マイクロ Ni-W 電着ダイヤモンド工具の製作と シリコンの溝加工への適用*

鬼鞍宏猷** 大西 修** 西原邦男*** 坂瀬忠之†
森 勇樹†† 朴 興吉††† 郭 韋辰††† 藤井祐紀††††

Fabrication of Micro Ni-W Electroplated Diamond Tools and Their Application to Grooving of Silicon

Hiromichi ONIKURA, Osamu OHNISHI, Kunio NISHIHARA, Tadayuki SAKASE,
Yuki MORI, Heungkil PARK, Weichen KUO and Yuki FUJII

The present paper deals with a fabrication method of micro Ni-W electroplated diamond tools with a diameter of 100 μ m and their machining characteristics in grooving into silicon, in order to estimate the machining performance of the tools and optimize the fabrication conditions. In fabricating 2-4 μ m diameter grit tools, more uniform distribution of grits was obtained through the solution stirring by jet, which resulted in a reduction in tool life scatter. The optimal electric current density was obtained regarding tool condition and tool life. Cutting speed and feed rate were optimized from the viewpoint of tool life.

Key words: Ni-W electroplating, diamond, micro tool, silicon, grooving, machining accuracy, tool life

1. 結 言

情報通信機器, 医療機器, 化学反応装置および各種センサなどの高集積化・高性能化が進む中で, 延性材料(軽合金, ステンレス鋼, チタン合金)および脆性材料(シリコン, ガラス, 超硬合金, セラミックス)などの μ m レベルの寸法要素からなる2次元/3次元金型・部品の製作が必要とされている。これらの製作に機械的マイクロ加工を適用することは, 能率, 精度, コストなどの総合的な面からメリットがある。その工具としては, 超硬合金切削工具¹⁾, 単結晶ダイヤモンド切削工具²⁾, 研削工具(ダイヤモンド/ CBN メタルボンド工具³⁾, ダイヤモンド/ CBN 電着・電铸工具⁴⁾⁵⁾など)および塑性加工工具(超硬合金, 焼入鋼など)があるが, 延性材料や脆性材料の加工, および高アスペクト比の加工に広く使用できるのは, ダイヤモンド切削・研削工具である。中でも, 超硬合金台金のダイヤモンド電着工具は工具剛性と耐摩耗性が高いので高精度加工が可能であり, 低コストである。

本研究の目的は, 高精度・高能率の加工が可能で, 耐久性が高い高剛性の超硬合金台金円筒状 Ni-W 電着マイクロダイヤモンド工具の信頼性の高い製作技術と適用方法の開発である。具体的には, まず Ni-W 電着工具と Ni 電着工具の基礎的特性を比較した後, Ni-W 電着工具の再現性の高い製作方法を提案するとともに, 種々の製作条件(台金の洗浄方法, 液の攪拌方法, pH, 温度, 電流密度, 電着時間,

埋込み時間など)で工具を製作する。その後, 製作した工具を用い加工条件を変えて単結晶シリコンに溝加工を行い, 寿命と精度から見て最適な製作・適用条件を見出す。

2. 実験装置および方法

2.1 マイクロ電着工具の製作

電着工具の製作工程は(1)台金の洗浄, (2)ダイヤモンド砥粒の電着, および(3)埋込みめっき, からなる。台金の洗浄は, 表1に示すように, ①アセトン中での超音波洗浄, ②陰極電解脱脂, ③酸浸漬, の3段階からなり,

Table 1 Cleaning conditions

(1)	Ultrasonic cleaning in acetone
(2)	Electrolytic degreasing at 60°C and 8.5 A/dm ² and for 5 min
(3)	Soaking in sulfuric acid diluted by 20 times

Fig. 1 Electroplating method

* 原稿受付 平成18年6月4日

** 正会員 九州大学大学院(福岡市西区元岡744)

*** 正会員 九州職業能力開発大学校(北九州市小倉南区志井1665-1)

† 九州大学大学院(現, オムロン(株); 滋賀県草津市西草津2-2-1)

†† 九州大学大学院(現, ヤマザキマザック(株); 愛知県丹羽郡大口町乗船1)

††† 学生会員 九州大学大学院(福岡市西区元岡744)

†††† 九州大学(現, 第一精工(株); 福岡県小郡市三沢863)

