

---

# 凝集砥粒研磨フィルムによる光学ガラスの表面仕上げ加工

## Optical Glass Finishing by An Agglomerative-Abrasive Lapping Film

張 軍\*

Jun ZHANG

遠藤 弘之\*

Hiroyuki ENDO

---

### 要 旨

光学ガラスの仕上げ加工の新規固定砥粒加工工具として、砥粒に数十nmの超微細粒子をバインダナシで凝集させた粉末を用いた研磨フィルムを開発した。従来、遊離砥粒を用いた研磨加工が広く使われているが、加工能率の向上には限界がある上に、廃液の発生による環境への負荷および洗浄によるコスト高などが問題である。これに対し開発されたフィルムにおいて、凝集砥粒の加工メカニズムを検討し、凝集砥粒の凝集強度や加工条件などが加工特性におよぼす影響を明らかにしたと同時に、従来の遊離砥粒研磨加工と比べ、同等な加工面粗さを約2倍以上の加工能率で実現でき、97.5%の廃液削減が可能となり、凝集砥粒研磨フィルムによる光学ガラスの表面仕上げ加工の可能性が得られた。

### ABSTRACT

A new lapping film, which consists of abrasives agglomerated by nm order super fine particles, is developed for optical glass surface finishing. Usual loose abrasive process for surface finishing needs a large amount of slurry, loading a big burden onto the environment conservation. Compared with the loose abrasive process under the same finishing conditions, the newly developed agglomerative-abrasive lapping films brought two times high removal rate to achieve 30 nmRy mirror surfaces, leading to a 97.5% effluent-cutting.

---

\* 研究開発本部 生産技術研究所

Manufacturing Technology R&D Center, Research and Development Group

## 1. 目的と背景

シリコンウェーハやガラスディスクをはじめ、各種硬脆材料からなる部品の最終仕上げには、通常研磨材スラリーを用いた遊離砥粒研磨加工が用いられてきた。この加工法では微細な砥粒を使用することで、 $1/100\mu\text{m}$ オーダーの仕上げ面粗さを容易に得ることができる。また、連続的に研磨材スラリーを供給することで安定した加工特性を維持することができるため、多くの加工現場で採用されてきた。しかし、加工能率が低く、大量の廃液を排出するため環境への負荷が極めて高い加工法でもある。このようなことから、研磨材スラリーを用いずに、遊離砥粒研磨加工同等の仕上げ面粗さを得る固定砥粒加工工具の開発が企業や研究機関で活発に行われてきている。砥粒加工において良好な加工面粗さを得るには、通常、微細な砥粒を使用することが有利であり、固定砥粒加工工具においても、それは同様である。しかし、鏡面といった良好な加工面を得るために、固定砥粒加工工具において粒径 $\mu\text{m}$ 以下の砥粒を使用すると、加工時に砥粒結合材と工作物との接触、あるいは目詰まりが発生し易い。その結果、加工抵抗の急増、最悪の場合には加工不可の状態に陥ってしまう。一方、加工能率を向上させるには、大粒径砥粒を選択せざるを得ない。その結果、加工能率は向上されるものの、加工によるスクラッチが新たに発生し、加工面品位が劣化する。従って、通常の固定砥粒加工工具においては、高加工面品位と高加工能率を両立して実現することは極めて困難であった。これに対し、榎本らはシリカ凝集砥粒を用いた研磨テープを考案し、シリコンウェーハのエッジ仕上げにおいて、高能率で遊離砥粒研磨相当の高加工面品位を得るとともに、遊離砥粒の固定砥粒化の可能性を示した<sup>1),2)</sup>。

このように固定砥粒化が強く望まれている代表的な研磨工程として、光学ガラスの仕上げ加工がある。そこで本研究では、 $\text{ZrO}_2$ 凝集砥粒を用いた研磨フィルムを開発し、光学ガラスの仕上げ加工に適用した。さらに、凝集砥粒の加工メカニズムを検討し、砥粒凝集力や加工条件などの寄与も明らかにしたので、その結果を報告する。

## 2. 技術

### 2-1 凝集砥粒の構成

凝集砥粒とは、数十nmオーダーの超微細な $\text{ZrO}_2$ 粉末を、スプレードライ法により粒径 $1\sim 300\mu\text{m}$ に凝集させたものである。(図1)なお、凝集時には水のみを用いて、バインダを使用しないことより、凝集砥粒内部の微細な粉末同士の間には、たくさんの空隙を存在させている。(図2)

