

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 5 月 10 日現在

機関番号：12501

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2011～2013

課題番号：23560115

研究課題名(和文) 親和性の高い雰囲気におけるレーザー誘起反応を利用した高硬度材料の加工

研究課題名(英文) Machining of High Hardness Materials Using Laser Induced Thermo-chemical Reaction in High Affinity Atmosphere

研究代表者

中本 剛 (NAKAMOTO, Takeshi)

千葉大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：30198262

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,000,000円、(間接経費) 1,200,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では鉄粉末中に単結晶ダイヤモンドを置き、鉄粉末表面にYAGレーザービームを照射してダイヤモンドに対して除去加工を施すことを目的としている。このため、鉄粉末の量やビームパワー、ビーム照射時間などの加工条件とダイヤモンドの除去量を実験により検討した。さらに、電子顕微鏡観察と電子プローブ微量分析の結果から、ダイヤモンドが黒鉛化して鉄粉に付着することによって除去加工が進行すると推定した。一方、サファイアについても、鉄およびガラスを切削することによって加工することを試みた。

研究成果の概要(英文)：The purpose of this study is to develop the removal processing of a single crystal diamond using thermo-chemical reaction in iron powder by heating with a YAG laser. The diamond is removed by the graphitized process at the surface of the diamond contacted with the iron powder. The experiments examined the removed volumes of the diamonds and the influence of the processing conditions such as the volume of iron powder, the laser beam power, and the laser irradiation time. The powder after reacting with the iron powder were analyzed by a scanning microscope and an electron probe microanalysis. It is deduced that the diamond transferred to the graphite directly at the surface contacted with the iron powder. And a sapphire was also machined using cutting process with iron and glass in this research work.

研究分野：工学

科研費の分科・細目：生産工学・加工学

キーワード：ダイヤモンド 鉄粉末 レーザービーム 特殊加工 熱化学反応 黒鉛化 サファイア

1. 研究開始当初の背景

ダイヤモンドやサファイアなどの高硬度材料の加工は困難であり、さまざまな加工方法が開発されている。本申請者はこれまで、切削加工における工具摩耗を利用して、これらの高硬度材料に対して加工する方法を開発してきた。この方法で、さらに複雑な形状を得るためには、切削加工を施す際に、ダイヤモンドやサファイアを傾けたりして、いくつかの面に対して加工しなければならない。寸法が小さいダイヤモンドやサファイアに対して、このような加工を施すことは困難である。さらに、切削加工を利用する方法では、加工中に切削抵抗が作用する。このため、加工対象となるダイヤモンドやサファイアの寸法が小さくなると、切削抵抗に対して、これらを保持することが困難になる。

ダイヤモンドやサファイアに対して、加工中に力を作用させないようにするため、例えばダイヤモンドに対しては、加工したい部分のみ、鉄系材料と密着させておき、これを加熱する。これにより、鉄系材料と接している部分のダイヤモンドが黒鉛化して除去される。このような加工方法は、従来から提唱されていて、加熱鉄板によるダイヤモンドの研磨などが行われている。研磨だけではなく、鉄板上の模様をダイヤモンドに転写する報告もある。ただし、鉄板上の模様を転写するためには、レーザー加熱程度の熱の供給では実現できず、炉中で、ダイヤモンドと鉄板の全体を加熱しなければならないという報告がある。

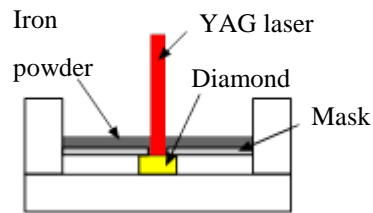
本申請者は、鉄粉中にダイヤモンドを入れて、これに YAG レーザービームを照射することによって、ダイヤモンドの表面全体を鉄粉の粒径の寸法程度の大きさで除去できることを確認した。加工用のレーザービームの強度としては高い出力でないにもかかわらず加工できたのは、ダイヤモンドの周囲が鉄粉雰囲気であったことがその理由であると思われる。この現象を利用してダイヤモンドの表面に所望の形状を加工したいと考えた。

