

レーザーによるダイヤモンドの精密加工に関する研究

宮沢 肇*

1. はじめに

ダイヤモンドが機械的、光学的、熱的そして化学的に如何に傑出した特性を有するかについてはここで改めて述べるまでもない。かつては非常に高価であったダイヤモンドも、近年の高温高压合成法や各種のCVD (Chemical Vapor Deposition) 法といった合成技術の進歩によって単結晶・多結晶共に比較的安価に入手できるようになり、それに伴って同材料の加工技術に関する研究も活発に行われるようになった。中でもレーザー加工技術は、加工に必要な高いエネルギー密度が微小スポットで得られる点において有効な手段となり得ることはよく知られている。しかし、大気中で行われる一般的なレーザー加工法によっては加工面に熱影響層が生成しやすく、“精密加工”といった観点からは問題がある。そこで著者は前記熱影響層の生成防止法として液体中レーザー加工法^{1,2)}を採用することを考えた。本稿でははじめに本研究実施に際して作製した“液体中レーザー加工装置”の概略とその効果を述べ、しかる後同加工装置によるダイヤモンドの加工結果とその応用例について述べる。そして最後にダイヤモンドの利用拡大を意図し、任意断面形状のダイヤモンドバー材加工を試みた結果を述べる。

2. 液体中レーザー加工装置の構成

図1に本研究で作製した液体中レーザー加工装置の概念図を示す(同図は実験装置の概念図でもある)³⁾。

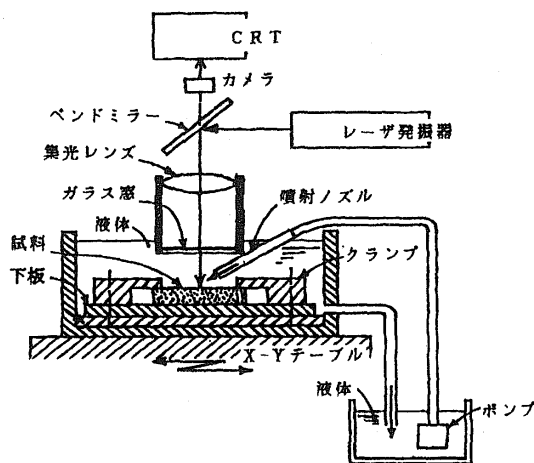
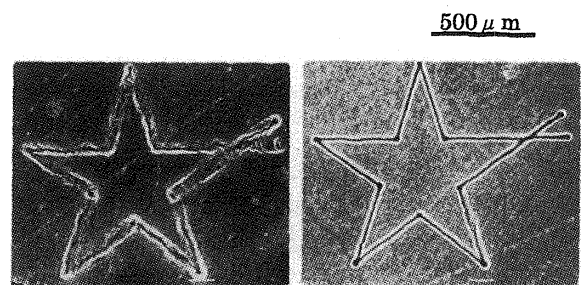


図1 液体中レーザー加工装置の概念図

図に示すように、レーザー発振器から出力されたビームはベンドミラーと集光レンズを経て液体が入った容器の中に導入され、金属板上に固定されたダイヤモンドの表面に集光照射される。本装置の特徴は、加工の際に生じるバブルや微粉末といった加工生成物を速やかに除去するための液体噴射ノズルを備え、かつ、液体を噴射することで生じる液体表面の揺動の影響を除去するために集光レンズ直下の液体中にガラス窓を備えているところにある。図2に液体中レーザー加工法における液体噴射ノズルとガラス窓の効果を示す。同図はCVDダイヤモンドの表面にQsw-YAGレーザーをスキャンして得られた加工溝のパターンである。



(a)ノズルとガラス：無 (b)ノズルとガラス：有

図2 液体中レーザー加工法における液体噴射ノズルとガラス窓の効果

(a)はノズルとガラスの両方が無い場合で、加工ラインは乱れ、溝の形成も不安定である。図には示さないが、ガラスのみを設けた場合は加工部で生じたバブルがすぐ上方にあるガラス窓に大量に付着し、ビームが大きく散乱し、加工ラインには大きな乱れが生じた。一方、(b)に示すように、ノズルとガラスを併用した場合は乱れない鮮明な加工溝が形成され、本装置の有効性が実証された。以上、作製した液体中レーザー加工装置の有効性について概略を述べたが、より詳細については参考文献³⁾を参照戴きたい。

