2022年度

# 博士学位論文

無電解 Ni-P めっき金型の超精密加工に関する研究

中部大学大学院

工学研究科 機械工学専攻

中川 恒裕

2022年度

# 博士学位論文

無電解 Ni-P めっき金型の超精密加工に関する研究

中部大学大学院

工学研究科 機械工学専攻

中川 恒裕

# 第1章 序論

1.1 研究	の背景・	•••	••	••	•	••	•	•••	•	•	•••	•	•	•••	•	•	•	•	•	•	•	•	• 1
1.1.1	レンズの歴	を史・	•••	•	• •	••	•••	•	•	•	••	•	•	•••	•	•	•	•	•	•	•	•	• 1
1.1.2	プラスチッ	ックレン	/ズ・	•	• •	• •	•••	•	•	• •	••	•	•	•••	•	•	•	•	•	•	•	•	• 1
1.1.3	非球面レン	/ズ・		•	• •	• •	•••	•	•	•	••	•	•	•••	•	•	•	•	•	•	•	•	• 3
1.1.4	射出成形 ·	•••		•	• •	• •	•••	•	•	• •	••	•	•	•••	•	•	•	•	•	•	•	•	• 3
1.1.5	超精密加Ⅰ	こに用い	いられ	る	無冒	重解	Ni-	Ρŏ	りつ	き	金型	<u>u</u> •	•	•	•••	•	•	•	•	•	•	•	• 4
1.2 被削	材としての	の無電	解 Ni	-P &	りつ	き	•	•••	•	•	••	•	•	•••	•	•	•	•	•	•	•	•	• 5
1.2.1	めっきの歴	を史・	•••	••	•	•••	•	•••	•	•	•••	•	•	•••	•	•	•	•	•	•	•	•	• 5
1.2.2	ニッケル&	りっき	•••	••	•	•••	•	•••	•	•	•••	•	•	•••	•	•	•	•	•	•	•	•	• 5
1.2.3	無電解ニッ	ッケルる	めっき	¥ •	•	••	•	•••	•	•	•••	•	•	•••	•	•	•	•	•	•	•	•	• 8
1.2.4	無電解 Ni-	Pめっ	き・	•••	•	•••	•	• •	•	•	•••	•	•	• •	•	•	•	•	•	•	•	•	• 8
1.3 無電	解 Ni-P め	っき金	型の	超料	青密	切問	削加	T.	•	•	••	•	•	•	•	•	•	•	•••	•	•	•	10
1.4 研究	の目的・	•••	•••	•	• •	•	••	•	•	•••	•	•	•••	•	•	•	• •	• •	•	•	•	•	11
1.5 本論	i文の構成	•••	•••	••	•	••	•••	•	•	•••	•	•	•••	•	•	•	•	•	•••	•	•	•	11
第1章の	参考文献 ·	• • •	• • •	•	•••	•	•••	•	•	•••	•		•	•	•	•			•	•	•	•	13

# 第2章 無電解 Ni-P めっきの基本的めっき被膜特性

2.1	緒言	<b>:</b> ••	•••	•••	• •	•	• •	•	••	• •	•	•••	•	••	•	•	•	•••	•	•	•	•	•	•	• 14	1
2.2	めっ	o き 浴	温度	が表	面制	狙さ	に	与え	る景	影響	•••	•	•	• •	•	•	•	•	•••	•	•	•	•	•	• 14	1
2.2	.1	無電	解 N	i-P ð	りつ	きの	)実	験装	と 置	およ	びフ	方法	•	•	•	•	•••	•	•	•	•	•	•	•	• 15	5
2.2	.2	各め	っき	浴温	度て	ごの	めー	っき	時間	目と胆	莫厚	の美	ミ験	結身	艮・	•	•	•	•••	•	•	•	•	•	• 20	)
2.2	.3	各め	っき	浴温	度て	での	表面	ī粗	さの	)実験	<b></b>	果·	•	•••	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	• 23	3
2.2	.4	めっ	き浴	温度	と目	標	膜厚	夏に	おけ	けるま	長面	粗さ	いの	関係	<b>系・</b>	•	•	•	•••	•	•	•	•	•	• 3	1
2.3	結	<b>≣</b> ••	• •	•	• •	•••	•	•••	•	•••	•	•	•	•	•	•	•••	•	•	•	•	•	•	•	• 34	1
第21	章の	)参考	文献	••	• •	•	• •	•	•••	• •	•	•••	•	•••	•	•	•		•	•	•	•	•	•	• 35	5

# 第3章 無電解 Ni-P めっきの機械的特性

3.1	緒言・・・・・・・・・・・・・・・・・	•	•	•••	•	•	•	•	••	•	•	•	•	• 36
3.2	無電解 Ni-P めっきの弾性変形に関する評価	•	• •	••	• •	•	•	•	••	•	•	•	•	• 36
3.2	2.1 実験方法・・・・・・・・・・・・・・	•	•	••	•	•	•	•	•••	•	•	•	•	• 37

3.2.2	実験結果・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・42
3.3 残	留応力によるたわみの影響および経時変化・・・・・・・・・・・・・46
3.3.1	実験方法・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・46
3.3.2	バイメタルの熱膨張係数及び残留応力の違いによる湾曲の算出方法・・・・49
3.3.3	経時変化・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・54
3.4 結	言 · · · · · · · · · · · · · · · · · · ·
第3章0	の参考文献・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・58

# 第4章 無電解 Ni-P めっき金型の超精密切削加工

4.1	緒言	<b>i</b> •	••	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	59
4.2	超料	青密	切肖	小加	T	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	59
4.3	超料	青密	加コ	装	置	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	60
4.4	加二	C方	法·	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	61
4.4	4.1	加	工条	件	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	63
4.5	測知	官方	法・	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	64
4.:	5.1	測	定装	置	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	64
4.:	5.2	評	価方	法	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	65
4.:	5.3	形	伏精	度	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	65
4.:	5.4	表ī	面粗	さ	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	68
4.6	結	<b>言・</b>	•	•••	•	•	•	•	•	•	•		•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	71
第4	章の	)参	考文	献	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	72

# 第5章 無電解 Ni-P めっき金型の切削精度の向上

5.1	緒言	••	••	•	•	•••	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	73
5.2	傾翁	切削	によ	、る	表	面粗	1さ	の	改	善	の	提	案	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	74
5.3	切削	」実験	装置	お	よて	び実	験	方	法	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	76
5.	3.1	切削	実懸	鏯装	置	•••	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	76
5.	3.2	切削	実懸	食方	法	•••	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	77
5.4	実験	結果	•••	•	•	•••	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	79
5.	4.1	プラ	ンシ	ジカ	ツ	トの	)実	験	結	果	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	79
5.4.2	2 平	面旋	削力	口工(	の	実験	結	淉	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	81
5.5	結言	••	•••	•	•	•••	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	86
第5	章の	)参考	文南	犬•	•	•••	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	87

### 第6章 単結晶ダイヤモンド製圧子を用いた超音波援用マイクロイ

# ンデンテーションによるテキスチャリング

6.1	緒言・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・89
6.2	超音波振動援用ナノインデンテーションシステムの開発・・・・・・・・91
6.3	単結晶ダイヤモン製の圧子の試作・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・92
6.4	実験方法・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・93
6.5	超音波援用インデンテーションの基礎的特性の評価・・・・・・・・・・93
6.6	超音波援用インデンテーションによるアレイ金型の試作実験および
	成形実験結果の評価・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・98
6.7	結言・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・101
第6	章の参考文献・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・・102

### 第7章 結論

7.1	本研究の成果・・・	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	103
7.2	今後の課題と展望・	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	•	104

### 謝辞

## 第1章 序論

### 1.1 研究の背景

1.1.1 レンズの歴史

レンズの歴史は古く、13世紀ごろには眼鏡としてレンズが用いられ、日本に眼鏡が持ち 込まれたのは、室町時代に宣教師フランシスコ・ザビエルによってといわれている<sup>(1.1)</sup>. 1620 年には国産の眼鏡の製造が開始されたという記録が残っている. 17世紀初頭には屈折式望 遠鏡が発明され、その後ニュートンが反射式望遠鏡を発明している. 当時のレンズは凸面の 球面形状のガラスレンズであった.日本人で最初に望遠鏡を覗いたのは、徳川家康といわれ ている<sup>(1.1)</sup>. その後、1970年代までの長い間に渡り、レンズの加工は研磨を用いられてきた. 研磨加工は、球面の対称性を利用することで比較的容易に高精度な球面性状を作成するこ とが可能であり、こうした研磨加工技術の進歩と、光学設計の進歩により複数枚のレンズを 組み合わせることで、光学特性の優れたレンズが多数生産されるようになった<sup>(1.2)</sup>.

1.1.2 プラスチックレンズ

無電解 Ni-P めっき金型の代表的なものとしてスマートフォンカメラ用のプラスチックレ ンズレンズ金型がある.光学レンズを材料から大きく分類するとプラスチックレンズとガ ラスレンズに分類することができる.表 1.1 のように両者を比較すると,屈折率の多様さ, 強度,硬度,熱変形温度,線膨張係数,吸水性はガラスレンズの方が勝っている.しかし, 比重,耐衝撃性,コスト面ではプラスチックレンズを用いることが多い.

図 1.1(a)にガラスモールド用レンズ金型の写真, 1.1(b)に Blue-ray 向けプラスチックレン ズ金型の写真, 1.1(c)に単結晶ダイヤモンド工具の写真を示す. プラスチックレンズ金型は, 1.1(d)に示すようにステンレス鋼上に無電解 Ni-P めっきを被覆し, 単結晶ダイヤモンド工具 を用いて超精密切削加工される.

	Optical glass	Resin for the optics
Refraction factor nd	1.43~1.91	1.49~1.59
Birefringence nm	≑0	<20
Permeability %	85~99	89~93
Compressive strength kg/cm <sup>2</sup>	6000~12000	773~1600
Pencil hardness	9Н	В∼3Н
Deformation temperature °C	At363 以上	80~164
Linear expansion coefficient /°C	(52~170)×10 <sup>-7</sup>	(5~11)×10 <sup>-5</sup>
Specific gravity	2.43~4.27	0.9~2.2
Water absorption rates $\%$	<b>≒</b> 0	0.01~0.3

T 1 1 1 1 0 1 + 1 0	• • •	. 1 1	1	1
lable 1 1 Characteristic com	narison hetween	onfical glass an	d resin for t	the onflics
	pullison between	i optioui giuss un		ne opnes



(a) Photograph of glass lens mold

(b) Photograph of plastic lens mold



(c) Photograph of single crystal diamond tool





Fig 1.1 Schematic diagram of lens mold

1.1.3 非球面レンズ

従来,これらの光学レンズは球面形状であったが,球面レンズでは球面収差が存在し,こ れらの収差を球面レンズだけで最小化するには、レンズの使用枚数が多くなり,かなりの重 さがあった.図1.2(a)のように球面レンズは光軸の近い光線はレンズのより遠方に,光軸か ら離れた光線はレンズの近いところに結像する.この現象を球面収差といい,光学設計技術 を駆使しても除去できない.そこで,製品の小型化,薄型化,軽量化が要求されていること から,従来は複数の球面レンズにより球面収差を除去していたが,一つのレンズで担えると いう理由によりレンズの非球面化が行われた.図1.2(b)に示すように非球面レンズは球面レ ンズ入射光による焦点の差を抑制し収差を補正することができる.この非球面レンズの加 工方法において,最も安価で高効率な加工方法がプラスチック射出成形法である<sup>(1.2)</sup>.



Fig 1.2 Comparison of spherical lens and aspherical lens

#### 1.1.4 射出成形

射出成形とは主に型締め,射出,保圧,冷却,型開き,成形品取り出しの工程で実行される.成形温度は200℃前後であり,図1.3に示すようなスクリュー式射出成型機で成形が行われる.スマートフォン用プラスチックレンズも同様に射出成形によって大量に生産され, 複数のレンズが一体化され,カメラモジュールとなりスマートフォンに搭載されている.



Fig 1.3 Schematic diagram of injection molding machine

#### 1.1.5 超精密加工に用いられる無電解 Ni-P めっき金型

単結晶ダイヤモンドを用いて超精密切削加工が可能な金型材料は銅やアルミニウム,真 鍮などの軟質金属か,無電解 Ni-P めっきに限られる<sup>(1,3)</sup>. それ以外の鉄系材料や超硬合金な どは、ダイヤモンドとの化学的親和性があるため、ダイヤモンド切削は困難であり、超精密 研削や研磨により加工されている.成形される光学レンズの大きさは、高々数ミリメートル 程度で、要求される形状精度は 0.1µm P-V 以下、表面粗さは 10nm Rz 以下であり、現在も さらなる高精度化が望まれている.

超精密加工の限界については未知なところが多く,超精密切削加工が可能な無電解 Ni-P めっきについても同様であり,付加価値が高く工業的に非常に意義のある高精度なものづくりを目指すには,加工技術の精度の向上のみではなく,無電解 Ni-P めっきの材料特性, 機械的特性,経時変化,切削性のメカニズムの解明も重要である.そこで,本研究はプラス チックレンズの射出成形に使われる無電解 Ni-P めっき金型の超精密加工についての皮膜特 性,加工性,鋼型材としての材料力学的な評価から加工方法や品位の評価および単結晶ダイ ヤモンド製圧子を用いた超音波援用マイクロインデンテーションによるテキスチャリング 加工などを行ない,無電解 Ni-P めっき金型の超精密加工,および機能創成加工について総 合的な検討を行った.

### 1.2 被削材としての無電解 Ni-P めっき

1.2.1 めっきの歴史

「めっき」という用語は、英語ではなく純粋な日本語である.漢字では「鍍金」と書く が、当用漢字に鍍の字がないので、現在では「めっき」と書くのが正しい.約一千年前の 古書に見られる「滅金」すなわち「めっきん」を語源とし、これが「めっき」に転じてき たものであるという.めっきの起源は紀元前 1500 年ごろ、メソポタミア北部で鉄器に溶融 すずめっきが発見され、その後、水銀に金などを溶かし「水銀アマルガム法」として、古代 エジプト、アラビア、ヨーロッパ、東洋へ、装飾品・仏像等に施しためっき品が見つかっ ている.日本へはシルクロードを渡り、中国、朝鮮から伝わった.日本では、西暦 752 年に 東大寺の大仏がこの「水銀アマルガム法」で金めっきが施されたと伝えられている.現在 にいたるめっき技術の発展は第二次世界大戦後からであり、各種光沢剤による光沢めっき の進歩、高能率浴の開発、電流波形の変化によるめっき効果の向上、化学めっき法の普及、 めっき設備の自動化など多くの問題が解決された<sup>(1.4)(1.5)</sup>.

1.2.2 ニッケルめっき

ニッケルめっきは, R. Bottger が 1843 年に最初に硫酸ニッケルと硫酸アンモニウムとを 含有するめっき浴から得られたのが最初であるといわれている. ニッケルは各種の金属素 地に直接密着のよいめっきができるので, めっきに利用できる金属としては最も重要な金 属の一つとなっている. ニッケルめっきにも電解ニッケルめっきと無電解ニッケルめっき がある.

図 1.4(a)に電気ニッケルめっきと(b)に無電解ニッケルリン(Ni-P)めっき(別名:化学めっ き)の概略図を示す.電気めっきとは電解溶液中で通電による還元反応を利用して被めっき 物の表面に金属ニッケル皮膜を析出させる方法である.電流により析出速度をコントロー ルすることができるが母材に電流を流すため高電部分と低電部分が生じ表面に通過する電 流密度の違いによって析出される膜厚にバラつきが生まれる.電解ニッケルめっきおよび 無電解ニッケルめっきの特徴を表 1.2 に示す<sup>(1.9)</sup>.無電解ニッケルリンめっきは自己触媒型 めっきであり,還元剤として次亜リン酸ナトリウムが使用される<sup>(1.6)(1.7)(1.8)</sup>.

