

平成 30 年 6 月 18 日現在

機関番号：13801

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2016～2017

課題番号：16K17997

研究課題名(和文) 先進医療用超弾性・形状記憶合金の相変態制御による切削加工実現に向けた研究

研究課題名(英文) Study on realization of cutting process by phase transformation control of super elastic shape memory alloy for advanced medical applications

研究代表者

静 弘生 (Shizuka, Hiroo)

静岡大学・工学部・助教

研究者番号：80552570

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,200,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では超弾性・形状記憶合金として知られるTiNi合金の切削特性を明らかにするとともに、相変態制御による切削性改善を図った。その結果TiNi合金の切削では切りくずが形状記憶処理温度以上に達し形状記憶されることを明らかにした。また切削送りを停止させた状態でも超弾性の影響で切削抵抗が発生し切りくずが生成することを明らかにした。また切削条件や工具形状を様々に変更し切削特性を調べるとともに最適な条件を検討した。さらに超精密加工を実施することで切りくず生成機構を結晶学的に調査した。一方いずれの条件下でも切削温度が極めて高温となることから冷却切削は効果的ではなく、微小切削条件がふさわしいことが分かった。

研究成果の概要(英文)：In this study, we investigated the cutting characteristics of TiNi alloy known as superelastic / shape memory alloy, and improved machinability by phase transformation control. As a result, it was clarified that the cutting temperature reached the shape memory treatment temperature when cutting the TiNi alloy and the shape was memorized. We also clarified that cutting force is generated and chips are generated due to superelasticity even when cutting feed is stopped. In addition, various cutting conditions and tool shapes were changed to examine the cutting characteristics and the optimum conditions were examined. Furthermore, by conducting ultra precision machining, the chip generation mechanism was investigated by crystallographically. On the other hand, since the cutting temperature becomes extremely high under either condition, cooling cutting was not effective and it is found that the minute cutting conditions are suitable.

研究分野：切削加工

キーワード：TiNi ニッケルチタン 超弾性 形状記憶合金 相変態制御 マルテンサイト変態

1. 研究開始当初の背景

ニッケルチタン合金（以下 TiNi 合金と略）は超弾性と形状記憶特性という特殊な機械適性を持つ合金である。このことから、眼鏡フレームなどの日用品を始め、コイルやバネなどの工業用材料、歯科矯正ワイヤーなどの医療用材料として広く使用されている。特に医療分野では血管等のステント材料として用いられているがこのほとんどが海外からの輸入品であり、非常に高価なことが問題視されている。TiNi 合金の素材は国内で製造可能であるが、現在我が国では製品が製作出来ないという問題がある。これは TiNi 合金の切削加工が非常に困難であることによるものである。通常医療用ステントは中空材料を引抜加工（又は押出加工）により細線化し、その後レーザ加工等によりスリットを設ける。しかしながら、スタート材となる中空材料を製作するための穴開け加工が不可能であるためである。TiNi 合金は極めて切削性の悪い超難削材料であり、わずか 1 穴開けることも困難な材料である。このことから、当該研究では、TiNi 合金の切削加工を行い、切削特性を明らかにするとともに医療用材料の内製化実現に向けた加工法の確立を目指し研究を行った。

2. 研究の目的

TiNi 合金は機械材料としては非常に歴史が浅い材料である。また、記述のように超弾性や形状記憶特性など特異な性質を示すことから、現在においても材料特性や材料開発など主に材料分野において研究されている状態である。しかしながら、材料分野においても依然 TiNi 合金の性質に関しては明らかになっていないことが多い。加工分野においては TiNi 合金の切削加工に関する報告例はほとんど見られず、わずか数人の研究者が研究結果を報告しているにとどまっている¹⁻³⁾。このことから、TiNi 合金の切削加工特性はほとんど明らかになっていない。

