多結晶ダイヤモンド砥粒の形状と研磨特性

Effect of Polycrystal Diamond Grain Shape on Lapping Characteristics

尾 谷 賢*, 内 山 智 幸*, 篠 原 邦 夫**, 柴 田 俊 春**,
Masaru OTANI, Tomoyuki UCHIYAMA, Kunio SHINOHARA, Toshiharu SHIBATA,
荒 堀 弘 造**, 穂 山 勝***, 平 井 明 彦***
Kouzou ARAHORI, Masaru AKIYAMA, Akihiko HIRAI

The effects of particle size and shape of artificial polycrystal diamond grain were studied. The relationship between particle size and lapping characteristics was explained by a stress-strain relation between the work and lapping grain, and it was confirmed that the lapping rate is proportional to the square of particle size and the surface roughness is proportional to it. Furthermore, it is possible to prepare lapping grain with a high lapping rate and small surface roughness by modification of particle shape. An empirical formula which estimates the lapping rate from particle shape was obtained.

Key Words : Lapping Rate, Surface Roughness, Polycrystal Diamond, Particle Shape.

1. 緒 言

近年、粉体材料に対するユーザーのニーズは、用途の高機能化に伴いこれまでの組成あるいは粒子径分布などから粒子個々の形状や表面性状など、より微視的な粒子物性の評価や調整という厳しいものになってきている。

粒子形状による粉体の力学特性への影響に関しては、粒子径と同様に重要な幾何学的因子にも関わらず、評価すべき形状の特徴が多様であり、また粉体の調製加工技術においても、粒子レベルでの形状調製が困難なため、それらの関係についての報告^{1~5)}は数少ない状況にある。既報^{6~7)}において、筆者等は、簡便で且つマクロな形状の特徴を十分に表現できる評価法として、投影粒子像輪郭座標をフーリエ級数展開し指

数化する方法（以下、フーリエ楕円近似法）を提案し、粒子形状と粉体物性の関係について明らかにし、粒子形状は静的な物性に対してより大きな効果を示すことを報告した。

本研究では、ハードディスク、磁気ディスク等の電子機器部品の高機能化に不可欠な精密研磨加工に用いられる人工多結晶ダイヤモンド砥粒の性能向上を目的に、粉体の一次物性である粒子径及び粒子形状に着目し、研磨特性との関係について実験を行い、研磨機構の検討を行った。なお、今中らは、遊離砥粒の研磨速度と砥粒及び被研磨材の物性、研磨（操作）条件等との関係を広範に数式化しているが、その際、砥粒形状は球形としている⁸⁾。

2. 実 験

2.1 試 料

供試試料は、粒子径の異なる3試料及び形状の異なる多結晶ダイヤモンド（㈱イズミテック製）4試料を用いた。**Table 1**及び**2**に各試料の物性を示す。

2.2 装置および方法

2.2.1 粒度測定

粒子径は、レーザー回折散乱法（SALAD 2000, ㈱島津製作所製）および電気的検知法（Multisizer II, Coulter 製）によって計測した。また、粒子径分布の均一性は、電気的検知法による通過分率0.25と0.75の比を指標として評価を行った。

1999年2月17日受付

* 北海道立工業試験場資源エネルギー部
(〒060-0819 札幌市北区北19条西11丁目) TEL 011-681-1697
Department of Resources and Energy, Hokkaido
Industrial Research Institute
(Nishi 11, Kita 19, Kita-ku, Sapporo-shi, 060-0819)

** 北海道大学大学院工学研究科
(〒060-8628 札幌市北区北13条西8丁目)
Division of Materials Science and Engineering, Graduate
School of Engineering, Hokkaido University

*** ㈱イズミテック
(〒079-1143 赤平市字赤平579-1)
IZUMI Technology Co., Ltd.
(Akabira 579-1 Akabira-shi, 079-1143)

Table 1 Properties of diamond grain of different sizes

Sample name	a	b	c
Median diameter (μm)	0.722	1.458	2.585
Sharpness index (—)	0.68	0.68	0.72
Particle density (g/cm^3)	3.52		

