

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 11 日現在

機関番号：34416

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2011～2013

課題番号：23560143

研究課題名(和文)メカノケミカル砥粒砥石による高能率次世代研磨加工技術の確立

研究課題名(英文)Establishment of high efficient abrasive technique with mechanochemical superabrasive stone for next-generation

研究代表者

山口 智実 (Yamaguchi, Tomomi)

関西大学・システム理工学部・教授

研究者番号：10268310

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,900,000円、(間接経費) 1,170,000円

研究成果の概要(和文)： 先の研究において、力学的除去を行う硬質砥粒と化学的除去を行うメカノケミカル(MC)砥粒とを一緒に固定した複合砥粒砥石を開発し、軸受鋼表面の超仕上において、硬質砥粒砥石に比べ潜在痕および残留応力が低減されることを明らかにした。

本研究では、この複合砥粒砥石およびMC砥粒の単独砥石を用いた超仕上で、単結晶シリコン、および、近年基板材料として注目されているサファイアの超平滑加工を行い、単結晶シリコンでおよそ3分、サファイアで約15分という短時間で、従来のラッピングと同等の仕上げ面粗さを得ることができた。また、先の研究において達成できなかった複合砥粒砥石の作業面トポグラフィモデルの構築を行った。

研究成果の概要(英文)： In the previous study, cBN/CeO₂ stone, which is a type of mechanochemical superabrasive stone containing CeO₂, was developed. Moreover, it was made clear that this stone produced less subsurface damage and smaller compressive residual stress than cBN stone.

In this study, the super planarization of silicon or sapphire as new substrate material was tried through superfinishing with several mechanochemical superabrasive stones. As a result, the surface roughness of each work by this superfinishing was approximately equal to that by conventional lapping and was produced in 3 minutes for silicon or 15 minutes for sapphire. On the other hand, the construction of the topography model of cBN/CeO₂ stone, which was a subject of the previous study, was completed.

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学・生産工学・加工学

キーワード：超精密加工 超仕上 平滑加工 メカノケミカル ダイヤモンド 複合砥粒砥石 サファイア シリコン

1. 研究開始当初の背景

シリコンやガラス等の硬脆材料の表面を平滑にする有効な方法として、 CeO_2 、 $BaSO_4$ 等の軟質砥粒による界面固相反応を利用したメカノケミカル (MC)・ポリシングがある。しかし、この方式は、形状精度、平滑性、無擾乱性 (加工変質層の無残留性) の両立が難しく、自動化が困難であるといった加工技術の問題が従来から指摘されている。そこで、これらの問題を解決するために、MC 砥粒の固定 (砥石) による超精密研磨技術の開発が行われてきている。しかし、これら MC 砥粒を用いた砥石の場合、表面の鏡面化と無情乱性の両立は可能となる反面、MC 砥粒は軟質であり、かつ、化学的・熱的に不安定なため、cBN やダイヤモンド等の硬質砥粒と同程度の結合力を得ることは困難であることから、硬質砥粒に比べると砥石損耗が大きく加工能率が非常に低いという問題が発生し、この問題点の克服が大きな課題となっている。そこで、我々は、その問題の解決策として、MC 砥粒である CeO_2 および $BaSO_4$ を従来の硬質砥粒並みに安定して結合できるビトリファイド結合剤の開発に成功した。そして、硬質砥粒砥石並みの結合力をもつ MC 砥粒砥石、および MC 砥粒に cBN 等の硬質の超微細砥粒を複合した MC 複合砥粒砥石を新たに開発し、主に軸受鋼 (SUJ2) の超仕上において、硬質超微細砥粒砥石に比べ加工変質層の薄い良好な加工表面を生成できることを明らかにした。この新しい砥石の実用的平滑化加工への性能評価が次の課題となる。

一方、本砥石の設計システムの開発を目指して MC 複合砥粒砥石のモデル化に着手し、先に構造モデルの構築を行ったが、作業面トポグラフィモデルの構築には未だ至っていない。

