

## 光学ガラスの表面下損傷の可視化

古城直道<sup>\*1</sup>, 浜川亮太<sup>\*2</sup>, 山口智実<sup>\*1</sup>, 廣岡大祐<sup>\*1</sup>, 松森 昇<sup>\*3</sup>, 棚田憲一<sup>\*3</sup>

Visualization of subsurface damage of optical glass

Naomichi FURUSHIRO, Ryota HAMAKAWA, Tomomi YAMAGUCHI, Daisuke HIROOKA,  
Noboru MASUMORI and Kenichi TANADA

ガラスの研削や硬質砥粒砥石を用いた加工によって発生する表面下損傷は、経年劣化や割れの原因となるため、除去する必要がある。そのためには、発生した表面下損傷の深さや形状を知る必要がある。本研究では、圧痕および粗仕上げによって表面下損傷を発生させたガラスを、セリア砥石を用いて  $\mu\text{m}$  以下の一定間隔で超仕上げし、逐次測定した表面の情報を3次元再構築することで、表面下損傷の分布および形状を観察する。

Key words : subsurface damage, optical glass, visualization, superfinishing, submicrone measurement

## 1. 緒言

近年、高性能カメラレンズや大容量磁気ディスクの基板など、高精度なガラス製品の需要が増加し、そのための研磨加工の必要性が増加している。これらに使用される光学ガラスには、高い形状精度や加工面精度に加え、発生する加工変質層が極めて小さい仕上がりが求められている<sup>1)~4)</sup>。そのために、研削加工でガラスの表面下に発生する表面下損傷 (SubSurface Damage, 以下 SSD) を抑える必要がある。SSD は、経年劣化でひび割れの原因となり、透過性も落ちるため、精密機器に使われるような光学ガラスではこれを無視することはできない。このため、後に続く工程でこれを完全に除去する必要がある。筆者らは、光学ガラスの研磨に固定砥粒研磨方式である超仕上げを用いており、粗仕上げにダイヤモンド砥石、精密仕上げにセリア ( $\text{CeO}_2$ ) 砥石<sup>5)</sup>を使用している。セリアはガラスよりも軟質であり、メカノケミカル反応を利用するため、ガラスに傷を発生させないが、粗仕上げに使用するダイヤモンド砥石は硬質砥粒であるため、SSD が発生する可能性がある。これまでの研究で、Lambropoulos らの研削における SSD 深さの理論式<sup>6)</sup>から、ピッカース圧痕によって発生した光学ガラスの SSD 深さを推測することが可能となり、そこから粗仕上げで発生する SSD 深さの推測が可能となった。

しかし、ガラスの観察を深さ方向の一定間隔で行わなかったため、発生した SSD の形状を正確に観測することができなかった。そこで、本研究では、光学ガラスに圧痕と粗仕上げの

2 つの方法を用いて SSD を発生させ、超仕上げ後の表面を一定の深さ間隔で観察する。取得した画像を元に、画像処理ソフト V-Cat<sup>7)</sup>を用いて SSD の形状を3次的に可視化する。

## 2. 方法

## 2.1 実験装置および試料

実験には、芯無し平面超仕上げ盤 (西部自動機器製, STK-50FSC) を使用した。

試料には、光学ガラス SK16 を使用する。SK16 の物性値を表 1 に示す。また、超仕上げ条件を表 2 に示す。粗仕上げの前加工に SD 3500 M 120 V, 粗仕上げに SD 4000 M 120 V, 精密仕上げに  $\text{CeO}_2$  20000 T 56 V の各砥石を使用する。鏡面作製時は、まず粗仕上げの前加工、粗仕上げをそれぞれ 60 秒ずつ行う。その後、ガラス表面に傷がなくなり、50nmRz 以下となるのを鏡面の目安として、鏡面になるまで精密仕上げを行う。

## 2.2 圧痕による SSD の生成

鏡面作製後、微小圧縮試験機 (島津微小圧縮試験機 MCT-W500-J) を用いて、表 3 に示す各試験力で光学ガラスに圧痕を付与する。試験力は 300, 400, 500, 700, 1000 mN の 5 種類で、それぞれ 3 箇所ずつ付与した。圧痕の付与されたガラスを、再び表 1 の精密仕上げ条件で除去していくことで、加工によって新たな SSD を発生させず、圧痕によって発生した SSD のみを測定する。

ここで、一定深さ間隔で測定するために、ガラスの除去量をサブミクロンオーダーで測定する必要がある。除去量の測定方法として、ガラス表面に圧痕で基準となる深さを作製し、精密仕上げ前後の深さの差から除去量を求める方法<sup>8)</sup>をとった。除去量測定方法の概略図を図 1 に示す。除去量の測定精度は  $\pm 0.1 \mu\text{m}$  である。同一箇所を測定するため、精密仕上げ中にその形状が変化しない圧痕を付ける必要がある。そのため、試験力 4000 mN, 負荷速度および除荷速度 8.64 mN/s で

\*1 関西大学: 〒564-8680 大阪府吹田市山手町 3-3-35  
Kansai University

\*2 関西大学大学院: 〒564-8680 大阪府吹田市山手町3-3-35  
Graduate School of Kansai University

\*3 株式会社ミズホ: 〒619-0216 京都府木津川市州見台7-30-1  
MIZUHO Co., Ltd.

