

研究成果展開事業
研究成果最適展開支援プログラム(A-STEP)
産業ニーズ対応タイプ

技術テーマ

「セラミックスの高機能化と製造プロセス革新」

完了報告書

研究課題名「反応性プラズマを援用したセラミックス材料の
ダメージフリー形状創成・仕上げ加工技術の開発」

令和3年3月31日
プロジェクトリーダー
機関名:大阪大学
氏名:山村和也

I. 研究計画の概要

1. 研究の目標

高精度ガラスモールド用の金型材料には、耐摩耗性、耐熱性、化学的安定性等が要求されるため、高硬度の焼結 SiC や CVD-SiC、あるいは超硬合金 (WC) にジルコニア等を混合したナノコンポジットセラミックス等の難加工の高機能セラミックス材料が用いられる。これらの材料は高硬度ゆえに加工工程においてはダイヤモンド工具が用いられる。機械的な加工プロセスでは脆性破壊や塑性変形を加工現象として利用するため、熱衝撃を受けた時に破壊の原因となるマイクロクラック、光散乱の要因となるスクラッチ、摩耗や剥離によって金型寿命を短くする加工変質層が生成される。したがって、従来の機械加工法を材料加工に適用する限り、必然的にダメージが導入されてしまうために、セラミックス材料が有する優れた熱的・機械的・化学的な性質を維持できない。また、工具が接触する加工であるために外部からの振動や熱変形等の影響により、工具の接触状態が変動して加工特性が変化する、いわゆる母性原理に支配されるため、ナノメートルレベルの加工精度を恒常的に得ることは困難である。機械加工の精度を向上させるには、装置本体の剛性、ワークテーブルの運動精度、工具の品質、温度環境等のすべてにおいて高精度化を図る必要があり、装置価格やユーティリティが高額になるだけでなく、取扱いの難易度も高くなるため、製造現場に導入する際のバリアが高くなることは否めない。

本開発では、大気圧プラズマプロセスを基幹技術として適用し、本プロセスが有する再現性ならびに制御性の高い化学反応現象を除去あるいは表面処理に利用することで、

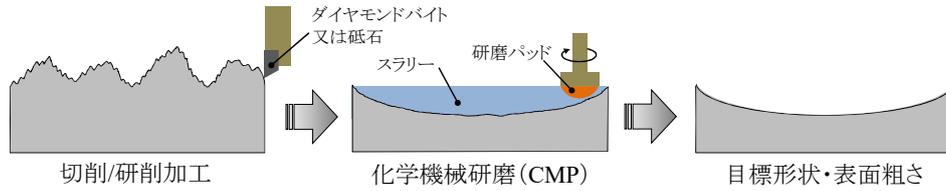
- (1) 被加工物表面にダメージを与えない、形状創成加工、表面仕上げ加工プロセスを実現する。
- (2) 形状創成は非接触加工プロセスであるため、機械精度に依存せず、また振動・温度等の周囲環境の変動の影響を受けることなくナノ精度の自由曲面を再現性良く決定論的に創成する。
- (3) 機械剛性や厳密な環境温度管理が不要であるため、イニシャルコストおよびランニングコストがともに低コストであるナノ精度超精密加工システムを構築する。
- (4) 一旦ワークを設置すると形状創成、研磨仕上げまでを一つの装置で一貫して行えるオールインワン型の形状創成システムを構築する。

ことを実現し、高機能性セラミックス材料の優れた特性を確実に担保した上で、所望する形状や表面粗さが得られる新しい実用的な超精密加工プロセスが構築できる。

本開発では、耐摩耗性、耐熱性、耐薬品性に優れる反応焼結 SiC や CVD-SiC 材をはじめとする高機能エンジニアリングセラミックス材料をターゲットとし、数値制御プラズマ CVM (Chemical Vaporization Machining: 化学的気化加工法) による形状創成、およびプラズマ援用研磨 (PAP: Plasma Assisted Polishing) による表面仕上げを組み合わせた、『大気圧プラズマプロセスをベースとしたオールドライ高能率ダメージフリー形状創成・表面仕上げプロセス』の開発を目的とする。

図 1 に、従来の機械加工技術、および本申請において新たに提案して開発するセラミックス材料の加工プロセスの概要を、表 1、表 2 に従来プロセスと提案プロセスの比較を示す。

【従来のセラミックス材料加工プロセス】



【提案するプラズマを援用したオールドライ高能率ダメージフリーセラミックス材料加工プロセス】

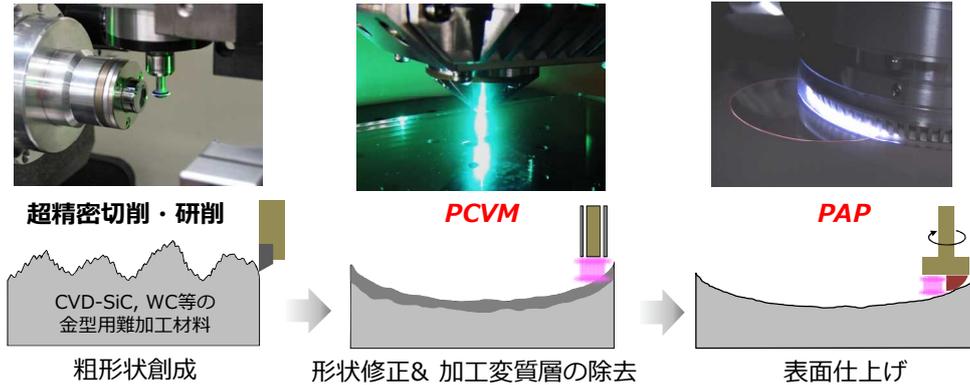


図 1 従来および新たに提案するセラミックス材料加工プロセスの概要

表 1 形状創成における切削/研削加工とプラズマ CVM の比較

	切削/研削加工	プラズマ CVM
加工能率	◎ 高い。	◎ 高い。
加工変質層	× マイクロメータオーダーの変質層。	◎ 化学的な除去のため変質層無し。
工具損耗	× ダイヤ等の高価な工具が損耗し、加工特性が変化。	◎ 工具(電極)損耗が無く、加工特性の再現性、安定性に優れる。
装置コスト	× ナノ精度加工機は高価であり、設置環境(床、温度)の整備・制御が不可欠。	◎ 真空設備が不要で装置価格は安価。特別な設置環境整備は不要。

表 2 表面仕上げにおける CMP とプラズマ援用研磨の比較

	CMP	プラズマ援用研磨
加工能率	× 低い。	◎ 表面を軟質化するため高能率。
加工変質層	× 前加工時に導入された加工変質層が残留する。	◎ 軟質砥粒をもちいて改質層のみを除去するため変質層は形成されない。
ランニングコスト	× スラリーの購入、維持、廃棄処理費用が高価。	◎ 乾式研磨であり、スラリー不要。プロセスガスと固定砥石の費用は比較的安価。
表面粗さ	△ サブナノメータオーダーの表面粗さが得られない。	◎ 原子レベルで平滑な表面が得られる。

※CMP (Chemical Mechanical Polishing) は、材料を機械的に削る砥粒と加工物表面を軟質化させる薬液とを含むスラリーと呼ばれる研磨液を用いる研磨方法。

2. 研究実施予定表 非公開

3. 研究費 非公開

Ⅱ. 研究成果の創出状況

4. マイルストーンの達成状況

①プラズマ CVM 加工の高精度化

(1) 走査速度分布補正アルゴリズムを適用したシミュレーションソフトの動作確認と性能評価 (CP1)(CP2)

放射温度計測により得られた表面温度分布の時間変化パターンを基に、走査速度分布を補正するアルゴリズムを構築し、本アルゴリズムを適用したシミュレーションソフトが動作することを確認する。また、加工実験によって性能評価を行い、形状精度 10 nm が達成できるかを検証する。(CP1、平成 28(2016)年度末)(CP2、平成 29(2017)年度末)

○達成状況

局所プラズマを用いた数値制御加工においては、プラズマからの熱流入により基板の表面温度が変動すると設定した加工量分布に誤差が生じ、結果として形状精度が悪化してしまう。したがって、H28 年度(2016 年度)は図 2 に示すように、基板の温度変動分布を基板上の各場所における補正係数データ列としてシミュレーションソフトに入力し、走査速度データの補正を行うためのアルゴリズムを作成し、補正計算が行えることを確認した。

