

氏名	三宅正二郎
授与学位	工学博士
学位授与年月日	昭和59年1月11日
学位授与の根拠法規	学位規則第5条第2項
最終学歴	昭和44年3月 大阪大学基礎工学部機械工学科卒業

学位論文題目	熱可塑性高分子複合材料の摩擦，摩耗特性と 精密加工用砥石への応用
--------	-------------------------------------

論文審査委員	東北大学教授 萱場 孝雄	東北大学教授 北條 英典
	東北大学教授 松井 正己	東北大学助教授 加藤 康司

論文内容要旨

電子部品の製造において各種結晶，セラミック等の硬脆材料を加工欠陥が少なく，高精度に加工する工程が重要になっている。例えば，磁気ディスク装置等に用いるフェライト製磁気ヘッドには加工変質層の小さい高精度の成形加工が要求されている。更に，ICやLSIに用いるシリコンウエハにも無擾乱，無欠陥で高い平面度と平滑性が要求されている。これらの欠陥の少ない高精度加工に対する要求は，電子部品の高性能化につれてますます厳しくなり，既存技術では，対応できない場合が多い。そのため，新しい工具，装置，加工法等の開発とそれらを用いた工程設計を行う必要がある。例えば，研削で脆性破壊の生じない加工と強制切込みによる高精度加工を両立させるためには，砥石を複合材料ととらえ，加工において，要求される特性を満足させる材料を選定し，それらを組合せて新しい砥石を開発する必要がある。また，新しい工具が実現すれば，それを加えて新しい工程設計を行うことにより，従来にない，加工欠陥の少ない高精度加工が可能となり，その加工の適用範囲は広く，電子部品の性能向上に与える効果も大きいと考えられる。これに適用する砥石の構成材である高分子複合材料では，自己潤滑性などの優れた性質を持つため精密加工工具の材料として適するだけでなく，さらに電気通信用機器の機構部品等多くの分野への応用が期待されている。これを実用化するに際しての最適な材料選定のためには，先ず，代表的な熱可塑性高分子複合材料について摩擦摩耗特性を検討し，それを支配する要因を見いだすことが，重要である。さらにその結果にもとづいて材料を選べば，特性の改善が可能になると考えられる。そこで，本研究

を行った。

第2章は、熱可塑性高分子複合材料の摩擦、摩耗特性に関する研究である。代表的な熱可塑性高分子材料のすべり摩擦、摩耗実験結果について重回帰分析等の統計処理を行い、(1)摩擦面温度上昇の速度、接触圧力依存性 $\Delta T = K \mu P^\alpha V^\beta$ を求めた。さらに、(2)摩擦係数の摩擦面温度、速度、接触圧力依存性、 $\mu = K_2 P^n V^\xi$ を明らかにした。(3)使用限界条件と摩擦面温度、材料の融点の関係を明らかにした。

さらに、熱可塑性高分子材料の摩擦、摩耗特性を改善するため、比強度、比弾性率が大きく、固体潤滑効果のある炭素繊維を複合した場合について検討し、使用限界条件の向上、摩擦量と摩擦係数の減少等の炭素繊維複合の効果を明らかにした。また、炭素繊維を複合した場合の潤滑機構を摩擦係数の変化から追求し、さらに重回帰分析による発熱現象の検討から、複合材料についても使用限界条件が摩擦発熱による摩擦面温度によって定まること、また、使用限界条件向上の効果が摩擦係数減少による発熱の低下と使用限界温度の向上にあることを明らかにした。

第3章では、高分子材料を結合剤とした微粒ダイヤモンド砥石の研削抵抗および摩耗について検討した。硬脆材料の高精度で欠陥の少ない加工を行うため、塑性変形領域における加工を強制切込みによる研削で実現することとした。

精密研削用微粒ダイヤモンド砥石を高分子複合材料とらえ第2章の検討結果をもとに高温における摩擦、摩耗特性に着目し、結合剤用高分子材料を選定し、研削砥石を試作検討した。その結果、結合剤用高分子材料の摩擦、摩耗特性の表面温度依存性と研削特性が良い対応を示すことを確認した。一方、研削抵抗については、微粒砥粒による研削では、研削液による動圧の効果が大きいことを明らかにした。また、各砥石について摩耗が急増する研削限界条件が存在し、この条件で砥石摩耗は、機械的な掘り起こしから熱的な損耗に変化することを明らかにした。さらに、砥石剛性と研削抵抗、切残し量との関係を追求め、研削精度に与える影響を求めた。これらの検討結果から、結合剤用高分子材料としては、高温における耐摩耗性があり、自己潤滑性に富む熱可塑性高分子材料である芳香族ポリエステルが優れていることを見出した。これらの砥石を用いて脆性破壊のない微小切削によるフェライトの加工を実現させた。