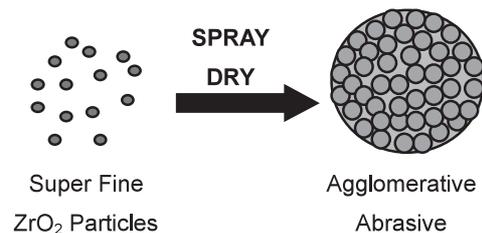
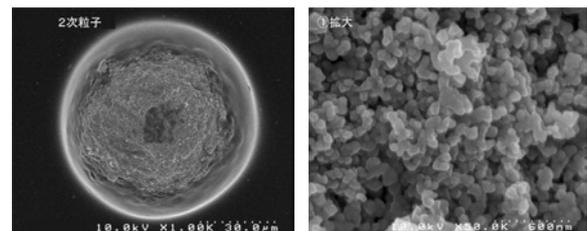


Fig.1 Agglomerating process of  $\text{ZrO}_2$  super fine particles



A) Agglomerative Abrasive B) Super Fine Particles

Fig.2 SEM images of  $\text{ZrO}_2$  agglomerative abrasive and super fine primary particles

### 2-2 凝集砥粒研磨フィルムの作製

凝集砥粒研磨フィルムの作製は以下の手順で行った。

- ①  $\text{ZrO}_2$ 凝集砥粒を液状ウレタン樹脂に添加，均一に分散
- ② 混合液を基材である，たとえばPETフィルム上に塗布
- ③ 恒温槽に入れ，乾燥

### 2-3 実験方法

表1に示すように、 $\text{ZrO}_2$ 単粒子砥粒(LZ, SZ)と凝集砥粒(RZ)を用いた研磨フィルムを計6種類作製した。凝集砥粒の凝集力は圧縮破壊強度(圧縮破壊時における引張強度)を指標として評価した(島津製作所製微小圧縮試験機MCTM-500PCにより測定)。作製した研磨フィルム上の砥粒率は約

30 area%である。加工実験にはラップマスタ方式のラッピング装置を用い、研磨フィルムをラップ定盤に貼付けて行った。表2の条件で加工を行い、工作物であるφ12の光学ガラスBK7を3個治具に取り付け、強制駆動で自転させた。設定加工圧力はデッドウェイトにより与えた。なお、前加工面は、#3000アルミナ砥粒を用いたラッピングにより、表面粗さを2 μmRy程度に調整した。また、加工特性評価は、ワーク加工面の顕微鏡観察、テラホブソン製触針式表面粗さ計による粗さ測定、ワーク重量変化より加工能率の測定、および研磨フィルム加工前後のフィルム表面状態観察で実施した。

Table 1 Types of ZrO<sub>2</sub> Lapping Films

Symbol	Abrasive Type	Mean Diameter of Abrasive μm	Tensile Strength of Abrasive MPa
LZ	Single Granule	60	326
SZ	Single Granule	0.5	—
RZ-1	Agglomerative	60	0.6
RZ-2			15.0
RZ-3			30.3
RZ-4			66.7

Table 2 Finishing Conditions

Workpiece	φ 12 Optical glass (BK7)
Finishing pressure	46 kPa
Rotation of film	60 rpm
Revolution of workpiece	36 rpm
Finishing time	5 min
Finishing fluid	Pure water (0.9 ml/min)

### 3. 結果および考察

#### 3-1 単粒子砥粒を用いた研磨フィルムとの比較

研磨フィルムLZを用いた場合、加工能率は7.5 μm/minと高いが、加工面には粗大な加工マークが新たに形成された(図3 (b))。一方、SZによる加工では、微細な砥粒を用いたため加工能率が低く(10 nm/min)、前加工面の凸部が少し除去されたものの、前加工面が多く残留した(図3 (c))。これに対し、RZ-2による加工では、加工能率は0.15 μm/minとなり、加工面粗さは0.6 μmRy程度に向上した。しかし、図3 (d)からわかるように、5 minの加工では前加工面を除去することができなかった。さらに15 min加工した結果、加工面

