

令和 2 年 9 月 14 日現在

機関番号：12601

研究種目：基盤研究(C)（一般）

研究期間：2017～2019

課題番号：17K06079

研究課題名（和文）グラフェンおよび単結晶SiCの活用を含むチタン合金の高性能加工法の基礎研究

研究課題名（英文）Fundamental research on high performance machining of titanium alloys including the use of garaphene and single crystal SiC

研究代表者

臼杵 年 (USUKI, HIROSHI)

東京大学・生産技術研究所・教授

研究者番号：10176670

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,700,000円

研究成果の概要（和文）：本研究ではチタン合金切削時の工具損傷の発生原因となる凝着層の微細化現象に着目して、凝着を軽減する手法とその際に生じる現象を検証するものであり、新規加工方法を提供することを目的とした。Hot blow加工では、すくい面からでは想定効果が得られなかった。アプローチを変えて逃げ面からトライしている。またグラフェン利用の工具を試作し、初期摩耗が半減する効果を得たが、新規1000W/m<sup>2</sup>・K以上の高熱伝導材料を追加して試験を行った。さらに単結晶SiCを利用した工具ホルダーを製作し、熱拡散効果のある工具との併用を計画している。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究は、チタン合金加工時に起こる工具損傷に繋がる現象についての知見を基礎にして、その現象を軽減する加工法を提案し、航空・宇宙関連の加工分野産業に応用展開するための知見および新規加工方法を提供することを目的とした。学術的には、工具損傷がどのような機構で起こり、それを抑える対策として工具サイドおよび加工現象から発生する現象を軽減する方法を確立することに意義があり、この知見を新規の加工法として普及することが産業界に貢献、日本の将来への貢献に繋がる。

研究成果の概要（英文）：In this research, I focus on the miniaturization phenomenon of the adhesive layer that causes tool damage during cutting of titanium alloy, and confirm the method to reduce the adhesion and the phenomenon that occurs at that time, and aim to provide a new processing method. Hot blow processing did not get the expected effect from the rake face. I'm trying from the clearance face by changing the approach. In addition, a tool using graphene was prototyped, and the initial wear was reduced by half, but a new high thermal conductivity material of 1000W/m<sup>2</sup>·K or more was added and tested. I made a tool holder using single crystal SiC, and I'm planning to use it in combination with a tool with thermal diffusion effect.

研究分野：機械加工

キーワード：高熱伝導材料 チタン合金 切削加工 グラフェン 単結晶SiC コーティング膜損傷 ホットブロー加工

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。

## 様式 C-19、F-19-1、Z-19 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

最近の加工分野では、高能率加工と自然環境の保全や作業環境の改善といった環境問題などに対応した加工技術が求められていると同時に、長寿命・高性能化した工具の開発が求められている。また航空・宇宙分野はこれからの成長分野として期待されている。この分野で使用される材料は、過酷な環境下での使用が求められるため超耐熱合金やチタン合金などの金属系材料でも最も加工が難しい材料が多く、これらを安定して高能率で高性能・長寿命の工具の開発が急務になっている。著者もこれまで高速断続切削や雰囲気制御加工、酸化物系保護膜生成による工具摩耗抑制などドライ加工を中心に研究を行っている。その流れの中でこれらの材料を加工した時のコーティング工具の損傷に関して有益な知見を得てきた。これらの中で、超耐熱合金に対しては工具損傷を改善する工具の提案ができたが、チタン合金に対しては、若干の改善は達成できたが、根本的な改善には至らなかった。凝着損傷現象の発端は、凝着物の結晶粒の微細化である。この結晶粒の微細化を軽減(結晶粒を粗大化)できるか、再結晶温度以下に維持することができれば、凝着現象の根本を絶つことが可能と考えられ、飛躍的な工具寿命の改善も期待でき、加工法の指針として画期的な提案となる。

### 2. 研究の目的

本研究では金属系航空・宇宙産業用材料のチタン合金に絞り、工具損傷の発生原因となる凝着物の微細化現象に着目して、これを軽減する手法とその際に生じる現象を検証するものであり、また高熱伝導材料としてその特性が期待されているグラフェンと単結晶 SiC を工具および工具ホルダに用いて高温となる工具刃先温度を低温化して凝着損傷を軽減するための検討を行い、航空・宇宙関連の加工分野産業に応用展開するための知見および付随的な新規加工方法を提供することを目的として、以下の項目を検討した。

