

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 29 年 6 月 20 日現在

機関番号：12601

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2013～2016

課題番号：25420046

研究課題名(和文)スパイラル構造型ダメージレス固定砥粒工具の開発

研究課題名(英文)Development on fixed abrasive tool with damage-less spiral structure tool

研究代表者

上村 康幸(kamimura, yasuyuki)

東京大学・生産技術研究所・技術専門員

研究者番号：20396906

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,800,000円

研究成果の概要(和文)：著者らは、粗面ガラスの鏡面研磨のための変形可能な研磨層を有する新しい固定研磨工具を単一プロセスで提案している。研磨中、研磨層中の結合剤の変形は不均一砥粒の切れ刃の突出を滑らかにする。この層は、ガラスの梨地表面を切り取るための4-6 μm のダイヤモンド粒子と、化学反応を促進して表面粗さを改善するための2 μm のセリア粒子とを含む。研磨実験により、今回の新しい工具は、1回のプロセスで梨地表面を表面粗さ4nmのRaで鏡面化できることを確認した。

研究成果の概要(英文)：The authors propose a new fixed abrasive tool with a deformable abrasive layer for mirror-polishing of rough surface glass in a single process. During the polishing, the deformation of the binder in the abrasive layer smoothes the protrusion of abrasive grains. The layer include diamond grains of 4-6 μm for truncating the pearskin surface of the glass, and ceria grains of 2 μm for promoting a chemical reaction to improve the surface roughness. Through polishing experiments, it was confirmed that our new tool achieved a finished surface with a surface roughness Ra of 4nm in a single process.

研究分野：砥粒加工

キーワード：メディア砥粒 複合めっき 砥粒分散 スパイラル気孔 充填剤 平滑化

1. 研究開始当初の背景

現在、Si 単結晶の特性をはるかに凌ぐ SiC 単結晶の加工は、スライス、ラッピング・ポリッシングによる機械研磨、CMP の順に行なわれている。CMP 終了後に鏡面化したウェーハの表面にダメージが残っているとエピ成長後に線上の欠陥が発現してくる。このダメージは潜傷と呼ばれ、機械研磨で発生したスクラッチが原因であり、加工表面には現われない。このようなスクラッチはバラツキのある大きな砥粒が工作物と定盤間に存在すると、これらが定盤に喰い付き、大きい力による深い切込みによって発生する。一方、固定砥粒加工でも気孔に切屑が目詰まりするとスクラッチが発生する。このスクラッチも、先述した大きな力による深い切込みが作用して起る。ラッピングの機械研磨で使用される定盤には、一般に鉄系、銅、錫が用いられるが、低い硬度ほど粗さは向上する。これは使用する砥粒のバラツキが、定盤の硬度の低下で均一化されるためである。このようなスクラッチの発生を避けるためには、硬い砥粒に弾性を持たせる方法が有効であると考えられる(図1)。一方、砥粒を樹脂で保持した多孔質樹脂ボンド砥石(図2左図)は、内部にランダムな気孔が存在することでバラツキのある砥粒でも突出し量が一定に保たれる特長がある。しかし、この気孔は工作物と接触する砥石表面にも存在するために、気孔は次第に切屑により目詰まりを起し、突然スクラッチが発生することがある。このことから判断すると、ドレス作業を必要とする現在の固定砥粒工具は、すべて使用できないことになる。また、気孔部に砥粒が存在すると、その砥粒の保持力は極端に低下するため、脱粒してスクラッチを誘発する。つまり、スクラッチを発生させる因子は、①砥粒のバラツキ、②気孔の目詰まり、③砥粒の脱落なのである。

