

平成 21 年度 修士論文

単軸圧縮加工による 超平滑面創成に関する研究



指導教員 松井 正仁 准教授

三重大学大学院 工学研究科 博士前期課程
物理工学専攻 ナノプロセッシング研究室

小川 広祐

記号

A : 面積測度を持つ物理量

A_A : 試験片の見かけ上の接触面積

A_P : 剥離領域の総面積

A_S : 試験片の面積

A_Z : 零点集合要素面積

A_k : 複素フーリエ係数の実部

B_k : 複素フーリエ係数の虚部

D_Z : 零点集合法によるフラクタル次元

D_{PS} : パワースペクトル法によるフラクタル次元

L : 長さ測度を持つ物理量

L_Z : 零点集合要素周囲長

L_S : 相対すべり量

N : 離散信号のデータ数

P_{MAX} : 最終荷重

p_{mean} : 平均面圧

R_a : 算術平均粗さ

R_{ae} : AFM 断面曲線における算術平均粗さ (算術平均粗さ相当値)

R_Z : 最大高さ粗さ

R_{Ze} : AFM 断面曲線における最大と最小の差 (最大高さ粗さ相当値)

S_a : AFM 画像における算術平均粗さ (算術平均面粗さ)

SR : 走査範囲

S_p : パワースペクトル密度

V : 体積測度を持つ物理量

X : D 次元測度を持つ物理量

X_k : 複素フーリエ係数

e_c : 圧縮率

t_0 : 試験片初期板厚

t : 試験片板厚

x_n : 離散記号

α : ゼロ点集合次元の近似直線の勾配

β : パワースペクトル次元の近似直線の勾配

γ : 剥離面積率

δ : ゼロ点集合次元の相対カット量

λ : 波長

μ : 摩擦係数

目次

第 1 章	緒論	1
第 2 章	実験方法	3
2.1	供試材と試験片	3
2.2	圧縮試験工具の製作	7
2.3	圧縮試験	13
2.3.1	カーボン蒸着	13
2.3.2	菜種油	16
2.3.3	圧縮試験装置	16
2.3.4	圧縮試験条件	17
2.3.5	圧縮試験手順	18
2.4	触針式表面粗さ計(Surftest SJ-400)による評価方法	19
2.5	原子間力顕微鏡(AFM)による観察方法	22
2.5.1	装置と原理	22
2.5.2	観察の手順と条件	25
2.6	工具表面のカーボン蒸着膜剥離面積率の測定	27
2.7	有限要素法(FEM)解析	29
2.7.1	解析モデルと条件	29
2.7.2	摩擦係数 μ の決定方法	30
2.7.3	相対すべり量 L_s と工具接触面圧 p の計算	31
第 3 章	カーボン蒸着工具を用いた圧縮加工による平滑化挙動	32
3.1	圧縮率と表面粗さの関係	32
3.2	原子間力顕微鏡(AFM)による表面の観察と評価	34
3.3	有限要素法(FEM)解析結果	40
第 4 章	菜種油を用いた圧縮加工による平滑化挙動	46
4.1	圧縮率と表面粗さの関係	46
4.2	原子間力顕微鏡(AFM)による表面の観察と評価	47

4.3	有限要素法(FEM)解析結果	51
第 5 章	圧縮加工における工具表面処理の影響	54
5.1	圧縮率と表面粗さの関係	54
5.2	原子間力顕微鏡(AFM)による評価	54
5.3	有限要素法(FEM)解析結果の比較	56
第 6 章	加工品表面のフラクタル解析	58
6.1	フラクタルの説明	58
6.2	フラクタル次元の決定法	59
6.2.1	零点集合次元	60
6.2.2	パワースペクトル次元	61
6.3	AFM システムにおけるフラクタル次元の測定法	63
6.3.1	零点集合次元 D_Z の測定法	63
6.3.2	パワースペクトル次元 D_{PS} の測定法	65
6.4	零点集合次元 D_Z による加工品表面の解析結果	67
6.5	パワースペクトル次元 D_{PS} による加工品表面の解析結果	70
第 7 章	結論	75
	謝辞	77
	参考文献	78

第 1 章 緒論

物理学者リチャード・P・ファインマン⁽¹⁾がナノメートルオーダーの加工技術の可能性を示唆してから約 50 年、今やナノテクノロジーは、半導体、小型燃料電池、バイオ・医療機器、構造・機能材料などの様々な分野において我々の生活に欠かせないものとなった。また、この技術を応用した次世代半導体や次世代ディスプレイも研究され、今はまさにナノテクノロジーの時代となり、今後益々発展していくものと考えられる。したがって、機械部品や半導体デバイスなどの工業製品においても、ナノメートルオーダーの加工を行うための高精度かつ高品位な超平滑面の需要が高まり、さらなる加工技術の発展が望まれている。現在このナノメートルオーダーでの超精密加工を行うための手法として、リソグラフィ、ナノマシニング、レーザ加工、イオンビーム、LIGA プロセスなど⁽²⁾が挙げられるが、大森ら⁽³⁾の超微細ダイヤモンド砥石を用いた単結晶シリコンの超平滑加工の研究、森ら⁽⁴⁾の化学的現象を利用した EEM(Elastic Emission Machining)の開発と物理化学的な加工現象を利用した CVM(Chemical Vaporization Machining)の開発に加え、それらを用いた加工面解析の研究のようにシリコンなどの高分子材料やガラスに関する研究が多く行われている。機械部品の一般的な材料である金属を素材とした超精密加工の研究はまだ十分ではなく、超精密加工の金属への応用が期待されている。

金属の加工法には鋳造、溶接、切削加工、塑性加工などがあるが、中でもプレス等で材料に大きな力を加えて変形させる塑性加工は、歩留り、省資源、生産速度、材質改善性、加工精度等の点で利点があり、素材から最終製品の製造に至るまでの広範囲にわたって極めて重要な役割を果たしている。塑性加工を用いた加工表面の平滑化では、池⁽⁵⁾らの塑性加工のトライボロジー現象と微細表面形状の加工との関連に関する研究、中村ら⁽⁶⁾の面圧と相対すべり量を独立に変更した場合の表面平滑化条件の確立、村岡ら⁽⁷⁾の段つきダイスを用いたサブミクロンの表面粗さと残留応力の低減、王⁽⁸⁾らのしごき加工による平滑表面形成の最適条件・形成機構および平滑化の限界の基礎的な研究、Logeeswaran ら⁽⁹⁾の金属薄膜の圧力誘起表面変形による超平滑金属表面の生成に関する研究等が行われている。しかし、いずれの研究においてもナノスケールまで立ち入っているものは少ない。金属を素材とした塑性加工を用いて微細な機械部品や超平滑面を製作することが出来れば、表面の改質に加え、コスト削減や生産速度の向上などで生産性を改善することができ、今後の工業の発展に欠かせない技術になると考えられる。

そこで、ナノプロセッシング研究室では最も基本的な加工法である単軸圧縮加工によって超平滑面を創成することを目的とし、研究を行ってきた。服部⁽¹⁰⁾はアルミニウムの精密圧縮試験で用いる工具表面の仕上げ方法の改善および評価方法の確立を行った。大野⁽¹¹⁾は工具の研磨方法を改善し、アルミニウムおよび無酸素銅の圧縮加工における粗さの評価および表面の凹凸形状の評価に用いるナノメートルスケールで表面を再現できる 3 次元コンピュータシミュレーションの開発を行った。井川⁽¹²⁾は無酸素銅の圧縮加工において平滑化

現象と相対変位量の関係についての検討を行った。また、フラクタル解析におけるプログラム処理の改良を行った。戸田⁽¹³⁾は試験片形状を帯板状から円板状に変更し、圧縮後の試験片表面の評価や相対すべり量と平滑化の関係を検討した。山口⁽¹⁴⁾は圧縮率を大きくした場合の試験片の平滑化挙動について検討し、潤滑剤を変更した際の試験片表面への影響について解析した。

本研究では、山口⁽¹⁴⁾が作製した工具よりも表面粗さが大きい工具に変更し、アルミニウムを用いた圧縮実験における工具の表面粗さによる影響について調べた。また、工具表面処理の影響を調べるために、潤滑剤を変更した実験も行った。実験結果の検討では、触針式表面粗さ計を用いて圧縮前後の試験片表面を評価した。また、原子間力顕微鏡(AFM)を用いた試験片表面の観察による粗さの評価を行い、有限要素法(FEM)解析を用いて工具と材料間の相対すべり量を求め、相対すべり量と平滑度の関係を検討した。また、試験片表面の凹凸形状を複雑さについて、超平滑面の創成挙動を検討するために、試験片表面のフラクタル解析による評価も行った。

第2章 実験方法

本研究では、アルミニウム焼なまし材の円板試験片を用いた圧縮試験を行い、圧縮試験前後の試験片表面を触針式表面粗さ計および原子間力顕微鏡(AFM)で測定して評価を行った。そして、有限要素法(FEM)解析を用いて超平滑面創成挙動に影響を及ぼす因子の一つである材料流動量の違いによる平滑化への影響を調査した。

本章では、実験方法および各解析の具体的手順についての詳細を示す。

2.1 供試材と試験片

本実験では供試材としてアルミニウム引抜き材（A1050BD-H14）を用いた。Table 2.1 に化学成分を示す。

試験片は直径 15mm の棒材より、直径 7mm、高さ 10mm の円筒を旋削し、マイクロソー(笠井商工株式会社製、RCA-005)を用いて板厚が 1mm になるように切断し、#1500 のサンドペーパーと粒径 $3\mu\text{m}$ のアルミナ(株式会社フジミインコーポレーテッド製)を砥粒としたナイロクロス(リファインテック株式会社製、直径 200mm)で圧縮表面を研磨して板厚を 0.8mm として試験片とした。以下に試験片の研磨手順、Fig. 2.1 に試験片の寸法を示す。

(1) #1500 のサンドペーパーによる研磨

1. 試料研磨機(リファインテック株式会社製)にサンドペーパーをしわがでないように固定し、サンドペーパーに蒸留水を一滴たらし、指で薄く伸ばして均一に広げる。
2. エタノールで脱脂した試験片を Fig. 2.2 に示した治具にセットする。その様子を Fig. 2.3 に示す。試験片をセットする穴の深さは直径 7mm、高さ 6.5mm の円柱を移動させることによって変更可能なので、Fig. 2.2 に示す矢印の部分の適度に押さえて調整する。
3. 軽くサンドペーパーに押し付けながら円を描くように 5 分程度研磨する。このとき、試験片表面を均一に研磨するために工具を時々回転させる。順当に研磨されているとジャリジャリという研磨音がして、研磨を行った範囲が黒っぽい灰色になる。その様子を Fig. 2.4 に示す。
4. 研磨後、試験片をエタノールで脱脂し、目視によって大きな傷等がないか確認する。
5. 傷等が無ければ、試験片を治具から外し、試験片の裏側も同じように治具にセットし、研磨する。
6. その後、マイクロメータを用いて板厚が $0.83 \pm 0.01\text{mm}$ になっているかを確認し、不十分なら再び研磨する。研磨後は試験片を取り付けていた治具はエタノールで脱脂する。

(2) ナイロンバフ研磨

1. 蒸留水で湿らせたナイロクロスを試料研磨機の台にセットする。その様子を Fig. 2.5 に示す。

2. ナイロクロス上に Fig. 2.6 に示す粒径 $3\mu\text{m}$ のアルミナ砥粒を二滴ほどたらす.
3. エタノールで脱脂した試験片をセットした治具を軽くナイロクロスに押し付けながら円を描くように10分程度研磨する. この際, サンドペーパーの時と同様に Fig. 2.2 に示す矢印の部分を適度に押さえて調整する.
4. 研磨後, 試験片をエタノールで脱脂し, 目視によって大きな傷等がないか確認する.
5. 傷等が無ければ, 試験片を治具から外し, 試験片の裏側も同じように治具にセットし, 研磨する.
6. マイクロメータを用いて板厚が $0.80 \pm 0.02\text{mm}$ になっているかを確認し, 不十分なら再び研磨する.
7. 研磨後, 試験片を取り付けていた治具はエタノールで脱脂する. 使用したナイロクロスは試料研磨機から外し, 蒸留水で研磨剤を洗い流す.
8. その後, 触針式表面粗さ計(ミットヨ製 **Surftest SJ-400**)で試験片の測定を行い, 最大高さ粗さ $R_z = 0.6 \pm 0.1\mu\text{m}$, 算術平均粗さ $R_a = 0.08 \pm 0.01$ になっていることを確認し, 不十分であれば再度研磨を行う. Fig. 2.7 に試験片初期表面の AFM 像の例を示す.

作成した試験片に焼なまし処理を施した. 焼なまし処理は, 試験片をアルミホイルで包み, カンタル坩堝炉(東海高熱工業株式会社製)を用いて 360°C 以上に保温した状態で1時間加熱し, その後室温で冷却した.

Table. 2.1 アルミニウム引抜き材(A1050BD-H14)の化学成分

Material	Cu / %	Si / %	Fe / %	Mn / %	Mg / %	Zn / %	Cr / %	Ti / %	Al / %
A1050-BD	0.01	0.09	0.12	0.00	0.00	0.01	0.01	0.02	99.74

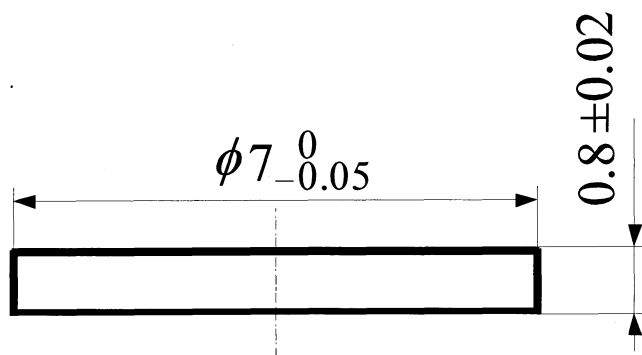


Fig.2.1 試験片の寸法

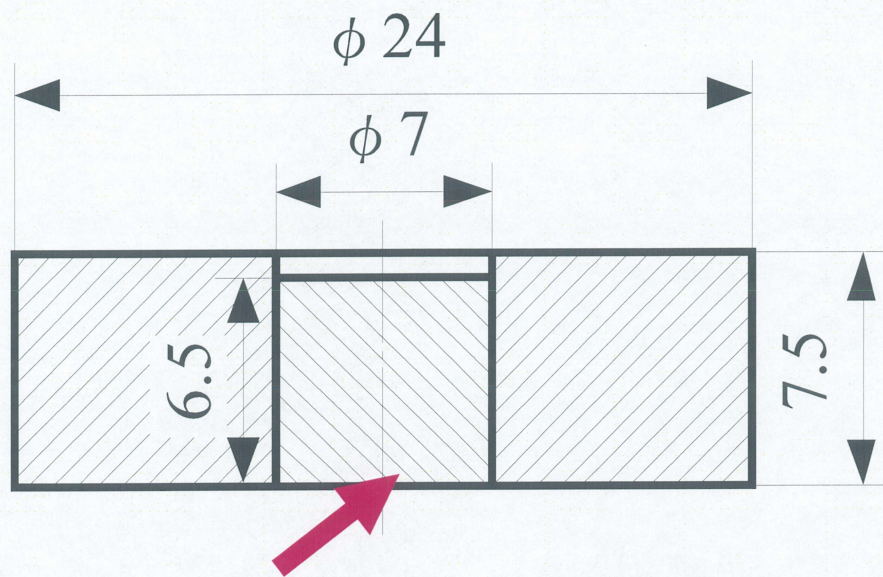


Fig. 2.2 治具



Fig. 2.3 試験片と治具



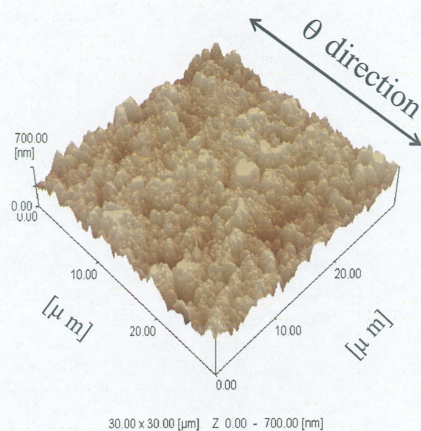
Fig. 2.4 研磨中の工具表面(WA#1500)



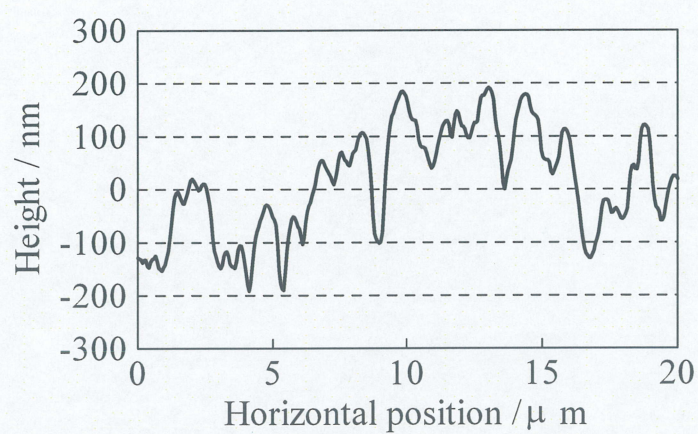
Fig. 2.5 ナイロンバフの台



Fig. 2.6 粒径 3μm のアルミナ砥粒



(a) 3次元像



(b) 断面曲線

Fig. 2.7 試験片初期表面の AFM 像の例
($e_c=0\%$, $SR=20\mu\text{m}$)

2.2 圧縮試験工具の製作

Fig. 2.8 に圧縮試験に用いた工具の製作手順と各工程終了後の圧縮部表面の最大高さ粗さ R_z の目安を示す.

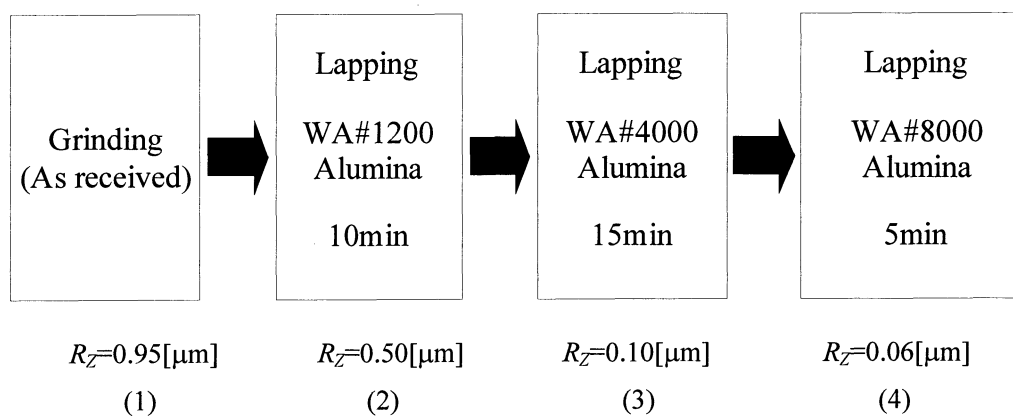


Fig. 2.8 工具の製作手順

Fig. 2.8 に示した(1)~(4)の各工程についての詳細を以下に示す.

(1) 研磨前

工具の製作はオネストン株式会社に依頼した. Fig. 2.9 に工具の寸法を示す. 工具は SKD11 鋼, 焼き入れ硬さ HRC60~62 であり, 納入時には表面に研削を施した状態であった. このときの工具表面の最大高さ粗さは $R_z=0.95\mu\text{m}$ である.

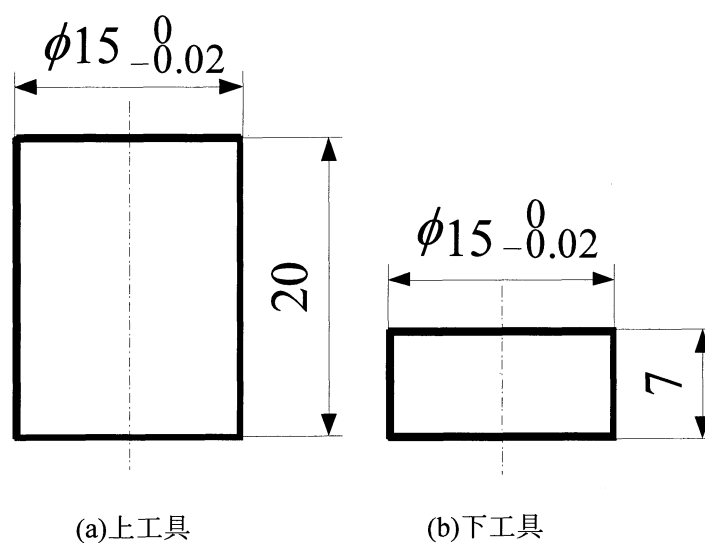


Fig. 2.9 工具の寸法

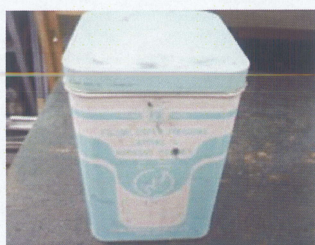
(2)ラッピング(WA#1200)

製作手順を以下に示す．Fig. 2.10 に使用する物の外観を示す．

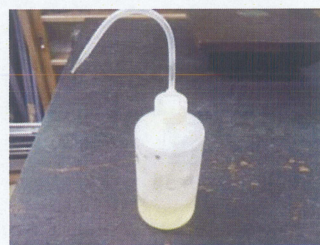
1. エタノールで脱脂した WA#1200 用の定盤の上に研磨砥粒である WA#1200 のアルミナ (株式会社フジミインコーポレーテッド製)を少量のせる．
2. 研磨液である洗油(灯油)をアルミナと 1 対 20 程度の割合で供給し, 指でよく混ぜ薄く伸ばして均一に広げる．
3. エタノールで脱脂した工具を軽く定盤に押し付けながら円を描くように 10 分程度研磨する．このとき, 工具表面を均一に研磨するために工具を時々回転させる．また, 工具と定盤の間にほこり等が入ると工具表面に影響を与えるので, 定盤上にほこり等が付かないように注意する．研磨中に必要以上に力が必要となる, 引っかかるような感じを受けるというときには, アルミナ砥粒と洗油の割合が良くないか, 工具と定盤の間にほこりが入ったということが考えられる．このようなときは工具表面が傷付いて研磨がうまくいかないことがあるので, 工具表面, 定盤をエタノールでよく脱脂し, ラップ加工をやり直す．なお, 順当に研磨されているとシャリシャリという研磨音がして, 研磨を行った範囲が黒っぽい灰色になり, Fig. 2.11 に示すように工具表面に木の枝のような模様が出る．
4. 研磨後, 工具をエタノールで脱脂し, 目視によって大きな傷等がないか確認する．その後, 触針式表面粗さ計(ミットヨ製 **Surftest SJ-400**)で測定を行い, $R_z=0.30\mu\text{m}$ 以下, $R_a=0.10\mu\text{m}$ 以下になっていることを確認し, 不十分であれば再度ラップ加工を行う．Fig. 2.12 に研磨後の工具表面を示す．
5. 研磨が終了した後, 定盤をエタノールでよく脱脂してからマシン油(出光興産 **G-46**)を供給し, 指で薄く伸ばして定盤全体に均一に広げる．Fig. 2.13 にマシン油の外観を示す．



(a)WA#1200 用の定盤



(b)WA#1200 のアルミナ砥粒



(c)洗油

Fig. 2.10 用意する物 (WA#1200)

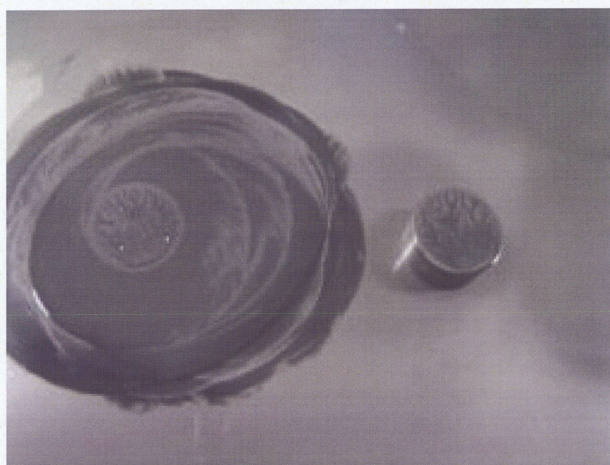


Fig. 2.11 研磨中の工具表面(WA#1200)

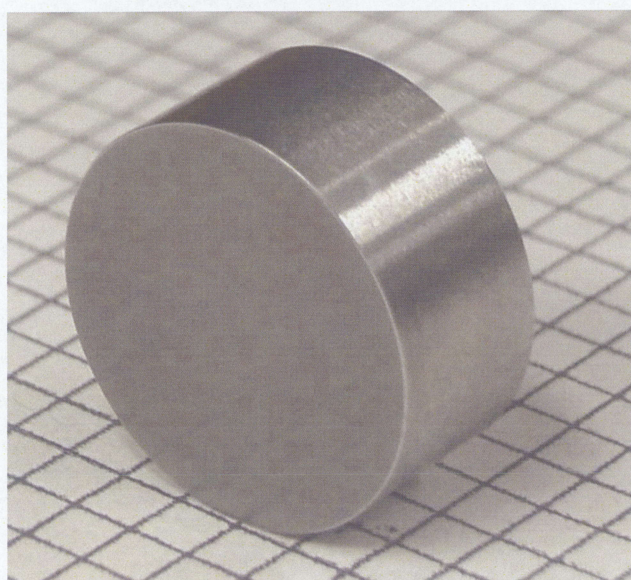


Fig. 2.12 研磨後の工具表面(WA#1200)



Fig. 2.13 マシン油

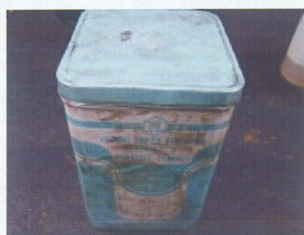
(3)ラッピング(WA#4000)

製作手順を以下に示す Fig. 2.14 に使用する物の外観を示す.

1. エタノールで脱脂した WA#4000 用の定盤の上に研磨砥粒である WA#4000 のアルミナ (株式会社フジミインコーポレーテッド製)をごく少量のせる.
2. 研磨液であるスピンドル油(TRUSCO 製 TO-SP10)を指先につけてからそれぞれを指で均一になるようによく混ぜて薄く広げる. スピンドル油は多すぎないように容器の縁できって調整する. ここで, アルミナ砥粒とスピンドル油は 1 対 20 程度の割合とする.
3. その後, エタノールで脱脂した工具を軽く定盤に押し付けながら円を描くように 5 分程度研磨する. このとき, (2)と同様に工具表面を均一に研磨するために工具を時々回転させる. また, 工具と定盤の間にほこり等が入ると工具表面に影響を与えるので, 定盤上にほこり等が付かないように注意する. 研磨中に必要以上に力が必要となる, または引っかかるような感じを受ける, というときにはアルミナ砥粒と油の割合が良くないか, 工具と定盤の間にほこりが入ったということが考えられる. このようなときは工具表面が傷付き研磨がうまくいかないことがあるので, 工具表面, 定盤をエタノールでよく脱脂し, ラップ加工をやり直す. なお, 順当に研磨されているとシャリシャリという研磨音がして, 研磨を行った範囲が黒っぽい灰色になり, 工具表面に木の枝のような模様が出来る. その様子を Fig. 2.15 に示す.
4. 5 分以上研磨すると定盤上のスピンドル油の油膜が薄くなり, 工具表面と定盤が直接接触して工具表面に傷ができる原因になるので, 新たにスピンドル油を少量付け足して面積が 3 倍程度になるように薄く伸ばしてから再び 5~10 分間研磨を行う. このとき, 工具表面を均一に研磨するために工具を時々回転させる. また, 工具と定盤の間にほこり等が入ると工具表面に影響を与えるので, 定盤上にほこり等が付かないように注意する.
5. 研磨後, 目視して表面が十分に平滑化されていないようであれば, 定盤を脱脂し再び WA#4000 のラップ加工を行う. 目視によって目標通りの平滑化が成されており, 大きな傷等がないことが確認できれば, 工具表面をエタノールで脱脂する. その後, 表面粗さ計で $R_z=0.10\mu\text{m}$ 以下になっていることを確認する. さらに算術平均粗さ R_a においても $R_a=0.03\mu\text{m}$ という基準を定め, 二つの値がどちらも基準を満たしているかを確認することとした. ここで, 粗さの基準を満たしていないようであれば再度ラップ加工を行う. Fig. 2.16 に研磨後の工具表面を示す.
6. 研磨が終了した後, 定盤をエタノールでよく脱脂してからマシン油を供給し, 指で薄く伸ばして定盤全体に均一に広げる.



(a)WA#4000 用の定盤



(b)WA#4000 のアルミナ砥粒



(c)スピンドル油

Fig. 2.14 用意する物(WA#4000)

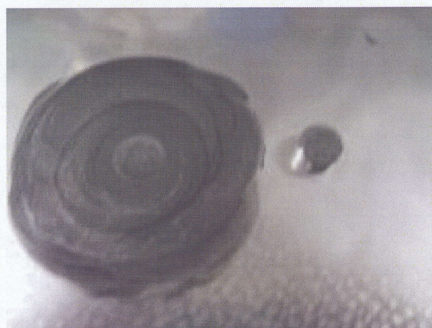


Fig. 2.15 研磨中の工具表面(WA#4000)

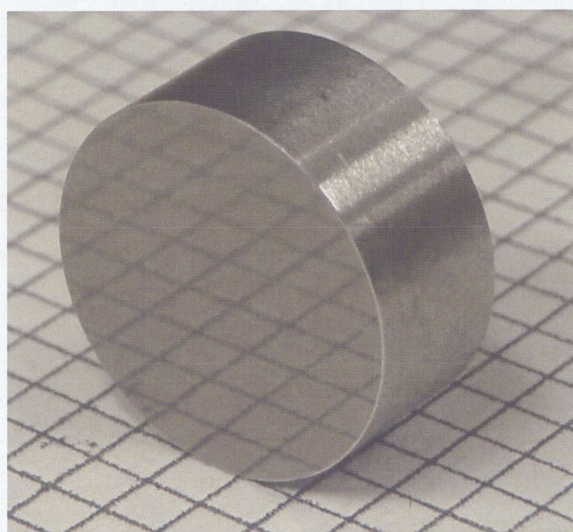


Fig. 2.16 研磨後の工具表面(WA#4000)

(4)ラッピング(WA#8000)

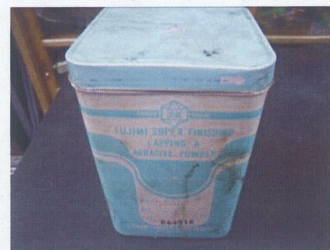
WA#8000 のアルミナ砥粒を用いてラップ加工を行う。製作手順を以下に示す。Fig. 2.17 に使用する物の外観を示す。

1. WA#8000 で使用する定盤の上にアルミホイルをしわができないように敷いて、ゴムで固定する。
2. 次に、WA#8000 の定盤の上に WA#8000 のアルミナ(株式会社フジミインコーポレーテ

- ッド製)をごく少量, 蒸留水と家庭用洗剤を 20 対 1 程度に混ぜたものと蒸留水を 1 滴たらし, 指で均一になるように混ぜて薄く広げていく.
3. その後, エタノールで脱脂した工具を軽く定盤に押し付けながら円を描くように 5 分程度研磨する. このとき, 工具表面を均一に研磨するために工具を時々回転させる. また工具と定盤の間にほこり等が入ると工具表面に影響を与えるので, 定盤上にほこり等が付かないように注意する.
 4. 研磨後, 目視して表面が十分に平滑化されていないようであれば, 定盤の場所を変えて再び WA#8000 のラップ加工を行う. 目視によって目標通りの平滑化が成されており, 大きな傷等がないことが確認できれば, 工具表面をエタノールで脱脂する. その後, 表面粗さ計で $R_z \div 0.06\mu\text{m}$, $R_a \div 0.01\mu\text{m}$ となっていれば完成である. ただし, 高さ 7mm の下工具については, R_z が目標の値に達していたなら原子間力顕微鏡(AFM)でも測定し, $R_{ze} \leq 0.08\mu\text{m}$, $R_{ae} \leq 0.02\mu\text{m}$ ($SR=20\mu\text{m}$) となっていることを確認する.
 5. ここで, 粗さの基準を満たしていないようであれば再度ラップ加工を行う. 研磨後の工具の外観を Fig. 2.18 に, 表面の AFM 像を Fig. 2.19 に, 表面の AFM 像から得た断面曲線を Fig. 2.20 に示す.