	Electro plating	Electroless plating
Merit	Plating speed is controlled by electric	Thickness of plating is uniform.
	current.	Plating is possible to the insulation
	Plating speed is high.	workpiece such as plastic.
	Thick plating is possible.	Shape of sample has no limit.
	Plating handling solution is easy.	Not many pinholes appear against
	Alloy plating is possible.	electro plating.
	Cost is low.	Suitable for mass production.
		Plating system is easy.
		(Not need external electric power)
Demerit	Film thickness varies by the shape of	Every time makes new plating liquid
	the workpiece.	after used.
	Uniform plating of the film thickness is	Plating speed is low.
	difficult.	Cost of the reagent is high.
	Difficult plating for insulator.	Difficult plating for keeping condition.
Electromotive	Method by electricity	Chemical method by oxidation-
force		reduction reaction

Table 1.2 Summary of electro plating and electroless plating





Fig. 1.4 Illustration of electro plating and electroless plating

#### 1.2.3 無電解ニッケルめっき

金属イオンを還元剤によって化学的に還元し、めっきする方法を無電解めっき(別名:化 学めっき)と呼んでいる.無電解めっきは外部電源を使用しないで、単に浴中に素材を浸漬 するだけでめっきを施すだけではなく、プラスチックやセラミックのような電気を通さな い物にまでめっきすることができる.また、形状が複雑な物でも均一な厚みのめっきができ る.無電解ニッケルめっきは使用する還元剤の種類によって違いがある.無電解 Ni-P(次亜 リン酸塩)、無電解 Ni-B(ホウ素化合物)、無電解 Ni(ヒドラジン)の3種類がある.工業的に 最も多く使用されているのが無電解 Ni-P で、還元剤として次亜リン酸ナトリウムを用い、 めっき皮膜にはリンが含まれる(図 1.4 参照).ホウ素化合物を還元剤に用いる Ni-B めっき は、1~5wt%のホウ素を含む皮膜が得られる.Ni-B めっきは、Ni-P めっきよりも優れた性 質をいくつか持つが、還元剤が高価なため特殊用途以外には用いられない.また、ヒドラジ ンを還元剤に用いると、ほぼ純粋な無電解ニッケルめっきが得られるが、使用例は限定され ている<sup>(1.10)</sup>.

1.2.4 無電解 Ni-P めっき

無電解 Ni-P めっきは優れた耐食性, 耐摩耗性などの特徴を持つため自動車部品, 金型などの工業製品に多く使用されている. 無電解 Ni-P めっきの様子を図 1.5 に示す. 無電解 Ni-P は, 次亜リン酸ナトリウムを還元剤としてニッケルイオンを還元し金属ニッケルを析出させる. 代表的な無電解 Ni-P めっきの析出反応について以下に示す.

 $Ni^{2+} + H_2PO_2^- + H_2O \rightarrow Ni\downarrow + H_2PO_3^- + 2H^+$ (1)

 $H_2PO_2^- + H_2O \rightarrow H_2PO_3^- + H_2\uparrow$ (2)

 $H_2PO_2^- + 2H^+ + e^- \rightarrow P \downarrow + 2H_2O$ (3)

次亜リン酸ナトリウムはそのままでは還元剤としては働かないので、めっき反応開始に は鉄(Fe)、ニッケル(Ni)、パラジウム(Pd)などの金属触媒が必要となる.このNi-P めっき は、最初触媒金属上で反応式(1)によってNiが析出し、その後、析出した金属ニッケルが 触媒として働き、めっき反応が連続して進行する自己触媒型無電解めっきである.反応式 から分かるように、この反応(1)が進行するにしたがって溶液中のニッケルイオン濃度およ び次亜リン酸ナトリウム濃度が減少する.さらに、反応の進行とともに溶液中の水素イオ ン濃度が増加し、めっき液中のpH が低下する.また、反応(2)によって次亜リン酸イオン が加水分解して亜リン酸になることによっても浴中の還元剤濃度が減少しめっき速度に影 響を与えることになる.また、金属触媒上で反応(3)が起こることによってリンが析出(共 析)し膜中に取り込まれ膜中のリンを変化させることになる.なお、この無電解 Ni-P めっ き反応の析出速度は、浴中の次亜リン酸イオンの分解反応も促進するなどの欠点もある. 一般的に酸性浴の還元効率は30%程度であると言われているが、pH により大きく異なる (1.16). 以上のことから,酸性浴を用いて無電解 Ni-P めっきを行う場合,めっき膜の成長と共に 浴中のニッケルイオンおよび次亜リン酸イオン濃度の低下と浴液中の水素イオン濃度の増 加による pH の低下が起こるので、ニッケル析出速度および膜質を一定に保つために硫酸 ニッケル、次亜リン酸ナトリウム、および苛性ソーダを補給する必要がある.また、この 無電解 Ni-P めっきでは、めっき反応の進行とともに溶液中での次亜リン酸イオンの加水分 解による亜リン酸イオンの生成により浴の劣化が進み、めっき速度やめっき膜の光沢の低 下、めっき膜中の応力増加などの悪影響が現れる.そのため、めっき浴は通常5または6 ターンで全更新または部分更新を行っている.1ターンは1L 当たりの金属塩分の補給をす ると1ターンという.無無電解 Ni-P めっきの浴管理は非常に難しく一定の濃度を保つには 通常、自動供給装置によってめっき浴の管理が行われる.

無電解 Ni-P めっきには低リンタイプ,中リンタイプ,高リンタイプの三種類がある.リ ン含有率による分類と性質をまとめたものを表 1.3 に示す.P(リン)含有量が 1~4wt%を低 リンタイプ,7~9wt%を中リンタイプ,10~12wt%を高リンタイプという.工業的には中リ ンタイプが多く使用されている.皮膜中のP含有量が低い場合には高い引張応力を示すが, P含有量が増えるにつれて応力が低下し,約8~9wt%(14~16at%)ではゼロとなり,それ以 上になると逆に圧縮応力になる(1.17). 無電解 Ni-P めっきは熱処理を施して硬度を上げるこ とにより耐摩耗性を向上させる用途などもある.

高リンタイプの無電解 Ni-P めっきは非晶質(アモルファス)なため,超精密切削加工用の 金型などに使われている<sup>(1.11)(1.12)(1.13)(1.14)</sup>.鏡面金型用に用いるためには,不純物が無くより 均一で緻密な皮膜である必要がある.



Fig. 1.5 Photograph of plating experiments

Dismosition	Low phosphorus type	Middle phosphorus type	High phosphorus type	
Disposition	(P1~4wt%)	(P7~9wt%)	(P10~12wt%)	
Density	8.5 g/cm <sup>3</sup>	8.1 g/cm <sup>3</sup>	7.9 g/cm <sup>3</sup>	
Hardnes HV	650~700	550~600	500~550	
Hardnes HV	900	900	900	
Heat-treatment	400°C, 1 h	400°C, 1 h	400°C, 1 h	
existence				
Corrosion	^	$\bigcirc$		
resistance		0	0	
Magnetism	Magnetism	Magnetism, Nonmagnetic	Nonmagnetic	
<u></u>	Constal atomations	Middle of crystal structure	New support 111	
Structure	Crystal structure	and non-crystalline	Non crystalline	

Table 1.3 Classification and characteristic by the phosphorus content of the electroless Ni-P plating

#### 1.3 無電解 Ni-P めっき金型の超精密切削加工

無電解 Ni-P めっきを単結晶ダイヤモンドで超精密加工することで,工具刃先の形状が工 作物表面に忠実に転写され,カッターマークが規則正しく転写されるようになった.超精密 加工機の分野においてもリニアモータ駆動が導入され,加工装置の位置決め精度と再現性 が 1nm あるいは 0.1nm 単位まで向上し,近年は単結晶ダイヤモンドバイトの研磨技術の発 展により工具の精度も向上したために工作物の表面粗さは飛躍的に向上したことから,超 精密切削加工における条件として,精度の高い超精密加工機,精度の高い単結晶ダイヤモン ド工具,振動や温度変化のない環境とアモルファスで加工性のよい材料が揃うことが最適 な超精密加工条件といえる<sup>(1.15)</sup>.加工性のよい材料としてアモルファス(非晶質)であること が重要であるが,無電解 Ni-P めっきには種類があり(表 1.3 参照),低リンタイプは結晶化 しているので中リンタイプまたは,高リンタイプを使用することが重要である.高リンタイ プの無電解 Ni-P めっきがアモルファスであることに着目し,現在のスマートフォン用カメ ラレンズの金型や高性能ヘッドランプの金型,ヘッドアップディスプレイなど,光学デバイ スの金型に多く使われ,今後も需要が伸びる傾向にある.

#### 1.4 研究の目的

今後の付加価値が高く工業的に非常に意義のある高精度なものづくりを目指すうえで, 無電解 Ni-P めっき金型の切削性の最適化を検証する研究はいまだ不十分である. リンの含 有量などによって結晶構造が変化することは知られているが,アモルファス金属の切削性 の品位は単結晶ダイヤモンド工具の精度の向上とともに,より深い次元での検証が必要と 思われる.本研究の目的は,無電解 Ni-P めっきの被膜特性,機械的特性を検証することで 加工性の良い無電解 Ni-P めっき皮膜条件を解析し,切削精度の向上について傾斜切削の提 案やインデンテーション加工との相性を検証することで工具の摩耗を抑え,かつ面性状の 品位を向上させる無電解 Ni-P めっきの提案を目的としている.そこで,本研究の最終的な ねらいは次のものである.

(a) 次世代の高精度,複雑形状の光学部品の開発に対応できること.

- (b) 加工精度は低下されることなく,加工能率を向上させることができること.
- (c) 被膜特性,機械的特性,経時(時間の経過)変化,切削性のメカニズムの解明をすることで,無電解 Ni-P めっき金型の超精密加工が安定して生産ができること.

#### 1.5 本論文の構成

本稿は、本章を含む全7章から構成される. 第2章以降の概要を以下に記す.

第2章では、無電解 Ni-P めっきの被膜特性を検証するため、めっき浴温度が表面粗さに 与える影響について実験的に評価した.

第3章では、無電解 Ni-P めっきの機械的特性を検証するため、無電解 Ni-P めっきの弾性 変形特性に関する評価をするとともに熱膨張係数の違いによるたわみ量と残留応力による たわみ量を求めることで、無電解 Ni-P めっきと母材とのたわみの影響,経時変化などにつ いて評価を行う.

第4章では、形状精度、表面粗さの品位の高精度化に関する研究として、無電解 Ni-P めっき金型に単結晶ダイヤモンド工具を非回転でシェーパ加工を行い、マイクロレンズアレイ金型の形状誤差と表面粗さに関する加工方法や品位について述べる.

第5章では、表面粗さを改善する対策として、表面粗さを悪化させるバリを抑制すること が必要であるので、単結晶ダイヤモンド・アールバイトの傾斜角を与えて旋削加工する傾斜 切削法を提案し、3軸(X,Y,Z)制御の傾斜切削法を開発し、単結晶ダイヤモンド・アールバ イトの傾斜角θを-10,0,10,20,30,40°(傾斜角0°を中心に一方をプラス側、他方をマ イナス側とした)と変化させて無電解 Ni-P めっきの基礎旋削実験を行い、切削面の表面性状 への傾斜角および送り速度の影響について検討した.

第6章では高能率加工を行うために変形加工である「ナノインデンテーション」に着目 し、(1)レーザ加工を応用した単結晶ダイヤモンド等のマイクロインデンテータ(圧子)を創 成し、(2)超音波振動援用のナノインデンテーションシステムを開発し、(3)超音波振動を付 加することによる無電解 Ni-P などのアモルファス金属材料の高精度・高能率塑性変形メカ ニズムを解明し,加工条件を最適化し,(4)微細で構造的な超精密形状の創成の高精度・高能 率加工を実現する加工法の1 つとして,単結晶ダイヤモンド製圧子を用いた超音波援用マ イクロインデンテーションによるテキスチャリングについて述べる.

第7章では、結論として本研究を通して得られた知見をまとめるとともに、今後の課題と 展望について述べる. 第1章の参考文献

- (1.1) 永田真一: 図解レンズがわかる本, 日本実業出版社, (2002)
- (1.2) 内藤和雄:カメラ生産における超精密技術,日本機械学会誌, 87,79(1984)pp.66-72.
- (1.3) 山形豊:超精密切削加工とそのアプリケーション,精密工学会誌, 74,12(2008)
- (1.4) めっき読本,日本鍍金協会,(2021)pp.2-10.
- (1.5) 現場のための表面処理技術ハンドブック、 (社)日本表面処理機材工業会, (2007)
- (1.6) 榎本英彦:トコトンやさしい機能めっきの本,日刊工業新聞社,(2008)pp122-125.
- (1.7) 金尾嘉徳:電気めっきにより形成された皮膜の内部応力:表面技術, 3,7(1992) pp.45-48.
- (1.8) 榎本英彦:トコトンやさしい機能めっきの本,日刊工業新聞社,(2008) pp.118-119.
- (1.9) 黒坂成吾, 佐藤誠: 無電解ニッケルめっき皮膜の特性, 表面技術, 65,3(2014)
- (1.10) 田代雄彦: めっきの基本組成の役割 無電解ニッケルめっき,表面技術, 50,2(1999) pp.140-145.
- (1.11) 縄舟秀美,松岡政夫:現代無電解めっき,日刊工業新聞社,(2014)pp.44-48.
- (1.12) 阿部芳彦,片山直樹,浅野信夫,中尾英弘:無電解ニッケルめっきに関する研究, 北海道立工業試験場報告,294(1995)pp.59-67.
- (1.13) 土井正:図解入門よくわかる最新めっきの基本と仕組み,株式会社秀和システム, (2008)pp.138~139.
- (1.14) 渡邊徹: めっき皮膜の結晶学的構造,表面技術, 40,11(1989)pp.71-78.
- (1.15) 奥山繁樹, 宇根篤暢, 由井明紀, 鈴木浩文: 機械加工学の基礎, コロナ社, (2013)
  pp.45-46.
- (1.16) 田代雄彦:無電解ニッケルめっき,表面技術, 50,2(1999)pp.14-19.
- (1.17) 森河務,石田幸平,中出卓男:電気 Ni-P 合金めっき皮膜の電着応力,表面技術,68, 5(2017)pp.57-63.

### 第2章 無電解 Ni-P めっきの基本的めっき被膜特性

### 2.1 緒言

単結晶ダイヤモンドバイトを用いて多結晶材料を超精密切削する場合,粒界段差の影響 で表面粗さが悪化することが知られている<sup>(2.1)(2.2)</sup>. 各結晶粒の結晶方位,弾性率など物理特 性が異なるため,加工時に表面が微小変異することによって,結晶粒ごとの粒界段差が発生 する.したがって表面粗さを良好にするには,図2.1に示すように被削材が単結晶材料かア モルファス材料であることが重要である.第1章で述べたように無電解ニッケルリン(Ni-P) めっきは,めっき皮膜中のリン(P)の含有率によって,低リンタイプ(リン濃度:1~4wt%), 中リンタイプ(7~9wt%),高リンタイプ(10~12wt%)の3 種類に大きく分類することがで きる.無電解 Ni-P めっき皮膜を超精密切削加工するためには,アモルファスである高リン タイプにする必要がある<sup>(2.3)(2.4)</sup>.

無電解 Ni-P めっきはリンの含有率,めっき条件により材料的特性が大きく変化するが, 超精密切削加工に最適な被膜特性については,十分に明らかにされていない.そこで,第2 章では無電解 Ni-P めっきの被膜特性を検証するため,めっき浴温度が表面粗さに与える影響について実験的に評価した.



Fig. 2.1 Cutting of amorphous and crystalline materials

### 2.2 めっき浴温度が表面粗さに与える影響

無電解 Ni-P めっきの皮膜特性に大きく影響する要因として,(a)めっき液の浴温度,(b)濃度,(c)水素イオン濃度(pH)がある<sup>(2.5)(2.6)</sup>. なお,めっき液の濃度とは主成分のニッケルおよ

び還元剤の濃度を総称している.この3つの要素はあまり低すぎてもめっき反応が減少し, ニッケルおよびリンが析出せず,逆に反応過多となれば,めっき液が自己分解する要因にな る.また析出速度を上げ過ぎるとめっき皮膜中の内部応力が増加し<sup>(2.7)</sup>,金型用途としては 不向きな皮膜となるため3つの要素が適正な範囲でめっきを行う必要がある.めっき温度 とめっき析出速度は正の相関関係があり<sup>(2.8)(2.9)</sup>,本実験では,めっき温度のみ変化させるこ とで,めっき析出速度およびめっき皮膜の面性状がどの程度変化するのかを評価した.

