

砥粒レス超音波研磨法による  
CVDダイヤモンド膜の平滑化に関する研究

(Study on Smoothing of CVD Diamond Film  
by Non-Abrasive Ultrasonic Vibration Polishing)

横浜国立大学附属図書館



11792930

横澤 毅

東京工業大学

2007年12月

寄贈者：横澤毅

11792930  
砥粒レス超音波研磨法によるCVDが作  
成膜の平滑化に関する研究

---

377.51  
50

砥粒レス超音波研磨法による  
CVD ダイヤモンド膜の平滑化に関する研究

(Study on Smoothing of CVD Diamond Film  
by Non-Abrasive Ultrasonic Vibration Polishing)



横澤 毅

横浜国立大学

2006年 9月

# 目次

	ページ番号
第1章 緒言	
1.1 研究の背景	
1.1.1 環境問題と潤滑剤との関わり	1
1.1.2 現状の潤滑剤の改善	1
1.1.3 洗浄レス化及びセミドライ化への対応	2
1.1.4 DLC膜を利用した無潤滑プレス加工の試み	2
1.1.5 CVDダイヤモンド膜を利用した無潤滑プレス加工の試み	3
1.2 既存のダイヤモンドの研磨法について	
1.2.1 ダイヤモンド砥粒による機械的研磨法	3
1.2.2 熱化学研磨法	4
1.2.3 高速摺動研磨法	5
1.3 砥粒レス超音波研磨法の提案	6
1.4 研究の目的	7
1.5 論文の構成	8
1.6 第1章のまとめ	11
図表	12
参考文献	21
第2章 実験装置及び方法	
2.1 はじめに	23
2.2 点状研磨痕の創生	
2.2.1 装置本体	24
2.2.2 超音波発振器	24
2.2.3 研磨工具	24
2.2.4 被研磨物	24
2.2.5 点状研磨痕創生方法	24
2.3 線状研磨痕の創生	
2.3.1 装置本体	25
2.3.2 超音波発振器	25
2.3.3 研磨工具及び被研磨物	25
2.3.4 線状研磨痕創生方法	26
2.4 平面研磨	
2.4.1 研磨工具	26
2.4.2 被研磨物	26
2.4.3 研磨方法	27
2.5 第2章のまとめ	28
図表	30
参考文献	34
第3章 点状研磨痕の創生	
3.1 はじめに	35
3.2 摩擦エネルギーに影響を及ぼすパラメータについて	36
3.3 研磨面の分類	36
3.4 研磨荷重を変化させたときの研磨面の評価	36
3.5 振動振幅を変化させたときの研磨面の評価	36
3.6 研磨工具の違いによる研磨面の比較	37

3.7	研磨痕創生のメカニズム	37
3.7.1	メカニズムの検証方法	37
3.7.2	研磨工具のCVDダイヤモンド膜との摩擦界面の定性分析	37
3.7.3	研磨粉のSEM観察及び定性分析	38
3.7.4	研磨後及び凝着物除去後の研磨面のSEM観察	38
3.7.5	メカニズムの検証	39
3.8	第3章のまとめ	41
	図表	42
	参考文献	51
第4章	湿式による凝着防止と効率的な研磨粉の排出	
4.1	はじめに	52
4.2	湿式による研磨痕創生の可否	
4.2.1	研磨条件	53
4.2.2	研磨面の観察	53
4.3	湿式下における研磨痕創生のメカニズム	53
4.4	第4章のまとめ	55
	図表	56
	参考文献	59
第5章	線状研磨痕の創生	
5.1	はじめに	60
5.2	乾式下における研磨痕の創生	61
5.3	湿式下における研磨痕の創生	
5.3.1	研磨痕の観察	61
5.3.2	研磨工具の選択	61
5.3.3	各材料による点状研磨痕創生の可否	61
5.3.4	湿式下における線状研磨痕創生の可否	62
5.3.5	工具材料が研磨痕創生に及ぼす影響	62
5.4	研磨痕創生のメカニズム	
5.4.1	研磨工具摩擦界面のSEM観察及び定性分析	63
5.4.2	研磨痕創生過程	63
5.5	研磨条件の検討	
5.5.1	検討方法	64
5.5.2	振動振幅の影響	64
5.5.3	研磨荷重の影響	64
5.5.4	工具送り速度の影響	65
5.5.5	工具径の影響	65
5.5.6	研磨回数の影響	65
5.6	第5章のまとめ	67
	図表	68
	参考文献	80
第6章	平面研磨方法の検証	
6.1	はじめに	81
6.2	研磨法の違いによる表面性状比較	
6.2.1	研磨痕表面性状の比較方法	82
6.2.2	振動振幅変化に伴う表面粗さ変化の比較	82
6.2.3	研磨荷重変化に伴う表面粗さ変化の比較	82
6.2.4	工具送り変化に伴う表面粗さ変化の比較	82
6.3	研磨法が研磨効率に及ぼす影響	82
6.4	均一な研磨面の創生方法の検討	83

6.5	平行研磨法による研磨面の表面粗さ	83
6.6	研磨面の仕上げについて	
6.6.1	仕上げ方法の提案	84
6.6.2	仕上げ面の評価方法	84
6.6.3	仕上げ面の評価	84
6.7	研磨面創生のメカニズム	
6.7.1	研磨工具摩擦界面のSEM観察及び定性分析	85
6.7.2	平行研磨法及び直交研磨法のメカニズム	85
6.8	研磨法が及ぼす影響	
6.8.1	平行研磨法と直交研磨法の違い	86
6.8.2	振動振幅	86
6.8.3	研磨荷重	86
6.8.4	工具送り速度	87
6.8.5	研磨面の創生	87
6.9	第6章のまとめ	88
	図表	90
	参考文献	102
第7章	結言	
7.1	本研究のまとめ	103
7.2	今後の研究課題	
7.2.1	実用化に向けて	107
7.2.2	切削工具への適用	108
	図表	109
	参考文献	112
	本論文を構成する公表論文	113
	学会発表	113
	本論文に関する技術解説	114
	本研究に関連する特許	114
	謝辞	115

## 第1章 緒言

### 1.1 研究の背景

#### 1.1.1 環境問題と潤滑剤との関わり

平成14年度版の環境白書においては、地球環境保全に関する国際的枠組みの下での取り組みと新たな枠組みづくりについて、表1.1のようにまとめられている。この中でも環境問題に大きな影響を及ぼす要因として生産活動に使われる潤滑油がある<sup>1)2)3)</sup>。

特に、塑性加工において潤滑剤は大量に使用されるにもかかわらず、何度も繰り返し使用されることはほとんどなく、すべてが1回のみ使用後に製品あるいはスクラップに付着したまま系外へ搬出される。スクラップは、わずかに埋め立て処理されるものを除いて、多くのものはリサイクルのために再融解され、付着していた潤滑剤はその時点で焼却されることになる。一方製品表面に付着して系外へと搬出された潤滑剤は洗浄され、廃水処理後にその残渣として最終的に埋め立てられるか焼却されることになる。

ところで、一般的に潤滑剤は、ベースオイルと各種添加剤で構成されている。潤滑剤が焼却処分されれば、その主成分である鉱油は炭化水素であるので、ほとんどが炭酸ガスと水蒸気になる。添加剤の油性剤も同様である。極圧剤の硫黄は、二酸化硫黄に変化する。これらの物質は表1.1で示したように、地球温暖化に対して直接的に影響を及ぼすものであり、潤滑剤が、加工後に焼却処理されるという経路をとる限り、環境に大きな負荷を及ぼすことになる。

海洋汚染の原因は、潤滑剤洗浄にもなつて発生する廃液の河川への流出である。また、潤滑剤が付着したままのスクラップを埋め立てたり、工場の潤滑油の管理が悪く、例えば飛散するような状況では、そこから潤滑剤がしみ込み地下水の汚染、河川の汚染を引き起こすことになる。日本では石油による土壌汚染物質として規制されているのはベンゼンのみで、その他の物質は対象とされていない。しかし欧米においては、総合石油炭化水素量を対象とした土壌汚染が規制され、重石油による土壌汚染、さらにはその修復事例も多数報告されている。日本でも将来的には規制がかかるものと考えられる。また、潤滑剤に含まれるリン、硫黄、あるいは酸性度中和剤として使用されるアミンは富栄養物質であり、赤潮の原因ともなる。

表1.1に示した項目以外の問題として、最近では化学物質による環境問題がクローズアップされている。ダイオキシンおよび環境ホルモン問題である。前者は極圧添加剤として添加されている塩素によるものであるが、中途半端な焼却処分によって発生するとされている。後者は界面活性剤として添加されているノニフェノールが指摘されている。

#### 1.1.2 現状の潤滑剤の改善

潤滑剤が使用後に埋め立てられたり焼却されたりすることを前提とする限り、環境に悪影響を及ぼすことになるのは避けられない。このような状況において、現在各油剤メーカーが塩素フリー化に対して積極的な研究、開発を進めている<sup>4)</sup>。現段階では過塩基性スルフォネートと硫黄の相乗効果、あるいはリン添加剤、有機金属化合物の添加等が検討され、表1.2に示す<sup>5)</sup>ようにある程度の板成形は可能になった。しかし、ステンレス鋼の成形において、塩素をしのぐ効果が確認されたという報告は今のところ無い。

ボンデライト潤滑は、主として鍛造や引き抜き加工において多量に使用され、その処理

の段階で発生するリンや亜鉛を含んだ大量の廃液が問題となっている。特殊な金属キレート化合物を界面活性剤により水に分散させた潤滑剤が開発されており<sup>6)</sup>、被加工材の表面に塗布、乾燥させることにより、これまでのリン酸塩被膜に近づく効果が得られている。

### 1.1.3 洗浄レス化およびセミドライ化への対応

潤滑剤を使用してその後に洗浄・脱脂という工程をとる限り、環境に何らかの負荷を及ぼす。少なくとも洗浄工程を削減する目的で、無洗浄油や水、プレコート剤の適用が検討されている。

無洗浄油（揮発性潤滑剤）は他の潤滑剤と同様に、ベースオイルと添加剤からなっているが、その構成成分はすべて低沸点の揮発成分である。したがって、加工後はほとんどが揮発し、残差はほとんどあるいは全く残らないので加工後の洗浄を必要としない。無洗浄油を適用するに当たっては、新たな設備投資を必要とせず比較的簡便であるということから、電気機器や電子機器部品等の打ち抜き、穴あけ、曲げ加工等のプレス加工において徐々に使用範囲が拡大されつつある。その使用例を表 1.3 に示す<sup>7)</sup>。

環境に悪影響を及ぼさない潤滑剤として水が最も理想的である。しかし、水の粘土は無洗浄油よりさらに低く、プレス加工用潤滑剤とするには何らかの添加剤を加える等しい限り難しい。さらに、その添加剤は環境に負荷を及ぼさないもので無ければ意味がない。現在、フィルター等で簡単に回収でき、かつそれを再び使用できる固体潤滑剤を添加した研究がある<sup>8)</sup>。水にメラミンシアヌレート、あるいは金属石鹸を添加したものにおいては、市販の水溶性潤滑よりも加工性が良く、一般的なプレス加工油と同程度の絞り加工ができることが確認されている。

プレコート材は優れた潤滑性を有していることから、絞り加工や引き抜き加工を中心にすでに現場での実用化もかなり進んでいる。しかし、加工後にプレコート被膜を剥離する必要があるような場合には環境負荷の低減にはつながらない。さらに、プレコートされた製品をリサイクルする場合、やはり再溶解時にプレコート被膜は焼却という経路をたどる。サーマルサイクルと考えることができるが、被膜の形成からリサイクルまでの経路について論じた場合には、環境負荷への影響も大きいと考えられる。

以上のことから、潤滑剤の環境への負荷を低減するために、塩素フリー、ボンデフリーに取り組み、潤滑剤自体の性能を改善するには限界があるように考えられる。そこで、潤滑剤と同等の効果が期待できる膜を金型にコーティングすることで無潤滑によるプレス加工への試みがなされている。

### 1.1.4 DLC 膜を利用した無潤滑プレス加工の試み

無潤滑プレス加工を実現するために試みがなされている金型へのコーティング材の一つにダイヤモンドライクカーボン膜(DLC 膜)がある。

DLC 膜は硬質膜であると共にトライボロジー特性に優れ、ドライ加工用工具への適用が期待されている<sup>9)</sup>。図 1.1 に示すボールオンディスクタイプの摩擦試験機を用い、超硬ディスクに DLC 膜をコーティングし、SUJ ボールで摺動摩擦試験を行った結果、ドライの条件でも摩擦係数は 0.1~0.2 の範囲にある。一般的な潤滑剤を用いたプレス加工の場合の摩擦係数より若干高い値であるが、ドライ加工への適用については十分期待できると考え



られる。

しかし一方で、DLC 膜は剥離をしやすいという問題点もある。図 1.2 は、DLC 膜と CVD ダイヤモンド膜の耐剥離性を比較したものである。これは、超硬ディスクに DLC 膜、CVD ダイヤモンド膜を貼り付け、これに軸受け鋼を押し付け回転させ、荷重を 10 分おきに、100N ずつ増加させていき、そのときの摩擦係数を比較したものである。従って摩擦係数が急激に大きくなっている部分でコーティング膜が剥離したことになる。このとき CVD ダイヤモンド膜は 60 分後に 1000N の荷重がかかっても、コーティング膜が剥離することはない、その摩擦係数は 0.1 以下であった。しかし、DLC コーティング膜は、すべてのサンプルが 20 分後の 200N の荷重で剥離を起こしている。このように CVD ダイヤモンド膜は、DLC 膜に比較すれば、耐剥離性に優れ、しかもその摩擦係数が 0.1 以下と潤滑油を用いたときの摩擦係数より低くトライボロジー特性も優れているということになる。なお、このときのサンプルの数は 4 サンプルである。

### 1.1.5 CVD ダイヤモンド膜を利用した無潤滑プレス加工の試み

1.1.4 項より、CVD ダイヤモンド膜の耐剥離性及び優れたトライボロジー特性が確認されたことから、無潤滑プレス加工の可能性を検証するために、実機を用いた CVD ダイヤモンドコーテッド工具による一万回の連続深絞り加工を行った<sup>10)</sup>。金型寸法は、ダイス内径が 26.8mm、肩半径が 3mm である。また、被加工材は板厚 0.6mm の A1050P-0 である。比較のために、表面粗さ  $0.2\mu\text{mRz}$  の、コーティングを施していない超硬合金工具と、 $0.1\mu\text{mRz}$  の DLC 膜コーティング工具による加工も行った。なお、CVD ダイヤモンド膜の表面粗さは  $0.5\mu\text{mRz}$  である。

図 1.3 に、それぞれの工具で加工を行ったときの成形品の表面粗さを示す。CVD ダイヤモンドコーテッド工具で加工した成形品の表面粗さは、 $2\mu\text{mRz}$  前後で一万回まで安定して推移した。一方、DLC コーテッド工具で加工した成形品の表面粗さは  $3\mu\text{mRz}$  前後と CVD ダイヤモンドコーテッド工具で加工した成形品より若干粗く、その値もばらついていった。超硬合金工具に関しては、一回目の加工から激しい焼き付きが発生し、10 回加工したところで、それ以降の加工が不可能となった。

このように実機による試験からも、CVD ダイヤモンド膜はトライボロジー特性に非常に優れ、無潤滑プレス加工を行うには非常に適したコーティング材料であることが明らかとなった。

しかし、一方で CVD ダイヤモンド膜には問題点もある。それは、CVD ダイヤモンド膜は図 1.4 に示すように多結晶体であることから、プレス金型のコーティング材として用いるためには研磨が必要である。ところが、ダイヤモンドは最も硬度の高い物質であることからその研磨は非常に困難である。そして、このことが、これまで CVD ダイヤモンド膜の無潤滑プレス用金型への適用を阻んできた大きな原因である。

ここで、従来行なわれているダイヤモンドの研磨方法について検証する。

## 1.2 既存のダイヤモンドの研磨法について

### 1.2.1 ダイヤモンド砥粒による機械的研磨法

通常、ダイヤモンドを磨く最も一般的な方法はダイヤモンド砥粒を用いた機械的な研磨

である<sup>11)</sup>。その一例として、ダイヤモンドホイールによる焼結ダイヤモンド工具の研磨が挙げられる<sup>12)13)14)</sup>。

図 1.5 にこのとき使用した研磨装置，図 1.6 に研磨方法を示す。これは超音波加工に用いられる焼結ダイヤモンド工具を微小径に仕上げるための研磨である。直径 1mm の焼結ダイヤモンド工具を、ビトリファイドボンドのダイヤモンドホイールを用いて直径 0.3mm まで研磨していくが、乾式においてダイヤモンドホイールの研削比，即ち研削された被研磨物の体積を砥石損耗体積で割った値は 0.01 以下であった。また，図 1.7 に示すようにホイールの回転方向に超音波ねじり振動を印加することで，砥粒にかかる力を小さく抑え砥粒の脱落を防ぐことで研削比を向上させることを試みたが，研削比は 0.01~0.02 程度であった。従って，ダイヤモンドをダイヤモンド砥粒によって機械的に研磨する場合，どのような方法を選択してもその研削比は 0.02 程度である。このように，ダイヤモンド砥粒による機械的な研磨方法はダイヤモンドホイールの消耗が激しいという意味において効率の悪い研磨方法である。

また，1.1.5 項で用いた直径  $\phi 26.8$ ，肩部半径 3 の CVD ダイヤモンドコーテッド工具を研磨する一般的な方法は，ダイヤモンドの総型ホイールによる総型研磨である。このとき， $1.5 \mu\text{mRz} \sim 2.0 \mu\text{mRz}$  の表面を均一に  $0.5 \mu\text{mRz}$  程度にまで研磨するために 1 ヶ月程度を要する。

以上のことから，ダイヤモンド砥粒を用いた機械的研磨方法は，CVD ダイヤモンド膜を研磨するには，決して効率的であるとはいえない。

### 1.2.2 熱化学研磨法

ダイヤモンド砥粒による機械的な研磨法に比較してはるかに効率的な研磨方法として，熱化学研磨法<sup>15)16)17)</sup>が挙げられる。この研磨方法は，高温下においてダイヤモンドが金属と反応する現象を利用したものである。例えば，ダイヤモンド砥粒で鉄を研削すると，砥粒は激しく摩耗するという現象を利用した方法である<sup>18)</sup>。

反応の方法は，図 1.8 に示す原理図の様に真空もしくはガス雰囲気の中で，高温に加熱した金属板をきわめて低荷重でダイヤモンドに押し当て，摺動させながらダイヤモンドの研磨を促進するというものである。従って，研磨は真空やガス雰囲気を作り出すチャンバ内で行われる。

このように真空やガス雰囲気の中で研磨する理由は，ダイヤモンドと加熱金属との熱化学反応を利用した研磨において，例えば水素ガス，酸素ガスの添加が研磨速度を早めるためである。研磨で最も適した雰囲気を探すために真空，水素，ヘリウム，アルゴン，窒素中で研磨が行われている。このとき，それぞれの雰囲気の中で研磨を行い，研磨された面積を比較すると，真空，水素，アルゴン，ヘリウム，窒素雰囲気の順で研磨面積は小さくなり，このことから真空中で最も効率的に研磨が行われるという結論に至っている。また，ガス雰囲気中の研磨で，水素雰囲気の研磨が最も効率的に進む理由として，高温下における金属板の存在によって，ダイヤモンド中の炭素が水素と反応してメタンガスとなること，金属板表面に拡散した炭素が還元されたことが挙げられている。また，水素雰囲気中で研磨された研磨面の方が，真空中で研磨された研磨面に比較して滑らかであるとの結果が得られている。

研磨板の温度に関しては、700℃以下では研磨は進まず、750℃以上で研磨が進み、温度が高くなるほど研磨面積は急激に上昇している。しかし、研磨板の温度上昇に伴い、研磨表面に窪みが創生され表面性状が悪くなることから低温で水素雰囲気中で研磨を行うことを推奨している。

研磨に適した研磨板の材質を探するために、鉄、ニッケル、モリブデンを研磨板とし、これらを高温に加熱し、水素雰囲気中で研磨したところ、研磨面積は、鉄、ニッケル、モリブデンの順で小さくなり、モリブデンに関しては全く研磨が進まなかったとの結果が得られている。このとき、炭素の拡散係数は鉄、ニッケル、モリブデンの順で小さいことから、熱化学研磨においては炭素拡散の大きい材料が研磨工具として適していると考えられている。

金属板の摺動速度を、1.1mm/s、2.8mm/s、7.0mm/sとして研磨面積を比較すると、摺動速度が速いほど、研磨面積は大きくなる傾向が認められている。

金属板の荷重を15kPa、23kPa、40kPaとして研磨面積を比較すると、荷重の大きいものほど、研磨面積は大きくなる傾向が認められている。しかし、研磨荷重を40kPaとしたときの研磨面積の上昇率は、他の研磨荷重で研磨したときよりも小さかったことから、比較的小さな研磨荷重で研磨が可能であると考えられている。

なお、真空中、15分間950℃に加熱した鉄の金属板を、40kPaの荷重でダイヤモンドに押し当て、摺動速度7.0mm/sで摺動させた後、水素雰囲気中、20分間750℃に加熱した鉄の金属板で研磨を行うと、2.5nmRaの滑らかな研磨面が創生されとの結論に至っている。

しかし、熱化学研磨法は、ダイヤモンドの表面粗さを短時間で、2.5nmRaにまでに仕上げることができるという点では非常に優れた方法であるが、プレス金型にコーティングされたCVDダイヤモンド膜の研磨方法としては不適當である。研磨工具となる金属板の加熱装置、真空や水素雰囲気を作るための装置が必要となるため、一つの研磨装置として大がかりなものになる。また、研磨形状が円筒の場合は加熱金属を円筒形状に成形し、回転させながら研磨を行うことができるが、例えば角筒の場合は金属を摺動させることは難しく、このように、様々な形状の金型を研磨する方法としては不適當であると考えられる。

### 1.2.3 高速摺動研磨法

1.2.2項で記した研磨法と同様の原理でダイヤモンドを研磨する方法として高速摺動研磨法が挙げられる<sup>19)20)21)</sup>。

この研磨法の特徴は、通常雰囲気中で高効率にダイヤモンドを研磨できるというところにある。その方法は、図1.9に示す原理図のようにダイヤモンドと反応しやすい材料を金属円盤工具として、高速で回転させた金属円盤工具を、高荷重でダイヤモンドに押し付けるものである。このとき、ダイヤモンドと金属円盤工具との間で摩擦熱が生じることでダイヤモンド中の炭素の金属円盤工具への拡散がおこり、ダイヤモンドは研磨される。

金属円盤工具の材料として、必要な条件はダイヤモンド膜中の炭素の拡散を促すために、炭素含有率が低い。そしてダイヤモンドの接触面での温度上昇を促すために熱伝導率が低いという条件である。これらの条件を満たしている材料はいくつが挙げられるが、その中でもSUS304が最も高速摺動研磨法に適している<sup>19)</sup>とされている。この理由は、ダイヤモンド中の炭素がFe中に容易に拡散するためにはFeがγ相になっていることが重要で、

SUS304 は常温で Fe が  $\gamma$  相として存在しているからであるとされている<sup>22)</sup>。

本研磨法によれば、工具回転速度 4000m/min、押し付け圧力 114MPa で 0.6mm×0.6mm×5mm の単結晶ダイヤモンドの研磨を行うと 2600  $\mu$ m/min という高効率でダイヤモンドが研磨され、その表面粗さは最大高さ粗さで 0.5  $\mu$ mRz に仕上げることができるとの報告がある。

しかし、高速摺動研磨法は、高速で金属円盤工具を回転させなければならないことから、ある程度金属円盤工具の直径を大きくする必要がある。従って例えば、切削工具の外周面にコーティングされた CVD ダイヤモンド膜を研磨する方法<sup>23)</sup>としては適しているが、内面の研磨が主となるプレス金型には不適であると考えられる。

### 1.3 砥粒レス超音波研磨法の提案

1.2 節において従来行なわれているダイヤモンドの研磨法について記してきた。しかし、いずれの研磨方法においても、プレス金型にコーティングされた CVD ダイヤモンド膜を研磨するには不適である。

ダイヤモンド砥粒を用いた機械的な研磨方法は、ダイヤモンドどうしの共擦りによる研磨であるので、効率的な研磨は不可能である。一方、熱化学研磨法および高速摺動研磨法においては、研磨工具の材料とダイヤモンド中の炭素との高温下における熱化学反応によって研磨を促進することから高効率な研磨が望める。また、機械的な研磨のように大量のダイヤモンド砥粒を使用することによる作業環境の悪化も防ぐことができる。ところが、これら研磨方法の問題点は、研磨をする金型の大きさ、あるいは形状に限界があることである。

そこで、熱化学反応を利用し、様々な大きさ、あるいは形状の金型にコーティングされた CVD ダイヤモンド膜の研磨を可能とするために、新たに砥粒レス超音波研磨法を提案する。図 1.10 に原理図を示す。

様々な大きさや、形状の金型の研磨に対応するために、研磨工具を丸棒とする。金型の形状に併せて工具の先端は成型する。また、研磨工具と CVD ダイヤモンド膜との摩擦界面を効率的に高温状態にするために、超音波振動を用いる<sup>24)</sup>。即ち、超音波振動を印加した研磨工具を CVD ダイヤモンド膜上に押し当て、超音波振動によって、摩擦界面を高温状態にし、研磨工具と CVD ダイヤモンド膜との熱化学反応によって研磨を促進する。さらに、超音波による機械的な研磨も期待する。即ち本研磨法は、超音波振動による摩擦熱による熱化学反応と、機械的な摩耗の相乗効果を期待した研磨方法である。

この研磨方法は、研磨工具と CVD ダイヤモンド膜との片当たりを防ぐと共に、摩擦界面の超音波振動による摩擦熱を効率的に上昇させるために、研磨工具は CVD ダイヤモンド膜に点接触させる。

従って、平面や曲面にコーティングされた CVD ダイヤモンド膜の研磨は以下の手順で行う。

- ① 点状の研磨痕を創生する。
- ② 研磨工具に送りをかけ、点状の研磨痕を連続させることによって線状の研磨痕を創生する。

- ③ 研磨工具にピックフィードをかけ、線状の研磨痕を重ね合わせることによって、平面もしくは曲面状の研磨面を創生する。

#### 1.4 研究の目的

プレス加工において潤滑油は、製品精度、金型寿命等々の観点から必要不可欠である。しかし近年、環境問題は非常に深刻な問題としてとらえられ、プレス業界においてもこれまで使用されてきた潤滑剤、さらにはその使用法についてまで問題視されるようになりつつある。

プレス加工における環境負荷の低減を図るためには、地球環境に優しい潤滑剤の開発と簡便なりサイクル技術の開発、さらに洗浄レス技術の開発ということが重要である。しかし、最も理想的な方法は潤滑剤を極力使用しないセミドライ加工あるいは全く潤滑剤を使用しないドライ加工が最も理想的である。

このような観点から、環境に優しいプレス加工を目指して無潤滑プレス加工技術の開発にこれまで取り組んできた。その中の一つに、CVD ダイヤモンド膜をコーティングしたプレス金型を用いた無潤滑プレス加工への取り組みがある。これは、CVD ダイヤモンド膜の持つ耐摩耗性や潤滑性に優れているという特徴を利用した方法である。しかし、一方でCVD ダイヤモンド膜は多結晶構造をしているために表面粗さが大きく、プレス金型のコーティング材として利用するためには研磨が必要となる。このことが、CVD ダイヤモンド膜を利用した無潤滑プレス加工の普及を遅らせている最も大きな原因の一つであり、この問題を解決することができれば、CVD ダイヤモンド膜を利用した無潤滑プレス加工の実現が一気に近くなる。このことはプレス業界のオイルレス化の取り組みにも非常に大きく貢献できるものと考えられる。

これまでCVD ダイヤモンド膜の研磨方法としては、ダイヤモンド砥粒や砥石を用いた機械的研磨方法がもっとも一般的であるが、非常に時間を要するという短所がある。また多量のダイヤモンド砥粒による環境の悪化も懸念される。このような短所を克服する方法として、真空中もしくは水素雰囲気中で高温に加熱された鉄系金属とダイヤモンドとが熱化学反応をしてダイヤモンドが摩耗するという特性を利用した研磨方法が既に報告されている<sup>15)16)17)</sup>。また簡便な装置で高効率に研磨できるという点で注目すべき方法として、高速摺動研磨法による熱化学加工法が既に報告されている<sup>19)20)21)</sup>。

いずれの方法もダイヤモンドを効率的に研磨するという点では非常に優れた方法であるが、著者らが最終目的としている三次元形状の金型にコーティングされたCVD ダイヤモンド膜を研磨する方法としては適していない。

そこで、三次元形状の金型の研磨に対応する方法として、工具形状を任意形状に成形でき、しかもCVD ダイヤモンド膜と研磨工具との摩擦界面で効率的に摩擦熱を発生させることができるという条件を満たす超音波振動を援用した砥粒レス研磨法を提案する。

本研究では砥粒レス超音波研磨法によるCVD ダイヤモンド膜の研磨方法の確立と、良好な表面性状の研磨面を創生するための研磨条件を確立するために、次の5点について明らかにする。

- (1) 砥粒レス超音波研磨法による研磨痕創生の可能性について。

- (2) 研磨痕創生のメカニズムについて.
- (3) 線状研磨痕を創生するための研磨条件について.
- (4) 平面研磨を可能にするための研磨条件について.
- (5) 研磨面を良好に仕上げるための研磨条件について.

## 1.5 論文の構成

本論文は、プレス金型にコーティングされた CVD ダイヤモンド膜の研磨を効率的に進めることを目的に、砥粒レス超音波研磨法を提案し、本研磨法を実用化するために、研磨メカニズム、研磨方法および、研磨条件について明らかにし、記したものである。

全7章で構成し、以下にその概要を記す。

### 第1章 緒言

- 1.1 プレス加工における潤滑油の環境へ与える悪影響について触れ、その最も効果的な対応策は CVD ダイヤモンド膜を用いた無潤滑プレスであることを提案した。さらに、CVD ダイヤモンド膜の短所として、多結晶体であるために、プレス金型のコーティング材に用いるには研磨が必要であることを述べた。
- 1.2 これまで現場で、もしくは実験室レベルで行われてきた CVD ダイヤモンド膜の研磨法の特徴について検証し、それらの研磨法が金型にコーティングされた CVD ダイヤモンド膜の研磨には適さない理由に明らかにした。
- 1.3 金型にコーティングされた CVD ダイヤモンド膜を効率的に研磨する方法として、超音波振動による摩擦熱を利用した砥粒レス超音波研磨法を提案し、その研磨原理について述べた。
- 1.4 研究の目的として、本研究に至った経緯を述べると共に、砥粒レス超音波研磨法による CVD ダイヤモンド膜の研磨を実現するために取り組むべき四つの研究課題について明らかにした。
- 1.5 論文の構成について述べた。
- 1.6 第1章で述べた内容についてまとめた。

### 第2章 実験装置及び研磨痕創生方法

- 2.1 第2章の概略について述べた。
- 2.2 点状研磨痕創生の可否を検証するために用いた装置本体、超音波発振器、研磨工具、被研磨物、研磨痕創生方法について述べた。
- 2.3 線状研磨痕創生の可否を検証するために用いた装置本体、超音波発振器、研磨工具、被研磨物、研磨痕創生方法について述べた。
- 2.4 平面状研磨面の創生の可否を検証するために用いた装置本体、超音波発振器、研磨工具、被研磨物、研磨面創生方法について述べた。
- 2.5 第2章で述べた内容についてまとめた。

### 第3章 点状研磨痕の創生

- 3.1 第3章の概略について述べた。

- 3.2 研磨痕を創生する上で重要な因子である摩擦エネルギーに、影響を及ぼすパラメータについて述べた。
- 3.3 砥粒レス超音波研磨法によって研磨痕が創生されることを明らかにした。また研磨条件が研磨面性状に及ぼす影響について調べるために、研磨面性状を3つのパターンに分類した。
- 3.4 研磨荷重が研磨面の表面性状に及ぼす影響について述べた。
- 3.5 振動振幅が研磨面性状に及ぼす影響について述べた。
- 3.6 研磨工具の種類が研磨面性状に及ぼす影響について述べた。
- 3.7 研磨メカニズムを明らかにした。
- 3.8 第3章で述べた内容についてまとめた。

#### 第4章 湿式による凝着防止と効率的な研磨品の排出

- 4.1 第4章の概略について述べた。
- 4.2 研磨工具とCVDダイヤモンド膜面との摩擦界面に油を塗布した湿式研磨によれば、凝着物の生成を防ぎ、研磨痕を創生することができることを明らかにした。
- 4.3 湿式下における研磨痕創生のメカニズムを明らかにした。
- 4.4 第4章で述べた内容についてまとめた。

#### 第5章 線状研磨痕の創生

- 5.1 第5章の概略について述べた。
- 5.2 乾式下で工具送りをかけると、研磨面上には工具送りに伴って凝着物のみが生成された。この理由について明らかにした。
- 5.3 湿式下の研磨で線状の研磨痕が創生された。また、砥粒レス超音波研磨法に最も適した材料を明らかにし、その理由についても述べた。
- 5.4 線状研磨痕の創生メカニズムについて明らかにした。
- 5.5 振動振幅、研磨荷重、工具送り速度、研磨回数（同一研磨面上を研磨する回数）等の研磨条件が研磨面性状及び、研磨可能確率に及ぼす影響について述べた。また、その理由についても明らかにした。
- 5.6 第5章で述べた内容についてまとめた。

#### 第6章 平面研磨法の検証

- 6.1 第6章の概略について述べた。
- 6.2 振動振幅、研磨荷重、工具送り速度を変化させ、平行研磨法及び直交研磨法で線状研磨痕を創生したときの表面粗さの違いについて述べた。
- 6.3 平行研磨法及び直交研磨法の違いが研磨効率に及ぼす影響について述べた。
- 6.4 研磨工具にピックフィードをかけ、線状の研磨痕を重ね合わせることで平面状の研磨面が創生されるところを明らかにした。また、満遍なく均一に研磨面を創生するための研磨条件について述べた。
- 6.5 平行研磨法で創生された研磨面の表面粗さに方向性があることを明らかにした。

- 6.6 平行研磨法によって創生された研磨面を，工具送り方向を直交させて直交研磨法で仕上げ研磨を行うと，表面粗さに方向性のない均一に滑らかな研磨面が創生されることを明らかにした。
- 6.7 平行研磨法，直交研磨法の研磨メカニズムの違いについて述べた。
- 6.8 研磨法の違いが，研磨効率，研磨面性状に影響を及ぼす理由について述べた。
- 6.9 第6章で述べた内容についてまとめた。

## 第7章 結言

- 7.1 本研究で得られた成果について各章ごとにまとめた。
- 7.2 今後の展望について述べた。



## 1.6 第1章のまとめ

第1章をまとめると次のようになる。

今日、環境問題は非常に深刻な問題である。プレス業界においても少しでも環境への負担を軽減するために、潤滑油の無害化、洗浄レスあるいはセミドライ加工に関する研究が行われている。しかし、確実に潤滑油の弊害をなくす最も簡単な方法は無潤滑プレスを実現することである。その方法として最も注目している方法が、耐摩耗性や、優れた潤滑性を有するCVDダイヤモンド膜を利用した無潤滑プレスである。

しかし、CVDダイヤモンド膜を利用した無潤滑プレスを実現するためには解決しなければならない問題がある。その中でも最も重要な課題がCVDダイヤモンド膜を効率的に研磨するということである。CVDダイヤモンド膜は優れたトライボロジー特性がある一方で、多結晶構造をしているために表面粗さが大きく、プレス金型のコーティング材として用いるためには研磨が必要になる。これまでのダイヤモンドの研磨方法について調べると、何れの方法もプレス金型を効率的に研磨する方法とは言えない。

そこで、金型にコーティングされたCVDダイヤモンド膜を効率的に研磨する新たな方法として砥粒レス超音波研磨法を提案し、本研磨法を実用化するために、研磨方法の確立、及び優れた表面性状を創生するための研磨条件の確立に取り組んだ。

表1.1 地球環境保全に関する国際的枠組みの下での取り組みと新たな国際的枠組みづくり

1	地球温暖化の防止 原因物質：CO <sub>2</sub> (64%) , CH <sub>4</sub> (19%) , SO <sub>2</sub> (6%) , CFC・HCFC (10%)
2	オゾン層の保護 原因物質：CFC, ハロン, 四塩化炭素, HCFC, 臭化メチル
3	酸性雨の防止 原因物質：NO <sub>x</sub> , SO <sub>x</sub> , Cl
4	海洋汚染の防止 原因物質：油, 工場廃水, 廃棄物, 有害液体物質 (ケミカル), 富栄養化物質 (赤潮)
5	有害廃棄物の越境移動の規制
6	森林の保全と持続可能な経営の達成 原因：農地への転用, 商業伐採, 過放牧, 薪炭材の過剰採取, 焼畑
7	生物多様性の保全 原因：森林破壊 (25年後には種の4~8%が絶滅)
8	砂漠化への対応 原因：土地の能力を超えた家畜の放牧, 過剰の耕作, 不適切な灌漑による塩分の集積
9	国際的に高い価値が認められている環境の保全