Table 2 Properties of diamond grain of different shapes

Sample name	A	B	C	D
Median diameter (μm)	2.889	2.868	2.823	2.808
Sharpness index (—)	0.698	0.703	0.716	0.722
Particle density (g/cm^3)	3.52			
Shape index, k (—)	0.702	0.725	0.786	0.803
Coefficient of variation, C_{vr} (—)	0.109	0.112	0.101	0.098

2. 2. 2 形状測定

各試料は電子顕微鏡によって撮影後、その粒子像写真を CCD カメラ (KP-210 形, HITACHI 製) で画像解析装置 (LUZEX3U, ニレコ製) に取り込み、二値化後その輪郭座標を検出した。測定粒子数は 1 試料につき 20 個とし、15000 倍で撮影したものを用いた。

粒子形状の評価法は、既報⁴⁾にて報告した投影粒子像輪郭の x, y 座標をそれぞれフーリエ級数展開し、その第 1 項目の係数のみにより求められた近似楕円の短長軸比を形状指数 k とし、さらに、この近似楕円と粒子像の輪郭座標との半径方向での標準偏差を近似楕円と等周長円の半径 r_c で除した変動係数 C_{vr} 値を、セミクロな表面の凹凸度として用いた。すなわち、

形状指数 k : 粒子投影像全体の巨視的な形状の指数

粒子凹凸度 C_{vr} : 粒子像輪郭の凹凸等を考慮した準微視的な形状の指数

2. 2. 3 研磨試験

研磨装置は、精密平面ラップ盤 (Model LP-15, ラップマスター社製) を用いた。

本装置は、時計方向に回転する研磨定盤上に、反時計方向に回転する被研磨材ワークを固定した円形ホルダーを一定荷重にて接触させ、その接触界面に一定濃度の砥粒が分散した水性スラリーを噴霧し、被研磨材の研磨特性を測定するものである。なお、被研磨材は、粒子径の試験にはダイヤモンド砥粒の研磨試験として一般的に用いられるサファイヤガラスを、粒子形

状の試験にはその研磨速度への影響を精度良く評価するためにサファイヤに比べ硬度の低いフェライトを用いた。各実験の研磨条件を下記に示す。

(a) 粒子径と研磨特性

ワーク : サファイヤガラス, ラップ盤 : Kemmet 銅, ワーク荷重 : 137.2kPa, 回転数 : 30rpm, スラリー濃度 : 1.6g/l

(b) 粒子形状と研磨特性

ワーク : フェライト, ラップ盤 : Kemmet 銅, ワーク荷重 : 28.4kpa, 回転数 : 90rpm, スラリー濃度 : 1.6g/l

2. 2. 4 研磨特性の評価法

研磨特性として被研磨材の表面粗さ、および研磨速度について測定を行った。

表面粗さは、表面粗さ計 (SE-30D, (株)小坂研究所製) で平均粗さ Ra を測定し、研磨速度は、被研磨材の単位時間あたりに研磨される厚さで評価し、その厚さは厚さゲージ (リニアゲージ, (株)ミットヨ製) で測定した。被研磨材の表面粗さ及び研磨速度は、1 試料につき 24 点測定し、その平均値を用いた。

3. 実験および考察

3. 1 粒子径による研磨特性への効果

Fig. 1 に示す様に、粒子径の増加に伴い研磨速度は向上し、両者の関係は 2 次式により近似できた。

これは、研磨過程における被研磨材と砥粒間における応力 σ - 歪み ε の関係に基づくものと考えられる。

Fig. 1 Relationship between D_{50} and lapping rate

Fig. 2 Relationship between D_{50} and surface roughness

一定砥粒体積濃度の研磨スプレーでは、被研磨材と定盤間に存在する砥粒数は粒子径の増加に伴い減少するが、各粒子の1点にかかる荷重は増加し、そのため被研磨材の歪みが増大する。研磨速度は、この被研磨材の歪みに対応する砥粒の見掛けの接触断面積に依存すると考えると、研磨速度と粒子径の関係は2次式で近似された。また、川島らは固定砥粒での加工加圧と加工能力（ここで云う研磨速度に相当）が1次の直線関係を示すことを報告している⁹⁾。これらの関係は以下のように記述される。

