

令和元年6月19日現在

機関番号：11401

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2016～2018

課題番号：16K06791

研究課題名(和文) ウルツ鉱型窒化ホウ素砥粒を固定したソーワイヤによるダイヤモンド基板の精密加工

研究課題名(英文) Precision Machining of Diamond Plate by Saw Wire Fixed Grain of Wurtzite type Boron Nitride

研究代表者

神谷 修 (Kamiya, Osamu)

秋田大学・理工学研究科・教授

研究者番号：60113891

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,700,000円

研究成果の概要(和文)：大気中と高真空炉中を連続的に接続した製造装置の開発に成功した。これにより、硬質砥粒を大気中で塗布して真空中でろう付けしたソーワイヤを再び大気中で巻き取る連続製造をした。本研究の目的である、世界で最も細い $150\mu\text{m}$ 以下の固定砥粒型ソーワイヤを製造して、ダイヤモンド基板を加工することが達成された。また、水素化チタンの高温での分解挙動を検討してダイヤモンドとろう材のぬれ性を改善した。硬質砥粒としては、cBN、hBN、ダイヤモンドおよびフラーレンを用いた。ウルツ鉱型窒化ホウ素(wBN)の合成に関しては、爆薬メーカーと共同研究を続けhBNを出発物質とする爆発合成を現在も続けている。

研究成果の学術的意義や社会的意義

次世代のパワー半導体としてダイヤモンドが期待されているが、硬質砥粒を固定したソーワイヤにより加工が可能であることを示した本研究成果は産業的な意義がある。また、ダイヤモンド砥粒を強固に接合するために、水素化チタンの昇温速度による分解特性を明らかにしたことは学術的に意義がある。また、直径 $50\mu\text{m}$ 級のソーワイヤにより、ロボットなどの微小部品をダイヤモンドで置換することにより信頼性と長寿命化が図れる。

研究成果の概要(英文)：I succeeded in development of the production unit with which it was connected in the atmosphere and in the high vacuum furnace. Hard grains were glued temporarily in the atmosphere and the continuous production off which the wire brazed during a vacuum is reeled in the atmosphere again was done. It was achieved to produce less than $50\mu\text{m}$ of thinnest fixed grain type saw wire which is the purpose of this research and process a diamond substrate. Decomposition behavior of titanium hydride at high temperature was considered and wettability of a diamond and solder material was improved. cBN, hBN, a diamond and fullerene were employed as hard grain. I keep collaborate research with explosive manufacture synthesis of a wurtzite type boron nitride (wBN) which was explosive synthesized by hBN.

研究分野：機械材料工学

キーワード：硬質砥粒 ダイヤモンド 精密加工 固定砥粒 ソーワイヤ ろう付け

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19、CK - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

宇宙開発など過酷な状況下で使用できる次世代パワー半導体として、ダイヤモンド半導体の実用化が期待されている。そのためには、ダイヤモンドを超える強度の素材を見いだして工具を成型し、ダイヤモンド基板を微細加工できる技術を開発することが必要となる。

2. 研究の目的

研究の目的は2つある。ひとつには、ダイヤモンドの硬さに匹敵する硬質砥粒を心線にろう付け法によって固定して、ダイヤモンド自身を加工できるソーワイヤを開発することである。ふたつめには、市場に類を見ない直径50 μm 以下のソーワイヤを開発することである。

3. 研究の方法

研究代表者が開発したソーワイヤ製造装置を改良する。これまで、閉鎖した真空容器の中で加熱するパッチ処理であり連続したワイヤを作ることができなかったので、連続生産ができる装置に改良する。次に、ダイヤモンドに匹敵する硬質砥粒としてダイヤモンド自身、w-BN(ウルツ鉱型窒化ホウ素)、c-BN、h-BN、フラーレンなどを選定してソーワイヤを製造し、ダイヤモンドの切断試験を実施する。

