

令和 3 年 5 月 31 日現在

機関番号：82401

研究種目：基盤研究(C)（一般）

研究期間：2018～2020

課題番号：18K04786

研究課題名（和文）大気圧プラズマ援用クーラントの機能発現メカニズム解明と高機動システム化

研究課題名（英文）Analysis on application mechanism and system construction of atmospheric pressure plasma-assisted coolant

研究代表者

片平 和俊（Katahira, Kazutoshi）

国立研究開発法人理化学研究所・開拓研究本部・専任研究員

研究者番号：70332252

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,400,000円

研究成果の概要（和文）：大気圧プラズマジェットを援用することで、加工中のクーラント効果を促進させ、微細ダイヤモンド工具の加工性能を最大限に引き出す手法の開発を行った。とくに、プラズマ化された活性種と、加工フロントにおける被加工物/工具/チップとの化学反応を精緻に制御するとともに、加工面/工具面の詳細な化学分析を通じて、プラズマの機能発現メカニズムを解明することを目的とした。とくに、ナノ多結晶ダイヤモンドエンドミルによる高純度SiC加工におけるプラズマ援用クーラントの適用を実行し、その効果を確認した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

シリコン等の硬脆材料の延性モード加工に関する研究は、1995～2003年頃に国内外で多くの研究者が取り組み、学術的にも工業的にも一定の成果が得られている。しかしながら、発生するチップがツールにどのような不具合をもたらすか、とくに微細ミーリング加工における加工点の瞬時冷却・ナノサイズ切り屑の排出性能の最大化をもたらすクーラント環境の制御に着目した研究は極めて少ない。微細ツールの劣化防止や加工効率の向上、再生利用のために、生産現場で即導入可能な簡便かつ確実なクーラント技術として波及効果が期待できる。

研究成果の概要（英文）：The feasibility of atmospheric-pressure plasma jet processing for improving cooling during SiC micro-milling was investigated. A comparison was made between SiC surfaces after milling, with and without the application of the plasma jet. The application of a plasma jet was found to result in a nano-level surface roughness. The adhesion materials on the tool surface were suppressed over long machining distances when using the plasma jet. The plasma jet treatment is believed to result in an increase in hydrophilicity due to a surface modifying mechanism, wherein OH and N radicals are created by the plasma irradiation. The plasma jet appears to be highly effective at improving both the chip formation process, by imparting hydrophilicity to the tool and workpiece surfaces, and removing surface contamination at the tool edge during machining.

研究分野：超精密加工，高機能表面創成

キーワード：大気圧プラズマ ダイヤモンド工具 超精密加工 表面改質

1. 研究開始当初の背景

近年、生化学分野に用いるバイオ分析チップや有機合成マイクロリアクタをはじめ、マイクロマシン用軸受け、レーザープラズマ加速器用混合流路など、サブミリサイズの三次元微細構造物をターゲットとしたマイクロ加工のニーズが益々高まっている。それに伴い、小径で高精度な微細ダイヤモンド工具を用いた超精密加工技術の達成精度レベルの更なる漸進が迫られている。マイクロ加工が要求される素材としては、セラミックス (SiC, Si₃N₄, ZrO₂ 等), サファイアなどであり、ほとんどが超精密かつ高効率加工が難しい硬脆材料である。

研究代表者は、これまで一貫して超精密微細加工/表面機能創発に関わる研究に取り組んできた。最近では、ハイクレドな多結晶ダイヤモンド (Polycrystalline Diamond: 以下 PCD) 工具を用いて、超合金や CVD-SiC といった高付加価値材料に対し、研磨レスで粗さが 10 nm Rz 以下の高品位微細形状加工を達成している。今後も幅広い被加工材質へ対応し、かつ後述するナノ多結晶ダイヤモンド (Nano-polycrystalline Diamond: 以下 NPD) 工具の台頭を見据え、超精密加工技術の達成精度レベルを向上させるためには、加工点の瞬時冷却・ナノサイズチップ (切り屑) の排出性能の最大化をもたらすクーラント環境を制御することが極めて重要であるという認識に至っている。