- ① チタン合金切削時の凝着物結晶の微細化を抑制するために冷却速度の緩和(加熱)の効果をナノレベルで明らかにし、先の研究で得られた知見を軽減する対策の効果を検討した。
- ② 逆に再結晶化を防止するために高能率に刃先で発生した熱を放散させる工具(グラフェン応用の切削工具)を試作し、その効果を検討した。
- ③ さらに工具の保持具(工具ホルダ、ロケータ)に単結晶 SiC を用いてその放熱効果を検討した。

### 3. 研究の方法

以下の2項目を並行して進めた。

#### 1. チタン合金切削時における凝着物結晶粒微細化現象の抑制に及ぼす加熱の効果

本実験は、まず旋削で、以下の項目について検討した。なお、加熱による加工精度等への影響を考えると加工条件は荒加工条件とする。またチタン合金の場合、切りくずが薄くなる条件だと切りくずの発火の可能性がある。したがって、切りくずを厚くする条件および加熱条件、切りくず処理を考慮する必要がある。

- ① これまでの実験結果からチタン合金切削時の凝着現象の大元である凝着物結晶粒の微細化現象を緩和し、結晶粒を粗大化させるために切削点で加熱され、工具摩耗面へ凝着するまでの冷却速度を緩和する目的で、切削点付近の材料を加熱(加熱はレーザもしくは火炎を想定している)して切削する。従来の加熱切削と異なり、冷却速度を緩和することが目的があるので、加熱条件、加熱ポイントを再検討する。合わせて上述の発火を生じない条件(加熱条件、加工条件、切りくず処理)を探索する。評価は、工具摩耗進行、EBSDでの結晶方位分析から結晶粒の大きさで行う。
- ② 加熱条件の探索結果から、適正条件を選定して、超硬およびコーティング工具に対してその効果を検証する。
- ③ Ti-6Al-4Vと同じ $\alpha+\beta$ 型合金のTi-5Al-1Feを用いて、それぞれ組織を一般的組織と針状組織にしたものを用意し、被削材組織による被削性の相違、摩耗状況の違いを調査する。
- ④ もし工具損傷状況に違いが発生した場合、その凝着状況をTEM分析等を行って、詳細にその相違を調査し、対策を検討する。必要に応じて追加の検討を行う。

以上の検討から、チタン合金加工時の凝着抑制に関する加熱の効果をナノレベルで明らかにする。

#### 2. グラフェンおよび単結晶 SiC による放熱

##### 型高熱伝導化の検討

旋削加工時における摩耗状況および凝着状況を評価する。

- ① グラフェンは予備実験の結果、付着強度はほぼないので、グラフェンを切削点直下に可能な限り維持する目的で、微細溝(テキスチャー)を工具表面に施し、その溝中に維持させる。その効果を確認するために超硬(K種)およびコーティング工具(熱影響を考慮してテクスチャリング後にコーティング処理)にテキスチャー(テキスチャー形状は既知の最適形状を用いる)を施した工具を用意し、グラファイトの電気分解法により製作したグラフェン微粉末および直接合成法による方法で合成したグラフェンを溝中に付着させる。
- ② これらの工具について、チタン合金の寿命試験を行い、その効果を比較する。なお、テキスチャーそのものによる寿命延長効果も発生するので、テキスチャーのみのものとも比較する。

- ③ 単結晶 SiC を工具保持部に用いた旋削用工具ホルダーを製作し、ホルダー単独での冷却効果を、工具寿命試験を行って検討する。
- ④ 以上2つを複合した場合の効果を検証する。
- 以上の検討より、工具刃先の冷却による凝着軽減を整理して、既知の凝着機構に関する知見と合わせてその機構を明らかにする。

