

# 単結晶ダイヤモンド圧子を用いた超音波援用マイクロ

## インデンテーションによる微細金型の高精度・高能率加工

鈴木 浩文 (中部大学), 由井 明紀 (神奈川大学), 森泉 利之 (榊城南ダイヤモンド工業)

近年, 表面にナノ・マイクロメートルレベルの微細なパターンを創成するテキスチャリングのニーズが増大している. これにより, 光学レンズの回折効果の付加・色消し効果の付加, 歯科用 Ti インプラントの生体細胞融合性の向上, 表示パネルの反射防止機能の付加, ソーラパネルの吸収率の向上, 撥水性の向上など様々な効果が期待できる. 従来的には「切削加工」などの機械的除去加工で実施されているが, 効率の悪い, 量産性が劣るなど実用化に大きな課題が有る.

そこで本研究では, 高能率加工を行うために変形加工である「ナノインデンテーション」に着目し, (1)レーザ加工を応用した単結晶ダイヤモンド等のマイクロインデンテータ (圧子) を創成し, (2)超音波振動援用のナノインデンテーションシステムを開発し, (3)超音波振動を付加することによる無電解 Ni-P などのアモルファス金属材料の高精度・高能率塑性変形メカニズムを解明し, 加工条件を最適化し, (4)微細で構造的な超精密形状の創成の高精度・高能率加工を実現することを提案し, 実施した.

本実験では, ランジュバン型の圧電素子を用いて超音波援用インデンテーションシステムを開発し, 単結晶ダイヤモンド製インデンテータ (圧子) をレーザ加工と遊離砥粒による研磨加工により試作した. そして無酸素銅に無電解 Ni-P メッキを施し, めっき浴温度を変化させて, 無電解 Ni メッキ層のめっき速度, 表面粗さを評価し, めっきの最適化を検討した[1][2]. さらにインデンテーション実験を行い, インデンテーションプロセスにおける荷重と変位の関係, 転写性について検討を行ったので報告する.

### 1. 緒言

近年, 様々な領域で超精密・微細テキスチャリングの需要が増大している[3][4]. その例を以下に示す.

(a) 光学系レンズの成形型 回折レンズ, 赤外レンズ等の車載センサ, 内視カメラ, マイクロカプセル等の医療デバイス等において, 素子の形状のテキスチャリング化, ガラス化, マイクロ化, 高精度化が求められ, 量産成形のため「テキスチャリング成形型の超精密微細加工」が不可欠である[5].

(b) 歯科用 Ti インプラント 生体細胞と適合性が優れるチタン(Ti)は既に人工骨にも用いられ, 最近の研究では歯科 Ti インプラント表面に 10 $\mu$ m 幅程度の微細溝を設けると生体融合性が高まるとの報告がある. Ti は難削材であり微細加工が困難である.

(c) 表示デバイス用反射防止機能表面 スマートフォン, 液晶パネルや車載表示パネルに, 光の波長レベルの段差の微細なパターンを創成することにより, 表示パネルの反射光を防止する効果が

付加できる。

その他、撥水性の向上、光の吸収率の向上、汚れの付着の防止機能などが有るが割愛する。このように様々なテクスチャリング付加の効果があるが、多くは量産成形するため、高精度・高能率のテクスチャリングがキー技術となっている。

従来は「切削加工」などの機械的除去加工で実施されるが、効率が悪い、量産性が劣るなど実用化に大きな問題が有る[5][6]。一方、本提案の「超音波振動援用ナノインデンテーションによる微細形状の高精度テクスチャリング」では、**図1**に示すようにレーザプロセス[7]で単結晶ダイヤモンド製圧子を創成し、超音波振動を援用しながらインデンテーション（圧入）を行うため、**図2**に示すように小さな押し込み圧力で金属やアモルファス材料の微細形状の高精度・高能率転写加工が可能であることが予備実験の結果から明らかとなっている[8][9][10]。単純な圧子による押し込み加工では微細形状の高精度高能率加工が困難であるが、それに反して、(1)なぜ超音波を付加することにより低圧力で材料の塑性流動が生じるのか、(2)高精度・高能率転写加工ができるのかを、塑性流動解析、実験的検証により、明らかにすることを本研究の目的として実験を実施した。

