

# 4 CFRP加工用工具への ダイヤモンドコーティング技術の開発

本多正英, 縄雅典生, 川瀬裕三\*

Development of diamond coating method on cutting tool for CFRP

HONDA Masahide, NAWACHI Norio and KAWASE Yuzou\*

Diamond films were deposited on cemented carbide substrate by hot filament chemical vapor deposition, and the adhesion of the films were evaluated by the compression topple test. This test gives the compression stress ( $\sigma_c$ ) of substrate at peeling of film. The topple bar plays a role in monitoring the peeling of film. As a result, it was revealed that the adhesion of the film is decreasing with increasing the film thickness. And, the film adhesion could not be improved by the low CH<sub>4</sub> composition pretreatment.

キーワード：ダイヤモンド, 気相合成, 密着性, 切削工具, CFRP加工

## 1 緒 言

ダイヤモンドは地球上に存在する物質の中で最も硬く、高い熱伝導率など優れた特徴を有することから、切削工具として広く用いられている。ダイヤモンドの気相合成技術が1981年に開発されて以来、安価に合成のできる気相合成ダイヤモンドを切削工具に適用しようとする研究が続けられてきた<sup>1) -2)</sup>。一方、CFRP(炭素繊維強化プラスチック)は、軽量化、省エネルギー化のため航空機から自動車などへと使用が広がりつつある<sup>3)</sup>。しかし、難削材といわれるCFRPの加工では、工具とダイヤモンド薄膜の密着性が重要となる。そこで本研究では、製膜前に低メタン濃度のガスで処理することによるダイヤモンド薄膜の密着性改善及びその密着性の評価方法について検討した。

## 2 実験方法

### 2.1 ダイヤモンドコーティング

ダイヤモンドコーティングを施す基板として超硬チップ(K10: 6.1×6.1×4.8 mm)を用いた。前処理として、村上試薬による処理及び過酸化水素水と硫酸による表面処理<sup>3)</sup>を行った後、ダイヤモンドパウダーを用いて傷つけ処理を行った。

ダイヤモンドの合成は熱フィラメントCVD装置を用いて行った。装置の外観を図1に示す。中央の真空チャンバーの内部にフィラメント及び基板を配置し、メタンと水素の混合ガスを反応させてダイヤモンドを合成した。なお、1回の合成実験で4個の超硬チップに同時成膜した。

\*株式会社川瀬工具店



図1 熱フィラメントCVD装置

次にダイヤモンド薄膜の合成条件を表1に示す。成膜時における反応ガスのメタン濃度は3%とし、膜厚が概ね5 μm, 10 μm, 20 μmになるように合成時間を調整した。また、成膜時の直前に行う低メタン処理時のメタン濃度は0.5%とし、30分間行った。合成したダイヤモンド薄膜等は走査電子顕微鏡(SEM: 日本電子(株) JMS-6510A)で観察すると同時に、付属するエネルギー分散型X線分析装置(EDS: 日本電子(株) JED-2300)で元素分析を行った。

表1 ダイヤモンドの合成条件

基板温度	900°C
フィラメント温度	約2400°C
フィラメント-基板距離	5 mm
反応ガス	H <sub>2</sub> -CH <sub>4</sub> 混合ガス
CH <sub>4</sub> %	3% (0.5%)
ガス流量	300 SCCM
ガス圧力	4 kPa
合成時間	50~180分 (30分)

( ) 内は低メタン処理

## 2.2 密着性試験

密着性試験は筒本ら<sup>5) -6)</sup>が考案した圧縮引き倒し試験により評価した。ダイヤモンド薄膜は密着性が比較的高くて硬いため、一般的な密着性試験である引き倒し試験やスクラッチ試験では評価できないためである。

この圧縮引き倒し試験の概略図を**図2**に示す。ダイヤモンド薄膜面にプラスチック棒(直径4 mm, 長さ100 mm)を瞬間接着剤により接着し、プラスチック棒の先端に10 gのおもりを取り付けている。これを**図3**に示すように、密着性評価用に作製した治具(試料ホルダー)に装着し、オートグラフ(梶島津製作所 AG-25TA)により膜が剥離するまで基板に圧縮荷重をかけた。膜が剥離するとプラスチック棒が倒れるので、膜が剥離する時の基板の圧縮荷重を正確に読み取ることができる。