研究代表者らのこれまでの研究では、TiNi 合金の切削加工では非常に工具摩耗が激しいことや、切削温度が極めて高温となること、著しいバリの生成が見られること、通常の金属加工では生じ得ないような切りくず形態を示すこと、他に類のない切りくずの発症を示すことがこれまでに明らかになっている。これらの結果は TiNi 合金の超弾性や形状記憶特性が関係していると考えられる。上記 2 つの性質はいずれも相変態によるものであり、相変態は温度と応力によって誘起される。この性質が切削加工にどのように関係するかを解明・利用することにより、TiNi 合金の切削加工が実現できると考えられる。このことから、本研究では TiNi 合金の超弾性・形状記憶特性が切削加工に及ぼす影響を調査するとともに、合金の相変態を制御した切削加工方法の確立を目指した。

3. 研究の方法

切削実験は主に汎用旋盤（OKUMA 製 LS 型旋盤）を用いて行った。実験項目に応じて外周旋削や 2 次元切削を行った。2 次元切削では得られた切削抵抗や切りくず厚さ等を元にせん断面理論より応力や摩擦係数、エネルギー等を求めた。切削抵抗は切削動力計（Kistler9272）により測定した。切削温度の測定は工具-被削材熱電対法により求めた。このとき、チューブ炉を用いて予め工具と被削材間の熱起電力と温度の校正係数を求め切削温度に変換した。超精密切削では分解能 10nm の超精密加工機（東芝機械 ULG-100C）を使用した。

4. 研究成果

【切削温度と切削仕事】

超硬工具を用いて、幅 2mm の TiNi 合金を送り 0.1mm/rev で 2 次元切削を行った時の切削温度の測定結果を図 1 に示す。図より、TiNi 合金の切削加工では切削速度 100/min で約 1000°C、低速条件である切削速度 10m/min であり、同様の熱伝導率を持つステンレス鋼と比べても極めて切削温度が高くなることを見て取れる。このような高い温度を示す原因として、TiNi 合金の切削仕事が通常の金属切削と異なっている可能性がある。通常、金属の切削加工ではせん断面におけるせん断仕事と工具すくい面における摩擦仕事の割合は約 7:3 であるとされている。図 2 に 2 次元切削より求めた TiNi 合金の仕事の割合を示す。図より TiNi 合金は通常の金属切削同様に割合はほぼ 7:3 であり特に特異な点は見られない。一方図 3 に示す仕事の総量より TiNi 合金の切削仕事の総量は一般的な金属（ステンレス鋼）に比べ大きく、これが切削温度の上昇を招いたものであると考えられる。

