

炭素系硬質コーテッド工具のリサイクル技術としての 高密度酸素プラズマアッシング

High Density Oxygen Plasma Ashing for Recycling and Reuse of DLC-Coated Tools and Dies

相澤龍彦* 杉田良雄**

Tatsuhiko Aizawa* and Yoshio Sugita**

DLC coated tools have been widely utilized in the dry milling and cutting of aluminum alloy parts and components; e.g. A5052 alloy parts were efficiently dry-milled by using the DLC-coated WC (Co) tools. However, since the original DLC coating was inevitably subjected to abrasive wearing, its thickness was significantly reduced during dry machining. In order to preserve high quality of machined products in continuous cutting operations, the used DLC coating must be removed or ashed away before grinding and polishing. Most of conventional methods required for long leading time even to make incomplete ashing. High density oxygen plasma ashing provided a solution to make perfect ashing of DLC coating together with metallic interlayers. In the present paper, this plasma system with quantitative diagnosis instrumentation was first stated to describe the effect of processing conditions on the ashing behavior. The DLC-coated end-milling tools were prepared to prove that the whole DLC-coating should be completely removed with fast rate. This ashed tool substrate was further ground and recoated to demonstrate via two types of dry end-milling experiments that the DLC-recoated tools should have the same machinability as the original virgin DLC-coated tools.

Key words: High density oxygen plasma ashing, Plasma diagnosis, Activated species, Ashing rate, Complete ashing, Recoating, A5052 alloy, Dry machining tests, Recycling, Reuse

1. 序論

切削加工あるいは機械的除去加工において、切削油剤は、工具寿命の延長はもちろん、加工能率及び加工面品位の向上のため重要な役割を演じてきた。特に高速切削加工では、工具と加工物との摩擦熱を除去するため、冷却効果の大きい水溶性切削油を大量に使用してきた[1]。しかし、切削油剤供給コストの削減、切削加工後の被削物の洗浄の軽減及び環境対応のため、最近では、ドライ加工及びMQL (Minimum quantity Lubrication : 極微量潤滑) が注目されている [2]。例えば、鋼製金型や部品のミーリング加工では切りくず除去を重視し、切削油剤は一切使用しないエアブロー切削が広く普及している。

自動車など輸送車両の軽量化など、使用時の環境負荷低減に向け、アルミ合金のドライ切削化も急務となって

いる。特に携帯電話の外装ケースでは、アルミ合金の削り出しケースが広く利用されている [3]。この現状にあつて、アルミ合金のドライ切削化促進のキー技術は、切削工具への高耐久性コーティングとそのリサイクル技術である。

例えば、広く加工材として利用されているアルミ展伸材の場合、DLCコーティングが有用となる [4]。実際、展伸材の代表であるA5052材のエアブロー切削条件 (切削速度 : 250m/min, 送り速度 : 8m/min, 切り込み深さ : 10mm×2mm) において、DLCコーティングなしの超硬工具とDLCコーテッド超硬工具との寿命比較を行った。図1a)に示すように、DLCコーティングなしでは、摩擦熱ゆえに刃先周辺に凝着が生じ、3.5mで使用不能となった。これに対して、DLCコーテッド工具では、84m後においても図1b)のように、凝着は全く生ぜ

* デザイン工学科 Department of Engineering and Design, Shibaura Institute of Technology

** YS電子工業株式会社 YS-Electrical Industry, Co. Ltd

ず健全性を保持していた。

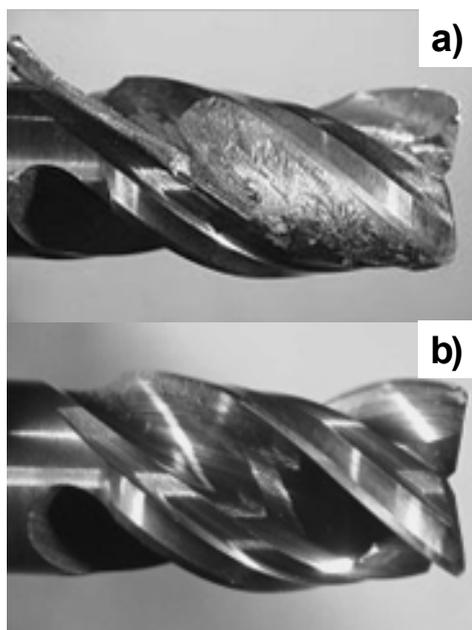


図1：コーティングによる工具耐久性評価。

Fig. 1: Engineering endurance by DLC coating.

上記の実験結果は、各アルミ合金種に応じて適切なコーティングを選択することで、無給油でのドライ切削加工が可能となることを示唆している。一方、図1b)でも明らかのように、長距離・大体積の除去加工では、コーティング材のアブレーション摩耗も無視できなくなり、コーティング厚さの減少が必然的に生じる。この課題を解決するには、使用済みのDLCコーティングを完全に除去し、再生した工具材料上に再コーティングする技術が不可欠となる [5]。

研究者[6-12]は、高密度酸素プラズマシステムによる炭素系コーティングのアッシングプロセスを提唱し、高精度一眼レフガラスレンズ・モールド成形用DLCコーテッド金型のリサイクルにおいて、その重要性を検証した。特に、プラズマ診断により最適なプラズマプロセス条件を探索することで、高速アッシングプロセスを実現できることも見出した。

本論文では、工具として、より複雑な面形状を有するエンドミル工具などの切削工具を対象とし、特にDLCコーテッド工具のリサイクル技術に注目する[13-15]。すなわち、DLCコーテッド工具のDLC被膜を金属中間層も含めて、完全アッシングできることを実証するとともに、再生工具基材WC(Co)上にDLCを再コーティングし、そのドライ切削性能が未使用のDLCコーテッド工具と同等

