

磁気感应性 MCF スラリーによる機能性硬脆材料の超精密研磨の研究

ジルコニア (ZrO₂) の鏡面研磨における基礎加工特性の実験調査

呉勇波¹, 藤本正和^{1,2}, 野村光由¹

¹ 秋田県立大学システム科学技術学部機械知能システム学科

² 青山学院大学理工学部機械創造工学科

物理・化学的特性に優れたファインセラミックスであるジルコニアの用途拡大を図るためにジルコニア製品製作の最終工程としての研磨加工は高能率で高精度に行わなければならない。従来の研磨技術では高能率化と高精度化の両立が困難であり、MCF 研磨技術の適用を提案した。本提案の妥当性を確かめ基礎加工特性を調べるために、既設実験装置に改良を加えた上、MCF スラリーの濃度が加工面性状と粗さに及ぼす影響を中心に基礎加工特性を検討した。その結果、①初期粗さ 300nmRa 以上の粗い加工面は 1 時間以内に 10nmRa 以下の鏡面に仕上ることができる；②MCF スラリー濃度が高いほど粗さがより速く減少し加工効率が上がるが、高い濃度では面粗さが一定値より小さくなると深さが最大で 6nm のくぼみが多発し、粗さ 2nmRa 以下の完全鏡面化が困難となる；③ブラスト加工で得られた鏡面の試料について砥粒含有の有無の MCF スラリーで研磨を施した加工面を観察することによって、くぼみの発生理由を探ったところそれが砥粒の凝集に起因する点が大い；との知見が得られた。

キーワード：ジルコニア，研磨，MCF スラリー，表面粗さ，磁性流体，磁気粘性流体

ジルコニア (ZrO₂) は、エンジニアリング用セラミックスの中で最も優れた機械的強度を持っており、また靱性が高く、セラミックスの弱点であった“脆さ”を克服した画期的な材料であり、光ファイバー用接続部品や審美性に優れた歯科材料など豊かな社会生活を支えている。しかし、優れた特性と広い用途がある一方、脆くて硬い、また熱伝導率が低いため、ジルコニア製品の製作における最終工程の研磨加工はナノ精度で行うのが容易ではない ((社)日本ファインセラミックス協会編集委員会, 1990)。

従来のラッピングやポリシング、またバフ研磨と電解砥粒研磨及び超音波振動研磨などの研磨技術 ((社)砥粒加工学会, 2006) は、工具を一定の圧力で加工面に押し当てて両者間に遊離砥粒を供給しながら相対運動を与えて研磨を行うものであるため、

加工力が過大になりやすくナノ精度で変質層のない仕上げ面を得るのは困難である。これまで、化学的要素の強いメカノケミカルポリシングや工具と加工面が非接触で加工圧の低いフロートポリシング及び EEM 等の新しい研磨法が次々と開発され、仕上げ面粗さが 1nm にも及ぶ高精度の研磨が実現されている。しかし、こうした加工法の大部分は加工能率が低くしかも前加工の影響を受けやすいという問題がある。

この点では、磁性流体 (MF) や磁気粘性流体 (MRF) を媒介にした磁場利用研磨法 (日本機械学会, 2000) が注目されている。この方法は、加工面に工具を圧力で接触させることをせずに、砥粒が磁場の遠隔作用によって加工面の隅まで到達でき、複雑 3D 形状面の仕上げに適用可能である。しかし、従来の磁場利用法において媒介の MF と MRF は、

砥粒の分散性や流動性，また把持力に一長一短がある．MF の粒子安定性と流動性，MRF の粒子把持力を併せ持つ磁気混合流体 MCF(Magnetic Compound Fluid)を媒介に使用する新しい磁場利用研磨法(以下では MCF 研磨法と呼ぶ) (佐藤隆史ら，2009) を研究代表者らが提案した．これまで，MCF の中に砥粒を混合して MCF スラリーを作製し，硬脆材料を含め各種材料の鏡面仕上げに適用したところ，その有効性が確認された (呉勇波ら，2012)．

