金属円板によるCVDダイヤモンドの研磨機構*

餅田正秋** 守屋 茂*** 島宗 勉*** 宇根篤暢**

Polishing Mechanism of CVD Diamond with Metallic Disk Wheel

Masaaki MOCHIDA, Shigeru MORIYA, Tsutomu SHIMAMUNE and Atsunobu UNE

Polishing of CVD diamond plate with metallic disk wheel in air is proposed as a practical and simple polishing method. The effects of polishing temperature and disk materials on removal rate and surface roughness are examined experimentally, and the optimum conditions and the polishing mechanism are discussed. When disk materials of mild steel, cast iron, nickel alloy and titanium alloy are used, the adhesion between the CVD diamond and the metallic disk happens. Removal rate and surface roughness are the best when stainless steel is used, because various oxides produced in the disk prevent adhesion between the CVD diamond and the disk. At polishing temperature below 400 °C, the diamond is polished mechanically. As polishing temperature reaches from 500 °C to 600 °C, the diamond is oxidized and removal rate increases extremely.

Key words : polishing mechanism, CVD diamond, removal rate, polishing temperature, metallic disk wheel

1. 緒 言

合成ダイヤモンドには、単結晶体、PCD（焼結体）や CVD（気相合成）等の多結晶体などがあり、従来から使用されている天然ダイヤモンドと共に精密機械工業の発展に欠くことのできない材料となっている。光学機器や半導体関連機器の超精密切削加工、難切削材料の切削加工等において、ダイヤモンド製の工具は必要不可欠である。特に CVD ダイヤモンドは、切削工具ばかりでなく、ヒートシンクやレーザの窓、発光素子等、その用途は飛躍的に拡大しており、半導体材料としては最高の素材と言われている。以上のように、優れた特性を持つダイヤモンドは、将来的にはより広範囲に使用される可能性が高い。しかし、ダイヤモンドは高硬度で耐摩耗性に優れているため、成形加工が非常に困難であり、その応用範囲が狭められている。

ダイヤモンドバイトで鉄系金属を切削すると刃先の摩耗が大きいことは古くから知られており、この特性を利用したダイヤモンドの加工法が 1970 年ころから提案されるようになった。井川ら¹⁾は、熱的、化学的観点から鉄系金属への炭素の拡散現象によるダイヤモンドの摩耗機構を解明し、温度の影響や媒介物質である鉄の影響を明らかにした。また、楊ら²⁾は、真空中において 950 °C に加熱した鉄製の研磨板上で CVD ダイヤモンドの研磨加工を行った。これは金属研磨板への炭素の拡散作用を利用した加工法であり、40kPa の低加工圧で約 7μm/h の加工速度を得ている。鈴木ら³⁾は、単結晶ダイヤモンドの最も摩耗しにくいといわれている(111)面を高速回転する各種研磨円板で加圧研磨し、ステンレス鋼 SUS304 の研磨板において最も高い加工速度が得られることを明らかにした。さらに、研磨円板周速 2750m/min、加圧力 130MPa の条件で研磨すると、加工速度が 1300μm/min に達する⁴⁾と報告している。

しかし、ダイヤモンドの工業的利用を拡大させるためには、経済的すなわち簡単な装置による能率的研磨加工法を確立する

ことが必要である。また、柱状多結晶構造である CVD ダイヤモンドのコーティング材および薄板材に対しては、高い加工圧力を負荷すると割れや欠けなどの破壊を生じやすく、軽荷重による研磨加工が要求される。

そこで、空気雰囲気中において軽荷重でダイヤモンドの研磨を試みることにした。本研究では、CVD ダイヤモンド薄板と金属製研磨円板との乾式・摩擦方式による研磨加工を行い、工具となる研磨円板の材質を選定し、能率的な適用加工条件を検討し、実用的で簡易な研磨加工法の実現の可能性を探るとともにその加工機構についても考察する。

