

第37回無機材料に関する最近の研究成果発表会

—材料研究に新しい風を—

マンガン系酸化物粉末を用いた 新規ガラスの研磨材料の研究開発

2020年1月27日(月)15:30～16:10
住友会館(泉ガーデンタワー 42階)

岐阜工業高等専門学校

機械工学科 ・ 講師

島本(田中) 公美子



1. 背景 — 従来材 : CeO_2 —

現在、ガラスの研磨材には希土類(レアアース)の一つで軽希土類に分類されるセリウム(Ce)の酸化物である酸化セリウム(CeO_2)が用いられている。

ガラス研磨材の代替材料の研究開発として、2009年7月から2013年3月まで立命館大学 谷 康弘 教授らの研究グループが研磨パッドや研磨砥粒等について検討が行われた。この研究では、研磨パッドに焦点をあてており、研磨砥粒はジルコニア(ZrO_2)による評価を行っているが、他の研磨材料の性能評価には余地がある。

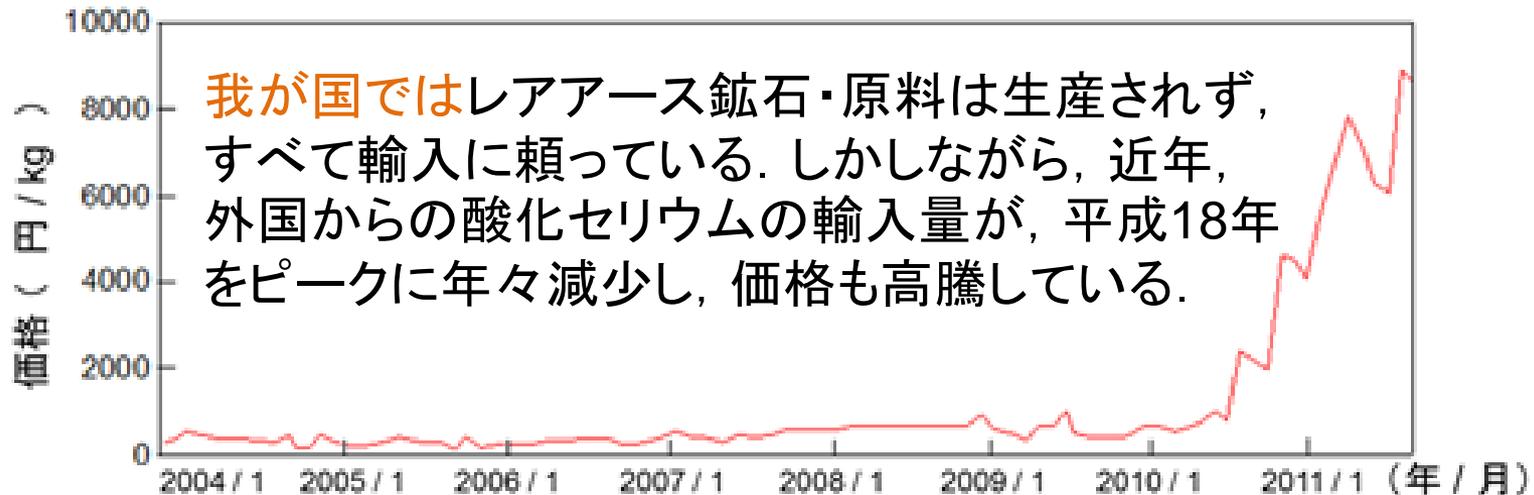


Fig.1 セリウムの価格の推移

1. 背景 — ガラス研磨材の種類・性質 —

Table 1 ガラス研磨材の性質

名称	化学式	結晶系	色	モース硬さ	比重	融点(°C)	適用
アルミナ(α 晶)	α - Al_2O_3	六方	白~褐	9.2~9.6	3.94	2,040	ラッピング ポリッシング
アルミナ(γ 晶)	γ - Al_2O_3	等軸	白	8	3.4	2,040	ポリッシング
炭化ケイ素	SiC	六方	緑, 黒	9.5~9.75	2.7	(2,000)	ラッピング
炭化ホウ素	B_4C	六方	黒	9以上	2.5~2.7	2,350	ラッピング
ダイヤモンド	C	等軸	白	10	3.4~3.5	(3,600)	ラッピング ポリッシング
ベンガラ	Fe_2O_3	六方 等軸	赤褐	6	5.2	1,550	ポリッシング
酸化クロム	Cr_2O_3	六方	緑	6~7	5.2	1,990	ポリッシング
酸化セリウム	CeO_2	等軸	淡黄	6	7.3	1,950	ポリッシング
酸化ジルコニウム	ZrO_2	単斜	白	6~6.5	5.7	2,700	ポリッシング
二酸化チタン	TiO_2	正方	白	5.5~6	3.8	1,855	ポリッシング
酸化ケイ素	SiO_2	六方	白	7	2.64	1,610	ポリッシング
酸化マグネシウム	MgO	等軸	白	6.5	3.2~3.7	2,800	ポリッシング

1. 背景 — 予備調査 —

ガラスの研磨において、硬い物質が必ずしも研磨能力が高いとは言えない。それは主に化学・機械研磨 (Mechanochemical Polishing) 作用が生じているからである。