3. ダイヤモンドの熱影響層生成防止加工

3.1 実験方法および条件

液体中レーザー加工法の基本的な考えは、反応溶液を入れた容器中にダイヤモンドを固定し、その表面にレーザービームを集光照射して局部的に高温・活性化し、溶液との間で熱化学反応を誘起させて熱影響層を生成することなく除去加工しようとするものである。本研究では、試料のダイ

ダイヤモンドには高温高压法による単結晶ダイヤモンド、CVD法による多結晶ダイヤモンド並びにバインダーにコバルトを用いた焼結ダイヤモンドの3種類を使用した。レーザーは単結晶及び多結晶ダイヤモンドの加工には集光特性に優れたQsw-YAGレーザーを、焼結ダイヤモンドの加工には大きなエネルギーが得やすいパルスYAGレーザーを使用した。通常、レーザー加工においては材料の光学的特性、すなわちビームの吸収率、反射率および透過率が加工特性に大きな影響を与える。図3に供試ダイヤモンドのビーム透過率の波長依存性を示す。

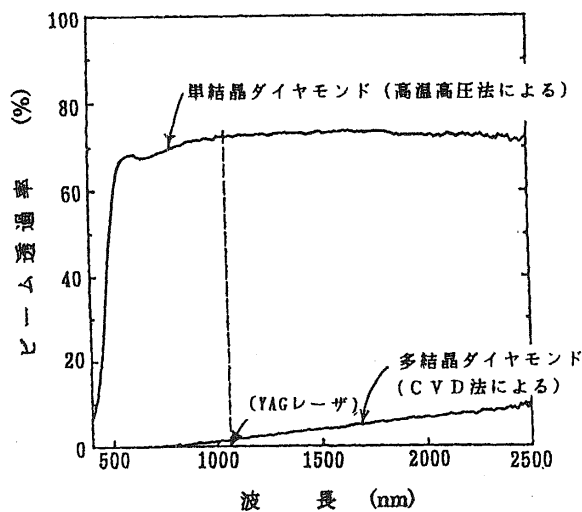


図3 供試ダイヤモンドのビーム透過率の波長依存性

図から、YAGレーザーの波長(1.06 μ m)に対するビーム透過率は単結晶ダイヤモンドの場合は約70%と高いのに対し、今回使用した多結晶ダイヤモンドの場合は数%程度と低いことがわかる。また、図中には示さないが、焼結ダイヤモンドのビーム透過率はゼロである。従って、ビーム透過率が高い単結晶ダイヤモンドの加工に際しては当該材料を透過したビームを有効に活用する方法が考えられる。そこで本研究では、単結晶ダイヤモンドを金属板上に固定し、ダイヤモンドを透過したビームをこの金属板に吸収させて加熱し、ダイヤモンドを金属板(以後“下板”)との接触面すなわちダイヤモンドの裏面から加工する手法を考え、同法の有効性を検証した。なお、多結晶および焼結ダイヤモンドについてはビーム透過率が低いことから通常の加工法(ビーム照射表面から加工する方法)を適用した。本加工法の成否に大きな影響を与えると考えられる液体の種類には、最も単純な純水の他に過酸化水素水、化学的に活性なKOH、KNO₃、NaNO₃の水溶液(各10wt%)を選択、使用した。また、下板の種類としては光学的、熱的特性が大きく異なるアルミニウム、ステンレス(SUS430)およびタンダステン(3種類)を選び、加工に及ぼす影響を調べた。レーザー加工面における熱影響層の生成

状況はラマン分光分析法又はWDX(Wavelength Dispersive X-ray Analyzer/波長分散型表面分析装置)で評価した。表1に実験条件を、表2に下板に用いた金属の諸特性をまとめて示しておく。