〈学会受付日: 2017年 7月 6日〉

〈採録決定日: 2017年10月10日〉

圧痕を付与<sup>8)</sup>した。その後、**図2**に示すように、SSD発生用の圧痕の下側に定点観察用圧痕、右下に定点観察用と除去量測定用を兼ねた圧痕を付与した。2つの定点観察用圧痕を位置合わせの目印として、一定の除去量ごとにレーザ顕微鏡を使用してSSD発生用の圧痕周辺に発生したSSDの形状を観察する。

2.3 粗仕上げの前加工によるSSDの生成

次に、粗仕上げによって発生するSSDの観察を行う。2.2と同様に鏡面を作製した上で、SSDが発生すると考えられる粗仕上げの前加工を行う。ただし、長時間の前加工を行うと、砥粒軌跡が試料全面を覆い、どこにSSDが発生するのか分からないため、定点観察が難しい。そこで、微小時間の粗仕上げの前加工を行うことで、発生する砥粒軌跡を可能な限り少なくし、SSDが発生する可能性のある箇所を絞りこむ。表1の粗仕上げの前加工の条件を使用し、ごく短い加工時間で粗仕上げの前加工を行う。その後、レーザ顕微鏡でガラス表面の深い砥粒軌跡や傷が発生している部分を探し、その近辺に定点観察用の圧痕を付与する。本研究では、5箇所の定点観察を行った。その後、2.2と同様に除去量測定用の圧痕を付与し、表2の精密仕上げ条件で加工を行い、SSDの形状を観察する。

表1 SK16の物性値

ヤング率E [GPa]	ビッカース硬さ H [GPa]	破壊靱性Kc [MPa・√m]
89.0	7.0	0.78

表2 超仕上げ条件

	前加工	粗仕上げ	精密仕上げ
砥石仕様	SD 3500 M 120 V	SD 4000 M 120 V	CeO <sub>2</sub> 20000 T 56 V
砥石圧力 MPa	0.130		0.191
砥石速度 m/min	14.1	452	96
工作物速度 m/min	110	77.0	22.0
オシレーション Hz	16.7		6.67
振幅 mm	0.5		
超仕上げ時間 min	1		5~
加工液温度 K	298		
加工液	水(防錆剤 1%希釈)		
工作物	SK16		

表3 各圧痕の付加条件

用途	定点 観察用	除去量 測定	SSD発生
試験力 mN	4000	4000	300, 400, 500, 700, 1000
負荷-除荷 速度 mN/s	8.64 (負荷時 のみ)	8.64 (負荷時および除荷時)	