(a)WA#8000 用の定盤



(b)WA#8000 のアルミナ砥粒

Fig. 2.17 用意する物 (WA#8000)

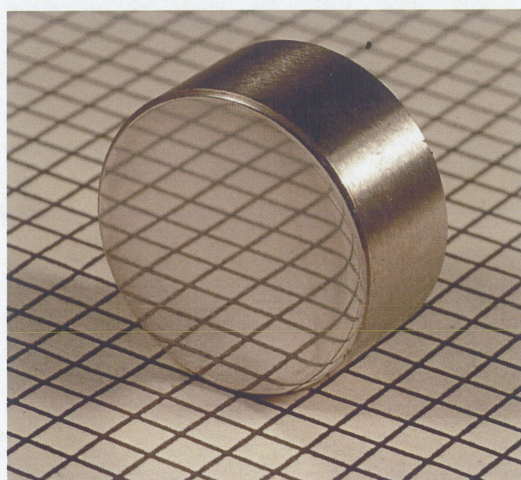


Fig. 2.18 研磨後の工具表面(WA#8000)

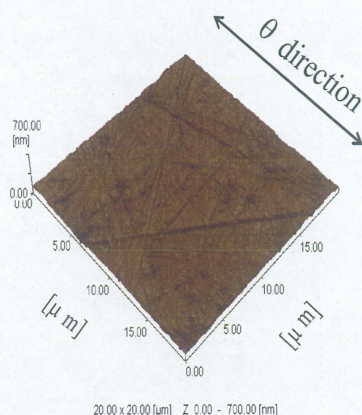


Fig. 2.19 工具表面の AFM 像(WA#8000)

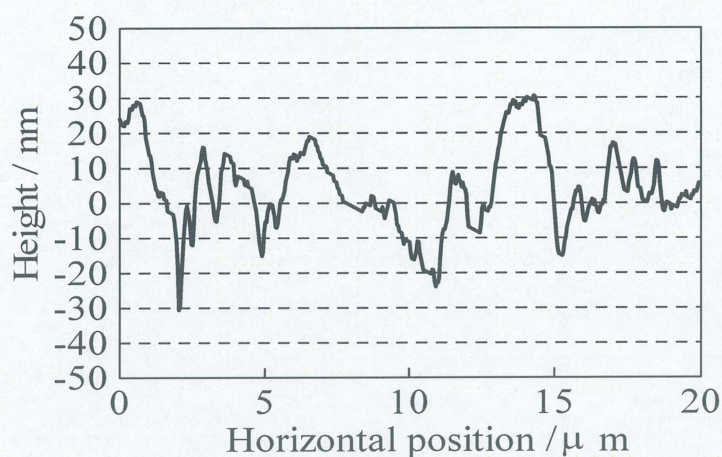


Fig. 2.20 工具表面の断面曲線(WA#8000)

2.3 圧縮試験

圧縮試験では、工具表面にカーボン蒸着を施した実験と潤滑剤として菜種油を使用した実験を行った。

2.3.1 カーボン蒸着

エタノールによって脱脂した工具表面にカーボン蒸着を行うにあたり使用したカーボン蒸着装置およびその手順を以下に示す。カーボン蒸着は真空蒸着用カーボン(日新 EM 株式会社 $\phi 5 \times 100\text{mm}$)を真空蒸着装置(明石製作所製)を用いて真空蒸着した。真空蒸着装置の外観を Fig. 2.21 に示す。

(1) 試料のセット

床にある青いハンドルを回し冷却用水を流す。電源を入れ、全てのバルブが閉まってい

るのを確認する。MAIN, R.P.のボタンを入れバルブ③を開き, D.P.ボタンを入れ 13~15 分待つ。バルブ①, ②が閉まっているのを確認しバルブ④をゆっくり開く。ベルジャーと本体の隙間を埋めるため必要に応じて真空グリースを塗布する。D.P オイルライオン S を染み込ませた紙を置く。試料をシャッターに当たらないように高さを調整してセットする。炭素棒を Fig. 2.22 のようにセットしベルジャーを閉める。炭素棒はグラインダー（日立工機製）を用いて 13mm 程度の針状（Fig.2. 23 参照）に削る。この時、折れない程度になるべく細くすると蒸着が成功しやすい。

(2) 荒引きおよび本引き

バルブ④を閉めバルブ①が閉まっているのを確認しバルブ③を閉めてからバルブ②を開け、真空室の荒引きをする。真空ポンプの荒引きの音が消えるまで待ち、真空度を確認するため V.S.ボタンを押し放電光が青紫色になるのを確認する。バルブ②を閉めバルブ③, ①の順に開け、本引きをする。V.S.ボタンを押し放電光が透明になるのを確認し、その後 10 分程度待つ。

(3) 蒸着操作

EVAP.ボタン, G.S.スイッチの順に入れ E.S.つまみを 2 にする。炭素棒が切れ工具に落ちることがあるので必ずシャッターを閉める。V.A.ノブを回し電流を 10A 未満に上げ数秒待ち、更に炭素棒が赤くなるまで電流を上げる。シャッターを開けると同時に電流を 30~40A 程度まで上げ、膜厚が約 20nm となるように蒸着させる。任意の膜厚になるように蒸着させるためには、蒸着させる秒数ではなく、蒸着膜の色の濃淡での判断が有効である。電流を 30~40A 程度まで上げた後、火花が散りだしてから 1~2 秒で V.A.ノブ, E.S.つまみ, G.S., EVAP.を戻し、一度膜の色を確認して色が薄ければ再度電流を上げて蒸着するという操作を繰り返すと、任意の膜厚に仕上げ易くなる。目安として、電流を上げた後 10~20 秒程度蒸着すると膜厚が約 20nm となる。炭素棒は 30 秒程度で溶けて無くなってしまうので、これらの作業は手早く終わらせなければならない。

(4) 試料の取り出し

V.A.ノブを戻し E.S.つまみを 0 にした後 G.S., EVAP.の順にスイッチを切る。試料交換をする場合はバルブ①を閉め (2) を行う。

(5) 装置の停止

バルブ①を閉め (2) に従ってベルジャー内から試料、炭素棒を取り出してガラスやステージ等をアセトンで清掃する。(3) (4) の操作を行って真空にしバルブ①を閉めた後 D.P. ボタンを切り 15~30 分待つ。バルブ③を閉めバルブ⑤を開き R.P.の排気音を確認し R.P.ボタンを切る。バルブ⑤以外が閉まっているのを確認し MAIN ボタンを切る。拡散ポンプのボイラーが十分に冷えるまで冷却用水を 30 分程度流しておく。冷却用水を止め電源を切りバルブ⑤を閉める。



Fig. 2.21 真空蒸着装置の外観

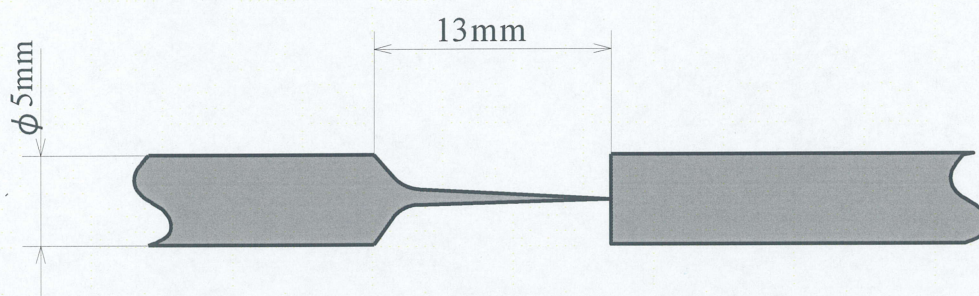


Fig. 2.22 炭素棒の取り付け方法

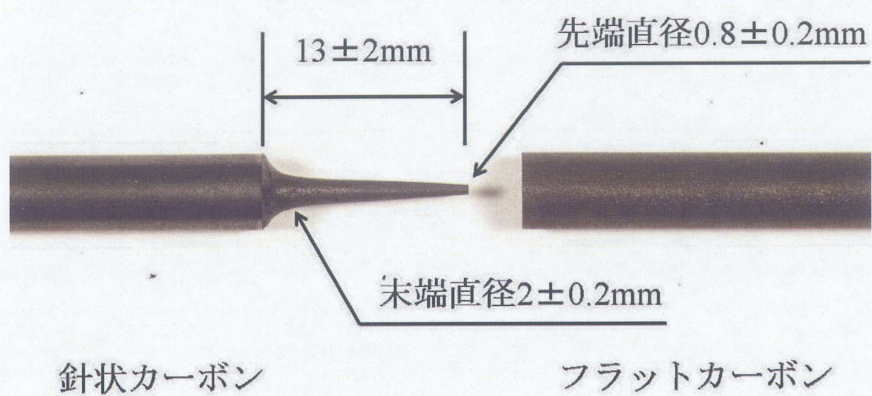
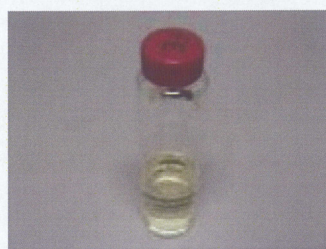


Fig. 2.23 炭素棒の外観

2.3.2 菜種油

液体潤滑剤として菜種油（ナカライテスク）を使用した。工具表面に可能な限り薄く潤滑油を塗布するため、以下のようにして菜種油にエタノールを混合した。Fig. 2.24に用意する物の外観を示す。

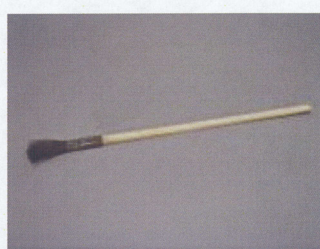
- (1) 菜種油0.05mlを注射器（テルモシリンジ製 容量1ml）でビーカー（容量100ml）にとり、希釈率0.25vol%となるようにエタノール20ml（純度100%）をメスシリンダー（容量20ml）で測り、入れる。そして、かき混ぜ棒（長さ150mm）でビーカーの底に菜種油が残らないようによく攪拌する。
- (2) 工具表面に希釈した菜種油を平筆で出来る限り薄く、均等に塗布する。
- (3) エタノールが完全に揮発するまで約1分待つ。工具表面全体に油が均等に塗布できていることを目視で確認する。



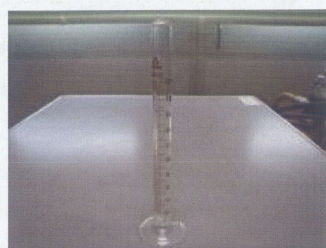
(a) 菜種油



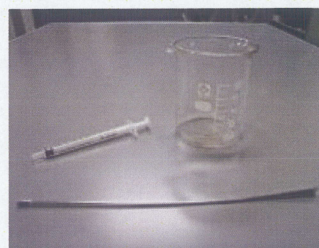
(b) エタノール



(c) 平筆



(d) メスシリンダー



(e) 注射器, ビーカー, かき混ぜ棒

Fig. 2.24 用意するもの

2.3.3 圧縮試験装置

圧縮試験における加圧装置には、万能試験機(島津製作所製, REH-50 型)を使用した。Fig. 2.25 に圧縮試験装置の外観を示す。この試験機は、最大圧縮荷重として 9.8, 24.5, 49, 98, 245, 490kN の 6 段階のレンジがあり、最大で 490kN の負荷が可能である。また、圧縮板の最大間隔は 800mm, 圧縮荷重の最小目盛は各々の 1000 分の 1 となっており、圧縮速度は 0 ~ 80mm/min の間で調節可能である。上工具と下工具それぞれの圧縮工具は Fig. 2.26 に示すようにダイセット(双葉電子工業製)に設置した。



Fig. 2.25 万能試験機(島津製作所製, REH-50 型)

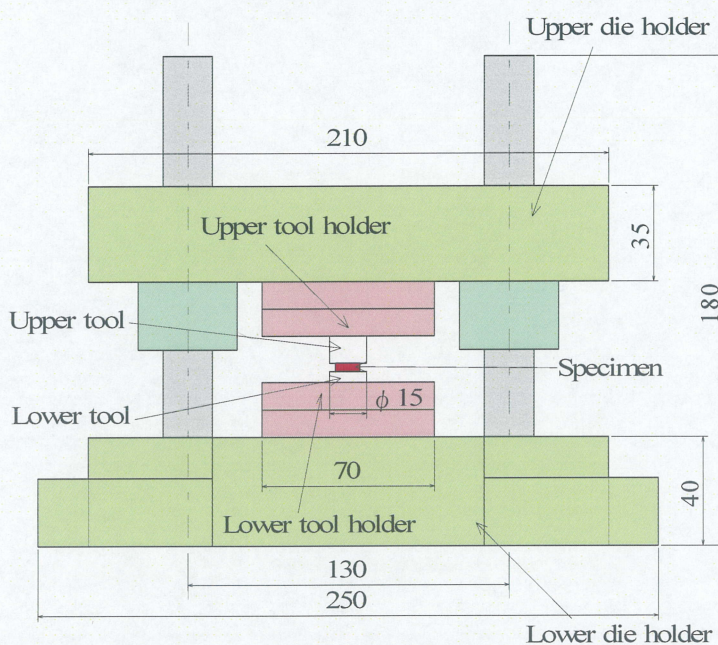


Fig. 2.26 圧縮工具とダイセットの概略図

2.3.4 圧縮試験条件

本研究では, ひずみの表面形状への影響を調べるために圧縮率 e_c を変化させて実験を行った. 圧縮率 e_c の算出は次式から行うものとする.

$$e_c = \frac{t_0 - t}{t_0} \times 100 \quad (\%) \quad (2.1)$$

(t_0 : 試験片初期板厚, t : 圧縮後試験片板厚)

圧縮試験時のひずみ速度は 2mm/min として実験を行った.

また、圧縮中の荷重と変位の変化を知るために万能試験機と変位測定器(ONO SOKKI 製 LINEAR GAUGE SENSOR GS-112)に接続したデジタルゲージ(ONO SOKKI 製 DIGITAL-ANALOG OUT GAUGE DG-450)をレコーダー(NEC 製オムニユース II RA1200)につなぎ、出力される電圧を記録した。そして、出力された電圧と荷重、電圧と変位量の校正を行った。

その結果、荷重については

98[kN]レンジの場合：荷重値[N]=982.60×出力電圧[mV]

49[kN]レンジの場合：荷重値[N]=493.13×出力電圧[mV]

24.5[kN]レンジの場合：荷重値[N]=247.96×出力電圧[mV]

の関係が得られ、変位については「変位値[mm]=0.0982×出力電圧[V]」の関係が得られた。

2.3.5 圧縮試験手順

圧縮試験の実験手順を以下に示す。全ての実験はこの手順に従って行った。

- (1)試験片表面の汚れやほこりなどを除去するためにエタノールを洗浄剤として超音波洗浄を3分間行う。
- (2)超音波洗浄後、圧縮工具と試験片をダイセットに取り付ける。
- (3)圧縮を行う万能試験機の電源を入れ実験前に約2分間慣らし運転をする。これは試験機に油の循環をさせるためである。
- (4)組み付けの完了したダイセットを万能試験機に設置し、変位測定機を設置する。
万能試験機に荷重値出力用のコードをつなぎ、レコーダーに接続する。また、変位測定器のデジタルゲージもレコーダーに接続する
- (5)試験片と上工具の間隔を数mm程度まで接近させる。このとき、徐々にスピードを遅くして接触する直前になったら圧縮速度を2mm/minとする。
ここで、レコーダーの記録を開始する。
- (6)そのまま圧縮速度2mm/minで下降させながら、指針が動き始めた時点で変位測定機の値を0にする。
- (7)圧縮速度2mm/minで圧縮し、変位測定機の変位より板厚を推測し目標値まで圧縮する。
圧縮終了後に圧縮試験機より荷重の値を、変位測定機より変位の値を記録する。
- (8)圧縮試験後、試験片の弾性変形部分を考慮し、急激な除荷を避けるために無負荷の状態に達するまで2mm/minで万能試験機の圧縮部分を上昇させる。
ここで、レコーダーの記録を終了する。
- (9)無負荷の状態に達した後、さらに上昇させる。
- (10)完全に上昇が完了してから万能試験機よりダイセットを取り外して、試験片の裏表が分かるように試験片を取り出す。また、この時に試験片・工具ともに表面状態が変わらないように注意する。
- (11)試験片表面に付着した潤滑剤等を除去するために再びエタノールで超音波洗浄を行う。








- (12)実験後試験片は板厚 t を測定し、初期板厚 t_0 より圧縮率 e_c を求める。
レコーダーの記録より荷重 - 変位の関係を求める。
- (13)その後、試験片は AFM で観察を行う。
- (14)表面粗さ計で粗さ計測をする。
- (15)計測終了後は空気中の水分が表面へ付着することを防ぐために工具および試験片はデシケータ内に保存する。

2.4 触針式表面粗さ計(Surfest SJ-400)による評価方法

本節では、最大高さ粗さ R_z 、算術平均粗さ R_a の測定方法について説明する。触針式表面粗さ測定装置(Surfest SJ-400)の外観を Fig. 2.27 に示す。触針式表面粗さ計は Fig. 2.28 に示すように先端半径 2~10 μ m 程度の触針で表面を直接トレースし、その触針の上下を差動トランスなどで電気的な信号に変換し、出力するものである。本装置の触針は、材質がダイヤモンド、先端半径が 2 μ m、先端角度が 60° である。触針表面粗さ計(Surfest SJ-400)の使用方法を以下に示す。

- (1) 電源を入れる。バッテリー残量が少ないときは AC アダプタを接続する。
- (2) 試料表面をアルコールで洗浄し、計測したい場所の左端が触針の下に来るようにする。
- (3) 測定条件を変更する。現在の設定条件は画面左上に表示されている。
 - ・ 測定レンジ（測定分解能）を変更する場合、画面の「測定条件」→「Page1/3」→「Page2/3」→「レンジ」の順にタッチし、任意のレンジを選択する。レンジは「800(μ m)」, 「80」, 「8」の順に感度が上がり、デフォルトは「800」である。表面が粗いものや表面粗さが未知の試料を測定する場合は「800」を選択し、測定結果に応じてより高感度の測定レンジに変更する。「レンジ」をタッチすると変更が決定される。Table 2.2 に本研究で使用したレンジを示す。
 - ・ 測定曲線を変更する場合、画面の「測定条件」→「曲線」の順にタッチし、R(粗さ曲線)を選択する。「曲線」をタッチすると変更が決定される。
 - ・ 基準長さを変更する場合、画面の「測定条件」→「 λ_c 」の順にタッチし、任意の基準長さに設定する。「 λ_c 」をタッチすると変更が決定される。
 - ・ 評価長さを変更する場合は、区間数を変更することで評価長さを変更することができる（例：基準長さ 0.8mm、区間数 5 →評価長さ 1.25mm）。画面の「測定条件」→「N」の順にタッチし、任意の区間数を選択する。また、「L」をタッチすると評価長さを任意の値で指定することができる。「N」をタッチすると変更が決定される。
 - ・ カットオフ値は基準長さに応じて自動で変更されるが、基準長さが 0.08mm または 0.25mm の場合のみ変更することができる。変更する場合は、画面の「測定条件」→「 λ_s 」の順にタッチし、カットオフ値を指定する。「 λ_s 」をタッチすると変更

が決定される。本研究では $2.5\ \mu\text{m}$ で測定を行った。

- ・ 変更が終了したら、画面左下の  (ホーム) をタッチしてホーム画面に戻しておく。
- (4) ホーム画面の  (DAT) をタッチして DAT 画面にする。スタンドの上下ハンドルを回し、触針を試料に接触させる。画面のスタイラス位置表示が 0 付近のところでハンドルを固定し、本体の上下ツマミで $0.0\ \mu\text{m}$ になるように調整する。(上下位置決め)
- (5)  (対象切り換え) をタッチする。表示が「***** 回転」であることを確認し、「START」ボタンを押すと、水平出しが開始される。測定終了後、画面に「○ ○ 回転」と表示されるので、一度触針を試料から離し、本体の斜傾ツマミを表示回転数だけ回す。(表示が正の場合は時計回り、負の場合は反時計回り)
- (6) 水平出し後の表示が 0.00 回転になるまで(5)を繰り返す。
- (7) 校正を行う。校正は検出器(触針等)を着脱した場合に行い、それ以外では定期的に行えばよい。従って、普段はこの工程を行わなくてもよい。
- (8) 画面左下の  (ホーム) をタッチしてホーム画面に戻す。ホーム画面で「START」ボタンを押すと計測が開始される。計測が終了すると、画面に R_a 値, R_z 値が表示される (Fig. 2.29 参照)。
- (9) 計測結果の R_a を確認し、基準長さが適切であるかどうかを確認する。(3)の基準長さを変更する場合を参考に、基準長さの設定画面を表示する。画面には設定値の横に、適応する R_a の範囲が表示されているため、計測結果からその範囲内にある基準長さを選択する。基準長さを変更した場合は、そのまま再度計測する。
- (10) 計測終了後、「PRINT」ボタンを押すと計測結果がプリントされる。
- (11) 計測結果を保存する場合は、コンパクトフラッシュを挿し込み、 (データ保存/呼出) →  (データ保存) をタッチする。ファイル名入力画面が表示されるのでファイル名を入力し、 (エンター) を押すと結果が保存される。
※ コンパクトフラッシュは SJ-400 本体でフォーマットしたものには保存できない。
- (12) 触針を試料から離し、電源を切る。バッテリーを充電する場合は AC アダプタを接続したままにし、充電完了後 AC アダプタをはずす。

ここで自動的に出力された R_a 値, R_z 値をそれぞれ算術平均粗さ R_a , 最大高さ粗さ R_z とする。



Fig. 2.27 触針式表面粗さ計(Surftest SJ-400)の外観

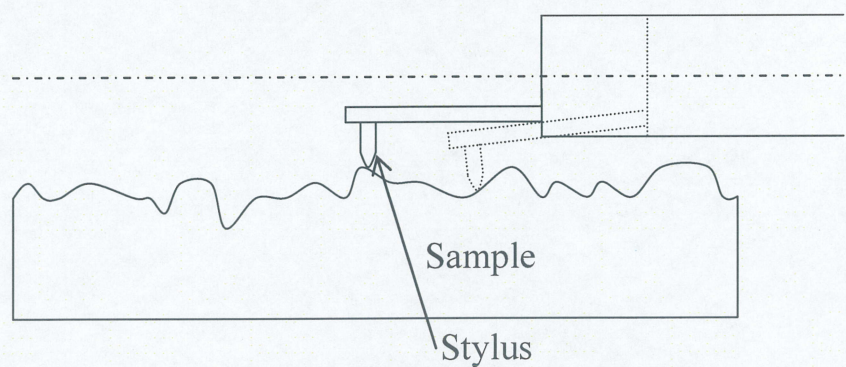


Fig. 2.28 触針式表面粗さ計の原理図

Table 2.2 触針式表面粗さ計(Surftest SJ-400)で使用したレンジ

レンジ	8 μ m	80 μ m	800 μ m
測定対象	WA#8000 ラップ加工後工具	WA#4000 ラップ加工後工具	WA#1200 ラップ加工後工具
	圧縮後試験片	圧縮前試験片	

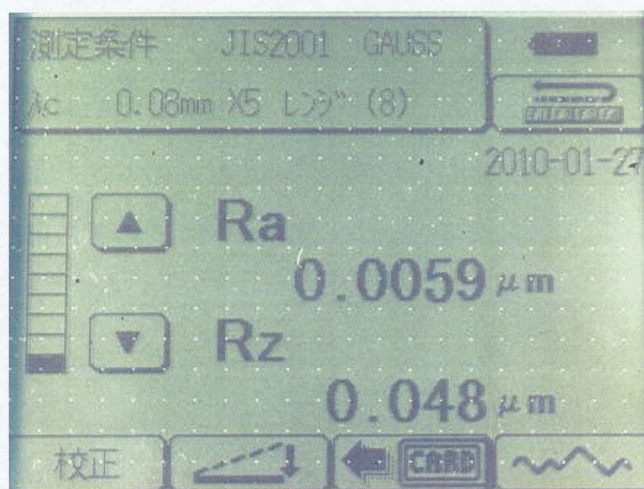


Fig. 2.29 測定結果の画面表示

2.5 原子間力顕微鏡(AFM)による観察方法⁽¹⁵⁾

2.5.1 装置と原理

SPM(Scanning Probe Microscope)装置とその周辺システムの外観写真を Fig. 2.30 に示す。これらは本体 SPM9500J3(島津製作所製), ホストコンピュータ(DELL 製 OPTIPLEX GX-150), カラーディスプレイモニター(MITSUBISHI 製 RD17GX II), 除振台 (MEIRITSU 製 AZ-S) から構成されている。

装置は大別すると, SPM ユニット, 制御ユニットおよびデータ処理系から構成される。SPM ユニットは, 試料を三次元に動作させるピエゾスキャナ, 試料表面の凹凸を検知するカンチレバーならびに光で検出部, AFM ヘッドを試料表面に対して大きく上下させる Z 軸駆動部および除振機構から構成される。また, 制御ユニットはスキャンコントローラ(X, Y, Z 軸出力), フィードバックコントローラ(DSP によるデジタルフィードバック方式)および制御コンピュータにより, スキャナに装着した試料を走査・フィードバック制御して測定データを収集する。その測定データなどは, 通信インターフェースを通してデータ処理系へ渡される。そしてデータ処理系は通信インターフェースを介して制御ユニットからの測定データをホストコンピュータに取り込み, リアルタイムでモニタに表示する。また, 測定データはホストコンピュータにおいて画像表示, 画像処理および画像解析を行うことが可能である。

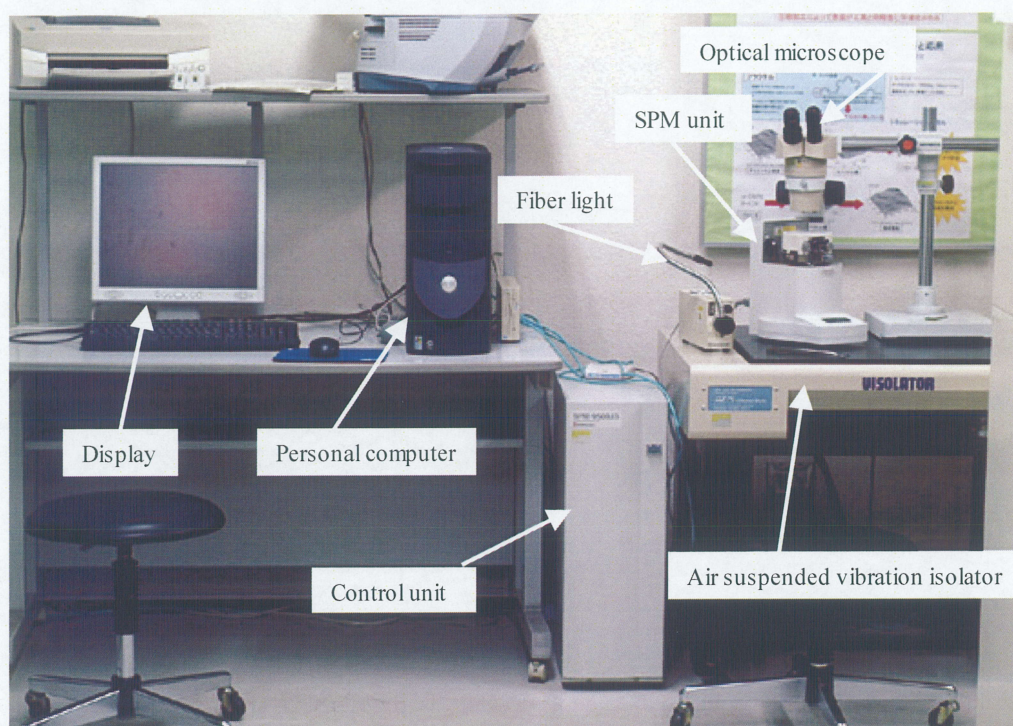


Fig. 2.30 SPM 装置および周辺装置の外観

SPM-9500J3 の主な仕様は、以下の通りである。

- ・ 最大走査範囲(X・Y) : $30[\mu\text{m}] \times 30[\mu\text{m}]$
- ・ 最大測定範囲(Z) : $5[\mu\text{m}]$
- ・ 変位検出系 : LD/光てこ/4 分割 PSD
- ・ 試料最大形状 : $\Phi 24[\text{mm}] \times 8[\text{mm}]$
- ・ 制御方法 : Digital-Signal-Processor(DSP)によるデジタル方式
- ・ 画像処理 : 傾斜補正, ノイズライン除去, 局所フィルター, 周波数フィルター, 画像拡大, 画像反転, 画像回転など
- ・ 画像解析 : 断面形状解析, 線粗さ解析, 表面粗さ解析, パワースペクトル解析, 自己相関解析, フラクタル解析など
- ・ 画像表示 : 濃淡画像表示(測長可能), 3 次元表示(Solid, Height, Lines, Mesh)等

また, SPM 観察に用いたカンチレバーは OLIMPUS 製の Micro cantilever である。微小構造体材料として優れた特性を示すことで, 広く用いられている。

Micro Cantilever の主な仕様を以下に示す。

- ・ 製品名 : OMCL-TR800PSA-1
- ・ 材質 : 窒化シリコン(SiN)

本研究で使用した SPM では、高倍率での試料表面の凹凸像が得られる AFM(Atomic Force Microscope)コンタクトモード、AFM ダイナミックモード、STM モードおよび表面走査時の水平力が得られる LFM モードがあるが、本研究では、AFM コンタクトモード（カンチレバー接触式）を使用して試料表面の観察と解析を行った。

AFM は、試料表面にカンチレバーを接近させることによって試料表面とカンチレバーとの間に働く原子間力を検出し、試料表面の形状を観察する装置である。一般に、物質表面間ではファンデルワールス力、クーロン力などの原子間力が働いている。カンチレバーは Fig. 2.31 に示すような微少な構造体であり、半導体プロセスを用いて生成されている。このカンチレバーを試料表面に近づけると、試料との間で働く原子間力によって Fig. 2.32 の点線で示すようにカンチレバーがたわむ。このわずかな変位は、離れた位置で検出することにより拡大される。実際の装置では、半導体レーザからのレーザ光をカンチレバー背面で反射させ、その反射光の位置移動をカンチレバーから離れた位置に配置された分割型フォトダイオードで検出する。この検出法は光てこ検出法と呼ばれ、AFM の測定に最も多く用いられている検出方法である。

このようにカンチレバーと試料表面間で働く局所的な力を、カンチレバーのたわみとして検出し、この力を一定に保つように探針－試料間の距離を制御しながら試料表面に沿って走査してこの制御量を試料表面像として画像化する。