表1 実験条件

	供試ダイヤモンドの種類		
	単結晶	多結晶	焼結(**)
使用レーザー	Qsw-YAG		パルス YAG
周波数	1~5 kHz		70 Hz
平均出力 又は エネルギー	0.3~3.3 W		1.4 J/パルス
走査速度	10~100 mm/min		10 mm/min
液体/溶液 の種類	H ₂ O, H ₂ O ₂ , KOH(*), KNO ₃ (*), NaNO ₃ (*)	KOH(*)	KOH(*)
下板(金属板)	Al, SUS430, W	—	—

(*) 10wt%, (**) 純度 90~95%(Coバインダー使用)

表2 下板に用いた金属の諸特性

	Al	SUS430	W
ビーム吸収率 (%)	10.1	32.5	40.4
熱伝導率(W/m·K)	238	25	170
比熱 (J/g·K)	0.877	0.46	0.13
融点 (K)	933	1,693	3,650
密度 (g/cm ³)	2.7	7.7	19.3

3.2 結果および考察

(1) 単結晶ダイヤモンドの加工

単結晶ダイヤモンドの加工は、期待したように、供試材を透過したビームによってその裏面から加工される(溝が形成される)ことがわかった。しかしその加工状況は、予期したように、液体の種類および下板の種類によって大きく異なる。はじめに下板にSUS430を使用した時の液体の種類の影響は次のようである。純水を用いた場合は溝の形成は可能ではあるものの断続的かつ不安定で、下板表面に残るビーム照射の痕跡も断続的である。KOH水溶液を用いた場合は加工状況がほぼ均一で安定しており、前記の痕跡は少なく、かつ均一である。KNO₃水溶液を用いた場合は深い溝が形成されるものの、下板の損傷が大きい。また、この場合は他の液体の場合と比べて加工部における反応が激しいことからダイヤモンドが破損しやすいといった難点があることがわかった。NaNO₃水溶液を用いた場合は1回のビーム走査では加工不可能で、下板の損傷も軽微であった。また、H₂O₂を用いた場合は容器中にダイヤモンドをセットした段階で無数の微細な気泡が発生し、照射ビームがこれらの気泡によって散乱されてしまい、加工不可能であった。以上の結果から、使用する液体の種類

は KOH 水溶液が最適であることがわかった。一方、SUS430 以外の下板を使用した時の結果の概略は次のようである。Al を使用した場合はダイヤモンド裏面と下板表面の双方にビーム照射の痕跡すらほとんど認められなかった。これは Al はビーム吸収率が低く、熱伝導率が極めて高いことから下板表面の温度が熱化学反応を誘起し得るまでには上昇しないためと考えられる。また、W を使用した場合はダイヤモンドの裏面に局部的にスポット状痕跡が見られ、下板表面には軽微ではあるが連続的なビームスキンの痕跡が見られた。W は Al と比べるとビーム吸収率は高く、熱伝導率は低いことから、Al よりも高温になる状況にはあるものの、ダイヤモンドを加工するには至らなかった。

