

平成 22 年度 修士論文

圧縮加工による 超平滑面の創成に関する研究

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

赤塚 幸平

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	17
2.3.1 カーボン蒸着	17
2.3.2 圧縮試験装置	20
2.3.3 圧縮試験条件	21
2.3.4 圧縮試験手順	21
2.4 触針式表面粗さ計(Surftest SJ-400)による評価方法	22
2.5 原子間力顕微鏡(AFM)による観察方法	25
2.5.1 装置と原理	25
2.5.2 観察の手順と条件	28
2.6 工具表面のカーボン蒸着膜剥離面積率の測定	30
2.7 有限要素法(FEM)解析	32
2.7.1 解析モデルと条件	32
2.7.2 摩擦係数 μ の決定方法	33
2.7.3 相対すべり量 L_S と工具接触面圧 p の計算	34
第 3 章 圧縮加工による平滑化挙動	36
3.1 圧縮率と表面粗さの関係	36
3.2 原子間力顕微鏡(AFM)による表面の観察と評価	38
3.3 有限要素法(FEM)解析結果	49
第 4 章 加工品表面のフラクタル解析	53
4.1 フラクタルの説明	53
4.2 フラクタル次元の決定法	54
4.2.1 零点集合次元	55

4.2.2	パワースペクトル次元	56
4.3	AFM システムにおけるフラクタル次元の測定法	58
4.3.1	零点集合次元 D_Z の測定法	58
4.3.2	パワースペクトル次元 D_{PS} の測定法	60
4.4	零点集合次元 D_Z による加工品表面の解析結果	61
4.5	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	64
第 5 章 結論		74
参考文献		76
謝辞		78

1. 緒論

近年、安心かつ安全で質の高い生活を実現するためのデバイスやシステムへの要求が高まりつつある。このようなデバイスがますます複雑化、微細化していくことは必須であり、これらを製造するためのものづくり技術も高度化していかなければならない⁽¹⁾。そこで半導体、素材、バイオなど広範囲な産業の基盤に関わるナノテクノロジーは21世紀の最重要の技術と捉えられている。その反面、原子や分子の配列をナノスケールで自在に制御する技術の開発、望みの性質を持つ材料や望みの機能を発現するデバイスを実現するための原子・分子の配列に関する知識の蓄積などといった非常に困難な課題の克服が要求されている。そのためナノテクノロジーは長期的な課題と位置付けられている。したがって、機械部品や半導体デバイスなどの工学製品においても、同様にナノメートルオーダーで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っている。現在ナノメートルオーダーでの微細な加工を行うための手法としては、リソグラフィ、レーザ加工、イオンビーム、LIGAプロセスなどの手法が挙げられる。しかし加工を行う素材としては主に高分子材料やガラスが対象であり、機械部品の材料として一般的に用いられる金属を素材とした超精密加工の研究は十分ではなく、金属への超精密加工の研究が期待されている。

金属の加工法には切削加工、研削加工、鍛造、溶接、塑性加工などがある。その中でも材料に大きな力を加えて変形させることによって、目的とする形状に加工する塑性加工は、歩留り、省資源、生産速度、材質改善性、加工精度などの点で利点があり、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。塑性加工には、鍛造、押出し、圧延、引抜き、転造、プレス加工などの種類があり、塑性加工を用いた平滑化の研究では池⁽²⁾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⁽³⁾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、王ら⁽⁴⁾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、上谷ら⁽⁵⁾の微細溝列を設けた工具にアルミニウム試験片を押出加工することによる、微細溝列の平滑化への影響に関する研究、竹増ら⁽⁶⁾の多段しごき加工における超音波振動付加と表面仕上げの影響に関する研究、小見山ら⁽⁷⁾の据え込み—押出し加工における潤滑被膜の摩擦特性に及ぼす金型表面性状への影響に関する研究、山本ら⁽⁸⁾の表面粗さの異なるロールで鋼板を冷間圧延行った場合の表面の光沢度や平坦度への影響に関する研究、K. H. Jung ら⁽⁹⁾のアルミニウム合金を冷間鍛造することによる、摩擦の平滑化への影響に関する研究、T. Hermann ら⁽¹⁰⁾の Alloy600 試験片に垂直荷重を加えながら滑らせ、その時の摩擦、磨耗の表面粗さへの影響に関する研究など数多くの研究がなされている。しかしナノスケールまで立ち入った研究はまだ少ない。したがって金属を素材とした塑性加工を用いた微細な機械部品の製作や超平滑面を創成することが可能になれば、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多大な影響を与える技術となることが考えられる。

そこで、これまでにナノプロセッシング研究室では塑性加工の中でも最も基本的な加工法である単軸圧縮加工における超平滑面の創成を目的とし、様々な研究を行ってきた。服部⁽¹¹⁾は圧縮加工で用いられる工具表面の仕上げ法および評価法の確立を行った。大野⁽¹²⁾は工具の研磨方法を改善、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⁽¹³⁾は無酸素銅の圧縮加工における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⁽¹⁴⁾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の検討した。山口⁽¹⁵⁾は圧縮率を大きくした場合の試験片の平滑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。小川⁽¹⁶⁾は従来の工具よりも表面粗さの大きい工具を用いて圧縮実験を行い、工具の表面粗さが平滑化に及ぼす影響について検討した。

本研究では、表面粗さ $R_a=5\text{nm}$ の工具に対して工具表面に蒸着するカーボン蒸着膜の膜厚の違いによる影響を調べるため、蒸着膜厚さ $t=10\text{nm}$ と 20nm についてアルミニウムの圧縮加工を行った。創成されたアルミニウム表面の平滑度について、蒸着膜の膜厚が平滑化に及ぼす影響を検討した。実験結果の検討では、触針式表面粗さ計を用いて工具および圧縮前後の試験片表面を算術平均粗さ R_a によって評価した。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と面圧を求め、相対すべり量と平滑度の関係、面圧と平滑度関係を検討した。また、工具および試験片表面の凹凸形状の複雑さについて検討するために、工具と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 に示す矢印の部分を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 $0.80\pm0.02\text{mm}$ 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(ミツトヨ製 **Surftest SJ-400**)で試験片の測定を行い, 最大高さ粗さ $R_z=0.6\pm0.1\mu\text{m}$, 算術平均粗さ $R_a=0.08\pm0.01\mu\text{m}$ 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

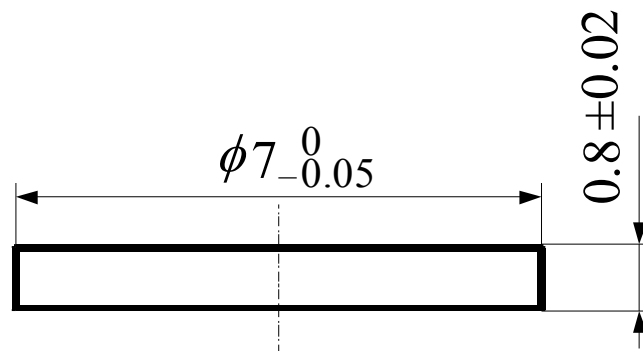


Fig.2.1 試験片の寸法

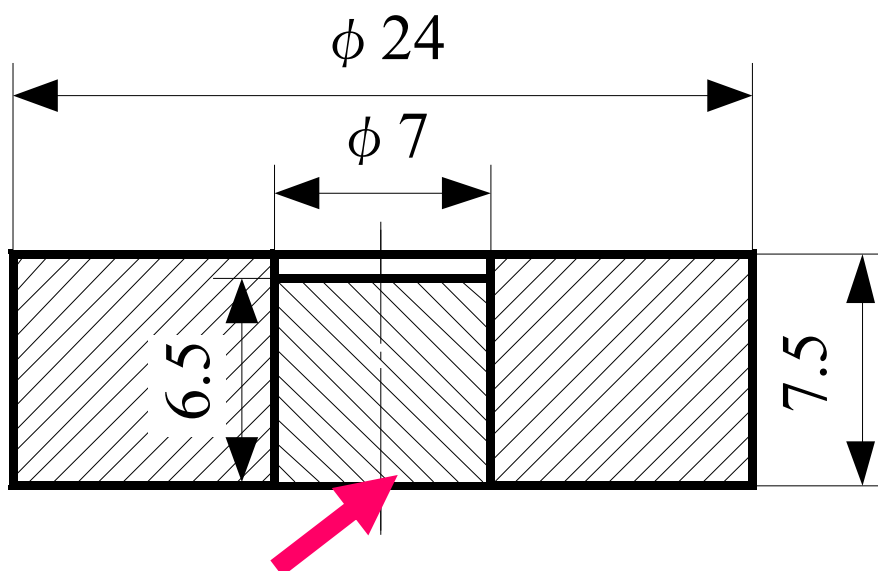


Fig. 2.2 治具



Fig. 2.3 試験片と治具



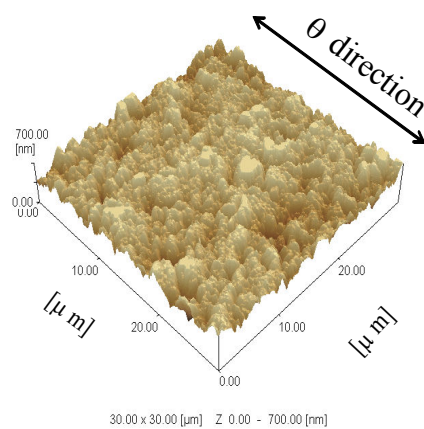
Fig. 2.4 研磨中の工具表面(WA#1500)



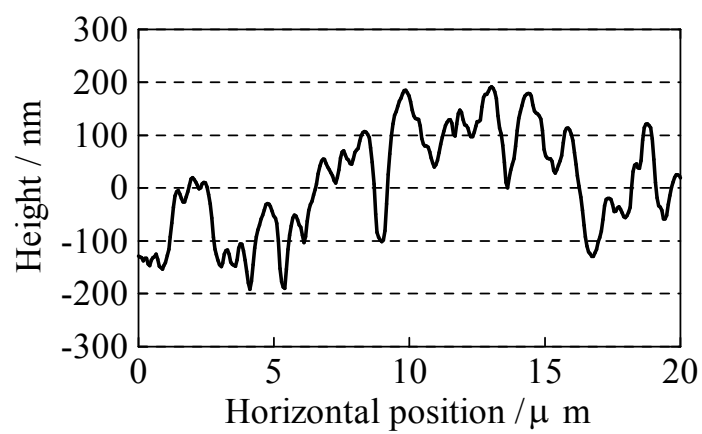
Fig. 2.5 ナイロンバフの台



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算術平均粗さ R_a の目安を示す.

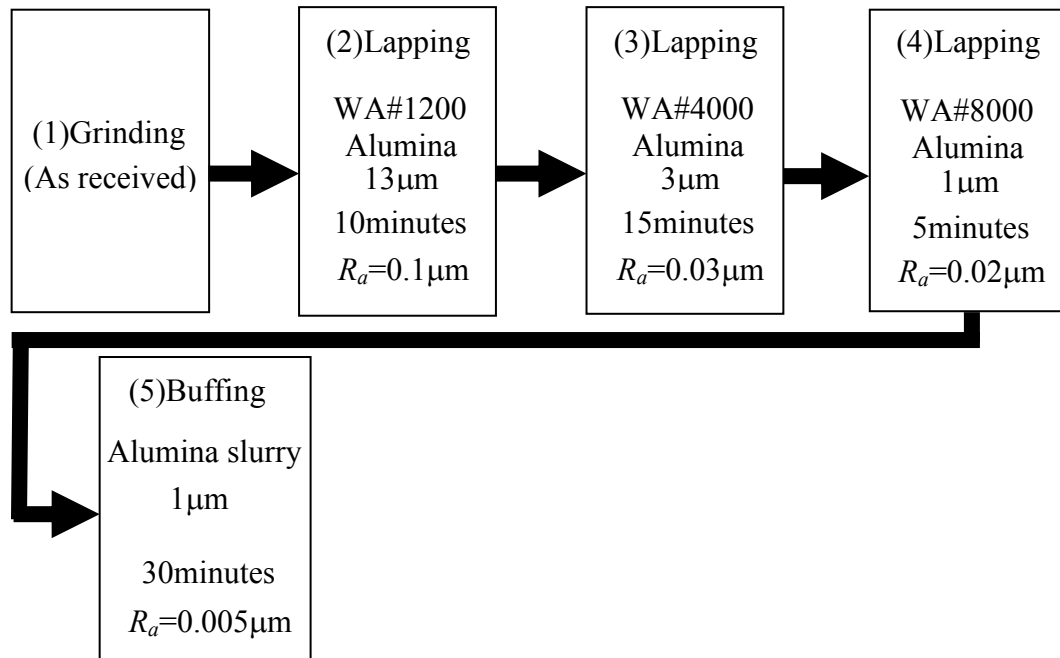


Fig. 2.8 工具の製作手順

Fig. 2.8 に示した(1)~(5)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.

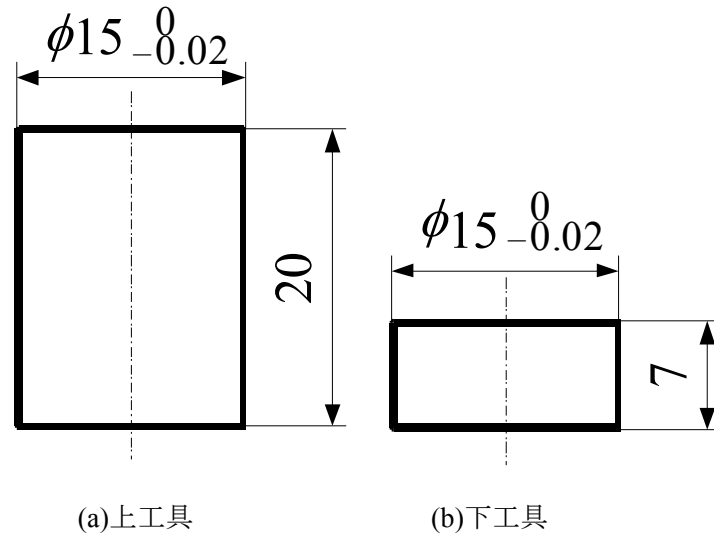


Fig. 2.9 工具の寸法

(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来る。
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(ミツトヨ製 **Surftest SJ-400**)で測定を行い, $R_z \leq 0.30\mu\text{m}$, $R_a \leq 0.10\mu\text{m}$ 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)

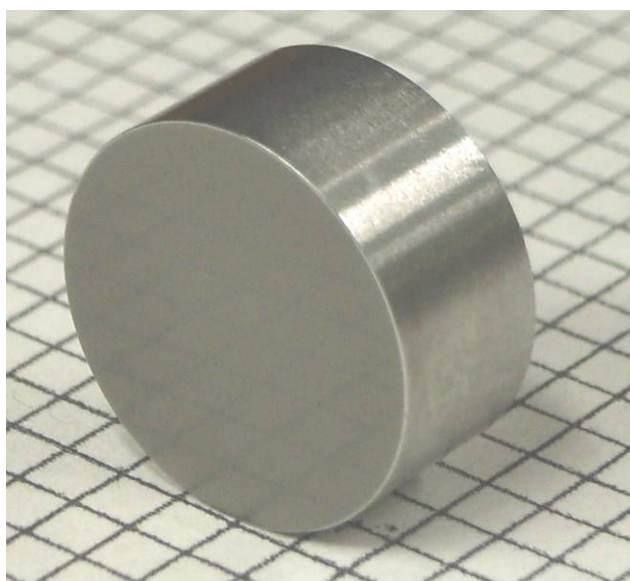


Fig. 2.12 研磨後の工具表面(WA#1200)



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といわれる. 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 $R_z \leq 0.10 \mu\text{m}$ 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 $R_a \leq 0.03 \mu\text{m}$ 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)

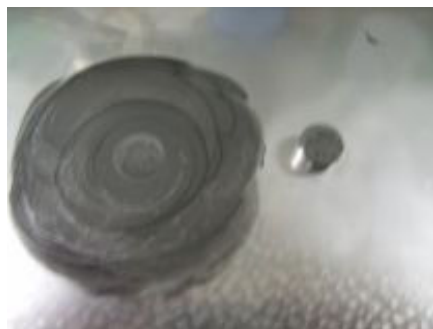


Fig. 2.15 研磨中の工具表面(WA#4000)

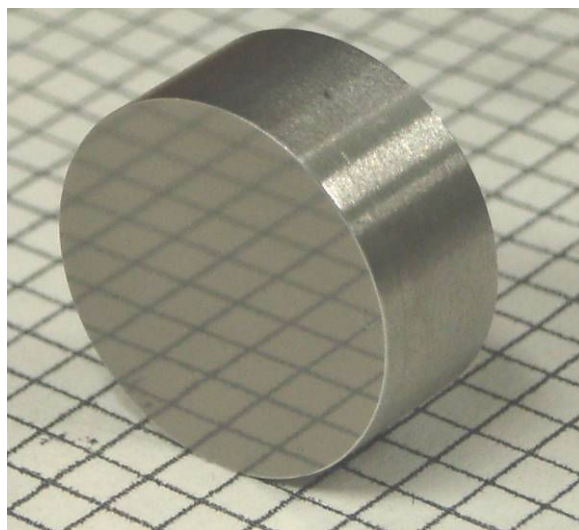


Fig. 2.16 研磨後の工具表面(WA#4000)

(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#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、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. 同様に、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。
5. 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。
6. 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 $R_z \leq 0.06\mu\text{m}$, $R_a \leq 0.01\mu\text{m}$ となっていれば完成である。

7. 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. 2.18 に研磨後の工具表面を示す．



(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)

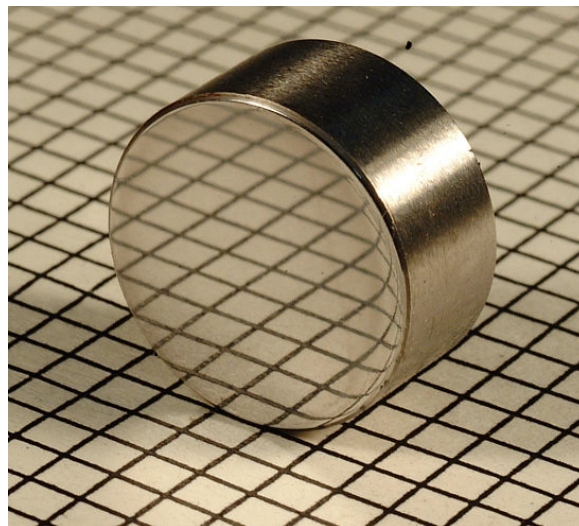


Fig. 2.18 研磨後の工具表面(WA#8000)

(5)バフ研磨

1. 高さ 7mm の下工具と高さ 20mm の上工具をそれぞれ Fig. 2.19 に示すように治具に取り付け，傾かないように上からも治具で押さえてねじで固定する．それを Fig. 2.20 のようにホルダの 3 箇所に取り付ける．取り付ける際には一度に 1 箇所の工具のねじを締めるのではなく，3 箇所を少しずつ締めていく．また，1 つの工具を上下 2 箇所のねじで固定するが，上のねじを固く締め，下のねじの締め方で工具の傾きを調整すると良い．ただし，締め方がゆる過ぎると研磨中に工具がはずれてしまうことがあるので注意する．ねじで 3 つの工具を固定した後，Fig. 2.21 のようにプレートを逆さまにしてその上にホルダを置き，真横から目視することで，3 つの工具の表面が傾いて接していないか確認する．

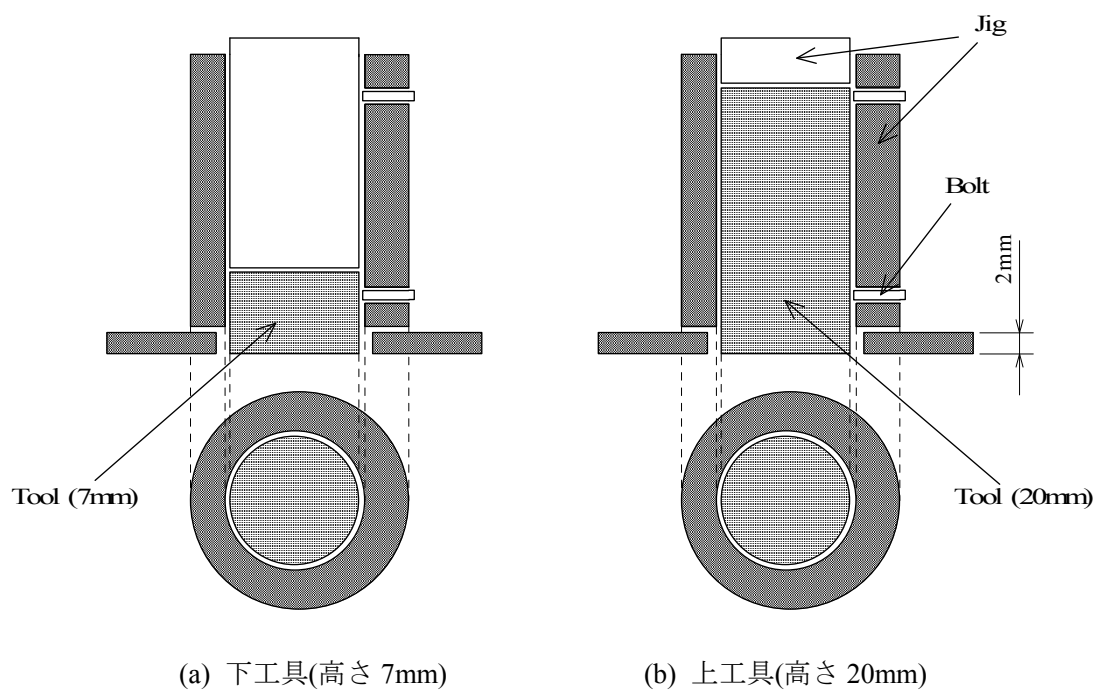


Fig. 2.19 治具への工具の取付方法

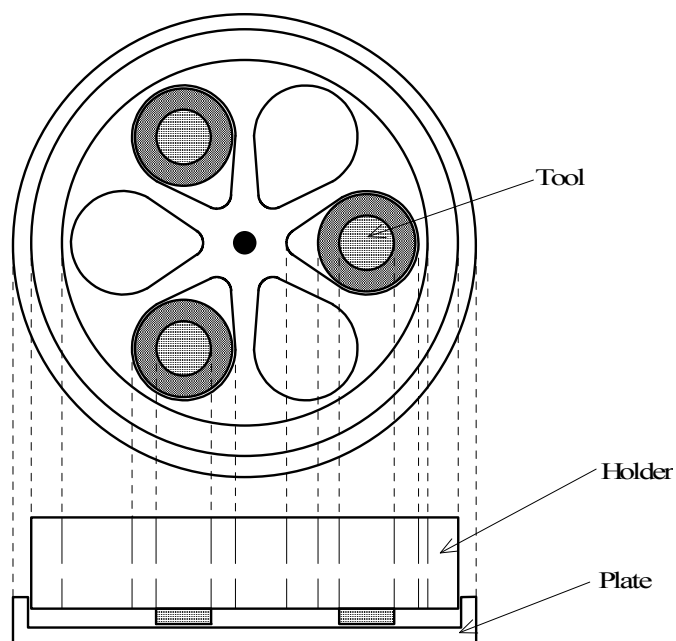


Fig. 2.20 工具のホルダへの設置方法

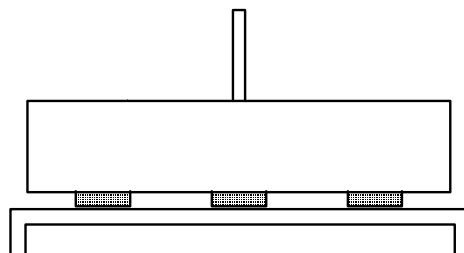


Fig. 2.21 目視の方法

2. 次に、ドクターラップ(MARUTO 製, ML-180), 蒸留水, 研磨剤 (アルミナスラリーと蒸留水を 1 対 5 の割合で混ぜたもの) を用意する. それぞれの外観を Fig. 2.22 に示す.



(a) ドクターラップ



(b) 蒸留水



(c) 研磨剤

Fig. 2.22 用意するもの (バフ研磨)

3. ドクターラップのシートのスピードの設定を 20 にしてドクターラップのスイッチを入れる. シートに蒸留水をかけ, 蒸留水がシート全体にある程度広がったらドクターラップのスイッチを切り, シートの上にホルダを静かに置き, 再びドクターラップのスイッチを入れる. この時, 3 つの工具が水平接着していれば, ホルダはゆっくり滑らかに回転する. 滑らかに回転しないときはもう一度工具をホルダにセットしなおす. このとき, Fig. 2.23 のようにホルダを支える金具の角度を 5° 程度傾けるための器具をセットする.