そこで、これらの解決策として、①導電性砥粒を弾性体に埋め込めば、バラツキのある砥粒でも加工時に局所的に作用する力も切込み深さも小さくでき、スクラッチを防止できる(図1)。②使用前の工具の気孔を摩擦係数の低い樹脂で充填すれば、切屑の目詰まりを防止できる。③①で作製したメディア砥粒を電着により複合めっきすれば、メディア砥粒はリジッドに保持され、脱粒を防止できる。複合めっきの際に解決しなければならないのがメディア砥粒の凝集である。導電性砥粒は凝集性が高いため、凝集の程度によっては、メディア砥粒を適用してもスクラッチを誘発してしまう。そこで、凝集対策として水に分散させた液状の樹脂をめっき浴に混入し複合めっきすれば、分散剤として凝集を防止できるはずである。その際、混入する樹脂の条件は、めっき液に耐性があり、浴の組成を壊さないことである。提案する工具の基本構造は、これまで提唱してきたスパイラル構造である(図2右図)。この工具の特徴は、円柱状の基材側面に細線を巻き付けた構造であるため、

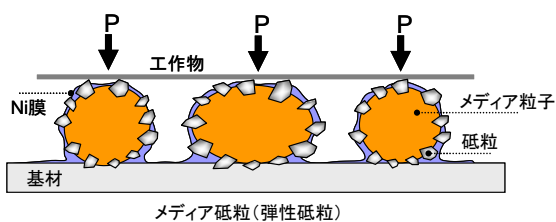


図1 砥粒バラツキの均一化

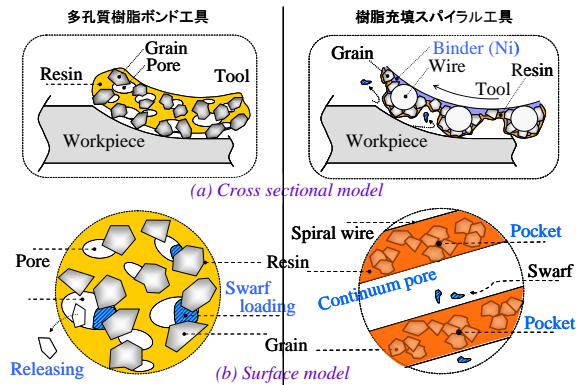


図2 樹脂充填工具の概念

工具・工作物間の接触面積の極小化が可能であること。同時に巻き付けた細線間には、螺旋状の連続した気孔(溝)ができる。この気孔は、加工に寄与する砥粒周りに常に近接しており、切屑を瞬時に確保できる。そして、目詰まりを起さない加工が可能であることから、アシストを必要としない特長を有している。このことが、スパイラル構造を適用した最大の理由である。複合めっきの利点は、ワイヤの固定と砥粒の固定が同時に行え、工具寿命の際は基材のリユースができワイヤだけを交換するため工具のコスト削減が可能であり、工具製造時の環境負荷を低減できることである。提案した工具で数 nm 以下の Ra を達成すれば、粗さに影響するスクラッチを防止できると期待している。本研究では、スパイラル構造の工具に、上述した3つの対策を付加した固定砥粒工具を製造・開発することで、スクラッチを防止したい。また、このような工具を提供することで、硬脆材料のラッピングの代替加工として適用できると期待している。さらに、加工ひずみの除去で劣悪な作業環境を伴うエッチング工程の取捨に繋げたい。

2. 研究の目的

本研究の目的は、スクラッチで発現する硬脆材料の潜傷を防止するダメージレス固定砥粒工具の開発である。この工具の基材は、アシスト(ドレス作業など)を必要としない特長を有するスパイラル構造である。この基材に、砥粒のバラツキを防止する弾性砥粒(以降、メディア砥粒と記す)を複合めっき(脱粒の防止)し、砥粒層を低摩擦係数の樹脂で充填(目詰まりの防止)することで、スクラッチ(発現の3因子:砥粒のバラツキ・目詰まり・脱粒)の防止を図る。提案したスパイラル構造型の固定砥粒工具は、潜傷を防止できる唯一の固定砥粒方式であり、市場提供を目指す。

3. 研究の方法

(1)平成25年度は、1)導電性砥粒の凝集対策技術の開発 2)目詰まりに起因する気孔の充填方法の確立について行なう。1)導電性砥粒の凝集対策技術の開発では、まず使用する水溶性樹脂をめっき浴に混入し耐性確認を行い、電気めっきの析出実験・浴組成の変化等について調査する。また原液の水溶性樹脂の添加量と機能性ダイヤモンド混合時の砥粒析