この課題に対し、新しい表面機能制御法として注目されている“大気圧プラズマジェット”を援用することで、加工中のクーラント効果を促進させ、微細ダイヤモンド工具の加工性能を最大限に引き出すことを目的として 2015 年度より研究を進めてきた。2017 年には、本手法が NPD 微細工具に対しても有効であることが基礎実験結果から明らかとなっており、更なる効果発現を狙っている。大気圧プラズマ援用クーラントは、多様な微細ダイヤモンド工具に適用可能であり、セラミックス等に対してナノレベル高品位加工面が得られることは実証している。しかしながら、加工のフロント (工具と被加工物のナノ領域接触点) において、プラズマガスがどのように作用し工具の切れ味を維持しているのか、その機能発現メカニズムについては未だ解明できていない。また、本手法の新規アプリケーションの拡充に向けた専用システム開発の取り組みまでは至っていない。

2. 研究の目的

上述のとおり、加工のフロントにおいて、プラズマガスがどのように作用し工具の切れ味を維持しているのか、その機能発現メカニズムについては解明できていない。本研究では、プラズマ化された活性種と、加工フロントにおける被加工物/工具/チップとの化学反応を精緻に制御するとともに、加工面/工具面の詳細な化学分析を通じて、プラズマの機能発現メカニズムを解明することを目的とする。一方、プラズマ援用技術の応用展開として、大気圧低温プラズマ援用レーザー表面改質処理の実現可能性について探るため、新たに専用装置を製作し基礎実験を行う。

3. 研究の方法

新しい表面機能制御法として注目されている大気圧低温プラズマジェットを援用することで、加工中のクーラント効果を促進させ、微細ダイヤモンド工具の加工性能を最大限に引き出すことを目的として、後述する 4-①により、以下の 2 課題の達成を目指した。

- ・ NPD 製ボールエンドミルによる SiC 加工におけるプラズマ援用クーラントの適用

- ・ プラズマ援用クーラントの効果検証および効果発現メカニズムの解明
また、本研究の発展として 4-②および 4-③の実験も行った。

本研究では、図 1 に示す超精密 3 軸加工システム AZ150L (ソディック) のパフォーマンスを最大限に活用し、これをメインフレームとして基礎実験に使用した。本システムは、エアタービン駆動スピンドル主軸 (120,000 min⁻¹) およびリニア全駆動軸 (直進軸の位置検出分解能 3 nm) を有する。被加工材料として CVD 法により作成した高純度 SiC および超微粒子超合金 (AF1) を使用した。加工はボールエンドミルの加工点での周速が 0 にならないよう、マシニングセンタのテーブルに対して 45° 傾斜させた超合金に対して断続切削を行う。工具の摩耗、加工面の面粗度の評価、摩耗後の形状観察はオートフォーカス式形状測定器 (三鷹光機: MLP-3SP), 白色干渉計 (Zygo: Newview7300), 走査型電子顕微鏡 (ELIONIX: ERA8900FE) を用いて行う。また加工中の切削抵抗を動力計 (Kistler) により計測しながら加工を行った。

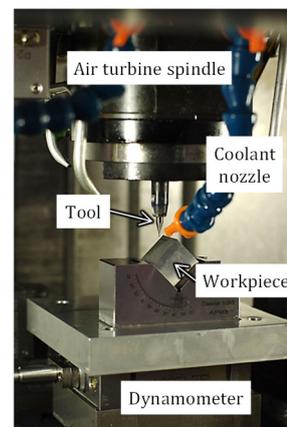


図 1 実験に使用した超精密加工機

4. 研究成果

(1) 大気圧低温プラズマ援用クーラントによるセラミックスの高品位加工

研究期間内に、図2に示すようなプラズマ援用クーラント装置を作製し、窒素ガススペースのプラズマジェットを加工点に対しピンポイントで照射することで、クーラント効果の促進を狙った。高純度SiCに対して、NPDボールエンドミルによるマイクロミーリング溝加工を行い、その加工性能を評価した。また、プラズマ援用クーラントの効果について検討した。加工中のプラズマ援用の有無が被削材に与えた影響を比較するため、図3にミーリング溝加工後の溝底面部のSEM画像を示す。同図より、プラズマを援用しなかった加工面には多くのチッピングが確認できる。これは脆性モード加工となってSiC結晶粒が剥がれ落ちたためと考えられる。一方でプラズマ援用を行った場合、援用なしと比較してチッピングが少ないことが確認できる。これは延性モード加工が作用していることを示すものであり、適切に加工が進行したことがわかる。