Fig. 2.23 金具のセット

4. 滑らかに回転したときはドクターラップのスイッチを切り, ホルダを取り出してから

ドクターラップのスイッチを入れ、シートに蒸留水を少量かけ、研磨剤をシート全体がやや白くなる程度にかける。

5. ドクターラップのスイッチを切ってから、シートの上にホルダを静かに置き、再びドクターラップのスイッチを入れる。その後回転させ、ホルダが滑らかに回転することを確認した後、2, 3 分おきに研磨剤をシート全体がやや白くなる程度に足して 15 分研磨する。その後、2, 3 分おきに精製水を足して 15 分研磨する。この時、ホルダの回転が速くなってきたらドクターラップのスピードを遅くしていく。その後、目視によって表面の研磨状態を確認し、研磨が必要な場合は 2, 3 分毎に表面の状態を確認しながら引き続き研磨を行う。
6. 研磨が終わったら工具表面を精製水で洗浄し、ホルダ、治具から工具を取り外し、目視によって片削りや大きな傷などがないか確認し、良ければ工具をエタノールで脱脂する。このとき、工具を傾けると光の反射で工具表面に白い粒のようなものが見える。この白い粒が少ないほど表面が平滑化されている。また、工具表面が油のように七色に見えるときは緩やかな凹凸により波打っている。表面粗さ計で測定し $R_z \leq 0.03\mu\text{m}$, $R_a \leq 5\text{nm}$ となっていれば高さ 20mm の上工具は完成である。高さ 7mm の下工具は表面粗さ計で計測した後、原子間力顕微鏡 (AFM) でも測定し、 $R_{ze} \leq 0.015\mu\text{m}$, $S_a \leq 3\text{nm}$ ($SR=20\text{mm}$) となっていることを確認する。
7. 研磨後の工具の外観を Fig. 2.24 に、表面の AFM 像を Fig. 2.25 に、表面の AFM 像から得た断面曲線を Fig. 2.26 に示す。

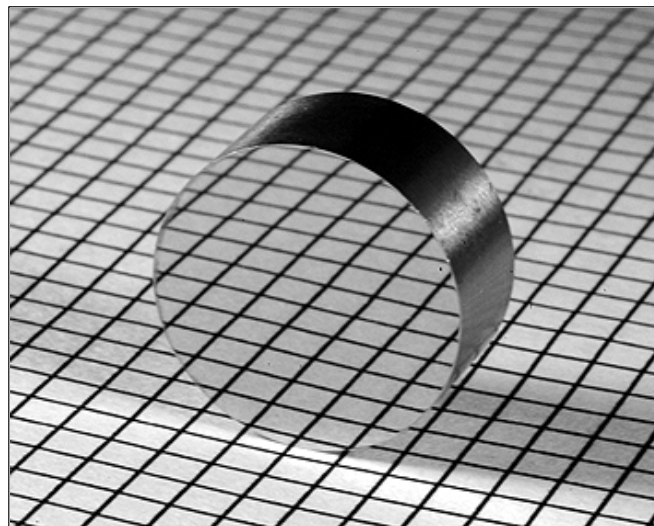


Fig. 2.24 研磨後の工具表面(バフ研磨)

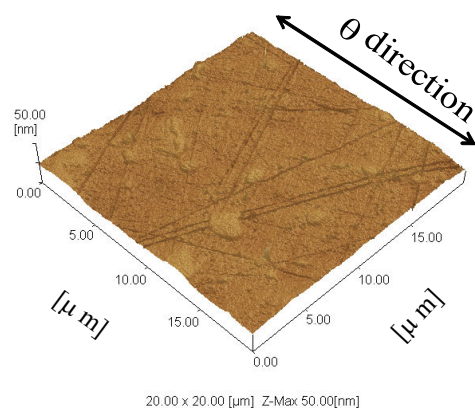


Fig. 2.25 工具表面の AFM 像(バフ研磨)

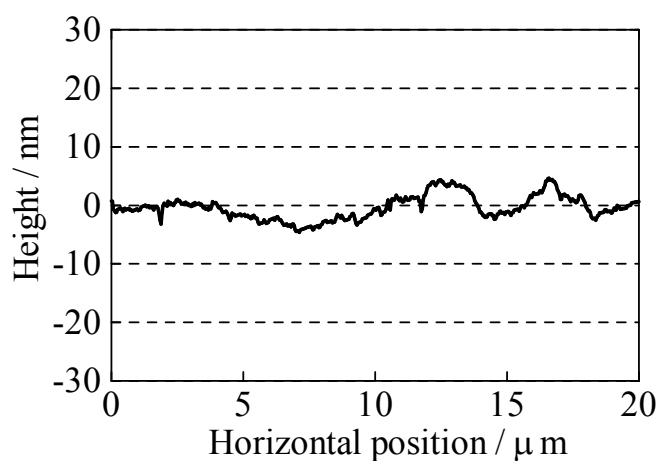


Fig. 2.26 工具表面の断面曲線(バフ研磨)

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. 2.27 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. 2.28 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. 29 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、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 5～10 秒程度蒸着すると膜厚が約 10nm, 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. 2.27 真空蒸着装置の外観

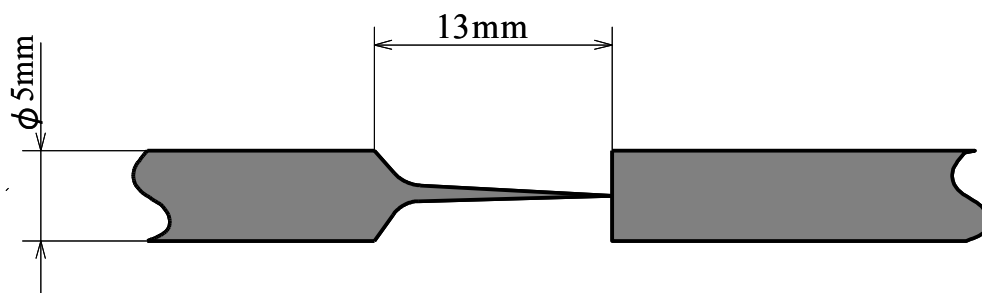


Fig. 2.28 炭素棒の取り付け方法

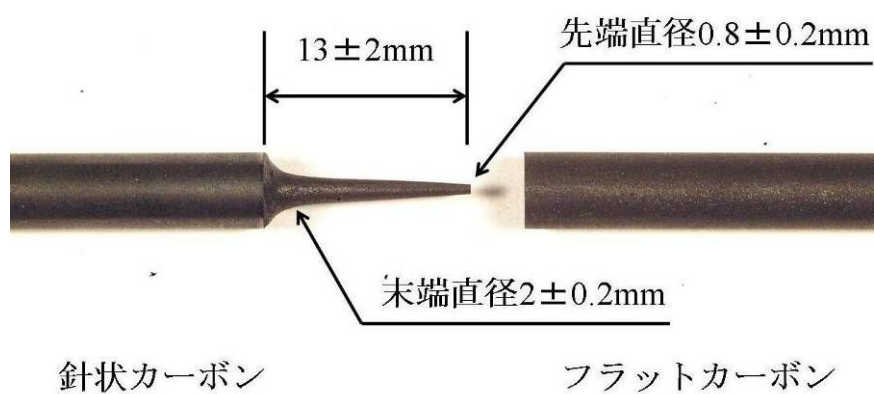


Fig. 2.29 炭素棒の外観

2.3.2 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. 2.30 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. 2.31 に示すようにダイセット(双葉電子工業製)に設置した．



Fig. 2.30 万能試験機(島津製作所製，REH-50 型)

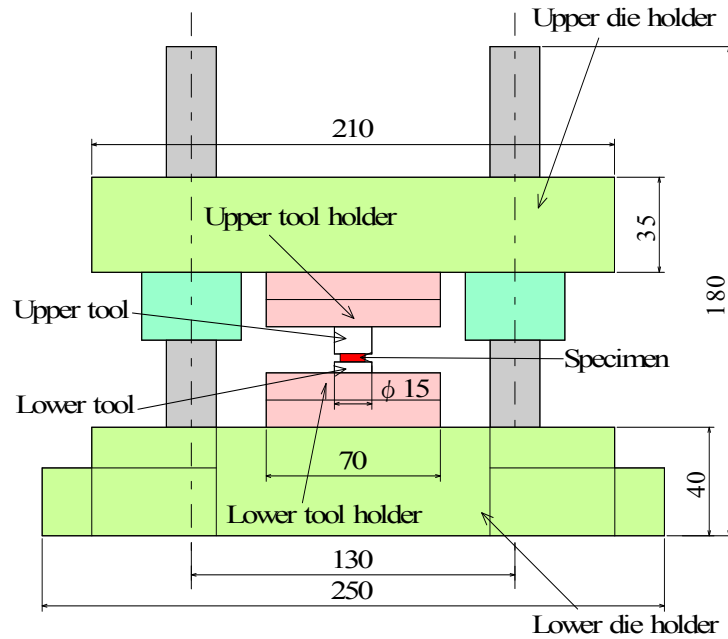


Fig. 2.31 圧縮工具とダイセットの概略図

2.3.3 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 製オムニエース 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。

2.3.4 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、接触する直前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、指針が動き始めた時と圧縮終了後の変位測定機の変位の値から変位を記録する。
- (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(Surftest 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(Surftest SJ-400)の外観をFig. 2.32に示す。触針式表面粗さ計はFig. 2.33に示すように先端半径2~10 μm 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

ンド，先端半径が $2\mu\text{m}$ ，先端角度が 60° である．触針表面粗さ計(Surftest SJ-400)の使用方を以下に示す．

- (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(μm)」，「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」→「 λc 」の順にタッチし，任意の基準長さに設定する．「 λc 」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」→「 λs 」の順にタッチし，カットオフ値を指定する．「 λs 」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. 2.34 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しか保存できない。
- (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. 2.32 触針式表面粗さ計(Surftest SJ-400)の外観

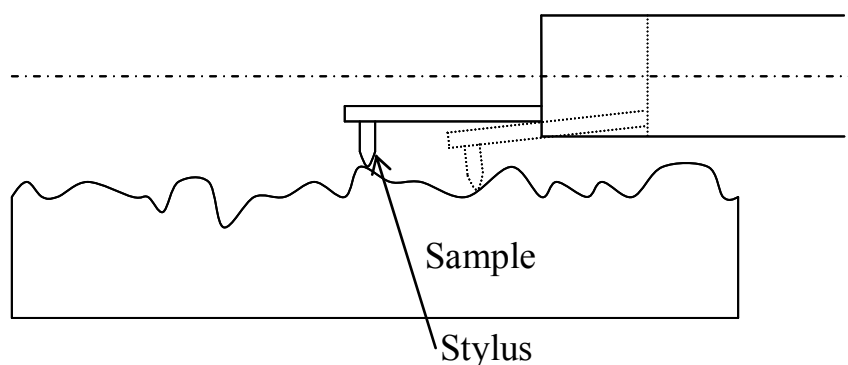


Fig. 2.33 触針式表面粗さ計の原理図

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 バフ研磨後工具	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. 2.34 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⁽¹⁷⁾

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. 2.35 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-1S) 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 ユニットの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てこ検出部、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。

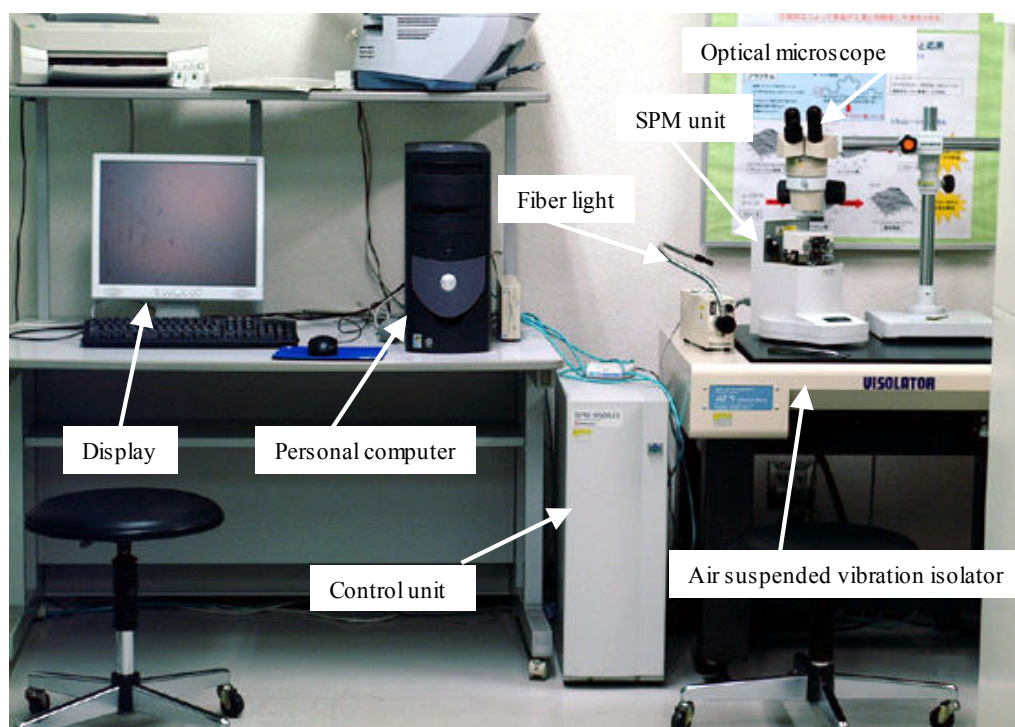


Fig. 2.35 SPM 装置および周辺装置の外観

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[μm]×30[μm]
- ・ 最大測定範囲(Z) : 5[μm]
- ・ 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. 2.36 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. 2.37 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．

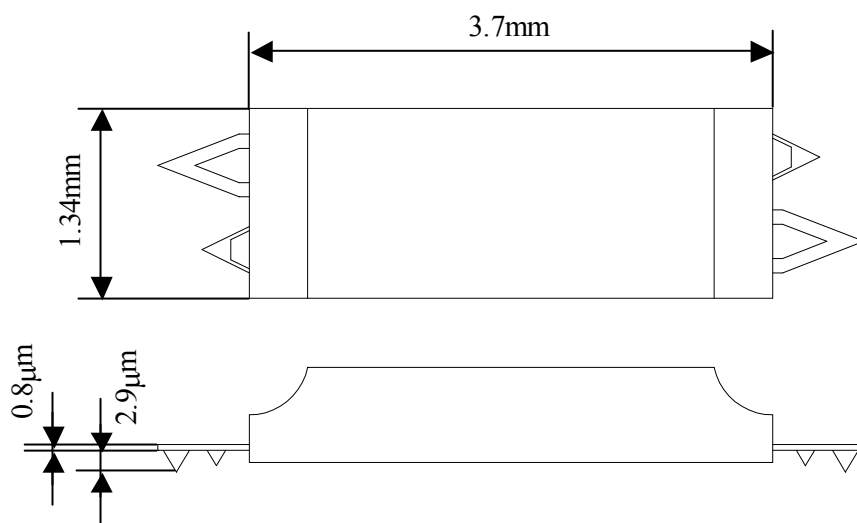


Fig. 2.36 カンチレバーの外形図

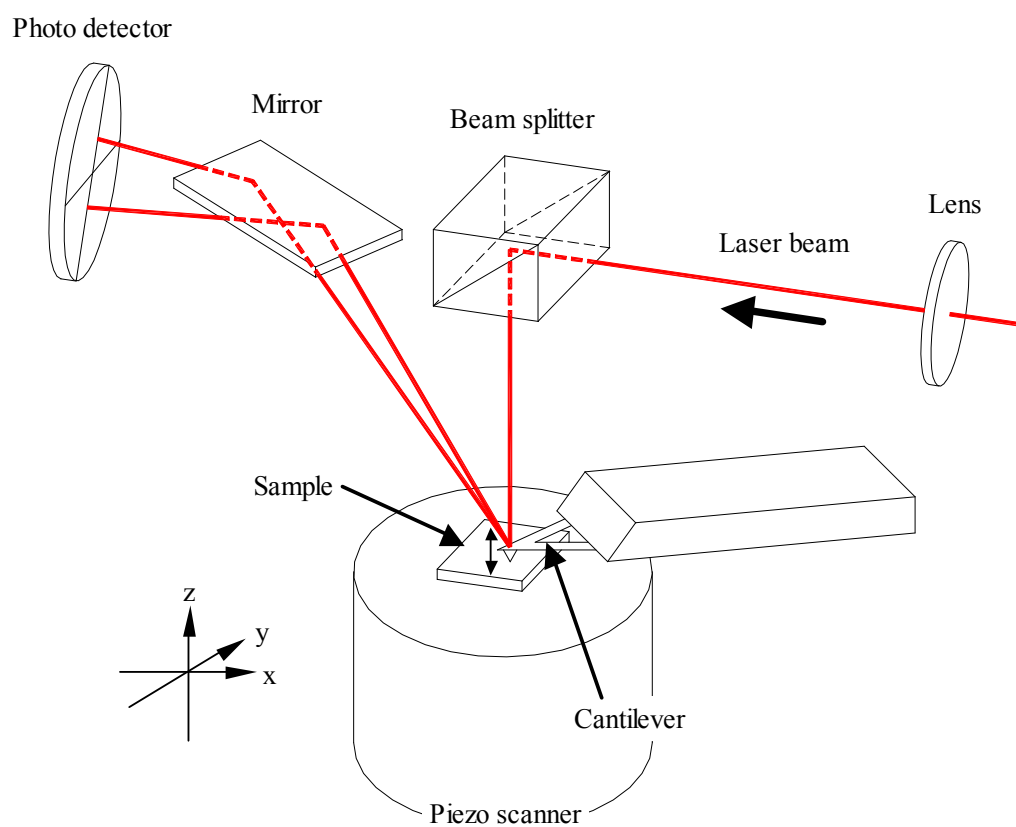


Fig. 2.37 光てこ検出法

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 μ m	20 μ 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 μ m \times 20 μ m(SR=20 μ m)とした. 画像の解像度は最大 512 \times 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 $r=0, 1, 2, 3$ 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. 2.38 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. 2.39 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. 2.38 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. 本

研究で使用した試験片と工具は $SR=20\mu\text{m}$ において、試験片： $Sa=80\text{nm}$, $R_{ae}=75\text{nm}$, 工具： $Sa=2\text{nm}$, $R_{ae}=2\text{nm}$ であった。

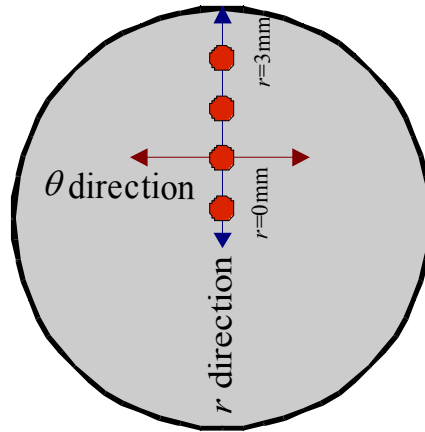


Fig. 2.38 圧縮後試験片の AFM 観察を行う場所

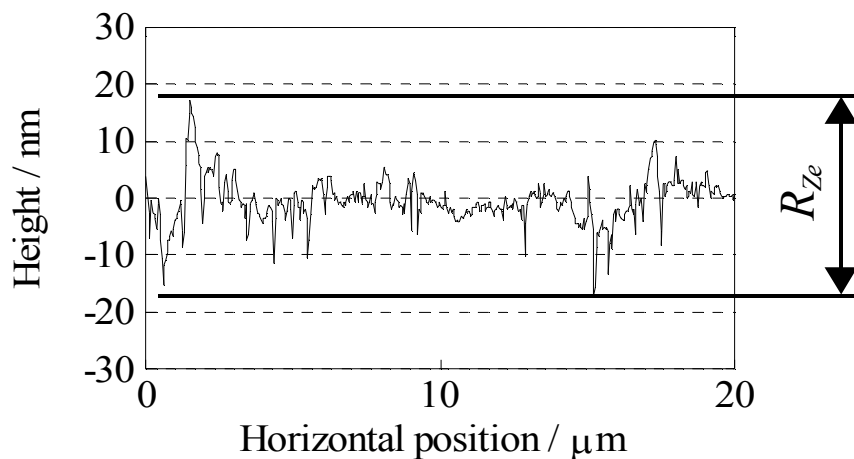


Fig. 2.39 R_{ze} の定義

2.6 工具表面のカーボン膜剥離面積率の測定

カーボンを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. 2.40 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. 2.41 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. 2.42 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. 2.40 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

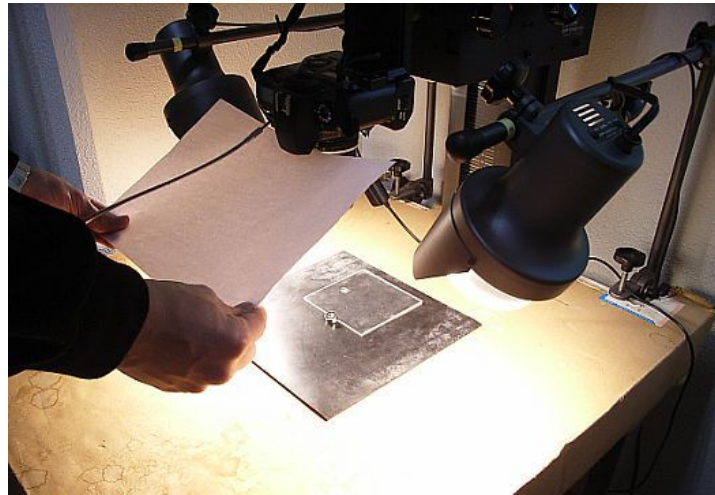
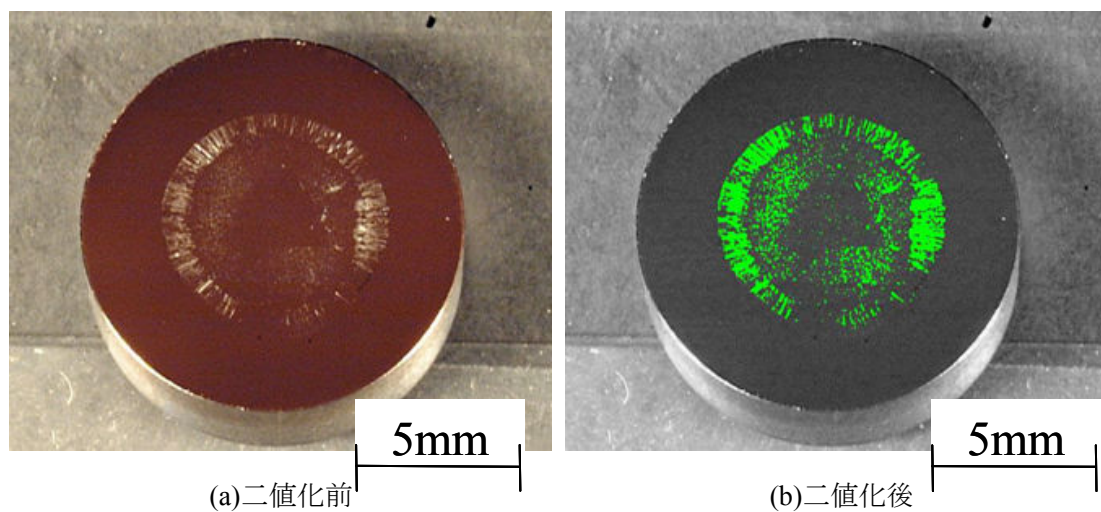


Fig. 2.41 撮影時の様子



(a)二値化前

(b)二値化後

Fig. 2.42 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, $e_c=38\%$, $\gamma=37\%$)

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. 2.43 に FEM 解析モデルと境界条件, Table 2.4 に FEM 解析条件を示す。

