

平成21年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「高精度加工用大型ダイヤモンド切削工具の開発」

研究開発成果等報告書

平成22年3月

近畿経済産業局

財団法人関西情報・産業活性化センター

目次

(1)	研究の目的	- 1 -
(2)	研究の概要	- 1 -
(3)	研究体制	- 2 -
第1章	単結晶ダイヤモンド合成装置の開発（株式会社栗田製作所、独立行政法人産業技術総合研究所）	
1. 1)	合成装置の開発	1
1. 2)	ダイヤモンド合成のための電極構造研究	2
1. 3)	導電性付与研究のためのモックアップ装置	3
1. 4)	プラズマ源の検討	3
1. 5)	ダイヤモンド研磨機の導入	4
1. 6)	まとめ	5
第2章	単結晶ダイヤモンド合成技術開発（株式会社栗田製作所、独立行政法人産業技術総合研究所）	
2. 1)	人工ダイヤモンド合成のための高品質成長条件の研究	6
2. 2)	目標10ミリ品を完成するためのCVD成長の実験	8
2. 3)	高品質・高速成長研究	9
2. 4)	10ミリサイズ化	10
2. 5)	導電性付与のための合成条件の確立	11
2. 6)	事業化に向けたステップ	12
2. 7)	まとめ	13
第3章	単結晶ダイヤモンド切削工具（株式会社日新ダイヤモンド製作所、独立行政法人産業技術総合研究所）	
3. 1)	刃長10mm以上CVD単結晶ダイヤモンド切削工具の製作	14
3. 2)	栗田製作所殿支給ダイヤによるCVD単結晶ダイヤモンド切削工具の製作	18
第4章	単結晶ダイヤモンド金型工具（株式会社新日本テック、独立行政法人産業技術総合研究所）	
4. 1)	接合技術の開発	24
4. 2)	微細精密加工技術の開発	24
4. 3)	耐久性比較評価	26
第5章	マイクロ波CVD法による単結晶ダイヤモンド製作（独立行政法人産業技術総合研究所）	
5. 1)	目的	31
5. 2)	単結晶ダイヤモンド合成	31
5. 3)	考察	33
第6章	全体総括	34
	【プロジェクトの管理・運営（財団法人関西情報・産業活性化センター）】	47
	【謝辞】	54

(1) 研究の目的

近年、薄型テレビ・自動車部品、自販機・衣食住商品のディスプレイ用品・アミューズメント機器などの正面パネルや構成部品にアクリル樹脂が大量に使われている。デザインの差別化や大型化が進み、強度確保および魅力的なデザインやイルミネーション効果を狙って、アクリル樹脂の厚みが増大しており、従来の3～4mm厚に代わって5～10mm厚が多く使われだした。その切断面や加工端面は、装飾性や優れた導光性を求めて鏡面仕上げする必要がある。川下加工業者から、工数削減や時間短縮を求めて、10mm幅の端面を「一発鏡面仕上げ加工」できる、大型サイズ（従来の2倍寸）の単結晶ダイヤモンド切削工具の実現を強く要求されている。

本件では入手困難な1cm大の単結晶ダイヤモンドを気相合成法によって安価に安定供給し、その単結晶ダイヤモンドを精密加工し、上記の加工が可能な切削工具を開発する。さらに金型工具として大型単結晶ダイヤモンドの応用展開を図る。

2) 研究の概要

独立行政法人産業技術総合研究所ダイヤモンド研究センター単結晶基板開発チームが所有する、マイクロ波プラズマCVD法を用いた10ミリ角の人工ダイヤモンド合成技術（関連特許を10件出願中）を踏まえて、さらにコスト競争力を強化し且つ安定供給するため、マイクロ波に換えパルス放電を用いた安価な気相合成装置の開発を行う。さらに結晶特性（研磨性、加工性、強度、導電性など）を制御することで、次に述べる切削工具と超精密金型工具に適したダイヤモンド製造技術を確立し、本委託業務終了後には事業化を目指す。

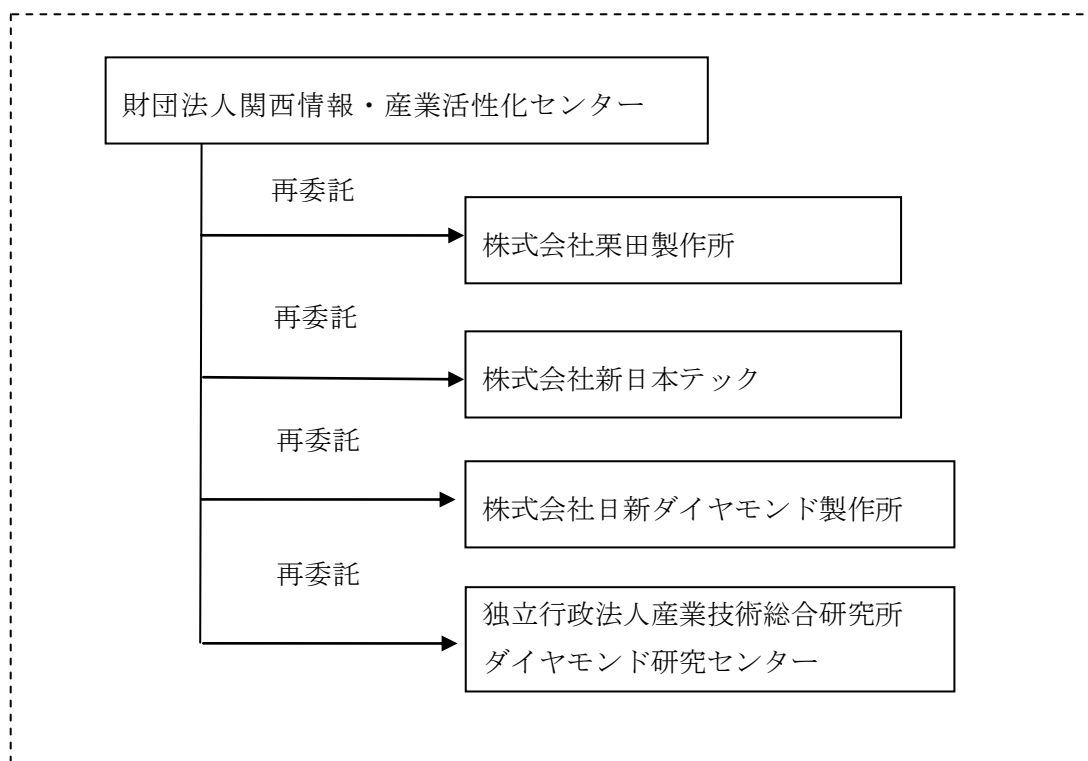
切削工具の開発にあっては、川下企業（アクリル樹脂加工やアルミ加工業）が求める納期短縮と低コスト化の要求に応えるため、刃幅10ミリの単結晶ダイヤモンド工具の実用化を目指す。そのため、大型ダイヤモンドを工具先端に接合する技術の開発、チッピングのない長尺刃先研磨技術、および一発鏡面仕上げのための高精度研磨技術（面粗さ5nm以下）の研究を行う。

超精密金型工具の開発では、川下企業（大手家電、精密コネクタ）の高品質化と低コスト化（金型寿命の長期化）の要求を満足するため、切刃部が単結晶ダイヤモンドであるパンチやダイを研究開発し、現状の多結晶ダイヤモンドおよび超硬（WC）に比べ、超精密化と長寿命化を目指す。大型単結晶ダイヤモンド利用加工技術（ロウ付け技術、放電加工、研削技術、プレス衝撃の緩和層の最適化）を研究する。

(3) 研究体制

(3.1) 研究組織および管理体制

1) 研究組織 (全体)



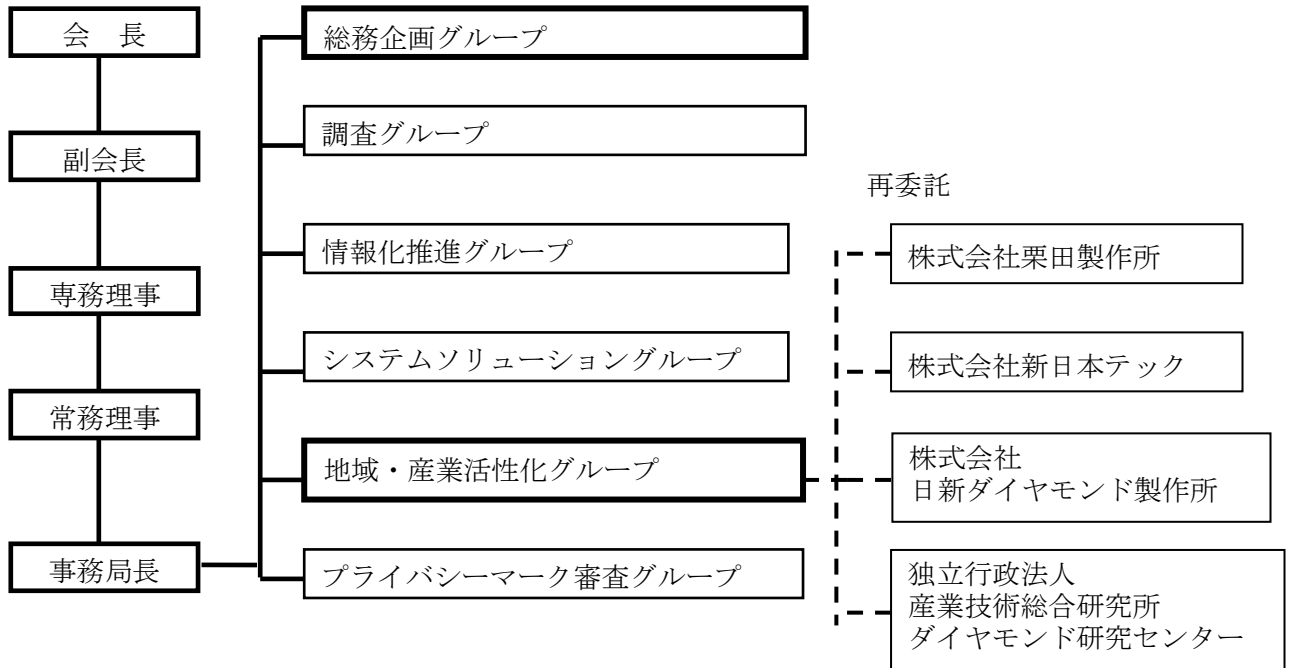
総括研究代表者 (PL)
株式会社栗田製作所
特別顧問・西村 芳実

副総括研究代表者 (SL)
独立行政法人産業技術総合研究所
ダイヤモンド研究センター
単結晶基板開発チーム長・茶谷原 昭義

2) 管理体制

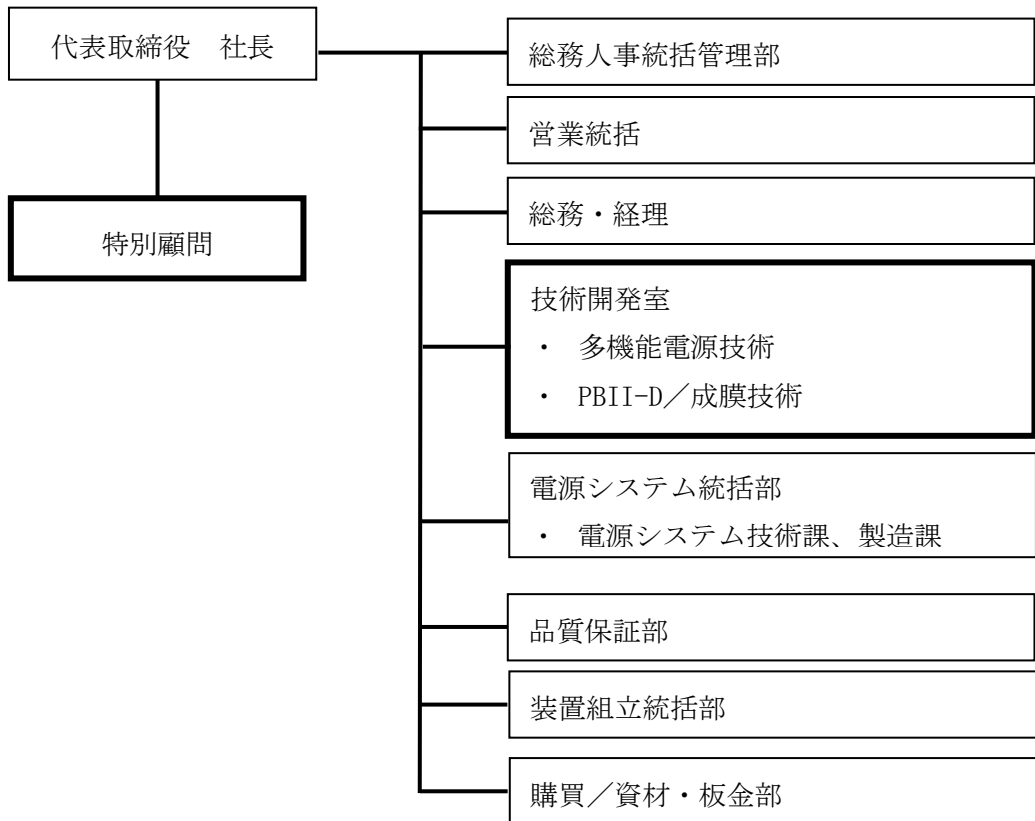
①事業管理者

[財団法人 関西情報・産業活性化センター]

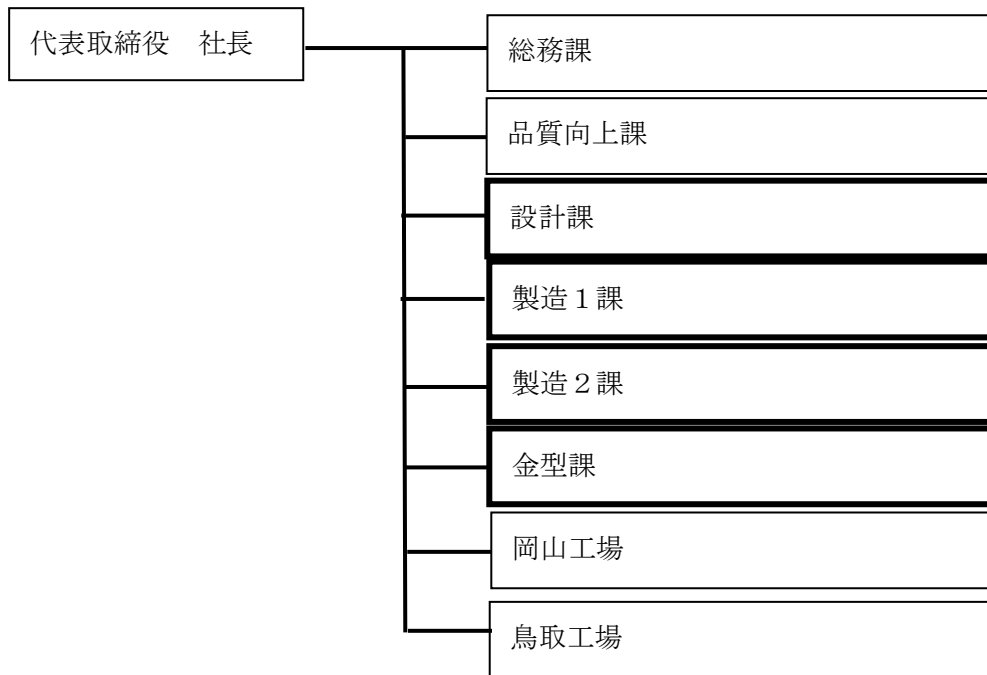


② (再委託先)

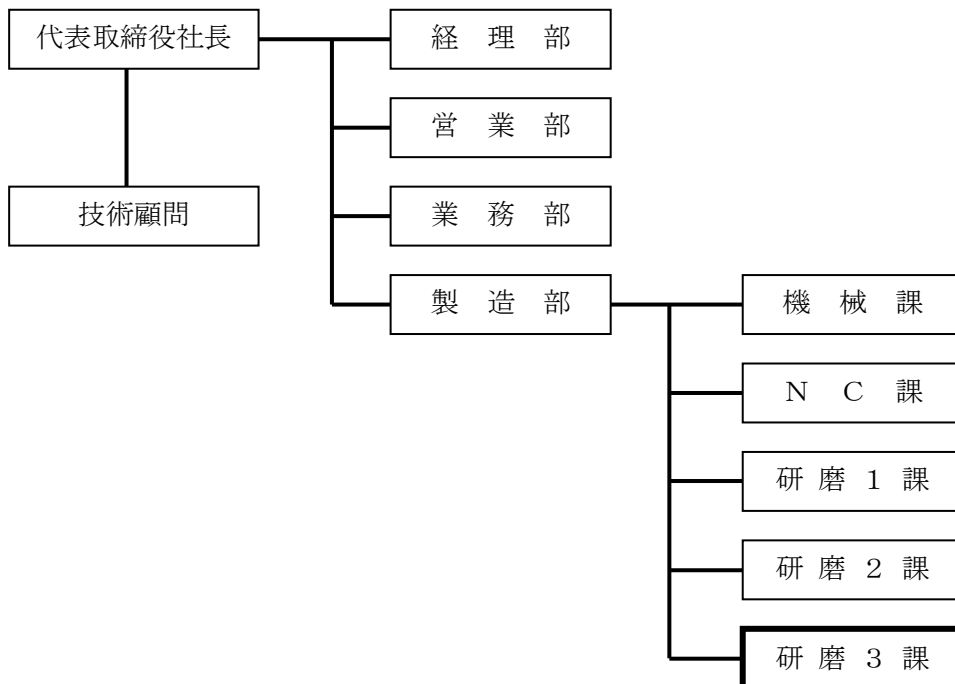
株式会社栗田製作所



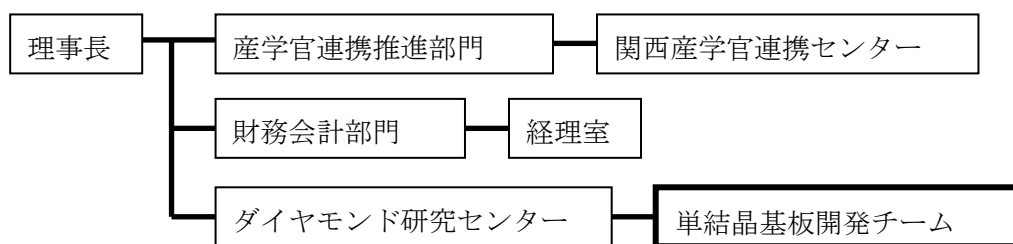
株式会社新日本テック



株式会社日新ダイヤモンド製作所



独立行政法人産業技術総合研究所



(3.2) 管理員および研究員

【事業管理者】財団法人 関西情報・産業活性化センター

①管理員

氏名	所属・役職	実施内容 (番号)
三坂 勝弘	地域・産業活性化グループ チームリーダー	⑤
高鳥 克己	地域・産業活性化グループ 課長	⑤

【再委託先】※研究員のみ

株式会社栗田製作所

氏名	所属・役職	実施内容 (番号)
西村 芳実	特別顧問、技術開発室 多機能電源技術	①、②
篠原 優	技術開発室・PBII-D/成膜技術 課長代理	①、②
柿谷 真一	技術開発室・電源技術開発 部長代理	①、②
堀口 恭光	技術開発室・PBII-D/成膜技術	①、②
大坪 陽	技術開発室・PBII-D/成膜技術	①、②
森 俊江	技術開発室・PBII-D/成膜技術	①、②

株式会社新日本テック

氏名	所属・役職	実施内容 (番号)
和泉 康夫	代表取締役社長	④
古寺 眞治	製造1課 課長	④
山本 隆志	製造1課 係長	④
水戸井 靖夫	製造2課 係長	④
伊内 達彦	製造2課 係長	④
筒井 長	設計課・プレス型設計係	④
岡藤 豊実	金型課 係長	④

