

プレーティング研磨の応用に関する研究 (第1報)

——プレーティング現象の発生条件——

Application of a Fine Finishing Process with a Plating Phenomenon (1st Report)

——The Occurring Condition of the Plating Phenomenon——

池 野 順 一*・谷 泰 弘*

Jun'ichi IKENO and Yasuhiro TANI

1. は じ め に

メッキ工程において除去加工を付加することにより、メッキ速度やメッキ膜の性状の向上を図ろうとする研究が、近年進められている。Bässlerは、アルミニウムシリンダ内面のホーニング加工中に電解クロムメッキを施し、メッキ速度が約30倍向上したと報告している¹⁾。また、電解Au-Cuメッキにおいて、Johnsonらは研磨加工を付加することで、結晶粒の粗大化とメッキ膜の空洞の形成が抑制され、良好なメッキ膜を得たとしている²⁾。

一方、山名はアルミニウムと銅を同一ポリシャ上で研磨した際、アルミニウムの表面に銅が付着したと報告している³⁾。これは、完全な除去加工時に付着現象が生じた点で、非常に興味深い現象を含んでいる。研磨作用が付着に対し有効に働くならば、この現象によって得られる付着膜も前述の複合加工のような効果が期待される。こうしたことから、この現象を伴う研磨はプレーティング研磨と名付けられ、新しい表面処理技術となる可能性を持つと考えられた³⁾。

本研究では、このプレーティング研磨の応用を探るために、その加工現象を解明することにした。このため、本報では山名の報告をもとに、研磨時に生じるプレーティング現象の確認をまず行うとともに、プレーティング現象の発生条件について検討した。

2. プレーティング研磨現象の確認

2.1 実験方法

まずプレーティング研磨現象の存在を確認するために、山名が報告している内容から推察される実験条件により、研磨を行った。その主な実験条件を表1に示す。試料材料としてはアルミニウム(AA5056)と銅(電解タフピッチ)を用い、図1に示す2ウエイ片面ポリシング装置に貼ったマイクロクロス上で同時に研磨した。試料はプレーティング状態を観察しやすくするために、あらかじめ

めその表面粗さを $0.2\mu\text{mR}_{\text{max}}$ に調整した。

研磨液としてはアルカリ性に調整したコロイダルシリカ(市販品)を数種用いた。市販の研磨液は製品ごとに特殊処理されており、その処理がプレーティング現象に与える影響は明確でない。そこで、市販品とほぼ同一の粒径(20~40nm)を持つ高純度 SiO_2 粒子を純水に分散させたうえで、水酸化ナトリウムでアルカリ性に調整した無処理の研磨液も同時に使用した。実験の結果、無処理の研磨液で、プレーティング研磨現象が確認された。市販品では本現象が生じないものもあったため、以下の実験では、ここで調整した無処理の高純度 SiO_2 研磨液を用いることにした。

2.2 付着物の同定

研磨実験を行ったのちのアルミニウムの表面の写真を、図2に示す。このように、アルミニウム表面では反射率の違いから異物質の付着が明らかに観察できる。それに対し、銅表面ではこのような異物質は観察できない。このアルミニウム表面上の異物質は銅光沢を持っていることから、同時に研磨された銅であることが予想された。そこで、付着物の構成元素と付着物の化合物状態を明らかにするため、EPMA分析とXPS分析を行った。