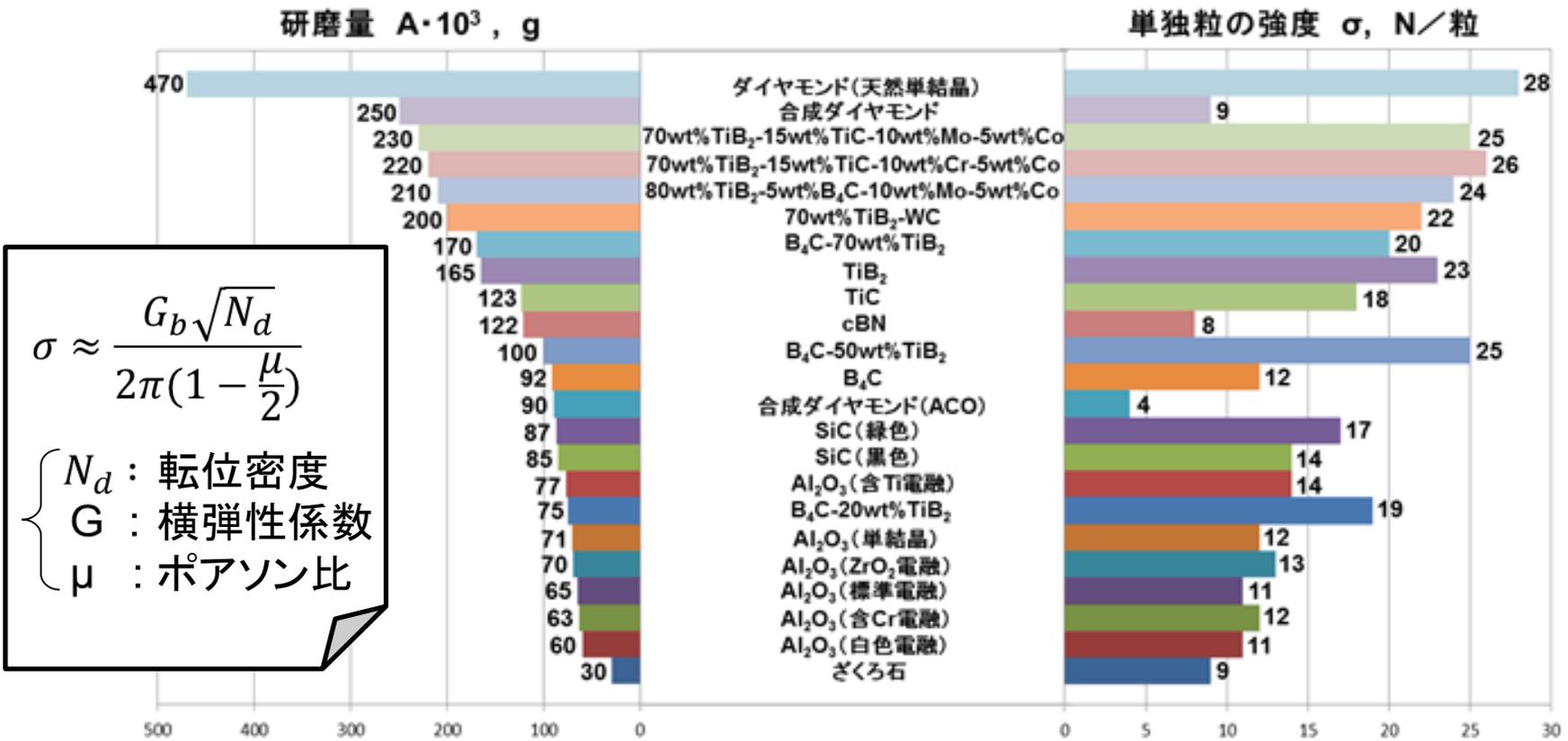


Fig.2 研磨能力と単独粒の強度の関係

2. 目的

新しいガラスの研磨材料として選定した Mn_2O_3 の研磨の有効性を実験的検討により明らかにするとともに、従来材である CeO_2 との比較を行うことを目的とした。

3. 実験方法 — 試料, 手順 —

試料: 酸化セリウム(CeO_2)粉末, 三二酸化マンガン(Mn_2O_3)粉末

溶媒: 蒸留水 (濃度: 蒸留水-10wt%研磨材, 蒸留水-20wt%研磨材)

先行研究: 研磨液をガラスに塗布した後, 研磨パッドで挟み往復スライダー型摩擦試験機を用いて摺動試験を行った. 試料の評価は, 厚さ, 摩擦係数測定, 表面粗さ測定, SEM観察により行った. 先行研究で得られた結果をもとに, 実際にガラスの研磨工場で用いられている研磨装置(DSM9B-5L/P-V(SPEEDFAM製))での実機試験を行った.

研磨量の向上を図るため, Mn_2O_3 の粒径依存性, 研磨荷重依存性, 研磨速度依存性の実験を行った. ガラスの研磨メーカーでは最近では研磨材料(CeO_2)の濃度を水に対して10wt%に変更したとのことであったため, それに合わせて添加量を変更して実験を行い, CeO_2 と Mn_2O_3 の相対比較を行った.