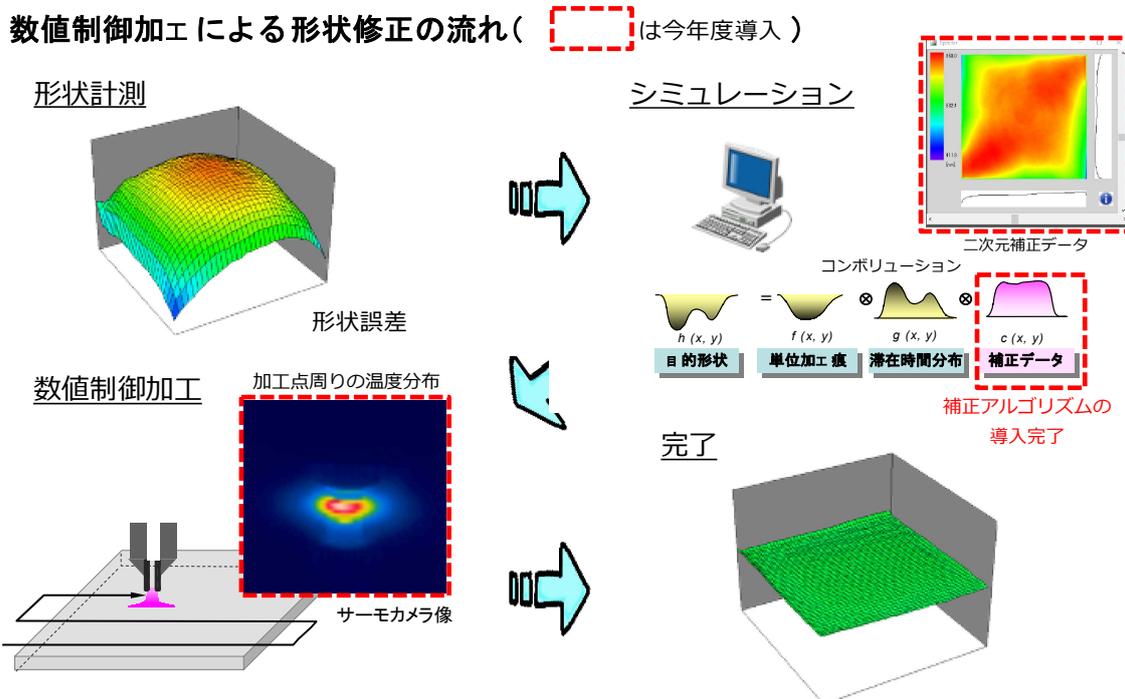


図 2 基板表面温度分布を考慮した補正アルゴリズムの構築

加工実験による検証においては、加工対象材料として反応焼結 SiC (Reaction-sintered SiC: RS-SiC)を選定した。本材料は SiC 相と Si 相の 2 相から構成されるが、従来のプラズマ CVM 加工

においては各相のエッチングレートが異なるためにエッチングの進行とともに表面粗さ、ならびに加工精度が大きく悪化することが問題となっていた。本項目では、プロセスガス組成の最適化により表面粗さの悪化を抑制できるかを検討した。具体的には、 CF_4/O_2 比を制御して SiC 成分と Si 成分におけるエッチング反応と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が等しくなる条件を探索するため、単結晶の 4H-SiC (0001) と Si (100) に対して、酸素濃度 $\text{O}_2/(\text{CF}_4+\text{O}_2)$ を 0 から 95% まで変化させながら加工実験を行った。

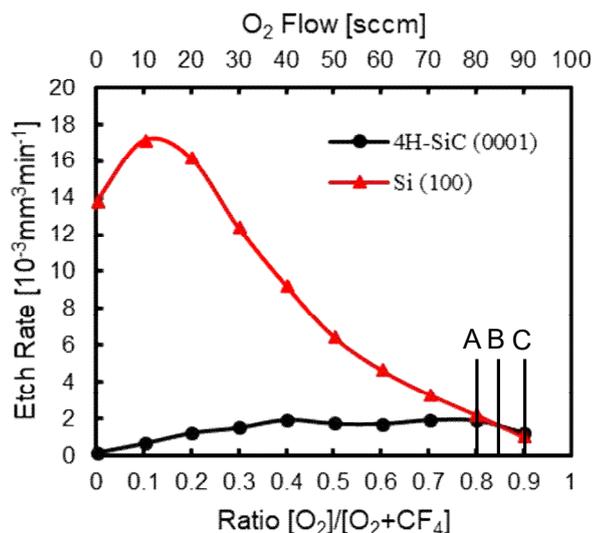


図 3 エッチングレートのプロセスガス組成依存性

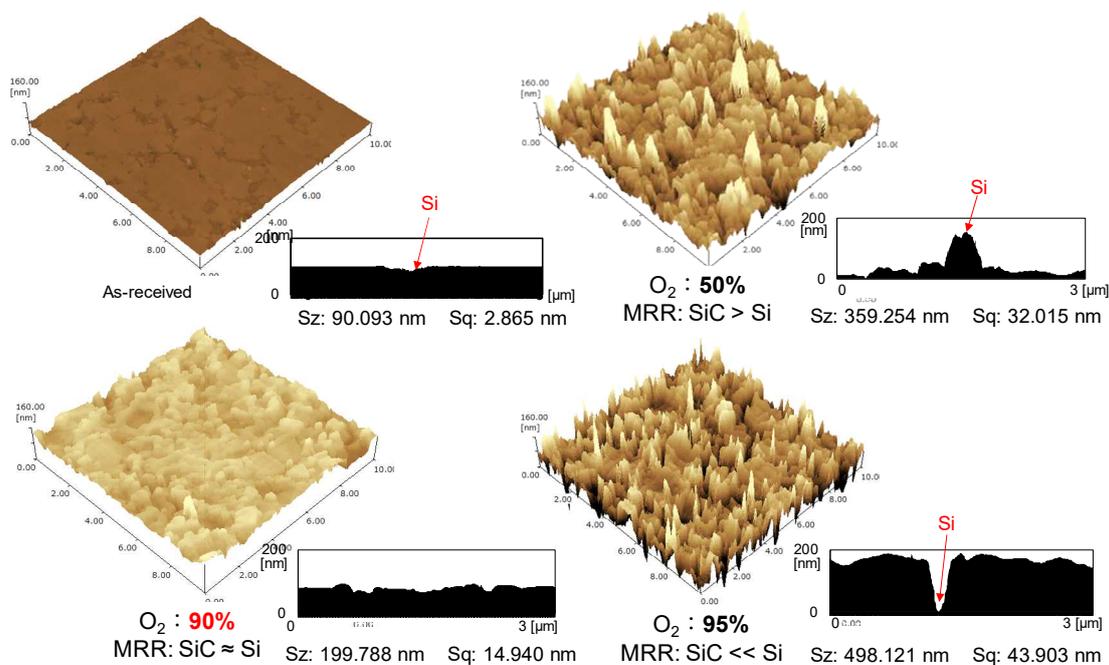


図 4 プロセスガス組成とエッチング後の表面モフォロジーの相関

図3より、酸素濃度が80~90%の間に、4H-SiC(0001)とSi(100)のエッチングレートが等しくなることがわかった。したがって、RS-SiCのAP-PCVM加工において表面粗さが悪化した原因は、最適な酸素濃度以外のガス組成ではSiC成分とSi成分のエッチングレートが異なるためと考えられる。本仮説を実証するため、加工ギャップを円形で均一な加工痕が得られる6.0mmとし、酸素濃度を50、90、95%に設定してRS-SiCの加工実験を行った。加工後の表面粗さをAFMで測定した結果を図4に示す。これより、酸素濃度が90%の条件では表面粗さの増大が大幅に抑制できることが分かった。今後、得られた条件を用いて形状加工実験を実施し、目標の形状精度10nm以下を達成する。なお、本成果の内容はScientific Reports誌に掲載されるとともに、国内特許出願を行なった。

②プラズマ援用研磨によるセラミックス材料の表面仕上げ

当初計画では自由曲面对応の小径加工ヘッドの開発(CP3)を行う予定であったが、産学共創の場および企業ヒアリングにより、円筒形状部品に対する研磨要求があったため、円筒面の研磨に対応する研磨装置の開発(CP5)を行うことに計画を変更した。

(1) 雰囲気圧力制御型PCVM・PAP複合加工装置の開発(CP4)(CP5)

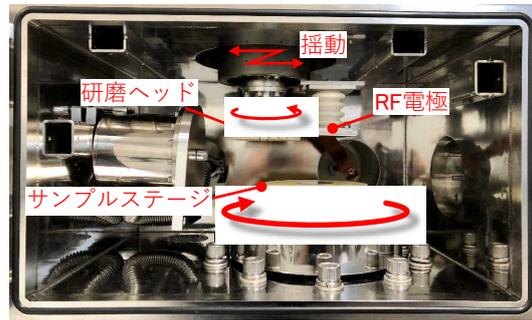
試作したPCVM・PAP複合加工装置において、減圧条件にて焼結SiC基板の研磨レートとして1 μ m/h以上が達成されることを確認する。また、複合加工装置に設置可能な円筒基板対応研磨ユニットを開発し、円筒面の表面粗さとして1nm rms以下が達成されることを確認する。(CP4、平成30(2018)年度末)(CP5、令和元(2019)年度末)

