ラッピングにおける砥粒破碎過程の解析*

——Si 単結晶のラッピング機構に関する研究（第2報）——

池 田 正 幸**

Analysis of Grains Crushing Process during Lapping

—— Study on Lapping Mechanisms of Si Single Crystal (2nd Report) ——

Masayuki IKEDA

It is widely known that the lapping is necessary to work the brittle materials such as Si single crystal. In this paper, the lapping mechanism of Si crystal is investigated by the aid of measuring the diameter of many grains crushed and analysing the variation of the grain size distribution during lapping. A few types of mechanisms about crushing of grains are discussed. The main results obtained are as follows:

- (1) The large grains are crushed in the beginig period of the lapping time. In this period, the lapping is performed by grains acting the rolling motion and lapping removing rate is large. The mean diameter of grains decreases rapidly in this time.
- (2) The ratio mean long diameter to mean short diameter of grains crushed is almost constant and its value is about 1.57.
- (3) The formula calculating the number of grains is derived by using grain size distribution and the shape model of the abrasive grains proposed. This is the shape combined two hexagonal truncated pyramids in its base plane.
- (4) The theoretical formula expressing the variation of the grain size distribution during lapping is obtained.

1. はじめに

硬ぜい材料の一種である Si 単結晶の ラップ加工の 必要 性や有用性についてはよく知られていることである。本報では前報に引き続き、Si 単結晶のラッピング機構を把握する目的の一環として、ラッピング実験を行ない、ラッピングにおける砥粒の破碎状態の観察と砥粒粒径分布の変化を測定し、砥粒の破碎を通じて砥粒の作用機構、すなわちラッピング機構を検討した結果について報告する。

ラッピングによって破碎した砥粒粒径については津和¹⁾が工具鋼第4種をラッピングしたときの粒径を2枚の平行なガラス板による方法²⁾で測定している。砥粒粒径はラップ距離とともに急激に減少することを明らかにしている。同様の測定結果を Pahlitzsch³⁾ が報告している。硬ぜい材料をラッピングしたときの砥粒破碎について、今中⁴⁾ は顕微鏡写真により観察している。これらの研究はサンプリングの方法、破碎と砥粒の作用の関連などについてなお検討の余地があると考えられる。

本研究では、ラッピングにおける砥粒粒径分布の変化過程と砥粒の作用・ラップ量との関連など砥粒の破碎現象をとおしてラッピング機構を検討した。

2. 試料および実験方法

使用した試料は Si 単結晶でN形、比抵抗 $3 \sim 30 \Omega \text{ cm}$ 、転位密度 10^3 個/cm^2 以下である。その寸法は $10 \times 10 \times 3 \text{ mm}$ で、ラッピングは結晶の (111) 面を用いた。加工面は WA #800 で、あらかじめ手動ラッピングした。

ラップ盤は実験用に設計した装置⁵⁾ でラップの回転と試料の往復運動を組合わせた運動軌跡を描く形式である。

表 1 ラッピング条件

ラ ッ プ	鋳鉄 190 mmφ
ラップ速度	20 m/min
ラップ圧力	0.25, 0.5, 1.0 kg/cm ²
ラップ距離	50, 100, 200, 400, 600, 800, 1000m
砥 粒	WA #800, 1200
ラ ッ プ 液	蒸溜水
ラ ッ プ 剤	1 : 1 重量比, 1 回供給
試 料	Si (111) $10^3/\text{cm}$ 以下

*原稿受付 昭和45年5月26日, 昭和44年度精機学会春季大会学術講演会(昭和44年4月)にて発表。

**正 会 員 電子技術総合研究所(東京都田無市向台町 5-4-1)

ラッピングは砥粒を表1に示す条件に従って蒸留水とかく拌混合して最初にラップへ均一に塗布し、以後は途中で供給しない1回供給法で行なった。加工前と加工後に試料を十分に洗浄し、乾燥してその重量を測定し、加工量を算出した。各条件でラッピングが終了後ラップ上に残っている砥粒を採集し、重液を使って砥粒とチップを分離した。砥粒粒径の測定はいろいろな方法があるが⁶⁾、i) 測定すべき砥粒量が1g以下で少ないこと、ii) 粒径がWA #800以下で小さいこと、iii) 粒径の詳細な分布を求める必要のあること、などの理由から分散させた砥粒を顕微鏡で拡大して写真撮影し、その写真から粒径を測定する方法で行なった。