研磨速度 L_r は、被研磨材の歪みに対応して砥粒の埋没断面積 ε^2 に比例すると考えられる。

$$L_r \propto \varepsilon^2 \quad (1)$$

ここで、被研磨材の歪み ε は、一定荷重 F 下にある定盤と被研磨材間に存在する砥粒の反作用力により生じるもので、粒子1個による被研磨材の圧縮応力 σ は粒子数 N および接触断面積 A から次式により与えられる。

$$\sigma = F / (NA) \quad (2)$$

また、 N および A と粒子径 D_p の関係は、一定重量濃度では次式で表わすことができる。

$$N \propto 1/D_p^3 \quad (3)$$

$$A \propto D_p^2 \quad (4)$$

従って、 σ は Eq. (3) および Eq. (4) を、Eq. (2) に代入して次式で表わされる。

$$\sigma = F D_p \quad (5)$$

Fig. 3 Correlation between surface roughness and lapping rate

ここで被研磨材の σ - ε の関係を1次式 Eq. (6) で近似できる範囲とすると、

$$\sigma \propto \varepsilon \quad (6)$$

L_r は Eq. (5), Eq. (6) を Eq. (1) に代入して次式のように D_p の二乗に比例することになる。そこで、実験データを用い係数を求めると次式になる。

$$L_r = 3.98 \times 10^{-2} D_p^2 \quad (7)$$

研磨面粗さ S_r は Fig. 2 に示す様に、粒子径 D_p の増加に伴い直線的に大きくなり1次式で近似できた。これも、先の応力-歪みの関係に基づくものと考えられ、粒子径の増加に伴い、砥粒にかかる応力は増加し、被研磨材の歪みも増加する。すなわち研磨面粗さはこの歪み（砥粒の埋没深さ）に直接依存し、砥粒粒

Fig. 4 SEM photograph of different shape diamond grain

子径に1次で相関¹⁰⁾するものと考えられる。すなわち、これらの関係はEq. (5), Eq. (6) から次式のようになる。

$$S_r = 6.53 D_p \quad (8)$$

Fig. 3に、研磨速度と研磨面粗さの関係を示す。両者には良好な2次の相関関係が認められた。この関係は、Eq. (7) およびEq. (8) から次式で表される。

$$L_r = 9.35 \times 10^{-4} S_r^2 \quad (9)$$

以上から、遊離砥粒の性能として粒子径の増加に伴い、研磨速度は上昇し、研磨面粗さも増大することが明らかになった。これらの結果は、固定砥粒の一般的な研磨特性¹¹⁾とも一致するものであり、研磨速度と研磨面粗さは共に増大する特性を示すものである。

3. 2 粒子形状による研磨特性への効果

被研磨材の研磨速度と研磨面粗さの関係は、上述のごとく粒子径と共に増大するが、市場では両特性が相反する砥粒が要望されている。そこで、本研究においては、研磨砥粒の粒子形状に着目し、同一粒子径で研磨速度および研磨面粗さとの関係について検討した。

3. 2. 1 電子顕微鏡観察

Fig. 4に、各種ダイヤモンドのSEM像を示す。試料Aは視覚的な評価において、扁平な粒子が比較的多く認められ、且つこれらの粒子表面には細かな凹凸が顕著であった。試料Dは、対称的且つ塊状の粒子形状

が多く認められ粒子表面は鋭利な面が顕著であった。試料B, Cは、試料AとDの中間的な形状を示していた。また、いずれの試料においても、ほぼ均一な粒子径であった。

3. 2. 2 粒子径評価

各試料の粒子径をTable 2に示す。いずれの試料も平均粒子径および D_{25}/D_{75} から評価される粒度分布の均一性も非常に高く、粒子径に関しては、かなり高精度な分級品であることが示された。

3. 2. 3 粒子形状評価

各種ダイヤモンドの形状指数 k 、粒子凹凸 C_{vr} をTable 2に示す。形状指数 k は、A~Dの順に大きな値を示し、視覚的な観察で認められたマクロな粒子形状を表現していると考えられる。また、粒子凹凸 C_{vr} は、A~Dの順に小さな値を示し、視覚的な観察で認められた粒子表面の凹凸であるセミマイクロな粒子形状を表現していると考えられる。すなわち、A~Dの順に粒子形状は塊状となり、且つ表面の凹凸は減少することが定量的に示された。