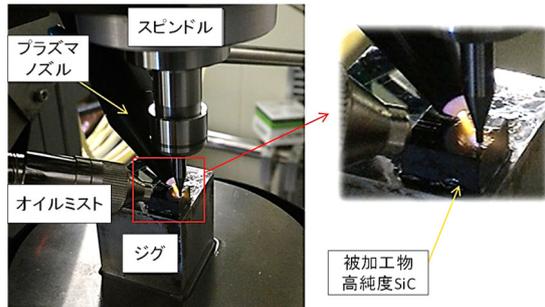


図2 プラズマ援用クーラント装置

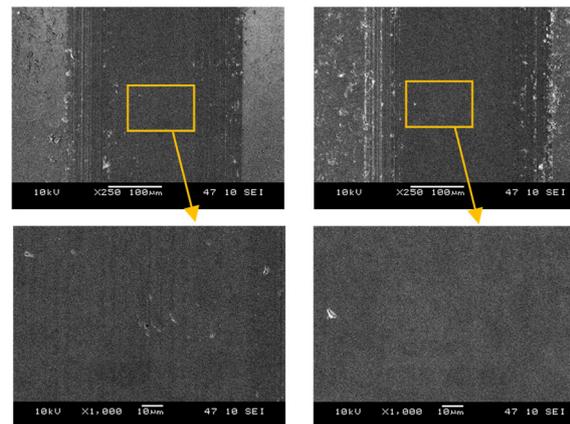
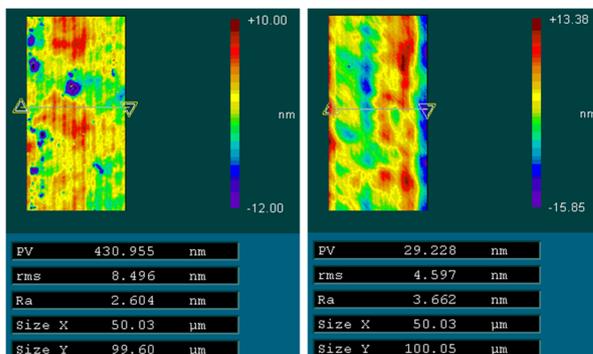


図3 加工面のSEM観察結果
(左：プラズマなし，右：プラズマあり)

図4に白色干渉顕微鏡で測定した加工溝底面の凹凸形状を示す。同図より、SEM観察同様プラズマ援用をしていない場合はチッピングが多く発生していることが観察できる。さらに、表面粗さを比較したところ、プラズマ援用なしで加工した面粗さは430 nmRzであったが、プラズマ援用ありで加工した面粗さは29 nmRzであった。プラズマ援用によって加工性能が改善したために、脆性破壊（チッピング）を大幅に抑制できることを確認している。また、加工後のNPD工具表面を観察したところ、プラズマ援用することにより、付着物（被加工物由来のSi酸化物）の抑止に甚大な効果があるという知見が得られた。大気圧プラズマ援用クーラントの効果発現要素とは、【被加工物の表面改質】被加工物表面の親水性向上による“工具⇄被加工物間極界面”のクーラント性能を向上させる現象、【工具表面改質】工具表面のプラズマ処理により溶着性の高い酸化物でさえ付き難くする現象、【切り屑改質】プラズマ状態の活性種の高反応性によって、切り屑の酸化を抑制し、他の生成物チップとして排出される現象、これらが重疊的に作用すると考えている（図5）。3年間の系統的な研究を通じて、大気圧プラズマ援用クーラントは、多彩な微細ダイヤモンド工具に適用可能であり、セラミックス等に対してナノレベル高品位加工面が得られることを実証することができた。