粒径測定においては分布の精度、信頼度が標本抽出法に依存しているため、砥粒が適当な間隔で分布するような面積へ測定しようとする砥粒全部を分散させ、その特定部分をスライドガラスで受け、ガラス上の砥粒を標本として顕微鏡で写真撮影(×600)し、砥粒500個の長径と短径⁷⁾をノギスを使って測定した。この標本抽出法により、母集団(測定すべき全砥粒)の性質は抽出した標本の性質から十分推定できる。また、標本抽出に伴う変動が小さい無作為抽出であると考えられる。

電子計算機を使って測定値の最大値、最小値、粒径ひん度分布、累積ひん度分布、平均値、分散値、長径と短径の比の平均値などの計算を行なった。

3. 実験結果

3.1 粒径分布

粒径分布の変化について、ラップ圧力やラップ距離の影響を検討する。使用した原砥粒の長径と短径の累積ひん度分布を図1に示す。同図からWA #800, #1200は

WA #800, WA #1200 (正規確率紙)
L: 長径, S: 短径

図1 原砥粒の粒径累積分布

表2 平均値, 標準偏差

		平均値 (μ)	標準偏差 (μ)
WA #800	長径	22.1	5.3
	短径	14.4	3.7
WA #1200	長径	16.0	5.2
	短径	10.4	3.7

WA #800, ラップ圧力 0.25 kg/cm²

図2 砥粒粒径分布のラップ距離による変化

ともに Gauss 分布をしており。

次式であらわすことができる。

$$f(x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma^2} \exp\left\{-\frac{(2x-\tilde{m})^2}{2\sigma^2}\right\} \quad (1)$$

上式において $2x$ は粒径, $\tilde{m}$ はその平均値, σ は標準偏差である。二種の砥粒の $\tilde{m}$, σ を表2に示す。

3.1.1 ラップ距離による粒径分布の変化

砥粒のラッピング作用は転動や押込みが主であるとすると、ラッピングに関与するのはその形状から考えて短径である⁸⁾。それゆえ、以下では主として短径の変化について検討する。

図2にラップ圧力 0.25 kg/cm² でラッピングしたときの粒径分布の変化を示す。0mの粒径分布は図1から推察できたように比較的整った左右対称の山形をしている。50m ラッピング後には大きい砥粒が破碎され、分布の幅は粒径の小さい方へ広がる。ラップ距離が100mになると、粒径の大きい方にすその広がりを残しているが、ピークの位置が小さい方へ移動し、その高さは高くなる。さらにラップ距離が長くなると、この傾向は著しくなる。図3に短径と長径の平均値とラップ距離の関係を示す。ラップ距離が長くなると平均値が急激に減少する領域と平均値がラップ距離によってほとんど変化しない領域に分れている。前者は転動形のラッピング作用が

WA #800, ラップ圧力 0.25 kg/cm²

図3 ラッピングによる粒径変化

WA #800, ラップ距離 50 m

図4 砥粒粒径分布のラップ圧力による変化

主として営まれているため破碎が著しいと考えられる領域であり、後者は少数の大きい砥粒は破碎しているが、全体としては引っかき形のラッピング作用が営まれていると考えられる領域である。標準偏差がラップ距離が長くなると減少することから図3において粒径変化が少ないため、明らかに認められなかった第2領域でも砥粒破碎が徐々にではあるが進行していると思われる。

3.1.2 ラップ圧力による粒径分布の変化

図4に粒径分布のラップ圧力による変化を示す。圧力が高くなったとき、粒径分布はラップ距離が長くなった場合(図2)と類似の傾向を示す。同一ラップ距離(50 m)でも、圧力が高くなるにつれて大きい砥粒が少なくなり、ピークの位置は粒径の小さい方へ移動しその高さは次第に高くなっている。図5のグラフに短径平均値のラップ圧力とラップ距離による変化を三次元的にまとめて示す。明らかにラップ圧力の増大とラップ距離の増加は砥粒の破碎について同様の効果を与えている。