以上の結果から、当該ダイヤモンドの液体中レーザー加工に際しては、液体は KOH 水溶液を、下板は SUS430 を使用するのが適当であることが明らかになった。

図 4 に加工溝の形成におよぼすビームスキャン回数の影響を示す。

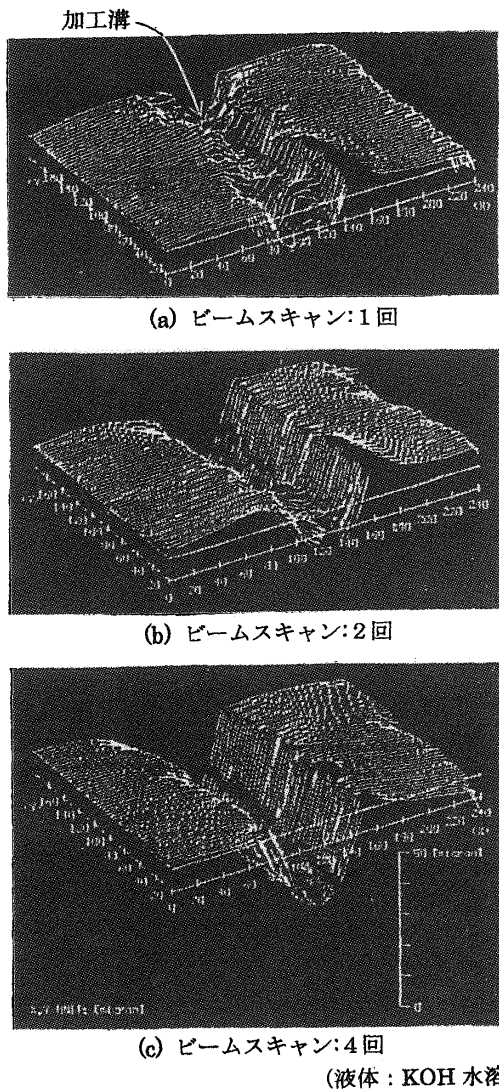


図 4 加工溝の形成におよぼすビームスキャン回数の影響

図から、ビームスキャン 1 回では必ずしも滑らかな加工面は得られないことがわかる。この原因は、最初の加工の際はダイヤモンドの裏面と下板表面が密着しており、従って両者の間に溶液が浸入しにくいことにあると考えられる。しかし、スキャン回数が増えるに従って溶液が浸入しやすくなり、その結果、図に示すように加工溝の形状および表面あらさは順次改善される。

図 5 (a) に加工前の供試ダイヤモンド表面、同図 (b) に液体中レーザー加工法による加工面のラマン分光分析結果を示す。比較のため、同図 (c) に通常の大気中レーザー加工面の分析結果を示す。

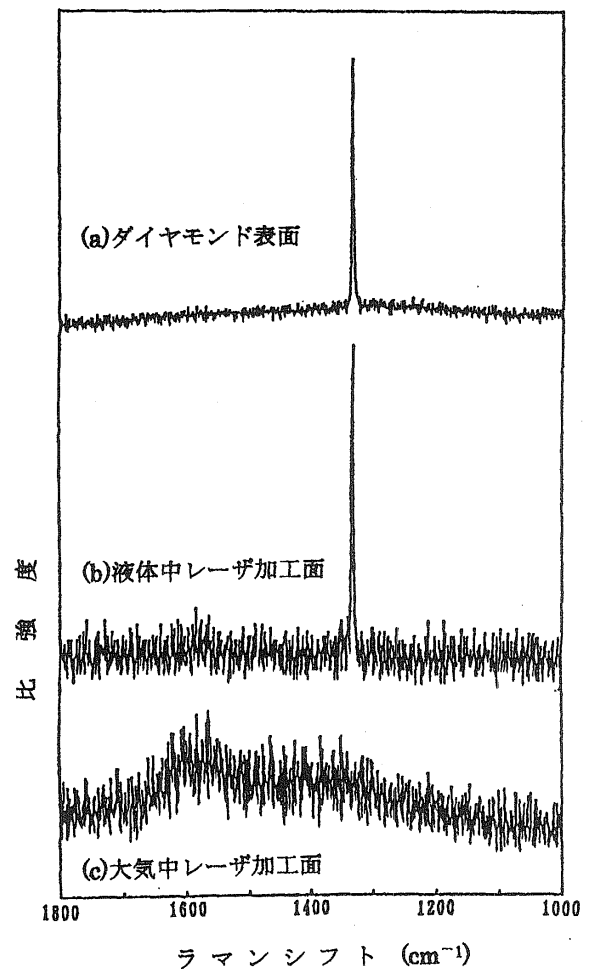
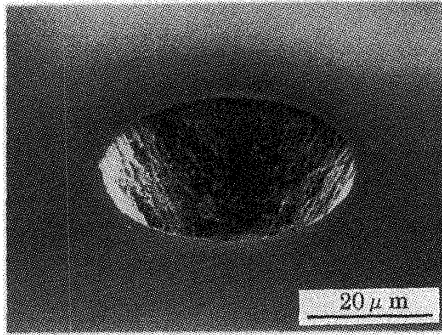


