濡れ性を用いた切削加工用薄膜の切削抵抗評価*

橋倉弘樹** 森貞好昭*** 藤井英俊*** 神田一隆† 久保田和幸†† 伊坂正和†††

Evaluation of Cutting Force of Thin Films for Cutting Tools with the Wettability

Hiroki HASHIKURA, Yoshiaki MORISADA, Hidetoshi FUJII, Kazutaka KANDA, Kazuyuki KUBOTA and Masakazu ISAKA

In this study, a new evaluation method of thin films for cutting tools with the wettability is proposed. The wettability is measured in order to evaluate the adhesion of work materials to cutting tools that may occur during the cutting work. Using liquid metal of pure iron and nine types of thin film; TiC, TiN, TiCN, TiAlN, TiSiN, TiBON, CrN, CrSiN, AlCrSiN coated substrates, the contact angle was determined using the sessile drop method. The cutting force measurement was also carried out with the thin film coated drills and carbon steel as work material. The cutting force was changed with the type of thin films and the values was in good agreement with the change of contact angle. The lowest cutting force and the highest contact angle was obtained for TiAlN film and usefulness of this film in drilling of carbon steel was confirmed. Consequently, it was revealed that this method was effective for the evaluation of suitability of work material and thin films.

Key words: adhesion, wettability, cutting force, contact angle, liquid metal, ceramics coating, oxide film,

1. 緒 言

従来、切削工具や金型などの耐摩耗用途への硬質薄膜の開発においては、工具摩耗を抑制するための高硬度化、耐酸化性を改善するための優れた耐熱性の付与が重要視されてきた¹⁾。しかし、切削工具の摩耗は複雑な現象であり、切削条件によって機械的摩耗や拡散摩耗、凝着摩耗、化学的摩耗などに分類される^{2)~4)}。代表的な機械的摩耗であるアブレシブ摩耗は、被加工材の巨視的硬度は工具のそれよりもはるかに低いが、局部的に硬度の高い部分や粒子があり、これらが砥粒のような働きをして工具を磨り減らすことで起こるもので、当該現象を抑制するには表面硬さを増加させることが有効である³⁾。化学的摩耗は、工具表面が雰囲気中、被加工材中あるいは切削剤の成分元素と高温化で化学反応を起こし、その化学的作用によって反応生成物に変化して界面から除去されて生じる摩耗であり、これらは切削温度の影響が極めて大きい²⁾。条件によっては保護性の高い酸化物が生成し、逆に摩耗の抑制に有効であることも報告されているが⁴⁾、基本的には酸化開始温度が高い物質の方が酸化摩耗を抑制できる。また、工具への被加工材の溶着が工具の切削性能を決定する現象もしばしば見られる^{2)~9)}。

これらの摩耗を抑制する硬質薄膜として、TiN, TiC, TiCN, TiAlN ほか多くの薄膜が開発され、さらにはそれらを多層化してより機能を高める方法も行われてきた。その開発は、上述のように膜の硬さと耐酸化性が中心となっており、被加工材との親和性すなわち溶着特性の方はあまり重要視されてこなかった。

しかしながら、溶着性はドリルを用いた穴加工などでは、トルクに大きな影響を及ぼし、折損につながることもある。

そこで本研究では、切削工具用硬質薄膜と被加工材の間の溶着を定量的に評価するために、溶着と強い関連性を持った「濡れ性」を用いる方法を検討した。具体的には、高温融体、特に熔融金属の濡れ性を評価する測定法として最も多く用いられている静滴法¹⁰⁾を用いて、被加工材として多く用いられている鉄鋼材料の主成分である鉄と各種硬質薄膜の濡れ性を評価した。加えて、実際に種々の硬質薄膜を被覆したドリルを用いて穴あけ試験を行い、切削抵抗を測定することで、濡れ性と工具性能との関係を明らかにした。

