合金強化形・極微粒ダイヤモンド電鍍工具の開発*

仙波 卓弥^{*1}, 濱口 元基^{*2}, 原田 武志^{*2}Development of Electroformed Diamond Tool Strengthened by
Synthesized Intermetallic AlloyTakuya SEMBA^{*3}, Motoki HAMAGUCHI and Takeshi HARADA^{*3} Faculty of Engineering, Fukuoka Institute of Technology,
3-30-1 Wajirohigashi, Higashi-ku, Fukuoka-shi, Fukuoka, 811-0295 Japan

An electroformed diamond tool with superior proportional limit and wear resistance was developed for the microgrinding of hard and brittle materials, in which a tool of small diameter is rotated at a high speed. A plating rig that can fabricate an electroformed diamond tool with fine diamond grains and an electrodeposited Ni grain size less than 2 nm was newly developed. A thermal etching for roughening diamond grain surfaces was conducted to increase gripping strength between diamond grains and the bond material Ni of the tool. In addition, an annealing process to synthesize the intermetallic alloy Ni₃P was used on the tool not only to increase the hardness of the bond material but also to increase the proportional limit of the tool. It was verified through the bending test that both the Young's modulus and proportional limit of the tool increased to about 40 GPa and 1.5 GPa, respectively, using thermally etched diamond grains and annealing tools, compared with those of electroformed diamond tools fabricated using conventional techniques.

Key Words: Nano & Micro Machining, Grinding, Grinding Wheel, Abrasive Grain, Electroformed Diamond Tool

1. 緒 言

マイクロ切削加工と異なり、マイクロ研削加工は硬脆材料に対して超精密・微細形状を造りうる能力を持っている。しかし、微小径の切削工具を高速回転させて使用する方式でのマイクロ切削加工⁽¹⁾が多用されているのに対し、同方式でのマイクロ研削加工は実用化されていない。

この背景には、耐欠損性や耐摩耗性に優れた工具の開発が遅れていることが影響しているように考えられる。すなわち、既存の研切削工具の中では電着工具が最も耐摩耗性に優れているが工具寿命が短いという問題点を抱えており⁽²⁾、実用に耐える研削工具は普及していないのが現状である。

このような背景を踏まえ、市販の電着工具に勝る耐摩耗性を持つ電鍍工具の開発を行ってきた。とくに前報⁽³⁾では、電気めっき法を用いた上で電析するニッケルの結晶サイズを微細化することにより、P 種超硬合金の抗折力とほぼ同じ比例限度応力を持つニッケル/

リン合金を造ることを試みた。

本論文では、平均粒径が 4 μm のダイヤモンド砥粒を結晶サイズが 2 nm 以下のニッケル/リン合金で固定化した、極微粒ダイヤモンド電鍍工具の開発を行った。ダイヤモンド砥粒に対する熱エッチング⁽⁴⁾や、電鍍工具に対する熱処理を行うことにより、耐欠損性や耐摩耗性に優れた極微粒ダイヤモンド電鍍工具を開発することを試みた。

2. 理論的背景

2.1 砥粒に対する熱エッチング 極微粒ダイヤモンド電鍍工具の耐欠損性を増すためには、ダイヤモンド砥粒と砥粒を固定化するニッケル/リン合金との結合力を上げる必要がある。しかし、ダイヤモンド砥粒は化学的に不活性であり⁽⁵⁾、化学的な手法で砥粒とニッケル/リン合金との結合力を上げるのは難しい。

そこで、砥粒を熱エッチング⁽⁴⁾することによって砥粒の表面に微細な凹凸を付け、この凹凸に結晶サイズが 2 nm 以下のニッケル/リン合金を電析させることにより、砥粒とニッケル/リン合金との物理的結合力を上げることを試みた。

2.2 合金強化 ニッケル/リン合金めっきを行うと、結晶成長点にリンが吸着してニッケルの結晶成長

* 原稿受付 2006 年 7 月 28 日。

^{*1} 正員, 福岡工業大学工学部 (☎ 811-0295 福岡市東区和白東 3-30-1)。^{*2} 福岡工業大学大学院工学研究科。
E-mail: senba@fit.ac.jp