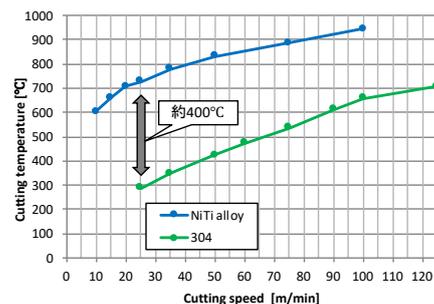


図 1 TiNi 合金の切削温度

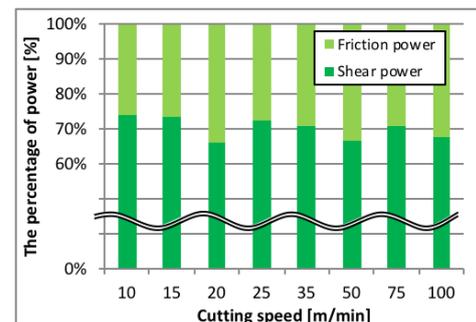


図 2 せん断仕事と摩擦仕事の割合

【形状記憶特性の影響】

切削温度が高温となることで、切削時は形状記憶処理温度以上となり、切りくずが形状記憶されている可能性がある。切りくずの形状記憶について行った実験例を図4に示す。実験は極低速条件で加工を行い得られた切りくずを用いた(A)。図より、常温の状態で引張ったとき切りくずは容易に破断せず、除荷したときに歪みは残らずバネのように元の形に戻ることが見て取れる(A⇔B)。このことから、切りくずは母相の状態(オーステナイト相)で超弾性を示していることがわかる。同じ切りくずを-78℃のドライアイス上に置いて冷却し、マルテンサイト変態温度(Mf:-42.2℃)以下に冷却した(C)。このとき切りくずの温度は切りくずに熱電対を接触させて測定した。切りくずがマルテンサイト変態温度以下になった後、同様に手で引張荷重を加えたところ切りくずは容易に変形し塑性歪みが残る様子が図より見て取れる(D)。さらにその後この切りくずをC図中の水中(室温:19℃)につけたところ切りくずは元のカールした切りくずの形に回復した(E)。このことから、切削加工では高温下での時効時間が極めて短いにもかかわらず、本実験の条件下ではTiNi合金の切りくずはいずれの条件下でも切りくず生成直後に形状記憶処理されていることが明らかになった。

これらの結果より推測される極低速条件におけるTiNi合金の切りくず生成メカニズムを図5に示す。TiNi合金は母相状態(オーステナイト相)では超弾性を示すが、一般的に切削加工において加工点付近は非常に高圧・高温状態であることから、応力誘起マルテンサイト変態の臨界応力やすべりの臨界応力を超えていると考えられ⁴⁾切削点では超弾性を消失していると考えられる。切削点で加熱された切りくずは(実線赤枠)、排出される過程で急激に冷却されるが、図中の青枠(点線)の範囲では形状記憶処理温度以上であるためにこの時点で形状記憶処理され、形状処理が完了し冷却された切りくず(破線水色)が渦巻き状の切りくずとして排出されることが考えられる。

ここで、ハイスピードカメラによる極低速条件時と低速条件時の切りくず排出の観察例を図6に示す。図より、極低速条件では切りくずが工具すくい面に沿って排出されているのに対し、低速条件では切りくずの排出される向きが変化し、被削材側に切りくずが排出されていることが見て取れる。

今回用いたTiNi合金の組成は56Ni-44Ti(wt%)であることからTiNi合金の状態図より室温における母相はTiNi+Ti₃Ni₄の二相であるとされている⁵⁾。この材料を形状記憶処理温度以上で加熱すると約600~700℃で組織がTiNi相のみに相変態する⁶⁾。材料試験と切削加工では温度勾配等の影響により相変態温度

