洗淨性を考慮した複合砥粒の開発とその研磨特性*

一廻穂 直聡^{*1}, 山口 雄也^{*2}, 櫻井 健行^{*2}
谷 泰弘^{*3}, 金 泰元^{*3}Development of Composite Abrasives Considering Cleanability of
Workpieces and Their Polishing CharacteristicsNaoaki ICHINOHO^{*4}, Yuya YAMAGUCHI, Takeyuki SAKURAI,
Yasuhiro TANI and Taewon KIM^{*4} College of Science and Engineering, Ritsumeikan University,
1-1-1 Noji, Higashi, Kusatsu-shi, Shiga, 525-8577 Japan

The specific gravity of cerium oxide used for glass polishing as abrasives is very heavy so that the cleanability of workpieces and the dispersibility in polishing slurry are very bad. Then composite abrasives that put the abrasive grains on the surface of the polymer particles with light specific gravity were developed in this paper. For manufacturing the composite abrasives, it was found that the hybrid mixer with two axis rotation method was more suitable than hybridization system with one axis rotation method. The residual abrasives were still observed though cleanability was considerably improved by using the composite abrasives. Because it was made clear that the loose abrasives were deteriorated of the cleanability, classification using the subsidence speed difference was carried out. As the result cleanability and surface finish were improved very much using the classified composite abrasives. Next the material of the mother particle was examined. The polyurethane was suitable for glass polishing, and higher removal rate was obtained than that of conventional polishing.

Key Words: Abrasive Grain, Slurry, Polishing, Glass, Cerium Oxide, Polymer, Cleaning, Hybrid Mixer

1. 結 言

ガラス研磨においては従来から酸化セリウムが砥粒として加工に用いられており、酸化セリウムよりも高精度、高能率を達成し、かつ安価に手に入る代替砥粒は現在のところ存在しない。一方、酸化セリウム砥粒は比重が 6.8～7.3g/cm³ と大きいので沈降速度が速く、分散性が悪いことが短所として挙げられる。また、一度沈降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。一方、著者らが開発した複合粒子研磨法^{(3),(4)}では、比重が 1～1.5 g/cm³ 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ミ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、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淨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、著者らは複合粒子研磨法におけるポリマ微粒子の表面に砥粒が付着した粒子（以下複合砥粒と称する）に着目した。つまり、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淨性を考慮しながら、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ので、報告する。

2. 複合砥粒の製作方法

まず複合砥粒を作製するために、図 1 に示されるハイブリダイゼーションシステム⁽⁵⁾（株式会社機械製作所製、NHS-0 型）を使用した。これは機械的作用により乾式で微粉体の表面を改質し、機能性複合個体を作製する装置である。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砥粒を混合分散させ、これらを装置本体に投

* 原稿受付 2009 年 3 月 23 日。

^{*1} 学生員、立命館大学理工学部（〒525-8577 草津市野路東 1-1-1）。^{*2} 立命館大学理工学部。^{*3} 正員、立命館大学理工学部。

E-mail: rm001050@ed.ritsumeik.ac.jp

Fig. 1 Hybridization system

Table 1 Constituent material of composite abrasives

Part	Material	Mean diameter
Mother particle	Polystyrene (PS)	6.3 μ m
Child particle	Cerium oxide (CeO ₂)	1.2 μ m

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も含め、圧縮、摩擦、剪断力等の機械的作用を繰り返し与え、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。ポリマ微粒子と砥粒の複合化に用いた母粒子と子粒子の材質と粒径を、表 1 に示す。まずポリスチレン粒子（積水化成工業製 SBX-6、以下 PS 粒子と記述する）と酸化セリウム砥粒（昭和電工製 A-10）を体積比で 1 : 1 の割合で混合し、図 2(a) に示されるような複合砥粒を製作した。

この複合砥粒を用いて、表 2 に示す条件でソーダガラスの研磨を行った。前加工面は GC#1000（昭和電工製）の砥粒を用いて銑鉄定盤でラッピングして得られたものである。研磨能率 P 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。仕上げ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）を用いて測定し、断面曲線より算術平均高さを求め粗さ P_a の評価を行った。

