

再生研磨材の活用方法について

株式会社オプトネクサス

酸化セリウム系ガラス研磨材のリサイクルに関する研究

再生研磨材の活用方法について

株式会社オプトネクサス 坪井 忠・宗像優博・蒲生金太郎
ハイテクプラザいわき技術支援センター 機械・材料科 加藤和裕

酸化セリウム系ガラス研磨材のリサイクルにおいて、再生研磨材の評価基準を得るため、新品研磨材を用いて研磨性能の劣化挙動を調べた。また、一度使用した研磨液から沈降法により、回収した再生研磨材の研磨性能を調査した。その結果新品研磨材に比べ初動研磨能力などに劣る面はみられるが、必要な減耗量を安定して維持していた。レンズ外観のキズは、実用範囲内の発生頻度であり再利用の可能性を確認する事ができた。当社製品による実用実証試験においても、凹面側研磨のみではあるが、外観のキズは無かった。本研究から新品研磨材と再生研磨材を混合して使用する事で、再生研磨材の再利用 (Reuse) と使用量を削減 (Reduce) できる可能性を実証出来た。

key words: ガラス研磨、酸化セリウム、研磨材、リサイクル

1. 緒言

当社は酸化セリウム系研磨材で眼鏡レンズや光学機器用レンズ等の研磨を行っている。酸化セリウム系研磨材を図1、製品例を図2に示す。



図1 酸化セリウム系研磨材



図2 製品例

当社で使用している酸化セリウム系研磨材の原料である希土類資源は、埋蔵量は大きいものの世界的に見て偏在している。特に日本においてはほとんどを中国からの輸入に依存しており、国際情勢や中国の政策により供給や価格が不安定になりやすく、平成20年度には、価格が約22%上昇した。

ガラス研磨において、研磨材は水に懸濁し研磨液として使用される。研磨液は図3のように研磨液タンクと研磨機間を循環させながら一定期間繰り返し使用し、研磨性能が劣化すると交換される。廃研磨液は、凝集剤を添加し、沈殿・脱水工程を経て廃棄されるが、廃棄物の含水率が58%と高く、廃棄コストが高むことも問題点のひとつである。

従って、資源の有効利用、産業廃棄物の減量の観点から廃研磨材の有効利用の検討は重要と考えられる。



図3 研磨における研磨スラリーの流れ

ハイテクプラザでは以前、ガラス成分や凝集剤成分の混入した研磨廃棄物を水酸化ナトリウム水溶液で処理、不純物を除去して再びガラス研磨ができる再生研磨材を回収するプロセスを提案した¹⁾。しかしこの方法では高濃度のアルカリを取り扱うため大規模な設備が必要となる欠点があった。

そこで本プロジェクトでは研磨事業者が自社で排出する廃研磨材から再生研磨材を回収できるよう酸やアルカリを使用しないシステムの構築を目標とした。

当社では再生研磨材の評価と利用方法の検討を担当した。再生研磨材を評価するには、基準として新品研磨材の研磨能力を知る必要がある。そこで19年度は、まず新品研磨材の研磨性能の劣化挙動を評価した。20年度は再生研磨材の研磨性能を評価した。再生研磨材は当社および新協工業（株）で発生した廃研磨スラリーをハイテクプラザいわき技術支援センターで処理、回収したものを使用した。研究最終年度である21年度は、引き続き再生研磨材の研磨能力評価と当社製品による実用試験を行い、再生研磨材の再利用と使用量の削減の可能性を検証した。

2. 実験方法

2.1. 研磨加工

加工機は低速研磨機（館野4軸機）と高速研磨機（ICM）をテスト専用機として使用した。それぞれの外観を図4、5に示す。



図4 低速研磨機 館野4軸機



図5 高速研磨機 ICM

被研磨物には、図6の形状のメガネレンズ（屈折率1.60、サイズφ70mm、中心厚1.8mm、R1=149/R2=87、コーニング社製硝種1.6/41 BLANCTC）を選択した。これは当社で最も一般的に加工している形状である。