WA #800 では距離が 400 m 以上になると、ラップ

WA, #800

図5 ラップ距離、ラップ圧力による短径平均値の変化

圧力には関係なくほぼ一定の値になっている。砥粒がある大きさまで破碎するとそれ以上は破碎を生じ難くなるためと考えられる。WA #1200 については、最初にラップ上へ塗布する砥粒の数が #800 の約2倍あるので、圧力 0.25 kg/cm² のとき、ラップ距離 1000 m になっても短径はやや大きく、約 1.0 μ であるが、0.5 kg/cm² の場合 800 m 以上、1.0 kg/cm² の 400 m 以上では約 0.6 μ でほぼ一定の値になる。このときの値は WA #800 の約 0.8 μ に比較してやや小さいが標準偏差を考えると有意ではない。

砥粒は 0.6~0.8 μ の短径になるとそれ以上は小さくならない。砥粒は WA であることから、砥粒のひとつひとつが単結晶と見なし得る。そのため、この程度の大きさの砥粒はその中にマイクロクラック、不純物の集合あるいは転位の密集した部分など比較的大きい欠陥はほとんど存在しないほぼ完全な結晶であるため、その強さがきわめて大きく破碎しないものと考えられる。破碎した砥粒の中には今中らがラッピング実験に使用した砥粒形状⁹⁾に類似した六角形板状で比較的大きいものも認められる。このような形状をしている砥粒はさらにラッピングしても破碎することはない。このことから推察しても、粉碎あるいは焼成中にその中に欠陥を生じた砥粒は破碎を容易におこすものと思われる。3.1.1 で述べた二つの領域に分れる境界(図3のグラフの折れ点)はラップ圧力が高くなると距離の短い方へ移動するが、この現象も上述の破碎を端的に表わしていると考えられる。

3.2 加工面の観察

図6にラップ加工面の走査型電子顕微鏡写真を示す。(a)から順にラップ距離が長くなっている。(a)はクラックの集積として面が形成されており、条こんはほとんど認められないが、(b)になると短かい条こんがクラックの間に見られる。(c)では平坦な部分に条こんが多く、大きいクラックが残っている。(d)になると、ほと

(a) ラップ距離 50 m

(b) ラップ距離 100 m

(c) ラップ距離 400 m

(d) ラップ距離 1000 m

WA #800, 鋳鉄ラップ, ラップ圧力 1.0 kg/cm²

図 6 Si (111) のラップ加工面の走査電顕写真

(a) ラップ圧力 0.25 kg/cm² (b) ラップ圧力 0.5 kg/cm²

WA #800, 鋳鉄ラップ, ラップ距離 400 m

図 7 Si (111) のラップ加工面の走査電顕写真

んど全面平たんになって条こんが多いが、ところどころ浅くなった大きいクラックが存在する。図 7 の (a), (b) と図 6 (c) を比較すると、同一ラップ距離でも、圧力が高くなると条こんで形成される平らな部分が広くなり、一部に残っているクラックは次第に浅くなっている。

図 8 加工能率のラップ距離, ラップ圧力による変化 WA #800

図 6 から上で述べた二つのラッピング領域で砥粒の主な作用機構は異なっていることがわかる。すなわち、前半では砥粒の転動と押込みによるラッピングであり、後半では引っかき作用が主であると考えられる。

3.3 ラップ加工能率

単位面積, 単位ラップ距離当りのラップ加工量 (ラップ加工能率) は砥粒破碎と密接な関係にあると思われる。図 8 は加工能率の距離と圧力による変化を示したものである。ラップ圧力が高いと加工能率が大きいことは、作用砥粒率が圧力とともに増加することから当然と思われる⁹⁾。同一条件でも砥粒により加工能率が異なることは 1 個の砥粒に加わる力の大きさに差があるためと理解できる。ラップ距離が長くなると加工能率が低下する。この傾向は砥粒粒径減少とは一致しない。同様のことは津和¹⁾の実験にもあらわれている。加工能率の低下は圧力によって異なり、圧力が高くなると急激である。この変化は標準偏差の変化と似ており、圧力の低い場合に砥粒破碎は大きいものから生じ、その数は全ラップ距離を通してほぼ一定であるためと考えられる。すなわち、圧力が低いとき転動形のラッピング作用を営む砥粒数の存在砥粒数に対する割合はラップ距離に関係なくほぼ一定であり、圧力が高い場合、この作用を営む