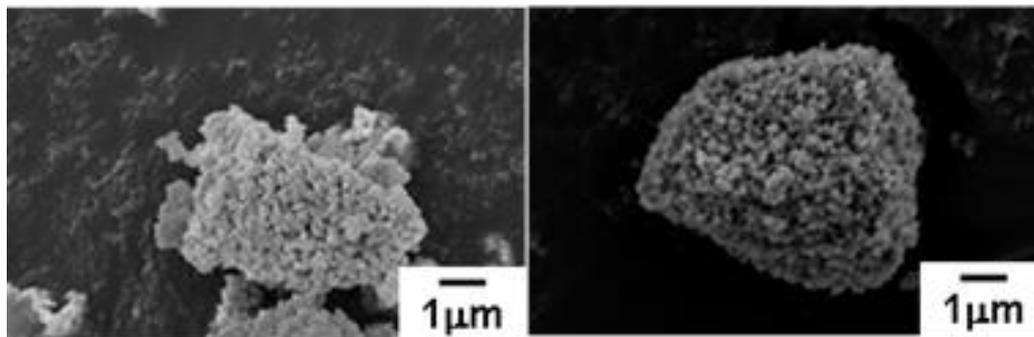


Fig.3 試料粉末のSEM写真(左: CeO_2 , 右: Mn_2O_3)

3. 実験方法 — 実験装置 —

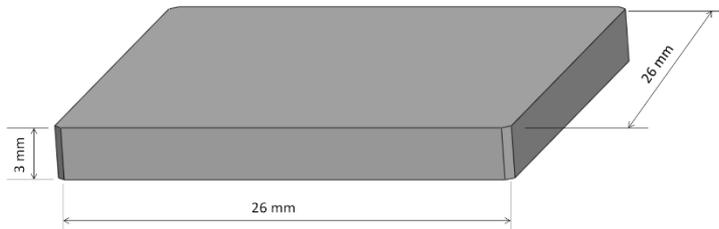


Fig. 4 ガラス板
(26 mm × 26 mm × 3 mm)

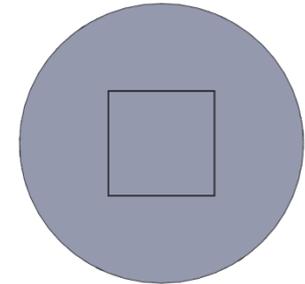
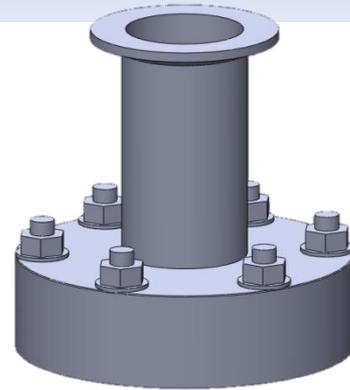


Fig. 5 治具(正面) Fig. 6 治具(底面)

