

科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和 2 年 5 月 22 日現在

機関番号：32644

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2017～2019

課題番号：17K06089

研究課題名(和文) 切削工具用超低摩擦薄膜の創成と表面反応を利用したニアドライ加工技術の開発

研究課題名(英文) Production of ultra low frictional thin films for cutting tool and development of near dry machining by surface reaction on cutting tool

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) 3,700,000円

研究成果の概要(和文)： ホウ素含有薄膜(TiB₂-MoS₂系複合膜)に関する研究において、摩擦面でのB₂O₃の生成・溶融と低摩擦成分MoS₂添加の効果を重畳させることにより、400℃・無潤滑下で摩擦係数0.01の超低摩擦特性の発現を可能とした。

TiB₂単体膜の摩擦特性を200℃で評価したところ、窒素を供給することによりTiB₂単体膜および相手材の摩耗量は減少した。摩擦面におけるh-BNの生成は確認できていないが、この結果は窒素供給によるホウ素含有薄膜の高温潤滑性向上を示唆するものであり、工具にコーティングしたTiB₂-MoS₂系複合膜表面(加工面)において高温潤滑性を有するh-BNの生成が可能と考えられる。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究において、切削加工時のせん断応力下で安定な窒素ガスを供給することにより、切削器具にコーティングしたTiB₂-MoS₂系複合膜表面に層状物質h-BNの生成反応促進の可能性を示す結果が得られており、その学術的意義は大きい。また、本研究で得られた結果を発展させ、加工点への窒素ガス供給方法の最適化を含めてニアドライ加工技術を開発することにより、切削加工における環境対応を進めることができると期待されるこの必要最小限の切削油を供給するニアドライ加工技術を開発することは、航空機開発においてニーズが高まっている難削材の加工においても、環境対応を進める上で現実的かつ重要な方策である。

研究成果の概要(英文)： In the research about TiB₂-MoS₂ composite films, the ultra low friction coefficient of 0.01 has been available at 400℃ without any lubricant. This excellent frictional property of the TiB₂-MoS₂ composite films was thought to be due to the formation of B₂O₃ and the existence of MoS₂ as a low frictional component.

The tribological properties of TiB₂ films at 200℃ were improved by introducing N₂ gas during the friction tests. Formation of h-BN on the frictional surface has not been observed. However, this result indicates the improvement of high temperature frictional properties of boron containing thin films by N₂ gas introduction. Furthermore, the h-BN layer with the high temperature lubricious properties is expected to be formed on the cutting tool surface.

研究分野：薄膜形成

キーワード：切削加工 コーテッド工具 摩擦係数 表面反応

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

近年、地球環境への負担軽減は各種製品の製造工程にも強く求められるようになってきた。切削加工においても、“切削油を使用しない”あるいは“切削油の使用量を極力少なくした”環境対応型切削加工の実現が大きな課題となっている。ただし、切削油を使用しないドライ加工においては、切削油が有する潤滑機能、冷却機能等を代替技術で発現させる必要がある。しかし、実際には切削抵抗や切削温度の上昇、加工精度の低下に繋がる場合があり、ドライ加工の適用は限定的である。特に、航空機等の需要増加に伴いニーズが高まっている Ti 合金や Ni 基超合金等の難削材の加工においては、切削油への依存度が高く（切削油供給量：数百 l/h）、現時点ではドライ加工の適用は困難である。このような状況を踏まえ、工具表面に超低摩擦特性を有するとともに、切削加工時のせん断応力下で層状低摩擦成分を生成・付加できる薄膜を形成し、必要最小限の切削油を供給するニアドライ加工技術を開発することは、難削材加工においても環境対応を進める上で現実的かつ重要な方策である。

2. 研究の目的

切削加工時の $TiB_{2+\alpha}$ MoS_2 コーテッド工具表面において h-BN の生成を目指す本研究のイメージを示したのが図 1 である。

本研究の目的は、切削時のせん断力を利用した反応により層状低摩擦成分を生成・付加できる工具用超低摩擦薄膜を創成し、それを用いて難削材に適用可能なニアドライ加工技術を開発することである。まず