Table 2 Electroplating conditions

Parameter	Ni electroplating	Ni-W electroplating
Bath	Watts bath NiSO ₄ , NiCl ₂ , H ₃ BO ₃	Ammonia citrate bath Ni (SO ₃) ₂ ·4H ₂ O, (NH ₄) ₁₀ W ₁₂ O ₄₁ ·5H ₂ O, C ₆ H ₅ O ₇ (COOH) ₃
Current density	2 A/dm ²	0.5, 1, 2, 4, 6 A/dm ²
Temperature	60°C	60°C
Time	2-5 min	7.5 - 60 min

Fig. 2 Situation of grooving with BT shank

Fig. 3 Schematic diagram of grooving

洗浄の合間に水洗を行う。電着は、図 1 (a) に示すように、一定温度に保持した水槽に電着液を入れたピーカを置き電着液中に Ni 板（陽極）と超硬棒（陰極）を入れて行う。ダイヤモンド砥粒はフィルタで保持する。Ni 電着はワット浴で、Ni-W 電着はアンモニア性クエン酸塩浴で行う。電着条件を表 2 に示す。台金は超々微粒超硬合金で、電着部分は直径 100 μ m、長さ 500 μ m の円筒状である。ダイヤモンド粒径は 2~4 μ m、5~10 μ m および 8~16 μ m の 3 種類である。粒径が 2~4 μ m の砥粒に対しては、図 1 (b) のようにフィルタ内で手動または自動により間欠的に液の噴流を送り砥粒を巻き上げるとともに空気を水面に吹きかけて液を流動させる方法と、台金を沈積したダイヤモンド砥粒中に挿入して電着を行う方法を用いる（図 1 (c)）。粒径が 5~10 μ m と 8~16 μ m の砥粒に対しては、図 1 (c) のように沈積したダイヤモンド砥粒中に台金を挿入して電着を行う方法と、図 1 (d) のようにダイヤモンド砥粒中に台金を挿入して台金を回転させながら電着を行う方法を用いる。

2.2 製作した電着工具を用いた加工

単結晶シリコンを工作物とし、製作した電着工具の性能を評価するために、CNC 立型研削盤の主軸（Z 軸）に取付けて溝削りを行った。工具は BT シャンクを介して主軸に直接、または高速主軸に取付けてそれを機械主軸に保持した（図 2 参照）。加工実験は、図 3 に示すように溝深さを 100 μ m、1 本の溝長を 5mm とし、工具が折損するまで溝を多数本加工した。油剤は水溶性研削油を供給した。電着工具の回転速度は 5,000~50,000min⁻¹、送り速度は 50~3,600 μ m/min とした。

3. 実験結果および考察

本研究で開発する電着工具は、以下の特色を有する。

- (a) 鋼に比べ剛性の高い超硬合金を台金とすること
- (b) 台金直径が約 100 μ m の極小径であること
- (c) Ni 電着より硬く、砥粒保持力が高く、しかも W を含む台金の超硬合金との親和性が高いと思われる

Table 3 Comparison of Young's modulus E and Vicker's Hardness HV of various tools

Properties	Young's modulus E GPa	Vicker's Hardness HV
Tool type		
Ni electroplated tool with carbide substrate	approx. 600*	200***
Ni-W electroplated tool with carbide substrate	approx. 600*	620***
Ni electroformed tool	approx. 206**	200****
Ni-W electroformed tool	—	620****

*: from HP of Mitsubishi Materials

***: measured values

** : from HP of Kitamura Special Metals

****: presumed values

Ni-W 電着を対象とすること

(d) 台金上の砥粒分布の均一化を試みる

3.1 Ni/Ni-W 電着工具と Ni/Ni-W 電着工具の基礎的特性

3.1.1 電着／電着工具の縦弾性係数と硬さ

電着工具の基材として、曲げ剛性を考慮して縦弾性係数 E が焼入鋼（206GPa）の約 3 倍である超硬合金を採用した（表 3 参照）。まず、砥粒を含まないめっき層の厚さを 20~50 μ m にして硬さ試験を行ったところ、表 3 に示すように平均値で Ni めっきは HV200、Ni-W めっきは HV620 となった。すなわち、Ni-W は Ni の約 3 倍の硬さを有することがわかった。以上より、工具剛性とめっき層硬さに関して、超硬台金 Ni-W 電着工具の他の工具に対する優位性が示された。

