

SiC ウィスカー砥石の開発

洞口 巖

SiC ウィスカー砥石の開発

1997年9月

洞口 巖

名古屋大学図書	
和	1278965

目 次

1.	序 論	1
2.	SiC ウィスカー強化樹脂の摩耗特性	10
2.1	緒 言	10
2.2	実験装置および実験方法	10
2.3	実験結果および考察	18
2.3.1	SiC ウィスカーの含有率による影響	18
2.3.2	樹脂への添加剤の効果	18
2.3.3	外部潤滑剤の効果	23
2.3.4	ウィスカー配列方向の影響	26
2.4	結 言	28
3.	方向をそろえた炭化けい素ウィスカー砥石の開発	29
3.1	緒 言	29
3.2	ウィスカーの方向のそろえ方	30
3.3	ウィスカー砥石の製作	37
3.4	実験装置および実験方法	39
3.5	加工面性状	41
3.6	結 言	47

4.	S i C ウィスカ－砥石の研磨特性	48
4.1	緒言	48
4.2	実験方法	48
4.3	実験結果	50
4.3.1	砥石形状の影響	50
4.3.2	ウィスカ－径の影響	53
4.3.3	添加剤の影響	56
4.3.4	結合剤の影響	58
4.4	切りくずの観察及び仕上げ面の評価	61
4.5	結言	65
5.	ラップ砥石への応用	66
5.1	緒言	66
5.2	実験装置および方法	66
5.3	実験結果	69
5.3.1	仕上げ面粗さに及ぼす荷重と速度の影響	69
5.3.2	仕上げ面粗さに及ぼすラップクリーナの効果	71
5.4	結言	81

6.	遊離砥粒による目づまり防止研磨法	82
6.1	緒言	82
6.2	実験方法	83
6.3	実験結果および考察	87
6.3.1	砥粒添加の効果	87
6.3.2	粒径の影響	88
6.3.3	砥粒濃度による影響	91
6.3.4	遊離砥粒による研磨効果	94
6.3.5	研削比	95
6.3.6	加工表面の評価	97
6.4	結言	99
7.	結論	100
	謝辞	103
	参考文献	104

第 1 章

序 論

近年、高度情報化社会に向って産業構造の変化が著しく、マイクロエレクトロニクス産業、情報機器産業およびそれらの関連産業などの各分野において、従来の加工の常識では考えられなかったほどの超精密あるいは超微細な精度の加工技術の開発が強く要請されている。これらの中で、特にメカトロニクス・電子・半導体・光学工業分野におけるガラス、セラミックス、シリコンウェーハなどの非金属硬脆材料に対する超精密加工部品の需要は増大する一方である。そして、各種先端産業に用いられる部品類を製作するに当たっては、寸法精度ばかりでなく形状精度、加工面粗さや加工変質層などについても非常に高度な値が要求されるとともに、このような目標とする機能を果たす品質の製品を、安く、早く、そして繰り返し生産できる技術が要請されている。

現在において、超精密加工の具体的な精度レベルとして超精密機械部品では、形状精度で50nm、表面粗さで10nmRmax、微小うねりが100mmの長さに対して1 μ mの真直度というところが現在達成されているレベルである。また、電子工業の主要素子であるLSIなどの製造においては、さらに高精度の技術が必要とされる。そして、これらの精度を支配する要因は、工作機械、工具、工作物およびそれらの総合的な相互作用である加工現象それぞれの幾何学的、力学的、熱的、材料的挙動により影響を受ける。

この精密、超精密加工の一つに砥粒加工がある。砥粒加工は、最も古く長い歴史を持った加工法でありながら、現在においても最も先端的な加工法の一つであり、常に他の加工の最終仕上げや難削材、特に硬脆材料の仕上げ加工を得意とする加工法である。この砥粒加工というのは、工具として高硬度の砥粒を用いて微少除去加工を行う加工法であり、砥粒は遊離状態、あるいは固定状態で使用され、工作物を所要の形状、寸法、仕上げ面品質に加工するものである。そして砥粒を固定状態で用いる加工法に

は、研削、ホーニング、超仕上げ、研磨布紙加工などがあり、遊離状態で用いるものにラッピング、超音波加工、噴射加工、砥粒流動加工などがある。

これらの中で研削加工は、高硬度の砥物粒子からなる砥材を結合剤で固めた砥石を用い、その砥石の外縁上に点在する微小砥粒を切れ刃として被削材を高速微少切削することにより、仕上げ面の美しい、高精度の機械部品を能率的に加工する加工法である。そしてこの砥石は、構成される5つの因子、即ち砥粒の種類、粒度、結合剤、結合度そして組織により性能と性質が決定される。

砥粒の種類には、アルミナ (Al_2O_3) 系、炭化けい素 (SiC) 系、立方晶窒化ほう素 (CBN) 系、人造ダイヤモンド (SD) 系などがある。

アルミナ砥粒は、主に鉄鋼材料の研削用として使用され、炭化けい素砥粒は超硬合金、非鉄金属、特殊鋳鉄などの研削に用いられる。ダイヤモンドは、物質中で最も硬くヌープ硬さ(押し込み硬さ)で7000~8000程度あるが、空気中では800~850℃で酸化燃焼し、また鉄を触媒として反応し、反応生成物 Fe_3C を作るため鉄鋼系の研削には不適とされている。そのため超硬合金、セラミックス、ガラス等の非鉄硬脆材料の研削に使用される。またCBN砥粒は、ダイヤモンドに次ぐ硬さ(ヌープ硬さ4700程度)を有し、1300℃まで諸性質が安定しており、鋼に対して化学的不活性であるため鉄鋼材料、特にダイス鋼、高速度鋼の研削、および高速重研削やクリープフィード研削用として使用されている。そして、ダイヤモンドやCBN砥粒は、超砥粒とも呼ばれ、高価なためカラット単位で使用される。

粒度は、砥粒径の大きさの大小、即ち切刃の大きさを決める要因であると同時に、切刃の数を決めるもっとも大きな要因である。粒度が細くなるほど微少加工ができ、仕上げ面粗さは良くなるが、反面加工能率は低下する。また砥粒の結合剤による保持面積が小さくなるため、砥粒1個当たりの切刃保持強度も低くなるため、砥粒が脱落し易く消耗がはげしくなる。そのため、かえって加工精度が低下する恐れが生じる。一般には、微小砥粒(高粒度)の砥石はあまり作られておらず、それ以上の精度が要求される場合は、ラッピングやポリッシングにより仕上げられる。

結合剤は、砥粒を支持して砥石を形作る働きをし、砥石の減耗強さや切りくずの逃

げとなる気孔の大きさを自在に調整できるような条件を備えていなければならない。結合剤の種類によって砥石は、ビトリファイド（V）、シリケート（S）、レジノイド（B）、ラバー（R）、メタル（M）などに分類される。

ビトリファイドは、長石、粘土、媒溶材などを高温で熔融し、磁器質化して砥粒を結合し、多孔質で砥粒との接着強度が高く、最も安定した性質を有し、研削砥石の主流をなすものである。

シリケートは、ケイ酸ソーダ（ Na_2SiO_3 ）が空気中の CO_2 と比較的低温で反応し、砥粒を結合したものである。

レジノイドは、フェノール等の熱硬化性樹脂からなるもので、耐衝撃性が大きく、弾性に富んでいるが、水分や高温に弱い欠点がある。

メタルボンドは、銅、黄銅、ニッケル、鋳鉄などの金属粉末を焼結または、電鑄により砥粒を固着したもので、砥粒保持力は最も強いが、反面切れ刃の目立てが困難であるため長寿命である超砥粒（ダイヤモンド、CBN）の結合に限られる。

結合度は、砥粒を把握する結合剤の強さの尺度で、研削抵抗に対する研削砥石の耐破碎性の程度を表わすものである。研削砥石の結合度が高すぎると砥粒先端の摩滅により目つぶれが生じ、反対に結合度が低すぎると砥粒の過度の脱落による目こぼれが起こり、砥石は著しく損耗する。

組織は、研削砥石の単位面積当たりの砥粒数によって決まる粗密の程度をいい、組織の区分を砥粒率（研削砥石中に占める砥粒の容積比）で行う。

このように、5つの因子の組み合わせによる砥石の種類は、おびただしい数にのぼることになる。これらの異なる種類の砥石は、それぞれ研削の性能が違うわけであり、これにまた加工条件（研削速度、送り速度、研削液の種類など）が加味される。このため、好条件が重なった場合と悪い条件が重なった場合とでは、その研削性能に著しい違いが生じてくる。例えば、悪条件下では目こぼれ、目つぶれ、目づまり、研削焼け、研削割れなどのトラブルが発生する。これを避けるための条件は、被削材の種類や加工の精粗により異なり、最適条件を見つけ出すことは大変困難なことであると考えられる。しかし、わずかな構成要素や条件の変化により良い結果が得られる場合も

ある。

研削加工は、自動車用などの精密な機械部品を多量生産する必要性に迫られ、この半世紀あまりの間に急速に発達した機械加工法であり、それに伴って研削加工に関する多くの研究も行われてきた。

一般的な研削についての研究としては、研削能率に関する研究^{(1),(2)}、砥石の損耗に関する研究⁽³⁾⁻⁽⁷⁾、研削のメカニズムに関する研究⁽⁸⁾⁻⁽¹⁵⁾、目づまりとドレッシングに関する研究⁽¹⁶⁾⁻⁽²⁷⁾などがあるが、これらの研究は研削に関する研究のほんの一部にすぎず、その研究は膨大なものであり各種便覧⁽²⁸⁾⁻⁽³⁰⁾なども発行されている。しかし、砥粒の形状と研削特性に関する研究は非常に少なく、例えば砥粒の粒度についての研究⁽³¹⁾⁻⁽³³⁾があり、また形状についての研究^{(34),(35)}などがあるにすぎない。

一方、近年新素材といわれる新しい材料が続々と作られ、各方面に応用されるようになってきた。その中で最も特異な材料の一つにウイスキーと呼ばれるものがある。このウイスキーは針状単結晶をいい、結晶中の格子欠陥、格子不整合が少なく、完全結晶に近いものであり、機械的強度特性が極めて優れている。そのため、金属やセラミックスなどの強化材として利用が進みつつある。そしてこのウイスキーの種類としては、炭化けい素(SiC)系、窒化けい素(Si₃N₄)系、炭化チタン(TiC)系などのものが開発されている。

もし、このウイスキーを研磨材として使用したならば、砥粒の場合と著しく異なる研磨特性を持つことが予想される。この中でSiCウイスキーは、SiCがもともとGC砥粒として知られていることから、砥石の強化材として応用が考えられてきた。最近、清野ら⁽³⁶⁾により、SiCウイスキーの硬さ測定が試みられ、ビッカース硬さHv=8000程度であるという結果が報告されており、ダイヤモンドに近い硬さを持っているとの報告もある。またその直径は、0.3~1 μ mと極めて微細であり、アスペクト比が40~50と大きいものである。

本研究では、このSiCウイスキーの方向を加工面に対して垂直にそろえた砥石の開

発をしようとしたものである。通常の砥粒では、粒径が微小になると結合剤による砥粒の保持面積が小さくなるため、砥粒の脱落が激しくなり消耗が大きくなる。また結合力の強い結合剤を用いると、砥粒の目つぶれを起こし研削不能となる。そこで、もしウイスキーの方向をそろえた砥石を作れば、結合剤による保持面積が非常に大きくなるので、脱落しにくくなり引っかき傷の少ない仕上げ面が得られ、長寿命の砥石となる可能性がある。前述したように、従来精密加工においては、研削により前加工をした後、粒度を徐々に細かくしながらラッピング加工をし、最終的にポリシングにより最終仕上げをするという加工工程を行ってきた。しかしこの砥石を使用して加工すれば、前加工としての研削加工の後の仕上げ研削、ラッピング・ポリシング工程を一つの砥石で、しかも短時間に仕上げができるものと考えられる。

このように微細なウイスキーの方向をそろえ、研磨材として使用した砥石は、未だ作られたことがないためウイスキー砥石に関する研究は全く見あたらない。したがって、しいてこれに関連した研究あげると、一つは繊維を砥石の強化材として使った砥石に関する研究^{(37) - (39)}がある。また、アルミナ長繊維を一方向に束ね、これを切断用砥石の研磨材として使用した研究⁽⁴⁰⁾、およびこの繊維を板ばね状にし、砥石として用いた研究^{(41) (42)}がわずかにあるだけである。しかし、いずれの研究においても本研究で試作したようなウイスキー砥石に係する報告ではなく、ウイスキー砥石についての砥石構成、加工方法、研磨特性などについて全く不明であり、これらに関して広範囲にわたって調べ、本砥石の特性を明らかにすることは、大きな意義のあることであるものと考えられる。

本研究は、このように SiCウイスキーを砥石表面に垂直にそろえ、砥石を製作してその研磨特性について研究したものである。

本論文に述べる研究内容を要約すると、以下のようである。

工業技術の進歩に伴って、これを支える新材料への要求はますます複雑・多様化し、さらに高度化が望まれている。その有力なものの一つに複合材料がある。この複合材

料適用の最大の目的の一つは、軽量性、高比強度、高比剛性である。

第2章は、SiC ウィスカ－強化樹脂の摩耗特性に関するものである。SiC ウィスカ－が繊維強化プラスチック(FRP)、繊維強化金属(FRM)、繊維強化セラミックス(FRC)などのように複合材料の強化材として工業的に利用されつつあるが、複合樹脂中のウィスカ－が高硬度であるため、接触する相手材に過酷な摩耗を引き起こすことが生じる。そこで SiCウィスカ－強化樹脂が焼き入れ鋼と接触するとき、樹脂自身と焼き入れ鋼とがそれぞれどのような摩耗特性をもつかについて、4つのパラメータ、即ち①ウィスカ－含有率、②固体潤滑剤の添加、③外部潤滑効果、④ウィスカ－の配列方向について実験し、その相互関係を総合的にとらえて、その特性を利用する方法を探ったものである。この実験の結果、次のようなことがわかった。

相手材である SKD11の摩耗を最小にするには、樹脂内に黒鉛のような固体潤滑剤を添加し、そして接触面に対してウィスカ－を横方向にそろえることである。反対に、摩耗が最大になる条件は、樹脂中のウィスカ－含有率を高くし、外部より適当な油潤滑を行い、接触面に対して垂直方向にウィスカ－をそろえることである。一方、樹脂自身の摩耗を最小にするには、相手材 SKD11の摩耗が最大となる条件と一致することがわかった。このことは、この SiCウィスカ－強化樹脂が砥石として応用することができることの大きな可能性を示した。

第3章では、SiC ウィスカ－を用いた複合材料の摩耗特性における結果より、接触材料(加工物)の摩耗量が最大で、かつ複合材料(研磨砥石)の摩耗量が最小となる条件をうまく利用することにより、SiC ウィスカ－強化複合樹脂による砥石を作ること考えたものである。

非常に微細な、直径約 $1\mu\text{m}$ 、長さ $40\sim 50\mu\text{m}$ の SiCウィスカ－を用い、その方向を加工面に対して垂直にそろえた SiCウィスカ－レジノイド砥石の開発を行った。これについて、ウィスカ－と液状フェノール樹脂とを混ぜ合わせて粘土状にしたものを、一方向に延ばしていった場合の、延ばす方向に対するウィスカ－の傾きの分布の変化の状態を計算式より求めるとともに、実際にウィスカ－の方向を加工面に対して垂直、平行方向そしてランダムの状態にした砥石を作製し、これらの砥石による加工能率の

違いについて実験し、比較した。またこの砥石により加工することにより、どの程度の仕上げ面粗さが得られるかを調べるとともに、加工後の加工表面および砥石表面の状態を SEM（走査型電子顕微鏡）により観察し、検討を行ったものである。その結果、以下のようなことがわかった。

SiC ウィスカーと液状フェノール樹脂とを混ぜ合わせ粘土状にしたものを、一方向に 100 倍程度延ばすことにより、ほとんどのウィスカーを一方向にそろえることができることを、理論的、実験的に示すことができた。そして SiC ウィスカーの方向を研削面に対して垂直にそろえたもの、平行にしたもの、方向をそろえないランダムなものの 3 種類の砥石により仕上げた面を比較した結果、垂直にそろえた砥石の場合が最も研磨効率が高いことがわかった。また、本砥石を用いて SKD11 (HRC60) を研磨することにより、仕上げ面粗さ 40nmRmax (4nmRa) を得ることができた。

第 4 章は、方向をそろえた SiC ウィスカー砥石を用いて研磨した場合の仕上げ面粗さを評価尺度として研磨特性に及ぼすウィスカー砥石の構成要素において、砥石形状（特に砥石セグメント幅）、ウィスカーの大きさ、添加剤の種類および結合剤の種類による影響について調べた。また研磨くずとその排出状態を EPMA（電子プローブ微量分析装置）および SEM において観察することにより、長さ数ミクロンの一つのカールした切りくずを確認することができた。そしてレーザ干渉測定顕微鏡および AFM（原子間力顕微鏡）により仕上げ面の状態についても観察を行った。その結果、以下のようなことがわかった。

仕上げ面粗さをよくするには、微細なウィスカーを用い、砥石セグメント幅を小さくし、結合剤として樹脂を使用するのがよく、この良い条件により研磨することにより、仕上げ面粗さ 16nmRmax (1.5nmRa) の鏡面を得ることができた。

第 5 章は、SiC ウィスカー砥石を応用した固定研磨材方式のラップを試作し、これを用いて一定圧力、低速度のもとでラッピングを行った。そして、接触荷重の大きさ及びラッピング速度に対する仕上げ面粗さへの影響など基本的な特性について調べた。

近年、セラミックス、シリコンウェーハ、ガラスなどの硬脆材料の加工における自動化、高能率化などの目的のため、固定砥粒によるラッピングの研究が進められてい

る。しかし、この固定研磨材によるラッピングの問題点は、目づまりによる加工能率の低下やスクラッチの発生にある。そこでラップ表面の目づまり防止対策として、ラップクリーナを使用し、仕上げ面粗さの違いによりその効果を調べるとともに、加工表面および砥石表面の状態を SEMにより観察した。加工材料については、SKD11 焼き入れ材の他に市販ソーダガラス、シリコンウェーハを用いて実験を行った。この結果、以下のようなことがわかった。

荷重を小さくすることにより、仕上げ面粗さは良くなる傾向を示したが、速度に関しては顕著な差はみられなかった。またラップクリーナの効果について、SKD11(HRC60)では、あまり効果は見られなかったが、ガラス、シリコンウェーハ材においては顕著な効果があることがわかった。

また試作した SiCウイスキーラップを用いて、シリコンウェーハを加工した場合のラッピング表面における微少な残留応力について、顕微レーザーラマン分光法により分析も行った。

第6章は、研磨材が非常に微細であり、また脱落しにくいため目づまりが生じ易い。そこで砥石の目づまり防止法について提案するとともに、それについての実験を行った。目づまりにおけるドレッシング法については、多くの方法が提案され報告されている。例えば単石ダイヤモンドによる方法^{(43)・(44)}、ツルアによる方法^{(45)・(46)}、プラストドレッシング法⁽⁴⁷⁾、メタルボンド砥石における電解ドレッシング法^{(48) - (50)}などがある。しかし、これらのドレッシング法はオフ・プロセスであったり、あるいはメタルボンド砥石に関してのものである。これに対して、本研究における目づまり防止法は、目づまりしたものをドレッシングするのではなく、加工中に目づまりを起こさせない方法であり、ドレッシングとは本質的に考え方が異なるものである。そしてこの方法とは、研磨液中に微細な砥粒を混入し、この遊離砥粒を研磨面と砥石表面との間に送り込み、この砥粒の転動作用により目づまり防止を行うものである。この遊離砥粒の最適な粒径および研磨液中に混入する砥粒濃度について実験し、求めたものである。またこの方法による研磨能率、研削比および仕上げ面粗さへの影響についても調べた。この結果、次のようなことがわかった。

研磨液中に遊離砥粒を微量混入することにより、砥石の目づまり防止とラッピング作用との相乗効果により、一層の研磨能率の向上を図ることができた。そして、この最適な遊離砥粒の径の大きさは、ウイスキー径に等しいか、それよりやや小さめのものがよく、また研磨液中に混入する砥粒濃度は、0.25wt%程度で十分効果が得られることがわかった。この目づまり防止を行うことにより、研削比が非常に向上した。そして、この方法においても仕上げ面粗さが10nmRa程度の値を得ることができることがわかった。

この目づまり防止法は、特別な設備を必要とすることなく、また遊離砥粒の種類や粒度を変えることにより他の研削砥石による加工においても、応用することができる可能性があるものと考えられる。

第 2 章

SiC ウィスカー強化樹脂の

摩耗特性 (5.1) (5.2)

2.1 緒 言

近年、SiC ウィスカーが開発され、材料の強化材として工業的に利用されつつある。このウィスカーは、強度が非常に強いために金属やセラミックスの強化材として利用が進みつつあるが、樹脂の強化に使うには高価であるため研究も利用もあまり進んでいない。これは通常ガラス繊維強化プラスチック(GFRP)、炭素繊維強化プラスチック(CFRP)などの長繊維強化樹脂が研究、利用とも多くなされているのとは対照的である。しかしウィスカーが非常に微細であるため、マイクロマシンの部品などに応用し、軽量化を図ろうとする試みなどもある。この場合、樹脂中のウィスカーが高硬度であるため、接触する相手材に過酷な摩耗を引き起こしてしまうという大きな欠点がある。この欠点を克服するには二つの方法がある。それは摩耗を抑制する方法を見出すか、あるいはその欠点を逆に利用するかである。

特に、強化樹脂が接触する相手材に引き起こす摩耗についての研究報告はあまりないし、それを利用しようとする研究もほとんどみあたらない。

本研究は、SiC ウィスカー強化樹脂が焼入れ鋼と接触するとき、樹脂自身と焼入れ鋼がそれぞれどのような摩耗特性をもつか相互関係を総合的にとらえて、その特性を利用する方法を探ったものである。

2.2 実験装置および実験方法

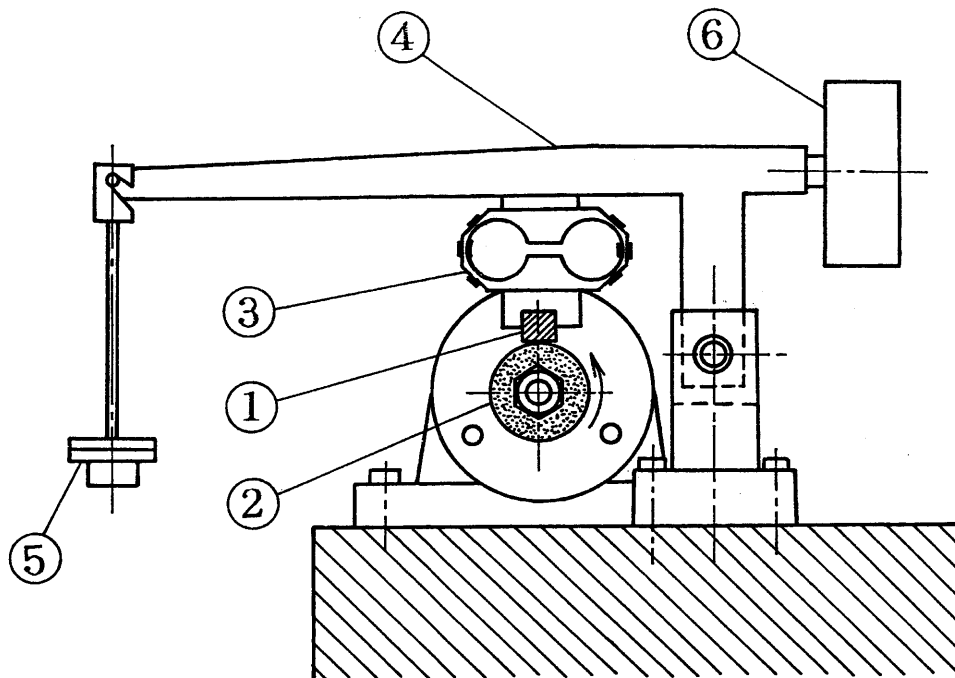
SiC ウィスカー強化樹脂(SiCw-RP)の製作に使用した SiC ウィスカーの特性を表 2.1 に示す。このウィスカーのビッカース硬さは 8000 と言われている。樹脂は、エポキ

シ樹脂でことわりのない限りウイスキーを体積比 14% 添加し、180°C で焼成したものである。接触の相手材料は、焼入れしたダイス鋼 (SKD11) を用いた。参考のため、切削工具用の超硬材料 (WC) およびアルミナセラミックス (Al_2O_3) についても実験を行った。本実験で使用した実験装置を図 2.1 に示す。また、表 2.2 に相手材料を一括して示す。

実験に使用したパラメータとして、①ウイスキー含有率、②固体潤滑剤の添加、③外部潤滑効果、④ウイスキーの配列方向の 4 つを選んだ。

表 2.1 SiC ウイスキーの特性

Crystal structure	β type
Diameter	1.2 μm
Length	40 – 50 μm
Density	3.20 g/cm^3
Thermal expansion ratio	$5.0 \times 10^{-6} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$
Heat resistance temperature .	1600°C (In air)
Tensile strength	3 – 14 GPa
Modulus of elasticity	400 – 700 GPa
Composition	SiC 99 wt%
	SiO ₂ 0.1 wt%
	Fe 130 ppm
	Co 930 ppm
	Ca 10 ppm



- | | |
|------------|------------|
| ① 摩耗片 | ④ アーム |
| ② ロータ | ⑤ 負荷用おもり |
| ③ 八角形弾性リング | ⑥ バランス用おもり |

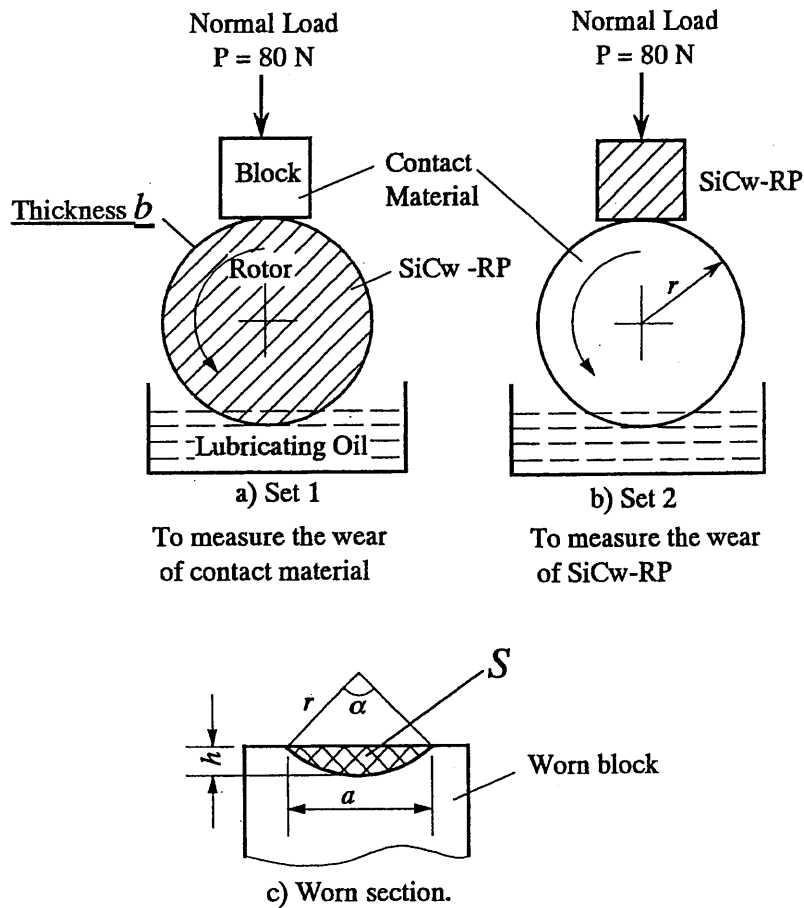
図 2.1 実験装置

表 2.2 接触材料の特質

Symbol	Material	Hardness, Hv GPa	Treatment
SKD11	Hardened die steel (JIS G 4404) (AISI D2)	7.5	850 °C annealing, 1020 °C quenching, 520 °C tempering
WC	Tungsten carbide tool material (K10)	17	
Al ₂ O ₃	Alumina ceramic tool material	24	HIP (Hot Isostatic Pressing)

次に、摩耗実験の方法を図2.2に示す。ブロックにロータを押しつけブロックの摩耗を測定するもので、a)は相手材料の、そしてb)はSiCウイスキー強化樹脂自身の摩耗量を測定する場合のものである。摩耗量は、c)に示すようにブロック上の摩耗幅 a を測定して、図中の式より摩耗体積 V を求めることにした。

実験に先立って、実験条件を決めるために摩擦距離および摩擦荷重に対する摩耗特性を調べた。



$$\alpha = 2 \sin^{-1} \frac{a}{2r}, \quad S = \frac{r^2}{2} (\alpha - \sin \alpha),$$

$$\text{Wear volume } V = b \cdot S$$

図 2.2 実験方法

図2.3 は、摩擦荷重 80N, 摩擦速度6.7cm/sec のときの相手材の摩擦距離に対する摩耗体積を示したものである。摩擦距離の初期段階では、直線性がなく比例関係にならないことがわかるが、100m近辺より直線的になり定常状態となっている。これより1回の摩耗試験において、摩擦距離が180mに達した時点で摩耗量を評価することにした。

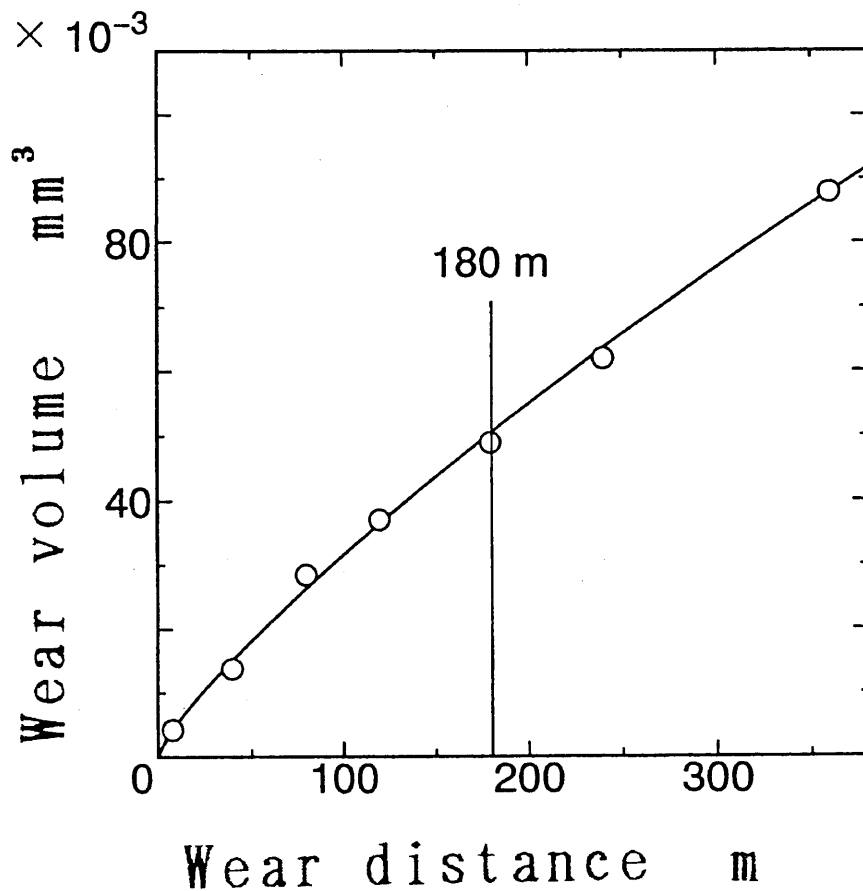


図 2.3 相手材(SKD11) 摩擦距離による摩耗特性
(摩擦荷重 : 80 N, 摩擦速度 : 6.7 cm/sec)

また摩擦荷重と摩耗体積との関係について図2.4, 2.5に示す。このときの摩擦速度は、6.7cm/sec である。

図2.4 は、相手材(SKD11) に及ぼす荷重の影響について示したものである。40N 近辺より急速に摩耗量が増大するとともに、直線性がみられる。しかし過大な負荷がかかると FRPに亀裂が生じ、破壊が起きた。

