

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成 25 年 5 月 23 日現在

機関番号：32407

研究種目：基盤研究（C）

研究期間：2010～2012

課題番号：22560118

研究課題名（和文）

ダイヤモンド三次元マイクロ金型による超高压下での実験的塑性流動解析

研究課題名（英文）

Experimental plastic flow analysis under the Extra-high pressure by a diamond three-dimensional micro mold

研究代表者

野口 裕之（NOGUCHI HIROYUKI）

日本工業大学・工学部・准教授

研究者番号：30302623

研究成果の概要（和文）：この研究は大気中および、無潤の真空中で、ダイヤモンドの型を使用して、形成されたフィルムの転写品質および金属組織を評価するために、アルミニウムフィルムの圧縮加工を行ないます。超高压を付加することが可能であるダイヤモンドアンビルのキュレット部に、集束イオンビーム加工観察装置（FIB）を用いて微細三次元キャビティー形状を加工し、高圧塑性加工を行ったアルミニウム箔において、平均結晶粒径が数十 μm 以上あった結晶粒が $1 \mu\text{m}$ 以下に微細化されていることが確認された。

研究成果の概要（英文）：This study is conducted to carry out the compression forming of aluminum films using a diamond mold in atmosphere and vacuum without the use of lubricant, in order to evaluate the transcription quality and metallographic structure of such films formed under the two conditions. In the diamond mold, three-dimensional microcavities are formed on the culets of a pair of diamond anvils, using a focused ion beam (FIB) system. It was also confirmed that the average grain size of the aluminum film, which was 20-30 μm when a conventional diamond die was used, was reduced to $1 \mu\text{m}$ or less after the high-pressure plastic forming.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2010年度	2,500,000	750,000	3,250,000
2011年度	500,000	150,000	650,000
2012年度	500,000	150,000	650,000
総計	3,500,000	1,050,000	4,550,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学・生産工学・加工学

キーワード：超精密金型転写

1. 研究開始当初の背景

ダイヤモンドアンビルは、地球内部の中心圧力である 365 GPa を凌ぐ 400 GPa を超える超高压の発生が可能であり、光に透明で γ 線・ λ 線に対して吸収力が少なく、小型軽量であり極低温から高温の条件下での実験が可能であるなど、従来の超高压発生装置に比べ多くの利点を有しており、基礎研究用の高

圧発生装置として多分野で活躍している。しかし、ダイヤモンドアンビルの加圧部形状は平面形状に限られていた。

2. 研究の目的

本研究では、ダイヤモンドの優れた離型性およびダイヤモンドアンビルの耐圧性に着目し、超高压を付加するための塑性加工用ダイヤモンド製マイクロ金型を製作すること

を目的としている。さらに、超高压を付加することが可能であるダイヤモンドアンビルのキュレットの平面部に、集束イオンビーム加工観察装置(以下 FIB: Focused Ion Beam)を用いて微細三次元キャビティー形状を加工し、製作したダイヤモンド金型を使用して、無潤滑条件で大気中および真空中において金属箔に対しての圧縮塑性加工を行い、転写性などを評価する。

3. 研究の方法

本研究では、Fig. 1 に示すダイヤモンドアンビルを Fig. 2 に示すようにキュレット径 0.8 mm および 0.3 mm のダイヤモンドアンビルを組合わせ、上下より加圧することで高压塑性加工を行う。



