

粒子形状解析に基づく研磨特性評価

尾谷 賢, 内山 智幸, 松嶋景一郎, 蓑嶋 裕典, 荒堀 弘造*
柴田 俊春*, 篠原 邦夫*, 穂山 勝**

Evaluation of Lapping Characteristics by Particle Shape Analysis

Masaru OTANI, Tomoyuki UCHIYAMA, Keiichiro MATUSHIMA,
Hironori MINOSHIMA, Kozo ARAHORI¹⁾, Toshiharu SHIBATA¹⁾,
Kunio SHINOHARA¹⁾, Masaru AKIYAMA²⁾

抄 録

本研究では、粒度分布が鋭く、形状の異なる人工多結晶ダイヤモンドを用いて研磨試験を行い、粒子形状の研磨特性に及ぼす効果について検討した。粒子形状は輪郭に沿ったx, yそれぞれの座標のフーリエ級数展開法により解析し、第1次フーリエ記述子による近似楕円に基づく短長軸比と高次フーリエ記述子による非対称性、多角性、および輪郭座標の局所勾配に基づく尖り度の形状指標値で定量化した。研磨特性としては、被研磨材の研磨速度と研磨面粗さを用いた。その結果、粒子形状は非対称性が小さく、多角性、楕円軸比、および尖り度が高いほど、研磨速度が大きくなる実験式が得られ、研磨面粗さに影響が少なく研磨速度を調節できる砥粒の調整が可能になった。

キーワード：粒子形状，フーリエ級数，研磨速度，表面粗度

Abstract

Lapping test is carried out with artificial poly-crystal diamond powder of sharp size-distribution and different shapes. The effect of particle shape is examined on lapping characteristics. The particle shape is described by expanding x and y coordinates of the particle outline into Fourier series independently. Then, the shape is represented by elongation ratio of the approximated ellipse calculated from the first-order Fourier coefficient and asymmetry, polygonality and edge sharpness by slopes along the particle outline based on higher-order Fourier coefficients. Lapping characteristics are evaluated by the rate of decrease in work thickness and by the surface roughness. As a result, a correlation equation was obtained that the lapping rate increases with increasing polygonality and edge sharpness and elongation and decreasing asymmetry, and that the surface roughness isn't significantly affected with the particle shape. Thus, it becomes possible to prepare diamond particles of different shapes to adjust only lapping rate.

KEY-WORDS : particle shape index, Fourier expansion, lapping rate, surface roughness

* 北海道大学大学院工学研究科物質工学専攻,

** (株)イズミテック

* Division of Materials Science and Engineering, Graduate School of Engineering, Hokkaido University

** Izumi Technology Co., LTD.

事業名：経常試験，研修生受け入れ，技術開発派遣指導

課題名：粉体処理技術による機能性無機材料の高品質化に関する研究

1. はじめに

ハードディスクや磁気ディスクなどの高付加価値製品に使用される電子機器部品に要求される機能性の発現方法として高精度研磨がある。それに使用される砥粒の運動と密接に関連するものとして粒径と並んで粒子の形状がある。

粉体の力学特性に及ぼす粒子径による影響については既往

の研究で多く報告されているが、粒子形状のそれについては評価対象となる粒子形状の特徴が多様であることから詳細な粒子形状の定量化を含めた研磨特性に関連した報告は少ない(今中¹⁾, Yongsong and Bhushan²⁾)。萩原³⁾は、研磨砥粒性能への粒子形状効果に注目し、アスペクト比(短長軸比)と粒子像の輪郭線をその内部に含むような方形ボックスの計数に基づくフラクタル次元を導入している。筆者等(尾谷他^{4, 5, 6, 7)}; Shibata⁸⁾)も投影粒子像輪郭座標をフーリエ級数展開して得られる楕円から指数(短長軸比で決まる形状指数Kと輪郭座標値の変動係数)を定義する方法を提案し、この手法を遊離砥粒の研磨特性の解析に適用した。その結果、粒子径の効果とともに短長軸比の導入は有効であることを見出ししている。しかし、短長軸比は主要因子の一つではあるが、研磨への詳細な粒子形状の効果表現するためには不十分である。

本研究では、人工多結晶ダイヤモンド砥粒の研磨性能向上を目的に、マクロ粒子形状因子に加えミクロ形状因子を新たに導入し、より詳細な粒子形状の特徴を抽出し、研磨特性との関係について検討を行った。

