

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 29 年 6 月 26 日現在

機関番号：15201

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2014～2016

課題番号：26420049

研究課題名(和文) 金属系航空・宇宙材料加工用コーティング工具と凝着低減加工法の基礎的研究

研究課題名(英文) Basic Study on Coated Tools for Machining Metallic Aerospace Materials and Adhesion Reduction Machining

研究代表者

臼杵 年 (USUKI, HIROSHI)

島根大学・総合理工学研究科・教授

研究者番号：10176670

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,900,000円

研究成果の概要(和文)：航空・宇宙・エネルギー分野に利用されているチタン合金やNi基超耐熱合金を安定に加工可能なコーティング工具の開発をコーティング膜の微細損傷状態の把握と被削材凝着界面の冶金学的調査を行い、損傷モデルの構築とそれに基づいた損傷低減対策を提案した。これらの材料を切削した時の凝着現象は凝着物(被削材)結晶の微細化が発端で生じる。そして凝着界面には拡散反応層を生じることなく、原子間力等で直接付着している。その後は各材料の加工特性によってコーティング膜の損傷に影響を与える。この損傷機構は従来の治験にはない新規のものであり、工具開発に有用な知見となる。

研究成果の概要(英文)：The coated tools that can stably cut Titanium alloy and Ni-based super alloys used in the fields of aerospace and energy were developed. And the microscopic damage state of the coating film was confirmed and the adhesion interface between the workpiece and the coated film surface was researched metallurgically. The damage model and the countermeasures to reduce adhesion based on it were also proposed. The adhesion phenomenon when machined these materials is caused as a result of microcrystal of adhered material (work material). The diffusion reacted layer is not formed on the adhesion interface, but it is directly adhered by interatomic force and so on. After that, the machining properties of each material affect the damage of the coating film. This damage mechanism is a novel fact not found in conventional knowledge, and it is a useful finding for tool development.

研究分野：機械工作・生産工学

キーワード：コーティング工具 結晶粒微細化 超耐熱合金 チタン合金 TEM 被膜損傷

## 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。一方、これらの材料を加工した時の工具の損傷について詳細な検討がなされているとは言い難く、抽象的な曖昧な損傷現象の把握に留まっている。このような工具損傷を詳細に把握できれば、工具開発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・宇宙産業用材料切削時の工具コーティング膜のナノレベルでの損傷状態に着目して、その損傷機構を低減する方策を施した工具を試作して、その効果を検証するとともに、高性能工具製造の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た。本研究では以下の検証とその機構の検討を行った。

- ① インコネル切削時のコーティング膜の損傷状況に対する損傷軽減対策を検証。
- ② チタン合金切削時の工具コーティング膜のインコネルとは異なる損傷状態をナノレベルで明らかにし、その損傷を軽減する対策の効果を検証。
- ③ 固溶強化型のインコネル 625 に対して、718 と同様の知見を活用したコーティング工具で好結果が得られるのか検証。
- ④ ミネラル水ミストの凝着抑制効果について、チタン合金およびインコネルに対して検証。

## 3. 研究の方法

以下の3項目を並行して進めた。

### 1. 超耐熱合金切削時におけるコーティング膜損傷軽減に与えるコーティング成膜条件の検討

本実験は、これまでの実験経緯から旋削とエンドミル加工で、以下の項目について検討した。

- ① インコネル 718 切削時のコーティング膜の損傷起点(塑性変形, ミクロ・マクロ破壊, ドロップレット)を軽減する方向で以下の対策を検討した。具体的には、成膜法と膜組成について実施した。
- ② 試作したコーティング工具を用いて、インコネル 718 の標準的条件にて寿命試験を行い、工具性能の比較、それぞれの対策の効果について検証した。また

切削点の温度環境を考慮した結晶学的考察も行った。

- ③ 加工後の工具断面を TEM 等のマイクロ分析機器を用いて損傷状況を調査した。
- ④ 固溶強化型のインコネル 625 に対して、インコネル 718 で検討した最適コーティング工具を試し、その適用性を検証した。