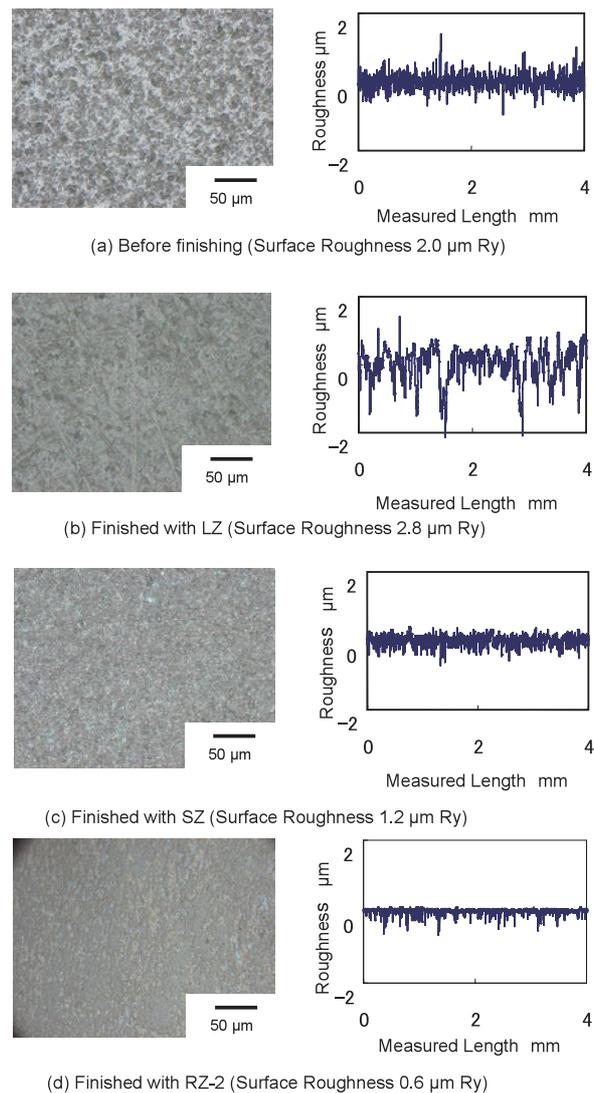


Fig.3 Surface of BK7 before and after 5 min finishing.

全面で35 nmRy程度の鏡面を得ることができた。以上より、従来の単粒子固定砥粒加工工具において、大粒径砥粒を用いると高加工能率が得られるが、加工面に新たに加工マークが生じ、加工面粗さが劣化してしまう。一方、微細な砥粒を用いると加工能率が低すぎて、前加工面の除去が完全にできない。したがって、従来の固定砥粒加工工具においては、高加工面品位と高加工能率の両立の実現には困難であることが分かった。それに対し、凝集砥粒の場合、5minだけの仕上げ加工で鏡面に至らなかったものの、粒径が極めて大きいにもかかわらず、ある程度高い加工能率でよい加工面を得られる傾向を示している。図4の模式図で示しているように、加工開始時には、砥粒とワークとの接触面積が小さく加工点圧力が高くなり、高い加工能率となる。そして加工進行に伴って凝

集砥粒は先端だけが平坦化磨耗が生じ、加工点圧力が下がり、砥粒の切込み量も微小になることから良好な加工面粗さを得られると考えられる。

しかし、図5に示した図3(d)におけるRZ-2の凝集砥粒磨耗状態から分かるように、凝集砥粒が平坦化磨耗したものの、その進行は激しく加工点において適切な加工圧力が発生できなかったことによって、加工能率が低かったと考えられる。

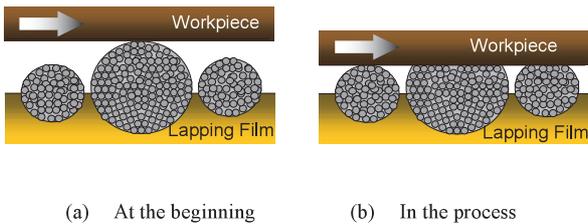


Fig.4 Model of finishing with the developed lapping film

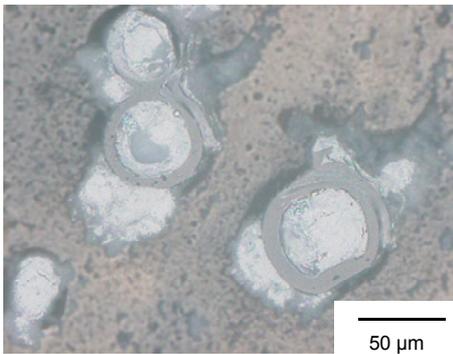


Fig.5 Wear of the RZ-2 agglomerative abrasives after 5 min finishing.

