高周波マグネトロンスパッタ法を用いた極微粒ダイヤモンド砥粒に対する表面改質と耐摩耗性に優れた極微粒レジンボンドホイールの開発*

藤 山 博 一^{*1}, 仙 波 卓 弥^{*1}
佐 藤 眞^{*2}, 竹 内 恵 三^{*3}

Development of Resin-Bonded Diamond Wheels with Improved Wear Resistance Using Surface Modified Fine Grains Treated by Radio-Frequency Magnetron Sputtering

Hirokazu FUJIYAMA, Takuya SENBA,
Makoto SATO and Keizo TAKEUCHI

Experimental research for decreasing the wear of a resin-bonded diamond wheel was conducted for the mirror grinding of dies and molds. The gripping strength of diamond grains to the bond material was increased by modifying grain surfaces with an SiO₂ film using radio-frequency sputtering. In addition, the adhesion strength in both the surfaces between grain/SiO₂ film and SiO₂ film/bond material was increased using the plasma activation technique and a silane coupling agent. It was made obvious that the construction and composition of the SiO₂ film could be controlled by varying the sputtering conditions, such as working gas pressure, mixture rate of argon and oxygen gases. In particular, when the working gas pressure was low, the grain surfaces were covered with thin films with 20 nm Ry surface roughness. The grinding test revealed that the superficial area of diamond grains increased conspicuously and chemical binding between grain surfaces and bond material was generated, so that wear resistance superior to that obtained using conventional nickel plated grains can be derived.

Key Words: Surface Modification, Diamond Grain, Fine Grain, Resin-Bonded Wheel, Mirror Grinding, Die Material, Wheel Wear

1. 緒 言

形状精度が必要とされる精密金型の仕上げ加工には定圧研磨よりも強制切り込み方式⁽¹⁾の鏡面研削が適している。この鏡面研削を行う場合、金型の自由曲面を高精度でしかも平滑な加工面に仕上げるためには耐摩耗性に優れた極微粒の研削工具を用いる必要がある。しかし粒径の二乗に反比例して砥粒の表面積が減少するために、粒径が減少するに従って砥粒は結合剤から脱落し易くなる。したがって研削工具の損耗を防止するためには結合剤と接触する砥粒の表面積を増加させ、砥粒と結合剤との結合強度を上げる必要がある。

この極微粒の研削工具に生じる損耗を防止する手段

として、通常はニッケルを無電解めっきした極微粒のダイヤモンド砥粒が用いられている⁽²⁾。ニッケルの粒子で砥粒の表面が被覆されており、機械的な投錨効果⁽³⁾によって砥粒と結合剤との結合強度を上げることができる。しかしニッケルの粒子を微細化することには限界があり、砥粒の粒径が微小な場合には砥粒の表面積を大幅に増加させたことになっていない。

前報⁽⁴⁾では砥粒に対する表面改質や結合剤に対する改質を行い、耐摩耗性に優れた極微粒のレジンボンドホイールを開発することを試みた。その結果、酸化けい素(SiO₂)を高周波スパッタした砥粒の表面をシランカップリング剤で被覆した場合には、ニッケルを無電解めっきした市販の砥粒に比べ、砥粒と結合剤とを強固に結合できることが明らかになった。

本論文では真空中やアシストガス⁽⁵⁾として使用したアルゴンガスと酸素ガスの流量比、ならびにスパッタ時間といった成膜条件を変えることによって、砥粒の表面をより微細な凹凸をもつSiO₂の薄膜で被覆することを試みた。薄膜の凹凸を微細化することによって結合剤やカップリング剤と接触する砥粒の表面積を

* 原稿受付 1998年7月13日。

^{*1} 正員, 福岡工業大学(☎811-0295 福岡市東区和白東3-30-1)。^{*2} (株)牧野フライス製作所(☎243-0308 神奈川県愛甲郡愛川町三増359-3)。^{*3} ノリタケダイヤ(株)(☎839-1215 福岡県浮羽郡田主丸町大字竹野210)。