2. 粒子形状の指標

研磨特性には砥粒の粒径が重要であることが知られている。さらに、粒子の回転性に主に寄与する短長軸比と非対称性、および研削能力に関与する多角性や尖り度などの形状因子が、研磨面上での粒子運動に関係してくると考えられる。ここで、粒子形状の解析法は、投影粒子像の輪郭に沿った x, y 座標 ($P_{dx}(i), P_{dy}(i)$; $i = 0, 1, 2, \dots, N-1$) を求め、これらをそれぞれフーリエ級数展開する手法によった。そこで、これらのフーリエ係数をもとに、形状因子を以下のように定義する。

2.1 楕円軸比⁴⁾

粒子像輪郭座標のフーリエ級数における第1主要係数 ($a_x(1), b_x(1)$)のみから粒子像の輪郭を近似している楕円が得られる。しかしこの楕円の軸は必ずしも座標軸とは一致しないため形状因子の導入のためには粒子(図形)の主軸が座標軸上に配置されるよう回転する必要がある。その手続きは以下の通りである。

$$x(\theta) = \sum_{k=0}^{N-1} \{a_x(k) \cos(k\theta) + b_x(k) \sin(k\theta)\} \quad (1)$$

$$y(\theta) = \sum_{k=0}^{N-1} \{a_y(k) \cos(k\theta) + b_y(k) \sin(k\theta)\} \quad (2)$$

$$\{a_x, a_y\}(k) = \frac{1}{N} \sum_{i=0}^{N-1} [\{P_{dx}, P_{dy}\}(i) \cos\left(\frac{2\pi ik}{N}\right)] \quad (3)$$

$$\{b_x, b_y\}(k) = \frac{1}{N} \sum_{i=0}^{N-1} [\{P_{dx}, P_{dy}\}(i) \sin\left(\frac{2\pi ik}{N}\right)] \quad (4)$$

Eqs.(1),(2)は、 $k = 1$ において、 x, y 座標軸を配向角 β だけ回転した楕円を形成しているため、次式が当該粒子の近似表現になる。

$$\frac{X^2}{(BC-AD)^2/(C^2+D^2)} + \frac{Y^2}{(BC-AD)^2/(A^2+B^2)} = 1 \quad (5)$$

ただし、

$$\{A, B\} = \{a_x, b_x\}(1) \cos(\beta) + \{a_y, b_y\}(1) \sin(\beta) \quad (6)$$

$$\{C, D\} = \{a_y, b_y\}(1) \cos(\beta) - \{a_x, b_x\}(1) \sin(\beta) \quad (7)$$

$$\beta = -\frac{1}{2} \tan^{-1} \left\{ \frac{2(a_x(1)a_y(1) + b_x(1)b_y(1))}{a_y(1)^2 + b_y(1)^2 - a_x(1)^2 - b_x(1)^2} \right\} \quad (8)$$

ここで、楕円の長軸半径 a_e 、短軸半径 b_e は次式で示される。

$$a_e = \sqrt{\frac{(BC-AD)^2}{C^2+D^2}}, \quad b_e = \sqrt{\frac{(BC-AD)^2}{A^2+B^2}} \quad (9)(10)$$

これらの短長軸比を形状指数Kとしてマクロな形状評価に用いた。

$$K = b_e/a_e \quad (11)$$

2.2 非対称性

粒子輪郭を定式化(数値化)し、ミクロな形状を表現する因子の誘導のためには粒子輪郭を回転変換(配向角 β の補正)した後、 x, y 座標をフーリエ変換する必要がある。Eqs.(1),(2)が回転変換を済ませた後の輪郭から得られたものとして、式中の第3項目($k = 2$)以降の高次フーリエ係数に注目すると次のことがわかる。Eq.(1)の右辺の級数和中の第1項 $a_x(k) \cos(k\theta)$ は x 関数の基本的性質(偶関数で軸対称性)を示す項であり、第2項 $b_y(k) \sin(k\theta)$ は偶関数性を崩して不規則性を加える項になる。これとは逆に、Eq.(2)の右辺の級数和中の第2項 $b_y(k) \sin(k\theta)$ は y 関数の基本的性質(奇関数で点対称性)を示す項であり、第1項 $a_y(k) \cos(k\theta)$ は奇関数性を崩して不規則性を加える項になる。