#### 4. 研究成果

Fig.1 に、チタン合金切削時のコーティング工具表面と切りくず接触界面（すくい面）のモデル図を示す。切削時には工具表面と切りくずの間に凝着層を生じ、この凝着層はナノオーダーの微細結晶になっている。微細化によって凝着層は硬く（高降伏応力）、低靱性となる。さらにコーティング膜との境界部では拡散反応を生じることなく密着しており、部分的に  $\alpha$ -Ti とコーティング結晶の間で原子整合を生じ、強固な結合を生じている。したがって、切りくず流出によるせん断力が凝着層に働くが、その水平力による凝着層の移動が原子整合によって阻止されるため、凝着層内に大きなせん断力が発生、脆化しているためにクラックを発生させる。そのクラックの進展をコーティング材（セラミックス）で止めることができないためにコーティング膜が一気に剥離してしまう。これがチタン合金切削時のコーティング膜の損傷機構である。

この損傷機構を抑制するためには、界面に生じる原子整合を阻止する必要があるが、現在使用されているコーティング材料では、全て発生することを確認した。対応策としては、新規のコーティング材料の開発もしくは原子整合の発生の元の現象として凝着層の結晶の微細化に着目し、結晶粗大化の検討を行った。

まず粗大化を行うために切削点における冷却速度の緩和対策として、ホットブロー加工を行った。Fig.2 にその概略図を示す。加熱装置はカーボンヒータを用いたブローと熱電対による温度コントロールユニットおよび銅パイプ、 $\phi$ 1mm 棒流タイプのセラミックスノズルで構成される。ノズル位置を固定してすくい面方向から切削点に供給した。なお供給エアの温度は 300°C とした。また切削条件は、被削材: Ti-6Al-4V, 工具: TiAlN コーテッド超硬工具,  $V=70\text{m/min}$ ,  $d=0.5\text{mm}$ ,  $f=0.1\text{mm/rev}$ , Dry, Hot blow で行った。

Fig.3 に Dry と Hot blow 加工で工具摩耗を比較した結果を示す。摩耗進行は両者ではほぼ同じ状況であることがわかる。これはすくい面からブローした場合は、切りくず流出の影響を大きく受け、界面付近の加熱が想定通りに行えなかった結果と考えられる。対応として、切りくず流出の影響を受けづらい逃げ面からの加熱を考えている。

Fig.4 は AliconaG5 を用いてクレータ摩耗部の断面を測定した結果である。図から、若干ではあるが、Dry よりもクレータ摩耗部の深さが浅くかつ摩耗面積が広がっている。しかしコーティングはなくなっており、コーティングの損傷防止まで至っていない。継続して検討を行う予定にしている。

一方冷却については、まずグラフェンの活用を検討した。Fig.5 は、第1ステップとして行った実験である。グラフェンの合成は、Cu 箔に 1000°C, 30 分の気相合成で行った。その後 PMMA を付着させ、Cu を酸にて腐食除去、

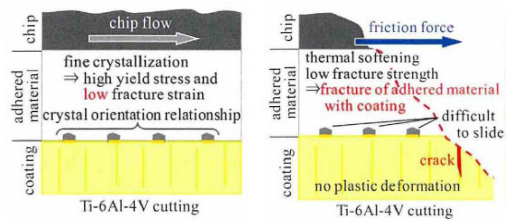


Fig.1 Damage model of the TiN-coated cutting tool during the turning of Ti-6Al-4V

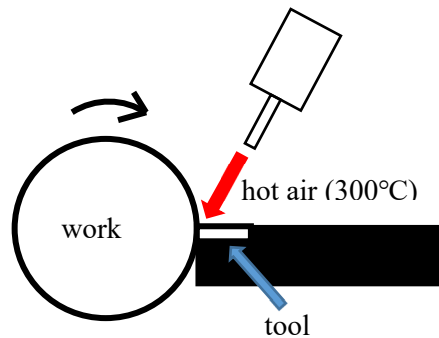


Fig.2 Illustration of hot blow machining.

