

大気圧プラズマジェットを用いた 超速熱処理技術と非接触三次元 温度分布測定技術

広島大学 大学院先進理工系科学研究科
教授 東 清一郎

2022年3月11日



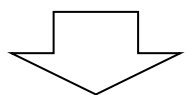
本研究の背景

加熱法

- ・ 電熱加熱
- ・ ジュール加熱
- ・ 光加熱
- ・ 接触加熱

応用分野

- ・ 半導体産業
- ・ 精密機械産業
- ・ 金属製造業
- ・ 自動車産業



大気圧プラズマ
による加熱

・ 超速熱処理技術とは

・ アニール時間を制御することで、試料表面からの熱処理深さを制御できる

・ これによって低耐熱性基板にも高温熱処理が適用可能となる

例) ガラス
耐熱温度 ~ 500°C
超速熱処理 > 1400°C

熱伝導方程式

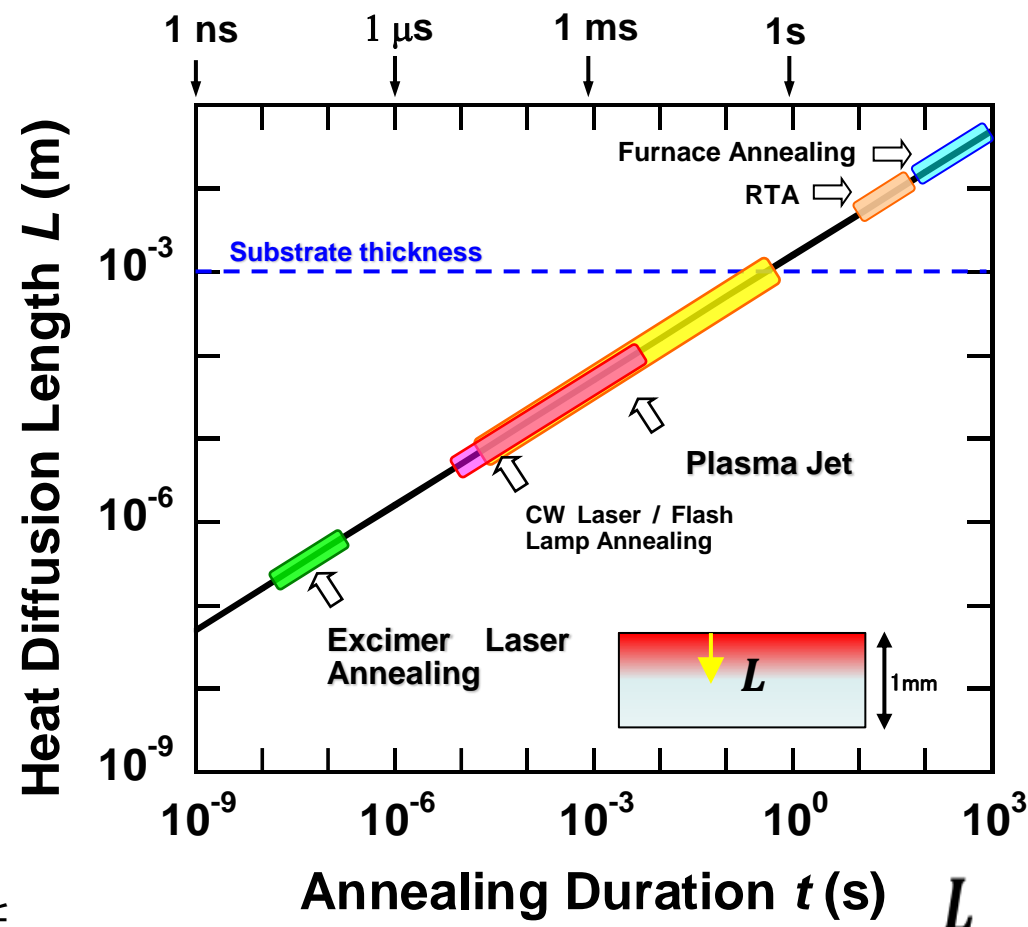
$$\frac{\partial T}{\partial t} = D \frac{\partial^2 T}{\partial x^2}$$

アニール時間を t とすると、

熱拡散長 (侵入長) L は

$$L = 2\sqrt{Dt}$$

すなわち、材料の熱物性 D (熱拡散係数) と熱処理時間 t で決まる



従来技術とその問題点①

既に実用化されている超速熱処理には、レーザーやフラッシュランプを用いたアニールや切断・溶接・焼入れがあるが、

光吸収による加熱であるため、被処理物の**反射率に処理条件が強く依存する**

高出力レーザー発振器は大変**高価**

処理温度のリアルタイムフィードバック技術がない

等の問題があり、用途に制限がある。



従来技術とその問題点②

● 温度測定技術

試料温度を計測する従来技術

① サーモラベル

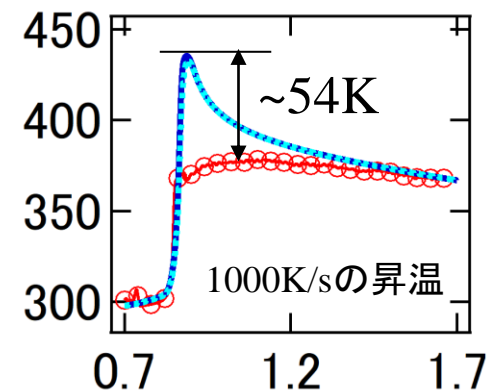
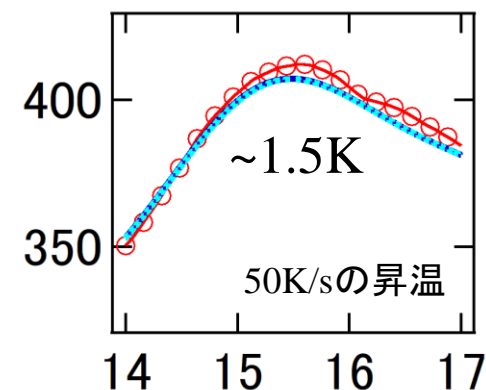
- ◎ 極めて簡便に到達温度を確認できる
- × 試料に貼付ける接触式
- × 温度精度が低い

② 熱電対(TC)

- ◎ もっとも広く利用され、精度・信頼性・コストいずれも優れている
- × 接触式である
- × 応答速度が遅い

③ 放射温度計(サーモグラフィ)

- ◎ 非接触で試料温度を計測できる
- ◎ 応答速度が速い
- × 低い温度領域では**精度・応答速度が低下**
- × **試料内部の温度分布**は計測できない
- × プラズマプロセス中の計測など**測定環境によっては適用できない**