先行研究では工作物に無酸素銅と無電解 Ni-P の 2 種類を用いて実験し報告した。無酸素銅では押し込み荷重が小さいがバリが大きく発生し、無電解 Ni-P では押し込み荷重が大きい、バリが発生しにくいことが明らかとなった。そこで本報では加工抵抗を減らすために、無酸素銅基板に無電解 Ni-P めっきを成膜し、無電解 Ni-P の成膜厚さの影響について検討を行った。

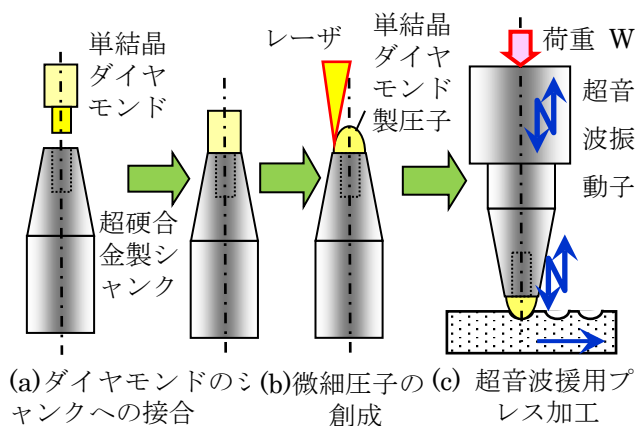


図1 レーザ光による単結晶ダイヤモンド製圧子のマイクロ加工と超音波援用インデンテーション

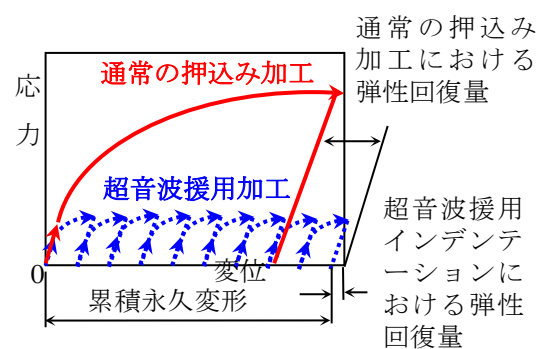


図2 超音波援用インデンテーションの効果

## 2. 無電解 Ni-P のめっき特性の評価

### 2.1 めっき実験の方法

本実験では、90℃前後が一般的である無電解 Ni-P めっきの浴温を 62℃から 87℃の間で 5℃ごとに設定して、各浴温における表面粗さの測定を行った。初めに、前加工を行う。無酸素銅棒を旋盤で加工し、芝浦機械株式会社製の同時 4 軸制御加工装置 ULG-100D(SH<sub>3</sub>)で表面の精密加工を行った。その後、工作物の特定の場所のみめっきを施すためにマスキングテープを貼り、めっき液に工作物を吊るすことがで

きるように針金とネジを取り付ける。次に表面処理を行った。銅用洗浄剤を用いて脱脂を約 3 分，超音波洗浄を約 10 秒，10 倍希釈の硫酸(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)を用いて，酸活性を約 30 秒行う。その後，設定しためっき浴温度ごとで工作物に無電解 Ni-P めっきを施した。その際の外観写真を図 3 に示す。本実験で使用しためっき液の pH は 4.86，リン析出率は 11% であり，主な成分はニッケル塩の硫酸ニッケル NiSO<sub>4</sub>，還元剤の次亜リン酸ナトリウム NaH<sub>2</sub>PO<sub>2</sub>・H<sub>2</sub>O，他にめっき浴の pH を安定させる役割や反応を促進させる役割を持った添加剤などを用いた。また，めっきを銅に施す際，銅には触媒性がないため，めっき液につけるだけでは反応が始まらない。そのため，自己触媒性のある鉄をめっき液に入れて，約 10 秒間，接触させることでめっき反応をはじめさせる。めっき浴温度は 62，67，72，78，82，87 °C の 6 つに分けて行い，それぞれの浴温に対し 1 分あたりどのくらいのめっきが析出するかを調べ，そこから目標膜厚 1，3，5，10 μm となるようにめっき時間を計算してめっきを施した。めっき前と後の外観写真を図 4 に示す。めっき膜厚は株式会社フィッシャー・インストルメンツ製の蛍光 X 線式測定器 XDV®-SDD で測定し，表面粗さは ZYGO 社製の非接触走査型白色干渉計 New View 6200 で測定した。得られたデータを用いて無電解 Ni-P めっきにおけるめっき浴温度が表面粗さに与える影響について調べた。

