

Ⅲ. 2 EEM(Elastic Emission Machining)による超精密加工法の開発

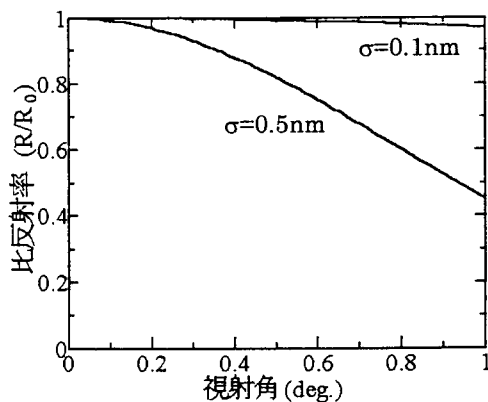
1. 研究の目的と背景

今日、最先端の科学技術の分野では、表面が原子レベルで平滑であり、かつ極めて高い形状精度が必要な様々な機器要素が多く領域で求められている。

たとえば、シンクロトロン放射光を用いて、 $\Delta\lambda/\lambda$ が 10^{-4} 以下の極めて単色性の高い計測用のX線を得るための分光器や、直径 $0.1\mu\text{m}$ オーダーのX線マイクロビーム等、これまでにない新しいX線プローブが提案され、これらを実現するためのX線ミラーには、表面のスロープエラーが $10^{-6}\sim 10^{-7}\text{rad}$ の形状精度が求められる[1]。また、X線領域では表面粗さに起因する散乱により、反射率が大きく影響を受けることから、原子的に平滑な表面も必要である。次式はデバイ・ワラーの式と呼ばれ、マイクロ領域の表面粗さが反射率 R に与える影響を記述したものである。

$$R = R_0 \exp(-(4\pi\sigma \sin\theta/\lambda)^2)$$

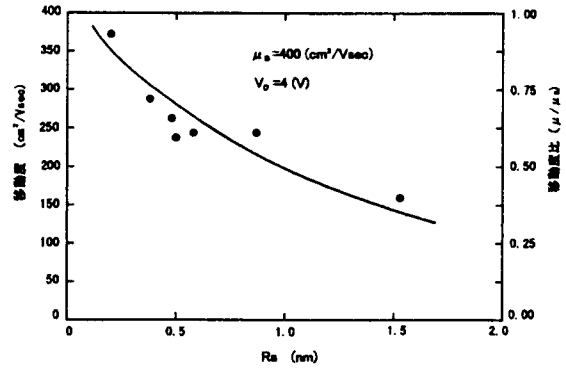
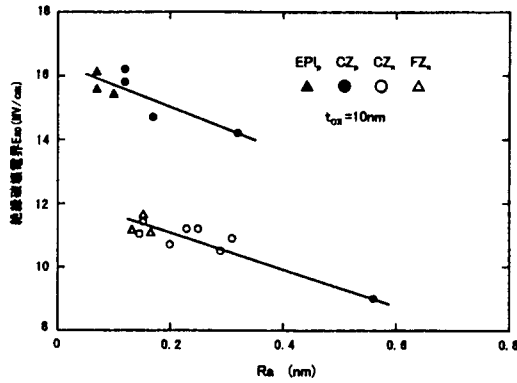
ここで、 σ はrms表面粗さ、 R_0 は表面粗さのない時の反射率、 θ は視射角である。この式をもとに、エネルギー 10keV のX線における表面粗さと反射率の視射角依存性を示したものが図Ⅲ.2.1である。従来技術により作製されるミラーの表面粗さは、rmsで約 0.5nm であり、視斜角 0.4 度の使用において、約 80% の反射率しか得られていない。この値は、ミラーを多数枚使用する必要のある光学系において、大きな問題となる。



図Ⅲ.2.1 表面粗さの異なるミラーにおける反射率の視射角依存性 (X線のエネルギー 10keV)

これらに対して、従来の加工技術ではP-Vで $0.1\mu\text{m}$ の形状精度が限界である。EEMでは、 nm レベルの形状修正が可能であり、これまでに実現されていないP-Vで nm オーダーの形状精度と表面粗さがP-Vで 0.5nm 以下の世界最高性能のX線ミラーを開発できるものと期待できる[3]~[32]。

一方、次世代の半導体では、表面のマイクロラフネスと結晶格子の乱れを共に極限まで低減した基板が必要とされている[2]。Siウエハ表面やSiウエハと酸化膜の界面に存在するマイクロラフネスは、微細化の進む次世代のMOSデバイスの特性に様々な悪影響を与えることが明らかになっている。図Ⅲ.2.2にMOS構造におけるゲート酸化膜とSi基板界面のマイクロラフネスが、ゲート酸化膜の絶縁耐圧やMOSFETにおけるチャンネル移動度に与える影響を示す。これらの図から、マイクロラフネスがあるとゲート酸化膜の絶縁



(a)酸化膜と Si 基板界面のマイクロラフネスがゲート酸化膜の絶縁破壊電圧に及ぼす影響

(b)酸化膜と Si 基板界面のマイクロラフネスが MOSFET のチャンネル移動度に及ぼす影響

図Ⅲ.2.2 マイクロラフネスと MOS デバイスの特性との関係[2]

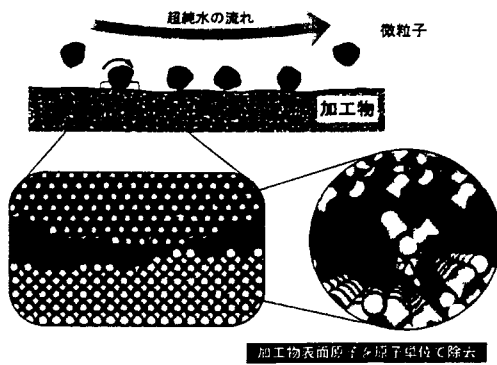
耐圧や MOSFET のチャンネル移動度を著しく低下させることが分かる。このことより、次世代半導体デバイス用の Si ウエハでは、原子レベルの平坦化が強く求められている。一方、現在のウエハ表面の研磨は、砥粒による機械的な加工作用とアルカリ添加剤による化学的な加工作用を最適な条件で併用することによって行われている。ここで、マイクロラフネスのみを低減させる場合、機械的な作用をより強めることによって、これが可能であり、図Ⅲ.2.2 に示される最もマイクロラフネスの小さい表面よりも、さらに平坦な表面の作製が可能であると言われている。しかし、同時に表面原子配列の乱れが生じ、キャリアのライフタイムが低下する等、現在の加工技術では、次世代 Si ウエハに求められる原子レベルで平坦かつ結晶学的な原子配列の乱れない表面を得ることはできていない。

EEM では、原子レベルで平坦な表面の創成が可能であることが、STM 等による測定から分かっている。また、著者等の開発した表面光起電力分光鏡による加工表面の欠陥準位密度の評価からは、EEM 面は機械的な研磨面に対して欠陥準位密度が 1/100 であり、ふっ酸・硝酸系の化学研磨面と同等もしくはそれ以下であることも分かっている [26]。本加工法により、結晶性を乱すことなく原子レベルで平坦な表面を得ることができれば、これまでに知られていない真の Si(001)ウエハの特性を知ると同時に、次世代デバイスの高性能化に寄与するものと期待できる。

本研究は、EEM における微粒子と加工物表面間の反応素過程の第一原理シミュレーションをもとに、より高性能な EEM による超精密加工システムを開発し、実際に X 線ミラーや次世代半導体の加工として実用化することを目指している。

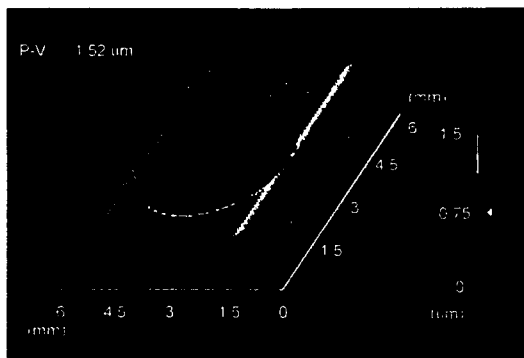
2. EEM の基本原理とその特徴

EEM は、金属酸化物等の微粒子表面の化学的な反応性を利用した全く新しい加工原理に基づく超精密加工法であることが、本研究の一環の中で行われた表面反応シミュレーションの結果より明らかにされた。図Ⅲ.2.3 は、その加工原理を模式的に示したものである。加工物表面との反応性のある微粒子を超純水の流れにより加工物表面に供給し、微粒子表

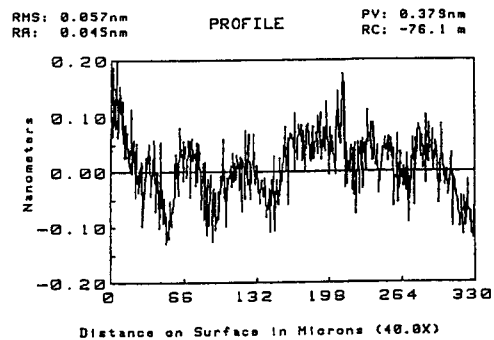


図Ⅲ.2.3 EEM の加工原理

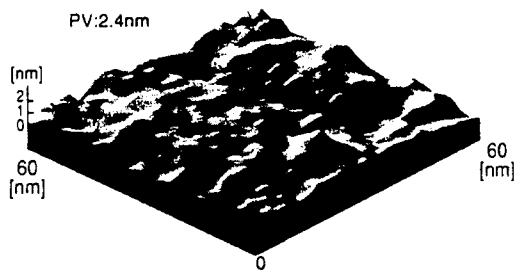
面原子を加工物表面原子と化学的に作用させ、さらに超純水の流れにより微粒子が取り除かれる際、加工物表面原子が微粒子と共に除去されることによって加工が進む。原子単位の加工現象に基づいており、原子レベルで平坦な表面が得られることが明らかにされている。また、微粒子を供給する領域を限定し、加工物表面上の各点において、必要量の加工を行いながら加工物表面全域を走査することにより、任意の自由曲面の創成を行うこともできる。これまで、高分子製の回転球を超純水中で加工物表面と対向させ、このときに発生する流れによって、微粒子を回転球直下の加工物表面に供給し、これを走査することに



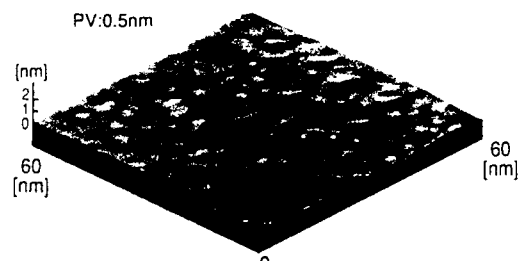
図Ⅲ.2.4 数値制御 EEM により、 $\lambda/100$ の石英オプティカルフラット上に球面加工を行った例



図Ⅲ.2.5 WYKO TOPO-2D により測定した表面粗さ



(a) 超 LSI 用の Si ウエハ表面



(b) EEM 加工面

図Ⅲ.2.6 超 LSI 用の Si(001)ウエハ表面および EEM 加工面の STM(Scanning Tunneling Microscopy)観察像の比較

より、数値制御 EEM 加工を実現した。図Ⅲ.2.4 は、本方法により、 $\lambda/100$ の石英オプティカルフラット上に球面形状加工を行った例である。測定は WYKO TOPO-3D によって行っており、目的形状との差から、最大除去深さ $1.5\mu\text{m}$ の加工において、形状誤差は 10nm 以下であることが分かっている。また、図Ⅲ.2.5 はその表面の粗さを WYKO TOPO-2D により測定した例であり、表面粗さが P-V で 0.4nm 以下の鏡面が得られることを示している。また、図Ⅲ.2.6 は、Si(001)ウエハを加工し、その表面を STM(Scanning Tunneling Microscopy)によって観察した結果を示している。超 LSI 用 Si では、P-V で 2nm 程度のマイクロラフネスがあるのに対して、EEM 加工表面では P-V で 0.5nm の原子レベルの平坦面が得られることが分かる。

3. 研究実施項目

本研究の目的を達成するために、具体的に実施した研究項目を以下に示す。

- (1) 高出力レーザーミラー用数値制御 EEM 加工装置の開発 (光洋精工株式会社)
- (2) EEM 用微粒子製造装置の開発 (セントラル硝子株式会社)
- (3) 加工雰囲気的清浄化と加工特性の評価 (委託研究(大阪大学)、大阪工業技術研究所)
- (4) 数値制御 EEM 用加工ヘッドの開発 (大阪工業技術研究所)
- (5) 数値制御加工システムの開発と非球面の創成 (大阪工業技術研究所)
- (6) 第一原理分子動力学による EEM の加工メカニズムの解明 (委託研究(大阪大学)、大阪工業技術研究所)

なお、項目(6)については、別章(Ⅱ.2)において報告する。

4. EEM 加工における加工雰囲気制御

4.1 加工環境のウルトラクリーン化の必要性

EEM 加工は、微粒子と加工物表面間の化学反応に基づく加工法である。加工物表面原子は原子単位で除去され、その集積として原子的に平滑な自由曲面の創成が行われる。しかし、加工物表面に不純物が導入されると微粒子・加工物表面間の本来の化学的相互作用が阻止、または、異常に促進される等の作用があり、加工精度に影響をあたえる。また、加工物表面と反応性のある不純物が導入されると表面組成が変化し、微粒子との反応性が大きく変化する場合もある。EEM 加工は超純水中で行われることから、加工環境である超純水の純度の管理は極めて重要である。これまでに、EEM 加工において、加工精度に影響を与える可能性がある不純物であることが分かっているものについて、以下にその作用を整理する。

4.2 加工液中の有機物の影響

超純水中の有機物分子は、加工物表面あるいは微粒子表面上に吸着することによって微粒子と加工物表面間の化学反応に影響を与える。特に、加工物表面に吸着すると、微粒子との化学的作用を妨害し、加工表面のマイクロラフネス発生の原因となることが分かっている。本研究の一環で開発するシステムでは、加工液循環精製システムを導入し、この値を 1ppb 以下に抑えた。

4.3 加工液中の溶存酸素の影響

超純水中の溶存酸素は、加工物表面と反応し、その表面を酸化させる場合がある。特に加工物が Si 表面の場合、極めて高速の酸化が発生することが分かっている[27][29][30]。EEM では微粒子の輸送のため、加工物表面に速度勾配 5m/sec/1 μ m 以上のせん断流を発生させる必要がある。ところが、Si 表面がこのようなせん断流にさらされる時、超純水中の溶存酸素濃度が 9ppm (室温における飽和濃度) の場合では、1 時間に約 40nm を超える極めて高速な酸化が生じることを明らかにした。図 III.2.7 は、1 時間のスポット加工により形成された酸化膜の膜厚分布を示している。これは、従来より、報告されている溶存酸素濃度 9ppm の純水中における酸化速度(1nm/day)に比べて、2 桁以上も大きな値であり、激しいせん断流下では、こうした表面反応が極めて大きな問題になることを示している。しかし、溶存酸素濃度を 10ppb 以下に抑えることによって、同じ条件下においても、表面の酸化を完全に抑制できることも明らかにしている。本項目についても、本研究の一環で開発するシステムでは、この値を 1ppb 以下に抑えた。

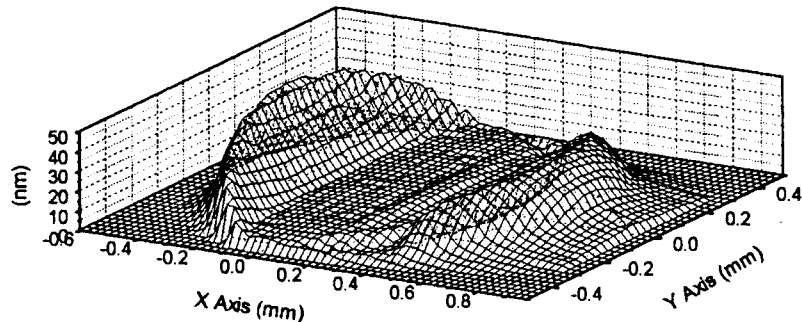


図 III.2.7 溶存酸素 9ppm の純水中で回転型加工ヘッドにより、EEM 加工時と同等のせん断流を Si(001)表面上に作用させた時に形成された酸化膜厚分布 (実験時間：1 時間)

4.4 加工液中の無機不純物イオンの影響

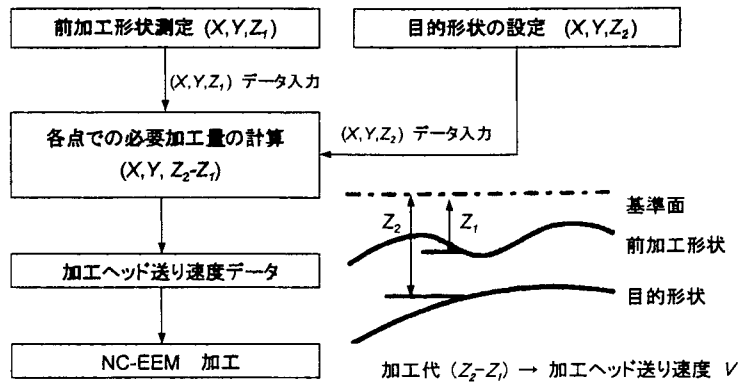
代表的な無機不純物イオンに金属イオンがある。これらは、加工物表面の汚染の原因となり、加工物が Si ウエハの場合では、Cu イオン等の残留によりデバイス特性に大きな影響を与えることが分かっている。また、微粒子と加工物表面間の化学反応の際、触媒作用等により、反応を異常に促進したり、妨害したりすることが考えられ、加工精度にも大きな影響を与えることが予想される。開発するシステムでは、高性能なイオン交換システムの導入により、無機不純物イオン濃度を 1ppt 以下まで低減することができる。

5. 数値制御 EEM 加工の基礎研究

5.1 数値制御 EEM 加工システムの基礎概念

EEM における加工量は、加工条件が一定のとき、加工ヘッドが加工点に滞在する時間に比例することが分かっている。このため、各点での必要加工量に応じた走査速度で加工ヘッドを走査することにより、任意の目的形状の加工を行うことができる。本研究で開発

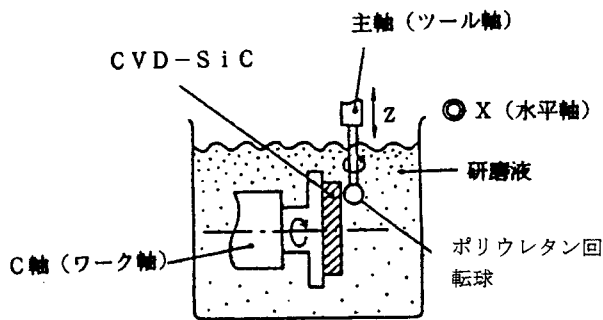
した制御システムでは、図Ⅲ.2.8 に示すように、前加工面形状と所定の目的形状を制御用のパーソナルコンピュータに入力することにより、自動的に各点での必要加工量が計算され、加工ヘッドの送り速度データに変換される。このデータに基づき、各軸の駆動用サーボモーターを制御し、数値制御による形状修正加工が実行できる。



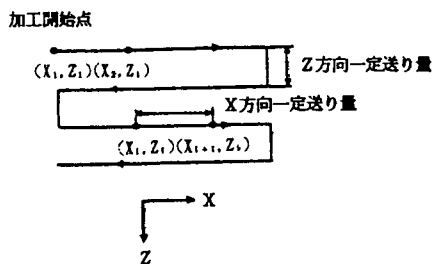
図Ⅲ.2.8 数値制御 EEM 加工の概念図

5.2 基礎研究に用いた数値制御 EEM 加工システム

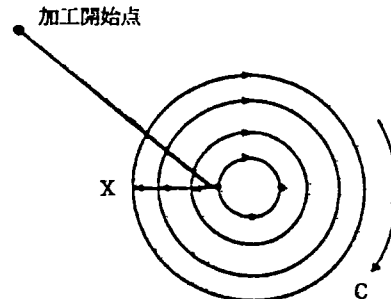
試作装置[26]～[32]の制御軸構成は図Ⅲ.2.9 に示す様な3軸 (X, Z, C 軸) 数値制御システムである。X、Z 軸は、高精度ボールスクリューに連結されたDCサーボモーターで駆動し、C 軸は X 軸上に取り付けられており回転部を DC サーボモーターで駆動する構造である。ポリウレタン球の回転用に無段変速モータ (0 ~ 4000rpm) を用い、回転球は任意



図Ⅲ.2.9 試料および加工ヘッドと制御軸の関係



図Ⅲ.2.10 加工ヘッドの X-Y 走査の経路

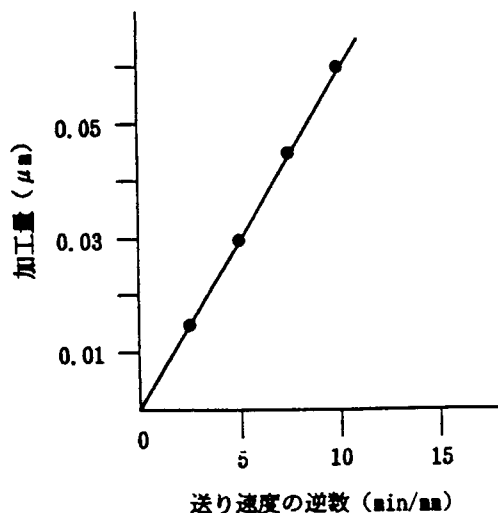


図Ⅲ.2.11 加工ヘッドの軸対象走査の経路

定できる。また、加工現象の安定性が重要であるため、加工液を一定条件に保つよう恒温装置及び循環ポンプを取り付けた。これら3軸の駆動機構を用いて、本装置では対象物の表面形状によって図Ⅲ.2.10、11に示す2種の加工経路を選択することができる。図Ⅲ.2.10のX-Z軸加工は、C軸を停止した状態で加工ヘッドに取り付けたポリウレタン回転球を加工開始点から+X方向に順次 $\Delta x/\text{step}$ ずつ送りを与え、さらにZ方向に $\Delta z/\text{stroke}$ の送りを与えて全面を加工する方法である。図Ⅲ.2.11のX-C軸加工は、ポリウレタン回転球を加工開始点に持って行き、回転ホルダーの回転軸(C軸)を一定角度ずつ動かしながら、円周上を1回転させる。次にX軸を一定送り量移動させて、次の円周上を1回転させる。この動作を順次繰り返して全面を走査する方法である。この経路は軸対称な曲面、非球面の加工に適している。図Ⅲ.2.12は、本試作装置の加工特性(加工量と送り速度との関係)を示す。表Ⅲ.2.1はその時の加工条件である。

表Ⅲ.2.1 加工条件

項目	
加工物材料	CVD-SiC
微粒子材料	SiO ₂ 粒径 0.08mm
加工液濃度	1.0w%
加工荷重	1N
ポリウレタン回転球の直径	58mm
ポリウレタン回転球の回転速度	900rpm
加工液温度	20℃



図Ⅲ.2.12 送り速度の逆数と加工量の関係

加工量が送り速度の逆数に極めて正確に比例していることが分る。またこの特性は時間的にも安定している。この加工特性を用いて各点ごとの加工量に応じてポリウレタン球の送り速度を制御しながら、加工対象全域を走査することにより自由曲面の高精度な加工が可能となる。

5.2 数値制御 EEM による超精密光学素子の加工

5.2.1 X線用 CVD-SiC ミラーの非球面加工

X線ミラー材料として使用される SiC は、基材に焼結 SiC などを用い、基板表面に数百 μm 程度の厚さに化学蒸着 (Chemical Vapor Deposition) させた CVD-SiC である。今回、用いた CVD-SiC はアメリカ、Morton 社製の材料である。加工は (1) 研削による基材の形状加工 (2) CVD-SiC 層の化学蒸着 (3) 研削による表面の形状加工 (4) EEM を用いた形状修正加工の手順で行った。目的非球面の形状を図 III.2.13 に示す。前加工面はオプティカルフラットである。

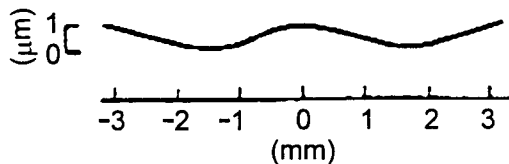


図 III.2.13 目的非球面形状

X-C 軸加工法で加工した非球面の形状誤差を図 III.2.13 に示す。触針式により測定した加工精度は $\pm 0.035\mu\text{m}$ 以内の精度で加工されていることがわかる。被測定物を非接触で、かつ傷つけることなく高速で表面粗さ 0.1nm 以下の表面粗さの測定ができる三次元微小表面形状測定機で測定した表面粗さは、図 III.2.14 に示すように 0.16nm である。本実験の結果より、極めて平坦であり、これまでの加工法では実現することの出来なかった P-V $0.01\mu\text{m}$ オーダーの高い非球面形状創成が可能であることが実証できたものと言える。

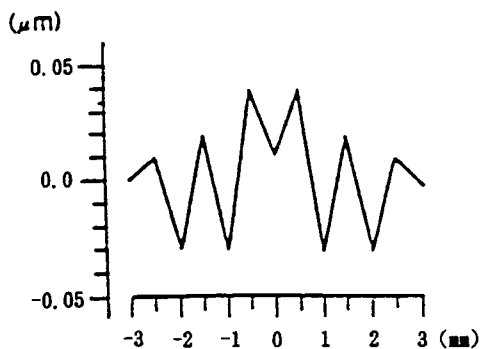


図 III.2.13 加工面の所定形状からの誤差

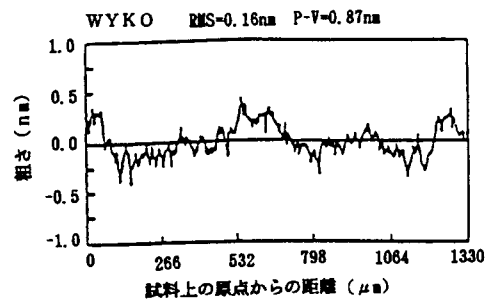
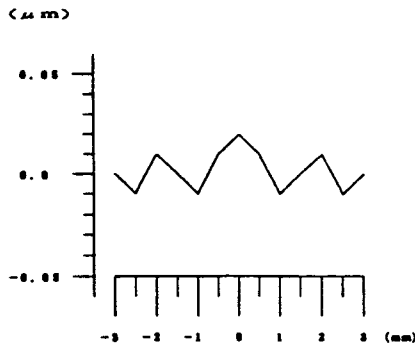


図 III.2.14 加工表面の表面粗さ

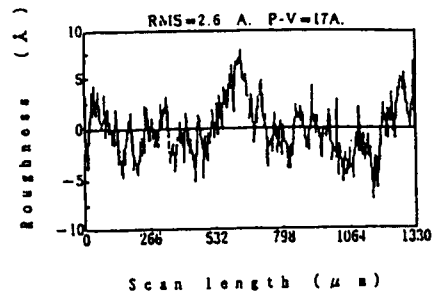
5.2.2 石英の非球面加工

非球面レンズの有用性は古くから知られている。一般によく用いられている非球面レンズとは軸対称自由曲面を有するレンズのことである。光学系にこれを採用すれば、系の収差補正の自由度が大きくなり、光学系レンズの枚数の削減、高性能化、小型・軽量化を同時に達成することができる。しかし、非球面研磨は非常に難しく、長年にわたり積み上げられた職人的な高度の技能に依存しているのが実状であり、その技術の確立が望まれている。本研究では、目的とする非球面に近似した球面あるいは平面を精度良く前加工、EEM を用いて残るわずかな非球面量だけを加工することにより、石英の非球面加工を行った。目的非球面形状は、前節と同じである。前加工面も同様にオプティカルフラットを用いた。

X-C 軸加工法で加工した非球面の形状誤差を図Ⅲ.2.15 に示す。触針式により測定した形状精度は $\pm 0.015\mu\text{m}$ 以内の精度で加工されていることがわかる。被測定物を非接触で、かつ傷つけることなく高速で表面粗さ 0.1nm 以下の表面粗さの測定ができる三次元微小表面形状測定機で測定した表面粗さは、図Ⅲ.2.16 に示すように 2.6nm である。本実施例においても、従来加工技術では実現不可能な高い加工精度が得られていることが分かる。



図Ⅲ.2.15 目的形状からの誤差



図Ⅲ.2.16 加工表面粗さ

5.3.3 基礎実験装置による当面のEEM加工の適用予定

EEM の応用加工として、赤外域用レーザミラーの基板研磨がある。赤外域用レーザミラーは、その使用される環境および条件、レーザ出力や動作条件によって基板材料の最適化が必要となる。レーザミラー基板材料は、Si、Cu、W、Mo 等が使われている。

基板は、どんな方法で研磨しても基板材料と研磨の不完全さのために微視的なクラック、スクラッチ、デグなどが残存している。このような基板面上に誘電体多層膜をコートして部分反射ミラーを製作した場合、これらの表面欠陥部分では局所的に電界強度が増強されるため、ミラーのレーザ耐力は低下する。ミラー基板の表面粗さがミラーのレーザ耐力に影響を与える理由は次のようになる。すなわち、基板の表面粗さが大きくなると、その基板上的ミラーの表面粗さも大きくなる。このため膜厚の均質性が悪くなり、膜厚が設計値よりずれている。膜厚の設計値からのずれに応じてミラーを構成する膜内の電界強度が大きくなる結果、ミラーのレーザ耐力が低下する。