2. 実験方法

2.1 供試材および基板

被加工材に対応する熔融金属の供試材として、工業用純鉄(純度 99.995 mass%)を使用した。硬質薄膜の供試材としては、W 円板(φ20 mm×5 mm)上に TiC, TiN, TiCN, TiAlN, TiSiN, TiBON, CrN, CrSiN, AlCrSiN の各種薄膜を PVD 法によりコーティングした試料を用いた。各種薄膜の厚さは約 3 μm と一定である。これらの片側表面をエメリー紙# 1000 から# 2000 を用いて湿潤研磨を施し、3 μm および 1 μm のダイヤモンドパウダーで鏡面になるまでバフ研磨を行うことで、表面粗さ Ra を約 0.05 μm にした。なお、金属試料および薄膜基板は超音波洗浄機を用いて、アセトンとエタノールを 1:1 の割合で調製した溶液中で 10 分間の洗浄を 3 度繰り返した後、試験に供した。

切削試験では、50 mm×50 mm×50 mm に加工した炭素鋼 S50C の生材を被加工材として用いた。また、穴加工には全長 78 mm、直径 6 mm、先端角 140°のドリルにアークイオンプレーティング法で TiN, TiCN, TiAlN, TiSiN, TiBON, AlCrSiN の各薄膜、およびイオンプレーティング法で CrN 膜をコーティングしたものをを用いた。各種薄膜の厚さは約 3 μm と一定である。

* 原稿受付 平成 24 年 12 月 6 日

** 学生会員 大阪大学接合科学研究所 (茨木市美穂ヶ丘 11-1)

*** 大阪大学接合科学研究所 (茨木市美穂ヶ丘 11-1)

† 福井工業大学工学部 (福井市学園 3-6-1)

†† 日立ツール(株) (成田市新泉 13-2)

††† 日立ツール(株) (野洲市三上 35-2)

2.2 改良型静滴法による濡れ性評価

図1に、濡れ性評価に用いた改良型静滴法装置を示す。金属試料は真空チャンバー内が昇温中はフレキシブルチューブの付いたガラス管内で固体状態であり、薄膜試料が測定温度に到達した後に金属試料を先端に直径1.0 mmの穴開け加工を施したアルミナ製の保護管から成る滴下管に落下させ、熔融させることで基板上に滴下できる構造となっている¹¹⁾。これにより、金属試料と薄膜試料が共に測定温度に到達してから濡れを開始することができるため、加熱による試料の組成変化を最小限に抑えることができる。また、滴下と同時に両者の濡れが開始するため、初期の状態から濡れを観察できる。さらに、滴下の際に金属液滴を先端1.0 mmの小さな穴を通してさせることで、熔融金属表面の最初の酸化被膜を機械的に除去できるといった特長を有する。液滴の観察は波長632 nmのHe-Neレーザー光をバックライトとし、レーザーの波長と同一の波長の光のみを透過するバンドパスフィルターを用いて高解像度デジタルカメラで撮影することにより¹²⁾、図2(a)のように液滴の自発光やヒーターの発光といった影響を除去でき、図2(b)のような輪郭が強調された鮮明な画像が随時コンピューターに記録される。また、水平二方向から撮影することにより液滴の対称性を確認することができ、両者の液滴曲率半径Rが3%未満の場合のみデータとして使用した。

薄膜基板をヒーター中心部のステージ上に配置し、水準器を用いて基板の水平を合わせ、液滴試料は試料滴下装置のチューブ内に配置した。次に、真空炉内を約 5.0×10^{-4} Paまで真空引きした後、 $20^\circ\text{C}/\text{min}$ で昇温した。このとき、炉内の脱ガスと基板に付着した水分を十分に取り除く目的で、真空度が 1.0×10^{-3} Paになるまで 1000°C で保持し、それと同時にガス置換と真空引きを繰り返し、Ar-3% H_2 ガスを2000 cc/minでフローした。再昇温はガスフローさせた状態で目的の実験温度まで $20^\circ\text{C}/\text{min}$ で行い、実験温度で保持した。熔融金属の滴下は滴下管内と真空炉内の差圧を利用して行い⁹⁾、滴下直後から10秒毎に1回撮影することで接触角の測定を行った。

