

銀とガラスのラッピングに関する研究

—ラップ剤の成分分析結果—

藤本 隆士*・宇都宮康大**

Study on Lapping between Silver and Glasses

— Component Analysis of Abrasive Grain —

Takashi Fujimoto*, Yasuhiro Utsunomiya**

Abstract

The authors have recently researched interesting phenomena on lapping tests for a silver specimen on a glass lap plate using purified water and NaCl solutions as lapping liquid. The silver specimen was not worn during the lapping process using NaCl solution compare with purified water. In this paper, the silver specimens and abrasive grain was analyzed using SEM and EDX before/after the lapping test. Main results obtained are as follows: a some kind of surface layer was grown on silver specimen after the test, and the surface layer which tested in NaCl solution are thicker than in purified water. The silver was detected in the abrasive grain after the test in both of purified water and NaCl solution. Amount of the detected silver tested in NaCl solution is considerably smaller than that in purified water. It is supposed that the surface layer grown on the silver is strongly influences on the interesting phenomena.

1. 緒 言

ラッピングとは、ラップと呼ばれる平面上に試料を置き、ラップと試料の間に砥粒とラップ液を混ぜたラップ剤を挟み、試料に上から圧力を加えてしゅう動させることで、試料を削る加工法のことである。ラッピングをする際、試料と同時にラップも図1のように削れてしまうため、定期的にラップを平らに削りなおす必要がある。

切削加工や研削加工に比べ加工能率は低いが、滑らかで精密な面が得られるため、各種ゲージ類や軸受ローラ、電子部品などの精密仕上げを行うのに適した加工方法である。また、古くから、金属や宝石を磨く方法として利用されている。

ラッピングには、軸用ラップ工具や穴用ラップ工具を用いて、手作業により行うものと、試料に合

わせたラップ用工具を装着したラップ盤によってラッピングを行うものがあるが、どちらも、試料にラップ剤を付け、その面にラップ工具を押し付けて磨く原理は同様である。ラップ剤としては、一般に炭化ケイ素やアルミナの粉をラップ液に混ぜたものが用いられるが、ラップ液を加えないで加工する方法もある。前者を湿式法、後者を乾式法と呼んで

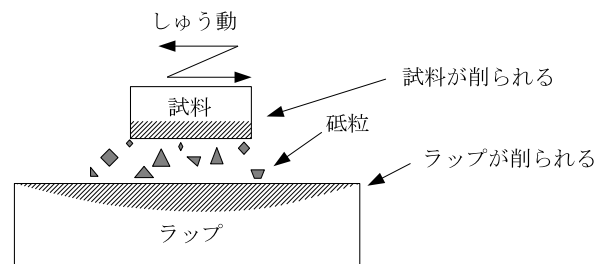


図1 ラッピングの原理

* 弓削商船高等専門学校電子機械工学科

** 弓削商船高等専門学校専攻科生産システム工学専攻

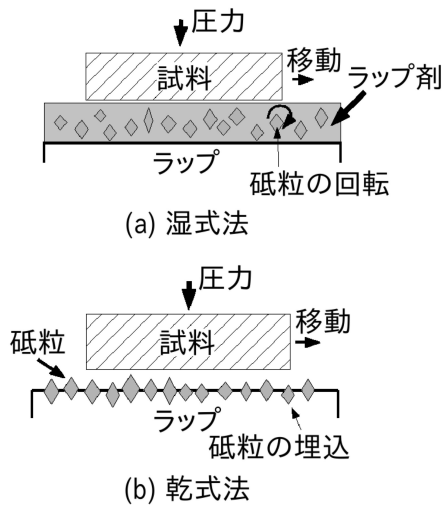


図2 ラッピングの種類

いる。両者の概要を図2に示す。

湿式法では、砥粒が加工液に包まれているためラップに埋め込まれず、ラップと試料間で転動し切削作用で加工が進行する。加工表面は掘り起こされた無数の凹状切削溝から成り立っているため方向性のない無光沢梨地となる。そのため、仕上げ量は大きいですが、仕上げ面は粗くなる。

一方、乾式法では、砥粒がラップ表面に埋め込まれて固定され、引っかき作用で試料表面より微小切屑を削り取る。そのため、 $1\mu\text{m}$ 以下の微細な切削溝が多数発生し、光沢を有する仕上げ面が得られる。つまり、仕上げ量は小さく粗さも小さい仕上げ面になる。いずれの場合も、砥粒が工作物ばかりでなくラップも削ってしまうため、ラップの偏摩耗を招くことになる。

本研究室のグループでは、以前から、銀とガラスのラッピングにおける研究をおこなっている[1-3]。その中で、ラップ液の種類によっては銀が削れず、ガラスのみが選択的に削れることがわかった。また、この現象には、塩素イオンが関わっていると推測されたため、精製水と食塩水とで銀とガラスの研磨量を比較した実験を行っている。その結果、ラップ液として食塩水を用いた場合に、銀がほとんど削れなくなることがわかった。また、このとき、SEM画像から、銀表面になんらかの層が生成されていることが観察されている。