硝材を荒摺り工程でレンズ形状に成形（図7）、砂掛け工程で表面を一定の粗さに調整（図8）、研磨試験試料を2000枚作成（図9）し、酸化セリウム系研磨材による研磨試験に供した。

研磨液は、三井金属鉱業製研磨材ミレークE30-5（以下、新品研磨材）または再生研磨材をそれぞれ10倍量の水に懸濁して使用した。

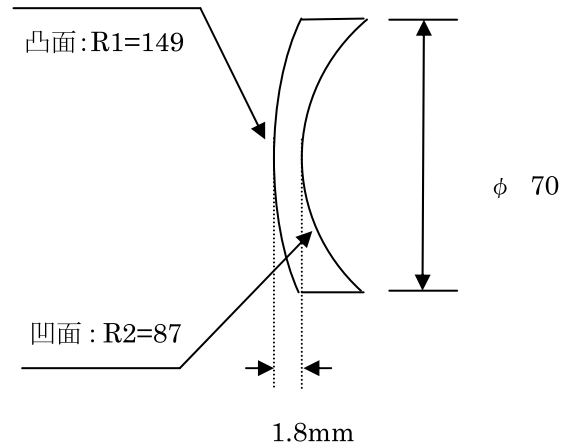


図6 被研磨物の形状



図7 荒摺り工程と荒摺り加工機



図8 砂掛け工程と砂掛け加工機



図9 研磨試験試料 2000枚



図10 研磨の様子

研磨工具にウレタン製研磨布を、工具にレンズを1枚貼り、研磨機に取り付け、研磨液をかけながら両者を摺り合わせて研磨した(図10)。研磨は、凸面、凹面をそれぞれ片面ずつ行った。

研磨試験は高速研磨機と低速研磨機を使用した。高速研磨機では、一面当たり研磨時間(以下、サイクルタイム)が90秒および70秒の2水準で試験を実施した。低速研磨機ではサイクルタイムを5分とした。再生研磨材の研磨性能評価は高速研磨機で行い、サイクルタイムは70秒とした。

研磨液は研磨工程中で製品や作業などへ付着して、次第に減少する。研磨液量が一定量以下となると、スラリータンクと研磨装置間の循環に支障をきたすので、日常作業では減少した研磨液を適宜補充して作業を継続する。しかし研磨材の研磨液の減少分を試験途中で補給すると、研磨材劣化状況を正確に把握できなくなるおそれがあるので、試験では研磨液を補充せず、研磨液が減少した場合は容量の小さいスラリータンクを使用して試験を継続した。

レンズの片面の研磨が終了する毎に、レンズ中央付近の肉厚をダイヤルゲージ(図11)で測定し、研磨

前後でのレンズ肉厚の変化を求めた。研磨液温度変動や測定誤差などを考慮し、1ロット10枚ごとに測定した肉厚変化の平均をとり、これを減耗量とした。



図11 ダイヤルゲージ(ミットヨ ID-C112C)

2.2. 研磨液の分析

所定枚数の研磨が終了後、研磨液を採取して組成を分析した。研磨液の分析はハイテクプラザいわき技術支援センターで実施した。採取した研磨液を乾燥し、波長分散型蛍光エックス線分析装置で組成を簡易定量分析した。

3. 結果および考察

3.1. 新品研磨材の研磨性能劣化挙動

使用した研磨材組成を波長分散型蛍光エックス線分析装置で簡易定量分析し、1%以上の分析値を示した成分を表1に示す。ふっ素、ランタン、セリウム、プラセオジウム、ネオジウムを含むガラス研磨材としては一般的な組成であった。

表1 新品研磨材の化学組成

成分	組成 (wt%)
F	13.6
La ₂ O ₃	28.0
CeO ₂	51.5
Pr ₆ O ₁₁	3.2
Nd ₂ O ₃	2.4

この研磨材を用い、高速研磨機で研磨試験を行った。研磨性能劣化を促進するため、サイクルタイムを通常の作業条件より長い90秒に設定した。レンズ500枚/1000面まで研磨したときの減耗量の変動を図12に示す。減耗量は研磨開始から200枚くらいまではほぼ一定で、その後低下した。