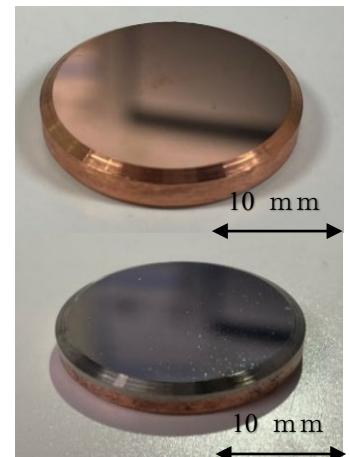
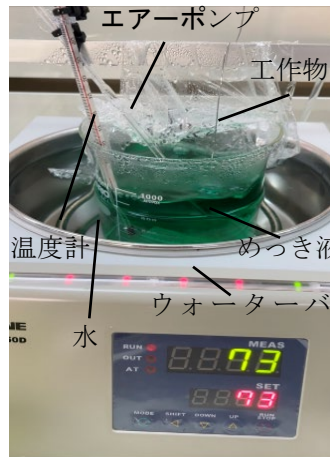


図 3 めっき時の外観写真

図 4 めっき前後の写真

(上:めっき前, 下:めっき後)

## 2. 2 実験結果

### (a) めっき成膜速度の評価

各めっき浴温度のめっき時間における膜厚の関係を図 3 に示す。膜厚はめっき時間に比例することがわかった。また，温度変化による成膜速度の関係を図 4 に示す。めっき浴温度が 62~87°C において，浴温が高くなるにつれて成膜速度が速くなり，その速度は 1°C あたり 0.0072 μm/min 上昇していることがわかる。

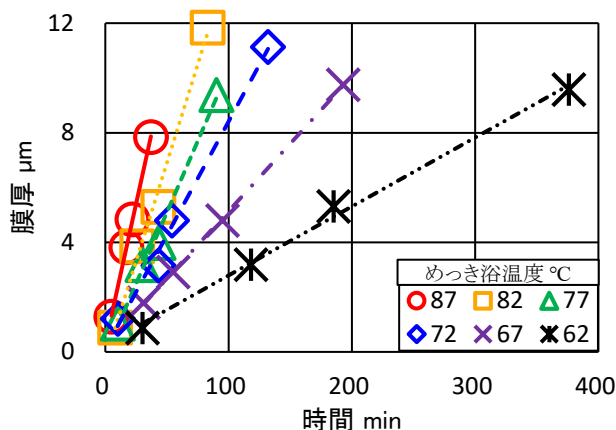


図 5 めっき時間と膜厚の関係

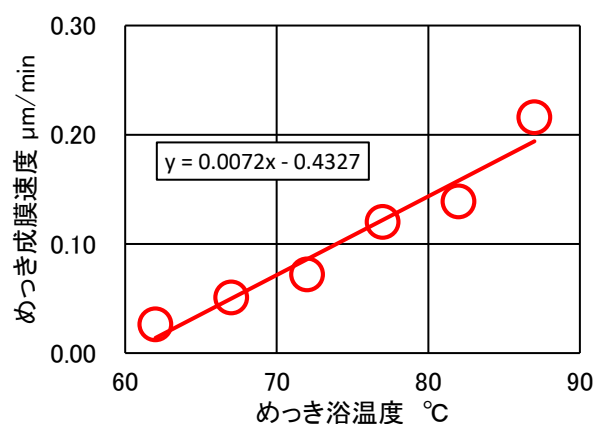


図 6 めっき浴温度とめっき成膜速度の関係

(b) 膜厚の違いによる表面粗さの評価

各めっき浴温度の膜厚と最大高さ粗さ Rz の関係を図 7 に、膜厚と算術平均粗さ Ra の関係を図 8 に示す。それぞれの図からめっき浴温度 87°C 以外のめっき浴温度では、いずれも膜厚が厚くなるにつれて表面粗さが悪くなる傾向にあることがわかった。