E-mail: fujiyama@dontaku.fit.ac.jp

Fig. 1 Schematic view of sputtering apparatus

増加させ、砥粒と結合剤とを機械的ならびに化学的に強固に結合することを試みた。

2. 実験装置と実験方法

2.1 高周波マグネトロンスパッタ装置⁽⁵⁾ 砥粒の表面改質に使用した高周波マグネトロンスパッタ装置の概要を図1に示す。絶縁体であるSiO₂をスパッタするために、ターゲットには高周波電圧を印加した。成膜速度を上げるために、ターゲットの後方に配置された永久磁石によって電極の前面には磁気トンネルが形成されている。またターゲット前面に配置されているらせん状のカソードコイルは、プラズマ密度を増加させて高真空中でのスパッタを可能にすると同時に、磁力でイオンを加速する役割を果たしている。砥粒に対してSiO₂を均一にスパッタするために砥粒が入れているステンレス製の容器をステッピングモータで回転させ、モータ支持台に固定されているかしくは棒で砥粒をかくはんした。容器の回転速度、回転時間ならびに停止時間等はパーソナルコンピュータで制御した。また砥粒の表面を活性化するためにステンレス製の容器を直流バイアス電源に接続し、砥粒に対してプラズマエッチング⁽⁵⁾を行った。

2.2 カップリング剤 砥粒の表面改質に使用したシランカップリング剤の分子式⁽⁶⁾を式(1)に示す。

Xは砥粒の表面に高周波スパッタされたSiO₂と結合する反応基、Yはホイールの結合剤として使用する合成樹脂と化学結合する反応基である。本研究ではX官能基にメトキシ基、Y官能基にエポキシ基をもつシランカップリング剤を使用した。

2.3 極微粒レジンボンドホイール 砥粒には表面改質を行った平均粒径が4~6μmの合成ダイヤモンド砥粒、結合剤には水溶性のメチロールメラミン樹脂を使用した。集中度が100、6号ストレートカップ形(30D×5T×3W)のホイールを試作した。

Table 1 Grinding conditions

Truing	Truer: GC6000 O 12V(125D × 20T × 16H) Rev. speed of truer: 1000 rev/min Rev. speed of grinding wheel: 250 rev/min Table speed: 520mm/min Setting depth of cut: 1 μm Coolant: Soluble(1/50)
Dressing	Dresser: GC6000 O 12V(125D × 20T × 16H) Rev. speed of dresser: 270 rev/min Rev. speed of grinding wheel: 500 rev/min Table speed: 520mm/min Setting depth of cut: 1 μm Coolant: Soluble(1/50)
Grinding	Rev. speed of grinding wheel: 500 rev/min Table speed: 2m/min Wheel depth of cut: 3 μm Coolant: CMC fluid containing WA grain Workpiece: Sintered tungsten carbide (30 × 16mm, HRA=90.5)

(a) Experimental setup (b) Residual stock removal

Fig. 2 Geometrical relationship between wheel and workpiece

2.4 実験方法 ホイールを立て形マシニングセンタの主軸に取付け、超硬合金(HRA 90.5)に対する平面研削実験を行った。切残しを除去するために3μmの砥石切込みに対して100パスのスパークアウト研削を行った後、再度3μmの切込みを与えるといった方式での研削実験を設定切込み量が60μmに達するまで行った。加工条件は表1のとおりである。

2.5 研削液 イオン交換水に高分子電解質であるカルボキシメチルセルロース(CMC)と、アルミナ砥粒を混入した溶液を研削液として使用した⁽⁷⁾。研削液に混入したCMCの濃度は6wt%，アルミナ砥粒の平均粒径は1.2μmである。ホイールの耐摩耗特性を評価するために、砥粒濃度を0~20wt%の範囲で変化させた。なお研削液は1.7ml/minの割合で砥石研削点に噴霧供給した。

2.6 ホイールの損耗率 ホイールとワークとの相対位置を図2に示す。図2(a)に示したようにホイールやワークの端面にはあらかじめ幅が1mm、ホイールやワークの表面からの高さが100μm程度の基準面を成形した。実験の前後で段差を測定し、前後の値を比較することによってワークの除去量δ_Rやホイールの損耗量δ_Wを測定した。またワークと同時にグラ

ファイトの研削を行い、加工表面の段差を測定することによってホイールの弾性変形量 δe を求めた。

δ_R, δ_W ならびに δe を元に、式(2)のように表される ϵ をワークの除去率、 ω をホイールの損耗率、ならびに γ をホイールの弾性変形率と定義した⁽⁷⁾。

$$\epsilon = \delta_R / \Delta, \quad \omega = \delta_W / \Delta, \quad \gamma = \delta e / \Delta \quad \cdots \cdots (2)$$