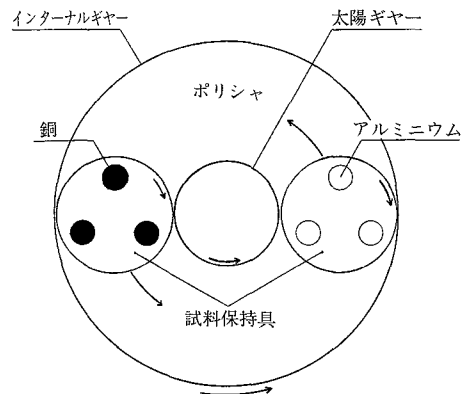


図1 ポリシング装置の概略図

*東京大学生産技術研究所 第2部

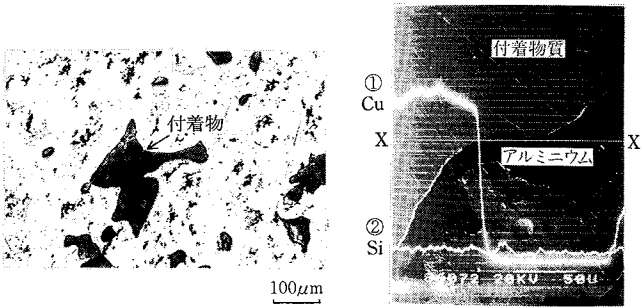


図2 アルミニウムのプレーティング研磨面

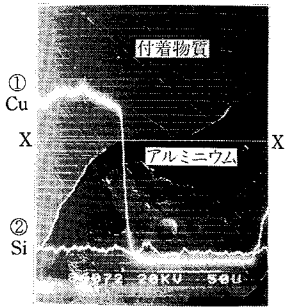


図3 アルミニウム加工面に付着した物質のEPMA分析結果

2.2.1 EPMA分析

図3にはアルミニウム表面の2次電子像を示す。図中示されている輝線は、X-X'上における線分析結果である。①は付着物として予想される銅の検出結果であり、付着物上で存在が確認できる。一方、砥粒のシリカの構成元素であるケイ素(②)については、付着物上で検出されず、砥粒は付着物内へ混入していないことが判明した。

2.2.2 XPS分析

付着物の表面にアルゴンイオンエッチングを行いながら、分析した結果を図4に示す。これによれば、表面層では酸化銅が銅メタルと同程度に検出されているが、内部では銅メタルの比率が高くなっている。したがって、アルミニウムと銅のプレーティング研磨直後においては、銅がほぼメタルの状態でアルミに付着していると考えられる。

2.3 付着に伴う現象

2.3.1 アルミニウムの表面粗さ

プレーティング研磨におけるアルミニウムの表面粗さの経時変化と、アルミニウムのみを同一の研磨液で研磨した際の表面粗さの経時変化を図5に示す。このように、プレーティング研磨では、通常のアルミニウムの研磨とは異なり、粗さが増加する傾向が見られる。アルミニウムの加工面を光学顕微鏡により観察した結果、付着した銅が凸部を形成していることが判明した。さらに加工面を希硝酸でエッチングし、付着した銅だけを除去した結果、図6のように付着部周辺のアルミニウムがえぐられるように凹部を形成していることが判明した。

以上のことにより、表面粗さの増加は、加工圧やアルカリの単なる作用ではなく、銅の付着に伴うアルミニウムとの局部電池が原因と考えられる。

2.3.2 研磨液のpH値の変化

プレーティング研磨においては、研磨液のpH値が図7①のように研磨時間の経過に伴い低下する。この現象と

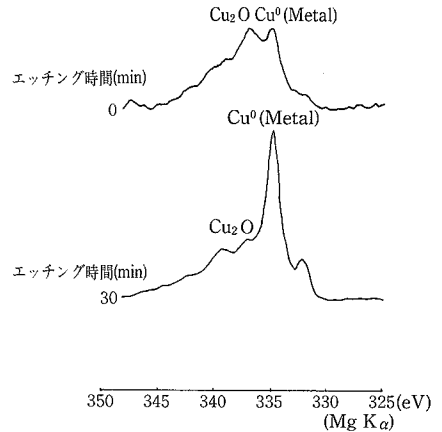


図4 付着物のXPS分析結果

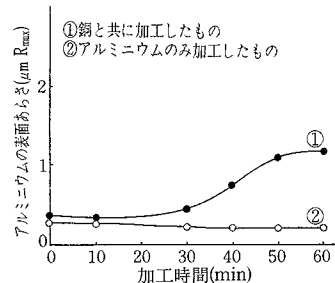


図5 コロイダルシリカで加工したときのアルミニウムの表面あらさと加工時間の関係

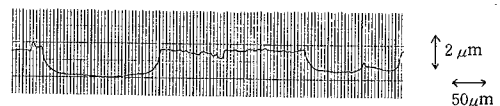


図6 アルミニウムのプレーティング研磨面(希硝酸でエッチングした面)

付着との関係を明確にするために、各試料単独の研磨時と、研磨液をただ攪拌したときのpH値の変化についても測定した。その結果が、図7②~④である。これによれば、攪拌のみではpH値は変化しないが、各試料の除去時にはpH値が低下しており、このpH値の低下が付着現象の発生により生じているのではないことが判明した。しかし、pH値の低下が付着現象に対し間接的に影響を及ぼすことは考えられる。