3. 2. 4 形状指数と研磨速度の関係

形状指数 k と粒子凹凸 C_{vr} は本質的には独立因子であるが、実際には関連している場合もある。本研磨速度の実験データは、それぞれ k 、 C_{vr} の値にお互いの効果を含むことから、全ての実験データを用い最小二乗法により研磨速度 L_r に対する k 、 C_{vr} のベキを決定した。その結果がEq. (10)である。

Fig. 5 Relationship between shape index and lapping rate

Fig. 7 Comparison of calculated lapping rate with experimental one

Fig. 6 Relationship between unevenness of particle outline and lapping rate

$$L_r = 0.96k^{1.54}C_{vr}^{-0.64} \quad (10)$$

研磨速度 L_r と形状指数 k の関係を Fig. 5 に示した。 k の増加に伴い L_r は増加し、粒子形状としては、マ

クロには塊状粒子が有効であると考えられる。Fig. 6 に粒子凹凸 C_{vr} と研磨速度 L_r の関係を示す。 C_{vr} の減少に伴い、 L_r は増加し、セミクロな粒子形状としては、粒子表面の凹凸の少ないものが有効であることが分かる。Fig. 5 および Fig. 6 の良い相関から、最小二乗法で求めた k 、 C_{vr} のべきの妥当性が認められた。これらの結果、研磨速度に及ぼす粒子形状の効果は形状指数 k 及び粒子凹凸 C_{vr} の両者が関与しており、研磨速度には粒子径に加え、Eq. (10) に示される様に形状指数が大きく関与し、マクロな形状の影響が大きいことが分かった。

Fig. 7 に、研磨速度の実験値と計算値を示す。図に示される様に、両者の相関性は比較的高く、実験式の妥当性が明らかとなり、粒子形状を評価することにより研磨速度の推定が可能と考えられた。

Fig. 8 に、試料 A および試料 D の単一モデル粒子を示す。上記条件を満たす試料 D は、試料 A と比較して、研磨速度において約 30 % の向上が認められた。

Fig. 8 SEM photograph of sample A and sample D

研磨速度に粒子径以外の形状指数が影響する理由の一つとして、研磨過程における砥粒の運動が関与していると考えられる。特に寄与率の高い k については、近似楕円の短軸と長軸との比を評価しており、Eq. (9) から研磨速度の低下は短軸と長軸の比が減少するもの、すなわち扁平粒子へと近づくものである。このような粒子形状は、定盤と被研磨材間において、塊状粒子がランダムに運動し粒子が頻繁に研磨機能を発揮するのに対して、その運動方向に制限があり研磨頻度を下げるものと推察される。

また、原理的には $k=1$ で $C_{vr}=0$ の完全球形粒子では、ほとんど研磨性能は期待できないことから、Eq. (10) における L_r の最大値にはおのずと限界があり、 C_{vr} には最小値があり、さらに研磨速度に及ぼすよりミクロな形状特性の存在が示唆された。しかし、本研究の巨視的な取り扱いでは、そこまでの精度は検討できなかった。

3.2.5 形状指数と研磨面粗さの関係

Fig. 9 に、形状指数と研磨面粗さの関係を示す。各

Fig. 9 Relationship between shape index and work surface roughness

試料について研磨面粗さには有意な差は認められず、Eq. (7) 及びEq.(8) より k に関しては0.5乗を示す。また、 C_{vr} についても式からその寄与率は高くない。この様な結果から、被研磨材の表面粗さには、マクロな形状およびセミミクロな形状は影響せず、先の3.1項で述べた粒子径のみに依存すると考えられる。

4. 結 言

精密研磨加工に用いられる多結晶ダイヤモンドの研磨特性として、被研磨材の研磨速度および研磨面粗さに及ぼす粒子径と粒子形状の効果について、実験により検討し以下の知見を得た。