2. 実験方法

実験装置の概要を図 1 に示す。500～6000rpm と広範囲の回転数で回転可能なビルトイン型スピンドルを縦に固定し、その下端に研磨工具となる金属製円板を取り付けた。下方よりホルダに固定した加工試料をコイルばねを介して押し付け、その加圧力はロードセルによって測定した。試料固定台は水平方向に移動する自動送り装置上に設置し、揺動運動が可能な構成とした。

加工試料は、GE Superabrasives 社製の 3 × 3 × 0.5mm の薄板状 CVD ダイヤモンドを用い、接触圧力を均等にするためアスベストシートを挟んで試料ホルダに固定した。

Fig. 1 Schematic diagram of polishing apparatus

* 原稿受付 平成 12 年 6 月 30 日

** 正 会 員 防衛大学校（横須賀市走水 1-10-20）

*** 元防衛大学校

Table 1 Disk materials and size

Material	Size
Stainless steel : SUS304, SUS410	$\phi 200 \times 8\text{mm}$, $\phi 160 \times 10\text{mm}$
Nickel alloy : Inconel 600, Inconel 625	$\phi 180 \times 10\text{mm}$, $\phi 170 \times 10\text{mm}$
Pure titanium	$\phi 135 \times 10\text{mm}$
Titanium alloy : 6Al-4V	$\phi 180 \times 10\text{mm}$
Pure chromium	$\phi 135 \times 5\text{mm}$
Mild steel : S20C	$\phi 180 \times 7\text{mm}$
Cast iron : FC20	$\phi 170 \times 10\text{mm}$

Table 2 Experimental conditions

Specimen	CVD diamond (GE), $3 \times 3 \times 0.5\text{mm}$
	Metallic disk wheel
Polishing tool	Revolution speed : $N=100\sim5500\text{rpm}$ Peripheral speed : $V=50\sim2000\text{m/min}$
Applied pressure	$p=1.1\sim9.9\text{MPa}$
Oscillating condition	Speed : 3mm/min , Length : 20mm

研磨工具の材質としては、熱化学的作用を考慮して、遷移金属で炭素と反応しやすい Fe, Ti, 黒鉛からダイヤモンドを合成する際の溶媒金属として使われる Ni, Cr 等を含含有し、熱伝導率が小さく、耐熱性、耐食性が高い金属を選んだ。表 1 に選定した材質と工具寸法を示す。ステンレス鋼は、高加工能率が得られる材質であり³⁾、オーステナイト系およびマルテンサイト系の代表的なものである SUS304 および SUS410 を選んだ。インコネル 600 と 625 は、Ni 基合金の代表的なもので、それぞれ Ni を 72%, 58% 以上、Cr を 14~17%, 20~23% 含む合金である。チタンは、炭化物を造りやすい金属であり、ダイヤモンドのろう付材として用いられている。ここでは工業用純チタン JIS 第 2 種と熱伝導率が小さく、摩擦接触面温度が上昇しやすいチタン合金 6Al-4V を用いた。クロムは、耐食、耐熱性の向上効果をもたらす金属であり、PLASEE 社製のもので HIP 加工後に圧延したグレードランクが 3N の板材を用いた。軟鋼は炭素含有量の少ない鉄系金属の代表的な S20C を、ダイヤモンドの研磨加工においてスカ이프として使用されている鋳鉄は FC20(ねずみ鋳鉄)を選定した。

加工試料は、繰り返し使用するため、研磨円板をカップ型ダイヤモンド砥石(SD400H150V)に取り換えて、砥石周速度 1000m/min、加圧力 1.1MPa の条件で前加工した。研磨円板の研磨面に対しても、各実験ごとに GC カップ型砥石(#240, #500, #1000) を用いて乾式研削を行い、研磨影響層を取り除いた。

加工動力は主軸モータの消費電力を測定して求めた。また、試料とアスベストシートの間熱電対(鉄-コンスタンタン)を挿入し、裏面温度を測定し、これを研磨温度とした。加工量は、試料 5 か所の厚さの変化を測定し、その平均値より求めた。実験は、加工位置の研磨円板周速度と加圧力を広範囲に変化させて大気中で行った。表 2 に実験条件を示す。