TiB_2 系薄膜表面での低融点 B_2O_3 の溶融と MoS_2 添加の重畳効果により、高温下での摩擦係数 0.01 以下を目指す。この超低摩擦薄膜をコーティングした工具を用いた加工において、窒素量を調整したキャリアガスにより切削油をミスト状に供給し、層状低摩擦成分 h-BN が生成する条件（温度、窒素雰囲気）を見出す。微量切削油との相乗効果で工具表面での超低摩擦状態の維持を可能とすることにより、難削材のニアドライ加工技術として発展させていく。

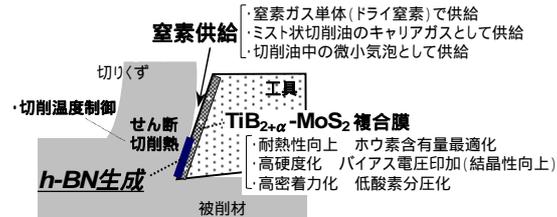


図1. 切削加工時の $TiB_{2+\alpha}$ - MoS_2 コーテッド工具表面においてh-BNの生成を目指す本研究のイメージ図

3. 研究の方法

これまでの研究において、200 °Cにおける TiB_2 MoS_2 複合膜の摩擦係数は 0.01 以下であった。200 °Cにおける摩擦により摩耗痕は平滑になり、200 °C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 B_2O_3 の生成・溶融を示唆する結果ではあるが、超低摩擦特性発現のメカニズムの解明には至っていなかった。また、複合膜の超低摩擦特性が発現する温度範囲（上限温度）も把握できていなかった。したがって、本研究では TiB_2 MoS_2 複合膜の超低摩擦特性発現の温度範囲の把握およびその拡大を念頭に、摩耗痕断面の TEM 観察を中心に超低摩擦特性発現のメカニズムの解明に着手するとともに、200 °C以上の高温での摩擦特性を評価する。これらの結果をもとに、切削加工時を想定した高温下における低摩擦成分 B_2O_3 の効率的生成を目的として $TiB_{2+\alpha}$ MoS_2 複合膜の組成（ホウ素含有量）の最適化に取り組んだ。本研究で行った実験の流れ・方法は以下に示す通りである。

$TiB_{2+\alpha}$ MoS_2 複合膜の創成は、現有の DC 二元マグネトロンスパッタリング成膜装置を用いて行った。複合膜創成の際には、 TiB_2 系ターゲットおよび MoS_2 ターゲットを用いた。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_2 系ターゲットへの印加電力：200W， MoS_2 ターゲットへの印加電力：50W，成膜温度：350 °C）に固定した。

- 1) TiB_2 MoS_2 複合膜の超低摩擦状態における摩擦表面を均質かつ広面積に形成するために、200 °Cでの摩擦試験を線接触状態で長時間（5 時間以上）実施する。形成された摩耗痕の断面 TEM 観察を行い、摩擦表面での溶融状態・結晶構造等を明らかにする。あわせて、摩擦表面の組成（ホウ素の酸化の進行度等）を XPS にて、 TiB_2 等の結晶性の变化を薄膜 XRD にて評価分析する。なお、観察評価分析を考慮して、基板には Si を用いた。
- 2) 1)と同様の摩擦試験を 200 °C以上の高温で行い、 TiB_2 MoS_2 複合膜の超低摩擦特性が発現する温度範囲を明確にするとともに、1)における観察評価分析と合わせて B_2O_3 と MoS_2 が共存する状況での低摩擦特性発現のメカニズムを明らかにする。
- 3) 低摩擦特性発現のメカニズム解明の結果をもとにホウ素の添加量を検討し、 $TiB_{2+\alpha}$ ターゲットを用いて、ホウ素を過剰に含有する $TiB_{2+\alpha}$ MoS_2 複合膜を創成する。それらの摩擦特性の評価により、 $TiB_{2+\alpha}$ MoS_2 複合膜の組成（ホウ素含有量）の最適化を行う。
- 4) 窒素雰囲気中で $TiB_{2+\alpha}$ MoS_2 複合膜の摩擦試験を行い、切削加工時と同様のせん断応力下で二次元層状物質である h-BN の生成反応を促進させ、温度上昇に伴う h-BN 生成量の増加と低摩擦特性発現の関係を明らかにする。