を抑えるため、非晶質なニッケル/リン合金を造ることができる。この、電気めっき法によって造られるニッケル/リン合金を加熱すると 300°C 付近の温度で Ni_3P が生成され、合金の硬さが 1 000 Hv 程度にまで増加する⁽⁶⁾。

この Ni_3P が非晶質なニッケル粒子の粒界に析出する場合、 Ni_3P が隣接する非晶質なニッケル粒子を強固に結合する可能性があると考えられた。そこで、試作したニッケル/リン合金製の極微粒ダイヤモンド電鍍工具に対して熱処理を行い、工具母材の硬さだけでなく、電鍍工具の耐久損性やヤング率を増加させることを試みた。

3. 実験方法

3・1 砥粒に対する熱エッチング 砥粒の 3 層分に相当する重量のダイヤモンド砥粒を磁器製の蒸発皿に敷き詰め、砥粒に対する熱エッチングを行った。平均粒径が 4 μm (メッシュサイズが #3000) のダイヤモンド砥粒を使用し、短時間で砥粒を熱エッチングできる条件を見出すための実験を行った。エッチング後の砥粒に付着した灰分については、高温酸処理法⁽⁷⁾を用いてこれを除去した。

3・2 めっき液 めっき液には、ニッケル/リン合金めっき液を使用した。高速めっき⁽⁸⁾を行うため、pH 緩衝剤にはクエン酸を使用した。また、ニッケルの結晶サイズが 2 nm 以下のニッケル/リン合金を造るため、微細化剤として使用した亜リン酸を 70 g/l の割合でめっき液に加えた。

3・3 電鍍工具製造装置 極微粒ダイヤモンド電鍍工具を試作するために使用した、めっき装置の外観を図 1 に示す。めっき液を入れるための水槽、ニッケル製の陽極、ステンレス製の陰極、ならびに陰極を回転させるためのステッピングモータといった、四つの

主要部分で構成されている。

図 2 に陰極部の詳細を示している。ステンレス製の陰極①をカバーするアクリル製カバー②には 2.5×5×20 mm の溝が成形されており、②は陰極と一体になって回転する。めっき液に分散させた砥粒は外周を親水性フィルタ⑥で覆ったアクリル製円筒④に入れられており、④は水槽の壁に止められている。

したがって、陰極が回転する間に溝に入った砥粒は電着、埋込み、ならびに再分散され、ニッケル/リン合金製の極微粒ダイヤモンド電鍍工具は上記の溝に沿って成長する。同装置を用いた上で陰極電流密度⁽⁹⁾を 4 A/dm² に設定すると、ダイヤモンド砥粒を含まない 2.5×2.5×20 mm の短冊状ニッケル/リン合金を 123 時間で造ることができる。

3・4 電鍍工具の比例限度応力とヤング率 試作した短冊状の極微粒ダイヤモンド電鍍工具を直径が 0.5 mm の円柱状に成形した後、片持ばり方式での曲げ試験を行った。電鍍工具の円柱成形にはメタルボンダダイヤモンドホイール SD 500 P 100 MW 5 を使用した。

曲げ試験の結果を式(1)や式(2)に代入することにより、電鍍工具の比例限度応力 σ_e やヤング率 E を求めた⁽⁹⁾。

$$\sigma_e = 32 \cdot W_e \cdot L / (\pi \cdot d^3) \dots\dots\dots (1)$$

$$E = 64 \cdot W_e \cdot L^3 / (3\pi \cdot d^4 \cdot \delta_e) \dots\dots\dots (2)$$

ここで、 W_e は比例限度荷重、 δ_e は W_e に対応する曲げ変位、 L は電鍍工具の長さ、ならびに d は円柱状に成形した電鍍工具の直径である。

3・5 電鍍工具に対する熱処理の条件 極微粒ダイヤモンド電鍍工具に対する熱処理の条件を決めるため、ニッケル/リン合金に対する熱処理を行った。図 1 の装置を使って試作した短冊状のニッケル/リン合金