○達成状況

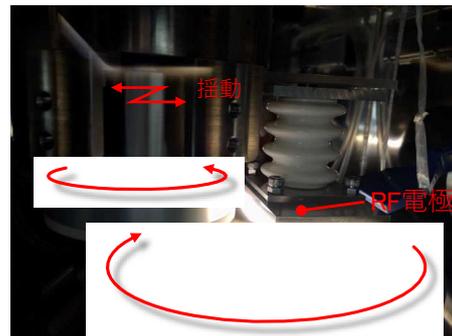
研磨機メーカーとの共同開発により、雰囲気圧力の制御が可能なPCVM・PAP複合加工装置を試作した。装置の外観ならびに内部の様子を図5に、円筒基板対応研磨ユニットの外観を図6に示す。

本装置は4インチサイズまでのウエハ状基板の研磨が可能であり、デッドウエイト方式による定圧研磨を行う。円筒基板対応研磨ユニットは容易に着脱が可能であり、回転する円筒基板の下部に対向して設置したRF電極によってプラズマを発生させて表面改質を行い、上部に設置した研磨ヘッドによって改質層を除去することで研磨が進行する。

今後、開発期間終了までに、焼結AlN基板、イットリア基板、反応焼結SiC基板の研磨特性を評価する予定である。



装置内部



プラズマが発生している様子

図5 雰囲気圧力制御型 PCVM・PAP 複合加工装置

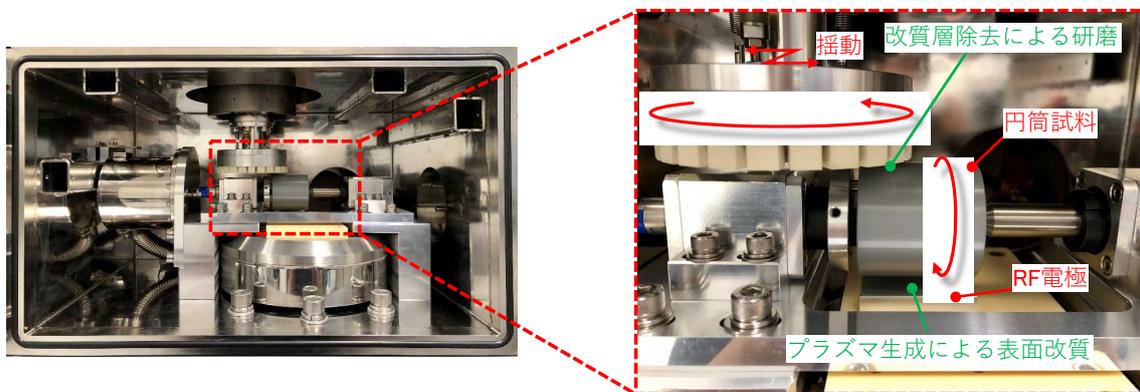


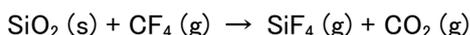
図6 円筒基板対応研磨ユニット

(2) プラズマ援用研磨におけるドレスフリー連続研磨技術の開発(CP6)

プラズマ援用研磨において研磨レートを維持するとともに表面粗さの目標値を達成するためには、長時間にわたって砥石の研磨特性を維持することが不可欠である。本開発項目においては、プラズマを照射することで連続研磨条件においてドレスフリーに初期研磨レートと加工面粗さが維持できることを確認する。(令和元(2019)年度末)

○達成状況

研磨対象基板は焼結 AlN 基板とした。AlN はフッ素ラジカルによりフッ化されて軟質化するため、キャリアガスのアルゴンに約 5%の CF_4 を混合したガスをプラズマに供給し、#20000(平均粒径 $0.25 \mu m$)のビトリファイドボンドのダイヤモンド砥石を用いて評価実験を行った。実験は図 7 に示す小型のプラズマ援用研磨装置を用いて行い、研磨圧力は 800 Pa、基板回転数 100 rpm、砥石回転数 121 rpm とした。比較のため、プラズマを照射せずに 30 分のドライ研磨を計 6 回(トータル研磨時間:3時間)行なった時の砥石表面の SEM 像と走査型白色顕微干涉計(SWLI)像を図 8 に示す。これより、研磨開始後 1 時間まではドレス直後と同等の、砥粒が露出した表面状態が維持されているが、2時間経過後以降は、砥石表面の摩耗が顕著となり、完全平面からの面積比を表す Sdr(展開面積比、完全平面の場合は $Sdr=0$)の値が急激に減少してほぼ 0 になっていることがわかる。このような状態では、砥石は基板に対して上滑りするだけで研磨が進行しなくなる。一方、 $Ar+CF_4$ ガスを用いたプラズマ援用研磨の場合には、図 9 に示すように砥石の表面は3時間の研磨を行った後もドレス直後の状態とほぼ同じ状態を維持しており、Sdr 値も終始 0.6 程度で一定であった。ビトリファイド砥石は結合剤の主成分が SiO_2 であるため、



の反応により、エッチングされることで自動的に適度なドレッシング作用が生じたことで、砥石の表面状態が良好に維持できたと考えられる。研磨レートと表面粗さの評価に関しては次項で述べる。