従って、粒子輪郭点の x, y それぞれの座標値が、対称性からずれる度合いを非対称性指数 A_s としてフーリエ係数の級数和の比により定義できる。

$$A_{sx} = \frac{\sum_{k=2}^{15} |b_x(k)|}{\sum_{k=2}^{15} |a_x(k)|}, \quad A_{sy} = \frac{\sum_{k=2}^{15} |a_y(k)|}{\sum_{k=2}^{15} |b_y(k)|} \quad (12)(13)$$

周波数 k の取り得る範囲は、始点については $k = 1$ の時の係数値がその粒子の大きさの効果が大きく、前述の近似楕円の対称性に含まれるので非対称性の特徴をより明らかにするため $k = 2$ とした。また終点についてはフーリエ係数値が $k = 1$ に比べ無視できるほど小さな値をとる周波数までの領域を考慮し $k = 15$ とした。また、粒子の $x-y$ 座標平面への配置は非対称性因子に影響を及ぼすため、アフィン変換を用いて輪郭座標を回転し、横軸に沿って粒子像を横長になるように配置した。因子 A_s としては、 x, y 座標それぞれの非対称性因子 A_{sx} と A_{sy} の幾何平均値の試料平均(40個)を使用した。

$$A_s = \sqrt{A_{sx} \times A_{sy}} \quad (14)$$

2.3 多角性

正凸多角形の x, y 座標のフーリエ級数から多角数（3角形の3, 4角形の4, …）を決める周波数とフーリエ係数の関係が存在する。前述のように $k = 1$ の係数 $a_x(1), b_y(1)$ は近似楕円を構成する最大値（第1主要係数）を示すが、これらの次に大きな係数値は多角形の角数に対応し順次対称性を決める係数列（ x 関数では $a_x(k)$, y 関数では $b_y(k)$ ）中に現れてくる。すなわち、この第2主要係数を抽出し、これに対応する周波数 $k_{(2)}$ に1を加えた値として多角性因子 p を導入する。ただし、 p は、 x, y 座標のそれらの値の幾何平均値を用いることにした。

$$P_x = k_{x(2)} + 1 : k_{x(2)} \text{ は第2主要 } |a_x(k)| \text{ の周波数} \quad (15)$$

$$P_y = k_{y(2)} + 1 : k_{y(2)} \text{ は第2主要 } |b_y(k)| \text{ の周波数} \quad (16)$$

$$P = \sqrt{P_x \times P_y} \quad (17)$$

2.4 尖り度

研磨性に関する粒子形状特性として粒子の持つ角の大きさや尖り具合がある。それを抽出するために輪郭座標の局所勾配値をフーリエ級数展開する方法を新たに導入した。

局所勾配 α は、次式により x, y 輪郭の各座標点 (i) とその隣接点 $(i + 1)$ から算出できる。

$$\alpha = \frac{P_{dy}(i+1) - P_{dy}(i)}{P_{dx}(i+1) - P_{dx}(i)} \quad (18)$$

$P_{dx}(i+1) - P_{dx}(i) = 0$ による α の $\pm\infty$ 発散を考慮して、Eq. (18)の両辺の \tan^{-1} 値をとり、その場合には $\tan^{-1} \alpha = \pi/2$ とする。

$$\tan^{-1} \alpha = \tan^{-1} \left(\frac{P_{dy}(i+1) - P_{dy}(i)}{P_{dx}(i+1) - P_{dx}(i)} \right) \quad (19)$$

得られた局所勾配の $\tan^{-1} \alpha$ をフーリエ級数展開し、Eqs.(3), (4)と同様にフーリエ係数を算出する。

$$a_s(k) = \frac{1}{N} \sum_{i=0}^{N-1} \left\{ \tan^{-1}(\alpha) \cos\left(\frac{2\pi ik}{N}\right) \right\} \quad (20)$$

$$b_s(k) = \frac{1}{N} \sum_{i=0}^{N-1} \left\{ \tan^{-1}(\alpha) \sin\left(\frac{2\pi ik}{N}\right) \right\} \quad (21)$$

$k = 1$ の係数 $a_s(1)$ と $b_s(1)$ で規格化した各係数からスペクトル強度を以下のように定義する。

$$B(k) = \sqrt{\left(\frac{a_s(k)}{a_s(1)}\right)^2 + \left(\frac{b_s(k)}{b_s(1)}\right)^2} \quad (22)$$

