

マイクロカプセルを利用したラッピング砥石によるメカノケミカル研磨

Mechanical-Chemical Finishing Using a Lapping Stone Including Microcapsules

榎本 俊之*・谷 泰弘**

Toshiyuki ENOMOTO, Yasuhiro TANI

1. 緒 言

従来、アルミニウム等の軟質金属を研削砥石により加工する場合、多孔質構造を有する高気孔率のPVA砥石のみが使用されてきた。これは延性に富む切り屑による砥石の目づまり避けるためである。しかし、PVA砥石には製法上ダイヤモンド砥粒の使用ができず、加工能率を高めることが困難であった。また、多孔質構造であるため砥粒間隔が大きく、その結果一砥粒当たりの切込み深さが大きくなり、仕上げ面粗さについては0.1 μmRy程度が達成限界となっている。

そこで、更なる高精度化、高能率化という相反する目的を達成するために、機械的除去作用に化学的作用を複合化したメカノケミカル加工を行うこととした。加工対象のアルミニウム合金と反応性を有する加工液としては、酸性あるいはアルカリ性液が挙げられる¹⁾が、加工機械の腐食等の問題が生じる。この問題を解決するには化学的作用を加工点に限定することが必要であり、たとえば砥石内部より化学反応液を供給することが有効であると考えられる。

そこで筆者らは、アルミニウムとトライボケミカル反応を生じるパーフルオロポリエーテル（以下PFPEと略す）オイルを内包したマイクロカプセルを開発し、それを添加したラッピング砥石をアルミニウムディスクの加工に適用したので報告する。

2. PFPEオイルによるトライボケミカル作用を用いたアルミニウムディスクの加工

PFPEオイルは通常化学的に極めて不活性であるが、境界潤滑下では、金属新生面の活性や摩擦による温度や圧力の上昇といった活性化因子によりトライボケミカル反応を生じる²⁾。本研究ではこの化学反応性を利用する。

まず図1に使用したPFPEオイルの基本構造を示す。

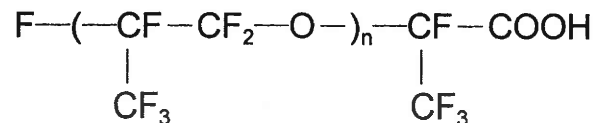


図1 パーフルオロポリエーテルの基本構造

このオイルは境界潤滑下においてアルミニウム等の金属材料と反応し、アシル基を有するフッ素化合物 (R_f-COF) を生成する。このフッ素化合物は腐食性が極めて強く、金属表面をフッ化し、金属フッ化物を生成する。

こうした反応により生成したフッ化アルミニウムは、自然酸化膜等の酸化物よりも軟質であり²⁾、金属アルミニウムよりは硬く、脆い。したがって、加工時にPFPEオイルを砥石-工作物間に供給することでフッ素化合物が生成され、除去能率が向上するものと期待できる。

3. PFPEオイルの外部供給/塗布による加工特性

3.1 実験方法

PFPEオイルの加工に対する効果を検討するために、まずマイクロカプセルを含まない通常の砥石を用い、PFPEオイルを加工液として供給、あるいは予め砥石面に塗布して加工を行った。

使用した砥石の仕様を表1に示す。本実験ではカプセル添加率は0%、気孔率は40%である。加工機械には、ラップマスター型のラッピング装置を用い、ラップ定盤のかわりに砥石を取り付けた。そして表2の条件で加工を行った。工作物は水貼りによりホルダで保持し、強制駆動で自転させた。なお砥石のツルーイングおよびドレッシングは適宜行った。

3.2 実験結果および考察

PFPEオイルを外部より供給して加工を行った結果、オイルによる潤滑効果が高すぎて、表2のいずれの条件にお

*東京大学生産技術研究所 第2部 (株)リコー生産技術研究所

**東京大学生産技術研究所 第2部

研 究 速 報

いても工作物が砥石上を上滑りしてしまい、1~2mg 程度の加工量しか得ることができなかった。そこで次に、オイルを予め砥石面上に塗布し加工を行った。加工条件は表2と同様であるが、加工液として純水を用い、無供給および0.3 mL/minの流量で供給を行った。その結果、やはり同様にほとんど加工を行うことはできなかった。

以上のようにPFPEオイルを砥石外部から供給した場合、加工中にオイルを砥石-工作物間に適切に滞留させることが困難であることがわかった。このことより、加工中に砥石内部よりオイルを微量加工点に供給することが有効であると考え、オイルを内包したマイクロカプセルを砥石に添加することとした。

