

2013 年度（平成 25 年度）
博士論文

複合砥粒を用いた
高性能研磨技術の研究

立命館大学大学院
理工学研究科総合理工学専攻
一廻穂 直聡

目次

第1章 緒論	1
1.1 緒言.....	1
1.2 本研究の背景.....	2
1.2.1 加工法の概要.....	2
1.2.2 機械加工の概要.....	2
1.2.3 機械加工における研磨加工の位置づけ.....	3
1.3 本研究の目的.....	5
1.4 本論文の構成および概要.....	6
参考文献.....	7
第2章 遊離砥粒研磨法	8
2.1 緒言.....	8
2.2 遊離砥粒研磨法の概要.....	8
2.2.1 遊離砥粒研磨の分類.....	8
2.2.2 ポリシングの加工原理.....	10
2.2.3 ガラスのポリシング.....	12
2.2.4 研磨パッドについて.....	14
2.2.5 酸化セリウム砥粒について.....	16
2.3 研磨加工技術の現状.....	17
2.3.1 研磨剤の種類.....	17
2.3.2 CMP（ケミカルメカニカルポリシング）の概要.....	18
2.4 複合粒子研磨法.....	19
2.4.1 複合粒子研磨法の概要.....	19
2.4.2 複合粒子研磨法のガラス研磨への適用.....	22
参考文献.....	25
第3章 洗浄性を考慮した複合砥粒の製作と分級	27
3.1 緒言.....	27
3.2 複合砥粒の製造方法.....	28
3.2.1 ハイブリダイザによる試作.....	28
3.2.2 ハイブリッドミキサによる製作.....	29
3.2.3 製作した複合砥粒の研磨特性.....	30
3.3 複合砥粒の分級.....	34
3.3.1 複合砥粒の分散性と洗浄性の評価.....	34
3.3.2 複合砥粒の分級方法選定.....	35

3.3.3	分級した複合砥粒の洗浄性評価	37
3.3.4	分級した複合砥粒の研磨特性	41
3.4	研磨特性向上のための母粒子材質の変更	42
3.4.1	ポリウレタン粒子の適用	42
3.4.2	分級したポリウレタン粒子を用いた複合砥粒の研磨特性	45
3.5	結論	46
	参考文献	47
第4章	滞留性を考慮した複合砥粒の開発	48
4.1	緒言	48
4.2	無機粒子入り母粒子を用いた複合砥粒の開発	48
4.2.1	シリカ入りポリマ微粒子の準備	48
4.2.2	シリカ入り粒子を用いた複合砥粒の製作	49
4.2.3	シリカ入り粒子を用いた複合砥粒の研磨特性	51
4.3	異形粒子を用いた複合砥粒の開発	53
4.3.1	異形粒子の採用	53
4.3.2	異形粒子を用いた複合砥粒の製作とその研磨特性	54
4.3.3	異形粒子を用いた複合砥粒の耐久性評価	56
4.3.4	ガラス工作物の加工面の解析	58
4.4	異形粒子を用いた複合砥粒の加工条件依存性	58
4.4.1	定盤・工作物回転数依存性	58
4.4.2	研磨圧力依存性	59
4.4.3	スラリー条件依存性	60
4.5	分級複合砥粒の加工特性と滞留性の関係	63
4.5.1	異形粒子を用いた複合砥粒の分級と分級後の研磨特性	63
4.5.2	分級した複合砥粒を用いた両面研磨実験	64
4.5.3	分級した複合砥粒の研磨特性向上	66
4.6	複合化した滞留性改善粒子の適用	70
4.7	結論	72
	参考文献	73
第5章	複合砥粒の滞留性と研磨パッド表面の関係	74
5.1	緒言	74
5.2	様々な研磨パッドと複合砥粒の関係	75
5.2.1	実験に使用した研磨パッド	75
5.2.2	研磨パッドのタイプによる研磨特性への影響	76
5.3	発泡ポリウレタン樹脂研磨パッドの気孔径変更	80
5.3.1	小径気孔ウレタンパッドの準備	80

5.3.2	小径気孔パッドの砥粒保持性の測定	81
5.3.3	小径気孔パッドと複合砥粒を用いた研磨の研磨特性	81
5.4	小径気孔研磨パッドの加工条件依存性	82
5.4.1	研磨パッドへの砥粒添加の影響	82
5.4.2	研磨能率の研磨条件依存性	85
5.5	スエード研磨パッドと複合砥粒の関係	86
5.5.1	開孔径の異なるスエードタイプ研磨パッドの準備	86
5.5.2	スエードタイプ研磨パッドの開孔径が研磨特性に及ぼす影響	88
5.6	エポキシ研磨パッドと複合砥粒の関係	89
5.7	結論	91
	参考文献	92
第6章	総括	93
	謝辞	97
	付録 他材料の研磨に適応した複合砥粒の開発	98
付.1	緒言	98
付.2	ステンレス研磨用複合砥粒の開発	99
付.2.1	ステンレス研磨用複合砥粒の製作	99
付.2.2	ステンレス研磨実験条件	100
付.2.3	複合砥粒を用いたステンレス研磨の実験結果	101
付.2.4	考察	102
付.3	鋳鉄材料の鏡面研磨への適用	103
付.3.1	砥粒の選択	103
付.3.2	防錆剤の選択	104
付.3.3	複合砥粒の製作	105
付.3.4	複合砥粒の鋳鉄鏡面研磨性能の評価	106
付.3.5	研磨パッドの変更	107
付.4	サファイア研磨への適用	108
付.4.1	サファイア研磨の現状	108
付.4.2	研磨実験の準備	108
付.4.3	実験結果と考察	109
付.5	結論	111
	参考文献	111

第1章

緒論

1.1 緒言

研磨と呼ばれる加工法は「工具に擦り付けて研ぎ磨くこと」と表現されるように¹⁾、多数の微細な硬い粒子を作用させて対象表面の凹凸を小さくし、鏡面状態にすることを意味する²⁾。製品の表面が鏡面状態にされることによって、多くのメリットを得ることができる。研磨の目的や効用は研磨対象によって異なるが、おおよそその対象ではその外観が変化する、つまり光沢や艶が出る、透過率が上がるなど人間が美的価値を持つことがメリットとして挙げられる。また、研磨によるメリットは外観のみに限定されない。工学的、工業的価値も認められている。生活に大きく密接した部分にも研磨加工は取り入れられており、金属製品の表面を鏡面にすることにより、抵抗を減らし、切断や摺動をスムーズにできる。その例が包丁や内燃機関の部品などである。さらに、我々の暮らしを支えている電化製品を構成する電子部品のほとんどに研磨の工程が用いられている。特に電子回路の集積化や微細化が進み、研磨の持つ意義というのは非常に大きくなっている。高い平坦化性能が求められるだけでなく、さらには高効率化や加工後の洗浄性向上など様々な要求が研磨には突き付けられており、その技術は日々研鑽され続けている。現在では、スマートフォンやタブレットなどの急速な普及が進み、研磨の価値は上がっている一方で、スラリーのリサイクル技術や低価格化が進み市場規模は減少傾向にある。そこで、スラリーメーカーなどでは新規用途の開発を行っている³⁾。

本研究では、従来の砥粒を用いる遊離砥粒研磨法の欠点を補い、またその加工効率を上げることを目的とした複合砥粒の開発を行った。開発した複合砥粒を水系分散媒にてスラリーとし、ガラス研磨に対して適用を行った。その適用可能性の検討を行うとともに、そこで発生した特有の問題点に対しての解決法を探り、研究を進めた。また、同時により高機能な研磨工具を作製するといった視点のもと、異なるスタンスで、新たな複合砥粒の開発・提案を行った。以下、本章では精密加工の概要及び、精密加工における遊離砥粒研磨の位置づけ

について簡単に述べた後に各章の構成を述べる。

1.2 本研究の背景

1.2.1 加工法の概要

人類は歴史の発展と共に様々な加工法を開発してきた。加工法の分類としては、まず除去加工と非除去加工に分類することができる⁴⁾。それぞれ除去加工は加工対象である工作物の不要部分を除去する加工法、非除去加工はその逆である。非除去加工の具体的な例としては、部材を溶融しつなぎ合わせる溶接加工や、板材などをプレスして塑性変形させるプレス加工など、溶融加工や成形加工などが挙げられる。これらの加工は工作物の減少がほぼ起きない。一方で、除去加工はこれから述べる機械加工を筆頭とし、様々なエネルギーを用いて、材料の除去を行うことで、所定の寸法や形状を獲得する。

その除去加工の分類において、最も利用されるのが供給されるエネルギーによる分類である^{4,5,6)}。まず、機械的なエネルギーを用いる機械加工と、その他のエネルギーを用いる特殊加工に分類される。特殊加工には化学エネルギーや電気エネルギー、熱エネルギーを用いたものが挙げられる。本研究の対象である研磨加工はこれらの中の機械加工に属しており、機械加工について概要を記述する。

1.2.2 機械加工の概要

機械加工とは、機械的エネルギーを利用して工作物に除去加工を施すことをいう¹⁾。切削加工、砥粒加工、複合加工の三つが存在する。切削加工は、旋削やフライス削り、穴あけなどを含み、材料除去のエネルギー効率および生産性が最も高い加工である¹⁾。砥粒加工は研削やホーニング、ショットブラスティング、ラッピングなど砥粒を使用した加工である。最後の複合加工は、加工能率や仕上げ面品位を向上させるため、機械的エネルギーの他に化学的なエネルギーを複合した加工法である。表 1.1 に機械加工の種類及び代表的な加工法¹⁾を示す。

実際に加工を行うためには、工具と工作物の間に、一定の幾何学的干渉を起こさせると同時に相対速度を与える事が不可欠となる。ここで、工具と工作物の干渉を起こす方法によって、機械加工を強制切込加工と圧力切込加工の二つに大別することができる⁴⁾。

強制切込加工では、工具を強制的に工作物へ切込、工作機械の運動により工具と工作物間に相対速度を与えることで加工を行う。そのため、加工量は最初

表 1.1 機械加工の代表的な加工法

機械加工	切削加工	切削
	砥粒加工	研削，ホーニング，超仕上げ，ベルト研削，バフ加工，ラッピング，ポリッシング，噴射加工，バレル加工，超音波加工
	複合加工	放電研削，電解研削，電解研磨，電解ホーニング，磁気研磨，化学研磨，メカノケミカルポリッシング，メカノケミカルラッピング

の切込量に左右される。さらに工具の運動が工作機械の精度に依存しており、同時に工作物の仕上げ精度も工作機械の精度に依存し、工作機械の精度以上の精度で加工を行うことは不可能である。これを母性原則と呼ぶ。

一方で、圧力切込加工は工具を工作物へと押しつけることによって、工作物と工具の干渉を引き起こす。この時、工具は現在加工を行っている面に対して浮動状態で加工面自体に案内される。このことから加工精度は加工面の精度に依存する。これを浮動原理と呼ぶ。加工面の精度は加工が進展するにつれて、向上していくため、圧力切込加工では工具と加工現象について制御を行うことで、使用する工作機械の精度を超えることが可能となる。

以上より、より高精度な製品を作るためには圧力切込加工は必要不可欠である。しかし、圧力切込加工はその原理から加工能率が低く、その反対に強制切込加工は加工能率が高いことがメリットとして挙げられる。

工作物と工具の干渉の違いで、先ほどの代表的な加工法を分類すると、研磨加工の位置づけが見えてくる。

1.2.3 機械加工における研磨加工の位置づけ

前項で、機械加工を切削加工、砥粒加工、複合加工の3種類に大別した。その中で砥粒加工は文字通り砥粒を用いて行う加工法である。砥粒加工には、砥粒を固定して使用する固定砥粒加工法と砥粒を固定せずに使用する遊離砥粒加工法の二つがある。固定砥粒方式の加工法はそこから研削と研磨に分類される。この分類は前項であった運動転写の強制切込加工と圧力転写の圧力切込加工で分けられ、それぞれ研削が強制切込加工、研磨が圧力切込加工である。

研削は、砥粒と結合剤、気孔の3種類の要素から構成される砥石を用いて行う加工である。工具である砥石を工作物へ強制的に切込むことで加工を行う。このとき、加工対象である工作物の材質や仕上げ方などの目的・用途に応じて、

砥粒や結合剤、気孔を変更・調整することが必要となる。また、到達したい仕上げ面粗さなどによっても加工条件や砥石の種類が変更される。切削加工と比較し、切れ刃あたりの加工量が少ないため加工精度や面精度に優れている。さらに、砥粒には非常に硬い材料が使用されるため、切削加工では加工することが難しい材料の加工にも適している。

研削と異なり、圧力転写で加工を行う砥粒加工が研磨加工である。研磨加工には固定砥粒加工と遊離砥粒加工の大きく分けて2種類の加工法がある。固定砥粒加工では、超仕上げやホーニング研磨布紙加工、砥石研磨などが挙げられる²⁾。遊離砥粒加工は、噴射加工、超音波加工、バレル加工、バフ仕上げ、ラッピング、ポリシングなどが挙げられる^{2,4)}。それぞれ砥粒の固定状態が異なり、固定砥粒加工は金属や樹脂などの工具に砥粒が埋め込まれ固定されている状態で研磨を行う。一方、遊離砥粒加工は名前にもあるように分散媒中で砥粒が固定されることなく加工が進展していく。加工法によって特徴が異なり、その仕上げ面も異なる。しかし、全ての研磨加工において多数の切れ刃と工具によって加工が進展するという共通点がある。

前項にも記述した通り、強制切込加工と圧力切込加工はそれぞれ加工能率と精度にメリットとデメリットを持っている。そこで、目標形状に高能率かつ高精度で加工するためには強制切込加工、その後の表面の仕上げに圧力切込加工を用いるのが基本的な使い分けとなっている。

上記より、研磨加工は表面粗さの低減や平坦化、前工程における加工変質層の除去などを行うことにより、製品の表面機能を発現することが目的の加工であると言える。

仕上げに高い寸法を要求される製品の例として、レンズなどの光学製品や、半導体基板などの半導体製品が挙げられる。特に近年、電化製品や太陽電池など、半導体業界における精度の要求は高まる一方である。これらの高精度な製品を製造する上で必要不可欠な加工法として遊離砥粒研磨が挙げられる。

遊離砥粒研磨は工具の形状に工作物形状を倣わせることができるため、ミラーや基板の平滑面を創成するためには欠かせない工程となっている⁶⁾。1990年代の半ばより、この平滑面の創成原理を積層半導体デバイスの製作に応用されている。デバイスの配線パターンを正確に基板へと露光させるためには、基板表面に平坦性が求められる。積層する度に平坦化を行う必要性があり、そこでCMP（ケミカルメカニカルプラナリゼーション）と呼ばれる研磨加工が用いられている。また、球面工具を用いることによって工作物表面を球状に加工することも研磨加工では可能である。これは切削や研削では難しいレンズの製造プ

ロセスに古くから使用されている。

このように遊離砥粒研磨はガラスや半導体などの仕上げ工程に用いられており、製品の高付加価値化に貢献する。そのため、今後の社会発展に深く結びつく技術であると言える。

1.3 本研究の目的

遊離砥粒を用いる研磨加工技術は仕上げ加工法として、半導体部品、光学部品、金型部品、電子部品などの超精密加工に必要不可欠な加工技術である。高い表面粗さ精度、うねり精度、形状精度、さらに僅少な表面変質層を有する高い表面品位に由来する高価値の部品を求めるために、研磨材の砥粒、工具であるラップやポリシャに様々な工夫がなされている。また、材料除去のメカニズムから、メカノケミカル作用や、メカニカル・ケミカル作用を用いた研磨方法などが応用されており、さらに研磨能率の安定及び加工面の形状精度を決定する、工具の表面特性や機械的特性を維持する様々な技術と装置が投入されてきた。しかし、シリコンやサファイアなど有数の材料あるいは部品に特殊な加工手法で優れた加工特性が得られたが、多くの場合、安定した加工能率と高い形状精度と高品質な表面粗さ精度を同時に得ることは難しい課題である。また、そうした工作物の形状精度や表面粗さ精度、加工能率等の加工特性の他にも加工後の洗浄についても遊離砥粒研磨法では問題として挙げられる。

そして遊離砥粒加工法における洗浄に関する問題を解決するために、微細なポリマ微粒子と砥粒を複合化させた「複合砥粒」を開発した。この複合砥粒は、次章で紹介する前身である複合粒子研磨法に比べ、砥粒とポリマ微粒子の付着がより強固であり、砥粒単体で使ったときよりも多くの付加価値が発生する。

本研究ではまず複合砥粒の作製方法およびガラス研磨への適用可能性について検討を行った。さらに当初の目的である洗浄性について砥粒単体で使用した時よりも効果が表れるよう分級の作業を適用した。また、洗浄性が向上した複合砥粒について、その研磨特性の向上を図り、ポリマ微粒子の材質について変更を行った。

次に、更なる研磨能率の向上を目指して母粒子であるポリマ微粒子の開発を行った。粒子の「滞留性」を上げることに重点を置き、各種の変更を行った。具体的には、ポリマ微粒子中に無機粒子を添加した比重調整型粒子、形状をいびつなものにし滞留性の向上を図った異形粒子を新規に用いて検討を行った。

金属研磨に対してもこの複合砥粒を用いた研磨の適用を考えた。金属研磨に

においては、スラリー組成がガラス研磨と異なり、酸性域において加工が行われる。そのため酸性スラリーに対応でき、加工域において複合砥粒が分散することができる母粒子の適用や、その最適化を試みた。

上記のように本研究では主に3つの目的に大別することができる。次節において本論文の構成とその概要を述べる。

1.4 本論文の構成とその概要

本論文の構成とその概要を次のように各章別にまとめる。

第1章「諸論」においては、本研究の背景として、機械加工についての概要と機械加工のうちの遊離砥粒加工の重要性やそこに存在する種々の問題を見出し、本研究の目的、および構成と概要を述べる。

第2章「遊離砥粒研磨法」においては従来から工作物の最終仕上げ工程にて用いられている遊離砥粒研磨法についての詳細を述べる。また、遊離砥粒研磨法における問題点を解決する術について、考察を行う。

第3章「洗浄性を考慮した複合砥粒の製作と分級」では、遊離砥粒研磨法における重大な欠点のひとつである工作物や加工機械の洗浄性を考慮した複合砥粒の開発について製作方法やガラス研磨への適用について述べる。複合化するに当たっての混合用の機械の選定や洗浄性の向上を行うために複合砥粒と付着しなかった砥粒の除去（分級）について言及を行う。また、その加工特性を向上させるためポリマ微粒子の材質の変更を行った。

第4章「滞留性を考慮した複合砥粒の開発」については、前章で提言した複合砥粒の加工特性をさらに向上させるため、研磨パッド上での滞留性改善について報告する。シリカ粒子を用いてポリマ微粒子の比重を変更した比重調整型微粒子や、いびつな形状を持った異形粒子等を用いて、複合砥粒を製作し、加工特性の評価を行った。さらに、分級した複合砥粒の滞留性を向上するため、複合砥粒よりも小径な滞留性改善粒子を用いた。滞留性改善粒子の選定及び、効果についても報告する。

第5章「複合砥粒と研磨パッド表面の関係」では、前章で解明された複合砥

粒の加工特性と滞留性の関係に基づき、複合砥粒をより保持できる研磨パッド表面の素材や構造について言及する。発泡ポリウレタン研磨パッドやエポキシ樹脂研磨パッドでは、従来よりも小径の気孔を用いて複合砥粒の滞留性を改善した。その他、スエードや不織布の研磨パッドでも様々な材質の工作物を用いて実験を行った。

第6章「結論」では、以上の章で述べた本研究の要約を行うとともに、今後の課題について述べる。

以上のように本論文では従来から遊離砥粒研磨法における問題の改善や新たな考え方のもと、「複合砥粒」を用いた研磨加工の検討や開発・提案について述べたものである。

付録として、他材料への複合砥粒を用いた研磨の適用について記す。複合砥粒の加工メカニズムを利用して、ステンレス鋼や鋳鉄、サファイアの研磨の高能率化を目指した。ステンレス鋼の研磨では pH を変更したスラリーを用いた。鋳鉄の研磨では砥粒や防錆剤の選択からスラリー調整を開始した。サファイアの研磨では、研磨圧力と複合砥粒の作用について言及した。

参考文献

- 1) 砥粒加工学会 編：切削・研削・研磨用語辞典，工業調査会，1995，322
- 2) 安永暢男 著：はじめての研磨加工，東京電機大学出版局，2011，191
- 3) 矢野経済研究所：CMP スラリー／Si ウェハー用ポリシング材 世界市場に関する調査結果 2013，<http://www.yano.co.jp/press/pdf/1098.pdf>，2013
- 4) 中島利勝 鳴瀧則彦 著：機械加工学，コロナ社，1983，242
- 5) 安永暢男 高木純一郎 著：精密機械加工の原理，工業調査会，2002，284
- 6) 砥粒加工学会 編：図解 砥粒加工技術のすべて，森北出版，2011，234

第2章

遊離砥粒研磨法

2.1 緒言

本研究は、既存のガラス研磨の砥粒である酸化セリウム砥粒をポリマ微粒子に付着することにより種々の加工特性の向上や、通常の研磨加工時に問題になる加工後の洗浄に関する問題や、スラリーの分散性の向上等を目的とした複合砥粒の開発に関する研究である。

前章において、現代の産業において重要な技術である機械加工における研磨加工、さらには遊離砥粒研磨の位置づけについて記述した。本章では、本論文を進めるにあたり、遊離砥粒研磨の構成、分類、概要について記述する。さらに、本研究の主な対象であるガラスの鏡面研磨の概要と、前身の研究である複合粒子研磨法について記載する。

2.2 遊離砥粒研磨法の概要

2.2.1 遊離砥粒研磨の分類

遊離砥粒研磨法は研磨加工の一種である。遊離砥粒研磨法の代表的な加工法として、ポリシングとラッピングが挙げられる。この2種類は、図 2.1 に示すように砥粒と分散媒で構築されるスラリーを工具上に供給し、工作物とすり合わせることで加工を行う加工法である。両者の研磨法は、研磨後に得られる工作物の表面状態によって区別される。研磨後の工作物の表面が鏡面であるとポリシング、粗面であるとラッピングとなる。さらに両者の分類は、砥粒と工具の種類や組み合わせによっても行われる。図 2.2 は河西^{1,2)}によってポリシングとラッピングの分類を表したものである。砥粒は微細なものと粗大なもの、工具は硬質なものと軟質なものに大別され、それぞれの組み合わせによって得られる仕上げ面が変わってくる。例えば、数 μm から数十 μm オーダの大きな粒径を持つ硬質な砥粒と鋳鉄定盤や硬質な樹脂と金属を組み合わせたケメット定盤などの硬質な工具を用いた場合、ラッピングとなる。ラッピングでは硬質な砥粒

の機械的作用で加工が進展していく。工作物の仕上げ面は梨地面となり、鏡面ではなく粗面となる。

一方、ポリシングは $1\mu\text{m}$ 以下の小さな粒径を持つ砥粒とウレタン樹脂研磨パッドやピッチなどの軟質な工具を用いて行う研磨である。ラッピングに比べると研磨能率は低いが、化学的作用も付与して行う加工により、研磨後の仕上げ面は鏡面となる。また、工作物によっては組み合わせが変わり、硬質な工具と微細な砥粒、軟質な工具と粗大砥粒の組み合わせによる研磨加工も存在する。

ラッピングとポリシングについて図 2.3 の模式図に纏める。

つまり、遊離砥粒研磨では砥粒の大きさと工具の選択によって、必要とするレベルの加工面粗さ精度と加工面品質が得られると言える。そして、ラッピン

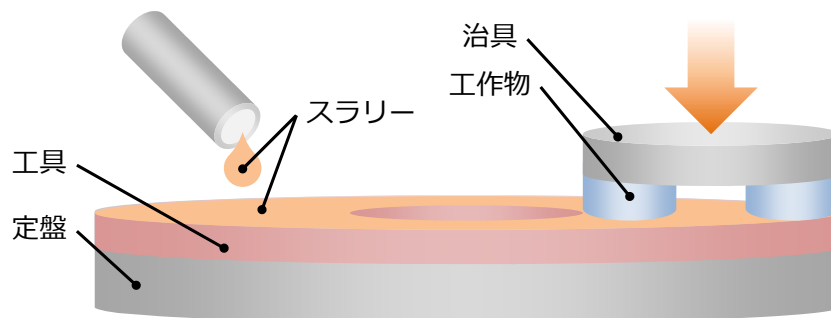


図 2.1 遊離砥粒研磨の概念図

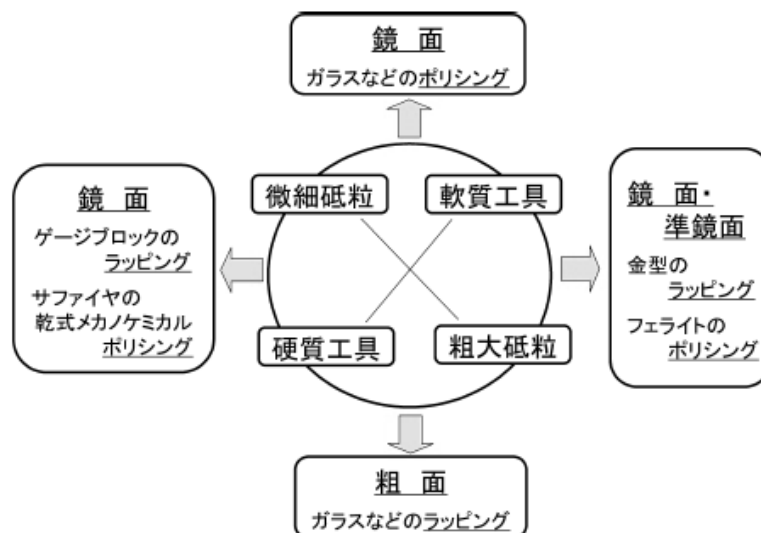


図 2.2 砥粒と工具の組み合わせによるポリシングとラッピングの区分

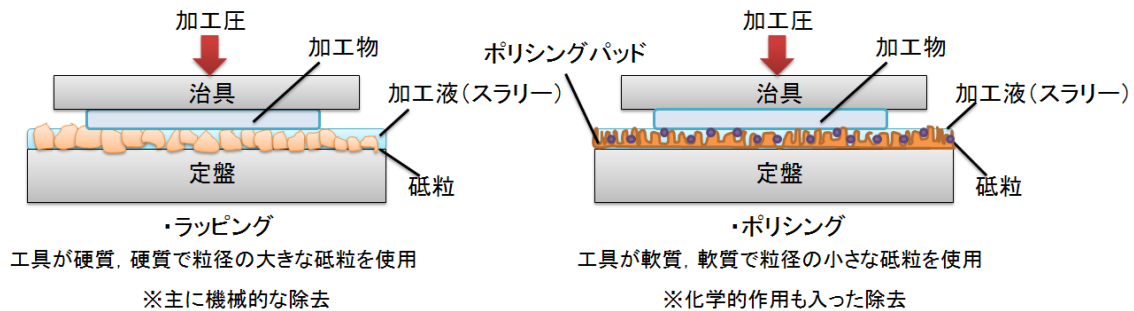


図 2.3 ラッピングとポリシング

グとポリシングの二つの研摩は、それぞれの特徴から前者が前加工、後者が仕上げ加工に位置付けされる。本研究では、主に工作物表面に鏡面を創成するポリシングについての研究を行う。そこで、次にポリシングの加工原理について触れる。

2.2.2 ポリシングの加工原理

ポリシングは、ラッピング用の工具に比べて軟質あるいは粘弾性に富む研磨布（ポリシャ）上で微細砥粒を作用させ研摩を行う。この時、工作物表面で脆性破壊を起こさず、弾塑性的変形のみによってごく微量ずつ工作物を除去するとされている。そして、ポリシングを行うことにより、工作物表面の粗さ低減と鏡面化、加工変質層の除去、僅少化を図っている。つまり、ラッピング工程までで得られた形状精度を維持しつつ、表面品質を向上させることがポリシングの主目的である。

そのポリシングの加工メカニズムに関する論文や文献は数多くあり、今中³⁾が分類した大きく3つの学説が従来から唱えられている。学説としては、微小切削説（機械的作用）、表面流動説（熱的作用）、化学的作用説（化学的作用）があり、これらが複合的に作用することによってポリシングが進んでいくとする説もある⁴⁾。また、これらの作用は加工条件や状況により、どの作用が強く作用するかが変わると考えられる⁵⁾。ポリシングの基本動作を図に示す。砥粒が工作物表面に押しつけられ切込を与えられる。その後、材料表面を滑り小さな切り屑を発生しつつ、加工を行う。実際のポリシングではこの基本動作を多数の砥粒があらゆる角度から同時に行い、工作物表面の凹凸を小さくしていく。

さらにポリシングにおける加工量 R は圧力と速度に依存しており、一般に Preston 式と呼ばれる次式で表される⁶⁾。

$$R=k*P*V*t$$

P は研磨圧力，V は研磨速度，t は研磨時間，k は比例定数である．つまり，図 2.4 に示すように，おおまかにはポリシングの研磨量は切込深さと移動距離で決まっていると言える．しかし，現実には機械的作用以外にも表面流動説や化学的作用説にもあるような別の作用が働くため，必ずしも Preston 式の通りに加工量が推移するわけではない．さらには，砥粒やスラリー，研磨パッドなどの劣化が発生するためポリシング状態は変化していく．そのため，常に一定の研磨が進展できないと考えられる．

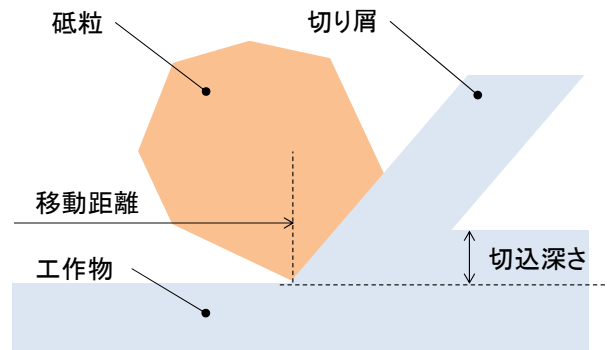


図 2.4 単位砥粒の除去加工モデル図

Preston 式にも繋がるが，ポリシングにおいては工作物表面に作用する砥粒数が重要となる．ポリシングの目的には鏡面を形成することの他に，マイクロクラックを残さないことが挙げられ，砥粒の切込深さが一定以上になるとマイクロクラックの発生を引き起こしてしまう．特にガラス，セラミックス，シリコンなどの脆性材料と呼ばれる材料では，砥粒の切込深さが $0.1\sim 0.2\mu\text{m}$ 以上になるとマイクロクラックが発生するとされている⁷⁾．そこで，図 2.5 に示すように同時に作用する砥粒数が変わることにより，砥粒単体にかかる荷重も変化し，切込深さに変化が生じる．たとえば，加工域で大きな砥粒が存在した場合，工具がよほど軟質で無い限りははるかに小さい粒径の砥粒は十分に作用することができない．一方で，工具が軟質，あるいは粒径が均一に近い砥粒を用いた場合，同時に作用する砥粒数は増え，その分荷重が小さくなることで切込深さは小さくなる．そのため，引っ掻き痕が浅い傷が無数に作られ，マイクロクラックの無いポリシング面を実現することができる．

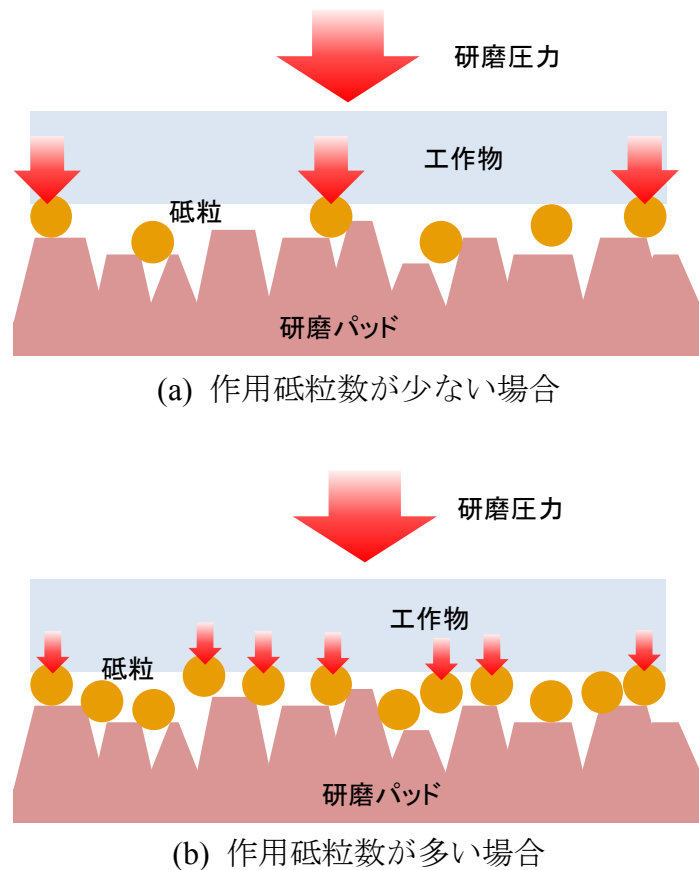


図 2.5 作用砥粒数の違いによる単位砥粒あたりの切込量の変化

このように、同時作用砥粒数がポリシング特性に及ぼす影響は大きく、研磨能率や仕上げ面粗さに合わせて、砥粒の粒径制御などを考慮しなければならない。

本研究では、ガラス工作物の鏡面研磨を主眼において行った。そこで、次にガラスのポリシングについて、その加工原理を紹介する。

2.2.3 ガラスのポリシング

ガラスのポリシングには、 $1\mu\text{m}$ 以下の平均粒径を持つ酸化セリウムと硬質発泡ポリウレタンを用いた研磨パッドと呼ばれる工具が用いられている。砥粒は研磨に使う際にはスラリーとして用いるが、その分散媒は油系やペースト状のものに比べて、現在では水系のものが主流となっている。

以前は、ピッチ (図 2.6) と呼ばれる表 2.1 に示すタールやアスファルト、レジジンなどから構成される工具とベンガラと呼ばれる酸化鉄の砥粒を用いて行うことが多かったガラスのポリシングだが、ピッチの製作など使用者に高い技能が求められていた。しかし、60 から 70 年ほど前からは、ベンガラよりも研磨時

間を短縮できる酸化セリウム砥粒が台頭してきた。さらに、ピッチも徐々にポリウレタン樹脂研磨パッドに取って代わられた。現在も、半導体デバイスの微細パターン露光用の高級レンズなどの特殊な仕様を持つ光デバイスの製作には、ピッチポリシングが適用されている。また、砥粒には酸化セリウムの他にも微細なシリカ砥粒が用いられている²⁾。

ガラス研磨の加工原理については、古くから研究が続けられている。前項で出た3種類の学説が絡み合って進行していることは確かであり、泉谷らの報告⁸⁾では、ガラス表面を酸または水によって化学的浸食を受け、その結果生じた水和層を工具に埋め込まれた砥粒が削り取ることによって研磨が進行することを推定している。現在も、この仮説を基にして、ガラス研磨の加工原理に関する研究が進められている。

本研究では、ガラスのポリシングには基本的に樹脂製の研磨パッドと酸化セリウム砥粒を用いて行った。そこで、次項からは研磨パッドおよび酸化セリウム砥粒について纏める。



図 2.6 研磨用ピッチ

表 2.1 研磨用ピッチの種類

成分系	級別	No.	針入度	軟化点(°C)	主な用途
ストレート アスファルト系	K 級	1~8	0~36 以上	50~100 以上	代表的な ガラス研磨用
ウッド系	KR 級	1~4	0~20	70~85 以上	特に平面研磨用
ブローン アスファルト系	KB 級	1~4	0~20	85~120 以上	高荷重, 短時間研磨用
レジン系	KS 級	1~3	0~31	60~65 以上	高精度, 特殊品用
針入度測定条件 研磨用ピッチ 25°C 200g 60 秒					

2.2.4 研磨パッドについて

現代のガラス研磨において、硬質発泡ポリウレタンの研磨パッドは必要不可欠である。その使用に高い技術を求められるピッチ工具と異なり、樹脂製の研磨パッドは貼り付ける際にパッドと定盤の間に空気が混入することを防ぎ、表面状態の管理を適切に行うことで高い研磨特性を維持することができる。

研磨パッドの主な役割としては、砥粒の運搬・保持、切り屑の排出、工作物の欠陥減少が挙げられる。そのため、研磨パッド表面の微細な凹凸が研磨特性に与える影響は非常に大きいものとなる。そのため、常に研磨パッド表面に微細な凹凸形状を維持するため、図 2.7 に示すダイヤモンド砥粒を電着などで付着させたダイヤモンドドレッサと呼ばれる工具で、ドレッシング（コンディショニング）を行う必要がある。発泡構造の研磨パッドはそのほとんどが購入時には切断工程のまま表面が平らな状態である。このままでは研磨に使用するには適さないため、ブレイクインと呼ばれる目立て工程を行う。その前後の様子を図 2.8 に示す。その後は研磨と研磨の間で定期的にドレッシングを行う。また、CMP などの研磨パッドへの精度の要求が高いものについては研磨中にドレッシングを行う場合もある。研磨パッド表面の状態は研磨特性に直接影響するため、多数の研究が行われている⁹⁻¹⁵。Ra や RMS に代表される表面粗さのパラメータを用いて、研磨パッド表面の凹凸と研磨特性の関係性を議論する事はよく行われているが、実際に作用する部分はパッド表面の凸部である。そこで、研磨パッドと工作物が実際に接触している部分であるコンタクトエリアについて着目している研究も存在する^{13,14,15}。

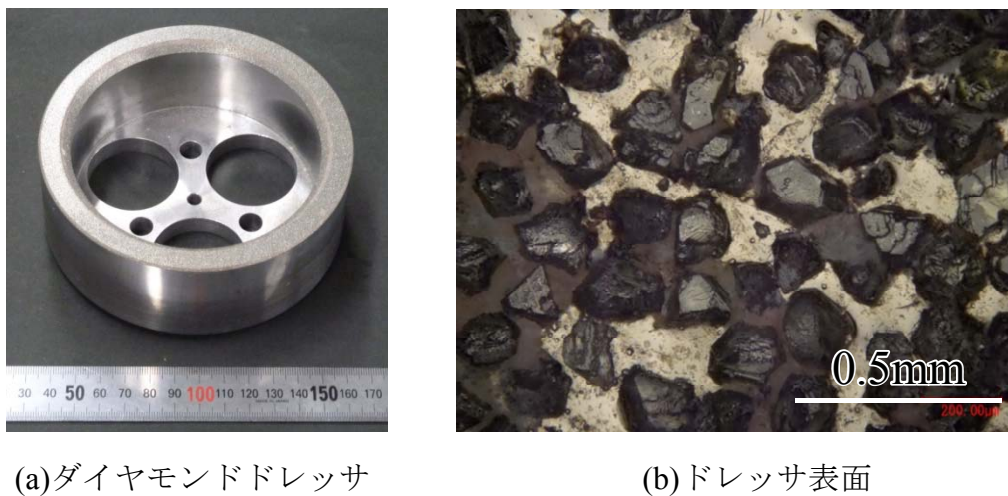
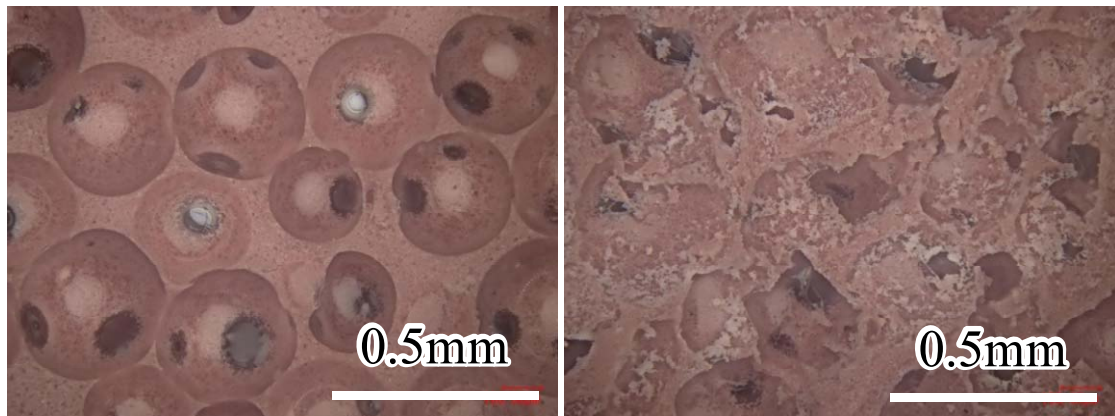


図 2.7 ダイヤモンドドレッサ



(a)ブ레이크イン前

(b)ブ레이크イン後

図 2.8 ブ레이크イン前後の研磨パッド表面状態



図 2.9 エポキシ樹脂研磨パッド

コンタクトエリアの他に、研磨パッド表面に存在する気孔も重要な因子の一つである。微細な凹凸に比べて、大きな構造ではあるが、この気孔を用いてスラリーの運搬や切り屑の排出、またドレッシングの際に出てくるパッド自身の切り屑の排出などに役立っている。そのため、気孔が研磨パッドの表面状態の安定化や研磨全体の特性に与える影響は大きいと言える。