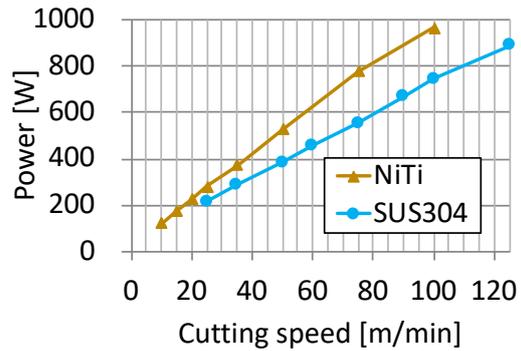


図3 切削仕事の総量

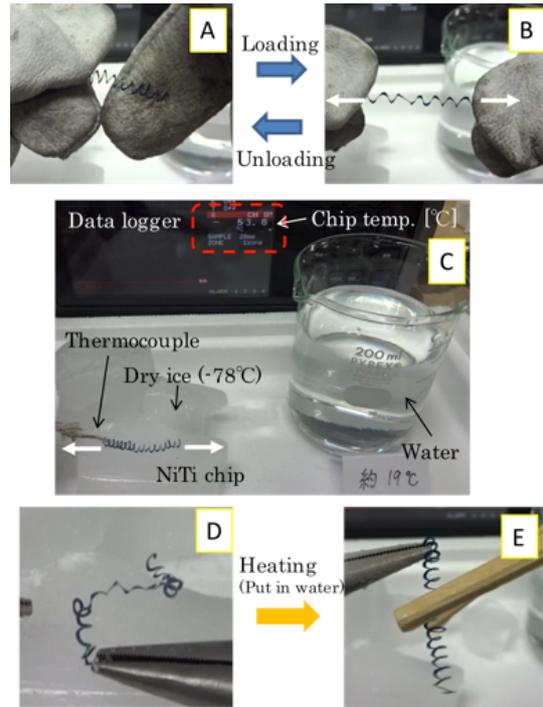


図4 切りくずの超弾性と形状記憶特性

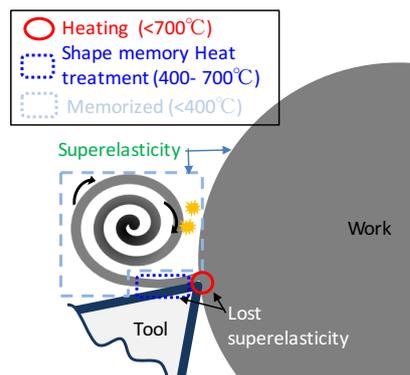


図5 切りくず生成時の形状記憶現象(極低速時)

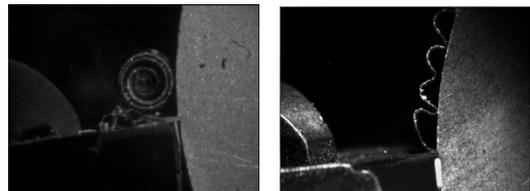


図6 ハイスピードカメラによる切りくず排出状況

(8000rpm, 左図 25m/min, 右図 100m/min)

は完全に一致しないと考えられるが、低速条件では 30m/min を境に切削温度がこの閾値を超えて切削点の材料組織が TiNi 単相に変化していると考えられる⁷⁾。さらに、TiNi 合金は温度によって荷重-変位関係が変化することが知られており⁸⁾高温引張試験では 500°C 付近から破断時の伸びが急激に上昇する。破断伸びは 500°C では約 30% であるが、700°C で 1000%、800°C では 1200% にまで増加する。以上より、図 7 に示すように低速条件では切削点では母材と異なる材料組織に変化することによって機械的性質が大きく変化するため切りくず排出方向が極低速時と異なると考えられる。また、この時切削点で切りくずは超塑性に近い状態で生成すると考えられる⁹⁾。そのため排出された切りくずは自らの自重や被削材との干渉により容易に折れ曲がる。これが低速時に縮れ型切りくずが生じる原因であると考えられる。その後冷却されて TiNi + Ti₃Ni₄ に戻りこの後の急冷課程で縮れた切りくずの形状が記憶されると考えられる。

【超弾性の影響】

図 8 に TiNi 合金切削時の切削抵抗の測定例を示す。図より、切削開始直後は超弾性の影響により切削力が徐々に上昇することが見て取れる。その後切削力は一定となるが、切削と停止（送りを停止）した後にも超弾性により、切削力は徐々に低下する。しかしながら、その後切削送りを停止させているにもかかわらず、100N 程度の切削力が常に生じており、この時切りくずが生成されることが確認された（図 9）。このように、TiNi 合金の切削加工では被削材の超弾性が非常に影響を及ぼすことが分かった。

【結晶の変形と切りくず生成メカニズム】

本研究では切削性の検討に加え、TiNi 合金の結晶組織に関する観察と、切りくず生成時のメカニズムに関して検討を行った。図 10 は電解加工における TiNi 合金の組織観察結果である。図より、TiNi 合金は数百 μm の結晶組織を有していることが分かる。この結果に関しては他の研究においても同様のことが述べられているが、本研究では図 11 に示す電解研磨によるより詳細な観察結果より、結晶組織の中には 5 μm 程度の微少組織が存在することを明らかにした。TiNi 合金は結晶方位によりヤング率等の機械的特性が異なることがこれまで知られている。この結晶の異方性が切削