(a) プラズマ援用なし (b) プラズマ援用あり
図3 プラズマ援用の有無によるSiC加工後の表面粗さ測定結果

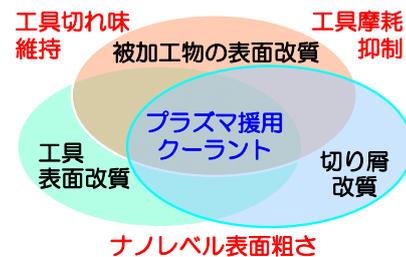


図5 プラズマ援用クーラントの効果発現要素

(2) ダイヤモンド工具による超硬合金加工時の加工フロント挙動解析

図 6 に示す各種ダイヤモンド（単結晶：SCD，多結晶：PCD，ナノ多結晶：NPD）工具を用いて，超硬合金（AF1）をミーリング加工する際の加工のフロントにおける，工具切れ刃の作用メカニズム，とくに工具摩耗の発生—進展挙動解析に注力した．基礎実験では，(a)SCD 工具，(b)PCD 工具，(c)NPD 工具（レーザ仕上げのみ），(d)NPD 工具（レーザ仕上げ後に研磨処理）の 4 種類のダイヤモンドエンドミルを用意し，超硬合金加工実験を実施し，切削距離 500 m における各種ダイヤモンド工具の逃げ面摩耗の進行状態を確認した．SCD 工具は摩耗の進行が早く，他のダイヤモンド工具に比べ摩耗が著しく大きく，切刃エッジ部にチッピングが認められた．PCD 工具の摩耗の進行は，SCD 工具に比べ緩やかではあるものの，SCD 工具と同様に大きなチッピングが認められた．ここで，PCD 工具にチッピングが発生した要因は，加工中に発生する数十 nm サイズの切り屑が工具の表面に積み重なり，化学反応によって強固な付着膜として残留してしまうために，工具の切削能力が著しく低下したためであった．この付着物は，NPD 工具の表面にも認められた．この工具付着物の問題を，最先端工具のパフォーマンスを最大限に引き出し，効率的に使用するためには解決すべき喫緊の課題と捉え，付着物発生メカニズムおよび効率的除去（工具性能再生）方法についても検討した．一方，NPD 工具は，レーザ仕上げおよび研磨処理とともに，SCD 工具や PCD 工具に比べて摩耗の進行が緩やかであるとともに，チッピングは認められなかった．よって，NPD 工具は，SCD，PCD 工具と比較して，超硬合金のミーリング加工における耐久性が高いことを確認できた．一方，レーザ仕上げ NPD 工具は，切削距離 500 m では 120 nmRa 以上の値を示すが，研磨処理 NPD 工具では切削距離が 500 m まで達しても 15 nmRa 程度の面粗さを維持していた．この両 NPD 工具間における加工特性の差異は，工具の仕上げ状態の違いによる影響であった．レーザ仕上げ NPD 工具の初期の逃げ面粗さは，研磨処理 NPD 工具のそれと比較すると 7 倍ほど大きいことから，摩耗の進行に伴う工具逃げ面および加工面粗さの劣化の要因となったものと確認された．

