

平成28年度  
戦略的基盤技術高度化・連携支援事業  
戦略的基盤技術高度化支援事業

「放射光施設向け超高精度大口径ミラーの革新的加工技術の開発」

研究開発成果等報告書

平成29年5月

担当局 東北経済産業局  
補助事業者 公益財団法人あきた企業活性化センター

## 目 次

### 第1章 研究開発の概要

- 1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標・・・・・・・・・・・・・・・・・・1
- 1-2 研究体制・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・3  
(研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者)
- 1-3 成果概要・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・5
- 1-4 当該研究開発の連絡窓口・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・5

### 第2章 研究内容及び成果

- 2-1 電界砥粒制御技術を導入したスモールツールラスタースキャン  
研磨機の開発・・・・・・・・・・6
  - 2-1-1 【1-1】スモールツールのラスタースキャン方式による  
修正研磨装置の開発・・・・6
  - 2-1-2 【1-2】スモールツールに電界砥粒制御技術を導入する  
アタッチメントの開発・・・・7
  - 2-1-3 【1-3】修正研磨技術の開発・・・・・・・・・・・・・・・・・・11
- 2-2 修正研磨のための単結晶シリコンミラーの一次研磨技術開発・・・・・・・・12
  - 2-2-1 【2-1】一次研磨工程の最適化・・・・・・・・・・・・・・・・・・12
  - 2-2-2 【2-2】研磨スラリーの品質管理・・・・・・・・・・・・・・・・・・13

### 第3章 全体総括

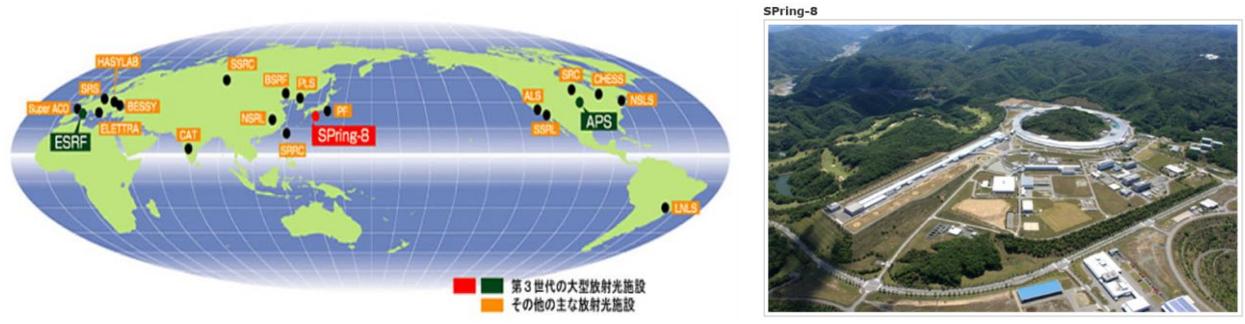
- 3-1 成果概要・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・15
- 3-2 本事業の成果に係る事業化展開について・・・・・・・・・・・・・・・・・・15
- 3-3 本事業の成果に係る知的財産権等について・・・・・・・・・・・・・・・・・・15

# 第1章 研究開発の概要

## 1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

(背景)

近年、世界中に設置されている放射光施設において、その性能を向上するために既設のビームラインの更新、あるいは、新規放射光施設の建設が計画されている。放射光とは相対論的な荷電粒子（電子や陽電子）が磁場で曲げられるとき、その進行方向に放射される電磁波である。この放射光は、明るく、指向性が高く、また光の偏光特性を自由に換えられるなどの優れた特徴を持っているため、その放射光を利用した大型研究施設が国内外に設置されている。日本国内では、図1に示す大型放射光施設（SPring-8）が有名であり、国内をはじめとした研究者に広く開かれ、物質科学・地球科学・生命科学・環境科学・産業利用などの様々な分野で優れた研究成果をあげている。



理化学研究所放射光科学総合研究センターWeb サイトより

図1 世界の主な放射光施設と Spring-8

一方で、図2左に示す通り、SPring-8 のビームラインは飽和傾向にあり、新規の放射光施設の設置が希求されている。東北においても、「東北地方への中型高輝度放射光施設の設置」が提唱されており、この実現に向けた東北放射光施設推進委員会が東北の7 国立大学が中心となって施設誘致活動を実施している。

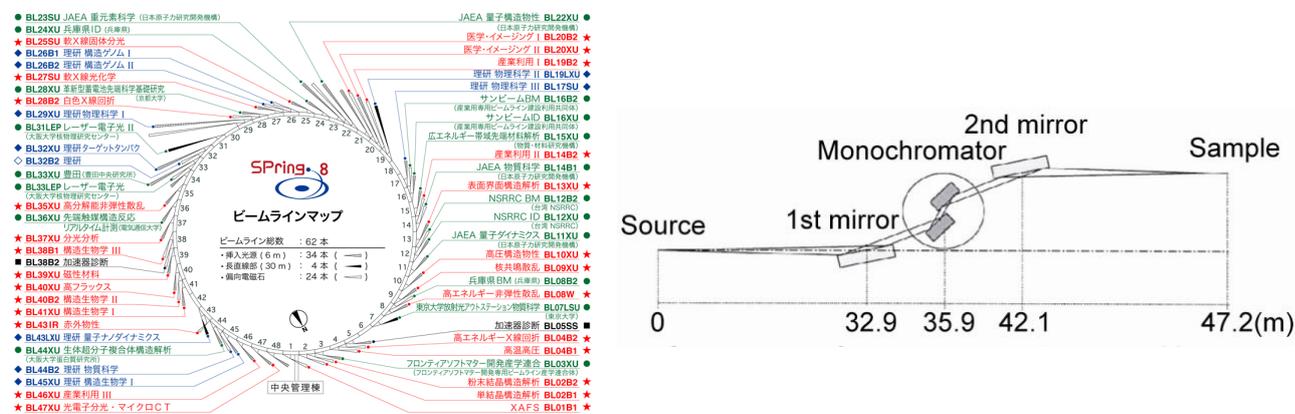


図2 Spring 8 ビームラインマップとビームライン例

図2右に放射光施設にて利用されているビームラインの例を示す。図に示された通り、一つのビームラインで複数のミラーが用いられている。また、主要な大型放射光施設に加え中小規模も含めると現在、世界のビームライン数は1000程度と推定されており、その設備更新や新規施設の計画からさらに需要の増加が期待される。想定される直接の市場規模は平面・球面・非球面ミラーを合わせて年間100億円程度と予想される。また、放射光施設によって得られた成果による製品開発例としては、低燃費タイヤの開発やシャンプーの開発、燃料電池の開発などがあり、幅広い分野において、日本の国際競争力強化の一翼を担っている。

