

レーザー結晶の高効率超精密研磨に関する研究 (1)

落合一裕* 南部洋平* 田中浩己** 宇都宮康**

Study on High-removal-rate Fine Polishing of Laser Crystal (1)

OCHIAI Kazuhiro *, NANBU Youhei *, TANAKA Hiromi**, UTSUNOMIYA Yasushi**

抄録

レーザー結晶は、レーザー発振を発生させる部品として用いられる。しかし、レーザー結晶は非常に精密な部品であるため、その表面精度は非常に高いものが要求される。また、大変硬くて脆い材料特性のために加工が非常に困難である。

そこで、より高い要求の精度を達成するために、新しい結合材を用いたEPD砥石の作製について検討した。砥石組成や作製方法について検討し、結合材にアクリルを用いたEPD砥石の試作を行った。試作砥石を研磨機定盤に取り付けて研磨した結果、湿式スラリー研磨に比べて短時間で中仕上げ程度の研磨面が得られることが分かった。

キーワード：電気泳動現象，EPD砥石，メカノケミカル反応，アクリル，レーザー結晶，研磨

1 はじめに

レーザーは、分光、医療診断、レーザープリントなどに用いられており、その他にも加工、材料プロセス、ウェハ検査、ライトショウなどに使用されている。さらに、家電への応用も考えられ、その用途は限りなく広がっており、大変期待ができるものである。レーザー結晶は、固体レーザーと呼ばれるレーザーに用いられており、レーザー発振を発生させる部品として用いられる。

しかし、レーザー結晶は非常に精密な部品であるため、その表面精度は非常に高いものが要求される。また、大変硬くて脆いために加工が非常に難しい材料である。そのため、高い研磨レートで短時間で面精度を崩さずに仕上げをしたいという要望がある。レーザー結晶用の固定砥粒砥石を開発し、短時間で超精密研磨をすることができれば、産業上大きなメリットがあるといえる。

そこで本研究では、高い研磨レートを得られる固定砥粒砥石として電気泳動法を用いたEPD砥石の開発に関する検討を行った。結合材にアクリルを用いることによって、親水性が低く、強度を有する砥石を作製し、高い面精度要求をクリアすることを目指した。

2 実験方法及び結果

2.1 砥石構成

固定砥粒砥石の製造方法は、粉末の状態での砥粒と結合材を成形して焼結させる方法や、砥粒と結合材を型に流し込んで成型して焼結する方法が一般的である。しかし、これらの方法では砥粒の凝集などの問題もあり、分布の均一な仕上げ用砥石を作製する事が困難である。

超精密研磨では、砥粒が塊になって脱落するとスクラッチを生じる原因になる。脱落の規模を最小単位にするためには、均一な分散と結合力を強くすることが有効である¹⁾⁻³⁾。

* 試験研究室 生産技術担当

** (株)タナカ技研

本研究で用いた電気泳動法 (Electro Phoretic Deposition) による砥石作製方法は、負に帯電している微粒子に電場を与えることで均一で高密度に吸着するため、これらの問題を解決できる⁴⁾。

砥粒は酸化セリウム微粒子を使用した。一般に光学ガラスなどをメカノケミカル研磨する際に使用されている砥粒である^{5),6)}。

レーザ結晶の高い面精度要求をクリアするために研磨砥石に強度が必要である。そのため、既報にて結合材として用いたアルギン酸ナトリウムよりも耐水性があり、強度を有するものが好ましい。そこで、これらの条件を満たす結合材としてアクリル微粒子を選定した。研磨時の水分による砥石の軟化や形状変化を抑える効果をねらった。

2.2 砥石作製の検討

2.2.1 砥石作製手順

アクリルを結合材に用いた EPD 砥石の作製手順を簡単に説明する。砥粒や結合材を攪拌した溶液を作り、電極を配置した装置の中に入れて、電場を与えると負極に吸着層を形成する。吸着層を取り出して乾燥させた後、吸着層の粒子を結合させるために焼成を行って完成する。

レーザ結晶には精密な面精度が要求されているため、砥石の面精度を確保することが、研磨ワークの高い面精度を達成するための重要な要素の1つである。そのため、定盤に小さな砥石を貼り合わせるのではなく、研磨定盤と同じ大きさの砥石を作製し、高い面精度を確保することが必要となる。

そこで、砥石を取り付ける研磨装置の定盤の寸法である外径 φ290mm 内径 φ135mm の砥石（以下 φ290mm 砥石）作製に関する検討を行った。砥石作製条件の検討は面積の小さい 30mm×30mm 砥石作製装置で行い、そこで検討した良好な条件を φ290mm 砥石作製装置へ適用するという手順で行った。