株式会社日新ダイヤモンド製作所

氏名	所属・役職	実施内容（番号）
藤田 邦倫	代表取締役社長	③
横井 豊	常務執行役員 ・ 製造部長	③
坂江 信健	研磨3課 課長	③
山田 典弘	業務部長	③

独立行政法人産業技術総合研究所ダイヤモンド研究センター

氏名	所属・役職	実施内容（番号）
茶谷原 昭義	単結晶基板開発チーム長	①、②、③、④
杢野 由明	単結晶基板開発チーム 主任研究員	①、②、③、④
堀野 裕治	産学官連携推進部門 産学官連携コーディネータ	①、②、③、④

実施内容（番号）については、下記参照。

- ① 単結晶ダイヤモンド合成装置の開発
- ② 単結晶ダイヤモンド合成技術開発
- ③ CVD単結晶ダイヤモンドを用いた切削工具の開発
- ④ CVD単結晶ダイヤモンドを用いた金型工具の開発
- ⑤ プロジェクトの管理・運営

第1章 単結晶ダイヤモンド合成装置の開発

(株式会社栗田製作所、独立行政法人産業技術総合研究所)

目的

ダイヤモンド工具は、納期短縮と低コスト化を追求して、10 mm 長の刃幅をもつ切削工具が切望されているが、5 mm を超え、6 mm ~ 10 mm の大型単結晶ダイヤモンドは、天然・人工ともに入手難で超高価である。そのため、栗田製作所と産業技術総合研究所・関西センターは、新開発工法のパルス放電プラズマ方式の安価な合成装置の完成を目指す。

表は、①単結晶ダイヤモンド合成装置の開発、および②単結晶ダイヤモンド合成技術開発の業務内容の工程表を示す。

実施内容	4月	5月	6月	7月	8月	9月	10月	11月	12月	1月	2月	3月
①単結晶ダイヤモンド合成装置の開発	(栗田)モックアップ実験装置で大型用プラズマ源およびダイヤ成長と導電性付与装置の開発											
②単結晶ダイヤモンド合成技術開発	(関西センター) 人工ダイヤモンド合成のための高品質成長条件の探索											
	(導電性付与のための成長条件の確立)						高品質・高速成長研					
	目標の10ミリ品を完成するためのCVD成長の実験						(10ミリサイズ化研究)					

1. 1) ①合成装置の開発

平成 21 年度は平成 20 年度に製作した装置を熟成させながら、関西センターに研究者をほぼ常駐させてダイヤ合成研究を行い、5 mm ~ 10 mm サイズの安定合成を目指した。その実験結果を反映させた装置改良を実施した。前年度に引き続きデジタルオシロスコープ、プラズマプロセスモニタ、放射温度計を用い、波形や成長温度制御、プラズマスペクトルを観測することで、ダイヤモンド合成パラメータをほぼ確定させた。関西センター・ダイヤモンド研究センターから合成技術の指導を受けながら、また、支給して頂いた大型種ダイヤに合成させることが出来るようになった。

図 1. 1. 1 は、産業技術総合研究所・関西センターに設備する合成装置の様子を示す。左は、左斜視でプラズマ電源盤とガス導入制御盤である。中は装置の右側斜視であり、合成のための真空容器が中段に、その上部はパルス電圧印加部である。ここから上部電極に負の高電圧パルスを印加してプラズマ発生をさせている。右の放電様子は、下部電極に 9 ミリサイズのダイヤモンドを位置させて、合成過程のダイヤモンドの赤熱の様子である。合成温度 1050℃前後に安定させている。右下は、CVD 合成後に、種ダイヤモンドから合成部を剥離したダイヤ基板である。現在、ダイヤモンド合成装置は手動運転であり、従って研究者が常駐する必要があるが、ダイヤモンド合成ができる装置になった。

現在は、栗田製作所では習得した合成パラメータを自動運転できるように、全自動プログラム装置の開発に取り組み始めている。



図 1. 1. 1 合成装置とプラズマ

1. 2) ダイヤモンド合成のための電極構造研究

電極構造開発では大型品（9～10 ミリ角）化のための、上部パルス放電プラズマ電極および大型対応の下部電極構造開発を実施した。今年度は、プラズマをグロー放電状態に維持させる（アーク放電を出来るだけ避ける）ために、パルス放電周波数を 40kHz から 80kHz に上昇させた。

また、基板の大型化に伴いまず問題になったのがダイヤモンド基板の冷却である（1050℃ 近辺の精度良い維持）。ダイヤモンド基板面積の増加によりプラズマからの放射を受けダイヤモンド基板への受熱が増加する。ダイヤモンドの大面積化により冷却面積も増加しているが、基板の温度は上昇する傾向にあった。プラズマへのパルス供給電力を落とさずに、基板温度を合成条件に保つ必要があり、そのため基板ホルダーの冷却能力を強化した。上部と下部電極の水冷シャフト、及びその電極の適正化を行った。

図 1. 2. 1 の左図は、従前の小型ダイヤモンド合成用のシャフトで、それ自信の冷却を主な目的とした機構であった。右図は改良後で、上部放電電極の冷却を効果的に行えるように、電極直径を大型化すると共に、水冷流路を工夫して冷却能力を高めた構造とした。



図 1. 2. 1 改良前電極と改良後の電極

図1. 2. 2は、電極冷却構造の進化とプラズマの様子である。左橋は、従来の小型サイズの合成時のプラズマの様子で、改良前故に上側電極の赤熱が見られる。

中央は、冷却構造を進化させたもので、上部電極の赤熱が見られなくなっている。

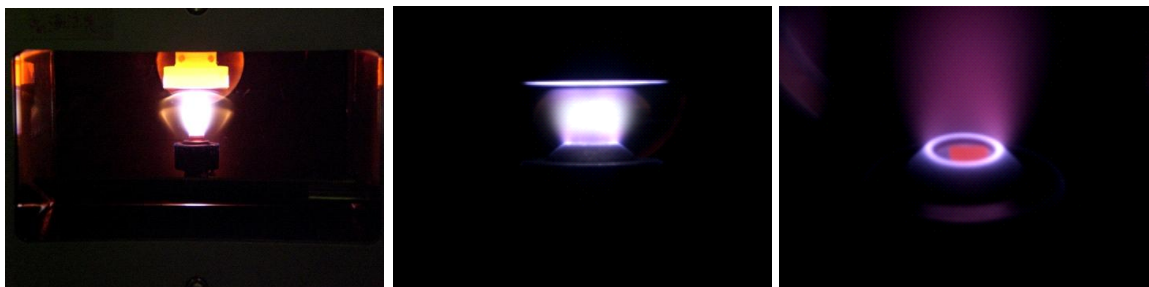


図1. 2. 2 合成中プラズマ状態

そのため、下部のダイヤモンド合成部への熱放射が激減され、ダイヤモンド種基板の温度制御が精度良く行えるようになった。

右端は、大型サイズ（9 ミリ角）の種ダイヤモンドを用いた CVD 合成の様子で、中心部にダイヤモンドの赤熱の状態が見られる。このように上部電極の赤熱が無くなり、放射温度計への余計な情報を無くすことができた。そのため、ダイヤモンド合成表面の温度計測が正確に計測出来るようになり、安定合成のパラメータを安定に制御と維持することが可能になった。

単結晶ダイヤモンド合成技術については、第2章で詳述する。

1・3) 導電性付与研究のためのモックアップ装置

さらに、ダイヤモンドの形状加工を容易化するための導電性因子付与方法を研究した。栗田製作所に設置するモックアップ装置の改良を実施し、導電性ダイヤモンド付与装置の開発をおこなった。そのため、あらたに研究員を雇用した。

導電性付与研究にあつて、まず、栗田製作所のモックアップ装置に、関西センターでのダイヤモンド合成パラメータを移植した。導電性付与のためのボロン種は、TMB（テトラメチルボロン・ホウ酸トリメチル）とホウ酸を検討した。ホウ酸トリメチルは常温常圧で液体であり、加熱して蒸気圧を高めマスフロで流量制御を行い真空チャンバー内に導入した。ホウ酸は、アルコール希釈した上で、水素ガスでキャリアする方式を検討した。社内のモックアップ機の改良から、ダイヤモンド合成時にボロンドープの試験が可能になり、ボロンドープ試験を実施した。実験の結果、ボロン源にはホウ酸トリメチルを用いた場合に導電性付与に成功した。

1. 4) プラズマ源の検討

ダイヤモンド成長のガス圧範囲である 10 ~ 30 kPa において、プラズマを安定して長時間にわたり連続点灯させるプラズマ源の電極構造の検討を行った

図1. 3. 1は、栗田製作所に設備するモックアップ装置の様子である。左図は、装置の左斜視であり、ガス系およびパルス電源と制御系である。中図は、真空容器とガス循環系・ガ

ス流量制御系である。右図は、今年度に導入したダイヤモンド研磨機と研磨の作業中様子である。

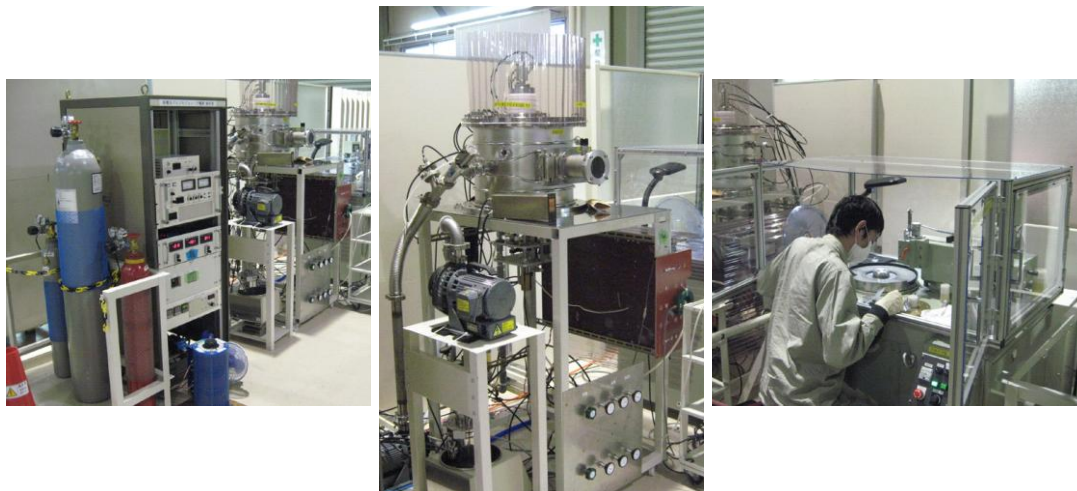


図1. 3. 1 社内モックアップ装置

1. 5) ダイヤモンド研磨機の導入

ダイヤモンド合成研究を効率化するために、ダイヤモンド研磨機を導入し、成長面の精度の良い研ぎ出しや、種ダイヤの再生研磨を可能にした。実験過程において、種ダイヤからの合成不具合が発生したとき成長を中断し、不具合面を再生研磨して除去し、さらに再合成させることが可能になった。また、種ダイヤ面を可能な限りに(100)面に研磨して安定合成と高品質化研究を進めることができる。

図は、栗田製作所の設備したダイヤモンド研磨機（スカイフ盤）で、1時間当たり10 μ m程度磨くことができる。



図1. 4. 1 ダイヤモンド研磨機と作業様子

1. 6) まとめ

平成 21 年度は、プラズマ電源の高周波化とプラズマ電極の熟成をおこない、新開発工法のパルス放電プラズマ方式の単結晶ダイヤモンド合成装置を完成に近づけた。

昨年度の 3～6 ミリ角から、今年度は 9～12 ミリの種ダイヤを用いた成長実験ができる装置にすることができた。さらに、事業化に向けた自動化装置開発に着手している。

第2章 単結晶ダイヤモンド合成技術開発

(株式会社栗田製作所、独立行政法人産業技術総合研究所)

目的

平成 21 年度は、平成 19 年度に設備したパルス放電プラズマ方式を改良しつつ、その装置を用いて、実際の種ダイヤモンドを用いた合成研究と大型ダイヤの合成研究をおこなった。

上期は、再現性のある安定な合成技術習得、下期は目標の大型 10 ミリサイズの合成研究、および導電性付与技術の研究を実施した。ダイヤモンド合成時の安定合成パラメータの抽出、結晶欠陥の抑制技術、高速合成に主眼をおいた。作製したサンプルダイヤを切削工具に加工して、切削試験を行うなど、本プロジェクト終了後の事業化に向けた課題抽出とその解決を目指した。

2. 1) ②人工ダイヤモンド合成のための高品質成長条件の研究

昨年度に成功した 3mm 角基板への単結晶合成 (図 2. 1. 1) を、6mm 角・9mm 角・12mm 角までの大型基板へ適用し、6mm 角・9mm 角については安定合成条件を確立した。

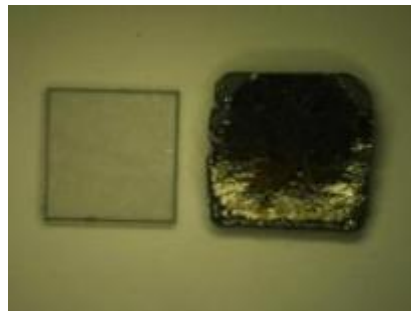


図 2. 1. 1 昨年度成果 3mm 角基板への単結晶合成
左：種基板 右：成長厚さ 840 μ m まで単結晶合成させたダイヤ

昨年度の 3 ミリサイズ用の電極構造で、種ダイヤ側電極のみを大きくして成長させた 6 ミリ角基板は合成初期から多くの異常核が発生し、継続して合成させることができなかった。

そのため、電極構造の冷却能力強化、およびプラズマの高周波化の改良を行った。その結果、プラズマ電力を投入できるようになり、加えてダイヤモンド種基板の温度精度の制御が上手く行えるようになり、異常核の抑制が出来るようになった。

図 2. 1. 2 は、電極水冷機構改良前後 (左：改良前 右：改良後) の 6 ミリ角ダイヤ合成表面の比較である。右側の改良後は、左の改良前に比して、少量の異常核があるものの、その数を増やすことなく連続して合成させることができ、その厚さは 872 μ m であった。



図 2. 1. 2 電極水冷機構改良前後の 6 ミリダイヤモンドの合成表面の比較
左：改造前 右：改造後

また、図 2. 1. 3 は、試験合成した 6 ミリダイヤモンドの切削工具への適用例で、作成した 6 ミリ角基板のサンプルを（株）日新ダイヤモンド製作所にて、エンドミル工具刃先への適用した事例である。この試作した工具で、アクリル樹脂加工と CFRP（炭素繊維強化樹脂）の切削試験加工を行い、双方ともに良好な結果を得ることができた（詳細は 3 章の（株）日新ダイヤモンド製作所を参照）。

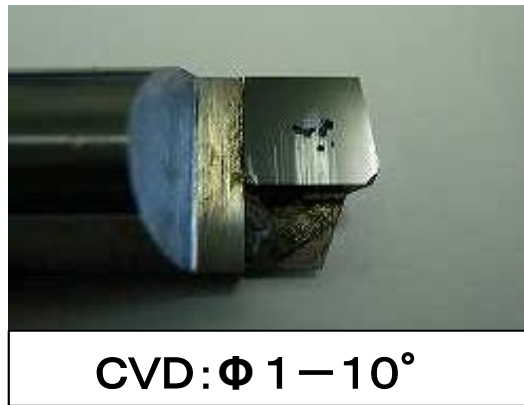


図 2. 1. 3 6 ミリダイヤモンドの切削工具への適用

2. 2) 目標の10ミリ品を完成するためのCVD成長の実験

6ミリ角から9ミリ角への移行でも同様の問題が発生した。これ以上の大幅な冷却強化は難しく、装置的な改良は無理なので、ここでは α パラメータ（後述）の制御による条件の改善を試みた。

α パラメータとは、(100)面および(111)面の合成速度を V_{100} 、 V_{111} とすれば、 $\sqrt{3} \times V_{100}/V_{111}$ で定義される合成速度比である。

α パラメータは、合成温度、水素に対するメタン濃度によって変化することが知られており、 $\alpha=3$ 程度の条件では異常核発生のない(100)面合成が維持できる。 α パラメータは装置依存性が大きいので装置ごとに最適な条件を探索する必要がある。

目標の10ミリ品を完成させるために、種ダイヤの(100)面でのメタン流量の違いによる合成表面の変化を観察し、条件の最適化を行った。具体的には、水素流量(500sccm)、メタン流量(2%・10sccm)、窒素(5sccm)と、水素流量(500sccm)、メタン流量(5%・25sccm)、窒素(0.7sccm)の条件について比較検討を行った。

図2. 2. 1は、9ミリ角基板でメタン流量の差による、左(メタン流量2%で厚さ1mmまで成長)、右(5%条件で厚さ約400 μ まで成長)合成表面の差異である。2%の条件での10mm角基板は、合成に伴い異常核が増加し、厚さ1mmに到ると表面の約30%が異常核で覆われた。一方、新パラメータのメタン流量5%条件は、ピラミッド型の異常核成長が少なくなり、滑らかな表面成長が見られるようになった。

図2. 2. 2は、メタン流量の差による(左:2%条件での合成表面、右:5%条件)合成表面の拡大である。それぞれ合成厚みや温度条件が異なるため単純比較はできないが、傾向が比較できるようになった。

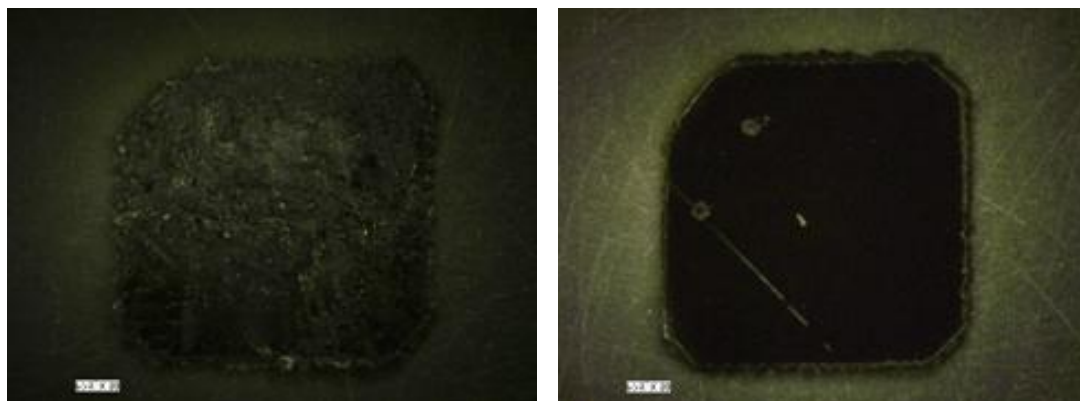


図2. 2. 1 メタン流量による変化

左:2%で厚さ1mmまで合成、右:5%条件で厚さ約400 μ まで合成

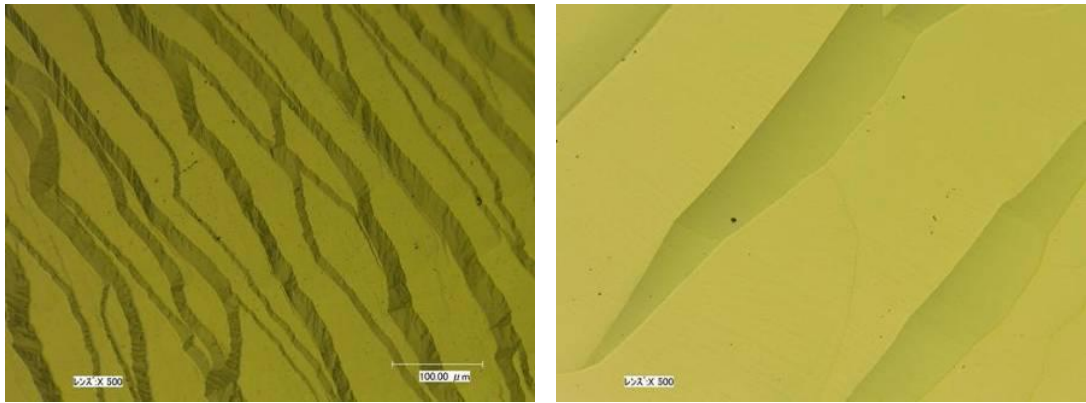


図2. 2. 2 メタン流量による変化
左：2%条件での合成表面、右：5%条件での合成表面

2. 3) 高品質・高速成長研究

高品質・高速成長研究において、新たな問題として、種基板と合成部分の残留応力による割れの問題が発生している。残留応力については産総研でも研究中の課題であり、発生原因や評価方法についても検証中である。現在できる対策は、種基板と新たな合成部分の合成条件をそろえることや、加熱と冷却に時間をかけて応力除去を行うことが挙げられる。