次により実際の作業と近い条件での評価をおこなうため、高速研磨機でサイクルタイム70秒、1000面の研磨を実施した。図13が示すようにサイクルタ

イム90秒の場合と同様に200枚前後から減耗量が低下した。

低速研磨機の研磨テストは500枚予定中338枚研磨した。図14に示したように210枚前後から若干の減耗量の低下は見られるが、その後は安定している。

以上のように新品研磨材の研磨能力劣化挙動を3条件下で評価した。今後これと比較することで再生研磨材の研磨能力の評価をする。また研磨条件により減耗量は異なるが、いずれの場合でも200枚程度を研磨すると研磨性能の低下が始まるという結果となったが、

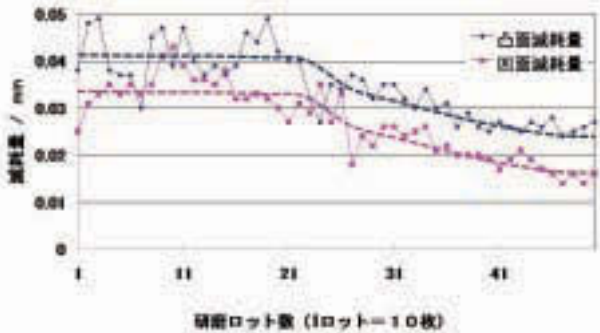


図12 高速研磨機による新品研磨材の研磨性能劣化評価試験(1)

サイクルタイム 90 秒

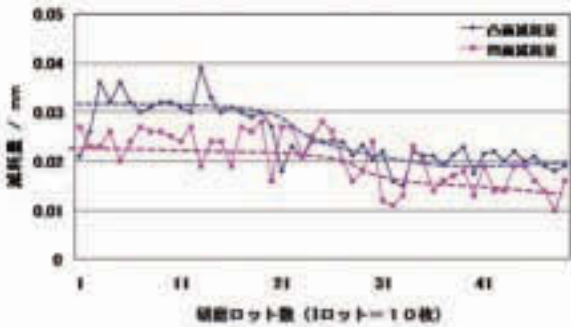


図13 高速研磨機による新品研磨材の研磨性能劣化評価試験(2)

サイクルタイム 70 秒

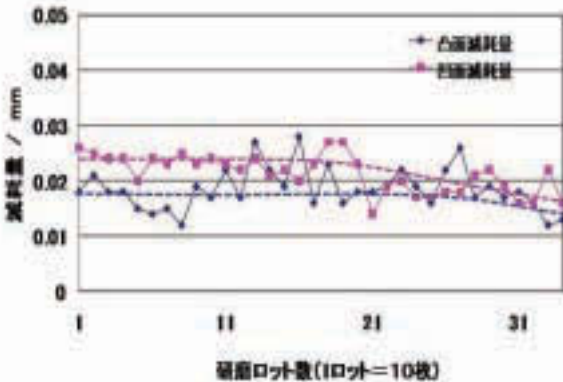


図14 低速研磨機による新品研磨材の研磨性能劣化評価試験

サイクルタイム 300 秒

現段階ではこの原因は解明できていない。

3.2. 研磨液の分析

高速研磨機/サイクルタイム90秒での研磨試験で、研磨液の組成変化を追跡するため、研磨枚数360枚と500枚の時点で研磨液を採取、乾燥し波長分散型蛍光エックス線分析装置で分析した。結果を表2に示す。360枚研磨後研磨液と500枚研磨後研磨液とでは、ほぼ同じ化学組成を示した。研磨枚数が増えても、研磨液中のSiO₂割合が増加しないことから、研磨されたガラスの一部はスラリーと共に循環しない形態となっていると思われる。研磨されたガラスの形態を解明することは、研磨材リサイクルを理論的に考察する際重要であり、今後の課題である。

今回、新品研磨材の研磨性能を評価するために試験をし、今後解明が必要であると思われる現象がいくつか確認された。これらの現象を今後解明し、知見を積み重ねて行くことで研磨が効率化されていくものと思われる。