図2.5 は、FRP 試片の荷重に対する摩耗体積を示したもので、FRP では荷重の大小に関係せず、ほぼ比例関係にあることがわかる。

図2.4, 2.5より、表面に破壊を起こさず、摩耗量が比較的大きくて測定が容易な荷重として、摩擦荷重を 80Nとした。

表2.3 に実験条件を一括して示す。

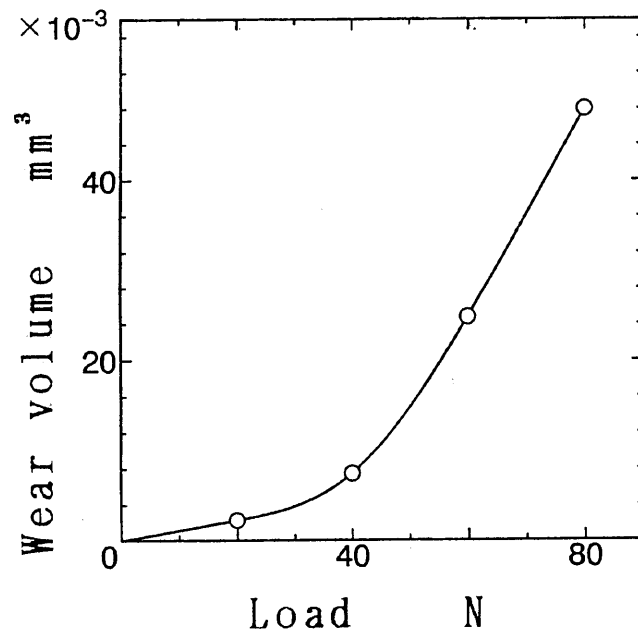


図 2.4 相手材(SKD11) の荷重による摩耗特性 (摩擦速度 : 6.7 cm/sec, 摩耗距離 : 180 m)

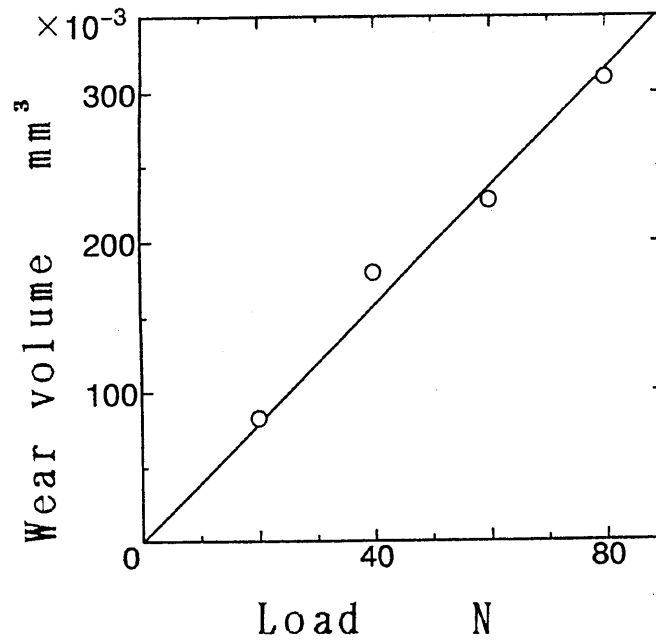


図 2.5 FRP 試験片の荷重による摩耗特性 (摩擦速度 : 6.7 cm/sec, 摩耗距離 : 180 m)

表 2.3 実験条件

Dimension of the Specimens			
• Rotor	Diameter	mm	Ø 26
	Thickness	mm	4
• Block	Dimension	mm	10x10x25
Contact Conditions			
Sliding speed	cm/sec		6.7
Normal load	N		80
Sliding distance	m		180
Additives			
Graphite (C), Lead (Pb), Glass			
Lubricants	Code	Viscosity cSt(40°C)	
Cutting oil	JIS 2-13	13	
Lubrication oil (A)	JIS HL32	32	
Lubrication oil (B)	JIS G68	64	

2.3 実験結果および考察

2.3.1 SiC ウィスカーの含有率による影響

最初に、SiC ウィスカー強化樹脂と相手材料との基本的な摩耗特性を調べてみた。

図2.6 は、樹脂(SiCw-RP)と焼き入れダイス鋼(SKD11)との乾燥摩擦において、ウィスカー含有率を変えた場合の摩耗体積の変化を表したものである。この図より SKD11の摩耗量は、ウィスカーの割合の増加とともに著しく増大する。これは、後に述べるように、ウィスカーのアブレイブ作用が摩耗を支配しているためである。一方樹脂の摩耗量は、ウィスカー含有率の増加とともに大幅に減少することがわかる。この傾向は、実験条件は異なるものの、SiCで強化した樹脂やアルミ合金の実験から得た Y. Zhang⁽⁵³⁾や M. Zongyi⁽⁵⁴⁾、野呂瀬⁽⁵⁵⁾、久門⁽⁵⁶⁾、T.T. Long⁽⁵⁷⁾の実験結果と一致する。全体として、樹脂とSKD11との合計摩耗量は、ウィスカーの量が多い程少なくなる。

2.3.2 樹脂への添加剤の効果

次に、固体潤滑剤を樹脂中に添加した場合の実験を行った。添加剤として層状結晶構造、低融点金属、高温潤滑剤の各代表として黒鉛、鉛、ガラスを選びそれぞれ10%ずつ加えた。

図2.7 に樹脂及びSKD11の摩耗量の測定結果を示す。鉛、ガラスも添加の効果はあるが、特に黒鉛を加えるとSKD11の摩耗量は大幅に減少する。参考のためWCとAl₂O₃の結果も図示してあるが、この場合もほぼ同様の結果が認められる。なお実験は、窒化ほう素(BN)、二硫化モリブデン(MoS₂)など他の添加剤についても行ったが、その効果はガラス程度であったので、そのデータは省略した。一方、樹脂自身の摩耗に関しては、添加剤によってあまり改善されていない。この傾向は、炭素繊維強化金属に黒鉛を添加した場合及びSiC ウィスカー強化アルミ合金にBNを添加した場合、複合材の摩耗が大幅に減少した久門⁽⁵⁸⁾及びT. T. Long⁽⁵⁹⁾の結果とは必ずしも一致しない。これは、添加剤の働きがマトリックス及び繊維の種類や材質との組み合わせによってかなり異なるためであると考えられる。

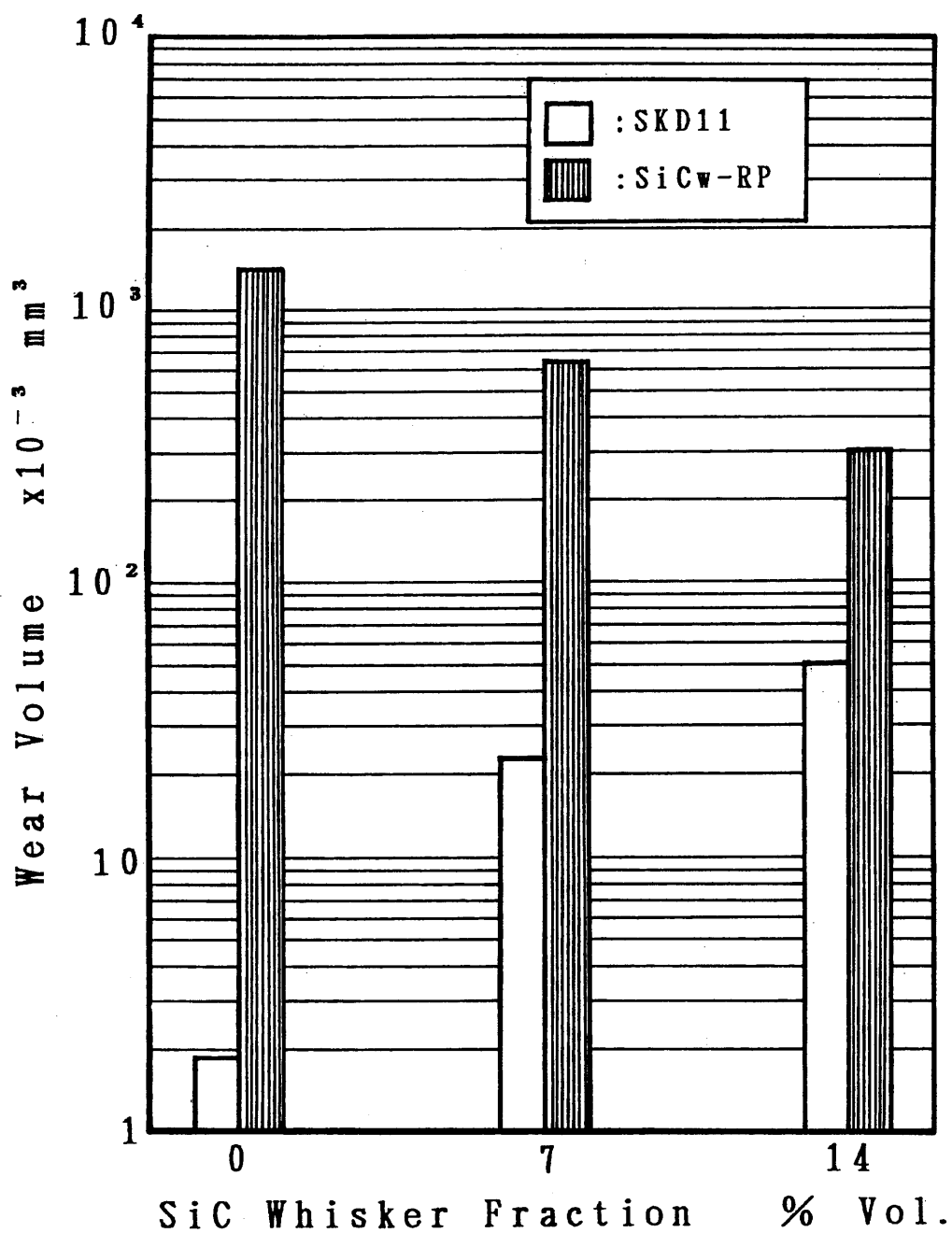


図 2.6 SiC ウィスカーの体積含有率の違いによる SKD11 とFRP の摩耗体積の変化

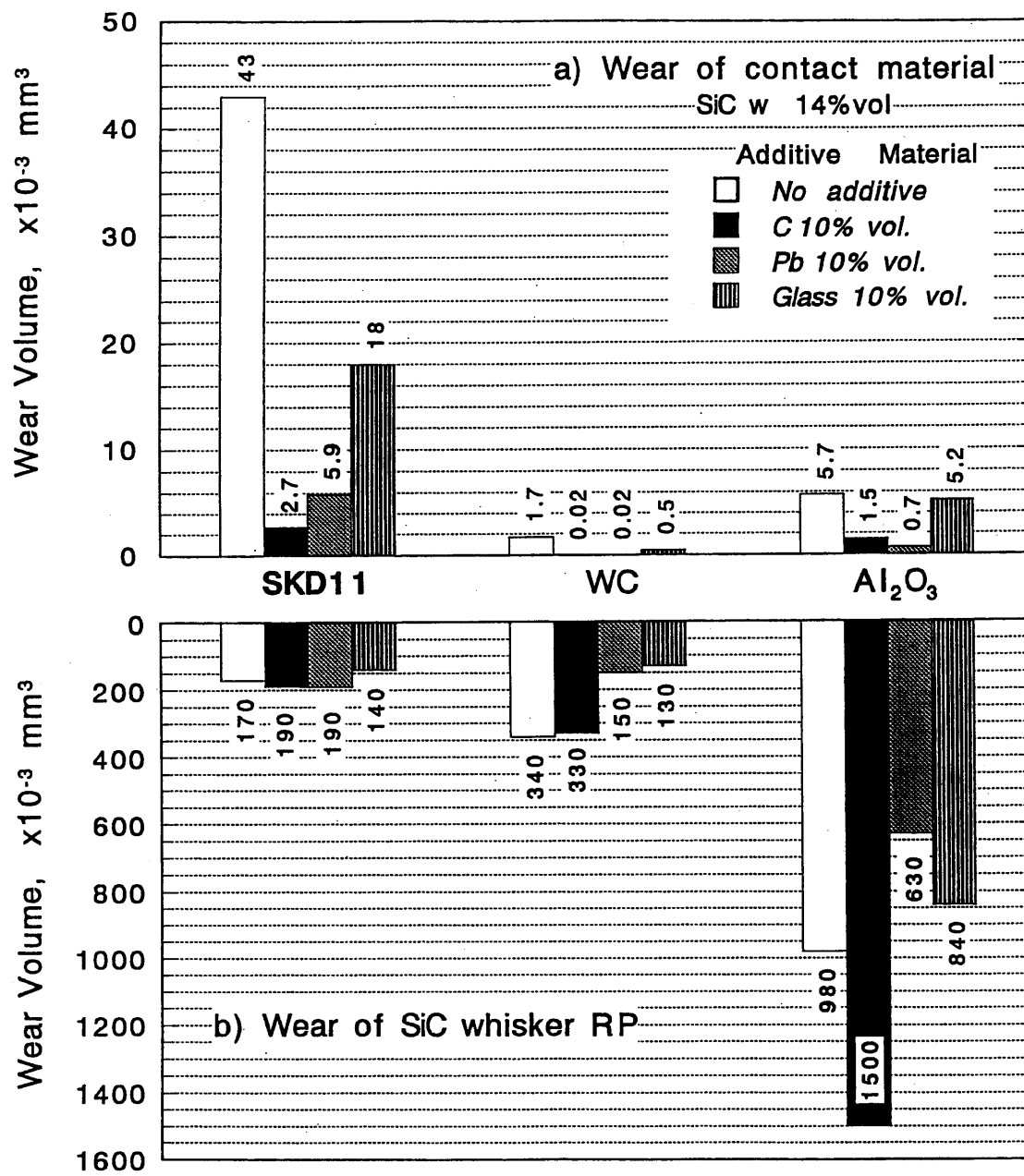


図 2.7 摩耗における添加剤の効果

図2.8は、無添加の場合について SKD11, WC, Al_2O_3 表面の摩耗前後の状態を SEM により観察したものである。SKD11 では摩耗面 (a) 上に明らかにスクラッチマークが観察されている。これは、ウイスキアーのアブレシブ作用によって摩耗が生じていることを示している。参考のために示した WC と Al_2O_3 の表面では、アブレシブ摩耗の痕跡ははっきりとは認められない。このようにアブレシブ摩耗が生じている表面についても、黒鉛添加による摩耗防止の効果は非常に大きいことが注目される。これは、SEM 観察の図2.9 からわかるように、黒鉛がウイスキアーと樹脂に付着し、研削砥石における目づまりのような状態になってウイスキアーを被覆して、アブレシブ作用を低下させていることによるものと考えられる。

図2.10は、効果の最も大きかった黒鉛を用い、樹脂への添加率を0, 5, 10%と変化した場合の SKD11の摩耗量の変化の様子を示したものである。添加率を増加させるに従って、摩耗量が減少していくことがわかる。WC, Al_2O_3 の場合についても同様である。

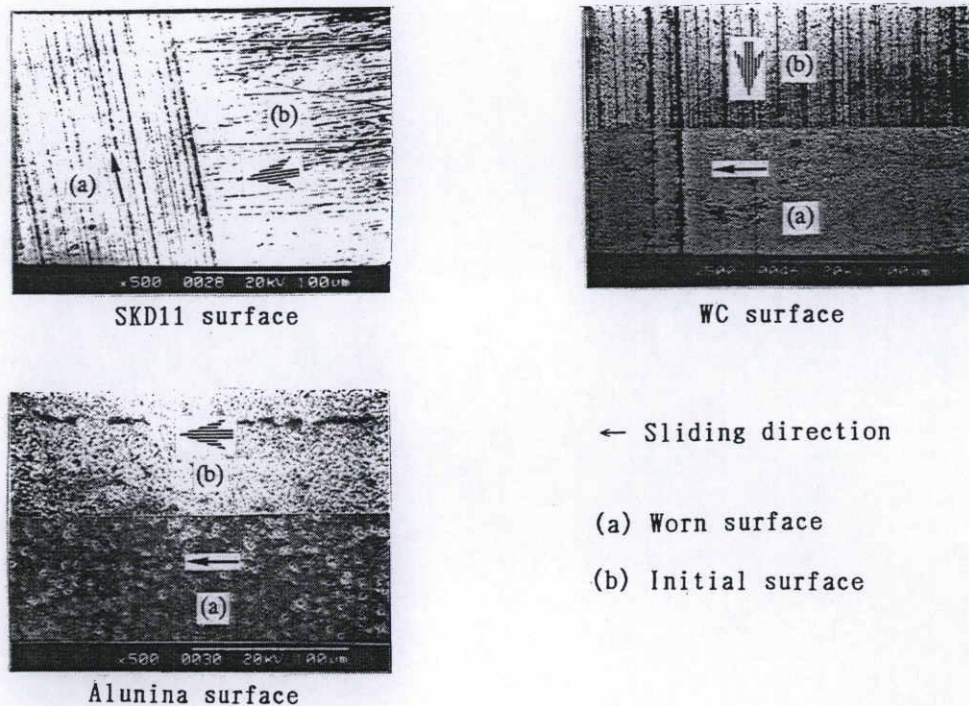
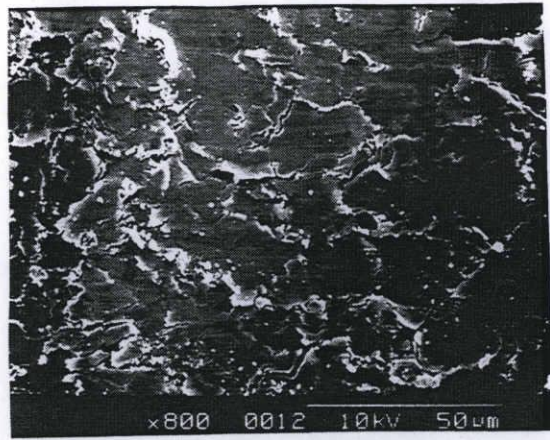


図 2.8 SKD11(HRC60), WC, Al_2O_3 の摩耗面と初期面の SEM 写真



(a) No additive



(b) Graphite

図 2.9 FRP の摩耗面の SEM写真

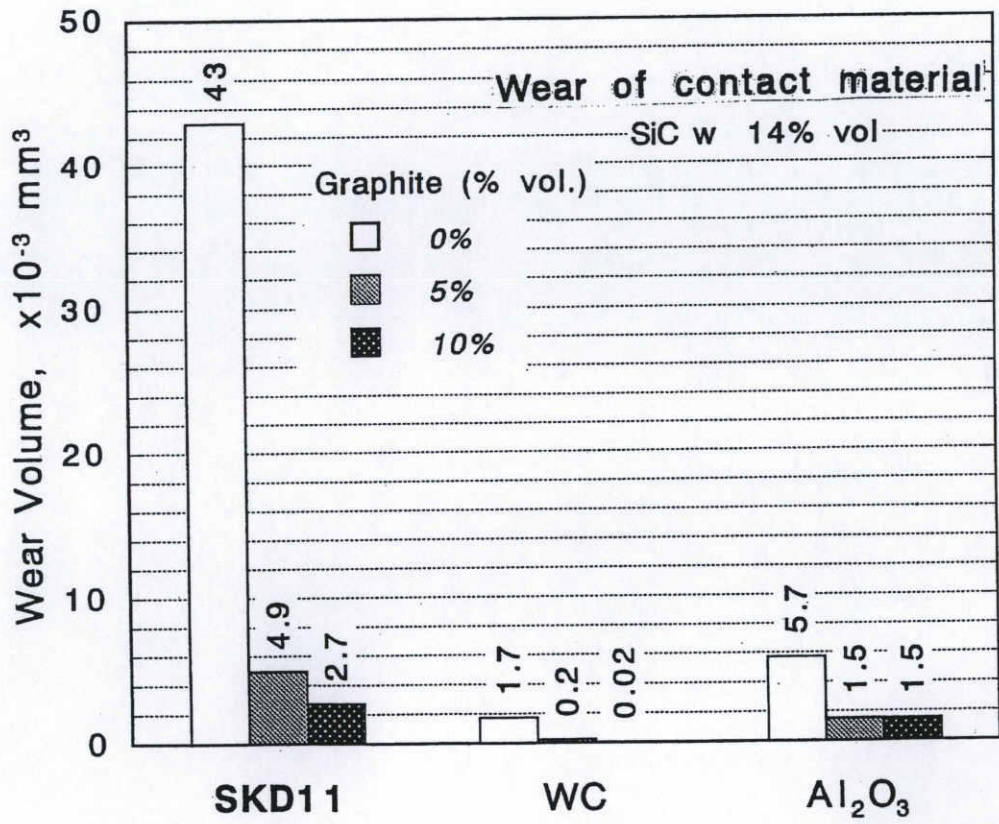


図 2.10 FRP 中の黒鉛含有率の増加による接触材料の摩耗の改善

2.3.3 外部潤滑剤の効果

外部から潤滑剤を供給し、摩耗に及ぼす影響について調べたものを図2.11に示す。通常、潤滑剤により摩耗量は減少するのが普通である。事実、WC, Al₂O₃ の接触では、樹脂、相手材ともに摩耗は減少する。しかしSKD11の場合、潤滑剤によっては樹脂の摩耗は減少するがSKD11の摩耗は増加する場合が生じる。これは、アブレイブ摩耗が生じているSKD11の場合、潤滑剤が研削加工における研削剤のように働き、目づまりを防ぎ、摩耗粉の排出を促進する働きによるものと考えられる。なお、外部から固体潤滑剤を適用した場合も油潤滑と同様の効果が摩耗初期には認められたが、摩耗の進行とともに効果が失われるので、この固体潤滑剤の外部からの適用は有効ではない。

次に、添加剤による内部固体潤滑と油(A)による外部潤滑の組み合わせによる影響について調べた結果を図2.12に示す。図は無潤滑－無添加、無潤滑－黒鉛添加、油潤滑－無添加および油潤滑－黒鉛添加の4つの場合について比較したものである。図より相手材料の摩耗に関しては内部、外部潤滑の併用が必ずしも最善ではないことがわかる。これは、先に述べた黒鉛の被覆効果のような働きを、油が洗い流す働きに起因するものとSEM観察から推察された。

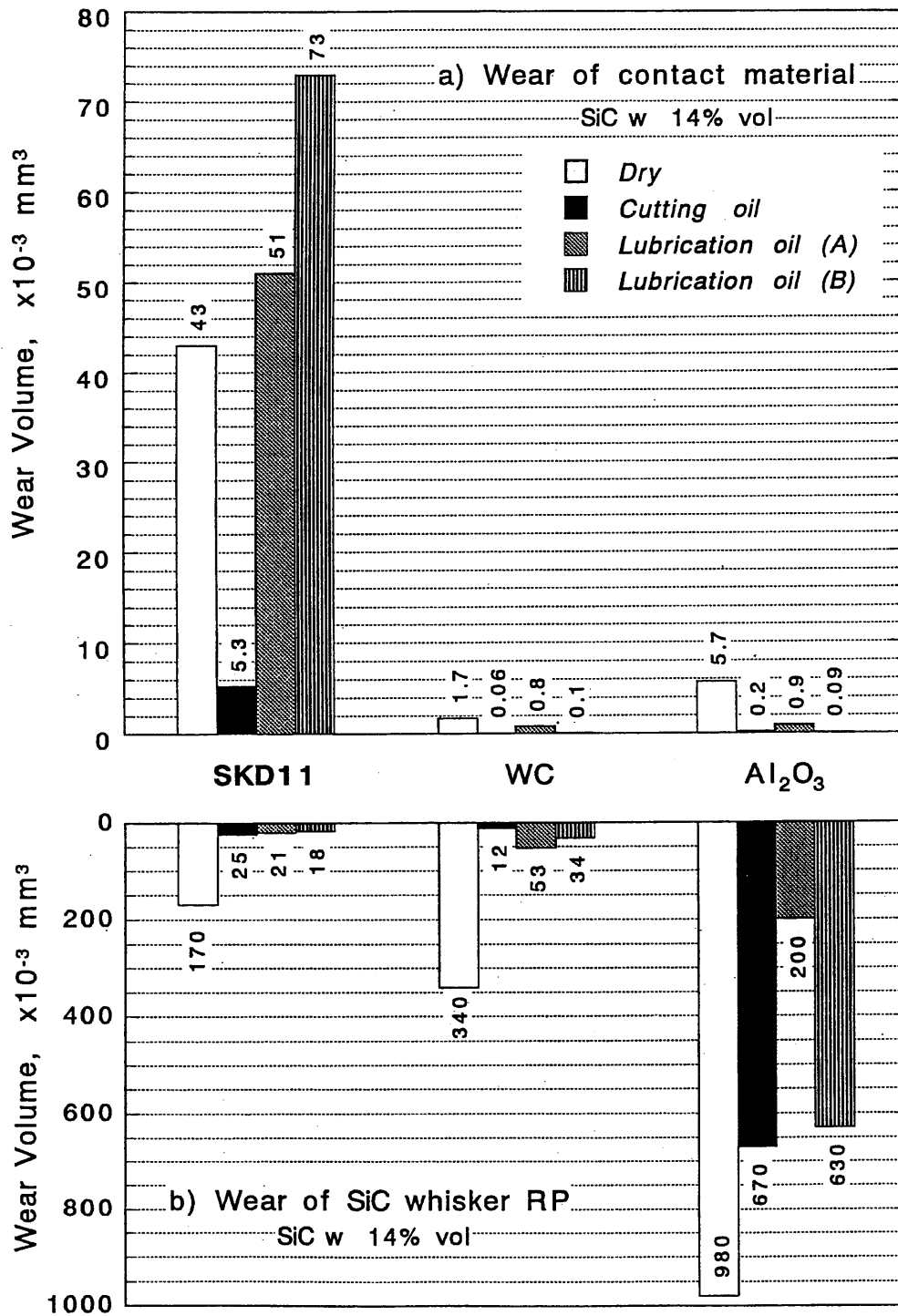


図 2.11 摩耗における潤滑油の効果

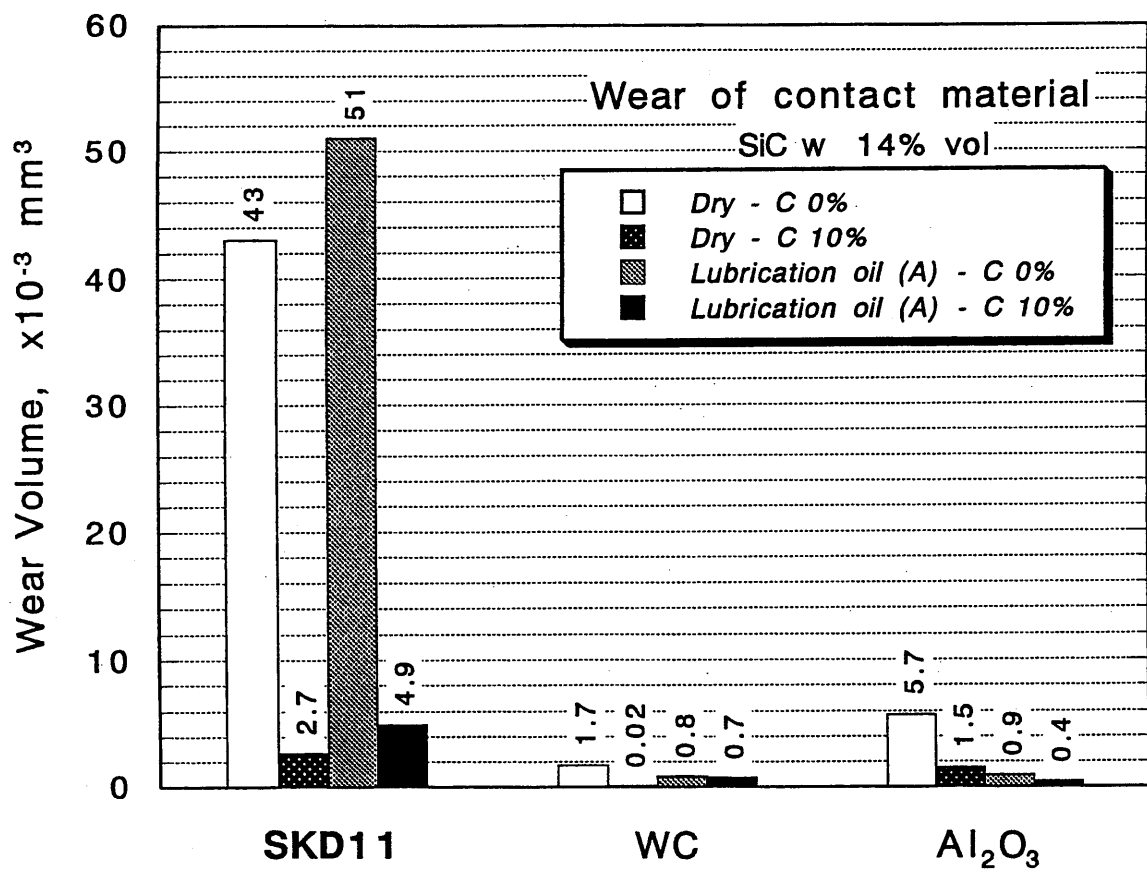


図 2.12 摩耗における黒鉛添加と油潤滑の組み合わせでの効果

2.3.4 ウィスカ－配列方向の影響

ウィスカ－は非常に微細な繊維であるが、樹脂とウィスカ－の混合、製造過程で伸ばしては重ね合わせるプロセスを繰り返すことにより、繊維の方向をそろえることができる。これを焼成して、ウィスカ－の方向が摩耗面に対して垂直、横、平行になるような3種類のロータ試料を作製して実験を行った。

図2.13は、油(A)の潤滑の下でSiCウィスカ－の方向と樹脂およびSKD11の摩耗量の関係を示す。SKD11の最大摩耗はウィスカ－の方向を接触面に垂直にそろえた場合に得られる。一方、その場合が樹脂の最小摩耗量を示すことがわかった。この最大摩耗を示す条件については、使用した試料の硬さや実験条件は異なるものの、カーボン長繊維強化樹脂及びSiCウィスカ－強化セラミックスで配列方向の影響について調べた志村⁽⁶⁰⁾及びM. Xiao⁽⁶¹⁾の結果とほぼ一致している。

以上の結果から、樹脂とSKD11の摩耗特性の相互関係について次のように要約することができる。SiCウィスカ－強化樹脂をSKD11に対するすべり要素として使用する場合には、ウィスカ－のアブレイブ作用を抑制しなければならない。相手材(SKD11)の摩耗を抑制するための最もよい条件は、黒鉛のような固体潤滑剤を添加し、ウィスカ－の方向を接触方向に対して横に揃えることである。反対に、摩耗が最大になる最も悪い条件は、樹脂中のウィスカ－含有率を高くし、外部より適当な油潤滑を行い、接触面に対して垂直方向にウィスカ－をそろえることである。

一方、樹脂自身の摩耗を最小にするには、SKD11の摩耗が最大になる条件と一致する。この結果は、次章で述べる表面加工への応用に非常に都合がよい。

また、樹脂とSKD11の摩耗を同時に抑えるには、固体潤滑剤の樹脂への添加がよいということになる。外部潤滑剤は、条件によって適当なものを選ばなければならない。

前述の相手材料の摩耗が最大になる最も悪い条件を表面加工に利用することができるものと考えられる。即ち、この最も悪い条件とは、工具として使う樹脂の摩耗が最小となることと相まって、加工にとって最も良い条件を意味している。