平成14年度環境白書第3章6節より抜粋

表1.2 プレス加工における塩素フリー化の現状<sup>5)</sup>

被加工材料	加工難度	打ち抜き加工			成形加工	
		薄板	厚板/一般	厚板/精密	絞り	しごき
炭素鋼・表面処理鋼板	易	○	○	△	○	○
	難	○	○			
ステンレス鋼	易	○	△	●	△	●
	難	△	△			
銅合金	易	○	○	○~△	○	△
	難	○	○			
アルミニウム合金	易	○	○	○	○	○
	難	○	○			

○：ほぼ可能 △：やや問題あり（主に工具寿命，製品きず） ●：困難

表1.3 無洗浄油の種類と適用加工<sup>8)</sup>

製品名	加工法			
	打ち抜き・曲げ	バーリング	タップ	深絞り
G-6211	○			
G-6215F	○	○		
G-6215FA	○	○	○	
G-6216FA	◎	○	○	
G-6215FS	◎	○	◎	
G-6231F	◎	◎	◎	
G-6221FA	◎	◎	◎	
G-6211	◎	◎	◎	
G-6280	◎	○	○	○
G-6284M	◎	◎	◎	○
G-6286	◎	◎	◎	○
G-6287	◎	◎	◎	○

◎：適する ○：適用化

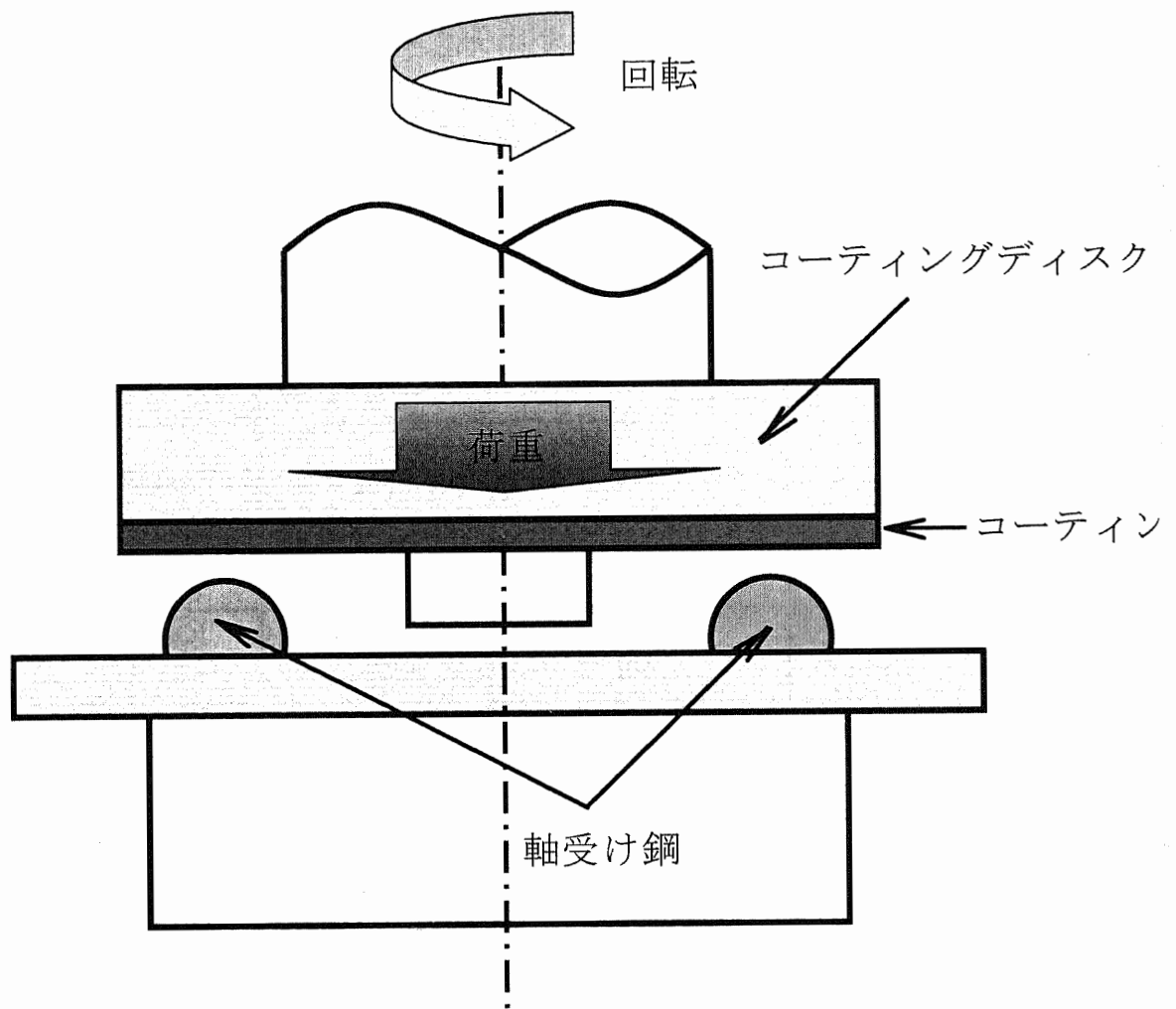
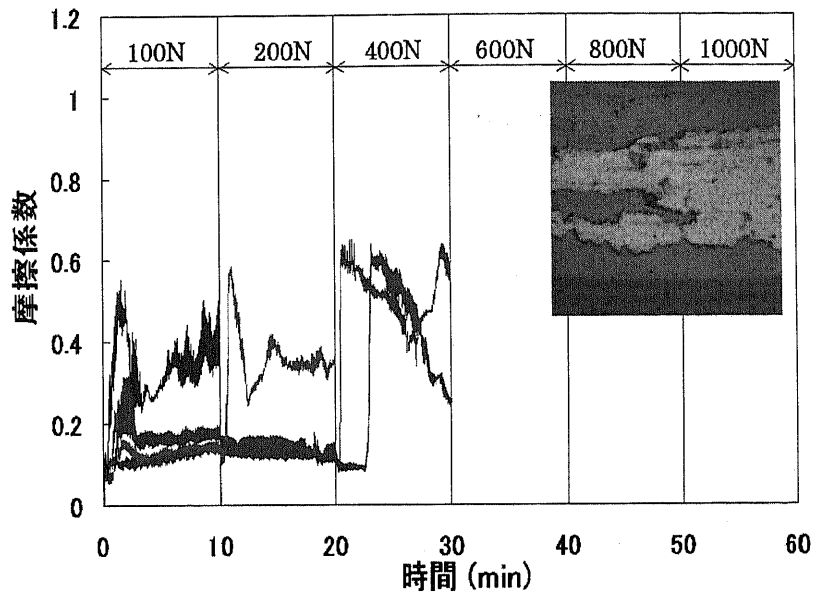
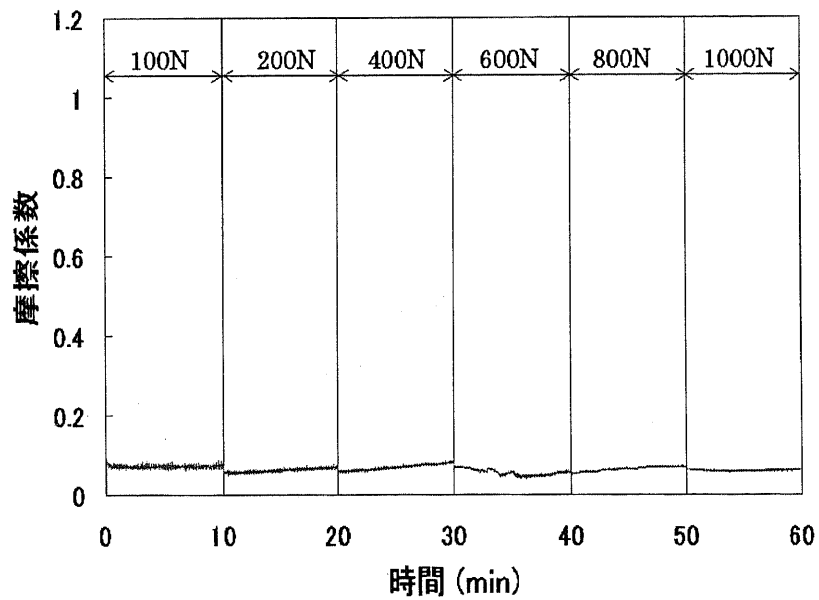


図1.1 ボールオンディスク試験



(a) DLC膜



(b) CVDダイヤモンド膜

図1.2 耐剥離性の比較

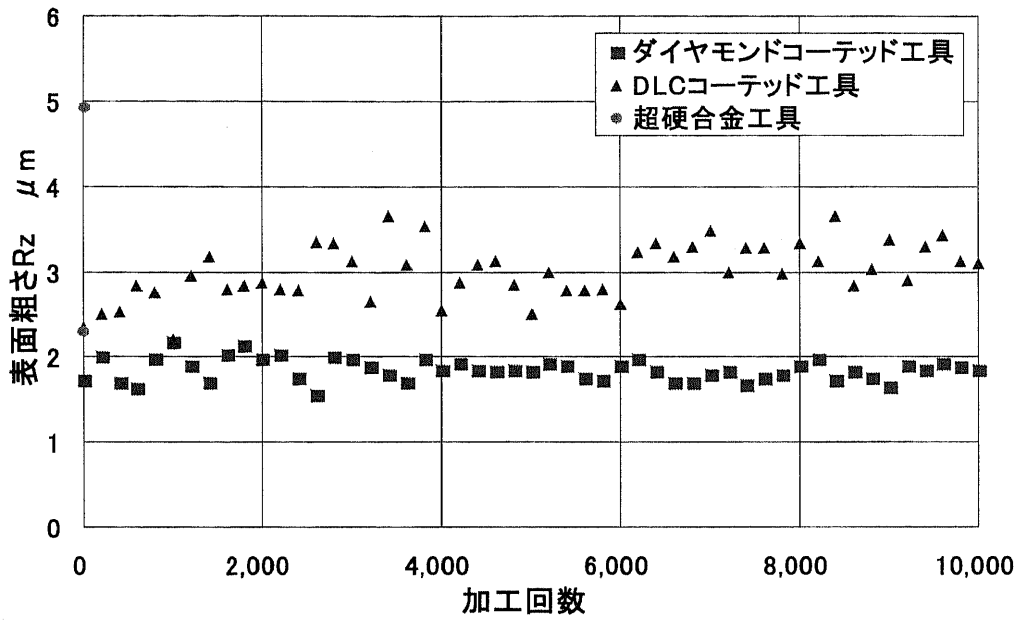


図1.3 ダイヤモンド膜コーテッド工具によるドライ絞り加工成形品の表面粗さの推移<sup>3)</sup>

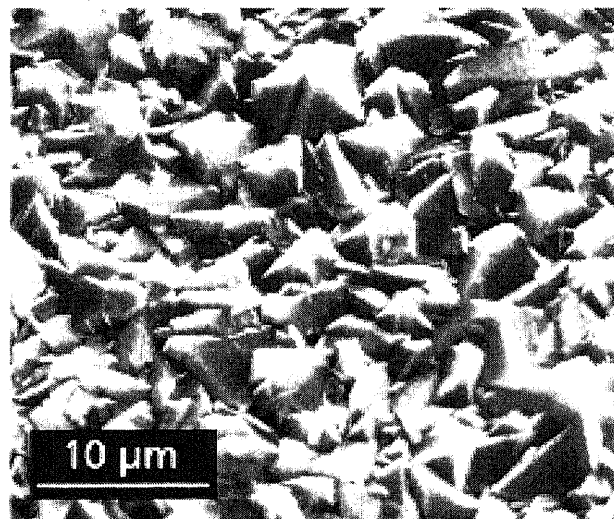


図1.4 CVDダイヤモンド膜表面の状態

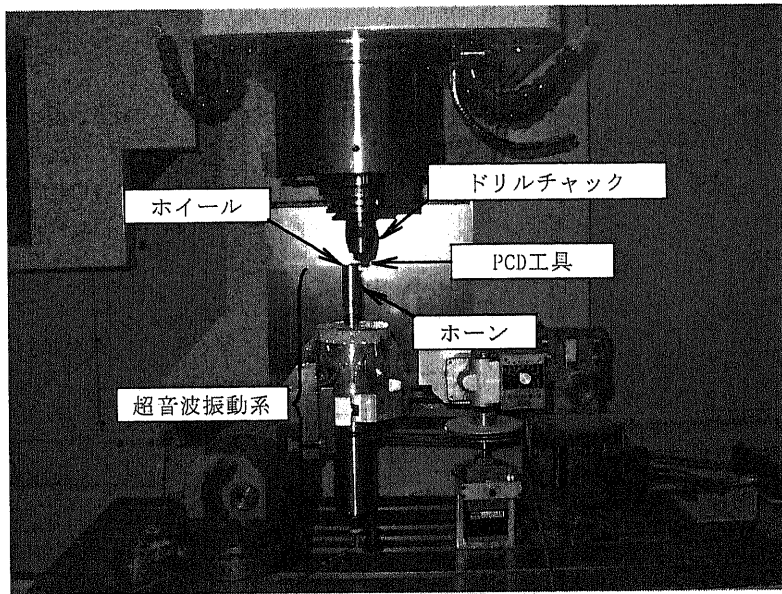


図1.5 PCDダイヤモンド工具研磨装置

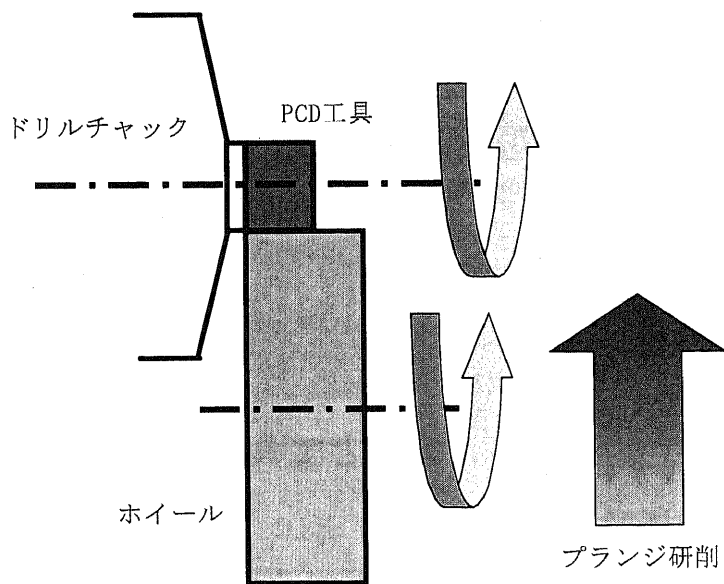


図1.6 研磨方法

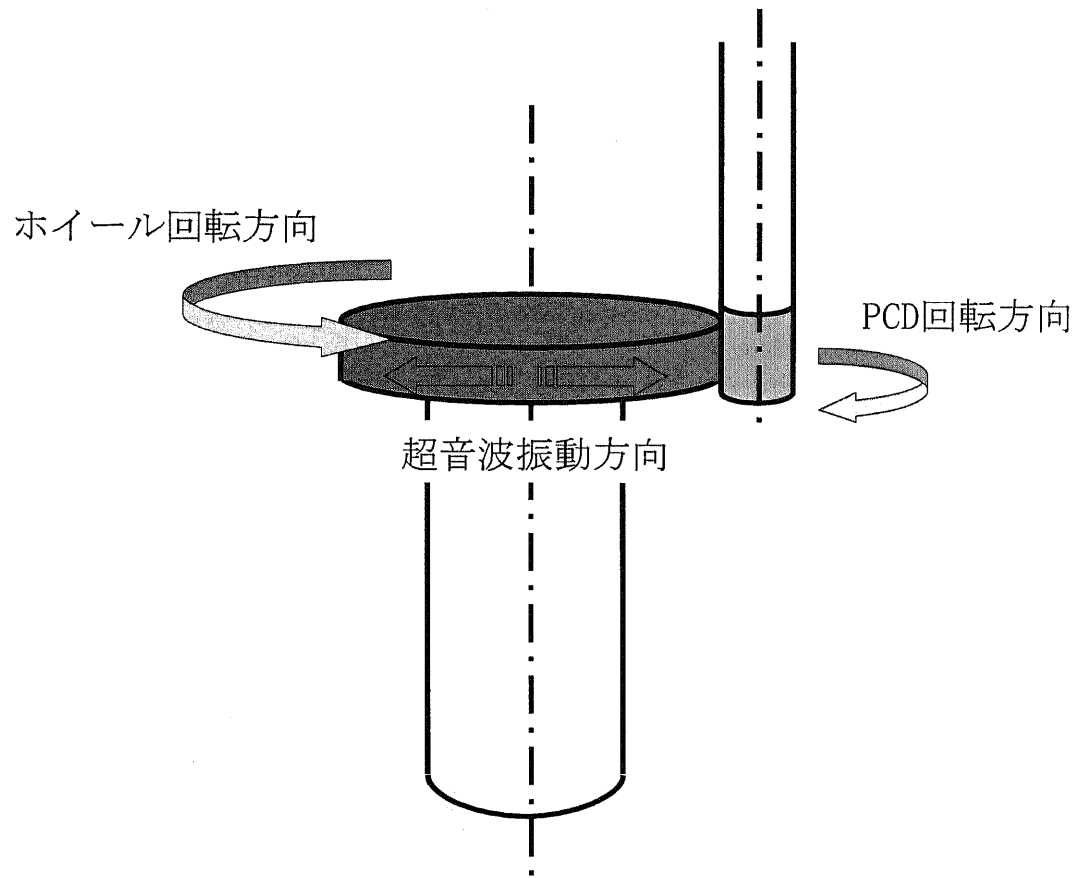


図1.7 超音波振動方向と工具回転方向の関係



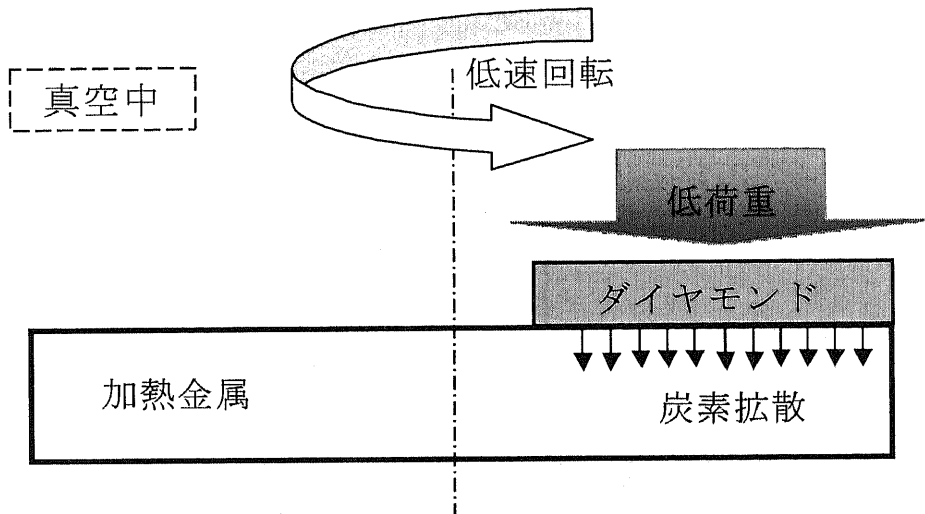


図1.8 熱化学研磨法原理図

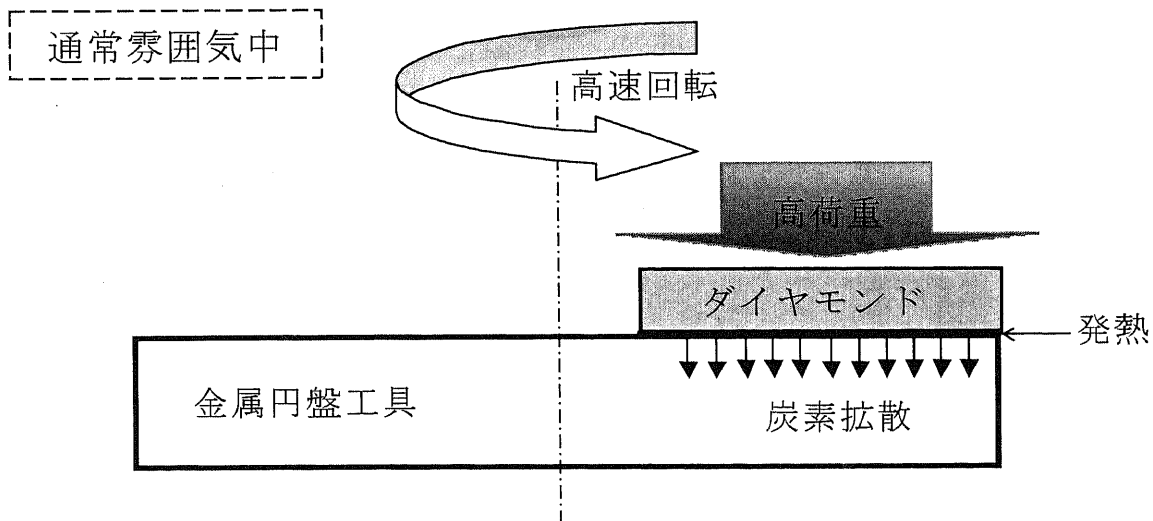


図1.9 高速摺動研磨法原理図

通常雰囲気中

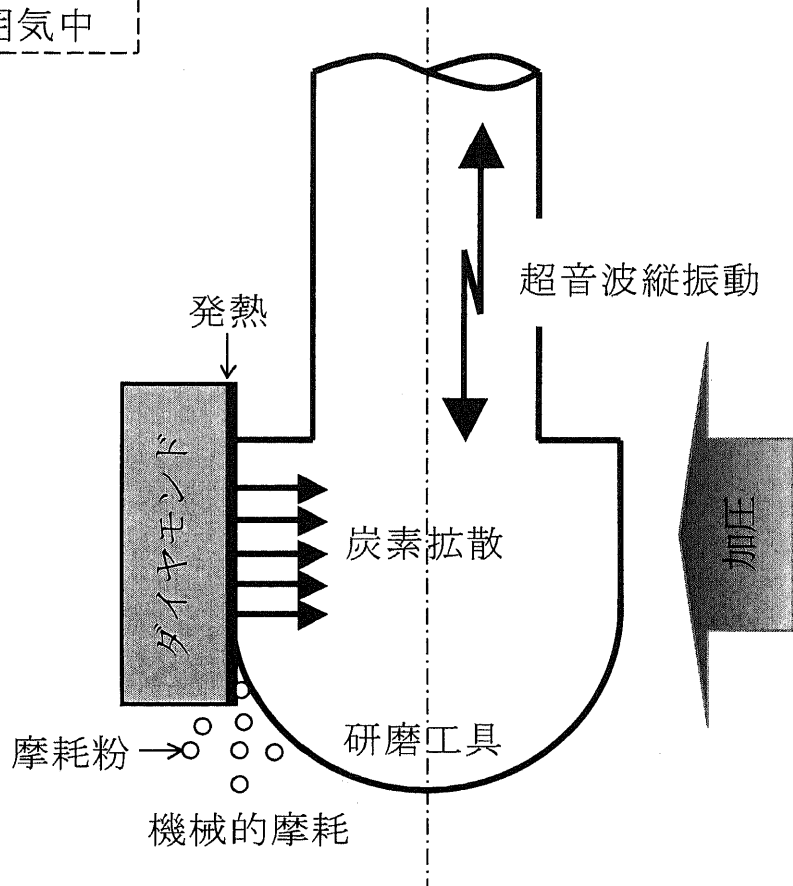


図1.10 砥粒レス超音波研磨法原理図

## 参考文献

- 1) 片岡征二:環境とトライボロジー, 塑性と加工, 47, 542(2006)184.
- 2) 片岡征二:塑性加工のトライボロジーと環境対策, トライボロジスト, 46, 7(2001)509.
- 3) 後藤賢一, 玉置賢次, 片岡征二, 基昭夫, 神田一隆, 高野茂人:ダイヤモンドコーテッド工具によるドライ絞り加工, 平成 18 年度塑性加工春季講演会講演論文集, (2006) 85.
- 4) 横田秀雄, 遠藤和彦, 亀塚大, 浅羽信行:ステンレス鋼板のプレス成形性に対する非塩素系プレス油の効果, 平成 13 年度塑性加工春季講演会講演論文集, (2001)119.
- 5) 木村茂樹:塩素フリー塑性加工用潤滑剤の開発動向, 第 196 回塑性加工シンポジウムテキスト, (2000)53.
- 6) 加藤麻美, 尾嶋平次郎:潤滑経済, 421(2001)31.
- 7) 片岡征二:塑性加工における超音波の利用, 塑性と加工, 42, 484(2001)67.
- 8) 木村茂樹:プレス技術, 32, 6(1994)33.
- 9) 片岡征二, 基昭夫, 玉置賢次, 村川正夫, 野口裕之, 木原諄二:DLC 膜の密着性向上とドライ絞り加工への適用, 塑性と加工, 46, 532(2005)60.
- 10) 後藤賢一, 玉置賢次, 片岡征二, 基昭夫, 神田一隆, 高野茂人:ダイヤモンドコーテッド工具によるドライ絞り加工, 平成 18 年度塑性加工春季講演会講演論文集, (2006) 85.
- 11) 村上良彦, 櫻井正俊, 湯井繁, 松橋英明, 劉浩, 河合龍吾:ダイヤモンドコーティング切削工具の被膜研削技術および研削品の性能評価, 69, 2(2003)242.
- 12) 横沢毅, 西岡孝夫, 小玉満, 山崎学, 和井田徹:超音波ねじり振動を用いた焼結ダイヤモンド工具の円筒研削, 2000 年度精密工学会春季大会学術講演論文集, (2000)299.
- 13) 横沢毅, 長谷川徳慶, 小玉満, 田中信一, 山崎学, 和井田徹:焼結ダイヤモンド工具の超音波研削特性, 2001 年度精密工学会春季大会学術講演論文集, (2001)119.
- 14) 横沢毅, 高木純一郎, 小玉満, 田中信一, 山崎学, 和井田徹:焼結ダイヤモンド工具の効率的研削加工の検討:2002 年度精密工学会春季大会学術講演論文集, (2002)601.
- 15) 楊政峰, 戸倉和, 吉川昌範:熱化学反応を利用した膜状ダイヤモンド研磨機の試作および性能, 精密工学会誌, 55, 1(1989)77.
- 16) 楊政峰, 吉川昌範:熱化学反応によるダイヤモンド膜の研磨—最適研磨条件の選定, 精密工学会誌, 57, 1(1991)184.
- 17) 楊政峰, 吉川昌範:熱化学反応によるダイヤモンド膜の研磨—研磨メカニズムについて, 精密工学会誌, 57, 3(1991)504.
- 18) 井川直哉, 田中武司:純鉄の研削におけるダイヤモンド砥粒の損耗, 精密機械, 37, 11(1971)824.
- 19) 岩井学, 鈴木清, 植松哲太郎, 安永暢男, 三宅正二郎:ダイヤモンドの高速摺動研磨法の研究—(第 1 報)単結晶ダイヤモンドの研磨への適用, 砥粒加工学会誌, 46, 2(2002)82.
- 20) 岩井学, 鈴木清, 植松哲太郎, 安永暢男:ダイヤモンドの高速摺動研磨法の研究—(第 2 報)ダイヤモンド焼結体(PCD)の研磨への適用, 砥粒加工学会誌, 46, 11(2002)579.
- 21) 餅田正秋, 守屋茂, 島宗勉, 宇根篤暢:金属円板による CVD ダイヤモンドの研磨機構, 精密工学会誌, 67, 4(2001)597.

- 22) 安永暢男:ダイヤモンドの熱化学加工, 砥粒加工学会誌, 46, 1(2002)17.
- 23) H. Kato, K. Shintani, T. Fujita, H. Hanyu, and O. Yamazaki:High Precision Cutting Technoligy with Diamond Coated Tool in High-speed Milling of Polybenzimidazole, International Coference on Leading Edge Manufacturing in 21<sup>st</sup> Century Proceedings, (2003)577.
- 24) 松岡信一:セラミックス-アルミニウムの超音波接合とその特性, 塑性と加工, 28, 322(1987)1186.

## 第2章 実験装置及び方法

### 2.1 はじめに

第1章1.4節で述べた研究の目的を達成するためには、少なくとも点状研磨痕創生の可否、線状研磨痕創生の可否、平面状研磨面創生の可否について検証しなければならない。そこで本章では、これらの検証を行うために用いた研磨装置、超音波発振器、研磨工具、被研磨物、研磨痕創生の手順について述べる。

## 2.2 点状研磨痕の創生

### 2.2.1 装置本体

点状研磨痕を創生するための研磨装置の概略図を図 2.1 に示す。研磨装置は汎用フライス盤の主軸部分に、治具を介して工具を軸方向に振動させる超音波振動系を装着した装置である。超音波振動系は、超音波振動子、コーンおよびホーンから構成されている。振動子、コーン、ホーンおよび工具はそれぞれねじで固定されている。このとき、CVD ダイヤモンド膜と接触させる研磨工具に相当する部分はホーンである。なおホーン、即ち研磨工具は#400 のエメリー紙で最終仕上げを施している。テーブル上に固定されたキスラーの動力計は研磨荷重を測定するためのものである。なお、研磨荷重とは研磨工具を被研磨物に押し当てたときの被研磨物にかかる荷重のことである。

### 2.2.2 超音波発振器

超音波発振器は、ボルト締めラジバン型振動子を用いている。また、振動系の共振周波数を自動追尾でき、負荷変動に関わらず振動子の振動振幅を一定に制御できる機能を備えている。

なお、超音波振動系の発振周波数は 27.8kHz である。実験では振動振幅を  $5\mu\text{m}_{(r-p)}$  ~  $15\mu\text{m}_{(r-p)}$  の範囲で変化させることができる。振動振幅の値は、あらかじめ振動振幅と出力電流との関係を調べておき、超音波発振器の出力電流値から較正した。

### 2.2.3 研磨工具

研磨工具に SUS304、チタン(JIS 第 2 種)を用いた。SUS304 を選んだのはダイヤモンドの熱化学加工において、最も効果的に研磨を促進させる材料である<sup>1)2)</sup>との理由からである。またチタンは炭素と炭化物を形成しやすい材料である<sup>3)4)</sup>との理由からである。

工具長さは、発振周波数を振動系の共振周波数に同調させるために工具波長を  $\lambda$  とすると  $\lambda/2$  の長さが必要となる。このとき SUS304、チタンともに計算上工具長さは 90mm~95mm 必要となるが、計算値より長めに工具長さをとり、発振周波数と振動系の共振周波数が同調するように 0.1mm ずつ短くしていき最終長さを 90mm とした。また工具直径は、いずれの工具も  $\phi 20\text{mm}$  である。

なお、研磨工具と CVD ダイヤモンド膜とを接触させる部分は、工具先端から 2mm の部分である。

### 2.2.4 被研磨物

被研磨物は直径 20mm、長さ 70mm の超硬丸棒先端の約 30mm 部分に膜厚  $15\mu\text{m}$  の CVD ダイヤモンド膜のコーティングを施したものである。

研磨前の表面粗さを調べるために、実験で使用する 20 本の被研磨物の任意面をそれぞれ 5 箇所ずつ軸方向に測定した。このとき、算術平均粗さで  $0.25\mu\text{mRa}$ 、最大高さ粗さで  $1.5\mu\text{mRz}$  であった。

### 2.2.5 点状研磨痕創生方法

被研磨物は図 2.2 に示すように、キスラーの動力計上に研磨工具と直交するように固定する。被研磨物の固定溝端面からの突き出し量は 40mm である。被研磨物に丸棒を選択し、さらにその被研磨物を研磨工具と直交するように固定したのは点接触で研磨を行うためである。点接触にした理由は工具の片当たりを防ぐと同時に、熱エネルギーを狭い面積に集中させるためである。

通常雰囲気中において、超音波振動する研磨工具を一定荷重で一定時間、被研磨物に押し当てることで、点状研磨痕の創生を行う。

点状研磨痕の創生手順は以下の通りである。

- ① 研磨工具を被研磨物に一定の研磨荷重で押し当てる。
- ② 研磨工具に超音波振動を印加する。
- ③ 一定時間超音波を印加した後に研磨工具を被研磨物から離し、研磨工具の超音波振動を解除する。

被研磨物、研磨工具を手順①の前にアセトンで拭く。研磨工具と被研磨物の摩擦界面に油を塗布する場合には、刷毛によって極薄く塗布する。塗布する油は植物油である。研磨工具と被研磨物との接触点は研磨痕を創生する度に変えた。

## 2.3 線状研磨痕の創生

### 2.3.1 装置本体

線状研磨痕を創生するための研磨装置の概略図を図 2.3 に示す。研磨装置は NC フライス盤の主軸部分に、工具を軸方向に振動させる超音波振動系を装着した装置である。NC フライス盤を研磨装置の本体にしたのは、線状の研磨痕を創生するためには、研磨工具に一定速度の工具送りをかけなければならないからである。

超音波振動系は、超音波振動子、コーン、ホーンおよび研磨工具から構成されている。振動子、コーン、ホーンおよび研磨工具はそれぞれねじで固定されている。研磨工具は #400 のエメリー紙で最終仕上げを施している。テーブル上に固定されたキスラーの動力計は研磨荷重を測定するためのものである。なお、研磨荷重の定義は 2.2.1 項で説明したとおりである。

### 2.3.2 超音波発振器

超音波発振器は、ボルト締めラジューバン型振動子を用いている。また、振動系の共振周波数を自動追尾でき、負荷変動に関わらず振動子の振動振幅を一定に制御できる機能を備えている。

超音波振動系の発振周波数は 20.5kHz である。振動振幅はホーン形状を変えることによって、 $4\mu\text{m}_{(r-p)} \sim 35\mu\text{m}_{(r-p)}$  の範囲で変化させることができる。振動振幅の値は、あらかじめ振動振幅と超音波発振器の出力電流との関係を調べておき、超音波発振器の出力電流値から較正した。

### 2.3.3 研磨工具及び被研磨物

研磨工具に SUS304, S10C, ニッケル, チタン (JIS 第 2 種), タンタル, ジルコニウムを用いた。ニッケル, タンタル, ジルコニウムの純度はいずれも 96% 以上である。S10C, ニッケルは SUS304 と同類の鉄族金属であるとともに SUS304 を組成する金属である。また, タンタル, ジルコニウムはチタンと同類の炭化物を形成しやすい遷移金属である。

工具長さは、発振周波数を振動系の共振周波数に同調させるために、工具波長を  $\lambda$  とすると  $\lambda/2$  の長さが必要となる。従って、計算値より長めに工具の長さを取り、発振周波数と振動系の共振周波数が同調するように 0.1mm ずつ短くしていき、最終的な長さを決めた。このとき、それぞれの工具長さは、チタン:125mm, タンタル:81mm, ジルコニウム:99mm, SUS304:125mm,

ニッケル：109mm，S10C：125mmである。また工具直径は，チタン以外， $\phi 12\text{mm}$ である。チタンについては $\phi 12\text{mm}$ ， $\phi 14\text{mm}$ ， $\phi 16\text{mm}$ ， $\phi 18\text{mm}$ ， $\phi 20\text{mm}$ である。

なお，研磨工具とCVDダイヤモンド膜とを接触させる部分は，いずれの工具についても工具先端から2mmの部分である。

被研磨物は2.2.4項で示したものと同様である。

#### 2.3.4 線状研磨痕創生方法

被研磨物の固定方法は2.2.5項で示した方法と同様である。

通常雰囲気中において，超音波振動する研磨工具に一定速度の工具送りをかけることで，線状研磨痕の創生を行う。

従って，線状研磨痕の創生手順は以下の通りである。

- ① 研磨工具を被研磨物に一定の荷重で押し当てる。
- ② 研磨工具に超音波振動を印加する。
- ③ 被研磨物の軸方向に，一定速度で工具送りをかける。
- ④ 一定距離研磨工具を移動させたところで，研磨工具を被研磨物から離し，研磨工具の超音波を解除する。

被研磨物，研磨工具を手順①の前にアセトンで拭く。研磨工具と被研磨物の摩擦界面に油を塗布する場合には，刷毛によって極薄く塗布する。塗布する油は植物油である。研磨工具と被研磨物との接触点は研磨痕を創生する度に変えた。研磨工具に送りをかけ研磨痕を創生している間は，研磨工具は回転させない。

### 2.4 平面研磨

装置及び超音波発振器は2.3節で説明したものと同一である。以下に研磨工具，被研磨物，研磨方法について説明する。

#### 2.4.1 研磨工具

研磨工具にチタン(JIS第2種)を用いる。

工具長さは，2.3.3項より125mmである。なお，研磨工具を平面状の被研磨物に点接触させるためには，研磨工具の先端形状を図2.4に示すように，球形状に成形する必要がある。従って，直径12mmの研磨工具の先端に半径6mmの球を成形した。このとき，工具先端の球の大きさは，発振周波数を振動系の共振周波数に同調させるのに影響を及ぼす程の大きさでない。

なお，研磨工具とCVDダイヤモンド膜とを接触させる部分は工具先端から2mmの部分である。

#### 2.4.2 被研磨物

被研磨物は $20 \times 20 \times 50\text{mm}$ の直方体超硬母材先端の約20mm部分に膜厚 $15\mu\text{m}$ のCVDダイヤモンド膜のコーティングを施したものである。