4. マイクロカプセルを添加したラッピング砥石の開発

4.1 PFPE オイルのマイクロカプセル化

マイクロカプセルの作成方法としては様々なものが知られているが、ここでは *in situ* 重合法³⁾を用いた。

最初に芯物資としてPFPEオイルのみを用いた場合はマイクロカプセル化ができなかった。そこでPFPEオイルを10 vol%，溶媒としてパーフルオロカーボンオイルを90 vol%とした混合オイルを芯物質としたところ、図2に示すように、平均粒径1~3μmのマイクロカプセルを得ることができた。

4.2 改良ホットプレス法を用いた砥石成形

次に、一般的なレジンボンド砥石の作成法であるホットプレス法による砥石成形を試みた。しかしホットプレス時に高温・高圧を同時にかけた場合には砥石中のカプセルが破壊されてしまった。これは熱と圧力が同時に加わったために、カプセルの強度が著しく低下したからであると考えられる。そこで加熱と加圧のタイミングをずらし、高温と高圧状態を同時に生じさせない砥石成形法を用いた。

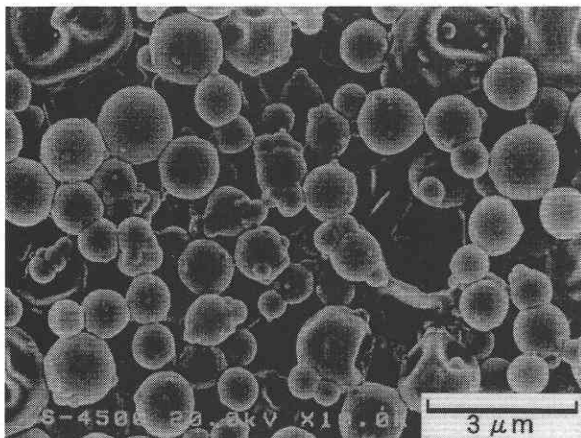


図2 PFPE オイルを内包したマイクロカプセル

その結果、マイクロカプセルを破壊することなく砥石を成形することが可能となり、表1に示す仕様のラッピング砥石を作成した。またPFPE混合オイルと比較するために、表3に示すように、一般的な合成オイルを内包したカプセルを添加した砥石Aと、パーフルオロカーボンオイルを芯物質としたカプセルを添加した砥石Bを作成した。

表1 作成した砥石の仕様

Size of stone	D 202, H 40, T 3
Grain	Average 2μm diamond Average 5μm diamond
Concentration vol%	10
Resin content vol%	20
Microcapsule content vol%	0, 30
Filler	40μm Sn
Filler content vol%	30
Porosity vol%	40, 10

表2 加工条件

Workpiece	2.5" Aluminum based alloy disk (A5086 ; 0.11μmRy, 15nmRa)
Stone pressure kPa	5~80
Rotation of stone rpm	60
Rotation of work rpm	40
Lapping time min	10
Lapping fluid	PFPE oil
Supply rate mL/min	0.03~3.0

表3 作成したラッピング砥石の種類

Symbol	Core material of microcapsule
R ₂ , R ₅	None
A ₂ , A ₅	Ordinary synthetic oil (HISOL SAS296 Nisseki)
B ₂ , B ₅	Perfluorocarbon oil (Fluorinert FC-70 Sumitomo 3M)
C ₂ , C ₅	Perfluoropolyether oil + Perfluorocarbon oil (Krytox 157FS Dupont, Fluorinert FC-70 Sumitomo 3M)

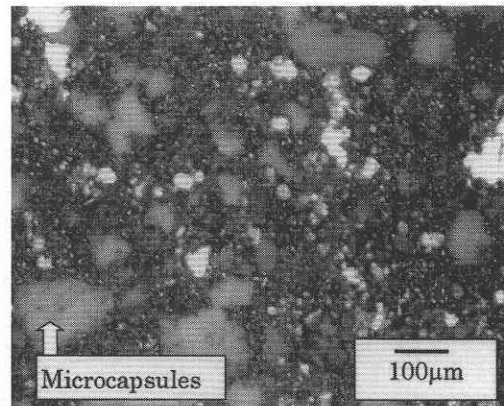


図3 開発したマイクロカプセル添加の砥石表面

これら2種類のオイルはPFPEと異なり、境界潤滑下でも反応性に極めて乏しい。なお砥石記号中、下添え字2は平均粒径 $2\mu\text{m}$ の砥粒を用いた砥石を、5は平均粒径 $5\mu\text{m}$ の砥粒を用いた砥石を示す。図3に砥石表面の観察写真を示す。図中の白い部分が凝集したマイクロカプセルである。

5. マイクロカプセルを添加したラッピング砥石の加工特性

5.1 実験結果および考察

表2の加工条件の一部を表4に示す条件として加工実験を行った。図4に平均除去能率を示す。ダイヤモンド砥粒 $2\mu\text{m}$ の各砥石の場合、砥石 C_2 は他の砥石に比べ2.7~6.5倍、除去能率が高くなっており、砥石 C_2 に添加したマイクロカプセルの芯物質PFPEオイルが有効に作用したものと考えられる。一方、ダイヤモンド砥粒 $5\mu\text{m}$ の各砥石の場合、砥石 C_5 は他の砥石に比べ1.3~7.0倍、除去能率が高くなっている。