Fig. 1 Diamond anvil

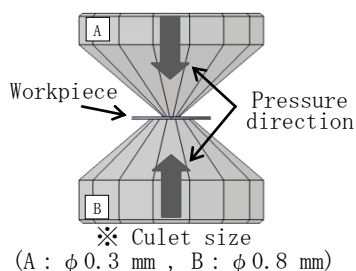


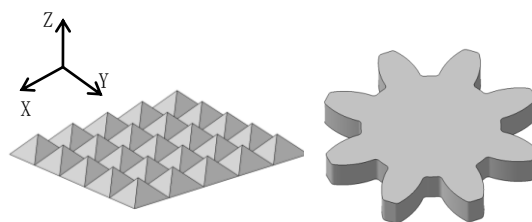
Fig. 2 The principle of high pressure

(1) マイクロ金型の加工

Fig. 3 にダイヤモンドアンビルのキュレット部へ加工したマイクロ金型のモデルを示す。マイクロ金型としてモデルが 1 個に 4 万点の四角錐の点群データを 25 個組合せた、計 100 万点の点群データ (Fig. 3 (a)) および約 95 万点の点群データによる歯車形状 (Fig. 3 (b)) を FIB 装置により加工した。ダイヤモンドアンビルへの金型加工に際し、ダイヤモンドの加工能率から使用ビーム・加工時間を決定するために、予備実験として合成単結晶ダイヤモンド (スミクリスタル) に FIB 加工を実施した。これにより決定したダイヤモンドアンビルへの FIB 加工条件を Table. 1 に示す。

金型の大きさは 30~35 μm 程度を目標として加工を行う。100 万点の四角錐形状では、四角錐 1 個の一辺の寸法が 7 μm となり、四角錐のエッジ部・頂点部を高精度に加工するために理論ビーム径が 43 nm の 40-1-80 のビームを使用する。これに対し、歯車形状では

加工する面積が広いことから理論ビーム径 75 nm の 40-1-150 のビームを使用する。ビーム径が大きくなるほど除去量が増え、加工時間も短縮される。



(a) Model geometry of Quadrangular pyramid (1,000,000 points) (b) Model geometry of Gear (950,000 points)

Fig. 3 FIB processing model

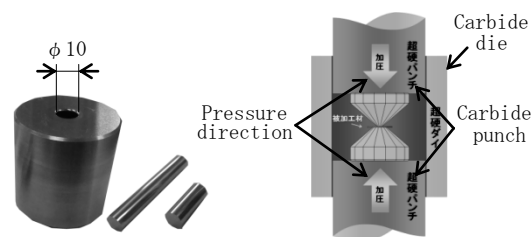
Table. 1 Conditions for FIB processing

Beam name	Theoretical beam diameter	Point of processing data	Processing time
40-1-80	43 nm	1,000,000	270 min
40-1-150	75 nm	950,000	90 min

(2) 高压塑性加工実験

①ダイヤモンドアンビルの取付け

Fig. 4 にダイヤモンドアンビルの取付け方法を示す。超硬ダイと 1 対の超硬パンチを使用して、片側のパンチ端面にキュレット径 0.8 mm、対向するパンチ端面に金型形状を加工したキュレット径 0.3 mm のダイヤモンドアンビルを同軸に取り付ける。間に被加工材となる金属などを挟み込み、上下から加圧することで高压が発生し、それと同時に塑性加工品を得ることができる。



(a) Carbide die and punch (b) Mount anvil model

Fig. 4 Mounting the diamond anvil

②大気中における高压塑性加工実験

Fig. 5 にエアシリンダーを用いた大気中における高压塑性加工実験装置を示し、Table. 2 に発生することが可能である荷重・キュレット径 0.3 mm のダイヤモンドアンビルのキュレット部面圧を示す。

エアコンプレッサー (最大 6 気圧) によりエアシリンダー内に空気を送り込むとピストンロッドが動作し、これにより荷重を加え

る仕組みとなっている。エアコンプレッサーによって送り込む空気の圧力を大きくすることで、比例して荷重・面圧を変化させることができる。エアシリンダーを用いた高圧発生装置の高圧発生部の詳細を Fig. 6 に示す。

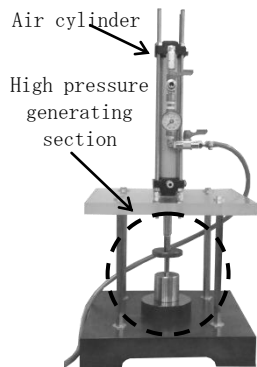


Fig. 5 High-pressure equipment used air cylinder

Table.2 Relationship between load and pressure in the atmosphere

Lord (kN)	Anvil ($\phi 0.3$ mm) Pressure (GPa)
0.00	0.00
0.12	1.71
0.25	3.42
0.37	5.14
0.49	6.85
0.62	8.56
0.74	10.27