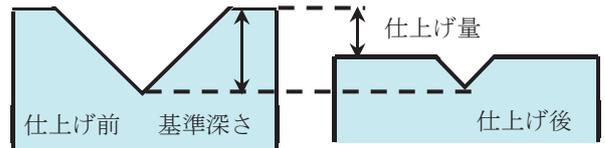


図1 除去量測定方法の概略図

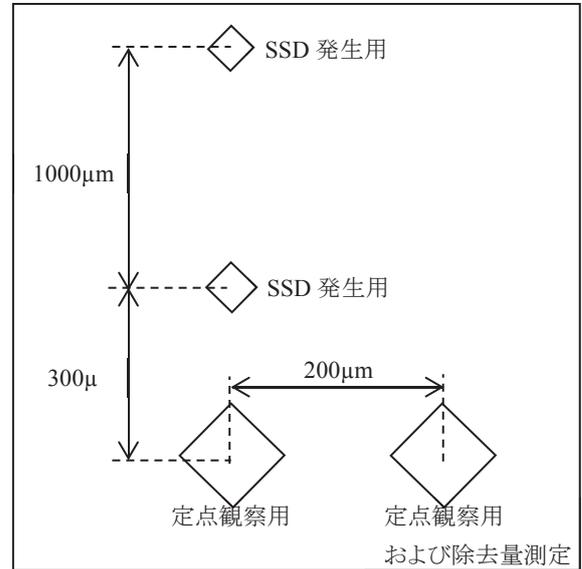


図2 SSD発生用、定点観察用および除去量測定用の圧痕

3. 実験結果

3.1 圧子押し込みによって発生したSSD

**図3**に、試験力700mNでの深さ方向の観察結果を示す。図3より、付与した圧痕が(b)の深さ4.5μmで除去された後、(c)の深さ5.5μmで新しい傷が生じていた。本研究では、深さ方向に連続して存在する傷をSSDと定義している。その後、除去を続けていくと、(c)の傷が(d)の深さ8μmで除去されたが、(e)の深さ11.2μmでまた新しい傷が発生している。(f)の深さ15.3μmでその傷が除去された後、再び(g)の深さ16.5μmで別の箇所に傷が発生した。最終的に、深さ17.9μmで発生したSSDが完全に除去され、新たなSSDが発生することはなかった。

今回実験を行った計15個の圧痕の全てでSSDは発生した。**図4**に、各試験力における発生したSSDの上端深さおよび下端深さと推定SSD深さの関係を示す。また、**図5**に圧痕深さに対するSSDの上端および下端深さの関係を示す。ここで、SSDの上端深さは圧痕が消えた後に、初めて傷が発生した深さ、SSDの下端深さはSSDが完全に除去された深さを示す。推定SSD深さは、次式に表1の物性値を代入して求める<sup>6)</sup>。

$$SSD = \alpha_K^{2/3} \left( \frac{E}{H} \right)^{2(1-m)/3} (\cot\psi)^{4/9} \left( \frac{P}{K_c} \right)^{2/3} \quad (1)$$

ここで、Eはヤング率、Hはビッカース硬さ、K<sub>c</sub>は破壊靱性である。ψ[°]は圧子の頂角の半角であり、本研究では、ビッカース圧子を用いているため、68°である。また、Pは試験力である。mは1/3~1/2の無次元定数、α<sub>K</sub>はラッピングおよび研削の実

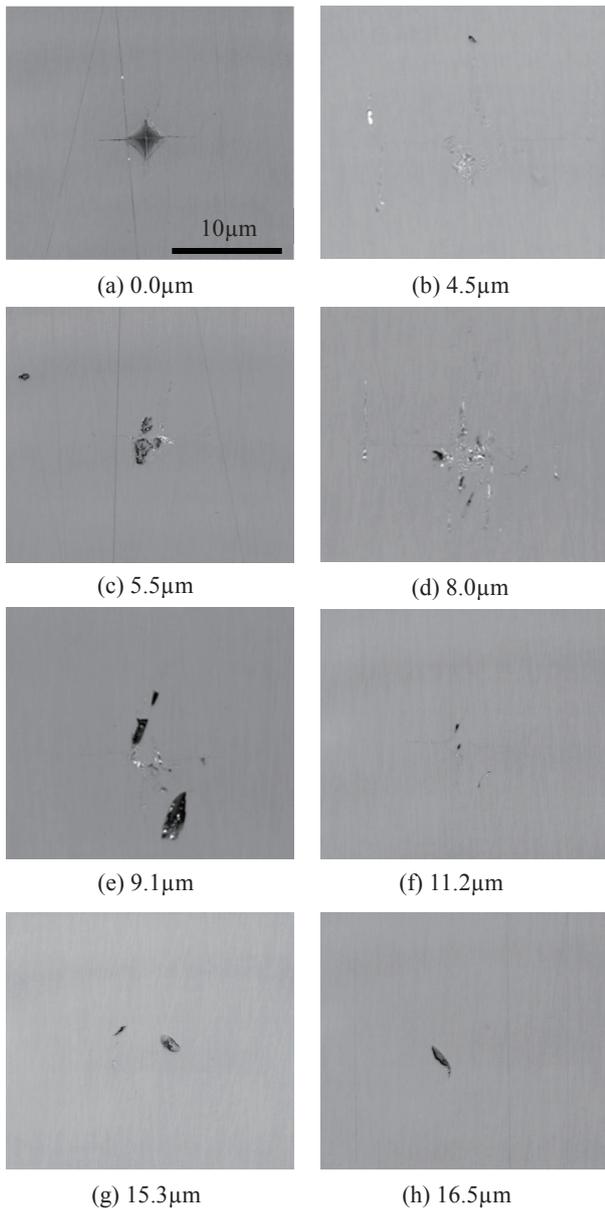


図3 圧痕による表面下損傷 (試験力 700mN)  
(試料表面)