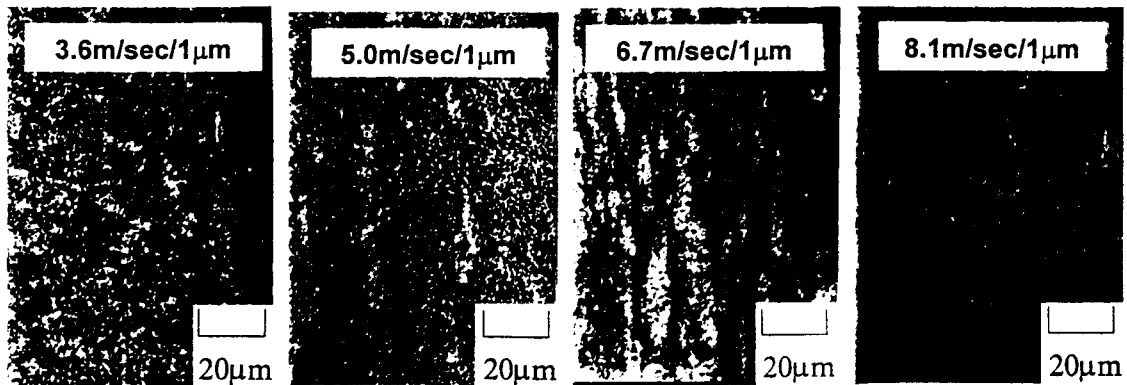
EEM を用いて Si 基板の研磨を行った結果は、図Ⅲ.2.6 に示す通り原子的に平坦な表面が得られており、今後、Mo、W 等への適用を行う予定である。

6. 数値制御用 EEM 加工ヘッドの設計・開発

6.1 微粒子輸送の基礎概念と EEM 加工ヘッドに要求される項目

EEM では、微粒子表面と加工物表面間で化学結合が生じ、その後に微粒子が加工物表面から分離する際、加工物表面の原子とともに分離することによって、加工が進行する。EEM において微粒子の供給は超純水の流れを利用して行われる。また、加工物表面に界面化学結合を伴って付着する微粒子を再度取り除くためにも、超純水の流れが用いられる。加工物表面に付着する微粒子を流れによって取り除くためには、表面上に極めて強いせん断流を発生させる必要がある。図Ⅲ.2.17 は、表面に付着させた微粒子を除去するのに必要な力を発生させるのに必要なせん断流の強さを調べたものである。粒径 $0.1\mu\text{m}$ の ZrO_2

微粒子を分散した超純水中に Si(001)表面を約 1 分放置して微粒子を付着させた後、試料表面上に超純水のせん断流れを発生させ、約 10 分間流れにさらした後に微粒子の付着状態を光学顕微鏡によって観察した。せん断流れの速度勾配と付着微粒子の除去状態の関係から、 $5\text{m/sec}/1\mu\text{m}$ 以上の速度勾配を超えると効果的な微粒子の除去が進むことがわかる。



図Ⅲ.2.17 Si(001)表面上吸着 ZrO_2 微粒子（粒径 $0.1\mu\text{m}$ ）の除去のせん断流強さ依存性

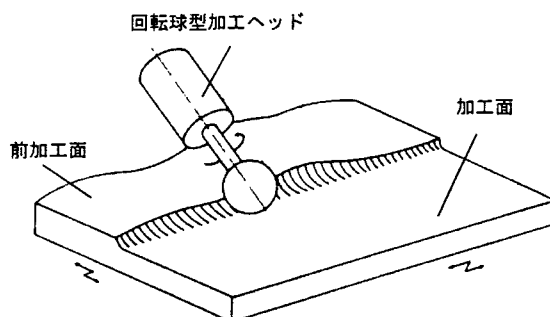
以上の、微粒子輸送の基礎概念に基づき、超精密数値制御 EEM 加工システムを実現させるための EEM 加工ヘッドに要求される項目を整理すると以下のようになる。

- 1) 形状修正加工を実施するため、加工物上の所定の領域にのみ流れを発生できること。
- 2) 加工物表面に強いせん断流を発生できること ($5\text{m/sec}/1\mu\text{m}$ 以上)。
- 3) 加工ヘッドの姿勢や加工物表面とのギャップに加工物表面上の流れが影響されにくいこと。
- 4) 加工ヘッドが加工液の汚染源にならないこと。

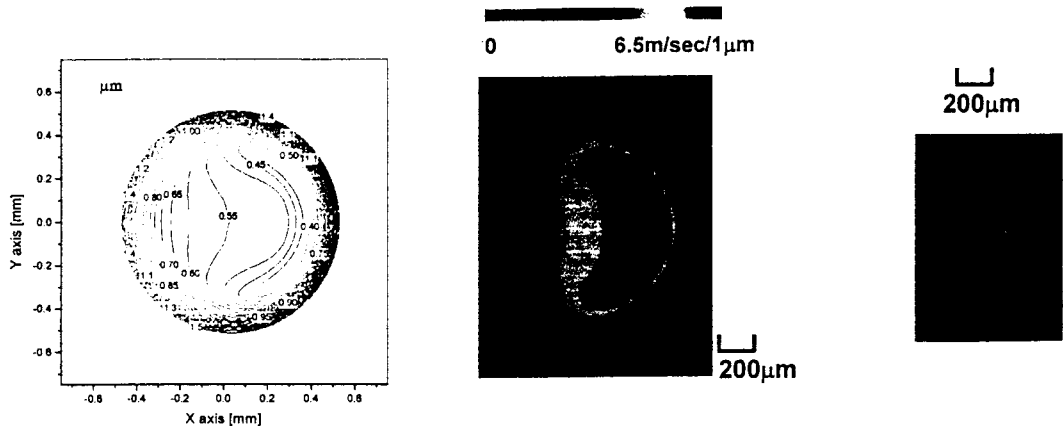
6.2 中空 AI 回転球型加工ヘッドの設計・開発

6.2.1 従来の回転球型加工ヘッドについて

これまで、EEM では高分子製の回転球型加工ヘッドが用いられてきた。図Ⅲ.2.18 に示すように、回転球を加工物表面に対向させ、回転球と加工物表面間に 1mm 程度の流体球



図Ⅲ.2.18 回転球型加工ヘッドによる数値制御 EEM 加工の概念図



(a) 流体潤滑領域の流体膜厚分布 (b) 流体潤滑領域のせん断流の速度勾配分布 (c) 加工痕形状

図Ⅲ.2.19 回転球型加工ヘッドにおける流れの状態と加工痕の一例

と加工物表面間の流体膜厚分布とせん断速勾配分布およびこのときの加工痕の形状を示している。5m/sec/1 μ m 以上の速度勾配をもつせん断流れが発生している領域と加工痕の形状が一致していることが分かる。この流れによって、直径 0.1 μ m の微粒子が 10¹⁸ 個/m²·sec のレートで加工物表面に供給されている。このときの加工速度から、微粒子 1 個が流体潤滑層を通過する間に 10 から 100 個の加工物表面原子を除去していることが分かっている。前節で示した成果など、これまでに行われた基礎研究は、回転球型加工ヘッドによって行われたものである。しかし、加工ヘッドからの有機物分子の溶出を避けることができず、加工環境の汚染が問題となっていた。

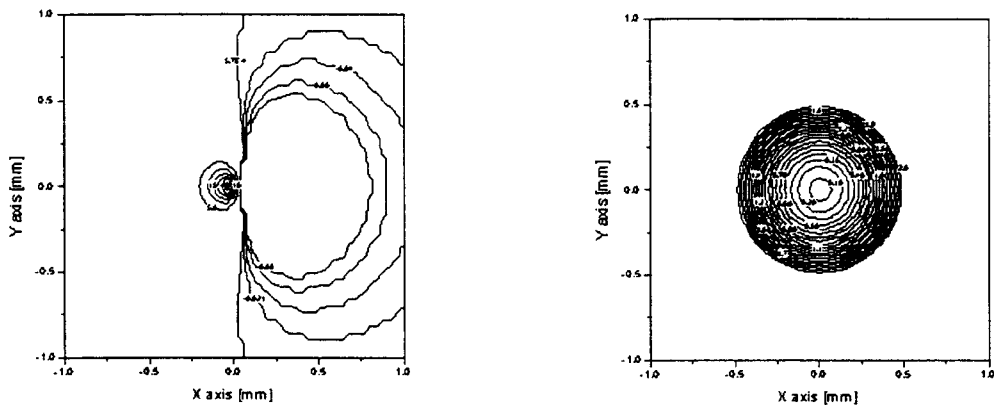
6.2.2 中空 AI 回転球型加工ヘッドの設計

(1) AI 製回転球による流れの解析

従来より数値制御 EEM 加工用に用いられてきた回転球型加工ヘッドは、ポリウレタン製であったが、加工環境の清浄化の関点から、高分子材料は加工液の有機物汚染の原因となる。そこで、アルミニウムを回転球の材料として用いた場合の流れの解析を以下に示す計算条件で行った。X 軸上の圧力と膜厚の分布を図Ⅲ.2.20 に示す。

表Ⅲ.2.2 計算条件

項目	
水の粘度	1.09 × 10 ³ Pa·s
回転周速度	3m/s
回転球半径	60mm
負荷重	1.0N
アルミの弾性率	7.03 × 10 ¹⁰ Pa
アルミのポアソン比	0.345
Si の弾性率	1.74 × 10 ¹¹ Pa
Si のポアソン比	0.26
計算領域	2.0mm × 2.0mm



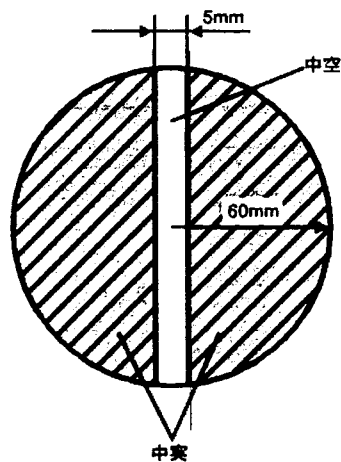
(a) 圧力分布 (b) 膜圧分布

図Ⅲ.2.20 加工物と中空 Al 回転球間の流れ

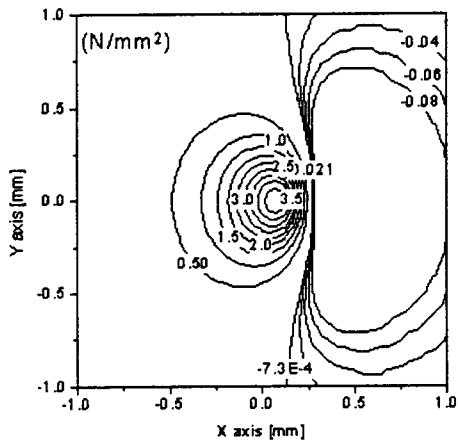
図より、アルミの弾性率がポリウレタンの約 350 倍あることから、回転球の変形は微小になり、最大 $0.1\mu\text{m}$ の流体膜厚しか得られていないことが分かる。

(2) アルミ製中空回転球の解析

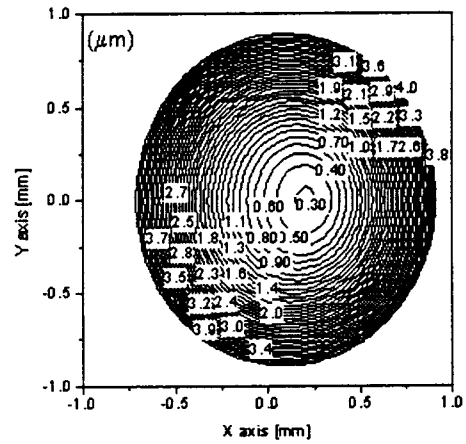
中空のアルミニウム製回転球では、十分な回転球の変形が選られず、微粒子の輸送に適した流れを作ることができない。従って、見かけの剛性を低下させるために、図Ⅲ.2.21 に示す一部が中空の構造を持つ回転球を考案した。加工荷重を受ける部分のみが中空構造となっており、この部分が容易に変形することから、これまでにポリウレタン製回転球により実現された、約 $1\mu\text{m}$ のギャップをもつ弾性流体潤滑状態を得ることが出来るものと考えられる。図Ⅲ.2.22 は、加工荷重 1N の場合に、アルミニウム殻の厚さを様々に変化させた場合の流体の圧力分布と膜圧分布を示したものである。図より明らかなように Al 球殻厚さが 0.2 から 0.25mm の領域では、必要十分な流体膜厚が得選られていることが分かる。特に、0.25mm の場合では、ポリウレタン製回転球の場合では避けることのできなかつた馬蹄形の加工痕形状の問題をも解決できる可能性があることが分かる。



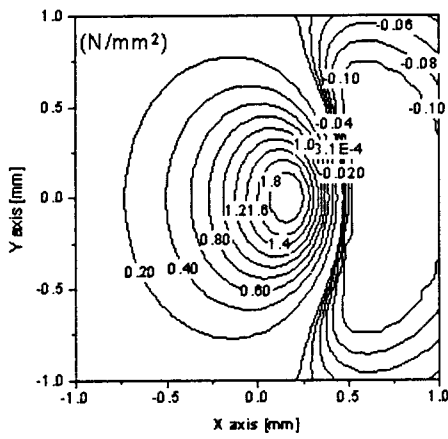
図Ⅲ.2.21 中空回転球の構造



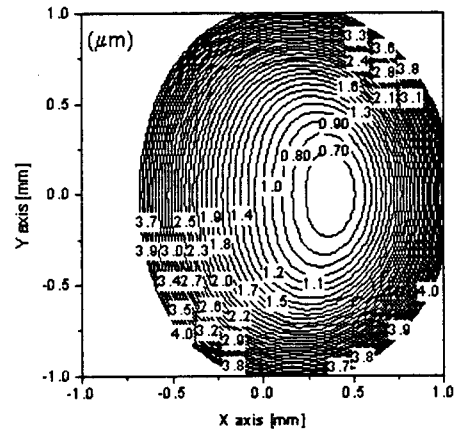
(a) 圧力分布 (球殻厚さ 0.2mm)



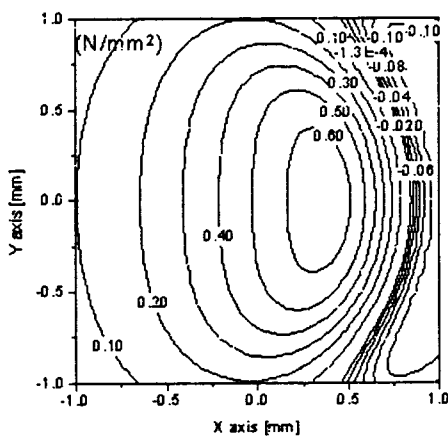
(b) 流体膜圧分布 (球殻厚さ 0.2mm)



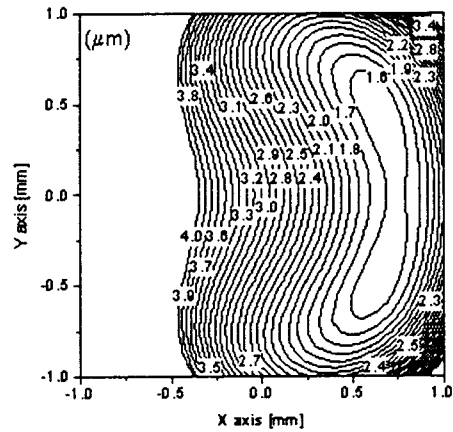
(c) 圧力分布 (球殻厚さ 0.25mm)



(d) 流体膜圧分布 (球殻厚さ 0.25mm)



(e) 圧力分布 (球殻厚さ 0.3mm)



(f) 流体膜圧分布 (球殻厚さ 0.3mm)

図Ⅲ.2.22 加工物と中空 Al 回転球間の流れ

6.3 超高压力流体ノズル噴射流れを利用した加工ヘッドの設計・開発

6.3.1 超高压力流体ノズル噴射流れを利用した加工ヘッドの提案

回転球型加工ヘッドでは加工ギャップが $1\mu\text{m}$ 以下と極めて小さいことから、2次粒子の影響を受けやすいことに加え、ヘッドの姿勢や回転球の加工精度が、極めて敏感に加工物表面の流れに影響していた。大型であり、かつ極めて厳しい加工精度や表面平滑性の要求されるX線ミラーを始め、次世代のSiウエハ等の加工を行うためには、長時間安定して性能を維持する必要がある、より高性能な加工ヘッドが求められる。

本研究では、新たに超高压力流体ノズル噴射流れを利用した加工ヘッド（以後、超高压ノズル型加工ヘッドと呼ぶ）を提案した。この加工ヘッドは以下のような特徴を持つ。

- 1) ノズル部の構成材料は単結晶ダイヤモンドであり、加工環境への汚染源とならない。
- 2) ノズル先端近傍の必要領域にのみ所定の流れを発生できる。
- 3) 加工物表面とのギャップを十分に大きくすることができ、その変動による流れへの影響が極めて小さい。
- 4) 加工物表面とのギャップを十分に大きくすることができ、2次粒子の混入等の外乱に対して安定である。

これらの特徴は、従来より用いられてきた高分子製の回転球型加工ヘッドのもつ欠点を全て解決できる可能性を示している。また、ノズル型加工ヘッドでは、加工槽全体に大きな流れを発生する回転球型加工ヘッドに比べて、微粒子を加工物表面上に供給するための方法にも自由度が大きい。その例を以下に列挙する。

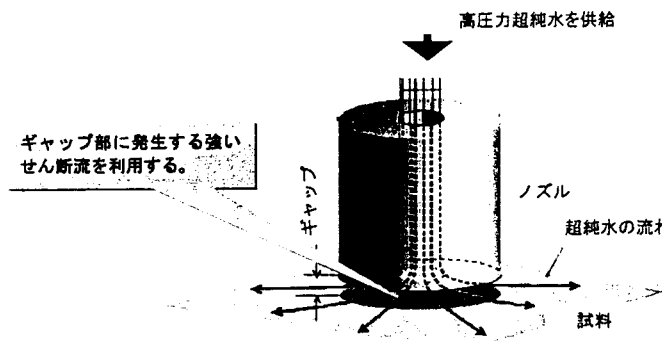
- 1) 微粒子を含んだ超純水である加工液を直接ノズルから噴射し、加工物表面に供給する。
- 2) ノズルからは超純水のみを噴射し、加工槽内の加工液に含まれる微粒子が拡散で表面に吸着することを利用して供給する。
- 3) ノズルからは超純水のみを噴射し、接近させた別の加工液供給口から加工液を供給し、超純水の流れに乗せて微粒子を供給する。

今後、これらの微粒子供給法について、加工実験の実施により、それぞれの特徴を明らかにしていく予定である。

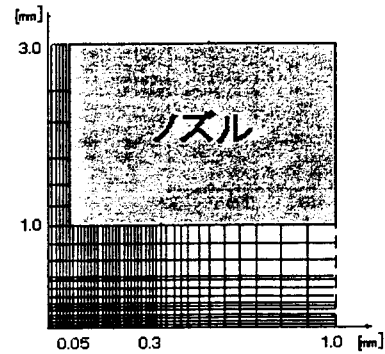
6.3.2 超高压ノズル型加工ヘッドの設計

超高压ノズル型加工ヘッドの概念図を図Ⅲ.2.23に示す。ノズル先端(下面)より加工液または超純水を吹き出すことにより加工物表面上にせん断流を発生させる。超高压ノズル型加工ヘッド先端から放出される加工液の流れを解析するため、図Ⅲ.2.24に示すモデルを用い、非圧縮性流体近似の下でナビエーストークスの運動方程式を差分法によって数値的に解いた。本計算では軸対称モデルを仮定し計算を行った。計算は、ノズルの穴径を 0.1mm 、外径を 2mm とし、ギャップ 1mm 及び 2mm の場合について行った。また、流体の供給圧力は 1000 気圧とした。図Ⅲ.2.25及び図Ⅲ.2.26に、それぞれのギャップの場合の、圧力分布、ノズル穴方向および半径方向の流れ分布を示す。計算結果より、解析領域における流体の粘性による圧力損失は約 50 気圧程度であることが分かる。流入部では、約 950 気圧の動圧に相当するノズル穴方向の流れ(約 450m/sec)が発生しており、この流れは試料表面近傍までほぼ直進した後減速している。その際、試料表面近傍で動圧が静圧に変換され、約 950 気圧の静圧が発生した後、半径方向の流れとして動圧に再変換される。半径方

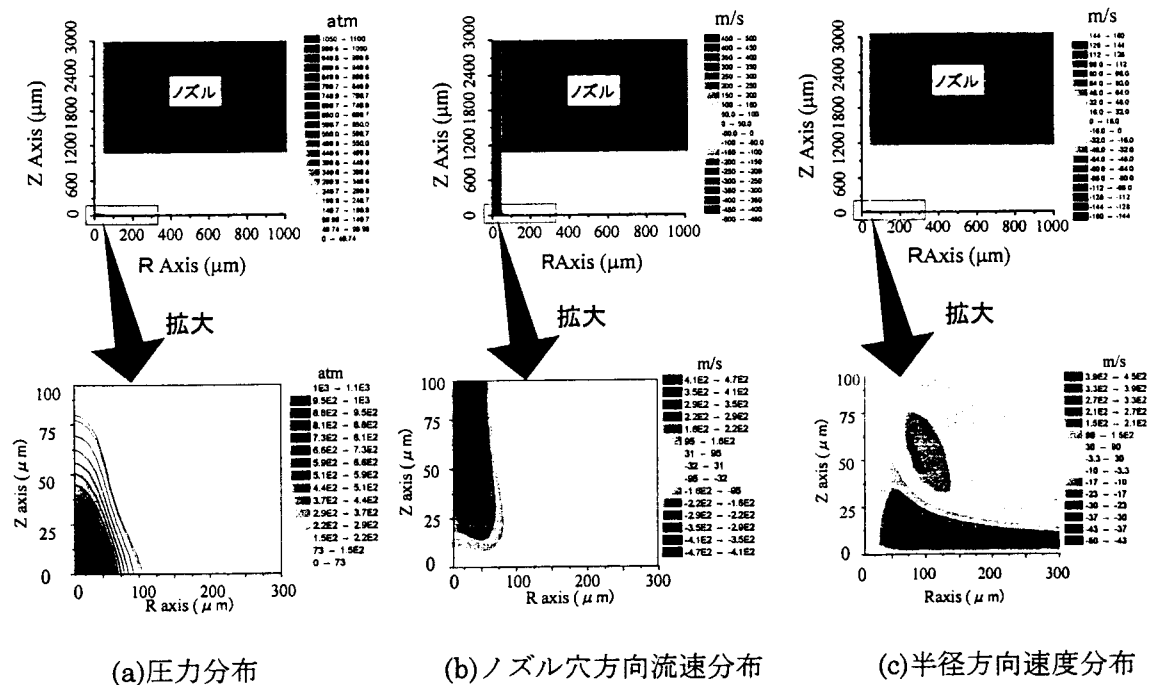
向の流れは、加工物表面に沿って極めて薄く層状に発生しており、ギャップ 1mm、2mm の場合とも、加工物表面上の最大速度勾配は、100m/sec/1 μ m 程度が得られていることが分かる。これらの結果は、EEM において必要となる加工物表面上のせん断流れを非常に効果的に発生できることを示すものである。また、ギャップ 1mm の場合と 2mm の場合では、ほぼ同等の流れが発生しており、このことはギャップ制御が極めて容易であることを示している。この結果は、ノズルをスリットに代えた場合も同様に成り立つため、スリットからの噴射流れを利用したラインスキャンタイプの数値制御 EEM も可能である。



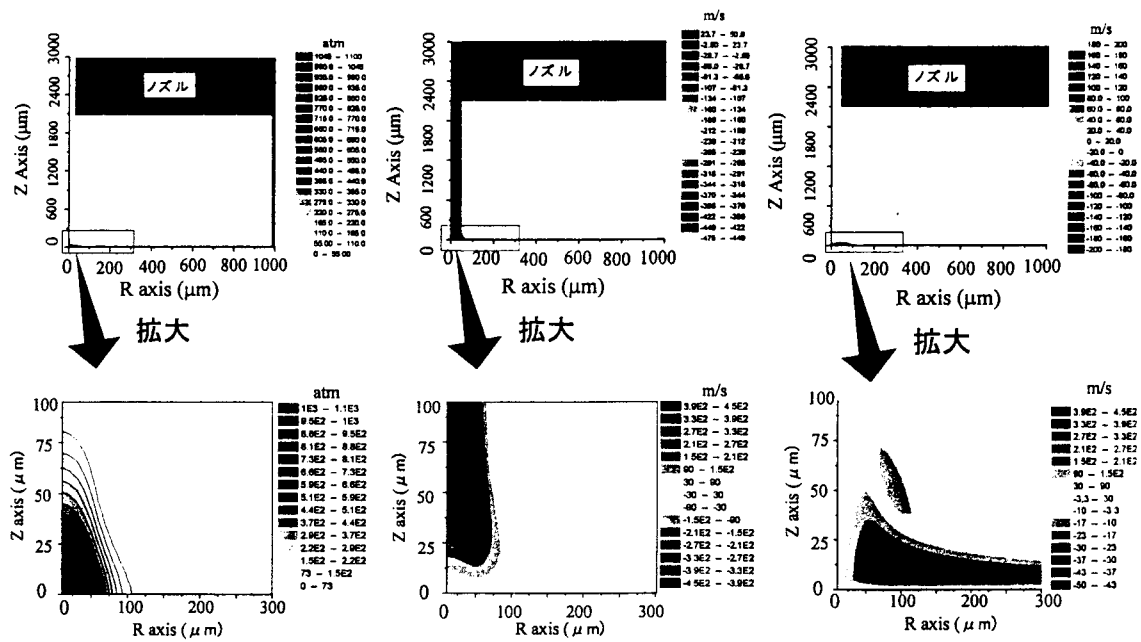
図Ⅲ.2.23 超高压ノズル型 EEM 加工ヘッド概念図



図Ⅲ.2.24 解析モデル



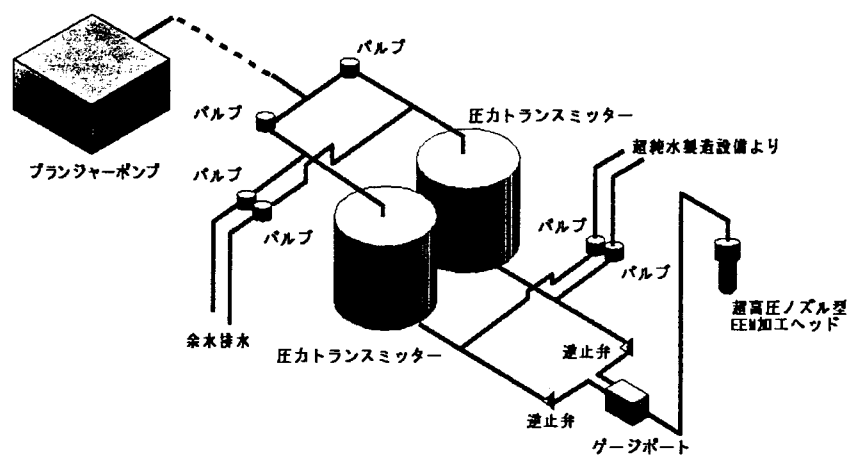
図Ⅲ.2.25 ギャップ 1mm の場合のノズル先端近傍の流れ



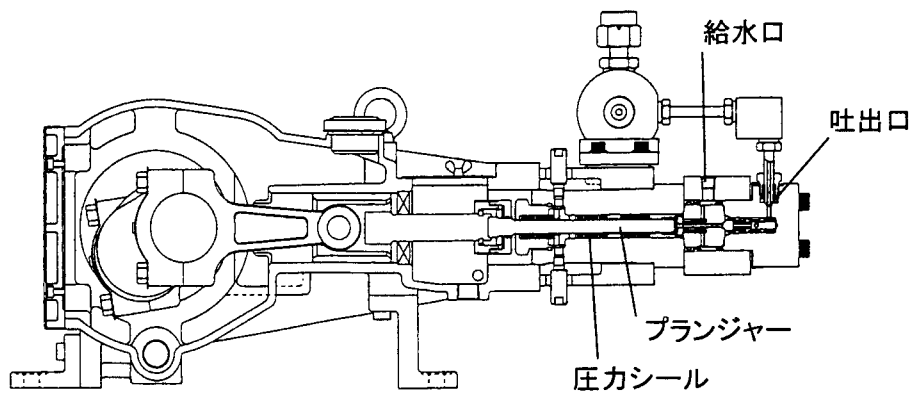
(a)圧力分布 (b)ノズル穴方向流速分布 (c)半径方向速度分布
 図Ⅲ.2.26 ギャップ 2mm の場合のノズル先端近傍の流れ

6.3.3 超高压加工液または超純水供給システムの開発

超高压ノズル型加工ヘッドに超高压加工液または超純水を供給するための、超高压加工液または超純水供給システムのブロック図を図Ⅲ.2.27 に示す。圧力発生用のポンプには、プランジャーポンプを使用した。プランジャーポンプは、一般に流体用に用いられる渦巻きポンプとは異なり、図Ⅲ.2.28 に示すように、ピストンによりシリンダー内の流体を直接を加圧するものであり、シリンダー容積とピストンの往復速度に応じた比較的小さい流量しか得られないが、吐出流体の圧力を 1000 気圧を超える超高压力にすることができる。本システムで採用したポンプの性能を表Ⅲ.2.3 にまとめる。ポンプの構造から明らかなように、超純水または加工液を直接ポンプで加圧するとポンプ内の摺動部からの汚染が発生する。このため、加工槽に導入する超純水または加工液を SUS316 製のベローズを介し



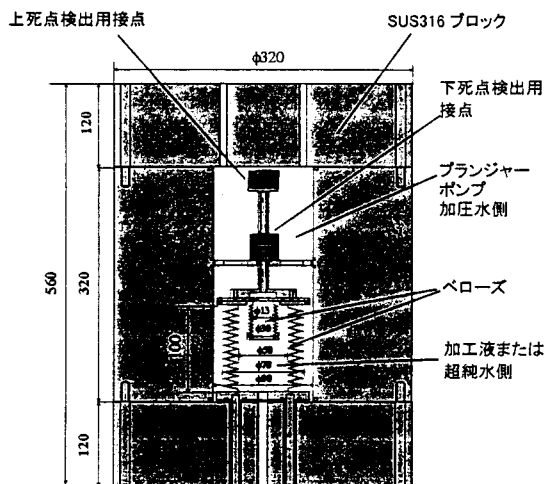
図Ⅲ.2.27 超高压加工液または超純水供給システムのブロック図



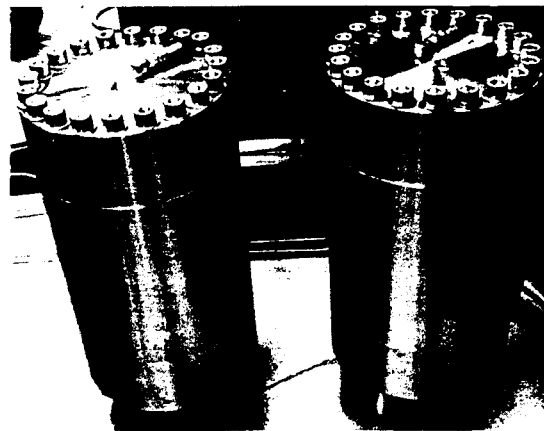
図Ⅲ.2.28 プランジャーポンプの構造

表Ⅲ.2.3 本システムで使用するプランジャーポンプの性能

吐出圧力 (atm)	吐出流量 (ℓ/min)	所要動力(kW)
0	4.40	0.77
500	4.25	4.15
800	4.20	6.14
1000	4.14	7.47
1200	4.05	8.74