4. 研究成果

(1)初めに連続製造できる装置および製造プロセスを開発した。連続製造するために、最初大気中で直径40、60、80、100 μm のタングステン線に対して、直径3 μm ~10 μm のダイヤモンド砥粒および窒化ケイ素の硬質砥粒、水素化チタン粉末をゲル材で塗布した。次に、3段階で真空を上げる装置を通じて大気圧から高真空を直径1mmのチューブで繋ぎ、連続的に加熱するプロセスを完成させた。真空度は $5 \times 10^{-3}\text{Pa}$ を達成することができた。ただし、製造中にはぬれ性を促進するための水素化チタンが分解して、水素を発生するので真空度は 10^{-2}Pa オーダーに低下する。この装置を用い、加熱温度900、ワイヤ走行速度4m/minで製造したソーワイヤを図2に示したが、砥粒がろう材に沈み込みよく固定されていることが分かる。この場合のワイヤ直径は50 μm である。このサイズは、市場で最も細いソーワイヤであると推測される。



図1 大気中砥粒塗布と真空炉ろう付けを接続して連続製造装置に改良

(2)ダイヤモンドに代表される硬質砥粒は、真空中においてもろう材にはぬれない。その理由は、砥粒表面に物理吸着した酸素が存在するためであり、この酸素を水素化チタンの分解で発生する活性水素で強制的に排除するものである。これからわかるように、水素化チタンの分解温度はろう付けの温度である900に近いほうが良い。示差熱分析をした結果、昇温速度によって分解の終了温度が異なることが分かった。昇温速度10では終了温度が680であるのに比較して、昇温速度90では分解終了温度が930であった。本研究における、ろう付け温度は900であるため、水素化チタンの昇温速度は90/min以上にすれば、ぬれ性が改善されることが分かる。図1に示す本システムでは、昇温速度はワイヤの送給速度に関連するため、送給速度はできるだけ早いほうが良いことになる。本研究では約500/minの昇温速度で加熱し、ぬれ性を改善することができた。

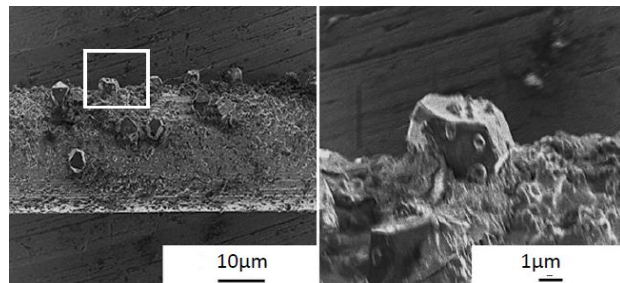


図2 直径50 μm の固定砥粒型ソーワイヤ

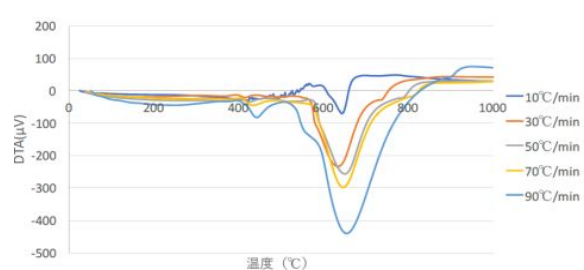


図3 水素化チタンの視差熱分析結果

(3)厚さ1mmのダイヤモンド基板を加工した写真を図4に示した。これは、硬質砥粒としてダイヤモンド砥粒を使用したものである。実験条件は、ワイヤ長さ6.4m、ワイヤ走行速度1.07m/s、張力1.37N、ワイヤ押付力1.3Nであり、加工速度は低い。この場合の切削機構は、砥粒自身がすり減ってゆく磨滅型の切削機構である。すなわち、図5で示したような、砥粒の磨滅体積が、ダイヤモンド基板の切削量に等しいと考えられる。そこで、ソーワイヤ中のダイヤモンド砥粒の突き出し体積を基にして、切断可能量を推測すると311.8 μm である。実際の加工量が120.3 μm なので、さらに200 μm 程度加工できることになる。図6に示した様に、ダイヤモンド基板の切断速度は平均して約2 $\mu\text{m}/\text{h}$ である。本研究では、断線を避けるためワイヤ走行速度を1.07m/sと低くしているが、100倍の100m/sにすることができれば、切断速度は200 $\mu\text{m}/\text{h}$ となる。

