

①

ラッピング加工特性に 及ぼすラップ液の影響

Effect of Lapping Liquid Properties
on Lapping Behavior of Materials

1992 年
友田 進

目 次

第1章 緒論	1
1.1 はじめに	1
1.2 本研究の目的と意義	2
1.3 本研究に関する従来の研究	3
1.4 本研究の内容	5
第2章 ラッピング加工損傷（ラップ焼け）とラップ液	8
2.1 はじめに	8
2.2 実験方法	9
2.2.1 試料	9
2.2.2 実験装置	10
2.2.3 実験条件	10
2.3 実験結果	12
2.3.1 ラップ焼け面の観察	12
2.3.2 蛍光X線によるラップ焼け面の付着物分析	14
2.3.3 ラップ焼け面の側方からの観察	16
2.3.4 ラップ焼け面の水素還元による変化	19
2.3.5 非酸化性ラップ液を用いた加工	20
2.3.6 ラップ焼けとラップの材質	21
2.3.7 ラップ焼けと加工量	23
2.4 考察	24
2.4.1 ラップ焼けのメカニズム	24
2.4.2 ラップ焼けと加工能率	25
2.4.3 界面活性剤水溶液によるラップ焼けの防止効果	26
2.5 小括	27

第3章 ラッピング加工量とラップ焼けに及ぼす	
界面活性剤の極性の影響	28
3.1 はじめに	28
3.2 実験方法	28
3.2.1 試料	29
3.2.2 界面活性剤	29
3.2.3 実験装置	30
3.2.4 実験条件	32
3.3 実験結果	33
3.3.1 界面活性剤の極性とラップ焼け	33
3.3.2 界面活性剤の極性と砥粒表面性状	33
3.3.3 界面活性剤の極性と加工能率	35
3.3.4 界面活性剤の極性と試料の自転速度	37
3.4 考察	38
3.4.1 界面活性剤の極性とラップ焼けの関係	38
3.4.2 加工能率に及ぼす機械的要因と化学的要因の影響	39
3.5 小括	46
第4章 ラッピング加工中におけるラップ液の性質の変化	47
4.1 はじめに	47
4.2 界面電気二重層	48
4.3 実験方法	50
4.3.1 砥粒の結晶構造解析	50
4.3.2 ラップ液中のイオン分析	51
4.3.3 砥粒の電気泳動	51
4.3.4 ラップ液の導電率測定	53
4.4 実験結果	53
4.4.1 砥粒の結晶構造	53

4.4.2	ラップ液中のイオン	55
4.4.3	砥粒の電気泳動	58
4.4.4	ラップ液の導電率	61
4.5	考察	62
4.5.1	ラップ液の性質の変化	62
4.5.2	加工の進行にともなうラップ液のpH変化	65
4.6	小括	67
第5章	加工の進行にともなうラップ液のpH変化	69
5.1	はじめに	69
5.2	実験方法	69
5.2.1	試料	69
5.2.2	実験装置	70
5.2.3	実験条件	70
5.3	実験結果	71
5.3.1	ラップ圧力と砥粒の破碎	71
5.3.2	ラップ圧力とラップ液のpHの関係	72
5.3.3	最適ラップ剤濃度の決定	74
5.3.4	試料とラップの両者をテフロンにしたときの ラップ液のpH変化	77
5.3.5	試料の初期表面粗さとラップ液のpHの関係	79
5.3.6	アルミナセラミックスの加工	80
5.4	考察	82
5.4.1	砥粒の破碎状態とラップ液のpHの関係	82
5.4.2	最適ラップ剤濃度の推定	85
5.4.3	アルミナセラミックスの加工粉量が ラップ液のpHに及ぼす影響	87
5.5	小括	89

第6章	ラッピング加工条件のpHによるインプロセス計測	91
6.1	はじめに	91
6.2	実験方法	91
6.2.1	試料	91
6.2.2	実験装置	91
6.2.3	実験条件	92
6.3	実験結果	94
6.3.1	加工中にラップ圧力を変えたときのラップ液のpH変化	94
6.3.2	加工速度（試料の公転速度）によるラップ液のpH変化	95
6.3.3	ラップ剤濃度の変化の検出	98
6.3.4	試料の加工面積変化の検出	101
6.4	考察	104
6.4.1	加工面積変化の検出上の問題点	104
6.5	小括	106
第7章	ラッピング加工特性の制御の可能性	107
7.1	はじめに	107
7.2	制御対象	108
7.3	制御対象の二次遅れ要素への近似	110
7.4	ラップ液のpHを制御量とした フィードバック制御の取り扱い	113
7.5	小括	114
第8章	総括	115
参考文献		118
本論文に関する公表論文		122
謝辞		123

1 章 緒 論

1.1 はじめに

ダイヤモンドの原石には石とりとマーキング、クリービング、ソーイング、ブルーティング、グラインディングとポリシングなどの加工がなされて、美しい輝きを与えられる。このとき、最後に行われるグラインディングとポリシングは高度の鏡面を得るために、人類がおよそ1万年前から培ってきた研磨技術である¹⁰¹⁾。

歴史的に見れば、研磨加工は一般的な精密機械に要求されるであろうマイクロオダの精密加工の主流をなし、EEM(Elastic Emission Machining)¹⁰²⁾や磁気研磨法¹⁰³⁾などで代表されるような新しい研磨技術も考案されて、ナノメータオダの鏡面の作成を目的にした超精密加工にまで応用されようとしている。いわば、研磨加工はそれぞれの時代の先端技術の底辺を支えてきた重要な精密加工法であると言っても過言ではないと思われる。

従って、研磨加工が精密加工の分野で果たす役割は大きく、切削、研削、ホーニング、放電加工などの種々の加工法がある中で、次に述べるような高精度の製品はラッピングやポリシングなどの研磨加工に頼ることが多い¹⁰⁴⁾。例えば、スライスした半導体ウエハの表面粗さを2nmRmax、全体平行度2.5μm以内の加工損傷のない仕上面を作成したり、面粗さなどの幾何学的な形状ばかりでなくクラックや塑性変形などによる加工変質層さえ敬遠するような圧電セラミックス素子の鏡面仕上げに適用されたり、その他に非球面金型の研磨、フェライト磁気ヘッド、YAG[Y₃Al₂(AlO₄)₃]レーザロッド、レンズ、オプティカルフラットの光学部品など、枚挙するにいとまがない¹⁰⁵⁾。

近年、精密加工部品の生産プロセスは、生産性の重視と切削や研削技術の向上によって、加工の前段階の超精密切削や超精密研削で可能な限り形状精度が追求され、研磨加工で面精度を一桁ないし二桁小さい値に向上させるような事態が生まれている¹⁰⁶⁾。このために、研磨加工はより高精度な技術が要求され

る分野へ発展することを余儀なくされている。このような状況を踏まえて、加工機械の精度をあげるために、砥粒や工具材質の選択、工作物の固定方法などの研究が高精度の加工技術の要求される分野を中心にして非常に盛んに行われ、大いに成果をあげてきた。

本研究は、ラッピングという機械的な研磨加工で発現する物理化学的な現象を理論的に解明し、ラップ液の物理化学的变化を介して最適加工条件を探索する新しい手法の可能性を提唱した。

1.2 本研究の目的と意義

ラッピング加工の特徴としては加工条件さえ適切に選択すればラッピング加工機械自身の精度を上回る加工が可能であることがあげられる。いわゆる母性原則に従わない唯一の加工法であると言える。また、加工面の機械的性質、化学的性質が優れていることも特徴の一つである¹⁰⁷⁾。しかし、ラッピング加工には次のような欠点もあり、超高精度の加工面を得ようとするためには技能と経験の蓄積が必要であるとされている。例えば、黄銅、ガラス、硬鋼のラッピング加工中に発生するラップ焼けをはじめとして、半導体基板の加工中に発生するHaze、コンタミネーション、OSF(Oxidation Induced Stacking Fault)、潜傷などの加工損傷がそれである^{108) 109)}。これらの加工損傷は酸化膜耐圧や反射率などの表面物性、硬度や強度などの機械的性質、加工能率などに直接あるいは間接的に影響を及ぼす。この他に、加工が行われつつある局部の情報が得にくいために自動制御が非常に困難な加工で、ラッピング加工機械の自動制御の進歩の鈍さは他に類を見ない加工法であること、除去量が非常に少ないために加工に長時間を要することもあげられる。

これらのうち、特に、加工損傷と自動化の問題を解決するためには、種々の加工損傷が生じるメカニズムの解明やインプロセスにおける加工条件の変化を正しく観測することが必要である。

加工損傷が生じる原因には、砥粒の性質、ラップ圧力、加工速度など加工条

件に関連した事項やラップ液の加工中の挙動が考えられる。このうち、主に、加工条件に起因する加工損傷の原因の究明はかなり以前からなされ、相当な成果があげられている¹¹⁰⁾。しかし、さらに加工損傷の少ない加工面を得るためには、加工条件の追究のほかに、ラップ液が工作物や砥粒に作用する物理化学的な要因を考慮することも必要であると思われる。ラップ液が加工損傷の原因になると推察できる理由は、工作物、砥粒およびラップの三者が加工中に行う機械的作用と化学的作用のいずれにもラップ液が関与しながら加工が進行するからである。

また、加工過程でラップ液に蓄えられる情報はかなりの量であることが容易に推測できるので、インプロセスで加工条件の変化を把握できる指標(観測量)を見いだして自動化への要請に応えるためには、ラップ液に関する研究が問題解決の糸口になると考えられる。

本研究では従来未解明であった諸問題を明らかにしたが、そのうちのいくつかをあげれば、ラップ焼けのメカニズムの解明、加工の進行にともなうラップ液中のイオン変化やpH変化の実態などがある。これらの基礎的な知見に基づいて、本研究では加工損傷の発生防止、加工能率の向上、ラップ液のpHを制御することによる最適加工条件の設定など工学的ならびに工業的貢献がなされている。

1.3 本研究に関する従来の研究

ラップ液を含む諸加工液の研究は、半導体デバイスの発展と共に進歩してきた。半導体デバイスの基礎研究は、初め、電子工業や応用物理関係の技術者によってなされてきたが、研磨による実際の生産の可能性が認められた時点で精密工学関係の技術者の手に委ねられるようになる。ここで、加工液に関する従来の研究について以下に述べる。

国外においては、基礎的な研究として、1953年にH. Lichtenbergerの界面活性剤を含有させたラップ液の性状と加工量との関係を示した報告¹¹¹⁾がある。

その後、若干の期間において半導体デバイスや脆性材料を中心に、超精密加工の技術が要求され、1967年にはE. W. JensenやE. MendelらによるSiウェハの無じょう乱鏡面加工（いわゆる完全鏡面加工）^{112) 113)}を行う過程で、また、1978年にはH. W. Gutscheらによるアルカリ溶液とSiO₂を用いたサファイヤの加工¹¹⁴⁾などを行う過程で、加工界面における加工液の化学的作用を誘起あるいは促進させるメカノケミカルポリシングが考案された。さらに、最近ではH. Voraらが非酸化物系セラミックスの一つである窒化珪素に対してもメカノケミカルポリシングを適用している¹¹⁵⁾。この他、メカノケミカルポリシングとは別に、J. Reghらによる加工液中のイオン交換現象を利用した加工法¹¹⁶⁾やJ. V. Garmaleyらによる加工液のドロプレーン現象を伴うフロートポリシング¹¹⁷⁾など、加工液の種々の作用を積極的に取り入れた超精密加工法が採用されるような時代を迎えた。

国内における加工液の研究では、1951年に加工液の種類と砥粒の破碎や加工量が加工液の粘度に密接に関係しているという、二、三の研究が行われた¹¹⁸⁾。一般に種油、スピンドル油、グリースなどの高粘度液を用いると加工面の状態が良好になり、石油などの低粘度液では加工量が多くなるという実験結果が得られている。しかし、上記の報告では、加工液が果たす化学的な役割について述べられていない。

研磨加工において機械的な作用以外に固体と液体間、固体と固体間に働く化学的あるいは物理化学的作用に着目して、これを積極的に超精密研磨加工に取り入れだしたのは国内半導体メーカーで、その時期は基板の研磨のための開発プロジェクト¹¹⁹⁾が始まった1970年代の中ごろと思われる。これを契機にして、加工液の化学的あるいは物理化学的作用を活用した加工法が開発され、同時に加工液に関する研究も活性化した。

例えば、国内のメカノケミカルポリシングの進歩は、国外における進歩とほぼ同歩調でなされ、各種結晶基板、フェライト材、Si₃N₄セラミックスなどの超精密加工を目指した研究^{120) ~ 123)}が盛んに行われた。そのほかに国内で

は、微細砥粒を電解液に混合したときに砥粒の周りに発生する界面電気二重層を利用した加工¹²⁴⁾、砥粒による機械的作用と加工液の溶解性または外部電圧を印加することによって発生する電気化学的作用を組み合わせた複合研磨¹²⁵⁾、あるいは磁性流体を用いた研磨¹²⁶⁾の研究が行われている。さらに超精密研磨における加工雰囲気的重要性を指摘して加工液を濾過することの有効性を示した研究¹²⁷⁾もなされている。

しかし、これらはいずれも生産性や加工精度の向上を主目的にして行われた研究開発であって、加工液の性状を研究することにより、加工損傷のメカニズムを化学的あるいは物理化学的に解明したり、加工過程で加工液に蓄えられた情報を積極的に研磨加工へ利用したものではない。新たな超精密加工技術の展開を期待するならば、加工中に果たす加工液の役割を詳細に把握すべきであると思われる。

1.4 本研究の内容

ラッピング加工においては加工の条件や方法により種々の加工損傷が発生する。これらの加工損傷の原因は多種多様であり、各々のメカニズムを解明して、一般的な法則を見つけだすことは不可能に近い。従って、まず本研究はラップ液が加工損傷に関与することが容易に推測できて、しかも、未だにメカニズムが解明されていない加工損傷の一つであるラップ焼けに着目して、そのメカニズムを究明した。そして、ここで得られた知見を活用して、ラップ液のpH変化を指標としたラッピング加工方法の開発の可能性を検討した。さらに、その方法を発展させてラッピング加工の制御や監視システムへ適用することができるかどうかを検討した。

加工損傷に関しては第2章および第3章で、ラップ液のpH変化から最適加工条件を見いだすことについては第4章および第5章で述べてある。ラッピング加工特性を制御するのに必要な主要影響因子などについては第6章および第7章に述べてある。以下に、本研究の概要および成果を各章別にまとめた。

第1章、すなわち緒論では、本研究の目的と意義および本研究に関する従来
の研究について述べた。

第2章においては、ラッピング加工で現れる加工損傷の一つであるラップ焼
けを、種々のラップ液を用いた加工実験を行ってそのメカニズムを解明した。
その結果、ラップ焼けは従来から言われているような試料表面の酸化が主な原
因ではなく、加工粉などが試料表面へ付着することによって発生することを明
らかにした。また、ラップ焼けの具体的な防止方法として界面活性剤をラップ
液に混入させることが非常に有効であることを明らかにした。

第3章においては、界面活性剤水溶液をラップ液に使用する場合、試料のラッ
プ焼け状態は界面活性剤の極性の影響を受けることを明らかにした。カチオン
系や非イオン系界面活性剤に比べて、特にアニオン系界面活性剤がラップ焼け
の防止と加工能率に対して顕著な効果を示すことがわかった。

第4章においては、加工にともなうラップ液のpH変化が砥粒の破碎と密接に
関係することを見いだした。その結果、ラップ液のpHを制御することによって、
加工特性の予測が可能であると考えられた。また、加工の進行にともなうラッ
プ液のpH変化は水素イオンが砥粒表面に吸着することで生じる界面電気二重層
に起因することを実験によって証明した。

第5章においては、第4章で可能と思われたラップ液のpHを制御することに
よる加工特性の予測が実験的に明らかにされた。すなわち、ラップ液のpHが加
工中のラップ圧力やラップ剤濃度の適確な指標になることを証明した。

第6章においては、ラップ剤を連続的に供給できる加工装置（開ループ加工
システム）を作成し、ラップ液のpH変化を指標としてラップ圧力、加工速度お
よびラップ剤濃度などの変化を調べた。その結果、ラッピング加工特性の制御
システムの構築が可能であると推定された。

第7章においては、第6章で推定されたラッピング加工特性を制御しうる加
工機械の作成の可能性について論じた。

第8章は結論で、本研究のまとめである。

以上のように、本論文は機械加工の一種であるラッピング加工において、ラップ液中で誘起される物理化学的な現象に着目し、精密加工の新しい展開への要請に応えるために行った研究である。

第2章 ラッピング加工損傷（ラップ焼け）とラップ液

2.1 はじめに

ラッピングやポリシング加工によって、試料(工作物)はBeilby層²⁰¹⁾とされている非晶質な加工変質層や微小クラックなどの加工損傷が発生することがある。加工損傷発生のメカニズムについては不明なものが多く、工業的には加工条件や工具などを試行錯誤的に選択することによって損傷発生を防止しているのが現状である。すなわち、微小クラックなどの主に機械的な要因で発生する加工損傷については、清浄度がクラス1000前後の室内²⁰²⁾で加工を行うなどの作業環境の改善やポリシングスラリーの純度を向上させるなどの手法によって、適切な対策が講じられている。しかし、物理化学的な要因で発生する加工損傷については、その発生メカニズムや防止方法に関して解決すべき問題が多く残されている。問題の解決が遅れている理由は、加工中に固体・固体、固体・液体の界面で行われる物理化学的反応の複雑さに起因している。

そこで、本章ではこのような物理化学的な要因で発生すると考えられ、未だに発生のメカニズムが不明確なラップ焼けと称される加工損傷に着目した。そして、ラップ焼けのメカニズムを究明することを通じて、加工中のラップ液が試料や砥粒の挙動に及ぼす物理化学的な影響を追究した。

ラップ焼けとは、試料の加工面が淡黄色あるいは黒紫色に変化する現象のことである²⁰³⁾。ラップ焼けが生じた表面は、この面を反射面に使用する場合には反射率の低下²⁰⁴⁾、滑り面に使用する場合は摩耗の促進²⁰⁵⁾などの問題を引き起こす。このラップ焼けの原因は、一般に、加工熱によって加工面が酸化することにある²⁰⁶⁾とされている。

しかし、本研究によれば、ラップ焼けはラップ液として界面活性剤水溶液を用いると少なくなる。その理由は界面活性剤がラッピング加工中に生じる微小粉が加工面に付着することを防止しているためであると推測できる。

そこで、ラップ焼けは試料の加工面に生じる酸化が主な原因でなく、ラップや試料などから削り取られた微小粉が加工面に付着して層を作るために生じると言う考え方の正否を明らかにするために、加工面の観察、蛍光X線分析および水素還元を行うとともに石油中ラッピングを行った。

2.2 実験方法

2.2.1 試料

ラップ焼けは黄銅、アルミニウム、ガラスなどの試料表面に生じやすいので、本研究では六四黄銅を試料として用いた。試料形状は直径30mm、高さ10mmの円板である。試料表面の初期状態は、切削後、 Al_2O_3 (アルミナ)砥粒と界面

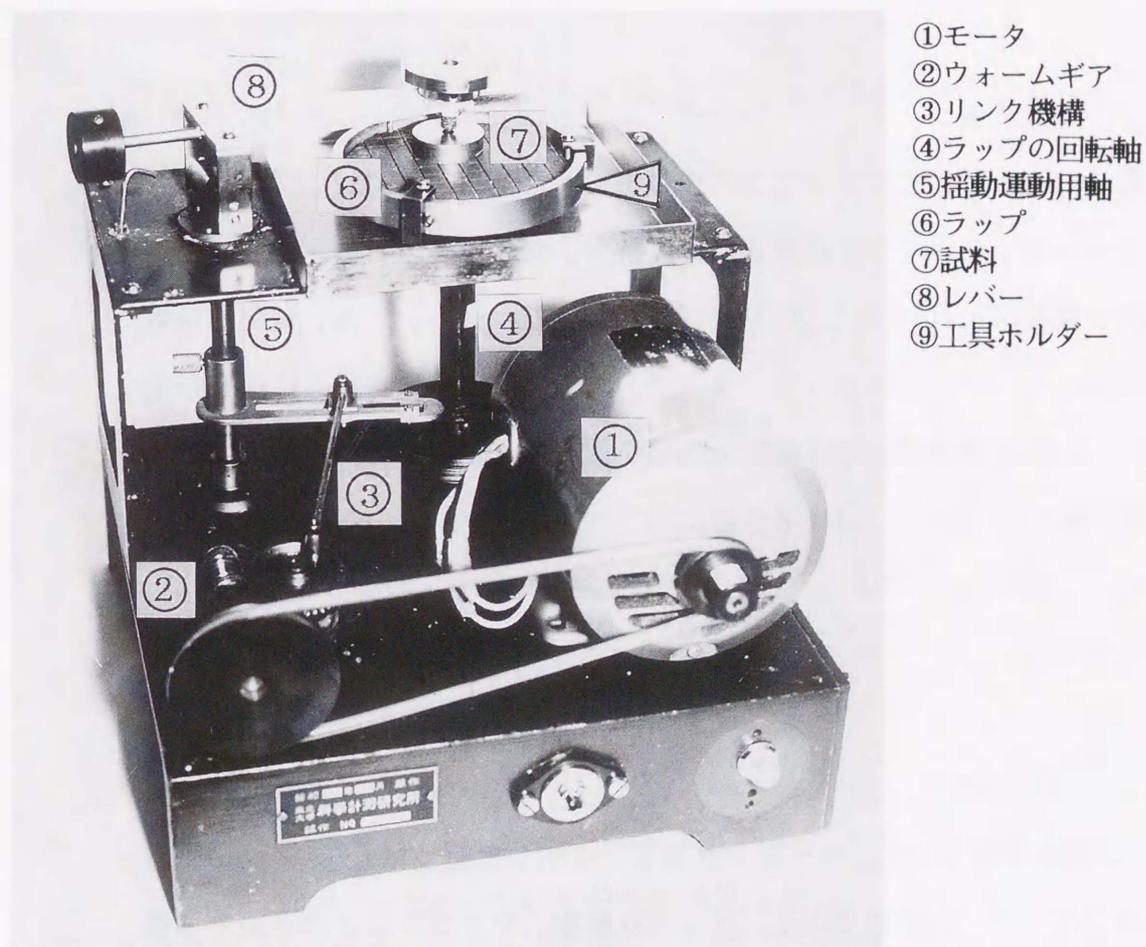


図2.1 実験装置

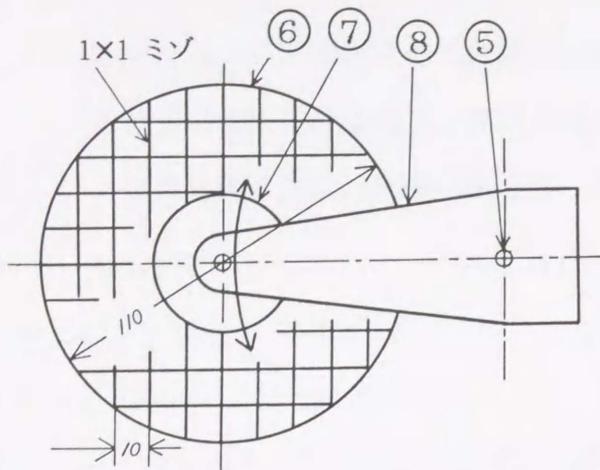


図2.2 主要駆動部の概略図
(部品番号は図2.1と同じ)

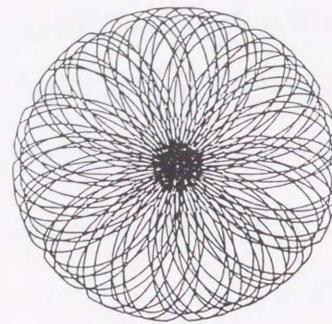


図2.3 試料の中心軌跡

活性剤水溶液のラップ剤を用いたラッピングによって表面粗さを約 $5\mu\text{mRmax}$ にそろえたもので、ラップ焼けが少ない状態である。

2.2.2 実験装置

本実験のために試作したラッピング装置を図2.1に示した。モータ①の回転力はウォームギヤ②とリンク機構③により軸④、⑤に伝達される。軸④は主要駆動部分の概略図2.2中のラップ⑥を 11.5rpm で回転させる。一方、試料⑦は軸⑤を中心にしたレバー⑧によって、ラップ上を矢印のように毎分3往復の揺動運動をする。加圧荷重の調節は試料上の錘を取り換えることで行った。このときの試料中心のラップ上における軌跡は図2.3のようになる。ラップ剤は一回供給であり、図2.1の工具ホルダー⑨によって加工中にラップ剤が流出しないようにしてある。

2.2.3 実験条件

表2.1に実験条件を示す。ラッピング加工に使用した砥粒は、粒径 $9.5\mu\text{m}$ から $0.05\mu\text{m}$ までの Al_2O_3 砥粒である。ラップは鋳鉄、テフロンおよび亜鉛の3種類を用いたが、主に溝付きの鋳鉄ラップを使用した。界面活性剤の種類はアニ

表2.1 実験条件

試料	六四黄銅	
ラップ	鑄鉄 (F C材)、テフロン、亜鉛	
砥粒	材質	Al_2O_3
	粒径 μm	9.5, 5.0, 3.0, 1.0, 0.3, 0.05
ラップ液	界面活性剤水溶液, 石油	

表2.2 加工条件

試料	界面活性剤濃度 %		砥粒粒径 μm						
			9.5	5.0	3.0	1.0	0.3	0.05	
No. 1	16	g	2	2	2	1	1	1	
		l	1.5	1.5	1.5	2	4	4	
		p	6.5	6.5	6.5	6.5	2.5	1.5	
No. 2	8	g	2	2	2	1	1	1	
		l	1.5	1.5	1.5	2	4	4	
		p	6.5	6.5	6.5	6.5	2.5	1.5	
No. 3	4	g	2	2	2	1	1	1	
		l	1.5	1.5	1.5	2	4	4	
		p	6.5	6.5	6.5	6.5	2.5	1.5	
No. 4	2	g	2	2	2	1	1	1	
		l	1.5	1.5	1.5	2	4	4	
		p	6.5	6.5	6.5	6.5	2.5	1.5	
No. 5	1	g	2	2	2	1	1	1	
		l	1.5	1.5	1.5	2	4	4	
		p	6.5	6.5	6.5	6.5	2.5	1.5	
No. 6	0	g	2	2	2	1	1	1	
		l	1.5	1.5	1.5	2	4	4	
		p	6.5	6.5	6.5	6.5	2.5	1.5	

g : 砥粒重量(gr)、 l : ラップ液量(ml)、 p : ラップ圧力(kPa)

オン系のポリオキシエチレンアルキル硫酸エステル塩である。実験は表2.2に示したように、砥粒粒径と界面活性剤濃度（体積濃度）を変えて、各試料につ

いて粒径が大きいものから順に10分間ずつラッピングを行った。加工を終了した試料とラップは、流水洗浄後メチルアルコール槽内で30秒間超音波洗浄を行った。また、ラップの表面は砥粒や加工粉が付着したり、埋め込まれたりして他の粒径でのラッピングに影響を及ぼすことが考えられるので、各砥粒粒径専用のラップを用意した。ラップ圧力は砥粒粒径が $9.5\mu\text{m}$ から $1.0\mu\text{m}$ のとき 6.5kPa 、 $0.3\mu\text{m}$ のとき 2.5kPa 、 $0.05\mu\text{m}$ のとき 1.5kPa とした。砥粒粒径が小さいときにラップ圧力を減少させた理由は、ラップと試料が金属接触することによって、試料の表面が傷つくことを防止するためである。

2.3 実験結果

2.3.1 ラップ焼け面の観察

図2.4は種々の界面活性剤濃度のラップ液中で6個の試料を砥粒粒径 $9.5\mu\text{m}$ から次第に小さくしながら $0.05\mu\text{m}$ までラッピングを行った後の加工面である。図から、界面活性剤濃度0%のラップ液中で加工した試料はラップ焼けが最も著しく加工面が黒紫色に変色していることがわかる。加工面を観察すると、ラップ焼けは界面活性剤濃度が高まるにしたがい少なくなり、濃度16%のラップ液中で加工した試料の加工面は素地色に近づいている。

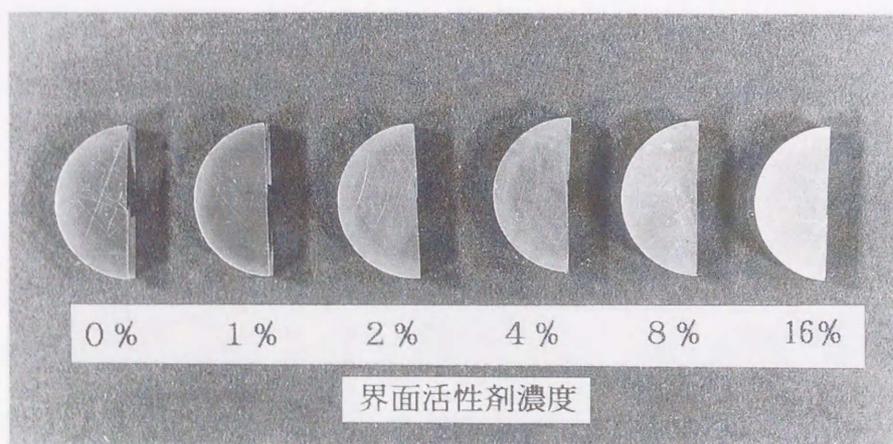


図2.4 界面活性剤濃度と加工面の関係

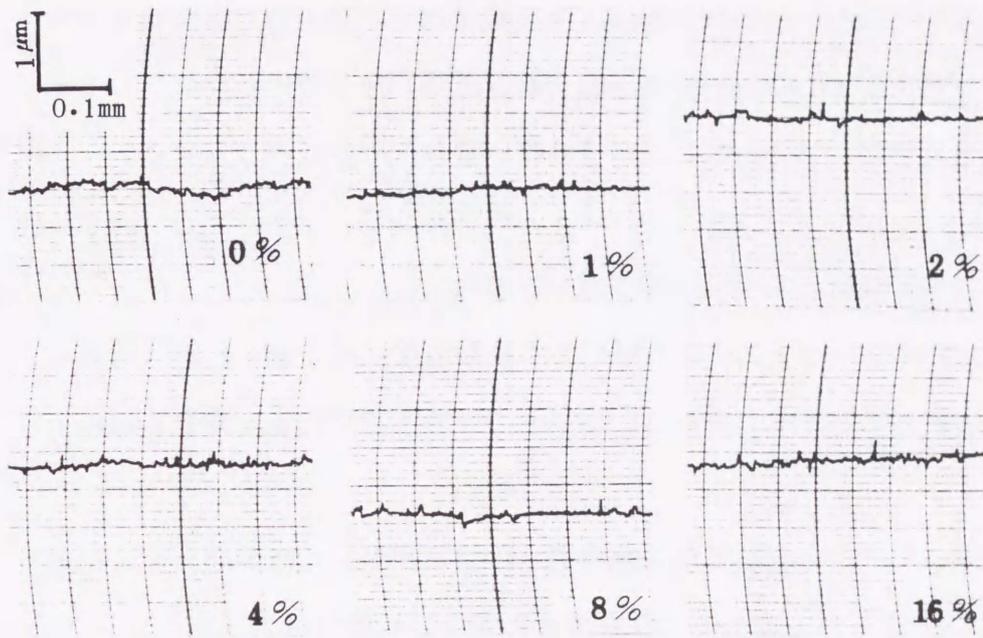


図2.5 加工面の粗さ

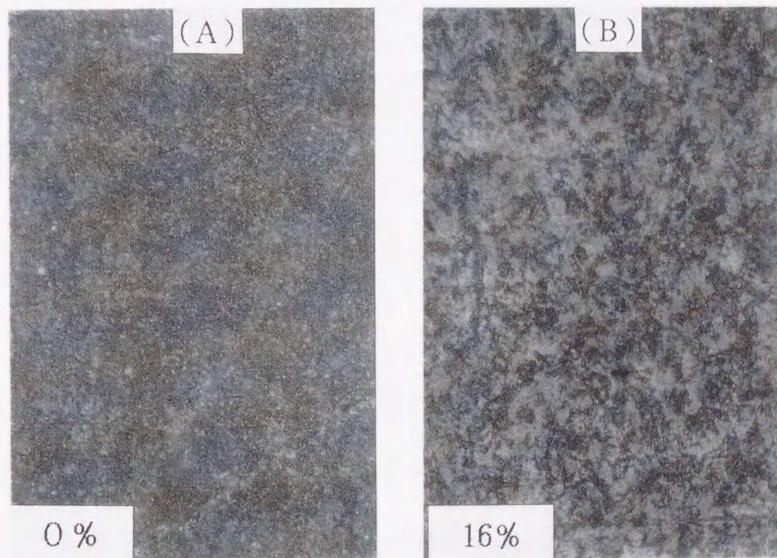


図2.6 加工面の光学顕微鏡写真

図2.5は図2.4に示した試料の加工面粗さである。図から、ラップ焼けの程度に違いがあっても表面粗さは変わらず、いずれの試料も約 $0.2\mu\text{mRmax}$ であることがわかる。

図2.6はラップ焼けが最も著しい試料(A)界面活性剤濃度0%とラップ焼けがほとんど発生していない試料(B)界面活性剤濃度16%の加工面の顕微鏡写真である。ラップ焼けが著しい試料は加工面全面が黒く変色しているのに対してラップ焼けをほとんど起こしていない試料では黒い変色部分が点在している。

2.3.2 蛍光X線によるラップ焼け面の付着物分析

加工面には鑄鉄ラップと Al_2O_3 砥粒から生じる破碎粉と加工粉が付着あるいは埋め込まれていると考えられる。加工面のFeおよびAl元素を蛍光X線によって調べた。

実験に使用した波長分散形蛍光X線装置（理学電機製）の主要諸元および分析条件を表2.3に示した。加工面に存在するFeおよびAl量はスケーラカウント数によって表示し、破碎粉が付着あるいは埋め込まれた量を定性的に判定した。

表2.3 蛍光X線装置の分析条件

分析元素	Fe	Al
管電圧 kV	20	30
管電流 mA	20	30
ターゲット	W	
計数時間 sec	10	20

図2.7は加工面にあるFeおよびAlを界面活性剤濃度をパラメータとして表したもので、縦軸は蛍光X線のスケーラカウント数を、また横軸は砥粒粒径を表している。図2.8には砥粒粒径 $9.5\mu m$ 、 $1.0\mu m$ および $0.05\mu m$ までそれぞれラッピングを行ったときの、界面活性剤濃度とFeおよびAlのスケーラカウント数の関係を示した。

図2.7および図2.8から、次のことがわかる。

- (1) 加工面から検出されるFeおよびAlは、界面活性剤濃度0%試料で最も多く、界面活性剤濃度の増加と共に減少し、濃度16%試料で最も少ない。このこ

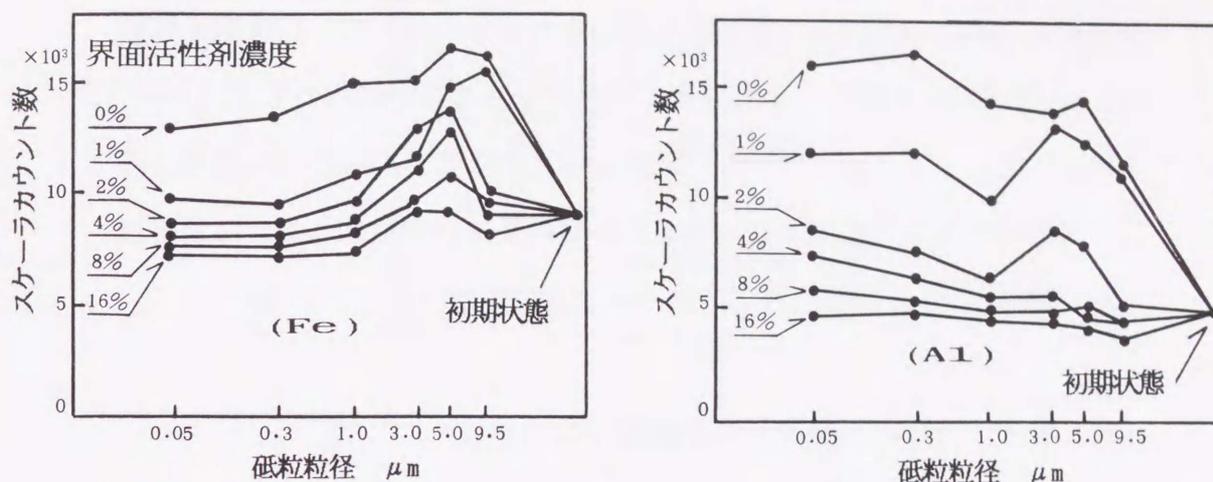


図2.7 加工面の蛍光X線分析

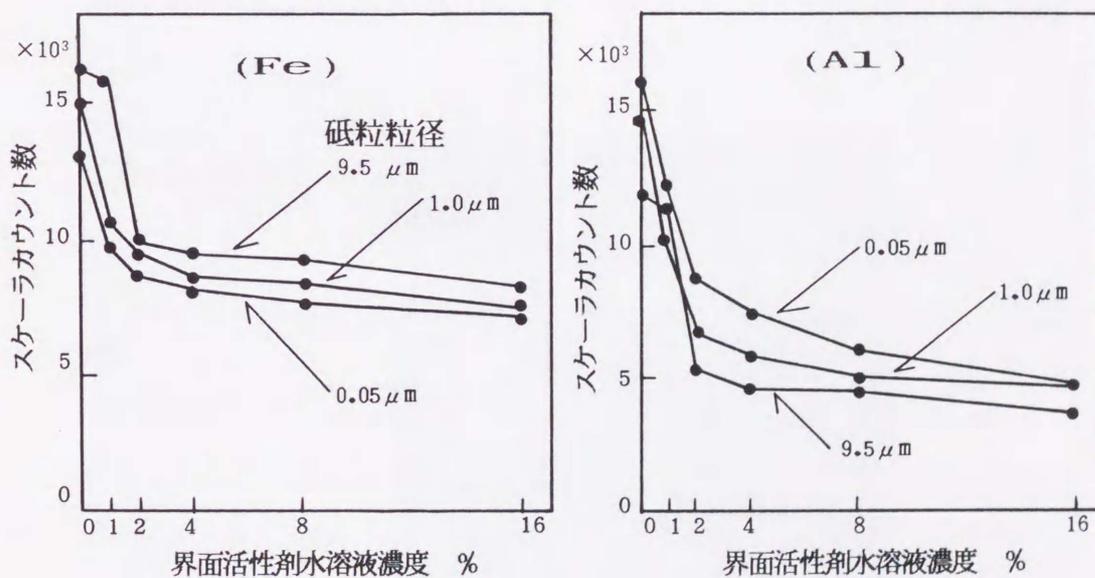


図2.8 加工面の蛍光X線分析

とは界面活性剤をラップ液に混入することによりラップ焼けを少なくできることを示している。(図2.7)