表2 研磨による研磨液組成の変化

試料	組成 / wt%							
	F	Na ₂ O	SO ₃	TiO ₂	La ₂ O ₃	CeO ₂	Pr ₆ O ₁₁	Nd ₂ O ₃
360枚 研磨後	13.0	1.0	3.8	1.5	26.3	47.3	3.0	2.1
500枚 研磨後	13.6	-	3.8	1.5	28.0	45.5	2.9	1.8

3.3. 再生研磨材の研磨性能試験

まず新協工業(株)で発生した廃研磨スラリーをハイテクプラザいわき技術支援センターで処理、回収した再生研磨材の研磨性能を評価した。波長分散型蛍光エックス線分析装置による再生研磨材の簡易定量分析結果を表3に示す。Si、Sのガラス由来と思われる不純物が存在するが、希土類成分の相互割合は表1に示した新品研磨材の成分とほぼ同等であった。

表3 再生研磨材の化学組成

成分	組成 / wt%
F	11.6
SiO ₂	1.9
SO ₃	1.3
La ₂ O ₃	28.3
CeO ₂	50.8
Pr ₆ O ₁₁	3.9
Nd ₂ O ₃	2.9

研磨性能評価は高速研磨機を用い、サイクルタイム70秒で行った。結果を図15に示す。提供された再生研磨材の品種が当社で使用しているものと異なって

いる可能性もあり、直接的な比較はできないが、初期研磨能力は新品研磨材より劣っているように思われる。しかし、当社で必要研磨能力と規定している0.015～0.020mmの減耗量を保持していることが確認された。また再生研磨材を使用するうえで、異物等混入によるキズの発生が懸念されたが、キズも認められなかった。

以上の検討から、廃研磨スラリーから回収した再生研磨材が再度研磨に使用できる可能性が確認された。

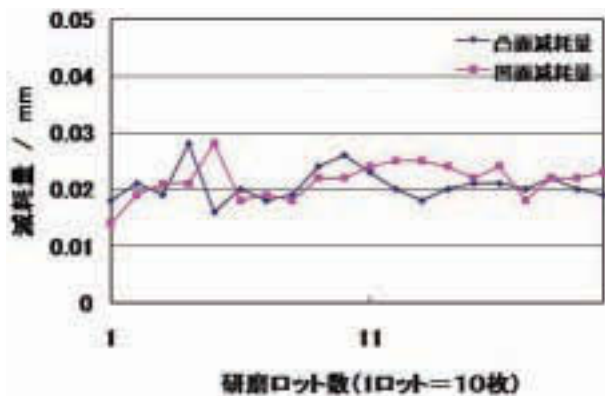


図15 高速研磨機による再生研磨材の研磨性能劣化評価試験(1)
サイクルタイム 70秒

3.4 再生研磨材の実用性の検証

前節までの検討を受け、さらに自社で排出された廃研磨スラリーから回収した再生研磨材を使用して、より実際の生産に近い条件での研磨と評価を行った。

自社で排出された廃研磨スラリーをハイテクプラザいわき技術支センターで沈降法により処理回収した再生研磨材の研磨性能を評価した。合わせて実用を想定した外観検査を実施した。

加工機は高速研磨機 (ICM) を使用した。研磨試験試料は500枚で、サイクルタイムは70秒とした。ハイテクプラザより提供された研磨液は図16のように泥状であり、通常の粉末状研磨材と異なり、懸濁液を調製するのに、温水を使用するなどの工夫が必要であった。



図16 提供された再生研磨材

レンズ500枚を研磨した時の減耗量の変動を図17に示す。初期研磨性能は新品研磨材より劣る事が解る。研磨枚数が200枚を超えると新品研磨材の研磨性能は低下するが、再生研磨材ではほとんど低下が見られなかった。研磨枚数200枚以降では新品研磨材と再生研磨材ではほとんど差がなくなり、当社で規定している必要研磨能力0.015～0.020mm以上の減耗量を示していた。

今回は外観検査を通常の品質管理工程と同等の方法で行ったところ、キズの発生が認められた。キズの発生状況を図18に示す。キズ発生に偏りが無く、研磨枚数とキズ発生数に相関がないように思われ、再生研磨材自体にキズ発生要因があったと考えられる。