さらに、砥粒の種類やガラスの種類によらず、この傾向は変わらず、ラップ液の種類のみが、銀が削れなくなる現象に関わっていることなどがわかった。

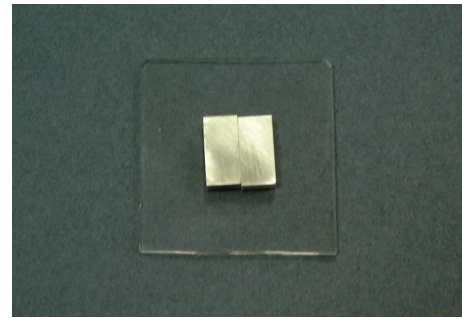


図3 銀試料の外観

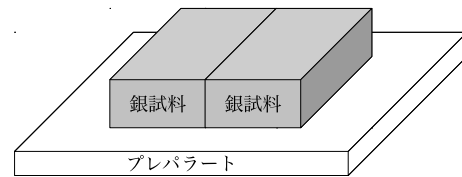


図4 銀試料の模式図

この現象が生じる理由を解明できれば、ラップ摩耗の少ないラッピングができるようになり、ラップの仕上げ直しが不必要になることが期待できる。

そこで、今回は、銀とガラスのラッピングで、銀が削れない理由のひとつと考えられるラッピング後の銀表面に生じる層を調べることを目的として、ラッピング実験前後の銀表面、ラップに使用したガラスやラップ剤の電子顕微鏡観察と成分分析を行った。

2. 実験方法

まず走査電子顕微鏡 (SEM: Scanning Electron Microscope, 以下 SEM とする) とエネルギー分散型 X 線分析装置 (EDX: Energy Dispersive X-ray Spectrometry, 以下 EDX とする) の使い方を学んだ後、ラッピング実験前の試料とラップ剤を観察、成分分析を行った。さらに、ラッピング実験後の試料とラップ剤の観察、分析をした。今回の実験では、試料とラップには、それぞれ銀とガラスを用いた。また、ラッピング実験は次の手順で行なった。

1. 実験前の銀試料、砥粒、ろ紙、ガラスラップの SEM 画像観察と成分分析をする
2. WA1200 砥粒とラップ液を混濁したラップ剤を用い、8 の字に動かし 6 分間研磨する
3. 研磨後、銀試料をプレパラートから外し SEM 観察用試料台に取付け、C コーティングをする
4. ガラスラップの上に残ったラップ剤をろ紙

銀とガラスのラッピングに関する研究

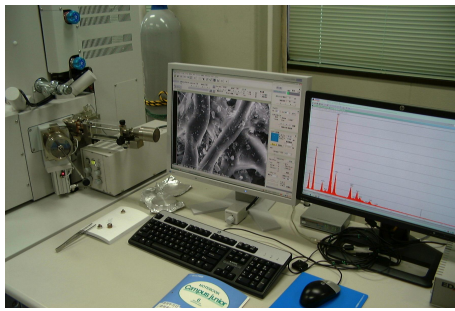


図5 SEMの外観



図6 カーボンコータ

- にとる
- ろ紙の乾燥後, SEM 試料台に取付け, Cコーティングをする
 - 実験後の試料とラップ剤を SEM で観察, EDX で成分分析をする

2.1 試料

図3に銀試料の外観を, 図4に試料の模式図を示す。試料として, 縦10 [mm], 横5 [mm], 厚さ2 [mm] の長方形銀試料2つを合わせてガラス板の上に接着剤で固定し使用した。ラッピング実験前に #1500 の紙やすりを用いて表面を仕上げ, その後, WA1200 の砥粒を用いてハンドラップにて実験を行なった。

2.2 実験装置

実験前後の試料観察には, エリオニクス社製の SEM を用いた。図5に使用した SEM の外観写真を示す。また, 成分分析には, SEM に付属する EDAX 社製の EDX を用いた。

SEM 観察の際, 試料が絶縁物質の場合, 表面に電荷が溜まるチャージアップが生じるため観察や成分分析ができなくなる。そこで, 試料表面にコーティングを施した。代表的なコーティングの種類は Pt コーティング, C コーティングなどである。

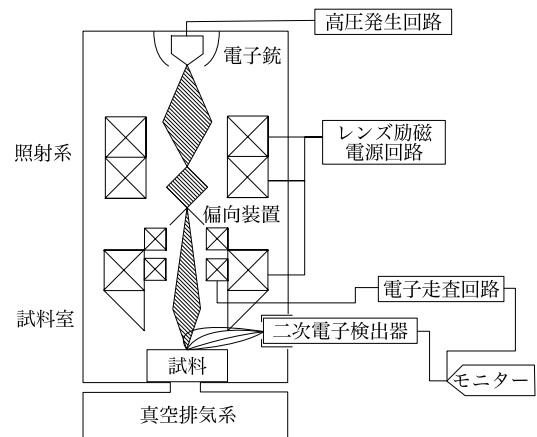
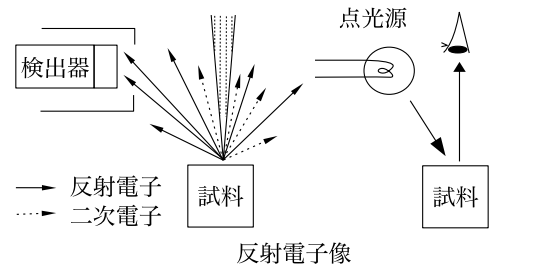
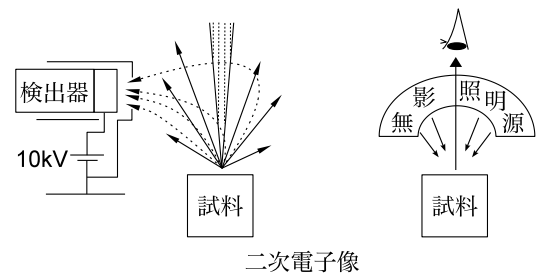