- (2) 加工面から検出されるFeおよびAlは、界面活性剤濃度2%以上ではあまり変化は認められないが、それ以下の濃度では急増する。(図2.8)

(3) ラップ焼けが著しい試料（界面活性剤濃度0%の試料）の場合、Feは砥粒粒径が $9.5\mu\text{m}$ ないし $5.0\mu\text{m}$ ときに多く検出されるのに対して、Alは砥粒粒径が $5.0\mu\text{m}$ まで急に増加し、それ以後は粒径が小さくなるに従って僅かながら増加する。ラップ焼けの少ない試料表面、すなわち界面活性剤濃度が高いときの試料表面で検出されるFeおよびAlの量は初期状態における量とほとんど変わらない。（図2.7）

2.3.3 ラップ焼け面の側方からの観察

図2.9は加工面のラップ焼け状態を側方から観察するための試料で、界面活性剤濃度0%と16%で加工したラップ焼けが著しく異なった試料および吸湿性繊維の網目状組織で作られたペロンクロス（米国ペロン社製）を用いたポリシングで得られた鏡面である。



図2.9 焼け面状態観察試料

図2.10は図2.9に示した試料を縦割りにして加工面のラップ焼け状態を側方から観察するための試料の作成方法である。すなわち、ラップ焼けの著しく異なった二つの試料の加工面を向かい合わせて、厚さ 0.1mm の燐青銅板を挟んで固定し、その縦割り断面の上方からラップ部を光学顕微鏡で観察した。縦割り

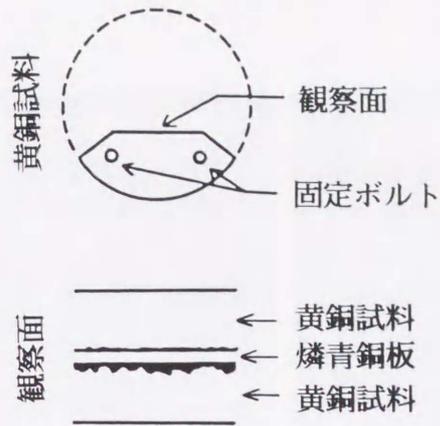


図2.10 焼け状態観察試料の作成方法

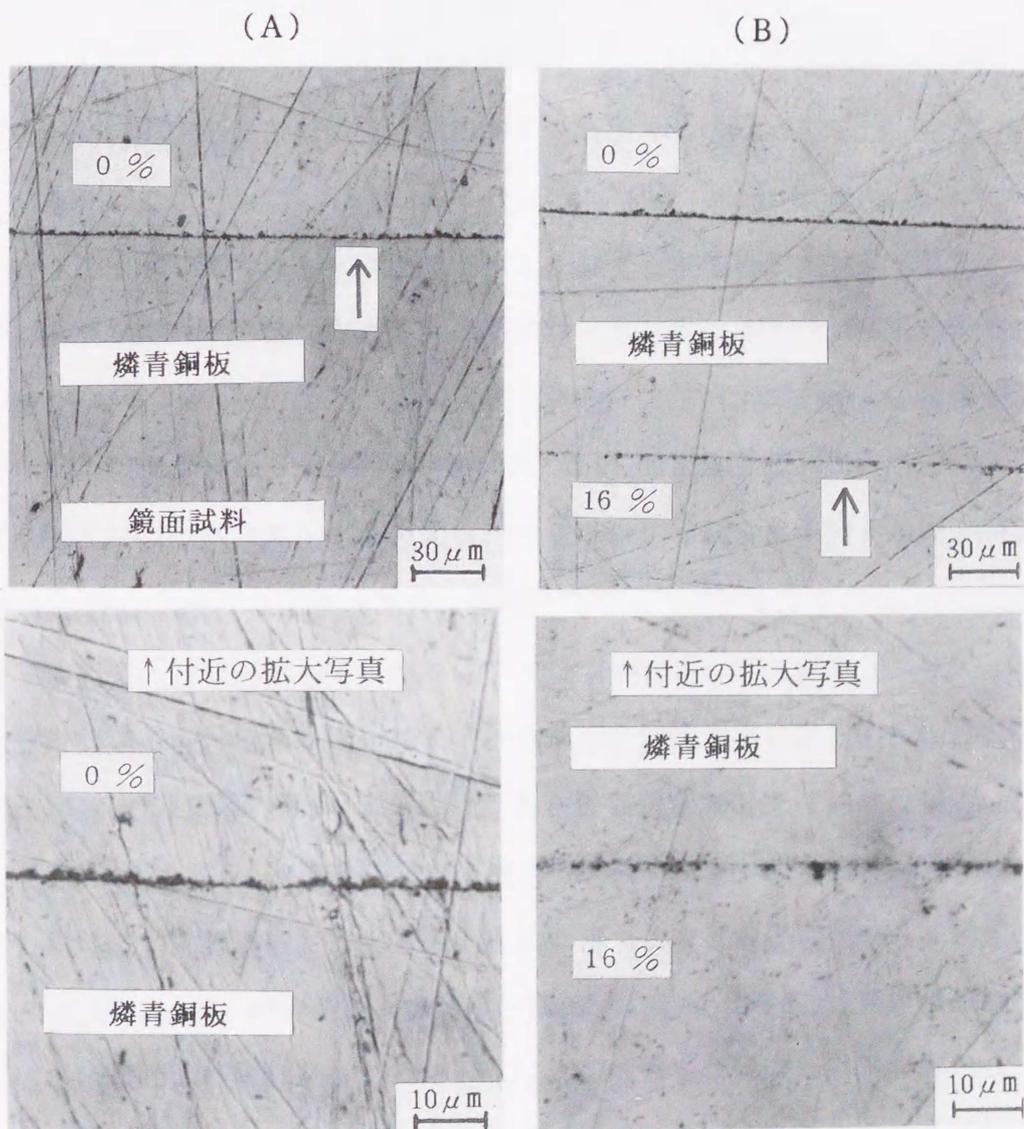


図2.11 焼け面状態

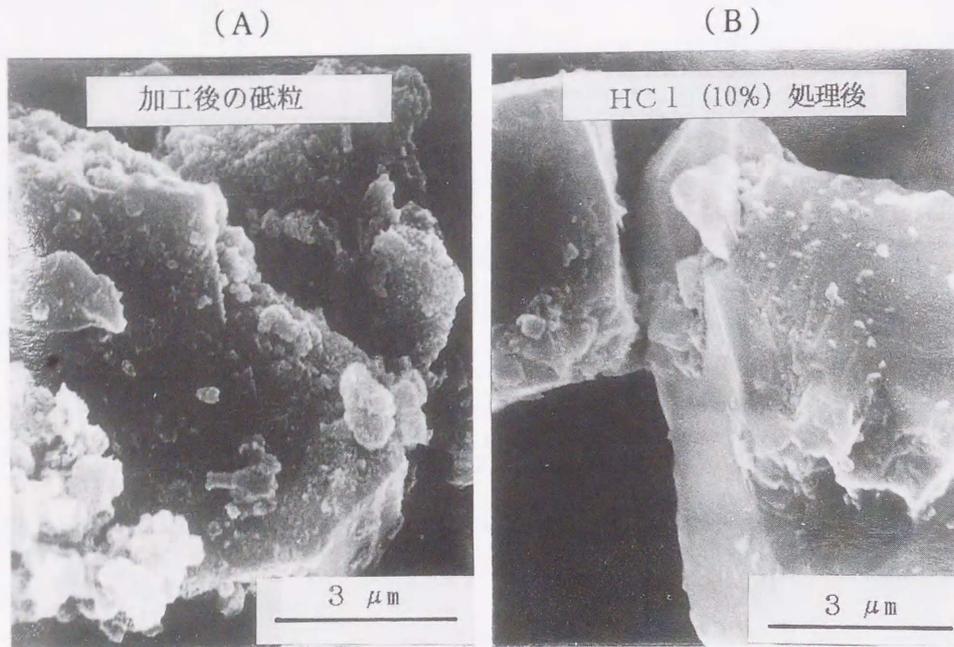


図2.12 砥粒のSEM像

断面はラップ焼けを無くすために、鑄鉄ラップ上にペロクロスを接着して、 Al_2O_3 砥粒と界面活性剤水溶液によって研磨した。なお、加工面に挟んだ磷青銅板は研磨面のダレを防ぐためのものである。

図2.11の(A)は界面活性剤濃度0%でラッピングを行い、ラップ焼けを起こした加工面と鏡面を向かい合わせて縦割りにした面を示す。また、(B)は界面活性剤濃度0%と16%でラッピングした加工面を合わせた縦割り断面を示す写真である。

図2.12の(A)、(B)には砥粒のSEM像を示した。砥粒は耐酸性に富むものである。(A)はラッピング後の砥粒、(B)はこの砥粒を希塩酸(濃度10%)によって処理し表面に付着した微小粉を溶解したときのSEM像である。

図2.11と図2.12から次のことがわかる。

- (1) 界面活性剤濃度0%で加工したラップ焼けの著しい試料の加工面に、厚さ約 $1\mu m$ の黒い帯状の層が観察される。(図2.11(A)) この層は鏡面では全く観察されない。また、この黒い物質はラップ焼けの少ない試料(界面

活性剤濃度16%)の加工面では層を形成するのではなく点在して確認される。(図2.11(B))

- (2) ラッピングを行った後のラップ剤には粉碎された砥粒のまわりに黒色の微小粉が付着している。(図2.12(A)) この微小粉は塩酸で溶解することで砥粒だけが現れてくる(図2.12(B))ので、主にラップからの破碎粉や加工粉であることがわかる。

2.3.4 ラップ焼け面の水素還元による変化

ラップ焼けを生じた試料の加工面に存在すると考えられる黒い層が酸化膜であれば、この面を還元することにより素地色を取り戻すはずである。これを確かめるために、水素による還元の実験を行った。水素還元は高温のシリカチューブ(直径30mm)内の水素気流中に還元試料を放置することで行った。

水素還元を用いた試料は界面活性剤濃度0%、1%、8%および16%のラップ液でラッピングを行った4個の試料である。還元温度は450℃と650℃として、それぞれの温度で30分間保持した。還元温度450℃で還元する場合には界面活性剤濃度が0%と16%のラップ液で加工した試料、また650℃で還元する場合は1%と8%の界面活性剤を含むラップ液で加工した試料を用いた。

図2.13はラップ焼けを生じた試料と自然に酸化した市販の黄銅板を450℃および650℃で、それぞれ水素還元した前後の加工面の状態を示す。いずれも左半面は還元後の試料面である。図から、ラップ焼けを生じた試料はいずれの還元温度においても素地色を取り戻していないが、酸化している黄銅板表面は十分還元されて素地色を取り戻していることがわかる。酸化している黄銅板の還元は450℃について示したが650℃でも同様であった。なお、300℃から900℃の温度で長時間加熱すると試料の表面には試料から蒸発した亜鉛が付着し²⁰⁸⁾、このときの亜鉛の色とラップ焼けを生じた面との区別が困難になるが、本実験においては、黄銅板表面の亜鉛の付着は認められなかった。

以上の実験から、ラップ焼け、すなわち加工面の黒い層は酸化膜ではないこ

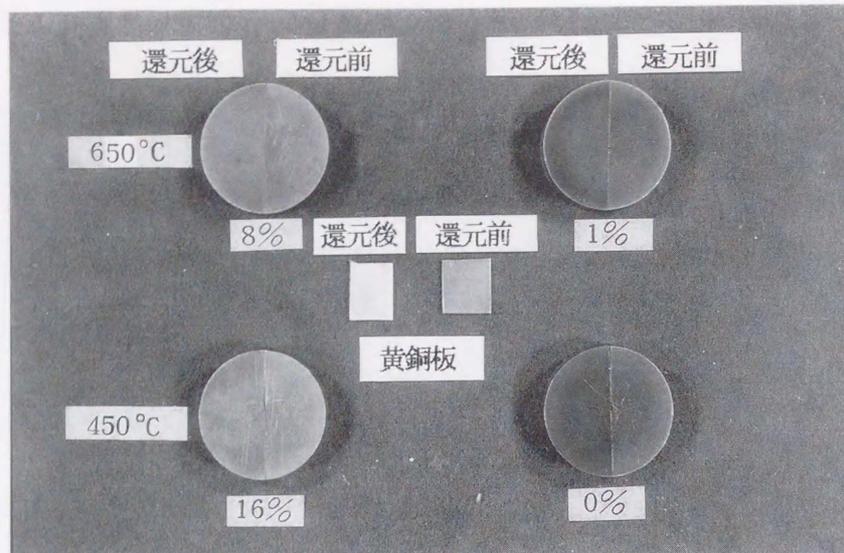


図2.13 ラップ焼け面状態の水素還元による変化

とが確かめられた。

2.3.5 非酸化性ラップ液を用いた加工

これまでのラッピングは砥粒と精製水を混合したラップ剤を少量用いて行っている。そのために、加工面がラッピング中に空気と接触しやすく、また水を用いたために加工面が酸化しやすいことが考えられる。そこで、酸化を防止するラッピングを行うために十分脱水した石油²⁰⁹⁾をラップ液に用いて加工した。このときの実験条件を表2.4に示す。ここでのラッピングは砥粒粒径を9.5 μm から順次変えて、最後には粒径1.0 μm の砥粒で行ったものである。

表2.4 加工条件

ラップ液	砥粒粒径 μm	ラップ剤濃度 g/l(粒径)	ラップ圧力 kPa
石油	9.5→5.0→3.0→1.0	100(9.5~3.0), 50(1.0)	4.0
精製水	9.5→5.0→3.0→1.0	100(9.5~3.0), 50(1.0)	4.0

図2.14の(A)は水をラップ液に用いたときの加工面、(B)は石油を用いたと

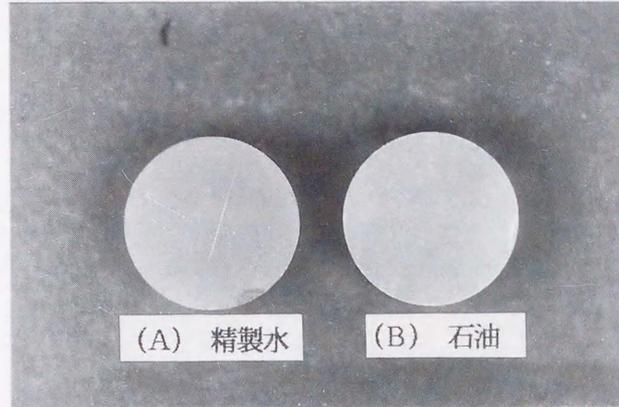


図2.14 水と非酸化性ラップ液を用いたときのラップ焼け面

きの加工面を示している。ただし、いずれの場合も試料はラップ液中に沈めた状態で加工した。

実験の結果、ラップ焼けは精製水ではもちろんのこと石油の中でも生じた。すなわち、ラップ焼けは酸化を防ぐことを目的にした石油の中でのラッピングでも生じていることから、ラップ焼けは単なる加工面の酸化によるものではないことが、さらに確かめられた。

2.3.6 ラップ焼けとラップの材質

ここでは、ラップ焼けに及ぼすラップ材質の影響を調べた。ラップは、ラップ焼けが発生しにくいために、ガラス研磨機のポリシャ（ラップ）として用いられているテフロンラップと鋳鉄よりも軟質の亜鉛ラップを使用した。

図2.15は粒径が $9.5\mu\text{m}$ の砥粒で10分間ラッピングを行ったときの加工面である。上側がテフロンラップ、下側が亜鉛ラップを使用した場合で、ラップ液の界面活性剤濃度は0%、2%および16%である。亜鉛ラップによる試料のラップ焼けは鋳鉄ラップの場合と同程度であり、テフロンラップの場合はラップ焼けの程度が小さくなっている。このことは、ラップ焼けの程度に差が生じるものの、ラップ焼けがラップに亜鉛やテフロンのような軟質材料を用いた場合でも発生することを示している。

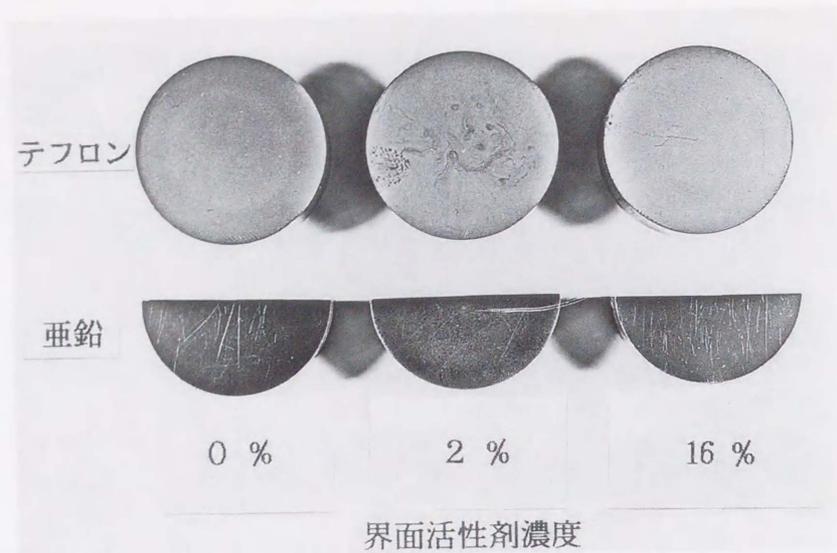


図2.15 ラップ材質の違いによるラップ焼け

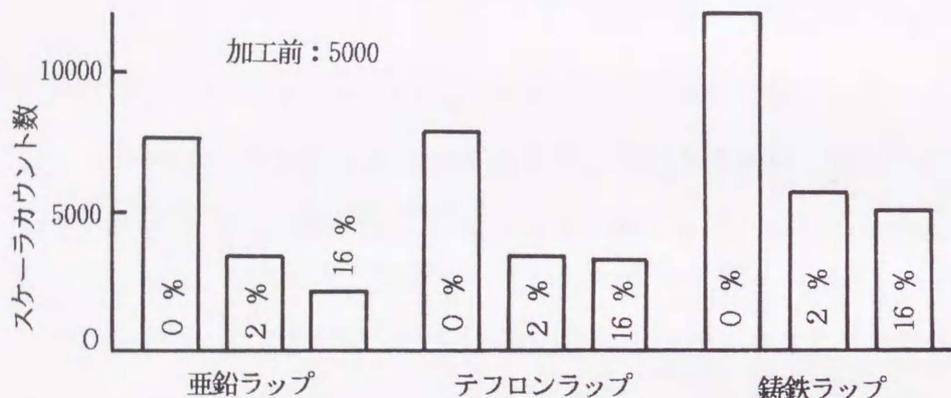


図2.16 加工面のA1とラップ材質の関係

次に、蛍光X線による加工面のA1のスケーラカウント数を図2.16に示す。図から、亜鉛およびテフロンのいずれのラップを用いたときも、鑄鉄ラップを用いたときの結果と同様に、A1のスケーラカウント数は界面活性剤濃度が高くなると減少する。さらに亜鉛およびテフロンラップを用いたときのA1のスケーラカウント数は、鑄鉄ラップを用いたときのA1と比較すると、すべての界面活性剤濃度で約1/2に減少することがわかる。また、亜鉛ラップを用いたときのA1のスケーラカウント数が鑄鉄ラップを用いたときよりも少ないにもかかわらず、すなわち砥粒からの破碎粉の付着が少ないにもかかわらず、図2.15に見たよう

にラップ焼けが著しくなることもわかった。

2.3.7 ラップ焼けと加工量

ラップ焼けが加工粉およびラップや砥粒の破碎粉の付着によるものであるならば、微小粉が付着した黒い層の多寡は砥粒の行う切削作用、すなわち加工能率に影響を及ぼすことが考えられる。

そこで、ラップ焼けと加工量の関係について調べた。加工量は界面活性剤水溶液と Al_2O_3 砥粒によって鋳鉄ラップ上で30分間ラッピングを行ったときの重量減少で表した。図2.17は界面活性剤濃度をパラメータにして砥粒粒径に対する加工量を示したもので、縦軸と横軸は対数目盛りである。図から、加工量は砥粒粒径が大きくなるほど増加し、界面活性剤濃度が高くなるほど増加することがわかる。

図2.18は図2.17を書き直したもので、砥粒粒径をパラメータにして加工量と界面活性剤濃度を表している。砥粒粒径が大きい場合、界面活性剤濃度と加工

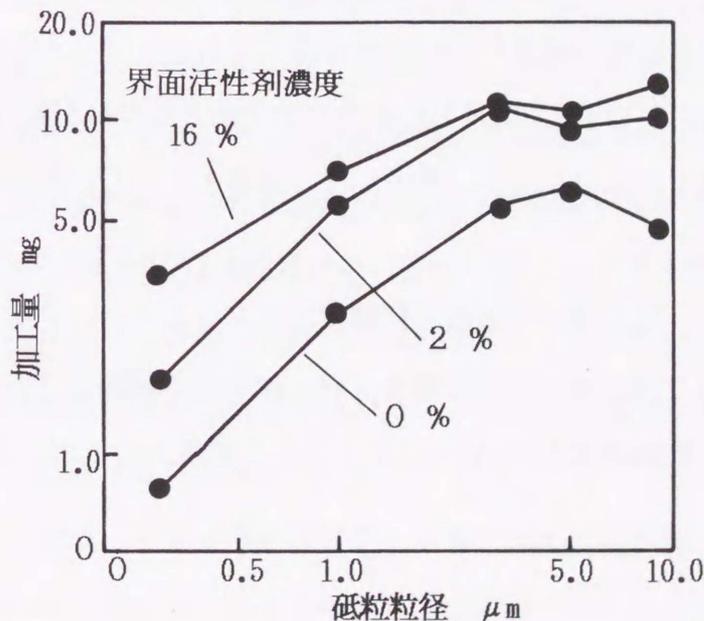


図2.17 砥粒粒径と加工量の関係
(加工時間：30min)

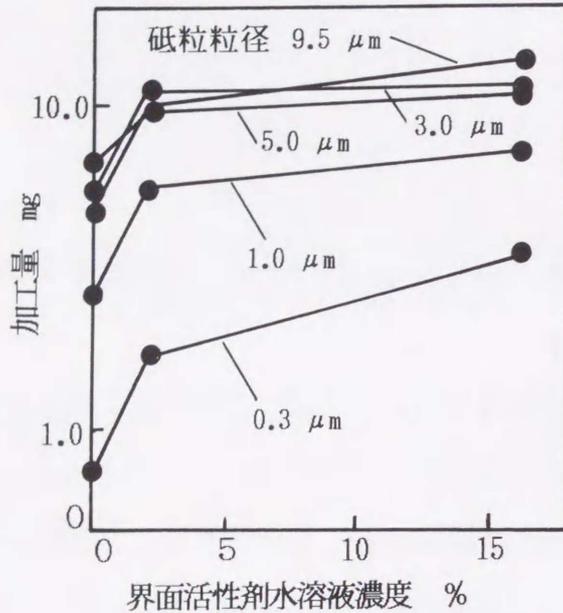


図2.18 界面活性剤濃度と加工量の関係
(加工時間：30min)

量の関係は界面活性剤濃度0%から2%までは加工量が増加するが、それ以上高くしても加工量の増加は小さくなる。それに対して細かい粒径のものではある程度増加する。図2.18に示した界面活性剤濃度に対する加工量の変化は図2.4のラップ焼け状態が界面活性剤濃度0%から2%の間で急に良くなりその後ゆっくり良くなること、あるいは図2.8に示したように加工面のFeやAlが界面活性剤濃度0%から2%の間で急に減少しその後ゆっくり減少することに非常に類似していることがわかる。

以上の実験結果から、加工量は界面活性剤濃度が高くなるほど、すなわちラップ焼けが少なくなるほど増加する傾向が認められ、加工量を増加させるためにはラップ液中の界面活性剤濃度を2%以上にすることが望ましいと言える。

2.4 考察

2.4.1 ラップ焼けのメカニズム

ラップ焼けに関する実験の結果、ラップ焼けが発生するメカニズムについて、

次のことが明らかになった。

- (1) 図2.13に示したようにラップ焼けを生じた加工面は水素で還元しても素地色を取り戻さなかった。さらに、酸化しにくい一つの方法として試料を石油中でラッピングしたが、図2.14に示したようにラップ焼けは発生した。これらの実験結果はラップ焼けが加工面に生じる酸化膜でないことを示唆している。
- (2) 図2.4および図2.7に示したように、ラップ焼けを起こした加工面からは、ラップ焼けの程度に対応して、ラップや砥粒からの元素が蛍光X線分析によって検出された。また、図2.11に示したように加工面にはラップや砥粒からの破碎粉および加工粉からなるとされる微小粉の黒い層が確認された。これらの実験結果から、ラップ焼けの原因はラッピング加工中に生じるラップや砥粒の破碎粉および加工粉からなる微小粉の付着であると考えられる。

2.4.2 ラップ焼けと加工能率

ラップ焼けと加工量に関する実験結果によれば、図2.17または図2.18に示したように加工量はラップ焼けが少なくなるほど、すなわち界面活性剤濃度が高くなるほど増加する。そして、図2.18の界面活性剤濃度と加工量の曲線に見られるように、加工量は界面活性剤濃度が2%までは急増するがそれ以上ではあまり大きくならない。一方、図2.8に示したようにラップ焼け面から検出されるFeおよびAlのスケーラカウント数、すなわちラップ焼け面に存在する微小粉量は界面活性剤濃度が高くなるほど減少し、界面活性剤濃度が2%までは急減するがそれ以上ではほとんど減少しない。

上述したことから、ラップ焼けが著しくなると加工能率が減少する理由は、図2.19の(A)に示したように加工面を覆っている微小粉からなるミクロンオーダーの黒い層が砥粒と試料との接触を妨げ、試料と切刃の接触を困難にしてラッピングを阻害するためであると考えられる。しかし、ラップ焼けが少ない加工

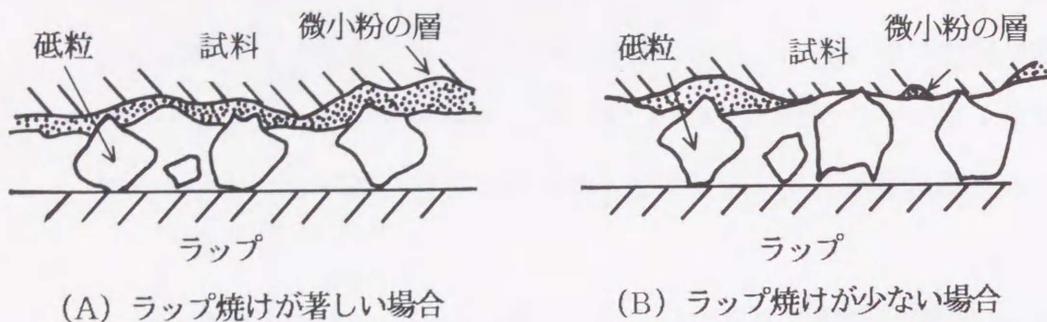


図2.19 ラップ焼けの程度と砥粒の切削作用

面は(B)に示すように試料の素地面が多く露出しているため、その露出部分では砥粒の正常な切削作用が営まれ、加工能率が高くなるものと考えられる。

2.4.3 界面活性剤水溶液によるラップ焼けの防止効果

界面活性剤水溶液をラップ液に使用するとラップ焼けが減少した。2.4.1で詳述したように、ラップ焼けはラップや砥粒の破碎粉および加工粉からなる微小粉が加工面へ付着したものである。界面活性剤水溶液がラップ焼けを減少させる理由は界面活性剤の洗浄作用や分散作用で加工中に発生した微小粉が試料に付着することを防止しているためであると考えられる。また、図2.4と図2.8に示したように、ラップ焼けは界面活性剤濃度2%までは濃度が高くなるにしたがい急激に減少、2%以上では徐々に減少した。このことは界面活性剤が水溶液中で行うミセルの形成作用に依存すると考えられる。一般に、界面活性剤水溶液はミセルの形成が生じる臨界ミセル濃度を過ぎると洗浄作用などの性質が急変することが知られている²¹⁰⁾。本実験では界面活性剤濃度が2%までラップ焼けが急減したことから、実験に使用した界面活性剤水溶液(ラップ剤)の臨界ミセル濃度は2%付近であると思われる。

上述したことから、界面活性剤水溶液をラップ液として使用する場合、臨界ミセル濃度以上の界面活性剤水溶液をラップ液に使用するとラップ焼けの防止

効果が高いと言える。

2.5 小括

ラッピング加工で現れるラップ焼けを黄銅を用いて調べた。以下に得られた結果を要約する。

- (1) ラップ焼けを生じた試料は水素で還元しても加工面が変色したままで素地色を取り戻さない。さらに、加工面が酸化しにくい一つの方法として石油中ラッピングを行ったが、ラップ焼けは発生した。
- (2) ラップ焼けを生じた加工面を詳細に観察した結果、試料の表面にラップや砥粒からの破碎粉および加工粉の微小粉から形成されていると思われる層が確認された。このことは蛍光X線分析によっても確かめられた。
- (3) ラップ焼けは界面活性剤水溶液をラップ液に使用することで減少させることができた。
- (4) 加工量はラップ焼けを減少させると増加した。
- (5) ラップの材質を選択することによってラップ焼けが防止でき、特に、テフロンを用いたときのラップ焼け防止効果は著しかった。

以上のことから、ラップ焼けは加工面に生じる酸化膜ではなく、ラップや砥粒からの破碎粉および加工粉の一部がラッピング過程で試料表面に付着あるいは埋め込まれて微小粉の層を形成する現象であると考えられる。

第3章 ラッピング加工量とラップ焼けに及ぼす界面活性剤の極性の影響

3.1 はじめに

ラッピング加工のメカニズムは遊離した砥粒がラップと試料との間で行う切削作用であって、加工量は個々の砥粒による微少切削量の総和である³⁰¹⁾。ラッピング加工による加工量は研削などに比べて微量であり、加工能率を向上させることはラッピング加工の生産性を高めるための一つの大きな課題である。加工能率を向上させるためには、ラップ焼けなどの加工損傷をできるだけ少なくすること、および加工粉などが付着しない清浄な砥粒の破碎面を形成させることが必要である。

第2章では、ラップ液が加工中に行う物理化学的作用を把握するために、ラップ焼けを取り上げて、ラップ焼けのメカニズムを追究した。その結果、界面活性剤水溶液がラップ焼けの防止や加工能率の向上にとって有効であることを確認した。

界面活性剤は洗浄作用、分散作用、帯電防止作用などを持っているためにラップ焼けを防止したり加工能率を向上させる。ところで、洗浄作用、分散作用、帯電防止作用などは界面活性剤の性状、特に極性によることが知られているので、ラップ焼けの防止効果も界面活性剤の極性に関係すると思われる³⁰²⁾。なぜならば、界面活性剤分子が吸着するラップや砥粒の破碎粉および加工粉などの疎水コロイドは水中ではコロイド粒子が正負いずれかの電荷を有するからである³⁰³⁾。

そこで、本章では界面活性剤の極性がラップ焼けの防止と加工能率に及ぼす影響を調べた。

3.2 実験方法

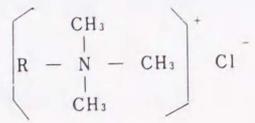
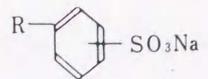
3.2.1 試料

界面活性剤の極性がラップ焼けに及ぼす影響を調べるための試料には第2章と同じ六四黄銅を、また界面活性剤の極性が加工量に及ぼす影響を調べるためには軟鋼を使用した。六四黄銅試料の形状は直径20mm、厚さ5mmの円板である。軟鋼試料の形状は外径110mm、内径90mm、厚さ10mmの溝(10mm×10mm)付きのリングとした。軟鋼と黄銅のいずれの試料も界面活性剤水溶液を混合したラップ剤を用いたラッピングによって、初期表面粗さを約5 μ m R maxにそろえた。

3.2.2 界面活性剤

本実験では表3.1に示した極性の異なる3種類の界面活性剤をラップ液として使用し、極性の違いがラップ焼けとラッピング加工量に及ぼす影響を調べた。カチオン系界面活性剤としてはラウリルトリメチルアンモニウムクロライド、アニオン系界面活性剤としてはドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム、非イオン系界面活性剤としてはポリオキシエチレンノニルフェノールエーテルを

表3.1 ラップ液に使用した界面活性剤

極性	内容組成	構造式	CMC(wt%)
カチオン系	ラウリルトリメチル アンモニウム クロライド		0.27
アニオン系	ドデシルベンゼン スルホン酸 ナトリウム		0.10
非イオン系	ポリオキシエチレン ノニルフェノール エーテル	C_9H_{19} 	0.004

CMC(critical micelle concentration) : 臨界ミセル濃度

*イオン性界面活性剤のCMCは通常0.03wt%から0.5wt%である。ただし、この値は水溶液中のイオンやコロイド粒子などにより大きな影響を受ける。(花王石鹼私信)

選んだ。

3.2.3 実験装置

図3.1は実験に用いた市販の位相差型精密自動研磨機（マルトー製）である。



- ①黄銅試料
- ②本体
- ③ラップ
- ④試料ホルダ

図3.1 実験装置

試料①は本体②に内蔵されたモーターの回転によって微振動するラップ③上を自転しながら回遊(公転運動)する。図3.2には試料ホルダ④に装着した状態の黄銅試料①と加圧用の錘⑤および軟鋼試料⑥と加圧用の錘⑦を示した。

研磨機の微振動の特性は図3.3に示すような砥粒の行う引掻き作用と転がり作用を左右する重要な因子である。図3.4には軟鋼試料のラッピング中に発生するラップの微振動特性を示した。図から、加工中は約50Hzの振動がラップに発生していることがわかる。さらに、振動の全振幅は動電型振動ピックアップ

プによって測定した結果、約80 μm であった。なお、このときの軟鋼試料の公転速度は2rpmである。



図3.2 試料と治具

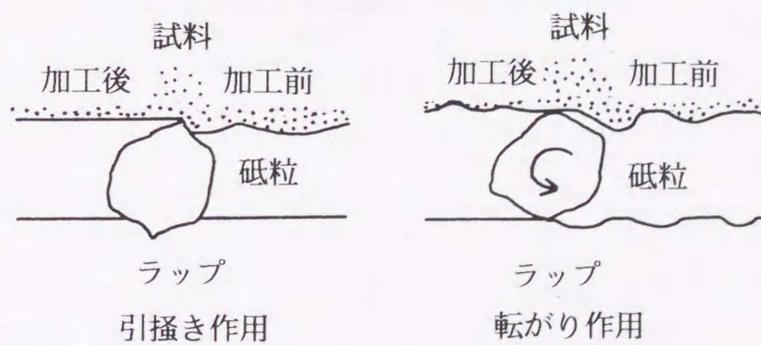


図3.3 砥粒のラッピング作用

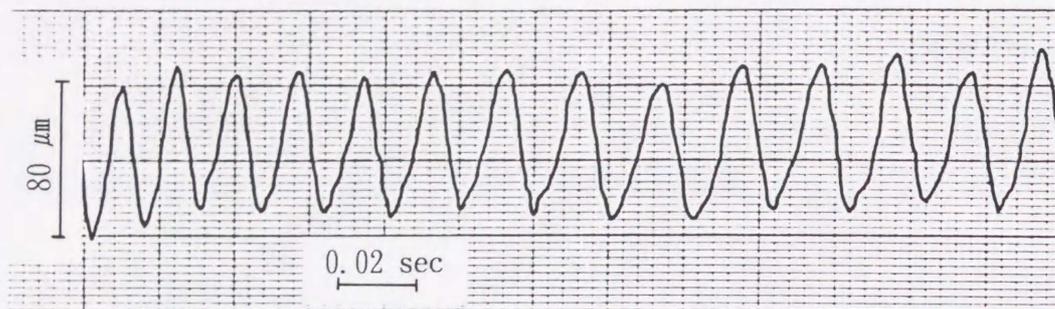


図3.4 ラップの微振動特性

3.2.4 実験条件

表3.2に実験条件を示す。砥粒粒径が $8\mu\text{m}$ と $30\mu\text{m}$ の Al_2O_3 砥粒を使用し、ラップは溝付きの鋳鉄ラップとした。ラップ液は、すでに述べたように、カチオン系界面活性剤（ラウリルトリメチルアンモニウムクロライド）、アニオン系界面活性剤（ドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウム）、非イオン系界面活性剤（ポリオキシエチレンノニルフェノールエーテル）の3種類の界面活性剤水溶液を用いた。各々の界面活性剤水溶液の濃度は臨界ミセル濃度以上の1wt%とした。ラップは各々の界面活性剤水溶液専用のラップを使用した。ラッピングを終了した試料は流水洗浄後、超音波洗浄で表面に残っているラップ剤を除去した。

