

# 高い表面平滑性を実現できるガラス用研磨材の研究開発

堺化学工業(株) 中央研究所

小泉 寿夫, 和田 瑞穂

## Development of Glass Abrasives for Smooth Surface Polishing

Hisao Koizumi, Mizuho Wada

Sakai Chemical Industry Co. Ltd., Corporate Research Laboratories

### 1. はじめに

光学レンズやフォトマスク基板、フラットパネルディスプレイなど、ガラスを主要な部材とする情報伝達機器は、ここ数年で目覚ましい進化を遂げている。ガラス製品は、これら精密機器の品質や付加価値を大きく左右することから、従来にない高いレベルでの表面品質が要求されている。

ガラス製品における表面仕上げ工程は、遊離砥粒による精密研磨が一般的である。ガラスを高効率かつ平滑に研磨するためには、酸化セリウム（セリア）を含む研磨材が有用である。しかしながら、昨今発生した特定国の輸出規制などに由来する、セリアの価格高騰が大きな問題となっていた。

このような背景から、当社では、従来のセリア系研磨材への依存から脱却し、かつセリア系研磨材を用いた場合に比べて優れた平滑面が得られる、全く新しいガラス研磨材の開発を行った。本稿では、高い表面平滑性を実現できる、二種類のガラス研磨材を開発した結果について報告する。

### 2. 研磨材の開発方針

セリア系研磨材を用いた場合、ガラス研磨の過程でセリア／水／ガラスからなる三相界面において化学反応が進行し、シリカガラスのSi-O-Siの化学結合を不安定化させることにより、ガラスの最表面が一時的に軟質化される。この研磨過程における化学反応が化学研磨（Chemical Polishing, CP）と呼ばれる。一方、軟質化したガラス表面を速やかに除去する役割を担うのが機械研磨（Mechanical Polishing, MP）である。これらCPとMPをうまく組み合わせ、高速かつ超平滑に研磨する方法が化学機械研磨（Chemical Mechanical Polishing, CMP）である。セリア系研磨材は、これらCPとMPの両方の特性を最適な割合で兼ね備えている。

このように、セリアが有する研磨特性を踏まえて、当社では、①顔料級の酸化チタン粒子をコアとし、粒子表面に酸化セリウムを微細かつ均一に被覆させた、酸化チタン系ガラス研磨材（FPT series）の開発に成功した<sup>1)</sup>。また、②CP特性を有するジルコン酸ストロンチウム（SrZrO<sub>3</sub>）と、MP特性を有する酸化ジルコニウム（ZrO<sub>2</sub>）をナノレベルで複合化させた、SrZrO<sub>3</sub>/ZrO<sub>2</sub>系ガラス研磨材（FPS series）の開発に成功した。以下にそれぞれの研磨材の詳細について述べる。

〒590-0985 堺市堺区戎島町5-1  
TEL 072-223-4117  
FAX 072-227-9796  
E-mail: koizumi-h@sakai-chem. co. jp

### 3. 酸化チタン系ガラス研磨材

酸化チタンは優れた白色顔料として、塗料やインキ、プラスチック用途などに幅広く使用されている。これら用途には、高度な分散性と隠蔽性が要求されることから、酸化チタンの粒子サイズを精密に制御する必要がある。また、酸化チタンを顔料用途として使用する場合は、酸化チタンが元来有する光触媒活性を抑制し、かつ塗料との親和性や安定性を最大限に高める表面処理が必要不可欠である。当社では、顔料級酸化チタンの製造において長年培った「粒子サイズ制御技術」<sup>[2]</sup>と「表面処理技術」<sup>[3]</sup>を融合させることにより、酸化チタンを基盤とする新規なガラス研磨材の開発を行った。

酸化チタンは、セリアに近いモース硬度を有するものの、ガラス研磨速度はセリアに比べて大幅に低い。これは、酸化チタンはMP特性を有する一方、ガラスとの反応性が非常に低く、CP特性を持たないためである。

そこで、酸化チタンの表面に酸化セリウムを被覆することにより、ガラス研磨性を発現できるか検討した。ルチル型とアナタース型それぞれの顔料級酸化チタンの表面に、酸化セリウムを10 wt%被覆した(FPT-10, FPT-20)。得られた複合粒子のTEM像を図1に示す。一次粒子径が0.3–0.4 μmの酸化チタン粒子表面に、10–20 nmの粒子サイズを有する酸化セリウムがアイランド状に被覆されていることを確認した。これら研磨材は、セリア系研磨材と比較して、75–87%の研磨速度を実現できる(表1)。

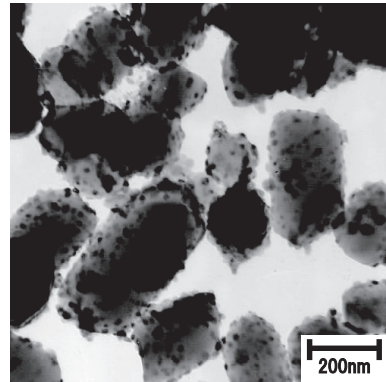


図1 酸化チタン系研磨材 (FPT-10) のTEM像

また、研磨後のガラス表面を走査型白色干渉顕微鏡にて観察したところ、セリア系研磨材では表面粗さが $Ra=0.76$  nmであるのに対し、ルチル型のFPT-10では $Ra=0.65$  nm、アナタース型のFPT-20では $Ra=0.58$  nmと、表面平滑性に優れる結果が得られている(表1)。酸化チタン系研磨材はセリア系研磨材に比べて二次粒子サイズが小さいことに加え、被覆されている酸化セリウム粒子が小さいことにより、より平滑な研磨面が得られたと考えられる。