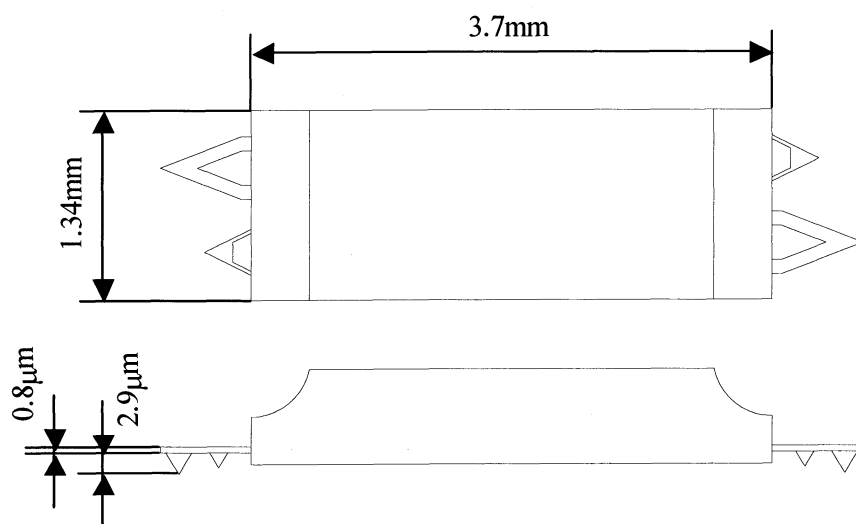


Fig. 2.31 カンチレバーの外形図

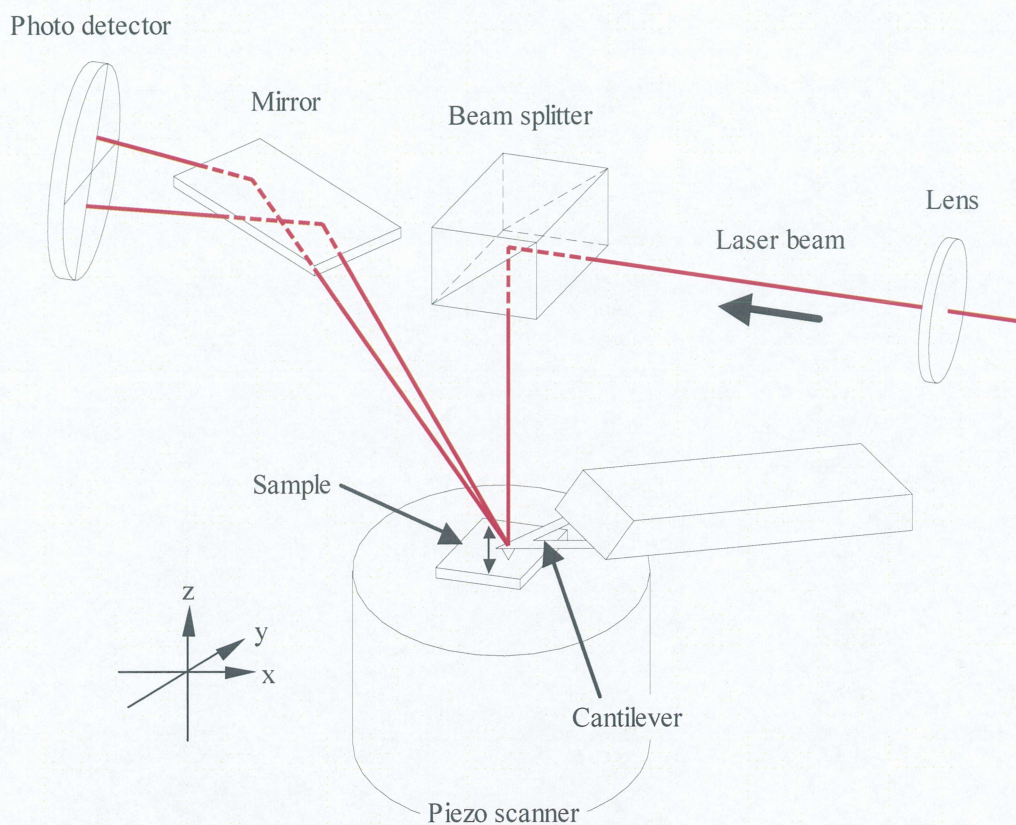


Fig. 2.32 光てこ検出法

2.5.2 観察の手順と条件

本研究では、以下のような手順で試料の AFM 観察を行った。

- (1)制御ユニットとパーソナルコンピュータの電源を入れ装置を起動する．SPM manager を起動する．
- (2)AFM ヘッド部両側面にあるクランプレバーをゆるめ，AFM ヘッド部全体を少し持ち上げ後方に移動させると試料ホルダを装着するスキャナ上面が露出するので，そこへピンセットを用いて試料ホルダを装着する．
- (3)レーザスポットをカンチレバー先端へ移動させ，フォトダイオード位置を調整する．
- (4)観察条件として，走査範囲，走査速度，画素数，Z レンジ，オペレーティングポイント，P ゲイン，I ゲイン，走査モードを Table 2.3 のように設定する．
- (5)高速アプローチを行い，カンチレバーを試料ホルダに近づける．
続いて，精密アプローチを行う．精密アプローチが終了すると自動的に走査が始まり，オンラインアプリケーション画面上に画像データが表示される．
- (6)続けて観察する場合は手順(4)と(5)の操作を繰り返し，AFM 画像を得る．
- (7)作業が終了したらカンチレバーを上昇させて試料を取り出す．

Table 2.3 AFM の観察条件

Material	Tool	A1050BD
SR	$20\mu\text{m}$	$20\mu\text{m}$
Z range	$\times 8$	$\times 4$
Scanning rate	2Hz	
Number of pixels	512 \times 512	
Operating point	1	
P gain	10	
I gain	0.01	
Scanning mode	Contact mode	

工具および試験片表面は圧縮試験前後に AFM 観察を行った。走査範囲 SR は $20\mu\text{m} \times 20\mu\text{m}$ ($SR=20\mu\text{m}$) とした。画像の解像度は最大 512×512 画素で出力される。試験片は工具と材料の相対すべり量による平滑化挙動の影響を調べるため、圧縮試験後の表面の半径 $r=0, 1, 2, 3 \text{ mm}$ の 4 箇所において測定を行った。AFM により表面観察を行う場所を Fig. 2.33 に示す。

AFM による平滑度を表わす指標として、これまでは最大高さ粗さ相当値 R_{ze} での評価を行ってきた。これは、最大高さ粗さ R_z に相当するもので、Fig. 2.34 に示すように断面曲線の最大と最小の差であり、局所的かつ微視的な部分での粗さ評価に適していると考えられる。今回、面全体の粗さの評価を行うため、算術平均粗さ R_a を 2 次元に拡張した算術平均面粗さを S_a と定義し、 S_a での評価も行ったところ、 R_{ze} での評価とほぼ同じ傾向であった。そこで、AFM 測定において表面粗さの傾向を調べる際には主に S_a で評価した。また、材料流動による方向性の違いを調べる際には R_{ze} ではなく、断面曲線から取得した算術平均粗さを算術平均粗さ相当値 R_{ae} と定義して評価した。 R_{ae} の測定については、各測定位置において Fig. 2.33 に示すように r 方向(半径方向)と θ 方向(r 方向に直角な方向(円周方向))を測定した。

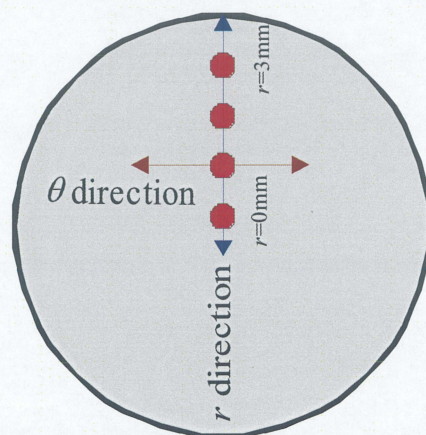
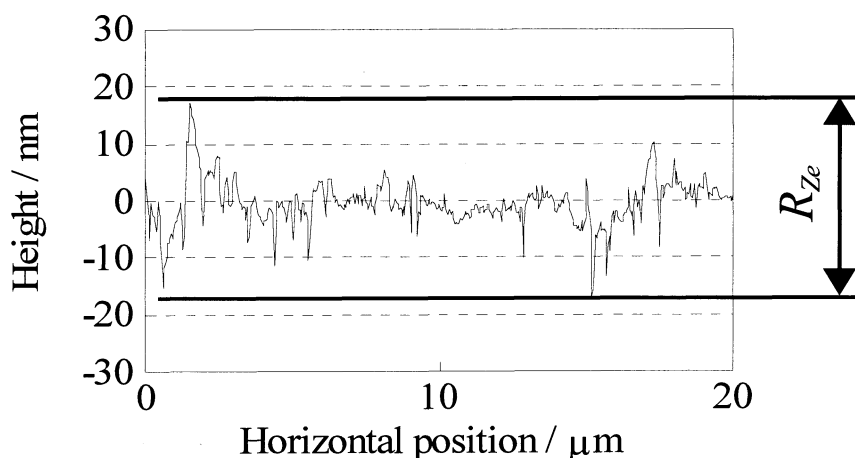


Fig. 2.33 圧縮後試験片の AFM 観察を行う場所

Fig. 2.34 R_{Ze} の定義

2.6 工具表面のカーボン膜剥離面積率の測定

カーボン蒸着させた工具を用いて圧縮試験を行う場合、工具表面のカーボン膜の剥離が起きることがある。そして、これによって工具と試験片が金属接触して試験片表面が粗くなるというように、カーボン膜の剥離は平滑化に大きく影響を及ぼすものと考えられる。そこで本節では、工具表面のカーボン膜の剥離が平滑化に及ぼす影響を調べるために定義した剥離面積率 γ の求め方を以下に示す。

- (1) デジタルカメラ(FUJIFILM 製, FinPixS1Pro)とマイクロレンズ(Nikon 製, Micro-NIKKOR)を用意し, Fig. 2.35 のようにコピースタンドに設置する。
- (2) 工具を厚さ 3mm のアクリル板で斜めにした状態で黒色のシートの上に載せ撮影する。鮮明な画像データを得るために、工具には出来る限り強く光を当て、さらに白い紙で光を反射させる。その様子を Fig. 2.36 に示す。工具を斜めにしたのは剥離面積率の大きい工具で、目視したときの表面状態の画像データが得られなかったためである。
- (3) 画像データを WinROOF Ver.5.0(MITANI CORPORATION 製)に取り込み、グレースケールに変換する。
- (4) 見かけ上の接触範囲を楕円 ROI を用いて手動で設定する。
- (5) しきい値を決定し二値化する。このとき、しきい値はカーボン蒸着を施した工具表面と蒸着していない工具表面との色調に着目し決定する。その様子を Fig. 2.37 に示す。目安として、カーボン膜の色が濃い工具ではしきい値は 50-80、カーボン膜の色が薄い工具ではしきい値は 120-170 となる。
- (6) 剥離面積率 γ は以下の式より算出される。

$$\gamma = \frac{A_p}{A_A} \times 100 \quad [\%] \quad (2.2)$$

(A_p : 剥離した面積, A_A : 見かけ上の接触面積)

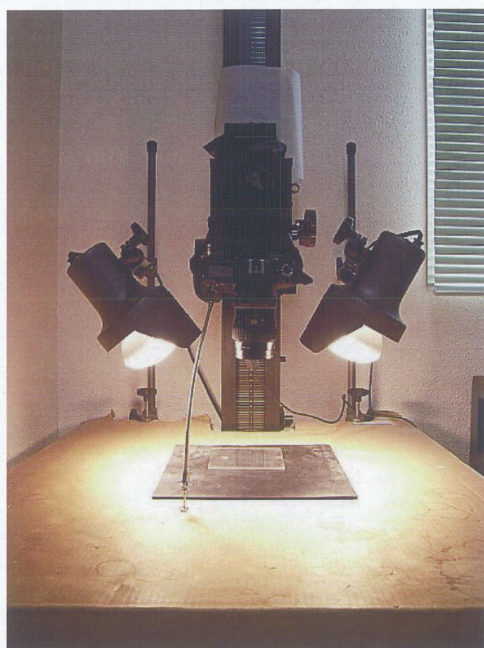


Fig. 2.35 デジタルカメラをコピースタンドに設置したときの概観

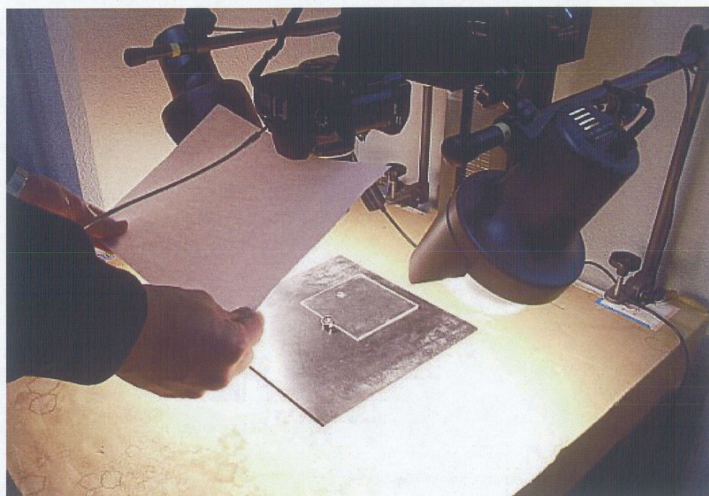
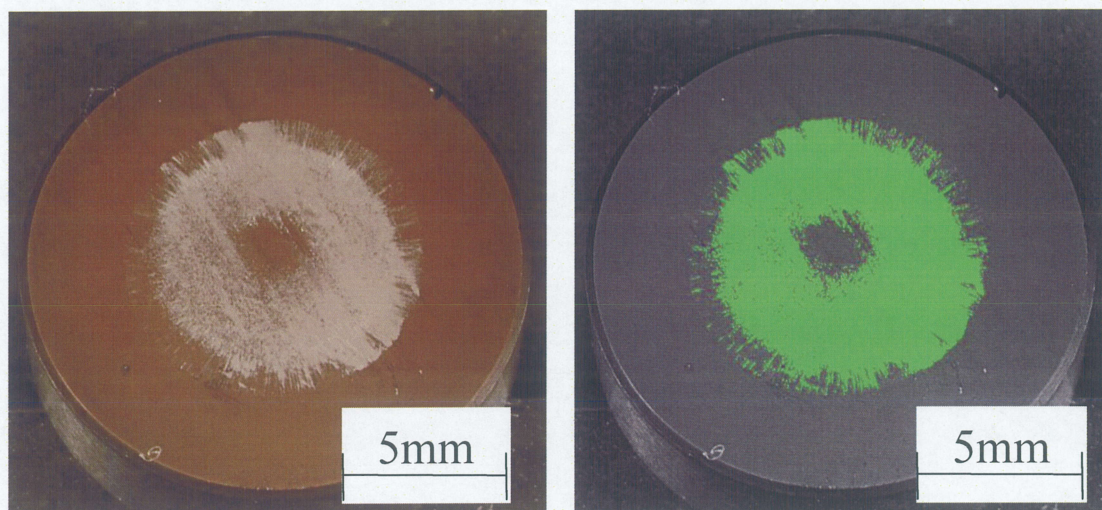


Fig. 2.36 撮影時の様子



(a)二値化前

(b)二値化後

Fig. 2.37 圧縮後工具表面のデジタルカメラ像の一例

(アルミニウム焼なまし材, $e_c=38\%$, $\gamma=70\%$)

2.7 有限要素法(FEM)解析

2.7.1 解析モデルと条件

圧縮試験における工具と試験片の相対すべり量や測定箇所の面圧等を知るために剛塑性有限要素法(FEM)によるシミュレーションを行った. 解析には Virtual Forging(コマツ産機製, バージョン 1.07.03)を使用し, 変形抵抗は材料試験で得られた結果を用いた. 解析対象は軸対称を仮定した. Fig. 2.38 に FEM 解析モデルと境界条件, Table 2.4 に FEM 解析条件を示す.

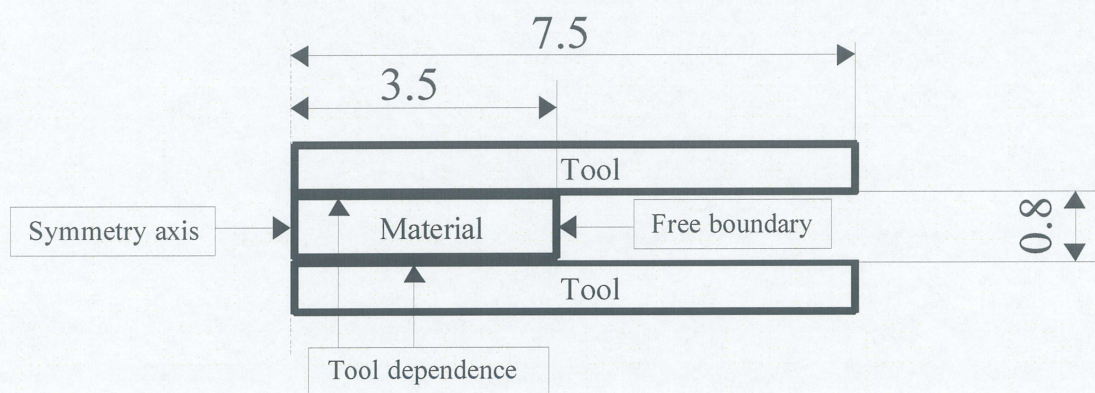


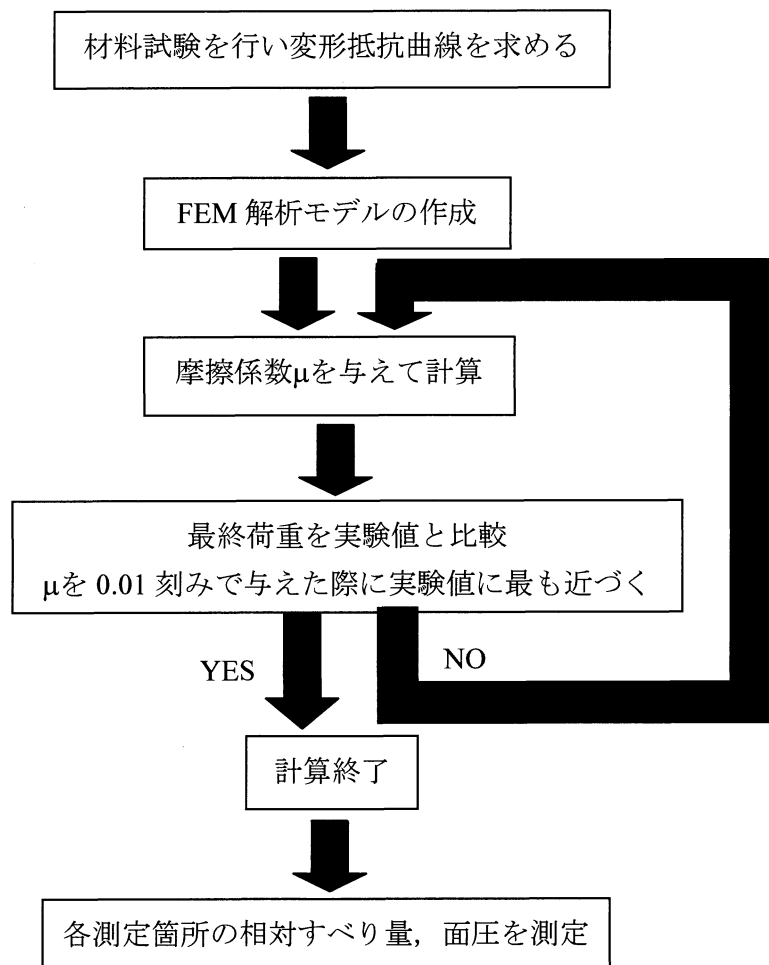
Fig. 2.38 FEM 解析モデルと境界条件

Table 2.4 FEM 解析条件

表面マーカ粒子数	208
マーカ粒子数	4626
節点数	3109
要素数	2986
工具節点数	4
要素表面節点数	244

2.7.2 摩擦係数 μ の決定方法

本実験をシミュレートするためには、工具と試験片間の摩擦係数 μ を決定する必要がある。そこで、Fig. 2.39 に示すように未知の μ に初期値を与えて FEM 解析を実行し、加工荷重を求める。そして、FEM 解析から求めた加工荷重と実験で得られた荷重の比較を行いながら μ を 0.01 刻みで変化させ、両者の差の絶対値が最小となる μ を求めて実験時の工具と試験片間の摩擦係数であるとした。

Fig. 2.39 摩擦係数 μ の決定方法

2.7.3 相対すべり量 L_S と工具接触面圧 p の計算

材料流動が平滑化に及ぼす影響を調べるため, Fig. 2.40 に示すように圧縮前の試験片表面上のある点が圧縮することにより移動した移動距離を工具と材料の相対すべり量 L_S と定義し, FEM より計算した. また, FEM より工具接触面の面圧を計算し, 工具接触面圧 p と相対すべり量 L_S の関係も調べた.

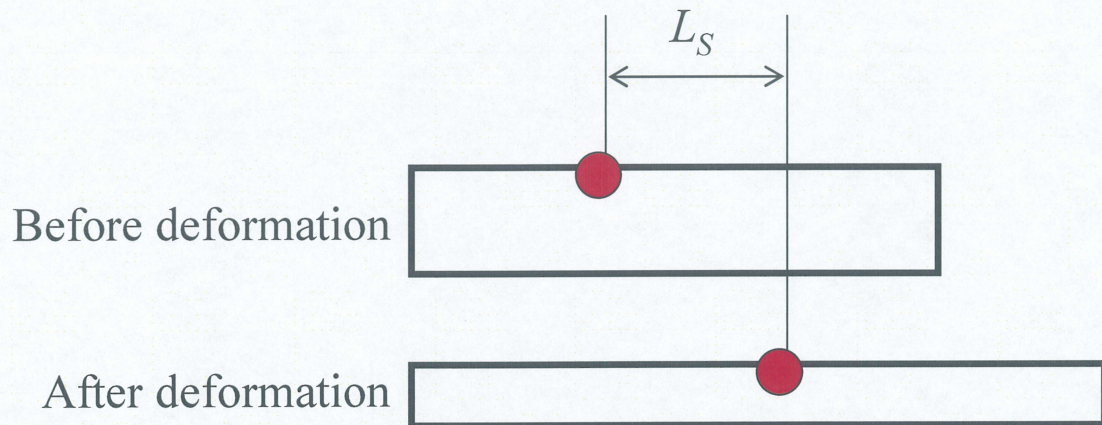


Fig. 2.40 相対すべり量 L_S の定義

第3章 カーボン蒸着工具を用いた圧縮加工による平滑化挙動

本章では、圧縮試験工具の表面にカーボン蒸着を施すことで工具と試験片表面の金属接触を避け、超平滑な表面を持った加工品を創成することを目的として、アルミニウム焼なまし材試験片の圧縮加工を行った結果を示す。なお、結果の整理では、表面粗さ計による表面の観察、AFM による表面の観察、FEM 解析による変形シミュレーションを行い、超平滑面の創成挙動について検討した。

3.1 圧縮率と表面粗さの関係

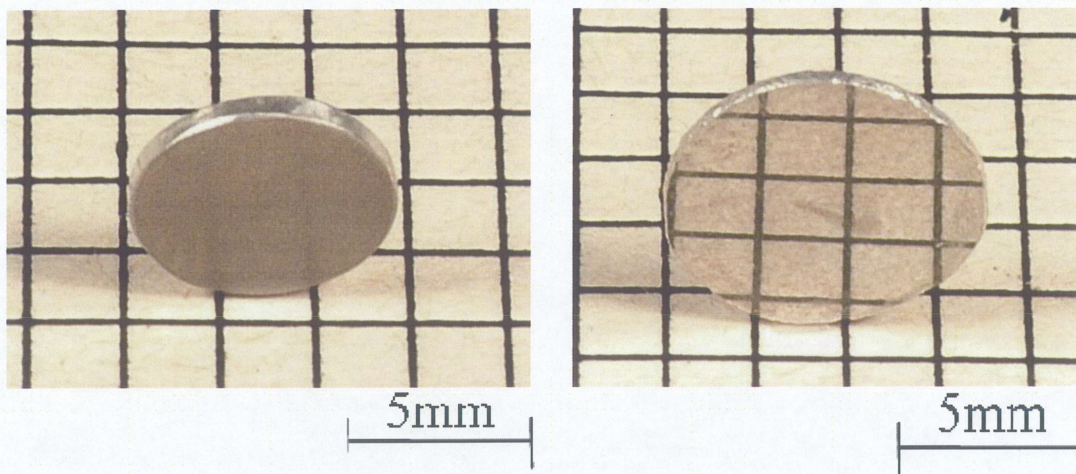
Fig. 3.1 に圧縮前と最も平滑化が進んだ圧縮率 $e_c=27\%$ に圧縮した試験片の外観を示す。圧縮加工により試験片表面が鏡面化された様子が分かる。

Fig. 3.2 に触針式表面粗さ計より得られた工具と圧縮試験後の試験片表面の算術平均粗さ R_a を示す。なお、工具表面粗さの影響を調べるため、山口⁽¹⁴⁾の結果（工具表面粗さ $R_a \div 5\text{nm}$ ）も示す。本研究の工具（ $R_a \div 10\text{nm}$ ）を Tool-1、山口の工具（ $R_a \div 5\text{nm}$ ）を Tool-2 とし、Tool-1、Tool-2 によって圧縮された試験片をそれぞれ Specimen-1, Specimen-2 と称することにする。Fig. 3.3 に各圧縮率における工具表面のカーボン蒸着膜の剥離面積率 γ を測定した結果を示す。Specimen-2 においては $\gamma > 40\%$ の場合に R_a が大きくなり、圧縮率 $e_c \div 30\%$ 程度までが平滑化の限界と考えられたが、Specimen-1 においては $\gamma > 40\%$ であっても R_a はそれほど大きな値にならず、平滑化が進んでいる。Specimen-1 は $e_c \leq 30\%$ では Specimen-2 ほど平滑化は進んではいないものの、それほど大きな差は見られない。Specimen-2 の R_a が大きくなる $e_c > 30\%$ では Specimen-2 と同程度か逆に小さな R_a を示している。また、Specimen-1 において $e_c \div 50\%$ 程度からは、 R_a が大きくなっている。また、Specimen-1 では Specimen-2 よりも工具の R_a に近い値に平滑化することができた。

各実験において測定された最終荷重 P_{MAX} と圧縮後の試験片の断面積 A_s より以下の式から平均面圧 p_{mean} を求めて検討を行った。

$$p_{mean} = \frac{P_{MAX}}{A_s} \quad / \text{MPa} \quad (3.1)$$

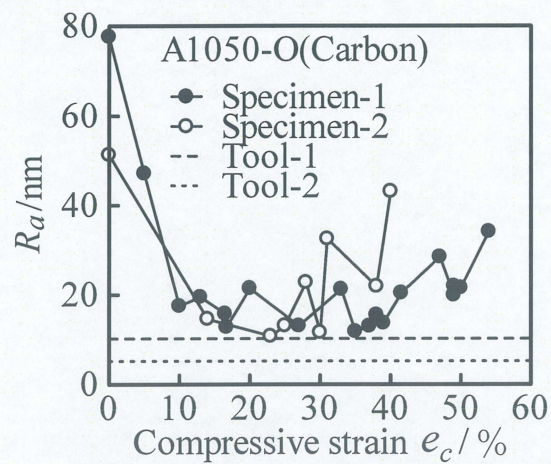
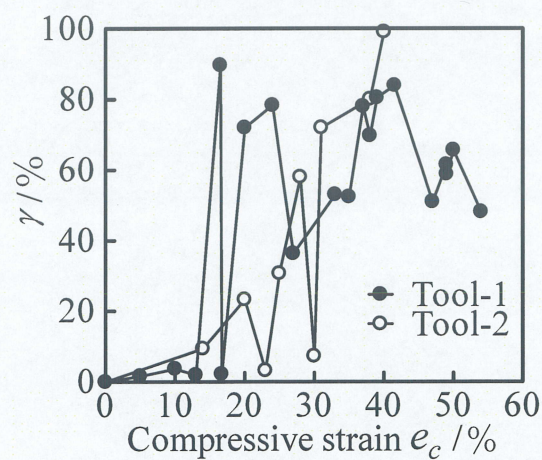
Fig. 3.4 に平均面圧 p_{mean} と圧縮率 e_c の関係を示す。Tool-2 では剥離面積率が大きいところで平均面圧 p_{mean} が大きくなっている。しかし Tool-1 では、剥離面積率が大きいところでも平均面圧が大きくなってはいない。Tool-2 では剥離の影響が大きい、Tool-1 では剥離の影響をあまり受けていない。これは、カーボン蒸着膜が剥離し、工具と試験片との金属接触が生じた場合に、Tool-2 の方が Tool-1 よりも凝着しやすかったためではないかと考えられる。



(a)圧縮前試験片

(b)圧縮後試験片($e_c=27\%$)

Fig. 3.1 圧縮試験前後の試験片の外観 (Tool-1, カーボン蒸着)

Fig. 3.2 算術平均粗さ R_a と圧縮率 e_c の関係Fig. 3.3 カーボン蒸着膜の剥離面積率 γ と圧縮率 e_c の関係

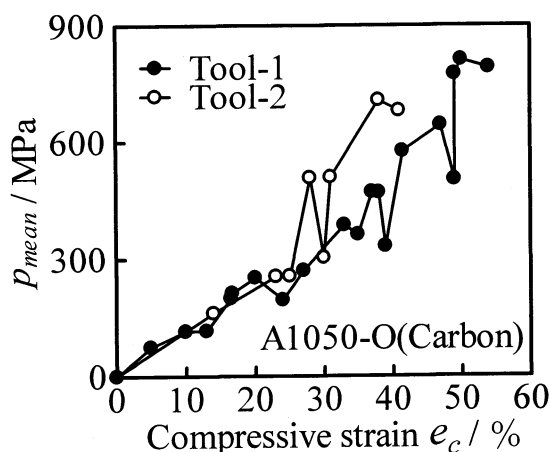


Fig. 3.4 平均面圧 p_{mean} と圧縮率 e_c の関係

3.2 原子間力顕微鏡(AFM)による表面の観察と評価

AFM を用いて試験片の局所的な観察を行った. Fig. 3.5 に試験片初期表面の AFM 像を, Fig. 3.6 に Tool-1 で最も平滑化が進んだ $e_c=27\%$ に圧縮した試験片の AFM 像を示す. 中央部に位置する測定箇所 $r=0\text{mm}$ や測定箇所 $r=1\text{mm}$ では外周部に比べて表面が粗くなっている. 測定箇所 $r=2\text{mm}$ では外側に向かって材料流動が見られ, 測定箇所 $r=3\text{mm}$ ではより顕著な材料流動が見られ, 平滑化が進んでいる.

Fig. 3.7 に Tool-1 における圧縮試験前後の試験片表面および工具表面の S_a と圧縮率 e_c の関係を示す. ばらつきはあるものの, おおむね圧縮率 e_c が大きくなるほど S_a は小さくなっており, 平滑化が進むことがわかる. このばらつきの原因には蒸着膜の厚さなどの影響が考えられるが, はっきりしていない. また, Fig. 3.2 で示したように, $e_c \approx 50\%$ 程度からは R_a が大きくなったが, S_a においてはそれほど大きくなっていない. これは, S_a では基準長さが短く, 大きな凹凸を測定できていないためだと考えられる. $e_c=20\%$ 程度までは中央部である $r=0\text{mm}$ の S_a が大きく, 外周部分である $r=3\text{mm}$ の S_a が小さくなっているが, それ以上の圧縮率では測定箇所の違いはそれほど見られない. 圧縮率によっては工具と同じかそれ以上の平滑度が得られている.

Fig. 3.8 に測定箇所 $r=0\text{mm}$, $r=1\text{mm}$, $r=2\text{mm}$, $r=3\text{mm}$ の S_a と圧縮率 e_c の関係を示す. 比較のため, Tool-2 の結果も示す. 圧縮率 $e_c \leq 30\%$ 程度までは Specimen-1 は Specimen-2 ほど平滑化が進んでいないが, $e_c > 30\%$ では同程度か r が大きい外周部分では逆に S_a が小さくなっている. R_a と同様に Specimen-2 の方が剥離の影響を大きく受けていることがわかる. $r=0\text{mm}$ の $e_c \leq 30\%$ において工具の差が大きくなっており, 工具表面粗さの影響は圧縮率が小さく, 材料流動の小さい部分に大きく現れると考えられる. これは材料流動が小さい部分では工具への転写が平滑化の主な要因のためと考えられる. 逆に材料流動の大きい外周部分ではしごき効果が平滑化の主な要因と考えられるので工具表面粗さの影響が小さくなったのではないかと考えられる.