であることを実験的に立証する。これにより、DLCコーティングを含む炭素系コーテッド切削工具のリサイクル技術確立に向けての方法論を確立する。

2. 実験方法

2.1 高密度酸素プラズマアッシング装置

当該装置の概要ならびに機能設計に関しては、既報【11】で述べており、ここではチャンバー内部のプラズマ状態にも影響する試験片配置について述べる。図2に示すように、固定ホルダーに設置した試験片は、DCバイアスを負荷する支持体に固定する。

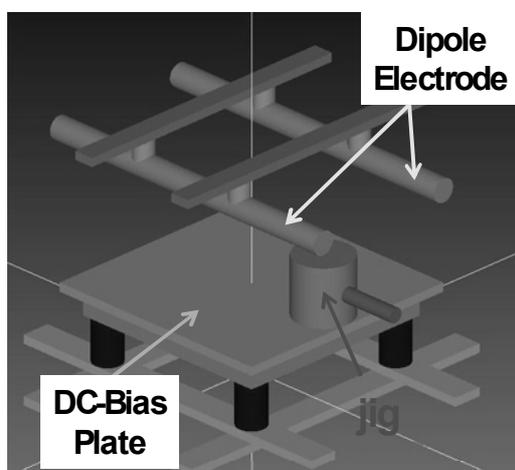


図2：試験片固定ホルダーの設置時のチャンバー内の模式図。

Fig. 2: Illustration of plasma controlling items in the inside of vacuum chamber.

表1：標準的な酸素プラズマアッシング条件。

Table 1: Standard oxygen plasma ashing conditions.

Processing Item	Parameters
RF-Voltage	250 V
DC-Bias	-600 V
Carrier Gas	O2 Only
Partial Pressure	15 Pa
Mass flow rate	65 ml/min
Ashing duration time	7.2 ks

DCバイアス、双極子電極に印加するRF、ガス圧とともに、試験片固定ホルダーと双極子電極との位置関係が重要となる。以下では、この位置の相違が及ぼすアッシング挙動への影響を実験的に検討するとともに、チャン

バー内でのプラズマ制御因子について考察する。

なお、上記以外の実験条件に関しては、表1を標準状態として実験を行った。また装置には、定量的プラズマ診断・解析装置を設置し、標準プロセス条件の選出を行うとともに、状態変化を実測した。

2.2 試験片

DLCコーテッドWC (Co)板試験片を用意し、DLC膜のみのアッシング挙動について調査した。本論の主題であるDLCコーテッド工具のリサイクル評価では、図3で示すDLCコーテッドWC (Co)エンドミル工具を用いた。

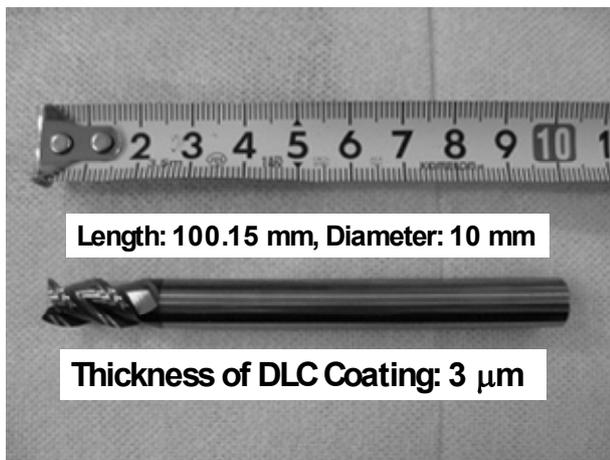


図3: DLCコーテッドWC (Co)エンドミル工具。

Fig. 3: DLC-coated WC (Co) end-milling tool.

上記のDLCコーティングでは、基材であるWC (Co)工具とDLC主層との間に耐剥離性向上を目的とした金属クロム中間層(50–100nm)を被覆しており、下記のアッシングではこの中間層も含めたアッシングが必要となる。また刃先はねじれ角 10° の3つの刃が構成されているため、各刃の背面のDLCコーティングのアッシングも重要なポイントとなる。

2.3 観察・解析

アッシングに伴うDLCコーティング除去を定量化するため、表面観察は高解像光学顕微鏡(ニコン株)ならびにSEM(ニコン株)で行った。残留DLCコーティングおよび中間層の有無に関しては、ラマン分光法(JASCO社)およびEDX(日立)で解析を行った。

2.4 再コーティングプロセス

アッシングしたWC (Co)エンドミル工具は、再研磨後、洗浄などの前処理を施し、初期のDLCコーティング成膜

と同様に、イオン・プレーティング装置(IFCC)を用いて、厚さ $3\mu\text{m}$ 一定で再コーティングした。

2.5 ドライ切削試験

ここでは、マシニングセンター(Deckel Maho社)に当該の再DLCコーテッドエンドミル工具を設置し、A5052材を用い、2種類のドライ切削試験を行った。

3. アッシング実験結果

ここでは、DLCコーテッド工具のアッシング実験結果に関して、標準アッシング条件における酸素分圧と試験片位置の影響について実験的に調査した。その上で、アッシング後の詳細な工具表面解析から、DLCコーティングの完全除去が本アッシング法で達成できたことを実証する。

3.1 標準条件における酸素分圧の影響

表1の標準条件中で、酸素分圧は、アッシング挙動に大きく影響することが想定される。すなわち、高压化することでプラズマの高密度化をはかると、物理的な除去能力が低下し、一方低圧化させると、物理除去効果が向上するが、低密度化ゆえに化学的除去効果が低下する。両者がバランスする最適な圧力範囲は、プラズマに投入するパワーあるいはパワー密度に依存する。ここでは、標準条件におけるプラズマ制御条件で、酸素分圧のみを変化させてアッシング後の脱膜状態を比較した。