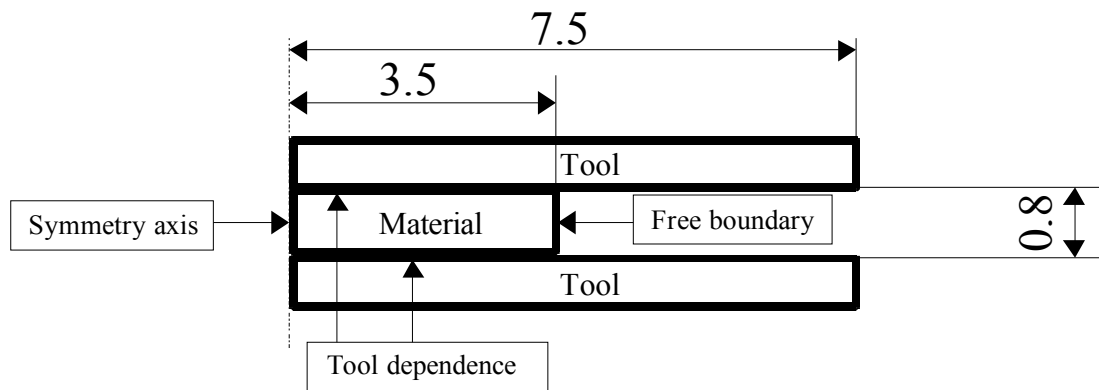


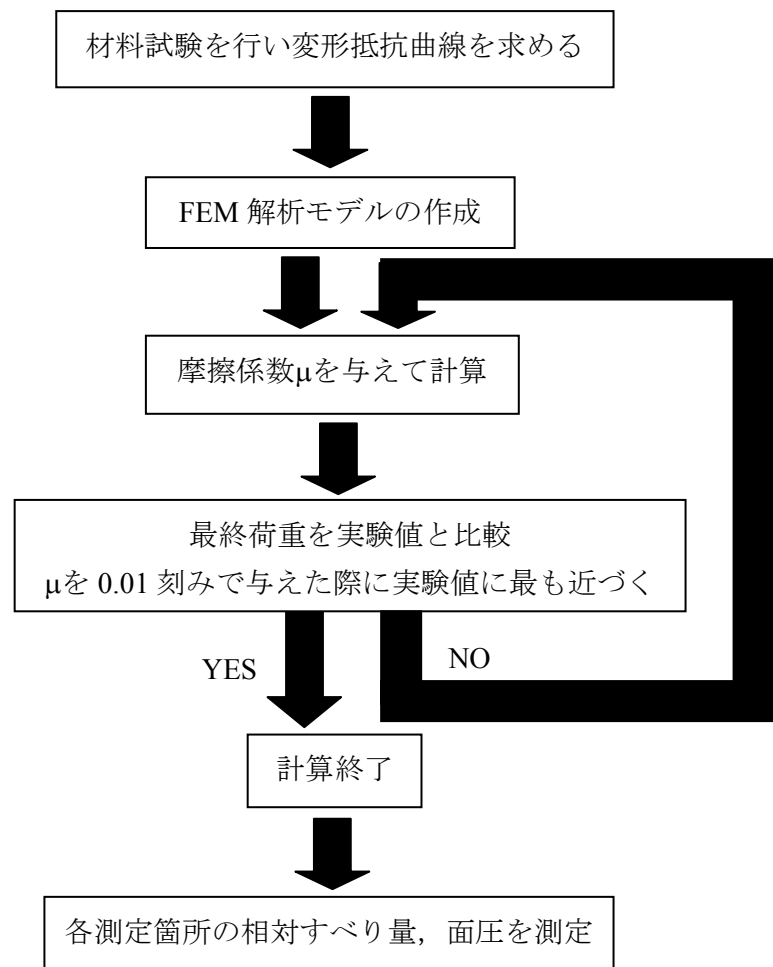
Fig. 2.43 FEM 解析モデルと境界条件

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. 2.44 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. 2.44 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. 2.45 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。

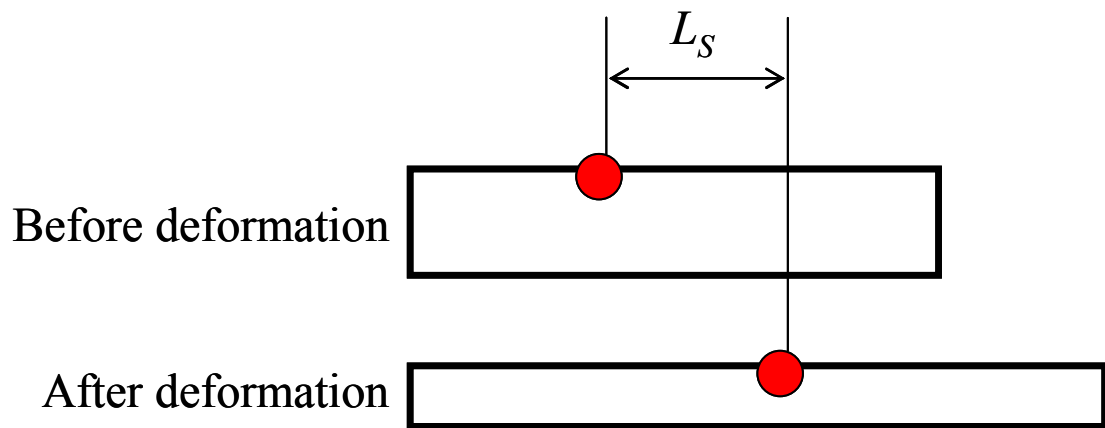


Fig. 2.45 相対すべり量 L_S の定義

第3章 圧縮加工による平滑化挙動

これまでの研究より，圧縮試験工具の表面にカーボン蒸着を施すと，工具と試験片表面の金属接触が避けられ，超平滑な表面を創成することに効果があることがわかった．そこで，本研究では，工具 ($R_a=5\text{nm}$) に蒸着させるカーボン蒸着膜の膜厚の影響を調べるため，二種類の膜厚についてアルミニウム焼なまし材試験片の圧縮加工を行った．膜厚 $t=10\text{nm}$ を t-1，膜厚 $t=20\text{nm}$ を t-2 と称することにする．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 に圧縮前と平滑化が進んでいる t-2 の圧縮率 $e_c=38\%$ 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．

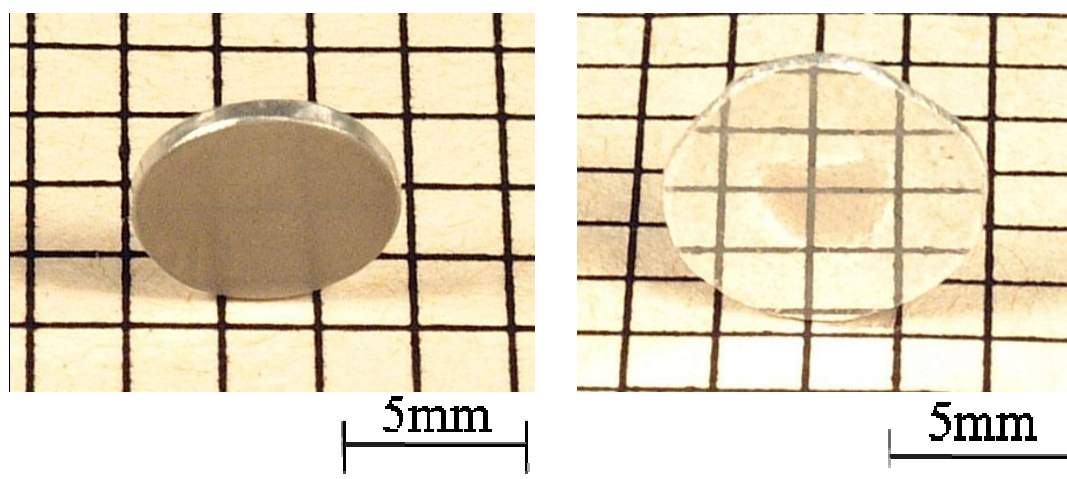
Fig. 3.2 に触針式表面粗さ計より得られた算術平均粗さ R_a と圧縮率 e_c の関係を示す．膜厚が厚い t-2 の方が t-1 よりも算術平均粗さ R_a は小さくなっており，t-2 の方が平滑化が進むことがわかる．t-1 では，圧縮率 e_c が大きくなっても R_a はあまり変わらないが，t-2 では，圧縮率 e_c が大きくなるほど R_a が小さくなる傾向が見られる．

Fig. 3.3 にカーボン蒸着膜の剥離面積率 γ と圧縮率 e_c の関係を示す．膜厚が薄い t-1 の方が t-2 よりも γ が大きく，蒸着膜の剥離が大きいことがわかる．また， e_c が大きくなるほど γ が大きくなる傾向が見られる．このため，t-1 の方が R_a が大きくなったと考えられる．

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．

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

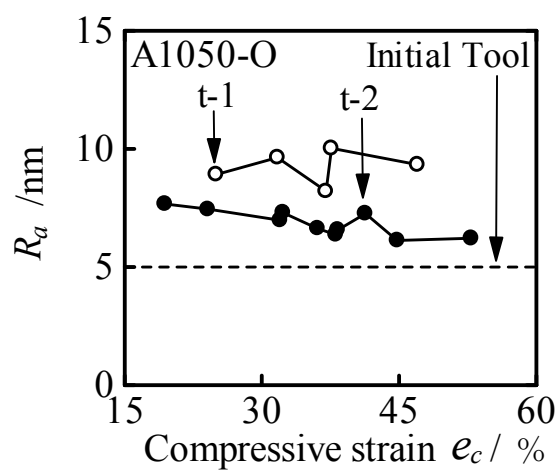
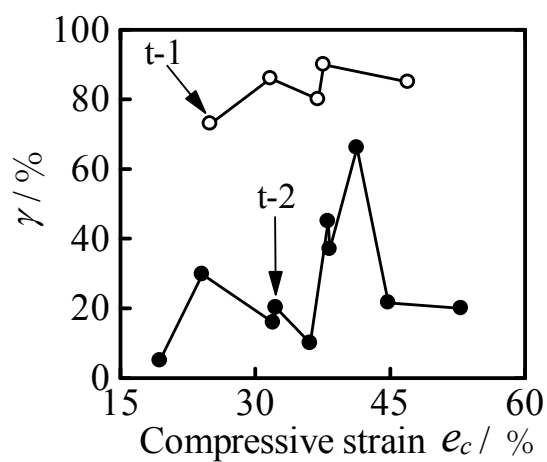
Fig. 3.4 に平均面圧 p_{mean} と圧縮率 e_c の関係を示す．圧縮率 e_c が大きくなるにつれて平均面圧 p_{mean} は大きくなり，剥離面積率が大きい t-1 では平均面圧 p_{mean} が大きくなっており，剥離面積率の小さい t-2 では t-1 よりも平均面圧 p_{mean} が小さくなっていることがわかる．蒸着膜の剥離が大きい t-1 において潤滑状態が悪くなっていることがわかる．



(a)圧縮前試験片

(b)圧縮後試験片(t-2, $e_c=38\%$)

Fig. 3.1 圧縮試験前後の試験片の外観

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

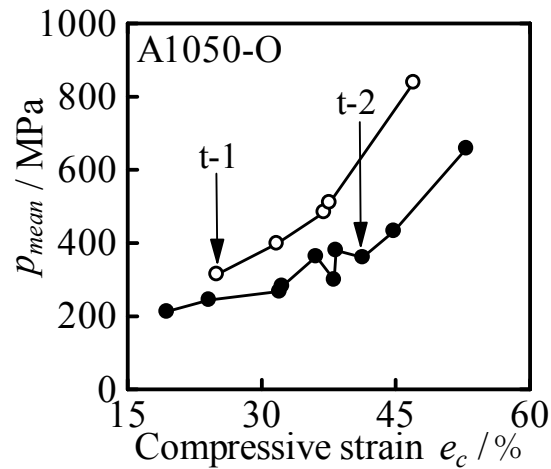


Fig. 3.4 平均面圧 p_{mean} と圧縮率 e_c の関係

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 t-1 の $e_c=38\%$ に圧縮した試験片の AFM 像を、Fig. 3.7 に t-2 の $e_c=38\%$ に圧縮した試験片の AFM 像を示す。同じ圧縮率であるが、t-1 よりも t-2 で平滑化が進んでいることがわかる。これは t-1 の方がカーボン蒸着膜の剥離が大きいためであると考えられる。また、t-1 では各測定箇所ですれほど大きな違いはみられないが、t-2 では中心部よりも外周部で平滑化が進んでいるのがわかる。外周部では外側に向かって材料流動が見られる。

Fig. 3.8 に試験片表面および工具表面の算術平均面粗さ S_a と圧縮率 e_c の関係を示す。t-1 ではばらつきはあるものの、各測定箇所ですれ縮率 e_c が大きくなっても S_a はあまり変わらない。一方、t-2 では、おおむね圧縮率 e_c が大きくなるほど S_a は小さくなっている。t-1 では中心部分の S_a が小さく、他の測定箇所よりも平滑化が進んでいるのがわかる。逆に、t-2 では中心部よりも外周部の方が S_a は小さくなっており、外周部の方が平滑化が進むことがわかる。平滑効果には高い面圧による転写効果と材料流動によるしごき効果が考えられる。t-2 のようにカーボン蒸着膜の剥離が小さく、潤滑状態が良い場合は、中心部では高い面圧により転写効果による平滑化は進むが、材料流動が小さいため、しごき効果が小さく、外周部分では材料流動が大きいことにより、しごき効果が大きくなり、外周部の方が平滑化が進んだと考えられる。逆に、t-1 のようにカーボン蒸着膜の剥離が大きい場合には工具と材料が金属接触することにより、材料流動が大きい外周部のしごき効果が抑えられ、中心部の方が平滑化が進んだと考えられる。

Fig. 3.9 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。測定箇所 $r=0\text{mm}$ では、t-1 と t-2 の S_a はそれほど違いがみられず、おおむね圧縮率が大きくなるにつれて S_a が小さくなる傾向がある。 $r=1\text{mm}$ 、 2mm 、 3mm では t-2 は t-1 よりも S_a が小さくなっている。t-1 では圧縮率 e_c が大きくなってもそれほど S_a は変わらないが、t-2 では

圧縮率 e_c が大きくなるほど S_a が小さくなる傾向が見られる. t-1 は t-2 よりもカーボン蒸着膜の剥離が大きい, 中心部ではその影響は小さく, 外周部では大きくなっている.

Fig. 3.10 に S_a と測定箇所 r の関係を示す. t-1 では, r が大きい外周ほど S_a が大きくなる傾向が見られる. t-2 ではおおむね r が大きい外周ほど S_a が小さくなっている傾向が見られる. t-1 では r が大きくなってもカーボン蒸着膜の剥離による工具と試験片表面の金属接触が原因で平滑化が進まず, t-2 では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.

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, 算術平均粗さ相当値 R_{ae} の測定も同時に行った. Fig. 3.11 に t-1 と t-2 の測定箇所 $r=1\text{mm}$, Fig. 3.12 に t-1 と t-2 の測定箇所 $r=3\text{mm}$ の R_{ae} と測定方向の関係を示す. t-1 では, R_{ae} は測定方向による違いはほとんど見られない. これは t-1 ではカーボン膜の剥離によって工具と材料が金属接触することで材料流動が抑えられるため測定方向による違いがみられないと考えられる. t-2 では多少ではあるが, 円周方向よりも半径方向の方が R_{ae} が小さくなっている. これは材料流動の方向に平滑化が進むためと考えられる.

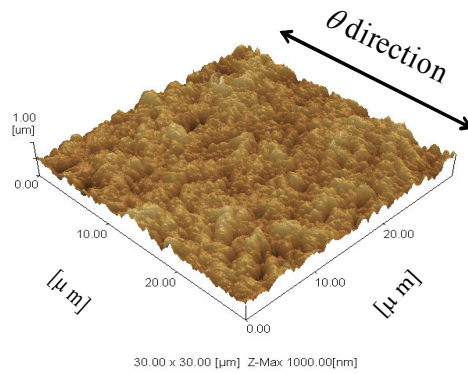
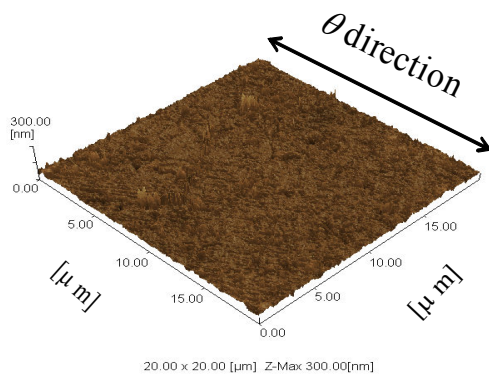
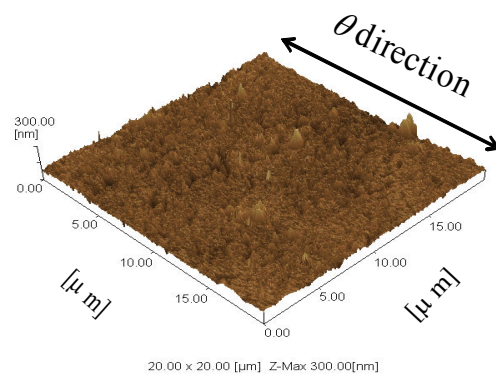


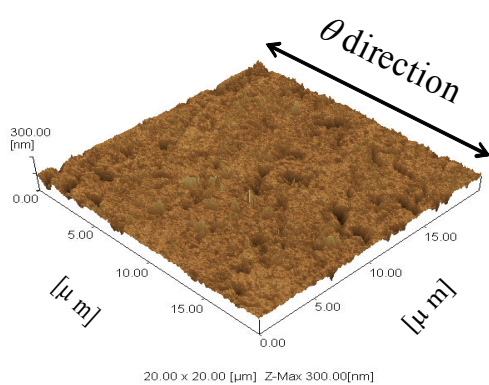
Fig. 3.5 試験片初期表面の AFM 像の例
($e_c=0\%$, $SR=20\mu\text{m}$)



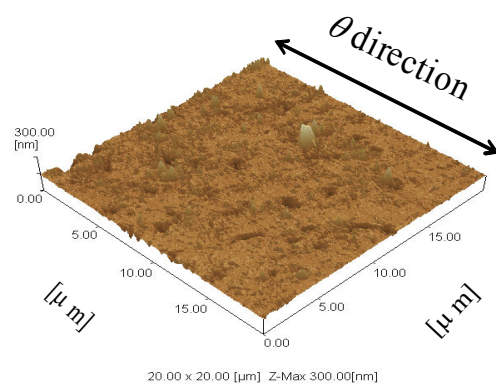
(a) 測定箇所 $r=0\text{mm}$



(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
($e_c=38\%$, $SR=20\mu\text{m}$, t-1)

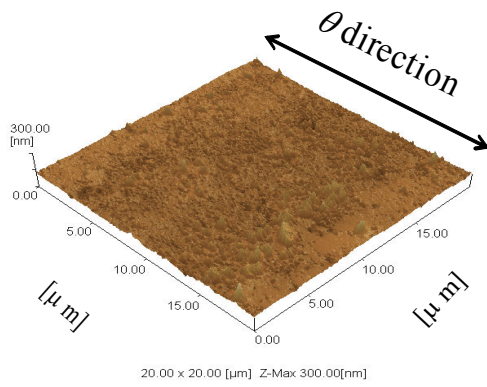
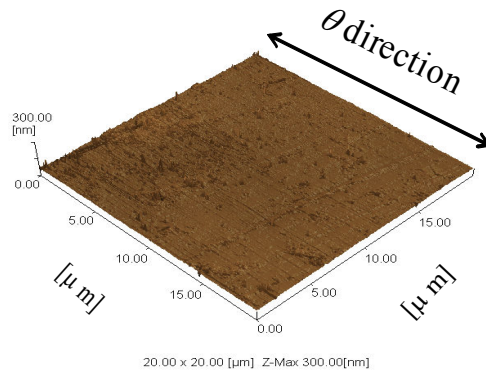
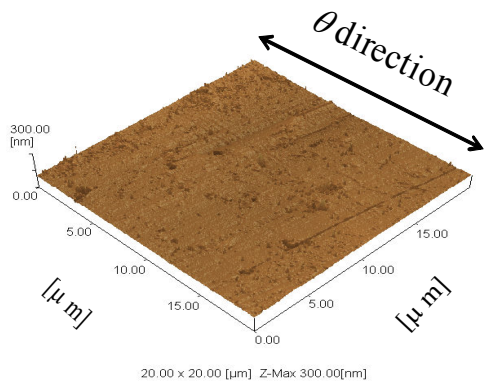
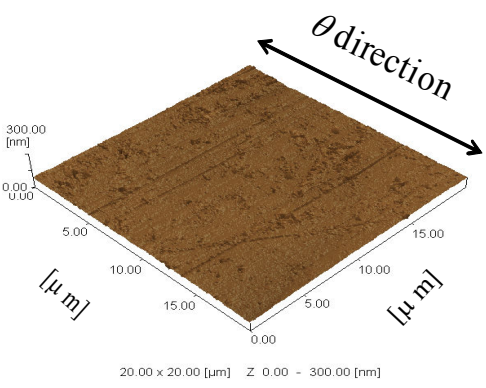
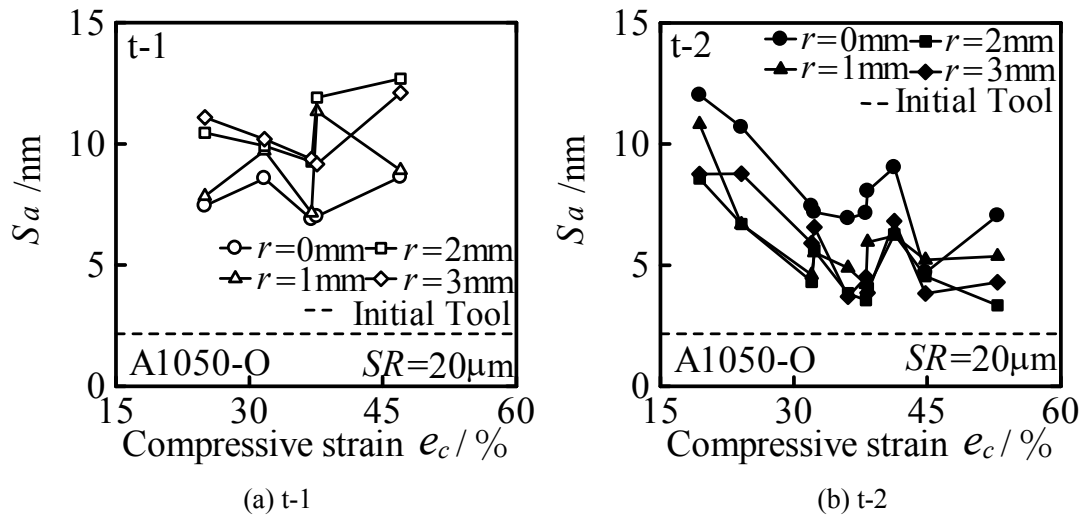
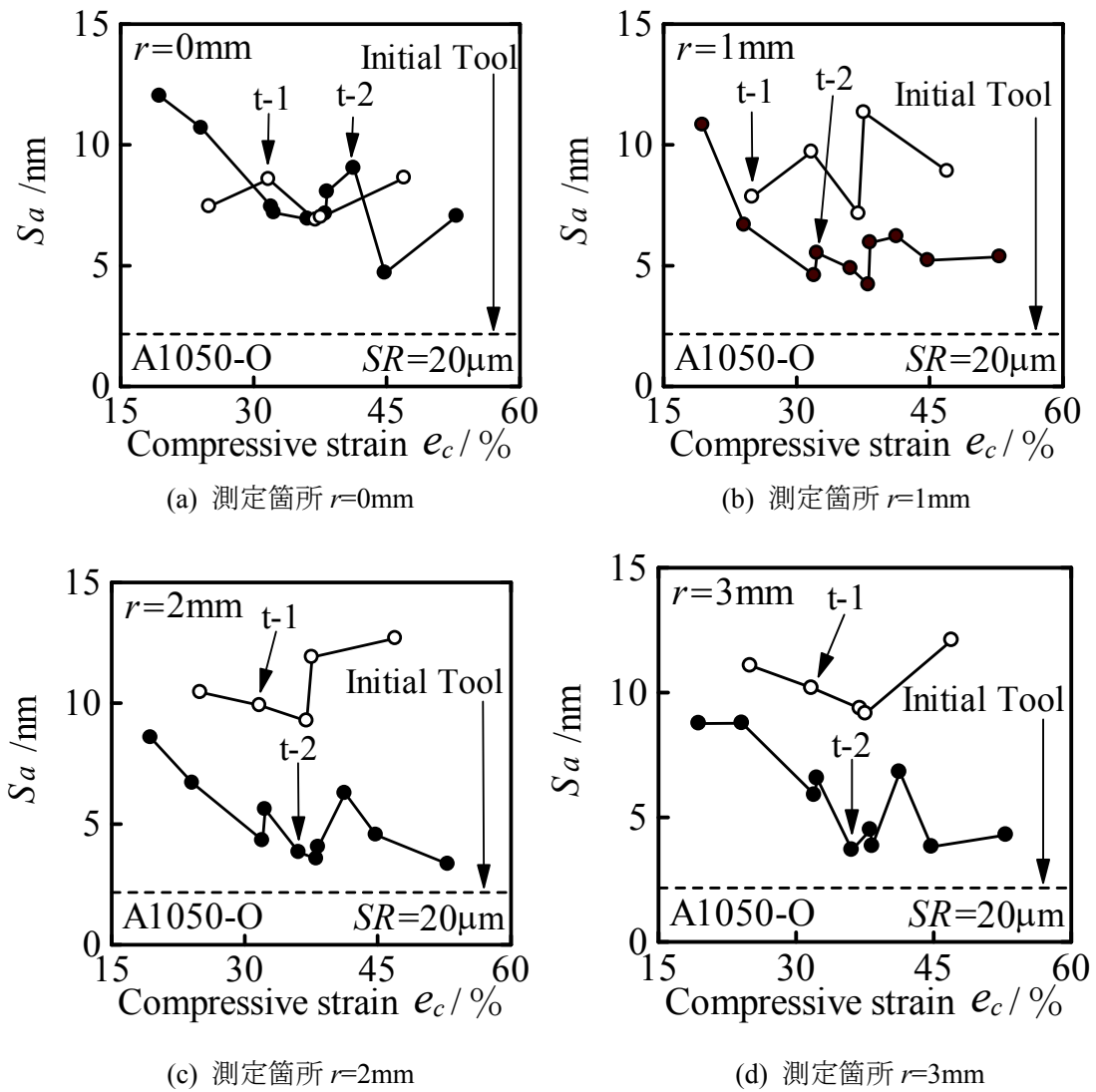
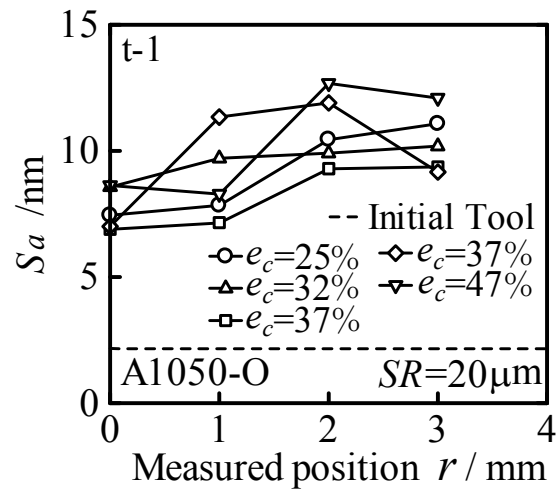
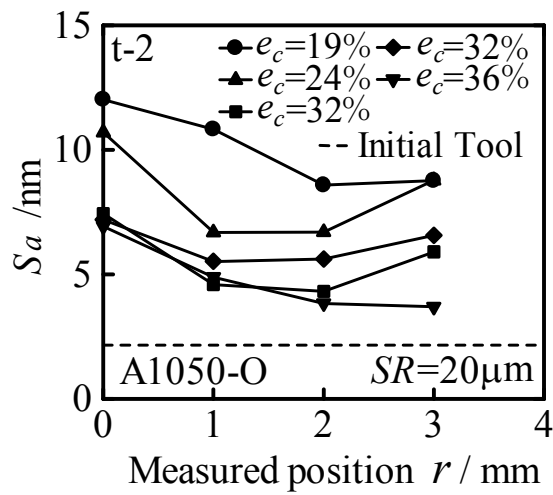
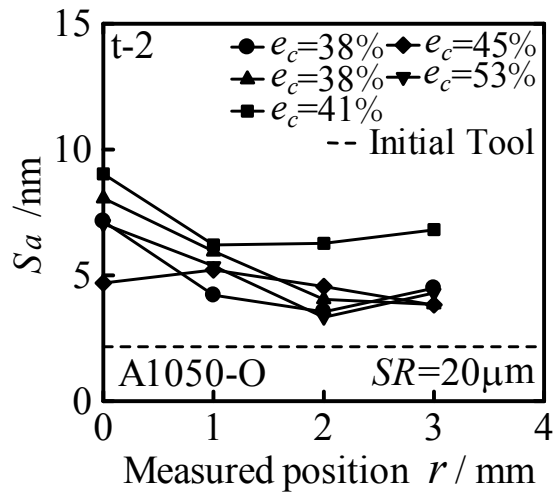
(a) 測定箇所 $r=0\text{mm}$ (b) 測定箇所 $r=1\text{mm}$ (c) 測定箇所 $r=2\text{mm}$ (d) 測定箇所 $r=3\text{mm}$

