

機関番号：12608

研究種目：基盤研究 (B)

研究期間：2008～2010

課題番号：20360064

研究課題名 (和文) 高静水圧環境を利用した硬脆材料の無欠陥微細塑性加工法

研究課題名 (英文) Damage Free plastic forming of hard brittle materials under high hydrostatic pressure.

研究代表者

吉野 雅彦 (YOSHINO MASAHIKO)

東京工業大学・大学院理工学研究科・教授

研究者番号：40201032

研究成果の概要 (和文)：

本研究では、高静水圧下で硬脆材料の塑性変形能が増大する現象を利用し、高静水圧下環境下で微細塑性加工を行うことにより3次元形状を自在に加工する方法を検討した。高静水圧環境下で切削および押込試験を行うための実験装置を開発し、硬脆材料の塑性変形および破壊機構に及ぼす静水圧の効果、加工特性に及ぼす結晶構造の影響について検討した。また硬脆材料の微細表面構造の作成による表面機能創出の可能性についても検討した。

研究成果の概要 (英文)：

Possibility of plastic forming method of hard-brittle materials under high hydrostatic pressure was studied. An experimental setups for machining test and indentation test under high hydrostatic pressure were developed. Effects of hydrostatic pressure on plastic deformation characteristics and fracture characteristics of hard brittle materials were studied. Effect of crystal structure on deformation property was studied. Possibility for development of functional surface by nano/micro plastic forming was also studied.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2008年度	5,100,000	1,530,000	6,630,000
2009年度	6,800,000	2,040,000	8,840,000
2010年度	1,600,000	720,000	3,120,000
年度			
年度			
総計	13,500,000	4,290,000	18,590,000

研究分野：微細加工

科研費の分科・細目：機械工学、生産工学・加工学

キーワード：ナノ・マイクロ加工、塑性加工、硬脆材料、機能表面、延性モード加工、無欠陥加工、高圧技術、破壊機構

1. 研究開始当初の背景

(1) 高能率ソーラーセルやバイオデバイス等の開発の為に、硬脆材料表面に微細三次元形状を効率よく加工する技術が要望されている。

特に加工効率や形状自由度の高さから、機械的方法による無欠陥加工法の開発が望まれているが、多くの研究では硬脆材料の加工欠陥を生じない範囲で工具や加工条件を最適

化するものであり、材料の変形能自体を制御しようとするものは殆どない。

(2) 申請者は高静水圧環境下で切削を行うことにより臨界加工量を増大できることを明らかにした。これは静水圧により亀裂進展を抑制し、加工欠陥の発生を減少させるものであり材料の塑性変形能を増大させる効果がある。この効果を利用すれば硬脆材料の塑性加工が可能になると期待できる。

2. 研究の目的

(1) 高静水圧環境下での硬脆材料の変形機構、破壊機構を検討する。

(2) 硬脆材料表面に高能率な微細三次元形状を塑性加工する技術の可能性を示す。

(2) 表面微細構造による表面機能創出の可能性を示す。

3. 研究の方法

(1) 高静水圧下で切削試験および押込み試験を行うための実験装置を開発する。

(2) 代表的な硬脆材料であるソーダガラス、石英ガラス、シリコンウエハについて高静水圧環境下で切削試験および押込み試験を行い、変形特性および破壊特性を検討する。これらの加工試験片はAFM、SEM、TEMにより分析し、変形形態、微細破壊機構、さらに結晶レベルでの変形機構について検討し、静水圧がこれらに及ぼす影響を明らかにする。

(3) 微細加工した硬脆材料表面の光学特性を評価する。

4. 研究成果

(1) 高静水圧環境下のガラスの切削実験

図1に高圧切削実験装置の全体図を示す。本実験装置は圧力容器、高圧ポンプ、観察用光学装置から成る。圧力容器内には二次元切削実験装置を挿入し、高圧下での切削実験を行うとともに、その切削過程を耐圧窓を通して観察する。圧力媒体に水を用い、最高400MPa(4000気圧)までの高圧下で実験可能である。