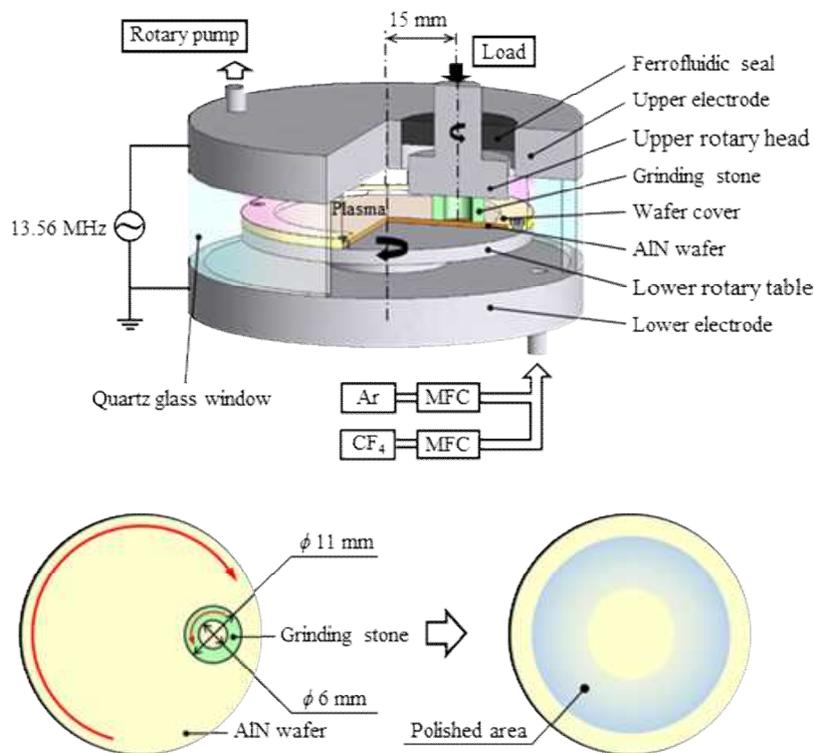


図 7 小型プラズマ援用研磨装置

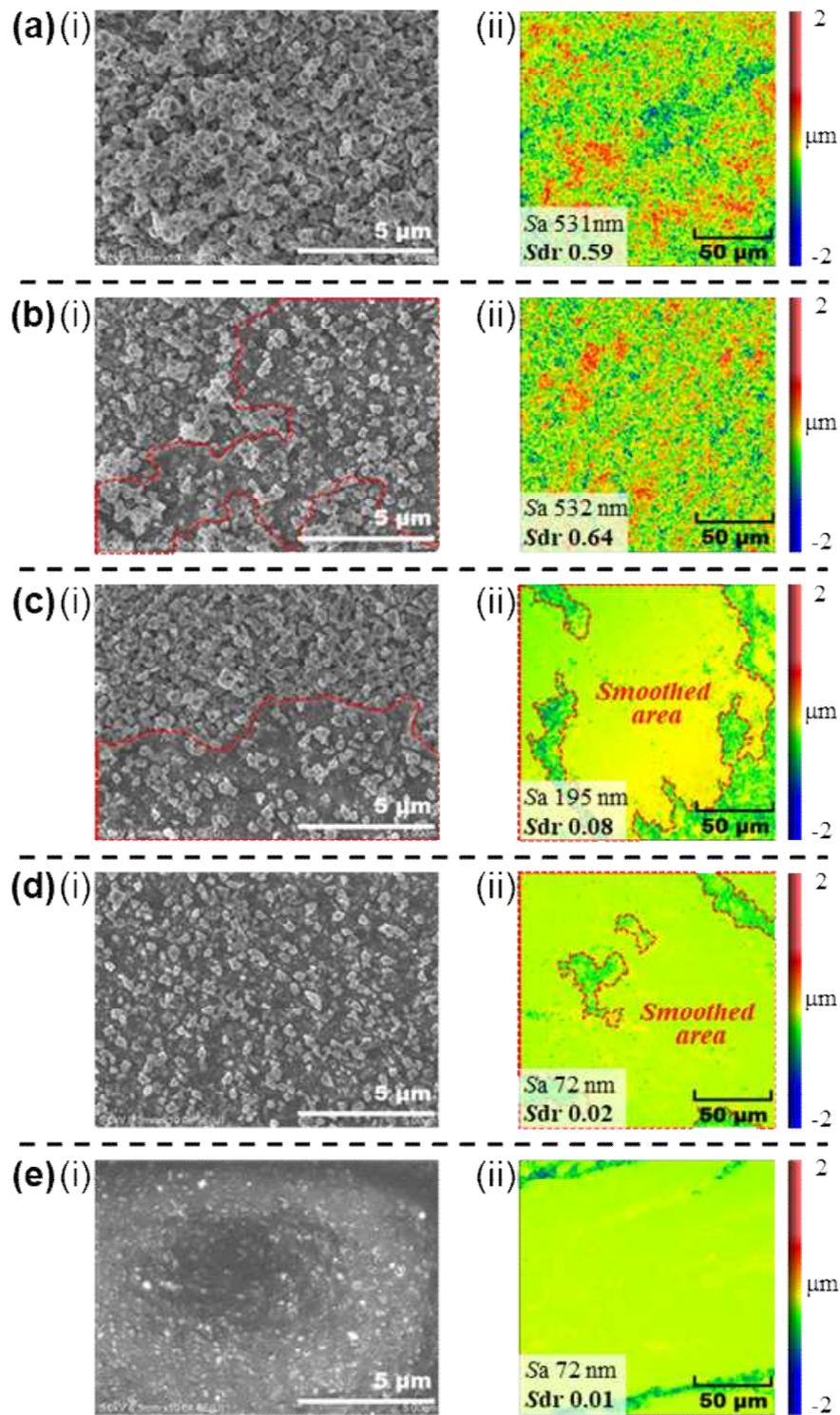


図 8 ドライ研磨前後のビトリファイドダイヤモンド砥石表面の(i)SEM 像、(ii)SWLI 像
 (a) ドレス直後、(b) 1 時間研磨後、(c) 2 時間研磨後、(d) 3 時間研磨後、(e) (d)を洗浄後

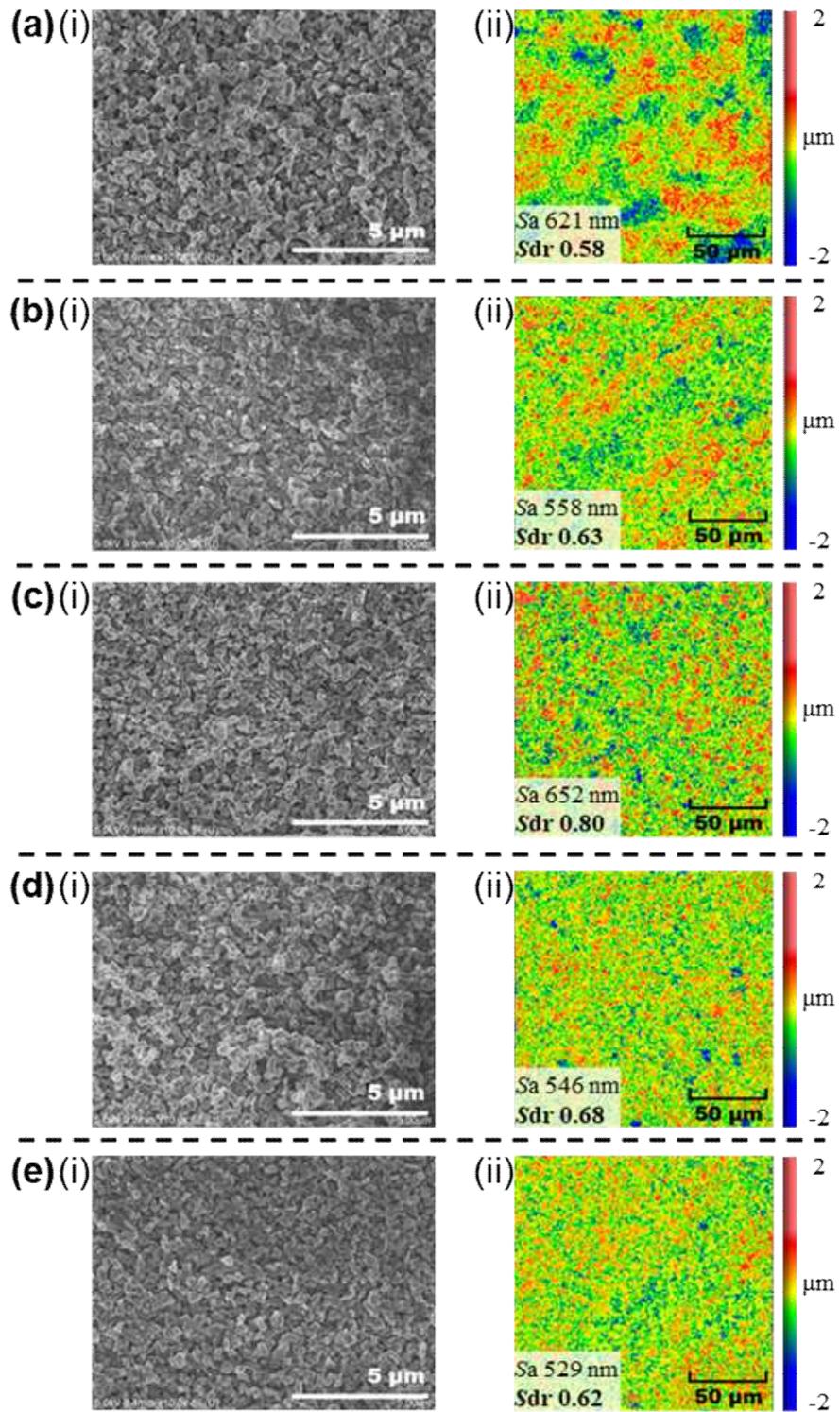


図9 プラズマ援用研磨前後のビトリファイドダイヤモンド砥石表面の(i)SEM像、(ii)SWLI像
 (a) ドレス直後、(b) 1時間研磨後、(c) 2時間研磨後、(d) 3時間研磨後、(e) (d)を洗浄後

(3) 各種セラミックス材料の研磨特性の評価(CP7)

開発したドレスフリータイプの砥石を用いて各種セラミックス材料の研磨特性を評価し、プラズマ援用研磨のドライ研磨条件において研磨特性を持続できることを確認する。(令和2(2020)年度末)

○達成状況

窒化アルミニウム(AIN)セラミックスは高硬度、電気絶縁性、低熱膨張係数および高熱伝導率(アルミナの約 5-7 倍)などの特性を有することから、ヒートシンクやマイクロエレクトロニクスデバイス作製の基板に適している。AIN は GaN と近い格子定数と熱膨張係数を有するため、GaN のエピタキシャル成長用基板として期待されている。しかしながら、AIN セラミックスは焼結体材料であり、従来の機械的な加工プロセスを適用した場合、AIN 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。実際、加工後の表面には、脱粒により形成されたと推測されるピットが数多く存在し、高品位な平滑表面が得られていない。これらの問題の解決を目的として、焼結 AIN 材に対するドレスフリープラズマ援用研磨特性を評価した。用いた研磨装置と研磨条件は前項②(2)と同じで、焼結 AIN 基板の直径は 50 mm、厚さは 1 mm である。

図 10 に各種研磨条件における研磨レートと表面粗さを示す。研磨条件は①プラズマを照射しないドライ研磨でドレッシング無し、②プラズマを照射しないドライ研磨で 30 分の研磨毎にドレッシング、③プラズマ援用研磨でドレッシング無しの 3 種類で、それぞれの総研磨時間は 3 時間である。研磨レート、ならびに表面粗さは③のプラズマ援用研磨条件がもっとも良い値が得られており、プラズマ援用研磨中における自動的なドレッシング作用は研磨特性の向上に対しても有用と言える。