ガラス研磨用途において、研磨パッドは一般的には硬質発泡タイプ、不織布タイプ、スエードタイプの3種類が主流になっている。密度は $0.4\text{-}0.6\text{g/cm}^3$ 程度であり、その用途によって硬さや種類などを使い分けている。樹脂はポリウレタンのものがどのタイプでも主流ではあるが、次項で述べる酸化セリウムの供給不安を受け、図 2.9 のような研磨能率に優れたエポキシ樹脂研磨パッドなどが開発されている¹⁶⁾。

2.2.5 酸化セリウム砥粒について

ガラスのポリッシングを古くはピッチとベンガラを用いて行っていたが、現在ではベンガラに比べて研磨特性に優れている酸化セリウム砥粒を用いて研磨を行っている。酸化セリウムはベンガラだけでなく、他のガラスに影響を及ぼす砥粒と比較しても高い研磨能率を発揮する¹⁷⁾。しかし、図 2.10 に示すように酸化セリウムは他の砥粒と比較して硬度が高くない。研磨の機械的作用から考えると、研磨能率を高くするためには硬度が高い砥粒を使うことが良いと考えられる。そのため、酸化セリウムの研磨能率が高くなる原因として、機械的作用以外の作用が考えられる。そこで、酸化セリウムが化学的作用を持っていることが示唆されている^{17,18)}。Testsuya Hoshino ら¹⁹⁾の報告では、ガラス表面の水和層と酸化セリウム粒子表面で Ce-O-Si 結合が発生し、砥粒が動く際にガラスの塊が剥ぎ取られていることを主張している。また、表 2.1²⁰⁾に示すように市販の酸化セリウム研磨材には酸化セリウム以外にもフッ化物などの不純物が含まれており、それらの化学的作用も研磨を促進する効果があると考えられる。

このように、酸化セリウムはガラス表面に化学的に作用していることが報告

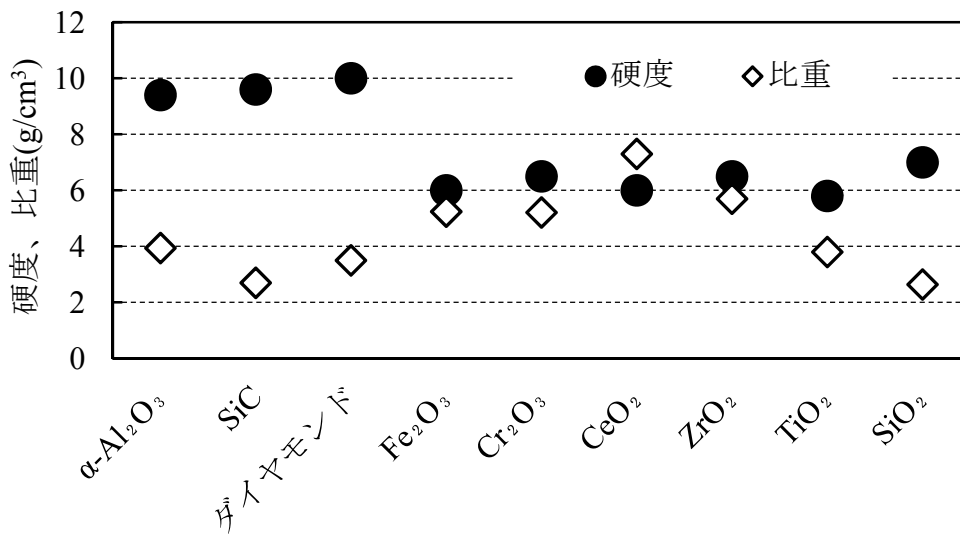


図 2.10 各砥粒の硬度と比重

表 2.1 ミレーク研磨剤の成分²⁰⁾

成分	TREO (レアアース酸化物)	酸化セリウム/ TREO	フッ素
単位 (wt%)	90-97	50-70	1-15

されており、高研磨能率かつ優れた仕上げ面を得られることからガラス研磨に多く用いられている。一方で、シリカやアルミナ、ベンガラと比較し、比重が大きいという特徴を持つ。比重が大きいということは、研磨パッド上での動きにくさにも繋がり、加工に必要な砥粒と工作物の相対速度を稼げることが考えられる。しかし、スラリー中での分散状態が悪く、短時間で沈殿してしまう欠点も持っている。さらに、上述にもあるようにガラス表面と化学的にも親和性が高いことから、加工後のガラス表面への付着が強固で、洗浄時間が長くなってしまふ欠点を持っている。

その他にも、酸化セリウムは原材料の供給を諸外国からの輸入に頼っている。その供給先である国家の政策などにより、輸出に制限がかかり、供給不安に陥っている。そのため、国内での需要が増加する一方で、供給量が不足し、価格の高騰を招いた。今後は他の砥粒による代替が求められている。その候補として、最も有力なものが酸化ジルコニウム研磨材である。研磨能率こそ酸化セリウムに及ばないが、調整を行うことや前項で紹介したエポキシ樹脂研磨パッドとの併用¹⁶⁾などで酸化セリウムに匹敵する研磨特性を示している。他にも、酸化マンガンなどの他の砥粒もガラス研磨への適用が試みられている²¹⁾が、未だ完全な代替には至っていない。

本研究では引き続き酸化セリウムを使用するが、研磨能率をさらに向上させることにより、使用量の削減を目指す。

次項では、ガラス研磨以外の研磨加工技術の現状について紹介する。

2.3 研磨加工技術の現状

2.3.1 研磨剤の種類

遊離砥粒研磨法は様々な材料の仕上げ研磨に用いられている。前項までで紹介したガラス研磨は勿論、現代社会において必要不可欠なものとなった半導体製品においても研磨は重要な技術として用いられている。他にも金属など多くの物質、製品に用いられている。

それぞれの研磨において、求められる精度や品質が異なるため、当然使用する砥粒やスラリーの仕様にも差異が生じる。研磨剤を例にしてみると、表 2.3 に示したように、粘度の低い研磨スラリーと比較的に高い粘度を有する研磨ペーストがある。一般的な研磨には、研磨スラリーが用いられている。しかし、金属製造などの工程でスラリーの連続供給が困難な場合にはペーストが用いられる。また、スラリーにおいても金属などの一部錆が生じやすい材料の研磨では

油系のスラリーが用いられている。水系スラリーでも分散剤や界面活性剤の添加，研磨を安定に行うための各種添加剤などが配合されており，研磨剤の種類は多岐にわたる。

水系スラリーを用いる研磨には，前項までで紹介していたガラス研磨の他にシリコンなど半導体基板の平坦化などに使用される CMP（ケミカルメカニカルポリッシング）が挙げられる。

表 2.2 研磨剤の分類

研磨剤種類	研磨スラリー		研磨ペースト		
	水系	油系	水溶性	油溶性	両溶性
分散媒	水	油	一定濃度の有機溶媒		
研磨材濃度	低い	低い	高い		

2.3.2 CMP の概要

シリコンをはじめとする半導体ウェハや LSI デバイスの製作工程において，非常に高精度な平坦化，平滑化が求められており，その要求に応える加工法に CMP が挙げられる。サブミクロンオーダの形状精度，サブナノオーダの高い平滑性，加工変質層の完全な除去などの要求に応えるため，CMP は 4 段階程度に分けて行う。全ての研磨において形式はガラス研磨などと同じで，研磨パッドとスラリーを用いて行う。しかし，研磨段階に応じて研磨パッドやスラリーの仕様を変更する。研磨パッドは最初，硬質発泡ポリウレタンや不織布タイプを用いるが，徐々に段階が進むにつれ，スエードパッドなどの軟質な工具に変わっていく。また，砥粒についても徐々に径が小さいものとなっていく。

CMP で特徴的なものがスラリーである。CMP で使用するスラリーは，アルカリや酸の他にも，界面活性剤や反応抑止剤などが添加されている。さらに，半導体基板だけでなく，LSI デバイスの平坦化などでは，酸化膜と同時に配線も平坦化しないといけないため，その両者を研磨できる仕様が要求される。

前述のように高い加工面粗さ精度と品質を追及するため，CMP では微細な砥粒と弾性を持つ研磨パッドを用いることとなる。その粘弾性体である研磨パッドが変形することにより，加工面の縁部に応力集中が発生するため，局所的に過剰に削られ，縁ダレと呼ばれる形状精度面での問題が発生する。さらに，研磨パッドにはもう一点，加工中の劣化が欠点として挙げられる。加工の進行とともに，研磨パッドの表面の磨耗による平滑化と，砥粒および切り屑による目

詰まりも進行するという研磨パッドの表面特性の経時変化が発生する。したがって、加工能率や加工面うねり精度などの加工特性も安定しなくなる。上述の加工均一性と加工工程の安定性問題により、加工の制御が難しくなり、CMPの精度に問題を生じ、それに関連する製品の製作に大きな影響を与えている。高い形状精度を得るために、硬質の研磨パッドや、環境問題も考慮した圧力転写式の固定砥粒加工方法の試みがなされているが、マイクロクラッチの発生の問題が解決されていない^{22,23)}。

このような背景の下で、近年研磨パッドを用いないで、微細なポリマ微粒子と高剛性の硬質プレートの併用を特徴とした新たな鏡面研磨法が水系スラリーを用いた研磨において提案された。この新たな研磨法であり、本研究の前身である複合粒子研磨法²⁴⁻²⁹⁾について次節で述べる。

2.4 複合粒子研磨法

2.4.1 複合粒子研磨法の概要

研磨加工は多くの半導体ウェハや液晶ガラスなどの鏡面仕上げに用いられている加工技術であるが、前述のように弾性体である研磨パッドを用いるため縁ダレの発生や研磨特性が加工時間によって変化する経時変化の問題、研磨開始時の加工抵抗が大きいなどの種々の問題点が存在する。

仮にポリシング時に研磨パッドのように弾性のある研磨パッドの代わりに高剛性の硬質工具を用いて同様に加工を行い、鏡面を創成できるかという点、今度は工具プレートの硬い作業面が工作物に直接接触してしまうことや、凝集してしまった砥粒のように大きな異物を加工域に挟み込んでクラッチが発生してしまう。実際に硬質のプレートを用いて加工した場合、多くのクラッチが発生してしまい、安定した鏡面加工は不可能である。

そこで提案された研磨技術が複合粒子研磨法である。この複合粒子研磨法を図に示す。図 2.11 に示したように、スラリーに含まれた数 μm のポリマ微粒子が工具プレートの表面の凹凸に保持されながら砥粒を保持し、加工面を磨く。そのメカニズムでは、図 2.12 のように砥粒が界面活性的にポリマ微粒子の表面に付着している形で研磨されている。

また、ポリマ微粒子は砥粒を加工域に運ぶ役割をするため、キャリア粒子と呼ばれている。複合粒子研磨法の特徴は下記のようにまとめることができる。

- ① 加工域において、研磨パッドの役割を果たすポリマ微粒子が連続的にスラリー供給により補給され、従来の研磨布の経時変化問題を防ぎ、安定した

加工工程が得られる。

- ② ポリマ微粒子は数 μm から十数 μm の粒径で、研磨パッドの厚みの数百分の一となるため、また高剛性の工具プレートの併用により、良好な加工面形状精度が期待でき、また動力消費も低くなる。
- ③ 加工域におけるキャリア粒子のスペーサ効果により、良好なスラリー供給と切り屑の排出性が付与され、スクラッチ低減ができる。
- ④ 両面研磨では加工後に工作物が上の工具に付着しない。
- ⑤ 研磨機械としては従来研磨法と全く同一のものが使え、工具寿命が長い。

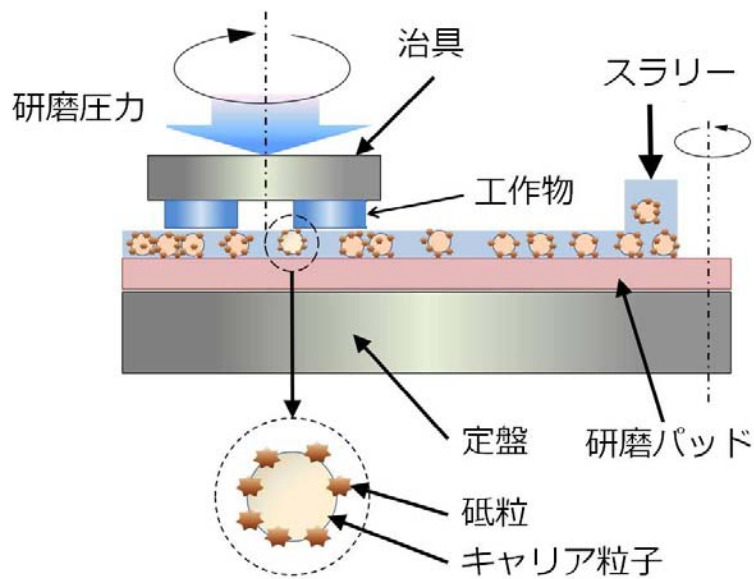
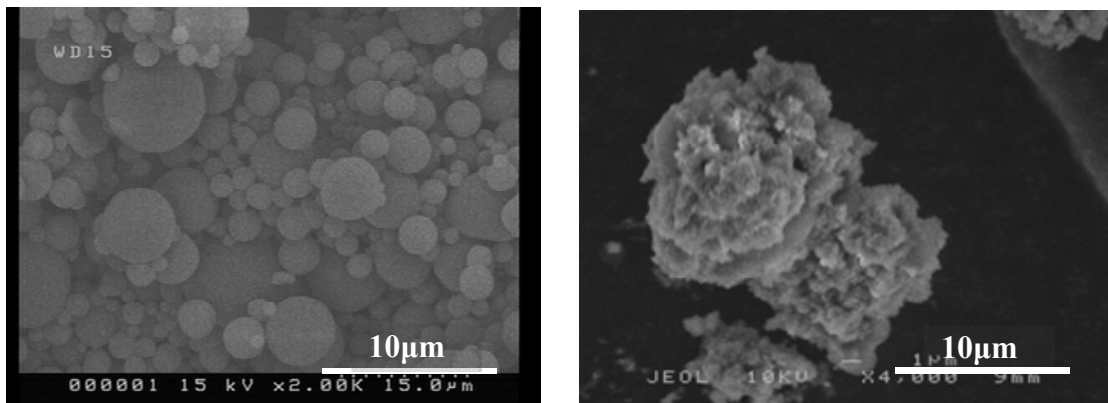


図 2.11 複合粒子研磨法の概念図



(a)キャリア粒子

(b)複合粒子

図 2.12 キャリア粒子と複合粒子の SEM 写真

この提案がまずコロイドシリカを用いたシリコンウェハの鏡面研磨において、硬質のガラスプレートとメラミン粒子を用いて実現された。多孔質のウレタンパッドとコロイダルシリカを用いる従来の研磨と比べてそれ並、あるいはそれ以上の研磨能率と粗さ精度が得られた。また低い加工抵抗が表れ、材料除去に寄与しない磨擦が低減されており、高い加工面品質が得られることが示唆された。

これは砥粒がポリマ微粒子に界面的相互作用で吸着し、ポリマ微粒子がマイクロな研磨パッドの役割を行うために、動き回る研磨パッドという状態になり、平均化効果で形状精度が改善され、またポリマ微粒子は循環して使用されるために経時的变化も克服されるというメカニズムである。

一方、表面仕上げ加工として、圧力転写式の研磨加工技術は、固定砥粒研磨法と遊離砥粒研磨法があり、また、従来の遊離砥粒研磨法の延長線上にある複合粒子研磨法においては従来法と比べて、研磨パッドがマイクロ化され、キャリア粒子として用いられている。図 2.13 に各研磨法の概念図を示したように、従来の固定砥粒研磨法と遊離砥粒研磨法においては、加工域に存在する固体項

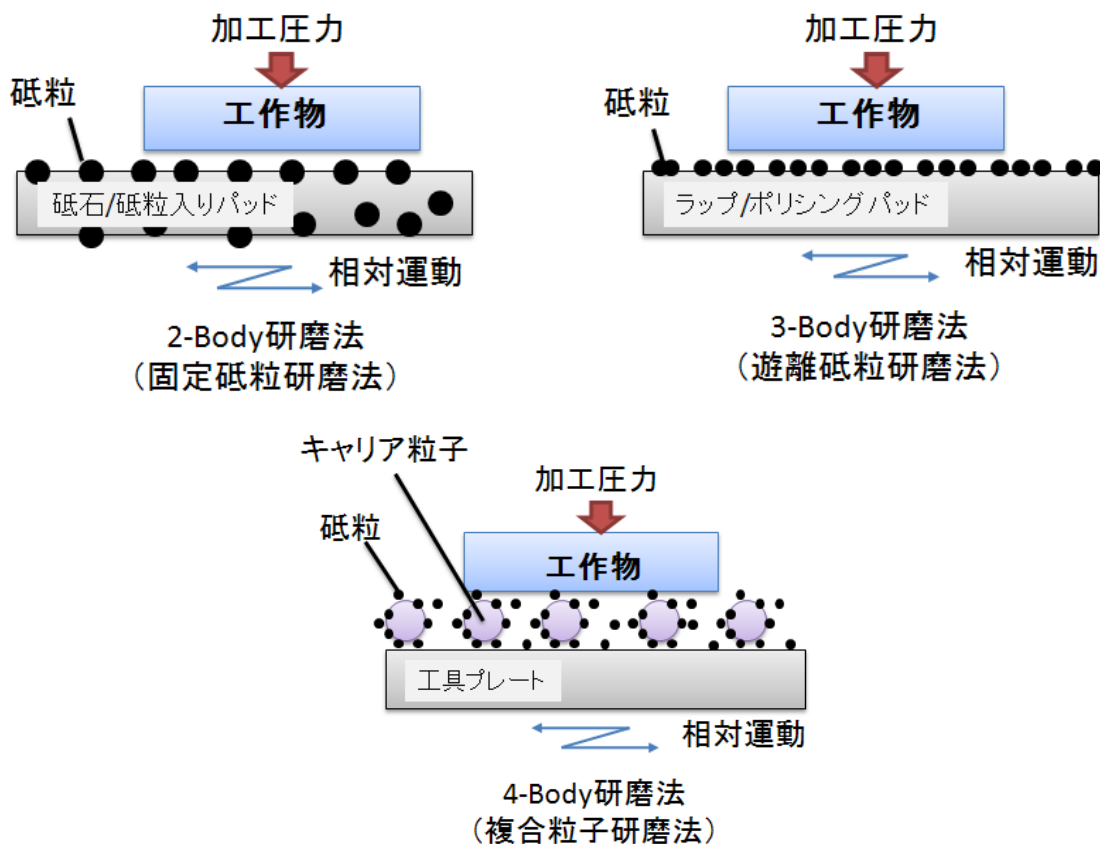


図 2.13 研磨加工法の分類

として前者では工作物のほかに工具である砥石あるいは砥粒入り研磨パッドと2種類があり、後者では工作物のほかに、工具であるラップあるいはポリシングパッドと砥粒の3種類がある。したがって2つの研磨法はそれぞれ2-Body研磨法と3-Body研磨法と名付けられている。そして複合粒子研磨法では、従来の遊離砥粒研磨法（3-Body研磨法）の上に、キャリア粒子と呼ばれるポリマ微粒子が第4の固体項として追加され4-Body研磨法と呼ぶことができる。したがって加工域を「系」と考えると、上記の三つの方法で、系の中に固体項の種類が一つずつ増えており、その固体項が増えることにより系の自由度は増加するが、代わりに系の制御は難しくなる。制御がより難しくなった系を制御するための工夫を加えることにより、系の加工能力すなわち加工特性のさらなる向上が見込める。

2.4.2 複合粒子研磨法のガラス研磨への適用

これまで、複合粒子研磨法をガラス研磨に適用する研究が行われてきた²⁹⁾。

表 2.3 使用したキャリア粒子の詳細

名前	材質	平均粒径(μm)	備考
PS	ポリスチレン	6.3	親水基付与
親水性 PS			
PE	ポリエチレン	9.4	界面活性剤付与
親水性 PE			
APCL	多孔質非晶質リン酸カルシウム	18.0	
SA	凝集シリカ	5.0	
SO	熔融シリカ	2.2	



(a) 酸化セリウムのみ (b)疎水性キャリア添加 (c)親水性キャリア添加

図 2.14 複合粒子研磨法におけるスラリーの泡立ち現象

複合粒子の狙いとして、パッドレスの研磨を実現することもあり、当初は弾性体であるポリマ粒子をキャリア粒子に選択する必要があると考えていた。しかし、スクラッチ抑制のため研磨パッドを使用する場合、キャリア粒子は別の硬質なポリマ微粒子や無機粒子などの硬い粒子に置き換えることも可能であると

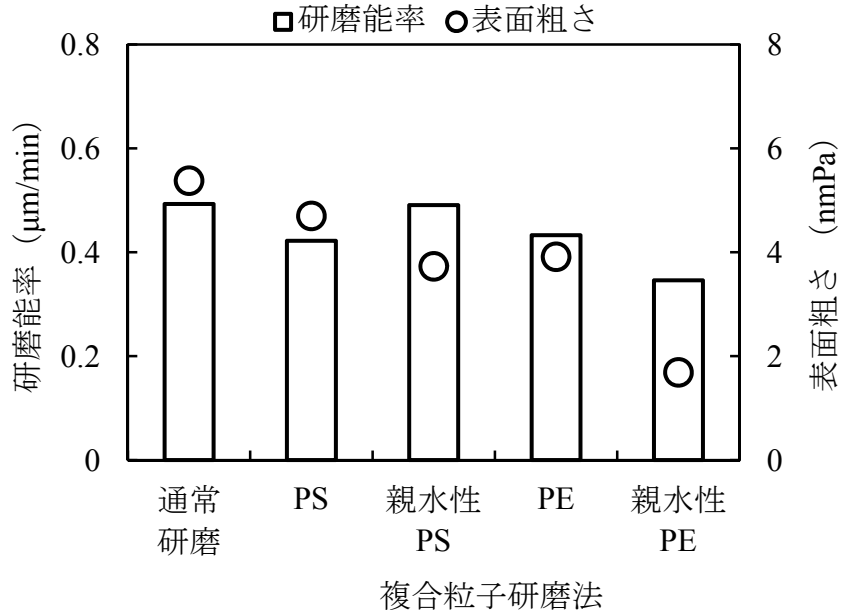


図 2.15 親水性ポリマ微粒子を用いた複合粒子研磨法の研磨特性

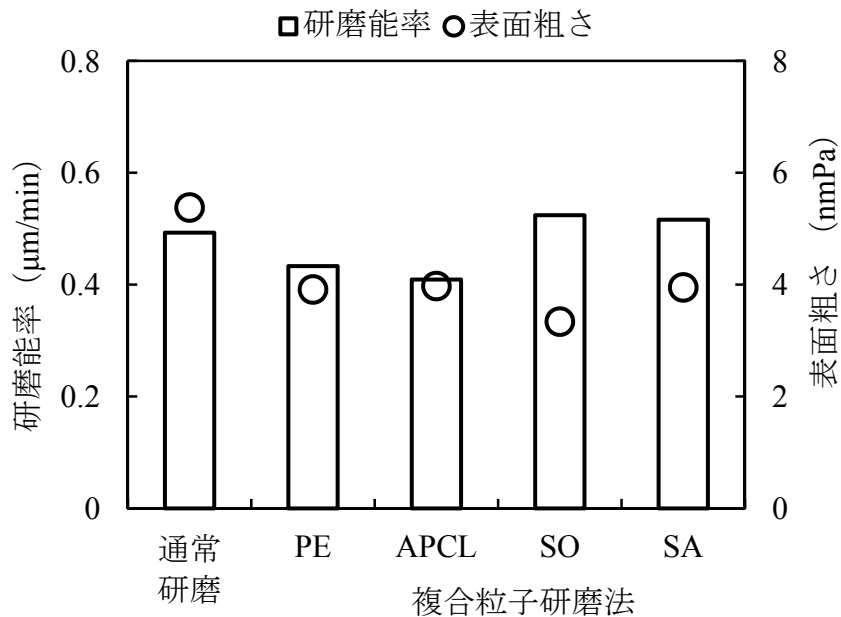


図 2.16 無機粒子を用いたときの複合粒子研磨法の研磨特性

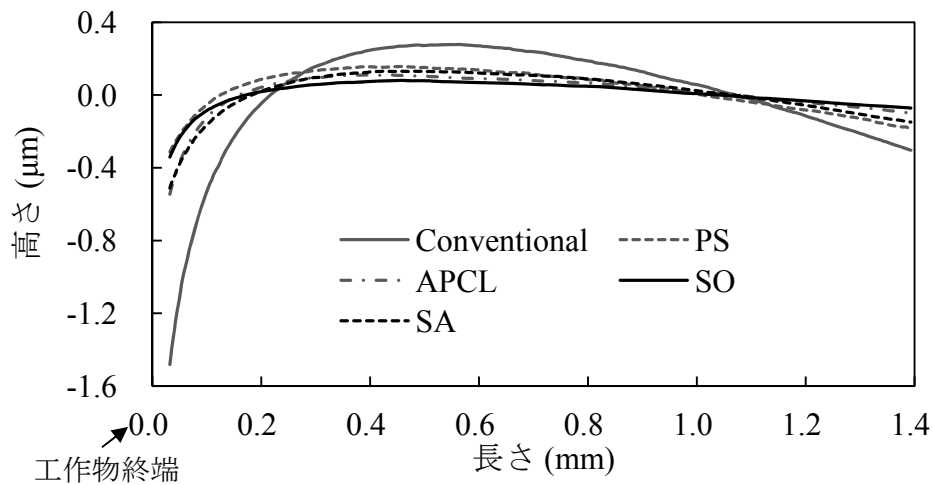


図 2.17 各研磨後の工作物縁形状の比較

考えられる。そこで、疎水性ポリマ微粒子を適用した時に問題であった図 2.14 に示すスラリー調整時の泡立ち発生を解決するべく、表 2.3 に示す親水性を持つキャリア粒子の適用を行った。

その結果、図 2.14 に示すように泡立ちは改善された。また、図 2.15 に示すように研磨能率も疎水性ポリマを使用した時よりも高くなった。しかし、親水性の付与方法に界面活性剤を用いた場合は、研磨能率が低下する結果となった。

また、無機粒子を用いた複合粒子研磨においては、図 2.16 に示すように溶解シリカや凝集シリカを用いた時に通常研磨よりも高い研磨能率を発揮した。さらに、図 2.17 に示すように多孔質ハイドロキシアパタイト粒子を用いた時にはポリマ微粒子を使用したときと同じく縁形状の改善が見られた。

これまでの研究では上記のことを踏まえ工業的に広く行われている従来のガラス研磨技術の加工する上で問題になってくる縁ダレの問題や研磨能率、研磨後のワークや研磨工具に付着した砥粒の洗浄性の向上を目指すため、スラリーにポリマ微粒子を添加し、系の固体項を増やし加工特性を向上、改善が行われてきた。しかし、縁ダレや加工特性について改善は果たせても、洗浄性については効果的な改善ができないままでいた。

そこで本研究では洗浄性の問題に対して、複合粒子よりも砥粒とポリマ微粒子の強固な付着を行うことで「複合砥粒」とし、解決を図った。それらの取り組みについて次章より言及する。

参考文献

- 1) 河西敏雄：研磨加工技術，表面技術，Vol.57, No.11, 2006, pp.744-751
- 2) 谷泰弘 監修：最新研磨技術，シーエムシー出版，2012, 227
- 3) 今中治：無機材料の精密加工法-1-, 機械の研究, Vol.19, No.4, 1967, pp.605-611
- 4) 原田正一，泉谷徹郎：光学ガラスのポリシング機構，窯業協會誌，Vol. 78 , No. 899, 1970, pp.229-236
- 5) 安永暢男 高木純一郎 著：精密機械加工の原理，工業調査会，2002, 284
- 6) F.W. Preston, The Theory and Design of Plate Glass Polishing Machines, Journal of the Society Glass Technology, Vol. 11, 1927, pp. 214-256
- 7) 砥粒加工学会 編：図解 砥粒加工技術のすべて，森北出版，2011, 234
- 8) 泉谷徹郎，原田正一，ガラス研摩の研究(第1報)，精密機械，Vol.33, No.11, 1967, pp.721-727
- 9) Boris Vasileva, Sascha Bott , Roland Rzehak b, Johann W. Barthac, Pad roughness evolution during break-in and its abrasion due to the pad-wafer contact in oxide CMP, Microelectronic Engineering, Vol.111, 2013, pp.21-28
- 10) 藤田努，榎本俊之，富永茂，鈴木眞：構造制御形研磨パッドによる高能率仕上げ加工：工作物と研磨パッド間の接触状態の改善，日本機械学会論文集 C 編，Vol.74, No.747, 2008, pp.2803-2808
- 11) 岡本英一郎，木村景一，カチョーシムルンルアンパナート：CMP におけるウェット条件下のポリシングパッド-ウェハ間の接触状態観察法に関する研究，日本機械学会九州支部講演論文集，Vol.2009, No.62, 2009, pp.247-248
- 12) 横山雄一，木村景一，カチョーシムルンルアンパナート：CMP におけるポリシングパッド表面のモデル化の試み，日本機械学会関東支部総会講演会講演論文集，Vol.2006, No.12, 2006, pp.25-26
- 13) Akira Isobe, Hideaki Nishizawa, Shinichi Haba, Shuhei Kurokawa, "Numerical discussion of polishing mechanism considering contact area of polishing pad and that of polishing abrasives", Proc. ICPT, 2011, pp.252-257
- 14) 尾形謙次郎，妹尾浩行，吉田光一，磯部晶：研磨性能に影響を及ぼすパッド表面指標の研究，2010 年度精密工学会秋季大会学術講演論文集，2010, pp.143-144
- 15) 河井奈緒子，朴栽弘，吉田光一：研磨パッドの表面形状とその研磨性能，2007 粘度精密工学会秋季大会学術講演会論文集，2007, pp.1013-1014
- 16) 村田順二，谷 泰弘，広川良一，野村信幸，張 宇，宇野純基：ガラス研磨用エポキシ樹脂研磨パッドの開発，日本機械学会論文集 C 編，Vol.77, No.777,

- 2011, pp.2153-2161
- 17) Lee M. Cook, "Chemical process in glass polishing", *Journal of Non-Crystalline Solids*, Vol.120, 1990, No.1-3, pp.152-171
 - 18) 安永暢男:超精密加工における化学現象とその利用, *精密工学会誌*, Vol.59, 1993, No.4, pp.539-542
 - 19) Tetsuya Hoshino, Yasushi Kurata, Yuuki Terasaki, Kenzo Susa, "Mechanism of polishing of SiO₂ films by CeO₂ particles", *Journal of Non-Crystalline Solids*, Vol.283, 2001, No.1-3, pp.129-136
 - 20) セリウム系研磨材, 三井金属レアメタル・機能分事業部
<http://www.mitsui-kinzoku.co.jp/project/raremetal/abrasive.html>
 - 21) 山崎努, 土肥俊郎, 黒河周平, 大西修, 畝田道雄, 梅崎洋二, 山口靖英, 岸井貞浩:酸化セリウムとその代替を目指す酸化マンガン系スラリーによるガラス基板の研磨特性とその加工メカニズム, *精密工学会誌*, Vol.77, 2011, No.10, pp.960-965
 - 22) Michael A. Fury, "Emerging developments in CMP for semiconductor planarization", *Solid State Technology*, Vol.38, 1995, No.4, pp.47-51
 - 23) Scott R. Runnels, "Tribology analysis of Chemical-Mechanical Polishing", *Journal of Electrochemical Society*, Vol.141, 1994, No.6, pp.1699-1701
 - 24) 盧毅申, 谷泰弘, 河田研治: 研磨パッドを用いない鏡面研磨法の提案: 複合粒子研磨法の開発, *日本機械学会論文集. C 編*, Vol.68, No.674, 2002, pp.262-267
 - 25) 高橋敦哉, 河田研治, 榎本俊之, 谷泰弘: 複合粒子研磨法の水晶研磨への適用, *砥粒加工学会誌*, Vol.47, No.6, 2003, pp.302-307
 - 26) 堀本真樹, 河田研治, 榎本俊之, 谷泰弘: 複合粒子研磨法におけるキャリア粒子の役割, *砥粒加工学会誌*, Vol.47, No.6, 2003, pp.320-325
 - 27) 戸川千裕, 河田研治, 榎本俊之, 谷泰弘, 盧毅申: 複合粒子研磨法の開発: 樹脂工具プレートに関する検討, *砥粒加工学会誌*, Vol.47, No.8, 2003, pp.446-451
 - 28) 周文軍, 谷泰弘, 河田研治: 油性スラリーを用いた複合粒子研磨法に適する工具プレートの検討, *日本機械学会論文集. C 編*, Vol.71, No.712, 2005, pp.3608-3613
 - 29) 谷泰弘, 山口雄也, 金泰元, 一迺穂直聡: 親水性キャリア粒子を用いた複合粒子研磨法に関する研究, *日本機械学会論文集. C 編*, Vol.76, No.764, 2010, pp.987-993

第3章

洗浄性を考慮した複合砥粒の開発

3.1 緒言

ガラス研磨においては、高能率かつ高品質な研磨が可能である酸化セリウムが砥粒として用いられている。一方、酸化セリウム砥粒は比重が約 6.9g/cm^3 と大きいいため沈澱速度が速く、分散性が悪いことが短所として挙げられる。また、一度沈澱してしまえば再分散が容易でないといった問題点もある。このため、適当な分散剤が併用されている^{1),2)}が、この使用が研磨能率を低下させる原因となっている。さらに、図 3.1 にも示すように研磨中の工作物や研磨機、その他周辺環境への砥粒の付着が激しく、研磨後の洗浄も問題視されている。

前章でも紹介した複合粒子研磨法^{3),4)}では、比重が約 1.2g/cm^3 のポリマ微粒子を母粒子として使用し、これに砥粒を電氣的に付着させて研磨を行うため、分散性を大幅に向上させることが可能になった。また、この研磨法では砥粒が付着したポリマ微粒子がマイクロな研磨パッドとして作用し、これが動き回るために縁ダレがなく形状精度の高い加工が行える。しかし、複合粒子研磨法では、



図 3.1 工作機械に付着している酸化セリウム砥粒

砥粒が遊離して存在するために、研磨機械や工作物への遊離した砥粒の付着が激しく、加工後の工作物の洗浄性が悪いといった課題が残されていた。

この問題を解決するために、本研究では母粒子に比重の軽いポリマ微粒子を用い、乾式の状態で機械的手法を用いて子粒子として砥粒を母粒子表面に被覆させることで、複合砥粒を創成した。研磨特性や工作物の洗浄性を考慮しながら、複合砥粒の製造方法や母粒子の材質について検討を行った。

3.2 複合砥粒の製造方法

3.2.1 ハイブリダイザによる試作

ガラス研磨において頻繁に使用される酸化セリウム砥粒の比重は約 6.9g/cm^3 とシリカやアルミナなどの他の代表的な砥粒に比べて高い。そのため、スラリー中での分散が悪い。また、酸化セリウムはガラスとの親和性が高く、工作物に付着しやすいため、加工後の洗浄が困難である。

この問題を解決すべく、複合粒子研磨法^{3),4)}におけるポリマ微粒子と砥粒から構成される複合粒子に着目した。ポリマ微粒子の比重は代表的なものでおおよそ 1.5g/cm^3 程度であり、砥粒と比較して非常に小さい。そこで、 $10\mu\text{m}$ 程度のポリマ微粒子と $1\mu\text{m}$ 程度の砥粒を機械的に複合化し、複合砥粒を製作する事を考えた。酸化セリウム砥粒を複合砥粒とすることで、比重を小さく、粒径を大きくすることでスラリーでの分散や加工後の洗浄の改善に寄与できるものと考えた。

その複合砥粒の製作方法であるが、まずは図 3.2 に示される株式会社奈良機械製作所製ハイブリダイゼーションシステム NHS-0⁵⁾を用いた。この機械は機械的作用により、乾式で微粉体の表面を改質し、機能性複合個体を製作する装置である。このプロセスの原理としては、母粒子となるポリマ微粒子と子粒子である母粒子を混合分散させ、装置本体に投入し、機内に分散させながら、衝撃力を主体に粒子の相互作用を含め圧縮、摩擦、せん断力などの機械的作用を繰り返し与えて、粒子間の固定化、成膜化、粒形化の処理を均一に行うものである。このときの実験では表 3.1 に示すポリスチレン微粒子と酸化セリウム砥粒を体積比の割合を変えて複合化を行った。その結果を図 3.3 に示す。

図 3.3 より、ハイブリダイゼーションシステムを用いて製作した複合砥粒のどれも、母粒子への砥粒の付着が満足行くものではなかったことが分かる。砥粒の付着が十分でなかった理由としては、ハイブリダイゼーションシステムの作用メカニズムにあると考えられる。図 3.2 に複合砥粒を製作した際のハイブリ

ダイゼーションシステムのドラムの中の写真を示す。比重の重い酸化セリウム砥粒はドラムの外周に付着しており、比重の軽いポリマ微粒子はそれよりも内側に付着しており、これらが分離していることが分かる。ハイブリダイゼーションシステムのように1軸の回転のみによる混合では、母粒子と子粒子の比重差により分離が生じ、付着が十分に行えないと判断された。

3.2.2 ハイブリッドミキサによる製作

次に図 3.4 に示される二軸の回転機構を持つ製造装置の株式会社キーエンス製ハイブリッドミキサ HM-500 を用いて複合砥粒の製作を行った。この機械は公転と自転の両方が行われる形式になっており、1軸の回転のみの混合であったハイブリダイゼーションシステムよりもより強力な攪拌・混合が行えることが期待される。このハイブリッドミキサを用いて回転数を公転速度 2000rpm, 自転速度 800rpm で一定とし、攪拌時間を変更して製作した複合砥粒を図3.5に示す。砥粒とポリマ微粒子は重量比で 12 : 1 の割合で混合した。時間が長くなるにつれて付着量が増えていることが分かる。しかし、180s 以上ではポリマ微粒子の融解が起き、複合砥粒は凝固してしまう。このような状態になると研磨には用いることはできない。

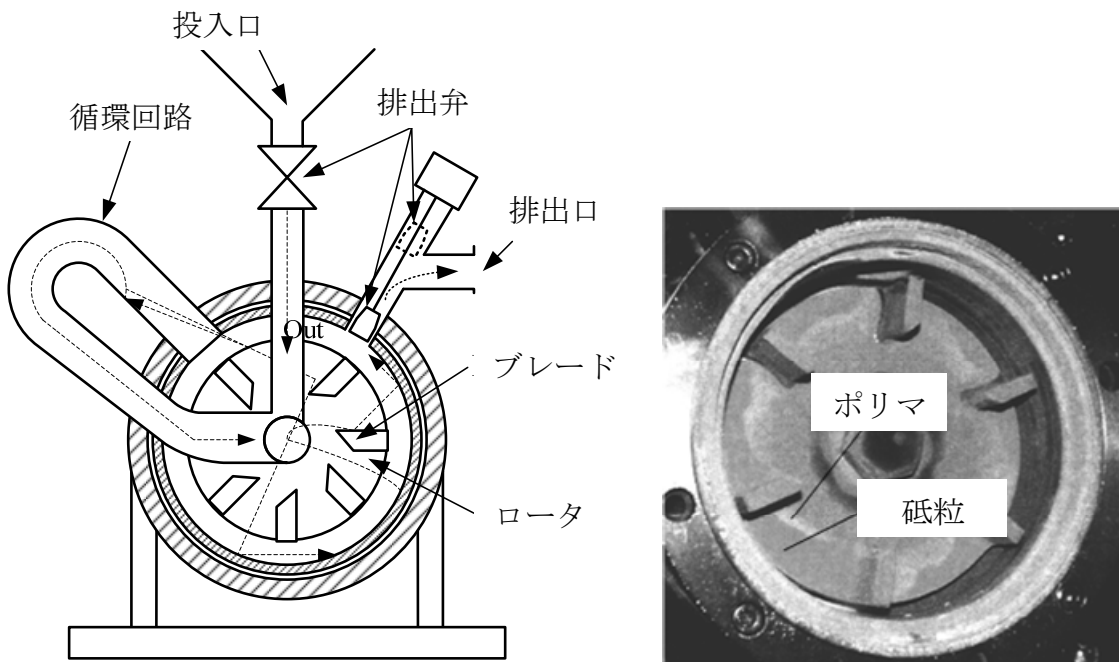


図 3.2 ハイブリダイゼーションシステム

表 3.1 複合砥粒製作に使った粒子

役割	材質	平均粒径
母粒子	ポリスチレン (PS)	6.3 μm
子粒子	酸化セリウム砥粒	1.2 μm

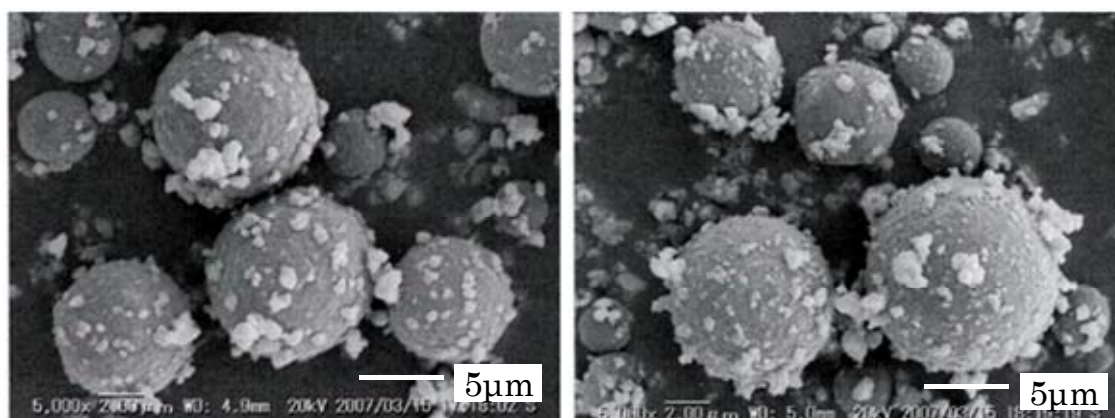
(a) PS : CeO₂ = 1 : 1(b) PS : CeO₂ = 1 : 1.5(c) PS : CeO₂ = 1 : 2

