

# 単結晶 ZnS の微細溝列加工について

○立花健二、鳥居龍晴、松下幸司、増田忠志

教育・研究技術支援室 装置開発技術系

## 概要

赤外検出器などに使用される分光器の材料として Si, Ge, ZnSe, ZnS などが使用されている。これらの材料は、脆くて割れやすいことから脆性材料と呼ばれ、一般的な金属加工と同じ方法では切削することが出来ない。このような材料の加工法として、加工時に切取厚を 100nm 程度まで小さくすると、延性切削できることが知られている (図 1)。これまで、我々は光学特性と入手しやすさから多結晶の ZnS に着目し、分光器グレーティングの切削条件を調べるため、多結晶 ZnS への微細角溝加工 (図 2) を試みた [1]。その結果、加工距離が約 1.1m で加工面に欠けが発生することがわかった。これは分光器の加工に要求されている切削距離約 100m と比較して非常に短いものであった。多結晶 ZnS への微細角溝加工実験結果の考察から、ZnS の基本的な切削特性を調べるには単結晶 ZnS の加工特性を調べる必要があるとの結論に至った。今回の報告では、単結晶 ZnS について加工実験を行なった過程とその結果について報告する。

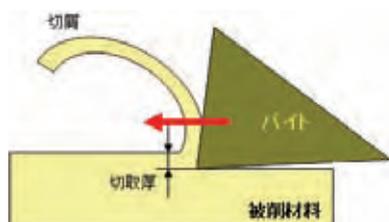


図 1 旋削加工の切取厚

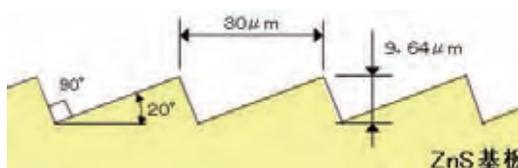


図 2 角溝列の断面形状

## 1 単結晶 ZnS について

単結晶 ZnS は閃亜鉛鉱型の結晶構造を持つ無色透明な結晶である。表 1 に単結晶 ZnS の物理的特性を示す。また、参考として多結晶 ZnS-MS の特性も記載する。今回使用した単結晶 ZnS は気相成長法によって作製されたものである。試料の寸法は 10 × 10 × 1 mm である。

表 1 ZnS の材料特性<sup>[2][3]</sup>

	単結晶 ZnS	多結晶 ZnS-MS (参考)
密度 [g/cm <sup>3</sup> ]	4.08	4.09
ヌーブ硬度 [kg/mm <sup>2</sup> ]	210	210~240
熱伝導率 [W/cm·k]	0.16	0.27
縦弾性係数 [GPa]	74.4	85.5
屈折率 (λ=10.6 μm)	2.4	2.2

## 2 切削工具と加工機について

切削工具は単結晶ダイヤモンドバイトを使用した。使用したバイトの外観を図 3 に示す。R バイトは、すくい角 10° でノーズ半径 1 mm、角バイトはすくい角 10° で先端角 90° であり、欠けを防止するためにノーズ半径 0.5 μm となっている。また、脆性材料の超精密加工では、剛性が高く位置決め精度

の良い加工機が必要になる。そこで、加工機は超精密非球面加工機（ULG-300C（東芝機械）国立天文台所有）を使用した。加工機の諸元を表2に示す。

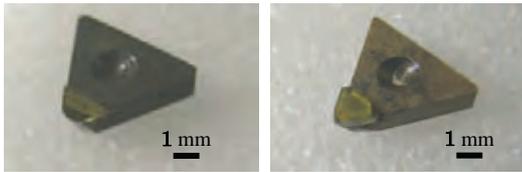


図3 実験に使用したバイト（2種）

表2 加工機の諸元

加工機形式	ULG-300C（東芝機械株）
加工範囲	X 250mm、Y 75mm、Z 150mm
軸受形式	空気静圧軸受
加工送り速度	0.1～320 mm/min
最小設定単位(X軸、Y軸、Z軸)	1nm
フライカット スピンドル回転数	600～6000 rpm

