

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 29 年 6 月 7 日現在

機関番号：83205

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2014～2016

課題番号：26420070

研究課題名(和文) 集束イオンビームによるダイヤモンドの表面改質を応用した精密加工用工具の開発と応用

研究課題名(英文) Development and applications of precision diamond cutting tools utilizing the modification of surface structure induced by a focused ion beam irradiation

研究代表者

川堰 宣隆 (Kawasegi, Noritaka)

富山県工業技術センター・その他部局等・主任研究員

研究者番号：30443419

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,900,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、集束イオンビーム加工や熱処理等によるダイヤモンド、cBNの表面構造の改質や回復を利用して、加工単位数百nm～数μmの加工性に優れた精密加工用切削工具の開発とその応用化について検討した。ダイヤモンド工具に微細なテクスチャを作製することで、工具の摩擦が減少し、加工特性を大きく改善できることを明らかにした。この現象の加工条件、テクスチャの形状依存性について検討するとともに、ナノ多結晶ダイヤモンド工具やバインダレスcBN工具への応用化を行った。さらに高効率なテクスチャ作製法について検討した。以上の結果より、本技術によって精密切削加工における高度化が可能であることを明らかにした。

研究成果の概要(英文)：In this study, we developed high-performance diamond and cBN cutting tools, used in ultraprecision cutting, by the modification of surface structures induced by focused ion beam irradiation and heat treatment. It was found that the texture on the tool surface enables us to reduce friction between tool and chip interface, and improve resultant cutting performance. The dependences of the texture effect on the machining conditions and texture shape was investigated. This technique was also applied to other tool materials used in ultra-precision machining, such as nano-polycrystalline diamond and binderless cBN. In addition, high-efficient patterning method was investigated. These results indicate that our method is effective for improvement of ultra-precision cutting technology.

研究分野：精密加工

キーワード：精密加工 ダイヤモンド工具 集束イオンビーム 機能性表面 テクスチャ 切削加工 レーザ加工

1. 研究開始当初の背景

近年、精密部品材料の特殊化や金型の長寿命化から、各種難削材に対する加工技術の必要性が高まっている。これにともない、ダイヤモンド工具やバインダレス cBN 工具などの超精密切削加工用工具には耐摩耗性や転写性など、より優れた加工性が要求されている。従来の精密加工用工具では耐摩耗性や形状の微細さの観点から限界があり、これらの点でより優れた工具が必要となっている。

本研究ではこれらの課題を解決する方法として、集束イオンビーム (FIB) を利用した微細加工および変質層の形成に着目した。FIB によるスパッタ加工を利用することで、任意の微細な切れ刃形状を創成することができる。一方、同時に照射部には照射イオンの残留や結晶構造の変化など変質相が生じてしまう。このため、FIB 加工した工具では、耐摩耗性、転写性や耐凝着性が悪化し、加工性が著しく劣ってしまう問題があった。

一方、Ga を FIB 照射したダイヤモンドにアルミニウムを蒸着、加熱、除去することで、残留したガリウムを除去できる¹⁾。同時に、照射部ではダイヤモンドのグラファイト化が生じる。さらに、超硬工具等にマイクロ・ナノメートルオーダーの微細なテクスチャを作製することで、工具の加工特性を大きく改善することができる²⁾。これらの原理を応用することで、超精密切削加工用の各種工具における加工特性の著しい改善が可能になると考える。

2. 研究の目的

本研究では、FIB 加工および熱処理等によるダイヤモンド、cBN の表面構造の改質や回復を利用して、加工単位数百 nm~数 μm の加工特性に優れた精密加工用切削工具の開発とその応用化について検討した。まず、FIB によってダイヤモンドや cBN 表面に誘起される影響層の結晶構造を制御する手法について検討する。つぎに、この技術を精密加工用工具に適用し、開発した工具の優位性について検証する。さらに、これらの知見を基に、開発した工具の応用化を図る。

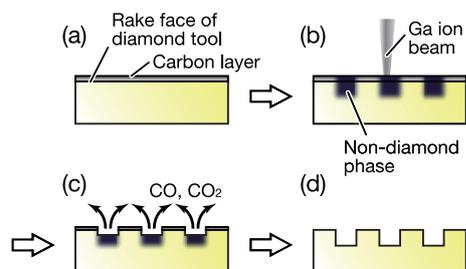


Fig. 1 Method for fabricating textures on a diamond tool surface by using FIB irradiation and heat treatment: (a) deposition of a carbon layer on the diamond, (b) formation of non-diamond phases with FIB irradiation, (c) heating in air to etch the non-diamond phases, and (d) resulting texture on the diamond tool surface.