図2. 3. 1は、CVD 成長時の残留応力による合成面の割れと、種基板のひび割れの様子である。左は合成部分で種基板との剥離後の割れたもの、右は種基板で数本のクラック（黒い帯状）が発生している。この課題は、補完研究で解決する必要がある。



図2. 3. 1 残留応力による基板の割れ
左：合成部分（厚さ約 200 μ m）成長面、右：種基板剥離面

2. 4) 10ミリサイズ化

栗田製作所の研究員を関西センターにほぼ常駐させて研究を推進し、10ミリサイズに向け、9ミリ角および12ミリの種ダイヤを産業技術総合研究所・関西センターから支給を受けて、大型品のCVD条件の探索を行った。

図2. 4. 1は、9ミリ角の合成様子で、ダイヤモンド研磨機で再生して実験を繰り返した。繰り返し合成試験を行い条件がほぼ固まり、最終的に研磨面からの合成厚み800 μ まで成長させることができた(レート50 μ /h)。今では、10mm角の実験を数多くこなし、高い確率で安定合成を行えるようになっている。

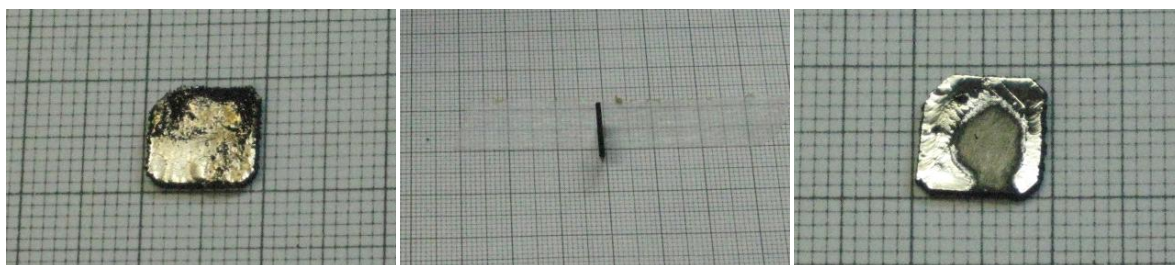


図2. 4. 1 9ミリ角の成長様子

図2. 4. 2は、長辺12ミリのサンプルで、産業技術総合研究所から支給を得て、その合成実験を行っている。12ミリサイズは実用に供するまでの品質に至っていないが、その合成に目処をつけることができた。

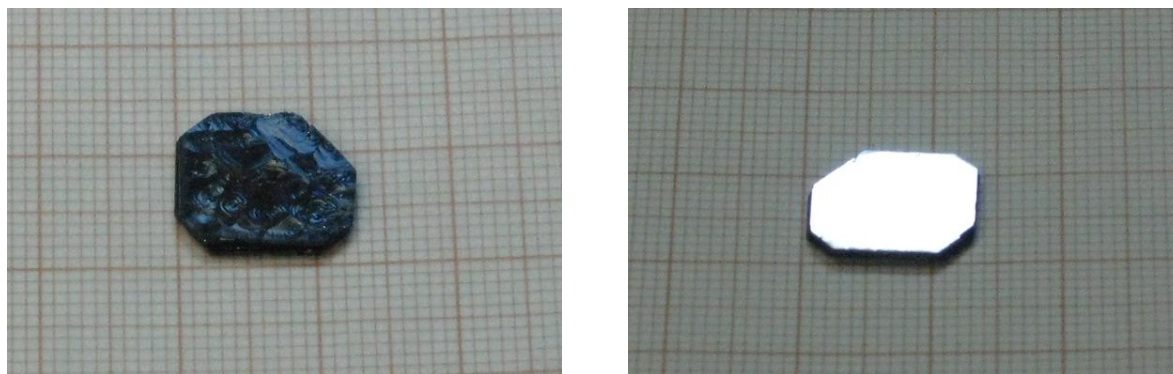


図2. 4. 2 長辺12ミリのサンプル

2. 5) 導電性付与のための合成条件の確立

単結晶導電性ダイヤモンド合成は、栗田製作所に設置するモックアップ装置で、3ミリ角のダイヤの表面に、ボロン源にはホウ酸トリメチルを用いて実施した。ホウ酸トリメチルは常温常圧で液体であり、加熱して蒸気圧を高めマスフロで流量制御を行い真空チャンバー内に導入した。図2. 5. 1は、ガス種に水素 (500sccm)、メタン (25sccm)、ホウ酸トリメチル (0.15sccm) を用いたプラズマの様子であり、図2. 5. 2は、ボロンドープ成長させた3ミリ角のダイヤモンド表面である。その合成厚さは $9\mu\text{m}$ であった。光学顕微鏡での目視観察では良好な合成表面を得た。

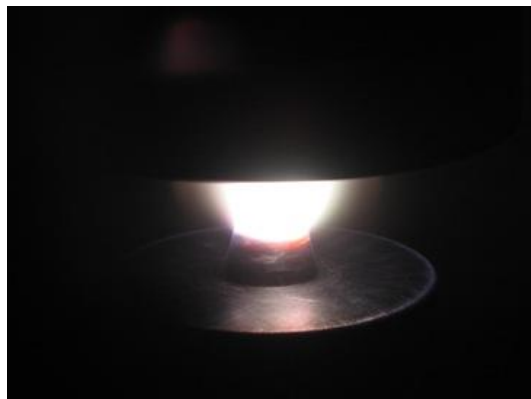


図2. 5. 1 プラズマ発光

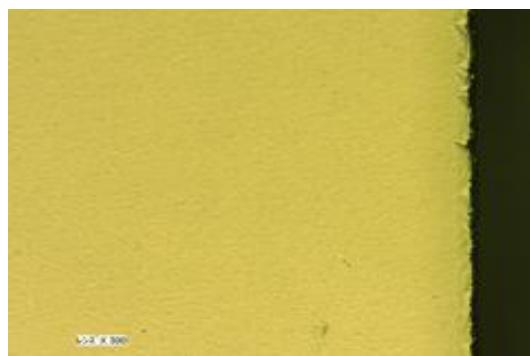
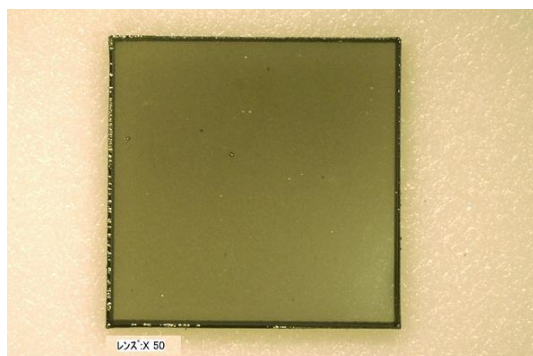


図2. 5. 2 ボロンドープダイヤモンド合成表面

図2. 5. 3は、作成したボロンドープダイヤ面に、500V メガーとテスターを用い抵抗値の測定の様子である。左から、ボロンドープダイヤモンド・窒素添加ダイヤモンド・スミダイヤの順に測定した。ボロンドープ品に導電性があることを確認し、他は非導電性（絶縁状態）であった。その抵抗値は概ね $200\text{k}\Omega$ の抵抗を示し、ボロンドープ面を合成させることに成功した。この導電性がボロンに起因するものであること、およびその結晶構造の検証を行うことにしている。得られた導電性はまだ抵抗値は高く、ワイヤーカット放電加工に適するまでには至っていない。しかし、この導電性付与技術を進化させながら工業所有権を主張する予定である。今後は、さらに低抵抗化の課題解決と共に、ワイヤーカット放電加工側の改良（放電加工側のプラズマ電源の適正化）と併せて、技術ノウハウの確立に向けた補完研究を継続する。

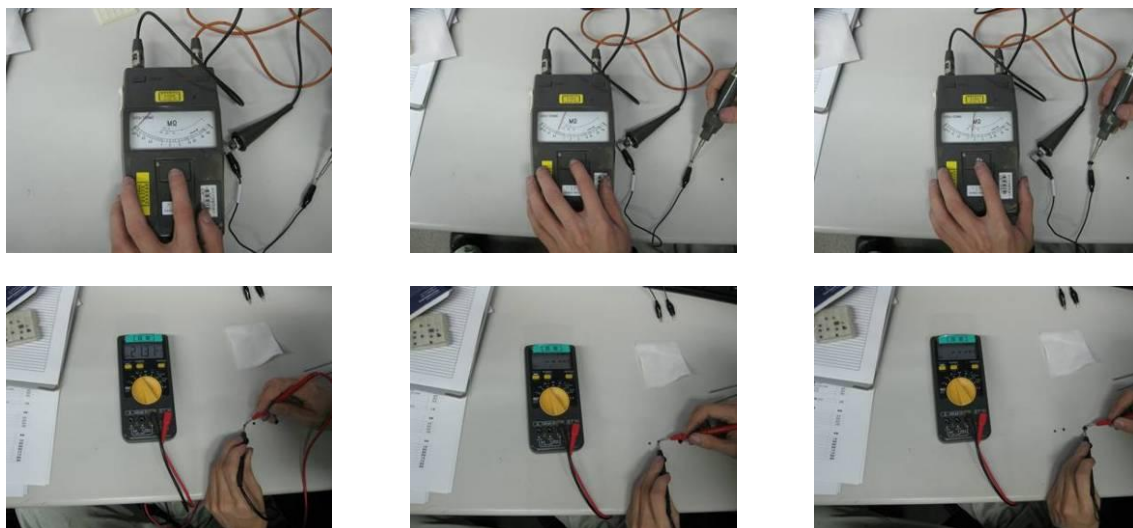


図 2. 5. 3 各種ダイヤモンドの絶縁抵抗の測定

上段：500V メガーによる絶縁抵抗の測定

下段：テスターによる抵抗値の測定

左：ボロンドープダイヤモンド 3mm 角

中：窒素添加ダイヤモンド 3mm 角

右：スミダイヤモンド 6mm 角

2. 6) 事業化に向けたステップ

H21年6月21日サポイン第1回技術委員会を開催し、いままでの各社の技術開発成果の中間報告を総括した。その報告から、サポインにおけるこつこつと改善・改良を重ねた研究成果及び、今年（最終年度）の成果を想定すれば、事業化段階に進むことができると確信した。

サポインのプロジェクトマネージャーとして、事業化するまで仕掛けるのが使命と感じ、工業用ダイヤモンドの安価且つ安定供給の新規事業を、新連携プログラムの支援を受けて、強力に押し進めるべきと判断した。

そのため、H21年6月29日 中小機構の、阿部アドバイザー・菊谷 新連携プロジェクトマネージャーに相談。その後、新事業のダイヤモンドマーケティング、新連携体の構築、事業計画の考案、等の準備から新連携の計画書作製を開始した。

その後、中小機構プロジェクトマネージャーと10回のディスカッションを重ねて、「新開発装置工法による6～10ミリ角単結晶ダイヤモンド板材の製造販売事業」の認定申請書を作製する事ができた。平成21年12月25日に正式認定申請を提出、平成22年1月26日に新連携（異分野連携新事業分野開拓計画）の認定を得ることができた。

現在、補助事業新事業活動促進支援補助金（新連携支援事業）の交付を受けるために、書類申請している段階まで、進んでいる。平行して、栗田製作所ではダイヤモンド合成の事業化にむけたプロジェクトを遂行している。

2. 7) まとめ

産業技術総合研究所・関西センターから、大型種ダイヤの供給を受け、大型サイズ CVD ノウハウの指導を受けて、10～12 ミリの大型ダイヤを低コストで合成できるようになり、事業化の可能性を見つけることができた。

ダイヤ研削盤を導入したので、種ダイヤ面を可能な限りに(100)面に研磨して安定合成と高品質化の技術習得ができた。また、合成に失敗したダイヤを再研磨することで、効率よく繰り返して実験できるようになった。

合成したダイヤモンドを日新ダイヤモンド製作所にサンプル供給を行い、切削工具に加工することができた。さらに、製作した工具で、切削試験を実施し、その切削性能を確かめることができた。

導電性を付与したダイヤ合成サンプルを作製することができた。導電性を付与したサンプル(抵抗値 200 k Ω)を新日本テックに支給して、その加工性を調査した。その結果は、ダイヤの導電抵抗値が高くて、放電加工には適さなかった。この導電性付与技術は、さらに補完研究を行いながら産業財産権の申請を行うことにしている。

これらの研究実績成果から、次ステップの事業化プロジェクトである新連携事業に進むことができた。

第3章 単結晶ダイヤモンド切削工具

(株式会社日新ダイヤモンド製作所、独立行政法人産業技術総合研究所)

3. 1) 刃長10mm以上CVD単結晶ダイヤモンド切削工具の製作

3. 1. 1) 目的

刃長10mm以上CVD単結晶ダイヤモンド切削工具の製作

3. 1. 2) 内容

産総研より大型CVD単結晶ダイヤモンドを2枚支給して頂き、刃長10mm以上のCVD単結晶ダイヤモンド切削工具を製作、及び製作した工具の亚克力板切削テストを行った。

3. 1. 3) 工具の製作・切削テスト

①支給ダイヤ異常核レーザー除去加工

昨年度の結果から、素材の外周部の異常核が原因で上面ラップ時に研磨筋ができることがわかっている。研磨筋のある部分を逃げ面加工すると、切り刃稜線にチッピングができてしまうのでラップ前に除去する必要がある。昨年度までは砥石で研削して異常核除去しており非常に時間がかかったが、レーザーで除去加工することで劇的に早くなった。(図3. 1-1)

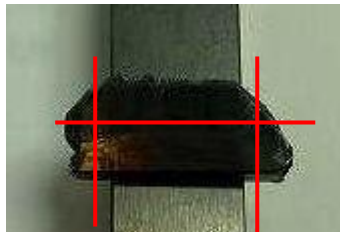


図3. 1-1 素材レーザー加工

レーザー加工後のダイヤの大きさ

(i) 12.35 × 5.8 t 1.9

(ii) 11.7 × 5.25 t 2.2

②スクイ面研磨・スクイ面ラップ

ダイヤを仮ロー接し、スクイ面(成長面)が基盤面と平行になるように加工を行った。凹凸や傾きが大きく面積も大きいため、非常に時間がかかった。(図3. 1-2)

使用砥石 メタル#800 t 1.9 ⇒ t 1.55 約30時間

スクイフ盤にて、スクイ面をラップした。(図3. 1-3)

使用パウダー 0.5~1.5μm 加工時間 約3時間



図3. 1-2 スクイ面研磨

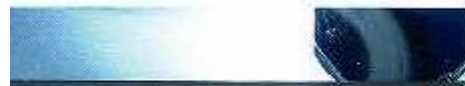


図3. 1-3 スクイ面ラップ後

③ 真空ロー接

割れなどは見当たらず、問題なく接合できた。

④ レーザー加工

刃付け加工代を残して外周3番角加工・底刃荒加工を行った。(図3. 1-4)

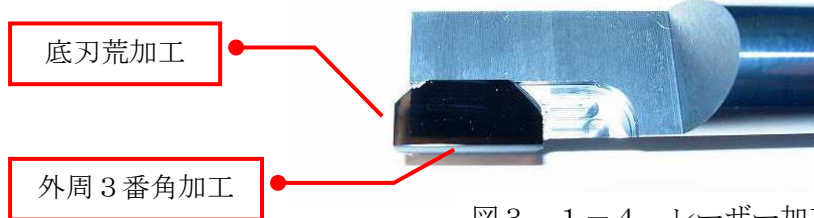


図3. 1-4 レーザー加工

⑤ 刃付け

底刃・側刃の刃付けをして完成した。

1000倍で刃先を確認したが、チッピング・研磨筋等は見当たらなかった。

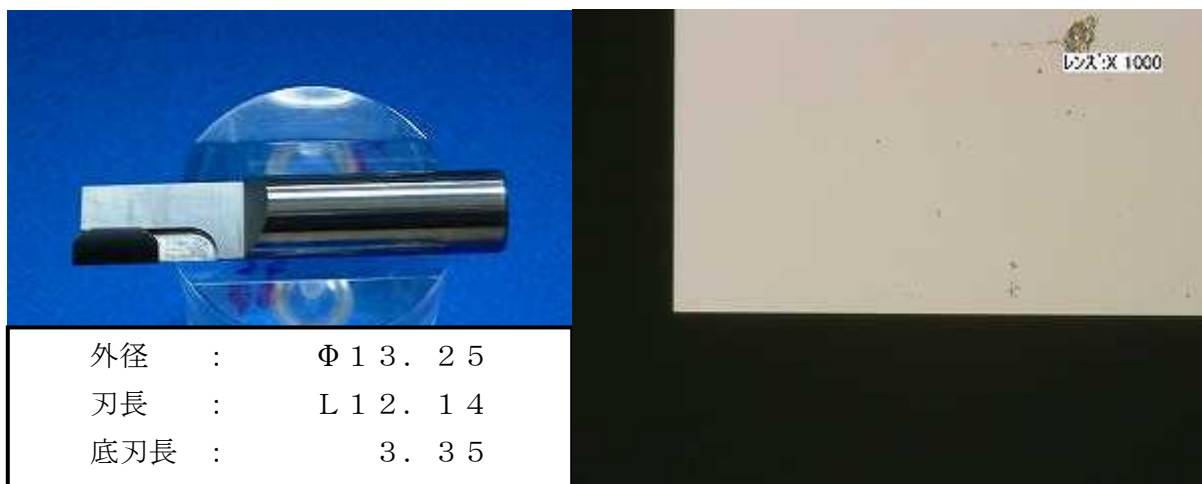
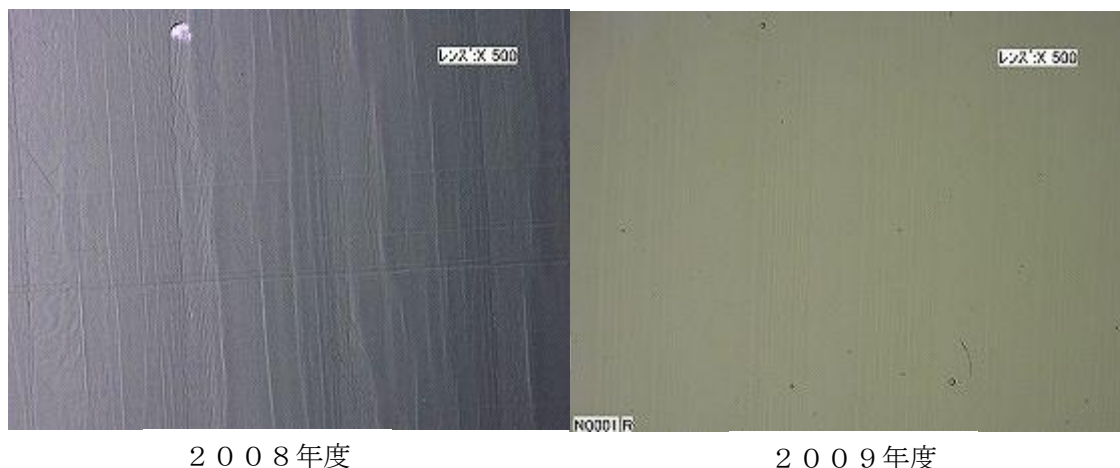