表3.2 実験条件

試料	六四黄銅、SS41	
ラップ	鋳鉄(FC材)	
砥粒	材質	Al_2O_3
	粒径 (μm)	8, 30
ラップ圧力 (kPa)	10, 30	
加工速度* (rpm)	2, 3, 4	
ラップ剤濃度 (g/ml)	0.3	

*ここでは試料の公転速度をさす

3.3 実験結果

3.3.1 界面活性剤の極性とラップ焼け

ラップ焼けと界面活性剤の極性の関係を知るために、極性の異なる界面活性剤水溶液のラップ液によって六四黄銅を20分間、40分間および60分間ラッピングした加工面を図3.5に示した。図中、上段はカチオン系界面活性剤のラップ液を用いてラッピングを行ったときの加工面である。中段はアニオン系界面

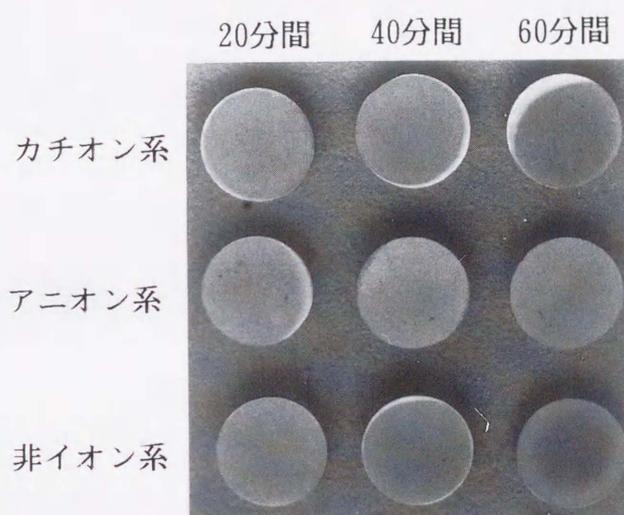


図3.5 加工面

(試料 : 六四黄銅, ラップ圧力 : 10kPa, 加工速度 : 4rpm)

活性剤、下段は非イオン系界面活性剤のラップ液を用いてラッピングを行ったときの加工面である。ラップ焼けの少ない試料は写真では白色に観察される。アニオン系のラップ液による加工面は他の2種類の界面活性剤水溶液を用いた試料と比較すると、ラップ焼けが全ての加工時間において少なくなっている。また、アニオン系のラップ液でラップ焼けが少なくなることは加工時間の増加とともに顕著になってくることもわかる。

3.3.2 界面活性剤の極性と砥粒表面性状

極性の異なった界面活性剤を用いてラッピングを行ったラップ剤を試験管中

で24時間静置した状態を図3.6に示す。いずれの界面活性剤を用いたときも、加工時間は20分間、40分間および60分間の3種類である。ラップ剤中には加工時間とともに加工粉や破碎粉からなる微小粉が増加するために、ラップ剤は界面活性剤の種類とは無関係に灰色または黒色を呈してくることがわかる。さらに、アニオン系界面活性剤をラップ液に用いた場合は試験管底部に白色の砥粒が沈殿していることもわかる。しかし、他の界面活性剤を用いた場合は試験管内が全体的に灰色または黒色であって、試験管底部には白色の砥粒は確認できない。

図3.6に示した試験管内の沈殿物のSEM像を図3.7に示す。いずれの写真も上側は上部の沈殿物、下側は底部の沈殿物である。これらの図より、アニオン系界面活性剤のラップ液を用いた場合、上部の沈殿物には加工粉および砥粒やラップから生じた破碎粉と考えられる物質が認められ、底部の沈殿物は表面に微小粉が付着していない切れ刃を有する Al_2O_3 砥粒であることがわかった。しかし、他の2種類の界面活性剤、すなわちカチオン系および非イオン系の界面活性剤のラップ液を用いた場合には、上部と底部の沈殿物に明確な違いは認められず、微小粉が付着して角が丸くなった Al_2O_3 砥粒であった。沈殿物の観

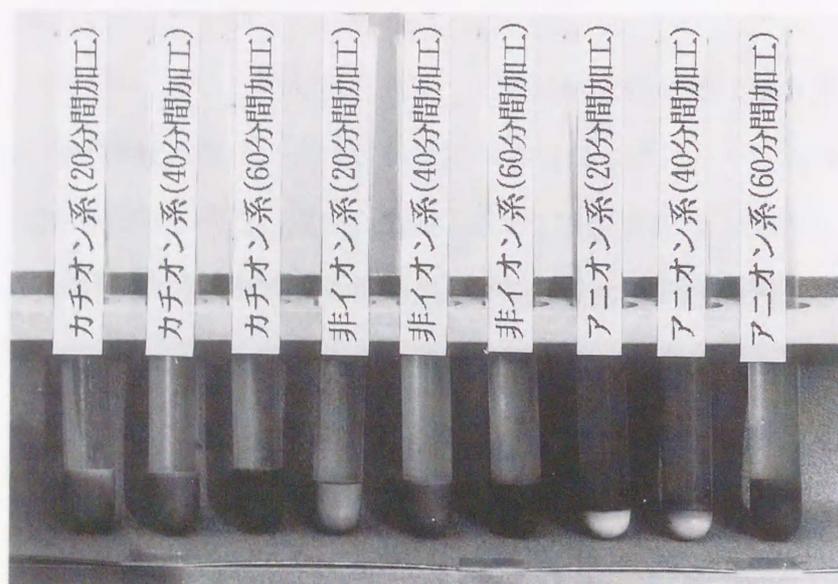


図3.6 界面活性剤の極性とラップ剤

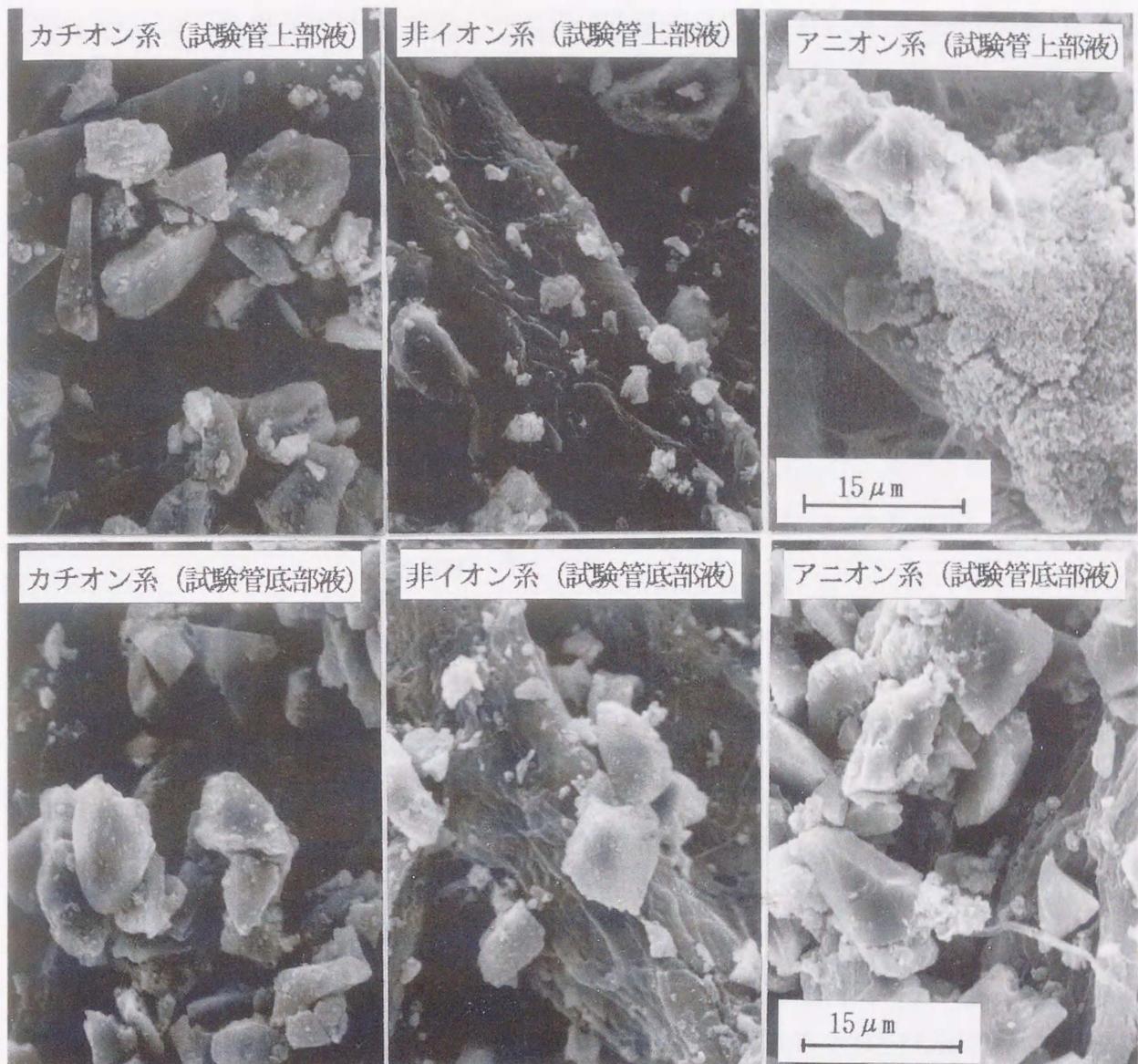


図3.7 ラップ剤のSEM像

察結果から、アニオン系界面活性剤は、加工粉および砥粒やラップから生じる微小粉を加工面に付着させないだけでなく、砥粒表面へも付着させない効果を示すことがわかった。

3.3.3 界面活性剤の極性と加工能率

アニオン系界面活性剤水溶液をラップ液として用いた場合は、加工が進んでも砥粒に微小粉が付着せず多くの切れ刃を残しているために、カチオン系や非

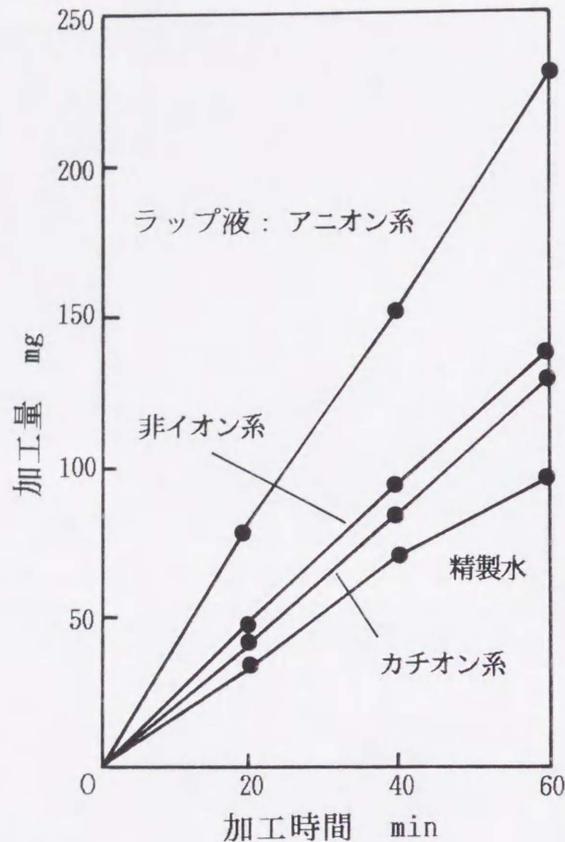


図3.8 加工時間と加工量の関係
 (試料：軟鋼、ラップ圧力：20kPa、加工速度：2rpm)

イオン系界面活性剤水溶液を用いたときに比べて加工能率が高いと考えられる。そこで、各種ラップ液を用いて加工量（重量減少）を測定した。

図3.8は極性の異なる界面活性剤水溶液で軟鋼をラッピングしたときの加工時間と加工量の関係を示したものである。図中には比較のために精製水をラップ液とした場合の結果もあわせて示してある。図から、ラップ液が界面活性剤水溶液の場合、加工量は精製水をラップ液としたときよりも多くなっていることがわかる。特に、アニオン系界面活性剤水溶液をラップ液とした場合には他の界面活性剤水溶液を用いたときより加工量は著しく多い。同様の実験結果は黄銅をラッピングした場合にも認められている。以上の結果から、界面活性剤水溶液をラップ液に用いると加工能率（単位時間当たりの加工量）が向上し、

特に、アニオン系界面活性剤を用いた場合に顕著であることがわかった。

3.3.4 界面活性剤の極性と試料の自転速度

試料はラップ上で公転運動と自転運動を行いながら加工が進行する。試料の公転速度を一定にしても、ラップ液が異なると自転速度に違いが見られた。図3.9は、軟鋼試料の公転速度を一定(2rpm)にして、ラップ液を変えて自転速度を測定した結果である。図から、自転速度はアニオン系界面活性剤水溶液を用いたときが最も速いことがわかる。また、いずれの界面活性剤水溶液を用いても、自転速度は加工時間に対してほとんど変化しないことがわかる。

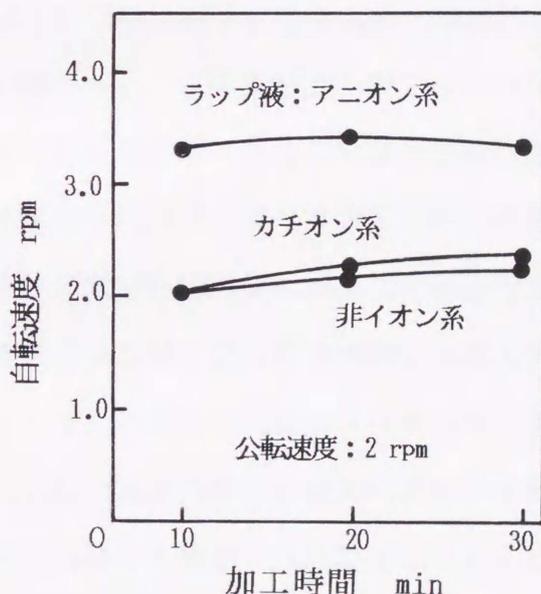


図3.9 軟鋼試料の自転速度と界面活性剤の極性との関係

表3.3 界面活性剤とステンレス同士の摩擦係数

界面活性剤の極性	摩擦係数
カチオン系	0.344
アニオン系	0.128
非イオン系	0.276

界面活性剤の種類によって自転速度に違いが現れる原因として、界面活性剤の種類による潤滑作用の違いが考えられる。潤滑作用の差を調べるために、曾田式T型油性試験機でステンレスピンのボール間の摩擦係数を測定した結果を表3.3に示した。アニオン系界面活性剤は、特に、良好な潤滑作用を示していることがわかる。このことは、砥粒、ラップおよび試料間の潤滑作用にも適用できると考えられるので、アニオン系界面活性剤を用いた場合の良好な潤滑作用が試料の自転速度を増加させたものと思われる。

3.4 考察

3.4.1 界面活性剤の極性とラップ焼けの関係

極性の異なる3種類の界面活性剤水溶液をラップ液に使用して、それらの極性がラップ焼けに及ぼす影響について調べた結果から、ラップ焼けを防止するためには、アニオン系界面活性剤であるドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムが他の極性を有する界面活性剤と比較して特に効果的であることがわかった。ラップ焼けを防止できる理由は、アニオン系界面活性剤がラップ焼けの原因であるラップからの破碎粉あるいは試料からの加工粉からなる微小粉が試料や砥粒に付着することを防止するためであった。

溶液中の粒子同士が凝集せずに分散が良好に行われるためには、粒子間に働く反発力を大きくすることと、粒子と水などの分散媒との親和性をよくすることである³⁰⁴⁾。従って、粒子間の反発を大きくするためには分散媒中に電解質を添加して粒子表面にイオンを吸着させたり、高分子や界面活性剤を吸着させればよく、また分散媒との親和性をよくするためには粒子が分散媒によくぬれるように高分子や界面活性剤の吸着を行わせればよいことなる。

以上に述べたことから、アニオン系界面活性剤がラップ焼け防止に効果的であった理由は次のようなメカニズムに基づいていると考えられる。一般に、ラップや試料から生じた無機物による疎水コロイドは電氣的に正に帯電しているので、ラップ液にアニオン系界面活性剤を使用すると、図3.10に示すように、界

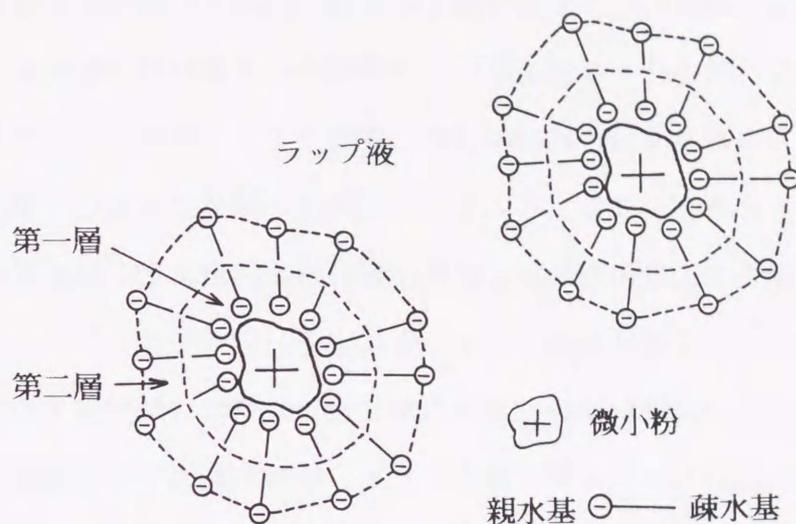


図3.10 界面活性剤の微小粉への吸着モデル

面活性剤が加工中にラップや試料から生じた微小粉の表面へ電荷を中和したかたちで化学吸着する。さらにラップ液の界面活性剤濃度が臨界ミセル濃度以上の高濃度であるために、第2層は第1層と親油基の相互作用（ファン・デル・ワールス力）によって親水基をラップ液側に向けて吸着する^{305) 306)}。従って、ラップ剤は親水コロイドとなり分散性を増し、微小粉同士の凝集および試料や砥粒への付着が防止されるものと考えられる。カチオン系や非イオン系の界面活性剤を用いた場合にはこのようなことが起こりにくく、ラップ焼けを防止することができなかつたものと思われる。

なお、粒子表面に発生する電荷、いわゆる界面電気二重層については砥粒の表面に発生する物理化学的作用を中心に第4章で詳述する。

3.4.2 加工能率に及ぼす機械的要因と化学的要因の影響

図3.8に示したように、加工量はラップ液として界面活性剤水溶液を使用することで、水の場合に比較して増加することが明らかになった。特に、それはアニオン系界面活性剤水溶液を用いたときに顕著であった。このアニオン系界

面活性剤水溶液をラップ液として用いたときの加工量とカチオン系や非イオン系界面活性剤水溶液を用いたときの加工量との差は、アニオン系界面活性剤ラップ液を用いたために、他のラップ液を用いたときに比べて試料の自転速度が増加したことによるものと微小粉が砥粒や試料に付着することを防止したことによるものの和であると考えられる。ここで、自転速度の増加による加工量の増加を機械的要因による加工量の増加、また微小粉の付着防止による加工量の増加を化学的要因による加工量の増加と呼ぶことにする。以下では、アニオン系界面活性剤水溶液をラップ液に用いたときの加工量とカチオン系や非イオン系界面活性剤水溶液を用いたときの加工量との差を、機械的要因による増加と化学的要因による増加に分離することを試みた。

イ) 平均加工速度の変化量 ΔV と自転・公転速度比の変化量 Δn との関係

まずはじめに、試料の自転と公転を考慮した平均加工速度 V を知る必要がある。そこで、図3.11に示したように円筒状試料の外壁とラップの内壁が内接するすべり接触運動を仮定して V を求めた。 $a a'$ はラップの直径、 $O a$ は試料の直径である。いま、試料の中心 C が θ だけ回転することで、外壁の点 P (a ,

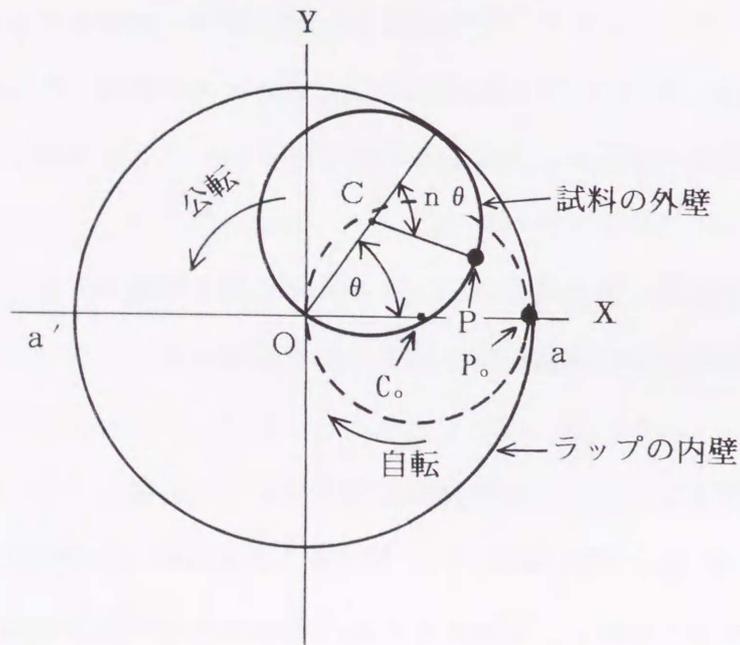


図3.11 ラッピング運動のモデル

0)が矢印の方向に自転と公転を行い点P(x, y)に移動したとする。試料の自
 転速度を N_1 、試料の公転速度を N_2 として、その比を n とすれば、

$$\angle PCR = n\theta \quad (3.1)$$

であるので、点P(x, y)は

$$P(x, y) \equiv P \left[a/2 \{ \cos\theta + \cos(n-1)\theta \}, a/2 \{ \sin\theta - \sin(n-1)\theta \} \right] \quad (3.2)$$

となる。ここで、点Pの瞬間速度 V_p は ω を公転角速度、 t を時間とすれば

$$V_p = \sqrt{(dx/dt)^2 + (dy/dt)^2} \\
 = (a\omega/2) \sqrt{\{ \sin\omega t + (n-1)\sin(n-1)\omega t \}^2 + \{ \cos\omega t - (n-1)\cos(n-1)\omega t \}^2} \quad (3.3)$$

のように表すことができる。

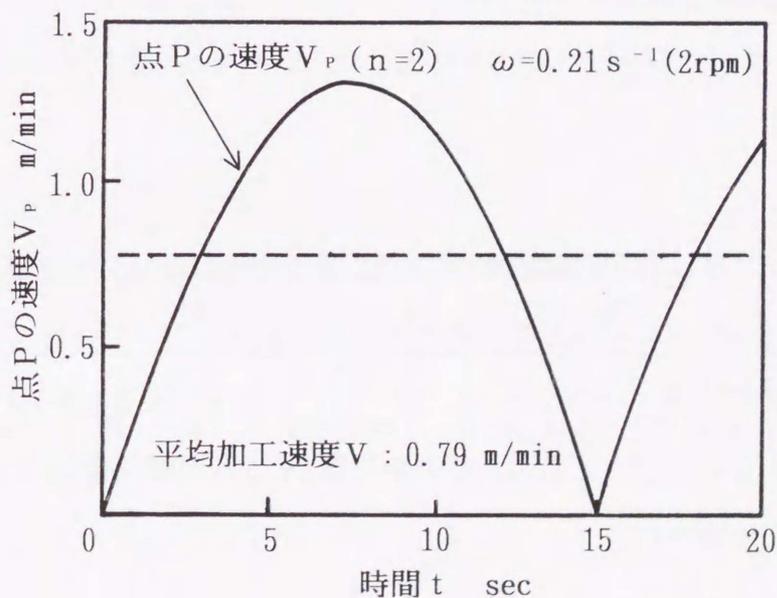


図3.12 点Pの瞬間速度 V_p

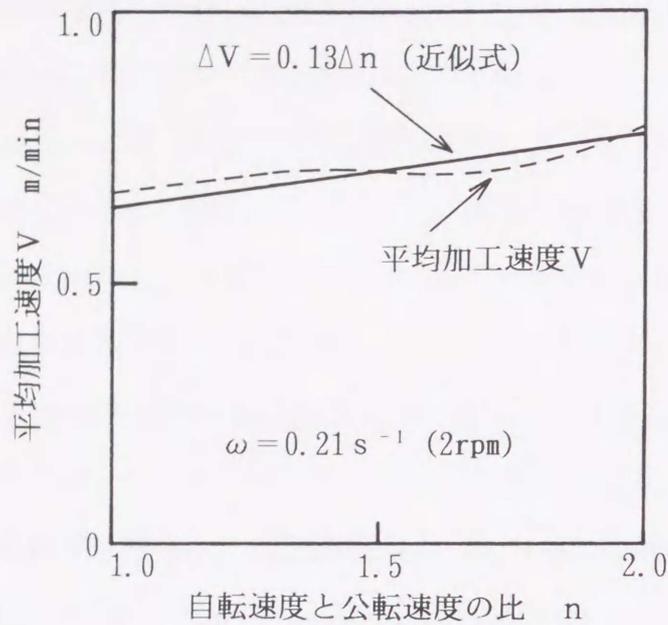


図3.13 点Pの平均加工速度 V

図3.12には(3.3)式に $a = 0.11\text{m}$ 、 $\omega = 0.21\text{s}^{-1}$ 、 $n = 2$ を代入したときの V_p と t の関係を示した。図から、瞬間速度 V_p は周期が15秒の放物線となることがわかる。このときの点Pのそれぞれの時刻における V_p の値を V_1 、 V_2 、 \dots 、 V_K とすれば、平均加工速度 V は

$$V = 1/K \sum_{P=1}^K V_p \quad (3.4)$$

と定義することができ、図中の破線で示したように求めることができる。

図3.13には(3.3)式と(3.4)式より求めた平均加工速度 V が n によって変わる様子を計算結果で示した ($\omega = 0.21\text{s}^{-1}$)。図から、 V は n の増加とともにゆっくり増大することがわかり、しかも、 V の変化量 ΔV と n の変化量 Δn の関係は図中の直線で示したように、

$$\Delta V = 0.13\Delta n \quad (3.5)$$

と近似できる。

ここで、3.3.4の図3.9(公転速度 $\omega = 0.21\text{s}^{-1}$)に示したように、アニオン系界面活性剤水溶液は他の界面活性剤水溶液をラップ液に用いたときに比べて試料の自転速度の差 Δn が $\Delta n = 0.65$ であることがわかっている。これを(3.5)式に代入すると、アニオン系界面活性剤水溶液とカチオン系や非イオン系界面活性剤水溶液による自転速度の差、すなわち平均加工速度の変化量(増加量) ΔV は

$$\Delta V \approx 0.1 \text{ m/min} \quad (3.6)$$

となる。

ロ)平均加工速度の変化量 ΔV と加工量の変化量 ΔQ との関係

平均加工速度 V の変化量 ΔV と加工量 Q の変化量 ΔQ との関係は以下のように求めることができる。

表3.4はアニオン系界面活性剤水溶液をラップ液に用いて公転速度 N_2 を1.0 rpmから4.0rpmまで変化させて1分間ラッピングしたときの加工量 Q と自転速度 N_1 の実測値および平均加工速度 V を示したものである。このときの V は(3.3)式と(3.4)式に $a = 0.11\text{m}$ 、 $\omega = 0.21\text{s}^{-1}$ および $n (=N_1/N_2)$ を代入することで求めた。

表3.4 公転速度を変えたときの自転速度と加工量の実測結果および平均加工速度

公転速度 N_2 (rpm)	自転速度 N_1 (rpm)	加工量 Q (mg)	n (N_1/N_2)	平均加工速度 V (m/min)
1.0	1.7	4.5	1.7	0.4
2.0	3.2	6.5	1.6	0.7
3.0	4.7	7.3	1.6	1.1
4.0	6.9	7.2	1.7	1.4

(試料：SS41、ラップ液：アニオン系、ラップ圧力：20kPa、加工時間：1min)

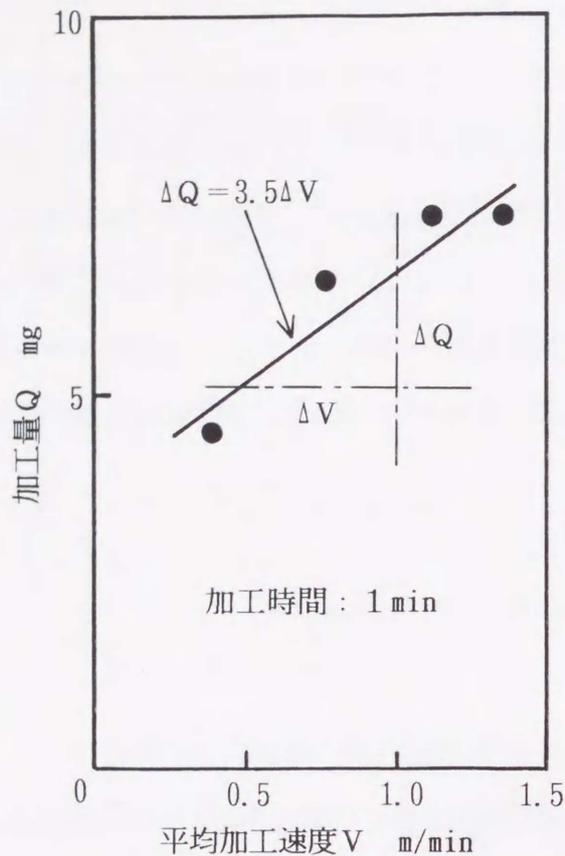


図3.14 加工量Qと平均加工速度Vの関係

図3.14にはアニオン系界面活性剤水溶液をラップ液に用いたときの平均加工速度Vと加工量Qの関係を示した。本実験の公転速度範囲内でVとQの関係を図中の直線で近似すると、変化量 ΔV と ΔQ の関係は、

$$\Delta Q = 3.5\Delta V \quad (3.7)$$

となる。

ハ) 自転速度の増加による加工量の増加

アニオン系界面活性剤水溶液をラップ液に用いることで自転速度が増加したことにとまなう加工量の増加、いわゆる機械的要因による加工量の増加は(3.6)式の ΔV を(3.7)式に代入することで

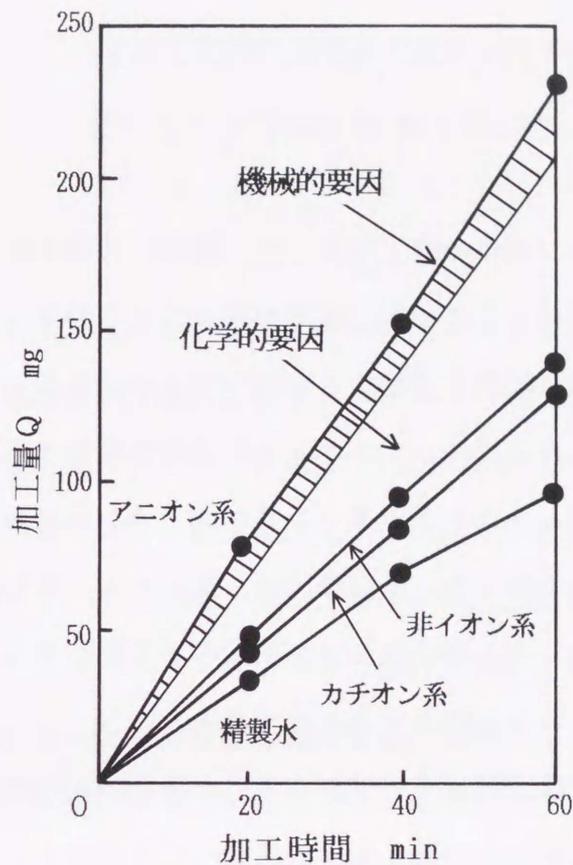


図3.15 機械的要因と化学的要因

$$\Delta Q \approx 0.35 \text{ mg/min}$$

(3.8)

と1分間当たりの加工量の増加として求まる。

この自転速度が増加したための加工量の増加 ΔQ を図3.15に示すと、アニオン系界面活性剤水溶液を使用したときの機械的要因による増加が斜線のように分離できる。すなわち、白色部分が他の極性の界面活性剤水溶液をラップ液に使用した場合の加工量と比較したときの化学的要因による増加となる。なお、加工量と加工時間の関係は図3.8よりほぼ比例すると考えた。

上述したことから、アニオン系界面活性剤水溶液をラップ液として用いた場合に加工量が増加する要因として、試料の自転速度の増加による加工量の増加いわゆる機械的要因と、微小粉が砥粒や試料に付着することを防止したために生じた加工量の増加いわゆる化学的要因とが存在することがわかり、ラップ液

が加工能率に及ぼす物理化学的な効果の重要性が指摘できた。

3.5 小括

界面活性剤の極性がラップ焼けの防止効果と加工能率に及ぼす影響を明らかにするとともに、ラップ焼けの防止や加工能率を向上させる効果のメカニズムを検討した。本章で得られた結果を要約すると以下のようなになる。

- (1) ラップ焼けを防止するためには、アニオン系界面活性剤であるドデシルベンゼンスルホン酸ナトリウムがカチオン系や非イオン系の界面活性剤と比較して、特に効果的であった。その原因は、アニオン系界面活性剤がラップ焼けの原因であるラップの破碎粉および試料の加工粉からなる微小粉が試料や砥粒に付着することを防止するためである。
- (2) アニオン系界面活性剤は試料やラップから生じた微小粉が電氣的に正に帯電しているので、その電荷を中和し微小粉表面へ化学吸着して第一層を形成する。第一層と第二層は疎水基の相互作用（ファン・デル・ワールス力）によって第二層の親水基をラップ液側にして二分子層吸着が行われる。その結果、ラップ剤中の微小粉は親水コロイドとなって分散性を増し、微小粉同士の凝集ならびに微小粉の試料や砥粒への付着が防止されると考えられる。
- (3) 界面活性剤水溶液をラップ液に使用したときの加工能率は水をラップ液としたときより増加する。加工能率が増加する理由は、試料の自転速度が速くなること（機械的要因）と微小粉の試料や砥粒への付着が防止されること（化学的要因）の2つである。このように界面活性剤水溶液を用いたときの加工能率の増加には化学的要因が含まれていることから、加工能率に及ぼすラップ液の物理化学的な効果の重要性が確認できた。

第4章 ラッピング加工中における ラップ液の性質の変化

4.1 はじめに

ラップ焼けのメカニズムの解明や加工能率を向上させるための方法を検討する過程で、界面活性剤ラップ液の試料やラップから生じた微小粉への吸着作用が極めて重要な役割を果たすことを前章までに明らかにしてきた。界面活性剤の微小粉への吸着が起これば、吸着量は加工中に発生する微小粉の表面積の増大につれて増加し⁴⁰¹⁾、その結果、ラップ液中の界面活性剤の濃度は減少すると推測される。このときのラップ液中の界面活性剤濃度を測定すれば、ラッピング加工の進行とともに生じる微小粉量の変化を観察したことになる。すなわち、ラップ液の性質の変化に基づいて加工能率などのラッピング加工特性を向上させることが可能な、新しいラッピング加工方法を開発できるはずである。

そのためには、界面活性剤濃度をインプロセスで測定すればよいが、界面活性剤濃度のインプロセス計測は困難であり、また界面活性剤ラップ液以外ではこのインプロセス計測は適用できない。従って、ラップ液の性質の変化に基づいてラッピング加工特性を向上させるためには、加工特性に影響を及ぼす加工条件の変化をインプロセスで検出できる適当な指標を見いだす必要がある。

この指標としてラップ液の水素イオン濃度、いわゆるラップ液のpHが考えられる。水素イオンは固体に最も吸着しやすいイオンであり⁴⁰²⁾、水素イオンが砥粒表面などに吸着するとラップ液のpHは高くなるので、pHを計測すればよいことになる。砥粒はラップ圧力、加工速度およびラップ剤濃度などの加工条件によって破碎の様子、すなわち破碎表面積に差をもたらす。つまり、砥粒の破碎表面積を知ることができれば加工条件の変化を推測できることになる。

そこで、砥粒表面への水素イオンの吸着現象を解明するために、本章では次の(1)から(3)の実験を行った。

(1) 水素イオンの吸着媒と考えられる砥粒(Al_2O_3)表面のX線による結晶構

造解析

- (2) ラップ液中に発生する各種のイオンとイオン量を推定するためのラップ液のイオン分析と導電率測定
- (3) 砥粒表面の電荷を推定することと水素イオンが砥粒表面へ吸着する可能性の調査（電気泳動実験）