図Ⅲ.2.29 圧力トランスミッタ構造



図Ⅲ.2.30 圧力トランスミッタの外観

て加圧するための圧力トランスミッタを開発した。図Ⅲ.2.29 および図Ⅲ.2.30 に開発した圧力トランスミッタの断面図と外観を示す。圧力トランスミッターは2台製作し、一台がノズルに高圧力加工液又は超純水を送る間、もう1台がペローズ内に加工液又は超純水を吸引・補給する。自動バルブをコンピューター制御により適宜切り替えることによって、2台の圧力トランスミッターにより、ノズル型加工ヘッドへの連続した超高圧加工液または超純水の供給を実現している。なお、プランジャーポンプが加圧する一次水には市水を用いている。

7. EEM 用高純度かつ単分散微粒子作製技術の研究

7.1 EEM 用微粒子に求められる要件

先に述べたように、EEM 加工は固体微粒子と加工物表面間の化学反応を利用した超精密加工法であり、原子レベルで平坦な表面加工が可能であることから、本研究では、本 EEM 加工法を用いて、高出力レーザーミラーなど様々な超精密機能部品を作製することを目的に、大型の数値制御 EEM 加工機の開発を行った。ここでは、固体表面間の化学反応に基づく EEM 加工の特徴を最大限に引き出すために、加工にとって必要な化学反応のみが安定して進行するような配慮がなされており、加工にとって不都合な影響を与える、加工液中の溶存ガスや溶存金属イオン濃度、さらに有機不純物濃度などを徹底的に除去できるシステムが備えられている。しかし、加工にとって有害な不純物は、加工用の微粒子中の不純物としても持ち込まれることが分かっている。

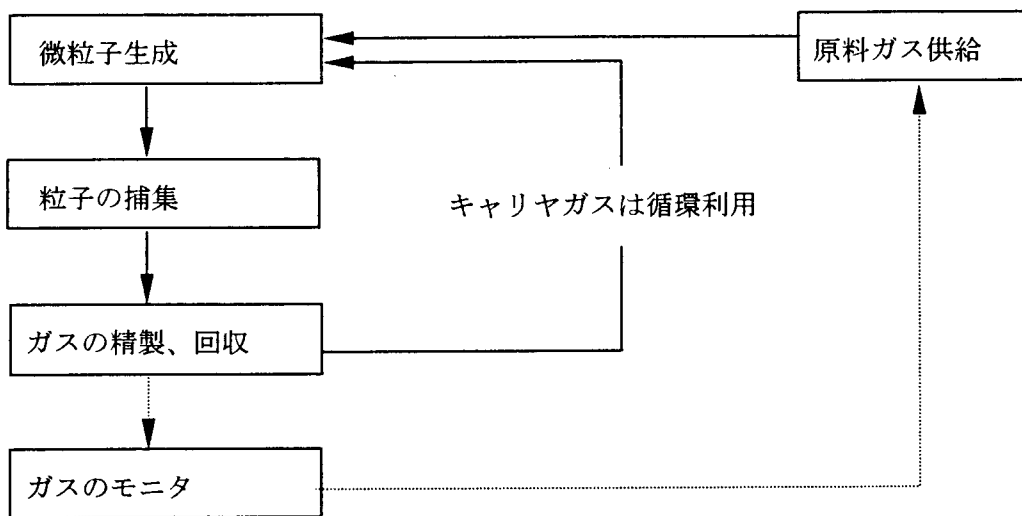
このことから、加工雰囲気のクリーン化ならびに安定化を実現するためには、加工に必要な kg オーダの大量の微粒子を不純物濃度や粒径ならびに分散性が高度に制御された状態で供給することのできる新しい微粒子作製技術の確立する必要がある。

7.2 開発した微粒子作製装置の概要

微粒子生成法には、大量かつ高速な微粒子の生成が期待できる大気圧プラズマを用いた生成法を採用している。プラズマ中に微粒子の組成元素を含むガスを供給し、これを分解・再化合させることによって、様々な微粒子を作製しようとするものである。

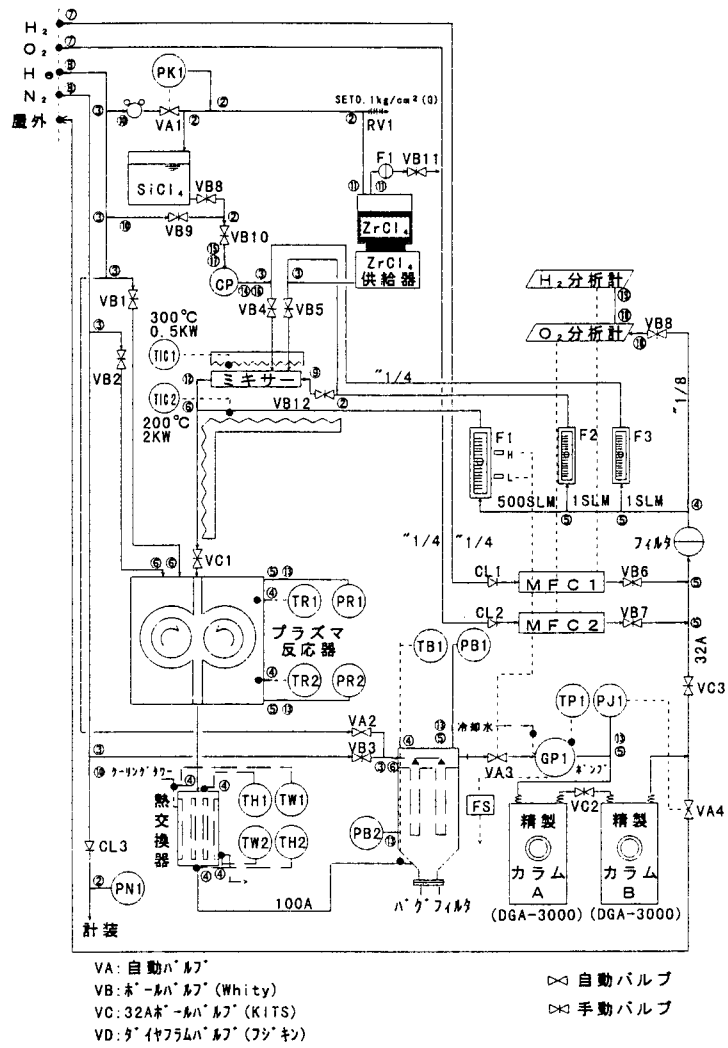
7.2.1 全体システム

微粒子作製装置の構成を図Ⅲ.2.31に示す。本装置は微粒子用の原料ガス供給部、大気圧プラズマを利用した微粒子生成部、微粒子を回収するための捕集部、反応の結果生じた副生成物の除去部、さらに、循環ガス中の残留ガスのモニター部から構成されている。また、ガス系に着目したフローシートは図Ⅲ.2.32に示すとおりである。また、図Ⅲ.2.33に開発した装置の斜左上図、および、図Ⅲ.2.34に斜右上図を示す。

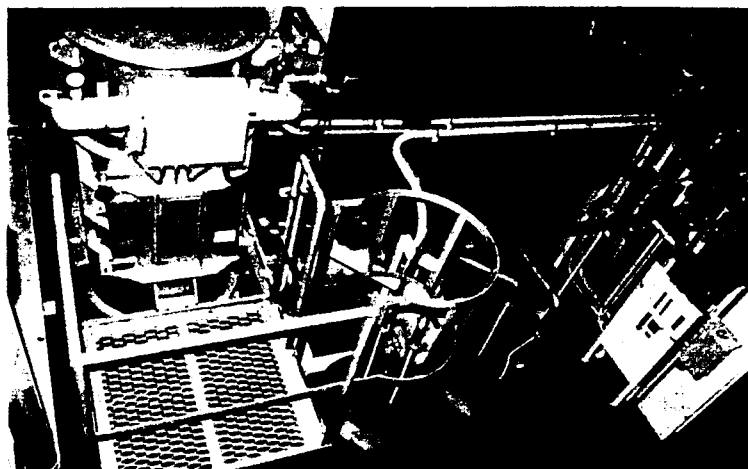


- a. 微粒子生成 微粒子生成装置内で、微粒子が生成作製される。また、ここで発生する熱を熱交換器により除去する。
- b. 微粒子の捕集 微粒子生成装置で生成した微粒子を捕集する。
- c. 原料ガス供給 微粒子の組成に応じた原料ガスを供給する。
- d. ガスの精製、回収 反応による副生成物を除去し、高価な希ガス(He)を回収する。
- e. ガスのモニタ、調節 未反応ガスの濃度をモニタして、供給ガスの濃度を設定値に維持する。

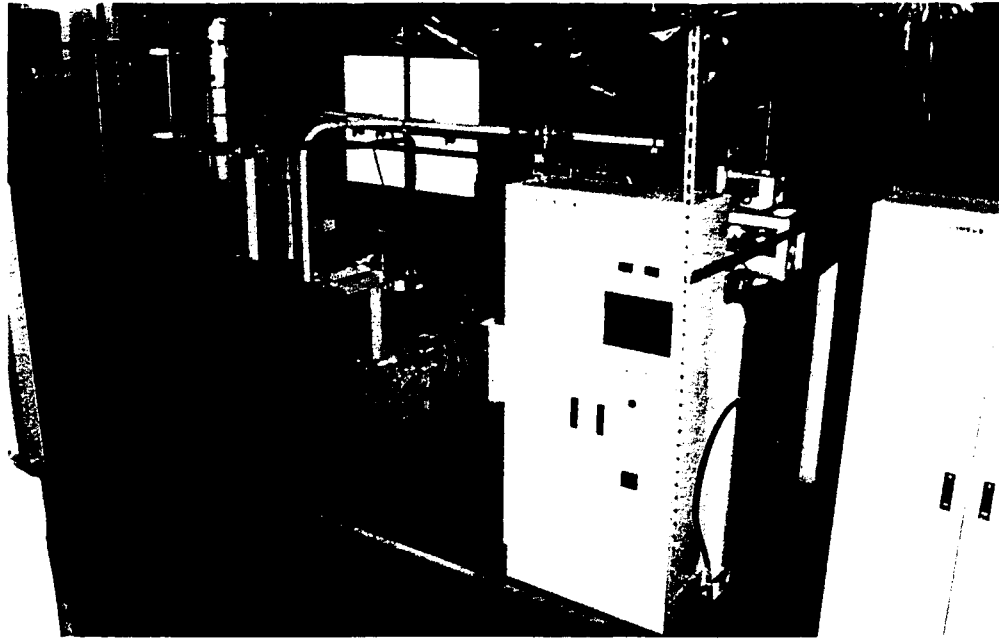
図Ⅲ.2.31 全体システムブロック図



図III.2.32 システムフローシート



図III.2.33 斜左上図



図Ⅲ.2.34 斜右上図

7.2.2 主な仕様

作製の対象とする微粒子は、 SiO_2 , SiC , ZrO_2 , Al_2O_3 他であり、目標作製能力を従来より大阪大学において実施された基礎実験の結果を基に、 $1\text{kg}/12\text{hr}$ ($80\text{g}/\text{hr}$)とした。この作製能力を実現するために、以下の仕様とした。

(1) 原料ガス供給部

a. 目的粒子と使用原料ガス

微粒子	原料分子式(分子量、比重)	状態 (室温下)	蒸気圧
SiO_2, SiC	SiCl_4 (170, 1.5)	液体	200torr at 20°C
Al_2O_3	AlCl_3 (135.5, 0.7)	固体	10torr at 100°C(昇華性)
ZrO_2	ZrCl_4	固体	10torr at 159°C(昇華性)
(酸化剤)	O_2 (32, 1.11/空気:1)	気体	
(還元剤)	H_2 (2, 0.97/空気:1)	気体	

b. 原料材料と供給レート

原料分子式	状態 (室温下)	原料供給量	微粒子	微粒子製造量
SiCl_4	液体	$2.2 \times 10^{-2} \sim 0.085 \text{mol}/\text{min}$	SiO_2	79~305g/hr
AlCl_3	固体	$3.9 \times 10^{-3} \sim 1.55 \text{mol}/\text{min}$	Al_2O_3	12~4743g/hr
ZrCl_4	固体	$2.3 \times 10^{-3} \sim 0.90 \text{mol}/\text{min}$	ZrO_2	17~6642g/hr

c. 原料材料の状態と供給方法

状態(室温下)	供給方法	供給量
液体	定量ポンプ	2.5~9.6 cm ³ /min
固体	スクルーフィーダ*	0.75~300cm ³ /min
気体	マスフローコントローラ	1~20SLM

(2) 微粒子生成部

- a. 作製方法：回転電極を使用した高エネルギー密度の大気圧プラズマ中での気相反応
- b. 原料ガス供給レート：0.5m³/min
- c. 最大投入電力：10kW
- d. 高周波周波数：150MHz

(3) 熱交換器

- a. 冷却方式 水冷 2 重管方式
- b. ガス配管径 φ 100×6
- c. 入口ガス温度 200℃
- d. 出口ガス温度 50℃
- e. 冷却水量 4 l/min

(4) 微粒子捕集部

- a. 捕集方式 乾式（バグフィルターを採用）
- b. 最大フィルター温度 200℃
- d. 微粒子濃度 0.02g/m³
- e. 粒度分布 φ 0.01~0.1 μ m

(5) ガス精製・回収部

- a. 塩素用処理薬剤
 処理容量仕様 Cl₂: 5kg(70mol)
 処理ガス流量 0.5m³/min
- b. 脱水用処理薬剤
 処理容量仕様 H₂O: 1.5kg(70mol)
 処理ガス流量 0.5m³/min

(6) ガスのモニタおよび調節部

- a. O₂ モニタ
 測定範囲 0.00~9.99%
 測定方式 隔膜形ガルバニ電池式

測定精度 ±0.5%F.S.
アナログ出力 4～20mA

b. H₂ モニタ

測定範囲 0.00～4.00%
測定方式 接触燃焼式
測定精度 ±5%F.S
アナログ出力 4～20mA

c. 調節部

調節方式 オートチューニング機能付き PID 調節方式
入力電流 1～5V
出力電圧 0～5V

(7) 制御装置

- a. 操作方式 タッチパネル方式
- b. 制御機器 シーケンサ (オムロン C200H)
- c. 入出力 デジタル入出力
 アナログ-デジタル変換
 デジタル-アナログ変換
 熱電対入力
- d. ポンプ電源 スターデルタ始動器付き

7.3 各部の詳細

7.3.1 原料ガス供給部

(1) 原料ガス供給部全体

EEM において用いられる微粒子の代表として、SiO₂, SiC, ZrO₂, Al₂O₃ などを挙げる事ができる。これらの共通点は金属元素を主成分に含む無機材料であることである。このため、主成分金属元素を含む揮発性分子を原料ガスに用いる必要がある。しかし、同時に主成分元素ガスである酸素ガスとのプラズマ部以外での爆発的な反応を伴わないものを選択する必要があり、候補には塩化物とアルコキシド化合物を挙げる事ができる。これらの原料ガスについて、以下のような物性を優 (○) 劣 (×) 比較し、その総合判断から、本装置では原料ガスを塩化物としている。しかし、塩化物を使用する場合には、最終的な金属と

表Ⅲ.2.4 金属塩化物と金属アルコキシド化合物の比較

	高蒸気圧	耐食材料	爆発安全性	ガス精製	高純度品
塩化物系	△	×	△	△	○
アルコキシド系	○	○	×	×	×

酸素の化合物が生成する際の結合エネルギーに比べて、塩素との再結合エネルギーが大きく、塩素との再結合反応が優先し、微粒子生成反応が阻害される恐れがある。このため、塩素を塩化水素に還元するための水素ガスの供給が必要となる可能性があり、本装置では水素供給系を備えることとした。以下に、微粒子の生成がエネルギー的に安定な反応過程となる、水素を添加した場合の例について、反応式を示す。

表Ⅲ.2.5 水素を添加した場合の反応式

微粒子	反応式
SiO ₂	SiCl ₄ + 2H ₂ + O ₂ → SiO ₂ + 4HCl
Al ₂ O ₃	2AlCl ₃ + 3H ₂ + 3/2O ₂ → Al ₂ O ₃ + 6HCl
ZrO ₂	ZrCl ₄ + 2H ₂ + O ₂ → ZrO ₂ + 4HCl
SiZrO ₄	SiCl ₄ + ZrCl ₄ + 4H ₂ + 2O ₂ → SiZrO ₄ + 8HCl

また原料となる塩化物は常温では、SiCl₄が液体、AlCl₃、ZrCl₄が固体(粉体)、また酸素および水素は気体である。微粒子の生成はプラズマ中の反応によって行うため、これらをすべて気体の状態で供給する必要があり、液体および固体についてはガス化供給機構を備える必要がある。以下に本装置において採用した、原料ガス供給システムについて、その構造と機能ならびに特徴についてまとめる。

構造・機能

本システムは、固体原料供給機、液体原料供給機、気体原料供給機および固体・液体原料の気化装置から構成させている。原料の状態に応じて固体、液体、気体原料をそれぞれ定量して、気化装置に送り、気化・混合させた後に微粒子生成部に供給する。図Ⅲ.2.35に原料ガス供給部全体を示す。また、図Ⅲ.2.36に構成図を示す。

特徴

- ・原料ガスを加熱することにより、蒸気圧を上げて供給することができる。
- ・耐食材料を使用しているため、汚染のない高純度の原料供給ができる。

(2) 固体および液体原料供給機

固体原料供給機および液体原料供給機の写真を図Ⅲ.2.37に示す。各装置の構造と機能ならびに特徴を以下にまとめる。

[固体原料供給機]

構造・機能

固体原料をスクリーンの回転により押し出し、その回転数によって定量しながら気化装置へ供給するものである。固体原料供給機の断面および概略図を図Ⅲ.2.38に示す。

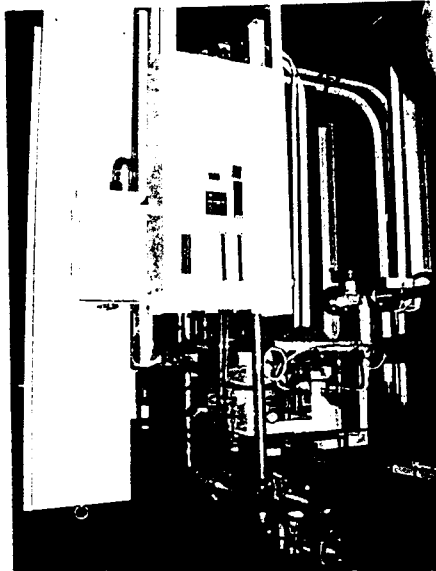
また、スクリーンの最大回転速度ならびに供給流量の可変域は以下のようにになっている。

スクリーン回転数：Max.86rpm

供給流量：0.75~300cm³/min

特 徴

- ・供給精度は2%以内である。
- ・スクリーンの回転数を調節することにより、供給流量を調節できる。



図Ⅲ.2.35 原料ガス供給部全体

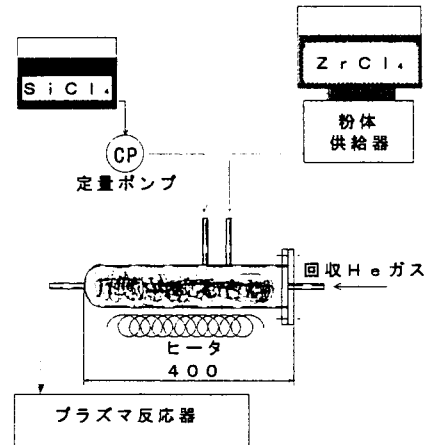
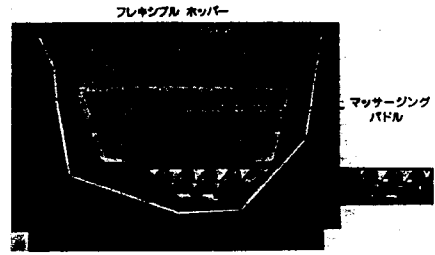
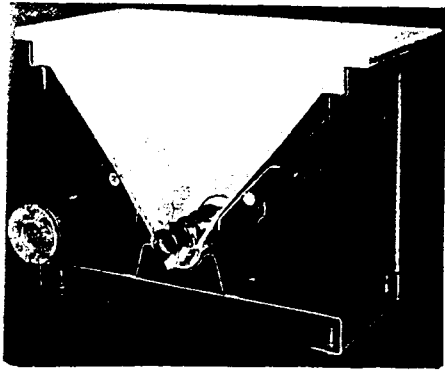


図 0-1-2 原料供給部構成図

図Ⅲ.2.36 構成図

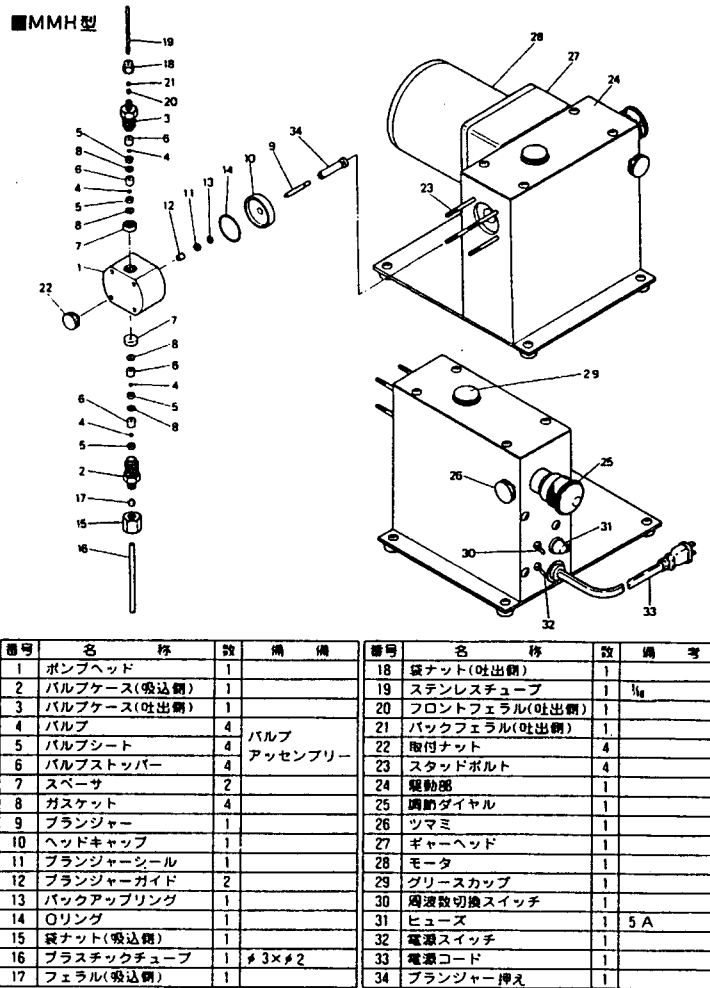


図Ⅲ.2.37 固体供給機および液体供給機の写真



図Ⅲ.2.38 固体供給機の断面および概念図

[液体原料体供給機]



図Ⅲ.2.39 液体供給機の構造図

構造・機能

液体原料をプランジャーのストロークにより定量しながら気化装置へ供給するものであ

る。液体原料供給機の構造図を図Ⅲ.2.39 に示す。また、プランジャー部の性能は以下のとおりである。

供給流量：2～9.6cm³/min ストローク数：100rpm
 最大吐出圧力：150kg/cm² ストローク長：12mm

特 徴

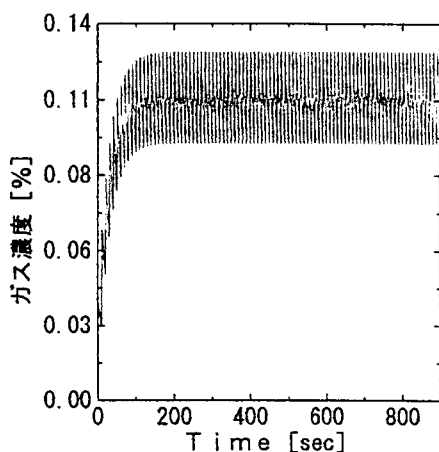
- ・供給精度は1%以内である。
- ・ストローク数を調節することにより、供給流量を調節できる。

高い吐出圧力が得られる。

(3) 気化装置

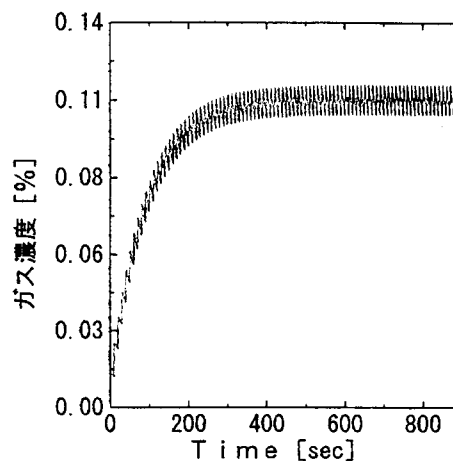
固体および液体原料はその性状から機械的な供給装置を使用する必要がある。このとき、必ず供給速度に脈動を伴う。本システムでは固体または液体原料供給機出口において10秒程度の周期的脈動を伴うため、気化装置内でこれを取り除く必要がある。本システムでは、固体原料および液体原料を加熱した容器（ホットミキサ）に供給し、その中で これら原料をガス化させ、希釈ガスと混合させた後に微粒子生成部に供給するものとし、ホットミキサの容量を固体または液体原料の供給の脈動を吸収するために必要な最小限の大きさに設計することによって、安定な供給を可能にしている。

図Ⅲ.2.40 および図Ⅲ.2.41 に、原料供給装置が持つ供給レートの変動量をもとに、ホットミキサのサイズを変えた場合の気化装置出口における原料ガス濃度の脈動振幅について



ミキサー容量 1 l
 希釈ガス流量 2 l/min
 原料供給周期 10sec
 原料平均供給流量 0.08 g/sec

図Ⅲ.2.40 原料ガス濃度の脈動振幅
 ミキサー容量 1 l の場合



ミキサー容量 2 l
 希釈ガス流量 2 l/min
 原料供給周期 10sec
 原料平均供給流量 0.08 g/sec

図Ⅲ.2.41 原料ガス濃度の脈動振幅
 ミキサー容量 2l の場合

計算した結果を示す。ミキサ容量が1 lの場合には、0.03%の原料ガス濃度のバラツキであったものが、ミキサー量を2 lにすることにより0.01%に抑えられていることが分かる。以下に、本装置の構造・機能ならびに特徴についてまとめる。

構造・機能

ホットミキサーの構造は、図Ⅲ.2.42に示すとおりであり、容器外壁からのヒータ加熱により、各種原料ガスを気化させ、混合することができる。性能を以下にまとめる。

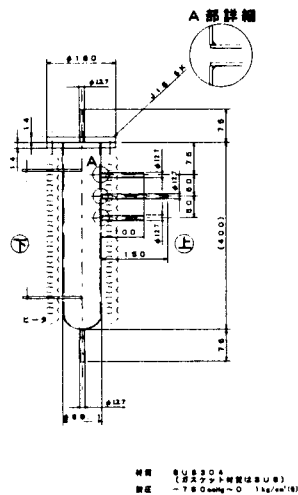
容量：2500cm³

ヒータ：0.5kW

制御可能温度：室温～300℃

特 徴

- ・固体または液体原料のガス化混合において、脈動のない定量供給が可能となる。
- ・固体原料と液体原料の同時供給も可能である。



図Ⅲ.2.42 ホットミキサーの構造

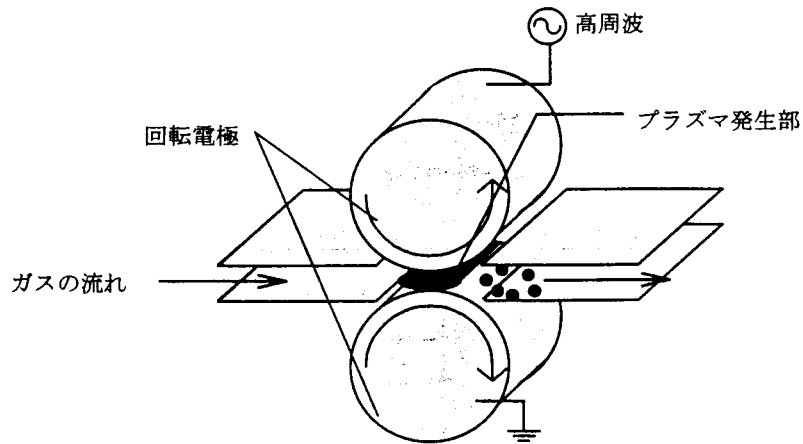
7.3.2 微粒子生成部

本装置では、気体原料をプラズマ内に導入し、プラズマによる活性化過程を利用して分解・再化合させることにより、微粒子を得る方法を用いている。また、高能率な微粒子の生成を目的に、プラズマは大気圧下で発生させる。以下に、本装置で採用したプラズマ発生部のしくみならびにプラズマ発生部へのガスの供給法についての設計指針ならびに構成・機能、特徴をまとめる。

(1) プラズマ発生用電極の構成

本装置では、大電力を投入し高エネルギー密度のプラズマを発生させる必要がある。しかし、投入電力を増加させれば、プラズマからの発熱によって電極の温度が上昇し、運転中に破壊に至る可能性がある。このことを解決するために、本装置では、次図に示す様な

