

## 電気泳動現象を利用した超微粒砥石の作成法に関する研究

Study on a Manufacturing Method for Ultrafine Abrasive Pellet Applying Electrophoresis Phenomenon

池 野 順 一\*・谷 泰 弘\*\*

Junichi IKENO and Yasuhiro TANI

## 1. は じ め に

ナノメータ研削を実現するための有効な手段は、砥粒切込み深さを100nm以下に保ち、延性モードで材料除去を行うことであると言われている<sup>1)</sup>。そのような微小な砥粒切込み深さを得る1つの手段として、きわめて微粒子な砥石を使用することが有効とされている<sup>2)~4)</sup>。ただし、砥石が均質でない場合、砥石に不均一な欠けが生じ被加工物上にスクラッチが形成されてしまう。また、砥石の結合力が不適当な場合、目づまりや過剰な脱粒が生じてしまい鏡面は創成できない。上記の点で超微粒砥石の製造はきわめて困難であり、鏡面研削に実用可能なものはいまだ市場に出ていないのが現状である<sup>4)</sup>。

そこで、既報では微粒子が液相において電荷を持つことに着目し、電気泳動現象を利用した均質な超微粒砥石の作成法を提案した<sup>5)</sup>。本報ではこの作成法により、従来から砥石の結合剤として実績のある高分子材料を用いて超微粒砥石の作成を試みた。これが可能であれば、今まで蓄積された製造上の知見を活かして、発展性のある砥石づくりが期待されるためである。

## 2. 電気泳動現象を利用した超微粒砥石の作成

## 2.1 超微粒子の電気泳動現象

超微細シリカ砥粒は( $\text{SiO}_2$ ,  $\phi 10\sim 20\text{nm}$ )はpH 2以上の液中で負に帯電することが知られている。この液中に電場を与えると砥粒は陽極へ引きつけられる。この現象を電気泳動現象という<sup>6)</sup>。

さらに電極材の選定により、陽極上に砥粒の多分子層吸着が観察される<sup>7)</sup>。この吸着層は比較的密で均一なことから、超微粒砥石としての適用が考えられる。

## 2.2 結合剤の選定

このようにしてできた砥粒の吸着層は、乾燥すると形状が維持できずに崩壊してしまう。この砥粒吸着層を研

削砥石として用いるには、乾燥後も形状を維持することが不可欠である。そのために本作成法では結合剤として次のことが要求される。①個々の砥粒表面に満遍無く吸着する物質であること。②電気泳動現象により砥粒とともに一極に移動して吸着層を形成する物質であること。これらより、結合剤として砥粒と電気的に吸着し電気的保護作用をする高分子電解質、砥粒と水素結合し立体的保護作用をする非イオン性高分子の2種類の高分子材料が挙げられる。このうち従来のスポンジ砥石に用いられている高分子材料は後者に属するポリビニルアルコール(以降PVAと略す)である。PVAは水溶性高分子であり、抗張力、抗圧力、衝撃や摩擦に対して強いことが知られている。ただし、PVAは非イオン性高分子であるため、単独では電気泳動現象を起こさない<sup>8)</sup>。しかし、PVAをシリカ砥粒表面に吸着させれば、砥粒に便乗する形で同時に一極に電気泳動させることができるはずである。これにより、均質なPVAボンド超微粒シリカ砥石の作成が期待できる。