図 3.3 製作した複合砥粒の SEM 写真比較

3.2.3 製作した複合砥粒の研磨特性

製作した複合砥粒の研磨特性を評価するため、ガラス鏡面研磨実験を行った。今回の実験では工作物に前加工として GC#1000（昭和電工株式会社製）の砥粒を用いて鋳鉄定盤でラッピングし、得られた増加工面が 0.4 μmRa に統一された $\phi 20 \times 10\text{t}$ のソーダガラス（図 3.6）を用いた。またガラス研磨の中でも仕上げ研磨に用いられるセリウムパッド（九重電気株式会社製，KSP-66A，図 3.7）を用いて、比較対象として砥粒のみを分散させたスラリーにおいても実験を行った。

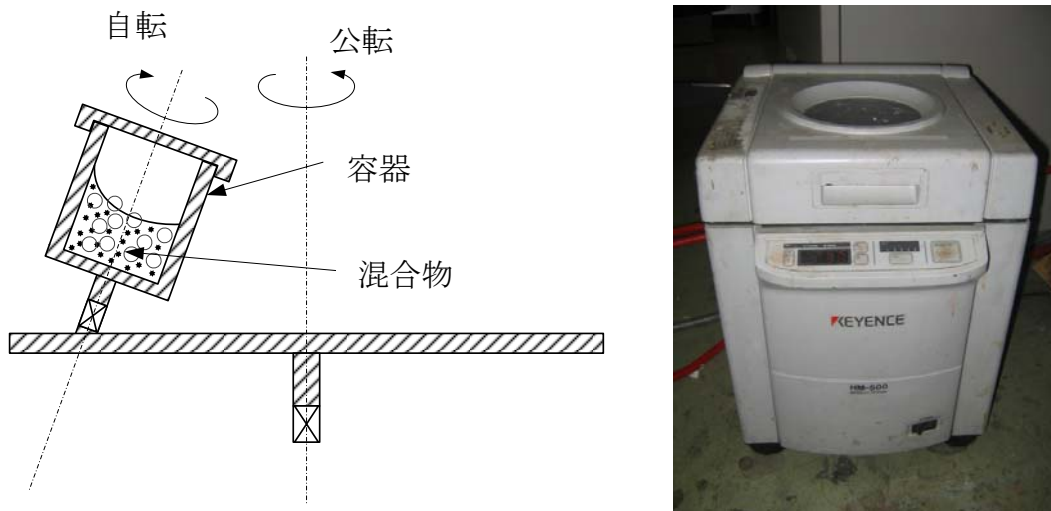


図 3.4 ハイブリッドミキサの概念図と外観

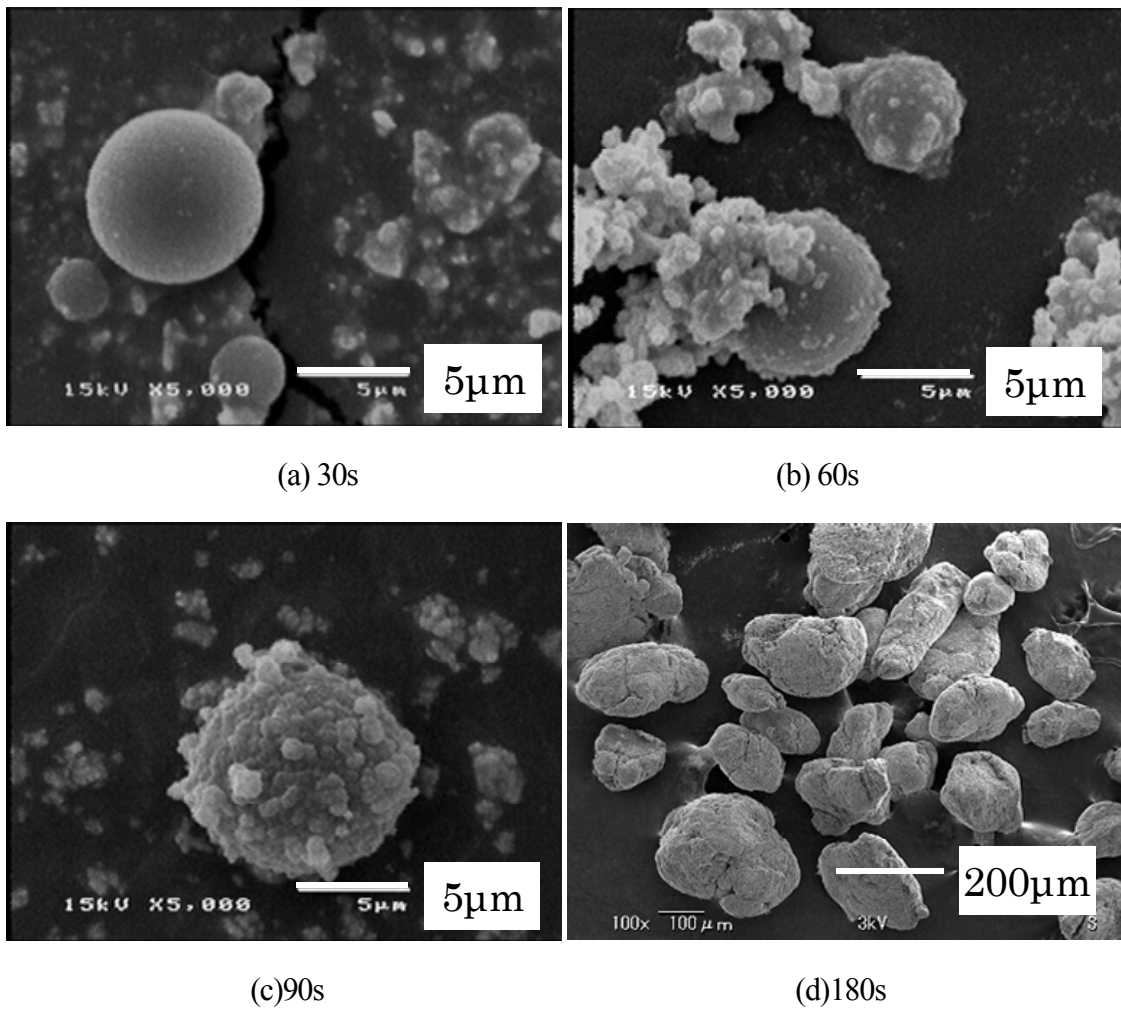


図 3.5 ハイブリッドミキサで製作した複合砥粒の SEM 写真



図 3.5 ソーダガラス工作物

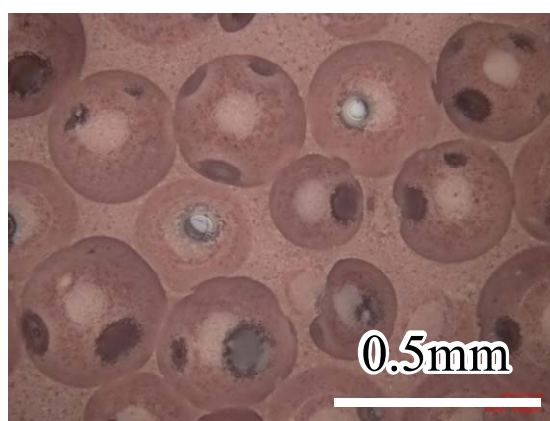


図 3.6 セリウムパッド

表 3.2 加工条件

研磨機	片面研磨盤 SPL-15 (株式会社岡本工作機械製作所製)
工作物	φ20×10mm ソーダガラス (前加工面粗さ 0.4μmRa)
研磨パッド	セリウムパッド (九重電気株式会社製)
研磨圧力	20kPa
定盤回転速度	60rpm
治具回転速度	60rpm
加工時間	30min
スラリー供給量	25mL/min
砥粒	酸化セリウム (昭和電気株式会社製) , グレード名 : SHOROX A-10 平均粒径 1.2μm ; 添加率 3.0wt%
ポリマ微粒子	添加率 0.25wt%

これらの実験の研磨条件を表 3.2 に示す。研磨加工にはφ 90mm の治具に工作物 3 個を研磨用ワックス (株式会社日化精工製) で張り付け、研磨機には図 3.8 に示す片面研磨盤 (SPL-15, 株式会社岡本工作機械製作所製) を用いて研磨実験を行った。研磨能率の評価は研磨前後で工作物の重量を電子天秤にて測定し、その差を使い平均的な除去速度を算出した。加工面品質の評価では、白色光干渉式非接触 3 次元表面形状・粗さ測定機 (図 3.9, Zygo New View5032, Zygo Corporation) で粗さ Pa (断面曲線の算術平均粗さ) を測定した。

これらの実験の結果を図 3.10 に示す。結果より、ハイブリダイザを用いて製作を行った複合砥粒では砥粒のみで行った通常研磨の 5 割強ほどの研磨能率しか発揮できなかつた。これは砥粒の母粒子への付着不足が原因であると考えられる。そこで、砥粒の付着が多かつたハイブリッドミキサで作製した複合砥粒を用いた研磨においては、通常研磨に近い研磨能率が得られ、砥粒の母粒子への付着の改善が研磨能率に大きく影響することが判明した。また、ハイブリッドミキサにより製作した複合砥粒を用いた場合、研磨能率は若干低くなつてい



図 3.8 片面研磨盤 SPL-15 外観



図 3.9 Zygo New View 5032 外観

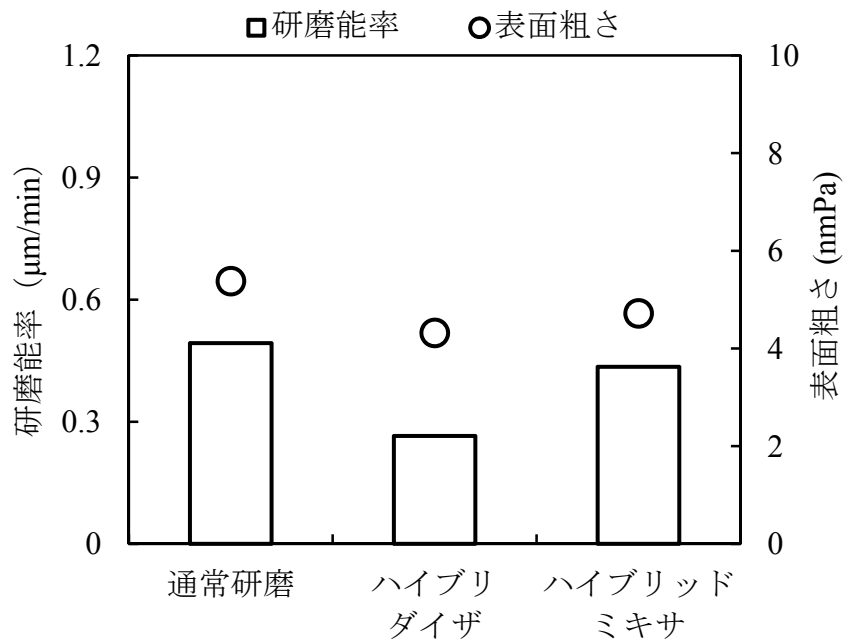


図 3.10 製作方法の違いによる研磨特性の比較

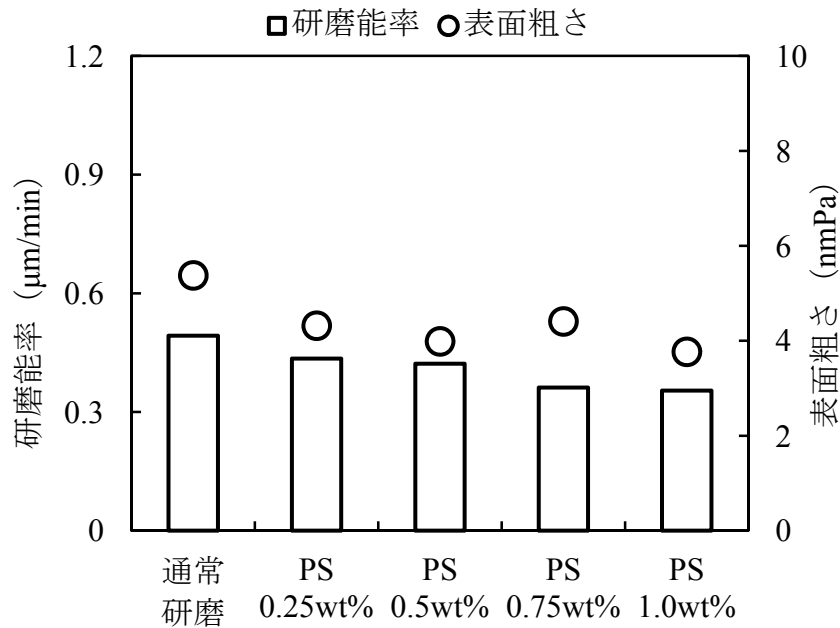


図 3.11 PS 粒子の添加率の違いによる研磨特性の比較

るが、仕上げ面粗さはその割合以上に良くなっており、このことは加工圧等の研磨条件を変化させることで同等の研磨特性が得られることを示している。このことから複合砥粒の製作にはハイブリッドミキサを用いるのが適切であると考えられる。さらにハイブリッドミキサを用いて製作した複合砥粒について、研磨能率の点から考慮した砥粒とポリマ微粒子の配合率を検証するため、PS 粒子の配合率を変化させて複合砥粒の製作を行い、先ほどの研磨条件と同じ条件で研磨実験を行った。その結果を図 3.11 に示す。複合砥粒の研磨能率はポリマ微粒子の添加率が増加するごとに低下していった。このことから、ポリマ微粒子の添加率は最初の条件である砥粒：ポリマ微粒子=12：1（重量比）が最も良いものと考えられる。

3.3 複合砥粒の分級

3.3.1 複合砥粒の分散性と洗浄性の評価

前節で製作した複合砥粒を用いることで図 3.12 に示すように分散性は大幅に向上した。分散性の評価には図 3.13 に示すキーエンス製の光透過度を計測できる装置を用いた。分散性は大きく向上したが、それに伴い向上すると考えられていた洗浄性は、実際には図 3.14 に示すように、それほど効果は出なかった。この原因の一つとして、ポリマ微粒子に付着せずに遊離している砥粒が挙げら

れる。遊離した砥粒は従来の砥粒と同じ状態であり、加工面には複合砥粒の母粒子であるポリマ微粒子の付着がほとんど見られないことから、この付着せずに遊離している砥粒が洗浄性を悪化させている原因であると考えた。

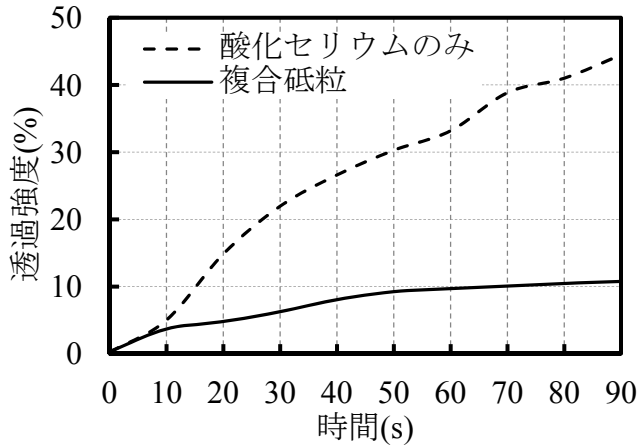


図 3.12 分散性の評価

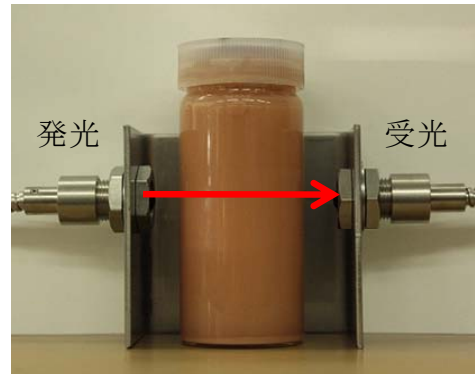
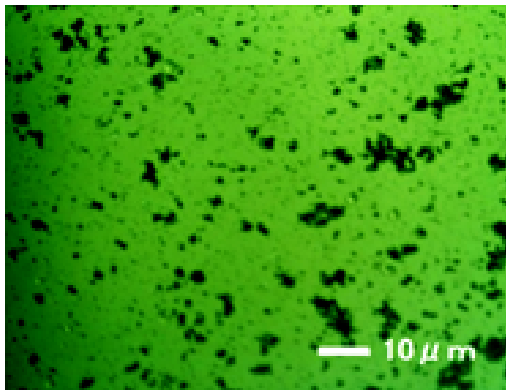
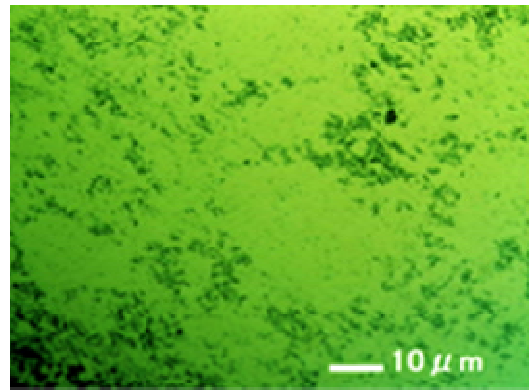


図 3.13 分散性を評価した装置



(a)砥粒のみ



(b)複合砥粒

図 3.14 加工面の比較

3.3.2 複合砥粒の分級方法選定

粒子の分級方法には大きく、湿式分級、乾式分級、ふるい分け分級の三つが存在する。分級する粒子の粒径によって方法が異なり、数多く存在する分級法の中から最適なものを使用する必要がある。そこで、複合砥粒を分級するために最適な分級方法を選定するため、最初にふるい分け分級を行った。ふるい分け分級選定の理由は2つある。1つ目は、砥粒であるセリアの粒径と複合砥粒との粒径の差が大きかったことにある。セリアの平均粒径は1.2μmであるのに対して、複合砥粒は10μm以上あるため、この方法が効果的と考えた。2つ目は、

コストの問題である。ふるい分け分級を行う場合、濾紙を用いれば他の機械などを用いる分級方法よりも、コストが低く済むことが考えられる。それらの理由により、まず初めに濾紙を用いて分級実験を行った。今回使用した濾紙はワットマン濾紙（粒子保持能 $11\mu\text{m}$ ）を用いた。

実際に行う手順としては、作った複合砥粒をスタラーで 10 分程攪拌させて、濾紙の上に流すと言った簡単な手法である。図 3.15 にその様子を載せる。図 3.16 に分級実験後に濾紙に残った複合砥粒の SEM 写真を載せる。ポリマに付着していないセリアが全く取れていない事がわかる。これの原因は濾紙の目詰まりによるものだと思われるので、少量ずつ濾過することで分級は可能かもしれないが、ろ過する工程に長い時間が必要となり、濾紙での分級は非効率であると言える。そのため、濾紙を用いた分級をあきらめ、別の方法を模索した。

次に、他の方法として湿式分級の一種である沈降分級法について試みた。沈降分級法を採用した理由としては、先ほどの分散性の比較のグラフにもあったように、比重の違う砥粒と複合砥粒の間で沈降速度に差ができるからである。具体的には作成した複合砥粒の比重が約 $2.2\text{g}/\text{cm}^3$ であるのに対して、使用した酸化セリウムの比重は約 $6.9\text{g}/\text{cm}^3$ で、攪拌後の沈殿時間が複合砥粒で約 35 秒であったのに対して、酸化セリウム砥粒の沈殿時間は約 20 秒と大きく異なっていた。この沈降速度差を利用して、複合砥粒と余分な砥粒の分級を試みた。

沈降速度差を利用した分級方法について図 3.17 に示す。詳細な手順としては、まず製作した複合砥粒を純水と混合し、20 分間攪拌する。その後 25 秒間静置した後に、図 3.17 に示される容器の側面に設けた栓を開き、栓よりも上部にある混合液を取り出した。こうして得たものを 1 段階分級後の複合砥粒とし、この操作を抽出した混合液に対して再度行って得たものを 2 段階分級後の複合砥粒



図 3.15 濾過の様子

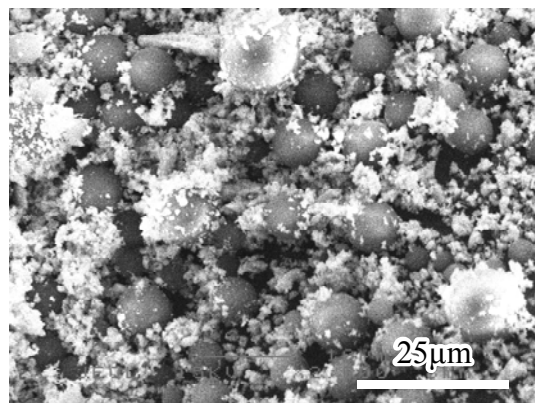


図 3.16 分級後の SEM 写真

とした。

分級前後の複合砥粒の SEM 写真を図 3.18 に示す。分級を行うことにより母粒子周辺の遊離した砥粒が大幅に減少していることがわかる。

3.3.3 分級した複合砥粒の洗浄性評価

沈降速度差を利用した分級を 1 回および 2 回施した複合砥粒を用いて、洗浄性の評価を行った。それぞれの砥粒の洗浄性を比較するにあたり、まず加工に通常の砥粒のみを使用したサンプル、複合砥粒で加工を行ったサンプル、1 段階分級を行った複合砥粒で加工を行ったサンプル、2 段階分級を行った複合砥粒で加工を行ったサンプルを用意し、それぞれにおいて洗浄を行わなかったもの、1

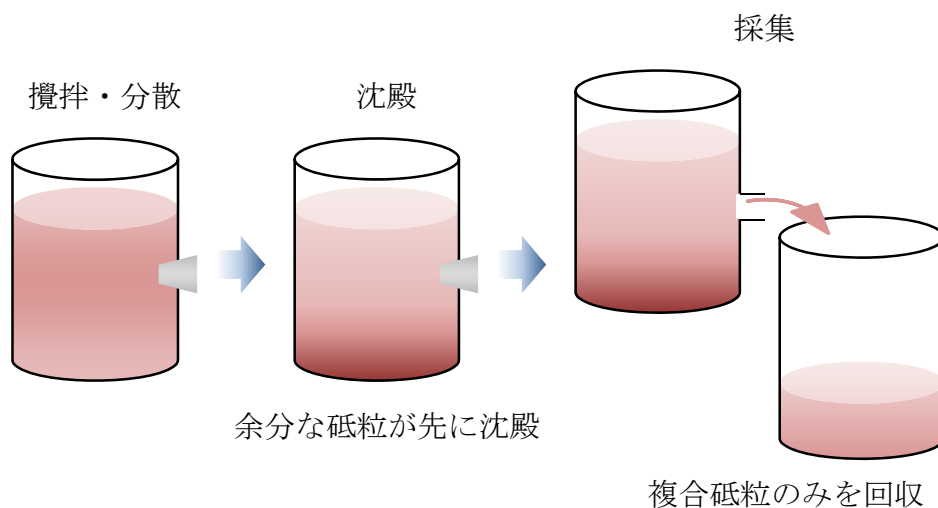
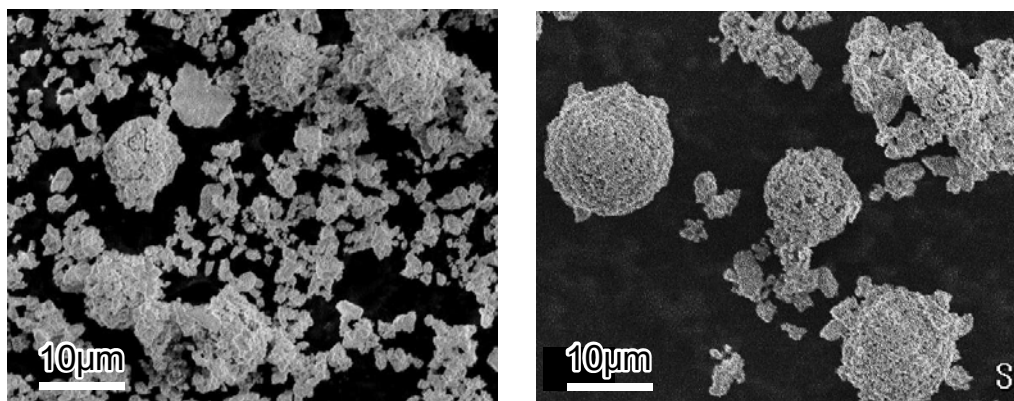


図 3.17 沈降速度差を利用した分級方法















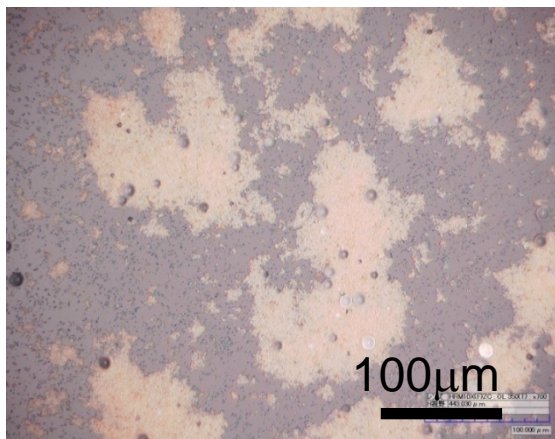
(a)分級前

(b)分級後

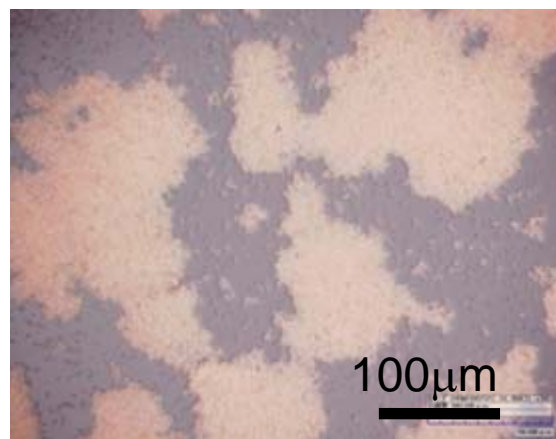
図 3.18 分級前後の複合砥粒の SEM 写真

表 3.3 洗浄性の比較

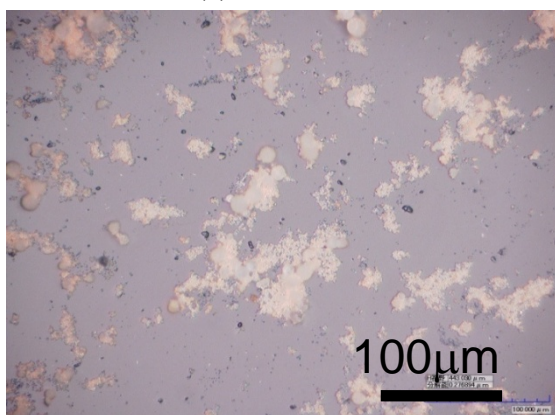
	通常研磨	未分級	分級 1段階	分級 2段階
洗浄前				
1分間 超音波 洗浄				
2分間 超音波 洗浄				



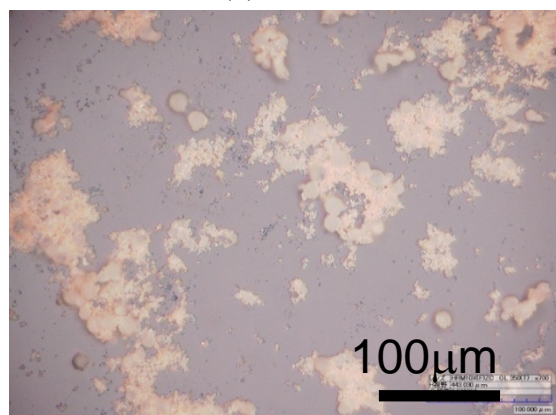
(a) 通常研磨



(b) 複合砥粒



(c) 1段階分級



(d) 2段階分級

図 3.19 加工面写真 (洗浄無し)

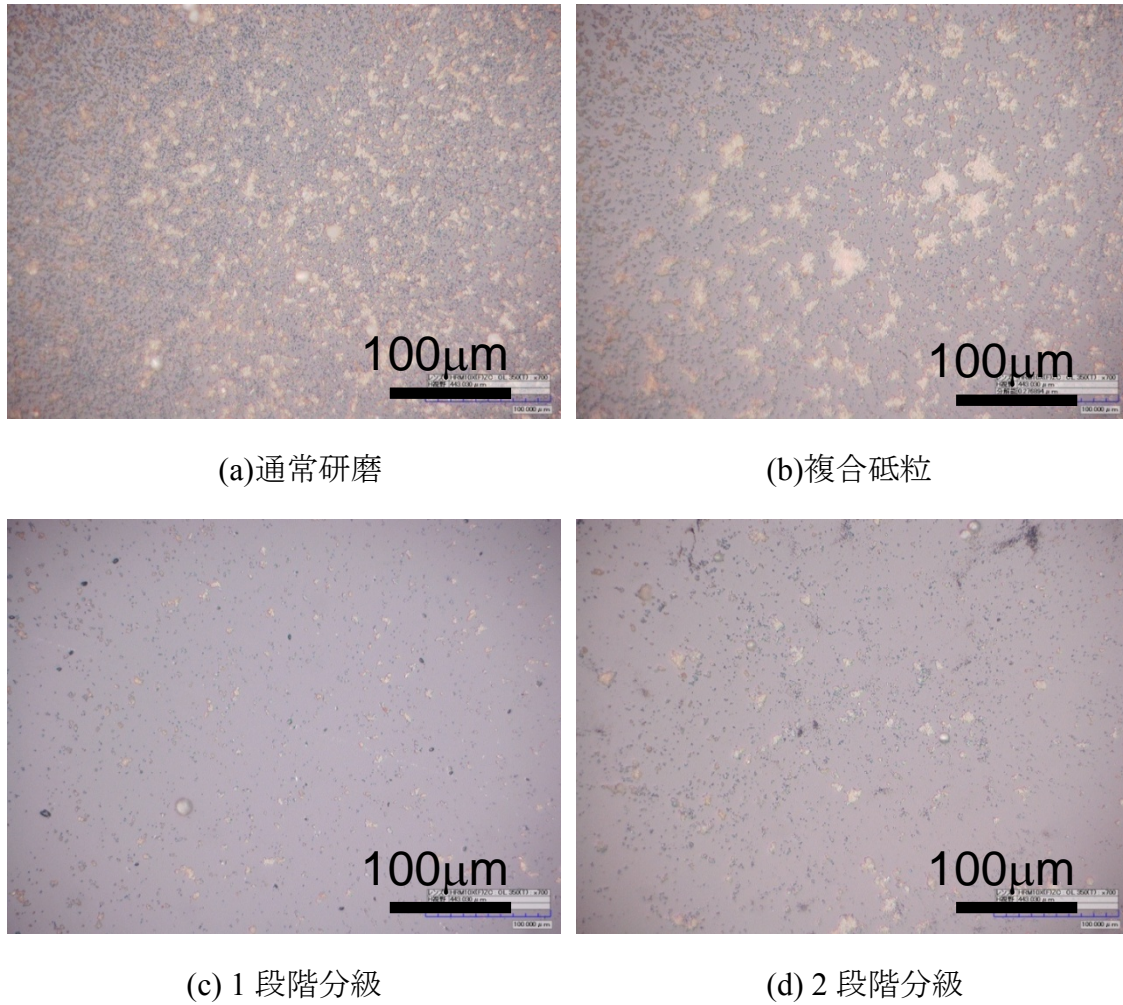
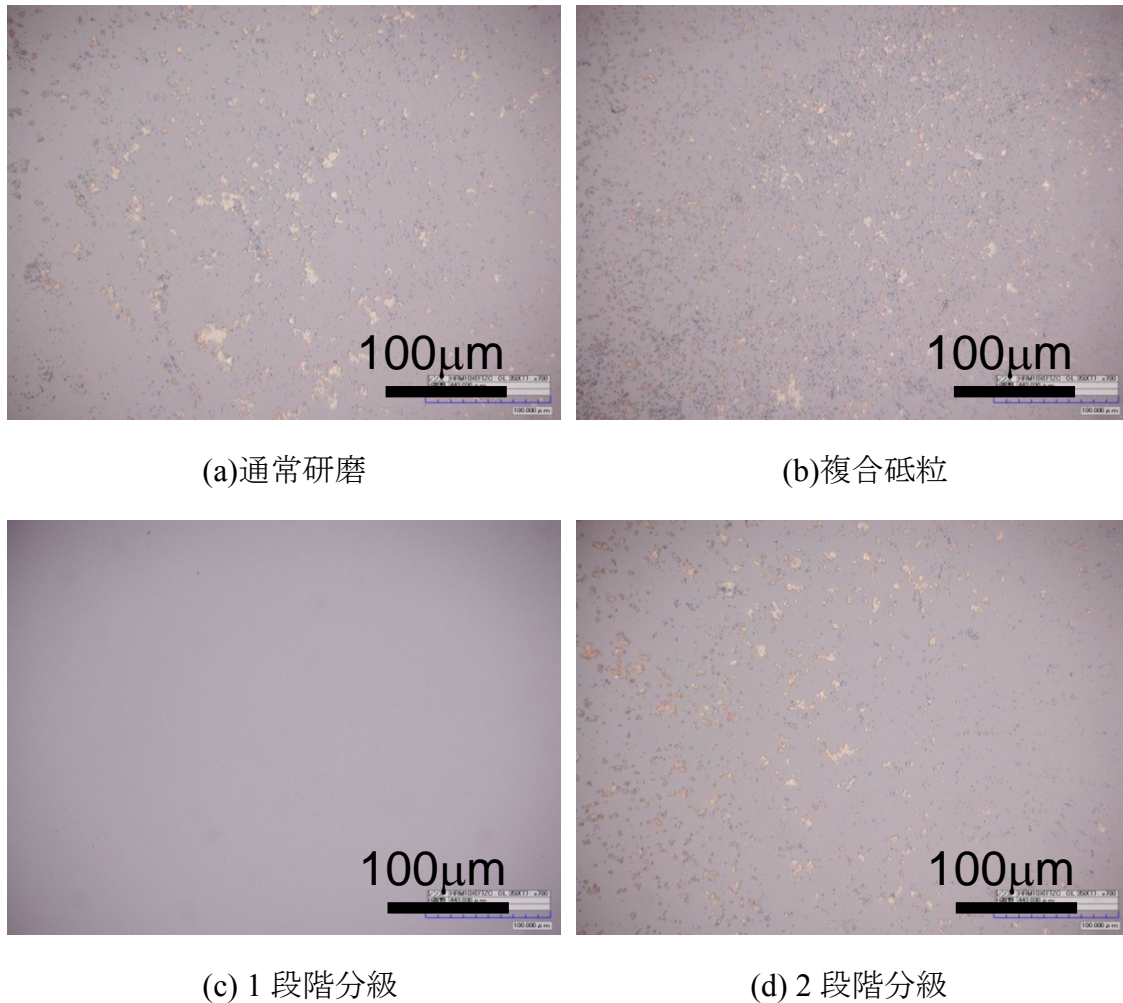


図 3.20 加工面写真 (1 分間超音波洗浄)



(a)通常研磨

(b)複合砥粒

(c)1段階分級

(d)2段階分級

図 3.21 加工面写真 (2 分間超音波洗浄)

分間超音波洗浄器にて洗浄を行ったもの、2分間超音波洗浄器にて洗浄を行ったものを用意した。それぞれのサンプルである工作物の写真を表 3.3 に示す。この結果より、洗浄無しについては分級を行ったものに関して砥粒の付着が少ないことが分かる。しかし、この写真では洗浄を行った条件での、各サンプルへの砥粒の付着について違いが観察できなかつたため、サンプル表面の顕微鏡写真を撮影した。その結果を図 3.19, 3.20, 3.21 に示す。

全ての顕微鏡写真から傾向がつかめるが、特に顕著に現れているのが図 3.20 の 1 分間洗浄を行ったものである。この写真では、特に分級の効果が顕著である。2 分間洗浄を行った後の図 3.21 の 2 段階分級の複合砥粒ではほとんど砥粒の残留は見られず、1 段階分級においても砥粒の残留は少なくなっている。これらの結果より複合砥粒の分級は洗浄性を従来の砥粒のみの研磨にくらべて向上させているのが分かる。また、顕微鏡写真にほとんどポリマ微粒子が写ってな

かったことから遊離した砥粒の残留が原因であったことが改めて分かった。

3.3.4 分級した複合砥粒の研磨特性

次に、分級した複合砥粒の研磨特性について述べる。研磨特性の話をする前に、今回の分級の実験を行うにあたり、新たな母粒子を用いたので紹介する。これまでの研究において、複合粒子研磨法では軟質の母粒子を用いた方が、研磨能率が向上することが判明しているため、複合砥粒による研磨においてもPS粒子よりも軟質の母粒子を用いた方が、研磨能率が向上すると思われた。そこで、住友精化(株)製のポリエチレン粒子 EA-209（以下PE粒子と称する）の適用を検討した。その結果、図3.22に示すようにPE粒子を用いた複合砥粒による研磨の研磨能率はPS粒子よりも向上し、通常研磨と同等であった。仕上げ面粗さを

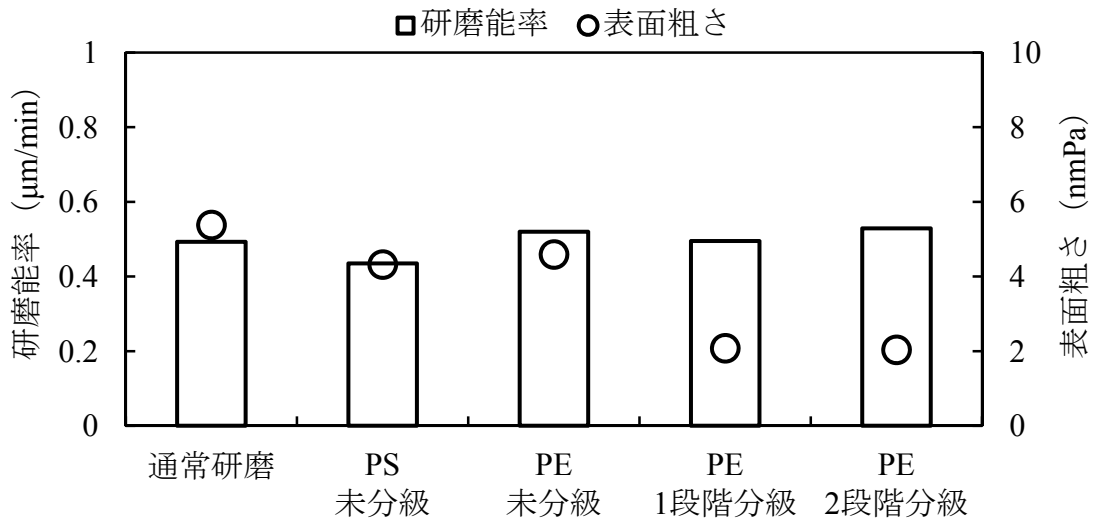


図 3.22 分級を行った複合砥粒の研磨特性

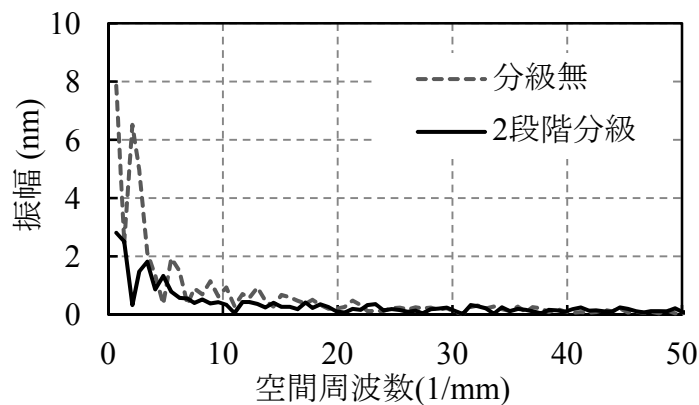


図 3.23 加工後の加工面粗さの空間周波数分布

は、通常研磨よりも優れたものとなった。次に、この研磨能率の高い PE 粒子を用いた複合砥粒に分級を施し、研磨特性の評価を行った結果、同図に示すように研磨能率はほぼ同等で、仕上げ面粗さはほぼ半分に改善されることが判明した。その理由を調査するために、空間周波数分布を Zygo により求めた。その結果、図 3.23 に示されるように、分級を行うことで低周波数領域の仕上げ面粗さが大幅に改善されていることが分かった。改善の原因として考えられるのは、遊離した砥粒により生じる立体障害効果の減少である。つまり、遊離した砥粒の低減にともなう複合砥粒の流動性の向上が、一つの砥粒が連続して加工する切削距離の短縮に働き、仕上げ面粗さが向上したものと考えられる。