対向させた回転電極を採用している。電極を回転させることで、電極の冷却が期待できると同時に、電極部への微粒子の付着量を低減でき、長時間の安定した運転が可能になる。



図Ⅲ.2.43 回転電極概要図

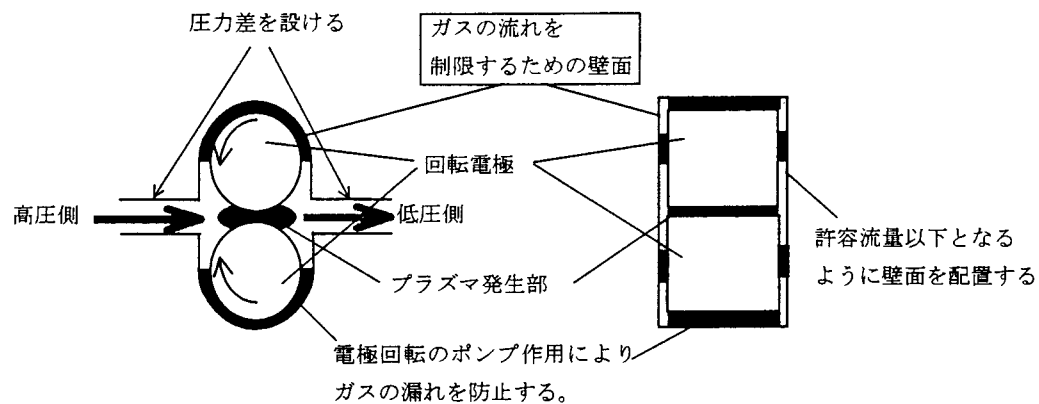
(2) プラズマ発生部へのガスの供給法

本装置では、プラズマ発生部（回転電極間）にガスを安定かつ有効に供給するため、図Ⅲ.2.43に示すように、プラズマ発生部である回転電極間以外の部分を壁面で覆う構造を採用している。壁面の配置位置は、それぞれの流路を通過するガスの量を以下に示す条件を満たすように決定している。

回転電極間（プラズマ発生部） 上流と下流間の圧力差により、全供給量の90%以上流れるようにする。

回転電極周囲と壁面間 圧力差と壁面間の粘性によるポンプ作用を釣り合わせ、この流路を通るガスの流量をゼロにする。

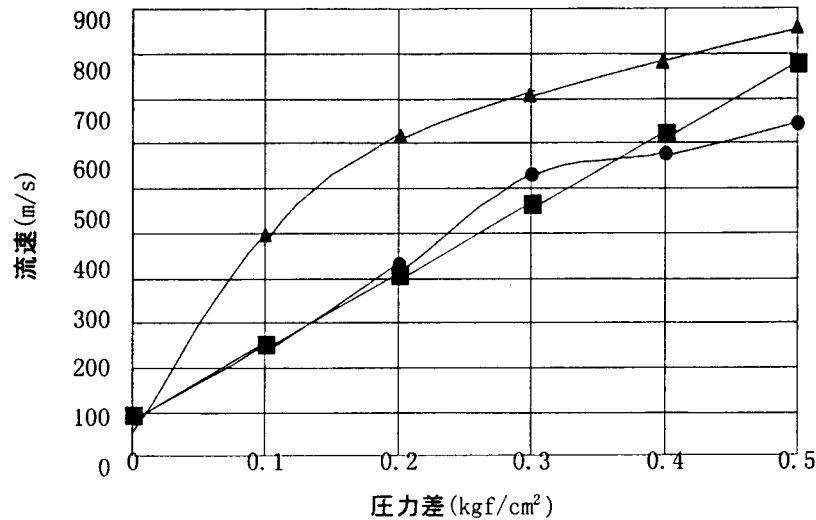
回転電極端面と壁面間 ギャップを微小にすることにより全供給量の10%以下にする。



図Ⅲ.2.44 回転電極部のガス流路

・ 流体の微小隙間流れの検討

気体が微小隙間を流れる際には、その流速の増加に伴って、流量を決める物理量が気体の粘性から、静圧と動圧の釣り合いによってのみ決まる慣性へと変化する。本装置の仕様を満足する流速域での気体の性質を明らかにするため、微小隙間を持つ平行平板流路を作製し、その間の流れを実測した。流路両端の圧力差と流速の関係を示したのが図Ⅲ.2.45である。図より、本実験の領域では粘性流の領域の理論値と良く一致していることが分かる。この結果より、各部の流量については粘性項のみを考慮し、設計計算を行った。



図Ⅲ.2.45 微小並行平板間（幅 0.3mm、長さ 24mm）に流れる流量特性

- ▲— 実験値
- 動圧のみを考慮した場合の理論値
- 粘性項を考慮した場合の理論値

・ 各部を流れる流量の計算結果

上記の結果をもとに、各部を流れる流量を求め、必要条件を満たす壁面の配置位置を決定した。このとき、電極間の流量 Q_1 は円筒面の対向した隙間流れであることを考慮した次式によって求めている。

$$Q_1 = \frac{(P_2 - P_1)H}{\int_{-x_1}^{x_1} \mu \frac{12}{h(x)^3} dx}$$

ここで、 $h(x)$ は回転電極間の流れ方向の位置 x の関数で表わした隙間である。

$$h(x) = 2 \left(\frac{g}{2} + R - \sqrt{R^2 - x^2} \right)$$

また、各定数は次のとおりである。

P_1 ガス入り口の圧力 H ドラムの幅

P_2	ガス出口の圧力	g	回転電極間ギャップ
R	ドラムの半径	μ	He の粘性係数

計算の結果、決定した各部の寸法および必要な上下流間の圧力差ならびに電極の回転速度を示す。また、この条件のもとでは供給ガスの内 91% がプラズマ部を通過できる。

ガス入口の圧力 (p_1)	1kgf/cm ²
ガス出口の圧力 (p_2)	0.95kgf/cm ²
回転電極ドラム半径 (R)	150mm
回転ドラムの幅 (H)	200mm
回転電極の回転数	1650rpm
回転電極間ギャップ	0.2mm
回転電極周囲-壁面ギャップ	0.5mm
回転電極端面-壁面ギャップ	0.15mm

(3) システムの構成

上記に示した流体力学的な解析に基づいて決定された電極と壁面間の間隔は極めて微小である。このため、システム化するためには様々な配慮が必要である。また、電極間には効率よく高周波電力を導入する必要がある、電気的な立場からも配慮が必要である。以下に、検討した様々な事項について示すとともに、製作した微粒子生成部の写真、構造図を図Ⅲ.2.46 から図Ⅲ.2.48 に示す。

・ 同一材料による構成

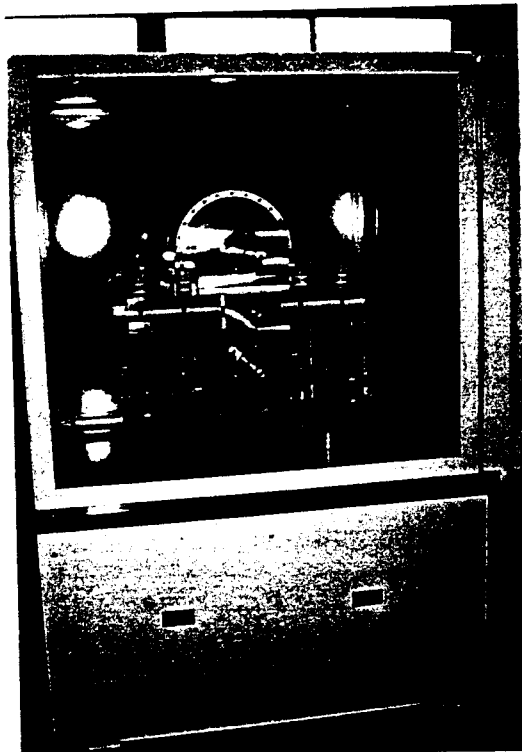
ZrCl₄ 等の蒸気圧の高い原料を用いる時、微粒子生成部全体を 200℃ 程度の高温に熱する必要がある。その際、材料の熱膨張による各部の寸法の変化を最小限にするため、可能な限り同一材料によりシステムを構成している。

・ 温風ヒータの採用

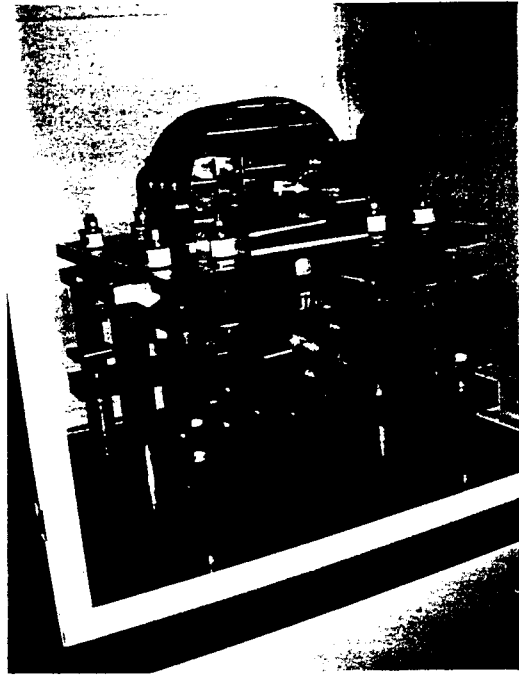
微粒子生成部の加熱用に温風ヒータを採用しており、むらの少ない加熱を可能にしている。また、温風の導入される空間を断熱容器で覆い、高い熱効率と加熱むらの一層の低減を図っている。さらに、この断熱容器は高周波電力のシールドボックスとしても機能するため、内面材料に伝導性に優れる Al を採用している。

・ 電気回路的に単純な構成

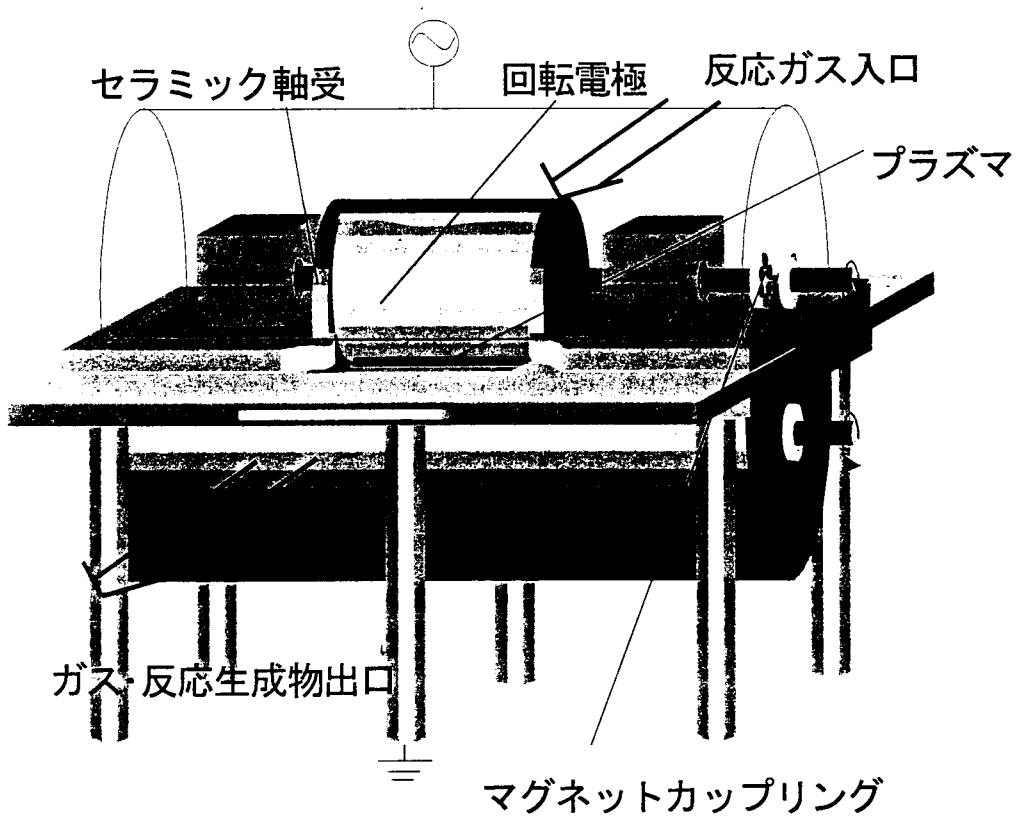
高周波電力によりプラズマを発生させるため、回転電極を含む装置全体が電気回路となる。回路解析の精度を上げるため、装置全体がシンプルな対象構造となっている。



図Ⅲ.2.46 微粒子生成部の外観



図Ⅲ.2.47 微粒子生成部拡大



図Ⅲ.2.48 微粒子生成部の構成

7.3.3 熱交換器

大気圧プラズマで作製された微粒子を含むガスは、反応器出口において 200℃程度の高温度状態になっている。高温状態におかれた微粒子は、極めて活性であり、粒子同士の衝突により凝集する可能性が高い。EEM にとって必要な分散性に優れた微粒子を得るためには、微粒子が生成された直後に雰囲気急冷する必要がある。本装置では微粒子生成部出口直近に水冷のシェルアンドチューブ方式の熱交換器を設置している。微粒子による管路の閉塞を防止するために流路面積を大きくする必要があり、その結果生じる伝熱効率の低下を補うための伝熱面積を計算し、設計・作製した。以下に設計条件および計算結果を示す。

表Ⅲ.2.6 熱交換器設計条件

項目	単位	チューブ側	シェル側
目的	—	冷却	—
流体名	—	He 95%/HCl 5%	冷水
入口総流量	m ³ /min	0.5	—
流体粘度	kg/m/hr	0.1	—
流体比熱	kcal/kg/°C	0.22	1
総括伝熱係数	kcal/m/hr/°C	15	—
入口温度	°C	200	32.0
出口温度	°C	50	37.0

表Ⅲ.2.7 計算結果

項目	単位	計算結果
交換熱量	kW	1.15kW
対数平均温度差	°C	60.6
冷却水量	m ³ /min	3.3
必要伝熱面積	m ²	1.0 (φ100×500L×6本)

本装置で開発した熱交換器の構造・機能ならびに特徴について以下にまとめる。

構造・機能

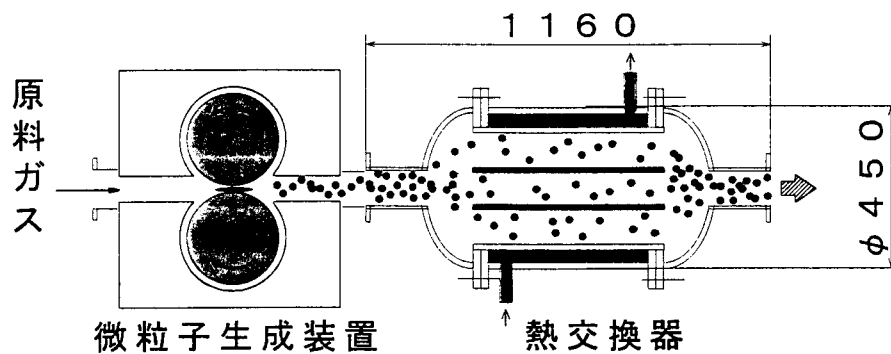
図Ⅲ.2.49 に熱交換器を、図Ⅲ.2.50 に微粒子生成部に直結した熱交換器の概略図を示す。ガス流路は水冷 2 重管になっており、内管径は 100mm、管路長は 500mm、本数は 6 本とした。本熱交換器により、2 相流（微粒子を含む気体）を微粒子の付着・堆積による閉塞を伴うことなく急冷することができる。

特 徴

- ・急冷することにより、作製した微粒子の二次凝集を防止し、分散性の良い微粒子を作製することができる。
- ・管路面積を大きくとることにより、微粒子による閉塞を防止することができる。



図Ⅲ.2.49 熱交換器の外観



図Ⅲ.2.50 微粒子生成部に直結した熱交換器の概略図

7.3.4 微粒子捕集部

EEM 加工用微粒子の製造において、プラズマ中で生成した微粒子の捕集方法には湿式および乾式が考えられる。しかし、湿式による方法では原料ガスの溶解による微粒子の汚染が避けられず、後処理が必要となる。そのため、ここでは乾式捕集を検討した。乾式捕集法には、静電気作用を利用した捕集法とフィルタリング法があるが、捕集微粒子の分散性に優れているフィルタリング法の方が EEM 用微粒子の捕集には適するものと考えられる。そこで、本装置ではフィルタリング法を採用するものとし、微粒子捕集装置のフィルター面積をスケールダウンした捕集テストを行って決定した。捕集テスト条件および実装置の仕様は以下になる。

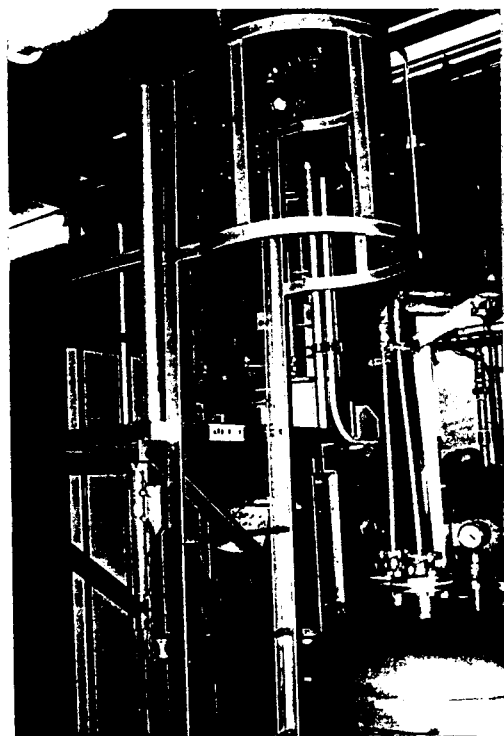
表Ⅲ.2.8 捕集テスト条件および実装置の仕様

	捕集テスト条件	実装置仕様
ろ過面積	3.8cm ² (φ 22mm)	3.0m ²
ろ過速度	1.67cm/s	1.67cm/s
流量	380 SCCM	3m ³ /min
Si 捕集量	1.27×10 ⁻³ g/min	1kg/5hr
プラズマ反応器条件	回転電極	φ 300,L=100,gap=200 μ m,5000rpm
	電力	500W
	ガス濃度	SiH ₄ =0.1% , H ₂ =5% / He
フィルタ仕様	耐熱ナイロンフェルト耐熱	200℃
	目付量	600g/m ³
	厚さ	1.5mm

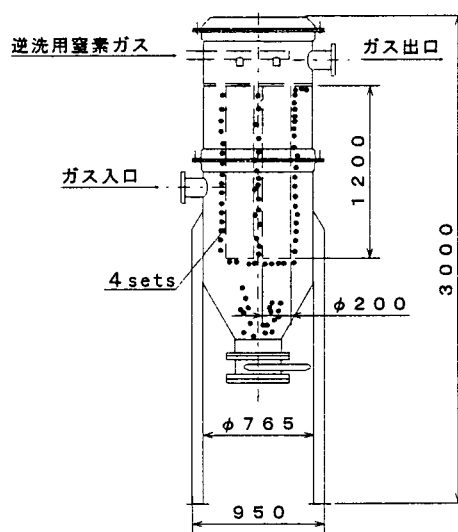
上記の捕集テストの結果に基づき製作した捕集装置の構造・機能ならびに特徴について以下にまとめる。

構造・機能

本装置における微粒子捕集部の写真を図Ⅲ.2.51 に示し、内部構造の概略図を図Ⅲ.2.52 に示す。また、仕様の詳細は以下のとおりである。



図Ⅲ.2.51 微粒子捕集部の写真



図Ⅲ.2.52 内部構造の概略図

表Ⅲ.2.9 仕様の詳細

項目	設定値
ガス流量	3m ³ /min 以下(V=1.47cm/s)
ガス温度	200℃以下
ガス組成	He+HCl
圧力損失	300mmH ₂ O
目付量	2000g
フィルタ寸法	φ150×915×8本
フィルタ面積	3.4m ²

特 徴

- ・ φ0.01μm 以上の微粒子の捕集が可能である。
- ・ ガス逆洗により、払い落としが容易である。
- ・ 低圧損で安定に運転できる。

7.3.5 ガスの精製、回収部

排ガスを薬剤の充填されたカラムに通過させ、反応生成ガスを除去し、高価な希ガスである He を回収するシステムを開発した。また薬剤の劣化を、インジケータによりモニターする技術も開発した。SiCl₄原料の場合の反応生成ガスと同組成のガスである HCl (5%) をカラムに通じ、カラム出口に HCl が検出されるまでの処理量を測定し、処理能力を確認した。その結果を下に示す。原料に Si(OC₂H₅)₄を使用することも考えられたので、これについても検討した。

表Ⅲ.2.10 ガス処理薬剤の比較

原 料	SiCl ₄	Si(OC ₂ H ₅) ₄
薬 剤	アルカリ薬剤	ガス吸着薬剤
処理容量仕様	HCl:30kg(800mol)	MeOH:750g(16mol)
微粒子生成量	SiO ₂ (200mol):12kg	SiO ₂ (4mol):240g

この結果からも明らかなように、反応ガスに塩化物を用い、アルカリ薬剤による中和反応を利用する場合の方が、はるかに効率的なガスの精製が可能であることが分かる。本システムでは、アルカリ薬剤を採用し、また、中和反応の際に生じる可能性のある水分については、脱水薬剤を同時に封入することによって対応している。構造・機能ならびに特徴について以下にまとめる。

構造・機能

本装置におけるガスの精製・回収部の写真を図Ⅲ.2.53 に示し、概略図を図Ⅲ.2.54 に示す。

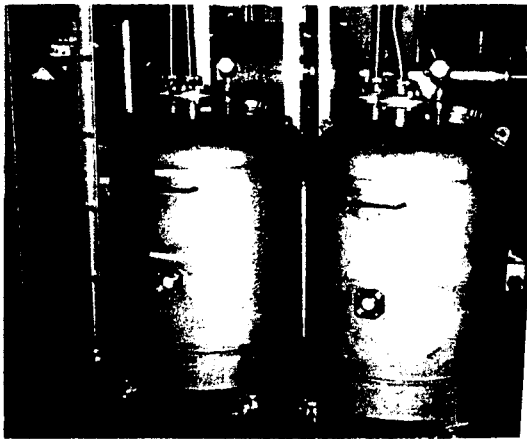
また、各封入容器の寸法ならびに内容量は以下のとおりである。

アルカリ薬剤 : $\phi 700 \times 1200(H)$, 500kg

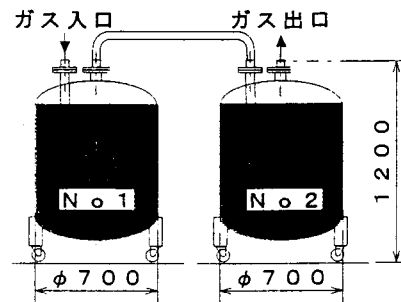
脱水薬剤封入 : $\phi 700 \times 1200(H)$, 450kg

特 徴

- ・ 化学的固定により安全に処理することが可能である。
- ・ 使用済み薬剤の処理が容易である。



図Ⅲ.2.53 ガスの精製・回収部の写真

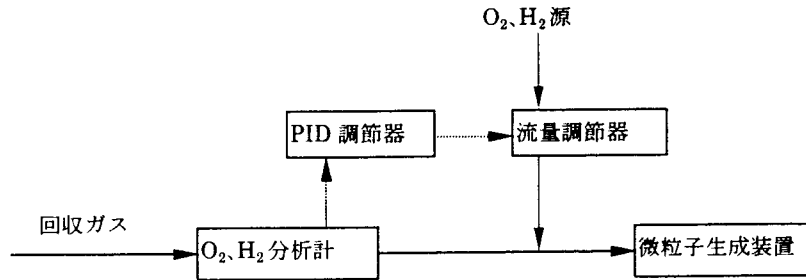


図Ⅲ.2.54 ガスの精製・回収部の概略図

7.3.6 ガスのモニタ部

本装置では、反応ガスに水素と酸素を用いている。これらのガスは、化学反応式から知ることのできる実消費量よりも、最大で10倍程度多く混合しておく必要がある。これは、プラズマ中で原料ガスが分解することによって生じる金属元素を効率よく酸化させ、微粒子として有効に回収するためである。そして、過剰の酸素および水素はアルカリ薬剤では除去されることはなく、循環の後に再度利用される。しかし、実消費量に相当する量が減少するため、循環の後に微粒子生成部に供給される際には、所定の濃度に再調整する必要がある。本システムは、酸素および水素の濃度をモニタすると共に、必要量だけガスを補充し、その濃度を一定に保つための制御を行うものである。

モニタには、回収ガスの他の成分による干渉がなく、高精度に分析できる分析計を採用する必要がある。種々の原理のモニタ方法について調査・検討した。その結果、酸素分析計としてはガルバニ電池式、水素計としては接触燃焼式のものを採用している。本システムでは、これらの分析計により濃度測定し、PID 調節器にその信号を制御信号として入力することによって、酸素および水素の流量調節を行うことができるようになっている。システムのブロック図を以下の図Ⅲ.2.55 に示す。また、各モニタの構造・機能ならびに特徴について以下にまとめる。



図Ⅲ.2.55 酸素・水素ガス濃度モニタと濃度制御システムのブロック図

(1) O₂ モニタ

構造・機能

隔膜式ガルバニ電池式 O₂ モニタのセンサ部にガスを通過させ、回収ガス中の O₂ 濃度を測定する。O₂ モニタの性能を以下に示す。

測定範囲 0.00～9.99%

測定精度 ±0.05%

応答速度 90%応答 15 秒以内

特 徴

- ・他の回収ガス（特に H₂ ガス）成分に干渉のない正確な測定ができる。
- ・密封系で測定し、被測定ガスを回収することができる。

(2) H₂ モニタ

構造・機能

燃焼式 H₂ モニタのセンサ部にガスを通過させ、回収ガス中の H₂ 濃度を測定する。H₂ モニタの性能を以下に示す。

測定範囲 0.00～4.00%

測定精度 ±0.02%

応答速度 30 秒以内

特 徴

- ・他の回収ガス成分の干渉のない正確な測定ができる。
- ・検知器に空気導入すれば、無酸素下においても測定が可能となる。

7.3.7 制御装置

本装置では、すべての運転を自動で行うことができるように、シーケンサを用いた制御装置を備えている。構造・機能ならびに特徴について以下にまとめる。

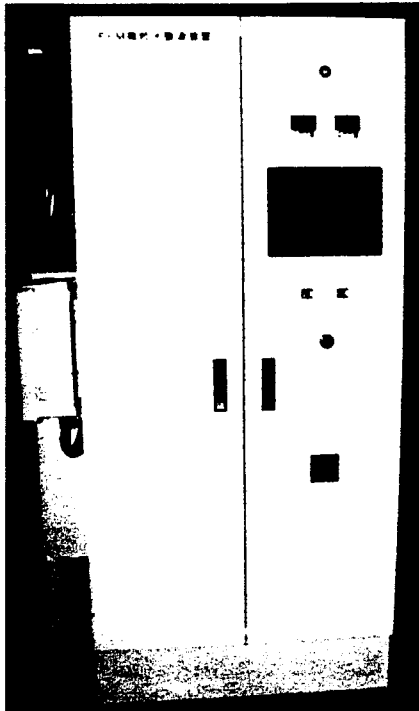
構造・機能

制御装置の外観を図Ⅲ.2.56 に示す。この内部にシーケンサ等各種制御装置が配置されており、タッチパネル操作により、各種運転工程が制御可能になっている。タッチパネル操

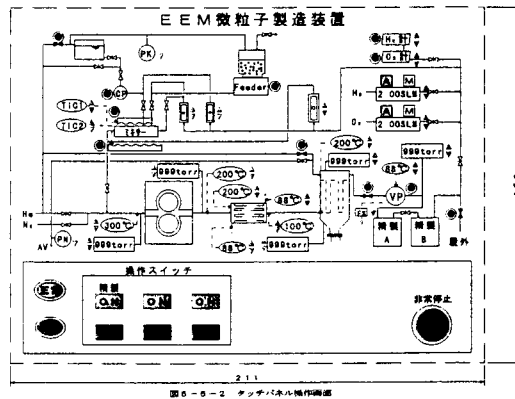
作面を図Ⅲ.2.57 に示す。

特 徴

- ・タッチパネルモニタにより、工程図が表示される。
- ・操作上の変更が、ソフトウェア上で可能となる。



図Ⅲ.2.56 制御装置の外観



図Ⅲ.2.57 タッチパネルの外観

7.4 微粒子製造実験結果と今後の計画

7.4.1 SiO₂ 微粒子生成予備試験

本微粒子生成装置では、原料ガスに塩化物系ガスを採用している。ここでは、塩化物系の原料ガスからの微粒子生成試験を行った結果について述べる。同時に、水素ガスの添加についても試験を行ったので、この事を含めて述べる。水素ガスの添加については、各部の詳細の(1)項で述べたとおりである。しかし、水素ガスは原料ガスである酸素ガスとの直接反応によって H₂O を生成するため、機器構成要素の腐食や捕集微粒子の凝集などの観点からは、好ましくない添加ガスと考えられる。本実験では SiCl₄ を用いて SiO₂ 微粒子

表Ⅲ.2.11 実験条件

He:SiCl ₄ :O ₂ :H ₂	投入電力	流量
700:1:4:4	1000W	100l/min
700:1:4:0	500W	100l/min
700:1:4:0	1000W	100l/min

を作製するプロセスについて検討した。実験条件を表Ⅲ.2.1 に示す。実験の結果得られた、原料ガスの分解率（利用効率）を次表に示す。各部の詳細の（1）項で述べたように、金属元素の塩素との再結合反応が優先すれば、見かけ上の原料ガスの分解率が低下する。表より明らかなように、水素の添加のない場合では分解率が極めて低く、高効率な微粒子の生成を目指す際には水素ガスの添加の必要性が示唆される。しかし、投入電力の増大に対応して、分解率の増加が観測されており、このことは、本微粒子生成装置に採用された回転電極を用いたプラズマ発生装置では、極めて高いエネルギー密度のプラズマの発生が可能であるため、水素添加なしでも微粒子の生成が期待できることを示している。また、本実験で水素ガスを添加した場合に生成された微粒子の電子顕微鏡写真を図Ⅲ.2.58に示す。