ダイヤモンドより硬い物質について文献調査した結果、4つの候補が上がった。

1つには、多結晶ダイヤモンドである。一般的に素材は、単結晶よりも多結晶の方が強度が高く結晶粒径が小さくなるほど強くなる。金属ではホー

ルペッチの式で知られている。ダイヤモンドの場合は、単結晶と比較して多結晶の方がき裂の伝播がし難いためである。2つ目のハイパーダイヤモンドは、フラーレンを出発物質として合成するもので、ダイヤモンドの3倍程硬いと言われている。3つ目は、ロンズデーライトであり、六方晶ダイヤとも言われ、Cの一部をNに置換した構造を有して、ダイヤモンドより50%硬いと言われている。最後に4つ目は、w-BNはh-BNを出発物質として爆発合成した六方晶である。これは、ウルツ鉱とも呼ばれダイヤモンドよりも硬いという報告もされている。

また、フラーレン(C60)に関しては、本研究において微細粉末を入手し、ろう材に混合してソーワイヤを製作し切削試験を実施した。しかし、切削効率を改善することはなく、むしろ潤滑剤としての働きが大きかった。このことから硬い物質を加工に応用するには、一定以上のサイズが必要であると言える。概略の傾向を示すなら、ナノオーダーサイズの物質はいかに

硬くても潤滑効率の方が大きく、ミクロンオーダーのサイズになってはじめて機械加工に応用できると考えられる。このことは、砥粒が小さくなるほど砥粒1個当たりの荷重が分散し小さくなるためと解釈できる。本研究においては、はやぶさ2のクレーター実験を成功させた爆薬のメーカーでもある日本工機と共同して、h-BNを原料としてw-BNの合成実験を進めている。今後、ソーワイヤに適切な数ミクロンの直径のw-BN砥粒を用いたソーワイヤを製作して、ダイヤモンドの切削加工をすることが今後の課題である。

<引用文献>

- T. Liedke and M. Kuna, A Macroscopic Mechanical Model of the Wire Sawing Process, Int. J. Machine Tools & Manuf. 51, 711-720, 2011.
- M.Ahang, Y.Sun, D.Zuo, C.Xie and C.Zhang, Experimental Study on Slicing of Sapphire with Fixed Abrasive Diamond Wire Saw, International Journal of Mechanical, Aerospace, Industrial, Mechatronic and Manufacturing Engineering, Vol 9, No5, 727-730, 2015.
- K.Kennedy, The Effect of TiH₂ Heat Treatment on Gas Release and Foaming in Al-TiH₂ Preforms, Scripta Materialia, 47, 763-767,
- O. Kamiya, D. Tsuji, F. Ashihara, M. Takahashi, T. Ishikawa and Z. W. Chen, Int. J. Modern Phys. B 20 3933, 2006.
- H.Tanaka, Y. Shiina, M.Nakatsu and O.Kamiya, Development of New Bonded Abrasive Diamond Tool, Int. J. Soc. Mater. Eng. Resource, Vo. 21, NO.2, 2016.
- A.Saito, M.Tanaka, Y.Miyano and O.Kamiya, Influence of the Cutting Condition on Cutting Performance with Twisted Abrasive Diamond Saw Wire(ADW), Int. J. Soc. Mater. Eng. Resource, Vo. 20, NO.2, 2014.
- O.Kamiya, Y.Miyano, M.Takahashi, Y.Oga, Z. Chen and K.Funaoka, Soldering process and cutting performance of micro saw wire bonded with diamond grains, International J. Modern Physics Conference Series, Vol 1, No.2, 491-496, 2012. DOI: 10.1142/s20101941512003662.
- O. Kamiya, Y. Miyano, M. Takahashi, H. Kawase, K. Sekiguchi, Y. Oga and M. Suto, Int. J. Soc. Mater. Eng. Resource, 17, 182, 2010.
- C.Y.Wang, Y.M.Zhou, F.L.Zhang.Z.C.Xu, Interfacial Microstructure and Performance of