また，研磨前の表面粗さを調べるために使用する10本の被研磨物の任意面を，それぞれ横方向，高さ方向に5箇所ずつ測定を行った。横方向，高さ方向それぞれの方向の測定値を平均した結果，測定方向の違いによる表面粗さの違いはなく，研磨前の被研磨物の表面粗さは算術平



均粗さで $0.2\mu\text{mRa}$ ，最大高さ粗さで $1.3\mu\text{mRz}$ であった。

### 2.4.3 研磨方法

被研磨物の固定方法は図2.5に示す通りである。被研磨物は固定溝から30mm程突き出して固定する。

通常雰囲気中において，研磨工具にピックフィードをかけて線状の研磨痕を重ね合わせることで平面状の研磨面を創生する。このとき，図2.6に示すように工具送り方向と振動方向の関係によって平面状の研磨面を創生するために2通りの方法がある。即ち，(a)に示すように超音波振動方向に工具送りをかけて研磨痕を創生する方法。(b)に示すように超音波振動方向と直交する方向に工具送りをかけて研磨痕を創生する方法である。以後，(a)に示す研磨法を平行研磨法，(b)に示す研磨法を直交研磨法とよぶことにする。

平面状の研磨面の創生手順は以下の通りである。

- ① 研磨工具を被研磨物に一定の荷重で押し当てる。
- ② 研磨工具に超音波振動を印加する。
- ③ 研磨工具に一定速度で工具送りをかけ，線状の研磨痕を創生する。
- ④ 研磨工具を被研磨物から離し，研磨工具の超音波振動を解除する。
- ⑤ 被研磨物及び研磨工具に付着した油及び研磨粉をアセトンにより拭き取る。
- ⑥ 研磨工具をわずかに回転させ，被研磨物に接触する研磨工具の接触点をずらす。
- ⑦ 研磨工具にピックフィードをかける。

この後再度①から⑥を繰り返す，平面状の研磨面を創生していく。研磨工具と被研磨物の摩擦界面に油を塗布する場合には，手順①の前に刷毛によって極薄く塗布する。塗布する油は植物油である。研磨工具に送りをかけ研磨痕を創生している間は，研磨工具は回転させない。

## 2.5 第2章のまとめ

第2章をまとめると次のようになる。

本研究で用いた研磨装置、超音波発振器、研磨工具、被研磨物、研磨痕創生の手順について述べた。

研磨装置は2種類用いた。

1種類目は、点状研磨痕創生の可否を検証するために用いた装置である。研磨工具を軸方向に振動させる超音波振動系を、汎用フライス盤の主軸部分に治具を介して固定した装置である。超音波振動系が発振可能な超音波振動の最大振幅は、 $15\mu\text{m}_{(p-p)}$ であり、超音波発振器の発振周波数は27.8kHzである。

2種類目は、線状研磨痕創生及び平面状研磨面創生の可否を検証するために用いた装置である。いずれも研磨工具を一定速度で移動させる必要があるために、装置本体をNCフライス盤とし、研磨工具を軸方向に振動させる超音波振動系を、その主軸部分に装着した装置である。超音波振動系が発振可能な超音波振動の最大振幅は、 $35\mu\text{m}_{(p-p)}$ であり、超音波発振器の発振周波数は20.5kHzである。

いずれの研磨装置にも研磨荷重を測定するためにテーブル上にキスラーの動力計を固定した。

研磨工具は3種類の異なる形状のものを用いた。

1種類目は、点状研磨痕創生の可否を検証するために用いた研磨工具である。工具種類は、チタン(JIS第2種)、SUS304である。工具形状は、直径 $\phi 20\text{mm}$ 、工具長さは90mmである。

2種類目は、線状研磨痕創生の可否を検証するために用いた研磨工具である。工具種類は、チタン(JIS第2種)、タンタル、ジルコニウム、SUS304、S10C、ニッケルである。タンタル、ジルコニウム、ニッケルの純度は96%以上である。工具形状は、チタンのみ直径が $\phi 12\text{mm}$ 、 $\phi 14\text{mm}$ 、 $\phi 16\text{mm}$ 、 $\phi 18\text{mm}$ 、 $\phi 20\text{mm}$ であり、そのほかは $\phi 12\text{mm}$ である。また工具長さはチタン:125mm、タンタル:81mm、ジルコニウム:99mm、SUS304:125mm、ニッケル:109mm、S10C:125mmである。

3種類目は、平面状研磨面創生の可否を検証するために用いた研磨工具である。工具種類は、チタン(JIS第2種)である。工具形状は先端部分が半径6mmの球形状である。ストレート部分の直径は $\phi 12\text{mm}$ である。工具長さは125mmである。

いずれの研磨工具も被研磨物と接触する部分は、工具先端から2mmの部分である。またその部分は#400のエメリー紙で最終仕上げを施している。

被研磨物は2種類用いた。

1種類目は、点状研磨痕及び線状研磨痕創生の可否を検証するために用いた被研磨物である。直径20mm、長さ70mmの超硬丸棒先端約30mm部分に膜厚 $15\mu\text{m}$ のCVDダイヤモンド膜のコーティングを施したものである。表面粗さは、算術平均粗さで $0.25\mu\text{mRa}$ 、最大高さ粗さで $1.5\mu\text{mRz}$ である。

2種類目は、 $20\times 20\times 50\text{mm}$ の直方体超硬母材先端約20mm部分に膜厚 $15\mu\text{m}$ のCVDダイヤモンド膜のコーティングを施したものである。表面粗さは、算術平均粗さで $0.2\mu\text{mRa}$ 、最大高さ粗さで $1.3\mu\text{mRz}$ である。

点状研磨痕創生の可否を検証するために、超音波振動する研磨工具を一定時間、一定荷

重被研磨物に押し当て、このときの研磨面の状態を SEM 観察した。線状研磨痕創生の可否を検証するために、超音波振動する研磨工具を一定荷重被研磨物に押し当て、さらに一定速度で工具送りをかけ、このときの研磨面の状態を SEM 観察した。平面状研磨面創生の可否を検証するために、研磨工具にピックフィードをかけ、このときに線状の研磨痕が重なり合い平面状の研磨面が創生されているかを SEM 観察によって調べた。

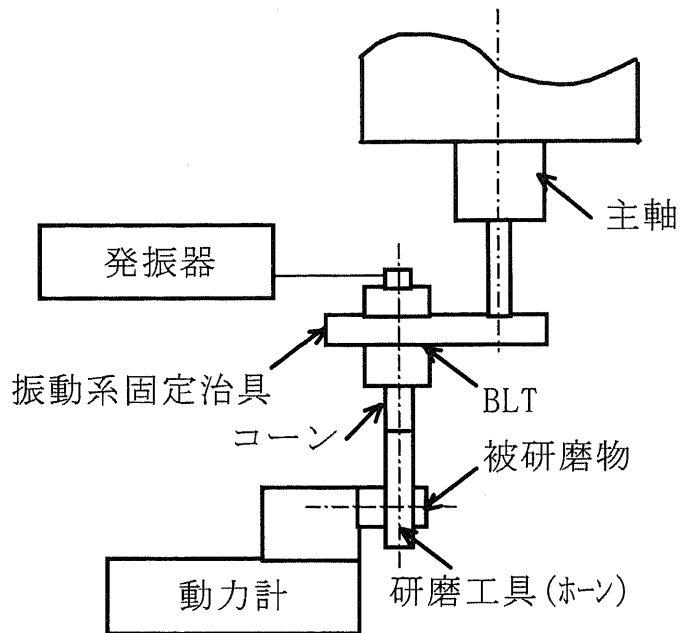


図2.1 点状研磨痕創生用研磨装置概略図

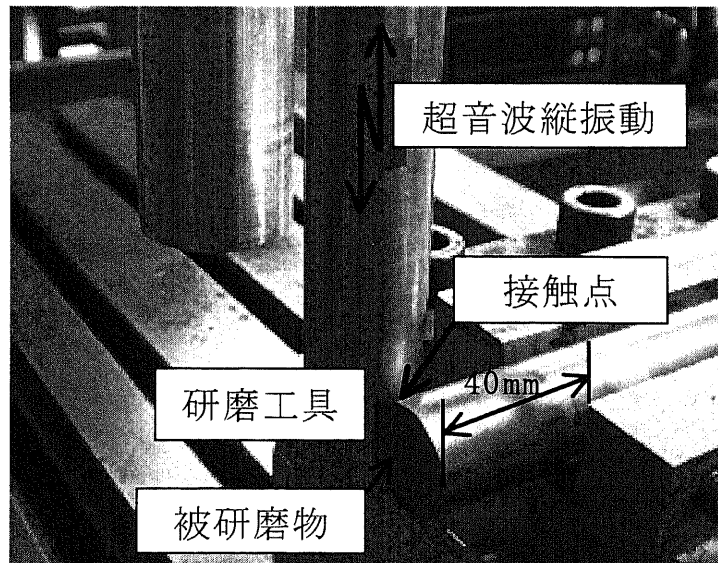


図2.2 研磨工具及び被研磨物との位置関係

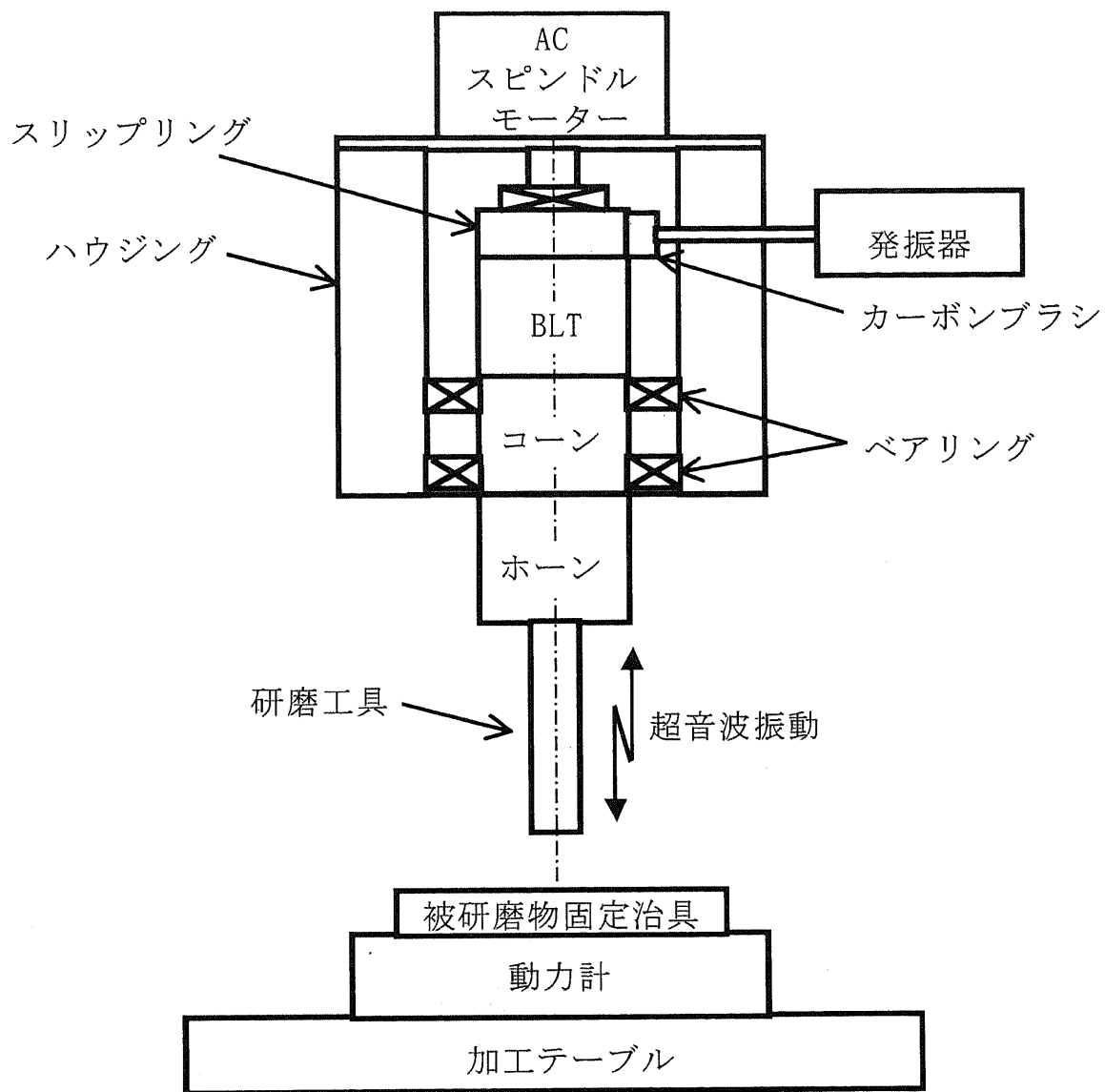


図2.3 NC砥粒レス超音波研磨装置概略図

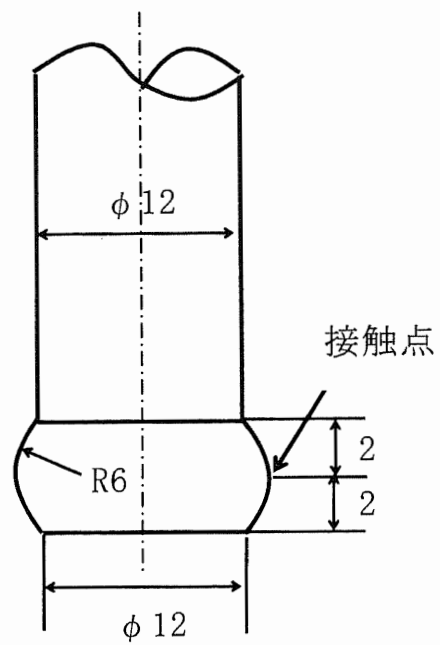


図2.4 研磨工具先端形状

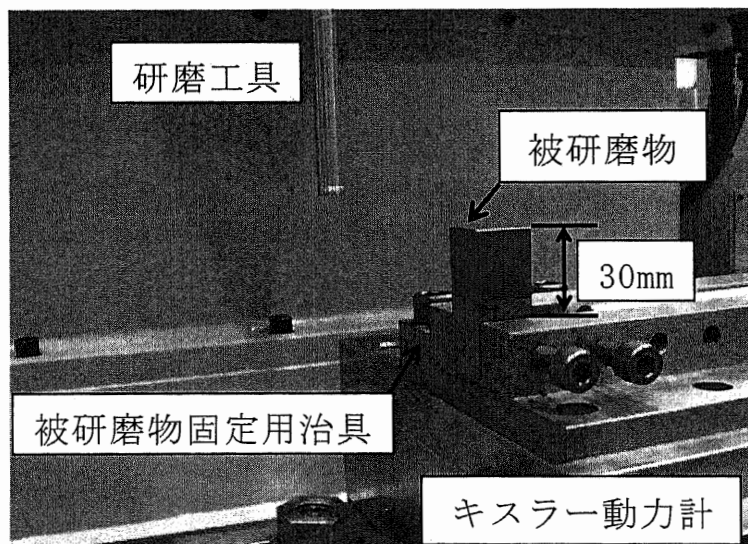
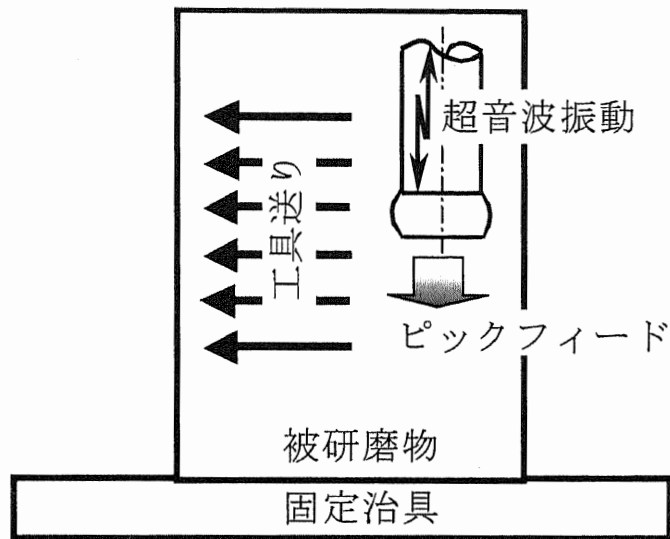
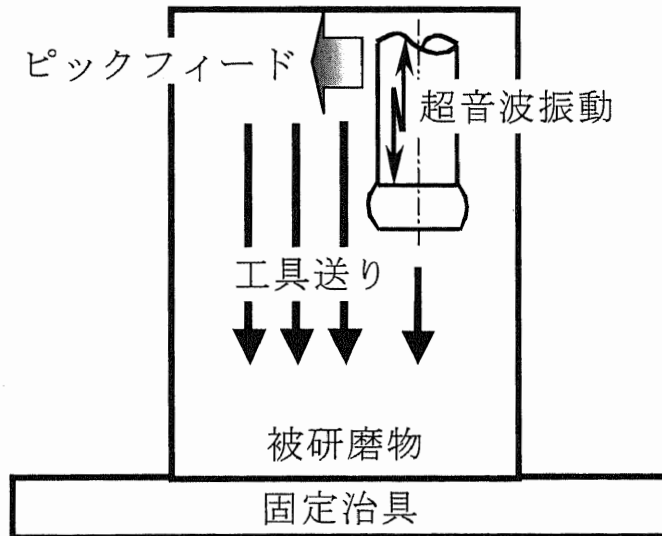


図2.5 被研磨物固定位置



(a) 平行研磨法



(b) 直交研磨法

図2.6 超音波振動方向と工具送り方向の関係

## 参考文献

- 1) 鈴木清, 大沢創一, 木村昌博, 安永暢男, 三宅正二郎, 植松哲太郎: ダイヤモンドの高速修道研磨— (第1報) 各種摺動材質による摩耗特性, 1995年度精密工学会春季大会 学術講演会講演論文集, (1995) 499.
- 2) 岩井学, 鈴木清, 植松哲太郎, 安永暢男, 三宅正二郎: ダイヤモンドの高速摺動研磨法の研究— (第1報) 単結晶ダイヤモンドの研磨への適用, 砥粒加工学会誌, 46, 2(2002) 82.
- 3) R. Hultgren, R. L. Orr, K. K. Kelley: Supplement to Selected Value of Thermodynamic Properties of Metals and Alloys, John Wiley and Sons, Inc., New York (1960).
- 4) J. F. Elliot, M. Gleiser: Thermochemistry for Steelmaking, Addison-Wesley Publishing Co., Massachusetts (1960).



### 第3章 点状研磨痕の創生

#### 3.1 はじめに

第1章 1.3 節において、炭素と反応して炭化物を形成しやすい材料を研磨工具とし、超音波振動を印加した研磨工具をCVDダイヤモンド膜に押し当て研磨痕を創生する砥粒レス超音波研磨法を提案した。即ち、このときに起こるであろう工具材料とCVDダイヤモンド膜中の炭素との反応、及び超音波振動によって起こるであろう機械的な摩耗といった複合的な摩耗メカニズムによるCVDダイヤモンド膜の研磨を期待した方法である。

そこで、本章においては砥粒レス超音波研磨法による点状研磨痕の創生の可否について検証した。点状研磨痕創生の可否について検証を行うのは、第1章 1.3 節に述べたことに起因するものである。

実験方法は、以下の通りである。

第2章 2.2 節に示した実験装置を用い、超音波振動を印加した研磨工具をCVDダイヤモンド膜に押し当てる。このとき次の3点について検証をする。

- (1) 点状研磨痕創生の可否。
- (2) 研磨痕が創生されるときメカニズム。
- (3) 研磨条件が研磨面に及ぼす影響。

### 3.2 摩擦エネルギーに影響を及ぼすパラメータについて

本研磨法において、研磨工具と CVD ダイヤモンド膜との摩擦界面における超音波振動による摩擦エネルギーは研磨痕の創生に影響を及ぼすものと考えられる。

超音波振動を印加した研磨工具を CVD ダイヤモンド膜に押し当てたときの摩擦界面における摩擦エネルギーは(3.1)に示す式で表される<sup>1)</sup>。

摩擦エネルギーを  $E$ 、相対運動する研磨工具と CVD ダイヤモンド膜との摩擦界面の摩擦係数を  $\mu$ 、超音波発振周波数を  $f$ 、研磨工具を CVD ダイヤモンド膜に押し当てる荷重を  $P$ 、超音波振動振幅を  $\xi$ 、研磨時間を  $t$  とすると

$$E = \int \mu (2\pi f \xi) P dt \quad (3.1)$$

で表される。

従って式(3.1)より研磨工具と CVD ダイヤモンド膜との摩擦界面での摩擦エネルギーは、振動振幅、研磨荷重、研磨時間に影響を受ける。そこで、振動振幅、研磨荷重、研磨時間を変化させ、研磨痕が創生される研磨条件及び研磨面の表面性状に及ぼす影響について検証する。研磨条件を表 3.1 に示す。

### 3.3 研磨面の分類

振動振幅、研磨荷重、研磨時間を変化させ、研磨を行ったときの研磨面の状態を図 3.1 に示す。このときの、研磨条件は表 3.1 に示すとおりである。

図 3.1 に示すように研磨面の状態は 3 つのパターンに分類できる。(a)凝着のみ認められるもの、(b)研磨痕、凝着共に認められ、研磨痕に結晶粒界が認められるもの、(c)研磨痕、凝着共に認められ、研磨痕の状態が非常に滑らかであるものの 3 通りである。なお図 3.1 の研磨面はいずれも純チタン工具で研磨し、それぞれの研磨条件は(a)振動振幅  $5 \mu\text{m}_{(r-p)}$ 、研磨荷重 3.7N、研磨時間 20 秒、(b)振動振幅  $15 \mu\text{m}_{(r-p)}$ 、研磨荷重 11N、研磨時間 10 秒、(c)振動振幅  $15 \mu\text{m}_{(r-p)}$ 、研磨荷重 11.1N、研磨時間 20 秒である。

(a)のような研磨面を－、(b)のような研磨面を±、(c)のような研磨面を＋と評価し、それぞれの条件で研磨したときの研磨面の評価を行った。また、研磨痕に結晶粒界が認められるか否かは、(b)および(c)の(2)のように研磨痕の一部を 1000 倍に拡大した SEM 像の観察によって判断をした。

### 3.4 研磨荷重を変化させたときの研磨面の評価

研磨荷重を変化させ、さらにそれぞれの研磨荷重で研磨時間を変化させたときの研磨面の状態変化を評価した。結果を表 3.2 に示す。なお、このとき振動振幅は  $15 \mu\text{m}_{(r-p)}$  である。

SUS304、チタンいずれの材料の研磨工具を用いても、研磨荷重の増加に伴って研磨面の状態は良好になる傾向にある。また研磨荷重が 11.1N の場合には研磨時間の経過によっても研磨面の状態が良好になる傾向にある。

### 3.5 振動振幅を変化させたときの研磨面の評価

振動振幅を変化させ、さらにそれぞれの振動振幅で研磨時間を変化させたときの研磨面の状態変化を評価した。結果を表 3.3 に示す。なお、このときの研磨荷重は 11.1N である。

SUS304、チタンいずれの材料の研磨工具を用いても、振動振幅の増加によっても研磨面の

状態は良好になる傾向にある。また振動振幅が $5\mu\text{m}_{(r-p)}$ の場合には、凝着物のみが観察され、研磨痕は全く観察されなかった。一方、振動振幅が $10\mu\text{m}_{(r-p)}$ 、 $15\mu\text{m}_{(r-p)}$ の場合には研磨時間の経過とともに研磨面の状態が良好になる傾向にある。

### 3.6 研磨工具の違いによる研磨面の比較

図3.2は研磨工具をSUS304、チタンとした場合の凝着の状態を比較したものである。研磨条件は、研磨荷重11.1N、振動振幅 $15\mu\text{m}_{(r-p)}$ 、研磨時間2秒である。研磨痕の状態には大きな差は認められず、ともに研磨痕には結晶粒が多少残っている状態である。また凝着の分布状態を観察すると、研磨痕の周囲に広がる傾向にある。この傾向は他の条件で研磨した場合にも同様であった。凝着の度合いはチタン工具で研磨したときの方がSUS304工具で研磨したときよりも激しかった。

### 3.7 研磨痕創生のメカニズム

#### 3.7.1 メカニズムの検証方法

本研磨法によって、研磨痕が創生されることがこれまでの結果から明らかになった。

そこで、研磨痕の創生が第1章1.3節で述べたように、工具材料と炭素との反応と機械的な摩耗の複合的な摩耗メカニズムによるものなのか、あるいは他のメカニズムによるものなのかを確認するために、時間経過に伴って、研磨工具、研磨面、研磨粉がどのように変化をしていくのかを調べた。なお本研磨法では研磨粉が発生し、研磨終了後、研磨面の周囲に付着しているのが認められた。

チタンを研磨工具として1秒間、20秒間の研磨を行い、研磨工具のCVDダイヤモンド膜との摩擦界面の定性分析、研磨粉のSEM観察及び定性分析、研磨後の研磨面、及び凝着物を取り除いた後の研磨面のSEM観察を行った。なお、研磨条件は、振動振幅 $15\mu\text{m}_{(r-p)}$ 、研磨荷重11.1Nである。また、定性分析はオージェネ電子分光分析装置によるものであり、加速電圧は5keVである。なお、分析は20分間アルゴンスパッタをかけた後に行なった。

#### 3.7.2 研磨工具のCVDダイヤモンド膜との摩擦界面の定性分析

図3.3に、1秒間、20秒間の研磨を行ったときの研磨工具のCVDダイヤモンド膜との摩擦界面の定性分析の結果を示す。なお、分析部分は1000倍~2000倍に拡大した。

このとき、いずれの研磨時間においてもTi, Oのピークが認められるが、チタンは酸化しやすい材料であることから、酸化チタンが形成されていると考えられる。一方、Cのピークは、1秒間の研磨を行なったときの研磨工具の摩擦界面からはほとんど認められなかったが、20秒間研磨を行ったときの研磨工具の摩擦界面からは、そのピークが顕著に認められた。

従って、20秒間の研磨で、研磨痕が創生されていることから、研磨工具の摩擦界面から検出されたCは、以下に示す状態で存在していると推察される。

- ① CVDダイヤモンド膜が、超音波振動数する研磨工具で研磨され、ダイヤモンドの摩耗粉が摩擦界面に残存している。すなわち、研磨工具の摩擦界面に「ダイヤモンドカーボン+TiO<sub>2</sub>」が存在する。
- ② 研磨工具とCVDダイヤモンド膜中の炭素とが炭化反応をおこし、TiCを形成している。

すなわち、研磨工具の摩擦界面に「TiC+TiO<sub>2</sub>」が存在する。

- ③ 研磨工具とCVDダイヤモンド膜中の炭素とが炭化反応を起こしTiCを形成し、さらに、TiCを形成することで、研磨工具とCVDダイヤモンド膜とが強固に結合し、超音波振動による機械的な衝撃によって、CVDダイヤモンド膜内部で破壊を起こし、研磨が進む。すなわち、研磨工具の摩擦界面に「ダイヤモンドカーボン+TiC+TiO<sub>2</sub>」が存在する。

ここで、さらに上記①から③について検討するために、研磨粉のSEM観察及び定性分析を行なう。

### 3.7.3 研磨粉のSEM観察及び定性分析

図3.4に、20秒間研磨を行い、そのときに排出された研磨粉のSEM像を示す。その形状は粒状もしくは鱗片状をしている。またその大きさは1ミクロン以下のものから、数十ミクロンのものまで存在する。

図3.5に、20秒間研磨を行い、排出された研磨粉の成分分析の結果を示す。このとき、図3.3(a)の結果同様、C、Ti、Oが検出された。

ここで、図3.5の結果から、もし3.7.2項の①で記したように、超音波振動数する研磨工具によって、CVDダイヤモンド膜が、例えば摩擦界面に形成された酸化チタンに擦られ、ダイヤモンドの摩耗粉が排出されているとすれば、研磨粉からはCのみが検出されるはずである。しかし、研磨粉からCのみが検出されるものは認められなかった。従って、研磨工具の摩擦界面から検出されたCは、研磨工具のチタンとCVDダイヤモンド膜中の炭素が炭化反応しTiCが形成されたことによるものであると考えられる。

ところでこのとき、3.7.2項の②、③に記すように研磨の進み方として2通りの可能性が考えられる。すなわち、②に記すようにCVDダイヤモンド膜中の炭素と研磨工具が炭化反応を起こすことによるのみ研磨が進む可能性。そして、③に記すようにCVDダイヤモンド膜中の炭素と研磨工具が炭化反応を起こし、さらに超音波振動による機械的な衝撃によって、CVDダイヤモンド膜内部で破壊を起こし、研磨が進む可能性である。

ここで、図3.6に研磨痕が創生されたときの研磨工具のCVDダイヤモンド膜との摩擦界面のSEM像を示す。このとき、その界面には、A領域にみられるように掘り起こされたような痕跡が認められる。一方、研磨面の状態は、図3.1の(b)及び(c)に示すように結晶粒界の有無の差はあるものの、滑らかな研磨面となっている。従って、研磨工具と、CVDダイヤモンド膜との熱化学反応のみで研磨が進む場合、研磨面には研磨工具の形状が転写される<sup>2)</sup>ことから、研磨は3.7.2項の③に記すように、CVDダイヤモンド膜中の炭素と研磨工具が炭化反応を起こし、さらに超音波振動による機械的な衝撃によって、CVDダイヤモンド膜内部で破壊を起こし、研磨が進んでいると考えられる。

### 3.7.4 研磨後及び凝着物除去後の研磨面のSEM観察

図3.7(a)に1秒間、20秒間の研磨を行なった後の研磨面の状態、(b)に凝着物を取り除いた後の研磨面の状態を示す。凝着物を除去するために硝酸4、沸酸1、蒸留水5の割合の溶液中に凝着物の付着したCVDダイヤモンド膜を浸け、超音波を2分間かけた。

1秒間の研磨では(a)より研磨痕は認められず、凝着物のみが認められた。また、(b)よ

り凝着物を除去した後の研磨面にも研磨痕は認められなかった。一方、20秒間研磨した後の研磨面には(a)より研磨痕が認められ、その周囲に凝着物が認められた。また、(b)より研磨痕周囲の凝着物を除去した後の研磨面には、研磨痕が認められなかった。これらの結果から凝着物とCVDダイヤモンド膜との接触界面では、工具材料とCVDダイヤモンド膜中の炭素との反応も超音波振動による機械的な摩耗も起こっていないことが確認された。

### 3.7.5 メカニズムの検証

以上の結果より、研磨は凝着摩耗によるものであると考えられる。ここで、凝着摩耗とは摩耗面の真実接触面積を構成する凝着部のせん断や破壊に起因する摩耗のことである。またその特徴は以下に示すとおりであり<sup>2)</sup>、これまでの結果に一致するものである。

- (1) 摩耗粉は必ずしも高度の低い摩擦面からのみ生成せず、高度の高い摩擦面からも摩耗粉が生成される。
- (2) 通常、摩耗粉は両摩擦面材料の混合物である。
- (3) 摩耗粉のサイズは $10^{-5}$ ~ $10^{-1}$ mm程度の範囲である。
- (4) 凝着摩耗の大部分は一度、相手面に移着した後に脱落することが多い。

図3.7の結果に示されるように、研磨工具に超音波振動を印加してから1秒後、CVDダイヤモンド膜上に凝着物のみが存在し、研磨痕は認められなかった。また、研磨工具と凝着物との接触界面では研磨痕は認められなかった。

以上の結果から、以下のように研磨が進むと考えられる。また、図3.8に研磨が進む過程を示す。

- ① 超音波振動により、研磨工具の一部が摩耗しCVDダイヤモンド膜上に移着を起こす。
- ② それらの移着物が成長し、研磨工具とCVDダイヤモンド膜の摩擦界面で凝着物を生成する。
- ③ 研磨初期の段階では凝着物が大きく成長していないために、超音波振動によるモーメントが凝着物に作用しても、凝着物がCVDダイヤモンド膜との接触界面から脱落することではなく、その一部あるいは研磨工具が摩耗することで研磨粉が生じる。

20秒間研磨した後に、図3.7の結果に示されるようにCVDダイヤモンド膜上に研磨痕が創生された。このとき、図3.5の結果によれば、研磨粉からはCが検出された。また、3.7.3項の考察より、さらに以下のように研磨が進むと考えられる。

- ④ 研磨時間が更に経過すると凝着物の成長に伴い、超音波振動によって凝着物に大きなモーメントが加わる。これによって凝着物の一部がCVDダイヤモンド膜から脱落し、CVDダイヤモンド膜が再び現れる。
- ⑤ このとき、CVDダイヤモンド膜中の炭素と反応するに十分な温度となった研磨工具が、直接CVDダイヤモンド膜に接触することによって、研磨工具と、CVDダイヤモンド膜の摩擦界面で、TiCが形成される。

- ⑥ 超音波振動による機械的衝撃によって、CVD ダイヤモンド膜内部で破壊が起こり、すなわち、凝着摩耗によって研磨が進む。

また、表 3.2, 表 3.3 の結果に示すように、振動振幅、研磨荷重、研磨時間の増加に伴って良好な研磨面が得られたのは、次の理由によるものと考えられる。式 3.1 より超音波振動による摩擦エネルギーは振動振幅、研磨荷重、研磨時間に比例していることから、振動振幅、研磨荷重、研磨時間の増加ともなって超音波振動による摩擦エネルギーは増加する。このことによって、図 3.8 に示す研磨サイクルが短縮され、研磨痕創生の進行が早まることによって、研磨面の状態が良好になったものと考えられる。

### 3.8 第3章のまとめ

第3章をまとめる次のようになる。

炭素との反応性に優れた SUS304 及びチタンを研磨工具として、これに超音波振動を印加し、CVD ダイヤモンド膜に押し当てたときの研磨痕創生の可否、研磨痕創生のメカニズム、そして研磨条件と研磨面性状の関係について検証した。

その結果、以下に示す知見が得られた。

SUS304、チタンいずれを研磨工具としても、研磨痕は創生された。また、研磨面には研磨痕の周囲に凝着物が認められた。ただし、凝着の度合いは、SUS304 工具のものよりチタン工具のものの方が激しかった。

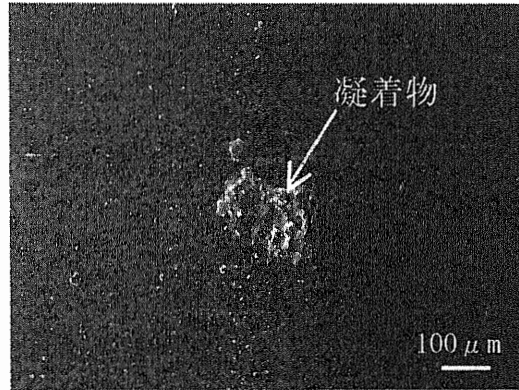
また、研磨痕創生のメカニズムを明らかにした。即ち、研磨工具と CVD ダイヤモンド膜の摩擦界面において、研磨工具の一部が摩耗し CVD ダイヤモンド膜に移着を起こす。さらに研磨が進むとこれらの移着物が大きく成長し、やがて成長した凝着物に超音波振動によるモーメントが作用する。そしてそのモーメントの作用によって凝着物の一部が脱落し、CVD ダイヤモンド膜中の炭素と炭化反応を起こすに十分な温度となった研磨工具が CVD ダイヤモンド膜に接触し、摩擦界面で TiC を形成する。このとき、超音波振動による機械的な衝撃によって、CVD ダイヤモンド内部で破壊が起こり、研磨痕が創生されていると考えられる。

研磨面性状は、摩擦界面での摩擦エネルギーが大きくなるほどその状態は良好になることが観察された。即ち、摩擦界面での摩擦エネルギーは摩擦係数、超音波発振周波数、研磨荷重、超音波振動振幅、研磨時間すべてを掛け合わせた値である。従って、研磨荷重、超音波振動振幅、研磨時間の値の増加に伴い超音波振動による摩擦エネルギーが増加し、研磨痕創生の進行が早まることで、研磨面の状態が良好になったものと考えられる。

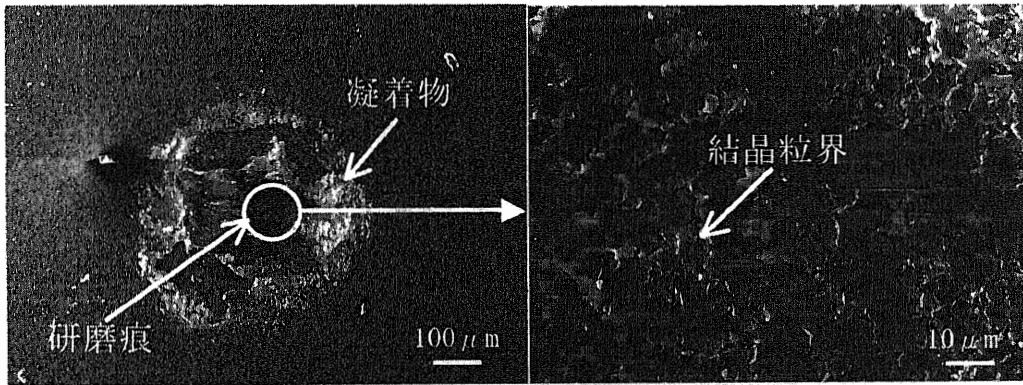
表 3.1 研磨条件

発振周波数 (kHz)	27.8
振動振幅 ( $\mu\text{m}_{p-p}$ )	5, 10, 15
研磨荷重 (N)	3.7, 7.4, 11.1
研磨時間 (s)	2, 10, 20
研磨工具	チタン (JIS第2種), SUS304

