

論文 Article

多結晶ダイヤモンドスラリー循環によるサファイアの精密ラッピングに関する研究

原稿受付 2014年4月3日

ものづくり大学紀要 第5号 (2014) 13~18

三橋真成^{*1}, 加藤 剛^{*2}^{*1}ものづくり大学 技能工芸学部 製造学科^{*2}三立精機株式会社

Study on Lapping Characteristics of Sapphire using Polycrystalline Diamond Slurry Circulation

Masashige MITSUHASHI^{*1}, Tsuyoshi KATO^{*2}^{*1} Dept. of Manufacturing Technologists, Institute of Technologists^{*2} Sanritsu Seiki Co. Ltd.

Abstract

This paper deals with lapping characteristics of sapphire using a polycrystalline diamond slurry circulation. A lapping machine was built, in which polycrystalline diamond slurry was circulated at many times. A sapphire was lapped using the lapping machine with slurry circulation. The polycrystalline diamond abrasive diameter and the sapphire stock removal rate were measured. The distributions of diamond abrasive diameter were discussed. There was a certain long-size diameter value of the polycrystalline diamond abrasive for contributing to the sapphire lapping (in this experiment, long-size diameter value 2.5~4.0 μ m). The lapping characteristics of sapphire were kept up, as micro-edges of the polycrystalline diamond abrasive were given rebirth. The sapphire could be lapped using the polycrystalline diamond slurry circulation (in this experiment, 72 times slurry circulation).

Key Words : sapphire, polycrystalline diamond, slurry circulation, lapping, diamond powder size

1. はじめに

サファイア (α -Al₂O₃) は光透過率が高く、かつ機械的特性、熱的特性などに優れているため、時計や真空装置の光学窓材、電子基板等、特に最近では発光ダイオード、半導体レーザ用基板として需要が高まっている¹⁾。サファイアは高硬度(約2000Hv)、高耐熱性(融点約2000℃)であり、代表的な高硬度材料である。

サファイアウエハのポリシング加工時間を短縮するために、前工程で表面粗さを小さく加工する

ことが必要である。サファイアの精密ラッピングにはサファイアより高硬度で高価なダイヤモンド砥粒が用いられている²⁾。そのダイヤモンドスラリーを1回使用して廃液し、加工コスト高の要因となっており³⁾、またスラリー廃液の環境負荷を低減させることも求められている。

本研究では、サファイアウエハの精密ラッピングに向けて、ダイヤモンドスラリーを多数回循環使用できる実験装置を試作し、数時間にわたりダイヤモンドスラリーを循環使用した場合のサファイアウエハ加工特性および多結晶ダイヤモンド砥

粒径の変化について実験検討し、考察した。

2. 実験方法

2.1 スラリー循環精密ラッピング実験装置

スラリー循環精密ラッピング実験装置（図1）は、ラッピング装置にスラリー循環使用の機能を付与して試作した。高価なダイヤモンド砥粒を使用するので、一般のラッピングのように多量のスラリーを循環させるのではなく、決められた適量（本実験の場合 500cm^3 ）のスラリーを循環させるようにした。

ラップ工具の回転数を上げていくとスラリーが飛散するので、スラリー飛散防止リングをラップ工具外周に設けた。ラップ工具回転数が最大 300min^{-1} までスラリーの飛散防止ができるようにした。図1の試作した装置で、①はスラリー供給ポンプ、②はスラリー吸引ポンプ、③はスラリー飛散防止リングである。スラリー供給ポンプは、 $100\text{cm}^3/\text{min}$ まで供給できるものを用い、スラリー吸引ポンプは回転中のスラリーを吸引するため、10倍の $1000\text{cm}^3/\text{min}$ まで吸引できるものを用いた。

スラリー吸引ポンプの吸引側ホース口をスラリー飛散防止リングの内側に配置した。吸引側ホースによりラップ面の外周部においてスラリーを吸引して、容器にスラリーを回収し循環使用できるようにした。試作装置は、スラリー 500cm^3 を循環量 $10\sim 100\text{cm}^3/\text{min}$ 、ラップ工具回転数 $10\sim 300\text{min}^{-1}$ でスラリー循環使用ラッピングが可能である。