しかし，MCF 研磨法が硬脆材料に有効であることが確認されたにもかかわらず，ジルコニアの最終仕上げに実用しようとする時，加工特性(面粗さ，形状精度，内部欠陥，材料除去率などに及ぼす MCF スラリーの構成と磁場の強弱と印加方法，スラリーと試料間の相対位置と運動，研磨時間などの影響)を体系的に明らかにし，目標加工精度と加工速度の達成に必要なスラリー構成と加工条件を特定しておくなければならない．そこで，本研究では既設の実験装置に改良を加えたうえ，加工特性の実験的調査を行いその結果を本報で報告する．

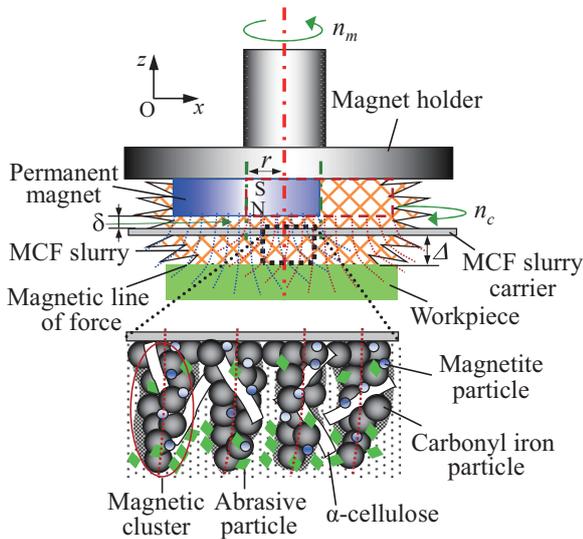


図1 MCF スラリーによる研磨の原理図

加工原理と実験装置

図1に MCF 研磨の加工原理を示す．厚み方向に NS 分極したディスク状永久磁石を偏心 r でそのホルダーの下端面上に固定し，磁石ホルダーを速度 n_m で回転させると磁石がホルダー中心の周りに公転運

動するため，磁力線も公転運動し一種の回転磁場が得られる．そして，磁石の下方に間隙 δ で配置した非磁性 MCF キャリアの下面に適量の MCF スラリーを供給すると，MCF スラリー中の磁性粒子(マグネタイト微粒子とカルボニアル鉄粉)は磁場に素早く反応して，磁力線に沿ってクラスターが生成される．MCF キャリアの下方に間隙 Δ で加工物を置き，MCF キャリアの回転(速度 n_c)など加工物間との相対運動を与えると，クラスターのキャリア作用によって重力や磁気浮揚力により磁場の弱いクラスター先端に集積する非磁性砥粒が加工面を擦過してその微小切削作用や塑性流動作用によって研磨が行われる．

図2に実験装置の外観写真を示す．この装置は，磁石に公転運動と MCF キャリアに回転運動を与える機構からなる研磨ユニット(Polishing unit)を自作し，市販のデスクトップ型3軸制御ロボットのz軸上に研磨ユニットを取り付ける構造となっている．Z軸(上下)制御によって，MCF キャリアと工作物間の間隙 Δ は適宜に調整でき，X軸(左右)とy軸(前後)制御によって，MCF キャリアの下面に磁気吸引されている MCF スラリーの工作物加工面上の相対運動軌跡が適宜に与えられる．