$B(k)$ の k による変化を丸い粒子と歪な粒子について図1に示す。周波数によるピークの大きさに顕著な傾向が見られないが、ほとんどの周波数域で歪んだ粒子より丸い粒子のピークが高いことがわかる。従って、粒子が持つ角の情報として尖り度 S を次のように定義する。

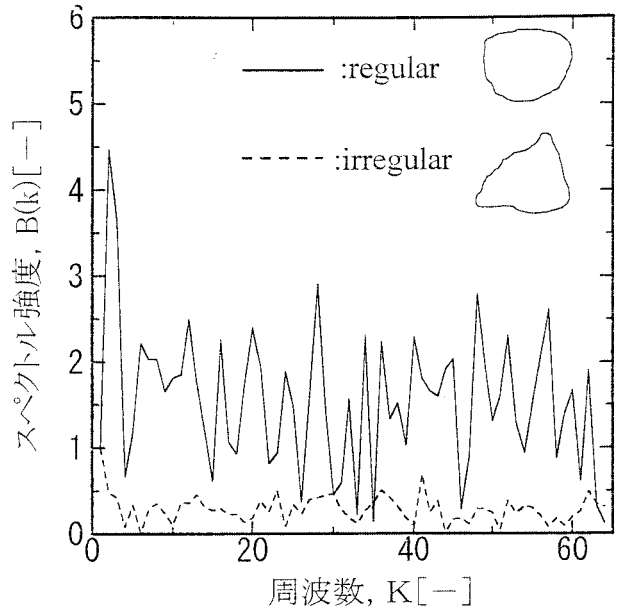


図1 粒子輪郭座標の局所勾配によるフーリエ係数スペクトル

$$S = \frac{1}{\sum_{k=1}^{64} B(k)} \quad (23)$$

なお、局所勾配に関するフーリエ係数は、高周波成分においても高いスペクトル強度を示すことから k の範囲は第2項 ($k = 1$) 目から第64項目までとした。

3. 実験

3.1 試料

試料は、同質の形状の異なる多結晶ダイヤモンド（株式会社イミテック製）6種類を用いた。表1に各試料の形状因子（平均）を示す。なお、総括的に因子の変動係数はほぼ0.15であった。

表1 ダイヤモンド砥粒の形状因子

試料名	A	B	C	D	E	F
平均粒径: $D_{50} [\mu m]$	2.28	2.29	2.48	2.48	2.63	2.68
粒度分布の均一性: $D_{75}/D_{25} [-]$	0.578	0.613	0.709	0.714	0.680	0.694
形状指数: $K [-]$	0.702	0.725	0.786	0.803	0.785	0.805
非対称性: $A_s [-]$	1.034	1.039	1.089	1.113	1.018	1.063
多角性: $P [-]$	3.847	3.756	3.747	3.839	3.738	3.661
尖り度: $S [-] (10^3)$	9.90	12.03	12.61	17.66	16.97	11.46

3.2 装置および方法

3.2.1 粒度測定

粒子径は、遠心沈降式粒度測定器（SACP-4L, 島津製作所製）によって質量基準の光透過法による沈降径として計測した。また、粒度分布の均一性は、残留分率0.75と0.25に対応する粒子径 D_{75} と D_{25} の比を鋭さとして評価を行った。

3.2.2 形状測定

各試料は電子顕微鏡（JSM-5410，日本電子製）によって撮影後，その粒子像写真をCCDカメラ（KP-210形，HITACHI製）で画像解析装置（LUZEX3U，ニレコ製）に取り込み，二値化後その輪郭座標を検出した。その後，必要に応じて粒子像の姿勢を修正し（前述）フーリエ変換を行った。座標点数Nは輪郭線から等距離間隔で256点選んだ。測定粒子数は1種類の試料につき40個とした。各種誘導因子はその算術平均値とした。

3.2.3 研磨試験

研磨装置は，精密平面ラップ盤（Model-LP-15，ラップマスター社製）を用いた。本装置は，時計方向に回転する研磨定盤（銅製，螺旋溝付き）上に反時計方向に回転する被研磨材（ワーク）を固定した円形ホルダーを一定荷重下で接