図 5 供試ダイヤモンドおよびレーザー加工面のラマン分光分析結果

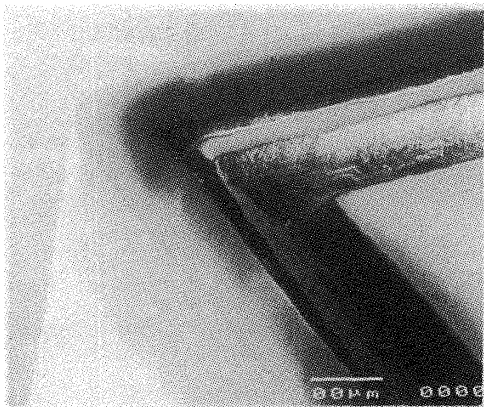
図から、大気中での加工面のパターンはブロードで、表面がアモルファス化していることがわかる。一方、液体中レーザー加工面では 1333cm^{-1} において鋭いピーク（ダイヤモンドのピーク）が観察される。つまり、熱影響層のない加工が実現されていることがわかる。

図 6 に液体中レーザー加工法による単結晶ダイヤモンドの加工応用例を示す。(a) はピポット軸受けで、加工面は

エッチング加工面の様相を呈している。(b)はAl合金等の非鉄金属の精密切削用ダイヤモンドバイトに微細なチップブレーカ溝を形成した例である。同バイトは、はじめに所定の単結晶ダイヤモンド表面に頂角 80° の溝を形成し、それを超硬チップにろう付けした後、従来と同じ方法すなわち研削加工し、最後にホーニング加工して作製した。ブレーカ溝の効果を純Al(A1050)の旋削試験により評価した結果、切屑は細断され、バイトへの切屑の巻き付きや切屑の擦過による加工面損傷を防止できた⁴⁾。



(a) ピボット軸受け



(b) 微細チップブレーカ溝

図6 液体中レーザー加工法による単結晶ダイヤモンド加工の応用例

(2) 多結晶ダイヤモンドの加工

CVD多結晶ダイヤモンドのビーム吸収率は、前記のように、数%程度と低い。従って同ダイヤモンドの加工は単結晶の場合と異なり、ビーム入射側表面から進行する。

図7(a)に大気中レーザー加工法、同図(b)に液体中レーザー加工法により多結晶ダイヤモンド表面に1辺の長さ2mmの正方形溝を加工した時の加工状況を比較して示す。図から、大気中レーザー加工法による場合は加工面およびその周辺全体に加工生成物が付着しているのに対し、液体中レーザー加工法による場合はそのような付着物はみられず、極めてクリーンであることがわかる。加工面における熱影響層生成の有無は、図示はしないが、液体中レーザー加工法によれば単結晶ダイヤモンドの場合同様、熱影響層の生成は防

止できることがわかった。なお、切断面の表面あらさは、大気中加工と液体中加工では大きな差は見られず、前者は $3.6\mu\text{mRa}$ 、後者は $3.5\mu\text{mRa}$ 程度であった⁵⁾。