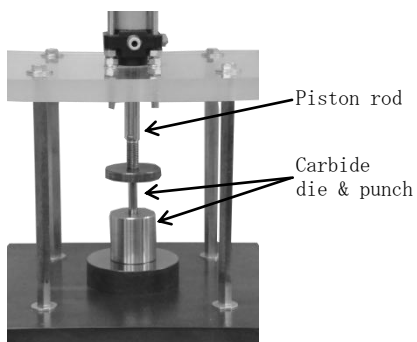


Fig. 6 High pressure generating section (used air cylinder)

③真空中における高圧塑性加工実験

Fig. 7 に真空中において高圧塑性加工を行うため、真空容器を用いて製作した高圧塑性加工実験装置を示し、Table. 3 に各荷重における真空度・キュレット径 0.3 mm のダイヤモンドアンビルのキュレット部面圧を示す。

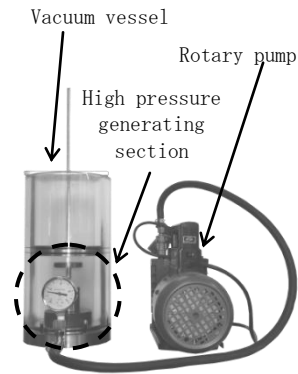


Fig. 7 High-pressure equipment used vacuum vessel

Table.3 Relationship between load and pressure in the vacuum

Vacuum (kPa)	Lord (kN)	Anvil ($\phi 0.3$ mm) Pressure (GPa)
—	0.00	0.00
—	0.10	1.36
6.22	0.20	2.73
13.33	0.29	4.09
20.00	0.39	5.45
26.66	0.49	6.81
33.77	0.59	8.18
40.00	0.69	9.54
47.11	0.78	10.90
52.44	0.88	12.27
58.66	0.98	13.63

ロータリーポンプにより真空容器内部を減圧することで空気の体積が収縮し、蓋部が摺動する。これにより荷重を加える仕組みとなっている。真空容器内の圧力を低くすることで、比例して荷重・面圧が大きくなる。真空容器を用いた高圧発生装置の高圧発生部の詳細を Fig. 8 に示す。

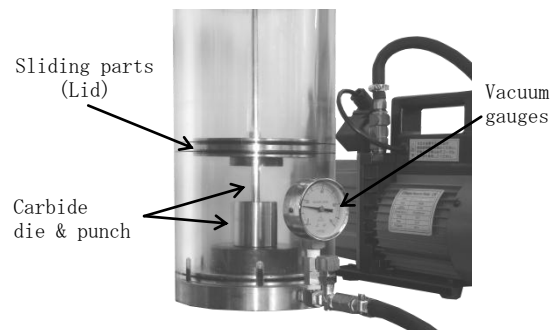


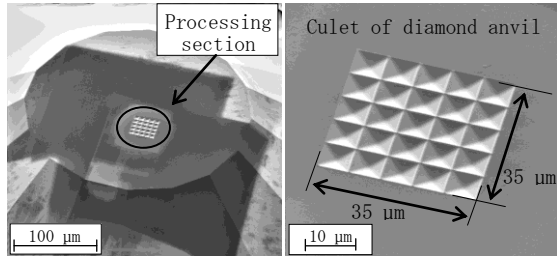
Fig. 8 High pressure generating section (used vacuum vessel)

被加工材として、アルミニウム箔 ($t:0.05$ mm) を用いて各高圧塑性加工実験装置により加工を行った。

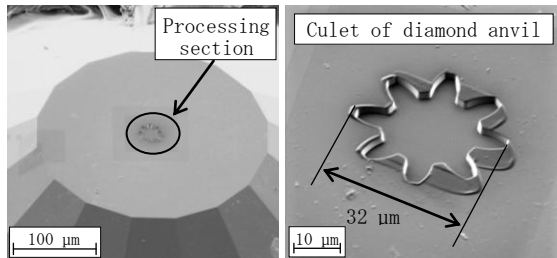
4. 研究成果

(1) ダイヤモンド製マイクロ金型の製作結果

Fig. 9 に FIB 加工によりダイヤモンドアンビルへ金型加工を行った結果を示す。



(a) Quadrangular pyramid-shaped mold (Culet:0.3 mm)



