

## レーザー結晶の高効率超精密研磨に関する研究 (2)

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 (2)

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、結合剤にアクリル粒子を用いることにした。表面粗さをより小さくするために、砥粒の検討を行い砥石作製の検討を行った。作製したEPD砥石を用いてレーザー結晶を研磨した結果、表面粗さ0.8nmRaの面を得ることができた。

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、分光分析、医療診断、レーザープリントをはじめ、加工、材料プロセス、ウェア検査、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に面精度を悪化させ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て、親水性が低く、強度のある砥石を作製し、高い面精度要求の達成を目指した。表面粗さの目標値1nmRaをクリアするための検討を行った。

## 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<sup>1)-3)</sup>。

\* 技術支援室 機械技術担当

\*\* (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<sup>4)</sup>。

砥粒は後述するようにシリカ微粒子や酸化セリウム微粒子を使用した。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る砥粒である<sup>5),6)</sup>。

レーザ結晶の高い面精度要求をクリアするために、研磨砥石には十分な強度が必要である。そのため、結合材には既報で用いたアルギン酸ナトリウムに比べて耐水性があり、結合した際に機械的強度の高い高分子が好ましい。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、検討を行った。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が期待できる。

## 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る EPD 砥石の作製手順を説明する。電極を配置した装置の中に砥粒や結合材を攪拌した溶液を満たし、電極を対向に配置する。液中の砥粒と結合材は負に帯電するので、そこに電場を与えると陽極に吸着層が形成される。吸着層を取り出して乾燥させるが、吸着層は形状保持能力がなく力が加わると崩壊してしまうので、粒子同士を結合させるために焼成を行って砥石が完成する<sup>7)-10)</sup>。

研磨ワークの高い面精度を達成するためには、砥石の面精度を確保することが重要な要素の1つであるため、研磨定盤と同じ大きさの砥石を作製して高い面精度を確保することが必要となる。

そこで、使用する研磨装置の定盤と同じ外径のφ290mm 砥石作製装置を用いて、砥石作製に関する検討を行った。砥石作製装置を図1、図2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、電極に非導電性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。なお、内径も非導電性のマスクによりコントロール可能である<sup>7),8)</sup>。

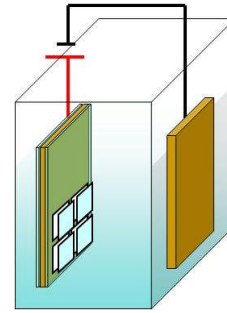


図1 電気泳動現象を用いた砥石作製

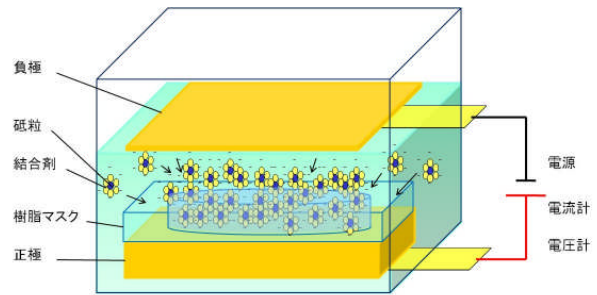


図2 φ290mmEPD砥石作製装置

### 2.2.2 砥粒の検討

レーザ結晶を研磨するための砥粒として、水晶等実績のあるシリカ微粒子、及び石英等の光学ガラスに実績のある酸化セリウム微粒子を検討した。

昨年、砥粒として使用していた酸化セリウム微粒子を走査型電子顕微鏡 (SEM) (S-2150 日立製作所製) で観察したものを図3に示す。この砥粒は平均粒径が大きく粒度分布の幅も広いので、2~3μm 程度の大きさの砥粒が観察できる。この2~3μm 程度の砥粒が仕上げ面粗さ向上の障害要因であると考えられる。

そこで、新たに平均粒径の小さい砥粒としてシリカ微粒子 (図4) 及び酸化セリウム微粒子 (図5) を用いることを検討した。SEM 写真を比較すると、図3に比べて図4と図5の砥粒は粒径が小さくなっている。また、図5の方は繊維のような形状になっていることが観察できる。粒径の小さい微粒子を砥粒として用いることで、機械的な除去によるスクラッチを小さく抑えることができるため仕上げ面粗さの向上が期待できる。

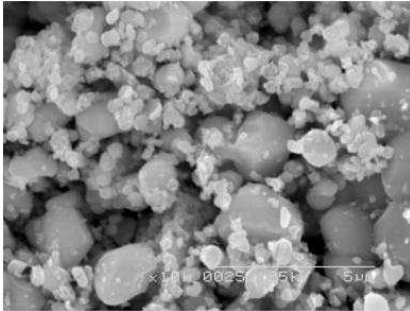


図3 SEM観察(昨年の砥粒)