図5に本砥石により加工された工作物の表面粗さ（前加工面は $0.11\mu\text{mRy}$, 15nmRa 程度）を示す。図5(a)に示すように、砥石 R_2 においては砥石目づまりが原因と思われるスクラッチが加工面に発生し、表面粗さは大きく劣化している。一方、(b)に示すように砥石 C_2 においては、 $35\sim 50\text{nmRy}$, $5\sim 7\text{nmRa}$ に表面粗さが向上している。

5.2 表面分析による加工メカニズムの検討

砥石中にPFPEオイルを内包したマイクロカプセルを添加することにより、加工能率および加工精度を向上できることがわかったが、ここでPFPEによるトライボケミカル作用の発現を検討するために、X線光電子分光分析（略称XPS）による加工面の分子構造分析を行った。

まず加工面に存在する元素を確認したところ、図6のように、砥石 C_2 あるいは砥石 C_5 による加工最表面のみにフッ素に関するスペクトルが検出された。

次に、図7にフッ素原子の結合エネルギースペクトル($F1s$ スペクトル)を示す。688eV付近に炭素-フッ素結合に由来するピークが存在し、685eV付近にはフッ化物イオンに由来するピークが存在した。前者は加工面に付着したPFPEオイル成分であると考えられ、一方後者は金属フッ化物の生成を示すものである²⁾。

そこで、アルミニウム原子について $Al2p$ スペクトルのピーク分離をした結果を、参照値とともに図8に示す。加工最表面には、75eV付近にメインピークが存在し、これは74.7eVと75.5eVに分離帰属された。74.7eVのピークは酸化アルミニウムに一致し、75.5eVのピークは不完全ながらアルミニウムのフッ化物に由来するものであり、フッ化アルミニウムの生成を示している。

以上の表面分析より、マイクロカプセルの芯物質である

PFPEオイルは工作物であるアルミニウム合金とトライボケミカル反応を起こしたことが明らかになった。

5.3 シリコンウェーハ加工への適用

PFPEはシリコンに対しても、アルミニウムに対してと同様の反応を生じる⁴⁾ことから、3インチのシリコンウェ

表4 加工条件

Stone pressure kPa	11.1, 6.3
Lapping fluid	Pure water
Supply rate mL/min	0.3, 3.0

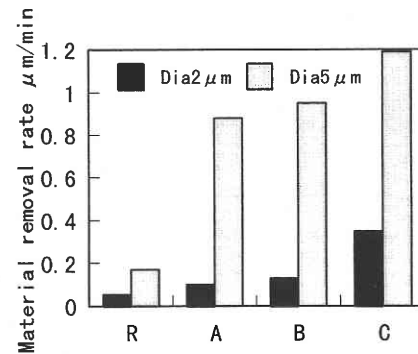
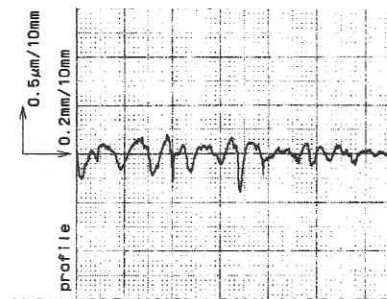
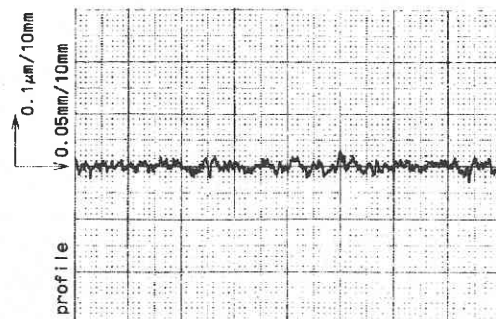


図4 各砥石の平均除去能率



(a) 砥石 R_2 で加工した面の粗さ曲線
($0.38\mu\text{mRy}$, 70nmRa)



(b) 砥石 C_2 で加工した面の粗さ曲線
(42nmRy , 6nmRa)

図5 砥石へのマイクロカプセル添加が加工面粗さに及ぼす影響

研究速報

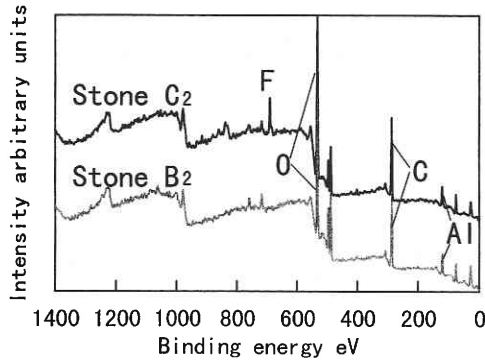


図6 加工面のXPSワイドスキンスペクトル(砥石B₂, C₂)