2.2 実験条件

2.2.1 ラッピング加工条件

ラップ工具は銅ラップ（直径 340mm ）、研磨スラリーは多結晶ダイヤモンド砥粒（砥粒径 $2\sim 5.5\mu\text{m}$ ）を濃度 0.5wt 含有したものを用いた。ダイヤモンドスラリーの循環使用が可能であるので、 500cm^3 のスラリー容器から $100\text{cm}^3/\text{min}$ と多めに供給し、循環させた。ラップ回転数は 120min^{-1} 、平均加工圧力は 9.8kPa に設定した。

まず、予備実験として、サファイアウェハ（2インチ、3枚）の精密ラッピングでは、どの位の加

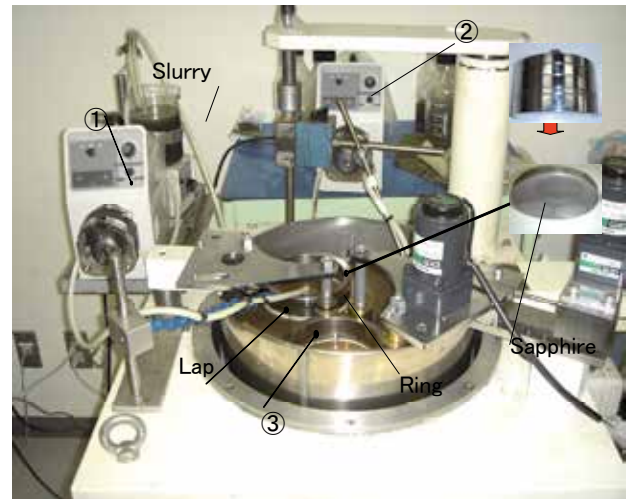


Fig.1 Equipment for slurry circulation lapping

工時間が必要かを把握した。累積加工時 5, 10, 15, 20min で加工し、サファイアウェハの板厚減少量、表面粗さ、平面度の測定を行なった。その結果、加工時間 10min でサファイアウェハを加工できること（板厚減少量 $3\mu\text{m}$ 、表面粗さ $0.03\mu\text{m Rz}$ 、平面度 $1\mu\text{m}$ ）を把握した。

本実験では、ダイヤモンドスラリーを多数回循環使用し、累積加工時間を 2, 4, 6h と数時間加工した。その場合のサファイアウェハ加工特性（加工レート、表面粗さ）および多結晶ダイヤモンド砥粒の長径および短径の変化について測定した。なお、本実験において多結晶ダイヤモンドスラリー循環回数は累積加工時間 6h で 72 回と計算される。

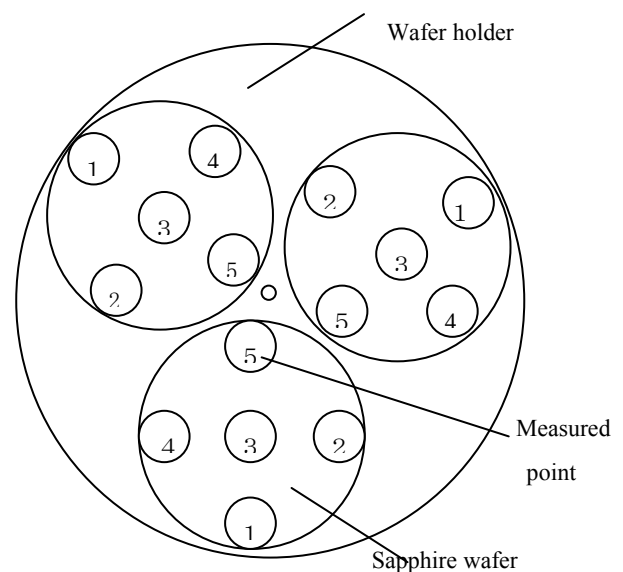


Fig.2 Measured points of wafer thickness

2.2.2 測定方法

サファイアウェハの単時間当たりのウェハ板厚減少量を加工レートとした。図2に示すように同時加工のサファイアウェハ(2インチ、3枚)について、合計15ポイントの板厚をデジタルインジケータにより測定した。板厚測定値から計算により、板厚減少量と加工レートを求めた。