2.2.1 無電解 Ni-P めっきの実験装置および方法

無電解 Ni-P めっきを行うには、めっき浴温度は一般的に 80~90 ℃であり、90℃を超える とめっき液自体が自己分解反応を起こす可能性がある.本研究では、めっき浴設定温度をめ っきが反応する最低温度の 62℃から、安定してめっきができる 87℃までとし、5℃間隔で検 証した.本実験のプロセスを図 2.2 に示す.最初に機械加工を行い、脱脂、超音波洗浄、活 性化の後に、めっき処理を施す.母材には無酸素銅を用いて目標膜厚 1  $\mu$ m、3  $\mu$ m、5  $\mu$ m、 10  $\mu$ m の無電解 Ni-P めっき(高リンタイプ)を施した.その後、蛍光X線膜厚測定器(図 2.14 参照)、非接触走査型白色干渉計(図 2.16 参照)を用いてめっき厚さ、めっき表面の表面 粗さを測定した.



Fig 2.2 Ni-P plating process

(a) 機械加工

工作物の図面を図 2.3 に示す. Φ20 の無酸素銅を Φ19×t 5 mm に切削加工し, 裏に 3 mm のねじを切った. その後, 超精密切削加工を行った. 加工機の外観写真を図 2.4 に示す. 超精密切削加工機械は同時 4 軸制御加工装置 ULG-100DSH<sub>3</sub>(芝浦機械㈱社製)を使用した. 超精密切削加工前と加工後の工作物の外観写真を図 2.5 に示す. 超精密切削加工後の表面粗さは 0.64nm Ra となった.



Fig. 2.3 Shape of oxygen-free copper workpiece



Fig. 2.4 View of ultraprecision cutting



(a)Before ultraprecision machining (b)After ultraprecision machining Fig. 2.5 Ultraprecision machined oxygen-fee copper

(b) マスキング,脱脂,超音波洗浄,活性化

鏡面部分にのみめっきを施すため、めっき不要部分はマスキングテープを用いて覆い、導 電性のある針金(電解脱脂などもするため伝導性のある針金を用いた)とねじを用いて図 2.6 のように精密加工した工作物を浴中につるし、前処理を行った.無電解 Ni-P めっきプロセ スにおいて前処理は重要であり<sup>(2.10)</sup>、表面に異物や油脂および酸化膜が付着したままめっき が施されると正しく密着せずにめっき不良の要因となる.そのため前処理には工作物の表 面状態をよく観察しながら進めていくことが必要である.

脱脂工程の外観写真を図 2.7 に示す. マグネットホットスターラーC-MAG HS 7 digital (IKA®製)を用いて銅専用洗浄剤ギルデオン MK330 (中央化学㈱社製)を 100g/L の濃度で建浴(液を建てる)した脱脂液を用いて 60°Cに加温し,加工時に付着した油脂などの有機性の汚れを除去するために3分間浸漬した.

超音波洗浄工程の外観写真を図 2.8 に示す. 超音波が溶液中に伝わるキャビテーション効果により発生した強力な泡が攪拌することを利用し洗浄する<sup>(2.11)</sup>.本実験では超音波洗浄機US-1A (AS-ONE 製)を用いて純水による超音波洗浄を 10 秒間行った.

活性化工程の外観写真を図 2.9 に示す. 濃硫酸を 10 倍に希釈した希硫酸を用いて工作物 表面の酸化膜を除去する目的で活性化処理を 10 秒間行った. その後,活性化した工作物に 純水を用いてシャワー水洗をした後,工作物の酸化膜が生成される前に素早くめっき処理 を行った.



Fig. 2.6 Fixing the workpiece with a wire



Fig. 2.7 Solvent degreasing cleaning

Fig. 2.8 Ultrasonic cleaning



Fig. 2.9 Activation treatment

Nickel base	Nickel sulphate hexahydrate Ni <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> · 6H <sub>2</sub> O (0.1mol/L)
Reducing agent	Sodium hypophosphite NaH <sub>2</sub> PO <sub>2</sub> ·H <sub>2</sub> O (0.25mol/L)
pH	4.86
Phosphorus precipitation rate	11wt% (High phosphorus type)

Table 2.1 Ingredients	of plating	solution
-----------------------	------------	----------

(c) Ni-P めっき

めっき液の主な成分を表 2.1 に示す.本実験で使用した無電解 Ni-P めっき浴の主な成分 は金属塩の硫酸ニッケル Ni<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> および還元剤の次亜リン酸ナトリウム NaH<sub>2</sub>PO<sub>2</sub>・H<sub>2</sub>O の 2 種類である.めっき液のリン含有率は 11wt%の高リンタイプであり pH は 4.0~5.0, その他, pH 緩衝剤, pH 調整剤, 錯化剤, 促進剤, 安定剤等の成分で構成されている<sup>(2.12)</sup>. めっき外 観写真を図 2.10 に示す. めっき時にエアーポンプによるビーカー底からのエアー攪拌を行 うことで, めっき浴の温度の偏りを最小限化し, かつ工作物のピンホールの要因となる水素 ガスの付着を防ぐ効果がある. めっき条件を表 2.2 に示す. 設定温度は 62, 67, 72, 77, 78, 82, 87 ℃の 6 通りで行った. 各浴温から目標膜厚 1 µm, 3 µm, 5 µm, 10 µm のめっき処理 を行った. めっき時間はそれぞれの浴温に対し 1 分間に析出する膜厚を確認することで, 目 標膜厚のめっき予想時間を算出した.



Fig. 2.10 Appearance of plating experiments

Table 2.2	Plating	conditions
-----------	---------	------------

	Plating bath temperature °C	62, 68, 72, 78, 82, 87
--	-----------------------------	------------------------

本実験で使用した工作物の材質である無酸素銅は、初期反応である触媒反応によるニッケルの析出反応がないため、無電解 Ni-P めっき液にいれるだけでは析出反応はない. そこで、図 2.11 のように触媒性のある鉄を液中で数秒間接触させることで局部電池反応 (Fe→Fe<sup>2+</sup>,Ni<sup>2+</sup>→Ni)させることで、銅表面にニッケルをわずかに析出させ、その後ニッケル を触媒としてニッケルが還元反応を開始する. 一度析出が始まれば酸化還元反応は繰り返し行われる. 図 2.12 に示すように実際にめっき液中で鉄に接触させなかったものはめっき反応がなく、表面に自膜のようなものが付着され正しく析出されずにめっき不良となった.



Fig. 2.11 Substitution reaction





(a) Workpiece of defective plating (b) Workpiece of appropriative plating Fig. 2.12 Appearance photo after plating

2.2.2 各めっき浴温度でのめっき時間と膜厚の実験結果

各めっき浴温度でのめっき時間と膜厚の実験結果を図 2.13 に示す.工作物の膜厚を㈱フ ィッシャー・インストルメンツ製の蛍光 X 線式測定器 XDV@-SDD を用いた.評価に使用 した蛍光 X 線式膜厚測定器を図 2.14 に示す.無電解 Ni-P めっきの成膜はめっき浴の温度に かかわらず,めっき時間と膜厚は比例し,長くめっき液に浸けておくほど膜厚が大きくなる ことがわかる.また,めっき浴温度が 5℃異なるだけで同じ膜厚を得るのにかかる時間は約 2 倍程度違うということからめっき工程における温度管理の重要さがわかる.図 2.15 に各 めっき浴温度でのめっき時間と膜厚から計算しためっき成膜速度とめっき浴温度の関係を 示す.めっき浴温度とめっきの成膜速度は正の相関関係にあり,めっき浴の温度が高くなる につれて成膜速度が速くなることがわかる.めっき浴温度が 62 ℃~87 ℃の間において,め っき浴温度が1℃上昇するごとに成膜速度が,0.0072 µm/min 上昇する.



Fig 2.13 Relationship between plating time and film thickness



Fig 2.14 Fluorescence X-rays film thickness measurement equipment



Fig 2.15 Relationship between plating bath temperature and plating rate



Fig. 2.16 Non-contact scanning white interferometer

2.2.3 各めっき浴温度での表面粗さの実験結果

評価に使用した非接触走査型白色干渉計を図 2.16 に示す. New View 6200 は非接触で表面の形状を垂直分解能 0.1nm で三次元定量化できる装置で,2 種類の光を照射し測定物表面の凹凸によって生じる光路差で得られる干渉縞をもとに3 次元形状を評価する.

めっき前の表面粗さを図2.17に示す.めっき前の表面粗さは4.9nmRz,0.64nmRa,0.71nmSa であった.各めっき浴温度におけるめっき皮膜の最大高さ粗さ Rz,算術平均粗さ Ra および 算術平均高さ Sa の測定を行った.なお、本実験における測定方法は工作物の異なる場所を 3回計測した平均値を算出した.めっき浴温度 62℃,67℃,72℃,77℃,82℃,87℃で成膜 した表面粗さを,それぞれ図 2.18、図 2.19、図 2.20、図 2.21、図 2.22、図 2.23 に示す.め っき前の表面粗さと各めっき浴温度の表面粗さを比較すると、めっき後は表面がわずかに 粗くなることがわかる.

この結果をもとに各めっき浴温度での膜厚と最大高さ粗さ Rz, 算術平均粗さ Ra, 算術平 均高さ Sa, の関係をプロットした図を, それぞれ図 2.24, 図 2.25, 図 2.26 に示す. 87℃の めっき浴温度以外, 膜厚が増えるにつれて表面が粗くなる傾向があることがわかる. 87℃の めっき浴の表面の粗さのみにばらつきが生じたのは, 浴温の温度調節を手動でおこなった ことが要因として考えられる. めっき浴の濃度を一定にするために水を補充するが, めっき 浴が高温の場合, めっき液の蒸発が速く, 水を継ぎ足す頻度が多くなり, 浴温が一定に保て なかったためである.



Fig 2.17 Surface roughness before plating



Fig. 2.18 Surface roughness at plating bath temperature of 62°C



Fig. 2.19 Surface roughness at plating bath temperature of 67°C



Fig. 2.20 Surface roughness at plating bath temperature of 72°C



Fig. 2.21 Surface roughness at plating bath temperature of 77°C



Fig. 2.22 Surface roughness at plating bath temperature of  $82^{\circ}$ C



Fig. 2.23 Surface roughness at plating bath temperature of 87°C


Fig 2.24 Maximum height roughness Rz



Fig 2.25 Arithmetic mean roughness Ra



Fig. 2.26 Arithmetic mean height Sa

2.2.4 めっき浴温度と目標膜厚における表面粗さの関係

図 2.27, 図 2.28, 図 2.29, 図 2.30 に目標膜厚 1µm, 3µm, 5µm, 10µm におけるめっき浴 温度と最大高さ粗さ Rz, 算術平均粗さ Ra, 算術平均高さ Sa の関係を示す. 目標膜厚 1µm, 目標膜厚 3µm, 目標膜厚 5µm では, めっき浴温度が高くなるにつれて, 表面粗さが悪くな っていることがわかる. 特に最大高さ粗さ Rz は大きく変化している. 図 2.30 の目標膜厚 10 µm においても, めっき浴温度が高くなるにつれて差は小さいが表面粗さが悪くなっている ことがわかる. めっき浴温度が高く, または膜厚が大きくなるにつれて表面粗さが悪くなる 傾向にある理由としてめっきの成膜速度が原因と考えられる. Ni-P の成膜速度が速くなる と, 成膜速度が遅い場合と比較してピットが生じやすくなり, その粗い表面に対して更に表 面粗さの変化が進行するものと考えられる.



Fig. 2.27 Relationship between plating bath temperature and surface roughness at target film thickness of  $1\mu m$ 



Fig. 2.28 Relationship between plating bath temperature and surface roughness at target film thickness of  $3\mu m$ 



Fig. 2.29 Relationship between plating bath temperature and surface roughness at target film thickness of  $5\mu m$ 



Fig. 2.30 Relationship between plating bath temperature and surface roughness at target film thickness of  $10\mu m$ 

# 2.3 結言

無電解 Ni-P めっきの皮膜特性に大きく影響する要因として,(a)めっき液の浴温度,(b)濃度,(c)水素イオン濃度(pH)がある.本章では無電解 Ni-P めっきの材料特性を検証するため, めっき液の浴温度の変化のみで,表面粗さがどの程度変化するのかを実験的に評価した.その結果,以下のことがわかった,

- 1) 無電解 Ni-P めっきの成膜はめっき浴の温度にかかわらず,めっき時間と膜厚は比例し 長くめっき液に浸けておくほど膜厚が大きくなることがわかる.
- 2) めっき浴温度が高くなるにつれて表面粗さが悪くなる傾向にある.
- 3) 膜厚が大きくなるほど表面粗さが悪くなる.
- 4) 成膜速度が速くなると、遅い場合と比較してピットが生じやすくなり、その粗い表面に 対して更に表面粗さの変化が進行する.

以上の結果から、無酸素銅などのめっきしやすい材質で複雑な形状でない平面であれば、 めっきプロセスを変えて薄膜でも表面粗さは、ほぼ変わらないことが確認できた.しかし、 めっきをすることで表面粗さや形状精度はめっきが析出した分だけ変化することは確認で きたので、表面粗さや形状精度の品位を求めるうえでは厚膜めっきを行った後による除去 加工が最適な方法といえる. 第2章の参考文献

- (2.1) H Suzuki, M Okada, Y Yamagata, S Morita, T Higuchi: Precision grinding of structured ceramic molds by diamond wheel trued with alloy metal, CIRP annals-manufacturing technology, 61,1(2012)pp.283-286.
- (2.2) H Suzuki, M Okada, W Lin, S Morita, Y Yamagata, H Hanada, H Araki, S Kashima : Fine finishing of ground DOE lens of synthetic silica by magnetic field-assisted polishing, CIRP annals-manufacturing technology, 63,1(2014)pp.313-316.
- (2.3) 鈴木 浩文:無電解ニッケル厚膜めっきを用いた精密めっき鋳造法による微細金型 の創成,2015 年度精密工学会秋季大会学術講演会講演論文集,pp.235-236.
- (2.4) 現場のための表面処理技術ハンドブック、(社)日本表面処理機材工業会、2007
- (2.5) 土井正: 図解入門よくわかる最新めっきの基本と仕組み,株式会社秀和システム (2008)pp.138~139.
- (2.6) 山下恭弘:やさしいめっき読本, (1997)pp.46-47.
- (2.7) 金尾嘉徳:電気めっきにより形成された皮膜の内部応力:表面技術, 3,7(1992)4 pp. 45-46.
- (2.8) 縄舟秀美,松岡政夫著「現代無電解めっき」,日刊工業新聞社,(2014)pp.44-48.
- (2.9) 田代雄彦:めっきの基本組成の役割 無電解ニッケルめっき,表面技術,50, 2(1999)pp.140-145.
- (2.10) 榎本英彦著「トコトンやさしい機能めっきの本」日刊工業新聞社, (2008)
- (2.11) 阿部芳彦,片山直樹,浅野信夫,中尾英弘:無電解ニッケルめっきに関する研究, 北海道立工業試験場報告,294(1995)pp.59-67.
- (2.12) 黒坂成吾,佐藤誠:無電解ニッケルめっき皮膜の特性,表面技術, 65,3(2014)

# 第3章 無電解 Ni-P めっきの機械的特性

## 3.1 緒言

超精密切削加工するための最適な無電解 Ni-P めっきは、第2章で述べたようにアモルフ アスである高リンタイプにする必要がある.さらに、めっき浴の温度によりめっき成膜速度 が変わり、膜厚が厚くなるほど表面粗さが悪くなった.プラスチックレンズ金型として用い られるめっき母材は、一般的に銅、真鍮、アルミニウム、ステンレスが使われるが、それぞ れのヤング率 E、ポアソン比 v などの機械的特性は無電解 Ni-P と異なり、無電解 Ni-P めっ きと各母材との機械的特性の最適化については十分に明らかにされていない.そこで、第3 章では無電解 Ni-P めっきの機械的特性を調べるため、無電解 Ni-P めっきの弾性変形特性に 関する評価をするとともに熱膨張係数の違いによるたわみ量と残留応力によるたわみ量を 求めることで、無電解 Ni-P めっきと母材とのたわみの影響、経時(時間の経過)変化などに ついて評価を行うことで、加工性の良い無電解 Ni-P めっきの皮膜条件を解析する.

## 3.2 無電解 Ni-P めっきの弾性変形に関する評価

物体に力をかけるとその物体は変形する,その荷重を取り除くと物体は元の形に戻る. この挙動を弾性変形という.代表的な金属の応力-ひずみ曲線を図3.1に示す.弾性変形 範囲内からさらに荷重をかけると元の形に戻らない塑性変形が生じる.弾性変形範囲内で はフックの法則が成り立ち,応力σは次式のように表される<sup>(3.1)</sup>.

 $\sigma = E \cdot \epsilon$ 

(3.1)

ここで、Eは縦弾性係数あるいはヤング率、Eはひずみである.