図7 SEMの構成



反射電子像



二次電子像

図8 SEMの原理

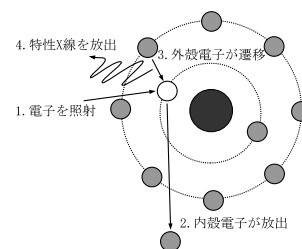


図9 EDXの原理

今回の実験では, 銀試料表面にできた層に絶縁体のガラスや砥粒が含まれていると考えられるため C コーティングを用いた。図6に本研究で用いたコータを示す。また, 表1に本研究で用いた装置, ラップ液の種類や実験条件を示す。

2.3 SEM および EDX の原理

図7にSEMの原理図を示す。

表 1 実験装置および実験条件

走査型電子顕微鏡	エリオニクス社製 ERA-8900FE
エネルギー分散型 X 線分光器	EDAX 社製 GENESIS
試料材質	銀 (99.99%)
試料寸法	10 mm × 10 mm × 2 mm
ラップ液	NaCl 水溶液, 精製水
砥粒	WA1200
ラップ材質	ホウケイ酸ガラス
ラッピング時間	6 分間

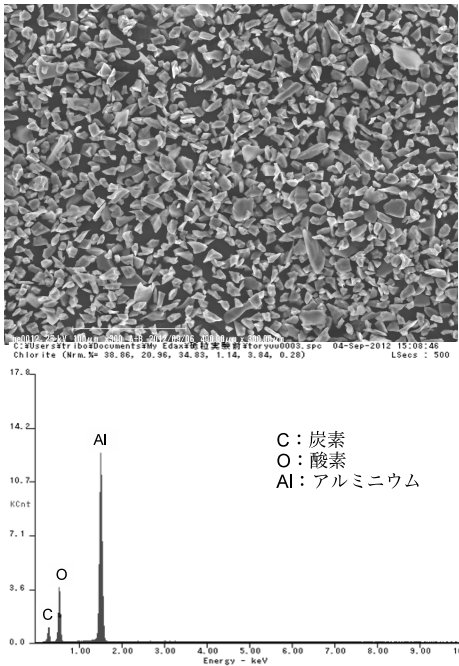


図 10 砥粒の SEM 画像 (300 倍) と成分分析結果

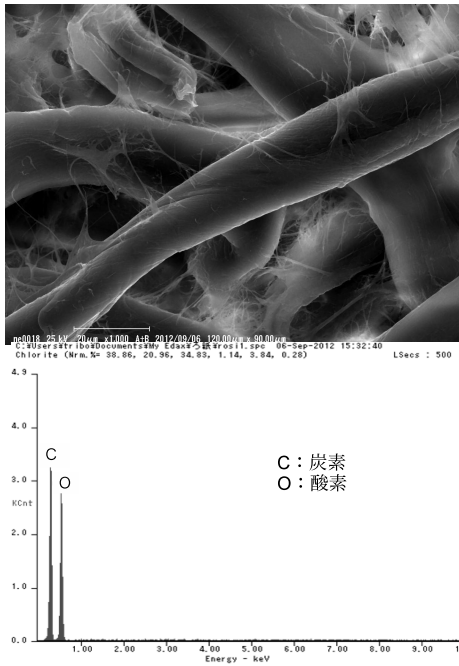


図 11 ろ紙の SEM 画像 (1000 倍) と成分分析結果

SEM は、電子ビームを発生させ、磁界や電界レンズにより、試料に縮小照射する。この入射電子を走査させて、試料に照射することで、図 8 のように反射電子、二次電子と特性 X 線が発生する。その反射電子や集められた二次電子を電気信号に変換し、モニターに試料表面を拡大表示させている。電子ビームを細くしぼることで、より高い倍率での観察が可能となる。

光学顕微鏡より焦点深度が深いので、広い範囲にわたってピントのあった立体的な像が得ることができるのが特徴である。図 8 に SEM と光学顕微鏡を比較したものを示す。反射電子は入射電子が試料表面で反射したものであり、光学顕微鏡で例えると点光源から出た光が試料表面で反射し対物レンズを通して見ているのと同様な形式と言える。

反射電子は、入射電子と同じくらい高いエネルギーを持っており、ほぼ直進すると考えられるため、検出器から見て凹凸の陰になる部分で反射された電子は検出できず暗く見える。

一方、二次電子は入射電子よりもエネルギーが低く、正電位で集められて検出器に飛び込む。そのため、試料を眺める方向は同じであっても、陰になる部分から放出された電子も検出できるため陰が薄くなる。光学顕微鏡で例えると、全面照明による陰のできない表面を観察している形式と言える。EDX は、図 9 のように電子ビーム照射によって発生する特性 X 線を検出し、元素分析をする装置である。

