

SMT 業務紹介

砥粒性状の評価技術の紹介

はじめに

SiC粉末は比較的安価で高硬度を有するため、様々な産業分野で研磨剤や研削剤として用いられています。しかしその性能を評価する手法は十分確立されているとはいえません。

今回、SiC砥粒粉末をその形状について比較・評価する方法をご紹介します。

調査例

例1 砥粒磨耗状況の調査例

切削剤として用いられていたSiC砥粒粉末を使用前後で比較評価しました。

①SEM観察による粒子形状確認

写真1および写真2はあるロットのSiC砥粒粉末について、使用前と使用後のSEM観察像です。砥粒形状自体はほとんど変化していないように見えますが、使用後の写真に小さく砕けたSiCの微粉が多く見られます。さらに砥粒形状をよく観察してみますと使用後は鋭利な角や辺が丸くなっていることがわかります。

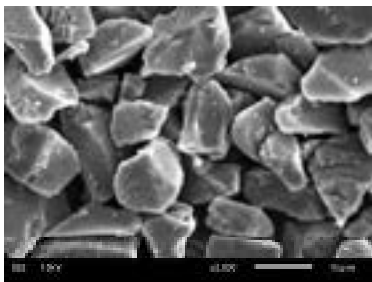


写真1 使用前

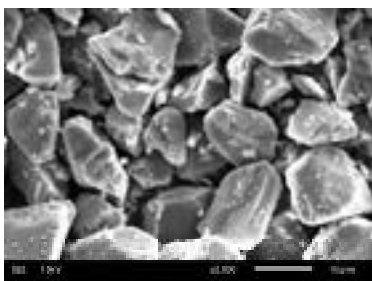


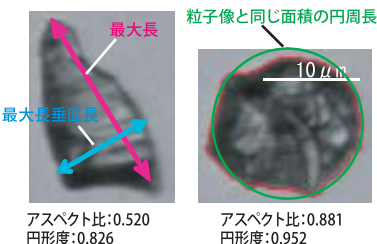
写真2 使用後

②粒子像解析によるSiC砥粒の磨耗状態の評価

次にフロー式粒子像分析により上に示した使用前後のSiC砥粒の形状を画像解析により詳しく評価しました。

今回評価に使用した解析パラメータ

- アスペクト比: 最大長垂直長/最大長
粒子の針状度を表す
- 円形度: 粒子像と同じ面積の円周長/粒子の周囲長
粒子の丸さを表す



アスペクト比:0.520
円形度:0.826

アスペクト比:0.881
円形度:0.952

使用前後のSiC砥粒各10,000個の粒子像を解析した結果を表1に示します。アスペクト比は変化していませんが、円形度は増加しており、この

解析により砥粒形状の変化を定量的に評価することができました。以上のことからSiC砥粒の摩耗状態を数値として確認することが可能となりました。

表1 粒子形状解析結果

	アスペクト比	円形度
使用前	0.757	0.910
使用后	0.757	0.920

解析粒子径範囲: 5 μ m~200 μ m

例2 SiC砥粒の脆さ評価例

砥粒は上述の形状だけではなく、脆さも重要な性能因子ですが、一粒ずつ直接脆さ試験を行うことは大変困難な作業です。そのため今回は異なる2種類のSiC砥粒の“脆さ”について評価する方法について検討しました。

異なる2種類(A,B)のロットから一定量のSiC砥粒を抽出し、それぞれミキサーミルで振とうし、振とう前後の粒子形状や大きさの変化を比較しました。

<ミル容器について>

通常、硬度の高い対象物の粉砕にはWCやAl₂O₃製のミル容器を用いるが、容器自体が摩耗して試料内に混入し、SiC粒子を評価する際の妨害成分となってしまう。今回は容器としては最も柔らかく、コンタミ量も多くなるが樹脂(PP)製の容器を使用し、コンタミとしてSiC砥粒に混入した樹脂成分を燃焼除去する方法を採用した。