実験の結果、図 3 に示されるように同一条件下での酸化セリウム砥粒を用いて行った通常研磨の 5 割強の研磨能率しか得ることができなかった。これは図 2(a) に示されるように母粒子の表面への砥粒の付着が少なかったためと思われる。そこで、母粒子と子粒子の混合割合を 1 : 1.5, 1 : 2 と変化させて複合砥粒を製作したが、図 2(b) および (c) に示

Fig. 2 Composite abrasives made by using hybridization system

Table 2 Polishing condition

Machine	Lapping machine SPL-15 Okamoto machine tool works, Ltd.
Workpiece	$\phi 20 \times 10$ mm Soda glass with 0.2 μ m Ra surface finishing
Pressure	20 kPa
Work rotation	60 rpm
Lap rotation	60 rpm
Polishing time	30 min
Concentration of Composite abrasives	3.0 wt%
Supply rate of slurry	25 mL/min
Polishing pad	Cerium pad KSP-66A Kokonoe electric Co., Ltd.

Fig. 3 Polishing characteristics by manufacturing method

Fig. 4 Adhesion in drum of hybridization system

Fig. 5 Mixing mechanism of a hybrid mixer

されるように砥粒の付着はあまり改善されず、これらの複合砥粒を用いて行った研磨においても研磨能率の向上はほとんど確認できなかった。そこで、PS 粒子よりも軟らかいナイロン粒子を用いて体積比 1:2 で複合砥粒を図 2(d) のように作製し、同様に研磨実験を行ったが、やはり研磨能率は改善されなかった。

そこで、このように砥粒の付着が十分でなかった理由は、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た。図 4 は複合砥粒を作製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である。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。

そこで、この問題を解決すべく、図 5 のような公転とともに自転が行える 2 軸の回転機構を持ったハイブリッドミキサ（株式会社キーエンス製 HM-500）の採用を試みた。予備実験の結果では、PS 粒子に対する酸化セリウム砥粒の重量が 12 倍以下の条件では母粒子に対する砥粒の付着が十分では

Fig. 6 Effect of mixing time on adhesion of abrasives

なく、それ以上の混合比においては混合時間とともに付着量が増加する傾向にあった。そこで、母粒子と子粒子の重量比は 1:12 に固定した。図 6 に回転数を公転速度 2000rpm、自転速度 800rpm で一定とし、混合時間を 30s, 60s, 120s, 180s と増加させた際に得られた複合砥粒を示す。30 秒間混合を行ったものでは付着はわずかしかなかった、120 秒間混合を行うと、ポリマ微粒子表面を砥粒が覆い隠すほどに付着していることが見てわかる。また、150 秒以上の混合時間では、図 6(d) に示すように砥粒とポリマ微粒子の凝集塊が生じ、研磨に用いることは不可能となった。

ハイブリッドミキサにて作製した複合砥粒の研磨特性を評価するために、表 2 に示す研磨条件でソーダガラスの平面研磨を行った。その結果、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、図 3 に示すように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。このように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っているが、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。

3. 分級による洗浄性の向上

前述のように複合砥粒を用いると工作物の洗浄性が向上するものと期待されていた。そこで、複合砥粒を用いた研磨における洗浄性を実際に確認するため、表 2 の条件で研磨した工作物を超音波洗浄器で 1 分間の洗浄を行った後、加工面の観察を行った。その結果、図 7(b) に示されるように通常研磨（図 7(a)）とほとんど変わらない砥粒の付着状態が観察された。ただ、複合砥粒を用いた場合では、凝集砥粒の付着は少ないように思われた。これは母粒子にもと

(a) Conventional polishing (b) Polishing using composite abrasive without classification

(c) Polishing using composite abrasive after 1st classification (d) Polishing using composite abrasive after 2nd classification

Fig. 7 Improvement of cleanability by filtering of slurry

Fig. 8 Classification process

もと付着していた界面活性剤の作用によるものと考えられる。また、洗浄性が向上しなかった理由については、ポリマ母粒子に付着していない遊離した砥粒によるものと考えられる。