研磨した500枚中61枚にキズが見られ発生割合

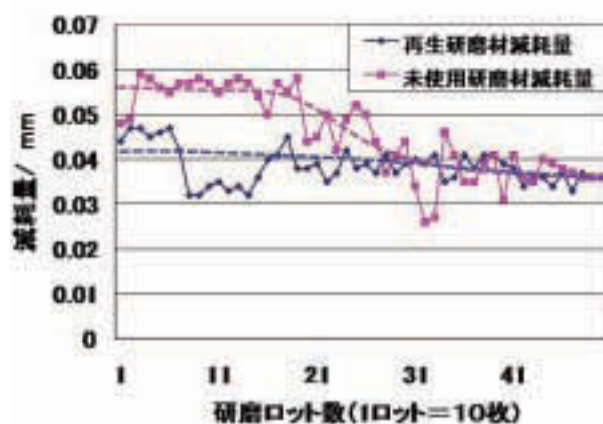


図17 高速研磨機による再生研磨材の研磨性能劣化評価試験(2)
サイクルタイム 70秒

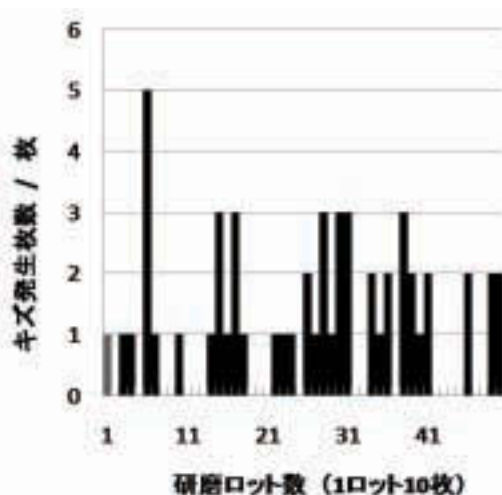


図18 高速研磨機使用再生研磨材での研磨時のキズ発生状況
サイクルタイム 70秒

は12.2%であった。硝材の特性から考えると、新品研磨材での平均キズ発生率は10%程度であるので、再生研磨材では、発生率がやや高目という結果となった。

キズを光学顕微鏡（図19）やデジタルマイクروسコープで観察し、キズを分類し、発生原因を推定した。キズは直線または円弧を描く線状のもの、面状に広がっているもの、不定形のものに分類できた。線状のものは研磨材中の異物等による研磨キズ（図20）、面状のものは砂掛工程のキズが取りきれずに残ったペレットキズ、その他のものは化学作用によって表面が変化したと思われる化学的キズとおもわれる。図21にそれぞれのキズの割合を示す。直線的な研磨キズの割合が最も多い。研磨キズは48枚で全研磨枚数のうち9.6%であった。新品研磨材での研磨キズ発生率は約10%であるので、研磨キズに限れば新品研磨材と同等の発生率であった。ペレットキズや化学的キズが残るのは研磨性能が低下しているためであり、研磨キズが発生するのは再生研磨材に異物や研磨材の凝集物が含まれていたためと考えられた。但しペレットキズについては、前工程でキズが深く入りすぎたという偶発的要素も考えられる。