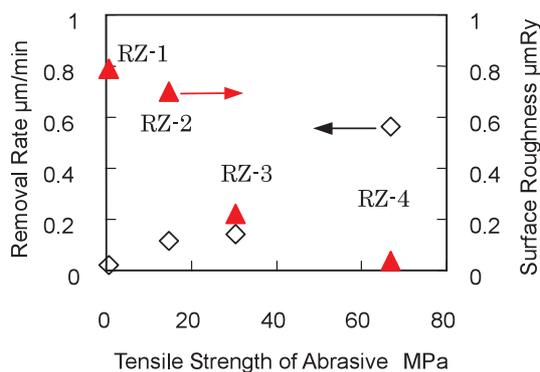


Fig.6 Relationships between finishing characteristics and tensile strength.

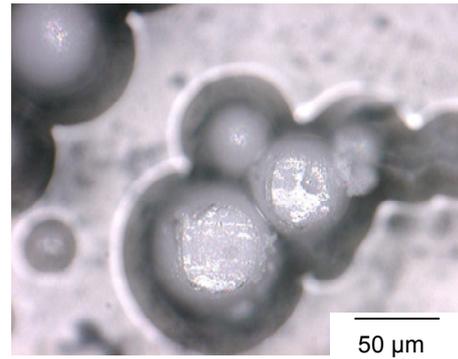


Fig.7 Wear of the RZ-4 agglomerative abrasives after 5 min finishing.

### 3-2 凝集砥粒における砥粒凝集力の検討

そこで、表1に示した凝集力(圧縮時における引張強度)の異なるRZ-1~RZ-4の凝集砥粒を用いて、凝集力が加工特性に及ぼす影響を検討した。図6からわかるように、より高い強度の凝集砥粒を用いることで加工能率を高めることができ、また新たな粗大な加工マークを生じることなく、良好な加工面粗さ(RZ-4による5 min加工後の加工面粗さは38 nm Ry)を得た。この理由として、図7からわかるように、砥粒凝集力が高いことで加工時に砥粒は平坦化磨耗するものの、耐磨耗性が高いため、加工点で適切な圧力が発生したためと考えられる。一方、RZ-2などのように凝集力が低い場合、砥粒磨耗が激しく(図5)、加工点で適切な圧力を発生できなかったことから、加工能率が低く、前加工面が多く残留され、加工面粗さが悪くなっていると考えられる。

### 3-3 加工条件の検討

#### 3-3-1 設定加工圧力の影響

前節で述べたように、凝集力を高めれば、耐磨耗性が高くなり、加工点で適切な加工圧力が発生できると考えられる。したがって、加工点における加工圧力をさらに高めれば、加工能率の向上が期待できる。そこで、強度の高いRZ-4を用い、砥粒密度45area%とした研磨フィルムに対し、加工圧力が加工特性に及ぼす影響を検討した。設定加工圧力(印加荷重とワークの面積より算出)を高めれば、加工点における加工圧力も間接的に高められると考えられる。図8に設定加工圧力と加工能率との関係を示す。本図から分かるように、設

定加工圧力を高めれば、加工能率も向上している。しかし、設定加工圧力を116kPaにすると、加工面に新たなスクラッチが発生した。研磨フィルム表面を観察したところ、不規則に（平坦でない）磨耗した砥粒の存在が確認された。したがって、設定加工圧力が高すぎる場合、砥粒の切込み量が大きくなり、平坦化磨耗が阻害されることで、加工面粗さが劣化したと考えられる。

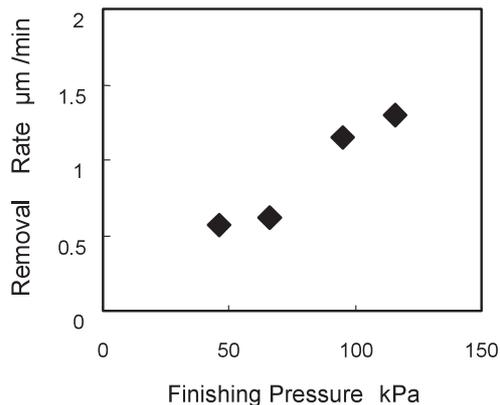


Fig.8 Relationship between removal rate and finishing pressure.