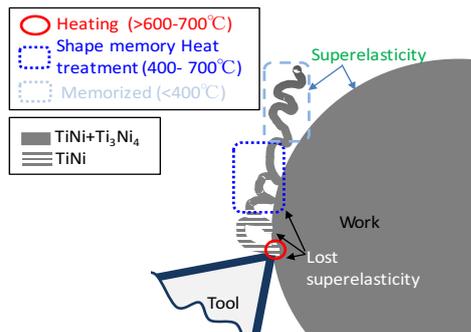


図 7 TiNi 合金の切りくず生成メカニズム（低速時）

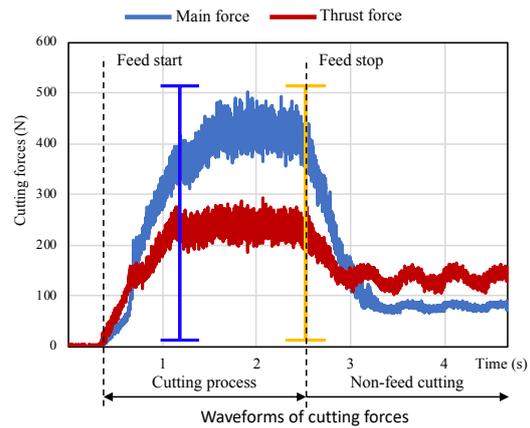


図 8 切削抵抗の測定結果
(v:20m/min, f:0.05mm/rev)



図 9 送り停止時の弾性回復による切りくず生成

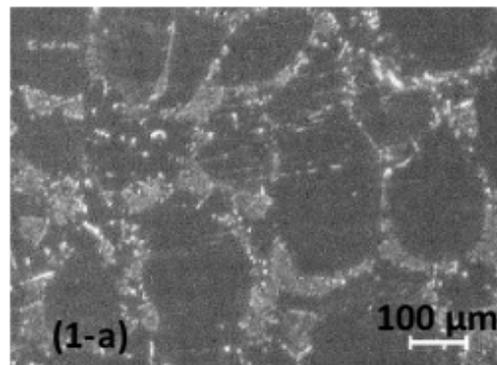


図 10 電解研磨による TiNi 合金の組織

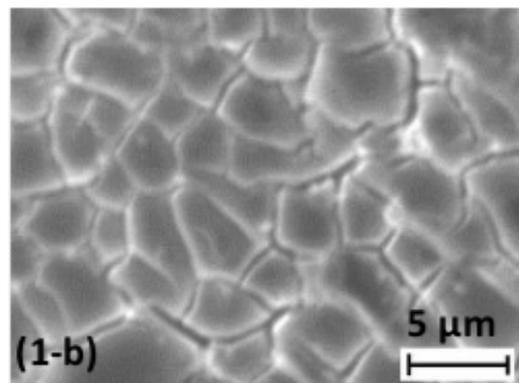


図 11 結晶内の微細組織

加工においては仕上げ面の劣化を招き、図 12 (左図) に示す仕上げ面の観察結果より表面には異方性の影響による凹凸が確認できる。また、仕上げ面には図 12 (右図) に示すように表面突起が観察された。これは切削中の応力と温度により組織がマルテンサイト変態したことを示唆している。更に、図 13 は切りくずの自由面側を観察した結果であるが、図より、腐食処理等を行わなくても結晶組織が確認できる。また、右図より切りくず表面においても微細な凹凸が確認出来る。切りくずをより詳細に観察した図 14 の結果より、 $5\mu\text{m}$ 程度の微細組織は切りくず生成に変形を受けて $1\mu\text{m}$ 以下まで変形していることが見て取れる。この結果は超精密加工機を用いた単結晶ダイヤモンド工具による超精密加工においても同様のことが得られ、TiNi 合金が切削加工において極めて高い難削性を示す原因はこのような特異な現象が起因していることを明らかにした。