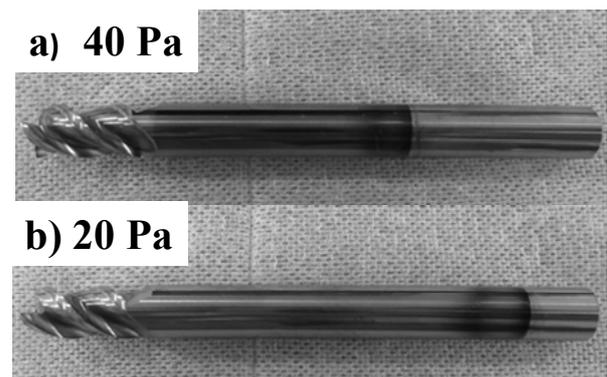


図4: DLC膜のアッシング挙動に及ぼす酸素分圧の影響。

a)酸素分圧が40Paの場合、b)は20Paの場合。

Fig. 4: Effect of oxygen gas partial pressure on the ashing behavior of DLC coating. a) 40 Pa, and, b) 20 Pa.

図4で比較するように、低圧化することで、残留DLC膜が大きく減少し、20Paにおいては、刃先背面以外のDLC膜はほぼ完全に脱膜されていることがわかる。なお、図

中の右端の未変色部位は、ジグの固定部に対応する。このことは、高DCバイアス下でのアッシングでは、化学的な脱膜プロセスとともに、物理的な脱膜プロセスも大きな役割を果たすことを示唆している。

3.2 標準条件における試験片位置の影響

より興味深い点は、バイアス基盤上におけるサンプル固定位置によって、アッシング挙動が異なる点である。実際、図5に示すように酸素分圧を同一にしても、バイアス基盤中央にジグを配置した場合（図5a）と端にジグを設置した場合（図5b）とでは、刃先先端および背面における脱膜状態が大きく異なり、バイアス基盤の端に設置することで、ほぼ完全にDLC膜を脱膜できることがわかる。

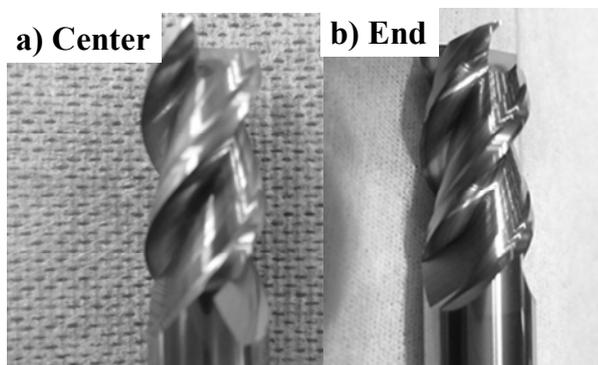


図5：DLC膜のアッシング挙動に及ぼすバイアス基盤上のジグ位置の影響。a)ジグ位置を基盤中央とした場合、b)は基盤端にした場合。

Fig. 5: Effect of jig location set-up on the biased cathode plate. a) Jig was located at the center of cathode plate, and, b) Jig, at its end.

この空間依存性は、チャンバー内においてRFを印加する双極子電極とDCバイアス基盤の位置関係によって、プラズマを駆動する電位分布が変化し、アッシングに寄与する実効的な酸素原子・酸素イオンフラックスが局在化していることを示唆している。言い換えれば、別なデバイスにより局所的にプラズマ状態を制御することで、サンプル位置に関係なく効率的なアッシングプロセスを実現できる可能性がある。この点は、本アッシング手法の展開に関する考察として後述する。

3.3 アッシング後の詳細解析

ここでは、表1の標準アッシングプロセス条件により得られたアッシング結果について、SEM、ラマン分光、

EDXを用いて、本プロセスによりDLC膜が完全にアッシングされ、工具基材に損傷与えず、クロム中間層も含め、処理後の残渣も残さずに脱膜されたことを実証する。

最初に、アッシング後の工具表面ならびに刃先まわりのSEM観察像をまとめて図6に示す。

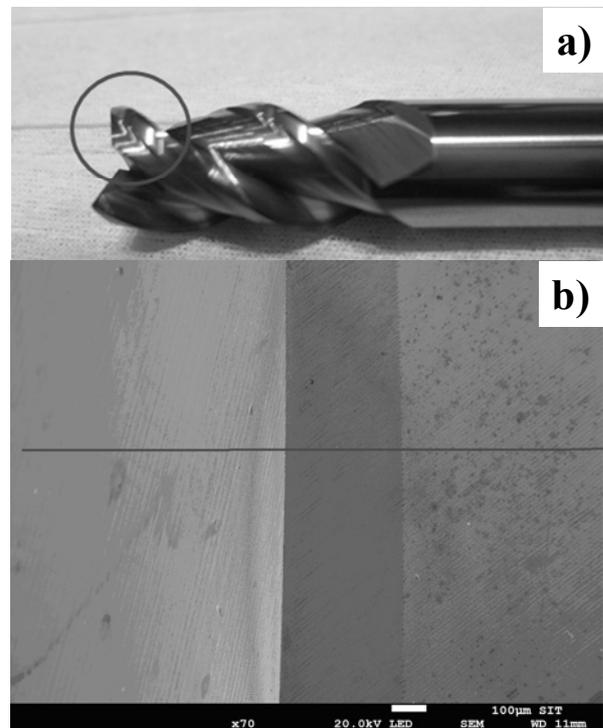


図6：標準条件でアッシング処理した後のエンドミル工具の表面状態ならびにSEM観察。a)アッシング後の工具表面外観、b)刃先周辺のSEM観察。

Fig. 6: Optical and SEM observation on the end-milling tool surface after oxygen plasma ashing by the conditions in Table 1.

a) Outlook of ashed surface of tools, and, b) SEM observation around the tooth.