#### (研究目的)

放射光施設で集光に用いられるミラーについて、ビームラインの空間分解能を向上させるために平坦度10nm以下の超高精度が求められているが、この精度は従来の大型研磨機による加工では到達不可能であった。本事業では、最新鋭の計測技術を用い、1次加工品形状の各部位における目標からの差分を部分修正して目標形状に精密に仕上げるといった革新的な加工技術を開発し、放射光施設が求める超高精度の大口径ミラーを提供する。具体的には、スモールツールによる修正研磨装置を試作開発し、これに電界砥粒制御技術を導入して高効率な修正研磨加工技術を開発する。これを用いた修正研磨技術を構築し、平坦度10nm(PV)(300mmの長さにおいて)、表面粗さ0.3nm(RMS)の超平滑シリコンミラーを製造する技術を開発する。

#### (研究開発テーマ及び目標)

研究目的で掲げた超平滑シリコンミラーの製造技術の開発を達成するために、本事業は以下のテーマに細分化して、日東光器株式会社と秋田県産業技術センターが連携しつつ、それぞれが担当する。

#### 【1. 電界砥粒制御技術を導入したスモールツールラスタースキャン研磨機の開発】

- 【1-1】スモールツールのラスタースキャン方式による修正研磨装置の開発  
(日東光器株式会社)

従来の全面一括研磨では不可能な部分修正研磨を効率的に行うことで、放射光施設用ミラーの形状精度を達成するための研磨装置を開発する。

- 【1-2】スモールツールに電界砥粒制御技術を導入するアタッチメントの開発  
(秋田県産業技術センター)

研究項目【1-1】のスモールツール内に電極を埋め込み、高圧電界を印加してスラリーの飛散を抑制させるアタッチメント機構の試作開発を行う。構成最適化を図り、研磨効率30%向上を目指す。

- 【1-3】修正研磨技術の開発  
(日東光器株式会社、秋田県産業技術センター)

スモールツールによる形状修正条件を最適化して、単結晶シリコン基板の平坦度を10nm(PV)(300mmの長さにおいて)以下に抑える修正研磨技術を開発する。

【2. 修正研磨のための単結晶シリコンミラーの一次研磨技術開発】

●【2-1】一次研磨工程の最適化

(日東光器株式会社)

スモールツールで修正研磨を行う前段階の工程において、素材からミラー面の精研削、一次研磨を行う。この一次研磨後の品位の向上を図り、修正加工に要する時間の短縮を目指した最適化を行う。

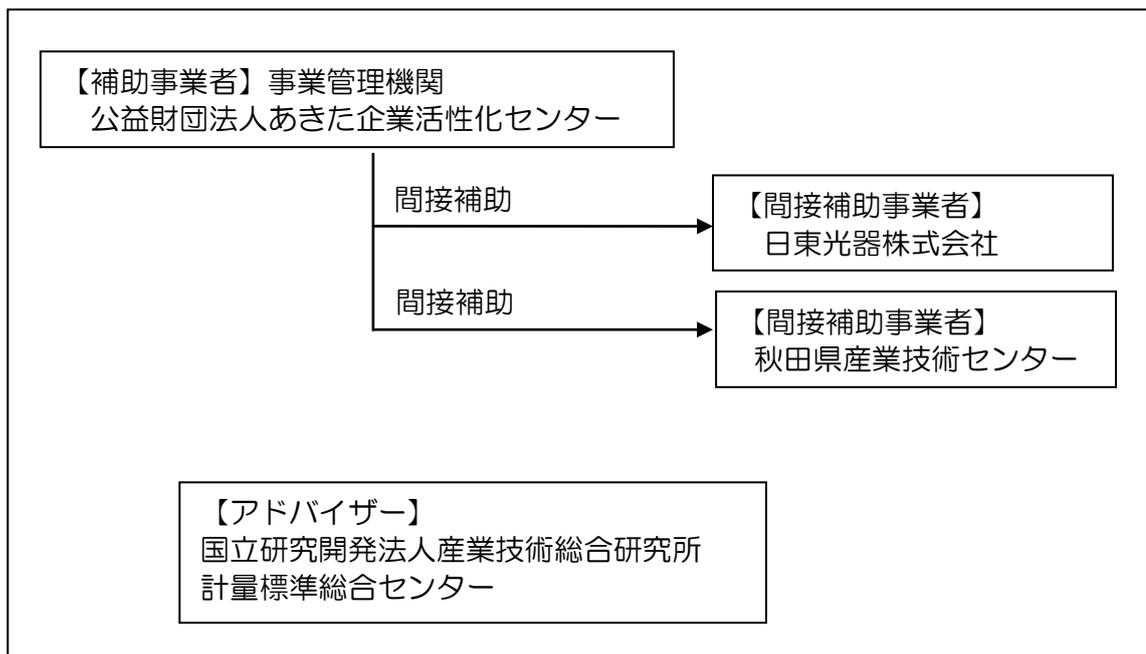
●【2-2】研磨スラリーの品質管理

(秋田県産業技術センター)