3. 実験結果および考察

3.1 加工速度に及ぼす加工条件の影響

加工量に対しては試料の表面粗さの影響が大きいため、所定の研磨条件で加工動力がほぼ一定になるまで前加工を行った後、実験を実施した。ここでは、加工量を加工時間で除した値を加工速度と定義する。

図 2 は、ステンレス鋼製研磨円板を用い、周速度 V を 1000, 1500, 2000m/min とし、加圧力 p を広範囲に変えたときの加工速度の変化を示す。周速度一定の下で、ある加圧力以上になると加工速度が急激に増加し、この急増は周速度が大きいほど

(a) SUS304

(b) SUS410

Fig.2 Change of removal rate with applied pressure and peripheral speed (Tool material : stainless steel)

Fig.3 Relation between polishing power and polishing temperature

Fig.4 Change of removal rate with polishing temperature (Tool material : stainless steel)

小さい加圧力で始まる。軟鋼および鋳鉄製研磨円板の場合、加工速度はステンレス鋼に比べて約 1/2 と小さく、加圧力を高くすると、凝着や試料の破壊を生じる。他の材質の研磨円板では、更に加工速度が小さく、周速度が高いと凝着を生じやすく、安定した加工状態が得られにくい。

Fig.5 Change of removal rate with polishing temperature
(Tool material: mild steel, cast iron)

Fig.6 Change of removal rate with polishing temperature
(Tool material: Inconel)

Fig.7 Change of surface roughness with polishing temperature
(Tool material: stainless steel)

3.2 加工速度および加工表面状態に及ぼす研磨温度の影響

前項で述べたように、加工速度は、研磨抵抗と研磨円板の周速度の積、すなわち加工エネルギー（加工動力）と密接な関係にある。加工エネルギーは、その大部分が加工熱に変わり、加工面温度を上昇させる。図3は、ステンレス鋼製の研磨円板で研磨した場合の加工動力と研磨温度の関係を示す。研磨温度は、加工動力の増大とともに上昇し、加工動力と一義的な関係にあることが分かる。他の材質の研磨円板についても、同様の傾向にあることを確認した。そこで、加工速度や加工表面状態と研磨温度との関係について調べた。

(1) 加工速度への影響

図4に、ステンレス鋼（SUS304, SUS410）製の研磨円板で加工した場合の研磨温度による加工速度の変化を示す。研磨温度が400℃以下の範囲では、加工速度は非常に小さい。400℃を越えると加工速度が増加し始め、500～600℃で急激に増大

(a) Polishing temperature: 220 °C

(b) Polishing temperature: 590 °C

Fig.8 Photographs of polished surface
(Tool material: SUS304. $V=1500\text{ m/min}$. $p=5.5\text{ MPa}$)

する。

図5は、軟鋼と鋳鉄製の研磨円板を用いた場合の結果である。研磨温度の上昇によって、わずかに加工速度が増加するが、軟鋼では480℃、鋳鉄では455℃で凝着が始まる。約600℃を越えると、CVDダイヤモンドに割れが発生する。

図6に、インコネルの600と625製の研磨円板の場合について示す。研磨温度が230℃を越えると、凝着を生じ、加工を続けることが不可能となる。

純チタンとチタン合金の場合、研磨円板の周速度や加工圧力を著しく小さく（50m/min, 110kPa）しても凝着を起こし、加工面が激しく損傷する。純クロム製の研磨円板の場合も、450℃において著しい凝着を生じ、加工面の損傷が大きい。