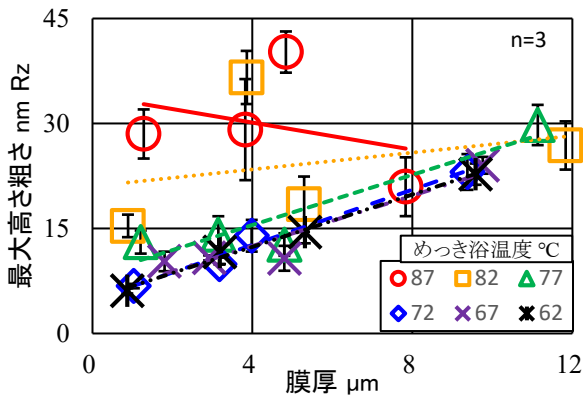


図 7 最大高さ粗さ nm Rz

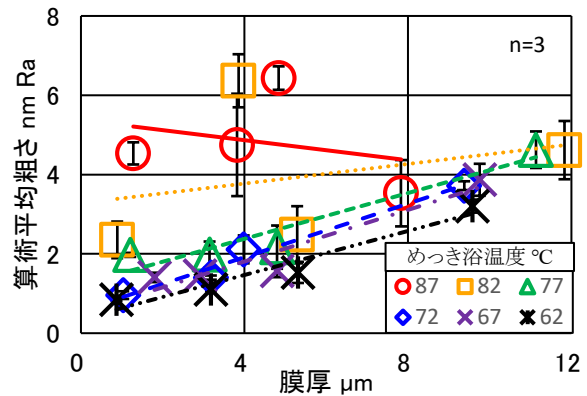


図 8 算術平均粗さ nm Ra

(c) めっき浴温度の違いによる表面粗さの評価

各設定膜厚における浴温と最大高さ粗さ Rz の関係を図 9、浴温と算術平均粗さ Ra の関係を図 10 に示す。それぞれの図からめっき浴温度が上昇するにつれて表面粗さが悪くなることわかる。