4. 研究成果

摩擦面上でのガラス質固体 B_2O_3 （融点 480 °C）の生成・溶融による低摩擦化を目的として、各種条件下での TiB_2 MoS_2 複合膜の形成と摩擦特性の評価に着手した。その中で、150 °C以上の無潤滑下で摩擦係数 0.01 の超低摩擦特性の発現が可能であることを明らかとした（図 2）。さら

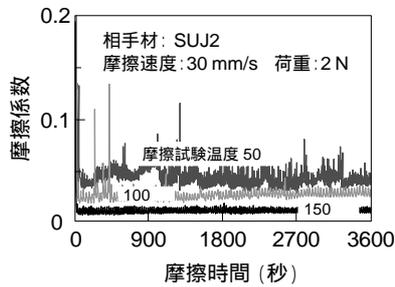


図2. TiB₂-MoS₂複合膜の摩擦係数の摩擦試験温度依存性

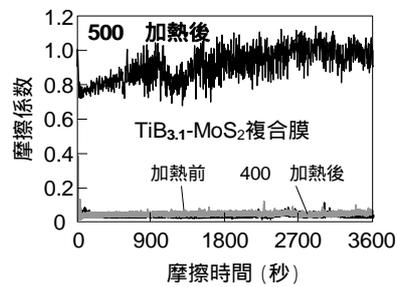


図3. 加熱処理によるTiB_{3.1}-MoS₂複合膜の摩擦係数の変化(摩擦試験温度 200)

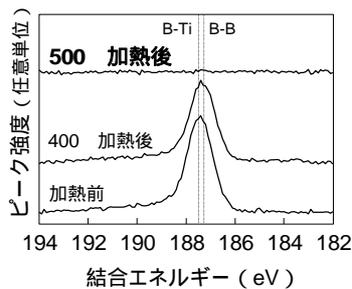


図4. 加熱によるTiB₂-MoS₂複合膜のXPS B1s スペクトルの変化

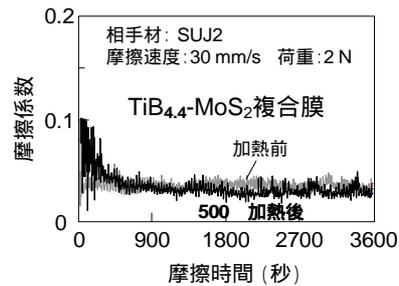


図5. 加熱処理によるTiB_{4.4}-MoS₂複合膜の摩擦係数の変化(摩擦試験温度 200)

に、ホウ素を過剰に含有させることにより超低摩擦特性を 400 まで維持することを可能とした。ただし、この TiB_{2+α} MoS₂ 複合膜を 500 で加熱することにより摩擦係数は 0.8 以上に増大した(図 3)。

そこで、ホウ素含有量の最適化、結晶性向上等により、ニアドライ切削加工時の高温でのホウ素残存量の増加および MoS₂ 含有量低減を図り、TiB_{2+α} MoS₂ 複合膜複合膜の耐熱性向上および高硬化化を目指すこととした。図 4 に示すように、500 で加熱することにより TiB₂-MoS₂ 複合膜からホウ素が脱離し、高温での摩擦特性悪化の一因となっていた。そこで、ホウ素含有量を増加させた TiB_{4.4} MoS₂ 複合膜を形成したところ、500 で加熱後も摩擦係数は 0.03 程度であった(図 5)。また、高温での超低摩擦特性発現を目指して TiB_{2+α} MoS₂ 複合膜を形成する際に、基板に 0~300V のバイアス電圧を印加し、TiB_{2+α} MoS₂ の結晶性向上を目指した。その結果、100V のバイアス電圧印加による TiB₂ MoS₂ 複合膜の構造変化を確認しており(図 6)、さらに研究を進展させることにより結晶性の向上およびコーティング材に必要な高硬化化は可能と考えられる。