図3. 1-5 エンドミル完成品

図3. 1-6 刃先1000倍写真

⑥ アクリル板切削テスト

社内にてアクリル板の切削評価を行った。2008年度に比べて、2009年度のほうは凹凸が少なく滑らかになっている。また、2008年度は加工後に横筋のつく部分があったが、2009年度はそういった問題はなくなった。(図3. 1-7)



2008年度

2009年度

図3. 1-7 側面加工比較

底面加工では切り口が透明なきれいな面に仕上がった。(図3. 1-8)

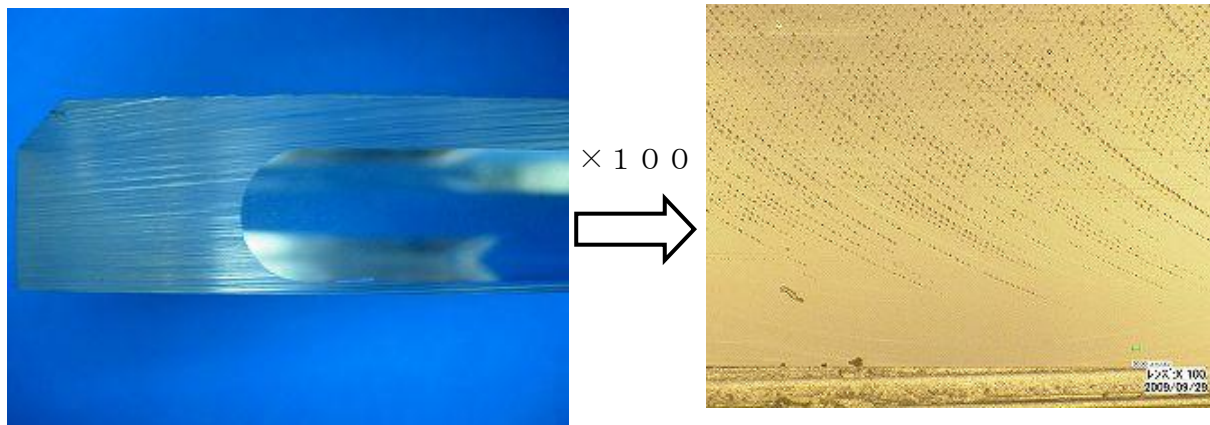


図3. 1-8 底面加工

アクリル板 (t = 10.0) 切削テストを、以下の条件で行った。

切削テスト内容

ワーク : アクリル板 t 10.0

サンプル数 : 10枚

加工条件

回転数 : 10000 rpm

送り : 1200 mm/min

切込 : 0.1 mm

切削幅 : 10.0 mm

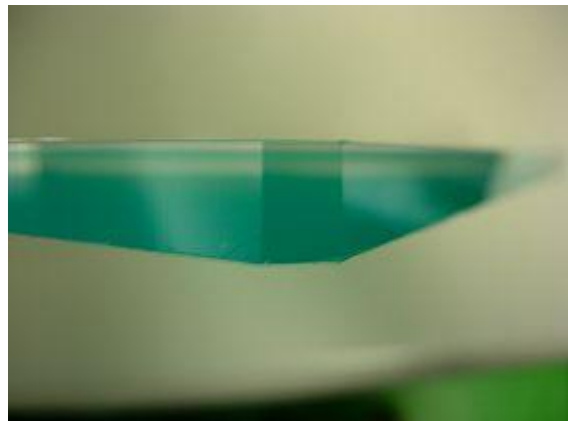


図3. 1-9 アクリル板加工

加工結果は、ストレート部・R部・C面部ともに透明でなめらかな面となり、問題はなかった。(図3. 1-9)

テスト加工後の刃先状態は摩耗・欠け・割れ・チッピング等は見当たらず、良好だった。

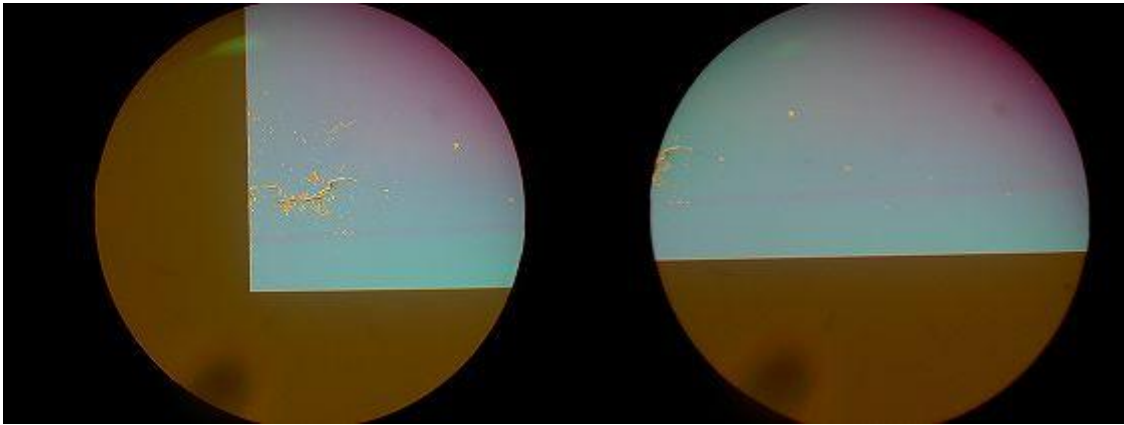


図3. 1-10 テスト加工後刃先状態

3. 1. 4) 考察

今年度製作した $\Phi 13.25-L12$ mmエンドミルの切削テストの結果は良好だった。テストでは $t10.0$ のアクリル板端面切削を行い、これによって当初の目的の一つであった、分厚いアクリル板の端面加工の工数削減が達成できた。

3. 2) 栗田製作所殿支給ダイヤによるCVD単結晶ダイヤモンド切削工具の製作

3. 2. 1) 目的

栗田製作所殿支給のCVD単結晶ダイヤモンドでの切削工具の製作

3. 2. 2) 内容

栗田製作所殿よりCVD単結晶ダイヤモンドを2枚支給して頂き、CVD単結晶ダイヤモンド切削工具を製作、及び製作した工具の亚克力・CFRP切削テストを行った。

3. 2. 3) 工具の製作・切削テスト

①支給ダイヤ異常核レーザー除去加工

支給されたダイヤには内部に大きな異常核や割れがあったが取り除くことは不可能だったので、外周部の異常核のみをレーザー加工で除去した。各辺それぞれ0.5mm除去した。

レーザー加工後のダイヤの大きさ

① 5.4 × 4.5 t 2.3

② 5.0 × 4.75 t 1.0

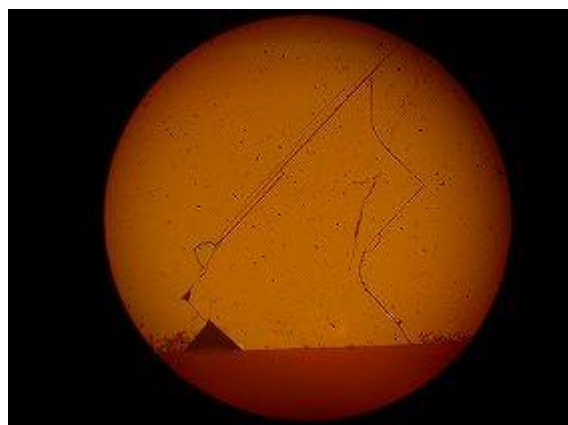
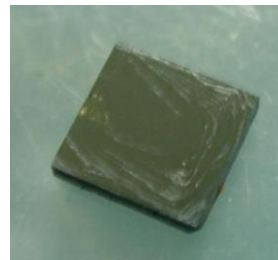
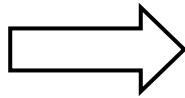
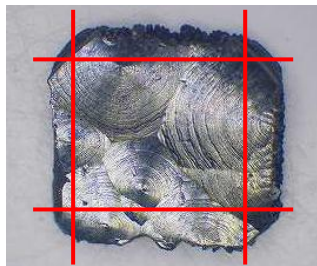


図3. 2-1 素材異常核・割れ状態及び外周部異常核除去

②ラップ・ロー接・刃付け

(3. 1)と同様の工程で工具を完成させた。異常核や、素材の割れがあったことから、先端角度の異なる工具となった。

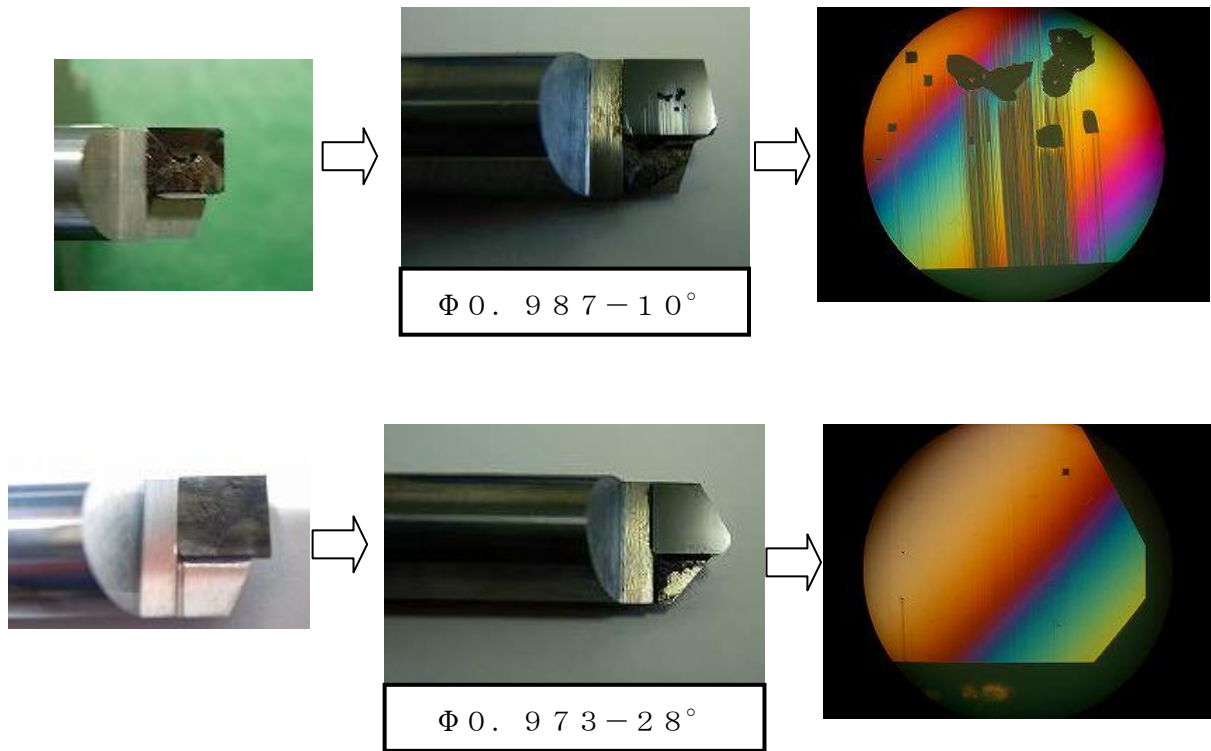


図3. 2-2 エンドミル完成品と刃先写真

③アクリル板切削テストを行った。結果は問題なかった。

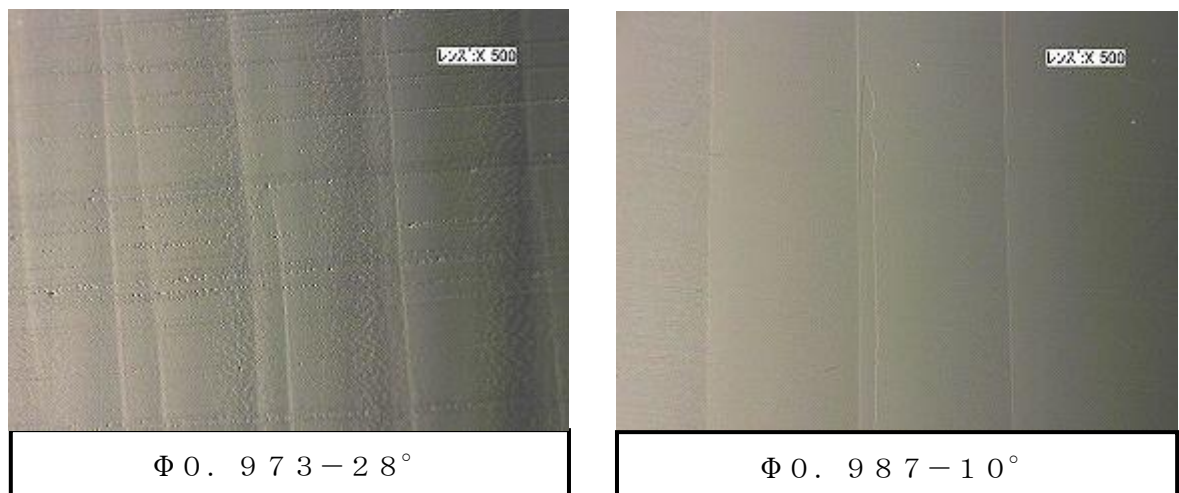


図3. 2-3 アクリル加工

④CFRP加工テスト

製作したCVD単結晶ダイヤモンドエンドミル（面取り角 10° 、面取り角 28° ）と、PCDエンドミル（面取り角 28° ）を用いてCFRPの加工テストを行った。

CFRPプレートはA～Dの4枚あり、そのうち2枚（A、B）は表面に光沢があり残りの2枚（C、D）には光沢がなかった。また、プレート内部では繊維により補強がしてあり、その繊維の方向を矢印で示した。

加工はそれぞれの工具でプレートの端面の面取り加工を行った。繊維方向の違いによる影響・プレートの違いによる影響を見るため、それぞれの工具で光沢のあるプレートの繊維に平行な方向・繊維に直角な方向、及び光沢の無いプレートの繊維に平行な方向・繊維に直角な方向の4カ所を加工した。

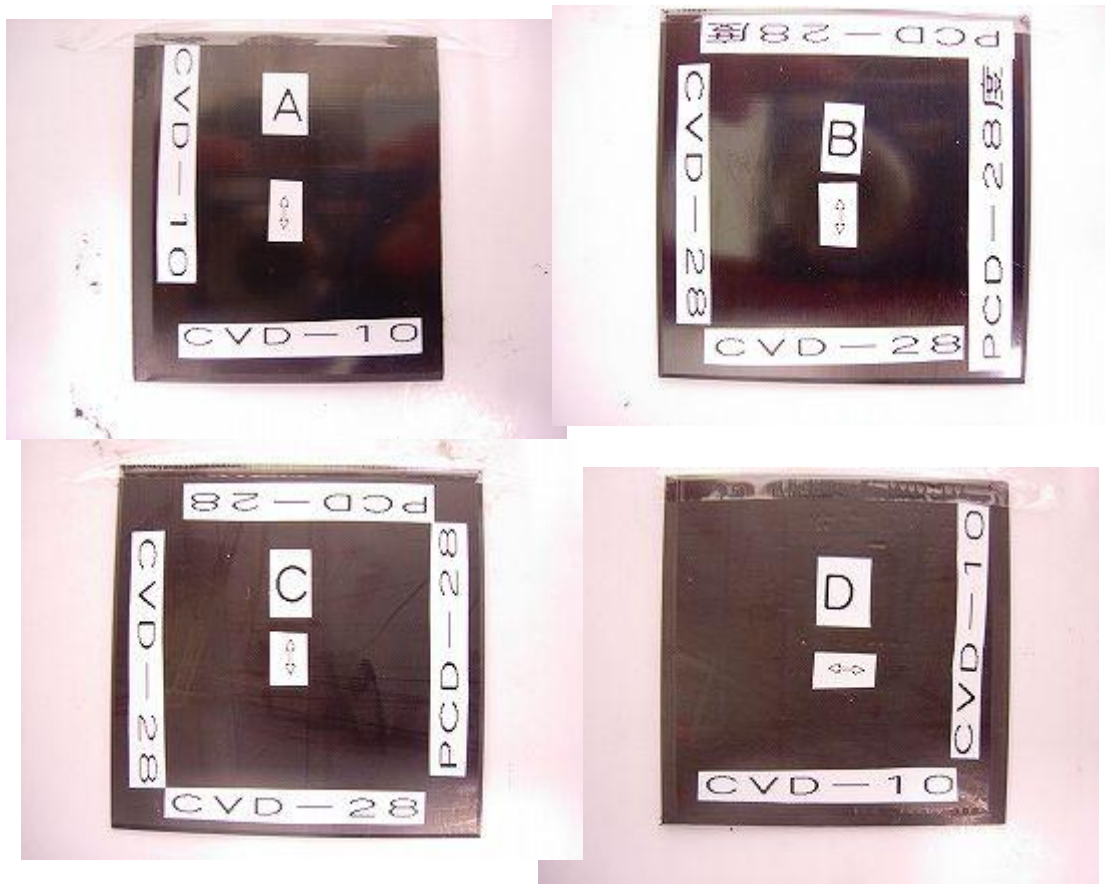
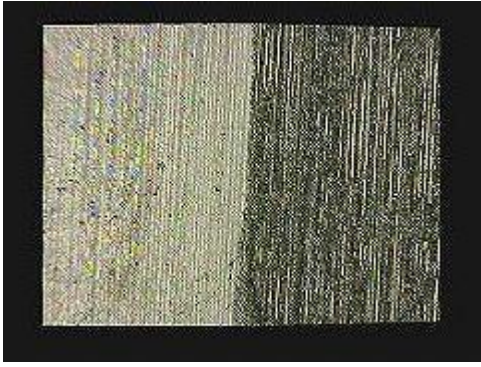
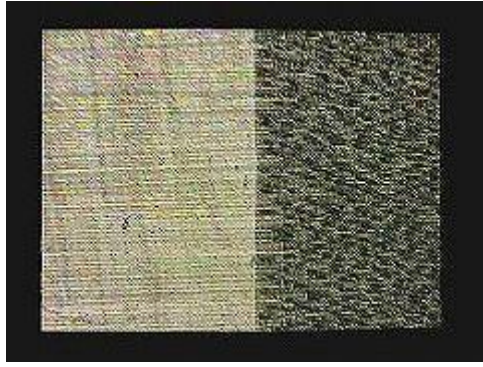
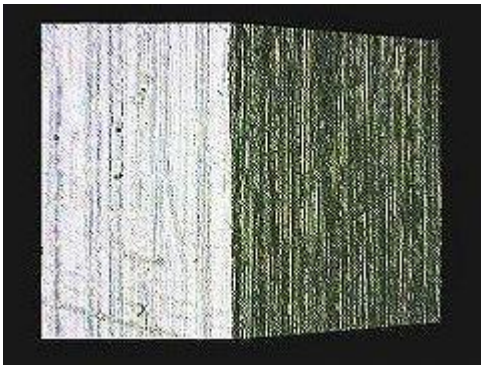
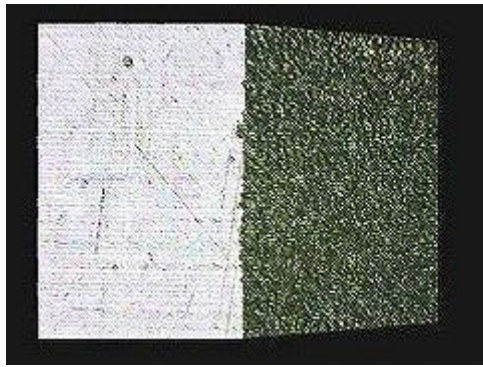
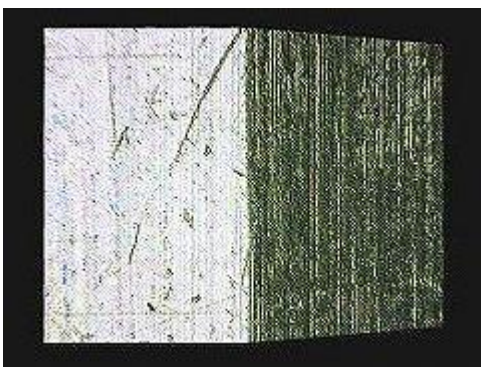
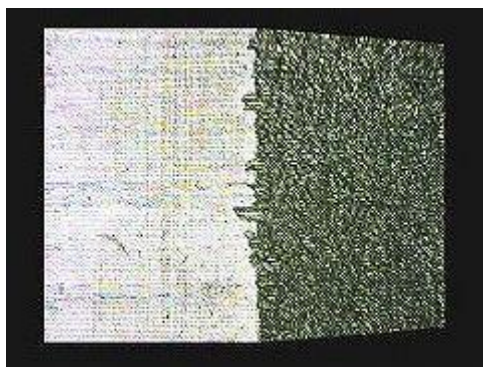