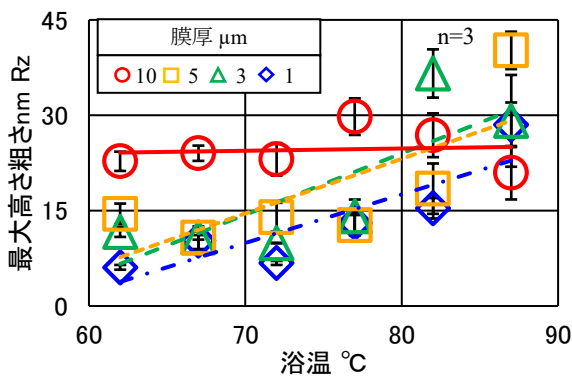


図 9 最大高さ粗さ nm Rz

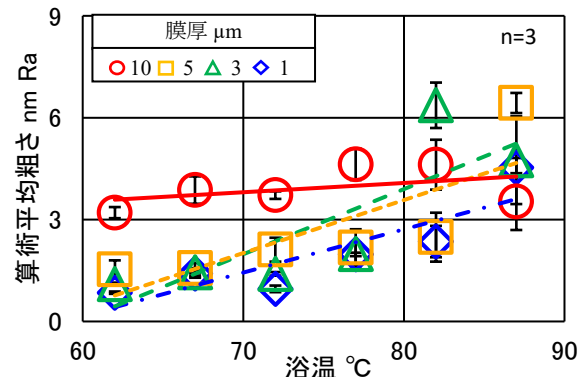


図 10 算術平均粗さ nm Ra

本めっき実験では無酸素銅に無電解 Ni-P めっきを施し、その際のめっき浴温度が析出しためっきの表面粗さに与える影響について研究を行い、以下の結果が得られた。

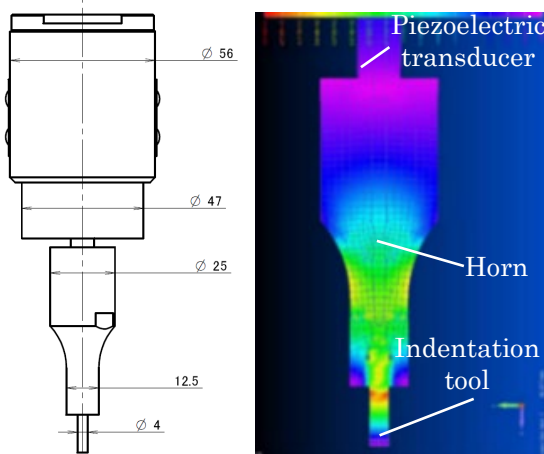
- (1) めっきはめっき時間に比例して成膜され、めっき浴温度が上昇するにつれて、成膜速度は速くなった。
- (2) 表面粗さは、薄膜であるほど表面粗さのよいものが得られ、同じ膜厚でも、めっき浴温度が低いほど表面粗さはよい傾向にあった。

### 3. インデンテーション実験

#### 3.1 インデンテーション実験装置および方法

開発した超音波援用インデンテーション装置の概略図を図 11 に示す。装置上部にラジバン型圧電素

子を振動子として搭載し超音波振動を発生させた[10]. 超音波振動はホーン部分で振幅が増大し, 先端で振幅が最大となっている. 実験に使用した超音波援用インデンテーション装置を図 12 に示す. 開発した超音波援用装置は, ボールネジ駆動の 3 軸制御の精密工作機械(東芝機械製 UVM350B)に搭載した. テーブルの位置決め分解能は 10  $\mu\text{m}$  であった[11]. 動力計(Kistler 製)によりインデンテーション力を計測した.



(a) 超音波振動装置の概略図 (b) 超音波振動解析

図 11 超音波援用インデンテーションシステム

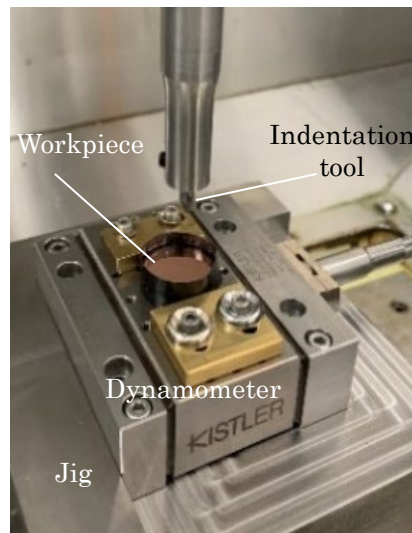


図 12 超音波援用インデンテーション装置

表1 インデンテーション実験

Tool material	Single crystalline diamond (SCD)
Top edge shape	
Top radius	R0.1, R0.5 mm
Tip angle	Four corner cone 45, 60, 90 degrees
Ultrasonic vibration	Piezoelectric
Frequency	39 kHz
Amplitude	0, 2.5, 3.0, 4.0, 6.2 $\mu\text{m}$
Workpiece	Electroless Ni-P (HV 519)
Base material	Oxygen-free copper (HV 200)
Depth of indentation	50 $\mu\text{m}$
Feed rate	10 mm/min
Coolant	White kerosene

先行研究では工作物に無酸素銅と無電解 Ni-P の 2 種類を用いて実験し報告した. 無酸素銅では押込み荷重が小さいがバリが大きく発生し, 無電解 Ni-P では押込み荷重が大きい, バリが発生しにくいことが明らかとなった. そこで本報では加工抵抗を減らすために, 無酸素銅基板に無電解 Ni-P めっきを成膜し, 無電解 Ni-P の成膜厚さの影響について検討を行った.

