

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 6 日現在

機関番号：37112

研究種目：基盤研究(B)

研究期間：2011～2013

課題番号：23360071

研究課題名(和文) ナノ多結晶ダイヤモンドと各種遷移金属との間に生じる熱化学反応機構の解明

研究課題名(英文) Mechanism of Thermochemical-Mechanical Reactions between Nano-Polycrystalline Diamond and Polycrystalline Diamond Disk Generated under Dry Grinding

研究代表者

仙波 卓弥 (SEMBA, Takuya)

福岡工業大学・工学部・教授

研究者番号：30154678

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 8,700,000円、(間接経費) 2,610,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、ナノ多結晶ダイヤモンド(NPD)と焼結ダイヤモンド(PCD)製ツルアとの間に生じる、熱化学反応のメカニズムを解明するための実験的研究を行った。焼結助剤として用いられているCoを遷移金属や高比熱材料で置換したPCD製円板をツルアに使用し、NPD製ノーズRバイトのすくい面に対して乾式研削を行った。その結果、NPDの表面に生成された熱変質層が、CD製ツルアの砥石作用面に露出しているダイヤモンド砥粒で除去されるといったメカニズムでNPDから切りくずが除去される場合には、1 nm Rz以下の平坦かつ平滑な研削加工面が得られることが明らかになった。

研究成果の概要(英文)：A polycrystalline diamond (PCD) disk, in which the cobalt (Co) commonly used as a sintering aid is replaced with a transition metal or a high-specific-heat material, was used as a truer, and dry grinding of a laser-preformed rake face of a radius-cutting tool made of nano-polycrystalline diamond (NPD) was conducted to clarify the mechanism by which a chip is removed from the rake face. The grinding test revealed that the surface roughness decreased with increasing specific heat capacity of the material replacing the Co when the heat-damaged layer, in which the diamond structure was transformed to that of graphite, was removed by diamond grains on the working surface of the truer. A ground surface roughness of 0.5 nm Rz was obtained when the truer with Co replaced by boron carbide (B4C) was employed.

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：ナノマイクロ加工 ナノ多結晶ダイヤモンド 焼結ダイヤモンド 遷移金属 熱化学反応

1. 研究開始当初の背景

(1) 1990年代の初めにドイツでマイクロ機械加工という加工概念が提案されて以来、同概念を具現化できる工作機械や工具の開発が行われてきた。その結果、工作機械の制御分解能は1 nmに達しており、超精密微細と呼ぶにふさわしい工作機械を入手できるようになった。

(2) 一方、超精密微細加工に多用されている単結晶ダイヤモンド(SCD)製切削工具の切れ刃の丸み半径は現時点でも50 nm前後の値であり、工作機械の制御分解能に達していない。また、SCD製切削工具の使用範囲は軟質非鉄合金に限られており、高硬度材料に対して超精密微細加工を行うことができる切削工具は開発されていない。

(3) SCD製切削工具が抱えている問題を克服するため、ナノ多結晶ダイヤモンド(NPD)製切削工具を開発するための研究を2008年から開始した。砥石作用面の粗さを20 nm Rz前後の値に成形した焼結ダイヤモンド(PCD)製円板をツールに用いてNPD製ノーズRバイトに対する仕上げ成形を行った結果、偶然にも切れ刃の丸み半径を20 nm前後の値に成形することができた。

(4) PCDには焼結助剤としてコバルト(Co)が用いられており、PCD製円板の砥石作用面に露出していたCoとNPDとの間に何らかの熱化学反応が発生した可能性が高いと考えられた。本研究を開始した当初、NPD製ノーズRバイトの切れ刃の丸み半径を1 nm前後の値に成形するためには、NPDから原子レベルの切りくずが除去されるメカニズムを解明する必要に迫られていた。

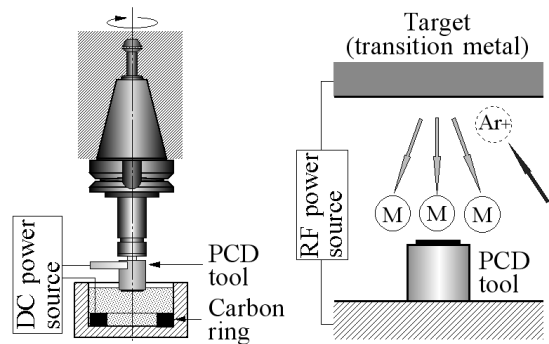
2. 研究の目的

(1) SCD製の切削工具を使って鉄(Fe)やニッケル(Ni)といった遷移金属に対する超精密切削を行うと、工具と被削材との間に熱化学反応が発生して切削工具が容易に摩耗する。FeやNiと同様にCoもまた遷移金属であり、(3)の項目で紹介したPCD製円板をツールに用いたNPD製ノーズRバイトの仕上げ成形時には、何らかの熱化学反応が生じた可能性が高い。