研磨効率の低下、研磨品位（粗さ、平坦度）の低下を引き起こす研磨スラリーの劣化因子を解明し、適切な品質管理方式（寿命予測）を得る。また、修正研磨における最適なスラリー条件についても検討する。

1-2 研究体制

(1) 研究組織及び管理体制



(2) 管理員および研究者氏名

【事業管理機関】公益財団法人あきた企業活性化センター

氏名	所属・役職
松橋 亨	総合調整監兼設備貸与・研究開発資金担当リーダー
加賀谷なおこ	経営支援グループ設備貸与・研究開発資金担当
齊藤 廣俊	経営支援グループ設備貸与・研究開発資金担当 研究支援スタッフ
伊藤 茜	経営支援グループ設備貸与・研究開発資金担当 研究支援スタッフ

【研究実施機関】日東光器株式会社

氏名	所属・役職	実施項目	備考
川村 博	取締役技術本部長	テーマ全体	PL
露木 博文	研究員	【1-3】，【2-1】	
上野 貞光	研究員	【1-3】，【2-1】	
関根 繁	係長	【1-1】	
三浦 正行	次長	【1-1】	
中村 善昭	課員	【1-1】	
宮嶋 耕治	課員	【1-1】	
工藤 清	課長	【2-1】	
加藤 喜久雄	工場長	テーマ全体	

【研究実施機関】秋田県産業技術センター

氏名	所属・役職	実施項目	備考
山川 清志	上級主席研究員	テーマ全体	SL
久住 孝幸	主任研究員	【1-2】，【1-3】， 【2-2】	
中村 竜太	研究員	【1-2】，【1-3】， 【2-2】	

【アドバイザー】国立研究開発法人産業技術総合研究所 計量標準総合センター

氏名	所属・役職
尾藤 洋一	長さ標準研究グループ グループ長
近藤 余範	長さ標準研究グループ 主任研究員

### 1-3 成果概要

超高精度の大口径ミラーを製作するための手法としてスモールツールラスタースキャン方式の研磨装置を開発した。装置設計にあたっては微細形状修正を行うためサーボモータによる位置制御機構を搭載し小径の回転ツールを加工物の表面を所定の滞在時間分布となるよう移動させる機構とした。さらに加工能率を向上させるため電界砥粒制御技術の適用を検討し、研磨レート 50%向上を確認した。

産業技術総合研究所の指導により 10nmPV を達成するための計測環境を検討した。

一般的な干渉計では 10nmPV を再現良く計測することは困難である。産業技術総合研究所にて正確に計測された試料を用いて当社保有の干渉計の性能を確認した。結果としてφ300 mm までは測定環境を整備することで一定の信頼性が得られることを確認した。

最終的な形状に仕上げる前段階の研磨工程を一次研磨とし、従来の加工法の最適化を検討した。研削工程から鏡面仕上げに要する時間を短縮するため研削砥石のメッシュを細かいものにしつつ、深い研削痕の発生を抑制する条件を検討した。

一次研磨を効率的に一定の平坦度に仕上げるため大型研磨装置で使用している研磨スラリーの劣化について秋田県産業技術センターにて分析を行った。結果として研磨液の経時的な変化が確認され管理指標として有用なパラメータとして導電率に着目した。

### 1-4 当該研究開発の連絡窓口

日東光器株式会社  
取締役 技術本部長 川村 博  
TEL 03-3511-8112  
FAX 03-3511-8115  
E-mail kawamura@nitto-optical.co.jp

公益財団法人あきた企業活性化センター  
経営支援部 設備・研究推進課長 松倉 和浩  
TEL 018-860-5702  
FAX 018-860-5612  
E-mail matsukura@bic-akita.or.jp

## 第2章 研究内容及び成果

### 2-1 電界砥粒制御技術を導入したスモールツールラスタースキャン研磨機の開発

#### 2-1-1 【1-1】スモールツールのラスタースキャン方式による修正研磨装置の開発

(日東光器株式会社)

図1に示す電界砥粒制御技術を導入したスモールツールラスタースキャン修正研磨装置を開発した。スモールツールへ電界を印加するために高電圧電源から、スモールツールに設けた給電部まで高圧線を配線した。配線はラスタースキャン動作により干渉しないよう配慮した。また、ワークテーブルへ通電した場合、各駆動軸を動かすサーボモータへ導通し損傷する可能性があるため、ワークテーブルと各駆動軸間の絶縁処理を施した。電界を帯びたスラリーの飛散による導通対策として、ワークテーブル上に絶縁性の研磨槽を設け、槽内で研磨する構成とした。以上の作業ならびに導通・絶縁確認を秋田県産業技術センター指導のもと行った。



図1 開発したスモールツールラスタースキャン修正研磨装置

2-1-2 【1-2】スモールツールに電界砥粒制御技術を導入する  
アタッチメントの開発

(秋田県産業技術センター)

研究項目【1-1】「スモールツールのラスタースキャン方式による修正研磨装置の開発」のスモールツール内に電極を埋め込み、高圧電界を印加してスラリーの飛散を抑制させるアタッチメント機構の試作開発を行った。【1-1】で開発を行うアタッチメント着脱部の図面をもとに、基本設計を行い、図2に示す試作スモールツールをφ10 mmの単極と、φ20 mmの単極および双極の、先端径と電極数の異なる3種類のアタッチメントを試作開発した。



図2 電界印加可能型スモールツールアタッチメント

次に、スモールツール使用時を想定した観察実験を実施した。実験装置外観を図3に示す。試作した電界印加可能型スモールツールはボール盤で保持し、回転数 525rpm で回転させた。スモールツール先端にはスウェードの研磨パッドを貼り付け、ボール盤のアームで所定の位置に設置した。観察のために、ITO ガラス上に保護ガラスを貼り付け、この保護ガラスにスモールツール先端を接地させた。電界は、ITO 電極膜とスモールツールのブラシ給電部間で 0V と 5kV の交番電界を印加した。回転中のパッド接地面下に導入されるコロイダルシリカを ITO ガラス越しにハイスピードカメラで観察を行い、電界印加の効果について調べた。