図19 ミットヨ製光学顕微鏡

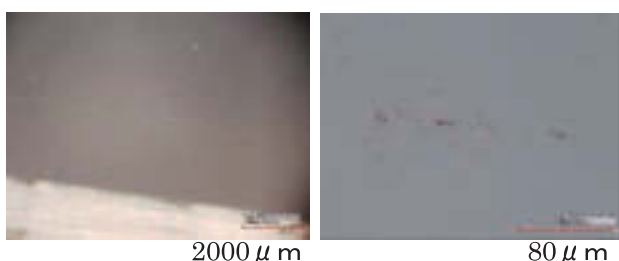


図20 研磨キズ

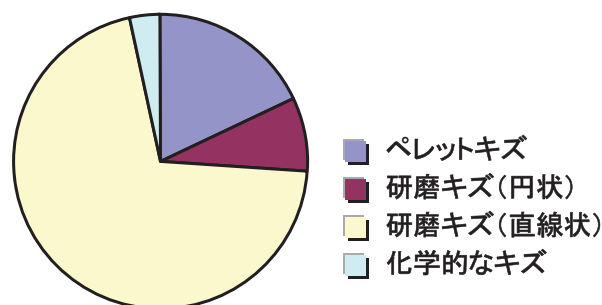


図21 キズの内容分析結果

3.5. キズ発生への対策

3.3.節の結果を検討し、以下の対策を講じ、再度再生研磨材での研磨試験を行った。

①研磨速度の向上

再生研磨材単独で使用するのではなく、等量の新品研磨材と混合して使用することで、研磨速度の向上を図った。

またこれまでハイテクプラザより提供されていた再生研磨材は泥状で水分を含んでいたため、スラリー濃度を調整するのが困難であった。スラリー濃度は研磨速度に影響するため適切な管理が必要である。そこで打ち合わせのうえ、ある程度乾燥した再生研磨材を提供してもらい、使用した（図22）。



図22 粉末状再生研磨材

②異物・凝集物の除去

研磨キズの発生は新品研磨材と同等との結果であったが、安全のため再生研磨材をタンクへ投入方法する際、図23のろ過器を使用した。また研磨液が研磨機よりスラリータンクへ戻るスラリー排出樋にもろ過器を取り付けた（図24）。

加工機は高速研磨機（ICM）を使用し、研磨試験試料は200枚、サイクルタイムは70秒で研磨した。

外観検査は、日常的に製品検査を行っている当社検

査員が担当し、当社眼鏡検査基準に基づいて実施した。

その結果、レンズ200枚を研磨し、研磨キズの発生はなく、不適合品が出なかった。従って、再生研磨材を新品研磨材と混合することで、実工程に使用できることを実証することができた。



図 23 研磨液ろ過器



図 24 スラリー排出樋への研磨液ろ過器の取り付け

リサイクルした研磨材（再生研磨材）の研磨特性と劣化挙動を調べた。試験の範囲では新品研磨材より研磨能力はやや劣るものの、減耗量0.015～0.020mmを安定して維持しており、レンズ外観検査でキズは無いことから再利用の可能性を認識することが出来た。

3年目は、自社で排出した廃研磨材をリサイクルした研磨材（再生研磨材）の研磨特性と劣化挙動を調べた。その結果2年目と同様、再生研磨材は新品研磨材より研磨性能は劣るもの使用可能な範囲であった。また通常工程での品質管理レベルで外観検査を行うと、500枚中61枚にキズが見られた。これは新品研磨材と比べて、わずかに多い程度であった。

量産工程に再生研磨材を使用することを想定して、研磨液調整方法や投入方法に対策を講じた。その結果、200枚を研磨し、研磨キズの発生は見られなかった。今回行った対策の有効性は、再現試験等さらにデータを積み上げて検証する必要があるが、この一連の研究結果から、再生研磨材と新品研磨材を1：1の割合で混合するなどの工夫を施すことによって、実用レベルの研磨ができることを示すことができた。

以上、3年間の研究を通じて、本プロジェクトの目標に掲げた廃研磨材からの再生研磨材回収・再利用が可能であり、研磨材使用量や廃棄物発生量の削減を達成できることを実証できた。

参考文献

- 1) 特許第3139189号「研磨材の回収方法」

4. 結言

酸化セリウム系ガラス研磨材のリサイクル技術開発において、再生研磨材の性能評価とその使用方法の検討を担当し、研究を行った。

1年目は、再生研磨材の評価基準を得るため、新品研磨材を用い、研磨性能の劣化挙動を調べた。その結果、高速研磨機／サイクルタイム90秒、高速研磨機／サイクルタイム70秒、低速研磨機／サイクルタイム5分の条件でそれぞれレンズの減耗量が減少する等の変化が見られ、研磨能力の劣化を確認できた。

2年目は、新協工業（株）で排出された廃研磨材を