3.1.2 めっき膜と台金の密着性

めっき層と超硬台金との密着の程度を調べるために、厚さ 20 μ m 程度のめっき層を超硬台金の表面に作成し、そのめっき面を最大 3N の荷重を加えたビッカースの圧子で引掻いた。その結果、Ni めっき、Ni-W めっきともに膜の剥離は起こらず、超硬台金との密着性は良好であることがわかった。ここで、めっき面は表 1 の洗浄工程を経たものである。

3.2 Ni 電着工具および Ni-W 電着工具を用いた単結晶シリコンの溝加工予備実験

まず粒径 2~4 μ m のダイヤモンド砥粒を用いて、電流密度 2, 4A/dm²、電着液無攪拌の条件下で、Ni 電着工具をワット浴、Ni-W 電着工具をアンモニア性クエン酸塩浴で製作した。これらの電着工具を用いて、単結晶シリコンの溝加工（深さ 200 μ m）を行い工具寿命と加工溝の精度を比較した。工具が折損するまでの加工溝長さを工具寿命と定義し、電流密度（電着時間は電流密度と反比例するように設定）を変えた工具を用いて送り 50 μ m/min で溝加工し寿命を調べたところ、電着条件の違いによる寿命の差は小さく、Ni 電着工具は 4.1~5.0mm、Ni-W 電着工具は 8.3~10.7mm となった。すなわち Ni-W 電着工具は Ni 電着工具の約 2 倍の工具寿命となることがわかった。工具寿命の差は、Ni-W 電着層が Ni 電着層より硬いため切りくずなどに対する耐摩耗性が高いことが理由の一つである。また、台金との密着性や砥粒保持力が優れている可能性があることも理由の一つと推定される。また 2 種類の工具ともに、加工初期の溝入口にチッピングは見られず、コーナ部も比較的シャープな角を呈し、溝の側面や底面の粗さも小さく、両者にほとんど差はない。この結果に基づいて、以後、Ni-W 電着工具の製作および加工を行うこととする。

3.3 Ni-W 電着工具の製作条件

3.3.1 台金の洗浄

台金と電着膜との密着性を高めるために、台金の表面から発生する水素ガスなどを利用する電解脱脂を行ったところ、台金表面の微小なクラックにおいても十分な洗浄が行われ、剥離は起こらなくなった。条件は電流密度 $8.44\text{A}/\text{dm}^2$ 、時間 5min である。

3.3.2 電着液の攪拌方法が電着工具表面の砥粒分布に及ぼす影響

砥粒径 $2\sim 4\mu\text{m}$ の場合、当初は台金をフィルタ内の砥粒に沈漬する（図 1 (c)）方法で電着を試みていたが、台金表面上の砥粒分布が一様にならなかった（図 4 (a)）。このときの砥粒分布密度を電着工具表面の $20\mu\text{m}\times 20\mu\text{m}$ の領域の異なる箇所について調べたところ、 $7,500\sim 190,000$ 個/ mm^2 範囲でばらついていることが明らかになった。そこで、図 1 (b) のように、台金を砥粒に漬からない程度に引上げ、電着液の噴流を沈漬した砥粒に手動により適当な時間間隔で間欠的に吹きかけて砥粒を巻上げ、液表面に空気を吹きかけ液を流動させる形で攪拌を行った。その結果、攪拌により砥粒分布はかなり向上した（一例が図 4 (b)）。ここで液の噴流を送る方法を、ポンプから自動的に一定の時間間隔で噴流を送る方法にしたところ、図 4 (c) のように手動攪拌とほぼ同等の様な砥粒分布が得られた。これらの工具表面における砥粒密度は、図 5 に示すように、手動攪拌、自動攪拌いずれの場合も $37,500\sim 100,000$ 個/ mm^2 となり、無攪拌の場合に比べ砥粒分布密度が狭い範囲に収まることが明らかになった。

3.3.3 台金の回転が電着工具表面の砥粒分布に及ぼす影響

砥粒径が $5\sim 10\mu\text{m}$ と $8\sim 16\mu\text{m}$ の場合は、液の噴流を吹きかけても砥粒が早く沈降し、台金への電着がうまく行えなかったため、図 1 (c) の方法（前述）で行った。しかし、台金を電着液中の砥粒層の中に挿入する際、台金が軸直角方