図2(b)に示したとおり Δ は設定切込み量であり

$$\Delta = \delta_R + \delta_e + \delta_W \quad \cdots \cdots (3)$$

と求められる。

3. スパッタ条件と膜質

3・1 真空中度 表2に示したスパッタ条件、ただしアルゴンガスの流量を $8 \text{ cm}^3/\text{min}$ 、酸素ガスの流量を $0 \text{ cm}^3/\text{min}$ に保った上で、真空中度を変化させた場合に観察された砥粒表面の状態を図3に示す。ダイヤモンド砥粒をステンレス製の基板に付着させ、静止した砥粒に対してプラズマエッチングを2分間行った後、 SiO_2 を30分間高周波スパッタした場合の結果である。図3に示したように、真空中度が増すに従って砥粒の表面にスパッタされた SiO_2 薄膜の凹凸は微細化することが確かめられた。

真空中度を $5 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ とした場合に得られた砥粒表面の原子間力顕微鏡(AFM)画像を図4に示す。真空

度が $5 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ の場合には、 20 nmRy 程度の凹凸をもつ薄膜で砥粒の表面が被覆されていることが明らかになった。ただし現有の装置では、アルゴンガスの流量を $8 \text{ cm}^3/\text{min}$ に保つと真空中度を $5 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ 以上に上げることができなかった。そこで以下の実験ではアシストガス⁽⁵⁾として使用したアルゴンガスと酸素ガスの総流量を $8 \text{ cm}^3/\text{min}$ に固定し、真空中度を $5 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ に保つことにした。

3・2 アシストガスの流量比 高真空中で長時間のスパッタを行うと SiO_2 ターゲットからスパッタさ

Fig. 4 AFM image of the SiO_2 -sputtered film ($5 \times 10^{-2} \text{ Pa}$)

Table 2 Sputtering conditions

Sputtering conditions	RF power: 180 W ($9.2 \text{ W}/\text{cm}^2$)
	RF coil power: 10 W
Etching conditions	Working gas pressure: $5 \sim 5 \times 10^{-2} \text{ Pa}$
	Argon gas flow rate: $6 \sim 8 \text{ cm}^3/\text{min}$
	Oxygen gas flow rate: $0 \sim 2 \text{ cm}^3/\text{min}$
	Target: SiO_2 (purity 99.99%)
	Working distance between target and substrate: 125 mm
	Bias voltage: D.C. 1 kV
	Operation time: $2 \sim 10 \text{ min}$

Fig. 3 Topographs of grain surfaces derived by varying the working gas pressure

Fig. 5 Reflected intensity and binding energy of XPS

Fig. 6 Existence of O_2 in working gas and deposited film composition

れた酸素の一部が排気され、酸素が不足した薄膜が生成される可能性が考えられた。そこで、 SiO_2 を 30 分間高周波スパッタした砥粒の表面に対して X 線電子分光分析 (XPS)⁽⁶⁾ を行い、薄膜の組成を分析した。

アルゴンガスの流量を $8 \text{ cm}^3/\text{min}$ 、酸素ガスの流量を $0 \text{ cm}^3/\text{min}$ と設定した場合の薄膜に対して行った分析の結果を図 5 に示す。図 5 に細線で示した分離スペクトルの面積から薄膜の組成に占める SiO_2 の濃度比を測定した結果、濃度比は 80% と求めることができた。また図 6 に示すように、アルゴンガスの流量を $6 \text{ cm}^3/\text{min}$ 、酸素ガスの流量を $2 \text{ cm}^3/\text{min}$ に設定すると、 SiO_2 の濃度比は 97% に増加することが確かめられた。

このように、アシストガスに酸素ガスを混入すれば薄膜の組成に占める SiO_2 の濃度比は増加する。ただしアシストガスの総流量を $8 \text{ cm}^3/\text{min}$ に保った上で酸素ガスの流量を $2 \text{ cm}^3/\text{min}$ 以上に増加させると、 SiO_2 ターゲットをスパッタするアルゴンイオンの密度が減少するために成膜速度が低下した。そこで以下の実験ではアルゴンガスの流量を $6 \text{ cm}^3/\text{min}$ 、酸素ガスの流量を $2 \text{ cm}^3/\text{min}$ に保つことにした。

3・3 スパッタ時間 真空度を $5 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ 、アルゴンおよび酸素ガスの流量をそれぞれ $6 \text{ cm}^3/\text{min}$ 、ならびに $2 \text{ cm}^3/\text{min}$ に設定した上で、スパッタ時間を変化させた場合に測定された薄膜の膜厚とスパッタ時間との関係を図 7 に示す。ステンレス基板にスパッタされた薄膜の膜厚を表面粗さ計で測定した結果である。成膜速度は $2 \text{ nm}/\text{min}$ 程度であり、砥粒を静止させた状態で 10 分間程度のスパッタを行えば砥粒の表面を厚さが 20 nm 程度の SiO_2 薄膜で被覆できることが明らかになった。