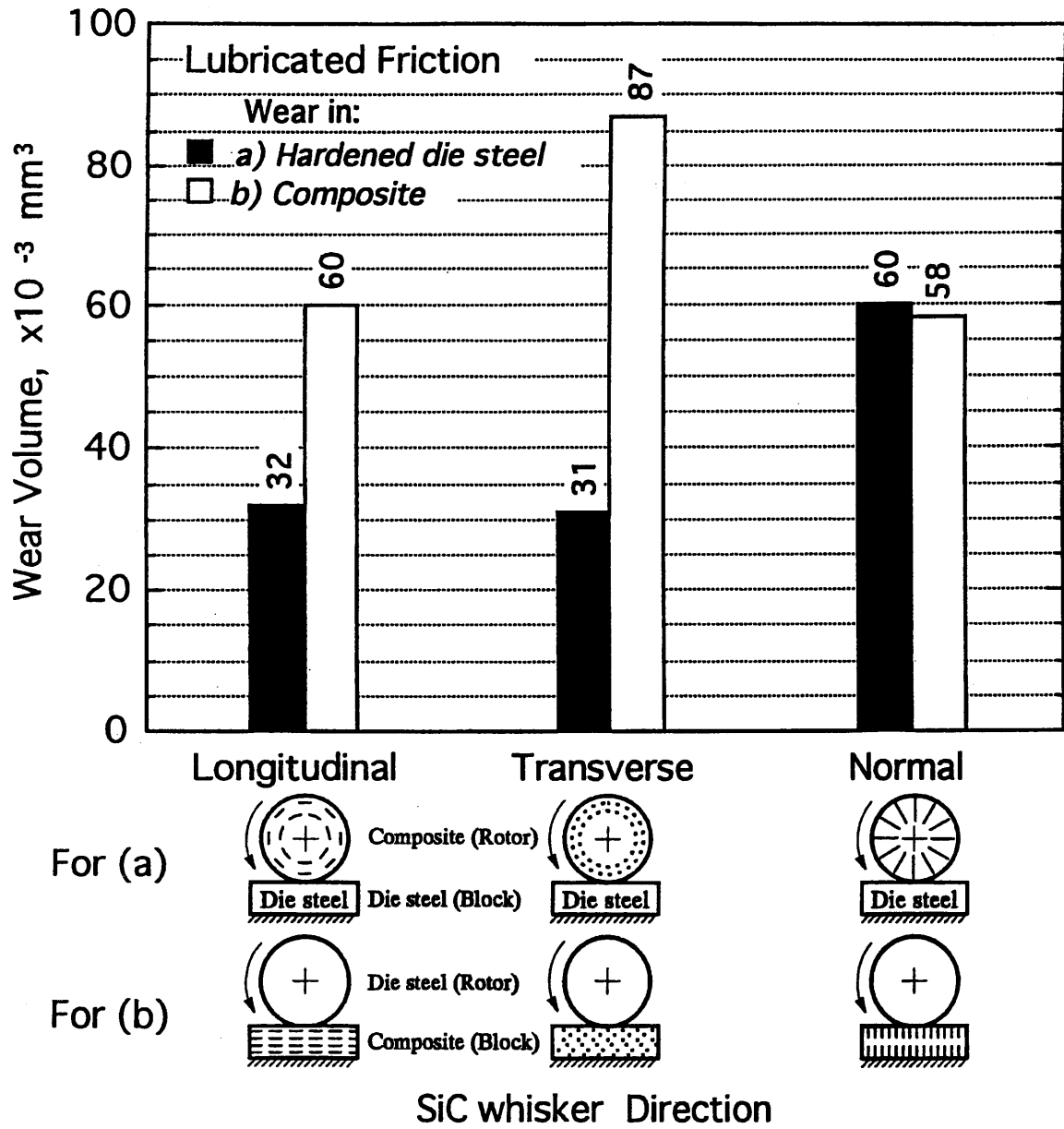


図 2.13 摩耗におけるSiC ウィスカーの方位による影響

2.4 結 言

- (1) SiC ウィスカー強化樹脂と焼入れ鋼の摩耗を各種条件下で調べ、両者の摩耗の相互の特性を示した。
- (2) 樹脂内に黒鉛のような固体潤滑剤を添加し、そして接触面に対して横にウィスカーの方向を揃えることで、SiC ウィスカー強化樹脂と接触する焼入れダイス鋼の摩耗を大幅に抑制することができた。黒鉛添加と合わせて、外部からの油潤滑をすると摩耗を増加させる場合がある。
- (3) 焼入れダイス鋼の摩耗を最大にし、SiC ウィスカー強化樹脂自身の摩耗を最小にする条件を明らかにした。その条件は、ウィスカー含有率を高くし、接触面に対して垂直にウィスカーをそろえ、外部より適当な油で潤滑することである。

第 3 章

方向をそろえた炭化けい素

ウイスキー砥石の開発^{(62), (63)}

3.1 緒 言

研磨砥石は、砥粒と結合剤より構成されており、その砥粒は通常アルミナ(Al_2O_3)、炭化けい素(SiC)、立方晶窒化ほう素(CBN)、ダイヤモンドなどの粒状のものが使用されている。

本章では、第2章での加工材料の摩耗が最大となり、かつ砥石の摩耗が最小となる条件におけるSiCウイスキー強化樹脂の摩耗特性を利用して、研削砥石中の砥粒の代わりにこの微小なSiCウイスキーを使用することを考え、ウイスキーを研削面に垂直にそろえた砥石の開発を試みたものである。もともとSiCはGC砥粒として知られている上に、ウイスキーはその機械的強度特性が極めて優れていると言われているので、研磨材として使用した場合優れた研磨特性を持つことが期待される。ウイスキーの直径は約 $1\mu m$ (砥粒で#8000相当)と極めて微細であるが、長さが $40\sim 50\mu m$ と長いため、もし方向をそろえた砥石を作れば、研磨材としてのウイスキーの保持面積が極めて大きいので、研磨中研磨材が脱落しにくく、長寿命の砥石になる可能性がある。

このような砥石は未だ世に出ていないので、ウイスキー砥石の研究は見あたらないが、これに関連する研究としては、砥石を強化するために繊維を加えた砥石に関する研究^{(37)~(39)}などがある。また一方向に束ねたアルミナ長繊維を切断用砥石の研磨材として使用した研究⁽⁴⁰⁾及び、この繊維を板ばね状にし砥石として用いた研究⁽⁴¹⁾⁽⁴²⁾がある。しかし、いずれも本研究で試作したような砥石についての報告はなく、その研削特性も全く不明である。

本章では、結合剤としてフェノール樹脂を用いたレジノイドタイプの砥石について、

SiC ウィスカーの方向制御方法と、そのセグメント砥石による正面研削によってどの程度の表面仕上げが可能かなどについて実験し、検討を行った。

3.2 ウィスカーの方向のそろえ方

図3.1 は、砥石のモデルを示したもので、図(b) のようにウィスカーの方向を一方方向にそろえ、これを加工面に対して垂直な状態にした砥石では、図(a) のような通常の砥粒による砥石に比べ研磨材が脱落しにくいだけでなく、ウィスカーが摩耗しても常に微細な砥粒に相当する断面を現しながら加工が行われる可能性がある。そのため、このウィスカーを用いて研削することにより、高精度にしかも加工能率においても向上を図ることができるものと考えられる。しかし、普通の状態では砥石を作るとウィスカーの方向はランダムになってしまい、切れ刃として有効に作用し得るウィスカーの数はわずかである上、面に平行な方向に存在するウィスカーは研削の妨げになるものと思われる。そこでウィスカーの方向をそろえるための基本的な考え方について、以下に述べる。

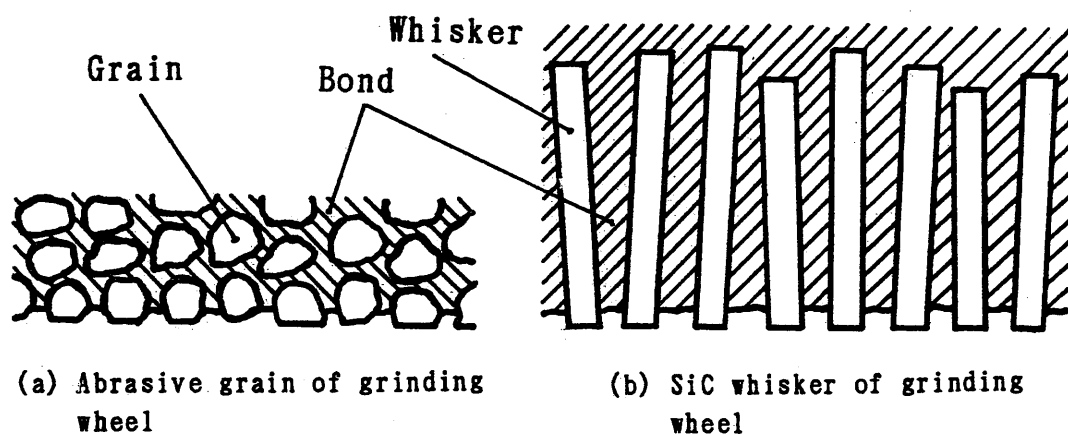


図3.1 研削砥石のモデル

図3.2 に示すように、炭化けい素ウイスキーと液状フェノール樹脂とを混ぜ合わせ、粘土状にしたものを転がしながら円柱状にし、軸方向に伸ばしていく。そして、それを2つに切って重ねまた伸ばすということを何度も繰り返すことにより、ウイスキーの方向をそろえることができる。図3.3 において、円柱を体積一定のもとで外周方向から一様に圧縮し、円柱を細長く伸ばしていくものとする。そのときウイスキー自身は伸ばされることなく、周りの結合剤の流れによる変形に伴って伸ばされる方向に傾いていくことになる。このように円柱を n 倍に伸ばすことにより、その直径は $n^{-1/2}$ 倍となる。そして1つのウイスキーについて考えると、最初伸ばす方向に対して θ の角度をなしていたものが、試料が伸ばされて ϕ になったと仮定すれば、 ϕ は次式のように表される。ここで θ , ϕ は、二次元平面に投影された角度とし、また対称性より 0° から 90° の範囲内で考える。すなわち、最初1つのウイスキーを含む試料内微小要素 dx , dy が dx' , dy' になったとすると

$$dx' = n dx, \quad dy' = n^{-1/2} dy$$

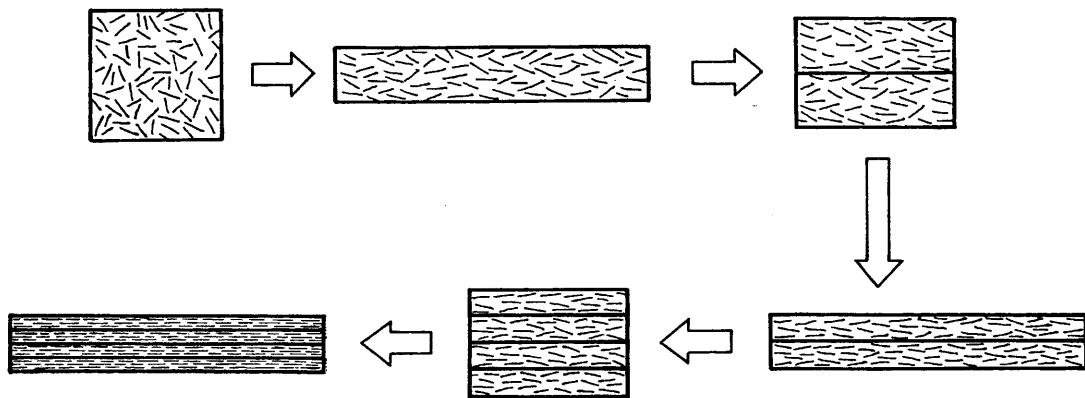


図3.2 ウイスキーの方向をそろえる手順

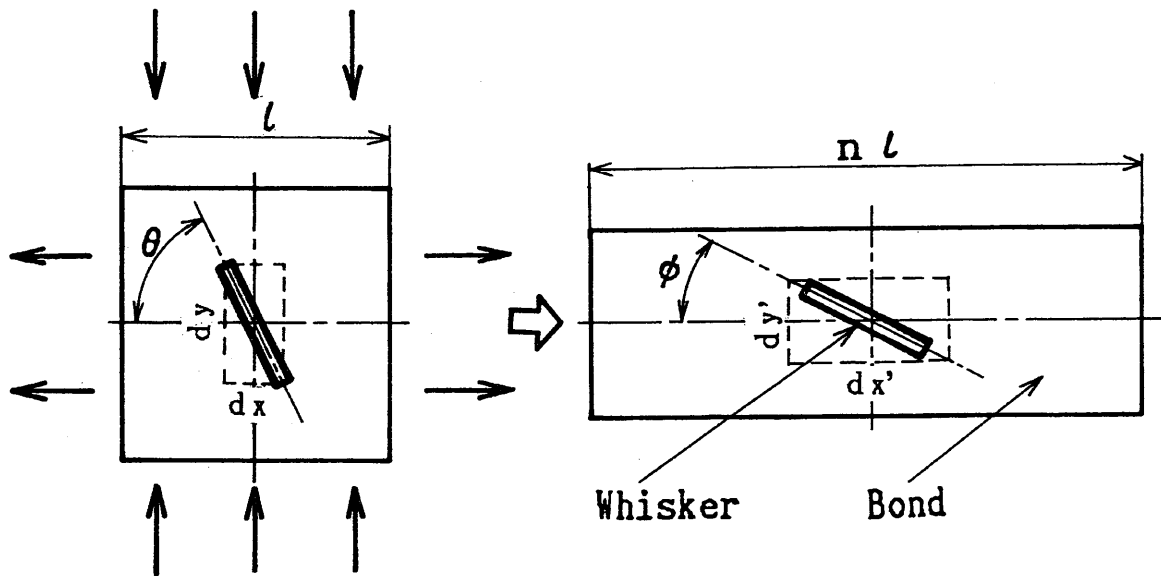


図3.3 ウィスカーの方向をそろえる行程における傾き角の変化

で表されるので

$$\tan \phi = \frac{dy'}{dx'} = \frac{n^{-1/2} dy}{n dx} = n^{-3/2} \tan \theta \quad (3 \cdot 1)$$

という関係が得られる。

この関係を図示すると図3.4 のようになる。すなわち、ある傾き角 θ で存在していたものが、 n 倍に延ばされることにより図のように ϕ の値が変化する。例えば最初 θ が 30° であったものは、10倍すなわち2倍に延ばし2つに切って重ねまた延ばすという作業を3～4回行えば ϕ は数度以内となる。また極端な場合、例えば $\theta = 89^\circ$ のものでも100倍、すなわち前述した作業を7回程度行えば、計算上は延ばす方向に対して全てのウィスカーがほぼ平行になることがわかる。

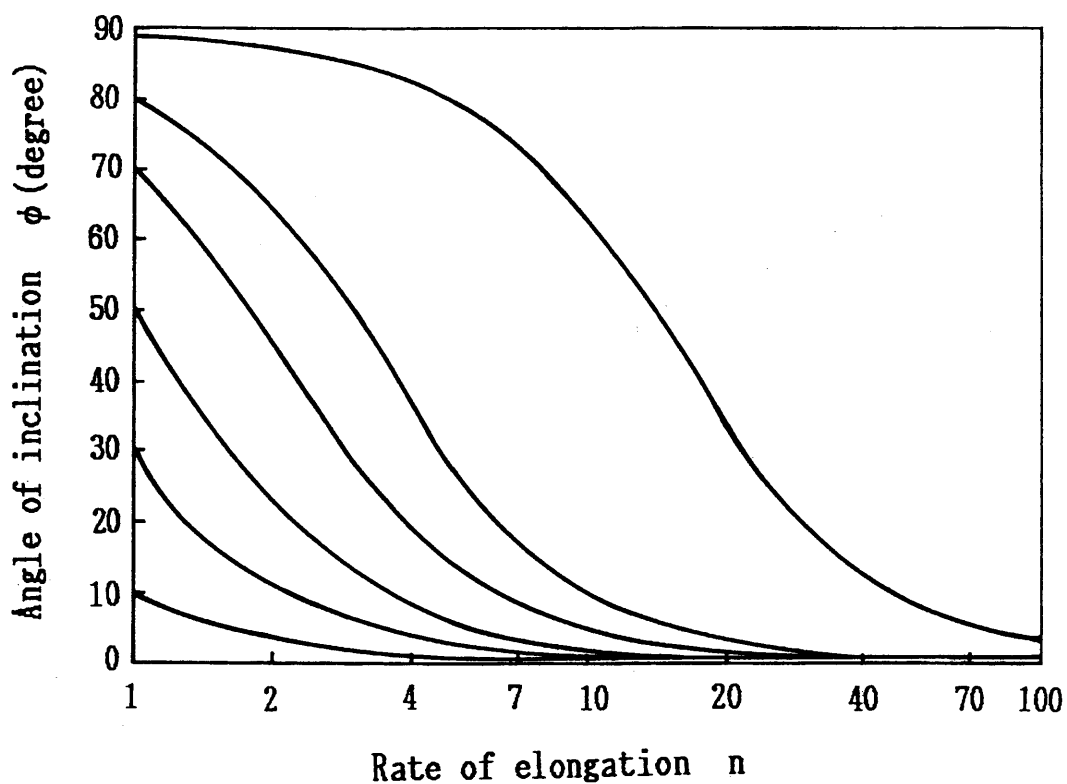


図3.4 延ばす倍率と傾き角との関係

次に、初期状態 ($n=1$) においてウイスキーが全ての方向に一様に分布しているものと仮定し、これが一方向に延ばされることにより、ウイスキーの分布状態がどのように変化していくかということ、確率密度関数を使って導いてみることにする (図3.5)。

最初、確率密度関数 $p(\theta)$ で分布していたものが、式(1)により $p(\phi)$ に変化したものとする、変換される微小区間の量は不変であるから、

$$p(\theta) d(\theta) = p(\phi) d(\phi)$$

$$\therefore p(\phi) = \frac{p(\theta) d(\theta)}{d\phi} \quad (3 \cdot 2)$$

ここで式(3.1)より

$$\frac{d\theta}{d\phi} = \frac{1}{n^{3/2}\sin^2\phi + n^{-3/2}\cos^2\phi} \quad (3 \cdot 3)$$

式(3.2), (3.3)より

$$p(\phi) = \frac{p(\theta)}{n^{3/2}\sin^2\phi + n^{-3/2}\cos^2\phi} \quad (3 \cdot 4)$$

となる.

そして, また一方向に延ばす前の段階(初期状態)においては, 図3.5(a)のようにウイスキーは, θ が 0° から 90° まで一様に分布しているものと仮定したので, $p(\theta)$ は一定である. この確率密度関数を全区間にわたって積分すると1となることより, 式(3.4)の $p(\theta)$ は次のようにして求められる.

$$\int_0^{\pi/2} p(\theta) d\theta = p(\theta) \cdot \frac{\pi}{2} = 1$$

$$\therefore p(\theta) = \frac{2}{\pi}$$

これより, 式(3.4)は

$$p(\phi) = \frac{2}{\pi} \cdot \frac{1}{n^{3/2}\sin^2\phi + n^{-3/2}\cos^2\phi} \quad (3 \cdot 5)$$

となる.

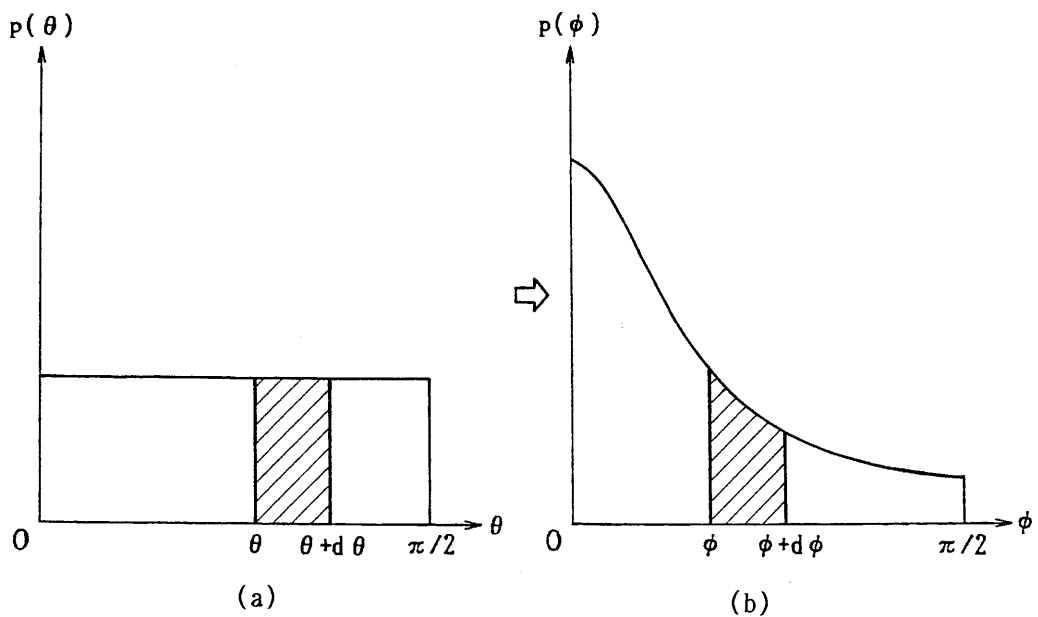


図3.5 延ばす行程での傾き角における確率密度の変化

この式 (3.5)より描いたものが図3.6 である。

この図からわかるように、ウイスキーと結合剤とを混ぜ合わせた初期状態から一方向に延ばしていくことにより、ウイスキーの傾きの分布状態は ϕ が小さくなる方向へ急速に偏っていき、100倍程度延ばせば、ほとんどのウイスキーが一方向にほぼ数度以内にそろってしまうことになる。

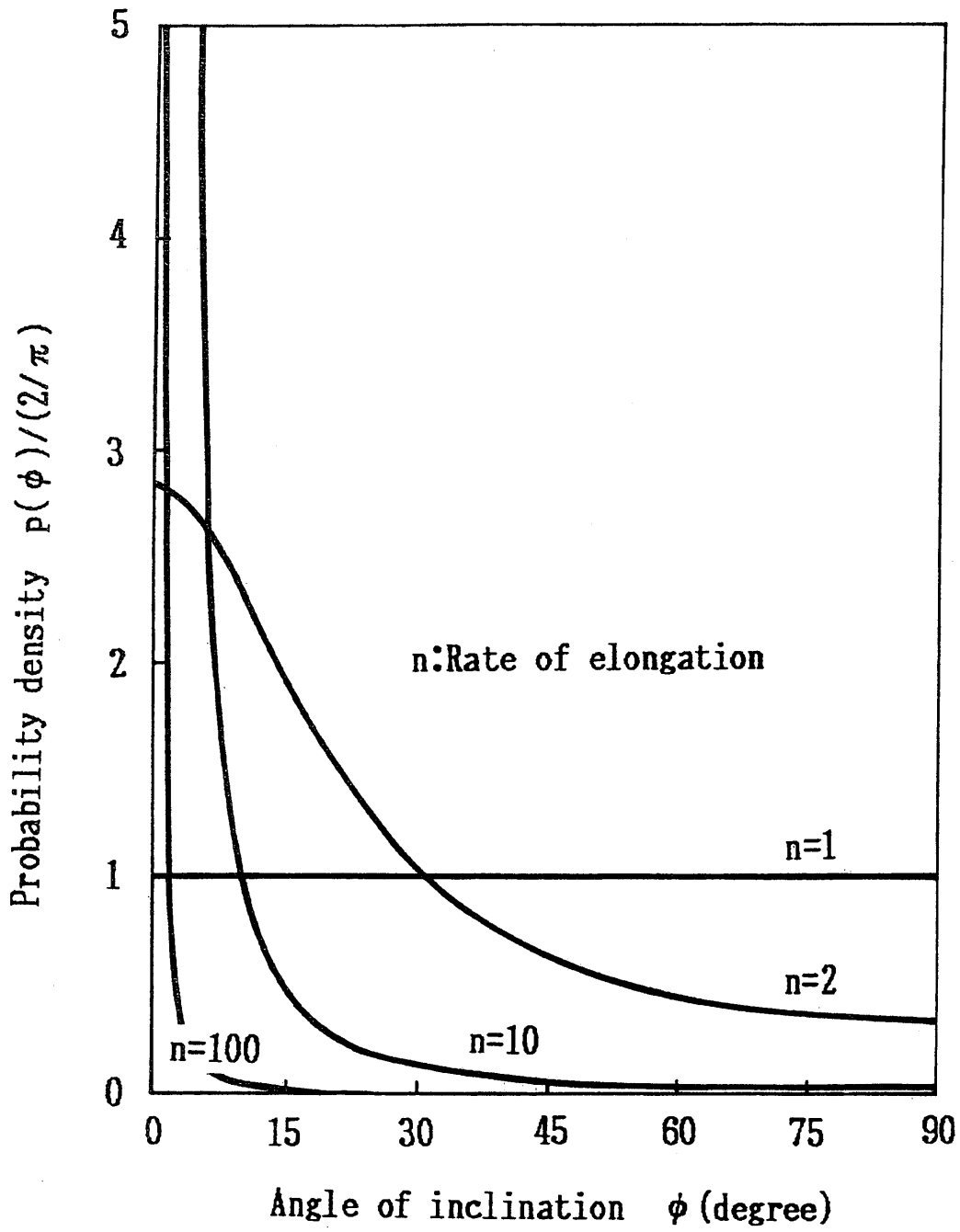


図3.6 ウィスカーの方位分布

3.3 ウィスカー砥石の製作

砥石の製作方法は、まず炭化けい素ウィスカー（図 3.7）とほぼ等重量の熱硬化性液状フェノール樹脂とを混ぜ合わせ粘土状にする。これを円柱状に転がしながら一方方向に2倍に伸ばし、2つに切って重ねまた伸ばすということを何度も繰り返すことによりウィスカーの方向をそろえることができる。前述したように、計算上はこの作業を7回程度繰り返せば $n=2^7=128$ となってウィスカーの方向は図3.6の $n=100$ で示される曲線以上にそろはずであるが、ウィスカーと結合剤とを均一に混ぜ合わせる必要もあって実作業では、この繰り返しを20回程度行っている。この後、このようにして棒状に伸ばしたものを型に入れ所望の形状に焼成した後、砥石素材を作製した。

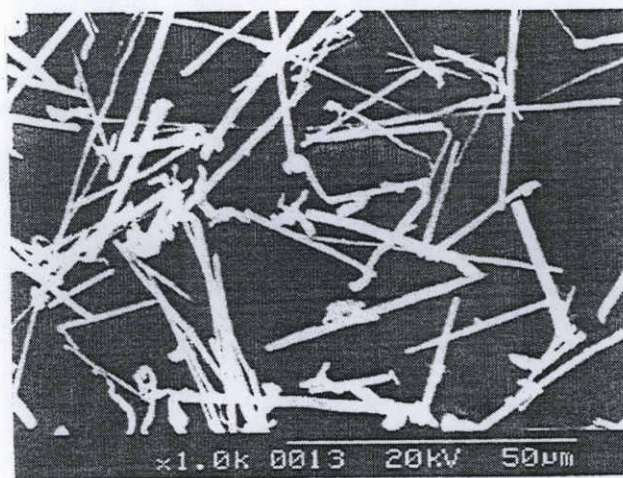


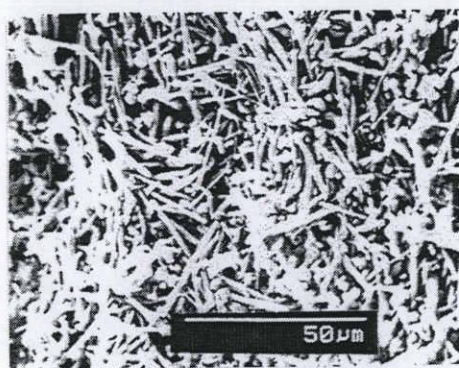
図3.7 SiC ウィスカーの SEM写真

図3.8 は、ウイスキーの方向をそろえた砥石の断面(a) とそろえてないもの(b) とを走査型電子顕微鏡(SEM) により撮影したもので、(a) ではウイスキーが一方向によくそろっていることが観察される。

実験では、炭化けい素ウイスキーと結合剤は、重量比ではほぼ1対1の割合に混合した。また焼結は、170°Cで30分間行った。



(a) Directionally aligned grinding wheel



(b) Randomly oriented grinding wheel

図3.8 SiC ウイスキー砥石の断面の SEM写真

3.4 実験装置および実験方法

本実験では、表面仕上げがどの程度可能か見当をつけるため以下のような方法で行った。砥石は、先に述べたような方法により砥石素材を作製しセグメント状に切断して、これを図3.9に示すように繊維の方向を研削面に垂直になるようにボンドで固定したものを使用した。研削装置として、NC立てフライス盤を用い、作製した砥石を砥石ホルダーにねじで固定し、主軸に取り付ける。また加工物は、テーブル上に取り付けたマグネットチャックにより固定し、液槽中において低速度で正面研削を行った（図3.10）。研削液は、水溶性ソリュブル形(JIS W2-1)を使用し、これをポンプで循環させながら研削部に吹き付けて研削した。加工材料は、主にSKD11材（試片寸法25X25X50）をHRC60に焼き入れしたものを使用した。また平坦度と初期表面粗さ(3~5 μ m Rmax)をそろえるためWA#60の砥石により前加工をしたものを用いて実験した。表3.1に、実験条件を示す。

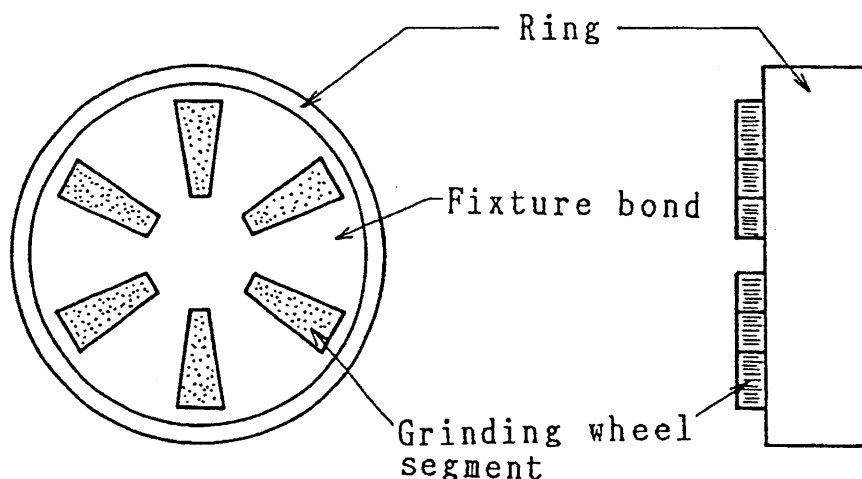


図3.9 SiC ウィスカー砥石

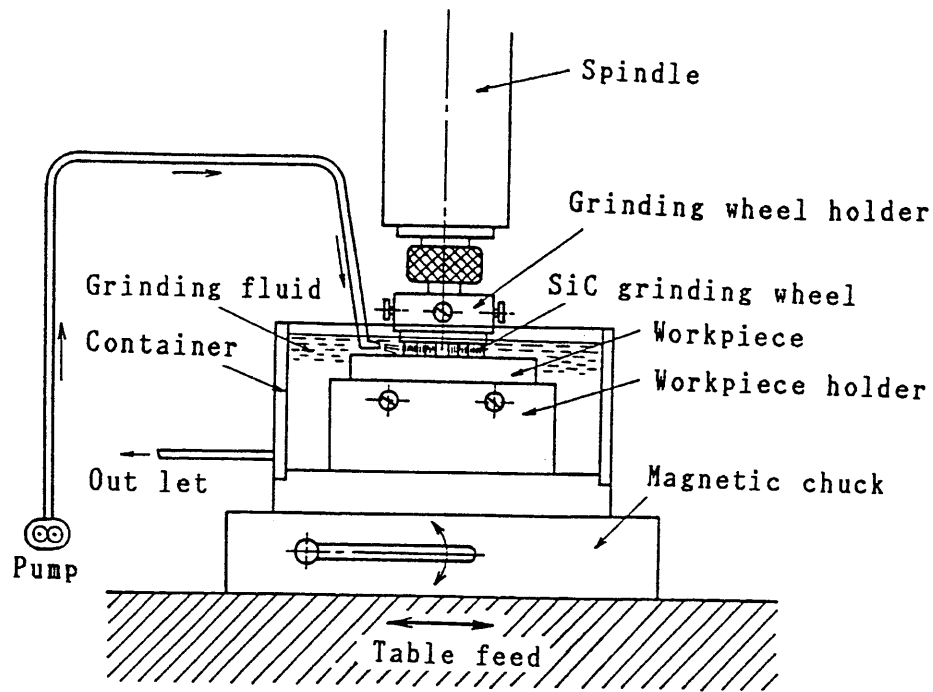


図3.10 実験装置

表3.1 実験条件

Grinding wheel	Abrasive :SiC whisker(TOKA whisker) Bond :Phenol resin(Plyophen) Setting temperature:170 °C
Workpiece material	Die steel SKD11(HRC60)
Wheel speed	$v=40\sim 250$ m/min
Table speed	$f=2.4\sim 7.2$ cm/min
Grinding fluid	Soluble type(JIS W2-1)

3.5 加工面性状

図3.11は、上記のようにウイスキーを加工面に垂直にそろえた砥石を用いて、初期前加工粗さの違う表面について一定回数研削した後得られた仕上げ面粗さを最大高さ(R_{max})で示したものである。なお、比較のためにウイスキーの方向をランダムにした砥石と研削方向にほぼ平行にそろえた砥石とを作り、その場合得られた仕上げ面粗さも同時に示した。

加工条件は、研削速度 $v = 50 \text{ m/min}$ で切り込み量を最初に公称 0.01mm 与えて（実際の切り込みは、実験装置などの弾性により逃げが生じるため明確ではない）3往復トラバース研削（送り速度 f は、1, 2 回目は 4.8cm/min 、3 回目は 2.4cm/min ）したものである。