表Ⅲ.2.12 原料ガス分解率

実験条件	分解率
水素添加あり	84%
水素添加なし(500W)	10%
水素添加なし(1000W)	20%



図Ⅲ.2.58 水素ガスを添加した場合に生成された微粒子の電子顕微鏡写真

7.4.3 今後の展開

重要な基本要素となる微粒子生成、微粒子捕集について、予備的な試験データを取ることができた。いずれも、満足できる結果が得られており、特に、微粒子生成に関しては、回転電極を用いて発生させる高エネルギー密度プラズマ中では、水素添加を行うことなく効率的な酸化物微粒子の生成が行える可能性を示せた。

今後、 Al_2O_3 や ZrO_2 微粒子を始めとする様々な微粒子の生成特性を明らかにし、第一原理分子動力学シミュレーションにより探索された加工能率の高い微粒子を EEM 加工システムに供給する。また、CMP(Cheical and Mechanical Polishing)を始めとする新しい研磨や触媒等の分野で求められる高純度微粒子の生成にも展開したい。

8. 超清浄数値制御EEM加工機の開発

8.1 X線ミラー・レーザーミラー等の先端科学機器要素における超平坦面の必要性

8.1.1 シンクロトロン放射光用 X 線ミラーや高出力レーザー用ミラーに求められる要件

シンクロトロン放射光には、X 線を始めとする様々な波長の光が含まれている。放射光の特徴は、その輝度がその他の光源に対して桁違いに大きいことに加え、極めて微少な光源から非常に平行性の良い光が取出せる点にある。このような光の特性を利用して、高強度な波長可変 X 線源や X 線マイクロビームを始めとする新しい X 線プローブの実現に期待が寄せられている。このためには、最も厳しい場合、ミラー表面のスロープエラーを 10^{-7} rad オーダーにおさえる必要がある。

一方、X 線領域では表面粗さに起因する散乱により、X 線の反射率が大きく影響を受けることから、原子的に平滑な表面も必要である。従来技術により作製されるミラーの表面粗さは、rms で約 0.5nm であり、視斜角 0.4 度の使用において、約 80%の反射率しか得られていない。この値は、ミラーを多数枚使用する必要のある光学系において、大きな問題となる。

また、エキシマレーザーを始めとする高出力レーザー用ミラーにおいても、短波長化にともない高い表面の平坦度が要求される。特に、加工変質層は表面層での光の異常吸収の原因となり、光学素子表面の破損の原因となる。このため、従来の機械加工法では十分な性能をもつ表面が得られていない。

8.1.2 EEM 加工法の適用と期待される効果

従来の加工技術では P-V で $0.1\mu\text{m}$ の形状精度が限界である。EEM では、nm レベルの形状修正が可能であり、上記の要求を満たすミラーの加工が可能である。しかし、現在のところ、EEM の加工速度は極めて遅く、従来加工法によって作られた形状精度が P-V で $0.1\mu\text{m}$ オーダーのミラー表面の形状修正加工を行うには非常に時間がかかる。また、前加工面に加工変質層がある場合、この層まで除去する必要があり、EEM の適用には限界がある。本拠点では、前加工面の作製を前述のプラズマ CVM によって行う計画である。プラズマ CVM では、化学的手法により高能率に P-V で $0.1\mu\text{m}$ を上回る形状精度で任意形状の加工が可能である。これにより、EEM の性能が十分に発揮され、これまでに実現されていない P-V で nm オーダーの形状精度と表面粗さが P-V で 0.5nm 以下の世界最高性能の X 線ミラーを開発できるものと期待できる。

8.2 開発した加工システムの概要

本研究は、EEMを利用して高出力レーザー用ミラーの加工を行うための数値制御加工機を開発するものである。ところで、化学反応を利用したEEMにおいて、加工現象を高次元につねに安定に維持するためには、加工雰囲気制御が極めて大切であることが明らかになってきている。開発する加工機では、加工液の汚染の原因となる加工環境からの不純物の混入を避けるために、加工液で満たされた密閉系の加工槽内に数値制御用ステージ全体を設置するものであり、さらにステージ本体による加工液の汚染を防ぐために、すべての駆動、案内機器要素を超純水の静圧システムで構成しようとするものである。システム構成を以下に示す。



図Ⅱ.1.59 全体システム

また、主な仕様は以下の通りである。

○ 加工機本体

外形寸法	2880(w)×1780(D)×1760(H)mm
軸数	X-Y-θ 軸、 主軸
軸受	超純水静圧スライド、スピンドル
送り機構	超純水静圧ネジ
ストローク	X 600 mm Y 200 mm
分解能	1 μ m
加工物	500×100×50 mm トロイダル φ300 mm 円盤

○ 制御装置

制御方式	パソコンとの高速データリンクによるCNC制御
入力データ	前加工での計測データから求められた1mm ² メッシュ毎の速度データ
制御軸数	X軸、Y軸、θ軸、主軸スピンドル
加工速度	0.1mm/min～600mm/min
制御範囲	EEM加工機本体、加工液精製循環装置

○ 加工液精製循環装置

精製方式	超音波式クロスフロー濾過方式
外形寸法	1590(w)×540(D)×1465(H)mm
循環ポンプ	遠心ポンプ 100 l/min×65mH×7.5KW
液相分離部	セラミックフィルター、圧電セラミック 超音波発振器 1MHz 20W

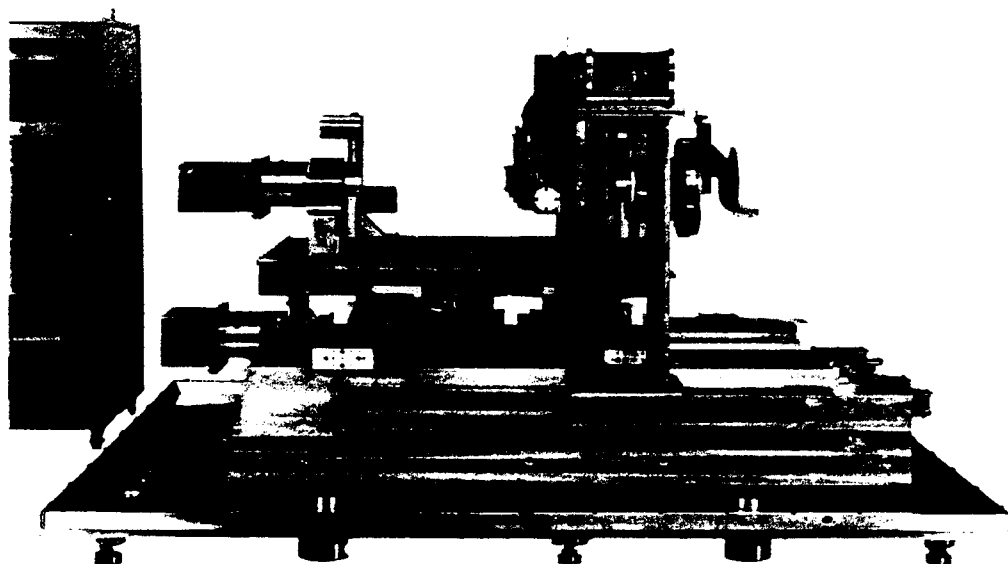
8.3 各構成要素の詳細

8.3.1 加工機本体

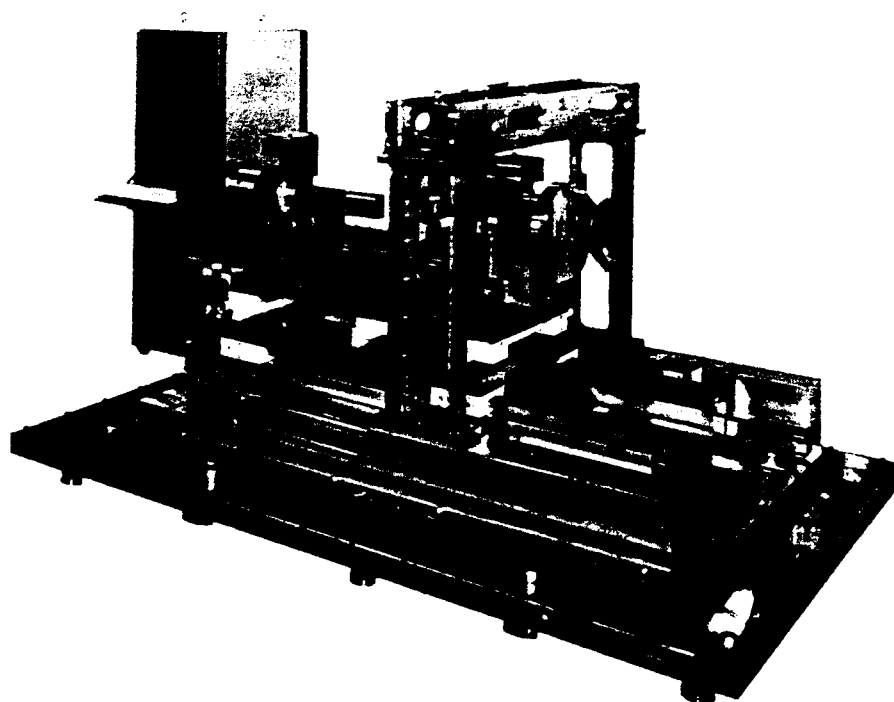
(1) 全体

図Ⅲ.2.60および図Ⅲ.2.61に外観写真を示す。加工機本体は、加工機本体ベースの上に

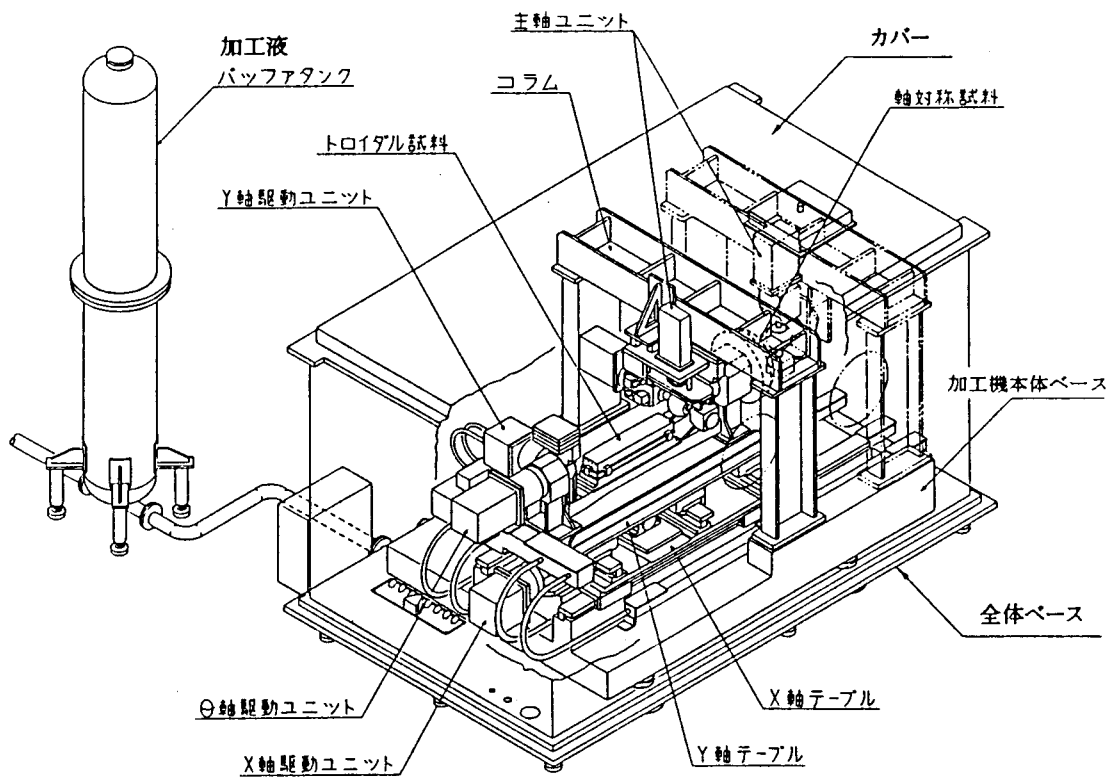
X軸テーブル、Y軸テーブル、 θ 軸を順次積み重ねた構造とし、別にベース上に取り付けたコラムに加工球を保持した主轴ユニットを設置している。構成材料には、ステンレス、セラミックス、アルミニウムなどの中から、特に超純水中での溶出量の少ないものを選定し、使用した。



図Ⅲ.2.60 加工機本体写真 正面

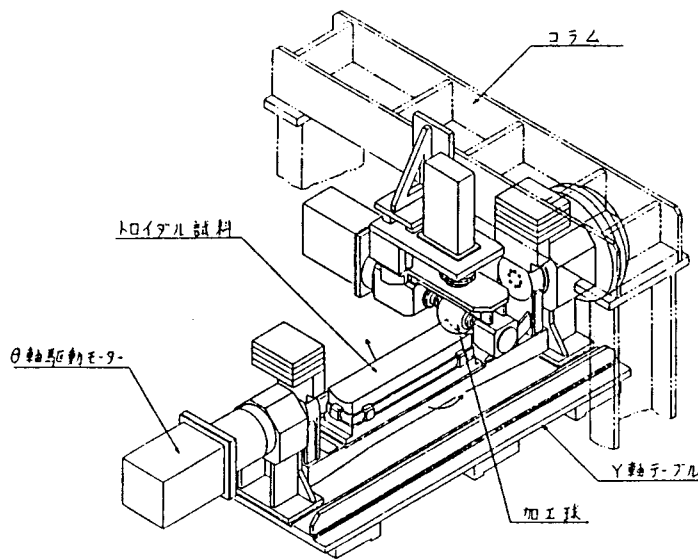


図Ⅲ.2.61 加工機本体写真 左上面

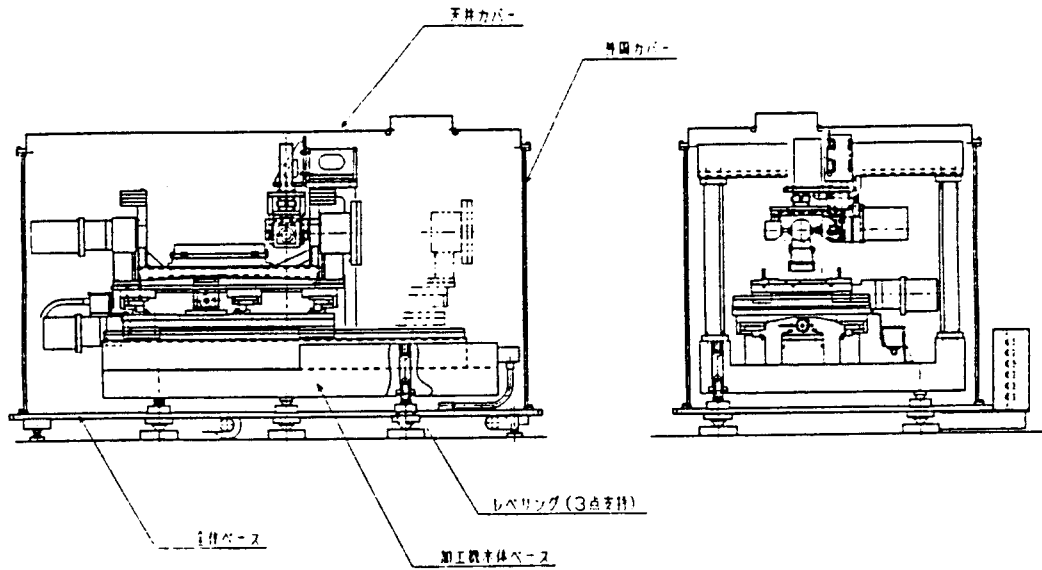


図Ⅲ.2.62 加工機本体斜視図

図Ⅲ.2.63にトロイダル試料の加工方法を、図Ⅲ.2.64にその時の本体構造を示す。θ軸アーム上に試料を取り付け、コラムをベース中央よりに取り付けて主軸ユニットを横向きに設置する。

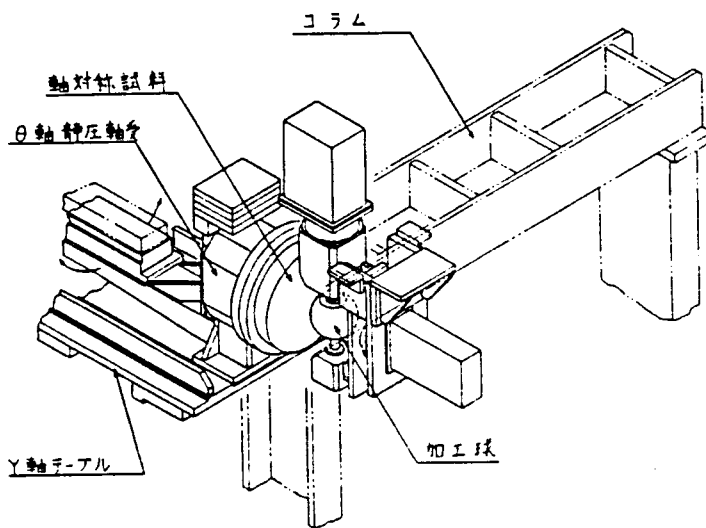


図Ⅲ.2.63トロイダル試料加工方法

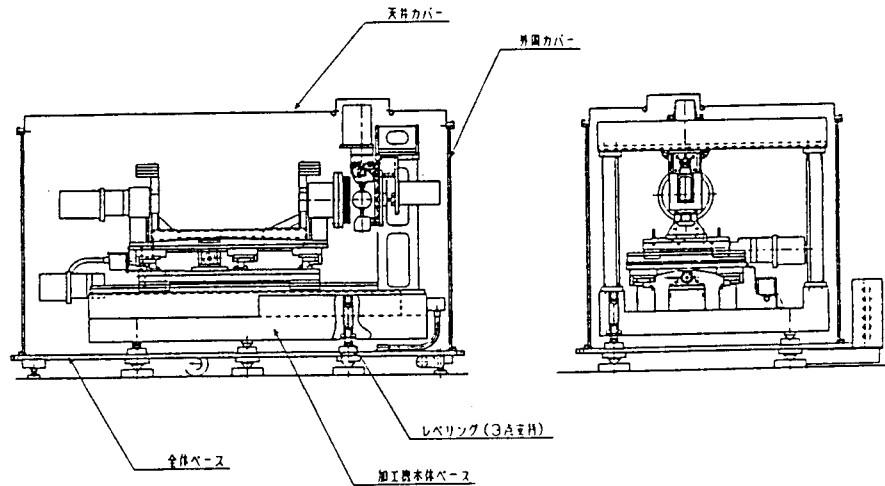


図Ⅲ.2.64 本体構造（トロイダル試料加工時）

図Ⅲ.2.65に軸対称試料の加工方法を、図Ⅲ.2.66にその時の本体構造を示す。θ軸端面に試料を取り付け、コラムをベースの端に取り付けて主軸ユニットを縦向きに設置する。それぞれ加工時にはX軸、Y軸、θ軸を数値制御により移動させることにより、試料表面の任意の位置に加工球を近接させることが出来る。また、上記加工機本体ベース及びその上の構造物を、全体ベース、外周カバー、天井カバーにより構成される水槽の中に設置した。これにより超純水をベースとした研濁液中に、外部より不純物が混入することを防ぎさらに、加工機本体のすべてが同一温度の液体に触れることとなるので、きわめて均一な温度分布が得られ、高精度な加工を可能とした。



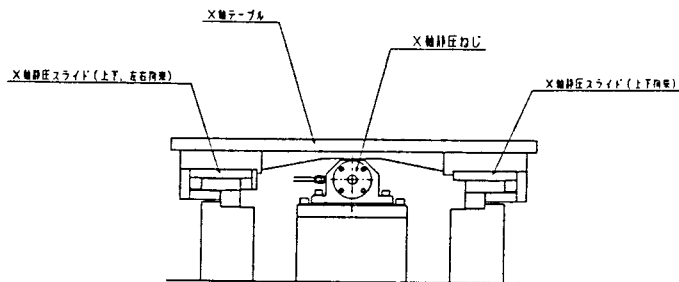
図Ⅲ.2.65 軸対称試料加工方法



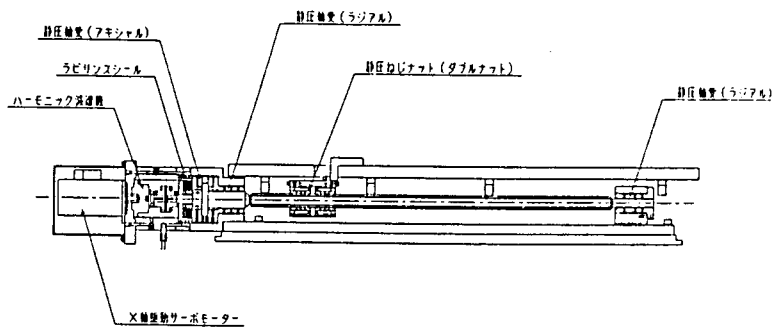
図Ⅲ.2.66 本体構造（軸対称試料加工時）

(2) X軸テーブル

機械本体ベース上に2本のレールを取り付け、一方のレールに上下左右拘束の純水静圧スライドを2個、もう一方のレールに上下拘束の静圧スライドを2個用意し、その上にX軸テーブルを取り付けた（図Ⅲ.2.67）。一方、送り機構としては純水静圧ねじを採用した。機械本体ベースに対し静圧軸受けで送りねじを支持し、テーブル側に取り付けた静圧ねじナットを介してテーブルを駆動するようにした（図Ⅲ.2.68）。ねじ軸はラビリンスシールを介して、ハーモニック減速機、サーボモーターと連結されている。これにより完全に非接触でのテーブル送りを行うことが出来た。



図Ⅲ.2.67 X軸静圧スライド配置図

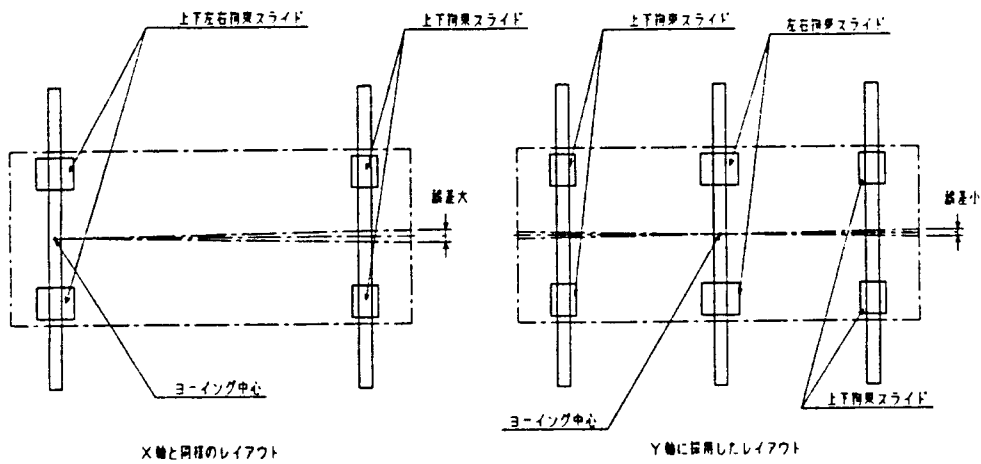


図Ⅲ.2.68 X軸送り機構

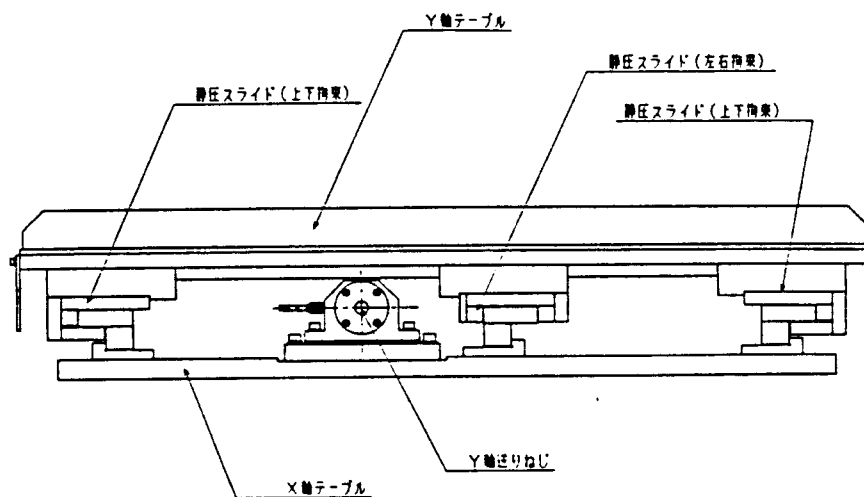
(3) Y軸テーブル

Y軸テーブルはX軸テーブルに直角に運動する必要があり、幅広いテーブルが短手方向に運動することになる。この為X軸と同様なレール配置にすると、レール間が広がり、左右上下拘束静圧スライド側でヨーイングが発生したとき、回転中心はそのレール付近となるので反対側では大きな誤差が発生してしまう。

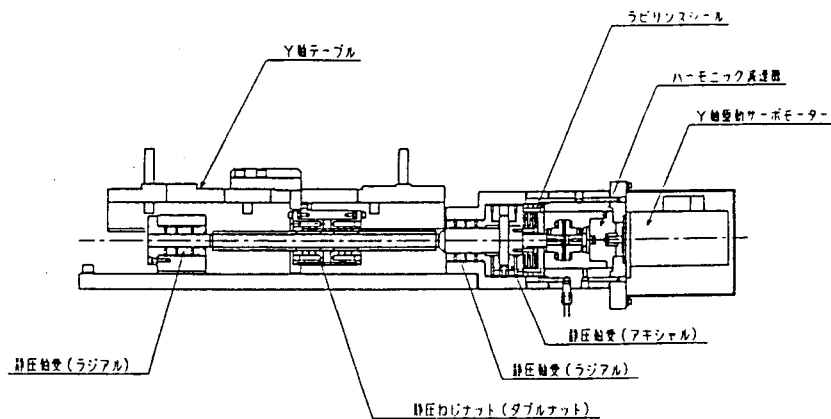
そこでレールを3本とし、両端のレールには上下拘束の静圧スライドをそれぞれ2個ずつ配置し、真ん中のレールには、左右拘束の静圧スライドを取り付け、この上にY軸テーブルを乗せる形とした。これにより同じヨーイングが発生した時、テーブルの中央付近が回転中心となるのでテーブルの端での誤差は、約半分となる（図Ⅲ.2.69、図Ⅲ.2.70）。送り機構については、X軸と同じ機構を採用した（図Ⅲ.2.71）。



図Ⅲ.2.69 Y軸スライド配置比較



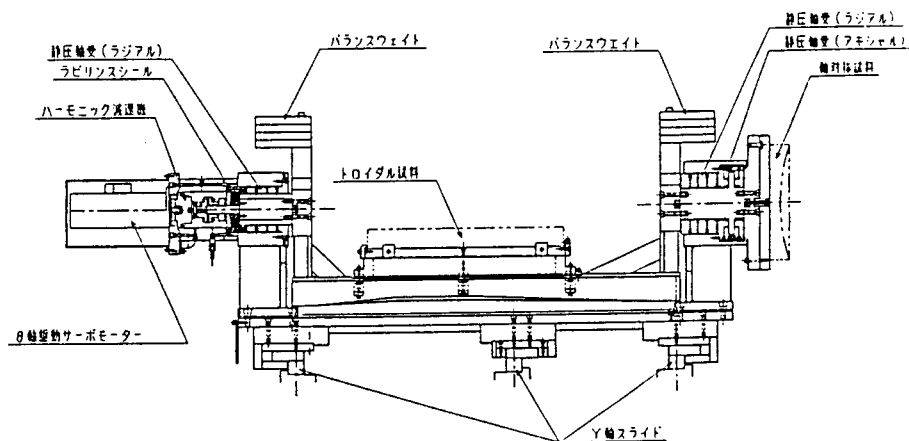
図Ⅲ.2.70 Y軸静圧スライド配置図



図Ⅲ.2.71 Y軸送り機構

(4) θ 軸

Y軸テーブルのX軸方向の両端にブラケットを取り付け、一方にラジアル、アキシャル静圧軸受けを取り付け、その外側には軸対称試料取り付け用円盤を用意した。もう一方のブラケットにはラジアル静圧軸受けのみを取り付け、その外側にはラビリンスシールを介して、ハーモニック減速機、サーボモーターを連結している。両方の軸受け間は、コの字型のフレームにより連結されており、この上でトロイダル試料の加工を行う。フレーム及び資料の重さによる θ 軸まわりのアンバランスを防ぐため、フレームの先にバランスウェイトを取り付けた(図Ⅲ.2.72)。

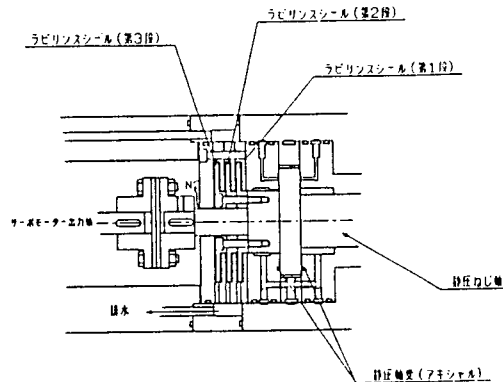


図Ⅲ.2.72 θ 軸構造図

(5) ラビリンスシール機構

X軸、Y軸、 θ 軸については高い位置決め精度が必要であり、ハーモニック減速軸とねじ軸とはタイトに連結する必要がある。いっぽう摺動部が純水に触れると水を汚染する恐れがあるので、非接触でシールをする必要がある。そこでモーターボックス入り口に3段