砥石作製装置を図1に示す。30mm×30mm 砥石作製装置では電極を垂直に立てて対向に配置する。φ290mm 砥石作製装置では電極を上下に対向に配置する。いずれも電気泳動時、電極に非導電

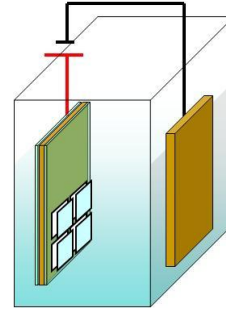


図1 電気泳動現象を用いた砥石作製のマスクを密着させて吸着層を形成することで、任意の形状に砥石を作製することができる^{7),8)}。砥石組成に関する検討と乾燥・焼成に関する検討を行った。

2.2.2 結合材濃度の検討

結合材としてアクリル樹脂を用いるにあたり必要な条件として、電気泳動による吸着が良好であることと、適度な厚さの砥石が得られることが必要である。しかし一方で、濃度が高すぎると砥石の強度が高くなりすぎることが懸念され、研磨時の目詰まりの発生が考えられる。そこで、良好な吸着が発生する条件の中でできるだけ濃度が低いものを得るために、結合材の濃度を変えて比較を行った。条件表を表1に示す。

比較した結果を表2に示す。結合材の濃度が低すぎると電気泳動による砥粒の吸着が不良で、必要な砥石厚さが得られなかった。一方、結合材の濃度を高くするにつれて電気泳動による吸着が良

表1 砥石成分

成分	条件1 (6.7wt%)	条件2 (12.5wt%)	条件3 (26.3wt%)
砥粒	112.5	112.5	112.5
結合材	25	50	125
純水	237.5	237.5	237.5

表2 電気泳動による吸着結果

	条件1 (6.7wt%)	条件2 (12.5wt%)	条件3 (26.3wt%)
電気泳動	×	○	○
電流値	△	△	△
砥石厚さ	×	○	○

好になり、吸着層が強固なものとなる傾向となった。これはアクリル濃度が高くなることで、よりアクリル粒子の結合が強固になるためだと考えられる。

2.2.3 乾燥方法の検討

電極に吸着した砥粒と結合材の吸着層を乾燥及び焼成させる方法について検討した。

検討した方法とその結果を表3に示す。吸着層をそのまま電気炉で焼成する方法では、砥石に大きく割れが発生してしまった。次に、セラミックの乾燥などで効果があると言われている過熱水蒸気は、電気炉の結果に比べると割れが減少したものの完全な抑制はできなかった。いずれの方法も温度が上がりきらないところで砥石の割れが発生していることが観察された。そこで、乾燥が穏やかに進むような温湿度コントロールを行った。その結果、割れの無い砥石を得ることができた。乾燥時の急激な体積変化を抑制できたためであると考えられる。

表3 砥石乾燥・焼成方法の比較

乾燥・焼成方法	内容	結果
電気炉	180℃ 30min	×
過熱水蒸気	180℃ 30min	△
温湿度コントロール	30℃95%→90℃50% 48hr →180℃ 30min	○

2.3 φ290mmEPD 砥石の試作

2.3.1 検討した作製条件の適用

2.2で30mm×30mm 砥石作製条件を検討し、良好な砥石組成や乾燥・焼成条件を得ることができたのでφ290mm 砥石作製へ適用した。φ290mm 砥石作製装置を図2に示す^{9),10)}。

アクリル濃度 12.5wt%で吸着を行い、温湿度コントロールをして乾燥・焼結を行った結果、電気泳動による吸着は良好であったが乾燥・焼成の工程で砥石の割れが発生した。結果を図3に示す。30mm×30mm 砥石作製条件をそのまま適用するだ

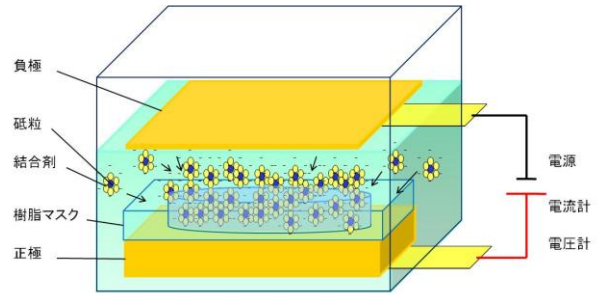


図2 φ290mmEPD砥石作製装置

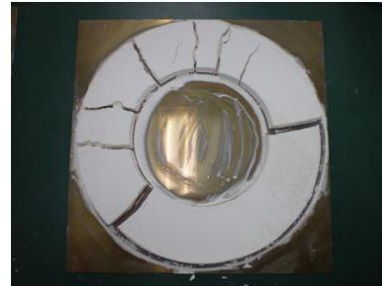


図3 割れが発生した砥石

けでは不十分であることが分かった。

これは、砥石面積が大きくなったことで乾燥時の体積変化の絶対量が増加し、吸着層と電極の摩擦等に耐えきれなくなり、割れが発生したものと思われる。そこで、乾燥方法のさらなる改善の検討を行った。