2.3 切削抵抗測定

炭素鋼の切削における切削抵抗(トルク)を測定するため、図3に示すようにマシニングセンタ(キタムラ機械(株) Mycenter-2X)に切削動力計と被削材を取り付け、動力計で測定した抵抗値をチャージアンプを介して、出力ユニットでデータ化を行った¹³⁾。

切削条件は切削速度80 m/min、送り0.15 mm/rev、ドライ、穴深さ15 mmと一定とし、連続で10回行った。そのうち、1回目、2回目はドリル表面の薄膜の粗さの違い等による値のばらつきがあるため、3回目以降の平均値を切削抵抗とした。

Fig. 1 Schematic illustration of the sessile drop method

(a) Without a He-Ne laser and band-pass filter

(b) With a He-Ne laser and band-pass filter

Fig. 2 Effect of He-Ne laser and band-pass filter on droplet image

Fig. 3 Schematic illustration of the cutting test

Fig. 4 Contact angle between various thin films and molten iron

3. 結果および考察

3.1 熔融純鉄による各種硬質薄膜の濡れ性

図4に 1550°C における熔融純鉄の各種硬質薄膜に対する接触角の経時変化を時間の対数軸を用いて示す¹⁴⁾。Ti系の薄膜において、初期接触角はそれぞれTiC膜： 103° 、TiN膜： 106° 、TiCN膜： 108° 、TiAlN膜： 117° 、TiSiN膜： 110° 、TiBON膜： 97° であり、全ての薄膜で接触角が 90° 以上であった。しかしながら、全ての薄膜で反応による濡れの経時変化が見られ、測定100秒後には接触角が減少した。

図5に測定後の試料の液滴と薄膜との界面について、SEM

Fig. 5 EDX mappings of the interface of TiAlN/Fe system after wetting measurement

による断面観察および EDX による元素分析を行った結果を示す。液滴底部では薄膜が認められず、基板の W と液滴の純鉄との反応が顕著に進行していることがわかった。また、液滴内および液滴底部に反応生成物の形成が観察でき、元素分析の結果と Fe-W 二元系平衡状態図から、 Fe_2W が形成していることが推察される。以上より、図 4 に示された接触角の経時変化は、熔融純鉄による各種硬質薄膜の本質的な濡れを反映したものではなく、界面反応により硬質薄膜が消失した結果、いわば基板の W との濡れを示していると考えられる。したがって、熔融純鉄による硬質薄膜の接触角としては、20 秒までの初期の値を採用した。

次に Cr 系の薄膜において、初期接触角はそれぞれ CrN 膜: 0° 、CrSiN 膜: 72° 、AlCrSiN 膜: 117° であり、CrSiN 膜と AlCrSiN 膜では反応による濡れの経時変化が見られた。CrN/Fe 系では滴下直後から非常に濡れが良く、薄膜表面上に液滴が瞬時に広がった。これは、液滴の Fe と薄膜に含まれている Cr との親和性が良く、溶解速度が極めて速いため、薄膜上を濡れ広がったものと思われる。しかし、CrSiN/Fe 系では CrN/Fe 系と比較して接触角が大きくなっていることがわかる。これは薄膜内に Si が含まれることにより、非晶質の SiN が形成され、この非晶質の SiN が CrN を包み込むことにより、CrN 本来の性質が弱められたものと考えられる¹⁵⁾。また、CrN/Fe 系と CrSiN/Fe 系では Ti 系薄膜と比較して接触角が小さいのに対し、AlCrSiN/Fe 系で接触角が大きくなった理由としては、薄膜に Al が含まれていることが原因であると考えられる。Al を含む薄膜は最表面に酸化被膜を形成することが報告されている¹⁶⁾。薄膜表面での酸化被膜の形成により、液滴と酸化被膜との界面が形成されることで、接触角の値に影響を及ぼしているものと思われる。この結果、AlCrSiN/Fe 系で接触角が 117° と大きな接触角が得られたものと考えられる。

