

## 論文の内容の要旨

### 論文題目 走行ワイヤ工具による金属材料の3次元観察装置

氏名 平尾 篤利

#### [目的]

本研究では、材料の3次元構造図および3次元材料分布図を構築できる加工・観察システムを開発することを目的としている。

#### [背景]

放電加工分野において、表面改質放電加工を工具や金型へ適用することで、寿命などを大幅に向上させることが研究されている。最近では、ジョット機のタービンブレードへ表面改質放電加工が展開されている。これらの新しい複合機能材料や表面改質された材料内部の組織分布や内部構造を観察することは、新規材料の開発や材料の特性評価において必要不可欠である。

試料の内部観察に関しては、生体に対する3次元内部観察や臨床検査として広く用いられている。一般的に、生体試料の観察および臨床検査の大きな特徴は、観察試料を生きたまま観察する必要がある点である。このため、内部の観察方法には非破壊法が広く用いられている。観察装置も多岐に渡り、様々な用途によって使い分けられている。

一方、これらの非破壊法による観察装置と対比させるものに、試料表面を露出させた後に観察する装置がある。表面を露出させる方法は、非破壊法に対して破壊法と呼ばれている。破壊法は、非破壊法と比べて試料を破壊するため、生きている生物や経時的変化を観察することが出来ないという欠点があり、観察対象物を限定してしまう。しかし、表面を露出させることで、非破壊法では得ることが出来ない情報を得ることが可能であり、非破壊法に比べて、観察装置を選定すれば、高い分解能での観察が容易に行える。表面を観察する装置は、光学顕微鏡、電子顕微鏡、走査型プローブ顕微鏡などに分類される。他に構造や組織観察に、X線顕微鏡、超音波顕微鏡などが用いられている。

表面を露出させることは、表面分析への応用も容易になる。表面分析は、電子、イオン、電磁波などを観察試料に照射し、表面の情報を検出し、解析する。電子線をプローブとする事で、走査型電子顕微鏡(SEM: Scanning Electron Microscope)、透過型電子顕微鏡(TEM: Transmission Electron Microscope)による表面観察以外にも、表面分析が可能になった。X線マイクロアナリシス(EPMA: Electron Probe Micro-Analysis)など、他にも多くの表面分析法がある。

一般に、破壊法は観察試料によって異なった手段を用いる。これは、それぞれ観察試料

の大きさや硬さ、さらに要求する分解能が観察試料によって異なるためである。破壊法による試料作製および表面露出方法は、手作業によるところが大きく、加工量の調整など課題が多い。また、試料作製には、試料の支持に工夫を要し、さらに、前処理が必要である。特に、脆性複合材料などの試料においては、その切断に多大な時間と労力を要する問題や、加工に使用する工具の摩耗やチッピングといった問題を生じる。観察試料によっては、樹脂埋めを必要とするため、観察装置以外にも多くの装置を準備する必要がある。

#### [関連研究]

放電加工の微細加工で広く用いられる、タングステン細線電極工具の断面を観察するにあたり、微細電極を樹脂埋めした後、上面を研磨する手法を用いている。断面観察において、この樹脂埋め後に研磨する方法は、広く用いられているが、加工した際の断面の特定が困難であった。また、これまで硬度が高い生体試料や比較的硬度の低い金属において、微量ずつ切削し、表面の情報を逐次取得し、連続断面画像からの3次元構造の構築が実現している。しかし、タングステンなどの硬度が高い材料を連続的に実施するまでには至っていない。

#### [研究の手段]

本研究では、硬さに依存することなく加工できる放電加工法や、優れた仕上げ面を得ることができる砥粒加工法を複合した加工法を選択的に用いることのできる加工機械の開発を行った。開発した加工機は、走行ワイヤを工具とし、一台の装置で観察試料の作製から仕上げ加工、さらに表面のスライス加工が可能な複合加工機能を備える。また、ワイヤ放電加工法を用いることで、これまで手作業によるところが大きかった加工量の調整などの課題を解決し、樹脂埋めすることなく工具電極の断面情報を取得した。さらに、一台の装置で全ての加工工程および試料観察が実施できる装置へ発展させた。具体的には、試験素材から、数mm程度の任意形状の試料を切り出して、数十 $\mu\text{m}$ 以下の面粗さに仕上げた。その後、作製した試料に対して表面観察および表面分析を実施し、得られる観察記録から材料構造および材料成分の3次元化を行った。