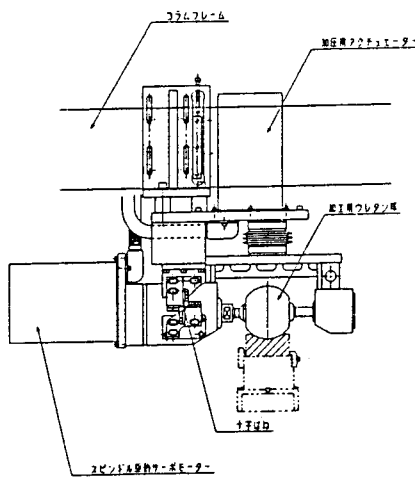
のラビリンスシールを設置し、モーターボックス内に N_2 ガスを供給する構造とした（図Ⅲ.2.73）。外部より侵入しようとする水は、 N_2 ガス圧により微量しか侵入できず3段のラビリンスシールにより水の侵入は完全に防止することが出来る。



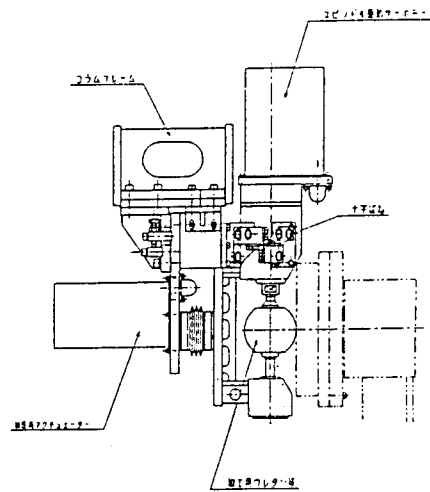
図Ⅲ.2.73 X軸、Y軸、 θ 軸シール部

(6) 加工ヘッド

加工ヘッドは固定部と移動部に分けられ、固定部には加圧機構、移動部には加工球スピンドルが設置されており、その間は十字バネにより連結されている。加工ヘッドを縦に取り付けた時も、横に取り付けた時も十字バネまわりのモーメントが釣り合うような位置に十字バネを配置している（図Ⅲ.2.74、図Ⅲ.2.75）。



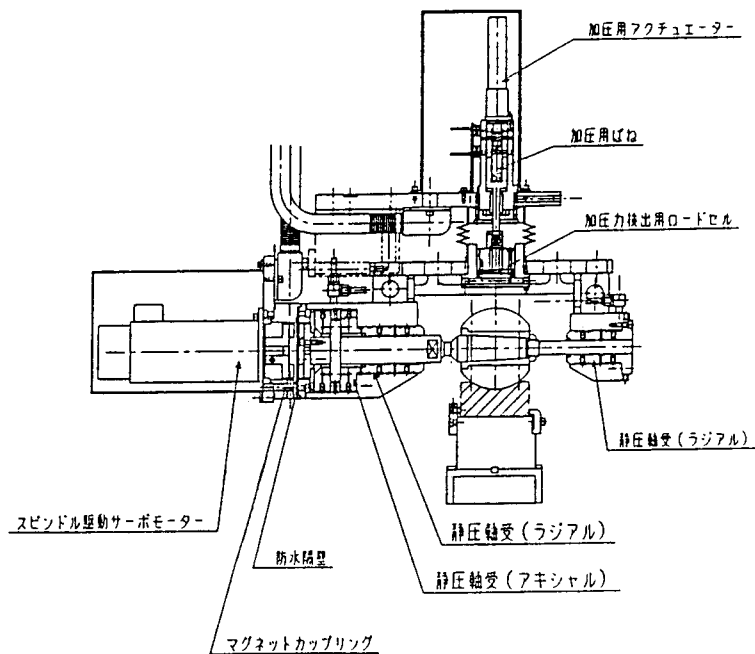
図Ⅲ.2.74 トロイダル試料加工時



図Ⅲ.2.75 軸対称試料加工時

加工球スピンドルは、一方をラジアル、アキシャル静圧軸受けで支持し、もう一方をラジアル静圧軸受けで支持している。アキシャル軸受けの外側には防水隔壁を挟んでスピンドル駆動用サーボモーターを配置しており、マグネットカップリングにより回転力を伝達できるものとした。加圧機構は、リニアアクチュエータによる推力が、加圧用バネ、口

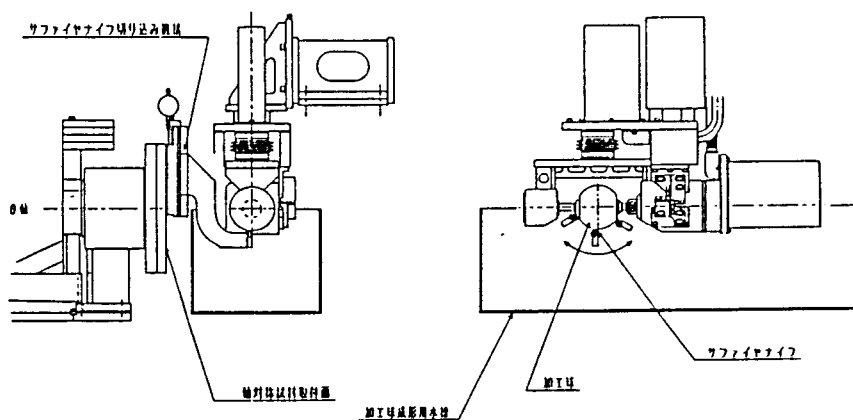
ロードセルを介して加工球に伝わり、試料への押しつけ力となる構造としている。これにより、加工開始時にはリニアアクチュエーターが前進し、ロードセルからの信号が設定値に達した後はリニアアクチュエーターを止め、加圧用バネの予圧により安定した加工圧を得ることが出来る（図Ⅲ.2.76）。



図Ⅲ.2.76 加工ヘッド内部構造

(7) 加工球成形方法

加工ヘッドを軸対称試料加工時の位置にセットし、軸対称試料取り付け面にサファイヤナイフ切り込み機構を取り付ける。加工ヘッドの下には加工球成型用水槽をセットし、これに純水を満たす。 θ 軸と加工球との芯出しをした後、 θ 軸をゆっくり揺動させながら、その揺動端で微量ずつ手動による切り込みを行う。また、Y軸と θ 軸を同時に動かすことにより任意の形状に成形することが可能となる（図Ⅲ.2.77）。

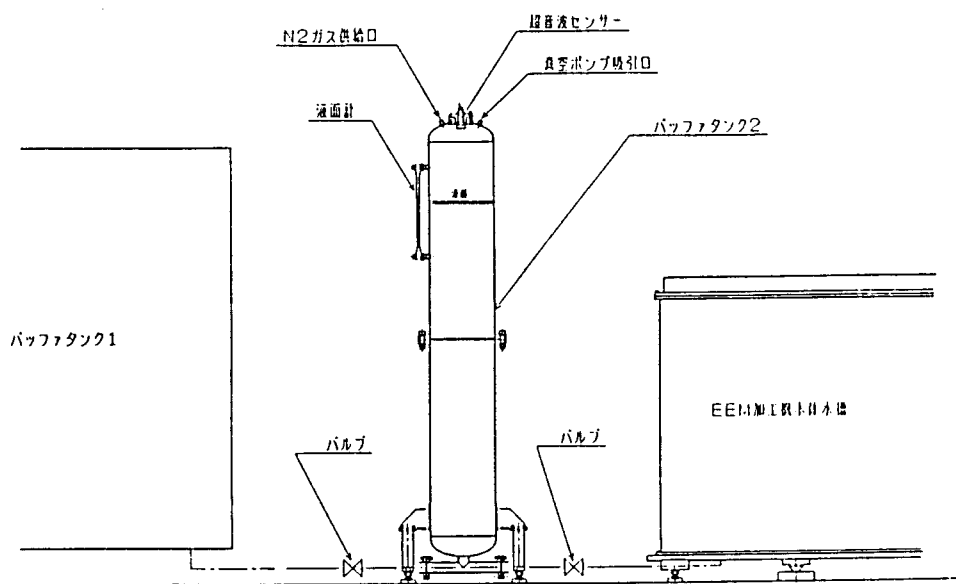


図Ⅲ.2.78 加工球成形方法

(8) バッファタンク2

加工中のEEM加工機本体の水槽内は研濁液で満たされており、その中に各スライド部より静圧に使われた超純水があふれ出るが、一方、加工液精製循環装置よりそれと同量の液層分を濾しだし、平衡状態を保つこととしている。この為加工機の横に、加工機水槽及び研濁液貯蔵用バッファタンク1と配管により連結されたバッファタンク2を設置し、この中の水面をタンク天井に取り付けた超音波センサーで検出して、その信号で濾過装置のポンプをコントロールする事により、この平衡状態を実現している（図Ⅲ.2.78）。尚このタンク内の水面上方の空間には、パージ用N₂ガスが満たされており超純水の汚染を防止している。

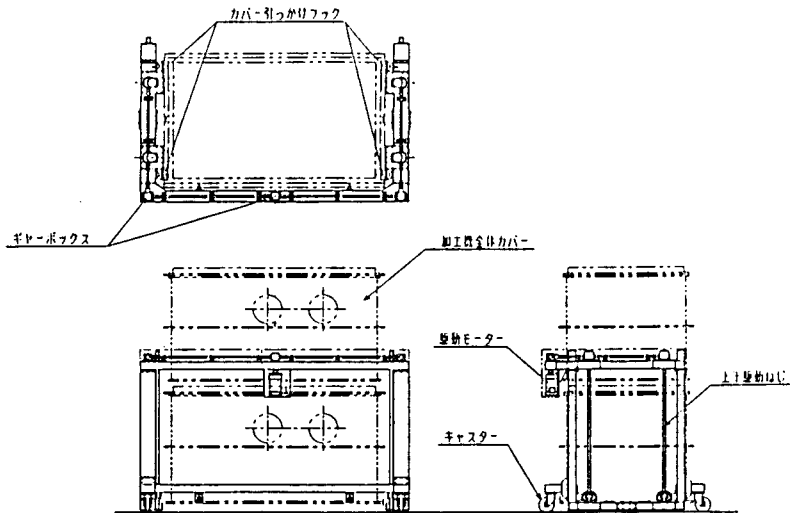
また、加工機水槽とバッファタンク1の間で研濁液の出し入れをするときは、連結配管中のバルブの開閉とパージ用N₂ガス圧の加圧、減圧を繰り返すことにより、給排水を行うポンプの機能も併せ持つ。



図Ⅲ.2.78 バッファタンク2構造図

(9) 全体カバーリフトアップ装置

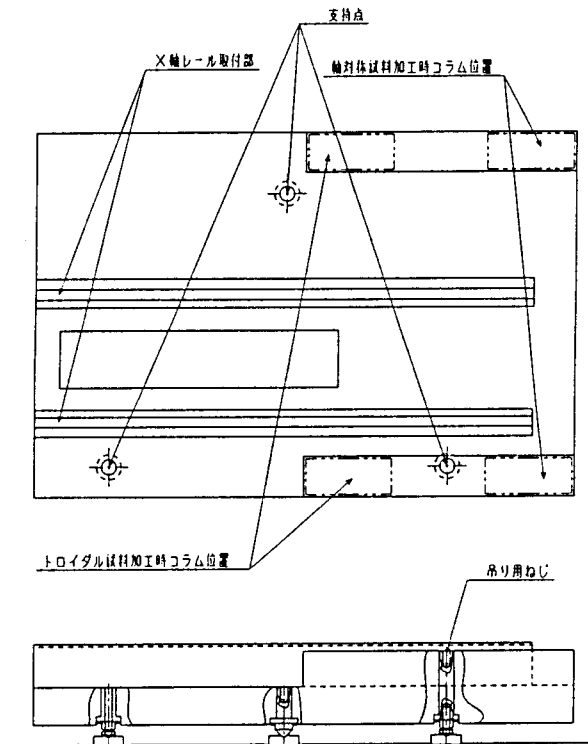
加工機への試料の着脱や内部に付着した加工微粒子の清掃のため、外周カバーと天井カバーを取り外す必要がある。そこで、天井カバー単体、又は外周カバーと天井カバーを一体で上方へ持ち上げ、そのまま前方へ引き出すリフトアップ装置を製作した（図Ⅲ.2.79）。



図Ⅲ.2.79 全体カバーリフトアップ機構

(10) 加工機本体ベース

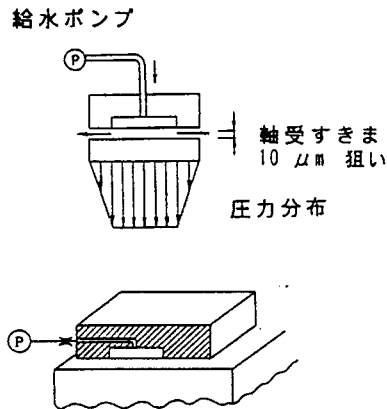
加工機本体ベースは水槽内に設置するため、軽量でレベル調整が容易なことが必要である。そこで材質をアルミとし、トロイダル試料加工時と、軸対称試料加工時の両方のコラム、テーブル位置で最も変位量の少ない支持点を選定した3点支持方式とした。ベース製作時においてもこの3点を支持し加工を行い、また搬送時にもこの3点の真上を吊り上げることにした(図Ⅲ.2.80)。



図Ⅲ.2.80 加工機本体ベース支持点配置図

8.3.2 静圧システム

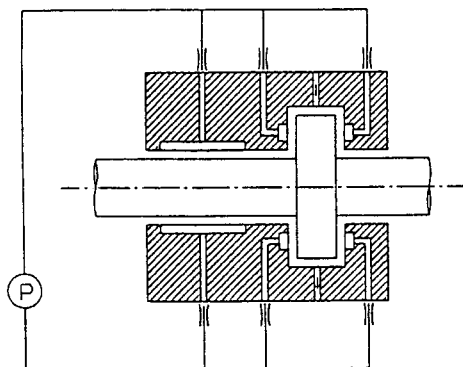
図Ⅲ.2.81に静圧システムの基本構造を示す。微小な軸受すきまに高圧の流体を噴出することにより浮上し、非接触で荷重を受けることができる。本装置では、超純水を潤滑流体に使用することにより、加工液中への設置を可能にしたが、その結果、最小限の流量で目標の性能を達成することが要求された。即ち、最小の軸受すきまにするための最適設計と、高精度の加工、組立、調整技術が要求された。



図Ⅲ.2.81 静圧システムの基本構造

(1) スピンドル

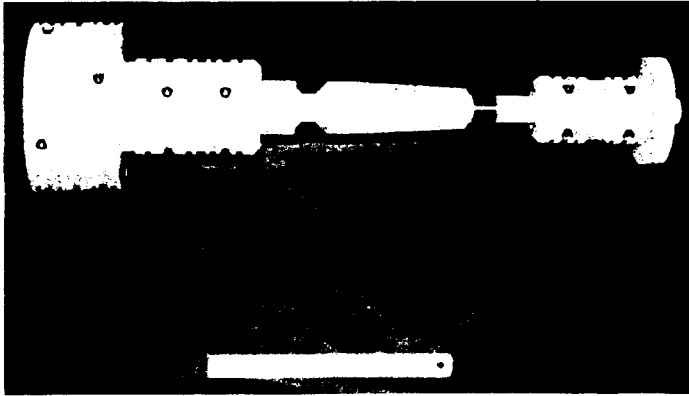
図Ⅲ.2.82に基本構造を示す。シャフトを取り囲んで設けた複数のリセス部により、シャフトを回転自在に支持し、同時にフランジ部を挟み込むことにより、アキシャル荷重を受けられる構造とした。また、図には示していないが、ラジアル部のリセスを連続して2列設けることにより、単体で角度剛性を持つように工夫した。



図Ⅲ.2.82 静圧スピンドルの基本構造

・主軸（加工球回転軸）

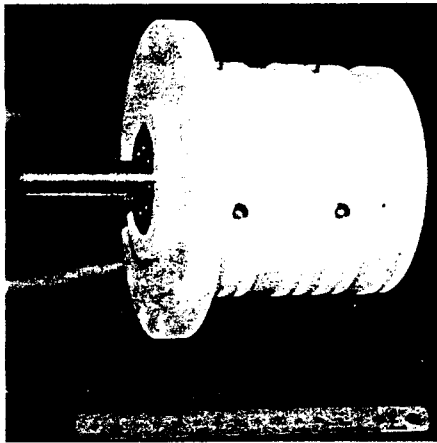
図Ⅲ.2.83に外観写真を示す。超純水中での使用と軽量化を考慮し、材料にはセラミックスを採用した。また、シャフト中央部に取り付けられるポリウレタン球の交換を行う必要から、取り付け部をテーパ形状とし、左右の軸径を変えて、容易に分解できる構造とした。



図Ⅲ.2.83 主軸外観写真

・ θ 軸（ワーク回転軸）

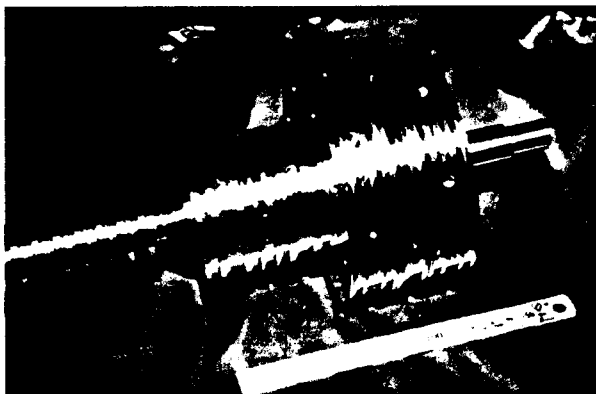
図Ⅲ.2.84に外観写真を示す。超純水中での使用と軽量化を考慮し、材料にはセラミックスを採用した。ただし、駆動力による破壊を防ぐため、シャフトは中心部がステンレス鋼で、外周部がセラミックスという二重構造とした。



図Ⅲ.2.84 θ 軸（ワーク回転軸）
外観写真

・静圧ネジサポート

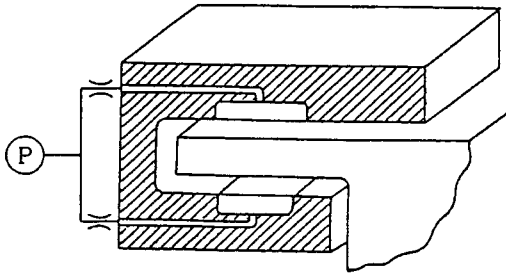
図Ⅲ.2.85に外観写真を示す。ステンレス鋼製のネジシャフトとの熱膨張差を防ぐため、材料にはステンレス鋼を採用した。



図Ⅲ.2.85 静圧ネジサポート
外観写真

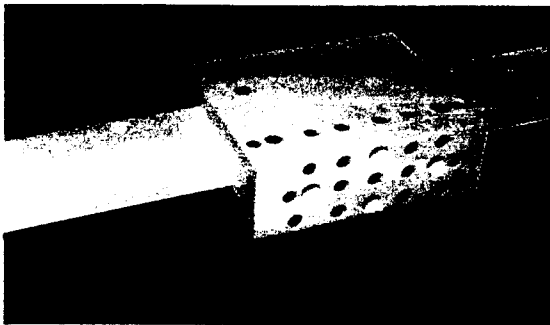
(2) X-Yテーブルスライド

図Ⅲ.2.86に基本構造を示す。図は矩形断面のレールを上下に挟み込むことにより、垂直荷重を受けるものであるが、同様に左右に挟み込むことにより、水平方向の支持も可能な構造とした。また、図には示していないが、1つの軸受面を複数のリセスに分割するマルチリセス方式を採用することにより、単体で角度剛性を持たせるように工夫した。



図Ⅲ.2.86 X-Yテーブルスライドの構成

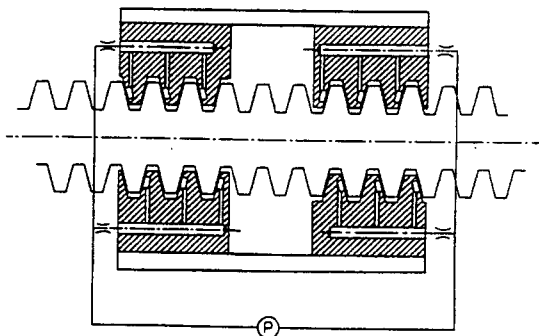
図Ⅲ.2.87に外観写真を示す。超純水中での使用と軽量化を考慮し、材料にはセラミックスを採用した。



図Ⅲ.2.87 X-Yテーブルスライド外観写真

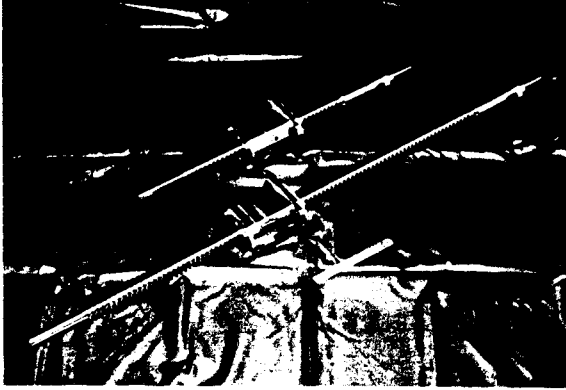
(2) X-Yテーブル静圧送りネジ

図Ⅲ.2.88に基本構造を示す。シャフト（雄ネジ）のネジ面にナット（雌ネジ）のネジ面から高压流体を噴出することにより、非接触を維持しながらテーブルを送ることが可能な構造とした。ネジ面のすきまは、一対のナットを逆方向に組み合わせ、その距離を微調整することにより設定した。



図Ⅲ.2.88 X-Yテーブル静圧送りネジの基本構造

図Ⅲ.2.89に外観写真を示す。複雑な加工を要するため、加工性を最優先し、同時に超純水中での使用を考慮して、シャフトにはステンレス鋼を、ナットには超々ジュラルミンを採用した。

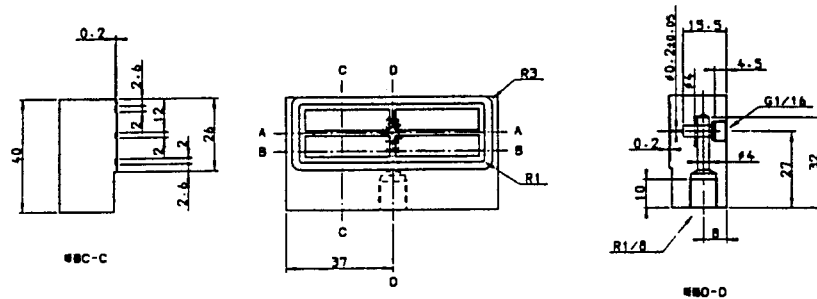


図Ⅲ.2.89 X-Yテーブル静圧送りネジの外観写真

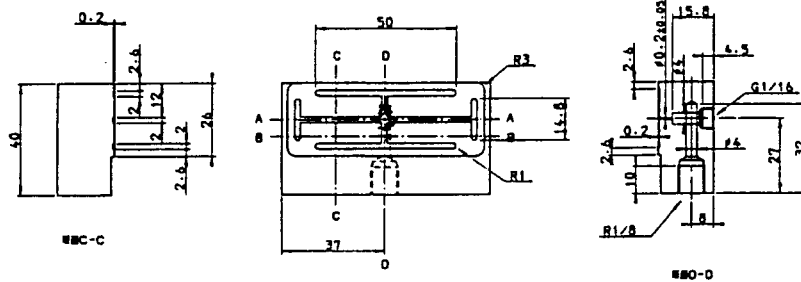
(4) 予備試験結果

・スライド

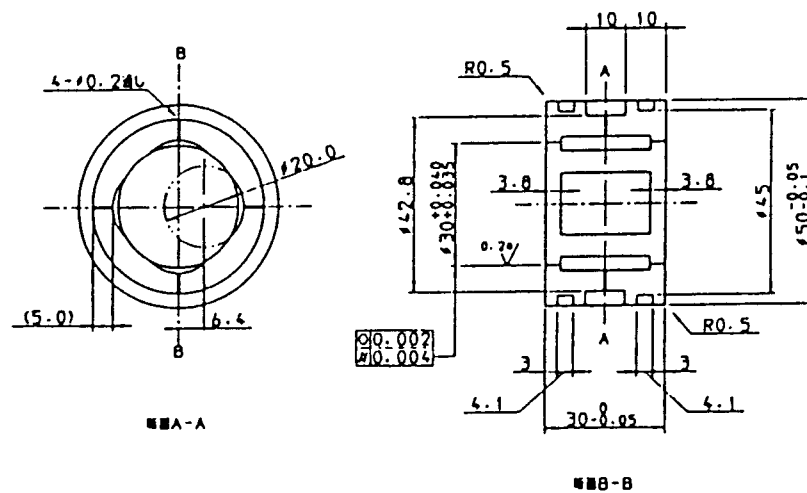
図Ⅲ.2.90に示す4種類のパッド面形状について評価を行った。(a)(b)は(c)(d)より負荷容量が劣り、(c)と(d)は同等であること、また、(d)は(c)と比較して角度剛性の点で優れていることが明らかになった。以上の結果より、(d)の形状を採用した。



(a)



(b)



(b)

図Ⅲ.2.91 静圧スピンドルの形式

(5) 性能計算結果

Y軸スライド（垂直負荷）について設計検討を行った結果を一例として示す。

a. 条件

- 荷重：垂直荷重150kgf
- パッド形状：4-リセス挟み込み型
- 片側軸受隙間： $h=10\mu\text{m}$
- 最小隙間： $h_{\text{min}}=5\mu\text{m}$
- 軸受面幅： $B=10\text{cm}$
- 軸受面長さ： $L=4\text{cm}$
- ランド幅： $C=0.4\text{cm}$

b. 計算結果

- $B/L=2.5$
- 軸変位率 $e/S=5/10=0.5$
- e ：軸変位量 S ：平均隙間
- 最小許容平均軸受隙間： $S_{\text{min}}=h_{\text{min}}/(1-e/S)=10\mu\text{m}$
- ランド幅比： $\beta=C/L=0.1$ （4リセスパッドの最適値：0.1）
- 面積係数： $A=0.85$ 流量係数： $B=5.5$
- $a=1-e/S=0.5$
- $b=1+e/S=1.5$
- 絞りパラメータの最適値： $u_{\text{opt}}=\sqrt{1/(a^3 \cdot b^3)}=1.54$

軸受受圧面積： $A_p=B \cdot L=40.0\text{cm}^2$

(参考文献には、4リセスパッドの場合、 $A_p=4 \cdot B \cdot L$ と記されているが、実験結果に基づき、 $A_p=B \cdot L$ と修正した。)

○負荷容量：

$$W=Ps \cdot A_p \cdot (1/(u_{opt} \cdot a^3+1)-1/(u_{opt} \cdot b^3+1))=23.0Ps$$

Ps ：供給圧力

$$Ps=8 \rightarrow W_s=184\text{kgf}$$

○剛性度：

$$\lambda=(a/\sqrt{a^3b^3}) \cdot [a^2/(\sqrt{a^3/b^3+1})^2+b^2/(\sqrt{b^3/a^3+1})^2]/[1/(\sqrt{a^3/b^3+1})-1/(\sqrt{b^3/a^3+1})]=0.29$$

○静剛性：

$$k=3W \cdot \lambda / h_{min}=4.0Ps$$

$$Ps=8 \rightarrow k_s=32.0\text{kgf}/\mu\text{m}$$

○流量：

$$Q=BS^3/\eta \cdot (a^3/(u_{opt}a^3+1)+b^3/(u_{opt}b^3+1)) \cdot Ps$$

$$=0.36Ps$$

(粘度： $\eta=1.002\text{E}-8$)

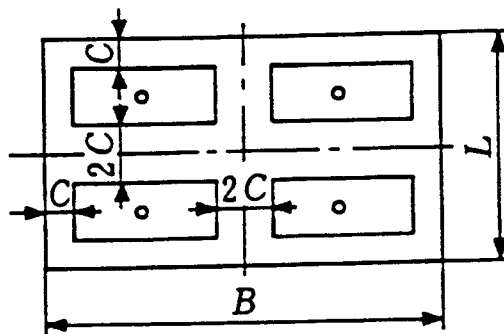
$$Ps=8 \rightarrow Q_s=2.9\text{cm}^3/\text{S}=0.17 \text{ l/min}$$

$$\text{毛細管定数}：kc=B \cdot S_{min}^3/u_{opt}=4.46\text{E}-16\text{m}^3$$

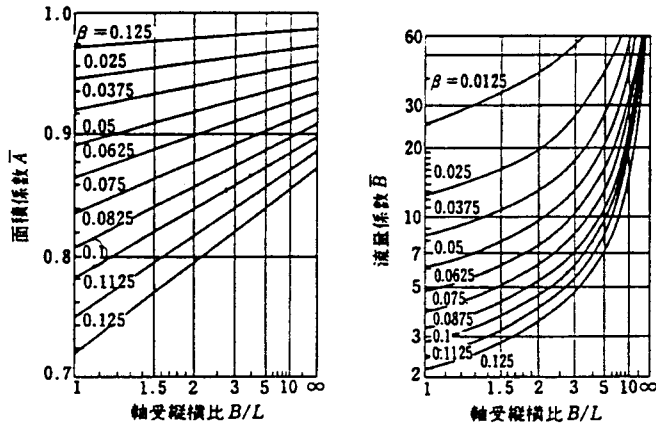
$$\text{毛細管長さ}：lc=\pi (dc/2)^4/128kc$$

$$\text{絞り穴直径}：dc=0.2\text{mm} \rightarrow \text{絞り長さ}：lc=5.5\text{mm}$$

(参考文献には、 $lc=\pi dc^4/128kc$ と記されているが、実験結果に基づき、上記の通り補正した。)