(b) Gear shaped mold (Culet:0.3 mm)

Fig. 9 SIM image of FIB processed products (Micro-mold)

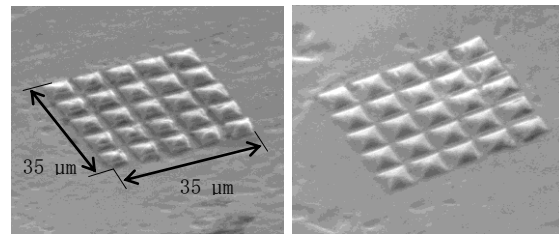
四角錐形状は高圧塑性加工を行った際の試料の流動性を調査するために、キュレット部の中心を避けて加工を行った。加工領域は縦・横が $35 \mu\text{m}$ 、加工深さが $0.97 \mu\text{m}$ であった。一方、歯車形状はキュレット部の中心付近に加工を行い、加工領域は縦・横が $32 \mu\text{m}$ 、加工深さが $1.8 \mu\text{m}$ であった。

(2) 高圧塑性加工実験結果

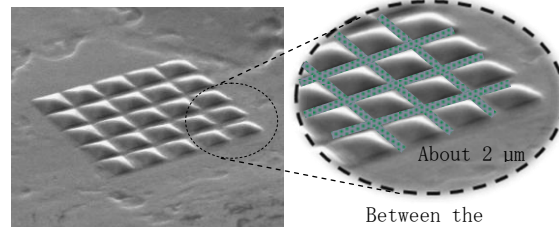
①大気中における高圧塑性加工実験結果

Fig. 10 に大気中において高圧塑性加工を行った結果を示す。外形寸法は $35 \mu\text{m}$ であり、金型形状と同じ外形寸法で塑性加工品を得ることができた。

しかしながら、大気中において高圧塑性加工を行った塑性加工品は、隣り合う四角錐の間が開いたり、頂点・エッジ部の転写性の不良などが見られた。高圧塑性加工を行った際、金型内に空気が残留してしまい、これが原因となって転写性の不良に繋がってしまったと考えられる。



(a) Culet contact pressure Aluminum:1.71 GPa (b) Culet contact pressure Alminum:3.42 GPa

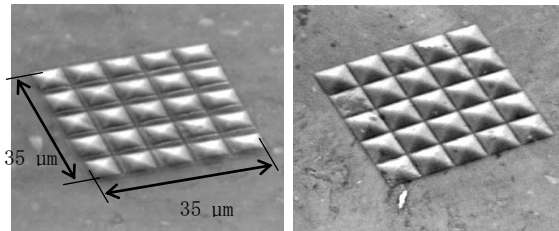


(c) Culet contact pressure Aluminum:5.14 GPa

Fig. 10 SIM image of plastic forming products (Atmosphere)

②真空中における高圧塑性加工実験結果

Fig. 11 に真空中において高圧塑性加工を行った結果を示す。外形寸法は、金型形状と同じ大きさで塑性加工品を得ることができた。真空にすることで金型内の空気の残留を軽減できたためと考えられ、良好な塑性加工品が得られた。



(a) Culet contact pressure Aluminum:3.41 GPa (b) Culet contact pressure Aluminum:5.45 GPa

Fig. 11 SIM image of plastic forming products (Vacuum)

(3) 転写性の比較

キュレット径 0.3 mm のダイヤモンドアンビルの面圧が約 5 GPa となる条件において比較を行った。Table. 4 にカラー3D レーザ顕微鏡により転写高さを測定し、比較を行った結果を示す。

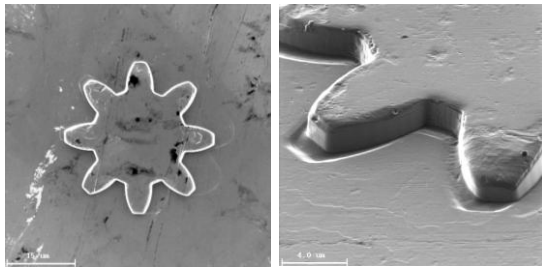
Table. 4 Comparison of transcription in the atmosphere and Vacuum