- 1) 研磨砥粒の研磨特性は、被研磨材と砥粒間における応力-歪み関係で理解でき、粒子径とともに研磨速度および研磨面粗さは増大し、望まれる研磨性能としては相反する特性であることが分かった。また粒子径と研磨速度は2次の関係を、研磨面粗さは1次の関係を示した。
- 2) 第1次フーリエ記述子に基づく形状指数 k および粒子凹凸 C_{vr} から、砥粒の粒子形状と研磨特性との良好な相関が得られた。
- 3) 形状指数より研磨速度に関する実験式が得られ、粒子形状から研磨速度の推定が可能となった。
- 4) 研磨材の性能は、これまで主に研磨材の粒子径に依存すると考えられてきたが、マクロな粒子形状の寄与もかなり大きく、粒子形状を制御することにより、同一粒子径で、研磨面粗さはほぼ同等、且つ研磨速度の高い砥粒の製造が可能であることが分かった。

[謝辞] 本研究の一部は、平成9年科学技術振興財団の「コンセプト・モデル化事業」により推進したものである。また、本研究をまとめるにあたり、北海道立工業試験場資源エネルギー部省資源プロセス科長養嶋裕典氏、同研究員松嶋景一郎氏には大変有益なご助言を頂きました。ここに記し謝意を表します。

Nomenclature

A : apparent contact area of lapping particle	(m^2)	k : shape index by short to long axis of ellipse	(-)
C_{vr} : coefficient of variation of distance from particle centroid to its outline	(-)	N : number of particles	(-)
D_{50} : particle median diameter on weight basis by laser diffraction method	(μm)	L_r : lapping rate	($\mu m/min$)
D_p : particle diameter	(μm)	S_r : surface roughness	(nm)
F : lapping load	(N)	σ : normal stress	(N/m^2)
		ε : strain	(-)

References

- 1) Tanaka, T., Y. Takayama and K. Ono : "Spheri-
forming Treatment of Metal Powders by Dry Impact
Blending Preparation", *ZAIRYOU GIJYUTU*, **6**, 260-
269 (1988)
- 2) Oshima, T., Y. L. Zhang, M. Hirota, M. Suzuki and
T. Nakagawa, : "The Effect of the Types of Mill on
the Flowability of Ground Powders", *J. Soc. Powder
Technol., Japan*, **30**, 496-501 (1993)
- 3) Otani, M., T. Uchiyama, H. Minoshima, K. Shinohara,
K. Takayashiki and N. Nakao : "Factors on Particle
Shape Control by Dry Impact Blending Method",
J. of the Soc. of Mat. Eng. for Resources of Japan, **7**, 35-45
(1994)
- 4) Otani, M., H. Minoshima, T. Ura and K. Shinohara :
"Mechanism of Particle Shape Modification by Dry
Impact Blending", *Adv. Powder Technol.*, **7**, 291-303
(1996)
- 5) Otani, M., Y. Uchiyama, K. Arahori and K. Shinohara :
"The Preparation of Differently Shaped Particles by
Grinding", *J. Soc. Powder Technol., Japan*, **34**, 432-436
(1997)
- 6) Otani, M., H. Minoshima, T. Uchiyama, K. Shinohara,
K. Takayashiki and T. Ura : "The Effect of Particle
Shape on the Mechanical Properties of Powder
Bed", *J. Soc. Powder Technol., Japan*, **32**, 151-157 (1995)
- 7) Otani, M., H. Minoshima, W. Hino, K. Shinohara :
"Wall-Friction Characteristics of Differently Shaped
Particles", *J. Ceramic Soc. Japan*, **105**, 1099-1102
(1997)
- 8) Imanaka, O. : "Studies on Lapping of Glass",
Denkisikensho Ihou, **25**, 337-345 (1961)
- 9) Kawasima, N. : "Application of Lapping Films in
Precision Processing" *Shikizai*, **66**, 476-486 (1993)
- 10) Kawasima, N., T. Hattori and S. Tochihara, : "Lapping
Film for Hard Disk Texturing", *ZAIRYOU GIJYUTU*,
9, 300-305 (1991)
- 11) Suzuki, K. : "The Performance of Micron Size
Diamond Powder", *ZAIRYOU GIJYUTU*, **9**, 294-299
(1991)