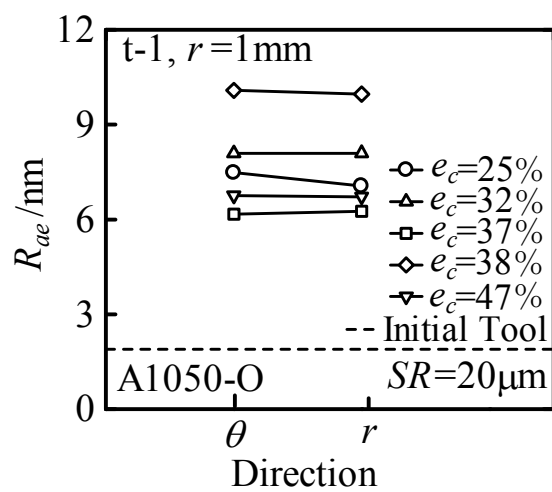
Fig. 3.7 圧縮試験後の試験片表面の AFM 像の例
 $(e_c=38\%, SR=20\mu\text{m}, t-2)$

Fig. 3.8 S_a と圧縮率 e_c の関係Fig. 3.9 S_a と圧縮率 e_c の関係

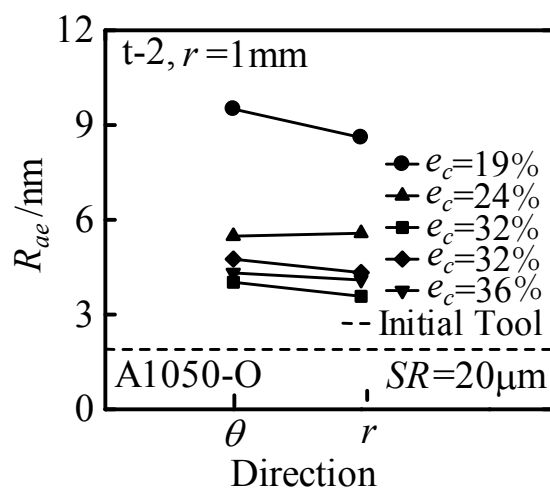
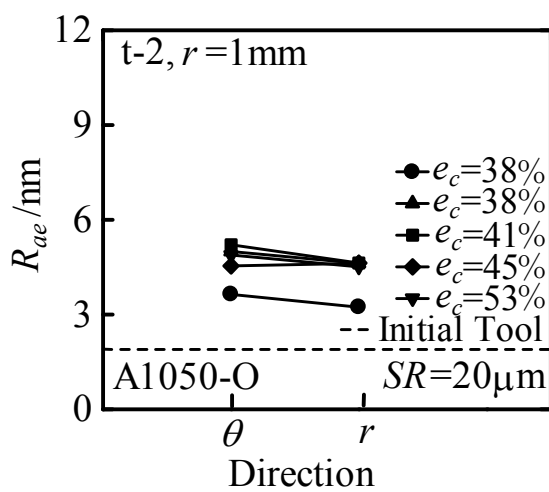


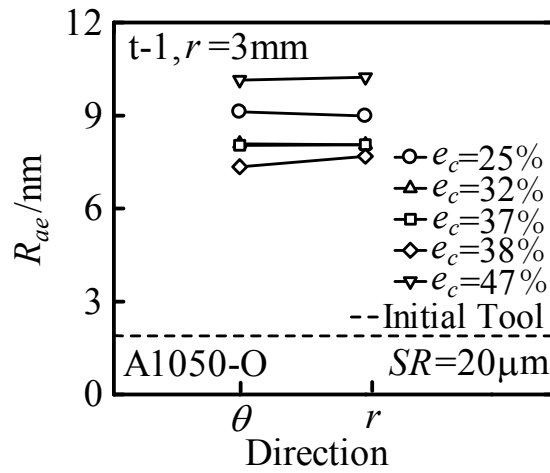
(a) t-1

(b) t-2, $e_c=19\sim 36\%$ (c) t-2, $e_c=38\sim 53\%$ Fig. 3.10 S_a と測定箇所 r の関係

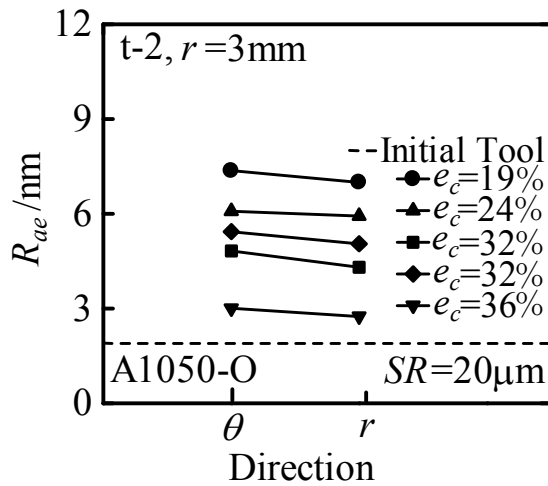
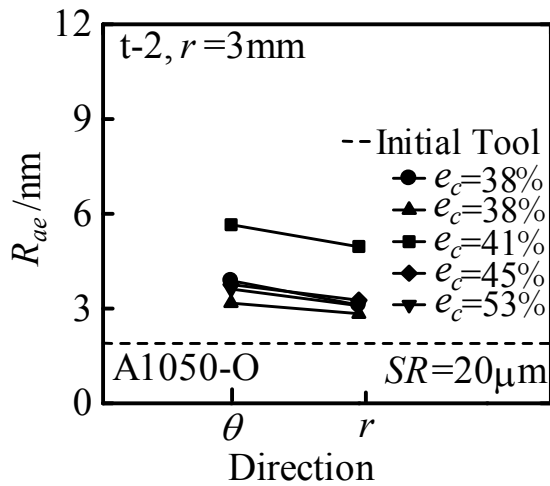


(a) t-1

(b) t-2, $e_c=19\sim36\%$ (c) t-2, $e_c=38\sim53\%$ Fig. 3.11 R_{ae} と測定方向の関係($r=1\text{ mm}$)



(a) t-1

(b) t-2, $e_c=19\sim36\%$ (c) t-2, $e_c=38\sim53\%$ Fig. 3.12 R_{ae} と測定方向の関係($r=3\text{mm}$)

圧縮試験後の工具表面と試験片表面の関係を調べるため、圧縮後の工具表面を AFM により測定を行った。Fig. 3.13 に t-1, Fig. 3.14 に t-2 の各測定箇所での圧縮後の工具表面と試験片表面の S_a と圧縮率 e_c の関係を示す。t-1 の場合、中心部では圧縮率が小さいと圧縮後の工具表面は初期工具と同程度の S_a となっているが、圧縮率が大きいと圧縮後の工具は初期工具よりも S_a が大きくなっている。外周部では初期工具よりも圧縮後の工具の方が S_a が大きくなっている。 S_a が大きくなる原因としてはカーボン蒸着膜の剥離により潤滑状態が悪化し、試験片が工具に凝着したためと考えられる。t-2 ではいずれの条件においても初期工具と圧縮後の工具の S_a はほぼ同じである。これは、カーボン蒸着の剥離が小さいためと考えられる。カーボン蒸着膜の剥離が小さければ、圧縮率 e_c が大きくなると試験片は工具の粗さに近づいていく傾向があることがわかる。

Fig. 3.15 に t-1, Fig. 3.16 に t-2 の圧縮後の工具表面と試験片表面の S_a と測定箇所 r の関係を示す. t-1 は外周部では S_a が大きくなる傾向がある. これは工具と試験片表面が凝着したことによるものと考えられる. また圧縮後の工具表面と試験片表面にはおおむね同様の傾向が見られる. これは工具が試験片に凝着するために同じような粗さになったのではないかと考えられる. t-2 は各測定箇所で圧縮試験後の工具表面の粗さはほぼ初期工具と同程度となっており, 試験片表面の中心部は工具表面よりも S_a が大きい, 試験片表面の外周部では圧縮率が大きくなると工具表面の粗さに近づいている.

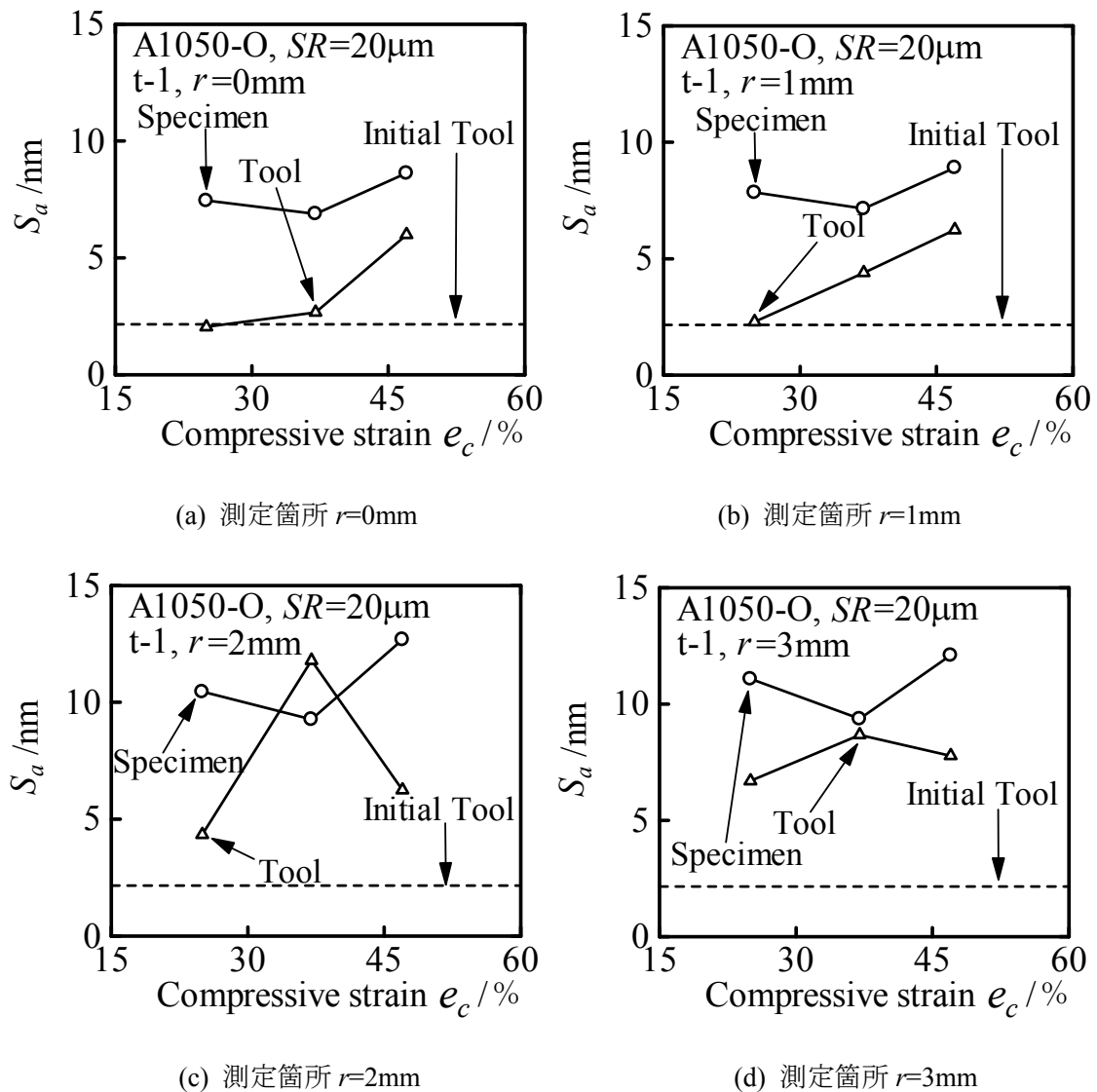
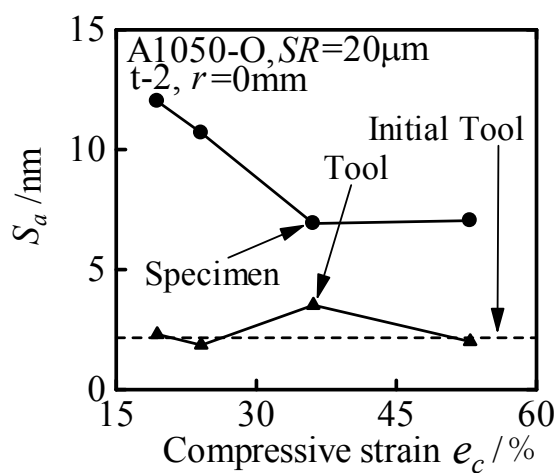
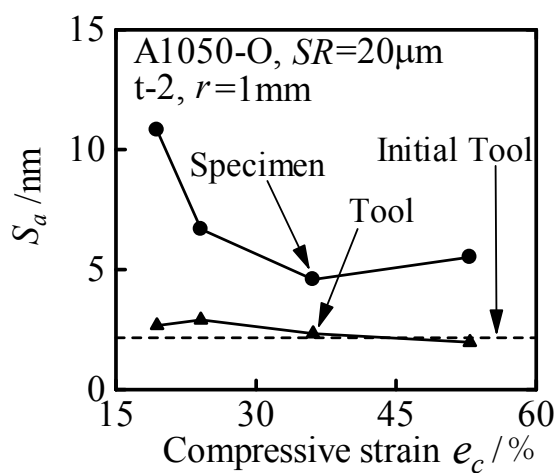
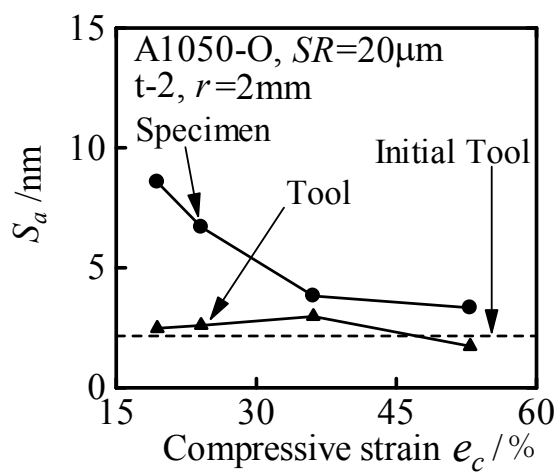
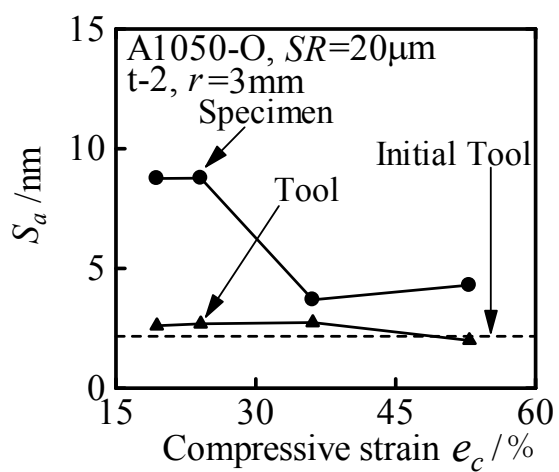
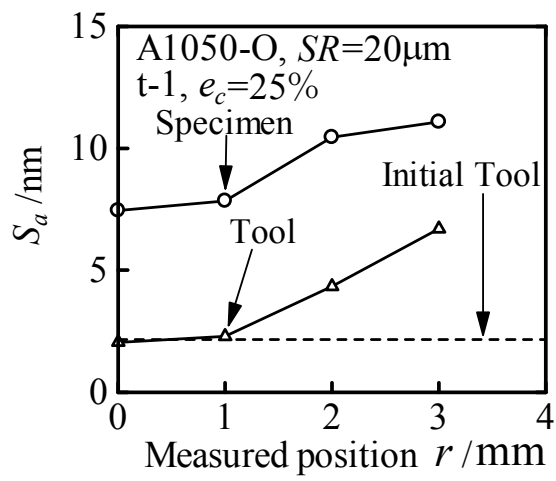
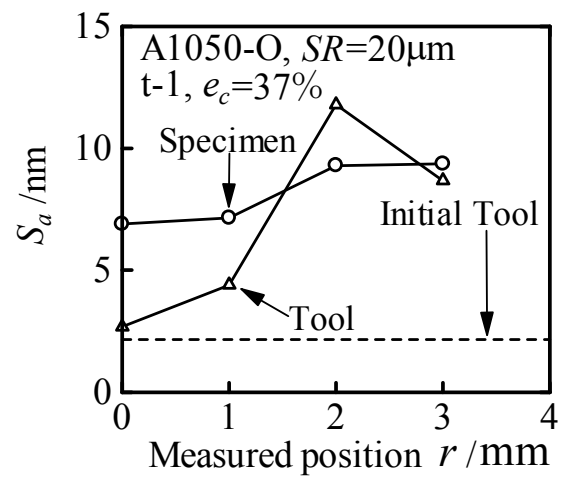
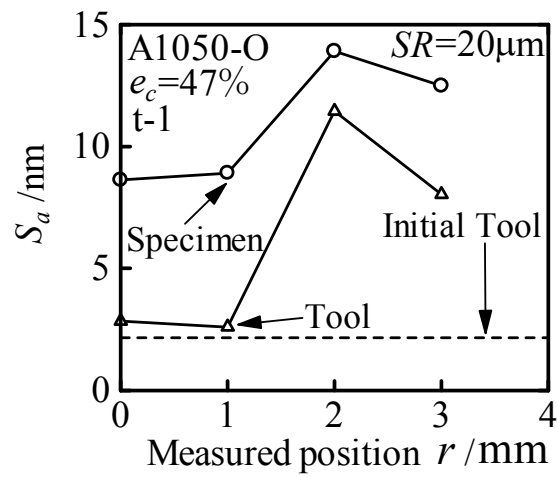
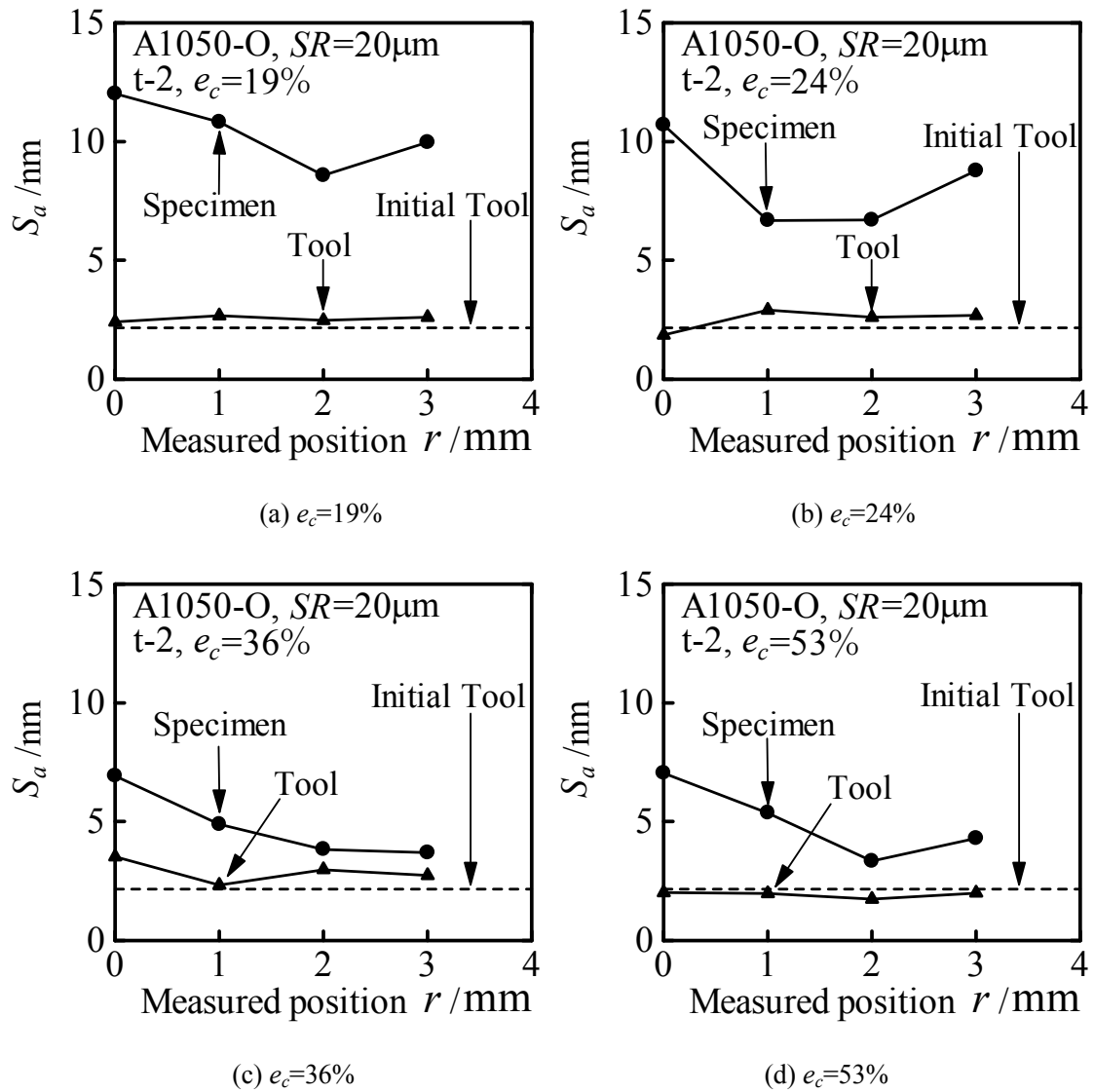


Fig. 3.13 S_a と圧縮率 e_c の関係(t-1)

(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. 3.14 S_a と圧縮率 e_c の関係(t-2)

(a) $e_c=25\%$ (b) $e_c=37\%$ (c) $e_c=47\%$ Fig. 3.15 S_a と測定箇所 r の関係(t-1)

Fig. 3.16 S_a と測定箇所 r の関係(t-2)

3.3 有限要素法(FEM)解析結果

Fig. 3.17 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.

