陽イオン系界面活性剤によるガラスのラッピング*

友 田 進** 菅 原 章***

Effect of Cation Surfactant Properties on Glass Lapping

Susumu TOMODA and Akira SUGAWARA

The present authors recently found an interesting phenomenon in a glass lapping test with a silver lapping plate and n-dodecyltrimethylammonium chloride solution (as cation surfactant) that the silver was almost not worn by the lapping even under the condition of large stock removal of glass. Since it was observed only in some limited experiments by using fine aluminum oxide abrasive grains with a vibration lapping apparatus, here the authors examine experimentally the effect of the kinds of abrasive grains on the glass lapping behavior, and also check whether it depends on the types of testing apparatus or not. From the results of experiments performed by using several kinds of abrasive grains with two different types of testing apparatus, i.e., vibration-type and sliding-type machines, it was confirmed that the silver surface possesses high wear-resistance irrespective of the lapping apparatus and used abrasive grains. The high wear-resistance of silver is attributed to adhesion of minute powder particles.

Key words : glass lapping, lapping plate, n-dodecyltrimethylammonium chloride, abrasive grain, silver, wear, adhesion, minute powder

1. はじめに

超精密加工条件とは無じょう乱鏡面かつナノメートルオーダの形状精度であることが大前提になると言われている。超精密加工の前処理面の作成にしばしば用いられているラッピングは表面粗さの向上と同時にラップの形状を試料に移すことにより形状精度の向上を図る¹⁾最も簡単な精密加工として重要な位置を占めている。しかし、形状精度の向上を妨げる要因にラッピング中に生じるラップのうねり(偏摩耗)があげられる。ラップの摩耗に関しては材質や研磨機構などの観点から多く論じられている²⁾³⁾が、ラップ液の性質とラップの摩耗を関連づけた研究報告は少ない⁴⁾。ラップ液はラップ、砥粒および試料が行う三者間の相対運動に介在して、冷却、潤滑、付着や吸着の物理化学的作用および砥粒の分散など、様々なかたちで加工に関与しているはずである。従って、さらに形状精度を高めるためにはラップ液が果たすラッピングへのいろいろな効果を十分に検討する必要がある。

筆者らは、加工中にラップや試料から生じる微小粉(いわゆる切りくず)が試料表面に付着することを防止させたり、加工量を増加させるためには、多くの金属の場合、ラップ液に陰イオン系界面活性剤を用いるとよいことを報告した⁵⁾。そして、この過程でガラスラップによる銀のラッピングにラップ液として陽イオン系界面活性剤ドデシルトリメチルアンモニウムクロリド $[C_{12}H_{25}N(CH_3)_3]Cl$ 水溶液を用いると銀がほとんど研磨されないことを見出した。この現象を応用すれば、銀ラップの損耗が非常に少なく加工能率が高いガラスのラッピングが可

能であることを提案した。

しかし、上述したことは振動式ラッピング装置とアルミナ砥粒を用いて得られた知見であって汎用性に乏しい基礎実験であった。そこで、本実験はラッピング方式を振動式としゅう動式の2種類および砥粒の種類などを変えてドデシルトリメチルアンモニウムクロリド水溶液を用いたときに銀の加工量が非常に少なくなる現象をさらに追究した。あわせて銀ラップの摩耗量を計測して確認実験を行うことと本現象が発現するメカニズムも簡単に考察した。以下、その結果について報告する。

2. 実験方法

ラッピング装置は市販の振動式(マルトー社製)としゅう動式(ムサシノ社製)である。振動式としゅう動式における試料の運動方向の違いを図1に示す。振動式では実験条件にもよるが、試料は全振幅が100 μm 程度の振動を起こしながらラッピングされる。実験条件を表1に示す。試料はガラスと銀、砥粒はWA(白色アルミナ)、GC(緑色炭化けい素)、C(黒色炭化けい素)およびA(褐色アルミナ)砥粒、ラップの材質は銀とガラス(溝なし)である。ラップ液は実験に供した界面活性剤がも

Fig.1 Schematic illustrations of the lapping apparatus

* 原稿受付 平成9年9月9日

** 正 会 員 弓削商船高等専門学校(愛媛県越智郡弓削町下弓削1000)

*** 正 会 員 八戸工業大学(八戸市大字妙字大開88-1)

Table 1 Experimental conditions

Apparatus	Vibration, Sliding
Workpiece	Silver(Ag), Glass
Lapping plate	Glass, Silver(Ag)
Abrasive grain (size)	WA, GC, C, A (#600-#800)
Pressure	15-30 kPa
Lapping time	20-60 min
Revolution	Workpiece Lap
	1.5 rpm(Vibration) 25 rpm(Sliding)
Suspension	Grain
	3 g
	Surfactant
	10 ml
Surfactant concentration	2 wt%
X-Ray (W)	40 kV
	30 mA