図5b)に対応して、図6a)においても、工具刃先にも全くDLCコーティングは観察されなかった。その刃先まわりの工具表面を詳細にみると、図6b)のように、残留DLC膜は全く観察されない。図中の切削痕はDLCコーティング前に行った研削痕と考えられ、アッシング後の工具表面は、刃先近傍も含め、コーティング前の工具表面に回復していると考えられる。

次にラマン分光法を用いて残留DLC膜の有無を検討する。DLCコーティングを含む炭素系膜は、種々の微細構造を有しており、その特性評価にはラマン分光法が有用である。例えば、グラファイト構造を有する炭素系膜の

場合には、炭素原子の平面構造に対応する振動ピークが励起されるため、分光スペクトル上には波数 1600cm^{-1} 近傍にピークをもつ結果が測定される。また炭素原子の四面体構造をもつダイヤモンドコーティングの場合には、波数 1320cm^{-1} にピークをもつ分光スペクトルが得られる。以上のことから、測定される特徴的な分光スペクトルから、炭素系膜の識別が可能となる。さらに、同一分光スペクトルにおいても、そのピーク高さの減少から、炭素系膜の厚さの減少を定量化できる。

アモルファスカarbonが局所的なグラファイト構造(sp²)と局所的なダイヤモンド構造(sp³)とのナノ複合体であることから、DLCコーティングの場合のラマンスペクトルは、上述の2つの波数にブロードなピークをもつものとなる。このピーク強度比などから、それぞれのDLC膜の特徴を記述できることに加え、そのピーク値の減少から膜厚減少に関しても推定が可能となる。実際、当該DLCコーティングの場合、図7a)に示すように、両者のピーク値はほぼ等しく、当該DLCコーティングが高硬度仕様であることがわかる。

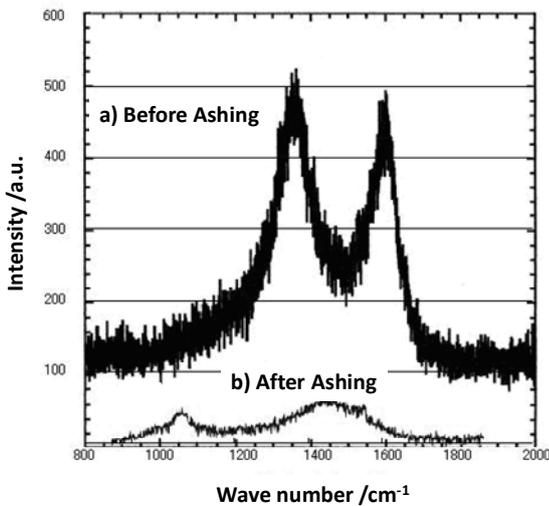


図7：当該アッシングプロセス前後のラマン分光スペクトルの変化。a) アッシングプロセス前、b) アッシングプロセス後。

Fig. 7: Comparison of Raman spectra for DLC coating before and after ashing process. a) Before, and b) After ashing.

アッシングプロセス時間に伴い、このピーク値が減少することが想定され、各ピーク位置(1320cm^{-1} および 1600cm^{-1})に微小でもピーク値が検出されれば、残存DLC膜があると推定される。アッシング後のラマン分光結果を図7b)に示す。ピーク位置が大きく変化すると

も、ピークは大きくブロード化している。アッシング前における代表的なピーク位置には全くピークは検出されない。

以上のラマン分光から、アッシング後にDLC膜は工具表面には全く残存していないと考えられ、図7b)の結果は工具材料上のダストにすぎない。

実際のコーティングは、工具材料基材とDLC主層の間に金属層(この場合はクロム層)を中間層として成膜する。これは、DLCコーテッド工具使用時の負荷に対して、基材からDLC膜が剥離するのを防止するためである。DLCコーテッド工具基材のリサイクルでは、単にDLC膜のみを除去するだけではなく、この中間層も完全に除去する必要がある。

しかし通常のプラズマアッシングでは、文献【5】でも紹介しているように、ホローカソードによりアッシング特性を向上させた標準プラズマ装置でも、この中間層を除去することが難しい。特にミーリング切削工具のように、刃先面が複雑な形状を有する場合には、前述したようにDLC膜を除去することも、この金属中間層を除去することも難しいと考えられる。

ここでは、刃先近傍でのクロム中間層の除去の有無を正確に記述するため、図6b)中の線に沿ってEDXによる元素分析を行った。

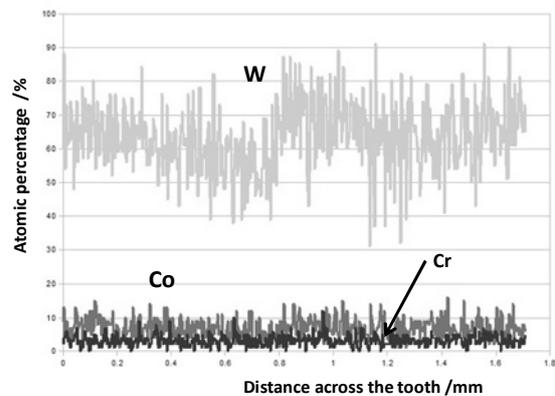


図8：アッシング後の工具刃先近傍における工具表面の元素分析。

Fig. 8: Distribution of chemical components along the distance across the tooth region on the tools surface.