出量の検討、および混合液(浴・樹脂・砥粒)の粘度と物性値、複合めっき工具の物性値と析出砥粒の保持力の検討および工具硬度の向上を行なう。そして、凝集砥粒分散化の現象解明を行なう。

2)目詰まりに起因する気孔の充填方法の確立では、充填剤の検討、充填剤の希釈率と密着性の関係、充填剤の強度対策(フィラーの添加および焼結など)について検討する。

平成26年度は、3)砥粒のバラツキを抑制するメディア砥粒(弾性砥粒)の開発、4)メディア砥粒の脱粒対策に複合めっきを応用した技術の確立、5)上記技術を用いたスパイラル構造のダメージレス固定砥粒工具の製造と品質、6)工作物の加工面精度および工具の能率・寿命の評価について検討する。

平成27年度は、7)加工方式により変化する評価パラメータの検証をおこなう。

4. 研究成果

(1) 緒言

単結晶 SiC などのスライスウェハの平坦化工程は、一般的にラッピング・ポリシングによる機械研磨、CMP の順に分けて行われている。これは、スライス後のうねりや反りおよび面粗さの低減、加工ひずみ除去を一つの工程で行うことが困難なためである。この工程で特に問題になるのが、機械研磨で使用される砥粒バラツキによるスクラッチ[1]である。バラツキのある大きな砥粒が工作物と定盤間に存在すると、これが定盤に喰い付き、強い力による深い切込でスクラッチが発生する。これは潜傷を内包するため、不均一な砥粒の切込み量の均一化が必要となる。この解決策として、二層構造の固定砥粒工具を適用することにした。この工具の特徴は、砥粒層(第二層)の平滑化工程により、不均一な砥粒を使用しても切れ刃の切込み量を均一にできることである。本研究では、この二層構造の固定砥粒方式を機械研磨の代替工具に適用することを目指している。

そこで、工作物に梨地面の硼珪酸ガラスを採用し、提案した二層構造の単一工具で梨地面が鏡面化されるまでの加工プロセスとそのプロセス中で想定される研磨メカニズムについて検討したので以下に報告する。

(2) 固定砥粒二層構造工具

2.1 工具製造 図1に提案した二層構造の固定砥粒工具を示す。表1に工具製造時の仕様を示す。第一層は、砥粒層のサポート層であり、Ni 粒子とセリア粒子を複合めっき(Ni 電着)により、基材に析出させた。第二層は、砥粒層でありそれぞれの物質を適量加えて混合し、サポート層の気孔部に充填した。充填後、260度で一時間焼成した工具を、表2の研磨条件で梨地面の鏡面加工に使用した。

2.2 二層構造の役割 平滑化時、砥粒層の研磨抵抗は 12-14N 作用する。そのため、サポート層(第一層)のランダム気孔を利用して砥粒層のアンカー効果を高め、保持した(図1)。研

