

原子間力顕微鏡による LCD 用基板ガラス表面のキャラクタリゼーション

コーニングジャパン株式会社静岡事業センターテクニカルセンター

峰松 健一



Characterization of Surface Topography of Glass Substrates for LCD by Atomic Force Microscope

Kenichi Minematsu

Corning Japan KK, Shizuoka Operations Center Technical Center

Abstract

Surface topographical change of non-polished and polished Code 7059F glasses was compared at initial stage of buffered hydrofluoric acid etching by atomic force microscopy. Starting surface of non-polished glasses was much smoother than polished one and was changed drastically during etching but still uniform after etching for 300 seconds. While many polish-induced grooves were observed in starting surface of polished glasses and latent scratches caused by polishing were become observable after 5 seconds etching. The size of latent scratches was enlarged rapidly during etching. Differences in surface topographical changes between non-polished and polished glasses are readily observed at initial stage of etching.

1. はじめに

ガラス基板に薄膜の成膜，露光，化学的なエッチングを多数回繰り返して製造される薄膜トランジスター (TFT) によるアクティブマトリクス型液晶表示装置 (AM-LCD) においてガラス基板の表面は薄膜との界面となるため，その形状及び化学的性質は重要である。AM-LCD の TFT 素子の膜厚は数百ないし数千オングストロームであり，また導電体の幅は数 μm である。AM-LCD が開発段階から量産段階へ移行するにしたがい素子はますます微細化され，ガラス基板の表面形状についての要求は厳しくなる傾向にある。従ってガ

ラス基板の表面傷や研磨加工により生ずる潜傷 [1] は TFT プロセスにおいて繰り返される化学的なエッチングにより導電体の断線など様々な欠陥の原因となりうるので，十分な品質管理が必要である。

原子間力顕微鏡 (Atomic Force Microscope, 以下 AFM と略す) は，走査トンネル顕微鏡 (STM) をはじめとする一群の走査型プローブ顕微鏡 (SXM) の一つで，縦・横方向の分解能は 0.01 nm であり，擬似カラー三次元表示も可能である。これらの特色は従来の光学干渉式，機械的或いは光学的触針式，又は電子顕微鏡等の微細形状測定器よりもさらに微細な形状の測定を可能にする。

我々はエッチング初期のガラス基板表面の形状

変化は要求される表面品質を調べる上で重要であると考え、AM-LCD用基板として用いられている研磨或いは無研磨のCode 7059F ガラスについてAFMにより観測し、研磨されたガラスの潜傷がエッチングにより急速に拡大する様子を観測した [2]。ここではエッチングによる研磨及び無研磨ガラスの表面形状野変化の違いについて述べる。

2. ガラス基板表面の形状評価法としてのAFMの特色

ガラス基板表面の形状評価法には、光学顕微鏡機械的或いは光学的触針法、走査電子顕微鏡或いは透過電子顕微鏡等がある。触針法の縦方向の分解能は0.1 nmまで可能のものもあるが、触針先端の形状により横方向の分解能は μm オーダーである。電子顕微鏡については、横方向の分解能については0.01 nmまで可能であるが、縦・横方向について同じ倍率で表示されるためにガラス表面の微細形状を観察するために縦方向の倍率だけを高くして視覚的に捕らえやすい表示をすることが出来ない。

AFMの特徴として

- (1) 分解能は縦・横方向について0.01–1 nmであり、縦・横方向について異なった倍率で表示できるため、従来法に比べてより微細な形状の表示及び測定が可能である。
 - (2) 通常雰囲気中で測定できる。
 - (3) ガラス等の絶縁体を導電膜のコートなどの前処理なしに測定可能である。
- があげられる。

これまでにAFMを用いて研磨或いは無研磨のガラス基板の表面形状の測定 [3]、ソーグライムガラス膜のWeatheringによる腐食現象の観察 [4, 5]、Code 7059F ガラスの耐候性テストによる表面形状の変化 [6]、或いは研磨または酸化物をコートしたガラスの表面観察 [7] 等の報告がなされている。

3. 潜傷

ガラス表面に研磨加工により生ずる加工層の深

さは研磨粒子の数倍に達すると言われており、また化学的にも活性であると言われている。これらの加工層に存在する傷は研磨されただけでは表面形状には変化を与えないが、洗剤を用いる洗浄やエッチング等による化学的な処理により顕在化し、潜傷と呼ばれている。潜傷の生成は研磨剤、研磨加工等の研磨条件に依存するが、ガラスの硬さや化学耐久性にも依存する。

4. 試料の作製と測定

2種類の研磨及び2種類の無研磨のCode 7059F ガラスをP. BockoらによるLCD基板用ガラスの耐薬品性テストの前洗浄法 [8] により洗浄したものを以下の条件でエッチングして準備した。