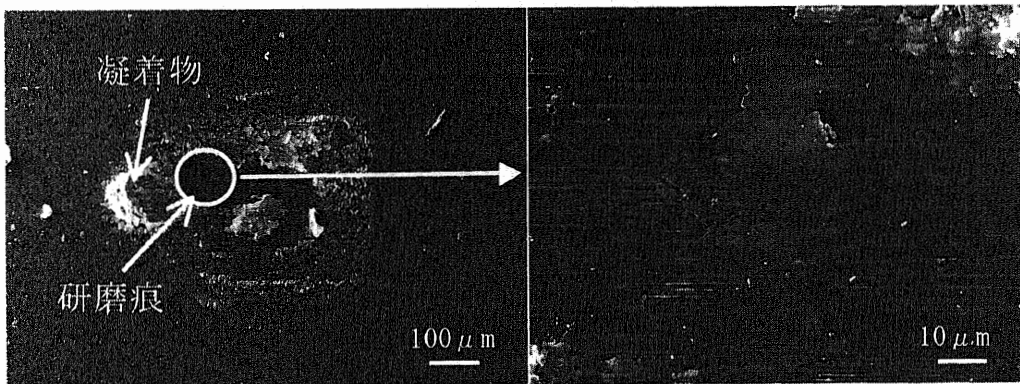




(a) 凝着物のみ



① 研磨面                      ② 研磨痕拡大  
(b) 凝着物+滑らかな研磨痕 (結晶粒界あり)



① 研磨面                      ② 研磨痕拡大  
(c) 凝着物+滑らかな研磨痕 (結晶粒界なし)

図3.1 研磨面の典型例

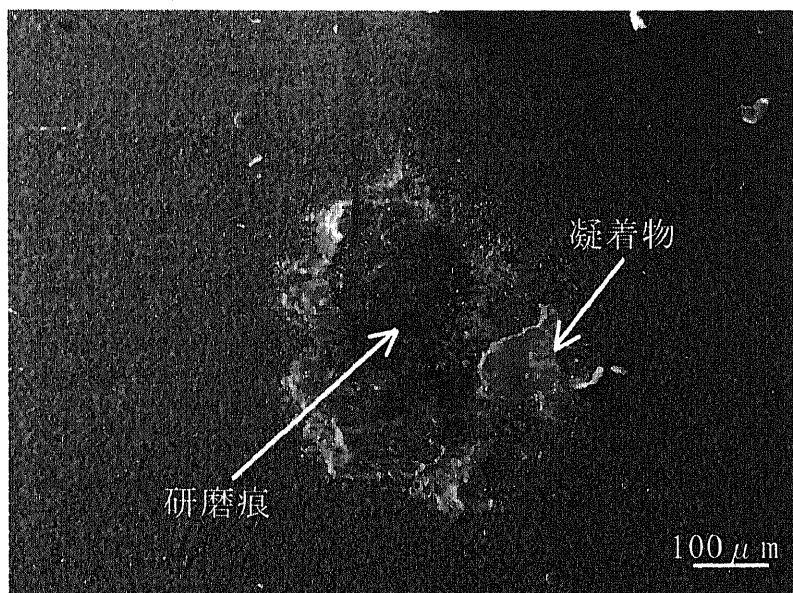
表 3.2 研磨荷重変化が研磨面性状に及ぼす影響：振動振幅  $15 \mu m_{p-p}$

研磨荷重	時間	2s	10s	20s
	工具			
3.7N	SUS304	-	-	-
	チタン	-	-	-
7.4N	SUS304	-	-	-
	チタン	±	-	-
11.1N	SUS304	±	±	+
	チタン	±	±	+

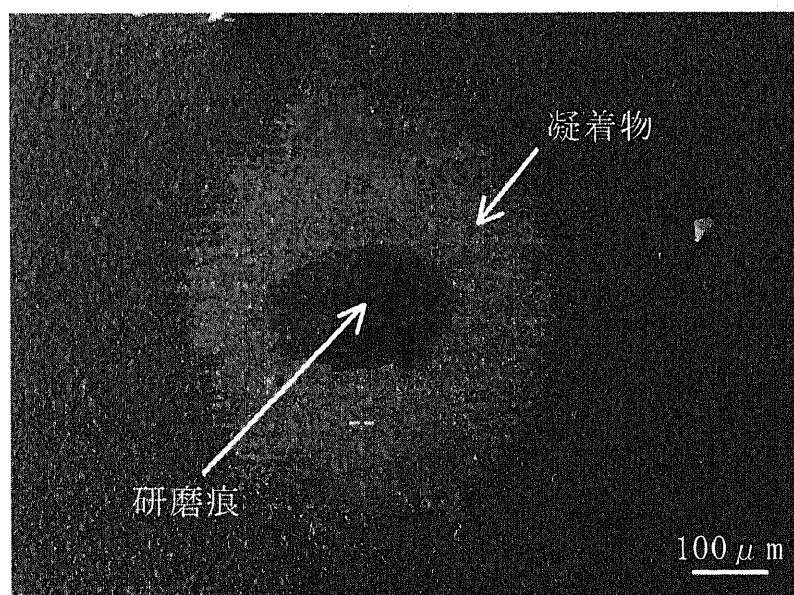
表 3.3 振動振幅変化が研磨面性状に及ぼす影響：研磨荷重 11.1N

振動振幅	時間	2s	10s	20s
	工具			
$5 \mu m_{p-p}$	SUS304	-	-	-
	チタン	-	-	-
$10 \mu m_{p-p}$	SUS304	±	±	+
	チタン	±	±	+
$15 \mu m_{p-p}$	SUS304	±	±	+
	チタン	±	±	+

- 凝着物のみ
- ± 凝着物+滑らかな研磨痕（結晶粒界あり）
- + 凝着物+滑らかな研磨痕（結晶粒界なし）

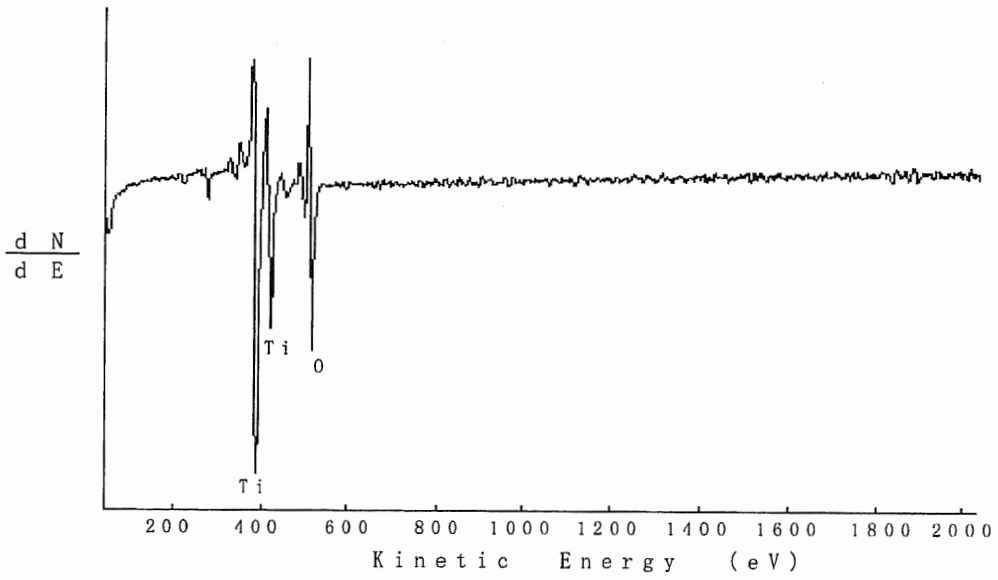


(a) チタン工具

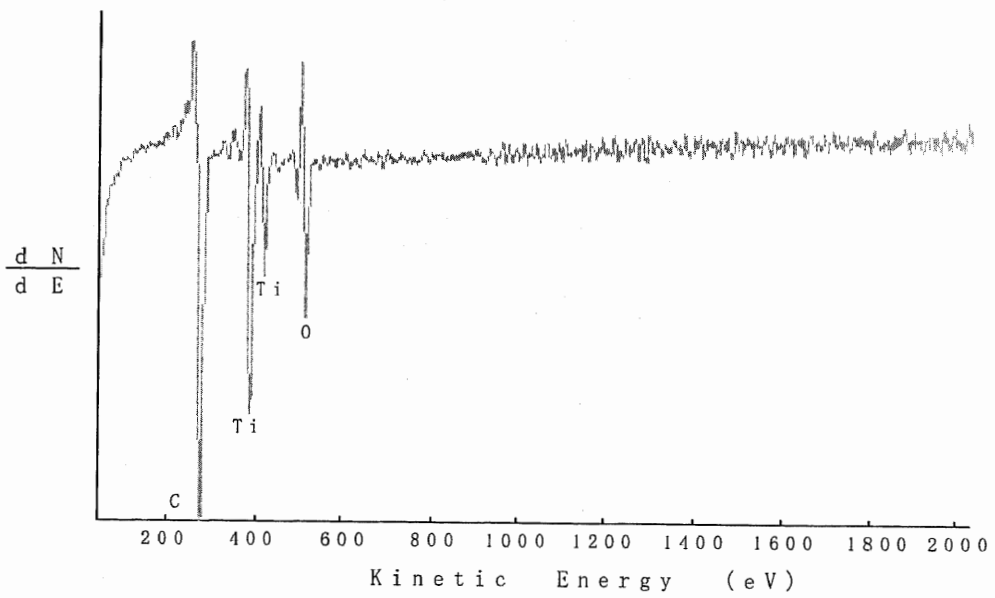


(b) SUS304工具

図3.2 工具の違いによる凝着状態の比較



(a) 研磨1秒後



(b) 研磨20秒後

図3.3 研磨工具摩擦界面の定性分析

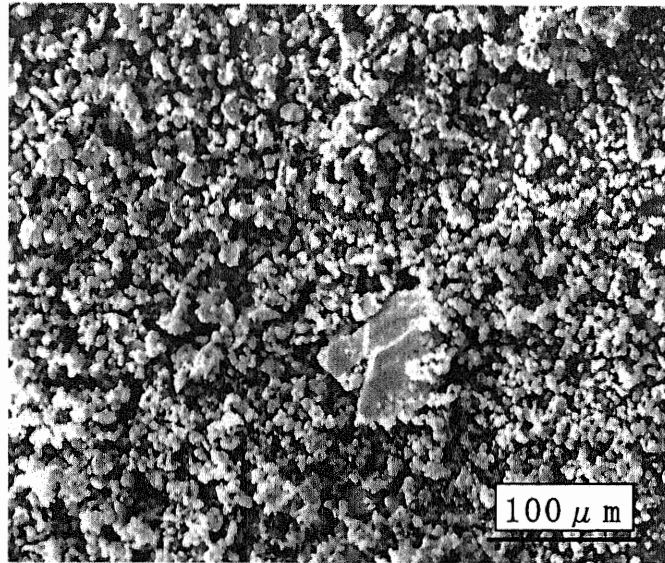


図3.4 研磨粉SEM像

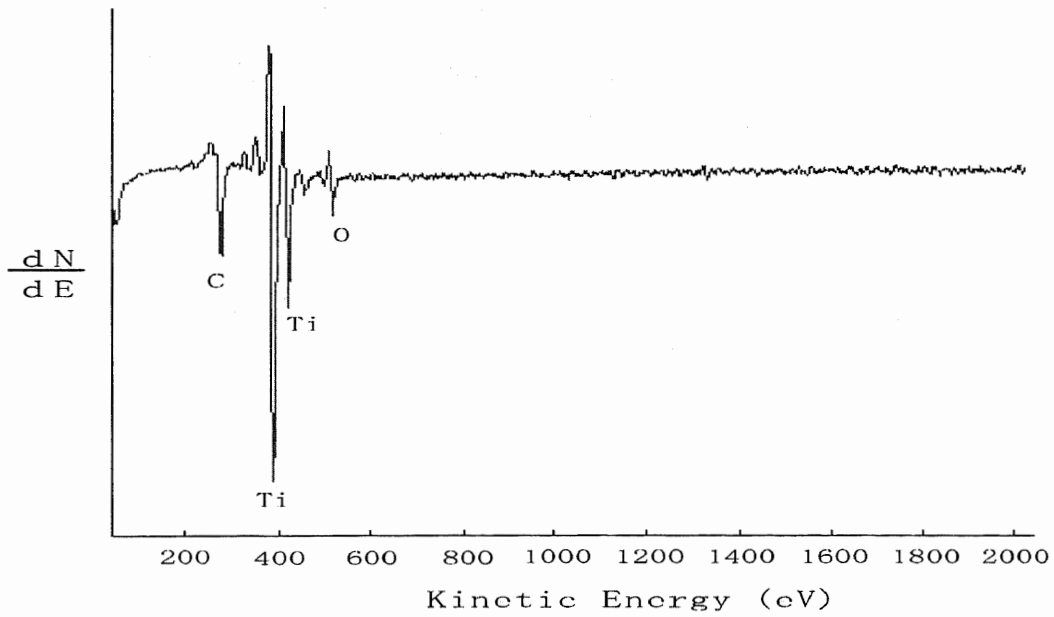


図3.5 研磨粉の定性分析

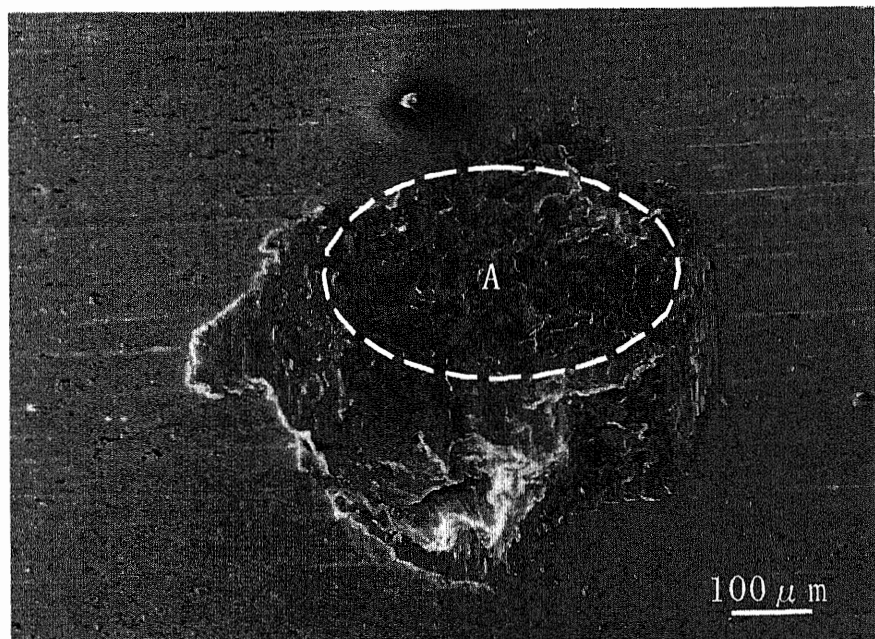


図3.6 研磨工具のCVDダイヤモンド膜との摩擦界面のSEM像

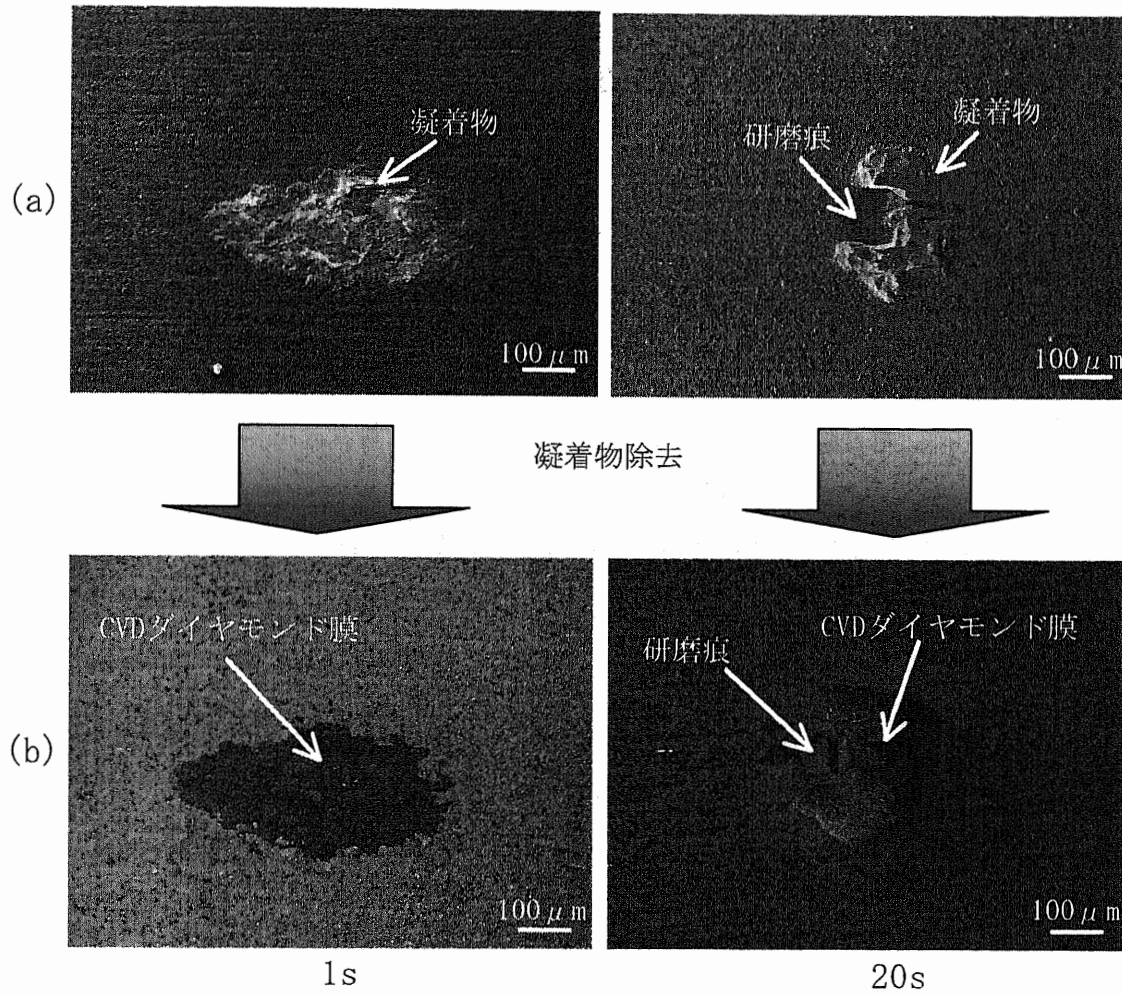


図3.7 凝着物除去後の研磨面の観察

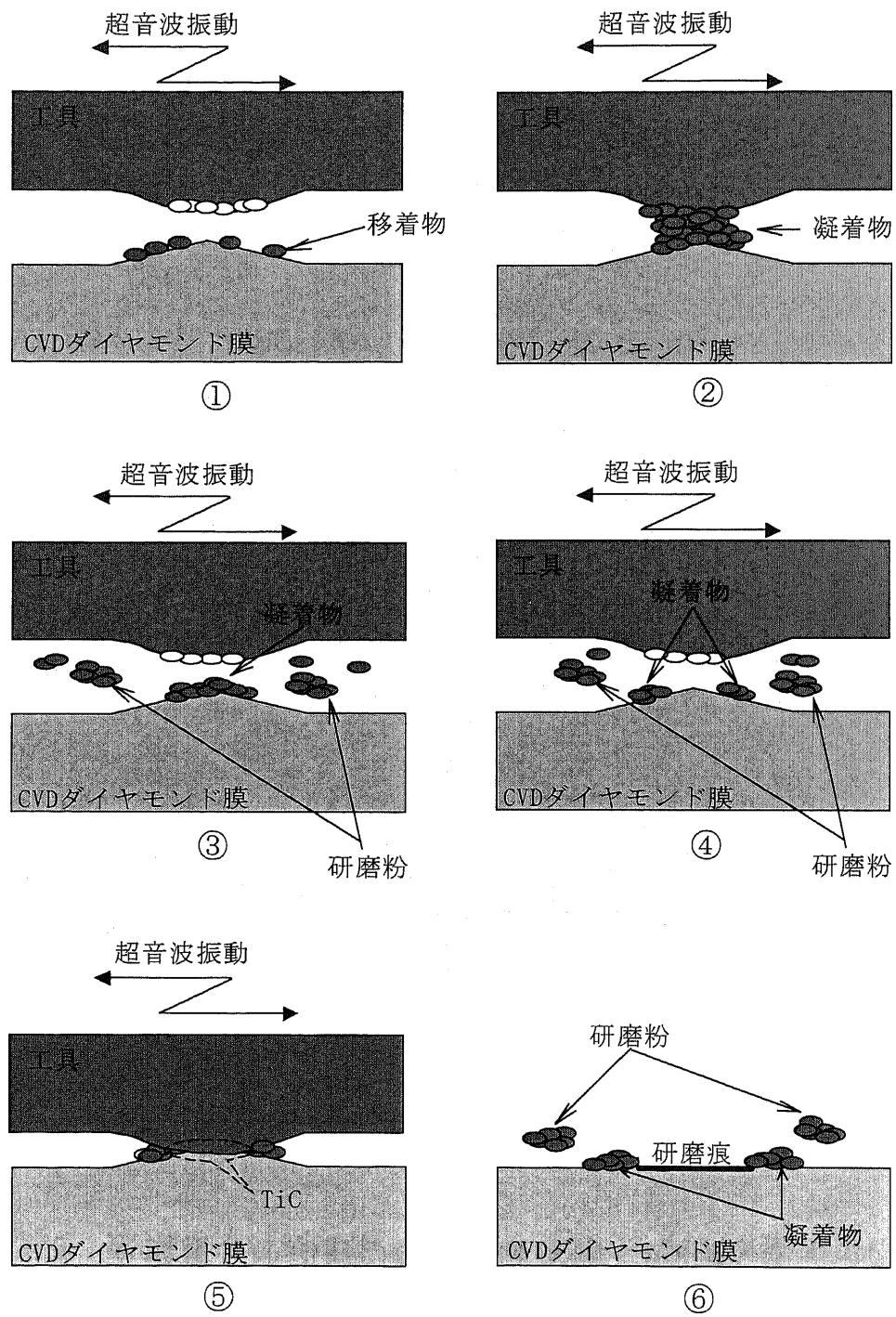


図3.8 研磨痕創生過程



## 参考文献

- 1) (社)日本電子工業会編:超音波工学, コロナ社(1993)165.
- 2) 楊政峰, 吉川昌範:熱化学反応によるダイヤモンド膜の研磨, 精密工学会誌, 57, 3(1991)504.
- 3) 山本雄二, 兼田楨宏:トライボロジー, 理工学社, (1998)191.

## 第4章 湿式による凝着防止と効率的な研磨粉の排出

### 4.1 はじめに

第3章で得られた結果から、炭素と反応しやすい材料を研磨工具とし、超音波振動を印加した研磨工具をCVDダイヤモンド膜に押し当てると研磨痕が創生されることが確認された。しかし研磨痕の周囲には凝着物が確認され、研磨粉の発生も認められる。

ここで、平面的な研磨面を創生するためには、研磨工具に送りをかけて点状の研磨痕から線状の研磨痕を創生し、さらに研磨工具にピックフィードをかけることで、線状の研磨痕を重ね合わせる必要がある。このとき、点状の研磨痕の周囲に凝着物が存在し、さらに研磨粉が研磨中に発生すれば、研磨工具に送りかけたときにそれらが研磨痕創生の妨げとなることが考えられる。

従って、凝着物の防止や研磨面での摩耗粉の効率的な排出が必要となる。ここで着目したのが油の持つ潤滑性である。即ち、油の持つ潤滑性による凝着物防止効果、及び研磨粉の効率的な排出効果を期待し、研磨工具とCVDダイヤモンド膜との摩擦界面に油を塗布した湿式による砥粒レス超音波研磨法を提案する。

そこで本章では、以下の3点について検証する。

- (1) 湿式下における研磨痕創生の可否。
- (2) 摩擦界面に油を塗布することによる凝着防止の効果。
- (3) 湿式下における研磨痕創生のメカニズム。

なお、実験装置は第3章で用いたものと同様である。

## 4.2 湿式による研磨痕創生の可否

### 4.2.1 研磨条件

研磨工具と CVD ダイヤモンド膜との摩擦界面に油を塗布した場合、研磨工具と CVD ダイヤモンド膜との間に油膜が張り、両者の接触が妨げられる部分と、油膜が切れ両者が接触する部分が混在する境界潤滑の状態を作る必要がある。即ち、油膜が切れ両者が接触する部分で研磨痕の創生を進め、油膜が張られ両者が接触する部分で凝着物の防止や摩耗粉の効率的な研磨粉の排出を促進するものである。従って、研磨工具と CVD ダイヤモンド膜との摩擦界面には、刷毛を用いて極めて薄く油を塗布する<sup>1)</sup>。研磨条件は、振動振幅  $15 \mu\text{m}_{(\text{pp})}$ 、荷重 11.1N、研磨時間 20s、であり、研磨工具には SUS304、チタンを用いる。この研磨条件は第 3 章の結果から乾式において研磨痕が創生された研磨条件である。また、摩擦界面に塗布する油は植物油である。これは植物油が最も潤滑性に優れた油だからである。

### 4.2.2 研磨面の観察

図 4.1 にチタン工具で研磨したときの研磨面の状態を示す。チタン工具で研磨した場合、研磨痕が創生され、その周囲には凝着物は生成されず油の効果が認められた。一方、SUS304 工具で研磨した場合、研磨痕、凝着物ともに認められなかった。ここで、SUS304 工具を用いた研磨についてさらに研磨時間を 20s から 10s ずつ増やして研磨を行ったところ、研磨時間 90s で研磨痕が始めて認められた。図 4.2 に研磨面の状態を示す。チタン工具で 20s 間研磨したときの研磨面同様、研磨痕が創生されその周囲には凝着物は生成されていない。この時、それぞれの研磨時間で研磨する際には研磨面の位置はすべて異なる位置である。

湿式下において SUS304 工具、チタン工具によって研磨を行った結果、研磨痕が創生され凝着物は生成されなかった。ただし、SUS304 工具で研磨を行った方がチタン工具で研磨を行うより、研磨痕が創生されるまでに多くの研磨時間を要した。これは、SUS304 の組成成分である Fe, Ni, Cr と Ti の炭素とのギブスの標準生成自由エネルギーを比較すると、はるかに Fe, Ni, Cr の方が Ti より高い値である<sup>23)</sup>。従って炭化物を形成するためには SUS304 の方が Ti より多くのエネルギーを必要とするものと考えられる。ところが研磨面に油を塗布することで摩擦係数が小さくなり、第 3 章式 3.1 より超音波振動による摩擦エネルギーが小さくなる。そのため、SUS304 が炭化物を形成するに十分なエネルギーに至るまでに時間を要し、その結果研磨痕が創生されるまでに多くの時間を要したものと考えられる。

## 4.3 湿式下における研磨痕創生のメカニズム

油を摩擦界面に塗布して研磨を行うとき、研磨時間の経過にともなう研磨面の変化を調べるためにチタン工具で 1s 間研磨を行い、図 4.1 の結果との比較を行った。研磨条件は 4.2.1 項で記した通りである。

図 4.3 に研磨時間 1s の研磨面と図 4.1 で示す研磨面、即ち研磨時間 20s の研磨面を比較した SEM 像を示す。研磨時間 1s の研磨面には研磨痕は認められず、凝着物のみ認められた。一方研磨時間 20s の研磨面には凝着物はほとんど認められず、研磨痕のみが認められた。更に図 4.4 に、研磨時間 1s で生成された凝着物を取り除いた後の研磨面を示す。凝着物除去の方法は第 3 章 3.7.4 項で記した方法と同様である。このとき、凝着物を除去した後の研磨面には研磨痕は認められなかった。

従って第3章3.7.4項同様、凝着物とCVDダイヤモンド膜との接触界面では、工具材料とCVDダイヤモンド膜中の炭素との反応も、超音波振動による機械的な摩耗も起こっていないことが確認された。

また、図4.1に示すように湿式研磨において研磨痕の創生が認められ、凝着物の生成が認められなかったことから次の2点のことが推察される。

- (1) 凝着物が成長し、超音波振動によるモーメントの作用によって凝着物が脱落する際に、油の潤滑効果によって一部分の凝着物ではなく、すべての凝着物が脱落しやすくなっている。
- (2) 研磨中に生成される研磨粉、あるいは脱落した凝着物が、油の潤滑効果で効率的に排出されることで、凝着物の必要以上の成長を防いでいる。

これらのことから、湿式において研磨痕は以下に示すように創生されていると考えられる。なお、図4.5に湿式における研磨痕創生過程を示した模式図を示す。

- ① 超音波振動により研磨工具の一部が摩耗し、CVDダイヤモンド膜上に移着を起こす。
- ② それらの移着物が成長し、研磨工具とCVDダイヤモンド膜の摩擦界面で凝着物を生成する。このとき摩擦界面では油の潤滑効果<sup>1)</sup>によって一部は接触し、一部は油膜によって接触が妨げられ、極めて凝着物がCVDダイヤモンド膜との接触面で脱落しやすい状態になっている。
- ③ 研磨初期の段階では凝着物が大きく成長していないために、超音波振動によるモーメントが凝着物に作用しても、凝着物がCVDダイヤモンド膜との接触界面から剥がされることはなく、その一部あるいは研磨工具が摩耗することで研磨粉が生じる。
- ④ 研磨時間が更に経過すると凝着物の成長に伴い、超音波振動によって凝着物に大きなモーメントが作用する。これによって、凝着物がCVDダイヤモンド膜との接触面から脱落し、CVDダイヤモンド膜が再び現れる。このとき、②に記した理由により、凝着物がすべて脱落する。
- ⑤ このとき、CVDダイヤモンド膜中の炭素と反応するに十分な温度となった研磨工具が、直接CVDダイヤモンド膜に接触することによって、研磨工具と、CVDダイヤモンド膜の摩擦界面で、TiCが形成される。
- ⑥ 超音波振動による機械的衝撃によって、CVDダイヤモンド膜内部で破壊が起こり、すなわち、凝着摩耗によって研磨が進む。

#### 4.4 第4章のまとめ

第4章をまとめる次のようになる。

凝着物の生成を防ぐ目的で、研磨工具とCVDダイヤモンド膜の摩擦界面に植物油を塗布した、湿式による砥粒レス超音波研磨を試みた。このとき、研磨痕創生の可否、油の効果、そして研磨痕創生のメカニズムについて検証した。

その結果、以下に示す知見が得られた。

SUS304 工具、チタン工具、いずれの研磨工具で湿式研磨を行った場合にも凝着物を生成することなく研磨痕が創生された。ただしこのとき、SUS304 工具で研磨痕を創生するよりもチタン工具で研磨痕を創生する方が多くの時間を要した。これは、SUS304 の組成成分である Fe, Ni, Cr の炭素とのギブスの標準生成自由エネルギーが、Ti のそれに比較してはるかに大きい値である<sup>23)</sup>からと考えられる。即ち、炭化物を形成するためには、SUS304 工具の方がチタン工具に比べてはるかに大きい摩擦エネルギーを要するにも関わらず、油を塗布することで摩擦エネルギーが減少した。そのため、炭化物を形成するために必要な摩擦エネルギーに到達するまでに、時間を要したものと考えられる。

湿式研磨と乾式研磨による研磨痕創生の進行過程の大きな違いは、凝着物が大きく成長し、超音波振動によるモーメントが凝着物に作用したときに、凝着物の一部がCVDダイヤモンド膜から脱落するか、凝着物すべてが脱落するかであると考えられる。即ち、研磨工具とCVDダイヤモンド膜との摩擦界面に植物油を塗布することによって、その界面では、研磨工具とCVDダイヤモンド膜とが接触する部分と、油膜によって接触が妨げられる部分が混在する状態であると推察される。従って、油の潤滑効果によって、CVDダイヤモンド膜上で成長した凝着物が剥がれ易くなっているものと考えられる。

また、研磨工具とCVDダイヤモンド膜の摩擦界面に油を塗布することで、油の持つ潤滑効果によって研磨粉の排出を促進し、再凝着を防ぐことで凝着物の生成を防ぐ役割も果たしているものと考えられる。

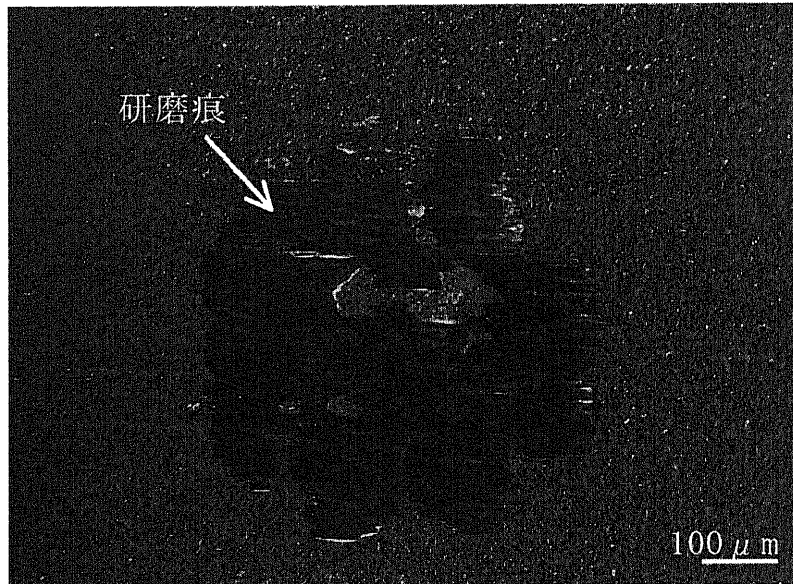


図4.1 研磨時間20s後の湿式下におけるチタン工具による研磨痕

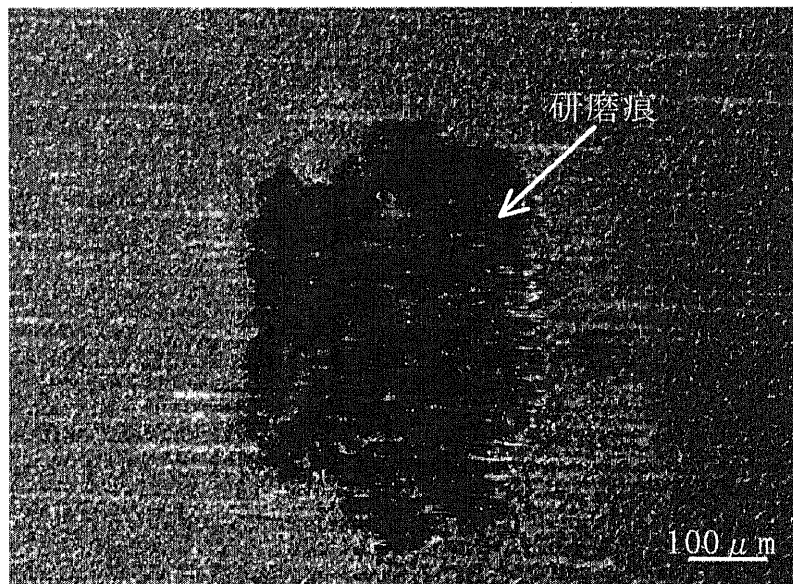
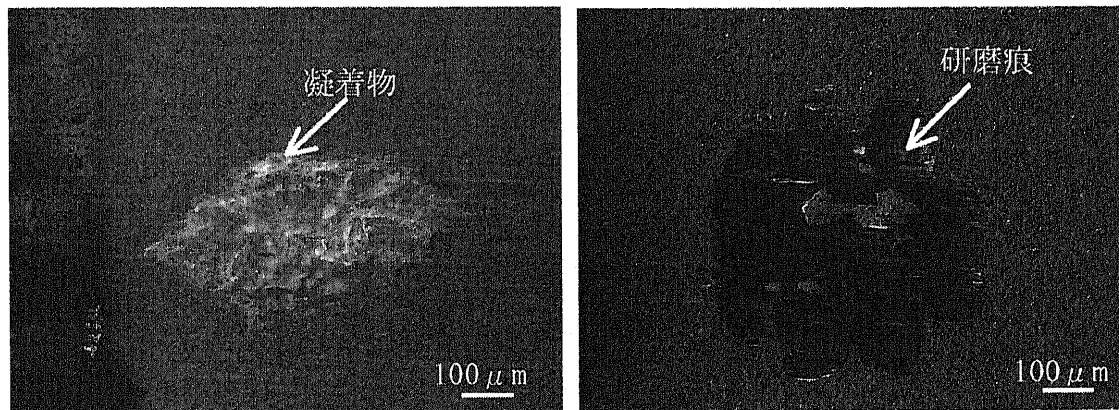


図4.2 研磨時間90s後の湿式下におけるSUS304工具による研磨痕



(a) 研磨1秒後

(b) 研磨20秒後

図4.3 研磨時間と研磨面性状の比較

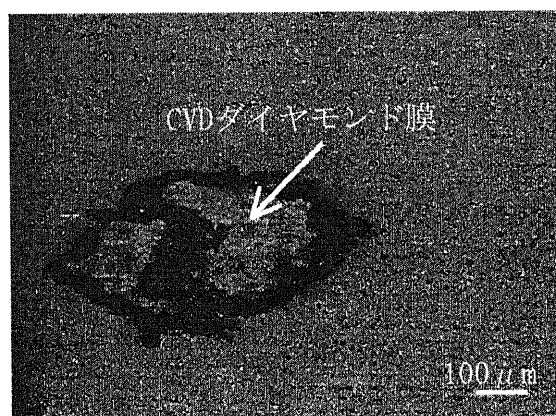


図4.4 凝着物除去後の研磨面

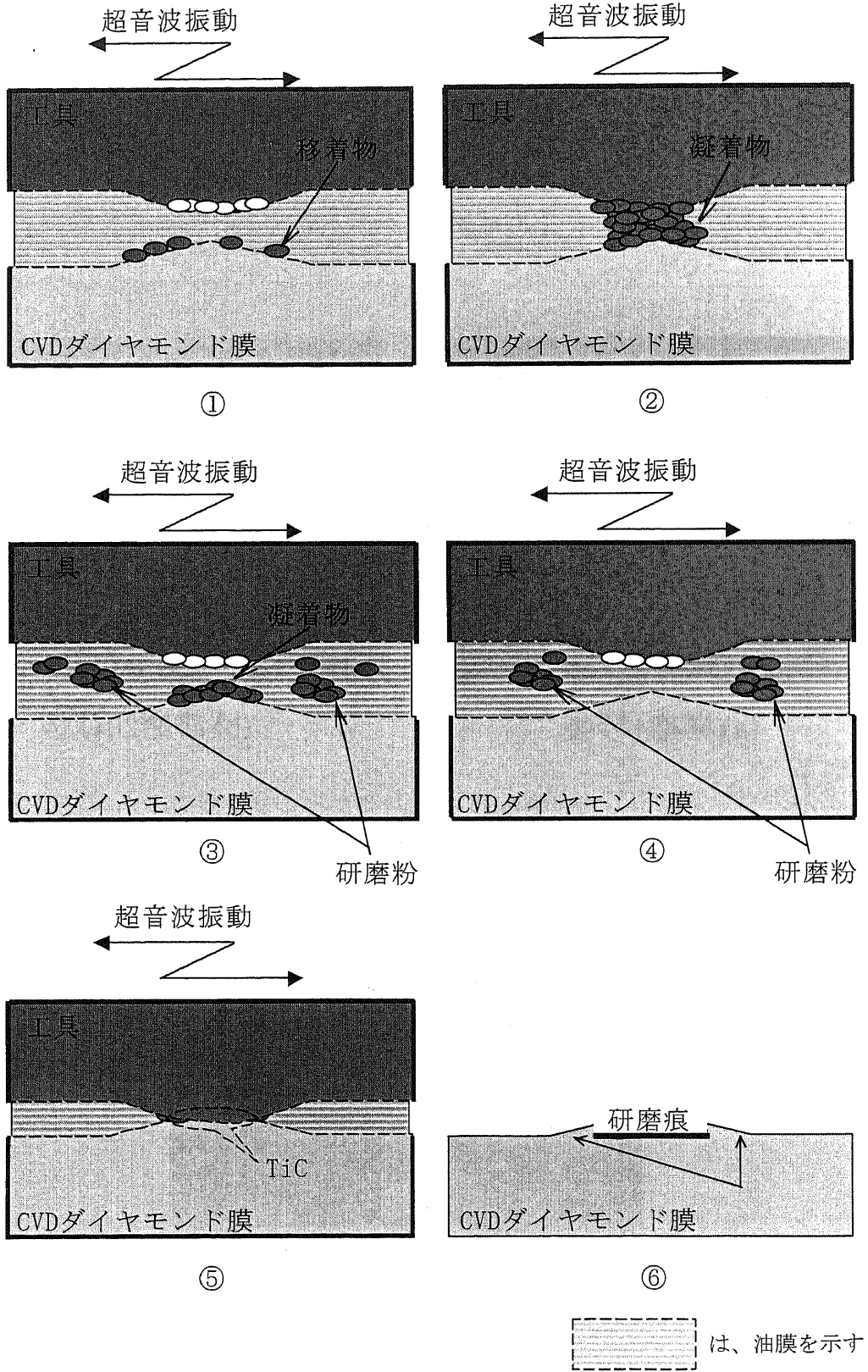


図4.5 研磨痕創生過程



参考文献

- 1) 山本雄二, 兼田楨宏: トライボロジー, 理工学社, (1998)8.
- 2) R. Hultgren, R. L. Orr, K. K. Kelley: Supplement to Selected Value of Thermodynamic Properties of Metals and Alloys, Jhon Wiley and Sons, Inc., New York (1960).
- 3) J. F. Elliot, M. Gleiser: Thermochemistry for Steelmaking, Addison-Wesley Publishing Co., Massachusetts (1960).