図2に二次元切削実験装置を示す。右の写真の装置先端部に工具ホルダーおよび被削材ホルダーがあり、それを左側から見たところを左図に示す。工具ホルダーはステッピングモーターに接続されており、外部のコントローラにより μm オーダーで正確な切込み深さを設定することができる。工具ホルダーおよび試験片ホルダーはロードセルとなっており切削力を測定できる。

図3に150MPaで切削したソーダガラスの切削仕上げ面のAFM像を示す。切削厚さが小

さいときは延性モード切削が実現しており、比較的仕上げ面が滑らかなことが判る。ところが延性モード切削でも仕上げ面には小さなチップングが多数生じている。それに対して切削厚さが大きい場合には脆性モード切削となり平坦な部分が無く、仕上げ面全域が大きなチップングで覆われている。

図4に石英ガラスの切削仕上げ面のAFM像を示す。切削厚さが小さいときに延性モード切削、切削厚さが大きいときに脆性モード切削が生じている。延性モード切削における仕上げ面は0MPaでは大きなチップングが見えるが、100MPaではチップングが殆ど見られず、非常に平坦な面となっている。静水圧により仕上げ面粗さが改善されたことが判る。

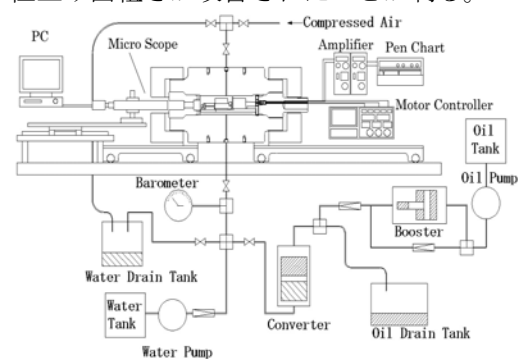


図1 実験装置構成



図2 二次元切削装置

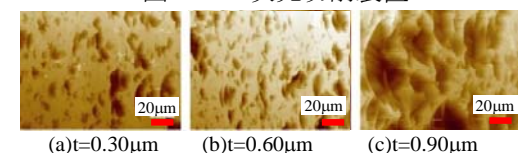


図3 ソーダガラスの切削仕上げ面 (P=150MPa, $\alpha=-10^\circ$)

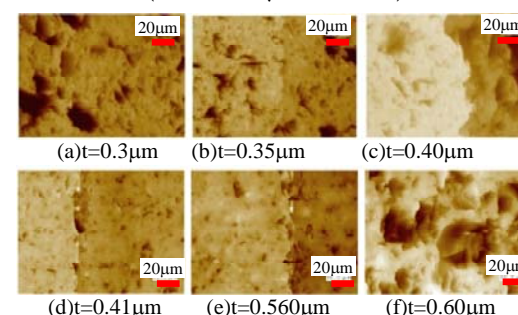


図4 石英ガラスの切削仕上げ面 ($\alpha=-10^\circ$) ((a)-(c): 0MPa, (d)-(d): 100MPa)

図5に臨界切削厚さに及ぼす静水圧の影響を示す。ソーダガラス、石英ガラスともに

静水圧により臨界切削厚さが増大している。また静水圧の効果は石英ガラスよりもソーダガラスの方が大きいと考えられる。

図6に種々の静水圧における切削厚さに対する切削主分力の変化を示す。黒印は延性モード切削、白印は脆性モード切削を表している。(a)のソーダガラスでは、比切削抵抗は静水圧に依らずほぼ一定であることが判る。また延性切削のデータを延長した直線に比べて脆性切削モードの切削力(白印)は小さな値を示している。それに対して(b)の石英ガラスではOMPaの場合より100MPaで直線の傾きが大きくなっており、静水圧により比切削抵抗が増大することが判る。