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

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. 3.18 に t-2 の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 はおおむね 0.2~0.3 程度となっている．各実験での潤滑状態は多少違いがあると考えられる．

Fig. 3.19 に t-1, Fig. 3.20 に t-2 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．なお, t-1 の圧縮率 $e_c=37\%$, 38% , 47% では本ソフトウェアで設定できる最大摩擦係数 $\mu=0.577$ としても実験の荷重より小さくなってしまったので摩擦係数 $\mu=0.577$ として解析を行った．t-1, t-2 とともに中央部である $L_S=0\text{mm}$ での面圧が非常に大きいですが, L_S が大きいほど面圧が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．また同程度の圧縮率でも t-2 よりも t-1 の方が p が大きくなっている．

Fig. 3.21 に t-1, Fig. 3.22 に t-2 の S_a と相対すべり量 L_S の関係を示す．t-1 では, ばらつきはあるが相対すべり量 L_S が大きいと S_a が大きくなる傾向が見られる．t-2 では, 相対すべり量 L_S が大きいと S_a が小さくなる傾向が見られる．

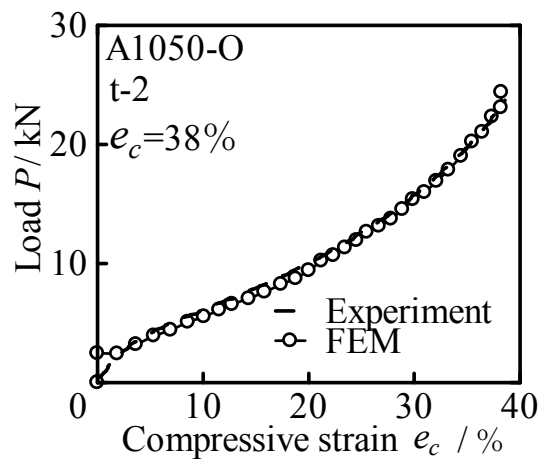


Fig. 3.17 荷重 P と圧縮率 e_c の関係

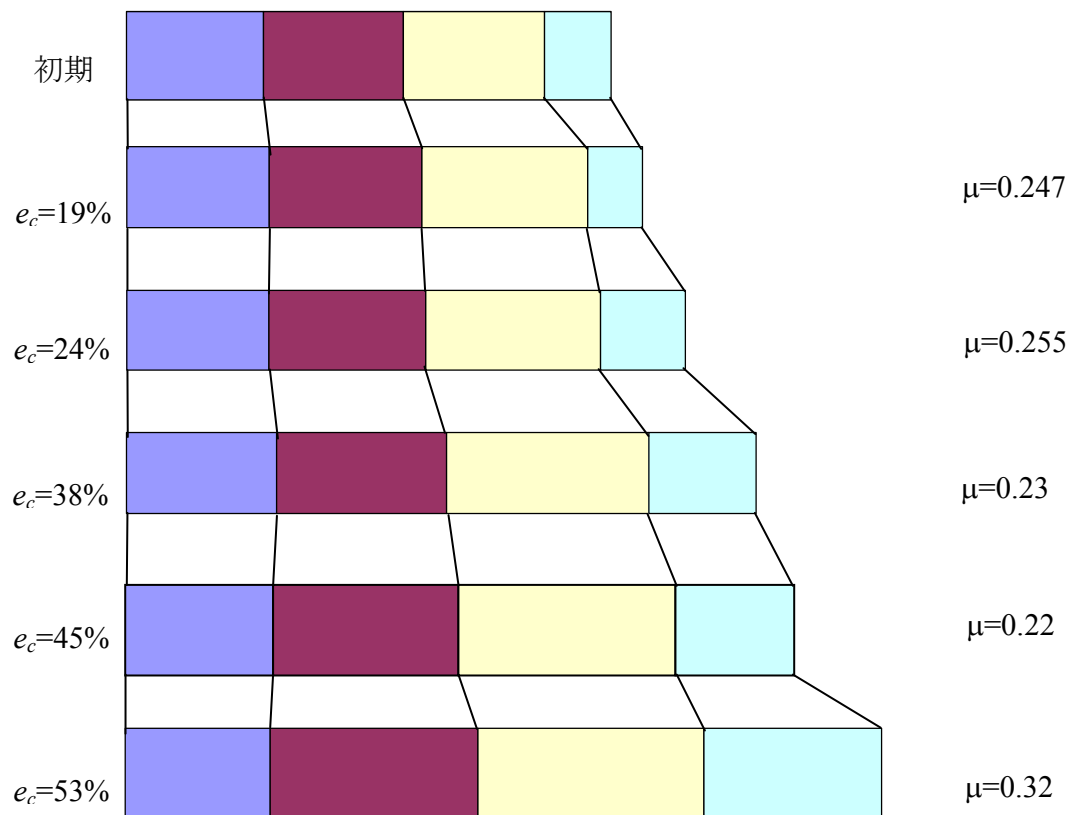


Fig. 3.18 FEM 解析による変形の様子

($e_c=19\%:\mu=0.247$, $e_c=24\%:\mu=0.255$, $e_c=38\%:\mu=0.23$, $e_c=45\%:\mu=0.22$, $e_c=53\%:\mu=0.32$, t-2)

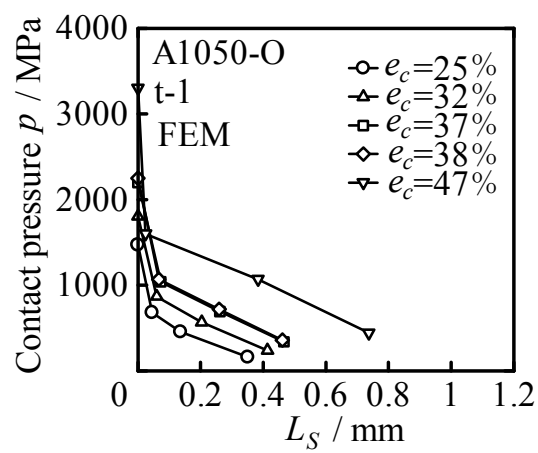


Fig. 3.19 FEM 解析による工具接触面圧 p と相対すべり量 L_s の関係(t-1)

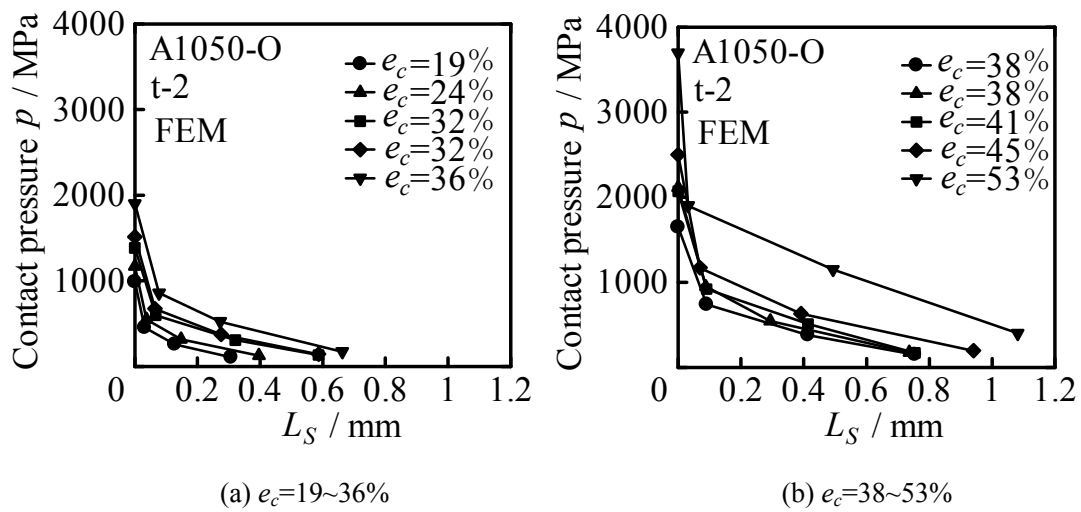


Fig. 3.20 FEM 解析による工具接触面圧 p と相対すべり量 L_S の関係(t-2)

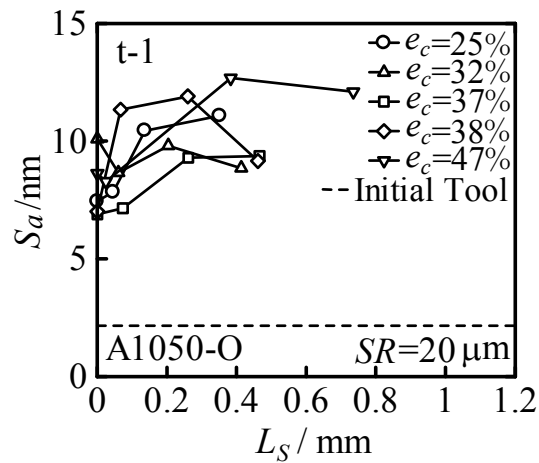


Fig. 3.21 S_a と相対すべり量 L_S の関係(t-1)

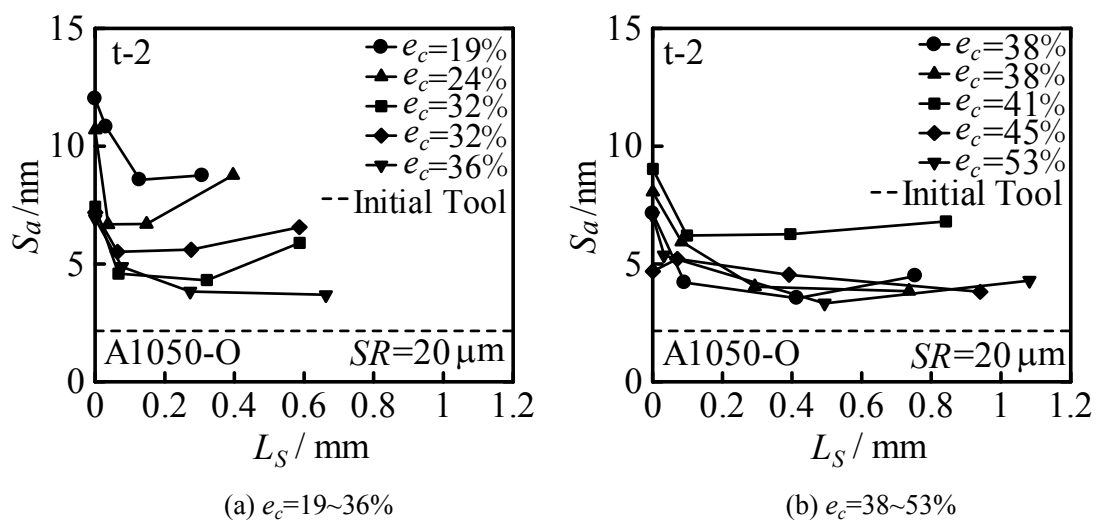


Fig. 3.22 S_a と相対すべり量 L_S の関係(t-2)

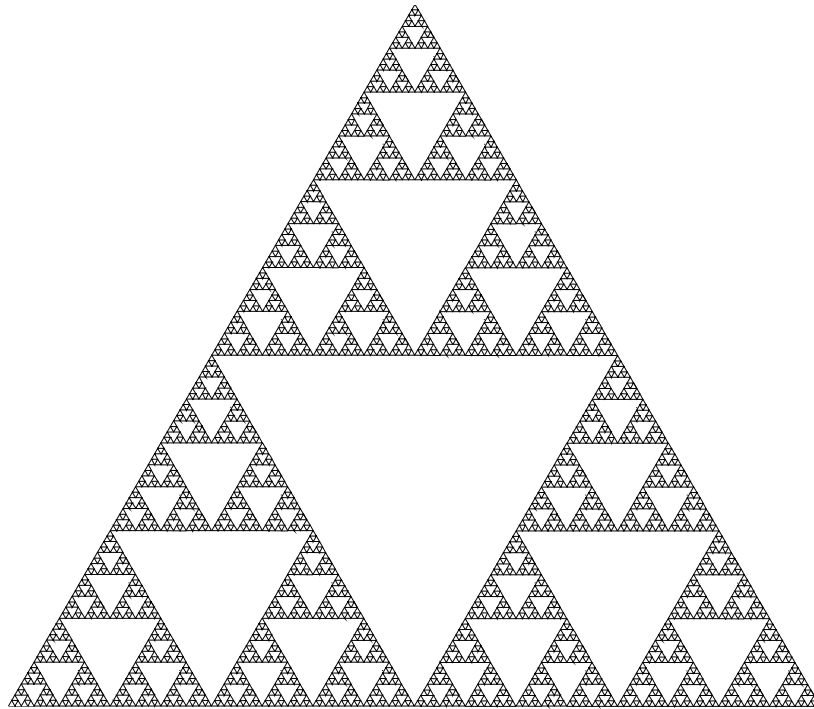


Fig. 4.2 シルピンスキーのギャスケット



Fig. 4.3 カントール集合

4.2 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」⁽²¹⁾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⁽¹⁹⁾．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．

4.2.1 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. 4.4 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。

$$L \propto A^{1/2} \propto V^{1/3} \quad (4.1)$$

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⁾。

$$L \propto A^{1/2} \propto V^{1/3} \propto X^{1/D} \quad (4.2)$$

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(4.2)より次式で表すことができる。

$$X \propto A^{D/2} \quad (4.3)$$

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。

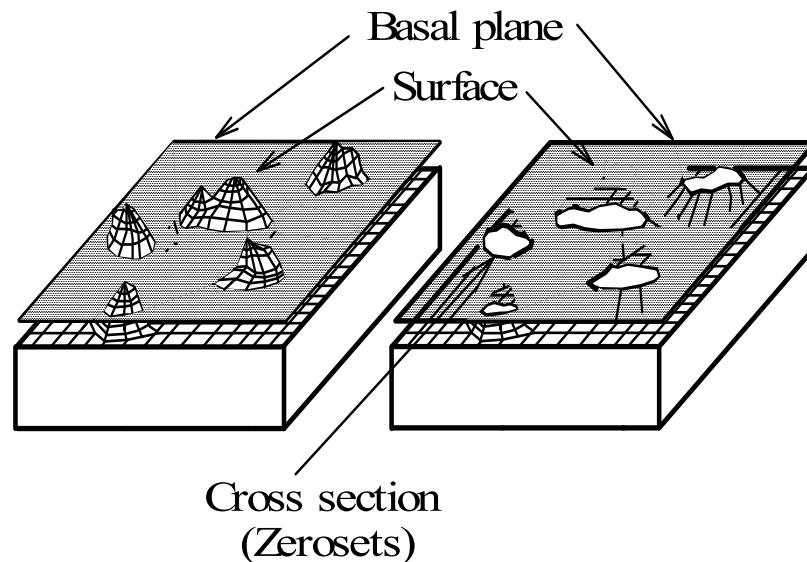


Fig. 4.4 零点集合法の概要

4.2.2 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、

$$X(f) = \int_{-\infty}^{+\infty} x(t) e^{-j2\pi ft} dt \quad (4.4)$$

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、

$$X_k = \sum_{n=0}^{N-1} x_n e^{-j2\pi nk/N} \quad (4.5)$$

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(4.5)を分解して、正弦波、余弦波成分で表すと、

$$A_k = \sum_{n=0}^{N-1} x_n \cos(2\pi nk/N) \quad (4.6)$$

$$B_k = \sum_{n=0}^{N-1} x_n \sin(2\pi nk/N) \quad (4.7)$$

とおくと

$$X_k = A_k - jB_k$$

と書け、 A_k 、 B_k と X_k の関係は、

$$|X_k|^2 = A_k^2 + B_k^2 \quad (4.8)$$

となる。 X_k の 2 乗値がパワースペクトルである。

式(4.4)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(4.5)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」⁽²⁰⁾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

$$Y(t) = \frac{1}{r^H} X(rt) \quad (4.9)$$

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.

$$Y(t, T) = \begin{cases} Y(t) = \frac{1}{r^H} X(rt) & , 0 < t < T \\ 0 & \text{それ以外} \end{cases} \quad (4.10)$$

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.

$$F_Y(f, T) = \int_0^T Y(t) e^{-2\pi i f t} dt = \frac{1}{r^H} \int_0^{rT} X(s) e^{-2\pi i f \frac{s}{r}} \frac{ds}{r} \quad (4.11)$$

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

$$F_Y(f, T) = \frac{1}{r^{H+1}} F_X\left(\frac{f}{r}, rT\right) \quad (4.12)$$

である. よって, $Y(t, T)$ のスペクトル密度は

$$S_Y(f, T) = \frac{1}{r^{2H+1}} \frac{1}{rT} \left| F_X\left(\frac{f}{r}, rT\right) \right|^2 \quad (4.13)$$

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.

$$S_Y(f, T) = \frac{1}{r^{2H+1}} S_X\left(\frac{f}{r}\right) \quad (4.14)$$

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,

$$S_X(f, T) = \frac{1}{r^{2H+1}} S_X\left(\frac{f}{r}\right) \quad (4.15)$$

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

$$S_X(f) \propto \frac{1}{f^{2H+1}} = \frac{1}{f^\beta} \quad (4.16)$$

となり, 式(4.16)を一般化し, スペクトル密度関数を $S_P(f)$ とすると

$$S_P(f) \propto \frac{1}{f^\beta} \quad (4.17)$$

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

$$S_P(\lambda) \propto \lambda^\beta \quad (4.18)$$

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.

$$\begin{aligned}
D_{PS} &= 2, & 0 \leq \beta < 1 \\
D_{PS} &= E + \frac{3-\beta}{2} & 1 \leq \beta \leq 3 \\
D_{PS} &= 1, & 3 < \beta
\end{aligned} \tag{4.19}$$

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。

4.3 AFM システムにおけるフラクタル次元の測定法

4.3.1 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. 4.5(a))。この TIFF 形式画像を WinROOF で開き、グレイ画像化する (Fig. 4.5(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. 4.5(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イ画像をしきい値で 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。

$$\delta = \frac{256 - \text{しきい値}}{256} \times 100 \% \tag{4.20}$$

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. 4.6 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. 4.7 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 $\delta=49\%$ だけの両対数グラフ、 $\delta=65\%$ 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。

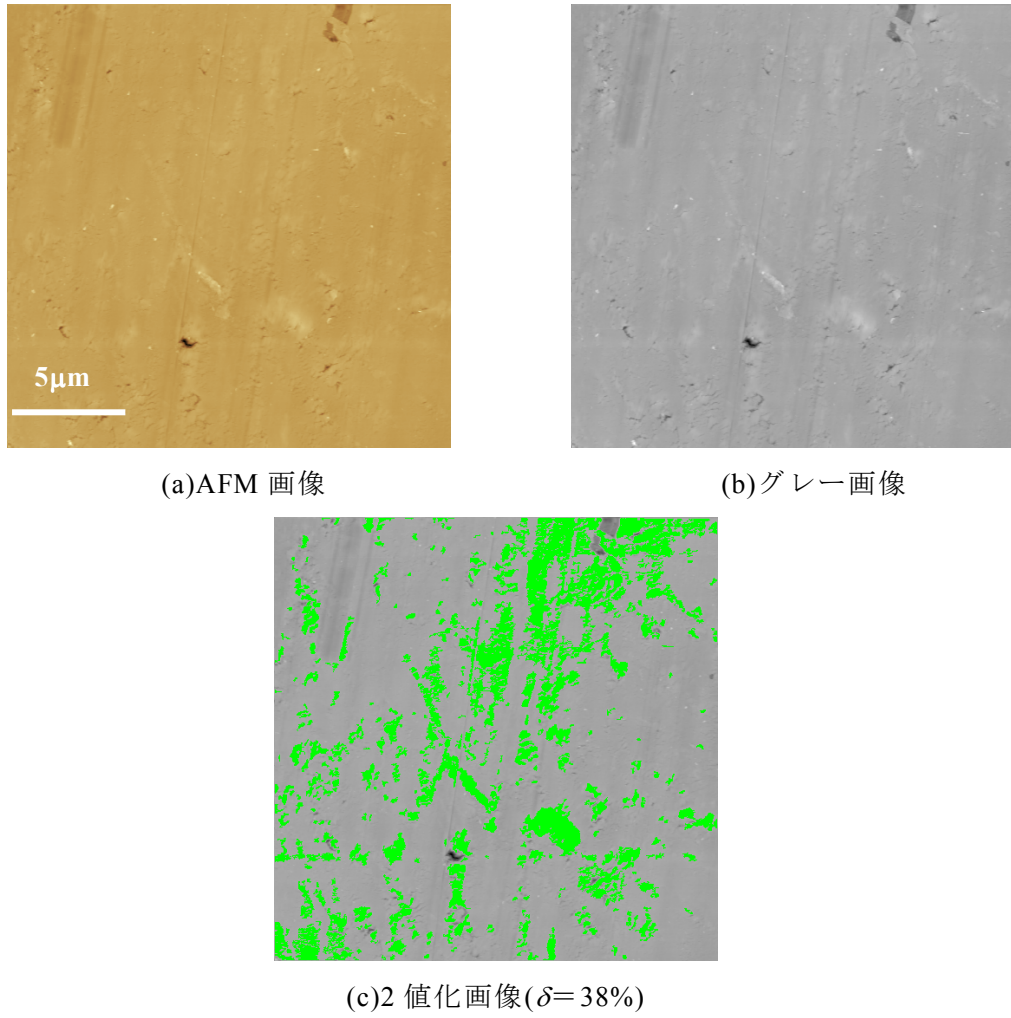


Fig. 4.5 零点集合法における画像処理の流れ
($e_c=38\%$, $SR=20\mu\text{m}$, $r=3\text{mm}$, $t=2$)