## 第5章 線状研磨痕の創生

### 5.1 はじめに

第4章で得られた結果から、研磨工具とCVDダイヤモンド膜の摩擦界面に植物油を塗布した湿式による研磨を行うことで、凝着物を生成させずに点状の研磨痕を創生することができることを確認した。また、SUS304工具とチタン工具で研磨を行ったときの研磨痕創生にかかる時間を比較すると、乾式の場合には同程度の研磨時間を要した。しかし一方、湿式の場合にはSUS304工具による研磨痕創生の方が、チタン工具による研磨痕創生に比較してより多くの時間を必要とした。

これらの結果から、線状の研磨痕を創生する方法として、研磨工具に送りをかけ点状の研磨痕を連続させる方法を提案する。

そこで、本方法の可能性を確かめるために、以下の4点について検証する。

- (1) 乾式下で研磨工具に送りをかけたときの線状研磨痕創生の可否。
- (2) 湿式下で研磨工具に送りをかけたときの線状研磨痕創生の可否。
- (3) 線状研磨痕創生のメカニズム。
- (4) 研磨条件が研磨面性状及び、研磨痕創生の進行に及ぼす影響。

なお、実験装置は第2章2.3節で示したものをを用いる。

## 5.2 乾式下における研磨痕の創生

乾式下で研磨工具に送りをかけたときの線状研磨痕創生の可否について検証をした。研磨条件は、振動振幅  $15 \mu\text{m}_{(\text{r-p})}$ 、研磨荷重 10N、工具送り速度 4mm/min、研磨時間 1min である。図 5.1 に結果を示す。(a)はチタン工具、(b)は SUS304 工具で研磨したときの研磨面である。チタン工具、SUS304 工具いずれの工具で研磨した場合にも凝着の程度に差はあるものの、研磨痕は認められず凝着物のみが認められた。

第 3 章、表 3.2 及び表 3.3 の結果から、乾式下の研磨では SUS304 工具、チタン工具いずれの研磨工具を用いた場合にも、研磨時間が短い場合には研磨痕は認められず、凝着物のみが認められる。従って、研磨工具に送りをかけると、凝着物が CVD ダイヤモンド膜から剥がれ落ちる前に研磨工具が次のポイントに移動し、研磨痕を創生することなく新たな凝着物を生成するということを繰り返す。そのため研磨痕は創生されず、凝着物のみが生成されたものと考えられる。

なお図中のマスキング部分は、SEM 像を撮影する都合上張り付けたものである。

## 5.3 湿式下における研磨痕の創生

### 5.3.1 研磨痕の観察

乾式下で SUS304 工具及びチタン工具で線状研磨痕の創生を試みたが、図 5.1 に示すように線状研磨痕は創生されず、凝着物のみが生成された。そこで第 4 章 4.2.2 項の結果から湿式下における線状研磨痕の創生を試みた。

研磨条件は、乾式で線状研磨痕の創生を試みたときのものと同様である。図 5.2 に結果を示す。(1)はチタン工具による研磨面であり、(a)が創生された線状研磨痕の SEM 像、(b)が研磨痕と非研磨部分の CVD ダイヤモンド膜面との境界部である A 領域を拡大した SEM 像である。(b)より、チタン工具で研磨した場合には線状の研磨痕が創生され、その研磨痕には結晶粒界は認められず滑らかである。(2)が SUS304 工具による研磨面であり、(a)が超音波振動する研磨工具が通過した領域の SEM 像、(b)がそれを拡大した SEM 像である。(a)、(b)の結果から、SUS304 工具で研磨した場合には研磨痕も凝着物も認められなかった。

### 5.3.2 研磨工具の選択

5.3.1 の結果から、研磨工具と CVD ダイヤモンド膜との摩擦界面に植物油を塗布し、超音波振動を印加した研磨工具に送りをかけると、チタン工具では線状の研磨痕が創生されたが、SUS304 工具では研磨痕も凝着物も認められなかった。

この原因を考察するために、タンタル、ジルコニウム、S10C、ニッケルを研磨工具として、湿式による研磨を行い、研磨痕創生の可否を調べた。ここで、タンタル、ジルコニウムはチタンと同類の炭化物を形成する遷移金属であり、S10C、ニッケルは SUS304 と同類の鉄族金属であるととも SUS304 を組成する金属の一部である。

### 5.3.3 各材料による点状研磨痕創生の可否

各材料を研磨工具とした場合に、点状の研磨痕が創生されるかを確認する。即ち、超音波振動を印加した研磨工具を乾式で CVD ダイヤモンド膜に一定時間、一定荷重で押し当て、点状研磨痕が創生されるかを調べた。研磨条件は、振動振幅  $15 \mu\text{m}_{(\text{r-p})}$ 、研磨荷重 10N、研磨時間 20s

である。

このとき、研磨面をSEMで25倍に拡大し観察を行い、図5.3(a)中の[A]に示すように研磨痕が認められた場合を+、認められなかった場合を-として分類した。なお、図5.3に示す研磨痕はチタン工具による研磨で得られたものである。

表5.1(a)に分類結果を示す。いずれの研磨工具を用いた場合にも乾式では、研磨痕の周囲に凝着物が生成し、その度合いには差があるものの、点状の研磨痕が創生されることが確認された。

#### 5.3.4 湿式下における線状研磨痕創生の可否

各材料を研磨工具とし、湿式下で工具送りをかけたときに、線状の研磨痕が創生されるかを調べた。研磨条件は、振動振幅  $15 \mu\text{m}_{(r-p)}$ 、研磨荷重 10N、工具送り速度 4mm/min、研磨時間 1min である。

研磨面をSEMで25倍に拡大し観察を行った結果、図5.2(1)に示すような線状の研磨痕が認められる研磨面と、図5.2(2)に示すように線状の研磨痕も凝着物も認められない研磨面が観察された。このとき前者の研磨面を+、後者の研磨面を-として分類した。

表5.1(b)に分類結果を示す。SUS304と同類のS10C、ニッケル工具で研磨した場合には、いずれの工具を用いても、研磨痕も凝着物も認められなかった。一方、チタンと同類のタンタル、ジルコニウム工具で研磨した場合には、いずれの工具を用いても研磨痕が認められた。

#### 5.3.5 工具材料が研磨痕創生に及ぼす影響

表5.1の結果より、超音波振動する研磨工具を乾式でCVDダイヤモンド膜に押し当てると、いずれの材料の研磨工具も、点状の研磨痕を創生することができた。一方、同一の研磨工具を用いて湿式下で工具送りをかけた場合には、研磨工具によって、線状の研磨痕が創生されるものと、研磨痕、凝着物共に認められないものに分かれた。

湿式下で工具送りをかけたときに、線状の研磨痕が創生された工具材料は、チタン、タンタル、ジルコニウムである。一方、研磨痕も凝着物も認められなかった工具材料は、SUS304、S10C、ニッケルである。なお、SUS304の組成成分は、Fe、Ni、Crである。またS10Cの組成成分はFeである。ここで、これらの炭素とのギブスの標準生成自由エネルギーを比較するとFe、Ni、Crの方がTi、Ta、Zrのそれに比較して、はるかに高い値である<sup>12)</sup>。これは第4章で記したように、炭化物を形成するためにはFe、Ni、Crの方がTi、Ta、Zrよりはるかに多くのエネルギーを必要とするということを意味する。ところが研磨面に油を塗布することで摩擦係数が小さくなり、第3章で示した式3.1より超音波振動による摩擦エネルギーが小さくなる。そのため、SUS304、S10C、ニッケルが炭化物を形成するに十分なエネルギーに至るまでに時間を要することになる。

## 5.4 研磨痕創生のメカニズム

### 5.4.1 研磨工具摩擦界面のSEM観察及び定性分析

図5.4に、図5.2に示した研磨面との研磨工具の摩擦界面のSEM像を示す。(1)がチタン工具、(2)がSUS304工具のSEM像である。面の状態を比較すると、チタン工具にはA領域の堀起こされたような痕と、B領域に平滑なバニッシュ面とその表面に擦過痕が認められた。一方、SUS304工具には全体的に、チタン工具のB領域で観察された摩擦界面の状態であった。

ここで、工具のどの部分で、凝着摩耗を起こし研磨が進んでいるのかを確認するために、図5.4のSEM像で示されたチタン工具のA領域、B領域の定性分析を行った。なお定性分析はオージェ電子分光分析装置によるものであり、分析面は1000倍～2000倍に拡大した。また、このときの加速電圧は5keVである。

その結果を図5.5及び図5.6に示す。図5.5がA領域、図5.6がB領域の分析結果である。A領域からは、C、Ti、Oが検出された。一方、B領域からはCはほとんど検出されず、Ti、Oが検出された。ここで、第3章3.7節の考察から、A領域においては、研磨工具とCVDダイヤモンド膜との間でTiCを形成し、CVDダイヤモンド膜の研磨が進んでいるものと考えられる。一方、B領域では、その摩擦界面が、平滑なバニッシュ面とその表面に擦過痕が認められる状態であることから、研磨工具とCVDダイヤモンド膜との間でTiCが形成されず、CVDダイヤモンド膜の凹凸が研磨工具を擦り、摩耗させているだけであると考えられる。

従って、SUS304工具においては、第4章4.2.2項の考察及び、摩擦界面がTi工具のB領域の状態に一致することから、CVDダイヤモンド膜の凹凸が研磨工具を擦り、摩耗させているだけであると考えられる。

### 5.4.2 研磨痕創生過程

以上の結果から、研磨痕創生過程の模式図を図5.7に示す。これは、湿式で超音波振動をする研磨工具に送りかけたときの、研磨工具のCVDダイヤモンド膜との摩擦界面における油膜の状態と、超音波振動による摩擦エネルギーの経時変化を示している。T<sub>n</sub>は研磨工具がCVDダイヤモンド膜の任意点に接触してから抜けるまでの時間変化である。

研磨工具が任意の点に接触(T<sub>1</sub>=0)してから研磨時間がT<sub>2</sub>経過するまでに、研磨工具とCVDダイヤモンド膜との摩擦界面での摩擦エネルギーは、式3.1より徐々に増加し、また油膜も徐々に薄くなっていくものと考えられる。しかし、摩擦エネルギーの増加が不十分であるため、研磨工具とCVDダイヤモンド膜との摩擦界面では、多くの部分で油膜を挟んだ状態で研磨され、両者の直接的な接触は部分的なものに限られる<sup>1)</sup>と推察される。この結果、研磨時間がT<sub>2</sub>経過する間に、図5.4(1)(a)のB領域のように、バニッシュされた面上に、擦過痕が形成されたような面になったものと考えられる。

さらに、研磨時間がT<sub>3</sub>経過すると、摩擦エネルギーの増加によって油膜が薄くなり、CVDダイヤモンド膜と研磨工具との直接的な接触部分が増える<sup>3)</sup>。またこれに加え、研磨工具がCVDダイヤモンド膜中の炭素と炭化物を形成するに十分な摩擦エネルギーに達したことで、凝着摩耗が進み、研磨痕が創生されたものと推察される。この結果、研磨時間がT<sub>2</sub>からT<sub>3</sub>経過する間に、図5.4(1)(a)のA領域のように掘り起こされたような面になったものと考えられる。

## 5.5 研磨条件の検討

### 5.5.1 検討方法

砥粒レス超音波研磨法による線状研磨痕の創生が可能であることが、5.4節までの結果から確認できた。次に研磨条件が研磨面性状及び研磨可能確率に及ぼす影響について検証する。即ち、振動振幅、研磨荷重、工具送り速度、工具直径、研磨回数を種々変化させ、創生された研磨痕の表面性状と、研磨可能確率、即ちどの程度の頻度で研磨痕の創生が可能であるかについて検証を行った。なお、研磨回数とは同一面を研磨する回数のことである。また各条件下で研磨はそれぞれ5回づつ行う。

研磨面性状は、線状研磨痕のほぼ中央部分の1.25mmの算術平均粗さRaで評価した。また、研磨可能確率とは、25倍に拡大した研磨痕をSEMで観察し、図5.2(1)(a)に示したような線状の研磨痕が認められたもののみを研磨できたと評価し、その回数を、研磨回数である5で除した値である。

なお、研磨工具にはチタンを用い、研磨工具とCVDダイヤモンド膜の摩擦界面に塗布する油には植物油を用いた。また工具の移動距離は1mmである。

### 5.5.2 振動振幅の影響

図5.8に研磨荷重を10Nとし、振動振幅を $5.5\mu\text{m}_{(r-p)}$ ～ $11\mu\text{m}_{(r-p)}$ まで変化させて研磨を行ったときの、研磨可能確率および表面粗さの変化を示す。

研磨可能確率は、振動振幅が $7\mu\text{m}_{(r-p)}$ で80%、 $9\mu\text{m}_{(r-p)}$ で100%、 $11\mu\text{m}_{(r-p)}$ で100%と $7\mu\text{m}_{(r-p)}$ ～ $11\mu\text{m}_{(r-p)}$ では大きな差は認められなかった。しかし、振動振幅が $5.5\mu\text{m}_{(r-p)}$ になると40%となり、その値は急激に減少した。表面粗さは、振動振幅が $7\mu\text{m}_{(r-p)}$ ～ $11\mu\text{m}_{(r-p)}$ では顕著な差は認められなかったが、 $5.5\mu\text{m}_{(r-p)}$ になると多少大きくなる傾向を示した。

式3.1より振動振幅が増加すると、超音波振動による研磨工具と、CVDダイヤモンド膜との摩擦界面における摩擦エネルギーも増加する。即ち、振動振幅が増加すると、摩擦界面では研磨工具とCVDダイヤモンド膜中の炭素との炭化反応が進むことで、凝着摩耗による研磨痕の創生が進むものと推察される。その結果、振動振幅の増加に伴って研磨可能確率が上昇し、研磨痕の表面粗さが小さくなっていったと考えられる。

### 5.5.3 研磨荷重の影響

図5.9に振動振幅を $11\mu\text{m}_{(r-p)}$ とし、研磨荷重を4N～10Nまで変化させたときの研磨可能確率と表面粗さの変化を示す。

研磨可能確率は、研磨荷重が6Nで100%、8Nで80%、10Nで100%と6N～10Nまでは大きな差は認められなかった。しかし、研磨荷重が4Nになると20%となり、その値は急激に減少した。表面粗さは、変化の度合いは小さいが、研磨荷重の増加に伴って徐々に小さくなる傾向にあった。

式3.1より研磨荷重が増加すると、超音波振動による研磨工具とCVDダイヤモンド膜との摩擦界面における摩擦エネルギーも増加する。即ち、研磨荷重が増加すると、摩擦界面では研磨工具とCVDダイヤモンド膜中の炭素との炭化反応が進むことで、凝着摩耗による研磨痕の創生が進むものと推察される。その結果、研磨荷重の増加に伴って研磨可能確率が上昇し、研磨痕の表面粗さが小さくなっていったと考えられる。

#### 5.5.4 工具送り速度の影響

図 5.10 に振動振幅を  $11 \mu\text{m}_{(r-p)}$ , 研磨荷重を 10N とし, 工具送り速度を 2mm/min~10mm/min まで変化させたときの研磨可能確率と表面粗さの変化を示す。

研磨可能確率は, 工具送り速度が 2mm/min~6mm/min までは 2mm/min のとき 80%, 4mm/min, 6mm/min のとき 100%, とほとんど差はないが, 8mm/min のとき 60%, 10mm/min のとき 0%, と送り量が 8mm/min を越えると, 研磨可能確率は急激に減少した。表面粗さは, 工具送り速度が 2mm/min~6mm/min と増加するのにもなって小さくなり 6mm/min のとき最小となるが, 8mm/min になると表面粗さは再び大きくなる傾向にあった。

工具送り速度が小さくなることで, CVD ダイヤモンド膜上の任意の一点に研磨工具が接触する時間が長くなる。このとき第 3 章式 3.1 より研磨工具と CVD ダイヤモンド膜の摩擦界面の超音波振動による摩擦エネルギーの増加によって炭化反応が促進され, 凝着摩耗が進むことで研磨痕が創生されていく。しかし, 必要以上に凝着摩耗が進むと CVD ダイヤモンド膜を深く摩耗させ, 表面粗さは大きくなるものと推察される。一方, 工具送り速度を大きくすると, 上記と逆の理由によって凝着摩耗が進まなくなり, CVD ダイヤモンド膜の凸部分を完全に除去することができず結晶粒界を残し, 表面粗さは大きくなるものと推察される。

従って, 図 5.9 に示されるように, 表面粗さは工具送り速度の増加に伴い一旦減少し, 最小値をとった後に増加したものと考えられる。

#### 5.5.5 工具径の影響

図 5.11 に振動振幅を  $11 \mu\text{m}_{(r-p)}$ , 研磨荷重を 10N とし, 工具径を 12mm~20mm まで変化させたときの研磨可能確率と表面粗さの変化を示す。

研磨可能確率は, いずれの工具径で研磨しても, その値は 80% もしくは 100% であり, 工具径は研磨可能確率に顕著な影響を及ぼさなかった。また表面粗さについては, その変化の度合いが小さいことや, 規則的な変化が認められないことから, 工具径が表面粗さに及ぼす影響は小さいと判断される。

工具径が 12mm から 20mm と変化しても, ヘルツの公式より研磨工具と CVD ダイヤモンド膜との接触面積に差がほとんどない。なおこのとき, 工具径 12mm における接触面積は  $0.52\text{mm}^2$  であり, 工具径 20mm における接触面積は  $0.58\text{mm}^2$  である。このことから, 研磨工具と CVD ダイヤモンド膜との摩擦界面での単位面積当たりの, 超音波振動による摩擦エネルギーの差もほとんどないものと考えられる。

従って, 工具径の違いが研磨痕創生に影響を及ぼさず, 図 5.10 に示すように, 表面粗さ, 研磨可能確率に顕著な差がでなかったものと考えられる。

#### 5.5.6 研磨回数の影響

図 5.12 に振動振幅を  $11 \mu\text{m}_{(r-p)}$ , 研磨荷重を 10N とし, 同一研磨面の研磨回数を 1 回~4 回まで増加させたときの表面粗さの変化を示す。研磨回数の 1 回目と 2 回目を比較すると, 2 回目の表面粗さは, 1 回目の表面粗さに比較してはるかに小さくなっている。研磨回数 2 回目, 3 回目の表面粗さには大きな差は認められないが, 4 回目に表面粗さは増加している。

初期の段階では, 研磨回数が増すにつれて, CVD ダイヤモンド膜の凸部分が凝着摩耗によって摩耗し, 表面粗さは小さくなるものと推察される。しかし, 必要以上に研磨回数を

重ねると、CVDダイヤモンド膜を深く摩耗させ、表面粗さは大きくなるものと推察される。  
従って、図5.11に示すように、研磨回数の増加に伴い表面粗さは一旦減少し、最小値をとった後に増加したものと考えられる。



## 5.6 第5章のまとめ

第5章をまとめる次のようになる。

研磨工具に送りをかけることによって、線状研磨痕の創生を試みた。このとき、研磨痕創生の可否、研磨痕創生のメカニズム、そして研磨条件が研磨面性状及び研磨痕創生の進行具合に及ぼす影響について検証した。

その結果、以下に示す知見が得られた。

乾式下で超音波振動する研磨工具に送りをかけた。このときの研磨工具はチタン、SUS304である。しかし、いずれの研磨工具を用いても線状の研磨痕は創生されず、凝着物のみが生成された。この現象は、研磨工具に送りをかけることで、凝着物がCVDダイヤモンド膜から剥がれ落ちる前に、研磨工具が次のポイントに移動し、研磨痕を創生することなく新たな凝着物を生成する、というサイクルを繰り返したために、生じたものであると考えられる。

そこで、研磨粉の効率的な排出を促すことで、新たな凝着物の生成を防ぐことを目的に、研磨工具とCVDダイヤモンド膜との摩擦界面に植物油を極薄く塗布し、超音波振動する研磨工具に送りをかけた。このとき、チタン工具を用いた場合には線状の研磨痕が創生されたが、SUS304工具を用いた場合には、研磨痕も凝着物の生成も認められなかった。

ここで、チタン工具、SUS304工具以外にチタンと同類の炭化物を形成する遷移金属であるタンタル、ジルコニウム、及びSUS304と同類の鉄族金属であるとともに、SUS304を組成する金属の一部であるS10C、ニッケルを研磨工具とし同様の実験を行った。

チタンと同類のタンタル、ジルコニウムを研磨工具とした場合には、線状の研磨痕が創生された。しかし、SUS304と同類のS10C、ニッケルを研磨工具とした場合には、SUS304工具と同様に、研磨痕の創生も凝着物の生成も認められなかった。なお、いずれの材料も超音波振動を印加して乾式下でCVDダイヤモンド膜に押し付けると、点状の研磨痕を創生する。

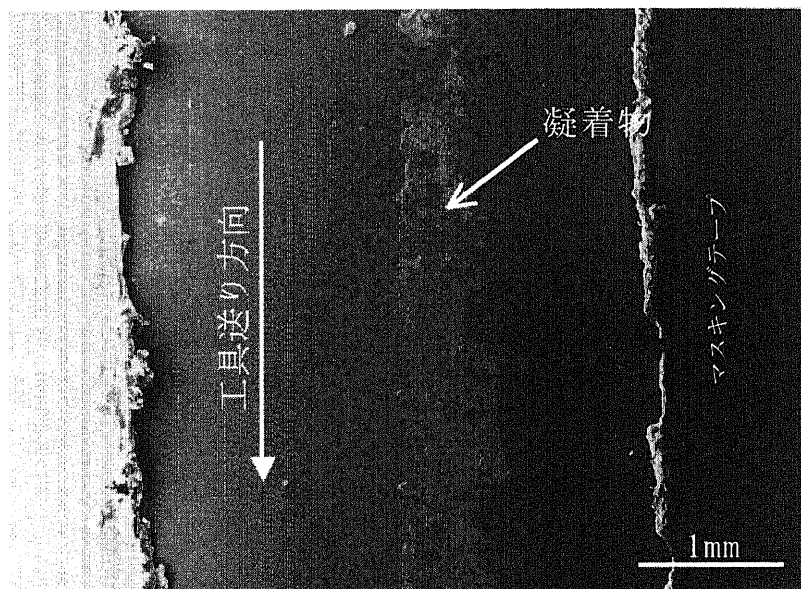
それぞれの材料と、炭素とのギブスの標準生成自由エネルギーを比較する。チタン、タンタル、ジルコニウムは、SUS304やS10Cの組成成分である鉄、ニッケル、クロムに比較してはるかに低い値であった。このことから、研磨工具とCVDダイヤモンド膜の摩擦界面に植物油を塗布して研磨痕を創生する場合には、極めて低い摩擦エネルギーで炭素と炭化物を形成するチタン、タンタル、ジルコニウムが研磨工具として向いていると考えられる。

振動振幅、研磨荷重、工具送り速度及び研磨回数は、研磨痕の表面粗さや、研磨痕の創生しやすさに影響を及ぼす。

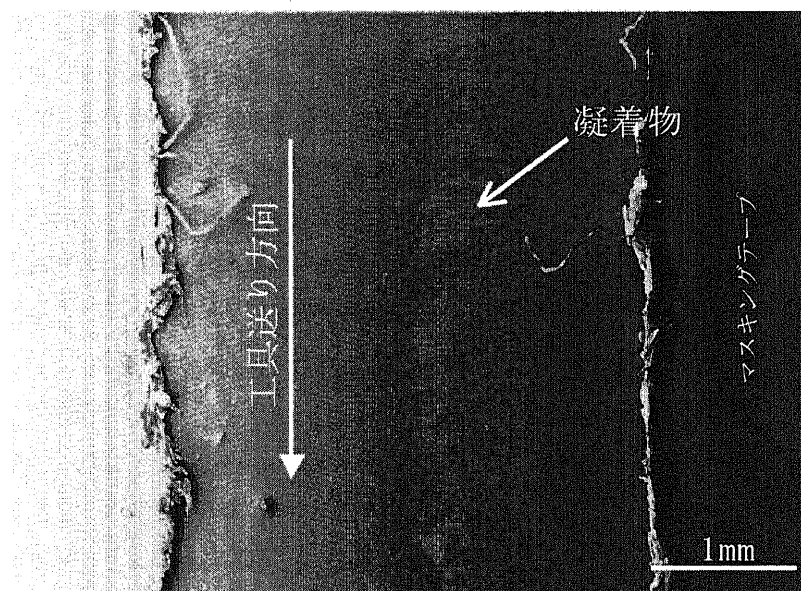
振動振幅及び研磨荷重の増加に伴い研磨痕が創生されやすくなり、表面粗さは小さくなる傾向を示す。

工具送り速度の増加に伴い、研磨痕は創生されやすくなる。しかし、表面粗さは徐々に小さくなり、ある工具送り速度を超えると再び大きくなる傾向を示す。

研磨回数の増加に伴い、表面粗さは徐々に小さくなる。しかし、ある回数を超えると、再び大きくなる傾向を示す。

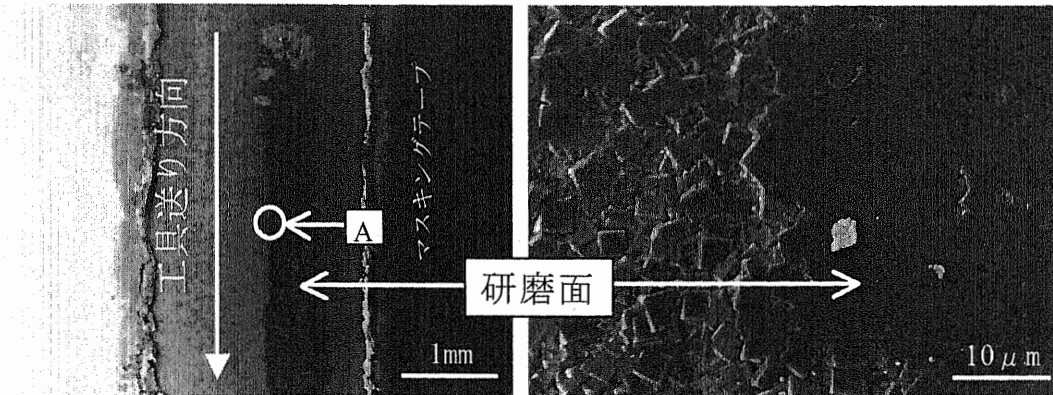


(a) チタン工具



(b) SUS304工具

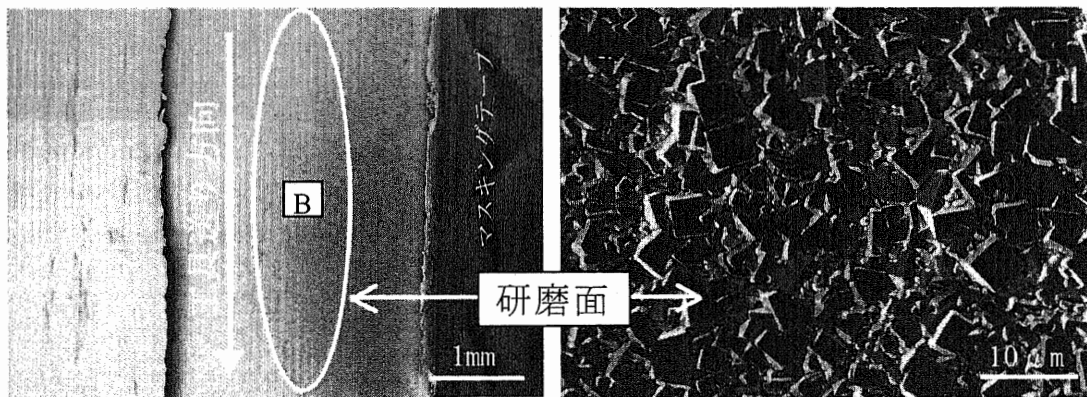
図5.1 乾式下において工具送りをかけたときの研磨面性状



(a) 研磨面

(b) A部分

(1) 湿式下におけるチタン工具による研磨面

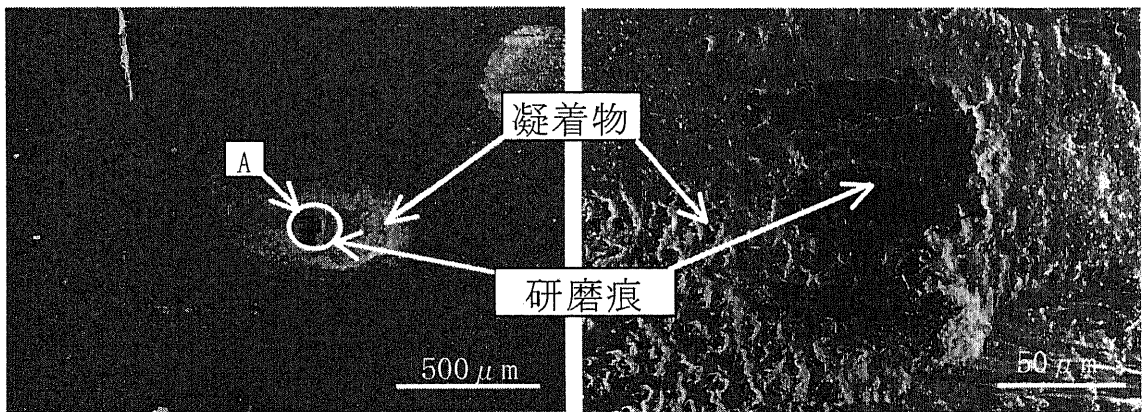


(a) 研磨面

(b) B部分

(2) 湿式下におけるSUS304工具による研磨面

図5.2 線状研磨痕の創生



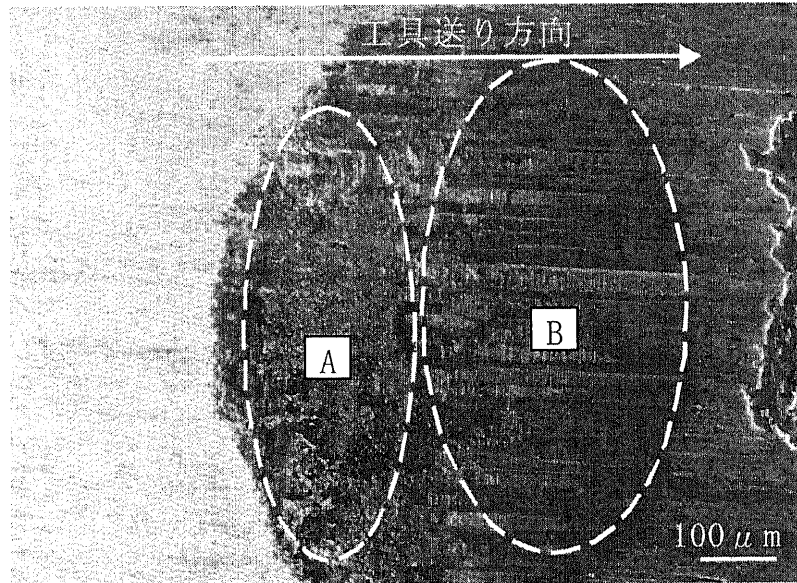
(a) 研磨面性状

(b) 研磨痕

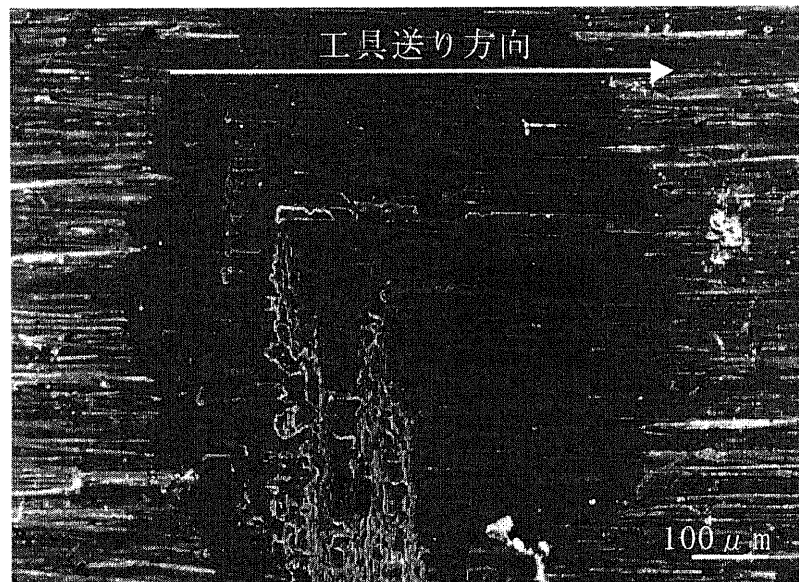
図5.3 乾式下における点状研磨痕の例

表 5.1 工具種類と研磨痕創生の可否

	(a) 点状研磨痕 (乾式)	(b) 線状研磨痕 (湿式)
チタン	+	+
ジルコニウム	+	+
タンタル	+	+
SUS304	+	-
SiOC	+	-
ニッケル	+	-