応答速度の比較実験結果 赤:TC、青:OIGT

A. Kameda, J. Appl. Phys., 127, (2020) 203302-1.



新技術の特徴・従来技術との比較

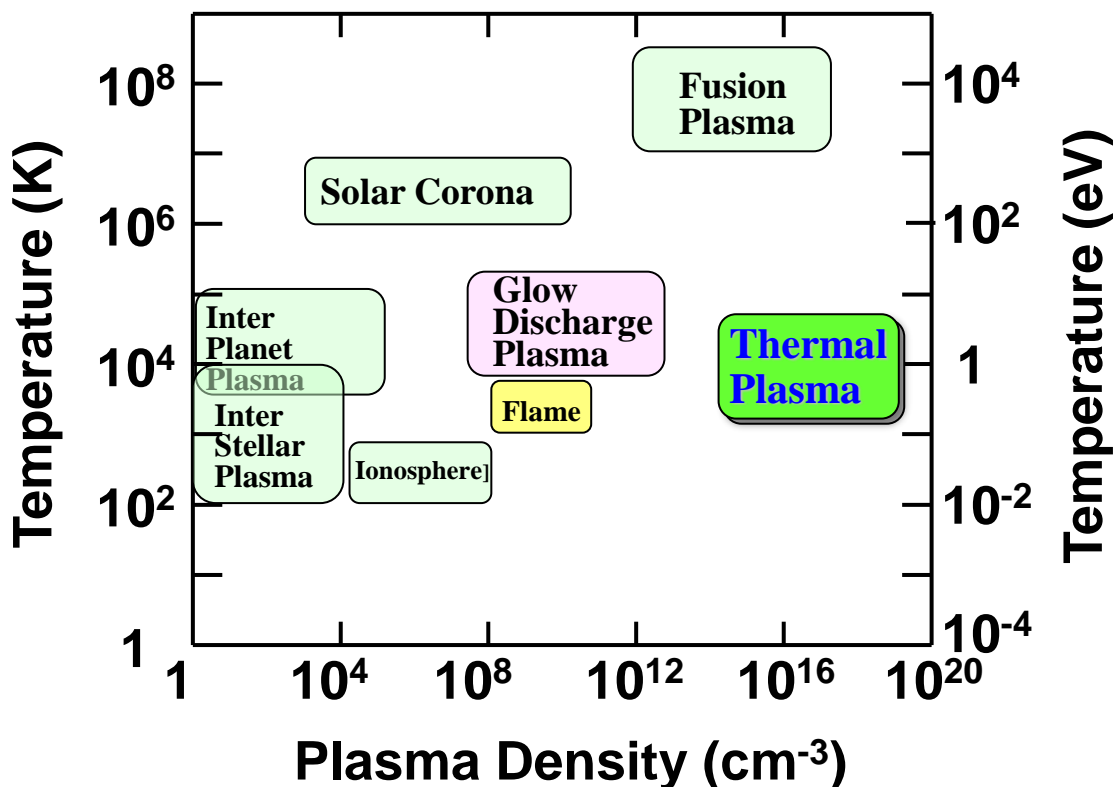
- 簡単な構造のDCアーク放電により発生した大気圧熱プラズマジェット (TPJ) によって、レーザーに比肩する4.2kWの高出力を達成
- 100 μ mから数100mm幅のTPJ発生装置や反応性TPJを開発し、様々な用途に適用可能
- 光学干渉非接触温度測定法 (OICT) により基板内部の熱拡散過程を高い時間分解能で可視化することが可能となった
- OICTによるリアルタイム温度計測を実現し、処理条件へのフィードバックが可能となった



技術の詳細説明①

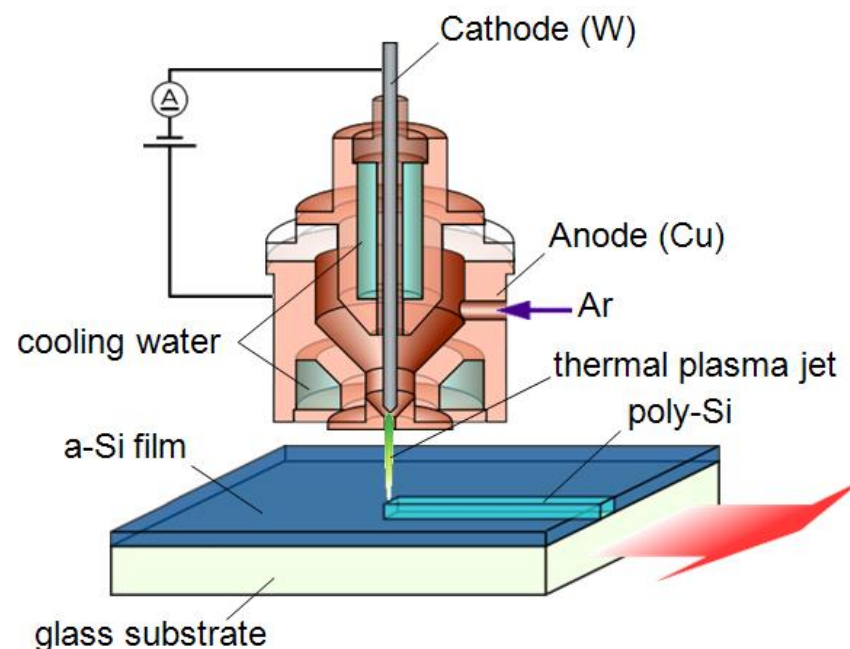
• TPJ発生装置

熱プラズマとは、、、



- ・高圧力領域で生成する**超高密度プラズマ**
- ・中性ガス温度と電子・イオン温度が熱平衡に近い
⇒熱化している
⇒**1万度程度の熱流**

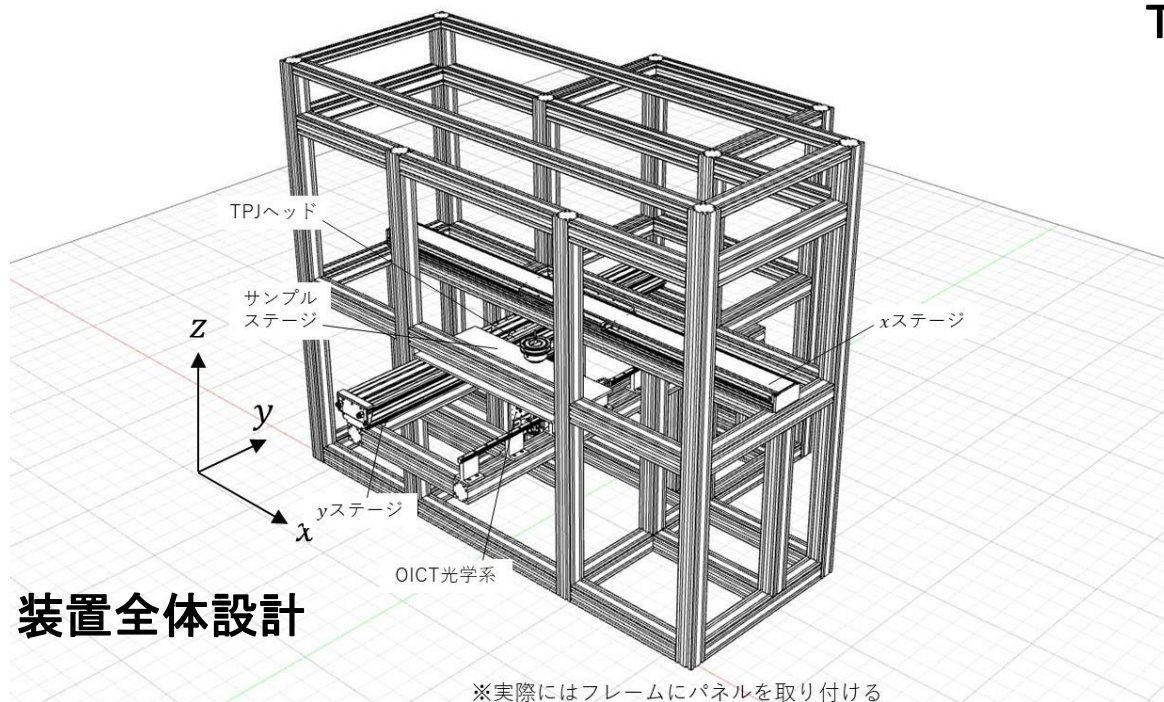
DCアーク放電によるTPJ発生



- ・陰極と陽極を対向させギャップ間で放電
- ・**大気圧下**でジェットを発生し熱処理可能
- ・簡単な構造で高出力
- ・水冷陽極による**熱ピンチ効果**で高密度化

