメートルオーダーで実現する実用技術が存在するが、切削工具の形状精度についてはマイクロメートルオーダーが限界とされている。

一方、研削工具に関しては、切れ刃となる砥粒の形状や分布が不規則であるため、加工精度や誤差要因の理論的分析を困難なものにしている。また、研削メカニズムの基礎的解明には、砥粒形状と配列を制御した工具が有効であると考えられる。従来、切れ刃の形状と配列を制御した工具の提案はいくつか行われている。例えば、超精密加工機で成形後の超硬部材に DLC コーティング処理した工具、FIB 加工により作製したダイヤモンド工具、レーザ加工により作製したダイヤモンド工具、結晶異方性エッチングにより作製したシリコン多刃工具などがある。

本研究では、単結晶シリコンのエッチング技術と多結晶ダイヤモンドのCVD技術を併用し、任意の切れ刃形状と配列を精密に規定できるダイヤモンド工具（以下、ダイヤモンドアレイ工具）を新たに提案する。本報では、ダイヤモンドアレイ工具の作製方法について検討を行った。

## 2. ダイヤモンドアレイ工具の提案

### 2. 1 ダイヤモンドアレイ工具の作製方法

本研究では、切れ刃の形状精度がナノメートルオーダーであるだけでなく、工具自体のサイズがマイクロメートルオーダーである工具の作製を第一目標とした。そのため、独自の工具作製方法を考案・開発し、工具の作製を行った。図1は、ダイヤモンドアレイ工具の作製方法である。同図の凹み部分および工具の形状は、ウェハ面方位が(100)面の単結晶シリコンを用いた場合である。以下に、ダイヤモンドアレイ工具作製方法の流れを示す。

- (1) 単結晶シリコン上の酸化膜に、リソグラフィ技術を用いて任意のマスクパターンを作製する。
- (2) 水酸化カリウム (KOH) 水溶液により結晶異方性エッチングを行い、(111)面で構成された凹みを形成する。
- (3) フッ酸 (HF) により酸化膜を除去し、ダイヤモンドアレイ工具の型となるシリコンモールドを取り出す。
- (4) シリコンモールド上に CVD 法により多結晶ダイヤモンド薄膜を成膜する。
- (5) アルカリエッチングによりシリコンモールドを完全に除去し、ダイヤモンドアレイ工具を得る。

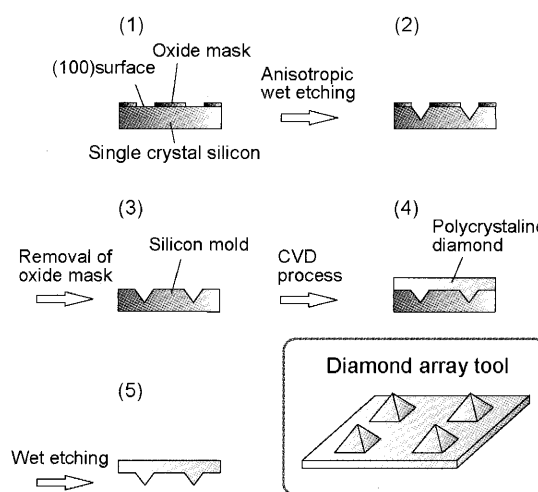


Fig. 1 Fabricating process of diamond array tool

レイ工具を取り出す。

## 2.2 異方性エッチングによるシリコンモールドの作製

シリコンモールドを作製する際に最も重要な因子は、その形状精度である。ダイヤモンドアレイ工具はシリコンモールドにダイヤモンドを成膜して作製されるため、工具の形状精度にはモールドの形状精度が転写される。とくに工具先端部は切れ刃となるため、モールドの相当部分には高い形状精度と再現性が要求される。図2は、適正なエッチング条件で作製したシリコンモールドである。作製条件は濃度 35mass%, 温度 353K, 時間 40min, 円形マスクパターンである。この条件でシリコンモールドを作製することで、先端の鋭利な四角錐の凹みを再現性よく形成することができた。また、いずれの凹みも同一形状をしており、その凹みが規則的に配列していることが確認された。

