

平成 30 年 5 月 30 日現在

機関番号：32644

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2014～2017

課題番号：26420058

研究課題名(和文) 微小量潤滑下での難削材高効率加工用TiB<sub>2</sub>+MoS<sub>2</sub>コーテッド工具の開発研究課題名(英文) development of tib<sub>2</sub>+a-mos<sub>2</sub> coated tool for cutting difficult-to-machine materials with high efficiency under a very small amount of cutting oil

研究代表者

神崎 昌郎 (Kohzaki, Masao)

東海大学・工学部・教授

研究者番号：20366024

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,000,000円

研究成果の概要(和文)：切削加工用コーティング材としてTiB<sub>2</sub>をベースとしたTiB<sub>2</sub>-MoS<sub>2</sub>複合膜を形成し、室温・無潤滑下における摩擦係数0.1を得ることが可能となった。また、TiB<sub>2</sub>-MoS<sub>2</sub>複合膜の摩擦係数は200℃において0.01以下にまで低下した。200℃における摩擦により摩耗痕は平滑になり、200℃での加熱により複合膜表面でのホウ素の酸化が確認された。これらは摩擦表面でのB<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の生成・溶融を示唆する結果と考えられる。

研究成果の概要(英文)：TiB<sub>2</sub>-MoS<sub>2</sub> composite films were prepared as coating materials for cutting tools. The friction coefficients of the composite films at room temperature were 0.1 and their friction coefficients became as low as 0.01 at 200℃. Surface of wear tracks of the composite films was rather smooth and B oxidized after sliding at 200℃. These are due to the formation and melt of B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> on the sliding surface of the composite films.

研究分野：薄膜形成

キーワード：切削加工 コーテッド工具 TiB<sub>2</sub> MoS<sub>2</sub>

### 1. 研究開始当初の背景

エンジン等の機械システムにおいては、近年のエネルギー効率向上の要求に対応して、Ti合金やNi基超合金等の耐熱材料に対するニーズが大きくなっている。しかし、これらの金属は熱伝導率が小さく、切れ刃温度が上昇しやすいため工具の摩耗・損傷が大きく、高速加工が難しい材料(難削材)である。現時点での難削材の加工においては、切削油への依存度が高く(供給量 数百 l/h)、その供給には高圧・大容量ポンプが必要であり、設備費用が高額になっている。さらに、加工後の部品洗浄や洗浄廃水処理が効率および環境に与える影響も大きい。したがって、現在でも汎用エンジンにはTi合金やNi基超合金等はほとんど使用されておらず、これらの難削材に対する高効率加工技術の確立(高速化・ドライ化)が強く求められている。

研究代表者は上記高効率加工技術の開発を目的として、切削工具用 TiN MoS<sub>2</sub> 複合膜の研究を行ってきた。その中で、MoS<sub>2</sub> 含有量を 20%以上とすることにより、無潤滑下で DLC (Diamond-Like Carbon) 膜と同等以上の低摩擦特性を発現させることを可能とした。ただし、500 °C での加熱により硬度および剥離臨界荷重(密着力)は低下した。したがって、難削材切削時に必要な耐熱性、硬度を維持できる TiB<sub>2</sub> をベースとした新たな潤滑性硬質複合膜の開発が必要であった。

### 2. 研究の目的

本研究は、Ti合金等の難削材切削加工の高効率化(高速化・ドライ化)を実現するコーテッド工具の開発を目的とする。具体的には、TiB<sub>2</sub>系膜の硬度、密着性および高温潤滑性能(ガラス質固体 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の生成溶融)を高めるために B を過剰に添加し、500 °C 以下での潤滑性向上を目的として MoS<sub>2</sub> を複合化したコーティング材(TiB<sub>2+α</sub> MoS<sub>2</sub> 複合膜)を開発する。コーティング材の耐熱性、硬度の維持を目的として、潤滑性発現に必要な MoS<sub>2</sub> 添加量を 10%以下にするとともに、切削温度の上昇を抑え B の脱離を防止するために切削油を供給する。コーティング材との親和性が高い切削油を開発することにより、供給量を微量(100ml/h 程度)に抑え環境負荷の低減も目指す。

