ラッピングに関する研究 (第5報)*

(電子顕微鏡及電子廻折装置によるラッピング機構の研究)

正会員 松 永 正 久**

Study on Lapping. (5th. Report)

(Study on Mechanism of Lapping by Electron Microscope
and Electron Diffraction)

Masahisa MATSUNAGA

The states of lapped surfaces have been examined by means of electron microscope and electron diffraction method, and the results are as follows:

(1) In wet lapping by coarse abrasives (c.f. WA or GC), the action of lapping consists in minute scratching by the pointed edges of abrasives at the initial stage as had been reported in the third report. When the lapped work is passed at the same position of the lap without charging of abrasives, the pointed edges are worn out, and the action of lapping changes into scratching by rounded edges of abrasives as shown in Figure 1.

(2) In the dry lapping, the lapping process is flow of the surface layer as Figure 2, but with a very smooth surface the surface flow can not be recognized.

(3) The embedding of abrasives under the surface of copper is found by the electron micrograph shown in Figure 3 with the aid of the thin sectioning. This is hard to be detected by electron diffraction under the surface of quenched steel.

(4) Chips produced by dry lapping contain αFe and $\gamma\text{Fe}_2\text{O}_3$ as shown in the electron diffraction pattern (Figure 4). It is considered that the surface is covered with amorphous or fine crystalline $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ according to this pattern and the fact that the electrical resistance of the surface is very high.

I. 緒 論

すでに数次にわたって述べた如く、ラッピング機構は条件によつて非常に異つている。例えば大型の砥粒 (例えば WA 又は GC) と微細な砥粒 (例えば 酸化クローム) による湿式ラッピングではその機構は異つており、同一砥粒による湿式ラッピングでも行程に伴つて変つてくる。乾式ラッピングに於ては湿式ラッピングと異なるのはまた当然である。一方ラッピングの精度も次第に向上し、ブロック・ゲージの表面粗さの規格は 0.06μ 以下であり、これを分子数に直しても 200 分子程度であつて、精密工作はすでに分子の尺度を以て測定する領域にまで達している。このように微細な点までを問題にする場合のラッピング機構の解明には電子顕微鏡や電子廻折装置の如き微視的な方法をとる必要がある。この方面の研究はすでに高橋昇博士によつて一連の研究が行われているが¹⁾²⁾、筆者の行つた実験の 2, 3 を述べる。

II. 湿式ラッピング

1) 大型砥粒による湿式ラッピング

銑鉄をラップとして、WA, GC 等の砥粒を使用するときはその機構が切削であることは顕微鏡的にも充分認められる。しかし同一部分に於て数百回のラッピングを行うときは、行程に伴つてラッピング機構は変つてくる³⁾⁴⁾。行程が進むにつれてラップ量は低下し、ついには切削にあずかる砥粒は小部分で、単に砥粒と工作物との磨耗条件に近く、しかも引掻き条痕は尖鋭な鋭角を欠いた球状に近い先端による条痕を示している。このような場合の写真を図 1 に示す。図は #2000 の WA による湿式ラッピング面である。すなわちラップ量及び表面粗さは行程に伴つて変化し、行程が進むにつれて砥粒と工作物との磨耗現象、球状の砥粒による引掻き及びチップの介在による影響を考えることが必要になる。このような条件に於ては表面粗さが小さいので、仕上用の湿式ラッピングのように、仕上量を犠牲にしても表面粗さの良いことを望むときにはラップとの共摺りによつて初期からこの条件に於てラッピングすれば良い。

