

## 電気泳動現象を利用した超微粒砥石の作成に関する研究

Development of a Manufacturing Method for Ultra-fine Abrasive Pellets Applying Electrophoresis Phenomenon

池 野 順 一\*・谷 泰 弘\*\*

Jun-ichi IKENO and Yasuhiro TANI

## 1. は じ め に

電子部品、光学部品等において、鏡面加工の必要性が高まるにつれて高能率な加工法である固定砥粒を用いた加工法が注目され、これに使用される砥石の微粒化に対する検討が進められている<sup>1)</sup>。これは、高仕上げ面粗さを得ることのみならず、固定砥粒加工法に特有のスクラッチが入りやすい、グメージが大きいなどの欠点を取り除くためにも重要な対処であると考えられている。

筆者らは、従来の遊離砥粒加工法に代替しうる可能性を探るため、高密度で低結合度なラッピング砥石の開発を行ってきた<sup>2)</sup>。この過程で、より平滑でグメージの少ない加工面を得るためには、できる限り微細な砥粒で構成された新たな砥石の開発が必要であることを感じた。そこで、遊離砥粒加工法で最終仕上げに使用されている平均粒径10nm程度の酸化珪素砥粒で構成される砥石を従来の作成方法を用いて作成した。しかし、結合剤との均質な混合、砥粒間からの脱気が困難なために、超微粒砥石を作成することは困難であった。

そこで、筆者らは微粒子が液相において電荷を持つことに着目して、電気泳動現象を利用した超微粒砥石の作成法を開発したので報告する<sup>3)</sup>。

## 2. 超微粒砥石の作成

超微細砥粒を用いて砥石を作成する際に留意すべき点は、①砥石の高密度化、②砥石の均質化、③適度な結合力を持たせることである。以下、これらを満足する作成法について検討した。なお、本研究ではシリコンを加工対象とし、超微細砥粒にシリカ粒子( $\phi 10\text{nm}$ )を使用することにした。

## 2.1 砥石の高密度化

超微細砥粒の場合、砥粒間に残留する空気が原因となって、外部から力を与える圧縮成形では密に集めることが困難である。そこで、本研究では液中の超微細砥粒が示すコロイド特性を利用して密に集めることを試みた。

シリカ粒子はアルカリ液中でシラノール基を配し、負

に帯電している。この粒子を含む混合液中に電場を与えると、シリカ粒子は電気力により陽極方向に移動を始める。この現象を電気泳動現象<sup>4)</sup>という。さらに、電極表面まで達した粒子は電極表面に吸着し、透明なシリカ層を形成する。シリカ粒子を30wt%含む液中で10Vの電圧を与えた実験では、電極表面に形成されたシリカ層の濃度は70wt%に増大させることができた<sup>5)</sup>。したがって、電気泳動現象を利用することは砥石の高密度化に対して有効な手段であると云える。

次に、このシリカの吸着層に対して、通常砥石のような汎用性を付加させるには、液から出して乾燥させなければならない。しかし、粒子は液外で電場を失い、ファンデルワールス力による弱い結合しかしておらず、乾燥時には粉々に崩れてしまった。そこで次に、砥粒の保持方法について検討することにした。

## 2.2 砥粒の保持方法

電気泳動現象で密に集めた砥粒が乾燥時に崩壊しないように、結合剤を使用して保持することにした。採用する結合剤の条件としては、①砥粒の電気泳動現象を妨害しない、②砥粒とともに電気泳動現象を起こし、電極表面に吸着すること、③砥粒間に作用して砥粒を均一に保持することが必要である。砥石の結合剤に高分子材料が広く用いられていることから、結合剤として親水性高分子電解質の使用が考えられる。つまり、この電解質は液