図Ⅲ.2.92 長方形4マルチリセスパッド

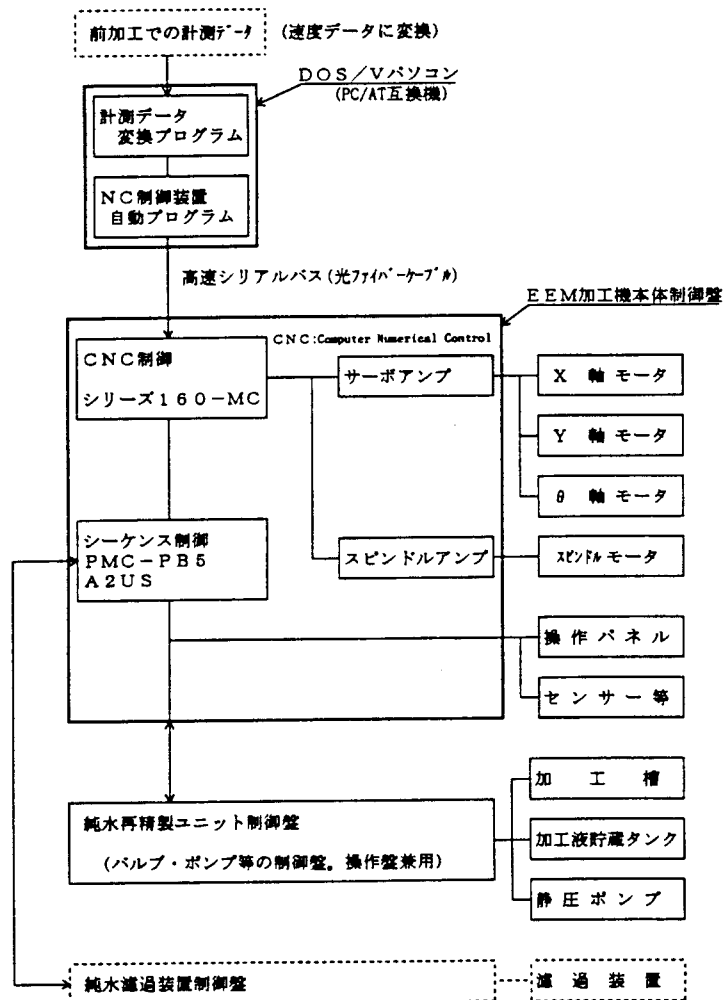


図Ⅲ.2.93 長方形4マルチリ
セスパッドの基本
特性値

8.3.3 制御装置

(1) 制御ブロック全体構成

制御部の全体構成を図Ⅲ.2.94に示す。



図Ⅲ.2.94 制御ブロック図

(2) 制御装置外観

パソコン及び防塵ロッカーを図Ⅲ.2.95に示す。防塵ロッカー内は、作業時の室内湿度が高いことから除湿機構を備えている。



図Ⅲ.2.95 パソコン及び防塵ロッカー外観

搭載装置

パソコン :FMV-6200D7

カラ-モニター:RD17GXⅡ

プリンタ :LBP-720

バックアップ電源:BU504XL

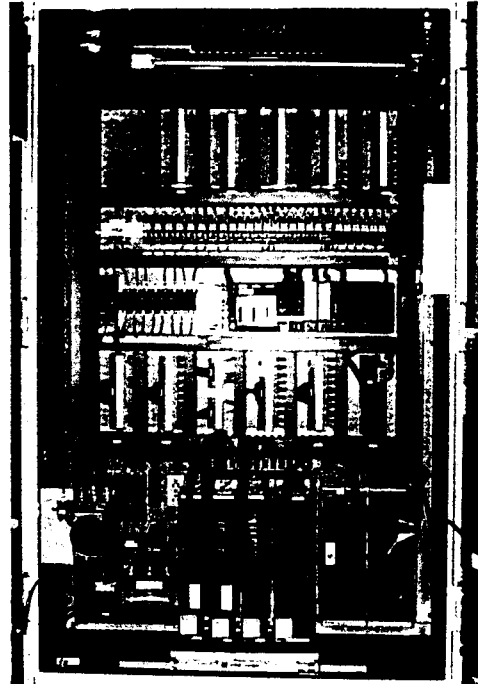
MOドライブ :TURBOⅡ 230M

電子除湿器 :ODE-2010

ロッカー:E35H

(完全防塵タイプ)

図Ⅲ.2.96には、加工機本体制御盤およびその内部の写真を示す。作業時の室内湿度が高いことから、パソコンロッカーと同様に除湿機構を備えている。



図Ⅲ.2.96 加工機本体制御盤およびその内部の写真

搭載装置

CNC : シリーズ 160-MC
 サーボアンプ : SVM1-12
 スピンドルアンプ : SPM-2.2
 シーケンサ(PLC) : PMC-PB5
 A2US
 電子除湿器 : ODE-2010

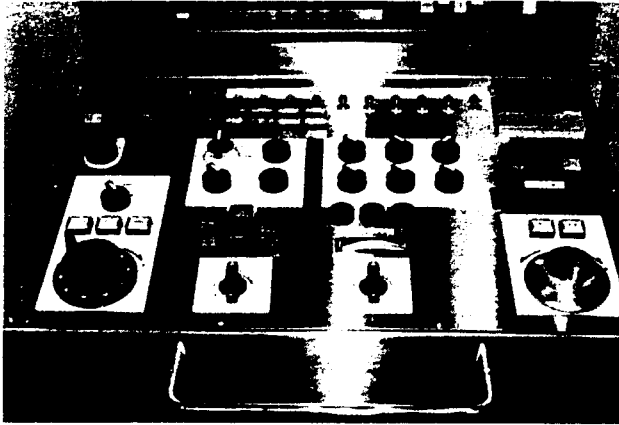
次に、加工機操作盤及び操作パネルの外観を図Ⅲ.2.97、図Ⅲ.2.98に示す。



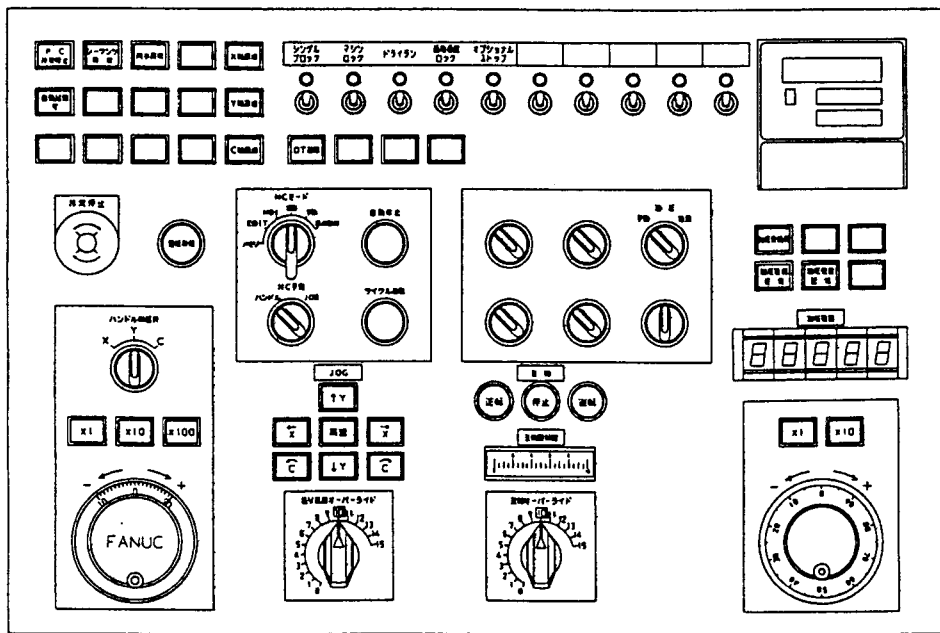
図Ⅲ.2.97 加工機操作盤外観

搭載装置

LCDモニターパネル : A02B-0222 -C061
 手動バルブ : A02B-0120-K847
 ロードインジケータ : JC-500
 電子除湿器 : ODE-0820

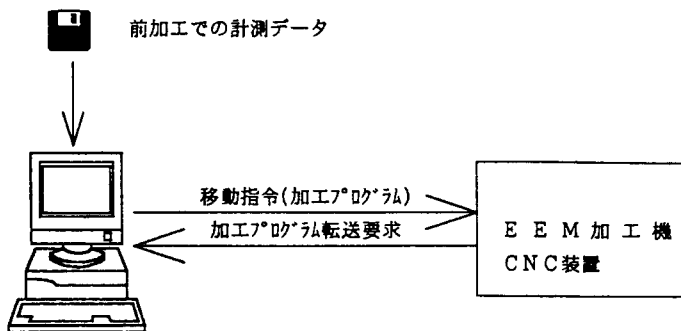


図Ⅲ.2.98 操作パネルの外観



図Ⅲ.2.99 操作パネルレイアウト

(3) 加エプログラム概要



図Ⅲ.2.100 加エプログラムの生成、転送

・ EEM加工機ではパソコンとCNCがバスで結合された形式になっている為パソコンと

・ EEM加工機ではパソコンとCNCがバスで結合された形式になっている為パソコンとCNCは一つの装置と見なすことができ、パソコンからCNCへプログラムを高速に転送できる。プログラムの転送に外部のインターフェイスを必要とせず、専用のライブラリー関数を使って移動指令を直接パソコンからCNCに書き込む。

・ パソコンソフトは2種類のプログラムを開発した。

①計測データ変換プログラム

前加工での計測データ（1mm³毎の速度データ）を分析し、加工プログラム用の速度データに変換する。

加工精度を上げる為に1mm³の速度データさらに最大100段階に変化させた速度データを作成する。

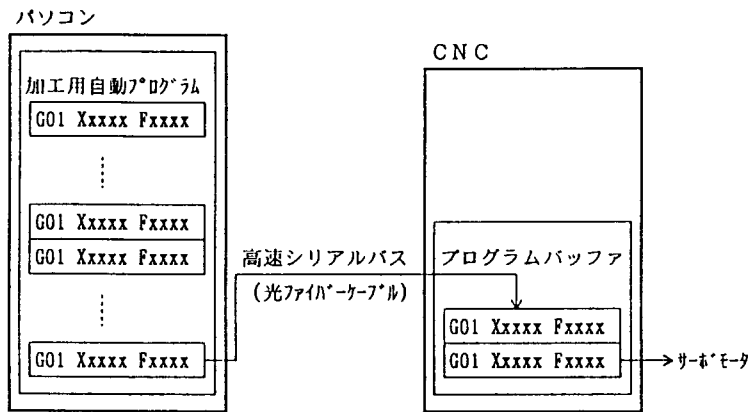
EEM加工機が自動運転する前に実行する。

②NC制御装置自動プログラム

計測データ変換プログラムで変換した速度データを元に加工プログラムを自動的に作成し、CNCに移動指令を送る。

EEM加工機が自動運転中に実行し、移動指令の転送待ちがないようにCNCからのプログラム転送要求を確認しながら転送する。

(4) パソコンとCNCとの通信方法

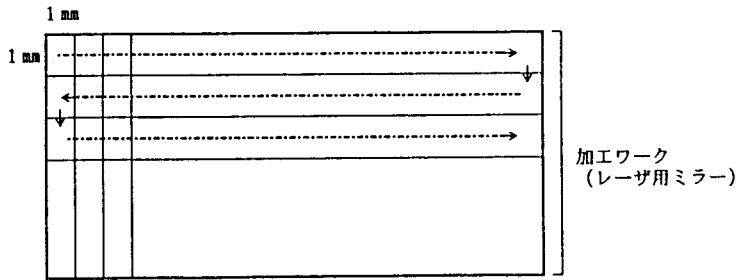


図Ⅲ.2.101 パソコン-CNC間通信方法

<特徴>

- ・ 運転方式はHSSB（ハイスピードシリアルバス）運転
- ・ パソコンからCNCへは高速シリアルバスでプログラムを転送
- ・ パソコンとCNC間でデータの転送待ちがないようにパソコンにて制御
→データのとぎれによって機械が停止することがない。

(5) 加工およびデータ処理方法



図Ⅲ.2.102 ワーク加工の順序

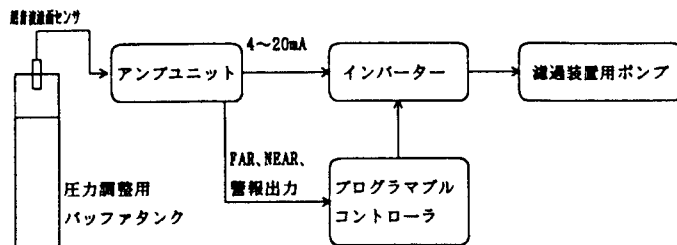
<特徴>

- ・前加工で計測された1mm²毎の測定データから算出した速度データを、パソコンに入力する。
- ・入力された速度データを、パソコンにてさらに最大100分割し、10μm～200μm毎に速度を変化させながら加工する。
- ・制御は速度制御により加工速度は0.1mm/min～600mm/minにて可変。

(6) 純水関連付帯設備の制御

・加工層内圧力制御

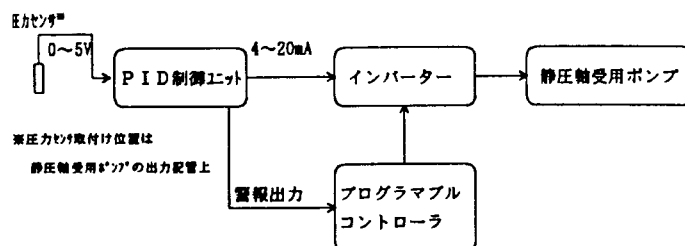
加工層内を純水で充満し精密一定圧力に保持する事を目的として、圧力調整用バッファタンクの液面レベルを超音波変位センサを用いて検出する事により、加工層に純水を供給する濾過装置用ポンプのインバーター制御を実施している。



図Ⅲ.2.103 加工層内圧力制御ブロック図

・静圧軸受圧力制御

X軸、Y軸、θ軸、及び主軸スピンドルの静圧軸受に供給する純水の圧力制御の為、静圧軸受用ポンプの出力配管経路に取り付けた圧力センサ信号をPID制御ユニットを介した後、ポンプのインバーターに制御信号を出力している。



図Ⅲ.2.104 静圧軸受圧力制御ブロック図

超音波液面センサー……KEYENCE:UD-300シリーズ(測定レンジ 400~3000mm)

圧力センサー……VALCON:VNFシリーズ(測定レンジ 0~17kgf/cm²)

PID制御ユニット……CHINO:DB1000シリーズ

・純水精製装置とのインターロック信号

(精製装置 → EEM加工機：テーブル駆動可、EEM加工機自動運転可)

(EEM加工機 → 精製装置：EEM加工機自動運転中)

・純水濾過装置とのインターロック信号

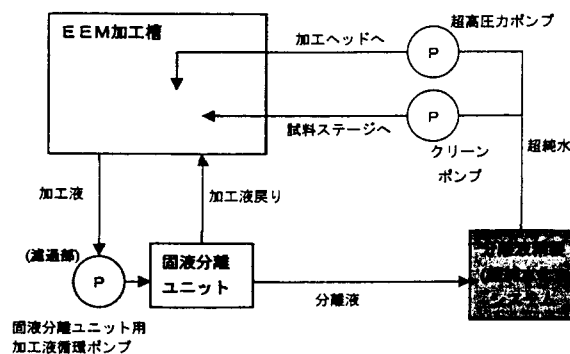
(濾過装置 → EEM加工機：テーブル駆動可、加工機自動運転可)

(EEM加工機 → 濾過装置：EEM加工機自動運転中)

8.4 加工液循環精製システム

8.4.1 加工液循環精製システムに求められる要件とシステムの概要

開発した EEM 加工システムでは、加工槽が密閉構造となっており、外部からの不純物の混入のない構成を実現している。また、加工槽内に設置される試料ステージや加工ヘッド等の機器の構成材料は、超純水に対して安定かつ溶出の少ない材料として SUS316 ならびに高純度アルミナセラミックスが採用されている。しかし、溶出を完全に避けることは不可能であり、超純水の汚染を避けることはできない。このことから、本加工システムでは加工液の精製システムを備える必要がある。開発した加工液循環精製システムの構成を図Ⅲ.2.105 に示す。EEM 用微粒子を含む加工液から固液分離システムにより不純物を含む液相成分を分離し、超純水に再精製した後、超純水静圧支持部に供給することにより、加工槽内のウルトラクリーン化を実現しようとするものである。



図Ⅲ.2.105 加工液循環精製システムのブロック図

8.4.2 加工液からの固液分離システム

本システムでは、高濃度に加工用微粒子の分散する加工液から、液相成分だけを濾過し、分離する必要がある。しかし、通常の全量濾過法では濾過膜面に微粒子が堆積するため、長時間安定した濾過を行うことはできない。ここでは、メンブレンタイプの濾過膜を用い



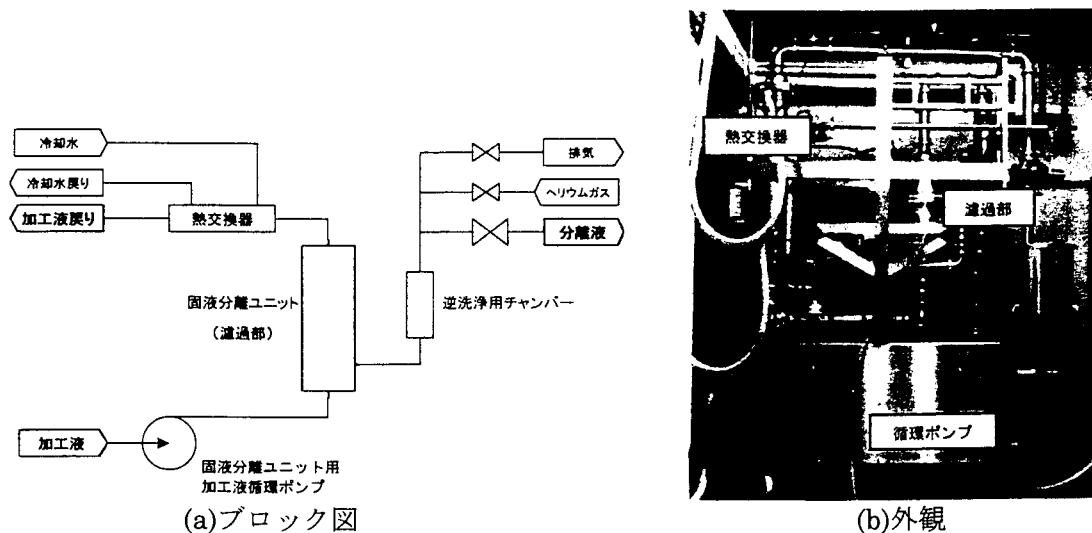
図Ⅲ.2.106 多孔質セラミックス製の限外濾過膜ユニットの外観

ると共に、膜面に平行に加工液を流し、膜面上で十分な強さのせん断流れを発生させ、液相が分離されることにより微粒子濃度が著しく高まった膜表面付近の残留液を流し去ることによって、長時間安定した濾過能力を維持できるようにした。このような考え方の濾過法は、限外濾過法と呼ばれ、広く各分野に応用されている。図Ⅲ.2.106 に本研究で採用した多孔質セラミックス製の限外濾過膜ユニットを示す。流路のための幾つかの穴(直径4mm^φ)の開いた素焼き状の多孔質セラミックスに、細粒相の多孔質セラミックス膜を焼結して濾過膜が形成されている。流路に大流量の被処理液を流し、膜面上に十分なせん断流れを発生させ、安定した濾過を行うものである。しかし、所定の濾過流量を得るために必要な加工液の循環流量が極めて大きく、加工槽内の流れが大きく乱されるために、このままEEM加工システムに導入することはできない。そこで、本研究では流路穴内に様々な流路制限棒を挿入し、加工液が膜面上で所定の強さのせん断流れを発生するのに必要な循環流量を著しく低減することに成功した。表Ⅲ.2.13 は、挿入した流路制限棒の径と濾過水量に対する加工液の循環流量の比を示したものである。3.8mm^φの流路制限棒を用い、流路隙間を0.1mmとしたとき、この比が10倍まで低減され、非常に効率的な濾過が実現できることを示している。

開発した固液分離システムの濾過部の構成ならびにブロック図と外観を図Ⅲ.2.107 に示す。濾過部には図Ⅲ.2.106 に示した濾過ユニット 37 本で構成されており、その性能を表Ⅲ.2.に示している。

表Ⅲ.2.13 流路制限棒の径と濾過水量に対する加工液の循環流量の比

流路制限棒の径 (mm)	隙間 (mm)	濾過水透水量 (ℓ/min)	循環流量 (ℓ/min)	循環流量 濾過水透水量
3.8	0.1	0.78	7.96	10.2
3.6	0.2	0.66	20.4	30.9
3.4	0.3	0.68	40.4	59.4
挿入なし		1.027	252	245



図Ⅲ.2.107 開発した固相分離システムのブロック図と外観

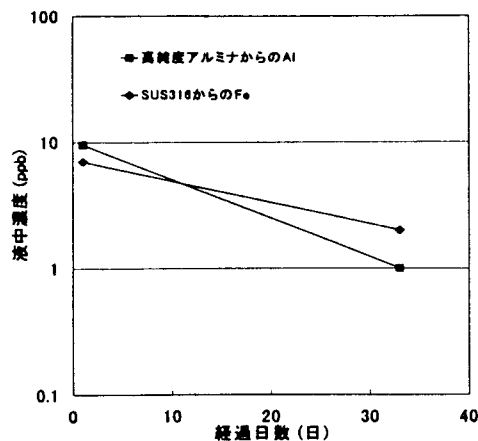
表Ⅲ.2.14 開発した固液分離システムの性能
(加工液 1w%SiO₂ の場合)

項目	
分離粒径	0.05μm
濾過能力	35 l/min

8.4.3 分離された液相の精製（超純水化）システム

加工液は密閉系を循環するため、外部からの不純物の混入はないものと考えられる。超純水中への不純物混入の最も大きな原因は、加工槽内の機器の構成材料および微粒子表面からの溶出である。本研究では、精製（超純水化）システムの仕様を決定するために、これらの材料からの溶出速度の見積もりを行った。開発した装置では加工ステージの静圧支持部にアルミナセラミックスを採用し、その他の部分はすべて SUS316 によって構成した。これらの材料は超純水に対して非常に安定であり、溶出する量は極めて微量であることが予想される。図Ⅲ.2.108 に SUS316 および高純度アルミナセラミックスからの溶出金属イオン濃度を分析した結果を示す。本実験は、表面積 25cm² から 96 時間内に超純水 500cc 中に溶出した量を ICP(Inductive Coupled Plasma)マスマススペクトロスコピーで測定したものであり、重量濃度で表示されている。加工槽内の加工液量は 150ℓ、また、SUS316 で構成される部品の表面積は 5m² であり、固液分離システムの最大処理流量である 35ℓ/min で加工液の精製を行ったとすれば、平衡状態における Fe イオンの濃度は 0.9ppt である。同様に、アルミナセラミックスからの溶出を考えると Al イオンの平衡状態における濃度は 0.6ppt となる。この値は、精製（超純水化）システムにおけるイオン交換樹脂への負荷として全く問題とならないことは明らかである。一方、加工用微粒子からの溶出は、その表面積が極めて大きいことから非常に大きな値となる可能性がある。ここでは、超純水中に様々な微粒子を 1w% 分散し、24 時間放置後の濾過水中に含まれる構成金属原子の濃度を測定した。その結果を表Ⅱ.2. に示す。この結果より、SiO₂ 微粒子からの Si の溶出量がその他の微粒子に比べて極めて多いことが分かる。また、このときイオン状シリカとして

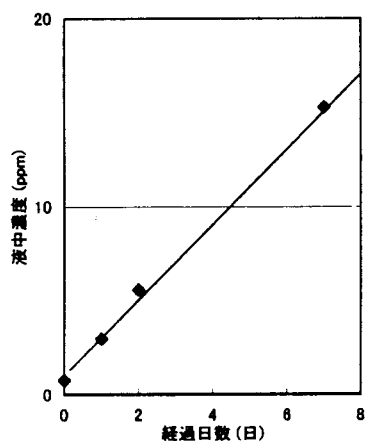
溶出していることも分かった。それ以外の微粒子の場合、精製（超純水化）システムにおけるイオン交換樹脂への負荷として全く問題とならない程度の濃度である。



図Ⅲ.2.108 各種材料表面からのイオン溶出試験結果（表面積 25cm^2 から超純水 500cc への溶出試験（4日間）後の純水中の金属イオン濃度）

表Ⅲ.2. 超純水中に微粒子を $1\text{w}\%$ 分散後 24 時間放置した後、濾過水中に溶出した構成金属原子の濃度測定の結果

	SiO_2 微粒子	ZrO_2 微粒子	Al_2O_3 微粒子
構成金属元素の濃度	15ppm	2ppb	7ppb



図Ⅲ.2.109 高純度 SiO_2 微粒子(粒子径 $0.1\mu\text{m}$ 、濃度 $1\text{w}\%$ の加工液)からのイオン状シリカの溶出試験結果

そこで、イオン状シリカについて、 SiO_2 微粒子表面からの溶出速度を知るために、 SiO_2 微粒子 $1\text{w}\%$ の加工液を作製し、濾過による濃縮と超純水による希釈を繰り返すことにより、初期状態でイオン状シリカ濃度 0.8ppm の加工液を作製し、その後 7 日間の液相中のイオン状シリカ濃度の変化を測定した。このときの SiO_2 微粒子の濃度は $1\text{w}\%$ である。その結果を図Ⅲ.2.109 に示す。この結果より、 $1\text{w}\%$ の SiO_2 加工液では、微粒子からの溶出により 1 日約 3ppm の濃度上昇がある事が分かる。この結果は、加工中に固液分離システムから分離される液相中には、平衡状態において約 30ppb のイオン状シリカが溶出していることを示している。以上の結果を踏まえ、また、加工時には SiO_2 微粒子濃度を $10\text{w}\%$ まで上げる

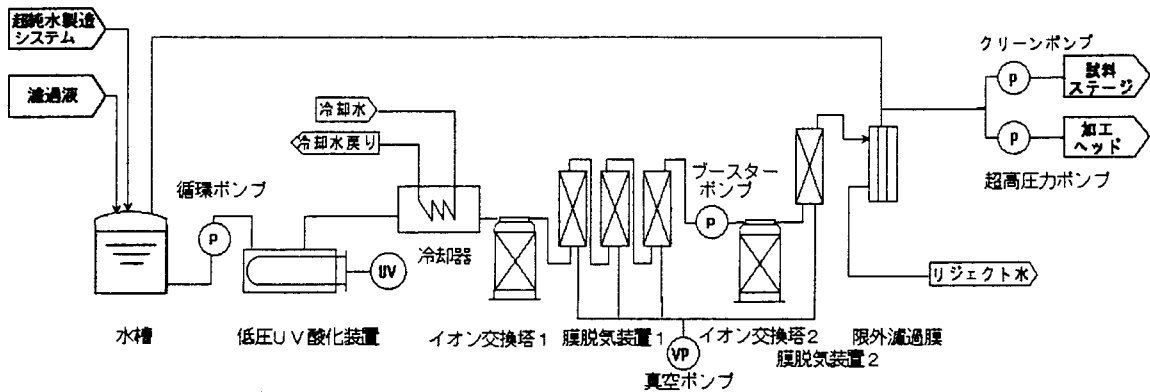
ことを想定して決定した精製（超純水化）システムの装置仕様を表Ⅲ.2.16 と表Ⅲ.2.17 に示す。本システムでは、イオン状シリカ等の溶出無機イオンの除去以外にも様々な不純物の除去を行うことができる。加工用に調整された加工液中には、調整直後は飽和状態に近い濃度の溶存酸素や二酸化炭素が混入しており、これを 1ppb 程度まで低減する必要から、膜脱気装置を備えている。また、同じく加工液の調整時に、外気より混入の恐れのある有機不純物に対しても、処理水の TOC（Total Organic Carbon）濃度を 1ppb 以下とするた

表Ⅲ.2.16 精製装置への供給水水質上限
(分離水水質の最悪見積もり)

比抵抗	17	MΩ cm
TOC(全有機物濃度)	15	ppb
DO (溶存酸素)	4000	ppb
微粒子	50	個/ml
シリカ	1000	ppb

表Ⅲ.2.17 処理水水質（設計値）

比抵抗	18.2	MΩ cm
TOC(全有機物濃度)	1	ppb
DO (溶存酸素)	1	ppb
微粒子	5	個/ml
シリカ	1	ppb



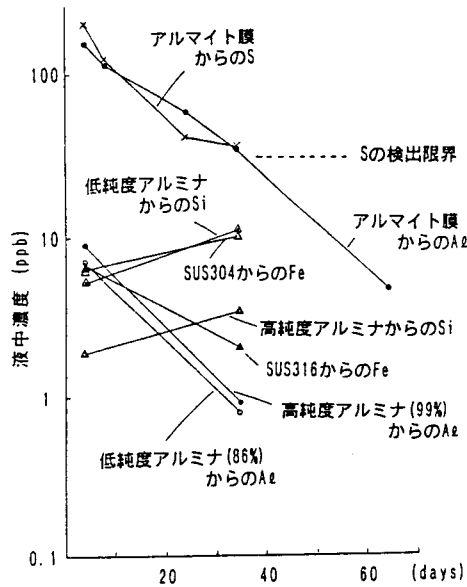
図Ⅲ.2.110 分離された液相の精製（超純水化）システムの構成

め、有機不純物分解のための紫外線照射装置も備えている。開発した精製（超純水化）システムの構成を図Ⅲ.2.110 に示す。固液分離された液相分は、精製（超純水化）システムの水槽に導かれ、循環系内に配置された各種の機能を持つ純水化ユニットを通過後、一度の通過で表Ⅲ.2. に示す性能の超純水に再精製される。加工装置に必要な超純水は循環系より分岐され、加工装置側に送られる。

8.5 装置設計のための予備試験結果のまとめ

8.5.1 材料選定

超純水中で使用する構成材料は、溶け出しの少ないことが絶対条件となる。可能性があると考えられる各種材料について溶出試験を行ったところ、図Ⅲ.2.111に示すとおり、ある種のセラミックスやSUS316、SUS304、アルマイトなどが使用可能であることが明らかになった。