工具基材は、WC (Co)であり、主相であるWCのタングステンが図8において、主に分析される。Coは超硬材のバインダー材であり、平均濃度は10 at%と検出された。これは工具基材である超硬材のCo濃度に対応する。これより、図8のEDXの分析結果は、工具表面状態は、工具

基材の成分が主であることを示している。一方、中間層を形成しているクロムは、測定範囲内ではほとんど検出されず、平均濃度も0.3 at%以下であった。これより、本アッシングプロセスにより、従来のプラズマアッシングプロセスでは除去が困難であった金属中間層も、DLC層と同様に完全除去できることがわかった。

以上の機器分析による詳細解析から、当該アッシングプロセスによってDLC主層ならびに中間層を完全に除去することができ、工具基材である超硬工具を再生することができた。

4. ドライ切削実験結果

ここでは、再生した工具超硬基材を、必要に応じて研削・研磨後に、初期成膜と同一の条件で再成膜し、その工具でのドライ切削実験を行った。実験には、マシンングセンターを使用した。

ドライ切削実験は、200mまで連続切削する実験（以下、一定距離切削試験）、240cm³まで連続除去加工する実験（以下、一定体積切削試験）の2種類を行った。これはアルミ合金のドライ除去加工では、鉄鋼材のそれと異なり、単なる切削加工のみではなく、一体化製品を切削で製造するためである。被加工材は共通で、A5052材で、200x100 x 50mm³平板試験体を用いた。

4.1 一定距離切削試験

一定距離ドライ切削試験における切削条件を、まとめて表2に示す。特に、切削速度は標準条件として、200m/min一定とした。

表2：一定距離ドライ切削試験条件。

Table 2: Dry milling conditions up to the specified length of 200 m by using the DLC-recoated end-milling tools.

Processing Items	Parameters
Spindle speed	6350 min ⁻¹
Cutting speed	200 m/min
Feed rate	2250 mm/min
Feed per tooth	0.12 mm/tooth
Axial depth of cut	10 mm
Radial depth of cut	1 mm
Overhang	30 mm
Cutting direction	Down-cutting
Actual cutting speed	200 m/min

一定距離（200m）ドライ切削した後の第1刃先エッジ部分とねじれ角部分の光学顕微鏡写真を、図9に示す。

一般に、ドライ切削中に工具損傷が生じる場合、その原因の多くは、刃先エッジのチッピング損傷あるいはねじれ角に沿ったのチッピング損傷を伴うことが多い。したがって、両者のチッピング損傷が観察されなければ、一定距離ドライ切削時にコーテッド工具に損傷は生じないと推定できる。

図9a)において、刃先エッジの直線性は保持されており、エッジ部にチッピング損傷は観察されない。図9b)におけるねじれ角に沿った刃先においても、曲線形状が保持されており、ここでもチッピング損傷は検出されなかった。以上より、DLCを再コーティングしたエンドミル工具において、一定距離ドライ切削試験では、工具刃先に全く損傷は生じてなく、初期のDLCコーテッド工具との切削性能に関する差異はないと結論した。

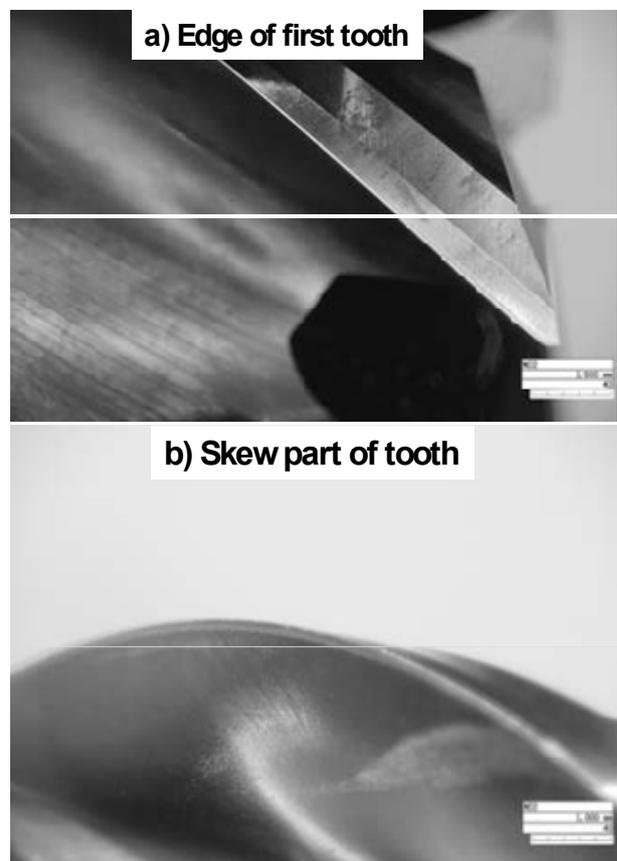


図9：一定距離ドライ切削時のDLC再コーテッド・エンドミリング工具刃先の詳細観察。a) 第1刃先エッジ部の光学顕微鏡写真、b) ねじり角に沿ったエンドミル刃先の光学顕微鏡写真。

Fig. 9: Microscopic observation of DLC-recoated end-milling tool after dry milling in the length of 200 m. a) Around the edge of first tooth, and, b) Around the skew part of first tooth.

4.2 一定体積切削試験

3次元ドライ除去加工を行うためのDLCコーテッド工具を図10に示す。3つの構成刃からなり、刃角度は 45° 、長さは15mmである。



図10：一定体積ドライ除去加工用の工具形状。

Fig. 10: End-milling tool for large volume machining in dry.

表3：一定体積ドライ切削試験条件。

Table 3: Dry milling conditions up to the specified volume of 240 cm^3 by using the DLC-recoated end-milling tools.