3.2 炭素鋼 S50C に対する各種硬質薄膜の切削抵抗と濡れ性との関係

図 6 にドリルの切削抵抗(トルク)の測定結果を示す。穴あけ試験では各種薄膜について同様な波形が得られるが、本研究では当該波形を穴あけ時間に渡り平均化し切削抵抗の値とした。

図 7 に切削速度 80 m/min で 10 回の切削試験を行って得られた切削抵抗の値を示す。1 回目は、多くの薄膜で 2 回目以降の値と比較してばらつきが大きいことがわかる。これは前述したように、薄膜の種類によって表面粗さが異なることによる影響と考えられる。そこで、本研究では表面粗さの影響が少ないと思われる 3 回目以降の平均値を切削抵抗の評価に用いた。

図 8 に各種切削ドリルにおける 3 回目以降での切削抵抗の平均値を示す。TiAlN 膜で最も値が小さくなり、反対に CrSiN 膜で最も値が大きくなっている。これは濡れ性の結果と良い一致を示しており、接触角の最も大きい TiAlN 膜で切削抵抗が小

Fig. 6 Typical cutting force of drilling

Fig. 7 Cutting force of various coated drills obtained by the cutting test of S50C
Cutting speed: 80 m/min. Feed: 0.15mm/rev

Fig. 8 The contact angle of thin-films and average cutting force of their coated drills

Fig. 9 Surface analysis of TiN film and TiBON film using ESCA

Fig. 10 High-resolution measurement of the binding energy of Ti and O in TiN film

Fig. 11 Contact angle of TiO_2/Fe system and TiN/Fe system

さく、接触角の最も小さいCrSiN膜で切削抵抗が大きくなっている。また、他の薄膜においても切削抵抗と濡れ性との相関が認められるが、TiN膜においては接触角の値に対して切削抵抗が大きい様に思われる。この原因として、濡れ性試験に用いたTiN膜基板の表面が酸化している可能性が考えられる。そこで、X線光電子分光分析(ESCA)を用いてTiN膜の表面分析を行い、表面に酸化物が形成されているか否かを調査した。

3.3 TiN膜の表面分析および TiO_2/Fe 系の濡れ性

図9にX線光電子分光分析(ESCA)を用いたTiN膜および比較材としてTiBON膜の表面分析の結果を示す。なお、両薄膜試料は研磨前のものを使用した。加速電圧2 kVで15 min (1.86 nm/min)のエッチングを行った箇所を分析した結果、TiとOの

結合エネルギーに対応する位置にピークが検出され、Oのピークが強く出ていることから、薄膜の表面近傍には多くのOが存在していることがわかる。TiN膜のTiおよびOについて、高分解能測定したものをそれぞれ図10に示す。Tiのピーク459 eV、Oのピーク531 eVは TiO_2 の値と一致しており¹⁷⁾、TiN膜の表面上には TiO_2 の酸化膜が形成している可能性があることが考えられる。そこで、実際にTiN/Fe系で得られた初期接触角の値が薄膜表面への TiO_2 形成による影響を受けているのか調べるため、 TiO_2 基板を用いて純鉄との濡れ性を測定した。

図11に TiO_2/Fe 系で得られた接触角の経時変化を示す。TiN/Fe系の接触角と比較してわかる通り、両者の初期接触角が非常に一致している。よって、ESCAによる表面分析および濡れ性による結果から、今回使用したTiN膜表面には TiO_2 が生成していると考えられる。濡れ性は表面状態で決定されるため、表面が酸化すれば接触角の値に重大な影響を受けるが、ドリルによる切削においては、表面に酸化膜が形成されても、切削時に除去されるためほとんど影響を受けない。以上より、図8に示した切削抵抗と濡れ性のグラフにおいて、TiN膜の接触角は表面への TiO_2 の形成による影響で実際の接触角よりも大きくなっていると考えられ、TiN膜の接触角がより小さいとすると、切削抵抗と濡れ性の値が非常に良く一致する。