T.Sumomogiら<sup>7)</sup>によると、膜が剥離する時の基板の圧縮応力 $\sigma_c$ は以下の式で表せる。

$$\sigma_c = (k \cdot f \cdot E_1 / E_2^{1/2}) \cdot t^{-1/2} - \sigma_0$$

$\sigma_c$  : 膜が剥離する時の基板の圧縮応力

k : 定数

f : 基板と被膜の密着性を示す値

$E_1$  : 基板の弾性率

$E_2$  : 被膜の弾性率

t : 膜厚

$\sigma_0$  : 被膜の内部応力に起因する値

この式のうち、k,  $E_1$ ,  $E_2$ ,  $\sigma_0$ は定数であるので、密着性を示す値fは、膜厚tと膜が剥離する時の基板の圧縮応力 $\sigma_c$ に依存する。

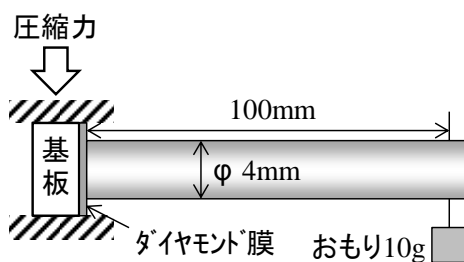


図2 圧縮引き倒し試験概略図

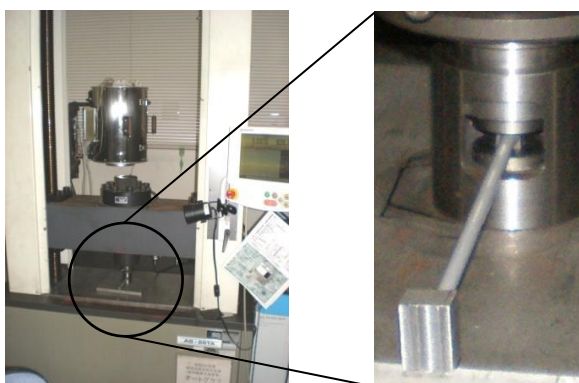
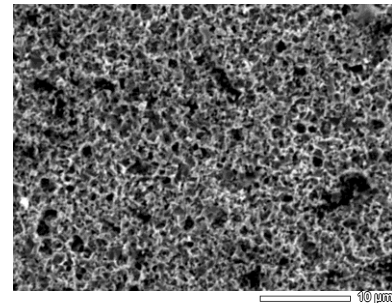


図3 圧縮引き倒し試験の様子

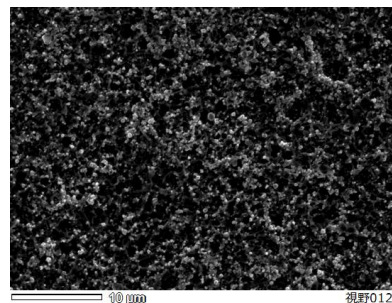
## 3 実験結果と考察

### 3.1 低メタン処理後の表面観察

前処理及び低メタン処理後の基板表面のSEM像を**図4**に示す。



(a) 前処理のみ



(b) 低メタン処理後

図4 各処理後の表面SEM像

(a)は前処理のみの超硬チップで、表面は凸凹に処理されている。(b)は低メタン処理後のもので、白く見える微小ダイヤモンド結晶の付着が穴の内部まで一面に見られる。

### 3.2 密着性試験結果

各膜厚における膜が剥離する時の圧縮応力 $\sigma_c$ の値を**図5**に示す。各図の左側は前処理後ダイヤモンド膜を合成したもの(通常成膜)で、右側は前処理、低メタン処理を行った後にダイヤモンド膜を合成したもの(低メタン処理有)である。なお、 $\sigma_c$ の値は同時に合成したサンプル2~4個の平均値である。これらの値を比較すると、膜厚が厚くなるほど $\sigma_c$ の値は小さくなっており、膜厚が厚くなるほど密着性が下がることがわかる。また、通常成膜と低メタン処理有とでは有意な差は見られなかった。低メタン処理を行うことにより、穴の内部まで微小ダイヤモンド結晶が付き、アンカー効果が増して密着性が上がることが期待されたが、その効果は確認できなかった。