Fig.1 Plating rig used for fabricating electroformed diamond tool using Ni/P plating solution

Fig.2 Schematic view near cathode (①cathode, ② acrylic insulator, ③electroformed tool, ④cylindrical acrylic jig, ⑤stirring blade, ⑥hydrophilic filter, ⑦slit)

に対して熱処理を行った後、表面を平坦に研磨した同合金に対して硬さ試験、円柱状に成形した同合金に対して曲げ試験を行った。

熱処理を行うに際しては、ニッケル/リン合金に取り込まれた水素を除去するためのベーキング⁽⁸⁾と、同合金を合金強化するための熱処理とを併せて行った。ベーキング温度/保持時間は190°C/3時間に設定した。合金強化のための熱処理では、保持時間を1時間に固定した上で熱処理温度を変化させ、最適な熱処理温度を見出すための実験を行った。

極微粒ダイヤモンド電鑄工具に対しても、短冊状の電鑄工具に対してベーキングや合金強化のための熱処理を行った後、円柱状に成形した電鑄工具に対して曲げ試験を行った。

4. 実験結果

4.1 砥粒に対する熱エッチング 熱エッチングした砥粒の重量減と保持時間との関係を図3に示す。炉に入れることができる蒸発皿の寸法の関係で、一度にエッチングできる砥粒の重量は2g程度であった。

Fig. 3 Weight loss of thermally etched diamond grains of #3000 mesh size

Fig. 4 Variation of grain size distribution of thermally etched diamond grains of #3000 mesh size

これに対し、電鑄工具を造るためには最低でも20gの砥粒が必要であった。そこで、砥粒の熱エッチングに要する時間を短縮化するため、エッチング温度は700°Cに決定した。

エッチング温度を700°Cに固定した上で保持時間を変え、重量減が30 wt%ならびに50 wt%になるように熱エッチングされた砥粒の粒度分布を図4に示す。熱エッチングしない砥粒の中心粒径は4 μmであった。これに対し、砥粒の重量減が30 wt%の場合には3.7 μm、重量減が50 wt%の場合には3.2 μmに中心粒径が減少していた。

図5に砥粒表面のSEM写真を示したように、砥粒の重量減が30 wt%の場合に比べて50 wt%の場合には、砥粒が過度にエッチングされた印象があった。そこで、エッチング温度/保持時間を700°C/45分に設定し、重量減が30 wt%になるような砥粒を製作した。

4.2 砥粒に対する熱エッチングの効果 熱エッチングしたダイヤモンド砥粒を使用し、極微粒ダイヤモンド電鑄工具を試作した。この場合、めっき液に分散させる砥粒の濃度を上げることにより電鑄工具の砥粒率を増加させることにした。

試作した電鑄工具に関する比例限度応力と砥粒率との関係を図6、ヤング率と砥粒率との関係を図7に示す。比較のため、P種の超硬合金に関する抗折力⁽⁹⁾を斜線、熱エッチングしていない通常の砥粒を用いて試作した電鑄工具に関する比例限度応力やヤング率を黒印で付記した。

砥粒率を変化させた各場合とも、通常の砥粒を用いた場合に比べ熱エッチングした砥粒を用いた場合には、ヤング率を10 GPa程度、比例限度応力を500 MPa程度、増加させることができた。

4.3 電鑄工具母材に対する熱処理 砥粒を共析させていない、熱処理後のニッケル/リン合金に関す

Fig. 5 SEM view of thermally etched diamond grains, 10 and 30 wt% in weight loss, respectively

る硬さ試験の結果を図8、曲げ試験の結果を図9に示す。すでに報告されている実験の結果⁽⁶⁾と同様に、300°C以上の温度で熱処理を行うとニッケル/リン合金の硬さは1000 Hv程度まで増加することが確かめられた。一方、300°C以上の温度で熱処理を行うと、比例限度応力は急激に減少することが明らかになった。