2. 研究の目的

(1) 単結晶シリコンの平滑化加工

実際に固定砥粒研磨技術を望む加工として、単結晶シリコンに代表される基板材料平滑加工がある。単結晶シリコンの平滑化加工工程では、ラッピング、ポリシングの前工程として、ダイヤモンド砥石による研削加工が行われている。現在、前工程の高能率化、高精度化が求められており、前工程を改善する研究が進められている。本研究では、単結晶シリコンに対し、硫酸バリウム ($BaSO_4$) / ダイヤモンド (SD) による MC 複合超砥粒砥石、および $BaSO_4$ のみを固定砥粒化した MC 砥粒単体砥石を用いた超仕上を行い、その平滑加工性能の評価を行う。

(2) サファイアの平滑化加工

LED の需要にともない、それらを支える製造消耗品の重要性もますます高くなっている。中でも下地基板として重要な役割を果たすサファイア基板が関心を集めている。しかし、現代の最先端電子部品の基板であるサフ

アイアは量産加工での難研磨加工材の 1 つとなっている。そこで、本研究では前工程の高能率化、高精度化を達成し、前工程を改善することを目的とし、粒度・結合度・SD 砥粒の砥粒率を変更した結晶質シリカ (SiO_2) を加えた MC 複合超砥粒砥石と SD 単体砥石との超仕上性能を比較し、MC 複合超砥粒砥石の有効性について検討する。

(3) MC 複合砥粒砥石の作業面トポグラフィモデルの構築

先に開発したフラクタル手法による硬質砥粒砥石の作業面トポグラフィモデルをベースにした CeO_2 / cBN 複合砥粒砥石のトポグラフィモデルを示し、かつ、このモデルと実砥石における砥粒分布について比較し、本モデルの有用性について検討する。

3. 研究の方法

(1) 単結晶シリコンの平滑化加工

超仕上性能評価実験には芯無平面超仕上盤 (西部自動機器製, STK50-FSC) を用いた。砥石としては、SD, SD/ $BaSO_4$, $BaSO_4$ の各砥石を用いて、各超仕上時間で超仕上面の表面粗さの測定および砥石作用面の観察を行った。また、 $BaSO_4$ 砥粒砥石によるシリコンの超仕上は、化学的作用により行われると推定されるため、加工液温度と仕上能率の関係を調べた。

(2) サファイアの平滑化加工

超仕上性能評価実験には、(1) と同様、芯無平面超仕上盤を用いた。実験に用いた砥石は以下のとおりである。

- ・SD/ SiO_2 複合砥粒砥石
 - SD 4000 / SiO_2 M J30 VFT/S
 - SD 4000 / SiO_2 I A30 VFT/S
 - SD 6000 / SiO_2 I A30 VFT/S
- ・SD 単体砥石
 - SD 4000 M 120 VFS
 - SD 4000 I 120 VFS

評価は、加工時間を 60sec と一定にし、加工圧力を変化させたときの加工面の粗さを測定した。また、最も仕上能率の高かった圧力における仕上能率の時間的変化も調べた。

(3) MC 複合砥粒砥石の作業面トポグラフィモデルの構築

先に開発した単粒砥石の作業面トポグラフィモデルを基本にして、 CeO_2 砥粒と cBN 砥粒の平均粒径の違いに着目し、単粒モデルに改良を加え、各砥粒分布のフラクタル次元を有する作業面トポグラフィモデルの描画アルゴリズムを考案した。モデルの妥当性については、モデルと実砥石の砥粒分布のフラクタル次元を求め、その近似度を調べた。