また、図 7 に示すように、TiB₂ 単体膜の摩擦特性を 200 で評価したところ、窒素を供給することにより TiB₂ 単体膜および相手材の摩耗量は減少した。現時点では、摩擦面における h-BN の生成は確認できておらず、低摩耗化のメカニズムは明らかになっていない。ただし、この結果は窒素供給によるホウ素含有薄膜の高温潤滑性向上を示唆するものであり、摩擦面(加工面)において高温潤滑性を有する h-BN の生成が可能と着想するに至った重要な結果である。なお、200 での TiB_{2+α} MoS₂ 複合膜の摩擦特性評価においては、窒素ガス供給の有無にかかわらず低摩擦低摩耗であり、現在までの評価・観察では窒素供給による低摩耗化の効果は顕在化していない。

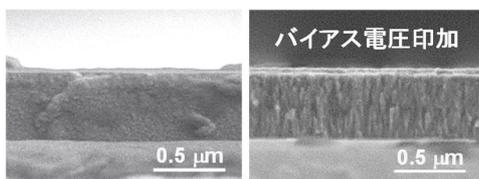


図6. バイアス電圧印加によるTiB₂-MoS₂複合膜の構造変化(印加電力 -100V)

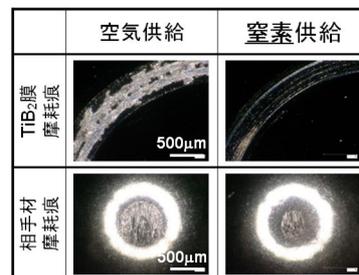


図7. 供給気体の違いによるTiB₂膜および相手材の摩耗量の変化

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計2件（うち査読付論文 2件 / うち国際共著 0件 / うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 N. Ninomiya and M. Kohzaki	4. 巻 1
2. 論文標題 Frictional Properties of TiB ₂ + -MoS ₂ Composite Films Heated in Ambient Atmosphere	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Proceedings of The International Conference on Materials Processing and Technology 2019	6. 最初と最後の頁 pp.57-62
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 N. Ninomiya and M. Kohzaki	4. 巻 1
2. 論文標題 Frictional Properties of TiB ₂ -MoS ₂ Composite Films Heated in Ambient Atmosphere	5. 発行年 2017年
3. 雑誌名 Proceedings of The International Conference on Materials Processing and Technology 2017	6. 最初と最後の頁 pp.194-199
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計4件（うち招待講演 0件 / うち国際学会 2件）

1. 発表者名 N. Ninomiya and M. Kohzaki
2. 発表標題 Frictional Properties of TiB ₂ -MoS ₂ Composite Films Heated in Ambient Atmosphere
3. 学会等名 MNTC International Symposium 2017（国際学会）
4. 発表年 2017年

1. 発表者名 K. Tsuchiya and M. Kohzaki
2. 発表標題 Improvement of Mechanical Properties of TiB ₂ Based Films and Their Application for Cutting Tools
3. 学会等名 MNTC International Symposium 2017（国際学会）
4. 発表年 2017年

1. 発表者名 大和航, 神崎昌郎
2. 発表標題 摩擦係数0.01を示す潤滑性硬質膜のホウ素過剰添加による使用可能温度拡大
3. 学会等名 2019 SASシンポジウム
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 神崎昌郎
2. 発表標題 スパッタ法による潤滑性硬質膜の創成とその応用先
3. 学会等名 21017年度 第2回SAS技術講演会
4. 発表年 2018年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

東海大学工学部機械工学科 神崎研究室ホームページ http://www.mech.u-tokai.ac.jp/~kohzaki_lab2/ 東海大学工学部機械工学科 神崎研究室HP http://ns.mech.u-tokai.ac.jp/~kohzaki_lab/
--

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