Fig. 2 Structural of formula n-dodecyltrimethylammonium chloride (Quaternary ammonium compound)
Critical micelle concentration: 0.02 mol/l (25℃),
Molecular weight: 263.89

っている臨界ミセル濃度（不溶性物質に対する可溶性能に関係する）以上の2 wt%水溶液を用いた。加工中にラップ、試料および砥粒から生じて加工面に埋め込まれたり、あるいは付着した微小粉の元素分析は蛍光X線分析装置（理学電機製）で行った。本実験に使用したドデシルトリメチルアンモニウムクロリド（第四級アンモニウム化合物）は陽イオン系界面活性剤で、図2に示すような構造式である。潮解性を有する白色粉末で繊維染色助剤、帯電防止剤などとして利用されている⁶⁾。なお、比較のために用いたラウリン酸ナトリウムは金属ラッピングの加工量を増加させるためのラップ液として非常に有効な陰イオン系界面活性剤である⁵⁾。

3. 実験結果と考察

3.1 振動式ラッピング装置の場合

3.1.1 銀とガラスのラッピング

2種類の界面活性剤水溶液と水を用いて振動式ラッピング装置でガラスと銀を研磨した。表2に銀ラップによるガラスの研磨と逆にガラスラップにより銀を研磨したときの加工量を示す。表より、ガラスはドデシルトリメチルアンモニウムクロリド $[\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{N}(\text{CH}_3)_3]\text{Cl}$ 水溶液を用いると他のラップ液に比較して加工量がかなり増加することがわかる。ガラスラップによる銀の加工ではラップ液の種類が加工量に及ぼす影響はさらに大きくなることがわかる。ラウリン酸ナトリウム $\text{CH}_3(\text{C}\text{H}_2)_{10}\text{COONa}$ 水溶液は比較的多くの加工量が得られるが、銀はドデシルトリメチルアンモニウムクロリド水溶液を用いるとほとんど研磨されない。図3は20分間ラッピングに使用したラップ剤（WA砥粒の懸濁液）の外観である。使用後のラップ剤はラップ液が水の場合では黒色に変色していて、蛍光X線分析装置にてAg（試料の成分）がバックグラウンドに対してスケールカウント数で約0.7kcps検出されたが、ドデシルトリメチルアンモニウムクロリド水溶液を用いた場合は未使用状態に近い灰白色の懸濁液でAg、すなわち加工粉が検出されなかった。上述したことから、銀ラップによるガラスのラッピングを想定した場合、

Table 2 Relation between stock removal and lapping liquid

Lapping liquid (Surfactants)	Stock removal mg	
	Glass	Silver
Lauric acid sodium salt $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{COONa}$	68	60
Purified water	64	23
n-Dodecyltrimethylammonium chloride $[\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{N}(\text{CH}_3)_3]\text{Cl}$	84	0

Apparatus: Vibration type, Pressure: 15kPa (Glass) 30kPa (Ag), Lapping time: 30min (Glass) 20min (Ag), Grain: WA

Fig. 3 Photographs of suspension after lapping
Experimental conditions: see Table 2

Fig. 4 Effect of abrasive grain and lapping liquid on stock removal (The experimental results shown are the average of three times measurements.)

ラップ液にドデシルトリメチルアンモニウムクロリド水溶液を用いれば多くの加工量が得られ、しかもラップの損耗が非常に少ないラッピングが行えることを推測した。

3.1.2 砥粒の影響

砥粒の性質と3.1.1項で述べた銀が研磨されない現象とがどのような関係にあるかを検討するために、WA, GC, AおよびC砥粒を用いてガラスと銀をラッピングした。図4に砥粒の種類と加工量の関係を示す。図中にはラップ液にラウリン酸ナトリウム $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{10}\text{COONa}$ 水溶液と水を用いたときの加工量も比較のためにあわせて示す。ラップ液がドデシルトリメチルアンモ

Fig. 5 Relation between stock removal and lapping time
Apparatus: Sliding type, Pressure: 15kPa (Glass), 30kPa (Ag)