Fig. 3.9 に圧縮率 $e_c=5\sim 20\%$, $e_c=24\sim 35\%$, $e_c=37\sim 42\%$, $e_c=47\sim 54\%$ の S_a と測定箇所 r の関係を示す. Fig. 3.9(a) では, $e_c=5\%$ と $e_c=20\%$ を除いて r が大きい外周ほど S_a が小さくなっている. 外周に行くほど材料流動が大きく, しごき効果が大きくなったためと考えられる. $e_c=5\%$ の場合は圧縮率が小さいため, 材料流動によるしごき効果が小さく, 中央部分の高い面圧による工具の転写効果が大きいため, 中央部の S_a が小さくなっていると考えられる. $e_c=13\%$, 17% で外周部分の S_a が小さくなっており, それ以上圧縮率が大きくなると中央部分と外周部分の差は小さくなっている.

Fig. 3.10 に圧縮率 $e_c=13\%$, 17% の場合の S_a と測定箇所 r の関係を示す. 比較のため, Tool-2 の $e_c=14\%$, 23% の結果も示す. r が小さい中央部分では, Specimen-2 の方が S_a が小さく, r が大きい外周部分ではその差が小さくなっている. 中央部分では工具の表面粗さの影響が大きく, 外周部分では工具表面粗さの影響が小さくなっていることがわかる.

また, AFM 測定における測定方向による違いを検討するため, AFM 画像から断面曲線を取得し, R_{ae} の測定も同時に行った. Fig. 3.11~Fig. 3.14 に R_{ae} と測定方向の関係を示す. Fig. 3.11 は圧縮率 $e_c=5\sim 20\%$, Fig. 3.12 は圧縮率 $e_c=24\sim 35\%$, Fig. 3.13 は圧縮率 $e_c=37\sim 42\%$, Fig. 3.14 は圧縮率 $e_c=47\sim 54\%$ の場合である. 中央部に近い測定箇所 $r=1\text{mm}$ では円周方向と半径方向の差はほとんど見られないが, 外周部の測定箇所 $r=3\text{mm}$ では, 特に材料流動が大きい高圧縮率において, 円周方向よりも半径方向の R_{ae} の値が小さくなっており, 材料流動の方向に平滑化が進むことが分かる.

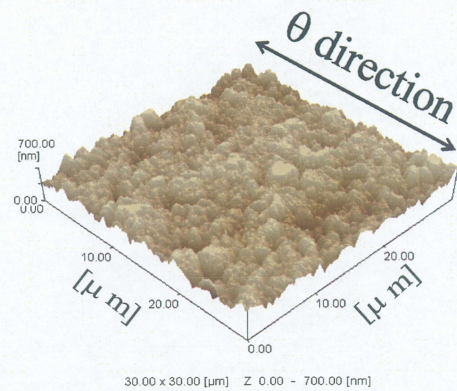
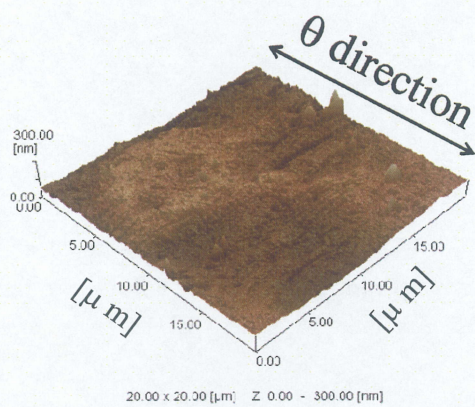
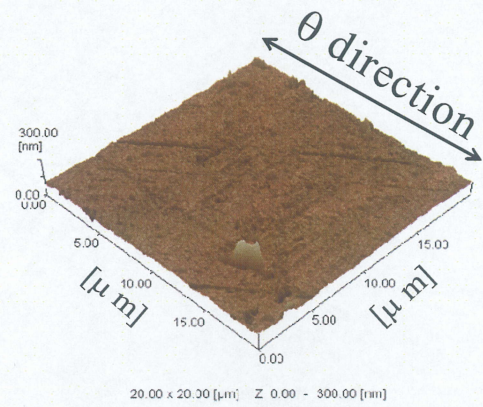


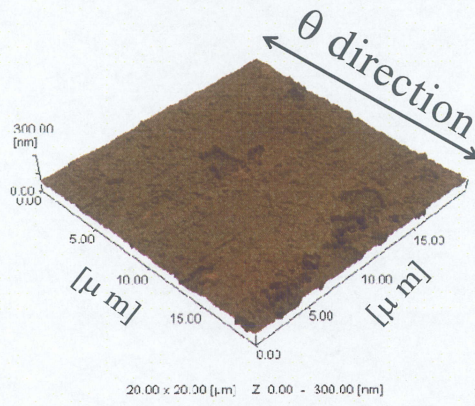
Fig. 3.5 試験片初期表面の AFM 像の例
($e_c=0\%$, $SR=20\mu\text{m}$)



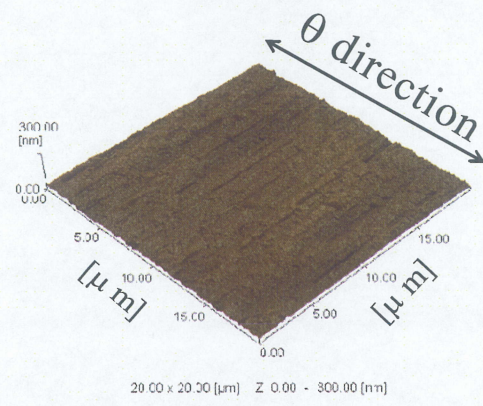
(a)測定箇所 $r=0\text{mm}$



(b)測定箇所 $r=1\text{mm}$

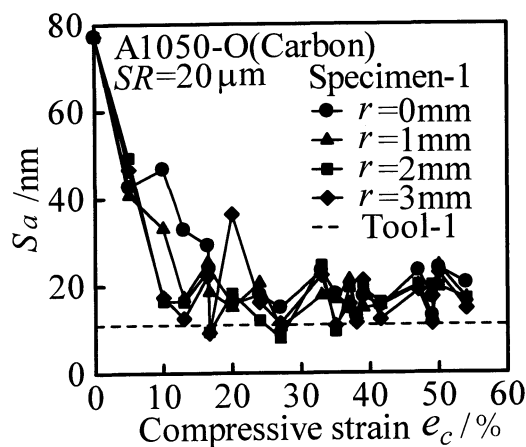
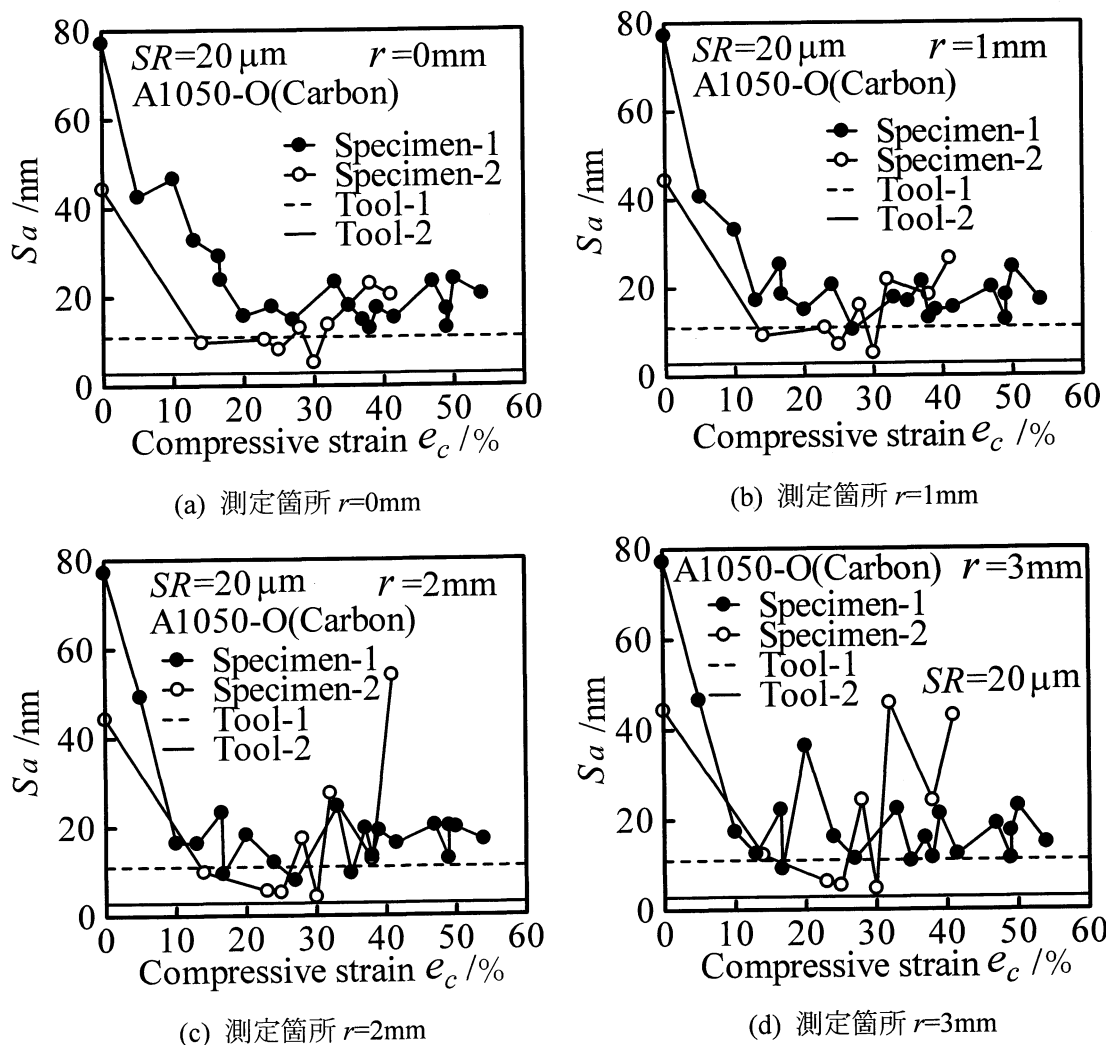


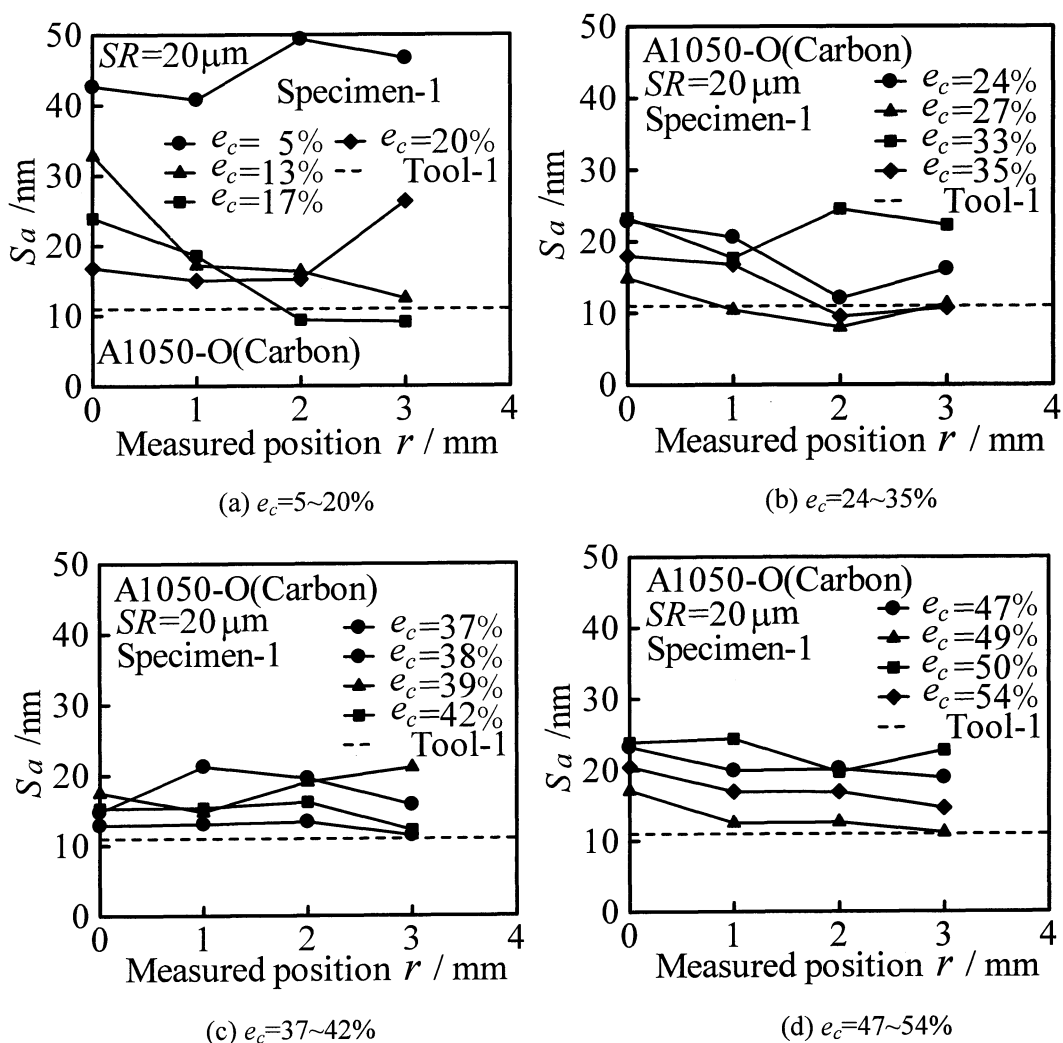
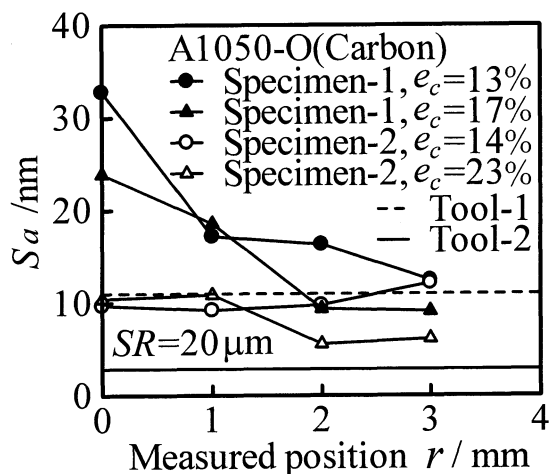
(c)測定箇所 $r=2\text{mm}$



(d)測定箇所 $r=3\text{mm}$

Fig. 3.6 圧縮試験後の試験片表面の AFM 像の例
($e_c=27\%$, $SR=20\mu\text{m}$, Tool-1, カーボン蒸着)

Fig. 3.7 S_a と圧縮率 e_c の関係Fig. 3.8 S_a と圧縮率 e_c の関係

Fig. 3.9 S_a と測定箇所 r の関係Fig. 3.10 S_a と測定箇所 r の関係($e_c=13\sim 23\%$)

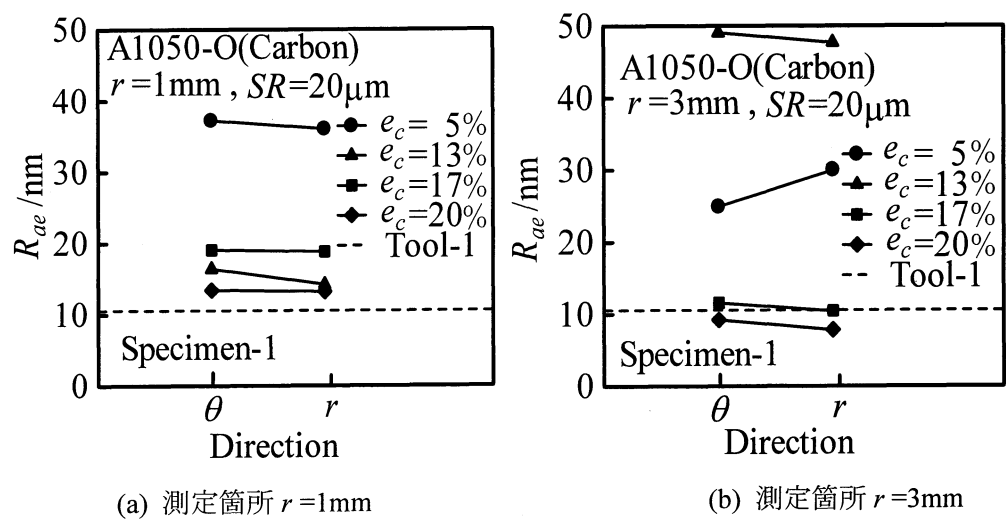


Fig. 3.11 R_{ae} と測定方向の関係($e_c=5\sim 20\%$)

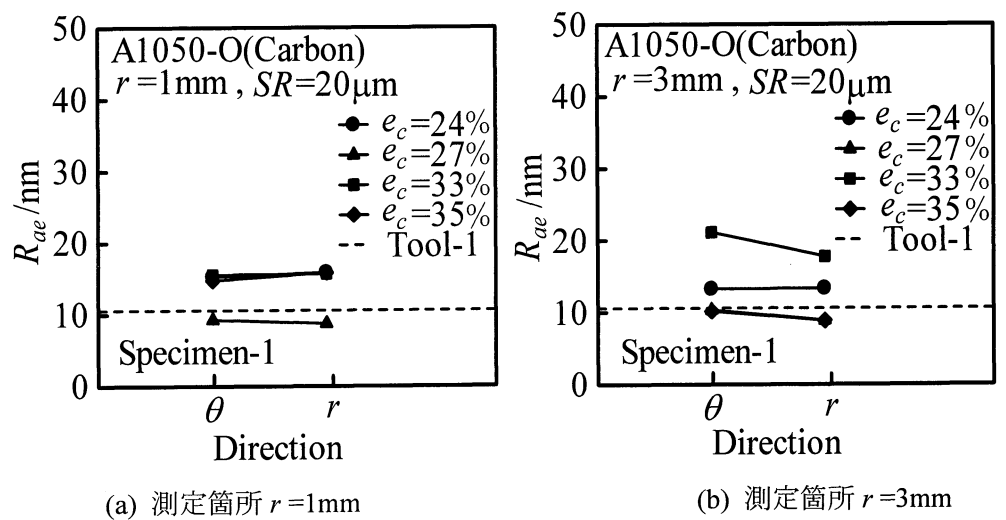


Fig. 3.12 R_{ae} と測定方向の関係($e_c=24\sim 35\%$)

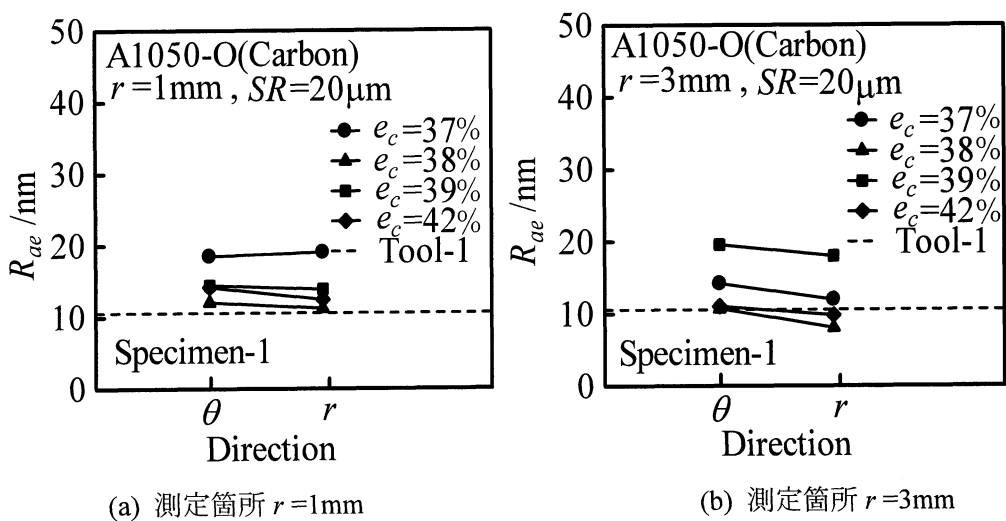
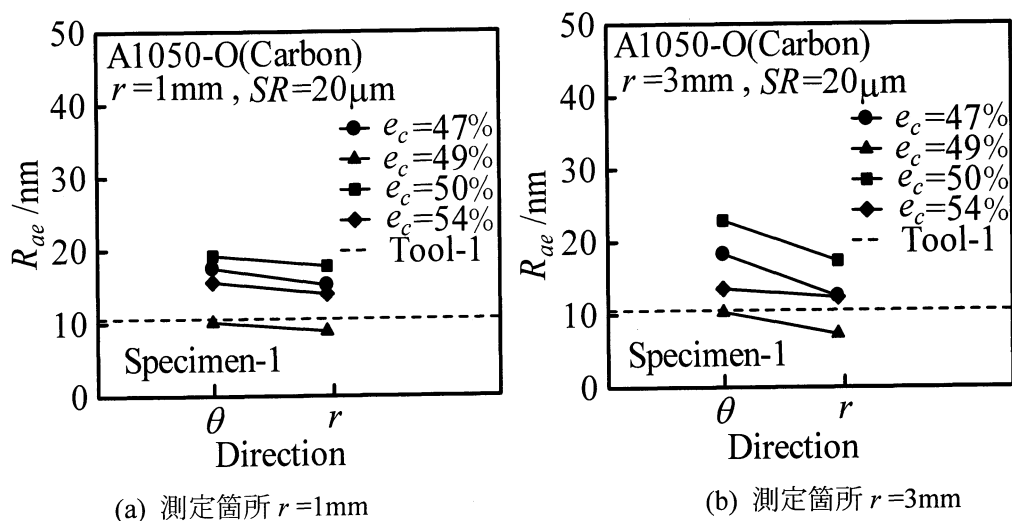


Fig. 3.13 R_{ae} と測定方向の関係($e_c=37\sim 42\%$)

Fig. 3.14 R_{ae} と測定方向の関係($e_c=47\sim54\%$)

3.3 有限要素法(FEM)解析結果

Fig. 3.15 に実験と FEM における荷重 P と圧縮率 e_c の関係の例を示す. なお, 実験の圧縮率 e_c は変位 S より求め, 変位 S は, 実験中の弾性変形を考慮して次の式より求めた.

$$S = Sr - DS \times \frac{P}{P_{MAX}} \quad / \text{mm} \quad (3.2)$$

ここで, Sr : レコーダ出力の変位, DS : 総弾性変形量(行程最後のレコーダ出力の変位 - (圧縮前の試験片の高さ(実測値) - 圧縮後の試験片の高さ(実測値))), P_{MAX} : 行程最後の荷重, P : 行程 Sr での荷重である. 実験と FEM はおおむね一致している.

Fig. 3.16 に試験片の変形の様子を示す. 中心部の相対すべり量は小さく, 外周部ほど相対すべり量が大きくなる傾向があることが分かる. また, 各実験における最終荷重と一致するように決定した摩擦係数 μ は, 圧縮率によってばらつきがあり, 各実験での潤滑状態は多少違いがあると考えられる.

Fig. 3.17 に FEM 解析による工具接触面圧 p と相対すべり量 L_s の関係を示す. 中央部である $L_s=0\text{mm}$ での面圧が非常に大きい, L_s が大きいほど面圧が小さくなっていることが分かる. また, 圧縮率 e_c が大きくなると面圧が大きくなることも分かる.

Fig. 3.18 に S_a と相対すべり量 L_s の関係を示す. ばらつきはあるが, 相対すべり量 L_s が大きくなるほど S_a が小さくなる傾向が見られた.

Fig. 3.7 において圧縮率 $e_c=20\%$ 以下と圧縮率が小さい場合に測定箇所による違いが大きいため, Fig. 3.19 に低圧縮率における算術平均面粗さ S_a と工具表面と試験片表面の相対すべり量 L_s の関係を示す. 比較のため, Tool-2 の $e_c=14\%$, 23% の結果も示す. Specimen-1 では L_s が大きくなるほど S_a が小さくなるが, Specimen-2 では Specimen-1 ほどの違いは見られない. 工具表面粗さが大きく, 圧縮率が小さい場合に平滑効果に与える材料流動の影響が大きいことがわかる.

Fig. 3.20 に Tool-1 の $e_c=49\%$ まで圧縮した試験片における測定方向の違いによる R_{ae} と相対すべり量 L_s の関係を示す。相対すべり量 L_s が大きくなるほど、円周方向と比較すると半径方向の方が R_{ae} が小さくなっている。円周方向より半径方向の方が材料流動による平滑効果が大きいと考えられる。

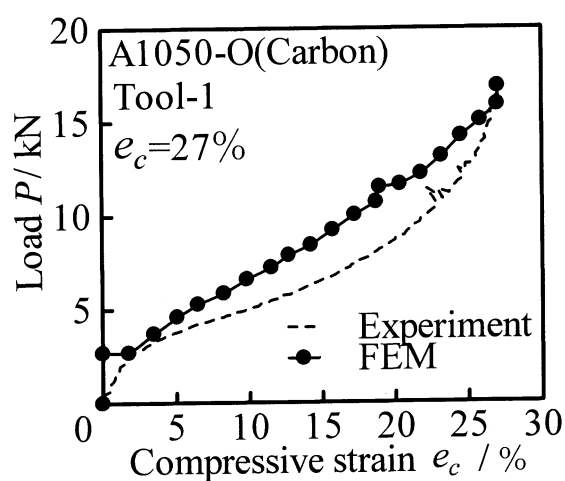


Fig. 3.15 荷重 P と圧縮率 e_c の関係

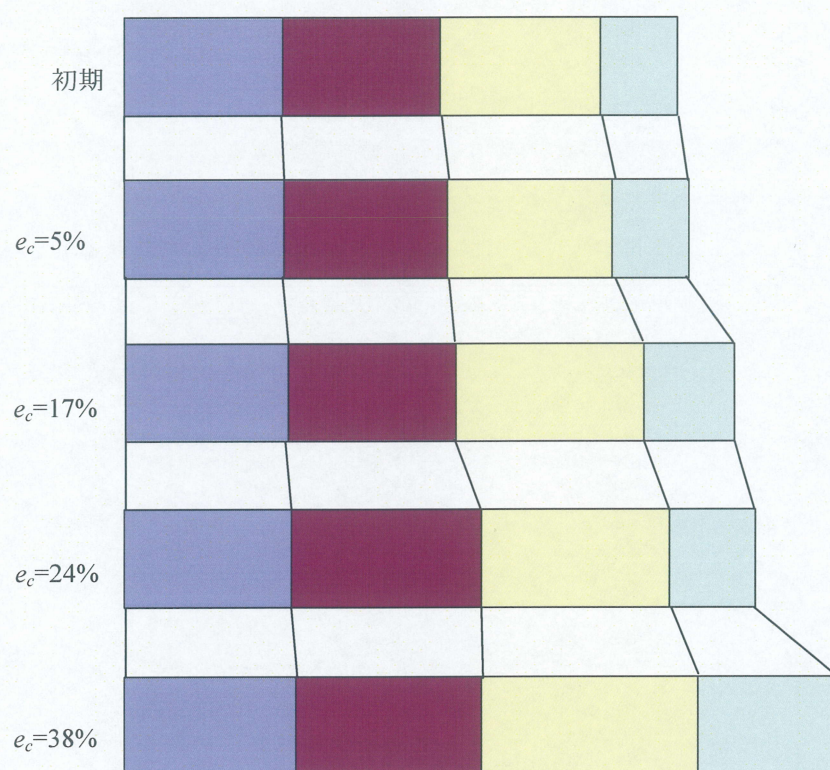
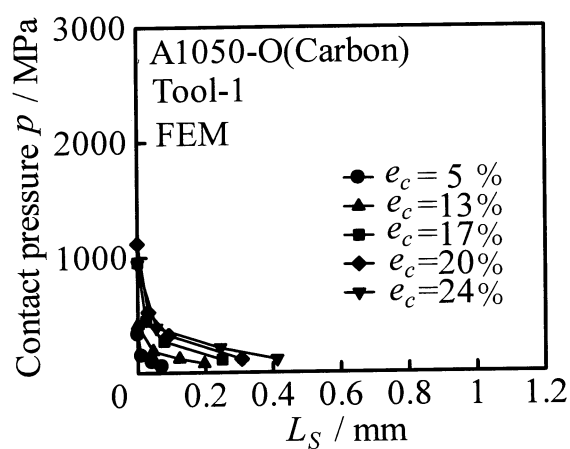
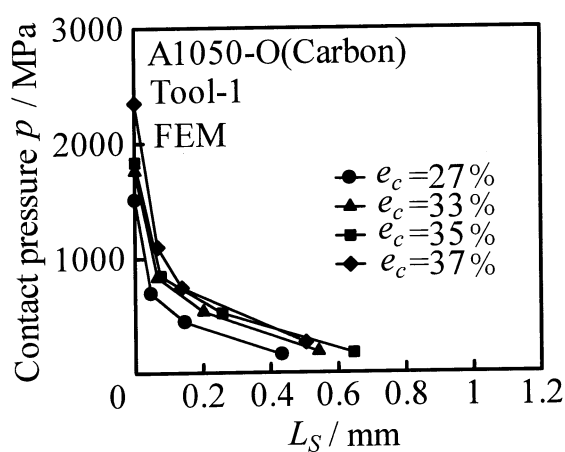
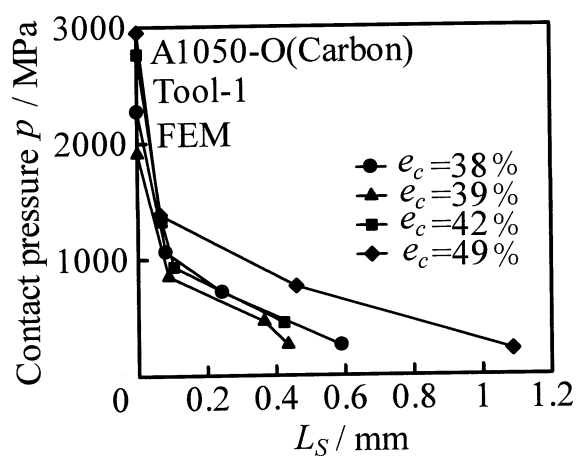
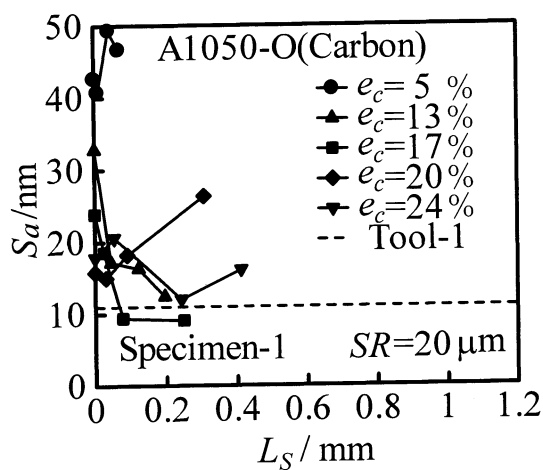
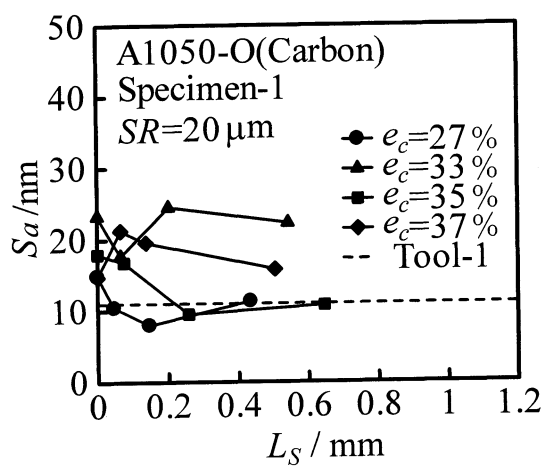
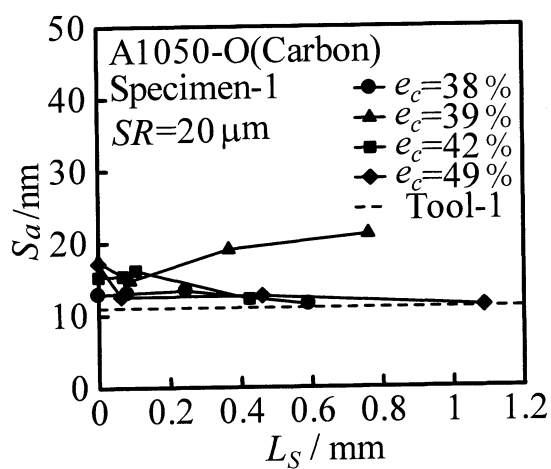