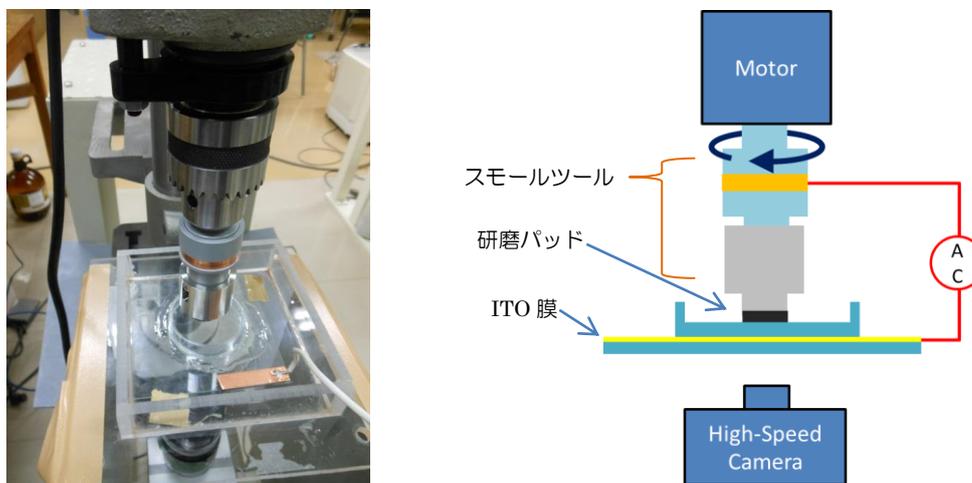


図3 電界印加観察実験装置概観と模式図

図4に電界によるスモールツール下のコロイダルシリカスラリーの様子を示す。上段はΦ20、下段はΦ10の結果である。Φ20のスモールツールは中心部までコロイダルシリカスラリーが導入されにくく、電界を印加してもその効果はほとんど得られなかった。今後、電極配置や電界条件についてより検討を進める必要がある。一方、Φ10のスモールツールは中心部までスラリーが導入されているが、無電界下ではパッド溝部中のスラリーが枯渇気味となっている。これに対し、電界を印加すると溝部の大部分にスラリーが導入されており、十分な量を研磨下に提供できると考えられる。

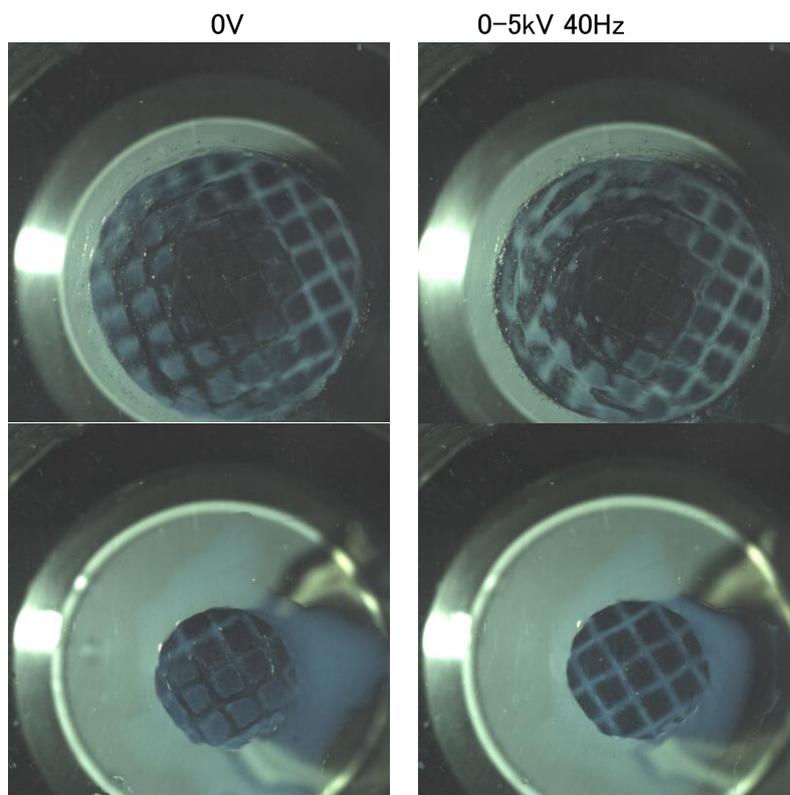


図4 電界によるスモールツール下のコロイダルシリカスラリーの様子(上：Φ20、下Φ10)

次に、スモールツール使用時を想定した研磨実験を実施した。実験装置外観を図5に示す。試作した電界印加可能型スモールツールはボール盤で保持し、スモールツール先端には研磨パッドを貼り付け、ボール盤のアームで所定の位置に設置した。研磨試料にはシリコンウェーハを用いた。電界は、シリコンウェーハとスモールツールのブラシ給電部間で0Vと3kVの交番電界を印加した。研磨量の評価にはZygo社製フィゾー干渉計を用いた。図6に測定例を示す。評価指標には研磨深さをを用いることとした。スモールツールによる研磨プロファイルは、自転式で中心部の周速がゼロのため、プレストンの研磨則に従い、「W」型のプロファイルを示す。この「W型」の谷部深さを研磨指標とした。