3. 研究の方法

加工実験による工具の評価には、超精密切削加工機 (ファナック (株) 製 ROBONANO α-0iB) のシャトル機能を用いた。動力計上に設置した被削材に対し、連続的にシェーブ加工を行なった。

FIB 照射には、集束イオンビーム加工機 ((株) 日立ハイテクノロジーズ製 FB-2100) を用いた。FIB 照射部の結晶性の評価および紫外線レーザによる加工実験には、レーザラマン分光分析装置 (レニショー (株) 製 inVia Raman microscope) を用いた。

4. 研究成果

(1) 熱処理を応用した工具の作製

単結晶ダイヤモンド工具の高機能化のため、2 種類の方法による改質を試みた。一方は、FIB 照射後、アルミ蒸着、真空中で熱処理することで形成されるダイヤモンドの改質層¹⁾である。他方は、FIB 照射後、空气中で熱処理することで形成される、凹形状である。これらの改質層を単結晶ダイヤモンド工具のすくい面にテクスチャ状に配置し、その効果について検討した。

図 1 は、後者の手法による工具の作製方法である。FIB 照射によって形成された影響層を、熱処理により選択的にエッチングすることで、凹形状のテクスチャを作製できる。

図 2 は、作製した工具の垂直走査低コヒーレンス干渉法による観察像である。切れ刃への影響を避けるため、切れ刃から 1 μm 離れたところから改質した領域を作製した。同図 (a) は、前者の手法で改質したダイヤモンド工具である。FIB 照射部に、微小な隆起が生じた。レーザラマン分光分析により、グラファイト状の組織が強く検出され、結晶構造が改質されていることがわかる。これによって、固体潤滑剤としての作用が期待できる。また、アルミニウムの蒸着によって、Ga は除去されていた。同図 (b) は、後者の手法で改質したダイヤモンド工具である。空气中で熱処理することで影響層が選択的にエッチングされ、深さ 41 nm の凹形状が形成されることがわかる。

(2) 加工実験による工具の評価

作製した工具を用いて加工実験を行い、その効果について検討した。図 3 は、各工具を用いて加工した時の切削力である。切削速度 180 m/min、切込み 3 μm、送り量 10 μm で NiP

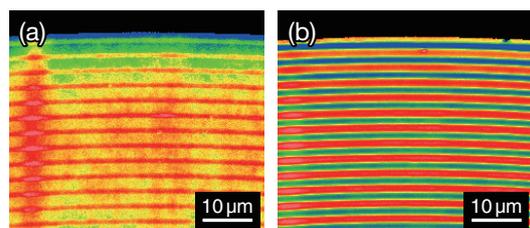


Fig. 2 Textures fabricated on the diamond tool surface. (a) Ion irradiated area after aluminum deposition and heat treatment in vacuum. (b) Ion irradiated area after heat treatment in air.

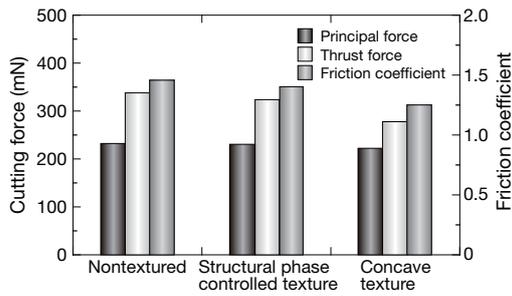


Fig. 3 Comparison of cutting forces and friction coefficient machined by various surface improved diamond tools.

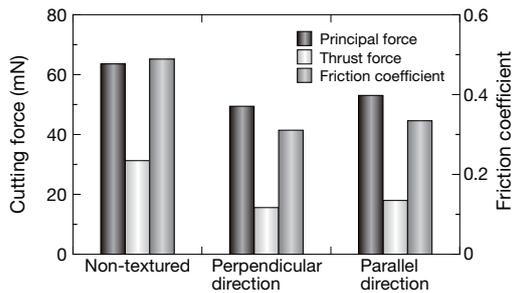


Fig. 4 Comparison of the cutting forces while machining aluminum alloy with non-textured tool, textured tools with perpendicular, and parallel directions.