Fig. 3.16 FEM 解析による変形の様子

($e_c=5\%:\mu=0.18$, $e_c=17\%:\mu=0.285$, $e_c=24\%:\mu=0.175$, $e_c=38\%:\mu=0.38$, Tool-1, カーボン蒸着)

(a) $e_c=5\sim 24\%$ (b) $e_c=27\sim 37\%$ (c) $e_c=38\sim 49\%$ Fig. 3.17 FEM 解析による工具接触面圧 p と相対すべり量 L_S の関係

(a) $e_c=5\sim 24\%$ (b) $e_c=27\sim 37\%$ (c) $e_c=38\sim 49\%$ Fig. 3.18 S_a と相対すべり量 L_s の関係

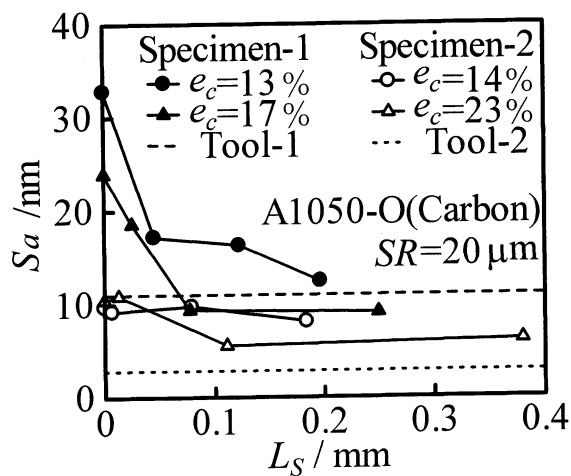


Fig. 3.19 S_a と相対すべり量 L_S の関係($e_c=13\sim 23\%$)

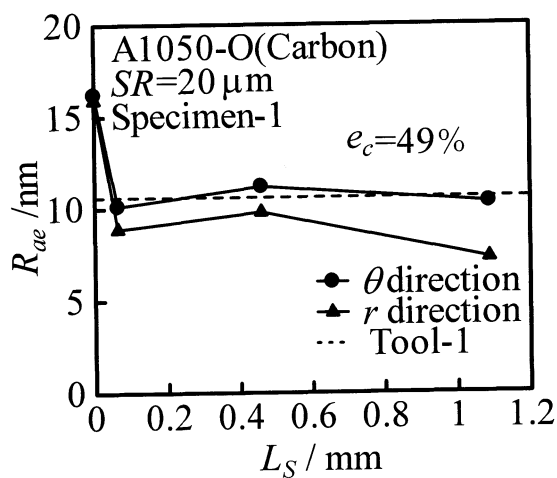


Fig. 3.20 測定方向の違いによる R_{ae} と相対すべり量 L_S の関係($e_c=49\%$)

第4章 菜種油を用いた圧縮加工による平滑化挙動

本章では工具表面に液体潤滑剤として菜種油を塗布することで工具と試験片表面の間の金属接触を避け、超平滑な表面を持った加工品を創成することを目的として、アルミニウム焼なまし材の圧縮加工を行った結果を示す。

なお、結果の整理においては第3章と同様に、表面粗さ計による表面の観察、AFMによる表面の観察、FEM解析による変形シミュレーションを行い、超平滑面の創成挙動について検討した。

4.1 圧縮率と表面粗さの関係

Fig. 4.1 に圧縮前と最も平滑化が進んだ圧縮率 $e_c=45\%$ の試験片の外観を示す。圧縮加工により試験片表面が鏡面化された様子がわかる。

Fig. 4.2 に触針式表面粗さ計より得られた工具と圧縮試験前後の試験片表面の算術平均粗さ R_a を示す。第3章と同様に、工具表面粗さの影響を調べるため、山口の結果も示す。Specimen-1, Specimen-2 共に e_c が大きくなるに従って R_a が小さくなっている。工具表面粗さの違いはあまり見られない。Specimen-1 では Specimen-2 よりも工具の R_a に近い値に平滑化することができた。Specimen-2 においては、 $e_c > 30\%$ においても平滑化が進んでいることから、カーボン蒸着工具を用いた場合よりも大きな e_c でも試験片表面が荒れずに平滑化されることがわかる。

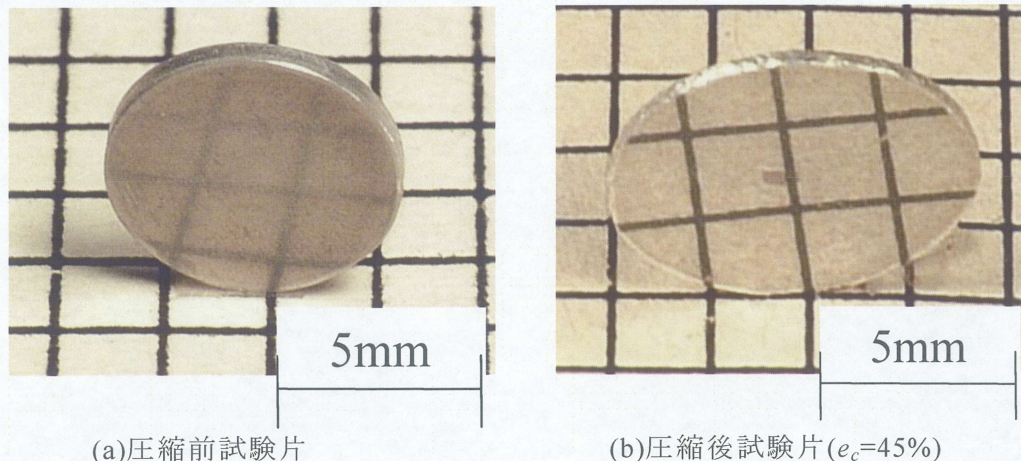


Fig. 4.1 圧縮試験前後のアルミニウム焼なまし材試験片の外観 (Tool-1, 菜種油)

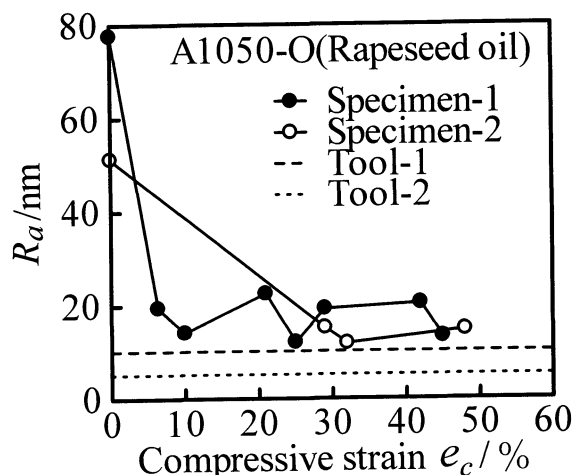


Fig. 4.2 算術平均粗さ R_a と圧縮率 e_c の関係

4.2 原子間力顕微鏡(AFM)による表面の観察と評価

AFM を用いて試験片の局所的な観察を行った。Fig. 4.3 に初期表面の AFM 像を、Fig. 4.4 に最も平滑化が進んだ圧縮率 $e_c=45\%$ の試験片の AFM 像を示す。中央部に位置する測定箇所 $r=0\text{mm}$ では表面が粗くなっているが、その他の測定箇所では表面の様子に大きな違いは見られない。また、カーボン蒸着工具を用いた場合のような顕著な材料流動も見られない。

Fig. 4.5 に圧縮試験前後の試験片表面および工具表面の S_a と圧縮率 e_c の関係を示す。 $e_c=29\%$ の $r=0\text{mm}$ を除き、おおむね e_c が大きくなるほど S_a は小さくなっており、平滑化が進んでいる。 $e_c=29\%$ 程度までは中央部である $r=0\text{mm}$ の S_a が大きく、外周部分である $r=3\text{mm}$ の S_a が小さくなっているが、それ以上の圧縮率では測定箇所の違いはそれほど見られない。圧縮率によっては工具と同じかそれ以上の平滑度が得られている。

Fig. 4.6 に測定箇所 $r=0\text{mm}$, $r=1\text{mm}$, $r=2\text{mm}$, $r=3\text{mm}$ の S_a と圧縮率 e_c の関係を示す。比較のため、Tool-2 の結果も示す。おおむね Specimen-2 の方が S_a が小さくなっているが、それほど大きな違いは見られない。

Fig. 4.7 に圧縮率 $e_c=6\sim 25\%$, $e_c=29\sim 45\%$ の S_a と測定箇所 r の関係を示す。ばらつきはあるが、中央部の $r=0\text{mm}$ では S_a が大きく、 r が大きくなるほど S_a が小さくなる傾向が見られる。特に $e_c \leq 29\%$ で中央部分と比べて外周部分の S_a が小さくなっており、しごき効果の影響が大きいことがわかる。しかし、それ以上圧縮率が大きくなると中央部分と外周部分の差は小さくなっている。

また、AFM 測定における測定方向による違いを検討するため、第 3 章と同様に、 R_{ae} の測定も同時に行った。Fig. 4.8 に AFM 画像から得た断面曲線の例を示す。菜種油を用いた場合では、Fig. 4.8(b)に示すような深い溝が見られた。これは、液体潤滑剤である菜種油が部分的に閉じ込められ、オイルピットができたものと考えられる。このため、菜種油を用いた場合では測定箇所によるばらつきが大きくなった。

Fig. 4.9 と Fig. 4.10 に R_{ae} と測定方向の関係を示す。Fig. 4.9 は圧縮率 $e_c=6\sim 25\%$ の場合、Fig. 4.10 は圧縮率 $e_c=29\sim 45\%$ の場合である。中央部に近い測定箇所 $r=1\text{mm}$ では円周方向と半径方向の差はほとんど見られないが、外周部の測定箇所 $r=3\text{mm}$ では、特に材料流動が大きい高圧縮率において、円周方向よりも半径方向の R_{ae} の値が小さくなっており、潤滑状

態が良いときはカーボン蒸着工具の場合と同様に材料流動が大きいところで半径方向の方がより平滑化される傾向が見られる。

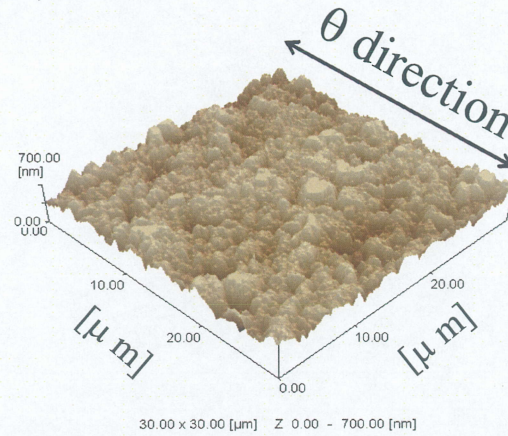


Fig. 4.3 試験片初期表面の AFM 像の例($e_c=0\%$, $SR=20\mu\text{m}$)

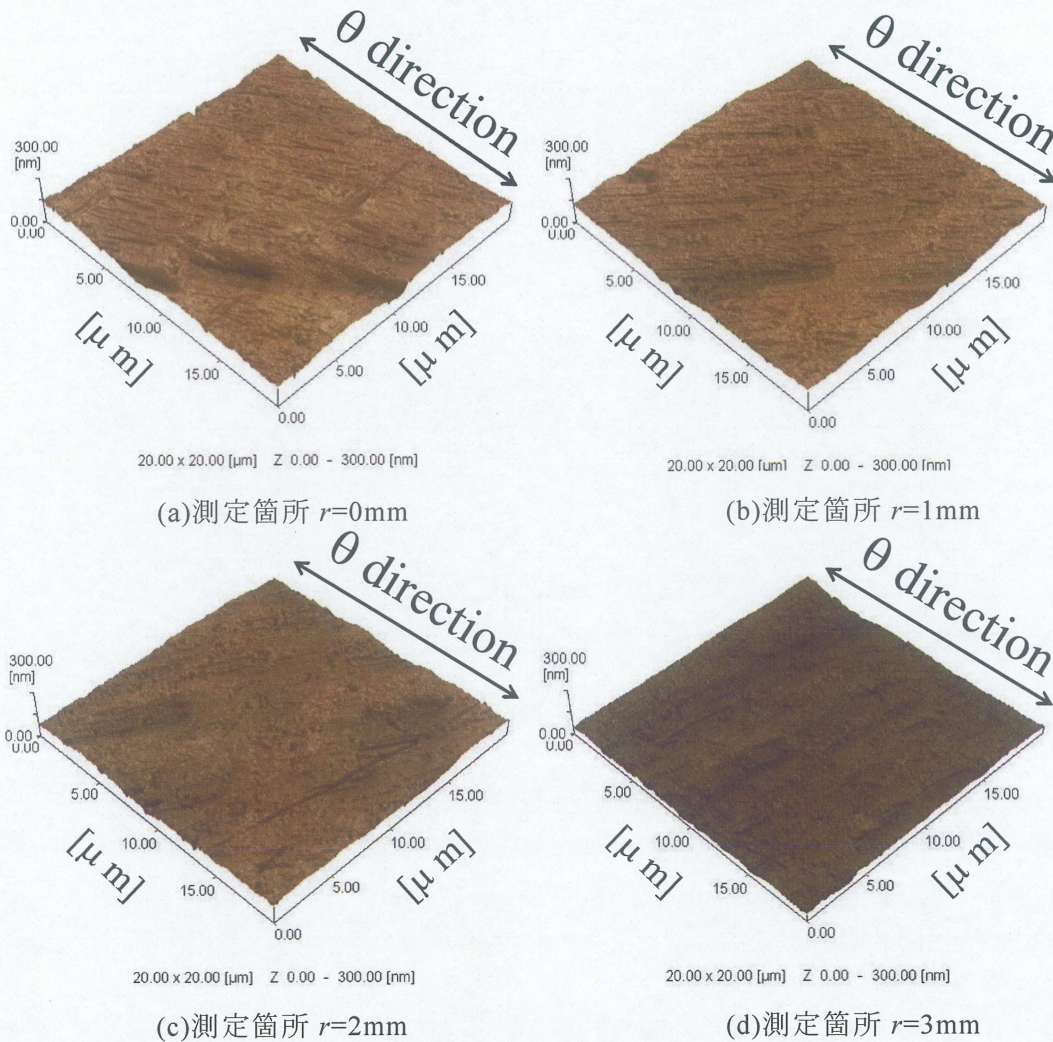
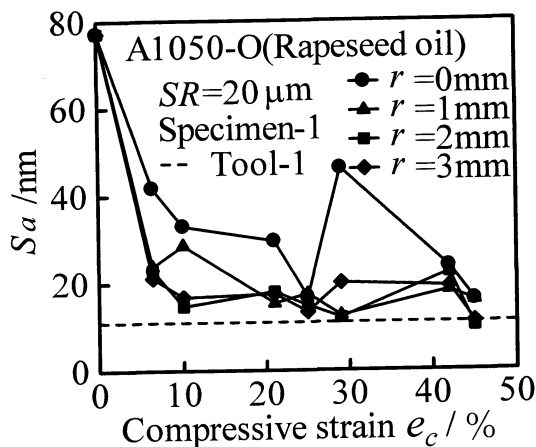
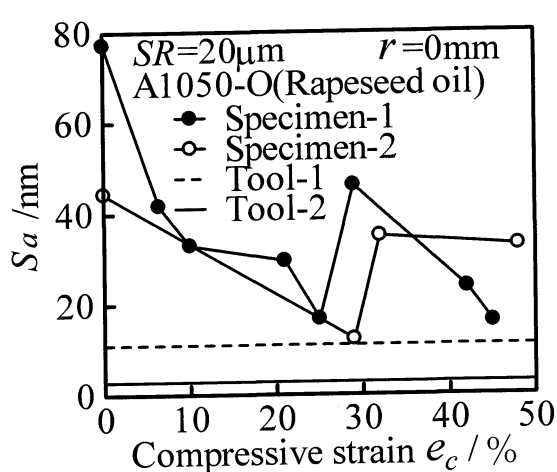
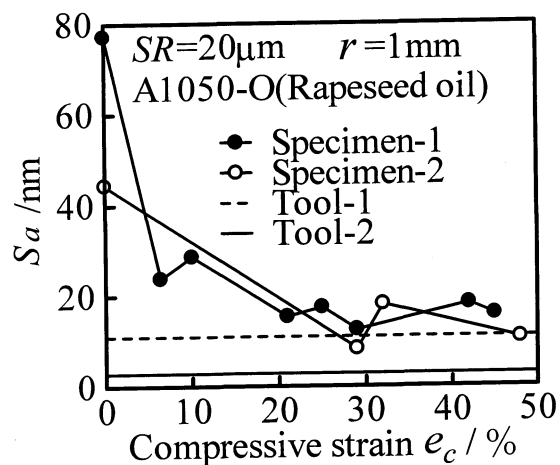
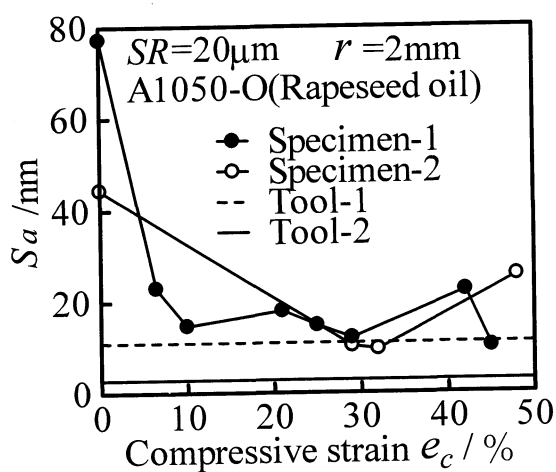
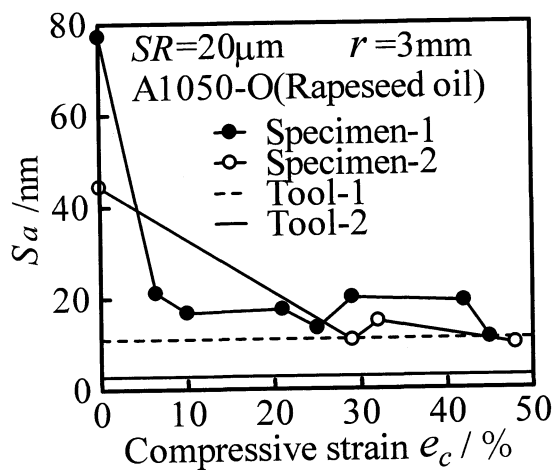
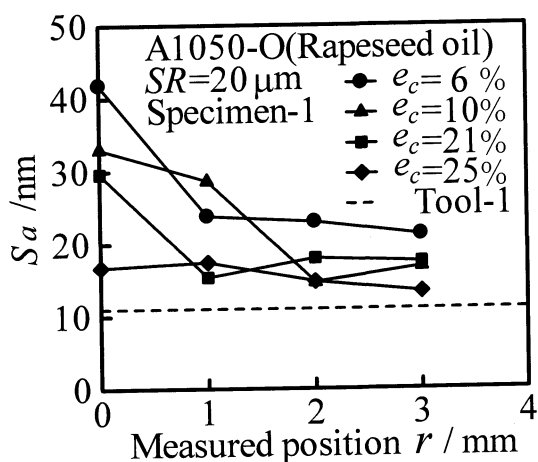
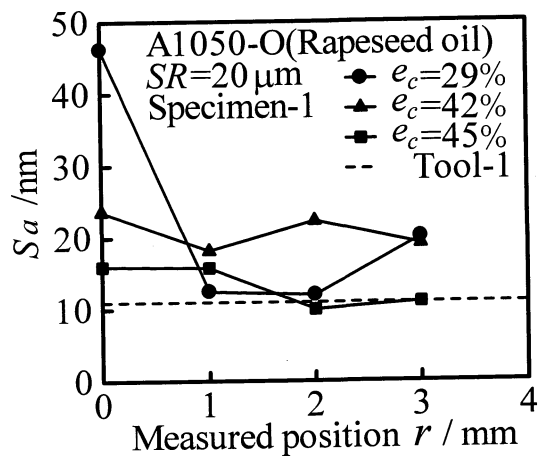
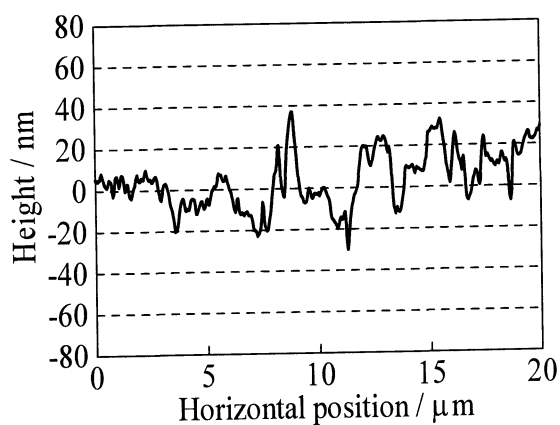
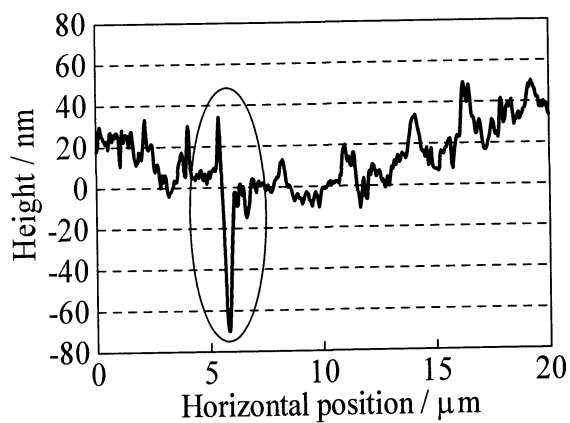
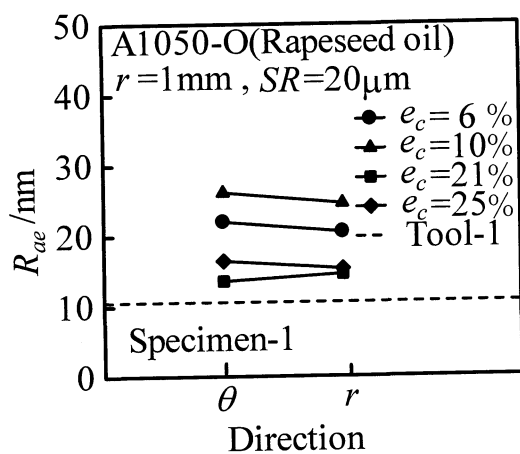
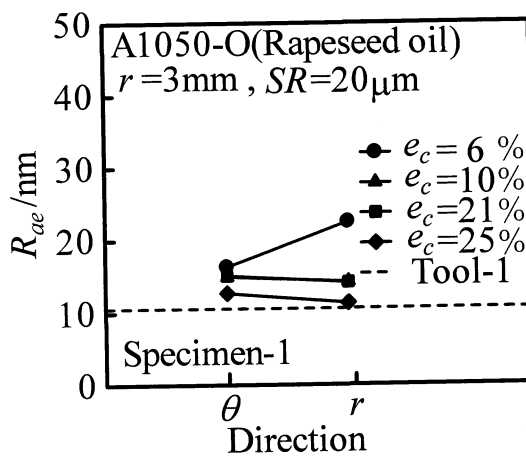
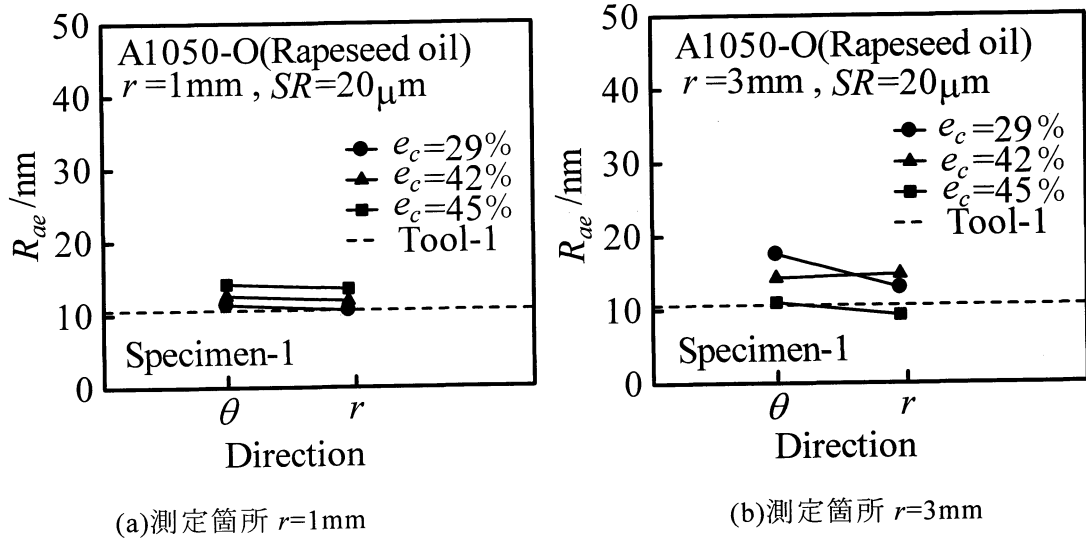


Fig. 4.4 圧縮試験後の試験片表面の AFM 像の例($e_c=45\%$, $SR=20\mu\text{m}$, Tool-1, 菜種油)

Fig. 4.5 S_a と圧縮率 e_c の関係 (Tool-1)(a) 測定箇所 $r=0\text{mm}$ (b) 測定箇所 $r=1\text{mm}$ (c) 測定箇所 $r=2\text{mm}$ (d) 測定箇所 $r=3\text{mm}$ Fig. 4.6 S_a と圧縮率 e_c の関係

(a) $e_c=6\sim 25\%$ (b) $e_c=29\sim 45\%$ Fig. 4.7 S_a と測定箇所 r の関係(a) カーボン蒸着工具を用いた場合
($e_c=50\%$, $r=2\text{mm}$, 円周方向)(b) 菜種油を用いた場合
($e_c=42\%$, $r=2\text{mm}$, 円周方向)Fig. 4.8 AFM 画像から得た断面曲線の例($SR=20\mu\text{m}$)(a) 測定箇所 $r=1\text{mm}$ (b) 測定箇所 $r=3\text{mm}$ Fig. 4.9 R_{ae} と測定方向の関係($e_c=6\sim 25\%$)

Fig. 4.10 R_{ae} と測定方向の関係($e_c=29\sim45\%$)

4.3 有限要素法(FEM)解析結果

Fig. 4.11 に実験と FEM における荷重 P と圧縮率 e_c の関係の例を示す．なお，実験の圧縮率 e_c は，第 3 章と同様にして求めた．菜種油を使用した実験においても，実験と FEM はおおむね一致している．

Fig. 4.12 に FEM 解析による試験片の様子を示す．中心部の相対すべり量は小さく，外周部ほど相対すべり量が大きくなる傾向があることがわかる．また，各実験における最終荷重と一致するように決定した摩擦係数 μ は，圧縮率によってばらつきがあり，各実験での潤滑状態は多少違いがあると考えられる．

Fig. 4.13 に圧縮率 $e_c=6\sim25\%$, $e_c=29\sim45\%$ の FEM 解析による工具接触面圧 p と相対すべり量 L_s の関係を示す．カーボン蒸着工具を使用した場合と同様に中央部である $L_s=0\text{mm}$ での面圧が非常に大きい， L_s が大きいほど小さくなっていることがわかる．また，圧縮率 e_c が大きくなると面圧が大きくなることもわかる．

Fig. 4.14 に圧縮率 $e_c=6\sim25\%$, $e_c=29\sim45\%$ の S_a と相対すべり量 L_s の関係を示す．相対すべり量 L_s が大きくなるほど S_a が小さくなる傾向が見られたが，圧縮率が小さい場合の $L_s=0\text{mm}$ を除いて，相対すべり量 L_s の違いによる S_a にそれほど大きな違いは見られなかった．

Fig. 4.15 に Tool-1 の $e_c=29\%$ まで圧縮した試験片における測定方向の違いによる R_{ae} と相対すべり量 L_s の関係を示す．円周方向，半径方向ともに相対すべり量 L_s が大きくなるほど R_{ae} が小さくなる傾向があるが，半径方向の方が R_{ae} が小さくなっていることから，円周方向より半径方向の方が材料流動による平滑効果が大きいと考えられる．

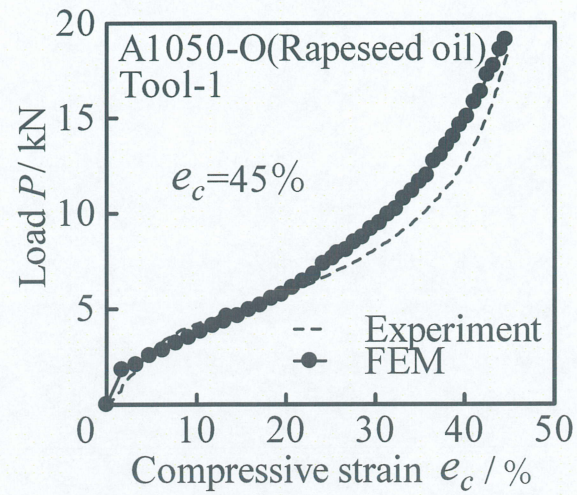
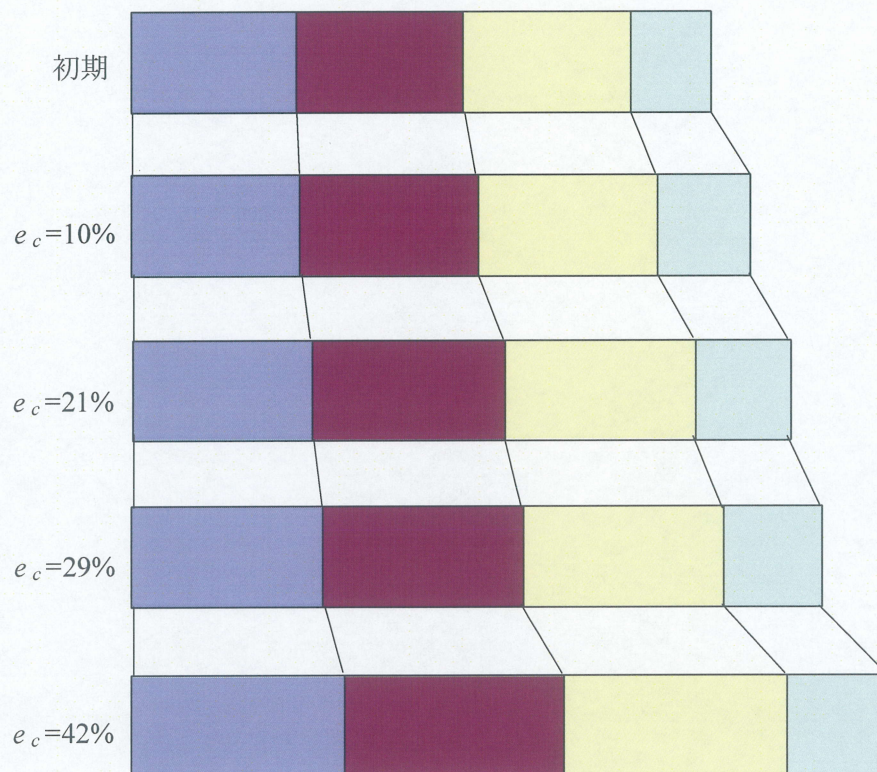


Fig. 4.11 荷重 P と圧縮率 e_c の関係



($e_c=10\%:\mu=0.21$, $e_c=21\%:\mu=0.14$, $e_c=29\%:\mu=0.093$, $e_c=42\%:\mu=0.060$, Tool-1, 菜種油)