(2) 加工表面状態への影響

図7に、ステンレス鋼製の研磨円板を用いたときの、研磨温度によるダイヤモンドの研磨面粗さ R_y の変化を示す。粗さ値は、加工温度の上昇に伴い大きくなり、特に加工速度が急増する500℃以上では、急激に大きくなる。同図のSUS304製の研磨円板において、粗さ値が小さくなる研磨温度が低い（220℃）場合および粗さ値が大きくなる研磨温度が高い（590℃）場合におけるCVDダイヤモンド研磨面の光学顕微鏡写真を図8に示す。研磨温度が低い場合（図8(a)）は、微少な擦過条痕が存在するが非常に平滑な仕上がりで得られている。これはダイヤモンドの微細な破砕片とのともずりによって生じるものと考えられる。研磨温度が高い場合（図8(b)）、エッチングされたような方向性のない凹凸が形成され、研磨温度が低い場合に比べて、

Fig.9 Surface roughness of polished diamond shown in Fig.8

(a) Tool material : S20C. Polishing temperature : 660 °C

(b) Tool material : Inconel 625. Polishing temperature : 235 °C

Fig.10 Photographs of adhesive diamond surface

研磨面が荒れている。なお、図 8(a)において観察される空孔は、ダイヤモンド合成時の結晶成長過程において生じたものである。図 9 は、図 8 に示す研磨面の粗さ曲線である。粗さ R_y は、(a)の研磨温度が低い場合は $0.06\mu\text{m}$ と小さく、非常に良好な仕上面となるが、研磨温度が高い場合(b)は、 $2.4\mu\text{m}$ と極めて大きな粗さ値となる。SUS410 製の研磨円板の場合についても、SUS304 と同様の結果を得た。

図 10 に、研磨中に凝着や破壊を生じたダイヤモンド研磨面の光学顕微鏡写真を示す。同図(a)は、軟鋼製の研磨円板による研磨温度 660°C の場合で、凝着が激しくなり、加工表面が剥

(a) Oxygen

(b) Carbon

Fig.11 Intensity distribution of secondary ion for oxygen and carbon measured with SIMS

離を起こし破壊されている。同図(b)は、インコネル 625 製の研磨円板による研磨温度 235°C の場合で、凝着を生じ、一部加工表面が欠損している。他の材質の研磨円板においても、研磨中に凝着を起こすと、表面に欠けや割れを生じ、表面粗さが著しく低下する。

研磨表面の観察結果から、大気中における乾式・摩擦方式の金属円板によるダイヤモンドの研磨加工は、研磨温度 400°C 以下の加工速度が非常に小さい範囲では機械的摩擦作用によるもので、約 500°C 以上においては主として熱化学的作用によって進行しているものと推察される。

4. 研磨機構について

前述したように、ステンレス鋼製研磨円板を用いる場合、研磨温度が $500\sim 600^\circ\text{C}$ の範囲で加工能率が大きく、安定した研磨が可能である。この条件下における研磨メカニズムを検討するため、研磨加工後の研磨円板の表面層を SIMS(2 次イオン質量分析法)と XRD(X 線回折法)によって、研磨後のダイヤモンド表面層をラマン分光法によって分析した。

図 11 に、SIMS により研磨加工前後のステンレス鋼(SUS304)製研磨円板の深さ方向の酸素および炭素の 2 次イオン強度分布を測定した結果を示す。研磨加工前の未使用面の酸素が存在する深さは $0.5\mu\text{m}$ であるのに対して、研磨加工(研磨温度: 590°C)後の使用面は $2.5\sim 3.0\mu\text{m}$ と酸素の分布が深い。研磨加工によって、研磨板の深さ方向に酸化が進行したものと考えられる。これに対して、炭素の 2 次イオン強度は研磨前後でほとんど変化がなく、深さ方向分布もほぼ一様である。

Fig.12 X-ray diffraction patterns on disk surface measured with XRD

Fig.13 Raman spectra of CVD diamond
(Tool material : SUS304. Polishing temperature : 530 °C)

図12は、研磨前後のステンレス鋼(SUS304)製研磨円板表面のX線回折パターンである。研磨後には、鉄の酸化物 Fe_2O_3 、 Fe_3O_4 、非鉄金属の酸化物 Cr_2O_3 、 MnO の結晶と考えられるピークが現れている。