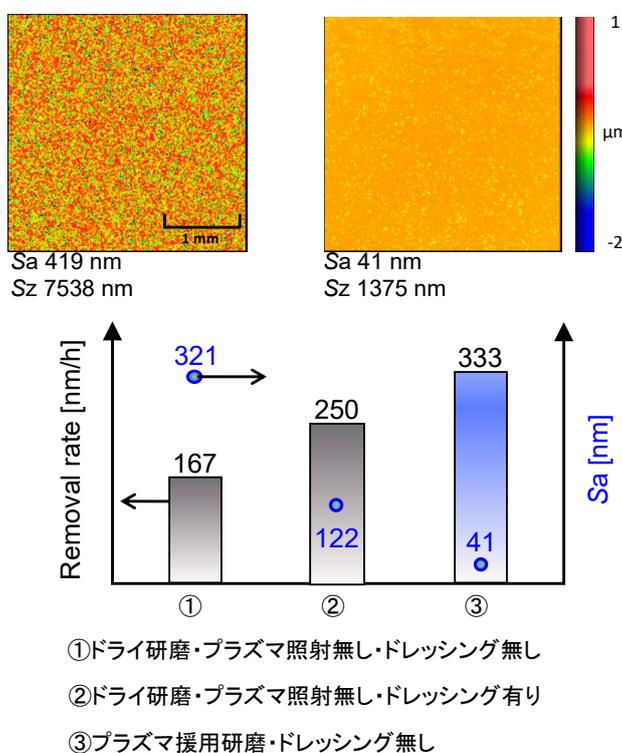


図 10 各種研磨条件における研磨レートと表面粗さ

図 10 は#600 の砥粒を用いて研磨した基板を研磨した結果であるが、CMP 仕上げを行った基板に対する研磨結果を図 11 に示す。

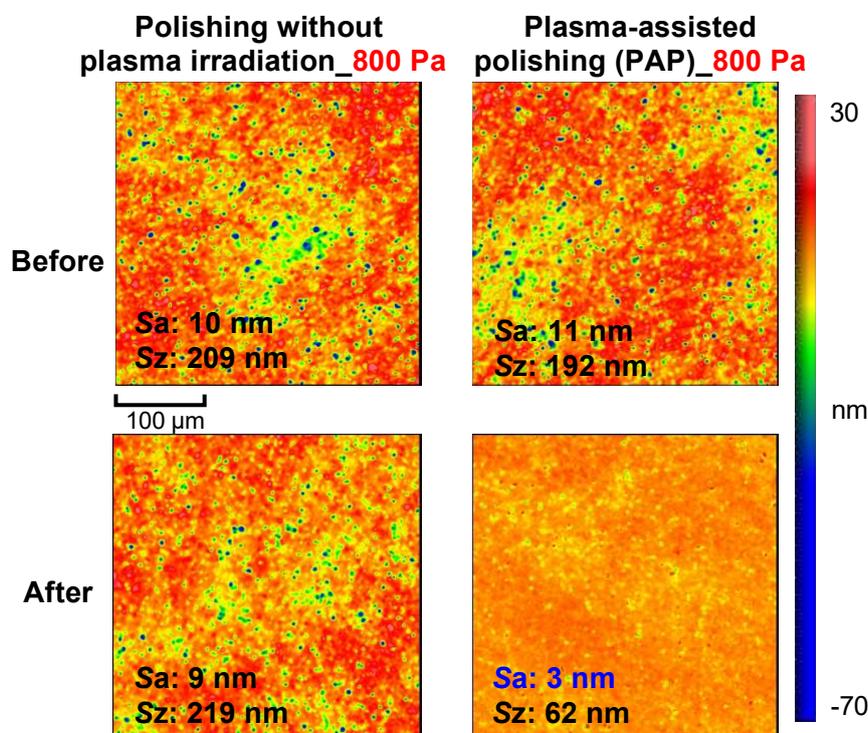


図 11 CMP 面に対する研磨結果

プラズマを照射しない通常のドライ研磨の場合(図 11 左列)には表面モフォロジーは改善されず、脱粒が原因と考えられるピットが残留している。一方、プラズマ援用研磨の場合には脱粒ピットが見られず、従来の機械研磨法の限界を突破する算術平均粗さ Sa 3 nm が得られた。今後企業との共同研究により、プラズマ援用研磨後の基板に対する GaN のエピタキシャル成長特性を評価し、脱粒フリー AlN 基板の有用性を評価する予定である。また、焼結 AlN の研磨特性に関しては加工関連の専門誌に掲載済みであり、ドレスフリー研磨特性に関しては投稿済みである。他のセラミクス材料に関しても研究期間終了までに研磨特性を評価する予定である。

(4) 高密度大気圧プラズマ発生ユニットの性能評価(CP8)

大気圧プラズマユニットの適用により、大気圧条件にて焼結 SiC 基板の研磨レートとして 1 μm/h 以上が達成されることを確認。(令和 2(2020)年度末)

○達成状況

ICP(Inductively Coupled Plasma)方式の大気圧プラズマ生成ユニットを導入済みであり、研究期間終了までに焼結 SiC 基板の研磨レートを評価する予定である。

5. 研究計画全体の進捗状況

本開発では、耐摩耗性、耐熱性、耐薬品性に優れる反応焼結 SiC や CVD-SiC 材をはじめとする高機能エンジニアリングセラミックス材料をターゲットとし、数値制御プラズマ CVM (Chemical Vaporization Machining: 化学的気化加工法) による形状創成、およびプラズマ援用研磨 (PAP: Plasma Assisted Polishing) による表面仕上げという 2 つの要素技術を組み合わせた、『大気圧プラズマプロセスをベースとしたオールドライ高能率ダメージフリー形状創成・表面仕上げプロセス』の開発を目的としており、それぞれの要素技術の開発達成状況を述べる。

①数値制御プラズマ CVM (Chemical Vaporization Machining) による形状創成法の開発

焼結 SiC や CVD-SiC を用いた高精度非球面ガラスレンズ用金型には、現状において 0.1 μm オーダの形状精度が要求されている。本開発では要求精度を確実に達成するとともに、次世代において要求されるさらなる高精度化にも対応できるように、局在プラズマの数値制御走査により形状精度 10 nm (0.01 μm) を実現する形状創成プロセスの開発を目標とした。

開発上の問題点としては、

- (1) プラズマからの熱流入による表面温度の変化によりエッチレートが変動し、加工精度に影響を及ぼす。
- (2) 多相成分から構成される材料は、成分毎にエッチレートが異なるため、表面粗さの悪化を引き起こす。

ことが挙げられた。

このうち(1)に関しては、プラズマ加工中における基板表面温度の経時変化をサーモグラフィーにより測定し、温度分布に応じた補正を数値制御走査時に適用することで解決する。すでに温度分布を反映して局所プラズマの走査速度分布を算出できるシミュレーションソフトを開発しており、今後加工精度の検証実験を行う。

(2)に関しては反応焼結 SiC 材に対して検討を行なった。本材料は SiC と Si の 2 相から構成されるが、フッ素系のガスを用いたエッチング作用のみを適用した場合、各相のエッチングレートが異なるために表面粗さが悪化してしまう。一方、両相ともに酸素ラジカルによって酸化される性質を有しているが、同一の酸化条件における各相の酸化レートは異なる。本開発では、 CF_4 ガスと酸素ガスを混合したプロセスガスにおいて、エッチング作用と酸化作用がバランスすることで SiC 相と Si 相の除去レートが等しくなる最適な混合比を見出し、表面粗さの悪化が抑制できることを実証した。本成果は、他の多成分材料のプラズマエッチングにおいても表面粗さを抑制する指針となるものであり、その内容に関して論文発表するとともに特許出願を行なった。

②プラズマ援用研磨 (PAP: Plasma Assisted Polishing) による表面仕上げ法の開発

本項目では産業界のニーズに応じて本研磨法を実用化するために、

- (1) 4 インチサイズまでの基板の研磨が可能な研磨装置を開発する
- (2) ドレスフリーな連続ドライ研磨技術を確立する

ことを目標として研究開発を行なった。

(1)に関しては研磨機メーカーとの共同開発により、プラズマを発生させる雰囲気圧力を任意に制御できる 4 インチ基板対応の研磨機を試作した。また、産学共創の場や企業ヒアリングにおける要望に基づき、試作した研磨機に設置が可能な円筒形状基板の研磨に対応するユニットを開発した。

(2)に関しては、ボンド材の主成分が SiO_2 であるビトリファイドボンド砥石は、フッ素系のプロセスガスを用いたプラズマ援用研磨においてはボンド材成分がフッ素ラジカルによってエッチングされることによって自動的にドレス現象が生じることを見出した。本現象を適切に適用することにより、研磨効率を低下させるドレッシングを行うことなく研磨プロセスを持続することが可能となった。また、ドレスフリーのプラズマ援用研磨を焼結 AlN 基板の研磨に適用した結果、脱粒ピットが生じることなく算術平均粗さとして 3 nm を達成した。これは、従来の機械研磨技術で得られる値を大きく下回るものであり、 AlN 基板の表面をプラズマ照射によりフッ化させることで、通常では研磨できない極低研磨圧力でも研磨が可能になったため本値が達成できたと考えられる。本結果は、他の焼結セラミックス材料に対しても脱粒フリー研磨の実現が期待できる成果である。

6. 研究実施状況

本研究は大阪大学の研究代表者の研究室が主体となって実施し、加工面の評価においては大阪大学大学院工学研究科附属超精密科学研究センターの協力を得た。プロジェクトリーダーの山村が全体を統括し、山村研究室のポスドク研究員、博士後期課程学生、博士前期課程学生が装置開発、検証実験、加工面の評価を行った。研究費は主として、プラズマプロセス装置（プラズマ CVM 装置、プラズマ援用研磨装置）の開発およびその改良、加工面評価用の測定機器、基板材料等の消耗品費、ポスドク研究員の人件費として使用した。