の加工を行った。図 2(a)の工具を用いた場合、摩擦係数と切削力は微減した。一方、同図(b)の工具を用いた場合、摩擦係数と切削力の減少量は大きくなった。テクスチャの作製によって接触面積の減少や油溜まり等の効果が現れ、摩擦が小さくなったと考える。すなわち、本実験条件下では、凹形状のテクスチャを適用することで、加工特性を大きく改善できることがわかる。

つぎに、凹形状のテクスチャを適用したときの、テクスチャの形状依存性について検討した。図 4 は、テクスチャを切りくず排出方向に対して垂直方向(図 2(b))と平行方向に作製した工具でアルミニウム合金を加工したときの、切削力およびすくい面摩擦係数である。また図 5 は、加工後の切りくず側面の SEM 観察像である。加工条件は図 3 と同様である。テクスチャがいずれの方向の場合でも、その効果が現れた。主分力と背分力の減少率は、それぞれ 22% で 51% であった。この傾向は、超硬工具の場合²⁾とは異なる。また、図 5 に示すようにテクスチャを作製した場合に薄い切りくずが形成された。この結果は、テクスチャによる切削力の減少が摩擦の減少に起因することを示唆している。一方、被削材が NiP の場合、テクスチャが垂直方向の場合のみ、効果が見られた。すなわちテクスチャによる効果の方向依存性は材料種によっても変化することがわかる。

図 6 は、各種工具で加工した時の、加工面である。工具がいずれの場合でも加工面に大きな差はなく、送り量と同様の間隔でカット

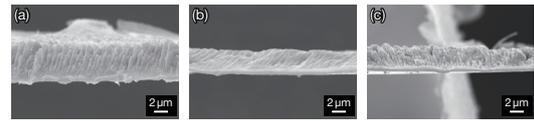


Fig. 5 SEM images of the cutting chips generated from machining an aluminum alloy with (a) a non-textured tool and tools textured in the (b) perpendicular and (c) parallel directions.

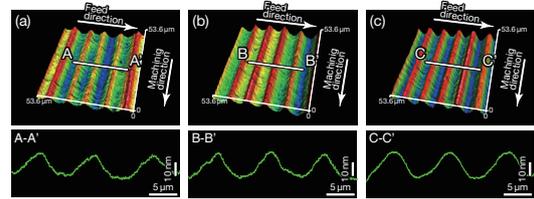


Fig. 6 Surface topographies from a coherence scanning interferometer of the aluminum surface after machining with (a) a non-textured tool and tools textured in the (b) perpendicular and (c) parallel directions.

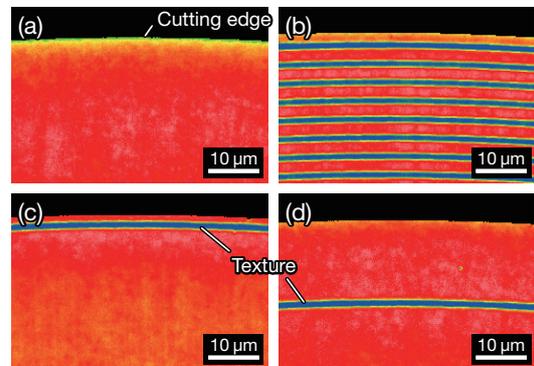


Fig. 7 Rake face of the textured diamond tools. (a) Non-textured, textured (b) whole area, and single line with (c) 1.0 μm , (d) 16.2 μm from cutting edge.

一マークが観察できる。図 2(b)に示すように、切れ刃から離れた領域にテクスチャを作製することで、加工面に悪影響を与えず、テクスチャによる効果が得られたことがわかる。

つぎに、加工条件およびテクスチャの作製位置による、その効果の違いについて検討した。工具には図 7 に示すテクスチャ 1 本を切れ刃から 1.0 μm 、8.6 μm と 16.2 μm と変化させた工具を作製し、全面に作製した工具と比較した。テクスチャの幅と深さは、それぞれ 1.8 μm と 32 nm である。切削速度は、0.5 m/min である。