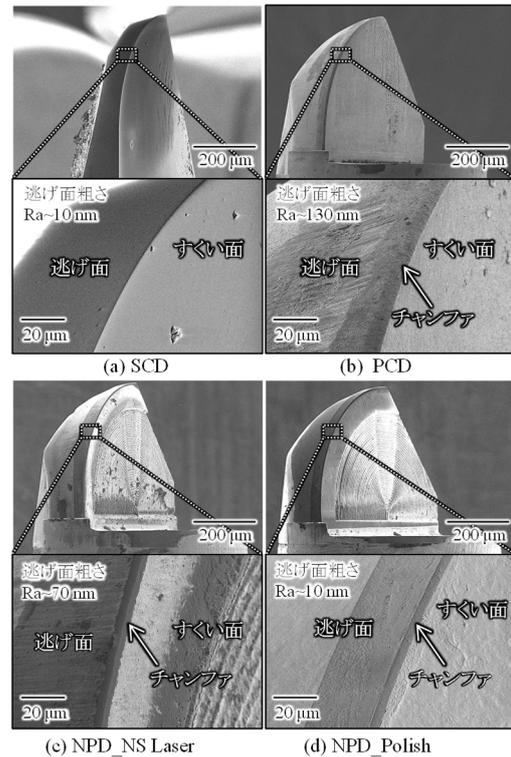


図 6 各種ダイヤモンド工具の外観

(3) 大気圧低温プラズマ援用レーザ表面改質処理への展開

プラズマ援用技術の応用展開として，大気圧低温プラズマ援用レーザ表面改質処理の実現可能性について探るため，新たに専用装置を製作した．プラズマ発生方式としては，グライディングアーク放電に代わり，誘電体バリア放電方式を採用し，バリア放電中の石英管の内部をレーザ光が通過しターゲットに照射する仕組みとした．レーザヘッドとターゲットの間隔は 10 cm であり，その経路にプラズマ発生ノズルを設置する必要があるため，極力コンパクトなノズルの設計・製作を行った．図 7 に示すように，窒素ガスプラズマを用いた基礎実験結果より，チタン合金表面にナノスケールのテクスチャを形成（LIPSS 構造）できている．今後は，得られた表面のトライボロジー特性や生体適合性評価を実施する．

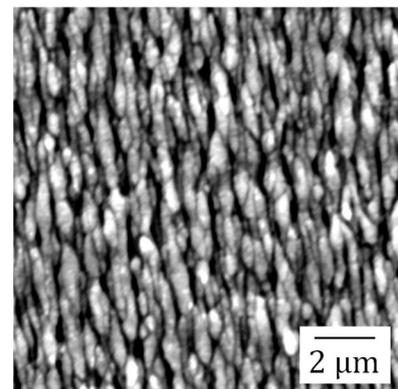


図 7 大気圧低温プラズマ援用レーザ表面改質を施したチタン合金の表面観察結果<プラズマ照射により LIPSS の周期が変化するとともに硬度も向上した>

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計5件（うち査読付論文 5件/うち国際共著 2件/うちオープンアクセス 0件）

| | |
|--|-------------------------|
| 1. 著者名 小河誉典, 片平和俊, 島田浩之, 山崎和雄, 青山英樹 | 4. 巻 63/9 |
| 2. 論文標題 ナノ多結晶ダイヤモンドエンドミルの超硬合金加工特性とフェムト秒レーザーによる工具成形プロセス開発 | 5. 発行年 2019年 |
| 3. 雑誌名 砥粒加工学会誌 | 6. 最初と最後の頁 470 ~ 477 |
| 掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) なし | 査読の有無 有 |
| オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難 | 国際共著 該当する |
| 1. 著者名 Katahira Kazutoshi, Mifune Nobuhito, Komotori Jun | 4. 巻 68/1 |
| 2. 論文標題 Functionalisation of titanium alloy surface through oxygen gas jet-assisted gliding arc discharge plasma | 5. 発行年 2019年 |
| 3. 雑誌名 CIRP Annals | 6. 最初と最後の頁 201 ~ 204 |
| 掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.cirp.2019.04.122 | 査読の有無 有 |
| オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難 | 国際共著 - |
| 1. 著者名 Kazutoshi Katahira, Yusuke Tanida, Shogo Takesue, Jun Komotori | 4. 巻 67/1 |
| 2. 論文標題 Rapid surface nitriding of titanium alloy by a nanosecond fiber laser under atmospheric conditions | 5. 発行年 2018年 |
| 3. 雑誌名 CIRP Annals - Manufacturing Technology | 6. 最初と最後の頁 563-566 |
| 掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.cirp.2018.04.006 | 査読の有無 有 |
| オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難 | 国際共著 - |
| 1. 著者名 97)Kazutoshi Katahira, Yoshinori Ogawa, Shinya Morita, Kazuo Yamazaki | 4. 巻 69/1 |
| 2. 論文標題 Experimental investigation for optimizing the fabrication of a sapphire capillary using femtosecond laser machining and diamond tool micromilling | 5. 発行年 2020年 |
| 3. 雑誌名 CIRP Annals - Manufacturing Technology | 6. 最初と最後の頁 229-232 |
| 掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.cirp.2020.04.087 | 査読の有無 有 |
| オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難 | 国際共著 該当する |