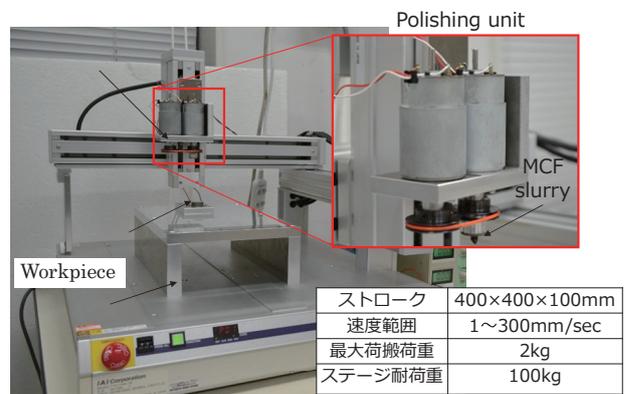


図2 既設実験装置の外観写真

しかし旧研磨ユニットは，軟質材料研磨のために製作したもので，MCF キャリア回転速度が低く磁石の磁力も弱い．硬脆材料の研磨に用いると加工速度が非常に低いと予想される．そこで，先行研究(佐々木康介ら，2013)の知見を参考に，より強力な磁力とより高いキャリア回転速度が得られる研磨ユニットを新たに設計・製作し旧ユニットを置き換えることによって実験装置の改良を施した．

表 1 新ユニット動作確認試験における実験条件

Workpiece	ZrO ₂
Pemanent magnet	Nd ₂ Fe ₁₄ B: B=0.495T, φ9×7 mm
	Rotation radius: d = 2 mm
	Rotation speed: n ₁ = 1000 rpm
Aluminum plate	Rotation speed: n ₂ = 1000 rpm
X-axis feed	Stroke: 5mm
	Feed speed: 5mm/s
Amount of MCF slurry supplied	L = 0.2 ml
Clearance	Δ = 0.5, 0.7, 1.0 mm
Polishing time	T = 60 min

表 2 スラリー粘度影響調査用 MCF スラリーの構成

Abrasive: Diamond (Mean diameter: 1.0μm)	12wt. %		
Carbonyl Iron powder: GS (Mean diameter: 7.0μm)	46.59	45	43.9 wt. %
MF: WSG W11	41.41	40	39.1 wt. %
α-cellulose	0	3	5 wt. %

実験方法と結果および考察

実験検討は、新ユニットの動作確認と新ユニットを用いた際の加工特性について行った。まず新ユニットの動作確認は、ダイヤモンド砥粒（粒径 1μm）12wt.%, カルボニアル鉄粉（粒径 7μm）42.5wt.%, MF (WSG W11) 42.5wt.%, αセルロス 3wt. %といった構成を持つ MCF スラリーを使用して表 1 の条件で行った。はじめに加工間隙 Δ = 0.5 mm で実験を試みたところ、MCF スラリーがワークと接触した際にその回転が止まってしまった。次に Δ = 1 mm にしたところ、MCF キャリアは回転が止まらずに 20 分間の研磨を行った。しかし、研磨後のワーク表面を観察・測定したところ、研磨前との違いが見られずに研磨されていないかった。

そこで Δ = 0.7 mm にして研磨を行ってみた。その結果、MCF キャリアの回転が止まることなく、なおかつ図 3 のように、初期の研削痕が 40 分研磨後に大きく減少し、表面粗さも 300.2nmRa から 13.6nmRa へ大幅に減少した。この結果は、新ユニットが旧ユニットより大きい間隙でも同等の加工特性を得られることから、新研磨ユニットの有用性も確認された。

次に MCF スラリー構成成分中の α-セルロスの割合（即ち MCF スラリーの粘度）の到達粗さへの影響など新ユニットを用いた際の加工特性を調べた。

表 1 に MCF スラリーの成分構成を示す。実験条件は、Δ = 0.7 mm にした以外に表 1 の通りであった。図 4 に面粗さの時間的変化を示す。α-セルロス 0 wt.% では、粘度が小さいためせん断力が小さく、粗さの大幅な改善は見られなかったのに対して、5 wt.% では、40 分で約 2.5nmRa と非常に良い研磨面が得られた。しかし、研磨時間の更なる増加に伴い、粗さが増加に転じてしまった。



