鋼の超仕上におけるダイヤモンド砥石の摩耗抑制*

古城直道^{*1}, 樋口誠宏^{*1}, 山口智実^{*1}
杉本隆史^{*2}, 島田尚一^{*3}, 寺内俊太郎^{*4}
松田茂敬^{*4}, 松森昇^{*5}, 尾倉秀一^{*5}

Suppression of Diamond Stone Wear in Superfinishing of Steels

Naomichi FURUSHIRO^{*6}, Masahiro HIGUCHI, Tomomi YAMAGUCHI,
Takashi SUGIMOTO, Shoichi SHIMADA, Shuntaro TERAUCHI,
Shigetaka MATSUDA, Noboru MATSUMORI and Hidekazu OGURA^{*6} Department of Mechanical Engineering, Kansai University,
3-3-35 Yamate-cho, Suita-shi, Osaka, 564-8680 Japan

A diamond stone is worn away faster than a cBN stone when superfinishing a steel workpiece, because of the carbon diffusion into iron. However, if such a wear mechanism can hardly work, it is expected that the wear of a diamond stone decreases. This paper describes two methods to suppress the carbon diffusion; that is, nitriding process of steels and addition of reactive BaSO₄ abrasive to a diamond stone. When nitriding is applied to a steel, the face-centered cubic γ' nitride, Fe₄N, is formed at the steel surface. It acts as a barrier to deter the diffusion of carbon into iron. On the other hand, BaSO₄ abrasive added to a diamond stone forms an oxide layer of Fe₃O₄ on the steel surface during superfinishing process. The formation of Fe₃O₄ accelerates the deoxidization by diamond. Then, the diamond stone wears not by carbon diffusion but deoxidization of Fe₃O₄. Superfinishing experiments have showed that both these methods improve the wear resistance of diamond stone.

Key Words: Ultra-Precision Machining, Diamond Stone, Stone Wear, Diffusion, Nitriding, Chemical Reaction, Abrasive Grain

1. 結 言

ダイヤモンド砥石で軸受鋼を超仕上すると、砥石損耗率がcBN砥石と比較して数倍と大きくなり、短寿命であることが知られている。これは、ダイヤモンド砥粒が欠損や摩滅によって摩耗するのではなく、黒鉛化や鉄中への炭素拡散によって摩耗するためである⁽¹⁾。それゆえ、ダイヤモンド砥石は工業材料として最も重要な鉄系材料の加工に適さないとされている。しかしながら、ダイヤモンド砥石の欠点を合理的な方法で補えば、鉄系材料の仕上げに使用できる余地は十分にあると思われる。

筆者らは鋼への炭素拡散を抑制すれば、ダイヤモンド砥石の摩耗は減少すると考え、ダイヤモンド砥石に鋼とメカノケミカル反応を起こす軟質砥粒を加える方法、また被削材の鋼を窒化する方法を検討した。前者は、ダイヤモンド砥粒の摩耗機構を酸化鉄のダイヤモンドによる還元に転換することによって砥石損耗率を減少させよう

とするものである。また後者は、鋼の結晶構造を炭素が侵入しにくい構造に変えて、砥石損耗率を減少させようとするものである。

本稿では、なぜダイヤモンドの摩耗機構の転換が可能なのか、またどのような結晶構造が炭素の拡散を抑制するのかについて述べる。さらに、提案する方法がダイヤモンド砥石の摩耗抑制に効果があることを、超仕上実験から得た結果を用いて説明する。

2. 摩耗機構の転換による砥石摩耗の抑制

2・1 熱力学的検討 ダイヤモンドの摩耗機構を変えると、砥石の摩耗量が減ると考える根拠を述べる。

ダイヤモンドと鉄系材料を接触させて真空中で加熱すると、接触界面で起こる炭素の拡散現象を観察することができる⁽²⁾。図1は純Fe線をダイヤモンド試料に接触させて、 1.3×10^{-4} Paの真空中で、温度1173 K、1h加熱したときに生じたダイヤモンド試料表面の損耗痕と、ダイヤモンドから脱離した炭素が純Fe線に侵入している写真である。この例より、本実験が鉄系材料とダイヤモンド間の拡散現象の観察に適することがわかる。

