TiB₂ 焼結体のワイヤー放電加工

松下純一・鈴木利幸・佐野 省

東芝セラミックス(株)FC事業推進部技術部, 448 愛知県刈谷市小垣江町南藤1番地

Wire Electrical Discharge Machining of TiB₂ Composite

Junichi MATSUSHITA, Toshiyuki SUZUKI and Akira SANO

Toshiba Ceramics Co., Ltd., 1, Minamifuji, Ogakie-cho, Kariya-shi 448

[Received August 8, 1991; Accepted November 21, 1991]

Wire electrical discharge machining of pressureless sintered TiB₂ containing Cr and C as the sintering aids was investigated. The effects of machining conditions on the surface roughness and bending strength were discussed. The surface roughness increased with increase in the cutting speed. The bending strength remained with increase in the cutting speed to 5-40 mm²/min. The bending strength of 320 MPa was very close to the values for sintered body prepared by cut and polished with a diamond disc and powder.

Key-words: TiB₂, Pressureless sintering, Wire electrical discharge machining, Surface roughness, Bending strength

1. 緒 言

ホウ化チタン (TiB₂) は、高融点、高硬度、化学的に安定であるという性質のほかに、純鉄 (10⁻⁵ Ω·cm) と同程度の高電気伝導性を有するなどの優れた特徴をもち^{1)~5)}、新しい導電性エンジニアリングセラミックスの一つとして、注目を集めている。

近年、電気的加工法の一つであり、高精度、複雑形状の加工が可能な放電加工を、導電性セラミックスの加工に適用しようとする試みがなされており、この試みは、難加工性のセラミックス材料の加工に対して非常に有効であると考えられる^{6),7)}。ワイヤー放電加工の概略の原理は、ワイヤー電極と被加工物とを加工液を介して、数 μm~数十 μm の隙間に対向させ、1秒間に数千ないし数十万回の放電を発生させ、それによって生ずる多数の放電痕の累積によって加工を行うものである⁸⁾。

これらの研究に用いられる試料としては、導電性を本質的に有する材料を用いたものと^{9),10)}、本来、導電性がないセラミックスに導電性物質を添加して、導電性を付与させた材料を用いたもの^{11),12)}との二つの研究に大別することができる。

しかしながら、前者の材料を用いた研究報告例のほとんどは、導電性 ZrB₂ に 10 wt% の SiC を複合させた焼結体⁹⁾や TiB₂ に 22 wt% の ZrO₂ を添加した複合焼結体¹⁰⁾などについてのものであり、導電性セラミックス単体あるいは、導電性物質のみで構成された焼結体に関する研究報告例は少ない。この理由としては、TiB₂ をはじめ導電性セラミックスのほとんどは共有結合性が高く、難焼結性の材料であ

るため、緻密な焼結体を得ることが困難であることなどが考えられる。

一方、後者の材料としては、TiN を添加した Si₃N₄ 焼結体などが開発されている¹²⁾。

そして、導電性セラミックスと導電性物質に絶縁性セラミックスを複合化した焼結体とでは、放電加工による除去機構や加工時の損傷などが異なるものと考えられる。

本研究では、導電性物質のみからなる TiB₂ 焼結体である、Cr と C を添加して得られる高密度の TiB₂ 焼結体¹³⁾について、ワイヤー放電加工を試み、放電加工特性について調べた。

2. 実験方法

2.1 原料及び試料の調整

出発原料粉末として用いた、Union Carbide Coatings Service 製 TiB₂ 粉末、高純度化学研究所製 Cr 粉末及び三菱化成製 C 粉末 (カーボンブラック) の平均粒径、純度及び化学分析値を表 1 に示す。これらの粉末を TiB₂: 92.5 wt%, Cr: 6.2 wt% 及び C: 1.3 wt% の割合に配合して湿式混合した。この混合物に PVB 系のバインダーを添加した後、30 MPa で一軸プレス成形を施し、更に 100 MPa の CIP (冷間静水圧加圧) 処理により、約 45×30×120 mm の成形体を作製した。次に、この成形体を 550°C で 5 時間、窒素ガス雰囲気下で脱脂処理を施した後、1900°C で 5 時間、アルゴンガス雰囲気中で常圧焼結して焼結体を得た。昇温速度は、200°C/h に設定したが、焼結後は、そのままアルゴンガス雰囲気中で炉内徐冷した。

Table 1. Average particle size and chemical composition of raw materials.