(a) no stirring (b) manual stirring (c) automatic stirring
Electric current density $2\text{A}/\text{dm}^2$, Electroplating time 20min
Grit diameter $2\sim 4\mu\text{m}$

Fig. 4 Tools fabricated under different current densities

Fig. 5 Distribution density of grits on the tool surface without and with stirring

(a) In case of stationary substrate (b) In case of rotating substrate
Substrate diameter $80\mu\text{m}$, Grit diameter $5\sim 10\mu\text{m}$,
Elec. time 20min, Embed. time 8min

Fig. 6 Effect of substrate rotation on grit distribution

(a) $0.5\text{A}/\text{dm}^2$ (b) $1\text{A}/\text{dm}^2$ (c) $2\text{A}/\text{dm}^2$
With automatic stirring, Grit diameter $2\sim 4\mu\text{m}$

Fig. 7 Electroplated surfaces with different current densities

(a) $1\text{A}/\text{dm}^2$ 30 min (b) $4\text{A}/\text{dm}^2$ 7.5min
With automatic stirring, Grit diameter $2\sim 4\mu\text{m}$

Fig. 8 Tools fabricated under different current densities

向にわずかに動くため、台金から離れた砥粒層が生じる。この部分では台金に砥粒が付きにくく砥粒分布が不均一となることがあった。そこで、台金を 5min^{-1} で回転させながらロータリコネクタを通して電流を流して電着を行い、工具表面上の砥粒分布を非回転の場合と比較した。図 6 に示すように、非回転工具に比べ回転工具の表面の砥粒密度のばらつきが少ないことがわかる。ただ、工具コーナ部に大きな丸みを帯びる結果となった。

3.3.4 電流密度と電着時間が電着工具状態に及ぼす影響

まず $0.5\sim 2\text{A}/\text{dm}^2$ の範囲で電流密度を変えてめっき膜の状態を観察した。図 7 に示すように、電流密度が高いほど膜面の「きめ」が粗くなり空孔も見られることがあることが明らかになった。次に砥粒を含めて電着を行うと、 $2\text{A}/\text{dm}^2$ までは膜面状態と砥粒の保持は良好であるが（図 8 (a)）、 $4\text{A}/\text{dm}^2$ 以上では（1）めっき膜、電着膜の剥離やクラックが起こり易いこと（図 8 (b)）、および（2）工具コーナの丸みがやや増加する傾向があること、などの事実が明らかになった。そこで、電着時間も考慮して、以後 $1\sim 2\text{A}/\text{dm}^2$ で電着を行うこととした。ここで、（1）の原因は膜内の引張残留応力によるものであり（2）の原因はコーナ部に集中する電流束によるものと推定される。

3.3.5 電着液の温度が工具状態に及ぼす影響

電着液の温度を 40°C および 60°C の 2 段階で電着を試みた

Fig. 9 Electroplated tools fabricated at different embedding time

が、電着工具の状態にはほとんど違いは生じなかった。

3.3.6 pH が工具状態に及ぼす影響

電着液の pH を 4.5, 5.5 および 6.5 と変えて電着を試みたが、電着工具の状態にはほとんど違いは生じなかった。

3.3.7 埋込み時間が工具状態に及ぼす影響

砥粒径 8~16 μm の電着工具について、埋込みめっき時間を 4min, 6min, 8min に変化させて工具を製作した。図 9 に示すように 4min ではほとんど砥粒は埋め込まれていないが、時間の増加とともに深く埋め込まれているようである。

3.4 Ni-W 電着工具を用いた加工の本実験

3.4.1 電流密度が工具寿命に及ぼす影響

電流密度 0.5, 1, 2, 4 A/dm² において電着した工具を用いて工具寿命試験を行った。図 10 に示すように、0.5 A/dm² の場合、200~250mm とわずかに寿命が短い、他の電流密度の工具には目立った差がない。ただし、4 A/dm² は電着層の厚さが他の工具に比べて 2~3 μm 厚くなったため、他の工具と同じ厚さであれば寿命が短くなる可能性がある。