そこで、純Fe線を酸化させた線材を用いて接触加熱実験を行って、ダイヤモンド表面に生じた損耗痕の体積を

* 原稿受付 2009年10月22日。

^{*1} 正員、関西大学システム理工学部(〒564-8680 吹田市山手町3-3-35)。^{*2} 関西大学化学生命工学部。^{*3} 正員、大阪電気通信大学工学部(〒572-8530 寝屋川市初町18-8)。^{*4} 大阪冶金興業(株)(〒533-0005 大阪市東淀川区端光4-4-28)。^{*5} (株)ミズホ(〒610-0121 城陽市寺田袋尻82)。

E-mail: furusiro@kansai-u.ac.jp

調べた。図2はその結果である。酸化膜 FeO 、 Fe_3O_4 と接触したダイヤモンドの損耗量は、純 Fe と接触したものに比べて少ない。特に Fe_3O_4 と接触したダイヤモンドはほとんど損耗していない。これより、ダイヤモンドと Fe_3O_4 の接触界面では、炭素の拡散が抑制されて、別の熱化学反応が生じる可能性があると思われる。

そこで、可能性のある化学反応の標準自由エネルギー変化 ΔG_T° ⁽³⁾を計算して、起こり得る熱化学反応を推定した。図3は Fe_3O_4 のダイヤモンドによる還元反応の自由エネルギー変化 ΔG_T° を計算した結果である。図は約950 K以上の温度域で自由エネルギー変化 ΔG_T° が負になることを示している。これはダイヤモンドが Fe_3O_4 を還元して、自ら摩耗することを意味している。したがって、鋼の表面に酸化膜を形成すれば、ダイヤモンドの摩耗の機構を炭素拡散から酸化鉄の還元に転換できると推定される。そこで、鋼の表面を仕上過程で酸化させる、以下の方法を検討した。

(a) Diamond

(b) Fe wire

Fig.1 Erosion pattern on diamond and carbon diffusion into pure Fe wire

Fig.2 Volumetric wear of erosion pit on diamond

Fig.3 Change in free energy in deoxidization of Fe_3O_4 by diamond as a function of atmospheric temperature

Fig.4 Change in free energy in formation of Fe_3O_4 as a function of atmospheric temperature

硫酸バリウム BaSO_4 や酸化セリウム CeO_2 などの軟質の研磨材は固相反応により鉄を酸化する作用をもつ⁽⁴⁾⁽⁵⁾。例えば、図4に示す自由エネルギー変化 ΔG_T° から明らかのように、 BaSO_4 は Fe と接触すると Fe_3O_4 を生成する。これより、ダイヤモンド砥石に研磨材 BaSO_4 を加えると、ダイヤモンド砥粒は BaSO_4 が形成する酸化膜 Fe_3O_4 を還元することにより摩耗するものと予想される。このような BaSO_4 砥粒入りダイヤモンド砥石の摩耗機構を図的に表すと、図5に示すようになる。

2・2 BaSO_4 砥粒入りダイヤモンド砥石 レントゲン写真撮影の造影剤として知られる BaSO_4 は、図6に示すように、白色斜方晶系の結晶であり、水にはほとんど溶けない性質をもつ。密度は 4.48 g/cm^3 、融点は 1580°C 、モース硬さは3～3.5と軟らかい⁽⁶⁾。このような BaSO_4 の粒度2000相当の研磨材を粒度4000のダイヤモンド砥粒と共に混合し、そこにビトリファイドボンドを加えて焼成した。図7に製作した BaSO_4 砥粒入りダイヤモンド砥石の構造を、表1にその仕様を示す。また表には、本砥石の耐摩耗性を評価するために、比較に用いたダイヤモンド砥石の仕様も示す。