(a) 研磨前 (300.2nmRa) (b) 40 分研磨後 (13.6nmRa)
図 3 レーザ顕微鏡によるワークの 2D 観察例

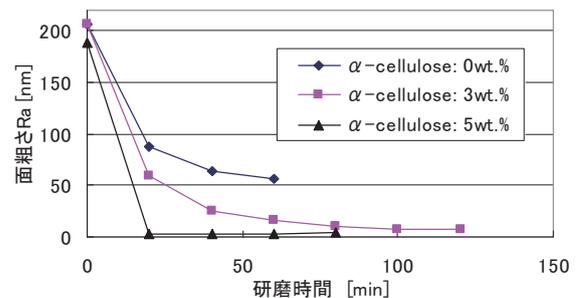
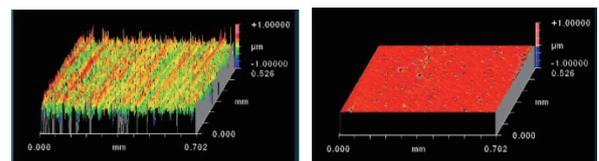
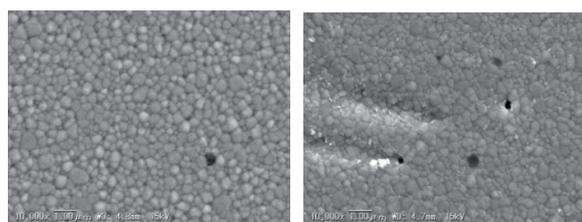


図 4 研磨時間に対する表面粗さの変化



(a) 研磨前 (245.4nmRa) (b) 60 分研磨後 (3.8nmRa)
図 5 ワークの 3D 観察例 (α-セルロス 5 wt. %)

この現象の発生理由を探るために α-セルロス 5 wt.%での加工面を観察した。図 5 のように、研磨前の研削痕は 60 分研磨後に殆ど消え、粗さも 245.4nmRa から 3.8nmRa に減少したが、多数のくぼみが発生した。くぼみ発生原因の究明にあたって、前工程での加工痕の影響を極力無くすために、ワークはその初期表面に粗さ 1nmRa 以下になるようにブラスト加工を施した。MCF スラリーは α-セルロス 5 wt.%のほうを使用した。実験条件は Δ = 0.7 mm にした以外に表 1 の通りであった。また研磨時間を 10 分間と固定した。



(a) ブラスト後 (b) MCF 研磨後
図6 研磨前後の試料表面のSEM観察例

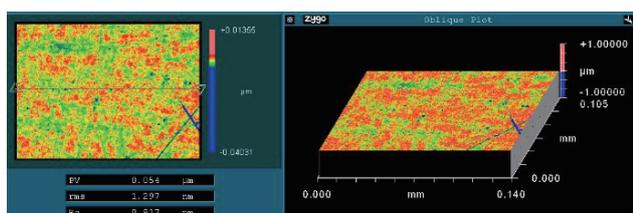


図7 Zygoによるワークの観察例
(砥粒 0 wt.%, 研磨時間 10分)

図 6(a)と(b)にそれぞれブラスト加工後と 10 分 MCF 研磨後の試料表面 SEM 写真を示す。ブラスト加工後は加工痕やくぼみが見られず粒子の集合体となっているが、10 分研磨後はくぼみははっきり発生した。くぼみが加工により引きずられたような細長い楕円形状をしていることから、セラミックス粒子の脱落によるものではないことがわかる。また、くぼみの深さも最大で 6nm に達し、表面粗さの増大をもたらす要因となっている。

そこで、くぼみの発生が砥粒か磁性粒子からなるクラスターの動きによるものかを確認するため、砥粒無し MCF スラリーを作成し実験に供した。研磨条件は図 6 と同様とした。10 分研磨後の試料表面を観察した結果を図 7 に示す。明らかにくぼみの発生が見られず、ブラスト加工で創成された鏡面を維持したままである。すなわち、砥粒を混入しない MCF スラリーではくぼみが発生せず、クラスターのみによってくぼみが発生しないと示された。また、砥粒径と比べてもくぼみが十分大きい。これらの結果から総合的に判断すると、くぼみの発生は砥粒の凝集に起因するものと考えられる。