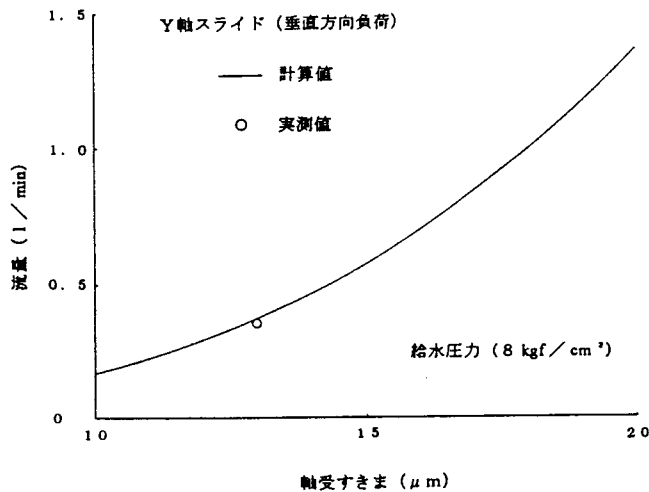


図Ⅲ.2.111 各種材料からの超純水中への金属成分溶出試験の結果

8.5.2 静圧システム

(1) スライド、スピンドル

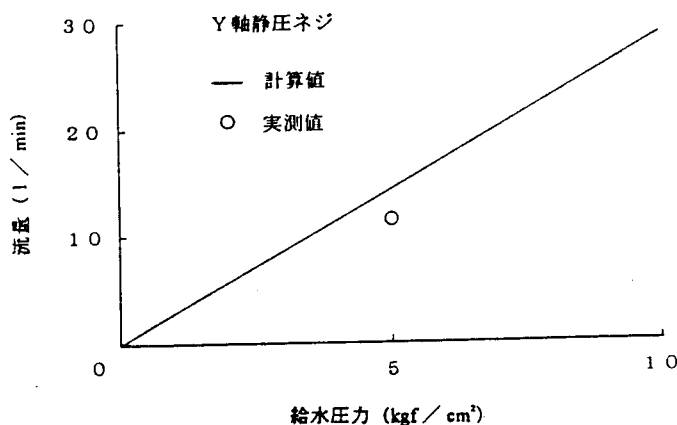
テストサンプルを製作し、理論式の妥当性について評価を行った。その結果、負荷容量と高圧流体を噴出する絞り穴の寸法について、一部係数を補正することによって、実測値とよく一致させることができることを確認した。補正式に基づいて設計した最終仕様部品について、流量測定を行ったところ、計算値とよく一致することを確認した。図Ⅲ.2.112にY軸スライドについて測定した結果を示す。



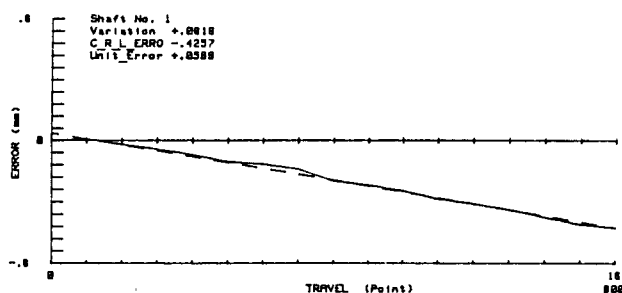
図Ⅲ.2.112 軸受け隙間と純水消費量の関係

(2) 送りネジ

当初は、一对の静圧ナットにバネを介在させることにより、シャフトとナットのネジ面を互いに押しつけ、水圧とバランスさせる方式の採用を考えたが、テストサンプルの評価を行ったところ、ラジアル方向の拘束力が無いために、ネジ部の微小すきまを維持することが困難であることが明らかになった。そこで、最終仕様では図Ⅲ.2.113に示したようなすきまを固定する方式に変更し、スムーズな回転が得られた。



図Ⅲ.2.113 給水圧力と純水消費量の関係



図Ⅲ.2.114 ネジシャフトのピッチ精度測定結果

また、流量についても図Ⅲ.2.113に示す通り、計算値以下であることを確認した。図Ⅲ.2.114はネジシャフトのピッチ精度について測定したものであるが、ボールネジと同等の精度を有することを確認した。

8.6 装置性能評価

8.6.1 静圧ステージシステムの純水消費量

静圧ステージシステムの純水消費量は、加工液循環生成システムの性能とも関連して、装置性能を検討する上で極めて重要な項目である。表Ⅲ.2.18に各部の純水消費量の実測値と計算値を示す。実測値と計算値の比較から分かるように、ほぼこれらの値が一致しており、軸受け隙間等の加工精度が十分であったことを裏付けている。

表Ⅲ.2.18 各部の流量の実測値と計算値

	Xナット	Yナット	Xネジ ポート	Yネジ ポート	Xスライ ド	Yスライ ド	θ軸	主軸
供給圧 (atm)	5.4	4.4	7.8	7.9	7.8	7.5	7.6	8.0
実測値 (l/m)	10	10	2	0.9	1.6	3	2.2	1.8
計算値 (l/m)	15.3	12.5	1.1	1.1	1.4	0.9	1.7	1.4

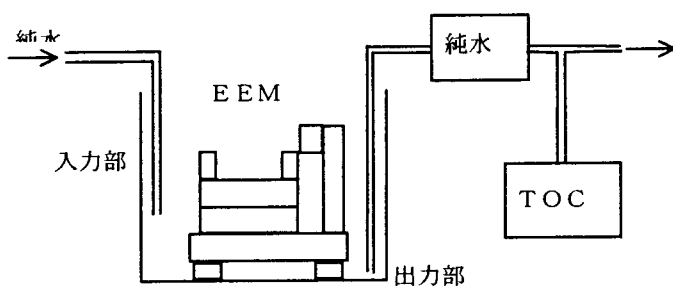
8.6.2 加工雰囲気のクリーン度の評価

(1) 有機不純物

加工装置内のクリーン度を評価するため、図Ⅲ.2.115に示す様に、加工装置内に超純水を供給し、内部の有機不純物濃度をTOC(Total Organic Carbon)メーターにより測定した。加工槽内にTOCが1ppb以下の超純水をためた後、24時間後の装置内のTOCを測定したところ、約10ppb程度であることが分かった。本加工システムには、加工液循環・精製システムが備えられており、本システムの入力許容最大TOC濃度が100ppbであることから、加工機本体に要求される清浄度を十二分に満たしていることを確認した。

(3) 金属イオン濃度

加工雰囲気中の金属不純物イオンがEEM加工に与える影響については既に述べたとおりである。ここでは、電気伝導率による計測を行った。超純水の電気伝導率は、空気中のCO₂を吸収することでも大きく低下するため、静圧システムの純水排出口から出た直後の純水の電気伝導率を測定した。その結果、すべての静圧システムにおいて18MΩ以上の値を示し、理論抵抗である18.25Mオームに近い値を持つことが確認できた。



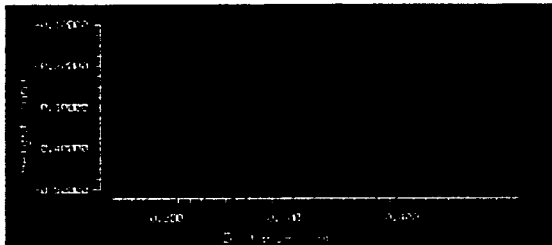
8.7 加工ヘッドおよび数値制御システムの組み込み

8.7.1 中空AI回転球型加工ヘッドの組み込み

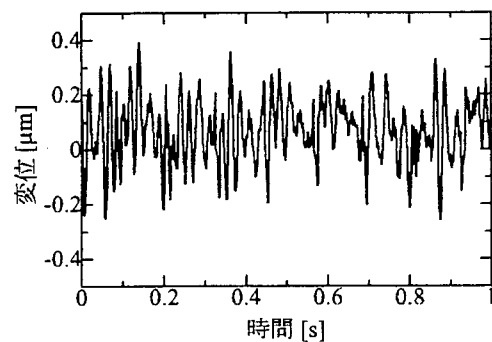
6節で述べた、超清浄EEM加工システム用の加工ヘッドの中で、中空AI回転球型加工ヘッドを作製し、加工装置に組み込んだ。図Ⅲ.2.116は、加工装置に組み込まれた中空AI回転球型加工ヘッドの写真である。また、図Ⅲ.2.117および図Ⅲ.2.118は、加工ヘッドの表面粗さならびに回転時の振れを測定したものである。表面粗さは0.1μm以下であり、設計時の流体膜厚約1μmの1/10であり、十分な表面状態となっている。また、軸振れに関しても、0.1μm以下であり、EEM用の加工ヘッドとして必要十分なヘッドを完成できた。



図Ⅲ.2.116 加工装置に組み込まれた加工ヘッドの外観



図Ⅲ.2.117 加工ヘッドの表面粗さ



図Ⅲ.2.118 加工ヘッドの回転時の振れ

8.7.2 数値制御システムの組み込み

(1) 組み込まれた数値制御システムの内容

EEM における加工量は、加工条件（加工液濃度、加工ヘッドと表面とのギャップなどが一定の時、加工ヘッドが加工点に滞在する時間に比例することが分かっている。このことから、各点での必要加工量に応じた走査速度で加工ヘッドを走査することにより、任意の目的形状の加工を行うことができる。本システムにおいては、前加工面形状を ZYGO 社製位相干渉計状測定器により測定を行い、目的形状との誤差から加工ヘッドの送り速度データを算出する。このデータに基づき、各軸の駆動用サーボモーターを制御し、数値制御による形状修正加工が実現される。

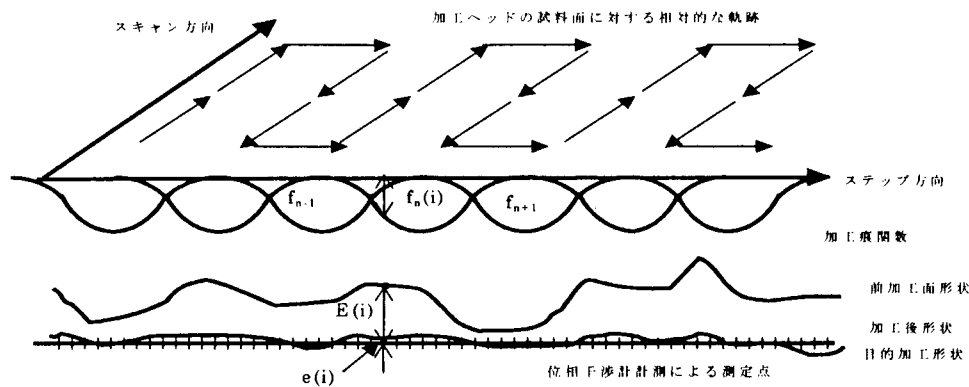
(2) 加工ヘッド送り速度データ計算方法

EEM 加工痕はある一定の大きさを持っており、加工ヘッドの送り速度データを計算する時には考慮に入れなければならない。また、形状修正加工を行う際、各加工点の必要加工量が計算されるが、全体としてどのように加工するかが問題になってくる。つまり、加工後にどうしても残る形状誤差を念頭にいれ、加工ヘッドの送り速度データを計算しなければならず、新たな手法を開発する必要がある。

表面粗さを評価する際、主に R_{pv} 値および R_{rms} 粗さの値が用いられる。加工痕にある

一定の大きさがある場合、形状修正加工を行う際、この両方の値を同時に最小にすることは不可能であり、一方を基準として加工を行うことになる。そこで、加工ヘッドの送り速度データ計算の際、加工後の表面の Rrms 粗さが最小、Rpv 値が最小の 2 種類の計算方法により加工ヘッドの送り速度データの計算を行う。

実際に形状修正加工を行う際、加工ヘッドは試料表面にて対して相対的に図Ⅲ.2.119 のような軌跡になる。ここで、スキャン方向は加工ヘッドの進行方向のことで、ステップ方向は加工ヘッドの進行方向と直角をなす方向である。以下、2 種類の計算方法を比較検討するため、まず、ステップ方向のみの 1 次元として考え、2 種類の加工ヘッドの送り速度データの計算理論について述べる。



図Ⅲ.2.119 形状修正加工

(a) 加工後の表面の Rrms 粗さが最小になる加工ヘッドの送り速度データの計算方法

Rrms 粗さとは目的形状と実際の表面形状の 2 乗誤差平均である。よって各点の誤差の 2 乗和が最小になるようにすれば Rrms 粗さは最小になる。i 番の測定点の表面目的加工量を $E(i)$ とし、n ステップ目の加工痕関数を $f_n(i)$ とする。ここで、i は位相干渉計測による測定データ点の番号であり、n は加工速度を与える点の番号である。ここで、n 番における送り速度である微小距離を割った微小滞在時間を $t(n)$ とすると、i における加工量誤差 $e(i)$ は次のようになる。

$$e(i) = E(i) - \sum_{n=1}^N f_n(i) t(n)$$

各点の誤差の 2 乗和を F とすると

$$F = \sum_{i=1}^I (E(i) - \sum_{n=1}^N f_n(i) t(n))^2$$

F を変数 $t(n)$ の関数であると考えると、F が最小である時以下の N 個の式が成り立つ。

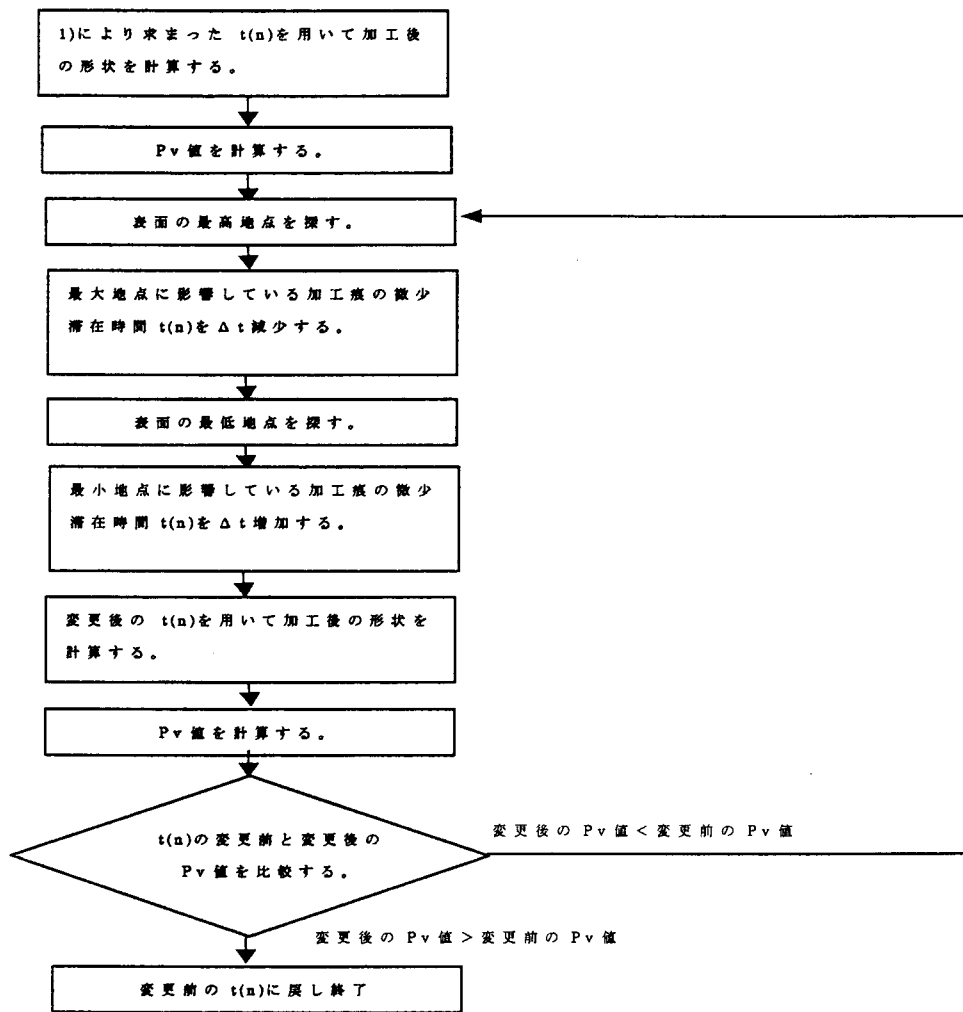
$$\frac{\partial F}{\partial t(1)} = 0 \quad \frac{\partial F}{\partial t(2)} = 0 \quad \frac{\partial F}{\partial t(3)} = 0 \quad \dots \quad \frac{\partial F}{\partial t(N)} = 0$$

各式を展開すると、 $t(n)$ の N 次元連立 1 次方程式になり、数値的に $t(n)$ を解くことにより、

$t(n)$ が求まり、微小距離を割ることで各点における送り速度を求める。
この方法は最小二乗法の考え方を取り入れた方法であり、確かな答えが得られると考えられる。

(b) 加工後の Pv 値が最小になる加工ヘッド送り速度データの計算方法

Rms 粗さが最小であっても、測定表面の最高地点と最低地点の差である Pv 値は最小であるとは限らない。そこで、1)によって、求めた $t(n)$ をさらに以下のアルゴリズムによるプログラムで修正することで Pv 値を最小にする。



図Ⅲ.2.120 加工後の表面の Rpv 値を最小にする加工ヘッドの送り速度データ計算アルゴリズム

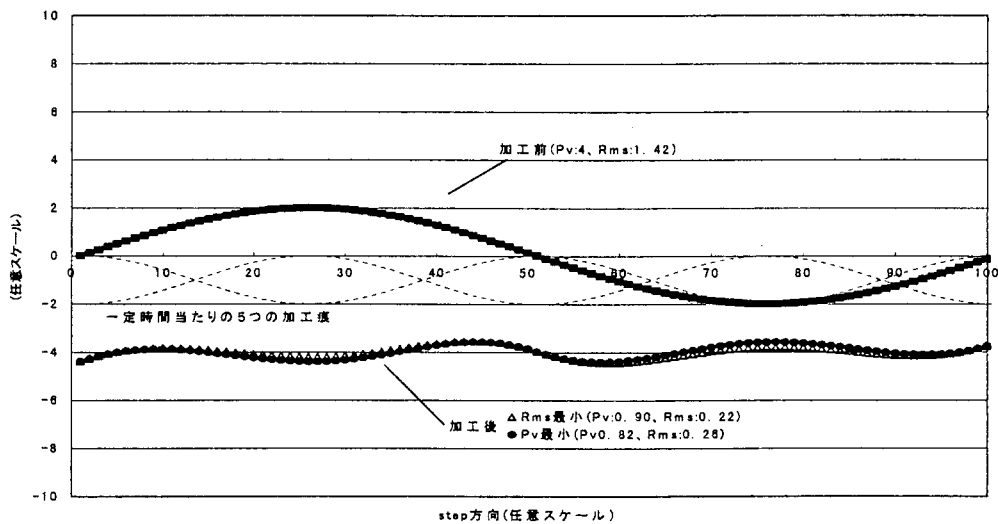
方法としては、最高地点、最低地点の場所を探し、その地点に影響を与えている $t(n)$ の増減を繰り返すことで、Rpv を減少させる。判定条件としては修正前後の Rpv 値を計算しそれを比較している。この方法により、計算機上で我々の目標とする Rpv が 0.5nm 以下になるような加工痕のステップ数、加工量の設定を行う事が可能であり、実際の加工を行わずとも Rpv 値が予想され有効な手段である。

(c) 計算例

まず、先ほど示した計算方法を実際の測定前加工面、EEM加工痕に用いる前に、簡単な1次元モデルを用い計算方法が確かであるか検討した。モデルとして、前加工面をsinカーブであたえ、前項で示したRrms最小、Rpv最小となる2つのアルゴリズムによるプログラムを用い、5つの加工痕により前加工面に修正を加え平坦化させた結果を図Ⅲ.2.121に示す。

結果から、2つの結果ともRrms、Rpv共に減少しており、修正後の加工面のRrms粗さ、Pv値の値を比較すると2つの結果の大小は逆転していることが分かる。

このことから、2つの計算方法とも確かな結果が得られ、実際の数値制御EEM加工に用いる加工ヘッドの送り速度データを計算する上で有効な手法であると考えられる。



図Ⅲ.2.121 計算例

8.7.3 今後の展開

超清浄数値制御EEM加工システムを開発し、基本性能を確認した。現在、新しく開発した2タイプの加工ヘッドを用いた調整を実施している。すでに、中空AI回転球型加工ヘッドの組み込みを終え、設計時の流れのシミュレーション結果と実際の特性の比較評価を行っている。また、超高压超純水のノズル噴射流れを利用した加工ヘッドの調整も、実施中であり、早急に最終的に搭載する加工ヘッドを決定し、X線や高出力レーザー光用のミラー加工を実施する予定である。数値制御加工システムの基礎実験では、 $0.01\mu\text{m}$ 以上の精度で形状修正が出来ることも確認しており、大いなる成果が得られるものと確信している。

9. まとめ

本研究は、固体表面反応シミュレーションに基づき、EEMにおける加工メカニズムのより詳細な解明を行うと共に、その結果をもとにEEMによる超精密加工システムを開発

し、上記の X 線ミラーや高出力レーザーミラーの加工に応用することを目指している。具体的には、前述のプラズマ CVM により P-V で 10nm オーダーの形状精度が達成された、加工物をベースに形状修正加工を行い、P-V で 1nm オーダーの形状精度の実現を目指す。これまでの成果をまとめると、以下のようになる。

- (1) 加工環境のウルトラクリーン化を可能とする超清浄数値制御 EEM 加工システムを開発した。
- (2) 超純水静圧支持を利用した超清浄数値制御 xyθ ステージを世界に先駆けて開発した。
- (3) 加工環境のウルトラクリーン化を実現する中空 Al 回転球型加工ヘッドを開発した。
- (4) 加工環境のウルトラクリーン化と高い加工の制御性を実現する超高压ノズル型加工ヘッドを開発した。
- (5) 加工液から不純物を取り除くための、加工液循環精製システムを開発した。
- (6) 数値制御 EEM 加工用のソフトウェアを開発し、これにより基礎的な数値制御加工を実施し、所期の性能が達成できることを確認した。
- (7) 高純度かつ単分散の EEM 用微粒子製造システムを開発した。
- (8) 微粒子精製実験を行い、大気圧プラズマによる SiO₂ 微粒子の生成を確認した。

これらの成果に基づき、今後 X 線ミラーや高出力レーザーミラーの加工を実施する予定である。

参考文献

- [1] E. Spiller: Diffraction Limited Large X-ray optics, J. X-ray and Technol., 4, (1994) 118.
- [2] 森 勇藏,山内和人,遠藤勝義: 極限精密加工技術, 精密工学会誌, 57, 1(1991) 36.
- [3] Elastic Emission Machining as an Ultra-fine Finishing Method: Proc. of the Int. Conf. on Prod. Eng., (1974) 33.
- [4] Y.Mori, N.Ikawa, and K.Sugiyama; Elastic Emission Machining: Technol. Repts. of the Osaka Univ.,26,1329 (1976) 557.
- [5] 森勇藏,津和秀夫,杉山和久: EEM(Elastic Emission Machining)の基礎研究(第 1 報)-極微小弾性破壊の概念とその可能性, 精密機械, 43,5 (1977) 542.
- [6] H.Tsuwa, N.Ikawa, Y.Mori and K.Sugiyama:Numerically Controlled Elastic Emission Machining, Annals of the CIRP, 28,1 (1979) 193.
- [7] 森 勇藏:Elastic Emission Machining とその表面, 精密機械, 46,6 (1980) 659.
- [8] 森 勇藏,井川直哉,奥田 徹,杉山和久;EEM(Elastic Emission Machining)による超精密数値制御加工法, 精密機械, 46,12(1980)85.
- [9] 森 勇藏,井川直哉,奥田 徹,杉山和久,山内和人: EEM (Elastic Emission Machining) による超精密数値制御加工法—流体の挙動解析と膜圧分布—, 精密機械 49, 11 (1983) 1540.
- [10] 森 勇藏,奥田 徹,杉山和久,山内和人: EEM (Elastic Emission Machining) による超精密数値制御加工法—流体中の粉末の挙動と加工特性—, 精密機械, 51, 5 (1985) 1033.

- [11] 森 勇藏,井川直哉,奥田 徹,杉山和久,山内和人:EEM(Elastic Emission Machining)の基礎研究(第 2 報)-応力場から見た格子欠陥の発生,増殖の可能性-: 精密機械, 51,6 (1985) 1187.
- [12] 森 勇藏,山内和人:原子の大きさに迫る加工: 精密工学会誌, 51,1 (1985) 12.
- [13] Y. Mori, K. Yamauchi, and K. Endo: 4th Int. Conf. Prec. Eng., (Cranfield) 1987.
- [14] Y. Mori, K. Yamauchi, and K. Endo: Elastic Emission Machining as Evaluated by Atomistic Techniques, 6th Int. Conf. Prod. Eng.(1987) .
- [15] Y. Mori, K. Yamauchi and K. Endo: Elastic Emission Machining, Prec. Eng., 9, (1987) 123.
- [16] Y. Mori, K. Yamauchi, and K. Endo: Removal Mechanism in Elastic Emission Machining, Prec. Eng., 10, (1988) 24.
- [17] Y. Mori, K. Yamauchi, K. Endo, T. Ide, H. Toyota, K. Nishizawa and M. Hasegawa: Evaluation of Elastic Emission Machined Surfaces by Scanning Tunneling Microscopy, J. Vac. Sci. Technol. A, 8, (1990) 621.
- [18] Y. Mori, K. Yamauchi, K. Endo, T. Ide, H. Toyota, K. Nishizawa and M. Hasegawa: Evaluation of Elastic Emission Machined Surfaces by Scanning Tunneling Microscopy, 4th Int. Conf. Scanning Tunneling Microscopy / Spectroscopy(1989).
- [19] Y. Mori, K. Yamauchi, and K. Endo: Elastic Emission Machining-An Ultra Precision Machining Utilizing Fine Particle Surface Activities-, Proc. Special Symposium on Advanced Materials-II(1990).
- [20] 山内和人,山村和也,佐野泰久,広瀬喜久治,後藤英和,森勇藏: EEM(Elastic Emission Machining)における加工現象の第一原理分子動力学シミュレーション(第3報)-化学結合の分子軌道計算-, 1996 年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集 (1996) 989.
- [21] 広瀬喜久治, 森勇藏, 山内和人, 後藤英和, 杉山和久, 稲垣耕司, 杉本光宏: EEM(Elastic Emission Machining)における原子除去過程の第一原理分子動力学シミュレーション, 1997 年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集(1997) 97.
- [22] 稲垣耕司, 山内和人, 広瀬喜久治, 後藤英和, 杉山和久, 杉本光宏, 森勇藏: EEM(Elastic Emission Machining)における原子除去過程の計算機シミュレーション, 1998 年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集(1998) 176.
- [23] 兵頭潤一, 森勇藏, 片岡俊彦, 山内和人, 島田尚一, 杉山和久, 打越純一, 稲垣耕司: EEM(Elastic Emission Machining)加工システムの超清浄化, 1998 年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集(1998) 517.
- [24] 山内和人, 片岡俊彦, 遠藤勝義, 稲垣耕司, 杉山和久, 牧野修之, 森 勇藏: EEM(Elastic Emission Machining)に関する研究 -加工液中の溶存酸素が Si ウエハに与える影響-, 精密工学会誌, 64, 6(1998) 907.
- [25] Y. Mori, K. Yamauchi, K. Endo, H. Wang, T. Ide and H. Goto: Sub-Band-Gap Surface Photovoltage in Finely-Polished Si: Technol. Repts. of the Osaka Univ., 40,2020 (1990) 293.
- [26] 森 勇藏,片岡俊彦,遠藤勝義,山内和人,稲垣耕司,山村和也,広瀬喜久治: 光反射率スペクトルによる超精密加工表面の評価法の開発, 精密工学会誌, 60,9 (1994) 1360.

- [26] 大谷和男, 田村繁治, 上條長生, 奥山博信: EEMによるSiC非球面ミラーの加工, 第41回応用物理学関係連合講演会, 1994年3月
- [27] 大谷和男: EEMによる応用加工, テクノッセ第10回記念事業, 1995年2月
- [28] 大谷和男, 田村繁治, 藤田和宏, 上條長生: 積層型ゾーンプレート of EEM超精密研磨, 第42回応用物理学関係連合講演会, 1995年3月
- [29] 大谷和男: EEMによる表面の超精密加工の検討(1), 共同研究推進委員会成果発表会, 1995年7月
- [30] 大谷和男, 田村繁治, 上條長生: 硬X線用積層型ゾーンプレート(1) Cu/Al系ZPの作製と評価, 第43回応用物理学関係連合講演会, 1996年3月
- [31] 大谷和男: EEM法によりSiCの表面粗さ1.6オングストロームを達成, 大工研ニュース, 1996年
- [32] 大谷和男, 奥山博信, 森 勇蔵, 松岡克典, 山崎恭弘: 精密工学会誌, 57(1991)85.
- [33] K.Ohtani, S.Tamura, N.Kamijo and H.Okuyama, "Fabrication of SiC As-spherical Mirror by Elastic Emission Machining", Int. J. JSPE, 30, 235-236(1996).
- [34] 森 勇蔵, 片岡俊彦, 遠藤勝義, 山内和人, 稲垣耕司, 山村和也, 広瀬喜久治: 光反射率スペクトルによる超精密加工表面の評価法の開発, 精密工学会誌, 60,9 (1994) 1360.
- [35] K.Usuda and K.Yamada: Proc. JRCAT International Workshop on Science and Technology of Hydrogen-Terminated Silicon Surfaces, (1997) 5.
- [36] M. Morita, T. Ohmi, E.Hasegawa, M. Kawakami and K. Suma: Control Factor of Native Oxide Growth on Silicon in Air or in Ultrapure Water, Appl. Phys. Lett., 55, (1989) 562.
- [37] M. Morita, T. Ohmi, E.Hasegawa, M. Kawakami and M. Ohwada: Growth of Native Oxide on a Silicon Surface, Appl. Phys., 68, (1990) 1272.
- [38] E. P. Boonekamp, J. J. Kelly, J. van de Ven and H. M. Sondag: The Chemical Oxidation of Hydrogen-Terminated Silicon (111) Surfaces in Water Studied *in situ* with Fourier Transform Infrared Spectroscopy, J. Appl. Phys. 75,12 (1994) 8121.