図 7 は、各工具で NiP を加工したときの切削力である。テクスチャによって、切削力は大きく減少した。とくに、全面および切れ刃から 1 μm の位置にテクスチャを作製した工具で、その効果が顕著に現れ、その減少率は約 70% であった。すなわち、切削速度 0.5 m/min の低速加工においては、図 3 で示した高速切削と比較して、著しい効果が得られることがわかる。また本切削速度においては、工具・被削材の接触距離が短く、切れ刃から近い位置にテクスチャを作製した工具でのみ、その効果を得られたと考える。一方、切

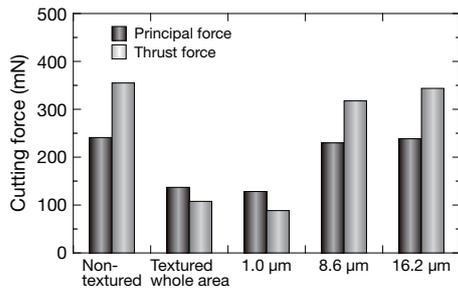


Fig. 8 Comparisons of the cutting forces while machining NiP using nontextured and textured tools.

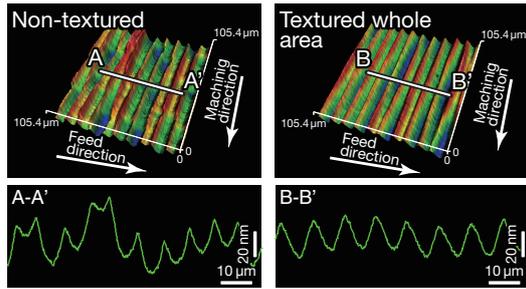


Fig. 9 Surface topographies of NiP after machining using (a) nontextured tool, and (b) textured tools.

削速度が大きな場合に接触距離は長くなり、切れ刃から約 $10\ \mu\text{m}$ の領域までその効果が生じる結果となった。

図 9 は、テクスチャのない工具とテクスチャを全面に作製した工具の加工面である。テクスチャのない工具では、加工面に不規則な凹凸が生じる。一方、テクスチャを作製した工具で、この凹凸は見られない。切りくずを観察した結果、テクスチャのない工具で生じる大きなせん断変形が、テクスチャを作製した工具では観察されない。すなわち、テクスチャを作製することで加工中に生じる大きなせん断変形が抑制され、加工面性状も大きく改善されることがわかった。

(3) 紫外線レーザーによるテクスチャの作製

ここまで、FIB 照射と熱処理によりテクスチャを作製し、その有用性を明らかにしてきた。本テクスチャ作製法では、その作製時間とともに最大深さが約 $40\ \text{nm}$ と制限される点で課題がある。そこで、熱処理の代わりに紫外線レーザーを利用したテクスチャの作製方法について検討した。

FIB 照射したダイヤモンドをレーザーラマン分光分析により測定する過程で、FIB 照射部に波長 $266\ \text{nm}$ の微弱な紫外線レーザーを照射すると、FIB 照射部のみが選択的に加工されることを見出した。本研究ではこの原理を、ダイヤモンドのパターニングへの応用化について検討した。

図 10(a)は、 $10\ \text{mC}/\text{cm}^2$ で FIB 照射後、紫外線レーザー照射した試料の AFM 観察像である。レーザー照射部で明確な除去加工は行われず、デブリが生じることがわかる (図中、a 部)。同図(b)は、Ga 除去処理を適用後に、レーザ

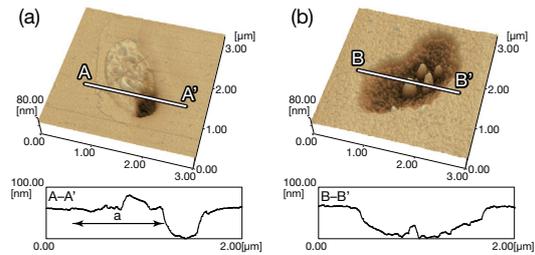


Fig. 10 AFM image of diamond surface irradiated by DUV laser. The FIB-irradiated diamond surface (a) without and (b) with the Ga removal step was irradiated by a UV laser for 800 s.

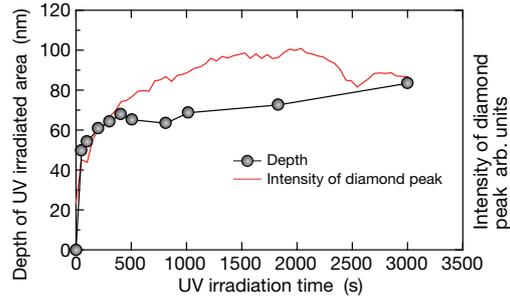


Fig. 11 Changes in depth of laser-irradiated area and diamond peak plotted as a function of UV laser irradiation time.