### 3 実験内容と結果

一般的に単結晶材料の加工では、多結晶材料では見られなかったような異方性が強く現れる。角溝列を切削するにあたり、角溝列加工に適した結晶面と結晶面上の方向が存在する事が予想された。そこで、まずZnS(100)、(110)、(111)面について、Rバイトを使って、回転直径位置ごとに切取厚を変えながら旋削した。加工後の切削面を顕微鏡で観察し、各結晶面について延性から脆性切削に変わる切取厚（以下、臨界切取厚）を調べた。次に、Rバイトによる旋削実験で最も大きな臨界切取厚の得られた面を角溝列の切削に最も適した結晶面とし、切取厚を変えながら同心円状に数本の角溝を旋削した。加工後の切削面の性状を観察し、臨界切取厚が最も大きな方向を調べて角溝列の加工に最も適した方位を明らかにした。その後、フライカット法による角溝列加工実験を行い、切取厚と加工面性状の関係を調べた後で、角溝列をフライカット法により試料全面に切削し、工具寿命試験を行なった。

#### 3.1 Rバイトによる旋削加工実験結果

単結晶ZnSの切削性状を調査するために、ZnS(100)、(110)、(111)面に、段階的に切取厚を変えながら（段階的に回転半径方向の送り速度を変える）Rバイトを使って旋削加工した（図4）。加工条件を表3に示す。加工面を顕微鏡で観察して脆性延性モードの判別を行い、各結晶面の臨界切取厚を調べた。

表3 旋削実験の加工条

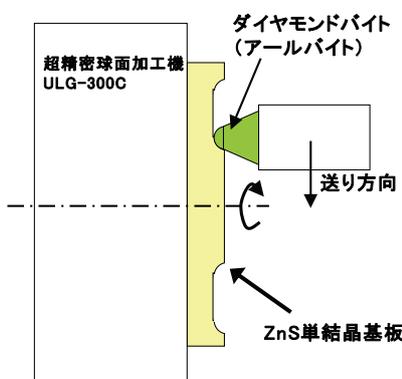


図4 Rバイト旋削実験

切込み深さ	2 μm
X軸 送り速度 [μm/rev] (かっこ内は切取厚、直径位置を表す)	ZnS(100)面 0.1(6nm, φ9~8), 1(63nm, φ8~7), 1.5(94nm, φ7~6) 2(124nm, φ6~5), 4(245nm, φ5~4), 6(361nm, φ4~3) 10(582nm, φ3~2), 3(185nm, φ2~0) ※なお、ZnS(110)、(111)面については 右表中の条件よりさらに大きな送り 速度で追加実験している。 ZnS(110)面、ZnS(111)面 2(124nm, φ9~8), 3(185nm, φ8~7), 5(304nm, φ7~6) 10(582nm, φ6~5), 15(836nm, φ5~4), 20(1065nm, φ4~3) 2(124nm, φ3~2), 2(124nm, φ2~0)
主軸回転数 [rpm]	1000
主軸回転方向	CW
バイト すくい角/逃げ角	単結晶ダイヤモンド -10° / 10°
先端R	1mm
切削油	鉱油ミスト

ZnS (100)、ZnS (110)、ZnS (111) 面をRバイトで旋削した面の写真を図5に示す。図中で黒く見える部分は延性切削領域、白く見える部分は脆性切削領域である。単結晶の異方性のため、延性・脆性領域が面方位特有の模様となって現れている。なお、中心の白く見える部分は、旋削時に材料の回転中心で切削速度がゼロになる部分を避けるために空けた穴である。

加工面を光学顕微鏡で観察して、各面について結晶方位角と臨界切取厚を調べた結果を図6に示した。ZnS (110) 面の  $\langle 110 \rangle$  方向に対して、時計回りに  $135^\circ$ 、 $225^\circ$  方向で最大臨界切取厚  $2000\text{ nm}$  が得られることがわかった。