サファイアウェハの表面粗さはタリサーフ#6(触針式)により測定した。また、ダイヤモンド砥粒径はその長径および短径についてデジタルマイクロスコープを用いてスケールとの比較により測定した。

3. 実験結果および考察

3.1 サファイアウェハの加工レート

多結晶ダイヤモンドスラリーを循環使用し、サファイアウェハを数時間ラッピングした場合、累積加工時間2, 4, 6hの時の加工レート(1時間当たりのウェハ板厚減少量)を図3に示す。ウェハ板厚減少量はデジタルインジケータにより、図2に示した15ポイントを測定し、相加算術平均値を求めた。

図3に示すように、累積加工時間0~2hのサファイア平均加工レートは $19.8 \mu\text{m/h}$ 、累積加工時間2~4hのサファイア平均加工レートは $18.0 \mu\text{m/h}$ 、累積加工時間4~6hのサファイア平均加工レートは $16.8 \mu\text{m/h}$ であった。

ダイヤモンドスラリーを循環使用して、累積加工時間が数時間に亘ると平均加工レートが漸次低下していく傾向にある。本実験の場合、サファイア平均加工レートの低下度合を計算すると $0.5 \mu\text{m/h}$ で、平均加工レート値の約 $2.5\%/h$ であった。

3.2 サファイアウェハの表面粗さ

多結晶ダイヤモンドスラリーを循環使用し、サファイアウェハを数時間ラッピングした場合、加工前(0h)、累積加工時間2, 4, 6hにおけるサファイアウェハ中心部の表面粗さ(Rz)の測定結果を図4に示す。

図4より、サファイアウェハの表面粗さは加工前に $0.57 \mu\text{m Rz}$ であったものが、累積加工時間

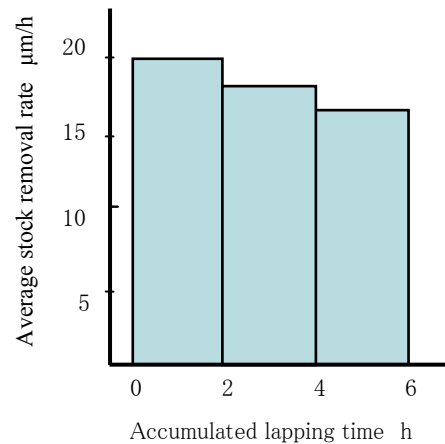


Fig.3 Stock removal rate of sapphire with lapping time

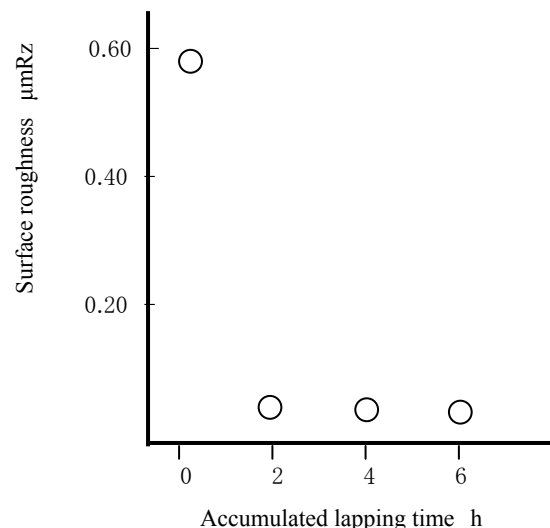


Fig.4 Surface roughness of sapphire with lapping time

2hの時に $0.036 \mu\text{m Rz}$ 、累積加工時間4hの時に $0.029 \mu\text{m Rz}$ 、累積加工時間6hの時に $0.026 \mu\text{m Rz}$ であった。多結晶ダイヤモンドスラリーを循環使用して数時間ラッピングした場合、サファイアウェハの表面粗さは $0.03 \mu\text{m Rz}$ 前後であり大差はないと言える。

3.3 多結晶ダイヤモンド砥粒径分布

多結晶ダイヤモンドスラリーを循環使用し、サファイアウェハを数時間ラッピングした場合の、累積加工時間0, 2, 4, 6h後のダイヤモンド砥粒の長径と短径を測定した。