Material	Average particle size (μm)	Purity(%)	Impurity(%)
TiB ₂	5.8	99	Al: 0.04, Ca: 0.01, Co: 0.02 Cr: 0.02, Cu: 0.03, Fe: 0.03 K: 0.03, Na: 0.03, Si: 0.02
Cr	3.5	99	Al: 0.001, Ca: 0.05, Co: 0.001 Fe: 0.003, Mg: 0.001, Na: 0.05 Si: 0.001
C	0.03	99.9	Al: 0.02, C: 0.02, Fe: 0.2 S: 0.03, Si: 0.03

被加工材として用いた TiB₂ 焼結体の諸特性及び微構造の走査型電子顕微鏡 (SEM) 写真をそれぞれ表 2 及び図 1 に示す。

得られた TiB₂ 焼結体の構成相は、X 線回折分析の結果から、TiB₂、TiC 及び CrB であり、添加した Cr と C は認められなかった¹⁴⁾。この構成相は、すべて融点をもつ物質であり、その電気抵抗率は、TiB₂: $9 \times 10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}$ ¹⁵⁾ TiC: $1 \times 10^{-4} \Omega \cdot \text{cm}$ ¹⁶⁾ 及び CrB: $4.6 \times 10^{-5} \Omega \cdot \text{cm}$ ¹⁵⁾ であり、いずれも高導電物質である。

図 1 は、TiB₂ 焼結体の表面を HNO₃ でエッチング処理した組織の SEM 写真であるが、EPMA 分析の結果から、焼結体中の TiB₂ 粒子は、連続した TiC と CrB の混合粒界相により取り囲まれた組織を呈していると考えられる¹⁷⁾。

2.2 ワイヤー放電加工

実験には、三菱電機製のワイヤー放電加工機 (DWC-90 HA) を用いた。加工液は、防錆剤添加のイオンを交換水を使用し、電極は、直径 0.2 mm の黄銅ワイヤーを用いた。

本実験のワイヤー放電加工時の各種パラメータを表 3 に示す。表 3 に示すそれぞれの加工条件により、約 36×24×96 mm の焼結体から、3×4×40 mm の試験片を各 6 本作製し、加工面の表面粗さ測定、加工面の組織観察及び曲げ強度測定用試料とした。

また、ワイヤー放電加工した試料と切断、研磨加工した試料との差違について検討するために、作製した焼結体の

Table 2. Composition and properties of TiB₂ composite.

Composition (wt%)	TiB ₂ :92.5, Cr:6.3, C:1.2
Bulk density (g/cm ³)	4.5
Bending strength (MPa)	350
Vickers hardness (GPa)	24
Thermal conductivity (W/m·K)	60
Coefficient of thermal expansion (25–800°C, $\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)	7.8
Electrical resistivity ($\Omega \cdot \text{cm}$)	10^{-5}

Fig. 1. Scanning electron micrograph of polished and etches (with HNO₃ solution) surface of TiB₂ composite.

Table 3. Conditions of wire electrical discharge machining.