実験条件を表 1 に示す. 超音波振動の振動数は 39 kHz に固定し, 振幅は 0 - 6.2  $\mu\text{m}$  と変化させた. 押込み量は 50  $\mu\text{m}$ , 送り速度は 10 mm/min, 押込み時間は 0.1 s に固定した. 実験は白灯油浴中で行った.

### 3. 2 インデンテーション実験結果

(a) Ni-P めっき厚による押込み荷重の変化



超音波振動の振幅と無電解 Ni-P 膜厚を変化させたときの押し込み荷重の変化を図 13 に示す。すべての圧子工具で無電解 Ni-P 膜厚が増加すると押し込み荷重も増加した。

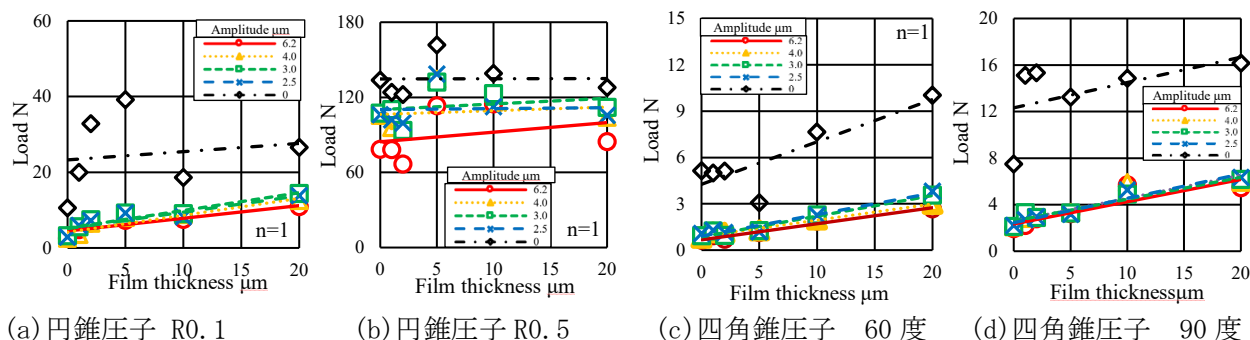


図 13 押し込み荷重の変化

(b) 押し込み深さの変化

超音波振動の振幅と無電解 Ni-P 膜厚を変化させたときの押し込み深さの変化を図 14 に示す。R0.1 球状圧子を用いた実験では各条件の押し込み深さにばらつきがあったが、それ以外の圧子工具を用いた実験では各条件でのばらつきは小さく、押し込み量 50 μm に近い値となった。

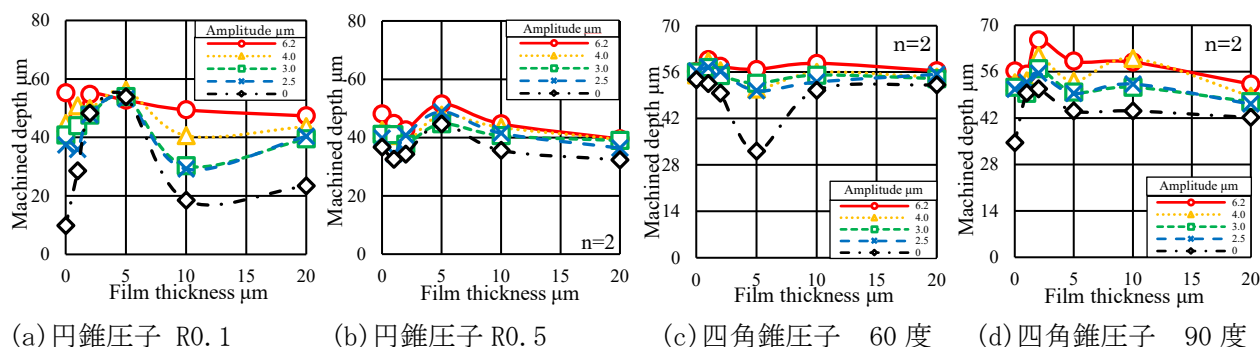


図 14 押し込み深さの変化

(c) ばり高さ

超音波振動の振幅と無電解 Ni-P 膜厚を変化させたときのばり高さの変化を図 15 に示す。無電解 Ni-P 膜厚が増加すると、ばり高さは減少した。R0.5 球状圧子以外の圧子工具を用いた実験では無電解 Ni-P 膜厚が 5 μm までは、ばり高さが増加した。