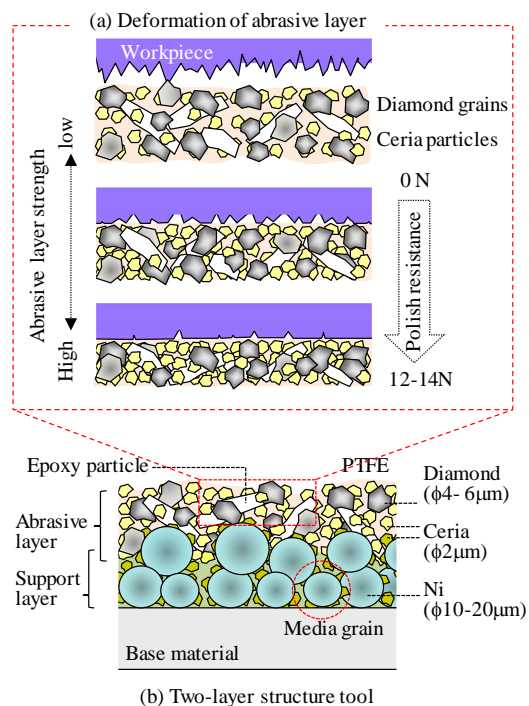


図1 固定砥粒二層構造工具の構成

磨中にサポート層のメディア砥粒が出現してもスクラッチを誘発しないように、第一層は、Ni 粒子とセリア粒子を混合して複合めっきし、複層化した。

一方、砥粒層(第二層)の役割は、不均一砥粒の切れ刃の均一化である(図1(a))。弾塑性体の砥粒層は、研磨抵抗の増大に伴って次第に平滑化され、切れ刃突き出し量の均一化、スクラッチの抑制へと繋がる。砥粒層は、第一層の気孔部を埋めるためでもある。砥粒層に添加する砥粒の種類や粒径は、粗面ガラスの鏡面加工工程を想定して選定した。

表1 二層構造工具の仕様

Tool	Support layer	Abrasive layer		Baking (260degree, 1h)
	Ni particle (φ10-20μm) + Ceria (φ2μm) (Media abrasive grain)	Water-soluble PTFE	10mL	
		Ion-water	10mL	
		Diamond (φ4-6μm)	1g	
1st: Ni electrodeposition 2nd: Ceria electrodeposition		CeO ₂ (φ2μm)	2g	
		Epoxy	0.4g	

(3) 電着層(第一層)のメディア砥粒選定

研磨が進行すると、工具の砥粒層は次第に平滑化され電着層の切れ刃が出現する。この電着層は砥粒層のサポートも担っているが、この切れ刃によってクラックが発生すれば粗さは急激に悪化する。この影響に対処できるメディア砥粒を選定するため、第二層を用いない工具で鏡面ガラス(硼珪酸)の加工を行った。メディア砥粒は図2に示した3種類を使用した。図2にそれぞれの工具による加工面を示す。工具の切込み量は 1μm/1回で、合計 10μm 切り込んだ。シリコン樹脂にダイヤを埋め込んだ工具(a)ではクラックが発生したが、セリアを埋め込んだ工具(b)およびセリアを電着した工具(c)には、前加工面のピットや傷以外のクラックは発生していない。導電

性ダイヤモンドを埋め込んだ(a)では、電着層が不均一となりバラツキのある大きな砥粒に力が集中した結果、切込み量が樹脂(メディア粒子)の弾性変形量を超えた。これがクラック発生の原因であると考えられる。逆に(b)と(c)では、セリアの粒径が $\phi 2\mu\text{m}$ と小さく、且つ電着層の凹凸も小さいため、(b)では樹脂の弾性効果が得られた。しかし、切込み量の増加で9Nまで上昇した研磨抵抗が急激に減少し研磨不可となった。一方、(c)では電着層の塑性変形による平滑化で効果が出たと考える。この結果から、メディア砥粒には、(c)を採用し固定砥粒二層構造工具を製造した。