Strain ε

Fig. 3.1 Typical stress-strain curve of metal

物体をある一方向に引っ張ると、物体はその方向に伸びるが、垂直方向には縮む. ポアソン比vは次式のように表される.

$$v = -\frac{\varepsilon}{\varepsilon}$$
(3.2)
ここで、 $\varepsilon$ は縦ひずみ  $\varepsilon$ は横ひずみである。ヤング率 E、ポアソン比 v は材質により異な
金属材料では一般的にポアソン比は 0.3 前後である。無電解 Ni-P めっきと母材がひと

り,金属材料では一般的にポアソン比は 0.3 前後である. 無電解 Ni-P めっきと母材がひと つの材料として内部応力によるストレスの影響なく使われるには,二つの金属のヤング率 E,ポアソン比 v を比較することが,母材選定の適正化に有効である.

### 3.2.1 実験方法

無電解 Ni-P めっきの弾性変形に関する評価方法を図 3.2 に示す.最初に試験片の作成を 行い,塗装した試験片を用いて引張試験を行った.伸縮した試験片を撮影したのち画像相関 法にてヤング率,ポアソン比を求め評価した<sup>(3.2)</sup>.



(a)試験片(無電解 Ni-P めっき層のみ)の作製

試験片の作製プロセスを図 3.3 に示す. 1000μmの厚膜無電解 Ni-P めっき<sup>(3.3)(3.4)(3.5)</sup>からワイヤー放電加工機で Ni-P めっきの部分を切断し,引張試験機に使用できる形状に試験片の形状をダンベル形に切削加工した.



(c)Cutting by wire EDM

Fig. 3.3 Process of making test piece

(b)試験片の塗装

塗装前の試験片の写真を図 3.4(a)に示す. 試験片の変化を画像で見やすくするために試験 片に黒色のスプレーを塗装し,その後,白色のスプレーで吹き付け,これを繰り返し,斑の 様な点を作製した.その試験片の写真を図 3.4(b)に示す. 試験片を斑の様にするのは表面の 輝度が不均一になることで,画像解析による評価を正確に行うためである.



(a)Before plating



(b)After plating Fig. 3.4 View of tensile test specimens

### (c)引張試験

引張試験機の写真を図 3.5 に示す.本実験は試験片を取り付けたネジ式引張試験機を用いて,高リンタイプおよび中リンタイプの無電解 Ni-P めっき試験片に 100N ずつ荷重をかけ, それぞれの画像を撮り,画像解析により伸縮量を計測し,縦弾性係数(ヤング率)E,ポアソン比 v などを求めた<sup>(3.6)</sup>.



(a)Screw type of tensile tester

(b)Specimen chuck

Fig. 3.5 View of screw type tensile tester

## (d)画像相関法による評価

本評価では、非接触により材料表面の変位分布を計測する画像相関法を用いた.この方法 は変形前後の試験片の表面画像をデジタルカメラで撮影することで容易に変位の評価をす ることができる.測定領域の例を図3.6に示す.画像相関法は画像を撮影した測定対象表面 の全視野の変位分布を測定することができる.変形前の試験片からx方向およびy方向の変 位成分の分布を測定し、各ひずみ成分を求める.引張り試験の測定領域は、試験片の中心を 基準としてX方向に-500pixから500pix、Y方向に-200pixから200pixまで囲んだ領域とした. 変形前に測定された中心を観測点として、変形後の画像の探索範囲内で1画素ずつ変形前の 観測点の輝度に一番近い点を探し、そのXY、2方向の移動距離を求めて変形量を計算した<sup>(3.7)</sup>.



Fig. 3.6 Measurement area (x direction:1000pix y direction:400pix)

観測点の移動距離 R は次式で表される.

$$R(k,l) = \sum_{j=0}^{m=9} \sum_{j=0}^{m=9} \left\{ g(I,J) - h(i+k,i+l) \right\}^{2}$$
(3.3)

ここで、mは画像範囲におけるピクセル数(今回は 10 pix×10pix の範囲で測定)、Lj は観 測点を原点に取った場合の各画素の位置、k,l は原点と変形後画像のテンプレートの位置の ずれ、g(Lj)および h(i+k,j+l)は原点および変形後画像のそれぞれの位置である.引張試験を 行った試験片の変形前後の表面の画像を図 3.6 に示す.変形前の初期画像の観測点を中心と して大きさ 10pix×10pix のテンプレートを図 3.7(a)に示す.そして、変形後のテンプレート を図 3.7(b)に示す.このテンプレートを変形後の探索範囲の中で順に1 画素ずつ縦横に移動 させて、類似度の高い対応点を求めた<sup>(3.8)</sup>.



(a)Before transformation

(b)After transformation

Fig 3.7 Displacement measurement by searching for corresponding points

もともと初期画像において正方形であったテンプレートは変形後には正方形ではなく変 形をしているはずである.したがって初期画像のテンプレートと変形後の画像との間で画 像相関を取る必要がある.X方向およびY方向の変位をuおよびvとすれば,測定領域の 中心を原点とし,変位の分布は二次式で近似され次式のように表される.

$$u = a_0 + a_1 x_s + a_2 y_s + a_3 x_s y_s + a_4 x_s^2 + a_5 y_s^2$$
(3.4)

$$\mathbf{v} = b_0 + b_1 \mathbf{x}_{\mathsf{S}} + b_2 \mathbf{y}_{\mathsf{S}} + b_3 \mathbf{x}_{\mathsf{S}} \mathbf{y}_{\mathsf{S}} + b_4 x_s^2 + b_5 y_s^2$$
(3.5)

ここで $x_s$ は中心点からX方向の距離, $y_s$ は中心点からY方向の距離である.これらの係数 は各測定点の変位の測定値から最小二乗法によって求める.これらの係数が求めることに より、ひずみ成分 $\epsilon$ は次式のように表される.

$$\varepsilon_{\rm X} = \frac{\partial u}{\partial x_{\rm S}} = a_1 + a_3 y_{\rm S} + 2a_4 x_{\rm S} \tag{3.6}$$

ここで、  $\epsilon_{\mathbf{X}}$ はX方向のひずみである.

$$\varepsilon_{\mathbf{y}} = \frac{\partial v}{\partial y_{s}} = b_{2} + b_{3}\mathbf{x}_{\mathbf{S}} + 2b_{5}\mathbf{y}_{\mathbf{S}}$$
(3.7)

ここで、 $\epsilon_V$ はY方向のひずみである.

$$\gamma_{\rm XY} = \frac{\partial u}{\partial y_{\rm S}} + \frac{\partial v}{\partial x_{\rm S}} = a_2 + a_3 x_{\rm S} + 2a_5 y_{\rm S} + b_1 + b_3 y_{\rm S} + 2b_4 x_{\rm S}$$
(3.8)

ここで、 $\gamma_{xy}$ はせん断ひずみである. テンプレートの中心 ( $x_s$ =0,  $y_s$ =0) においては、 次式のように表される.

$$\epsilon_{\rm X} = a_1, \quad \epsilon_{\rm y} = b_2 \,, \, \gamma_{\rm Xy} = a_2 \,+\, b_1$$
 (3.9)

したがって、ひずみ成分 $\epsilon_x$ 、 $\epsilon_y$ 、 $\gamma_{xy}$ を求めることができる.縦弾性係数は公称応力-ひずみ曲線傾きから求める.ポアソン比は X 軸および Y 軸上のそれぞれの変位 u および v の分布の傾きから X および Y 方向のひずみを求め、X 方向のひずみを Y 方向のひずみで除して求める.公称ひずみ(nominal strain)  $\epsilon_{eng}$  は次式のように表される.

$$\sigma_{eng} = \frac{P}{A_0}$$

(3.11)

ここで、Pは荷重、Aoは変形前の断面積である.

#### 3.2.2 実験結果

画像相関法により測定した応力-ひずみ曲線を図 3.8 に示す. この傾きから縦弾性係数(ヤング率) Eを求めることができる. 中リンタイプで E=196GPa, 高リンタイプで E=185GPa であった. さらに, それぞれの X 軸上の X 方向の変位 u の分布と Y 軸上の Y 方向の変位 v の分布を図 3.9 および図 3.10 に示す. X 方向の変位量の傾きを Y 方向の変位量の傾きで割るとポアソン比 v を求めることができる. 中リンタイプのポアソン比 v は 0.36 で, 高リンのタイプのポアソン比 v は 0.41 であった.

純ニッケルと各リン含有タイプの無電解 Ni-P めっきを比較した表を表 3.1 に示す.リンの含有されていない純ニッケルのヤング率は 200GPa であり,ポアソン比は 0.31 である.リンが含有することでヤング率は下がり,ポアソン比は上がることがわかる.無電解 Ni-P めっきと母材がひとつの材料としてストレスの影響なく使われるには,二つの金属のヤング率 E,ポアソン比vを比較することが,母材選定の適正化に有効である.

	Pure	Electroless Ni-P plating	Electroless Ni-P plating	
	nickel	Middle phosphorus type	High phosphorus type	
Young's modulus E GPa	200	185	196	
Poisson ratio v	0.31	0.36	0.41	

Table 3.1 Each Young's modulus and Poisson ratio









Fig 3.9 Strain in medium phosphorus type of Ni-P plate



(a) Displacement in x direction





Fig. 3.10 Strain in high phosphorus type of Ni-P plate

# 3.3 残留応力によるたわみの影響および経時変化

めっき皮膜中の残留応力によるたわみの影響について、母材金属の応力とめっき金属の 応力により、母材とめっきが剥離し易くなることがある. 錫めっきなどで問題視されてい るウイスカ(ヒゲ)も、金属皮膜中に残留する内部応力が原因で発生する. 応力の除去には 熱処理による方法が広く用いられ、機械加工業では一般的に、「焼きなまし」といわれる 手法で、低温でおこなわれる. 金属材料を一定温度以上にすることで、再結晶させ残留応 力(ひずみ)のない結晶とすることで、金属内の応力除去を行う. 一般的にめっきではめっ き金属の内部応力を減らす為に、少量の添加剤と共にめっき処理を行うことで、めっき皮 膜中の内部応力を低下させることができる.

無電解 Ni-P を母材金属にめっきした場合,めっき時の残留応力によって全体がたわむと 考えられる.残留応力(内部応力)とは一般に材料中のひずみによって生ずると考えられ る.この時,ひずみとは体積変化をも含めた変形の度合いを示し,応力とはある断面の単 位面積当りの内力で,物体内の隣接する部分が互いに及ぼし合う力のことである<sup>(3.13)</sup>.本 節では,その影響について検討する.通常,めっき温度は約 90°C近辺で行うため,常温に もどしたときに,両材料の熱膨張係数の違いにより,バイメタル効果で変形する.正確に 残留応力によるたわみを評価するには,このバイメタル効果の影響を除去する必要があ る.そこで図 3.11 に示すようなプロセスで評価した.まず,無電解 Ni-P めっき(めっき条 件表 3.2 参照)した金属薄板に,熱膨張係数の違いによるたわみ量から残留応力のたわみ量 を算出した.その後,経時変化によるたわみの影響(めっき後から 32 日,82 日,127 日) について評価を行った.



Fig. 3.11 Process of evaluation method

#### 3.3.1 実験方法

本実験では各熱膨張係数(各熱膨張係数は表 3.4 参照)の違う母材(SUS304, 無酸素銅, 黄 銅 C2680, 純アルミニウム)の薄板の片面にマスキングテープを張り, 無電解 Ni-P めっきを 施した.本実験で行っためっき条件を表 3.2 に示す.めっき後の試験板(Al)の写真を図 3.12 に示す.反り返っている試験片の変形からめっき皮膜は圧縮(-)応力になる<sup>(3.9)</sup>.本実験で は,母材の厚みとめっき後の厚みをマイクロメーターで測定し,めっき後の厚みから母材の 厚みを引き、めっき厚を計算した.母材の厚みとめっき厚の結果を表 3.3 に示す.反り返り 量を検証するため、できるだけ母材の厚みに近くなるようめっきの膜厚を考慮した.非接触 走査式青色レーザ測定装置 NH-3UP(三鷹光機製)により、めっきによって生じるたわみ量の 測定を行った.評価位置の概略図を図 3.13 に示す.めっき面を上側(正)として、めっきを する際に使用した穴を使い、穴の中心から X 軸に 5mm 右方向を測定開始地点とし、測定は 断面測定で測定範囲 X 軸 90mm、Y 軸に 4mm 間隔で 5 ラインの測定を行った.

残留応力の経時変化をみる測定では測定開始点から 3 ラインの測定を行い,めっき後か ら 32 日,82 日,127 日と測定し残留応力とその開放(経時変化)が金型材にどのような影響 があるかを評価した.

Nickel base	Nickel sulphate hexahydrate $Ni_2SO_4 \cdot 6H_2O$ (0.1mol/L)	
Reducing agent	Sodium hypophosphite NaH <sub>2</sub> PO <sub>2</sub> ·H <sub>2</sub> O (0.25mol/L)	
Temperature	90 °C	
рН	4.86	
Phosphorus precipitation rate	11wt% (High phosphorus type)	

Table 3.2 Ingredients of plating solution and condition



Fig. 3.12 Workpiece after plating (Base material: Aluminum)



Fig. 3.13 Schematic diagram of evaluation region

	1 4	0	
Substrate materials	Substrate materials thickness	Plating thickness	
	mm	mm	
Brass	0.302	0.243	
Copper	0.299	0.239	
SUS304	0.281	0.233	
Aluminum	0.299	0.249	

Table 3.3 Substrate materials thickness and plating thickness

3.3.2 バイメタルの熱膨張係数及び残留応力の違いによる湾曲の算出方法

バイメタルとは,温度変化によって湾曲する熱膨張係数の異なる2種類の金属を接着し 板状にしたもので概略図を図3.14に示す.バイメタルは温度が上がると熱膨張係数が大き いほどよく伸びるため熱膨張係数の小さい側に曲がる性質がある<sup>(3.10)</sup>.なお,本評価におけ る無電解 Ni-P めっきの浴温度を90℃とし常温を23℃とした.



Fig. 3.14 Bimetal model with different coefficients of thermal expansion

本研究では、4種類の母材(SUS304, 無酸素銅, 黄銅 C2680, 純アルミニウム)に無電解 Ni-P めっきを施した.通常, 縦弾性係数の数値が大きい材料ほど, 引張応力や剛性が高くなります.各母材の熱膨張係数の違いによる無電解 Ni-P めっきとの比をみるので(熱膨張係数の 違いは表 3.4 参照), めっき側の熱膨張係数を  $\alpha_1$  とし母材側の熱膨張係数を  $\alpha_2$  とすると, 縦 弾性係数比 m は次式で表される.

$$m = \frac{E_1}{E_2} \tag{3.12}$$

ここで、 $E_1$ はめっき側の縦弾性係数、 $E_2$ は母材側の縦弾性係数である.また、板厚比nは次式で表される.

$$\mathbf{n} = \frac{h_1}{h_2} \tag{3.13}$$

ここで、 $h_1$ はめっき側の板厚、 $h_2$ は母材側の板厚である.また、湾曲係数 K は次式で表される.

$$K = \frac{3(\alpha_2 - \alpha_1)(1+n)^2}{3(1+n)^2 + (1+mn)(n^2 + \frac{1}{mn})}$$
(3.14)

また、バイメタルの湾曲は次式で表される.

$$K = \frac{Dt}{(T_2 - T_1)L^2}$$
(3.15)

ここで、D は変位量、t は試験片厚み、  $T_2$ は湾曲する温度、  $T_1$ は湾曲前の温度、L は 全長である、 $T_2$ はめっき浴温度 90℃とし、 $T_1$ は常温として 23℃と設定した、また、変位 量 D は次式で表される.

$$\mathsf{D} = \frac{L^2}{2r} \tag{3.16}$$

ここで,rは曲率半径である.また,熱膨張係数の違いによる曲率半径rは次式で表される.

$$\mathbf{r} = \frac{1}{2\frac{K}{t}(T_2 - T_1)} \tag{3.17}$$

係数 K は、金属の特性(熱膨張係数・縦弾性係数)や厚みによって決まる. 各材料の熱膨 張率とヤング率を表 3.4 に示す<sup>(3.11)</sup>. 板厚はマイクロメーターで計測した.

Table 3.4 Coefficient of thermal expansion and young's modulus of each material

Metal	Coefficient of thermal expansion	Young's modulus		
	α ×10 <sup>-6</sup> /K	E MPa		
Electroless Ni-P	11.0	197		
SUS304	17.3	193		
Oxygen-free copper	17.7	118		
Brass C2680	20.3	103		
Pure aluminum	24.0	69		

めっき前およびめっき後の曲率の変化を図 3.15 示す.めっきによる曲率の変化の計算方 法を以下に示した.