### 2. チタン合金切削時におけるコーティング膜損傷に及ぼすコーティング成膜条件の影響

インコネルとは難削要因が異なるが凝着性の高いチタン合金切削用のコーティング工具の基礎的検討を旋削とエンドミル加工にて行った。

- ① インコネルと同様に標準的加工条件において、コーティング膜の損傷状況をコーティング膜断面のTEM分析等で把握した。
- ② コーティング膜の損傷起点の把握により、その軽減対策を考案して、効果の検証を行った。方向性としては、圧縮残留応力や膜厚も応力等に影響を与えるので、それらを当面ターゲットとした。

### 3. ミネラル水 MQL による凝着損傷の低減

酸化を促進するミネラル水 MQL による凝着低減効果を検証した。

- ① チタン合金および超耐熱合金の正面フライス加工においてミネラル水 MQL 加工を行い、ミネラル水 MQL による酸化物生成の凝着低減効果を調査した。
- ② 摩耗面を EDS 分析して、摩耗面への付着元素の確認を行って、MQL 時と他の加工法の相違を調査した。

## 4. 研究成果

Fig.1 に、切削距離と逃げ面最大摩耗幅の関係を示す。TiN を被覆したコーテッド超硬合金工具と被覆していない超硬合金工具を比較した結果、200 m 切削後の逃げ面最大摩耗幅は同等であり、工具損傷も同様の形態を示した。つまり、皮膜が損傷抑制の機能を果たしていないと言える。

Fig.2 に切削初期の前逃げ面境界部の SEM 観察結果を示す。1 m 切削時点ですくい面側に被削材の凝着が生じた。逃げ面においては皮膜の初期摩耗を観察した。10 m 切削時点では皮膜に破壊が生じており、EPMA により破壊部近傍の元素分布を調べた結果、皮膜破壊部には被削材成分が噛み込むように存在することがわかった。本被削材の凝着物は高温強度が特に高いため、この様な皮膜破壊部への噛み込みと脱落が皮膜の破壊を促進したと考えられる。

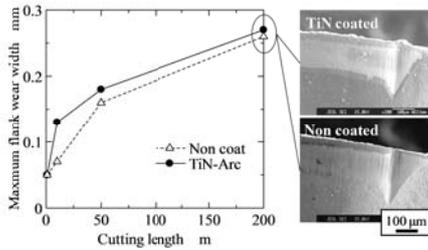


Fig.1 Relationship between cutting length and Maximum flank wear width. ( $V=30\text{m/min}$ ,  $d=0.5\text{mm}$ ,  $f=0.2\text{mm/rev}$ , Wet)

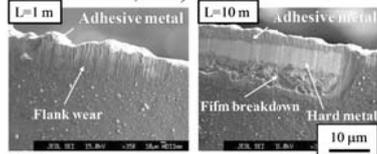


Fig.2 SEM images of TiN coated cutting tools wear.

( $V=30\text{m/min}$ ,  $d=0.5\text{mm}$ ,  $f=0.2\text{mm/rev}$ , Wet)

Fig.3 に 10 m 切削後のすくい面損傷部のたとえられる。50 m 切削以降さらに切削距離断面 TEM 観察結果を示す。TEM 観察結果から、TiN 皮膜の柱状晶が切り屑擦過方向に対し塑性変形を伴いながら損傷していることがわかった。また、塑性変形後の皮膜先端部が微細破壊し、凝着物中に混入した状態を観察した。このようなセラミック皮膜の塑性変形は、切削時の刃先にかかる温度と圧力が他の被削材よりも高いことに起因すると考えられる。なお、工具寿命は逃げ面の損傷幅で判断される。そこで、刃先エッジ部から逃げ面にかけても同様に TEM 観察を実施したところ、逃げ面にかけても皮膜の塑性変形を観察した。いずれの場所も損傷の速度は異なるが、損傷状態は同様であると考えられる。

Fig.4 は PVD-Arc 法によって AlCrSiN を被覆した工具を用いてインコネル 718 を切削したときの前逃げ面損傷部の断面観察結果である。PVD-Arc 法は、成膜中に膜内部および表層部にドロップレットと呼ばれる金属粒子が混入し、膜欠陥として残る。損傷部の断面観察の結果から、ドロップレット周辺に存在した空隙に凝着物が噛み込むように存在しており、このような欠陥が皮膜破壊の起点になったと推察される。皮膜の破壊を抑え、摩耗形態を維持するためには、このような膜内欠陥の低減が必要と思われる。