4. 結 言

硬質薄膜と被加工材の濡れ性に着目し、各種硬質薄膜と純鉄の濡れ性を評価するとともに、硬質薄膜を被覆したドリルを用いて切削試験を行った。切削抵抗から、濡れ性と工具性能との関係性を調査し、以下に示す知見を得た。

- (1) 1550℃の Ar-3%H₂ 雰囲気中の純鉄と硬質薄膜の濡れは、調査した薄膜の中では TiAlN/Fe 系で接触角が 117°と最も悪く、CrN/Fe 系で 0° と非常に良かった。
- (2) 切削試験において、切削抵抗の値と接触角は良い相関を示し、接触角が大きいほど切削抵抗は小さくなった。
- (3) 濡れ性を用いた工具用硬質薄膜の評価手法の有効性が示された。

参 考 文 献

- 1) 川名淳雄：切削工具への硬質膜コーティング市場の動向，表面技術誌，**58** (2007) 826.
- 2) 杉田忠彰，上田完次，稲村豊四郎：基礎切削加工学，共立出版株式会社，(1994) 126.
- 3) 竹山秀彦，村田良司：工具摩耗の温度依存性，精密機械，**27**，312 (1961) 33.
- 4) 杉田忠彰：酸化物の摩耗，日本金属学会会報，**18**，3 (1979) 186.
- 5) 手塚亮，關谷克彦，山田啓司，山根八洲男：切削抵抗動的成分による工具－被削材間の凝着評価，精密工学会誌 **76**，8 (2010) 926.
- 6) 竹山秀彦，飯島昇，山本幸弘：切削工具の凝着機構の微視的解析と欠損防止法－切削工具材の表面工学的解析と欠損防止に関する研究（第 1 報），精密工学会誌，**52**，2 (1986) 279.
- 7) 飯島昇，竹山秀彦，山本幸弘：切削工具の凝着機構の微視的解析と欠損防止法－切削工具材の表面工学的解析と欠損防止に関する研究（第 2 報），精密工学会誌，**52**，8 (1986) 1335.
- 8) 片山昌，橋村雅之：快削鋼と工具との切削界面凝着に及ぼす工具材種の影響，精密工学会誌，**58**，12 (1993) 1991.
- 9) 篠崎賢二，生田明彦，増田秀基，山根八洲男，黒木英憲，有年雅敏，深谷保博：難削材切削時の凝着機構に関する基礎的研究（第 1 報）－各種 Ti 合金と超硬工具との凝着性評価方法の提案，精密工学会誌，**66**，2 (2000) 224.
- 10) 荻野和己：高温界面化学(上)，株式会社アグネ技術センター，(2008)，13.
- 11) H.Fujii, H.Nakae and K.Okada : INTERFACIAL REACTION WETTING IN THE BORON NITRIDE/MOLTEN ALUMINUM SYSTEM, Acta Metall. Mater., 41 (1993) 2963.
- 12) H.Fujii, T.Matsumoto, S.Izutani, S.Kiguchi and K.Nogi : Surface tension of molten silicon measured by microgravity oscillating drop method and improved sessile drop method, Acta Mater., 54 (2006) 1221.
- 13) 金彦燦，南宮拓，堤正臣，伊東誼：ドリル加工における切削抵抗のもつ情報とその利用，日本機械学会論文集(C 編)，**53**，432 (1987) 1891.
- 14) H.Nakae, H.Fujii and K.Sato : Reactive Wetting of Ceramics by Liquid Metals, Mater. Trans., JIM, **33**，4 (1992) 400.
- 15) 轟朝胤，安藤彰朗，渡邊久，大谷三郎：アークイオンプレーティング法により形成した Cr-Si-N 皮膜の機械的特性およびバイアス電圧の影響，表面技術誌，55 (2004) 286.
- 16) W.D.Munz : Titanium aluminum nitride films: A new alternative to TiN coatings, J.Vac.Sci.Technol., A4, 6 (1986) 2717.
- 17) J.F.Moulder, W.F.Stickle, P.E.Sobel, and K.D.Bomben : Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy, Perkin-Elmer Corp., (1992) 73.