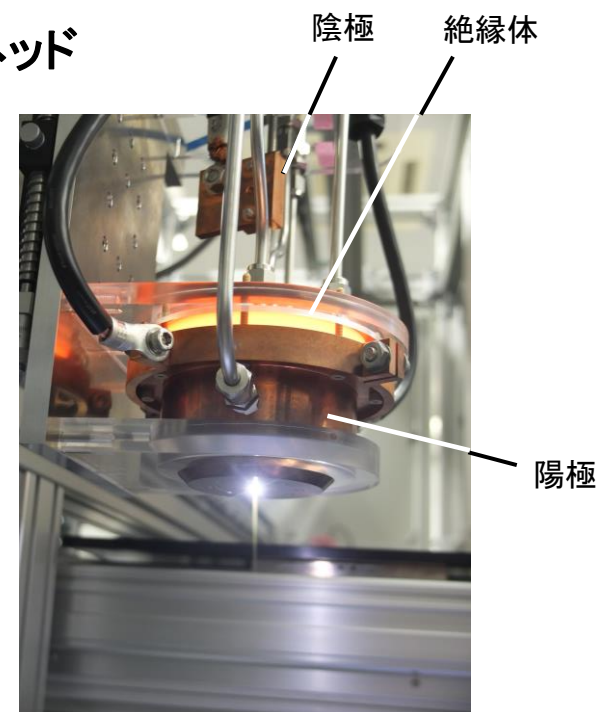


超ハイパワーTPJ処理装置を設計・製作

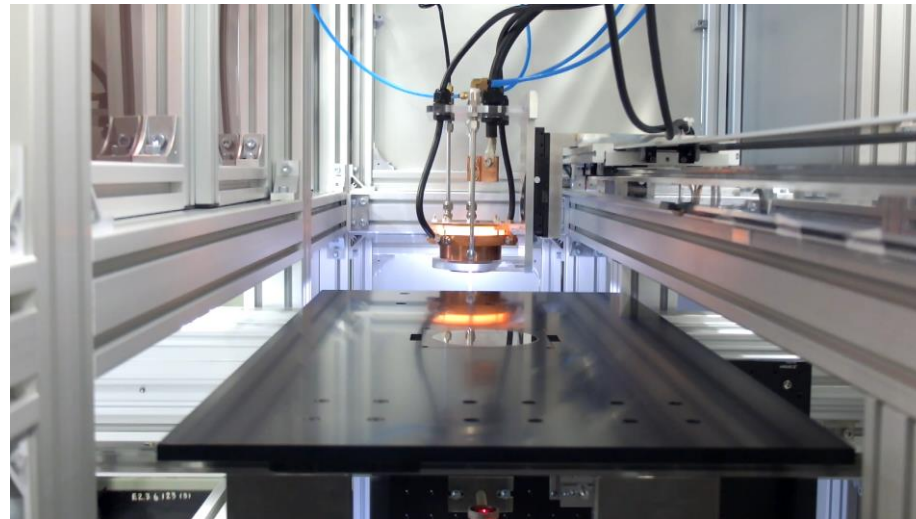


装置全体設計

TPJヘッド



(W2280mm×D2000mm×H1900mm)



処理条件

- ・投入電力(～5kW)
- ・Arガス流量(～20L/min)
- ・ワーキングディスタンス(0.8mm～)
- ・操作速度(～2000mm/s)
- ・サンプルサイズ～W450mm

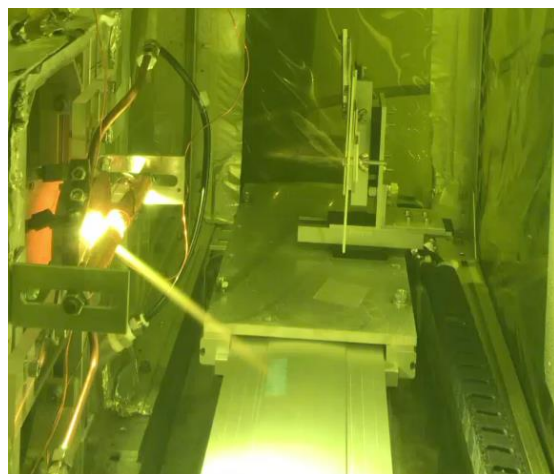
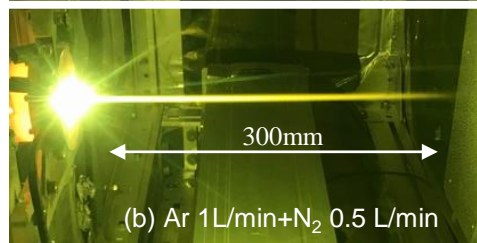
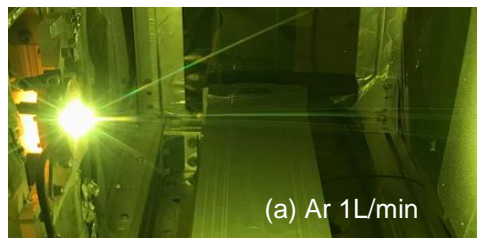
処理時間、処理温度

- ・100μs～10s
- ・～1500°C



磁場走査TPJによる大面積処理

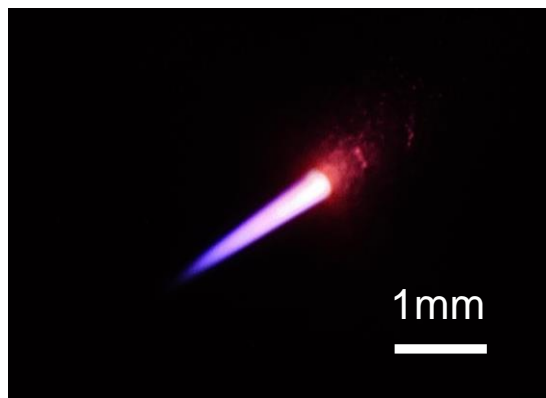
(1) 窒素添加による延伸 (2) 外部交番磁場印可による走査



- ・放電ガスに窒素添加することによって大気圧プラズマビームを発生
- ・これに外部磁場印加し、ローレンツ力により噴出方向を制御
- ・電磁石へ印加する電流波形を制御することによって走査周波数や角度、角速度を制御
- ・最大±40度の範囲で噴出方向を制御可能(専用設計ヘッド)
- ・幅数100mmの範囲をライン状に処理可能