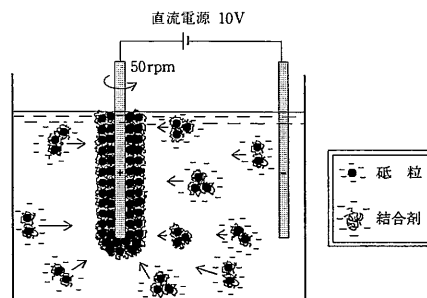


図1 電気泳動を利用した超微粒砥石の作成法の概略図

\*東京大学生産技術研究所 第2部

\*\*東京大学生産技術研究所 付属先端素材開発研究センター

## 研 究 速 報

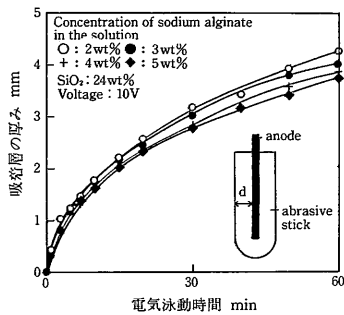


図2 吸着層の成長

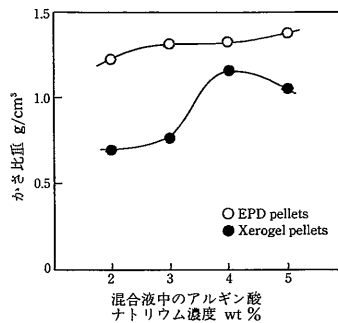


図4 かさ比重の測定結果

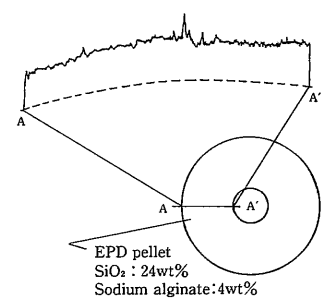


図5 EPDペレットにおける砥粒分布状態のEPMA分析結果

中で負の電荷をもつが、砥粒とは若干異なった電荷量を持つため、砥粒とは相対的に正負の関係になっている。そのため、この電解質は砥粒と引き合って凝集体を形成する。この凝集体は全体として負の電荷をもつため、電気泳動現象を起こさせることが可能である。しかも、砥粒同士が均一な電荷を有している場合、砥粒同士は電気的な斥力によって凝集せず、この電解質は砥粒間に均一に入り込み、作用することになる。

以上より、結合剤に親水性高分子電解質を用い、電気泳動現象を利用した作成法で、砥粒濃度の高い均質な超微粒砥石が作成可能になると考えられる。なお、本研究では結合剤としてアルギン酸ナトリウムを用いることにした。

### 2.3 砥石の作成実験

砥石の作成装置の概略を図1に示す。液はシリカ30wt%とアルギン酸ナトリウムを含むアルカリ混合液である。作成は電極間に10Vの電位差を与え、電気泳動現象を発生させることにより行った。また、吸着層の成長が均一になるよう陽極を50rpmで回転させた。図2に吸着層の成長速度を示す。これより、3.5mm/h～4.0mm/hの速度で、吸着層の成長が確認できた。この吸着層をペレット状に切断し、乾燥させたものを図3に示す。このようにアルギン酸ナトリウム濃度2wt%以上においては、乾燥させてもペレットに割れの発生は認められなかった。以降、これをEPD(Electrophoretic Deposition)ペレットと呼ぶことにする。

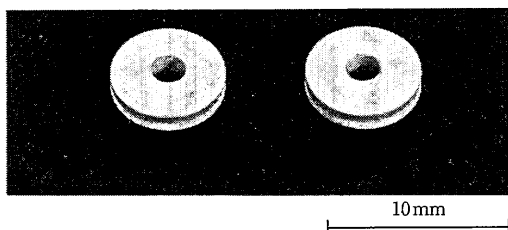


図3 EPDペレットの外観

次に、実際に密で均質な砥石が作成できたか調査するためにEPDペレットの物理的特性を調査することにした。

### 3. EPDペレットの物理的特性

物理的特性として、密度、均質性、機械的強度を測定し、本作成法の妥当性について評価を行った。評価の一部は、砥粒と結合剤の混合液を単に自然乾燥させただけの固形物であるキセロゲルの物理的特性と比較して行うことにした。

#### 3.1 密度

まず、EPDペレットとキセロゲルのかさ比重の測定結果を図4に示す。これより、EPDペレットのかさ比重は結合剤の濃度5wt%において1.4であり、いずれの結合剤濃度においてもキセロゲルを上回る値であることが判明した。これは、作成法に電気泳動現象を利用したことで、砥石の高密度化が実現できたことを示すものである。

#### 3.2 均質性

アルギン酸ナトリウムとシリカ粒子を均一に混合できても、これらが電気泳動、あるいは電極表面に吸着する際、分離して二層からなる吸着層を形成する可能性が考えられる。そうした場合、ペレット半径方向の砥粒分布をEPMA分析により調査すれば、特性X線の極端な強度変化として捕らえることができる。砥粒の成分であるSi元素の分析結果を図5に示す。これより、EPDペレットの半径方向におけるシリカの分布状態は、ほぼ均一であることがわかった。よって、砥粒と結合剤は均一な混合状態を維持しながら、吸着層を形成していると言えることができる。

さらに、結合力の均一性を調査するために、マイクロピッカース硬度試験を行った。図6にその結果を示す。これより、試験箇所に関わらず、砥石の硬度はほぼ一定であり、均一な結合力を有することが判明した。