なお、膜厚が5  $\mu\text{m}$ と10  $\mu\text{m}$ の場合、試験中に膜が剥離するより先に、超硬基板そのものが破壊する時があった。

このため、膜の密着性を過小評価している可能性がある。この対策としてはサンプルの断面積（圧縮面）を小さくして、膜を剥離しやすくすることなどが考えられる。

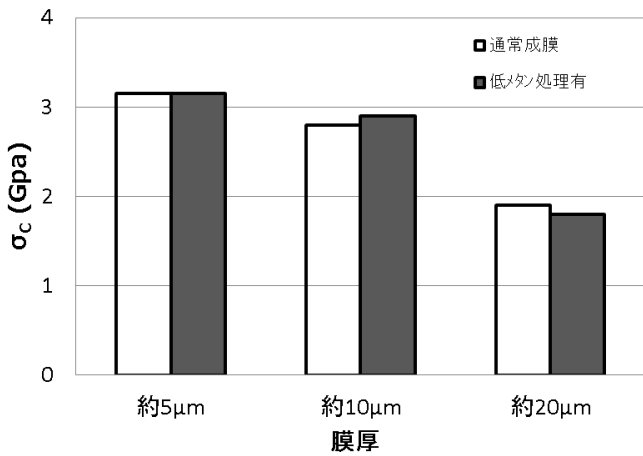
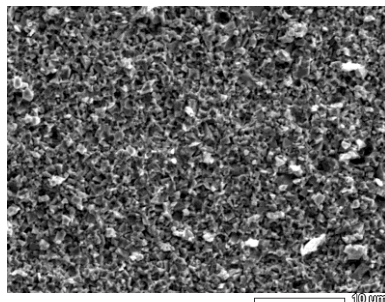
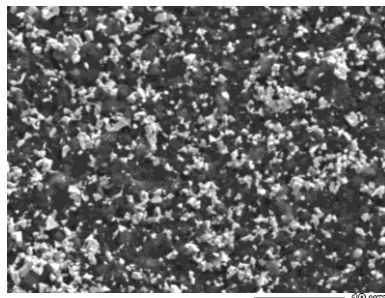


図5 各膜厚における膜剥離時の基板の圧縮応力  $\sigma_c$  への低メタン処理の影響



(a) 超硬基板側



(b) ダイヤモンド膜側

図6 密着性試験後の剥離面のSEM像

次に、密着性試験後の剥離面の一例を図6に示す。これは、低メタン処理後に約10  $\mu\text{m}$ 成膜したものである。これらのSEM像よりダイヤモンド膜は超硬基板との界面で剥離していると思われる。しかし、(a)の超硬基板側には、白く見えるダイヤモンド片が点在していた。また、(b)のダイヤモンド膜側にも、白く見える超硬片が点在していることにより、一部は相手材を引きちぎりながら剥離している。このことから、部分的には高い密着力を有していると思われる。なお、通常成膜時の剥離面も、低メタン処理有時と同様の形態であったが、相手材由来の

付着物はやや少ない傾向が認められた。

## 4 結 言

CFRP加工用工具へのダイヤモンドコーティング技術を開発するため、ダイヤモンド薄膜の密着性改善及びその評価方法について検討した。その結果、次のような結果が得られた。

- (1) ダイヤモンド膜の密着性は、圧縮引き倒し試験法により評価することができた。
- (2) 膜厚が厚くなるほど、密着性は下がった。
- (3) 低メタン処理による密着性の向上は確認できなかった。
- (4) 膜厚10  $\mu\text{m}$ 以下の場合、膜が剥離する前に超硬基板が破壊することがあった。
- (5) ダイヤモンド膜は超硬基板との界面で剥離した。

## 文 献

- 1) 小柳他：New Diamond, 9 (1993) 4, 22
- 2) 神田他：電気学会金属・セラミクス研究会資料, MC-95 (1995), 25
- 3) 松永他：広島県立総合技術研究所西部工業技術センター研究報告, No. 54 (2011), 1-4
- 4) Haubner et al. : J. de Physique IV C5 (1995), 753
- 5) T. Tsutsumoto, A. Nakao, H. Matsubara : Advances in New Diamond Science and Technology, No. 4 (1994), 763-766
- 6) 門, 筒本他：広島県立西部工業技術センター研究報告, No. 36 (1993), 5-8
- 7) T. Sumomogi and K. Kuwahara : Thin Solid Films, 79 (1981), 91