### 3. 研究の方法

TiB<sub>2+α</sub> MoS<sub>2</sub> 複合膜の形成は DC スパッタリング成膜装置を用いて行う。これまでの研究で、B を過剰に添加することにより TiB<sub>2+α</sub> 膜の耐摩耗性(硬度、密着性)は向上したが、現時点では機械的特性および高温潤滑性向上に最適な B 添加量は把握できていない。したがって、TiB<sub>2+α</sub> 膜の機械的特性・高温潤滑性に及ぼす B 添加量の影響に関する知見の集積から着手する。また、TiN MoS<sub>2</sub> 複合膜においては DLC 膜と同等以上の低摩擦特性(摩擦係数 0.1 以下)が得られて

いるが、ベース材料を TiB<sub>2+α</sub> 膜に変更した場合の摩擦特性は不明である。TiN MoS<sub>2</sub> 複合膜においても、低 MoS<sub>2</sub> 含有量(10%以下)では摩擦係数 0.1 以下の低摩擦特性は得られていない。低 MoS<sub>2</sub> 含有量 TiB<sub>2+α</sub> MoS<sub>2</sub> 複合膜において高潤滑性が発現する成膜条件の探索も実施項目である。以下の成膜実験を実施する際は、ターゲットへの印加電力・成膜温度等の成膜条件はこれまでの実験で適切と判断される値(TiB<sub>2+α</sub> ターゲットへの印加電力:250W,成膜温度:350 °C)に固定する。

- 1) TiB<sub>2+α</sub> ターゲット(α=0, 2, 4, 6)を用いて B 添加量が異なる TiB<sub>2+α</sub> 膜を形成する。得られた薄膜の組成(実際の B 添加量)、B の結合状態および結晶性と硬度、密着力の関係を XPS, 薄膜 XRD およびナノインデント等により評価する。
- 2) 上記 1)で得られた TiB<sub>2+α</sub> 膜を高温大気中で一定時間保持し、熱処理による結合状態、結晶構造、表面形状の変化を評価する。これらの結果からガラス質固体(B<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)の効率的生成に有効な B 添加量を明確にするとともに、200 °C (現有摩擦試験機の最高試験温度)において荷重(P)および速度(V)を変化させながら摩擦係数を測定し、摩擦温度が上昇する高 PV 領域での摩擦特性とガラス質固体の生成および溶融との関係を明確にする。
- 3) 上記 1)および 2)より、硬度、密着性および高温潤滑性を兼ね備えた TiB<sub>2+α</sub> 膜を骨格材料として MoS<sub>2</sub> との複合化を行う。TiB<sub>2+α</sub> ターゲットに 250W 印加すると同時に、MoS<sub>2</sub> の酸化を抑制する低酸素分圧下で MoS<sub>2</sub> ターゲットに電力を印加し、同時スパッタリングにより TiB<sub>2+α</sub> MoS<sub>2</sub> 複合膜を形成する。MoS<sub>2</sub> 含有量は MoS<sub>2</sub> ターゲットへの印加電力により制御する。
- 4) TiB<sub>2+α</sub> MoS<sub>2</sub> 複合膜形成時の基板に 0~300V のバイアス電圧を印加し、結晶性の高い(層状構造が発達した)MoS<sub>2</sub> が得られる条件を明らかにするとともに、摩擦特性を評価し、MoS<sub>2</sub> 含有量 10%以下で高潤滑性が得られる TiB<sub>2+α</sub> MoS<sub>2</sub> 複合膜形成条件(印加電力、バイアス電圧、酸素分圧)を決定する。

上記の高潤滑性 TiB<sub>2+α</sub> MoS<sub>2</sub> 複合膜の形成評価実験を行うとともに、ミストホール付バイトを用いた微量潤滑下での難削材加工実験を行い、工具刃先温度を B が脱離する 600 °C 以下に抑える切削油量およびキャリアガス供給量に目処をつける。

### 4. 研究成果

切削工具用 TiB<sub>2</sub> 系薄膜の超低摩擦化を目的として、薄膜形成時に MoS<sub>2</sub> を添加し、低融点 B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の溶融と MoS<sub>2</sub> 添加の効果を重畳させることが可能な最適組成(ホウ素含有量)を見出す実験を行った結果、以下の結果が得られた。

- (1) TiB<sub>2</sub> MoS<sub>2</sub> 複合膜において、室温・無

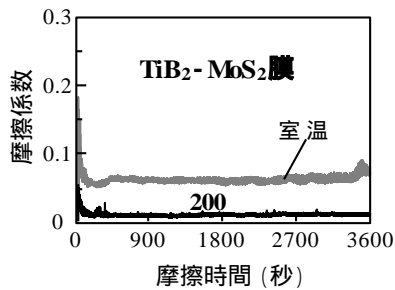


図1. TiB<sub>2</sub>-MoS<sub>2</sub>複合膜の摩擦係数  
(相手材: SUJ2, 摩擦速度: 30mm/s, 試験荷重: 2N)