薬液	TFT製造プロセスで使用されるバッファード弗酸の一種で50重量%HFと40重量% NH_4F を1:5の体積比で混合した溶液
温度	30℃
時間	5~300秒
揺動	120回/分、20mmストローク

光カンチレバー方式の市販されているAFM装置（デジタル・インストルメント社、Nanoscope II）を使用し、 $2\mu\text{m} \times 2\mu\text{m}$ のスキャン領域で各試料の観察を行った。

5. 結果及び考察

5.1 AFMイメージ

Fig. 1にAFMにより $2\mu\text{m} \times 2\mu\text{m}$ のスキャン領域で観察したエッチングの進行による各ガラスの表面形状の変化が示されている。最初にエッチング前の無研磨及び研磨ガラスの表面形状が示されている。研磨されたガラスの表面には研磨により生じた無数の研磨跡がみられ、表面粗さも無研磨ガラスよりもかなり粗くなっているのが判る。無研磨ガラスの表面は研磨ガラスに比べ均一であり、エッチングが進行するに従いその表面粗さは増すが表面形状の均一性はエッチングによって変わらない。

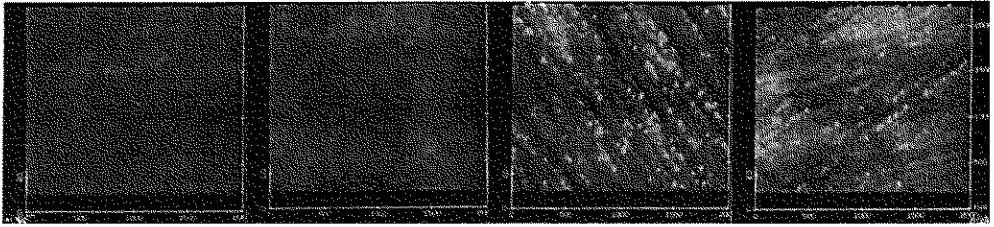
一方研磨ガラスの表面にはエッチング時間5秒で潜傷があらわれ、エッチングが進行するにした

As-Formed

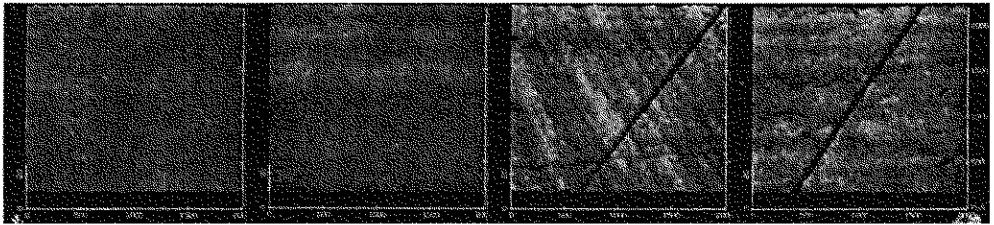
Non-Damage-
Annealed

Polished

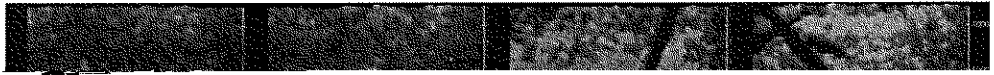
Annealed and
Polished



Etching time = 0 sec.



5 sec.



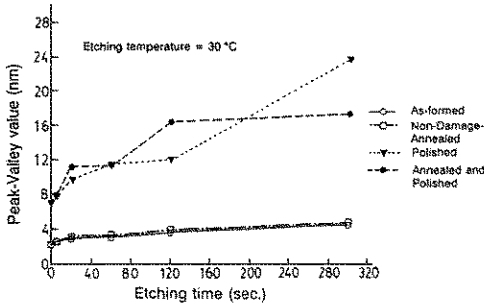


Fig. 2 Maximum peak to valley values of Code 7059F glasses against etching time

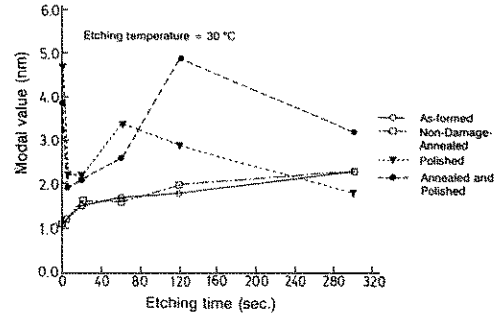


Fig. 4 Modes of amplitude distribution curves of Code 7059F glasses against etching time