図3. 2-4 CFRPプレート

加工結果の比較


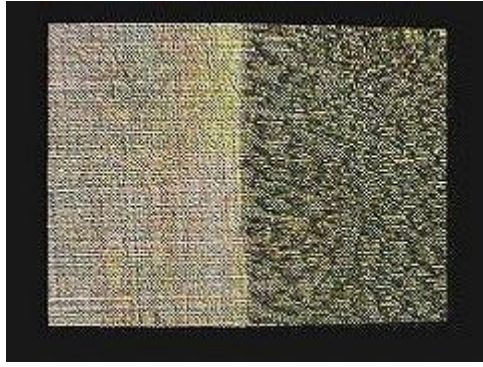
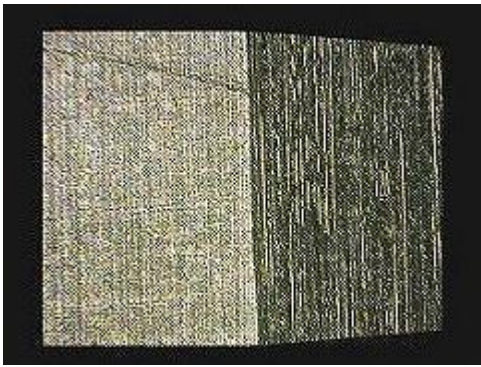
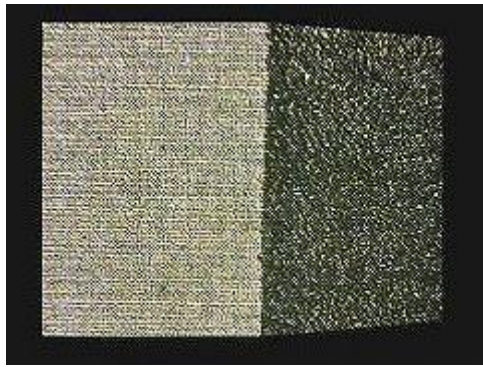
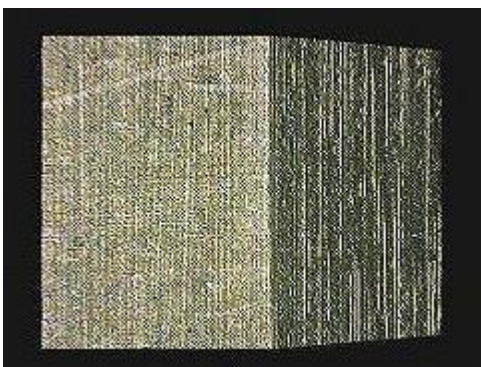
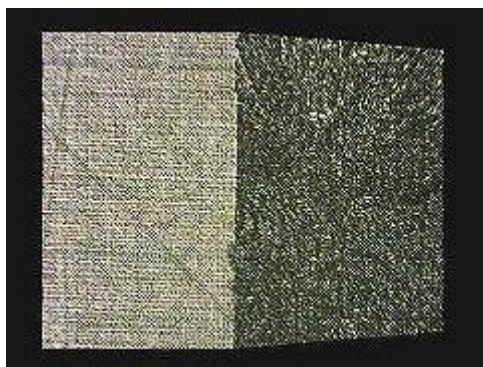
表3. 2-5 各工具の加工結果比較 (プレートA, B)

	繊維と平行な方向	繊維と直角な方向
CVD 10°		
CVD 28°		
PCD 28°		

各工具とも、繊維に平行な方向ではきれいな面に仕上がった。繊維に直角な方向では、加工面に筋が残った。繊維に直角な方向で上面との稜線にチッピングが多かった。

CVD 28° と PCD 28° を比べると、繊維に直角な方向の加工において、CVD 28° のほうが PCD 28° よりチッピングが小さめで、数も少なめだった。

表3. 2-6 各工具の加工結果比較 (プレートC, D)

	繊維と平行な方向	繊維と直角な方向
CVD 10°		
CVD 28°		
PCD 28°		

各工具とも、繊維に平行な方向ではきれいな面に仕上がった。繊維に直角な方向では、加工面に筋が残った。繊維に直角な方向で上面との稜線にチッピングが多かった。

CVD 28° と PCD 28° を比べると、繊維に直角な方向の加工において、CVD 28° のほうがPCD 28° よりチッピングが小さめで、数も少なめだった。

3. 2. 4) 考察

今回支給して頂いたダイヤには大きな異常核や割れがあったが、刃先の角度を変えることになったが、刃先部分には異常核や割れが少なくて済んだ。そのため、切削テストは良好な結果になった。よって、栗田製作所殿にて製造・支給されたCVD単結晶ダイヤモンドでの工具製作を達成できた。

第4章 単結晶ダイヤモンド金型工具

(株式会社新日本テック、独立行政法人産業技術総合研究所)

単結晶ダイヤモンド金型工具を開発するために、下記のサブテーマを実施した。

- 1 接合技術の開発
- 2 微細精密加工技術の開発
- 3 耐久性比較評価

4. 1) 接合技術の開発

4. 1. 1) 目的

単結晶ダイヤモンドを用いた金型工具を製作するにあたり、単結晶ダイヤモンドと超硬合金を接合する技術の開発が必要となる。単結晶ダイヤモンドの接合技術は既に確立された技術であるが、金型工具として使用できるように、プレス衝撃への耐久性向上に着目した技術開発を目標とした。

4. 1. 2) 実施内容

初年度に接合装置を導入し、ロウ材の選定や接合温度、衝撃緩和層の最適化、接合治具の製作など、試行錯誤の中で多種の実験を繰り返し、最適な接合状態の探索を行った。

4. 1. 3) 結果

位置ずれやクラックの発生も無く、接合層の厚みも 0.1mm ~0.11mm と安定しており、上下面の平行度を 0.01mm 以内で接合することができた。これにより、後工程での加工効率の大幅な向上と、品質の向上が期待できる。



図 4.1-1 単結晶ダイヤモンドの接合状態

4. 2) 微細精密加工技術の開発

4. 2. 1) 目的

単結晶ダイヤモンドは、強固な結晶組織を持ち、特定結晶方位のみから研削加工が可能である。また、単結晶ダイヤモンドは非導電性であるため放電加工では加工ができないという問題を有している。そこで本研究では導電性単結晶ダイヤモンドの製造技術を確立し、放電加工や研削加工により複雑形状の超精密金型工具の製造を目指す。

4. 2. 2) 実施内容

i) 研削加工

高剛性ダイヤモンド研削装置を導入し、前項で接合した単結晶ダイヤモンドの研削加工を行った。

ii) 微細精密加工

導電性単結晶ダイヤモンドの完成に先立ち、市販の導電性多結晶ダイヤモンドを用いた金

型工具の製作を行うと同時に微細精密加工技術の取得を行う。

4. 2. 3) 結果

i) 研削加工の結果

非接触 3 次元表面形状測定装置による表面粗さを測定した結果は、Ra0.84nm ・ Rz10.66nm であり。当社鏡面研削加工時の表面粗さが Ry200nm 前後であることから、金型工具の表面粗さとしては十分な結果を得ることができた。

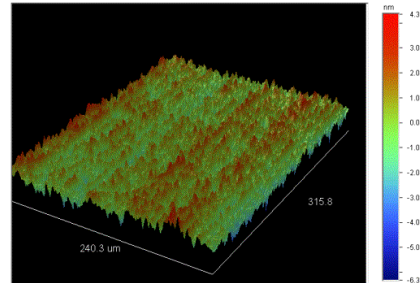


図 4. 2-1 WYKO による表面粗さ測定データ
Ra:0.84nm Rz:10.66nm

ii) 微細精密加工の結果

目標寸法に対し、位置精度 (X, Y 方向)、形状精度共に±0.003mm

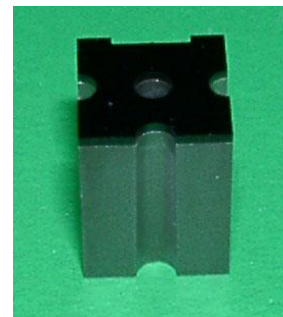


図 4. 2-2 導電性多結晶ダイヤモンドの加工状態



図 4. 2-3 検査画像

検査成績表						
顧客:		図番:				
品名:		数量: 1				
品番:		日付: 08/02/20				
No.	項目	形状	規格値	上限公差	下限公差	試料1
1		X	0.000	+0.005	-0.005	0.001
2		Y	-4.000	+0.005	-0.005	-4.003
3		直径	φ 2.050	+0.002	-0.002	2.051
4		真円度	0.000	0.000	0.000	0.001
5		X	4.000	+0.005	-0.005	4.002
6		Y	-8.000	+0.005	-0.005	-8.002
7		直径	φ 2.050	+0.002	-0.002	2.051
8		真円度	0.000	0.000	0.000	0.001
9		X	4.000	+0.005	-0.005	4.001
10		Y	0.000	+0.005	-0.005	-0.002
11		直径	φ 2.050	+0.002	-0.002	2.049
12		真円度	0.000	0.000	0.000	0.002
13		X	4.000	+0.005	-0.005	4.000
14		Y	-4.000	+0.005	-0.005	-4.002
15		直径	φ 2.050	+0.002	-0.002	2.049
16		真円度	0.000	0.000	0.000	0.002
17		Y	0.000	0.000	0.000	-8.003
18		X	0.000	0.000	0.000	8.003

図 4. 2-4 検査結果

4. 3) 耐久性比較評価

4. 3. 1) 目的

前項で確立した技術を用い、従来金型工具として良く使用する超合金金型工具と、単結晶ダイヤモンド金型工具を製作し、連続打ち抜き運転による消耗度の耐久比較を行い、10倍以上の寿命延長を実証することを目的とした。

4. 3. 2) 実施内容

連続運転により高硬度材料である SUS310EH を被加工材として打抜き、各金型ダイの切刃部磨耗の比較と打抜いた材料のバリ高さの比較を任意のショット数毎に行った。

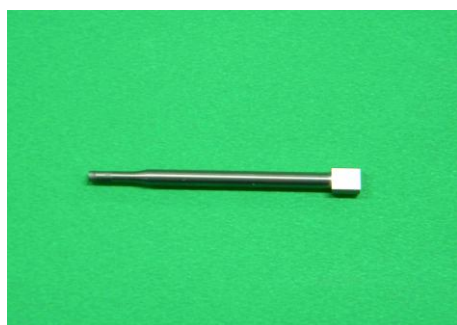


図 4. 3-1 超合金パンチ



図 4. 3-2 超合金ダイ

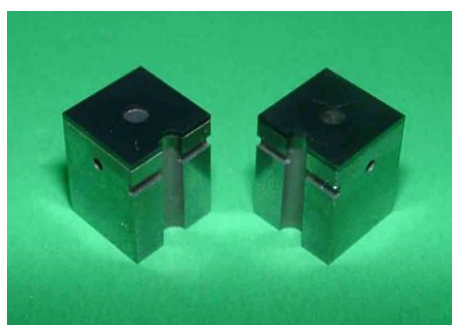


図 4. 3-3 多結晶
ダイヤモンドダイ (導電性)



図 4. 3-4 単結晶
ダイヤモンドダイ (非導電性)



図 4. 3-5 評価金型

4. 3. 3) 結果

多結晶ダイヤモンドダイは初期ショット時、打抜きへの衝撃に耐え切れなかった事による大きなカケが発生。

継続使用すると脱落したダイヤモンドにより評価金型を破損させる恐れがある為、評価対象から除外することとした。

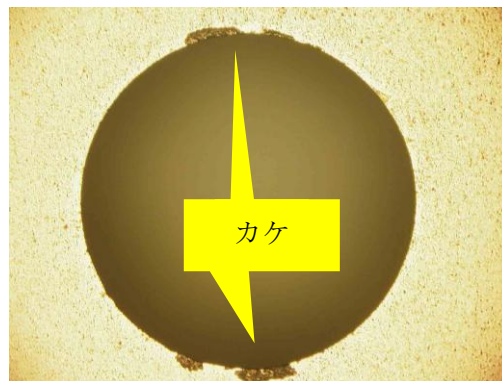


図 4.3-6 破損した多結晶ダイヤモンドダイ

i) 切刃上面の観察結果

表 4.3-7 切刃上面ダレの比較画像

	初期ショット	10万ショット	30万ショット	50万ショット
超硬合金			ダレが見られる	ダレが大きくなっている
非導電性 単結晶ダイ ヤモンド (産総研様 支給)				初期ショットから 変化無し

超硬合金ダイはショット数が増加するに従いダレが発生、大きくなることを確認された。

単結晶ダイヤモンドダイは初期の形状こそ歪だが、ショット数が増加しても形状に変化は無く、ダレも発生しなかった。

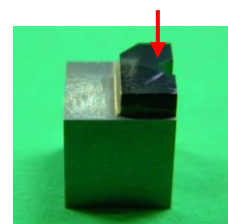


図 4.3-8 観察方向

ii) 切刃内部の観察結果

ショット数が増加するに従い超合金ダイは磨耗が大きくなる。

単結晶ダイヤモンドダイは10万ショット時に初期磨耗が見られるが、ショット数が増加しても磨耗状態に変化は見られなかった。

表 4.3-9 切刃側面磨耗の比較画像

	初期ショット	10万ショット	30万ショット	50万ショット
超合金		 30 μm	 55 μm	 75 μm
非導電性 単結晶ダイ ヤモンド (産総研様 支給)		 30 μm	 30 μm	 30 μm

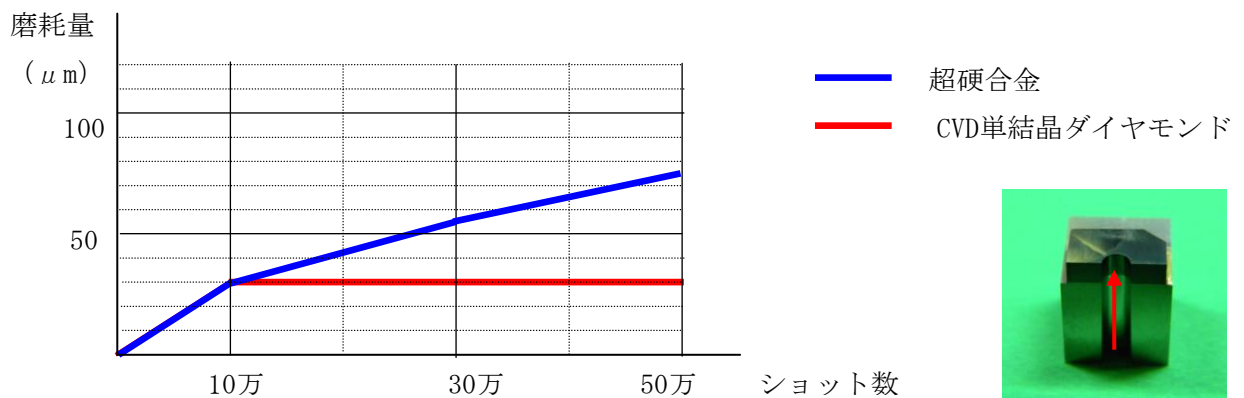
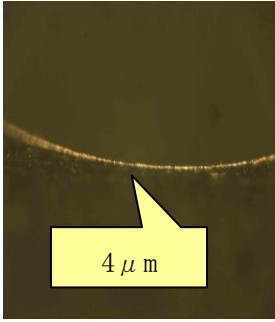
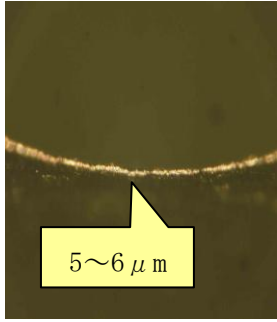
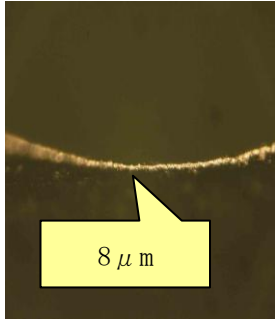
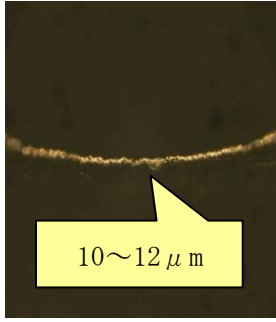
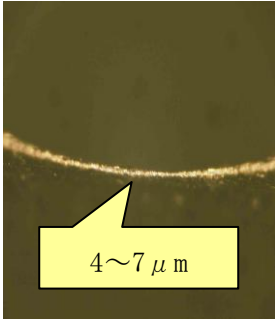
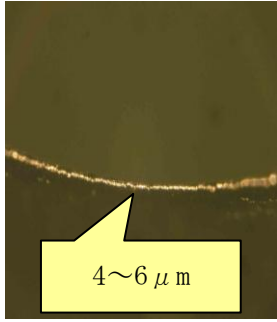
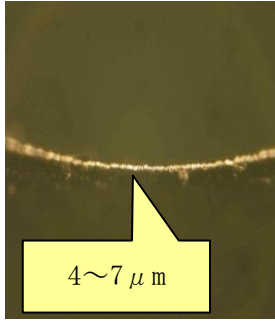
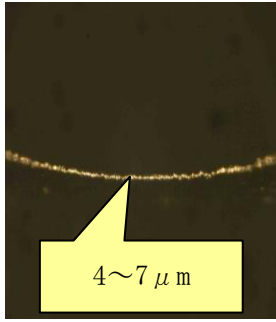


図 4.3-10 切刃側面磨耗の比較グラフ

iii) 材料の観察結果

ショット数が増加するに従い超合金ダイはバリが大きくなる。
 単結晶ダイヤモンドダイは、初期ショットからバリの高さに変化は見られなかった。
 継続して評価を行っていく。

表 4.3-11 バリ高さ比較画像

	初期ショット	10万ショット	30万ショット	50万ショット
超合金	 4 μm	 5~6 μm	 8 μm	 10~12 μm
非導電性 単結晶ダイ ヤモンド (産総研様 支給)	 4~7 μm	 4~6 μm	 4~7 μm	 4~7 μm

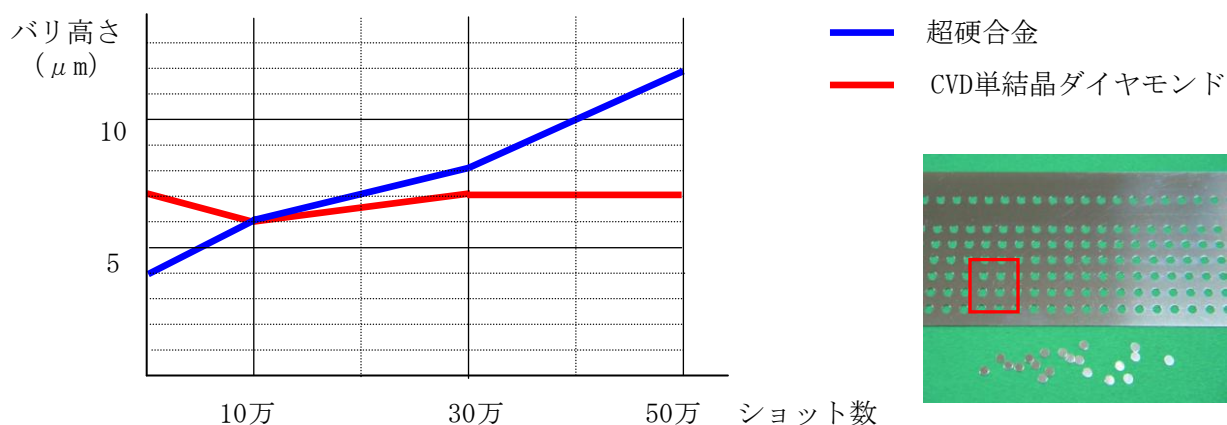


図 4.3-12 バリ高さの比較グラフ

4. 3. 5) 考察

評価の結果、単結晶ダイヤモンド金型工具は超硬合金金型工具と比較してバリの増加や目立った磨耗が観察されないばかりか、単結晶ダイヤモンド自体にも影響が確認されないことから、高硬度の被加工材に対しても優れた耐久性を持つことが実証された。