マイクロTPJによる局所処理

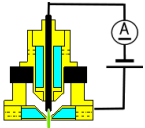
新規設計によるマイクロTPJ発生



- ・専用設計により最小ノズル直径100 μmのマイクロTPJ発生に成功、スポット処理およびスキャン処理可能
- ・ワーキングディスタンス~100μm、走査速度10mm/sの処理で表面温度~1000°C程度を達成(温度は推定)
- ・ヘッドの工夫により、反応性TPJ処理(表面改質、エッチング、灰化、等)への応用が可能



想定される用途①

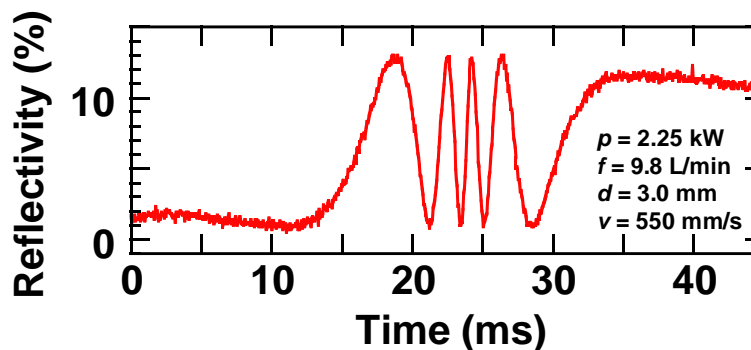
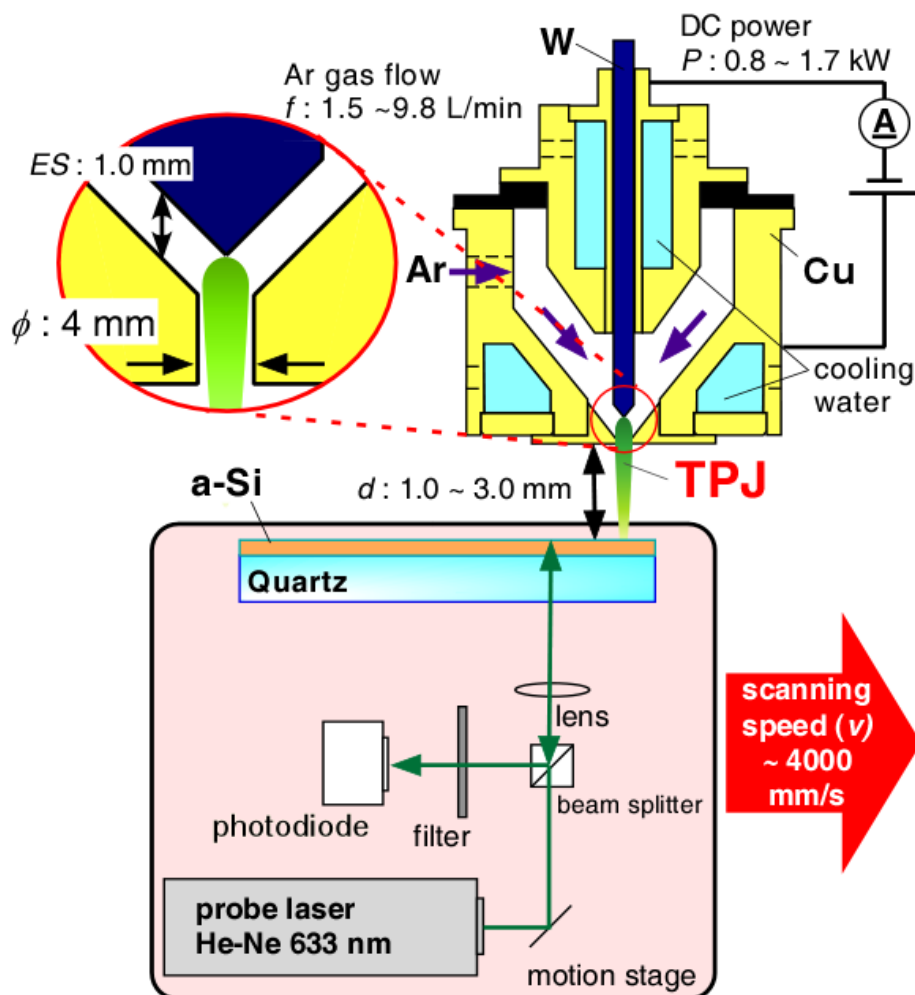
| 装置 | 処理能力 | 考えられる用途 |
|--------|---|--|
| ハイパワー | 2~4mmΦ ノズル ~4.2kW Ar、Ar+N ₂ | <ul style="list-style-type: none"> ▪ 超速熱処理 (マイクロ~ミリ秒) ▪ スポット熱処理 ▪ 焼入れ、加工  |
| 磁場スキャン | 幅数100mm の線状 ~4kW Ar+N ₂ | <ul style="list-style-type: none"> ▪ ライン状熱処理 ▪ 大面積処理 ▪ 表面改質  |
| マイクロ | 100μm~1mmΦ ~300W Ar、Ar+反応性 ガス | <ul style="list-style-type: none"> ▪ 局所熱処理 ▪ 改質、エッチング、灰化 ▪ 反応性ジェットによる 難加工材の切断  |



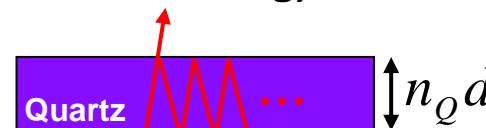
技術の詳細説明②

• OICTによるTPJ処理中の非接触温度測定

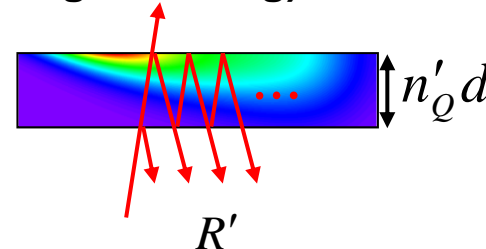
OICTの原理: 干渉計



(before annealing)



(during annealing)