図8や図9の現象を説明するため、X線回折法による同定分析を行った。熱処理後のニッケル/リン合金に関するX線回折の結果を図10に示す。190°Cでベーキングを行った試料からは非晶質体特有のハローな回折線が得られた。一方、290°Cで熱処理を行うとハローな回折線の上にNi₃Pのシャープな回折線が重なった分布が得られた。なお、400°C以上の温度で熱処理を行うとハローな回折線はほぼ消滅し、Ni₃Pのシャープな回折線のみが観察された。

したがって、図9に示したように比例限度応力が300°C付近で最大になったのは、リンが吸着している非晶質なニッケル粒子の粒界にNi₃Pが析出し、これが隣接する非晶質なニッケル粒子を強固に結合する役割を果たした可能性が高い。なお、300°C以上の温度

で比例限度応力が減少したのは、Ni₃Pの結晶粒が再結晶する過程で粗大化したためである⁽⁶⁾。

図8や図9の実験結果を踏まえ、極微粒ダイヤモンド電鍍工具に対する熱処理温度/保持時間は290°C/1時間に決定した。

4・4 電鍍工具に対する熱処理の効果 熱エッチングしていない通常の砥粒を用いて極微粒ダイヤモンド

Fig. 8 Micro-Vickers hardness of electrodeposited Ni/P alloy obtained by varying annealing temperature

Fig. 6 Proportional limit of electroformed diamond tools obtained using thermally etched grains

Fig. 9 Proportional limit of electrodeposited Ni/P alloy obtained by varying annealing temperature

Fig. 7 Young's modulus of electroformed diamond tools obtained using thermally etched grains

Fig. 10 X-ray diffraction profiles of electrodeposited Ni/P alloy measured at various annealing temperatures

ド電鍍工具を試作した後、電鍍工具に対する熱処理を行った。この、熱処理を行った電鍍工具に関する比例限度応力と砥粒率との関係を図 11、ヤング率と砥粒率との関係を図 12 に示す。比較のため、熱処理をしていない電鍍工具に関する比例限度応力やヤング率を図 11 や図 12 に黒印で付記した。

砥粒率を変化させた各場合とも、電鍍工具を熱処理しなかった場合に比べ熱処理した場合には、ヤング率を 25 GPa 程度、比例限度応力を 500 MPa 程度、増加させることができた。

4.5 砥粒と電鍍工具に対する熱処理の効果 熱エッチングした砥粒を用いて極微粒ダイヤモンド電鍍工具を試作した後、電鍍工具に対する熱処理を併せて行った。試作した電鍍工具に関する比例限度応力と砥粒率との関係を図 13、ヤング率と砥粒率との関係を図 14 に示す。比較のため、砥粒に対する熱エッチングや電鍍工具に対する熱処理をしなかった場合に得られた実験の結果を図 13 や図 14 に黒印で付記した。

砥粒に対する熱エッチングや電鍍工具に対する熱処理をしなかった場合に比べ、両方の熱処理を併せて行

った場合にはヤング率を 40 GPa、比例限度応力を 1 GPa 程度、増加させることができた。

4.6 まとめ 市販の電着工具の製造に用いられている、光沢ニッケルめっき液を用いた場合についても極微粒ダイヤモンド電鍍工具を試作し、電鍍工具に対する曲げ試験を行った。通常の砥粒を用いて試作した電鍍工具に関する比例限度応力と砥粒率との関係を図 15、ヤング率と砥粒率との関係を図 16 に示す。比較のため、めっき液をニッケル/リン合金めっき液に変えた場合の結果を△印、めっき液をニッケル/リン合金めっき液に変えた上で、砥粒に対する熱エッチングや電鍍工具に対する熱処理を併せて行った場合の結果を○印で示している。

光沢ニッケルめっき液を用いた試作したダイヤモンド電鍍工具に比べ、めっき液をニッケル/リン合金めっき液に変えた上で砥粒に対する熱エッチングや電鍍工具に対する熱処理を併せて行うことにより、ヤング率を 40 GPa 程度、比例限度応力を 1.5 GPa 程度、増加させることができた。

Fig. 11 Proportional limit of electroformed diamond tools obtained by annealing tools

Fig. 12 Young's modulus of electroformed diamond tools obtained by annealing tools