2. 研究の目的

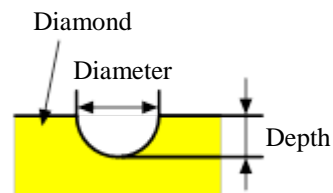
本研究では、ダイヤモンドなどの高硬度材料を加工する方法を開発することを目的としている。高硬度材料の表面に、親和性の高い物質の粉末を密着させておき、その接触面にレーザービームを照射する。レーザービームからの熱によって高硬度材料と粉末の間で化学的な反応が生じて、高硬度材料の表面が除去される。この現象を利用して、ダイヤモンドの表面を所望の形状に加工することを目的としている。

3. 研究の方法

本研究の方法を図 1(a)に示す。単結晶ダイヤモンドを容器に入れて、その周囲を鉄粉で満たす。本研究では、この状態を鉄粉雰囲気と



(a) 加工方法の概略



(b) 加工後のダイヤモンドの概略

図 1 加工方法と加工後のダイヤモンド

呼ぶ。使用した単結晶ダイヤモンドは直方体形状で、その寸法は $1.4\text{mm} \times 1.4\text{mm} \times 1.1\text{mm}$ である。 $1.4\text{mm} \times 1.4\text{mm}$ の面が (1,1,1) 面であり、この面に加工を施した。(1,1,1) 面は研磨が最も困難な結晶面方位であり、この面に加工を施すことは工業的に意義が高い。鉄粉の粒径は $150\mu\text{m}$ 、 $45\mu\text{m}$ 、 $3\mu\text{m}$ の 3 種類を使用した。

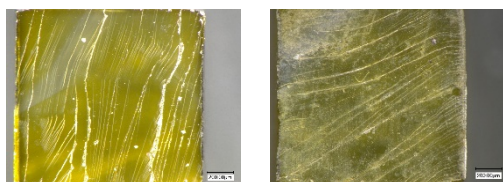
ダイヤモンドと鉄粉の間には、ダイヤモンドと化学的親和性の低いアルミニウムなどでできたマスクを設置する。このマスクは中央部分に所望の形状の穴を開けた板であり、穴の開いた部分で鉄粉とダイヤモンドが接することになる。

このように配置した状態で、鉄粉表面に YAG レーザービームを照射する。この照射によって鉄粉とダイヤモンドの温度が上昇してダイヤモンドの黒鉛化やダイヤモンドを構成している炭素原子の鉄粉中への拡散が促進される。ダイヤモンドが黒鉛化したり炭素原子が拡散したりする部分は除去されて図 1(b)の断面のように加工が施されることになる。加工後のダイヤモンドに施された穴の直径と深さを測定して加工量を評価した。

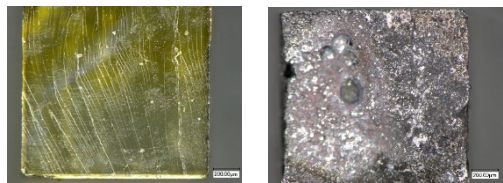
4. 研究成果

(1)加工雰囲気

加工前のダイヤモンドの表面を図 2(a)に示す。図 2(b)は大気中でレーザービーム照射した後のダイヤモンドであり、図 2(c)はアルミニウム粉末中にダイヤモンドを置いてアルミニウム粉末表面にレーザービームを照射した後のダイヤモンドである。図 2(d)が本研究の方法であり、ダイヤモンドを鉄粉末中に置いて鉄粉末表面にレーザービームを照射した後のダイヤモンドである。

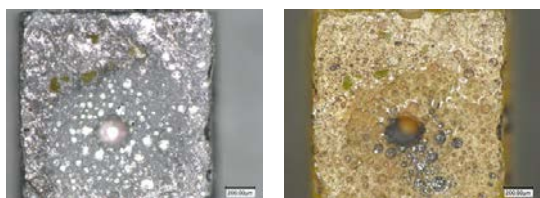


(a) 加工前 (b) 大気中



(c) アルミニウム粉末中 (d) 鉄粉末中

図2 加工前後のダイヤモンド



(a) 除去前 (b) 除去後

図3 付着物除去前後のダイヤモンド

図2より、鉄粉末中でのみ加工されていることがわかる。このように、加工を施すためには、ダイヤモンドの周囲に鉄粉末が必要であることがわかる。

(2) 付着物の除去

加工後のダイヤモンド表面には図3(a)のように鉄粉末などが付着しており、加工後に除去する必要がある。加工後のダイヤモンドを鉄粉末から取り出して硫酸に漬ける。この処理によって付着した鉄粉を除去することができるが鉄粉以外の炭化物などを除去することはできない。そこで、硫酸に漬けた後のダイヤモンドを大気中で YAG レーザービームを照射することによって鉄粉末以外の付着物を除去した。除去後の写真を図3(b)に示す。このように、ダイヤモンドの表面は加工前の色に戻った。