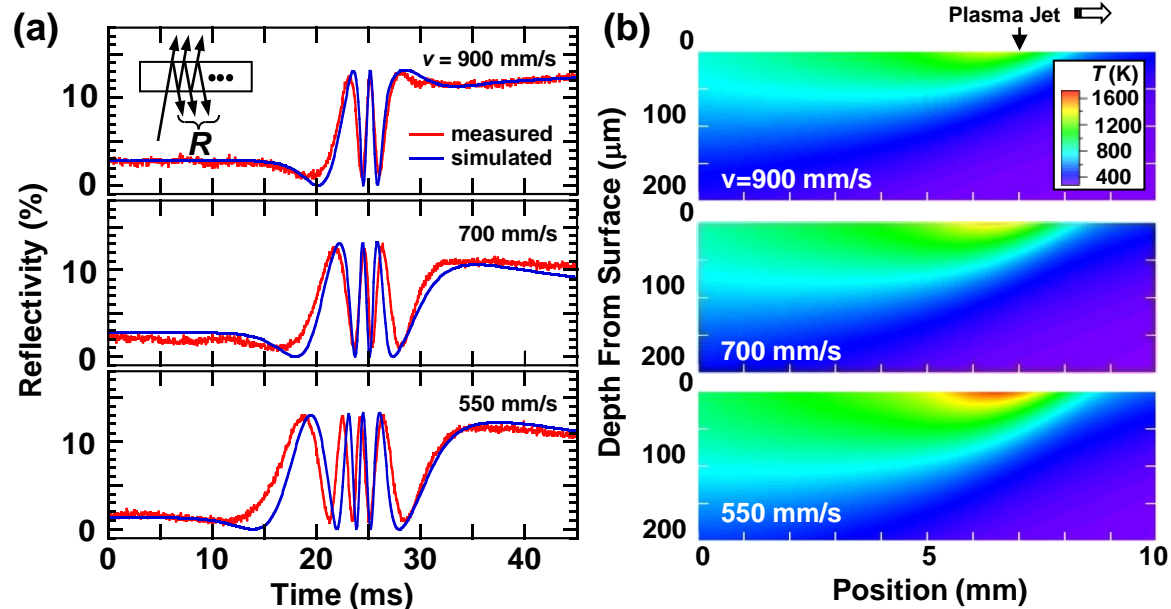
干渉計の原理
による温度計測

熱光学係数 (TOC = dn/dT) は既知

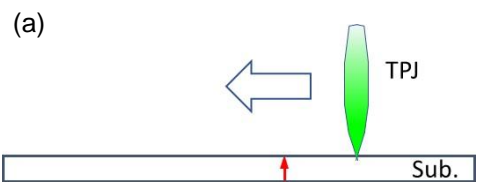


実時間反射率から温度を求める方法

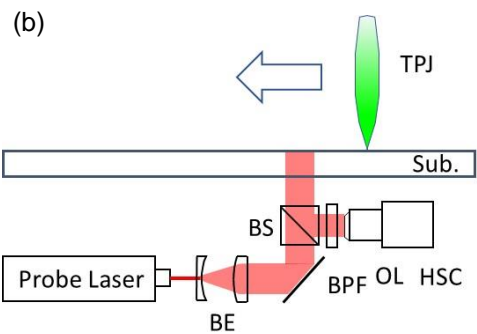
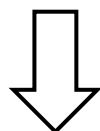
- 2-D Heat Diffusion Simulation
 - > Effective power transfer efficiency : η (%)
 - > Width of plasma jet : w (mm)
- Optical Simulation
 - > $n_o = 1.5 + 1.2 \times 10^{-5} T(^{\circ}C)$
 J. H. Wray, *et al.* J. Opt. Soc. Am 59 (1969) 774.
 - > Multiple reflection and interference
- Comparison with Experimental Waveform
- Temperature Profile



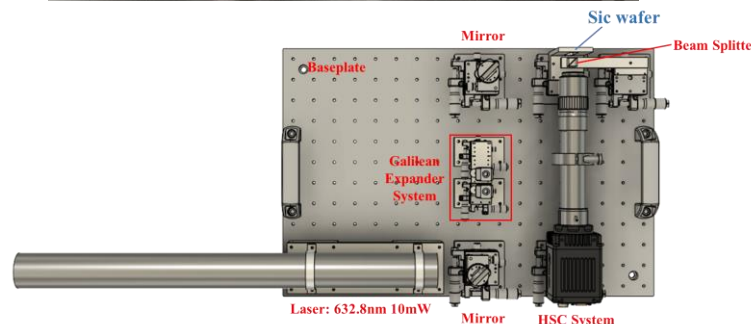
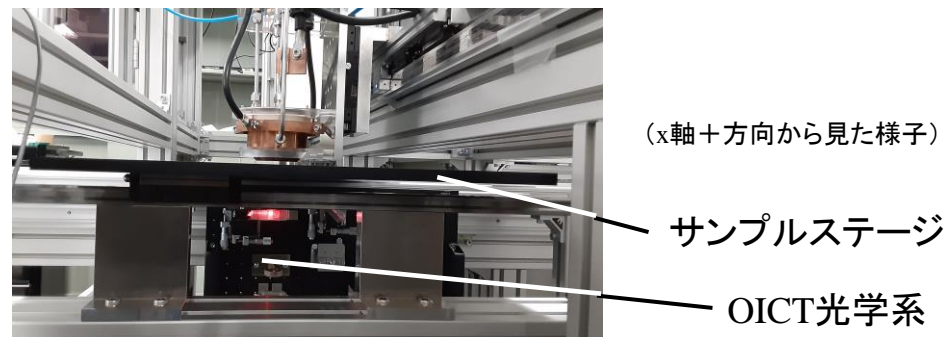
• OICTの三次元イメージングへの拡張