7. 産学の対話の活用状況

産学共創の場では、研究の進捗に関して客観的な評価を受けるとともに、プラズマ援用研磨が対象とすべき材質と形状・サイズに関してアドバイザーおよび産業界の出席者から有益なアドバイスを受け、当初計画からの変更を行なった。また、A-STEP のホームページに掲載された研究課題名と課題概要を見て直接コンタクトされてきた企業もあり、サンプル加工により当該プロセスの適用可否を検討した。

8. 創出された研究成果(企業との共同研究、特許、論文など)のリスト

①-1企業との共同研究等(共同研究、サンプル・ノウハウの提供など) 非公開

①-2企業との共同研究によって得られた研究開発成果 非公開

②-1論文・著書(査読付き)

(海外)

- 1) R. Sun, X. Yang, Y. Ohkubo, K. Endo, K. Yamamura, Optimization of gas composition used in plasma chemical vaporization machining for figuring of reaction-sintered silicon carbide with low surface roughness, Scientific Reports 8 (2018) 2376 (9pp), 2018/2.
- 2) K. Yamamura, K. Emori, R. Sun, Y. Ohkubo, K. Endo, H. Yamada, A. Chayahara, Y. Mokuno, Damage-free highly efficient polishing of single-crystal diamond wafer by plasma-assisted polishing, Annals of the CIRP 67 (2018) pp. 353-356, 2018/5.
- 3) R. Sun, X. Yang, K. Watanabe, S. Miyazaki, T. Fukano, M. Kitada, K. Kawai, K. Arima and K. Yamamura, Etching Characteristics of Quartz Crystal Wafers Using Argon-based Atmospheric Pressure CF₄ Plasma Stabilized by Ethanol Addition, Nanomanufacturing and Metrology 2 (2019) pp.168-176, 2019/7.
- 4) R. Sun, X. Yang, K. Arima, K. Kawai, K. Yamamura, High-quality plasma-assisted polishing of aluminum nitride ceramic, CIRP Annals 69 (2020) 301-304, 2020/5.
- 5) N. Liu, K. Sugawara, N. Yoshitaka, H. Yamada, D. Takeuchi, Y. Akabane, K. Fujino, K. Kawai, K. Arima, K. Yamamura, Damage-free highly efficient plasma-assisted polishing of a 20-mm square large mosaic single crystal diamond substrate, Scientific Reports 10 (2020) 19432 (7pp), 2020/11

②-2論文・著書(査読無し)

(国内)

- 1) 山村和也, プラズマ CVM による機能材料の高精度無歪加工, NEW GLASS, Vol. 32 No. 3, pp. 16-20, 2017/11.
- 2) 山村和也, プラズマ援用研磨による SiC のダメージフリー仕上げ, 砥粒加工学会誌, Vol. 61 No. 8, pp. 430-433, 2017/8.
- 3) 山村和也, プラズマ CVM による高精度ミラーの作製, 精密工学会誌, Vol. 84 No. 6, pp. 507-510, 2018/6.
- 4) 山村和也, プラズマ援用研磨によるワイドギャップ半導体材料の超平滑仕上げ, 自動車技術, Vol. 72 No. 6, 42-47, 2018/6.
- 5) 山村和也, 反応性プラズマを援用したセラミックス材料のダメージフリー形状創成・仕上げ加

工技術の開発, 粉体および粉末冶金, Vol. 65 No. 10, 654-658, 2018/10.

- 6) 山村和也, プラズマナノ製造プロセス, メカニカルサーフェス・テック No. 046, 35-37, 2018/10.
- 7) 山村和也, プラズマナノ製造プロセスによるセラミックスのダメージフリー加工, トライボロジスト Vol. 63 No. 12, 806-811, 2018/12.
- 8) 山村和也, プラズマ/電気化学ナノ製造プロセスによる難加工材料加工の革新, 生産と技術 Vol. 72 No. 4 (2020) 33-39, 2020/10.

③学会発表(招待講演含む)

(国内)

- 1) 辻内 健太郎, 蔭山 千華, 遠藤 勝義, 山村 和也, プラズマ援用研磨によるワイドギャップ半導体基板のダメージフリー仕上げ, 日本機械学会 関西学生会平成28年度学生員卒業研究発表講演会, 大阪大学-吹田キャンパス, 2017/3/11. 【口頭発表】
- 2) 山村和也, プラズマを援用した研磨プロセスによるワイドギャップ半導体基板の高エネルギー加工, スパッタリング及びプラズマプロセス技術部会(SP部会)第153回定例研究会「エネルギー材料(蓄電, 省エネ)技術の最前線」, 2017/5/19@信州大学(長野)工学キャンパス【招待講演】
- 3) 孫 栄硯, 大久保 雄司, 遠藤 勝義, 山村 和也, 大気圧プラズマを用いた金型用反応焼結SiC材のダメージフリー形状創成・仕上げ加工技術の援用研磨法の開発 -プラズマCVMの基礎加工特性-, 精密工学会 2017年度関西地方定期学術講演会, 摂南大学-寝屋川キャンパス, 2017/6/29. 【ポスター発表】
- 4) 辻内 健太郎, 大久保 雄司, 遠藤 勝義, 山村 和也, 減圧型プラズマ援用研磨法の開発 -前加工面が異なる4H-SiC(0001)の残留応力と酸化レートの評価-, 精密工学会 2017年度関西地方定期学術講演会, 摂南大学-寝屋川キャンパス, 2017/6/29. 【ポスター発表】
- 5) 孫 栄硯, 大久保 雄司, 遠藤 勝義, 山村 和也, プラズマ援用研磨による反応焼結SiC材の高精度ダメージフリー加工に関する研究 -プラズマ酸化におけるSiCとSiの酸化レートの評価-, 2017年度精密工学会秋季大会学術講演会, 大阪大学-豊中キャンパス, 2017/9/20. 【口頭発表&ポスター発表】
- 6) 辻内 健太郎, 孫 栄硯, 大久保 雄司, 遠藤 勝義, 山村 和也, プラズマ援用研磨法の開発(第17報)-減圧型プラズマ援用研磨による4H-SiCの軟質砥粒研磨特性の評価-, 2017年度精密工学会秋季大会学術講演会, 大阪大学-豊中キャンパス, 2017/9/22. 【口頭発表&ポスター発表】
- 7) 山村 和也, プラズマ援用研磨によるワイドギャップ半導体基板のダメージフリー仕上げ, 研磨の基礎科学とイノベーション化専門委員会 第9回研究会【研磨装置の知能化と微細研磨・表面仕上げへの挑戦】, 2017/11/17@金沢工業大学 KIT 虎ノ門大学院【招待講演】
- 8) K. Yamamura, Highly efficient damage-free chemical mechanical dry finishing of wide gap

semiconductor substrate by Plasma Assisted Polishing, ISPlasma2018/IC-PLANTS2018, Nagoya, Japan, 2018/3/7. 【招待講演】

- 9) 孫 栄硯, 川合 健太郎, 有馬 健太, 山村 和也, プラズマ CVM による多成分材料の高精度加工に関する研究(第1報)ー反応ガス組成の最適化による表面粗さの改善ー, 2018 年度精密工学会春季大会学術講演会, 中央大学-後樂園キャンパス, 2018/3/16. 【口頭発表】
- 10) 山村 和也, 反応性プラズマを援用したセラミックス材料のダメージフリー形状創成・仕上げ加工技術の開発, 粉体粉末冶金協会平成 30 年度春季大会(第 121 回講演大会)[2-15], 京都大学百周年時計台記念館, 2018/5/15. 【招待講演】
- 11) 孫 栄硯, 川合 健太郎, 有馬 健太, 山村 和也, 渡辺 啓一郎, 宮崎 史朗, 深野 徹, 北田 勝信, プラズマ CVM による水晶ウエハの加工に関する研究 ーエタノール添加による CF₄ 含有大気圧 Ar プラズマの安定化ー, 精密工学会 2018 年度関西地方定期学術講演会, 大阪電気通信大学駅前キャンパス, 2018/6/29. 【ポスター発表】
- 12) 荒川翔平, 川合健太郎, 有馬健太, 山村和也, 山崎大, 丸山龍治, 曾山和彦, 林田洋寿, 数値制御プラズマ CVM による中性子顕微鏡用 Wolter ミラーマンドレルの高精度加工 ー 円柱試料に対する楕円筒形状の作製 ー, 精密工学会 2018 年度関西地方定期学術講演会, 大阪電気通信大学駅前キャンパス, 2018/6/29. 【ポスター発表】
- 13) K. Yamamura, K. Emori, R. Sun, Y. Ohkubo, K. Endo, H. Yamada, A. Chayahara, Y. Mokuno, Damage-free highly efficient polishing of single-crystal diamond wafer by plasma-assisted polishing, CIRP General Assembly, Tokyo, Japan, 2018/8/22. 【口頭発表】
- 14) 孫 栄硯, 川合 健太郎, 有馬 健太, 大久保 雄司, 山村 和也, プラズマ CVM による多成分材料の高精度加工に関する研究(第2報)ー反応焼結 SiC 材に対する非球面形状の創成ー, 2018 年度精密工学会秋季大会学術講演会, 函館アリーナ, 2018/9/5. 【口頭発表&ポスター発表】
- 15) 荒川翔平, 川合健太郎, 有馬健太, 山村和也, 山崎大, 丸山龍治, 曾山和彦, 林田洋寿, 中性子集光用高精度 Wolter ミラーマンドレルの作製(第6報)ーPCVM 加工による Wolter ミラーマンドレルの形状修正ー, 2018 年度精密工学会秋季大会学術講演会, 函館アリーナ, 2018/9/5. 【口頭発表&ポスター発表】
- 16) 山村和也, プラズマナノ製造プロセスによる機能材料のダメージフリー加工, 第 309 回新規事業研究会, 東京工業大学蔵前会館, 2018/9/8. 【招待講演】
- 17) 山村和也, プラズマナノ製造プロセスによる機能性材料のダメージフリー加工, 平成 30 年度砥粒の日企画オープンセミナー「超精密加工の複合化」, 立命館大学東京キャンパス, 2018/10/26. 【招待講演】
- 18) 孫栄硯, 川合健太郎, 有馬健太, 山村和也, プラズマ CVM による多成分材料の高精度加工に関する研究(第3報)ー反応焼結 SiC 材の加工における反応生成堆積物の影響ー, 2019 年度精密工学会関西地方定期学術講演会, 大阪大学銀杏会館, 2019/6 【ポスター発表】
- 19) 鈴木蓮、劉念、川合健太郎、有馬健太、山村和也, 誘導結合プラズマを用いた単結晶ダイヤ