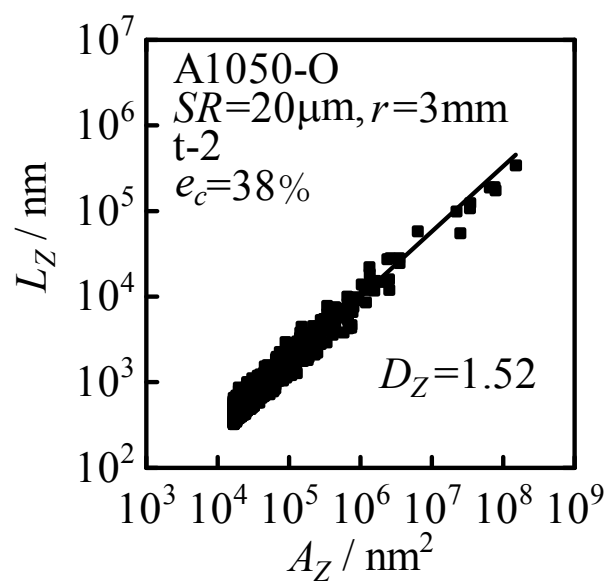


Fig. 4.6 周囲長 L_Z と面積 A_Z の関係

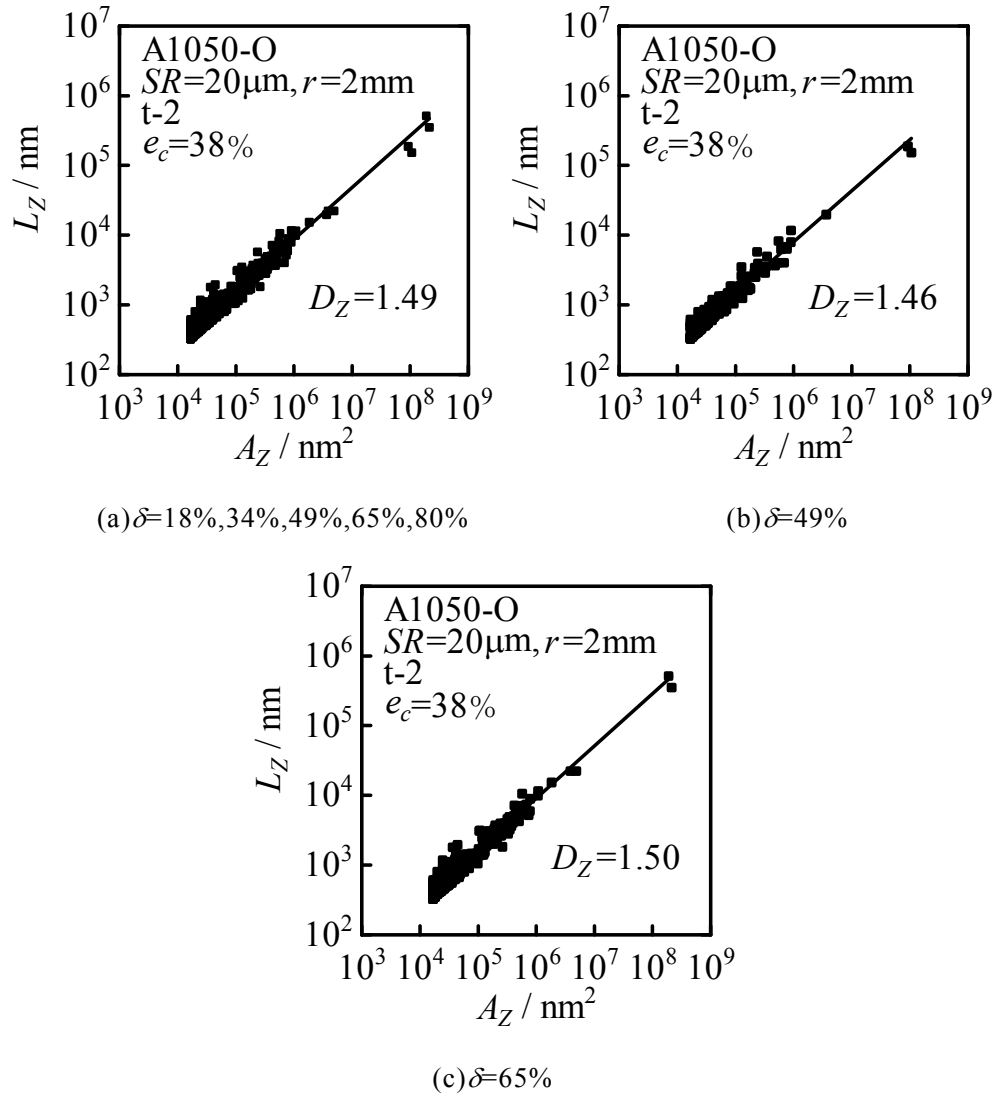


Fig. 4.7 相対カット量の違いによる比較

4.3.2 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 4.3.1 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. 4.8(a))を表示する。次に、Microsoft Visual Basic 6.0 を用いて戸田⁽¹⁴⁾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. 4.8(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。

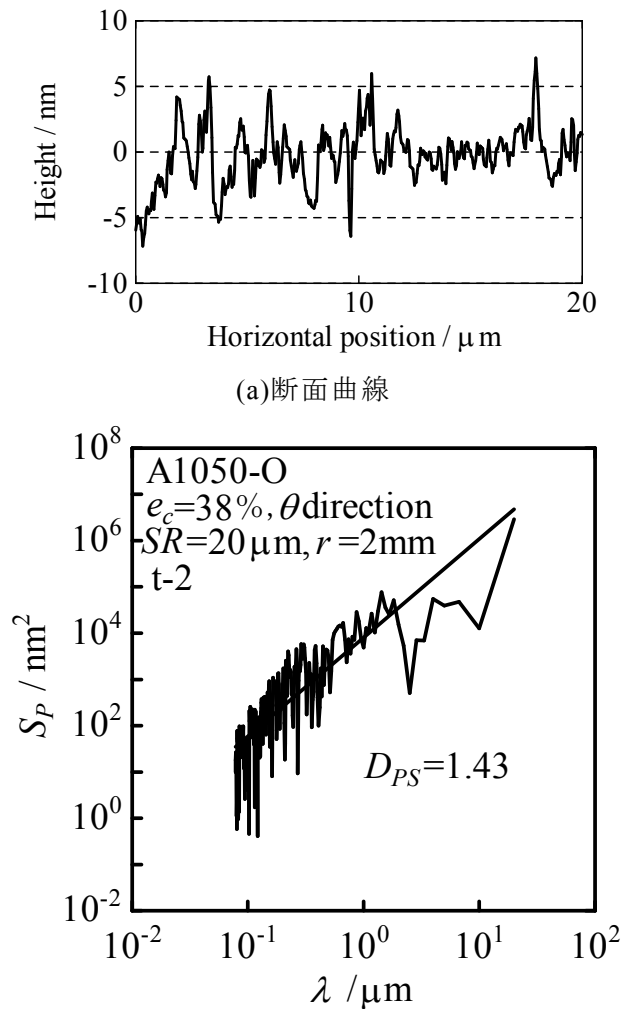


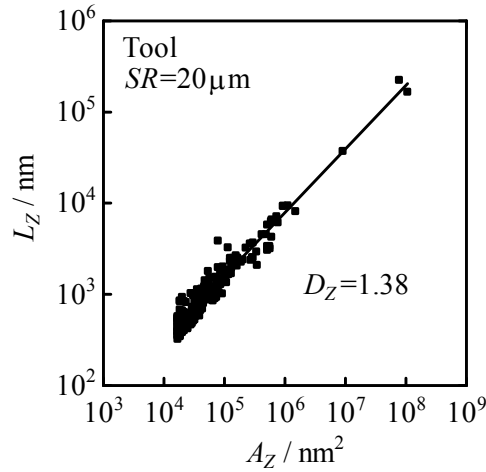
Fig. 4.8 パワースペクトル法における処理の流れ

4.4 零点集合次元 D_Z による加工品表面の解析結果

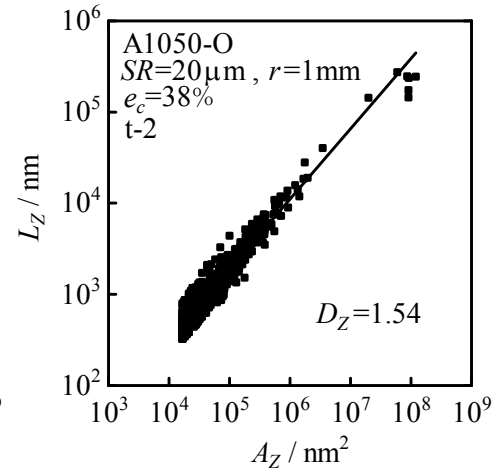
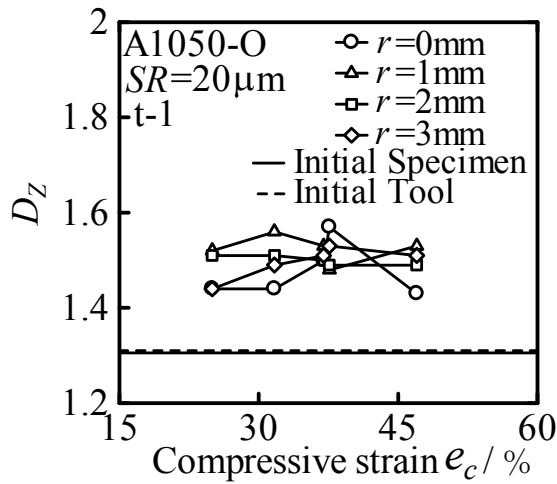
零点集合法によって表面細部の凹凸形状について検討する. Fig. 4.9 に工具表面および試験片表面の周囲長 L_Z と面積 A_Z の関係の一例を示す. L_Z と A_Z の関係が直線性を持っていることから, 工具表面および試験片表面はフラクタル性を有するということが確認できる.

Fig. 4.10 に零点集合次元 D_Z と圧縮率 e_c の関係を示す. t-1 と t-2 では大きな違いがみられずにおおよそ 1.4~1.6 程度の値となっている. 工具と初期試験片の D_Z はほとんど変わらないが, t-1 と t-2 とともに加工すると D_Z は初期よりも大きくなり, 圧縮率 e_c が増加しても有意な変化は見られない. 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.

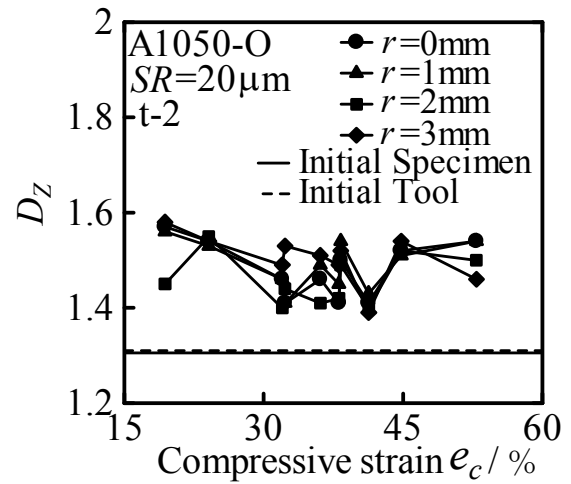
Fig. 4.11 に D_Z と S_a の関係を示す. D_Z と S_a の間に有意な関係は見られず, 平滑化が進むことによる D_Z の変化は見られなかった.



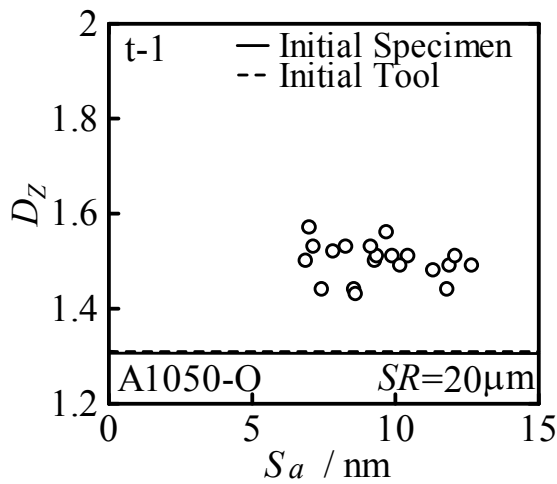
(a) 工具表面

(b) 試験片表面 ($e_c=38\%$, t-2, $r=1\text{mm}$)Fig. 4.9 周囲長 L_Z と面積 A_Z の関係

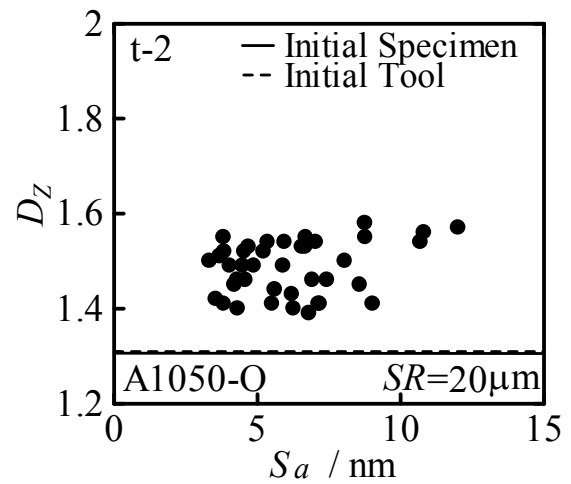
(a) t-1



(b) t-2

Fig. 4.10 D_Z と圧縮率 e_c の関係

(a) t-1



(b) t-2

Fig. 4.11 D_Z と S_a の関係

圧縮後の工具表面の D_z と試験片の D_z との関係を調べるため、圧縮後の工具表面の D_z を測定した。Fig. 4.12 に t-1, Fig. 4.13 に t-2 の圧縮後の工具表面と試験片表面の D_z と圧縮率 e_c の関係を示す。圧縮後の工具の D_z は初期工具と比べてばらつきはあるもののほとんど変わらず、圧縮率 e_c が増加しても有意な変化は見らず、試験片の D_z との関係は特に見られなかった。

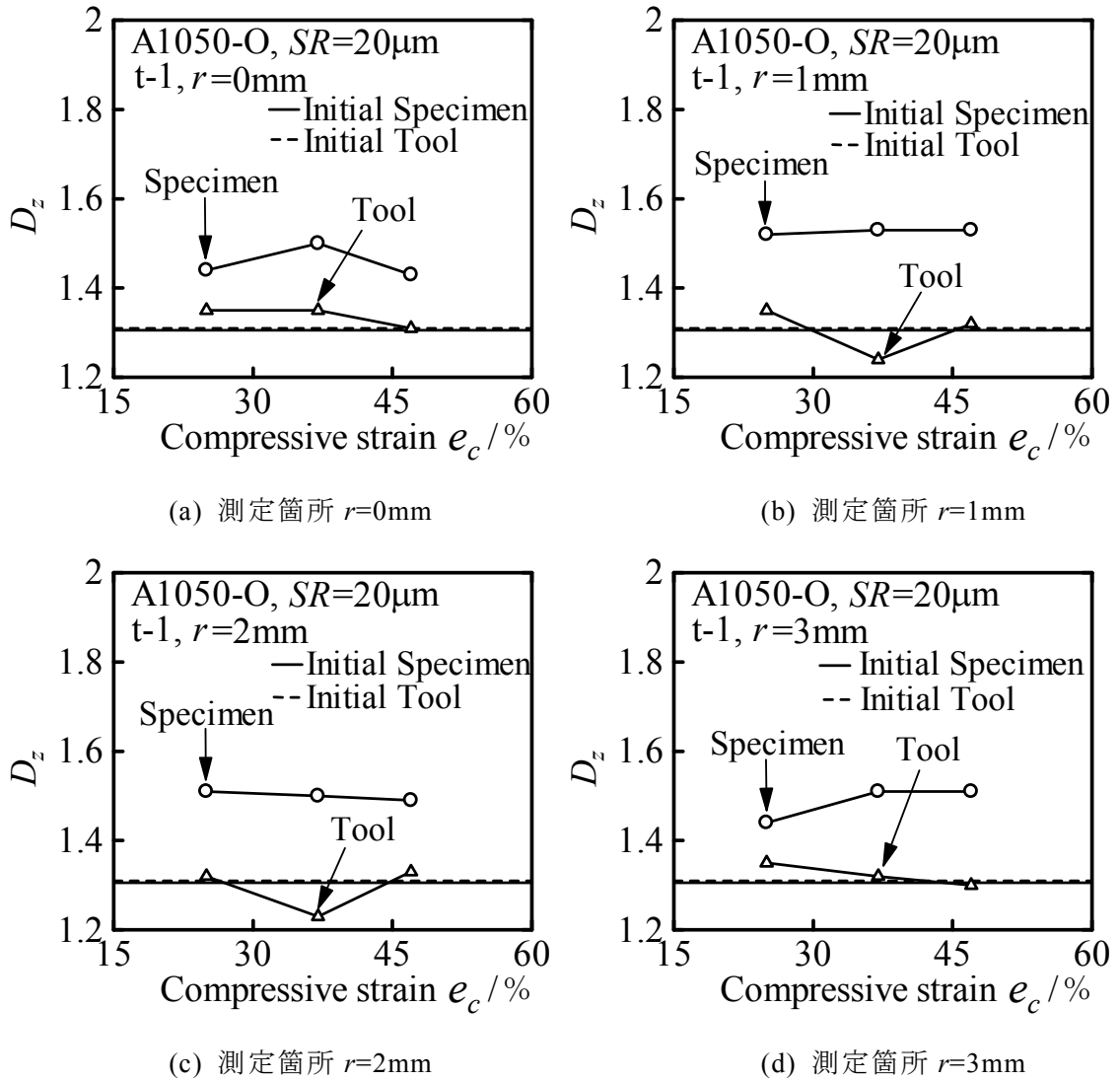
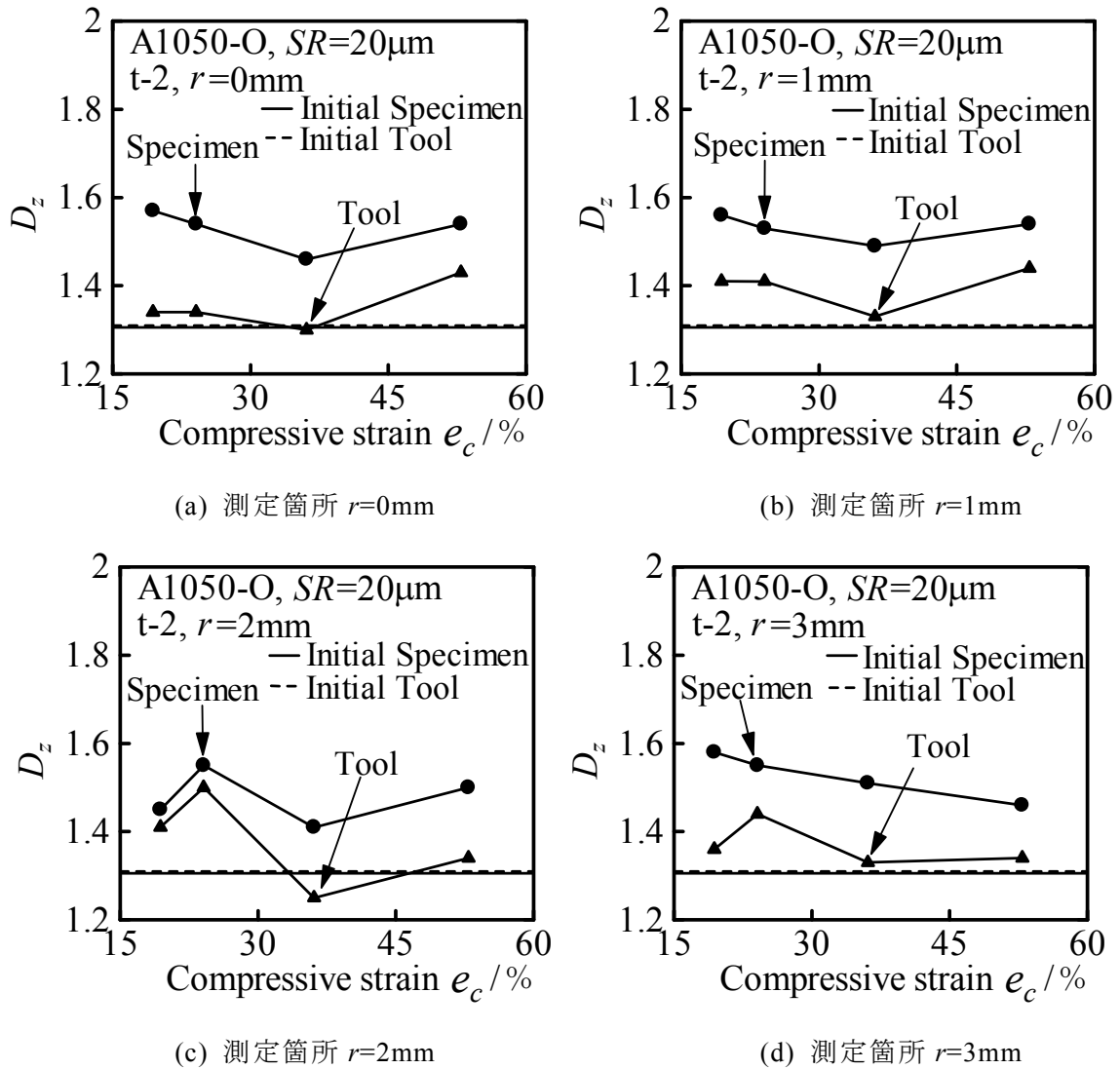


Fig. 4.12 D_z と圧縮率 e_c の関係(t-1)

Fig. 4.13 D_z と圧縮率 e_c の関係(t-2)

4.5 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. 4.14 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 S_p 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. 4.15 に円周方向, Fig. 4.16 に半径方向における D_{PS} と圧縮率 e_c の関係を示す。t-1, t-2 とも測定箇所によるばらつきは大きく、円周方向と半径方向でもあまり差は見られない。t-1 では e_c が大きくなるとおおむね D_{PS} が小さくなる傾向が見られる。t-2 では e_c が大きくなるとおおむね D_{PS} が大きくなる傾向が見られる。

Fig. 4.17 に円周方向, Fig. 4.18 に半径方向における D_{PS} と S_a の関係を示す。t-2 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 が小さくなると初期工具の D_{PS} と同程度となっている。t-1 でも S_a が小さくなると試験片表面の D_{PS} が大きくなる傾向が見られる。