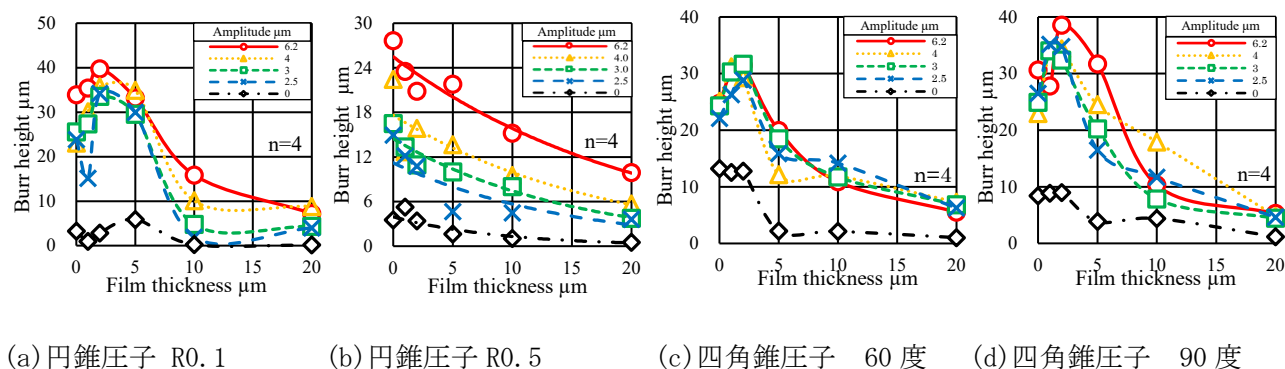
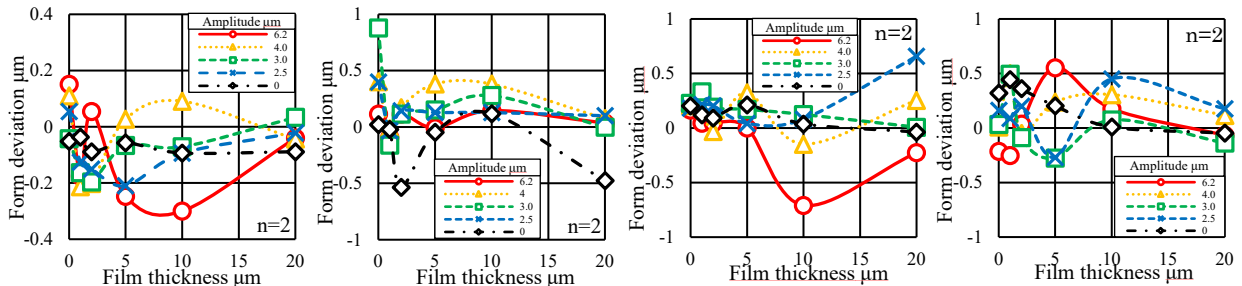


図 15 ばり高さの変化

(d) 転写性

超音波振動の振幅と無電解Ni-P膜厚を変化させたときの転写性の変化を図16に示す。無電解Ni-P膜厚が0 - 10 μm のとき転写性にばらつきがあった。しかし、各条件での形状誤差は1 μm 以内であり、特に無電解Ni-P膜厚が20 μm のときは工具の先端形状に関わらず良好な転写性を得ることができた。



