

超微細砥粒を用いたナノメータ研削

Nanometer Grinding Using Ultrafine Abrasives

谷 泰弘*・池野 順一**

Yasuhiro TANI and Junichi IKENO

ナノメータオーダの仕上げ面粗さを得るためには、非常に微細な砥粒を用いて研削を行うことが有効な手段である。しかし、超微細砥粒を使用すると、均質な砥石を製作できない。目づまりがしやすいなどの問題点が生じる。そこで、著者らは電気泳動付着現象を利用することにより、これらの問題点を解決した。均質な超微粒砥石を開発するとともに、鏡面の切断面が得られるチップングフリー研削切断法を開発した。

1. はじめに

研削加工は、切削加工より優れてはいるものの、研磨加工には及ばない仕上げ面粗さ ($0.2\sim 10\mu\text{mRmax}$) を達成する加工技術として従来位置づけられてきた。すなわち、研削加工によりナノメータオーダの仕上げ面粗さ ($0.1\sim 100\text{nmRmax}$) を実現することは、どんなに加工条件を最適化しても土台無理なことと諦められてきた。ところが、最終仕上げ加工として位置づけられた研磨加工は作業環境が悪く生産能率も低いために、最近になって電子部品や光学部品の製造において鏡面状態を研削加工により実現することが強く求められるようになってきた。それに呼応して、研削盤の高精度化や切れ味のよい超微粒砥石 (ホイール) の利用技術の向上が進められ、ナノメータ研削実用化の可能性が見え始めてきた。

砥粒切込み深さを小さくしてナノメータ研削を実現する手段としては、①砥石切込み量を微小化する。②微粒砥石を利用する。③圧力制御方式を採用する、の3つの方法が考えられる。①の方法はダイヤモンドなどの超微粒砥石を使用した研削方法であるため、他の2つの方法に比較して形状精度の高い加工が可能となるが、機械の運動を加工物表面に転写する運動転写原理を基本としているため、高精度な加工機械が必要になる。また、砥石切込み量を減少させることは除去能率の低下につながるという欠点を持つ。③の方法は研磨加工と同様加工圧力を制御する方法で、定寸切込み方式に比較して簡単に微小で安定した実切込みを実現でき、加工機械の精度によらずナノメータ加工が実現できるが、圧力制御方式の宿命として加工形状を管理することが難しいという欠点を

持つ。

②の方法は①と③の方法の中間的な性格を持つ方法で、微細な砥粒を用いることで砥粒密度を高めることを意図した研削方法である。この方法では、普通の精度の加工機械を用いてある程度大きな砥石切込み量を与えても、一砥粒当りの切込み深さが小さくなるために比較的容易にナノメータオーダの加工が実現でき、形状精度もそこそこの値が達成できる¹⁾。しかし、微細砥粒は凝集が激しいために、実用に耐え得るような均質な微細砥石を製造することが従来は困難であった。またかりに製造できたとしても、砥粒密度が高いためにチップポケットは小さく、目づまりが生じやすいために長時間の加工には使用できなかった。

著者らはこの微細砥粒砥石の製造上と使用上の難問にあえて挑戦を行い、従来とは異なる湿式での電場を応用した砥石作製により均質な微粒砥石を開発し、しかも砥石の結合度を低くすることで加工時の目づまりの問題を解決した。その結果、定安してナノメータ研削を行うことが可能になった。以下にはその概要について紹介する。

2. 超微粒砥石の開発と研削への応用

コロイダルシリカは、 $\text{pH}9.5\sim 10.5$ のアルカリ液中に粒径 $0.1\mu\text{m}$ 以下の超微細シリカ粒子を分散させた研磨液である。超微細粒子が化学的に活性であることを積極的に利用して、ダメージが残ることを極端に嫌う半導体基板や磁気ヘッド部品の最終研磨工程で使用されている。ダメージの少ないナノメータオーダの仕上げ面粗さを持つ加工面を研削加工により実現するため、この超微細シリカ粒子で構成される超微粒砥石を製作することを試みた。しかし、上記のように超微細粒子はそれ自体の凝集が激しく、乾式状態および半乾式状態では結合剤との均