Fig.5 は各種損傷形態の観察結果を基に、損傷対策の効果を検証した結果である。皮膜の塑性変形抑制のために、TiN 組成に対し、強度が優れる AlCrSiN 組成の適用を試みた。皮膜の強度向上により損傷が抑えられ、損傷幅が小さくなったが、損傷形態は破壊のままであった。これに対し、同じ組成で成膜方法を Arc 法から SP 法に変えて成膜することで、膜中のドロップレットを含まない AlCrSiN-SP 膜を適用すると、皮膜破壊が抑制され、安定した摩耗形態を示すとともに損傷幅はさらに小さくなった。

Fig.6 に TiN 膜でコーティング法を変更し

た工具の損傷状態を示す。ここでは、ホロカソード法と CVD 法を追加した。写真から、スパッタリング法と CVD 法の損傷が軽微であることがわかる。また Fig.5 の AlCrSiN 膜も観察したが塑性変形をわずかしか生じないことがわかった。ただドロップレットを多数含むコーティング法では損傷を大きくする原因となる。

Fig.7 に Fig.6 の各工具のコーティング膜の断面を TEM 観察した結果を示す。図中(a)は切削前の Arc 膜の柱状晶の写真である。TiN 膜であるので CVD 膜以外はすべて塑性変形を生じていることがわかる。

Fig.8 に電気炉にて  $1000^{\circ}\text{C}$  に加熱前後のコーティング膜結晶の変化を PVD と CVD 法にて成膜した被膜について EBSD にて比較した結果である。IPS は結晶方位分布を、KAM map は、分析点間の方位差を示している。柱状粒子内にわずかに色の濃淡が観察され

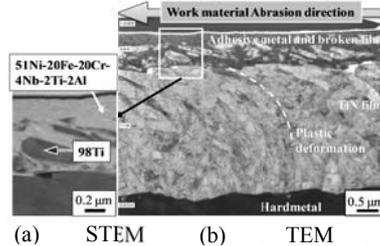


Fig.3 Cross-section observation of TiN coating of rake face after cutting ( $V=30\text{m/min}$ ,  $d=0.5\text{mm}$ ,  $f=0.2\text{mm/rev}$ , Wet,  $L=10\text{m}$ ).

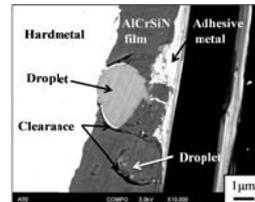


Fig.4 Cross-section observation of AlCrSiN coating of cutting edge after cutting ( $V=30\text{m/min}$ ,  $d=0.5\text{mm}$ ,  $f=0.2\text{mm/rev}$ , Wet,  $L=50\text{m}$ ).

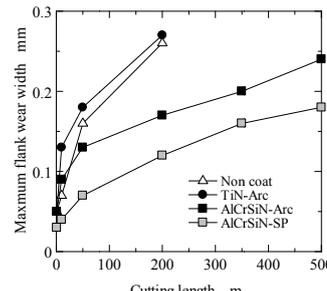


Fig.5 Effect of high strength and low defect coating for Inconel 718 machining. ( $V=30\text{m/min}$ ,  $d=0.5\text{mm}$ ,  $f=0.2\text{mm/rev}$ , Wet)

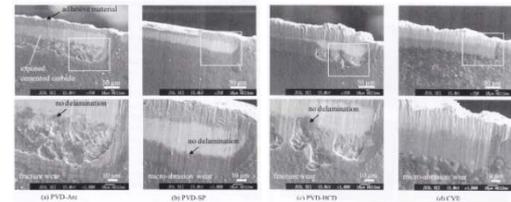


Fig.6 SEM image of the cutting edges at the boundary of the end flank face after machining of Alloy 718 ( $V=30\text{m/min}$ ,  $f=0.2\text{mm/rev}$ ,  $d=0.5\text{mm}$ ,  $L=10\text{m}$ , Dry)