## 2.3 砥石の作成実験

まず、コロイダルシリカ(砥粒濃度30wt%)とPVA水溶液(4.8wt%)の混合液を砥石作成装置に移し、図1のようにして電気泳動現象を起こさせた。

a. 吸着層の成長速度: 混合比を体積比(コロイダルシリカ/PVA水溶液)で定義し、混合比0.6~3.0の液を用いて表1の条件で作成実験を行った。吸着層の成長速度を図2に示す。これにより、印加電圧10V、通電時間20分で2.5~3.5mmの厚みに成長することがわかった。吸着層の状態を図3に示す。吸着層は透明であることがわかる。この吸着層を電極棒の軸に垂直に切断し、ペレット状に成形したものを乾燥させたものをEPD(Electrophoretic Deposition)ペレットと称することにした<sup>5)</sup>。

b. 乾燥時の割れ発生率: 砥石として形状を維持するために適当な結合剤の混合比の選定を行った。混合比の異なるペレットのようすを図4に示す。ただし、作成条

\*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

件は混合比を除いて表 1 と同じである。混合比 0.6 では乾燥前の吸着層はゼリー状で成形が困難であった。混合比 0.8 は成形可能であり、乾燥後の割れも発生しなかった。また、混合比が 1.5 以上になると割れの発生率が高まり、混合比 2.4 でペレットは乾燥後崩壊した。

したがって、砥石形状を維持するには混合比を 0.8～1.5 の範囲で混合することが望ましいことが判明した。

## 3. EPD ペレットの物理特性

ここでは、乾燥時の諸変化、かさ比重、組織、機械的強度について調査した。なお、電気泳動現象の効果を明確にするために、混合液を自然乾燥させたゲル（以降キセロゲルと呼ぶ）と EPD ペレットの比較を行った。

## 3.1 乾燥時の変化

まず、ペレットの乾燥にともなう寸法、重量変化を調査した。調査結果は各変化率（乾燥後の測定値×100/乾燥前の測定値）にして図 5 に示す。これにより、混合比 0.8 の場合、重量変化率 33.3%、寸法変化率 67.9% となり、混合比が小さいほど収縮が大きくなることがわかる。したがって、PVA が多く含まれるものほど収縮が著しいことがわかった。

表 1 作成条件

Applied voltage : 10V  
Abrasives : Silica (φ10nm)  
Bonding agent : Polyvinyl alcohol (PVA)  
Mixture ratio : Silica/PVA=0.6~3.0  
Time : 20min  
(Anode : Brass (φ4mm))

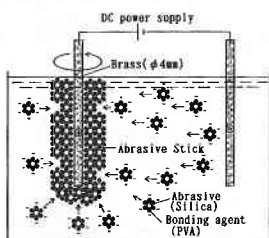


図 1 電気泳動現象を利用した超微粒砥石の作成法

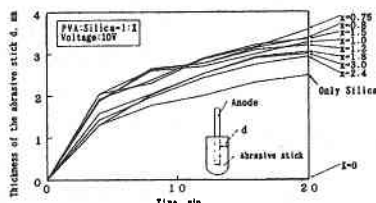


図 2 吸着層の成長速度

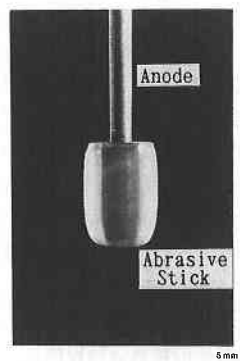


図 3 電気泳動現象により形成された吸着層

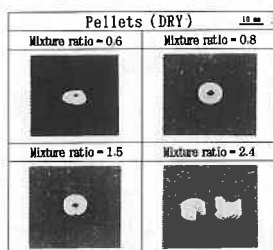


図 4 混合比を変えて作成したEPDペレットの様子

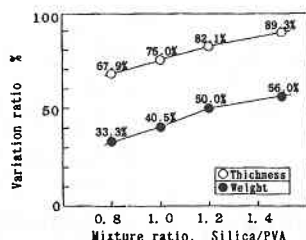


図 5 乾燥によるペレットの寸法・重量変化

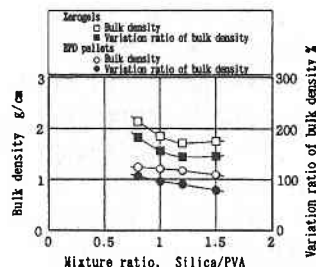


図 6 乾燥時のかさ比重およびその変化率

### 3.3 組織

走査型電子顕微鏡による組織の観察結果を図7(a)(b)に示す。これにより、EPD ペレットの組織は均一な状態であることがわかる。一方、キセログルでは乾燥時に大きさの異なる塊が形成されており、不均一な組織であることがわかる。これは、キセログルがシリカ粒子と結合していない PVA を多量に含むために、著しい収縮が各所で生じ大きさの異なる塊が形成されたものと考えられる。