以上の分析結果より、研磨温度が500～600℃におけるダイヤモンドの加工には、空気中の酸素が関与していることが推測できる。そこで、酸化しにくい環境下において、ステンレス鋼(SUS304)製研磨円板による研磨実験を行った。研磨装置をビニルで囲い、あらかじめ不活性ガスであるアルゴンガスを多量に注入して空気を追い出した後、35l/minで供給しながら研磨加工を行った。大気中において加工速度が急増する研磨温度が500～600℃となる範囲でも、加工速度は増加せず、凝着を生じ、研磨が不能となった。

図13に、研磨前後のCVDダイヤモンド表面のラマン分光分析結果を示す。楊ら²¹⁾⁵⁾は、900℃以上に加熱した鉄板による研磨において、ダイヤモンドの炭化や黒鉛化などの相変化が生じていないことを示したが、これと同様に530℃の研磨温度の場合でも、黒鉛等の存在は認められず、ダイヤモンドの炭化は生じていない。

以上のことから、大気中において、ステンレス鋼製研磨円板を用いて乾式・摩擦方式でCVDダイヤモンドを研磨すると、研磨円板の表層部に金属酸化物が形成され、これによって凝着が抑制され、加工が進行するものと考えられる。加工速度が急

激に上昇する研磨温度500～600℃においては、主として酸化(燃焼)による熱化学的作用によって、ダイヤモンドの研磨が進行するものと推察される。なお、このときダイヤモンドは炭化せず、酸化して炭酸ガスとなり、研磨円板への炭素の拡散作用はほとんどない。

5. 適用加工条件の検討

大気中で、金属円板を用いて乾式・摩擦方式によるダイヤモンドの研磨加工を行う場合、研磨温度が高くなるほど加工速度は増加し、約500℃を越えると急激に増大する。しかし、加工温度が高くなると、研磨円板とCVDダイヤモンドとの間で凝着を起こし、安定した加工状態が得られなくなる。凝着は、ダイヤモンドとの親和力が高いTi、Cr、Niの含有率が高い純チタン、6Al-4Vのチタン合金、純クロム、インコネル製の研磨円板において顕著であり、約200℃程度の低い研磨温度で生じる。軟鋼および鋳鉄においては約450℃で凝着を起こす。一方、ステンレス鋼製研磨円板の場合、500～600℃の研磨温度範囲で加工速度は0.8～16 $\mu\text{m}/\text{min}$ と大きく、凝着のない安定した加工が進行する。200～400℃では、加工速度は低い0.06～0.3 $\mu\text{m Ry}$ の良好な加工面が得られる。

したがって、研磨円板としてはステンレス鋼が有効であり、粗加工においては研磨温度が約500～600℃、仕上加工においては約200℃となる加工条件が適切である。いずれも、研磨円板の周速度は1000～2000m/min、加圧力は1～8MPaの範囲で選定するのが望ましい。

6. 結 言

CVDダイヤモンドの薄板を、金属製研磨円板を用いて、乾式・摩擦方式で研磨する場合について、適用加工条件を検討し、以下のことを明らかにした。

- (1) 研磨円板材質としては、ステンレス鋼が有効であり、凝着を起こさず、加工速度の高い安定した加工が可能である。
- (2) 研磨温度500～600℃では主として酸化による熱化学的作用、400℃以下では機械的作用により、研磨が進行する。
- (3) ステンレス鋼製の研磨円板では、表層部に形成される酸化物によって凝着が抑制される。
- (4) 本加工法により、大気中で簡易にダイヤモンドを成形加工することが可能である。

参 考 文 献

- 1) 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.
- 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—最適研磨条件の選定—, 精密工学会誌, 57, 1 (1991) 184.
- 3) 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摺動研磨(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.
- 4) 鈴木 清, 関 洋子, 木村昌博, 安永暢男, 三宅正二郎, 阿部勝幸, 植松哲太郎: ダイヤモンドの高速摺動研磨(第2報)—高能率砥粒レス研磨の条件—, 1996年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集, (1996) 929.
- 5) 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.