(1) 湿式下におけるチタン工具の摩擦界面



(2) 湿式下におけるSUS304工具の摩擦界面

図5.4 工具種類の違いによる工具の摩擦界面の比較

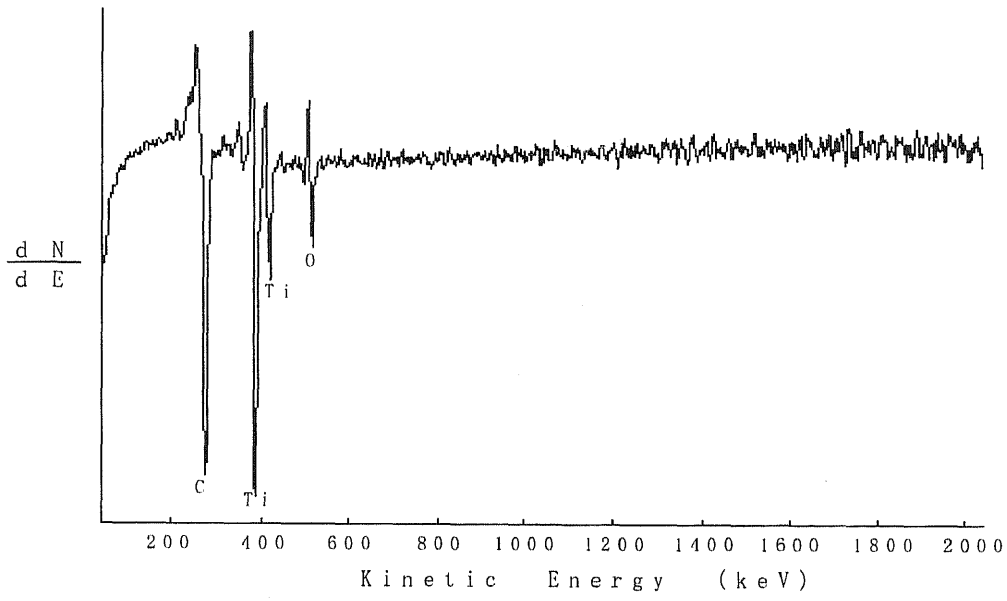


图5.5 A领域定性分析

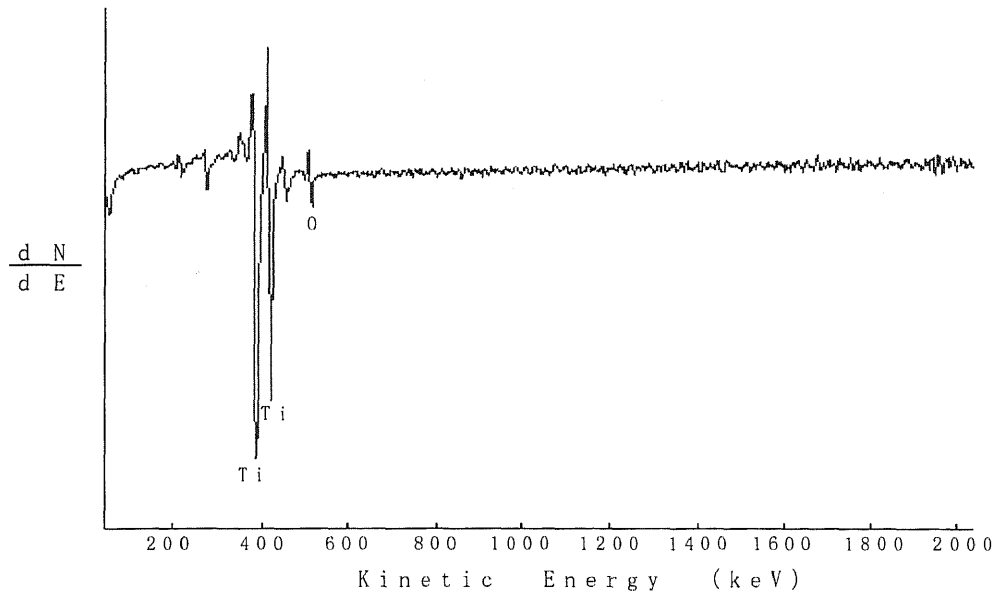


图5.6 B领域定性分析

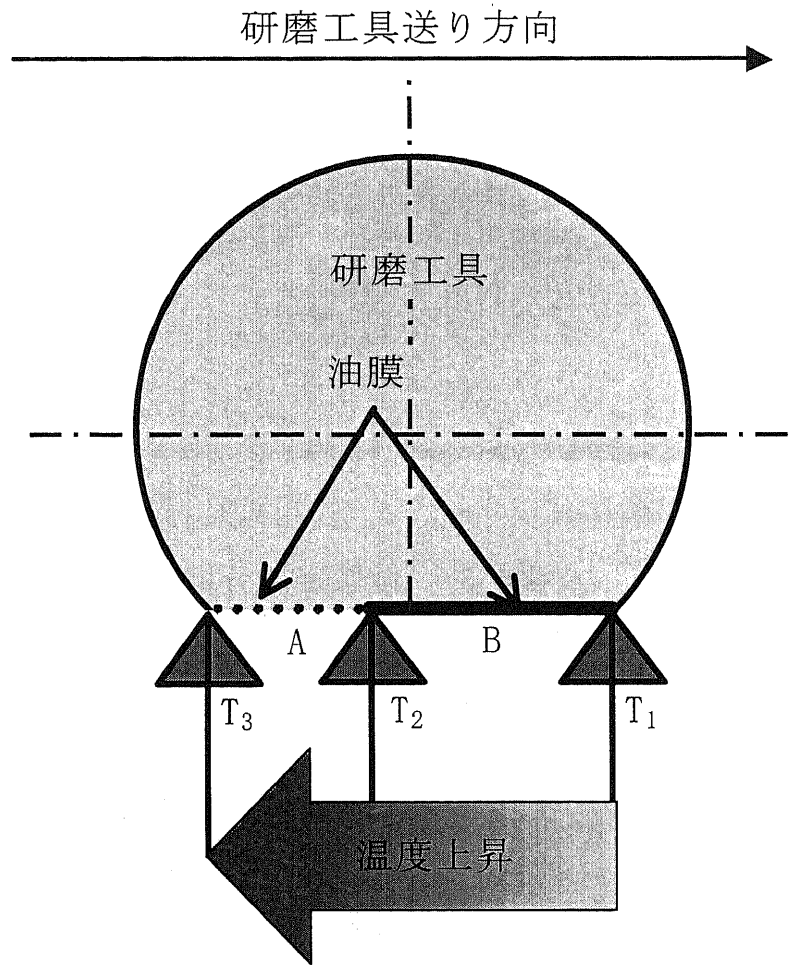
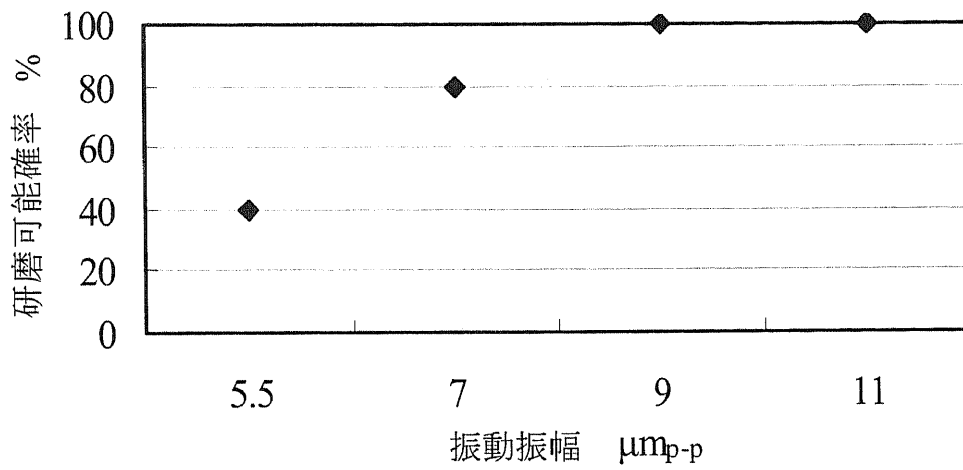
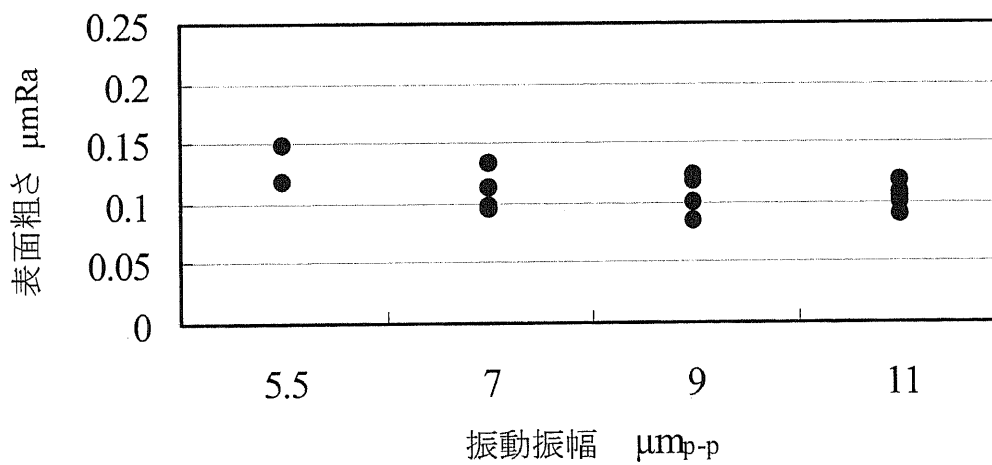


図5.7 研磨痕創生過程模式図



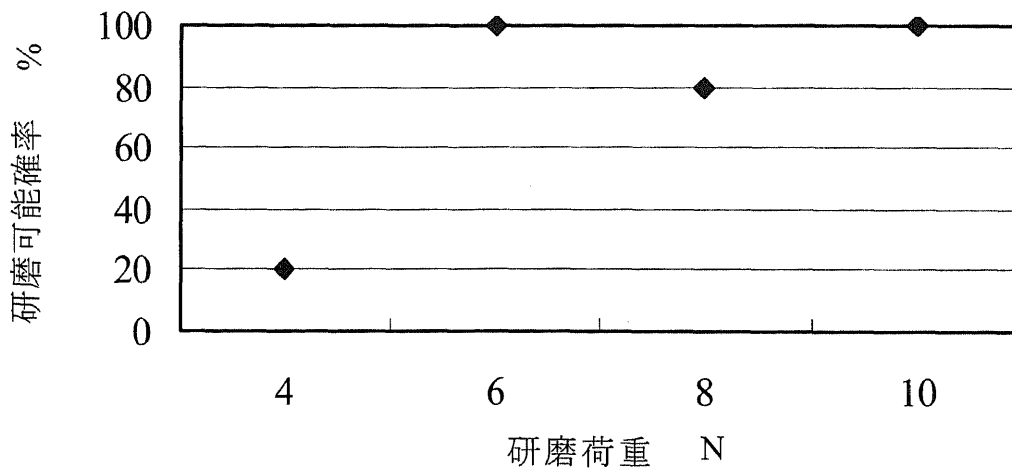


(a) 振動振幅と研磨可能確率の関係

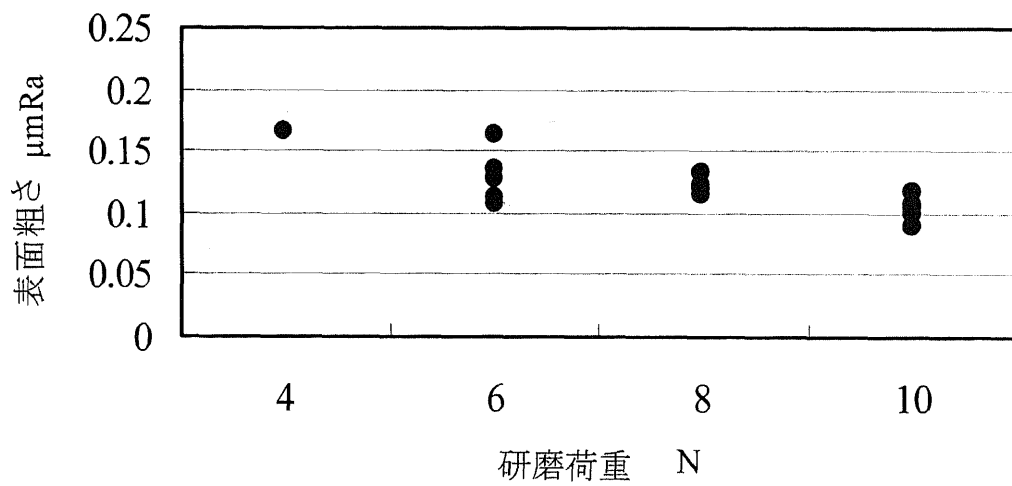


(b) 振動振幅と表面粗さの関係

図5.8 振動振幅が研磨痕創生に及ぼす影響

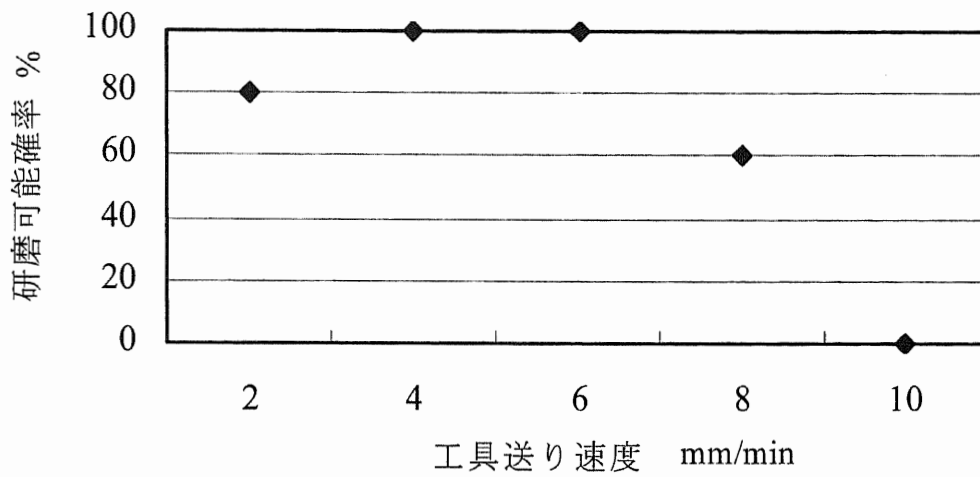


(a) 研磨荷重と研磨可能確率の関係

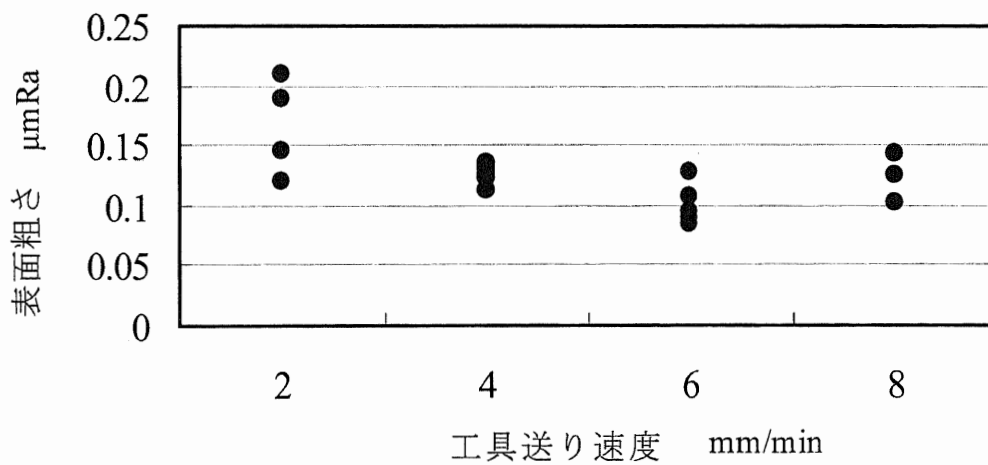


(b) 研磨荷重と表面粗さの関係

図5.9 研磨荷重が研磨痕創生に及ぼす影響

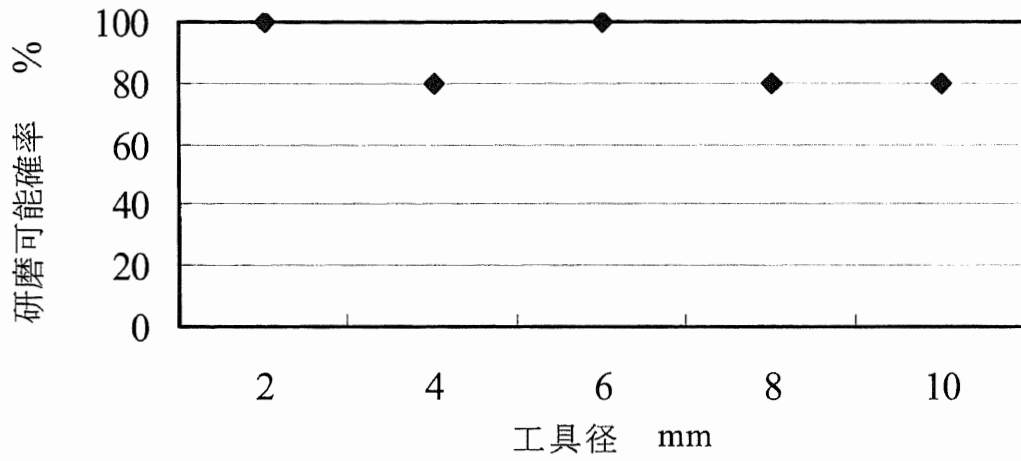


(a) 工具送り速度と研磨可能確率の関係

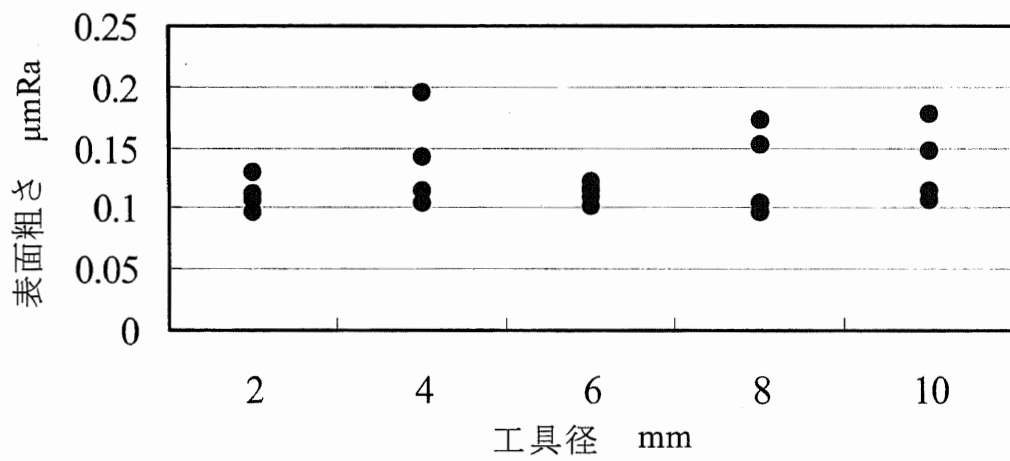


(b) 工具送り速度と表面粗さの関係

図5.10 工具送り速度が研磨痕創生に及ぼす影響



(a) 工具径と研磨可能確率の関係



(b) 工具径と表面粗さの関係

図5.11 工具径が研磨痕創生に及ぼす影響

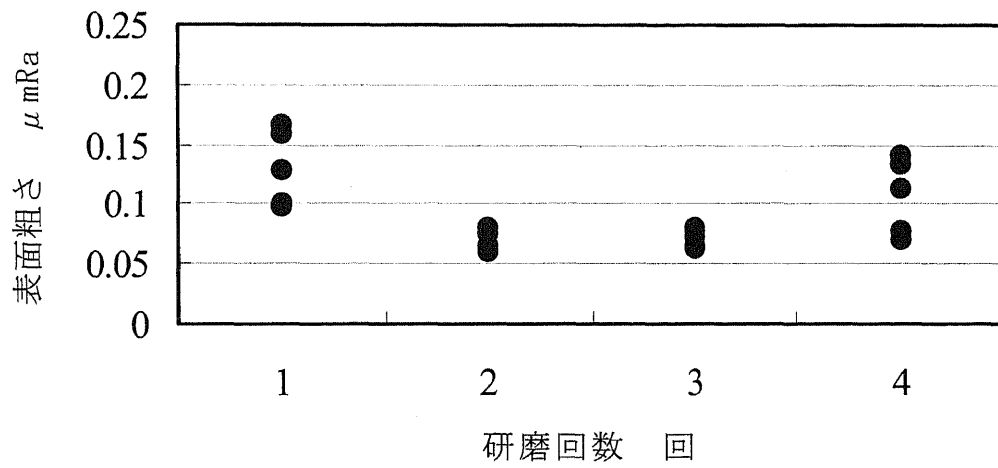


図5.12 研磨回数が表面粗さに及ぼす影響

## 参考文献

- 1) R. Hultgren, R. L. Orr, K. K. Kelley: Supplement to Selected Value of Thermodynamic Properties of Metals and Alloys, John Wiley and Sons, Inc., New York (1960).
- 2) J. F. Elliot, M. Gleiser: Thermochemistry for Steelmaking, Addison-Wesley Publishing Co., Massachusetts (1960).
- 3) F. P. バウデン, D. テイバー: 固体摩擦と潤滑, 丸善株式会社 (1976) 173.

## 第6章 平面研磨方法の検証

### 6.1 はじめに

第5章で得られた結果から、植物油を極薄く塗布したCVDダイヤモンド膜上に、チタン工具を一定荷重で押し当て、さらに一定速度で工具送りをかけることで、線状の研磨痕が創生されることが確認された。

これらの結果から、平面状の研磨面を創生する方法として、研磨工具にピックフィードをかけることによって、線状の研磨痕を重ね合わせる方法を提案する。ところで、第2章2.4.3項で記したように平面状の研磨面を創生する方法が2通りある。即ち、超音波振動方向に研磨工具を送る平行研磨法と、超音波振動方向に対して直交する方向に研磨工具を送る直交研磨法である。

そこで、本方法の可能性を確かめるために、以下の3点について検証する。

- (1) 平行研磨法、直交研磨法が線状研磨痕の表面性状及び研磨効率に及ぼす影響。
- (2) 平行研磨法、直交研磨法の線状研磨痕創生のメカニズム。
- (2) 研磨工具にピックフィードをかけたときの研磨面創生の可否。
- (3) 研磨面創生のメカニズム。

なお、実験装置は第2章2.4節で示したものをを用いる。

## 6.2 研磨法の違いによる表面性状の比較

### 6.2.1 研磨痕表面性状の比較方法

平行研磨法, 直交研磨法で線状研磨痕を創生したときの研磨痕表面性状の違いを検証するために, それぞれの研磨法で創生した線状研磨痕の表面粗さを測定した. このとき, 表 6.1 に示すように振動振幅, 研磨荷重, 工具送り速度の各研磨条件を変化させた. 表面粗さの測定方向は工具送り方向であり, 測定位置および距離は研磨痕のほぼ中央部分の 1.25mm の距離を測定した. また, 表面粗さの比較は算術平均粗さ Ra で行った.

### 6.2.2 振動振幅変化に伴う表面粗さ変化の比較

図 6.1 に, 振動振幅と表面粗さの関係を示す. 平行研磨法で研磨痕を創生した場合には, 振動振幅の増加にともなって表面粗さは小さくなり, 振動振幅が  $7\mu\text{m}_{(r-p)}$  のとき最小値をとるが, 振動振幅がさらに増加すると, 表面粗さは徐々に大きくなる傾向を示した. 一方, 直交研磨法で研磨痕を創生した場合には, 振動振幅の増加にともない表面粗さは徐々に小さくなる傾向を示す.

### 6.2.3 研磨荷重変化に伴う表面粗さ変化の比較

図 6.2 に研磨荷重と表面粗さの関係を示す. 平行研磨法で研磨痕を創生した場合には, 研磨荷重の増加にともなって, 表面粗さは徐々に大きくなる傾向を示した. 一方, 直交研磨法で研磨痕を創生した場合には, 研磨荷重の増加にともなって表面粗さは徐々に小さくなる傾向を示した.

### 6.2.4 工具送り速度の変化に伴う表面粗さ変化の比較

図 6.3 に工具送り速度と表面粗さの関係を示す. 平行研磨法, 直交研磨法のいずれの研磨法で研磨痕を創生した場合にも, 工具送り速度の増加にともない表面粗さは徐々に小さくなる傾向を示し, 平行研磨法では, 工具送り速度が 10mm/min から 30mm/min のとき, 直交研磨法では工具送り速度が 4mm/min のとき最小となる. しかし, 工具送り速度がそれ以上になると, 表面粗さは徐々に大きくなる傾向を示した.

## 6.3 研磨法が研磨効率に及ぼす影響

平行研磨法, 直交研磨法において, 研磨痕創生可能な工具送り速度の限界値について検討した. 研磨条件は振動振幅  $15\mu\text{m}_{(r-p)}$ ,  $20\mu\text{m}_{(r-p)}$ , 研磨荷重 10N, 研磨距離 4mm である. 工具送り速度は 10mm/min から 10mm/min ずつ上りいき, 研磨痕創生が不能となる限界速度を求めた. 研磨痕創生が可能であるか否かは, 研磨面を SEM で観察し, 連続的な線状の研磨痕が確認できるか否かで判定した. 連続的な線状の研磨痕が確認できれば+, 確認できなければ-と分類した. 表 6.2 に結果を示す.

直交研磨法では, 振動振幅  $15\mu\text{m}_{(r-p)}$  のとき, 工具送り速度 20mm/min で連続的な線状の研磨痕が確認できなくなった. さらに, 振動振幅を  $20\mu\text{m}_{(r-p)}$  としても工具送り速度 30mm/min で連続的な線状の研磨痕は確認できなくなった. 一方, 平行研磨法では, 振動振幅  $15\mu\text{m}_{(r-p)}$  のとき, 工具送り速度 50mm/min まで連続的な線状の研磨痕が確認された. また振動振幅  $20\mu\text{m}_{(r-p)}$  では, 工



具送り速度 60mm/min まで連続的な線状の研磨痕が確認された。これらの結果から、同一条件下で研磨した場合、平行研磨法は直交研磨法に比較して効率的に研磨痕を創生することができることが確認された。

#### 6.4 均一な研磨面の創生方法の検討

平面状の研磨面を創生するために、研磨工具にピックフィードをかけ、線状の研磨痕を重ね合わせる。

最初に、均一な研磨面を創生するための研磨方法及び、ピックフィードピッチの検討をする。即ち、平行研磨法、直交研磨法それぞれの研磨法で研磨工具にピックフィードをかけ、平面状の研磨面を創生する。そして、いずれの研磨法で、どの程度のピックフィードピッチで研磨したときに均一な研磨面が創生されるかを SEM によって調べる。

研磨条件は、効率よく滑らかな研磨面が創生されるように設定する。従って、図 6.3 の結果より研磨条件は次のようになる。振動振幅  $11\mu\text{m}_{(p-p)}$ 、研磨荷重 10N。工具送り速度は、平行研磨法は 30mm/min、直交研磨法は 4mm/min とする。ピックフィードピッチは、この条件で研磨したときの線状研磨痕の幅が、平行研磨法で研磨した場合にはおおよそ 0.3mm~0.4mm、直交研磨法で研磨した場合にはおおよそ 0.1mm~0.3mm であることから、そのピッチを 0.1mm、0.3mm とし比較を行った。また、創生する研磨面の形状は、4mm×4mm の正方形である。

図 6.4 に結果を示す。SEM 像の中で、黒色の部分が研磨された部分であり、灰色部分が研磨されなかった部分である。このとき、平行研磨法、直交研磨法いずれの場合にも、ピックフィードピッチを 0.1mm とした方が研磨されなかった部分が少なく、均一に研磨される傾向にある。また、ピックフィードピッチに関わらず平行研磨法の方が、直交研磨法に比較すると研磨されなかった部分が少なく、均一に研磨される傾向にある。特に、平行研磨法でピックフィードピッチを 0.1mm として研磨した場合には、研磨されなかった部分も全く認められず、均一に研磨面が創生された。

#### 6.5 平行研磨法による研磨面の表面粗さ

6.4 節より、平行研磨法で研磨面を創生した方が、直交研磨法より均一に研磨面が創生されることが確認された。さらに、ピックフィードピッチを小さくすることで、より均一に研磨面が創生されることも確認された。特に本実験においては、平行研磨法でピックフィードピッチを 0.1mm として研磨した場合、研磨されなかった部分も全く認められず、均一に研磨面が創生された。

そこで、平行研磨法でピックフィードピッチを 0.1mm として創生されたときの研磨面の状態を、さらに詳細に調べる。そのため、創生された研磨面の任意の部分を 1000 倍に拡大し、SEM で観察すると共に、表面粗さの測定も行った。表面粗さは算術平均粗さ  $R_a$  と、最大高さ粗さ  $R_z$  で評価した。表面粗さの測定方向は、工具送り方向とピックフィード方向である。

図 6.5 に結果を示す。SEM 像においては、工具送り方向に明瞭な線状痕が認められる。表面粗さはピックフィード方向の値が算術平均粗さ  $0.146\mu\text{m}R_a$ 、最大高さ粗さ  $0.895\mu\text{m}R_z$ 、工具送り方向の値が算術平均粗さ  $0.064\mu\text{m}R_a$ 、最大高さ粗さ  $0.435\mu\text{m}R_z$  とピックフィード方向の表面粗さの方が、工具送り方向の表面粗さに比較して大きかった。即ち、工具送り方向は滑らかで、ピックフィード方向には凹凸の起伏が生じるというように、研磨面の表面粗さには方向性

があることが確認された。

## 6.6 研磨面の仕上げについて

### 6.6.1 仕上げ方法の提案

6.5 節より、平行研磨法で研磨した場合、均一に研磨面が創生されるものの、その表面粗さに方向性があり、工具送り方向にのみ滑らかであることが確認された。従って、方向に関係なく均一に滑らかに研磨面を仕上げる目的で、平行研磨法で研磨した同一面を再度、平行研磨法、直交研磨法それぞれの研磨法で研磨を行った。

ところで、2回目に研磨を行う場合、いずれの研磨法においてもその工具送り方向は、1回目の研磨の工具送り方向に対して直交させた。即ち、図6.6に示すように2回目に平行研磨法で研磨する場合には、(a)に示すように、被研磨物を90°倒し、1回目と同じ工具送り方向、振動方向で研磨を行った。また、2回目に直交研磨法で研磨する場合、工具送り方向を1回目の工具送り方向に対して直交させ、1回目と同じ被研磨物固定位置、振動方向で研磨を行った。これ以降、2回目の研磨を便宜上、仕上げ研磨と呼ぶことにする。

### 6.6.2 仕上げ面の評価方法

6.6.1項によって創生された研磨面をSEM観察及び、表面粗さ測定によって評価する。

SEM観察は6.5節同様、創生された研磨面の任意の部分を1000倍に拡大し、観察する。なお、仕上げ研磨した面をSEMで観察する際、観察面に当てる電子線の方向は1回目の研磨面を撮影した時の電子線の方向と同一である。

表面粗さは工具送り方向と、ピックフィード方向の両方向を測定し、いずれも算術平均粗さRaと最大高さ粗さRzで評価する。なおこのときの工具送り方向、ピックフィード方向とは仕上げ研磨におけるものである。また仕上げ研磨において平行研磨法、直交研磨法それぞれの研磨法で研磨する面は異なるものであるが、その表面性状は図6.5と同程度のものである。したがって、仕上げ研磨で創生された研磨面を1回目の研磨で創生された研磨面と比較する場合、図6.5の研磨面との比較にする。

### 6.6.3 仕上げ面の評価

図6.7に平行研磨法で仕上げ研磨を行った研磨面を示す。平行研磨法で仕上げ研磨を行った場合、工具送り方向の表面粗さは算術平均粗さ $0.062\mu\text{mRa}$ 、最大高さ粗さ $0.405\mu\text{mRz}$ であった。また、ピックフィード方向の表面粗さは算術平均粗さ $0.186\mu\text{mRa}$ 、最大高さ粗さ $1.105\mu\text{mRz}$ であった。SEM像においては、図6.5に比較して明瞭ではないが、工具送り方向に線状痕が観察される。ここで図6.5に比較して線状痕が明瞭でないのは、SEM撮影に際して1回目の撮影と同じ方向から電子線を観察物に当てているからであると考えられる。

したがって、平行研磨法で仕上げ研磨をしても、表面粗さに方向性が生じ、工具送り方向には滑らかであるが、ピックフィード方向には凹凸の激しい研磨面が創生された。これは平行研磨法で最初に創生した面と同様の研磨面性状である。このことから仕上げ研磨を行うには、平行研磨法は適さないことが確認された。

図6.8に直交研磨法で仕上げ研磨を行った研磨面を示す。直交研磨法で仕上げ研磨を行った場合、工具送り方向の表面粗さは、算術平均粗さ $0.066\mu\text{mRa}$ 、最大高さ粗さ $0.425\mu\text{mRz}$ であ

った。また、ピックフィード方向の表面粗さは、算術平均粗さ  $0.076 \mu\text{mRa}$ 、最大高さ粗さ  $0.44 \mu\text{mRz}$  であった。SEM 像においては、ピックフィード方向に多少線状痕が認められるが、平行研磨法で創生された 1 回目の研磨面、即ち図 6.5 の研磨面と比較するとはるかに滑らかなである。

従って、平行研磨法によって研磨面を創生した後、工具送り方向を 1 回目の研磨の工具送り方向に対して直交させ、同一面を直交研磨法で仕上げ研磨することによって、均一に滑らかな研磨面が創生される。また、その表面粗さは最大高さ粗さで  $0.5 \mu\text{mRz}$  以下であり、例えばプレス金型にコーティングされた CVD ダイヤモンド膜の研磨に本研磨法を適用した場合にも、十分に実用に供せるものであると考えられる<sup>1)</sup>。

## 6.7 研磨面創生のメカニズム

### 6.7.1 研磨工具摩擦界面の SEM 観察および定性分析

これまでの結果から、平行研磨法と直交研磨の違いが、創生される線状研磨痕の表面性状、研磨効率、あるいは平面研磨の仕上げ面に影響を及ぼすことが明らかとなった。

そこで、平行研磨法、直交研磨法の研磨痕創生メカニズムの違いについて検討を行うため、研磨工具の CVD ダイヤモンド膜との摩擦界面の SEM 観察、及び定性分析を行った。なお定性分析はオージェ電子分光分析装置によるものであり、このときの加速電圧は  $5\text{keV}$  である。また分析面を 1000 倍から 2000 倍に拡大して分析を行った。

図 6.9 に研磨工具の摩擦界面の SEM 像を示す。(a) は平行研磨法で用いた研磨工具の摩擦界面の SEM 像である。摩擦界面全体的に掘り起こされたような痕が認められる。(b) は直交研磨法で用いた研磨工具の摩擦界面の SEM 像であり、図 5.4(1) の結果同様、摩擦界面には A のような掘り起こされたような痕と、B のような擦過痕が認められる平滑なバニッシュ面の部分が認められる。

ここで、研磨工具の摩擦界面の成分分析は、直交研磨法については、すでに図 5.5、図 5.6 にその結果を示していることから、平行研磨法についてのみ、研磨工具の摩擦界面の成分分析を行った。なお、図 5.5、図 5.6 の結果によれば、直交研磨法の研磨工具の摩擦界面からは、A のように掘り起こされたような痕からは、C, Ti, O が検出され、B のように過痕が認められる平滑なバニッシュ面からは、C はほとんど検出されず、Ti, O が検出された。

なお、平行研磨法における研磨工具の摩擦界面からは、図 6.10 の結果に示すように、C, Ti, O が検出された。

### 6.7.2 平行研磨法及び直交研磨法のメカニズム

図 6.11 に平行研磨法、直交研磨法における経時変化に伴う工具軌跡を示す。このとき、図中の V を工具送り速度、Y を研磨工具の移動距離、t を研磨時間、 $Y_1$  を CVD ダイヤモンド膜上の研磨開始点からの点とする。

(a) に平行研磨法による経時変化に伴う工具軌跡を示す。平行研磨法は工具送り方向と超音波振動方向が同一である。したがって、経時変化に伴って、研磨工具はその移動方向と同一方向に、超音波振動による往復運動をしながら移動していく。さらに、研磨工具の送り速度は、超音波振動速度に比較してはるかに小さい。例えば、振動振幅  $11 \mu\text{m}_{(p-p)}$ 、工具送り速度  $30\text{mm}/\text{min}$  で研磨を行う場合、超音波発振周波数は  $20.5\text{kHz}$  であることから、振動振幅速度は  $84.9 \times 10^3\text{mm}/\text{min}$  になる。従って、研磨工具の摩擦界面の同一点が CVD ダイヤモンド膜上の同一点を擦