3. プレーティング現象の発生条件

プレーティング現象の発生条件を調べるために、表1の実験条件をもとに、範囲を拡大して加工実験を行った。

表 1 確認のための実験条件

研 磨 材	シリカ (99.8%-SiO ₂) 5wt%
pH 値	10
供 給 量	1cm ³ /min
ポ リ シ ャ	マイクログロス
加 工 圧	7.9kPa
テ ー プ ル 回 転 数	100rpm
試 料 材 料	Al, Cu

ここでは、研磨液の水酸化ナトリウム濃度、砥粒の種類、アルミニウムの加工圧、試料材料の組み合わせの4つをそれぞれ変化させた。

3.1 水酸化ナトリウム濃度

プレーティング研磨におけるアルカリの効果調べるため、水酸化ナトリウム濃度を0~1 (mol/l) (pH4~pH14以上に相当)の範囲で変化させて研磨を行った。アルミニウムの加工面を光学顕微鏡で観察したところ、図8に示されるように約10⁻² (mol/l) からアルミニウムがはげしく腐食する10⁻¹ (mol/l) までの領域内でプレーティング現象が観察された。さらにこの領域内では、水酸化ナトリウム濃度が高まるほど付着量は増大していた。また、各水酸化ナトリウム濃度における、各試料別の除去量を調べた結果、図8のように得られた。

したがって、濃度の増加に伴う付着量の増加は、付着物である銅の除去量の増加と、pH値の低下を生じさせるアルミニウム表面の酸化被膜の化学的除去との相乗効果によるものと考えられる。

3.2 砥粒の種類

プレーティング現象が、シリカの持つ特異性により生じるならば、シリカ以外の砥粒ではこの現象は生じないと考えられる。このことを確認するため、シリカの平均一次粒径とほぼ等しい40nmの粒径を持つ、高純度Al₂O₃、高純度TiO₂の2種類の砥粒を使用して研磨を行った。その結果得られたアルミニウム表面の写真を、図9に示す。砥粒により銅の付着量に差があるものの、いずれの砥粒でもプレーティング現象が生じている。また、このときのアルミニウム表面の粗さと銅の除去量を図10に示す。これより、各砥粒の銅の研磨能率の違いが付着量に影響を与えているのは明らかである。

3.3 アルミニウムの加工圧

アルミニウム試料にかかる加工圧がプレーティング現象に及ぼす影響について調べるため、銅試料の加工圧は一定のまま、アルミニウム試料の加工圧だけを変化させて研磨を行った。30分研磨した後のアルミニウム表面の写真を図11に示す。また、各加工圧におけるアルミニ