3.4 研磨特性向上のための母粒子材質の変更

3.4.1 ポリウレタン微粒子の適用

図 3.22 より複合砥粒の母粒子として PS 粒子よりも軟質の PE 粒子のほうが優れていることが分かる。このように母粒子の材質は研磨特性に大きく影響する。研磨の現場においては仕上げ面粗さよりも研磨能率が優先されるため、研磨能率のさらなる向上を目指して母粒子の材質に関して検討を行うこととした。検討には表 3.4 のように新たに粒径および硬度の異なる 3 種類のポリウレタン粒子を用いた。10%圧縮強度に見られるように使用したポリウレタン粒子は、高い研磨能率を示した PE 粒子と PS 粒子の間にあるものと、PE 粒子よりもさらに軟質のものを検討の対象とした。

ウレタン微粒子としては根上工業(株)製のアートパール U-600T, CF-600T, C600 の 3 種類を使用した。それぞれ U-600T を UH 粒子 (Hard), CF-600T を UM 粒子 (Medium), C600 透明を US 粒子 (Soft) と呼称する。これらのポリマ微粒子を用いて製作した複合砥粒を研磨加工に適用した。このとき、複合砥粒の製作にはハイブリッドミキサを用いた。母粒子によって砥粒の付着状態は若干異なり、混合時間にともない研磨能率は向上する傾向にあったが、120s 以上では全ての母粒子に対して研磨能率の変化がほとんど見られなかった。したがって、すべての母粒子に対して混合時間は 120s で固定して複合砥粒を製作した。

表 3.3 の実験条件で研磨を行った結果を、図 3.24 に示す。UH 粒子を用いると PE 粒子を用いた時以上に研磨能率が向上し、また仕上げ面粗さも向上された。研磨能率の向上の原因としては、PE 粒子や UH 粒子の方が、PS 粒子よりも軟らかく、粒径が大きいため研磨時に発生する熱が複合砥粒に蓄積され、化学的研磨作用が活性化したためであると考えられる。一方、UH 粒子よりも軟質である

UM粒子、US粒子を用いた複合砥粒では仕上げ面粗さは優れるものの、研磨能率は低下する結果となった。これは母粒子があまりに軟らかすぎたために研磨パッドに埋め込まれてしまい、複合砥粒としてあまり作用できなかったためと考えられる。

各々のポリマ微粒子の10%圧縮強度と研磨能率との関係を図3.25に示す。このように一定の範囲では圧縮強度と研磨能率は正の相関を現わし、約15MPaの圧縮強度で最大の研磨能率を示し、その後低下していることがわかる。つまり、ポリマ微粒子の硬さが一定以上を越えると、研磨能率には逆効果があることになる。これらのことから、砥粒よりも大きな複合砥粒を用いることによって、研磨パッドと工作物の直接接触が減り、砥粒への圧力が高くなっていることが考えられる。また、母粒子の硬度によって複合砥粒の変形具合が変わり、作用

表 3.4 複合砥粒に用いたポリマ微粒子

材質	略称	製品名	平均粒径(μm)	10% 圧縮強度 (MPa)
ポリスチレン	PS	SBX-6	6.3	21.9
ポリエチレン	PE	EA-209	9.3	3.28
ポリウレタン	UH	U-600	10.3	13.6
	UM	CF-600T	10.2	0.63
	US	C600 透明	10.2	0.42

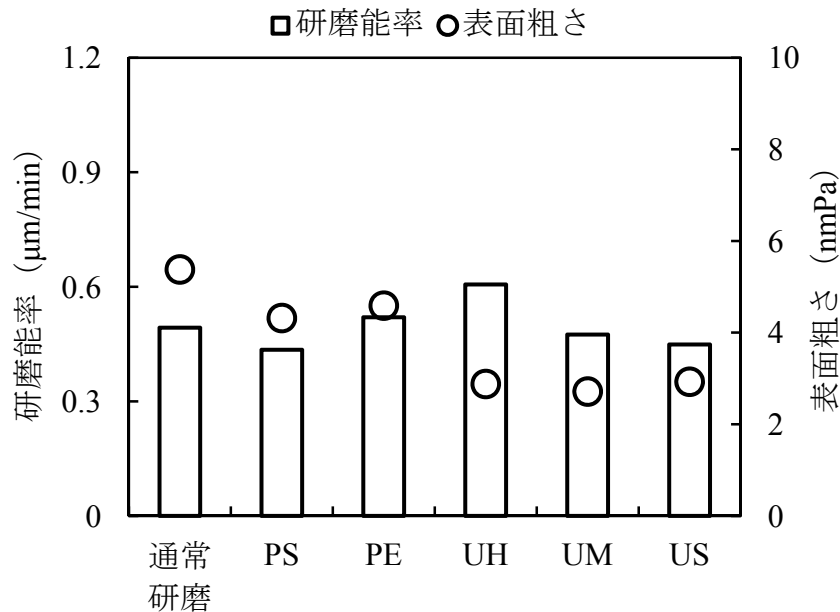


図 3.24 ウレタン微粒子を用いた複合砥粒の研磨特性

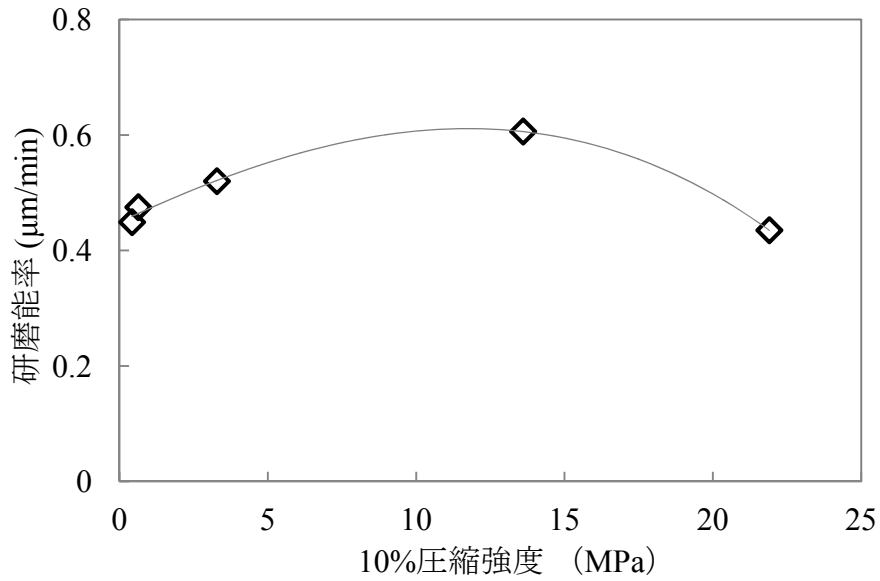


図 3.25 圧縮強度と研磨能率の関係

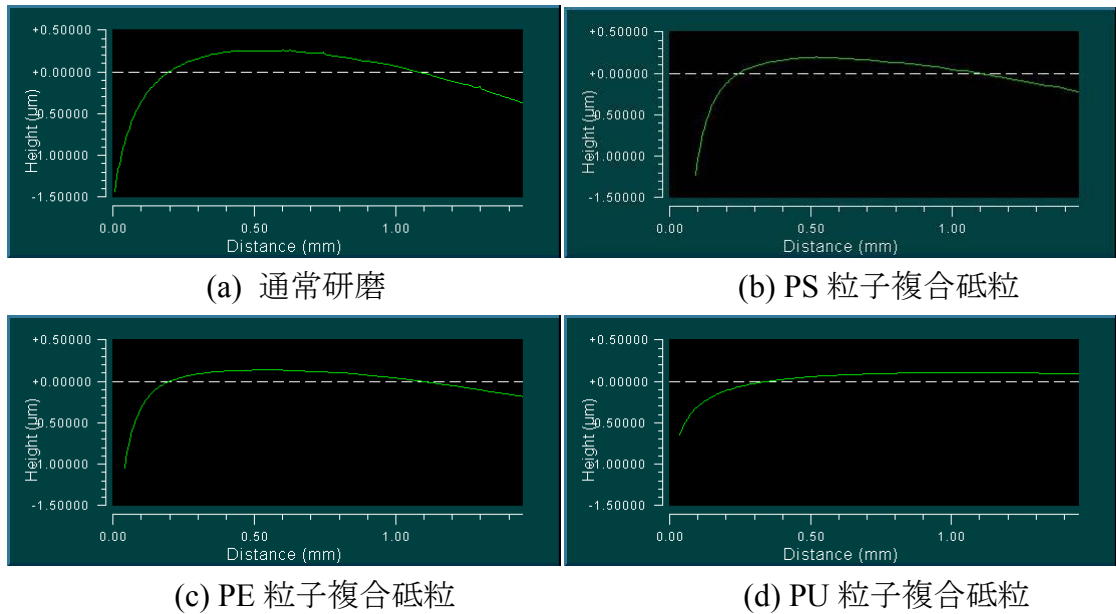


図 3.26 縁形状の比較

する砥粒数が増えるため、母粒子の圧縮強度には最適値があるものと考えられる。

次に図 3.26 に各々の研磨後の工作物の縁形状を示す。測定には Zygo を使用し、外周から 1.5mm の範囲内で形状の測定を行った。PS 粒子や PE 粒子を母粒子とした複合砥粒を用いた研磨の場合には通常研磨より縁での曲率半径が小さくなったが、UH 粒子を母粒子とした複合砥粒では縁での曲率半径は逆に大きくなった。

た。これは、母粒子の材質が研磨パッドと同じウレタン樹脂を用いた場合の特異的な傾向であり、研磨パッドと母粒子との間で粘着力が生じ、複合砥粒が動きにくくなったためと思われる。

3.4.2 分級したポリウレタン粒子を用いた複合砥粒の研磨特性

次に、最も研磨能率が高かった UH 粒子を用いたときの複合砥粒に分級を施してその研磨特性の変化を調べた。その結果を図 3.27 に示す。また、このとき表面粗さについてはこれまでの Pa ではなく、Ra (粗さ曲線の算術平均粗さ) を求めた。カットオフ値は 80 μm とした。分級を行ったものに関して、UH 粒子では PE 粒子のときと違い、研磨能率の低下が発生した。通常研磨の 1.2 倍程度あった研磨能率は同等まで下がってしまうことが分かった。そこで、分級を行った複合砥粒のスラリー中の濃度を上げ、どのような変化が生じるのか調べた。その結果、6wt%までは順調に研磨能率が回復し、その後 8wt%以上では低下する結果が得られた。これは分級によって取り除かれた砥粒の分だけ、複合砥粒が動きやすくなり、結果として加工域での滞留性が悪くなったためであると考えられる。そのため、複合砥粒の濃度を高めていった場合、相互に動きを抑制する作用が働き、研磨能率の向上に繋がったと考えられる。8wt%以上で低下した理由としては加工域で複合砥粒が複層化したことが考えられる。研磨パッド上に堆積した複合砥粒の上に複合砥粒が乗っかってくることで研磨圧の低下を招き、結果として作用している砥粒への圧力が下がり研磨能率の低下に繋がった

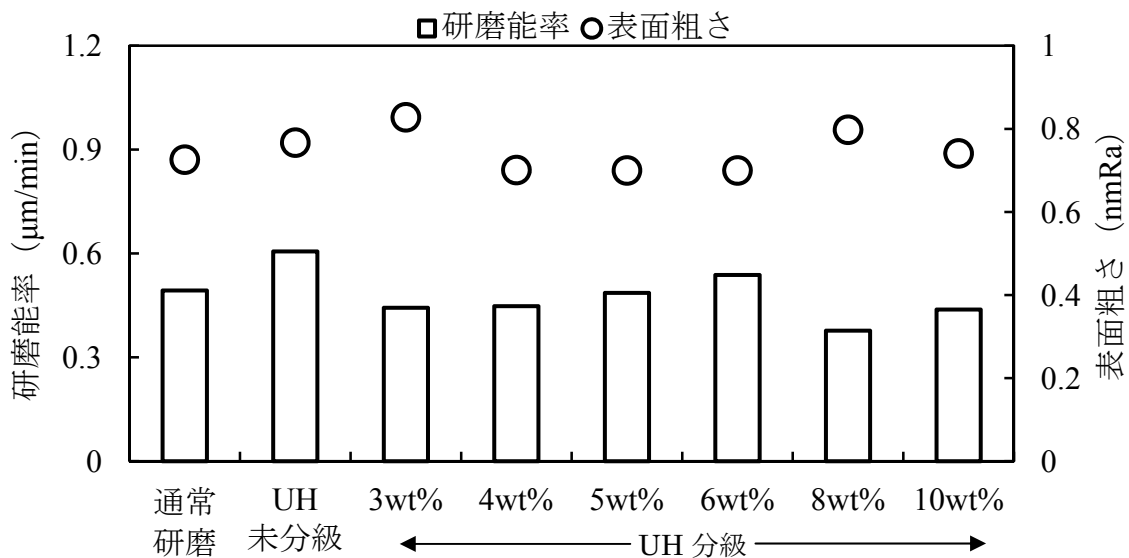


図 3.27 分級した UH 粒子の複合砥粒の添加率と研磨特性の関係

と考えられる。そこで、次章以降ではこの複合砥粒の更なる研磨特性の向上のため、滞留性について着目して改善を行った実験に関して言及する。

3.5 結論

ガラスの鏡面研磨に用いられる酸化セリウム砥粒には高い研磨特性を持つ利点の他に、比重が高く、洗浄性や分散性が悪いといった欠点も持っている。この欠点に対して、比重の小さなポリマ微粒子の表面に機械的作用を使って砥粒を付着させた複合砥粒を開発し、解決を図った。この複合砥粒をガラス研磨に適用した結果、以下のような結論を得た。

- (1) 2軸の回転機構を持つハイブリッドミキサを用いてポリマ微粒子と酸化セリウム砥粒の複合化を行った。その結果、母粒子の表面を覆い隠すのに十分な量の酸化セリウムの付着が見られた。
- (2) 沈降速度差を利用した沈降分級を採用し、複合化の際に付着しなかった酸化セリウムを除去した。その結果、洗浄性と仕上げ面粗さの両方が大幅に改善された。特に仕上げ面粗さについては長波長成分の粗さについて顕著な効果が表れた。
- (3) 複合砥粒の母粒子の材質について検討を行った。その結果、ポリマ微粒子の10%圧縮強度に関して研磨能率と関係を持っており、極大値を有することが分かった。また、ポリウレタン粒子を用いた時に表面粗さが大幅に改善された。
- (4) 分級を行ったウレタン粒子の複合砥粒を研磨に用いたところ、研磨能率の低下が生じ、通常研磨と同等程度の研磨能率となった。砥粒濃度を上げることで研磨能率が回復したことから、加工域での滞留性が不足していることが示唆された。

上記のように本章では洗浄性と分散性の改善に着目して複合砥粒の開発を行った。分級や母粒子材質の変更を行うことで、従来の酸化セリウム砥粒よりも高性能な複合砥粒を開発した。

次章では、より高能率な研磨加工を行うために、複合砥粒の加工域での滞留

性に着目した母粒子を開発し、適用を行った。また、それらの複合砥粒について加工条件や研磨パッド表面などを変更し、複合砥粒の研磨特性がどの条件に最も依存しているか検証を行った。

参考文献

- 1) Yasuhiro YAYAMA and Takesuke YAMAGUCHI, Japanese patent publication, 2001-294848 (2001.10.03).
- 2) Tomoyuki MASUDA and Nobuhiko OHARA, Japanese patent publication, 2000-144112 (2000.05.26).
- 3) 盧毅申, 谷泰弘, 河田研治: 研磨パッドを用いない鏡面研磨法の提案: 複合粒子研磨法の開発, 日本機械学会論文集. C 編, Vol.68, No.674, 2002, pp.262-267
- 4) 堀本真樹, 河田研治, 榎本俊之, 谷泰弘: 複合粒子研磨法におけるキャリア粒子の役割, 砥粒加工学会誌, Vol.47, No.6, 2003, pp.320-325
- 5) Takashi ISHIZAKA and Yuji KIKUCHI, Japanese patent publication, H06-107714 (1994.04.19).

第4章

滞留性を考慮した複合砥粒の開発

4.1 緒言

前章において、ガラス研磨における大きな問題点の一つである酸化セリウム砥粒の加工後の洗浄性について、比重差を利用した分級を行った複合砥粒を用いることで洗浄時間が半減された。また、複合砥粒を用いることは、研磨パッドと工作物の直接接触面積を減らし、圧力を効率よく砥粒に与える事ができる。この効果は複合砥粒の母粒子であるポリマ微粒子の圧縮強度と正の相関を持っていることが分かった。特に 15MPa 程度の圧縮強度を持つポリマ微粒子で研磨能率が最大になることが判明している。実際に適正な圧縮強度を持つ UH 粒子を用いた複合砥粒は、通常研磨の約 1.2 倍の研磨能率を發揮した。

更なる研磨能率向上には、圧縮強度を適正にするだけでは不十分であると考え、研磨パッド上（加工域）での複合砥粒の滞留性に注目した。研磨パッド上での砥粒の動きを拘束し、加工域での滞留性を改善することで研磨能率が向上することは他の研究においても報告されている¹⁾。研磨パッド上の砥粒の動きを抑制することで、砥粒と工作物間の相対速度が増加することや、同時作用砥粒数の増加によって、研磨能率が増大すると考えた。

また、UH 粒子を用いた複合砥粒に分級を施すことで研磨能率の低下が見られた。その原因として、母粒子に付着せずに遊離した砥粒が複合砥粒の動きを抑制し、加工の際に工作物と複合砥粒との相対速度を速めることに寄与していたが、分級で取り除かれ、複合砥粒の滞留性が低下したからと考えた。

本章では上記の二つの課題に対して複合砥粒の滞留性を改善することで解決を行う。

4.2 無機粒子入り母粒子を用いた複合砥粒の開発

4.2.1 シリカ入りポリマ微粒子の準備

複合砥粒の滞留性改善を目的に、複合砥粒の比重を操作することを考えた。

図 4.1 のようなコア・シェル型の微粒子を実現できれば、コア部の粒子の種類を変え、比重を操作できると予想される。また、シェル部であるポリマの膜厚や材質・架橋密度を変更することで、より細かな圧縮強度の調整も可能であると期待される。このコア・シェル型の母粒子を用いて、複合砥粒の比重を調整し、洗浄性を確保しながらも滞留性を向上し、研磨能率の向上を目指す。

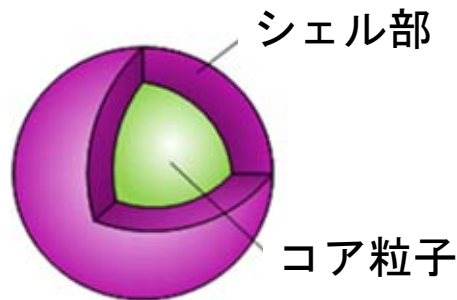


図 4.1 コア・シェル型母粒子の概念図

U-600T（株式会社根上工業製，以下 PU 粒子と呼称）はこれまで用いてきた真球状のポリウレタン粒子であり，その比重は 1.19g/cm^3 と軽い．そこで，滞留性向上を目的としてウレタン粒子の比重を大きくするため，PU 粒子に対し粒径が $0.5\mu\text{m}$ の真球状シリカ粒子（比重： 2.63g/cm^3 ）がそれぞれ 30，45，60wt% の割合で添加した US-630T，US-645T，US-660T（株式会社根上工業製，それぞれ US(30)，US(45)，US(60)粒子と呼称）を採用した．粒子中のシリカ濃度を増加させることによって，母粒子の比重は 1.37，1.53， 1.63g/cm^3 と増加している．各粒子の代表的な物性を表 4.1 に示す．

US(30)粒子の外観を図 4.2(a)，表面の拡大図を図 4.2(b)に示す．ポリマ微粒子は真球状を保っているが，図 4.2(a)に挿入した断面図を見るとシリカ粒子がポリマ微粒子内部に存在していることが分かる．断面は粒子を樹脂で固めて切断し，観察した．また，図 4.2(b)の矢印で示す部分より，シリカ粒子の一部は母粒子表面に露出していることが見て取れる．

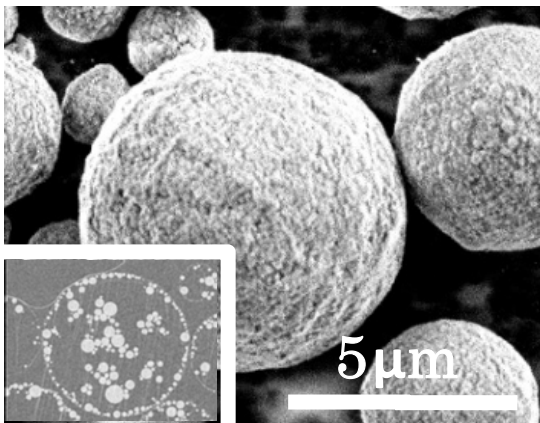
4.2.2 シリカ入り粒子を用いた複合砥粒の製作

シリカ入りポリマ微粒子を用いて複合砥粒の製作を行った．また，今回の実験から複合砥粒の製作に株式会社トーシン製のラボニーダミル（TDR100-1 型）を採用することにした．外観を図 4.3 に示す．このラボニーダミルは図にあるように炉内に粉体を投入し，二つの特殊ブレードを使って熱的作用と機械的作用

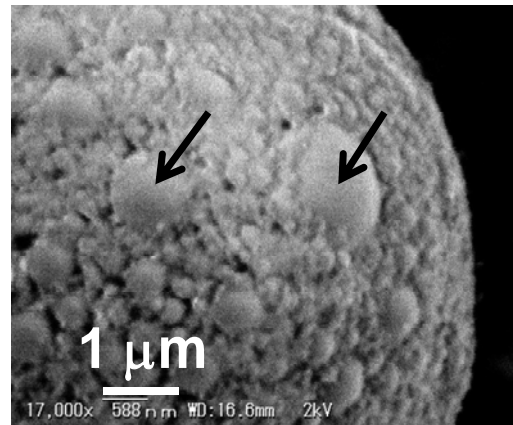
を同時に与え、粉体を攪拌・混合することが可能な装置である。炉内温度は最大 300℃付近まで上昇でき、ブレードの回転数は最大で 437rpm まで上げることができる。これまで複合砥粒の製作実験に用いてきたハイブリッドミキサでは

表 4.1 母粒子の詳細

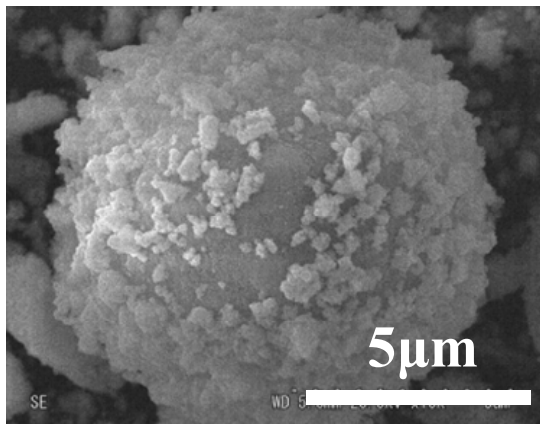
粒子名	PU	US(30)	US(45)	US(60)
品名	U-600T	US-630T	US-645T	US-660T
平均粒径[μm]	10.0	10.0	10.0	10.0
比重[g/cm^3]	1.19	1.37	1.53	1.63
材質	ポリウレタン	シリカ含有ポリウレタン		
特徴	-	シリカ濃度 30 wt%	シリカ濃度 45 wt%	シリカ濃度 60 wt%



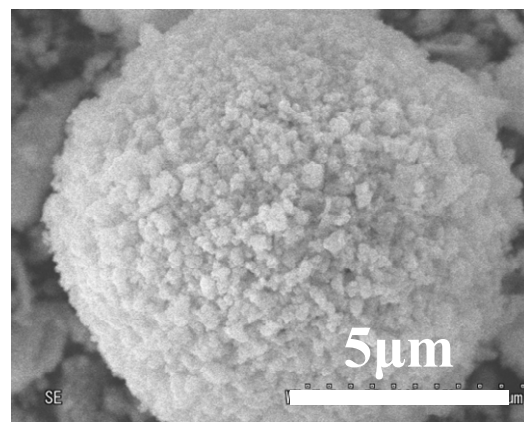
(a)US(30)粒子



(b)US(30)粒子表面



(c)複合砥粒 (攪拌温度 200℃)



(d)複合砥粒 (攪拌温度 230℃)

図 4.2 US(30)粒子とラボニーダミルによる複合砥粒

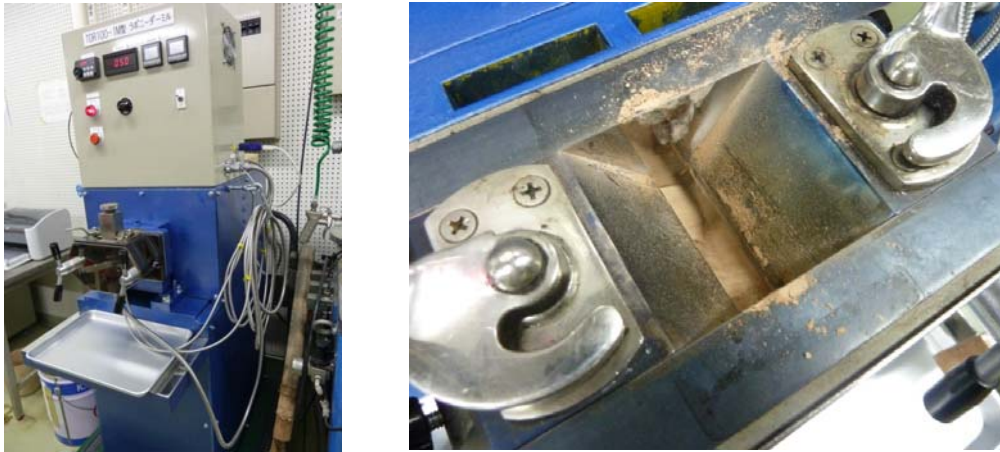


図 4.3 ラボニーダミルの外観図

自転速度が 800rpm、公転速度が 2000rpm で固定されており、さらに温度に関しては攪拌・混合の際に発生する熱しかなく、攪拌時間を延長することでしか操作ができなかった。しかし、ラボニーダミルを導入することで、温度管理が正確になり、ポリマ微粒子の表面に砥粒が最も付着しやすい温度を探ることができ、新規に別の素材のポリマ微粒子を採用する際に複合化がより簡単かつ正確にできると期待される。熱的作用だけでなく、特殊ブレードの回転数を変化させることによって機械的作用の調整も可能である。

複合砥粒の製作は、酸化セリウム（昭和電工株式会社製、SHOROX A-10）とシリカ入り粒子を重量比で 12:1 の割合で 4 分間混合を行った。混練温度は 200°C に設定した。その結果、図 4.2(c)に示すように砥粒の付着量が十分ではなく、ポリマ微粒子表面が直接見える部分が多かった。そこで、ラボニーダミルの設定温度を 230°C に上昇させて再度製作を行った結果、図 4.2(d)のように砥粒を母粒子の全面に付着することができた。これはシリカ入りポリマ微粒子の融点が 215°C 付近であることが原因であると考えられ、ポリマ微粒子の表面が溶けることによって砥粒が付着しやすくなっていることが考えられる。このことから、シリカ入り粒子を用いた複合砥粒の製作には 230°C の条件が適していると考え、US(30)粒子の他にも US(45)粒子および US(60)粒子についても 230°C で 4 分間攪拌混合を行い、複合砥粒を製作した。その結果、全ての粒子において、砥粒の母粒子表面への全面的な付着が観察された。

4.2.3 シリカ入り粒子を用いた複合砥粒の研磨特性

シリカ入り母粒子を用いて製作した複合砥粒の研磨特性を表 4.2 の条件で研磨実験を行い、評価した。研磨装置には、定盤径が 380mm の片面精密ラッピン

グ装置（株式会社岡本工作機械製作所製，SPL15）を用いた．工作物にはソーダガラスを使用し，3個の工作物を直径90mmの治具に中心から半径で35mmの位置に120度間隔で配置した．工作物表面は前処理としてGC#1200（昭和電工株式会社製）砥粒を用いてラッピングを行い，表面粗さRaを約0.4 μm に揃えてから実験を行った．研磨パッドは，酸化セリウム含有の発泡ポリウレタンパッド（九重電気株式会社製，KSP-66A）を用いた．研磨パッドの表面は研磨装置上にて刃先曲率半径が1mmのバイトを使用して，切込み量150 μm ，バイト送り速度10mm/min，パッド回転速度200rpmの条件でフェイスングを行った．その後，#100のダイヤモンド電着ドレッサを用いてドレッサおよびパッド回転速度60rpmの条件でドレッシングを10分間行った．研磨能率は研磨前後の工作物の重量差を電子天秤にて測定し，工作物の比重から平均的な除去速度を算出した．表面粗さは白色光干渉式非接触3次元表面形状・粗さ測定機（Zygo New View5032，以下Zygoと表記する）を用いて，カットオフ値80 μm の高域フィルタを適用し算術平均粗さRaの測定を行った．

シリカ入り粒子の複合砥粒を用いた場合の研磨特性を図4.4に示す．いずれの複合砥粒を用いた研磨も酸化セリウム砥粒のみで行う従来研磨に比べると高い研磨能率を発現した．特に，US(30)粒子を母粒子に用いた複合砥粒研磨では，従来研磨に比べて研磨能率が約33%向上した．また，この結果は従来我真球状ポリウレタン粒子であるPU粒子の複合砥粒を用いた研磨と比較しても高い研磨能率である．この結果は，単位砥粒あたりの切り込み量増加が原因であると

表 4.2 研磨条件

研磨機	片面研磨盤 SPL-15（株式会社岡本工作機械製作所製）
工作物	$\phi 20 \times 10\text{mm}$ ソーダガラス（前加工面粗さ 0.4 μmRa ）
研磨パッド	セリウムパッド（九重電気株式会社製）
研磨圧力	20kPa
定盤回転速度	60rpm
工作物回転速度	60rpm
加工時間	30min
スラリー供給量	25mL/min
砥粒	酸化セリウム（昭和電工株式会社製）， グレード名：SHOROX A-10 平均粒径 1.2 μm ；添加率 3.0wt%

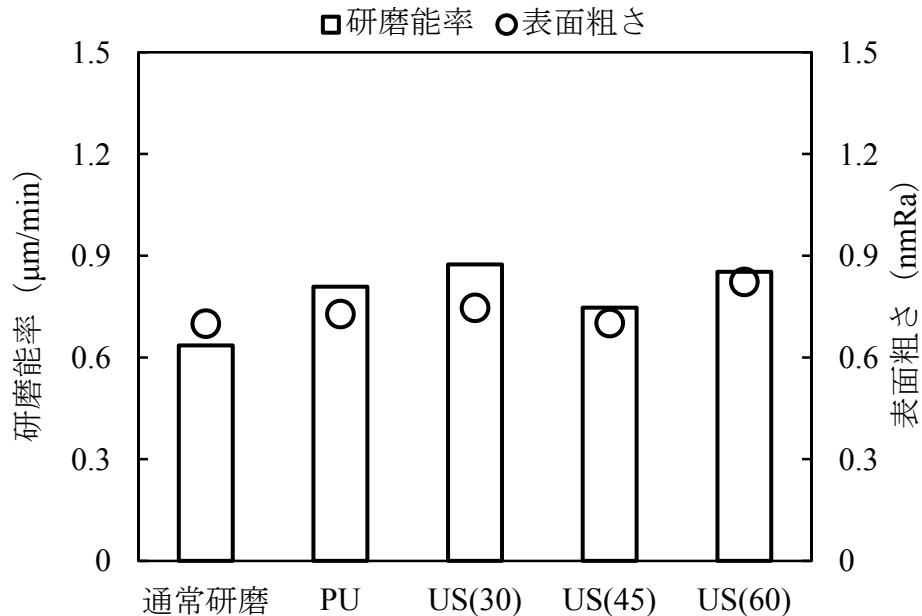


図 4.4 US 粒子を用いた複合砥粒の研磨特性

考えられる。一方で、仕上げ面粗さは複合砥粒では従来研磨よりも悪化することが確認された。これは単位砥粒あたりの切り込み量が増加したためであると推定できる。また、シリカ入りの母粒子に関してはシリカ粒子の添加量を増やすことで、母粒子の変形強度など機械的物性が変化し、さらにはシリカ粒子が母粒子表面に露出する量が増え、研磨特性に悪影響を与えたためではないかと考えられる。

4.3 異形粒子を用いた複合砥粒の開発

4.3.1 異形粒子の採用

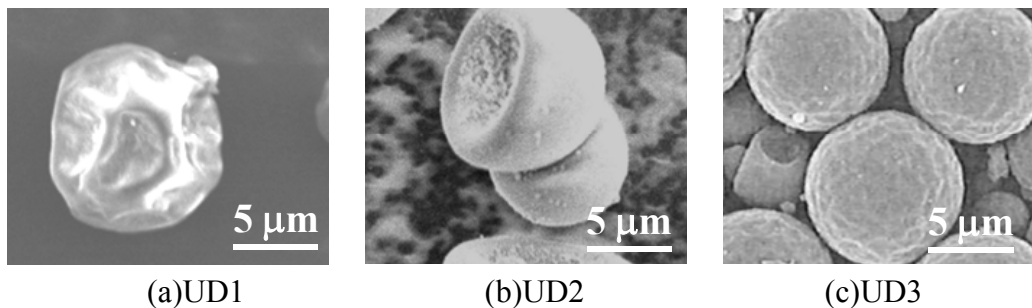
複合砥粒の研磨能率向上のため、研磨パッド上での滞留性を向上させ、工作物との相対速度を向上させることを考えた。その手段の一つとして形状の歪な粒子の採用が挙げられる。これまで母粒子に用いてきたポリマ微粒子は真球状の形状をしたものばかりであった。そのため、転がりやすいことが予想される。そこで、非球状の粒子を用いることで複合砥粒の滞留性が向上しないかと考えた。形状が歪なものほど転がりにくく、工作物と砥粒先端の相対速度も増し、より早く加工が進むのではないかと考えた。また、異形粒子を用いる他の利点として、単位砥粒あたりの加工圧の上昇が期待できることが挙げられる。母粒子が歪な形状をしているため、複合砥粒と工作物の加工面での接触面積が狭く

なり、従来の真球状の複合砥粒よりも加工に関わる砥粒の数が減り、砥粒一つあたりの圧力が上がるのではないかと予想される。そうすることで、砥粒の切り込み深さが深くなり、研磨能率の向上に寄与することが考えられる。

今回の実験では、図 4.5 に示すような非真球状の形状の母粒子を採用した。本研究で使用した異形母粒子は根上工業株式会社製 FF-611T, FF-613T, FF-621T（それぞれ UD1, UD2, UD3 粒子と呼称）の 3 種類で、ポリウレタンと架橋ポリメタクリル酸メチルの共重合体粒子である。この二種類の材料について、その配合比を変更することで形状の制御が可能となっている。UD1 粒子と UD3 粒子はそれぞれ表面に凹凸を持った形状をしており、凹凸の形状が異なっている。UD1 粒子は凹凸の程度が大きく、数が少ない。それに対し、UD3 粒子は細かい凹凸が数多く存在しているのが特徴である。また UD2 粒子はお椀のような形状をしている。

4.3.2 異形粒子を用いた複合砥粒の製作とその研磨特性

酸化セリウムと UD1 粒子を重量比で 12:1 の割合で 230℃、4 分間ラボニーダミルで混合して製作した。その結果、図 4.6(a)のように母粒子表面の全面に付着させることが可能になった。他の粒子についても複合化の際には 230℃で行った。その結果、図 4.6 に示すように全ての粒子で母粒子表面の全面に砥粒の付着が見

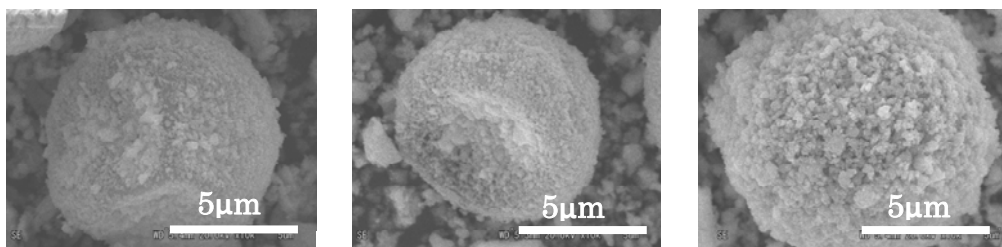


(a)UD1

(b)UD2

(c)UD3

図 4.5 異形粒子の外観



(a)UD1

(b)UD2

(c)UD3

図 4.6 異形粒子を用いた複合砥粒の SEM 写真

られた。また、水に分散させた複合砥粒を乾燥させ、再度観察を行っても子粒子は付着状態を保っていた。

次に異形粒子を母粒子に用いた時の複合砥粒の研磨特性を図4.7に示す。異形粒子についても、今回採用した全ての複合砥粒で従来研磨よりも高い研磨能率を発現することが分かった。また、異形粒子を母粒子に用いた場合は、シリカ入り粒子と異なり全ての複合砥粒を用いた研磨で仕上げ面粗さが改善されることも判明した。特に、UD3粒子を用いた複合砥粒研磨は、今回の実験の中でも

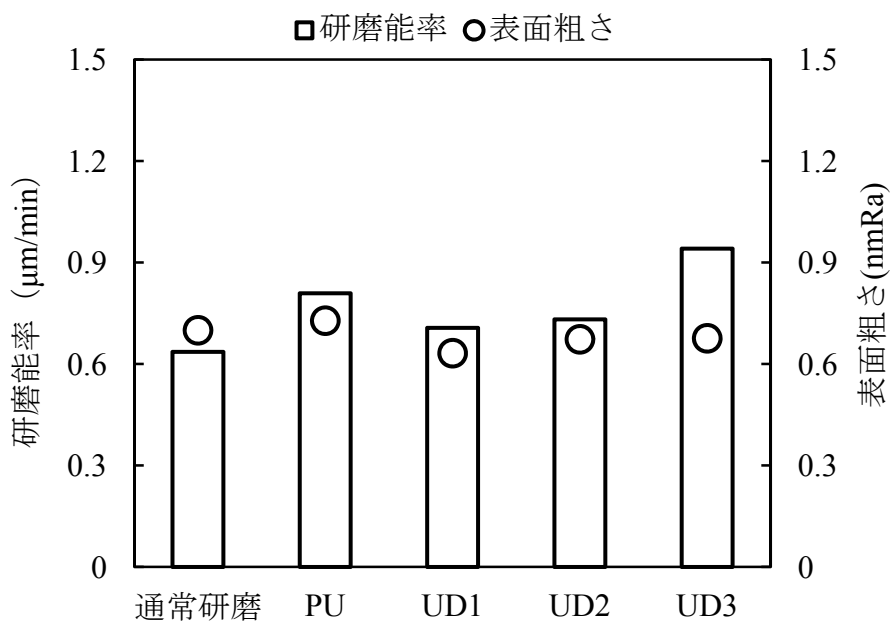


図 4.7 異形粒子を用いた複合砥粒の研磨特性

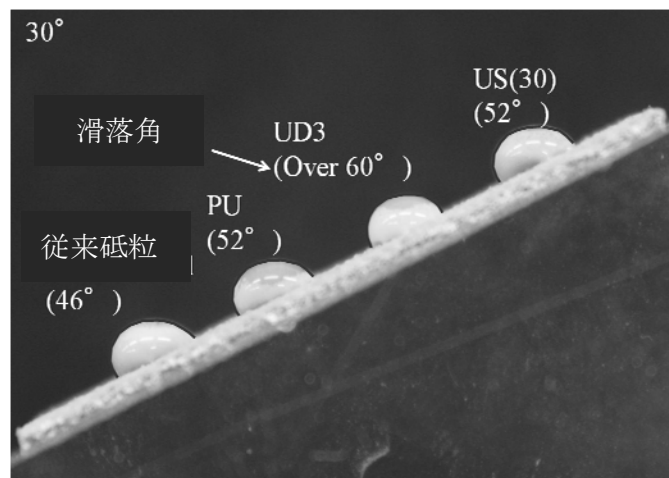


図 4.8 実験に用いた各スラリーの滑落角

最も優れた研磨特性を示した。研磨能率は従来研磨と比較して約 50%向上しており、これは研磨時間を 2/3 に短縮することが可能なことを意味しており、酸化セリウムの使用量を約 30%低減することができる。これらの複合砥粒を用いた際に研磨特性が向上する原因について、滞留性が関与していることが考えられる。その滞留性を評価するためにスラリーの滑落角³⁾の測定を行った。具体的には研磨パッド上にマイクロピペットを用いて 0.1mL ずつ滴下し、その後研磨パッドを徐々に傾け、スラリーが滑り落ちる研磨パッドの角度を計測した。各スラリーの滑落角を図 4.8 に示す。酸化セリウムが単体で分散しているスラリーに比べ、複合砥粒が分散しているスラリーでは全般的に滑落角が大きくなる傾向となった。最も研磨能率が高かった UD3 粒子を用いた複合砥粒を分散したスラリーで最も滑落角が大きくなる結果となり、滑落角と研磨能率には強い相関があり、滑落角が大きいほど研磨能率が高くなることを示している。これらの結果から改良を行った母粒子によって滞留性を改善し、複合砥粒の研磨特性を向上させ、酸化セリウムの使用量を削減できることが分かった。

4.3.3 異形粒子を用いた複合砥粒の耐久性評価

製作した複合砥粒の耐久性についてテストを行った。実験時間を 30 分ごとに区切り、スラリーを回収した後、繰り返し同じスラリーで実験を行った。研磨機は BC-15 (株式会社エム・エー・ティー製) を用いた。スラリーは複合砥粒 (UD3 粒子) を 3wt% 分散したものを使用した。その他の条件は表 4.2 と同様である。

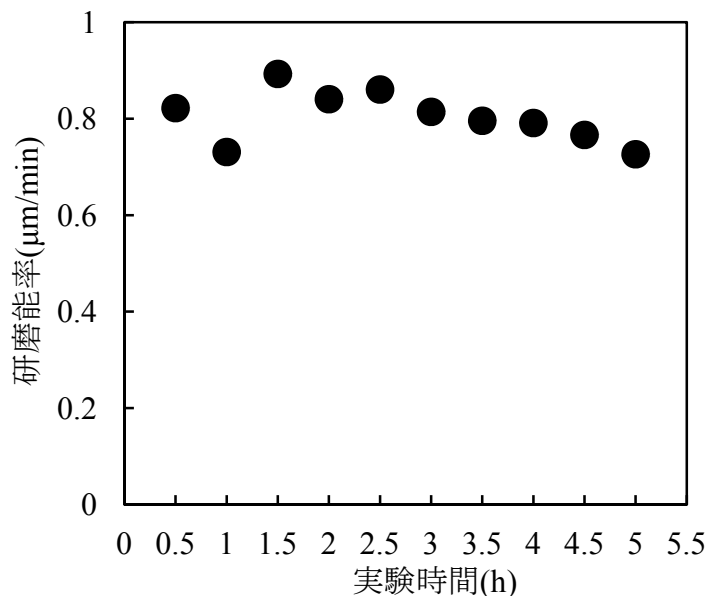
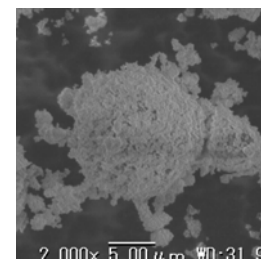
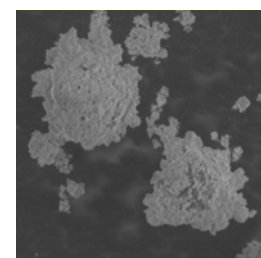


図 4.9 複合砥粒の耐久性



(a) 0.5h 研磨後



(b) 4.5h 研磨後

図 4.10 砥粒の付着状態

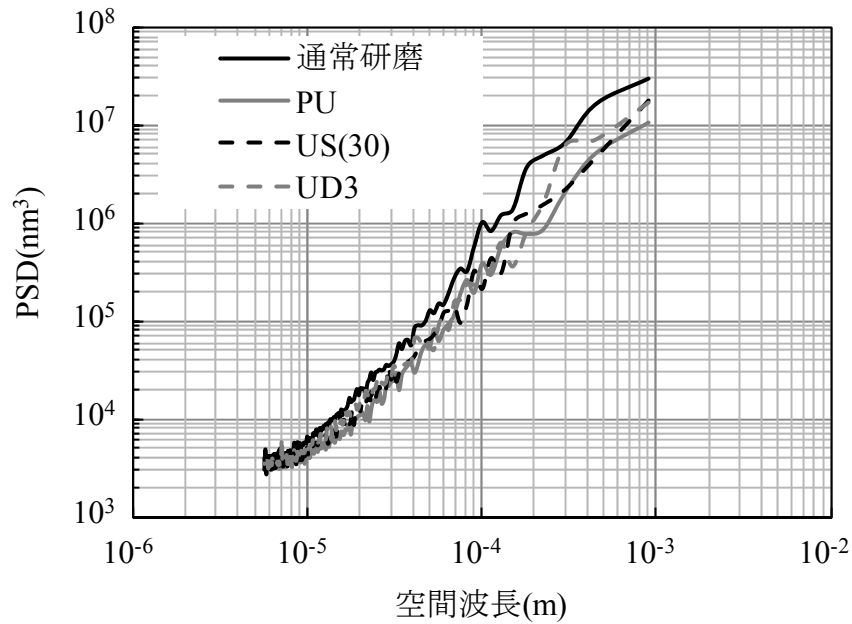


図 4.11 研磨後工作物表面の PSD 解析

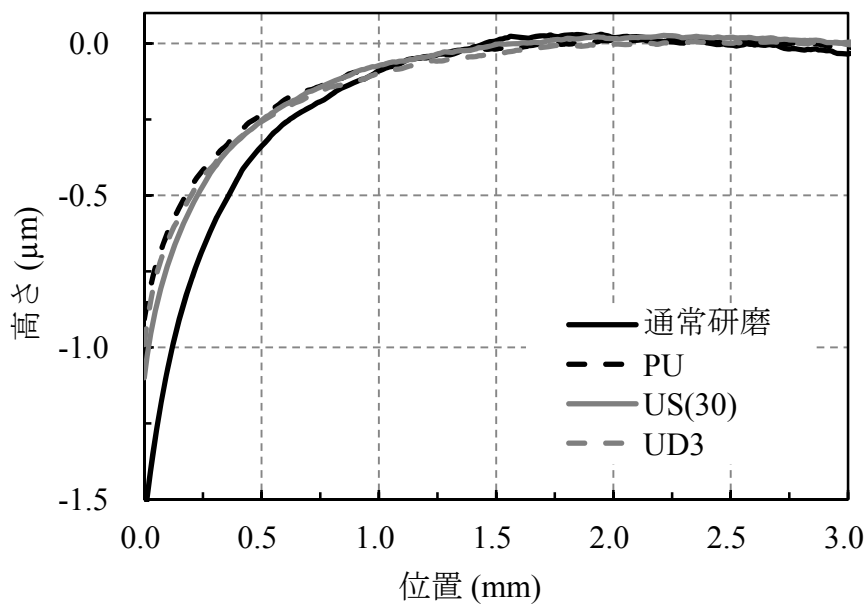


図 4.12 研磨後工作物表面の縁形状の比較

実験の結果を図 4.9 に示す. 実験時間が長くなっても研磨能率の低下もほとんど見られなかった. この時使用した複合砥粒の表面を SEM 写真で確認したところ, 図 4.10 のように 4.5h 研磨に用いた後も砥粒の脱落は見られなかった. このことから, 母粒子と砥粒の接着は強固に行われていることが分かった.