*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

**東京大学生産技術研究所 第2部

質な混合が困難で、通常の成形法で均質な微粒砥石を製作することは不可能に等しい。事実乾式成形法で作製した砥石にはラミネーションが生じ、流し込み法で作製した砥石には乾燥時に不均質な凝集が生じ大きなポイドや割れが発生した。

そこで、微細なシリカ粒子がアルカリ液中で負に帯電していることに着目し、液相中における電気泳動現象を応用し微粒砥石を製作することを試みた²⁾。すなわち、負に帯電したシリカ粒子は図1のように電場において陽極に集まり、凝集する。この凝集体を砥石として取り出すことを試みた。はたして、陽極とした黄銅棒の周りには図2(a)のような砥粒の凝集体が形成された。しかし、この凝集粒子は結合力を持たないため、図2(b)のように

乾燥により再びぼろぼろの状態となった。やはり砥石を形成するには、結合剤が必要である。

結合剤としては、乾燥時の収縮にも耐える弾性を有する高分子やゴムが望ましい。さらに、均質な砥石を製作する点からは、結合剤と砥粒との混合割合が場所により異ならないように、結合剤が砥粒と一緒に泳動するようなものが好ましい。このように結合剤が砥粒の表面に吸着して保護コロイドを形成するものとしては、結合剤自体も電荷を持つ高分子電解質と結合剤自体は電荷を持たないが水素結合により砥粒表面に吸着する非イオン性高分子の二種類がある。高分子電解質としては、アルギン酸ナトリウムやカルボキシルメチルセルロース等があり、非イオン性高分子としては、ポリビニルアルコール(PVA)やメチルセルロース等がある。

もし分散液中に接着力も有する上記のような高分子を溶解させれば、その高分子はシリカ粒子の周りに吸着し、

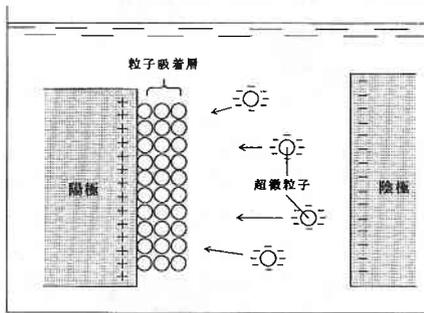
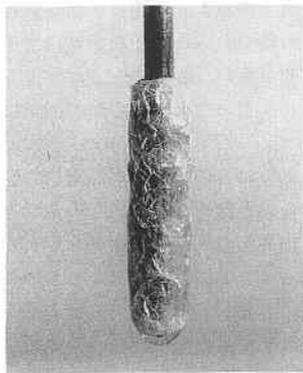


図1 電気泳動現象



(a) 陽極上のシリカ附着層 (乾燥前)



(b) 乾燥後 (崩壊)

図2 乾燥による附着物の状態変化

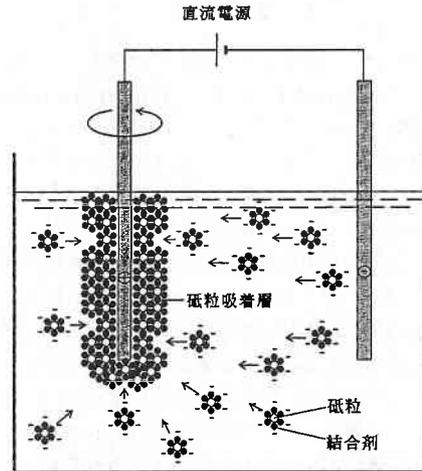


図3 電気泳動付着現象を応用した超微粒砥石の作製

10mm

10mm

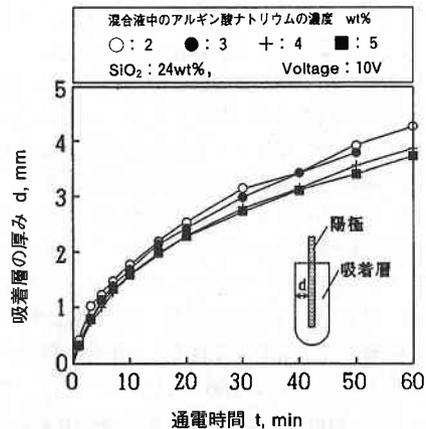
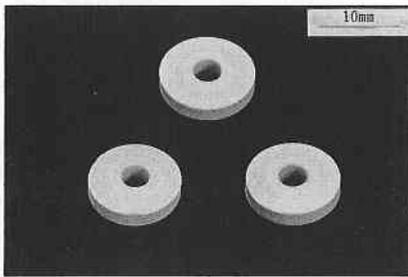