次に、砥石摩耗および研削発熱の原因となる研削抵抗の水平成分を減少させるために芳香族ポリエステルとポリビスマレイミドをブレンドしたものに、数種の固体潤滑剤を複合した結合剤を用いて微粒ダイヤモンド砥石を試作し、その研削特性を検討した。砥石摩耗が急増する研削条件は切込み Δ 、送り速度 V とすれば、 $\Delta V^{0.8}$ で表わされること、また、この指数は発熱に対応する研削抵抗の水平成分の Δ 、 V 依存性と対応することを明らかにした。固体潤滑剤の複合は、結合剤-加工物間の摩擦発熱と結合剤の砥粒保持力に影響を与える。これらの検討から砥石の耐摩耗性を向上させる固体潤滑剤複合の条件を明らかにした。適切な固体潤滑剤の複合は研削比、研削限界条件、加工面あらさを改善し、摩耗による砥石面の変化を抑止する効果がある。

ここで開発した砥石（芳香族ポリエステルとポリビスマレイミドのブレンドに0.1 μm の二硫化タングステンを10wt%複合した砥石）では、研削比3500を得、従来用いられているフェノールボンド砥石の研削比50に比べて著しく改善された。また、研削限界も大きく、フェノールの10倍

以上の高能率研削が可能になった。

第4章では、磁気ディスク装置等の高記録密度化を達成するため磁気ヘッド用フェライトの成形加工を取りあげ検討した。前章で耐摩耗性、研削抵抗等の研削特性に最も優れていた二硫化タングステンを複合した芳香族ポリエステル系結合剤砥石について、フェライトに脆性破壊を生じさせない#1500より微粒なダイヤモンド砥粒を用いた場合の研削特性を検討した。

研削抵抗の垂直成分と水平成分の比 FH/FV から、研削抵抗の成分比を求めた所#8000等の微粒なダイヤモンドを用いた砥石では、研削抵抗の垂直成分について研削液の動圧の成分が著しく大きい。また、研削抵抗による砥石変形によって設定切込みに対する実質切込みは減少し、有効な研削が行われない。

砥石摩耗は、砥粒粒度が大きくなるに従って、増大し、#6000以上では、高精度加工は、困難になる。表面あらさも砥石形状が転写されるため、粒度を大きくしても、ほとんど向上せず、粒度6000以上の微粒にするとかえって増大する。

これらの結果、フェライトの高精度な形状加工では、脆性破壊を生じない範囲で粒径が大きい砥石を用い、ダウンカットによる研削を行うことが有利であることを明らかにした。

磁気ヘッドの製作において研削による成形加工工程のうち、特に困難であるコアのトラック幅を決定するための側面からの幅寄せ加工を取り上げた。#1500の二硫化タングステン複合芳香族ポリエステル系結合剤ダイヤモンド砥石を用いた場合について、砥石形状、研削条件を要因として幅寄せ部の欠けを少なくする条件を求めた。その結果、台形断面の突起を側面から幅寄せして、研削することにより、極限的には、幅 $1\mu\text{m}$ 程度のナイフエッジを形成させる事ができた。すなわち、高記録密度化に不可欠な磁気ヘッド狭幅化の要求に応ずることを可能にした。さらに、表面あらさ、 $0.2\mu\text{m}$ 以下、加工変質層 $0.5\mu\text{m}$ 以下の研削加工を実現し、磁気ヘッドの高精度な加工欠陥の少ない試作工程を確立した。

第5章では、大規模集積回路の高速化に従い、高精度、無擾乱な加工が要求されているシリコンウェハの加工を取りあげ検討した。まず、本研究で開発した二硫化タングステン複合芳香族ポリエステル系結合剤微粒ダイヤモンド砥石によるシリコンウェハの正面研削について検討した。シリコンウェハの正面研削における平面度誤差の発生原因を追求し、研削抵抗の変動に伴い、研削系が変形し、加工面の送り方向の形状が形成されることを明らかにした。

更に、 KOH 溶液を研削液として用い、微細砥粒による研削に KOH による化学的溶去作用を複合させた化学的複合研削を取り上げた。化学的複合研削では、砥粒切削時の盛り上がりを減少させること等により研削抵抗を低減でき、その結果、著しく平面度誤差を減少できること、加工欠陥については、化学的複合効果として脆性クラックの発生を抑制し、加工変質層を低減できることを明らかにした。

メカノケミカルポリシング用ポリシャについては、平面度を向上させるため、弾性変形の少ない高分子コーティングポリシャを取り上げ、砥石結合剤と同じ、芳香族ポリエステル材料をコーティングしたポリシャが平面度、加工量、無擾乱性で優れていることを明らかにした。