#### [ワイヤ拘束ガイドの効果]

本研究で用いた加工機は、走行ワイヤに市販のワイヤ放電加工機に広く利用されている $\phi 0.2\text{mm}$ の黄銅ワイヤを使用した。走行ワイヤを工具電極に用いた加工機は、常にワイヤが走行しているため工具電極の消耗を考慮する必要が無い。しかし、切り出した試料の表面に筋状の凹凸が形成される問題が発生した。これは、走行ワイヤの振動による影響と考えられた。そこで、この問題を解決するため、ワイヤ拘束ガイドを用いた加工方法を提案し、本加工機に稼動式のワイヤ拘束ガイドを備えた。ワイヤ拘束ガイドを用いた放電加工を実施することで、表面に形成された筋状の凹凸を平面にし、加工精度を向上させることができた。また、ワイヤ拘束ガイドを用いることで、放電加工法と砥粒加工法とを組み合わせた複合加工が可能となった。絶縁性セラミックスに対して、放電加工法と砥粒加工法を連続的に実施することで、加工後に形成された導電性の被膜を除去し、さらに表面を鏡

面にまで仕上げた。

#### [超音波振動付与による加工速度向上]

放電加工法や砥粒加工法は、加工速度に課題を残していた。そこで、超音波振動を工具電極や被加工物に付与することで、加工速度の向上を図った。従来、市販されている超音波加工機は、ノード位置に設けられたフランジを固定する方法が採られている。しかし、本加工機へ超音波振動を適用するには、工具電極の消耗や負荷圧力の影響により共振状態を維持することが困難であった。そこで、先端が尖ったボルト数本で振動体を固定する局所支持法を用いることで、振動体を大きく拘束することなく強固に支持した。実際、放電加工法において超音波振動を適用することで、有効放電数の増大に効果があり、加工速度が約3~4倍向上した。また、この時の超音波振動は、 $1\text{ }\mu\text{m}$ 程度の振幅付与でも数倍の加工速度を得ることが確認された。さらに、砥粒加工法においても超音波振動を付与することで加工速度の増大が確認され、表面粗さに至っては、通常の砥粒加工（ラッピング）と同程度の粗さが得られることが分かった。

#### [3次元構造の構築]

そこで、これまで開発した加工機を用い、加工・観察システムを構築した。まず、ワイヤ拘束ガイドを用いた放電加工法による切り込み量を検討した結果、 $10\text{ }\mu\text{m}$ の分解能で表面加工が可能であった。そこで、表面加工した後、CCDカメラによって加工表面を観察し、2次元の画像情報として保存した。これまで、樹脂埋めを必要としていた微細軸に対して、樹脂埋めすることなく放電スライス加工を実施し、加工・観察を繰り返し実行した。取得した2次元の画像情報を画像解析ソフトによって二値化し、連続した断面画像から微細軸の3次元構造を構築した。断面を順次スライス加工することで、3次元の形状構造を把握し、さらに、3次元の内部構造を確認することができた。微細軸の構造を3次元化することで、瞬時成形した際に発生したと考えられる溶融部の空隙を見い出すことが可能となった。

#### [3次元材料分布図の構築]

次に、材料内部の組織分布の3次元化を実施した。観察試料には、銅・タングステンを用いた。銅・タングステンは、放電加工において低消耗の工具電極として広く用いられており、表面を露出させると、数 $\mu\text{m}$ 程度のタングステン粒子が確認される。数 $\mu\text{m}$ 程度を観察するためには、電子顕微鏡などの高倍率の観察装置を用いる必要があり、本研究では表面観察および表面分析が可能なSEMを用いた。表面分析は、SEM管体に組み込まれているエネルギー分散型X線分光(EDS: energy-dispersive X-ray spectroscopy)を用い、材料の同定を行った。一回のEDS分析には、約20min程度の時間を必要としたため、材料同定した後の材料分析には、反射電子から得られる組成像を用いることとした。また、銅・タングステンの境界を明瞭に観察するには、約5000倍以上の倍率で観察することが望ましかつた。しかし、高倍率の観察には、繰り返し位置精度の問題を生じた。そこで、SEMから出力される凹凸信号を検出し、試料表面に形成した圧痕の位置を特定することに成功した。他にも画像処理による位置補正を実施し、得られた反射電子像の連続断面画像から3次元

材料分布図を構築し、銅・タンゲステンの材料分布を把握することが出来た。

**[将来展望および意義]**

本装置を用いることで、金属材料の3次元構造や3次元材料分布を観察することが出来た。そこで、新規材料の開発や材料の特性を評価するために、本装置を適用することは有効であり意義があると考える。

さらに将来、SEMなどにおける *in-situ* で加工・観察が実現すれば、大幅な時間短縮が可能となり、より高解像度な観察や材料同定によって、新たな発展が期待できる。