ラボ試験にて使用

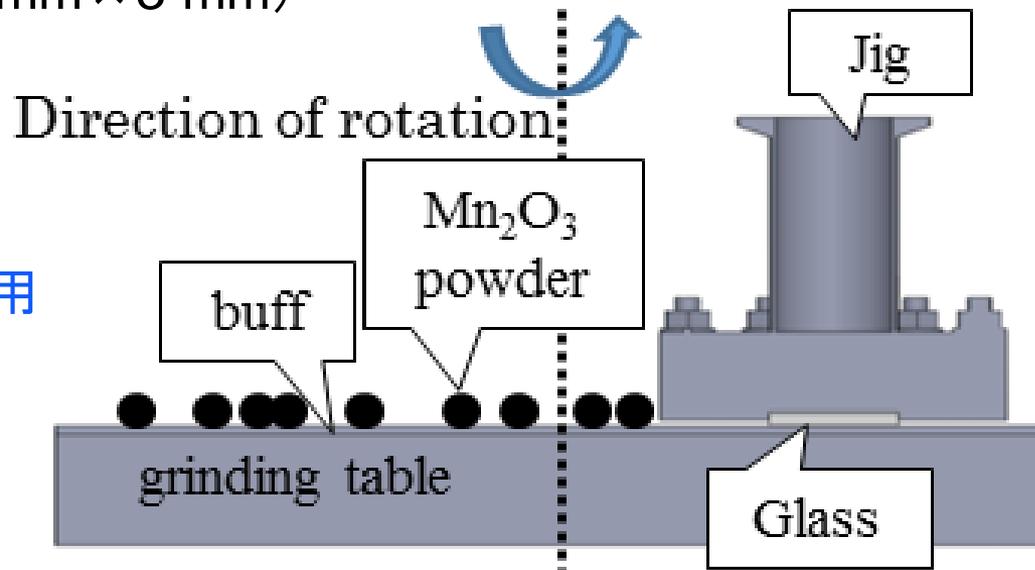


Fig. 7 回転式研磨盤

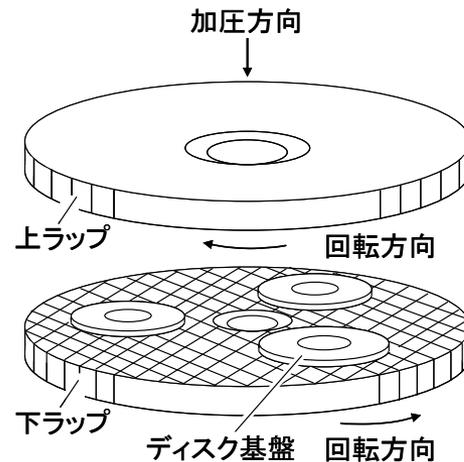
3. 実験方法 — 実験装置 —



Fig. 8 粉末粉碎機
セイシン企業



Fig. 9 粒度分布測定機



Ref. 「はじめての研磨加工」, 安永暢男,
25 March (2010).



Fig. 10 ガラス研磨機
DSM9B-5L/P-V
(SPEEDFAM製)
実機試験にて使用

4. 実験結果 —Mn₂O₃の粒度分布—

Mn₂O₃の入手先: Materion Advanced Chemicals社製(米国)

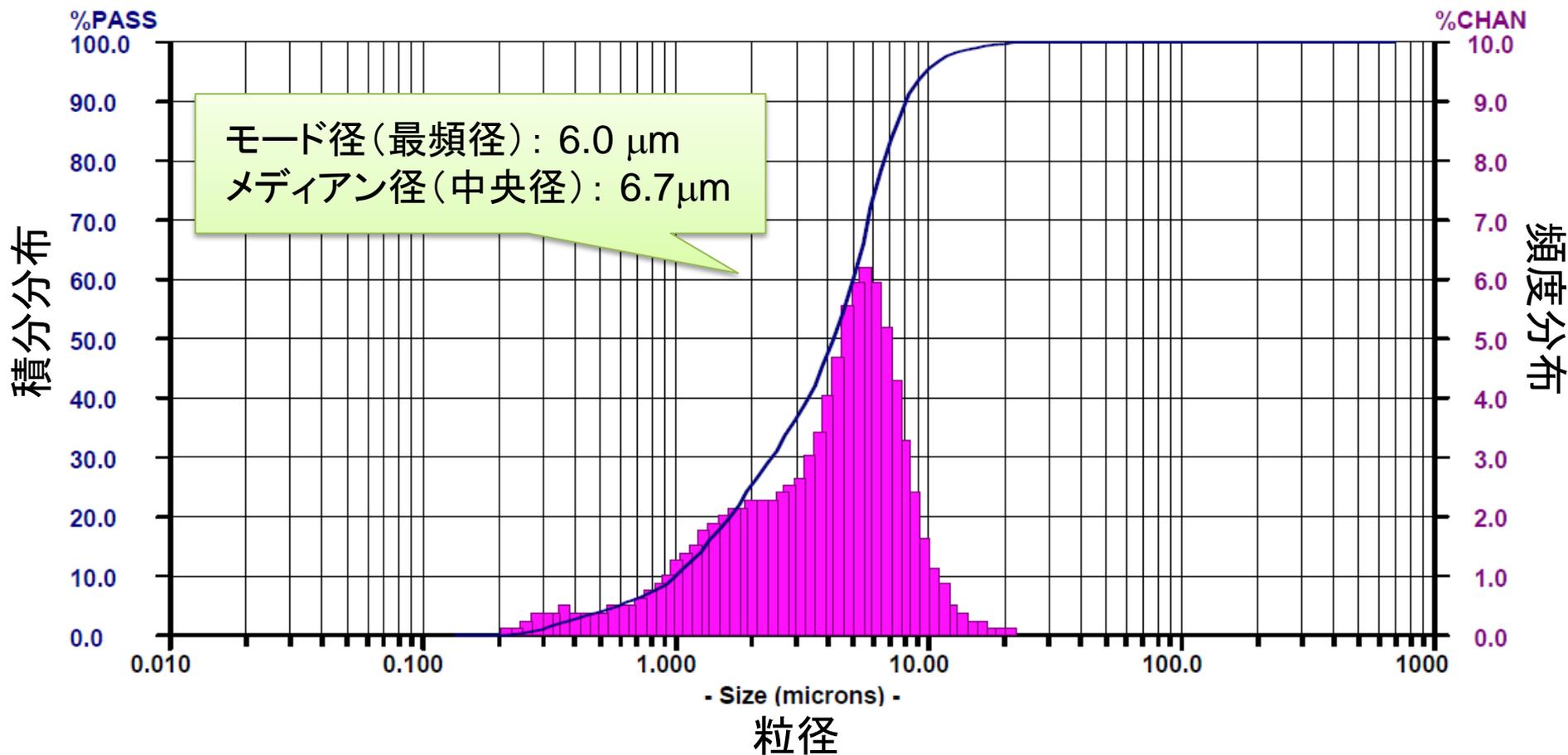


Fig. 11 入手したMn₂O₃粉末の粒度分布

4. 実験結果

研磨時間を30分とした場合の透明度の比較

研磨前のすりガラスの状態に比べ、 CeO_2 および Mn_2O_3 は透明度が向上。研磨量(厚さ)は、 $\text{CeO}_2: 20 \mu\text{m}$, $\text{Mn}_2\text{O}_3: 3 \mu\text{m}$ で、表面粗さはほぼ同等。