4.2 界面電気二重層

ここでは、本章以降の実験の基礎でもあり、固体と液体の界面で物理化学的な作用を誘起させると考えられる、界面電気二重層の理論について概説しておく。

二つの相が接したとき、界面には両相の電位差が現れ、これに対応して電荷の不均一な分布が起こってくる。このことについて、1879年にHelmholtzは正負の電荷が、界面に沿って、ちょうど平板平行コンデンサのような層を形成すると考えた。この層はHelmholtz層と言われている。1910年にはGouy、Chapmanが表面とイオンの間に働く電気力だけではなくイオンの熱運動も考慮した拡散二重層の構造を示した。現在はこの拡散層をGouy層と呼んでいる。1924年にはSternによって、図4.1に示したようなHelmholtz層とGouy層の両者を組み合

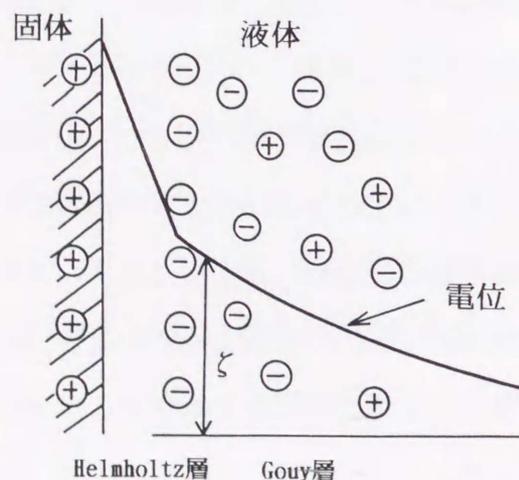


図4.1 界面電気二重層

わせた新しい界面電気二重層の理論を提言し、現在に至っている⁴⁰³⁾。固体と液体の接する内側は平板平行コンデンサ層(Helmholtz層)、その外側には拡散層(Gouy層)が広がっている。図中の曲線は固体と無限遠方の液体との間の電位差を示し、Helmholtz層とGouy層の境界付近の ζ は電位と呼ばれ、吸着などの界面現象を説明するために最も重要な物理量である。

次に、界面電気二重層の理論を水と Al_2O_3 砥粒の懸濁液に適用することで、本実験との関連性について述べる。 Al_2O_3 砥粒の表面は通常のラッピングでは負に帯電する⁴⁰⁴⁾ので、これを打ち消す金属イオンや水素イオンなどの対イオンによって、図4.2に示したような界面電気二重層が形成されると思われる。砥粒表面には種々のカチオンの吸着が可能であるが、表4.1に示したように水素イオンは他のイオンに比べて移動度が大きいために、砥粒表面に最も吸着し

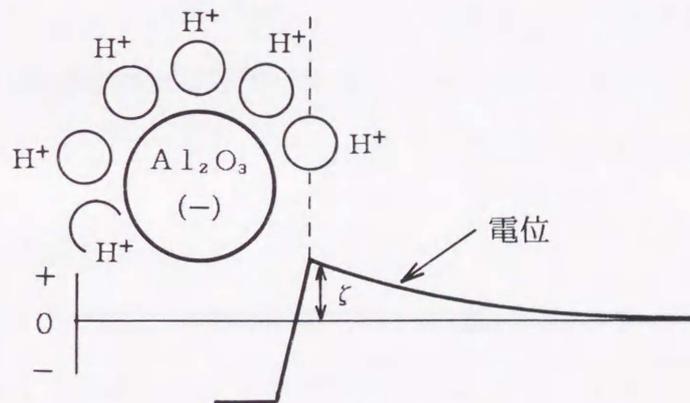


図4.2 砥粒と水素イオンの界面電気二重層

表4.1 イオンの移動度⁴⁰⁵⁾ *

イオン	H^+	K^+	Ba^{2+}	Na^+
移動度(cm^2/sV)	36.2×10^{-4}	7.61×10^{-4}	6.60×10^{-4}	5.19×10^{-4}

*移動度：イオン、電子など電荷をもつ粒子の単位電場(1V/cm)の下における移動速度

やすいラップ液中のカチオンとなる。これによって、ラップ液中は見かけ上、水素イオンが減少することになる。従って、加工中に砥粒の破碎が発生すると砥粒表面積増加に対応したラップ液のpH変化が起こると考えられる。

4.3 実験方法

4.3.1 砥粒の結晶構造解析

A₁₂O₃には多形 (α 型：空間群R $\bar{3}c$ の菱面格子、 γ 型：スピネル型の類似構造、菱面格子 β 型：空間群P6₃/mmcの六方格子など)が存在し、結晶系の違いが吸着などの界面現象に影響を及ぼすことが考えられる。0.3 μ m以下の微小径粒子は完全な α 型以外に γ 型を含むと言われ⁴⁰⁶⁾、A₁₂O₃砥粒の結晶構造は純度の他に粒子径にもよると考えられる。そこで、粒径が0.06 μ m、0.3 μ m、1.0 μ m、8.0 μ mおよび30 μ mのA₁₂O₃砥粒を用いて、これらの砥粒の結晶系をX線回折法によって同定し、砥粒粒径と結晶系の関係について調べた。X線回折装置(理学、RAD-2C)による解析条件を表4.2に示す。X線管球のターゲットはCu(K α)で、管電圧は40kV、管電流は30mAである。また、実験試料のA₁₂O₃砥粒の成分(純度99.98%)を表4.3に示した。

表4.2 X線回折装置の解析条件

管電圧 (kV)	40
管電流 (mA)	30
ターゲット	Cu (K α)
検出器	シンチレーションカウンタ

表4.3 A₁₂O₃の不純物

不純物	Na	Ca	Mg	Cr	Pb	Si	Fe
含有量 (ppm)	50	15	10	30	50	40	25

4.3.2 ラップ液中のイオン分析

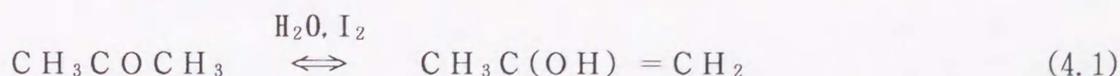
加工中はラップ、試料および砥粒から発生した各種のイオンが砥粒の破砕面とラップ液との界面で界面電気二重層を形成するので、ラップ液の性質が加工の進行につれて変化すると考えられる。そこで、イオンクロマトグラフィー（東亜電波ICA-3000）を使用してラップ液中のイオン分析を行い、加工中に発生するカチオンを検出した。分析条件を表4.4に示した。検出器は紫外分光光度計（UV検出器）で、特に、重金属イオンの分離は錯形成試薬を用いたポストカラム法で行った。分析用試料は加工後のラップ剤を定性濾紙によって濾過したラップ液とした。

表4.4 イオンクロマトグラフィーの分析条件

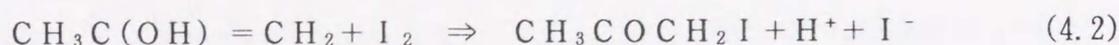
	遷移金属系	アルカリ・アルカリ土類金属系
検出方法	UV法（ポストカラム法）	UV法
カラム	シリカ	シリカ
溶離液	クエン酸+エチレンジアミン	硫酸銅水溶液
発色剤	PAR {C ₅ H ₄ N-N:NC ₆ H ₃ (OH)ONa} +アンモニア水	———

4.3.3 砥粒の電気泳動

アセトンと沃素の電解液は液中の微量な水と沃素の触媒作用によって(4.1)式に示されるアセトンのケトエノール平衡反応が起こり、エノール型アセトンが発生する。



さらに、(4.2)式によるエノール型アセトンと沃素の反応によって水素イオンが生成される。



このようにして得られた電解液にニッケルフェライト (NiFe_2O_4) 粒子を懸濁すると粒子に水素イオンが吸着して、粒子は正に帯電する。この懸濁液について電気泳動を行うと、ニッケルフェライト粒子は陰極側に泳動電着することがわかっている⁴⁰⁷⁾。

そこで、上記と同じアセトンと沃素の電解液中で Al_2O_3 砥粒についても同様な実験を行った。電気泳動槽の概略を図4.4に示した。陽極はPt線 ($\phi 0.6\text{mm}$)、陰極はAg線 ($\phi 1.0\text{mm}$) で、これらの電極を電解液中に約30mm沈めて、30秒間泳動

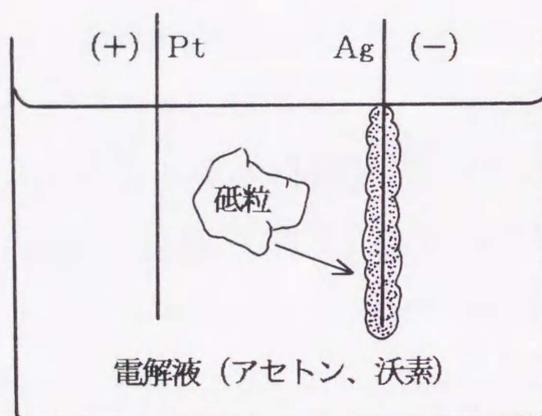


図4.4 電気泳動槽の概略図

表4.5 電気泳動条件

電解液	アセトン (100ml) + 沃素 (30ml)	
砥粒	材質	Al_2O_3
	粒径 (μm)	0.3 , 1.0 , 8.0 , 30
泳動電圧 (V)	150	
陽極	Pt 線 ($\phi 0.6\text{mm}$)	
陰極	Ag 線 ($\phi 1.0\text{mm}$)	
泳動時間 (sec)	$30 \times 3 = 90$	
懸濁時間 (min)	$1 \times 3 = 3$	

電着する操作と電気泳動槽内を1分間懸濁する操作を3回繰り返した。このときの実験条件を表4.5に示した。電気泳動槽内の砥粒は表面に付着している不純物をアセトンで洗浄してから使用した。

4.3.4 ラップ液の導電率測定

加工中に発生する砥粒の破砕面へ水素イオンや金属イオンが吸着することによって、ラップ液の導電率が変化すると考えられる。そこで、表4.6に示したラッピング条件で加工したときのラップ液の導電率を測定し、加工中に発生するイオン量と砥粒の破砕面などに吸着するイオン量との関係を調べた。実験に先立って、加工前のラップ液の導電率は Al_2O_3 砥粒を精製水で洗浄することで約 $2\mu S$ に整えた。

表4.6 ラッピング条件

試料	SS41	
ラップ	鑄鉄(FC材)	
ラップ圧力 (kPa)	20	
加工速度* (rpm)	3	
ラップ液	精製水	
砥粒	材質	Al_2O_3
	粒径(μm)	30

*ここでは試料の公転速度をさす

4.4 実験結果

4.4.1 砥粒の結晶構造

物質の結晶構造の違いは分子の吸着などの界面現象に影響を及ぼすことが知られている。そこで、X線回折法を用いて粒径の異なる Al_2O_3 砥粒の結晶構造を分析した結果を図4.5に示した。これらの回折プロファイルの結晶系をJCPDS (Joint Committee on Powder Diffraction Standards)で同定したところ、次のことが明らかになった。

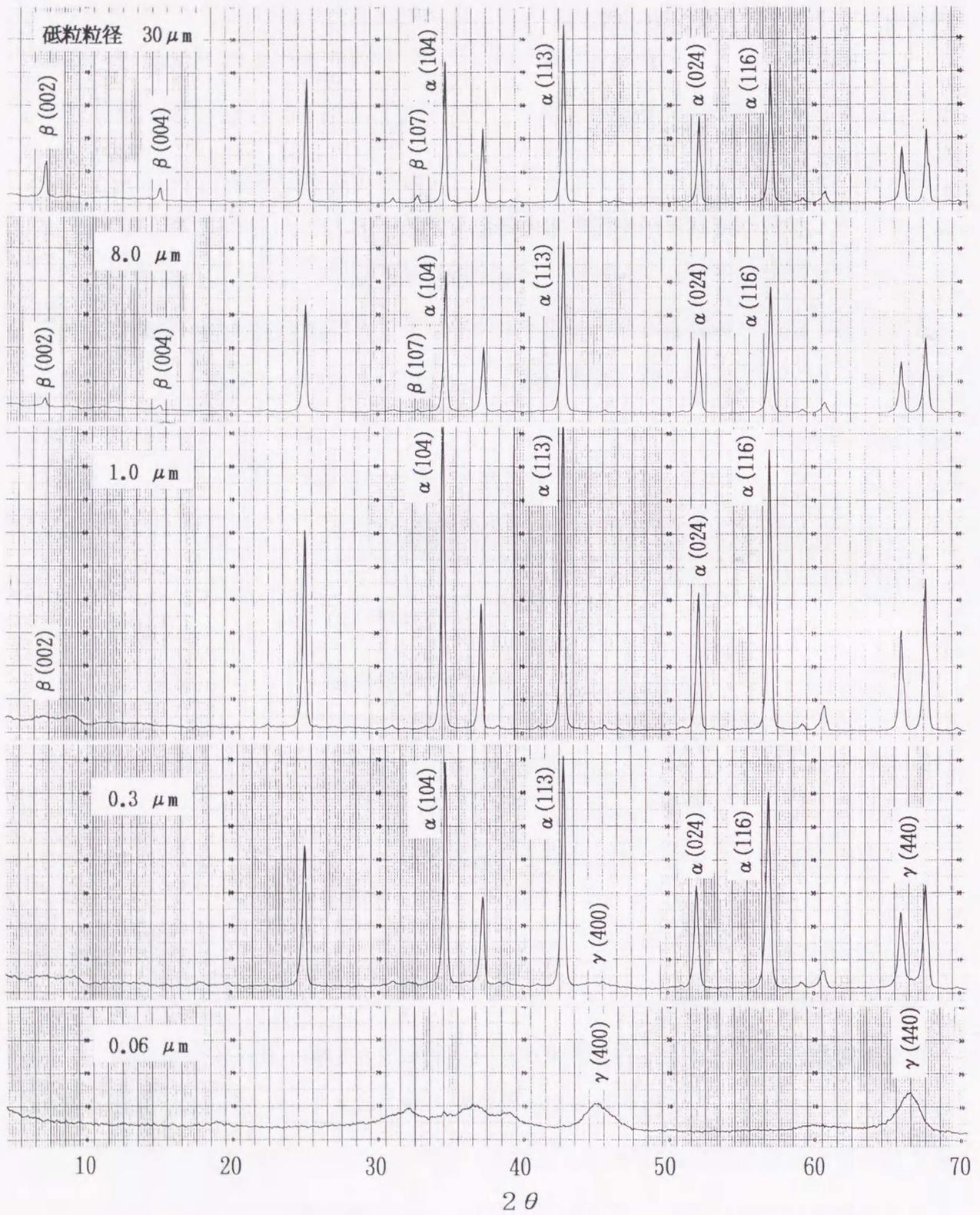


図4.5 Al_2O_3 砥粒のX線回折プロフィール

(1) 粒径が8.0および30 μm の砥粒は大部分が α 型 ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) の結晶系であった。ただし、 β 型 ($\beta\text{-Al}_2\text{O}_3$) の結晶系も微量混在していた。この β 型は表4.3に示したように、成分中に50ppm程度含有されたNaによるものである。

(2) 粒径が0.3 μm の砥粒は α 型 ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$) の結晶系と γ 型 ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) の結晶系から構成されている。

(3) 粒径が0.06 μm の砥粒はすべて γ 型 ($\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$) の結晶系であった。

以上のことから、実験に使用した粒径が大きい砥粒は $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ であると考えてよく、粒径が小さい場合は $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ であると言える。

4.4.2 ラップ液中のイオン

加工中は種々の金属イオンの発生が考えられる。そこで、砥粒、ラップおよび試料の主要構成元素であるAlとFeの遷移金属イオン、さらに、表4.3に示したように、砥粒中に含有していてラップ液との化学変化が起りやすいアルカリ金属とアルカリ土類金属の各イオンについて、ラップ液中のイオン分析を行った。図4.6は30分間ラッピングを行ったラップ液中のアルカリ金属およびアルカリ土類金属イオンについて分析した結果である。横軸は保持時間、縦軸は吸光度すなわちイオン濃度である。測定開始直後に溶離液のピークが現れるが、ラップ液中にアルカリ金属およびアルカリ土類金属イオンの存在を示すピークは現れていないことがわかる。図4.7にはポストカラム法を用いた遷移金属イオンの分析結果を示した。Fe、Al、Znなどの遷移金属イオンについては Fe^{2+} と Fe^{3+} が検出されたが、他のイオンはここでは検出されなかった。

従って、使用後のラップ液から検出されるイオンは Fe^{2+} と Fe^{3+} であって、Na、Mg、K、Caなどのアルカリ金属とアルカリ土類金属イオンは砥粒、試料およびラップからイオンとして解離することがほとんどないことがわかる。また、実験に使用した Al_2O_3 砥粒は水溶液中では化学的に安定な物質であることも確認できた。

分析対象イオン (Na, K, Ca, Mg)

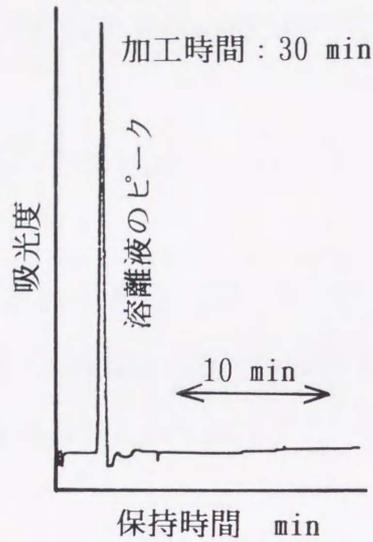
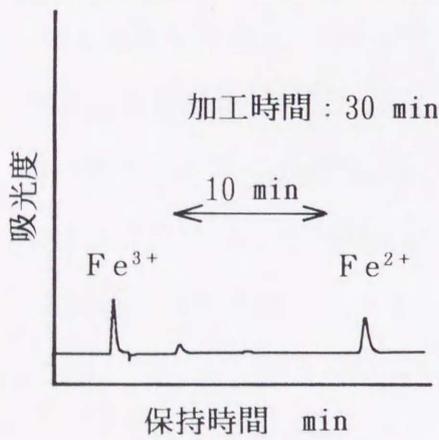


図4.6 アルカリ金属とアルカリ土類金属イオンの分析

分析対象イオン (Fe, Cu, Ni, Co, Zn)



分析対象イオン (Fe, Al)

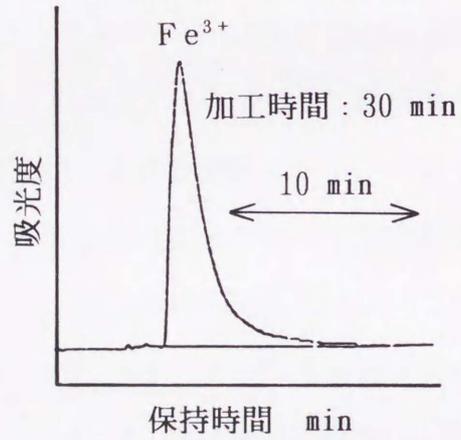


図4.7 遷移金属イオンの分析

次に、加工中に発生する Fe^{2+} と Fe^{3+} に対して加工時間を変えて調べた結果が図4.8の鉄イオンのクロマトグラムである。横軸は保持時間、縦軸は吸光度

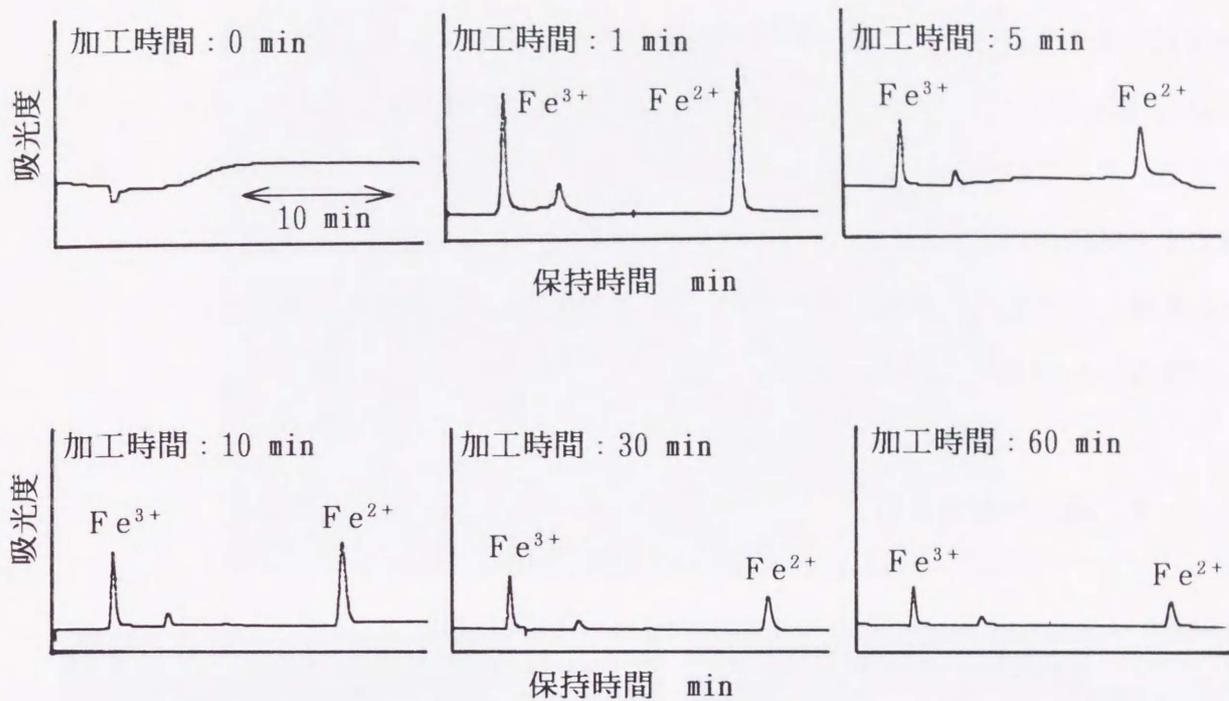


図4.8 鉄イオンの分析

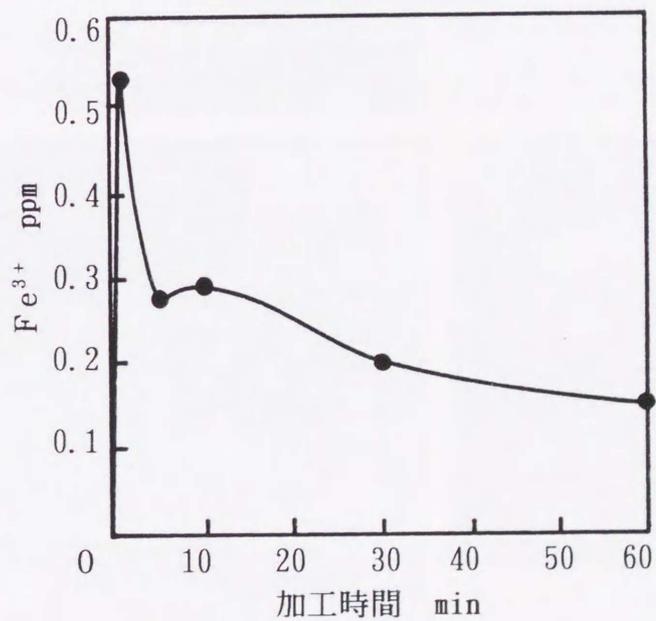


図4.9 Fe^{3+} 量と加工時間の関係

すなわちイオン濃度である。使用後のラップ液からは Fe^{2+} と Fe^{3+} イオンが検出され、他の金属イオンは加工時間が増加しても発生しないことがわかる。図4.9は、図4.8のクロマトグラムを Fe^{3+} について加工時間に対して表したものである。 Fe^{3+} は加工後1分間以内で急増し、次いで急減して、その後徐々に減少する傾向が認められた。ここでは Fe^{2+} が非常に不安定なイオンであることを考慮して比較的安定な Fe^{3+} だけを示したが、図4.8から推測すると Fe^{2+} も同様なことが言えると思われる。

4.4.3 砥粒の電気泳動

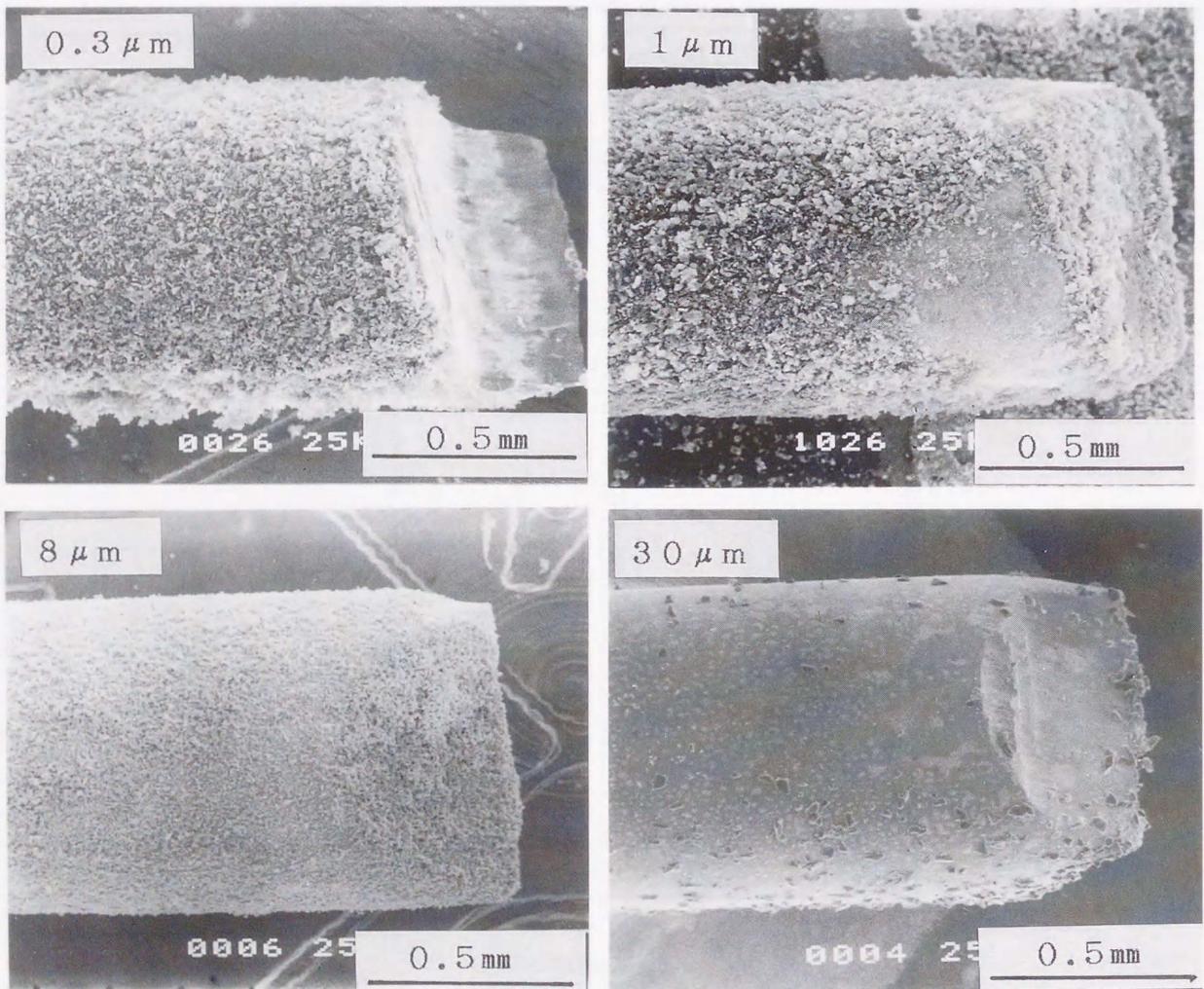


図4.10 銀線表面に電着した砥粒のSEM像

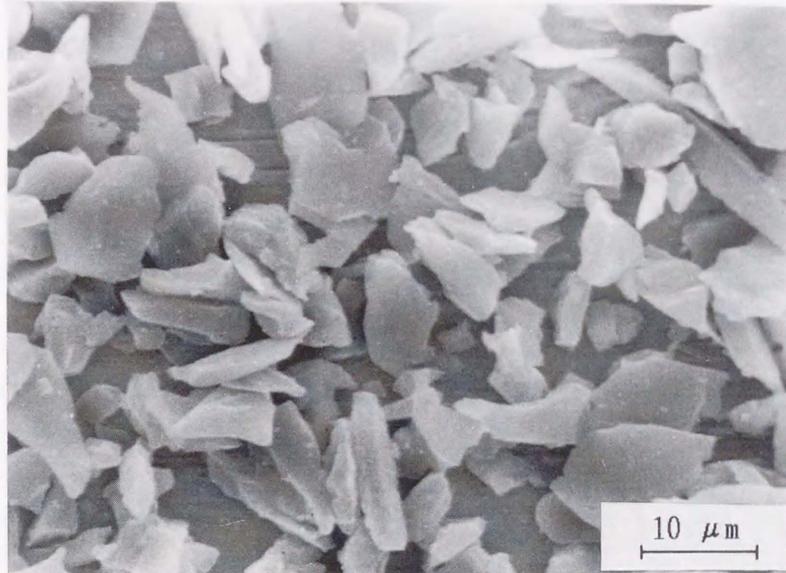


図4.11 砥粒が電着した銀線面の拡大写真

砥粒の電荷が負であるならば、アセトンと沃素の電解液中では水素イオンが砥粒に吸着し、砥粒は正に帯電する。この正に帯電した砥粒を電気泳動すると、砥粒は陰極側に電着することになる。そこで、電気泳動法によって、水素イオンが砥粒へ吸着する可能性と砥粒の電荷の種類について調べた。図4.10は粒径0.3、1.0、8.0および30μmのAl₂O₃砥粒が陰極のAg線表面へ電着している様子である。図4.11は粒径8μmの砥粒が電着しているAg線表面を拡大したSEM像である。図から、実験に使用したすべての砥粒は陰極側の銀線に電着していることがわかる。つまり、Al₂O₃砥粒は負の電荷を有すること、およびAl₂O₃砥粒は水素イオンの吸着で正に帯電することをアセトンと沃素の電解液中で確かめることができた。

粒径が30μmの粗い砥粒については電着量が極端に少なかった。電着量が極端に少なかった理由は以下のように考えられる。

図4.12は電場Q内で正へ帯電した球形の砥粒に泳動力F_xと沈降力F_yが作用したときの合速度Vと運動方向θについて示したものである⁴⁰⁸⁾。電極と直角方向をX軸、鉛直方向をY軸として電圧Eを印加すると、電極間には電場Q

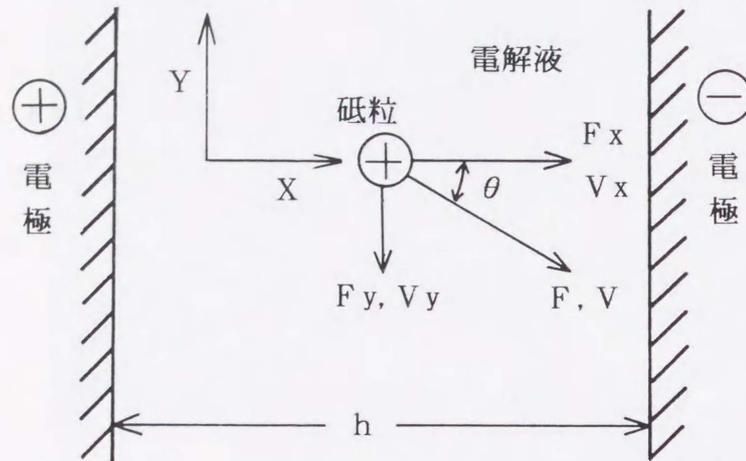


図4.12 粒子の電気泳動モデル

$$Q = E / h \tag{4.3}$$

が生じて、砥粒が電極に引き寄せられる X 方向の力、すなわち泳動力 F_x が作用する。ここで、 h は電極間距離である。このときの X 軸方向の泳動速度 V_x はスモルコフスキーの式より

$$V_x = \epsilon \zeta Q / \mu \tag{4.4}$$

であることがよく知られている。ここで、 ϵ は電解液の誘電率、 ζ は砥粒のゼータ電位、 μ は電解液の粘性率である。ただし、電解液の流れの影響は式の取り扱いの簡単化のために考慮しないことにする。

また、Y 軸方向の沈降速度 V_y は粒子の沈降に関するストークスの式より

$$V_y = 2 a^2 (\rho_1 - \rho_2) g / 9 \mu \tag{4.5}$$

表4.7 A₁₂O₃砥粒の粒径2aとゼータ電位ζ

2a (μm)	ζ (mV)
1.0	-23
8.0	-36
15.0	-35

と表せる。ただし、aは砥粒の半径、ρ₁は電解液の密度、ρ₂は砥粒の密度である。

従って、砥粒の合速度 $V = \sqrt{V_x^2 + V_y^2}$ ならびに砥粒の運動方向 $\theta = \tan^{-1}(V_y/V_x)$ は

$$V = \sqrt{[(\epsilon\zeta Q/\mu)^2 + \{2a^2(\rho_1 - \rho_2)g/9\mu\}^2]} \quad (4.6)$$

$$\theta = \tan^{-1}\{2a^2(\rho_1 - \rho_2)g/9\epsilon\zeta Q\} \quad (4.7)$$

となる。

(4.6)式と(4.7)式における電解液の誘電率ε、電場Q、電解液の密度ρ₁、砥粒の密度ρ₂および電解液の粘性率μの値はほぼ一定であるので、合速度Vと運動方向θは砥粒の半径aと砥粒のゼータ電位ζに依存することになる。表4.7にA₁₂O₃砥粒の粒径2aとゼータ電位ζの概略値を示した。粒径2aの変化はゼータ電位ζの変化に比べて大きいことがわかる。これらのことから、砥粒の合速度Vは砥粒の半径aが大きくなるほど増加し、その運動方向θは砥粒の半径aが大きくなるほど拡がり、電極と平行になってくることが推定できる。従って、粒径30μmの砥粒が銀線に電着しにくい理由は粒径が大きくなると沈降速度が速くなり、その運動方向が下向きになるためであると考えられる。

4.4.4 ラップ液の導電率

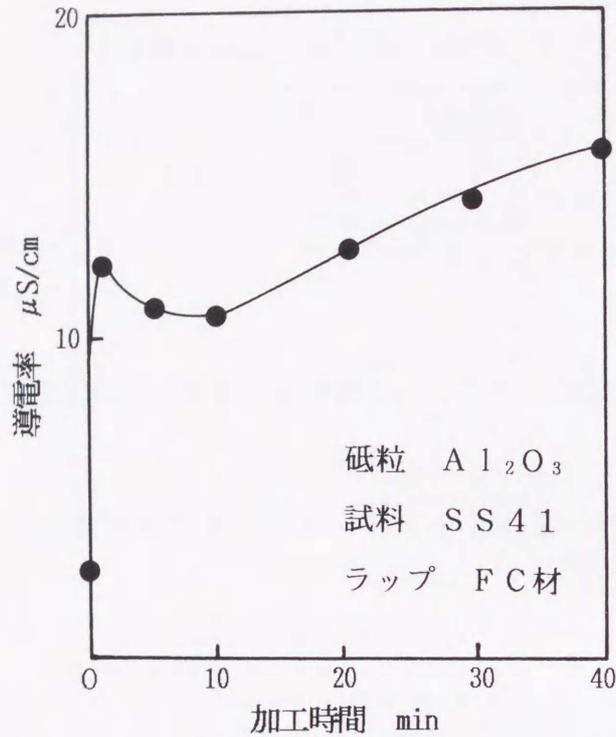


図4.13 ラップ液（精製水）の導電率変化

加工中に発生する種々のイオンによって、ラップ液の導電率が変化するので、 Al_2O_3 砥粒を用いて軟鋼試料をラッピングしたときのラップ液の導電率を測定した。ラップの材質は鋳鉄、ラップ液は水である。図4.13は加工時間に対するラップ液の導電率の変化を示す。ラップ液の導電率は加工直後に急激に増加し、その後、加工の初期に極小値をとって加工時間とともに再び増加することがわかる。このことから、加工中に発生するラップ液中の総イオン量は加工時間に対して単調に増加するのではなく、加工の初期に何らかの原因で極小値が生じるように変化することがわかる。この極小値が生じる原因については後に考察する。

4.5 考察

4.5.1 ラップ液の性質の変化

A₁O₃砥粒を用いて軟鋼試料をラッピングしたときのラップ液中の金属イオン分析と導電率測定を行いラップ液の性質の変化を調べてきた。その結果、ラップ液中の鉄イオンと導電率は加工時間に対して単調に変化しないことがわかった。ここでは、ラップ液中の鉄イオン変化と導電率変化の原因を加工の進行とともに起こる破碎による砥粒表面積の変化に関連づけて考察した。また、砥粒の破碎状態を把握できる指標として何が最適であるかについて検討した。

図4.14はラップ液中の鉄イオンと導電率が加工時間とともにどのように変化するかを示すために、図4.9（ラップ液中のFe³⁺変化）と図4.13（ラップ液の導電率変化）を再掲したものである。図中には加工中の破碎によって生じる砥粒粒径の変化もあわせて示した。Fe³⁺および導電率は加工開始直後に急増してから減少し、その後、ある加工時間以降、Fe³⁺は緩やかに減少し、一方、

