ホットプレス窒化ケイ素のレーザ加工

加工変質層

兼松 渉・酒井清介・伊藤 勝・山内幸彦・大司達樹・伊藤正治

(名古屋工業技術試験所)

Laser Machining of Hot-Pressed Silicon Nitride

Affected Layer by the Machining

Wataru KANEMATSU, Seisuke SAKAI, Masaru ITO,
Yukihiko YAMAUCHI, Tatsuki OHJI and Shoji ITO

(Government Industrial Research Institute, Nagoya)
(1-1, Hirate-cho, Kita-ku, Nagoya-shi 462)

A plate of hot-pressed silicon nitride (HPSN), which is difficult to machine, was cut through by laser machining at the speed equal to that of usual slicing with a diamond wheel. Then the influences of laser machining on the strength and the composition of the material were investigated. The affected layer by laser machining was composed of three sites; site 1, melted granular materials stuck together, site 2, cracks were observed, and site 3, the residual stress existed without structural change. In the presence of this affected layer, the strength of the work decreased to one third of the strength of the material. From the changes of the strength caused by surface removal removing and the hardness in the cross section, the thickness of the affected layer that reduced the strength was estimated about 70 μm except site 1. But the change of the composition was observed only in boundary layer between site 1 and site 2 which was rich in yttria and alumina. Since an X-ray diffraction pattern showed that site 1 was composed of silicon, it was confirmed that silicon nitride was decomposed into silicon and nitrogen by laser machining.

[Received October 7, 1985]

Key-words : Laser machining, Affected layer, Hot-pressed silicon nitride, Residual stress

1. 緒 言

現在、ファインセラミックスの加工はダイヤモンド砥石を用いた研削加工が、主流となっているが、加工能率、工具摩耗あるいは加工精度等に多くの問題点が指摘されており¹⁾、これらの問題点を解消する加工法の一つとして、レーザ加工が注目され始めている。レーザ加工は、他のエネルギービーム加工に比べても、パワー密度が高いため、加工物の硬度や電気的特性とはほとんど無関係に高能率な加工が可能である。しかも、機械的加工とは異なり、加工系の剛性の影響が小さいため制御が容易なので、比較的自由的な形状のものを高精度に加工することができるなど、他の加工法にはない多くの利点を有しており、将来の高能率・高精度加工法の一つとして期待されている。

しかし、加工物を瞬時に熔融、蒸発させて加工するレーザ加工では、熱衝撃によるき裂、熱ひずみによる残留応力、高温となる部分における組成の変化等を生ずる可能性がある。また一方では、ファインセラミックスのようなぜい性材料の強度は、表面き裂に極めて敏感であり、また、材料の組成によって強度が変化することもありうるということが知られている。したがって、ファインセラミッ

クスの加工にレーザ加工の適用を考える際には、上記のような加工変質層の特性と、これが強度に及ぼす影響について正確に把握する必要がある。

そこで本報では、一定の加工条件の下で、代表的な難削材の一つであるホットプレス窒化ケイ素を対象にレーザ加工を行い、加工変質層が強度に及ぼす影響を調べるとともに、加工変質層の構造と特性の解析を行った。

2. 実験方法

供試材は、東芝製ホットプレス窒化ケイ素(HPSN)で、表1に示すように、焼結助剤として Y_2O_3 、 Al_2O_3 を添加したものである。図1はレーザ切断加工を行うための試料板を切り出す方法を示したものである。レーザ加工と強度との関係を把握する目的で、加工後、後述の曲げ試験を行うため、材料の異方性の影響を避けるように配慮して試料を切り出した。すなわち、 $120 \times 120 \times 15 \text{ mm}$

Table 1. The material for laser machining.

Material	Additive (wt%)		Bulk density (g/cm^3)
	Y_2O_3	Al_2O_3	
HP- Si_3N_4	5.0	2.0	3.25

Fig. 1 Schematic illustration of the experiment.

Table 2. Machining condition.

pulse frequency	(pulse/sec)	90
energy per pulse	(J/pulse)	0.44
spot diameter	(μm)	50
scanning speed	(mm/sec)	1.67
gas jet		O_2
diameter	(mm)	0.8
pressure	(kPa)	490
defocus	(mm)	-1.33
laser rod		Nd:YAG

The negative sign of defocus denotes that focus is in inside of the work.