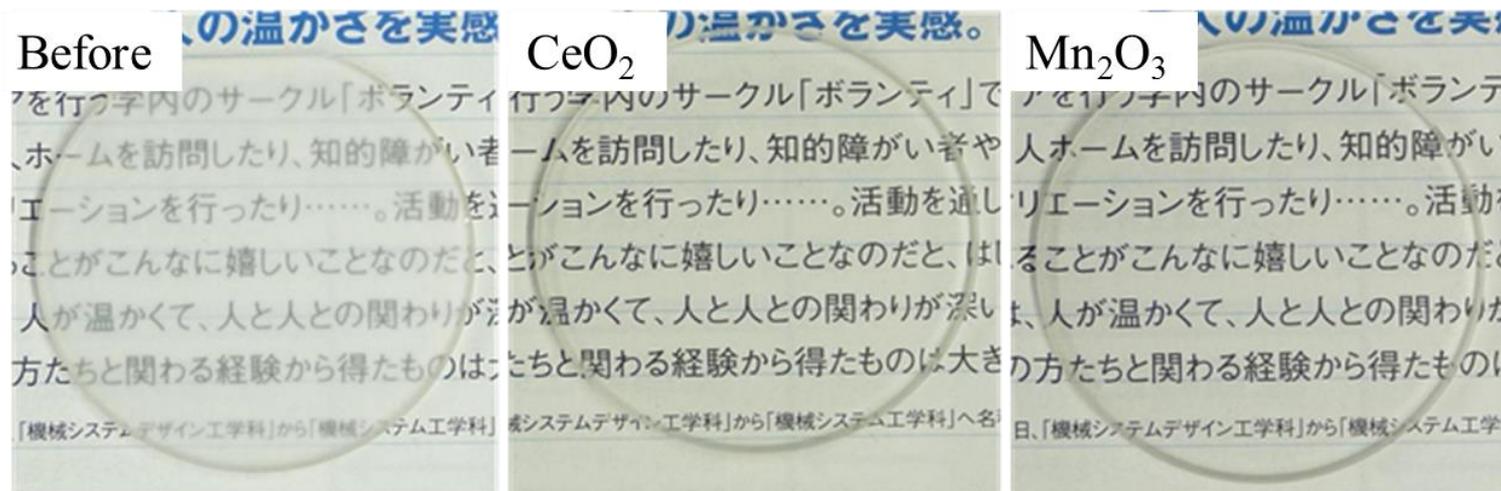


Fig. 12 Comparison of transparency for glasses after glass polish experiment.

Mn_2O_3 は30分の研磨量が $3 \mu\text{m}$ と少なかったが、少ない研磨量で鏡面化できることから、仕上げ研磨加工に応用できる可能性が高いことが明らかとなった。