Grit dia. 2-4 μm , Grinding speed 30,000min⁻¹, Feed rate 0.06 $\mu\text{m}/\text{rev}$

Fig. 10 Relation between current density and tool life

Grit dia. 8-16 μm , Current density 2A/dm², Elec. time 20min, Rotational speed 5,000min⁻¹, Feed 50 $\mu\text{m}/\text{min}$

Fig. 11 Effect of embedding time on tool life in Ni-W electroplated tools

3.4.2 埋込みめっきの時間が工具状態に及ぼす影響

砥粒径 8~16 μm の工具については、図 11 に示すように、各埋込み時間における工具寿命のばらつきが大きい、平均値でとらえると埋込み時間 6min で寿命は最長であると言えよう。これは、砥粒の適切な突出し高さが得られ、チップポケットの確保と砥粒の十分な保持がバランスした適切な条件であることを示している。砥粒径 2~4 μm の工具についても埋込みめっきを 0.5~2min 行っている。

3.4.3 研削速度が工具寿命に及ぼす影響

直径 2~4 μm の砥粒を電流密度 2A/dm², 電着時間 15min, 埋込み時間 2min, 図 1 (b) の攪拌方法で製作した電着工具を、同一条件下で 3 本ずつ用い、工具送りを 0.06 $\mu\text{m}/\text{rev}$ で一定として、工具回転数を 10,000~50,000min⁻¹ (研削速度は 3.1~15.7m/min) の範囲で変化させて工具寿命を調べた。その結果、各速度での寿命のばらつきは比較的小さく抑えられ、図 12 に示すように、9.4m/min で最大値をとることがわかった。従来の砥粒層内に浸漬する方法では工具寿命のばらつきが大きく最大値と最小値の差が 200mm に達することもあったが、電着液の攪拌により工具のばらつきを低減させることができた。研削速度が高いほど必ずしも寿命が伸びない理由は明確ではないが、主軸回転数の上昇によるの振れの増大、もしくは高速回転による切りくずの噴出の発生のためと推定される。

3.4.4 送り速度が工具寿命に及ぼす影響

直径 2~4 μm の砥粒を電流密度 2A/dm², 電着時間 15min, 埋込み時間 2min, 図 1 (b) の攪拌方法で製作した電着工具を、同一条件下で 3 本ずつ用い、工具回転数を 30,000min⁻¹ (研

Grit dia. 2-4 μm , Current density 2A/dm², Elec. time 15min, Feed rate 0.06 $\mu\text{m}/\text{rev}$

Fig. 12 Relation between grinding speed and tool life

Grit diameter 2-4 μm , Current density 2A/dm², Elec. time 15min, Embed. time 2min

Fig. 13 Relation between feed rate and tool life

Substrate diameter 100 μ m, Grit diameter 2-4 μ m, Current density 2A/dm², Elec. time 15min, Embed. time 2min, Rotational speed 30,000min⁻¹, Feed 1.8mm/min

Fig. 14 Variation of groove entrance with grooving length

Grinding speed 30,000min⁻¹, Feed rate 0.06 μ m/rev

Fig. 15 Variation of groove width with grooving length under different current densities

削速度 9.4m/min) で一定として、工具送りを 0.9~3.6mm/min (0.03~0.12 μ m/rev) の範囲で変化させて工具寿命を調べた。その結果、寿命のばらつきは比較的小さく図 13 に示すように 1.8mm/min (0.06 μ m/rev) で最長となった。このときの砥粒 1 個当たりの平均切取り厚さは約 0.5nm である。送りが小さいときに工具寿命が短いのは、目づまりなどにより砥粒の脱落が比較的速く起こるためである。これは、溝加工長さに対する加工溝幅の減少割合からわかる (詳細は後の報告に譲る)。また、送りが大きいときに工具寿命が短いのは、砥粒の保持強さ以上の研削力が作用するために砥粒が急速に脱落するためである。これも溝加工長さに対する加工溝幅の減少割合からわかる。