- モンドの加工特性, 2019 年度精密工学会関西地方定期学術講演会, 大阪大学銀杏会館, 2019/6【ポスター発表】
- 20) 荒川翔平、山本有悟、川合健太郎、有馬健太、山崎大、丸山龍治、林田洋寿、曾山和彦、山村和也, 数値制御プラズマ CVM による中性子顕微鏡用 Wolter ミラーマンドレルの高精度加工—Wolter I 型ミラーマンドレルの高精度形状測定—, 2019 年度精密工学会関西地方定期学術講演会, 大阪大学銀杏会館, 2019/6【ポスター発表】
 - 21) 孫栄碩, 川合健太郎, 有馬健太, 山村和也, プラズマ援用研磨法の開発(第 18 報)—フッ素系プラズマの照射による AlN 基板の表面改質効果の評価—, 2019 年度精密工学会秋季大会講演会, 静岡大学, 2019/9【口頭発表&ポスター発表】
 - 22) 荒川翔平、山本有悟、川合健太郎、有馬健太、山村和也、丸山龍治、曾山和彦、林田洋寿, 中性子集光用高精度 Wolter ミラーマンドレルの作製(第 7 報)—PCVM 加工における熱流入由来の加工量誤差の補正—, 2019 年度精密工学会秋季大会講演会, 静岡大学, 2019/9【口頭発表&ポスター発表】
 - 23) 鈴木蓮、劉念、劉智志、川合健太郎、有馬健太、山村和也, プラズマを援用したダイヤモンド基板の高精度加工(第 1 報)—誘導結合プラズマを用いた単結晶ダイヤモンドの加工特性—, 2019 年度精密工学会秋季大会講演会, 静岡大学, 2019/9【口頭発表&ポスター発表】
 - 24) R. Sun, K. Watanabe, S. Miyazaki, T. Fukano, M. Kitada, K. Kawai, K. Arima, K. Yamamura, Stabilization of argon-based atmospheric pressure CF₄ plasma by adding ethanol for precision thickness correction of quartz crystal wafer, The 15th China-Japan International Conference on Ultra-Precision Machining Process (CJUMP2019), Maebashi, Japan, 2019/9/27.【口頭発表】
 - 25) S. Arakawa, K. Kawai, K. Arima, D. Yamazaki, R. Maruyama, H. Hayashida, K. Soyama, K. Yamamura, Development of ultraprecise figure correction and measurement techniques for fabrication of Wolter mirror mandrel for neutron microscope, The 8th International Conference of Asian Society for Precision Engineering and Nanotechnology (ASPEN2019), Matsue, Japan, 2019/11/13.【口頭発表】
 - 26) R. Sun, Y. Ohkubo, K. Kawai, K. Arima, K. Yamamura, Aspherical Shape Figuring on Reaction-sintered Silicon Carbide by Plasma Chemical Vaporization Machining, The 8th International Conference of Asian Society for Precision Engineering and Nanotechnology (ASPEN2019), Matsue, Japan, 2019/11/13.【口頭発表】
 - 27) 孫栄碩, 川合健太郎, 有馬健太, 山村和也, プラズマ援用研磨法の開発(第 19 報)—AlN 基板の研磨特性の評価—, 2020 年度精密工学会春季大会講演会, 東京農工大学, 2020/3(新型コロナウイルスで中止)
 - 28) 荒川翔平、山本有悟、川合健太郎、有馬健太、山村和也、山崎大、丸山龍治、曾山和彦、林田洋寿, 中性子集光用高精度 Wolter ミラーマンドレルの作製(第 8 報)—PCVM 加工における試料表面温度の変化を考慮したマンドレルの形状修正—, 2020 年度精密工学会春季大

- 会講演会, 東京農工大学, 2020/3(新型コロナウイルスで中止)
- 29) 鈴木蓮, 劉念, 吉鷹直也, 川合健太郎, 有馬健太, 山村和也, プラズマを援用したダイヤモンド基板の高精度加工(第2報)ー単位加工痕のガス組成, 加工ギャップ依存性ー, 2020年度精密工学会春季大会講演会, 東京農工大学, 2020/3(新型コロナウイルスで中止)
 - 30) R. Sun, K. Watanabe, S. Miyazaki, T. Fukano, M. Kitada, K. Kawai, K. Arima, K. Yamamura, Feasibility using ethanol-added argon instead of helium as the carrier gas used in atmospheric-pressure plasma chemical vaporization machining, 20th International Conference of the European Society for Precision Engineering and Nanotechnology (euspen2020) (Virtual Conference), 2020/6. 【口頭発表】
 - 31) R. Sun, X. Yang, K. Arima, K. Kawai, K. Yamamura, High-quality plasma-assisted polishing of aluminum nitride ceramic, CIRP 2020 General Assembly (Virtual Conference), 2020/8. 【口頭発表】
 - 32) 吉鷹直也, 劉念, 菅原宏輝, 山田英明, 赤羽優子, 竹内大輔, 藤野健一, 川合健太郎, 有馬健太, 山村和也, プラズマ援用研磨による単結晶ダイヤモンド基板の高効率ダメージフリー加工(第1報)ー20mm角基板の研磨特性の評価ー, 2020年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集(オンライン開催), 2020/9.
 - 33) 鈴木蓮, 川合健太郎, 有馬健太, 山村和也, 誘導結合プラズマを用いた多結晶ダイヤモンドのエッチング特性, 2020年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集(オンライン開催), 2020/9.
 - 34) 山本有悟, 荒川翔平, 川合健太郎, 有馬健太, 丸山龍治, 林田洋寿, 曾山和彦, 山村和也, 中性子集光用高精度 Wolter ミラーマンドレルの作製(第9報)ープラズマ CVM 加工後の形状および表面粗さの評価ー, 2020年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集(オンライン開催), 2020/9.
 - 35) 孫栄硯, 川合健太郎, 有馬健太, 山村和也, プラズマ援用研磨法の開発(第20報)ー焼結 AlN 基板の脱粒フリー研磨ー, 2020年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集(オンライン開催), 2020/9.
 - 36) N. Liu, N. Yoshitaka, K. Sugawara, H. Yamada, D. Takeuchi, Y. Akabane, K. Fujino, K. Kawai, K. Arima, K. Yamamura, Gas composition dependence of material removal rate in plasma assisted polishing of single crystal diamond, 18th International Conference on Precision Engineering (ICPE2020) (Virtual Conference), 2020/11. 【口頭発表】
 - 37) R. Sun, K. Arima, K. Kawai, K. Yamamura, Roughness evaluation of sintered AlN surface processed by plasma-assisted polishing using diamond grinding stone, 18th International Conference on Precision Engineering (ICPE2020) (Virtual Conference), 2020/11. 【口頭発表】
 - 38) 山本有悟, 川合健太郎, 有馬健太, 山村和也, 林田洋寿, 山崎大, 丸山龍治, 曾山和彦, 中性子集光用 Wolter ミラーマンドレルの作製(第10報)ープラズマ CVM 加工時の表面粗さの改善ー, 2021年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集(オンライン開催), 2021/3