以上、これらの結果は均質な砥石の作成が実現できたことを示すものである。

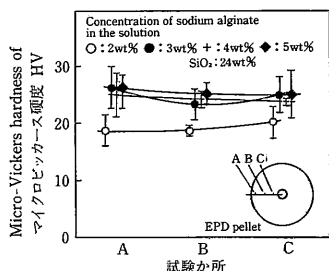


図6 EPDペレットのマイクロビッカース硬度試験結果

### 3.3 機械的強度

一般に砥石の機械的強度の評価には、ロックウェル硬度試験が用いられている。しかし、EPDペレットは試験中に破壊してしまて測定不能であった。そこで本報では、引っかかり試験により評価することにした。試験条件および試験結果を図7に示す。これより、引っかかり接線抵抗はEPDペレットで、最高値が2.5Nとなり、キセログルにおける抵抗の27倍に相当した。これは、電気泳動現象が砥石の強度を増大させたことを示すものである。また、同図よりアルギン酸ナトリウム濃度が増加するにつれて、強度も増大していることがわかった。これはアルギン酸ナトリウムが結合剤として作用していることを示すものである。

以上より、均質で高密度な砥石を作成するためには、電気泳動現象を利用した本作成法が有効であることが判明した。ただし、砥石としてこのEPDペレットの機械的強度が適切であるかは、加工特性を調査してみなければ判定できない。そこで、硬脆材料であるシリコンを加工対象にして、EPDペレットの加工特性について調査することにした。

### 4. 砥石の加工特性

加工特性を正しく評価するには、まず本砥石の使用方法について考慮しなければならない。そこで鏡面仕上げ

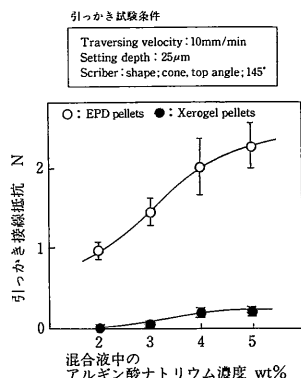


図7 EPDペレットの引っかかり試験結果

### 研削条件

Tool: Cup-type wheel with two EPD pellets ( $\phi 7\text{mm}$ ) on the top surface of  $\phi 30\text{mm}$  core  
 Revolution of the tool: 3500rpm  
 Feed of the tool: 50mm/min  
 Setting depth:  $2\mu\text{m}$ /traverse  
 Workpiece: silicon wafer (110)  $\phi 20\text{mm}$

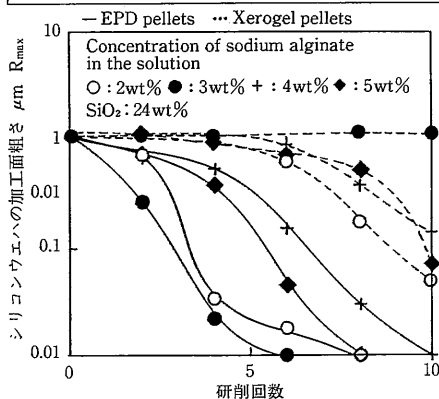


図8 シリコンウエハにおける加工面粗さと研削回数との関係

用の砥石であることから、現在、加工面粗さの小さくなる加工法として知られているカップ砥石を用いた正面研削法を採用することにした。本研究ではシリコンウエハ(110)に対し、立軸マシニングセンタ(浦和製作所製UA-53)を使用して乾式で正面研削を試みた。工具にはEPDペレットを配したカップ砥石の他に、比較用としてキセログルを配したカップ砥石を用意し、同一条件で加工実験を行った。

#### 4.1 加工面粗さと研削回数との関係

表面粗さ  $1\mu\text{m} R_{\text{max}}$  のシリコンウエハ ( $\phi 20\text{mm}$ ) に対して加工実験を行った。その時の加工条件、加工面粗