照射した試料の AFM 観察像である。加工部でデブリは生じず、除去加工が行われた。前者の場合、FIB 照射時に残留した Ga が主因となって、デブリが生じる。Ga 除去処理を適用することでその影響を受けず、デブリのない加工が可能であることがわかった。

図 11 は、レーザー照射時間に対する照射部深さおよび *in situ* ラマン測定によるダイヤモンドのピーク強度の変化である。 $10\ \text{mC}/\text{cm}^2$ で FIB 照射および Ga 除去処理後、レーザを照射した。レーザー照射初期の段階で深さは急増し、加工時間 $500\ \text{s}$ で深さは $65\ \text{nm}$ となった。照射時間がそれ以上になると増加量は小さくなり、加工時間 $3000\ \text{s}$ で深さは $83\ \text{nm}$ に達した。照射部最表面付近では、FIB 照射による結晶性の変化が大きく、加工速度が大きい。加工が進行すると結晶性の変化が小さな領域となり、加工速度が低下したと考える。また照射時間 $3000\ \text{s}$ の加工面を観察した結果、照射部は平滑となり、非加工面と同様の粗さとなった。この条件では非ダイヤモンド相が完全に除去され、レーザ加工が停止したといえる。一方、ダイヤモンドのピーク強度は、深さと同様な増加傾向を示した。本実験条件下においてピーク強度は、主に非ダイヤモンド相の厚さを示しており、加工が進行し、薄くなることで、その下部のダイヤモンド相の強度が強くと検出されたと考える。また加工深さは、熱処理によるエッチング深さと比較して大きい。レーザー照射では局所的により高い温度で非ダイヤモンド相の酸化や光化学反応を促すことが可能であり、これによって結晶欠陥密度のより低い領域まで加工できた

と考える。

以上の結果より、FIB 照射と紫外線レーザー照射を応用することで、最大深さ約 80 nm のテクスチャ作製が可能であることがわかった。本実験ではレーザーラマン分光分析用の紫外線レーザーを使用しており、出力が著しく小さい。ダイヤモンドが加工されない程度に出力の大きなレーザーを適用することで、高能率なテクスチャ作製が可能になると考える。

(4) 他種工具への応用

本技術をナノ多結晶ダイヤモンド (NPD) やバインダレス cBN 工具などの、他種の超精密加工用工具へ適用できれば、これら工具の加工特性を改善するうえでも有効であると考えられる。そこで、これら工具へのテクスチャの応用化について検討した。

図 12 は、ドーズ量を変化させて FIB 照射した NPD の、熱処理前後の深さ増加量のドーズ量依存性である。NPD の場合でも、単結晶ダイヤモンドと同様に、FIB 照射部が選択的にエッチングされ、凹形状の微細構造の作製が可能であった。ドーズ量が 0.001 mC/cm^2 以上の条件でエッチングが進行し、凹形状が形成された。最大エッチング深さは、ドーズ量が 10 mC/cm^2 で 50 nm に達し、単結晶ダイヤモンドの場合と比較して大きい。NPD では特定の結晶方位を持たないため、チャネリング効果が生じにくい。このため、浅い領域で密度の高い結晶性の変化が生じやすく、エッチングが深くまで進行したと考える。

図 13 は、バインダレス cBN にドーズ量を変化させて FIB 照射したときの、熱処理前後の深さ増加量のドーズ量依存性である。NPD と同様に熱処理した場合、エッチングは進行しない。FIB 照射後にアルミニウムを蒸着することで、エッチングが可能であった。ドーズ量 0.5 mC/cm^2 以上の条件で均一にエッチングが進行し、スパッタが生じない条件下での増加量の最大値は 26 nm であった。cBN の場合、酸素との反応ではなく、アルミニウムとの化学的反応など他の要因によって、エッチングが可能であることがわかった。