ニウムクロリド $[C_{12}H_{25}N(CH_3)_3]Cl$ 水溶液の場合、銀の加工量はC砥粒で最大3mg程度が認められるが、銀は砥粒の種類を変えてもほとんど研磨されない。つまり、ドデシルトリメチルアンモニウムクロリドはすべての砥粒で銀を摩耗しにくくすることが明らかになった。なお、ガラスの加工量はWA砥粒を用いたときが最も多く、GCとA砥粒で少なくなることがわかる。また、ラッピング液にドデシルトリメチルアンモニウムクロリド水溶液を用いると砥粒の種類とは無関係にガラスの加工量が増加する傾向にある。このようなことから、銀の加工が進まない現象を発現させる最も強い要因は砥粒の種類ではなくてドデシルトリメチルアンモニウムクロリドが行う何らかの作用であることが考えられる。

3.2 しゅう動式ラッピング装置の場合

3.2.1 銀とガラスのラッピング

ラッピング液にドデシルトリメチルアンモニウムクロリド水溶液を用いるとガラスラップ上で銀がほとんど研磨されないことが明らかになった。このときに用いた振動式ラッピング装置は主に砥粒の転がり作用で研磨が進む。一方、しゅう動式は主に砥粒の引っかかり作用である。ここではしゅう動式で実験を行い、ラッピング方法の違いが銀とガラスの加工量に及ぼす影響を調べた。図5にドデシルトリメチルアンモニウムクロリド $[C_{12}H_{25}N(CH_3)_3]Cl$ 水溶液、ラウリン酸ナトリウム $CH_3(CH_2)_{10}COONa$

水溶液および水を用いて銀とガラスをラッピングしたときの加工量を示す。図(e), (f), (g), (h)より、銀はドデシルトリメチルアンモニウムクロリド水溶液をラッピング液に用いるとWA砥粒で最大約8mgの加工量が認められるが、このときの銀の加工量は他のラッピング液と比較して60分間研磨してもほとんど検出されないと言える。最も多くの加工量が得られたラッピング液はラウリン酸ナトリウム水溶液であった。また、ガラスの加工量はドデシルトリメチルアンモニウムクロリド水溶液で多くなる傾向が認められ、実験条件に多少の違いはあるが、しゅう動式は振動式に比べて約5倍の加工量が得られた。なお、砥粒の種類を変えても上述したことと同様な結果が得られることがわかる。従って、しゅう動式による銀とガラスの加工量がラッピング液の種類に対応して増加する定性的な傾向は振動式とほぼ同じであることが明らかになった。

3.2.2 ラップの回転数とラッピング剤中の砥粒濃度の影響

一般にラップの回転数が増加すれば、砥粒単体が行う微小切削作用はラップ抵抗などの増加により変化するであろうし、ラッピング剤（ラッピング液と砥粒の懸濁液）中の砥粒はラップの外周に向かって飛び出すので加工が行われている部分の作用砥粒数が減少する。このことが銀の研磨が進まない現象に影響を及ぼすと考えられる。表3にガラスラップとWA砥粒により銀をラッピングしたときの加工量とラップの回転数の関係を示す。表より、

Table 3 Relation between stock removal and lap revolution

Lap revolution rpm	Stock removal mg
25	trace
60	trace
70	13
75	16

Apparatus: Sliding type,
Lapping time: 20min, Pressure: 30kPa,
Workpiece: Silver

Table 4 Relation between stock removal and grain concentration

Concentration mg/ml	Stock removal mg
200	trace
100	1
50	trace
30	1
20	1
10	4
5	4

Lap revolution: 25rpm
Lapping conditions: see Table 3

Fig. 6 Surface profiles of silver lapping plate after finishing
Apparatus: Sliding type, Pressure: 30kPa, Lapping time: 60min

銀の加工量はラップの回転数が約60rpmまではほとんど検出できないが、60rpmから70rpmを越えると急激に増加することがわかる。このことから、銀の研磨が進まない現象はラップの回転数が高くなると発生しなくなると言える。ラップの回転数を増加させたことで、ラップ抵抗や試料と砥粒の衝突速度などが増加したためであろう。また、このときの砥粒はラップの回転数が約60rpmまではラップ上の研磨が行われている部分にほぼ均一に分散していたが、約60rpm以上では砥粒は遠心力によりラップの外周に飛び出し始めて加工に関与する砥粒が少なくなるのが同時に観察された。銀の加工量に及ぼすラップ剤中の砥粒濃度の影響も考えられる。表4に加工量と砥粒濃度の関係を示す。表より、ラップ剤中の砥粒濃度が10mg/ml以下になると銀の研磨が始まることがわかる。つまり、銀が研磨されない現象が発現するためにはラップ剤中の砥粒濃度も関係していると言える。