のブロックをプレス方向に平行に 2 mm 幅で切断し、 $120 \times 15 \times 2$ mm の板とし、切断面は # 400 の砥石で $R_{\text{max}} = 0.8$ s 以下に研削仕上げした。更に、この板を YAG レーザ加工機（ラザック社製 KLS 321/311）を用いて、表 2 のような、加工条件でビームを長手方向に移動させ切断した。したがって、加工厚さは 2 mm で、切断間隔は、約 2.1 mm とした。

上記の試料を用い、まずレーザ切断加工面の表面粗さを、触針式表面粗さ測定器（テラホブソン社製タリサーフ 4 型）を用いてビーム進行方向に測定し、加工厚さ方向の切断加工面の粗さの変化を調べた。次に、上記の加工条件において生じる加工変質層の深さや、これが強度に及ぼす影響を調べるため、以下のような 3 点曲げ試験を行った。レーザ加工機によって 2.1 mm 間隔で切断した図 1 の試料から、レーザ切断面を持った $2 \times 2 \times 25$ mm の曲げ試験片を作製した。曲げ試験の際、最大引っ張り応力が加わるレーザ切断加工面の表面層を平面研削盤（使用砥石 SDC 400 N 75）にて $10 \mu\text{m}$ ずつ最大 $80 \mu\text{m}$ まで研削除去し、各表面除去量に対して 3 点曲げ強度の変化を調べた。また、加工時の熱衝撃によってき裂の発生が考えられることから、その有無及び、生じたき裂の深さを調べるため上記の曲げ試験片を図 2 のように、レーザ切断加工面に対して傾斜角 2° の方向に平面研削し、ラップ盤にて鏡面仕上げをした試料を作製し、この顕微鏡観察を行った。更に、加工時の熱ひずみによる残留応力の存在を確認するために、上記と同様のレーザ切断加工面に対して傾斜した面を有する試料を作製し、微小硬度計（明石製作所製 MS-5）を用いて、加工面からの深さに対するヌープ硬度の変化を調べた。

次に、レーザ切断加工を行った試料のビーム進行方向に垂直な断面を EPMA（日本電子製 JCXA-733）を用

Fig. 2 Schematic illustration of the test piece for observation of cracks.

い EDS によって、加工面から深さ $50 \mu\text{m}$ までの範囲について組成分析を行った。また、加工面の溶融残留物及び、ビームの入口及び出口側表面の付着物についても X 線回折装置（理学電機製 RAD-rB）にて分析を行い、加工時の高熱による組成の変化、添加元素の移動等の有無を調べ、レーザ加工における材料の除去機構について検討した。

3. 結果と考察

3.1 レーザ切断加工面の状態

表 2 の加工条件では、厚さ 2 mm の HPSN 板を、ビームが貫通し、外見上は良好な切断状態であった。また、その加工速度は $200 \text{ mm}^2/\text{min}$ で、通常のダイヤモンド切断砥石による加工速度と同程度の値であった。このような条件下でのレーザ加工における加工面の貫通状態を調べるため、ビームの移動方向に対して垂直の方向に試料を切断し、その断面を研磨して得たレーザ加工部の断面写真を図 3 に示す。この断面は、①レーザビームとガスジェットによって除去された空けき部分、②加工表面の溶融残留物、③素材部分、の三つの部分からなる。切

Fig. 3 Cross section of the laser machined specimen.

Fig.4 Surfaces of inlet and outlet of laser beam and their profile.

(a) Inlet, (b) Outlet

断幅はビーム入口から出口まで、ほぼ一定の値で10～15 μm である。また、②の溶融残留物の層を含めて加工溝と考えると、この溝の幅は様ではなく、ビーム出口側で30～40 μm と最も狭く、ビーム入口側に近づくほど広く、ビーム入口ではノズル状に広がって約260～270 μm と見ることができる。

ビームの入口及び出口側表面には、上記の溶融残留物が飛散したと考えられるもののほかに白色の粉末状のものが付着する。これらの分析結果については3.3節で述べるが、この粉末は Si_3N_4 がSiと N_2 に分解後、Siが酸化されたと考えられる SiO_2 が主成分であった。この付着物をブラシにて除去し、入口及び出口側表面の状態を観察した結果と、断面のプロフィールを図4に示す。入口側表面では、焦点から離れているのでビーム径が大きく、図4(a)に示すように、溶融残留物層が空げ部分(図3)の両側に広がり、ガスジェットの圧力によって押しだされたような溶融残留物の盛りあがりが見られる。また、出口側表面では、空げき部分に沿って図4(b)に示すように、溶融残留物の付着が見られ、ガスジェットの溶融物除去効果が十分でないことが推定された。