ダイヤモンドを硫酸に漬けることによって鉄粉が除去されるためにダイヤモンドの表面形状はわずかに変化する。しかし、この変化は鉄粉の付着によるので、ダイヤモンドの加工形状が影響されることはない。硫酸に漬けた後の大気中でのレーザービーム照射では、表面形状の変化はほとんど認められなかった。

(3) 鉄粉末の量

ダイヤモンドの周囲の鉄粉末の量を検討するために、マスクを使用せずに加工実験を

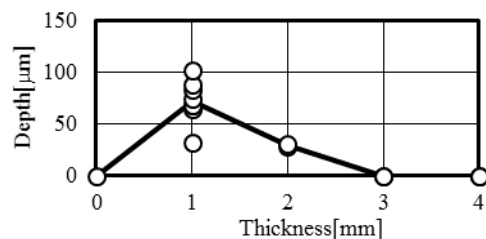


図4 鉄粉末の深さと加工深さ

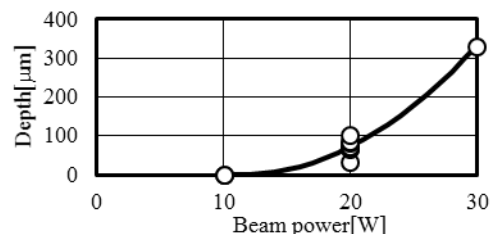


図5 レーザービーム出力と加工深さ

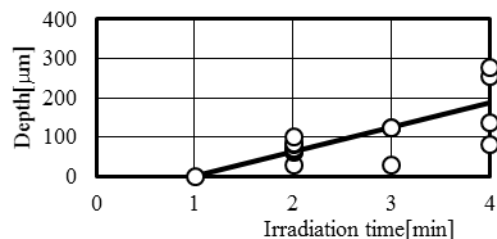


図6 レーザービーム照射時間と加工深さ

行った。マスクを使用しないときには鉄粉末にダイヤモンドだけを埋めることになる。図4にダイヤモンドを埋める鉄粉末の深さとダイヤモンドの加工深さを示す。横軸の値が0のときは鉄粉末を使用せずに、大気中でレーザービームを照射した場合になる。図4から、鉄粉末の深さが1mmあれば加工を施すことができることがわかる。鉄粉末の深さがそれよりも大きくなるにつれて、加工深さは減少する。加工するためには鉄粉末が必要であるが、鉄粉末の量が多いと、レーザービームからの熱がダイヤモンドに達する前に散逸してしまうために加工深さが減少すると考えられる。

ダイヤモンドを入れる容器の面積（レーザービーム照射方向から見た面積）についても同様な実験を行った。その結果、容器の表面積が12.7mm×12.7mmあれば十分であることがわかった。

(4) レーザービーム照射条件

図5にレーザービームの出力と加工深さを示す。図5より、レーザービーム出力が増加するにつれて、加工深さも増加することがわかる。しかし、レーザービーム出力が30Wのときには、ダイヤモンドが破損することが

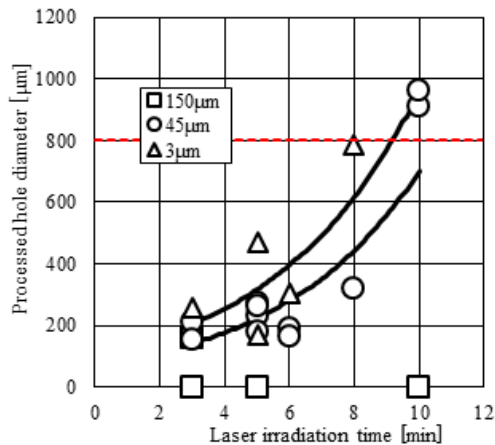


図7 マスクパターン転写法の照射時間と加工深さ

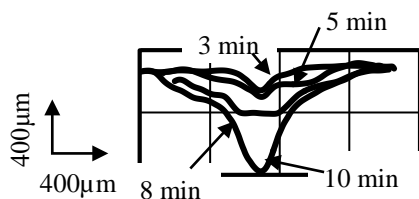


図8 加工穴の断面形状 (鉄粉粒径: 45 μm)