Fig. 13 Proportional limit of electroformed diamond tools obtained by annealing tools and using thermally etched grains

Fig. 14 Young's modulus of electroformed diamond tools obtained by annealing tools and using thermally etched grains

Fig. 15 Proportional limit of electroformed diamond tools obtained by changing plating solution, annealing tools and using thermally etched grains

Fig. 16 Young's modulus of electroformed diamond tools obtained by changing plating solution, annealing tools and using thermally etched grains

このように、極微粒のダイヤモンド砥粒に対する熱エッチングや、電気めっき法を用いて試作したニッケル/リン合金製の極微粒ダイヤモンド電鍍工具に対する熱処理は、電鍍工具の耐欠損性、耐摩耗性ならびにヤング率を増加させるのに有効であることが確かめられた。

5. 結 言

ダイヤモンド砥粒に対する熱エッチングや電鍍工具に対する熱処理を行うことにより、耐欠損性や耐摩耗性に優れた極微粒ダイヤモンド電鍍工具を開発することを試みた。本論文で得られた研究の成果は、以下のようによまとめられる。

(1) 電鍍工具の母材として使用した、ニッケル/リン合金に対して 290°C で 1 時間の熱処理を行うことにより、合金の硬さを 580 Hv から 800 Hv、比例限度応力を 2 GPa から 3 GPa、ならびにヤング率を 120 GPa から 170 GPa に増加させることができた。

(2) 重量減が 30 wt% になるように砥粒を熱エッチングして表面に微細な凹凸を付けたダイヤモンド砥粒を用いた場合には、通常の砥粒を用いて試作した電鍍工具に比べ、ヤング率を 10 GPa 程度、ならびに比例限度応力を 500 MPa 程度、増加させることができた。

(3) 熱エッチングした砥粒を用いて試作した電鍍工具に対して 290°C で 1 時間の熱処理を行った場合には、通常の砥粒と光沢ニッケルめっき液を用いて試作した電鍍工具に比べ、ヤング率を 40 GPa 程度、ならびに比例限度応力を 1 GPa 程度、増加させることができた。

文 献

- (1) Sawada, K. et al., Improvement of Ultraprecision Micromachining Accuracy by Means of a High Precision Tool Chucking System, *Proceedings of CIRP International Seminar on "Improved Machine Tool Performance"* (1998-7), pp. 599-606, San Sebastian.
- (2) Onikura, H. et al., Fabrication of Ni-W Electroplated Micro Diamond Grinding Tools and Their Application to Grooving in Silicon, *Proceedings of the Third International Conference in LEM21*, Vol. 3 (2005-10), pp. 1241-1246.
- (3) Senba, T. and Kasa, Y., Development of High-Speed Electroforming Technique for Fabricating Microgrinding Tool, *Transaction of the JSME, Series C*, Vol. 70, No. 694 (2004), pp. 311-316.
- (4) Yoshikawa, M., Surface Modification of Diamond Grains, *Handbook of Synthesised Diamond Technology* (in Japanese), (1989), pp. 388-395, Sience Forum.
- (5) Novikov, N. B. et al., Synthesis of Diamond (in Japanese), (1993), p. 91, Ohm.
- (6) Hasegawa, K. et al., The Increase in Hardness of Electroplated Ni-P Films with Heating, *Journal of the Surface Finishing Society of Japan*, Vol. 40, No. 3 (1989), pp. 65-70.
- (7) Makita, H., Ultra Fine Diamond Particles, *Journal of the Surface Finishing Society of Japan*, Vol. 47, No. 11 (1996), pp. 20-24.
- (8) Murayama, K. and Mohri, H., *Plating Words Dictionary* (in Japanese), (1994), pp. 429, Nikkankogyo.
- (9) JSMEed., *JSME Mechanical Engineers' Handbook*, B 4, (1984), B 4-95, Toppan.
- (10) Masui, K. et al., Heat-Inducted Structural Changes in Electroplated Ni-P Alloys, *Journal of the Japan Institute of Metals*, Vol. 41, No. 11 (1977), pp. 1130-1136.