## 2.3 熱フィラメントCVD法による多結晶ダイヤモンド膜の形成

ダイヤモンドを成膜する上で重要なことは、シリコンモールドの形状を正確に転写することである。作製されたシリコンモールドの形状をそのままダイヤモンド膜に転写することで、目的とする既知の形状と配列の切れ刃を持つアレイ状工具を作製することが可能となる。

代表的な CVD 成膜方法としては熱フィラメント法、マイクロ波法、熱プラズマ法などがある。本研究では、熱フィラメント法を用いた。熱フィラメント法は他の方法と比較して、試料形状に合ったフィラメント形状を使用するため、シリコンモールドのような 3 次元構造への成膜に適している。

ダイヤモンド成膜に先立ち、核発生処理を行った。マイクロメートルオーダーの微粒ダイヤモンドの入った液にシリコンモールドを入れ、超音波を付加する。これにより、 $10^{11} \sim 10^{12} \text{ cm}^{-2}$  と高密度の核発生サイトが生じ、シリコンモールド先端までダイヤモンドの核生成と成膜が可能となった。

図3は、成膜後、エッチングによりシリコンモールドを完全に溶解して取り出したダイヤモンドアレイ工具である。図中上段は斜め上方から、下段は正面から観察したものである。図から一辺が約  $30\mu\text{m}$  の四角錐状の構造が規則的に配列しており、シリコンモールドの形状を正確に転写していることがわかる。

図4は、ダイヤモンドアレイ工具切れ刃の先端部を横方向から観察したものである。その先

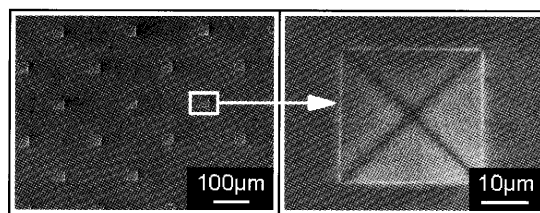


Fig. 2 Silicon mold fabricated in 35mass% KOH at 353K

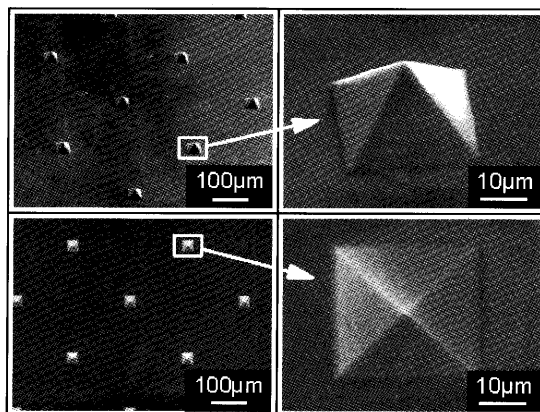


Fig. 3 Diamond array tool fabricated by CVD process

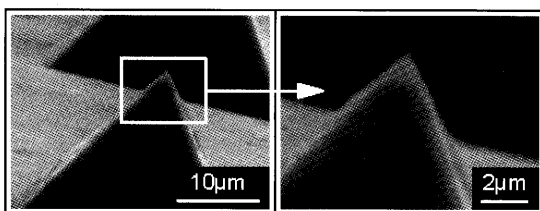


Fig. 4 Tip of diamond array tool

端半径は数 10nm であり非常に鋭利である。このことからシリコンモールドの形状が正確に転写されていることがわかる。

### 3. 種々のダイヤモンドアレイ工具の作製

#### 3.1 異なるマスクパターンによるアレイ工具の大きさと配列の制御

ダイヤモンドアレイ工具の配列や大きさはエッチングマスクの形状によって決定される。図 5 は、異なる配列や大きさのマスクパターンを用いて作製した 3 種類のダイヤモンドアレイ工具である。設計したマスクパターン(同図上段)により、異なる配列と大きさのダイヤモンドアレイ工具(同図下段)を作製できることを確認した。