Fig. 4.12 FEM 解析による試験片の変形の様子

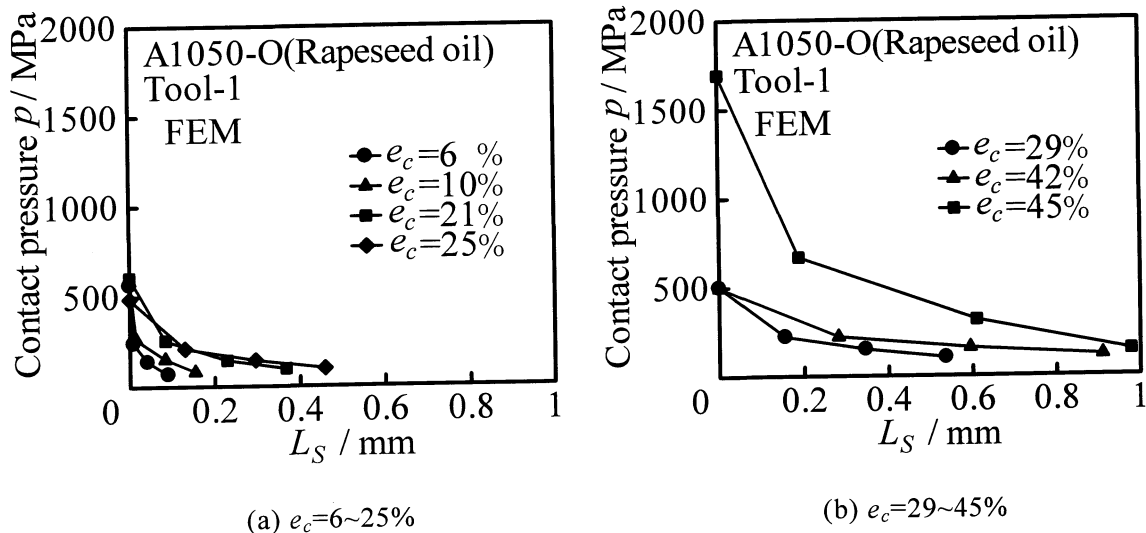


Fig. 4.13 FEM 解析による工具接触面圧 p と相対すべり量 L_s の関係

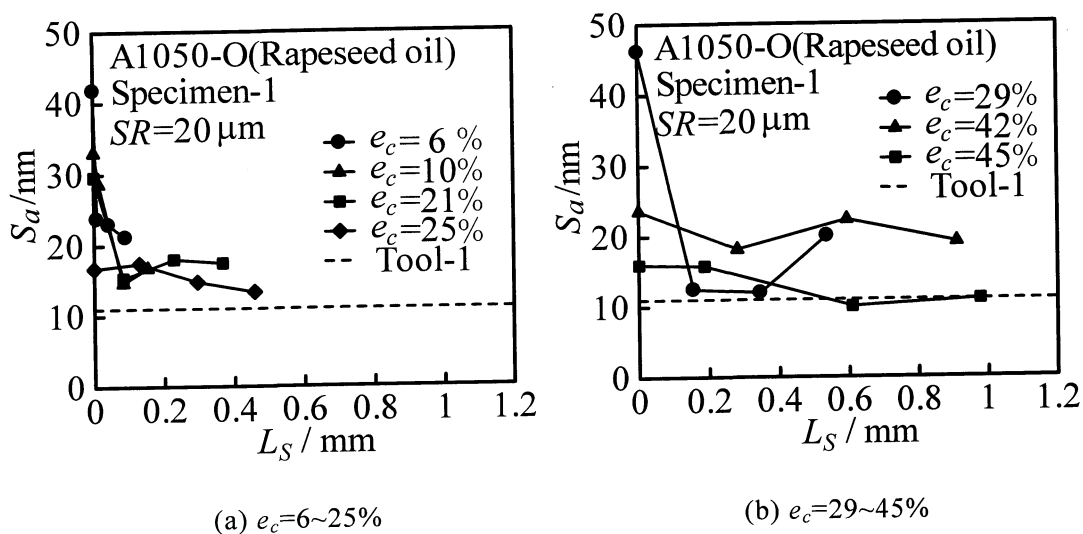


Fig. 4.14 S_a と相対すべり量 L_s の関係

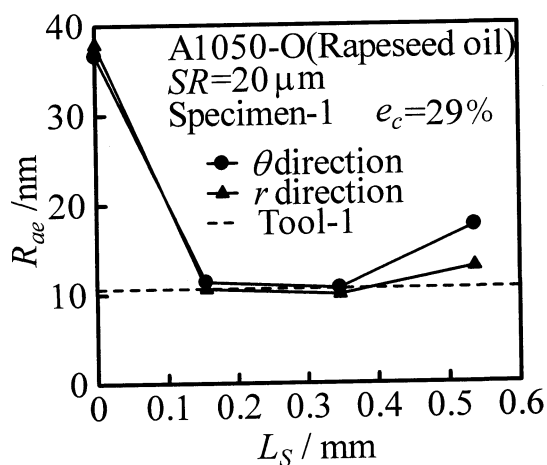


Fig. 4.15 測定方向の違いによる R_{ae} と相対すべり量 L_s の関係 ($e_c = 29\%$)

第5章 圧縮加工における工具表面処理の影響

本章では、工具表面処理の違いが平滑化に及ぼす影響について検討した。なお、結果の整理では、表面粗さ計による表面の観察、AFM による表面の観察、FEM 解析による変形シミュレーションについて、工具表面処理の影響を検討した。

5.1 圧縮率と表面粗さの関係

Fig. 5.1 に触針式表面粗さ計より得られた工具と圧縮試験後の試験片表面の算術平均粗さ R_a を示す。 R_a に大きな違いは見られないが、カーボン蒸着の方が小さな値を得ることができた。

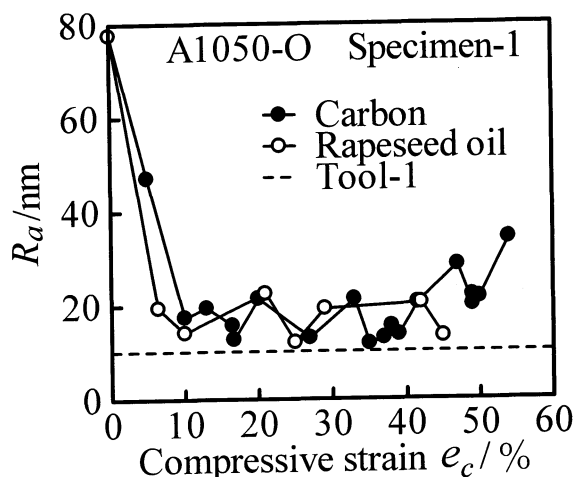


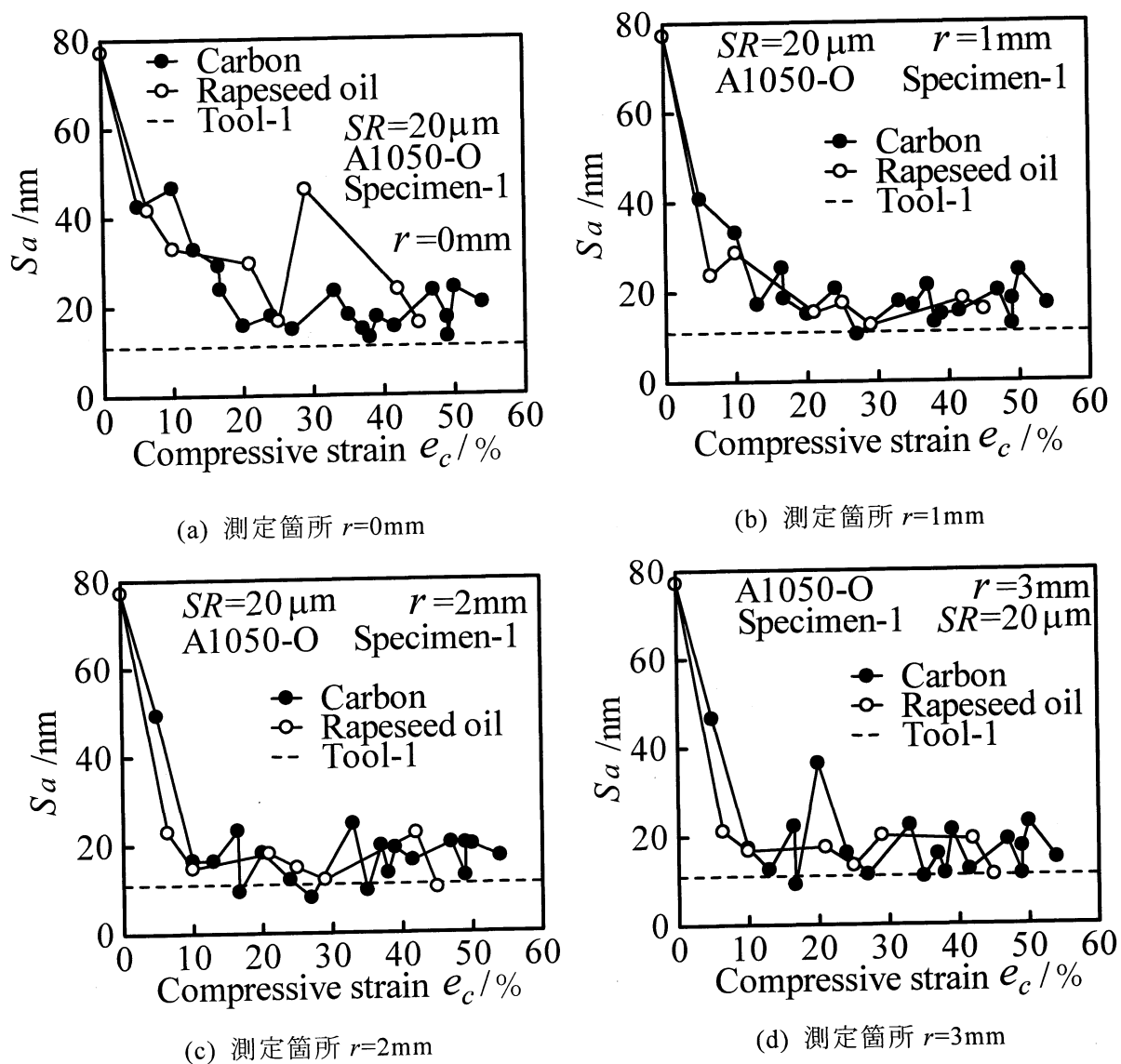
Fig. 5.1 算術平均粗さ R_a と圧縮率 e_c の関係

5.2 原子間力顕微鏡(AFM)による表面の観察と評価

Fig. 5.2 に測定箇所 $r=0\text{mm}$, $r=1\text{mm}$, $r=2\text{mm}$, $r=3\text{mm}$ の算術平均面粗さ S_a と圧縮率 e_c の関係を示す。いずれの条件においても、材料流動の影響から外周部ほど平滑化されている傾向が見られる。中心部でのばらつきは大きいものの、各条件で同程度の S_a となっている。

Fig. 5.3 と Fig. 5.4 に試験片表面の AFM 像を示す。(a) と (b) は条件が同じで測定位置がわずかに異なる AFM 像である。カーボン蒸着工具の場合は S_a に大きな差はあまり見られなかったが、菜種油の場合は、Fig. 5.4(b) に示すようなオイルピットと思われる大きな溝が見られ、場所によって測定値のばらつきが大きくなった。このオイルピットは、面圧の高い中心部付近の $r=0\text{mm}$, $r=1\text{mm}$ で多く見られた。

最も平滑化されたのは、カーボン蒸着工具を用いた圧縮率 $e_c=27\%$ の $r=2\text{mm}$ で、 $S_a=8\text{nm}$ であった。

Fig. 5.2 S_a と圧縮率 e_c の関係

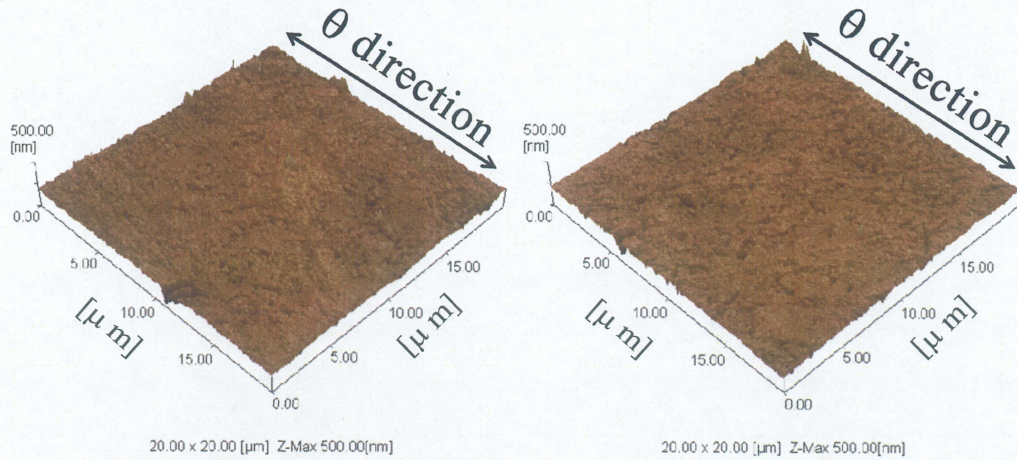


Fig. 5.3 試験片表面の AFM 像(カーボン蒸着, $e_c=49\%$, $SR=20\mu\text{m}$)

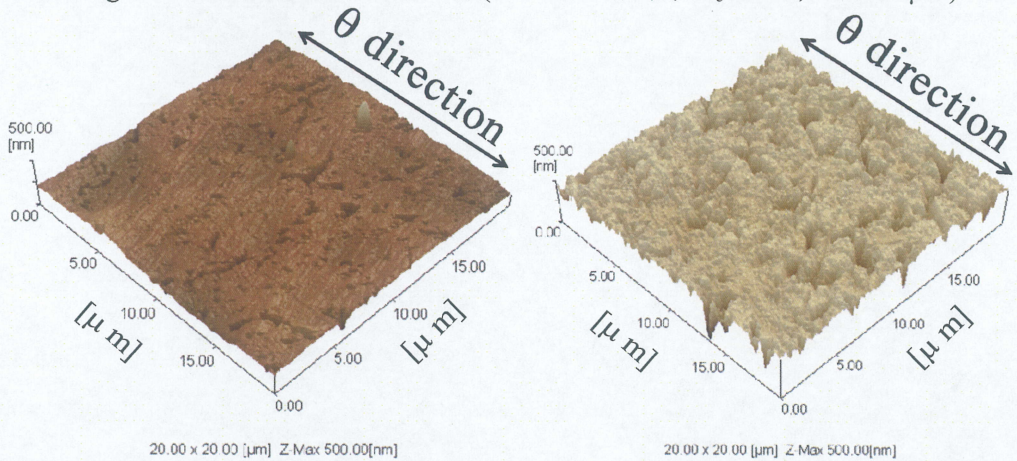
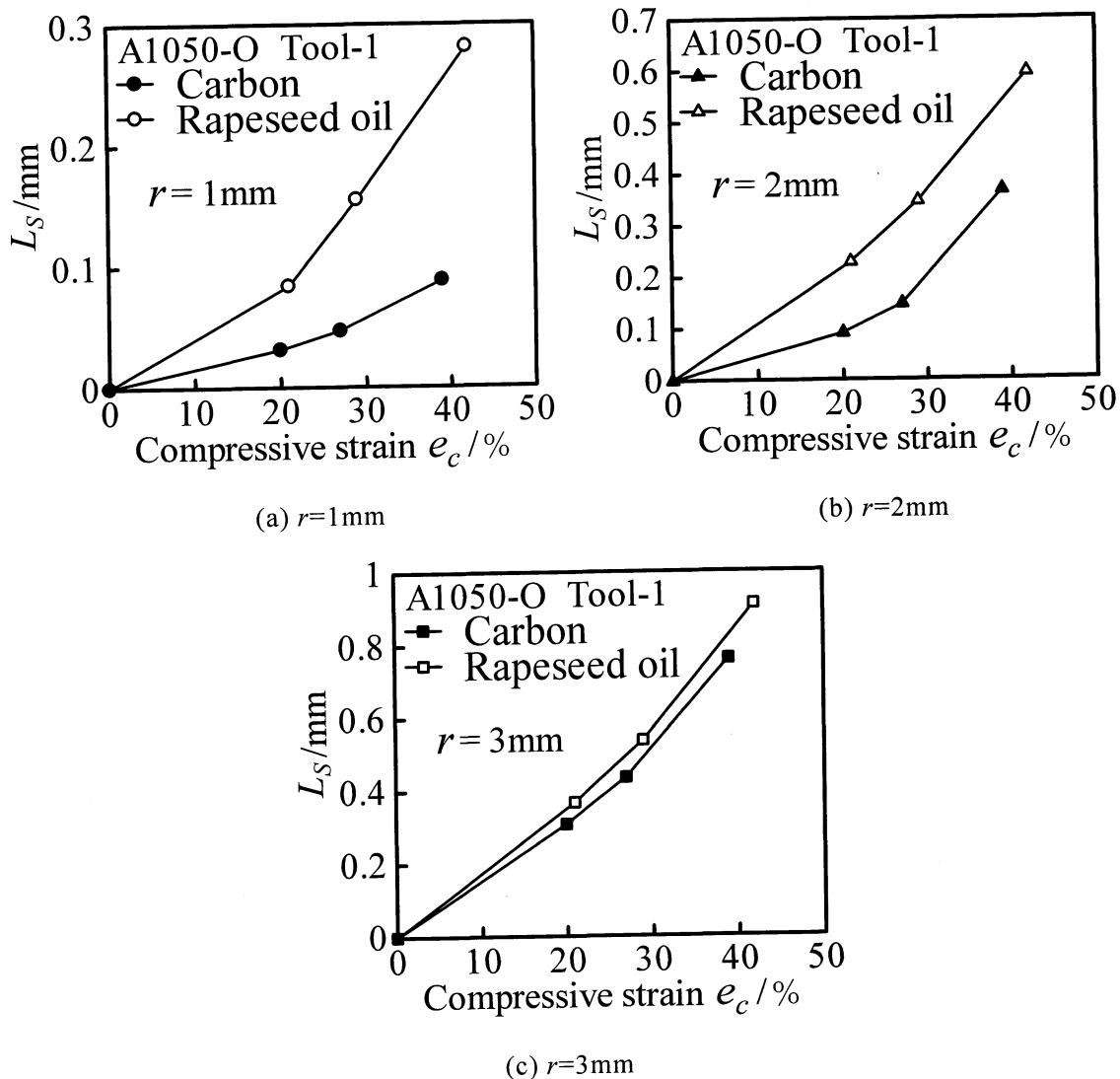
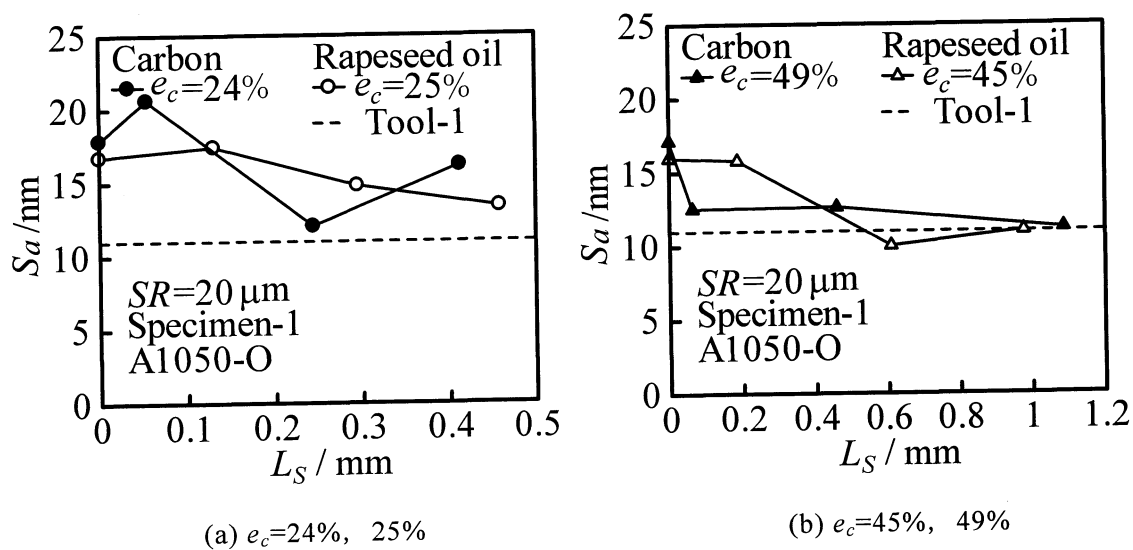


Fig. 5.4 試験片表面の AFM 像(菜種油, $e_c=10\%$, $SR=20\mu\text{m}$)

5.3 有限要素法(FEM)解析結果

Fig. 5.5 に相対すべり量 L_S と圧縮率 e_c の関係を示す. Fig. 5.5(a)は測定箇所 $r=1\text{mm}$ の場合, Fig. 5.5(b)は測定箇所 $r=2\text{mm}$ の場合, Fig. 5.5(c)は測定箇所 $r=3\text{mm}$ の場合である. 中心部の $r=1\text{mm}$ においては, カーボン蒸着より菜種油を用いた方が L_S が大きくなっているのがわかるが, $r=2\text{mm}$ になると L_S の差が少なくなり, $r=3\text{mm}$ ではほぼ同じ値となっている. したがって, 中心部付近では菜種油を用いた方が L_S が大きいことがわかった.

Fig. 5.6 に S_a と相対すべり量 L_S の関係を示す. カーボン蒸着と菜種油ともに相対すべり量 L_S が大きくなるほど S_a が小さくなる傾向は見られるが, 明確な違いは見られなかった.

Fig. 5.5 相対すべり量 L_S と圧縮率 e_c の関係Fig. 5.6 S_a と相対すべり量 L_S の関係

第 6 章 加工品表面のフラクタル解析

前章までは、表面粗さ計による表面の観察、AFM による表面の観察、FEM 解析による変形シミュレーションを行い、試験片表面を粗さの観点から評価した。本章では、試験片表面の凹凸形状を複雑さという観点から評価することで超平滑面の創成挙動を検討するために、試験片表面のフラクタル解析を行った。

6.1 フラクタルの説明

フラクタル(fractal)とは、1975 年にフランスの数学者 Mandelbrot⁽¹⁶⁾によって提唱された幾何学の概念であり、ラテン語の *fractus* が語源となっている。これは特徴的な長さを持たないような図形や構造、現象などの総称のことである。特徴的な長さを持たない図形とは、言い換えれば近似が難しい図形のことである。例えば車を直方体で近似できるようにフラクタル図形を何か単純な図形で近似することは出来ない。つまりここで言う特徴的な長さとは、その対象に付随する代表的な長さを指す。フラクタルの概念の基本は、「きわめて複雑な図形であってもそれはごく単純な図形の繰り返しによって出来上がっているとみなす」ことにある。

フラクタルには、自己相似フラクタルと自己アフィンフラクタルの 2 つの種類がある。自己相似フラクタルとは、図形の一部を等方的に拡大すると全体と全く同じ形状になる厳密な自己相似フラクタルと、ほぼ同じ形状になる統計的な自己相似フラクタルのことを指す。厳密な自己相似フラクタルの例としては、Fig. 6.1 に示すコッホ曲線、Fig. 6.2 のシルピンスキーのギャスケット、Fig. 6.3 のカントール集合などが挙げられる。また、統計的な自己相似フラクタルの例としては、山や谷などの地表や海岸線等の地形、河川の蛇行や分岐の様子、肺や血管の構造、植物の構造が挙げられる⁽¹⁷⁾。

これに対して自己アフィンフラクタルとは、図形の一部を等方的に拡大するのではなく異方的に拡大したとき全体と全く同じ形状になる厳密な自己アフィンフラクタルと、ほぼ同じ形状になるという統計的な自己アフィンフラクタルのことを指す。自己アフィンフラクタルの例としては、金属表面プロフィールや Mandelbrot と Van Ness のフラクショナル・ブラウン運動⁽¹⁸⁾が挙げられる。

このようにフラクタルは、拡大しても元の形状と同じように複雑であるために接線、接平面の引きようがなく、微分を定義できないという特徴を持つ。

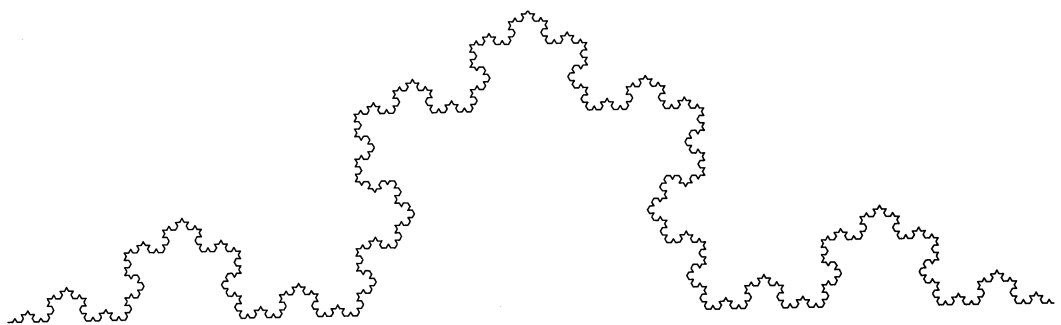


Fig. 6.1 コッホ曲線

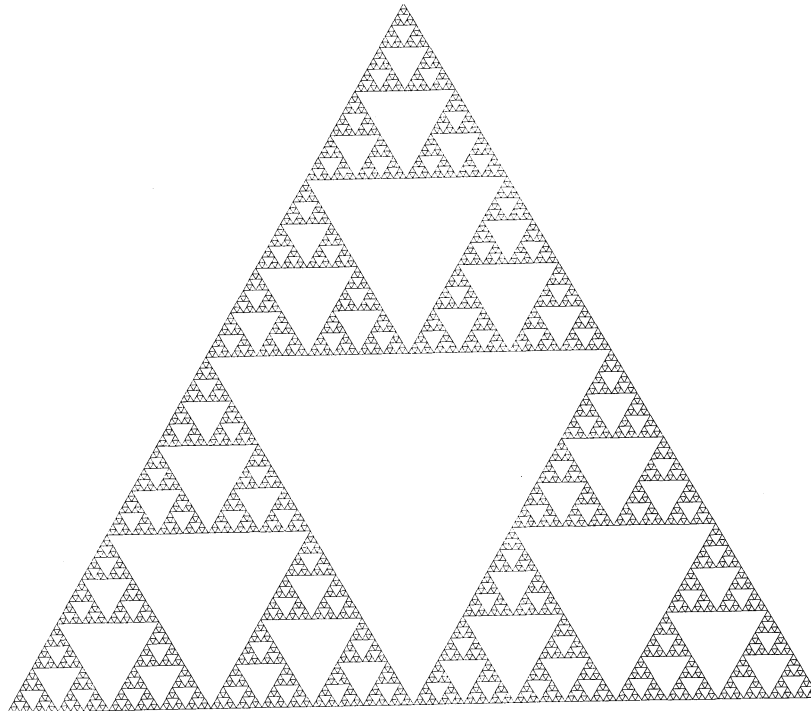


Fig. 6.2 シルピンスキーのギヤスケット



Fig. 6.3 カントール集合

6.2 フラクタル次元の決定法

通常，フラクタル特性を定量化するのにフラクタル次元が用いられる．その物理的意味は扱う対象によって異なるので一般的な説明は困難であるが，直感的に説明すると「フラクタル次元が大きいとは，曲線(輪郭を含む)や曲面の形状がより複雑であること」⁽¹⁹⁾ということであり，曲線，曲面の複雑性を示す指標である．

ユークリッド幾何学において，点は0次元，直線は1次元，平面は2次元，空間は3次元，そして相対論では空間は4次元となる⁽¹⁷⁾．これらの次元は全て整数であり，その数字は独立に選べる変数の数と一致する．しかし，フラクタル次元は非整数の次元を持つという特徴を持つ．その整数部はどの次元の空間内にあるのかを示し，小数部は図形の複雑さを示す．

これまでにフラクタル次元の測定法として各種方法が試されてきたが，確立されたものがない上，得られたフラクタル次元相互の理論的關係も明らかではない．そのため本研究では，対象表面の横断面形状を評価するために零点集合法を，縦断面形状を評価するためにパワースペクトル法を用いてフラクタル次元を求めた．

6.2.1 零点集合次元

零点集合とは、曲面 $V(x, y)$ に対して $V(x, y) - V_0 = 0$ となるすべての点の集合、すなわちある物体の表面を基準面で切ったときの切り口の輪郭を指す。この方法は「表面が自己アフィンであっても面内等方性であれば得られる零点集合要素は自己相似となり、そのフラクタル次元は表面の次元より 1 だけ小さくなる」という原理に基づいている。ここで、零点集合要素である周囲長と面積を測定すればフラクタル次元を求めることができる。Fig. 6.4 に零点集合法の原理を模式図で示す。図に示す零点集合要素から零点集合次元を求めるためには次のような測度の関係を用いる。

一般に、物体の測度には次の関係が成立する。ここでいう測度とは 1 次元測度が長さ、2 次元測度が面積、3 次元測度が体積というように長さや面積を一般化した概念である。

$$L \propto A^{1/2} \propto V^{1/3} \quad (6.1)$$

ここで、 L は長さ、 A は面積、 V は体積である。 D 次元測度を持つフラクタル物理量を X とするとき式(4.1)は次式のように一般化できる⁽¹⁷⁾。

$$L \propto A^{1/2} \propto V^{1/3} \propto X^{1/D} \quad (6.2)$$

零点集合要素の面積を A 、周囲長を X として、両対数グラフに表すと直線の勾配 α が得られる。したがって X は式(6.2)より次式で表すことができる。

$$X \propto A^{D/2} \quad (6.3)$$

したがって、 $D=2\alpha$ がフラクタル次元となる。以降、零点集合法のフラクタル次元を D_z で表すことにする。

なお零点集合法は、表面プロファイルがランダム性、一様性、等方性を持つときに有効であるとの指摘があり、金属表面は多少なりとも面内異方性を持つと考えられるが、本研究では面内等方性を仮定することにした。

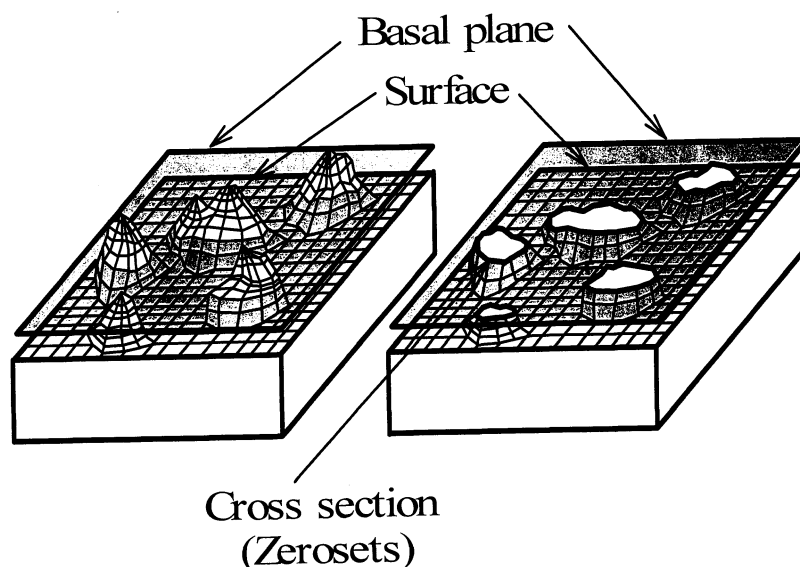


Fig. 6.4 零点集合法の概要

6.2.2 パワースペクトル次元

パワースペクトル次元とは、表面断面曲線に対して FFT 解析を行い、得られるパワースペクトル密度 S_p と波長 λ との関係から得られる。まず、フーリエ変換⁽²⁰⁾の説明から行う。

与えられた信号の中に、どのような周波数の成分が含まれているかを調べるのが周波数分析である。精度の高い周波数分析を行うにはコンピュータによるデジタル処理が必要となり、コンピュータを使った周波数分析の基本となる考え方がフーリエ変換である。

アナログ非周期信号 $x(t)$ に対するフーリエ変換は、

$$X(f) = \int_{-\infty}^{\infty} x(t) e^{-j2\pi ft} dt \quad (6.4)$$

で定義される。デジタル信号(離散信号)の周波数分析を扱う場合には、フーリエ変換も離散値に対して定義されなければならない。

離散信号 $x_n = x(n)$ ($n = 0, 1, 2, \dots, n$) の離散フーリエ変換(DFT)は、

$$X_k = \sum_{n=0}^{N-1} x_n e^{-j2\pi nk/N} \quad (6.5)$$

で定義される。 X_k は複素フーリエ係数、 n はデータ番号、 N はデータ数である。式(6.5)を分解して、正弦波、余弦波成分で表すと、

$$A_k = \sum_{n=0}^{N-1} x_n \cos(2\pi nk/N) \quad (6.6)$$

$$B_k = \sum_{n=0}^{N-1} x_n \sin(2\pi nk/N) \quad (6.7)$$

とおくと

$$X_k = A_k - jB_k$$

と書け、 A_k 、 B_k と X_k の関係は、

$$|X_k|^2 = A_k^2 + B_k^2 \quad (6.8)$$

となる。 X_k の 2 乗値がパワースペクトルである。

式(6.4)を直接計算するとデータ数 N に対し N^2 回の複素計算を要し、コンピュータの計算時間がほぼ乗除算の回数に比例することから、妥当な精度で周波数分析結果を得るためには、かなりの時間がかかってしまう。そこで、式(6.5)を実際に計算するときには、高速フーリエ変換(FFT)を用いる。この方法は、1965 年に Cooley と Tukey によって発表された。高速フーリエ変換とは回転子と呼ばれるものの性質を使って複素乗算・加算の計算回数を減らし、離散フーリエ変換を高速に行う手法である。

次に、自己アフィンフラクタル曲線 $V_H(t)$ のスペクトル密度とフラクタル次元 D_{PS} の関係を、「フラクタルイメージ」⁽¹⁸⁾より引用して以下に説明する。

自己アフィンフラクタルの $V_H(t)$ は fBm(Fractional Brownian Motion)関数であり、 t と V_H を各々異なる比率 $H(0 < H < 1)$ で拡大したときに、その形状を統計的に繰り返す。つまり、 t を r 倍すると($t \rightarrow rt$)、 V_H は r^H 倍になる ($V_H \rightarrow r^H V_H$) 性質を持つ。

ここで、 $X(t)$ を fBm 関数とすると、適当にスケーリングされた関数

$$Y(t) = \frac{1}{r^H} X(rt) \quad (6.9)$$

は, $r > 0$ を満たす r について X と統計的に同一の性質を持つ. よってスペクトル密度も同じはずである.

$$Y(t, T) = \begin{cases} Y(t) = \frac{1}{r^H} X(rt) & , 0 < t < T \\ 0 & \text{それ以外} \end{cases} \quad (6.10)$$

とし, 以下のような表記法を用いる.