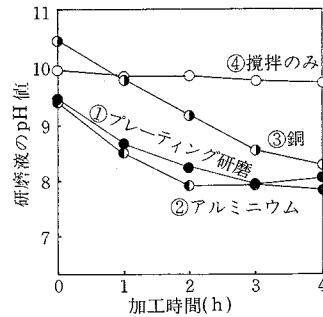


図 7 研磨における研磨液のpH値の変化

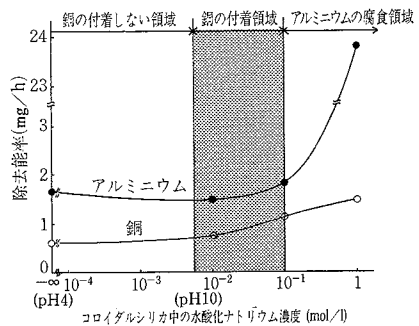


図 8 水酸化ナトリウムの各濃度における試料の除去量, 銅の付着領域

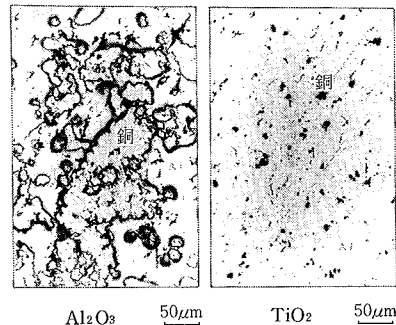


図 9 Al₂O₃, TiO₂砥粒でプレーティング研磨を試みたときのアルミニウム表面

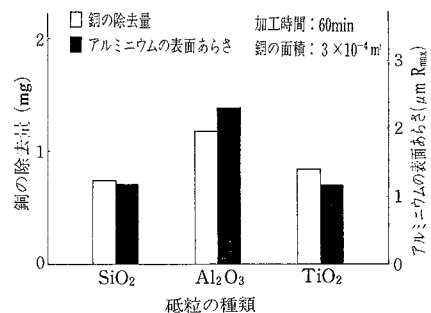


図10 各砥粒による銅の除去量, アルミニウム加工面のあらし

研究速報

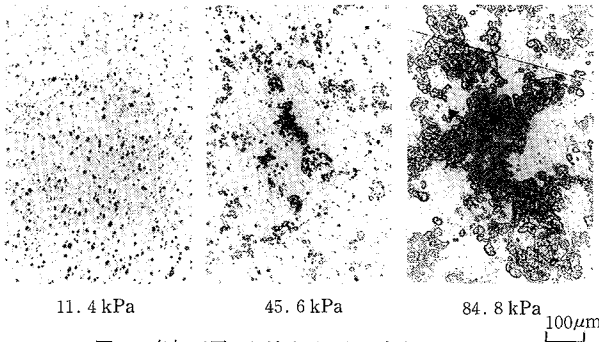


図11 各加工圧におけるアルミニウムの
プレーティング研磨面の写真

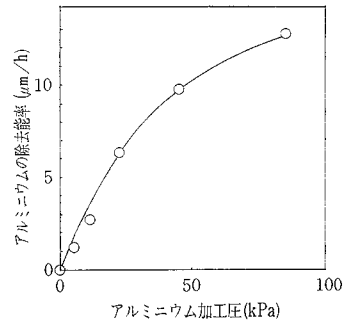
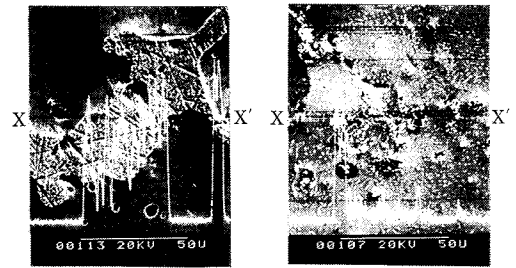


図12 各加工圧におけるアルミの除去能率

ウムだけの研磨での除去能率を、図12に示す。これらの結果から、加工圧が高いほどアルミニウムの除去量は多く、酸化被膜の除去も効率的に行われる、その結果付着物である銅との接触の機会が増加し、付着量が増加したものと考えられる。

3.4 試料材料の組み合わせ

2.2節に述べたように、アルミニウム上では銅の付着が観察され、逆に銅上ではアルミニウムの付着は検出されないことから、このプレーティング現象がイオン化の傾向にしたがう可能性が考えられる。そこでアルミニウムの代わりに鉄、チタンを用い、銅と組み合わせる研磨を行った。各材料のイオン化傾向は、 $Al > Fe > Cu > Ti$ の順になっている。イオン化傾向にしたがいプレーティング現象が生じるならば、銅は鉄にのみ付着するはずである。しかし、図13のEPMA分析結果のように、銅は鉄、チタンの両方の材料に付着している。すなわち、プレーティング研磨現象はイオン化傾向に依存していないことがわかった。



マトリクス材：鉄 付着物：銅
マトリクス材：チタン 付着物：銅

図13 鉄、チタンのプレーティング研磨面における
EPMA分析結果

- (4) 本現象は単なるイオン化傾向によるものでない。
- 最後に、本研究について御指導を頂いた、本所増子昇教授、本間禎一教授に御礼申し上げます。また、装置、材料、分析に関して、スピードファム(株)、(株)神戸製鋼所、新日本製鉄(株)、日本アエロジル(株)に御協力頂いた。関係各位に深謝する。
(1987年5月22日受理)

参考文献

- 1) W. M. Bäessler: Hartverchromen von Aluminiumzylindern durch galvanisches Auftragshonen, wt-Z. ind. Ferting., 71 (1981) 335-340
- 2) K. A. Johnson, et al.: Analytical Electron Microscopy Techniques for Track-Plated Au-Cu Alloy, Thin Solid Films, 108-1 (1983) 61-67
- 3) 山名 剛: 難削材の高精度仕上げ加工, 機械と工具, 29-4 (昭60) 84-89

4. おわりに

プレーティング研磨現象の再現実験を行うとともに、その発生条件について調べ、以下のような結論を得た。

- (1) プレーティング研磨はアルカリ領域で生じやすい。
- (2) 本現象の発生は、砥粒の種類により影響されない。
- (3) 85kPaまでの加工圧では加工圧が高いほど、本現象は生じやすい。