4. 研究成果

(1) 単結晶シリコンの平滑化加工

図 1 に、超仕上時間 1 分における各砥石の

中心線平均粗さの比較を示す。また、図2に、図1で示した加工における各砥石の仕上比の比較を示す。図1より、各砥石速度においてSD/BaSO₄砥石の生成する粗さは約12nmRa以下と、SD砥石の粗さよりも小さい。また、BaSO₄砥石はSD/BaSO₄砥石と同程度の粗さが得られている。また、図2より、各砥石速度におけるSD/BaSO₄砥石の仕上比は、SD砥石およびBaSO₄砥石に比べて大きい。すなわち、SD/BaSO₄砥石は、SD砥石よりも摩耗が少なくよく削れ、かつ仕上面粗さも小さくできることを示しており、高能率の平滑加工により適した性能を有する砥石であることがわかる。これは、ダイヤモンドでシリコンを加工する際、SiC生成によりダイヤモンド砥粒の化学的摩耗が生じると考えられており、SD/BaSO₄砥石の場合、BaSO₄砥粒がシリコン表面を酸化することでダイヤモンドの化学的摩耗を抑制するので、SD砥粒の切れ味が保たれたまま機械的除去を行うことで、仕上能率が上がり、かつ加工面粗さが良くなったと推察される。

一方、BaSO₄砥石は、BaSO₄砥粒が軟質であるため、酸化による化学的除去のみで機械的除去はほとんど期待できないので、単位除去量は、他の2つの砥石に比べて極端に落ちる。よって、図2からも明らかなように、仕上比は極端に低くなる。したがって、平滑加工においても、能率を求められる加工工程に対しては、BaSO₄砥石は不適であると言える。ただし、単位除去量が小さいということは、加工時間が増加した時の最終到達面粗さは小さくなると予想される。加工液温度を283Kおよび313Kに設定し、BaSO₄砥石で60sおよび120s超仕上げした単結晶シリコン表面の微分干渉顕微鏡画像および中心線平均粗さの値を図3に示す。図3からも明らかなように、加工液温度313Kで120sの超仕上げにより1.4nmRaの超平滑面を達成できている。これは、加工液温度を上げることでシリコンとの化学反応が促進され、ある程度の加工時間をかけたことが原因と考えられる。一方、加工液温度が283Kの場合では、120sで粗さが悪くなっている。これは、加工温度が低いため化学反応があまり起こらず、さらに、BaSO₄砥粒は軟質であるため、長時間の加工で目つぶれを起こし工作物との接触面積が増大し接触圧力が減少することで、余計に化学反応が起き難い状態へと移行したことで、このような面荒れを起こしたと考えられる。

以上のように、SD/BaSO₄砥石による単結晶シリコンの超仕上げ性能を調査し、従来のSD砥石およびBaSO₄砥石と比較した。その結果、以下のことが判明した。

- ・SD/BaSO₄砥石は、従来のSD砥石およびBaSO₄砥石より耐摩耗性が高く、寿命が長い。これは、BaSO₄砥粒がSiO₂を生成することにより、ダイヤモンド砥粒の化学的摩耗が抑制されたためである。
- ・BaSO₄砥粒砥石はメカノケミカル砥石で仕