(2) 切削工具の切れ刃は、すくい面と逃げ面とが交わる稜線である。したがって、切れ刃の丸み半径を工作機械の制御分解能と同じ1 nm前後の値に成形するためには、すくい面や逃げ面の粗さを1 nm Rz前後の値にする必要がある。この、NPD製ノーズRバイトのすくい面や逃げ面に対する超平坦化加工技術を開発するため、PCD製円板とNPD製ノーズRバイトとの間に生じる熱化学反応のメカニズムを解明するための研究を行った。

3. 研究の方法

(1) 図1に示すように、表面を20 nm Rzの粗さに予備成形したPCD製円板に対して電解加工と高周波スパッタを行い、焼結助剤として用いられているCoを遷移金属で置換したPCD製円板を試作した。PCD製ツールの砥石作用面に遷移金属とダイヤモンド砥粒を露出させるため、高周波スパッタしたPCD製円板に対して研削加工を行った。PCD製円板に高周波スパッタした遷移金属の物性は表1に示すとおりである。他の元素から電子を奪う性質は、電気陰性度が増すに従って増加する。摩擦熱が蓄積される度合いは、比熱容量が増すに従って増加する。また、酸化物の生成に関する標準自由エネルギーが増す(負の値が大きくなる)に従って、酸化皮膜は生成され易くなる。



(a) 電解加工 (b) 高周波スパッタ
図1 Coを遷移金属で置換したPCD製円板の試作

表1 Coを置換した遷移金属の物性

Atomic symbol	Electro-negativity (Pauling)	Specific heat capacity J/(Kg·K)	Standard free energies of oxides formation* KJ/mol
	—		
Y	1.22	300	-
Zr	1.333	276	-1037
Ti	1.54	520	-1435
V	1.63	490	-1323
W	2.36	130	-764
Mo	2.16	250	-528
Fe	1.83	440	-740
Co	1.88	420	-216
Ni	1.91	440	-212

*: Temperature at 298.15 K

(2) 図2に示しているのは、PCD製円板とNPD製ノーズRバイトとの間に生じる熱化学反応のメカニズムを解明するために行った実験の要領である。C軸制御機能を持つ立形マシニングセンタの主軸に、レーザ加工を行い予備成形したすくい角が0°、逃げ角が5°、ならびにノーズRが0.2 mmのNPD製

ノーズ R バイトを装着した．試作した PCD 性ツールは，治具を介して DC サーボモータ，DC サーボモータは XY ステージを介して NC 円テーブルに装着した．立形マシニングセンタの直進運動，DC サーボモータの自転運動，ならびに NC 円テーブルの公転運動を利用することにより，NPD 製ノーズ R バイトのすくい面に対する乾式研削を行った．

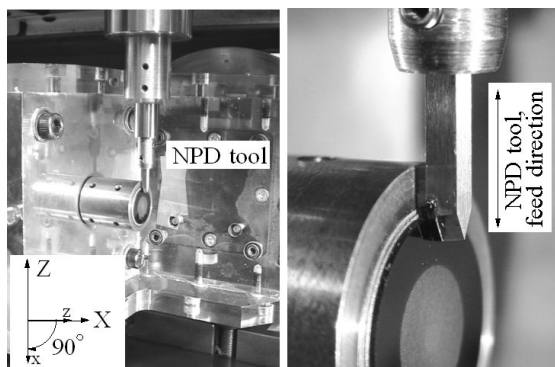


図2 NPD製ノーズRバイトのすくい面に対する乾式研削の要領

4. 研究成果

(1) 図3に示しているのは，Coを置換した遷移金属の電気陰性度と原子間力顕微鏡(AFM)を用いて測定したすくい面の粗さとの関係である．電気陰性度と粗さとの間には，相関のある実験の結果が得られた．この結果は，遷移金属によって電子を奪われて結合強度が低下した脆弱層が NPD の加工面には生成され，これがダイヤモンド砥粒によって機械的に除去されるといった熱化学反応が生じたことを表している．