#### 3.2 異なるウェハ面方位によるアレイ工具形状の制御

前項までに、ウェハ面方位が (100) の場合について、四角錐形状の切れ刃を持つダイヤモンドアレイ工具が作製できることを示した。ここでは、他のウェハ面方位を用いた場合について検討した。図 6 は、面方位 (110) 面のシリコンウェハを用いて作製したシリコンモールドとダイヤモンドアレイ工具である。いずれのマスクパターンでも六面体の屋根型形状をした構造が形成されている。また、破線で示すようにマスクパターンを、円形状、正三角形形状、正形状に変えることで異なる形状のダイヤモンドアレイ工具を得ることができる。

図 7 は、面方位 (111) 面のシリコンウェハを用いて作製したシリコンモールドとダイヤモンドアレイ工具である。図中破線はマスクパターンの形状を示す。単結晶シリコンの結晶異方性を利用したアルカリエッチングでは通常、 $\langle 111 \rangle$  方向は他の結晶方向と比べ 1/1000 以下のエッチングレートである。そこで、今回 300min のエッチングを行った結果、図に示すように (111) 面で構成される正六角柱形状の凹みを持つシリコンモールドを作製することができた。これを用いて正六角柱状のダイヤモンドアレイ工具を作製することができた。このことから、面方位 (111) 面ではすくい

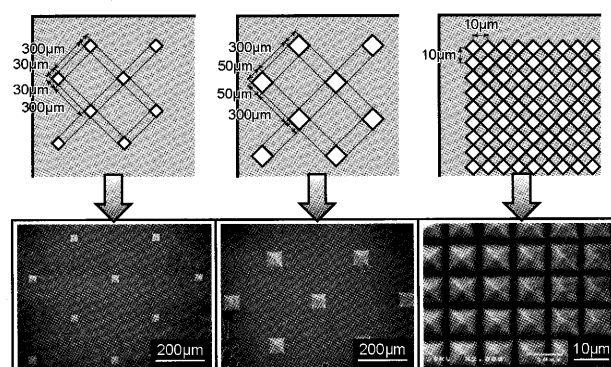


Fig. 5 Diamond array tools with different sizes and arrangements

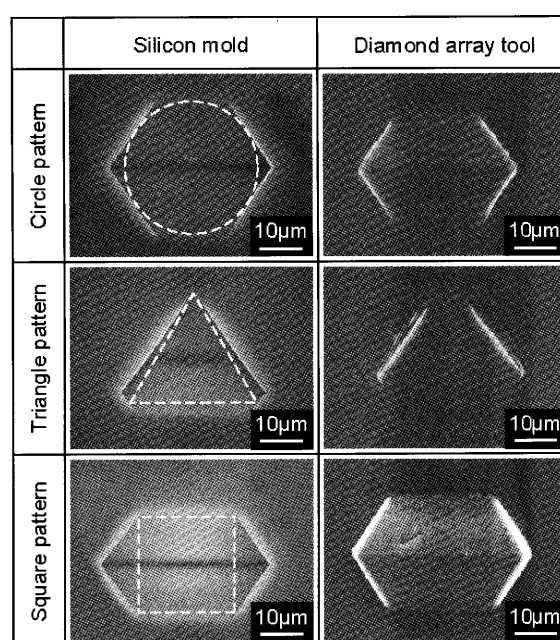


Fig. 6 Various silicon molds fabricated by different mask patterns with (110) silicon