また、砥石割れの量が大きいため、乾燥方法による割れの抑制以外の方法についても検討する必要がある。そこで、割れを抑制するような添加材について検討を行った。

2.3.2 乾燥時の摩擦低減の検討

試作砥石の乾燥方法について検討を行った。砥石乾燥時には水分が抜けることで体積の変化が発生するが、前章の実験では面積が大きくなったことで砥石体積変化の絶対量が大きくなり、砥石の割れが発生してしまった。そこで、乾燥時の電極と砥石の摩擦の低減することによって乾燥時の体積変化を滑らかにし、砥石割れの発生を抑えることができるか検討を行った。

砥石乾燥時の電極と砥石の間に潤滑性の向上するような繊維の層を挟むことを検討した。焼成工程では 200℃付近まで温度を上昇させるため、潤滑性と耐熱性を共に有する必要がある。そこで、吸着層と電極の間に両面シリコン加工をしたグラ

シン紙を用いた。この紙を挟んで乾燥・焼成を行い、潤滑の有無による比較を行った。実験の結果を図4に示す。

図4の左が電極上で乾燥した砥石で、右がグラシン紙上で乾燥した砥石である。グラシン紙上で乾燥を行った砥石は、電極上で乾燥を行った砥石に比べてひび割れの数が半減しており、砥石乾燥時の摩擦低減によって、砥石割れの発生を低減できることが確認できた。しかし、これだけでは完全には割れを抑えることができず不十分な結果となった。

2.3.3 添加材の検討と添加量の最適化

砥石割れの抑制が期待できる添加材について検討を行った。添加材にはアルギン酸ナトリウムを用いた。アルギン酸ナトリウムは、食品添加物のゲル化剤として使われている材料で、人体に無害で取り扱いも良く安価である。また、既報にて砥石の結合材として採用した実績があり、電気泳動の吸着も良好で、研磨に使用しても研磨面粗さに悪影響を及ぼさないことが分かっている点でも優れている。

アルギン酸ナトリウムを0.05~0.20wt%まで添加して実験を行った。結果を図5に示す。いずれの添加量においても砥石割れの発生を大幅に低減しており、僅かな量のアルギン酸ナトリウム添加でも砥石割れの抑制効果があることが確認できた。

そこで、添加量の最適化の検討を行った。添加量が0.10wt%以下では、稀に砥石割れが発生することがあり、安定的に砥石割れを抑制できるのは添加量が0.15wt%以上の場合であった。

更に、砥石を研磨に用いるときに、検討が必要な項目について評価を行った。

まず、砥石の反り量について評価を行った。研磨定盤に貼り付けて使用するために、反り量は少ない方が好ましい。アルギン酸ナトリウムの添加量が少ない方が反り量が小さくなり、添加量を抑えた方が好ましい結果となった。