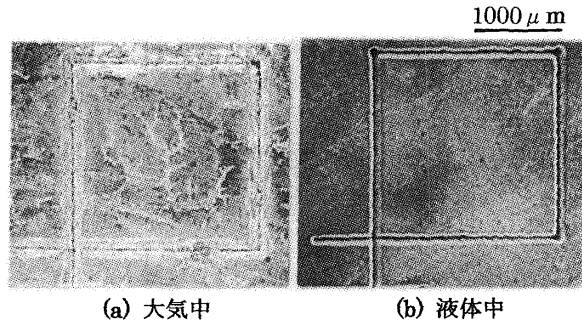


図7 加工溝の形成状況—大気中レーザー加工法と液体中レーザー加工法の比較—

図8に液体中レーザー加工法で製作した直径約0.8mmの多結晶ダイヤモンド製微小歯車を示す。前述のように、歯車の切断加工面に熱影響層は存在しない。

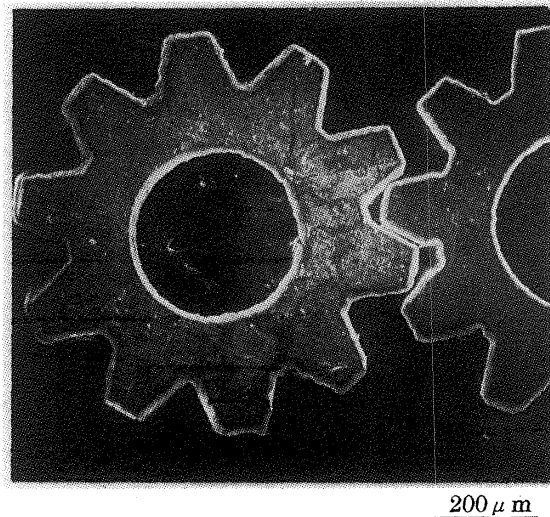


図8 液体中レーザー加工法による多結晶ダイヤモンド製微小歯車の加工例

(3) 焼結ダイヤモンドの加工

本研究で使用した焼結ダイヤモンドはバインダーとしてCoを5~10%含有し、レーザービームの透過率はゼロである。従って加工は多結晶ダイヤモンド同様にビーム照射側表面から行われることになる。図9(a)に未加工面、(b)に大気中レーザー加工面、そして(c)に液体中レーザー加工面のSEM像とWDXによるCo(バインダー材)の分析結果を比較して示す。はじめにSEM像を見ると、(a)は未加工面故に滑らかであるのに対し、(b)は表面に凹凸が見られ、更に一旦熔融したものが表面張力で円くなり凝固・付着していることがわかる。(c)は表面に凹凸はあるものの(b)で見られるような凝固物の付着はない。次にWDX

によるコバルトの分析結果を見ると、(a)と比べて(b)ではコバルトの強度が著しく増大しているのに対し、(c)は(a)とほとんど違いが見られない。つまり、液体中レーザー加工法による焼結ダイヤモンドの加工面においてはダイヤモンドとコバルトの含有比率に大きな違いが生じておらず、熱影響層生成防止加工が実現していると判断することができる。

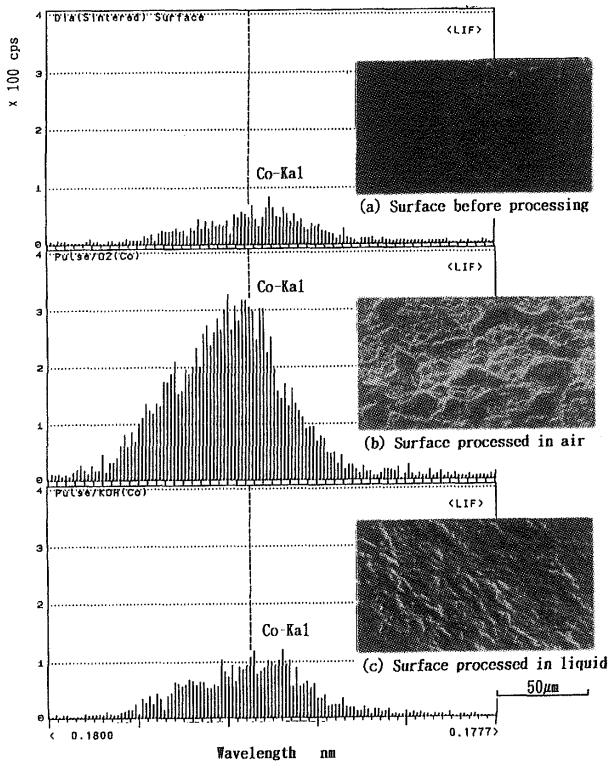


図9 焼結ダイヤモンドの未加工面とレーザー加工面のSEM像とWDX分析結果(分析元素: Co)