図中、軸に対して 45° の斜線は、前加工粗さと仕上げ面粗さとが同じ状態、すなわち加工されていないことを示している。図からわかるように、研削面に対してウイスキーの方向を垂直にそろえた砥石においては、かなり良い面が得られている。例えば、前加工粗さ $4.8\mu\text{m } R_{max}$ では、仕上げ面粗さは約 $0.7\mu\text{m } R_{max}$ に、また同様に $0.8\mu\text{m } R_{max}$ では約 $0.2\mu\text{m } R_{max}$ となっている。これは、初期表面の凸部は研削されているが、まだ一部の谷の部分が研削されずに残っていることを示している。ウイスキーの方向を研削面に対して平行にそろえた砥石では、 45° の斜線とあまり変わらない状態を示し、研削がほとんど進んでいないことがわかる。そして、実際の研削面には研削焼けが生じていることが観察された。また、ウイスキーの方向をそろえてないランダムの状態の砥石では、上記の中間的な状態となっている。これは前述したように、方向をそろえなくても一部のウイスキーは、研削面に対して切刃となる角度で存在するため、ある程度の研削が行われるものと考えられる。

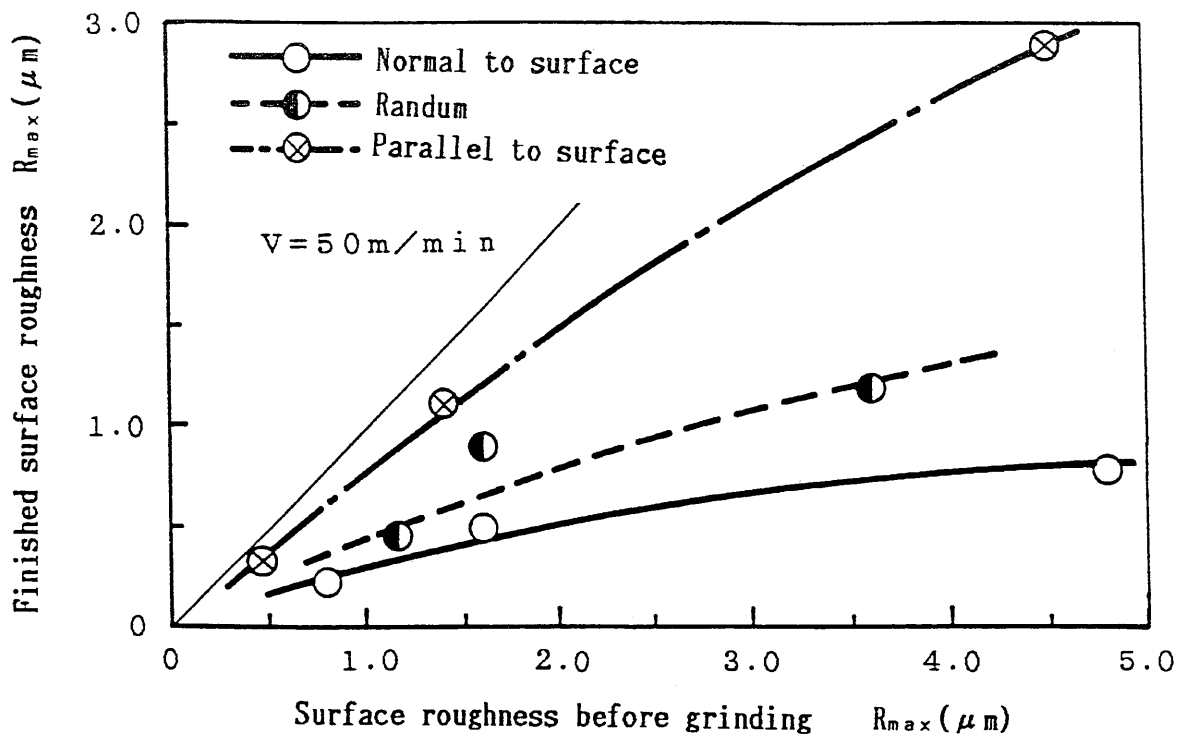


図3.11 仕上げ面粗さにおける SiCウイスキーの方向による影響

図3.12は、本砥石により前加工粗さが除去されるまで加工した場合の表面の外観を示したものであるが、非常に良い鏡面となっていることがわかる。

図3.13は、触針式表面粗さ計により測定した仕上げ面の粗さ曲線を示したものである。(a)は、SKD11 焼き入れ材(HRC60)のもので、その値は $0.04\mu\text{m}$ Rmax($0.004\mu\text{m}$ Ra)となっている。また参考のため、シリコンウェーハおよびガラス材についても研削し、その粗さ曲線を(b)、(c)に示した。ガラス材はやや粗いが、シリコンウェーハは良好な面が得られた。

図3.14は、SKD11 材の試料において、位相測定干渉計により非接触状態で平面粗さを測定したものを示したものである。測定平面の寸法は、 $0.719\text{mm} \times 0.644\text{mm}$ とかなり広い範囲の表面状態を示している。この曲線からRmaxの値は、約 $0.05\mu\text{m}$ であることが読み取られる。なお、この場合のRaの値は計器の指示値から約 5nm であった。

また図3.15は、使用後の砥石の表面をSEMにより観察したもので、(a)は真上から、また(b)は、一部を拡大して斜め上方からのものである。写真の倍率から判断して、直径にほぼ等しい $1\mu\text{m}$ ほどのウイスキーの先端が砥石表面から突き出していることがわかる。

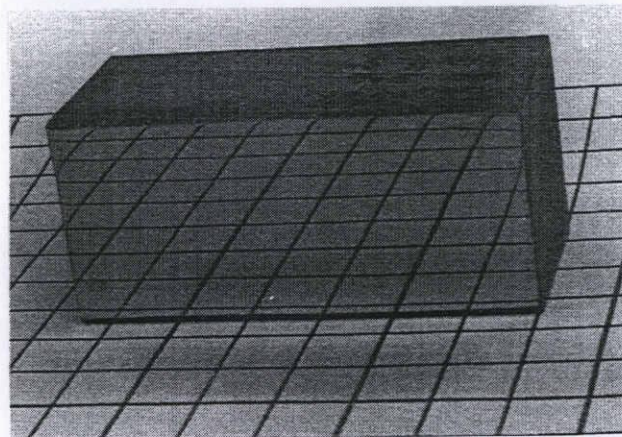


図3.12 研削仕上げ面の外観

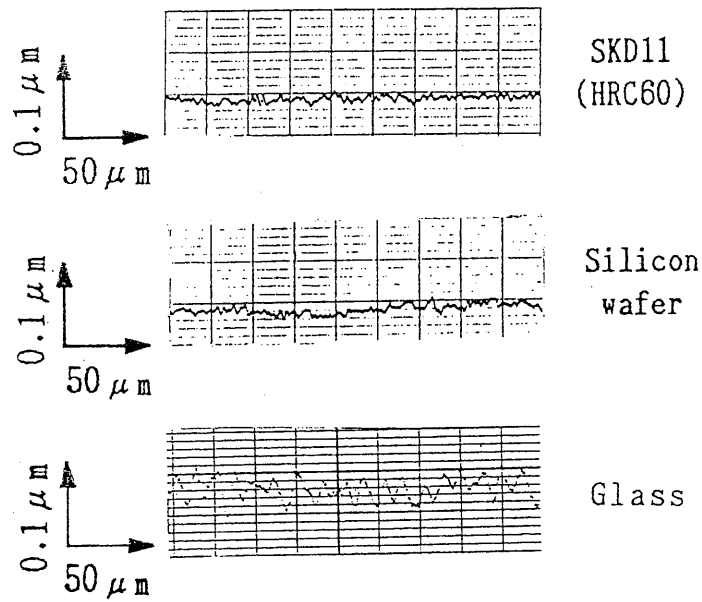


図3.13 研削仕上げ面の粗さ曲線

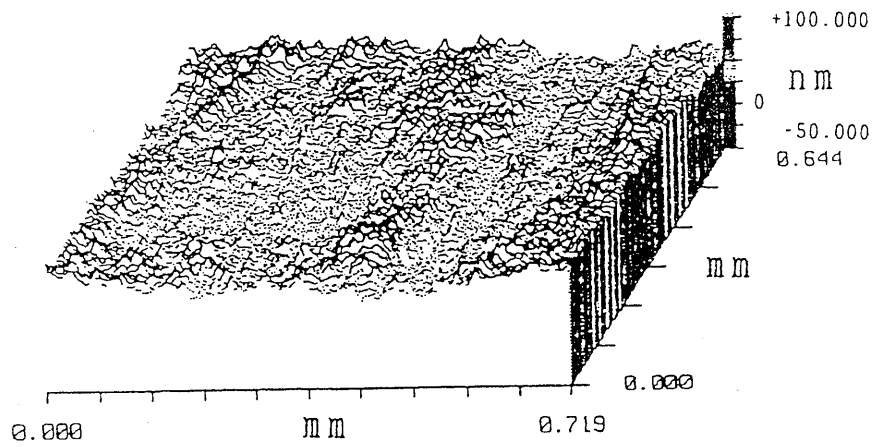
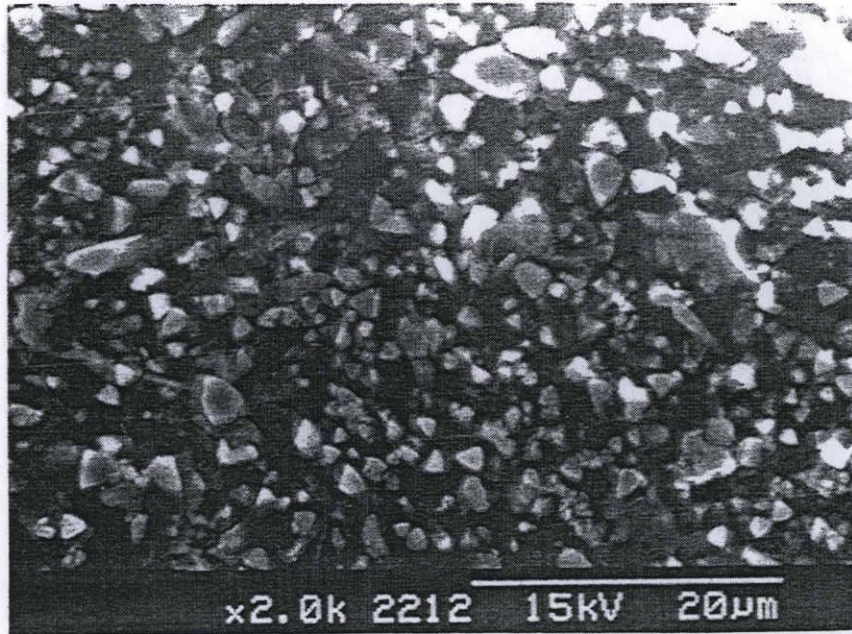
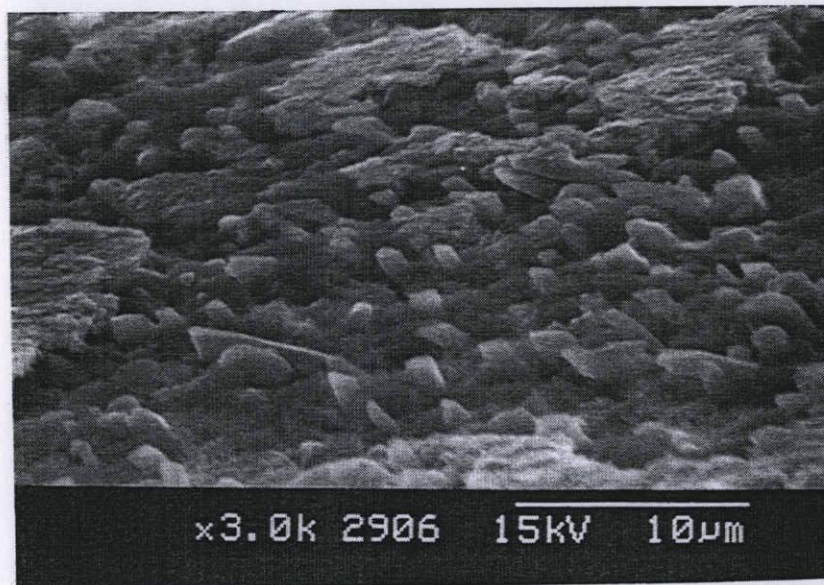


図3.14 位相測定干渉計による仕上げ面粗さの測定



(a) Top view



(b) Side view

図3.15 研削砥石表面の SEM写真

図3.16は、研削仕上げ面を SEMにより観察したもので、ウイスキーの直径に相当する $1\mu\text{m}$ 程度の研削跡がすじ状に走っており、はっきりと研削状痕が認められる。

以上により、本ウイスキー砥石で表面研削することにより、かなり良い仕上げ面が得られることを示すことができた。しかし、本砥石が実用に供するためには、砥石の製作条件（ウイスキーの混合率、結合剤の種類、添加剤の種類、添加率など）、研削方法および適正な用途（被研削材の種類など）について極めて広範な研究を行わねばならない。本実験は、その第一段階として、本砥石による研削の可能性を示すことができたものと考えられる。

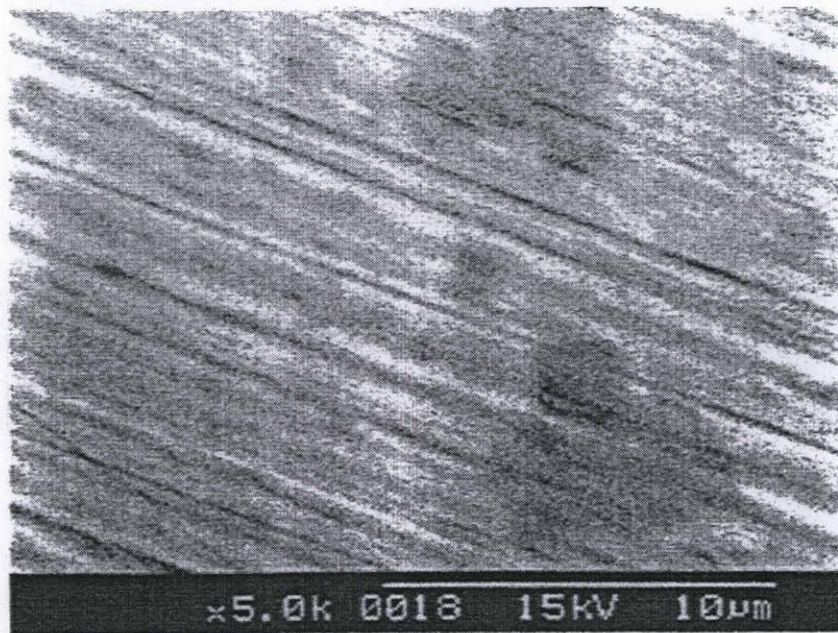


図3.16 研削仕上げ面の SEM写真

3.6 結 言

開発した SiC ウィスカーレジノイド砥石による低速研削において実験、観察することにより以下のような結果が得られた。

- (1) SiC ウィスカーと液状フェノール樹脂とを混ぜ合わせ粘土状にしたものを、一方向に 100 倍程度延ばすことにより、ほとんどのウィスカーを一方向にそろえることができることを理論的、実験的に示すことができた。
- (2) SiC ウィスカーの方向を研削面に対して垂直にそろえたもの、平行にしたもの、そして方向をそろえないものの 3 種類の砥石について研削仕上げ面を比較したところ、垂直にそろえた砥石の場合が一番よい結果が得られることがわかった。
- (3) 本砥石で SKD11(HRC60) を研削したときに得られた仕上げ面粗さは、 $0.04\mu\text{m}$ R_{max} ($0.004\mu\text{m}$ R_{a}) であった。

以上より、検討を要する課題は多く残されているが、SiC ウィスカー砥石の有効性を示すことができた。

第 4 章

SiC ウィスカー砥石の研磨特性 (64), (65)

4.1 緒 言

本研究で開発した SiC ウィスカー砥石に使用した研磨材の SiC ウィスカーは、アスペクト比が 50 程度とかなり大きいので、本砥石は通常の砥石のような自生作用により砥粒の脱落を求めるものではなく、ウィスカーが摩滅するまで使うという概念のものである。従ってこの砥石は、従来のものとは違った使用法をしなければならないし、また研磨特性も異なるものと考えられる。このような砥石は、特に極めて微細な砥粒を用いなければならない研磨において、砥石の長寿命化、仕上げ面の向上などにその特徴を発揮する可能性がある。

本研究の狙いは、微細な針状のダイヤモンドを作製し、針状体の方向をそろえた砥石を製作することにより、シリコンウェーハやセラミックなどの超精密研磨に応用することを目指しているものである。従って、このようなウィスカー砥石の構成、研磨方法、研磨特性など広範囲にわたって調べ、本砥石の特性を明らかにすることは大きな意義のあることである。

前章においては、ウィスカーの配列手法を詳細に述べるとともに、本砥石を用いることにより良好な仕上げ面が得られる可能性があることを明らかにしてきた。

通常、砥石の特性評価項目については、研磨能率、研削比、仕上げ面粗さなど極めて多岐にわたるが、本研究では、方向をそろえた SiC ウィスカー砥石を用いて研磨した場合の研磨くずとその排出状況を観察するとともに、仕上げ面粗さを評価尺度として、研磨特性に及ぼす砥石の構成要素の影響について調べたものである。

4.2 実験方法

ウィスカーの方向のそろえ方は、前章で述べたように、ウィスカーと結合剤の熱硬

化性フェノール樹脂とを混ぜ合わせ粘土状にしたものを、一方向に何度も延ばしては重ね合わせるにより行うものである。ウイスキーの方向をそろえた後、約 180℃で30時間かけて硬化させ、その後砥石セグメントの形状に削り出して図4.1 のようなカップ形砥石を作製した。表4.1 に加工条件を示す。

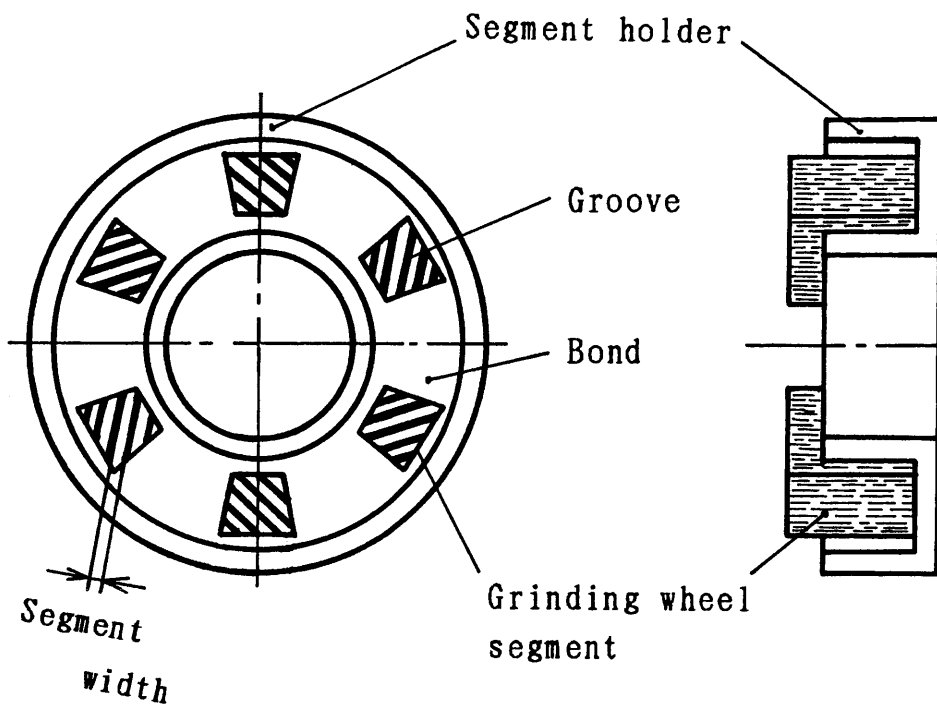


図4.1 SiC ウイスキー研削砥石

表4.1 研削条件

Grinding wheel	Grain: SiC whisker 14% vol Bond: Phenol resin(Plyophen)
Workpiece	Hardened diesteel SKD11(AISI D2) Hardness Hv=7.5GPa
Grinding conditions	Grinding speed: 50~200m/min Feed rate: 3.5cm/min Grinding fluid: JIS W2-1(Soluble type)

ここで砥石中のウイスキアの割合については、第2章の実験結果より、体積含有率が14%程度が適当であると考えられるので、この割合のものについて実験を行った。

実験装置は、CNCフライス盤を用い、加工物をテーブル上のマグネティックチャックにより固定し、砥石をスピンドルに取付け液槽中でカップ研磨を行った。被削材は、ダイス鋼SKD11を熱処理(HRC60)したものをを用いた。この際の実験試料は、#60WA砥石で研削仕上げしたもので、初期粗さは $1\mu\text{mRmax}$ 程度である。

本研究については、従来の粒状の研磨材の場合のように、砥石の製作方法、研磨方法についての研究がなされていないので、検討しなければならない項目が非常に多い。そこで今回は、最初に述べたように表面の仕上げ面粗さを向上させることを目的として、砥石の製作条件、すなわち砥石形状、ウイスキアの大きさ、添加材、および結合剤の種類を変えてその特性について調べた。

4.3 実験結果

4.3.1 砥石形状の影響^(6.6)

砥石形状のうち最も大きな因子は、砥石セグメントの幅である。本砥石では、ウイスキアが非常に微細なため、研磨くずが排出されにくく、目づまりし易いものと考えられる。例えば図4.2において、セグメント幅 $b=8\text{mm}$ では、幅方向に $1\mu\text{m}$ のウイス

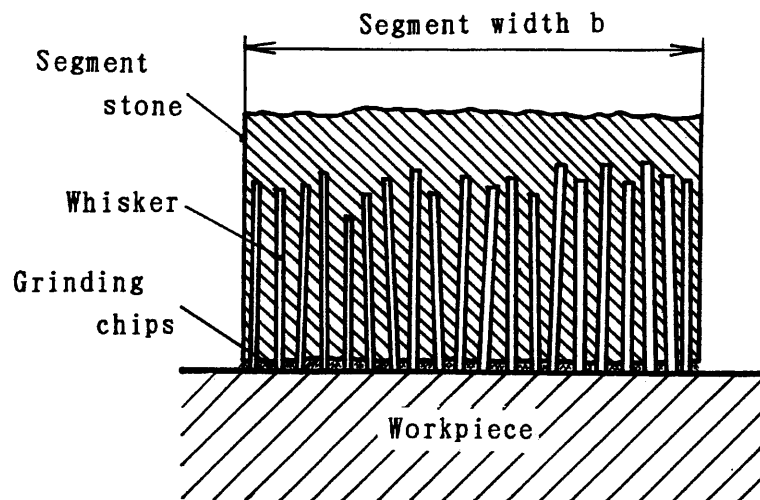


図4.2 セグメント砥石のモデル

カーが千本程度ならんでいることになる。そのため、このような砥石では研磨くずの排出が非常に悪くなることが予想される。そこで、セグメント幅を変えて仕上げ面状態について調べてみた。セグメント幅の設定は、セグメントに大きな溝を入れることで調整した。また溝の方向は、研磨液が進入し易いように周速度に対して斜めの方向に入れて実験を行った。

図4.3は、セグメント幅 b の影響について、実験結果を示したものである。図からわかるように、セグメント幅が狭くなるに従って、仕上げ面粗さが研磨速度によらず良くなることがわかる。

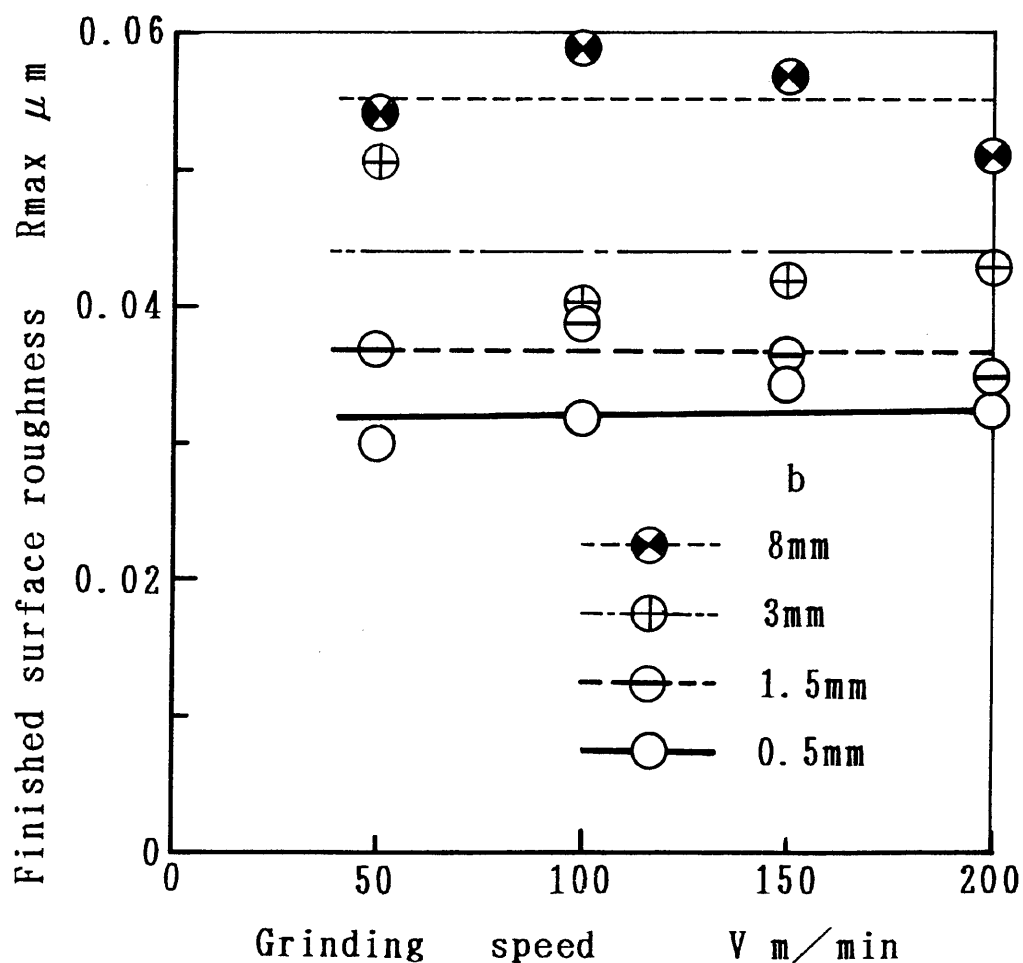


図4.3 仕上げ面粗さにおけるセグメント幅の影響

図4.4は、セグメント幅 b が 0.5mm と 8mm についての、研削仕上げ面の粗さ曲線を示したものである。このように、セグメント幅が図(b) に比べ図(a) が16分の1と小さくなることにより仕上げ面粗さが良くなるのは、目づまりが減少することによるものであると考えられる。

図4.5(a) $b=0.5\text{mm}$, (b) $b=8\text{mm}$ は、研削後の砥石表面の状態を SEM (走査型電子顕微鏡) により観察したものである。セグメント幅の狭い図(a)の方が、目づまりが少なく、ウイスキーの先端がよく突き出している様子が観察される。

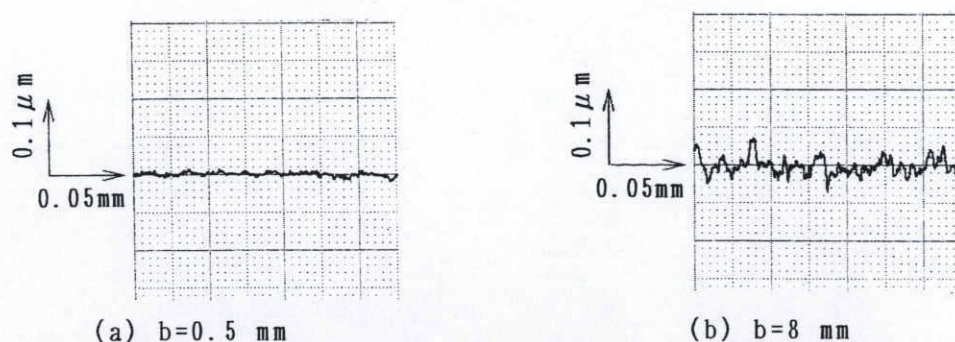


図4.4 粗さ曲線

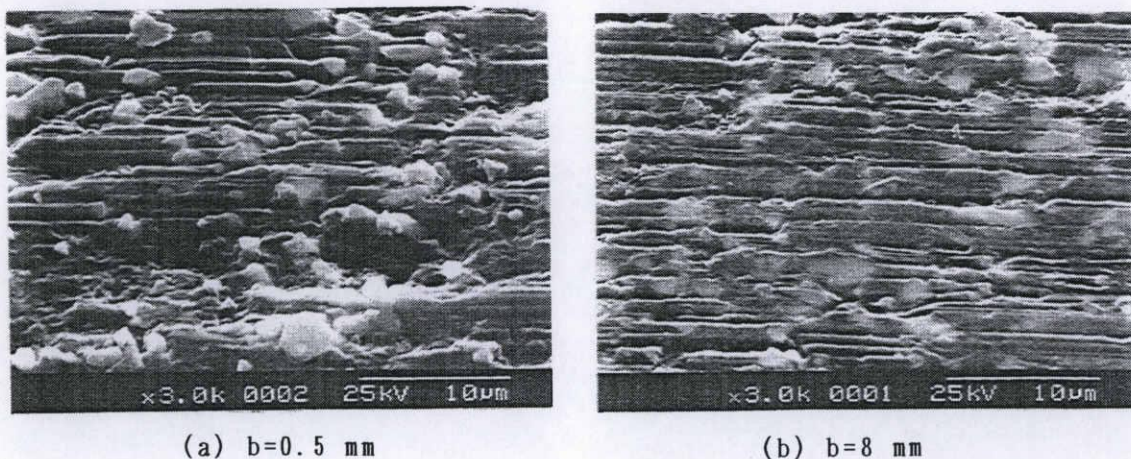


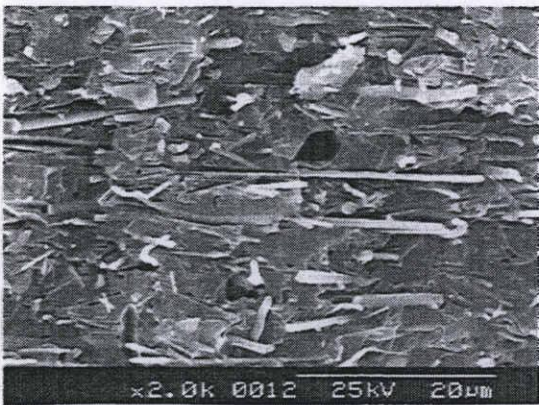
図4.5 研削後の砥石表面の SEM写真

4.3.2 ウィスカー径の影響

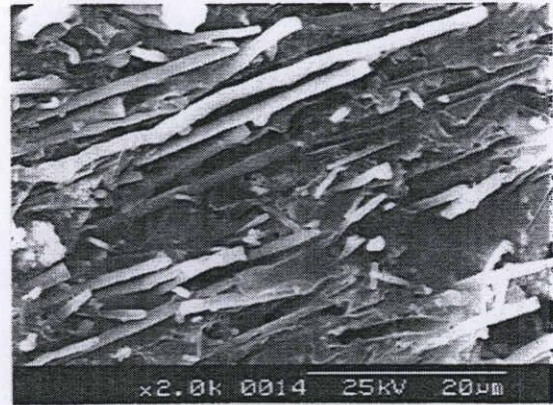
ウィスカーの直径は、仕上げ面粗さに最も大きな影響を与えるものと考えられる。そこで、このウィスカー直径と仕上げ面粗さとの関係について調べた。

図4.6は、直径 $0.3\mu\text{m}$ (a)と $1.2\mu\text{m}$ (b)のウィスカーで作られた砥石の断面をSEMにより観察し、比較したものである。

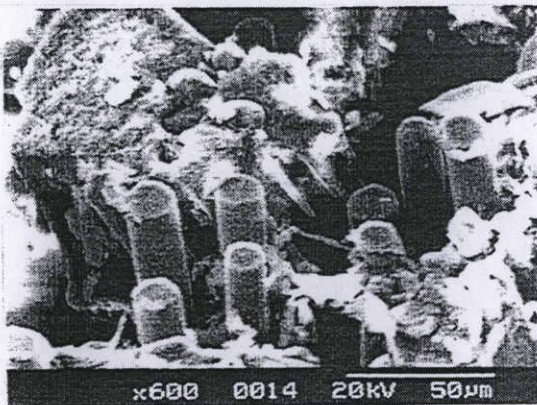
ここで使用した研磨材は、これらの他に参考のため、図4.6(c)に示すような直径が $14\mu\text{m}$ のSiCファイバー（ニカロン繊維）を長さ 3mm に細断して短繊維とし、これを使った砥石についても実験を行った。このいずれの実験もセグメント幅は、 $b=8\text{mm}$ のものを使用した。