その測定ではスラリー容器からスポイトで使用中スラリーを少量採取し、アルコール中に分散、

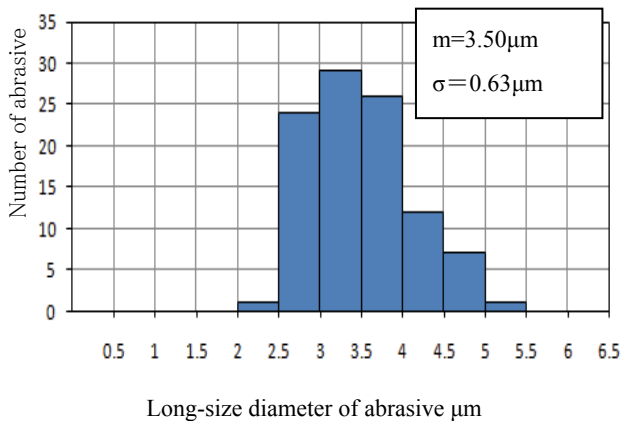


Fig.5 Distribution of long-size diameter of abrasive (before use)

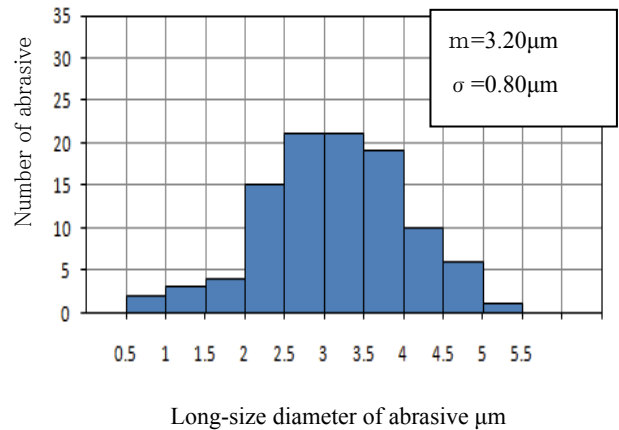


Fig.7 Distribution of long-size diameter of abrasive (6hours)

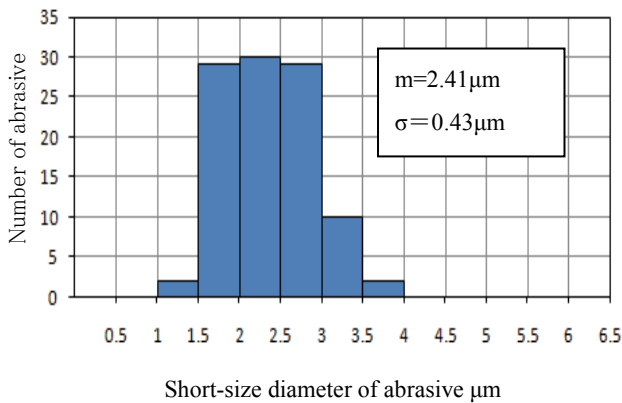


Fig.6 Distribution of short-size diameter of abrasive (before use)

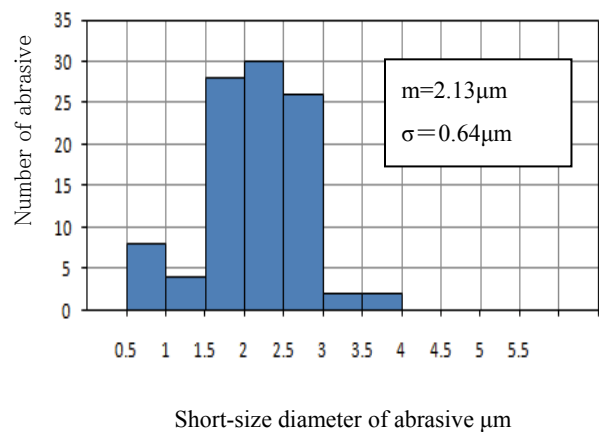


Fig.8 Distribution of long-size diameter of abrasive (6hours)