	Machining rate (mm ² /min)			
	5.6	20	40	50
Voltage (V)	58	40	40	40
Peak current, I _p (A)	200	200	360	360
Pulse on time (μs)	0.8	0.8	1.3	1.3
Pulse off time (μs)	20	10	14	9
Wire tension (g)	950	1200	1200	1200
Fluid rate (l/min)	5	5	5	5
Fluid resistivity (Ω·cm)	10000	10000	10000	10000

一部をダイヤモンドホイールにて 4×5×40 mm の形状に切断加工し、ついで、ダイヤモンド砥石を用いて、3×4×40 mm の寸法に研削加工した後、表面を 45 μm のダイヤモンドディスクを用いて約 100 μm ほど研磨、更に、3 μm のダイヤモンドペーストを用いて約 20 μm ほど研磨して、表面を鏡面仕上げして得た試料も同時に用意した。

2.3 表面粗さ測定及び組織観察

被加工面の表面粗さの測定は Hommelwerke 製、T 1000 型 (触針式、スタイラス角度 90°, スタイラス半径 5 μm) を用いて、基準長さ 15 mm とした。測定は、JIS B 0601 に準拠し、最大高さ (μmR_{max}) により行った。

被加工面の組織は、SEM により観察した。

2.4 曲げ強度測定

曲げ強度試験は、Instron 製、試験機 (モデル 1185) を用いて、JIS R 1601 に準拠し、室温 3 点曲げ試験を行い、各試料につき 5 点の測定をした。なお、下部スパンは 30 mm とし、クロスヘッドスピードは、0.5 mm/min とした。

3. 結果及び考察

図 2 に、放電加工速度と表面粗さの関係を示す。加工速度が 5~20 mm²/min のとき、11 μmR_{max} 程度の表面粗さをもつ試料が得られた。加工速度が 40 mm²/min では、表面粗さは 15 μmR_{max} となり、加工速度が増加すると表面粗さは、金属の場合と同様に大きくなる傾向を示した。加工速度が 50 mm²/min になると放電が安定せず、ワイヤーの

Fig. 2. Relationship between surface roughness and cutting rate.

Fig. 3. Scanning electron micrograph of surface of TiB_2 composites after wire electrical discharge machining and after polishing. a) Cutting rate : $5\text{mm}^2/\text{min}$, b) Cutting rate : $20\text{mm}^2/\text{min}$, c) Cutting rate : $40\text{mm}^2/\text{min}$, d) TiB_2 composite after grinding and polishing.

断線が認められ、良好な試料を得ることができなかった。

図 3 a)~c) に、ワイヤー放電加工した試料の加工面の SEM 写真を示す。なお、比較のために、ダイヤモンド砥石を用いて研削加工した後、表面をダイヤモンド研磨仕上げした試料の表面の SEM 写真を図 3 d) に示す。ワイヤー放電加工した表面は、放電加工による考えられるクラックや大きなボイドは、ほとんど認められなかったが、加工面は、ダイヤモンド研磨仕上げされた面には見られない、 TiB_2 が放電により融解して、加工表面層に熔融再凝固したと考えられる丸い気孔を多く包含した粒子部分が多数存在しているのが明らかになった。

図 4 に、放電加工速度と曲げ強度の関係を示す。加工速度が $5\sim 40\text{ mm}^2/\text{min}$ の範囲では、曲げ強度の変化はほとんどなかった。この曲げ強度値約 320 MPa は、ダイヤモンド砥石により研削加工した後、表面をダイヤモンド研磨仕上げして得られた表面粗さ、約 $5\text{ }\mu\text{m}$ の試料と同程度の値であり、ワイヤー放電加工による曲げ強度の低下はほとんど認められなかった。

図 5 に、ワイヤー放電加工した試料表面の直下部の破断

Fig. 4. Relationship between bending strength and cutting rate.

Fig. 5. Scanning electron micrograph of fracture surface of TiB_2 composites after wire electrical discharge machining and after polishing.

a) Cutting rate : $5\text{mm}^2/\text{min}$, b) Cutting rate : $20\text{mm}^2/\text{min}$, c) Cutting rate : $40\text{mm}^2/\text{min}$, d) TiB_2 composite after grinding and polishing.