4.3.4 ガラス工作物の加工面の解析

ガラス工作物の加工面についてさらに詳しく解析を行った。まず、工作物表面の粗さに関するパワースペクトル密度 (Power spectral density; PSD) 解析²⁾を行った。PSD 解析は特定の空間波長での振幅強度に関連するパラメータで表面を解析するものであり、空間波長ごとでの凹凸の程度を考慮した解析となっている。図 4.11 は研磨加工後のガラス工作物表面を測定したデータを基に PSD 解析を行った結果である。測定を行った空間波長の全領域 (10 μm から 1mm の範囲) にて、全ての種類の複合砥粒研磨が通常研磨よりもガラス工作物表面のパワースペクトル密度が小さく、特に長空間波長領域において顕著な傾向を示した。さらに、研磨加工後の工作物の縁形状についても、計測し評価を行った。その結果を図 4.12 に示す。通常研磨では 1.5 μm 程度の縁だれが発生しているのに対して、複合砥粒研磨では同じ研磨パッド、同じ加工条件下でも縁だれが 1.0 μm 程度まで軽減されていることが判明した。これは酸化セリウム単体よりも、直径の大きな複合砥粒が加工域に存在することで、工作物外縁の研磨パッドへのもぐりこみを抑えるためであると考えられる。

4.4 異形粒子を用いた複合砥粒の加工条件依存性

4.4.1 定盤・工作物回転速度依存性

上述のように形状や比重について改良を行った母粒子を用いて複合砥粒を製作し、その研磨特性について検討した結果、異形粒子の UD3 粒子を用いた複合砥粒が最も高い研磨能率を示した。異形粒子を母粒子に用いることで研磨能率の向上を果たしたが、その原因を解明するため、表 4.2 の加工条件を基本にして、速度、圧力、砥粒濃度、分散剤の添加の有無、スラリー流量を変更して実験を行った。そして、これらの条件が研磨特性に与える影響について調査するため、複合砥粒を用いた研磨とセリアのみの通常研磨で比較を行った。図 4.13 に定盤・工作物回転速度と研磨能率の関係を示す。通常研磨および複合砥粒を用いた研磨共に、回転速度および研磨圧力に対し、Preston の法則通りほぼ線形的に増加する傾向が確認された。回転速度が 30rpm の時には、通常研磨と複合砥粒では同程度の研磨能率であったが、回転速度を 60, 90rpm と大きくすることにより複合砥粒を用いた研磨の方が高い研磨能率を得る結果となった。これは高回転速度領域において、砥粒により大きな遠心力が作用している状態で、複合砥粒の滞留性の効果が顕著に表れることで研磨能率が向上したと考えられる。

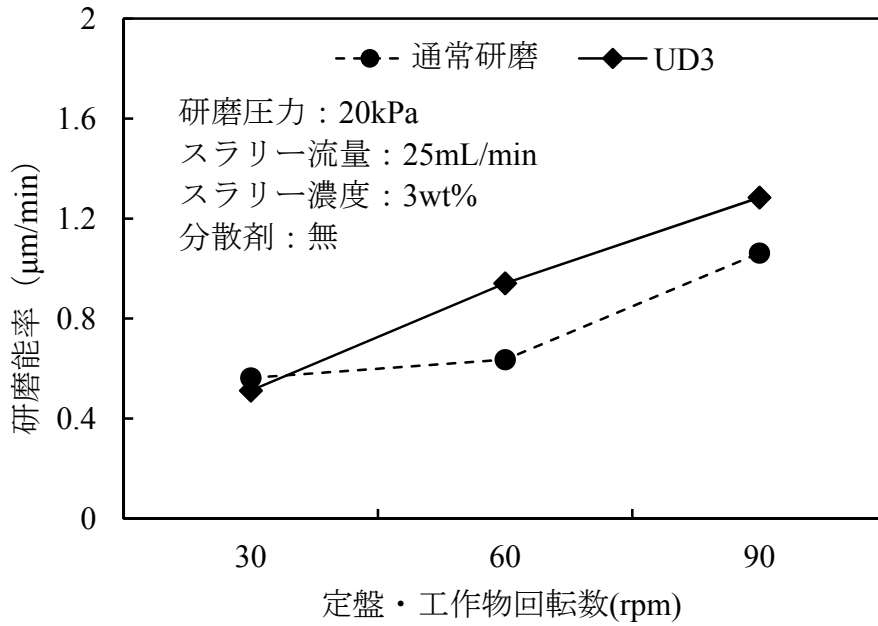


図 4.13 研磨能率の定盤・工作物回転数依存性

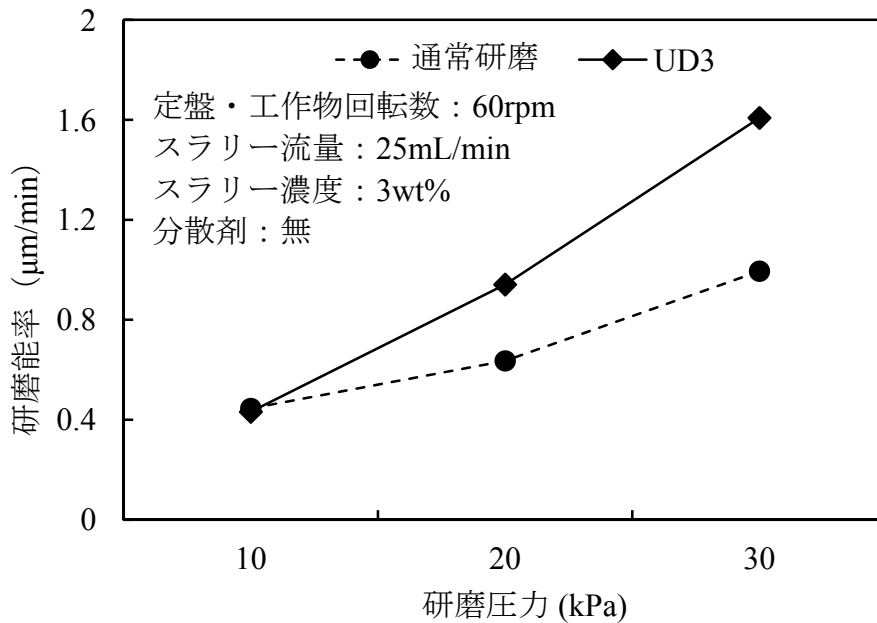


図 4.14 研磨能率の研磨圧力依存性

4.4.2 研磨圧力依存性

図 4.14 に研磨能率と研磨圧力の関係を示す。研磨圧力に関しては、10kPa の時に複合砥粒を用いた研磨と通常研磨の研磨能率は同程度となったが、20kPa と 30kPa の時は高い研磨能率を示し、30kPa の条件下では砥粒のみの研磨の研磨能

率の増加に比べ、複合砥粒の研磨能率の増加はより大幅なものとなった。これは従来の砥粒と複合砥粒で工作物と研磨パッドの間隔が変わることに由来していると考えられる。従来の砥粒は粒径が小さいため、高压の条件下では工作物と研磨パッドの直接接触している面積が増え、砥粒と工作物が接触している面での圧力が少ない。一方、複合砥粒は従来の砥粒に比べて粒径が大きいため、工作物と研磨パッドの間隔を広げることができ、高压条件下においても、研磨パッドと工作物の直接接触を防ぎ、砥粒へ効率良く圧力を与えることができると考えられる。

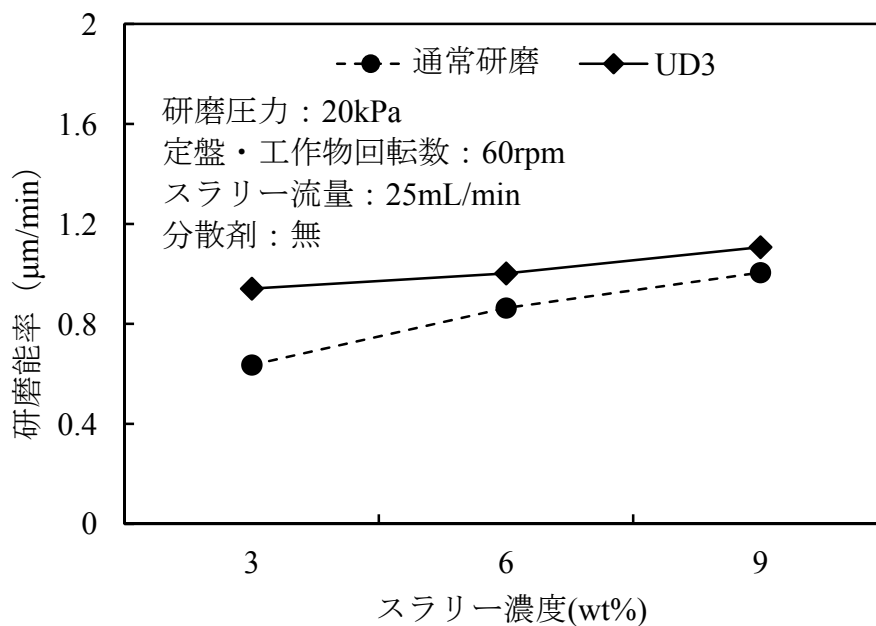


図 4.15 研磨能率のスラリー濃度依存性

4.4.3 スラリー条件依存性

スラリー中の砥粒濃度と研磨能率の関係について評価を行った。その結果を図 4.15 に示す。通常研磨と複合砥粒を用いた研磨が、それぞれ大きく異なる特徴を持っていることが分かった。通常研磨では、砥粒濃度の増加に伴い、研磨能率の上昇傾向が見られた。複合砥粒を用いた研磨では、通常研磨と違い、低濃度の条件でも高い研磨能率を発現した。この結果から、従来の砥粒で行っていた研磨に比べて、複合砥粒を用いた研磨では研磨能率を維持したまま砥粒濃度を低くすることが可能であり、これは酸化セリウムの使用量削減に大きく寄与できるものと期待される。

さらに、スラリーに対する分散剤の添加による研磨特性への影響について評

価した。酸化セリウムの比重は比較的大きく、水への分散性が悪く、攪拌を行わなければただちに沈殿が生じる。そのため、一般的に研磨の現場ではスラリーへの分散剤の添加が行われている。今回の実験では、砥粒にこれまで使用した酸化セリウムに分散処理を施したもの（昭和電工株式会社製、SHOROX A-10

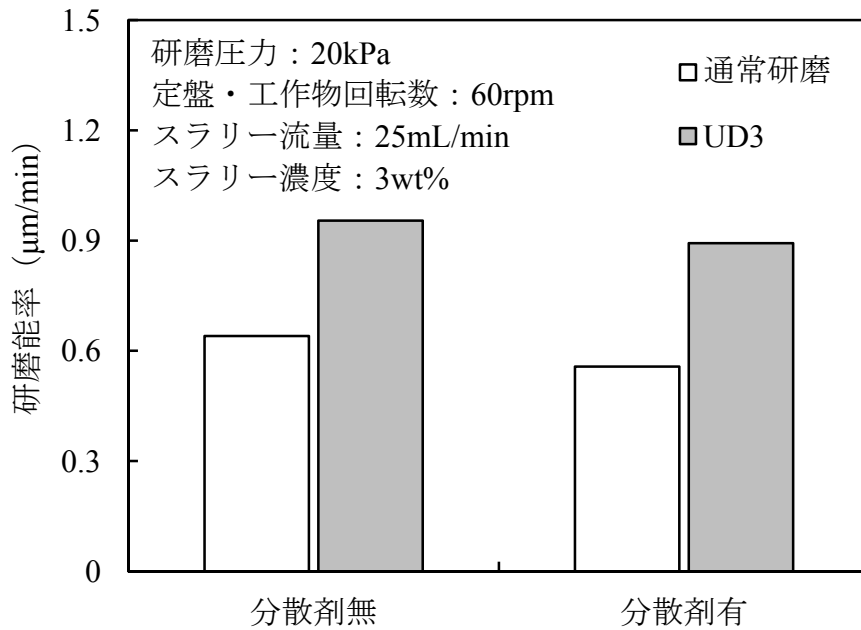


図 4.16 分散剤添加の研磨能率への影響

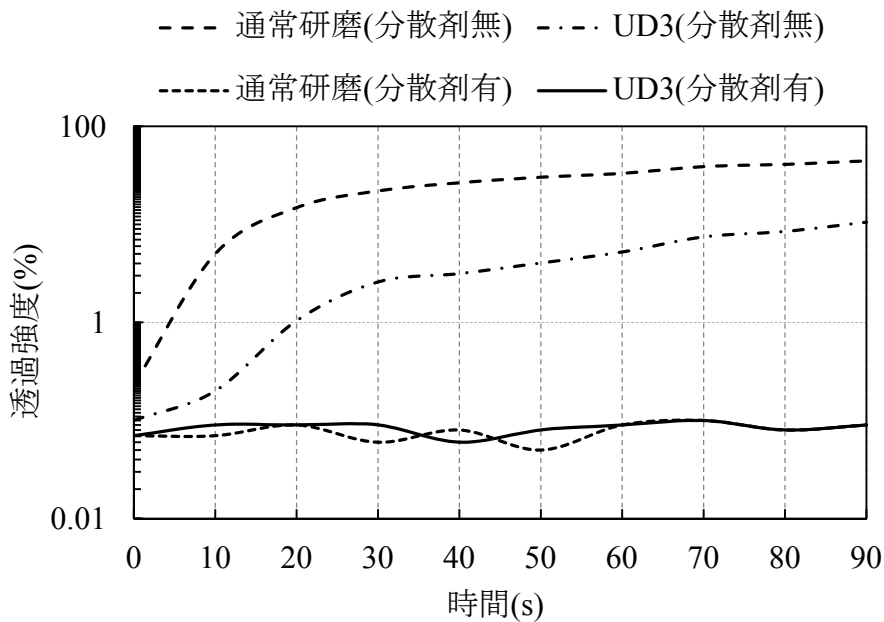


図 4.17 分散剤の砥粒分散状態への影響

KT) を用いた。図 4.16 に実験結果を、図 4.17 に各スラリーの透過率の経時変化を示す。スラリーの透過度の経時変化を光電センサ（株式会社キーエンス製耐油・防水光電センサアンプ PX-10，耐油・防水光電センサヘッド PX-H72G）を用いて計測し、スラリーの沈降特性の評価を行った。スラリーの透過度が小さいほど、分散が良い傾向になる。分散剤を添加した砥粒を用いた場合も、複合砥粒を用いた研磨が通常研磨を上回る研磨能率を発揮することが確認された。

また、いずれの場合も分散剤を添加した時に研磨能率の低下が見られたが、これは分散剤の効果によって砥粒が滑りやすくなり、加工域での砥粒の滞留性が低下したためであると考えられる。さらに沈降特性を評価した結果、分散剤が添加されている砥粒を使用して製作した複合砥粒も分散状態は良好であり、複合砥粒製作時の熱では分散剤が除去されていないことが分かった。

最後に、スラリー流量と研磨能率の関係について評価を行った。その結果を図 4.18 に示す。砥粒のみの研磨では徐々に研磨能率が向上していくのに比べて、複合砥粒研磨では 25mL/min の時にピークを迎え、50mL/min の時には研磨能率に変化がなかった。これは、スラリー濃度の場合と同様に、複合砥粒の場合、滞留性が良いために少量の研磨液流量で研磨特性が飽和することを意味している。

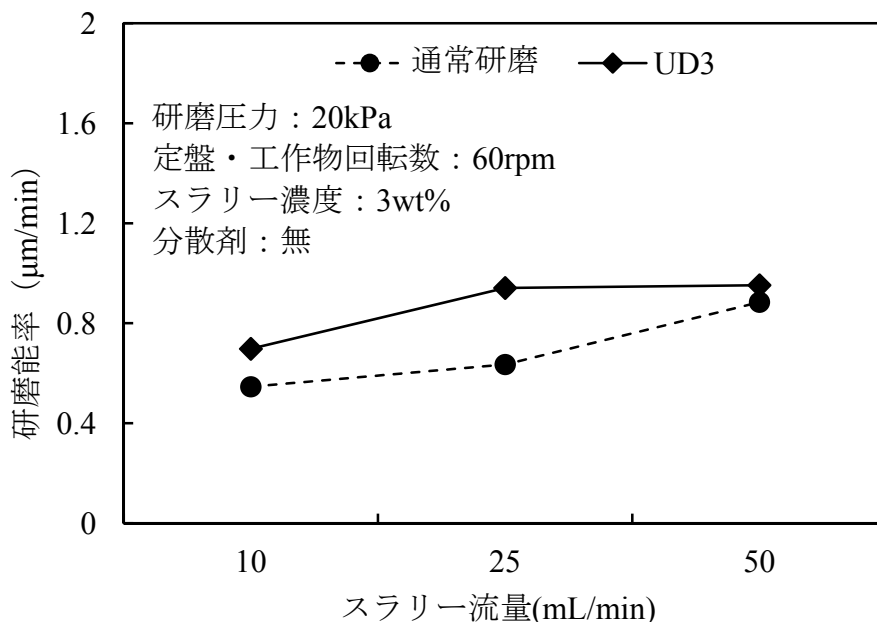


図 4.18 研磨能率のスラリー流量依存性

4.5 分級複合砥粒の加工特性と滞留性の関係

4.5.1 異形粒子を用いた複合砥粒の分級と分級後の研磨特性

前章にて、複合砥粒を製作する際に母粒子に付着されなかった酸化セリウム砥粒の分級を行った。分級することで、余分な酸化セリウムを除去し、複合砥粒のみで研磨を行うことで、洗浄性を高め更なる酸化セリウムの使用量削減に繋がる。そこで、本研究ではPU粒子や研磨能率の高かったUD3粒子の複合砥粒について分級作業を行い、研磨特性への影響について検証した。

分級には前章と同じ沈降分級法を用いた。分級前後の粒度分布計（株式会社セイシン企業製、LMS-2000e）で測定した結果を図4.19に示す。分級前の複合砥粒の粒度分布は図4.19に示すように広い領域で粒径が分布しており、ポリマ微粒子の平均粒径である $10\mu\text{m}$ と酸化セリウムの平均粒径である $1\mu\text{m}$ 付近にピークが2個立っていることが分かる。そのため、複合砥粒全体の平均粒径は約 $5\mu\text{m}$ となっている。一方、分級後の複合砥粒の粒度分布は図4.19に示されるようにシャープな分布になっている。このことから、母粒子に付着しなかった $1\mu\text{m}$ 程度の酸化セリウムが取り除かれていることが分かる。分級して得たU-600TとFF-621Tの複合砥粒を用いて、表4.2の条件で研磨実験を行った結果を図4.20に示す。双方の複合砥粒において研磨能率の低下が発生した。しかし、UD3粒子の複合砥粒はPU粒子の複合砥粒に比べて研磨能率の低下が抑制されていた。これは異形のUD3粒子が複合砥粒の滞留性を改善させているためであると考えら

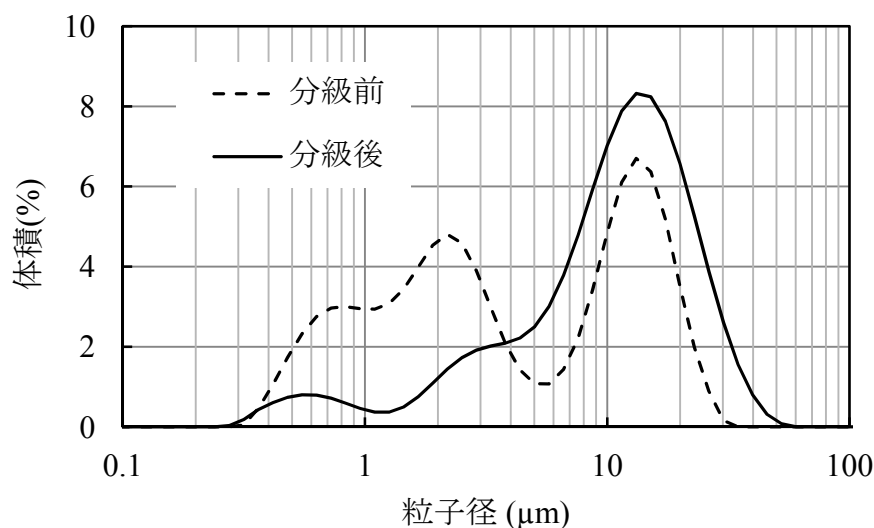


図 4.19 複合砥粒の粒度分布

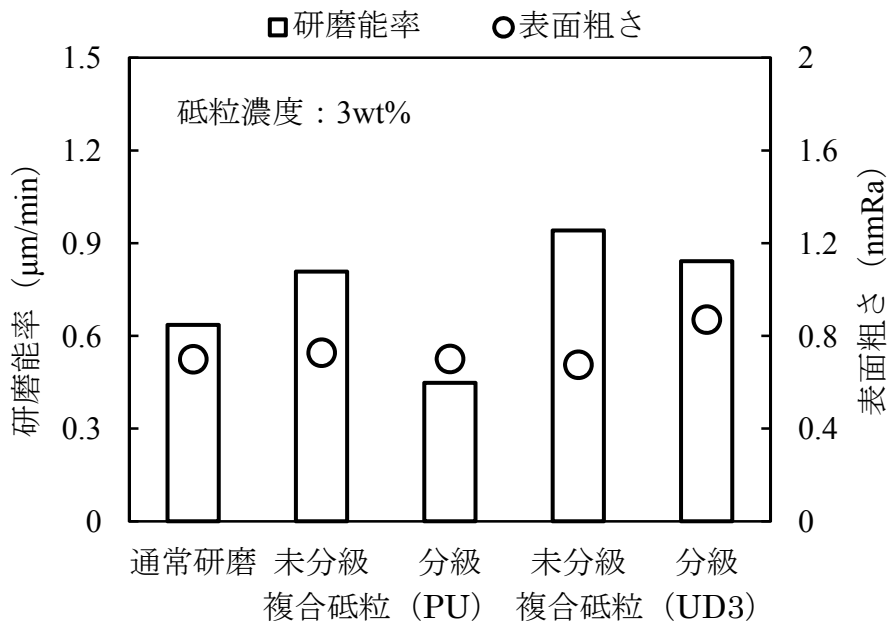


図 4.20 複合砥粒の分級が研磨特性に及ぼす影響

れる. さらに表 4.3 に示すように複合砥粒は分級前後で比重が異なっており, 比重が小さくなった分滞留性に悪影響を及ぼしていると考えられる.

4.5.2 分級した複合砥粒を使用した両面研磨実験

分級した複合砥粒は第3章でも述べたように, 従来の砥粒と比較して比重が



図 4.21 使用した両面研磨機の外観

小さくなり、分散性が向上する。そこで、これまで行ってきた片面研磨と異なり、工作物上面も同時に加工する両面研磨での分級した複合砥粒の研磨特性を評価した。実験には図 4.21 に示す精密両面ポリッシュ盤 9BF（浜井産業株式会社製）を用いた。使用した複合砥粒は UD 粒子を母粒子に用いた複合砥粒で、分

表 4.3 研磨条件

研磨機	精密両面ポリッシュ盤 9BF（浜井産業株式会社製）	
工作物	φ20×5mm ソーダガラス（前加工面粗さ 0.4μmRa）	
研磨パッド	セリウムパッド（九重電気株式会社製）	
研磨圧力	20kPa	
上定盤回転数	6rpm（CCW）	
下定盤回転数	18rpm（CW）	
キャリア回転数	自転	7.9rpm（CW）
	公転	6.0rpm（CW）
加工時間	30min	
スラリー供給量	4L/min（循環使用）	
砥粒	酸化セリウム（昭和電工株式会社製）， グレード名：SHOROX A-10 平均粒径 1.2μm；添加率 5.0wt%	

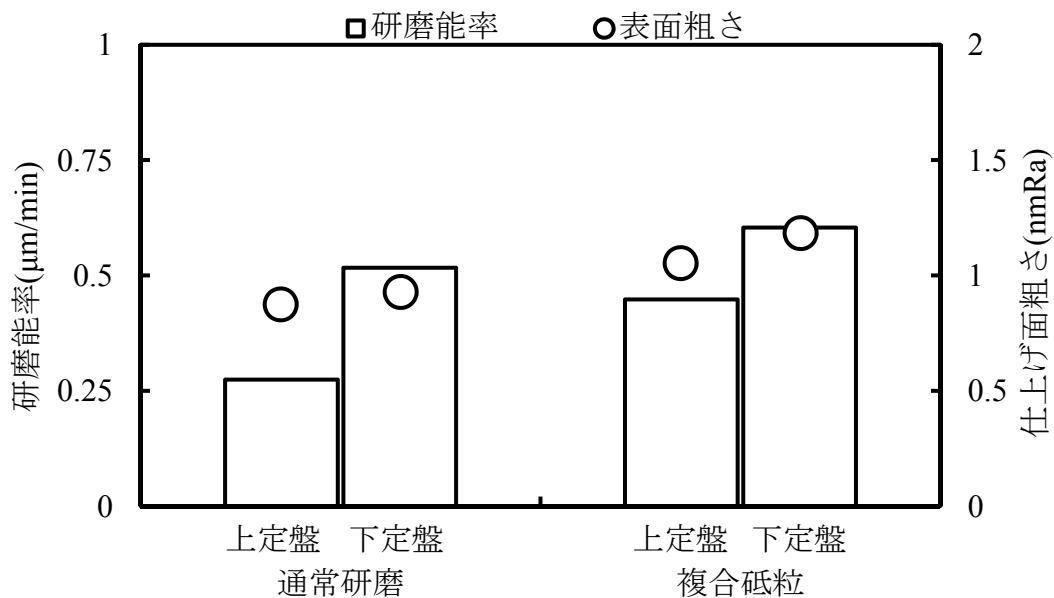


図 4.22 複合砥粒による両面研磨結果

表 4.4 使用した粒子の概要

粒子名	平均粒径[μm]	比重[g/cm^3]	材質
CeO_2	1.2	6.96	酸化セリウム
WO_3	0.8	7.16	三酸化タングステン
複合砥粒 (UD3) 未分級	2.58	4.96	酸化セリウム, ポリマ微粒子
複合砥粒 (UD3) 分級	10.6	2.84	酸化セリウム, ポリマ微粒子

級を行ったものを用意した。主な実験条件は表 4.3 に示す通りである。工作物は $\phi 20\text{mm} \times 5\text{mm}$ のソーダガラスを二枚張り合わせ、研磨後分割して上面と下面の別々の研磨能率を算出した。また、実験と実験の間には図 4.21 に示すブラシとドレッサを使用し、研磨パッドの洗浄とコンディショニングを行った。

実験結果を図 4.22 に示す。複合砥粒を使用した時に上定盤、下定盤とも通常研磨と比較して、研磨能率に向上が見られた。特に上定盤で研磨能率の向上が顕著であり、複合砥粒の分散性の高さが上定盤での研磨に寄与したことが予想される。一方で、研磨後の表面粗さについては複合砥粒の方が通常研磨よりも悪化していることが分かった。これは、複合砥粒を適用する事により、単位砥粒あたりの切込量が増加したためであると考えられる。

4.5.3 分級した複合砥粒の研磨特性向上

分級した複合砥粒の研磨能率向上には、複合砥粒の動きを抑制する比重の大きい粒子を添加することが効果的であると考え、表 4.4 に示す比重の重い三酸化タングステンの適用を行った。表 4.4 に示す酸化セリウム砥粒とポリマ微粒子、複合砥粒の分級前後の比重から、分級時に摘出された酸化セリウム砥粒の重量を導き出した。その結果、分級前の状態では分級した複合砥粒と砥粒の割合が重量比で約 1:3 程度であることが分かった。そこで、スラリーに分級を行った後の複合砥粒を 0.75wt%とし、これに酸化セリウム砥粒および平均粒径 $0.8\mu\text{m}$ の三酸化タングステンを 2.25wt%混合し、表 4.2 の条件で片面研磨実験を行った。

また、三酸化タングステンのみを 2.25wt%、5wt%、10wt%混合したスラリーを作製し、研磨実験を行い三酸化タングステン単独での研磨特性を調査した。分級した複合砥粒に酸化セリウムを追加した実験の結果を図 4.23 に示す。まず、分級した複合砥粒に酸化セリウム砥粒を追加することで研磨能率の回復が見ら

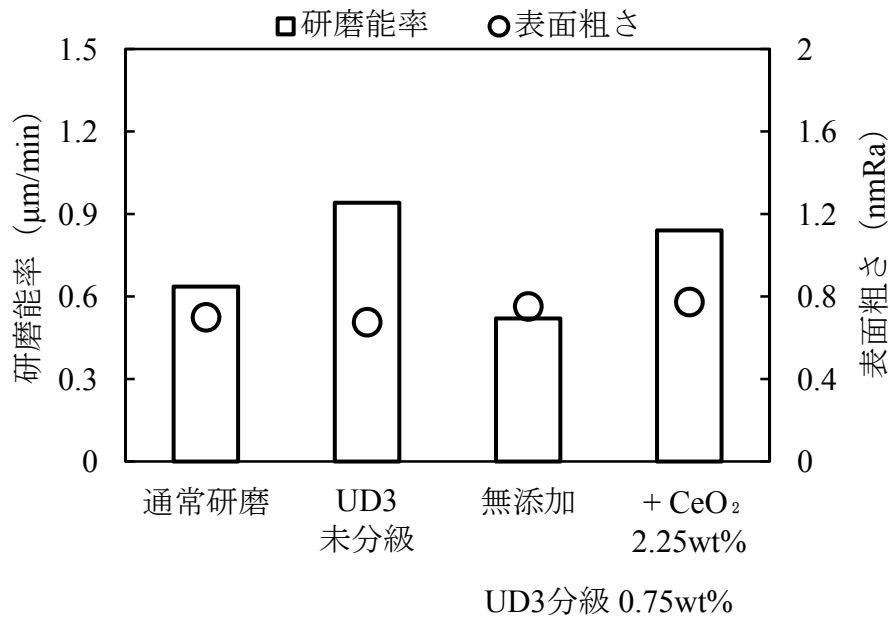


図 4.23 分級した複合砥粒に酸化セリウムを添加した時の影響

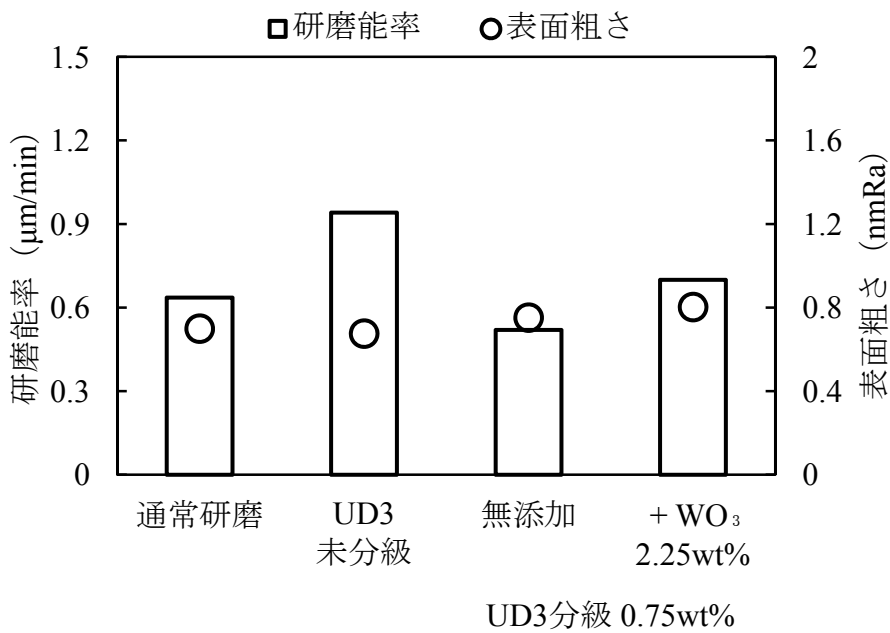


図 4.24 分級した複合砥粒に酸化タングステンを添加した時の研磨特性

れ、未分級の複合砥粒とほぼ同等の研磨能率を示した。次に、三酸化タングステンを分級した複合砥粒に追加した実験の結果を図 4.24 に示す。三酸化タングステンを添加した場合も研磨能率が向上した。また、同時に三酸化タングステンのみで研磨を行った実験の結果 (図 4.25) から、三酸化タングステン単体に

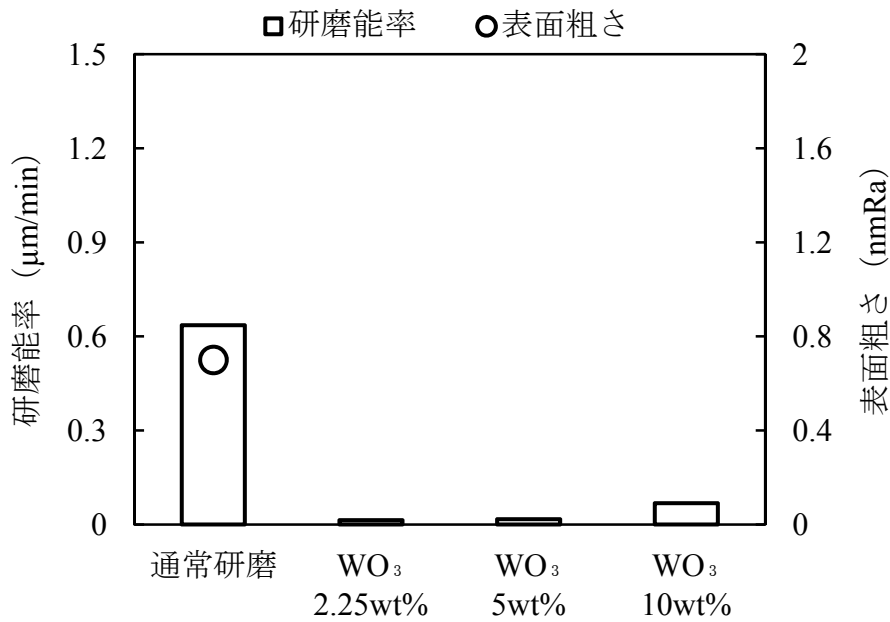


図 4.25 酸化タングステンの研磨特性

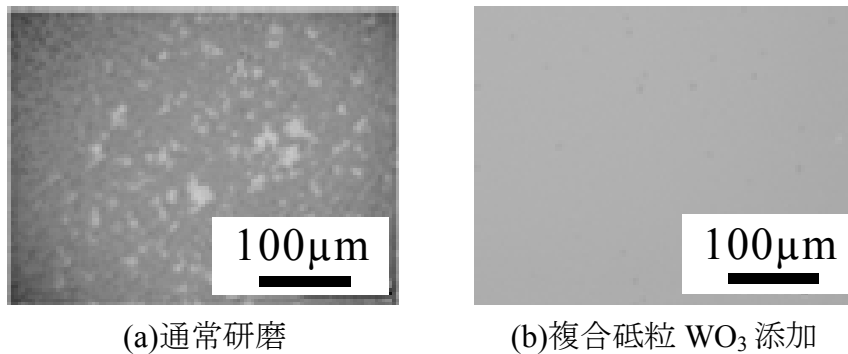


図 4.26 研磨後の工作物表面の洗浄性比較

は研磨作用がほとんど無いことが分かっており、これらの結果から三酸化タングステンは複合砥粒の動きを阻害し、加工域での滞留性を高める効果があると考えられる。

また、分級した複合砥粒と三酸化タングステンを混合したスラリーを用いて研磨を行った後の加工面について、洗浄性を評価するため 1 分間超音波洗浄をした後の状態をマイクロSCOPE (株式会社キーエンス製, VHX-1000) で観察した。観察した表面を図 4.26 に示す。図 4.26(a)の従来研磨後の表面に比べると、図 4.26(b)の複合砥粒と三酸化タングステンをを用いて研磨した後の表面は、砥粒の付着がほとんどなく、清浄な面であることが分かる。このように洗浄性についても向上しており、これは前章に記述した分級した複合砥粒の洗浄性向上効