砥粒数は増加するため存在する全砥粒が破碎するまでの距離は短くなり、さらにラップ距離が長くなると破碎により全砥粒数は増加し、1 個の砥粒に加わる作用力が小さくなるため加工能率が低下すると思われる。粒径が小さくなった場合でも、圧力の高い方は作用砥粒率がた

きいため低い圧力のときに比較して加工能率が低くなることはない。

4. 考 察

4.1 砥粒の破碎機構

粒径の平均値はラッピングを行なうと急激に減少することが実験的に明らかとなった。このとき砥粒破碎について、いくつかの機構が考えられる。i) 凸部が欠けて大きい部分ときわめて小さい部分に分割する。ii) 半分に割れ同じ位の大きさの砥粒二つになる。iii) 数個に破碎する。この三つの主な破碎機構について検討する。

i) の場合、砥粒はラッピングが進行するにつれて非常に小さい砥粒と大きい砥粒二つのグループに分れた粒径分布を示す。大きい砥粒は次第に球形に近づき、長径と短径の比はラップ圧力、距離の増加とともに1に漸近すると推測される。

ii) の場合、長短径比 $a:b$ は一定で1.41かあるいは破碎が進むにつれてこの値に近づいてゆくはずである。WA #800 と #1200 の各距離、圧力における a と b の関係を求めると図9のようになり比は1.57一定である。このことから上二つの考え方が必ずしも成立しない。

iii) の場合 図9とWA砥粒の結晶破壊機構から砥粒は数個に分割分離すると考えられる。この破壊状態は吉川¹⁰⁾の観察結果と類似している。この破碎機構については砥粒数の増加過程から検討する。

図9 砥粒の長径と短径の関係

図10 砥粒の形状モデル

4.2 砥粒形状模型と砥粒数の算出

4.2.1 砥粒の形状模型

砥粒の形状は実際に多種多様であるが、つぎに述べる理由から、その平均形状を図10に示すような六角すい台を底面で合わせた形の多面体で近似した。

i) 光学顕微鏡および電子顕微鏡観察によると、砥粒は全体としてだ円に近い多凸形であり、凸部先端にはきわめて微小な曲率を有する。

ii) Al_2O_3 は稠密六方晶であり、破壊はへき開面によって生じやすい。したがって、砥粒形状を六角形断面を有すると考えられる。

iii) 砥粒が小さい場合、粒径の三次元的な測定はきわめて困難であり、二次元的な測定結果から立体を類推する必要がある。

iv) 佐藤¹¹⁾らは砥粒模型を球として解析しているが、この考え方に従うと小林¹²⁾らが実測したような砥粒の突起部は円すい形で先端に小さい曲率半径をもつことと、それによるラッピング機構を十分に説明できない。

v) 今中¹³⁾らの考えた金米糖型とすると、上述の突起部形状を説明できるが、長径と短径を認めるJISと矛盾する。

図に示した砥粒形状の体積 V_G は次式であらわすことができる。

$$V_G = \frac{65}{24} ab^2 \sin 60^\circ \quad (2)$$

上式の a 、 b 間につぎの関係が実験的に成立する。

$$a = mb \quad (m \approx 1.57) \quad (3)$$

4.2.2 砥粒数の計算式

砥粒の粒径分布を考慮に入れて、一定重量中に存在する砥粒数の計算式を求める。

体積 $V_G(a, b)$ の砥粒の重量 W_G は密度を ρ_G とすると

$$W_G = V_G \cdot \rho_G \quad (4)$$

であらわされる。砥粒の粒径分布関数を $f(b)$ とすると、 n 個標本抽出した場合、 n 個の重量 W_n は次式となる。

$$W_n = \sum_{i=1}^k n \cdot f(b_i) W_G(b_i) \quad (5)$$

上式で $k = (b_{\max} - b_{\min})/d$ で、 d は区間の幅である。(5)式を使って砥粒 W_g 中の砥粒数 N は次式で求められる。

$$N = \frac{W}{W_n} n \quad (6)$$

この式から粒径分布と砥粒形状から砥粒数を計算できる。(6)式に(1)~(4)式を代入し、上述の形状でガウス分布をする砥粒の数は次式で表わされる。

表 3

WA # 800	$\tilde{m}=14.4$	$m=1.6$	$\sigma=3.7$
WA # 1200	$\tilde{m}=10.4$	$m=1.8$	$\sigma=3.7$