レーザ切断加工面の観察結果を図5に示す。表面には茶褐色のか粒状の溶融残留物が付着しており、場所に

よって表面粗さに差のあることが分かる。次に、ビームの入口からの距離と表面粗さ(R_{max})との関係を図6に示す。 R_{max} は、ビーム入口近傍で最も大きく、中央部で減少するが、出口に近づくに従って再び増大し、出口近傍では最も小さくなっている。このように、ビーム入口近傍で表面粗さが増大するのは、ビームを光学的に絞ることによって加工エネルギーを得るレーザ加工の原理に起因するものと考えられる。すなわち、ビームの焦点からの距離によってエネルギー密度が変化するため、この値の低い領域では、材料の蒸発温度に達するまでに時間を要し、材料内部に熱が伝わる²⁾。そのため、ビームが通過した後の冷却速度も遅くなり、溶融残留物が粗大粒子となって加工面に付着あるいは脱落し R_{max} が大きな値を示すと考えられる。また、ビーム入口表面からの距離が1.5～1.7 mmの領域における表面粗さの増大の原因としては、ビームの焦点近傍の急速な温度上昇、ガスジェットによって飛散し

た溶融物の付着等が挙げられるが、その詳細については今後の課題としたい。

3.2 加工変質層が強度に及ぼす影響

3点曲げ試験の結果を図7に示す。3.1節で述べたようにレーザ切断加工面には、溶融残留物の層が存在するが、空げきが多く大小の粒子が付着した状態で、その存

Fig.5 Laser machined surface.

Fig. 6 Relation between surface roughness and the distance from the inlet of laser beam.

Fig. 7 Relation between flexural strength and thickness of removed region.

在は強度にはほとんど影響しないと考えられる。そこで図の横軸の除去層厚さは、この熔融残留物を取り除いた面（以下、表面という）を基準とした。

表面を除去しなかった場合、曲げ強度は 324 MPa で素材の強度の約 3 分の 1 に低下しているが、除去量の増大とともに強度は上昇し、表面から 70 μm 除去すると、曲げ強度は 1011 MPa となり、ほぼ素材の強度 (994 MPa) に回復する。このことから、レーザ加工によって生成される強度に影響し得る加工変質層の厚さは、70 μm あるいは、これよりやや大きい程度と考えることができる。

図 8 に曲げ試験片の破面の走査型電子顕微鏡 (SEM) 像を示す。ただし、この試験片は加工変質層の範囲を調べるため、熔融残留物の層は除去しなかった。図の上端がレーザ切断加工面で、白色部分が熔融残留物の層である。また、熔融残留物の下部に厚さ約 10 μm の多層状の組織が見られるが、これは、後述の熱衝撃によるき裂の存在範囲にはほぼ一致していた。更に下部には、一般の曲げ試験片と同様の粒界破壊の破面が見られる。

図 7 に見られる強度低下の原因の一つとして、図 9 に示すような、熱衝撃によって生じたき裂が挙げられる。図の左側の黒い凹凸のある部分がレーザ切断加工面で、

Fig. 8 Fracture surface.

Fig. 9 Surface cracks induced by thermal shock.

ビームは、上から下へ貫通している。き裂の見える白色の面は、この加工面に対して 2° 傾斜した平面となっており (図 2)、強度に直接影響する引っ張り応力方向に垂直なき裂の深さは、表面から約 15 μm まで観測され

るが、引っ張り応力方向に平行なき裂は約 $20\ \mu\text{m}$ まで達していることが分かる。また前者は、ビームの進行方向に約 $50\ \mu\text{m}$ おきに、ビームの入口及び出口近傍を除いてほぼ一様に分布している。そこで、このき裂がビームの貫通方向に、入口から出口まで一直線上に存在すると仮定し、き裂深さを $15\ \mu\text{m}$ として SENB 試験片の応力拡大係数の計算式³⁾を適用すると、 $K_I = 2.27\ \text{MN}/\text{m}^{3/2}$ となる。この値は、素材の K_{Ic} の値 $7.25\ \text{MN}/\text{m}^{3/2}$ に比べかなり小さい。これは、実際の試験片には仮定と異なり、ビーム進行方向に約 $50\ \mu\text{m}$ おきに多数のき裂が存在すること、顕微鏡では観察できない更に深いき裂が存在する可能性があること、SENB 試験片のノッチに比べて先端半径が著しく小さいことなどが原因として考えられるが、最も大きな原因として熱ひずみによる残留応力の影響が挙げられる。

現在、セラミックスの加工面の残留応力を正確に測定することは非常に困難であることから、ここでは定性的に、その存在を確認するため、硬度の変化を調べた。測定はヌープ圧子を用い、荷重 $100\ \text{g}$ で深さ方向に $5\ \mu\text{m}$ おきに行ったが、試料に生じる圧痕の深さは、 $1\sim 2\ \mu\text{m}$ 程度と考えられ、測定部分より下部の層の影響はないと考えられる。測定結果を図 10 に示す。表面からの深さが $70\ \mu\text{m}$ 以上では、ヌープ硬度は約 $1650\ \text{kgf}/\text{mm}^2$ で一定値を示し、表面に近づくにつれてほぼ直線的に低下し、深さ $10\ \mu\text{m}$ では、 $1490\ \text{kgf}/\text{mm}^2$ を示した。これは図 8 に見られる深さ $15\ \mu\text{m}$ までの多層状部分では、組織変化による硬度低下も考えられるが、これより深い部分では、引っ張りの残留応力によって圧痕の開口量が通常よりも大きくなり、硬度の低下を示したものと考えられる。また、図 7 の曲げ強度の変化と比較すると、素材の強度に回復する場合の除去層の厚さと、硬度が一定値を示す表面からの深さとが、約 $70\ \mu\text{m}$ ではほぼ一致しており、残留応力が強度低下に大きな影響を及ぼしていることを示している。