$F_X(t, T)$, $F_Y(t, T)$ は各々 $X(t, T)$, $Y(t, T)$ のフーリエ変換, $S_X(t, T)$, $S_Y(t, T)$ は $X(t, T)$, $Y(t, T)$ のスペクトル密度であり, F_Y は次式のように計算される.

$$F_Y(f, T) = \int_0^T Y(t) e^{-2\pi i f t} dt = \frac{1}{r^H} \int_0^T X(s) e^{-2\pi i f \frac{s}{r}} \frac{ds}{r} \quad (6.11)$$

この2番目の積分式において s/r を t で, ds/r を dt によって, それぞれ置き換えると明らかに

$$F_Y(f, T) = \frac{1}{r^{H+1}} F_X\left(\frac{f}{r}, rT\right) \quad (6.12)$$

である. よって, $Y(t, T)$ のスペクトル密度は

$$S_Y(f, T) = \frac{1}{r^{2H+1}} \frac{1}{rT} \left| F_X\left(\frac{f}{r}, rT\right) \right|^2 \quad (6.13)$$

となり, $T \rightarrow \infty$ の極限を考えることは $rT \rightarrow \infty$ に等価なので, 以下の結果を得る.

$$S_Y(f, T) = \frac{1}{r^{2H+1}} S_X\left(\frac{f}{r}\right) \quad (6.14)$$

Y は X に適当なスケールリングを施したもののなので, パワースペクトル密度は一致しなければならない. すなわち,

$$S_X(f, T) = \frac{1}{r^{2H+1}} S_X\left(\frac{f}{r}\right) \quad (6.15)$$

である. 形式的に $f=1$ とし, $1/r$ を再度 f で置き換えると,

$$S_X(f) \propto \frac{1}{f^{2H+1}} = \frac{1}{f^\beta} \quad (6.16)$$

となり, 式(6.16)を一般化し, スペクトル密度関数を $S_P(f)$ とすると

$$S_P(f) \propto \frac{1}{f^\beta} \quad (6.17)$$

となる. ここで信号波の進む速度が一定 ($f\lambda = \text{const.}$) ならば

$$S_P(\lambda) \propto \lambda^\beta \quad (6.18)$$

のべき乗の形で表される. この $S_P(f)$ を波長 λ との両対数グラフ上にプロットすると勾配 β の直線状になる. この勾配 β と $f(t)$ の持つフラクタル次元 D_{PS} には次の関係が与えられる.

$$\begin{aligned}
D_{PS} &= 2, & 0 \leq \beta < 1 \\
D_{PS} &= E + \frac{3-\beta}{2} & 1 \leq \beta \leq 3 \\
D_{PS} &= 1, & 3 < \beta
\end{aligned} \tag{6.19}$$

ただし、E は変数の自由度を表し、本研究のような断面曲線の場合は 1 である。

6.3 AFM システムにおけるフラクタル次元の測定法

6.3.1 零点集合次元 D_z の測定法

フラクタル解析を行うための試料表面画像は、AFM を用いて走査範囲 SR が $20\mu\text{m} \times 20\mu\text{m}$ ($SR=20\mu\text{m}$) の条件で求め、SPM に備えられているソフトウェアによって傾き補正を行った。補正方法は「X 方向の平均値」と「面フィット」の 2 つであり、それぞれ処理ボタンを押すことによってソフトウェアが自動的に行う。画像情報は必要に応じてノイズライン除去を行い、画像処理ソフトウェア WinROOF (MITANI CORPORATION 製) に取り込めるように TIFF 形式に変換した (Fig. 6.5(a))。この TIFF 形式画像を WinROOF で開き、グレー画像化する (Fig. 6.5(b))。そしてキャリブレーションを行い 1 画素の長さを設定する。キャリブレーションの値は、 $SR=20\mu\text{m}$ の場合 512×512 画素で表示されているので 1 画素の長さは 39.1nm である。そして、その画像を 2 値化し (Fig. 6.5(c)) 零点集合要素である面積 A_z と周囲長 L_z を得た。ここで零点集合要素が境界線に接しているデータと、面積が 10 画素以下のデータは削除した。

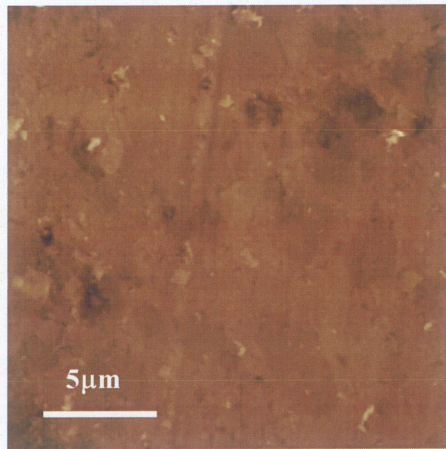
零点集合カット面をつくるには、色調が 256 階調で表されているグレー画像をしきい値で 2 値化しなくてはならない。この 2 値化のために AFM 画像の最大高さからのカット量を相対カット量として表すことにした。相対カット量 δ は次式で表される。

$$\delta = \frac{256 - \text{しきい値}}{256} \times 100 \% \tag{6.20}$$

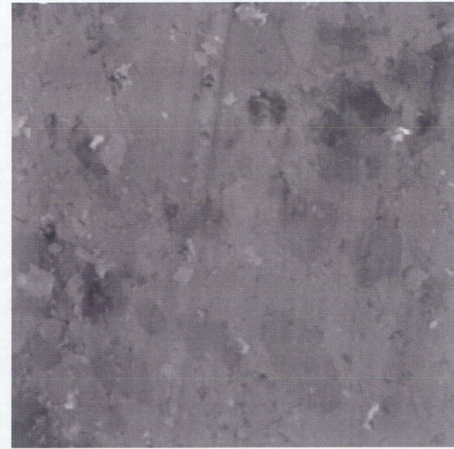
本研究で使用した相対カット量は 18%, 34%, 49%, 65%, 80% の 5 種類である。

次に、得られた零点集合要素データを表計算ソフト Excel (Microsoft 製) に取込み、Fig. 6.6 に示すように縦軸を周囲長 L_z 、横軸を面積 A_z として両対数グラフを作成した。両者の関係に対してべき乗近似を適用することで近似直線を求め、直線の勾配 α から零点集合次元 $D_z=2\alpha$ を得た。ここで、3 つの AFM 画像から得られる零点集合要素データを 1 つのグラフにプロットすることで信頼性を高めた。

Fig. 6.7 に相対カット量 δ を 18%, 34%, 49%, 65%, 80% で求めた通常の場合の両対数グラフと $\delta=65\%$ だけの両対数グラフ、 $\delta=80\%$ だけの両対数グラフを示す。相対カット量による違いはほとんどないことがわかる。



(a)AFM 画像



(b)グレイ画像

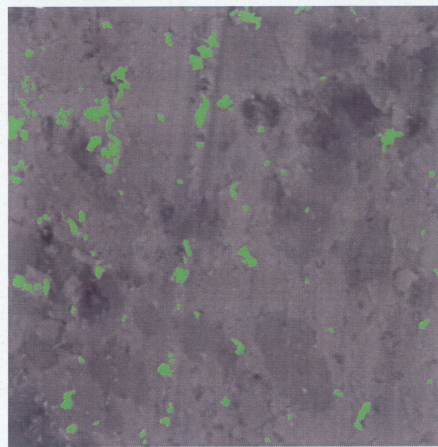
(c)2 値化画像($\delta=49\%$)

Fig. 6.5 零点集合法における画像処理の流れ
($e_c=17\%$, $SR=20\mu\text{m}$, $r=3\text{mm}$, Tool-1, カーボン蒸着)

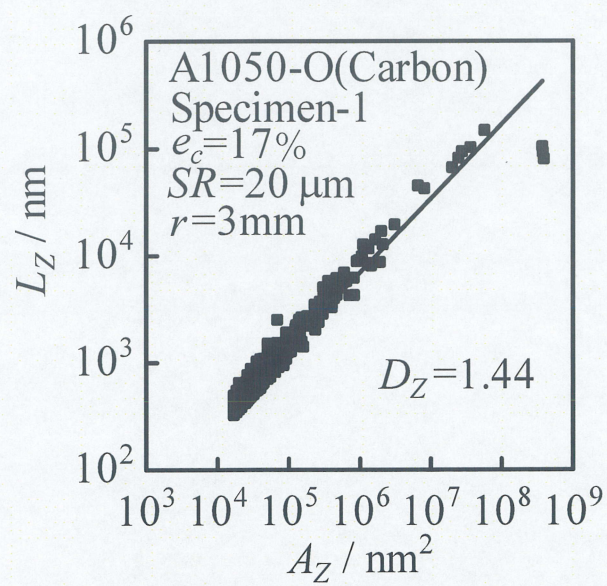


Fig. 6.6 周囲長 L_Z と面積 A_Z の関係

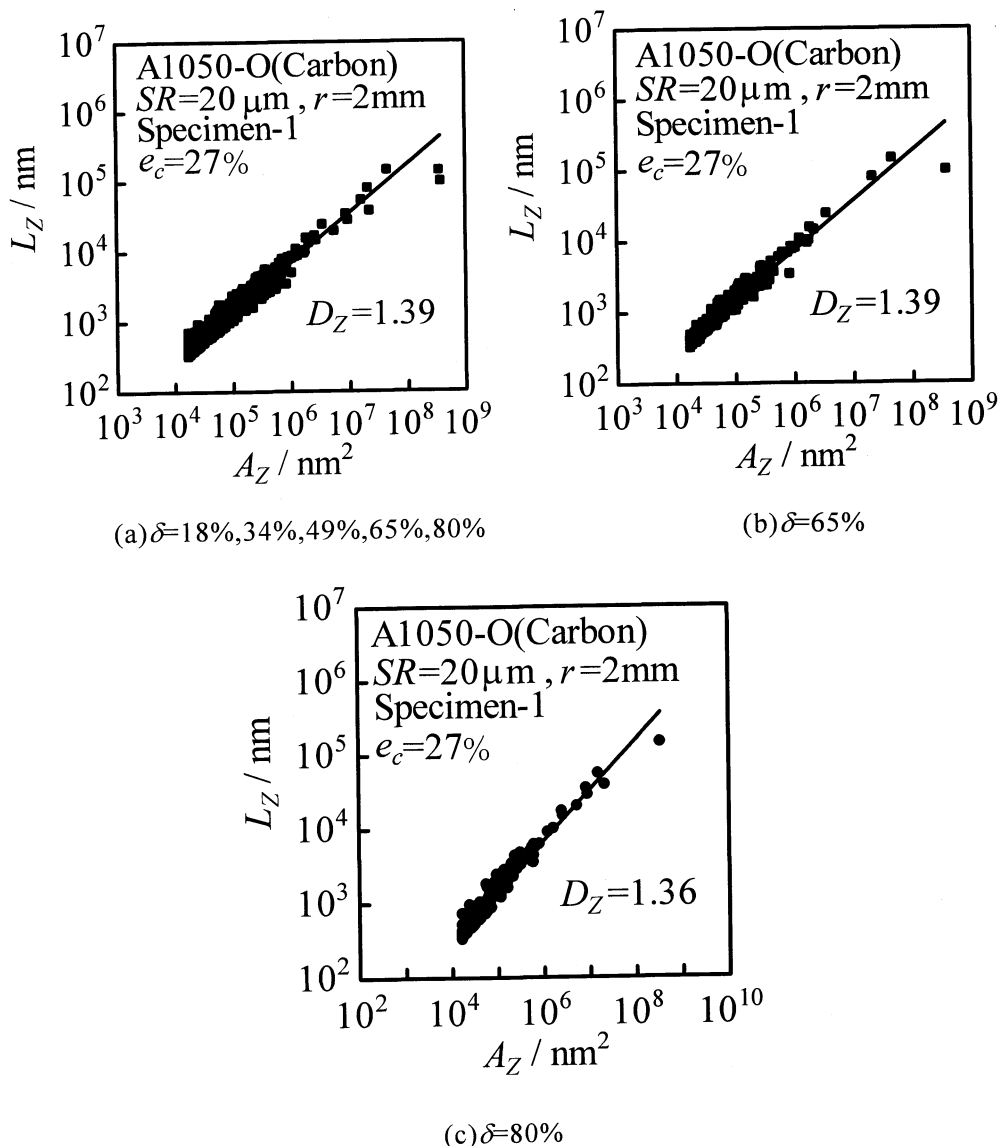


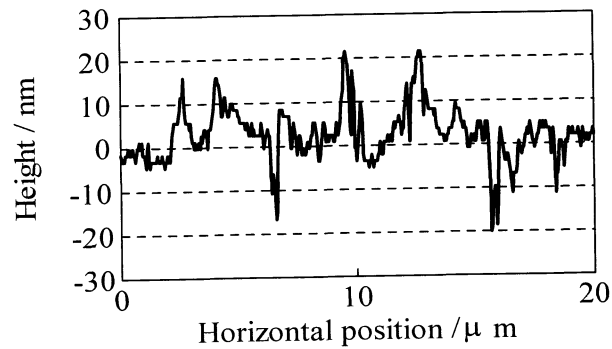
Fig. 6.7 相対カット量の違いによる比較

6.3.2 パワースペクトル次元 D_{PS} の測定法

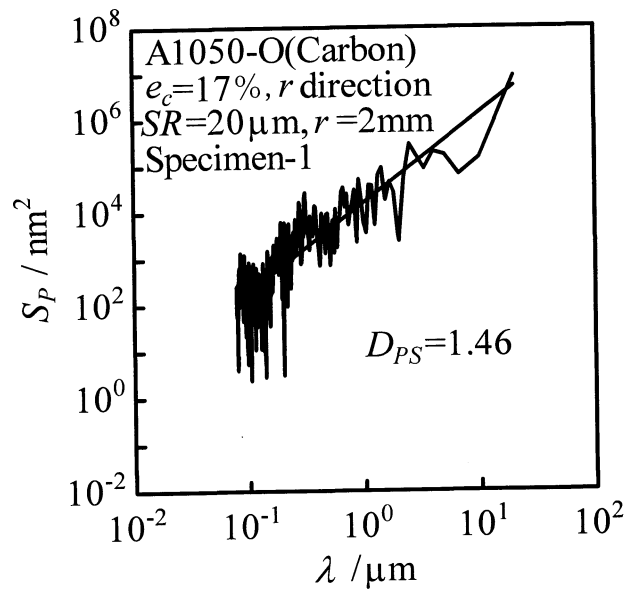
パワースペクトル法でも 6.3.1 節で説明した傾き補正を行った試料表面画像を用いる。パワースペクトル次元を求めるためには、まず断面曲線より離散的な高さ値を求める必要がある。そこで、その試料表面画像を AFM に備えられている断面形状解析ソフトによって断面曲線(Fig. 6.8(a))を表示する。次に、Microsoft Visual Basic 6.0 を用いて戸田⁽¹³⁾が改良したプログラム「改良 1 次元 FFT.vbp」を用いて高速フーリエ変換(FFT)を行い、パワースペクトル密度 S_P と波長 λ の関係を得た。このようにして得られたパワースペクトル密度 S_P と波長 λ から、パワースペクトル次元 D_{PS} を算定した(Fig. 6.8(b))。本研究で用いた試験片には方向性があるため、円周方向と半径方向において D_{PS} を求めた。また、得られた D_{PS} は、各試料につき 3 回測定したものの平均値を採用した。

今回、工具表面を測定したところ、AFM のスキャン方向に測定した D_{PS} とスキャン方向と垂直の方向に測定した D_{PS} の値が異なり、スキャン方向に測定した D_{PS} が小さくなる傾向が得られた。工具表面は方向性を持っていないので同じ D_{PS} が得られるはずである。そ

ここで, Fig. 6.9 に示すように, 工具の A 方向と B 方向の測定を行った後, 工具を 90 度回転し, 再度 A 方向と B 方向を測定した. Table 6.1 に測定結果を示す. A, B ともにスキャン方向に測定した場合は $D_{PS} \approx 1.1$, 垂直方向に測定した場合は $D_{PS} \approx 1.4$ と異なる値になることがわかった. これは縦方向に抜き出した断面曲線が実際の断面と異なることやピエゾスキャナの方角性によるものと考えられる. したがって, 今回は半径方向の測定にはスキャン方向に測定した値を使用した.

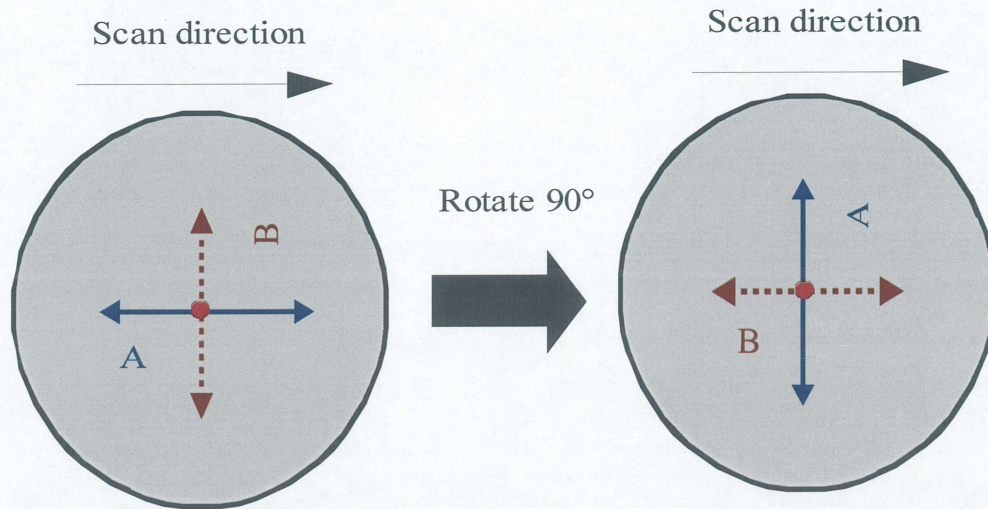


(a)断面曲線



(b)パワースペクトル密度 S_p と波長 λ の関係

Fig. 6.8 パワースペクトル法における処理の流れ

Fig. 6.9 測定方向を変えた D_{PS} の測定 (Tool-1)Table 6.1 D_{PS} 測定結果 (Tool-1)

	D_{PS} (scan direction)	D_{PS} (vertical direction)
A	1.11	1.38
B	1.08	1.35

6.4 零点集合次元 D_Z による加工品表面の解析結果

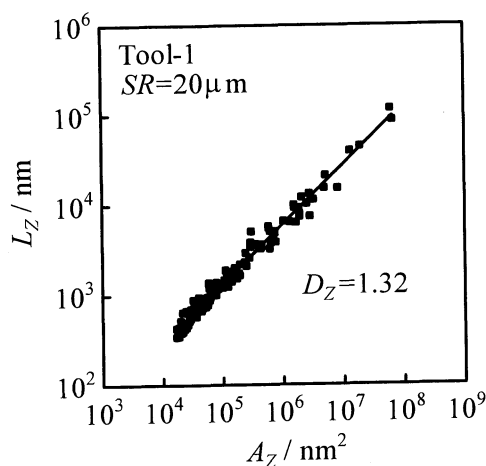
零点集合法によって表面細部の凹凸形状について検討する. Fig. 6.10 に工具表面および試験片表面の周囲長 L_Z と面積 A_Z の関係の一例を示す. L_Z と A_Z の関係が直線性を持っていることから, 工具表面および試験片表面はフラクタル性を有するということが確認できる.

Fig. 6.11 にカーボン蒸着工具を用いた Tool-1 の D_Z と圧縮率 e_c の関係, Fig. 6.12 に菜種油を用いた Tool-1 の D_Z と圧縮率 e_c の関係を示す. 比較のため, Tool-2 の結果も示す. Tool-1 の場合, 工具と初期試験片の D_Z がほとんど変わらず, 圧縮率 e_c が増加しても有意な変化は見られず, ばらつきが大きく測定箇所による違いも良くわからない. Tool-2 と比べるとばらつきが大きく, また, Tool-2 では全体的に工具の D_Z より大きな値となっている. 菜種油についてもばらつきが大きく有意の変化は見られない.

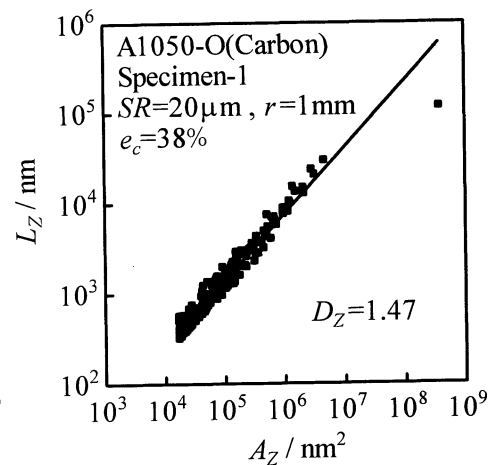
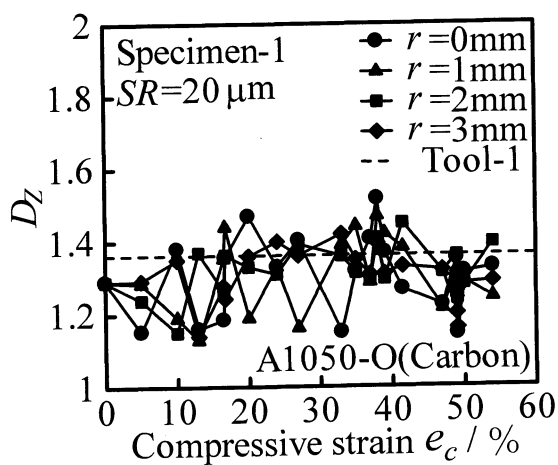
Fig. 6.13 にカーボン蒸着工具を用いた Tool-1 での D_Z と相対すべり量 L_S の関係, Fig. 6.14 に菜種油を用いた Tool-1 での D_Z と相対すべり量 L_S の関係を示す. 相対すべり量が大きくなることによる D_Z の値の有意な変化は見られなかった.

Fig. 6.15 にカーボン蒸着工具を用いた Tool-1 における D_Z と S_a の関係, Fig. 6.16 に菜種油を用いた Tool-1 における D_Z と S_a の関係を示す. 比較のため, Tool-2 の結果も示す. D_Z と S_a の間に有意な関係は見られず, 平滑化が進むことによる D_Z の変化は見られなかった.

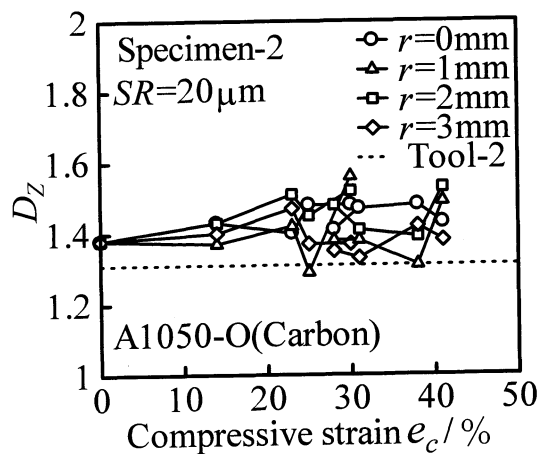
工具の D_Z と初期試験片の D_Z がほとんど変わらなかったため, 平滑化が進んでも D_Z が変化しなかったのか, D_Z では平滑化挙動を捉えることができないのかどうかは現在のところわからない. 工具と初期試験片の D_Z に差がある場合の実験が必要である.



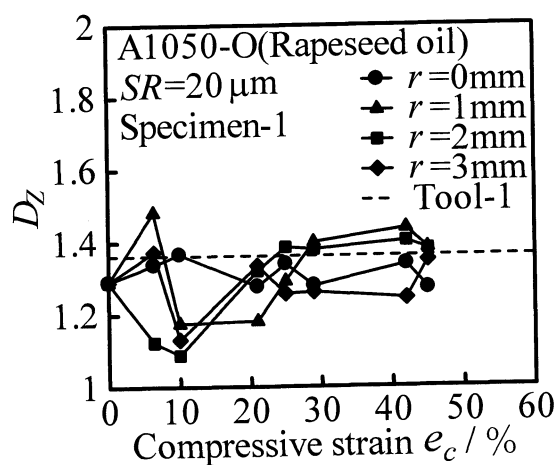
(a) 工具表面

(b) 試験片表面 ($e_c=38\%$, $r=1\text{mm}$)Fig. 6.10 周囲長 L_Z と面積 A_Z の関係

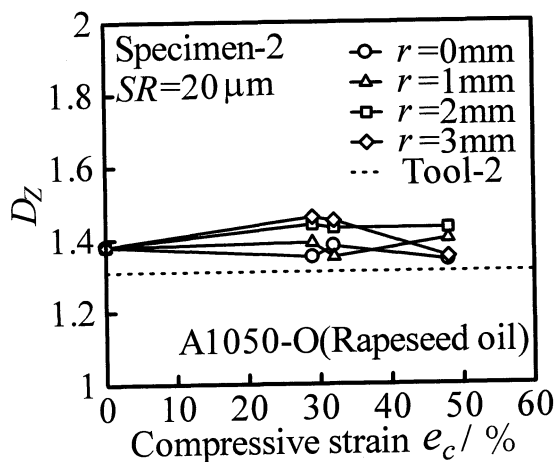
(a) Tool-1



(b) Tool-2

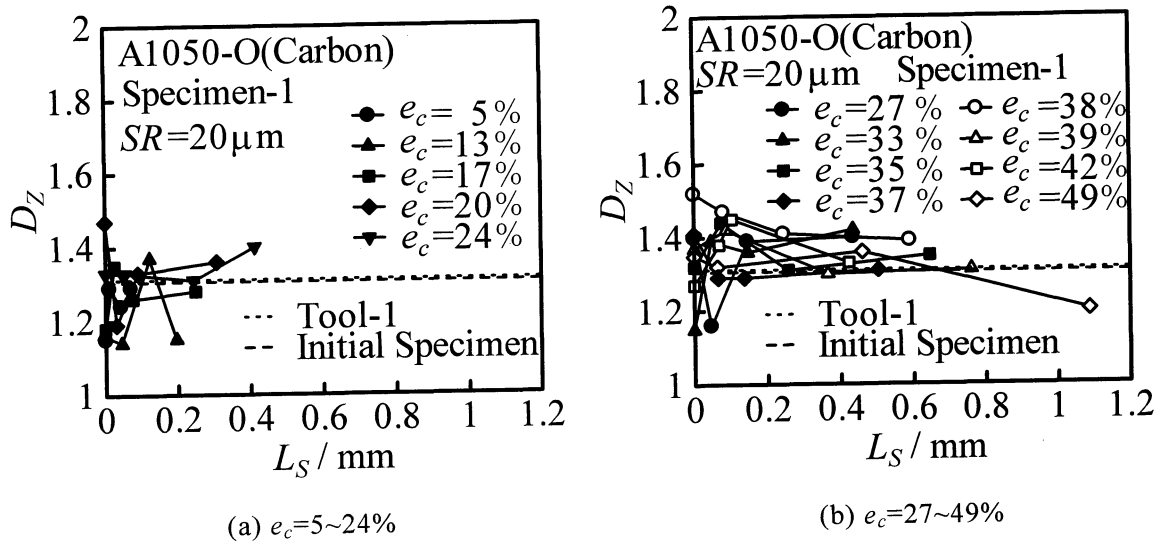
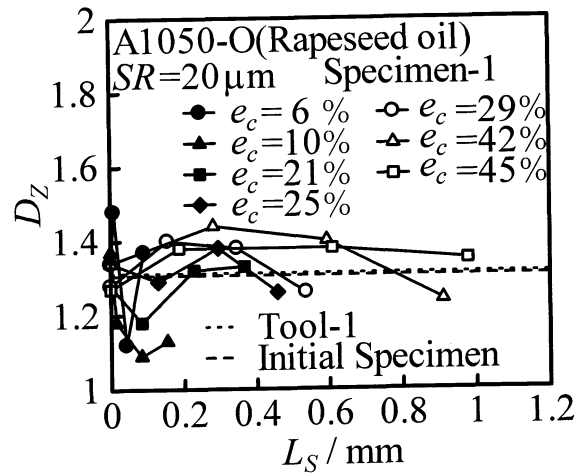
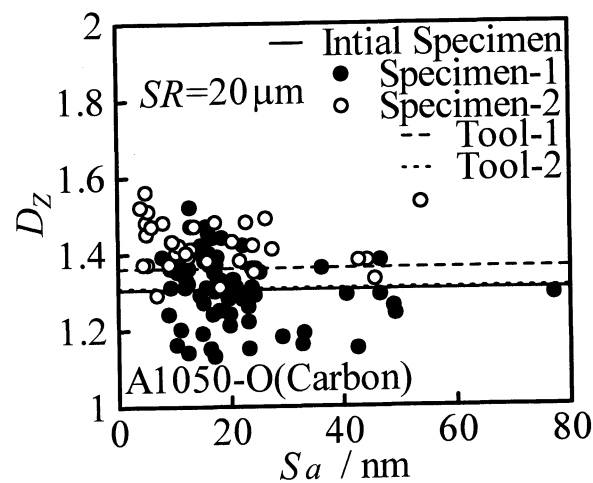
Fig. 6.11 D_Z と圧縮率 e_c の関係(カーボン蒸着)