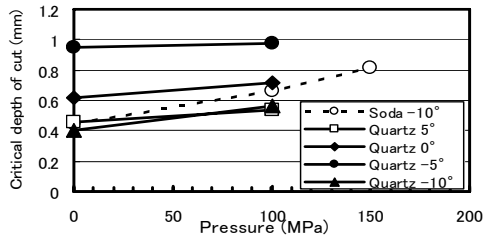
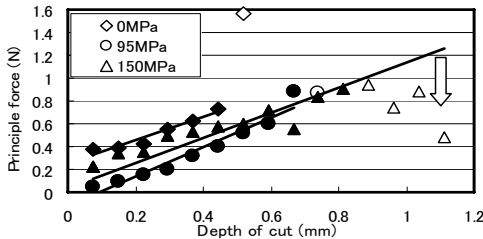
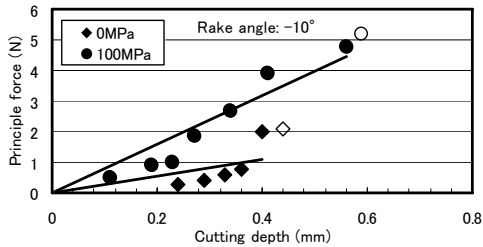


図5 臨界切削厚さに及ぼす静水圧の影響



(a) ソーダガラス ($\alpha = -10^\circ$)



(b) 石英ガラス ($\alpha = -10^\circ$)

図6 切削厚さに対する切削主分力の変化

ソーダガラスと石英ガラスにおいて比切削抵抗に及ぼす静水圧の影響が異なる原因は切削仕上げ面におけるチップングの発生数の違いに起因すると考えられる。図3で示したように、ソーダガラスでは延性モード切削における仕上げ面の粗さは静水圧が増大しても変化が無く、静水圧増大による塑性変形仕事に変化がなかったことになる。静水圧はガラスの塑性変形に影響せず、比切削抵抗も変化しなかったものと考えられる。それに対して石英ガラスでは高静水圧下でチップ

ングが減り、平坦部が増大した。このため材料除去のための塑性仕事が増え切削に要する仕事量が増大し、比切削抵抗が増大したのと考えられる。

(2) 高静水圧環境下でのシリコンの切削実験

図7に開発した旋削加工実験装置を示す。本装置を高圧容器に挿入し、外部よりターンテーブルおよび工具の動きをコントロールし、また切削力を測定する。この装置を用いて、高静水圧環境下で単結晶シリコンウエハの{100}面について切削実験を行った。工具にはすくい角 -10° 、先端幅 $50\mu\text{m}$ の台形の単結晶ダイヤモンド工具を用いた。静水圧は $0\sim 100\text{MPa}$ 、切削深さ $0\sim 10\mu\text{m}$ で実験を行った。

図8に被削材の写真を示す。また図9に、この試験片より測定した表面粗さ R_a の変化を静水圧 P に対して示す。静水圧の増加に伴い加工表面の粗さが小さくなっていることが分る。図10に切削厚さ 2.5ミクロン における仕上げ面の状態を示す。切削方向が $\langle 100 \rangle$ の場合に比べて $\langle 110 \rangle$ の方が表面が荒れていることが分る。図11に切込み厚さに対する表面粗さの変化を示すが、 $\langle 110 \rangle$ 方向への切削では表面粗さが大きい。

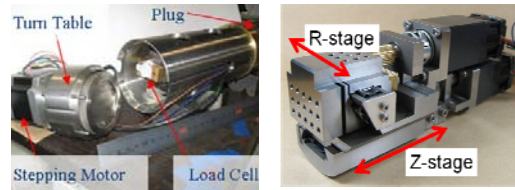


図7 旋削加工実験装置



0 [MPa] 50 [MPa] 100 [MPa]