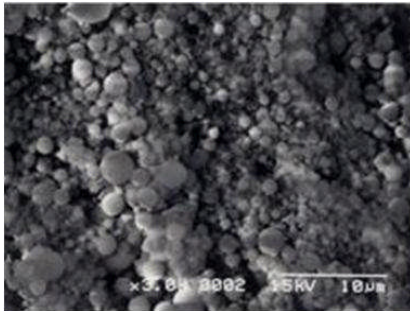


図4 SEM観察(シリカ)

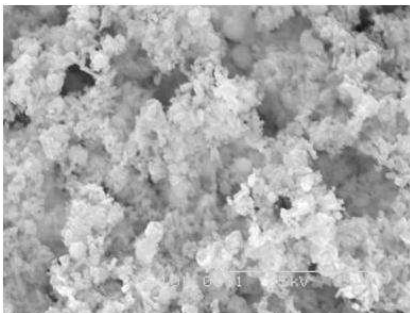


図5 SEM観察(酸化セリウム)

表1 砥石組成及び作製条件の検討

砥粒	酸化セリウム シリカ
結合材	アクリル
添加材	アルギン酸ナトリウム
添加量 (wt%)	0 / 0.15 / 0.22 / 0.3 / 0.5
焼成温度(℃)	70 / 90 / 120 / 150 / 180
焼成時間 (min)	20 / 30 / 120 / 240 / 480 / 960 / 1200
グラシン紙	無 / 有
粒子質量比 (砥粒 : 結合材)	5:1 / 18:7 / 1:1 / 1:2 / 2:9

焼成の工程では割れが発生しやすい。そこでアルギン酸ナトリウムの添加によってそれらの発生を抑制することが必要となる。アルギン酸ナトリウムは食品添加物として使用されており、人体に無害で取り扱い易く、なおかつ安価に入手することが可能である。また、研磨時には研磨面への悪影響が無いことがわかっており、さまざまな面で優れている。

添加材の添加量について検討を行った。添加材を加えないと割れが発生しやすかったものが、添加量が増えるにつれて割れの抑制効果が大きくなり、砥石の扱いやすさも向上する。しかし、添加量が多すぎると、乾燥・焼成時に砥石の反りが発生してしまうため、適切な添加量がそれぞれの砥粒にあることがわかった。

焼成温度と時間は、吸着層の隣り合う粒子が加熱により溶けて接着するまでの最少の温度と時間が存在した。温度は基本的に使用するアクリル樹脂の Tg 点を超えないと接着せず、砥石が崩壊した。また、時間については砥石の総質量に関係して、Tg 点を超える熱が十分に行きわたるために必要な時間があり、それ以降は時間が増加してもほとんど変わらなかった。

### 2.2.3 砥石作製条件の検討

結合材として用いたアクリル微粒子は従来のアルギン酸ナトリウムと比べて EPD 砥石の作製が難しいため、砥粒の変更に伴い砥石作製条件の再検討を行った。検討した条件を表1に示す。電気泳動による吸着の善し悪しや、吸着層の焼成後の状態で評価をした。

新たに選定した粒径の小さな2種類の砥粒を用いて試作を行ったところ、昨年の砥粒と比べて電気泳動による電極への吸着性が悪くなった。砥粒の種類や形状によって粒子が負に帯電しにくくなる等の理由が考えられる。そのため、溶液濃度や添加材、粒子質量比を検討し、吸着性を改善する必要がある。

また、結合材のアクリルはガラス樹脂と呼ばれるほど硬くて脆い性質を持っている。そのため、

グラシン紙を用いて乾燥・焼成を行った場合、吸着層と電極面との摩擦を低減する効果があり、乾燥前の接着していない脆い吸着層への衝撃の軽減によって、割れの発生を抑制する効果が得られた。

粒子質量の比率は、結合材の比率が低くなると、吸着不良が発生したり、焼成を行っても結合が不足して崩れてしまう結果となった。比率が高くなると樹脂の性質が強くなり、硬い砥石となり割れ易くなる傾向となった。

これらの検討によって、それぞれの砥粒にとって最適な作製条件を選択することで、割れの無い EPD 砥石を得ることができた。得られた砥石の写真を図6、図7に示す。それぞれ左が検討前の作製条件、右が最適な作製条件で作製した砥石である。

