

(様式第5号)

ガラス研磨のメカニズム解析を目的とした
酸化セリウム表面の構造解析
Structure determination of surface of Cerium oxide
to improve the mechanism of glass polishing

大森 恒
Wataru Omori

株式会社ノリタケカンパニーリミテド
NORITAKE CO., LIMITED

1. 概要 (注：結論を含めて下さい)

酸化セリウムをはじめとする砥粒によるガラスの研磨の際に起こる可能性のある砥粒表面の構造の変化を、転換電子収量法を用いた XAFS 測定により調査した。今回測定できた酸化セリウムについては、研磨前後での明確な変化は見られなかった。一方、酸化チタン砥粒表面においてガラスの研磨前後における動径分布関数のピークのシフトがみられた。

(English)

Structural changes of surface of abrasive grains including cerium oxide were investigated by XAFS measurements using CEY (Conversion Electron Yield). Any changes of surface of cerium oxide before/after polishing were not observed. The shift of radial distribution function was detected on the surface of titanium oxide.

2. 背景と目的

酸化セリウム (CeO_2) はガラス系材料の研磨材として広く使用されており、ガラスに対して特異的な研磨性能をもつことが知られている。しかし、セリウムはレアアースと呼ばれる希少金属で、産出国が限られている供給リスクの高い物質であり、近年大幅な価格の高騰も問題となっている。ゆえに、ガラス研磨の安定化のために CeO_2 の代替もしくは低減技術の確立が急務である。

上述の代替・低減技術確立のためには、 CeO_2 がガラスに対して高い研磨性能を発揮するメカニズムを知る必要があるが、それはまだ解明されていない。一説には、 CeO_2 が酸化ケイ素に対する化学反応性を持ち、接触時に界面に Ce-O-Si のような局所構造を作ると言われている¹⁾。しかし、そのような局所構造をもつ証拠も見つかっていないのが現状である。我々は CeO_2 砥粒およびその代替となり得る材料として研究が成されている酸化チタン (TiO_2)、酸化ジルコニウム (ZrO_2)、酸化マンガ (Mn_2O_3) の各砥粒の研磨前後の表面状態の違いを、XPS、FT-IR、STEM-EDS を用いて比較した²⁾。その結果、研磨後の CeO_2 砥粒の表面に他の砥粒と比べて大量の「Si-O 結合を含む物質」の付着があることを明らかにした。本テーマは、その「Si-O 結合を含む物質」の付着により砥粒表面の構造が変化するかどうかを、EXAFS 測定を用いて調べることを目的とする。

3. 実験内容 (試料、実験方法、解析方法の説明)

3. 1. 試料

CeO₂ (Si付着量の異なる2種類)、TiO₂、ZrO₂、Mn₂O₃それぞれのスラリーを調製し、図1に示すような装置を用いて合成石英ウエハの研磨を行った。研磨に使用されたスラリーを回収し乾燥して研磨後の砥粒とし、使用されずに余ったスラリーを乾燥して研磨前の砥粒とした。

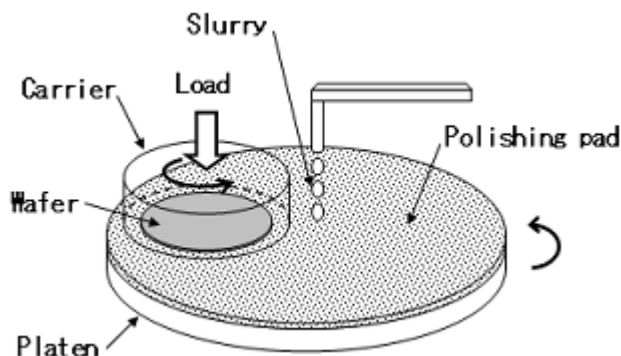


図1 研磨装置の概略図

3. 2. 測定

BL07でZr K-edgeのXAFSスペクトルを、BL11でCe L3-edge、Ti K-edge、Mn K-edgeのXAFSスペクトルを測定した。測定には透過法および転換電子収量法を用い、透過法でバルクの測定を、転換電子収量法で粒子表面の測定を行った。

4. 実験結果と考察

透過法で測定した2種類のCeO₂砥粒のXAFSスペクトルを図2に示す。Si付着量の多い方のCeO₂砥粒については、La L3-edgeの吸収が重なったため、以下のEXAFS領域の解析は行わなかった。

CeO₂砥粒のCeの動径分布関数を図3に示す。バルクと比べて砥粒表面では第二近接のピークがややシフトした。このことから、CeO₂砥粒表面ではバルクとはやや異なる構造をとることが考えられる。バルク、表面ともに研磨前後での変化は見られなかった。TiO₂砥粒のTiの動径分布関数を図4に示す。研磨前の粒子表面のピークがバルクと比べてやや近距離側にシフトしたが、研磨後にはバルクと同様になった。このことから、研磨の前後でTiO₂砥粒表面の構造に何らかの変化が起こったと考えられる。しかし研磨後のTiO₂砥粒へのSi付着は無いもしくはCeO₂砥粒と比べてごく微量であり2)、この変化が「Si-O結合を含む物質」の付着によるものかどうかは判断できない。ZrO₂砥粒のZr、Mn₂O₃砥粒のMnの動径分布関数をそれぞれ図5、図6に示す。ZrO₂、Mn₂O₃共に研磨前後やバルクと表面での動径分布関数の違いは無かった。