3.4.5 加工溝の幅と形状の研削進行に伴う変化

砥粒径 2-4 μ m の工具による加工溝長さの増加に伴う溝入口形状の変化の一例は、図 14 に示すようになる。加工溝の長さが 150 ないし 200mm まではチッピングがなく比較的なめらかな輪郭を呈する。ただし、最初は溝入口部に凹凸が現れることがある。これは、最初、最も外側の砥粒が加工に関与するため砥粒の保持力が不十分な砥粒があると脱落するためである。このリスクを回避するためには、ごく短い距離だけ捨て削りをするのが良いと思われる。図 15 は電流密度 0.5, 1, 2, 4 A/dm² で製作した工具についての溝加工長さに対する溝幅の変化を示す。4 A/dm² の工具だけは初期工具径が大きかったが、溝加工長さ 0~200mm の範囲で幅減少割合が約 0.025 μ m/mm、0.5 と 2 A/dm² については約 0.013 μ m/mm、1 A/dm² については 0 μ m/mm に近い値となった。

4. 結 論

Ni-W 電着ダイヤモンド工具の製作およびそれを用いた加工の実験結果および考察から、以下のように結論できる。

- (1) Ni めっきおよび Ni-W めっきのピッカース硬さ HV はそれぞれ 200 と 620 であり、後者が約 3 倍の値をもつ。
- (2) Ni-W 電着工具を用いたシリコンへの溝加工から、Ni 電着工具の約 2 倍の寿命を示した。
- (3) アンモニア性クエン酸塩浴における Ni-W を用いたダイヤモンド電着において、工具寿命の点から電流密度は 0.5~2mA/dm²、pH は 6 程度、および温度は 60℃程度が最適であることがわかった。
- (4) 電着工具表面の砥粒分布を一樣にするためには、砥粒径が 2~4 μ m の場合、電着液に噴流を吹きかけて砥粒を巻き上げ空気流により液の流れを起こすことが有効である。砥粒沈降速度の速い 5~10 μ m および 8~16 μ m の場合、台金先端を砥粒層内に沈めて回転させるのが有効である。
- (5) 砥粒径 2~4 μ m の工具について、工具回転数を 30,000 min⁻¹ (周速 9.4m/min) で一定とし、工具送りを 0.9~3.6mm/min の範囲で変化させて工具寿命を調べたところ比較的ばらつきが小さく 1.8mm/min で最長となった。
- (6) 砥粒径 2~4 μ m の工具について、工具送りを 0.06 μ m/rev で一定とし、工具周速を 3.1~15.7m/min の範囲で変化させて工具寿命を調べたところ、比較的ばらつきが小さく、9.4m/min で最長となった。

謝 辞

本研究の実施にあたり、研究費を援助していただきました (財) 大澤科学技術振興財団に深く感謝申し上げます。また、貴重なご助言をいただきました九州大学大学院工学研究院福島久哲教授、中野博昭助教授、福岡工業大学仙波卓弥教授、当研究室で電着技術の開発に協力してくれた井上龍一氏 (現在、住友電気工業㈱)、奥野佳太郎氏 (現在、ヤマハ発動機㈱) ならびに三島光産株式会社に深く感謝申し上げます。

また、本研究における電着工具とそれによる加工溝の観察、ならびに写真撮影には、九州大学中央分析センターの走査電子顕微鏡を用いた。

参 考 文 献

- 1) O. Ohnishi, H. Onikura, A. Hata and K. Yamamoto: Fabrication of Micro Flat Drills by Precision Grinding and Drilling into Duralumin and Stainless Steel with Ultrasonic Vibration, JSME Int. J., Series C, 47, 1 (2004) 117.
- 2) Y. Takeuchi, S. Maeda, K. Sawada and T. Kawai: Creation of Ultraprecision Microgrooves Using Non-Rotational Cutting Tools, Proc. of 2nd euspen Int. Conf. (2001) 636.
- 3) H. Onikura, B.K. Shil, O. Ohnishi, R. Inoue and T. Semba: Fabrication of Micro Cylindrical Diamond Grinding Tools by Ultrasonic Vibration Grinding for Drilling of Brittle Materials Proc. of the 2nd euspen Int. Conf. (2001) 672.
- 4) H. Yang, S-W. Kang and R.F. Shyu: The Investigation of Embedding Abrasive Grits onto the Microgrinding Tools by Nickel Electroforming Proc. of 1st euspen Int. Conf. (1999) 392.
- 5) T. Semba and H. Sato: Development of Electroformed Diamond Tool with Fine Grains Coated by Metal Oxide Film Annals of the CIRP, 49, 1 (2000) 157.