続いて、砥石の膨潤について評価を行った。研磨では砥石が水分にさらされている状況があるが、親水性のあるアルギン酸ナトリウムを添加し



図4 乾燥時摩擦の低減

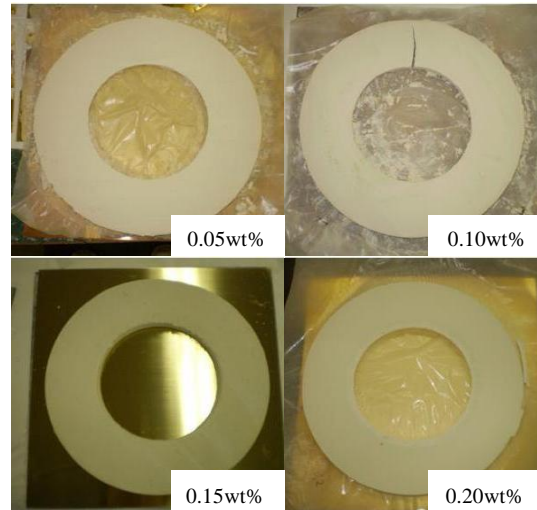


図5 アルギン酸ナトリウム添加量比較

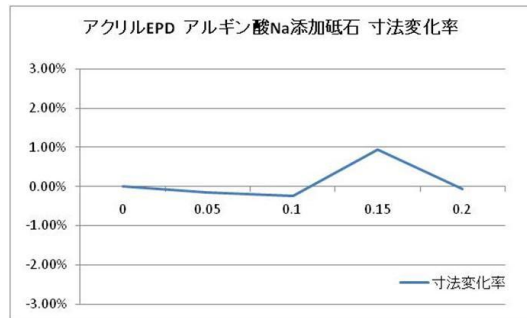


図6 砥石を純水に浸漬した時の寸法変化率
たことで、砥石が膨潤しないか確認する必要がある。そこで、砥石を純水に24時間浸漬し、前後の寸法変化の測定を行った。結果を図6に示す。いずれの添加量においても寸法変化はほとんど無く、焼成によって砥石の構造が形成された後は水分による膨潤が発生しないことが確認できた。これらの検討結果を総合的に考慮し、アルギン酸ナトリウムは0.15wt%の添加量が最適であると判断した。

2.3.4 砥石の評価

採用したアルギン酸ナトリウム0.15wt%添加EPD砥石の評価を行った。

まず、赤外分光光度計 (FT/IR-670Plus 日本分光製) による分析を行った。結果を図7に示す。波形は主に酸化セリウムのベース形状となり、結合材のアクリルのピークが小さく表れた。アルギン酸ナトリウムは微量で確認できなかった。

続いて、X線透過装置 (Radioflex-250EGS2 リガク製) による観察を行った。結果を図8に示す。砥石右の黒い部分は実験のために意図的に削り、厚さが異なるために黒くなっている。それ以外では、空隙のようなものは無く、非常に均一で密になっていることが確認できた。

さらに、走査型電子顕微鏡 (S-2150 日立製作所製) による観察を行った。結果を図9に示す。白く反射しているところが酸化セリウムで、黒いところがアクリルである。砥粒と結合材が一様になっていることが確認できた。

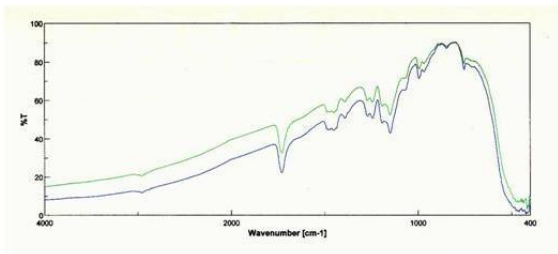


図7 FT-IR 測定結果

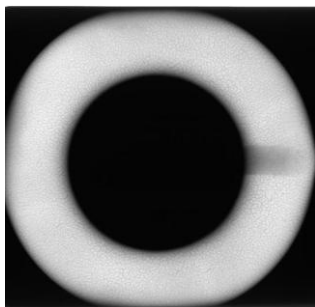


図8 X線透過写真

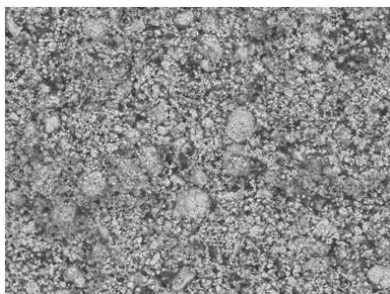


図9 SEM写真

2.4 試作砥石による研磨

2.4.1 片面研磨装置による試作砥石研磨

予備検討として、片面研磨装置 (FACT-200 株ナノファクター製) による石英ガラスの研磨を行った。この片面研磨装置の定盤寸法に合わせて砥石を作製した。写真を図10に示す。アルギン酸ナトリウムを添加していない砥石との比較を行い、アルギン酸ナトリウムの有無による研磨面への影響が無いか確認を行った。添加無し砥石は乾燥・焼成時に割れてしまうため、砥石を貼り合わせて定盤に取り付けた。研磨条件を表4に示す。

表4 研磨条件

アルギン酸ナトリウム	添加無し EPD 砥石	0.15wt% 添加 EPD 砥石
主軸回転数 (min ⁻¹)	200	
ワーク回転数 (min ⁻¹)	50~60	
加工圧力 (kPa)	3.6	
加工時間 (min)	3	
水分量 (ml/h)	500	