乾燥させてダイヤモンド砥粒の長径と短径をデジタルマイクロスコープにより測定した。

図5は使用前の多結晶ダイヤモンド砥粒長径の測定結果の分布 (N=100) を示す。使用前のダイヤモンド砥粒長径の平均値 $m=3.50\mu\text{m}$ 、標準偏差 $\sigma=0.63\mu\text{m}$ であった。図6は使用前の多結晶ダイヤモンド砥粒短径の測定結果の分布 (N=100) を示す。使用前のダイヤモンド砥粒短径の平均値 $m=2.41\mu\text{m}$ 、標準偏差 $\sigma=0.43\mu\text{m}$ であった。これらの測定結果はダイヤモンド砥粒メーカー仕様⁴⁾と良く合っている。

図7は累積加工時間6h後の多結晶ダイヤモンド砥粒長径の測定結果の分布を示す。そのダイヤモンド砥粒長径の平均値 $m=3.20\mu\text{m}$ 、標準偏差 $\sigma=0.80\mu\text{m}$ であった。図8は累積加工時間6h後の多結晶ダイヤモンド砥粒短径の測定結果の分布を示す。そのダイヤモンド砥粒短径の平均値 $m=2.13\mu\text{m}$ 、標準偏差 $\sigma=0.64\mu\text{m}$ であった。

多結晶ダイヤモンド砥粒長径分布の図5(使用前)と図7(加工時間6h後)から、サファイアウェアの数時間ラッピングによるダイヤモンド砥粒長径分布の変化について検討した。

砥粒長径 $4.5\sim 5.5\mu\text{m}$ の砥粒分布数は殆んど変わらない(使用前8個→加工6h後7個)。砥粒長径 $2.5\sim 4.0\mu\text{m}$ の砥粒分布数が減少(使用前79個→加工6h後59個)している。また、砥粒長径 $0.5\sim 2.5\mu\text{m}$ の砥粒分布数が増加(使用前1個→加工6h後24個)している。

このことより、分布中心にあつて分布数の多い砥粒長径 $2.5\sim 4.0\mu\text{m}$ の多結晶ダイヤモンド砥粒はラッピング加工時にサファイアウェアと加圧接触してダイヤモンド砥粒も摩耗し、その砥粒長径が小さくなったものと考えられる。

砥粒長径が大きい $4.5\sim 5.5\mu\text{m}$ の多結晶ダイヤモンド砥粒は、長径側ではラップ工具とサファイ

アウエハとの隙間に入り込めず、研磨液とともに遠心力によりラップ工具の外周方向に撥ねられ、タンクに回収されて循環しているものと考えられる。また、砥粒長径 $4.5 \sim 5.5 \mu\text{m}$ の砥粒が、短径側で隙間に侵入することも可能であり、その場合ウエハ表面粗さ ($0.03 \mu\text{mRz}$) を考慮すると、短径側で隙間を通過していくと考えられる。

これに対して、多結晶ダイヤモンド砥粒の短径分布の図 6 (使用前) と図 8 (加工 6h 後) より、分布中心にあつて分布数の多い砥粒短径 $2.5 \sim 3.5 \mu\text{m}$ の砥粒分布数が僅かに減少 (使用前 88 個 → 加工 6h 後 84 個) している。砥粒長径分布の変化と比較して、砥粒短径分布の変化は小さいと言える。

これらのことから、多結晶ダイヤモンド砥粒の長径分布がサファイアウエハの精密ラッピングに主に関係し、主として加工に寄与する砥粒長径値が存在するものと言える。本実験の場合、多結晶ダイヤモンド砥粒長径 $2.5 \sim 4.0 \mu\text{m}$ の砥粒がサファイアウエハの加工に主として寄与している。

3.4 砥粒長径の平均値、分布幅の検討

前述より、サファイアウエハのラッピングに主として寄与していると考えられる多結晶ダイヤモンド砥粒長径分布について、その平均値、分布幅について検討する。図 9 はダイヤモンドスラリーを循環使用し、サファイアウエハを数時間ラッピングした場合の、累積加工時間 0, 2, 4, 6h 後のダイヤモンド砥粒長径の平均値と分布幅 (砥粒長径の最大値, 最小値) の実験結果を示す。