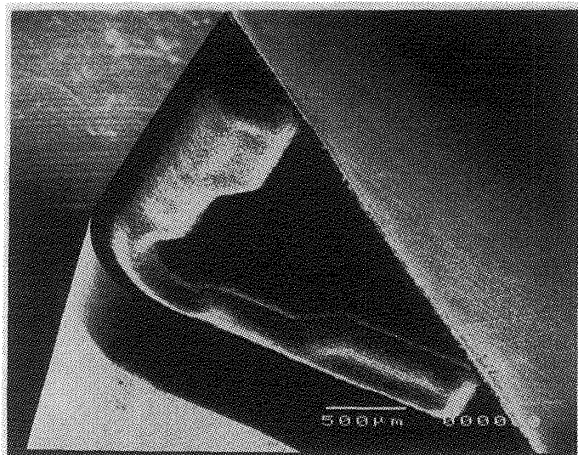


図10 液体中レーザー加工法によって焼結ダイヤモンドバイトに形成したチップブレイカ溝の例

図10に液体中レーザー加工法によって焼結ダイヤモンドバイトに形成したチップブレイカ溝の例を示す。本チップブレイカ溝を有する焼結ダイヤモンドバイトでアルミニウム合金の旋削加工を行ない、その機能を評価した結果、切屑が細断されるのは勿論のこと、大気中レーザー加工法で形成したブレイカ溝を有する工具と比べて刃先エッジ部が破損しにくく、かつブレイカ溝への被削材の凝着も少ないことがわかった⁶⁾。すなわち、液体中レーザー加工法は焼結ダイヤモンドバイトの刃先近傍に任意形状のブレイカ溝を形成するための有効な手段となり得ることが確認できた。

4. ダイヤモンドバー材加工

図11にバー材を作製するための素材として使用したCVDダイヤモンド厚膜の模式図を示す。

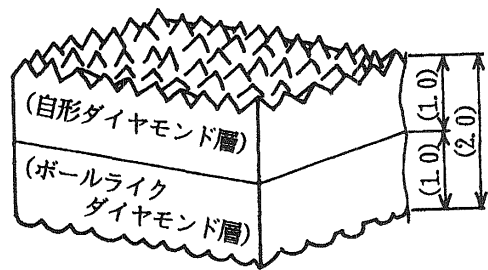


図11 CVDダイヤモンド厚膜の模式図

同膜はエタノールを原料に熱フィラメント法により作製したもので、結晶状況が加工特性に与える影響を調べるために自形ダイヤモンドとボールライクダイヤモンドの二層構造になっている⁷⁾。バー加工の素材にはこの厚膜を約2mm幅に切り出したものを使用した。図12にバー材加工用の治具とビームスキャン方法の概念図を示す。

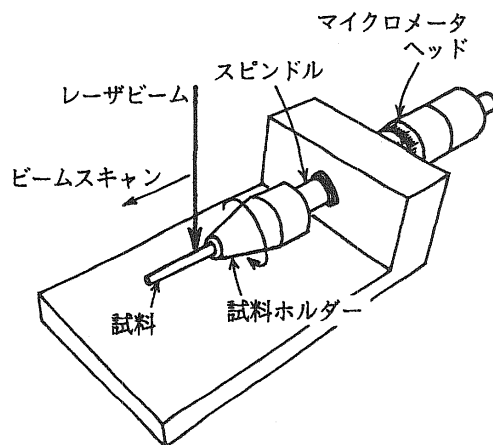


図12 バー材加工用の治具とビームスキャン方法の概念図

前記素材はマイクロメータのスピンダルにホルダーを介して固定され、例えば丸棒加工の場合、必要な回転運動は前記スピンドルを回転することで与えられるようになっている。本研究ではマイクロメータヘッドを45°ずつインデックスしてビームスキャンを繰り返し、八角形断面のバー材を加工した。加工特性は加工面をSEM観察することで評価した。なお、加工に用いたレーザーはQsw-YAGレーザーで、平均出力=5.5W、周波数=3kHz、加工速度=20mm/minでアシストガスは酸素を使用した。図13に加工した八角形バー材を示しておく。