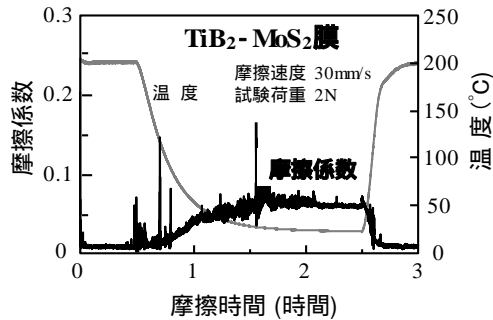


図2. TiB<sub>2</sub>-MoS<sub>2</sub>複合膜の摩擦係数の温度依存性

潤滑下における摩擦係数 0.1 を得ることが可能となった。この摩擦係数の値は、代表的な潤滑性硬質膜として広く応用が進んでいる DLC 膜の摩擦係数とほぼ同程度である。また、試験温度を 200 (当研究室所有の装置における上限温度) まで上昇させることにより、無潤滑下での摩擦係数は 0.01 まで低下した (図 1 参照)。

(2) 連続的に温度を 200 まで上昇させた場合も、TiB<sub>2</sub> MoS<sub>2</sub> 複合膜は超低摩擦特性を発現し、摩擦係数は 0.01 を示した (図 2 参照)。

(3) 200 における摩擦により摩耗痕は平滑になった (図 3 参照)。また、200 での加熱により TiB<sub>2</sub> MoS<sub>2</sub> 複合膜表面でのホウ素の酸化が確認された。これらは 200 での摩擦による B<sub>2</sub>O<sub>3</sub> の生成・溶融を示唆する結果と考えられる。

(4) TiB<sub>2</sub> MoS<sub>2</sub> 複合膜の耐熱性(使用可能上限温度)を評価することを目的として大気中で加熱した場合、加熱温度が 400 以下においては TiB<sub>2</sub> MoS<sub>2</sub> 複合膜の組成に変化がなく、低摩擦特性を維持した。ただし、500 以上で加熱した場合には、TiB<sub>2</sub> MoS<sub>2</sub> 複合膜表面からホウ素および硫黄が脱離消失し、摩擦係数は 0.8 以上に増大した。

(5) TiB<sub>2</sub> MoS<sub>2</sub> 複合膜をコーティングした工具を用いて Ti 合金をドライ切削したところ、僅かに切削抵抗は減少したが、複合膜は一部剥離した。これは (4) で述べたように、TiB<sub>2</sub> MoS<sub>2</sub> 複合膜の使用可能上限温度が 400 程度とドライ切削時の切削温度より低いことが原因と考えられる。

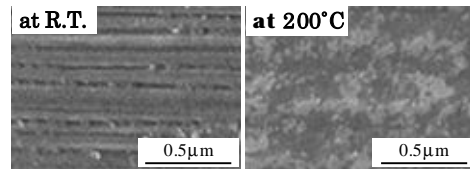


図3. TiB<sub>2</sub>-MoS<sub>2</sub>複合膜の摩耗痕SEM像

(6) B 含有量を増加させ、TiB<sub>2+α</sub> MoS<sub>2</sub> 複合膜とすることにより耐熱性は向上し、500 加熱においても、組成の変化はなく、低摩擦特性を示した。

(7) 現時点においては、TiB<sub>2+α</sub> MoS<sub>2</sub> 複合膜形成時にバイアス電圧を印加しても、結晶性が向上することは無く、また、摩擦特性に変化は見られなかった。

(8) 高速度カメラでの切削油ミストの観察と流線ベクトル解析をもとに行い、ミストホール付バイトを用いた場合のミスト発生に及ぼすキャリアガス供給量の影響を把握できることを確認した。

## 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 12 件)

Frictional Properties of TiB<sub>2</sub>-MoS<sub>2</sub> Composite Films Heated in Ambient Atmosphere, N. Ninomiya and M. Kohzaki, Proceedings of The International Conference on Materials Processing and Technology 2017, pp.194-199, (2017).

Improvement of Lubricious Properties of TiB<sub>2</sub>-MoS<sub>2</sub> Composite Films at High Temperature, M. Arai and M. Kohzaki, Proceedings of The International Conference on Materials Processing and Technology 2016, (2016) in CD.