2) 酸化クロームによる湿式ラッピング

* 昭和27年4月26日 精機学会春期講演会及 昭和26年12月10日 電子顕微鏡学会総合研究委員会 (第58回) に於て講演

** 東京大学生産技研

図 1 湿式ラッピング面 $\times 8,500$

極めて微細な砥粒（例えば酸化クロム）を使用するときは、その機構は引掻きとラップとの直接々触れとが起つて一部は油入磨耗と同一条件にあることはすでに述べたが、この場合は酸化クロムの大部分は鋳鉄内に埋込まれ、ラップと工作物との直接接触又は油膜を介しての接触が起つており、引掻きに関与する酸化クロムは少数である。しかし電子廻折的には diffuse であるが、なお $\alpha\text{-Fe}$ の廻折環が認められる。廻折像が diffuse になる原因は面の結晶の微細化する影響 或いは局部的（油入磨耗の行われている場所）に生成する Beilby 層^{註1)}の影響も勿論考えられるが表面の汚れも影響しているであろう。湿式ラッピングの如く極めて複雑な操作によつて仕上を行つた面は、如何に細心の注意を払つても表面状態を変えずに表面を清浄にすることは不可能と考えられる。また最近の H. Wilman⁶⁾等の研究によると、極く炭素の低い鋼を極めて軽く エメリー紙仕上しただけでも表面に $\gamma\text{-Fe}$ の生成していることを報告しており、変態点が低く $\gamma\text{-Fe} \rightarrow \alpha\text{-Fe}$ の変態の比較的阻止されやすい高炭素鋼に於ては表面の $\gamma\text{-Fe}$ 化は当然起つていであろう。たゞ表面粗さが粗いために下地の影響が大きく、 $\alpha\text{-Fe}$ のみによる廻折像が認められるものと思われる。それ故表層部の組織としては更に焼入硬化層もあるとみななければならない、その下地には焼戻による軟化層も存在する。更に油浸の状態に於ても酸化は一部行われるようでチップよりは $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ の廻折環も認められる。以上のことを考慮に入れると高炭素鋼の湿式ラッピング面は組織だけについても、Beilby 層（又は酸化層）、 $\gamma\text{-Fe}$ 層、焼入硬化層、焼戻による軟化層等があり非常に複雑であ

る。機械的には微小硬度を測定すると、既報の如く表面硬度は一般に下地より軟く、微小硬度計によつて測定し得る範囲（2乃至5 μ ）では焼戻による軟化層が最も顕著である。

なおラップとして鋳鉄を使用せず、焼入鋼を使用するときは砥粒のラップへの埋込が行われ難くなつて砥粒の転動が多く行われ、面は完全な引掻きとはいひ難く、面の写真も非常に不規則であり、ラップの形状を完全に工作物に移すためには砥粒のラップへの埋込が必要である。

加工の際の工作物にかかる荷重又は使用する砥粒の濃度等による表面の廻折像又は電子顕微鏡像の変化に関する観察も試みてみたが、必ずしも一定の結果が得られず、せまい範囲に於けるラッピング条件と表面状態の変化を研究するにはこのような方法は必ずしも適していないようである。

III. 乾式ラッピング

1) 工作物表面、焼入鋼の乾式ラッピング面については H. Raether⁷⁾によれば過冷却液体層の存在を承認していない。しかし筆者の研究では乾式ラッピング面の状態よりすれば、表面熔融は或程度起つているものと考えられる。金属を機械的に仕上げると表面凸起が摩擦熱によつて熔融を起すことは、G. Beilby⁸⁾及び F. P. Bowden 等⁹⁾による広汎な研究があり、前記の H. Wilman 等⁶⁾の結果もこのことを暗示している。乾式ラッピング面の写真は図2に示す如くあたかも表面が溶解して押しつぶさ

図 2 乾式ラッピング面 $\times 10,000$

註 1) 本報告に於て Beilby 層とは本来の意味でなく、電子廻折像がハローであり且つその面間隔が下地と異つてい層を言うこととし、本来の意味の Beilby 層は過冷却液体層と言つて区別する。

れた如き模様を示す。これはレプリカの歪によるものでなく詳細に観察すれば顕微鏡によつても認めることができる。結局、前仕上面の粗さが或程度悪い方がこのような模様を良く認めることができ、また充分加工して極め

で平坦な面となれば認め難くなるのは当然である。このように表面が溶融を起しているとしても、そのまゝ過冷却の液体層までもち来されているとは結論できず、再結晶して微細な結晶となつている可能性もあり、表面層が過冷却液体層であるか微細結晶層であるかは電子廻折法を以てしても速断できない。しかし乾式ラッピングの場合の如く空气中で加工された面の表層の電気抵抗は異常に大きく、相当に比抵抗の高い酸化物層の存在していることを示し、表層部は酸化物の微細結晶又は無定形層と考へて差支えない。

図3 銅への砥粒の埋込 $\times 12,500$
(Thin section 法)