### 3.4 機械的強度

まず、表2に示す条件で EPD ペレットの引っかかり試験を行った。その結果を図8に示す。これより、引っかかり強度は PVA を多く含む液から作成したものほど高いことがわかる。したがって、PVA は結合剤としての役割を果たしていることがわかった。

次に、図9に EPD ペレット、キセログルの硬度試験結果を示す。これにより、PVA におけるキセログルの硬度は EPD ペレットの硬度に比べ約2倍の50Hvであることがわかる。PVA の含有量が多い場合、硬度が高くなる傾向をもつことより、キセログルが EPD ペレットよりも PVA を多く含むという考察は正しいものと考えられる。

以上、シリカ砥粒、PVA からなる EPD ペレットの物理特性を調査した。これにより、EPD ペレットは均

質性の高い砥石であることが判明した。よって、電気泳動現象を用いた本作成法は、PVA を結合剤に用いた超微粒砥石の作成において妥当と考えられる。

## 4. EPD ペレットの研削性能

次に、EPD ペレットの研削性能を調査するため、図10に示すようにマシニングセンタ上で正面研削を行った。図中、マシニングセンタの主軸に装着された $\phi 30\text{mm}$ の砥石台金端部には、混合比0.8で作成した EPD ペレットが2個接着されている。被加工物には $\phi 20\text{mm}$ のシリコン単結晶(110)を選択し、図中に示す条件で乾式加工を行った。

### 4.1 表面性状

表面粗さと研削回数を図11に示す。図中、●印は EPD ペレットによる研削結果を示している。これにより、研削前に $2\mu\text{mR}_{\text{max}}$ だったシリコンが8回の研削で $10\text{nmR}_{\text{max}}$ に到達し、鏡面研削が可能であることがわかる。ちなみに、EPD ペレットによる研削前後のシリコン表面のようすと加工面の粗さ曲線を図12に示す。

一方、図11中の×印はキセログルにおける研削結果を示している。この表面粗さは $0.1\mu\text{mR}_{\text{max}}$ で横ばい状態になり、良好なものは得られなかった。この時、加工面には多数のスクラッチが観察された。

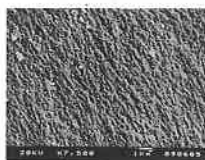
### 4.2 研削抵抗

研削抵抗を図13に示す。EPD ペレットの場合、15回までは研削回数とともに研削抵抗は増大する。それ以降はほぼ一定の値になり安定して加工できることがわかる。

それに対し、キセログルでの研削加工では研削抵抗がその都度大きくばらついた。

表2 引っかかり試験条件

Traversing velocity: 10mm/min  
Setting depth of scratching:  $25\mu\text{m}$   
Shape of the Scribe: Cone (top angle  $145^\circ$ )