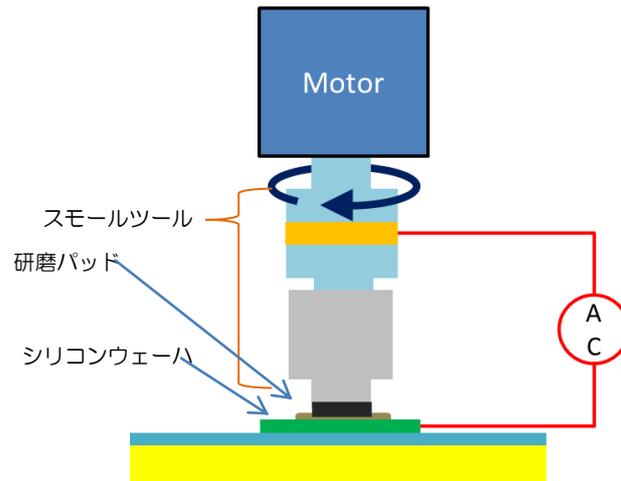


図5 電界印加研磨実験装置概観と模式図

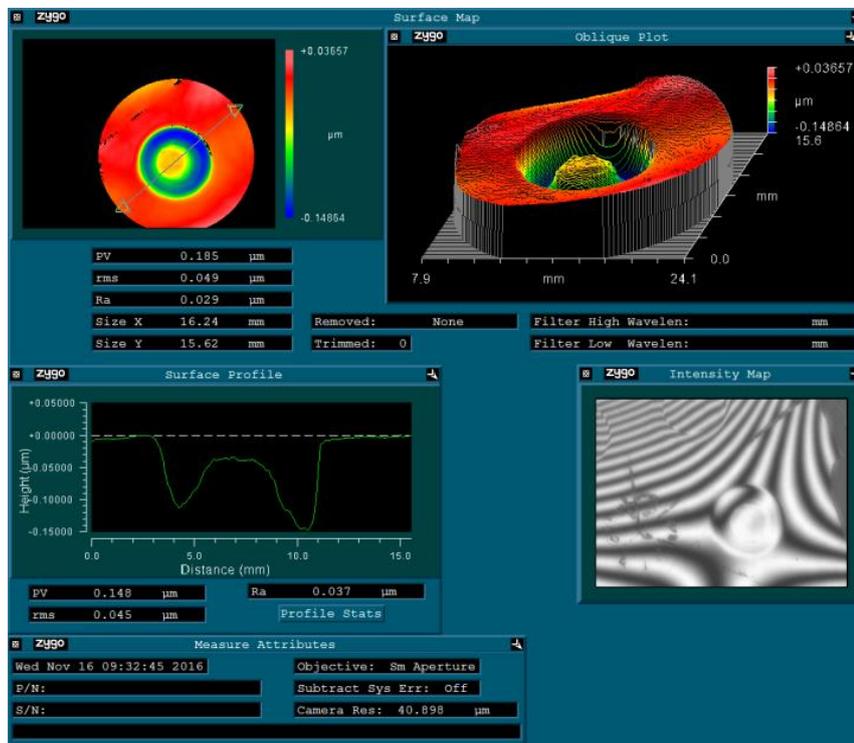


図6 研磨痕測定例

図7に試作したスモールツールによる規格化研磨量の電界印加周波数依存性を示す。電界は 3kV の矩形波を印加した。初めに無電界の研磨量を計測し、これを基準として任意単位にて表した。パッドには 2 種について検討した。いずれも電界印加周波数依存性があり、電界を印加すると 15Hz 以上では、研磨効率が低下した。理由については明確に説明できるわけではないが、周波数が高くなるにつれてスラリーが追従できず、スモールツール内に引き込みにくくなったと考えられる。一方で、低周波側では、3 から 8Hz 前後でピークを持つ研磨効率向上効果を得られた。特に、パッド A の向上効果 18%に対し、パッド B では 50%の向上効果を示し、事業目標の研磨効率 30%向上効果を超えた値を達成した。この 50%向上効果は、スモールツールによる修正研磨工程の効率向上効果として期待できる。

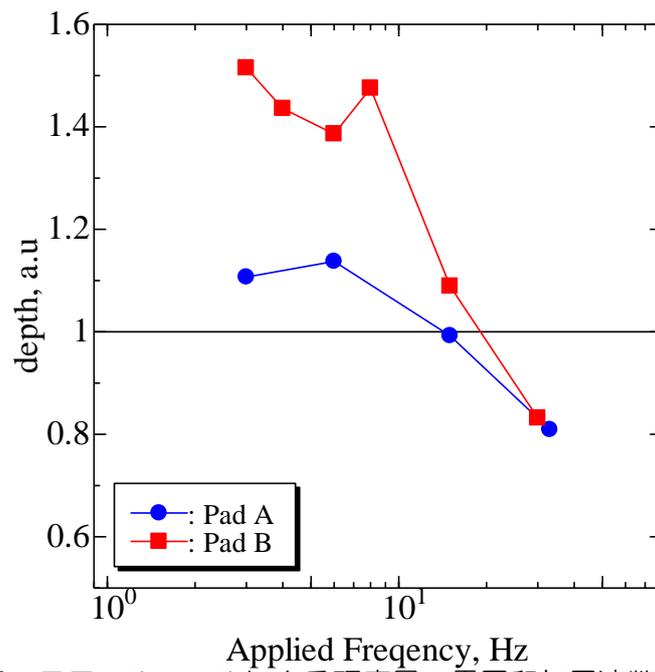


図7 スモールツールによる研磨量の電界印加周波数依存性

### 2-1-3 【1-3】修正研磨技術の開発

(日東光器株式会社、秋田県産業技術センター)

スモールツールラスタースキャン研磨装置を用いて、シリコンミラーの研磨を行い、形状精度の再現性の確認ならびに加工時間の短縮を図った。形状修正の効率アップを図るために研磨パッドの種類ならびに研磨ツール形状について検討した。また、高効率で高精度の研磨を行うため研磨機の動作について検討しソフトウェアを改良に取り組んだ。加工時間の更なる短縮を目指し、シミュレーション解析を行い、修正回数の低減を検討した。