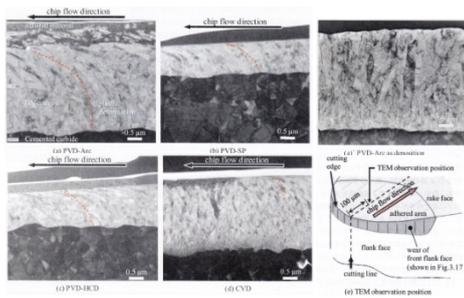


Fig.7 TEM images of TiN coatings at the damage position of the rake face after machined of Alloy 718 ( $V=30$  m/min,  $f=0.2$  mm/rev,  $d=0.5$  mm, Dry, Cutting length 10 m)

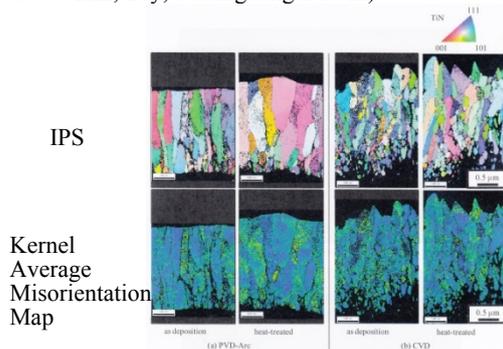


Fig. 8 EBSD results of the cross-sectional structures of TEM samples before and after heat treatment at  $1000\text{ }^{\circ}\text{C}$

る。これは柱状粒子内に微小な結晶子が存在し、亜粒界、転位セルなどを形成している可能性を示している。特に PVD-Arc については、 $[001]$  方向に指数付けされた粒子内の方位差が  $[111]$  に比べて小さい傾向がみられ、主に  $[111]$  にひずみが蓄積されている可能性が示されている。CVD については、粒子内に方位差の異なる点が比較的均一に分布しているように見える。また PVD の方が結晶の肥大化が生じている。この高温での安定性、結晶組織、ドロップレットを生じないことが CVD 膜の優位性を生み出していると考えられる。ただし、これはインコネルの連続切削の場合であり、CVD 膜は引張残留応力を生じているので断続切削には不向きと考えられる。

また固溶強化型のインコネル 625 についても AlCrSiN コーティング工具を試してみたが、インコネル 718 切削時と同様にコーティング膜の塑性変形の抑制、それに伴うすくい面摩耗の大幅低減（インコネル 625 は大きなすくい面摩耗を生じる）が達成できた。

Fig.9 に Ti-6Al-4V を旋削した TiN コーティング工具の切削初期の切れ刃すくい面断面写真を示す。写真と EDS 分析結果から、切れ刃先端部のコーティングは残っているが、少し後方部のコーティングは消失し、超硬母材が露出していることがわかる。さらに超硬部分はほぼフラットで、コーティング膜の損傷面の傾斜とは異なる、つまり超硬母材の摩耗（損傷）が遅いことがわかる。

Fig.10 は凝着物近傍のコーティング膜の TEM 写真である。比較に前出のインコネル切削時のものを併記した。写真を比較すると

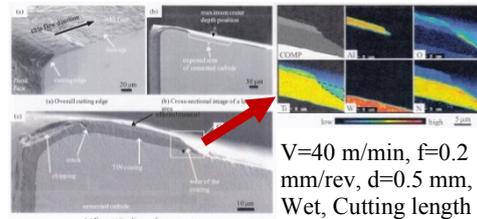


Fig.9 SEM image and EDS analysis result of cutting edge of TiN coated tool in machining of Ti-6Al-4V.