X 線は元素の種類によってエネルギー (波長) が異なるため、試料に含まれる元素がわかる。図 9 に示す原子の遷移の状態のように、原子に電子線を

銀とガラスのラッピングに関する研究

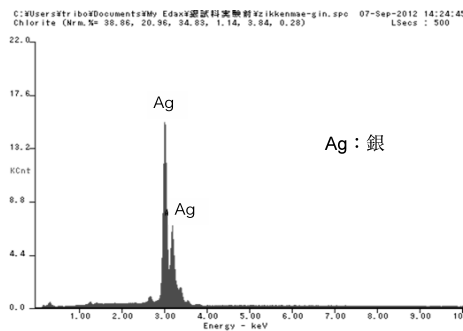


図 12 銀試料の成分分析結果

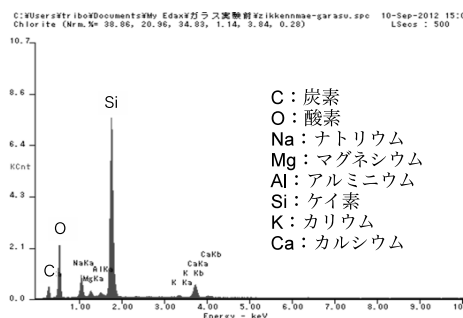
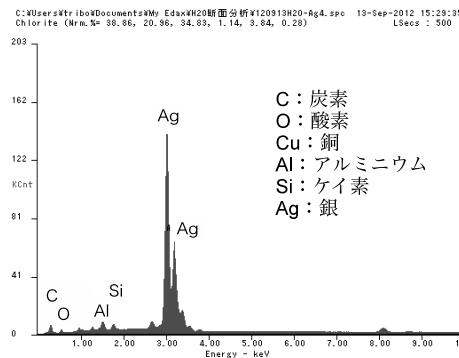
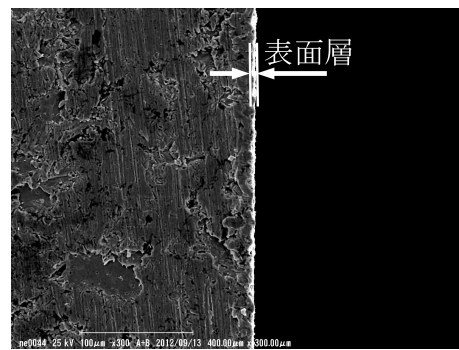


図 13 ホウケイ酸ガラスの成分分析結果

図 14 H₂O ラップ液で実験後の SEM 画像 (300 倍) と成分分析結果

照射すると、ある確率で内殻電子は原子外に出て内殻に空孔が生じる。内殻に空孔があるときエネルギー的に不安定なため、外殻電子が内殻に遷移する。その際、遷移前と後のエネルギーの差に相当する $E = h\nu$ の特性 X 線を放出する。これを測定することにより元素分析を行うことができる。

3. 実験結果および考察

3.1 実験前のろ紙および砥粒の観察

実験前後の SEM 画像観察と成分分析を比較するため、まず、実験前の砥粒とろ紙の SEM 観察と成分分析を行った。それぞれの SEM 画像と成分分析結果を図 10, 11 に示す。画像の倍率はそれぞれ図 10 は 300 倍、図 11 は 1000 倍である。図 10 の砥粒は小さなものは 20~30 μm 、大きなものは 100 μm 程度であった。

また、図 10 からわかるように、砥粒の成分分析結果からは、主成分である酸素、アルミニウムとコーティングによる炭素が検出されている。図 11 からはろ紙の主成分の炭素と酸素が検出された。以前の研究から、砥粒とろ紙は実験結果に直接影響しないと考えたので、実験前のみ分析を行った。

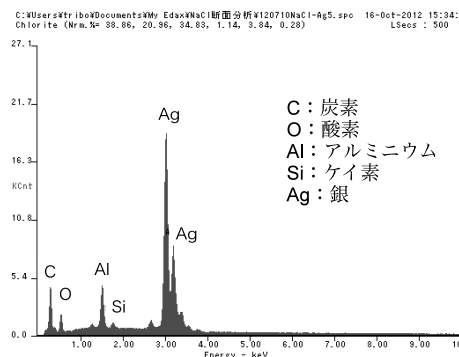
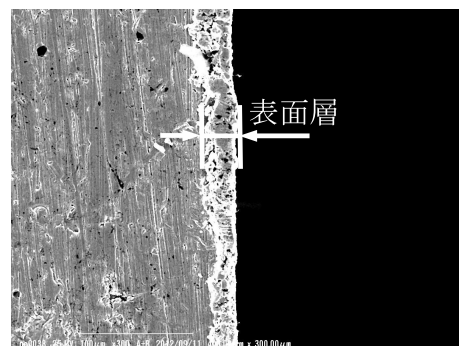