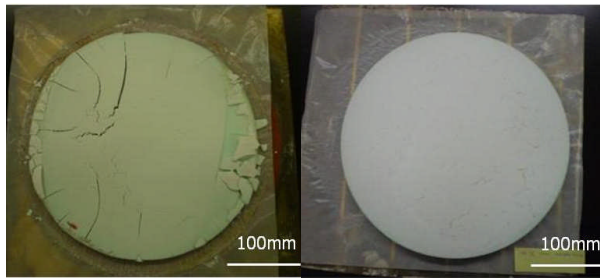


図6 EPD砥石（シリカ）作製条件比較

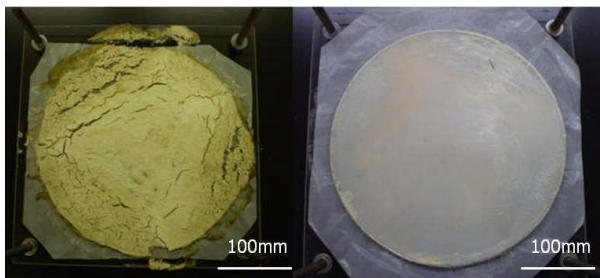


図7 EPD砥石（酸化セリウム）作製条件比較

### 2.3 EPD 砥石研磨

作製した EPD 砥石を用いて研磨実験を行った。研磨には片面研磨装置（FACT-200 株式会社ナノファクター製）を使用した。研磨装置の写真を図8に示す。作製した砥石は研磨機の定盤に張り付けて固定し、旋盤とツルアーを使用して砥石表面の平坦化を行った。また、ワークの張り付きを発生させないために、深さ約 3mm の溝を 15mm 間隔で縦横に溝入れしている。定盤が回転し、治具に

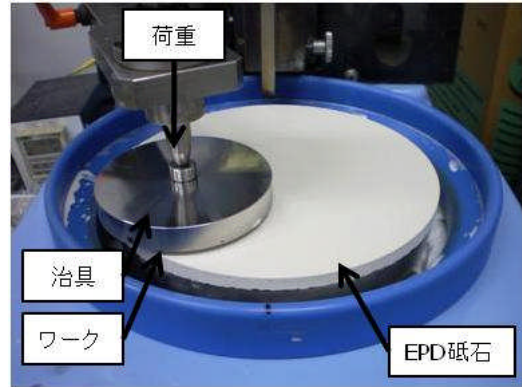


図8 片面研磨装置

表2 研磨条件

砥石	シリカ EPD / 酸化セリウム EPD
ワーク	石英 / レーザ結晶
回転数 (rpm)	80
加工圧力 (kPa)	13.6
加工時間 (min)	10
水分量 (ml/h)	500

ワックスで固定したワークが砥石側に向いて接触している。治具をボールポイントで支持しそこから荷重がかかり、定盤の回転によって自転する機構となっている。

検討した研磨条件を表2に示す。作製したシリカ EPD 砥石、酸化セリウム EPD 砥石を用いて、石英ガラスやレーザ結晶に対して研磨を行った。前加工面はダイヤモンド砥粒で研磨面を揃えた。

### 2.4 研磨面の評価

研磨したワークの評価は、表面粗さと形状を測定した。測定には表面粗さ測定機（1400D-3DF 東京精密製）、非接触微細形状測定機（Talysurf CCI6000 TaylorHobson 製）、非接触三次元測定機（NH-3SP 三鷹光機製）を用いた。表面粗さによって到達面粗さの評価を、研磨前後の形状の変化量の測定によって面形状の評価を行った。

酸化セリウム EPD 砥石で研磨した石英ガラスのワークを測定した結果を図9に示す。表面粗さ



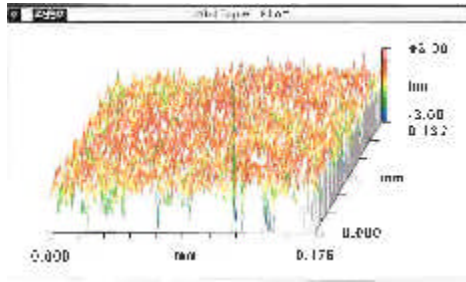


図9 研磨面測定結果

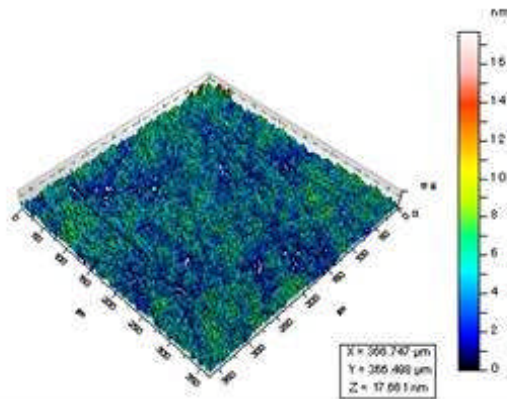


図10 研磨面測定結果

の値は0.7nmRaとなった。

シリカ EPD 砥石で研磨したレーザ結晶のワークを測定した結果を図10に示す。表面粗さの値は0.8nmRaとなった。

また、研磨前後の形状変化を測定し、形状のダレなどの発生が無く、前加工面の形状を崩さずにポリッシングできたことを確認した。

### 3 まとめ

(1) 表面粗さを改善するために EPD 砥石に使用する砥粒の検討を行い、粒子径の小さい砥粒を用いてシリカ EPD 砥石と酸化セリウム EPD 砥石を試作し、最適な砥石作製条件を導いた。

(2) 作製した EPD 砥石を用いて、石英ガラスとレーザ結晶に対して片面研磨機による研磨実験を行った。研磨した石英ガラスとレーザ結晶の表面粗さは、石英ガラスでは0.7nmRa、レーザ結晶では0.8nmRaとなり、目標値の1nmRaより小さくなった。また、形状測定を行い、仕上げポリッシングによる形状のダレの発生が無いことを確認した。

### 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教授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)