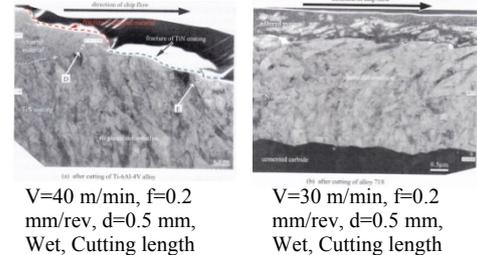


Fig.10 Cross-sectional TEM images of TiN coating on the rake face of the tool after the cutting of Ti-6Al-4V (a) and Alloy 718 (b)

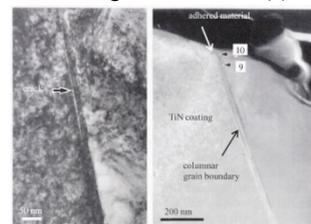


Fig.11 High magnification TEM and STEM images of the interface around the fracture

まったく異なる損傷状態となっている。インコネルで見られたコーティング膜の塑性変形はチタン合金では見られない。これは切削抵抗の大きさの結果を考えられる。さらにチタン合金の場合には、コーティング膜に明瞭なクラックが観察され、これがコーティング膜を破壊したと推定される。クラックを拡大観察した結果を Fig.11 に示す。

次に凝着物とコーティング膜の付着状態を確認した。Fig.12 にチタン合金を切削した TiN コーティング工具の凝着物とコーティング膜界面付近の左図に示す測定ポイントのリフラクションパターンを右図に示す。結果、付着界面には拡散反応層はなく、直接被削材料であるチタン合金がコーティング膜に密着している。そして部分的に原子配列の整合性が確認できる。Fig.13 に界面部分を拡大して原子配列を見た TEM 写真を示す。TiN の立方晶の表面に六方晶の Ti が C 軸が  $6\sim 7^{\circ}$  傾斜して付着していることがわかった。原子間力で結合しているので非常に強固に付着している。同じことをインコネルでも調査した。チタン合金と同様に反応層を介さずに直接付着していたが、界面での原子配列の整合性は確認できなかった。

以上のことをまとめたコーティング膜の損傷モデルを Fig.14 に示す。どちらの場合も損傷の発端として生じるのは凝着物（被削材）の微細化である。インコネルの場合、それは  $100\text{nm}$  程度であり、凝着物と TiN 膜とに反応層と結晶配列の整合性はなく付着強度も

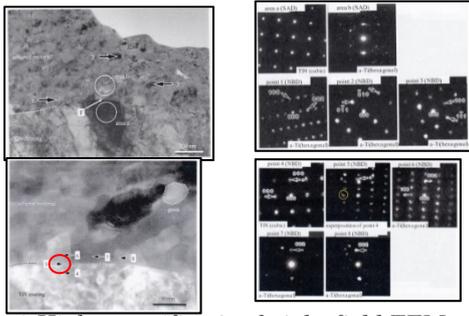


Fig.12 High magnification bright field TEM and dark field STEM image, and selected area diffraction and nanobeam diffraction patterns at the interface between the adhered material and the TiN coating.

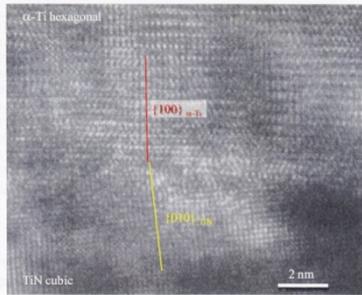


Fig.13 High magnification bright field TEM image near the point 5

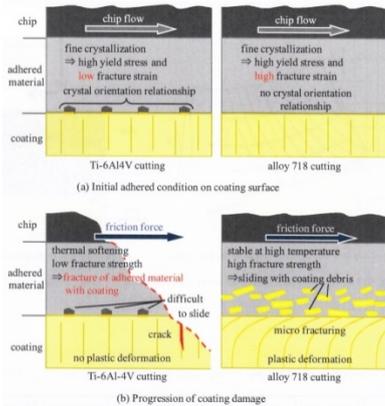


Fig.14 Comparison of the damage models of the TiN-coated cutting tool during the turning of Ti-6Al-4V and Inconel 718.