(a) SiC ウィスカー ($0.3\mu\text{m}$)



(b) SiC ウィスカー ($1.2\mu\text{m}$)



(c) SiC ファイバー ($14\mu\text{m}$)

図4.6 SiC ウィスカーおよび SiCファイバーによる砥石の断面の SEM写真

図4.7は、それぞれの場合の仕上げ面粗さを示しており、当然のことながら直径が小さくなるに従って仕上げ面粗さは良くなる（表面粗さの値が小さくなる）ことがわかる。しかし対直径比で示される表面粗さ (R_{max}/d) は、図4.8に示すように直径が小さくなると、相対的にやや粗くなる。また、これについて表にしたものを表4.2に示す。これは、同じセグメント幅 ($b=8\text{mm}$) を用いているので、小径のウイスキーの場合、相対砥石幅 b/d が大きくなることになり、先の砥石セグメント幅の効果にあてはめてみると、目づまりともかなり関係しているといえる。

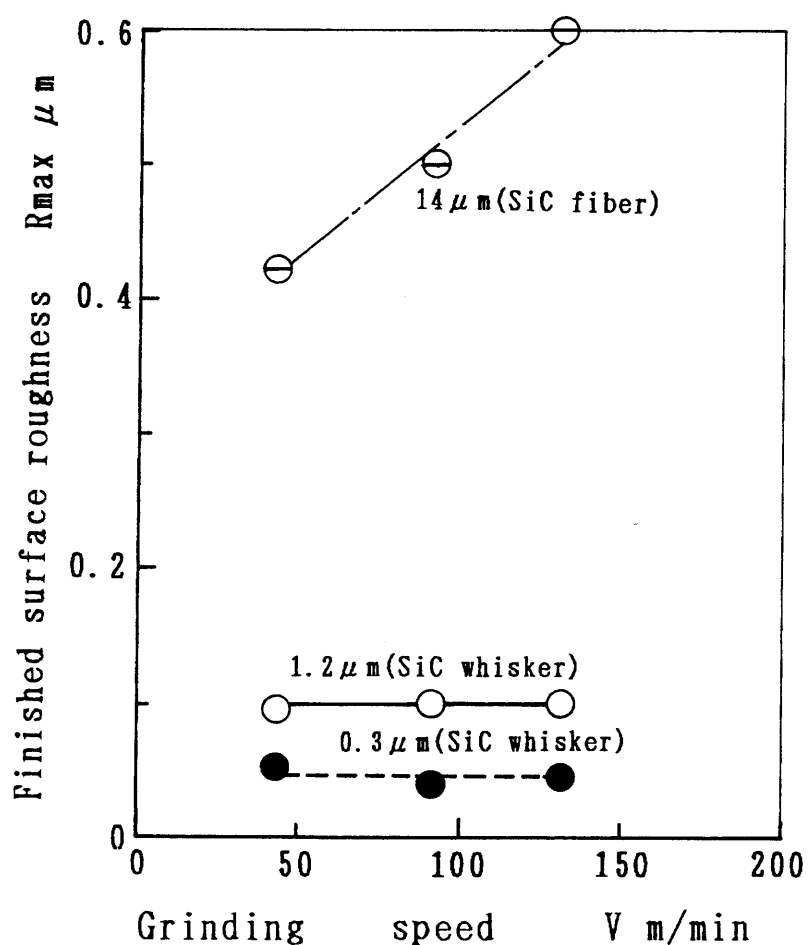


図4.7 仕上げ面粗さにおけるウイスキー径の影響

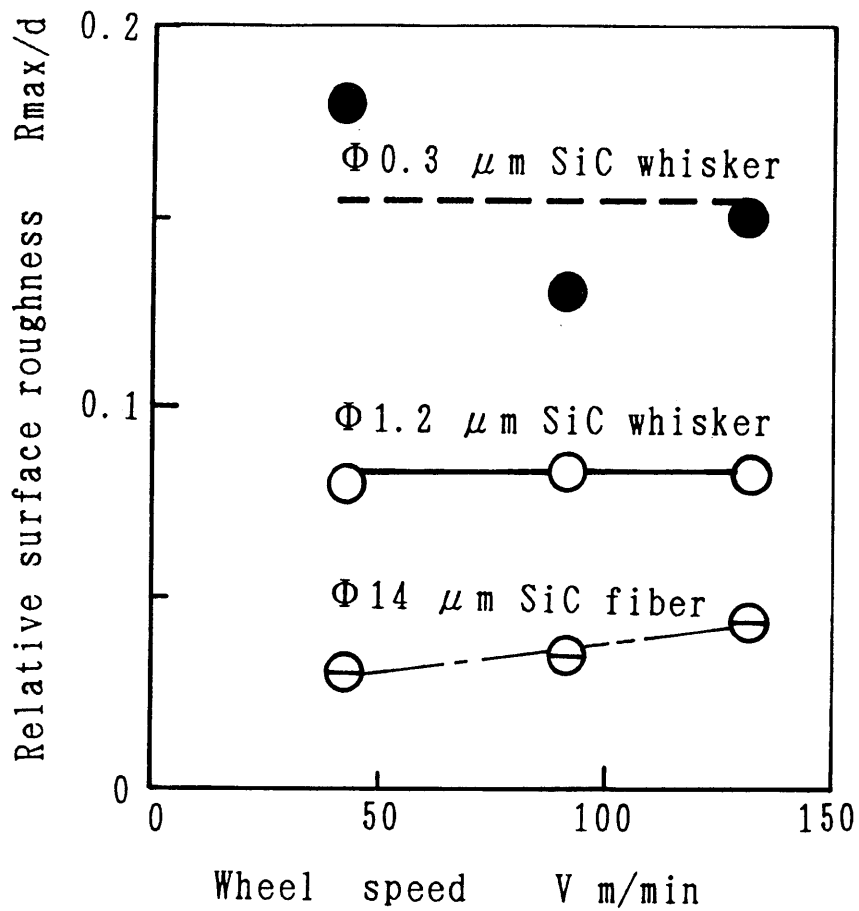


図4.8 ウィスカ-径による相対的粗さ

表4.2 ウィスカ-径における相対的セグメント幅と相対的仕上げ面粗さ

d μm	b/d	R _{max} /d
14	570	0.04
1.2	6670	0.08
0.3	26670	0.17

4.3.3 添加材の影響

この目づまりを生じにくくすることを狙いとして、添加材の効果について調べた。ここで使用した添加材の成分を、表4.3に示す。

図4.9は、これらの砥石により加工した仕上げ面粗さの違いについて示したものである。B砥石の酸化クロムを添加した場合に多少良い値を示している。しかし、ここで挙げた添加材においては、大きな影響はないことがわかる。また、この他にも数種の添加材の効果について調べたが、本実験の範囲内では、あまり顕著な効果は認められなかった。

表4.3 添加剤

Type of wheel	Additives	Diameter μm	Ratio wt%
A	Non	—	—
B	Cr_2O_3	0.3	15
C	Na_3AlFe_6	47.6	2.5
	FeS_2	64.6	2.5

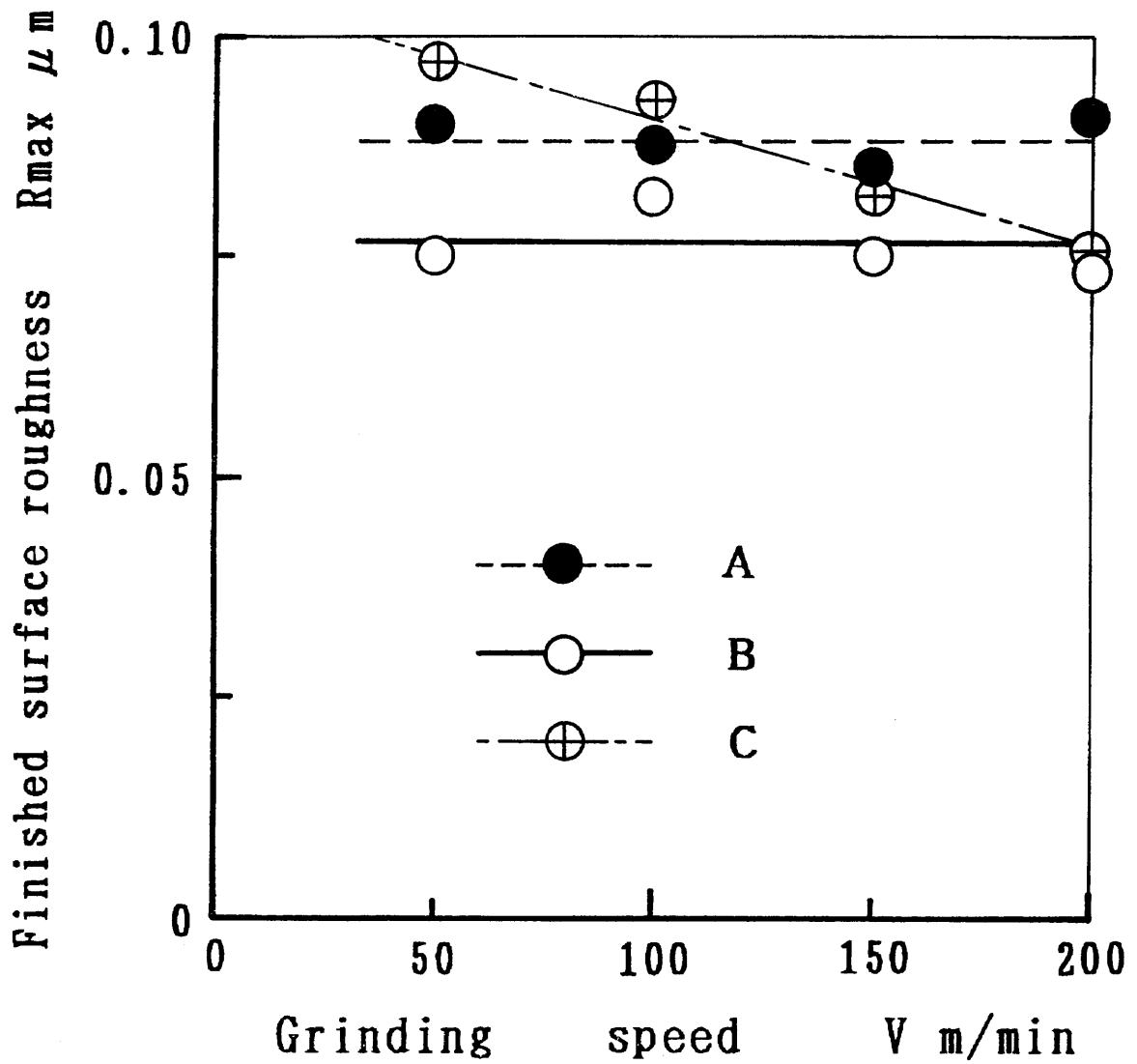


図4.9 仕上げ面粗さにおける添加剤の影響
($b=8$ mm)

4.3.4 結合剤の影響

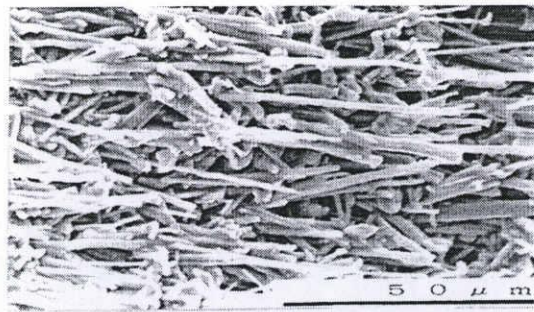
結合剤の種類を変えた場合の、仕上げ面粗さに及ぼす影響について調べた。

結合剤として、これまでに述べた樹脂の他に3種類を選んだ。その作製方法の詳細については別の機会にゆずるが、ここで使用した材質および焼成温度などについて表4.4に示す。そしてこのレジノイドボンド、メタルボンド、ビトリファイドボンドおよびガラスボンド砥石の断面をSEMにより観察したものを、それぞれ図4.10(a), (b), (c), (d)に示す。

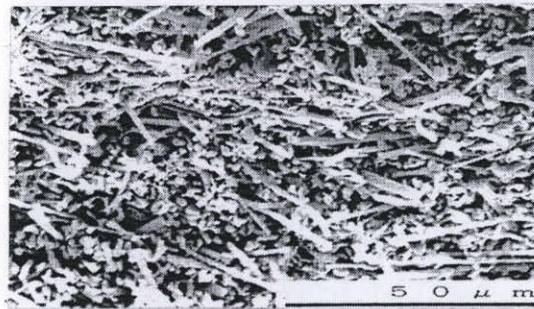
これらの砥石を用いて研磨した場合の、仕上げ面粗さを図4.11に示す。レジノイド砥石の場合は他の砥石に比べて、相対的にやや良い仕上げ面が得られた。これは樹脂の場合、ウイスキーの保持がソフトであることと関係しているものと考えられる。一方、その他の砥石による差異はあまりなかった。

表4.4 結合剤の材質とその焼成温度

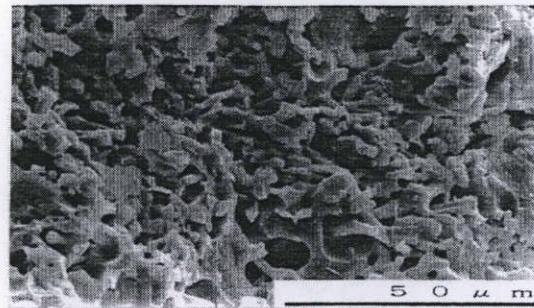
Type of wheel	Bonds	Diameter μm	Sintering temperature $^{\circ}\text{C}$
Resinoid	Phenol resin	—	180
Metal bonded	SFBR Cu 70% Sn 30%	2~3	600
Vitrified	Clay Si 69.90% Al 17.67% K 4.80 %	0.8~2	1250
Glass bonded	Glass powder	1	750



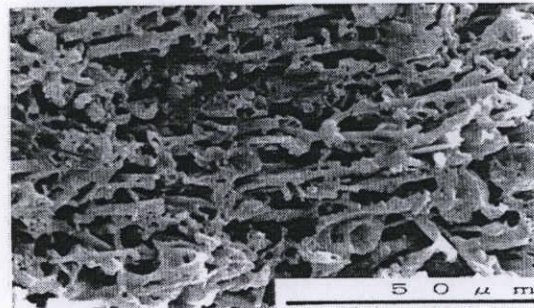
(a) Resinoid wheel



(b) Metal bonded wheel



(c) Vitrified wheel



(d) Glass bonded wheel

図4.10 種々の結合剤における SiCウイスキー砥石断面の SEM 写真

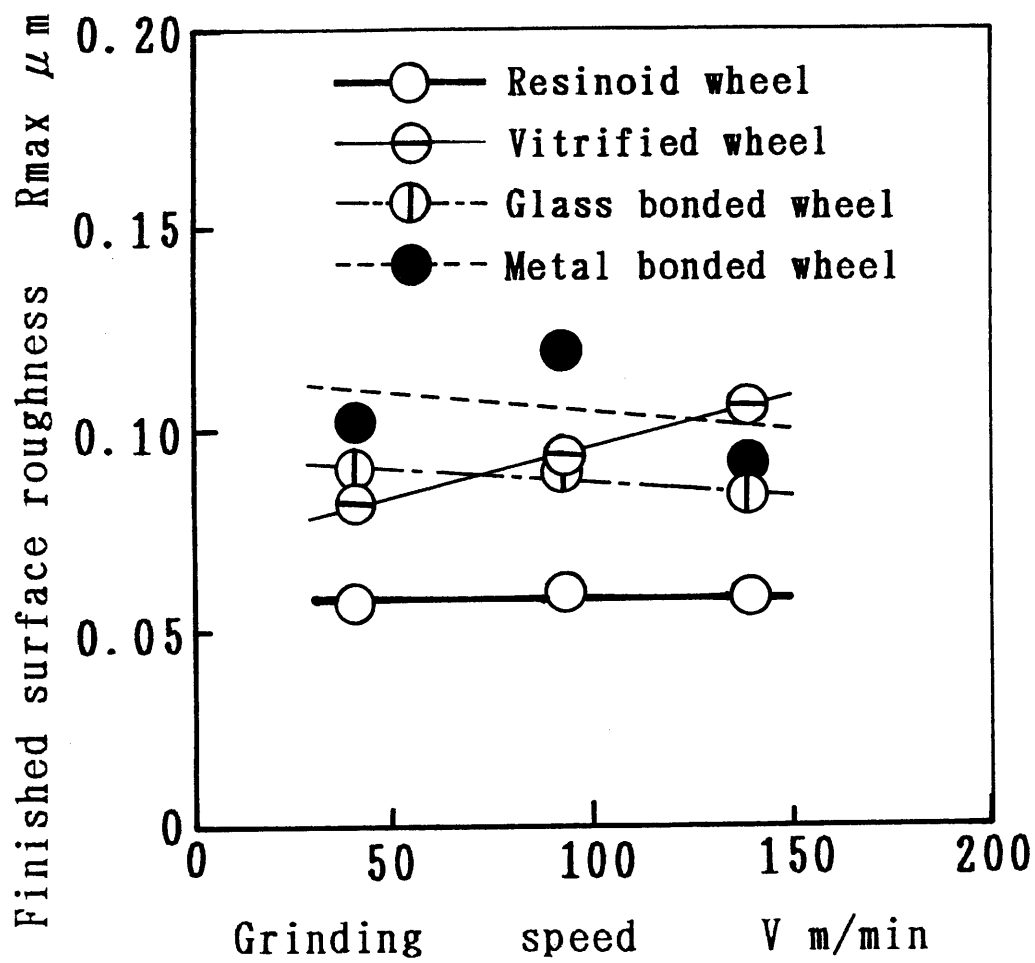
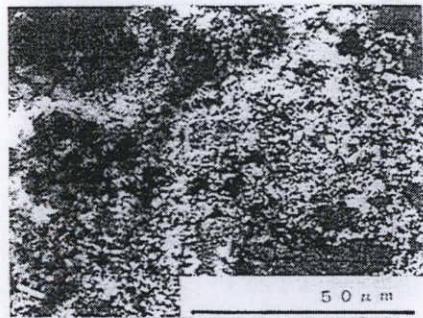


図4.11 仕上げ面粗さにおける結合剤の種類による影響
($b=8$ mm)

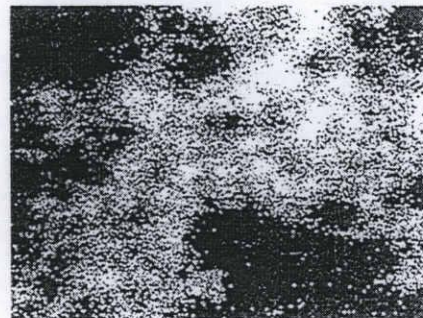
4.4 切りくずの観察及び仕上げ面の評価

本研磨方法における実験においては、砥石の摩耗は極微量であり、研磨くずも小さいので、液中の沈澱物を電子プローブ微量分析装置（EPMA）により研磨くずと砥石の状態を分析した。レジノイド砥石で研磨したときの分析結果を、図4.12(a), (b), (c)に示す。

(a) は、沈澱物のSEM（走査型電子顕微鏡）写真である。(b)は、(a) に対応する領域におけるFeの特性X線像である。白い部分が検知されたFe成分を示している。そして(c) は、同じくSiの特性X線像である。(a)で観察された雲状の部分と (b)におけるFeの反応の強い部分とが良く一致していることから、(a)の写真は切りくずの集まりであることが確認できる。また(c) において、Siの量はわずかであるが同様な分布状態を示しており、砥石の摩耗した SiCウイスキーの成分であることがわかる。



(a) SEM 写真



(b) Feの特性 X線像



(c) Siの特性 X線像

図4.12 切りくずの電子プローブ微量分析結果

図4.13は、切りくず成分の一部をさらに拡大して、観察した切りくずの一例を示す。全ての切りくずがこのような形状をしているわけではなく、片状のものも多くあったが、長さが数ミクロンのカールした切りくずを確認することができた。

図4.14は、本実験で得られた加工面の外観を示したもので、非常に良い鏡面となっていることがわかる。



図4.13 研削による切りくずの SEM写真

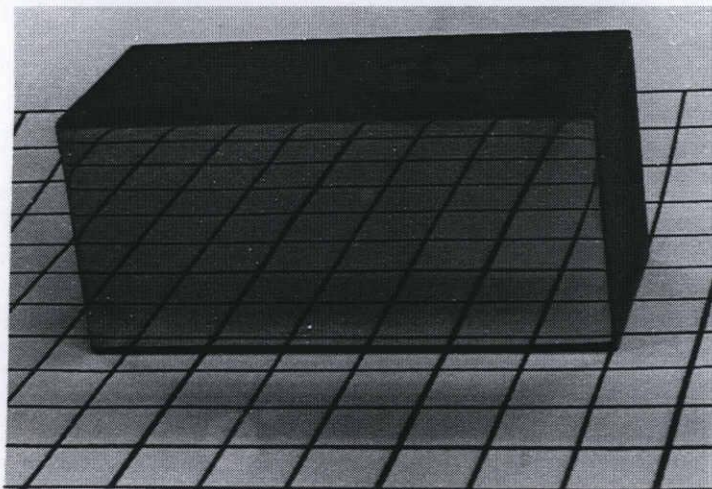


図4.14 研削面の外観写真

また、この表面をレーザ干渉測定顕微鏡および AFM（原子間力顕微鏡）を使って測定した一例をそれぞれ図4.15、図4.16に示す。AFM による測定においては、ウイスカーによる $1\mu\text{m}$ ピッチ程度の筋状の研磨跡を、はっきりと確認することができた。

また図4.17は、平面度の測定結果を示したものであるが、測定範囲 $7.3\text{mm}\times 6.6\text{mm}$ で $0.3\mu\text{m}$ 程度であった。

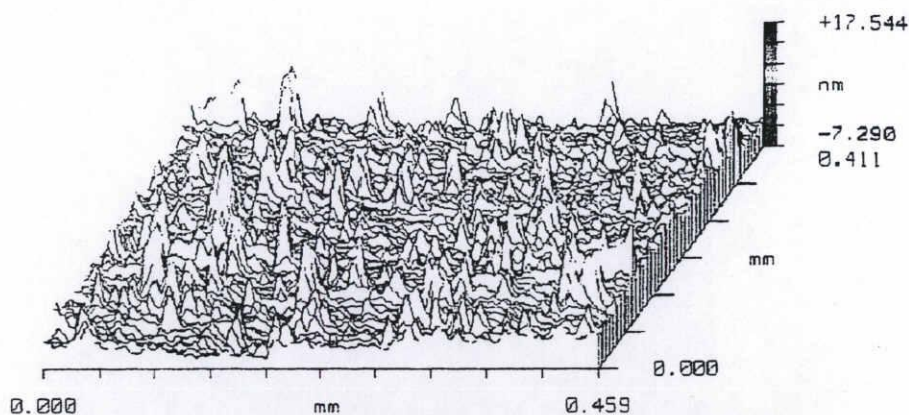


図4.15 レーザ干渉測定顕微鏡による表面粗さの測定

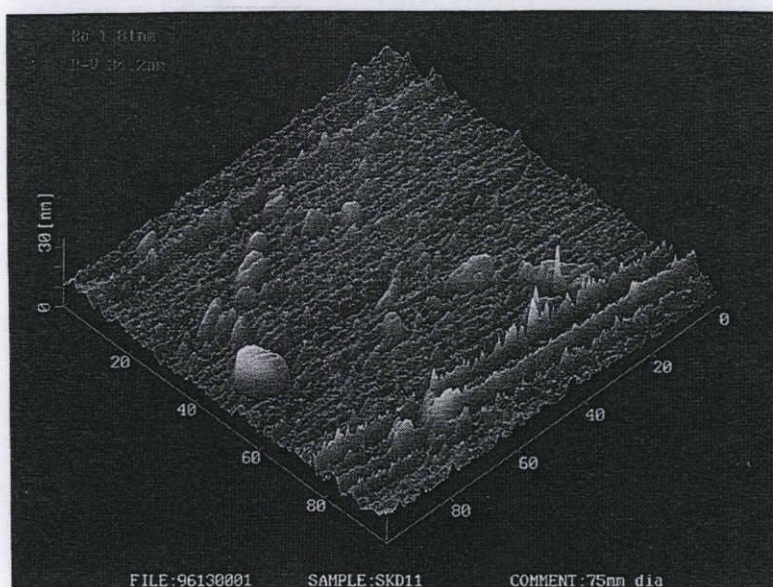


図4.16 研削仕上げ面の AFM写真

そして本実験で得られた条件から，表面仕上げを最良にする条件を選び表面仕上げを行った．このときの粗さ曲線を図4.18に示す．これより得られた最良の仕上げ面粗さは， $16\text{nmRmax}(1.5\text{nmRa})$ であった．

なお本実験における研削比については，砥石の摩耗量が少ないので正確に測定することは困難であったが，おおよそ1000程度の値であった．

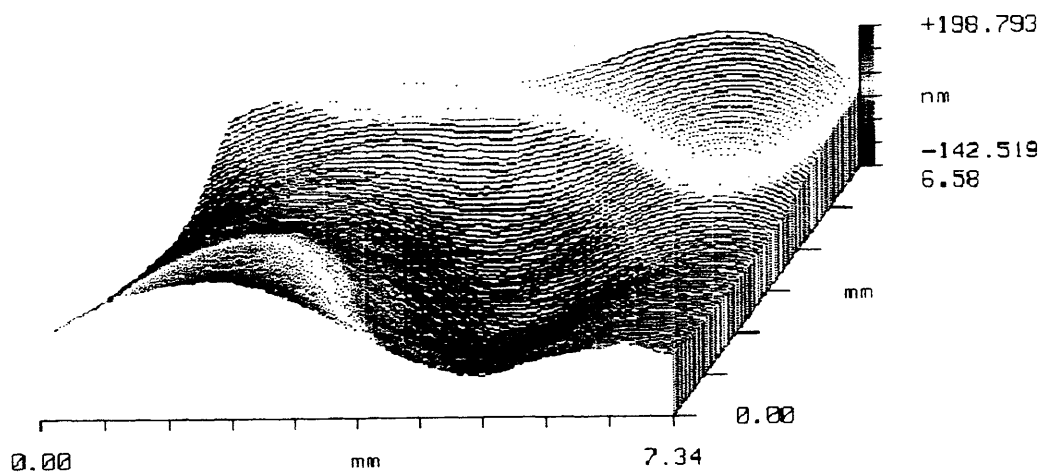


図4.17 レーザ干渉測定顕微鏡による平面度の測定

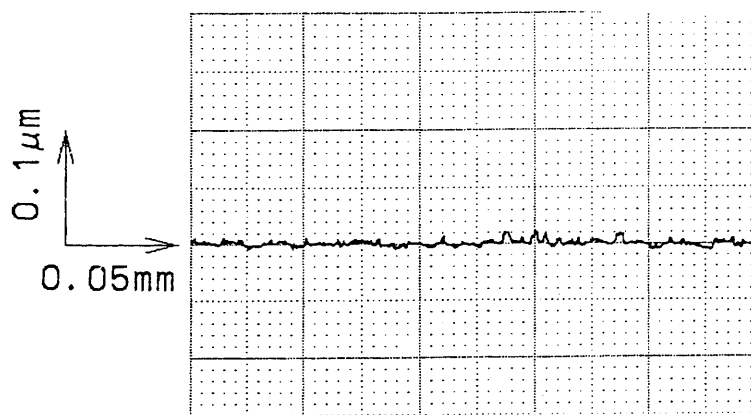


図4.18 粗さ曲線

4.5 結 言

- (1) 仕上げ面粗さを良くするという観点から、砥石における諸条件について検討した。その結果、微細なウイスキーを用い、セグメント幅を小さくし、結合剤として樹脂を使用するのが良いことがわかった。セグメント幅は主として、目づまりと関係があるものと考えられた。
- (2) 切りくずを調べるとともに、仕上げ面がウイスキーで研削されている様子が観察された。
- (3) 本実験により非常によい仕上げ面が得られることがわかった。そして得られた最も良い仕上げ面粗さは、 $16\text{nmRmax}(1.5\text{nmRa})$ であった。

第 5 章

ラップ砥石への応用 (67), (68)

5.1 緒 言

近年，セラミックス，シリコンウェーハ，ガラスなどの硬脆材料の加工において，自動化，高能率化，作業環境の改善などの目的のため，固定砥粒によるラッピングの研究が進められている^{(69) - (71)}。

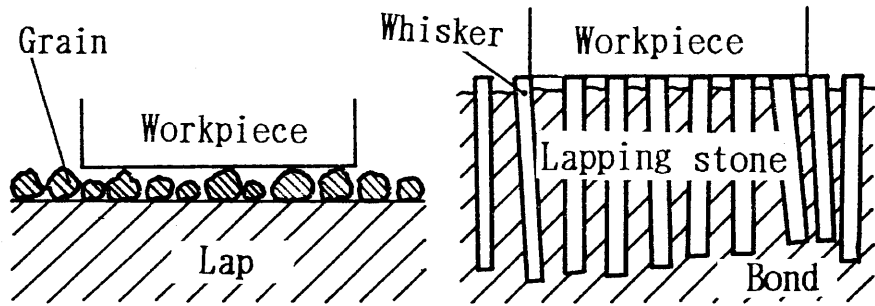
本研究では，非常に微細な炭化けい素(SiC) ウィスカーを用い，その繊維の方向を加工面に対して垂直にそろえた砥石の開発を行うとともに，この砥石の研磨特性についての研究を行ってきた。

本章では，この砥石を応用して SiCウィスカーの方向をそろえた砥石セグメントを，ウィスカーの方向が加工面に垂直になるように金属円板の平面上に多数配置して，固定研磨材方式のラップ形砥石を作った。そして，これを用いてラッピングした場合の基本的な特性について調べた。

この固定研磨材によるラッピングの問題点は，目づまりによる加工能率の低下やスクラッチの発生にある。そこで，ラップ砥石クリーナを使用することによる効果について，仕上げ面粗さの違いを調べるとともに，SEM により加工表面およびラップ表面の状態を観察した。また顕微レーザーラマン分光法により，ラッピング加工表面における微少な結晶の乱れについての分析も行った。

5.2 実験装置および方法

ラップ砥石のモデルを図 5.1 に示す。(a) は，従来の遊離砥粒によるものであり，(b) はウィスカーを加工面に垂直にそろえた固定研磨材によるものである。実験装置はボール盤を改造したもので，図 5.2 に示すように小さな砥石セグメントを金属円板の表面上に多数配置した固定研磨材方式のラップをロータリーテーブルに取付け，



(a) 遊離砥粒によるラップ (b) SiCウイスキーによるラップ

図5.1 ラップのモデル図

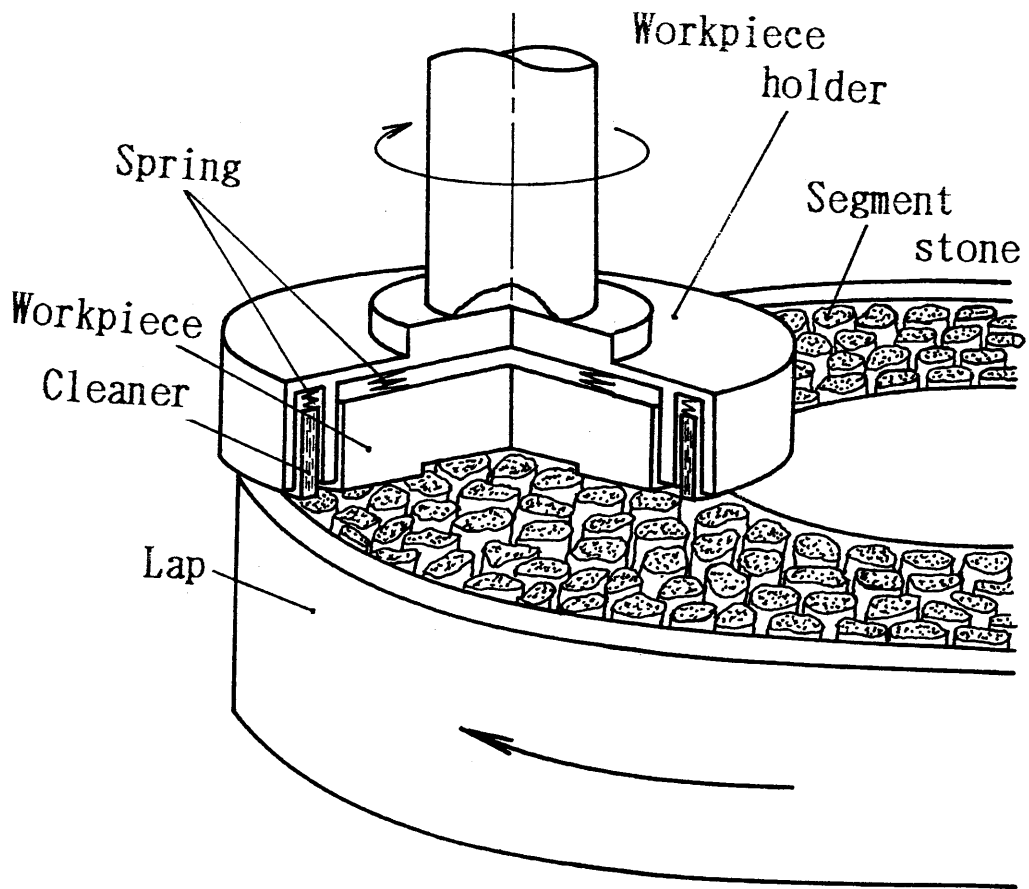


図5.2 ラップ砥石による加工のモデル図

加工物はスピンドル側にスプリングを介して取り付けてある。そして加工物とラップの回転数は、無段変速装置により速度調整ができるようになっている。

実験方法は、加工材料をラップ砥石に押し付け、一定荷重のもとで双方に低速度回転を与え、まず最初にSKD11(HRC60)材について、荷重、速度を変えた場合のラップ時間と仕上げ面粗さとの関係について調べた。