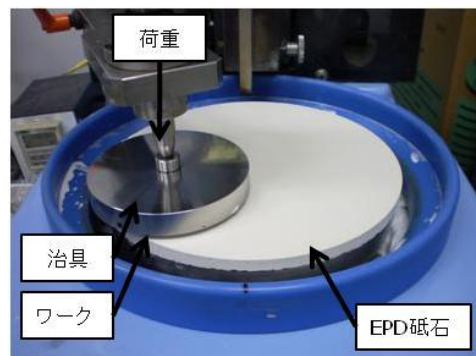


図10 片面研磨装置

2.4.2 研磨面の評価

研磨したワークの評価として、研磨面の表面粗さを測定した。測定には、非接触微細形状測定機 (Talysurf CCI6000 Taylor Hobson 製) を用いた。測定結果を図11に示す。3分間研磨した後のワークを測定したところ 2nmRa 程度となった。また、アルギン酸ナトリウム添加の有無による表面粗さの違いは見られなかった。湿式スラリ

一研磨に比べて短時間で中仕上げ程度の面を得ることができた。今後加工条件の検討や表面粗さ向上に関する検討を行う必要がある。

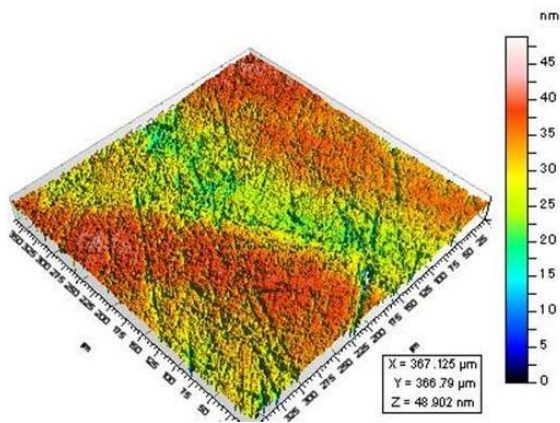


図 11 研磨面測定結果

3 まとめ

- (1) 結合剤としてアクリル樹脂を用いた EPD 砥石の試作について検討し、30mm×30mm の砥石作製条件を導いた。
- (2) 30mm×30mm 砥石で検討した砥石条件をφ290mm 砥石へ適用し、条件の再検討を行った。グラシン紙を用いることやアルギン酸ナトリウムを添加することで砥石の割れを抑制し、φ290mm 砥石を作製することができた。
- (3) アルギン酸ナトリウム添加量の最適化を行い、試作した EPD 砥石の性能評価を行った。
- (4) 試作した EPD 砥石を片面研磨装置に取り付けて研磨したところ、2nmRa 程度の研磨面になった。湿式スラリー研磨に比べて短時間で中仕上げ程度の面を得られた。

謝 辞

本研究を進めるにあたり、客員研究員として御指導いただきました埼玉大学の池野順一様、澁谷秀雄様に感謝の意を表します。

参考文献

- 1) 池野順一, 谷 泰弘: 電気泳動現象を利用した超微粒砥石の開発とその応用, 日本機械学会論文集, **57**, 535 (1991-3)

- 2) 池野順一, 谷 泰弘: 電気泳動現象を利用した超微粒砥石の作成法に関する研究, 日本機械学会論文集, **59**, 562 (1993-6)
- 3) 先端分野における研磨加工, 東レリサーチセンター
- 4) 池野順一, 矢野克行, 不破徳人, 渋谷秀雄, 深澤 隆, 堀内 宰, 河西敏雄: 環境に優しい鏡面研削砥石の作製に関する一考察, 精密工学会誌, **67**, 3 (2001)
- 5) 河西敏雄: 機能性難加工材料の物性と加工特性, 機械と工具, **50-7** (2006) 82
- 6) 山根正之 他: ガラス工学ハンドブック, 朝倉書店, (1999)401
- 7) 南部洋平, 落合一裕, 八木 進, 宇都宮康, 池野順一, 渋谷秀雄: 情報機器に用いられる水晶光学部品の鏡面研削加工に関する研究, 2005 年度精密工学会秋期大会学術講演会講演論文集, 333(2005)
- 8) 落合, 南部, 池野, 澁谷, 長谷川, 宇都宮: 研削加工用砥石の製造装置及び製造方法, 特願 2007-158686
- 9) 落合一裕, 南部洋平, 田中文夫, 宇都宮康, 池野順一, 渋谷秀雄: 高機能ガラスの鏡面加工に関する研究, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **6**, 145(2008)
- 10) 落合一裕, 南部洋平, 田中文夫, 佐々木貴英, 宇都宮康, 池野順一, 渋谷秀雄: 高機能ガラスの鏡面加工に関する研究, 埼玉県産業技術総合センター研究報告, **7**, 78(2009)