4. 実験結果

Mn₂O₃粉末の分級前後のSEM観察

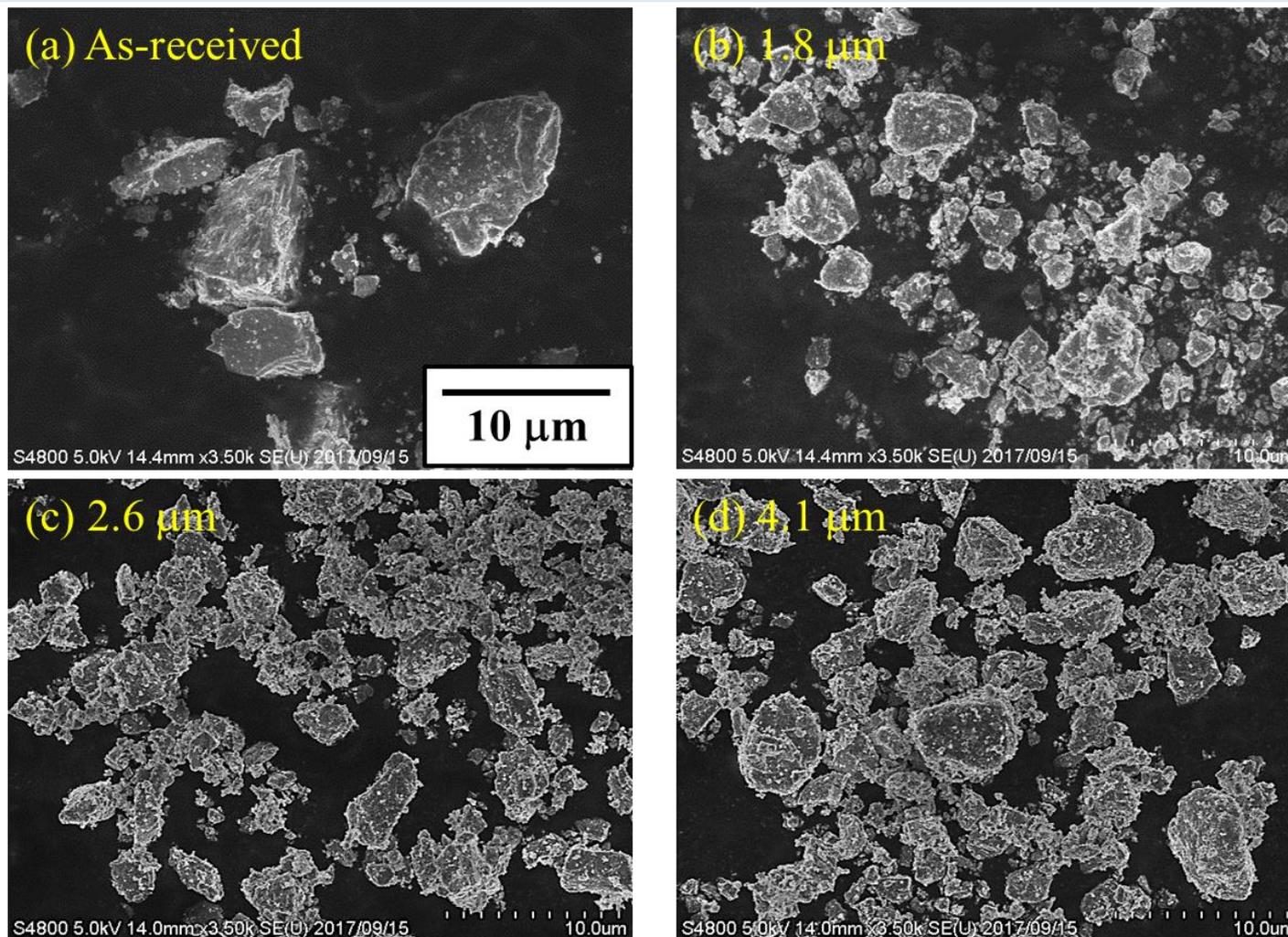


Fig. 13 Mn₂O₃粉末の分級前後のSEM写真

4. 実験結果

Mn₂O₃の研磨量の向上を目指した実機試験

- Mn₂O₃粉末の平均粒径を1.8 μm, 2.6 μm, 4.1 μmと変化させたものを作製
- 研磨材濃度: 水道水-10wt%研磨材

Mn₂O₃はCeO₂に比べて半分程度の研磨量となった。

我が国はマンガン団塊があることから、今後Mn₂O₃の生産量が向上すれば安価になることを見越し、研磨材濃度を上げて実験を行うことにした。

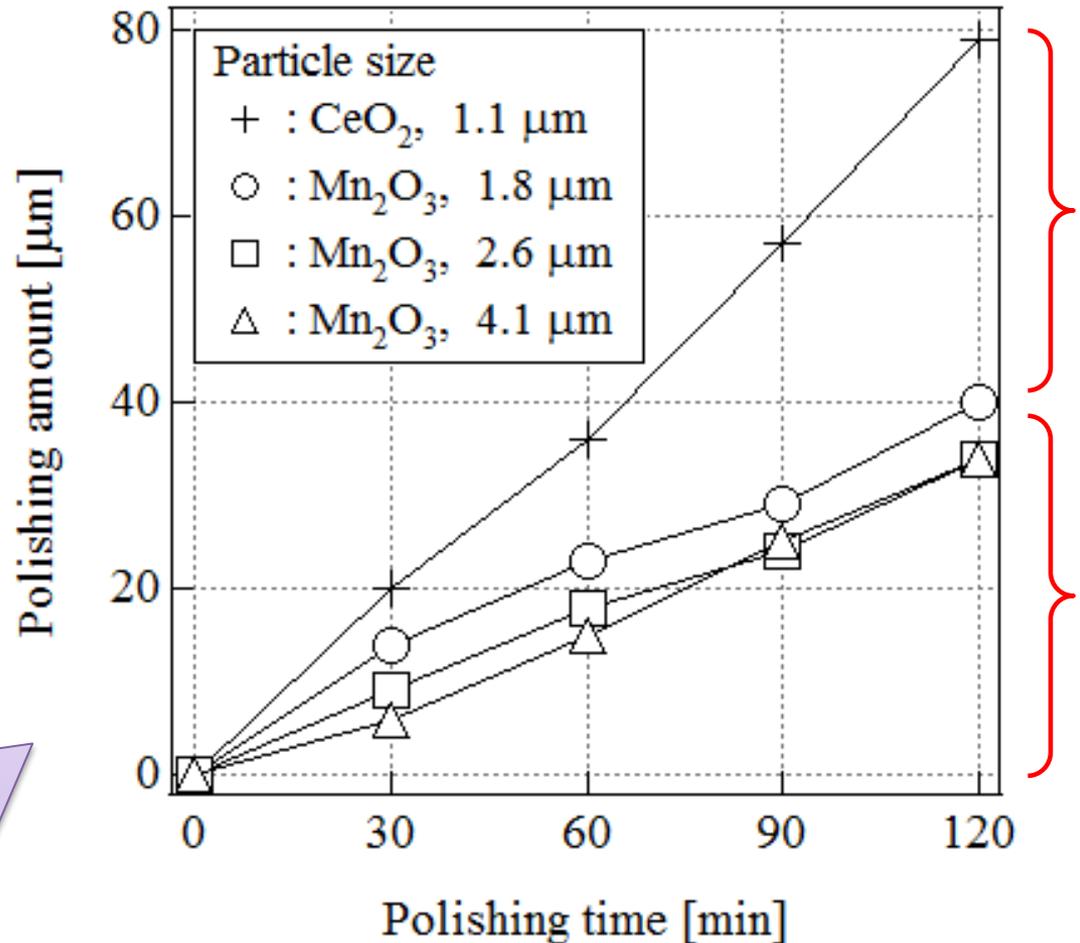
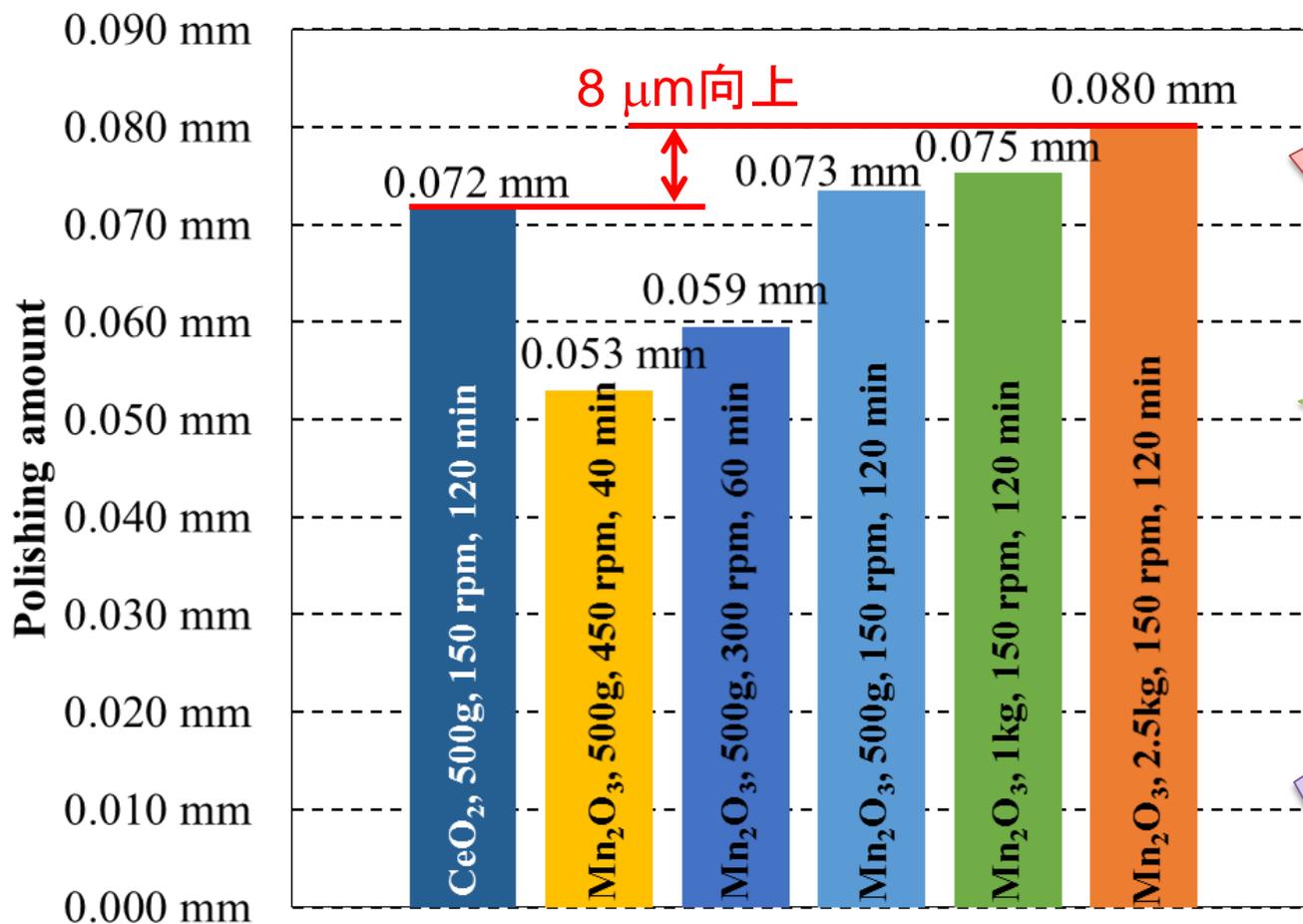


Fig. 14 Particle size dependence of Mn₂O₃.

4. 実験結果

Mn₂O₃の研磨量の向上を目指したラボ試験

研磨条件(荷重, 回転速度)を変更し, 研磨量の向上を目指した.



研磨材濃度を上げることで, 研磨量はCeO₂を上回る結果となった.

研磨材濃度:

水道水-10wt%CeO₂
水道水-20wt%Mn₂O₃

研磨荷重の増加に伴い
研磨量が向上

回転速度を速くするとともに, 研磨量が低下する傾向にあった.
これは荷重と遠心力の間に働く合力が関係し, 試料表面の一点一点にかかる力が変化したこと
に起因する.

Fig. 15 Polishing load dependence and polishing speed dependence of Mn₂O₃.