またクリーナ効果についての実験において、ラップ砥石面のクリーニングを行う場合は、クリーナを加工物と同一ホルダーに取付け、これを回転させてインプロセスで行った。そして、クリーナを使用した場合の加工時間に対する仕上げ面粗さの変化について調べた。ここで使用したクリーナは、砥石セグメントと同質材料のものを少し軟らかめに焼成したものである。またこの場合の加工材料は、SKD11の他に、市販ソーダガラス、シリコンウェーハも使用した。図5.3(a),(b),(c)に、それぞれラップ、ラップクリーナ及び加工物の写真を示す。加工材料の初期粗さは、いずれの実験の場合も $0.25\sim 0.3\mu\text{mRmax}$ にそろえた。

加工液は、水溶性ソリュブル形(JIS W2-1)を水で50倍に薄めたものを用い、加工は液槽中で行った。加工条件を表5.1に示す。

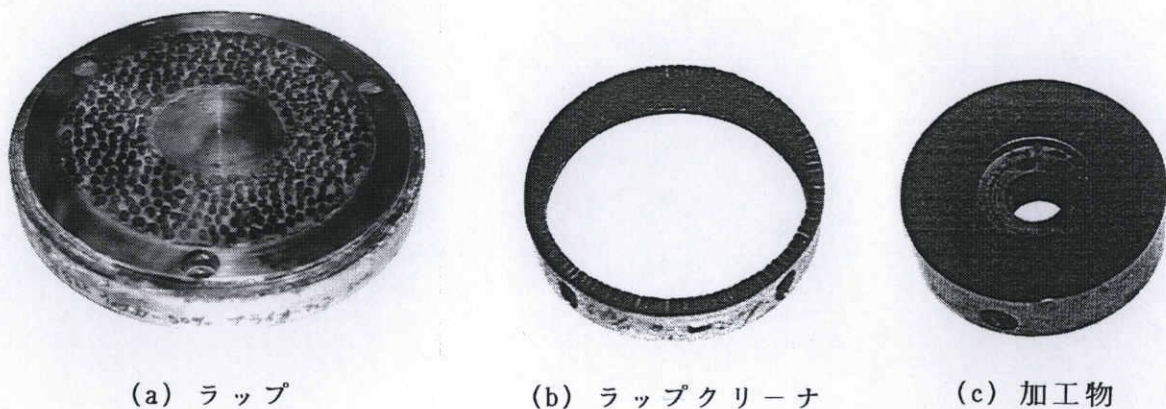


図5.3 ラップ，ラップクリーナ，加工物の写真

表5.1 実験条件

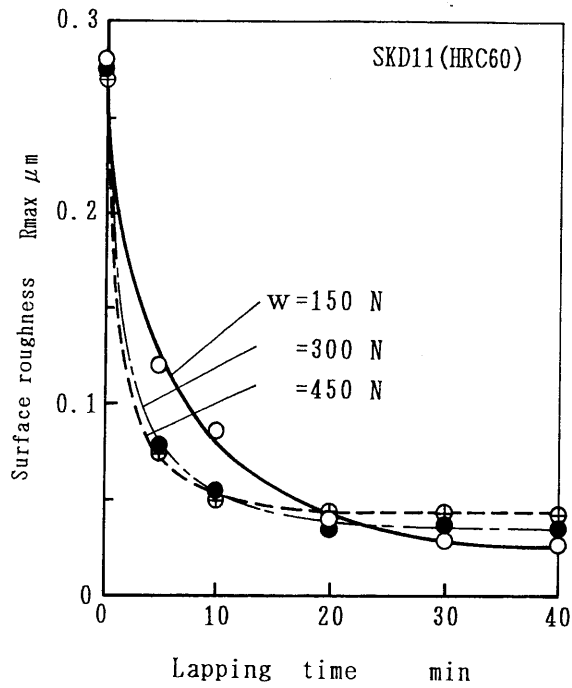
Lap	Abrasive: SiC whisker (TOKA whisker) Bond: Phenol resin (Plyophen) Setting temperature: 180°C
Workpiece	Die steel SKD11 (HRC60) Sodium glass Silicon wafer
Lapping load	w=50~450 N
Wheel speed	v=40~80 m/min
Table speed	f=0.3 m/min
Lapping fluid	Soluble type (JIS W2-1)

5.3 実験結果

5.3.1 仕上げ面粗さに及ぼす荷重と速度の影響

荷重と速度の違いによる仕上げ面粗さへの影響について図5.4, 図5.5に示す。ここで使用した材料は, SKD11 である。

まずラッピングを行うと, 図のように加工初期の段階では, 加工物表面突起の先端が削られて急速に表面粗さが良くなっていき, その後徐々に仕上げ面が生成されていく。図5.4より, 荷重が大きくなるに従って短時間に定常な仕上げ面を得ることができることがわかる。しかし最終仕上げ面粗さは, 軽荷重に比べて悪くなる傾向がある。また速度の影響について示した図5.5より, 速度が速くなると加工面は短時間で仕上がり, 同時に最終仕上げ面粗さも向上する傾向がある。



($v=80\text{ m/min}$, $f=0.3\text{ m/min}$)

図5.4 ラッピング荷重と仕上げ面粗さとの関係

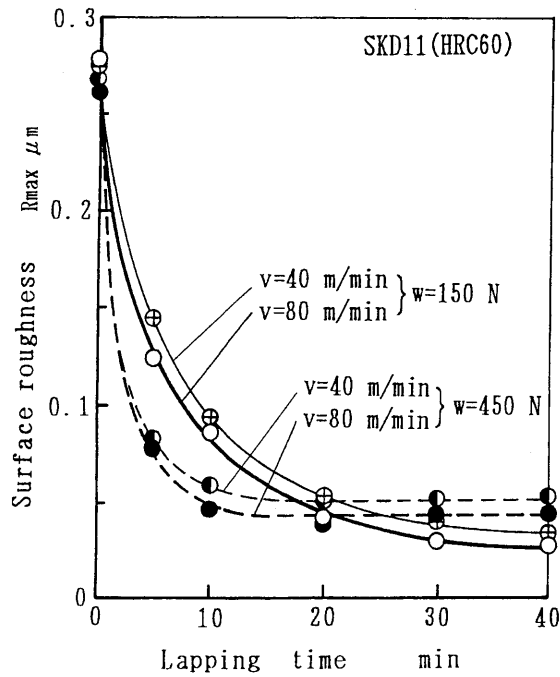
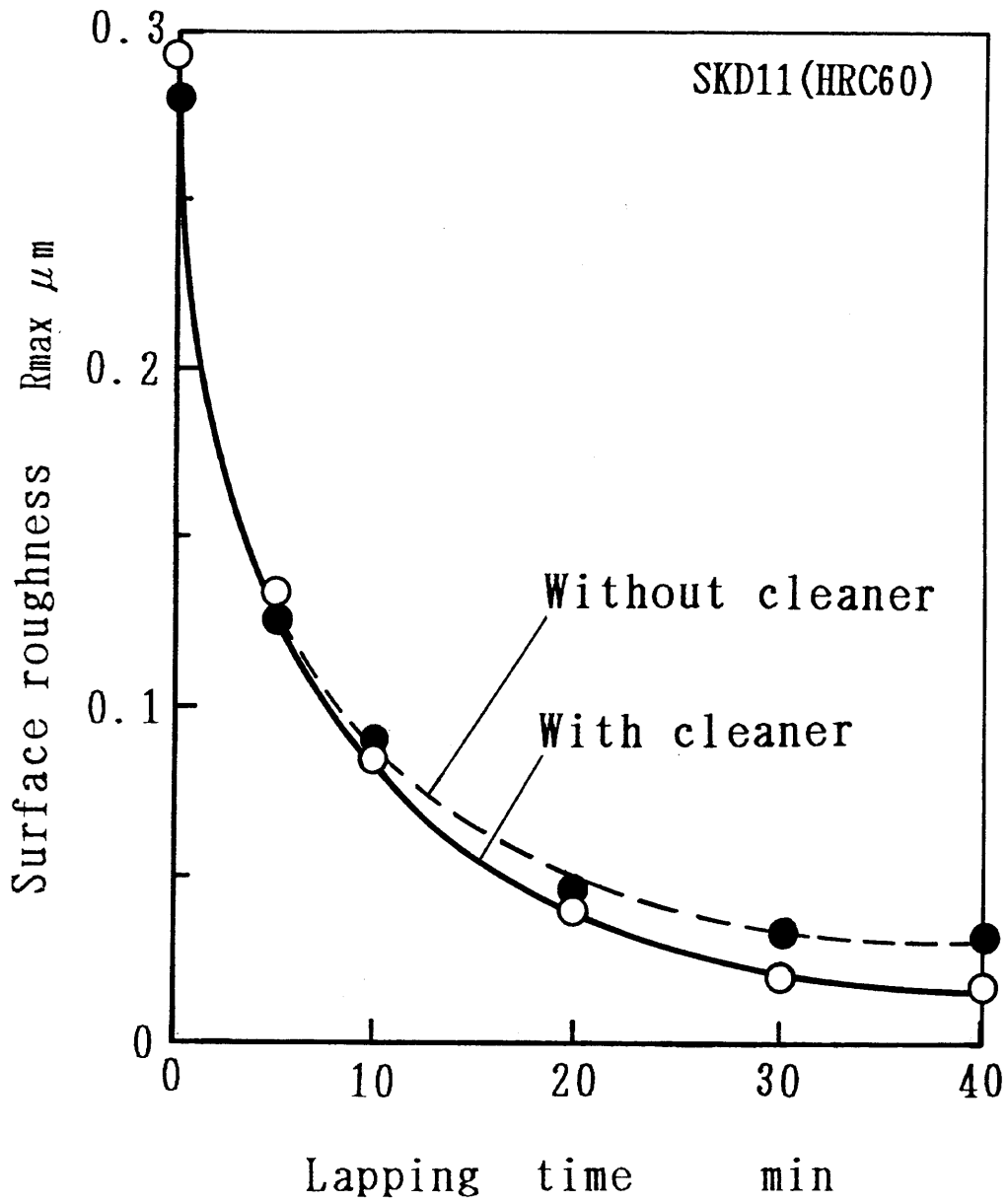


図5.5 荷重・速度を変えた場合のラッピング時間と仕上げ面粗さとの関係

5.3.2 仕上げ面粗さに及ぼすラップクリーナの効果

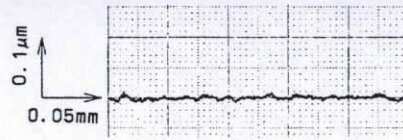
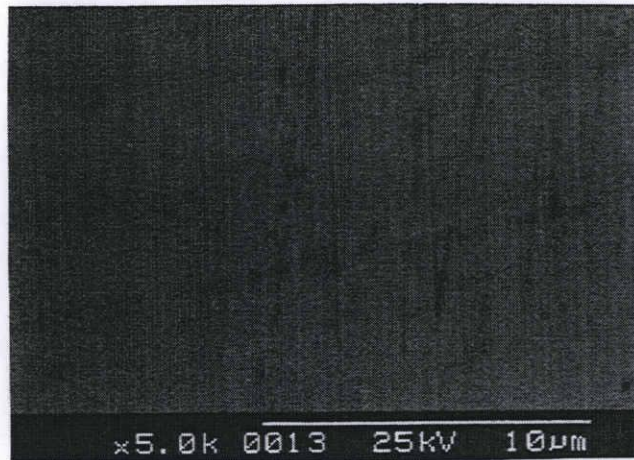
加工後のラップ表面を SEMにより観察すると、かなり目づまりが生じていることがわかった。そこで、ラップ表面をクリーニングしながら加工した場合のクリーナの効果について調べた。

図5.6 は、SKD11 材の場合の加工時間に対する仕上げ面粗さの変化について示したものである。クリーナを使用した場合は、使用しない場合に比べて顕著な効果は現れていないが、最終的にはクリーナを使用した場合の方が、仕上げ面粗さはやや良くなっていることがわかる。クリーナを使用してラッピングしたときの、仕上げ面およびラップ表面の SEM写真をそれぞれ図5.7 (a), (b)に示す。図(a)のように、かなり良い仕上げ面が得られていることがわかる。また図(b)において、白く見えるのがウイスキーの端面であり、ある程度砥石表面よりウイスキーが突き出していることが観察される。そして、このとき得られた仕上げ面粗さの値は 18nmRmax であった。

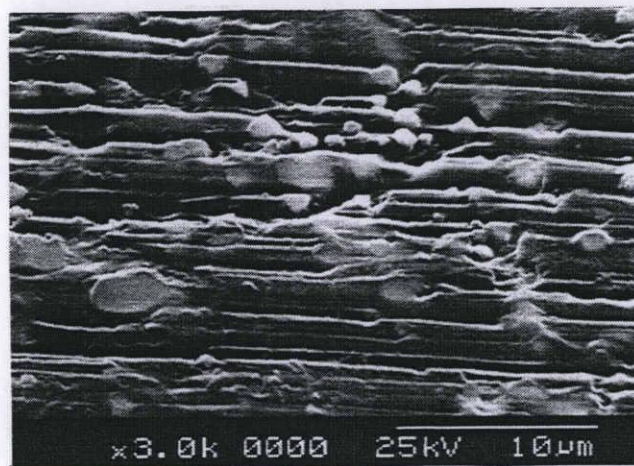


($v=80$ m/min, $f=0.3$ m/min, $w=150$ N)

図5.6 SKD11材の場合のクリーナ効果



(a) 加工面

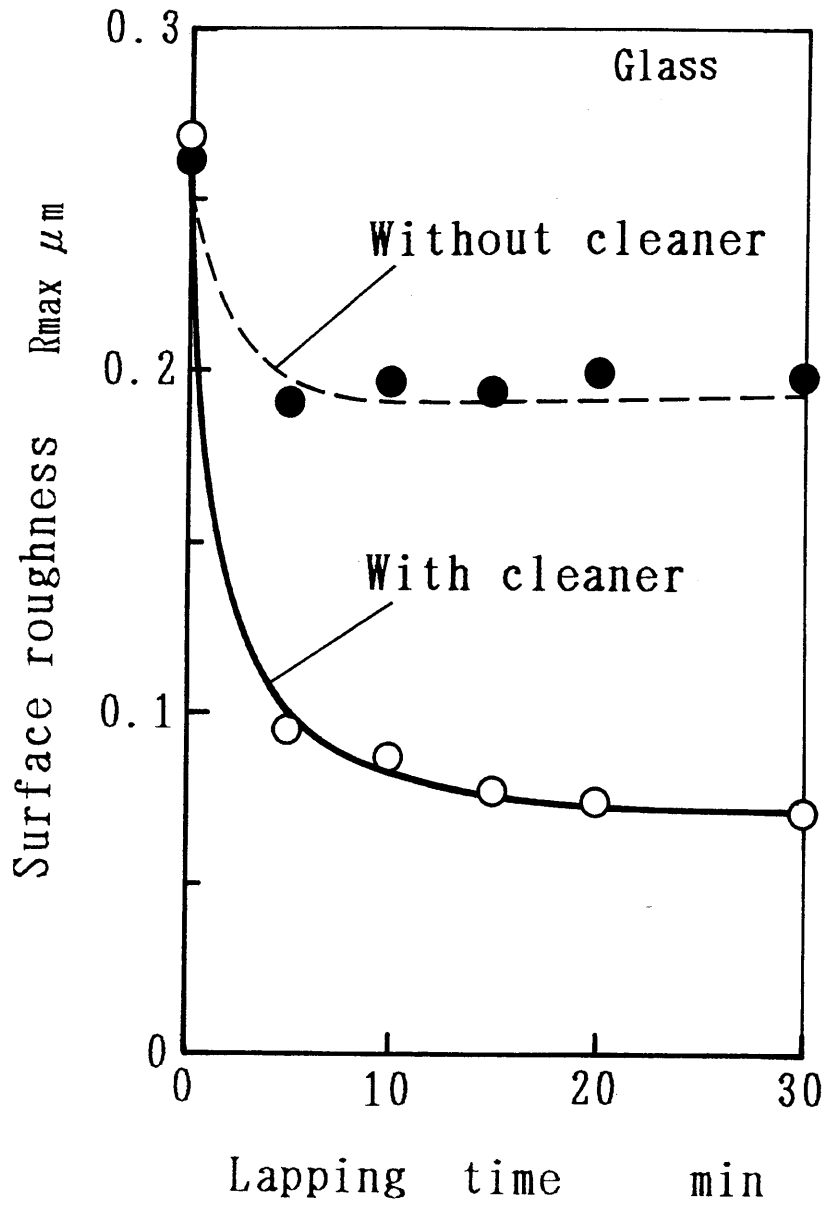


(b) ラップ表面

図5.7 SKD11材加工後の加工表面とラップ表面の SEM写真

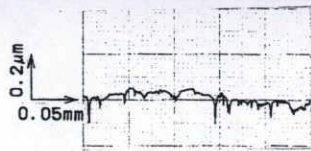
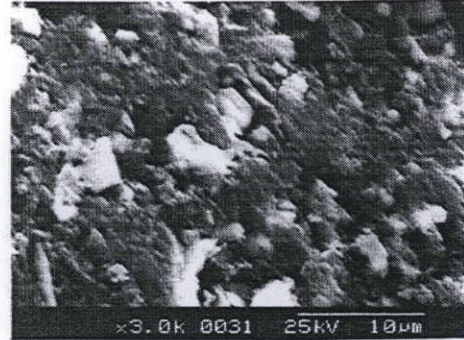
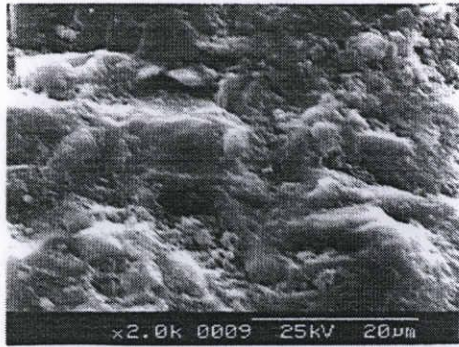
次にガラスのラッピングについて、ラップクリーナを使用した場合と使用しない場合の、仕上げ面粗さの変化の様子を比較したものを図5.8に示す。ガラスの場合は、SKD11材に比べて短時間で定常状態の仕上げ面が得られ、クリーナの効果が著しく現れる。クリーナを使用した場合は、仕上げ面粗さが非常に良くなることがわかる。これは、ガラスの場合には砥石が非常に目づまりし易いことによるものである。

図5.9に、クリーナを使用しない場合の(a)ガラス加工面と(b)ラップ表面におけるSEM写真を示す。この場合の(a)加工面は、はく離や欠けのような状態で生成されている様子が見られる。一方(b)ラップ表面は、ウイスキーの先端にかなり切りくずが付着している。また図5.10は、クリーナを使用した場合のもので、(a)ガラス加工面には、斜め方向にウイスキーで引っかいたような形跡がみられ、ある程度ウイスキーにより削られて表面が生成されているものと思われる。この場合の(b)ラップ表面は、比較的付着物が少ない。



($v=40$ m/min, $f=0.3$ m/min, $w=150$ N)

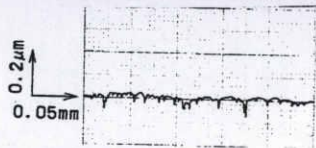
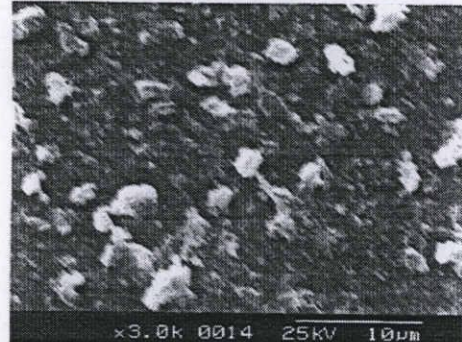
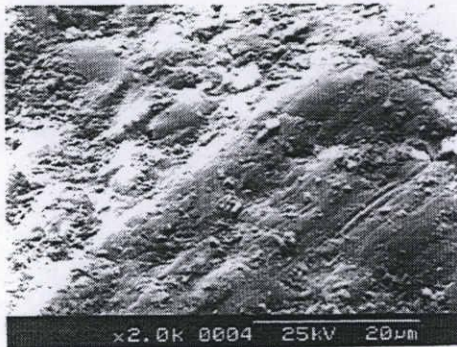
図5.8 ガラス材の場合のクリーナ効果



(b) ラップ表面

(a) 加工表面

図5.9 クリーナを使用しない場合のガラス表面とラップ表面の SEM写真



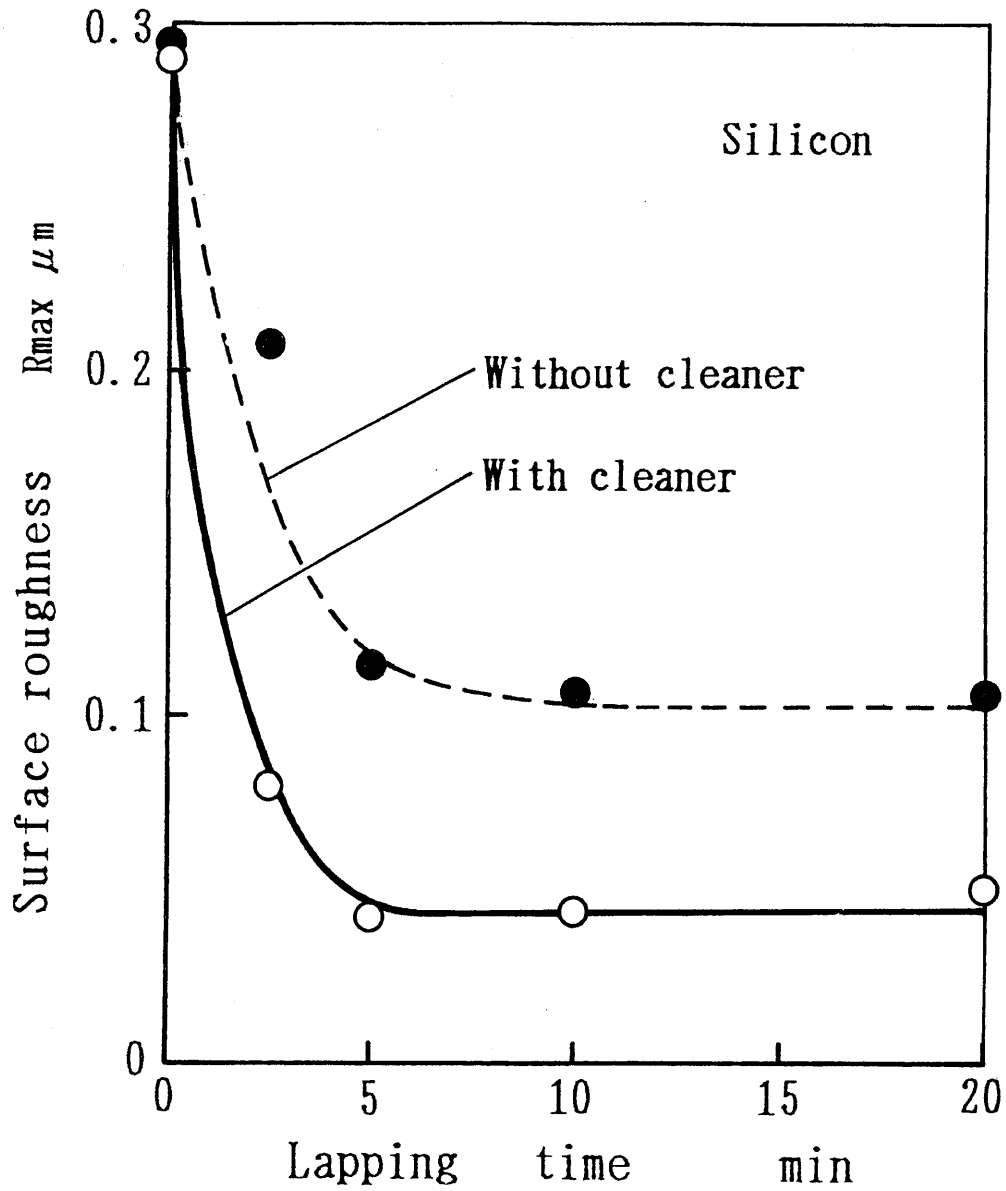
(b) ラップ表面

(a) 加工表面

図5.10 クリーナを使用した場合のガラス表面とラップ表面の SEM写真

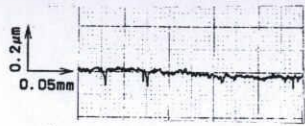
次に、シリコンウェーハのラッピングにおける、クリーナの効果について図5.11に示す。ガラスの場合と同様に短時間で仕上げ面が得られ、またクリーナを使用することにより、かなり仕上げ面粗さを改善することができることがわかる。

図5.12(a), (b) にそれぞれクリーナを使用しないでシリコンウェーハを加工した場合の(a)加工面および(b)ラップ表面のSEM写真を示す。(a)加工面にはかなり傷が入っており、(b)ラップ表面はウイスキーが切りくずに埋もれた状態で、はっきり確認できにくい。一方、クリーナを使用した場合におけるSEM写真を図5.13(a), (b)に示す。(a)加工面は、SKD11材の場合ほどには良い仕上げ面粗さを得ることができなかったが、ガラスの場合よりも安定した粗さ曲線となっており、その値についても40 nmRmax程度を得ることができた。また(b)ラップ表面には、ある程度ウイスキーが現れていることが確認できる。

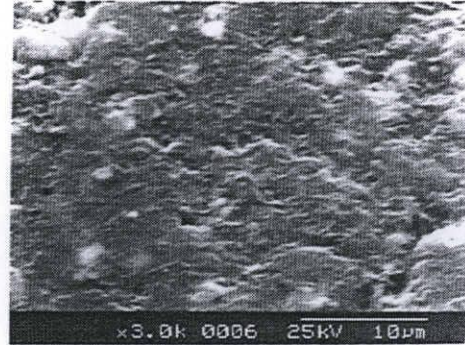


($v=80$ m/min, $f=0.3$ m/min, $w=50$ N)

図5.11 シリコンウェーハ材の場合のクリーナ効果

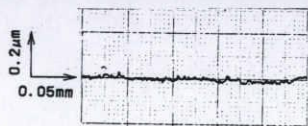
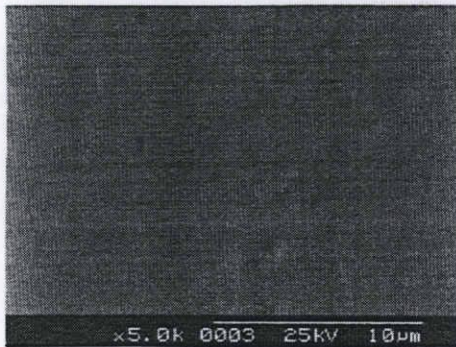


(a) 加工表面

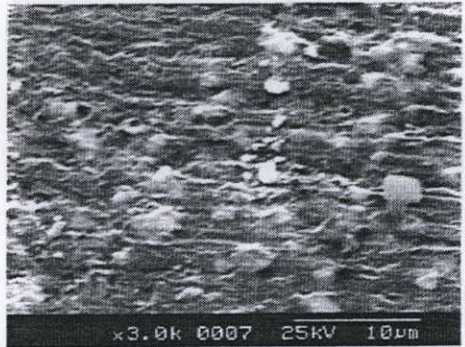


(b) ラップ表面

図5.12 クリーナを使用しない場合のシリコンウェーハ表面とラップ表面の SEM写真



(a) 加工表面

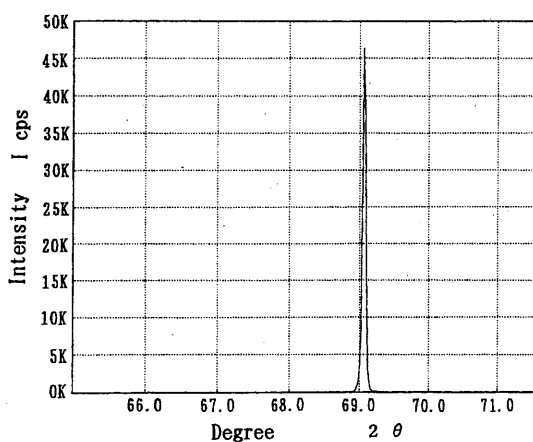


(b) ラップ表面

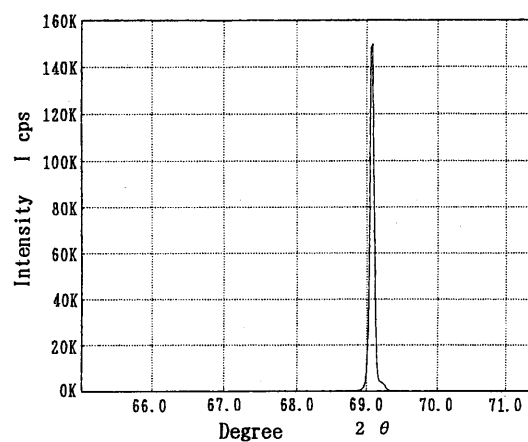
図5.13 クリーナを使用した場合のシリコンウェーハ表面とラップ表面の SEM写真

また試作したラップを用いて、シリコンウェーハを加工した場合のラッピング表面における微少な結晶の乱れについて、顕微レーザーラマン分光法により分析を行った。図5.14(a)は、仕上げ加工された市販のシリコンウェーハのラマンスペクトルであり、(b)は、本ラップを用いて加工した場合のものである。X線の照射深さは、4~5 μm 程度についてのものである。

(a)と(b)とのスペクトルを比較すると、ピークシフトもなく、また配向状態も等しいことから、この測定範囲内では、両面間における性質はほぼ同程度であると考えられる。



(a) 市販品のラッピング表面



(b) 本ラップによる加工表面

図5.14 シリコンウェーハのラマンスペクトル

5.4 結 言

ラップ材としてSiC ウィスカーを用い、その方向をそろえて作製したラップ砥石による加工において、次のような結果が得られた。

- (1) 仕上げ面粗さに対するラッピング荷重、速度の影響について、荷重が小さくなるとラッピング能率は低下するが、仕上げ面粗さは良くなる。また速度が速い方が、わずかながら最終仕上げ面粗さは良くなる傾向がある。
- (2) ラップクリーナの効果について、SKD11材ではあまり効果は見られなかったが、ガラス、シリコンウェーハ材においては顕著な効果があることがわかった。
- (3) SKD11 材において、クリーナを使用した場合、一応良好な仕上げ面が得られた。その仕上げ面粗さは、18nmRmax程度であった。

第 6 章

遊離砥粒による目づまり防止研磨法^{(72) - (74)}

6.1 緒 言

本研究では、非常に微細な SiC (炭化けい素) ウィスカーを用い、その方向を加工面に垂直にそろえた砥石の開発を行うとともに、研磨特性について研究を行ってきた。そして、この砥石を使用して焼き入れしたダイス鋼を研磨することにより、仕上げ面粗さ 16nmRmax(1.5nmRa) を得ることができた。前章でも述べたように、この砥石に使用したウィスカーは、直径約 1 μ m と微細で、長さ 40~50 μ m とアスペクト比が大きいので、ボンドによる保持面積が大きく、このためウィスカーが脱落しにくく、また常に同じ粒径に相当する切れ刃により研磨が実現されるため、微細研磨を行うことができる。しかしその反面、ウィスカーが微細であり、また脱落しにくいのために研磨加工が進むにつれて砥石に目づまりが生じ易くなり、研磨能率が低下する傾向がみられた。そこで、クリーナを用いて砥石表面をクリーニングしながら研磨する方法⁽⁶⁷⁾ や、砥石セグメントの幅を狭くする方法⁽⁶⁶⁾ により切りくずの排出を良くして、目づまりを生じにくくすることによりある程度の成果は得られたが、目づまりを十分に解消するまでには至らなかった。