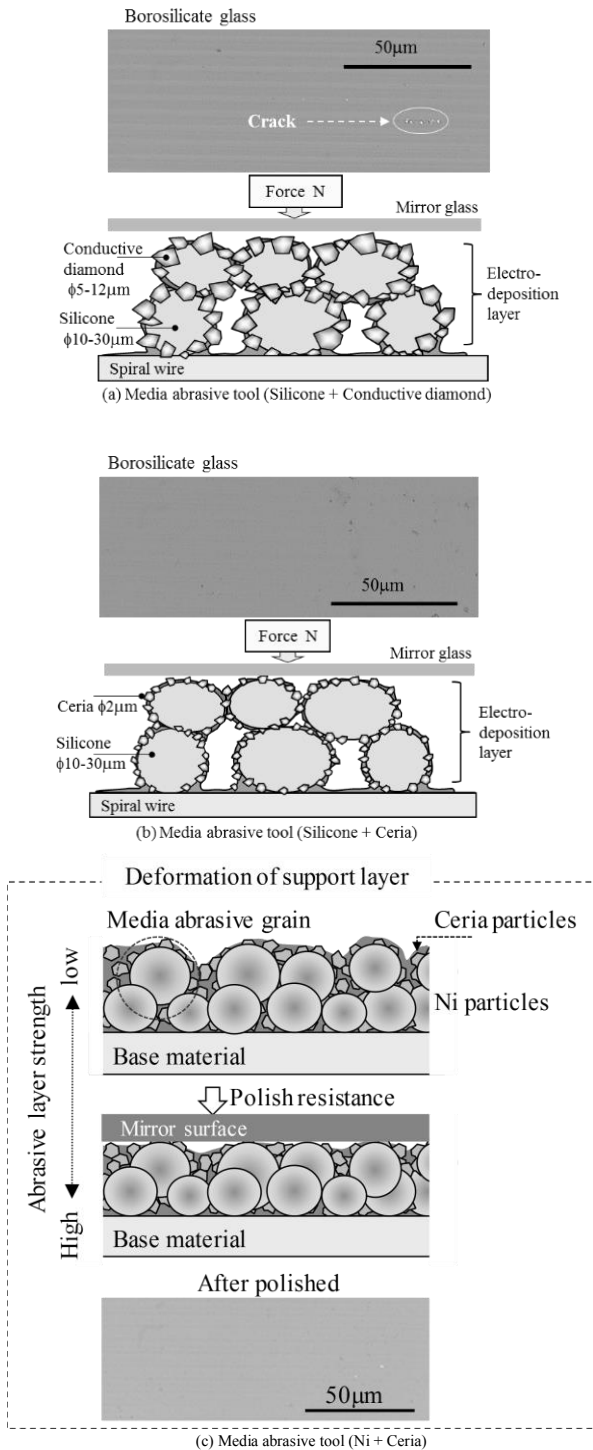
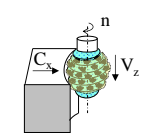


図2 各メディア砥粒工具による加工面

(4) 梨地面の鏡面研磨

4.1 鏡面加工プロセス 表2に示した条件で梨地面の珪酸ガラスの研磨を試みた。研磨抵抗が12-14Nを維持するように、切込み量で調整した。工具送りは $100\mu\text{m/s}$ で繰り返し加工した。図3の(a)に前加工面を、(b)に研磨面を示す。Raは工具送り速度 $3\mu\text{m/s}$ で4nmが得られた。砥粒層の機械的・化学的作用を利用した二層構造の単一固定砥粒工具で、粗面ガラスを鏡面加工できることを示した。充填に使用した $\phi 4-6\mu\text{m}$ のダイヤモンドで梨地面のトランケートが進行し、粗さの向上に伴って砥粒層の切れ刃の突き出し量が均一となった(図4)。一方比較のためサポート層に導電性ダイヤモンドを複合めっきし砥粒層にダイヤモンドとPTFEを充填した工具では、砥粒層とサポート層(電着層)の強度が原因と思われるスクラッチが、研磨方向に多数発生した(図5)。

表2 研磨加工条件

Substrate and wire	$\phi 10\text{-SUS}$, $\phi 0.6\text{mm-copper}$	Fixing abrasive two-layer structure tool 
Tool form and revolution (curvature radius 10mm)	Strawberry form, n1000rpm	
Workpiece	Borosilicate glass	Macro model
Feed V_z	$100\mu\text{m/s}$ and $3\mu\text{m/s}$	
Cutting depth C_x	$1\mu\text{m}$	
Polishing resistance	12-14N	
Mist	Ion-water (semidry)	