### 4. SrZrO<sub>3</sub>/ZrO<sub>2</sub>系ガラス研磨材

ファインセラミックスセンター(JFCC)では、ペロブスカイト構造のSrZrO<sub>3</sub>と、螢石構造のZrO<sub>2</sub>をナノレベルで分散させた複合粒子を噴霧熱分解法により合成し、この材料がガラス研磨において、セリア系研磨材に近い研磨速度と優れた表面平滑性を有することを見出している<sup>[4]</sup>。この材料は、SrZrO<sub>3</sub>によるCP特性と、ZrO<sub>2</sub>によるMP特性が同時に発現することでCMPを実現すると考えられている。

表1 各研磨材の諸物性とガラス研磨特性

研磨材	結晶形	モース硬度	D <sub>50</sub> (μm)	研磨速度比 (%)	表面粗さRa (nm)
FPT-10	ルチル	7.0~7.5	0.4	87	0.65
FPT-20	アナタース	5.5~6.0	0.3	75	0.58
市販セリア系	-	6.5~7.0	1.2	100	0.76

そこで当社では、独自のノウハウを活かした粉体合成技術により、 $\text{SrZrO}_3/\text{ZrO}_2$ 系研磨材を低コストで量産できる製造プロセスを構築した。得られた $\text{SrZrO}_3$ と $\text{ZrO}_2$ から成る複合粒子に対し、TEM-EDSによる一次粒子の組成分析と、粉末X線回折による結晶構造解析を行ったところ、 $\text{SrZrO}_3$ と $\text{ZrO}_2$ がナノレベルで分散し、かつ結晶性の高い複合粒子であることを確認した。この $\text{SrZrO}_3/\text{ZrO}_2$ 系研磨材は、セリア系研磨材と比較して、87%の研磨速度を実現できる。また、研磨後のガラス表面を走査型白色干渉顕微鏡にて観察したところ、セリア系研磨材では表面粗さが $R_a=0.76\text{ nm}$ であるのに対し、 $\text{SrZrO}_3/\text{ZrO}_2$ 系研磨材では $R_a=0.54\text{ nm}$ と、より表面平滑性に優れる結果が得られている(図2)。

## 5. おわりに

上述した酸化チタン系研磨材は、2013年よりサンプル提供と販売を開始している。また、 $\text{SrZrO}_3/\text{ZrO}_2$ 系研磨材は、2014年よりサンプル提供を開始している。これら新規ガラス研磨材の開発により、酸化セリウムの使用量を大幅に削減できるのみならず、優れた表面平滑性が実現できることが分かった。

なお、 $\text{SrZrO}_3/\text{ZrO}_2$ 系研磨材は、独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構(NEDO)の委託業務の成果を使用している。

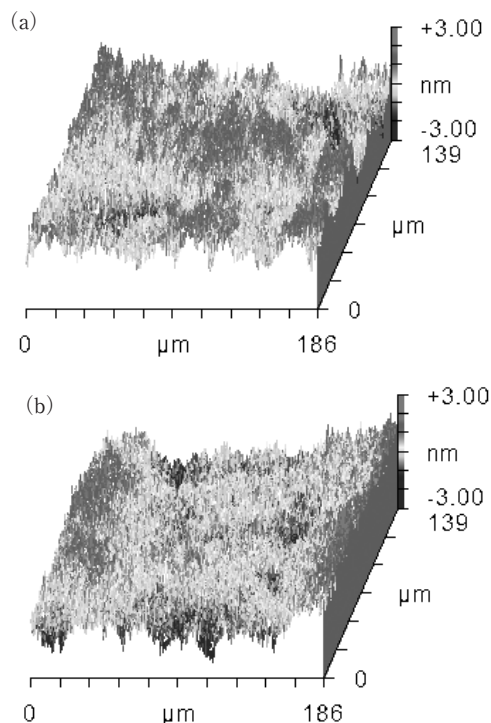


図2 (a)セリア系研磨材および(b) $\text{SrZrO}_3/\text{ZrO}_2$ 系研磨材により研磨したガラスの表面観察結果

## (References)

- 1) Kawasaki, Y. ; Kawagishi, H. ; Yamamoto, T. ; Mikami, M. ; Terabe, A. Japanese Patent No. 5278631
- 2) 例えば Nomura, A. ; Yamamoto, T. ; Saito, H. ; Terabe, A. Japanese Patent No. 5423934
- 3) 例えば Mikami, M. ; Saito, H. Japanese Patent No. 5181408
- 4) Honma, T. ; Kawahara, K. ; Suda, S. ; Kinoshita, K. J. Ceram. Soc. Japan, 2012, 120, 295