図8 高圧下で切削したシリコンウエハ

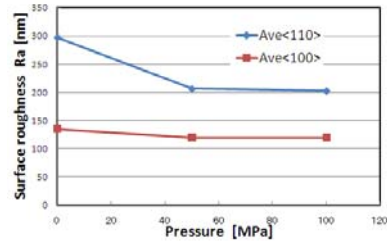


図9 静水圧による表面粗さの変化 ($D_p = 10\mu\text{m}$)

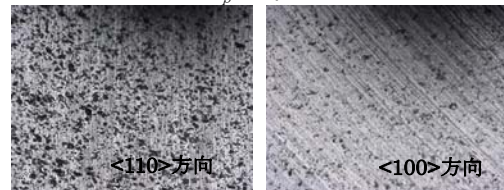


図 10 結晶方位の違いによる仕上面の違い

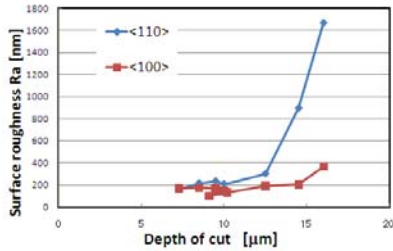


図 11 結晶方位と表面粗さの関係(0 MPa)

単結晶シリコンは{111}面が劈開面になる。{111}面はすべり面でもあり、<110>方向がすべり方向になる。切削方向が<110>方向のとき切削力は{111}面に垂直に働き劈開破壊が生じ易くなったと推察される。それに対して切削方向が<010>方向のときは、{111}面が切削力に対して斜めに配置しており、{111}面上ですべり変形が優先的に起きたため、表面亀裂が少なく、比較的滑らかな仕上面が得られたと考えられる。

図 12 に TEM で観察した延性モード切削状態 (0MPa) の仕上面断面の転位を示す。すくい角が -10° の場合、転位がところどころ内部まで深く侵入しているが、すくい角 -30° では極表面層にのみ転位が生じている。また転位層の厚さは切削方向が<110>方向の場合には薄く、<100>方向の場合には厚くなること分る。応力状態および結晶方位が加工変質層における転位構造に影響することが確認できた。静水圧を付加した場合の転位挙動については今後の課題である。

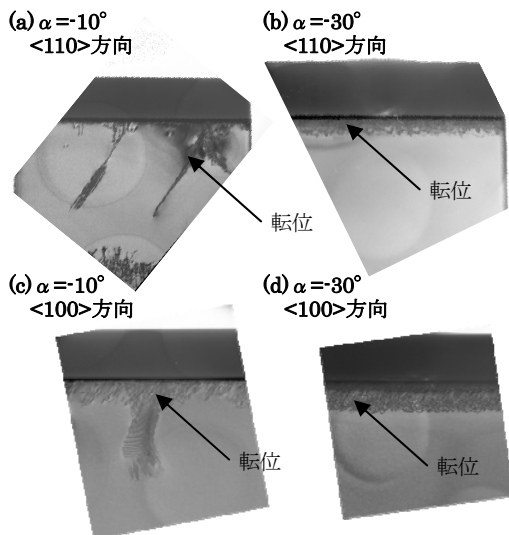


図 12 TEM により観察した仕上面の転位像

(3) 高静水圧環境での押込み試験

高静水圧環境切削加工装置にバイトの代わりにビッカース圧子を取り付け高静水圧

下で押込み試験を行った。同一の条件で 30 回ずつ押込み試験を行った。図 13 に 0MPa と 100MPa での押込み痕の例を示す。静水圧に関わらず、ビッカース押込み痕の角からラテラル亀裂が発生していることが分る。

図 14 に、押込み荷重に対するビッカース硬度の変化を示す。低荷重で、高静水圧を付加したときの硬度が大気中の硬度より低下していることが分る。これは圧力媒体の水の影響によりソーダガラス表面に薄い水和層が生じたことが一つの原因と考えられる。