面の SEM 写真を示す。破断面から明らかなように、放電加工速度の変化にかかわらず、研削機械加工して得られる試料の破断面 (図 5 d) と同じような組織を呈していて、粒界破壊と粒内破壊の両方が認められた。

クラックの発生が認められなかった理由としては、中村ら¹⁸⁾が反応焼結 SiC に関する放電加工についての報告で述べているのと同様に、 TiB_2 焼結体の熱伝導率が比較的高く (室温で約 $60\text{ W/m}\cdot\text{K}$)、放電点での冷却が行われやすく、放電の集中が起こりにくく、温度分布が比較的短時間で緩やかになるためと考えられる。

これらのことから、放電加工後の加工面には、破壊の起因となるような放電によるクラックやボイドの存在がほとんど認められないことにより、曲げ強度の劣化を生じなかったものと考えられる。

4. 総 括

焼結助剤として Cr と C を添加して、常圧焼結した TiB_2 焼結体のワイヤー放電加工を行い、ワイヤー放電加工条件が、表面粗さと曲げ強度に及ぼす影響について検討を行った結果、次のような結論を得た。

- (1) 表面粗さは、加工速度が増すのに伴って、大きくなった。
- (2) 曲げ強度は、加工速度が $5\sim 40\text{ mm}^2/\text{min}$ に増してもほとんど変化がなかった。
- (3) 放電加工を行った加工面には、放電による考えられる表面割れ、クラック、ボイドは認められなかった。
- (4) 放電加工して得られた試料の曲げ強度 320 MPa は、ダイヤモンド砥石により研削加工した後、表面をダイヤモンド研磨仕上げして得られる試料と同程度の値であった。

謝 辞 ワイヤ放電加工に関して御教示を賜りました，豊田工業大学教授・斉藤長男博士，三菱電機(株)加工技術課長・大泉敏郎氏に深く感謝致します。本研究は，新技術事業団の平成元年度開発委託研究費により行われたものであり，ここに記して感謝の意を表します。

文 献

- 1) 渡辺忠彦，工業材料，**32**，45-49 (1984)。
- 2) 酒井恒蔵，日本セラミックス協会，“ホウ化物の性質とその用途”，講演会要旨集 (1988) pp. 27-35。
- 3) 松下純一，長島秀夫，齋藤 肇，セラミックス論文誌，**98**，355-59 (1990)。
- 4) 松下純一，長島秀夫，齋藤 肇，セラミックス論文誌，**98**，1172-75 (1990)。
- 5) 松下純一，長島秀夫，齋藤 肇，セラミックス論文誌，**99**，78-82 (1991)。
- 6) 松尾哲夫，ファイナセラミックス，**12**，74-81 (1991)。
- 7) N. F. Petrofes and A. M. Gadalla, *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **67**，1048-52 (1988)。
- 8) 三菱電機(株)著，斉藤長男監修，“放電加工のしくみと100%活用法”，技術評論社 (1979) pp. 18-30。
- 9) 万波和夫，酒井恒蔵，奥宮正太郎，窯協，**94**，214-23 (1986)。
- 10) 中村 守，金山公三，重松一典，平井幸男，日本セラミックス協会東海支部学術研究発表会要旨集 (1990) pp. 33-34。
- 11) 中村 守，金山公三，兼松 渉，平井幸男，セラミックス論文誌，**96**，901-06 (1988)。
- 12) 竹内久雄，上條栄治，工業材料，**32**，96-100 (1984)。
- 13) S. Hayashi, H. Saito, J. Matsushita and H. Nagashima, *Proceedings of the International Institute for the Science of Sintering Symposium* (1987) pp. 1302-07。
- 14) 松下純一，長島秀夫，林 真輔，齋藤 肇，日本セラミックス協会第27回基礎科学討論会講演要旨集 (1989) pp. 29。
- 15) ゲ・ベエ・サムソノフ，イ・エム・ヴィニッキー，“高融点化合物便覧”，日ソ通信社 (1977) pp. 234-35。
- 16) 素木洋一編，“セラミックス手帳”，技報堂出版 (1982) pp. 504-05。
- 17) 松下純一，長島秀夫，齋藤 肇，粉体および粉末冶金，**37**，1017-20 (1990)。
- 18) 中村 守，久保勝司，平井幸男，窯協，**92**，648-53 (1984)。