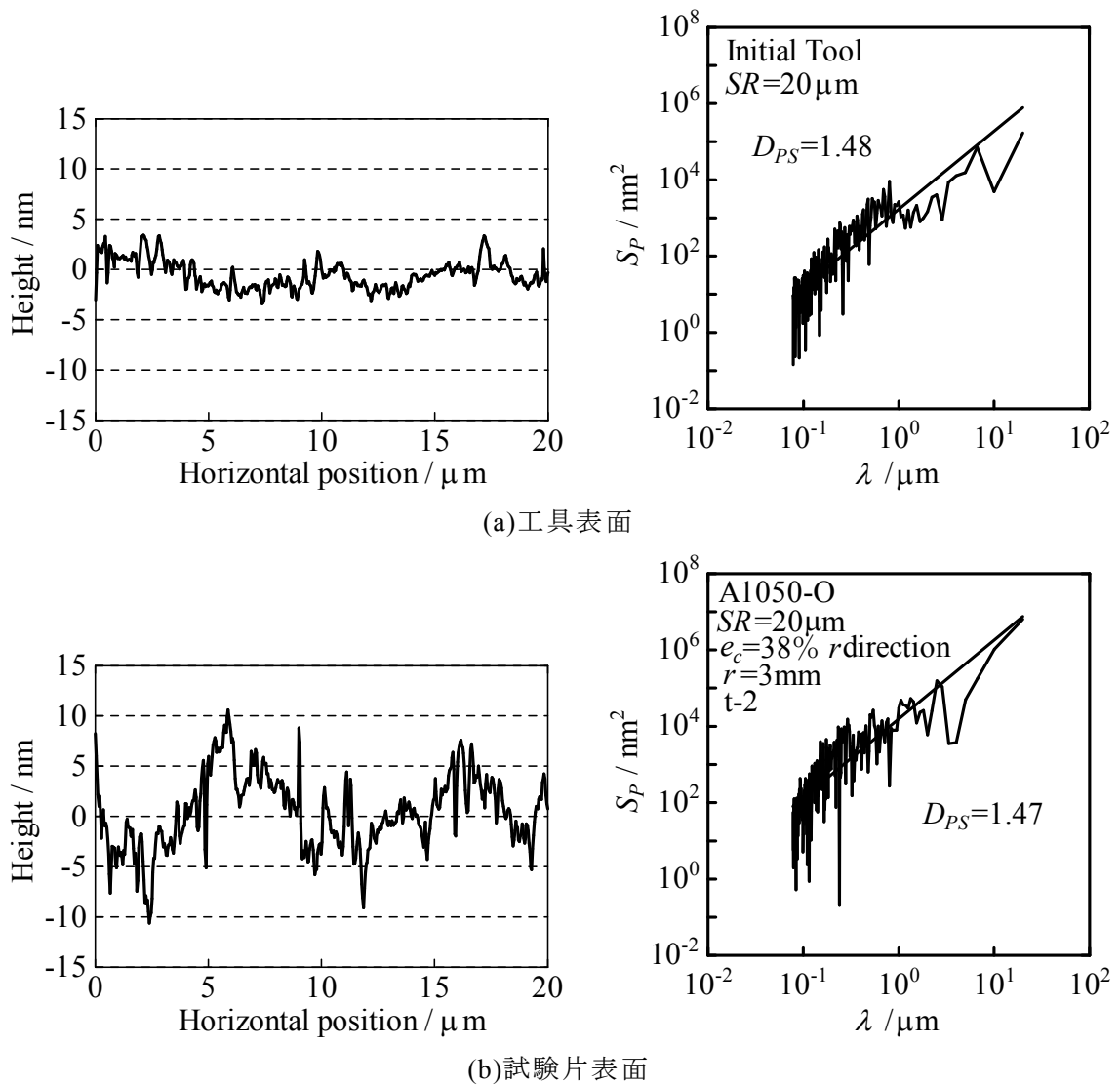
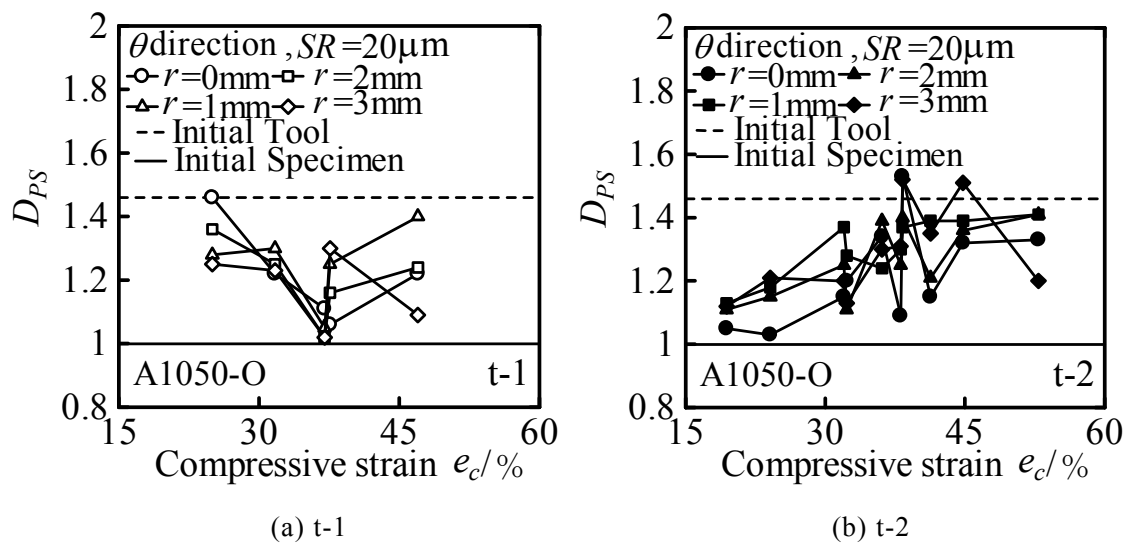
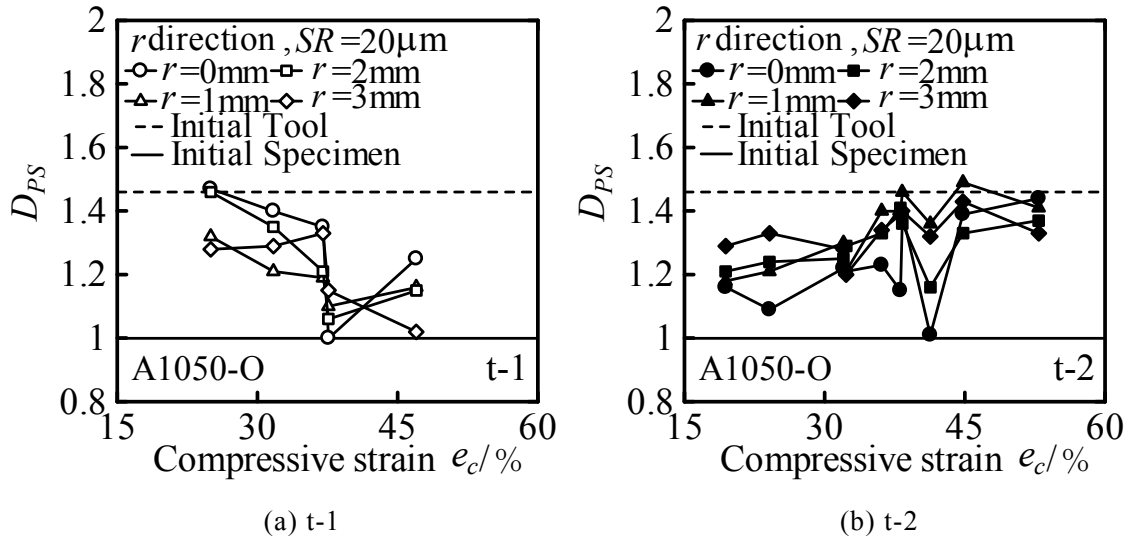
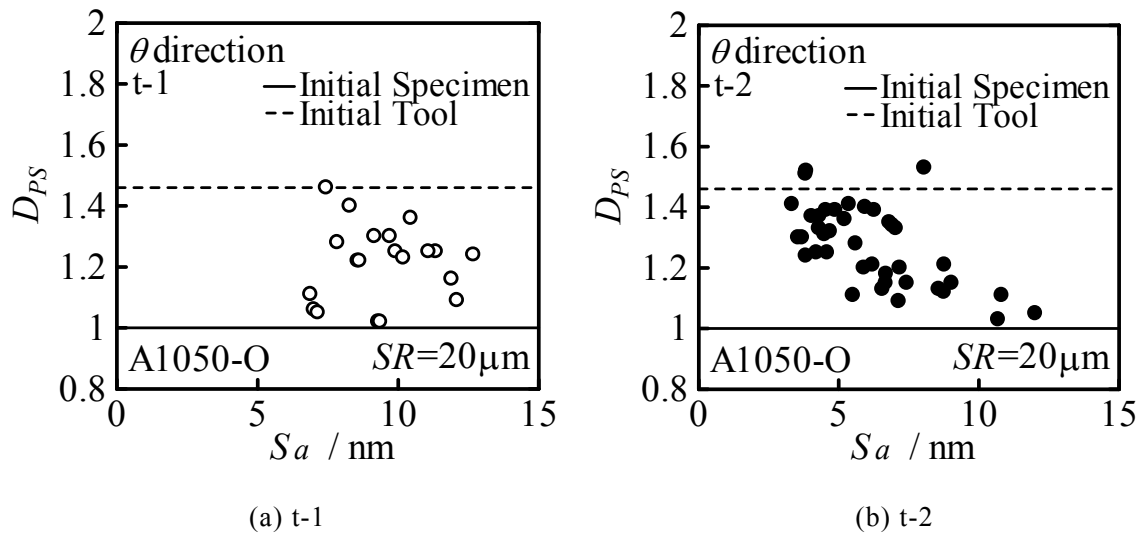
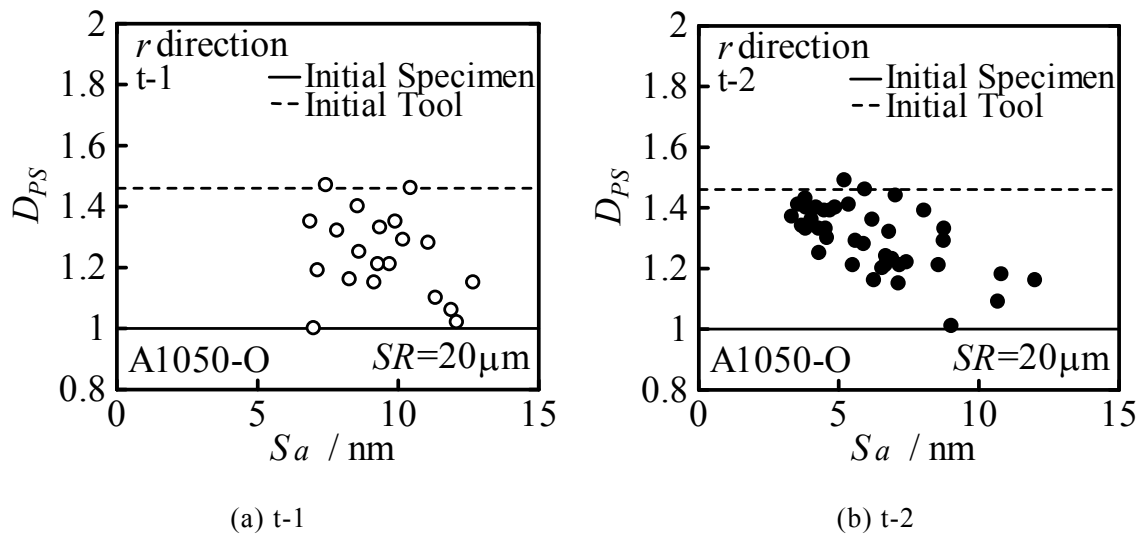


Fig. 4.14 断面曲線および FFT 解析結果

Fig. 4.15 D_{PS} と圧縮率 e_c の関係(円周方向)

Fig. 4.16 D_{PS} と圧縮率 e_c の関係(半径方向)Fig. 4.17 D_{PS} と圧縮率 S_a の関係(円周方向)Fig. 4.18 D_{PS} と圧縮率 S_a の関係(半径方向)

圧縮後の工具表面の D_{PS} と試験片の D_{PS} との関係を調べるため、圧縮後の工具表面の D_{PS} を測定した。Fig. 4.19 に円周方向、Fig. 4.20 に半径方向の圧縮後の工具表面の D_{PS} と圧縮率 e_c の関係を示す。t-1 では圧縮後の工具の中心部では初期工具とあまり変わらないが外周部では初期工具より D_{PS} が小さくなっている。中心部では、蒸着膜が剥離していても、材料流動が小さいため、試験片の工具への凝着は少ないが、外周部では材料流動が大きいいため、工具に試験片が凝着したためであると考えられる。t-2 では圧縮後の工具の D_{PS} は初期工具とほとんどかわらない。これは、カーボン蒸着膜の剥離が小さく、潤滑状態が良いからであると考えられる。また t-1, t-2 共に円周方向と半径方向であまり差は見られない。

Fig. 4.21 に t-1 の $r=0\text{mm}$ 、Fig. 4.22 に t-1 の $r=1\text{mm}$ 、Fig. 4.23 に t-1 の $r=2\text{mm}$ 、Fig. 4.24 に t-1 の $r=3\text{mm}$ 、Fig. 4.25 に t-2 の $r=0\text{mm}$ 、Fig. 4.26 に t-2 の $r=1\text{mm}$ 、Fig. 4.27 に t-2 の $r=2\text{mm}$ 、Fig. 4.28 に t-2 の $r=3\text{mm}$ の円周方向と半径方向の圧縮後の工具表面と試験片表面の D_{PS} と圧縮率 e_c の関係を示す。t-1 では圧縮後の工具と試験片の D_{PS} はほぼ同じ値をとっている。これは、工具に試験片が凝着したため、工具と試験片の D_{PS} がほぼ同じになったと考えられる。t-2 では試験片の D_{PS} は圧縮率が大きくなるのにしたがって、初期工具と同程度の D_{PS} となっている。カーボン蒸着膜の剥離が小さく、潤滑状態が良い場合には、試験片の D_{PS} は初期工具の構造に近づいていく傾向があると考えられる。

Fig. 4.29 に t-1 の $e_c=25\%$ 、Fig. 4.30 に t-1 の $e_c=37\%$ 、Fig. 4.31 に t-1 の $e_c=47\%$ 、Fig. 4.32 に t-2 の $e_c=19\%$ 、Fig. 4.33 に t-2 の $e_c=24\%$ 、Fig. 4.34 に t-2 の $e_c=36\%$ 、Fig. 4.35 に t-2 の $e_c=53\%$ の円周方向と半径方向の圧縮後の工具表面と試験片表面の D_{PS} と測定箇所 r の関係を示す。t-1 では、 r が大きくなると、圧縮後の工具と試験片の D_{PS} は小さくなっていく傾向が見られる。t-2 では、圧縮率が小さいと r が大きいほど D_{PS} が大きくなる傾向があるが、圧縮率が大きくなると、 D_{PS} は初期工具と同程度となり、測定箇所による違いはあまり見られない。

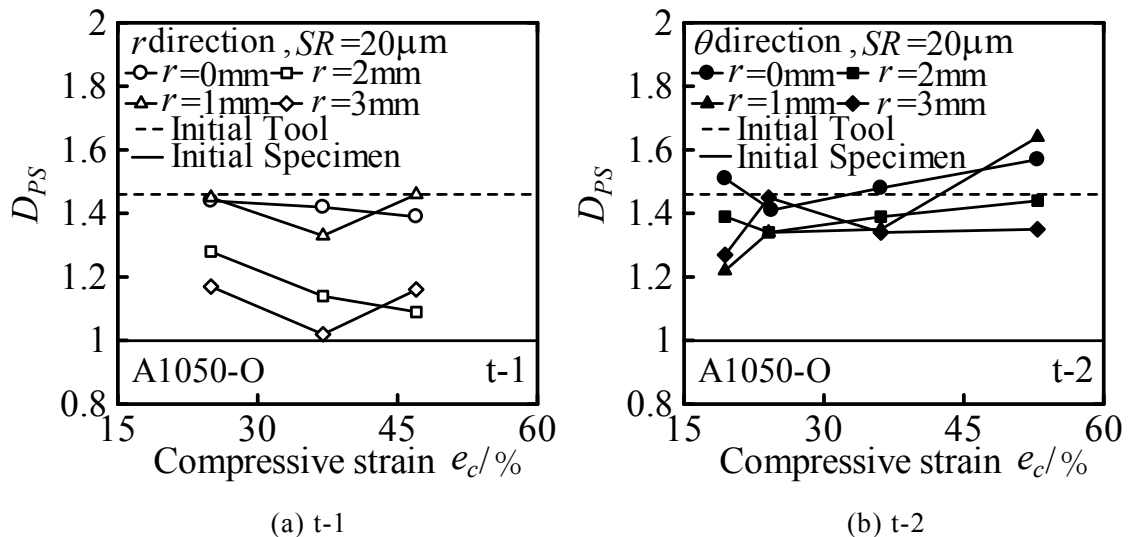
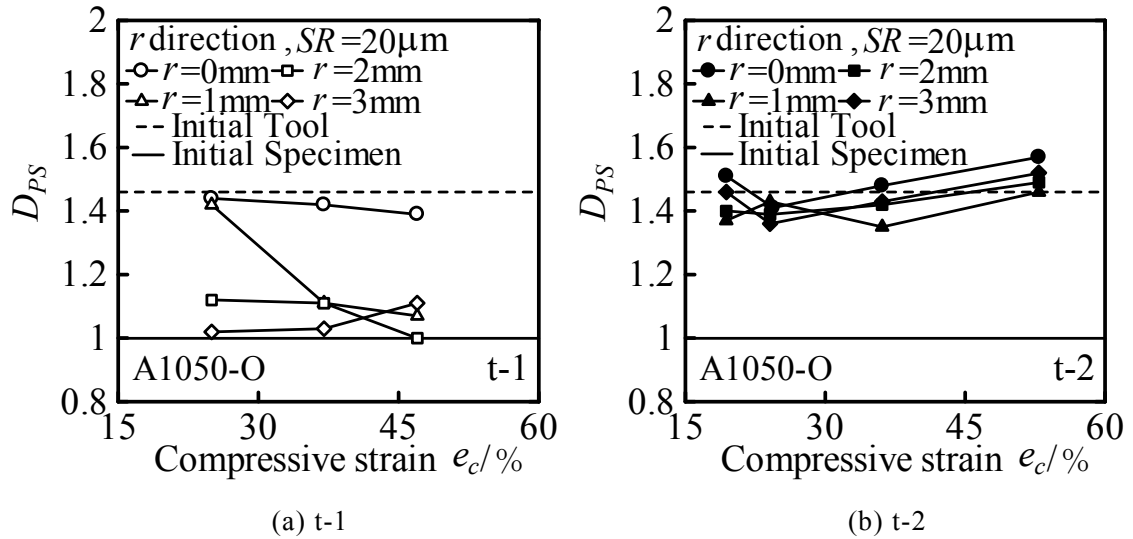
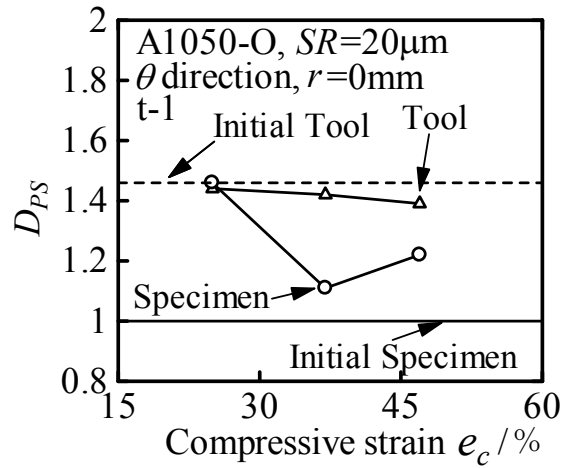
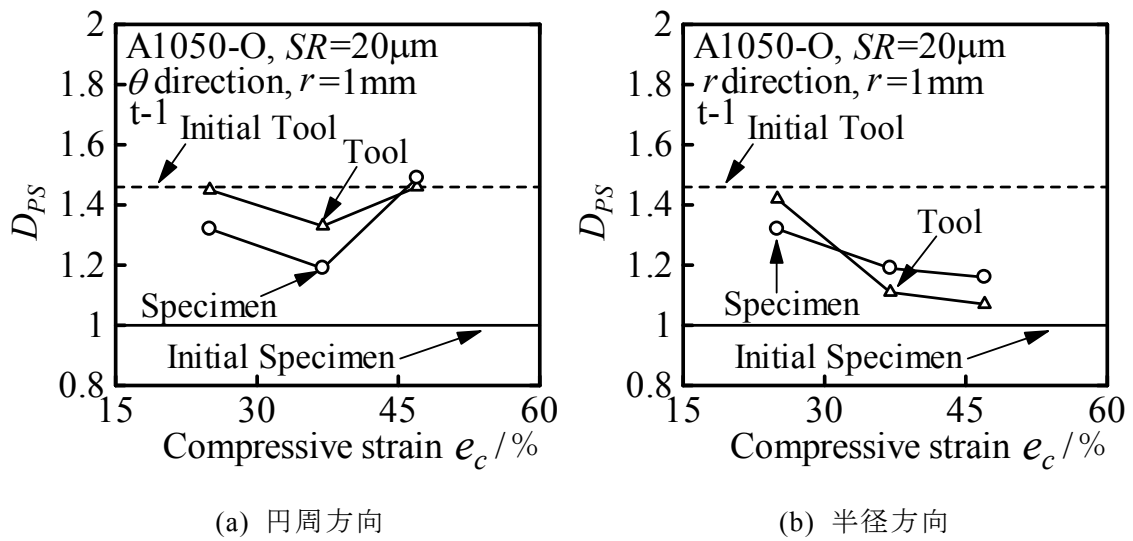
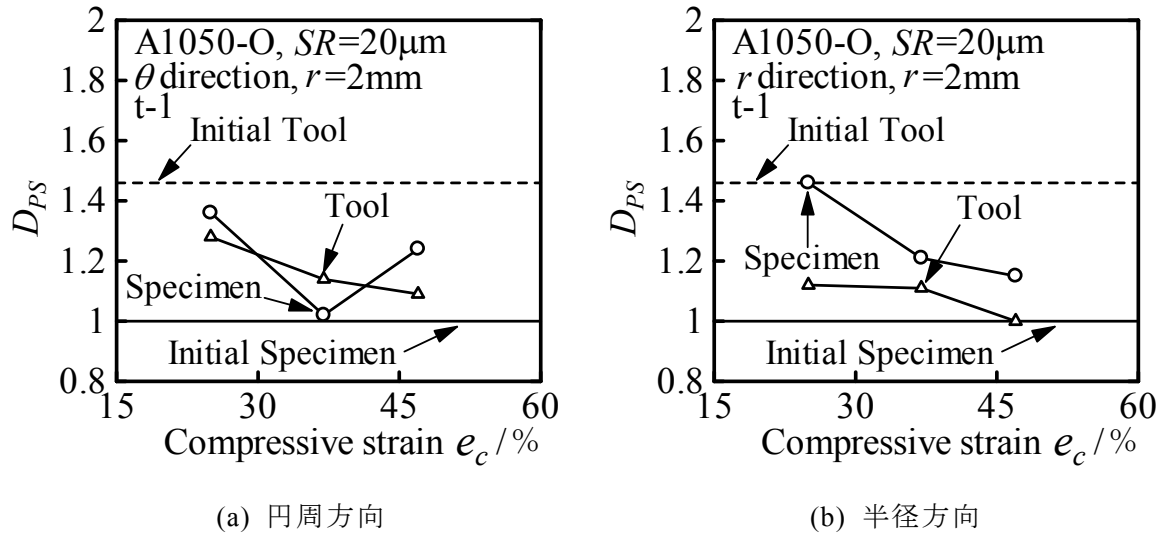
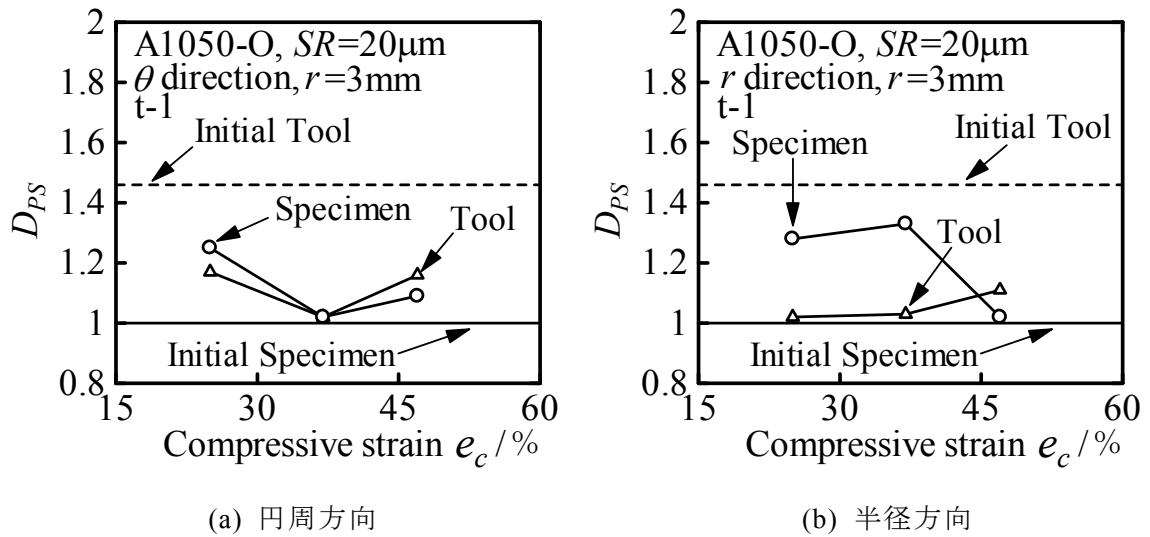
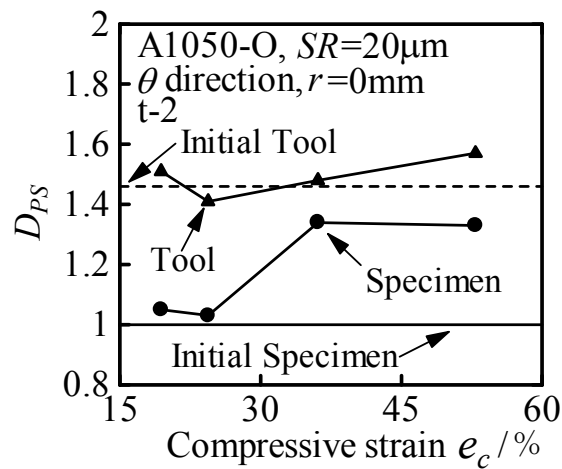
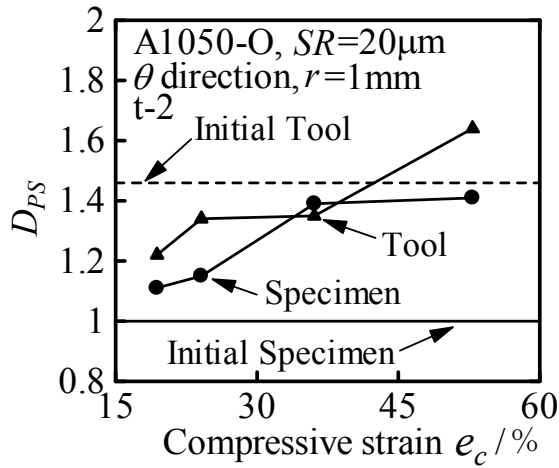


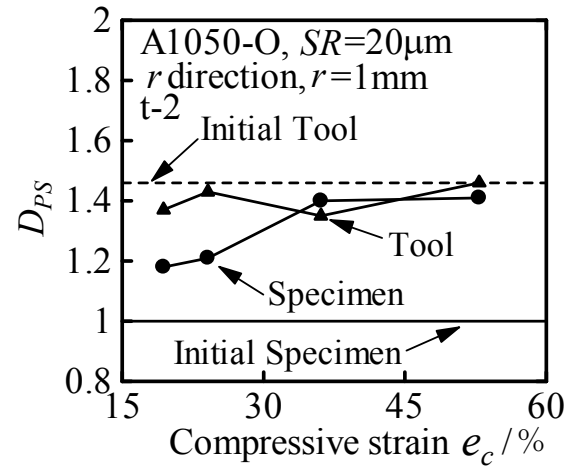
Fig. 4.19 D_{PS} と圧縮率 e_c の関係(円周方向)

Fig. 4.20 D_{PS} と圧縮率 e_c の関係(半径方向)Fig. 4.21 D_{PS} と圧縮率 e_c の関係(t-1, $r=0mm$)Fig. 4.22 D_{PS} と圧縮率 e_c の関係(t-1, $r=1mm$)