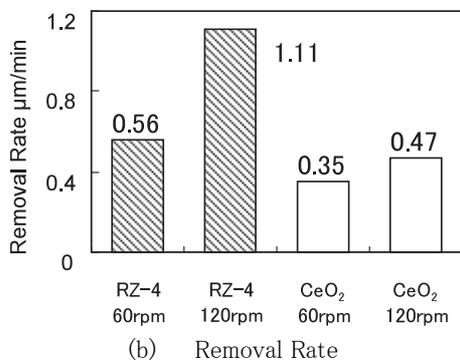
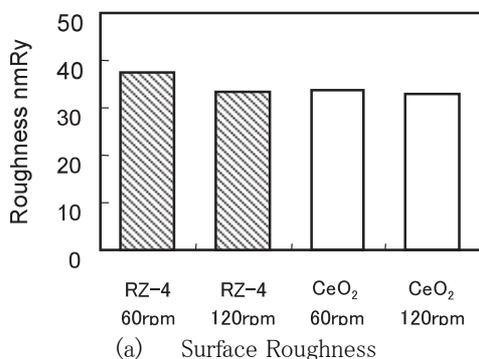


Fig.9 Relationships between finishing characteristics and film rotation. (Finishing Pressure 46kPa)

### 3-3-2 工具速度（定盤回転速度）の影響

設定加工圧力以外に、研磨フィルムを貼り付けた定盤の回転数を高めることも加工能率を向上させる方法として期待できる。そこで、表2での定盤回転数のみを2倍の120rpmにした加工実験を行った。研磨フィルムは表1のRZ-4を用いた。なお、比較のため、通常のガラス仕上げに用いられるCeO<sub>2</sub>スラリー（平均粒径1.8µm）とCeO<sub>2</sub>を含浸したウレタン樹脂パッドでの研磨加工も行った。その結果を図9に示す。定盤回転数を2倍にすると、加工面粗さに変化は見られない。一方、加工能率は、CeO<sub>2</sub>遊離砥粒研磨で少し（1.3倍）の向上が見られるのに対し、RZ-4では1.11µm/minとなり、約2倍向上している。それはCeO<sub>2</sub>スラリーを用いた研磨加工に比較して2倍以上である。また、CeO<sub>2</sub>スラリーは20ml/minの供給量に対し、凝集砥粒研磨フィルムの場合、研磨液として純水をわずか0.9ml/min（表2）しか供給してない。従って、加工能率を一定として、凝集砥粒研磨フィルムに置き換えた場合、廃液の排出量は97.5%の削減が可能と試算できる。

### 3-3-3 加工進行に伴う加工特性の経時変化

凝集砥粒の加工メカニズム（図4）としては、加工開始時には、砥粒とワークとの接触面積が小さく加工点圧力が高いため、高加工能率が得られ、そして加工進行に伴って凝集砥粒の平坦化磨耗が生じ、接触面積が増え、加工点での圧力が下がり、砥粒の切込み量も微小になることから良好な加工面粗さが得られると考えている。したがって、砥粒の磨耗によって加工点での加工圧力が下がるため、加工能率が加工進行に伴い低下していくと考えられる。そこで、開発した凝集砥粒研磨フィルムの加工特性の経時変化について検討した。用いた研磨フィルムはRZ-4で、砥粒密度は45area%とした。また、ワークの前加工面の影響をなくすため、30nmRyの鏡面を用意した。図10に異なる設定加工圧力における加工特性の時間的変化を示す。本図より、加工面はいずれも30 nm Ry程度の鏡面となっていることがわかり、顕微鏡観察からはスクラッチフリーであることを確認している。一方、除去能率は、加工圧力66 kPaの場合、加工初期に急激に低下するものの5 min以降はほぼ一定の値を示している。また、46 kPaの場合は、10 minまでは除去能率の低下が顕著であるが、それ以降の低下傾向は緩やかなものとなっている。この一定化し

た時の除去能率は、前節で示したCeO<sub>2</sub>砥粒を用いた研磨加工における能率（設定加工圧力46 kPa時に0.35 μm/min）とほぼ同等となっている。