果と、三酸化タングステンがガラスと親和性を持っていないことが原因であると考えられる。

これらの結果から、複合砥粒を用いた研磨では研磨作用の多くが複合砥粒つまり母粒子表面に付着した砥粒によるものであり、付着しなかった砥粒が研磨作用に直接関わることは少なく、あくまで複合砥粒の動きを阻害するためだけに使用されていたということが導き出される。動きを阻害する粒子を全く研磨作用のない粒子に置き換えても同等の研磨能率を発現することができ、今回の三酸化タングステンを用いた実験では、酸化セリウムの使用量は従来研磨法と比較して約80%低減することが可能になっている。

また、酸化セリウムや酸化ジルコニウムなどの研磨作用がある粒子を滞留性改善粒子として用いたときの影響について調査を行った。酸化ジルコニウムは平均粒径が $1\mu\text{m}$ 前後のZC3000(株式会社アドマテックス製)を使用した。研磨条件は表4.2と同じで、砥粒濃度のみ分級した複合砥粒と滞留性改善粒子の比率を変え合計が3wt%になるよう調節して実験を行った。その結果を図4.27に示す。滞留性改善粒子の種類によって、研磨能率が最大となる濃度に違いがあるが、研磨能率の最大値自体は大きな差は無かった。このことから、複合砥粒の滞留性を改善する粒子が工作物を直接的に研磨していないことが分かった。

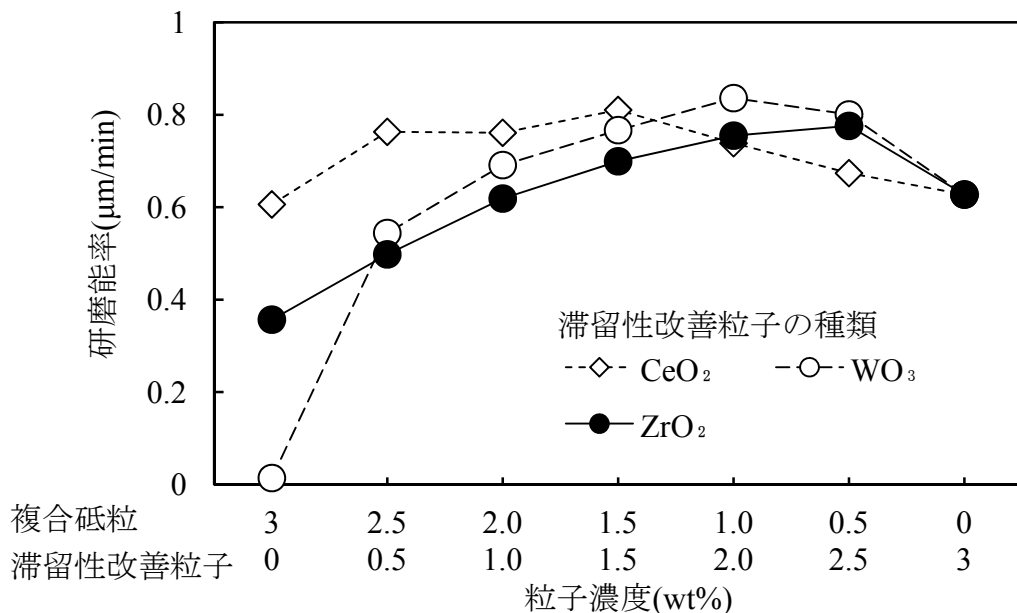


図 4.27 複合砥粒と滞留性改善粒子の添加比率変更

4.6 複合化した滞留性改善粒子の適用

複合砥粒の研磨パッド上での動きを抑制する目的で滞留性改善粒子を添加し、その効果と有用性を確認した。そこで、図 4.28 に示すような複合砥粒の母粒子よりも粒径が小さいポリマ微粒子を用いて、複合化した滞留性改善粒子の製作を考えた。ポリマ微粒子と複合化することにより、より細かな比重の調整が可能となる、より大きな粒子による移動抑制が可能となるなどのメリットが得られると予想される。

複合化するにあたり、滞留性改善粒子の母粒子は平均粒径が $6\mu\text{m}$ の異形ポリマ粒子である FF-821T（根上工業株式会社製）を用いた。また、子粒子には滞留性改善粒子で効果があった WO_3 の他に比重が大きい CuO や W を用意した。複合砥粒と同様にラボニーダミルを用いて製作を行った。混合条件は 230°C 、4 分間で行った。今回用いた粒子の比重と混合時の配合比、複合後の比重を表 4.5 に示す。タングステンの子粒子に用いた複合滞留性改善粒子については比重を調整するため 2 種類の配合比で製作した。これらの粒子は図 4.29 に示すように複合化に成功した。全ての粒子ではほぼ均一に母粒子表面への子粒子の付着を確認

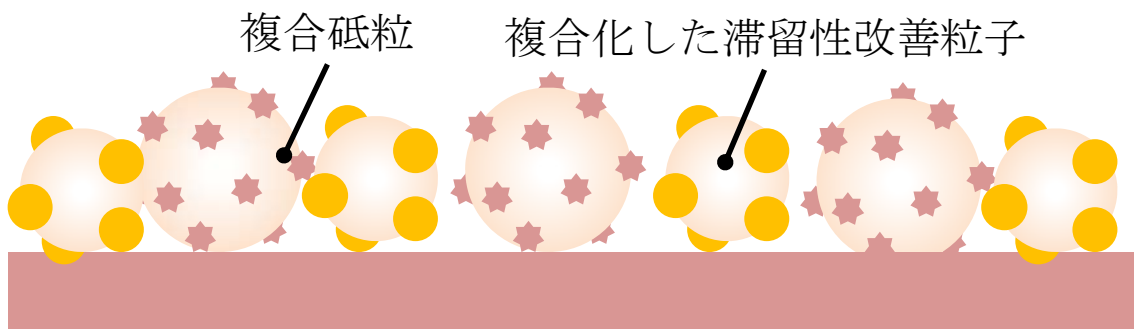
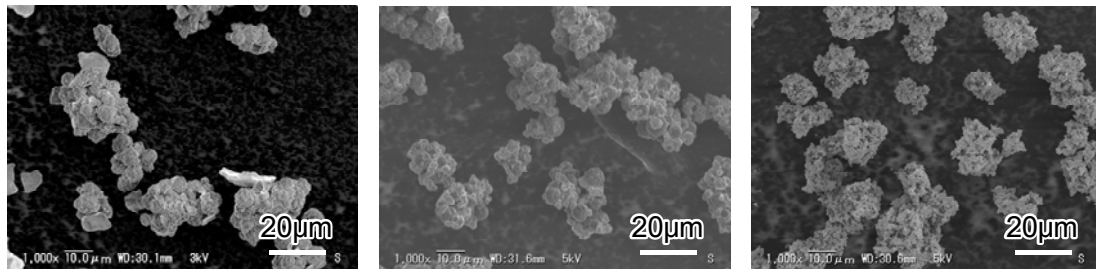


図 4.28 複合砥粒と複合化した滞留性改善粒子

表 4.5 滞留性改善複合粒子の概要

子粒子	WO_3	CuO	$\text{W}①$	$\text{W}②$
比重（複合前）	7.2	7.4	17.8	17.8
母粒子	異形ポリマ微粒子 FF-821T（平均粒径 $6\mu\text{m}$ ）			
配合比	2:1	2:1	4:1	8:1
比重（複合後）	2.6	2.5	4.3	6.8



(a)WO₃ (b)CuO (c)W

図 4.29 複合化した滞留性改善粒子の SEM 写真

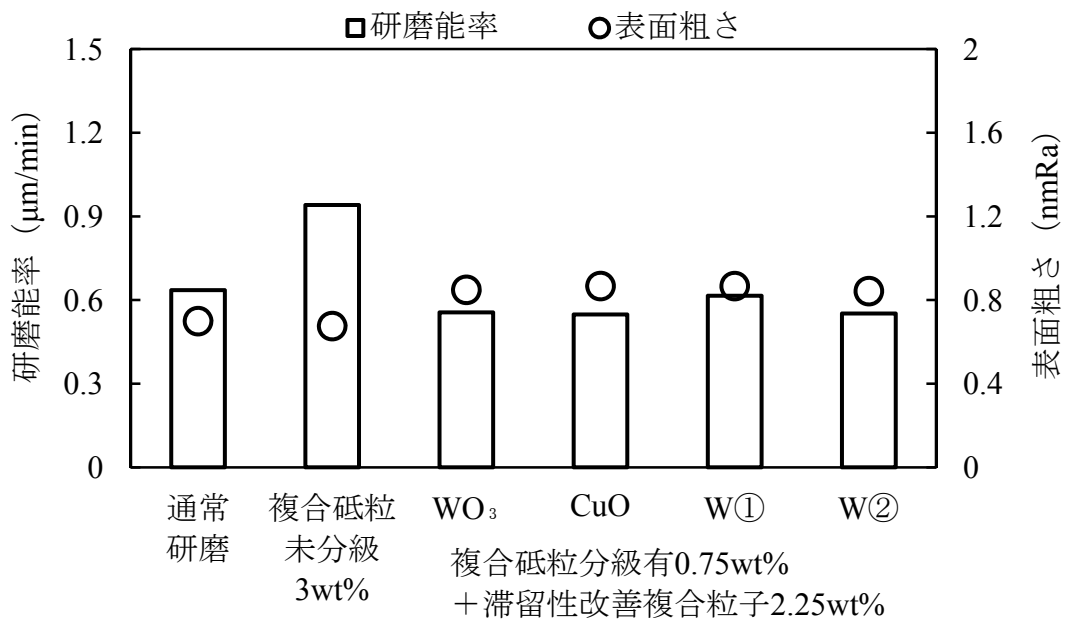


図 4.30 複合砥粒と滞留性改善複合粒子の効果

できた。

製作した複合滞留性改善粒子を用いて研磨実験を行い、その効果を評価した。研磨条件はこれまでの研磨実験と同じく表 4.2 の条件で行った。濃度は分級した複合砥粒 0.75wt%に対して、複合滞留性改善粒子を 2.25wt%に設定した。その結果を図 4.30 に示す。研磨能率に関してはほぼ差が無い結果となったが、比重が約4のタングステンを4:1で配合した複合滞留性改善粒子を用いた時に最も高い値となった。研磨能率が向上しなかった理由として、粒子が軽くなったのに対して、濃度を比重が大きいときと同様の重量濃度で入れたため粒子数が多くなってしまったからだと考えた。そこで、複合滞留性改善粒子の濃度を変えて実験を行った。その結果を図 4.31 に示す。粒子濃度を 0.75wt%、0.25wt%に変更し

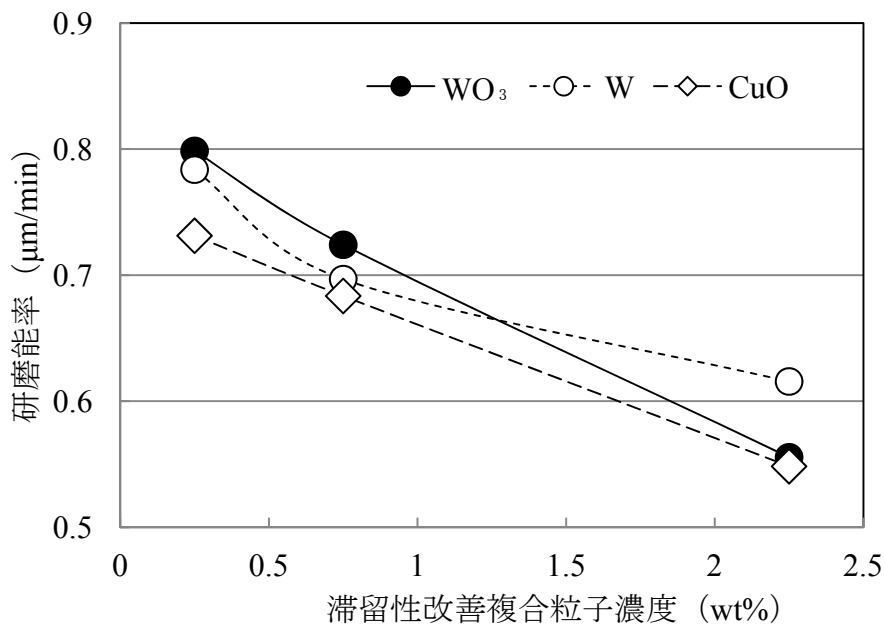


図 4.31 滞留性改善複合粒子の濃度変更

た結果，徐々に研磨能率が上がっていくことが確認された．このことから，最初に行った 2.25wt%では粒子数が多すぎて複合砥粒の研磨作用を逆に阻害していたことが分かった．また，粒子数を減らすと研磨能率が向上したことより，滞留性改善粒子には適正な粒子数が存在することが分かった．

4.8 結論

本章では，複合砥粒の研磨特性向上について，滞留性や砥粒の付着の観点から，形状が歪な粒子や中に無機物を含有した粒子などを母粒子として用いることや，新規の製造装置などを用いて実験を行った．また，異形の粒子を用いた複合砥粒について研磨条件の変更が研磨特性に与える影響を検証した．その結果，以下のような結論を得た．

- (1) 複合砥粒の滞留性向上のために母粒子に改良を行ったところ，比重について改善したウレタン粒子中に 30wt%シリカが配合した US(30)粒子を複合砥粒の母粒子に使用したところ，従来研磨比で約 33%の研磨能率向上を果たした．また，形状について改善を行った表面にディンプル形状を持った異形粒子である UD3 粒子を母粒子に用いたところ，従来研磨比で約 50%の研磨能率向上を果たした．

- (2) 複合砥粒のスラリーについて滑落角を計測したところ、異形粒子の砥粒の滞留性の向上が判明した。また、PSD 解析や縁形状についても調査したところ、全てにおいて複合砥粒を用いた研磨が通常研磨よりも優れていた。
- (3) 複合砥粒研磨の加工条件依存性について検証したところ、UD3 粒子を用いた複合砥粒では従来研磨に比べて、薄いスラリー濃度や少ないスラリー流量でも高い研磨能率を発現することが判明し、酸化セリウムの使用量削減に効果があることが分かった
- (4) 洗浄性向上のため、複合砥粒に含まれる余剰な酸化セリウムを取り除く分級作業を行った。その結果、研磨能率の低下が見られたが、加工域での滞留性が向上している異形粒子の複合砥粒の方が研磨能率への影響が少なかった。
- (5) 分級した複合砥粒に三酸化タングステンを添加したところ、研磨能率の上昇が見られ、酸化セリウムの使用量を 80%低減できることが分かった。また、このスラリーを用いて研磨を行った時、加工後の工作物の洗浄が容易になることが判明した。
- (6) 複合化した滞留性改善粒子を適用した結果、いずれの粒子でも効果が表れ、中でも比重が 4 の複合滞留性改善粒子を用いた時に研磨能率が若干向上した。また、研磨能率と複合滞留性改善粒子の粒子数が密接に関係していることが分かり、粒子数を適正な値で使うことが研磨能率向上に繋がることが分かった。

参考文献

- 1) 佐藤誠，亀山哲也，野波亨，佐々木節夫：隙間材入りガラスディスク研磨スラリーの開発：脂肪酸塩の研磨性能に対する効果，精密工学会誌論文集，Vol.71，No.7，2005，pp916-920
- 2) 角田均：シリコンウエハー表面マイクロラフネスの評価ーパワペトル解析応用物理，vol. 12 ， 1997， pp.1316-1319
- 3) 福山紅陽：「撥水性の評価法」，表面技術，Vol.60，No.1，2009，pp.21-26

第5章

複合砥粒の滞留性と研磨パッド表面の関係

5.1 緒言

前章では複合砥粒の研磨パッド上での滞留性改善を目的に、母粒子の変更や複合砥粒の移動を抑制する粒子の添加を行った。母粒子の変更では、シリカ粒子を使ったポリマ微粒子の比重調整、2種類の樹脂からなる異形粒子の適用を行った。その結果、通常研磨と比較して約50%の研磨能率向上が見られた。また、滞留性の評価についても滑落角の測定を行い、最も研磨能率が高い異形粒子で滑落角が最大となった。さらに、滞留性改善粒子を用いた実験では三酸化タングステンを用いることで、分級した複合砥粒の研磨能率を向上させ、砥粒使用量の80%低減などを実現した。また、ガラス工作物と親和性の無い材料を滞留性改善粒子に使用することで、分級した複合砥粒の加工後の洗浄性を損なうことなく研磨能率が向上できた。

これまでの研究から、複合砥粒の研磨パッド上での滞留性が非常に重要であることが判明した。一方で、複合砥粒の滞留性や研磨特性が研磨パッド表面から受ける影響は明らかでは無い。研磨パッド表面が複合砥粒の滞留性に及ぼす影響を明らかにすれば、複合砥粒の研磨特性を向上させるような研磨パッドの開発が可能であると予想される。

現在、遊離砥粒研磨用の研磨パッドは硬質発泡タイプ、不織布タイプ、スエードタイプの3種類が主流になっている。それぞれ使用方法や構造が異なっており、特徴や用途に合わせて適宜使い分けられている。主に硬質発泡タイプは平坦性重視、スエードタイプは平滑性、低欠陥性重視、不織布タイプはある程度の平坦性を維持しつつ、表面平滑性や欠陥性は硬質発泡タイプ以上のものを求める場合に用いられる¹⁾。

前章までは主に硬質発泡タイプの研磨パッドのみを使用してきたが、本章では上記の3種類を使用し、研磨パッドの表面の構造や材質が複合砥粒の滞留性および研磨特性に与える影響について調査を行った。

5.2 様々な研磨パッドと複合砥粒の関係

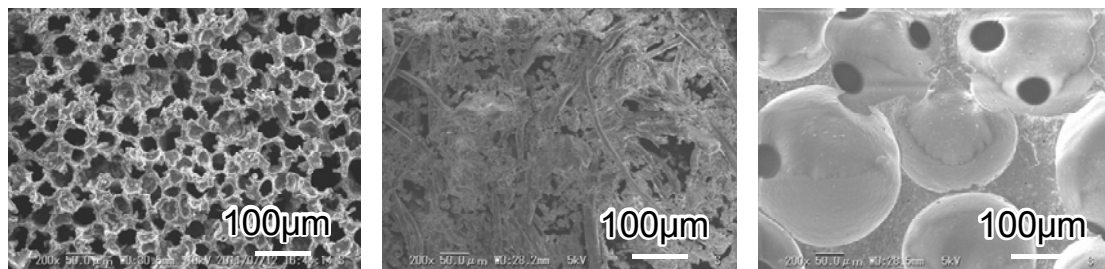
5.2.1 実験に使用した研磨パッド

現在主流となっているスエードタイプ、不織布タイプ、発泡タイプの3種類の研磨パッドが複合砥粒へ及ぼす影響について評価を行った。研磨パッドは表5.1に示すスエードタイプのN0092、不織布タイプのK0017（株式会社FILWEL製）、発泡タイプのKSP-66A（九重電気株式会社製）の3種類を用意した。それぞれのSEM写真を図5.1に示す。それぞれの研磨パッドは主にポリウレタン樹脂で構成されているが、製造方法や性質は大きく異なる。

スエードタイプは、湿式成型により基材上に塗工される¹⁾。基材には不織布やPETが用いられている。その基材にウレタン樹脂のDMF溶液を塗り、凝固剤である水とDMFを置換させることで涙滴上のポアが形成される。その後、乾燥し、表面のスキン層をバフなどで除去しポアを露出する工程を経て完成される。このときのバフ量でポア径を変化させることができる。平滑性の高い研磨が可能だが、時間をかけると周辺ダレが発生しやすい²⁾。

表 5.1 使用した研磨パッドの仕様

名称	厚み (mm)	NAP 層厚み (μm)	密度 (g/cm ³)	硬度 (JIS-A)	開孔径 (μm)
N0092 (スエードタイプ)	1.4	560	0.33	53	20-120
K0017 (不織布タイプ)	1.4		0.35	73	
KSP-66A (発泡タイプ)	1.0		0.40	80	



(a)スエードタイプ

(b)不織布タイプ

(c)発泡タイプ

図 5.1 各種の研磨パッドの表面 SEM 写真

次に不織布タイプは、ポリエステルなどの不織布にウレタンなどを含浸したもの¹⁾である。不織布や含浸させる樹脂の種類や量などを変更することで物性の変更・調整が可能である。多孔性があり、かつ弾性も低く、高い研磨速度と平坦性にすぐれ、ダレの少ない加工ができるようになっている²⁾。

発泡タイプは、空孔を含んだパッドであり、ポリウレタン製が一般的である¹⁾。製造の際には発泡したウレタンのブロックをスライスして²⁾作られる。空孔のサイズや密度が研磨特性に与える影響は大きい。また、上記の2種類の研磨パッドとは異なり、出荷直後の状態では使えず、ドレッシング（もしくはコンディショニング）と呼ばれる目立て工程を行う必要がある。ドレッシングにはダイヤモンドが付着したホイールもしくはディスクが用いられ、研磨パッド表面を荒らしていく。また、研磨中も徐々に表面状態は平滑になっていくため、定期的にドレッシングを行う必要がある。ドレッシングを行うタイミングが研磨と研磨の間の場合と研磨中に同時にドレッシングも行う場合の2種類がある。発泡タイプには溝状のパターンを形成し、スラリーの流れなどをコントロールする研磨パッドも多く存在する。それらの発泡ポリウレタン研磨パッドは用途に合わせて、適宜選択され使用される。

5.2.2 研磨パッドのタイプによる研磨特性への影響

それぞれの研磨パッドで表 5.2 に示す条件で研磨実験を行った。また、不織布パッドと発泡ポリウレタンパッドに関しては表 5.3 の条件でコンディショニングを行った。フェイシングは研磨装置上にて刃先曲率半径が 1mm のバイトを使

表 5.2 研磨条件

研磨機	片面研磨盤 SPL-15（株式会社岡本工作機械製作所製）
工作物	φ20×10mm ソーダガラス（前加工面粗さ 0.4μmRa）
研磨圧力	20kPa
定盤回転速度	60rpm
工作物回転速度	60rpm
加工時間	30min
スラリー供給量	25mL/min
砥粒	酸化セリウム（昭和電工株式会社製）、 グレード名：SHOROX A-10 平均粒径 1.2μm；添加率 3.0wt%

用した。このとき、発泡ポリウレタンパッドはドレッサの粒度を変更し、パッド表面の粗さが複合砥粒に及ぼす影響を評価した。実験に使用した複合砥粒は前章までで最も研磨能率が高かった異形粒子 FF-621T（根上工業株式会社製）を母粒子に用いて、酸化セリウム砥粒（昭和電工株式会社製，SHOROX A-10）を子粒子として表面に付着したものである。また、滞留性改善粒子として効果が高かった三酸化タングステンを用いた。実験結果は前章と同じく、研磨能率は研磨前後の工作物の重量差を電子天秤にて測定し、工作物の比重から平均的な除去速度を算出した。表面粗さは白色光干渉式非接触 3 次元表面形状・粗さ測定機 (Zygo New View5032, 以下 Zygo と表記する) を用いて、カットオフ値 80 μm の高域フィルタを適用し算術平均粗さ Ra の測定を行った。まず、スエードパッドで行った研磨の実験結果を図 5.2 に示す。図 5.2 より、未分級の複合砥粒を用いたときに最も研磨能率が高くなっていることが分かる。通常研磨との研磨能率の差から複合砥粒の作用が大きいことが考えられる。一方で、滞留性改善粒子の効果があまり見られなかった。発泡ポリウレタンパッドと違い、スエードタイプの研磨パッドでは母粒子に付着しなかった砥粒も研磨に積極的に関わっていることが示唆される。

次に、図 5.3 に不織布タイプの研磨パッドでの実験結果を示す。スエードタイプの研磨パッドで研磨を行った時よりも全体的に研磨能率が高かった。しかし、通常研磨と複合砥粒研磨の研磨能率の差が少なく、複合砥粒が作用していない結果となった。また、スエード研磨パッドを使用した時より、滞留性改善粒子

表 5.3 研磨パッドのコンディショニング条件

研磨パッド種類		スエードタイプ	不織布タイプ	発泡タイプ
フェイシング 条件	切り込み深さ (μm)	無	150	
	定盤回転数 (rpm)		200	
	送り速度 (mm/min)		5	
ドレッシング 条件	ドレッサ粒度	無	100	100,200, 400,800
	ドレッサ回転数 (rpm)		60	
	定盤回転数 (rpm)		60	

の効果が高かった。

最後に、発泡ポリウレタンパッドでドレッサの粒度を変更した影響について、実験結果を図 5.4 に示す。通常研磨の研磨能率が徐々に向上するのに対して、分級した複合砥粒の研磨能率は徐々に低下していく傾向にあった。一方で、滞留

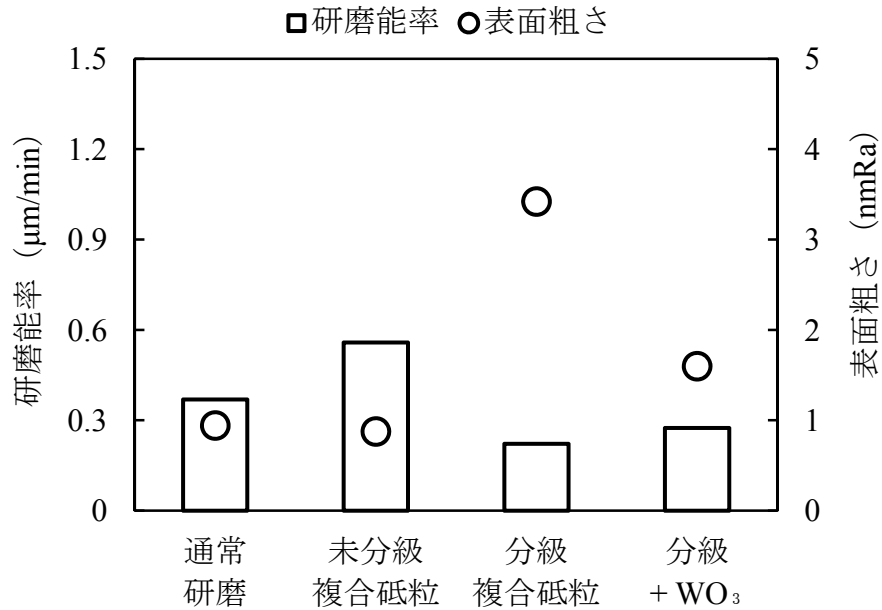


図 5.2 スエードタイプ研磨パッドでの複合砥粒の研磨特性

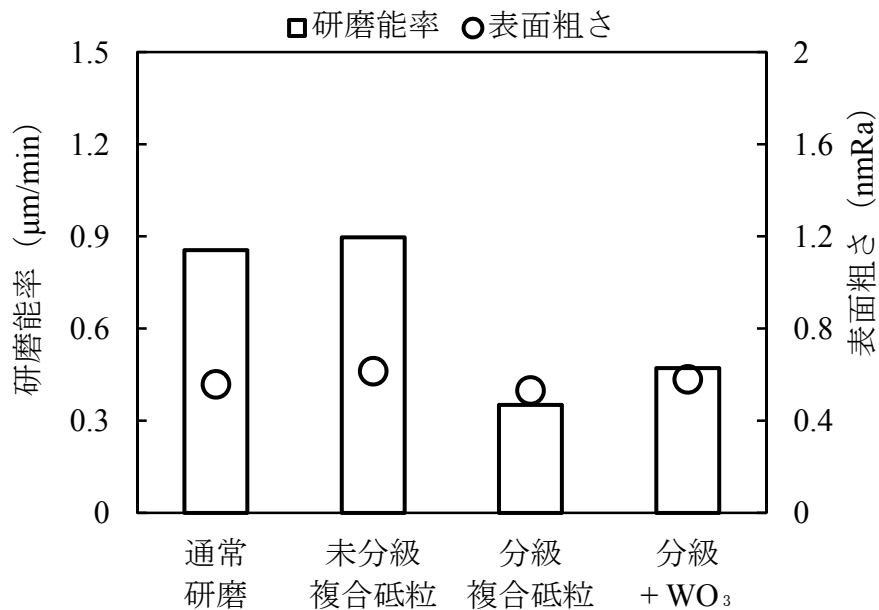


図 5.3 不織布タイプ研磨パッドでの複合砥粒の研磨特性

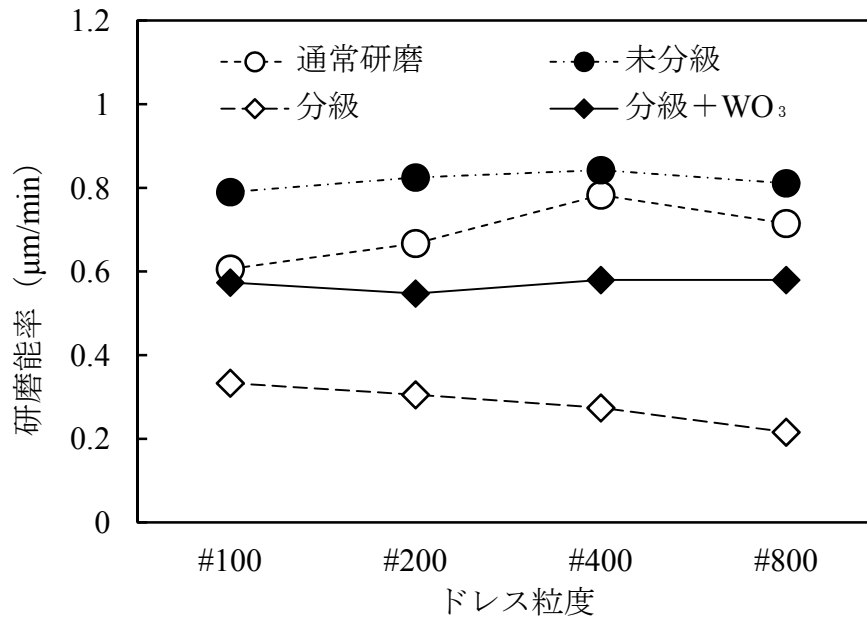


図 5.4 発泡タイプ研磨パッドのドレス粒度変更の影響

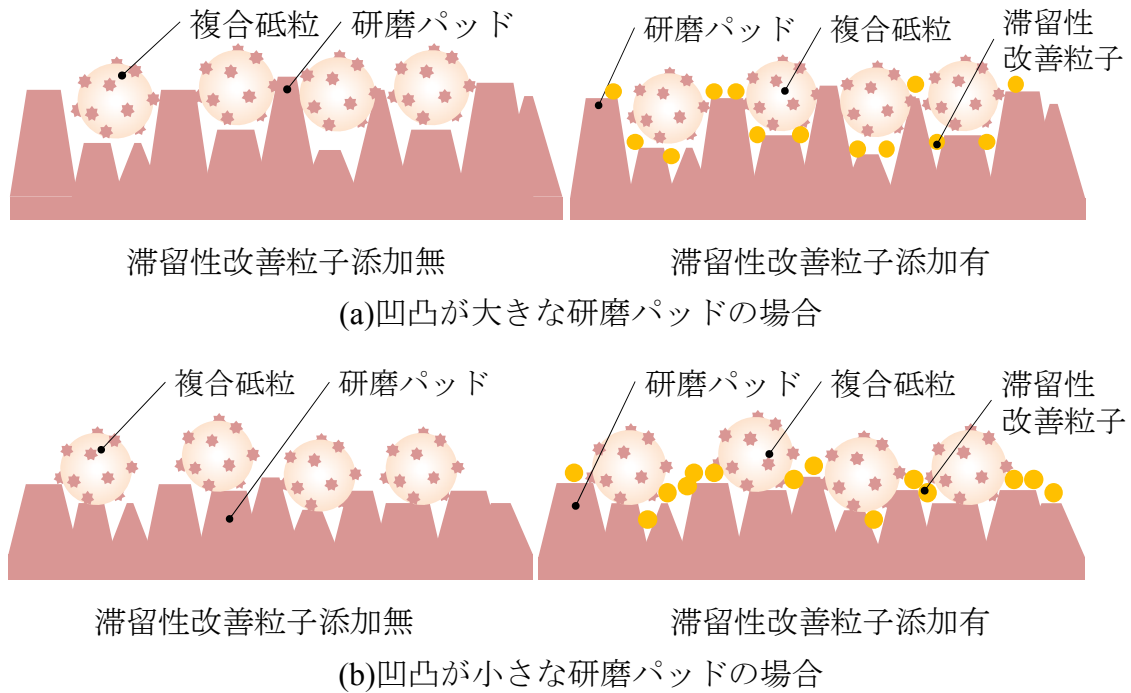


図 5.5 研磨パッド表面の凹凸が複合砥粒に与える影響

性改善粒子が添加された複合砥粒や未分級の複合砥粒では研磨能率に変化がほとんど起きていない。このことから、研磨パッド表面の凹凸が小さくなることで、複合砥粒の滞留性が低下していること、細かい砥粒が作用しやすくなって

いることが分かる。また、滞留性改善粒子が添加されたことによって、複合砥粒の滞留性が維持されていることが判明した。

以上の結果より、パッド表面が複合砥粒や滞留性改善粒子に及ぼす影響が明らかになった。特に、図 5.5 に示すように研磨パッド表面の凹凸が複合砥粒の滞留性に寄与するところは大きく、スエードパッドや粗いドレッサを使ったときの発泡ウレタンパッドでは複合砥粒の効果が大きくなる。これは、研磨パッド表面の凹凸が複合砥粒の動きを妨げる効果を行っているからと考えられる。そのため、滞留性改善粒子の効果は低下してしまう傾向にあった。一方で、不織布パッドや細かいドレッサを使ったときの発泡ウレタンパッドなどの細かい砥粒の作用が大きくなる時は、複合砥粒の作用は小さくなってしまった。このときは滞留性改善粒子によって、複合砥粒の滞留性を向上させることが有効となる。

この結論から、研磨パッド表面で複合砥粒を保持する構造を適用することで、分級した複合砥粒の研磨能率を向上できると考えた。そこで、次節では発泡タイプの研磨パッドの気孔径を変更した研磨パッドを用いて、その効果を検証する。

5.3 発泡ポリウレタン樹脂研磨パッドの気孔径変更

5.3.1 小径気孔ウレタンパッドの準備

前節で研磨パッドの表面構造が複合砥粒の滞留性や研磨特性に与える影響を評価した。その結果から、パッド表面の凹凸によって複合砥粒を保持することで研磨特性の向上を果たせると考えた。そこで、発泡ポリウレタン樹脂研磨パッドの気孔径を変更し、図 5.6 のような従来よりも小径の気孔で複合砥粒を保持することを考えた。小径気孔によって複合砥粒を保持し、工作物と砥粒の相対速度を増加させ、研磨能率向上を図った。

本研究では、ウレタン樹脂研磨パッドをこれまでの KSP-66A と新たに ND95

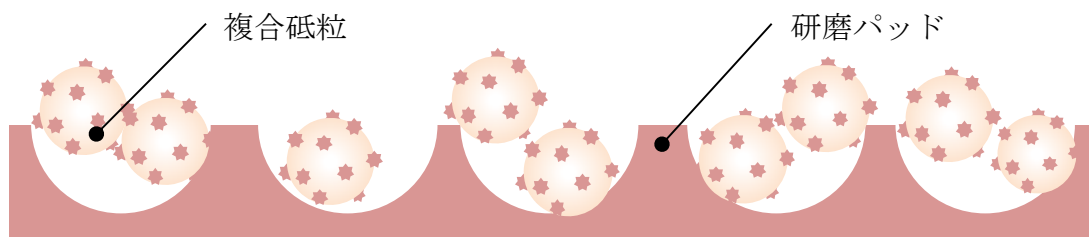


図 5.6 小径気孔パッドによる複合砥粒の保持

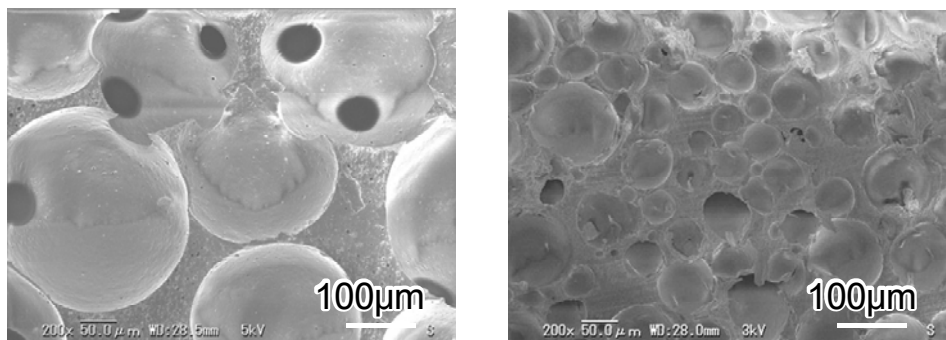
(九重電気株式会社製)の2種類準備した.ND95はこれまで使ってきたKSP-66Aの平均気孔径が約200 μm であるのに対し,中空粒子を用いて平均気孔径が約60 μm 程度とその半分程度の気孔径となっている.各研磨パッド表面のSEM写真を図5.7に示す.図5.7(a)に示すKSP-66Aでは100 μm を超える大きな気孔が空いているのに対して,図5.7(b)に示すND95では100 μm 以下の小さい気孔が数多く空いている.これらの研磨パッドは,研磨装置上にて刃先曲率半径が1mmのバイトを使用して,切込み量150 μm ,バイト送り速度5mm/min,パッド回転速度200rpmの条件でフェイスングを行った後,#100のダイヤモンド電着ドレッサを用いてドレッサおよびパッド回転速度60rpmの条件でドレッシングを10分間行ってから実験に使用した.研磨条件,研磨結果の測定は前節と同じ条件で行った.

5.3.2 小径気孔パッドの砥粒保持性の測定

まず,研磨実験を行う前に小径気孔パッドで滞留性改善ができていないか評価するため,滑落角の測定を行った.滑落角は接触角計(協和界面科学株式会社,全自動接触角計DM-701)を用いて測定した.測定は分級した複合砥粒を3wt%分散させたスラリー100 μL の水滴を研磨パッド上に作成して行った.その結果を表5.4に示す.大径気孔のKSP-66Aでは38 $^{\circ}$ で滑落が起きた.一方,小径気孔パッドのND95は49 $^{\circ}$ で滑落が起き,大径気孔の研磨パッドよりも高い複合砥粒の保持性能があると考えられる.