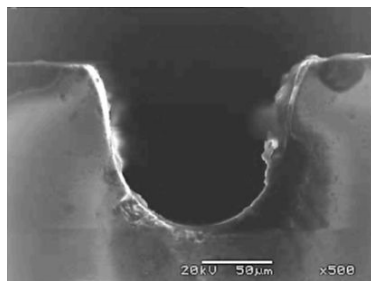


図4 .ダイヤモンド基板の加工72時間で120.3μmの深さ

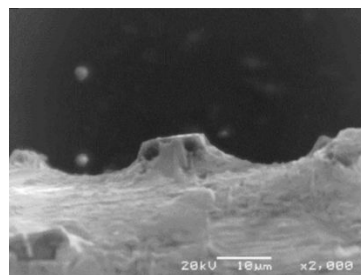


図5 .削加工後の磨滅した砥粒。磨滅型機構

Cutting time[hr]	Cutting distance[μm]
0	0
12	32.1
24	59.1
36	80.3
48	93.9
60	108.1
72	120.3

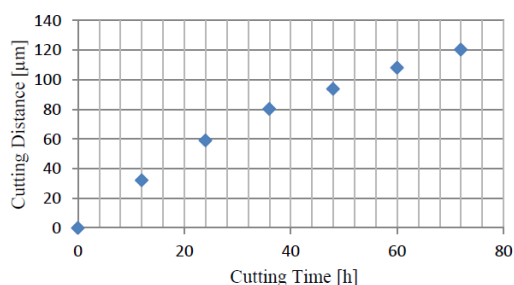


図6 . 磨滅型の切削機構による加工深さと加工時間の関係

Brazed Diamond Grits with Ni-Cr-P Alloy, Journal of Alloys and Compounds, 476, 884-888, 2009.

Chung, G.D.Tsay and M.H.Tsai, Distribution of Diamond Grains in Fixed Abrasive Wire Sawing Process, Int J Adv Manuf Technol (2014) 73:1485-1494, DOI 10.1007/s00170-014-5782-y

W.L.Clar, A.J.Shih, C.W.Hardin, R.L.Lemaster and S.B.McHadden, Fixed Abrasive Diamond Wire Machining, Journal of Machine Tool & Manufacture, Vol.43, 2003, 523-532, 2003.

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計4件)

高橋護、大竹可峻、神谷修、燃焼炎法による3段階合成法を用いたダイヤモンド被膜合成に及ぼすダイヤモンド種付け処理の影響、スマートプロセス学会誌、Vol.7, No.3, 2018, 113-119.

M.Takahashi, O.Kamiya, T.Pasang, Effect of pretreatment of substrate on synthesized diamond films on Tungsten Carbide substrate by flame combustion, ELSEVIER, Procedia Manufacturing 13, 2017, 21-28.

O.Kamiya, H.Mori, M.Ito, M.Takahashi, Y.Miyano, T.Pasang, M.Nakatsu, Y.Iwama, Development of fixed grain micro-saw wire and cutting performance, ELSEVIER, Procedia Manufacturing 13, 2017, 161-168.

高橋護、瀬川悟志、神谷修、燃焼炎3段階合成法による合成ダイヤモンド被膜の表面粗さに及ぼす影響因子について、スマートプロセス学会誌、Vol.6, No.2, 2017, 87-94.

〔学会発表〕(計3件)

森春樹、高橋基、モハマド・アキル・カルマディン、田中ひかり、村田健司、岩間祐一、神谷修、硬質素材を加工する固定砥粒型ソーワイヤの開発、日本素材物性学会平成30年度年会講演会、2018.

M.Takahashi, O.Kamiya, T.Pasang, Effect of pretreatment of substrate on synthesized diamond films on Tungsten Carbide substrate by flame combustion, Manufacturing Engineering society International Conference 2017, MESIC 2017, 28-30 June, Vigo, Spain.

O.Kamiya, H.Mori, M.Ito, M.Takahashi, Y.Miyano, T.Pasang, M.Nakatsu, Y.Iwama, Development of fixed grain micro-saw wire and cutting performance, Manufacturing Engineering society International Conference 2017, MESIC 2017, 28-30 June, Vigo, Spain.

〔図書〕(計0件)

〔産業財産権〕

出願状況(計0件)

取得状況(計0件)

〔その他〕

ホームページ等

6. 研究組織

(1)研究分担者 無し

(2)研究協力者

研究協力者氏名：村田健司

ローマ字氏名： MURATA, kenji

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。