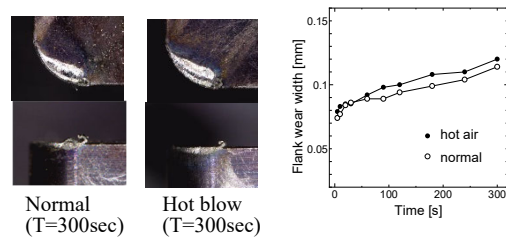


Fig.3 Wear progress curves and wear patterns when machined under hot blow condition. (Work: Ti-6Al-4V, Tool: TiAlN coated carbide,  $V=70\text{m/min}$ ,  $d=0.5\text{mm}$ ,  $f=0.1\text{mm/min}$ )

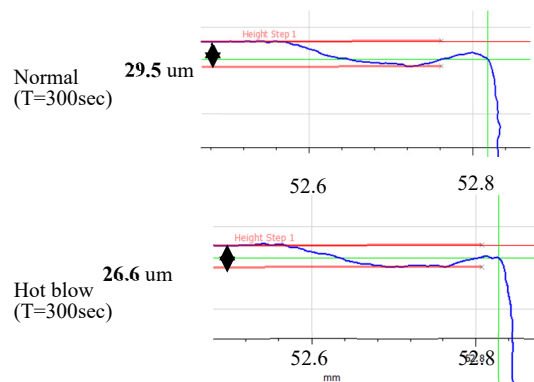
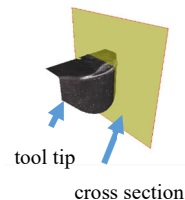


Fig.4 Cross section of worn part when machined under hot blow and dry conditions. (Work: Ti-6Al-4V, Tool: TiAlN coated carbide,  $V=70\text{m/min}$ ,  $d=0.5\text{mm}$ ,  $f=0.1\text{mm/min}$ )



工具（超硬）すくい面にグライフェン生成面を合わせ、溶剤にてPMMAを除去して、工具すくい面に置いた。この工具でチタン合金の切削を行ったが、超硬工具より若干寿命が延びる傾向は得られたが、期待する効果は得られなかった。付着強度がほぼない状況であり、またC上に他のコーティング材料を結晶成長させることは非常に難しいので、何らかの別のグラフェン保護手法を考案する必要がある。

そこで、付着力のないグラフェンを保護する方法として、工具表面にテキスチャーを施し、テキスチャーのショルダー部で切りくずを支え、溝底部のグラフェンと切りくずの接触を避ける方法を採用した。当然テキスチャー単独の効果（接触面積の低下による切削抵抗の低下等）は発生するであろうが、それは期待していない。

Fig.6 にテキスチャー付き工具のイメージおよび実際にピコ秒レーザーにてテキスチャーリングした溝の断面形状を示す。テキスチャー形状は、他大学で実施検討された最適形状とした、また溝の長手方向は、先のAl-CFコンポジットの結果から、横切れ刃に平行方向とした。工具は超硬K種母材のTiAlNコーティング工具である。（前出の工具とはメーカーが異なる。）工具形状は、SNGN120408型のチップを用い、工具ホルダー取り付け形状は(-6,-6,6,6,15,15,0.8)である。工具は、前出のテキスチャーリング後にグラフェン合成のために純Cuを0.5μm厚さで蒸着し、CVD気相合成法でグラフェンを合成したもの(5b)と電気分解によりグラファイトより作成したグラフェンフィラーを溶液中に分散させたものをスプレー塗布し、乾燥させたもの(5e)を用意した。その他に超硬K10種(3)、TiAlNコーティング(4)、TiAlNコーティング+テキスチャーのみ(5)、TiAlNコーティング+テキスチャー+Cu蒸着(銅+テキスチャー)を供した。

Fig.7 にこれらの工具を用いてTi6Al4V圧延材を切削速度100m/min, d=0.5mm, f=0.1mm/rev, Dryの条件で切削したときの摩耗進行状況である。グラフより超硬K10種およびTiAlNコーティング工具、さらにテキスチャーのみを施した(5, △)工具は、初期摩耗が大きくなり短時間で逃げ面摩耗量0.2mm付近に達している。一方、テキスチャーリングしてCuを蒸着した工具は、初期摩耗が前者の半分以下、摩耗進行も若干緩やかで0.2mm到達で約3.5倍寿命が長くなっている。しかしこのときの工具試料は、工具表面にCuをダイレクト蒸着したため、グラフェン合成時に高温下に晒されたことで、Cu膜中にCoの拡散が確認された。グラフェンの合成には純Cuが必要であり、純度が下がるとグラフェンが合成されない。ラマン分光分析で確認したところ、グラフェン固有のピークが確認されなかった。またスプレー法にしてもグラフェンフィラーサイズが大きすぎたので、溝中(20μm幅)には入っていない可能性があり、本結果は、Cuの効果と考えられる。これまで工具にCu蒸着を行って切削した事例がなく、初期摩耗の摩耗抑制として興味深い知見である。ただし、まだCuがどのように作用してこの結果をもたらしたか詳細は不明で、特に初期摩耗は機械的要因で発生するとされているので、単純に熱伝導性の結果とは言いがたい。