低いので、凝着物はコーティング膜上に切りくずの流出方向に流動していくことができる。そして高温・高負荷によって、柱状組織にせん断力方向へ塑性変形を生じ、最も変形の大きいコーティング表面付近で柱状組織に垂直方向に亀裂を発生して微細破片が流動している凝着部に取り込まれて摩擦が進行していく。一方チタン合金の場合は、微細化が10nmクラスでインコネル同様に反応層は生成していないが、結晶配列に整合性が認められ、原子間力で強固に接合している。ただし全面ではなく部分的（杭打ち状態）接合している。そして高温・低負荷という切削状態によってコーティングには塑性変形を発生しない。しかし凝着物（被削材料）が超微細化しているため強度上昇と脆化を生じ、かつコーティング材料と一体化しているため、切りくずの流動によって生じるせん断力に

よって脆化した凝着物内にクラックが発生、そのクラックを止めることができないためにコーティング材まで伝播して、一気にコーティング膜を破壊すると考えられる。

インコネルに対しては、前述の対策が考えられるが、チタン合金に関しては、この現象（界面での結晶配列の整合）を抑えられるコーティング材種はなく、まったく新規の組成系を見つけ出す必要がある。しかし、微細化現象の緩和や再結晶化の防止の方法はいくつか考えられる。今後検討を継続する予定である。以上が連続切削についての成果である。

次に断続切削についての結果である。断続切削では、連続切削状態に衝撃力、繰り返し応力と熱サイクルが加味され、工具はさらに過酷な環境に晒される。コーティング膜の損傷を観察した結果、コーティング膜表面に平行にせん断力によりクラックが発生し、コーティング膜がフレーキング状に損傷する現象を確認した。これはインコネルおよびチタン合金共通の現象で、観察の結果、工具に作用する切削力の大きさによって発生深さに違いを生じていた。そのモデル図およびコーティング表面に働く摩擦力と垂直力から最大せん断応力分布をシュミレーションした結果を Fig.15 に示す。チタン合金で表面から約0.5mm、インコネルで約1mmの位置に発生する。これはシュミレーションした最大せん断応力発生位置とほぼ一致する。

Fig.16 は断続切削時にコーティング膜損傷を低減するインコネル 718 のモデル図である。基本的な考え方は、クラック発生位置をコーティング膜内からコーティング材料より靱性の高い母材内もってくる、つまり薄膜

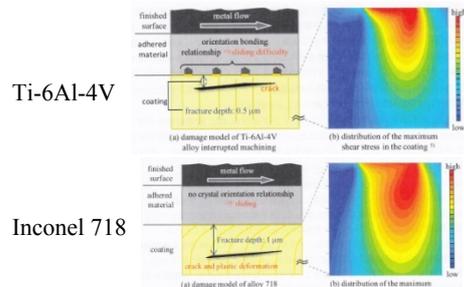


Fig.15 Wear models of the coating and distribution of the maximum shear stress in coating in interrupted machining of Ti-6Al-4V and Inconel 718

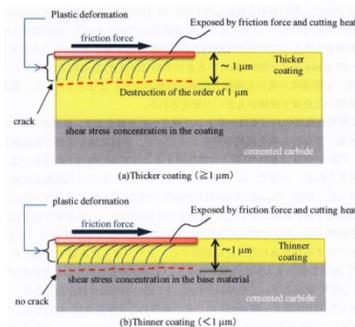


Fig.16 Model for damage of the coating at the flank face of the cutting edge during machining of Ni-based superalloy

化することである。これはチタン合金の場合にも適用できる。Fig.17にTiAlN膜の膜厚を変化させた時の切削初期のコーティングの損傷をTi-6Al-4V切削時に比較したものを示す。(b)のみ成膜後に表面を磨き処理を行い、表面欠陥を除去した。それ以外の工具表面はコーティングしたままである。そのためArc法で成膜したものは表面にドロップレットが多数観察される。摩耗幅の大きさは、熱衝撃試験(省略)で得られたクラックの発生量の大小と相関があり、コーティング内の欠陥量が少ないほど損傷領域が小さくなる傾向を示した。なお、成膜後の表面研磨の有無を比較したが、損傷形態に大差がないことから、表面欠陥よりも内部欠陥の方が損傷に対する寄与率が高いことが示唆される。このことは、Fig.15に示したコーティング内部に生じた最大せん断応力によってクラックが生じる損傷モデルとも合致する。なお、コーティングの損傷は基材の研削痕に沿ったようにも観察されたことから、Ti-6Al-4V切削用工具には成膜前の表面状態の平滑性も求められると推察される。