図 15 NaCl ラップ液で実験後の SEM 画像 (300 倍) と成分分析結果

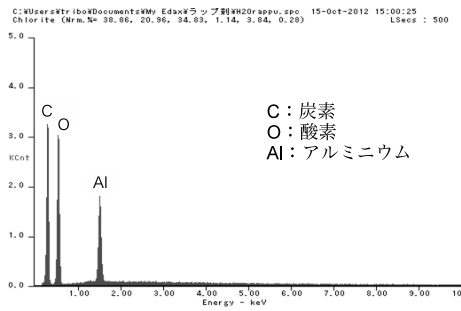


図 16 H₂O ラップ液を用いたラップ剤の成分分析結果

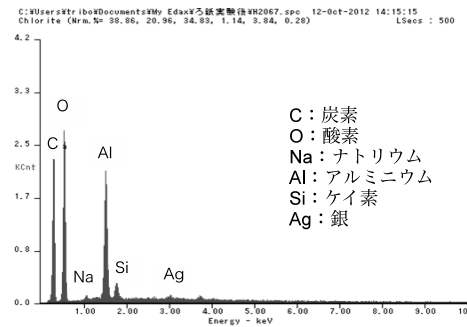


図 18 H₂O ラップ液で実験後のラップ剤の成分分析結果

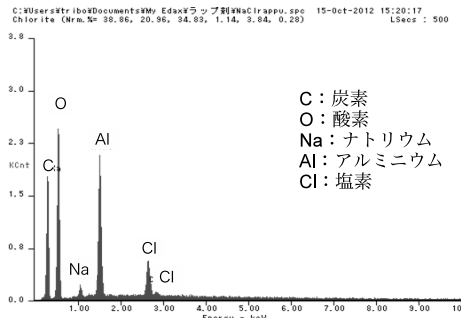


図 17 NaCl ラップ液を用いたラップ剤の成分分析結果

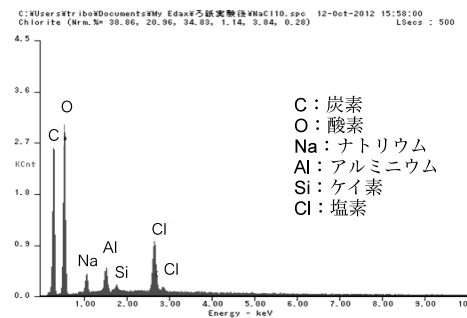


図 19 NaCl ラップ液で実験後のラップ剤の成分分析結果

3.2 実験前後の銀試料およびガラスの観察

実験前の銀試料の成分分析結果を図 12 に示す。銀のみが検出されている。また、実験前のガラスの成分分析結果を図 13 に示す。ガラスからは主成分であるケイ素をはじめ、炭素、酸素、ナトリウム、マグネシウム、アルミニウム、カリウムと、微量ではあるがカルシウムが検出された。

精製水（以下 H₂O ラップ液とする）を用いて行なった実験後の銀試料断面、食塩水（以下 NaCl ラップ液とする）を用いて行なった実験後の銀試料断面の SEM 画像をそれぞれ図 14, 15 に示す。図 14, 15 の倍率は共に 300 倍の画像である。それぞれの断面に表面層が確認された。特に、図 15 の銀表面に厚い層ができていていることがわかる。以前の観察結果では、H₂O ラップ液を用いた場合と NaCl ラップ液を用いた場合とで、この表面層の厚みが異なることがわかっている。今回も図 14 よりも図 15 の表面層の方が厚いことが確認できた。

この実験後の銀試料表面にできた表面層の成分分析結果を図 14, 図 15 の右に示している。いずれの場合も、図 12 に見られる銀のピークが大きく出ている。その他に、ガラスの主成分であるケイ素、砥粒の主成分である酸素、アルミニウムが検出され

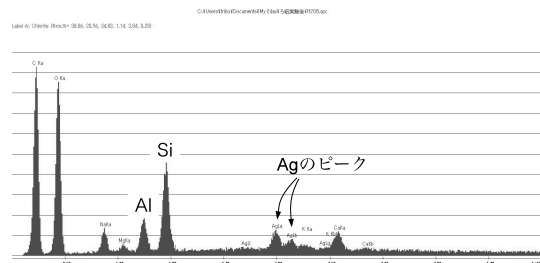


図 20 H₂O ラップ液で実験後のラップ剤の成分分析結果（詳細）

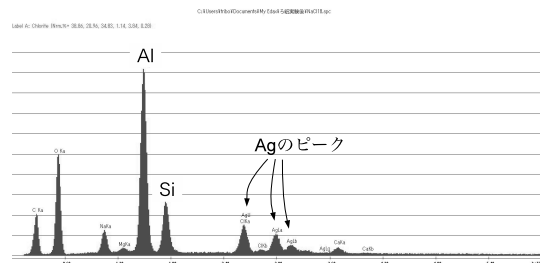


図 21 NaCl ラップ液で実験後のラップ剤の成分分析結果（詳細）

ており、ラッピングによってガラスが削られて、銀表面に付着していることがわかる。しかし、NaCl

銀とガラスのラッピングに関する研究

表 2 各成分分析結果のまとめ

	ろ紙	砥粒	ガラス	ラップ剤		銀試料			
	実験前	実験前	実験前	実験前	H ₂ O	NaCl	実験前	H ₂ O	NaCl
C	○	○	○	○	○	○	×	○	○
O	○	○	○	○	○	○	×	○	○
Na	×	×	○	×	△	○	×	×	×
Mg	×	×	○	×	×	×	×	○	○
Al	×	○	○	○	○	○	×	○	○
Si	×	×	○	×	○	○	×	○	○
Ag	×	×	×	×	○	△	○	○	○
K	×	×	○	×	×	×	×	×	×
Ca	×	×	○	×	×	×	×	×	×