る回数に着目すると、その回数は複数回になる。この回数は、例えば振動振幅が  $11\mu\text{m}_{(r-p)}$  のとき、工具が  $11\mu\text{m}$  通過する間に振動する回数である。ここで、研磨工具が  $11\mu\text{m}$  通過するのにかかる時間が  $0.02$  秒、周波数が  $20.5\text{kHz}$  であることから、 $410$  回擦ることになる。一方、(b) は直交研磨法による経時変化に伴う工具軌跡を示している。直交研磨法は超音波振動方向と工具送り方向は直交しているため、研磨工具の摩擦界面の同一点が CVD ダイヤモンド膜上の同一点を擦る回数は  $1$  回のみである。

従って、6.7.1 項の結果及び、第 5 章 5.4.1 項の考察より、平行研磨法、直交研磨法は次のように研磨が進んでいるものと考えられる。

平行研磨法は、研磨工具の摩擦界面の同一点で CVD ダイヤモンド膜上の同一点を擦る回数は複数回である。従って、未研磨の CVD ダイヤモンド膜に研磨工具が進入してきたとき、進入した直後から摩擦界面では CVD ダイヤモンド膜中の炭素と研磨工具が炭化反応を起こすに十分な温度に至っていると考えられる。

一方、直交研磨法は、研磨工具の摩擦界面の同一点で CVD ダイヤモンド膜上の同一点を擦る回数は  $1$  回である。従って、未研磨の CVD ダイヤモンド膜に研磨工具が進入してきたとき、初期の段階では、油膜があるためその摩擦界面において、CVD ダイヤモンド膜中の炭素と研磨工具が炭化反応を起こすに十分な温度に至っていない。しかし、研磨工具の移動に伴って徐々に昇温し、炭化反応を起こすに十分な温度となって研磨が進んでいると考えられる。

## 6.8 研磨法が及ぼす影響

### 6.8.1 平行研磨と直交研磨法の違い

6.7.2 項より平行研磨法、直交研磨法の研磨痕創生メカニズムの違いが明らかになったことから、6.2~6.6 節に示されたような結果が得られた理由について考察する。

6.7.2 項でも記した通り、平行研磨法の場合、CVD ダイヤモンド膜上の同一点を研磨工具の摩擦界面の同一点が擦る回数は、直交研磨法のように  $1$  回のみではなく複数回である。そのため、研磨工具との摩擦界面における超音波振動による摩擦エネルギーは、炭化物を形成するに十分なエネルギーに到達しやすく、凝着摩耗が促進され効率的に研磨痕が創生される一方で、凝着摩耗が進み過ぎ、逆に表面性状を悪化させる可能性もあると推察される。

### 6.8.2 振動振幅

図 6.1 に示されるように、平行研磨法において振動振幅の増加に伴い一旦小さくなった表面粗さが大きくなっていったのは、次の理由によるものと考えられる。振動振幅  $5.5\mu\text{m}_{(r-p)}$ 、 $7\mu\text{m}_{(r-p)}$  では凝着摩耗は徐々に進んでいる。しかし、その値が  $9\mu\text{m}_{(r-p)}$ 、 $11\mu\text{m}_{(r-p)}$  になると、研磨工具と CVD ダイヤモンド膜中の炭素との炭化反応が一層加速し、凝着摩耗が激しく進むことによって、CVD ダイヤモンド膜の摩耗が進み過ぎたことによるものと考えられる。一方、直交研磨法において、振動振幅の増加に伴い表面粗さが小さくなっていったのは、凝着摩耗が序々に進み、CVD ダイヤモンド膜の凸部分が序々に摩耗していったことによるものと考えられる。

### 6.8.3 研磨荷重

図 6.2 に示されるように、平行研磨法において研磨荷重の増加に伴い表面粗さが序々に大き

くなるのは、次の理由によるものであると考えられる。研磨荷重の増加によって、第3章3.1より研磨工具とCVDダイヤモンド膜中の炭素との炭化反応が一層進み、凝着摩耗が激しく進むことによって、CVDダイヤモンド膜の摩耗が進み過ぎたことによるものであると考えられる。一方、直交研磨法において、研磨荷重の増加に伴い表面粗さが小さくなっていったのは、凝着摩耗が徐々に進み、CVDダイヤモンド膜の凸部分が徐々に摩耗していったことによるものであると考えられる。

#### 6.8.4 工具送り速度

図6.3に示されるように、平行研磨法、直交研磨法いずれの研磨法においても、工具送り速度の増加に伴い一旦小さくなった表面粗さが再び大きくなったのは、第5章5.5.4項に記した考察のとおりである。

また、表6.2に示すように、平行研磨法は直交研磨法に比較して、工具送り速度を大きくしても研磨痕の創生が可能であるのは、次の理由によるものであると考えられる。第5章5.5.4項によれば、工具送り速度を大きくすることで、CVDダイヤモンド膜上の任意の一点に研磨工具がとどまる時間が短くなる。そのため、第3章式3.1より研磨工具とCVDダイヤモンド膜中の炭素との炭化反応が進まなくなり、凝着摩耗による研磨痕の創生は進まなくなる。しかし、平行研磨法は6.7.2項に記すように、研磨工具がCVDダイヤモンド膜上の任意の一点を複数回擦りながら移動していく。従って、工具送り速度がある程度大きくなっても、直交研磨法に比較すれば、研磨工具とCVDダイヤモンド膜中のカーボンが炭化物を形成するに十分な摩擦エネルギーを発生させることができ、凝着摩耗による研磨痕創生が進むものと考えられる。

#### 6.8.5 研磨面の創生

図6.7に示されるように、平行研磨法で創生された研磨面を、平行研磨法によって仕上げ研磨を行うより、図6.8に示されるように直交研磨法によって仕上げ研磨を行った方が、均一に滑らかな研磨面に仕上がるのは、次の理由によるものであると考えられる。

図6.12に、平行研磨法で研磨面を創生した後に、平行研磨法、直交研磨法それぞれの研磨法で仕上げ研磨を行ったときの研磨面の模式図を示す。

平行研磨法は、6.7.2項より、直交研磨法に比較して凝着摩耗が進みやすい。したがって、平行研磨法で創生された研磨面を、工具送り方向を直交させて、平行研磨法で仕上げ研磨を行うと、(a)に示すように1回目の研磨で創生された研磨条痕の溝部分の底より深い部分が、凝着摩耗によって摩耗し、(b)に示すように再度、溝の深い研磨条痕が創生されたと考えられる。

一方、直交研磨法は平行研磨法に比較して凝着摩耗の進み具合が鈍く、(a)に示すように平行研磨程、凝着摩耗が進んで溝の深い研磨条痕を創生することはない。即ち、平行研磨法で創生された研磨面を直交研磨法で仕上げ研磨を行うと、(b)に示すように平行研磨法で創生された研磨条痕の山の部分のみが凝着摩耗によって摩耗し、(c)に示すような滑らかな研磨面が創生されたと考えられる。

## 6.9 第6章のまとめ

第6章をまとめると次のようになる。

研磨工具にピックフィードをかけ、線状の研磨痕を重ね合わせることで、平面研磨面を試みた。このとき、平行研磨法、直交研磨法が線状研磨痕創生に及ぼす影響、研磨面創生の可否、研磨面創生のメカニズムについて検証をした。なお、平行研磨法とは、超音波振動方向と工具送り方向が同一である研磨方法、直交研磨法とは、超音波振動方向と工具送り方向が直交する研磨方法のことである。

この結果、以下に示す知見が得られた。

平行研磨法、直交研磨法の大きな違いは、研磨工具の一点がCVDダイヤモンド膜上の一点を擦る回数である。平行研磨法で研磨を行う場合、超音波振動方向と工具送り方向が一致し、しかも超音波振動速度は工具送り速度に比較してはるかに速いことから、研磨工具の一点は、CVDダイヤモンド膜上の一点を複数回擦りながら研磨痕の創生が進んでいく。一方、直交研磨法で研磨を行う場合、超音波振動方向と工具送り方向は直交していることから、研磨工具の一点がCVDダイヤモンド膜上の一点を擦る回数は一回のみである。

このように、研磨工具の一点がCVDダイヤモンド膜上の一点を擦る回数の違いは、研磨工具が未研磨のCVDダイヤモンド膜に進入してから、その摩擦界面で炭化反応を起こすに十分な温度に至る時間に影響を及ぼしているものと考えられる。すなわち、平行研磨法の場合、研磨工具が未研磨のCVDダイヤモンド膜に進入した直後から、その摩擦界面では炭化反応を起こすに十分な温度に至っていると推察される。一方、直交研磨法の場合、研磨工具が未研磨のCVDダイヤモンド膜に進入して、しばらくして後に摩擦界面の温度が炭化反応を起こすに十分な温度に至っていると推察される。

したがって、平行研磨法は直交研磨法に比較して、未研磨のCVDダイヤモンド膜に研磨工具が進入してきたとき、早い段階でCVDダイヤモンド膜と研磨工具とが凝着摩耗を起こし、研磨痕の創生が進みやすい研磨法であると考えられる。

そのため、研磨効率も直交研磨法に比較すればはるかに優れている。ところが一方、振動振幅、研磨荷重を大きくするか、工具送り速度を小さくすることで凝着摩耗が進み過ぎ、研磨痕の表面性状を悪化させることもある。

研磨工具にピックフィードをかけ、線状の研磨痕を重ね合わせることによって、平面状の研磨面の創生が可能であることを確認した。

このとき、平行研磨法で研磨面を創生する方が直交研磨法で研磨面を創生するより、研磨面を均一にむらなく創生することができる。しかし、研磨面の表面粗には方向性があり、工具送り方向の表面粗さは小さいが、ピックフィード方向の表面粗さは大きな値を示す。

そこで、平行研磨法で研磨した面を、平行研磨法、直交研磨法それぞれの研磨法で工具送り方向を直交させて、再度仕上げ研磨を行った。その結果、平行研磨法で仕上げ研磨を行った場合には、表面粗さに方向性が生じた。一方、直交研磨法で仕上げ研磨を行った場合には均一に滑らかな研磨面が創生された。

平行研磨法で研磨面を創生すると、山谷のある研磨痕が創生される。この研磨面を工具送り方向を直交させて、再度平行研磨法で仕上げ研磨を行うと、凝着摩耗が進みやすいという平行研磨法の特徴から、一回目の研磨で創生された研磨痕の谷より深いところを研磨し、新たに山谷のある研磨痕を創生していると考えられる。一方、直交研磨法は平行研磨

法ほど凝着摩耗が進まない研磨法であるので、直交研磨法と同様に仕上げ研磨を行うと、最初の研磨で創生された研磨痕の山の部分のみを、凝着摩耗によって摩耗させることによって、比較的平坦な研磨痕が創生されていると考えられる。

表 6.1 研磨条件

振動振幅 ( $\mu\text{m}_{p-p}$ )	5.5, 7.9, 11
研磨荷重 (N)	5, 10, 15, 20
工具送り速度 (mm/min)	2, 4, 6, 8, 10, 20, 30, 40, 50
研磨距離 (mm)	4
研磨工具	純チタン (JIS第2種)
研磨油	植物油



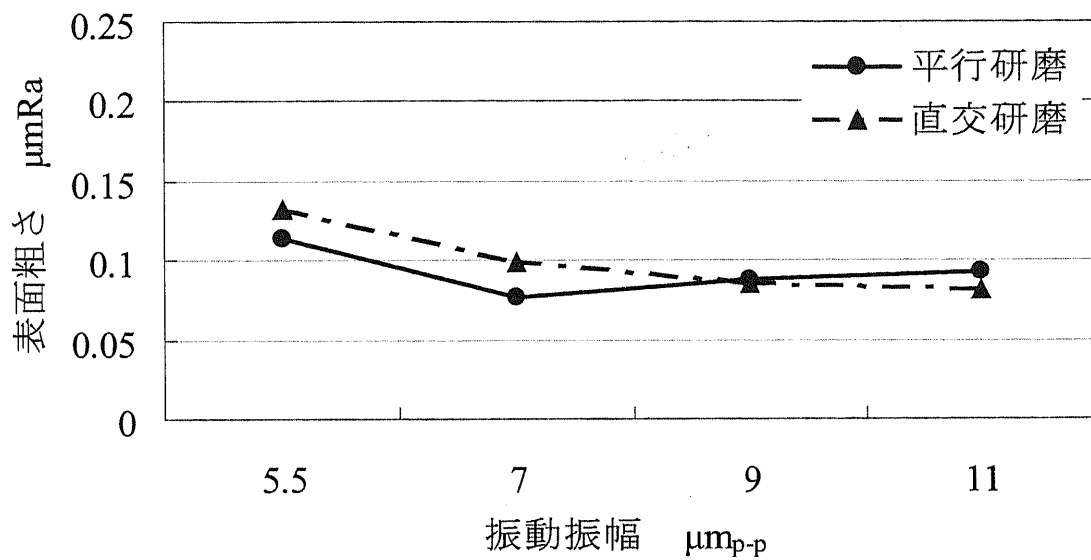


図6.1 振動振幅と線状研磨痕表面粗さの関係

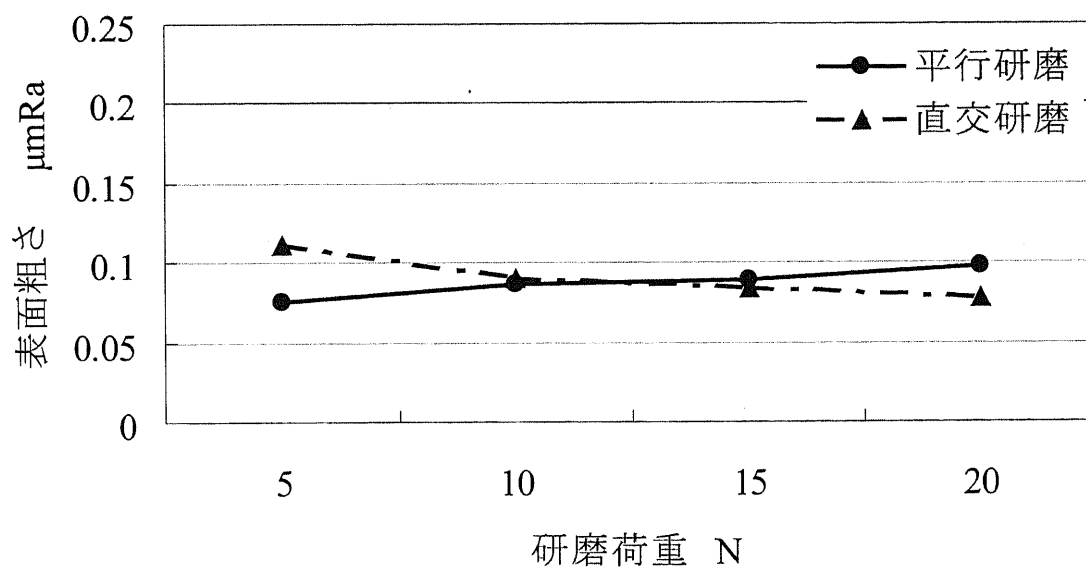


図6.2 研磨荷重と線状研磨痕表面粗さの関係

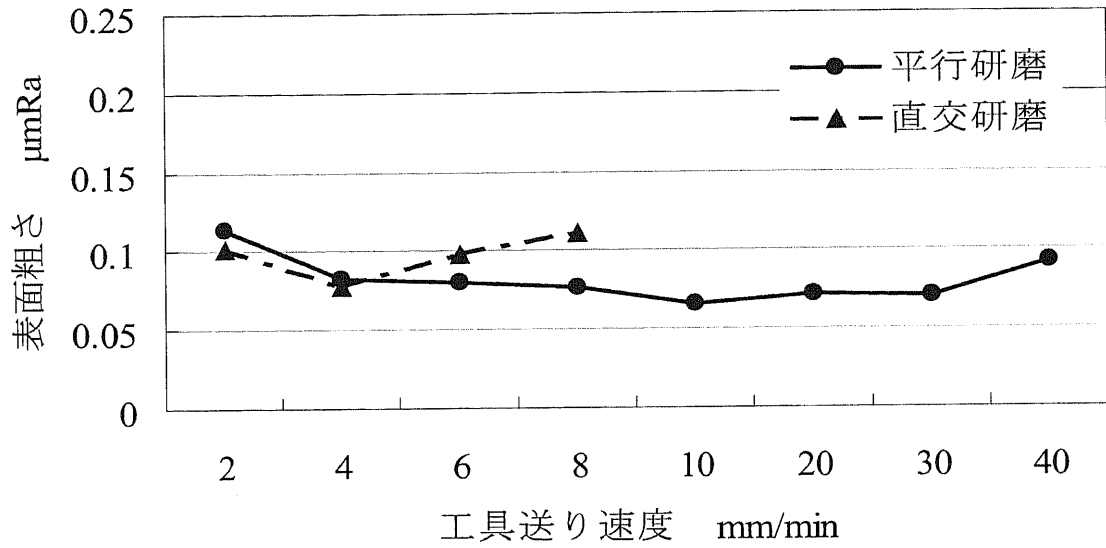
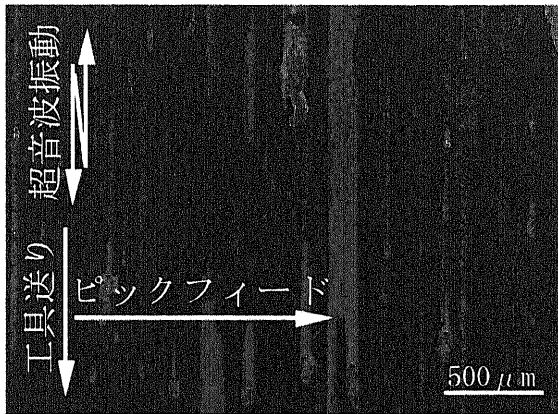


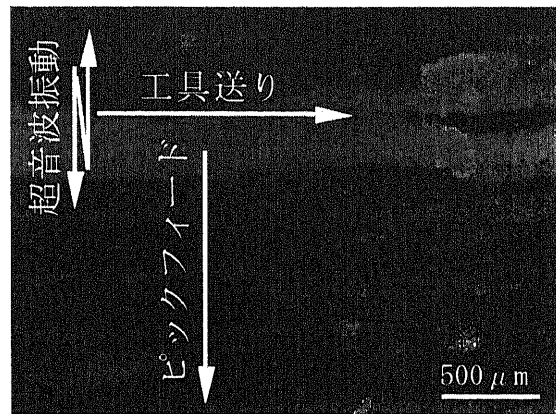
図6.3 研磨工具送りと線状研磨痕表面粗さの関係

表6.2 研磨法が工具送り速度に及ぼす影響

振動振幅	工具送り速度 (mm/min)		10	20	30	40	50	60	70
	研磨方法								
15 $\mu\text{m}_{\text{p-p}}$	平行研磨法		+	+	+	+	+	-	-
	直交研磨法		+	-	-	-	-	-	-
20 $\mu\text{m}_{\text{p-p}}$	平行研磨法		+	+	+	+	+	+	-
	直交研磨法		+	+	-	-	-	-	-



(a) 平行研磨法

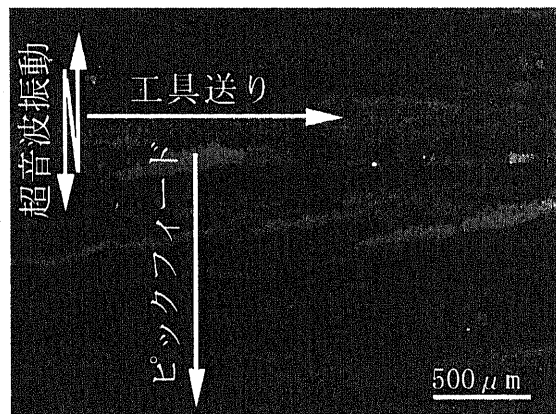


(b) 直交研磨法

(1) ピックフィードピッチ 0.3mm



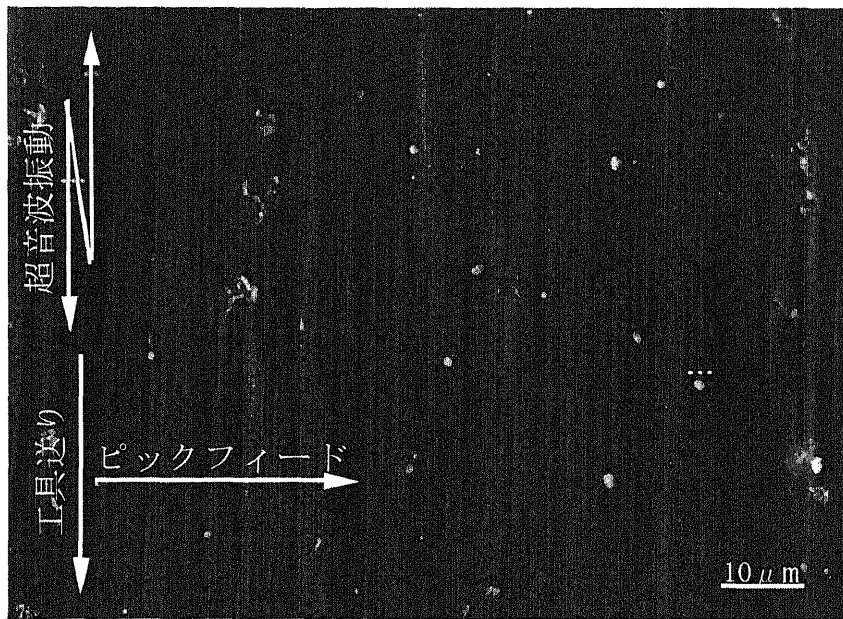
(a) 平行研磨法



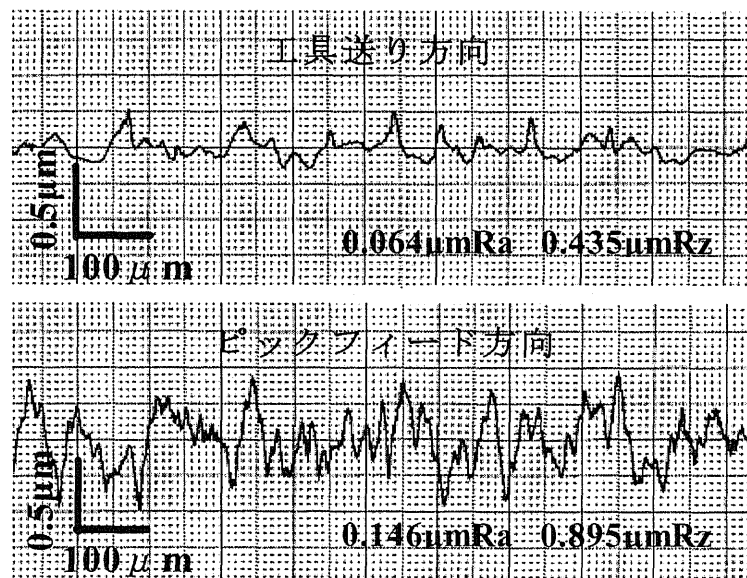
(b) 直交研磨法

(2) ピックフィードピッチ 0.1mm

図6.4 研磨法及びピックフィードピッチが研磨面に及ぼす影響

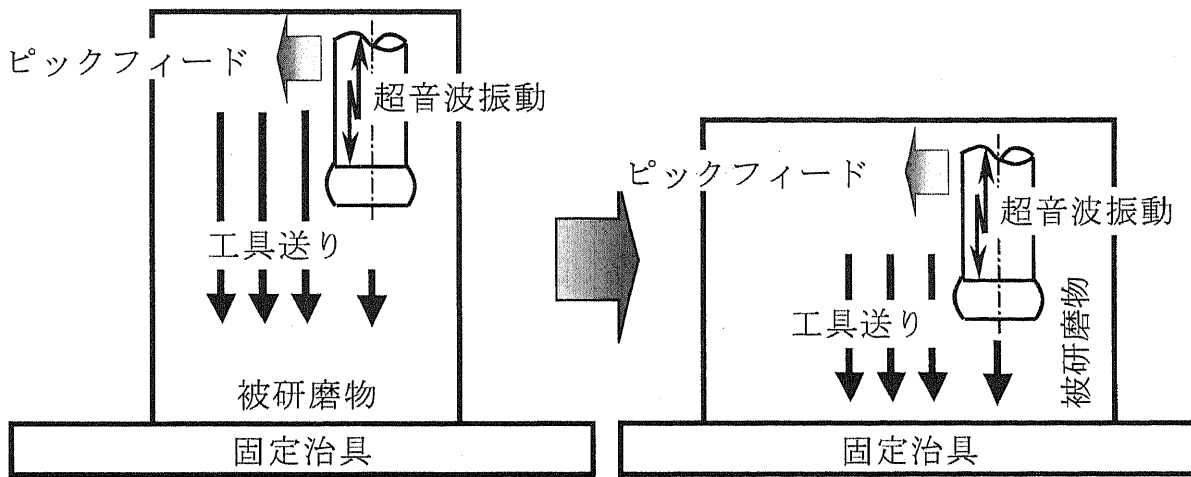


(a) SEM像

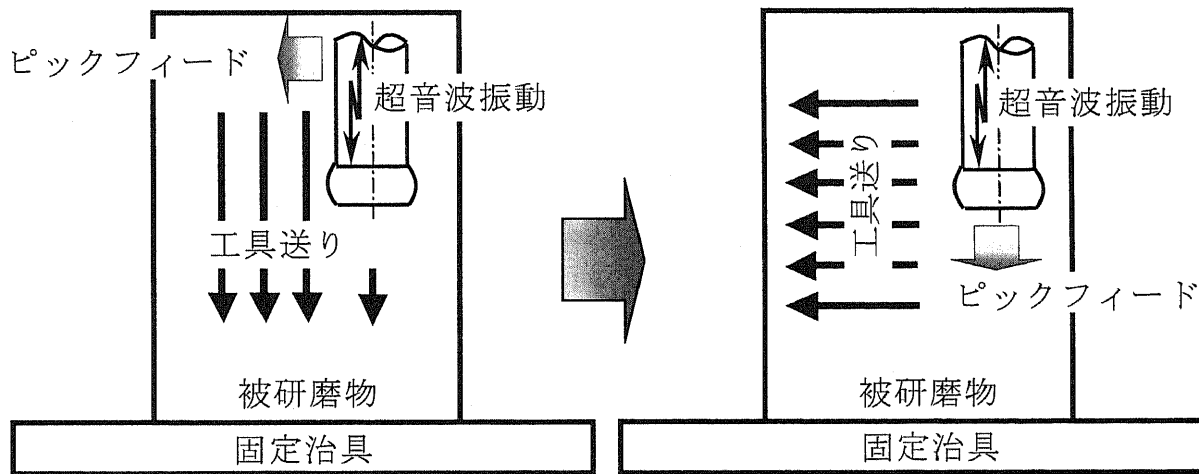


(b) 表面粗さ

図6.5 平行研磨法による研磨面性状

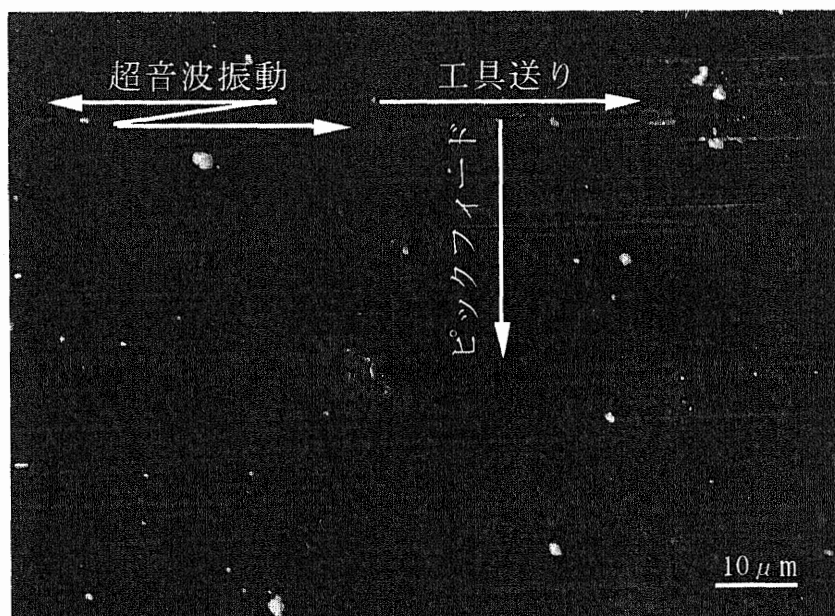


(a) 平行研磨法による仕上げ方法

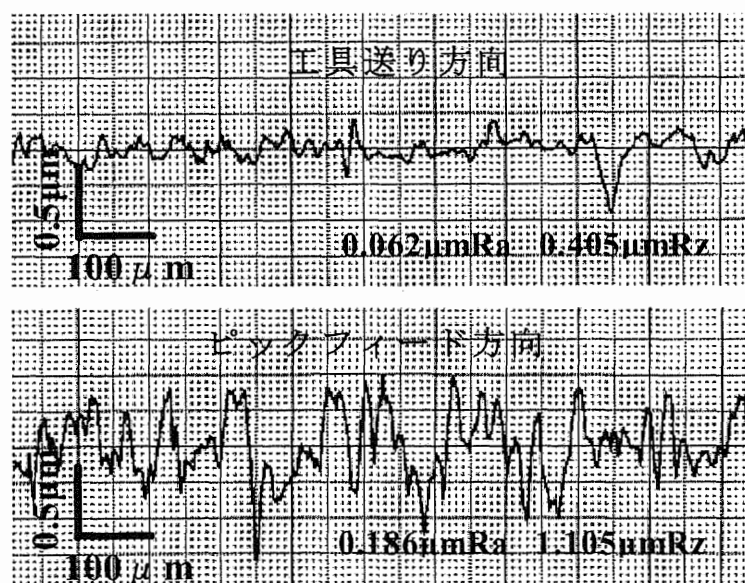


(b) 直交研磨法による仕上げ方法

図6.6 仕上げ研磨手順

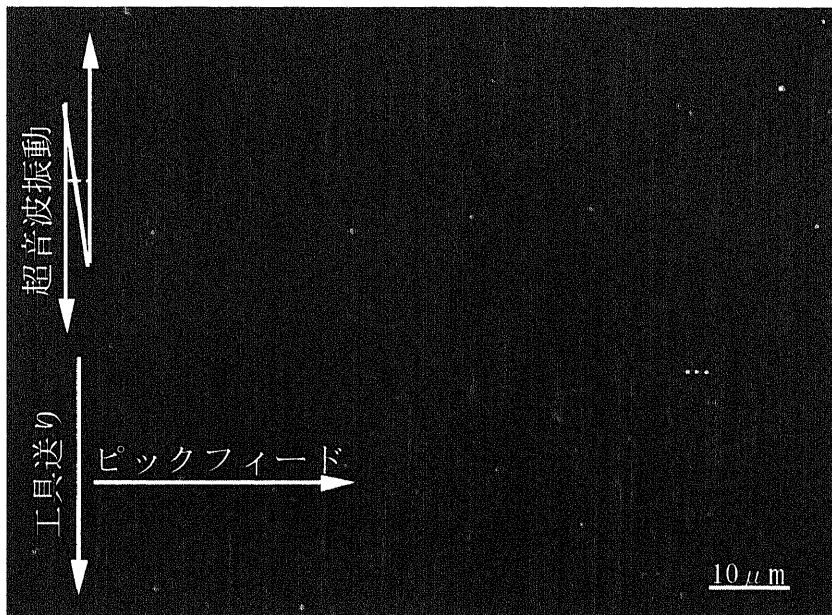


(a) SEM像

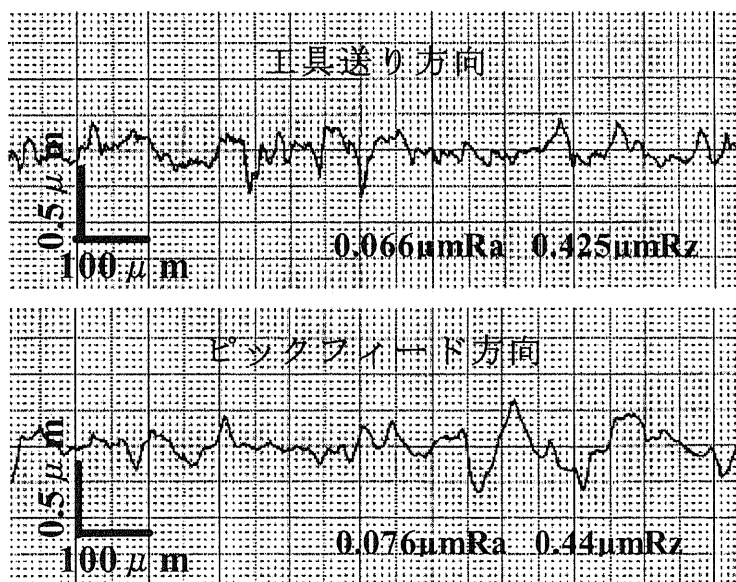


(b) 表面粗さ

図6.7 平行研磨法による仕上げ面性状

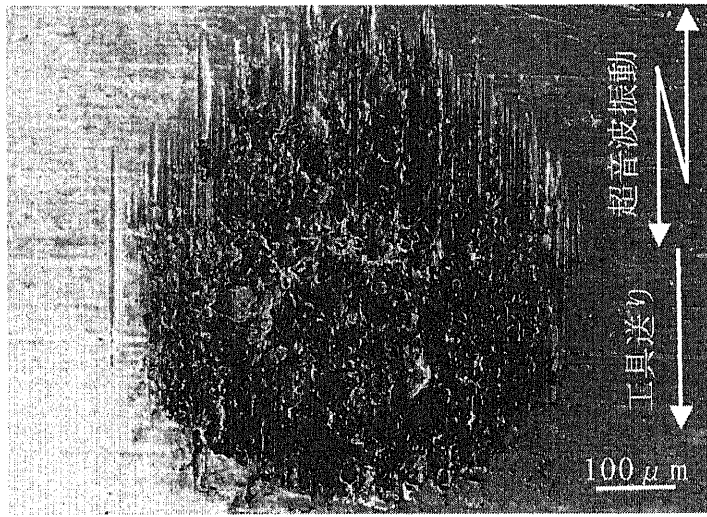


(a) SEM像

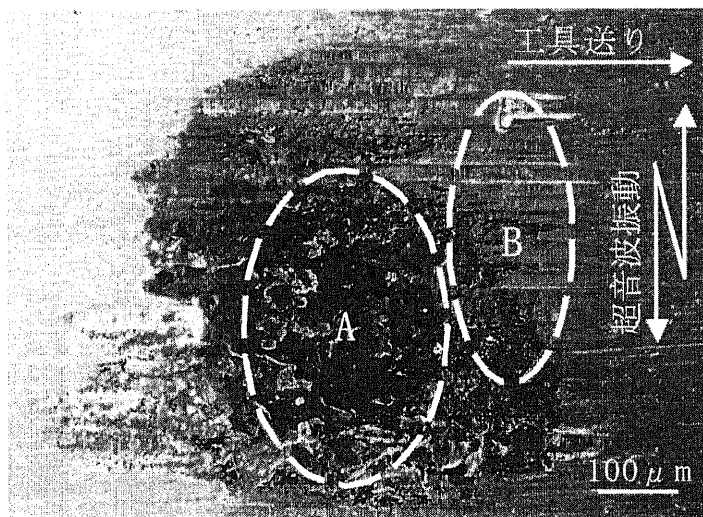


(b) 表面粗さ

図6.8 直交研磨法による仕上げ面性状



(a) 平行研磨法



(b) 直交研磨法

図6.9 研磨法の違いによる研磨工具摩擦界面の比較



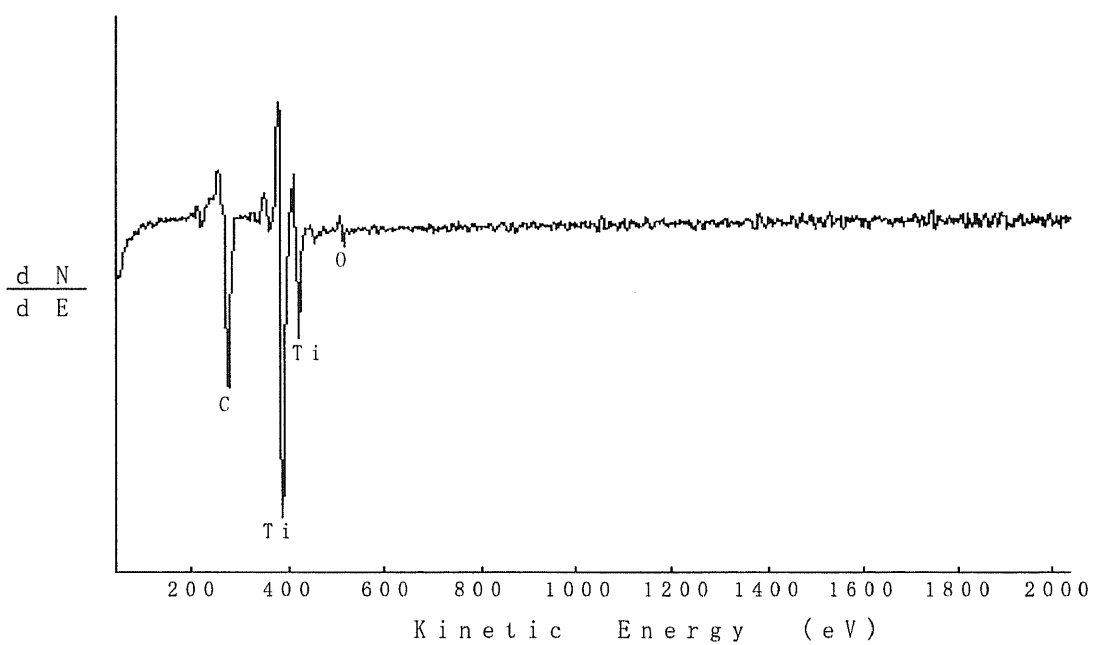
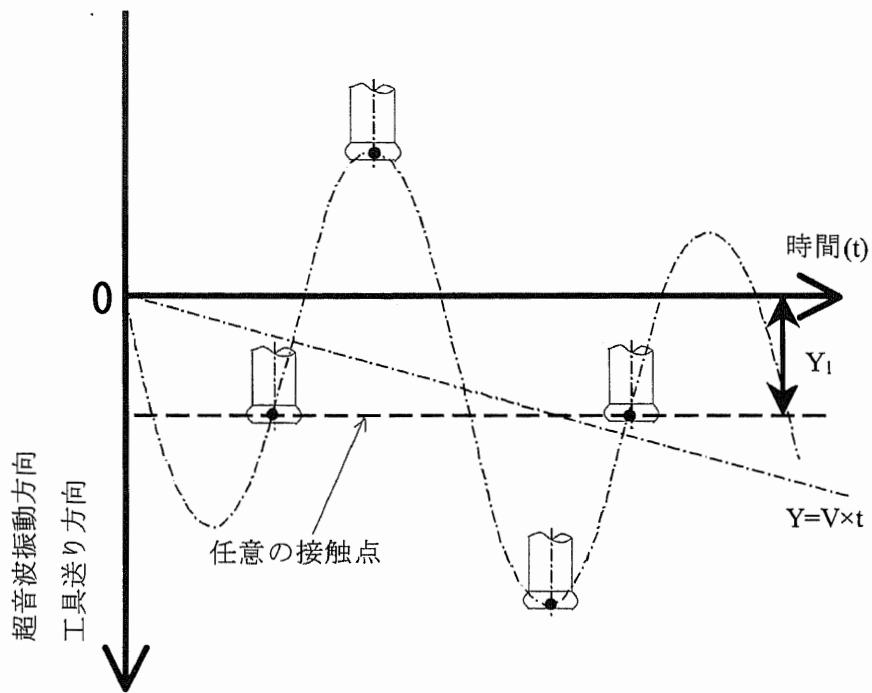
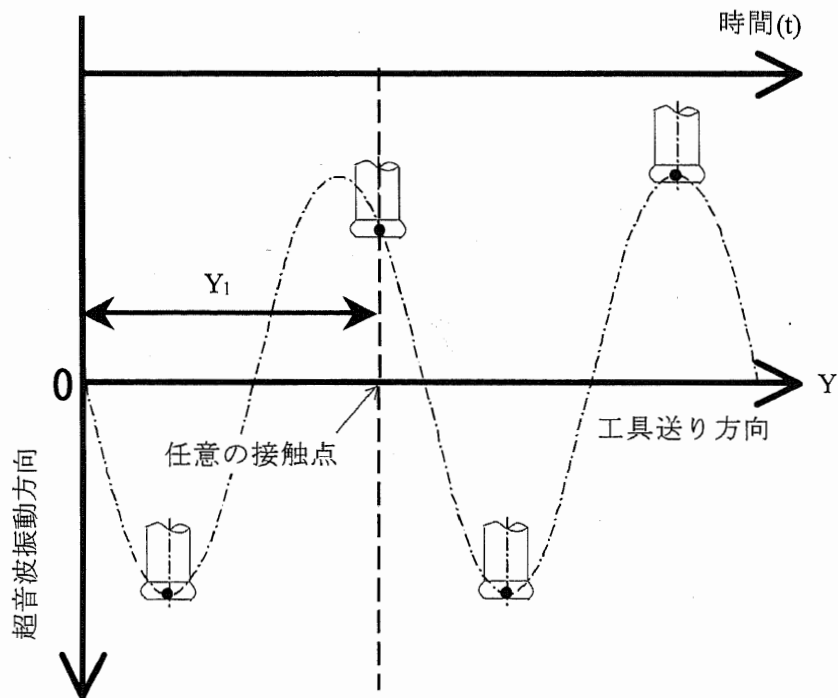