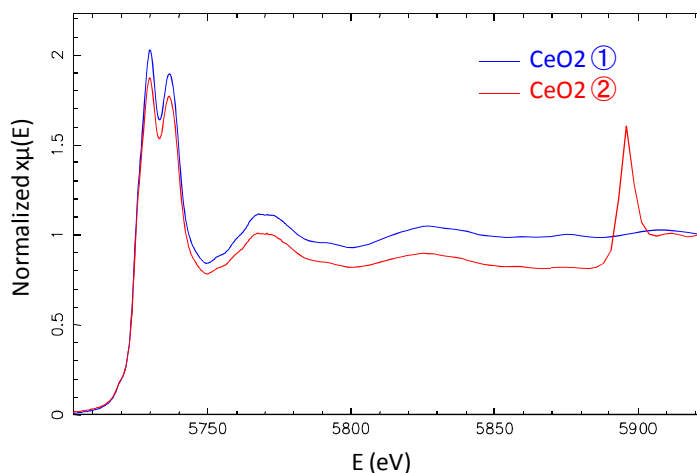


図2 2種類のCeO₂のXAFSスペクトル

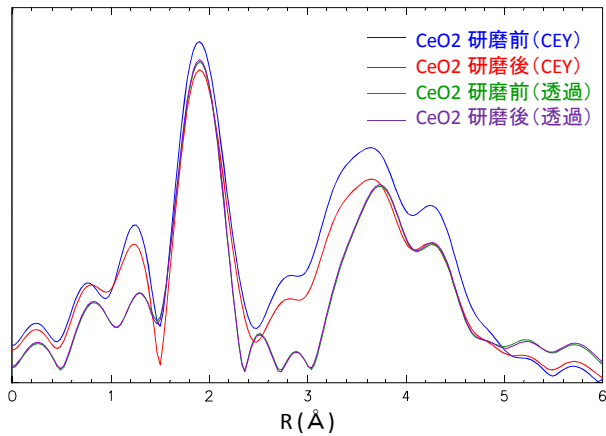


図3 Ceの動径分布関数

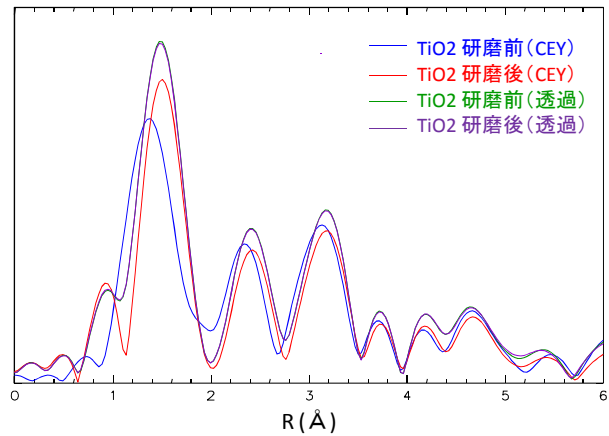


図4 Tiの動径分布関数

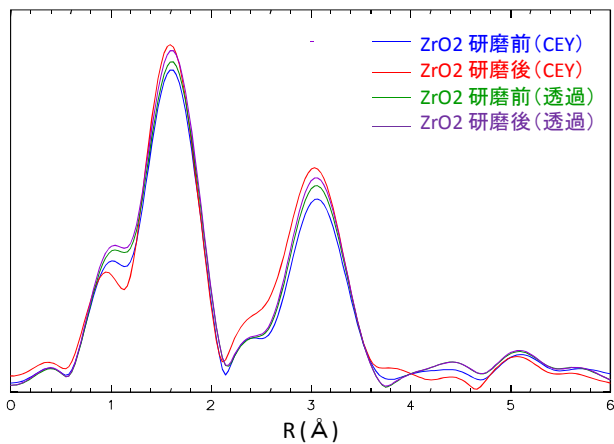


図5 Zrの動径分布関数

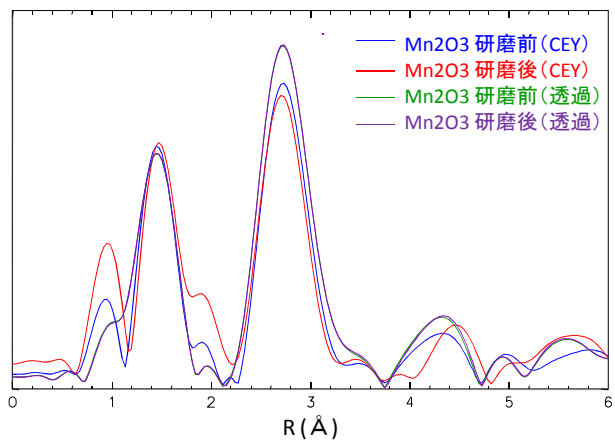


図6 Mnの動径分布関数

5. 今後の課題

砥粒表面に付着した「Si-O 結合を含む物質」の付着形態を解明するためには、砥粒側だけでなく付着物質側、即ち Si についての情報も必要である。最も重要な Si 付着量の多い CeO_2 砥粒についての情報は La L3-edge の吸収の重なりにより得られなかったが、これについても Si 側の測定をすることで他砥粒との比較ができると考えられる。

6. 参考文献

- 1) L. M. Cook: **Chemical processes in glass polishing**, *J. Non-Cryst. Solids*, **120**, 152(1990).
- 2) 佐藤：2011 年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集, 169.

7. 論文発表・特許 (注：本課題に関連するこれまでの代表的な成果)

8. キーワード (注：試料及び実験方法を特定する用語を 2～3)

CeO_2 、EXAFS、転換電子収量法

9. 研究成果公開について (注：※2に記載した研究成果の公開について①と②のうち該当しない方を消して下さい。また、論文(査読付)発表と研究センターへの報告、または研究成果公報への原稿提出時期を記入して下さい(2012年度実施課題は2014年度末が期限となります。))

① 論文(査読付)発表の報告

(報告時期： 2014年 3月)