従来: フォトダイオード

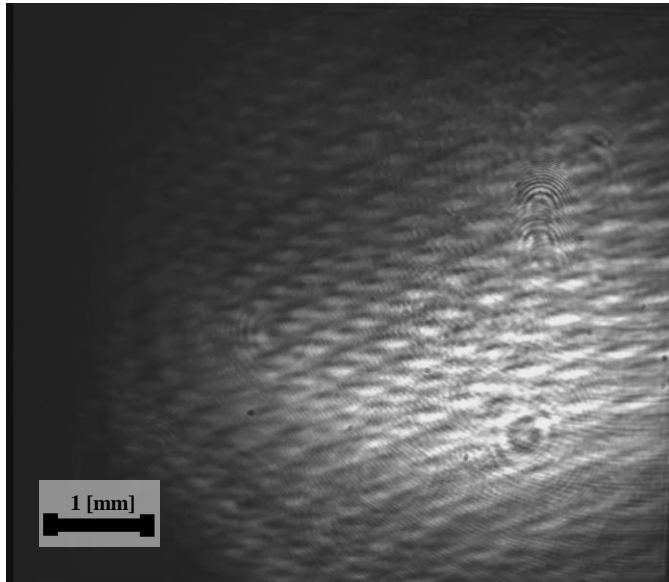


本研究: ハイスピードカメラ

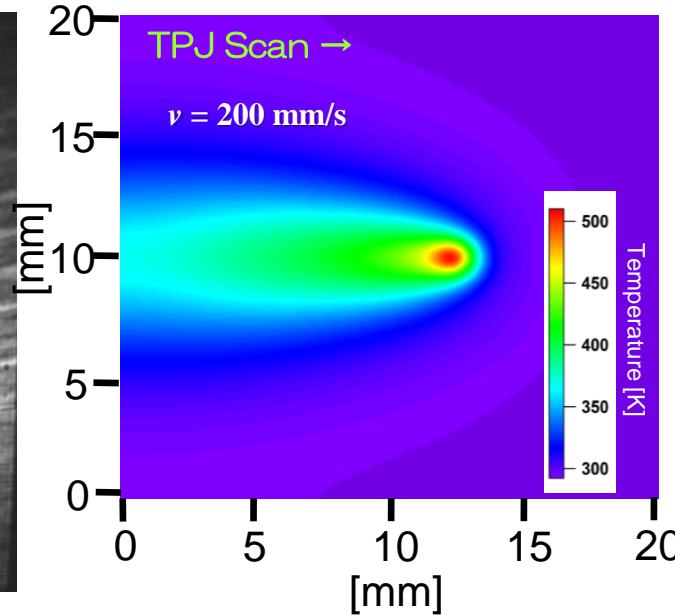


• OICTイメージングによるTPJ処理中の温度測定

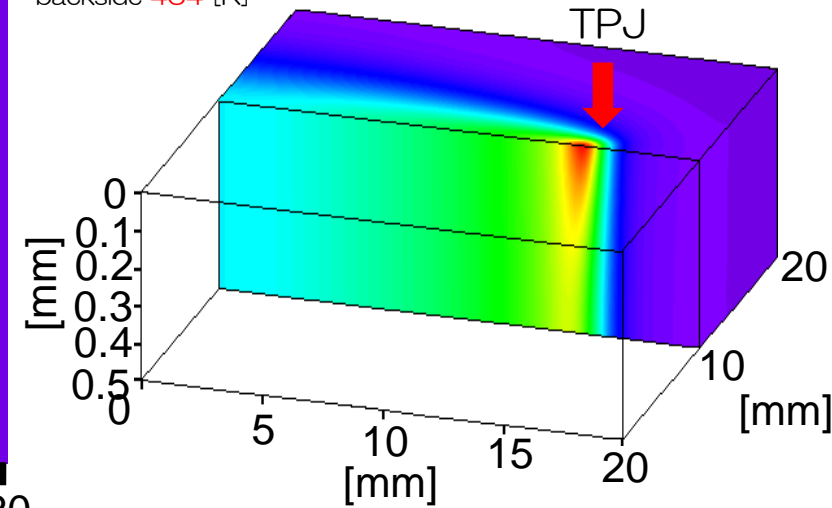
①OICT光学系による計測データ



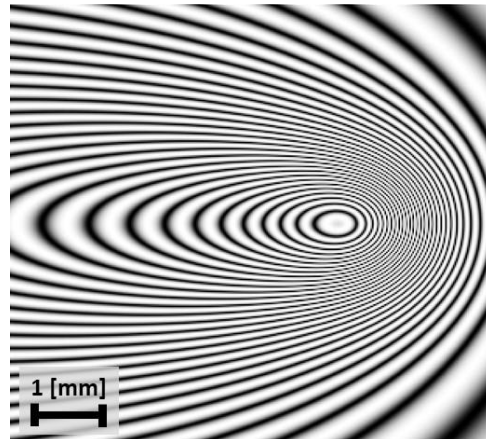
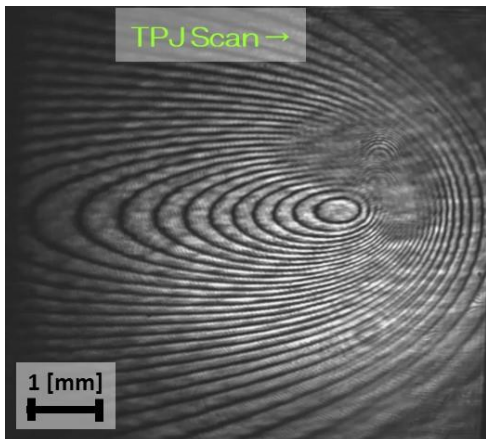
③温度分布を取得



Maximum temperature
surface 509 [K]
backside 454 [K]



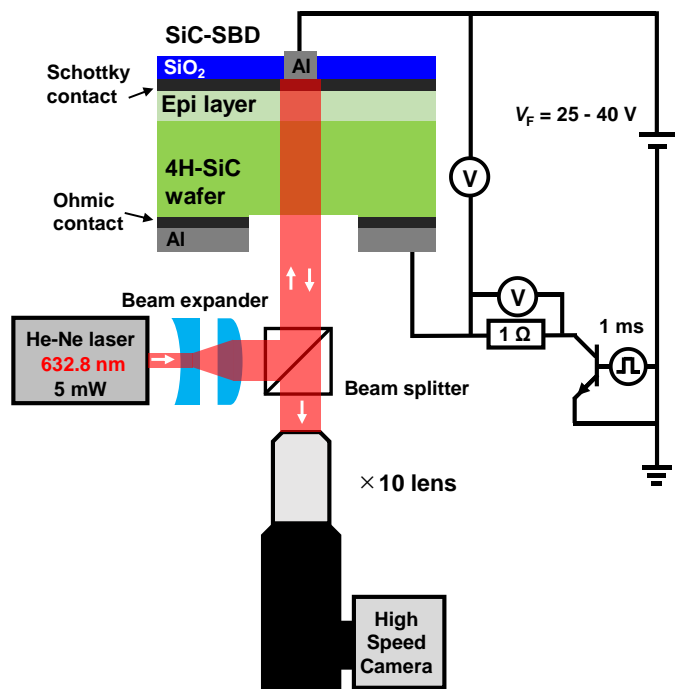
②(熱伝導+多層膜反射率)解析プログラムによる計算



- OICT光学系による試料裏面からの計測により、プラズマ処理中の試料表面温度および深さ方向の温度分布を得ることができる
- 空間分解能 $< 10 \mu\text{m}$ 、時間分解能 $< 100 \mu\text{s}$ で非接触測定可能(分解能はハードウェア性能による)
- 解析に起因する温度精度 $< \pm 2\text{K}$
- 温度算出時間 ~ 3 秒でありプロセスフィードバックに適用可能