験から導き出された無次元の補正係数であり、本研究では推定SSD深さが最大となる $m=0.404$ を次式に代入し、

$$\alpha_K = 0.027 + 0.090 \left( m - \frac{1}{3} \right) \quad (2)$$

によって表される<sup>6)</sup>。

図4より、推定SSD深さとSSDの下端深さは良好な一致を示した。図4および図5より、試験力と圧痕深さの増大に伴ってSSDの下端は深くなったが、SSDの上端はほぼ変化せず、どの試験力においても深さ4~5µmでSSDが発生し始めている。

### 3. 2 粗仕上げの前加工によって発生したSSD

図6に、粗仕上げの前加工によって発生した軌跡の直下に発生したSSDの観察結果を示す。図6(a)において、画像上部には交差している砥粒軌跡が存在し、下部には1本の砥粒軌跡と深い傷が存在している。図6(b)の深さ0.6µmにおいて、砥

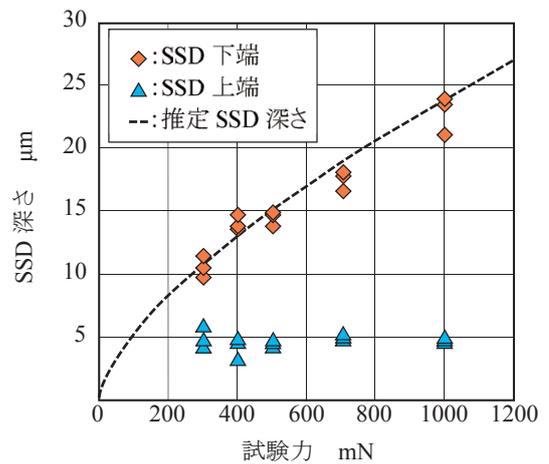


図4 試験力と表面下損傷深さの関係

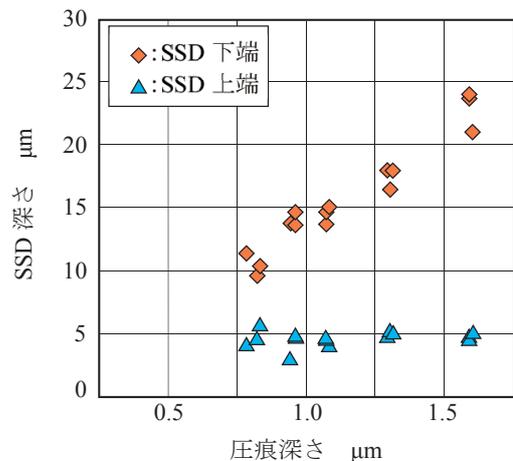


図5 圧痕深さと表面下損傷深さの関係

粒軌跡が全て除去され、続いて図6(c)の深さ1.6µmにおいて、前加工で発生した深い傷が除去され、ガラス表面に傷が存在しない状態となった。さらに超仕上げを続けていくと、図6(d)の深さ2.5µmにおいて、深い傷の直下にあたる位置に直線状のSSDが観察された。このSSDが除去された後に新たなSSDが発生することはなかった。この観察箇所では、砥粒軌跡の下にはSSDは発生せず、深い傷が発生した部分の下部にのみSSDは発生している。SSDが発生したのは定点観察を行った5箇所の内2箇所のみであり、どちらも通常の砥粒軌跡の他にガラス表面に粗仕上げの前加工で発生した深い傷が存在していた。

図7に、砥粒軌跡深さと発生したSSDの上端および下端の関係を示す。SSDが発生しなかった通常の砥粒軌跡の深さが0.1~0.3µm程度なのに対して、SSDが発生した観察箇所に存在した傷の深さは1.3~1.4µmと深い。これらから、粗仕上げの前加工でも通常の砥粒軌跡のみでは傷が浅すぎるためSSDは発生せず、より深い傷が発生した部分のみにSSDが発生すると考えられる。また、粗仕上げの前加工においてSSDが発生した傷の深さは、図5に示した700mNにおける圧痕深さと同程度であったが、SSD下端の深さは比較的浅かった。そのため、今回の方法でSSDの定点観察を行う場合、砥粒軌跡に注目するのではなく、前加工によって発生した深い傷の観ある部分を定点察する必要がある。ただし、この結果は微