図 15 に押込み荷重に対する見かけの破壊靱性値の変化を示す。破壊靱性値はクラック長さより IF 法を用いて求めた。低荷重で、高静水圧をかけた場合の破壊靱性値が少し増大しているが、ばらつきの範囲内であり、明瞭な差は見られない。この原因の一つとして押込み試験ではラテラル亀裂が材料表面から発生するため、亀裂内に圧力媒体が侵入し、外部からの静水圧による効果を打ち消してしまうことが考えられる。

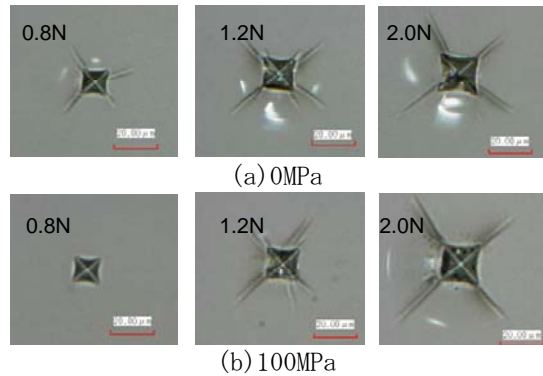


図 13 ビッカース圧子の押込み痕

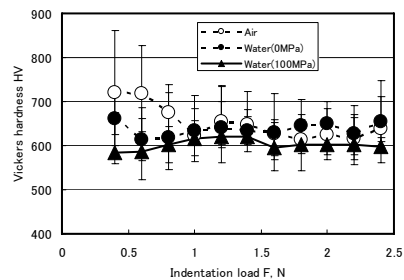


図 14 押込み荷重に対する硬度の変化

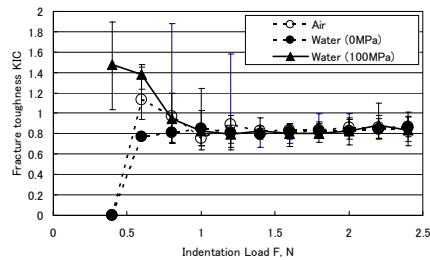


図 15 押込み荷重に対する見かけの破壊靱性値の変化

更に高い高静水圧下での押し込み試験を行うため図 16 に示す高圧押し込み試験装置を開発した。本装置は押し込み装置本体と圧力調整弁から構成されており、ピストンを押し込むことで圧力の発生および材料の押し込み試験を同時に行う。

図 17 にプランジャーを押し込んだときの試験片と圧子の動きを示す。プランジャーを押し込むと上側のレールガイドに固定された試験片が押し下げられ、下側のレールガイドに支持されたビッカース圧子に接触し押し込まれる。ビッカース圧子はバネで支えられており、一定の押し込み量で一定の押し込み荷重が働く。試験装置内部には圧力媒体の水が充満しているため、プランジャーを押し込むことにより同時に静水圧が発生する。圧力容器は圧力調整弁に繋がっており、所定の圧力達すると圧力媒体が放出され、圧力が一定に保たれる。試験圧力は圧力調整弁の締め付けにより調整する。本試験装置を用い、ソーダガラスの押し込み試験を行った。