5.3.3 小径気孔パッドと複合砥粒を用いた研磨の研磨特性

次に,高い保持性能が実証されたND95を用いて研磨実験を行った.それぞれスラリーは酸化セリウムを3wt%分散させた通常研磨と分級した複合砥粒を



(a)大径気孔

(b)小径気孔

図5.7 用意したウレタン樹脂研磨パッド表面のSEM写真

表 5.4 実験に用いた研磨パッドの詳細

品名	名称	硬度 (JIS-A)	平均発泡径 (μm)	密度 (g/cm^3)	滑落角 ($^\circ$)
NFP05	大径気孔	74	200	0.40	43
KSP-66A	大径気孔セリア含有	78	250	0.40	38
ND95	小径気孔	93	67	0.45	49
ND95 (CeO ₂)	小径気孔セリア含有	88	68	0.45	51

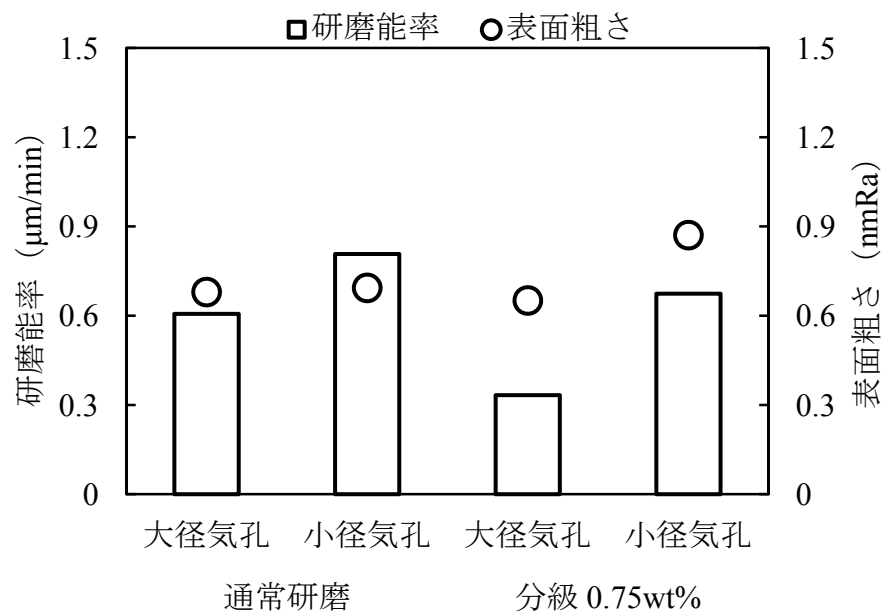


図 5.8 小径気孔パッドと複合砥粒の研磨特性

0.75wt%分散させたスラリーを用いた。その結果を図 5.8 に示す。小径気孔パッドでは大径気孔パッドに比べて両方のスラリーで高い研磨能率を発揮した。特に分級した複合砥粒は 2 倍以上の研磨能率の増加を果たしており、大径気孔パッドの通常研磨よりも研磨能率が高い結果となった。先述した滑落角の結果と合わせて、研磨パッドに小径気孔を適用することで複合砥粒の滞留性を改善し、研磨能率向上に寄与できることが分かった。

5.4 小径気孔研磨パッドの加工条件依存性

5.4.1 研磨パッドへの砥粒添加の影響

前節で、従来よりも小さい気孔径の発泡ポリウレタン樹脂研磨パッドを複合

砥粒研磨に適用した。その結果、分級した複合砥粒の研磨能率が大き径気孔のパッドと比較して2倍以上向上した。滑落角も大きくなったことから、複合砥粒の滞留性が向上したことが分かる。さらに複合砥粒と小径気孔研磨パッドの組み合わせが効果を発揮する条件を探るため、加工条件（研磨パッドへの砥粒含有、定盤・工作物回転数、研磨圧力、砥粒濃度）を変更し、それぞれ評価を行った。

従来、ガラス鏡面研磨用の発泡パッドはセリウムを含有したものが広く利用されている²⁾。これまで使用してきたKSP-66Aも酸化セリウムが含有された研磨パッドである。そこで、小径気孔パッドにおいて、砥粒含有の有無が複合砥粒の研磨特性に及ぼす影響を調査した。実験に用いた研磨パッドを表5.4に示す。200 μm 前後の大きな気孔径を持つ研磨パッドと60 μm 前後の小さな気孔径を持つ研磨パッドでそれぞれ砥粒を含有しているものとしていないものを用意した。これらの表面顕微鏡写真を図5.9に示す。気孔の大小にかかわらず、砥粒含有の有無では滑落角は大きく変わらなかった。この4種類の研磨パッドを用いて研磨実験を行った。その結果を図5.10と図5.11に示す。図5.10は酸化セリウムを3wt%分散させたスラリーを用いた通常研磨による研磨特性の比較である。通常研磨では大径気孔パッドで砥粒含有の効果が見られた。一方で、小径気孔パッドでは砥粒を含有しても大きく研磨能率が変化することは無かった。分級した

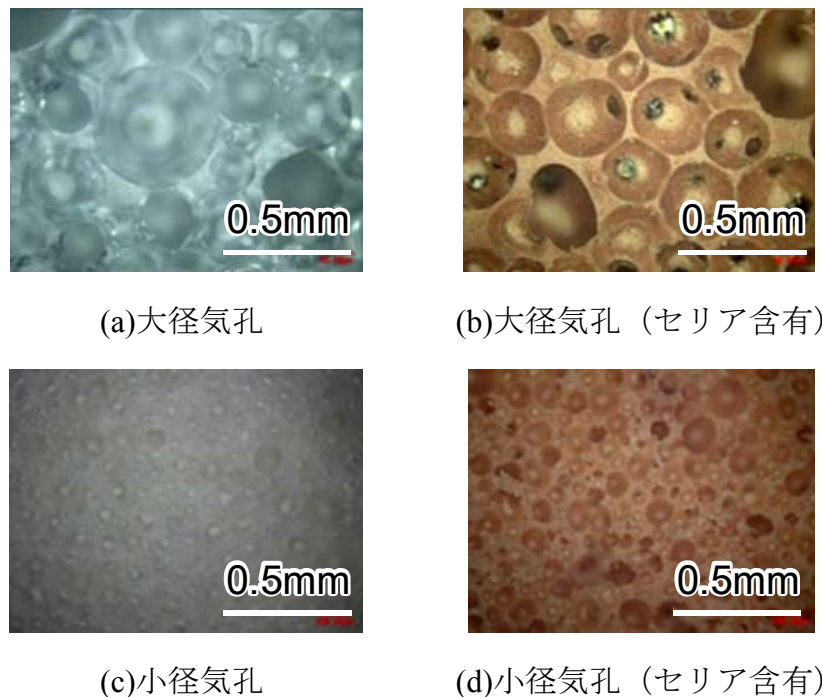


図 5.9 使用した研磨パッド表面の顕微鏡写真

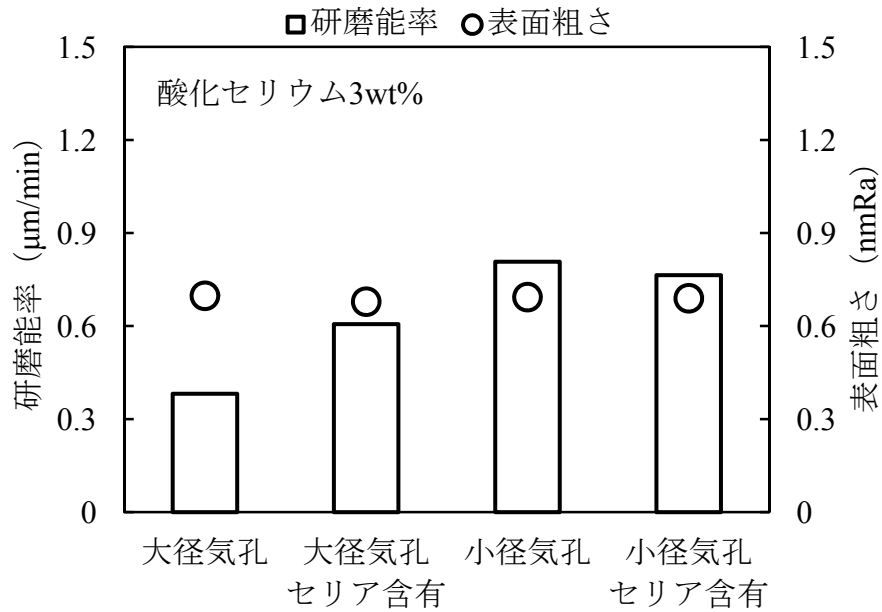


図 5.10 酸化セリウム砥粒での各パッドの研磨特性

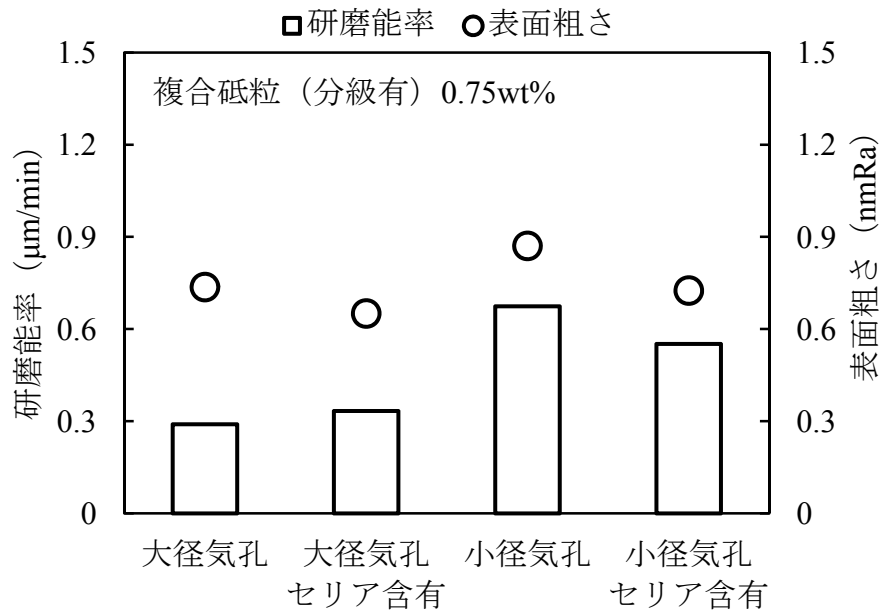


図 5.11 複合砥粒 (分級有) での各パッドの研磨特性

複合砥粒を 0.75wt%分散させたスラリーを用いた研磨の結果が図 5.11 である。こちらは砥粒含有の有無による差は大小どちらの気孔径のパッドからも出なかった。これより、小径気孔パッドと複合砥粒の組み合わせにおいては、研磨パッドに埋め込まれた砥粒はあまり研磨作用に関わっていないことが分かった。

5.4.2 研磨能率の研磨条件依存性

次に、KSP-66A と ND95 で定盤・工作物回転数への研磨能率の依存性について評価を行った。実験は研磨圧力を 20kPa, スラリーは分級した複合砥粒 0.75wt% を分散したものをを用いて、回転数を 30rpm から 120rpm まで 30rpm ずつ変更して行った。実験結果を図 5.12 に示す。大径気孔パッドを用いた時は、研磨能率が Preston の式に則り、一次関数的に向上していった。一方で、小径気孔パッドを用いた時は、90rpm の時点で研磨能率が伸び悩んだ。そのため、90rpm までは小径気孔パッドを用いた時に研磨能率が高くなるが、120rpm では大径気孔パッドに追い抜かれる結果となっている。これは高速度域で小径気孔パッドの保持性能が低下する現象が起きていることを示唆している。

研磨圧力と研磨能率の関係を評価した。実験は定盤・工作物回転数を 60rpm, 砥粒濃度を 0.75wt% で固定し、研磨圧力を 10kPa, 20kPa, 30kPa と条件を変更して行った。図 5.13 に実験結果を示す。傾きは異なるが、両方のパッドで Preston の式に則った一次関数的な変化を行った。

最後に、砥粒濃度依存性の評価を行った。定盤・工作物回転数を 60rpm, 研磨圧力を 20kPa に設定し、砥粒濃度を 0.5wt% から 3wt% まで 0.5wt% 刻みで変更を行った。その結果を図 5.14 に示す。こちらも研磨圧力依存の実験と同様で、全域で小径気孔パッドの方が大径気孔パッドよりも高い研磨能率を發揮した。両方のパッドで 1.5wt% から 2wt% 付近で研磨能率が飽和する結果となった。

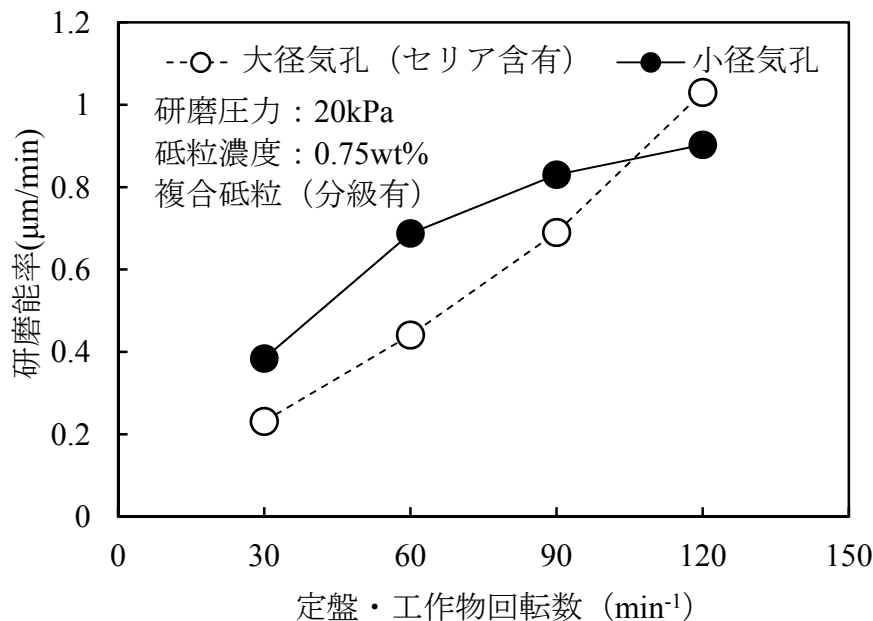


図 5.12 研磨能率の定盤・工作物回転数依存性

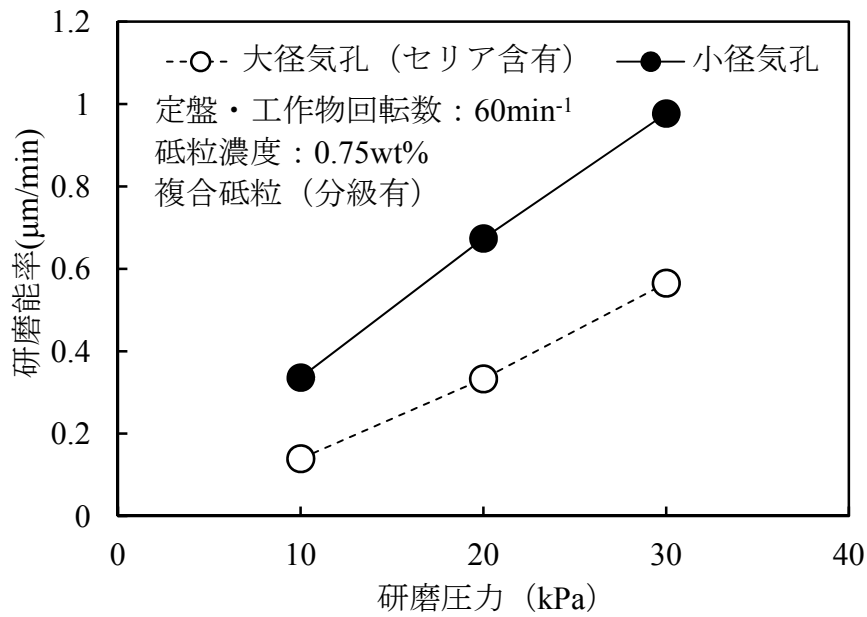


図 5.13 研磨能率の研磨圧力依存性

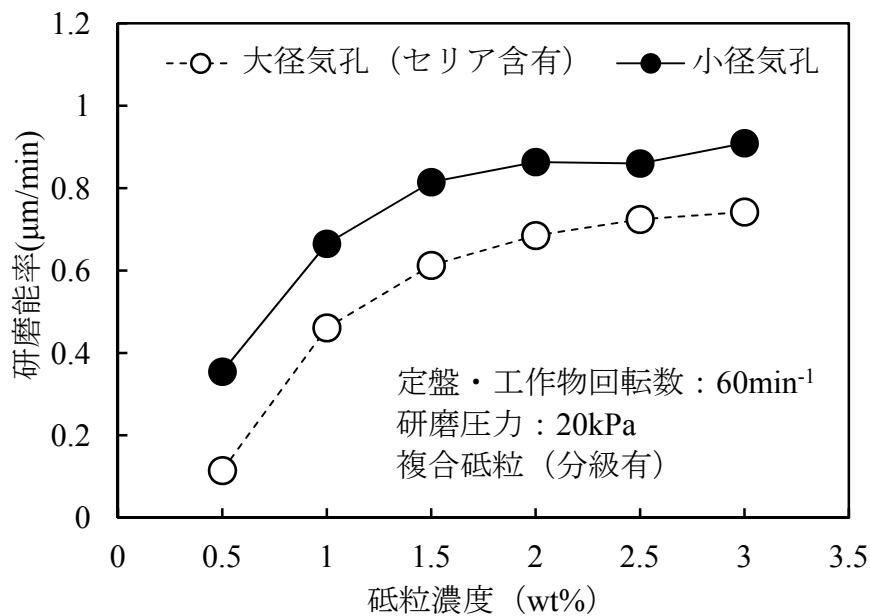


図 5.14 研磨能率の砥粒濃度依存性

5.5 スエード研磨パッドと複合砥粒の関係

5.5.1 開孔径の異なるスエードタイプ研磨パッドの準備

前節までで、複合砥粒を研磨パッドの表面構造で保持する事を考え、発泡タイプの小径気孔パッドの適用を試みた。その結果、ほぼ全ての研磨条件で大き

い気孔の研磨パッドと比較して高い研磨能率を実現しており、最大で2倍以上の研磨能率を発揮している。

本節では、これまで実験を行ってきた発泡タイプの研磨パッドと同様にスエードタイプの研磨パッドでも開孔径を変更し、複合砥粒に及ぼす影響について検証した。研磨実験を行うにあたり、NP225, NP178, NP515（いずれも株式会社FILWEL製、以下パッドS、パッドM、パッドL）の3種類の研磨パッドを用意した。それぞれの研磨パッドの仕様とSEM写真を表5.5と図5.15に示す。開孔径が異なっており、パッドSが最も小さく、次いでパッドM、最も大きいものがパッドLとなっている。また、図5.15に示す断面のSEM写真からも分かるように、ポアは涙滴状であり、そのため開孔径に幅がある表記となっている。

表 5.5 使用したスエードタイプ研磨パッドの詳細

名称	品名	厚み (mm)	NAP層厚み (μm)	開孔径 (μm)	密度 (g/cm ³)	硬度 (JIS-A)	滑落角 (°)
パッドS	NP225	0.80	580	5-75	0.54	76	37
パッドM	NP178	0.72	480	20-60	0.61	82	49
パッドL	NP515	0.68	460	30-100	0.60	81	32

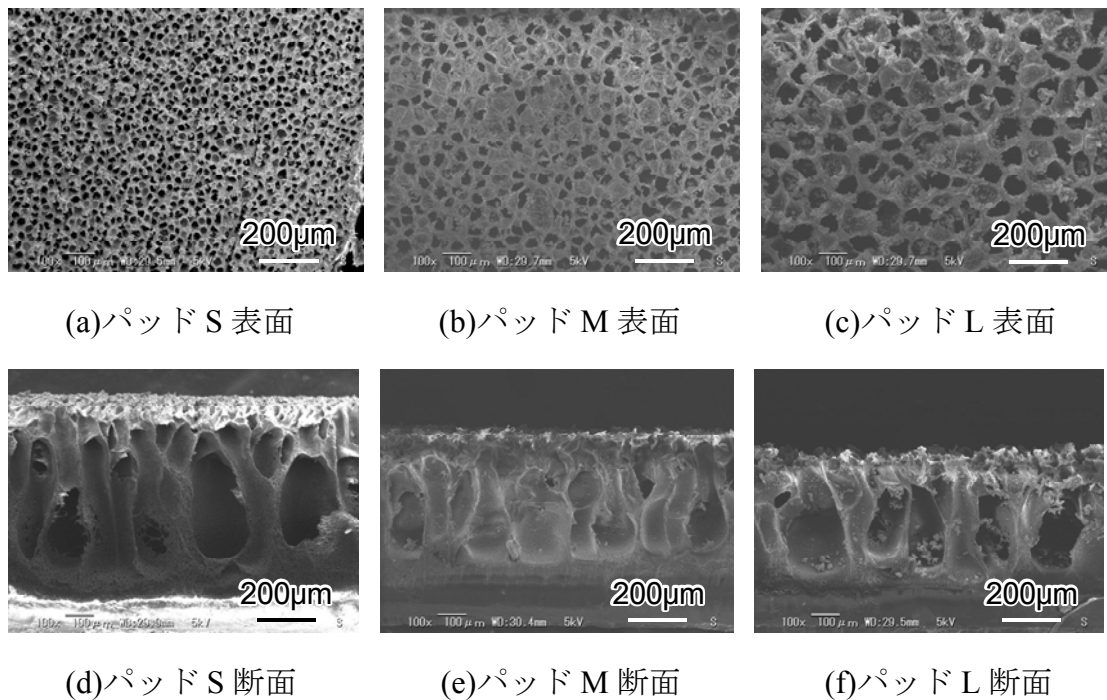


図 5.15 使用したスエードタイプ研磨パッドの表面および断面 SEM 写真

5.5.2 スエードタイプ研磨パッドの開孔径が研磨特性に及ぼす影響

研磨実験は表 5.2 に示す研磨条件で行った。スラリーは分級した複合砥粒（母粒子は FF-621T）が 0.75wt%と 3wt%，酸化セリウム砥粒 3wt%分散したものを用意した。

まず，分級した複合砥粒を 0.75wt%分散させたスラリーを使用した時の実験結果を図 5.16 に示す。先ほどまでの発泡タイプの研磨パッドに比べて研磨能率が非常に低い結果となった。開孔径と研磨能率の関係は，開孔径が大きいほど研磨能率が高くなる傾向にあった。また，パッド S では特に研磨能率が低すぎたため，30 分間の研磨時間では最終到達粗さに達することができず，鏡面にならなかった。

次に複合砥粒と通常研磨をそれぞれ 3wt%分散させたスラリーの実験結果を図 5.17 に示す。複合砥粒の濃度を 3wt%に増やしたことによって研磨能率の著しい向上が見られた。また，濃度が薄いと時の開孔径と研磨能率の関係から変わり，20-60 μm の開孔径を持つパッド M を用いた時に研磨能率が最大となった。通常研磨と比較しても全体的に分級した複合砥粒を用いた時の方が高い研磨能率となった。

各研磨パッドでの複合砥粒の滞留性を確認するため，滑落角の測定を行った。測定には分級した複合砥粒 3wt%のスラリーを使用した。その結果を表 5.5 に示す。表に示す通り，最も研磨能率が高かったパッド M の滑落角が実験に使用し

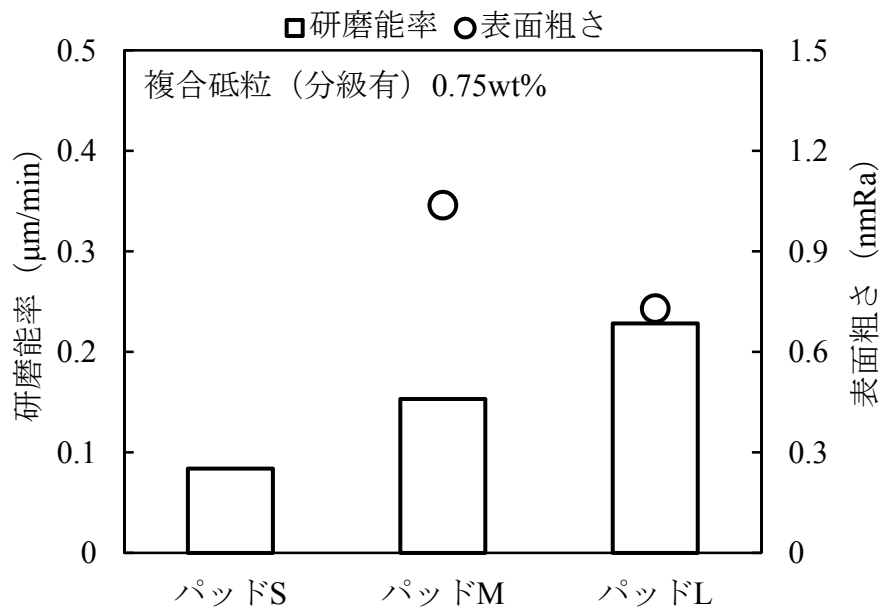


図 5.16 スエードパッドの開孔径と複合砥粒の研磨特性の関係

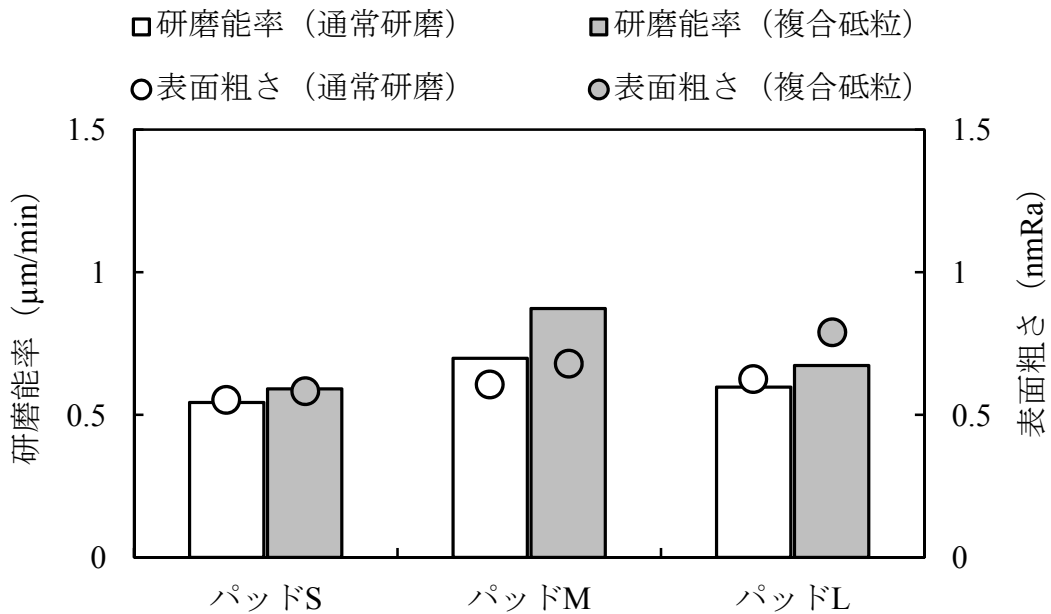


図 5.17 スエードパッドの開孔径とそれぞれの研磨特性の関係

た 3 種類のスエードパッドの中で最大の値となった。このことから複合砥粒を保持するのに最も適した開孔径が 20-60 μm 前後であることが分かった。

5.6 エポキシ樹脂研磨パッドと複合砥粒の関係

発泡タイプ、スエードタイプ共に研磨パッドの気孔径や開孔径が複合砥粒の滞留性、研磨特性に影響を与えていることが分かった。特に 60 μm 前後の平均気孔径が複合砥粒の研磨に適していることが結果から判明している。

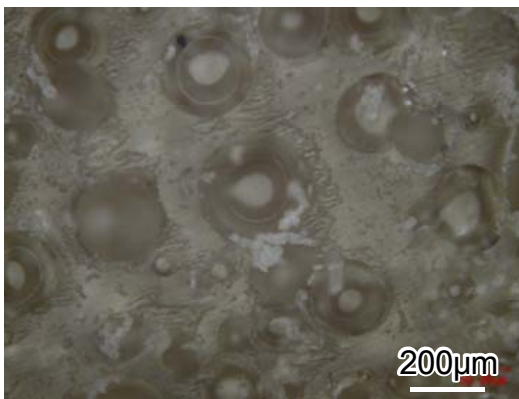
更なる複合砥粒の滞留性向上を目的とし、発泡タイプの研磨パッドの材質を変更した。用いた研磨パッドはエポキシ樹脂を用いたものである。エポキシ樹脂研磨パッドは酸化セリウムの使用量削減を目的に製作され、従来のウレタンパッドと比較して、2 倍以上の研磨能率を発揮している³⁾。酸化ジルコニウム砥粒を使用したときでも高研磨能率が期待でき、研磨パッド自体の砥粒保持性が非常に優れていることがこれまでの研究で判明している。

今回の実験では、表 5.6 に示す 2 種類のエポキシパッドを用いた。それぞれ、気孔径が異なっており、数百 μm の気孔を持つ E-30 と 60 μm 前後の小径気孔を持つ E-208 を準備した。パッドの表面写真を図 5.18 に示す。エポキシパッドは使用する前に前述の発泡ウレタンパッドと同様、研磨装置上にて刃先曲率半径が 1mm のバイトを使用して、切込み量 150 μm 、バイト送り速度 5mm/min、パッ

ド回転速度 200rpm の条件でフェイスングを行った後, #100 のダイヤモンド電着ドレッサを用いてドレッサおよびパッド回転速度 60rpm の条件でドレッシング

表 5.6 使用したエポキシ樹脂研磨パッドの詳細

名称	品名	硬度 (JIS-A)	平均発泡径 (μm)	密度 (g/cm ³)	滑落角 (°)
大径気孔エポキシ	E-30	72	150	0.62	43
小径気孔エポキシ	E-208	85	60	0.59	42



(a)大径気孔エポキシパッド



(b)小径気孔エポキシパッド

図 5.18 用いたエポキシ樹脂研磨パッドの表面顕微鏡写真

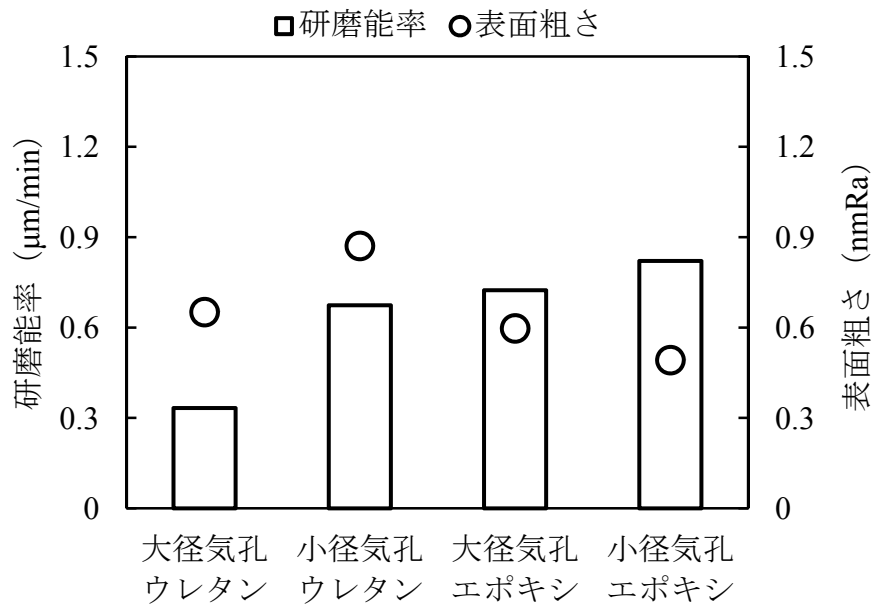


図 5.19 エポキシ樹脂研磨パッドと複合砥粒の研磨特性

を10分間行った。また、研磨条件および研磨結果の測定は前節と同じ条件である。スラリーは分級した複合砥粒を0.75wt%添加したものをを用いた。実験結果を図5.19に示す。エポキシ樹脂パッドの適用によって、通常気孔でも小径気孔でも研磨能率が向上した。特に小径気孔を有するエポキシパッドで、表面粗さが0.5nmRaと今回の実験に使用したいずれのパッドよりも良い結果となった。さらに、小径気孔エポキシパッドは研磨能率も最も高かった。洗浄性も維持されており、複合砥粒にとって最適な研磨パッドであることが判明した。

5.7 結論

本章では、複合砥粒の新たな滞留性改善方法として、研磨パッドによる保持を試みた。様々な表面構造の研磨パッドの適用、コンディショニング条件の変更、発泡タイプの気孔径やスエードタイプの開孔径の調整、エポキシ樹脂の採用などを行った。これらの試みが複合砥粒の滞留性および研磨特性に与える影響を検証した結果、以下のような結論を得た。

- (1) 複合砥粒と滞留性改善粒子をスエードタイプ研磨パッドや不織布タイプ研磨パッドと組み合わせて使用した。また、発泡タイプ研磨パッドについてもドレス番手を変更して実験を行った。その結果、研磨パッドの表面構造によって複合砥粒と滞留性改善粒子の効果が変わることが分かった。
- (2) 発泡タイプの研磨パッドについて、小径気孔を用いて複合砥粒を保持する表面構造を適用したところ、滑落角が大きくなり、分級した複合砥粒の研磨能率が約2倍向上した。
- (3) 小径気孔パッドと複合砥粒の組み合わせについて、加工条件依存性を評価した。砥粒濃度、研磨圧力では準備した条件下では小径気孔パッドの方が高能率な研磨を行っていた。一方、定盤・工作物回転数に関しては、90rpmを超えてから小径気孔パッドを使用した時に研磨能率が低くなる傾向にあった。
- (4) スエードタイプ研磨パッドにおいても開孔径を変更し、複合砥粒の保持性能および研磨特性への影響を検証したところ、60 μ m程度の開孔径を持つスエードタイプ研磨パッドで最も大きい滑落角と優れた研磨特性を発揮した。
- (5) 更なる滞留性向上のため、砥粒保持性に優れるエポキシ樹脂研磨パッドを適用した。小径気孔エポキシ樹脂研磨パッドを用いた時に最も高い研磨能率と優れた仕上げ面粗さが得られた。

参考文献

- 1) 磯部晶：平面精密研磨に用いられる研磨パッドの技術動向，精密工学会誌，Vol.78，No.11(2012)，pp.937-940
- 2) 砥粒加工学会 編：切削・研削・研磨用語辞典，工業調査会，1995，322
- 3) 村田順二，谷 泰弘，広川良一，野村信幸，張 宇，宇野純基：ガラス研磨用エポキシ樹脂研磨パッドの開発，日本機械学会論文集 C 編，Vol.77，No.777(2011)，pp.2153-2161

第6章

総括

本研究はガラスの鏡面を創出する遊離砥粒研磨法において一般的に用いられている酸化セリウム砥粒の分散性・洗浄性改善に端を発して、高効率な研磨を行うことを目的に「複合砥粒」の開発を行った。特に酸化セリウム砥粒を用いたガラス研磨は、砥粒の供給問題など社会的な背景も相まって、高効率化は重要な事案となり、滞留性改善粒子や研磨パッドなどの砥粒以外の要因も含めて開発を行った。

以下、本論文で述べたことがらについて総括を行う。

第1章では、本研究の背景および機械加工における研磨加工の位置づけ、目的、本論文の構成について述べた。

第2章では、遊離砥粒研磨法の加工原理について述べた。また、そこでは作用砥粒数の重要性や、近年の研磨に関する研究、本研究の先行研究である「複合粒子研磨法」について記述している。

第3章「洗浄性を考慮した複合砥粒の製作と分級」では、酸化セリウム砥粒の加工後の洗浄時間短縮、スラリー中での安定分散、研磨特性の向上を目的にポリマ微粒子に砥粒を付着した複合砥粒の開発を行った。以下、第3章で得られた結果、知見について記述する。

- (1) 酸化セリウムの比重（約 6.9g/cm^3 ）を小さくすることに着目し、比重が小さいポリマ微粒子（約 1.2g/cm^3 ）を用いた。約 $10\mu\text{m}$ のポリマ微粒子表面に約 $1\mu\text{m}$ の砥粒を2軸の回転機構を持つハイブリッドミキサで90秒間混合し、複合化に成功した。ポリマと砥粒から構成される複合砥粒の比重は 2.2g/cm^3 であった。
- (2) ポリマ微粒子と砥粒の最適な配合比を調べるため、ポリスチレンを母粒子にした複合砥粒でガラスの片面研磨実験を行い検証した。その結果、重量比でポリマ：砥粒が1：12のときに研磨能率が最も高くなった。

- (3) 複合砥粒の分散性について、光透過率の時間推移で評価を行ったところ、沈殿時間に 10 秒以上の差が発生し、砥粒単体に比べて分散性が改善されていることが分かった。
- (4) 複合砥粒の洗浄性を改善するため、付着しなかった余分な酸化セリウム砥粒を除去した。分級には複合砥粒の沈降速度が遅いことを利用し、沈降分級を採用した。その結果、複合砥粒の分級によって加工後の洗浄時間の半減が可能となった。
- (5) 分級した複合砥粒の研磨特性をガラス片面研磨実験にて評価を行った。その結果、表面粗さが分級前の 4nmPa から 2nmPa に改善できた。特に、低周波数領域の粗さについて顕著な改善が見られていた。
- (6) 複合砥粒の母粒子の材質について検討を行った。その結果、ポリマ微粒子の 10%圧縮強度に関して研磨能率と関係を持っており、極大値を有することが分かった。
- (7) 極大値付近の 10%圧縮強度を持つポリウレタン粒子を母粒子に用いたとき、研磨能率が 0.6 $\mu\text{m}/\text{min}$ を超える結果が得られた。表面粗さも 3nmPa 程度と他と比較して優れた結果であった。
- (8) 各ポリマを用いた複合砥粒で研磨した後の工作物の縁ダレについて評価を行った。その結果、通常研磨と比較して PS と PE 粒子を用いたときは縁の曲率半径が小さくなっていた。
- (9) 分級を行ったウレタン粒子の複合砥粒を研磨に用いたところ、研磨能率が未分級の時と比較して約 1.5 $\mu\text{m}/\text{min}$ 低下した。砥粒濃度を上げることで研磨能率が回復したことから、加工域での滞留性が不足していることが示唆された。

第 4 章「滞留性を考慮した複合砥粒の開発」については、複合砥粒の研磨パッド上における滞留性が研磨特性向上のための一つの要因になると考え、より高性能な複合砥粒の開発を行った。また、研磨条件による影響について検証を行った。さらに、複合砥粒の動きを抑制する滞留性改善粒子を考案し、実験を行った。以下に第 4 章で得られた知見、結果をまとめる。

- (1) 複合砥粒の比重を調整するため、シリカとポリウレタンのコアシェル粒子を用いた。シリカの含有量によって比重が異なる 3 種類の粒子と酸化セリウムを新規に導入したラボニーダーミルで複合化を行った。ラボニーダーミルはハイブリッドミキサに比べ砥粒の付着度合いの管理が容易で、さらに母粒子表面への砥粒の付着量を増やすことができた。

- (2) 比重を調整した複合砥粒を用いて研磨実験を行った。シリカが 30vol%、60vol%含有したものを使用した時に研磨能率が従来研磨よりも約 30%向上することが分かった。
- (3) 複合砥粒の形状を変更するため、3種類のポリウレタンと架橋ポリメタクリル酸メチルの共重合体粒子である異形粒子を用いて複合砥粒の製作を行った。ラボニーダーミルによって母粒子表面に満遍なく砥粒を付着できた。
- (4) 異形粒子の複合砥粒を用いて研磨実験を行った結果、研磨能率が従来研磨と比較して最大で約 50%向上した。さらに、滞留性を評価する滑落角の測定において、研磨能率と滑落角の間に正の相関関係があることが分かった。
- (5) 研磨条件を変更した実験の結果、圧力と回転数に関しては比例関係があったが、砥粒濃度に関して複合砥粒は濃くしても研磨能率は向上しない傾向にあった。一方で、スラリー濃度が薄い、スラリー流量が少ない条件下でも従来研磨よりも高い研磨能率を發揮できた。
- (6) 分級した複合砥粒を用いてガラスの両面研磨を行った結果、両面で研磨能率の向上が見られ、特に上定盤側の研磨能率が約 60%向上した。
- (7) 滞留性改善粒子によって分級した複合砥粒の動きを抑制することを試みた。酸化タングステン粒子を用いた時に研磨能率が上昇し、従来研磨と同等の研磨能率になった。その結果、酸化セリウムの使用量は約 80%削減できることが分かった。
- (8) 複合化した滞留性改善粒子を適用した結果、いずれの粒子でも効果が表れ、中でも比重が 4 の複合滞留性改善粒子を用いた時に研磨能率が若干高かった。また、研磨能率と複合滞留性改善粒子の粒子数が密接に関係していることが分かり、粒子数を適正な値で使うことが研磨能率向上に繋がるということが分かった。

第5章「複合砥粒と研磨パッドの関係」において、複合砥粒と滞留性改善粒子の作用と研磨パッド表面の関係性、発泡ウレタン樹脂研磨パッドの気孔径の調整による複合砥粒の滞留性改善および研磨特性の研磨条件依存性、スエードタイプ研磨パッドの開孔径が複合砥粒の研磨特性に及ぼす影響、エポキシ樹脂研磨パッドにおける気孔径の調整について検証を行った。以下に第5章で得られた知見と結果をまとめる。

- (1) スエードタイプ研磨パッドを用いた研磨に複合砥粒を使用したとき、未分級の複合砥粒は研磨能率が従来研磨と比較して 20%程向上し、仕上げ面粗

さも若干の改善が見られた。一方で、分級した複合砥粒は研磨能率が著しく低下し、滞留性改善粒子もほぼ効果が無かった。

- (2) 不織布タイプ研磨パッドを用いた実験では、通常研磨と未分級複合砥粒の研磨能率の差がほぼ無かった。また、滞留性改善粒子の効果はスエードタイプのときと比較して、顕著に表れた。
- (3) 発泡タイプ研磨パッドのドレス条件を変更した実験を行った。その結果、番手が上がり研磨パッド表面の凹凸が小さくなるほど、複合砥粒の滞留性が低下し、滞留性改善粒子の効果が大きくなることが判明した。
- (4) 研磨パッド表面の凹凸と複合砥粒の滞留性に関係があることが判明した。そこで、発泡タイプの研磨パッドにおいて、小径気孔を適用し複合砥粒の保持を試みた。その結果、滑落角が 10° 大きくなり、分級した複合砥粒の研磨能率が約2倍向上した。
- (5) 小径気孔パッドと複合砥粒の組み合わせについて、加工条件依存性を評価した。砥粒濃度、研磨圧力では準備した条件下では小径気孔パッドの方が高能率な研磨を行っていた。一方、定盤・工作物回転数に関しては、90rpmを超えてから小径気孔パッドを使用した時に研磨能率が低くなる傾向にあった。
- (6) スエードパッドにおいても開孔径を変更し、複合砥粒の保持性能および研磨特性への影響を検証したところ、 $60\mu\text{m}$ 程度の開孔径を持つスエードパッドで最も大きい滑落角と優れた研磨特性を発揮した。
- (7) 更なる滞留性向上のため、砥粒保持性に優れるエポキシ樹脂研磨パッドを適用した。小径気孔エポキシ樹脂研磨パッドを用いた時に最も高い研磨能率と優れた表面粗さが得られた。

本研究は、ガラス研磨に用いられる酸化セリウム砥粒のスラリー中での分散性、加工後の洗浄性、研磨特性の三つの点を改善するため複合砥粒の開発を行った。分散性を改善するため軽量のポリマ微粒子と複合化を行い、洗浄性を改善するために分級を行った。また、研磨特性を向上するために母粒子の最適化や、研磨パッド上での滞留性を向上するために粒子の添加や研磨パッドの調整を行った。最終的に、分散性や洗浄性を改善しつつ、従来の酸化セリウム砥粒を上回る $0.8\mu\text{m}/\text{min}$ を超える研磨能率と 0.5nmRa 程度の良好な表面粗さを実現可能な加工方法を見出した。