表2 研磨条件

被研磨材	フェライト
研磨定盤	Kemet 銅
ワーク加重 [kPa]	28.4
回転数 [rpm]	90
スラリー濃度 [kg・m ⁻³]	1.6
研磨時間 [min]	10

触させ，その接触領域に一定体積濃度の砥粒を分散した水性スラリーを噴霧しながら，被研磨材の研磨を行うものである。研磨条件を表2に示す。

研磨特性として，被研磨材の研磨速度と表面粗さに着目した。研磨速度 L_r は，被研磨材の厚さを厚さゲージ（リニアゲージ，ミットヨ製）で測定し，単位時間当たりの厚さの減少割合として算出した。表面粗さ R_a は，表面粗さ計（SE-30D，小坂研究所製）で研磨溝の深さを測定し，その平均値として算出した。被研磨材の研磨速度および表面粗さは，1種類の研磨条件につき24点測定し，その平均値を用いた。

4. 結果および考察

4.1 試料物性

4.1.1 粒子形状観察

図2に形状の異なる6種類のダイヤモンドの電子顕微鏡写真を示す。マクロな視覚的評価では，試料はAからEの順に対称性を増した塊状の粒子が多くなる。ミクロな視覚的観察では，同一順序で粒子表面の細かな凹凸が少なくなり鋭利な面が顕著になってくる。試料DとEは視覚的には大きな差は見られない。また，FはマクロにはDやEと同様の形状をしており，ミクロには粒子表面が非常に滑らかであった。

4.1.2 粒子径評価

各試料の粒子径を表1に示す。いずれの試料も質量基準で測定した沈降径の D_{75}/D_{25} から評価される粒度分布の鋭さが非常に高く，粒子径に関しては高精度な分級品である。

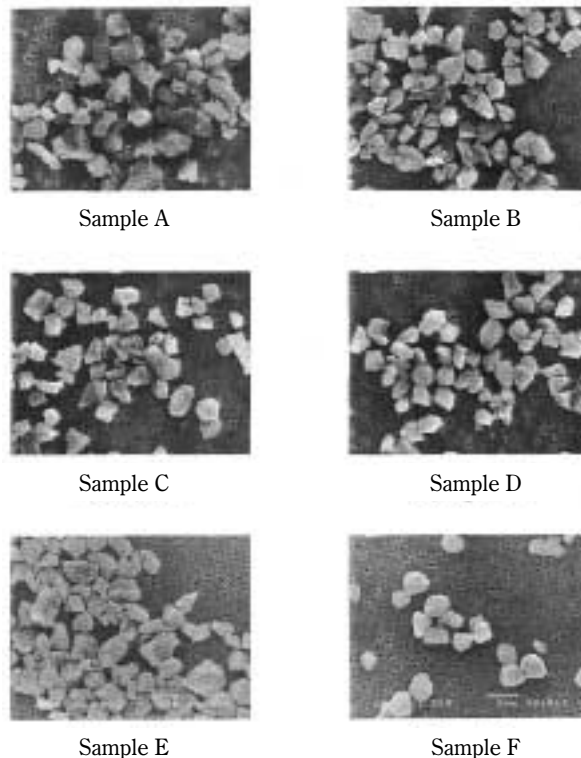


図2 粒子形状の異なるダイヤモンド砥粒のSEM像

4.2 粒子形状の研磨速度に及ぼす効果

研磨速度には，研磨定盤と被研磨材との間での砥粒の転動運動が支配的な場合，それに直接関連する因子として粒子形状が有効であると考えられる。すなわち，研磨には砥粒（粒子）の全ての面が効果的に研磨面に当たる回転（性）と砥粒（粒子）のエッジが研磨面に接した際に有効に研削できることが必要である。そこで対応する粒子形状因子として楕円軸比 K と非対称性 A_s および多角性 P を考慮する。更に砥粒と被研磨面の接触点での研磨作用を考慮した尖り度 S を加えて，研磨速度をそれらの形状因子の積として表現した。研磨試験データを最小二乗法により各因子のべきを決めた結果，次の相関式を得た。

$$L_r = 0.292K^{2.46}A_s^{-2.71}P^{3.41}S^{0.339} \quad (24)$$

算出した K のべきの妥当性を精査するために(K の効果が他の因子と非線形の形で関連付けられていないことの確認のために)Eq.(24)の両辺を $A_s^{-2.71}P^{3.41}S^{0.339}$ で除した値と K 値との再プロットした結果を図3に示す。