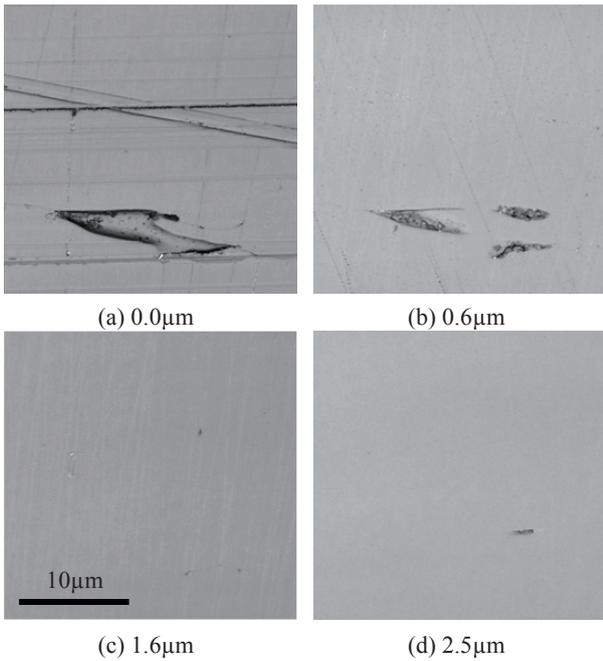


図6 粗仕上げの前加工による表面下損傷 (試料表面)

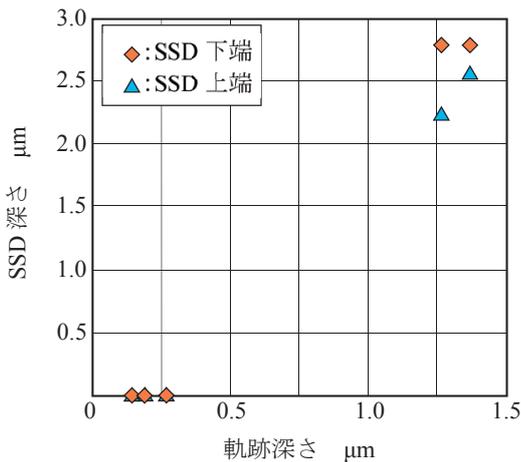


図7 砥粒軌跡深さと表面下損傷深さの関係

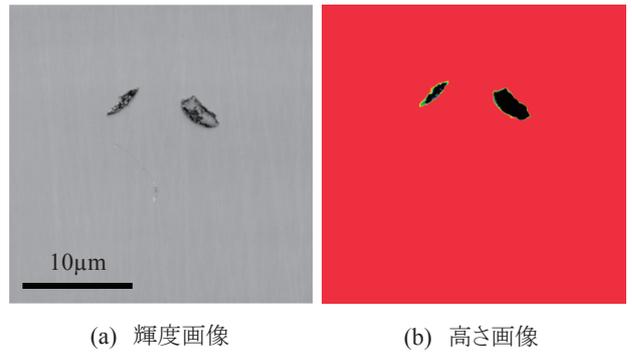
小時間の粗仕上げの前加工によって発生した SSD のものである。実際の粗仕上げの前加工は長時間行われ、より多くの砥粒軌跡が交差する。そのため、実際の粗仕上げの前加工で発生する SSD の深さや形状は今回測定したものと異なると思われる。

#### 4. 表面下損傷の可視化

##### 4.1 V-Cat による可視化

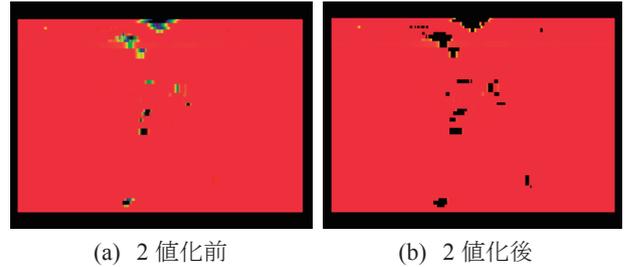
3.1 および 3.2 の実験で得られた表面下損傷を 3 次元的に可視化するために、画像処理ソフト V-Cat を使用する。V-Cat は、理化学研究所が開発した領域抽出ソフトウェアである。中身が詰まったものの情報を得る為に連続断面画像を取得し、この観測データを読み込むことで直交 3 断面、任意斜断面の表示が可能となる。そして、関心対象の領域とそうでない領域をマスク付けによって塗り分けて表示することができる。

まず、これまでの実験でレーザー顕微鏡で観察した試料表面

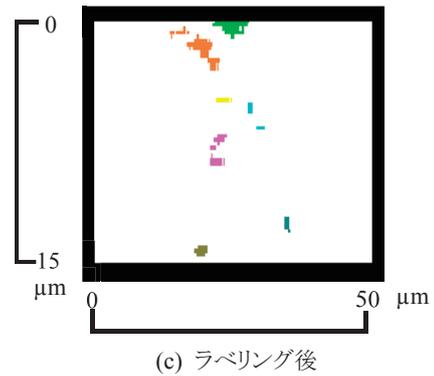


(a) 輝度画像 (b) 高さ画像

図8 輝度画像と高さ画像(試料表面)