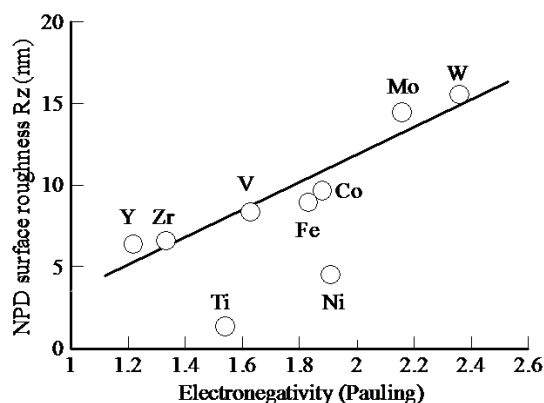


図3 Coを置換した遷移金属の電気陰性度とすくい面の粗さとの関係

(2) 図4に示しているのは，Coを置換した遷移金属の酸化物の生成に関する標準自由エネルギーとすくい面の粗さとの関係である．酸化物の生成に関する標準自由エネルギーとすくい面の粗さとの間にも，相関のある実験の結果が得られた．この結果は，遷移金属の表面に生成された酸化皮膜に NPD が接触すると，酸化皮膜は還元される代わりに NPD は

酸化され，すくい面から炭素原子 C が CO_x として除去されるといった反応が生じたことを表している．

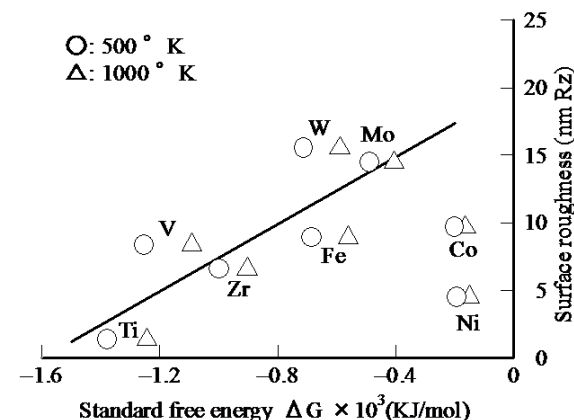


図4 Coを置換した遷移金属の酸化物の生成に関する標準自由エネルギーとすくい面の粗さとの関係

(3) 図5に示しているのは，Coを置換した遷移金属の比熱容量とすくい面の粗さとの関係である．比熱容量と粗さの間にも相関のある実験の結果が得られた．この結果は，摩擦熱によって NPD の表面にはダイヤモンド構造 sp^3 の一部がプラファイト構造 sp^2 に変化した熱変質層が生成され，この熱変質層がダイヤモンド砥粒によって機械的に除去されるといった熱化学反応が生じたことを表している．また，図3，図4，ならびに図5に示した実験の結果が得られたということは，電気陰性度，酸化物の生成に関する標準自由エネルギー，ならびに比熱容量によって支配される熱化学反応が同時に生じていたことを表している．

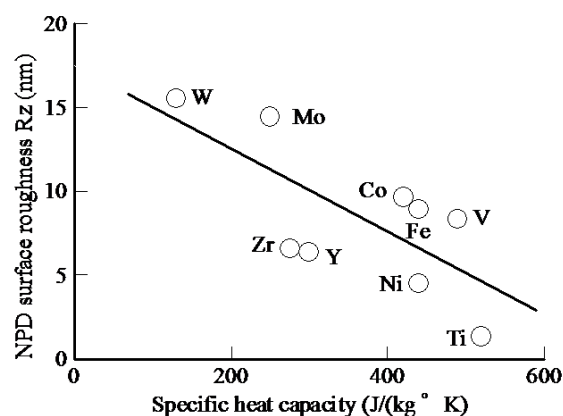


図5 Coを置換した遷移金属と比熱容量とすくい面の粗さとの関係

(4) 図5のように得られた実験の結果より，Tiよりも比熱容量が高い材料でCoを置換すれば，粗さが1nm Rz以下の超平坦なすくい面が成形される可能性が高いと考えられた．そこで，遷移金属のほかに表2に示す炭化硼

素(B₄C), 酸化アルミナ(Al₂O₃), 窒化硼素(BN), ならびに窒化ケイ素(Si₃N₄)といった高比熱材料でCoを置換したPCD製円板を試作し, すくい面に対する乾式実験を行った. この場合, NPDの表面に熱変質層を積極的に作るため, ハロゲンスポットヒータを用いてPCD製ツルアの砥石作用面を加熱するといった加熱研削も行った.