図6.10 平行研磨法における研磨工具の摩擦界面の定性分析

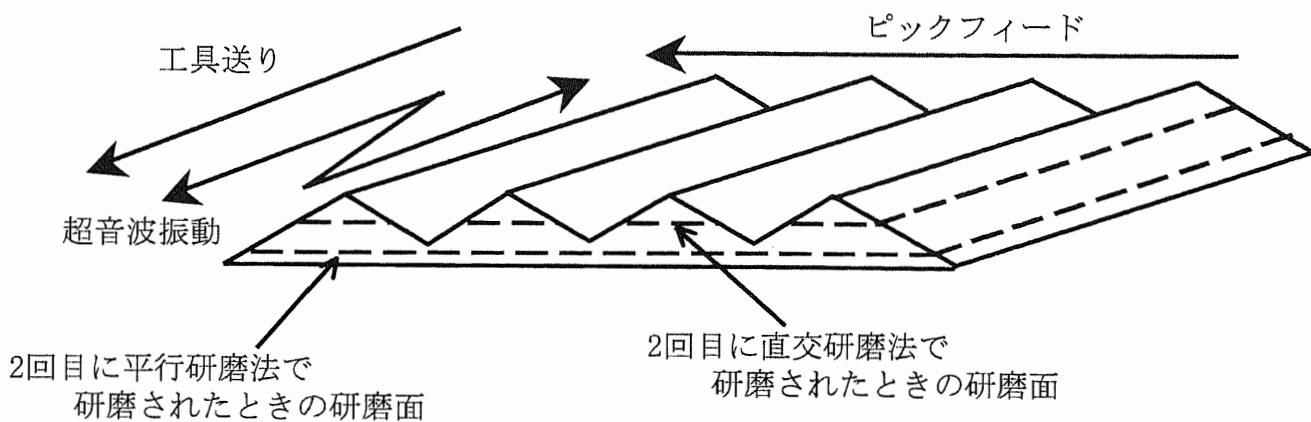


(a) 平行研磨法

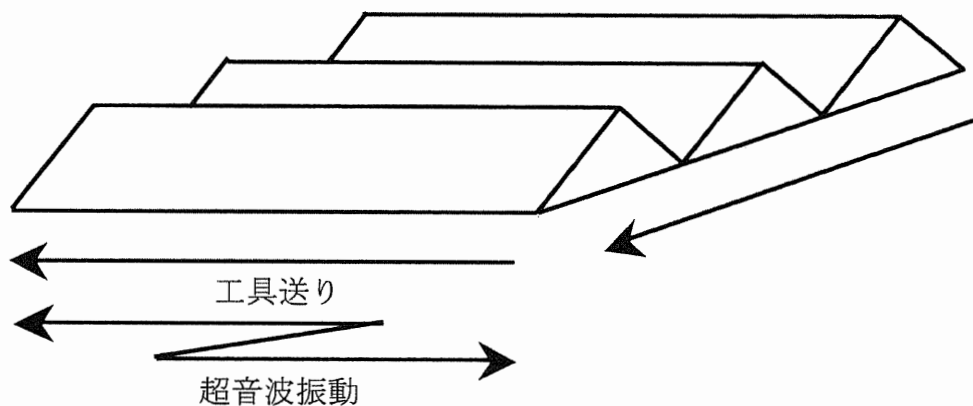


(b) 直交研磨法

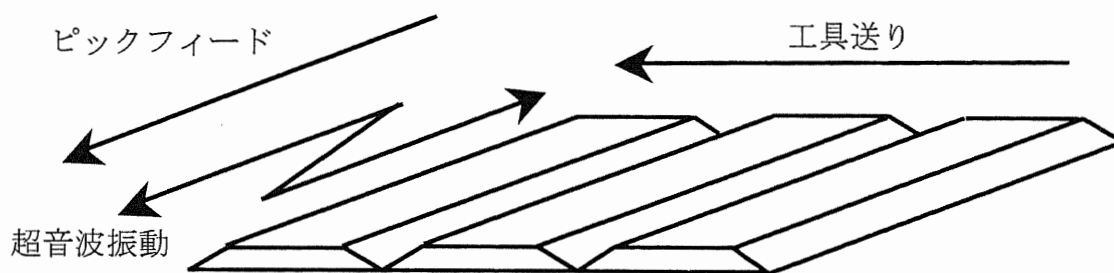
図6.11 研磨法の違いによる工具軌跡の比較



(a) 平行研磨法による1回目の研磨面の創生



(b) 平行研磨法による仕上げ面の創生



(c) 直交研磨法による仕上げ面の創生

図6.12 研磨面創生過程

参考文献

- 1) 片岡征二:無潤滑プレス加工, プレス加工技術, 42, 12(2004)39.

## 第7章 結言

### 7.1 本研究のまとめ

#### 第1章 緒言

本研究に至った経緯と研究の目的について述べた。

環境への負担を軽減する観点から、トライボロジ特性に優れたCVDダイヤモンド膜をコーティングした、プレス金型による無潤滑プレス加工を検討している。しかし、CVDダイヤモンド膜はトライボロジ特性に優れている一方で、多結晶構造をしているために、金型のコーティング材として使用するためには研磨が必要不可欠である。

これまでCVDダイヤモンド膜を含めたダイヤモンドの研磨方法として、最も一般的な方法はダイヤモンド砥粒による機械的な研磨法である。また、熱化学研磨法や高速摺動研磨法といった鉄系金属とダイヤモンドとの熱化学反応を利用した研磨法もある。しかし、何れの研磨方法も、三次元形状のプレス金型にコーティングされたCVDダイヤモンド膜を効率的に研磨する方法としては適さないものである。

そこで、三次元形状の金型にコーティングされたCVDダイヤモンド膜の研磨に対応する新たな研磨方法として、砥粒レス超音波研磨法の開発を行った。砥粒レス超音波研磨法とは、超音波振動する、炭素と反応しやすい金属を、CVDダイヤモンド膜に押し当て、このときに起こるであろう工具材料とCVDダイヤモンド膜中の炭素との反応、及び超音波振動によるCVDダイヤモンド膜の機械的な摩耗を期待した研磨法である。

従って、本研究においては、次の5点について明らかにする。

- ① 砥粒レス超音波研磨法による研磨痕創生の可能性。
- ② 研磨痕創生のメカニズム。
- ③ 線状研磨痕を創生するための研磨条件。
- ④ 平面研磨を可能にするための研磨方法。
- ⑤ 研磨面を良好に仕上げるための研磨条件。

#### 第2章 実験装置及び方法

本研究で用いた研磨装置、及び研磨方法について説明をした。

点状研磨痕創生の可否を検証するために用いた研磨装置と、線状研磨痕創生の可否及び平面状研磨面創生の可否を検証するために用いた装置は異なるものである。

何れの装置も基本的な装置の構成は同じであり、フライス盤の主軸に、研磨工具を軸方向に振動させる超音波振動系を取り付け、テーブル上にキスラーの動力計を固定した装置である。キスラーの動力計は、研磨荷重を測定するためのものである。被研磨物はキスラーの動力計上に固定した。従って、研磨荷重とは、研磨工具を被研磨に押しつけたときに、その被研磨物にかかる荷重のことである。

なお、前者の実験では、研磨工具に送りをかける必要がないことから、装置本体は汎用フライス盤である。また、後者の実験では、研磨工具に一定速度の送りをかける必要があることから、装置本体はNCフライス盤である。

超音波発振器は、何れの装置のものも、ボルト締めラジューバン型振動子を用いている。ま

た、振動系の共振周波数を自動追尾でき、負荷変動に関わらず振動子の振動振幅を一定に制御できる機能を備えている。

研磨工具の長さは、発振周波数を振動系の共振周波数に同調させるために、研磨工具の波長を $\lambda$ とすると、 $\lambda/2$ の長さ必要になる。

### 第3章 点状研磨痕の創生

第3章では砥粒レス超音波研磨法による研磨痕創生の可否、研磨痕創生のメカニズム、研磨条件が研磨面に及ぼす影響について検証した。

研磨工具にチタン(JIS第2種)及びSUS304を用いた。共に炭素と反応しやすい材料である。

超音波振動する研磨工具を、CVDダイヤモンド膜に一定の研磨荷重、一定の研磨時間押し当てたところ、研磨面には点状の研磨痕が確認された。しかし、点状の研磨痕の周囲には、凝着物が生成されていた。また、研磨面性状は、振動振幅、研磨荷重、研磨時間に影響を受けることが明らかとなった。

即ち、それらの値が大きくなるにつれて、以下に示すように①～③へと研磨面が変化した。

- ① 凝着物のみ。
- ② 凝着物+結晶粒界の残る研磨痕
- ③ 凝着物+滑らかな研磨痕

研磨工具とCVDダイヤモンド膜の摩擦界面の超音波振動による摩擦エネルギーは振動振幅、研磨荷重、研磨時間に比例している。従って、これらの結果から、研磨面性状は研磨工具とCVDダイヤモンド膜との摩擦界面における、超音波振動による摩擦エネルギーに影響を受けるものと考えられる。

また、研磨メカニズムについても明らかにした。研磨工具、研磨面に生成された凝着物、凝着物を酸洗浄し取り除いた後の研磨面、研磨粉のSEM観察及び定性分析を行った結果、凝着摩耗によってCVDダイヤモンド膜の研磨痕創生が進んでいると結論づけた。

ところで、研磨痕の周囲に凝着物が生成されていることから、この状態で研磨工具に送りをかけても、線状の研磨痕は創生されないことが予想される。そこで、凝着物の生成を防ぐ必要がある。その方法について第4章で検討した。

### 第4章 湿式による凝着防止と効率的な研磨粉の排出

第4章では、凝着物の防止方法について検証した。

凝着物を防止する目的で、研磨工具とCVDダイヤモンド膜の摩擦界面に油を塗布し、研磨を行った。これは、油の持つ潤滑性によって、凝着を防止すること、研磨粉の効率的な排出によって再凝着を防止すること、といった二つの効果を期待したものである。研磨工具にはチタン工具、SUS304工具を用いた。研磨の方法は、第3章と同様である。

このとき、チタン工具で研磨を行うと比較的短い研磨時間で点状の研磨痕が創生され、凝着物は一切生成されなかった。一方SUS304工具で研磨した場合、点状の研磨痕は創生

され、凝着物も一切認められなかった。しかし、研磨痕を創生するためにかかった研磨時間は、チタン工具でかかった研磨時間の5倍近くであった。

チタンの方が SUS304 に比較して、はるかに低いエネルギーで炭素と炭化物を形成することが知られている。従って、研磨工具と CVD ダイヤモンド膜の摩擦界面に油を塗布することで、超音波振動による摩擦エネルギーが低くなり、SUS304 工具で研磨痕を創生するのに時間がかかったものと考えられる。

以上の結果から、研磨工具にチタンを選べば、CVD ダイヤモンド膜との摩擦界面に油を塗布しても、乾式の研磨痕創生に要する研磨時間とほぼ変わらない研磨時間で研磨痕が創生され、油の潤滑効果によって凝着物も防ぐことができることを明らかにした。

## 第5章 線状研磨研磨痕の創生

第5章では、線状研磨痕の創生方法について検証した。

研磨工具に一定速度で工具送りをかけることで、線状の研磨痕を創生することを試みた。

第4章において、油を研磨工具と CVD ダイヤモンド膜の摩擦界面に塗布することで、凝着物の生成を防ぎながら研磨痕が創生されることを確認した。しかし、超音波振動する研磨工具に送りをかけることで、凝着物が CVD ダイヤモンド膜から剥がれ落ち、研磨痕創生が進むことを期待し、その可能性を検証するために乾式で研磨を行った。研磨工具にはチタン工具、SUS304 工具を用いた。この結果、チタン工具、SUS304 工具いずれの研磨工具で研磨した場合にも線状の研磨痕は創生されず、研磨工具の送りに伴って凝着物のみが生成された。

そこで、研磨工具と CVD ダイヤモンド膜の摩擦界面に油を塗布し、超音波振動する研磨工具に送りをかけた。この結果、SUS304 工具では、研磨痕は認められなかった。また凝着物も認められなかった。一方、チタン工具では線状の研磨痕が創生され、凝着物は認められなかった。

以上の結果から、チタン工具を用い、研磨工具と CVD ダイヤモンド膜との摩擦界面に油を塗布し、工具送りをかけることで、線状の研磨痕が創生されることを明らかにした。また、研磨痕創生のメカニズムについても明らかにした。

振動振幅、研磨荷重、工具送り速度、工具径及び、研磨回数（同一研磨面を研磨する回数）等の研磨条件が、研磨痕の表面性状及び、研磨痕創生が可能な研磨条件の限界に及ぼす影響について調べ、以下のことを明らかにした。

研磨痕の表面性状は、振動振幅、研磨荷重の増加に伴い、良好になる。また、工具送り速度、研磨回数の増加に伴い、研磨痕の表面性状は徐々に良好になるが、ある値を超えると徐々に悪化する。なお、工具径は表面性状に影響を及ぼさなかった。研磨痕創生が可能な研磨条件の限界については、振動振幅、研磨荷重共に、ある値以下になると、研磨痕は創生されなくなる。また、工具送り速度は、ある値以上になると研磨痕は創生されなくなる。

## 第6章 平面研磨方法の検証

第6章では、平面研磨を可能にするための研磨方法及び、研磨面を良好に仕上げるための方法について検証した。

研磨工具にピックフィードをかけ、線状の研磨痕を重ね合わせることによって平面研磨を試みた。

工具送り方向と、超音波振動方向の関係で2通りの研磨方法がある。即ち、研磨工具を超音波振動方向に送り、ピックフィードをかけることによって研磨面を創生する方法。そして、研磨工具を超音波振動方向と直交する方向に送り、ピックフィードをかけることによって研磨面を創生する研磨方法である。前者を平行研磨法、後者を直交研磨法とよぶ。

研磨法の違いによる、振動振幅、研磨荷重、工具送り速度の変化に伴う、線状研磨痕の表面粗さ変化の傾向は異なることを明らかにした。さらに、平行研磨法で研磨した方が直交研磨法で研磨するより、効率的に研磨が進むことも明らかにした。

平行研磨法、直交研磨法それぞれの研磨法で、研磨工具にピックフィードピッチをかけ、平面研磨を試みた。このとき、平行研磨法で研磨した研磨面の方が、満遍なく均一に研磨されることを確認した。そこで、研磨面の表面粗さを調べたところ、表面粗さに方向性が認められた。このため、表面粗さを均一に仕上げる目的で、平行研磨法で創生された研磨面を、工具送り方向を最初の研磨の工具送り方向に対して直交させ、平行研磨法、直交研磨法で仕上げ研磨を行った。このとき直交研磨法で仕上げ研磨を行うと研磨面は均一に滑らかに仕上がることを明らかにした。

さらに、このように研磨法の違いによって、振動振幅、研磨荷重、工具送り速度の変化に伴う、表面性状の変化傾向、あるいは研磨効率に違いが生じ、また研磨面の仕上がりに差が生じる理由についても明らかにした。



## 7.2 今後の研究展開

### 7.2.1 実用化に向けて

本研究では、砥粒レス超音波研磨法によって、平面にコーティングされたCVDダイヤモンド膜を効率的に研磨するための研磨方法及び研磨条件を明らかにした。しかし、最終目標は、砥粒レス超音波研磨法によって曲面形状のプレス金型にコーティングされたCVDダイヤモンド膜を研磨することである。

曲面の研磨方法も平面の研磨方法と同様で、線状の研磨痕を創生し、それを重ね合わせることで研磨できると考えている。

図7.1に曲面にコーティングされたCVDダイヤモンド膜を、線状の研磨痕を重ね合わせることで研磨したときの研磨面を示す。図7.2に、このときの研磨の様子を示す。

研磨工具を曲面に対して点接触させるために、その研磨工具の先端形状を円筒形状にした。研磨工具をY軸方向に送り、線状の研磨痕を創生する。そして、創生された研磨痕を重ね合わせるために、固定点を中心にわずかつ被研磨物を回転させていく。従って、図7.1で示した研磨面は直交研磨法のみによって創生された。研磨条件は振動振幅  $11 \mu\text{m}_{(p-p)}$ 、研磨荷重 10N、工具送り速度 4mm/min である。なお、このとき研磨時間は6時間であった。

しかし、NC制御によってテーブル、あるいは研磨工具を傾けることができれば、研磨工具を被研磨物に押し当てることで、相対的には研磨工具を超音波振動方向に送ることができ、平行研磨法による研磨が可能になる。さらに、NC制御できる機械であれば、図6.8の結果から、ピックフィードピッチを0.1mm、平行研磨法における工具送り速度を30mm/min、直交研磨法における工具送り速度を4mm/minとしても、3時間で研磨することができる。また表6.2の結果から、振動振幅の値を大きくすることで、平行研磨法、直交研磨法共に研磨可能な限界速度が大きくなるので、研磨時間はさらに短縮することができる。例えば、振動振幅が  $20 \mu\text{m}_{(p-p)}$  のとき、平行研磨法の研磨可能な限界速度が60mm/min、直交研磨法の研磨可能な限界速度が20mm/minであることから、ピックフィードピッチを0.1mmとして研磨したとすると、50分程で研磨することができる。

このように、多軸制御のNCフライスを用いることで、曲面形状のプレス金型にコーティングされたCVDダイヤモンド膜の研磨も可能となり、また超音波振動振幅の値を大きくすることで、研磨効率をあげることもできると考える。

### 7.2.2 切削工具への適用

これまで、CVD ダイヤモンド被覆工具は、アルミニウム合金、銅合金、黒鉛、セラミックス仮焼体、FRP などの荒加工用の工具として用いられている<sup>1)</sup>。しかし近年産業界では、工程短縮によるコスト削減のために、切削加工で、研削加工による仕上げ面と同等の加工面に仕上げることが要求されている。このような要求に応えるために、工具メーカーも結晶粒の細かいCVD ダイヤモンド膜の開発に取り組んでいる<sup>2)</sup>。

従って、本研磨法をCVD ダイヤモンド被覆工具の研磨に適用することは非常に意義のあることであると考えられる。

図7.3は、スローアウェイチップのすくい面のみを研磨したものである。このスローアウェイチップを用いて、表7.1に示す切削条件で純アルミを切削し、非研磨のスローアウェイチップで切削した場合の切り粉と摩擦角を比較した。

図7.4に結果を示す。研磨されたスローアウェイチップで切削した場合、流れ型の切り粉が排出された。一方、非研磨のスローアウェイチップで切削した場合には、むしれ型の切り粉が排出された。また、摩擦角を比較すると、明らかに研磨されたスローアウェイチップで切削した方が小さい値である。これらのことから、砥粒レス超音波研磨法で研磨したスローアウェイチップの効果が確認された。

現在、ドリル刃先にコーティングしたCVD ダイヤモンド膜の研磨を検討している。ドリル加工において、最も重要となるのがすくい面である。すくい面は凹曲面であり、その形状は複雑である。従って、すくい面を研磨するには、本研究で使用した、研磨工具を軸方向に振動させる超音波振動系より、研磨工具を径方向に振動させる超音波振動系の方が適していると考えている。

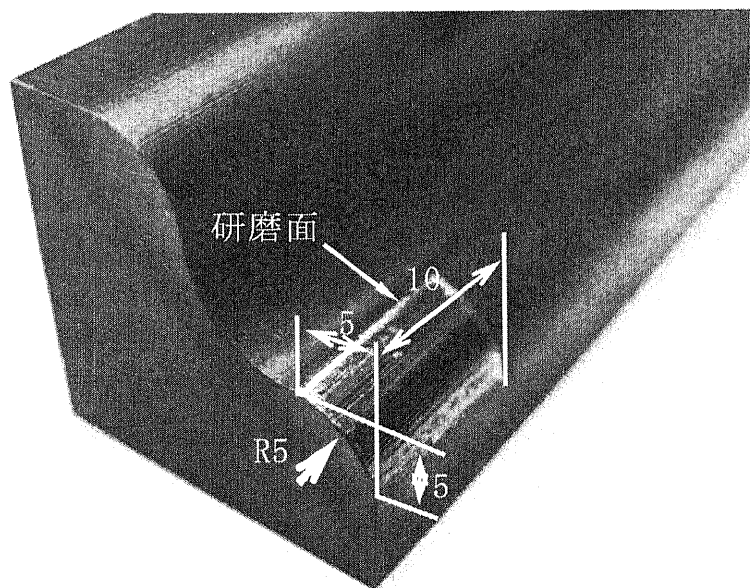


図7.1 曲面研磨例

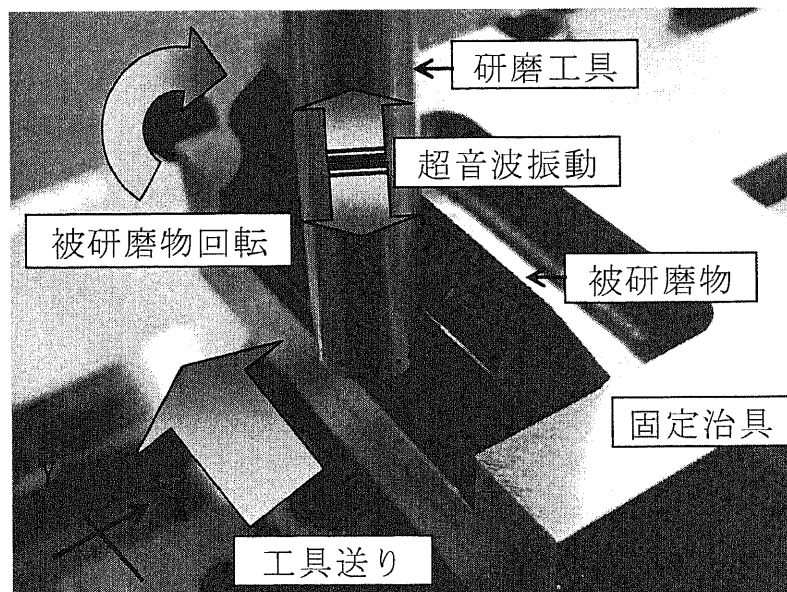


図7.2 曲面研磨法

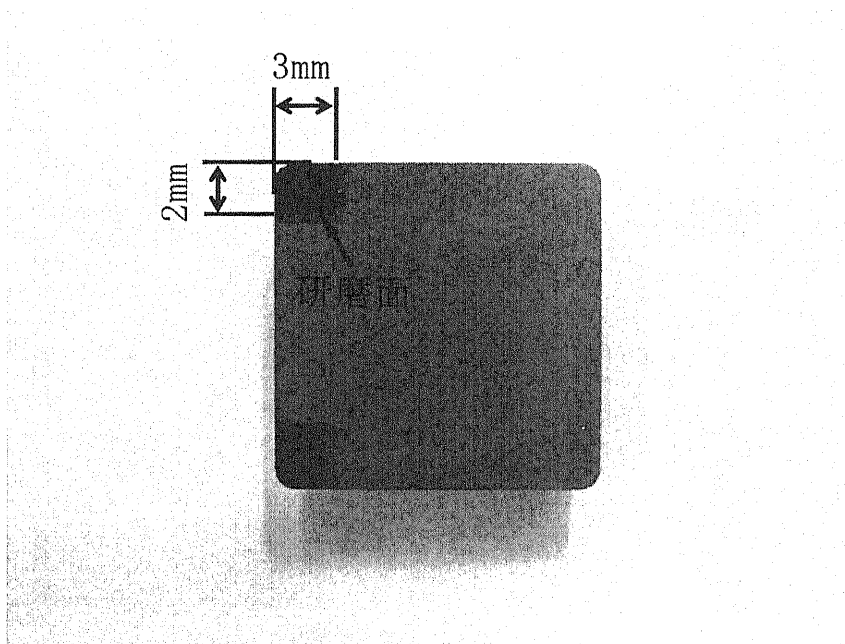
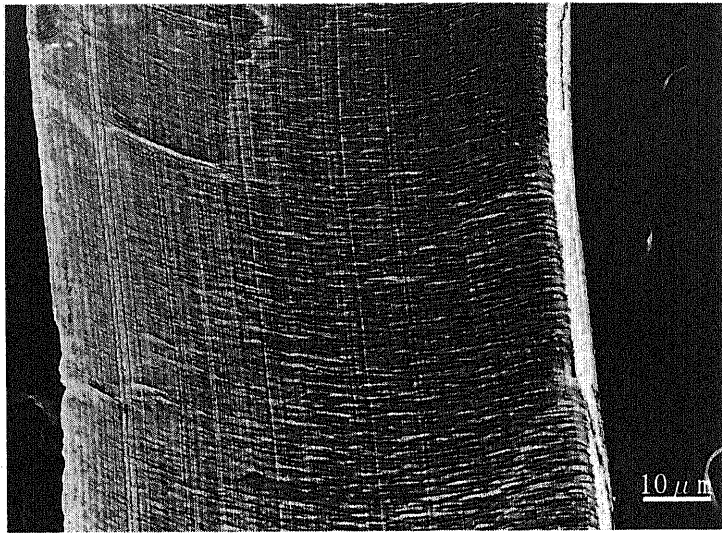


図7.3 スローアウェイチップ研磨面

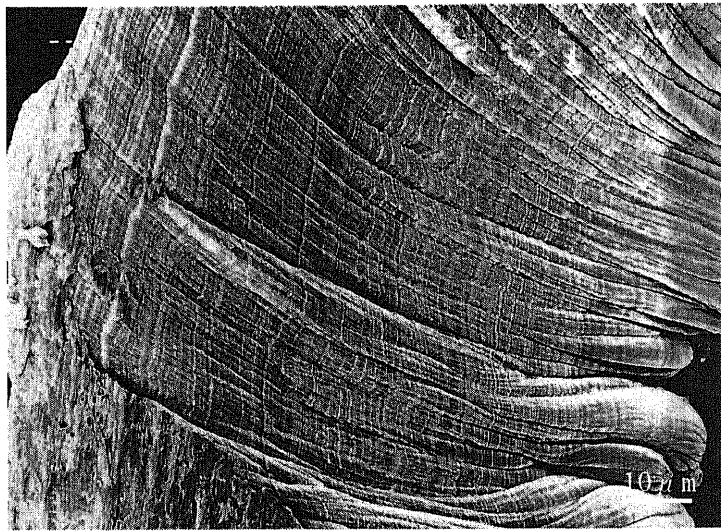
表7.1 切削条件(旋削)

切削距離	300m
被削材	純アルミ (A1070)
チップ	研磨面・非研磨面
切削速度	200m/min
切り込み量	0.5mm
送り量	0.135mm/rev
バイト形状	横切れ刃角：75° すくい角：11°



摩擦角：32.1°

(a) 研磨されたスローアウェイチップによって排出された切り粉



摩擦角：56°

(b) 非研磨スローアウェイチップによって排出された切り粉

図7.4 研磨スローアウェイチップの効果

## 参考文献

- 1) 神田一隆:CVD ダイヤモンドの機械分野への適用拡大に向けて, NEW DIAMOND, 18, 2(2002)2.
- 2) 村上良彦, 羽生博之:超微結晶ダイヤモンドコーティング工具の開発, 2004年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集, (2004)379.

## 本論文を構成する公表論文

- (1) 横沢毅, 高木純一郎, 片岡征二, 田中信一: CVD ダイヤモンド膜の研磨に関する研究 – (第1報)超音波振動の援用による砥粒レス超音波研磨法の検討, 精密工学会誌, 71, 9(2005)1131.
- (2) 横沢毅, 高木純一郎, 片岡征二: CVD ダイヤモンド膜の研磨に関する研究 – (第2報)砥粒レス超音波研磨法による連続研磨の検討, 精密工学会誌, 71, 12(2005)1541.
- (3) 横沢毅, 高木純一郎, 片岡征二, 田中信一: CVD ダイヤモンド膜の研磨に関する研究 – (第3報)砥粒レス超音波研磨法による平面研磨の試み, 精密工学会誌, 72, 8(2006)1018.

## 学会発表

- (1) 横沢毅, 高木純一郎, 片岡征二, 仁平宣弘, 長谷川徳慶: CVD ダイヤモンド膜の研磨 – (第1報)超音波による摩擦熱を利用した研磨の検討, 2004年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集, (2004)533.
- (2) 横沢毅, 高木純一郎, 片岡征二, 仁平宣弘: 超音波援用による摩擦熱を利用した CVD ダイヤモンド膜研磨の検討, 平成16年度塑性加工春季講演会講演論文集, (2004)65.
- (3) 横沢毅, 高木純一郎, 片岡征二: CVD ダイヤモンド膜の研磨 – (第2報)工具材の凝着防止と研磨効率向上の検討, 2004年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集, (2004)381.
- (4) 横沢毅, 高木純一郎, 片岡征二: CVD ダイヤモンド膜の研磨 – (第3報)研磨面状態向上のための研磨条件の検討, 2005年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集, (2005)629.
- (5) 横沢毅, 高木純一郎, 片岡征二, 仁平宣弘: 砥粒レス超音波研磨法による CVD ダイヤモンド膜の研磨に関する研究 – 研磨面性状向上のための研磨条件の検討, 平成17年度塑性加工春季講演会講演論文集
- (6) 横沢毅, 高木純一郎, 片岡征二: CVD ダイヤモンド膜の研磨 – (第4報)平面研磨のための研磨条件の検討, 2005年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集, (2005)513.
- (7) T. Yokosawa, J. Takagi, S. Kataoka: An attempt to polish CVD Diamond Film by Ultrasonic Vibration Polishing without Abrasive Grain: ASPE 2005 Annual Meeting Proceedings, (2005)508.
- (8) 横沢毅, 高木純一郎, 片岡征二, 高野茂人: 砥粒レス超音波研磨法による CVD ダイヤモンド膜に関する研究 – 平面研磨の試み, 平成18年度塑性加工春季講演会講演論文集, (2006)45.

本論文に関連する技術解説

- (1) 横沢毅, 高木純一郎, 片岡征二: 砥粒レス超音波研磨法による CVD ダイヤモンド膜の研磨技術の開発, 型技術, 21, 7(2006)55.
- (2) 横沢毅, 高木純一郎, 片岡征二, 田中信一: CVD ダイヤモンド膜の研磨技術—砥粒レス超音波研磨法の検討, 超音波 TECHNO, 18, 3(2006)42.

本研究に関連する特許

- (1) 「ダイヤモンドの研磨方法と装置」(特願 2004-314637)



## 謝辞

本論文は、2003年10月より2006年9月までの3年間に渡って取り組んで参りました「砥粒レス超音波研磨法によるCVDダイヤモンド膜の平滑化に関する研究」の成果をまとめたものです。

本研究の遂行ならびに本論文をまとめるにあたり、始終ご指導を賜りました横浜国立大学工学部 高木純一郎教授に深く感謝申し上げます。

また、ご多忙の中、本論文をご審査いただき、有益なご討議、ご助言を賜りました横浜国立大学 小豆島明教授、三浦憲司教授、川井謙一教授、前川卓教授、梅澤修教授に深く感謝申し上げます。

学会発表、論文投稿において、適切なお指導及びご経験談を賜りました元横浜国立大学講師 劉猛先生に深く感謝申し上げます。

本研究に取り組むきっかけや、トライボロジーの見地からの的確なご助言とご指導を賜り、また、ことあるごとに叱咤激励して頂いた片岡征二氏に深く感謝申し上げます。

本研究の大部分は(独)東京都立産業技術研究センターにて遂行したものです。本研究の遂行に当たり最高の環境と設備を与えていただき、また多大なるご理解とご協力を頂きました理事長 井上滉氏、理事 鈴木節男氏、研究開発部長 吉田裕道氏に深く感謝申し上げます。

共同研究者としてご協力いただいた、仁平宣弘氏、加藤光吉氏、基昭夫氏、長谷川徳慶氏、玉置賢次氏に深く感謝申し上げます。

実験治具及び試料の作成において多くのご助言をいただきました広田哲也氏に深く感謝申し上げます。研究の内容にのみ留まることなく、金属加工技術について非常に多くのことを学ばせていただきました。

表面粗さの測定技術について多大なるご協力をいただきました樋田靖広氏に深く感謝申し上げます。

定性分析では、仁平宣弘氏、佐藤健二氏、三尾淳氏に非常に有益なご助言をいただきました。深く感謝申し上げます。今後の研究に生かしていきます。

超音波技術についてご助言いただき、また、研磨装置の設計に多大なるご協力をいただきましたエコー技研代表 小玉満氏、元日本電子工業株式会社 田中信一氏に深く感謝申し上げます。

共同研究にご協力いただき、また、CVDダイヤモンド膜のコーティング技術についてご助言いただきました株式会社不二越 神田一隆氏、高野茂人氏に深く感謝申し上げます。

最後に、このように始終暖かい励ましと惜しみないご協力を頂きました多くの方々に深く感謝し、本論文の結びといたします。ありがとうございました。

2006年9月  
横澤毅