(a)In case of convex substrate before plating

(b)In case of concave substrate before

Fig. 3.15 Changes in curvature before and after plating

図 3.15(a)に示すように,曲率の変化がめっき前,およびめっき後と同じ上に凸の場合,曲率半径 R は次式で表される.

$$\frac{1}{R} = \frac{1}{r_2} - \frac{1}{r_1} \tag{3.18}$$

ここで, R はめっきによる曲率半径変化量, r<sub>2</sub>はめっき後曲率半径, r<sub>1</sub>はめっき前の曲率 半径である.また,図 3.15(b)に示すように,めっき前の曲率がめっき後より下に凸の場合, 曲率半径 R は次式で表される.

$$\frac{1}{R} = \frac{1}{r_2} + \frac{1}{r_1} \tag{3.19}$$

また,残留応力による曲率半径ρの計算式を次式で表される.

$$\frac{1}{\rho} = \frac{1}{R} + \frac{1}{r} \tag{3.20}$$

ここで、 $\rho$ は残留応力による曲率半径、R はめっきによる曲率半径の変化量、r はバイメ タル効果による曲率半径である.また、めっき被膜内に生じた残留応力  $\sigma$  は次式で表され る<sup>(3.10)</sup>.

$$\sigma = \frac{\mathbf{E} \cdot h_1^2}{6\rho \cdot h_2} \tag{3.21}$$

ここで、Eは試験片の弾性係数、h2は試験片の厚み、pは残留応力による曲率半径、h1は

めっき厚である.めっき前の曲率とめっき直後の曲率を比較したグラフを図 3.16 に示す. 全ての試料がめっき後に凸になったことがわかる.また純アルミニウムが突出して曲がっ ているのはめっきとの熱膨張係数の差が一番大きいためである.また,バイメタルの湾曲係 数と曲率半径を表 3.5 に示す<sup>(3.12)</sup>.バイメタルの熱膨張率の差により生じた曲率半径と残留 応力による曲率を比較したグラフを図 3.17 に示す.グラフよりバイメタルの熱膨張率の差 により生じた曲げより残留応力による曲げの影響が大きいことがわかる.めっき被膜内に 生じた残留応力の比較を図 3.18 に示す.SUS304 が大きいことがわかる.これは SUS304 の 縦弾性係数が大きいためである.

このように、めっき皮膜の内部応力を測定する場合、基本的に応力を直接測定することは できない.いずれの測定方法においても測定されるのはひずみ(たわみ)であり、応力は間接 的に計算によって求めるものである.皮膜内の応力(残留応力)はめっき皮膜のみに起因す るのではなく、めっき金属の性質に本質的なものと熱膨張係数の違いなど母材とめっきの 相互作用に影響される応力に分けられる.この2 種類もさらに巨視的領域と微視的領域が ある.巨視的領域とは従来実験を行っている人々の大部分が「応力」として理解しているも ので、微視的領域に関係する応力の要因は結晶粒間のひずみや結晶格子の変形に由来する ものである<sup>(3.13)</sup>.



Fig. 3.16 Curvature before plating and curvature after plating

		Change of radius by	Change of curvature by		
Sample	Curve coefficient	difference in coefficient of	difference in coefficient of		
		thermal expansion of bimetal	thermal expansion of bimetal		
	K ×10-6/K	r mm	1/r 1/mm		
Brass	6.96	558	0.00179		
Copper	5.02	762	0.00131		
SUS304	4.69	782	0.00127		
Aluminum	9.47	412	0.00242		

Table 3.5 Curve coefficient of each material and change of the radius of curvature by the difference in coefficient of thermal expansion of the bimetal



Fig. 3.17 Curvature of each material



Fig. 3.18 Residual stress of each material by plating

### 3.3.3 経時変化

たわみ量の経時変化のグラフを図 3.19 に示す. めっき後の純アルミニウムは 3.5mm, 黄 銅は 2mm, 銅は 1.5mm, SUS304 は 1.7mm たわんでいる. 変化量は 0 日から 32 日までが一 番大きく,その後の変化量は減少の傾向にある. 曲率および残留応力の経時変化のグラフを 図 3.20 および図 3.21 に示す. 経時変化のグラフでは最初 32 日まで変化量は大きく,それ 以降の変化量は減少傾向にある. また純アルミニウムは曲率,残留応力それぞれの経時変化 の影響が少ないことがわかる. 時間の経過とともに全てのワークの曲率が小さくなってい ることから,たわみが減少傾向に経時変化していることがわかる. めっきは通常水素を吸蔵 することで知られているが、無電解 Ni-P めっきの場合も,水素を若干吸蔵しており、めっ き後にめっき皮膜から水素が放出しており,減った水素分の体積が減る分,応力が減少する ものと考えられる.



Fig. 3.20 Curvature for time after plating days



## Fig. 5.21 Residual stress for clapsee

## 3.4 結言

本研究では、無電解 Ni-P めっきの機械的特性を検証するため、無電解 Ni-P めっきの弾性 変形に関する評価をするとともに熱膨張係数の違いによるたわみ量と残留応力によるたわ み量を求めることで、無電解 Ni-P めっきと母材とのたわみの影響,経時変化などについて 評価を行った.

始めに, 試験片を取り付けたネジ式引張試験機を用いて, 高リンタイプおよび中リンタイ プの無電解 Ni-P めっき試験片を 100N ずつの荷重を上げ, それぞれの画像を撮り画像解析 による伸び量および縮み量で縦弾性係数(ヤング率), ポアソン比などの機械的性質を求め た.その結果, 無電解 Ni-P めっきの皮膜中のリン含有率の違いにより, 以下のことがわか った.

1) 高リンタイプの縦弾性係数は中リンタイプと比べ1.05 倍である.

- 2) 高リンタイプのポアソン比は中リンタイプと比べ1.13 倍である.
- 3) 無電解 Ni-P めっきの皮膜中のリンの含有率が高いと縦弾性係数は大きくなり,

ポアソン比も大きくなる傾向にある.

次に、4 種類のそれぞれの母材金属(SUS304, 無酸素銅, 黄銅 C2680, 純アルミニウム)に 無電解 Ni-P めっきを施した際の、バイメタルの熱膨張係数の違いによるたわみ、残留応力 について評価した. その結果以下のことが確認された.

1) バイメタルの特性によるたわみに比べ,残留応力によるたわみの方が大きい.

- 2) 時間がたつにつれ曲率は小さくなっていき,残留応力は減少する.
- 3) 純アルミニウムはバイメタルの熱膨張率の差による曲げ,残留応力による曲げを受け やすいが経時変化はしにくい.
- リンの含有量により材料特性が変化する.また母材の材質によりたわみ量が変わり経時 (時間の経過)変化により、残留応力が変化する.

以上の結果から,超精密切削加工には高リンタイプの無電解 Ni-P めっきが最適であるが, 機械特性としてヤング率ポアソン比がリンの含有量によって変わることがわかった.母材 とめっき皮膜との間に,熱膨張係数の違いによる応力,および残留応力によるひずみがある ことがわかった.超精密加工される金型母材にめっきをする場合,内部応力が大きいと母材 とめっき皮膜が剥離してしまう.しかし超精密加工において重要なのはアモルファスであ ることなので,リン含有率は高リンタイプのままで,かつ内部応力を極力抑えることが重要 である.一般的な金型は母材に厚みがあるので,内部応力で金型がたわむことなく超精密加 工がなされている.しかし,次世代の高精度,複雑形状の光学部品の金型がさらに小型化や 薄型化される場合,たわみによる加工への影響が考えられる.加工精度を低下させることな く,加工能率を向上させるめっきをするには,内部応力による影響を考慮した皮膜開発が重 要である. 第3章の参考文献

- (3.1) 加藤章: 引張試験における表面ひずみ分布の計測と応力一ひずみ関係の検討, 材料試験技術, (2015)pp.57-64.
- (3.2) 加藤章:画像相関法を用いたひずみ計測と引張試験への適用,日本設計工学, (2016)pp.452-459.
- (3.3) 鈴木浩文,岡田睦ほか:無電解ニッケル厚めっきを用いた電鋳法による微細金型の 創成 - 転写精度の評価 - ,砥粒加工学会学術講演会講演論文集,D20(2015)pp.324-325.
- (3.4) 鈴木浩文,山形豊,樋口俊郎:精密加工システムの最新動向,精密工学会誌, 72,4(2006)pp.417-421.
- (3.5) 鈴木 浩文:無電解ニッケル厚膜めっきを用いた精密めっき鋳造法による微細金型の 創成,精密工学会学術講演会講演論文集,秋季,D19(2015)pp.235-236.
- (3.6) 宍戸信之: デジタル画像相関法を用いた微細領域ひずみ場計測とその工学的応用, 京都大学学術情報リポジトリ, (2009) pp.11-14.
- (3.7) 出水享,松田浩:デジタル画像相関法のひずみ計測向上に関する基礎的研究,応用 力学論文集,(2012)pp.683-690.
- (3.8) 朝倉悠太,及川秀行:デジタル画像相関法によるひずみ計測技術の紹介,IIC
   REVIEW, 65(2021)pp.77-79.
- (3.9) 金尾嘉徳: 電気めっきにより形成された皮膜の内部応力,表面技術, 3,7(1992)pp45-48.
- (3.10) 西嶋光昭: バイメタル表面の構造と反応性: 表面科学, 20,2(1999)pp120-130.
- (3.11) 奥達雄,馬場信一:熱膨張係数,炭素 TANS0, 202(2002)pp90-95.
- (3.12) 山路賢吉,寿憲夫,吉田善一,角川清夫:日立バイメタルの諸特性,日立評論 47,4(1965)pp81-84.
- (3.13) 小山田仁,山本渡:めっき皮膜の応力測定法,表面技術, 58,4(2007)pp9-14.

# 第4章 無電解 Ni-P めっき金型の超精密切削加工

## 4.1 緒言

第2章では無電解 Ni-P めっきの基本的めっき特性,第3章ではその機械的特性について 検討した.本章では無電解 Ni-P めっき金型の超精密切削加工について評価を行う.

近年、マイクロレンズアレイなどの光学デバイスには高い精度が要求され、これらの部品 を製作するためには金型の高精度化が望まれている<sup>(4.1)</sup> (<sup>4.2)</sup> (<sup>4.3)</sup>. 高品質な光学デバイスを作 るためには、金型の加工精度が品質に大きく影響する<sup>(4.4)</sup> (<sup>4.5)</sup> (<sup>4.6)</sup>. 図 4.1 に回転工具と非回転 工具の概略図を示す.回転工具でのシェーパ加工の特性としてバリの発生がしにくい事と 工作物に与える熱が少ないことである.回転工具で切削する場合、工具の回転中心部で切削 速度がゼロになるのを避けるために刃先の加工補正が必要となる.しかし、非回転工具では 工具が回転しないため刃先を加工補正(オフセット)させる必要がなく、加工時の切り上が りを短くでき、複雑な形状を持つ加工への応用が可能となる<sup>(4.7)</sup>. 一般的にレンズ加工は 1 アレイずつ回転工具で加工を行うが、アレイ数が多いとサイクルタイムが長くなりがちで ある.

そこで、本研究では、無電解 Ni-P めっきに非回転工具でシェーパ加工をすることで加工 の高能率化も含め、形状誤差と表面粗さを評価し、無電解 Ni-P めっき金型に非回転工具で のシェーパ加工が有効であるかを検討した.



(a) Plunge cut with ball end-milling tool



(b) Shaper cut with non-rotating tool

Fig. 4.1 Cutting method of structured(textured) surface

## 4.2 超精密切削加工

切削加工とは、切削工具を工作物に強制的に切り込ませ、その表面から不要部分を切りく ずとして除去し、目的とする形状・寸法につくり上げるとともに、適当な表面仕上げを行う ための加工法である.この加工法の長所としては、多種多様な形状が作り出せるということ と、できあがりの精度が高いということである.そのため応用範囲が非常に広く、形状が複 雑になりがちな機械部品や実験装置などの製作にも重宝されている.切削加工の短所とし ては、複雑な形状になればなるほど、多くの刃物と様々な加工方法を用いることになるため、 時間とコストが掛かる.

超精密切削を行うには、①使用する工作機械の運動精度がサブミクロン以下であること、 ②工作機械の剛性が高く、かつ加工中の振動と温度変化ができるだけ小さいこと、③工具切 れ刃の形状が高精度で、④かつ良好な被削性を有するなどが重要である。単結晶ダイヤモン ド工具を用いたアモルファス金属への超精密加工が非常に優れていることから、高リンタ イプの無電解 Ni-P めっきが、樹脂レンズなどの光学デバイス金型に応用されるようになり、 微細な形状や鏡面加工に用いられている<sup>(4.9)</sup>.

## 4.3 超精密加工装置

本研究では、同時4軸制御加工装置東芝機械製 ULG-100D(SH<sub>3</sub>)を使用して、マイクロア レイ金型の切削実験を行った.高精度な形状精度と非常に滑らかな表面粗さを得る超精密 加工をするためには高分解能,高剛性などの特徴を有する加工機を用いる必要がある.装置 の外観写真を図4.2 に示し、加工装置の概略図を図4.3 に示す.駆動方式はリニアモータ駆 動で、X軸、Y軸、Z軸を同時3軸制御し、位置決め分解能は1nmである.Y軸テーブル上 に設置された縦型研削スピンドル(非回転で使用)に単結晶ダイヤモンドバイトを取り付け、 多孔質空気制圧軸受主軸に工作物を取り付けて加工を行った.パソコンで製作したNCデー タを外部メディアに保存し、NCコントローラにより加工機を駆動制御する.



Fig. 4.2 View of linear motor driven 4-axis (X,Y,Z,C) controlled ultraprecision machine



Fig. 4.3 Illustration of ultraprecision machine

Y軸テーブル上に設置された縦型研削スピンドルに単結晶ダイヤモンド工具を取り付け, 多孔質空気制圧軸受主軸に工作物を取り付けて加工を行った.

# 4.4 加工方法

単結晶ダイヤモンド工具を用いて,無電解 Ni-P 上にレンズアレイを 21×21 個加工した. レンズアレイとは非球面形状を多数並列的に配列し,像を重ね合せ全体で 1 個の連続像を 形成するレンズで,通常のレンズと比較して物像間距離を小さくできる特徴がある.加工方 法の概略図を図 4.4,図 4.5 に,超精密切削(シェーパ加工)の様子を図 4.6 に示す.右上から 加工を開始し Z 軸に 2µm 切込んだアレイを X 軸方向に 21 個加工し 0.5mm 下に下げ同じ加 工を Y 軸方向に 21 列できるまで繰り返し,レンズアレイを 441 個加工した.その後,初期 加工位置に戻り Z 軸に 2µm 切込み,合計切込み量が 10µm になるまで繰り返した.



Fig. 4.4 Machining method



Fig. 4.5 Enlarged view of machining



Fig. 4.6 View of ultraprecision cutting (shaper machining)

# 4.4.1 加工条件

金型は黄銅基板に無電解厚膜 Ni-P めっきを施したものを用いた. 表 4.2 に金型の加工条件を示し,加工後の外観および加工部分をノマルスキー顕微鏡で拡大したレンズー個分の写真を図 4.7 に示す. 単結晶ダイヤモンド R バイトを用いて金型中心部の曲率半径とバイトの曲率半径を一致するようにして,同じ曲率の円弧形状の軌跡を与えてシェーパ加工を行った. したがって周辺部では幾何学的に形状誤差が生じる.

Table 4.2	Processing	method	of the	micro	lens	array	mold
	<i>U</i>					~	

Processing method	Shaper cutting
Material	Electroless Ni-P plating (High phosphorus type)
Tool	Single crystal diamond
Cutting edge radius	1mm
Depth od cut	2μm
Feed rate	1mm/min
Mold size	30×30×1.4 mm (Plating area 18×18)
Lens diameter	X = 0.36mm $Y = 0.21$ mm
Radius of curvature	Rx = 2mm Ry = 1mm
Pitch	500 µm
Amount of array	21×21=441



Fig. 4.7 Micro lens array mold after shaper cutting and enlarged nomarski micrographs of machined one array mold

# 4.5 測定方法

4.5.1 測定装置

形状精度,表面粗さの測定に用いた測定装置を図 4.8 に示す.本研究では,工作物の形状 精度の測定にレーザプローブ式非接触式三次元測定器装置 NH-3UP(三鷹光器製),表面粗さ の測定に非接触白色光干渉表面粗さ計 New View 6200(Zygo 製),工作物の表面観察にノマ ルスキー式微分干渉顕微鏡を使用した.