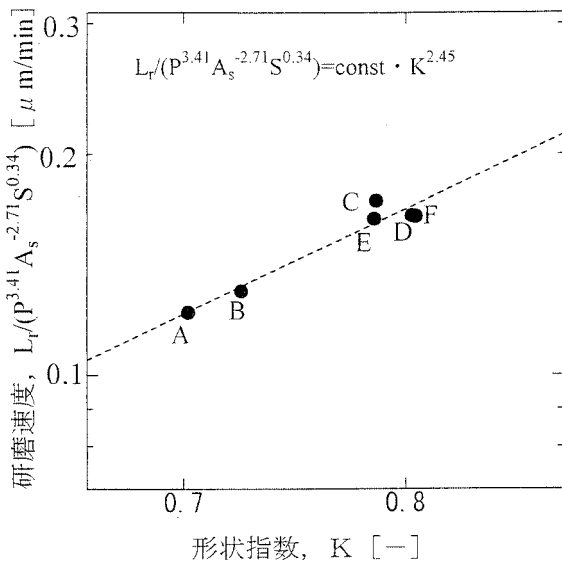


図3 形状指数と研磨速度の関係

$$\log_{10} \left(\frac{L_r}{A_s^{-2.71} P^{3.41} S^{0.339}} \right) = \log 0.292 + 2.457 \log K \quad (25)$$

図中にも示したように両者に良好な関係があり、 k のべきの妥当性を示している。同様にして A_s, P, S についてもそれぞれのべきの妥当性を確認した。Eq.(24)によって算出される計算値と実験値の比較結果を図4に示す。両者の相関性は高く、粒子形状を媒介として研磨速度の推定が可能になった。

Eq.(24)における各因子のべきの値により、 L_r に対する寄与は P, A_s, K, S の順に大きい。そして、 L_r は P, K, S の増大、 A_s の減少にともない増大することがわかった。これは、前述のごとく研磨速度は研磨盤と被研磨材との界面における砥粒の運動に起因しているものと考えた。その研磨速度の増

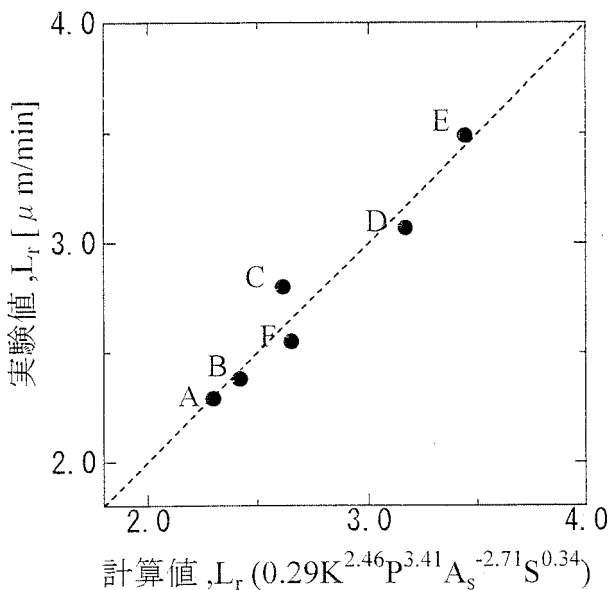


図4 研磨速度の実験式による計算値と実験値との相関

大には、砥粒の回転性と研削性が寄与する筈である。本研究で定義した形状因子は前者に対して K, A_s, P, S の順に、後者に対して P, S, A_s, K の順に支配的であると思われる。例えば、 K が大きく A_s が小さいほど転がり易く、また P, S が大きいかほど1回転あたりの研削量は多くなる。なお、Eq.(24)は、この実験範囲内のみで有効である。極端な場合として角のない球($k=1$)では、 $A_s=0, P=+\infty, S=0$ に対応して研磨速度がゼロに接近する。

4.3 研磨速度と研磨面粗さの関係

図5に研磨速度と研磨面粗さの関係を示す。両者間には研磨速度が増すと研磨面粗さも増すという一般的傾向以上の顕著な傾向は認められない。本研究で用いた2~4 μmの砥粒は高い研磨速度が求められる粒度領域であり、数nmの研磨面粗さの変化は機械的ピックアップや研磨面の微小な偏向による測定精度から必ずしも有意な差ではなく、厳密な研磨面粗さの調製や検出には更なる高精度な工夫が必要であると考えられる。