- 39) 孫栄硯, 川合健太郎, 有馬健太, 山村和也, 永橋潤司, 野副厚訓, プラズマ援用研磨法の開発(第 21 報)ービトリファイドボンド砥石を用いたドレスフリー研磨法の開発ー, 2021 年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集(オンライン開催), 2021/3
- 40) 吉鷹直也, 劉念, 菅原宏輝, 山田英明, 竹内大輔, 赤羽優子, 藤野健一, 川合健太郎, 有馬健太, 山村和也, プラズマ援用研磨による単結晶ダイヤモンド基板の高能率ダメージフリー加工(第 2 報)ー研磨レート的面方位依存性に関する検討ー, 2021 年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集(オンライン開催), 2021/3
- 41) 北出隼人, 孫栄硯, 川合健太郎, 有馬健太, 山村和也, プラズマ CVM による多成分材料の高精度加工に関する研究(第 4 報)ー反応生成物の堆積量の温度依存性ー, 精密工学会第 27 回学生会員卒業研究発表講演会講演論文集(オンライン開催), 2021/3

(海外)

- 1) K. Tsujiuchi, C. Kageyama, K. Endo, K. Yamamura, Removal of subsurface damage of 4H-SiC wafer by plasma assisted polishing, 17th International Conference of the European Society for Precision Engineering and Nanotechnology, Hanover, Germany, 2017/6/1. 【ポスター発表】
- 2) R. Sun, K. Tsujiuchi, Y. Ohkubo, K. Endo, K. Yamamura, Polishing characteristics of reaction-sintered silicon carbide by plasma-assisted polishing, The 13th China-Japan International Conference on Ultra-Precision Machining Process (CJUMP2017) (Nov.19-21 (Nov. 21), Shanghai, China) (2017) 241-244. 【口頭発表】【Best Paper Award 受賞】
- 3) K. Yamamura, Plasma-nanomanufacturing for damage-free dry processing of difficult-to-machine materials, The 17th International Manufacturing Conference in China (IMCC2017), 2017/11/25@Shenzhen, China. 【招待講演】
- 4) R. Sun, Y. Ohkubo, K. Endo, K. Yamamura, Application of Plasma Chemical Vaporization Machining for Figuring of Reaction-sintered Silicon Carbide, 18th International Conference of the European Society for Precision Engineering and Nanotechnology, Venice, Italy, 2018/6/7. 【口頭発表】
- 5) K. Yamamura, Plasma nanoManufacturing for ultraprecise shape creation and damage-free finishing, International Symposium on Application of Intellectual Precision Engineering to Support Next Generation IC Manufacturing, Changsha, China, 2018/9/12. 【招待講演】
- 6) R. Sun, Y. Ohkubo, K. Kawai, K. Arima, K. Yamamura, Damage-free figuring of reaction-sintered silicon carbide by plasma chemical vaporization machining, The 13th China-Japan International Conference on Ultra-Precision Machining Process (CJUMP2018), Harbin, China, 2018/9/15. 【口頭発表】
- 7) K. Yamamura, Plasma nanoManufacturing for ultraprecise shape creation and damage-free finishing, International Symposium on Extreme Optical Manufacturing and Laser-Induced

Damage in Optics, Chengdu, China, 2018/9/27. 【招待講演】

- 8) R. Sun, Y. Ohkubo, K. Kawai, K. Arima, K. Yamamura, Investigation of etching characteristics of reaction-sintered silicon carbide using plasma chemical vaporization machining, International Symposium on Extreme Optical Manufacturing and Laser-Induced Damage in Optics, Chengdu, China, 2018/9/27. 【口頭発表】
- 9) R. Sun, Y. Ohkubo, K. Kawai, K. Arima, K. Yamamura, Preliminary Study on Figuring of Reaction-sintered Silicon Carbide by Plasma Chemical Vaporization Machining, 33rd American Society for Precision Engineering Annual Meeting Proceedings (ASPE2018), Las Vegas, USA, 2018/11/6. 【ポスター発表】
- 10) R. Sun, K. Kawai, K. Arima, K. Yamamura, Surface modification of AlN by irradiation of fluorine-based atmospheric pressure plasma for damage-free polishing, The 22nd International Symposium on Advances in Abrasive Technology (ISAAT2019), Shenzhen, China, 2019/12/8. 【口頭発表】

④知的財産(特許権、実用新案権など)

(i)特許出願

(国内)

- 1) 発明の名称:多成分材料のプラズマエッチング加工方法
出願番号:特願 2018-017230
出願日:2018年2月2日発明者:山村和也、大久保雄司、孫栄硯
出願人:国立大学法人大阪大学
- 2) 未公開特許出願
- 3) 未公開特許出願

(海外)

- 1) 発明の名称:アルゴンベースの大気圧プラズマ処理方法及び大気圧プラズマ化学気相加工方法
出願番号:PCT/JP2020/028462
出願日:2020年7月22日
発明者:山村和也、孫栄硯
出願人:国立大学法人大阪大学

(ii)特許登録

(国内)

- 1) 発明の名称:多成分材料のプラズマエッチング加工方法

出願番号:特願 2018-017230
出願日:2018年2月2日
登録番号:特許第 6843396 号
登録日:2021年2月26日
発明者:山村和也、大久保雄司、孫栄硯
出願人:国立大学法人大阪大学

⑤他制度への展開 非公開

⑥その他(受賞、新聞報道、展示会等の招待講演・出展など)

【受賞】

- 1) 第 42 回井上春成賞(2017.7.25)
プラズマ CVM 技術を応用した超小型水晶振動子の開発
山村和也、谷本秀夫
- 2) Best Paper Award
R. Sun, Y. Ohkubo, K. Kawai, K. Arima, K. Yamamura, Damage-free figuring of reaction-sintered silicon carbide by plasma chemical vaporization machining, The 14th China-Japan International Conference on Ultra-Precision Machining Process (CJUMP2018) (2018.9.15@Harbin, China) S1-21.
- 3) 公益財団法人マザック財団 優秀論文賞(2019/5/16)
R. Sun, X. Yang, Y. Ohkubo, K. Endo, K. Yamamura
Optimization of gas composition used in plasma chemical vaporization machining for figuring of reaction-sintered silicon carbide with low surface roughness
Scientific Reports. 8 (2018) 2376.
- 4) Excellent Paper Award
R. Sun, K. Watanabe, S. Miyazaki, T. Fukano, M. Kitada, K. Kawai, K. Arima, K. Yamamura, Stabilization of argon-based atmospheric pressure CF₄ plasma by adding ethanol for precision thickness correction of quartz crystal wafer, The 15th China-Japan International Conference on Ultra-Precision Machining Process (CJUMP2019) (2019.9.27@Maebashi, Japan) C000075.
- 5) Young Researcher Award
R. Sun, Y. Ohkubo, K. Kawai, K. Arima, K. Yamamura, Aspherical Shape Figuring on Reaction-sintered Silicon Carbide by Plasma Chemical Vaporization Machining, The 8th International Conference of Asian Society for Precision Engineering and Nanotechnology (ASPEN2019) (2019.11.14@Matsue, Japan) B28.
- 6) 一般社団法人 生産技術振興協会 海外論文発表奨励賞
R. Sun, X. Yang, K. Arima, K. Kawai, K. Yamamura, High-quality plasma-assisted polishing of

aluminum nitride ceramic, CIRP 2020 General Assembly (Virtual Conference), 2020/8.

【プレス発表】

- 1) 「プラズマで実現！ダイヤモンドを傷つけず・素早く・磨く 大型ダイヤモンド基板の産業利用に期待」、大阪大学、2020年11月10日

【新聞報道】

- 1) 「京セラクリスタル 世界最小の 1008 サイズ 阪大と共同で水晶振動子開発」、電波新聞、2017年3月24日(金)
- 2) 「水晶振動子 世界最小サイズ投入 京セラクリスタル IoT などに展開」、化学工業日報、2017年3月24日
- 3) 「水晶振動子の小型化加速」、電波新聞、2017年3月31日(金)
- 4) 「NEXT デバイス 京セラ 世界最小の水晶部品 加工、プラズマ技術を応用」、日経産業新聞、6面、2017年10月13日(金)
- 5) 「ダイヤモンド基板、損傷なく研磨 ティ・ディ・シー、研究機関向け受託加工」、日刊工業新聞(朝刊30面)、2020年12月22日(木)

【展示会出展】

- 1) セミコンジャパン Innovation Village(主催:SEMI、2016/12/14-16@東京ビッグサイト)
- 2) セミコンジャパン, 「大阪大学 山村研究室 ナノ製造科学ラボ」(主催:SEMI、2018/12/12-14@東京ビッグサイト)
- 3) 第3回高機能セラミックス展, (主催:リード エグジビション ジャパン株式会社、2018/12/5-7@幕張メッセ)
- 4) セミコンジャパン, 「大阪大学 山村研究室 ナノ製造科学ラボ」(主催:SEMI、2019/12/11-13@東京ビッグサイト)

Ⅲ. 今後の展開

9. 成果の今後の展開

本課題において試作した形状加工用のプラズマ CVM 装置、ならびに表面仕上げ用のプラズマ 援用研磨装置を用いて各種材料の加工特性を論文発表、展示会への出展、ホームページへの 掲載等を通じて広く発信するとともに、企業等から依頼されたサンプル加工を精力的に行い、実 用化のための共同研究の実施へと展開したい。