Spindle speed	6350 min^{-1}
Cutting speed	200 m/min
Feed rate	2250 mm/min
Feed per tooth	0.15 mm/tooth
Axial depth of cut	12 mm
Radial depth of cut	5 mm
Perpendicular depth of cut	5 mm
Overhang	30 mm
Cutting direction	Down-cutting
Actual cutting speed	200 m/min

表2と表3を比較すると、一定体積除去加工では、DLCコーテッド工具には、より過酷な切削条件が課せられていることがわかる。実験では、一定距離除去加工と同様に、試験後のDLCコーティングの詳細な観察を行い、損傷の有無をそれぞれの刃ごとに調査した。

図10のコーテッド工具の 240 cm^3 切削後の刃先の状態を、図11に示す。この場合も、表3に示すように除去加工条件が厳しく設定されているにも拘らず、いずれの刃にもチッピングあるいは凝着摩耗の痕跡が認められなかった。一定体積除去加工実験においても、再コーティングした工具は、初期のDLCコーテッド工具との切削性能

に関する差異はないと判断した。

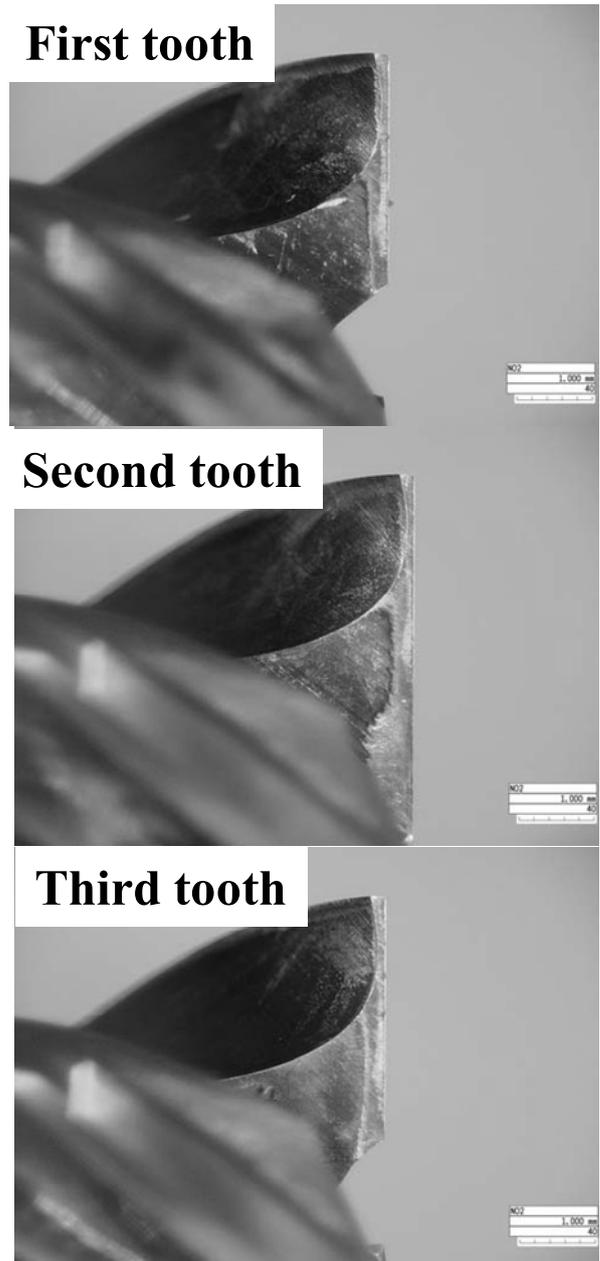


図11：一定体積ドライ切削時のDLC再コーテッド・エンドミリング工具刃先の詳細観察。a) 第1刃先の光学顕微鏡写真，b) 第2刃先の光学顕微鏡写真，c) 第3刃先の光学顕微鏡写真。

Fig. 11: Microscopic observation of DLC-recoated end-milling tool after dry milling in the volume of 240 cm^3 .

a) Around the edge of first tooth, and, b) Around the edge of second tooth, and c) Around the edge of third tooth.

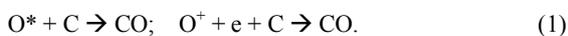
5. 考察

5.1 DLCコーテッド金型・工具のリサイクル

既報【9】における使用済みDLCコーテッド金型におけるDLCコーティング（中間層:W層）の完全除去ならびに再コーティングの高成形性と合わせ、当該アッシングプロセスは、基材の形状複雑性・金属中間層の有無などに関係なく、使用済みDLCコーティングを除去できることがわかった。

まずアッシング速度について検討しよう。既報【9, 14, 15】でも議論したように、DLC単独のアッシング速度は、7.2 $\mu\text{m}/\text{H}$ であり、通常のホロカソードプラズマ【5】によるアッシング速度（0.5 $\mu\text{m}/\text{H}$ ）の14倍程度できわめて高速である。しかし、クロム中間層が存在する場合には、完全脱膜には成功しているが、そのアッシング速度は1.5 mm/H まで低下する。これは、金属クロムのアッシング速度が律速となっている。既報【5】でも論じているように、通常の酸素プラズマでも、そのイオン密度が小さい場合には、金属中間層を除去することもきわめて困難であることも符牒している。

DLC膜を含む炭素系コーティングのアッシング過程は、高密度酸素プラズマ中の活性化酸素（ O^* ）あるいは酸素イオン（ O^+ ）とDLC中のCとの直接反応による。すなわち、