Fig. 4.8 Non-contact laser probe scanner and non-contact scanning white interferometer

#### 4.5.2 評価方法

評価箇所を図 4.9 に示す. X 方向の 21 列のうち 1 個目, 7 個目, 14 個目, 21 個目を測定 し Y 軸方向へ 21 列測定を行い. レーザプローブ式非接触式三次元測定器装置 NH-3UP(三 鷹光器製)を用いて形状誤差と非接触白色光干渉表面粗さ計 New View 6200 (Zygo 製)を用い て表面粗さを評価した.



Fig. 4.9 Measurement points

4.5.3 形状精度

形状誤差の原因としてデータ製作段階における誤差,加工機のセッティング誤差,工具の 形状誤差等が考えられる<sup>(4.10)</sup>.図 4.10 に金型の切削方向および垂直方向の断面形状を NH-3UP(三鷹光器製)を用いて評価した.形状精度は垂直方向が若干劣っているが,どちらも 0.2µm 前後の P-V 値となった.また,図 4.11 に形状誤差をまとめたグラフを示す.形状誤 差の測定は図 4.9 に示すように,X方向の 21 列のうち 1 個目,7 個目,14 個目,21 個目を 測定し Y 軸方向へ 21 列測定を行った.


(a) Cutting direction



(b) Cutting vertical direction Fig. 4.10 Curve of shape error



Fig. 4.11 Change of form error for number of cutting array

#### 4.5.4 表面粗さ

金型の表面粗さを非接触白色光干渉表面粗さ計 New View6200(Zygo 製)を用いて測定した結果の例を図 4.12 に示す.



(a) Cutting direction



(b) Cutting vertical direction

Fig. 4.12 Surface roughness curve

金型の切削方向の表面粗さおよび垂直方向の表面粗さ(Rz および Ra)をまとめたグラフ を図 4.13 および図 4.14 に示す. 表面粗さは切削方向も垂直方向ともに最適な形状精度と表 面粗さが得られた.



(a) Cutting direction





Fig. 4.14 Surface roughness for number of cutting array Ra

### 4.6 結言

本実験では、無電解 Ni-P めっきに非回転工具でシェーパ加工を行いマイクロレンズアレ イ金型の形状誤差と表面粗さを調べることで、無電解 Ni-P めっき金型へのシェーパ加工が 有効であるかを評価し次のような結果を得た.

1) 形状精度は金型が切削方向 0.17µm P-V および垂直方向 0.25µm P-V となった.

2) 表面粗さは切削方向が 44nm Rz および 6.5nm Ra となり, 垂直方向が 35nm Rz および

6.9nm Ra となった.

以上の結果から超精密切削加工における条件として、精度の高い超精密加工機、精度の 高い単結晶ダイヤモンド工具、振動や温度変化のない環境とアモルファスで加工性のよい 材料が揃うことで、最適な形状精度と表面粗さが得られ、本加工法でも条件がそろえば回 転工具同等の加工が可能であることが確認できた. 第4章の参考文献

- (4.1) 鈴木浩文,北嶋孝之,奥山繁樹:軸対称非球面の高精度切削に関する研究-工具の各種誤差 要因が形状誤差に与える影響およびその最適補正法の検討-,精密工学会誌,65,3(1999) pp.401-405.
- (4.2) 鈴木浩文,藤井一二,沖野正,横山高士,小野孝,渡邊昌司,和嶋直,北嶋孝之,奥山繁樹:非軸対称非球面のダイヤモンド切削に関する研究(第1報)ーアールバイトを用いた3軸制御シェーパ加工による形状創成,精密工学会, 65,11(1999)pp.1611-1616.
- (4.3) 斎藤憲久, 横松孝夫, 根岸真人: 超精密加工の新しい挑戦 OA 機器部品の精密切削加工, 機械技術, 44,4(1996) pp.58-63.
- (4.4) 竹内芳美,川北晋一郎,沢田潔,佐田登志夫:超精密フライス加工の研究(自由曲面の加工),日本機械学会論文集(C編),59,566(1993)pp.3193-3198.
- (4.5) 竹内芳美, 西江真, 沢田潔, 佐田登志夫: 超精密フライス加工機による微小部品加工の 試み, 精密工学会誌, 62,8(1996)pp.1132-1135.
- (4.6) 長谷川嘉雄,花崎伸作,鈴木康夫:アルミニウムの二次元切削に関する研究-切削 力の変動について-,精密機械, 41,483(1975)pp.379-384.
- (4.7) 田中耕太郎,中西栄徳,五十君清司:傾斜切削による金属の超精密旋削加工(生産加工),日本機械学会東海支部第56期総会講演会講演論文集,(2007)pp.113-114.
- (4.8) 社本 英二:3次元切削機構に関する研究(第1報)傾斜切削プロセスの理解とベクトルによる定式化,精密工学会誌,68,3(2002)pp.408-414.
- (4.9) 渡邊 徹:めっき皮膜の結晶学的構造,表面技術,40,11(1989)pp.71-78.
- (4.10) 米山陽介,竹内芳美,河合知彦:6軸制御による非回転工具を用いた3次元形状上
   ヘのマイクロ溝加工,精密工学会学術講演会講演論文集,春季,L60,(2004)
   pp.1073-1074.

# 第5章 無電解 Ni-P めっき金型の切削精度の向上

#### 5.1 緒言

第2章では無電解 Ni-P めっきの基本的めっき特性,第3章ではその機械的特性について 第4章では無電解 Ni-P めっき金型の超精密切削加工について検討した.本章では表面粗さ の向上について述べる.近年の情報産業の発展に伴い,デジタルカメラ用のレンズ,多重送 信される光信号を分離または方向を曲げるのに使用されるフィルター,ミラー,回折格子, ピックアップレンズなどの光学素子のニーズが増大し,様々な光学部品の超精密加工技術 が開発されてきた.現在の光学デバイスや情報機器デバイスに搭載されている様々な種類 の光学レンズの多くは大きさが高々数ミリメートル程度で,プラスチック製が主で射出成 型により量産されている.金型には無電解 Ni-P めっきが用いられ,単結晶ダイヤモンド工 具により高精度切削され,0.1µm P-V 以下の形状精度と10nm Rz 以下の表面粗さが実現され ている<sup>(5.1)(5.2)(5.3)</sup>.近年はスマートフォンなどの撮像レンズや車載用のカメラやセンサーでも 非球面レンズが搭載されるようになり,そのため,高精度化がさらに要求されている.また 構造的形状で非常に微細な光学部品の精密加工も多く用いられるようになった<sup>(5.4)(5.5)</sup>.

加工精度が向上した要因は以下である.(1)工作機械はリニアモータ化が進行し位置決め 精度は0.1~1nmと高精度化が実現され,高剛性化が行われた.(2)単結晶ダイヤモンド製の アールバイトの切れ刃の輪郭度が0.05~0.1µmと高精度化された<sup>(5.1)(5.2)</sup>.さらに,(3)金型材 の無電解 Ni-P めっきはより緻密なアモルファス化が行われ,金型材料の均質化と緻密化が 行われた.その結果,高精度な成形型の加工が可能となり,切削金型を用いた量産成形によ り高精度・高能率の非球面レンズの量産成形が行われるようになった<sup>(5.3)</sup>.それでも切削面 に nm レベルの表面粗さが確認されており,その主な要因としてはバリの発生と材料の不均 一性がある.

一方,汎用切削分野では切削工具の傾斜角を変化させる傾斜切削法はこれまでも切削抵抗の低減<sup>(5.6)(5.7)(5.8)(5.9)(5.10)</sup>,切りくずの排出への影響<sup>(5.11)(5.12)(5.13)</sup>,工具摩耗などについて報告されている<sup>(5.14)(5.15)</sup>.本研究ではバリの生成を低減させるための切削プロセスの改善法として傾斜切削に注目し、単結晶ダイヤモンド・アールバイトの傾斜角を与えて旋削加工する傾斜切削法に着目し、3軸(X,Y,Z)制御の傾斜旋削法を開発し、表面粗さの改善を試みた.最初に単結晶ダイヤモンド製アールバイトの傾斜角 θ を-10,0,10,20,30,40°と変化させてプランジカットにより溝加工を行い、バリの発生の挙動について観察した.次に、アールバイトの傾斜角 θ を-10,0,10,20,30,40°と変化させて無電解 Ni-P めっきなどの旋削加工実験を行い、切削面の表面性状への傾斜角および送り速度の影響について明らかにした.

### 5.2 傾斜切削による表面粗さの改善の提案

通常の切削では図 5.1(a)に示すように、切削方向に対して刃先面は垂直となっており、工 作物のバリは切削面の両サイドに左右均等に生じると考えられる.一方、図 5.1(b)に示すよ うに切削方向に対して角度θ傾斜させると、傾斜側のバリが一方では大きくなるが、その反 対側ではバリが小さくなることが考えられる.さらに工具にピックフィードを与えて切削 を繰り返す旋削加工では、傾斜側のバリを除去しながら切削すると、切削面の表面粗さがよ り良好になることが期待される.

また通常の旋削加工では、図 5.2(a)に示すように切削工具の切れ刃は水平に設置して工作 物を回転させながら X,Z の同時 2 軸制御しながら軸対称の非球面形状を旋削する. このよ うな従来の旋削加工で傾斜切削を実施するには、図 5.2(b)に示すように切削工具の切れ刃を 6 傾斜させて設置して工作物を回転させながら X,Z の同時 2 軸制御しながら軸対称の非球 面形状を旋削加工する. このような場合は、切削工具の傾斜角を正確に設定することが困難 で、様々な傾斜角で実験することが困難である. そこで、本研究では図 5.2(c)に示すように 切削工具の切れ刃は水平に設置して工作物を回転させながら、切削工具を X,Y,Z の同時 3 軸制御しながら軸対称の非球面形状を旋削するものであり、幾何学的に正確に傾斜角を設 定することができ、場所的な傾斜角の制御も可能である.

理論表面粗さ Rz は、単結晶ダイヤモンド・アールバイトの曲率半径 R,送り量をfとすると、次式で表される.

 $Rz = f^2 / (8 \cdot R)$ 

それに対して傾斜切削では、図 5.2(b)に示すようにアールバイトを水平線に対して傾斜角 θ させる.バイトを傾斜させた場合、バイトのすくいの投影面の楕円となり、先端部の近似 曲率半径 **R**'は近似的に次式で表される.

 $R' = R \cdot \cos^2 \theta$ 

(5.2)

(5.1)

したがって、バイトが傾斜した場合の理論表面粗さRz'は近似的に、次式で表される).

$$Rz' = f^2 / (8 \cdot R \cdot \cos^2 \theta)$$
(5.3)

本実験では実施した傾斜切削実験では図5.2(c)に示すようにアールバイトの設置は水平にし、X,Y 同時2軸制御しながら、傾斜角 θ を与えて斜め方向に走査した.



Fig. 5.1 Effect of decreasing burrs in oblique cutting



Fig. 5.2 Oblique cutting method



# 5.3 切削実験装置および実験方法

### 5.3.1 切削実験装置

超精密切削実験では、1nm 分解能のリニアモータ駆動の超精密加工機 ULG-100D(SH<sub>3</sub>)を用いて、 X, Y,Z 軸の同時 3 軸制御で旋削加工を行った.切削実験の外観を図 5.4 に示す. X,Y,Z 軸の案内面 は転がり案内でリニアモータ駆動であり、位置決め分解能は 1nm である.工作物主軸(C 軸)は多孔 質絞りの空気静圧軸受である.本装置で工作物を旋削加工し、工作物の表面粗さの変化について観 察し、特性の評価を行った.



Fig. 5.4 Linear motor driven 4-axis (X,Y,Z,C) controlled ultraprecision turning machine

#### 5.3.2 切削実験方法

切削条件を表 5.1 に示す.切削工具として,先端の曲率半径が 1mm の単結晶ダイヤモンド製の R バイトを用いた.すくい角は 0°,逃げ角は 7°とした.工作物には焼き入れ鋼スタバックスに無電解 Ni-P をめっきしたものを主に用い,比較のためアルミニウム, 6-4 黄銅も同条件で①プランジカッ トと②平面旋削加工した.

#### ①プランジカット

はじめに、単結晶ダイヤモンドバイトを用いたプランジカットによるバリの発生挙動の基礎実験 を行った. 円柱状の無電解 Ni-P めっき面を精密に平面旋削しておき、その後に図 5.5(a)に示すよう に単結晶ダイヤモンドを所定の傾斜角になるように半径位置に移動させ、Z 軸方向にプランジカッ トしバリの発生状態を観察した. ワークの外観写真を図 5.5(b)に示す.

#### ②平面旋削加工

次に、切込み量を2µmと固定し、送り速度、ダイヤモンドバイトの傾斜角を変化させ旋削加工した. 傾斜角の変化のさせ方は、バイトのすくい面を水平に固定し、図5.6 に示すようにバイトの走 査をX,Y 平面状を斜めに走査することにより、バイトの傾斜角を一定にしながら、実質的な傾斜角 を変化させた.

Tool	Single crystal diamond			
Cutting edge radius	1 mm			
Rake angle	0 °			
Relief angle	7 °			
Workpiece	Electroless Ni-P	Al	6-4 Brass	
Hardness	565 HV	78 HV	153 HV	
Young modulus	197 GPa	70 GPa	103 GPa	
Diameter	Φ80 mm			
Shape	Flat			
Rotation	1000 min <sup>-1</sup>			
Depth of cut	2 µm			
Oblique angle	$\theta$ = -10, 0, 10, 20, 30, 40 °			
Feed rate	F=0.5-10 mm/min (Varied)			
Feed	$f = 0.5 - 10 \mu$ m/rev.			
Coolant	Kerosene mist			

Table 5.1 Processing method of machining



Fig. 5.5 Plunge cutting experiment of oblique turning and example of plunge-cut workpiece



Fig. 5.6 Two axis (X,Y) controlled scanning method of cutting tool on oblique turning

### 5.4 実験結果

#### 5.4.1 プランジカットの実験結果

図 5.5 に示すように平面工作物表面に単結晶ダイヤモンドを所定の傾斜角になるように半径位置 に移動させて、Z 軸方向にプランジカットしてバリの発生状態を観察した. 切り込みは lum とした.

無電解 Ni-P 表面にプランジカットした加工面の例を図 5.7 に示す.溝の左側をレーザプローブ走 査方式の非接触測定機により計測し評価した.アルミニウム, 6-4 黄銅,無電解 Ni-P めっきにおい てプランジカットして計測したバリの高さを図 5.8 に示す.アルミニウムの場合の結果を図 5.8(a) に示す.傾斜角が -10°から 40°と変化するにつれ,バリの高さも減少している.測定箇所は 8 箇所 測定し平均した. 同様に黄銅の場合のバリに高さの変化を図 5.8 (b)に示す.アルミニウムに比べて 全般に小さくなっている.また,無電解 Ni-P の結果を図 5.8(c)に示す.無電解 Ni-P の場合,最も硬 いため,全般にバリが小さいが,傾斜角を大きくするにつれてバリの高さがさらに小さくなってお り,切削工具を傾斜させる効果があることがわかる.



Fig. 5.7 Nomarski micrograph of plunge cut grooves on electroless Ni-P plate



Fig. 5.8 Change of burr height on plunge-cut metals

#### 5.4.2 平面旋削加工の実験結果

次に、単結晶ダイヤモンド製アールバイトを用いて傾斜角  $\theta$  を変化させて、無電解 Ni-P 基板を 旋削加工して表面粗さの変化を測定した.切込みは 2µm と固定し、送り速度を変化させた.傾斜角 の変化のさせ方は、バイトのすくい面を水平になるように固定し、図 5.7 に示すようにバイトの走 査を X,Y 平面状を斜めに走査することにより、バイトの固定を水平に保ちながら、実質的な傾斜角  $\theta$  を変化させた.表面粗さは走査型白色干渉顕微鏡により各 3 点測定して平均値を表示した<sup>(5.17)(5.18)</sup>. 傾斜角は  $\theta$ =-10°, 0°, 10°, 20°, 30°, 40°と変化させ、送り速度を F=0.5, 1, 2, 5, 10mm/min と し、送りを f=0.5-10µm/rev と変化させて旋削加工した.切削加工後に測定した切削加工面の表面粗 さ(Rz と Ra)の変化を図 5.9(a)および図 5.9(b)に示す.