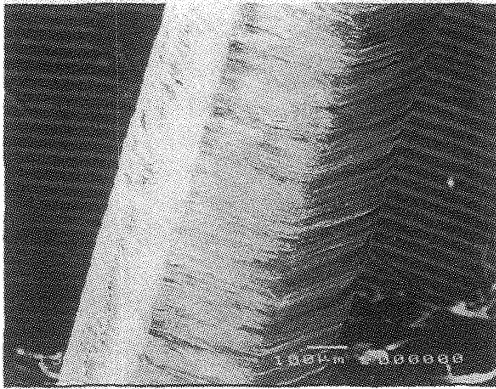
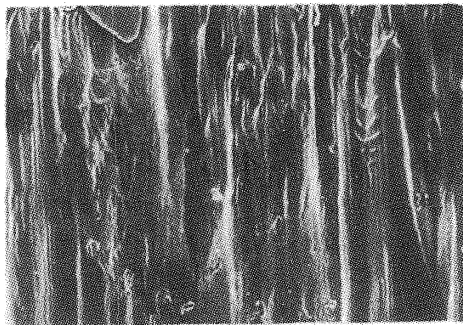
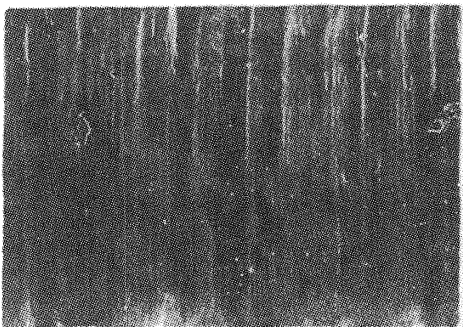


図13 加工した八角形断面バー材



(a) 自形層加工面



(b) ボールライク層加工面

100 μm

図14 加工面の性状

図14に加工面の性状の例を示す。(a)は自形層の加工面で、レーザービームの照射方向(縦方向)に沿って粗いピッチの線状パターンが見られる。(b)はボールライク層の加工面で、表面が滑らかであることがわかる。つまり、加工面の性状(表面粗さ)はダイヤモンドの結晶状況に大きく依存することがわかった。

5. まとめ

ダイヤモンドのレーザー加工について、特に熱影響層生成防止加工といった視点から、問題点解決法と応用例を具体的に述べた。また、ダイヤモンドを構造物の素材として使用することを念頭に、バー材加工を行った結果についても述べた。なお、今回使用したレーザーは全てYAGレーザーである。しかし、エキシマレーザーやフェムト秒レーザーといった短パルスレーザーもダイヤモンドの精密加工レーザーとしては極めて有効であることも著者らによって示されている^{8),9)}。使用目的に応じて加工法や使用レーザーの種類を選択することにより、ダイヤモンドの活用範囲も更に拡大すると期待される。

おわりに、本研究は(財法)天田金属加工機械技術振興財団の研究助成(AF-1992016)を戴いて実施したことを記し、ここに感謝の意を表します。

参考文献

- 1) H. Miyazawa, S. Miyake, S. Watanabe, M. Murakawa : Laser-Assisted Thermochemical Processing of Diamond, Applied Physics Letters 64.3 (1994)387.
- 2) 宮沢肇,三宅正二郎,宮崎俊行,渡部修一,村川正夫:ダイヤモンドのレーザーアシスト熱化学加工に関する基礎的研究,精密工学会誌 61, 3 (1995)351.
- 3) 宮沢肇,三宅正二郎,渡部修一,竹内貞雄,宮崎俊行,村川正夫:ダイヤモンドのレーザーアシストケミカルエッチング,レーザー協会誌 21, 1 (1996)14.
- 4) 宮沢肇,村川正夫:液体中レーザー加工法による単結晶ダイヤモンドバイトへのチップブレードの形成,1996年度精密工学会秋季大会講演論文集(1996)185.
- 5) H. Miyazawa, S. Miyake, S. Watanabe, S. Takeuchi, T. Miyazaki, M. Murakawa : Laser Microcontouring of Diamonds, Proc. of ICALEO'95(1995)381.
- 6) 宮沢肇,村川正夫:レーザーによる焼結ダイヤモンドバイトへのチップブレードの形成,NEW DIAMOND Vol.14, No.1(1998)34.
- 7) 宮沢肇,竹内貞雄,三宅正二郎,村川正夫:レーザーによるCVDダイヤモンドバー材加工,1997年度精密工学会春季大会講演論文集(1997)1269.
- 8) 宮沢肇,竹内貞雄,村川正夫:ダイヤモンドのエキシマレーザー加工特性,2000年度精密工学会秋季大会講演論文集(2000)232.
- 9) 宮沢肇,竹内貞雄,飯塚完司,村川正夫,村川正宏,四方山和彦:フェムト秒レーザーによるダイヤモンドの加工,2001年度精密工学会春季大会講演論文集(2001)112.