表 2 Co を置換した高比熱材料と遷移金属の物性

Sputtered material	Specific heat capacity	Electro-negativity (Pauling)	Standard free energies of oxides formation*
	J/kgK		
B ₄ C	921	2.04 (B)	1199 (B ₂ O ₃)
BN	795	2.04 (B)	1199 (B ₂ O ₃)
Al ₂ O ₃	775	1.61 (Al)	1583 (Al ₂ O ₃)
Si ₃ N ₄	733	1.9 (Si)	824 (SiO ₂)
Ti	523	1.54	2318 (Ti ₂ O ₃)
Fe	461	1.83	1014 (Fe ₃ O ₄)
Co	419	1.88	770 (Co ₃ O ₄)
Zr	276	1.33	1037 (ZrO ₂)
W	134	2.36	764 (WO ₃)

*: Temperature at 298.15 °K

(5) ここで, 表 2 に示した高比熱材料は何れも高硬度材料であり, NPDの表面に生成される熱変質層が高比熱材料によって除去される場合には超平坦な表面が生成される可能性があると考えられた. そこで, まず初めにツルアに高比熱材料を用いた NPD 製ノーズRバイトのすくい面に対する乾式ラッピングを行った. 図 6 に示しているのは, 表 2 に示した遷移金属や高比熱材料の比熱容量とすくい面の粗さとの関係である. 期待に反し, ツルアに高比熱材料を用いた場合には加工面が荒れてしまった.

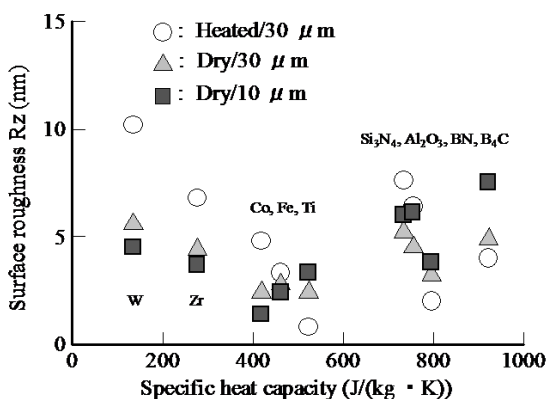
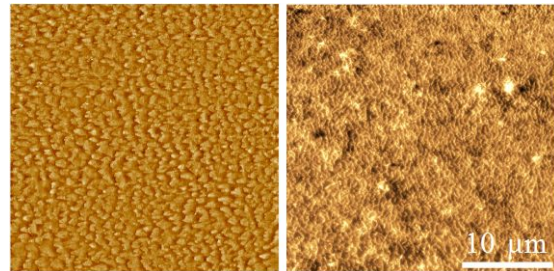


図 6 表 2 に示した遷移金属や高比熱材料の比熱容量とすくい面の粗さとの関係

(6) ツルアに高比熱材料を用いた場合に加工面が荒れてしまった原因を明らかにするため, AFM や波長分散型の電子線マイクロアナライザ(EPMA)を使用し, NPD 製ノーズ R

バイトの観察を行った. 図 7 に示しているのはツルアに BN と Si₃N₄ を用いて乾式ラッピングを行った場合に得られたすくい面の AFM 画像である. これらの加工面に対して EPMA を使った X 線画像観察を行った結果, 加工面には熱変質層が残っていることが確認できた. つまり, 図 7 のように加工面に生成された熱変質層は BN や Si₃N₄ よりも硬く, 加工面から機械的に除去されなかったことが確かめられた.



(a) BN (乾式 30 μm) (b) Si₃N₄ (加熱 30 μm)
図 7 ツルアに BN と Si₃N₄ を用いて乾式ラッピングを行った場合に得られたすくい面の AFM 画像

(7) そこで, 図 1 に示した方法で Co を表 2 に示した遷移金属で置換した PCD 製円板を試作し, PCD 製ノーズ R バイトのすくい面に対する乾式研削を行った. 図 8 に示しているのは, 表 2 に示した遷移金属や高比熱材料の比熱容量とすくい面の粗さとの関係である. 図 5 に示した実験の結果が得られた時点で期待していたとおり, Co を置換する遷移金属や高比熱材料の比熱容量が増すに従い, すくい面の粗さは平坦に成形できることが明らかになった. Co を B₄C で置換した PCD 製円板をツルアに用いた場合には, 粗さが 0.5 nm Rz の超平坦な加工面を創ることができた.