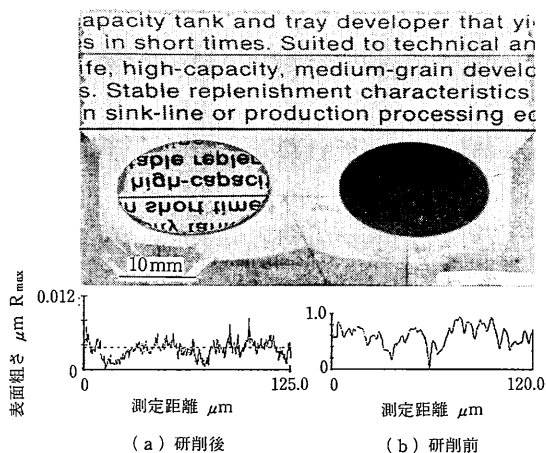


図9 EPDペレットを用いて研削したシリコンウエハの表面の様子

## 研 究 速 報

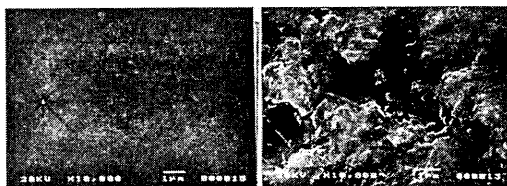


図10 シリコンウエハ表面のSEM観察結果

さと研削回数との関係を図8に示す。これより、EPDペレットでは最小6回の研削回数で、従来得られなかった10nmRmax以下の極めて良好な表面粗さが容易に得られることがわかった。加工前後のシリコンウエハ表面の状態を図9に示す。さらに、表面の状態を詳細に調査するため、走査型電子顕微鏡により観察した結果を図10に示す。これらより、加工後のシリコンウエハ表面は傷や研削マークのない鏡面になることがわかった。これに対し、キセロゲルの砥石では10回の研削加工後も0.1  $\mu\text{mRmax}$ 程度にしかならず、EPDペレットの方が効率よく鏡面仕上げできることが明らかになった。以上より、結合剤にアルギン酸ナトリウムを用い、電気泳動現象を利用した本作成法は、鏡面仕上げ用の砥石の作成法として妥当なものであったことが判明した。

## 4.2 シリコンの除去量と砥石摩耗量の関係

次に、シリコンの除去量と、砥石摩耗量の関係を図11に示す。これより、傾向としてEPDペレットはキセロゲルよりも高い研削比を示すものの、研削比は全体的に1以下であった。砥石表面の観察からは、目づまりは確認されなかった。これらより、本ペレットにおいて適度な脱粒による自生発刃現象が生じていることがわかる。これはまた、ドレッシングを改めて行う必要のないことを示しており、ドレッシング間の時間で砥石寿命を考えれば、本砥石の寿命は長いと云える。つまり、シリコンウエハを継続して鏡面仕上げできることを示すものである。

## 4.3 加工面のうねりの変化

次に、8回研削を行った後の加工面のうねりの変化に

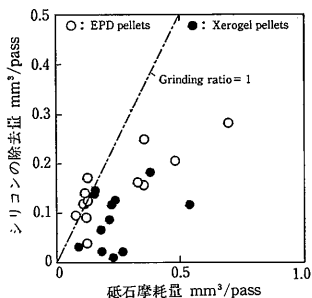


図11 砥石摩耗量とシリコンの除去量の関係

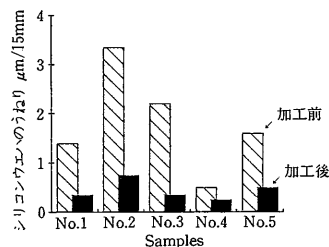


図12 シリコンウエハのうねりの変化

ついて図12に示す。これより、うねりはいずれも小さくなることが判明した。今後、加工にかかる荷重を制御することで、さらに寸法精度の高い平面、曲面加工が期待できる。

## 5. お わ り に

固定砥粒を用いた加工法を、効率の良い鏡面仕上げ法として適用させるため、まず、今まで問題であった傷やダメージ、目づまりの問題について検討を行った。その結果、対策として超微粒砥石を用いた正面研削が妥当と考え、適正な超微粒砥石を作成することから研究を開始した。試作した砥石についてはその物理的特性を調査し、要求した特性を持つ砥石が作成できたか検証を行った。次に、試作した砥石でシリコンウエハに対して正面研削を試み、その加工特性を調査した。以上のことから次のことが明らかになった。

- 1) 結合剤にアルギン酸ナトリウム、砥粒にシリカ粒子( $\phi 10\text{nm}$ )をおのおの用いた場合、電気泳動現象を利用した本作成法により、要求した特性(高密度、均質性、適度な強度)をもつ超微粒砥石の作成が可能となった。
- 2) 超微粒砥石でシリコンウエハの正面研削を行うことにより、短時間で表面粗さ10nmRmaxの鏡面仕上げが可能となった。この時、研削マークや傷は観察されなかった。
- 3) 試作した超微粒砥石は、加工時に自生発刃現象を生じ、目づまり、目つぶれを起こさず、加工を継続して行える特徴を有している。(1990年4月9日受理)

## 参 考 文 献

- 1) 馬場：固定砥粒法で合理化・省力化を進める、砥粒加工学会会報、30巻235号(1986) p. 35
- 2) 河田、谷：液体ボンド砥石を用いた高能率研磨法の研究、精密工学会誌、54巻、12号(1988) p. 75
- 3) 池野、谷：電気泳動現象を利用した微細砥粒の固定化とその応用(第2報)、1989年精密工学会秋季大会学術講演論文集、489-490
- 4) 池田：コロイド化学、裳華房、(1986) p. 117.
- 5) 池野、谷：電気泳動現象を利用した微細砥粒の固定化とその応用、1989年精密工学会春季大会学術講演論文集、581-582