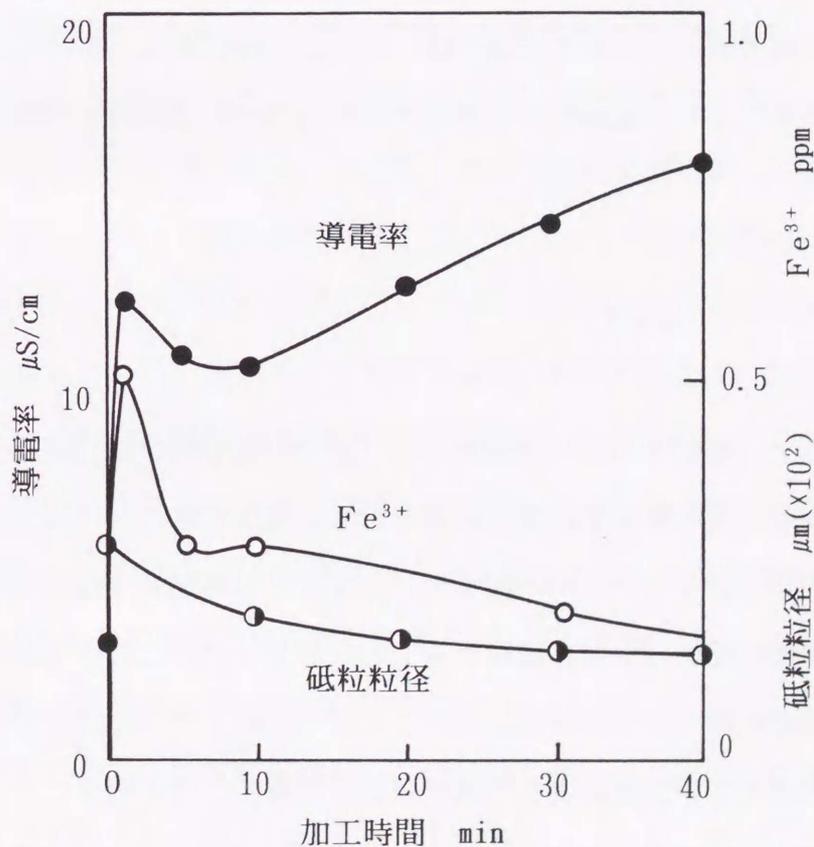


図4.14 鉄イオン、導電率および砥粒粒径の加工時間による変化

導電率は増加した。このような変化が生じる原因は以下に述べるように砥粒の破碎現象と関係があるものと思われる。

加工開始直後は砥粒粒径の不揃いが原因で作用砥粒数が少なく、加工中の砥粒の破碎による新しい吸着面が発生しにくいことがわかっている。このことから、加工の初期に鉄イオン (Fe^{3+}) と導電率が急激に増加する原因は、鉄イオンの吸着面が少ないために、加工中に発生した大部分の鉄イオンがラップ液中にそのまま存在したためであると考えられる。しかし、加工の進行にともなって作用砥粒数は増えて砥粒の新しい破碎面が増加し、そこに鉄イオンが吸着するためにラップ液中の鉄イオンと導電率は急激に減少することになる。加工時間とともに鉄イオンが徐々に減少する理由は、ラップ液のpHが何らかの作用で高くなることによって鉄がイオン化しにくくなること⁴⁰⁾⁹⁾と鉄の酸化物が生成されること、また加工能率の低下によって鉄粉の発生が少なくなることなどであると考えられる。

一方、導電率が極小値以降で増加するのは次のように説明することができる。ラップ液の導電率を σ_0 とし、金属粒子の体積率を ϕ とすれば、懸濁液の導電率 σ は

$$\sigma = \sigma_0 / (1 - \phi) \quad (\phi \ll 1) \quad (4.8)$$

である⁴¹⁾⁰⁾。従って、導電率の高い試料やラップからの微小粉が加工時間とともに増えると、ラップ液の導電率は加工時間とともに増加することになる。

上に述べたことから、ラップ液中の鉄イオンは加工中に増加する砥粒の破碎表面積の変化と密接に関係しながら増減することが加工の初期における鉄イオンと導電率の変化から明らかになった。このことから、鉄イオンに比べて砥粒へ吸着しやすい水素イオンは破碎された砥粒表面に吸着し、その結果、ラップ液の水素イオン濃度いわゆるpHが加工時間とともに変化すると考えられる。つまり、pHはラップ液の性質を知ることができる指標(観測量)であることを示

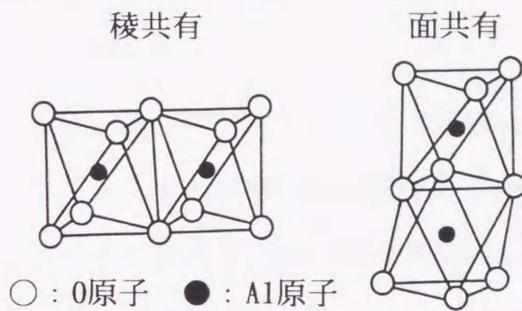


図4.15 α - Al_2O_3 砥粒の結晶構造

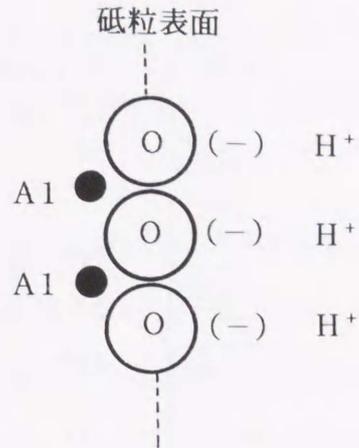


図4.16 $\text{Al}-\text{O}-\text{H}^+$ の関係

唆している。

4.5.2 加工の進行にともなうラップ液のpH変化

前項の4.5.1では、ラッピング加工における砥粒の破碎状態はラップ液の性質を支配することがわかった。従って、逆にラップ液の性質を知ることによって砥粒の破碎状態が把握できる。その際、ラップ液の性質の変化を知る指標（観測量）としてラップ液のpHを示唆した。しかし、ラップ液のpHを指標に使用するためには、ラップ液のpHがどのようにして変化するかを明確にしておく必要がある。そこで、本項ではこれまでに得られた知見をもとにして、ラップ液のpHと α - Al_2O_3 砥粒の表面性質との関係を明らかにする。

図4.15に示すように、本実験で使用している α - Al_2O_3 砥粒の結晶構造は、 AlO_6 八面体が面共有あるいは稜共有した構造である。結晶内部のO原子はAl原子にはさまれて荷電的に安定な状態を保っているが、加工中の破碎によって生じた砥粒の表面のようにAl原子が片側にしか存在しない場合は荷電的に不安定になり表面には負電荷が現れ、この負電荷がラップ液中の水素イオンを引き付けることになる。図4.16はこのときの界面における、Al、O、 H^+ の三者の関係を示したものである。なお、図中の(-)は負に帯電していること

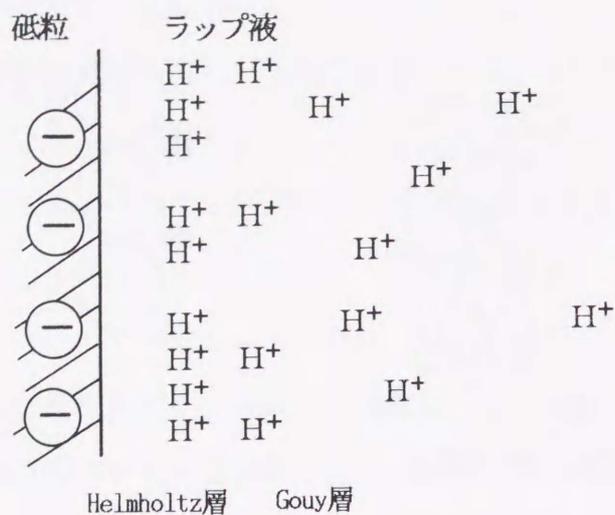


図4.17 砥粒とラップ液の界面電気二重層

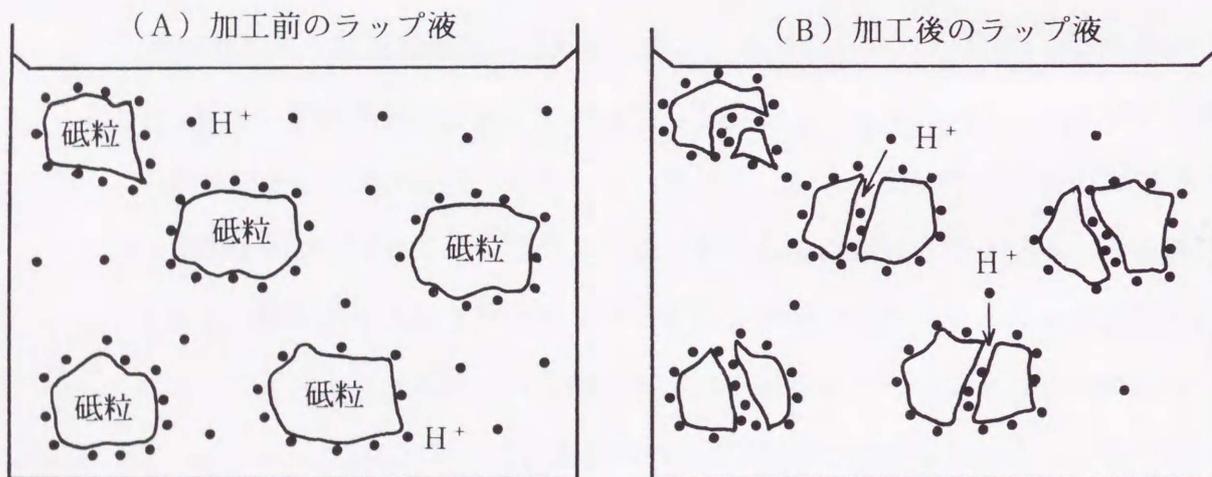


図4.18 ラップ液のpH変化

を意味する。

次に、図4.16に示した砥粒とラップ液との界面の構造にSternの界面電気二重層模型を適用すると図4.17のようになる。図中のHelmholtz層は負電荷を有する砥粒に水素イオンが吸着して形成される層である。その外側には水素イオ

ンの激しい熱運動による拡散層が形成される。それがGouy層である。このとき、水素イオンの拡散層が無限遠方のラップ液に対して正の帯電を示すことになる。砥粒に水素イオンが吸着して正へ帯電することについては4.4.3の電気泳動ですでに実証した。

ここで、加工中に生じる砥粒の破碎と砥粒の表面へ水素イオンが吸着することで発現するラップ液のpH変化を図解すれば、図4.18の(A)と(B)に示したようになると思われる。(A)は砥粒表面に周囲の水素イオンが吸着され砥粒の表面積によって吸着量が定まることを示している。加工によって、(A)の状態の砥粒が破碎されると(B)に示したように新しい吸着面が発生し、発生した吸着面に新たに周囲の水素イオンが吸着して、ラップ液のpHは増加することになる。換言すれば、ラップ液中のpHが砥粒表面積と密接に関係しながら変化することになる。

以上の考察から、ラップ液のpHが変化するメカニズムは砥粒表面に水素イオンが吸着して界面電気二重層を形成することによるものと考えられる。また、ラップ液のpHを知ることで砥粒の破碎の状態をインプロセスで把握することができるようになると言える。

4.6 小括

ラップ液の性質の変化に基づいてラッピング加工における砥粒の破碎状態をインプロセスで把握するような加工方法を提唱するために、砥粒の結晶構造解析、ラップ液中の金属イオン分析、砥粒の電気泳動、ラップ液の導電率測定の実験を行い、ラップ液の性質の変化を追究した。さらに、水素イオンが砥粒表面に吸着するメカニズムを考察し、その結果、ラップ液のpHが砥粒の破碎状態の指標（観測量）になることを見いだした。

以下に、本章における結果を要約すると次のようになる。

- (1) Al_2O_3 砥粒は粒径によって異なる結晶系を示した。砥粒粒径が大きい場合は $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 、小さい場合は $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ であった。

- (2) 加工中はラップ液に Fe^{2+} と Fe^{3+} イオンが発生し、それらの一部は砥粒表面に吸着すると考えられた。
- (3) Al_2O_3 砥粒は、アセトンと沃素の電解液中で電気泳動を行うと、砥粒とラップ液との界面に吸着した水素イオンの影響で、陰極側に電着することがわかった。
- (4) $\alpha-Al_2O_3$ 砥粒表面への水素イオンの吸着は、砥粒とラップ液との界面に電気二重層を構成するためであることがわかった。また、砥粒の全表面積が増加すると多くの水素イオンが砥粒へ吸着することになり、ラップ液の pH は高くなるものと推定された。
- (5) ラップ液の pH 変化を知ることによってラッピング加工における砥粒の破碎状態をインプロセスで把握できることを推測した。

第5章 加工の進行にともなう ラップ液のpH変化

5.1 はじめに

ラッピング加工特性のインプロセス計測ができない主な理由は砥粒と試料の間の研磨作用を可視化できないことにあった。ラッピング加工のインプロセス計測を可能にするためには、砥粒と試料の間で行われる研磨作用で生起している現象を逐次知ることができるような指標（観測量）を見いだすことが必要であるが、このことは困難であるとされてきた。それゆえ、ラッピング加工は自動化の最も遅れた加工法の一つとなっている⁵⁰¹⁾。しかし、前章までのラップ液の性質の変化を追究する過程で、ラッピング加工における砥粒の破碎状態を把握するためにはラップ液のpHに注目すればよいことを明らかにした。

ラップ液のpHが砥粒の破碎状態の指標として採用できる根拠は、前章の研究より、砥粒に吸着するラップ液中の水素イオンが砥粒全体の表面積の増加とともに多くなること、すなわち、ラップ液のpHが高くなることにある。一方、ラッピング加工に使用する砥粒の機械的性質は試料の仕上げ面粗さや加工能率などに関係があり⁵⁰²⁾、中でも砥粒の破碎しやすさは最も重要な因子である。

これらのことから、加工中にラップ液のpH変化を観測することにより、砥粒の破碎状態を評価することができたり、ラップ圧力を推測することなどができると考えられる。

本章ではこの考え方の妥当性を確かめるために、ラッピング加工の進行にともなうラップ液のpH変化を実験によって調べて、これらの実験をもとに加工中の砥粒破碎とラップ液のpHとの関係を明らかにし、ラッピング加工における加工条件の変化をインプロセスで検出することが可能かどうかを検討した。

5.2 実験方法

5.2.1 試料

本実験で使用した試料は外径210mm、内径190mm、厚さ10mmのリング状のSS41である。鋼製の試料は腐食を受けるとラップ液のpHに変化を及ぼすと考えられるので、腐食の影響を調べるために耐食性に優れている同一形状のテフロンを使用した。また、アルミナセラミックスを試料に使用した場合、加工粉として発生する Al_2O_3 の微小粉に水素イオンが吸着してラップ液のpHに変化が生じると考えられる。このような観点から同一形状のアルミナセラミックスを破碎が起こりにくいダイヤモンド砥粒によってラッピングした。これらの試料を図5.1に示した。

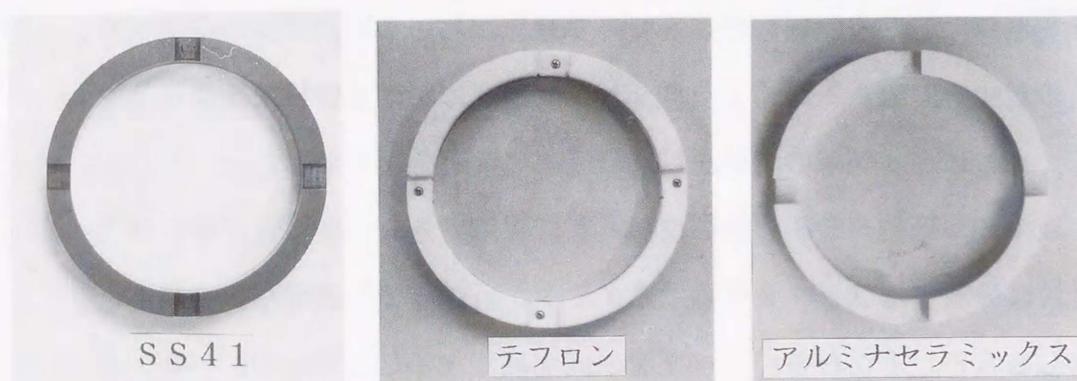


図5.1 3種の試料

5.2.2 実験装置

ラッピング装置は、3.2.3で詳述した位相差型精密自動研磨機を使用した。ただし、ラップはすべての砥粒が加工に関与するように溝なし鋳鉄ラップを用いた。また、鋳鉄ラップを用いた実験との比較のために同一形状の溝なしのテフロン製のラップも使用した。pH測定はデジタルイオン濃度計（IM-20E、東亜電波製）で、加工量の測定は電子天秤（1265MP、ザルトリウス製）で行った。

5.2.3 実験条件

ラップ剤は粒径が約 $30\mu m$ の α - Al_2O_3 砥粒とpHが約5.4の精製水との懸濁液、およびほぼ同一粒径のダイヤモンド砥粒と精製水の懸濁液で、特記した場合を

除いて前者を使用した。このときの実験条件を表5.1に示した。試料の初期表面粗さはラッピングによって約 $3\mu\text{m}R_{\text{max}}$ に整えた。ラップ液のpHは加工後のラップ剤を濾過して測定した。砥粒の形状と大きさの観察はSEMを用いて行った。2種類の砥粒はほぼ正多面体と考えてよいので、砥粒表面積は粒径のおよそ二乗に比例すると考えてもよい。

表5.1 実験条件

試料	SS41、テフロン、アルミナセラミックス	
ラップ	鋳鉄（FC材）、テフロン	
砥粒	材質	$\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 、ダイヤモンド
	粒径(μm)	30
ラップ液	精製水	
ラップ剤濃度 (g/l)	25	
ラップ圧力 (kPa)	10, 20, 30	
加工速度 (rpm)*	3	

*ここでは試料の公転速度をさす

5.3 実験結果

5.3.1 ラップ圧力と砥粒の破碎

ラップ圧力を高くすると砥粒の破碎による微細化が顕著になる。このことは全砥粒表面積の増加が著しくなることを意味する。そこで、ラップ圧力を10kPa、20kPaおよび30kPaでそれぞれ加工したときの砥粒形状の観察と砥粒粒径の測定を行った。試料はSS41、ラップ剤は $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 砥粒と精製水の懸濁液である。また、ラップは鋳鉄である。

図5.2は加工粉を希塩酸（10%濃度）によって除去した後の砥粒のSEM像である。図より、砥粒の形状は加工時間が増すと丸みをおび、また粒径も小さくなることがわかる。

図5.3は砥粒粒径および加工能率を加工時間に対して示したものである。図から次のことがわかる。

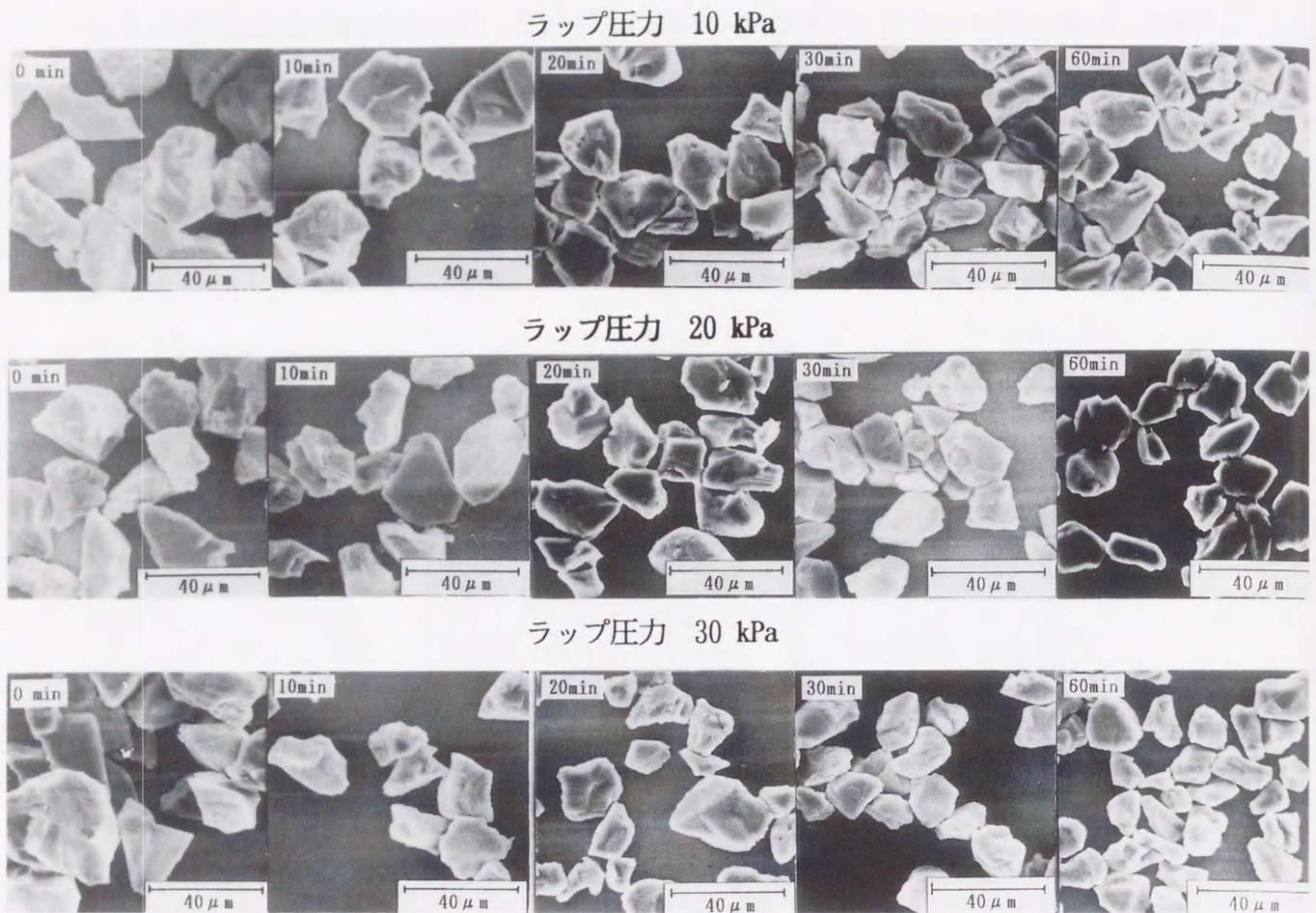


図5.2 砥粒のSEM像

- (1) 砥粒粒径と加工能率は加工時間の増加とともに減少する。また、砥粒粒径は加工の初期に大きく減少する。
- (2) 砥粒粒径はラップ圧力が高いほど小さくなる。
- (3) 加工能率は加工時間が20分間を過ぎると低下する。
- (4) (3)については図5.2に示したように、砥粒が20分間程度で丸みをおびてくるのが原因であると思われる。

5.3.2 ラップ圧力とラップ液のpHの関係

前項で、ラップ圧力の違いが砥粒の破碎状態に影響を及ぼすことを明らかに

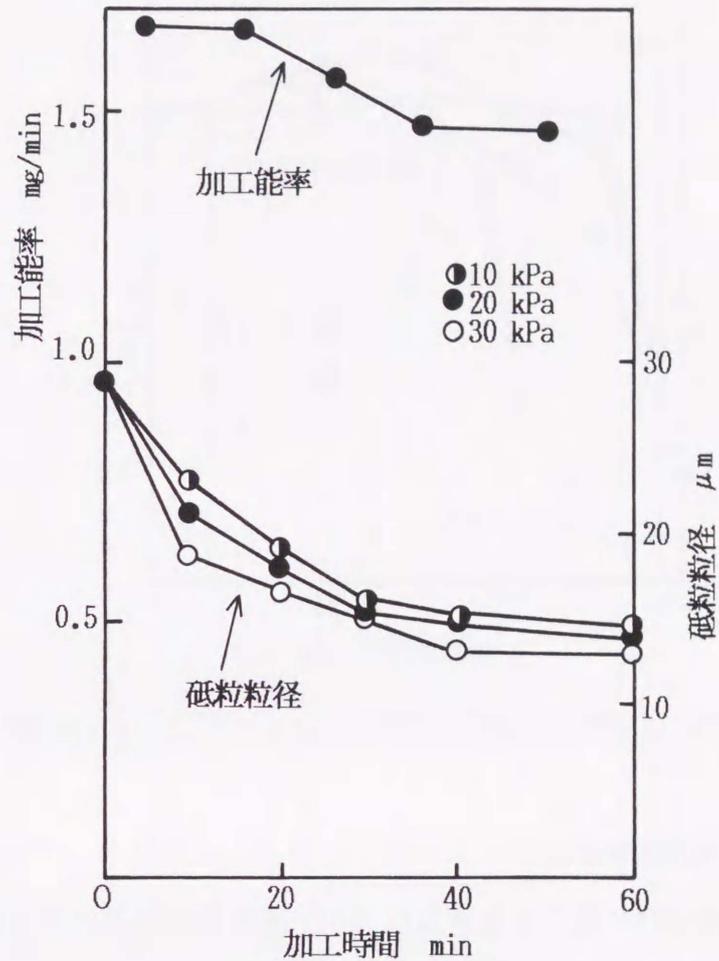


図5.3 加工能率と砥粒粒径の変化

した。本項では、ラップ圧力がラップ液のpHに及ぼす影響を調べた。図5.4は、ラップ圧力をパラメータにして、ラップ液のpHを加工時間に対して示したものである。図より、ラップ液のpHとラップ圧力の間には次のような関係があることがわかる。

- (1) いずれのラップ圧力の場合もラップ液のpHは初期に大きく変化する。また、この変化量はラップ圧力が高いものほど大きい。
- (2) ラップ圧力が低い場合（10kPa）はラップ液のpHが加工時間に対してゆっくり増加するが、ラップ圧力が高い場合（30kPa）はラップ液のpHが加工の初期においてかなり増加し、以後は加工時間が増してもほぼ一定値をとる。

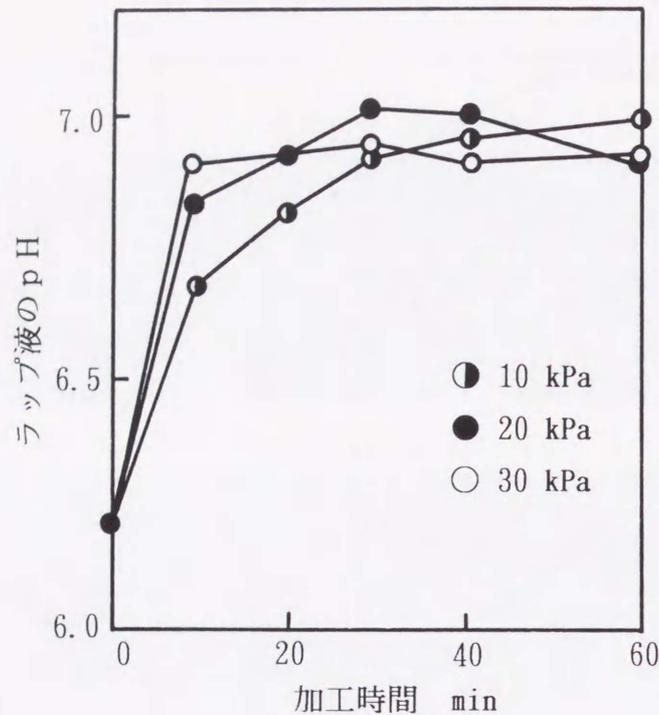


図5.4 加工時間によるラップ液のpHに及ぼすラップ圧力の影響

5.3.3 最適ラップ剤濃度の決定

加工能率が高く、傷などの加工損傷が少ない加工面を得ることはラッピング加工が目指す理想的な加工状態で、このような加工状態を得るためにはラップ剤濃度（単位体積当たりのラップ液に対する砥粒の重量）が最適であるかどうかに関係することが多い。そこで、本実験では加工量が多く、未使用砥粒割合が小さく、しかも傷がない加工面が得られるときのラップ剤濃度を最適ラップ剤濃度と定義して、最適ラップ剤濃度とラップ液のpHとの関連について述べる。ここで、未使用砥粒割合とは図5.5に示したように、未使用砥粒の粒径に関する度数分布の最頻値が約 $20\mu\text{m}$ であったので、加工後の斜線部分の砥粒はラッピングに関与しなかったものと考え、斜線部分の砥粒数を加工後の全砥粒数に対する百分率で表したものである。

最適ラップ剤濃度は、濃度が違うラップ剤を用いると同一ラップ圧力のもとでは砥粒1個あたりに作用する力が違うので砥粒の破碎の程度が異なり、ラップ液のpH変化を知ることで推定が可能になると思われる。すなわち、ラップ剤

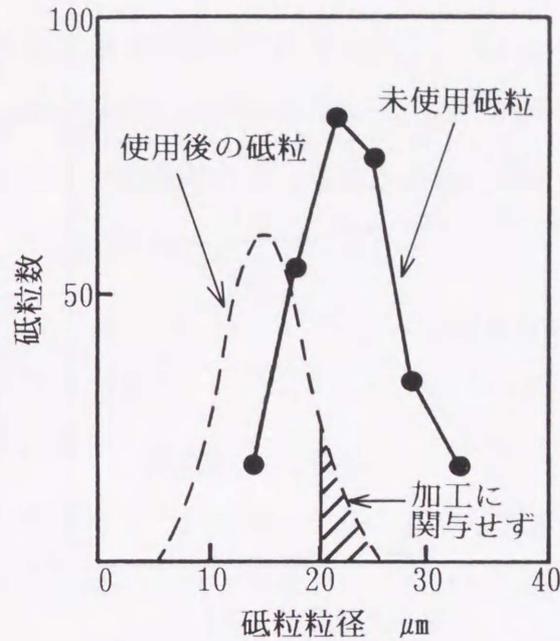


図5.5 未使用砥粒割合の定義

濃度が低い場合の砥粒は激しく破碎されるのでラップ液のpHが大きく変化し、逆に高い場合はラップ液のpH変化が小さくなるはずである。

そこで、ラップ剤濃度を4種類に変えて、ラップ圧力20kPaで10分間加工したときの加工量、ラップ液のpHおよび未使用砥粒割合を調べた。実験に先立って、それぞれのラップ剤の初期状態は砥粒を精製水で洗浄しておよそpH=6.3に整えた。図5.6に実験結果を示す。図から、加工量とラップ液のpHはラップ剤濃度が増すと減少し、いずれの場合もラップ剤濃度8g/lに減少が緩やかになる点があることがわかる。また、未使用砥粒割合はラップ剤濃度が高いほど大きいことがわかる。これらのことから、できるだけ少量の砥粒を使用して行われる加工能率のよいラッピングのラップ剤濃度は、この実験における最低のラップ剤濃度の4g/l付近にあることになる。

しかし、ラップ剤濃度4g/lで加工した試料の加工面の状態は図5.7の左側の図に示したように非常に傷の多い面になっている。これはラップ剤濃度が低いために、砥粒1個あたりに作用するラップ圧力が大きくなり、その結果、砥粒

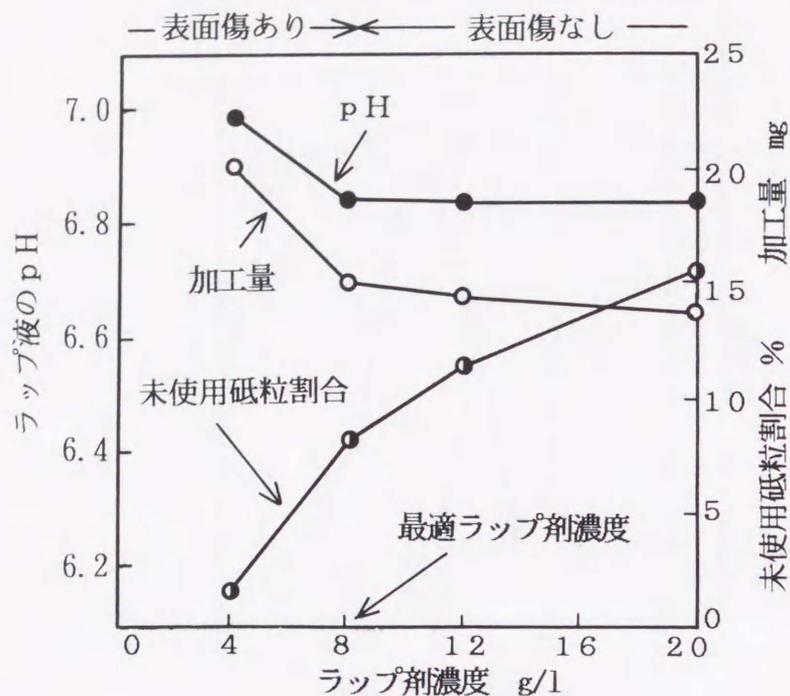


図5.6 最適ラップ剤濃度（加工時間：10min）

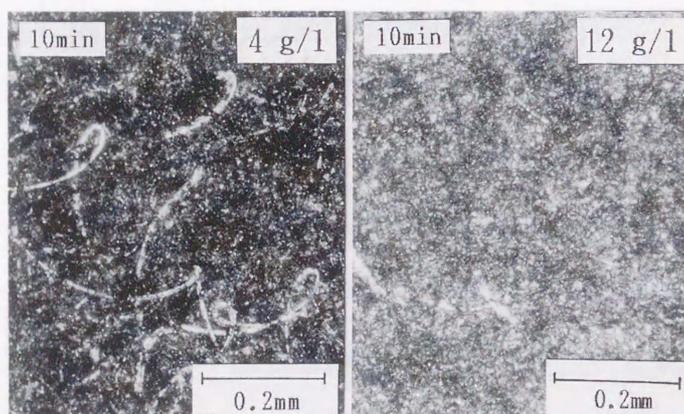


図5.7 加工面の状態とラップ剤濃度の関係

は10分間より前にかかなりの量が破碎されることになる。そのために、加工が終わりに近づくと砥粒粒径が小さくなりすぎて、試料はラップと金属接触して、加工面に傷が発生しやすくなったものと考えられる。図5.7の右側には、ラップ剤濃度が12g/lの加工面を示したが、表面の傷はほとんど認められない。

従って、加工量が多く、未使用砥粒割合が小さく、しかも加工面に傷がない加工状態はラップ剤濃度が8g/l付近で得られるものと思われる。この濃度付近は、ラップ剤濃度に対するpH変化の曲線が緩やかになり始める点にほぼ一致している。すなわち最適ラップ剤濃度はラップ液のpH変化の曲線が緩やかになる付近を知ることによって決定されることになる。

5.3.4 試料とラップの両者をテフロンにしたときのラップ液のpH変化

ラップ液のpH変化には試料に使用したSS41とラップに使用した鋳鉄の両者による腐食の影響が含まれると考えられる。そこで、この腐食の影響が生じないように試料とラップをともにテフロンにして、ラップ液のpHの加工時間に対する変化を調べた。同時に加工時間に対する砥粒粒径も調べて、これらの結果を図5.8に示した。試料とラップにテフロンを用いた理由は酸やアルカリに対して不活性な材料だからである。ラップ圧力は20kPaであり、使用したラップ剤は α -Al₂O₃砥粒と精製水の懸濁液である。なお、図5.8には試料にSS41、ラップに鋳鉄を用いた結果も比較のために併記している。図から、テフロンを用いた場合でもラップ液のpHは加工時間の増加とともに高くなることがわかる。このことはテフロンのように耐腐食性に優れる材料をラップや試料に用いてもラップ液のpHが加工時間の増加とともに高くなることを示している。

また、試料とラップにテフロンを使用した場合は試料にSS41を使用した場合と同じラッピング条件にもかかわらず、ラップ液のpH変化はいずれの加工時間でも小さくなっている。ラップ液のpHは砥粒の破碎による表面積の増加とともに高くなるから、ラップ液のpH変化が小さいことは加工中に砥粒の破碎があまり行われなことが原因であると考えられる。そこで、SEMを用いて砥粒を観察した。図5.9は右側が試料とラップにテフロン、左側が試料にSS41、ラップに鋳鉄を用いて加工したときの砥粒のSEM像である。図から、テフロンを使用したときの砥粒はテフロンが軟らかいために細かく破碎されなくて、砥粒は未使用砥粒に近い形状であることがわかる。従って、試料とラップにテフロ