干渉計等の形状計測装置による形状評価結果から研磨除去量を計算し実際の加工物の研磨を繰り返し行い、計算との差分からツールの研磨速度変化や残存形状周期等の解析を行った。研磨レートの再現性は加工圧の安定性及びツール表面の摩耗による砥粒保持能力の変化等が確認された。測定と加工を繰り返すため計測及び加工時の位置再現性を考慮しそれぞれの段階において再現良く加工物を設置できるよう治具類の工夫を行った。加工条件は表面粗さを維持しつつ能率を確保することを主眼に各種パラメータを変えた実験を行い最適な条件を選択した。ツールサイズは修正能率に大きく影響するため大きいものが好ましいが、修正できる空間周波数が制限されるため比較的小さいものを選択せざるを得ない結果となった。

図8、9、10に製作した300mmシリコンミラーの測定データを示す。図8は干渉計による平坦度、図9はミラー表面粗さ、図10は産業技術総合研究所にて計測したミラーの計測データである。

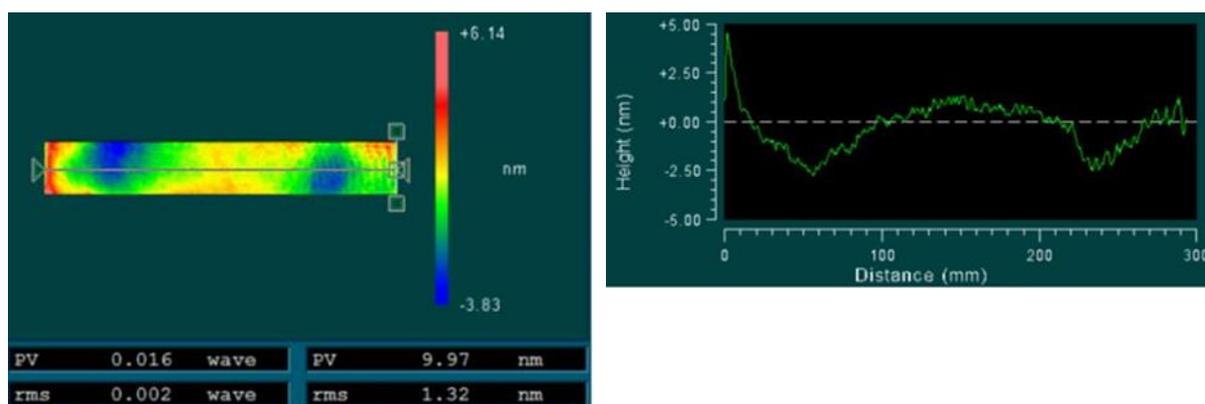


図8 平坦度測定結果

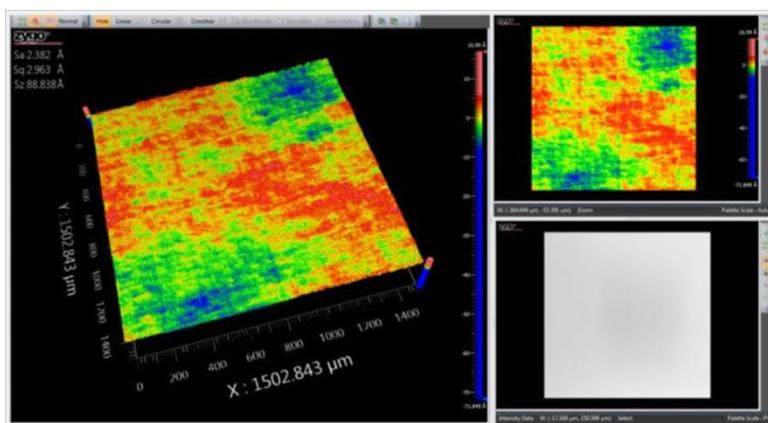


図9 表面粗さ計測結果 (表面粗さ RMS0.296nm)

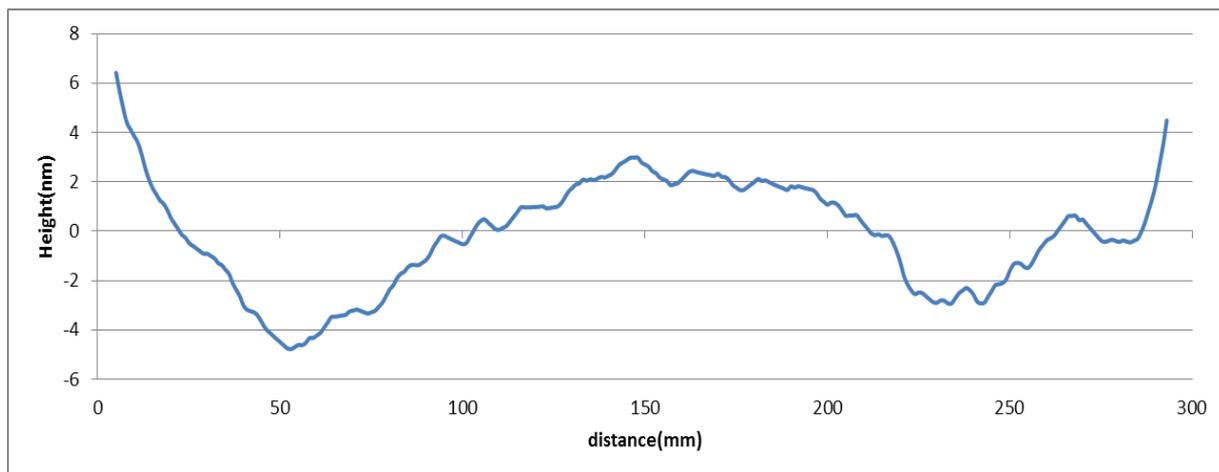


図10 測定データ（産業技術総合研究所）

## 2-2 修正研磨のための単結晶シリコンミラーの一次研磨技術開発

### 2-2-1 【2-1】一次研磨工程の最適化

（日東光器株式会社）

当初の目標であった平坦度 30nm(PV)を達成するためには長時間を要するという課題が明確になったため、H28年度は総加工時間の短縮（目標値：50%）に取り組んだ。