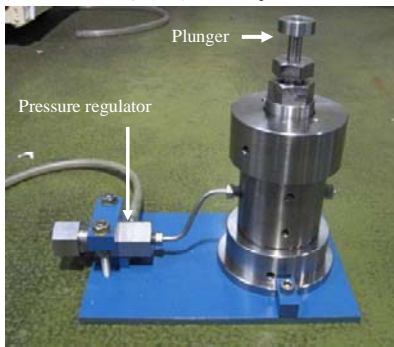


図 16 押し込み装置全体写真

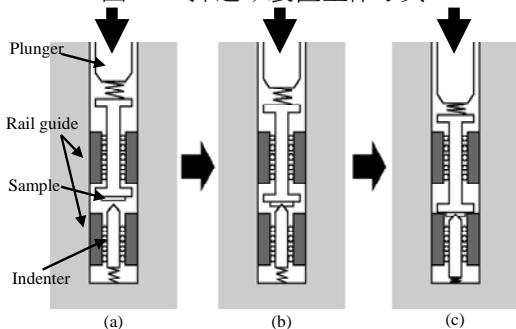


図 17 プランジャーの押し込み時の試験片とビッカース圧子の動作

図 18 に静水圧に対するビッカース硬度の変化を示す。静水圧が増大すると硬度も僅かに増大していることが判る。特に 200MPa 以上で明らかに硬度が増大している。図 19 に IF 法で求めた見かけの破壊靱性値と静水圧の関係を示す。見かけの破壊靱性値についても静水圧により僅かに増大する傾向が見られる。200MPa 以上の十分な静水圧を負荷する

ことにより、硬脆材料の臨界加工量を増大させ、形状自由度の高く変形量の大きな塑性加工加工が可能になると考えられる。

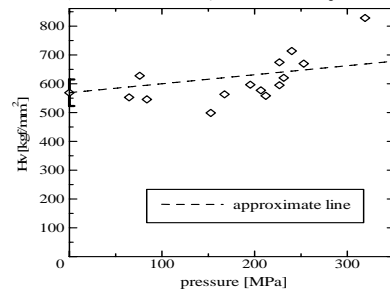


図 18 静水圧によるビッカース硬さの変化

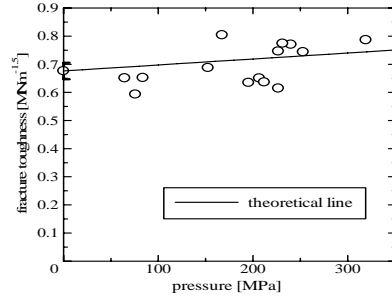


図 19 静水圧による破壊靱性値の変化

(4) 微細加工による表面機能の開発

硬脆材料の表面に 3 次元微細構造を押し込み加工することによる表面機能の創出の可能性を検討した。図 20 に実験に用いたダイヤモンド製ナノストラクチャ工具を示す。10 μm 角の工具面に 300 \times 300 \times 300nm の突起がある。これを大気圧下でソーダガラス板に押し付け微細孔列溝を加工した。加工深さが臨界加工深さ以下のため加工欠陥は生じない。そこに金をスパッターコーティングし、穴に金を充填した。さらに表面をポリッシングし、余分な金を除去しナノドットアレイを作成した。図 21 にナノドットアレイの例を示す。

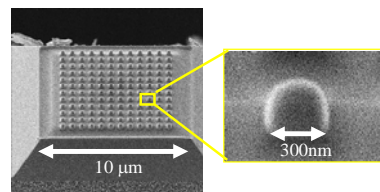


図 20 微細加工に用いたダイヤモンド工具

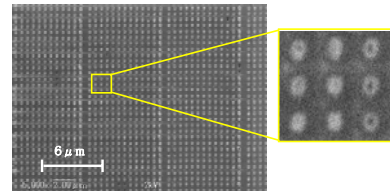


図 21 ナノドットアレイ

図 22 に加工していないソーダガラス板、穴列を加工したソーダガラス板、金ナノドットアレイを作成したソーダガラス板の透過

率を示す。加工していない板および穴列では波長に関わらず透過率はほぼ一定であるが、ナノドットアレイを作成したものは波長によって透過率が変化することが分る。この特性を利用することにより光学機能デバイスへの応用が期待できる。