(a) 円錐圧子 R0.1 (b) 円錐圧子 R0.5 (c) 四角錐圧子 60度 (d) 四角錐圧子 90度

図16 転写性の変化

4. おわりに

本研究では、高能率加工を行うために変形加工である「ナノインデンテーション」に着目し、レーザ加工を応用した単結晶ダイヤモンド等のマイクロインデンテータ（圧子）を創成し、超音波振動援用のナノインデンテーションシステムを開発し、超音波振動を付加することによる無電解Ni-Pなどのアモルファス金属材料の高精度・高能率塑性変形特性を明らかにし、微細で構造的な超精密形状の創成の高精度・高能率加工を実現することを検討した。テキスチャリング技術は、多くの先端デバイスの分野で応用が進んでいる。本研究では、構造化金型の加工時間の短縮、切削コストの低減、加工効率の向上を目的として、超音波援用インデンテーションによるテキスチャ面創成の新しい加工法とシステムの提案し開発した。本実験では、レーザ加工を用いてR0.1, R0.5球状圧子と60°, 90°四角錐圧子を作製し、無電解Ni-Pをめっきした無酸素銅基板に超音波援用インデンテーションを行い、超音波振動の振幅と無電解Ni-Pの膜厚が加工特性に与える影響について実験的に検討した。その結果、以下の結論を得た。

- (1) 無電解Ni-Pを薄膜めっきすることにより、押し込み荷重が減少する。
- (2) めっき厚が20μm程度の場合、ばり高さが最も小さい。
- (3) 超音波振動により加工性能の精度と効率が向上する。

謝辞

本研究は、科学研究費補助金 基盤研究 (B) 20H02486, 公益財団法人 アマダ財団研究助成, 公益財団法人 大沢科学技術財団研究助成, 中部大学生産技術開発センターの助成により行われた。関係各位に謝意を表します。

## 参考文献

- [1] K. Hari Krishnan, S. John, K. N. Srinivasan, J. Praveen, M. Ganesan, and P. M. Kavimani :  
An Overall Aspect of Electroless Ni-P Depositions-A, Springer, 37(A), pp.1-2, 4-9.
- [2] 榎本英彦, 松村宗順: トコトンやさしい機能めっきの本. 初版, 日刊工業新聞社, 2008, pp.52-53,  
123-124.
- [3] Yoshioka H, Kojima K, Toyota D (2020) Micro Patterning Curved Surface with a Fast Tool  
Servo System for Micro Milling Process: CIRP Annals – Manufacturing Technology 69(1):  
325-328.
- [4] Brinksmeier E, Riemer O, Gessenharter A, Autschbach L (2004) Polishing of Structured  
Molds: CIRP Annals – Manufacturing Technology 53(1):247–250.
- [5] Suzuki H, Okada M, Lin W, Morita S, Yamagata Y, Hanada H, Araki H, Kashima S (2014)  
Fine Finishing of Ground DOE Lens of Synthetic Silica by Magnetic Field-Assisted  
Polishing: CIRP Annals – Manufacturing Technology 63(1): 313–316.
- [6] Suzuki H, Okada M, Fujii K, Matsui S, Yamagata Y (2013) Development of Micro Milling  
Tool Made of Single Crystalline Diamond for Ceramic Cutting: CIRP Annals –  
Manufacturing Technology 62(1): 59–62.
- [7] Suzuki H, Okada M, Asai W, Sumiya H, Harano K, Yamagata Y, Miura K (2017) Micro  
Milling Tool Made of Nano-Polycrystalline Diamond for Precision Cutting of SiC: CIRP  
Annals – Manufacturing Technology 66 (1) 93–96.
- [8] Abdullah A, Paknejad M, Dashti S, Pak A, M Beigi A (2014) Theoretical and Experimental  
Analyses of Ultrasonic-Assisted Indentation Forming of Tube: Proceeding of the Institution  
of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture 228(3): 388-398.
- [9] Michalski M, Lechner M, Gruber L, Merklein M (2018) Influence of vibration on the shear  
formability of metallic materials: CIRP Annals – Manufacturing Technology 67(1): 277–280.
- [10] Suzuki H, Hamada S, Okino T, Kondo M, Yamagata Y, Higuchi T (2010) Ultraprecision  
Finishing of Micro-Aspheric Surface by Ultrasonic Two-Axis Vibration Assisted Polishing:  
CIRP Annals – Manufacturing Technology 59(1): 347–350.
- [11] Suzuki H, Nakagawa T, Suzuki A, Okada M, Hamada S (2021) Fabrication of textured  
surface with ultrasonic vibration-assisted indentation, CIRP Annals – Manufacturing  
Technology 70(1): 321-324.