一次研磨工程の加工時間は前工程である研削工程の表面性状に影響されるため、研削工程に用いられる研削砥石の見直しを行った。新規に研削砥石を導入し、研削条件の最適化を図ることにより、研削面粗さの低減と加工時間短縮を検討した。

研磨時間を短縮するために研磨条件の検討を昨年度から継続して検討を行った。研磨レートの向上、安定化が研磨時間短縮の重要な要素であるため研磨液の劣化メカニズムの解明とその対策について秋田県産業技術センターと取り組んだ。

スモールツール研磨装置での加工時間を短縮するために大型基板の形状について検討を行い実現可能な形状精度について検討を行った。

研磨効率の低下、研磨品位（粗さ、平坦度）の低下を引き起こす研磨スラリーの劣化因子を解明し、適切な品質管理方式（寿命予測）を得る。また、修正研磨における最適なスラリー条件についても検討する必要がある。日東光器より提供された廃スラリー内の粒度分布の変化や組成の変化、電子顕微鏡像による粒径の変化、またスラリーのゼータ電位測定などを通して、研磨結果（研磨効率、表面品位の劣化）との相関について調べ、劣化指標の探索を行った。

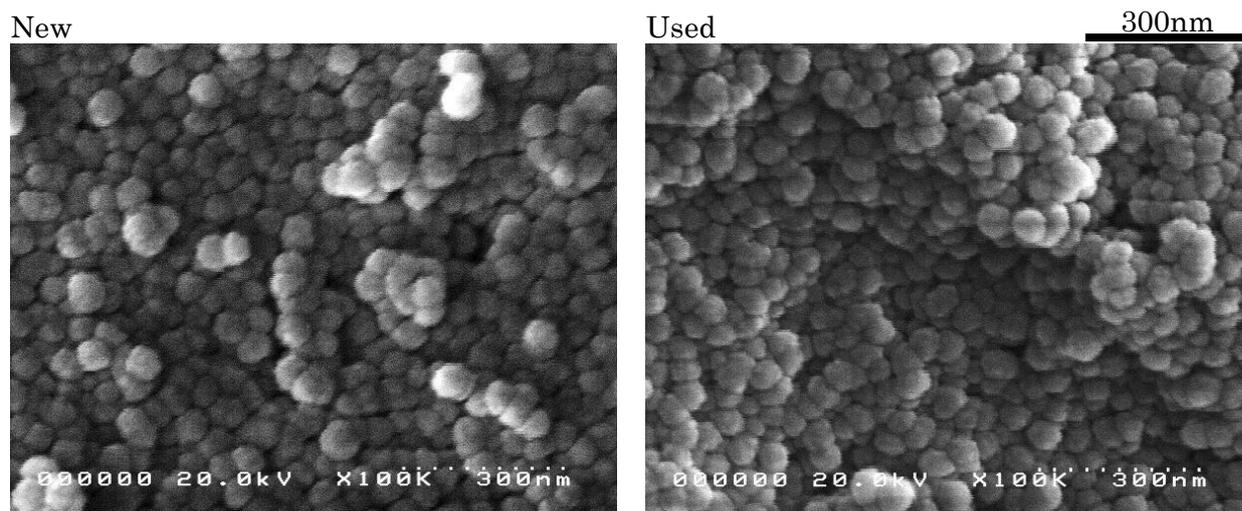


図1.1 シリカ粒子の電子顕微鏡観察写真

図1.1に使用前後のスラリーサンプルを蒸発させて得られた微粉の電子顕微鏡観察写真を示す。電子顕微鏡で観察された一次粒子において、粒子の減耗（径の変化）、割れ、変形などが見られず、30~50nm程度の粒径にて差はなく、カタログ値に記載される平均粒子径が35nmとほぼその通りの粒子が確認できた。

次に、スラリー内での粒子の状態を解析するために、動的光散乱装置において、ゼータ電位と液中粒子径の測定を行った。得られた結果を表1にまとめる。一般的に、ゼータ電位とは、溶液中の微粒子の周りに形成する電気二重層中の液体流動が起こり始める「すべり面」の電位として定義される。この値がゼロに近づくと、微粒子の相互の反発力は弱まりやがて凝集してしまう。また、安定分散には30mV以上の絶対値が必要であるとされている。表1より、研磨前後においてゼータ電位は、約-28mVと殆ど変化がなく、また、分布状態もほぼ同程度であることがわかる。動的光散乱法（後方散乱法）にて測定した液中粒度分布も、約100nm前後であり、分布状態にも変化が見られなかった。一方で、pHと電気伝導度は変化しており、コロイダルシリカスラリーの劣化指標として粒子そのものよりも、溶媒側のイオン濃度に着目した評価を検討する必要があることが分かった。

表1 使用前後のスラリー特性測定結果

	New	Used
pH	9.14	7.98
mS/cm	0.49	0.22
Particle size	102.2nm	97.2nm
Zeta potential	-28.3mV	-28.0mV

次に、スラリー劣化の評価指標として、有用なパラメータの探索するため、研磨ポリリッシャーを浸漬することによって研磨スラリーが変化していないかに着目してイオンクロマトグラフィー（Thermo Fisher ICS-3000）を用いたスラリー溶媒評価実験を実施した。

図12、13に浸漬実験によるスラリー溶媒のイオンクロマト分析結果を示す。図13の陰イオンに比べて、図12の陽イオン中の  $\text{NH}_4$  イオンがスラリー中のイオン濃度をほとんど支配していることがわかる。また、 $\text{NH}_4$  イオンは浸漬時間経過とともに減少していることがわかる。この  $\text{NH}_4$  イオン濃度が減少することが、表1の使用済みスラリーにおける電気伝導度減少を示していると考えられる。