今後、導電性単結晶ダイヤモンドが製作されると、本研究で開発した加工技術により、10倍以上はもとより、条件によれば半永久的な寿命延長が可能となり、メンテナンスレスの金型工具製作が期待できる。

5章 マイクロ波 CVD 法による単結晶ダイヤモンド製作

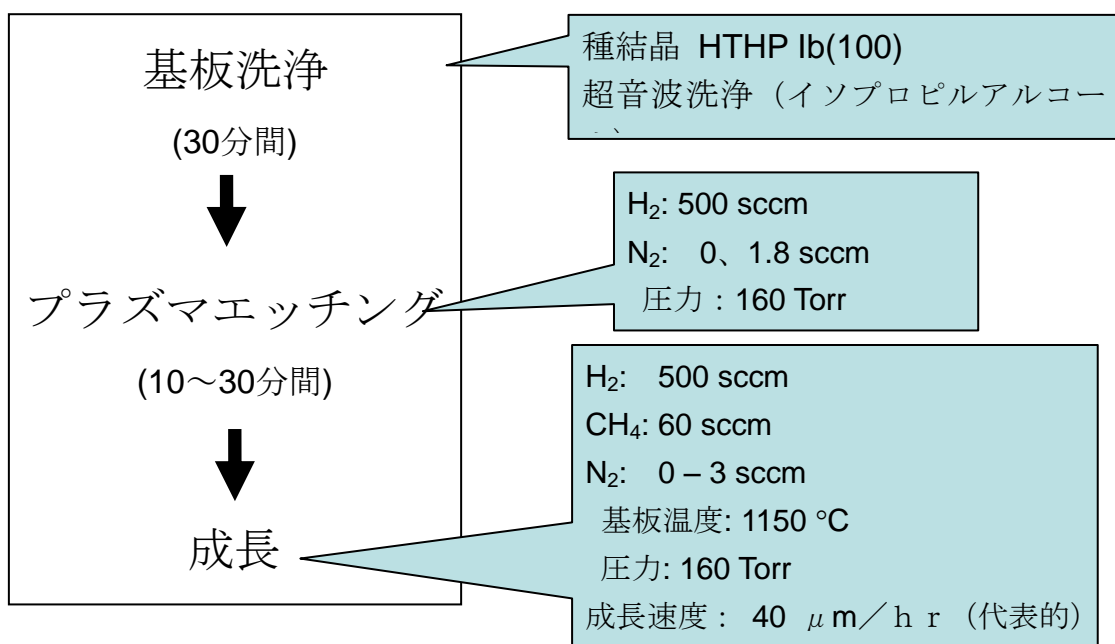
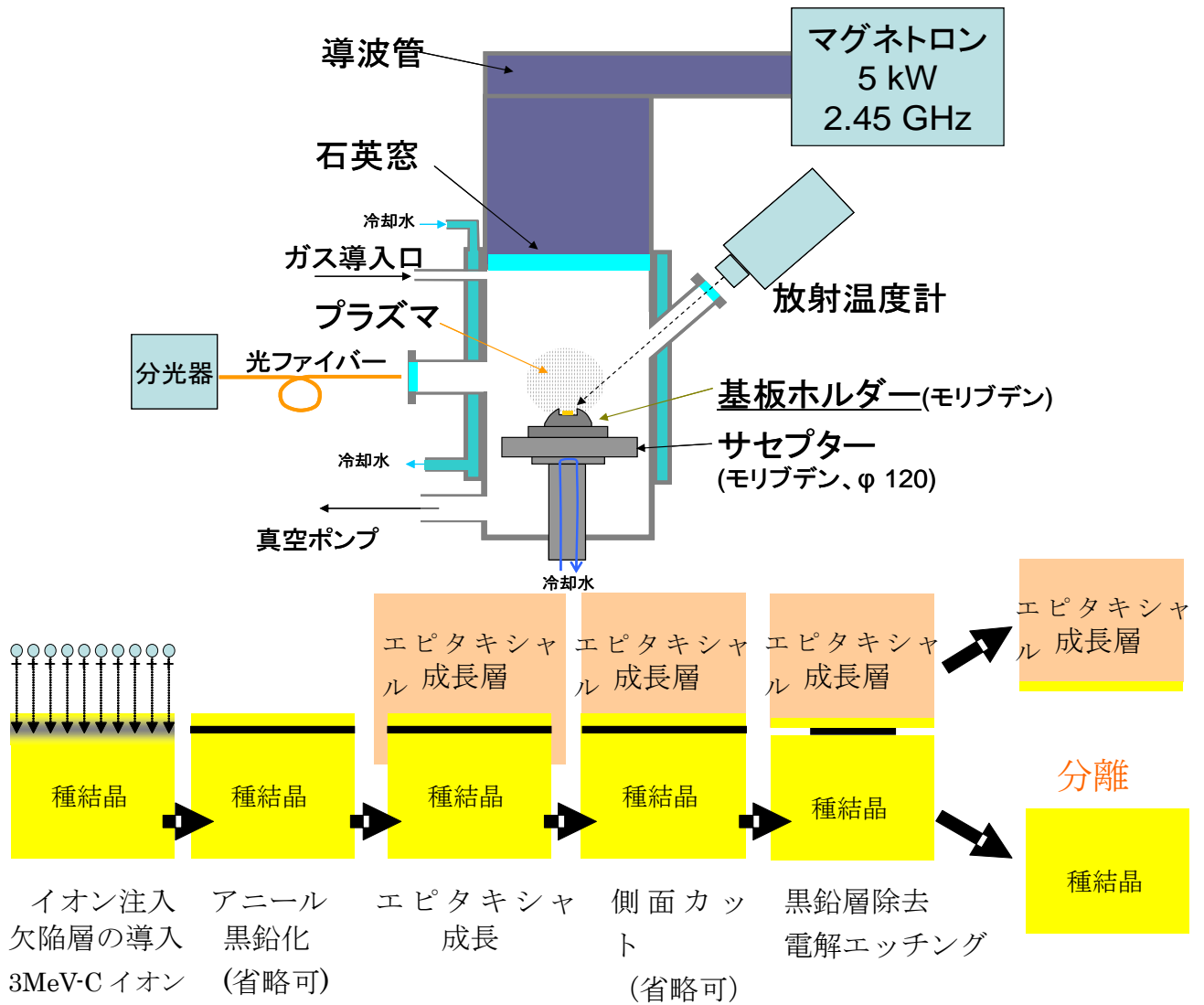
(独立行政法人産業技術総合研究所)

5. 1) 目的

単結晶ダイヤモンドの合成方法として実用化されている超高压合成法に比べて、より大きな結晶を低コストで合成できるプラズマ CVD 法を用いて合成したダイヤモンドの実用化が期待されている。本プロジェクトで開発しているダイヤモンド合成装置は、プラズマ CVD 法の一つであるパルス DC 放電プラズマ CVD 法である。産総研では、この開発装置を使用した合成技術の完成に先立ち、他のプラズマ CVD 法であり、先行して合成技術が確立している既設のマイクロ波 CVD 装置を利用して単結晶ダイヤモンドを合成し、本プロジェクトで試作する切削工具や金型工具向けに提供することを担当とする。これにより、CVD ダイヤモンドの適用性や問題点を抽出し、切削工具や金型工具に用途に適した CVD 単結晶ダイヤモンド合成技術を探る。得られた知見をプロジェクトで新規に開発する合成装置による作製に活用する。

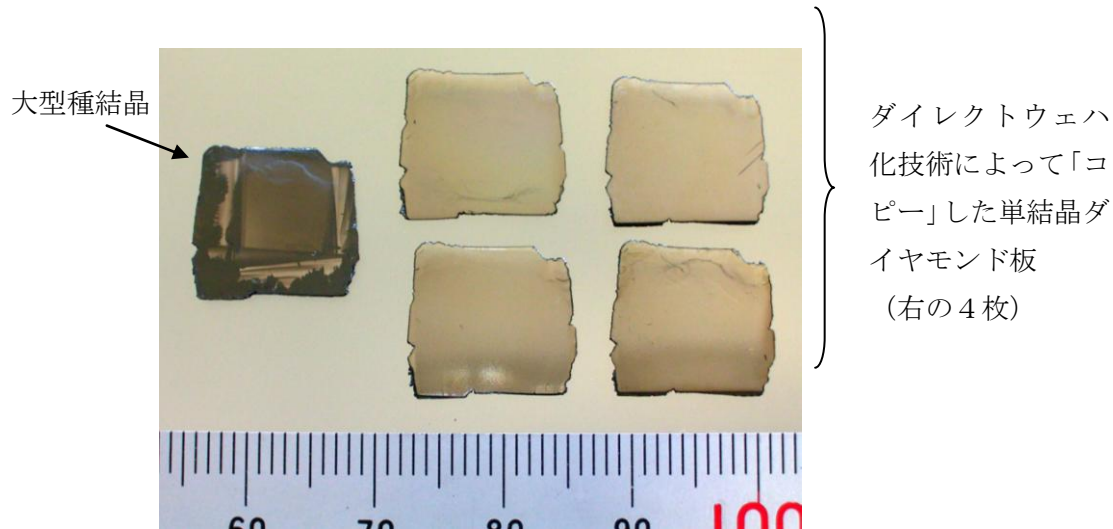
5. 2) 単結晶ダイヤモンド合成

産総研ダイヤモンド研究センターでは、大型単結晶ダイヤモンドウェハの実現を目指し、2003 年からマイクロ波プラズマ CVD 法による大型単結晶ダイヤモンドの合成に関する研究を進めている。これまで、表面温度を 1150°C 付近で精密に制御し、反応ガスへの窒素の混入量を正確に制御することで、(100) 結晶面上でのエピタキシャル成長を長時間行うことを可能にした。また成長に使用するプラズマを高密度にしたことで、従来の 5 倍以上 (毎時 50 μm) の高速合成を可能にした。その結果、厚さにして 1 cm 以上の単結晶ダイヤモンドを気相成長で合成に成功した。さらに、イオン注入による結晶表面処理とエッチングによって種結晶の上に成長したダイヤモンドを加工ロスなしに種結晶から分離する「ダイレクトウェハ化技術」を開発したことによって、板状の大型単結晶ダイヤモンドの量産が可能になった。これまで板状のダイヤモンドを製造するためには、塊状の単結晶ダイヤモンドをレーザー加工機を用いて薄く切り取る必要があったが、加工時間が長く、多くの加工ロスを出し、また後工程として研磨が必要など多くの問題を抱えていた。ダイレクトウェハ化技術と名付けたウェハ化加工技術は、結晶成長に先立ち、種となる単結晶ダイヤモンドに予めイオンを注入して、表面直下に欠陥層を導入しておく。気相成長後、欠陥層がグラファイト構造になるので、電気化学的エッチングなどによってグラファイト部分を除去する方法である。このダイレクトウェハ化技術では、ごく一部の種結晶は切断時に無くなるものの、その消耗は 1 μm 以下に抑えることができる。従って、この方法は種結晶を何度でも繰り返して利用することが出来るのみならず、切り離したウェハ結晶を種結晶として使用することも可能である。これまでも、類似の分離手法はいくつかの研究機関で研究されてきたが、いずれも小さい形状に限られ、最大形状でも 3~4 mm 角が限界であった。



産総研では、エッチング方法を改善して、13 mm×14mm 角（面積では 10 倍以上）の大型ウェハを実現することに成功した。産総研では独自に単結晶をマイクロ波プラズマ CVD 法により大型化し、さらに大きな種結晶の合成にひきつづき取り組んでいる。窒素を極微量添加する成長条件下では、上方向（プラズマに面した成長面に垂線方向）にしか成長しないため、大型するために側面を切断・研磨し、新たな成長面として利用した。これを繰り返して大型化している。現状では、約 13mm×14mm の板状ダイヤモンドを合成・提供できる。

さらに、2009 年度には、同一の種結晶からダイレクトウェハ化技術を使って作製した複数の単結晶板を結合し、さらに結合した大きなモザイクウェハにもダイレクトウェハ化技術を



適用して、最大 1 インチ角のいわゆるモザイクウェハの作製技術開発に成功した。これにより、見かけのウェハサイズは早急に拡大させることが可能となり、半導体ウェハとして製造ラインに流すことが夢ではなくなった。

本プロジェクトにおいて産総研としては、マイクロ波プラズマ CVD 技術およびダイレクトウェハ化技術を利用して板状ダイヤモンドを作製している。ダイレクトウェハ化技術に加え、本プロジェクトで開発されるパルス DC 放電プラズマ CVD 装置の開発によりダイヤモンド成長そのもののコストダウンも達成されれば総合して競争力のある製造技術となる。

実際のダイヤモンド合成装置、手順、条件を図に示す。

上述のマイクロ波プラズマ CVD 法とダイレクトウェハ化技術を利用して、最大で 12mm 辺をもつ単結晶ダイヤモンド板を作製し、大型 CVD 単結晶ダイヤモンドとして、プロジェクトメンバーである日新ダイヤモンドおよび新日本テックへ、それぞれ切削工具およびプレス金型工具の開発に利用するため供給した。

5. 3) 考察

前年度までの開発で、異常核（インクルージョン）がなければ、特に研磨面上に現われなければ、切削工具として問題なく使用できることがわかった。また単結晶板の周囲に CVD 成長中にできてしまう多結晶を取り除くために行う研磨に長時間を必要することが問題となっていた。現状ではレーザー加工機で外周切断してもらい研磨時間を短縮している。

第6章 全体総括（計画名：高精度加工用大型ダイヤモンド切削工具の開発）

（P L：株式会社栗田製作所 西村芳実）

1) 研究の目的

近年、薄型テレビ・自動車部品、自販機・衣食住商品のディスプレイ用品・アミューズメント機器などの正面パネルや構成部品にアクリル樹脂が大量に使われている。デザインの差別化や大型化が進み、強度確保および魅力的なデザインやイルミネーション効果を狙って、アクリル樹脂の厚みが増大しており、従来の3～4mm厚に代わって5～10mm厚が多く使われた。その切断面や加工端面は、装飾性や優れた導光性を求めて鏡面仕上げする必要がある。川下加工業者から、工数削減や時間短縮を求めて、10mm幅の端面を「一発鏡面仕上げ加工」できる、大型サイズ（従来の2倍寸）の単結晶ダイヤモンド切削工具の実現を強く要求されている。

本件では入手困難な1cm大の単結晶ダイヤモンドを気相合成法によって安価に安定供給し、その単結晶ダイヤモンドを精密加工し、上記の加工が可能な切削工具を開発する。さらに金型工具として大型単結晶ダイヤモンドの応用展開を図る。

2) 研究の概要

独立行政法人産業技術総合研究所ダイヤモンド研究センター単結晶基板開発チーム（以下、産総研）の持つマイクロ波プラズマCVD法を用いた10ミリ角の人工ダイヤモンド合成技術（関連特許を10件出願中）を踏まえて、さらにコスト競争力を強化し且つ安定供給するため、マイクロ波に換えパルス放電を用いた安価な気相合成装置の開発を行う。さらに結晶特性（研磨性、加工性、強度、導電性など）を制御することで、次に述べる切削工具と超精密金型工具に適したダイヤモンド製造技術を確立し、本委託業務終了後には事業化を目指す。

切削工具の開発にあっては、川下企業（アクリル樹脂加工やアルミ加工業）が求める納期短縮と低コスト化の要求に応えるため、刃幅10ミリの単結晶ダイヤモンド工具の実用化を目指す。そのため、大型ダイヤモンドを工具先端に接合する技術の開発、チップングのない長尺刃先研磨技術、および一発鏡面仕上げのための高精度研磨技術（面粗さ5nm以下）の研究を行う。

超精密金型工具の開発では、川下企業（大手家電、精密コネクタ）の高品質化と低コスト化（金型寿命の長期化）の要求を満足するため、切刃部が単結晶ダイヤモンドであるパンチやダイを研究開発し、現状の多結晶ダイヤモンドおよび超硬（WC）に比べ、超精密化と長寿命化を目指す。大型単結晶ダイヤモンド利用加工技術（ロウ付け技術、放電加工、研削技術、プレス衝撃の緩和層の最適化）を研究する。

3) 方法と内容

大型単結晶ダイヤモンドCVD合成技術開発

(栗田製作所、産業技術総合研究所・関西センター ダイヤモンド研究センター)

・ CVD合成装置開発

⇒安価な合成装置の開発——>マイクロ波を使わない安価なCVD装置の 設計製作
(現状のマイクロ波式 4000 万円/台⇒新装置 3年後 2500 万円/台に！)

⇒長時間安定なプラズマ放電の維持——>合成中のプラズマ消弧不安を解消するプラズマ放電電源を搭載する (すでに基本技術を確立した)。大電力化が残っている。

⇒ダイヤモンド合成部のパーティクルレス化——>ダイヤモンド合成中の単結晶の中にゴミが混入すると使用に耐えない。特にプラズマ電極部で発生するので、この部分の良い大胆な発想が不可欠。

・ CVD合成技術開発

⇒大型サイズの実現、高速成長技術の開発、均質で安定な単結晶の供給確立

⇒切削刃物に適した単結晶ダイヤの合成——>チッピングが起こらない結晶組成の実現

⇒金型用に適した単結晶ダイヤの合成——>研削が容易に行うことができる結晶組成の実現 (ワイヤーカット加工ができるように導電性の付与)

大型単結晶 (10ミリ 厚さ1.5ミリ) の安定供給化と現状コストの半分以下に、最終は10分の一を目指す

大型単結晶切削工具の開発 (日新ダイヤモンド製作所)

10ミリサイズの一発鏡面仕上げツールの早期発売を目指す

・ 大型ダイヤモンドのロウ付け技術の習得

⇒ 熱歪みの最小化

⇒ 熱膨張歪みの最小化

ダイヤモンドと工具接着面母材の膨張係数の一致化

⇒切削時の共振振動の抑制。工具先端部分の形状設計の工夫

・ 精密研磨技術の確立

⇒ 10ミリ刃幅の長さ方向に対する研磨技術の確立

⇒レーザー研磨装置の製作 (高速かつ超精密研磨仕上げ法の確立)

アクリル樹脂加工の川下企業の協力を得て、大型切削刃物 (10ミリサイズ) で厚板の切削試験を行い、そのフィードバックコメントを得て早期に実用化を図る。

大型単結晶金型の開発（新日本テック）

- ・ **大型ダイヤモンドのロウ付け技術の習得**

- => 熱歪みの最小化

- => プレス成形時の垂直荷重の緩衝技術の確立（ダイヤモンドの割れ防止）
ダイヤモンドと金型母材との間の緩衝層の最適化

- ・ **高精度・超精密研削技術の確立**

- => 単結晶ダイヤモンドの精密研削技術の確立

- 高効率研削砥石の開発

- プロファイル研削盤による単結晶ダイヤモンド加工技術の確立

- ワイヤーカット放電加工成型技術の改良

- 形彫放電加工技術によるダイヤモンド形掘り技術の確立

- ダイヤモンドすべり面の平面研削技術の確立

小型精密コネクタの川下企業の協力を得て、コネクタピン用の成形金型を試作し、実際のラインに装着して実用性を評価して、早期に実用化を図る。現状の超硬金型のコネクタピン成形ストローク寿命（約200万回）を、ダイヤモンドで**寿命10倍**の3000万ストローク以上を目指す。