あった。このように、加工するためには適切なレーザービーム出力の値が存在する。

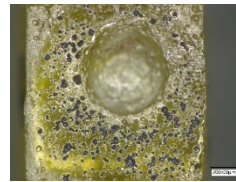
図6にレーザービーム照射時間と加工深さを示す。照射時間が増すにつれて加工深さも増加する。しかし、照射時間が4分のときには、ダイヤモンドが破損することがあった。このように、加工するためには適切な照射時間の値が存在する。

(5)マスクパターン転写

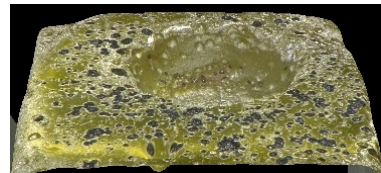
ダイヤモンドと鉄粉の間にアルミニウムのマスクを図1(a)のように置いてマスクパターン転写実験を行った。マスクは直径800 μmの円形穴である。図7にレーザービーム照射時間と加工直径を示す。図7の縦軸の800 μmの位置がマスク穴直径であり、赤線で示している。マスク穴直径が800 μmなので、粒径150 μmの鉄粉末はマスクに入りにくい。このため、マスク穴の部分にのみ、45 μmと3 μmの鉄粉末を入れた実験もあわせて行い、図7に示している。

図7から、150 μmの鉄粉末を使用するときには照射時間を増加させてもパターン転写することはできなかった。これはマスク穴に鉄粉が入らなかったためである。粒径45 μmと3 μmの鉄粉末を使用するとパターン転写が可能となり、照射時間を増すにつれて、加工直径も増加する。例えば、粒径3 μmの粉末では8分でマスク穴直径と同程度の加工穴直径が得られる。

ダイヤモンドに施された加工穴の断面形



(a) レーザー照射面からの写真



(b) 上斜めからの写真

図9 焦点ずらししたときの加工穴写真 (鉄粉粒径: 45 μm)

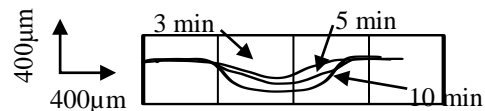


図10 焦点をずらしたときの加工穴断面形状 (鉄粉粒径: 45 μm)

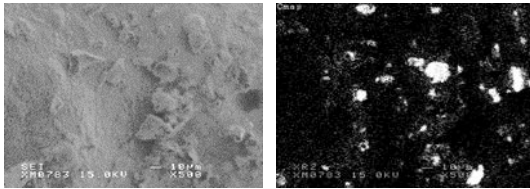
状を図8に示す。図8より、加工時間が増すにつれて加工穴形状は穴中心が深くなる、すり鉢形状となっている。これは、本加工で使用したYAGレーザーのビーム直径が50 μmと、マスク直径よりも小さいことが原因であると考えられる。

そこで、レーザービームの焦点ずらしを行い、レーザービーム直径を150 μmとしたときの加工穴写真を図9に示す。さらに、焦点ずらしを行ったときの照射時間と加工穴断面形状を図10に示す。図9と図10から焦点ずらしを行うことにより、加工穴の底が平らになっており、マスクパターン転写という点からは好ましい形状が得られた。

(6)加工部での反応の検討

加工部分でどのような反応が生じているかを検討するため、加工部分の温度測定を行った。加工部分の温度を測定する方法として、赤外線式の温度計を用いる方法が考えられる。本実験の加工部分は鉄粉末中であり、温度測定の対象であるダイヤモンドの寸法は1 mm程度と非常に小さい。このような理由から、赤外線式の温度計では測定が困難であると判断した。そこで、鉄粉末中の加工部分に金属粉末を置き、レーザービーム照射によって金属粉末が熔融するかどうかによって温度を測定することとした。