2) 工作物面への砥粒の埋込について

乾式ラッピング乃至バフ仕上面に於て、工作物の表皮下に砥粒の埋込まれることは良く知られている¹⁾¹⁰⁾。筆者は銅の乾式ラッピング面を充分清浄にしてパラフィンにて被覆し、他の側より電解研磨法によつて穿孔し電子線の透過し得る程度に薄い層を残して(所謂 Thin section 法)検鏡したところ図3の如く多数の酸化クロムの存在を認めた。この場合興味あることは銅の部分の廻折像はハローであるが、その面間隔は $d=1.98$ 及び $1.15 \text{ \AA}$ で銅の微細結晶の廻折像と一致し、表面反射によるハロー像の面間隔 ($d=2.30, 1.23 \text{ \AA}$ に相当する) と一致しないということである。これはラッピング表面層の結晶は微細化されていることを示すと共に反射廻折像に於ける Beilby 層による廻折像は薄いため透過廻折像に表われないか、氧化物 (Cu_2O) であるため電解液にとけやすいためであるかの何れかであると考えられる。また別に銅について表面を電解研磨すると埋込物は表面に残存するが、この残渣の電子廻折像は Cr_2O_3 を含んでおりこの面よりも埋込が実証できる。焼入銅の場合は現在のところでは電子顕微鏡試料に適した Thin section が得られないので後者の方法によつた。しかし焼入銅の如く硬い

材料に於ては電子廻折的には埋込は実証できなかつた。

3) 鋳鉄ラップについて

鋳鉄ラップの内に砥粒の埋込まれることは経験的には認められているが、実験によつても種々の面より実証できる^{註2)} 乾式ラッピング用の鋳鉄ラップはそのまゝでは図4の如く非常に平な面の各所に黒鉛の組織と思われる稍々粗い面が存在するが、乾式ラッピング作業を行つて所謂”切味のとまつた”面では後者の部分は図5の如く

図4 ラップ表面 $\times 7,000$

図5 使用後のラップ表面 $\times 10,000$

多数の小孔が生成しており、これは埋込まれた砥粒の脱落によるものと考えられる。F. P. Bowden 等⁸⁾によれば融解層を生じて琢磨されるためには、琢磨される金属は相手より融点の低いことが必要であり、鋳鉄ラップに於て所謂切味のとまつた状態は砥粒が脱落して鋳鉄自体と工作物とが接触する状態であると考えられる^{註3)}。

4) チップ、乾式ラッピングによるチップは非常に微

註2) 後報に詳報の予定

註3) 酸化クロムの融点は 1990°C であり、使用材料 (SK4)、鋳鉄の融点は夫々 1400°C 及び 1200°C 附近である。

細であり大部分黒鉛であることは 高橋博士によつて報告されている²⁾。筆者の得た写真の一例を 図 6 に示す^{註4)}。またこの廻折像は黒鉛によるもののみでなく 図 7 に示すものが屢々得られる。仕上面の反射廻折像は勿論ハロー

図 6 乾式ラッピングチップ ×7,500

図 7 同上廻折像

であるが、チップは透過法によるため表面平坦化の影響のないことと透過し得る試料層の厚さが厚いために反射法による場合よりも下地の結晶が廻折像に表われる。しかしその結晶はなお不完全であり廻折環は diffuse で、数も少いが解析の結果は表 1 に示す如く、 $\alpha\text{-Fe}$ と $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$

表 1 図 7 の解析結果

廻折結果	強度	$\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ $a=8.4$	$\alpha\text{-Fe}$ $a=2.856$
2.53	s	2.53 (311)	2.02 (110)
2.10	w	2.10 (400)	
2.01	s		
1.61	w	1.61 (333)	
1.48	m	1.483(440)	1.163(221)
1.16	m		

註 4) この場合の樹枝状の配列は特に意味はない。

O_3 との混合であると考えられ、両者の固有の廻折環のうちで強度の強いものはことごとく含まれている。またこの廻折像は乾式ラッピングによらずとも 焼入鋼対焼入鋼の磨耗粉を用いても同じである。反射廻折像のハローについてはその解釈は多くの問題を含んでいるが、仕上面層の酸化物はその非常に大きい電気抵抗値と上記の廻折結果より、 $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ 又は Fe_3O_4 でなく $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ であると結論される。

IV. 結 言

電子顕微鏡及電子廻折装置を用いて ラッピング機構を研究し、次の点が明かになった。

(1) 大型砥粒による湿式ラッピングに於て 初期は尖鋭な砥粒先端による切削であるが、行程の進むにつれて球状の先端を有する砥粒による引掻きに移行する。

(2) 小型砥粒により焼入鋼ラップを用いて ラッピングを行うと転動の影響が著しく、面の切削機構は非常に不規則になる。

(3) 乾式ラッピング面では表面層の流動がみられるが極めて平な面ではこれを識別することは困難である。

(4) 砥粒の工作物表皮下への埋込は銅に於ては電子顕微鏡法又は電子廻折法によつて認めることができるが硬金属では困難である。

(5) 乾式ラッピングのチップは $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ を含んでいること、乾式ラッピング面の反射廻折像はハローであること及び表層電気抵抗が大きいことより表面に $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ はの微細結晶乃至無定形層が存在することが結論される。