図4 付着層の成長状態

図3に示されるように保護コロイドを形成する。この保護コロイドも負に帯電しており、電気泳動現象により陽極に凝集する。この際、陽極をゆっくり回転させれば、周方向により均質な凝集体を作ることができる。印加電圧を10V、シリカ濃度と高分子電解質のアルギン酸ナトリウム濃度をそれぞれ24wt%、3wt%とした時の砥粒凝集体の成長率は、図4に示されるように半径方向に3.5~4mm/hであった。この棒状の砥粒凝集体を輪切りにした後乾燥させ、図5のようなEPD砥石ペレットを製作した。ここで、EPDとは電気泳動付着現象(Electro-phoretic Deposition)の略である。研削性能の比較のために、砥粒と結合剤との混合液を単に自然乾燥させたキセロゲル砥石ペレットを同時に作製した。

これらのペレットを円筒状の保持具の端面に円環状にはりつけたカップ型砥石を製作した。このカップ型砥石を立軸マシニングセンタの主軸に取り付け、1回の切込みを2μmに設定してトラバース正面研削を行った。図6はシリコンウエハに対する研削回数に伴う仕上げ面粗



(SiO₂: 24wt%, アルギン酸ナトリウム: 4wt%)

図5 EPDペレットの外観

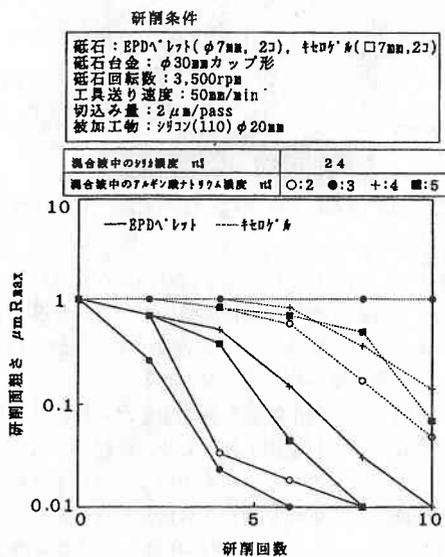


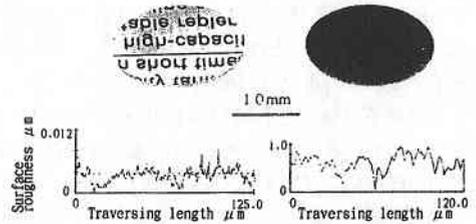
図6 超微粒ペレットを用いたシリコンウエハの研磨特性

さの向上のようすを示している。上記のペレットはいずれも低結合度であり、目づまりすることなく研削加工を持続できる。EPDペレットで得られる最終仕上げ面粗さはキセロゲルペレットより優れており、またEPDペレットの方がその最終粗さに早く到達している。これは、キセロゲルペレットの結合度は低すぎて砥石摩耗が活性になりすぎたのに対して、EPDペレットはシリコンウエハを研削するのに適度な強度を有していたことを示している。ちなみにこの時の研削比は1前後であった。上記のように微粒砥石では目づまりが生じやすいために、最適な研削比は砥粒密度が高くなるにつれて小さくなる。

図7はEPDペレットを用いて研削したシリコンウエハの仕上げ面を示している。ラッピングにより仕上げられた約1μmの前加工面が6回の研削回数で8nmRmax以下の非常に平滑な面に加工されている。図8は研削面と研削前のラップ面のSEM写真である。研削面には送りマークがまったく観察されず、これはEPDペレットによる研削が非常に微小な切込み量で行われていることを示している。