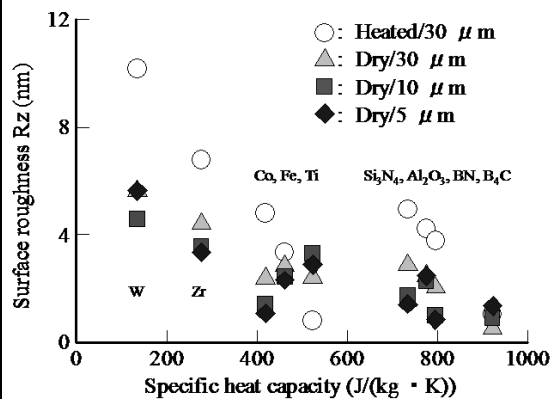


図 8 表 2 に示した遷移金属や高比熱材料の比熱容量とすくい面の粗さとの関係

5. 主な発表論文等

[雑誌論文](計 7 件)

Takuya Semba, Hirokazu Fujiyama, Yoshifumi Amamoto, Hitoshi Sumiya, Mechanism of

Thermochemical-Mechanical Reactions between Nano-Polycrystalline Diamond and Polycrystalline Diamond Disk Generated under Dry Grinding, to be published Key Engineering Materials (EI), (2014), 査読有.

Yoshifumi Amamoto, Takuya Semba, Hitoshi Sumiya, Forming Technique for Nano-Polycrystalline Diamond Cutting Tool Using Pulsed Fiber Laser, to be published in Key Engineering Materials (EI), (2014), 査読有.

仙波卓弥, 天本祥文, 藤山博一, 橋本親弥, 角谷均, 熱化学反応を利用したナノ多結晶ダイヤモンドに対する乾式研削, 日本機械学会論文集 C 編, Vol.79, No.807 (2013-11), pp. 4513-4523, 査読有,

<http://www.edmgr.com/trans-jsme/default.asp>

仙波卓弥, 天本祥文, 角谷均, ナノ多結晶ダイヤモンド製ノーズ R パイトのレーザ成形, NEW DIAMOND, Vol. 29, No.4 (2013), pp. 15-16, 査読無,

<http://jndf.org/index.php/katsudo/kaishi/backnumber/311-kaishi-111.htm>

天本祥文, 吉田昌史, 仙波卓弥, 角谷均, ナノ多結晶ダイヤモンド製ノーズ R パイトに対するレーザ成形技術, 日本機械学会論文集 C 編, Vol.78, No. 794(2012), pp. 3583-3593, 査読有,

<http://www.edmgr.com/trans-jsme/default.asp>

仙波卓弥, 太田修平, 天本洋文, 藤山博二, 角谷均, ナノ多結晶ダイヤモンドと焼結ダイヤモンド製研削工具との間に生じる熱化学反応のメカニズム, 日本機械学会論文集 C 編, Vol.77, No.784(2011-12), pp.4704-4717, 査読有,

<http://www.dmgr.com/trans-jsme/default.asp>

Yoshifumi AMAMOTO, Masafumi YOSHIDA, Takuya SEMBA and Hitoshi SUMIYA, Development of forming technique for nano-polycrystalline diamond cutting tool using pulsed fiber laser, Proc. of the 6th International Conference on Leading Edge Manufacturing in 21 st Century (LEM21), 3347(2011-11), CD, 査読有.

[学会発表](計 14 件)

橋本親弥, 仙波卓弥, 天本祥文, 藤山博二, 熱化学反応を用いた NPD 製マイクロ切削工具に対する仕上げ成形技術, 2013 年度公益社団法人精密工学会九州支部宮崎地方講演会, 2013 年 12 月 15 日, 宮崎大学(宮崎県).

天本祥文, 仙波卓弥, 角谷均, ナノ多結晶ダイヤモンドに対するパルスファイバーレーザを用いた自由曲面の創成技術, 2013 年度公益社団法人精密工学会九州支部宮崎地方講演会, 2013 年 12 月 15 日, 宮崎大学(宮崎県).