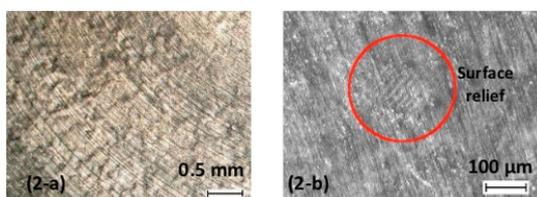


図 12 仕上げ面の観察結果

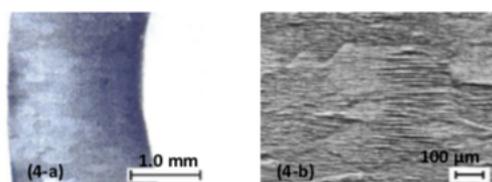


図 13 切りくず自由面側の観察結果

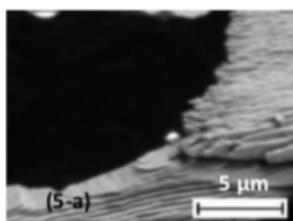


図 14 切りくずの SEM 写真

〈参考文献〉

1. K. Weinert, V. Petzoldt, "Machining of NiTi based shape memory alloys", Science and Engineering A 378 (2004) 180-184
2. S.K. Wu, H.C. Lin, C.C. Chen, "A study on the machinability of a TiNi shape memory alloy", Materials Letters 40(1999) 27-32
3. Y. Kaynak, H. E. Karaca, and I. S. Jawahir, "Cutting Speed Dependent Microstructure and Transformation Behavior of NiTi Alloy in Dry and Cryogenic Machining", J. Materials

Engineering and Performance, 24, pp.452-460, (2015)

4. K. Otuka and K. Shimizu, "Pseudoelasticity and Shape Memory Effects in Alloys" Int. Metals Rev., Vol. 31, No. 3, p.93 (1986)
5. H. Okamoto, (ed.), "Desk Handbook Phase Diagrams for Binary Alloys", ASM Int. P.624 (2000)
6. K. Otuka, X. Ren, "Physical metallurgy of Ti-Ni based shape memory alloys", Progress in Materials Science, Vol. 50, No. 5, pp511-678 (2005)
7. M. Nishida, C. M. Wayman and T. Honma, "Precipitation Processes in Near-Equiatomic TiNi Shape Memory Alloys, Metall". Trans., 17A p.1505 (1986)
8. A. G. Rozner and R. J. Wasilewski, "Tensile properties of NiAl and NiTi", J. Inst. Metals, 94 (1966), 169.
9. Masaharu Tokizane, "Fabrication of the Compacts of Intermetallic by Powder Metallurgical Process and their Characteristics", J. Society of Powder Metallurgy, 42, 11, pp.1215-1222 (1995)

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 0 件)

[学会発表] (計 4 件)

1. Tetsuo Nagare, Katsuhiko Sakai, Hiroo Shizuka and Hao Yang, Effect of the superelastic properties of a NiTi alloy on its machinability, Effect of the superelastic properties of a NiTi alloy on its machinability, The European Society for Precision Engineering and Nano technology (2018)
2. Hao Yang, Kazuki Sonoda, Katsuhiko Sakai, Hiroo Shizuka and Teshuo Nagare, Effect of Super Elasticity on Cutting Phenomena of NiTi Alloys, The 9th International Conference on Leading Edge Manufacturing in 21st Century (2017)
3. 永禮哲生, 酒井克彦, 静 弘生, Yang Hao, 園田一樹, 形状記憶超弾性ニッケルチタン合金の加工特性, 第 221 回電気加工研究会 (2017)
4. Kazuki Sonoda, Katsuhiko Sakai, Hiroo Shizuka, Investigation of cutting phenomenon of NiTi alloy by orthogonal cutting experiment, 2016 International Conference on Machining Materials and Mechanical Technologies (2016)

[図書] (計 0 件)

[産業財産権]

○出願状況 (計 0 件)

○取得状況 (計 0 件)

[その他]

ホームページ等

6. 研究組織

(1) 研究代表者

静 弘生 (SHIZUKA, Hiroo)

静岡大学・工学部・助教

研究者番号：80552570

(2) 研究分担者

()

研究者番号：

(3) 連携研究者

()

研究者番号：

(4) 研究協力者

()