まとめ

ジルコニアの MCF 研磨技術を開発する一環として、既設の実験装置に改良を加え、その動作確認試

験を行った上、 α セルロスの混合率が異なる MCF スラリーを用いた研磨特性を実験的に調べた。その結果、次の知見が得られた。

- 1) 改良後の新装置では比較的大きい間隙でも効率よく研磨でき、新装置の有用性が確認された。
- 2) α セルロスの混合率（即ち MCF スラリーの粘度）が高くなると粗さの減少率が大きくなるが、高い混合率では研磨時間が一定以上になると粗さが悪くなる傾向に転じる。
- 3) 粗さが悪くなる傾向に転じる理由についてブラスト加工で得られた鏡面を研磨することによって検討したところ、深さが最大で 6nm 程度の細長い楕円形状のくぼみが発生し粗さが悪くなることがわかった。また、くぼみの発生が砥粒の凝集に起因するものと考えられる。

文献

- 社団法人 日本ファインセラミックス協会（編）（1990）.『最新技術 セラミックスの精密加工—セラミックスの基礎から応用まで—』.秋田県立大学出版. 日本ファインセラミックス協会.
- 社団法人 砥粒加工学会（編）（2006）.『図解 砥粒加工技術のすべて』. 工業調査会.
- 日本機械学会（編）（2000）.『生産加工の原理』. 日刊工業新聞社.
- 佐藤隆史, 呉勇波, 林偉民, 島田邦雄（2009）.「変動磁場を利用した MCF 研磨技術の開発」『日本機学会論文集(B編)』75 (753), 1007-1012.
- 呉勇波, 郭会茹（2012）.「磁気混合流体における研磨のメカニズム及び応用」 in 『ガラス高機能化への加工技術』. サイエンス&テクノロジー.
- 佐々木康介, 呉勇波, 藤本正和, 野村光由, 島田邦雄（2013）.「多軸制御小型 MCF 研磨装置の試作と研磨特性」『2013 年度 JSPE 東北支部学術講演会講演論文集』, 71-72.

〔平成 27 年 6 月 30 日受付〕
〔平成 27 年 7 月 31 日受理〕

Investigation on Ultra-fine Polishing of Functional Hard–Brittle Materials with Magnetic Compound Fluid (MCF) Slurry

Experimental Investigation on the Fundamental Characteristics of Mirror Polishing of Zirconia

Yongbo Wu¹, Masakazu Fujimoto^{1,2}, Mitsuyoshi Nomura¹

¹ *Department of Machine Intelligence and Systems Engineering, Faculty of Systems Science and Technology, Akita Prefectural University*

² *Department of Mechanical Engineering, College of Science and Engineering, Aoyama Gakuin University*

Zirconia (ZrO₂) is a fine ceramic with excellent physical and chemical properties and is extensively used in industry. To further expand its applications, the surfaces of zirconia parts should be precisely polished with high efficiency as the final process in their fabrication. However, with conventional polishing techniques, achieving a high work-surface quality at a low cost is difficult. Therefore, in this study, a novel polishing method that employs magnetic compound fluid (MCF) slurry is proposed. An existing experimental rig was modified and used to investigate the fundamental polishing characteristics. The obtained results indicated that (1) the work surface with an original roughness of 300 nmRa was polished to a final roughness of less than 10 nmRa within 1 h; (2) higher MCF slurry concentrations led to a more rapid decrease in surface roughness. However, at high concentrations, craters with a depth of several nanometers were formed on the work surface, which led to difficulty in decreasing the roughness to less than 2 nmRa; and (3) the observed craters were caused by the dragging effect of large abrasive agglomerates.

Keywords: Zirconia, polishing, surface finishing, MCF slurry, magnetic fluid, magneto-rheological finishing