こうした加工特性の変化と凝集砥粒の状態変化との関連を把握するために、凝集砥粒の摩耗量変化について調べた（図11）。図10、11からわかるように、砥粒摩耗量の変化と加工特性の変化とは対応しており、加工開始直後には砥粒摩耗は激しく、加工量も多い。そして加工進行にともない凝集砥粒は平坦化摩耗するが、5～10 min程度で摩耗進行は抑制され、除去能率も一定化していく。また凝集砥粒の状態および加工特性が安定化した時の加工点での圧力は、いずれの設定加工圧力においても0.4 MPa程度となっている。さらに図11からは、除去能率が一定化した後も砥粒摩耗が徐々に進行していることもわかる。

以上のことから、凝集砥粒は加工進行とともに平坦化摩耗し加工能率も低下するが、その後も凝集砥粒自身が微小な摩耗—自生発刃—を生じることで安定な加工、すなわちほぼ一定の除去能率のもと30 nm Ry程度の鏡面が持続的に得られるものと考えられる。

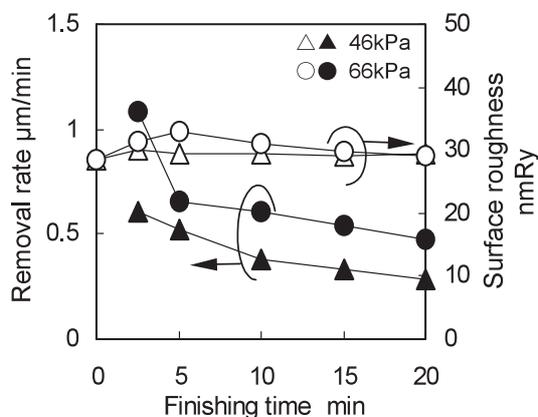


Fig.10 Changes of finishing characteristics against finishing time.

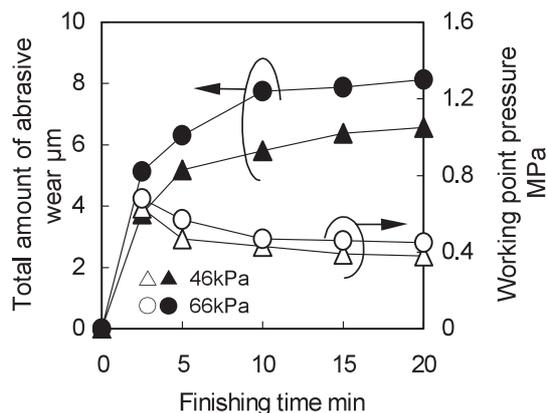


Fig.11 Changes of abrasive wear and pressure at the working point against finishing time.

## 4. 成果

超微細ZrO<sub>2</sub>粉末の凝集砥粒を用いた研磨フィルムを開発し、光学ガラス仕上げ加工における加工特性の評価結果から、以下の成果を得た。

- (1) 加工開始時は加工点圧力が高く加工能率も高まり、その後砥粒は平坦化磨耗し、切込み量が微小となり良好な加工面粗さを得られるというメカニズムを明らかにした。
- (2) 凝集砥粒の凝集力、設定加工圧力の調整で加工点における加工圧力を高め、また工具速度を高めることによって、加工能率を向上することができ、高加工能率と高加工面品位を両立する可能性を示した。
- (3) CeO<sub>2</sub>スラリーを用いた遊離砥粒研磨加工に対し、同等の加工面粗さ（30nmRy程度）を2倍以上の高い加工能率、かつ廃液削減97.5%を達成した。
- (4) 砥粒平坦化磨耗後、磨耗進行を微小化することで、安定かつ持続的に鏡面を仕上げる可能性を示した。

## 5. 今後の展開

凝集砥粒研磨フィルムの構成や加工条件などをさらに適正化し、ガラス基板やディスクなどの実加工への展開を図る。

## 謝辞

本研究を進めるにあたってご指導をいただいた東京大学

客員助教授 榎本 俊之 先生に深謝申し上げます。また、実験、評価にあたって、多大なご指導、ご協力をいただいた方々に深く感謝いたします。

#### 参考文献

- 1) 金澤, 榎本ら: 超微細シリカ凝集砥粒を用いた研磨テープによるシリコンウェーハのエッジ研磨, 1999年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集, (1999) 699.
- 2) 金澤, 榎本ら: 超微細シリカ凝集砥粒を用いた研磨テープによるシリコンウェーハのエッジ研磨-加工条件の最適化-, 1999年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集, (1999) 363