Plastic forming environment	Anvil pressure (GPa)	Mould depth (μm)	Transcription height (μm)
Atmosphere	5.14	0.97	0.76
Vacuum (20 kPa)	5.45		0.95

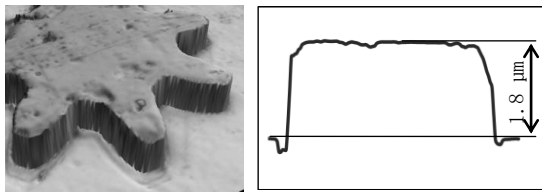
金型の加工深さが $0.97\ \mu\text{m}$ に対して、大気中において高圧塑性加工を行った塑性加工品は転写高さが $0.76\ \mu\text{m}$ であった。また、真空中において高圧塑性加工を行った塑性加工品の転写高さは $0.95\ \mu\text{m}$ であり、真空にすることで転写性の向上が見られた。

(4) 歯車形状の高圧塑性加工実験結果

四角錐形状の高圧塑性加工実験の結果から、アルミニウム箔に対して高圧塑性加工実験を行うのに適していると判断した条件において歯車形状の高圧塑性加工実験を行う。Fig. 12 に高圧塑性加工実験の結果および3次元形状の測定結果を示す。



(a) SIM images of the gear
Vacuum: 20 kPa, Pressure: 5.45 GPa



(b) Three-dimensional measurement results

Fig. 12 Plastic forming products of gear (Aluminum)

真空中においてキュレット部面圧が $5.45\ \text{GPa}$ となる条件で高圧塑性加工を行った。3次元形状を測定した結果、金型の歯車形状と同形状で転写されていることを確認した。

(5) 加圧による板厚の変化

面圧の変化に対する加圧部断面の厚さ変化について測定を行った。Fig. 13 に加圧部外観を、Table. 5, Fig. 14, Fig. 15 に加圧部断面の測定結果およびそのグラフを示す。

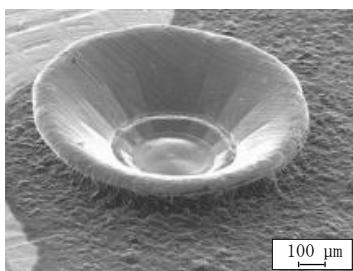


Fig. 13 Appearance of pressure portion

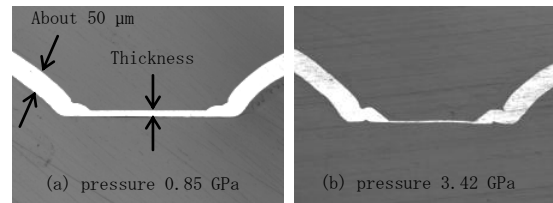
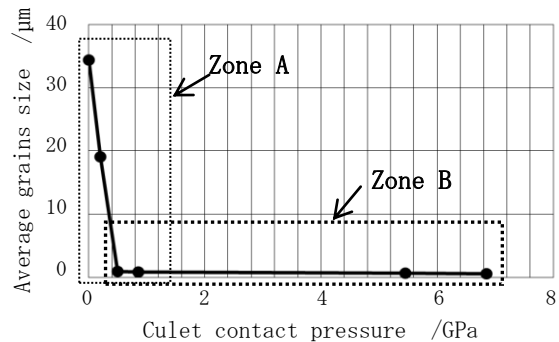


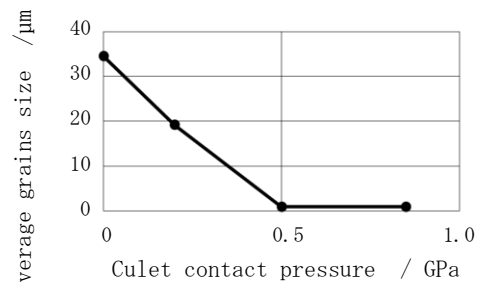
Fig. 14 Pressure portion the sample cross sectional