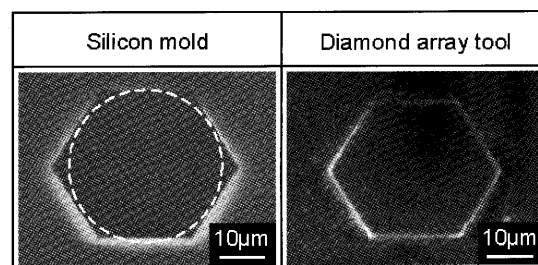


Fig. 7 Silicon mold and diamond array tool with (111) silicon

角が負となる切れ刃のダイヤモンドレイ工具の作製が可能であることがわかった。

### 3. 3 切れ刃の先鋭化

ウェハ面方位 (100) 面のシリコンモールドから作製される四角錐状のダイヤモンドレイ工具先端の曲率半径は、数 10nm 程度である。この工具を用いてナノメートルオーダーの機械加工を行うためには、切れ刃の先鋭化をさらに図る必要がある。そこで、単結晶シリコンの熱酸化により生成される  $\text{SiO}_2$  膜に着目した。この  $\text{SiO}_2$  膜は単結晶シリコン上に生成する際、平面部に比べコーナー部の成膜速度が小さい。すなわち、作製したシリコンモールド上に  $\text{SiO}_2$  膜を成膜するとき、図 8 に示すように、凹み先端部よりも四角錐面上に厚い  $\text{SiO}_2$  膜が形成される。すなわち、凹みの先端が突き出す形状になると期待できる。成膜条件は、ウェット酸化（酸素と水素混合によるパイロジェニック酸化）で、酸化温度 1233K、酸化時間 315min である。図 9 は、この方法によるシリコンモールドで作製したダイヤモンドレイ工具先端部の SEM 像である。 $\text{SiO}_2$  膜の効果により先端曲率半径が数 nm 程度にまで先鋭化されている様子がわかる。

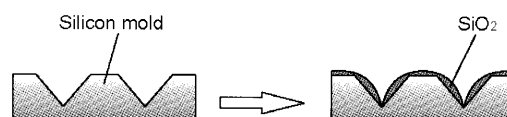


Fig. 8 Oxidation of silicon mold

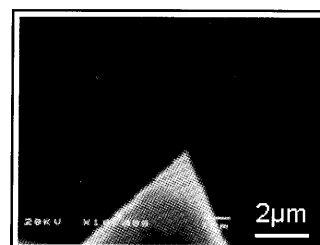


Fig. 9 Sharpened tip of cutting edge

## 4. 結 言

本研究では、単結晶シリコンの異方性エッチングとダイヤモンド CVD 技術を用い、任意の切れ刃形状と配列を規定できる微細加工工具（ダイヤモンドレイ工具）を提案し、その作製方法を示した。また、作製方法について検討を行った結果、以下の結論を得た。

- (1) シリコンモールド作製のための最適なエッチャント条件は、濃度 25~35mass%, 温度 343~353K、時間 40min であった。
- (2) 熱フィラメント CVD 法により作製したダイヤモンドレイ工具は、シリコンモールドの形状を正確に転写しており、切れ刃先端も非常に鋭利であった。
- (3) マスクパターンを変化させることで、任意の切れ刃配列と大きさをもつダイヤモンドレイ工具の作製が可能であった。
- (4) 面方位の異なるシリコンウェハを用いることにより、切れ刃形状の異なるダイヤモンドレイ工具の作製が可能であった。

現在までに、粒子サイズが 1 $\mu\text{m}$  程度までのダイヤモンドレイ工具の作製に成功している。次年度は、さらに微細なものの作製技術とモールド形状のバリエーションを高めていきたい。このため、FIB によるマスクプロセスや RIE によるエッチングプロセスなどを検討したい。また、ダイヤモンドレイ工具の応用として、押込み工具、研削工具、切削工具、穴あけ工具、AFM 探針などへの適用を検討していきたいと考えている。

最後に、本研究を進めるにあたり、(株) 不二越の神田一隆氏、高野茂人氏、富山県工業技術センターの小幡勤氏に多大なご支援をいただきましたことを記して御礼申し上げます。