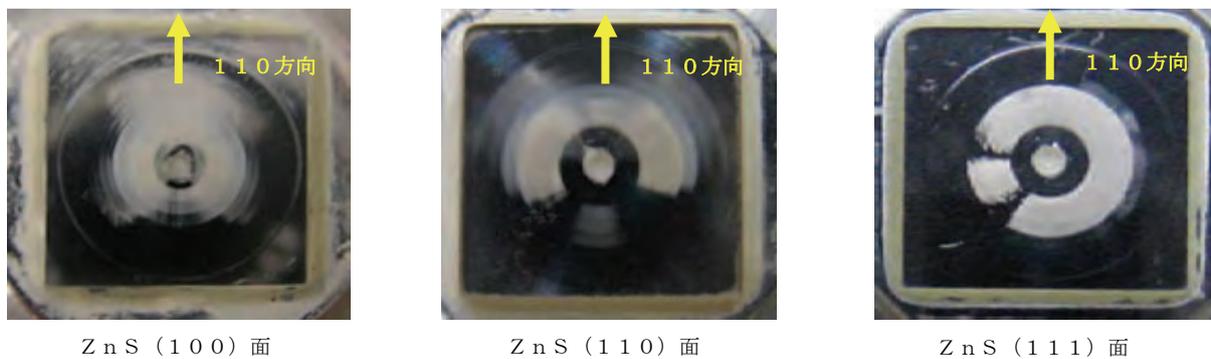


図5 旋削実験結果

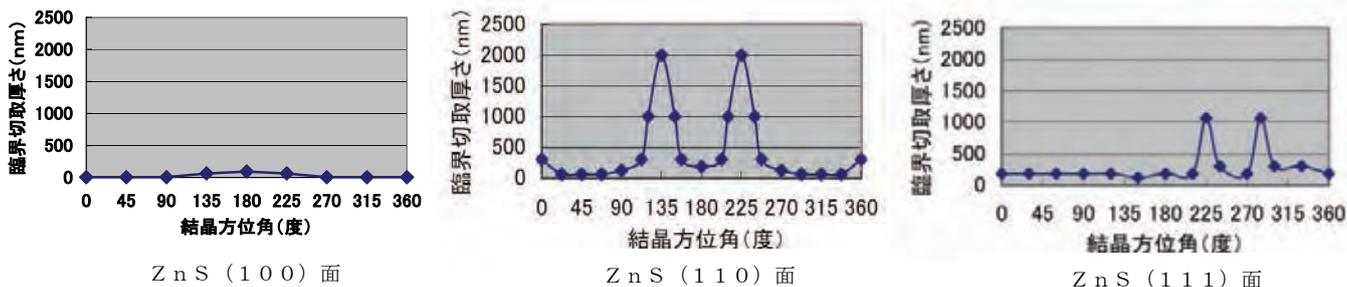


図6 結晶方位角と臨界切取厚の関係 ( $\langle 110 \rangle$  方向を  $0^\circ$  とした)

### 3.2 角バイトによる旋削加工実験

角溝切削に最も適した方向を決定するため、Rバイトによる旋削加工実験において、最も大きな切取厚が得られた結晶面について調べた。角溝切削特性は、同心円状に角溝加工することにより全方向を一度に調べる事ができる。図7は旋削で加工された2本の角溝の形状(概略図)である。

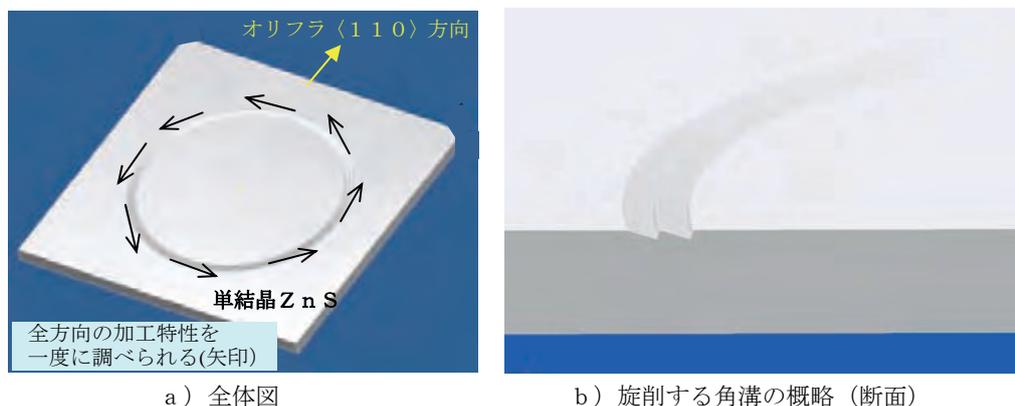


図7 実験で加工する角溝の例

加工条件を表4に示す。面上の全ての方向についての角溝加工特性は、主軸の回転方向に正転および逆転して切削することにより調べる。図8に加工部の写真を示した。バイトは図9に示すように25°傾けて取り付けられている。