<測定手法>

ミル振とう前後のSiC砥粒粒子を以下の方法により評価した。

- ①レーザー回折方式粒度分布測定による評価
- ②フロー式粒子像分析による評価

【結果】

①レーザー回折方式粒度分布測定による評価

振とうによる平均粒子径の変化を図1に示します。振とう3時間後でSiC粒子径の減少は確認できましたが、2種類のSiC粒子の粒子径の減少度合いには有意な差は認められませんでした。

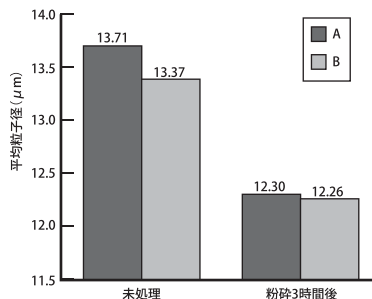


図1 振とうによる平均粒子径の変化

②フロー式粒子像分析による評価

先の①で測定したものと同一AとBの粉砕前後のSiCの円相当径及び円形度の変化を表3および図2に示します。振とう前(未処理)と比較して振とう3時間後のSiC粒子径(円相当径)はA,B共に減少し、その減少量はAのほうが大きい(未処理11.90 μ m→粉砕3時間後5.52 μ m)ことがわかります。また図2の砥粒の円相当径の累積頻度曲線を見るとBに比べてAの1~10 μ mの粒子数の増加がより大きいことがわかります。

表3 振とう前後の円相当径及び円形度の変化

振とう時間	円相当径 (μ m)		円形度	
	A	B	A	B
未処理	11.90	10.70	0.91	0.91
3時間	5.52	7.62	0.93	0.92

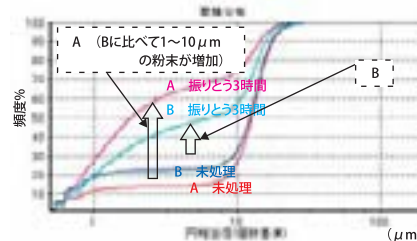


図2 円相当径の累積分布曲線

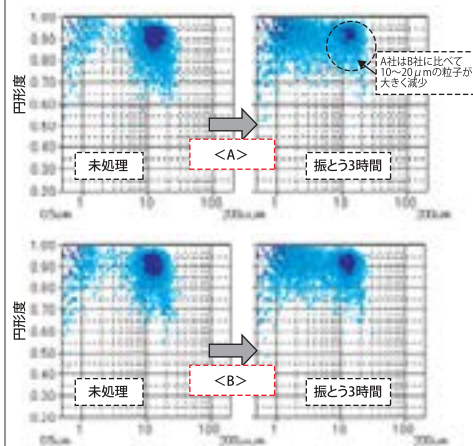


図3 粒子径と円形度のスカッタグラム

図3は粒子径と円相当径のスカッタグラム(散布図)を示しますが、Aでは10~20 μ mの径を有するSiC粒子がBに比べて大きく減少しており、大きなSiC粒子が破壊されて10 μ m以下の粒子が増加している様子を捉えることができました。

以上の結果から、今回の試験ではBに比べてAの方がSiC粒子の微細化がより顕著に進行することがわかり、微細化が進んだAのほうが脆いことがわかりました。

今回の評価に使用した装置

- ①レーザー回折方式粒度分布計: LA-700 (HORIBA)
- ②フロー式粒子像分析装置: FPIA-3000 (SYSMEX)

◇おわりに

SiC粉末は、広く使用されているにも関わらず、その品質の違いを定量的に評価する手法は十分ではありませんでしたが、今回検討した形状の画像解析による方法によって、ロットや製造メーカーによる違いをより定量的に評価することができるようになりました。

当室では従来の化学分析だけでなく、このような内容でもお客様のご要望に対応させていただけるよう、日々取り組んでおりますので、何なりとご相談ください。

研究支援事業部 解析技術部 分析技術室
宮崎 哲男

TEL: 06-6489-5753 FAX: 06-6489-5958

E-mail: bunseki@smt-co.com