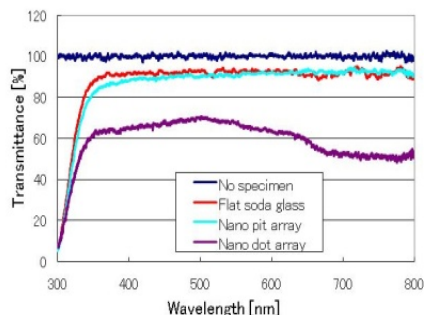


図 22 透過率に及ぼす表面構造の影響

(5) 結言

- ①高静水圧環境で切削加工試験、ビッカース押込試験を行う装置を開発した。またさらに高圧での押込み試験を行うためプランジャー型の押込み試験装置を開発した。
- ②ソーダガラス、石英ガラスおよびシリコンウエハの切削試験を行い、静水圧が加工特性に及ぼす影響を検討した。また材料の違いによる加工特性の違いも明らかにした。
- ③ソーダガラスのビッカース押込み試験を行い静水圧が硬度および見かけの破壊靱性値に及ぼす影響を調べた。100MPa では明瞭な効果は現れず、硬脆材料の押込み加工を実現するにはより高い静水圧が必要なことが示された。
- ④微細押込み加工を利用し、ソーダガラス表面にナノドットアレイを作成し、その光学特性の変化を明らかにした。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計9件)

- ① M. Yoshino, K. Uchida, Indentation Test of Soda Glass under High Hydrostatic Pressure, Proceedings of ICOMM 2011, pp. 49-52, 2010, 査読あり
- ② M. Yoshino, N. Yoshiyuki, N. Yoshikawa, Y. Shimizu, A. Yamanaka, Effects of External Hydrostatic Pressure on Machining Properties of Hard-Brittle Materials, Proceedings of 4th CIRP-HPC2010, vol. 1, pp. 175-178, 2010, 査読あり
- ③ M. Yoshino, R. Okabe, H. Ohsawa, A. Yamanaka, T. Matsumura, Efficient Fabrication Process Of Optical Functional Surfaces By Using Nano Plastic Fo

ring, Proceedings of ICTMP2010, pp. 355-363, 2010, 査読あり

- ④ 清水洋平, 吉野雅彦, 山中晃徳, 高静水圧環境におけるシリコンウエハの切削実験, 日本機械学会第8回生産加工・工作機械部門講演会講演論文集, pp. 155-156., 2010, 査読なし
- ⑤ 吉野雅彦, 山中晃徳, 生田目祥行, 高静水圧環境における二次元切削実験, 日本機械学会第8回生産加工・工作機械部門講演会講演論文集, pp. 259-260, 2010, 査読なし
- ⑥ M. Yoshino, N. Yoshikawa, K. Uchida, Plastic Forming of Hard Brittle Materials under External Hydrostatic Pressure, Steel Research International, Special Edition, pp. 1054-1057, 2010, 査読あり
- ⑦ N. Yoshikawa, K. Uchida, M. Yoshino, Multi-tasking machining process under high hydrostatic pressure, LEM21, 2009, pp. 417-420, 査読あり
- ⑧ 吉野雅彦, 内田和見, 吉川直樹, 高静水圧環境における押し込み試験装置の開発, 2009 年度精密工学会秋季大会学術講演会, p. 11-12, 査読なし
- ⑨ 内田和見, 吉野雅彦, 高静水圧環境における押し込み試験装置の開発, 2008 年度精密工学会秋季大会学術講演会, pp. 735-736, 査読なし
〔学会発表〕(計2件)
- ⑩ M. Yoshino, Nano/micro Fabrication Technologies and Development of Functional Materials, The 9th Asia-Pacific Conference on Material Processing, 2010年6月7日, Sydney
- ⑪ 清水洋平, 吉野雅彦: 高静水圧切削のための旋盤型 NC 切削装置の開発, 2009 年度精密工学会春季大会卒論発表会 (2009.3) 査読なし

6. 研究組織

- (1) 研究代表者
吉野 雅彦 (YOSHINO MASAHIKO)
研究者番号: 40201032
- (2) 研究分担者
なし ()
- (3) 連携研究者
なし ()