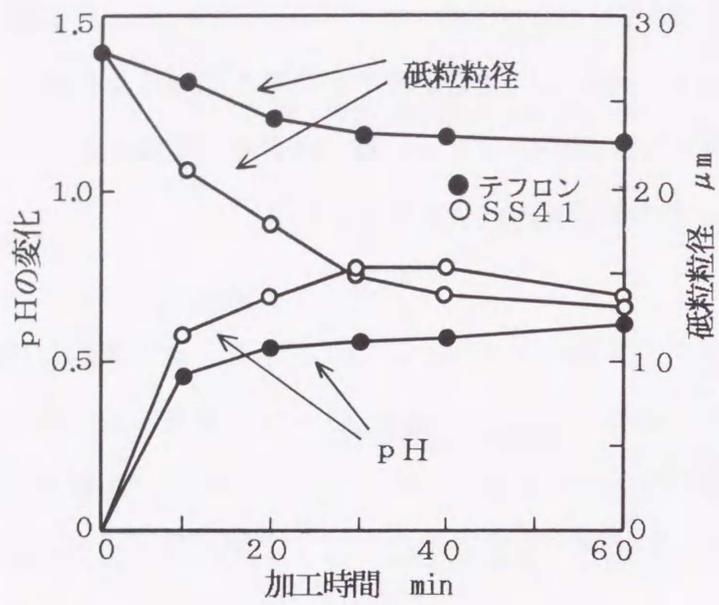
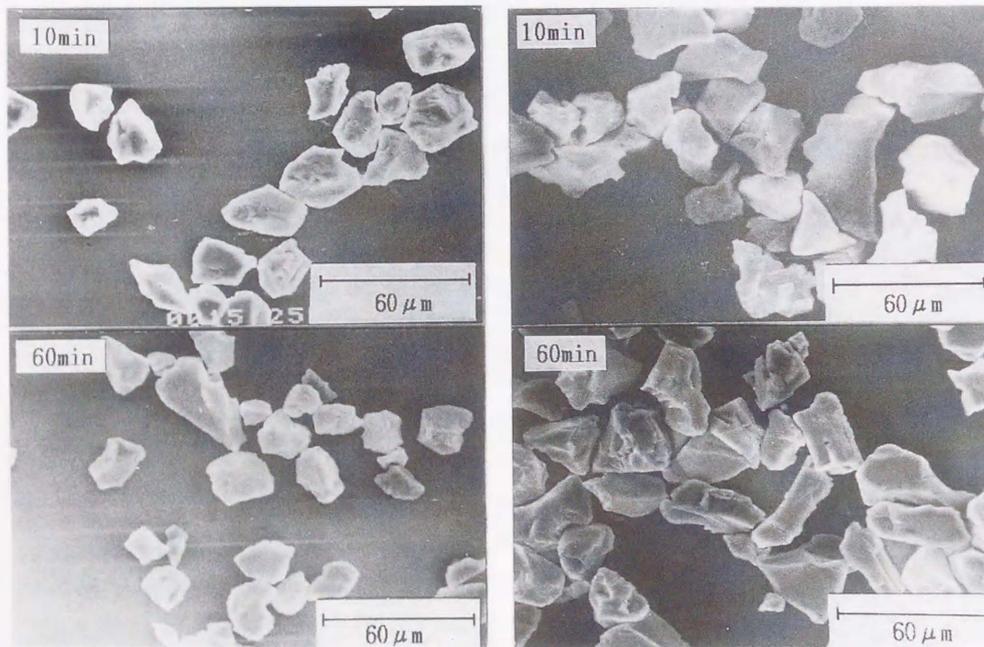


図5.8 テフロンを使用したラッピング



試料：SS41, ラップ：鑄鉄 試料：テフロン, ラップ：テフロン

図5.9 砥粒のSEM像

ンを用いて加工したラップ液のpH変化は、砥粒の破碎による砥粒表面積があまり増加しなかったために少なくなったと考えられる。

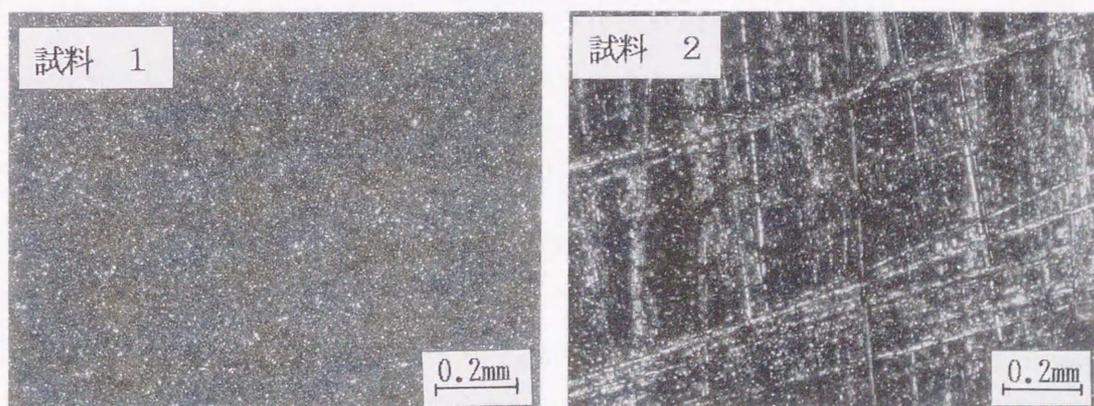
5.3.5 試料の初期表面粗さとラップ液のpHの関係

ラップ圧力やラップ剤濃度などの加工条件の違いがラップ液のpH変化に影響を及ぼすことをすでに明らかにした。ここでは、試料の初期表面粗さがラップ液のpHの変化にどのように影響するかを調べた。試料はSS41、ラップは鋳鉄であり、ラップ圧力は20kPaとした。ラップ液のpHの初期値はおよそpH=6.3である。試料の初期表面粗さが $3\mu\text{m R max}$ の試料1と $15\mu\text{m R max}$ の試料2を5分間加工したときのラップ液のpH変化および表面粗さを表5.2に示した。図5.10は加工後の試料表面を示したものである。

表5.2 初期表面粗さとラップ液のpH変化

試料	加工前の粗さ ($\mu\text{m R max}$)	加工後の粗さ ($\mu\text{m R max}$)	pH変化
No. 1	3	3	+0.78
No. 2	15	5	+0.64

(加工時間：5min)



(初期表面粗さ： $3\mu\text{m R max}$)

(初期表面粗さ： $15\mu\text{m R max}$)

図5.10 初期表面粗さの異なる試料の加工後の加工面

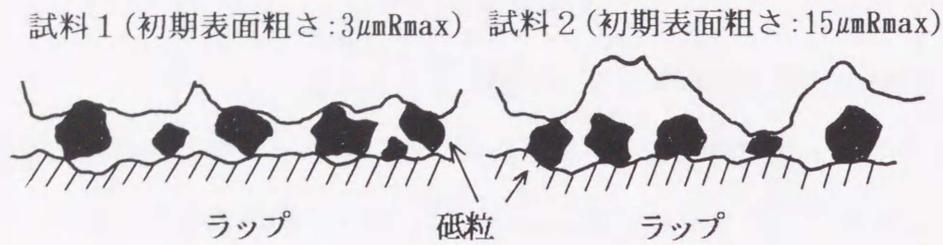


図5.11 初期表面粗さと作用砥粒との関係

表5.2から、初期表面粗さの小さい試料1の場合は初期表面粗さの大きい試料2に比べてラップ液のpH変化が大きく、加工後の表面粗さが小さいことがわかる。また、図5.10から、初期表面粗さの大きい試料2の場合は5分間加工しても未加工部分（写真の白色の傷）が残るが、初期表面粗さの小さい試料1には未加工部分がないことがわかる。

初期表面粗さの違いによってラップ液のpH変化が異なる理由は次のように考えられる。すなわち、試料1のように初期表面粗さが小さい場合は、図5.11に示したように、試料と砥粒との接触面積が試料2よりも大きくなる。そのため、加工に関与して破碎する砥粒数は多くなり、その結果、初期表面粗さの小さい試料を加工する場合には砥粒全体の破碎表面積が増加してラップ液のpHが高くなる。

以上の実験の結果は、ラップ液のpHを測定することを通じて試料の初期表面粗さの差を検出できることを示している。すなわち、このことから、加工中に変化する試料の加工面積を、ラップ液のpHの測定によって検知することが可能であると思われる。

5.3.6 アルミナセラミックスの加工

アルミナセラミックス製の時計用軸受けやエアスライドなどが多用されている今日⁵⁰³⁾、アルミナセラミックスのラッピングは極めて重要な地位を占めて

いる。

アルミナセラミックスをラッピングする場合、アルミナセラミックスから生じる加工粉は、 Al_2O_3 砥粒と同じように水素イオンを吸着して、ラップ液のpHを変化させると考えられる。そこで、試料の材質としてアルミナセラミックスを使用した場合のラップ液のpHと加工量の加工時間に対する変化を調べた。

表5.3 アルミナセラミックスの主な物性

外観	Al含有量 %	かさ比重	吸水率 %	硬度 Hv	曲げ強度 kg/cm^2
象牙色	99.7	3.9	0	1800	3800

実験に用いた高純度アルミナセラミックスは市販のもので、表5.3に示すようなものである。ラップ圧力は20kPaであり、ラップは鋳鉄である。ラップ剤は粒径が約 $30\mu m$ のダイヤモンド砥粒と精製水の懸濁液を使用した。ダイヤモンド砥粒を用いた理由は、加工中の破碎によって生じる砥粒表面積の増加が少ないので、砥粒の破碎がラップ液のpHにほとんど影響を及ぼさないと考えられるためである。

図5.12にラップ液のpHと加工量の加工時間に対する変化を示した。図中には比較のために $\alpha-Al_2O_3$ 砥粒によるSS41の結果もあわせて示してある。図から、アルミナセラミックスを加工するときのラップ液のpHは、試料すなわちアルミナの加工粉が直接ラップ液のpHを変化させるためにSS41の加工に比べて大きくなっていること、ならびに加工時間にほぼ比例して増加することがわかる。また、ダイヤモンド砥粒を用いたアルミナセラミックスの加工量はSS41の加工量に比べて3倍程度多いこと、加工時間にほぼ比例して増加することがわかった。

従って、前項までに述べたラップ液のpH変化を知ることによって砥粒の破碎状態を把握することは、ダイヤモンド砥粒によるアルミナセラミックスの加工にも応用できることが明らかになった。

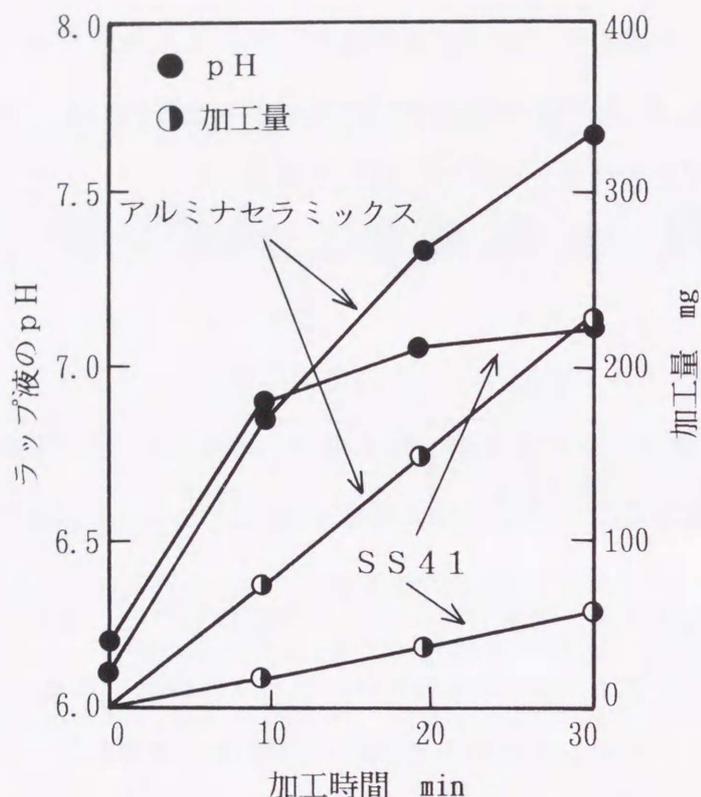


図5.12 アルミナセラミックスの加工時におけるラップ液のpHと加工量

5.4 考察

5.4.1 砥粒の破碎状態とラップ液のpHの関係

ラップ圧力が高い場合は加工中にラップ液のpHが急激に増加し、またラップ圧力が低い場合はラップ液のpHが緩やかに増加することを5.3.2で明らかにした。このことと砥粒の破碎状態がどのように関連しているかを使用後の砥粒粒径の標準偏差を用いることで調べた。

図5.2に示した15種類の砥粒（ラップ圧力を10、20および30kPaにして、それぞれのラップ圧力で10、20、30、40および60分間加工）について砥粒粒径の度数分布を調べた。15種類の砥粒のうち、ラップ圧力を20kPaにして30分間加工した砥粒の度数分布曲線を図5.13に示した。同図には未使用砥粒の度数分布曲線も比較のために示してある。このような砥粒粒径の度数分布から、それぞれの標準偏差S、

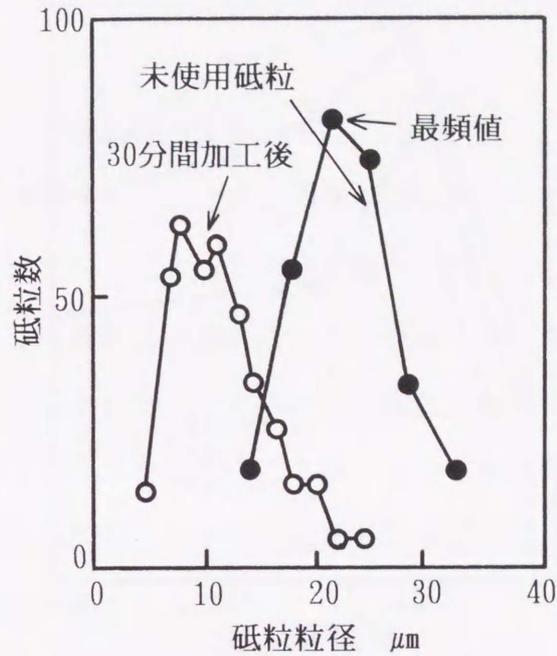


図5.13 砥粒粒径の度数分布

$$S = \sqrt{\frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (X_i - X)^2 f_i} \quad (5.1)$$

を計算した。ここで、 N は全砥粒数、 X_i は測定された砥粒粒径、 X は砥粒粒径の平均値、 f_i は度数である。

図5.14は(5.1)式より求めた砥粒粒径の標準偏差を加工時間に対して示したものである。図から、標準偏差はラップ圧力が高い加工ほどすべての加工時間で小さいこと、すなわち砥粒粒径は高いラップ圧力で加工したときの方が揃っていることがわかる。また、低いラップ圧力では高いラップ圧力のときに比べて砥粒粒径が不揃いであることもわかる。

図5.14の結果を総合すると、ラップ圧力の違いによる砥粒の破碎状態モデルは図5.15に示したようになると考えられる。ラップ圧力が高いときの砥粒の破碎は(A)に示したように砥粒粒径が揃った分割的な破碎が行われ、逆にラップ圧力が低いときは(B)に示したような剥離的な破碎が行われていると考えられ

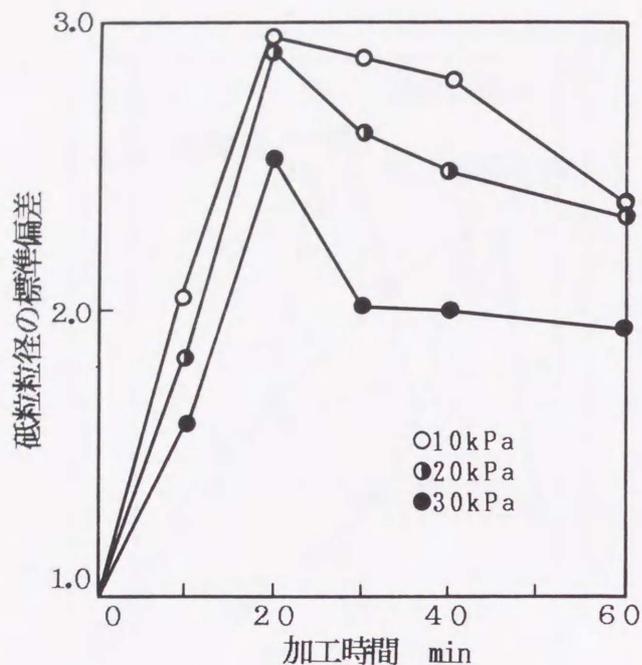


図5.14 砥粒粒径の標準偏差

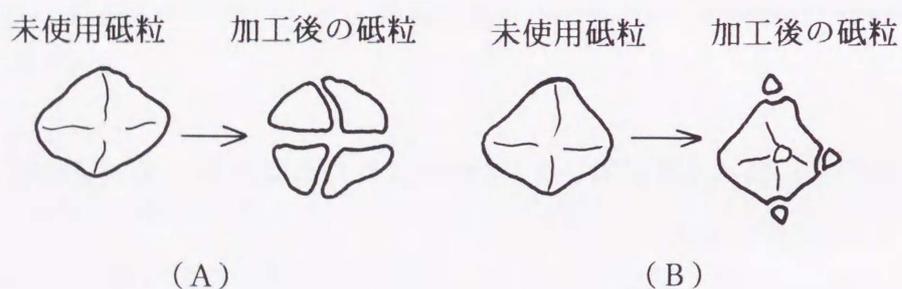


図5.15 砥粒の破碎のモデル

る。このことはラップ圧力の違いで全砥粒表面積の増加が急激になったり、緩やかになったりすることを意味する。

従って、図5.3と図5.4に示したようにラップ液のpH変化は全砥粒表面積の増加に関係することがわかっているから、加工時間とともに高くなるラップ液のpHの上昇速度を調べることで、砥粒の破碎が高いラップ圧力のもとで激しく起きているのか、あるいは砥粒の破碎が低いラップ圧力のもとでゆっくり起こっ

ているのが検知できることになる。

5.4.2 最適ラップ剤濃度の推定

ラップ液のpHと最適ラップ剤濃度の関係を調べた5.3.3で、加工量が多く、未使用砥粒割合が小さく、しかも加工面に傷が少ないことを満足させるラップ剤濃度を最適ラップ剤濃度と定義した。この最適ラップ剤濃度はラップ剤の濃度を変化させたときに生じるラップ液のpH変化が緩やかになる点付近に相当する濃度であることを見いだした。ここでは、ラップ液のpHを知ることによって加工時間とラップ圧力を変えたときの最適ラップ剤濃度を示す簡単なノモグラフの作成について述べる。

図5.16および図5.17は、加工時間をパラメータにして、ラップ圧力が10kPaおよび20kPaにおける最適ラップ剤濃度を求めたもので、図中の実線は使用したラップ剤の濃度に対応したラップ液のpHが緩やかになり始める点付近を結ん

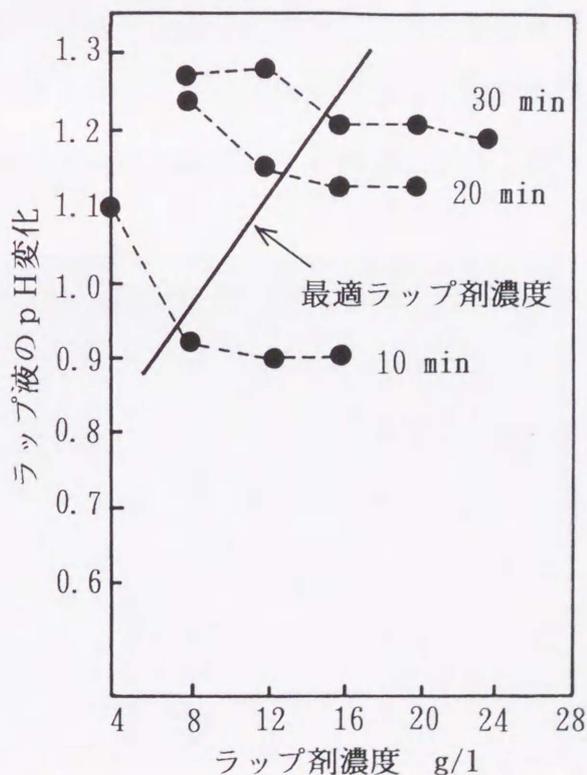


図5.16 最適ラップ剤濃度と加工時間の関係（ラップ圧力：10kPa）

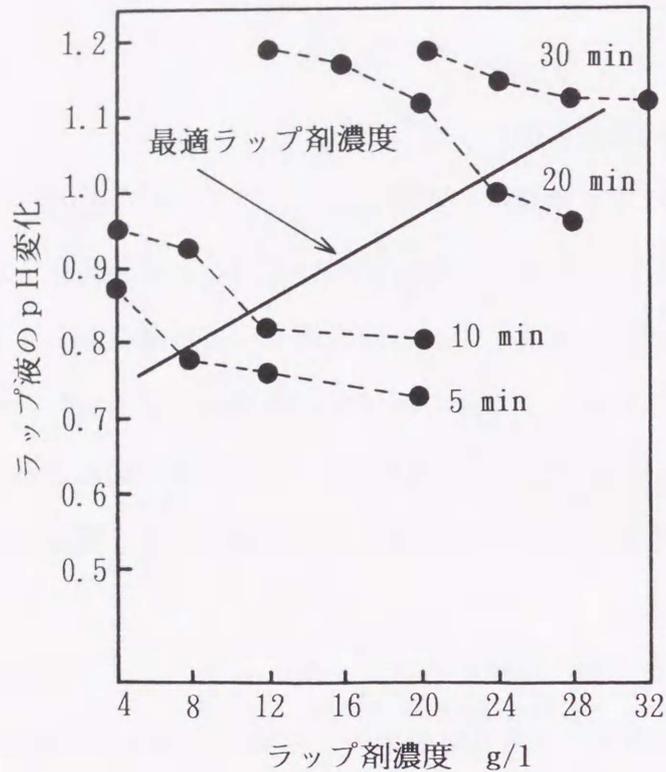


図5.17 最適ラップ剤濃度と加工時間の関係（ラップ圧力：20kPa）

だもの、すなわち最適ラップ剤濃度である。図5.16と図5.17から、最適ラップ剤濃度は加工時間が増すと高濃度側に移ることがわかる。また、図5.16と図5.17の比較から、ラップ圧力が高くなると最適ラップ剤濃度を示す曲線は高濃度側に移ることがわかる。

加工時間を増加させたときに最適ラップ剤濃度が高濃度側に移る理由は、ラップ剤濃度を高めたことで砥粒1個あたりに作用する力が小さくなり、砥粒が破碎しにくくなって長時間加工に関与できるようになるためと考えられる。また、最適ラップ剤濃度がラップ圧力を高めると高濃度側に移る理由も砥粒1個あたりに作用する力が小さくなるためと考えられる。

上述したことから、ラップ液のpHを計測することによって、ラップ圧力や加工時間が変化するときの図5.16や図5.17に示したような最適なラップ剤濃度のノモグラフを作成することができる。

5.4.3 アルミナセラミックスの加工粉量がラップ液のpHに及ぼす影響

SS41を試料としたラッピングで、 Al_2O_3 砥粒の破碎による砥粒の全表面積の増加がラップ液のpHを高くすることを見いだした。このラップ液のpHと Al_2O_3 砥粒との関係は、図5.12に示したように、試料としてアルミナセラミックスを用いたときの加工粉とラップ液のpHとの関係にもみられた。ここでは、図5.12でみたようにラップ液のpHと加工時間がほぼ直線関係を示す理由について考察する。

ダイヤモンド砥粒の破碎状態をSEMによって観察した結果を図5.18に示す。この図は未使用状態、10分間加工後および30分間加工後の砥粒のSEM像である。図から、砥粒粒径は加工時間が増しても30分間まではほとんど変化せず、砥粒の形状は加工後も未使用状態に近いことがわかる。従って、ダイヤモンド砥粒でアルミナセラミックスを加工する場合、加工能率は加工時間によって変わらず、単位時間当たりの加工粉の発生量も加工時間によらないと考えられる。事実、この考えは図5.12に示されるところである。

さらに、砥粒の形状は加工時間が増してもほとんど変わらないので、アルミナセラミックスの仕上げ面粗さも加工時間によってほとんど変わらないと考え

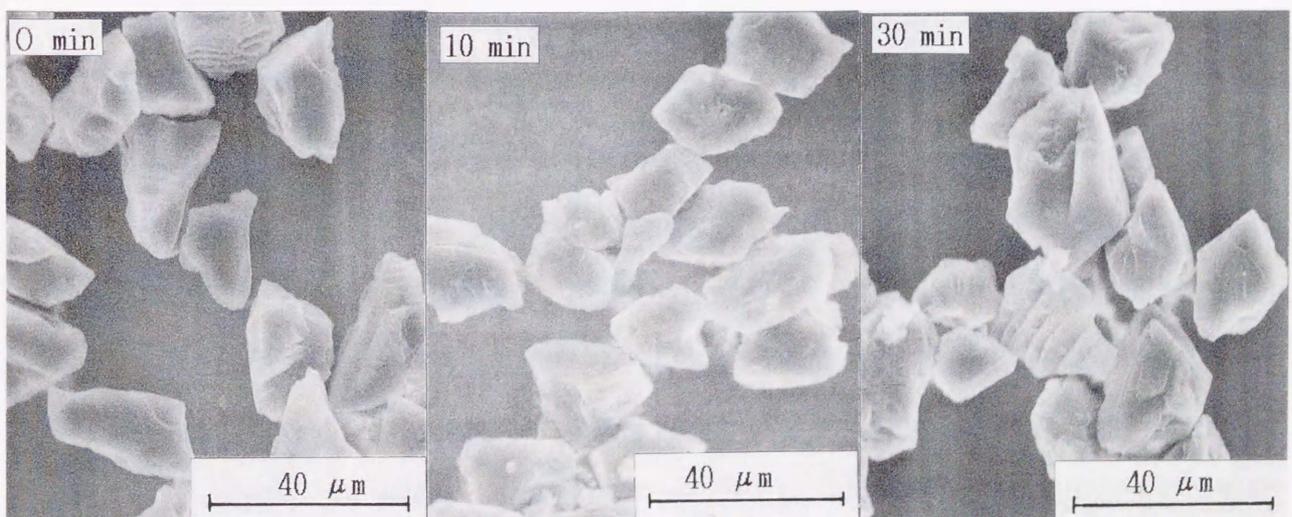


図5.18 ダイヤモンド砥粒のSEM像

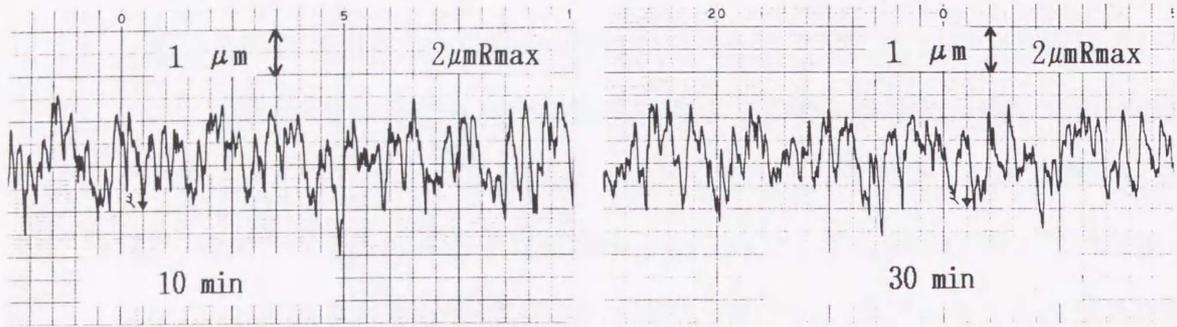


図5.19 試料(アルミナセラミックス)表面の形状

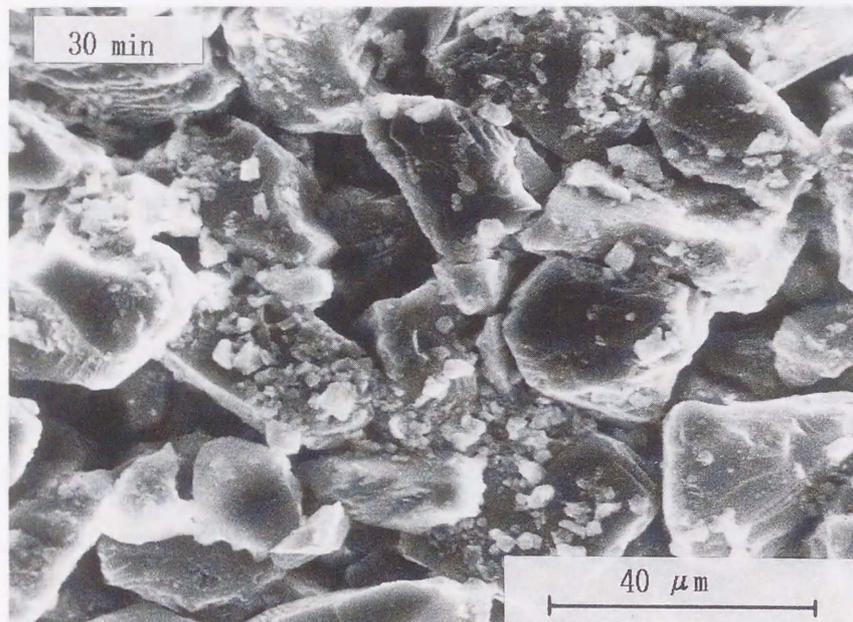


図5.20 ラップ剤のSEM像

られる。図5.19は10分間および30分間加工後のアルミナセラミックスの加工面の凸凹を表面粗さ計で測定したものである。上で考えたように、仕上げ面粗さは加工時間が増しても変わらない。すなわち、砥粒の1個1個が行うラッピング作用の大きさが30分間加工しても変わらないことを意味する。

そこで、加工後のラップ剤をSEMで観察したものを図5.20に示した。この図は30分間加工後のものである。図から、粒径 $30\mu\text{m}$ 程度のダイヤモンド砥粒に混在して、粒径が $5\mu\text{m}$ 程度の多くの微小な加工粉が確認できる。しかし、この

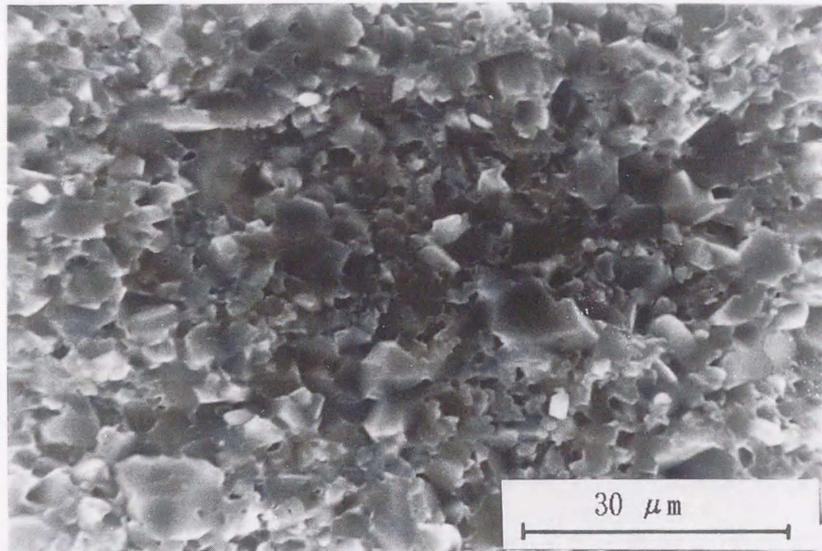


図5.21 試料(アルミナセラミックス)の破面

中には砥粒が破碎されて生じた微小粉も含まれると思われる。この微小粉の大部分がアルミナセラミックスの加工粉であるということは、次の理由による。図5.21はアルミナセラミックスを割ったときの破面で、その破面にみられる結晶粒の大きさが $5\mu\text{m}$ 程度ということである。ただし、ここでは微小結晶粒におけるセラミックスのマイクロ破壊は粒界破壊が支配的である⁵⁰⁴⁾のために、図5.21の微小結晶粒におけるアルミナセラミックスの破断面を粒界破壊としているが、破断面が粒界破断面であるとは同定されていない。

上に述べたことから、ラップ液のpHと加工時間が直線関係を示した理由は、加工時間が増してもアルミナセラミックスの加工粉の大部分が $5\mu\text{m}$ 程度の大きさであること、および加工時間が増しても加工能率が変わらないことから、ラップ液のpHを変化させる加工粉の表面積の増加速度が加工時間に対してほぼ一定であるためと考えられる。そのために図5.14にみられたようにラップ液のpHと加工時間がほぼ直線関係を示したものと考えられる。

5.5 小括

本章では、ラッピング加工における砥粒の破碎状態をラップ液のpH変化によっ

て知ることが可能かどうかについて基礎的な実験を行った。その結果、加工中の砥粒の破碎の進行状況がラップ液のpH変化として把握できることを明らかにした。このことはラッピング加工中のラップ液のpHをインプロセス計測することによって加工条件を制御できることを示唆している。

本章で得られた結果を要約すると以下のようなになる。

- (1) ラップ液のpHはラップ液中の砥粒の全表面積が増すにつれて高くなる。このことは試料にアルミナセラミックス、砥粒にダイヤモンドを用いたラッピングでも確かめられた。
- (2) ラップ圧力と加工時間をあらかじめ決めておけば、ラップ液のpHはラップ剤濃度を高めると低下するが、このpHの低下が緩やかになり始めるラップ剤濃度を最適ラップ剤濃度とすることができる。
- (3) 試料の初期表面粗さが粗いものと細かいものをラッピングしたとき、加工初期のラップ液のpH変化は初期表面粗さの細かい試料をラッピングするときの方が大きかった。すなわち、加工中に破碎された砥粒の全表面積の増加は初期表面粗さの細かい試料で大きかったことである。
- (4) ラップ液のpHを計測することによって加工条件の変化を検知する方法は、ラッピング加工のインプロセス計測に基づく自動化を可能にするものと思われた。

第6章 ラッピング加工条件のpH によるインプロセス計測

6.1 はじめに

ラッピング中の加工条件の変化を逐次検出することができるインプロセス計測の実現は、加工中、常に最適な加工条件が保たれるようなラッピング加工の制御を構築するうえで基礎的な問題である。

前章において、砥粒の破碎とラップ液のpH変化との関係から、ラップ圧力やラップ剤濃度(加工条件)の変化がラップ液のpHを計測することで定性的に把握できることを明らかにした。その結果から、ラップ液のpHを制御することによって最適な加工条件が維持できると考えられる。

本章では、この推測の妥当性を開ループ加工システムを用いて実証した。そのために、ラッピング加工中にラップ剤が連続的に供給できる制御系として、前章の位相差型精密自動研磨機を主体にした開ループ加工システムを作った。これを用いて、 Al_2O_3 砥粒による鉄鋼のラッピング加工中に生じるラップ圧力、加工速度、ラップ剤濃度あるいは加工面積の変化をラップ液のpH変化と関連づけることをインプロセスで試みた。

6.2 実験方法

6.2.1 試料

試料は外径210mm、内径190mmおよび厚さ10mmのリング状のSS41で、前章と同一の試料を使用した。また、加工中に加工面積が変化する試料も用いたが、それについては6.3.4で述べる。

6.2.2 実験装置

実験装置の概略を図6.1に示した。攪拌槽①内の攪拌機②で懸濁されたラップ剤はポンプ③によって位相差型精密自動研磨機④に連続供給される。直径が

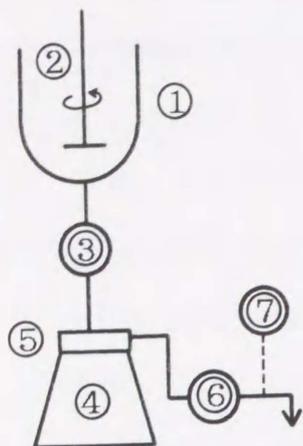


図6.1 実験装置の構成図

- ① 攪拌槽
- ② 攪拌機
- ③ ポンプ
- ④ 位相差型精密自動研磨機
- ⑤ ラップ
- ⑥ ポンプ
- ⑦ ポケット

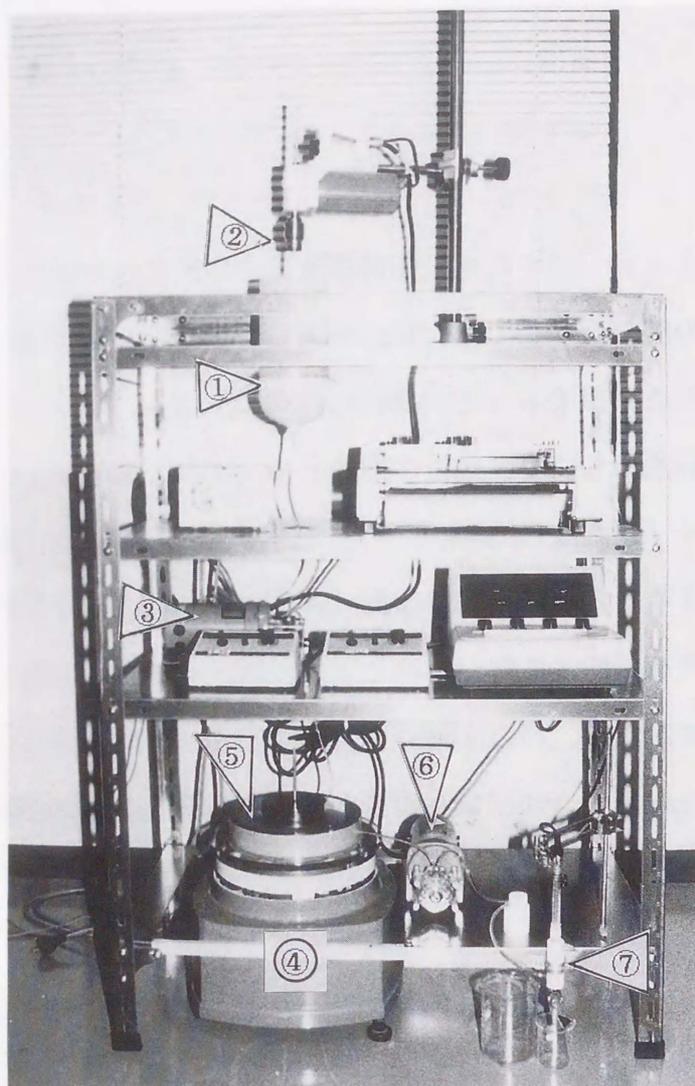


図6.2 実験装置

300mmの溝のない鋳鉄製のラップ⑤上で加工に使用されたラップ剤は、ポンプ⑥によって排出経路に送られる。ラップ液のpHは排出経路に設けられたポケット⑦内で計測される。図6.2は実際に構成した開ループ加工システムの実験装置である。図6.2中の番号は図6.1の番号が意味するものと同じである。