種々御指導を賜わつた大越教授始め 表面工学研究会の諸兄並びに原稿の御校閲を賜わつた高橋昇博士、有益な資料を提供された黒田鉄範社長黒田彰一氏、実験に協力された萩生田善明、鈴木登の諸氏に厚く謝意を表わす。また研究費の一部は文部省科学研究費によつたものである。

(1955, 1月17日受付)

文 献

- 1) 高橋昇：理研彙報，24 (昭22) 43；応用物理，17 (昭23) 155, 269, 381；機械の研究，2 (昭25) 21；精密機械，17 (昭26) 12；金属表面技術，2 (1951) 12；機械学会第56回講義会教材 (昭29) 9。
- 2) 高橋昇，浅枝敏夫：応用物理，20 (昭26) 188，電子顕微鏡，2 (昭26) 30，J. Sci. Res. Inst. 45 (1951) 23。

- 3) 津和秀夫：精密機械，18（昭27）21.
- 4) 筆者：秋期講演会予稿（昭29）16.
- 5) 筆者：精密機械，20（昭29）471.
- 6) R. P. Agarwala and H. Wilman : Proc. Phys. Soc. B 66 (1953) 717,
Proc. Roy. Soc. A 223 (1954) 167.
- 7) W. Kranert und H. Raether : Ann. Phy. 43 (1943) 520.
- 8) G. Beilby : Aggregation and Flow of Solid (1921)
- 9) F. P. Bowden and D. Tabor : Friction and Lubrication of Solids (1951), Oxford.
- 10) H. Raether : Z. Phys. 86 (1933) 82.

鉛入黄銅の研究（第6報）

——衝撃剪断加工性——

正会員 葉 山 房 夫*

Researches on Brass Containing Pb (Part 6)

——Impact Shearing——

Fusao HAYAMA

The shearing energy of the impact shearing of rolled Pb-brass was measured by simple testing equipment, and the shape of sheared section was examined. The shearing work and sheared section changes according to the Pb percentage and reduction of plate just as in the case of the static test, but the effect of Pb to the shearing work in this case is slightly larger compared with in latter case. On supported shearing, the highly reduced plate containing Pb more than about 1% requires much energy for banishing. When shearing cracks from edges of die and punch are not easily connected, secondary cracks along the rolled layer grow and complete the shearing. Secondary cracks are apt to grow under the following conditions: 1) more than 1% Pb, 2) high reduction, 3) large clearance, 4) shearing plane in accordance with the direction of rolling.

4.2 衝撃剪断試験

前項の静的試験は打抜き等のようなある程度急速剪断の過程と異つた結果を与えていると懸念されるので、さらにパンチを落槌で叩く衝撃剪断試験を行つて、静的の場合と比較対照することにした。

4.2.1 衝撃剪断仕事量

4.2.1.1 測定法

剪断仕事量は材料の剪断加工性の判断に重要な因子である。先般、前田禎三氏はシャルピー並びにアイゾットの衝撃試験機を用いて衝撃剪断し、詳細の報告をされた⁷⁾。氏の場合はハンマーにパンチを取付けるためにクリヤランスの調整に非常に苦心されている。本実験では静的剪断に使用した剪断工具²⁾をそのまま使用し、パンチを落槌で叩く方式を用いて、クリヤランスの調整、精

度をよくし、極く小さいクリヤランスの試験も行えるようにして静的剪断との比較を便にした。

仕事量はパンチを衝撃することによる落槌の速度減少を測定することによつた。落槌の速度測定には色々便利な方法もあるが、ここでは図412に示すような自製の簡単な装置を用いた。これによつても相当の精度でエネルギーが求まることを確認した。装置は角D、Eを有するレバーLを支点Aでピボットによつて支えたもので、落槌がパンチを叩いて試料を剪断した直後にレバーLの打撃中心C（小鋼球を嵌めてある）を叩き、Lに支点Aを中心とした回転運動を起させ、角Dの端に接触した状態におかれている鋼球Bをはじかせるのである。ボールBは角Dの接点の線速度をそのまま受けて、それに応じた距離迄飛ぶ。落下点には方眼紙にカーボン紙を重ねておいて、落下点を記録する。EはDと釣合わせるための角で

* 早稲田大学理工学部