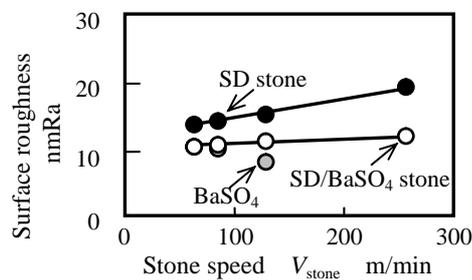


図1 単結晶シリコンの超仕上げにおいてSD/BaSO₄砥石、SD砥石およびBaSO₄砥石における加工速度に対する加工面粗さの比較（加工時間：1分）

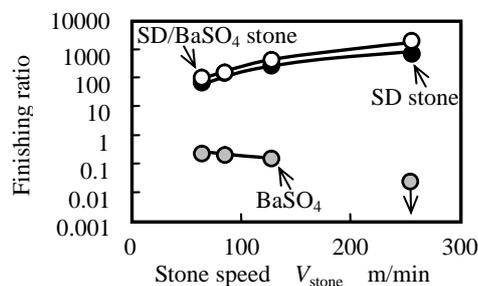


図2 単結晶シリコンの超仕上げにおいてSD/BaSO₄砥石、SD砥石およびBaSO₄砥石における加工速度に対する仕上比の比較（加工時間：1分）

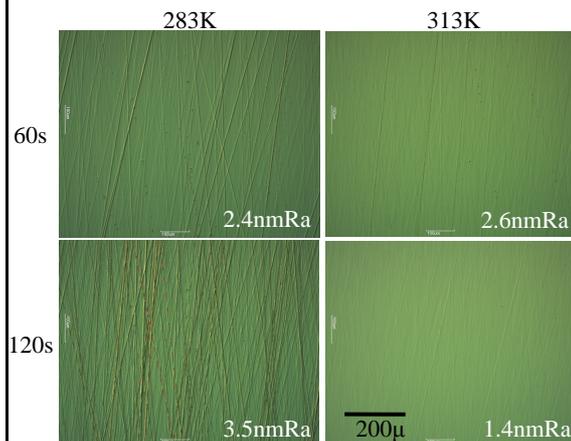


図3 加工液温度と加工時間に対するBaSO₄砥石による単結晶シリコンの超仕上げ加工面の微分干渉顕微鏡画像

上げた単結晶シリコンを加工液温度 313K で 2 分超仕上することで約 1.5nmRa まで平滑化することができる。

(2) サファイアの平滑化加工

図 4 に砥石圧力に対する SD 砥石, SD/SiO₂ 砥石の仕上面粗さの比較を示す。図より, 砥石圧力が増加するにつれて仕上面粗さが良好になっている。SD 砥石, SD/SiO₂ 砥石では機械的除去作用のみの SD 砥石が低圧力環境下では表面粗さが良好であり, 高圧力環境下では SD/SiO₂ 砥石が表面粗さが良好になる傾向にある。しかし, 結合度 M の SD/SiO₂ 砥石の方は全ての砥石圧力においても SD 砥石より表面粗さが大きい。結合度では砥石表面の砥粒が脱落しやすい結合度 I の砥石が表面粗さが良好になる傾向にある。また, 粒度では粒度の大きい砥石が表面粗さが良好になる傾向にある。ここで, 図 5 に砥石圧力と砥石損耗量の関係を示す。図より, 結合度の低い砥石が砥石損耗量が大きくなっている。また, SD 4000 I 砥石は $P = 0.60\text{MPa}$ で臨界圧力を超え, 砥石損耗量が急激に増加していることがわかる。以上より, 砥粒率が大きく, 砥粒が脱落し新しい切れ刃が生成しやすい砥石が仕上面を良好にする傾向がある。

図 4 の実験結果から最も仕上能率の高かった SD 4000/SiO₂ I 砥石を用いて $P = 0.96\text{MPa}$ で時間的変化を調査した。図 6 に仕上面画像と粗さ曲線示す。図 6(b)~(d)より機械的作用による仕上時のスクラッチ傷が発生しているが, 粗さ曲線において仕上時の傷は, 前加工の傷よりも小さいことが確認できる。仕上では, 凸部の平坦化が進み, 平滑化されつつある。以上より, 仕上面粗さは, 仕上面粗さの大きい前加工方向に垂直に測定した。

図 7 に仕上面粗さの時間的変化を示す。図より, 超仕上時間 900 秒で約 5.5 nmRa の粗さが得られた。初めの 10 秒間で表面粗さが良好になり, 300 秒以降は表面粗さの変化が小さい。これは, 加工が進むにつれて砥石の目つぶれが起こるとともに, サファイア表面が平坦化されることで実接触圧力が減少し, 仕上面粗さが収束したと考えられる。つまり, 加工時間を延ばしてもこれ以上の粗さの改善を見込めないと予想される。

以上のように, 粒度・結合度・砥粒率を変更した SD 4000/SiO₂ 砥石によるサファイアの超仕上性能を調査し, SD 砥石と比較した。その結果, 以下のことが判明した。