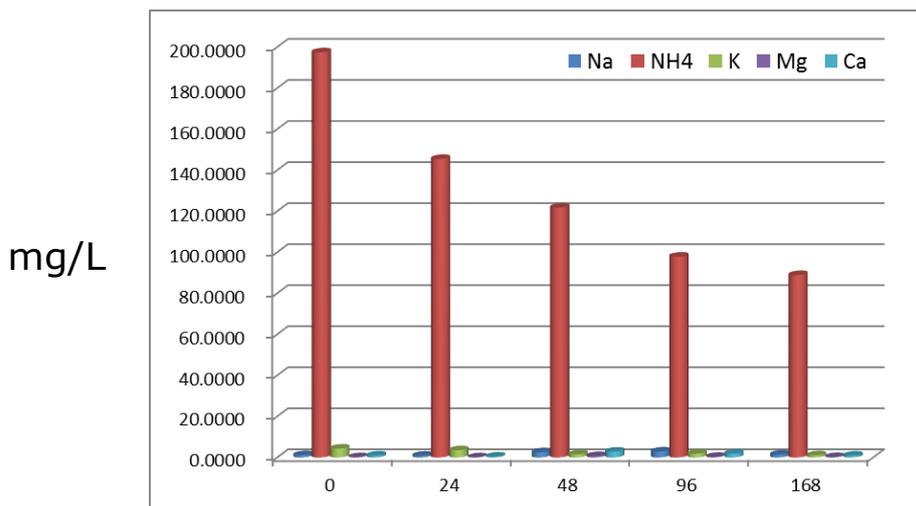


図12 浸漬実験後のスラリーの陽イオンクロマト分析

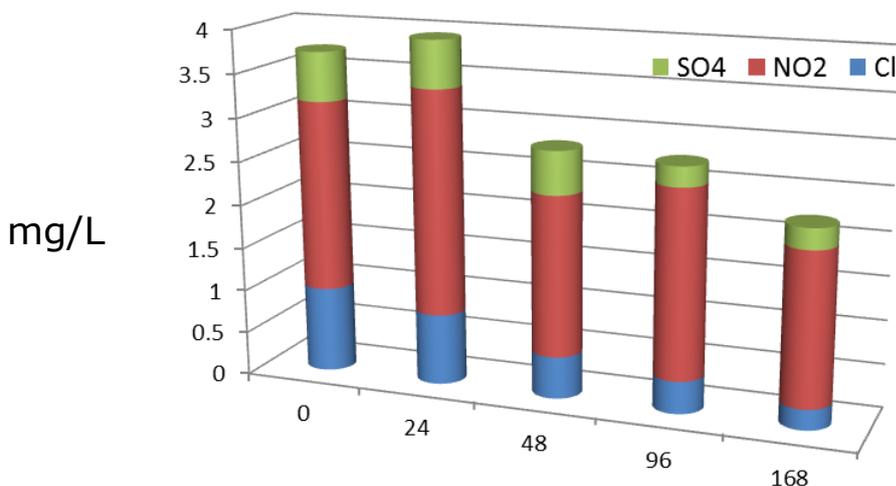


図13 浸漬実験後のスラリーの陰イオンクロマト分析

$\text{NH}_4$  イオンは、一般に分散剤として添加されている  $\text{NH}_4\text{OH}$  によるもので、図12で示された  $\text{NH}_4$  イオンの減少は、砥粒であるシリカ粒子の分散性低下を引き起こすと考えられる。そして、分散性の低下によって砥粒がフィルター部によって損耗していくことが予想される。すなわち研磨加工の進展によってコロイダルシリカスラリーは砥粒の分散性が低下し、循環用フィルターにて濾過されて減少してしまい砥粒濃度が低下していくことが考えられる。これらのことから、分散性低下の原因である  $\text{NH}_4$  イオン量と関連性のある導電率をモニター指標とすることで研磨スラリーの劣化指標とすることを提案した。

## 第3章 全体総括

### 3-1 成果概要

超高精度の大口径ミラーを製作するための手法としてスモールツールラスタースキャン方式の研磨装置を開発した。装置設計にあたっては微細形状修正を行うためサーボモータによる位置制御機構を搭載し小径の回転ツールを加工物の表面を所定の滞在時間分布となるよう移動させる機構とした。さらに加工能率を向上させるため電界砥粒制御技術の適用を検討し、研磨レート50%向上を確認した。

産業技術総合研究所の指導により10nmPVを達成するための計測環境を検討した。

一般的な干渉計では10nmPVを再現良く計測することは困難である。産業技術総合研究所にて正確に計測された試料を用いて当社保有の干渉計の性能を確認した。結果としてφ300mmまでは測定環境を整備することで一定の信頼性が得られることを確認した。

最終的な形状に仕上げる前段階の研磨工程を一次研磨とし、従来の加工法の最適化を検討した。研削工程から鏡面仕上げに要する時間を短縮するため研削砥石のメッシュを細かいものにしつつ、深い研削痕の発生を抑制する条件を検討した。

一次研磨を効率的に一定の平坦度に仕上げるため大型研磨装置で使用している研磨スラリーの劣化について秋田県産業技術センターにて分析を行った。結果として研磨液の経時的な変化が確認され管理指標として有用なパラメータとして導電率に着目した。

### 3-2 事業の成果に係る事業化展開について

当初の目標である大口径ミラーを効率的に超高精度に研磨する技術を開発した。開発した研磨技術は目標形状からの差分を修正する方式であるため加工物の大きさには依存しないスケラブルな技術でありこの点からは大口径化は容易である。しかしながらより高精度に仕上げるためには計測技術が伴わなければならない。現在の基準面を参照面とする干渉計測装置では300mmφを超えるものについては必要とされる精度を達成していない。産業技術総合研究所で開発された1mまで計測できる技術等を活用し大型化に継続して取り組み市場へ供給していく。

### 3-3 事業の成果に係る知的財産権等について

本事業実施期間中に知的財産の出願は行わなかったものの、今後、知的財産権の出願・取得などを検討するため、論文掲載、学会発表に関して、当面の間、制限をかけることとし、知財の出願の可否決定後実施することとする。また、事業展開に依りて今後も知的財産戦略を策定していく予定である。