(a) EPD pellet



(b) Xerogel

Mixture ratio = 0.8

図7 組織の観察結果

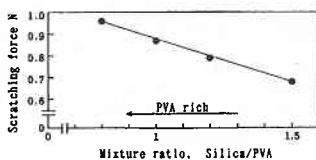


図8 EPD ペレットの引っかかり試験結果

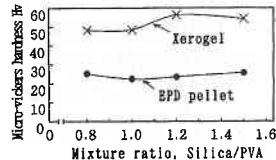


図9 EPD ペレットおよびキセログルのビッカース硬度

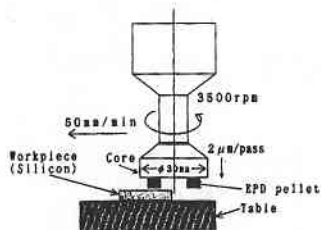


図10 研削実験方法

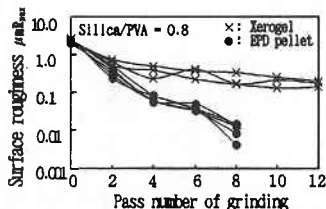


図11 研削面粗さと研削回数の関係

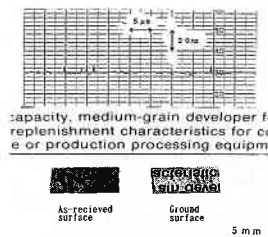
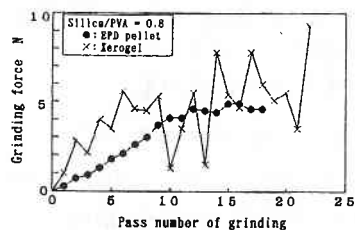


図12 EPD ペレットによるシリコンの研削表面

## 研 究 速 報

図13 研削抵抗力と研削回数  
の関係

(a) EPD pellets



(b) Xerogel

図14 研削に使用した後のペレットの表面状態

## 4.3 砥石寿命の評価

研削後の砥石表面状態を図14に示す。(a)はEPDペレットであり、(b)はキセロゲルである。これにより、EPDペレット表面には目づまり、欠けが生じていないことがわかる。この原因としては、電気泳動現象によってペレット内の均質性が得られたこと、自生発芽が生じるのに適した結合力を有していたことが考えられる。

一方、キセロゲルでは目づまり状態が観察された。自生発芽が生じるにはキセロゲル内の結合力は大きすぎたものと考えられる。さらに、キセロゲルでは縁がほろほろに欠けてしまった。これはキセロゲルが不均質であったことに起因するものと考えられる。これらにより、キセロゲルでは研削抵抗がばらつき、鏡面が創成できなかったものと考えられる。

以上より、PVAを用いたEPDペレットはドレッシングが不要で、継続して鏡面研削に使用できる砥石であることが判明した。

## 5. お わ り に

電気泳動現象を利用することにより、PVAを結合剤とする鏡面研削用超微粒砥石の作成が可能となった。

本研究で得られた結果は次のとおりである。

(1) コロイダルシリカとPVAを混合した液で電気泳動現象が生じることを確認した。吸着層は印加電圧10V、

通電時間20分で2.5~3.5mm成長した。

(2) 混合比0.8~1.5の液で作成したEPDペレットは乾燥時に割れず成形可能であった。

(3) 電子顕微鏡観察により、EPDペレットの組織が均一であることを確認した。電気泳動現象は砥石の均質化に有効に作用することがわかった。

(4) 引っかき試験により、PVAが結合剤として作用していることがわかった。

(5) EPDペレットを用いて、シリコンの研削加工を行った結果、8パスでスクラッチのない10nmR<sub>max</sub>の表面粗さを得ることができた。

(6) EPDペレットは目づまりを起こさないため、ドレッシングが不要で継続して使用可能なものであった。

(1993年3月10日受理)

## 参 考 文 献

- 1) 宮下, 精密工学会誌, 56-5(1990)782.
- 2) 貴志・市田, 機械と工具, 29-2(昭60), 17.
- 3) 海野, 機械と工具, 34-4(平2), 23.
- 4) 谷, 生産研究, 41-6(平元), 511.
- 5) 池野・谷, 機論, 57-535, B(平3), 1013.
- 6) 池田, コロイド化学, (1986), 117, 裳華房.
- 7) 池野・谷・福谷, 機論, 57-542, A(平3), 3321.
- 8) 中垣, 表面状態とコロイド状態, (1968), 25, (株)東京化学同人.