図 11 砥粒数の増加とラップ距離の関係

WA # 800, 圧力 0.25 kg/cm²
図 12 砥粒短径累積ひん度分布のラップ距離による変化

$$N = \frac{25\sqrt{2}\pi\sigma^2 W}{65m\rho_G \sin 60^\circ} \cdot \frac{1}{\sum_{i=1}^k \left[\exp \left\{ -\frac{(b_i - \tilde{m})^2}{2\sigma^2} \right\} b_i^3 \right]} \quad (7)$$

WA # 800 と # 1200 について原砥粒の砥粒数を表 3 に示す諸値を使って計算すると

800: 3.2×10^7 個/g, # 1200: 7.2×10^7 個/g となる。

同様に, 各加工条件における砥粒数を標本より求めた粒径分布から $f(b_i)$ の関数式を知ることなく電子計算機を使って求めることができ, その結果を図 11 に示す。

図 13 1 個の砥粒が破碎した数と単位ラッピング運動軌跡の関係

砥粒数は 10^4 倍に増加している。

4.3 砥粒数の増加過程

砥粒が破碎するとその累積ひん度分布は図 12 に示すように, 破碎されて小さくなった粒径グループを加え合わせた形の分布となる。ラップ距離が長くなると, 比較的大きい粒径グループの砥粒は破碎されて小さい粒径のグループへ移行する。十分ラップ距離が長くなると小さい粒径のグループだけとなる。このことから, 砥粒は一定の割合で粒径の大きいものから破碎していると推察される。つぎに破碎による砥粒数増加過程を考察する。

ラップ圧力 P のときの作用砥粒率を α とする。砥粒は破碎すると c 個に分割されると考える。ラップ距離 L のときの砥粒数 N_L は最初ラップ上に塗布した砥粒数を N_0 において次式で表わすことができる。

$$\log \frac{N_L}{N_0} = \frac{L}{K} \log \{1 + (c-1)\alpha\} \quad (8)$$

上式中の K はラップ上の 1 度ラッピングに関与した部分が再度ラッピングに関与するまでに加工物が運動する距離 (単位ラッピング運動軌跡——ラッピング運動軌跡が交差するまでの距離と考えることができるが, 加工物は面積を有し運動軌跡が幅をもっているので K の値を正確に決定することは困難である) でラッピング機械に固有の値である。

(8) 式において, ラップ圧力が一定ならば α が一定であり, 砥粒の種類・粒度によって c は一定と考えられるので右辺の括弧の中は与えられた加工条件下では定数である。図 13 から $\log N_L/N_0$ と L の関係を求めると, 二つの領域でそれぞれ比例関係が成立し, 上式とよく合

っていることがわかる。(8)式に実測値 $P=1.0 \text{ kg/cm}^2$, $L=200 \text{ m}$, $\alpha=1.1\%$, $N/N_0=1.24 \times 10^3$ を代入して K と c の関係を計算すると図13のようになる。ラップが1回転したときのラッピング運動軌跡の長さは約50cmであり、 K はラップが1~2回転するまでの距離と仮定すると c は平均約4となる。この計算結果からも砥粒破碎機構の考え方が実験結果をうまく説明できることがわかる。砥粒が主にへき開破壊で破碎すると考えると6または12個に分離した場合長径径比は変化しないことになる。

4.4 粒径分布の変化過程

破碎により砥粒の粒径分布は最初の分布 $f_A(b_{Ai})$ を示すグループと破碎した後の分布 $f_B(b_{Bi})$ を示すグループの和として次式であらわすことができる。

$$f(b_i) = \xi_1 f_A(b_{Ai}) + \xi_2 f_B(b_{Bi}) \quad (9)$$

ξ_1 と ξ_2 はそれぞれのグループに属する砥粒数によって与えられる重み関数で $\xi_1 + \xi_2 = 1$ の関係がある。 ξ_1 と ξ_2 の値は破碎していない砥粒の数を N_U とすると