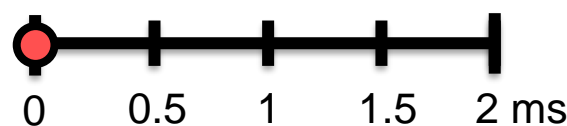
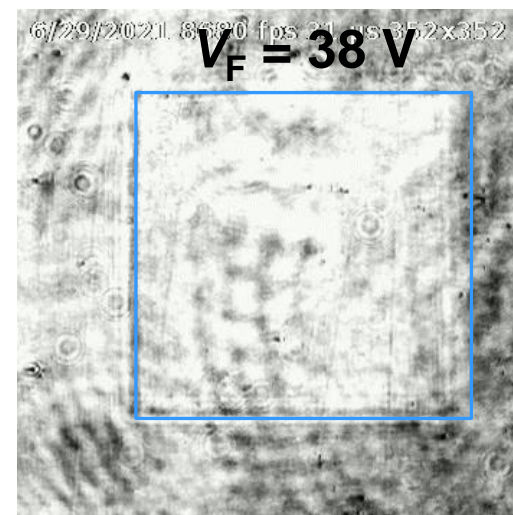
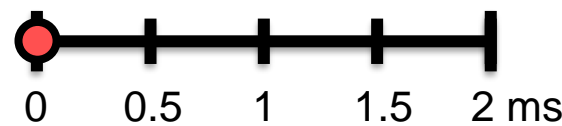
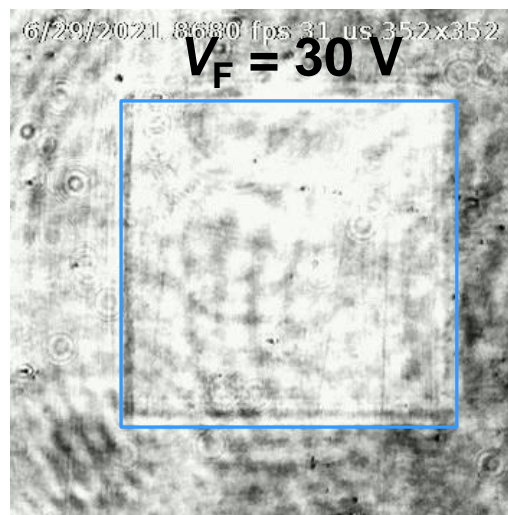
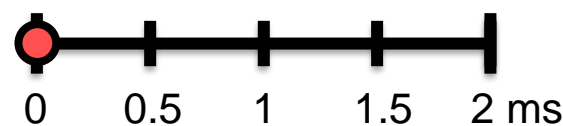
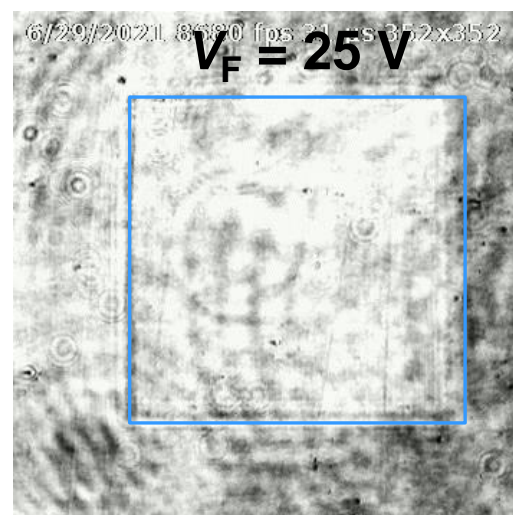


• OICTのその他の応用(半導体デバイス)



4H-SiCパワーデバイス(Schottky Barrier Diode: SBD)動作中の自己発熱温度測定

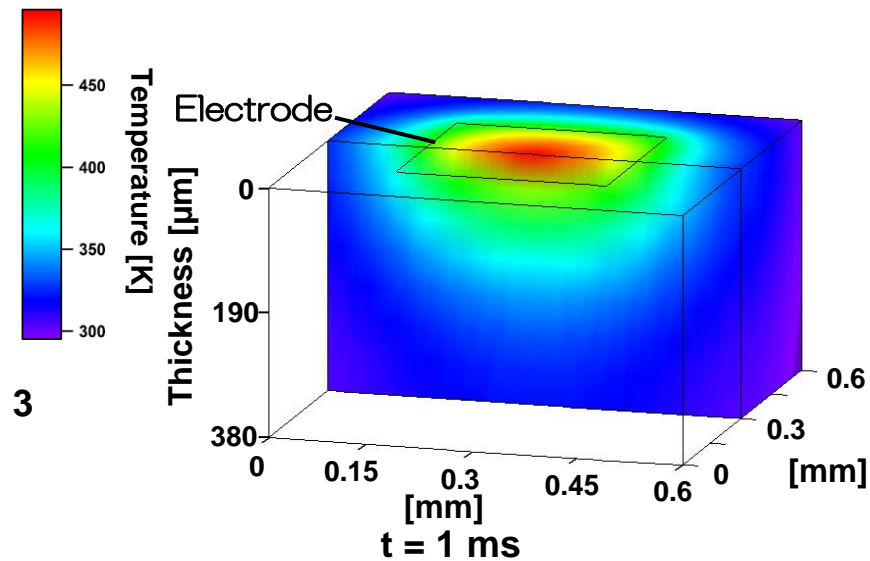
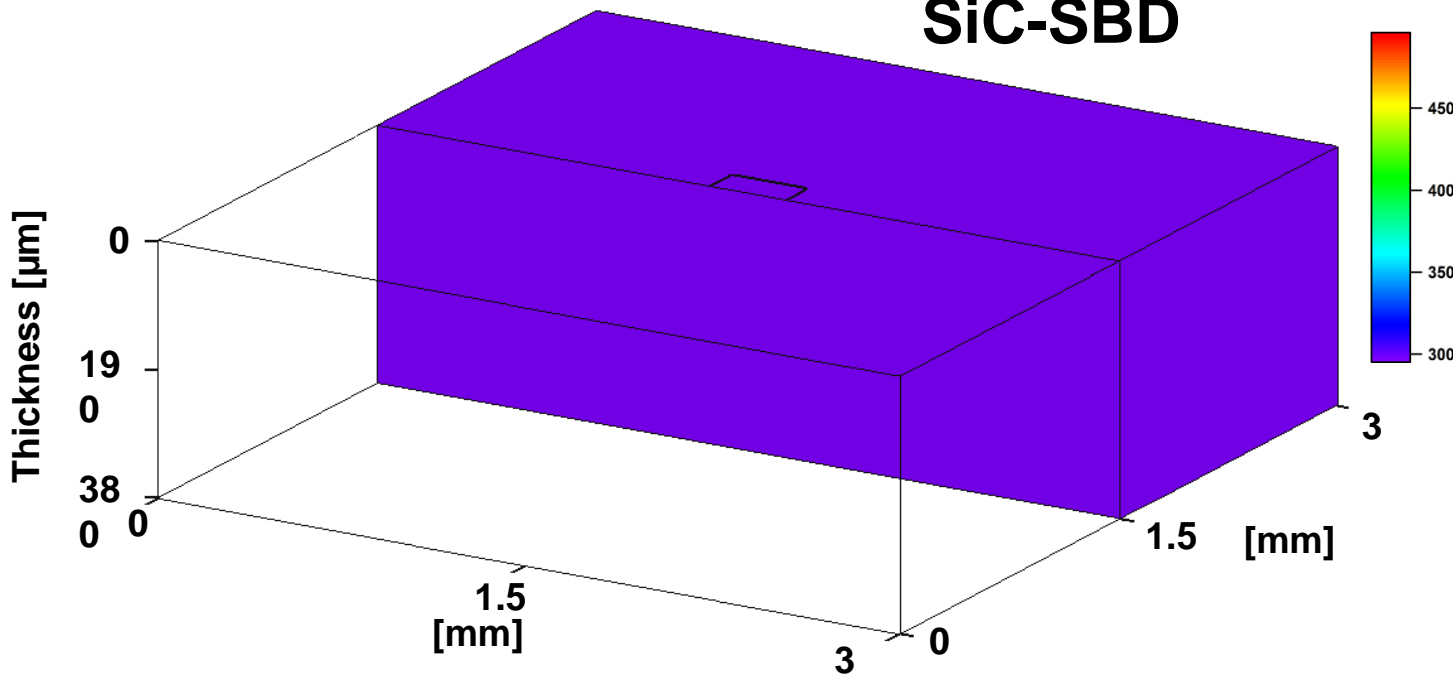
- SBDに1msの順方向パルス(V_F)を印加
- 自己発熱に伴う熱拡散過程をOICTにより計測
- 独自モデルを用いてデバイス内部の発熱温度を計算