ダイヤモンド砥粒長径の平均値 m は加工前に $3.50 \mu\text{m}$ であつたものが累積加工時間 2h 後に $3.36 \mu\text{m}$ 、累積加工時間 4h 後に $3.33 \mu\text{m}$ 、累積加工時間 6h 後に $3.20 \mu\text{m}$ と小さくなっている。すなわち、砥粒長径の平均値は累積加工時間 6h で、加工前に比べて約 9% 減少している。また、多結晶ダイヤモンド砥粒長径の平均値は、加工時間 1h 当たり約 $0.05 \mu\text{m}$ と僅かであるが減少していると計算される。

次に、多結晶ダイヤモンド砥粒長径の分布幅について述べると、その砥粒長径の最大値は累積加工時間 0, 2, 4, 6h 後、いずれの場合も約 $5.5 \mu\text{m}$ で有意な差がないと言える。他方、その砥粒長径の最

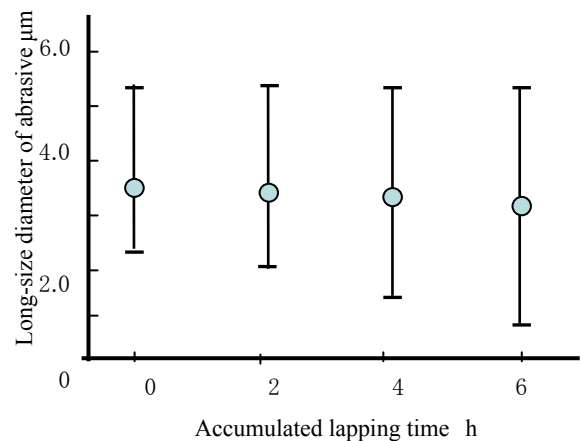


Fig.9 Long-size diameter of abrasive with lapping time

小値は累積加工時間 0~6h で $2.0 \sim 1.0 \mu\text{m}$ と徐々に小さくなっていく傾向が見受けられる。

3.5 実験結果の理論的考察

多結晶ダイヤモンドスラリーを循環使用して、硬質砥粒である多結晶ダイヤモンド砥粒によるメカニカルラッピングを行なった場合、砥粒による機械的引っかき痕がサファイアウエハ加工面に多数存在している。機械的引っかき痕はダイヤモンド砥粒の微小切れ刃による加工痕と考えられる。

実験で用いた多結晶ダイヤモンド砥粒は多数の微小切れ刃を持ち、どの砥粒面も均一な研磨機能を有していると考えられる⁴⁾。多結晶ダイヤモンド砥粒の微小切れ刃の先端半径を r 、砥粒直径を d とすると砥粒刃先が球形モデルにおける単位面積当たりのラッピング加工量 M は式 (1) で表わされる⁵⁾。

$$M = 0.302\rho(l/r)\lambda d(P/Hv)^{1.5} \quad (1)$$

ただし、 ρ は被加工物の比重、 l は砥粒の切削長さ、 λ は砥粒平均間隔の係数、 P は平均加工圧力、 Hv は被加工物のビッカース硬度である。

被加工物とラップ工具との相対速度を v 、加工時間 t とすると、砥粒の切削長さ $l = vt$ となり、式 (1) に代入して整理すると、加工レート (単位時間当たりの板厚減少量) は式 (2) で表わされる。

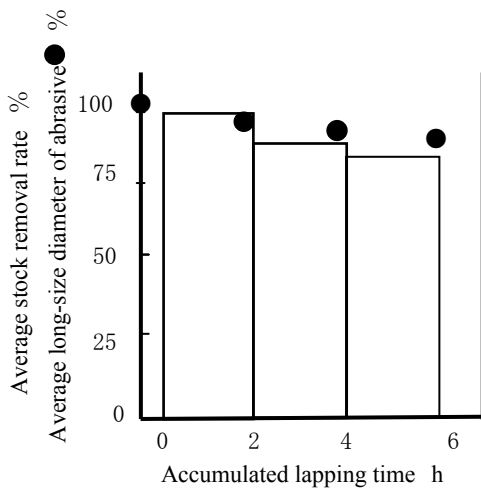


Fig.10 Percentage of stock removal rate and diameter of abrasive with lapping time

$$M/(\rho \times t) = 0.302(v/r)\lambda d(P/Hv)^{1.5} \quad (2)$$

すなわち、加工レート $M/(\rho \times t)$ は砥粒直径 d に比例する。

ダイヤモンドスラリーを循環使用して、サファイアウェハを数時間加工した場合、多結晶ダイヤモンド砥粒の微小切れ刃は破碎し、その砥粒径は減少していくが、また新たに微小切れ刃が再生していくものと考えられる⁶⁾。