$$\xi_1 = N_U/N_L, \quad \xi_2 = (N_L - N_U)/N_L \quad (10)$$

である。 N_U は次式であらわすことができる。

$$N_U = N_0(1 - \alpha)^{L/K} \quad (11)$$

$\xi_1/\xi_2=0.01$ 程度になったとき $f(b_i) \approx f_B(b_{Bi})$ が成立すると仮定するとこの関係を満足する L は砥粒が1回の破碎を終了するまでのラップ距離と考えることができる。この ξ_1/ξ_2 の関係を計算すると L/K が約80~100のとき、 $L=40 \sim 50 \text{ m}$ であることがわかる。この距離はまた砥粒を新しく供給すべき間隔ともみなすことができる。

5. 結 論

ラッピングにおいて破碎した砥粒粒径を測定して種々の解析を行なった結果つぎの結論を得た。

(1) 砥粒の破碎は大きい粒径のものから生ずる。粒径分布はラップ距離が長くなると次第に分布の幅がせまくなり、高いピークをもつ形となり、標準偏差が小さくなる。分布全体が粒径の小さい方へ移動する。また、ラップ圧力が高くなった場合もこの傾向は同じである。

(2) 平均粒径の減少はラップ距離の短かい範囲で急激であり、ある距離より長くなるとゆるやかとなる。その境界の距離は圧力が高くなると短くなる。この砥粒破碎の変化はラップ加工面もあらわれ、最初は転動形のラ

ッピング作用であるが、ラップ距離が長くなるにつれて次第に引っかき形が多くなる。

(3) 破碎された砥粒粒径平均値は標準偏差を考慮に入れると粒度に関係なくほぼ一定の値と見なし得る。

(4) ラッピングの主な作用は砥粒の転動によるものであり、砥粒の破碎が著しい範囲で行なわれている。この間、加工能率は高く、大きく変動しない。

(5) 砥粒は1度で約4個程度に分割分離し、破碎すると推察される。また、砥粒の短径と長径の比は破碎に関係なく一定で1:1.57である。

(6) 砥粒形状を六方形多面体と仮定して、砥粒の短径とその分布を用いて理論的に一定重量中の砥粒数を求め、ラッピングにおける砥粒による砥粒増加過程を示す理論式を導出した。

(7) 粒径分布の変化から砥粒が一応破碎するまでのラップ距離、砥粒供給間隔を計算することができた。

本研究を行なうにあたり、種々ご指導くださった東芝総合研究所精密加工研究センター所長小林昭博士、終始ご討論いただいた電気試験所電子加工部材料加工研究室長今中治博士に心より感謝の意を表します。

また、実験に協力くださった勅使川原永一氏ならびに元東海大学学生野呂隆雄君に厚くお礼申し上げます。

参 考 文 献

- 1) 津和秀夫: ラップ仕上げの研究 (第2報), 精密機械, **17**, 9 (1951) 285.
- 2) 砥粒加工研究会編: 砥粒加工技術便覧, 日刊工業新聞社 (1965) 994.
- 3) G. Pahlitzsch: A New Method for Assessing Loose Abrasive Grains, Microtech., **15** (1961) 191.
- 4) 今中ら: 水熱合成法による単結晶アルミナのラッピング性能, 電気試験所彙報, **26**, 11 (1962) 833.
- 5) 電試ニュース: 1960年7月号.
- 6) 荒川正文: 粉体の粒度測定, 粉体工学研究会誌, **4**, 4 (1967) 921.
- 7) JIS R 6002-1956 研摩材の粒度試験法.
- 8) 織岡貞次郎: 粒度測定に於ける基本的問題 (第1報), 精密機械, **17**, 7 (1951) 221.
- 9) 池田正幸: ラッピングにおける砥粒分担荷重の評価, 精密機械, **35**, 12 (1969) 787.
- 10) 吉川弘之: 砥粒の機械的性質その1, 機械と工具, (1964) 42.
- 11) 佐藤・松井: 精密仕上げ法, 共立出版 (1963) 30.
- 12) 小林 昭: 1個の砥粒によるプラスチック表面への押込み, 精密機械, **20**, 7 (1954).
- 13) 今中 治: ガラスのラッピングに関する研究 (第7報), 電気試験所彙報, **25**, 4 (1961) 283.