この図 5.9(a) に示す表面粗さ(最大高さ Rz)の測定結果から,式(5.3)を用いて理論表面粗さを計 算して表示した結果を図 5.9(c)に示す. 横軸は理論表面粗さで,縦軸は計測した表面粗さ(Rz)であ る. 傾斜角 θ が大きいほど表面粗さは小さくなり理論粗さに近づいていく. これは傾斜角が大きい ほどバリが小さくなると考えられる. 送りが小さくなり,理論表面粗さが小さくなるほど,傾斜角 の効果が小さくなることがわかる. この結果から,表面粗さの計測値を理論表面粗さの値で除して 無次元化して表示した図を図 5.9(d)に示す. 計測値と理論値が一致すれば 1 となる. 横軸は傾斜角 である. 表面粗さの実測値は送りが大きいほど,理論表面粗さに近づき,傾斜角が大きいほど理論 表面粗さに近づくことがわかる. 送りが小さくなるにつれ理論表面粗さに対する実測値の比は大き くなっているのは,送りを小さくしても表面粗さは限界に達し,無電解 Ni-P の均質性の限界に基 づくものと考えられる.

無電解 Ni-P の場合, 傾斜角を設けることにより表面粗さが向上することが示され, 図 5.8 のプラ ンジカットによる傾斜角とバリ高さの計測結果と一致している.同様に,無酸素銅の旋削加工によ り得られた表面粗さ(最大高さRz)の測定結果から、式(5.3)を用いて理論表面粗さを計算して表 示した結果を図 5.10(a)に示す.横軸は理論表面粗さで縦軸は計測した表面粗さ(Rz)である.無 電解 Ni-P の場合と同様に, 傾斜角 θ が大きいほど表面粗さは小さくなり理論粗さに近づいてい く. これは傾斜角が大きいほどバリが小さくなると考えられる. 送りが小さくなり, 理論表面粗 さが小さくなるほど、傾斜角の効果が小さくなることがわかる。この結果から、表面粗さの計測 値を理論表面粗さの値で除して無次元化して表示した図を図 5.10(b)に示す.表面粗さの実測値は 送りが大きいほど理論表面粗さに近づき,傾斜角が大きいほど理論表面粗さに近づく.しかし, 送りが小さい場合、傾斜角が増加しても、それほど効果は見られない、無酸素銅は多結晶材料で あり、結晶粒界段差の影響と考えられる.同様に、6-4 黄銅の旋削加工により得られた表面粗さ (最大高さ Rz)の測定結果から,式(5.3)を用いて理論表面粗さを計算して表示した結果を図 5.11(a) に示す. 同様に, 傾斜角θが大きいほど表面粗さは小さくなり理論粗さに近づいていく. これは 傾斜角が大きいほどバリが小さくなると考えられる.送りが小さくなり,理論表面粗さが小さく なるほど、傾斜角の効果が小さくなることがわかる.この結果から、表面粗さの計測値を理論表 面粗さの値で除して無次元化して表示した図を図 5.11(b)に示す. 黄銅も多結晶材料であるが, 傾 斜切削の効果が見られる.







(b) Change of surface roughness (Ra)



(c) Change of measured surface roughness (Rz) against theoretical surface roughness



(d) Measured surface roughness (Rz) against theoretical surface roughness

Fig. 5.9 Surface Roughness change of electroless Ni-P in each oblique angle



(a) Change of measured surface roughness (Rz) against theoretical surface roughness



(b) Measured surface roughness (*Rz*) against theoretical surface roughness Fig. 5.10 Surface Roughness change in each oblique angle



(a) Change of measured surface roughness (Rz) against theoretical surface roughness



(b) Measured surface roughness (*Rz*) against theoretical surface roughness Fig. 5.11 Surface Roughness change in each oblique angle

### 5.5 結言

単結晶ダイヤモンド工具による非球面光学部品の超精密切削において、切削精度、特に表面粗 さをさらに低減するため、本研究では、切削工具を傾斜させる傾斜切削を提案し、3軸(X,Y,Z)制 御の傾斜旋削法を開発して、表面粗さの改善を試みた.切削実験では、平面工作物(無電解 Ni-P めっき、アルミニウム、6-4 黄銅)の表面に対して、単結晶ダイヤモンド製アールバイトの傾斜角 を変化させて切込み方向にプランジカットして溝を生成し、バリの生成状況と傾斜角の相関性を 実験的に観察した.次に単結晶ダイヤモンド製アールバイトの傾斜角 θ を-10, 0, 10, 20, 30, 40°と変化させて、平面工作物(無酸素銅、黄銅、無電解 Ni-P めっき)を超精密旋削加工し、工具 傾斜角の変化による表面粗さの変化を計測し、傾斜切削の効果を検証し、以下の結果を得た.

- プランジカットによるバリの大きさを検証したところ、多結晶材料のアルミニウム、6-4 黄銅 に比べて、アモルファス材料の無電解 Ni-P のバリが一番小さく、傾斜角が大きくなるにつ れ、一方向のバリの発生が低減、他方が増加する効果が確認された.
- 2) 無酸素銅,黄銅,無電解 Ni-P めっき基板の平面旋削実験でも、プランジカットの結果と同様に、傾斜角が大きくなるにつれ、表面粗さが向上する効果が確認された.
- 3) 送りが大きいときほど傾斜角の効果が大きく,送りが小さくなるにつれ,傾斜切削の効果が 小さくなることが確認された.

このように, 無電解 Ni-P めっきによる傾斜切削加工が面性状の品位を向上させる効果がある ことが確認できたことで, 今後のさらなる精度の向上に応用できるものと考えられる. 第5章の参考文献

- (5.1) 鈴木浩文,北嶋孝之,奥山繁樹:軸対称非球面の高精度研削に関する研究―工具の 各種誤差要因が形状誤差に与える影響およびその最適補正法の検討―,精密工学会 誌,65,3(1999)pp.401-405.
- (5.2) 鈴木浩文,藤井一二,沖野正,横山高士,小野孝,渡邊昌司,和嶋直,北嶋孝之, 奥山繁樹:非軸対称非球面のダイヤモンド切削に関する研究(第1報)一アールバ イトを用いた 3 軸制御シェーパ加工による形状創成,精密工学会誌, 65,11(1999)pp.1611-1616.
- (5.3) 斎藤憲久, 横松孝夫, 根岸真人: OA 機器部品の精密切削加工, 機械技術, 44,4(1996)
   pp.58-63.
- (5.4) 竹内芳美,川北晋一郎,沢田潔,佐田登志夫:超精密フライス加工の研究(自由曲面の加工),日本機械学会論文集(C編),59,566(1993) pp.3193-3198.
- (5.5) 竹内芳美,西江真,沢田潔,佐田登志夫:超精密フライス加工機による微小部品加工の 試み,精密工学会誌, 62,8(1996)pp.1132-1135.
- (5.6) 長谷川 嘉雄, 花崎 伸作, 鈴木 康夫: アルミニウムの二次元切削に関する研究-切 削力の変動について-, 精密機械, 41,483(1975)pp.379-384.
- (5.7) 社本英二:3次元切削機構に関する研究(第1報)傾斜切削プロセスの理解とベクト ルによる定式化,精密工学会誌,68,3(2002)pp.408-414.
- (5.8) 田中耕太郎,中西栄徳,五十君清司:傾斜切削による金属の超精密旋削加工(生産 加工),日本機械学会東海支部講演会講演論文集,56th,(2007)pp.113-114.
- (5.9) 山田誠,田中文基,近藤司,岸浪建史:5軸NC工作機械による主軸傾斜曲面加工 法に関する研究(第3報)-ボールエンドミル傾斜加工における切削力解析による 工具姿勢評価-,精密工学会誌,73,5(2007)pp.563-567.
- (5.10) 笠原和夫,村田圭介,鈴木千博,広田明彦:ボールエンドミル加工での切削抵抗お よび工具挙動に及ぼす工具姿勢の影響(第1報)-工具を1および2軸で傾斜させた 切削過程の幾何学量と切削抵抗-,精密工学会誌,77,10(2011)pp.966-971.
- (5.11) 笠原和夫,広田明彦,笹井洋介:ボールエンドミル切削における切りくず生成状態と切削抵抗の予測(第1報)球体部の切れ刃形状と切削模型,精密工学会誌,69,3
   (2003)pp.396-401.
- (5.12) 藤田剛, 岩部洋育:三次元 CAD を活用したボールエンドミルによる傾斜面の直線 加工における切削性能評価に関する研究(送り方向が切削機構に及ぼす影響),日本 機械学会論文集,80,810(2014)pp.1-13.
- (5.13) 田中一彦,内山光夫:傾斜切削法による高硬度材の仕上切削加工-断続切削におけ る傾斜切削法の効果-,精密工学会誌,84,2(2018)pp.156-160.

- (5.14) 浜口和也,加賀田裕次,静弘生,奥田孝一:マイクロボールエンドミル加工における工具傾斜角が刃先摩耗および表面粗さに及ぼす影響,砥粒加工学会誌,56,11
   (2012)pp.758-761.
- (5.15) 趙暁明,堤正臣,是田規之,葛東方:5軸制御加工におけるボールエンドミルの最 適傾斜角決定方法-仕上げ面粗さを基準にした球面の場合-,精密工学会誌,63,7 (1997)pp.992-996.

第6章 単結晶ダイヤモンド製圧子を用いた超音波 援用マイクロインデンテーションによるテキスチャ リング

### 6.1 緒言

第4章では無電解 Ni-P めっき金型の超精密切削加工について,第5章では無電解 Ni-P めっき金型の切削精度の向上について検討した.本章では,その加工法の1つとして,単結晶 ダイヤモンド製圧子を用いた超音波援用マイクロインデンテーションによるテキスチャリ ングについて述べる.

近年,様々な領域で超精密・微細テキスチャリングの需要が増大している<sup>(6.1)(6.2)</sup>.その例 を以下に示す.

- (a)光学系レンズの成形型回折レンズ,赤外レンズ等の車載センサ,内視カメラ,マイクロカ プセル等の医療デバイス等において,素子の形状のテキスチャリング化,ガラス化,マイ クロ化,高精度化が求められ,量産成形のため「テキスチャリング成形型の超精密微細加 工」が不可欠である.
- (b)歯科用 Ti インプラント生体細胞と適合性が優れるチタン(Ti)は既に人工骨にも用いられ, 最近の研究では歯科 Ti インプラント表面に 10μm 幅程度の微細溝を設けると生体融合性 が高まるとの報告がある. Ti は難削材であり微細加工が困難である.
- (c)表示デバイス用反射防止機能表面スマートフォン,液晶パネルや車載表示パネルに,光の 波長レベルの段差の微細なパターンを創成することにより,表示パネルの反射光を防止 する効果が付加できる.

その他, 撥水性の向上, 光の吸収率の向上, 汚れの付着の防止機能などが有るが割愛する. このように様々なテキスチャリング付加の効果があるが, 多くは量産成形するため, 高精 度・高能率の テキスチャリングがキー技術となっている.

従来は「切削加工」などの機械的除去加工で実施されるが、効率が悪い、量産性が劣るな ど実用化に大きな問題が有る<sup>(6.2)(6.3)(6.4)</sup>. 一方、本提案の「超音波振動援用ナノインデンテー ションによる微細形状の高精度テキスチャリング」では、図 6.1 に示すようにレーザプロセ ス<sup>(6.5)(6.6)</sup>で単結晶ダイヤモンド製圧子を創成し、超音波振動を援用しながらインデンテーシ ョン(圧入)を行うため、図 6.2 に示すように小さな押込み圧力で金属やアモルファス材料の 微細形状の高精度・高能率転写加工が可能であることが予備実験の結果から明らかとなっ ている.単純な圧子による押込み加工では微細形状の高精度高能率加工が困難であるが、そ れに反して、(1)なぜ超音波を付加することにより低圧力で材料の塑性流動が生じるのか、 (2)高精度・高能率転写加工ができるのかを,塑性流動解析,実験的検証により,明らかにすることを目的として実験を実施した.

そこで本章では、高能率加工を行うために変形加工である「ナノインデンテーション」に 着目し、(1)レーザ加工を応用した単結晶ダイヤモンド等のマイクロインデンテータ(圧子) を創成し、(2)超音波振動援用のナノインデンテーションシステムを開発し、(3)超音波振動 を付加することによる無電解 Ni-P めっきなどのアモルファス金属材料の高精度・高能率塑 性変形メカニズムを解明し、加工条件を最適化し、(4)微細で構造的な超精密形状の創成の 高精度・高能率加工を実現することを提案し、実施した.



Fig. 6.1 Laser fabrication process of indentation tool of SCD



Fig. 6.2 Effect of ultrasonic vibration assisted indentation

#### 超音波振動援用ナノインデンテーションシステムの開発 6.2

開発した超音波振動援用ナノインデンテーションシステムおよび装置を図 6.3、図 6.4 に 示す. ランジュバン型の圧電素子を用いて超音波振動を創成した. 縦方向の超音波振動はホ ーンにより振幅を増大し、先端のダイヤモンド圧子に伝達する構造となっている.

超音波振動システムを開発するにあたり、図 6.3(b)に示すように ANSYS を用いて超音波 振動解析を行い,システムと最適な振動ホーンの形状を設計した<sup>(6.7)(6.8)(6.9)</sup>.3軸制御 NC 駆 動装置(芝浦機械㈱製 UVM350B)に圧電素子型の超音波振動装置を取付け, 単結晶ダイヤモ ンド圧子はコレットチャックを介して超音波装置に取付けた.また、プレス力測定のため、 金型・ワークジグを動力計(キスラー製)に取り付け,押し付け荷重,圧子の位置を制御する システムを構築した. 超音波振動装置の振動数は 39kHz, 振幅は 2~6.2µm となるようにし た. 駆動テーブルは X.Y.Z 軸同時制御で,位置決め精度は 10nm である.





(b)Amplitude analysis of ultrasonic

Fig. 6.3 Ultrasonic vibration-assisted indentation set-up



Fig. 6.4 Ultrasonic vibration-assisted indentation set-up on the3-axes controlled precision machine

# 6.3 単結晶ダイヤモンド製の圧子の試作

単結晶ダイヤモンド製の圧子は図 6.1 のレーザファブリケーションシステムにより試作 した. レーザ光を走査し自由曲面を創生することが出来る.使用したレーザは IR YVO<sub>4</sub> (λ=1.064 μm)を用いた.試作した2種類の単結晶ダイヤモンド製の圧子の SEM 写真を図 6.5 に示す. 先端が 90 度の四角錐形状と,曲率半径 100μm の円弧形状の圧子を試作した.



(a) Four-corner cone (90 degrees)
 (b) Spherical shape (100 μm R)
 Fig. 6.5 Micro image of micro SCD indentation tool

### 6.4 実験方法

インデンテーション実験の条件を表 6.1 に示す. 超音波振動装置の振動数は 39kHz, 振幅 は 2~6.2µm となるようにした. 駆動テーブルは X,Y,Z 軸同時制御で, 位置決め精度は 10nm である. 押し込み量は 5 - 80µm とし, インデンテータの動きとインデンテーション時間は 超精密機械の NC システムにより制御した. 工作物は, 6-4 黄銅, 無酸素銅, 無電解 Ni-P め っきを用いて実験した. インデンテーション荷重はキスラー社の動力計によりインプロセ スで計測した. インデンテーション加工はドライでも可能であるが, ダイヤモンド圧子の摩 耗と破損を防止するため, 白灯油を掛けながら潤滑して加工を行った.

Tool material	Single crystalline diamond (SCD)				
Shape	Four-corner cone		Semi-sphere		
Top edge shape	90 degrees		0.1 mm R		
Ultrasonic oscillator	Piezoelectric				
Frequency	39 kHz				
Amplitude	0, 2.0 - 6.2 μm				
Workpiece	6-4 Brass	Oxygen free copper		Electroless Ni-P	
Hardness	HV 153	HV 100		HV 565	
Indented depth	5, 10, 20, 40, 80 μm				
Feed rate	100 mm/min				
Indentation time	0.1, 0.2, 0.4, 0.8, 1.6 s				
Coolant	White kerosene				

Table 6.1 Condition of indentation tests

## 6.5 超音波援用インデンテーションの基礎的特性の評価

はじめに、超音波援用インデンテーションの基礎的特性を把握するために、無電解 Ni-P めっき、無酸素銅、6-4 黄銅を材料に対して、インデンテーション荷重、インデンテーショ ン深さを変化させて特性を評価した.3 種類の材料に対して、インデンテーション深さが 10µm、40µm において、超音波振動の振幅を変化させた時の荷重の変化を図 6.6 に示す.硬 度の高い材料ほどインデンテーション荷重が大きく、振幅が大きいほど荷重が小さくなっ ていることがわかる.振幅なしでは荷重が高く、振幅があると荷重が低くなり振幅数が高く なるほど、ゆるやかに低くなることがわかる.