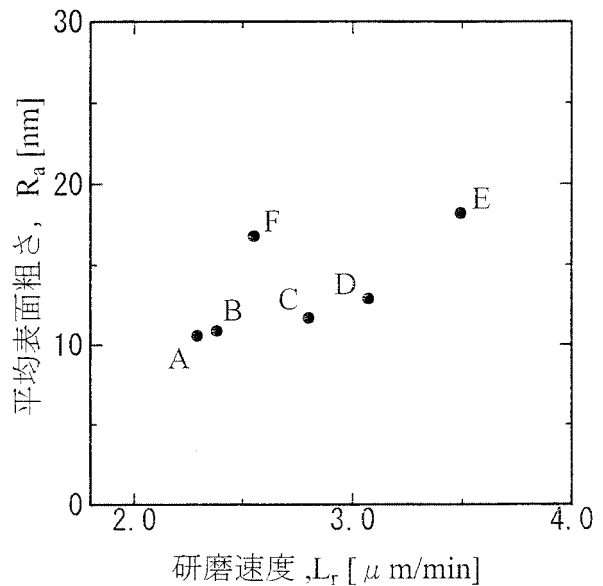


図5 研磨速度と研磨表面粗さの関係

5. まとめ

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

- (1) マクロな形状因子に加えミクロな形状因子を新たに導入して、マクロには同じような形状を持つ粒子でもミクロな形状の差異を定量的に検討できるようになった。
- (2) 形状指数(楕円軸比)、多角性、非対称性、尖り度の形状因子により研磨速度に関する相関式を求めた結果、粒子形状による研磨速度への効果が推定できるようになった。
- (3) 研磨速度に関する相関式から、多角性、非対称性、楕円

軸比, 尖り度の順に研磨速度に対する寄与が高く, 非対称性が小さいほど, 他の形状因子が大きいほど, 研磨速度が高くなることがわかった。従って, 研磨盤と被研磨材との界面での砥粒の運動と粒子形状が直接対応していることが推察される。

謝 辞

本研究を進めるに当たり, 研磨材の表面荒さの評価に関し
当場機械金属部小林政義主任研究員, 三戸正道主任技師にご
協力を頂きました。ここに記し謝意を表します。

引用文献

- 1) 今中 治: 研磨表面荒さに関する理論解析, 電気試験所
彙報, 126巻, pp.827-832(1962)
- 2) Yongsong, X. and B. Bhushan: Effects of Particle
Size, Polishing Pad and Contact Pressure in Free
Abrasive Polishing, Wear, vol.200, pp.281-295 (1996)
- 3) 萩原親作・帯川利之・谷内 浩: 形状特徴に基づくラッ
ピング砥粒の評価, 精密工学会誌, vol.61, 1760-1764
(1995)
- 4) 尾谷 賢・内山智幸・蓑嶋裕典・篠原邦夫・高屋敷一仁・
中尾尚子: 高速気流中衝撃法による粒子形状調整因子,
素材物性学雑誌, 7巻, pp.35-45(1994)
- 5) 尾谷 賢・蓑嶋裕典・内山智幸・篠原邦夫・高屋敷一仁・
浦哲也: 粒子形状による粉体物性の変化, 粉体工学会誌,
vol.32, pp.151-157(1995)
- 6) Otani, M., H. Minoshima, T. Ura and K. Shinohara:
Mechanism of Particle Shape Modification by Dry
Impact Blending, Adv. Powder Technol., vol.7, 291-
303 (1996)
- 7) 尾谷 賢・蓑嶋裕典・日野 弥・篠原邦夫: 異形粒子形
成層の壁摩擦特性, セラミックス協会誌, vol.105, pp.
1099-1102(1997)
- 8) 尾谷 賢・内山智幸・荒堀弘造・篠原邦夫: 粉碎による
粒状素材の粒子形状調整, 粉体工学会誌, vol.34, pp.432-
436(1997)
- 9) Shibata, T. and K. Yamaguchi: Shift x,y-Coordi
nate Detection of Line Figures and the Extraction
of Particle Shape Information, Powder Technol.,
vol.81, 111-115 (1994)