現在、需要が増え続けるガラス製品における生産効率の向上や、酸化セリウムなど研磨材の使用量低減に本研究で培った技術が貢献できると期待される。

謝辞

本研究の遂行にあたり、終始御指導並びに御鞭撻を賜りました立命館大学大学院理工学研究科 谷泰弘教授に深甚なる感謝の意を表します。また、日頃のご指導並びに有益な御教示、御討論を頂きました立命館大学大学院理工学研究科 村田順二助教、立命館大学理工学部機械工学科 張宇特任助教のお二人に深く感謝いたします。

審査過程において、本論文を御精読いただき、御助言、御指導を賜りました立命館大学大学院理工学研究科 飴山恵教授、鳥山寿之教授、立命館大学総合科学技術研究機構/先端材料技術研究センター 田中武司上席研究員に心より感謝いたします。また、有益な御教示を賜りました立命館大学大学院理工学研究科ならびに立命館大学理工学部機械工学科の諸先生方に深く感謝いたします。

日頃の研究活動において、有益な御助言を賜りました元谷研究室 PD（現日産自動車株式会社）金泰元博士に深く感謝いたします。

複合砥粒の開発に関して、数々の御助言や御討論、試料提供を頂きました NEDO 希少金属代替材料開発プロジェクトで同じグループでした株式会社クリスタル光学、株式会社アドマテックス、九重電気株式会社の諸氏に深く感謝いたします。

日頃の研究活動の遂行にあたり、労を厭わず御協力頂きました山口雄也氏、櫻井健行氏をはじめとする谷研究室の卒業生および在学中の諸氏に心より感謝いたします。また、日頃の事務的な御支援を頂きました谷研究室 大西秀子秘書、上田美津子秘書のお二人に深く感謝いたします。

また実験の遂行にあたり、試料提供、技術指導や資材調達をいただきました根上工業株式会社、積水化成品工業株式会社、ニッタ・ハース株式会社、日化精工株式会社、株式会社キーエンス、株式会社キャノンマーケティング、株式会社島津製作所、協和界面科学株式会社、アメテック株式会社、株式会社トーション、株式会社岡本工作機械製作所、株式会社奈良機械製作所、株式会社京都タカオシン、和研薬株式会社に深く感謝いたします。

本研究の一部は、新エネルギー・産業技術総合開発機構（NEDO）希少金属代替プロジェクト「精密研磨向けセリウム使用量低減技術開発および代替材料開発」の援助を受けて行われました。ここに深く感謝いたします。

最後に、本研究の遂行にあたりこれまで暖かく応援してくれた家族や友人に感謝いたします。

付録

他材料の研磨に適応した複合砥粒の開発

付.1 緒言

遊離砥粒研磨法における工作物は、ガラス以外にも金属や半導体、セラミックスなど多岐にわたる。それぞれの工作物の研磨にはガラス研磨と異なった特徴が存在する。例えば、ステンレスや鋳鉄などの金属研磨ではガラス研磨では考慮していなかった研磨後の錆についての問題がある。そのため、油系分散媒が用いられることがある。また、水系分散媒においても防錆剤などのガラス研磨のスラリーとは違う添加剤が用いられる。これらのことから、ガラス研磨で使ったスラリーよりも多くの因子がスラリー中に存在していることが分かる。

また、工作物自体もガラスとは異なる点が多く、金属の一種であるステンレスでは加工硬化や不動態皮膜の形成などが挙げられる。また、サファイアやSiCなどはガラスと比較して非常に硬度が高く、研磨の進展が遅い。これらの材料は研磨が難しい材料と言える。

本研究は、ガラス研磨における酸化セリウムのパフォーマンス向上を目的として、複合砥粒の開発を行ってきた。複合砥粒は、ポリマ微粒子表面に砥粒を付着させることで製作する。この複合砥粒を用いた時に研磨能率が向上する理由の一つとして、単位砥粒あたりの切込量の変化が挙げられる。粒径が砥粒と比較して大きいポリマ微粒子と複合化するため、従来の研磨法に比べて研磨圧力の研磨パ

表付.1 研磨用砥粒と対応する工作物

砥粒	工作物	主な加工要素	スラリーpH	ゼータ電位
CeO ₂	ガラス, 水晶	機械的作用, 化学的作用	アルカリ性, 中性	マイナス
SiO ₂	シリコン, サファイア	機械的作用, 化学的作用	アルカリ性	マイナス
Al ₂ O ₃	金属	機械的作用	酸性	プラス

ッドへの損失を防ぐ効果がある。この効果はガラス以外の材料を研磨するときにも発揮できると考えた。そこで、ガラス以外の材料であるステンレス、鋳鉄、サファイア基板について、複合砥粒を適用することを試みた。

複合砥粒の適用にあたり、表付.1 に示す工作物と対応した砥粒の使用を試みた。ステンレスでは機械的作用の強いアルミナ砥粒、鋳鉄の研磨では酸化セリウム砥粒、サファイアではシリカ砥粒を使用し、複合砥粒の子粒子に採用した。また、表には記載していないが、その高い酸化作用に注目して酸化マンガンをも金属研磨において使用した。これらの研究結果について、その詳細を次節から記載する。

付.2 ステンレス研磨用複合砥粒の開発

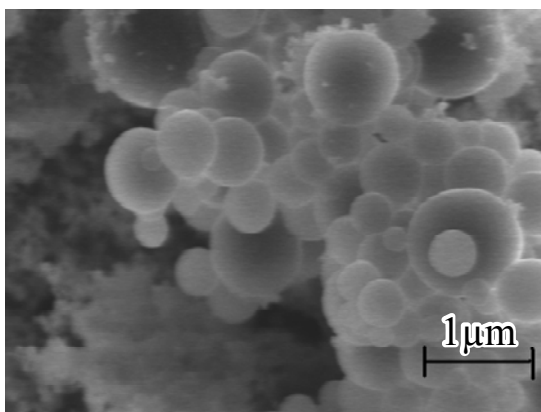
付.2.1 ステンレス研磨用複合砥粒の製作

ステンレス鋼の鏡面研磨への複合砥粒の適用を行った。

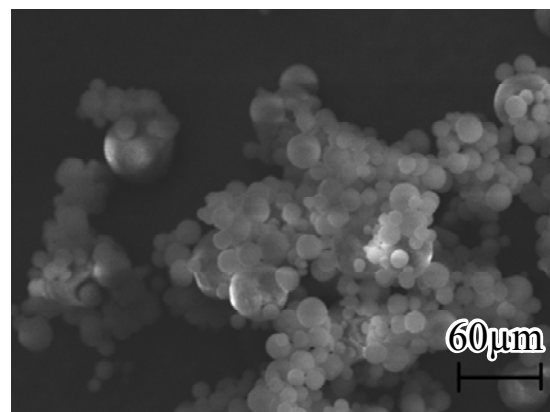
まず、複合砥粒の製作について、表付.2 に示す子粒子と母粒子を用意した。子粒子である砥粒には、図付.1 に示す株式会社アドマテックス製の酸化アルミニウム AO-502 を用意した。母粒子には、図付.2 に示す根上工業株式会社製のポリウレタン粒子である U-600T（以下 UH 粒子）と C-600 透明（以下 US 粒子）

表付.2 複合砥粒に用いたポリマ微粒子

材質	略称	製品名	平均粒径 (μm)	10% 圧縮強度 (MPa)
酸化アルミニウム	Al_2O_3	AO-502	0.7	
ポリウレタン	UH	U-600	10.3	13.6
	US	C-600 透明	10.2	0.42



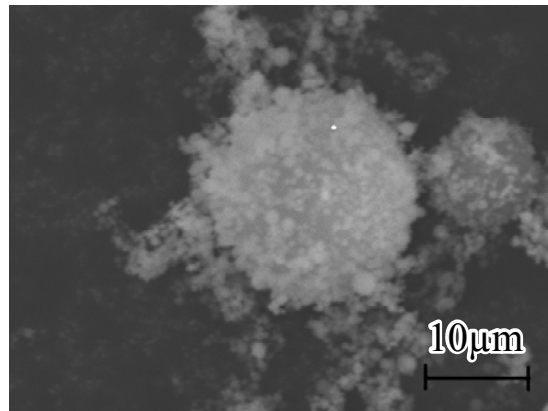
図付.1 アルミナ砥粒の SEM 写真



図付.2 母粒子の SEM 写真



図付.3 ハイブリッドミキサ外観写真



図付.4 複合砥粒の SEM 写真

を使用した。ポリウレタン粒子の 2 種類はそれぞれ 10% 圧縮強度が異なっており、UH 粒子の方が US 粒子よりも硬い粒子である。複合砥粒の製作には、第 3 章でも紹介した図付.3 に示すハイブリッドミキサを使用した。今回の実験では、酸化アルミニウム砥粒とポリマ微粒子の配合を重量比で 10 : 1 とした。ハイブリッドミキサの攪拌時間は 1 分間に設定し、上記の粒子の複合化を行った。その結果を図付.4 に示す。母粒子表面に砥粒が付着し、複合砥粒が形成されていることが分かる。こうして製作した複合砥粒を実験に使用した。

付.2.2 ステンレス研磨実験条件

前項で製作した複合砥粒の研磨特性を評価するため、表付.3 の条件でステンレス SUS304 の研磨実験を行った。工作物は、ラッピングにて前加工面を $0.4\mu\text{mRa}$ に統一した $\phi 20 \times 10\text{mm}$ のステンレス鋼 SUS304 を用意した。研磨パッドには、不織布タイプのウレタン研磨パッドであるニッタハース株式会社製 SUBA800 を選択した。スラリーは純水に塩酸や水酸化カリウムを添加して pH を調整したものをを用いた。スラリーの pH は今回の実験では 4, 7, 10 に設定した。pH 調整を行った分散媒に、前項で製作した複合砥粒および比較対象である酸化アルミニウム砥粒のみをそれぞれ 20wt% で分散させた。

研磨実験には $\phi 90\text{mm}$ の治具に工作物 3 個を研磨用ワックス（株式会社日化精工製）で張り付け、研磨機には図付.5 に示す片面研磨盤（SPL-15T, 株式会社岡本工作機械製作所製）を用いて研磨実験を行った。研磨能率の評価は研磨前後で工作物の重量を電子天秤にて測定し、その差を使い平均的な除去速度を算出した。加工面品質の評価では、白色光干渉式非接触 3 次元表面形状・粗さ測定

機（Zygo New View5032, Zygo Corporation）でうねり Wa（算術平均うねり）を測定した。

付.2.3 複合砥粒を用いたステンレス研磨の実験結果

実験結果を図付.7に示す。すべてのスラリーで、SUS304の工作物表面を鏡面化することに成功した。

スラリーのpHによる影響に注目すると、通常研磨と複合砥粒研磨のどちらもpH4の時に研磨能率が最大となった。一方、pH10の条件で研磨を行った際には、通常研磨、複合砥粒研磨共に研磨能率の低下が見られた。この結果より、複合砥粒の耐薬品性について、研磨能率が向上する酸性のスラリーにおいても問題ないことが判明した。うねりに関しても、pH4のスラリーを用いた時に最も良

表付.3 研磨条件

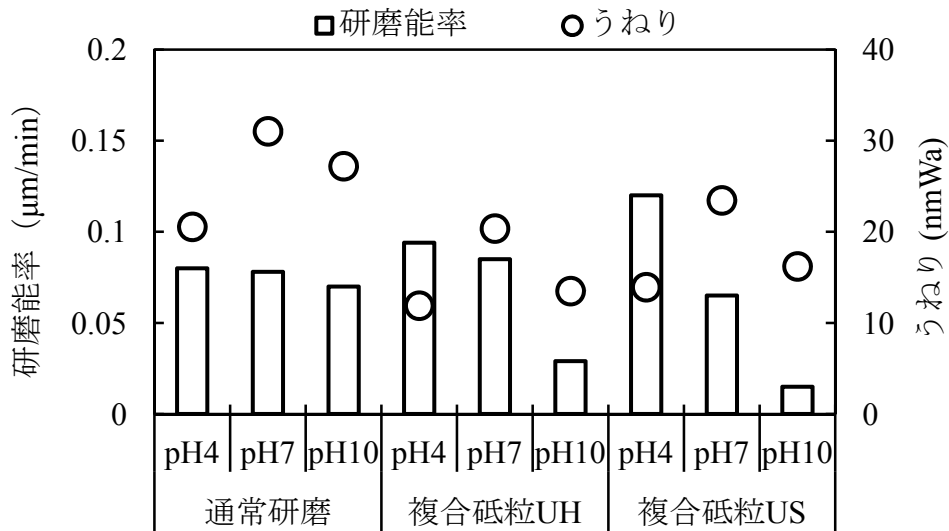
研磨機	GRIND-X SPL15T（岡本工作機械製作所製）
工作物	SUS304 φ20×t10mm 前加工面粗さ 0.3μmRa
研磨パッド	ウレタンパッド SUBA800（ニッタハース株式会社製）
研磨圧力	20kPa
工具回転速度	30rpm
加工時間	30min
スラリー供給量	4mL/min
砥粒	酸化アルミニウム（株式会社アドマテックス製）、 AO-502 平均粒径 0.6μm；添加率 20wt%



図付.5 片面ラップ盤 SPL-15T 外観

好な結果となっていた。研磨能率と異なり、うねりが最も悪い条件は pH7 のスラリーを用いた時であった。

砥粒ごとの研磨特性の比較を行うと、2種類の複合砥粒は pH4 のスラリーを用いた時に通常研磨よりも高い研磨能率と良好なうねりを示した。また、US 粒子を用いた複合砥粒に関しては、今回の実験では研磨能率が最も高く、通常研磨よりも約 50%研磨能率が向上した。一方で、中性やアルカリ性のスラリーでは、複合砥粒を用いた研磨に関しては通常研磨に比べてうねりは改善されているが研磨能率が低下していた。特にアルカリ性のスラリーにおいては研磨能率の低下が顕著であった。



図付.7 各砥粒の研磨特性の pH 依存性

付.2.4 考察

アルカリ性スラリーで複合砥粒の研磨能率が著しく低下する原因として、酸化アルミニウムの等電点が pH10 であることが考えられる。酸化アルミニウムは pH10 では凝集を引き起こす。さらに、複合砥粒は通常の砥粒の約 10 倍程度の粒径を持っており、この状態で凝集を起こすと研磨パッドと工作物の間にある加工域に侵入できなくなる。よって、通常研磨よりも激しい研磨能率の低下は、凝集した複合砥粒が加工域に侵入できないため加工が進まないからであると考えられる。しかし、分散が安定している酸性域では逆に砥粒径が大きいことは研磨に大きく寄与されると予想される。それは砥粒である酸化アルミニウムが機械的な作用をメインに研磨を進めており、複合砥粒となることで砥粒径が増大し、工作物表面と接触する砥粒の数が減り、単位砥粒当たりの圧力が向上

し、切れ込みが深くなる。そのことが研磨能率を高める原因となる。また、酸性域ではステンレス自体の腐食も進んでいるので、一層その効果は激しくなる。変形の度合いによって研磨能率は変化することが考えられ、母粒子材質の圧縮強度に依存するものと考えられる。うねりが改善された理由としてはポリマ微粒子が加工域でクッションやスペーサーのような役割を果たし、加工面の形状精度を整えてくれていることが考えられる。

今回の実験で、複合砥粒の金属研磨における有用性が実証された。

付.3 鋳鉄材料の鏡面研磨への適用

付.3.1 砥粒の選択

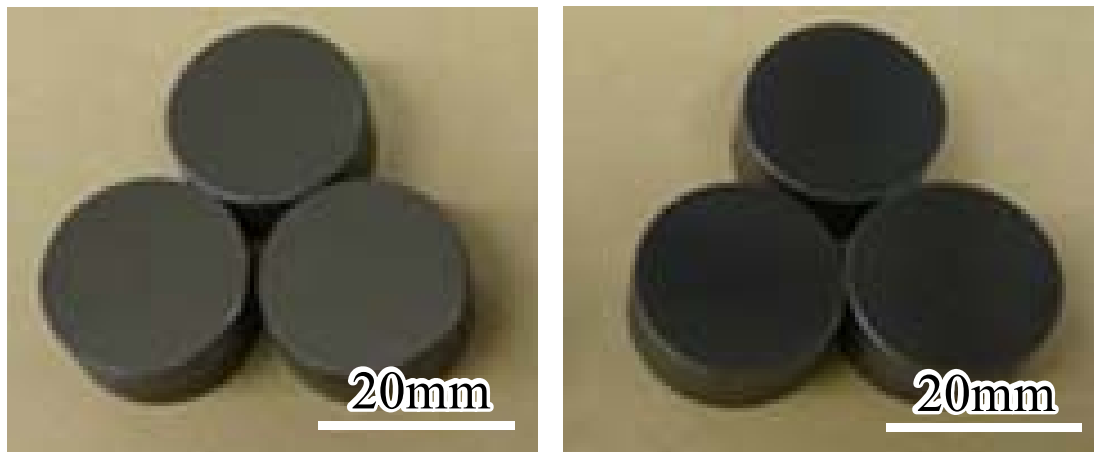
ステンレス研磨に用いる複合砥粒の開発は酸化アルミニウムを砥粒として使用したときに研磨特性の向上を果たして一定の成果を得た。そこで、ステンレス以外の金属材料の鏡面研磨にも複合砥粒を適用するべく、鋳鉄の研磨用途に適応した複合砥粒の開発を行った。

まずは、鋳鉄を磨くための砥粒を選択するところから始める。鋳鉄はステンレスなどと比べて酸化しやすい性質や機械的性質で異なる点が存在する。そこで、酸化アルミニウムと酸化セリウムの種類の砥粒を用いて、研磨実験を試みた。工作物としては前加工面を $0.2\mu\text{mRa}$ にそろえた $\phi 20 \times 10\text{mm}$ の FC25 を用いた。研磨パッドは発泡ポリウレタン樹脂パッドの KSP-66A（九重電気株式会社製）を使用し、他の研磨条件は表付.4 に示す通りである。

研磨実験を行った結果、図付.8 のように酸化セリウム砥粒で研磨したものは

表付.4 研磨条件

研磨機	GRIND-X SPL15（岡本工作機械製作所製）
工作物	FC25($\phi 20 \times t10\text{mm}$)（前加工面粗さ $0.2\mu\text{mRa}$ ）
研磨パッド	KSP-66A（九重電気株式会社製） スエードパッド A（株式会社 FILWEL 製）
研磨圧力	20kPa
工具回転速度	30rpm
加工時間	30min
スラリー供給量	25mL/min
スラリー組成	純水+砥粒（10wt%）



(a)酸化セリウムを使用

(b)酸化アルミニウムを使用

図付.8 各砥粒を使った研磨後の加工面の比較

鏡面を得ることができた。一方で、酸化アルミニウムは加工面に黒色の変色が見られた。そこで、今回の実験では酸化セリウムを砥粒として使用した。

付.3.2 防錆剤の選択

鋳鉄の研磨を行うにあたり加工後の工作物表面の状態から、使用する砥粒を酸化セリウムに決定した。次に、鋳鉄がステンレスよりも錆やすい性質を持つことから防錆剤の添加が必要であると考え、防錆剤の選択を行った。今回の実験では、2種類の防錆剤を準備した。準備した防錆剤は、株式会社理化商会製のリカノール YS5-3B と貴和化学薬品株式会社のアクロゲン No.150B である。

まず、リカノールをスラリーへ 0.1wt% 添加し研磨実験を行った。研磨実験の条件は表付.4 に示す通りで、研磨パッドは KSP-66A を用いた。実験結果を図付.9 に示す。リカノールの添加により、スラリー中の酸化セリウム砥粒に凝集が見られた。その結果、添加前と比較して研磨能率の低下を招いた。また、定盤・工作物回転数を 30rpm から 60rpm に上げて再実験を行った。しかし、研磨能率が変化することは無かった。

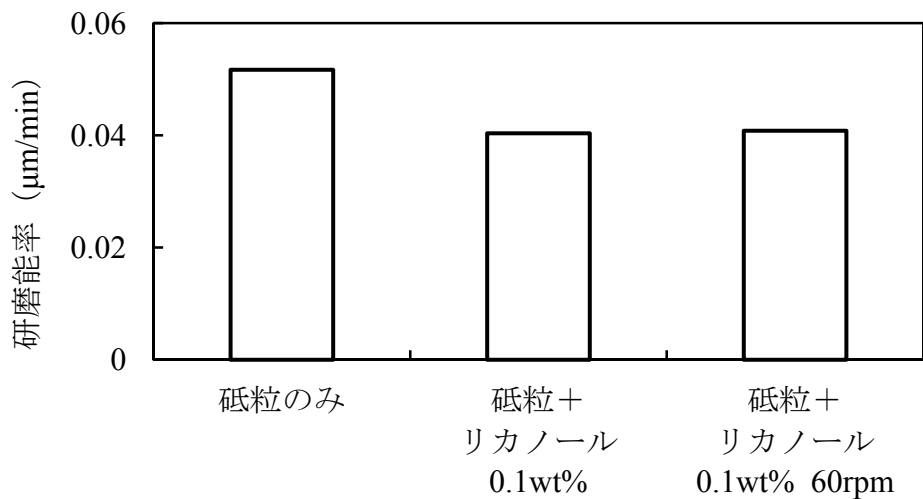
次に、アクロゲンをリカノールと同様にスラリーへ 0.1wt% 添加し、研磨能率への影響を評価した。リカノールを添加した時と違い、アクロゲンを添加しても砥粒の分散状態は良好であり、研磨能率も図付.10 に示すようにアクロゲンを添加する前よりも高い値となった。同様の条件でアクロゲンの添加量を 0.3wt% に増やして評価した結果、0.1wt% の時よりも研磨能率が低下した。

これらの結果より、スラリーへの防錆剤添加はアクロゲンを 0.1wt% の条件で行うこととした。

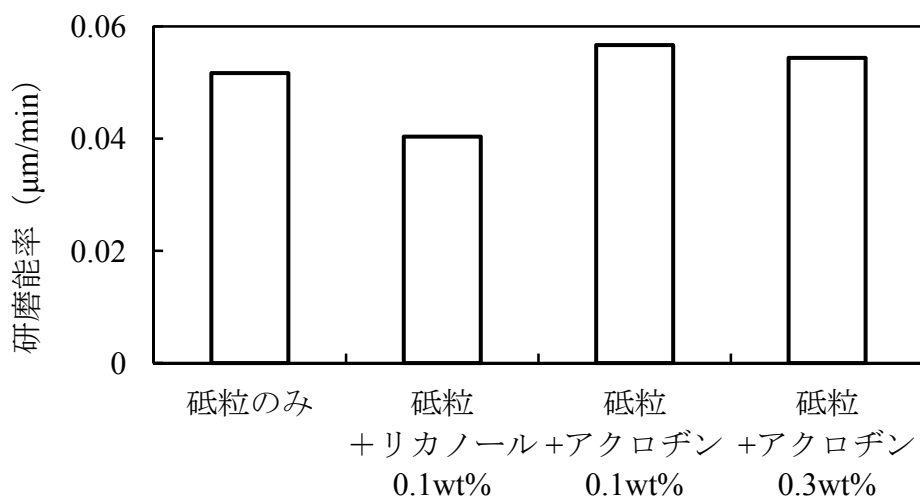
付.3.3 複合砥粒の製作

使用する砥粒と添加剤が決定し、次に複合砥粒の製作を行った。複合砥粒の製作には、第4章で紹介した株式会社トーシン製のラボニーダミル（TDR100-1型）を使用した。また、母粒子にはウレタン粒子である根上工業株式会社製U-600T（以下UH粒子）と、同じく根上工業株式会社製のポリウレタンと架橋ポリメタクリル酸メチルの共重合体粒子であるFF-621T（以下UD粒子）を使用した。どちらもガラス研磨では高い研磨能率を実現している母粒子である。

複合化の工程は、まずラボニーダミルの炉内温度を200℃まで上げてから、砥

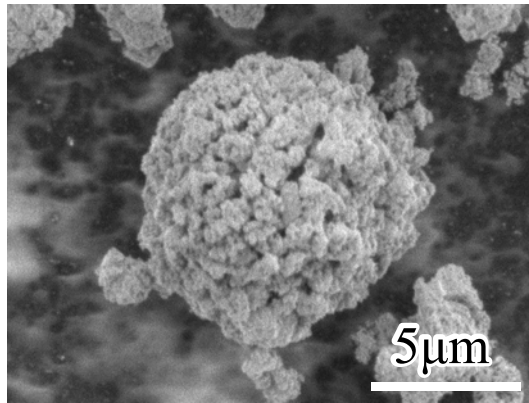


図付.9 リカノールを添加したときの研磨能率の変化



図付.10 アクロゲンを添加した場合の研磨能率の変化

粒とポリマ微粒子を重量比で 12:1 の割合で炉内に充填後、50rpm で 4 分間攪拌したのち冷却した。この条件は第 4 章で製作した複合砥粒と同じ条件である。製作した複合砥粒の SEM 写真を図付.11 に示す。表面に万遍なく砥粒が付着していることが分かる。製作した複合砥粒を用いて、研磨実験を行った。

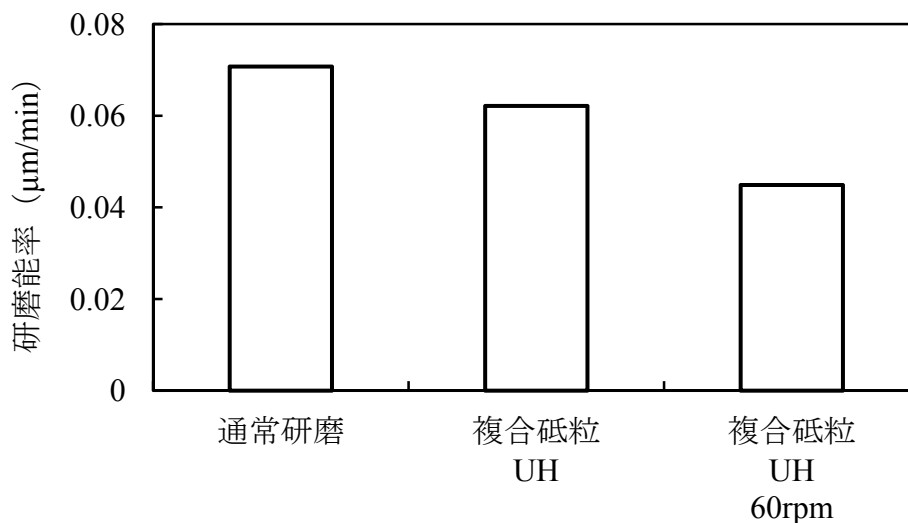


図付.11 製作した複合砥粒の SEM 図

付.3.4 複合砥粒の鑄鉄鏡面研磨性能の評価

研磨条件は基本的に表付.4 の条件で行った。スラリーは複合砥粒の濃度を 10wt% で設定し、アクロゲン を 0.1wt% 添加したものをを使用した。研磨パッドは KSP-66A を選択した。

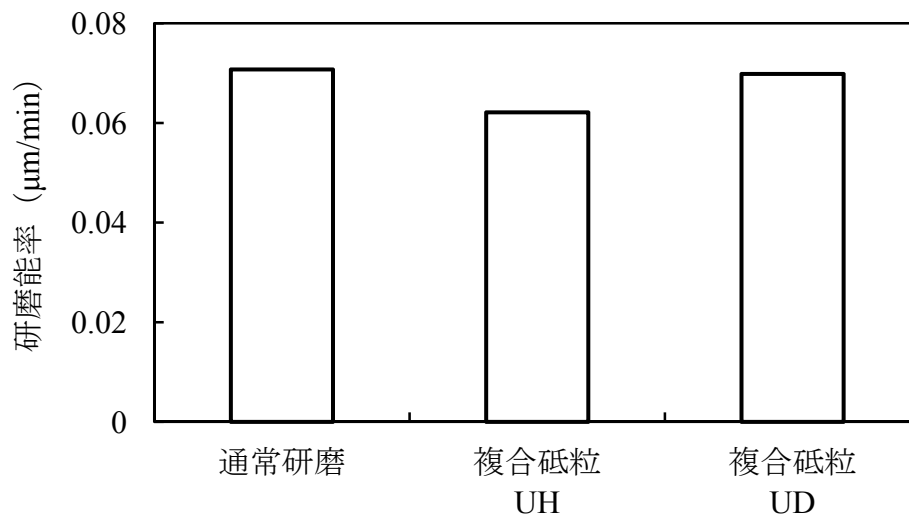
UH 粒子を母粒子に用いた複合砥粒の研磨結果を図付.12 に示す。UH 粒子を使用した複合砥粒の研磨能率は、砥粒のみで研磨した時に比べて低下する結果と



図付.12 複合砥粒を用いた鑄鉄研磨の研磨能率

なった。この原因を調査するため、定盤と工作物の回転速度を 60rpm に変更し、再度実験を行った。その結果、回転数を上げることにより研磨能率の低下が見られた。この実験結果から、複合砥粒を用いることで加工域での滞留性が低下し、研磨能率の減少を招いたと仮説を立てた。そこで、ガラス研磨の時に最も滞留性が高かった異形粒子を使った複合砥粒の使用を試みた。

図付.13 に示す実験結果より、異形粒子である UD 粒子を用いた複合砥粒では UH 粒子を用いた複合砥粒よりも研磨能率が向上し、砥粒のみと同等くらいまで研磨能率が向上した。UD 粒子を用いたことで滞留性が向上したことで研磨能率が向上したと予想される。

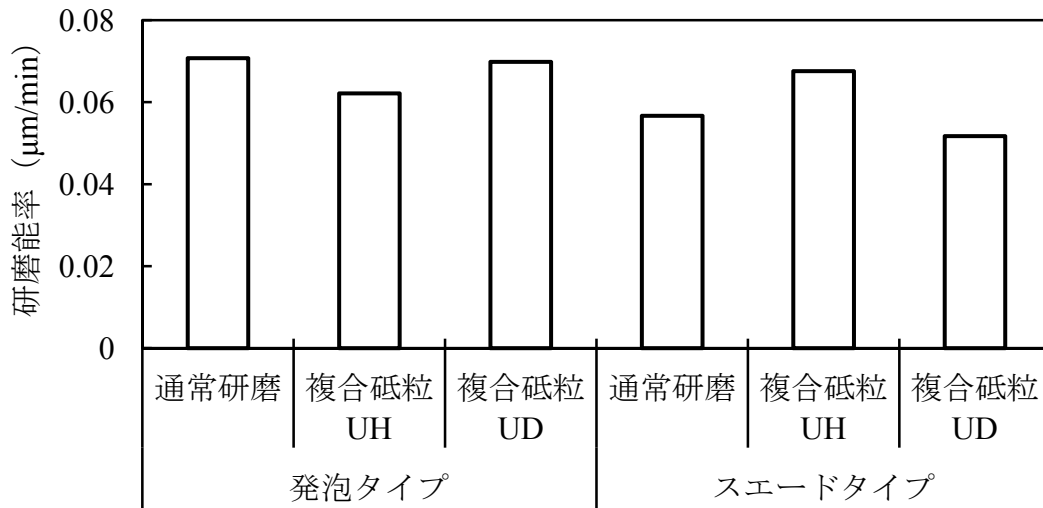


図付.13 異形粒子の研磨能率への影響

付.3.5 研磨パッドの変更

これまでの実験では、発泡ポリウレタン樹脂研磨パッドの KSP-66A を用いて研磨を行ってきた。ウレタンパッドを用いた実験では、UD 粒子を用いて滞留性を向上させた複合砥粒を用いると通常の真球状の粒子を用いた複合砥粒よりも研磨能率が上がった。そこで、複合砥粒の滞留性による研磨能率への影響を評価するためにスエードタイプ研磨パッドを用いて実験を行った。スラリーの調整や研磨実験の条件は前述までの実験と同じである。研磨結果を図付.14 に示す。研磨能率は図より UH 粒子を用いた複合砥粒が最も高い値を示し、砥粒のみの研磨よりも高い研磨能率を示した。また、UH 粒子の複合砥粒に関しては、発泡タイプの研磨パッドで使用した時よりも研磨能率が向上していることから、スエードタイプ研磨パッドを用いることで複合砥粒の滞留性を改善できたと考え

られる。一方、UD 粒子の複合砥粒では研磨能率の低下が見られた。この原因については今後の課題である。



図付.14 スエードタイプ研磨パッドの効果

付.4 サファイア研磨への適用

付.4.1 サファイア研磨の現状

サファイアの研磨は古くから行われており、その代表的なものが宝石としてのサファイアの研磨である。現代社会ではサファイアはLEDなどの電子部品の基板として重用されており、高精度かつ高能率な研磨加工が必要とされている。一方で、サファイアはダイヤモンドやSiCに次いで硬いために研磨能率が上がらず、研磨が難しい材料である。サファイアを様々な加工原理を用いて研磨する技術がこれまで世に出ているが、量産するに当たっては通常の遊離砥粒研磨法が用いられている。サファイアの片面研磨においては高能率な加工を実現するため、高荷重をかけて研磨することが多く、加工後の反りによる不均一性がサファイア研磨の問題点として挙げられる¹⁾。このサファイアの研磨において、複合砥粒を適用する事で研磨パッドと工作物の直接接触を減らし、効率良く砥粒へ研磨圧力を与えることで研磨能率の向上が果たせるのではないかと考えた。

付.4.2 研磨実験の準備

今回の実験では、表付.5 に示す母粒子を用意した。内訳は硬度の違うポリウレタン粒子2種類と異形粒子、シリカ入り粒子、小径粒子の5種類（いずれも

表付.5 実験で使用した母粒子の詳細

名称	品名	粒径 (μm)	材質	備考
UH	U-600T	10	ポリウレタン	硬質ウレタン
US	C-600 透明	10	ポリウレタン	軟質ウレタン
UD	FF-621T	10	ポリウレタン, 架橋ポリメタクリル酸メチル	異形粒子
USi	US-630T	10	ポリウレタン, シリカ	シリカ内包粒子
SU	MM-120T	2	ポリウレタン	小径粒子

表付.6 研磨条件

研磨機	GRIND-X SPL15 (岡本工作機械製作所製)
工作物	サファイア基板 (2 インチ)
研磨パッド	SUBA800 (ニッタハース株式会社製)
研磨圧力	30kPa, 50kPa
工具回転速度	60rpm
加工時間	60min
スラリー供給量	25mL/min
スラリー組成	純水+砥粒 (3wt%)

根上工業株式会社製)である。これらの母粒子に粒径 $1\mu\text{m}$ の破碎シリカ (MC3000, 株式会社アドマテクス製) をラボニーダミルで複合化し製作した。製作した複合砥粒を用いて 2 インチのサファイア工作物の研磨実験を行った。研磨パッドには不織布タイプのニッタハース株式会社製 SUBA800 を採用した。研磨圧力は 30kPa と 50kPa の二つの条件で実験を行った。他の研磨条件は表付.6 に示す通りである。

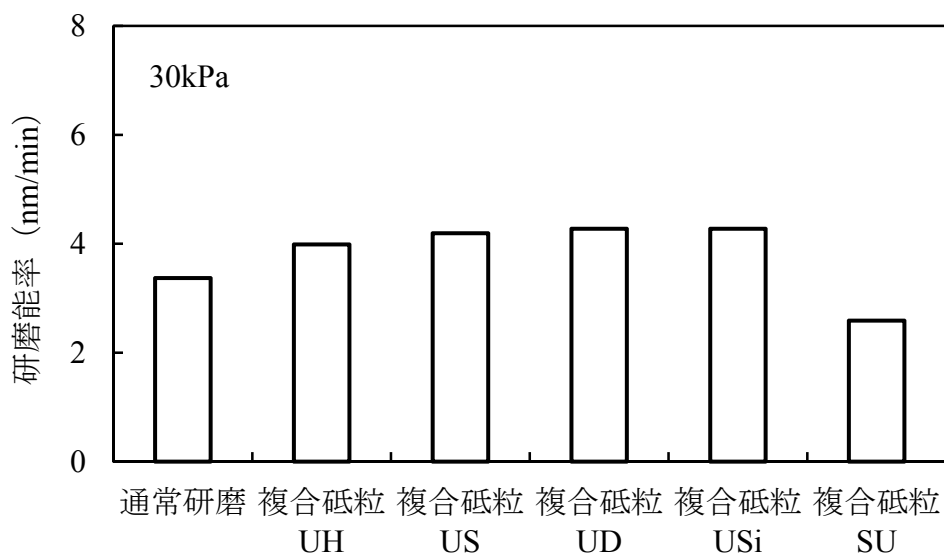
付.4.3 実験結果と考察

研磨圧力 30kPa で実験を行った際の研磨結果を図付.15, 研磨圧力 50kPa で研磨した結果を図付.16 に示す。図付.15 より, 平均粒径が $10\mu\text{m}$ 程度の母粒子を用いた時に最大で約 25%研磨能率が向上していた。一方で, 小径の粒子である SU 粒子を母粒子に使った複合砥粒では研磨能率の低下が見られた。これらのことから, 30kPa の条件下では, 複合砥粒は当初の狙い通り, 表面に付着した砥粒に

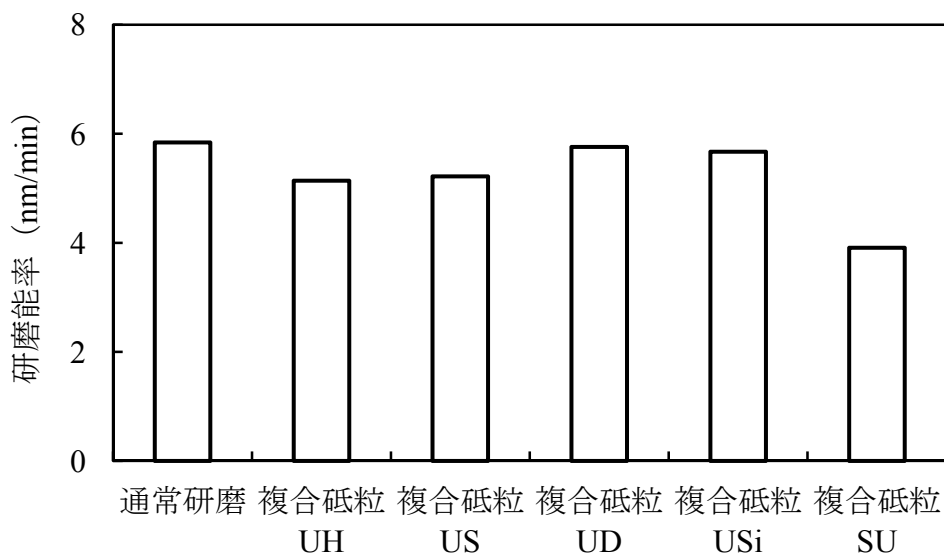
効率良く研磨圧力を作用させていることが分かる。また、硬度の違いや異形粒子、シリカの含有によりわずかながら研磨能率の向上が見られた。

次に図付.16より、研磨圧力を50kPaに設定した時は通常研磨と比較して、複合砥粒を用いた研磨は研磨能率が同等かもしくは低い結果となった。これは高圧の条件下で、砥粒よりも粒径が大きい複合砥粒が加工域に上手く進入できなかったため、作用砥粒数の減少を招いたことが原因ではないかと考えられる。

これらの結果から、複合砥粒によるサファイア研磨の研磨能率向上は、研磨条件や母粒子の調整を行うことで果たせることが予想される。



図付.15 複合砥粒を用いたサファイア研磨の研磨能率 (30kPa)



図付.16 複合砥粒を用いたサファイア研磨の研磨能率 (50kPa)

付.5 結論

ガラス研磨において、複合砥粒は研磨能率向上に寄与できることが判明している。研磨能率が向上するメカニズムとして、砥粒径を大きくすることで研磨パッドと工作物の直接接触を減少し、効率良く砥粒へ加工圧を与えることが挙げられる。そのメカニズムを利用し、複合砥粒の他材料への適用を試みた。今回の実験ではステンレス鋼 SUS304、鋳鉄 FC の金属材料、難加工材料であるサファイア基板への適用を行った。これらの実験の結果、以下のような結論を得た。

- (1) ステンレス研磨において、酸化アルミニウムの複合砥粒を用いた結果、最も軟質な母粒子で酸性のスラリーを用いた時に最も研磨能率が高く、通常研磨と比較して約 50% 研磨能率が向上した。また複合砥粒によってうねり成分が大幅に改善される傾向があった。
- (2) 酸化セリウム砥粒を用いた鋳鉄の研磨では、アクロジンを添加することで錆びの抑制を行いつつ、砥粒の分散や研磨特性を維持することができた。また複合砥粒は発泡ウレタン樹脂研磨パッドでは砥粒のみの研磨と同等程度の研磨能率であったが、スエードタイプ研磨パッドでは向上した。また、発泡タイプ研磨パッド上では異形粒子を用いた複合砥粒が効果的であった。
- (3) サファイア基板の研磨では、シリカを子粒子に採用して複合砥粒を製作し、実験に用いた。研磨圧力を 30kPa と 50kPa の 2 条件で設定し、実験を行った結果、30kPa では複合砥粒の方が通常研磨よりも研磨能率が最大約 25% 向上した。また、50kPa の実験では複合砥粒を用いた研磨は通常研磨と同等かそれ以下の研磨能率を示した。

参考文献

- 1) 豊田和彦, 富岡史匡: サファイアの研磨加工, 砥粒加工学会誌, Vol.56, No.9(2012), pp.592-595