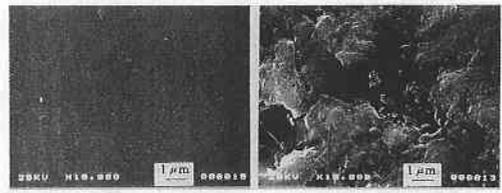
図9はEPDペレットを用いてシリコンウエハの場合と同様にトラバース正面研削したサファイアガラスの仕上げ面の微分干渉顕微鏡写真と粗さ曲線を示している。この場合には、サファイアガラスの硬度が高く、通常の定寸切込み方式では砥石の摩耗が激しく加工ができなかったため、加工物の下に硬質ゴムを敷いて研削を行った。

S. Stable replenishment characteristics in sink-line or production processing



(a) EPDペレットによる研削面 (b) ラッピングによる前加工面(粗研磨面)

図7 EPDペレットによるシリコンウエハの研削面



(a) EPDペレットによる研削加工面 (b) 前加工面(粗研磨面)

図8 EPDペレットによるシリコンウエハの研削面のSEM写真

サファイアの研削条件

工具： カップ形砥石
 (core: ϕ 30mm, EPD[®] レット ϕ 7mm, 2個配置)
 工具回転数： 3,500 rpm
 工具送り速度： 50 mm/min
 設定切込み量： 2 μ m/pass
 研削回数： 20回
 被加工物： サファイアガラス

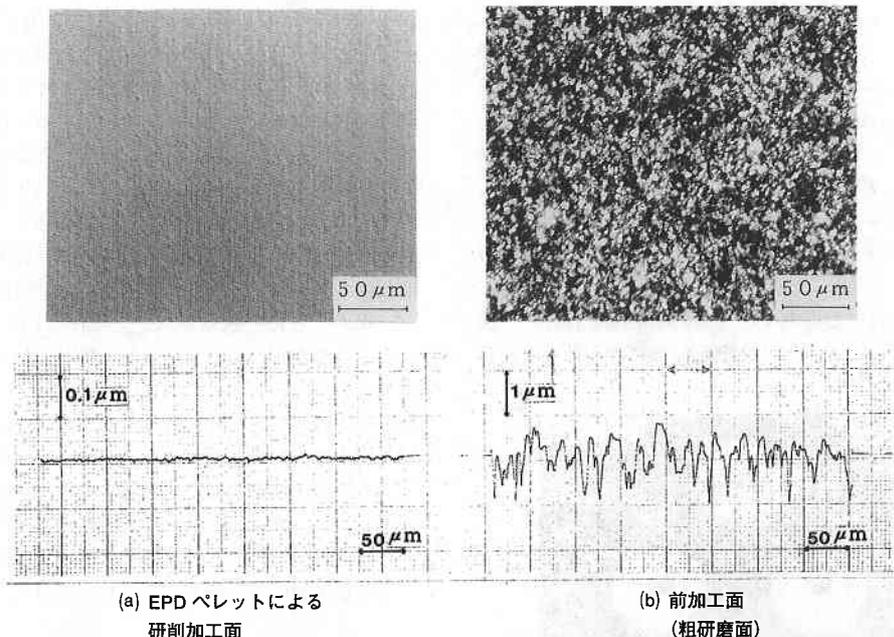


図9 EPD ベレットによるサファイアガラスの研削面

約 2 μ mRmax の前加工面が 20 回の研削回数で 22nmRmax 以下の高仕上げ面になっている。加工物のサファイアガラスの主成分は酸化アルミニウムであるため、シリカ粒子で構成されている EPD ベレットより高い硬度を有している。このため、この加工は硬い加工物を軟らかい砥粒により除去しているものであり、この研削は化学的作用³⁾ (乾式メカノケミカル作用) の付加により行われているものと考えられる。