シリコンウェハのクリーニングについては、反応性スパッタエッチングを従来の湿式洗浄に代わ

ってシリコンウェハ加工の最終工程に導入することをめざし、加工特性を追求した。反応性スパッタエッチングでは、加工条件を変えることによりイオン衝撃作用と化学的プラズマエッチング作用の比率が変化し、エッチング速度、加工欠陥、エッチ面の表面組成等を広範囲に制御できることを明らかにした。また、適切な条件では、加工欠陥、表面汚染の少ない加工が可能である。さらに、研削、ポリシング等の前加工面の加工欠陥として、OSFを誘発する欠陥を取りあげ、電子回折の結果と対応させながら検討し、反応性スパッタエッチングで前加工面の欠陥を除去できることを明らかにした。

これらの結果から、本研究で開発した砥石、ポリシャを用いた高精度加工後、反応性スパッタエッチングを行い、高精度を維持したまま、表層の欠陥および汚染を除去する工程を確立し、高精度、無擾乱のウェハ加工が実現できた。

第6章では、二硫化タングステン複合芳香族ポリエステル系結合剤砥石に今まで取り扱ったより粗いダイヤモンド砥粒を加え、砥石を試作し、工具用TiN系材料の研削加工に適用した。

本砥石は他の結合剤から成る同一粒度のダイヤモンド砥石に比べ、研削抵抗に対応する研削入力小さく、その変動も小さい。更に、研削比も加工物の種類にかかわらず大きいという特性が得られた。これらの特性は、研削条件を厳しくし、ダイヤモンド粒度を小さくする等結合剤と加工物、切くず等の直接接点の確立が大きくなる条件で顕著に現われた。これらの結果は本開発砥石の難削材加工への適用に実用性の大きいことを示している。

審 査 結 果 の 要 旨

各種の硬脆材料は電子部品にも多く用いられるが、それらを加工欠陥が少なく、高精度に加工するという要求は最近ますます厳しくなっており、既存の技術では対応できない場合が多い。研削加工においても、砥石を一つの複合材としてとらえ、加工において要求される特性を満足する材料を選定し、それらを組合せて新しい砥石を開発し、かつ新しい工程設計を行うことにより、従来にない加工欠陥の少ない高精度加工が可能となる。本論文は以上の観点のもとに行った一連の研究の成果をまとめたもので、全編7章から成る。

第1章は序論であり、本研究の目的、意義、背景について述べている。

第2章では、代表的な熱可塑性高分子材料の摩擦、摩耗特性を詳細に調べ、実験結果に対する重回帰分析を行い、摩擦現象を統計的に検討し、かつ考察を行った。また摩擦、摩耗特性の改善のために炭素繊維を複合した場合につき、使用限界条件の拡大、摩耗量の減少等の効果とその要因を明らかにした。

第3章では、前章の結果をもとに、結合剤を選定し、新たな研削砥石を開発、その研削抵抗を検討した。すなわち、結合剤には芳香族ポリエステルが優れていることを見出し、これにポリビスマレイミドをブレンドした微粒ダイヤモンド砥石の研削抵抗を検討することにより、砥石摩耗が急増する研削条件を明らかにし、また適切な固体潤滑剤の複合は研削限界条件等の改善、摩耗の抑止に効果があることを見出している。これらは有用な知見である。

第4章では、開発砥石による磁気ヘッド用フェライトの成形加工を取り上げ検討している。まず、高精度の形状加工では脆性破壊を生じない範囲で粒径が大きい砥石を用い、ダウンカットによる研削を行うことが有利であることを明らかにし、また特に困難なコアのトラック幅の決定に対し、欠けを少なくする条件を求め、極限的には幅1 μ m程度のナイフェッジを形成させることに成功している。

第5章は、大規模集積回路用シリコンウエハの正面研削を取り上げ、平面度誤差の発生原因を追求し、KOH溶液による化学的複合研削を用いれば平面度誤差を減少できることなど多くのことを明らかにした。また高分子コーティングポリシヤを用いた高精度加工後、反応性スパッタエッチングを行い、表層の欠陥および汚染を除去する工程を確立し、高精度、無擾乱のウエハ加工を実現した。これは実用上非常に貴重なことである。

第6章では、これまで開発した微粒ダイヤモンド砥石の代りに比較的粗いダイヤモンド砥粒を用いた砥石について研削抵抗を調べ、この砥石は難削材の加工への適用に実用性が大きいことを示唆している。

第7章は総括である。

以上要するに、本論文は代表的な熱可塑性高分子複合材料について摩擦、摩耗を詳細に調べ、その結果を用いて新たな固体潤滑剤複合芳香族ポリエステルボンド砥石を開発し、硬脆材料に対し脆性破壊のない無擾乱、高精度な加工を実現させたもので、機械工学並びに機械工業の発展に寄与するところ少なくない。

よって、本論文は工学博士の学位論文として合格と認める。