旋削した角溝を光学顕微鏡で観察し、脆性延性を判断して臨界切取厚の結晶方位依存性を調べた。

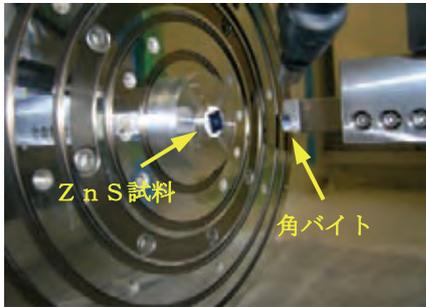


図8 角バイトによる旋削

表4 角バイトによる旋削実験加工条件

切込み深さ [ $\mu\text{m}$ ]	0~13(連続的に増加)
送り速度 [mm/min] (括弧内は角溝の直径を表す)	主軸正転 0.05( $\phi 8.35$ )、0.1( $\phi 8.20$ )、0.5( $\phi 8.05$ ) 1.0( $\phi 7.90$ )、1.5( $\phi 7.75$ )、2.0( $\phi 7.60$ ) 主軸逆転 0.05( $\phi 7.10$ )、0.1( $\phi 6.95$ )、0.5( $\phi 6.80$ ) 1.0( $\phi 6.65$ )、1.5( $\phi 6.50$ )、2.0( $\phi 6.35$ )
主軸回転数 [rpm]	1000
バイト	単結晶ダイヤモンド
すくい角/逃げ角	-10° / 10°
先端角	90° (先端R0.5 $\mu\text{m}$ )
切削油	鉱油ミスト

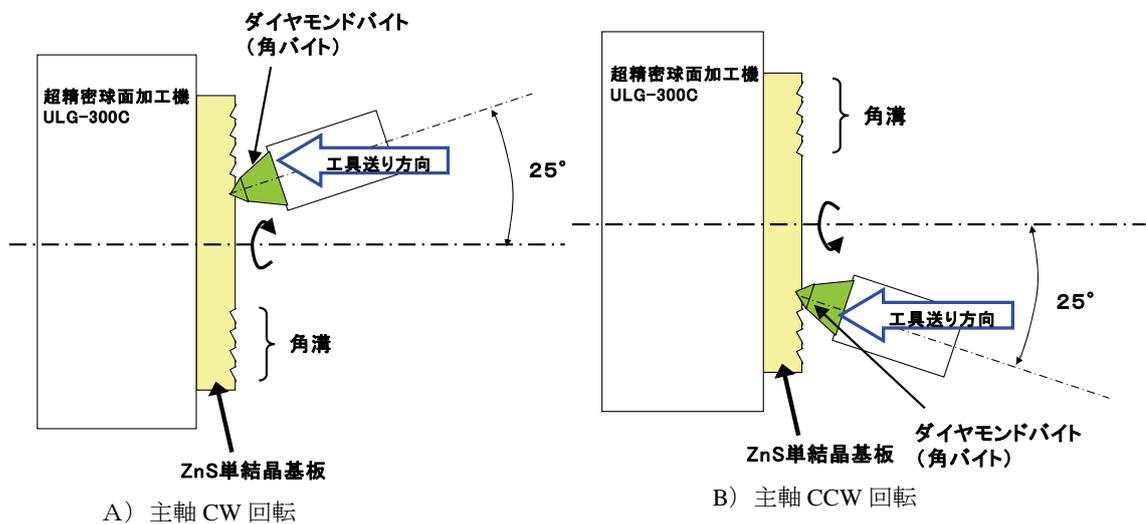


図9 角溝旋削実験(上面図)

角溝旋削加工実験で切削した同心円状の角溝(計10本、図10)を微分干渉顕微鏡で観察した結果、ZnS(110)面上で $\langle 110 \rangle$ 方向を0°として時計回りに19°~35°、134°~154°の2つの切削方位(図11)の臨界切取厚が大きく、角溝切削に適している事がわかった。