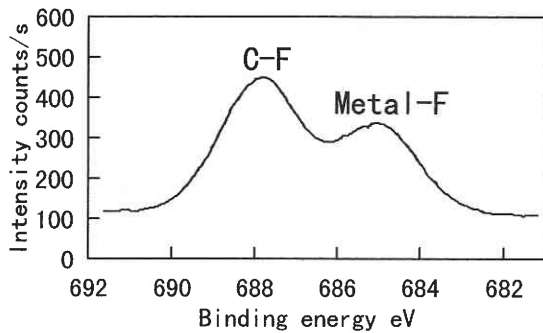


図7 砥石C₂で加工した面のF1sナロースキンスペクトル

ーハ(前加工面は0.10 μmRy, 15 nmRa程度)の加工を行った。加工条件は表2とほぼ同様であるが、加工圧力を16.5 kPa, 加工液として純水を0.3 mL/min 供給した。図9に平均除去能率を示すが、砥石C₅においては他の砥石に比べ、5~30倍高いことがわかる。また、他の砥石においては、砥石目づまりが原因と思われる研削焼けが生じてしまったが、砥石C₅においては、加工面粗さ50~60 nmRy, 7~8 nmRaの光沢面を得ることができた。

6. 結 言

- (1) ダイヤモンド砥石にPFPEオイル内包のマイクロカプセルを添加することにより、加工能率が飛躍的に向上し、同時に砥石目づまりを生じることなく良好な表面粗さを得ることができた。
- (2) 工作物の表面分析を行った結果、フッ化アルミニウムが検出され、加工時にトライボケミカル反応が生じたことが確認された。
- (3) アルミニウム同様、シリコンに対しても、加工能率および加工精度の向上を実現できた。

最後に、本研究にご協力頂いたトッパン・フォームズ

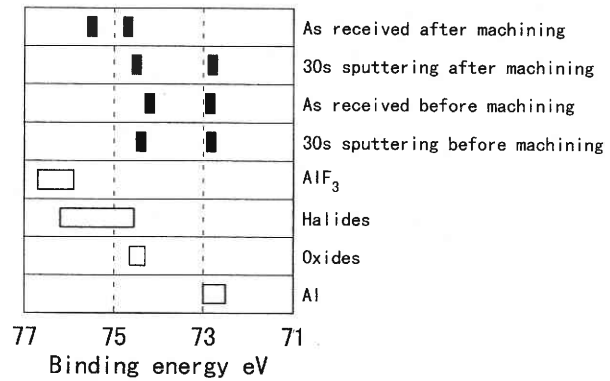


図8 Al₂pに関する結合エネルギーピーク(砥石C₂)

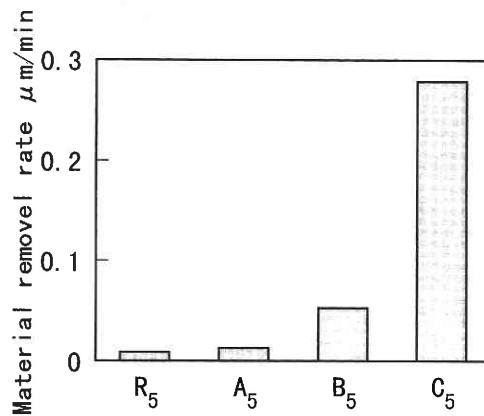


図9 3”シリコンウェーハ加工における各砥石の平均除去能率(加工圧力: 16.5 kPa, 加工液: 純水, 加工液流量: 0.3 mL/min)

(株)の江藤 桂氏, 日暮久乃氏, (株)ノリタケカンパニーリミテドの山口幸男氏, 酒井安昭氏, また, 表面粗さ測定にご便宜をおはかり頂いた(株)小坂研究所に感謝の意を表します。

(1998年12月14日受理)

参 考 文 献

- 1) 安井平司・松永竜二・鈴木幸雄・佐藤郁, アルミニウム基板の高平滑ポリシングの研究—ポリシング液pHと砥粒の種類の影響—, 1994年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集, (1994-3), 833-834.
- 2) S. Mori・W.Morales, Tribological reactions of perfluoroalkyl polyeter oils with stainless steel under ultrahigh vacuum conditions at room temperature, *Wear*, 132 (1989), 111-121.
- 3) 近藤保, 最新マイクロカプセル化技術, (1991), 13, 総合技術センター, 東京.
- 4) Xiaohe Pan・V. J. Novotny, Head material effects on interface tribochemistry, *IEEE transactions on magnetics*, 30-2 (1994), 433-439.