(a) 2 値化前 (b) 2 値化後



(c) ラベリング後

図9 V-Cat を用いた可視化方法例(試料断面)

の高さ画像を用意する(図8)。レーザー顕微鏡で観察した画像の平面分解能は  $0.12\mu\text{m}$  である。高さ画像では、傷が発生していない表面部分の下限よりも高い部分を赤色に、傷が発生して表面部分の下限よりも低くなっている部分を黒色に塗り分ける。これによって、V-Cat を用いた領域抽出の際に、発生した SSD のみを抽出することができる。

そして、この高さ画像を V-Cat にインポートする。V-Cat の使用例を図9に示す。高さ画像を約  $0.35\mu\text{m}$  間隔で用意し、V-Cat にインポートして、これらを重ね合わせる(図9(a))。そして、重ね合わせた画像に RGB 要素で 2 値化を行い、傷が発生していない部分の赤色と、傷が発生している部分の黒色とに分ける(図9(b))。これを行った後に、ボクセルの連結性に基づく領域拡張法によって、異なる連結領域ごとにラベル ID を割り当てる。図9(c)のように、それぞれの傷ごとにラベリングを行い、色分けを行う。その後、サーフェスレンダリングを行うことで、各ラベルを 3 次元画像として表示する。これらを重ね合わせることで、ガラス内部に発生したそれぞれの表面下損傷を 3 次元的に可視化することができる。

4.2 可視化結果

圧痕によって発生した試験力300mN, 400mN, 700mNでのSSDの可視化結果を、ガラス上面からと側面から見た図を図10にそれぞれ示す。また、粗仕上げの前加工で発生したSSDの可視化結果を図11に示す。

図10(b), (c)より、圧痕によって発生したSSDは、1つの大きな傷として存在しているのではなく、いくつかの傷として存在していることが分かる。図10(a)の300mNでは、発生したSSDは1ヶ所のみだったが、図10(b)の400mN, 同図(c)の700mNでは異なる深さにSSDが発生しており、一旦SSDが除去された後に傷の無い深さが存在し、その後再びSSDが発生していることが分かる。

発生したSSDの分布をガラス上面から見ると、複数のSSDが発生した図10(b), (c)では、圧痕の直下に発生するSSDと、圧痕の四辺に沿うような位置に発生するSSDの2つに分けられる。これらの傷をガラス側面から見ると、圧痕の直下に発生するものは全体から見て中間の箇所が発生したSSDであり、一方、四辺に沿うような位置に発生するものは最下端に発生したSSDである。

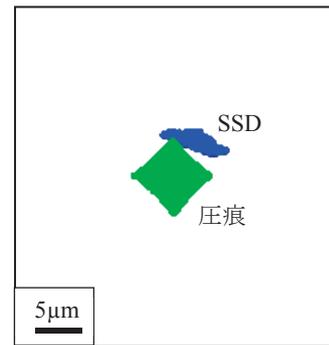
これらのSSDの種類として、圧痕直下に発生した傷がラジアルクラックによるもの、四辺に沿うような位置に発生したものがラテラルクラックによる傷と考えられる。ラジアルクラックの下端からラテラルクラックが進展<sup>9)</sup>したため、このような傷の位置関係になったと考えられる。

図12に、試験力と発生したSSD体積の関係を示す。図4および図12より、試験力が大きい程、SSDは深い位置にまで発生するようになり、その体積も大きくなった。ただし、算出した体積は観察間隔の変動およびSSD形状の影響を受ける。

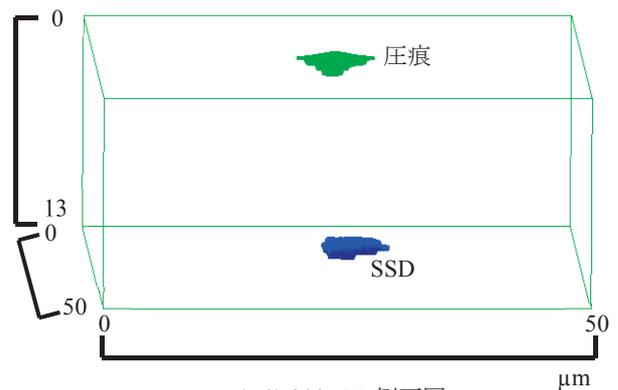
発生した圧痕の形状に関して、図10(b)(c)より、圧痕の四辺に沿うような位置に発生したSSDは楕円形の形をとっている。圧痕の直下の位置に発生したSSDは、特に傷の形に規則性はなく、楕円形の他にも直線状の傷や扇形など様々な形状の傷が発生した。また、1000mNでは、最深部において複数のSSDが近い位置に発生し、それらが繋がって非常に大きなSSDとなることがあったため、体積のばらつきも大きくなった。