3. 超微細砥粒の電気泳動付着現象を利用した
 チッピングフリー研削切断

前章で述べた図 2 (a) に示されるシリカ粒子のみの凝集体は、電場の作用する液相中において電気的な吸引力がシリカ粒子に作用しているために、この電気力を結合力とした研削工具になる可能性を有している⁴⁾。そこで、図 10 のような横軸の外周刃切断装置を準備し、刃具のブレードを陽極に、そのカバーを陰極にし、ブレードの先端が常に研磨液に浸されるようにカバーの内側に研磨液が流れるリング状の溝を加工した。電場においては電気泳動付着現象が生じて、シリカ層が常時ブレードの回り

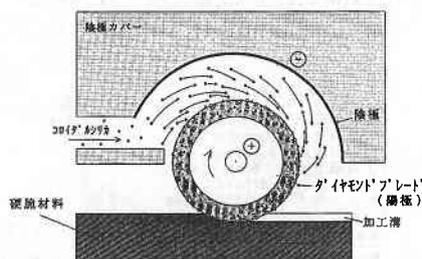


図10 超微細砥粒の電気泳動付着を利用した切断装置

に成長する。加工時には加工点においてシリカ粒子の一部が脱落するが、次の 1 回転の間にまたシリカ層は成長する。すなわち、摩耗率と成長率のバランスがとれた点で、シリカ層の厚みは一定に保たれる。

シリカ層のみの研削性能を調査するために、被削性のよいシリコンウエハを加工物として、砥粒のまったく含まれていない青銅のブレードを用いて、コロイダルシリカを研磨液として供給しながら溝切りを行った。印加電圧が 0 V の時には、ブレードの硬度がシリコンウエハより低いために、ブレードは接触すると同時に破損した。

溝入れ加工条件

工具：砥粒を含まない金属ブレード
(D70mm, H40mm, t0.1mm)
工具回転数：3,000rpm
設定切込み深さ：0.1mm
工具送り速度：2.5mm/min
印加電圧：30V
切断液：コロイダルシリカ(30wt%, 7L/min)
被加工物：シリコン(110)

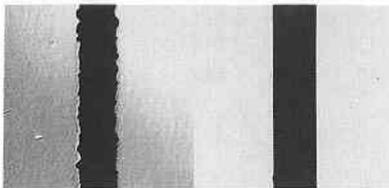


0.1mm

図11 金属プレートによるシリコンウエハの切断溝

切断条件

工具：SD500N75M
(D70mm, H40mm, t0.1mm)
工具回転数：3,000rpm
設定切込み深さ：0.5mm
工具送り速度：5mm/min
印加電圧：0V, 60V
切断液：コロイダルシリカ(30wt%, 7L/min)
被加工物：ソーダガラス



(a)印加電圧：0V 0.1mm (b)印加電圧：60V

図12 ダイヤモンドブレードによる青板ガラスの切断溝

しかし、印加電圧が30Vの時には、図11に示されるようにチップングのない非常にきれいな溝切り加工が実現された。またこの時の切断面は、22nmRmaxの鏡面状態となった。以上のことは、電場においてコロイダルシリカ中のシリカ粒子が遠心力に抗して高速で回転しているブレードの回りに付着し、この付着したシリカ粒子がシリコンウエハに対して研削能力を持っていたことを示している。

しかし、ガラス材料はシリコンウエハより被削性が悪く、金属ブレードのみでは青板ガラスの溝切りを行うことができなかった。そこで、通常のメタルボンドダイヤモンドブレードを用いて溝切り加工を行った。メタルボンドダイヤモンドブレードは電気良導体であり、金属ブレードの場合と同様にシリカ粒子の電気泳動付着が生じる。図12は印加電圧0Vと60Vの時のガラスに加工された溝を上から見た光学顕微鏡写真である。60Vの時

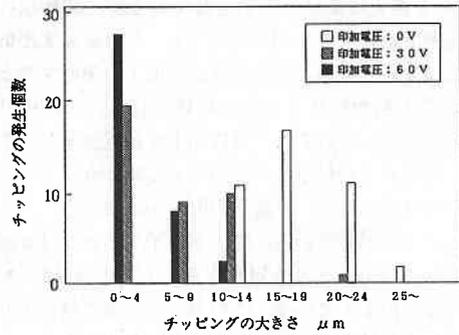


図13 印加電圧による青板ガラスのチップング量変化

切断条件

工具：SD500N75M
(D70mm, H40mm, t0.1mm)
設定切込み深さ：0.4mm
工具送り速度：5mm/min
工具回転数：5,000rpm
印加電圧：20V
切断液：コロイダルシリカ(30wt%, 7L/min)
被加工物：Mn-Znフェライト