鉄粉末とダイヤモンドの加工中に鉄が溶



(a) 電子顕微鏡写真 (b) EPMA 分析結果

図 11 電子顕微鏡写真と電子プローブ微量分析結果

融することはこれまでの実験ですでにわかっているおり、加工部の温度は鉄の融点より高い。鉄粉末より融点の高い金属の粉末としてチタン粉末（融点 1688℃）とクロム粉末（融点 1857℃）を用いた。それらの粉末をダイヤモンドのかわりに設置して、レーザービーム照射を行った。

その結果、チタンのみが溶融したため加工部の温度は二つの金属の融点の間であると考えられる。すなわち、加工部分の温度はチタン粉末の融点以上に達しており、この温度はダイヤモンドが黒鉛化する温度よりも十分に高い。

次に、加工中にダイヤモンドと接触していた鉄粉末を SEM（走査型電子顕微鏡）と EPMA（電子プローブ分析法）によって観察を行った。その結果を図 11 に示す。図 11(a) は走査型電子顕微鏡による加工後の鉄粉末の拡大写真である。鉄粉末の表面上に微小な粒が存在していることがわかる。同一画面の電子プローブ微量分析による炭素の像を図 11(b) に示す。図 11(b) の白い部分に炭素が存在することを示している。図 11(b) より、この粒が炭素から成っており、ダイヤモンドが直接、黒鉛化して、鉄粉末に密着したと推定される。

本研究の方法によるダイヤモンドの除去機構として、ダイヤモンドの黒鉛化とダイヤモンドを構成する炭素原子の鉄粉末中への拡散の 2 つが考えられる。炭素原子の鉄粉末中への拡散が主な機構として生じているのであれば、このような白い塊が鉄粉末表面に観察されることはないと考えられる。さらに、本実験の加工時間は、拡散現象が生じるためには短いと思われる。このような理由から、ダイヤモンドの周囲の鉄粉末がダイヤモンドに対して触媒のように作用してダイヤモンドが黒鉛化し、それによってダイヤモンドが除去されたと推定した。

(7) 研究成果のまとめ

本研究の研究結果をまとめると、以下のようになる。

- ① 鉄粉末中にダイヤモンドを置き、鉄粉末表面に YAG レーザービームを照射することによって、ダイヤモンドを加工することができた。

- ② 加工後のダイヤモンド表面を硫酸に漬けた後、大気中で YAG レーザービームを照射することによって、ダイヤモンド表面の付着物を除去することができた。
- ③ 鉄粉末とダイヤモンドの間に、ダイヤモンドと親和性の低い材料でできたマスクを設置して、マスクパターン転写加工を施した。
- ④ YAG レーザービームの焦点ずらしにより、転写形状を改善することができた。
- ⑤ 加工部の温度の測定と、加工の機構について検討した。
- ⑥ 本研究成果には詳細には述べていないが、サファイアで鉄系材料およびガラスを切削加工し、加工点における高温、高圧を利用してサファイアの除去加工を行い、ダイヤモンドと同じように、硬度が低い材料で高硬度材料の加工を試みた。

5. 主な発表論文等

[学会発表] (計 3 件)

- ① 荷堂剛、高坂宙、中本剛、“鋼やガラスによる摩耗を利用したサファイアの加工”、2013 年度精密工学会学術講演会講演論文集、pp. 215～216、2013 年 9 月 12 日～9 月 14 日
- ② 山元さつき、荷堂剛、中本剛、“ガラスとの摩耗を利用したサファイアの加工（加工条件の検討）”、2013 年度精密工学会学術講演会講演論文集、pp. 217～218、2013 年 9 月 12 日～9 月 14 日
- ③ 木股正旭、中本剛、伊藤大己、熊田大輔、“YAG レーザを用いた鉄粉末中でのダイヤモンドの除去加工”、2013 年度精密工学会学術講演会講演論文集、pp. 289～290、2013 年 9 月 12 日～9 月 14 日

6. 研究組織

(1) 研究代表者

中本 剛 (NAKAMOTO, Takeshi)
千葉大学・大学院工学研究科・教授
研究者番号：30198262