図11より、粗仕上げによって発生したSSDはガラス表面の深い傷に沿うような位置に発生した。SSDの形状は直線状で、圧痕によって発生したSSDと比較して浅い位置に発生し、体積も小さい。

粗仕上げの前加工でSSDが発生した時の軌跡深さは、試験力700mNでの圧子押し込みによって生じたときの圧痕深さとほぼ同程度である。しかし、図5および図7より、圧痕に比べて粗仕上げの前加工によるSSDは非常に浅い位置に発生していることが分かる。圧子押し込みと粗仕上げの前加工の大きな差の1つとして加工速度が挙げられる。粗仕上げの前加工に比べて、圧子押し込みでは極めて小さい速度で押し込みおよび除荷を行っている。加工速度が大きい程、せん断面付近の応力分布が変化し変形領域が狭くなる速度効果がある<sup>10)</sup>。このため、圧子押し込みおよび粗仕上げの前加工で生じた傷が同程度での深さであっても、加工速度の差から、粗仕上げの前加工で発生するSSDの深さが浅くなったものと考えられる。

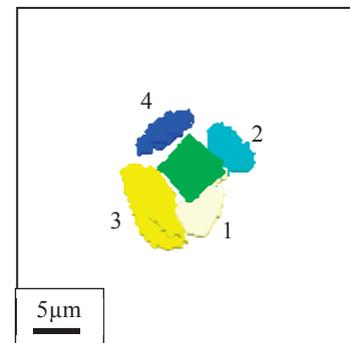


(a-1) 300mN 上面図

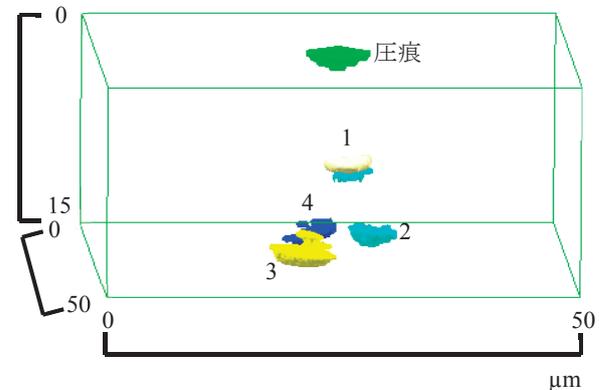


(a-2) 300mN 側面図

(a) 試験力 300mN

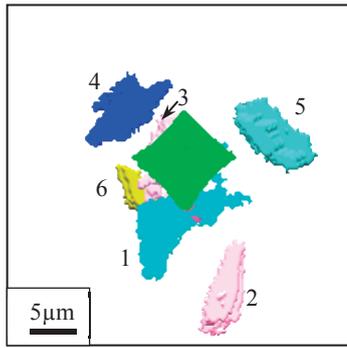


(b-1) 400mN 上面図

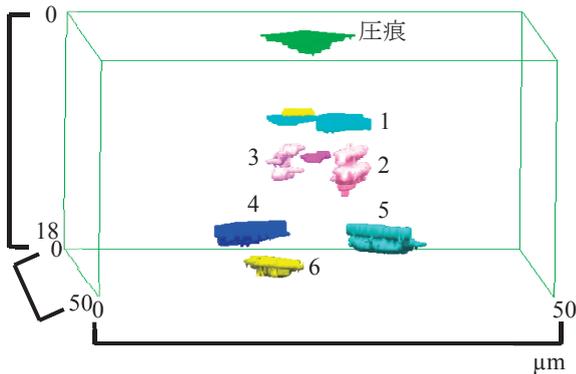


(b-2) 400mN 側面図

(b) 試験力 400mN



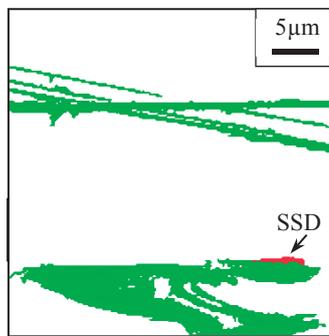
(c-1) 700mN 上面図



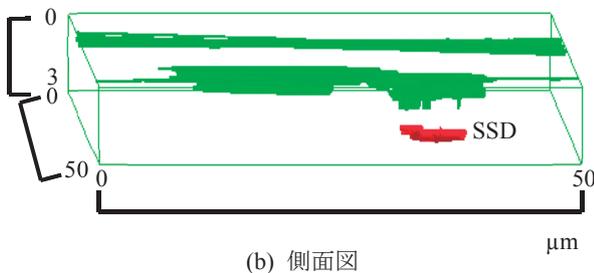
(c-2) 700mN 側面図

(c) 試験力 700mN

図 10 圧痕によって発生した表面下損傷の可視化



(a) 上面図



(b) 側面図

図 11 粗仕上げの前加工によって発生した表面下損傷の可視化

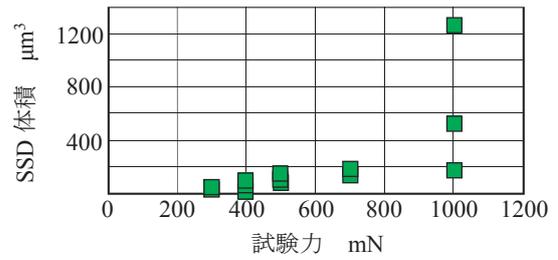


図 12 試験力と表面下損傷体積の関係

### 5. 結言

光学ガラスSK16に対して圧痕および粗仕上げの前加工によって表面下損傷を発生させ、これを $\mu\text{m}$ 以下の一定深さ間隔で観察した。観察した画像をもとに、発生した表面下損傷を3次的に可視化した。その結果、以下のことが明らかになった。

- (1) 圧痕によって発生した表面下損傷は、1つの大きな傷として存在しているのではなく、いくつかの傷に分かれて分布している。
- (2) 圧痕によって発生した表面下損傷は、圧痕の直下に発生する浅く小さな傷と、圧痕の四辺に沿うような位置に発生する深く大きな傷がある。
- (3) 前加工の粗仕上げによって発生した表面下損傷は、粗仕上げの深い傷に沿うような位置に発生しており、形状は直線状で、圧痕によって生じた SSD よりも浅い位置に発生し、傷の大きさも小さい。

### 謝辞

本研究は JSPS 科研費 26420065 の助成を受けて行われたものであり、ここに謝意を示す。

### 6. 参考文献

- 1) O. IMANAKA and M. YASUNAGA: Mechanochemical Polishing Using Soft Powder, Seisan Kenkyu, 36, 2 (1984) 41 (in Japanese).
- 2) 秋田谷洋: エッチングによる TMT 主鏡ガラス材のサブサーフェスダメージ層除去, 日本天文学会春季年会, (2010) 64.