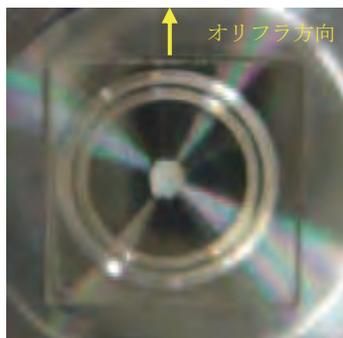


図10 角溝旋削加工後の材料

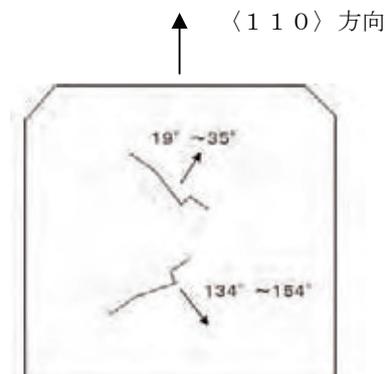


図11 角溝切削に適した方位

### 3.3 フライカット加工実験

旋削加工とフライカット加工では切削過程が異なる。旋削は連続的な加工であるが、フライカット加工は断続的な加工であり、切取厚も変化する(図12)。角溝旋削加工実験の結果、大きな臨界切取厚が得られた2つの方位について、フライカット加工での切削性状を調べるため、フライカット角溝加工実験を行なった。加工条件を表5に示す。

加工後に角溝列の顕微鏡観察を行い、延性・脆性の判別、クラックの有無を確認した。

表5 フライカット実験加工条件

切込み深さ	13 μm
X軸送り速度 [mm/min] (括弧内は切取厚)	8(50nm)、12(75nm)、16(100nm)、24(150nm) 32(200nm)、44(275nm)、56(350nm) 68(425nm)、80(500nm)、92(575nm)
スピンドル回転数	6000rpm
工具回転半径	18.5mm
切削速度	697m/min
切削方向	ダウンカット
加工方向(括弧内は試料回転角) <110>方向を0°とし、時計回りを正とする	27°(243°)、144°(304°)
バイト	単結晶ダイヤモンド
すくい角/逃げ角	-10°/10°
先端角	90°(先端RO.5μm)
切削油	鉱油ミスト

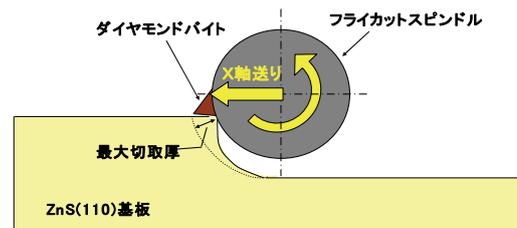


図12 フライカット加工法(ダウンカット)

フライカット加工法で図2に示した形状の角溝列の加工を行なうため、試料を25°傾けて設置する必要がある(図13)。また、最も臨界切取厚が大きくなる方向に角溝列を切削するため、試料を回転させる必要がある。そこで、試料を取り付けた小型の回転ステージを傾斜ジグに固定して加工した(図14)。

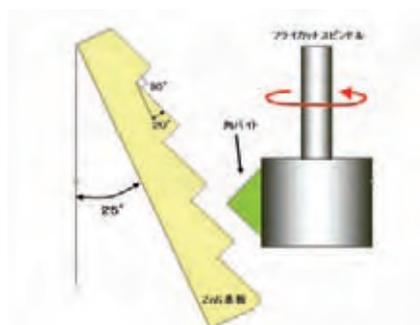


図13 被削試料と切削工具の位置関係

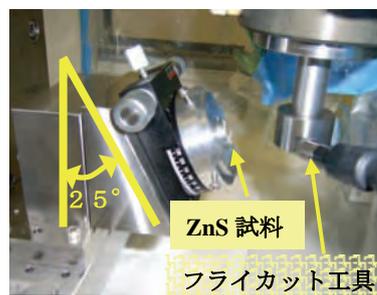


図14 加工部写真

溝列の加工では、隣接した溝の間にあるエッジの小さな欠け(チッピング)の発生が問題となる。今回の実験では、図15に示すように、加工条件ごとに3本の角溝を隣接して加工し、チッピング発生も評価できるようにした。