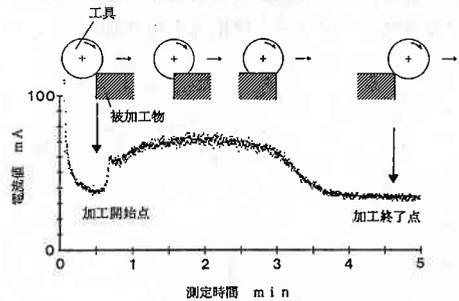


図14 切断加工時の電流値変化

の溝幅はシリカ粒子の付着のために0Vの場合より少し広がっているが、チップングは消滅している。

図13は、青板ガラス切断加工時のチップング量に対する印加電圧の効果を示している。印加電圧が高くなるにつれてチップング量は減少していることがわかる。この場合、溝の創成はダイヤモンド砥粒が分担して行っており、シリカ粒子は溝の側面の研磨を行っている。印加電圧が低い時にはシリカ層の厚みが減少し、ダイヤモンド砥粒が溝の側面を直接加工する可能性が生じる。そこで、チップング量を抑えるためには、シリカ層の厚みをブレード側面のすべてのダイヤモンド砥粒を包み込める程度に厚くしなければならない。

シリカの付着状態は、陽極であるブレードと陰極であるカバーの間に流れる電流値により把握することができる。すなわち、付着したシリカ層は絶縁体であるため、付着層の厚みが大きくなるにつれて、電流値は低下する。図14はMn-Znフェライトの切断中の電流値変化を示したものである。電場を作用させ始めた時には、電流値は

100mA を越える高い値が示されているが、30秒後にはブレード表面にシリカ層が形成され、約40mAまで低下してほぼ安定している。この状態で加工を開始するとシリカ層の一部が剝離して電流値は上昇し、切断中は約70mAで安定している。これは加工中は電気泳動現象によるシリカ粒子の付着と研削力によるシリカ粒子の脱落とが平衡状態になり、付着層の厚みがほぼ一定に保たれていることを示している。加工が終了するとシリカ層の脱落がなくなり、シリカ層が成長して電流値は約40mAにまでまた低下している。このように、電流値によりシリカの付着状態をモニタリングすることができる。

4. おわりに

ナノメートルオーダーの研削加工を実現するために、著者らは超微細砥粒の電気泳動付着現象を応用した、硬脆材料のための2種類の研削加工技術を開発した。

(1) 湿式で製造した均質な超微細砥石を用いて、シリコンウエハに対してスクラッチのない10nm R_{max} 以下の非常に平滑な面が達成された。また、サファイアガラスのナノメートル研削も実現された。

(2) 超微細砥粒の電気泳動付着現象により製作した工具をインプロセスで用いることにより、チップングがなくダメージの少ない切断加工が実現された。また、研磨加工と同等の切断面を得ることが可能になった。これらの技術はここで紹介した平面加工や溝切り加工のみならず、円筒面加工や球面・非球面加工のような種々の加工形態への適用が今後期待される。

(1993年2月26日受理)

参考文献

- 1) 貴志浩三, 市田良夫: 微粒 CBN 砥石およびダイヤモンド砥石による鏡面研削, 機械と工具, 29-2 (1985) 17.
- 2) 池野順一, 谷 泰弘: 電気泳動現象を利用した超微細砥石の開発とその応用, 日本機械学会論文集 (C編), 57-535 (1991-3) 1013.
- 3) H. W. Gutschke and J. W. Moody: Polishing of Sapphire with Colloidal Silica, J. Electrochemical Soc., 125-1 (1978) 136.
- 4) 池野順一, 谷 泰弘, 福谷亮人: 超微細砥粒の電気泳動現象を利用した研削切断法の開発, 日本機械学会論文集 (C編), 57-542 (1991-10) 3320.