本章では、この目づまりを解消する非常に簡単な方法を提案するものである。この方法は、研磨液中にウィスカー径に等しいか、あるいはそれよりやや小さめの砥粒を混入し、この遊離砥粒の働きにより目づまりを防止しながら研磨する方法である。

これについて、この目づまり防止のための遊離砥粒の粒度、混合割合などの影響について実験するとともに、目づまり防止を行うことにより、研削比がどのように変わるかということについても実験を行った。また、SEM (走査型電子顕微鏡)、AFM (原子間力顕微鏡) により、加工面および砥石表面の状態を観察し、目づまり防止のための最適条件について検討を行ったものである。

6.2 実験方法

本砥石に使用した研磨材は、先に述べたように非常に微細なウイスキーであるので、加工中に目づまりが生じ易い。そこでこの実験では、目づまりの原因である切りくずを積極的に排除し、ウイスキーを砥石の表面から突き出させて良好な研磨加工を継続させるために、図6.1に示すように研磨液中に微細な砥粒を混入して目づまり防止する方法を試みた。この方法は、研磨液中の遊離砥粒が加工中に砥石と加工表面との間に入り込み、転動しながら生成された切りくずを砥石面外へ運び出すことを促進するとともに、結合剤を適度に除去し、ウイスキーを突き出させるものである。なおウイスキーの突き出し量は、混入した遊離砥粒の径を変えることにより調整できるものと考えられる。

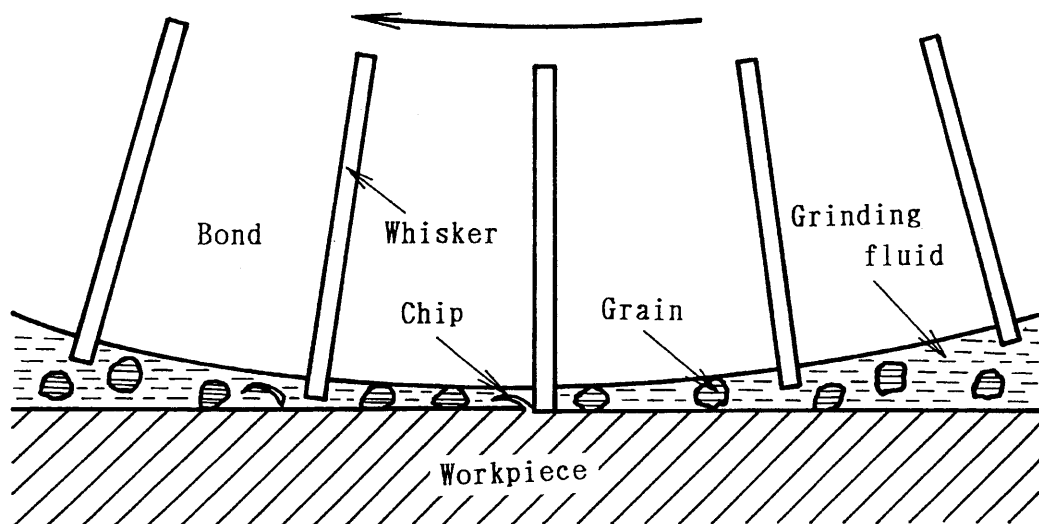


図6.1 遊離砥粒による目づまり防止のモデル

使用した目づまり防止用の砥粒は主に WA(Al_2O_3)で、粒径や濃度を変化させて実験し、目づまり防止の状態、仕上げ面粗さや研磨効率への影響などについて調べた。

使用した砥石は、前章におけるものと同じカップ形のレジノイド砥石で、セグメントの表面には、切りくずの排出を容易にするために溝を入れてある。これを砥石ホルダーに取付け、CNCフライス盤により研磨を行った。図6.2は、研磨後のこの砥石の表面をSEMにより観察したものである。白い棒状のものがSiCウイスキーである。なお、目づまり防止に用いたWA砥粒の形状の一例を図6.3に示す。

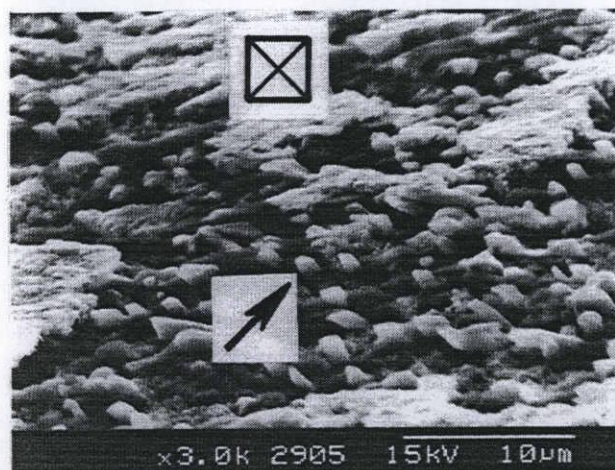


図6.2 砥石表面のSEM写真



図6.3 WA砥粒 ($1.2\mu\text{m}$)のSEM写真

実験装置を図6.4に示す。研磨に際し、一定の研磨圧力を加え、八角形弾性リングにひずみゲージを貼った動力計により、圧力を測定しながら実験を行った。また研削比の測定方法は、試料の研磨量および砥石の摩耗量がわずかであるので、測定表面にマイクロビッカース硬度計により圧痕を付け、その対角線の変化より体積の減少量を求めた。ここで試料については、図6.5(a)に示すように直接加工表面に圧痕を付け、また砥石においては、図(b)のようにセグメント中に細い真ちゅうのワイヤーを埋め込み、この断面に圧痕を付けて測定した。加工材料は、ダイス鋼 SKD11(HRC60)を使用し、研磨液は水溶性ソリュブル形(JIS W2-1)を用いた。また、実験条件を表6.1に示す。

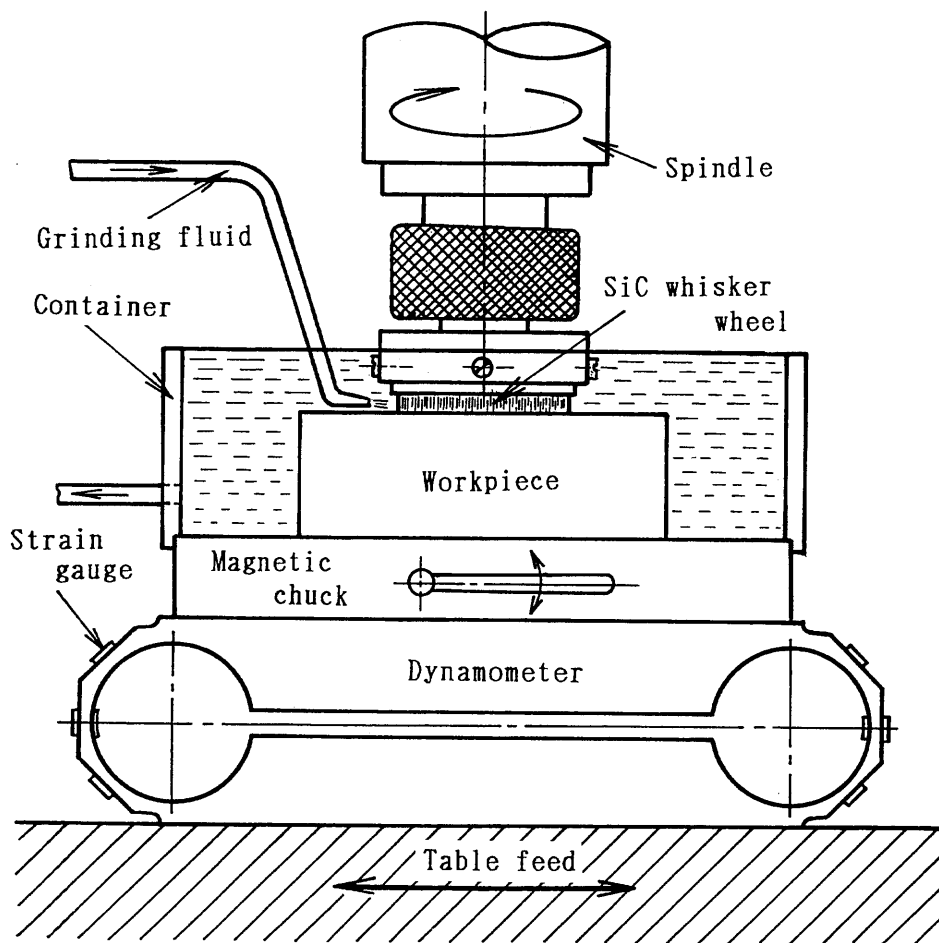
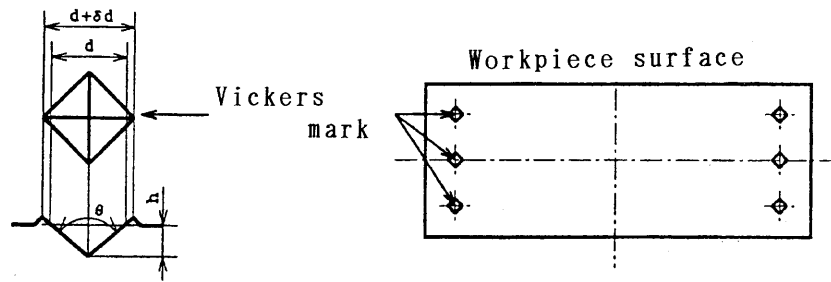
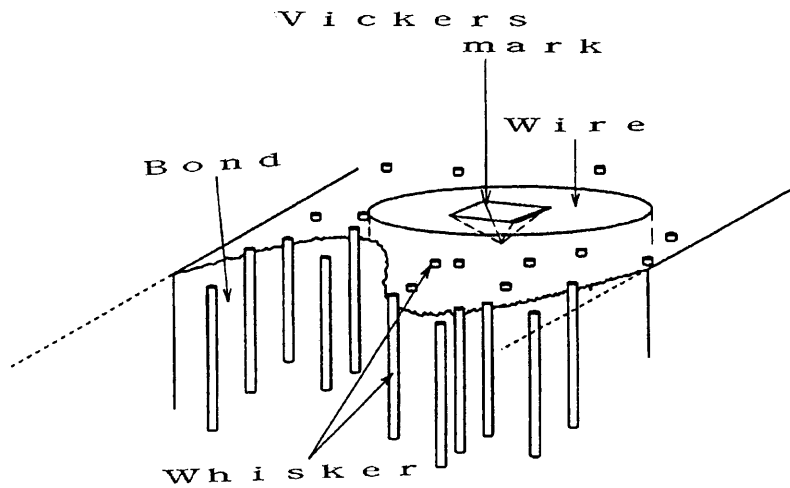


図6.4 実験装置



(a) Workpiece



(b) Grinding wheel

図6.5 研削比の測定法

表6.1 実験条件

Experimental apparatus	CNC milling machine
Grinding conditions	Wheel speed: 50 m/min Load : 400N Feed : 35~42 mm/min
Grinding wheel	Wheel diameter : 50 mm Whisker content: 14 vol% Segment width : 1.5~8 mm
Specimen	Die steel SKD11(HRC60)
Abrasive grain	Material : Al_2O_3 (WA) Grain size: 0.4~1.2 μ m Concentration in fluid: 0~0.5 wt%
Grinding fluid	Soluble type (JIS W2-1)

6.3 実験結果および考察

6.3.1 砥粒添加の効果

まず最初に、研磨液中に遊離砥粒を添加することにより、砥粒がどの程度の効果を持つかを調べた。図6.6において、初めに研磨液中に遊離砥粒を添加せず、通常のようにウイスキー砥石で研磨した場合、トラバース回数に対する表面粗さの変化についてみると、前加工粗さ約 $1.5\mu\text{mRmax}$ の表面が次第に良い表面に仕上がっていき、最終的に $0.1\mu\text{mRmax}$ 程度となる。いま途中で、研磨液中に $0.9\mu\text{m}$ のWA砥粒 $0.25\text{wt}\%$ を添加してみると、仕上げ面は急速に良くなることがわかる。このように、遊離砥粒を少量研磨液中に添加することにより、研磨能率が急激に改善され早く仕上げ面が得られることがわかる。この効果を以下詳細に調べてみた。

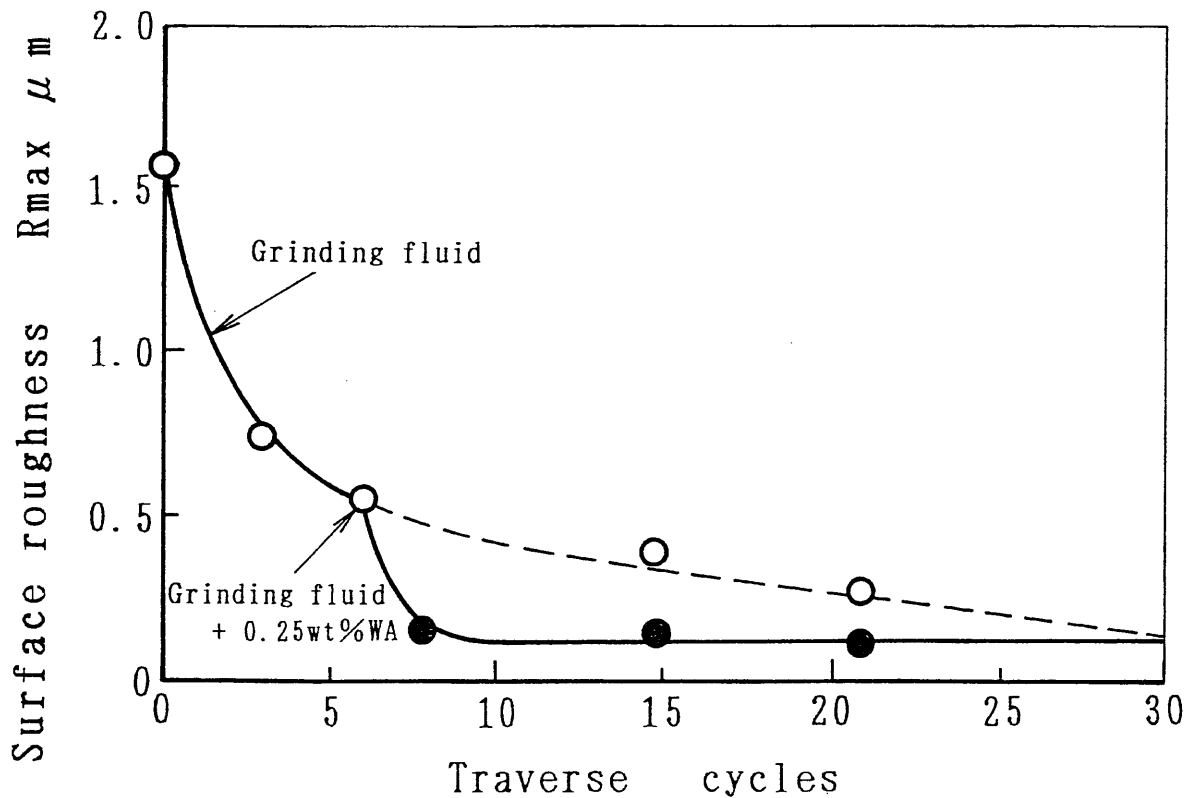


図6.6 遊離砥粒添加の効果

6.3.2 粒径の影響

図6.7は、前加工粗さが約 $1.5\mu\text{mRmax}$ の試料について、遊離砥粒無添加の場合と、WA砥粒径 $0.4, 0.6, 1.2\mu\text{m}$ の3種類をそれぞれ研磨液中に $0.25\text{wt}\%$ ずつ添加した場合での、トラバース研磨における仕上げ面粗さとトラバース回数との関係を示したものである。これからわかるように、粒径 $0.6\mu\text{m}$ の場合は、 $0.4, 1.2\mu\text{m}$ に比べて仕上げ面が早くできることがわかる。すなわち、ウイスキー径ないしは、それよりやや小さめが良いということになる。当然のことながら、遊離砥粒自体も研磨能力があるため、粒径の大きい $1.2\mu\text{m}$ の場合は、長時間研磨した後の最終仕上げ面粗さが、 $0.4\mu\text{m}$ の場合に比べてやや悪くなっていることがわかる。

また $0.4\mu\text{m}$ では、大きな粒径の場合に比べ顕著な効果は得られていないが、無添加の場合よりも早く仕上げ面が得られ、最終仕上げ面粗さにおいてもかなり良い面になるものと思われる。

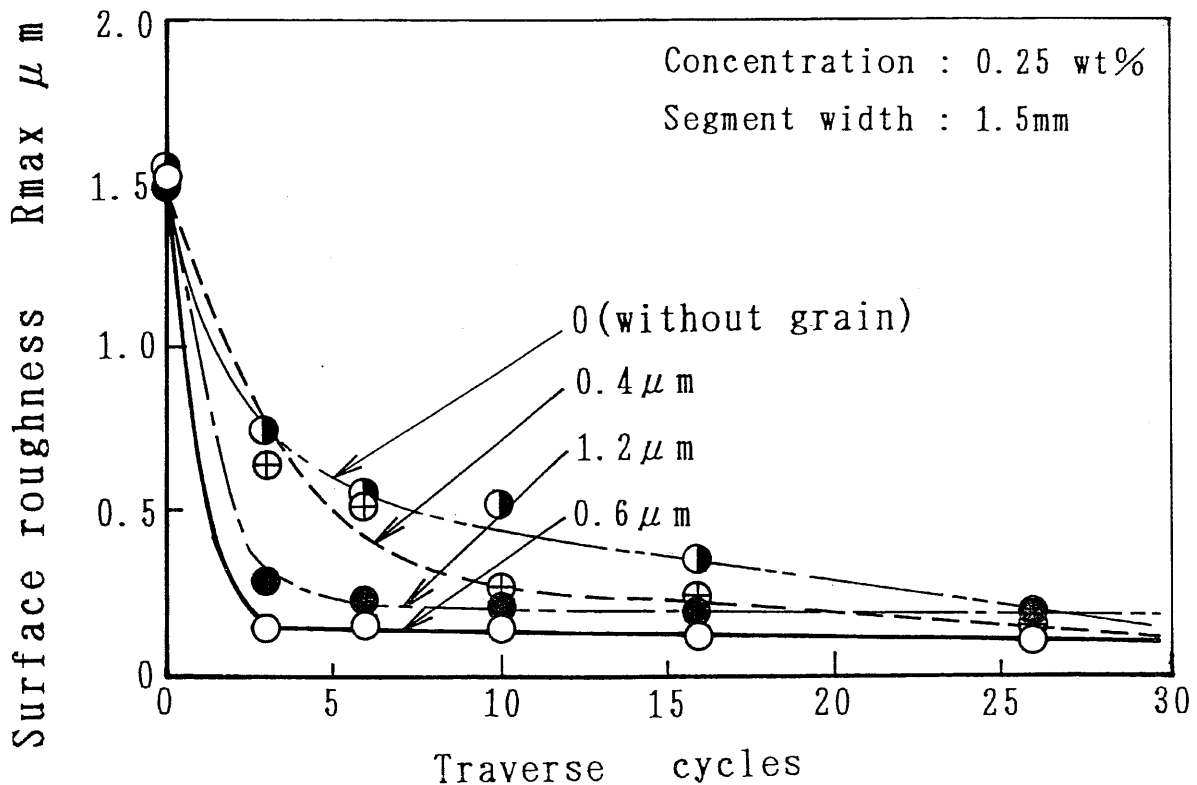


図6.7 砥粒径の影響
(砥粒濃度 : $0.25\text{wt}\%$, セグメント幅 : 1.5mm)

ここで、 Al_2O_3 のような硬い砥粒を使用すると遊離砥粒自身の研磨作用が働くため、研磨効果や目づまり防止効果を明確に区別しにくいので、以下のような実験を行った。使用した砥粒は、硬さが焼き入れ鋼よりやや軟らかい非晶質 SiO_2 を用いた。その形状写真を図6.8 に示す。この写真から、球状をしていて大変よく粒径がそろっていることがわかる。

この粒径 $0.1 \sim 1.6 \mu m$ の砥粒を研磨液中に、先の実験と同じ程度混入したものを供給し、それぞれの研磨実験を行った。このとき目づまりし易い状態において実験するため、試料表面の一ヶ所に砥石を押し付けたままで研磨し、これによりできた溝の深さより研磨量を求めた。このときの研磨条件は、圧力 $0.16 MPa$ 、研磨時間15分、 SiO_2 濃度2.6 wt%である。その実験結果を図6.9 に示す。この結果、全体的な傾向として最適な粒径は、ウイスキー径程度か、それよりやや小さめのものが良いという結果が得られた。

図6.10は、この場合の砥石表面の目づまりの状態を SEMにより観察したものである。粒径 $0.1 \mu m$ の場合は、目づまりが生じていてウイスキーが切りくずに埋もれている状態であるのに対して、大きな砥粒を用いた場合には、砥石表面からウイスキーが良く突き出していて、目づまり防止の作用が良く行われることがわかる。

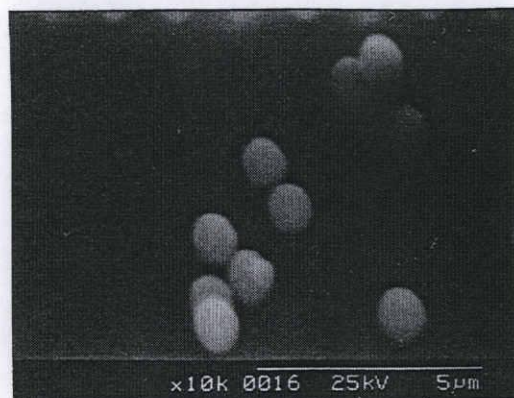


図6.8 非晶質 SiO_2 砥粒 ($1 \mu m$)

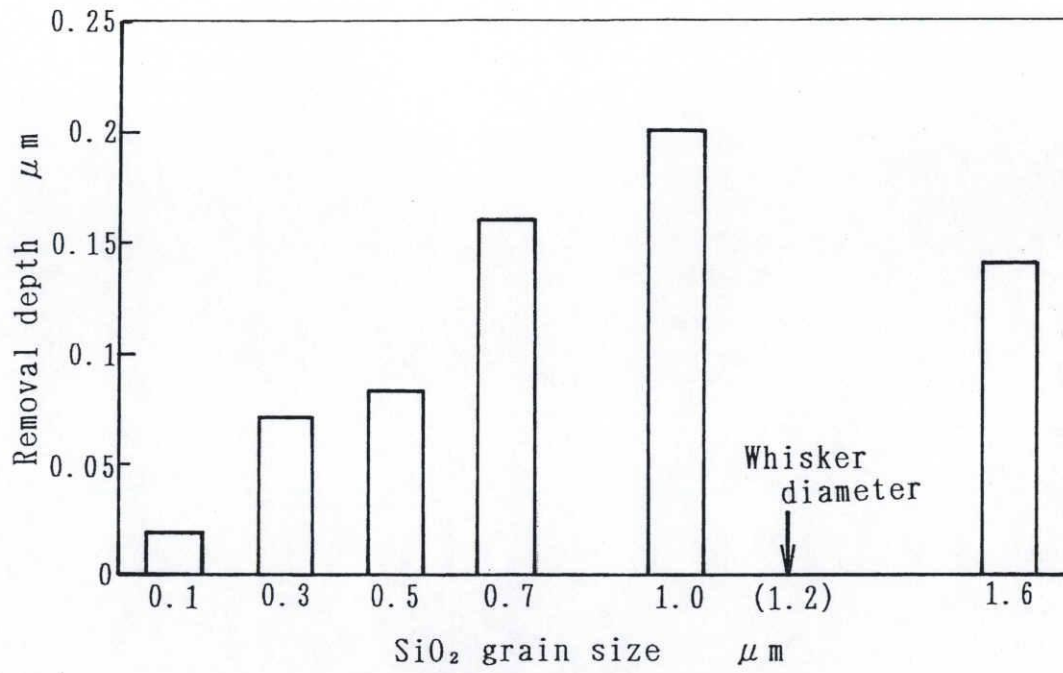
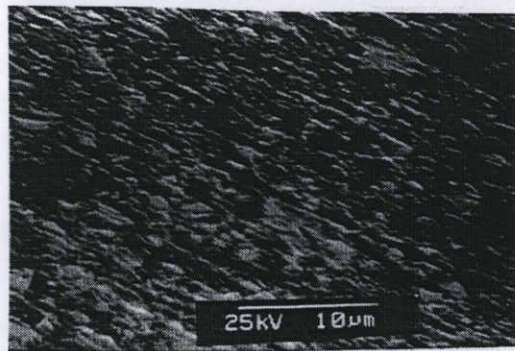
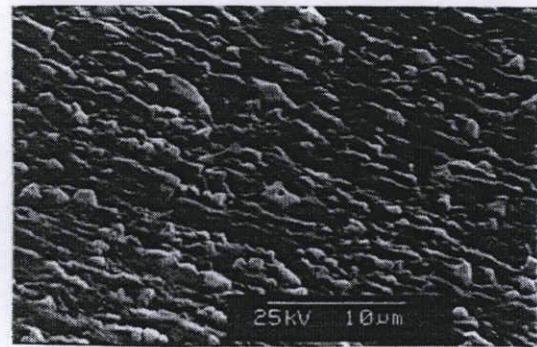


図6.9 非晶質SiO₂砥粒径の効果



(a) Grain size 0.1 μm



(b) Grain size 1.0 μm

図6.10 非晶質SiO₂砥粒による目づまり防止後の砥石表面 SEM写真

6.3.3 砥粒濃度による影響

次に、研磨液中に混入する砥粒の濃度による影響について調べた。混入した砥粒径は、前節で最も効果のあった $0.6\mu\text{m}$ (WA)を使用した。

図6.11は、砥粒濃度を変えたときの、トラバース回数と仕上げ面粗さとの関係について示したものである。0.25wt%では2~3回で仕上げ面が得られるのに対して、砥粒濃度0%では、これと同程度の仕上げ面粗さを得るのに数十回トラバース回数が必要であることがわかる。

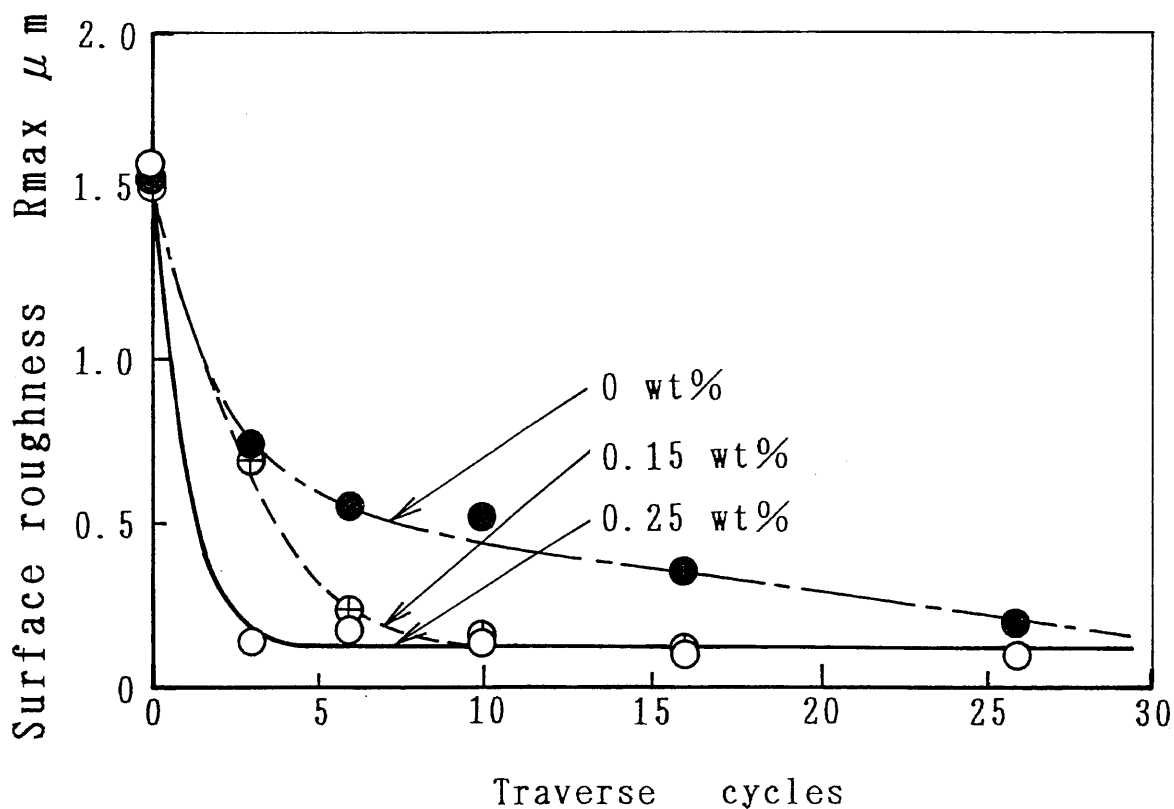


図6.11 砥粒濃度による影響
(WA砥粒径： $0.6\mu\text{m}$ ，セグメント幅： 1.5mm)

図6.12は、砥粒濃度の変化に対する、単位時間当たりの研磨量と砥石自身の摩耗量との関係について示したものである。この図からも明らかのように、単位時間当たりの研磨量は、0.25wt%程度で飽和状態となる。一方砥石自身の摩耗量は、砥粒の混入量が多くなるに従って増加する。このため過度の砥粒の混入は、砥石の消耗を考えると好ましくない。このことから、実際の研磨加工においては、砥粒濃度が低く、しかも効果が得られることが望ましいわけであるが、0.25wt%で十分目づまり防止の効果を得られ、かつ研磨効率がかかなり向上していることがわかる。

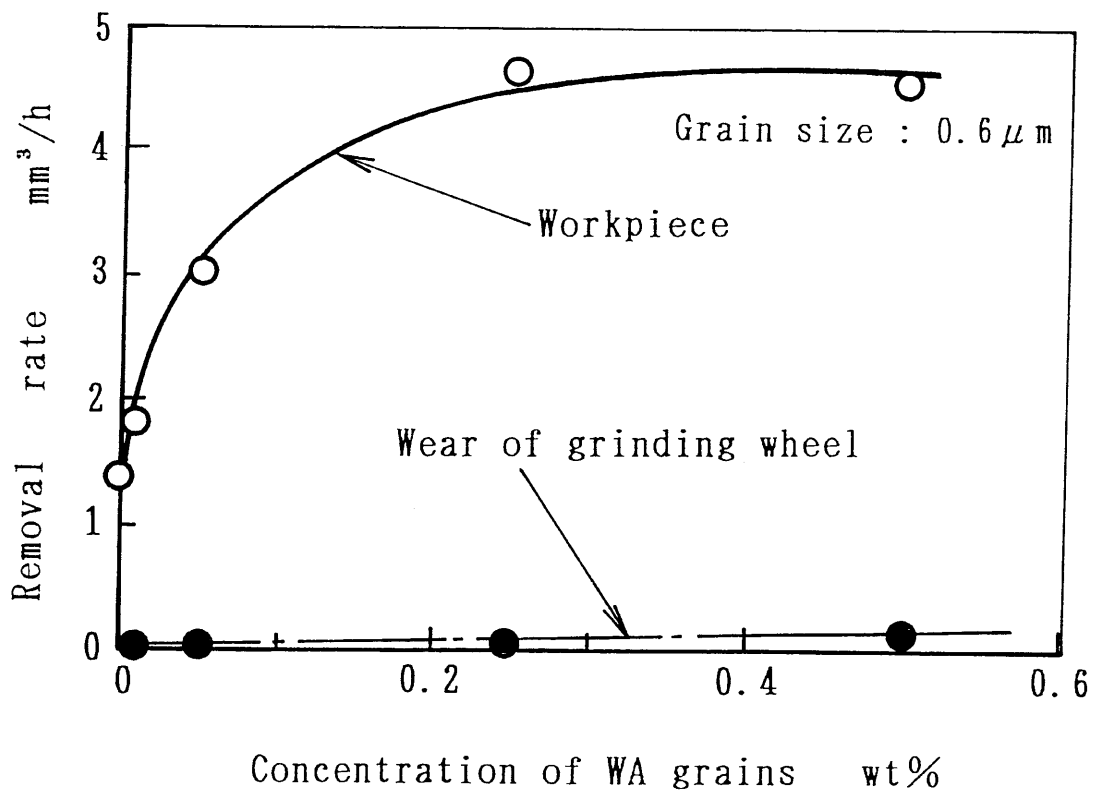
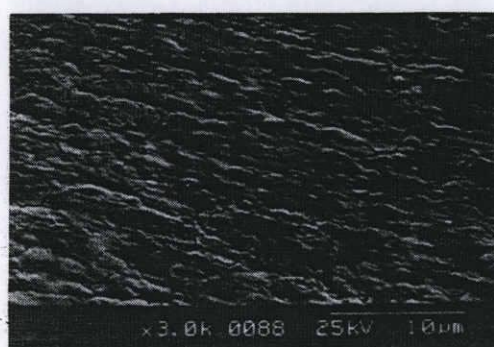
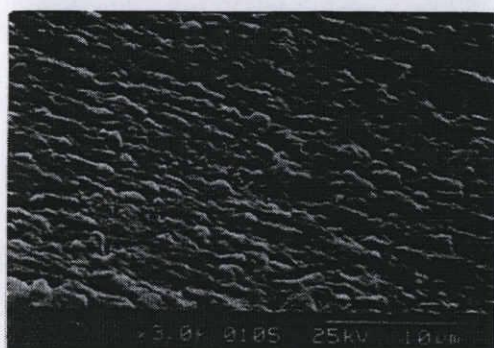