3・4 砥粒のかくはん回数 20 カラットのダイヤモンド砥粒を図 1 に示したステンレス容器に入れ、砥粒に対して SiO_2 を均一にスパッタすることを試みた。ステンレス容器を停止させて 2 分間のプラズマエ

ッチングを行った後、10 分間のスパッタを行った。またスパッタを行った後に 30 秒間容器を回転させて砥粒をかくはんするといった方式での表面処理を行った。

真空度を $5 \times 10^{-2} \text{ Pa}$ 、アルゴンおよび酸素ガスの流量をそれぞれ $6 \text{ cm}^3/\text{min}$ ならびに $2 \text{ cm}^3/\text{min}$ と設定した上で、砥粒のかくはん回数を変化させた場合に観察された砥粒表面の状態を図 8 に示す。ニッケルを無電解めっきした市販の砥粒表面の状態を図 8 に併記している。スパッタを行った後に砥粒をかくはんするといった方式での表面処理を繰返して行ったため、かくはん回数を増加させたとしても砥粒表面に大きな変化は見られない。

4. ホイールの研削性能

4・1 ホイールの耐摩耗特性 表面処理を行って

Fig. 8 Topographs of grain surfaces derived by varying the iteration number of sputtering operations

Fig. 7 Deposited SiO_2 film thickness and sputtering operation time

Fig. 9 Grinding performance of wheels derived by varying WA grain density in the grinding fluid

いない、通常のダイヤモンド砥粒を用いたホイールの研削性能を図9に示す。研削液に混入するアルミナ砥粒の濃度を変化させた場合の結果である。アルミナ砥粒の濃度が2.5 wt%以下の場合には砥粒濃度が増すに従ってワークの除去率は増加しているのに対し、砥粒濃度が2.5 wt%以上の場合には砥粒濃度が増すに従ってワークの除去率は減少している。したがって、砥粒濃度が2.5 wt%以下の場合にアルミナ砥粒はホイールの目詰まりを防止する役割を果たしたのに対し、砥粒濃度が2.5 wt%以上の場合にはホイールを過度にドレッシングし、ホイールを損耗させたと考えられる⁽⁷⁾。

4・2 カップリング剤 図8のように処理された砥粒、ただし、かくはん回数が200回の砥粒を用いた場合に得られたホイールの研削性能を図10に示す。研削液に混入するアルミナ砥粒の濃度を20 wt%に設定した場合の結果である。タイプ1はSiO₂をスパッタしていない通常の砥粒、タイプ2はSiO₂をスパッタした砥粒、タイプ3はSiO₂をスパッタした砥粒の表面をさらにシランカップリング剤で被覆した砥粒を用いた場合の結果である。

ホイールの損耗率に着目すると、タイプ2はタイプ

Fig. 10 Grinding performance of surface modified diamond grains (Type 1: Conventional, Type 2: SiO₂ sputtered, Type 3: SiO₂ sputtered and silane coated)

Fig. 11 Grinding performance and iteration number of sputtering operation

1の50%程度、タイプ3はタイプ1の25%程度に減少していることがわかる。したがって機械的な投錨効果によってホイールの損耗率を50%程度、さらに化学結合の効果によってホイールの損耗率を25%程度減らすことができたと考えられる。そこで以下の実験は、SiO₂をスパッタした砥粒の表面をさらにシランカップリング剤で被覆した砥粒を用いて行うことにした。

4・3 かくはん回数 図10に示したタイプ3と同じ条件下での研削実験をかくはん回数を変化させた砥粒に対して行い、ホイールの研削性能とかくはん回数との関係を求めると図11の結果を得る。ホイールの損耗率は砥粒のかくはん回数が増すに従ってほぼ線形に減少した後、2%程度の値に収束している。このようにSiO₂をスパッタした砥粒の表面をカップリング剤で被覆した砥粒を用いた場合には、市販の砥粒を用いた場合に比較してホイールの損耗率を25%程度の値に減らすことができた。

4・4 真空度 図11と同じスパッタ条件、ただし砥粒のかくはん回数を200回に固定し、真空度を変化させた砥粒を用いた場合に得られたホイールの損耗率と真空度との関係を図12に示す。図9と同様に、研削液に混入するアルミナ砥粒の濃度を変化させた場合の結果である。比較のために、表面改質を行っていない市販の砥粒を用いた場合の結果を図12に併記している。このように真空度を5 Paでスパッタした砥粒を用いた場合に比べ 5×10^{-2} Paでスパッタした砥粒を用いた場合には、ホイールの損耗率が50%程度減少することが確かめられた。これは真空度が増すに従って砥粒の表面を被覆するSiO₂薄膜の凹凸が微細化し、カップリング剤や結合剤と接触する砥粒の表面積が増加したためであると考えられる。