Improving Mechanical Properties of TiB<sub>2</sub> Base Films for Cutting Tools to Cut Difficult-to-machine Materials, S. Shimada and M. Kohzaki, Proceedings of The International Conference on Materials Processing and Technology 2016, in CD.

CH<sub>4</sub> 導入による B-C スパッタコーティング材の摩擦特性の改善とその切削性能の評価, 神崎昌郎, 島田駿貴, 精密工学会誌, Vol.82, No.2, pp.198-204, (2016).

TiB<sub>2</sub> ベース薄膜の機械的特性向上と切削工具への応用, 神崎昌郎, 島田駿貴, 砥粒加工学会誌, Vol.59, No.12, pp.711-716, (2015).

Realization of High Temperature Lubrication Properties of TiB<sub>2</sub>-MoS<sub>2</sub> Composite Films, M. Arai and M. Kohzaki, Proceedings of Malaysia-Japan Joint International Conference 2015, (2015) in CD.

Developing the Ti-B films with High

Temperature Lubricating Properties for Cutting Difficult-to-Machine Materials, S. Shimada and M. Kohzaki, Proceedings of The International Conference on Materials Processing and Technology 2015, pp.71-75, (2015).

Development of Lubricious TiB<sub>2</sub>-MoS<sub>2</sub> Composite Films by Controlling MoS<sub>2</sub> Content, M. Arai and M. Kohzaki, Proceedings of The International Conference on Materials Processing and Technology 2015, pp.76-79, (2015).

Realization of Low Frictional Property of TiB<sub>2</sub>-MoS<sub>2</sub> Composite Films with Low MoS<sub>2</sub> Content, M. Arai and M. Kohzaki, Proceedings of 3rd Malaysia-Japan Tribology Symposium 2014, (2014) in CD.

Improvement of The Stability of The 20cc Hydrogen Rotary Engine by Control of The Temperature Rise, S. Mizota, S. Yokoyama and M. Kohzaki, Proceedings of MJIT-JUC Joint Symposium 2014, (2014) in CD.

Essential Research in Machining Difficult-to-machine Materials for Advancing MQL Cutting Technology with a Newly Developed Coated Tool, S. Shimada and M. Kohzaki, Advanced Materials Research, Vol.1017, pp.329-333, (2014).

機械システム用潤滑性硬質膜の開発, 神崎昌郎, 機械の研究, Vol.66, No.5, pp.378-383, (2014).

〔学会発表〕(計6件)

Frictional Properties of TiB<sub>2</sub>-MoS<sub>2</sub> Composite Films Heated in Ambient Atmosphere, N. Ninomiya and M. Kohzaki, Proceedings of MNTC International Symposium 2017, p.31, (2017).

Improvement of Mechanical Properties of TiB<sub>2</sub> Based Films and Their Application for Cutting Toolse, K. Tsuchiya and M. Kohzaki, Proceedings of MNTC International Symposium 2017, p.133, (2017).

Improvement of Mechanical Properties of TiB<sub>2</sub>-MoS<sub>2</sub> Composite Films, N. Ninomiya and M. Kohzaki, Proceedings of The International Tribology Conference Tokyo 2015.

MoS<sub>2</sub>添加による高潤滑性TiB<sub>2</sub>基複合膜の創成, 荒井政俊, 神崎昌郎, トライボロジー会議 2014 秋 盛岡.

ホウ素過剰添加によるTiB<sub>2</sub>膜の機械的特性向上, 島田駿貴, 神崎昌郎, 2014 年度砥粒加工学会学術講演会.

MoS<sub>2</sub>含有量制御によるTiB<sub>2</sub>-MoS<sub>2</sub>複合膜の低摩擦特性の発現, 荒井政俊, 神崎昌郎, 2014 年度砥粒加工学会学術講演会.

〔図書〕(計0件)

〔産業財産権〕

出願状況(計0件)

名称:  
発明者:  
権利者:  
種類:  
番号:  
出願年月日:  
国内外の別:

取得状況(計0件)

名称:  
発明者:  
権利者:  
種類:  
番号:  
取得年月日:  
国内外の別:

〔その他〕

ホームページ等

[http://www.mech.u-tokai.ac.jp/~kohzaki\\_la/b/](http://www.mech.u-tokai.ac.jp/~kohzaki_la/b/)

6. 研究組織

(1) 研究代表者

神崎 昌郎 (KOHZAKI MASAO)

東海大学・工学部・教授

研究者番号: 20366024

(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

( )