そこでCoのCuへの拡散を防止するためにテキスチャーリング後TiNコーティング0.5μmを追加して、Cu蒸着、グラフェン合成を行った。さらにフッ化グラフェン(極性をもつので、溶液中にフィラー状に浮遊させ、陽極電極に工

### 試作工具(1)の概要

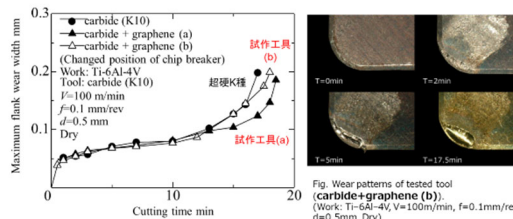
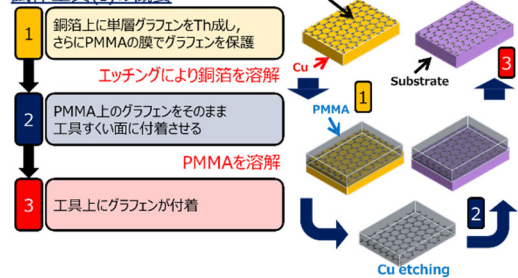


Fig.5 Cutting test results of trial tools with graphene when machined Ti-6Al-4V.

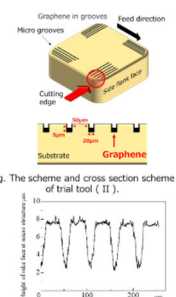


Fig.6 Illustration of trial tool with texture.

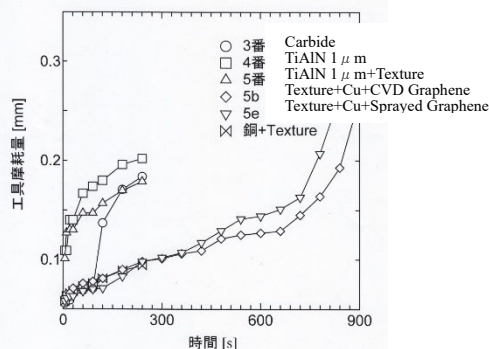


Fig.7 Cutting test results of trial tools with texture and graphene when machined Ti-6Al-4V. (Work: Ti-6Al-4V, V=100m/min, d=0.5mm, f=0.1mm, Dry)

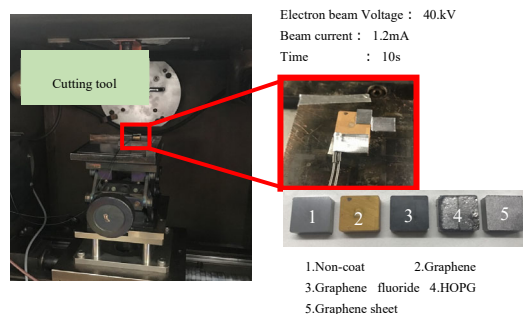


Fig.8 Set up of comparison experiment of thermal diffusion.

具を持ってくれば電極法で付着させることが可能。付着強度も高く、熱伝導率は  $1000\text{W/m}\cdot\text{K}$  程度。), 熱分解グラファイト (HOPG、熱伝導率  $1700\text{W/m}\cdot\text{K}$ 、内部構造は 2-3 層のグラフェンを樹脂で積層したもの) およびグラフェンシート (熱伝導率  $1500\text{W/m}\cdot\text{K}$ ) を追加した, Fig.8 に示すように製作した工具の熱伝導性を比較するために電子ビーム加工機 (最大出力 400W) を用いて真空中で電子ビームを照射 (照射条件は図中記載参照) し, 一定距離離れた熱電対設置場所の温度上昇を記録した。その結果が Fig.9 である。HOPG の熱拡散が最も速く, 次いでグラフェンシート, 他はほぼ同じであることがわかる。グラフェンの合成に関しては, ラマン分光分析により合成を確認したが, このことは, 熱拡散には拡散方向にある程度の断面積が必要であることを意味すると考えられる。(一般的な知見と同じ。) さらに確認を継続する予定である。