ラップ液を用いた場合の方が、ケイ素に対するアルミニウムの検出率が大きくなっている。

これらのことから、H₂O ラップ液の場合も、NaCl ラップ液の場合も、ラッピングによって銀表面に生成される層はガラスや砥粒の混合物であることがわかった。しかし NaCl ラップ液の方がガラスより砥粒がより多く付着する傾向が得られた。

また、いまだ理由は不明であるが、NaCl ラップ液を用いた場合の方が、その層が厚くなることが確認できた。

3.3 実験前後のラップ剤の観察

実験前のラップ剤をろ紙に染み込ませ、成分分析した。

図 16 は、H₂O ラップ液を用いたラップ剤の分析結果である。ろ紙と砥粒の成分である、炭素、酸素、アルミニウムのみが検出された。また、図 17 に、NaCl ラップ液を用いたラップ剤の分析結果を示す。図 16 と同様に、ろ紙と砥粒の成分が検出され、その他に食塩の成分であるナトリウムと塩素が検出された。

同様に、実験後のラップ剤の成分分析をした。

H₂O ラップ液を用いた実験後のラップ剤の成分分析結果を図 18 に、NaCl ラップ液を用いた実験後のラップ剤の結果を図 19 に示す。銀の表面層の場合とは逆に、H₂O ラップ液の方がケイ素に対するアルミニウムの検出率が大きくなっている。

図 19 からは銀が確認されなかった。しかし、分析箇所を変えながらを詳細にみたところ、図 20 と図 21 のように、NaCl ラップ液を用いてラッピングを行った場合でも微量ではあるが銀が検出されていることがわかった。

ラップ液として、H₂O ラップ液と NaCl ラップ

液を用いたどちらの場合も銀が検出された。つまり、NaCl ラップ液を用いた場合でも、銀が全く削れなくなるわけではなく、削れる量が極めて少なくなっているということがわかった。また、銀が検出される場所では、アルミニウムの検出率が大きくなっている。このことから、銀は砥粒に付着しているなどの関係があるのではないかと考えた。

次に、検出された銀がどのような場所に存在しているのかを、倍率を変えて調べた。H₂O ラップ液を用いた実験後のラップ剤をろ紙に染み込ませ SEM 観察した画像と銀成分の検出結果を示したものが、図 22～24 である。それぞれ、倍率 200 倍、1000 倍、3000 倍で撮影した。同様に、倍率 200 倍、1000 倍、3000 倍で撮影した NaCl ラップ液を用いて実験した後の SEM 画像と銀成分検出結果を図 25～27 に示す。

右図は左の SEM 画像の範囲で、銀が検出された部分を点で示したものである。例えば、図 24 では中央部やや下側に集中して点が見られ、左の SEM 画像と対応させると砥粒の集まっている部分に銀が存在していることがわかる。

図 22～24 と図 25～27 を比較すると、図 22～24 の H₂O を用いた場合のほうが、砥粒が全体に細かく砕けている。ラッピングの際、研磨が進むとともに砥粒は砕けていくと考えられるので、ガラスラップや銀が研磨されていると考えられる。

一方、NaCl ラップ液を用いた場合、砥粒の粒径が大きいということは、研磨が進んでいないということである。

成分分析の結果からも、H₂O の場合の方が、細かな銀が全体的に分散しており、NaCl の場合は、一部に銀が検出されているが、その量も少ない。つ

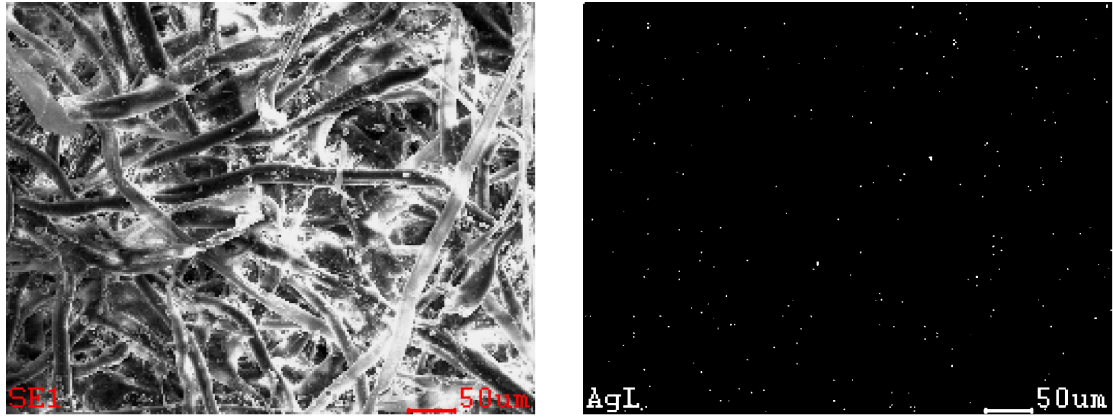


図 22 H₂O ラップ液で実験後の SEM 画像と銀成分検出結果 (200 倍)