- 3) Y. SEKINE, K. HORIO and J. KANEKO: Evaluation Method for Affected Layer in Glass Lapping Process, 2011 JSPE Spring Conference, (2011) 309 (in Japanese).
- 4) R. SEKIGUCHI, S. YOSHIKAWA, Y. KAKINUMA, K. TANAKA and M. FUKUDA: Etching Evaluation Method of Subsurface Damage on Ground Surface after Grinding of Glass, 2015 JSPE Spring Conference, (2015) 829 (in Japanese).
- 5) N. FURUSHIRO, T. HIRATA, M. HIGUCHI, T. YAMAGUCHI, N. MATSUMORI, H. OGURA and S. SHIMADA: Superfinishing of optical glass with  $\text{CeO}_2$  stone, 2009 JSPE Spring Conference, (2009) 233 (in Japanese).
- 6) J.C. LAMBROPOULOS, S.D. JACOBS and J. RUCKMAN: Micromechanics of Material Removal Mechanisms from Brittle Surfaces: Subsurface Damage and Surface Microroughness, LLE Review, 74 (1998) 131-138.
- 7) V-Cat VCAD System Research Program Public Software [http://vcad-hpsv.riken.jp/jp/release\\_software/V-Cat/](http://vcad-hpsv.riken.jp/jp/release_software/V-Cat/) 2017.7.7.
- 8) N. TANAKA, N. FURUSHIRO, T. YAMAGUCHI, D. HIROOKA, N. MATSUMORI and K. TANADA: Precision Finishing of Optical Glass with Cerium Dioxide Stone: Submicron Measuring Method of Glass Removal, 2015 JSPE Autumn Conference, (2015) 485 (in Japanese).
- 9) M. YOSHIOKA and K. MUROI: Dynamic Observation of Crack Formation Process by Scratching on the Surface of Glass: Study on the Mechanism of Micro-fracture of Brittle Materials (2nd Report), J. Jpn. Soc. Precis. Eng., 60, 9 (1994) 1274 (in Japanese).
- 10) M. OKOSHI, H. YOSHIKAWA and T. SATA: Speed-Effect on Swell-Out Residual in Single Grain Grinding, J. Jpn. Soc. Precis. Eng., 25, 296 (1959) 524 (in Japanese).