後述するように、DLC膜より結晶性が高く、緻密な4面体局所構造をとるダイヤモンド膜の場合、同一の炭素膜であっても、酸素イオン・活性化密度を上昇させないとアッシングすることは難しい。言い換えると、アモルファス固体のように、柔構造の物体では反応(1)により容易に炭素と酸素プラズマからの酸素フラックスとの反応が促進するが、緻密な構造ではプラズマ密度の上昇など、プラズマ中の反応核種の制御なしには、高速なアッシングを進めることは難しい。

高密度酸素プラズマアッシングでは、金属（M）は、反応(1)と同様に、



の反応が生じ、一酸化金属（MO）が系外に排気されることで、アッシング工程が進むと考えている。ここで興味深いのは、MOとして中間層（Cr, Wなど）が除去されていることである。今後、種々の金属コーティングの高密度酸素プラズマエッチング実験を系統的に行い、

MOの実時間測定などから、反応(2)の素過程を記述するとともに、アッシング速度増大への酸素プラズマ条件制御の影響を調査する。

5.2 プラズマアッシング制御性

酸素分圧に加えて、DCバイアス面上の試験片位置によってDLC膜のアッシング挙動が大きく変化することは、チャンパー内におけるプラズマ状態に、空間電位分布が大きく影響していることを示唆している。既報【9, 11】において、光学ガラス成形用のDLCコーテッド金型のDLC膜アッシングプロセスでは、磁界レンズを用い、その集光プラズマを利用するため、DC印加プレートの中心に設置した。この場合は、レンズ型材（超硬製）表面のDLCコーティングおよびタングステン中間層をアッシングすることに成功した。

本研究のような棒状の工具では、図2の配置そのままでは、上述したように、酸素プラズマにより反応が進まない工具刃の裏面など、影の部分が生じることになる。すなわち、レンズ金型表面など、上部から酸素プラズマフラックスがそのまま反応に寄与する場合と異なり、棒状の工具全体を酸素プラズマが覆うためには、空間電位分布が変化している部位を利用する。

図2の実験系では、それがDC印加プレートのエッジ近傍になり、工具形状全体を高密度プラズマ状態におくことができる。実際、真空チャンパーを電氣的に中立として3次元電磁場解析を行うと、双極子電極とともに、DC印加プレートエッジ部近傍で、大きく電場が変化することがわかる。

5.3 CVDダイヤモンドコーテッド工具への展開

CVDダイヤモンドコーテッド工具は、DLCコーテッド工具と同様に、CFRP（炭素繊維強化プラスチック材料）などの難加工材料のドライ切削に広く使用されている。しかし、ここでもCVDダイヤモンドコーティングのアブレーション摩耗は避けることが難しく、一定の摩耗が検出された段階で、使用済みダイヤモンド膜を完全に除去し、研磨後、再コーティングすることで、工具形状の高品位性を保持し、基材である超硬素材を再利用することが求められている。

基材に損傷を与えずに効率的にCVDダイヤモンド膜を除去するには、5.2で論じた空間電位分布の制御が不可欠である。真空チャンパー内での空間電位分布を制御する方法には、永久磁石あるいは磁化部品の配置による制御【16】およびICP（Inductively Couple Plasma）【17】

などのように外部磁場あるいは電界による制御が考えられる。前者に関しては、発生したプラズマフラックスの制御に有効であることを実証している。後者に関しては、電氣的に中立な真空チャンバーに対して、双極子電極で発生したRFプラズマを、所定の部位に閉じ込める方法が有用であることを見出した【18】。この場合、ICP以上の電子密度である $4 \times 10^{16} \text{ m}^{-3}$ を達成している高密度プラズマ状態をさらに高密度化させ、その電子密度を、 $1 \times 10^{18} \text{ m}^{-3}$ オーダーまで高めることができる。

このプラズマ姿勢制御を用いることで、これまで膜除去が困難とされてきたCVDダイヤモンドコーテッド工具の酸素プラズマアッシングが、生産規模としても可能となる。特に、本研究でも実証したように、DLC膜あるいはCVDダイヤモンド膜を完全にアッシングし、除去しても、その超硬基材の材質および工具としての形状機能を損なうことがない。

今後、この技術を一般的な手法として生産プロセス化するために、上述の3次元電磁場解析シミュレーションを進めるとともに、プラズマ状態を記述するシミュレーションを行うことで、工具形状に適したプラズマ姿勢制御法およびプロセスを提案していく。特に、多数本のCVDダイヤモンドコーテッド工具の処理を念頭においた高密度プラズマ姿勢制御法を確立していきたい。

6. 結論

DLCコーテッド工具あるいはDLCコーテッド金型は、基材として超硬を利用していることが多く、資源の有効活用をはかる元素戦略的にも、基材のリサイクルが重要となる。それに加えて、初期の工具素材に付与した機能形状を、工具・金型の利用期間中に担保するためにも、工具・金型基材の損傷を最小限に保つことがきわめて重要となる。この2つの要件を満足するには、コーテッド工具・金型を定期的にメンテナンスし、使用済みのDLC膜を完全に除去し、研削・研磨後に再コーティングして、工具・金型基材を再利用することが、大前提となる。

すでに既報において、DLCコーテッド金型に関して、超硬型材のリサイクル性の可能性を実証した。本研究によって、高密度酸素プラズマアッシングにより、アルミ合金のドライ切削用DLCコーテッド工具においても、工具の基材のリサイクルができることを証明した。文献【19】で議論されているように、持続的社會におけるものづくりでは、その手段となる工具・金型基材のリサイクル・省資源・低コストが基本となる。本研究で実証したアッシング手法は、そのためのキー技術である。その