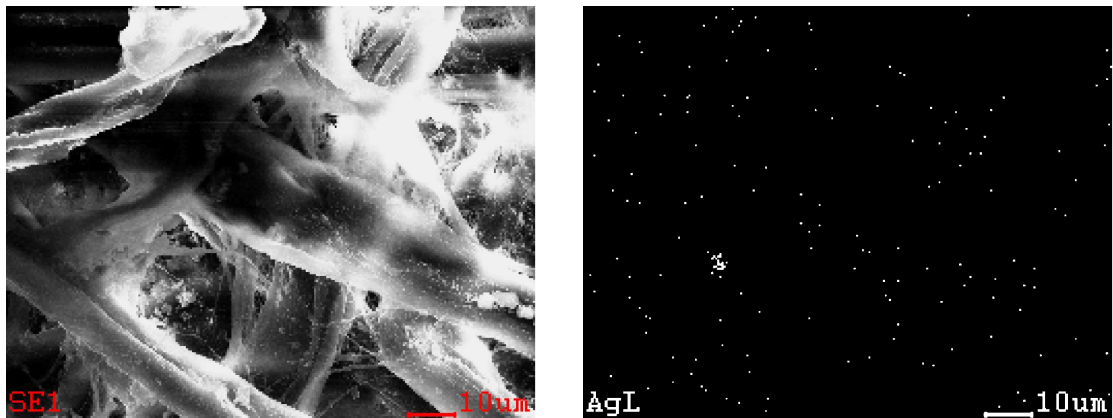


図 23 H₂O ラップ液で実験後の SEM 画像と銀成分検出結果 (1000 倍)

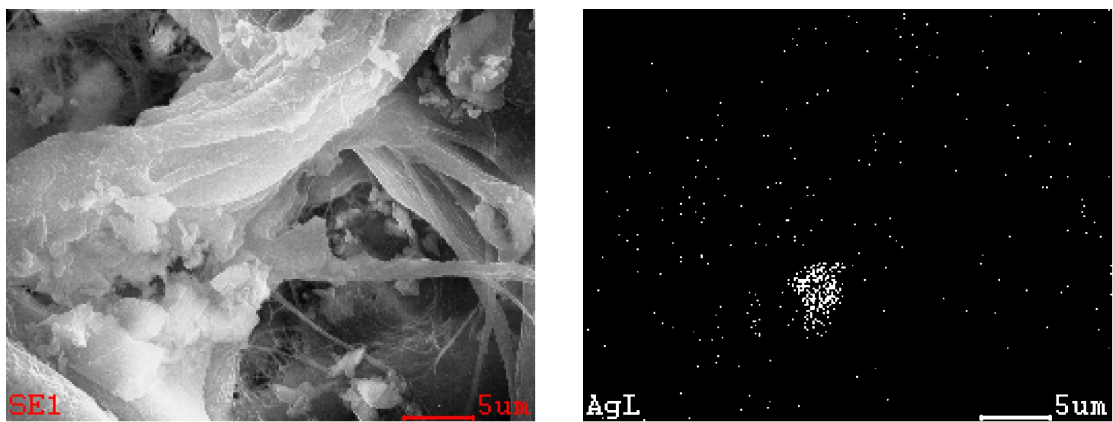


図 24 H₂O ラップ液で実験後の SEM 画像と銀成分検出結果 (3000 倍)

銀とガラスのラッピングに関する研究

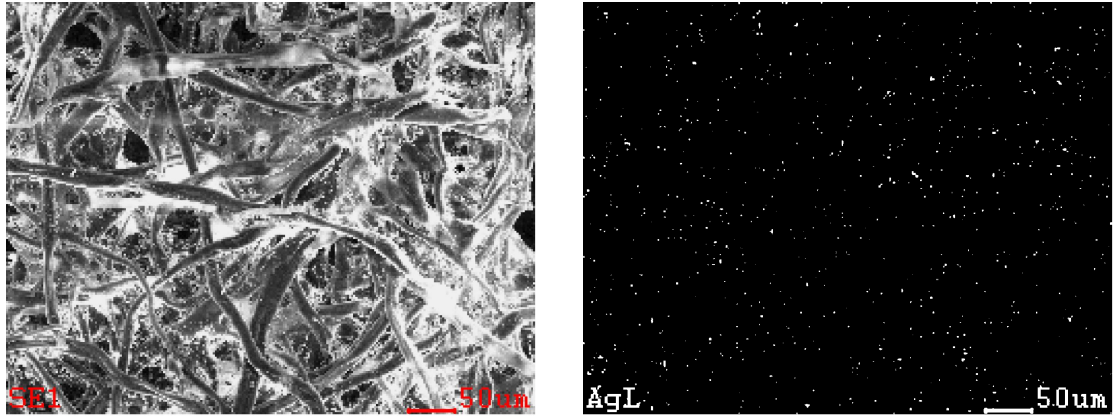


図 25 NaCl ラップ液で実験後の SEM 画像と銀成分検出結果 (200 倍)