(a)Indentation depth d=10μm(b)Indentation depth d=40μmFig. 6.6 Effects of ultrasonic vibration amplitude on indentation load

次に、無電解 Ni-P めっき、無酸素銅、6-4 黄銅を材料に対して、インデンテーション荷 重、インデンテーション深さを変化させて特性を評価した.3 種類の材料に対して、インデ ンテーション深さの変化によるインデンテーション荷重の変化を図 6.7 に示す.超音波振動 の振幅が大きいほど変形に必要な荷重が小さくなっていることがわかる.無電解 Ni-P めっ きの場合、無酸素銅、真鍮に比べ押し込み荷重が高いことがわかる.これは無電解 Ni-P め っきの硬度が高いためである.また、振幅が 6.2 µ m の際、荷重が大幅に小さくなったこと は、今後の超音波援用マイクロインデンテーションによるテキスチャリング加工の品位と 効率の向上に有効と考えられる.



Fig. 6.7 Effects of indented depth on indentation load

また,設定したインデンテーション深さに対する実際の加工深さの変化を図 6.8 に示 す.いずれの超音波振動の振幅においても設定深さ通りの加工が行われている.



Fig. 6.8 Effects of indented depth on machined depth

次に, 圧子に対するインデンテーションの転写性を検討した. 90 度の四角錐のインデン テータを用いて, 超音波振動の振幅に対する転写性を評価した結果を図 6.9 に示す. 超音波 振動の振幅が大きいほど転写性が優れていることがわかる. 無電解 Ni-P めっきは最も硬度 が高いが, 転写性は比較的良好であった. 比較的硬度が低い黄銅が最も悪かった.



(c)The from deviation changes with the ultrasonic vibration amplitude Fig. 6.9 Changes in the deviation with the ultrasonic vibration amplitude

### 6.6 超音波援用インデンテーションによるアレイ金型の試作実験お

### よび成形実験結果の評価

最後に、四角錐および球形状の無電解 Ni-P 製アレイ金型を圧子により超音波援用インデ ンテーションを行った.インデンテーション後に金型はバリを除去するために、平面切削を 行った.四角錐の圧子を用いて加工したアレイ金型を図 6.10(a)に、このアレイ金型でアク リル樹脂に圧縮成形した成形品を図 6.10(b)に示す.圧縮成形とは熱硬化性樹脂の成形に用 いられる成形法で、充填した樹脂に圧力をかけて高密度な製品が得られるのが特徴です.金 型の断面と成形品の断面も上に示した.また、金型と成形品の断面を重ねて表示した図を 6.10(c)に示す.エッジ先端も転写され、良好に成形できていることがわかる.同様に、球形 状の圧子を用いて加工したアレイ金型を図 6.11(a)に、このアレイ金型でアクリル樹脂に圧 縮成形した成形品図 6.11(b)に示す.金型と成形品の断面を重ねて表示した図を図 6.11(c)に 示す.エッジ先端も転写され、良好に成形できていることがわかる.

今後,様々な領域において超音波振動援用ナノインデンテーションによる微細形状の高 精度テキスチャリングが実用的に使われるには,要求精度,形状に合わせた単結晶ダイヤモ ンド圧子の創成,加工条件を早く最適化できるかが重要である.一度条件が揃えば従来の切 削加工などの機械的除去加工に比べ飛躍的に効率はよくなるため,このような実験が今後 の無電解 Ni-P めっきの新たな可能性を創出し,超精密加工の幅が広がるものと考えられる.



Fig. 6.10 Indented mold and molded components of micro four-corner cone array



Fig. 6.11 Indented mold and molded components of micro semi-sphere array

### 6.7 結言

本章では、高能率加工を行うために変形加工である「ナノインデンテーション」に着目し、 レーザ加工を応用した単結晶ダイヤモンド等のマイクロインデンテータ(圧子)を創成し、 超音波振動援用のナノインデンテーションシステムを開発し、超音波振動を付加すること による無電解 Ni-P などのアモルファス金属材料の高精度・高能率塑性変形特性を明らかに し、微細で構造的な超精密形状の創成の高精度・高能率加工を実現することを検討し次のよ うな結果を得た.

- 1) 超音波振動の振幅が大きいほど変形に必要な荷重が小さくなる.
- 2) 超音波振動の振幅が大きいほど転写性が優れている. 無電解 Ni-P めっきの転写性は 比較的良好であった. 比較的硬度が低い黄銅が最も悪かった.
- 3) 金型の断面と成形品の断面から、エッジ先端も転写され、良好に成形できた. 同様 に、球形状の圧子を用いて加工したアレイ金型の断面と成形品の断面から、エッジ 先端も転写され、良好に成形できていることがわかる.
- 4) 無酸素銅, 黄銅, 無電解 Ni-P めっきなどの精密金型材料に対して, 高精度で高能率 に微細加工できた.

このように、超音波振動援用のナノインデンテーションによるテキスチャリング加工が高 精度で高能率に微細加工できることが確認できたことで、無電解 Ni-P めっきの用途の幅が広 がっていくことが期待できる.そして、今後の機能創成加工に応用できるものと考えられる.
第6章の参考文献

- (6.1) H Yoshioka, K Kojima, D Toyota : Micro patterning curved surface with a fast tool servo system for micro milling process, CIRP annals-manufacturing technology, 69,1(2020)pp.325-328.
- (6.2) E Brinksmeier, O Riemer, A Gessenharter, Autschbach L:Polishing of structured molds, CIRP annals-manufacturing technology, 53,1(2004)pp.247-250.
- (6.3) H Suzuki, M Okada, Y Yamagata, S Morita, T Higuchi: Precision grinding of structured ceramic molds by diamond wheel trued with alloy metal, CIRP annals-manufacturing technology, 61,1 (2012)pp.283-286.
- (6.4) H Suzuki, M Okada, W Lin, S Morita, Y Yamagata, H Hanada, H Araki, S Kashima : Fine finishing of ground DOE lens of synthetic silica by magnetic field-assisted polishing, CIRP annals-manufacturing technology, 63,1(2014)pp.313-316.
- (6.5) H Suzuki, M Okada, K Fujii, S Matsui, Y Yamagata : Development of micro milling tool made of single crystalline diamond for ceramic cutting, CIRP annals-manufacturing technology, 62,1(2013)pp.59-62.
- (6.6) H Suzuki, M Okada, W Asai, H Sumiya, K Harano, Y Yamagata, K Miura : Micro milling tool made of nano-polycrystalline diamond for precision cutting of SiC, CIRP annals- manufacturing technology, 66,1(2017)pp.93-96.
- (6.7) A Abdullah, M Paknejad, S Dashti, A Pak, A M Beigi : Theoretical and experimental analyses of ultrasonic-assisted indentation forming of tube, Proceeding of the institution of mechanical engineers, Part B, Jornal of engineering manufacture, 228,3(2014)pp.388-398.
- (6.8) M Michalski, M Lechner, L Gruber, M Merklein : Influence of vibration on the shear formability of metallic materials, CIRP annals-manufacturing technology, 67,1(2018)pp. 277-280.
- (6.9) H Suzuki, S Hamada, T Okino, M Kondo, Y Yamagata, T Higuchi : Ultraprecision finishing of micro-aspheric surface by ultrasonic two-Axis vibration assisted polishing, CIRP annalsmanufacturing technology, 59,1(2010)pp. 347-350.

## 第7章 結論

## 7.1 本研究の成果

本研究はプラスチックレンズの射出成形に使われる無電解 Ni-P めっき金型の超精密加工 についての皮膜特性,加工性,鋼型材としての材料力学的な評価から加工方法や品位の評価 および単結晶ダイヤモンド製圧子を用いた超音波援用マイクロインデンテーションによる テキスチャリング加工などを行なった.

第2章では、無電解 Ni-P めっきの被膜特性について検証した.皮膜特性に大きく影響す る要因として、(a)めっき液の浴温度、(b)濃度、(c)水素イオン濃度(pH)があるが、本章では (a)めっき液の浴温度の影響が表面粗さに、どの程度変化するのかを実験的に評価した.その 結果、無電解 Ni-P めっきの析出はめっき浴の温度にかかわらず、めっき時間と膜厚は比例 し浸漬時間が長いほど膜厚が大きくなることがわかった.また、めっき浴温度が高くなるに つれて表面粗さが悪くなる傾向にあり、膜厚が大きくなるほど表面粗さが悪くなった.折出 速度が速くなると、遅い場合と比較してピットが生じやすくなり、その粗い表面に対して更 に表面粗さの変化が進行した.

第3章では、無電解 Ni-P めっきの機械的特性について研究を行った.4種類のそれぞれ の母材金属(SUS304,無酸素鋼,黄鋼 C2680,純アルミニウム)に無電解 Ni-P めっきをし た際の、バイメタルの熱膨張係数の違いによるたわみ、残留応力について評価した.その結 果、バイメタルの特性によるたわみに比べ、残留応力によるたわみの方が大きかった.全て の母材金属への無電解 Ni-P めっきにおいて、時間がたつにつれ曲率は小さくなっていき、 残留応力は減少した.純アルミニウムはバイメタルの熱膨張率の差による曲げ、残留応力に よる曲げを受けやすいが経時変化はしにくかった.リンの含有量により皮膜特性が変化し た.さらに、試験片を取り付けたネジ式引張試験機を用いて、高リンタイプおよび中リンタ イプの無電解 Ni-P めっき試験片を 100N ずつの荷重を上げ、それぞれの画像を撮り画像解 析による伸び量および縮み量で縦弾性係数(ヤング率)、ポアソン比などの機械的特性を求 めた.その結果、高リンタイプの縦弾性係数は中リンタイプと比べ 1.05 倍であった.高リ ンタイプのポアソン比は中リンタイプと比べ 1.13 倍であった.無電解 Ni-P めっきの皮膜中 のリンの含有率が高いと縦弾性係数が大きくなり、ポアソン比も大きくなる傾向にあった. また、母材金属とめっき皮膜との間に、熱膨張係数の違いによる応力、および残留応力によ るひずみがあることがわかった.

第4章では、無電解 Ni-P めっきに非回転工具でシェーパ加工を行いマイクロレンズアレ イ金型の形状誤差と表面粗さを調べることで、無電解 Ni-P めっき金型へのシェーパ加工が 有効であるかを評価し、形状精度は金型が切削方向 0.17µm P-V および垂直方向 0.25µm P-V となった.表面粗さは切削方向が 44nm Rz および 6.5nm Ra となり、垂直方向が 35nm Rz お よび 6.9nm Ra となった.超精密切削加工における条件として、精度の高い超精密加工機、 精度の高い単結晶ダイヤモンド工具,振動や温度変化のない環境とアモルファスで加工性のよい材料が揃うことで、本加工方法において、最適な形状精度と表面粗さが得られ、回転 工具と同等の加工が可能であることが確認できた.

第5章では、単結晶ダイヤモンド工具による非球面光学部品の超精密切削において、切削 精度、特に表面粗さをさらに低減するため、切削工具を傾斜させる傾斜切削を提案し、3 軸 (X,Y,Z)制御の傾斜旋削法を開発して、表面粗さの改善を試みた.切削実験では、平面工作物 (無電解 Ni-P めっき、アルミニウム、6-4 黄銅)の表面に対して、単結晶ダイヤモンド製アー ルバイトの傾斜角を変化させて切込み方向にプランジカットして溝を生成し、バリの生成 状況と傾斜角の相関性を実験的に観察した.次に単結晶ダイヤモンド製アールバイトの傾 斜角 θ を-10, 0, 10, 20, 30, 40°と変化させて、平面工作物(無酸素銅、黄銅、無電解 Ni-P めっき)を超精密旋削加工し、工具傾斜角の変化による表面粗さの変化を計測し、傾斜切削 の効果を検証した.プランジカットによるバリの大きさを検証したところ、多結晶材料のア ルミニウム、6-4 黄銅に比べて、アモルファス材料の無電解 Ni-P めっきのバリが一番小さく、 傾斜角が大きくなるにつれ、一方向のバリの発生が低減、他方が増加する効果が確認された. また、無酸素銅、黄銅、無電解 Ni-P めっき基板の平面旋削実験でも、プランジカットの結 果と同様に、傾斜角が大きくなるにつれ、表面粗さが向上する効果が確認された.送りが大 きいときほど傾斜角の効果が大きく、送りが小さくなるにつれ、傾斜切削の効果が小さくな ることが確認された.

第6章では、高能率加工を行うために変形加工である「ナノインデンテーション」に着目 し、レーザ加工を応用した単結晶ダイヤモンド等のマイクロインデンテータ(圧子)を創成 し、超音波振動援用のナノインデンテーションシステムを開発し、超音波振動を付加するこ とによる無電解 Ni-P めっきなどのアモルファス金属材料の高精度・高能率塑性変形特性を 明らかにし、微細で構造的な超精密形状の創成の高精度・高能率加工を実現することを検討 し実験したところ、超音波振動の振幅が大きいほど変形に必要な荷重が小さくなった。超音 波振動の振幅が大きいほど転写性が優れていた。無電解 Ni-P の転写性は比較的良好で、比 較的硬度が低い黄銅が最も悪かった。金型の断面と成形品の断面から、エッジ先端も転写さ れ、良好に成形できた。同様に、球形状の圧子を用いて加工したアレイ金型の断面と成形品 の断面から、エッジ先端も転写され、良好に成形できていることがわかった。無酸素銅、黄 銅、無電解 Ni-P などの精密金型材料に対して、高精度で高能率に微細加工できた。

## 7.2 今後の課題と展望

近年,(1)工作機械の運動精度はリニアモータ化が進行し位置決め精度は0.1~1nmと高精 度化が実現され,高剛性化も行われ,(2)単結晶ダイヤモンド製のアールバイト(切削工具) の切れ刃の輪郭度が0.05~0.1µmと高精度化され,(3)金型材の無電解Ni-Pはより緻密なア モルファス化が進行し,より好条件の切削条件が確保できるようになり,高精度な成形型の 切削加工が可能となり,切削金型を用いた量産成形により高精度・高能率の非球面レンズの 量産成形が行われるようになった.さらに超精密加工の研究は,単なる形状創成から加工表 面上に微細構造体を加味した新しいものづくりへと発展している.

今後も、次世代の高精度、複雑形状の光学部品の開発に対応できる、切削性に優れた無電 解 Ni-P めっきの開発を行うとともに、加工精度は低下されることなく、加工能率を向上さ せられる無電解 Ni-P めっき金型による高付加価値創成の実現を目指したい.

## 謝辞

本論文は、中部大学工学部機械工学科教授 鈴木浩文博士の熱心な御指導と御激励により まとめられたものである、深く感謝の意を表します.さらに論文作成にあたりご指導して頂 いた中部大学工学部機械工学科 水谷教授、同じく中部大学工学部応用化学科 高橋教授に 深く御礼申し上げます.また、本研究の御支援をいただきました、同大学工学部機械工学科 鈴木研究室 前研究員 岡田睦様からは数多くの御教示、御鞭撻を賜った.ここに厚く感謝の 意を表します.また、同大学工学部の関係各位には日頃からの御指導に心から御礼申し上げ ます.特に引張試験のご指導頂いた同大学工学部機械工学科 加藤章名誉教授および試験片 の作製をご尽力頂いた、川口幸弘先生には深く感謝申し上げます.また、本研究を行うにあ たり、実験データの取得など多方面にわたり本研究の遂行にご尽力を頂きました同大学工 学部機械工学科鈴木研究室の各位に御礼を申し上げるとともに、修士課程だった秋山裕亮 氏、浅井渉氏、鈴木朗洋氏にもアドバイスを頂き心から感謝申し上げます.また、超精密加 工の分野における様々な方々とのご縁により、このような機会を与えて頂き、皆様に感謝を 申し上げ、今後ともさらなるご指導ご鞭撻を賜りますようお願い申し上げます.

最後にこのような機会を与えて頂いた,株式会社ナクロ代表取締役社長 池田安生様およ び社員全員の皆様に感謝申し上げ謝辞とさせて頂きます.