6.2.3 実験条件

表6.1に実験条件を示した。ラップ圧力と加工速度は実験の目的に応じて、

それぞれ10kPa、20kPa、30kPaおよび2.0rpm、2.4rpm、3.0rpmに変化させた。
 ラップ剤は砥粒粒径が約30 μ mのAl₂O₃砥粒と精製水の混合液で、その濃度は5g/lである。この5g/lの濃度は先に5.4.2で述べた考え方に基づいた最適ラップ剤濃度である。加工面積の変化を検出するための実験条件は6.3.4で述べる。

表6.1 実験条件

試料	S S 4 1	
ラップ	鋳鉄 (溝なし)	
ラップ圧力(kPa)	10 , 20 , 30	
加工速度(rpm)*	2.0 , 2.4 , 3.0	
砥粒	材質	Al ₂ O ₃
	粒径(μ m)	30
ラップ液	精製水	
ラップ剤濃度(g/l)	5	

*ここでは試料の公転速度をさす

本実験では一定濃度のラップ剤を研磨機へ連続的に供給する必要がある。そこで、ラップ剤の濃度を常に一定にして供給するためには攪拌槽内のラップ剤を完全に懸濁することが必要である。そのための最適な攪拌速度を以下のようにして求めた。一般にラップ液中で砥粒が均一分布に到達する状態は攪拌速度の上昇に伴いきわめて短時間に起こるが、それ以後は速度上昇に伴う懸濁の効果が緩慢になる。この限界速度は粒子浮遊限界攪拌速度とよばれ、これ以上の速度で攪拌すればよいことになる。本実験で使用した二枚羽根による円筒槽内の粒子浮遊限界攪拌速度 N_r は

$$N_r = K D^{-2/3} a^{1/3} \{(\rho_1 - \rho) / \rho\}^{2/3} (\mu / \rho)^{-1/9} (V_1 / V)^{-0.7} \quad (6.1)$$

のように実験式で表すことができる⁶⁰⁾。ここで、Dは槽内径(m)、aは砥粒直径(mm)、 ρ_1 と ρ は砥粒およびラップ液の比重、 μ は粘度(cp)、 V_1/V は砥

表6.2 (6.1)式中の各量の値

K	D (m)	a (mm)	ρ_1	ρ	μ (cp)	V_1 (cc)	V (cc)
187	0.11	0.03	3.96	1.00	1.00	100	41.3

粒のかさ容積(cc)と真容積(cc)の比で砥粒形状の補正項である。Kは攪拌槽の形状、攪拌翼の形状および攪拌翼の枚数で決まる定数である。表6.2に実験に用いたそれらの値を示した。それらの値を(6.1)式に代入すると、粒子浮遊限界攪拌速度 N_r は、

$$N_r = 143 \text{rpm}$$

になる。しかし、本実験ではより懸濁状態を均一にするために、143rpmより多少速い160rpmを攪拌速度とした。

6.3 実験結果

6.3.1 加工中にラップ圧力を変えたときのラップ液のpH変化

ラップ液のpH変化はラップ圧力が高いときには大きく、低いときには小さいことを5.4.1で明らかにした。本項ではこの結果に基づいて、加工中のラップ圧力の変化をラップ液のpH変化として検出した。加工システム内のラップ剤量は約50ml(ラップ上:約40ml、排出経路とポケット:約10ml)である。加工速度は2rpm、ラップ剤濃度は5g/lである。

図6.3の(A)はラップ圧力を10kPaから20kPaに、(B)は20kPaから30kPaに変化させたときのラップ液のpH変化である。ラップ圧力を10kPaから20kPaに変えた場合[図6.3(A)]、20kPaから30kPaに変えた場合[図6.3(B)]ともラップ圧力を高くすると一定値に近づくが、(A)の場合は約6.82から約6.92に0.1程度上昇して、また、(B)の場合は約6.92から約7.33に上昇することがわかる。

(A)の場合より(B)の場合のpH変化の方が大きい理由は、5.4.1で述べた

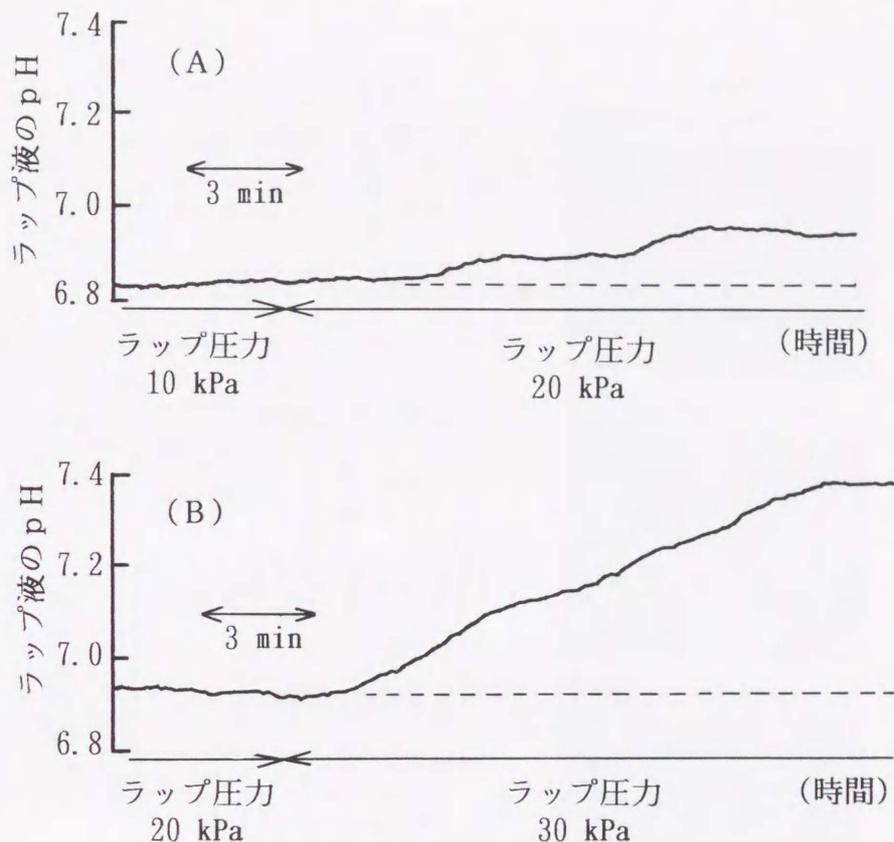


図6.3 ラップ圧力によるpHの変化

ように砥粒1個当たりに作用する力が大きくなり、砥粒の破碎による全砥粒表面積の増加が著しくなったためであると考えられる。そこで、ラップ圧力が10 kPa、20kPaおよび30kPaで加工後の砥粒をSEMで観察したものを図6.4の(A)に示す。砥粒の破碎状態の変化はラップ圧力を20kPaから30kPaに増加させたとき激しいが、10kPaから20kPaへの増加ではあまり激しくないことがわかる。従って、ラップ圧力を20kPaから30kPaに変えたときの方が全砥粒表面積は大きく増加するので、ラップ液のpHが著しく上昇することになる。なお、参考のために図6.4の(B)には、上述の各圧力で加工した試料の仕上げ面粗さも示してある。

6.3.2 加工速度(試料の公転速度)によるラップ液のpH変化

ラップ液のpHに影響を及ぼす因子の一つとして、加工速度の変化が考えられ

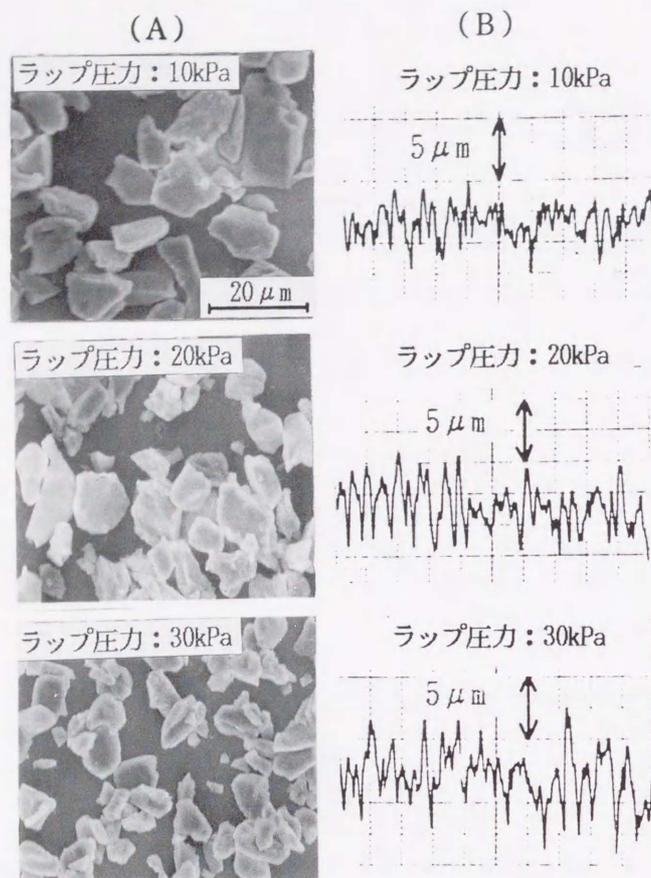


図6.4 砥粒と試料の表面形状

る。なぜなら、加工速度を変えると砥粒の破碎速度が変わり、その結果としてラップ液のpHが変化する可能性があるためである。そこで、加工速度を2.0rpmから2.4rpm、2.4rpmから3.0rpmに増加させた場合、および2.4rpmから2.0rpmに減少させた場合のラップ液のpH変化を調べた。その結果をそれぞれ図6.5(A)、(B) および (C) に示した。加工速度を2rpmから3rpmの範囲で変化させた理由は位相差型精密自動研磨機がこの加工速度の範囲で通常使用されるからである。また、このときのラップ圧力は20kPaとした。図6.5の(A)と(B)から、加工速度を増加させるとラップ液のpHは時間とともに高くなり、その後最大値を経て徐々に低下して一定値に近づくことがわかる。一方、図6.5(C)に示したように加工速度を減少させるとラップ液のpHは低くなり、最小値を経て一定値に近づく。しかし、加工速度を変化させてから十分時間が経った後のラップ液

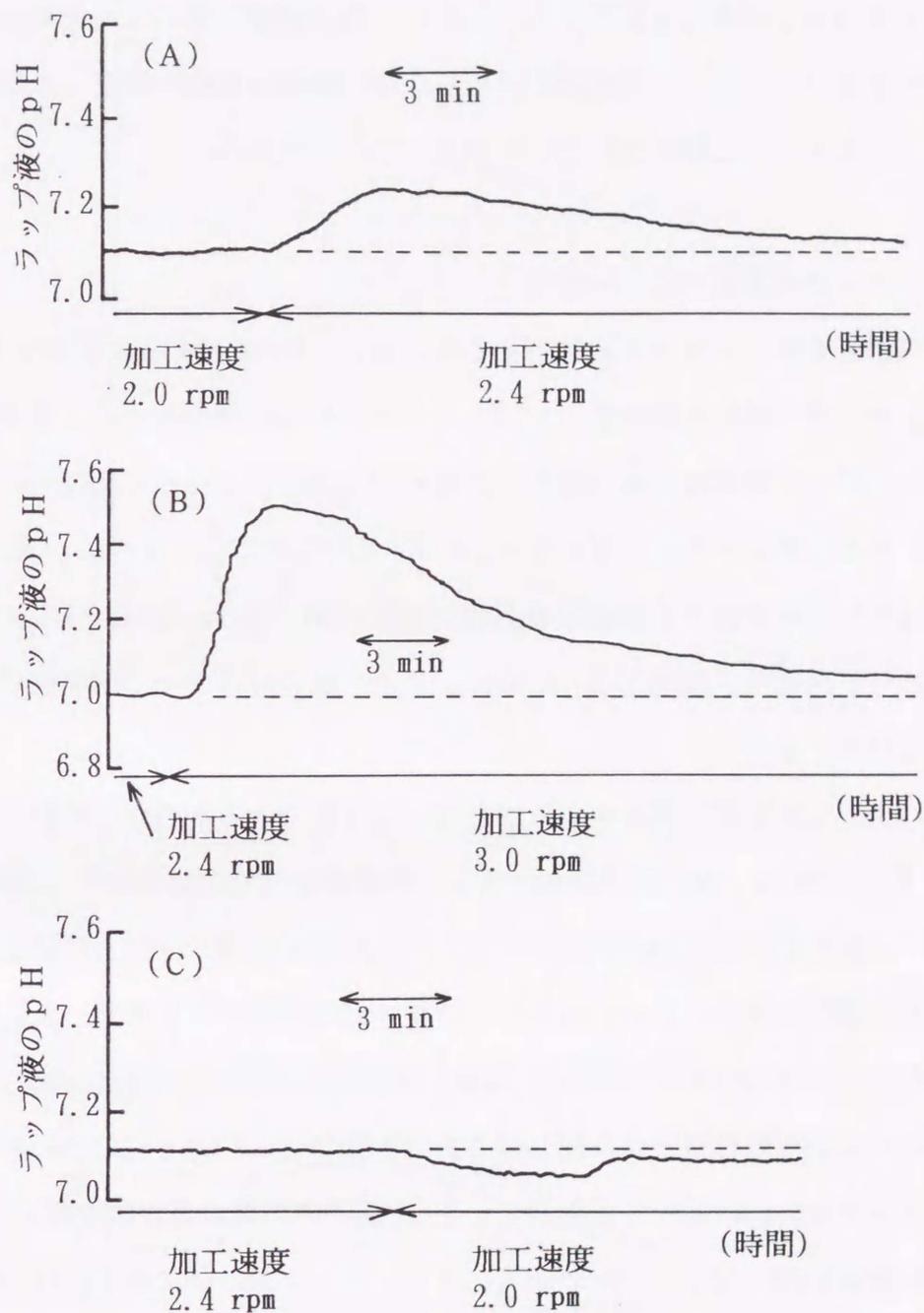


図6.5 加工速度の変化にともなうラップ液のpH変化

のpHの定常値は (A)、(B) および (C) において、加工速度を変える前の定常値に比べてそれぞれ0.02、0.08程度の微小増加および0.02程度の微小減少である。

ラップ液のpHの定常値が加工速度を増加させることによって少し高くなり、

逆に加工速度を減少させることによって少し低くなることから、ラップ液のpHは厳密に言えば加工速度にも関係する。しかし、加工速度を変える前後のpHの差が極めて小さいことから、本実験で採用した加工速度の変化の程度では砥粒の破碎状態はほとんど影響を受けないと考えてもよいであろう。

6.3.3 ラップ剤濃度の変化の検出

ラップ剤濃度をインプロセスで検出することは、7.1で後述するように加工量を増加させたり、試料の表面粗さを向上させるための制御を行う上で重要なことである。ラップ剤濃度の変化はラップ液のpHを計測することで間接的に知ることができると考えられる。なぜなら、4.5.2で明らかにしたように、ラップ液のpHは砥粒の破碎による全砥粒表面積の増加で高くなる。もし、ラップ剤濃度を高めれば全砥粒表面積が増えるので、ラップ液のpHはラップ剤濃度によっても変わるはずである。

そこで、ラップ剤の濃度変化をインプロセスで計測できるか否かの検討を行った。ラップ圧力20kPa、加工速度2rpm、ラップ剤濃度5g/lでSS41を加工している最中に、0.3gあるいは0.5gの未洗浄の Al_2O_3 砥粒を直接ラップ上に添加してラップ剤の濃度を変え、このときのラップ液のpHの時間的变化を調べた。実験結果を図6.6の(A)と(B)に示した。なお、添加した Al_2O_3 砥粒0.3gはラップ上で作用している砥粒量とほぼ同じ量である。図から、(A)と(B)のいずれの場合もラップ液のpHは砥粒を添加してから4分間程度後に最大値を経て15分程度で添加前のpHに戻ることがわかる。また、ラップ液のpHの最大値は(A)より(B)の方が大きいこともわかる。

Al_2O_3 砥粒の添加によってラップ液のpHが高くなる原因としては、図6.7に示すように砥粒を添加することによって生じた全砥粒表面積の増加によるもの、すなわち砥粒の破碎をとみなさない全砥粒表面積の増加(斜線の部分)と添加した砥粒が加工中に破碎されたことによって生じた全砥粒表面積の増加(白色の部分)によるものの2つが考えられる。これらのうち砥粒の破碎をとみな

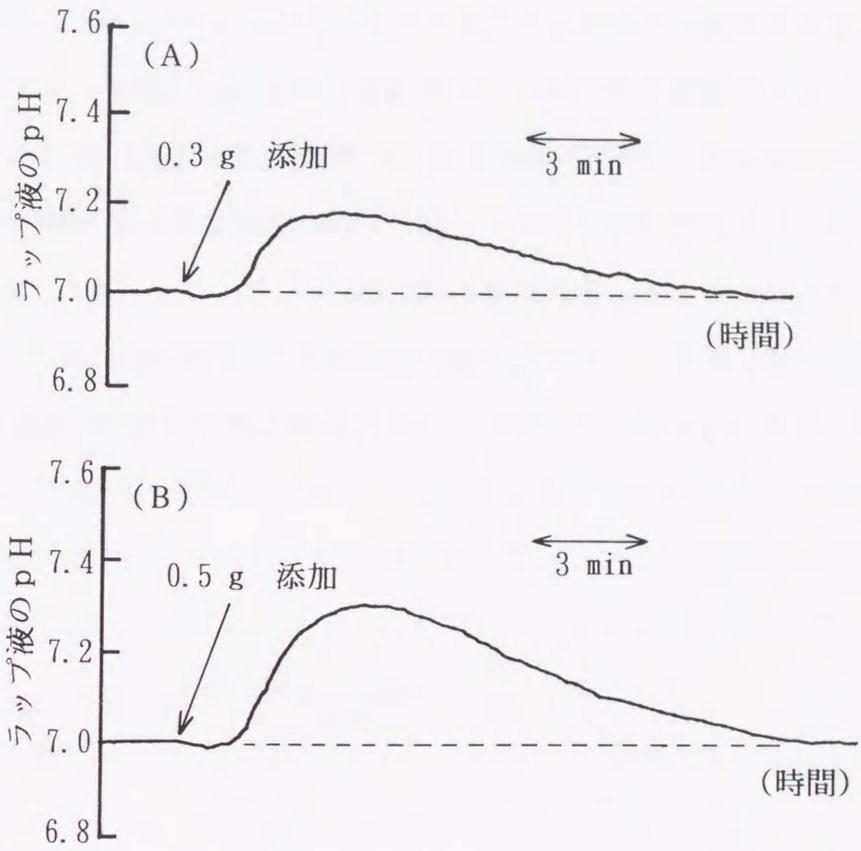


図6.6 ラップ剤濃度を変化させたときのラップ液のpH変化

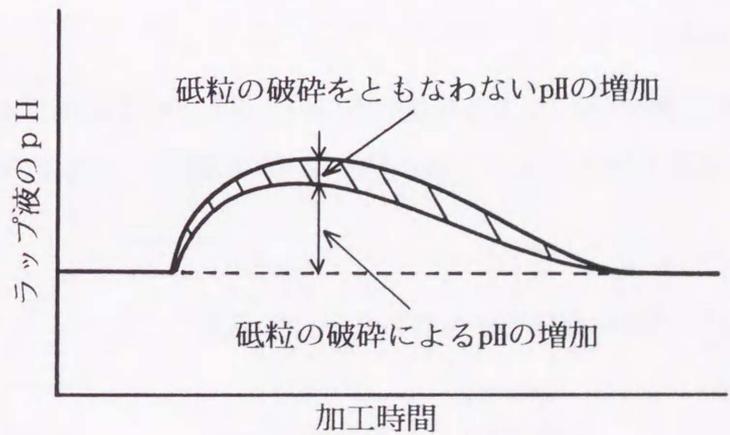


図6.7 砥粒の添加によってpH増加させる因子(模式図)

い全砥粒表面積の増加(斜線の部分)は加工とは無関係にラップ液のpHを上昇させることになる。そこで、添加した砥粒の破碎によるpH上昇分だけを検出する

ために、あらかじめ精製水で洗浄した砥粒0.5gをラップ上に添加してpHの時間的変化を計測した。精製水での洗浄は、未使用砥粒の表面に水素イオンを十分吸着させて添加時にはラップ液中の水素イオンの吸着をできるだけ少なくすること、あるいは砥粒の製造過程で表面へ付着したpHに影響を与える物質^{60,2)}を表面から除去するためである。実験結果を図6.8に示した。ラップ液のpHが上昇して添加前の状態に戻るまでの時間や最大値に達するまでの時間は、図6.6の(A)や(B)の場合とほぼ同じであるが、pH変化の最大値は同じ量の砥粒を添加した図6.6の(B)と比較して0.1程度小さくなっていることがわかる。

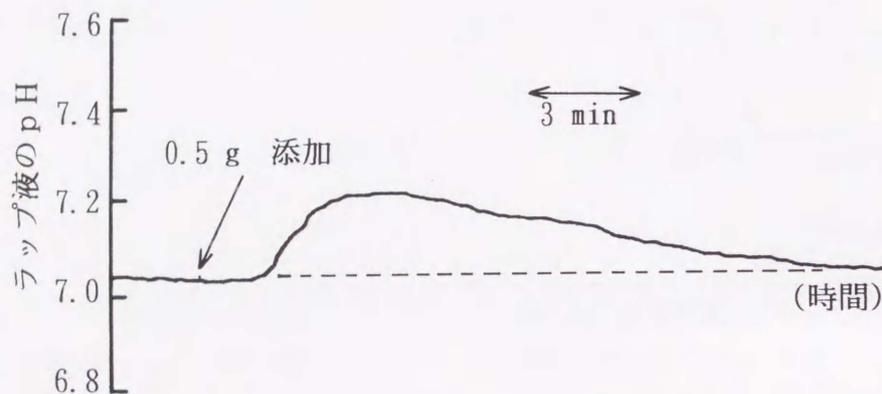


図6.8 ラップ剤濃度を変化させたときのラップ液のpH変化(洗浄砥粒)

ここで、図6.7の模式図で示したように図6.6(B)と図6.8の実験結果を重ね合わせると、砥粒の破碎をとみなわないpH増加(斜線の部分)と砥粒の破碎に

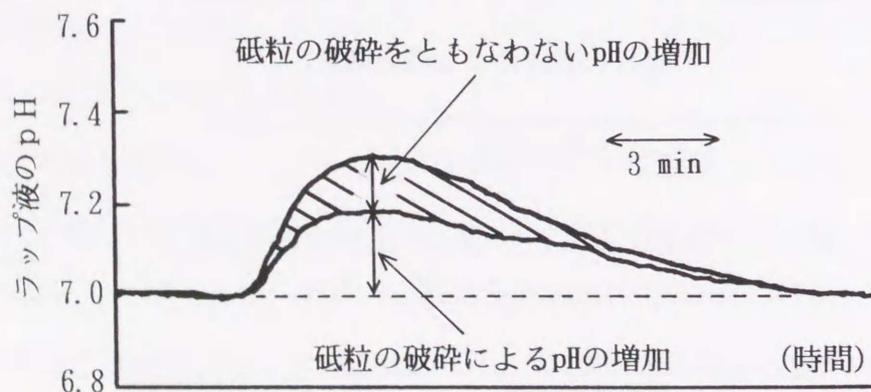


図6.9 砥粒の添加によってpH増加させる因子

よるpH増加（白線の部分）は図6.9に示すように区別して表すことができる。図から、ラップ剤濃度を高めたことで生じるラップ液のpH増加のうち砥粒の破碎をともなわないpH増加（斜線の部分）はpH変化の初期の頃に及ぼす影響が大きいことがわかる。

6.3.4 試料の加工面積変化の検出

5.3.5の表5.2に示したように、ラップ液のpH変化は試料の初期表面粗さが細かいものは粗いものに比べて大きい。初期表面粗さの違い、すなわち砥粒と試料との接触面積の違いがラップ液のpH変化の差として現れるので、加工中の加工面積の変化はラップ液のpH変化としてインプロセスで計測できるものと考えられる。

そこで、加工中に加工面積を変えたときにラップ液のpHがどのように変化するかを調べるために、図6.10に示したような、加工面積の4分の1が基準面よりも約50 μm 低い面を有する試料1、および8分の1が基準面よりも約50 μm 低い面を有する試料2を用いて実験を行った。この低い面が基準面と同一の高さになるまでラッピングを行い、ラップ液のpHの時間的変化を調べた。なお、試料1と試料2の材質はSS41、加工前の表面は研削によって15 μmRmax 程度に仕上げ

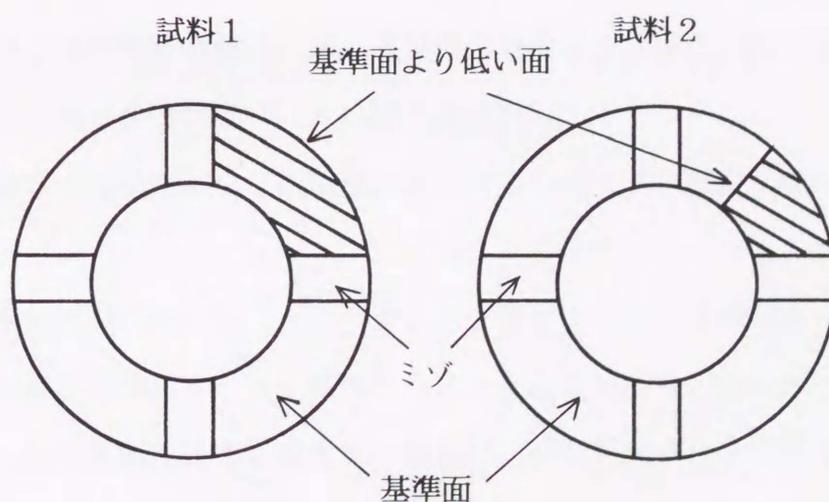


図6.10 加工面積変化検出用試料

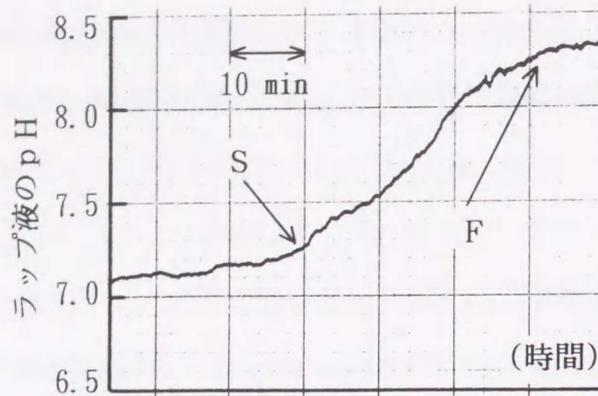


図6.11 加工面積の変化にともなうラップ液のpH変化
(低い面の面積：300mm²)

た。ラップ圧力は40kPa、加工速度は3rpm、ラップ剤濃度は10g/lである。

試料1の加工時に用いたラップ液のpHの時間的变化を図6.11に示す。ラップ液のpHは最初pH=7.1程度の一定値を示しているが、ある点SからF点まで上昇し、それ以後pH=8.3程度の一定値を再び示す。ここで、S点およびF点までラッピングしたときの加工面の状態と砥粒の形状を図6.12に示した。この図に示されている加工面の研磨痕の状態から、基準面より低い面はS点付近で加工され始めること、また、F点付近はこの低い面が基準面と同じ高さになっていることがわかる。砥粒粒径はS点付近で取り出したものの方がF点付近のものよりも大きく、それぞれ約25 μ mと約20 μ mであった。

S点からF点へpHが上昇する理由は、砥粒と試料の接触面積が大きくなったことと図6.13に示すようにリング状試料の内側に入った砥粒が外へ逃げ出しにくくなることで加工に関与して破碎される砥粒数が増し、その結果、全砥粒表面積が増加したことによると考えられる。

次に、図6.14に試料2を用いて実験したときのラップ液のpHの時間的变化を示した。ラップ液のpHは最初一定値を示し、その後上昇して再び一定値を示す。ただし、試料1で得られた結果(図6.11)に比べてF点におけるpHは低い。試料2を用いた場合、すなわち基準面より低い面の面積が小さくなくてもラップ液のpH変化が起こることが確認できた。

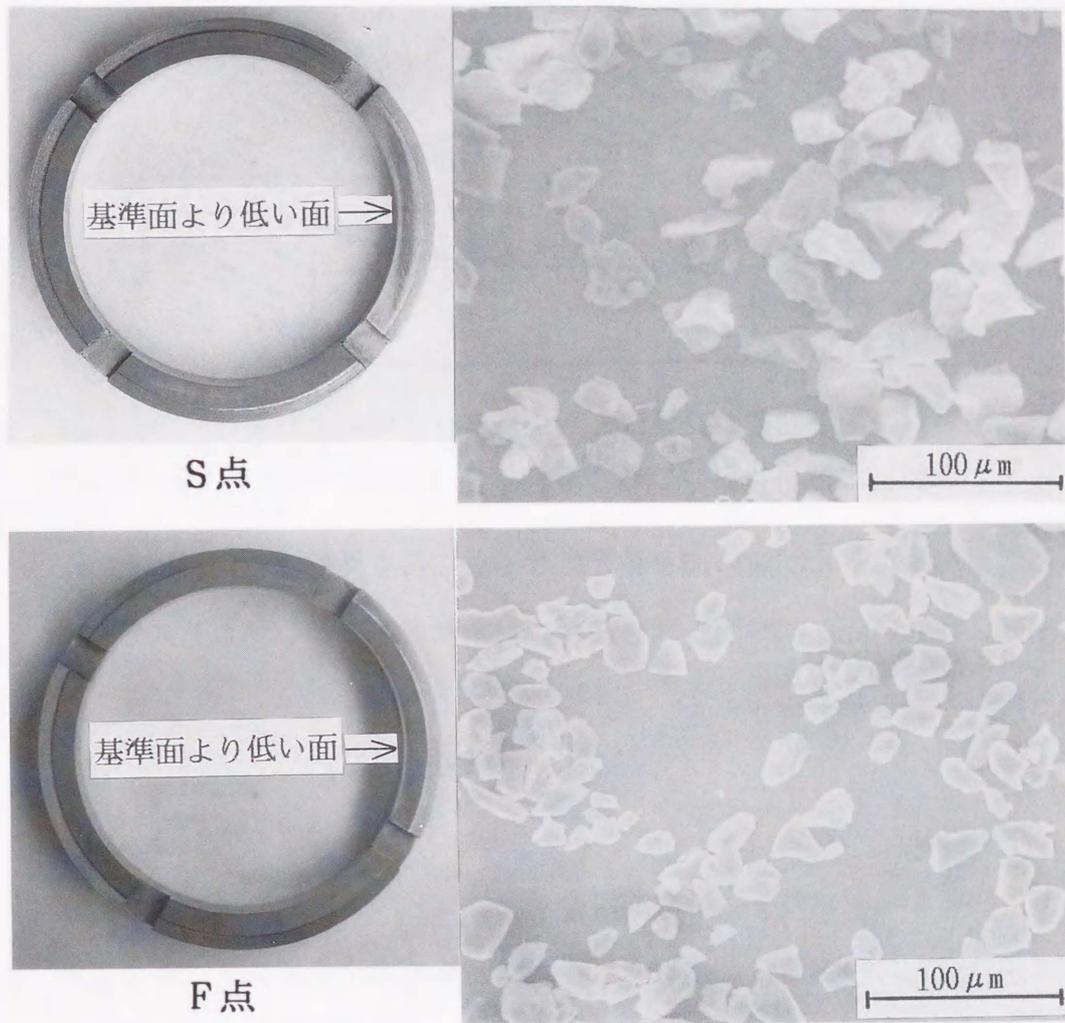


図6.12 図6.11のS点およびF点まで加工したときの加工面の状態と砥粒

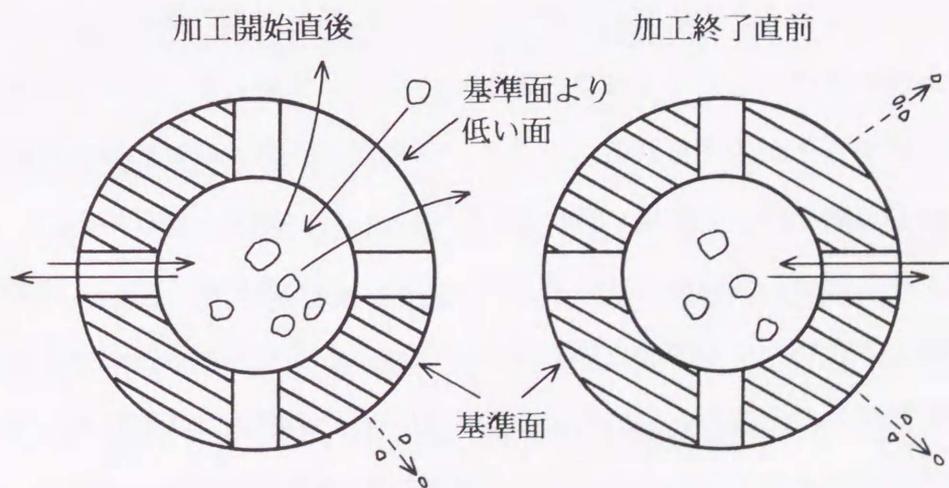


図6.13 試料形状の違いが加工に關与する砥粒数に及ぼす影響

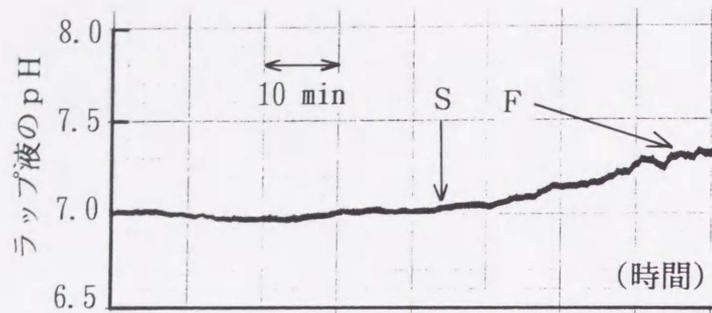


図6.14 加工面積の変化にともなうラップ液のpH変化
(低い面の面積：150mm²)

以上の結果から、ラップ液のpHが最大になるところを検出することによって、基準面より低い面が基準面と同じ高さになったことをインプロセスで知ることが可能であるとわかった。

6.4 考察

6.4.1 加工面積変化の検出上の問題点

ラップ液のpHを検出することによって、加工面積の変化をインプロセスで計測する方法を確立した。ここでは、本方法をさらに高精度な検出方法とするための課題のいくつかを以下に述べる。

- (1) 試料の形状がリング状であるために基準面より低い面の一部分が基準面と同じ高さになることで、図6.15に示したようにリングの内側に入ったラップ剤が外へ逃げ出しにくくなり、あたかも全面が接触したかのような加工形態を示すことが考えられる。そこで、基準面より低い面に約50 μ mの傾きをつけて実験を行った結果、図6.16(A)のような、最初一定値を示し、その後上昇し再び一定値を示すようなラップ液のpH曲線が得られた。図中の基準面より低い面が基準面と同じ高さになったと考えられるF点でこの低い面を観察したところ、(B)のような未加工部分を残した状態であった。従って、砥粒を包み込むようなリング状の試料の場合は前加工時の平行度

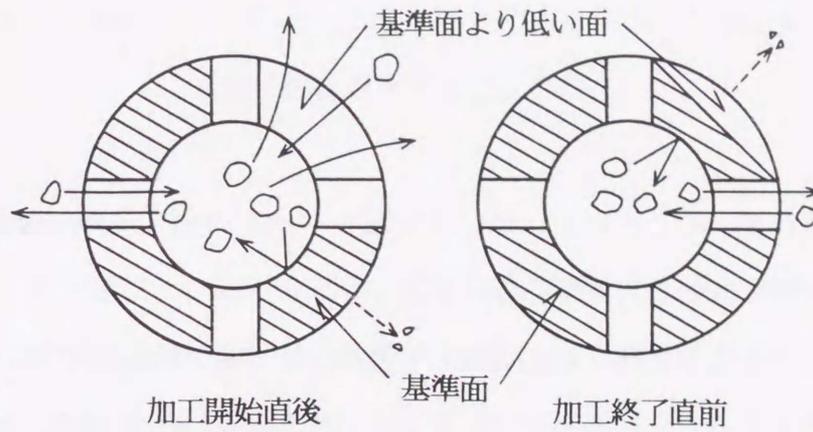


図6.15 加工面積の変化が正しく検出されない場合の加工面状態

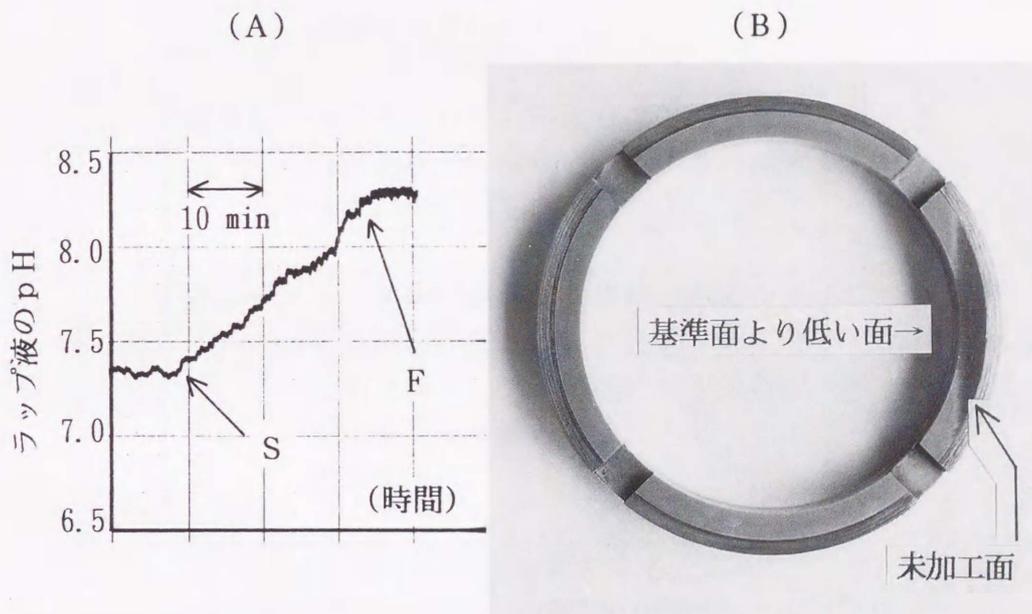


図6.16 試料の前加工が悪い場合の実験結果

を十分良くする必要がある。

- (2) ラップ上でのラップ剤の分散を良好にすることが重要である。すなわち、ラップ上でのラップ剤濃度の分布が不均一になると砥粒の破碎のされかたや砥粒の利用率がラップ上の場所によって変わるからである。このためには、ラップ剤をラップへ均一に供給できる装置の開発が必要である。