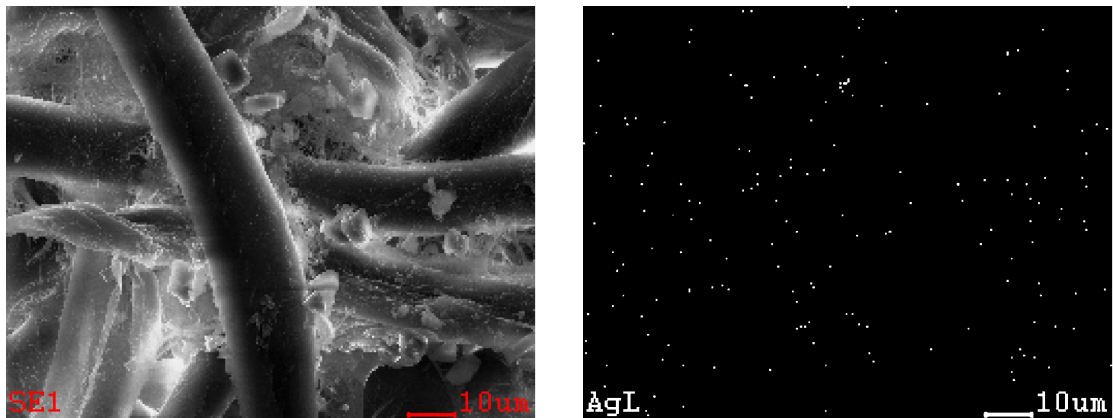


図 26 NaCl ラップ液で実験後のの SEM 画像と銀成分検出結果 (1000 倍)

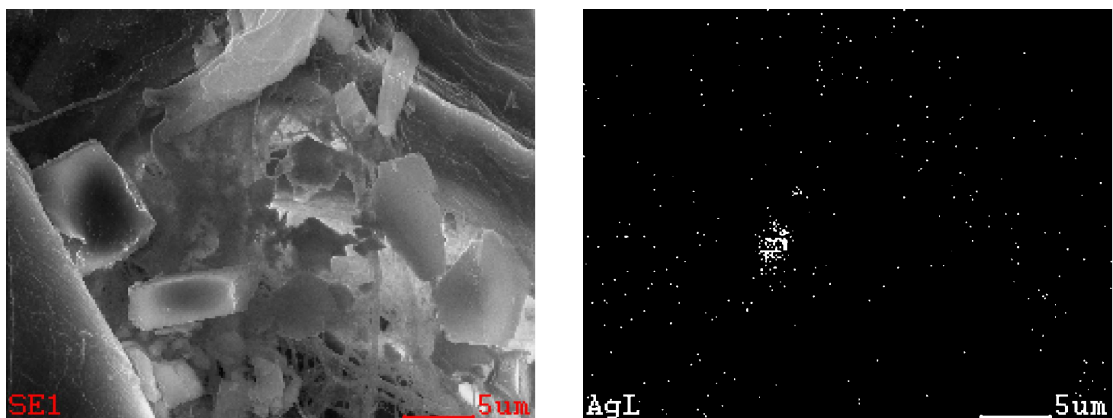


図 27 NaCl ラップ液で実験後のの SEM 画像と銀成分検出結果 (3000 倍)

まり, NaCl ラップ液を用いたラップ剤では, H₂O ラップ液を用いたラップ剤に比べて銀の検出量が少ないことがわかった。

これはラッピングの際に生成された銀表面の層によって削れにくくなっているからではないかと考えている。

実験から得られた検出結果をまとめたものを表 2 に示す。

検出されたものは○で, 検出されなかったものは×, また, 検出されたが微量であったものは△で示している。

実験後の H₂O のラップ剤から検出された Na はラップであるガラスが削れて, 検出されたものと考えられる。

どちらのラップ剤においても銀は検出されたため, 銀は削れるということがわかった。しかし, NaCl ラップ液を用いたラップ剤では, H₂O ラップ液を用いたラップ剤に比べて, その検出量が少ない。

4. 結 言

銀とガラスのラッピングで, ラップ液の種類によっては, 銀が削れなくなる現象が見られる。その理由を調べることを目的として, ラッピング実験前後の銀試料, ラップ剤の観察, 分析を行なった。

その結果, 以前の研究で観察されたように, H₂O ラップ液を用いたラップ剤より, NaCl ラップ液を用いたラップ剤のほうが, 銀試料に生成される表面層が厚いことが再確認できた。

どちらの場合も, 実験後のラップ剤中に銀が検出された。しかし, NaCl ラップ液を用いたラップ剤では, H₂O ラップ液を用いたラップ剤に比べて, 検出量が極端に少ないことがわかった。また, NaCl ラップ液の方が, 実験後の砥粒が砕けず大きいことがわかった。

実験後のラップ剤から検出される銀は, 砥粒に付着していると考えられることから, NaCl ラップ液を用いた場合は研磨が進まず, 砥粒も砕けず, 銀がほとんど削れない状態であると推測される。これは銀試料に出来た表面層による影響と考えられるが, 今回, NaCl ラップ液の場合に表面層が厚くなる理由や, この層がどのように影響しているのかは明らかにできなかった。

参考文献

- [1] 藤本隆士・友田進：脆性材料による銀のラッピングに関する研究 (第 1 報), 精密工学会誌, 73, 3, 335 (2007)
- [2] T. Fujimoto, S. Tomoda: Study on Characteristics of lapping for silver on brittle material lap plates, 1st Int. Conf. Abrasive Processes, Cambridge, UK, P2.7 (2008)
- [3] 藤本隆士・大内田一生：銀とガラスのラッピングに関する研究 (銀銅合金ラップを用いた研磨実験), 弓削商船高等専門学校紀要, 31, 29 (2009)