ところで、PVD法では成膜後のコーティング膜内に圧縮残留応力が発生する。そこで、この圧縮残留応力によって損傷低減の効果が得られるか検討したが、工具摩耗にはほとんど効果がなかった。

以上の結果から、Ti-6Al-4Vをコーテッド超硬合金工具を用いて断続切削するときの皮膜破壊を抑制するためには、皮膜に残留圧縮応力を付与するよりも、膜厚を薄くする方が効果が大きいことがわかった。

ところで、酸化による酸化膜の形成による凝着低減を狙ったミネラル水MQL加工を行った。被削材は、Ti-6Al-4VとInconel718の正面フライス切削に対して行った。Ti-6Al-4Vに対してはミネラル水MQLは乾式および超純水を使用したMQLに対して優位性が認められた。そしてミネラル水MQLによって切込み境界部の凝着損傷が大きく軽減されていることがわかった。一方インコネルに対してもあるミネラル水で摩耗進行が遅くなり、ミネラル成分の有無によって明らかに凝着の様子が変化している。しかしミネラル成分は工具表面で明確に検出されなかった。ミネラル成分もしくは酸化が、この工具表面への

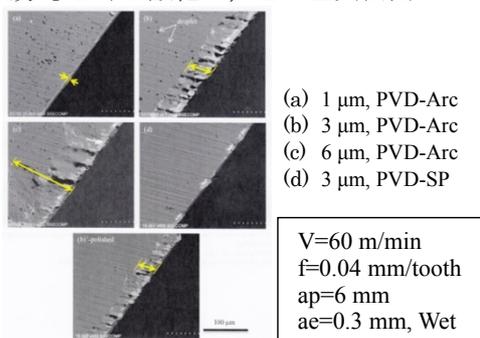


Fig.17 Backscattered electron images of the TiAlN coated cutting edges after machining of Ti-6Al-4V

被削材の凝着に何らかの影響を与えたことは明白であり、その理由を含めて継続して検討する。

## 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 5件)

- ① Shuho Koseki, Kenichi Inoue, Kazutake Uehara, Hiroshi Usuki, Masahiro Yoshinobu, Ryutaro Tanaka, Masahiro Hagino: Damage of PVD-coated cutting tools due to interrupted cutting of Ni-based superalloys, Recent Development in Machining, Materials and Mechanical Technologies, Key Engineering Materials, Vols. 656-657, 191-197, 2015
- ② S. Koseki, K. Inoue, S. Morito, T. Ohba, H. Usuki: Comparison of TiN-coated tools using CVD and PVD processes during continuous cutting of Ni-based superalloys, Surface and Coatings Technology. 283, 15, 353-363, 2015
- ③ Shuho Koseki, Kenichi Inoue, Hiroshi Usuki: Damage of physical vapor deposition coatings of cutting tools during alloy 718 turning, Precision Engineering, Vol.44, 41-54, 2016 (精密工学会論文賞受賞)
- ④ 小関秀峰, 井上謙一, 臼杵年: Alloy 718旋削加工時のPVDコーテッド工具の逃げ面摩耗, 精密工学会誌, Vo.82 No.5, 460-466, 2016
- ⑤ Shuho Koseki, Kenichi Inoue, Katsuhiko Sekiya, Sgigekazu Morito, Takuya Ohba and Hiroshi Usuki: Wear Mechanism of PVD-Coated Cutting Tools During Continuous Turning of Ti-6Al-4V Alloy, Precision Engineering, Vol.47, 434-444, 2017

[学会発表] (計 1件)

- ① Shuho Koseki, Kenichi Inoue, Kazutake Uehara, Hiroshi Usuki, Masahiro Yoshinobu, Ryutaro Tanaka, Masahiro Hagino: Damage of PVD-coated cutting tools due to interrupted cutting of Ni-based superalloys, Proc. of 1<sup>st</sup> Int. Conf. on Machining, Materials and Mechanical Technologies, 225\_0\_0\_M, 2014

[その他]

ホームページ等

<http://kenchiku-seisan.jp/publics/index/21/>

## 6. 研究組織

(1) 研究代表者

臼杵年 (USUKI Hiroshi)

島根大学・総合理工学研究科・教授

研究者番号: 10176670