そこで、より高い洗浄性を実現するために、遊離した酸化セリウム砥粒と複合砥粒を分離することにした。こうした分級方法としては、遠心分離、浮遊分離、ふるい分け分級など種々の方法があるが、この場合作成した複合砥粒の比重が約 2.2g/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 6.9g/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 秒と大きく異なる。

(a) Before classification (b) After classification

Fig. 9 Classification effect for composite abrasives

Fig. 10 Effect of slurry classification on polishing characteristics

っていたことから、沈降速度差を利用した分級を行うこととした。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 8 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とした。分級前後の複合砥粒の SEM 写真を図 9 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。このようにして分級を 1 回および 2 回施した複合砥粒を用いて、表 2 の研磨条件でソーダガラスの研磨実験を行った。その加工面を観察した結果、図 7(c)および(d)に示すように表面の洗浄性が顕著に向上されていることが確認できた。特に 2 段階分級を施した複合砥粒を用いて研磨した加工面には、ほとんど砥粒の残留は見られなかった。

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⁽⁴⁾、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、住友精化株式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 10 に示すように PE 粒子を用いた

Fig. 11 Effect of classification in spatial frequency

Table 3 Polymer material for composite abrasives

Material	Abbreviated name	Model name	Mean diameter (μm)	10% Compressive strength (MPa)
Polystyrene	PS	SBX-6	63	21.9
Polyethylene	PE	EA-209	93	3.28
Polyurethane	UH	U-600	10.3	13.6
	UM	CF-600T	10.2	0.63
	US	C600	10.2	0.42

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おおむね同等で、仕上げ面粗さはおおむね半分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11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、仕上げ面粗さが改善されたものと考えられる。

4. 研磨特性向上のための母粒子の材質に関する検討

図10によれば、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。

Fig. 12 Polishing characteristics using by various composited abrasives

ウレタン微粒子としては根上工業株式のアートパール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第2章の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、混合時間によらずに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2の実験条件で研磨を行った結果を、図12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改善された。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され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。

各々のポリマ粒子の10%圧縮強度と研磨能率との関係を図13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。

また、図14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。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。

5. 結 言

機械的作用によりポリマ粒子の表面に酸化セリウム砥粒を付着させ、複合砥粒を作製し、それ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うことで、母粒子の表面を覆い隠すのに十分な量の酸化セリウム砥粒が付着できることを確認した。
- 2) 沈降速度差を利用した沈降分級を適用した結果、酸化セリウム砥粒のみを用いた研磨法と同等の研磨能力が得られた上、優れた仕上げ面粗さと大幅な洗浄性の向上が可能になった。仕上げ面粗さに対する効果では長波長の成分で顕著であることが判明した。
- 3) 複合砥粒の母粒子として種々の材質の微粒子に関して検討を行った結果、ポリマ微粒子の10%圧縮強度に関して研磨能力に極大値を有することが判明した。

謝 辞

本研究にあたりポリマ微粒子の提供を頂きました積水化成品工業㈱、住友精化㈱、根上工業㈱の関係各位に感謝いたします。

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) Yishen LU, Yasuhiro TANI and Kenji KAWATA, Proposal of Mirror Finishing Technology without Using a Polishing Pad(Development of 4-Body Finishing Technology Using Particles), *Transactions of the Japan Society of Mechanical Engineers, Series C*, Vol. 68, No.674 (2002), pp. 262-267.
- (4) Sanaki HORIMOTO, Kenji KAWATA, Toshiyuki ENOMOTO and Yasuhiro TANI, The role of carrier particles in an advanced four body finishing utilizing polymer particles, *Journal of the Japan Society of Grinding Engineers*, Vol. 47, No.6 (2003), pp. 320-325
- (5) Takashi ISHIZAKA and Yuji KIKUCHI, *Japanese patent publication*, H06-107714 (1994.04.19).

Fig. 13 Relationship between compressive strength and removal rate

(a) Case of Conventional polishing

(b) Case of Polystyrene composite abrasive

(c) Case of Polyethylene composite abrasive

(d) Case of Polyurethane composite abrasive

Fig. 14 Improvement of edge geometry using by composite abrasives