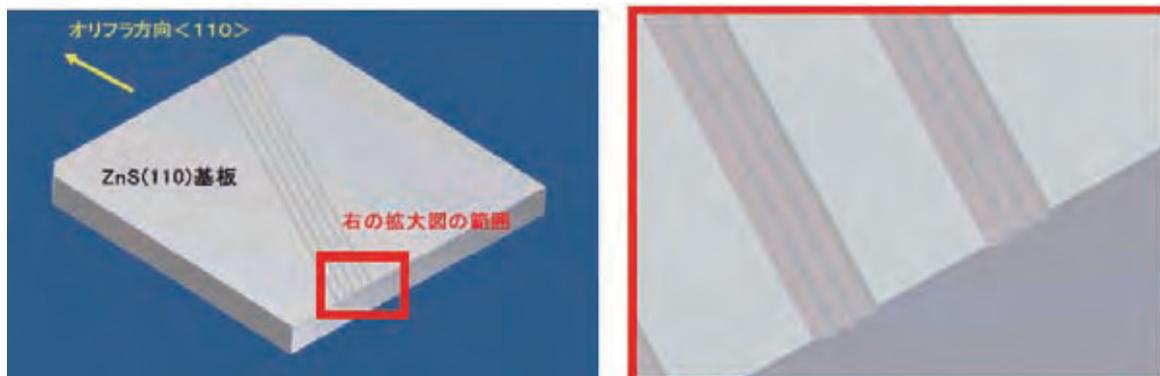


図15 フライカット加工 角溝列の概要

加工後の試料を図16に示す。試料のオリフラ方向（〈110〉方向）に対し、時計回りに27°（加工I）と144°（加工II）だけ傾いた角溝列が確認できる。

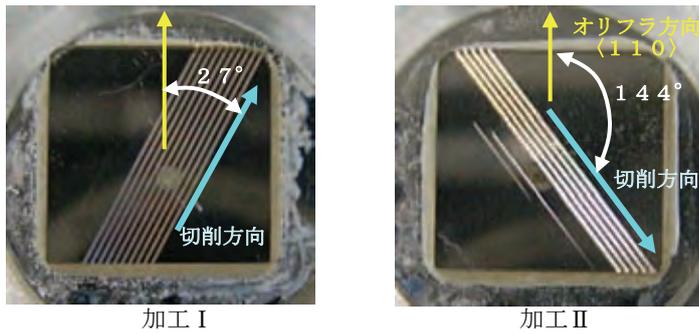


図16 加工した角溝列

面粗さの測定は、非接触三次元形状測定器（WYKO NT-1100）を使い、25 μm 四方の範囲で二乗平均平方根粗さ（Rq）を測定した。測定結果を図17に示す。なお、加工条件の数は、加工IIは5条件であるが、加工Iは10条件と条件数が多い。これは、加工IIより加工Iの面粗さが良好だったため、加工Iの加工条件を追加したことによる。

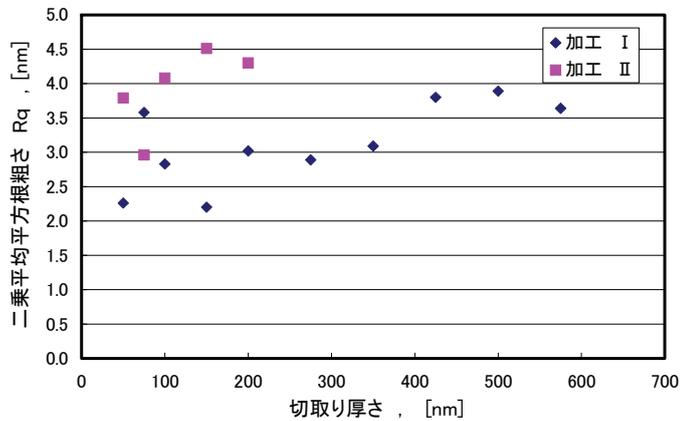


図17 切取厚とRqの関係

加工Iについて、フライカット加工した溝列を微分干渉顕微鏡で観察した。全ての加工条件で延性的な切削面であったが、角溝のエッジ部には1~2 μm程度の小さなチップング（図18）が見られた。そこで切削条件ごとに、3本隣接した角溝（長さ11.2mm）について、角溝エッジ部のチップングの個数を調べた。その結果を図19に示す。切取厚が400nmを超えるとチップングの数が急激に多くなることがわかった。