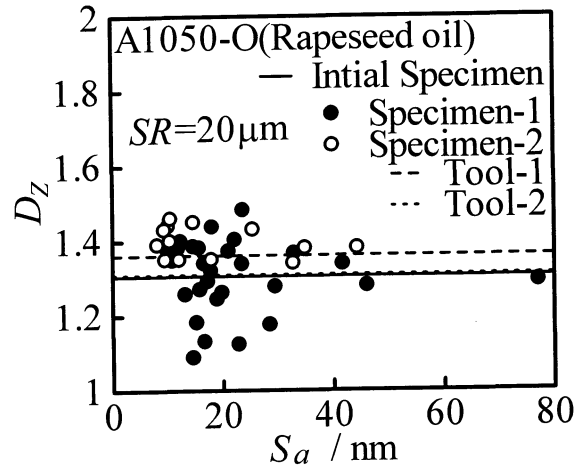
(a) Tool-1



(b) Tool-2

Fig. 6.12 D_Z と圧縮率 e_c の関係(菜種油)

Fig. 6.13 D_Z と L_S の関係(カーボン蒸着)Fig. 6.14 D_Z と L_S の関係(菜種油)Fig. 6.15 D_Z と S_a の関係(カーボン蒸着)

Fig. 6.16 D_Z と S_a の関係(菜種油)

6.5 パワースペクトル次元 D_{PS} による加工品表面の解析結果

次に、パワースペクトル法によって表面細部の凹凸形状について検討した。

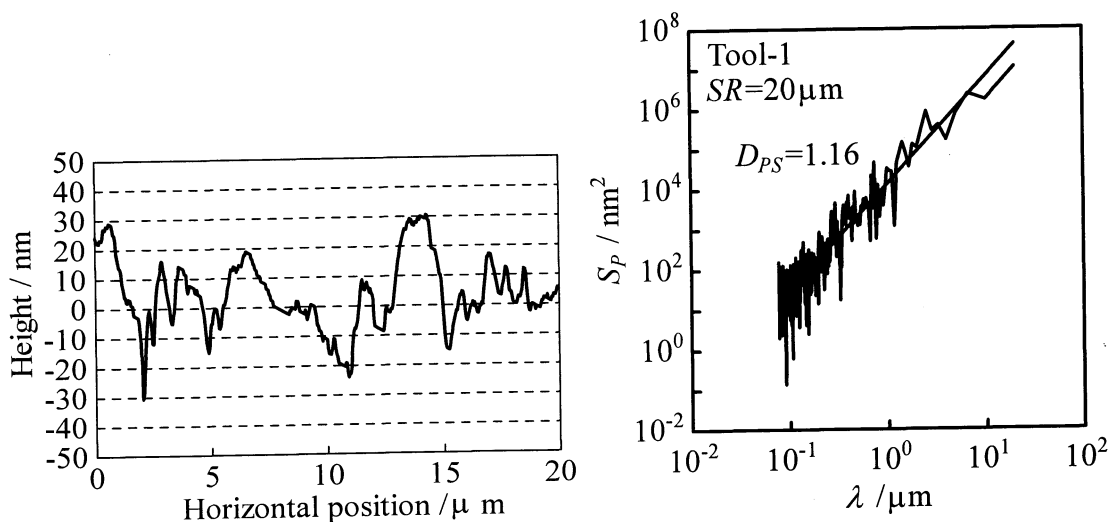
Fig. 6.17 に工具表面および試験片表面の断面曲線と FFT 解析結果の一例を示す。FFT 解析の結果、パワースペクトル密度 Sp と波長 λ の関係が直線性を持っていることから、フラクタル性を有することが確認できる。

Fig. 6.18 にカーボン蒸着工具を用いた Tool-1 の円周方向における D_{PS} と圧縮率 e_c の関係、Fig. 6.19 にカーボン蒸着工具を用いた半径方向における D_{PS} と圧縮率 e_c の関係を示す。比較のため、Tool-2 の結果も示す。Tool-1, Tool-2 共にばらつきが大きく、どちらの方向も平滑化が進んでも試験片の D_{PS} には有意の関係は認められない。

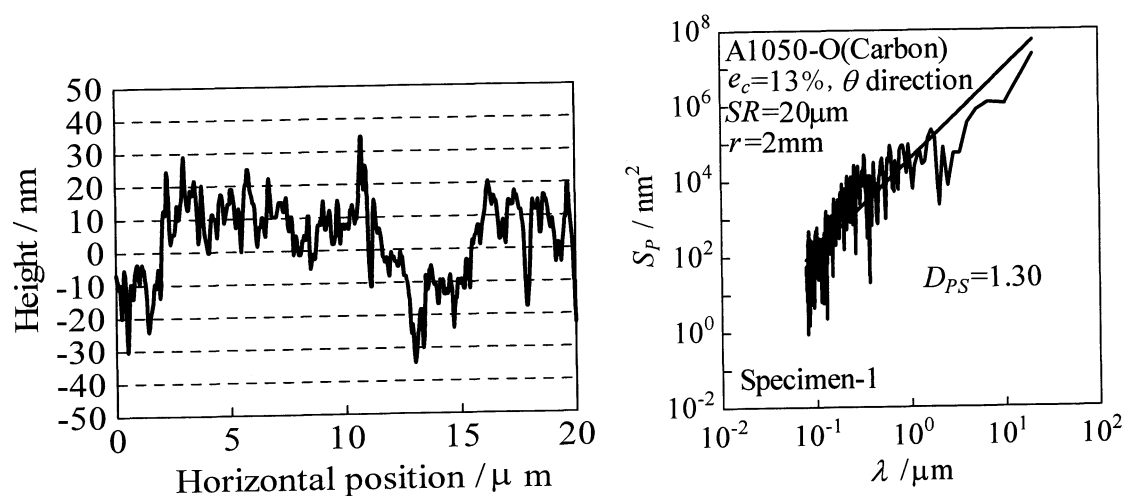
Fig. 6.20 に菜種油を用いた Tool-1 の円周方向における D_{PS} と圧縮率 e_c の関係、Fig. 6.21 に菜種油を用いた半径方向における D_{PS} と圧縮率 e_c の関係を示す。比較のため、Tool-2 の結果も示す。Tool-1 ではどちらの方向も平滑化が進んでもばらつきが大きく、試験片の D_{PS} には有意の関係は認められないが、Tool-2 においては e_c が大きくなると D_{PS} も大きくなる傾向が見られる。

Fig. 6.22 と Fig. 6.23 にカーボン蒸着工具を用いた Tool-1 における D_{PS} と相対すべり量 L_S の関係を示す。Fig. 6.22 は圧縮率 $e_c=5\sim24\%$ の場合、Fig. 6.23 は圧縮率 $e_c=27\sim49\%$ の場合である。また、Fig. 6.24 に菜種油を用いた Tool-1 における D_{PS} と相対すべり量 L_S の関係を示す。ばらつきが大きく、いずれの条件も相対すべり量 L_S が大きくなることによる D_{PS} の値の有意な変化は認められない。

Fig. 6.25 にカーボン蒸着工具を用いた Tool-1 における D_{PS} と S_a の関係、Fig. 6.26 に菜種油を用いた Tool-1 における D_{PS} と S_a の関係を示す。カーボン蒸着工具を用いた場合では、 S_a が小さい範囲においては試験片表面の D_{PS} が大きくなる傾向があることがわかる。 S_a が小さくなると工具の D_{PS} よりも大きくなっており、しごき効果により、工具表面よりも大きな D_{PS} となったのではないかと考えられる。菜種油を用いた場合でも同様な傾向が見られるがカーボン蒸着工具よりは小さな D_{PS} となっている。カーボン蒸着の方がしごき効果が大きかったためではないかと考えられる。

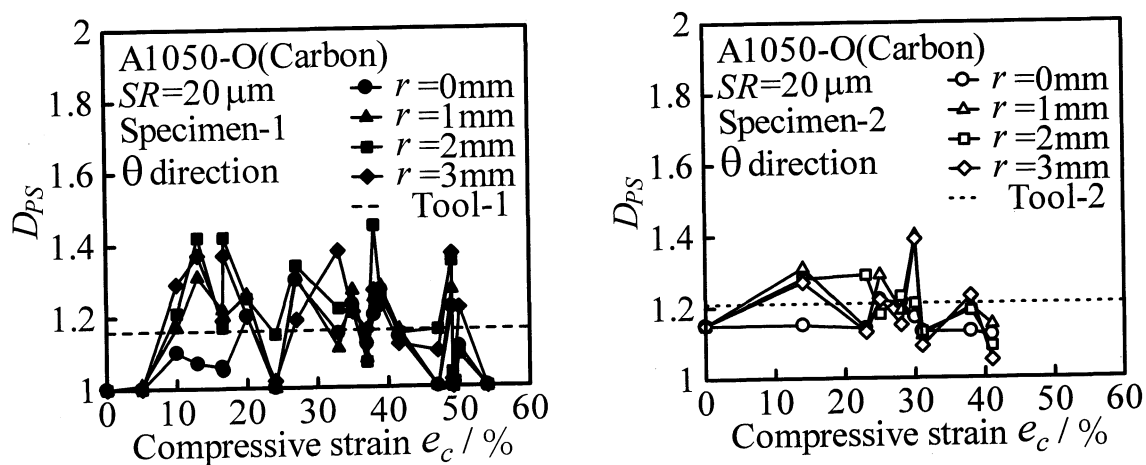


(a) 工具表面



(b) 試験片表面

Fig. 6.17 断面曲線およびFFT解析結果



(a) Tool-1

(b) Tool-2

Fig. 6.18 D_{PS} と圧縮率 e_c の関係(カーボン蒸着, 円周方向)

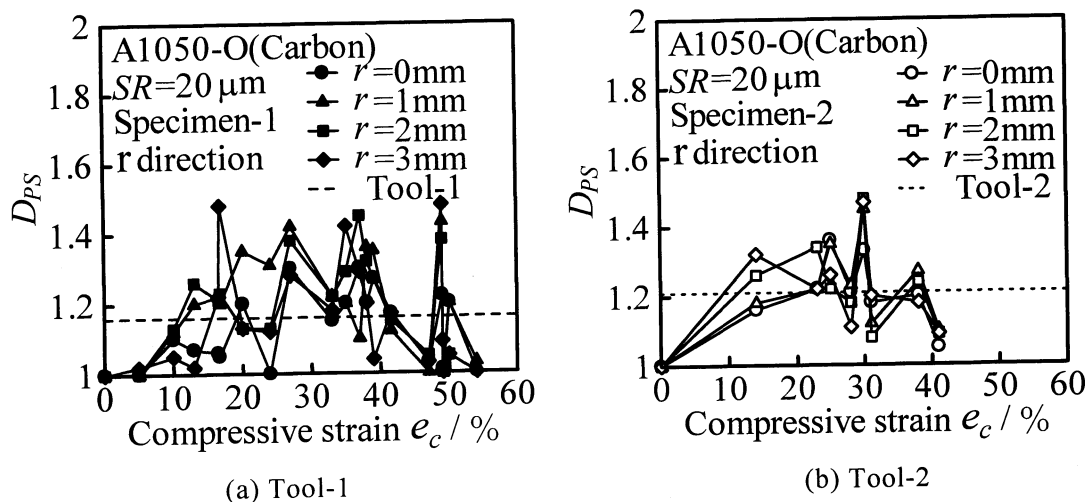


Fig. 6.19 D_{PS} と圧縮率 e_c の関係(カーボン蒸着, 半径方向)

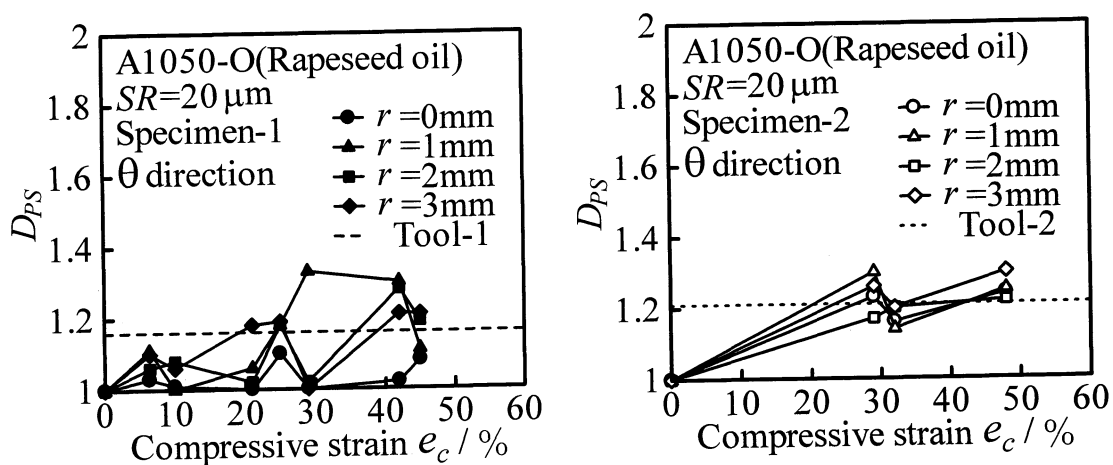


Fig. 6.20 D_{PS} と圧縮率 e_c の関係(菜種油, 円周方向)

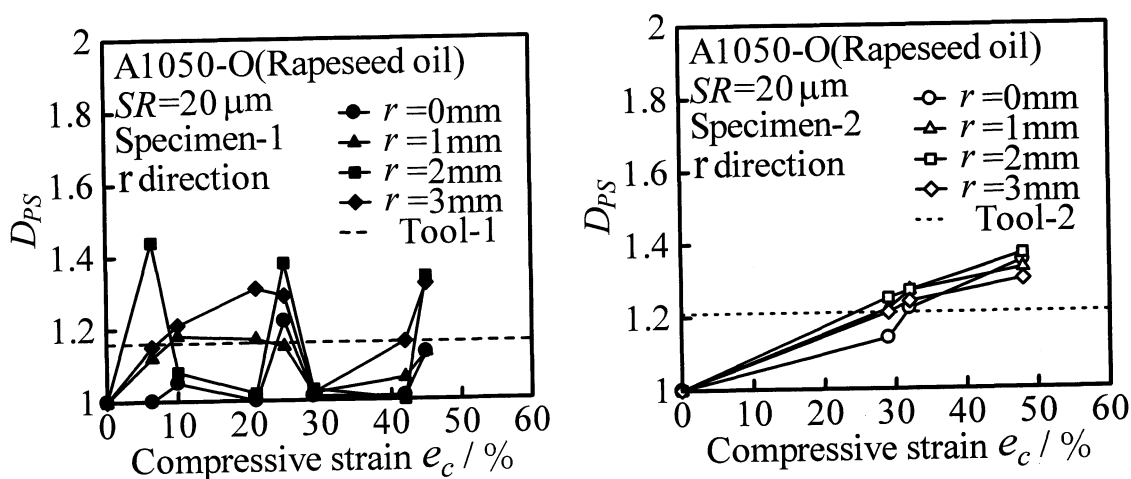
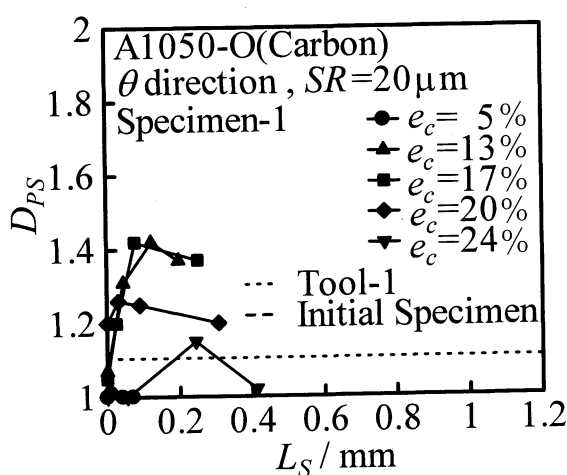
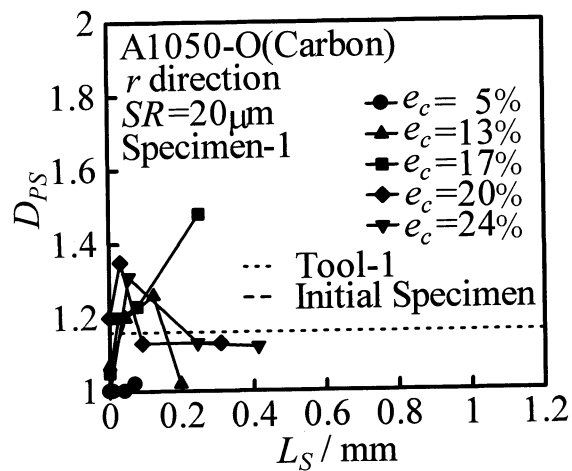


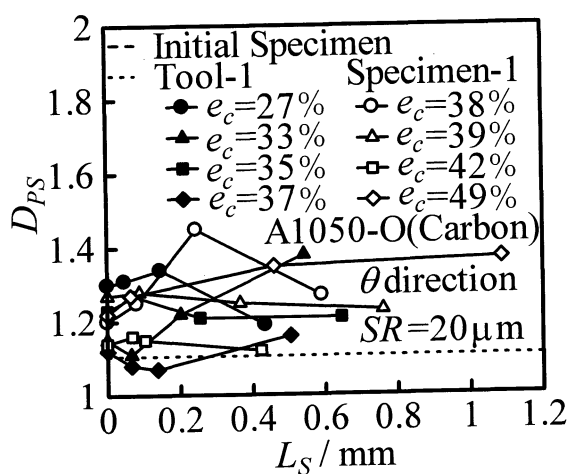
Fig. 6.21 D_{PS} と圧縮率 e_c の関係(菜種油, 半径方向)



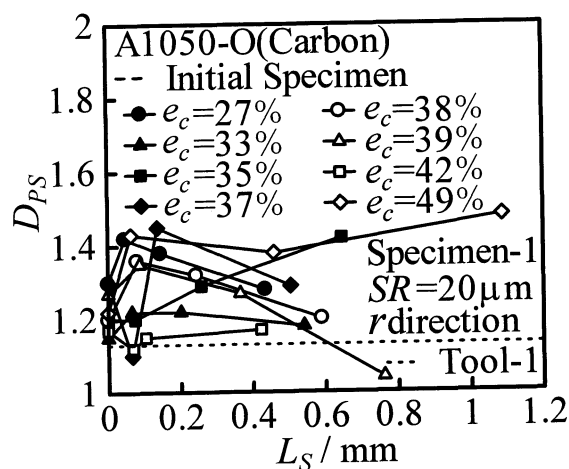
(a)円周方向



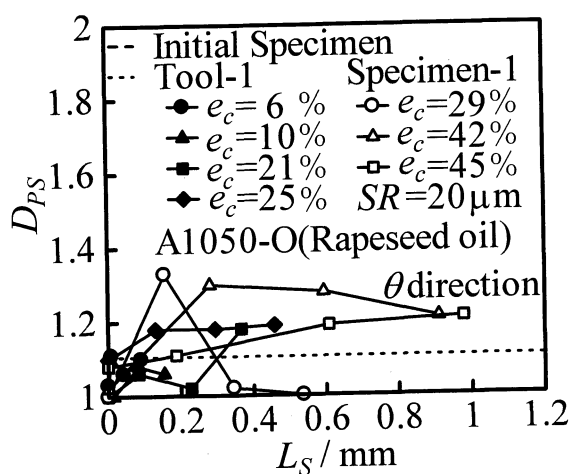
(b)半径方向

Fig. 6.22 D_{PS} と L_S の関係($e_c=5\sim 24\%$, カーボン蒸着)

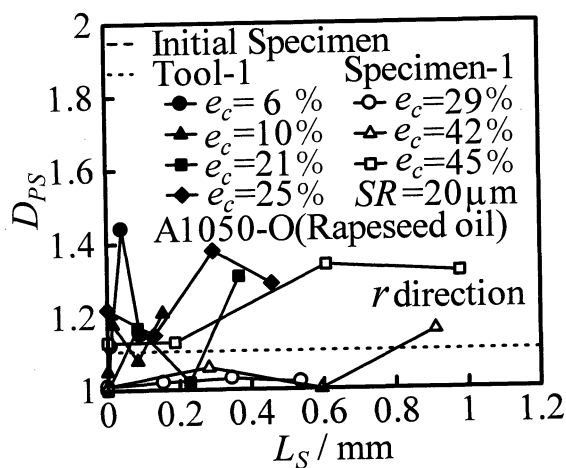
(a)円周方向



(b)半径方向

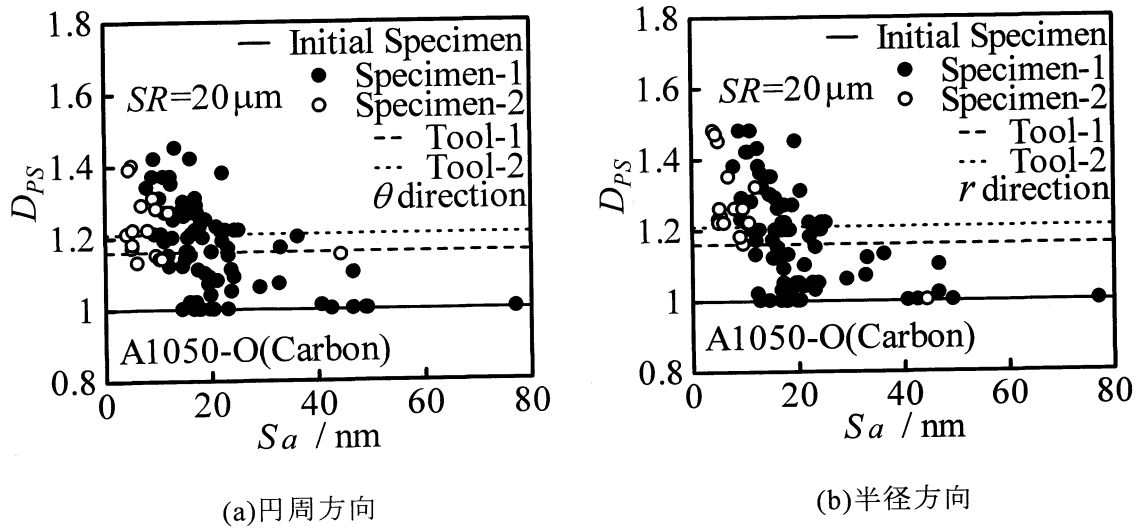
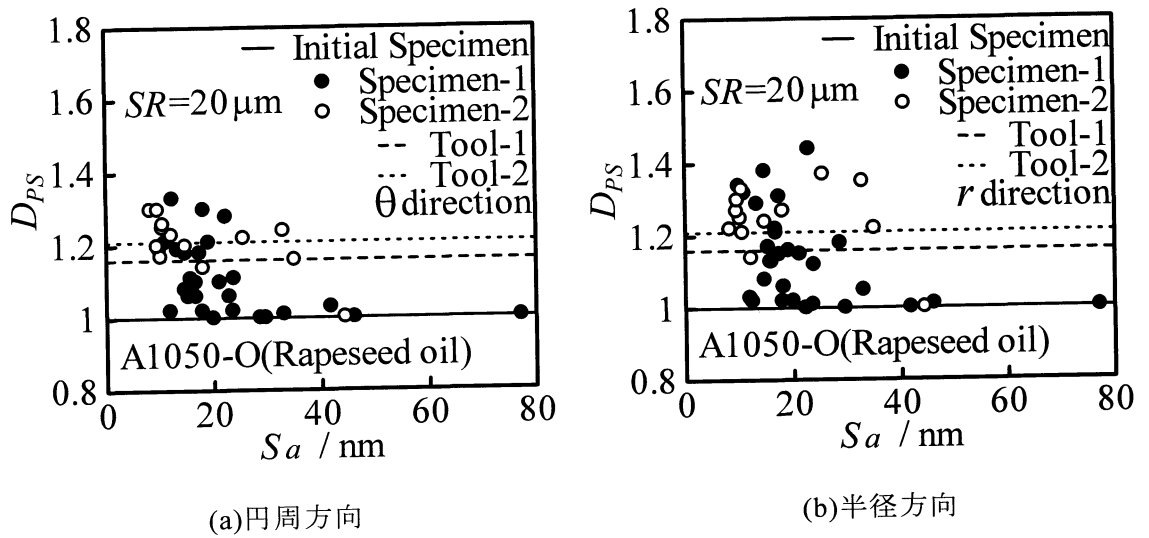
Fig. 6.23 D_{PS} と L_S の関係($e_c=27\sim 49\%$, カーボン蒸着)

(a)円周方向



(b)半径方向

Fig. 6.24 D_{PS} と L_S の関係(菜種油)

Fig. 6.25 D_{PS} と S_a の関係(カーボン蒸着)Fig. 6.26 D_{PS} と S_a の関係(菜種油)

第7章 結論

本研究では、ナノレベルでの金属の塑性加工技術を開発することを目的とし、単軸圧縮加工による超平滑面創成挙動について検討を行った。最大高さ粗さ $R_z \div 60\text{nm}$ 、算術平均粗さ $R_a \div 10\text{nm}$ の表面を持った工具を製作し、圧縮試験を行った。圧縮試験の際、工具と試験片の間の金属接触を避けるために、工具表面に潤滑剤としてカーボン蒸着膜、菜種油を使用して実験を行った。そして、表面粗さ計による表面の観察、AFM による表面の観察、FEM 解析による変形シミュレーションを行い、試験片表面の超平滑面の創成挙動について明らかにした。また、試験片表面の凹凸形状を複雑さという観点から評価し、超平滑面の創成挙動を検討するために、零点集合次元 D_z 、パワースペクトル次元 D_{PS} を求め、ナノフラクタル構造についても調べた。また、それぞれの実験で従来の工具（最大高さ粗さ $R_z \div 10\text{nm}$ 、算術平均粗さ $R_a \div 5\text{nm}$ ）との挙動の違い及び潤滑剤の違いが平滑化に及ぼす影響についても検討した。

以下に本研究によって得られた結果を示す。

- (1) カーボン蒸着工具を使用した圧縮試験では、算術平均粗さ R_a 、算術平均面粗さ S_a ともに、圧縮率が 30%を超えてもカーボン蒸着膜の剥離の影響を受けずに小さくなり、従来の表面粗さが小さい工具 ($R_a \div 5\text{nm}$) と同程度か逆に小さくなった。圧縮率によっては工具と同じかそれ以上の平滑度が得られた。圧縮率 30%以下では、表面粗さの小さい工具ほど平滑化は進んではいないものの、それほど大きな差はみられなかった。
- (2) カーボン蒸着工具を使用した圧縮試験では、工具表面粗さの影響は圧縮率が小さく、材料流動の小さい部分に大きく現れると考えられる。これは材料流動が小さい部分では工具への転写が平滑化の主な要因のためと考えられる。逆に材料流動の大きい外周部分ではしごき効果が平滑化の主な要因と考えられるので工具表面粗さの影響が小さくなったのではないかと考えられる。また、円周方向より半径方向の方が材料流動による平滑効果が大きいことがわかった。
- (3) 菜種油を使用した圧縮試験では、圧縮率が大きくなるに従って R_a 、 S_a ともに小さくなり、おおむね従来の工具の方が小さくなったが、それほど大きな違いは見られなかった。
- (4) カーボン蒸着と菜種油を比較すると、表面粗さには明確な違いは見られなかったが、菜種油の場合、測定箇所によるばらつきが大きくなった。これは、オイルピットが形成されたためと考えられる。最も平滑化されたのはカーボン蒸着の場合であった。また、中心部付近では菜種油の方がカーボン蒸着よりも相対すべり量が大きいことがわかった。
- (5) フラクタル解析(零点集合法およびパワースペクトル法)によって圧縮試験における試験片表面および工具表面細部の微視的な凹凸形状を調べた結果、フラクタル性を有することが確認された。
- (6) 零点集合次元は平滑化に伴う変化は認められなかった。カーボン蒸着工具を用いた場合では、 S_a が小さい範囲においては試験片表面のパワースペクトル次元 D_{PS} が大きくなる傾向があることがわかった。 S_a が小さくなると工具の D_{PS} よりも大きくなっており、

しごき効果により, 工具表面よりも大きな D_{PS} となったのではないかと考えられる. 菜種油を用いた場合でも同様な傾向が見られるが, カーボン蒸着工具よりは小さな D_{PS} となっている. これは, カーボン蒸着の方がしごき効果が大きかったためではないかと考えられる.

謝辞

本研究の遂行および論文作成にあたり，終始懇切なるご指導いただきました松井正仁准教授，中村裕一准教授，牧清次郎教授，ならびに工具の作製などについて多くの貴重な御指導をいただきました村井健一技術専門員に深く感謝いたします。

さらに，実験および考察に際して，惜しみないご協力をいただいたナノプロセッシング研究室赤塚幸平氏，宮本達馬氏ならびにナノプロセッシング研究室諸氏に深く感謝いたします。

[参考文献]

- (1) Richard P. Feynman : There's Plenty of Room at the Bottom, An Invitation to Enter a New Field of Physics (<http://www.zyvex.com/nanotech/feynman.html>)
- (2) 岡本和也：半導体製造技術の動向とシステムインテグレーションへの展開，電子情報通信学会論文誌．C．エレクトロニクス，J88-C 巻，11 号(2005)，839-850
- (3) 大森整，山形豊，守安精，林偉民・森田晋也：超精密・超微細加工を実現する ELID 研削法，表面科学，3 巻，22 号(2001)，167—172
- (4) 森勇蔵：平滑化加工，溶接学会誌，61 巻，6 号(1992)，513-518
- (5) 池浩：塑性加工の表面損傷と微細表面形状の加工に関する研究，塑性と加工，46 巻，539 号(2005)，1116-1120
- (6) 中村保，近藤一義，西ヶ谷知栄，塑性加工における表面平滑化条件，日本機械学会論文集(C 編) 56 巻 530 号(1990)，268-275
- (7) 村岡太朗，浅川基男，進藤聡，早川智也，照田伸二：アルミニウム合金棒材の超平滑化技術の開発(OS 塑性加工(4))，日本機械学会第 12 回機械材料・材料加工技術講演会講演論文集 (2004)，437-438
- (8) 王志剛：塑性加工における超平滑面創成機構，塑性と加工，44 巻，515 号 (2003)，1159-1163
- (9) V.J. Logeeswaran, M.-L. Chan, Y. Bayam, M. Saif Islam, D.A. Horsley, X. Li, W. Wu, S.Y. Wang, R.S. Williams : Ultra-smooth metal surfaces generated by pressure-induced surface deformation of thin metal films, Appl. Phys. A 87 (2007) , 187-192
- (10) 服部清一，超精密鍛造品のナノ表面特性に関する研究，平成 14 年度修士論文 (三重大学大学院工学研究科)，(2002)
- (11) 大野哲平，金属の塑性加工による超平滑面の創成，平成 16 年度 修士論文 (三重大学大学院工学研究科)，(2004)
- (12) 井川恵里，金属の圧縮加工における平滑化挙動，平成 17 年度 卒業論文 (三重大学大学院工学研究科)，(2005)
- (13) 戸田耕平，塑性加工による超平滑面の創成，平成 18 年度 修士論文 (三重大学大学院工学研究科)，(2006)
- (14) 山口勝也，金属の単軸圧縮加工による超平滑面早世，平成 19 年度 修士論文 (三重大学大学院工学研究科)，(2007)
- (15) 島津製作所：走査型プローブ顕微鏡 SPM-9500 シリーズ 本体取扱説明書，8-11
- (16) B.B.Mandelbrot : The Fractal Geometry of Nature, (1982), 4-5
- (17) 高安秀樹：フラクタル，朝倉書店，(1986)，1-18
- (18) ハイイツ・オットーパイトゲン，ディートマーザウペ(山口昌哉監訳)：フラクタル・イメージ，シュプリンガー・フェアラーク東京，(1990)，39-40
- (19) 黒崎靖，松井正仁：塑性加工表面問題へのフラクタル手法の適用，塑性と加工，40 巻，462 号(1999-7)，635-639
- (20) 中西章：等 2 軸引張りを受けるアルミニウム薄板自由表面プロファイルのフラクタル解析，平成 7 年度 修士論文(三重大学大学院工学研究科)，(1996)，8