仙波卓弥, 天本祥文, 角谷均, ナノ多結晶ダイヤモンド製ノーズ R パイトのレーザ成形, 第 80 回レーザ加工学会講演会,

2013 年 12 月 5 日, 東京大学生産技術研究所(東京都).

仙波卓弥, 橋本親弥, 天本祥文, 角谷均, 熱化学反応を用いたナノ多結晶ダイヤモンドに対するナノ表面創成技術, ABTEC2013 砥粒加工学会学術講演会, 2013 年 8 月 27 日, 日本大学理工学部(東京都).

橋本明典, 天本祥文, 仙波卓弥, 角谷均, レーザ成形された NPD 製マイクロボールエンドミルの切削性能, 日本機械学会九州支部福岡講演会, 2012 年 9 月 29 日, 福岡工業大学(福岡県).

天本祥文, 吉田昌史, 仙波卓弥, 角谷均, レーザを用いた NPD 製ノーズ R パイトに対する切れ刃鋭利化成形技術, 精密工学会 2012 年度秋季大会学術講演会, 2012 年 9 月 14 日, 九州工業大学(福岡県).

橋本明典, 天本祥文, 仙波卓弥, 角谷均, 逃げ面が半球状のナノ多結晶ダイヤモンド製マイクロボールエンドミル, 2012 年度砥粒加工学会学術講演会, 2012 年 8 月 31 日, 同志社大学(京都府).

仙波卓弥, 天本祥文, 角谷均, Co を高比熱容量材料で置換した PCD 製円板とナノ多結晶ダイヤモンドとの間に生じる熱化学反応, 2012 年度砥粒加工学会学術講演会, 2012 年 8 月 31 日, 同志社大学(京都府).

橋本明典, 天本祥文, 仙波卓弥, 角谷均, 逃げ面非接触形ナノ多結晶ダイヤモンド製マイクロボールエンドミル, 2011 年度精密工学会九州支部大分地方講演会, 2011 年 12 月 10 日, 大分大学(大分県).

吉田昌史, 天本祥文, 仙波卓弥, 角谷均, ナノ多結晶ダイヤモンド製切削工具を用いた超硬合金の高速切削, 2011 年度精密工学会九州支部大分地方講演会, 2011 年 12 月 10 日, 大分大学(大分県).

太田修介, 仙波卓弥, 天本祥文, 角谷均, ナノ多結晶ダイヤモンドに対する仕上げ成形技術, 2011 年度精密工学会九州支部大分地方講演会, 2011 年 12 月 10 日, 大分大学(大分県).

Takuya Semba, Next-Generation Microcutting and Microgrinding Tools (invited talk), 4th International Conference of Asian Society for Precision Engineering and Nanotechnology (ASPEN2011), 2011 年 11 月 16 日, Langham Place Hong Kong Hotel(Hong Kong, China).

太田修介, 仙波卓弥, 天本祥文, 角谷均, ナノ多結晶ダイヤモンドと焼結ダイヤモンド製研削工具との間に生じる熱化学反応のメカニズム, 2011 年度砥粒加工学会学術講演会, 2011 年 9 月 7 日, 中部大学(愛知県).

吉田昌史, 天本祥文, 仙波卓弥, 角谷均, レーザ粗成形したナノ多結晶ダイヤモンド製切削工具の切削性能, 2011 年度砥粒加工学会学術講演会, 2011 年 9 月 7 日, 中部大学(愛知県).

〔図書〕(計0件)

〔産業財産権〕

出願状況(計0件)

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
出願年月日：
国内外の別：

取得状況(計1件)

名称：ダイヤモンド切削工具及びその製造方法
発明者：仙波卓弥，山本佳津子，角谷均
権利者：住友電気工業株式会社，学校法人福岡工業大学
種類：特許
番号：5426319
取得年月日：2013年12月6日
国内外の別：国内

〔その他〕

研究室ホームページ
<http://www.fit.ac.jp/~senba/>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

仙波卓弥 (SEMBA, Takuya)
福岡工業大学・工学部・教授
研究者番号：30154678

(2) 研究分担者

天本祥文 (AMAMOTO, Yoshifumi)
福岡工業大学・工学部・助教
研究者番号：00505670

藤山博一 (FUJIYAMA, Hirokazu)
福岡工業大学・工学部・教授
研究者番号：50148912