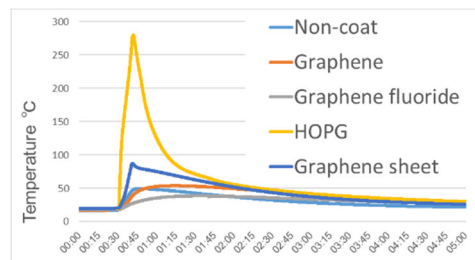


Fig.9 Comparison results of thermal diffusion used the electron beam machine.

Fig.10 は, これらの内, 熱拡散の速い HOPG とグラフェンシートを張り付けた工具の摩耗進行状況である。図からグラフェンシートで若干の初期摩耗の減少が見られる。これはグラフェンシートは両面テープで張り付けており, その接着力が弱いために切りくずの流出に伴って剥がれてしまったことが一つの原因と考えられる。したがってもっと接着力の高い方法で接着することが求められる。これに対して, HOPG 接着の場合は, 初期摩耗が約 1/2 となっているが, その後の摩耗進行速度はほぼ TiAlN コーティング工具と変わりがない進行速度となっている。これは HOPG に厚みがあるために, 切りくず流出により HOPG が削り取られ, 熱源との距離が離れることによると考えられ, 可能な限り薄くすることが求められる。これから効果の程度を見ながら, 限界の厚みについて確認していく。なお, 前出の Cu の場合と異なり, このケースでの初期摩耗減少の理由については切刃のエッジの状況を確認中である。摩耗減少効果の高い方法が確認された後, 凝着の多い Ti-5Al-1Fe の加工に適用して, 同材料の加工の改善も検討していく。

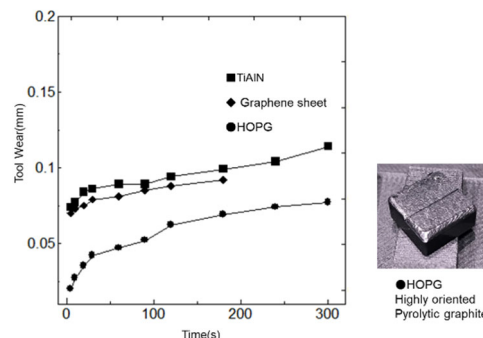


Fig.10 Wear progress curves of trial tools when mounted HOPG and graphene sheet. (Work: Ti-6Al-4V annealed, Tool: TiAlN coated carbide, V=70m/min, d=0.5mm, f=0.1mm/rev, Dry)

Fig.11 は, 熱伝導率の高い単結晶 SiC を工具ホルダーの敷板および側板部に使用して熱拡散を手助けするアイテムとして製作した。工具の熱伝導率の影響は受けるが, 過去の研究からこの方式でも熱拡散の効果は得られること確認している。(過去の実験では Cu を使用した。)

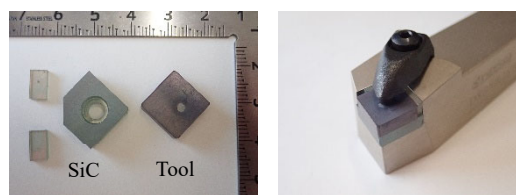


Fig.11 Application of single crystal SiC blank to tool holder for high thermal diffusion.

本研究の遂行により, 研究当初には想定していなかった副産物的な知見, 初期摩耗の低減効果 (これまでばらつきが大きく, あまり取り組んでこられなかったが, 半減すれば工具寿命を 2~3 倍延ばすことができる。) という興味深い知見も得られた。工具の開発は継続して, またチタン合金の加工技術についても新知見が得られれば公開していく。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計1件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 1件）

1. 発表者名 Suisheng Huang , Hiroshi Usuki
2. 発表標題 Study on high thermal conductivity tool during turning of Ti-6Al-4V alloy
3. 学会等名 Int. Conf. on Machining, Materials and Mechanical Technologies (国際学会)
4. 発表年 2021年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
--	---------------------------	-----------------------	----