4. 実験結果

研磨条件を変更した場合の透明度の比較

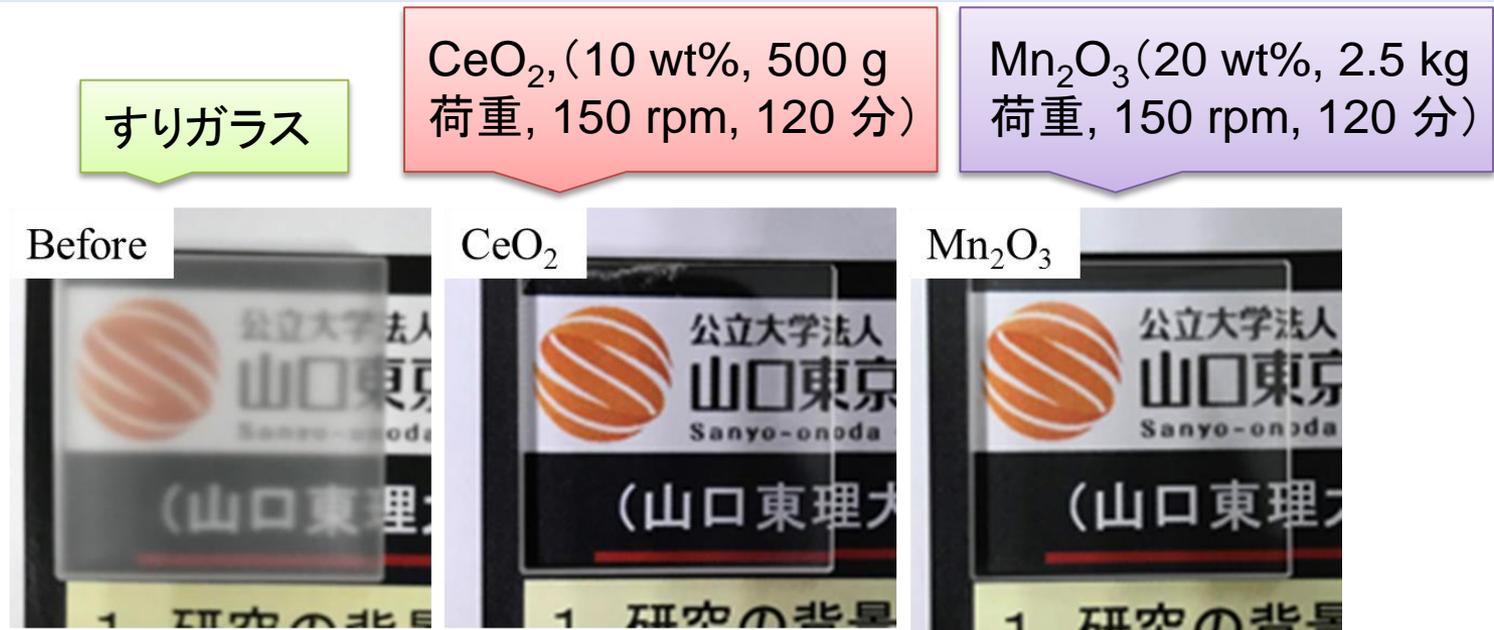


Fig. 16 Comparison of transparency for glasses after glass polish experiment.

Mn₂O₃粉末の最大のメリットは、少ない研磨量においても鏡面になることであるが、研磨濃度を上げ、研磨荷重を増加させて研磨量を向上させた場合においても、その性能は劣らない。

今後は、Mn₂O₃粉末の更なる研磨量の向上に向けて、実験条件の検討を行うとともに、産業界では精度の高い研磨を短時間で行うことが望まれるため、研磨時間を短縮する技術についても検討する。

5. まとめ

新しいガラスの研磨材料として選定した三二酸化マンガン(Mn_2O_3)の有効性を実験的検討により明らかにし、従来のガラスの研磨材料である酸化セリウム(CeO_2)と比較した結果、以下のことが明らかとなった。

- 1) Mn_2O_3 粉末の研磨材料としての有効性を確認した。
- 2) 従来 CeO_2 の研磨で行われる研磨条件下では、 CeO_2 の方が20 μm と高い研磨量を示し、 Mn_2O_3 は3 μm であった。
- 3) 研磨量の粒径依存性を調べた結果、研磨材の粒径が細かいほど粒子の数が多くなり、わずかに研磨量が増加した。
- 4) Mn_2O_3 粉末は、荷重の増加に伴い研磨量が向上し、荷重依存性が認められた。研磨量の研磨速度(研磨時間)依存性を調べた結果、研磨速度の上昇(研磨時間の短縮)に伴い研磨量は低下した。
- 5) 研磨後のガラスの観察を行った結果、 Mn_2O_3 は研磨量が少ない場合においても、 CeO_2 の透明度や表面粗さとほぼ変わらず、最終仕上げの鏡面研磨に適することが明らかとなった。

謝 辞

本研究は、日本板硝子材料工学助成会のご支援により実施した研究課題（助成期間：平成28年度～平成30年度）であり、ここに深謝の意を表します。

ご清聴ありがとうございました