3.3 レーザ加工による加工物の組成の変化

図 11 に、レーザ切断加工面断面の EPMA による組

Fig. 10 Relation between Knoop hardness and the distance from the surface.

成像を示す。図は、上方に位置する白色の層状の部分 (A 部) と、その下方に広がる灰白色と白色の組織が均一に混じりあった部分 (B 部) に大別でき、組成の変化は厚さ $2\sim 3\ \mu\text{m}$ 表面層に限定されることが分かる。A 部と B 部の EDS による分析の結果、A 部は、 Y_2O_3 、 Al_2O_3 が多く含まれていた。このことから、後述のように、加工時の高熱によって分解温度の低い (約 1880°C) Si_3N_4 は蒸発・分解する一方、融点の高い Y_2O_3 (約 2430°C) と Al_2O_3 (約 2050°C) とは溶融して母材に付着したものと考えられる。

次に、加工面に付着した溶融残留物 (図 8 の多層状部分の上部の白色部分) の X 線回折の結果を図 12 (a) に示す。図の 4 か所の $500\sim 8000\ \text{cps}$ の明りようなピーク (●) は Si を表し、他のピークは Si_3N_4 (○) であった。この結果から、加工面ではビームによって高温に熱せられた Si_3N_4 のほとんどが分解したと考えられる。

また、溶融残留物にはガスジェット (O_2) による酸化は見られなかったが、ビームの入口及び出口側表面の白色の付着物の X 線回折を行ったところ、図 12 (b) のような Si のピークと非晶質物質を示す回折線の強度分布を得た。この非晶質物質は、加工物の組成から SiO_2 と推定できた。これは、 Si_3N_4 の蒸発・分解によって生じた Si が O_2 ガスによって除去されるとともに酸

Fig. 11 Composition image by EPMA.

Fig. 12 X-ray diffraction pattern. ● : Si, ○ : Si_3N_4
(a) Granulation on machined surface,
(b) Powder on surfaces of inlet and outlet

化されたものと考えられる。

4. 結 論

被加工性が極めて悪いと言われるホットプレス窒化ケイ素を通常の切断砥石による加工とほぼ等しい加工速度でレーザ切断加工を行い、加工変質層を強度的に評価するとともに組成変化を調べた結果、次のような結論を得た。

(1) レーザ加工による加工変質層は、加工面から内部に向かって熔融残留物層、熱衝撃によるき裂の存在する多層状部分、組織的には変化のない残留応力層の三つの部分から形成される。

(2) 上記の加工変質層の深さは、熔融残留物を取り除いた面から約 $70\ \mu\text{m}$ であり、この層の存在によって加工物の強度は、素材の強度の3分の1に低下した。また、上記の加工変質層では、ヌーブ硬度の低下が見られ、残留応力の存在が確認された。

(3) 一方、多層状部分に存在する、熱衝撃によって生じた最大引っ張り応力方向に垂直なき裂の深さは、熔融残留物を取り除いた面から約 $15\ \mu\text{m}$ であった。この

ときの応力拡大係数の値は、素材の破壊靱性値に比べてかなり小さく、強度低下の主因は上記の残留応力であると推定された。

(4) Si_3N_4 のレーザ加工における材料除去機構は、ビームから与えられる熱によって加工部分で Si_3N_4 を蒸発・分解させ、これをガスジェット (O_2) で除去することによって行われる。分解によって生じた Si の一部は O_2 によって酸化されて SiO_2 となった。また、焼結助剤の Y_2O_3 、 Al_2O_3 は熔融して表面に厚さ $2\sim 3\ \mu\text{m}$ の層状組織を形成したが、これより深い部分に組成の変化は見られなかった。

謝 辞 本研究を進めるにあたり、レーザ加工に関し御指導頂いた(株)ニチメン・木村 優氏、組成分析及び、X線回折に関しそれぞれ御指導頂いた名古屋工業技術試験所第2部・山田 守技官、同第5部 田端英世技官に感謝の意を表します。

文 献

- 1) セラミックス編集委員会, セラミックス, 18, 506 (1983).
- 2) 小林 昭, “統レーザ加工”, 開発社 (1982) p. 29.
- 3) 若井史博, 阪口修司, 松野外男, 窯協, 93, 479-80 (1985).