3.3 銀ラップのうねり

これまで行った銀ラップの耐摩耗性に関する基礎実験に信頼性があるかどうかを確認した。WA砥粒により銀ラップ上でガラスを60分間ラッピングしたときのラップの摩耗状態を図6に示す。試料は図7に示すようなステンレス製ジグにより保持されているので、ラップはジグと試料の2か所でしゅう動面を有することになる。ジグのあたり面は試料と同質のガラス板を貼り付けた。ラップ液にドデシルトリメチルアンモニウムクロリド水溶液を用いた場合、ラップは表面粗さがRyで約5μmの研磨面が形成されたが、うねりはほとんど認められない。しかし、ラウリン酸ナトリウム水溶液では試料との接触部分付近で摩耗が生じていることがわかる。最大摩耗は試料がラップと最も外側で接触する部分で約5μm生じた。以上のことから、ドデシルトリメチルアンモニウムクロリド水溶液をラップ液に用いてガラスを銀ラップ上でラッピングした場合、銀ラップのうねりが極めて少ないことが確認できた。

3.4 超音波洗浄を併用したラッピング

図8にWA砥粒を用いて銀をガラスラップで60分間ラッピング

Fig. 7 Setup of tool

Fig. 8 SEM microphotographs of silver surface after finishing

した時の加工面を示す。水とドデシルトリメチルアンモニウムクロリド水溶液による銀の表面は砥粒の埋め込み、転がりあるいは引っかき作用によって生じた粗い研磨面が形成されていることがわかる。これらの加工面に含まれてくるAl（砥粒の成分）とSi（ラップの成分）元素を蛍光X線のスケーラカウント数で図中に示す。AlとSi元素がいずれの加工面からも検出され、

Fig. 9 Effect of ultrasonic cleaning on stock removal
Lapping liquid: $[C_{12}H_{25}N(CH_3)_3]Cl$ solution

加工面は加工中に破碎された砥粒とラップが損耗して生じたSEMで確認できない微小粉が付着しているのがわかる。そこで、加工の途中で試料を超音波洗浄することで、ラッピング作用を阻害していると考えられる加工面の付着物を除去した。このようにすれば、洗浄直後は試料の素地が露出して砥粒と接触しやすくなり、研磨は進むはずである。図9に一定時間の加工と洗浄を繰り返しながら20分間ラッピングしたときの加工量を示す。図より、加工時間とは無関係に1回の洗浄で約1mgの研磨が行われ、しかも加工時間を短くして洗浄回数を多くすると加工量が増加してくることがわかる。洗浄直後は砥粒と試料との間で微小切削作用が行われ、試料はわずかであるが研磨されたのであろう。従って、微小粉単体（いわゆる切りくず）の形状は非常に小さくて確認できないが、銀の研磨が進まない現象が発現するためには加工中に発生する微小粉が必要であることがわかる。

4. ま と め

実験の結果、次のことが明らかになった。

- (1) 銀ラップによるガラスのラッピングでラップ液に陽イオン系界面活性剤ドデシルトリメチルアンモニウムクロリド水溶液を使用するとしゅう動式ラッピング装置でもラップの損耗が少なく加工能率が高いガラスのラッピングが行える。また、銀の研磨が進まない現象は砥粒の種類を変えても発現した。
- (2) 銀の研磨が進まない現象の発現にはラッピング中にラップ、砥粒および試料から生じる微小粉（いわゆる切りくず）が必要である。

参 考 文 献

- 1) 田中義信, 津和秀夫: 精密工作法(下), 共立出版, (1978) 313.
- 2) 宮本紳司, 小村明夫, 小林栄治, 杉田忠彰, 上田隆司: 高精度平面ラッピングに関する研究, 1990度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集, (1990) 651.
- 3) M. Feld und A. Barylski: Läppen ebener Flächen mit Zweimetall-Scheiben, Werks. u. Betr., 123 (1990) 12.
- 4) 例えば, 河西敏雄, 土肥俊郎: ナノメートルスケールの研削・研磨技術, 精密工学会誌, 59, 4 (1993) 559.
- 5) 友田 進, 菅原 章: 界面活性剤の性質がラッピングに及ぼす影響, 精密工学会誌, 62, 8 (1996) 1122.
- 6) 例えば, 刈米孝夫: 界面活性剤の種類と応用, 幸書房, (1980) 148.