なお市販の砥粒を用いた場合、ホイールの損耗率は研削液に混入するアルミナ砥粒の濃度が増すに従って増加しているのに対し、真空度を 5×10^{-2} Paに保って砥粒の表面改質を行った場合には約2%の値にホイ

Fig. 12 Wheel wear ratio and working gas pressure

Fig. 13 Wheel wear ratios on Ni-plated grains and SiO₂-sputtered grains

ールの損耗率が収束している。これは GC 砥石を用いたドレッシング後の砥粒突き出し高さにばらつきがあり、突き出し高さの高い砥粒が研削時に脱落したためであると考えられる。

4・5 市販の砥粒との性能比較 ニッケルを無電解めっきした市販の砥粒を用いた場合についても同様の研削実験を行い、SiO₂をスパッタした砥粒との性能比較を行った。図 12 と同様に、研削液に混入するアルミナ砥粒の濃度を变化させた場合に得られたホイールの損耗率を図 13 に示す。

砥粒濃度を变化させた各場合とも、ニッケルを無電解めっきした砥粒を用いたホイールの損耗率は SiO₂をスパッタした砥粒を用いたホイールの損耗率を上回っている。またニッケルを無電解めっきした砥粒を用いたホイールの損耗率はアルミナ砥粒の濃度が増すに従って増加しているのに対し、SiO₂をスパッタした砥粒を用いた場合には約 2% の値にホイールの損耗率が収束している。

研削液にアルミナ砥粒を 20 wt% 混入した場合に観察された。研削後のホイール表面の状態を図 14 に示す。ニッケルを無電解めっきした砥粒に比べ、SiO₂をスパッタした砥粒を用いた場合にはより多くの砥粒が結合剤に保持されている。したがってニッケルを無電解めっきした市販の砥粒に比べ、SiO₂をスパッタした砥粒は砥粒と結合剤とを強固に結合する効果があったと判断される。

5. 結 言

ダイヤモンド砥粒の表面にスパッタされる酸化けい素薄膜の凹凸を微細化することによって、結合剤やカップリング剤と接触する砥粒の表面積を増加させ、砥粒と結合剤とを機械的ならびに化学的に強固に結合することを試みた。本研究で得られた結論は以下のよう

Fig. 14 Topographs of wheels after grinding test

に整理される。

(1) 砥粒の表面に付着する酸化けい素薄膜の凹凸は真空度が増すに従って微細化する。なかでも 5×10^{-2} Pa の高真空中でスパッタした場合には、砥粒の表面を 20 nmRy 程度の微細な凹凸をもつ薄膜で被覆できる。

(2) 表面改質を行っていない市販の砥粒に比べると、微細な凹凸をもつ酸化けい素で砥粒の表面を被覆することによってホイールの損耗率を 50% 程度の値に減らすことができる。

(3) 表面改質を行っていない市販の砥粒に比べると、酸化けい素で被覆された砥粒の表面をさらにシランカップリング剤で被覆することによってホイールの損耗率を 25% 程度の値に減らすことができる。

(4) 酸化けい素 SiO₂ を高周波スパッタした砥粒の表面をシランカップリング剤で被覆した砥粒を用いた場合には、ニッケルを無電解めっきした市販の砥粒を用いた場合に比べ、砥粒と結合剤とをより強固に結合することができる。

文 献

- (1) 幸田盛堂, 最近の金型仕上げ加工技術 (1), 機械の研究, 40-10 (1988), 1076-1079.
- (2) Malkin, S., Current Trends in CBN Grinding Technology, *Annals of the CIRP*, 34-2 (1985), 557-563.
- (3) 中前勝彦・ほか 2 名, 日本材料科学学会編, 接着・粘着の化学と応用 (1998), 7, 大日本図書.
- (4) 仙波卓弥・ほか 4 名, 機論, 64-624, C(1998), 3216-3223.
- (5) Vossen, J.L. and Kern, W., *Thin Film Processes*, (1978), 48, Academic Press, New York.
- (6) 山口章三郎監修, 接着・粘着の辞典, (1986), 71-74, 朝倉書店.
- (7) 仙波卓弥・ほか 3 名, 機論, 62-594, C(1996), 338-344.
- (8) 小間篤・八木克道・塚田捷・青野正和, 表面科学入門, (1994), 170, 丸善.