(5) おわりに

本研究では、FIB 加工および熱処理等によるダイヤモンド、cBN の表面構造の改質や回復を利用して、加工単位数百 nm～数 μm の加工性に優れた精密加工用切削工具の開発とその応用化について検討した。これより、工具すくい面に深さ数十 nm、幅数 μm の凹形状のテクスチャを作製することで、切削力や加工面性状などの加工特性を大きく改善できることを明らかにした。その効果はテクスチャの形状、加工条件や加工材種によって異なる。また単結晶ダイヤモンド工具に加えて NPD やバインダレス cBN 等の各種工具へも適用できる。本成果によって、仕上げ面や耐摩耗性等の更なる改善が可能となり、超精密切削加工分野における加工技術に発展に大

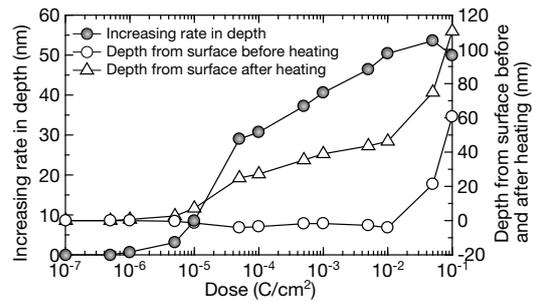


Fig. 12 Change in the increasing rate in depth of FIB-irradiated NPD as a function of ion dose.

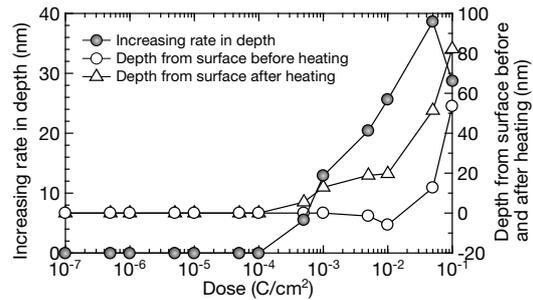


Fig. 13 Change in the increasing rate in depth of FIB-irradiated binderless cBN as a function of ion dose. The FIB-irradiated surface was covered with aluminum and then heated in air.

きく寄与することができると思われる。

<引用文献>

- ① N. Kawasegi *et al.*, *Prec. Eng.*, 38 (2014) 174.
- ② N. Kawasegi *et al.*, *Prec. Eng.*, 33 (2009) 248.

5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 4 件)

- ① N. Kawasegi, K. Ozaki, N. Morita, K. Nishimura, M. Yamaguchi: Development and machining performance of a textured diamond cutting tool fabricated by means of focused ion beam and heat treatment, *Precision Engineering*, 47 (2017) 311–320, 査読有り.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.precisioneng.2016.09.005>
- ② N. Kawasegi, S. Kuroda, N. Morita, K. Nishimura, M. Yamaguchi, N. Takano: Removal and characterization of focused-ion-beam-induced damaged layer on single crystal diamond surface and application to multiple depth patterning, *Diamond and Related Materials*, 70 (2016) 159–166, 査読有り.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.diamond.2016.10.018>
- ③ N. Kawasegi, K. Ozaki, N. Morita, K. Nishimura, M. Yamaguchi, N. Takano: Nanopatterning on nano-polycrystalline

diamond and cubic boron nitride using focused ion beam and heat treatment to fabricate textured cutting tools, Material Science Forum, 874 (2016) 543-548, 査読有り.

<http://dx.doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.874.543>

- ④ N. Kawasegi, K. Ozaki, N. Morita, K. Nishimura, H. Sasaoka: Single-crystal diamond tools formed using a focused ion beam: tool life enhancement via heat treatment, Diamond and Related Materials, 49 (2014) 14-18, 査読有り.
<http://dx.doi.org/10.1016/j.diamond.2014.07.013>

[学会発表] (計 17 件)