図10は累積加工時間0, 2, 4, 6hにおけるサファイアウェハの平均加工レート（単位時間当たりの板厚減少量）と多結晶ダイヤモンド砥粒長径平均値を対比して示す。累積加工時間0~2hにおける平均加工レート値 $19.8 \mu\text{m}/\text{h}$ を100%とし、累積加工時間2~4h, 4~6hにおける平均加工レート値の百分率%を求めた。多結晶ダイヤモンド砥粒長径は加工前における砥粒長径平均値 $3.50 \mu\text{m}$ を100%とし、累積加工時間2, 4, 6hにおける砥粒長径平均値の百分率%を求めた。

累積加工時間が長くなるに伴っての多結晶ダイヤモンド砥粒長径平均値と平均加工レートの減少傾向はほぼ合っている。しかし、詳細にみると砥粒長径平均値の減少割合に比べて、平均加工レート値の減少割合の方が若干（~5%）多くなっている。これは砥粒微小切れ刃の磨耗による加工作用の低減と、砥粒面に加工層が付着して砥粒の微小切れ刃の加工作用を低減させているためと考えられる。

4. 結言

サファイアウェハの精密ラッピングに向けてダイヤモンドスラリーを循環使用できる実験装置を試作し、数時間にわたりサファイアウェハのラッピングを行ない、加工特性および多結晶ダイヤモンド砥粒径の変化について実験検討した。その結果、次のようにまとめられる。

(1) 多結晶ダイヤモンド砥粒を用いた精密ラッピングにおいて砥粒径の測定から分布数の多い、ある砥粒長径値の分布数が大きく減少し、主として加工に寄与する砥粒長径値が存在することが分かった。本実験の場合、砥粒長径 $2.5 \sim 4.0 \mu\text{m}$ の砥粒がサファイアウェハの加工に主として寄与している結果を得た。

(2) スラリーを数時間にわたり循環使用してサファイアウェハをラッピングする場合、多結晶ダイヤモンド砥粒径が僅かずつ減少し（本実験の場合、砥粒長径平均値で $0.05 \mu\text{m}/\text{h}$ ）、平均加工レートが低下していく結果を得た。

(3) サファイアウェハのラッピング加工レートは理論的に多結晶ダイヤモンド砥粒径に比例し、実験結果も加工レートは多結晶ダイヤモンド砥粒長径平均値でみると、ほぼ理論に合っているとと言える。

(4) 多結晶ダイヤモンド砥粒が破碎して砥粒径が僅かずつ小さくなるが、微小切れ刃が再生されて加工特性をほぼ維持でき、多結晶ダイヤモンドスラリーを多数回（本実験の場合、72回）循環使用が可能である結果を得た。

参考文献

- 1) T.S.Sudarshan, R.Radhakrishnan, Polishing Techniques for optical grade sapphire, Materials Science and Technology, 16, 9(2000) 958.
- 2) C.hujisaki: Lapping and polishing technology for sapphire and ruby, J.Jpn.Soc.Abras.Technol., 18 (in Japanese).
- 3) Honglin Zhu, Dale E.Niesz, Victor A.Greenhut, Robert Sabia, The effect of abrasive hardness on the chemical-assisted polishing of sapphire, J.Mater.Res., 20, 2(2005) 504.
- 4) Mirodiamant Catalog, Specification for micron diamond powder(2003).
- 5) 佐藤健児, 切削理論(1) 砥粒砥石による加工, 誠文堂新光社, (1961) 157.
- 6) Kay Geels: Metallographic and materialographic specimen preparation, ASTM International, (2007) 94.