適用範囲を拡大することで、工具・金型基材である超硬材などをリサイクルし、その形状機能性を担保することで、使用資源の有効活用をはかることができる。

プロセス開発研究で見出した、酸素プラズマアッシングの姿勢制御の重要性は、酸素プラズマの高密度化とともに、今後のプラズマアッシング・エッチングプロセス開発の中で検討していきたい。特に、CVDダイヤモンド膜のアッシングでは、DLC膜の脱膜速度を凌駕する速度で、超硬工具のオリジナル表面性状を担保しつつ処理するプロセスを開発する。次世代のダイヤモンド膜金型および微細工具の作製への、CVDダイヤモンド膜のエッチングプロセスの開発も進めたい。

【謝辞】

本研究において、DLC膜のアッシング実験ならびに再コーティング工具によるドライ切削試験などにおいて、正木詠二郎君（現、日立電線株）、藤原氏・石川氏・守本氏（グリーンツール株）および松岡博士（松岡技術研究所）の協力を得た。さらにプラズマ診断などに関しては、本学・地域環境専攻・博士1年、E.E. Yunata 君の協力も得た。ここに感謝の意を述べる。なお本研究の一部は、大学間連携研究（#411419）ならびにエスアイ・テック研究（#411501）による。

【参考文献】

- [1] G. Cole, A. Glove, R. Jeryan, & G. Davies, *Steel World*, 2, (1997) 75-83.
- [2] S. Gangopadhyay, R. Acharya, A. K. Chattopadhyay, V. G. Sargade, "Effect of cutting speed and surface chemistry of cutting tools on the formation of burr or bue and surface quality of the generated surface in dry turning of AA6005 aluminum alloy," *Machining Science Technology*, 14(2), (2010) 208-223.
- [3] <http://au.ibtimes.com/articles/457503/20130416/iphone-5s-samsung-galaxy-s4-note-3.thm>. (19/04/2013)
- [4] M. Zolgharni, B.J. Jones, R. Bulpett, A. W. Anson, J. Franks, "Energy efficiency improvements in dry drilling with optimized diamond-like carbon coatings," *Diamond and Related Materials*, 17 (2008) 7-10.
- [5] T. Okimoto, T. Kumakiri, H. Tamagaki, "Application of hollow cathode plasmas to SiOx coating," *Future: Advanced thin film technology in Research Report of KOBELCO*. 52 (2) (2002) 13-18.
- [6] T. Aizawa: "Micro-patterning onto diamond like carbon coating via RF-DC oxygen plasma etching," *Proc. 5th SEATUC Conference (2011, Hanoi)* 425-428.
- [7] 相澤龍彦, 杉田良雄, 「高密度プラズマ技術による炭素系素材のエッチング・アッシング」, 芝浦工大研究報告理工系編. 55-2 (2011) 13-22.
- [8] T. Aizawa, N.T. Redationo, E.E. Yunata, "Plasma etching with metallic masking for micro-patterning onto DLC coated mold-die," *Proc. 4th Asian Workshop on Nano/Micro Forming*

- Technology (2011, October, Toyohashi).
- [9] 相澤龍彦, 福田達也, 「酸素プラズマエッチング加工による炭素系膜への微細パターン形成」, 芝浦工業大学研究報告理工系編. 56-2 (2012) 47-56.
- [10] T. Aizawa, K. Mizushima, T.N. Redationo, M. Yang, "Micro-imprinting onto DLC and CNT coatings via high density oxygen plasma etching," Proc. 8th ICOMM Conference (2013, Canada, Victoria) 459-466.
- [11] 相澤龍彦, 福田達也: 「高密度酸素プラズマエッチングによるマイクロテクスチャ金型の創成とそのマイクロエンボス成形への展開」, 芝浦工業大学研究報告理工系編. 57-1 (2013) .
- [12] T. Aizawa T. Fukuda, "Oxygen plasma etching of diamond-like carbon coated mold-die for micro-texturing," Surface and Coatings Technology, 215 (2013) 364-368.
- [13] T. Aizawa, E. Masaki, Y. Sugita, "Oxygen plasma ashing of used DLC coating for reuse of milling and cutting tools," Proc. Int. Conf. Mater. Process. (MAPT-2013) (2013, BKK) 15-20.
- [14] T. Aizawa, E. Masaki, Y. Sugita, "Complete ashing of used DLC coating for reuse of the end-milling tools," Manufacturing Letters 2 (2014) 1-3.
- [15] T. Aizawa, E. Masaki, E. Morimoto, Y. Sugita, "Recycling of DLC-coated tools for dry machining of aluminum alloys via oxygen plasma ashing," Mechanical Engineering Research 4 (1) (2014) 52-62.
- [16] 相澤龍彦, 外 2 名, 「薄膜形成方法および薄膜形成装置ならびに被膜を形成した被処理物、金型および工具」 PCT/JP2012/5957 (2012).
- [17] U. Cvelbar, N. Krstulovi, S. Miloševi, M. Mozeti, "Inductively coupled RF oxygen plasma characterization by optical emission spectroscopy," Vacuum, 82(2), (2007) 224-227.
- [18] E.E. Yunata, T. Aizawa, D.J.H. Djoko Santjojo, "Characterization of hollow cathode plasma for etching and ashing processes," Proc. 8th SEATUC Conference (2014, UTM, Johor Balu, Malaysia) CD-ROM.
- [19] J.M. Allwood, J.M. Cullen, Sustainable materials. UIT (2012).

本論文は, 2013 年 6 月タイ・バンコクで開催された International Conference on Materials Processing Technology の基調講演 "Oxygen plasma ashing of used DLC coating for reuse of milling and cutting tools" (査読付き論文) を基に, 編集・実験結果の網羅をするとともに, リサイクル技術として必要な再コーティング工具によるドライ切削実験結果を充実させ, また CVD ダイヤモンド工具のアッシングへの展開を示したものである.

(2014 年 3 月 21 日受付)