以上の結果から寿命試験の切削条件を切取厚350nm（送り速度56mm/min）に決定した。



図18 角溝列顕微鏡写真

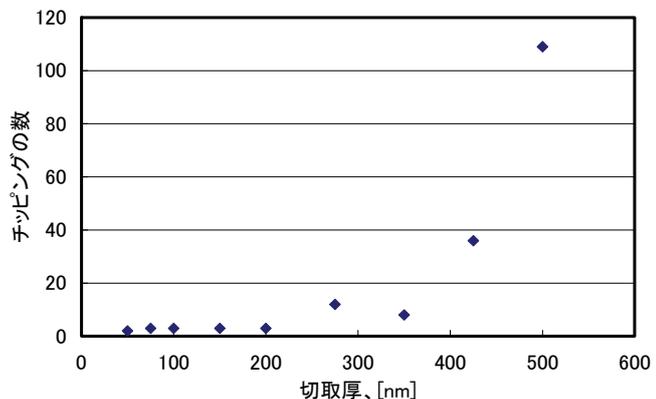


図19 切取厚とチップング数の関係

### 3.4 工具寿命試験

フライカット加工実験の結果から、表6に示す加工条件で工具寿命試験を実施した。工具寿命試験での切削長さは、試料の大きさが10mm角であり、角溝の幅が30μmであることから、約3.3mとなる(図20)。

表6 寿命試験の加工条件

切込み深さ	13μm
X軸 送り速度	56mm/min(切取厚350nm)
フライカット回転数	6000rpm
フライカット回転半径	18.5mm
切削速度	697m/min
切削方向	ダウンカット
バイト	単結晶ダイヤモンド
すくい角/逃げ角	-10° / 10°
先端角	90° (先端R0.5μm)
切削油	鉱油ミスト

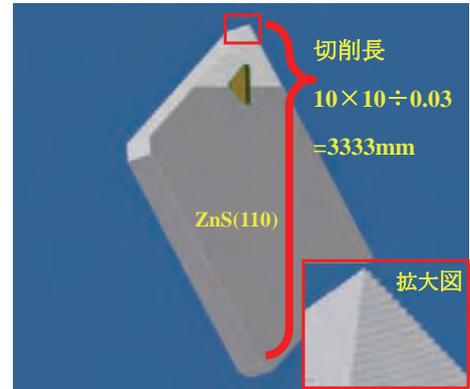


図20 寿命試験

加工後に角溝列を微分干渉顕微鏡で観察した結果、加工距離3.3mまでの範囲でチッピングなどはなく、延性的な加工面であることが確認された。角溝列を全面に加工した試料の外観を図21に示す。

また、非接触3次元形状測定器(WYKO NT-1100)による表面粗さ測定の結果を図22に示す。加工距離に比例して、二乗平均平方根粗さ(Rq)の悪化が確認された。切削開始の状態ではRq 3nm程度であるが、切削距離3.3mでRq 10nm程度になっている。

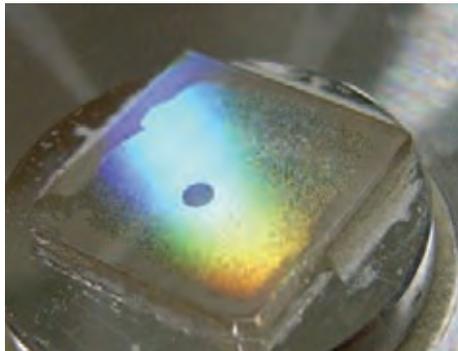


図21 角溝列を全面に加工した試料

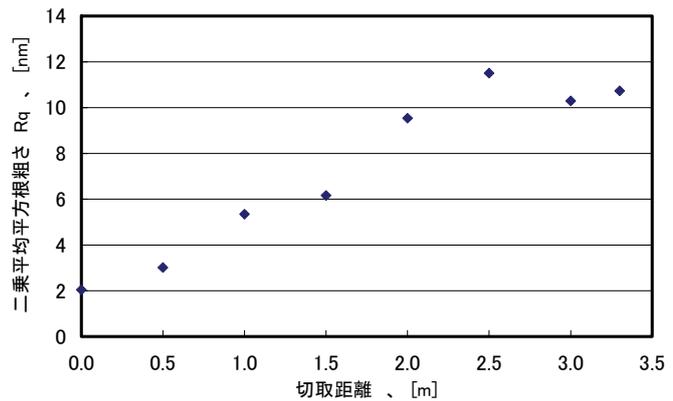


図22 切削距離とRqの関係

非接触3次元形状測定器で測定した高さプロファイルを図23に示す。切削開始時は平坦であるが、切削距離3.3m付近では筋目が見られる。実験に使用したバイトを走査型電子顕微鏡で観察したところ、図24にあるようにバイト先端部分に幅2μm、長さ35μm程度の磨耗が見られた。このことから、切削距離3.3m付近で見られる切削面の筋は、バイトに発生したクラック、あるいは磨耗が転写されたものと思われる。