| | |
|--|-------------------------|
| 1. 著者名 Atsushi Ezura, Kazutoshi Katahira, Jun Komotori | 4. 巻 14 |
| 2. 論文標題 Generation of bio-compatible titanium alloy surfaces including calcium element by laser-induced mist spraying wet treatment | 5. 発行年 2020年 |
| 3. 雑誌名 International Journal of Automation Technology | 6. 最初と最後の頁 575 ~ 581 |
| 掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.20965/ijat.2020.p0575 | 査読の有無 有 |
| オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難 | 国際共著 - |

〔学会発表〕 計7件 (うち招待講演 0件 / うち国際学会 4件)

| |
|---|
| 1. 発表者名 Minami Takashima, Atsushi Ezura, Kazutoshi Katahira, Jun Komotori |
| 2. 発表標題 Development of femtosecond laser-induced wet treatment and characterization of treated surface |
| 3. 学会等名 The 8th International Conference of Asian Society for Precision Engineering and Nanotechnology (ASPEN 2019) (国際学会) |
| 4. 発表年 2019年 |

| |
|--|
| 1. 発表者名 Yoshinori Ogawa, Kazutoshi Katahira, Hiroyuki Shimada, Kazuo Yamazaki, Hideki Aoyama |
| 2. 発表標題 A comparative study of micro machining when super fine grain tungsten carbide is machined by various micro PCD ball end-milling tools |
| 3. 学会等名 ISFA2018(International Symposium on Flexible Automation 2018) (国際学会) |
| 4. 発表年 2018年 |

| |
|---|
| 1. 発表者名 高嶋みなみ, 片平和俊, 江面篤志, 小茂鳥潤 |
| 2. 発表標題 フェムト秒レーザを用いたレーザ誘起湿式改質処理によるチタン表面へのCa/P含有層の創成と被処理面の細胞適合性に及ぼすその影響 |
| 3. 学会等名 2019年度精密工学会春季大会学術講演会 |
| 4. 発表年 2018年 |

| |
|--|
| 1. 発表者名 古庄隆志, 片平和俊, 亀山雄高, 佐藤秀明, 眞保良吉 |
| 2. 発表標題 エンジニアリングプラスチックに対するFPP処理に及ぼす大気圧プラズマの効果 |
| 3. 学会等名 砥粒加工学会ATF2019講演会 |
| 4. 発表年 2019年 |

| |
|--|
| 1. 発表者名 Kazutoshi Katahira, Yoshinori Ogawa, Shinya Morita, Kazuo Yamazaki |
| 2. 発表標題 Experimental investigation for optimizing the fabrication of a sapphire capillary using femtosecond laser machining and diamond tool micromilling |
| 3. 学会等名 CIRP General Assembly (国際学会) |
| 4. 発表年 2020年 |

| |
|--|
| 1. 発表者名 Kei ZAKO, Kazutoshi KATAHIRA, Atsushi EZURA, Jun KOMOTORI |
| 2. 発表標題 Rapid surface nitriding of titanium alloy and stainless steel by a nanosecond laser |
| 3. 学会等名 International Conference on Precision Engineering (ICPE2020) (国際学会) |
| 4. 発表年 2020年 |

| |
|--|
| 1. 発表者名 瀧島玖実, 片平和俊, 森田晋也, 岩田佳大 |
| 2. 発表標題 PCDボールエンドミルによる単結晶サファイアの加工特性評価 |
| 3. 学会等名 砥粒加工学会学術講演会ABTEC2020 |
| 4. 発表年 2020年 |

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

| | 氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号) | 所属研究機関・部局・職 (機関番号) | 備考 |
|--|---------------------------|-----------------------|----|
|--|---------------------------|-----------------------|----|

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

| 共同研究相手国 | 相手方研究機関 |
|---------|---------|
|---------|---------|