480 μm



SiC-SBD



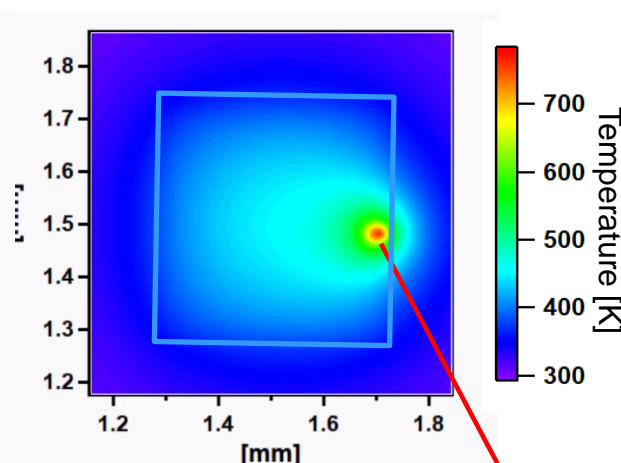
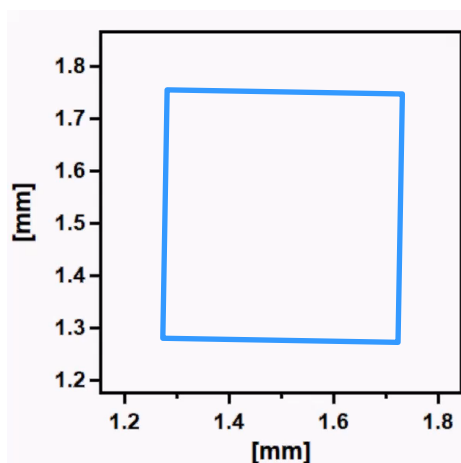
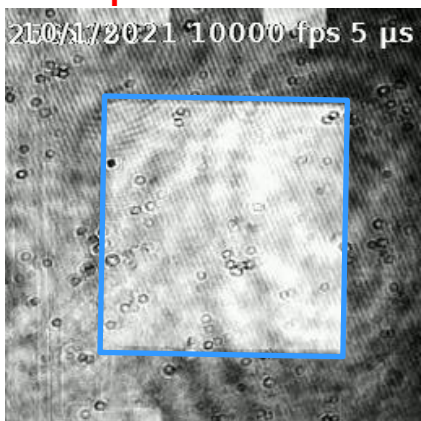
Maximum temperature : 496 K

SBDのブレイクダウン時の発熱過程を観測

$V_F = 41.5 V$

Simulated

Surface Temperature profile



- ・OICT光学系によるデバイス裏面からの計測により、**デバイス表面温度および深さ方向の温度分布**を得ることができる
- ・デバイスや回路の**故障解析、不良検出**に適用可能



Maximum temperature : > 781 K



想定される用途②

- OICTは $100\mu\text{s}$ の温度変化を $10\mu\text{m}$ の分解能で非接触計測可能であり、且つ試料内部温度が $\pm 2^\circ\text{C}$ の精度で分かることから、これまで不可能であった温度計測が実現できると考えられる。
- マイクロ秒の温度変化をリアルタイムフィードバックできるため処理の均一性向上や工程管理(トレーサビリティ、AI)に利用できるものと思われる。
- 半導体デバイスの例に限らず、真空装置内試料温度の計測、研磨工程での摩擦熱計測、内燃機関の反応熱、材料の熱物性計測、等に利用できるものと思われる。



企業様への期待

- TPJによるサンプル処理あるいはOICT活用のご提案。いずれも広島大学に設置の装置でデモ実験を実施可能。
- TPJおよびOICTによる温度計測の新規応用に関心のある企業様との共同研究あるいは技術指導を希望。
- また、新規熱処理・加工技術を開発中の企業様、半導体分野への展開をお考えの企業様には、本技術の導入が有効と思われる。



本技術に関する知的財産権

- 発明の名称：温度測定装置、温度測定方法、レーザ強度分布測定装置、レーザ強度分布測定方法、半導体回路評価装置及び半導体回路評価方法
- 出願番号：特願2020-142167
- 出願人：国立大学法人広島大学
- 発明者：東 清一郎



お問い合わせ先

広島大学
産学連携推進部 産学連携部門
産学官連携コーディネーター
柳 和裕

TEL 082-424-4306

FAX 082-424-6189

e-mail yanagi@hiroshima-u.ac.jp



各種熱処理技術との比較

| | | 出力 | 加熱原理 | 処理物 | 効率 (%) | パワー密度 (cm ⁻²) | 表面処理 | 価格 (/5kW) | 主な用途/特徴 |
|------------|--------------------------|-------------|------------|-----------|-----------|---------------------------|------|--------------|------------------------|
| 高周波誘導加熱 | | 50kW | 誘導加熱 | 金属 | ~50 | 5kW | × | 500万円 | 焼入れ・焼きなまし/大出力 |
| レーザー | エキシマ (UVパルス) | 1kW | 光吸収 | 半導体薄膜 | 3 | 10MW (尖頭値) | ◎ | 15億円 | 有機EL用シリコン薄膜結晶化/高付加価値製品 |
| | CO ₂ (10.6μm) | 10kW | | ガラス 金属 | 10 | 100kW | × | 1000万円? | 鋼鉄の切断・溶接、マーキング/産業用実績 |
| | 半導体 (800 ~ 900nm) | 1kW | | 金属 | 40 | 10kW | △ | 2000万円? | 鋼鉄の焼入れ/小型・高出力 |
| | ファイバー (~1μm) | 10kW | | 金属 | 30 | 1MW | × | 5000万円? | 鋼鉄の切断・溶接/高出力・局所処理 |
| 大気圧プラズマビーム | | 5 kW | 高温熱流 > 1万度 | 全て | 50 | 200 kW | ◎ | 200万円 | 電子デバイス製造から金属熱処理まで/低コスト |

• OICTを適用可能な各種材料(例)

| Wafer/Substrate Materials | Energy Band Gap E_g (eV) | Thermal Conductivity κ ($Wm^{-1}K^{-1}$) | Thermo-Optic Coefficient (TOC) | Probe Laser | Sensor Type (HSC) |
|--------------------------------|----------------------------|---|--------------------------------|------------------------------|-------------------|
| Si | 1.1 | 140 | 1.2×10^{-4} | IR (1310nm) | InAs |
| GaAs | 1.4 | 52 | 1.5×10^{-4} | ↑ | ↑ |
| SiC (4H) | 3.2 | 380 | 4.5×10^{-5} | He-Ne (633 nm) | Si CMOS |
| GaN | 3.4 | 130 | 6.1×10^{-5} | ↑ | ↑ |
| Ga ₂ O ₃ | 4.5 | 22 | $\sim 10^{-5}$ | ↑ | ↑ |
| C (diamond) | 5.5 | 2000 | 7.1×10^{-6} | ↑ | ↑ |
| Thin-films /Glass | Si | ~9 (Glass) | 0.8 (Glass) | 8.7×10^{-6} (Glass) | ↑ |
| | Oxide | | | | |
| | Organic | | | | |