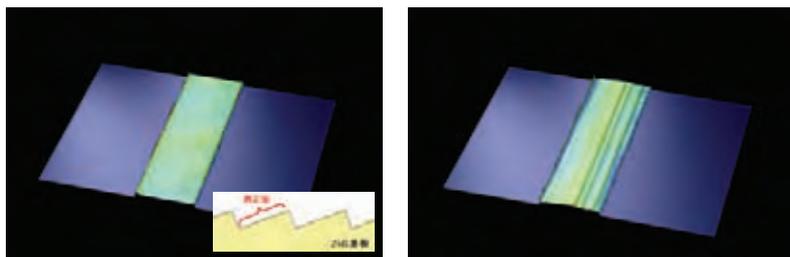


図23 高さプロファイル (WYKO NT-1100)

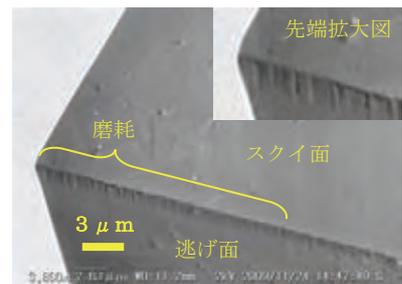


図24 使用したバイトのSEM写真

## 4 まとめと考察

### 4.1 まとめ

- 1) Rバイト正面旋削実験では単結晶の切削性の異方性に起因する延性脆性パターンが確認できた。  
ZnS (110) 面において、すくい角 $-10^\circ$ のRバイトを用いて、臨界切取厚 $2000\text{nm}$ が得られた。
- 2) 角溝バイト旋削実験において、ZnS (110) 面上の $\langle 110 \rangle$ 方向に対して時計回りで $19^\circ \sim 35^\circ$ 、 $134^\circ \sim 154^\circ$ の範囲で最も大きな臨界切取厚が得られることがわかった。
- 3) フライカット実験において、ZnS (110) 面 $\langle 110 \rangle$ 方向に対して時計回りで $27^\circ$ の方向に角溝を切削すると、切取厚 $600\text{nm}$ までの範囲で $R_q 3.5\text{nm}$ 程度の面粗さが得られた。しかし切取厚 $425\text{nm}$ を超えると、角溝のエッジ部に $1 \sim 2\mu\text{m}$ 程度の大きさのチッピングが発生することがわかった。
- 4) 寿命試験において、ZnS (110) 面 $\langle 110 \rangle$ 方向に対して $27^\circ$ の方向に角溝を切削した場合、 $3.3\text{m}$ の切削距離において $R_q 10.7\text{nm}$ が得られた。

### 4.2 考察

1) 切削距離と $R_q$ の関係(寿命試験、図22)では、切削距離 $2.5\text{m}$ から $R_q$ の上昇が緩やかになっているように見える。この $R_q$ の悪化は、ダイヤモンドバイトの磨耗が転写されて出来た筋目(図23)によるものと思われる。ダイヤモンドバイトの磨耗が、初期磨耗か或いは進行していく磨耗であるかについて判断するため、さらに切削距離を伸ばした実験を行なう必要がある。

2) 角溝は幅の広い面(約 $30\mu\text{m}$ )と幅の狭い面( $10\mu\text{m}$ )からなるが、今回の実験での粗さ評価は幅の広い面だけ行なっている(非接触3次元形状測定器の制約による)。刃物の磨耗が激しいのは、角溝の幅の広い面を切削した側の逃げ面だけであった。今後、角溝の幅の狭い面についても粗さを評価していく必要がある。

## 参考文献

- [1] 名古屋大学全学技術センター(理学) 装置開発系技術報告 Vol.4 2009.3 P1
- [2] 株式会社 オルベ・パイオニア カタログ
- [3] II-VI INCORPORATED カタログ