- ・各砥石において砥石圧力が増加することで, 粗面に整えたサファイアの表面粗さを良好にする傾向が見られた。
- ・粒度・ダイヤモンドの砥粒率の大きい砥石の方が仕上面を良好にする。
- ・結合度の低い砥石の方がより仕上面を良好にする。
- ・サファイアの超仕上では, 機械的除去作用の影響が大きい。
- ・超仕上時間にともない, 表面粗さは良好に

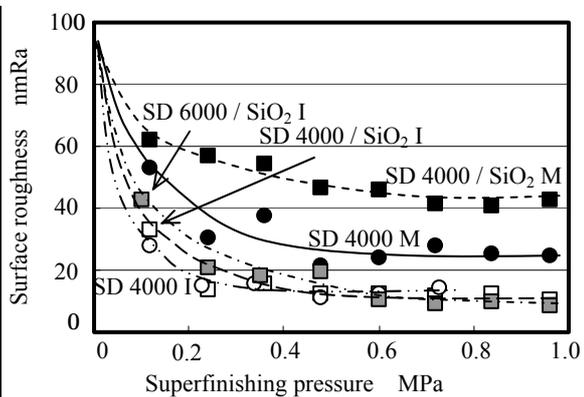


図 4 各砥石における砥石圧力に対する仕上面粗さ

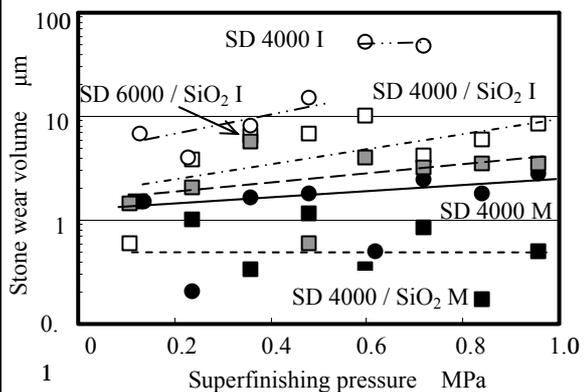


図 5 各砥石における砥石圧力に対する砥石損耗量

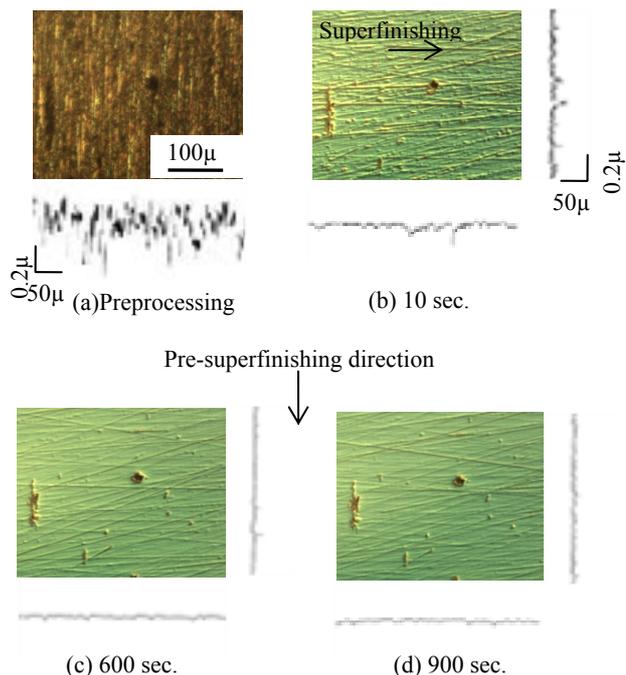


図 6 加工時間に対するサファイアの仕上面微分干渉顕微鏡画像

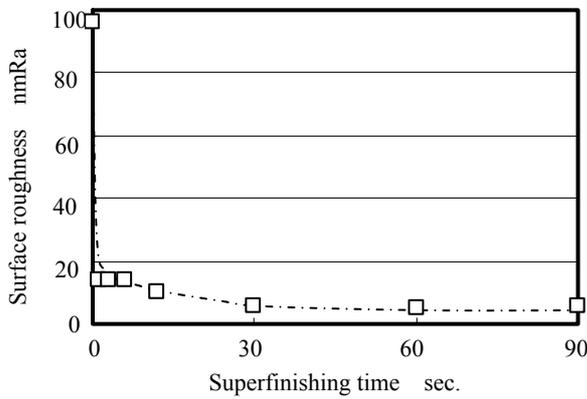


図7 サファイアの超仕上げにおける加工時間に対する仕上面粗さ

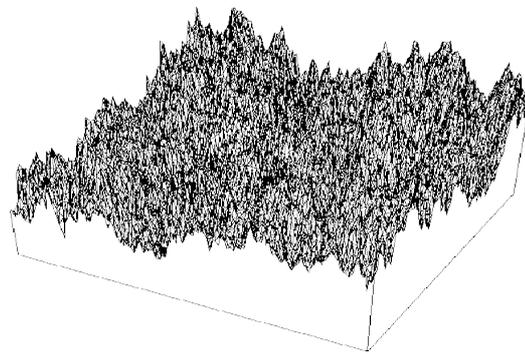
なる .SD 4000 / SiO₂ I 砥石を用いると ,900 秒の超仕上げで約 5.5nmRa 以下の粗さが得られる .

(3) MC 複合砥粒砥石の作業面トポグラフィモデルの構築

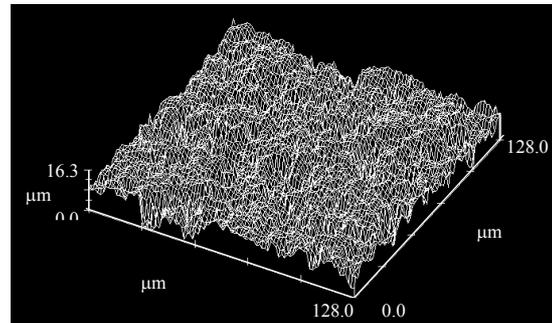