Table. 5 Thickness measurement results

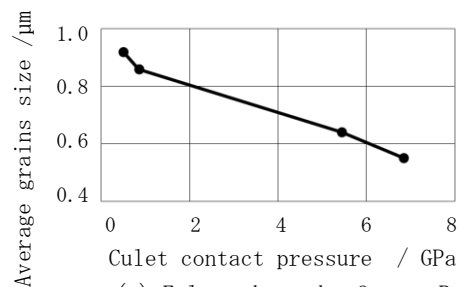
Pressure (GPa)	Thickness (μm)
0	50
0.85	14.5
3.42	6.21
6.85	5.70
10.27	3.46



(a) Graph of overall view



(b) Enlarged graph of zone A



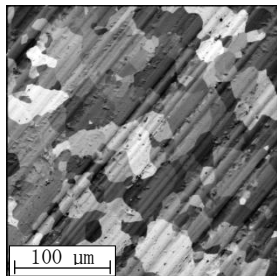
(c) Enlarged graph of zone B

Fig. 15 Relationship between changes in pressure and thickness

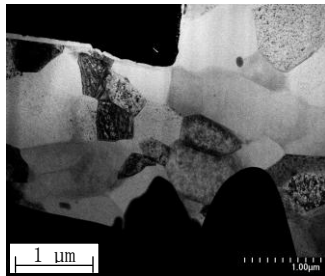
φ0.3 mmのダイヤモンドアンビルの面圧が3.42 GPa以上に加圧を行っても試料の厚さにほとんど変化は見られなかった。加圧部断面の画像を見ると試料が中心から外側に流れている様子を見ることができた。

(6) 加圧流動による結晶粒の微細化

高圧塑性加工を行ったアルミニウム箔において平均結晶粒径が数十 μm 以上あった結晶粒が1 μm 以下に微細化されていることが確認された。Fig. 16 に FIB により確認した SIM 画像および STEM による観察結果を示す。微細化の要因としては、高圧を付加することにより従来の塑性ひずみでは到達できない、相当ひずみ4以上の極めて大きな塑性ひずみが発生した為ではないかと考えられる。



(a) SIM image (No pressure)



(b) TEM image (Pressure: 5.45 GPa)

Fig. 16 Refinement grains (Aluminum)

(7) まとめ

本実験の高圧塑性加工は板鍛造と類似した方法であり、マイクロ・ナノレベルで金型形状を転写することができ良好な加工品を得ることができたことから、ダイヤモンド製マイクロ金型を製作することができたといえる。また、ダイヤモンドの離型性を活かし、無潤滑条件でマイクロ塑性加工品を得ることができた。大気中において高圧塑性加工を行った塑性加工品は、金型内に空気が残留した為と考えられ、転写性の不良が見られた。これに対し、真空中において高圧塑性加工を行うことで金型内の空気の残留を軽減することができ、転写性の向上を図ることができた。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

〔雑誌論文〕(計1件)

①野口裕之、上條 誠、鈴木 学、FIB 加工により製作したダイヤモンド金型を用いた超高压塑性加工、日本塑性加工学会誌、査読有、54巻(2013)、44-48

〔学会発表〕(計4件)

①長田卓也、野口裕之、マイクロ金型によるセラミック粉末の常温圧縮焼結、精密工学会、2013.3.14、東京工業大学

②上條誠、野口裕之、FIB 加工により製作したダイヤモンドマイクロ金型を用いた高圧塑性加工、塑性加工学会、2011.10.29、ホテル日航豊橋(愛知県)

③野口裕之、上條誠、ダイヤモンドマイクロ金型を用いた高圧成形加工、プラスチック成形加工学会、2011.10.15、秋田大学

④上條誠、野口裕之、ダイヤモンドマイクロ金型を用いた高圧塑性加工、精密工学会、2011.9.21、金沢大学

6. 研究組織

(1) 研究代表者

野口 裕之 (NOGUCHI HIROYUKI)
日本工業大学・工学部・准教授
研究者番号：30302623

(2) 研究分担者

鈴木 学 (SUZUKI MANABU)
日本工業大学・工学部・助手
研究者番号：30406409
三好 和壽 (MIYOSHI KAZUHISA)
日本工業大学・工学部・教授
研究者番号：70019777
(H22 まで研究分担者として参画)