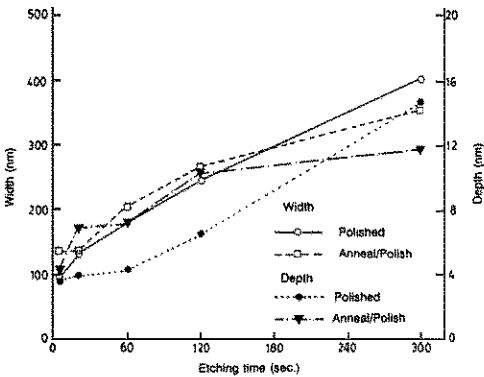


Fig. 3 Width and depth of scratches of polished Code 7059F glasses against etching time

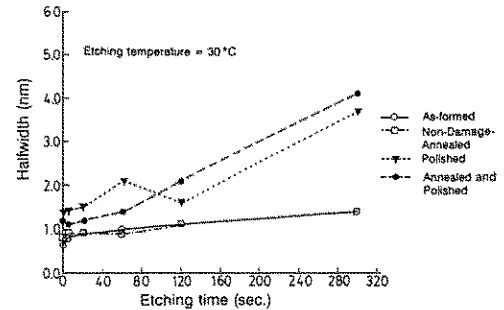


Fig. 5 Halfwidth of amplitude distribution curves of Code 7059F glasses against etching time

る。一方研磨ガラスの PV 値の増加は無研磨ガラスに比べてはるかに大である。これは研磨ガラスの PV 値が潜傷により支配され、潜傷がエッチングにより急速に拡大することによるものと思われる。

5.3 エッチングによる潜傷の拡大

研磨ガラスの潜傷のエッチングによる拡大の様子は Fig. 3 に示されている。2 種類のガラスについて同じ傾向がみられる。潜傷の幅はエッチング時間 5 秒で 100-140 nm であるが、300 秒のエッチングにより 350-400 nm に拡大する。また深さはエッチング時間 5 秒での 4 nm から 300 秒で 12-15 nm へと変化している。このエッチング条件で得られた各ガラスのエッチングレートは 3.1-3.3 nm/秒である。従って 300 秒のエッチングにより表面から凡そ 0.9 μm が除かるので、潜傷は表面より 0.9 μm 以上深いことになる。

5.4 表面粗さの振幅分布

観測領域 $2 \mu\text{m} \times 2 \mu\text{m}$ での縦方向の最高点から測った深さの度数分布曲線で度数の最大値を与える深さ (Mode) をエッチング時間の関数として Fig. 4 に、またの度数分布曲線の半値幅 (Halfwidth) のエッチング時間依存性は Fig. 5 に示されている。

無研磨ガラスの表面の粗さは研磨ガラスよりスムーズで、より均一でありエッチングによる変化も緩やかであることが判る。研磨ガラスの表面粗さは傷の部分以外では均一であるが、Mode のエッチング時間依存性にバラツキが見られる。これは深さの測定が観測領域の最高点を基準とし、研磨ガラスでは傷の部分が基準点となるためではないかと思われる。

6. おわりに

先に述べたように各素子の膜厚は数百ないし数千オングストロームである。サブ μm オーダーの

傷により導電体等のパターンがエッチング液によりアンダーカットされ欠陥を生じる可能性がある。AM-LCDによる液晶表示装置は大画面、高精細化の方向へ向かっており、それに伴い導電体の線幅などのパターンもますます微細化される。AFMによるnmスケールでの表面形状のキャラクタリゼーションはガラス基板の表面観察のためますます重要になっていくものと思われる。

最後にこの解説の基礎となった研究の共同研究者である滝沢芳生氏と、助言を頂いた岡田明氏、及びテクニカルセンター所長のD. R. Dicken氏に深く感謝致します。

参考文献

- 1) 泉谷徹郎：光学ガラス，共立出版，1984
- 2) 峰松健一，滝沢芳生，SID '92 Digest, (1992) 819
- 3) P. L. Bocko, P. M. Fenn, L. R. Morse and F. Okamoto, SID '91 Digest (1991) 675

- 4) 佐藤明信，塚本雄二，第32回ガラス及びフォトニクス材料討論会，講演要旨集(1992) 121
- 5) 佐藤明信，塚本雄二，J. Ceram. Soc. Japan 101 (1993) 400
- 6) 滝沢芳生，Private communication
- 7) E. Meyer, H. Haefke and Hans-J. Guntherod, Glastechn. Ber. 66(1993) 30
- 8) P.L. Bocko, C. A. Rosenblatt and L. A. Morse, SID '90 Digest, (1990) 73

〔筆者紹介〕

峰松 健一 (みねまつ けんいち)

昭和41年 九州大学大学院工学研究科電子工学専攻
修士課程修了

昭和41年 RCA 基礎研究所入社
磁性半導体材料の研究等に従事

昭和57年 コーニングジャパン(株)入社

現在 同社静岡事業センター，テクニカルセン
ター技術サービス部分析課課長