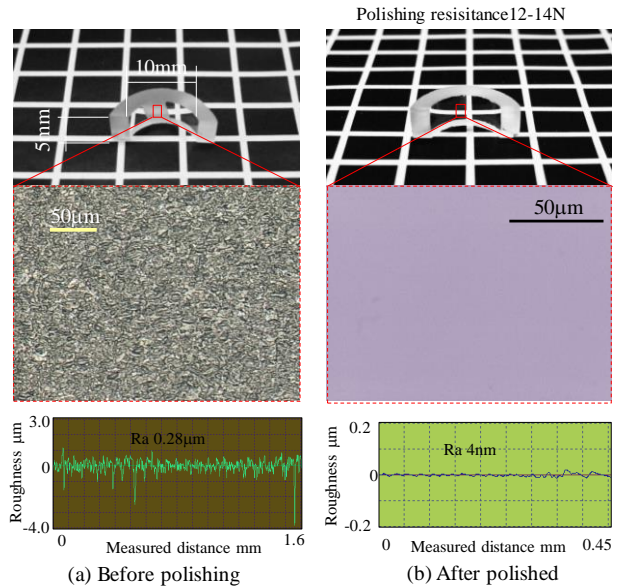


図3 梨地面の鏡面研磨

(砥粒層: ダイヤ+セリア+PTFE+エポキシ)

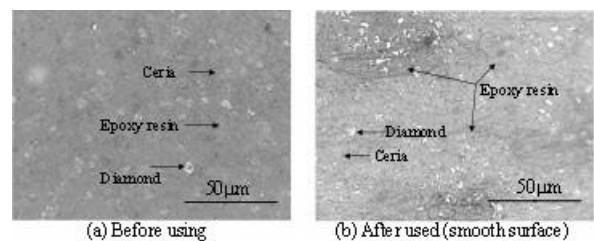


図4 工具の使用前後

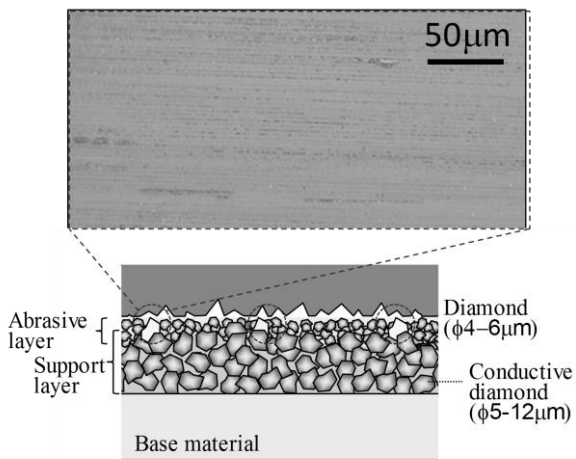


図5 セリア無しの研磨面(砥粒層: ダイヤ+PTFE)

ガラスや単結晶 SiC の研磨加工では、一般的に活性化新生面にイオン交換水やアルカリ・触媒効果のある砥粒、あるいは紫外線などを加えることは、研磨表面に軟化層や酸化膜が生成されるために有効である[2]。砥粒層が樹脂とダイヤモンドの場合(図5の工具)とセリアを加えた場合(図3の工具)、梨地面での除去量は大きい、粗さの向上と共に、除去量は減少してくる(図6)。研磨抵抗を上げすぎれば、セリア無しの工具では砥粒層の強度が高くなりスクラッチの発生リスクが増大する。そのため、活性化新生面にイオン水や触媒を加えて軟化層を生成させた二層構造の工具は梨地面を鏡面化できた(図3)。

梨地面の鏡面化工程では、初めにプロセス①で粗面がダイヤモンド砥粒でトランケートされ、同時に砥粒層は砥粒が埋め込まれ平滑化される。そして、研磨抵抗の増加に伴って、トランケーション・平滑量もさらに進行し、プロセス②、プロセス③へと移行する。単一の工具による梨地面の鏡面加工では、砥粒層の平滑化の進行に伴って、加工形態がメカニカルからケミカル研磨へと移行する。この切り変わりがスムーズに行われることが、単一工具による鏡面化工程では重要である。