図 8 に cBN/CeO₂ 砥石の作業面を模擬したトポグラフィモデルを示す . この図は , 一見実際の砥石作業面の顕微鏡画像と酷似している . ただし , このモデルは , 中点変位法と逐次ランダム加算法を用いた凹凸面であり , 砥石作業面として見る場合 , 凸部を砥粒切れ刃と見なすことになる . しかし , 本砥石では 2 種類の砥粒が存在するため , ある凸部がどちらの砥粒であるかは , 一見したところで判断できない . そこで , 図 9 に示すように , 描画モデルの等高線図を利用することで各砥粒の確定をした . すなわち , 作図初期に創成される凸部はサイズの大きい cBN 砥粒と見なし , 作図後半に創成される凸部はサイズの小さい CeO₂ 砥粒と見なした . この特定方法に基づき各砥粒における分布のフラクタル次元を求めたところ , cBN 砥粒 : 1.73 , CeO₂ 砥粒 : 1.20 であり , 実砥石における各砥粒のフラクタル次元—cBN 砥粒 : 1.75 , セリア砥粒 : 1.24—に近い値を得ることができた . すなわち , この作業面トポグラフィモデルは妥当であることが示された .

以上のように , 先に開発した単粒砥石の作業面トポグラフィモデルを基本にして , cBN/CeO₂ 砥石の作業面トポグラフィモデルの構築を行い , 以下の結論を得た .

- ・ CeO₂ 砥粒と cBN 砥粒の平均粒径の違いに着目し , 単粒モデルに改良を加え , 各砥粒分布のフラクタル次元を有する作業面トポグラフィモデルの描画アルゴリズムを考案した .
- ・ 得られた作業面トポグラフィモデルの等高線図を利用することで , トポグラフィモデル上で CeO₂ 砥粒と cBN 砥粒を特定したところ , その分布に対するフラクタル次元は ,