- ① 川島拓実, 川堰宣隆, 高野登, 森田昇, 西村一仁, 山口誠: 集束イオンビーム (FIB) を応用したダイヤモンド切削工具の作製とその切削加工特性 (第 5 報) テクスチャ形状の最適化, 2017 年度精密工学会秋季大会学術講演会 (2017 年 3 月 15 日) 慶應義塾大学 (神奈川県横浜市).
- ② N. Kawasegi, K. Ozaki, N. Morita, K. Nishimura, M. Yamaguchi and N. Takano: Nanopatterning on nano-polycrystalline diamond and cubic boron nitride using focused ion beam and heat treatment to fabricate textured cutting tools, The 19th International Symposium on Advances in Abrasive Technology (2016 年 10 月 4 日) Marriott Courtyard, Kungsholmen (Stockholm, Sweden).
- ③ 川堰宣隆, 尾崎一馬, 森田昇, 西村一仁, 山口誠, 高野登: 集束イオンビーム (FIB) を応用したダイヤモンド切削工具の作製とその切削加工特性 (第 4 報) 各種工具材種へのテクスチャ作製, 2016 年度精密工学会春季大会学術講演会 (2016 年 3 月 16 日) 東京理科大学 (千葉県野田市).
- ④ 川堰宣隆, 集束イオンビーム加工したダイヤモンド切削工具の表面改質とその応用, 砥粒加工学会 CBN&ダイヤモンド先進加工研究専門委員会第 12 回研究講演会 (2015 年 12 月 16 日) 埼玉大学 (東京都千代田区).
- ⑤ 尾崎一馬, 川堰宣隆, 高野登, 森田昇: 集束イオンビーム (FIB) を用いた単結晶ダイヤモンドのマイクロファブ리케이션, 2015 年度砥粒加工学会学術講演会 (2015 年 9 月 9 日) 慶應義塾大学 (神奈川県横浜市).
- ⑥ 川堰宣隆, 尾崎一馬, 森田昇, 西村一仁, 山口誠: 集束イオンビーム照射した単結晶ダイヤモンド工具の改質とその切削加工特性, 2015 年度砥粒加工学会学術講演会 (2015 年 9 月 9 日) 慶應義塾大学 (神奈川県横浜市).
- ⑦ 山口誠, 川堰宣隆, 神津知己, 森田昇,

西村一仁: イオンビーム照射により形成された単結晶ダイヤモンド変質層の偏光顕微ラマン散乱評価, 2015 年度精密工学会秋季大会学術講演会 (2015 年 9 月 6 日) 東北大学 (宮城県仙台市).

- ⑧ 川堰宣隆, 山口誠, 神津知己, 森田昇, 西村一仁: 集束イオンビーム加工とレーザ加工を併用した単結晶ダイヤモンドのマイクロファブ리케이션, 2015 年度精密工学会秋季大会学術講演会 (2015 年 9 月 6 日) 東北大学 (宮城県仙台市).
- ⑨ N. Kawasegi, M. Yamaguchi, T. Kozu, N. Morita, K. Nishimura: Sub-micrometer-scale patterning on single crystal diamond surface using focused ion beam and subsequent laser irradiations, euspen's 15th International Conference & Exhibition (2015 年 6 月 2 日) Universiteitshal (Leuven, Belgium).
- ⑩ N. Kawasegi, S. Kuroda, N. Morita, N. Takano: Nanotexturing on a single crystalline diamond surface using focused ion-beam induced selective etching, International Forum on Micro Manufacturing & Biofabrication 2015 (2015 年 5 月 20 日) 富山国際会議場 (富山県富山市).
- ⑪ 川堰宣隆, 尾崎一馬, 森田昇, 西村一仁, 山口誠: 集束イオンビーム (FIB) を応用したダイヤモンド切削工具の作製とその切削加工特性 (第 3 報) テクスチャ作製への応用, 2015 年度精密工学会春季大会学術講演会 (2015 年 3 月 18 日) 東洋大学 (東京都文京区).
- ⑫ N. Kawasegi, K. Ozaki, N. Morita, K. Nishimura, H. Sasaoka: Removal of ion irradiation-induced affected layers from diamond cutting tools to improve machining performance, The 17th International Symposium on Advances in Abrasive Technology (2014 年 9 月 23 日) Courtyard by Marriott King Kamehameha's Kona Beach Hotel (Kona, U.S.A.).
- ⑬ 川堰宣隆, 尾崎一馬, 森田昇, 笹岡秀紀, 西村一仁: 集束イオンビーム照射した単結晶ダイヤモンド工具の改質とその切削加工特性, 第 2 報: 熱処理による照射影響層の除去と加工性評価, 2014 年度砥粒加工学会学術講演会 (2014 年 9 月 13 日) 岩手大学 (岩手県盛岡市).

ほか 4 件

6. 研究組織

(1) 研究代表者

川堰宣隆 (Kawasegi Noritaka)

富山県工業技術センター・中央研究所・主任研究員

研究者番号: 30443419

(2) 研究協力者

森田昇 (Morita Noboru)

千葉大学・大学院工学研究科・教授