上述した(1)、(2)が加工面積の変化の検出を高精度に行うために必要な条

件であると思われる。

6.5 小括

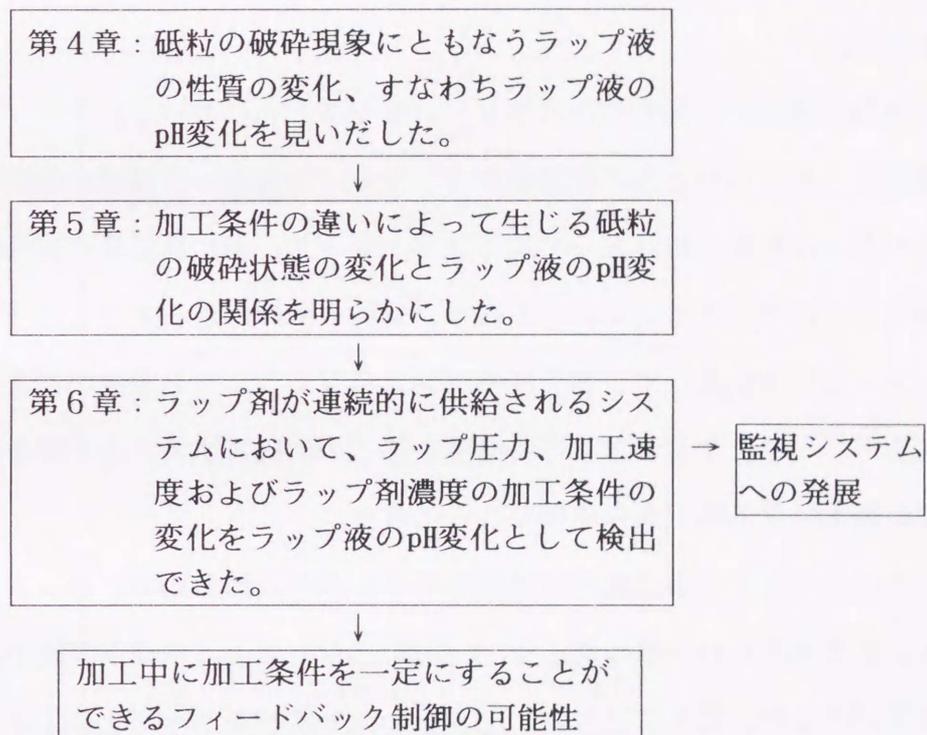
ラップ液のpHを計測することによって、ラッピング加工の加工条件の変化をインプロセスで評価できることを明らかにした。

すなわち、ラップ圧力の変化、加工速度の変化およびラップ剤濃度の変化はラップ液のpHを測定することによってインプロセスで検出できた。また、加工中に起こる加工面積の変化もラップ液のpHを計測することによりインプロセスで知ることができた。

第7章 ラッピング加工特性の 制御の可能性

7.1 はじめに

第4章、第5章および第6章において、加工条件であるラップ圧力、加工速度およびラップ剤濃度の変化は、次の流れ図に示すように、ラップ液のpHを指標としてインプロセスで検出できることを明らかにした。



上に述べた流れ図より、加工中に加工条件を一定にすることができるフィードバック制御や監視システムへの発展が可能であると考えられる。

本章では、加工条件を制御することで、ラッピング加工における重要な課題の1つである加工能率を高めること、すなわち効率の良い加工が行われるための可能性について検討する。

フィードバック制御を取り入れた加工システムを実現するためには、制御対象の線形化、調節部のパラメータの設定および調節部や操作部などの制御装置

を開発することが大きな課題となるが、ここでは制御対象の線形化について述べるにとどめる。

7.2 制御対象

加工能率は主にラップ圧力、加工速度およびラップ剤濃度に影響されることが知られている。これらの加工条件の中でラップ圧力と加工速度は研磨機の初期条件の設定でほぼ一定にすることができるから、加工中に生じるラップ剤濃度の変動を制御することができれば、さらに加工能率の高いラッピング加工が可能である。

ラップ剤が連続的に供給されるラッピングシステムにおいて、ラップ圧力と加工速度を一定にしたときの加工能率は、ラップ剤濃度が高濃度の場合では砥粒同士が互いに転動を妨げあって加工能率が低下し、逆に低濃度の場合では砥粒1個あたりに作用する力が大きくなり、砥粒の破碎が進みすぎて低下することがわかっている。従って、加工能率が極大になるラップ剤濃度が存在することになる^{701) 702)}。すなわち、この濃度を加工中に維持することができれば加工能率が最大になる加工条件を得たことになる。

ところで、ラップ剤が連続的に供給されるシステムにおいて、ラップ剤濃度を変化させると図7.1(一部は図6.6にて前述)に示したようなラップ液のpHの時間的変化が得られた。図中には0.1g、0.3g、0.5gの砥粒をラップ上に添加してラップ剤濃度変化を与えたときのpH変化の結果を示した。

図7.2は図7.1(A)、(B)、(C)のラップ液のpHの最大値と添加した砥粒重量の関係である。横軸は添加した砥粒重量(ただし、ラップ上の真の砥粒重量は連続的に供給されている砥粒重量と添加した砥粒重量の和である)、すなわちラップ剤濃度を意味し、縦軸はラップ液のpHである。図から、ラップ剤が連続的に供給されるシステムにおけるラップ剤濃度とラップ液のpHは図中の直線で示した関係になることがわかる。つまり、直線上の一点Pで仮定した最大加工能率が得られるラップ剤濃度をあらかじめ見いだしておけば、その点に対応

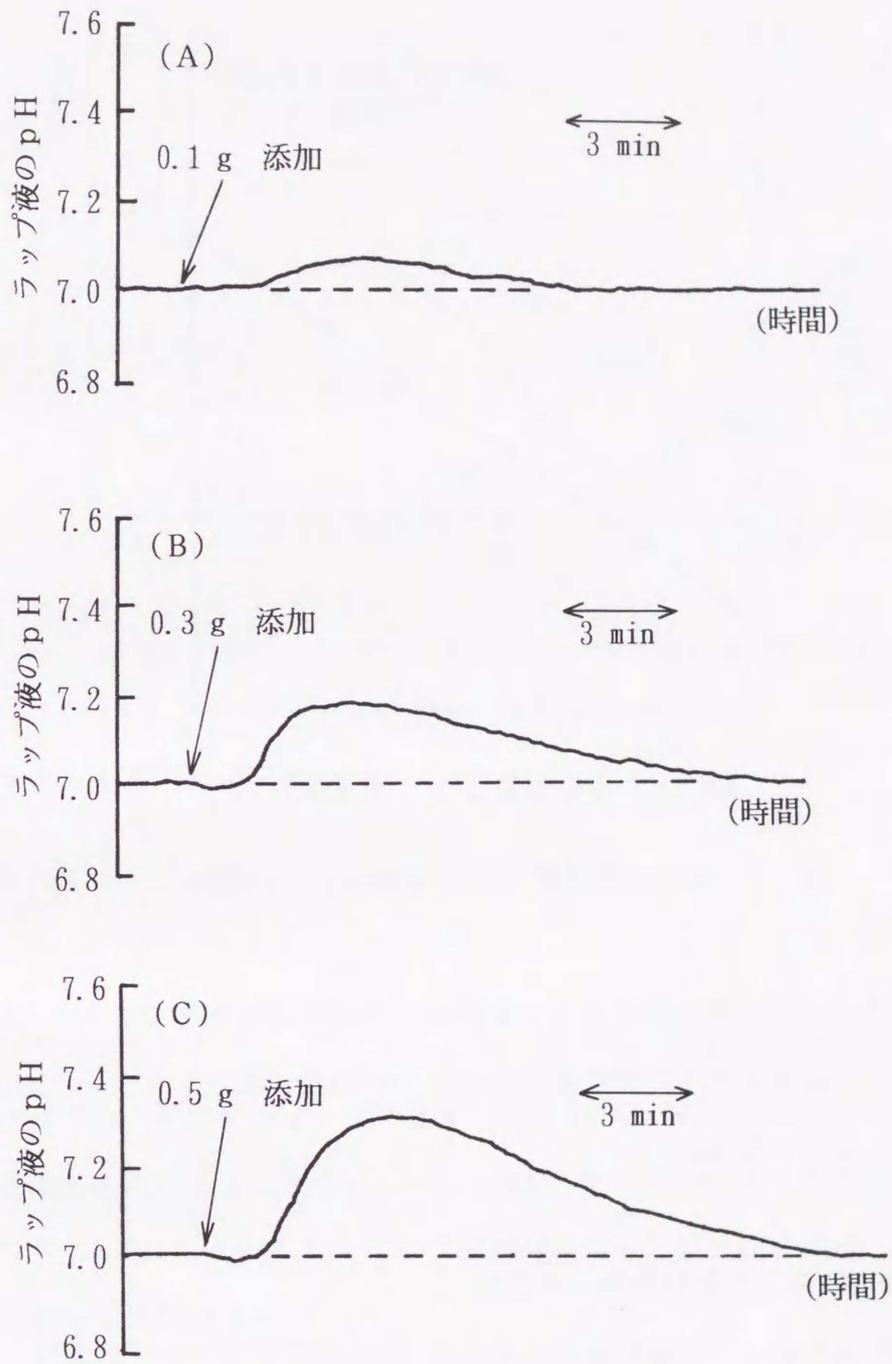


図7.1 ラップ剤濃度を変化させたときのラップ液のpH変化

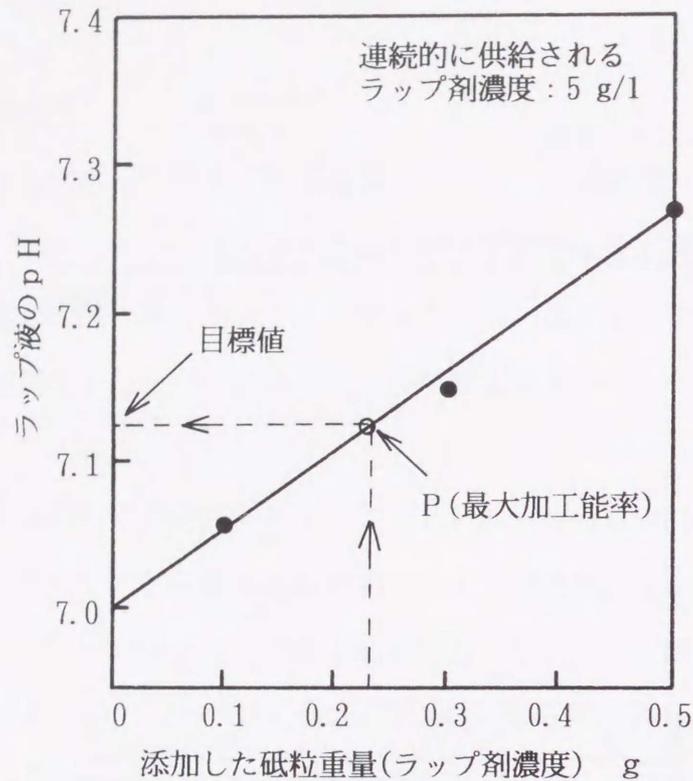


図7.2 ラップ剤濃度とラップ液の pH の関係

したラップ液の pH の定置制御を行えば最大加工能率付近を制御できることになるので、加工中に最大加工能率を維持するための制御対象としてラップ液の pH を用いてよいことになる。

7.3 制御対象の二次遅れ要素への近似

制御系設計のためには制御対象の入力と出力(本研究ではラップ剤濃度とラップ液の pH)の関係、すなわち伝達関数を決定することが必要である。

図7.3は図7.1のラップ剤濃度を高めたときのラップ液の pH 変化の様式図である。矩形波状にラップ剤濃度を高めると、ラップ液の pH は上昇するまでにある程度時間を要してから徐々に最大になり、その後は時間とともにゆっくり減少して初期値にもどる。このラップ剤濃度とラップ液の pH との関係は、むだ時間

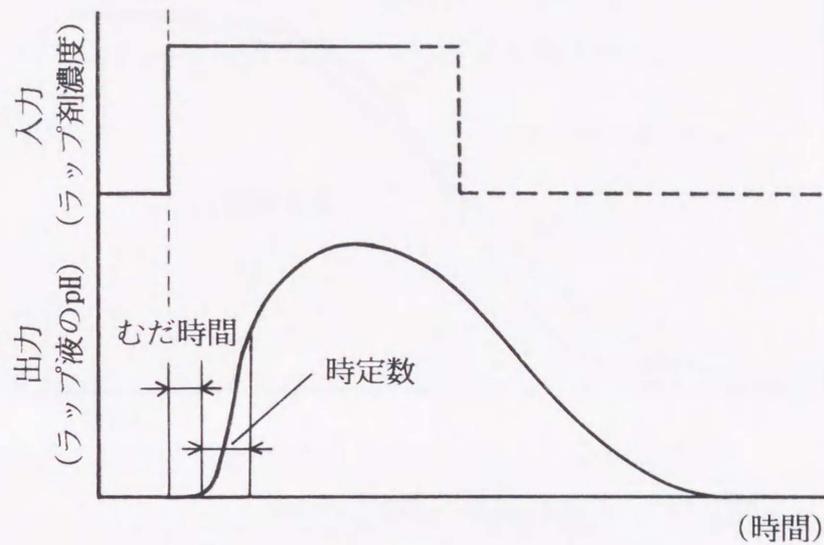


図7.3 ラップ剤濃度を変化させたときのラップ液のpH変化(模式図)

を含む二次遅れ要素の伝達関数 $G(S)$

$$G(S) = K e^{-sL} / (1 + TS)^2 \quad (7.1)$$

で表すことができるであろう。ここで、 L はむだ時間、 T は時定数、 K は比例定数、 S はラプラス変換パラメータである。図7.1から、むだ時間 L 、時定数 T 、比例定数 K を求めると $L = 1 \text{ min}$ 、 $T = 3 \text{ min}$ 、 $K = 1/2 \text{ g}^{-1}$ となるので、これらの値を(7.1)式に代入すると、ラップ剤濃度とラップ液のpHの関係、すなわち制御対象の伝達関数は

$$G(S) = e^{-s} / 2(1 + 3S)^2 \quad (7.1)'$$

となる。

しかし、実際に制御系を構成するにはできるだけ少ない情報でその制御系を

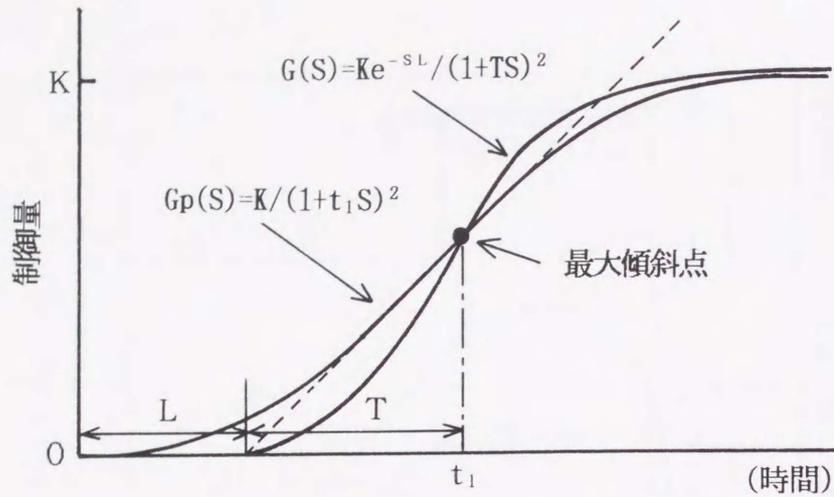


図7.4 二次遅れ要素への近似方法

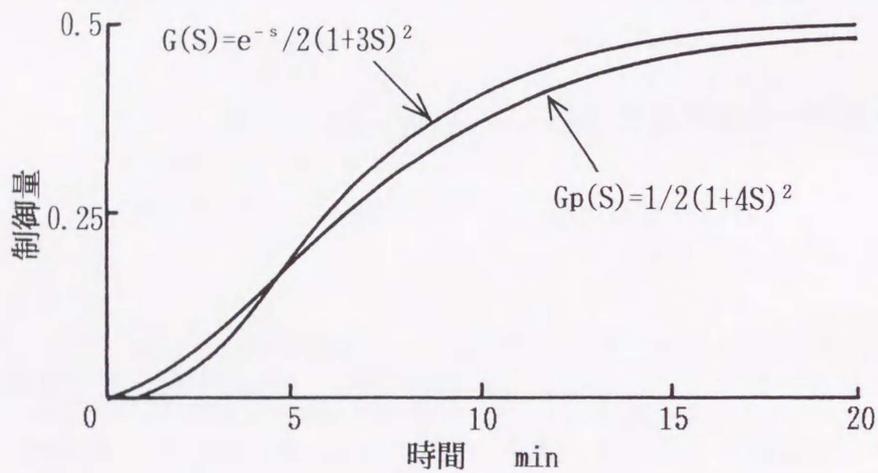


図7.5 近似された制御対象のステップ応答による比較

設計することが望ましい。本研究では(7.1)式のLを除いてKとTだけで制御対象の伝達関数を近似して表した。図7.4に(7.1)式をKとTだけで近似する方法を示した。つまり、むだ時間を含まない二次遅れ要素の伝達関数 $G_p(S)$

$$G_p(S) = K / (1 + t_1 S)^2 \quad (7.2)$$

を選定して、(7.1)式の接線の傾きが最大になる時間 $L+T$ と(7.2)式の接線の傾きが最大になる時間 t_1 が一致するように(7.2)式の時定数 t_1 を定めた。ここで、(7.2)式に $t_1=4 \text{ min}$ (図7.1の L と T を加えた値)、 $K=1/2 \text{ g}^{-1}$ を代入すると、(7.1)'式は

$$G_p(S) = 1 / 2 (1 + 4 S)^2 \quad (7.2)'$$

と近似して表すことができる。(7.1)'式と(7.2)'式のステップ応答を図7.5に示した。両式のステップ応答は良く似ていることがわかる。

上述したことから、ラップ剤濃度とラップ液のpHとの関係を表す伝達関数は(7.2)'式のような二次遅れ要素として近似できることが明らかになった。

7.4 ラップ液のpHを制御量としたフィードバック制御の取り扱い

ここでは、二次遅れ要素に近似された制御対象の伝達関数(7.2)'式の取り扱いについて述べる。

図7.6にフィードバック制御系のブロック線図を示す。本研究の場合は操作量がラップ剤濃度で、制御量がラップ液のpHである。また、図中の K_p 、 T_i 、 T_d は調節部のパラメータで、それぞれ比例感度、積分時間、微分時間を示している。

まず、調節部の制御動作とそのパラメータの設定が必要である。(7.2)'式の

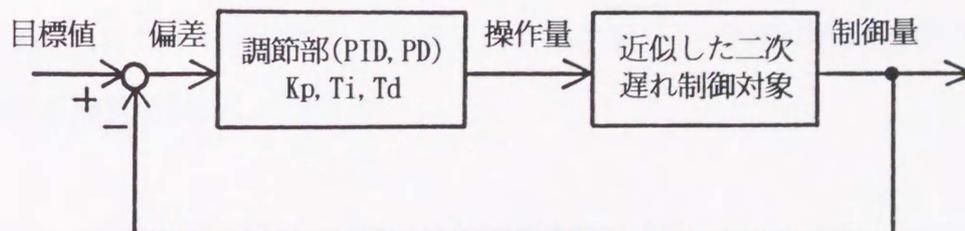


図7.6 ラップ液のpHを制御量とした制御系のブロック線図

ように求められた制御対象(本研究の場合はラップ液のpH)は応答速度が遅く、むだ時間が長いので、制御動作はP I動作(Proportional and Derivative action)またはP I D動作(Proportional Integral and Derivative action)が適当であると思われる⁷⁰³⁾。パラメータについてはZiegler-Nicholsの限界感度法とインディシャル応答法などを用いて決定することができる。さらに、近年では状態変数を導入した現代制御理論によりパラメータを決定する方法もある。現代制御理論を用いれば、適当な評価関数⁷⁰⁴⁾を設け、それを最小にするような最適操作量を純数学的に決定することで制御対象の最適な制御動作とそのパラメータを同時に求めることができる。

実際のフィードバック機構をもった制御系を構成するためには制御装置である検出器、調節計および操作用機器が必要になる。検出器は測定感度が0.01pH以上のpHメータ、調節計は制御動作やパラメータが容易に変更できるコンピュータとして簡単に手に入るパーソナルコンピュータで十分であると思われる。操作用機器としては砥粒とラップ液の混合割合を変化させることができる装置が必要である。

7.5 小括

制御対象の線形化について調べた結果、ラップ剤濃度とラップ液のpH変化の関係は近似二次遅れ要素の伝達関数として表現できることがわかった。また、この制御対象の特性を利用して、ラップ液のpHを制御量とした加工能率を高めるためのフィードバック制御が可能であるという展望を得た。

第8章 総括

本論文は、ラッピングという機械的な研磨加工で発現する現象をラップ液の物理化学的变化を通して理論的な解明を行い、その結果に基づいて、ラップ液のpHを指標としたラッピング加工方法を提唱したことについて述べている。以下に各章で得られた結果を要約する。

第1章は緒論で、まず、ラッピング加工の特徴を述べ、加工上の解決しなければならない問題点について指摘した。ついで、本研究の目的と意義について述べた。さらに、ラッピング加工に関する国内外の研究状況について触れ、本研究の必要性を明らかにし、本研究の概要を述べた。

第2章では、いわゆるラップ焼けと称される加工損傷のメカニズムの解明と防止方法を検討するための研究を黄銅を用いて行った。具体的には、界面活性剤水溶液のラップ液を用いたときのラップ焼け面の観察、蛍光X線によるラップ焼け面の付着物分析、光学顕微鏡によるラップ焼け面の側方からの観察、ラップ焼け面の水素還元、非酸化性ラップ液を用いた加工に関する実験を行った。その結果、黄銅のラップ焼けは、従来から言われているような試料表面に生じる酸化が主な原因ではなく、ラップや砥粒からの破碎粉および加工粉の一部がラッピング過程で試料表面に付着あるいは埋め込まれて微小粉の層をつくる現象であることを明らかにした。

界面活性剤水溶液のラップ液がラップ焼けを防止したり、加工能率を向上させるといふ本章の研究結果から、加工中に果たすラップ液の物理化学的作用の重要性を指摘した。

第3章では、ラップ液に使用した界面活性剤の極性がラップ焼けと加工量に及ぼす影響を調べた。その結果、ラップ焼けの防止にはアニオン系界面活性剤

がカチオン系や非イオン系界面活性剤と比較して、特に、効果的であることを見いだした。また、加工能率は、ラップ液を水とした場合と比較して、界面活性剤水溶液を使用した方が高くなることがわかった。さらに、界面活性剤がラップ焼けを防止するメカニズムについて検討した結果、ラップ焼けの防止のメカニズムはラップや試料からの帯電した微小粉に界面活性剤分子が吸着することで生じる微小粉の分散現象に起因していることを明らかにした。

第4章では、第3章で述べた微小粉の帯電現象を検証するための実験を行った。まず、砥粒の結晶構造の解析を行って、その結晶系を調べた結果、結晶構造が α - Al_2O_3 であって、表面は電氣的に負に帯電していることがわかった。次に、結晶系が明らかになった Al_2O_3 砥粒をアセトンと沃素の電解液中で電気泳動を行い、水素イオンが砥粒表面へ吸着することを実証した。砥粒表面への水素イオンの吸着現象を考察することにより、ラッピング加工中に破碎された砥粒表面には水素イオンが吸着し、ラップ液のpHが破碎による砥粒の表面積変化に対応して変化することを明らかにした。その結果、ラップ液のpHがラッピングの加工条件の変化をインプロセスで把握できる指標(観測量)になりうることを見いだした。

第5章では、第4章で見いだしたラップ液のpHを指標としたラッピング加工の基礎的な実験を行い、加工中の砥粒破碎とラップ液のpHの関係を調べた。その結果、ラップ液のpHを測定することにより、加工中に生じる砥粒の破碎状態を定性的に知ることができ、また砥粒の破碎現象に関連する最適なラップ圧力と最適なラップ剤濃度の推定が可能になった。さらに、ラップ液のpHを指標とした加工方法はラッピング加工の自動化へ発展する可能性があることも明らかにした。

第6章では、ラップ液のpHを指標としたインプロセス計測により、ラッピン

グ加工の適正条件が求まることを開ループ加工システムで実証した。すなわち、位相差型精密自動研磨機を主体にした加工システムの構成を行い、ラッピング加工中に生じるラップ圧力、加工速度、ラップ剤濃度あるいは加工面積の変化をラップ液のpH変化としてインプロセスで計測できた。さらに、構成した開ループ加工システムには非線形な要素が多く含まれてくることがわかり、このシステムのフィードバック制御を実現するためには制御対象の線形近似が必要であることを明らかにした。

第7章では、第6章で得られたラップ液のpHを指標とした加工システムの制御対象(ラップ液のpH)の線形化、および加工システム構成の可能性を概観した。その結果、ラップ液のpHを指標としたラップ剤濃度変化の特性を二次遅れ要素に近似することができた。従って、ラップ液のpHを制御量とした加工機械の作成が可能であることが展望された。

本論文は従来あまり強調されてこなかったラッピング加工において発現する物理化学的作用の重要性を指摘したものである。本論文では主にラップ焼けとラップ液のpHについて追究したが、ここで得られた基礎的研究の結果は、物理化学的作用を考慮に入れた加工損傷の少ない高精度なラッピング加工の実現やフィードバック制御を備えたラッピング加工の自動制御の実現のために不可欠な知識を提供するものである。

本論文の成果を活用して、ラッピング加工を実際に自動化することが今後の差し迫った課題であり、本論文申請者は引き続きその問題に取り組んでいる。

参考文献

〈第1章の参考文献〉

- 101) 小林昭：生産原論、機械学会誌、85, 761(1982)458.
- 102) 森勇蔵：Elastic Emission Machining とその表面、精密機械、46, 6 (1980)659.
- 103) T. Shinmura, K. Takazawa & E. Hatano: Advanced Development of Magnetic Abrasive Finishing and Its Applications, Soc. Mfg. Engre., Int. Conf. Proc. on Burr, Edge, and Surface Conditioning Technology, (1985. 9).
- 104) 今中治 ほか：セラミックス加工ハンドブック、建設産業調査会、(1987)33.
- 105) 例えば、井口信明、進藤健一：最近の非球面金型磨き技術、精密工学会誌、55, 6(1989)976.
- 106) 平井健一：金型の超精密切削と研磨、精密工学会誌、55, 12(1986)2028.
- 107) 田中義信、津和秀夫：精密工作法（下）、共立出版（1975)297.
- 108) 例えば、機械作業研究会：機械工作実用便覧、産業図書、(1964)369.
- 109) 児玉一志、精密学会編：加工講座「精密機器部品を支える加工技術の実際」（1985)10.
- 110) 落合雄二、荒川紀義：フェライト材のメカノケミカルポリッシング(第1報)、精密機械、54, 3(1988)574.
- 111) H. Lichtenberger, Wt. Mb., 43(1953), 121 ; 45(1955), 145.
- 112) E. W. Jensen: Polishing Silicon Wafer, SCP and Solid State Technol., 10, 2(1967)19.
- 113) E. Mendel: Polishing of Silicon, SCP and Solid State Technol., 10, 8, (1967)27.
- 114) H. W. Gutsche, J. W. Moody : Polishing of Sapphire with Colloidal Silica, J. Electrochem. Soc., 25, 1, (1978)136.
- 115) H. Vora, T. W. Orent and R. J. Stokes : Mechanochemical Polishing of Silicon Nitride, J. Amer. Ceram. Soc. 65, 9, (1982)C140.

- 116) J, Regh and G. A. Silvey: Silicon Planar Chemical Polishing, Electro Chemical Technol., 6, 3-4, (1963)155.
- 117) J. V. Garmaley, M. J. Manfra and A. R. Calawa: Hydroplane Polishing of Semiconductor Crystals, Rev. Sci. Instrum, 52, 8, (1981)1256.
- 118) 例えば、精機学会編：精密工作便覧、コロナ社(1970).
- 119) 松永正久：超微細加工、精密機械、47, 11(1981)1425.
- 120) 唐木俊郎、三宅正二郎、渡辺純二、Si単結晶のメカノケミカルポリッシングにおける加工速度促進機構、精密機械、46, 3(1980)331.
- 121) 唐木俊郎、河西敏雄：G. G. G. 単結晶の酸性溶液によるメカノケミカルポリッシング特性、精密機械、44, 3(1978)49.
- 122) 落合雄二、荒川紀義：フェライト材のメカノケミカルポリッシング(第1報)精密機械、54, 3(1988)574.
- 123) 須賀唯知、鈴木重信、宮沢薫一：窒化珪素焼結体のメカノケミカルポリッシング、精密工学会誌、55, 12(1989)2247.
- 124) 黒部利次、今中治、板谷勝明：電気泳動現象利用による表面研磨、精密工学会誌、52, 3(1986)547.
- 125) 木本康雄：ステンレス鋼の電解複合鏡面研磨、電気加工学会誌、12, 23(1978)1.
- 126) 河田研治、谷泰弘：磁性流体を用いた磁気浮場研磨法の研究、精密工学会誌、53, 6(1987)953.
- 127) 三橋堅一、江田弘、貴志浩三、小宅孝幸、富田洋司：超精密加工液の濾過機械の開発に関する研究、精密工学会誌、53, 7(1987)1128.

〈第2章の参考文献〉

- 201) 精機学会：精密工作便覧、コロナ社、(1970)797.
- 202) 精機学会：加工講座「精密機械部品を支える加工技術の実際」、(1985)98.
- 203) 田中義信、津和秀夫：精密工作法(下)、共立出版、(1961)325.
- 204) 佐藤健児、松井正巳：研削焼けについて、マシナリ、(1964)950.
- 205) 曾田範宗(訳)：パウデン・テイバー団体の摩擦と潤滑、丸善、(1972)

- 206) 例えば、機械作業研究会：機械工作实用便覧、産業図書、(1964)369
- 207) 日本化学会：実験化学講座・界面化学、丸善、(1956)173
- 208) 梶山正孝：非鉄金属材料、コロナ、(1963)20
- 209) 化学工学協会：化学工学便覧、丸善、(1968)777
- 210) 例えば、日本化学会：新実験化学講座・界面とコロイド、丸善、(1977)407

〈第3章の参考文献〉

- 301) 津和秀夫：機械加工学、養賢堂、(1979)282
- 302) 例えば、中垣正幸、福田清成：コロイド化学の基礎、大日本図書、(1970)156
- 303) 例えば、日本化学会：身近な現象の化学、培風館、(1978)191
- 304) 川北公夫、小石真純、種谷真一：粉体工学(基礎編)、槇書店、(1974)161
- 305) Cuming, Schulman : Austral. J. Chem., 12(1959)413
- 306) 川北公夫、小石真純、種谷真一：粉体工学(応用編)、槇書店、(1974)161

〈第4章の参考文献〉

- 401) 粉体工学研究会：粉体粒度測定法、養賢堂、(1970)253
- 402) 例えば、岩田進午：「土」を科学する、NHK、(1989)28
- 403) 電気学会：電気化学、電気学会、(1978)105
- 404) 例えば、岩田進午：「土」を科学する、NHK、(1989)26
- 405) 例えば、越山季一：物理化学(下)、港北出版、(1972)607
- 406) 日本化学会：化学総説・超微粒子、48(1985)177
- 407) 小浦延幸、御厨裕司、荘司浩雅：表面、27, 9(1989)719
- 408) 黒部利次、今中治、板谷勝明：電気泳動現象利用による表面研磨、精密工学会誌、52, 3 (1986) 547
- 409) 例えば、参考文献404)210など
- 410) 川北公夫、小石真純、種谷真一：粉体工学(基礎編)、槇書店、(1987)233

〈第5章の参考文献〉

- 501) 井口信明、進藤健一：最近の非球面金型磨き技術、精密工学会誌、55, 6 (1989)976
- 502) 工作機械研究会：機械工作ハンドブック、養賢堂、(1970)343
- 503) 今中治ほか：セラミックス加工ハンドブック、建設産業調査会、(1987) 33
- 504) 杉田忠彰：セラミックスの機械加工、養賢堂、(1985)60

〈第6章の参考文献〉

- 601) 化学工学協会：化学工学便覧、丸善、(1968)1097
- 602) 日本化学会：化学総説・超微粒子、学会出版センター、48(1985)173
- 603) 例えば、近藤文治：基礎制御工学、森北出版、(1979)174
- 604) 田中義信、津和秀夫：精密工作法(下)、共立出版、(1978)318

〈第7章の参考文献〉

- 701) 今中治、小峰進、上口敏昭、大森俊策：ガラスのラッピングに関する研究、電気試験所彙報、22, 3(1961)171
- 702) 例えば、田中義信、津和秀夫：精密工作法(下)、共立出版、(1978) 319
- 703) 榎木義一、添田喬：わかる自動制御、日新出版、(1986)273
- 704) 例えば、近藤文治：基礎制御工学、森北出版、(1979)166

本論文に関する公表論文

- (1) 矢野久由、友田 進 : 制御対象の二次おくれ近似によるPID制御系の構成について、商船高等専門学校紀要、10(1978) 122.
- (2) 友田 進、矢野久由 : 制御系へのマイコン導入について、弓削商船高等専門学校紀要、1(1980) 49.
- (3) 友田 進、矢野久由 : 制御系へのマイコン導入について(その2)、弓削商船高等専門学校紀要、2(1981) 51.
- (4) 友田 進、菅原 章、稲垣耕司、厨川常元 : 黄銅のラップ焼けについて、東北大学科学計測研究所報告、30、1(1981) 1.
- (5) 友田 進 : ラップ焼けと界面活性剤の極性について、弓削商船高等専門学校紀要、6(1984) 127.
- (6) 友田 進 : 界面活性剤の極性と加工量について、弓削商船高等専門学校紀要、7(1985) 57.
- (7) 友田 進、菅原 章、稲垣耕司 : 黄銅のラップ焼けについて、精密機械、51、11(1985) 2133.
- (8) 友田 進、菅原 章 : ラップ液のpHに関する研究、精密工学会誌、54、2(1988) 372.
- (9) 友田 進、菅原 章 : ラップ液のpHに関する研究(第2報)ーラッピング加工のインプロセス制御ー、精密工学会誌、56、1(1990) 158.
- (10) S.Tomoda, A.Sugawara : Studies on pH of Lapping Liquid (Part 1) -For the Observation of Lapping Process-, Bull. Japan Soc. of Prec. Engg., 24, 4 (Dec. 1990) 291
- (11) S.Tomoda, A.Sugawara : Studies on pH of Lapping Liquid (Part 2) -In Process Measurement of Lapping -, Int. J. Japan Soc. Prec. Eng., 25, 1 (Mar. 1991) 24

謝 辞

本研究は東北大学科学計測研究所への内地留学（1975年5月から2月までの10ヶ月間）に端を発している。当時の元東北大学科学計測研究所教授・故稲垣耕司博士から「ラップ焼けのメカニズムの解明」という研究テーマが与えられた。それ以後、研究の在り方、進め方など多岐にわたる指導をいただいた。その後、引き続き十余年の長きにわたり八戸工業大学工学部助教授（元東北大学科学計測研究所助手）・菅原章博士の指導および討論をいただき今日に及んだ。本論文の完成は故稲垣教授および菅原助教授に負うところが大きく、深甚なる謝意を表明するものである。

本論文をとりまとめるにあたり、細部にまで貴重な助言をいただいた広島大学工学部教授・大森正信博士に厚くお礼を申し上げる。さらに、審査にあたって有意義な助言をいただいた広島大学工学部教授・黒木英憲博士、広島大学工学部教授・福永秀春博士、広島大学工学部教授・柳沢平博士にお礼を申し上げる次第である。

本研究を遂行するにあたり、討論、鞭撻ならびに有意義な助言をいただいた弓削商船高等専門学校教授・稲岡紀子生博士、弓削商船高等専門学校助教授・奥田邦晴先生、徳島文理大学助教授・矢野久由先生に対して深く感謝申し上げる。

最後に、本研究を支えて下さった弓削商船高等専門学校校長・樽美幸雄先生、弓削商船高等専門学校教授・野村士平先生および同校教職員の方々からお世話になったことをここに感謝申し上げる。