(a) トポグラフィ描画モデル



(b) 実砥石の作業面のレーザ顕微鏡計測画像

図 8 cBN/CeO₂ 砥石作業面のトポグラフィモデルと実砥石画像

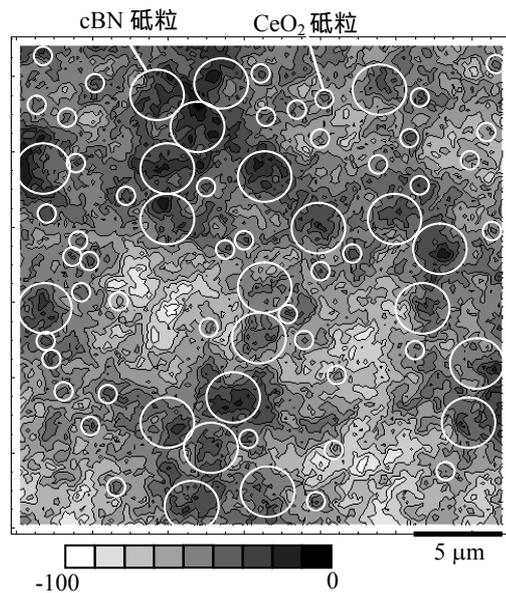


図 9 cBN/CeO₂ 砥石作業面のトポグラフィモデルの等高線図

実砥石の砥粒における次元にほぼ等しいことから、本モデルの妥当性を確認することができた。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文](計 1 件)

山口智実, 古城直道, 島田尚一, 松森 昇, 尾倉秀一, 廣岡大祐: セリアを含むメカノケミカル超砥粒砥石の作業面トポグラフィのモデリング, 砥粒加工学会誌, 査読有, 57 巻, 7 号, pp.453-458 (2013).

[学会発表](計 6 件)

田中慎二, 古城直道, 廣岡大祐, 山口智実, 松森 昇, 尾倉秀一: メカノケミカル複合超砥粒砥石の 5 因子がサファイアの超仕上性能に及ぼす影響, 2014 年度精密工学会春季大会学術講演会, 東京大学 (東京都) (2014.3.18).

荒木大秀, 古城直道, 廣岡大祐, 山口智実, 松森 昇, 尾倉秀一: 硫酸バリウム砥粒砥石による単結晶シリコンの超仕上性能, 2013 年度精密工学会春季大会学術講演会, 東京工業大学 (東京都) (2013.3.13).

田中慎二, 古城直道, 廣岡大祐, 山口智実, 松森 昇, 尾倉秀一: メカノケミカル複合超砥粒砥石によるサファイアの超仕上性能, 2013 年度精密工学会春季大会学術講演会, 東京工業大学 (東京都) (2013.3.13).

Naomichi Furushiro, Tomomi Yamaguchi, Noboru Matsumori, Hidekazu Ogura, Shoichi Shimada: Superfinishing Performance of Bearing Steel with CeO₂ Superabrasive Stone, ASPE 2012 Annual Meeting, San Diego, California, USA (2012.10.23).

井上善朗, 古城直道, 山口智実, 松森 昇, 尾倉秀一: セリア含有メカノケミカル砥石による軸受鋼の超仕上性能, 2012 年度精密工学会春季大会学術講演会, 首都大学東京 (東京都) (2012.3.14).

荒木大秀, 古城直道, 山口智実, 松森 昇, 尾倉秀一: 硫酸バリウム含有メカノケミカル複合超砥粒砥石による単結晶シリコンの超仕上性能, 2011 年度精密工学会秋季大会学術講演会, 金沢大学 (石川県) (2011.9.20).

[図書](計 0 件)

[産業財産権]

○出願状況 (計 0 件)

○取得状況 (計 0 件)

[その他]

ホームページ等

6. 研究組織

(1)研究代表者

山口 智実 (YAMAGUCHI, TOMOMI)

関西大学・システム理工学部・教授

研究者番号: 10268310

(2)研究分担者

島田 尚一 (SHIMADA, SHOICHI)

大阪電気通信大学・工学部・教授

(平成 23 年度から平成 24 年度まで研究分担者)

研究者番号: 20029317

古城 直道 (FURUSHIRO, NAOMICHI)

関西大学・システム理工学部・助教

研究者番号: 80511716