4) 研究開発期間

平成18年10月1日 ～ 平成22年3月14日

（内 サポイン事業 平成19年度～平成22年度）

5) 複数年の研究開発成果 各社の成果

各社毎に、サポイン事業で担当した各項目の方法と内容の成果概要をまとめる。

5. 1) 株式会社栗田製作所 産業技術総合研究所

5. 1. 1) CVD合成装置開発

安価な合成装置の開発を目指して、栗田製作所と産業技術総合研究所はマイクロ波CVD合成装置に変えて、平成16年からパルス放電方式のCVD合成装置の基礎開発を進めてきた。平成18年にサポインの認定を取得して装置設計を始め、平成19年度はサポインの委託開発支援を得て、パルス放電方式のCVD装置の原型を製作した。平成19年度に出来上がった合成装置を関西センターに設備し、茶谷原SPLに合成技術の指導を仰ぎながら、研究者をほぼ常駐させてダイヤモンド合成研究を実施した。

平成21年度と平成20年度にこの新開発CVD合成装置で、単結晶ダイヤモンドの合成試験を繰り返しながら、その実験結果を反映させることで長時間安定なプラズマ電源の改良を実施した。さらに大型ダイヤモンド合成に必要な大電力化技術を習得し、目標の10mmサイズを合成できる装置を完成することができた。

その結果、平成20年度には、3～5mm角の合成、平成21年度は、その成果を踏まえ、6～10mmサイズの合成が可能な装置になった（詳細は本文）。

平行してダイヤモンド合成部の電極開発も進め、上部電極に付着するゴミ（メタンからカーボン種が上部電極に析出）を極力減少させるには、上部電極を赤熱させないほうが有利であることが判った。そのため電極の水冷構造を改良して上部電極の温度を低温化させ、ゴミ付着の低減を図った。また、パルス放電の周波数を40kHzから80kHzに高周波化して、一発のパルス放電幅を3・S程度としてアーク放電に移行させない工夫を追加した。

プラズマ電源の高周波化と上部プラズマ電極、及び下部電極（ダイヤモンド合成側）の形状最適化をおこない、新開発工法であるパルス放電プラズマ方式の、9～12mmの単結晶ダイヤモンド合成装置に進化させた。合成装置開発のテーマにおいて、10mmの合成、安定供給化と現状コストの半分以下とした安価な合成装置の基本形はできあがった。

現在、栗田製作所では事業化装置に向け、合成パラメータを自動運転できる全自動生産装置の開発に取り組み始めている。装置原価は設定の2,500万円を下回ることが可能になり、終夜運転の合成をすることで最終目標のダイヤモンドコスト（10分の1）を実現する目処をつけた。

一方、金型用に適した、研削が容易にできる導電性ダイヤモンド合成装置の開発があった。導電性をもつ単結晶ダイヤモンド合成は、文献調査でも先行成功事例がなく、多結晶ダイヤモンドにある導電性研究を参考に模索した。ダイヤモンドに導電性を付与する元素としては、ボロンが適正であることから、扱いが比較的容易なTMB（トリメチルボロン）とホウ酸トリメチル（トリメトキシボロン）を選択した。いずれも常温常圧で液体であり、加熱して蒸気圧を高めマスフロで流量制御を行い真空チャンバー内に導入した。この装置に、関西センターでのCVDパラメータを移植することで、導電性ダイヤモンドの合成研究ができる設備とした。計画当初、本装置開発は容易に実現できると想定していたが、かなりの難産であった。現在、ボロン種を添加した導電性ダイヤモンド（概ね200k・・・のCVD合成が可能となった）。

5. 1. 2) CVD合成技術開発

平成19年度に新方式のCVD装置が関西センター設備できたので、栗田製作所は関西センターに研究者をほぼ常駐させてダイヤモンド合成研究を行い、大型サイズの実現、高速・均質・安定な合成技術の習得をめざした。

平成20年度は、3～4mm角基板への単結晶合成で基礎技術を学び、平成21年度は6mm角・9mm角・12mm長辺までの大型基板へ展開し、6mm角・9mm角については安定合成条件を確立した。現在は12mm長辺の種ダイヤを産業技術総合研究所から受けて研究中である。

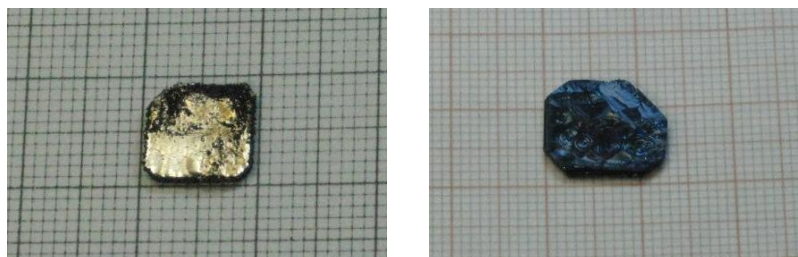


図 9 mm サイズ合成品

12 mm サイズ品

3mmサイズ用の電極構造で、種ダイヤの大きさに準じて下側電極のみを大きくして成長させていったが、5mm、6mmと大きくなるに伴って、ダイヤモンド合成初期から多くの異常核が発生し、安定して継続合成させることができなくなった。そのため、電極構造の改良に迫られ、冷却能力強化、およびプラズマ側の改良を行った。その結果、プラズマ電力をより投入しながら、加えてダイヤモンド種基板の温度精度の制御が上手く行えるようになり、異常核の抑制が出来るようになった。

平成21年度に、合成研究途上で作製したサンプルダイヤが、ロウ接に耐え且つ切削工具に加工でき、刃先にチッピングを起こさずに研磨できて、実際の樹脂切削加工ができることを実証した。合成ダイヤを日新ダイヤモンド製作所にて切削工具に加工した。下図は、工具化した事例である。この試作した工具で、アクリル樹脂加工とCFRP（炭素繊維強化樹脂）の切削試験加工を行い、双方ともに良好な結果を得ることができた（詳細は3章の（株）日新ダイヤモンド製作所を参照）。

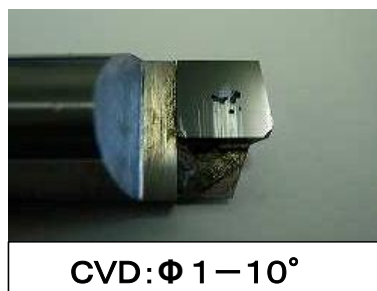


図 6 mm 合成ダイヤの切削工具への適用

一方、金型用に適した研削が容易に行うことができる結晶組成の実現（ワイヤーカット加工ができるように導電性の付与）研究がある。

CVD装置開発で述べた、栗田製作所に設置するモックアップ装置で、プラズマガス種に水素（500sccm）、メタン（25sccm）、ホウ酸トリメチル（0.15sccm）を用い、3ミリ角のダイヤモンドの表面に、厚さは9 μ mの合成層を成長させることができた。その表面の光学顕微鏡での目視観察では良好な面を得ることができた。合成したボロンドープダイヤモンド面に、500Vメガとテスターを用いた抵抗値は概ね200k Ω を示し、ボロンドープによる導電性付与が示せた。

得られた導電性はまだ抵抗値は高く、放電加工に適する思惑までには至っていないが、サンプル品を新日本テックにて金型にロウ接して放電加工を試みた。結果、やはりその抵抗値が高くてプラズマが起動せず放電加工が施工できなかった。今後も、この導電性付与技術を進化させながら、さらに低抵抗化の課題解決を行い工業所有権の主張をする予定でいる。

また、抵抗値低減はボロン結合構造とダイヤモンド結合構造の比で決まると容易に想像でき、現状の金属素材（良導体）加工用の低電圧電源を用いたワイヤーカット放電加工機に適するまでの更なる低抵抗化は限界があると思われる。そのため、ワイヤーカット放電加工側の改良（放電加工側のプラズマ電源の適正化）と併せて、技術ノウハウの確立に向けた補完研究を行う。

5. 2) 株式会社日新ダイヤモンド製作所 産業技術総合研究所

5. 2. 1) 大型ダイヤモンドのロウ付け技術の習得

単結晶ダイヤモンドと超硬合金の接合において、既に特許技術を持つが、単結晶ダイヤモンドの市場能力から、そのサイズは6ミリ以下の実績であった。

本研究では、6mm から 13mmサイズの大型ダイヤのロウ接に関してその接合研究を実施し、ロウ材・熱歪み・熱膨張・超硬軸接着面膨張 接合技術の蓄積と、問題点の確認をしながらその対策を検討した。

平成20年度に、産業技術総合研究所から支給された10mmサイズのCVDダイヤを、実際の工具のように再研磨を想定して、ダイヤの取り外し・再ロウ接・再研磨をしても良好な結果が得られるかどうかの検証をおこなった。

平成21年度には、長辺13mmの大型品の周囲の異常核部分を除去する為に、ダイヤの方向を変えて再ロウ接(異常核を刃付け側にして削り取れる様にする)に耐えうるか検証した。

最終的に、自社の持つノウハウと新たな治具工夫を加味して、大型サイズにも関わらず割れなどを発生させない真空ロウ接技術及び、工具先端部分の形状設計の工夫を行い切削時の共振振動を抑制した工具を開発することができた。

5. 2. 2) 精密研磨技術の確立

目標の10mm刃幅の長さ方向の形状加工と高高速かつ超精密研磨仕上げ法の確立には、レーザー加工・研磨装置の設備製作が必須であることから、平成18年度にレーザー加工機の導入を決定し、高精度レーザー装置を自費で導入した。

それに伴い、平成19年度はレーザー加工と研削加工の融合を試み、従来、砥石で異常核を取り除く研磨作業に2~3時間必要としていたが、レーザーにて仕上げ寸法+0.05mm程度まで加工する事に成功した。この技術的成果により、ダイヤ砥石による荒加工が軽減され、10分の1程度にまで劇的に時間短縮が出来た。

平成20年度は、産総研製造の10mmサイズのCVD単結晶ダイヤモンドを用いてサンプル品の加工を行い、刃長10mm以上の切削工具の製作に成功した。

平成21年度は、さらに刃幅の長い切削工具を目指し、産業技術総合研究所から長辺13mmのCVDダイヤモンドの支給を受け、レーザー加工の後、日本初の刃長12.14mmのエンドミルを完成させた。その研磨精度を1000倍で刃先を確認したが、チッピング・研磨筋等は見当たらず、CVD合成ダイヤが実用に耐えうると評価した。

試作した工具は、アクリル樹脂加工の川下企業の協力を得て、大型切削刃物(10ミリサイズ)で厚板樹脂の切削試験を行い、その切削面精度とユーザーのフィードバックコメントから実用できるレベルであるとの評価を得た。

さらに、最終の平成21年度には、栗田製作所にて製造・支給された6mmサイズの合成品

で工具製作を行い、試作に成功した。栗田製のダイヤモンド刃先で、アクリル樹脂加工精度を確認すると共に、今後に必要な急増するCFRP（炭素繊維強化樹脂）の切削試験も行い、その切れ味を確認できた（詳細は本文）。これらの工具はユーザーにて期待を受けており、早期に市場投入がのぞまれている。

図は試作した切削工具で、左・中央は栗田製ダイヤモンド工具で、右は刃長 12 mm の世界最大の刃を持つ工具である。



以上のように、日新ダイヤモンド製作所では、すべての項目を完了することができた。今後、栗田製作所が新連携事業で事業化する大型単結晶ダイヤモンドの供給体制が整い次第、大型刃先を持つダイヤモンド切削工具を市場に供給する。

5. 3) 株式会社新日本テック 産業技術総合研究所

5. 3. 1) 大型ダイヤモンドのロウ付け技術の習得

新日本テックは大型単結晶ダイヤモンドのロウ接技術は保有していなかった。そのため、平成19年度にダイヤ金属接合装置を導入し、多くの種類がある活性ロウ種の選定を行った。続けてロウ接の習熟を重ねる中で、接合界面の隙間を無くす課題と直面した。

平成20年度は、当研究で製作する導電性CVD単結晶ダイヤモンドの完成に先駆けて接合技術を開発するため、導電性CVD多結晶ダイヤモンド（購入品）と超硬合金の接合実験を行った。多くの実験から、ペースト状活性銀ロウよりも板状活性銀ロウの方が、接合巣の少ない安定した接合が可能であることがわかった。

さらに、導電性CVD多結晶ダイヤモンド（購入品）と超硬合金間の接合層に銅板を挿入することで、安定した接合層の厚み管理・プレス衝撃への耐久性・ロウ付け冷却時における熱歪みの最小化効果を期待できることが判明した。

この技術習得より、産総研製CVD単結晶ダイヤモンド（絶縁性）と超硬合金の接合技術を確立することできた。

平成21年度は、栗田製作所製導電性CVD単結晶ダイヤモンドの支給に先駆け、引き続き産総研製CVD単結晶ダイヤモンド（絶縁性）を使用し、耐久性評価用金型のCVD単結晶ダイヤモンドダイを完成させた。

栗田製作所製単結晶ダイヤモンドも合成に成功したことから、その支給を受け、新日本テックで接合を行い良好なサンプルを得ることができた。

以上の本プロジェクト研究から、金型工具に必要とされる単結晶ダイヤモンドのロウ接技術を確立した。

5. 3. 2) 高精度・超精密研削技術の確立

ダイヤモンド金型工具の開発には単結晶ダイヤモンドのロウ接技術と共に、接合された単結晶ダイヤモンドの精密研削技術の確立が必要である。平成20年度には、導入したダイヤ研削装置による高効率研削技術・プロファイル研削盤による研削技術・ワイヤーカット放電加工成形技術・形彫放電加工技術を確立した。

平成21年度は、CVD単結晶ダイヤモンドダイの製作と耐久性比較評価を行うため、産総研製CVD単結晶ダイヤモンド（絶縁性）で金型工具の製作を行った。レーザー加工により粗加工したのちロウ接し、研削で仕上げ加工を行い金型工具を完成させた。

5. 3. 3) 実用性の評価

小型精密コネクタの川下企業から要求のあるコネクタ用のプレス成形金型にあって、プレス精度に重要なパイロット穴明パンチに着目し、当研究で構築した耐久性評価環境下で寿命

評価を実施した。

平成19年度はダイヤモンド金属接合装置、平成20年度はダイヤモンド研削装置を導入して、平成21年度には産総研製CVD単結晶ダイヤモンド（絶縁性）を使用してCVD単結晶ダイヤモンドダイを完成することができた。

平成20年度は、耐久性比較評価のため8tonプレス機を導入。また、評価用金型を製作し、従来型超硬合金ダイとCVD多結晶ダイヤモンド（購入品を使用した）ダイ、及び産総研製CVD単結晶ダイヤモンド（絶縁性）ダイとの耐久性評価ができる環境を構築した。これにより、高硬度材料（ステンレス材料）を50万ショットまで連続打ち抜きを行った。

結果は、CVD多結晶ダイヤモンド（購入品を使用した）ダイは早期に欠けが発生し、金型を痛めることから耐久性評価を中断した。従来型超硬合金ダイでは、ショット数の増加と共に金型工具切刃部のダレや磨耗、打ち抜きバリの成長が観察されたが、産総研製CVD単結晶ダイヤモンド（絶縁性）ダイでは、これらの現象は観察されず、バリ成長状況比較で超硬合金比5倍以上の長寿命が確認された。このことから、産総研製CVD単結晶ダイヤモンド（絶縁性）ダイは、高硬度被加工材に対しても抜群の耐久性を持つことが実証された。

また、連続打ち抜きによる耐久性評価経過後、産総研製CVD単結晶ダイヤモンド（絶縁性）ダイ自体にも切刃部のダレやカケなどの衝撃の影響は確認されなかったことから、産総研製CVD単結晶ダイヤモンド（絶縁性）を用いたダイは十分実用に耐えうることが実証された。

また、栗田製作所での導電性ダイヤモンド合成の成功を受け、試作合成された導電性（200k $\cdot\cdot$ ）のダイヤモンド基板を超硬基材にロウ接後ワイヤーカット放電加工を試みたが、放電加工はできなかった。そのため、栗田製作所に導電性ダイヤモンドの更なる低抵抗値化を要請すると共に、新日本テックにおけるワイヤー放電加工条件の探索も検討する。これらは補完研究の課題である。

以上の補完研究により、ワイヤーカット放電加工や形彫放電加工による高精度加工が視野に入ることから、寿命延長、更にはや半永久的に使用可能なメンテナンスレス金型工具の製作が期待できる。

6) 研究開発後の課題・事業化展開

平成 21 年 6 月 21 日に、関係者にて最終年度のサポイン第 1 回技術委員会を開催し、いままでの各社の技術開発成果の進捗を総括した。その報告から、サポインにおけるこつこつと改善・改良を重ねた研究成果及び、今年（最終年度）の成果を想定すれば、事業化段階に進むことができると確信した。

サポインのプロジェクトマネージャーとして、事業化するまで仕掛けるのが使命と感じ、工業用ダイヤモンドの安価且つ安定供給の新規事業を、新連携プログラムの支援を受けて、強力に押し進めるべきと判断した。

そのため、H21 年 6 月 29 日 中小機構の新連携プロジェクトマネージャーに相談。その後、新事業のダイヤモンドマーケティング、新連携体の構築、事業計画の考案、等の準備から新連携の計画書作製を開始した。

その後、中小機構プロジェクトマネージャーと 10 回のディスカッションを重ねて、「新開発装置工法による 6～10 ミリ角単結晶ダイヤモンド板材の製造販売事業」の認定申請書を作製する事ができた。平成 21 年 12 月 25 日に正式認定申請を提出、平成 22 年 1 月 26 日に新連携（異分野連携新事業分野開拓計画）の認定を得ることができた。

現在、補助事業新事業活動促進支援補助金（新連携支援事業）の交付を受けるために、書類申請している段階まで、進んでいる。平行して、栗田製作所ではダイヤモンド合成の事業化にむけたプロジェクトを遂行している。

新連携（異分野連携新事業分野開拓計画）への移行

コア企業・株式会社栗田製作所、連携体企業 1・株式会社新日本テック、連携体企業 2・(有)プラスにて、「新開発装置工法による 6～10 ミリ角単結晶ダイヤモンド板材の製造販売事業」の認定申請を行い、平成 22 年 1 月 26 日付けにて正式認定が受理された。

本計画「高精度加工用大型ダイヤモンド切削工具の開発」は、本格的な事業化に向けて進化することになった。

平成21・12・25近畿第14号
平成22年1月26日

株式会社栗田製作所
代表取締役社長 栗田 好雄 殿

近畿経済産業局長 深野 弘行



異分野連携新事業分野開拓計画に係る認定について

平成21年12月25日付けをもって申請のあった異分野連携新事業分野開拓計画「新開発装置工法による6～10ミリ角単結晶ダイヤモンド板材の製造販売事業」については、中小企業の新たな事業活動の促進に関する法律第11条第1項の規定に基づき認定する。