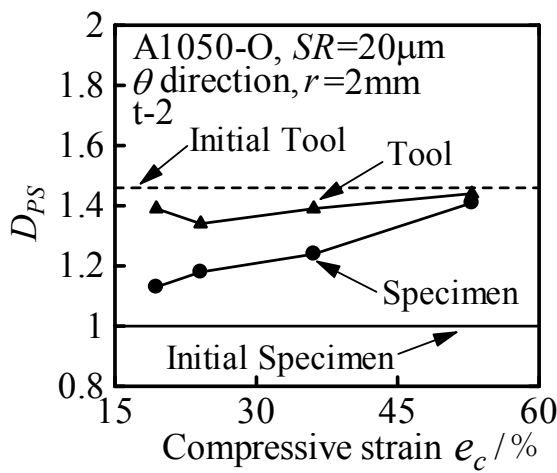
Fig. 4.23 D_{PS} と圧縮率 e_c の関係($t-1$, $r=2mm$)Fig. 4.24 D_{PS} と圧縮率 e_c の関係($t-1$, $r=3mm$)Fig. 4.25 D_{PS} と圧縮率 e_c の関係($t-2$, $r=0mm$)



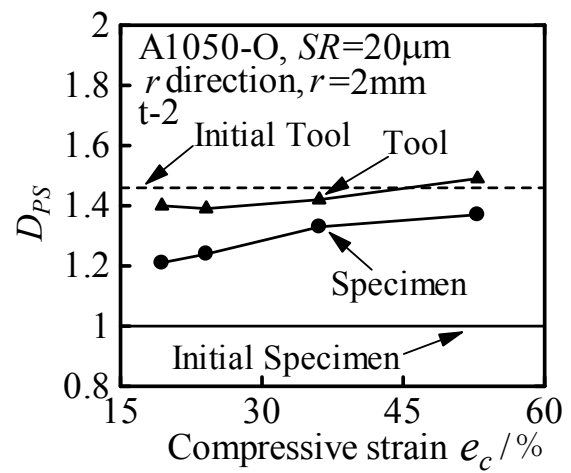
(a) 円周方向



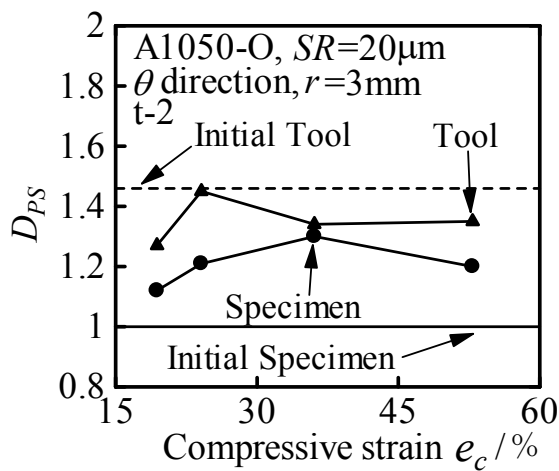
(b) 半径方向

Fig. 4.26 D_{PS} と圧縮率 e_c の関係(t-2, $r=1\text{mm}$)

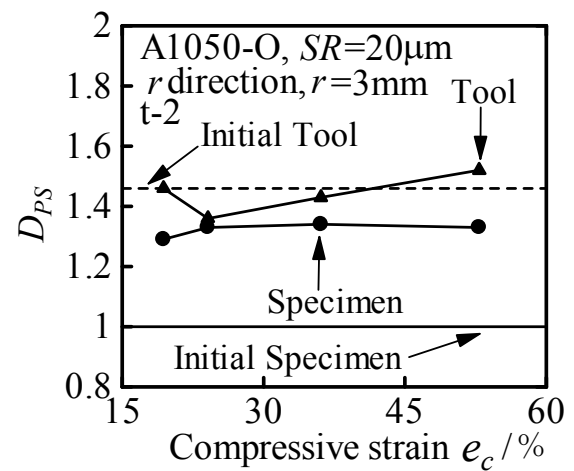
(a) 円周方向



(b) 半径方向

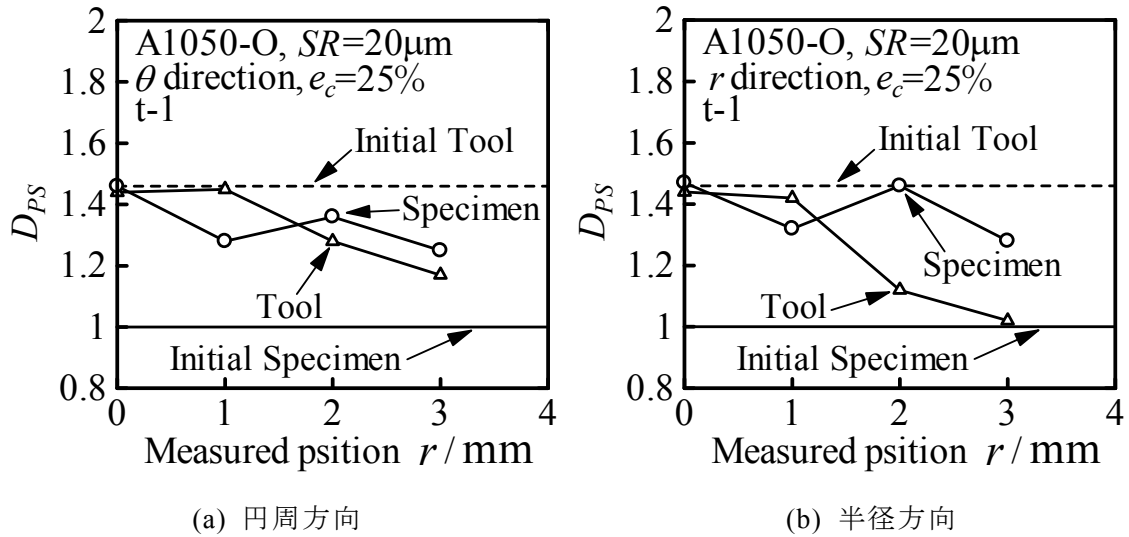
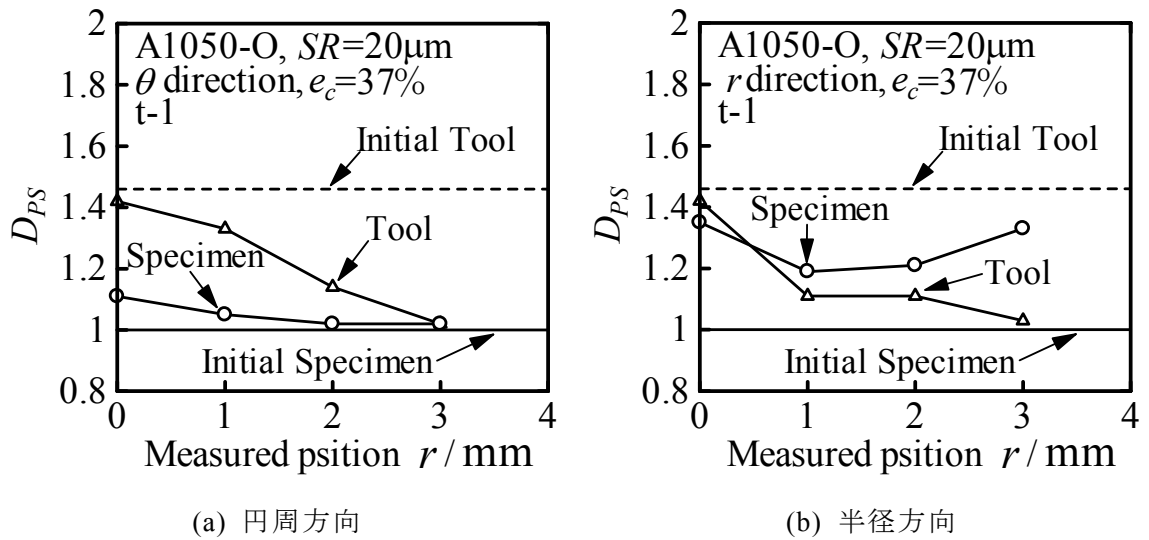
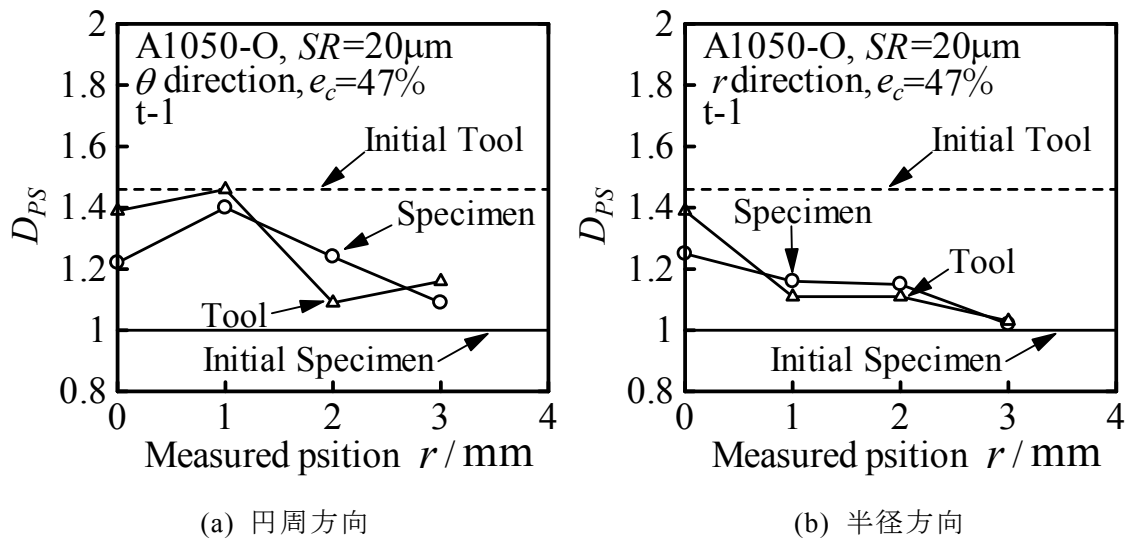
Fig. 4.27 D_{PS} と圧縮率 e_c の関係(t-2, $r=2\text{mm}$)

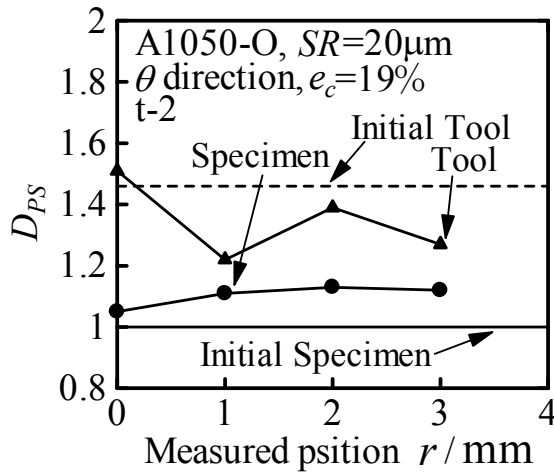
(a) 円周方向



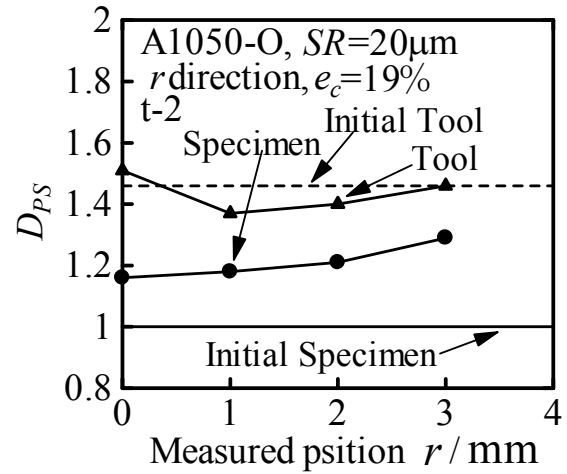
(b) 半径方向

Fig. 4.28 D_{PS} と圧縮率 e_c の関係(t-2, $r=3\text{mm}$)

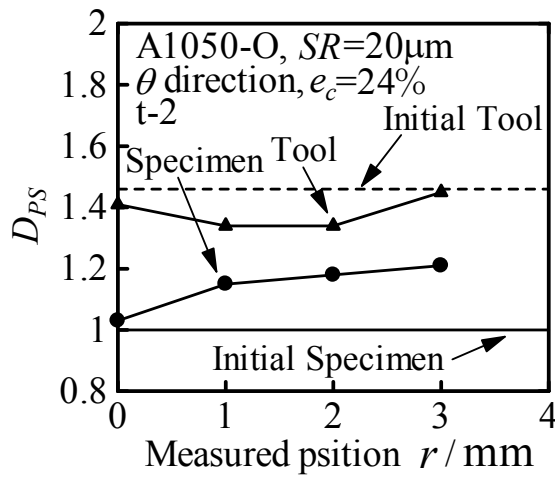
Fig. 4.29 D_{ps} と測定箇所 r の関係(t-1, $e_c=25\%$)Fig. 4.30 D_{ps} と測定箇所 r の関係(t-1, $e_c=37\%$)Fig. 4.31 D_{ps} と測定箇所 r の関係(t-1, $e_c=47\%$)



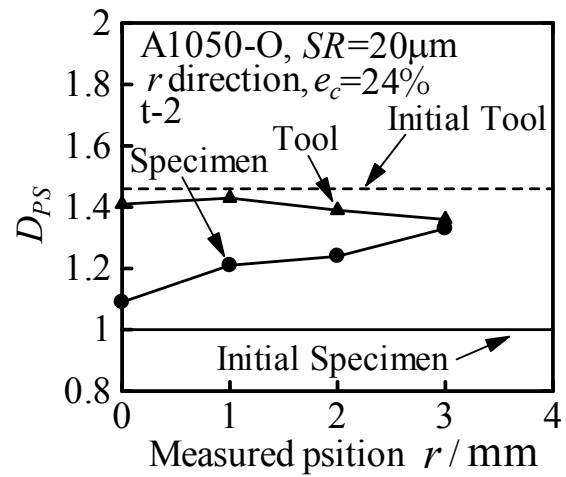
(a) 円周方向



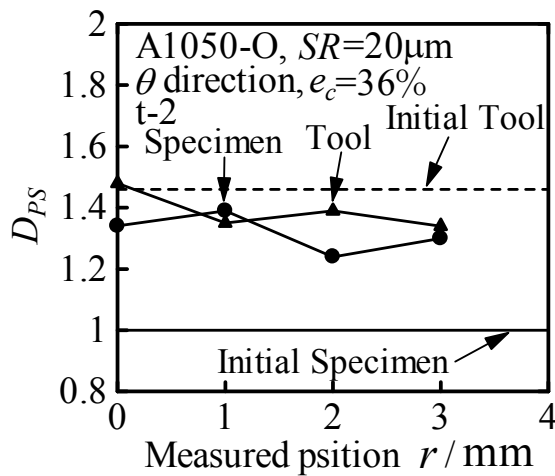
(b) 半径方向

Fig. 4.32 D_{ps} と測定箇所 r の関係(t-2, $e_c=19\%$)

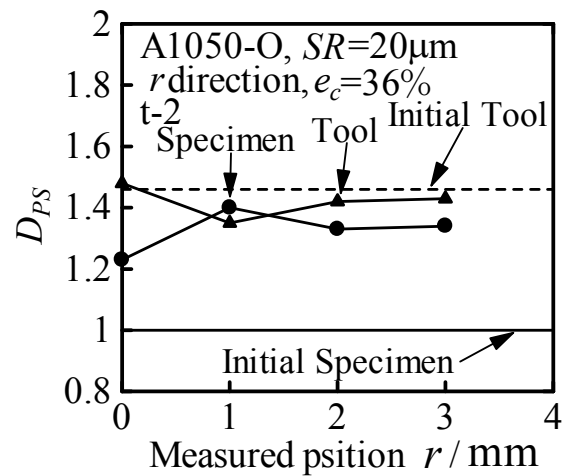
(a) 円周方向



(b) 半径方向

Fig. 4.33 D_{ps} と測定箇所 r の関係(t-2, $e_c=24\%$)

(a) 円周方向



(b) 半径方向

Fig. 4.34 D_{ps} と測定箇所 r の関係(t-2, $e_c=36\%$)

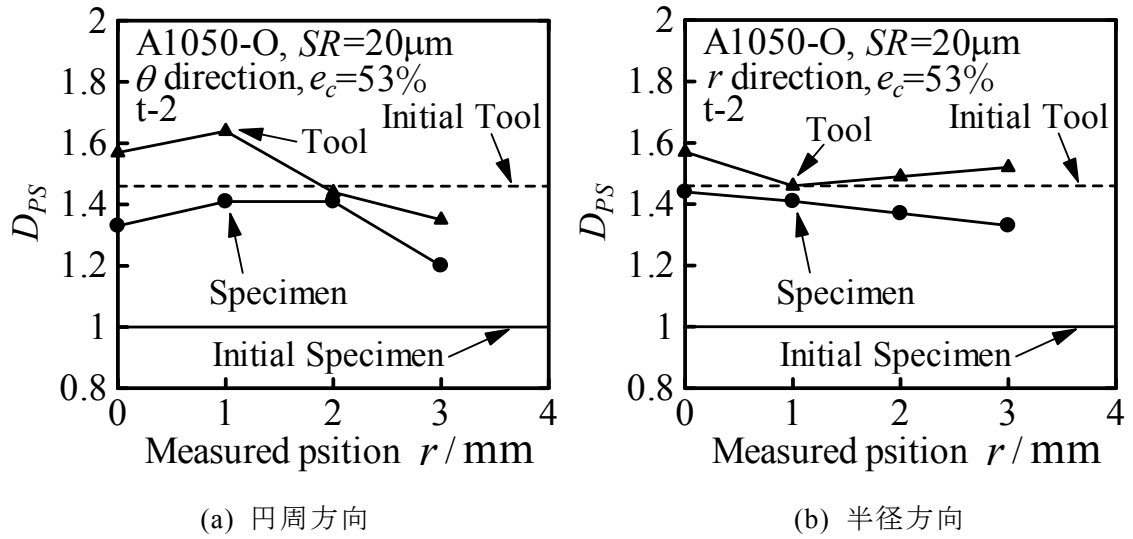


Fig. 4.35 D_{ps} と測定箇所 r の関係 ($t-2$, $e_c=53\%$)

第5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。これまでの研究より、圧縮試験工具の表面にカーボン蒸着を施すと、工具と試験片表面の金属接触が避けられ、超平滑な表面を創成することに効果があることがわかった。そこで、本研究では、工具 ($R_a=5\text{nm}$) に蒸着させるカーボン蒸着膜の膜厚の影響を調べるため、カーボン蒸着膜厚さ $t=10\text{nm}$, $t=20\text{nm}$ の二種類の膜厚についてアルミニウム焼なまし材試験片の圧縮加工を行った。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、圧縮試験後の工具表面と試験片表面の関係を調べるため、圧縮後の工具の測定も行った。

以下に本研究によって得られた結果を示す。

- (1) カーボン蒸着膜厚さが厚い $t=20\text{nm}$ の工具の方が $t=10\text{nm}$ の工具より算術平均粗さ R_a は小さくなり、平滑化が進むことがわかった。 $t=10\text{nm}$ ではカーボン蒸着膜の剥離が大きく、平滑化が進まなかったと考えられる。
- (2) $t=20\text{nm}$ では、おおむね圧縮率が大きくなると平滑化が進むが、 $t=10\text{nm}$ では圧縮率が大きくなっても平滑化はあまり進まなかった。
- (3) $t=20\text{nm}$ では、中心部よりも外周部の方が平滑化が進み、 $t=10\text{nm}$ では、外周部よりも中心部の方が平滑化が進んだ。これは、 $t=20\text{nm}$ のようにカーボン蒸着膜の剥離が小さく、潤滑状態が良い場合には、中心部の高い面圧による転写効果よりも外周部の材料流動によるしごき効果が大きいことにより、外周部の方が平滑化が進んだと考えられる。 $t=10\text{nm}$ のようにカーボン蒸着膜の剥離が大きい場合には、工具と材料が金属接触することにより、材料流動が大きい外周部のしごき効果が抑えられ、中心部の方が平滑化が進んだと考えられる。
- (4) 材料流動の小さい中心部では蒸着膜厚さの影響は小さく、材料流動の大きい外周部では膜厚の影響が大きいことがわかった。
- (5) $t=20\text{nm}$ では、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、 $t=10\text{nm}$ では、ほとんど違いが見られなかった。
- (6) 圧縮試験後の工具表面を観察したところ、 $t=10\text{nm}$ では、中心部の圧縮率が小さい場合を除いて初期工具よりも算術平均面粗さ S_a が大きくなった。これは、カーボン蒸着膜の剥離により潤滑状態が悪化し、試験片が工具に凝着したためと考えられる。 $t=20\text{nm}$ では、いずれの条件でも初期工具の S_a とほぼ同じになることがわかった。これは、カーボン蒸着の剥離が小さいためと考えられる。カーボン蒸着膜の剥離が小さければ、圧縮率が大きくなると試験片は工具の粗さに近づいていく傾向があることがわかった。
- (7) $t=10\text{nm}$ では、相対すべり量 L_S が大きいと S_a が大きくなる傾向があり、 $t=20\text{nm}$ では、相対すべり量 L_S が大きいと S_a が小さくなる傾向があることがわかった。

- (8) 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。
- (9) 零点集合次元 D_z は平滑化に伴う変化は認められなかった。 $t=10\text{nm}$, $t=20\text{nm}$ 共に、 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り、 S_a が小さくなると初期工具の D_{PS} と同程度となることがわかった。
- (10) 圧縮試験後の工具表面のフラクタル解析をしたところ、 $t=10\text{nm}$ では、圧縮後の工具の中心部では初期工具とあまり変わらないが、外周部では初期工具より D_{PS} が小さく、試験片の D_{PS} とほぼ同じ値となることがわかった。これは、中心部では、蒸着膜が剥離していても、材料流動が小さいため、試験片の工具への凝着は少なく、試験片と工具の D_{PS} が異なった値をとり、外周部では材料流動が大きいため、工具に試験片が凝着したため、工具と試験片の D_{PS} がほぼ同じになったと考えられる。 $t=20\text{nm}$ では圧縮後の工具の D_{PS} は初期工具とほとんどかわらないが、試験片の D_{PS} は圧縮率が大きくなるのにしたがって、初期工具と同程度の D_{PS} となった。カーボン蒸着膜の剥離が小さく、潤滑状態が良い場合には、試験片の D_{PS} は初期工具の構造に近づいていく傾向があると考えられる。

[参考文献]

- (1) 厨川常元: ナノ精度マイクロ機械加工の現状と将来, 精密工学会誌巻, 75 巻, 1 号(2009), 62-63.
- (2) 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.
- (3) 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中集(C 編) 56 巻 530 号(1990), 268-275.
- (4) 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.
- (5) 上谷俊平, 中西賢二, シャルライルサミオン: 冷間押出工具表面の微細溝列によるアルミニウム製品表面平滑化の検討, 軽金属, 58 巻, 3 号(2008), 111-116.
- (6) 竹増光家, 尾崎龍夫, 松永良一, 宮原洋, 坂口雅司, 富田賢二: 超音波振動付加多段しごき加工によるアルミニウム管の精密表面仕上げ, 塑性と加工, 41 巻, 476 号(2000), 931-935.
- (7) 小宮山忍, 王志剛, 徳永龍一, 山岡裕一: 冷間鍛造用潤滑被膜の摩擦特性に及ぼす金型表面性状の影響, 塑性と加工, 51 巻, 591 号(2010), 342-347.
- (8) 山本普康, 生田宏, 生地文也: 軸方向等の研磨ロールで冷間圧延したステンレス鋼板の表面性状, 鉄と鋼, 93 巻, 11 号(2007), 687-692.
- (9) K.H Jung, H.C. Lee, J.S. Ajiboye, Y.T. Im: Characterization of Frictional Behavior in Cold Forging, TRIBOLOGY LETTERS, 37 巻, 2 号(2010), 353-359.
- (10) T. Hermann, T.A. Blanchet, N.F. Panayotou: Evolution of wear, roughness, and friction of Alloy 600 superalloy surfaces in water-submersed sliding, WEAR, 268 巻, 1-2 号 (2010), 126-132.
- (11) 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).
- (12) 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).
- (13) 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).
- (14) 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).
- (15) 山口勝也, 金属の単軸圧縮加工による超平滑面創成, 平成 19 年度 修士論文 (三重大学大学院工学研究科), (2007).
- (16) 小川広祐, 単軸圧縮加工による超平滑面創成に関する研究, 平成 21 年度 修士論文 (三重大学大学院工学研究科), (2009).
- (17) 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
- (18) B.B.Mondelbrot: The Fractal Geometry of Nature, (1982), 4-5.
- (19) 高安秀樹: フラクタル, 朝倉書店, (1986), 1-18.

- (20)ハインツ・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.
- (21)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.
- (22)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ィ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.

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，牧清二郎教授，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宮本達馬氏，山本祐真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。