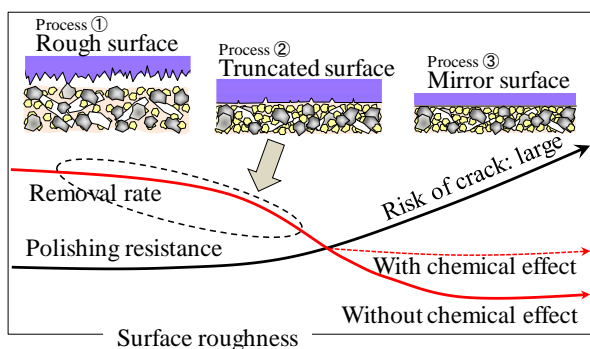


図6 梨地面の加工工程

4.2 研磨メカニズム 図7にケミカルプロセス中の研磨メカニズムを示す。硼珪酸ガラス($\text{Na}_2\text{O}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2$)に含まれる Na_2O は、研磨中の水と熱により溶解し、 2NaOH となる。 SiO_2 は、アルカリ性の水酸化ナトリウムに反応することから、珪酸ナトリウムとなる。この反応により新生面には、研磨中の水と熱に

より母体より軟らかい軟化層が生成されていると思われる。一方で、充填剤の CeO_2 が触媒として作用することで、ガラスの9主成分である SiO_2 は Ce-O-Si 結合を生じ、水に反応すると考えられる[3]。この2つの相互作用により研磨が進行していくと考えている。

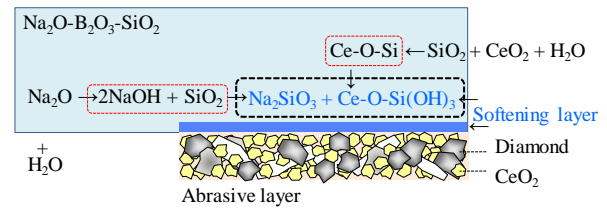


図7 硼珪酸ガラスの研磨メカニズム

4.3 水溶性洗浄剤の効果 次に研磨量を上げるために、水溶性洗浄剤を使用し検討した。洗浄剤は、主に77.3%がイオン水であり、次いで13.4%の珪酸ナトリウム、3.1%のオレイン酸、残り4種類の添加剤が数%含まれている。ガラスが僅かな酸に反応することを期待して、この洗浄剤を使用した。工具は図1に示した固定砥粒二層構造工具を使用し、設定した研磨抵抗で夫々20回繰り返し加工した(図8)。図中の平滑量は、工具の使用前後の直径を差分して偏差で示したものであり、バラツキはあるが数ミクロン程度に収まっている。また、研磨量は少ないが、洗浄剤とイオン水の割合が60%付近で高くなる傾向を示した。この結果から、オレイン酸の弱酸性が硼珪酸ガラスの研磨に少なからず寄与しているのではないかと考えている。

本研究で提案した固定砥粒二層構造工具は、充填層の平滑化により不均一な砥粒でも切込み量を均一にできることが分かった。気孔に機械的・化学的作用を発揮させる充填剤を加えれば、粗面ガラスを鏡面化できる。また、繰り返し加工が可能なNi-セリアのメディア砥粒は、充填層をサポートする電着層として有効であることが分かった。

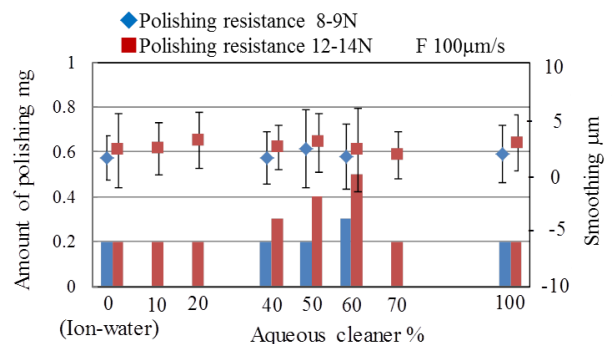


図8 水溶性洗浄剤の割合に対する研磨量

(5) 結言

梨地面の鏡面加工工程では不均一砥粒の切れ刃の切込み深さの均一性が重要となるため、二層構造の固定砥粒工具を提案し、粗面ガラスの鏡面加工を試みた。その際、砥粒層剤のサポートを担うメディア砥粒の粒子には、塑性体のNi