図6.12 砥粒濃度による加工物と砥石の減少率
(砥粒径 : 0.6 μm)

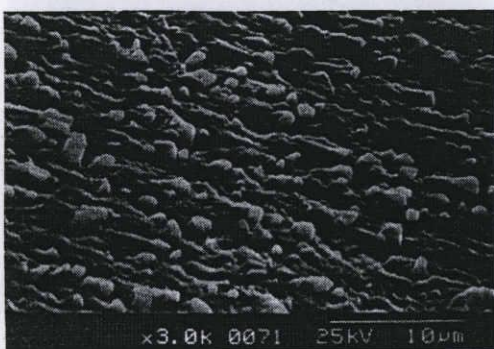
砥粒濃度の違いによる、砥石表面状態の SEM写真を図6.13に示す。図b)の濃度0.15 wt%程度においても、ある程度目づまり防止の効果があり、砥石表面よりウイスキーがかなり突き出していることが観察される。また 0.5wt%では、ウイスキーが砥石表面より出過ぎた状態になっていて、砥石の摩耗が増加することが考えられる。



(a) 0 wt%



(b) 0.15 wt%



(c) 0.50 wt%

図6.13 目づまりにおける砥粒濃度の影響
(砥粒径: $0.6 \mu\text{m}$)

6.3.4 遊離砥粒による研磨効果

上記の実験において、研磨液中の遊離砥粒自身によるラッピング作用が、砥石の研磨に加わっていることが予想される。その効果について調べた。図6.14は、(A) 遊離砥粒を用いずにウイスキー砥石で研磨した場合に対して、(B) WA砥粒 $0.6\mu\text{m}$ を $0.25\text{wt}\%$ を研磨液中に混入し、ウイスキー砥石で研磨したデータと(C) ウイスキーを添加しない樹脂ホイールを用いて(B)と同じ研磨液中で研磨した場合のデータについて比較したものである。

この図より、ウイスキーを用いずに遊離砥粒だけでも、先に述べたように、ある程度のラッピングに相当する研磨効果があることがわかる（なお、この場合データが掲載されていないが、樹脂ホイールの摩耗量はウイスキー砥石のそれに比べ、 2000 倍程度多くなる）。しかし、ウイスキー砥石とともに研磨することにより、ウイスキー砥石の目づまり防止との相乗効果により、一層の研磨能率の向上を図ることができることがわかる。

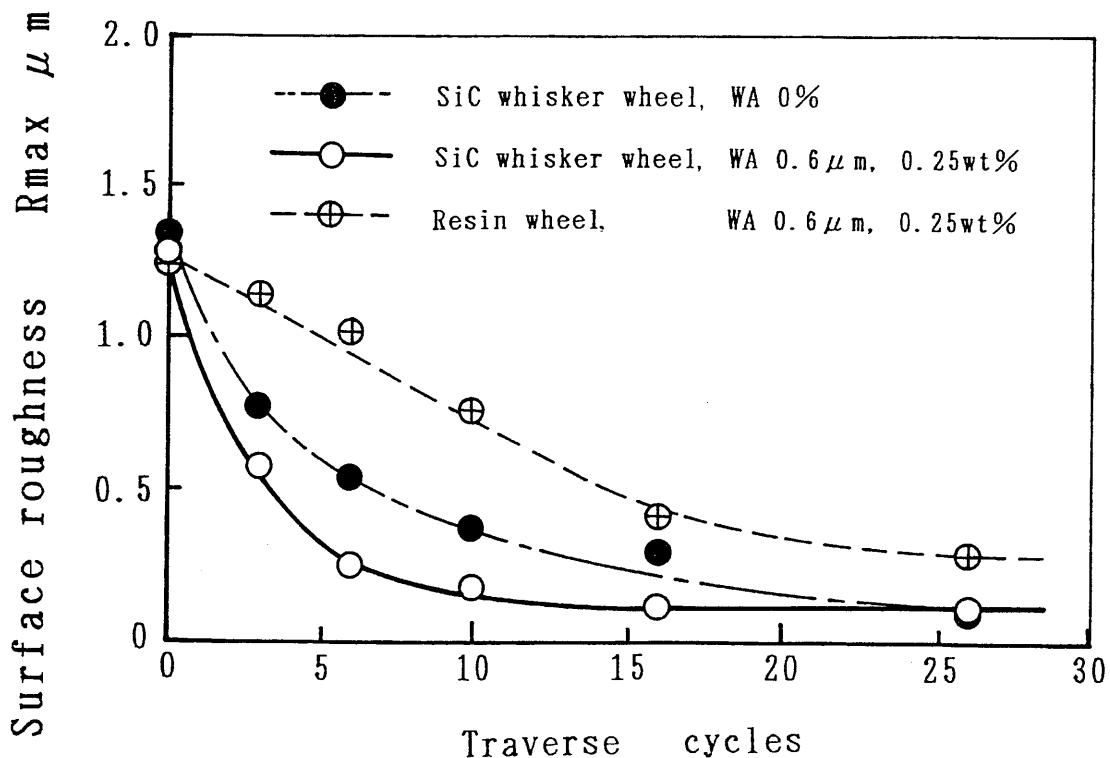


図6.14 砥粒による研磨効果
(セグメント幅：8 mm)

6.3.5 研削比

目づまり防止のために遊離砥粒を使用した場合(WA 0.6 μ m, 0.25 wt%)と使用しない場合とにおける, 試料の研磨量と砥石の摩耗量とについて調べたものを図6.15に示す. 図のように, いずれの場合も試料の研磨量は, トラバース回数の増加とともにほぼ比例して増えており, 目づまり防止を行わない場合でも低い研磨能率で定常的にそれなりに研磨が行われる. しかし目づまり防止を行った場合は, 研磨能率は非常に向上し, 目づまり防止をしない場合に比べ10倍程度良くなっていることがわかる. 一方砥石自身の摩耗量は微少である. そして遊離砥粒を混入することにより, それがやや増加する傾向がある. このように, 遊離砥粒を用いて目づまり防止をすることにより研磨能率が飛躍的に向上した. そして研削比は, 各種実験の平均値として, 目づまり防止しない場合は約1000程度であったが, 目づまり防止のため砥粒を添加した場合は, 約6000程度であった.

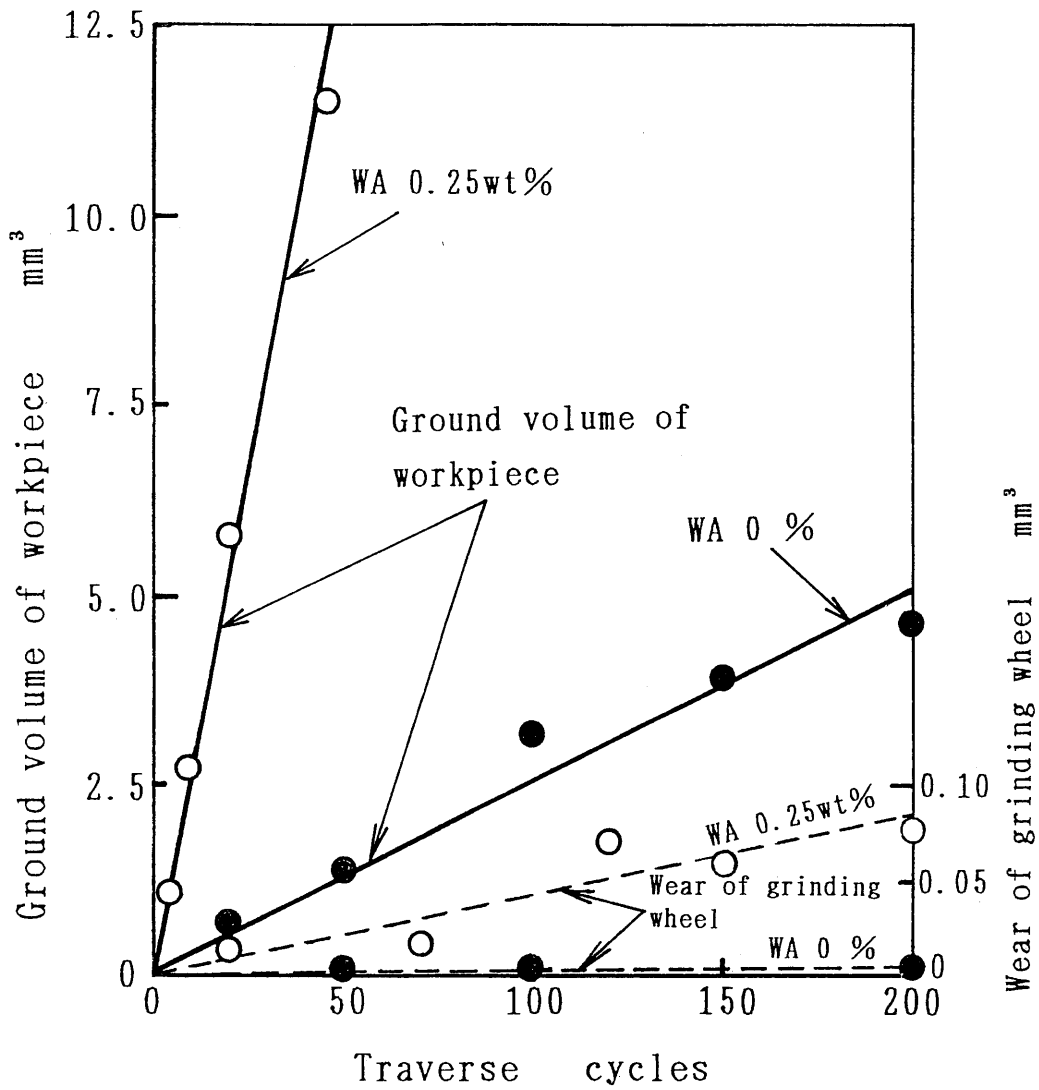
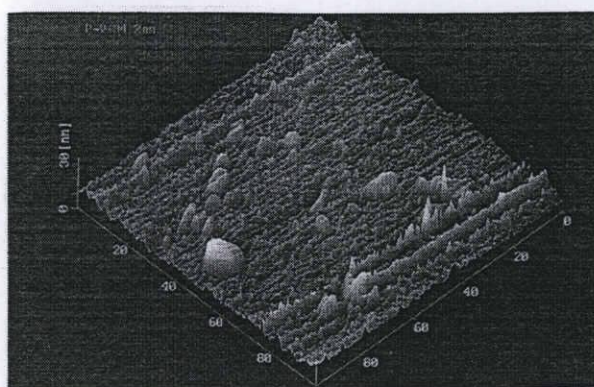


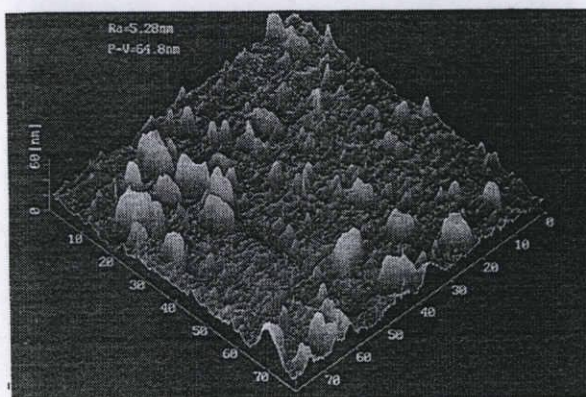
图6.15 研磨特性 (砥粒径: $0.6 \mu\text{m}$)

6.3.6 加工表面の評価

図6.16は、SiC ウィスカー砥石を用いて研磨した場合の加工表面を AFMにより観察したものである。a)は、目づまり防止を行わずに研磨したもので、16nmRmax(1.5nmRa)の表面粗さが得られている。また b) は、目づまり防止を行って研磨した場合のものである。遊離砥粒の介在により面粗さが悪くなっているが、100nmRmax(10nmRa)以下の値を得ることができた。そのときの表面の外観を図6.17に示す。



(a) WA 0%



(b) WA 0.25 wt%

図6.16 研磨仕上げ面のAFM写真

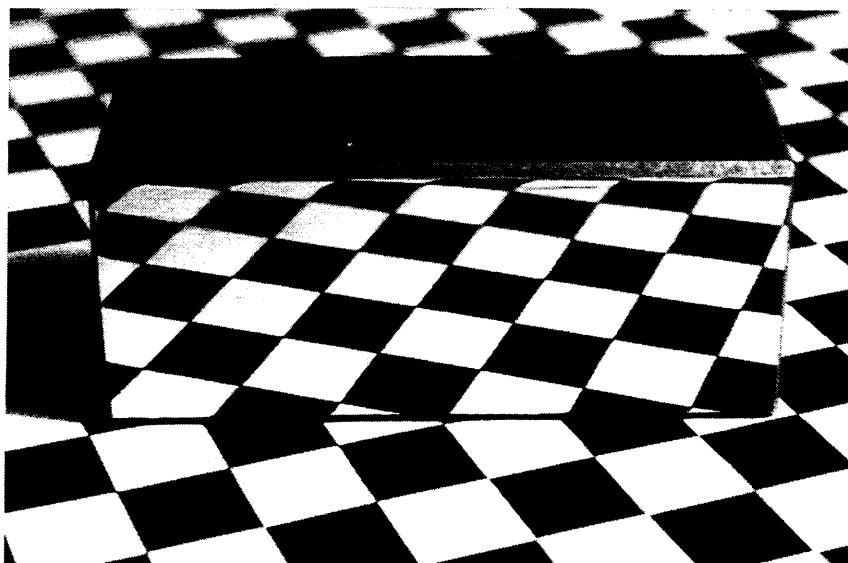


図6.17 目づまり防止による仕上げ面の外観

6.4 結 言

今回の実験では、目づまりの原因である切りくずを積極的に排除し、ウイスキーを砥石の表面に突き出させて良好な研磨加工を行わせるために、研磨液中に微細な砥粒を混入して目づまり防止する非常に簡単な方法を開発した。そして、この実験により以下のような結果が得られた。

- (1) 研磨液中に遊離砥粒を混入することにより、砥粒の目づまり防止とラッピング作用の相乗効果により、一層の研磨能率の向上を図ることができた。
- (2) 研磨能率を向上させるための最適な遊離砥粒径の大きさは、ウイスキー径に等しいか、それよりやや小さめのものが良いという結果が得られた。
- (3) 研磨液中に混入する砥粒濃度は、0.25wt%程度で十分目づまり防止の効果が得られた。また、砥粒の混入量が多くなるに従って、わずかであるが砥石自身の摩耗量が増加する傾向がみられた。
- (4) 目づまり防止を行うことにより、研削比が非常に向上した。
- (5) 本方法により、仕上げ面粗さ10nmRa程度の値を得ることができた。

この遊離砥粒を使った目づまり防止法は、本研究におけるウイスキー砥石だけでなく、通常の砥石に対しても応用することができるものと考えられる。

第 7 章

結 論

この SiC ウィスカー砥石の開発にあたり、本研究において得られた結論をまとめると以下のようなものである。

1) 摩耗特性について

- i) 樹脂内に黒鉛のような固体潤滑剤を添加し、ウィスカーの方向を接触面に対して横にそろえることにより、焼入れダイス鋼の摩耗を大幅に抑制することができた。
- ii) 焼入れダイス鋼の摩耗を最大にし、SiC ウィスカー強化樹脂自身の摩耗を最小にする条件は、強化樹脂中のウィスカー含有率を高くし、接触面に対して垂直にウィスカーをそろえ、外部より適当な油で潤滑することである。

2) SiC ウィスカー砥石について

- i) SiC ウィスカーと液状フェノール樹脂とを混ぜ合わせ粘土状にしたものを、一方向に 100 倍程度延ばすことにより、ほとんどのウィスカーを一方向にそろえることができることを、理論的、実験的に示すことができた。
- ii) SiC ウィスカーの方向を研削面に対して垂直にそろえたもの、平行にしたもの、そして方向をそろえないランダムのもの 3 種類の砥石について仕上げ面を比較したところ、垂直にそろえた砥石の場合が一番良い結果が得られた。
- iii) 仕上げ面粗さを良くするという観点より、砥石における諸条件について検討した結果、微細なウィスカーを用い、セグメント幅を小さくし、結合剤として樹脂を使用するのが良いことがわかった。
- iv) 表面仕上げを最も良くする条件において実験を行った結果、仕上げ面粗さ $16 \text{ nmRmax} (1.5 \text{ nmRa})$ の値を得ることができた。

3) ラップ砥石による加工について

- i) SiC ウィスカーラップ砥石の基本的特性について、荷重が小さくなるとラッピング能率は低下するが、仕上げ面粗さは良くなる。また速度が速い方が、わずかであるが最終仕上げ面粗さは良くなる傾向がある。
- ii) ラップクリーナの効果について、SKD11 材ではあまり効果は見られなかったが、ガラス、シリコンウェーハ材においては顕著な効果があることがわかった。
- iii) SKD11 材においてクリーナを使用した場合、一応良好な仕上げ面が得られた。その仕上げ面粗さは、18nmRmax程度であった。

4) 目づまり防止法について

- i) 研磨液中に遊離砥粒を混入することにより、砥粒による目づまり防止とラッピング作用の相乗効果により、一層の研磨能率の向上を図ることができた。
- ii) 研磨能率を向上させるための最適な遊離砥粒径の大きさは、ウィスカー径に等しいか、それよりやや小さめが良く、また砥粒濃度については、0.25wt%程度が最も効果的であることがわかった。
- iii) この目づまり防止を用いて研磨することにより、研削比を6000程度まで向上することができた。

以上のことより、ウィスカーの方向をそろえた砥石を作ることができた。この砥石は、通常の砥石のような自生作用により砥粒の脱落を求めるものではなく、ウィスカーが摩耗してしまうまで使いきるという砥石であるので、長寿命で、かつ研磨の進行に伴って研磨材の状態が変化しない、いわゆる目つぶれの生じない砥石であるという特徴を持っている。またこの砥石を使い、焼き入れ鋼などの表面をnmオーダーの粗さに仕上げることができ、研削比においても6000程度の値を得ることができるとを示した。

また、砥石の目づまりという問題点については、研磨液中にウィスカー径よりやや小さめの遊離砥粒を混入することにより、簡単に防止する方法を併せて開発することができた。

現在、アルミナ繊維を樹脂で固めた繊維砥石が、本砥石の開発と時を同じくして実用に供せられるようになってきた。平成8年度の時点でこの砥石は、数億円の年間売上を達成しており、金型磨きに各所で使われるようになってきた。

本研究で開発された砥石は、これを上回る性能を示しており、繊維砥石のメーカーが現在ウイスキー砥石の実用化に乗り出そうとしていることから、今後大いに利用されることを期待しているものである。

また本手法は、名古屋大学工学研究科山口勝美教授発案のダイヤモンドを針状にし、それを使って方向をそろえた砥石を開発し、セラミックスやシリコンウェーハの研磨に使用する試みにおいて、本研究で開発された目づまり防止法などが、将来の砥石において大きな基礎試料となるという意味においても、有効なものであると考えられる。

謝 辞

終わりに、本研究を通じて終始懇切なる御指導と御鞭撻を賜りました名古屋大学工学研究科 山口勝美教授に心より感謝いたします。また本論文をまとめるにあたり、多大な御教示と御助言を賜りました名古屋大学大学院工学研究科 近藤一義教授ならびに佐藤一雄教授に厚く御礼申し上げます。

さらに、本実験を遂行するに当たり適切なる御助言と惜しみない御協力を頂きました名古屋大学工学部 中本 剛助教授，酒井克彦助手および，古橋利保技官，布目清成技官に深く感謝致します。

(平成9年9月)

参 考 文 献

- (1) H. Opitz, K. Guhring: 17th CIRP General Assembly Ann Arbor, 9(1967).
- (2) 中島利勝, 塚本真也, 村上大介, 佐藤一伸: 高能率・高品質研削加工の研究(第1報), 精密工学会誌, 55, 3(1989)532.
- (3) 吉川弘之: 理化学研究所報告, 39巻 6号(1963)307.
- (4) 小野浩二: 研削仕上げ, 槇書店(昭37)165.
- (5) J. K. Banerjee: ASME, J. of Engg. for Industry, Vol. 101, (May 1979)135.
- (6) 岡村健二郎: 砥粒加工, 1-1(1964)17.
- (7) 鈴木憲二, 高橋邦夫: 精密機械, 30巻 4号(1964)332.
- (8) 田中義信, 津和秀夫, 河村末久: 精密機械, 30巻12号(1964)908.
- (9) 岡村健二郎, 中島利勝他: 精密機械, 33巻 3号(1967)161.
- (10) 岡村健二郎, 中島利勝: 高精度, Vol. 4, No. 2(昭48)10.
- (11) 佐藤健二: 切削理論(1) 砥粒及び砥石による加工, 誠文堂新光社(昭39)52.
- (12) 小野浩二: 日本機械学会論文集, 18巻74号(昭27)15.
- (13) 松井正巳, 庄司克雄: 精密機械, 35巻 4号(1969)235.
- (14) W. R. Backer, E. R. Marshall & M. C. Shaw: Trans. ASME, 74, 1(1952), 61.
- (15) 中山一雄, M. C. Shaw: 日本機械学会論文集(第3報), 37巻293号(昭46-1)178.
- (16) 須藤徹也, 和井田徹, 森和男, 井上英夫: 高精度トラバース研削における砥石目詰まり, 機械技術研究所所報, 37-6(1983)250.

- (17) 松井敏, 堀内毅: 自転形単石ドレッシングに関する研究 (寸法精度及び表面粗さに対する効果), 精密工学会誌, 59, 3(1994)461.
- (18) 東江真一: ツルーイング・ドレッシング技術の現状と問題点, 砥粒加工学会誌, 39巻 5号(1995)6.
- (19) 相川博勝: プレーキツルア, 砥粒加工学会誌, 39巻 5号(1995)8.
- (20) 柳下福蔵: 液体ホーニングによるブラストドレッシング, 砥粒加工学会誌, 39巻 5号(1995)12.
- (21) 厨川常元: アブレイシブ・ジェット・ドレッシング, 砥粒加工学会誌, 39巻 5号(1995)13.
- (22) 稲葉文夫: 砥粒の突き出し量の制御を目的とした遊離砥粒ドレッシング法, 砥粒加工学会誌, 39巻 5号(1995)16.
- (23) 幾瀬康史他: 超音波ドレッシング装置の試作とその有効性の検討, 1994年度精密工学会春季大会学術講演会論文集, 3(994)827.
- (24) 大森 整: 超精密鏡面加工に対応した電解インプロセスドレッシング, 精密工学会誌, 59, 9(1993)43.
- (25) 鈴木 清: ツイン電極電解ドレッシング法, 砥粒加工学会誌, 39巻 5号(1995)22.
- (26) 高橋邦夫: ツイン電極式接触放電ドレッシング, 砥粒加工学会誌, 39巻 5号(1995)24.
- (27) 吉田雄二他: ケミカルドレッシングの開発, 1992年度精密工学会春季大会学術講演会論文集, (1992)63.
- (28) 精機学会: 精密工作便覧, コロナ社 (昭47).
- (29) 日刊工業新聞社: 砥粒加工技術便覧, (昭40).
- (30) 精機学会: 新訂精密工作便覧, (昭47).

- (31) 刈込勝比古, 大森 整: ELID研削用鑄鉄ボンド酸化セリウム砥石の開発, 1993年度精密工学会秋季大会学術講演会論文集, (1993)1009.
- (32) 伊藤伸英, 大森 整: ELIDラッピング研削による異種硬脆材料の研削特性 (青銅ボンド砥石の試用), 1993年度精密工学会秋季大会学術講演会論文集, (1993)1011.
- (33) 刈込勝比古, 大森 整: 鑄鉄ボンドWA10000 砥石によるELIDラップ研削特性, 1995年度精密工学会秋季大会学術講演会論文集, (1995)757.
- (34) 佐藤完司: 研磨布紙加工, 17(1980)10.
- (35) 松井正巳, 庄司克雄: 精密機械, 46(1980)86.
- (36) 清野 豊, 永井 聰: SiC 単繊維及びウイスキーの力学的性質, 1991年度精密工学会春季大会学術講演会論文集, (1991)195.
- (37) J. Jendryschik: Einsatz von Faserverbundwerkstoff für Trennschleifscheiben, Ind. Anz., 108, 46, (1986)87.
- (38) 新東工業研: 鑄鉄ファイバーボンドダイヤモンド砥石の開発, 素形材, 29, 1(1988)25.
- (39) 大森 整, 中川威雄: 電解インプロセスドレッシングを利用したメタルボンド超砥粒砥石による鏡面研削法, 砥粒加工学会誌, 34, 3(1990)14.
- (40) 鈴木 清ほか: 繊維強化プラスチック材料の切断加工 (セラミックス長繊維を切刃とする砥石に関する研究: 第1報), 1991年度精密工学会春季大会学術講演会論文集, (1991)63.
- (41) 鈴木 清ほか: 板ばね状砥石によるみがき加工の研究 (第1報: MCによる自由曲面のみがき加工の試み), 1990年度精密工学会春季大会学術講演会論文集, (1990)639.
- (42) 鈴木 清ほか: 板ばね状砥石によるみがき加工の研究 (第2報: 繰り返し曲げ変形に伴う横滑りを利用したみがき加工), 1990年度精密工学会春季大

- 会学術講演会論文集, (1990)641.
- (43) 松井 敏, 堀内 毅: 自転形単石ドレッシングに関する研究 - 寸法精度及び表面粗さに対する効果 -, 精密工学会誌, 59, 3(1994)461.
- (44) 松井 敏, 堀内 毅: 自転形単石ドレッシングに関する研究 - 四角柱形ダイヤモンドの場合 -, 精密工学会誌, 59, 3(1994)461.
- (45) 相川博勝: ブレーキツルア, 砥粒加工学会誌, 39, 5(1995)8.
- (46) 庄司克雄: カップツルア, 砥粒加工学会誌, 39, 5(1995)9.
- (47) 柳下福蔵: 液体ホーニングによるブラストドレッシング法, 砥粒加工学会誌, 39, 5(1995)12.
- (48) 大森 整: 超精密鏡面加工に対応した電解インプロセスドレッシング, 精密工学会誌, 59, 9(1993)43.
- (49) 鈴木 清: ツイン電極電解ドレッシング法, 砥粒加工学会誌, 39, 5(1995)23.
- (50) 高橋邦夫: ツイン電極式接触放電ドレッシング, 砥粒加工学会誌, 39, 5(1995)24.
- (51) 洞口 巖, J. E. D. AFAGHANI, 山口勝美, 中本 剛: SiC ウィスカ - 強化樹脂の摩耗特性とその応用, 日本機械学会論文集 C編, 62巻595号(1996-3)244.
- (52) I. Horaguchi, J. E. D. Afaghani, K. Yamaguchi, T. Nakamoto: Characterization and Application of the Sliding Wear of Hardened Die Steel against SiC Whisker-Plastic Composite, Wear,
- (53) Y. Zhang, C. A. Pickles and J. Cameron: The Production and Mechanical Properties of Silicon Carbide and Alumina Whisker-Reinforced Epoxy Composites, Journal of Reinforced Plastics and Composites, 11(1992), 1176.

- (54) M. Zongyi, B. Jing, L. Yuxiong, S. Hongwei and G. Yinxuan: Abrasive Wear of Discontinuous SiC Reinforced Aluminum Alloy Composites, *Wear*, 148(1991), 287.
- (55) 野呂瀬, 笹田: SiC ウィスカー強化Al合金の耐摩耗性, *トライボロジスト*, 34-7(1989), 538.
- (56) 久門, 日下: セラミックス繊維強化金属の摩擦・摩耗特性, *トライボロジスト*, 37-2(1992), 166.
- (57) T. T. Long, 西村, 逢坂, 合瀬, 森田: Al₂O₃ 繊維及び SiC ウィスカーで強化した6061Al合金の機械的性質及び摩耗特性, *日本金属学会誌*, 52-6(1988), 609.
- (58) 久門, 久米原, 須田, 小林, 田中: 炭素繊維強化金属の摩擦・摩耗機構 (第1報) - 無潤滑下の硬いディスク (FCD60) と軟らかいピン (CFRM) の組み合わせの場合 -, *潤滑*, 33-9(1988), 717.
- (59) T. T. Long, , 逢坂, 合瀬, 森田: SiC ウィスカーとBNを複合化した4032 Al合金の機械的性質及び摩耗特性, *日本金属学会誌*, 51-9(1987), 864.
- (60) 志村: PAN 系カーボン繊維を使用したC/C コンポジットの摩擦摩耗, *トライボロジスト*, 37-3(1992), 250.
- (61) H. Xiao and X. Ai: Effect of Whisker Orientation on the Wear Behavior of a SiC/Al₂O₃ Composite, *Wear*, 148(1991)171.
- (62) 山口勝美, 洞口 巖: 方向をそろえた炭化けい素ウィスカ砥石の開発 (レジノイド砥石の製作と仕上げ面粗さ), *精密工学会誌*, 59巻 5号(1993-3), 89.
- (63) K. Yamaguchi, I. Horaguchi: Development of Directionally Aligned SiC Whisker Wheel, *American Society for Precision Engineering*, 17 (1995)5.

- (64) 山口勝美, 洞口 巖: SiC ウィスカ-砥石の研磨特性(砥石構成と仕上げ面粗さ), 精密工学会誌, 62,11(1996)1627.
- (65) K. Yamaguchi, I. Horaguchi and JED. Afaghani: Grinding Performances of Directionally Aligned SiC Whisker Wheel (Constituents of Grinding Wheel and Finishing Surface Roughness), PROGRESS OF CUTTING AND GRINDING, Vol. III With Some Problems in CAD/CAM, FMS and Mechatronics ICPCG-96, (1996-11)426.
- (66) 山口勝美, 洞口 巖: SiC ウィスカ-砥石の研削特性, 砥粒加工学会学術講演会 (ABTEC'94), (1994)93.
- (67) 山口勝美, 洞口 巖: SiC ウィスカ-砥石による研削, 1994年度精密工学会秋季大会学術講演会論文集, (1994)167.
- (68) 洞口 巖, 山口勝美: 炭化けい素ウィスカ-ラップ砥石による加工, 砥粒加工学会誌, 1997年11月号に掲載予定.
- (69) 谷 泰弘: 硬脆材料の固定砥粒加工技術, 日本機械学会関東支部千葉ブロック講習会試料, (1995)21.
- (70) 大森 整, 成田俊宏, 中川威雄: 固定砥粒複合ラッピングによる鏡面仕上げ, 超精密加工マニュアル, (株)大河出版, (1989)120.
- (71) 森田 昇, 吉田嘉太郎, 花形晴雄, 柳田和夫: 陽極火花放電を利用した微細砥粒の固定化とその応用, 1993年度精密工学会春季大会学術講演会論文集, (1993)147.
- (72) 山口勝美, 洞口 巖, 佐藤 豊: SiC ウィスカ-砥石の研削特性-遊離砥粒による目づまり防止法-, 精密工学会誌, 2(1997)238.
- (73) 山口勝美, 洞口 巖: SiC ウィスカ-砥石の研削特性(遊離砥粒による目づまり防止法), 1996年度精密工学会秋季大会学術講演会論文集, (1996)669.

- (74) 山口勝美, 洞口 巖: SiC ウィスカー砥石の研削特性 (遊離砥粒によるインプロセスドレッシング), 1995年度精密工学会秋季大会学術講演会論文集, (1995)783.