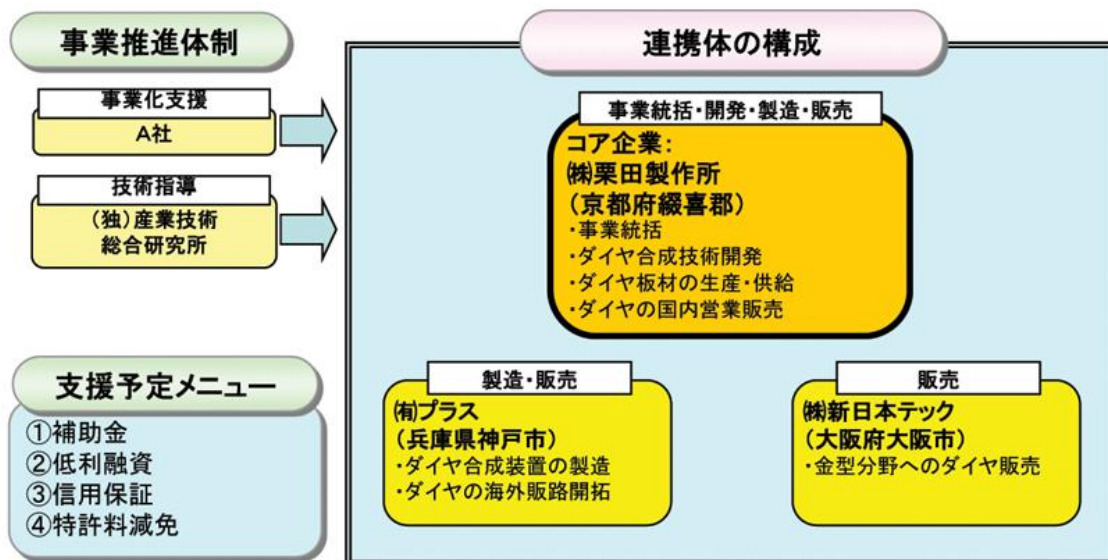
連携参加者（中小企業者）		
	①名称、②住所、③代表者名	④資本金、⑤従業員数、⑥業種（細分類番号）
1	①（株）栗田製作所 ②京都府綴喜郡宇治田原町大字 湯屋谷小字西塔ヶ谷1-33 ③代表取締役社長 栗田 好雄	④2000万円 ⑤73名 ⑥その他の電子応用装置製造業（2969）
2	①（有）プラス ②兵庫県神戸市長田区神楽町 3-2-19 山西ビル1F ③取締役 米澤 勝彦	④800万円 ⑤2名 ⑥真空装置・真空機器製造業（2693）
3	①（株）新日本テック ②大阪府大阪市鶴見区浜2丁目 2番81号 ③代表取締役社長 和泉 康夫	④10000万円 ⑤80名 ⑥金型・同部分品・付属品製造業（2691）
4		

地域	京都府綴喜郡	認定日	平成22年1月26日	5-21-127
事業分類	製造(精密機械)	テーマ分類	基盤技術	


事業名: 新開発装置工法による6~10ミリ角単結晶ダイヤモンド板材の製造販売事業

○事業概要(新規性、市場性等)

- 工具用に適した板状で大型の単結晶ダイヤモンドは、その成長プロセスおよび板状への成形加工課題から、市場への安定供給がなされてこなかった。特に大型ダイヤモンドは高価格での調達が多量に行われている状況であった。
- 本連携事業は、新たに開発したパルス電源方式を導入した「パルスプラズマ成長装置工法」およびその安定成長環境条件の構築により、大型かつ板状の単結晶ダイヤモンド成長に成功し、工具メーカーを中心に低価格での安定供給販売をするものである。



試作板状単結晶ダイヤモンド




基本仕様


- ・ 結晶面 100 面
- ・ サイズ 6 mm角
10 mm角
- ・ 厚さ 1 mm

新開発の単結晶ダイヤモンド成長装置

ダイヤモンド成長プラズマ



パルス電源



【プロジェクトの管理・運営（財団法人関西情報・産業活性化センター）】

プロジェクトの目標を達成するために、本年度は3回の研究推進委員会を開催し、参画機関の研究推進状況及び研究開発に関する情報交換を行い、研究開発の意思決定や計画の見直しを適切に実施した。さらに、事業管理者が参画機関と緊密に連携をとり、問題点の把握や対策方法について検討し、プロジェクト内で迅速に対応できるようにした。

5.1) 研究推進委員会の開催

下表5-1に示すように、平成21年度は、研究推進委員会を3回開催し、各担当課題の進捗状況の報告を行い、加えて、第1回では、本プロジェクトの通年計画につき論議し、第3回では、最終年度を終了するあたりプロジェクトの総括と今後の展開（新連携に認定）の説明を行った。研究推進委員会の構成員は下表5-2を、また、推進委員会の詳細については、巻末の【プロジェクト推進委員会の議事録】を参照。

研究推進委員会	日時	場所	内容
第1回	平成21年10月1日(木) 14:30~17:00	中央電気倶楽部	<ul style="list-style-type: none"> 本年度実施計画および各機関の研究計画の説明等 各担当課題の進捗状況報告本年度の成果と課題
第2回	平成21年12月22日(火) 14:00~17:00	関西情報・産業活性化センター	<ul style="list-style-type: none"> 各担当課題の進捗状況報告
第3回	平成22年2月25日(木) 14:00~17:00	関西情報・産業活性化センター	<ul style="list-style-type: none"> 各担当課題の進捗状況報告 プロジェクトの総括 今後の展開

表5-1 研究推進委員会の開催日時、場所および内容

氏名		役職	所属
PL	西村 芳実	特別顧問	株式会社栗田製作所
SL	茶谷原 昭義	チーム長	独立法人産業技術総合研究所
委員	猪飼 光章	常務取締役	株式会社栗田製作所
委員	大坪 陽	—	
委員	和泉 康夫	代表取締役社長	株式会社新日本テック
委員	畔柳 和宏	常務取締役	
委員	筒井 長	—	
委員	藤田 邦倫	代表取締役社長	株式会社日新ダイヤモンド製作所
委員	横井 豊	常務執行役員	
委員	堀野 裕治	産学官連携コーディネータ	独立法人産業技術総合研究所

アドバイザー	中田 一博	教授	大阪大学
アドバイザー	藤原 和男	主幹技師	パナソニックエレクトロニック デバイス株式会社
アドバイザー	山縣 裕	教授	岐阜大学
アドバイザー	野田 浩男	所長	野田技術士グループ事務所
アドバイザー	三原 孝夫	クラスターマネ ージャー	ネオクラスター推進共同体

表 5 - 2 研究推進委員会の構成員

5. 2) 設備の導入

平成 21 年度に導入した設備を、下表 5 - 3 に示す。

財産名	数量	取得 年月日	保管場所
耐震高倍率観察システム	1 式	H21. 7. 13	株式会社日本テック
切削改良装置 (研削盤用)	1 セット	H21. 7. 29	株式会社新日本テック
小型プレス	1 台	H21. 9. 15	株式会社新日本テック
ダイヤモンド工具研削盤	1 台	H21. 11. 17	株式会社栗田製作所

【研究推進委員会議事録】

1. 第 1 回研究推進委員会議事録

■日時：平成 21 年 10 月 1 日 (木) 14:30~17:00

■場所：中央電気倶楽部 西館 210 号

■開会挨拶：西村 P L より開会の挨拶を頂いた。

■研究開発報告

1) 平成 21 年度の計画概要と新連携に向けた取り組み (西村 P L)

- ・今年度 (最終年度) の成果を想定すれば事業化に進めることができると確信し、新連携プログラムを強力に押し進める事を決意。
- ・産総研・産学官連携センターの支援を得てマーケティングを実施し、サンレイ工機、三菱樹脂(株)、秋田県産業技術総合研究所等々を訪問した結果、大型ダイヤモンドの市場があることを確信。
- ・現在のサポインの成果を活かし、新事業モデルの構築を推進する。

2) ダイヤモンド単結晶の合成結果報告 (栗田製作所 大坪氏)

- ・目標とする 6 mm 角サイズは合成条件がほぼ確定し、昨年度の成果である 3 mm 角サイズと同様な成長レートで安定して合成することができるようになった。

	成長レート	膜厚
6 mm 角サイズ	約 38 $\mu\text{m}/\text{h}$	872 μm (合成時間 延べ 23 時間)

3 mm 角サイズ	15～38.3 $\mu\text{m}/\text{h}$	840 μm (合成時間 延べ28時間)
-----------	--------------------------------	---------------------------------

- ・10 mm 角サイズの合成は、10 mm 角用ホルダーを製作し、電源出力を約1.6倍に上げて実験中。また、ボロンドープの実験も並行して実験中。
- 3) ダイヤモンド金型の開発状況 (株新日本テック 和泉社長、筒井氏)
- ・産業技術総合研究所殿が合成した非導電性CVD単結晶ダイヤモンドを支給頂き、レーザー粗加工 (日新ダイヤ) を行った後、弊社にて、ロウ付け、研削加工、プロファイル研削加工を行い金型工具 (パンチとダイ) を製作した。それらを評価用金型に組み込み耐久性の評価を行う。
 - ・プロファイル研削加工では、2 μm 加工するのがやっとであった。導電性を付与できれば、放電ワイヤー加工により仕上げ寸法付近まで加工できるため、高精度の金型工具の製作が可能となる。
- 4) ダイヤモンド切削工具の接合の現況 (株日新ダイヤモンド製作所 横井常務)
- ①ダイヤモンド切削工具 (エンドミル工具) の製作
- ・産業技術総合研究所殿よりCVD単結晶ダイヤモンド素材を支給頂き、外周レーザー加工、スクイ面研磨スクイ面ラップ、真空ロー接、レーザー粗加工、刃付け加工を行い、チップング、研磨筋等の見当たらない良好な外観のエンドミル工具 (径: ϕ 13.25 mm、刃長: 12.14 mm) を製作できた。
 - ・今回、工具の加工前に異常核をほとんど除去したことで、良好な工具が製作できた。しかし、若干異常核が残った部位の加工には余計な時間が掛かってしまった。次回からは、異常核を全て除去した後に加工を行い、加工時間短縮を図る。
 - ・今回もスクイ面の研磨、凹凸除去 (0.35 mm 除去に約30時間) と面の傾きの修正 (0.77 mm 除去に約60時間) に多大な時間を要した。この加工能率向上のためにも、凹凸、傾きの少ないダイヤモンド素材の合成がポイントとなる。
- ②ダイヤモンド切削工具 (エンドミル工具) の切削評価
- ・下記の条件で切削評価を行った。結果、加工した面が透明で良好な結果が得られた。現在、アクリルの加工実績があるユーザー様にての切削評価を依頼中。
- 被削材: アクリル
 工具回転数: 3600 rpm (切削速度: 150 m/min)
 送り速度: 200 mm/min
- 【側面加工】 径方向切込: 0.05 mm、軸方向切込: 11.5 mm
 【底面加工】 径方向切込: 13.25 mm、軸方向切込: 0.1 mm
- 5) CVDダイヤモンド合成技術について ((独)産業技術総合研究所 茶谷原チーム長)
- ・日新ダイヤモンド殿と新日本テック殿向けにCVDダイヤモンド素材を作製した。合成条件、素材寸法等は下表参照。

試料#	最大厚さ	成長速度	基板温度	マイクロ電力	圧力&ガス流量
#490602	1.758 mm	38 $\mu\text{m}/\text{h}$	1170-1220 $^{\circ}\text{C}$	2900 W	圧力: 120 Torr

#490610	1.975 mm	41 $\mu\text{m}/\text{h}$	1170-1190°C	2380 W	流量： H2:CH4:N2=500:60:0.6
---------	----------	---------------------------	-------------	--------	-----------------------------

7) アドバイザーからのコメント

(藤原主幹技師) ダイヤモンド金型の開発状況で、プロファイル研削加工でやっと2 μm 加工できた点、非導電性CVDダイヤモンドを使う限りは大きな課題と思う。放電ワイヤーカットが適用できる導電性CVDダイヤモンド素材での改善を早期に確認して欲しい。

(野田所長) 成果を確実に出して新連携に繋げて欲しい。

(三原クラスターマネージャー) 順調に進んでいると思う。サポインから新連携へは初と思うが、地域コンソからは前例があると思うので参考にして欲しい。

■事務局からの報告

事務局より以下の項目の報告、説明を行った。i) 今後の予定、ii) プロジェクト終了に向けての確認事項、iii) 公表許可について、IV) 特許出願について、V) 平成21年度取得設備の発注および検収状況、VI) 近畿経済産業局における補助事業および委託事業について

■閉会挨拶 (K I I S)

2. 第2回研究推進委員会議事録

■日時：平成21年12月22日 (火) 14:00～17:00

■場所：財団法人関西情報・産業活性化センター 第1会議室

■研究開発報告

1) ダイヤモンド単結晶の合成結果報告 (榊栗田製作所 西村PL、大坪氏)

- ・10mm角の自立ダイヤ、事業化をめざし新連携への提案を行い、このほど認定された。
- ・スイッチングデバイスのサンプルを10個入手。事業化をめざして10mm角ダイヤモンドの条件確定を進める。ガス循環の試験など。
- ・プラズマ密度をあげると成長速度も速まる。メタ濃度を上げただけでも変わる。

2) ダイヤモンド金型の開発状況 (榊新日本テック 和泉社長)

- ・ロウ付け、超精密、環境構築の3点を実施。導電性CVD入手後、金型工具の製作を実施する。(耐久性比較評価用金型)
- ・評価金型ダイヤは切断部にバリが生じるが、単結晶ダイヤでは変化が殆ど見られず。
- ・バリの高さは5～10 μm が適正クリアランスだが、その倍はいおっている。
- ・超硬の30万ショットではクリアランスが増えている。
- ・5 μm でトップの摩耗はバリの高さからすると同じくらい。
- ・超硬ダイヤの組み合わせ次第では、ずっと再研磨しなくて良い可能性もある。

3) ダイヤモンド切削工具の接合の現況 (榊日新ダイヤモンド製作所 横井常務)

- ・切削テスト結果でユーザ評価には問題なし。ユーザからの購入希望もあり。
- ・異常核が生じていることについては理由が不明。

- ・裏のヒビは剥離だが、表面ではなく中の方にあるようだ。成長した後に内側にクラックが入っていると思われる。接合面のクラック。
 - ・条件を設定すれば異常核は発見や減らすことも可能。
- 4) CVDダイヤモンド合成技術について（(独)産業技術総合研究所 茶谷原S L）
- ・CN結合。窒素介在で黒くなる。
 - ・くっついたまま、活性化エネルギー
- 5) アドバイザーからのコメント（意見交換）
- (野田AD) 資料1で7ページにOSGグローバルネットが自動車関係で参加とあるが、自動車関係の加工にダイヤが有効ということか？
- (西村PL) OSGは日新ダイヤの親会社。新連携のパートナー役に考えている。自動車の座席部部を作っていて、そこでダイヤが加工に有効と考えている。
- (山懸AD) CFRPを車に使うというのと、車体部分になるのか。穴あけに問題があるようで、それに使うという話。
- (藤田) EV車であればそうなる。DLCは穴あけ加工に有効。
- (三原AD) 茶谷原さん、商業ベースまで来ていると考えてよいのか。
- (茶谷原) 値段が仮題でしょう。ベンチャー作りはやれると捉えている。4～50μmパワーでエレメント6という会社があるがダイヤの品質は微妙。それがクリアされれば一気に時代はCVDになる。
- (山懸AD) いずれにしても上手く進んでいるようで何よりである。

■事務局からの報告

- ・中間検査報告、設備の発注状況、設備の無償貸与関係、公表許可と特許出願、年度末スケジュール、成果報告書、補助事業および委託事業、について報告と説明を行った。

■近畿経済産業局からのコメント

近畿経済産業局 産業部 製造産業課 ものづくり支援室 永田調査官よりコメントをいただいた。

サポインの補正事業は近畿でも89件が採択され、近畿経済産業局としては6名の担当体制であたらせていただいている。いかにして事業化に結び付けていくかというものが多いが、本研究開発は事業化をめざして新連携に採択され、次のステップに着実に進んでおり、すばらしいことであると考えている。経済環境が厳しさを増す中だが、局としても本研究開発を支援していきたい。

■閉会挨拶（K I I S）

3. 第3回研究推進委員会議事録

■日時：平成22年2月25日（木） 14：00～17：00

■場所：財団法人関西情報・産業活性化センター 第1会議室

■開会挨拶：西村PLより開会の挨拶を頂いた。

■研究開発報告

- 1) ダイヤモンド単結晶の合成結果報告（まとめ）（西村PL）

- ・ダイヤモンド単結晶の合成の進捗状況は、①6mm角の成長（～7月）、②10mm角の成長（～12月）と計画通りに進捗している。現在、ボロンドープによる導電性の付与に向けて鋭意取り組み中。
 - ・「新開発装置工法による6～10ミリ角単結晶ダイヤモンド板材の製造販売事業」について、平成22年1月26日付けで新連携に認定。
- 2) ダイヤモンド単結晶の合成結果報告（詳細報告）（㈱栗田製作所 大坪氏）
- ・メタン流量の条件の変更により、成長面が滑らかになった。
 - ・窒素流量の大幅な減少により、ダイヤモンド基板の黒色が薄まった。
 - ・10mm角では高い確率で安定成長ができる条件が掴めた。
 - ・基板のセッティングや取り扱いなどの工程を確立する必要がある。
 - ・ボロンドープのテストを実施し、合成20分で9μ厚みのサンプルを作製した。導電性を示すことが確認できた。今後は、ボロンがドープされているかを検証する。
- 3) ダイヤモンド金型の開発状況（㈱新日本テック 和泉社長）
- ・ショット数を50万に延長し、単結晶ダイヤモンド製金型（ダイ）と超合金製金型（ダイ）との耐久性を評価した。結果は、ショット数の増加に伴い、超合金製ダイは摩耗や打ち抜き材料のバリが大きくなったが、単結晶ダイヤモンド製ダイはほとんど変化は見られなかった。更に、ショット数を増やせば超合金製に比べ10倍以上の寿命を示す可能性が高い。
 - ・導電性単結晶ダイヤモンドを用い高精度な加工が可能になれば、適正なパンチとダイのクリアランスを確保することができ、半永久的に使用できるメンテナンスフリーの金型工具の製作が期待できる。
- 4) ダイヤモンド切削工具の製作進捗状況（㈱日新ダイヤモンド製作所 横井常務）
- ・CFRPテスト加工を12月に作製したCVDダイヤモンド工具（2種）を用いて行った。また、比較としてPCDダイヤモンド工具も同時にテストした。結果は、カーボン繊維に沿った方向の加工（0°）では、どの工具もきれいな加工面になった。一方、カーボン繊維に垂直な方向の加工（90°）では、スジが残る加工面になった。カーボン繊維のせん断時に微小な震動が起こっていると考えられる。
 - ・上面との稜線を見ると、カーボン繊維に沿った方向の加工（0°）では、チッピング等が少なく、きれいに仕上がっている。一方、カーボン繊維に垂直な方向の加工（90°）では、チッピングが目立つ。
 - ・また、CVDダイヤモンドとPCDダイヤモンドで、カーボン繊維に垂直な方向の加工（90°）を比べると、CVDダイヤモンドのほうがチッピングが小さく、数も少ない。
 - ・CFRPのA、BプレートとC、Dプレートを比較すると、カーボン繊維に垂直な方向の加工（90°）では、光沢のあるA、Bプレートのほうがチッピングが大きくなる傾向がある。
 - ・今後、耐久テストを行う。
- 5) CVDダイヤモンド合成技術について（(独)産業技術総合研究所 茶谷原チーム長）

- ・干渉顕微鏡による基板裏面の変形を測定することで、CVD単結晶ダイヤモンド板のストレスを評価した。

6) アドバイザーからのコメント

(野田所長) 努力を重ねられ十分な成果を出されていると思う。サポインは今年度で終了するが、新連携に成果を繋げて欲しい。また、新連携では販路開拓がポイントと思われる。

■事務局からの報告

事務局より以下の項目の報告、説明を行った。i) 中間検査報告 ii) 今後の予定 iii) 成果報告書作成 iv) 設備の無償貸与関係 vi) 公表許可について vii) 近畿経済産業局における補助事業および委託事業について

■閉会挨拶 (K I I S)

【謝辞】

本プロジェクトを遂行するにあたり、近畿経済産業局産業部製造産業課の永田調査官には、多大なご指導を賜り深謝申し上げます。また、アドバイザーとして、大阪大学 中田一博教授、パナソニックエレクトロニックデバイス株式会社 藤原和男主幹技師、岐阜大学 山縣裕教授、野田技術士グループ事務所 野田浩男所長、ネオクラスター推進共同体 三原孝夫クラスターマネージャーには、ご指導ご鞭撻を賜り心より感謝申し上げます。