粒子とセラミックス砥粒を採用し検討した。一方、粗面からの鏡面加工を一つの工具で実現するために、砥粒層には、機械的・化学的作用を付与した。また、工具構造には目詰りの抑制に効果があったスパイラル構造[4][5]を適用して行った。その結果、

- ① 砥粒層をサポートする電着層には、弾性体のメディア砥粒より、Ni 粒子にセラミックスを電着した塑性体のメディア砥粒が有効であり、その強度が重要である。この工具により、12-14N の研磨抵抗で繰り返し研磨が可能である。
- ② 不均一な砥粒の切込み量は、充填層の平滑化で研磨抵抗を分散化できる。これにより、研磨後の粗さは工具送り $3\mu\text{m/s}$ で Ra 4nm が得られた。
- ③ 単一の工具による梨地面の鏡面加工では、砥粒層の平滑化に伴って加工形態がメカニカルからケミカル研磨へと移行する。この切り替わりがプロセス中でスムーズに行われることが重要である。

参考文献

- [1] K. Abe: Lapping and polishing of single crystal SiC, *Journal of the Japan Society for Abrasive Technology*, Vol. 56/9, (2012), pp. 588-591.
- [2] T. KURITA et al.: Development of new combined polishing process for single crystal silicon carbide, *JSAT*, 1, (2014) pp. 30-35.
- [3] L. M. Cook.: Chemical processes in glass polishing, *J. of Non-crystalline Solids*, vol. 120(1990), pp152-171
- [4] K. Tsuchiya, Y. Kamimura, Y. Tani, S. Lee: Development of fixed-abrasive tool with spiral groove for decreasing the loading, *CIRP annals –Manufacturing Technology*, 61/1, (2012) pp. 287-290.
- [5] Y. Kamimura, K. Tsuchiya: Element technologies of fixed-abrasive tools with a spiral wire used for high-precision machining, Proc. of 14th, *euspen*, 6, (2014), pp. 47-50.

5. 主な発表論文等

[学会発表] (計 9 件)

- ① 上村康幸、土屋健介、二層構造工具によるワンプロセス鏡面研磨、総合技術研究会、8-10 March 2017、東京大学。
- ② 上村康幸、土屋健介、固定砥粒二層構造工具による梨地面の鏡面化工程、¹⁷IMEC、17-22 November 2016、東京ビッグサイト、34-35。
- ③ 上村康幸、土屋健介、単一固定砥粒工具による粗面ガラスの鏡面加工プロセス、ABTEC2016、August 31-September 2、兵庫県立大学 244-245。
- ④ Y. Kamimura, K. Tsuchiya: Mirror-polishing of rough surface glass by soothing of abrasive layer, *euspen*¹⁶th, Nottingham (UK), May30-June3 2016, 403-404.
- ⑤ 上村康幸、土屋健介、気孔充填メディア砥粒工具による粗面ガラスの鏡面加工、ABTEC2015、9-11 September、慶応大学、114-115。
- ⑥ 上村康幸、土屋健介、固定砥粒スパイラル工具を使用した高精度加工、¹⁶IMEC、2014、October 30-November 4、東京ビッグサイト、46-47
- ⑦ 上村康幸、土屋健介、固定砥粒スパイラル工具を使用し

た高精度加工、ABTEC2014、11-13 September、岩手大学、173-174。

- ⑧ Y. Kamimura, K. Tsuchiya: Element technologies of fixed-abrasive tools with a spiral wire used for high-precision machining, *euspen*¹⁴th, 2-6 June 2014, Dubrovnik (Croatia), 47-50.

- ⑨ 上村康幸、土屋健介、導電性砥粒の分散化技術、総合技術研究会、4-5 September 2014、北海道大学。

6. 研究組織

(1) 研究代表者

上村 康幸 (KAMIMURA, Yasuyuki)

東京大学・生産技術研究所・技術専門員

研究者番号：20396906

(2) 研究分担者

土屋 健介 (TSUCHIYA, Kensuke)

東京大学・生産技術研究所・准教授

研究者番号：80345173