3. 結晶構造の変化による砥石摩耗の抑制

Brinksmeier らは鋼を窒化すると、ダイヤモンド切削工具が摩耗しにくくなると報告している⁷⁾。しかし、その理由については、窒化によって改質された鋼表面は Fe 原子とダイヤモンドの C 原子間の熱化学反応を生じさせないと述べるのみで、明確にしていけない。そこで、この理由をまず考察することにする。

窒化は鋼のマルテンサイト変態による硬化と異なる表面硬化処理で、高温でも軟化しにくく、摩擦面間で凝着や焼付きを起こしにくい特徴がある。図 8 はガス窒化法で処理されたマルテンサイト系耐熱鋼 SUH3 表層の窒素濃度を X 線分光分析した結果と、硬さを測定した結果を示すものである。窒素は表面から約 0.25 mm の深さまで侵入し、その濃度は表面に近いほど高い。この窒素濃度の増加に対応して硬さも上昇し、表面では 1200 Hv にもなっている。このように窒化層が硬化するのは、SUH3 に含まれる合金元素 Cr の窒化物が析出して、それが結晶格子を歪ませるからである。

図 9 は窒化された SUH3 の表層の組織である。最表面に白く見える化合物層、その下に拡散層が生成され、母材へと続いている。図 10 はこの化合物層、拡散層および母材の X 線回折結果である。回折パターンのピークから、化合物層は ϵ 相 Fe_3N と γ' 相 Fe_4N からなる混合組織、拡散層は γ' 相と CrN と αFe からなる混合組織、母材は αFe の組織であることがわかる。この母材と違った組織に変態した窒化層は、つぎの理由で炭素の拡散を抑えられると考えられる。 γ 相は fcc 構造であるので (γ' 相も同様)、bcc 構造の α 相に比べて格子間隙が狭い。そのため、C 原子の移動のしやすさを表す拡散係数は α 相の約 1/10 になると言われている⁸⁾。しかも γ' 相は C 原子と同様に原子半径の小さい N 原子が格子間隙に入って侵入型化合物 Fe_4N を生成している。これらのことから、拡散層は炭素が侵入しにくい結晶構造となっていることがわかる。

Fig. 5 Wear model of diamond stone containing BaSO_4 abrasive based on oxidation-deoxidization reaction

Fig. 6 SEM micrograph of BaSO_4 abrasive of 2000-grit size

Fig. 7 SEM micrograph of vitrified-bonded diamond stone containing BaSO_4

Table 1 Specification and compositions of tested stones

Stone	SD	SD/ BaSO_4
Volume percent of SD grain	26	22
Volume percent of BaSO_4 grain	0	6
Volume percent of bond	23	24
Volume percent of porosity	51	48
Grade	O	N
Concentration	103	88

Fig. 8 Variation in nitrogen content and microhardness on surface layer of SUH 3 steel after gas nitriding

さらに、化合物 Fe_3N は図4に示した自由エネルギー変化 ΔG_f° の値から予測されるように、超仕上液中の溶存酸素と反応して Fe_3O_4 を生成する可能性も考えられる。したがって、 Fe_3O_4 のダイヤモンドによる還元反応が起こることも考えられる。

Fig.9 SEM micrographs of surface layers produced on SUH 3 steel by ammonia gas nitriding at 793 K for 54 h

Fig.10 X-ray diffraction patterns of nitrided layer

以上のように、鋼を窒化すると炭素の拡散が抑えられて、ダイヤモンド砥石の摩耗が減少する可能性がある。

4. 砥石摩耗抑制法の評価実験

前章までに述べた方法がダイヤモンド砥石の摩耗抑制に有効であるのかどうかを、以下の超仕上実験を行って評価した。

まず、摩耗機構を炭素拡散から酸化鉄の還元へ転換することが、ダイヤモンド砥石の摩耗抑制に役立つのかどうかを明らかにするために、 BaSO_4 砥粒入りダイヤモンド砥石で軸受鋼SUJ2を超仕上した。そして、主に砥石損耗率を求めて、ダイヤモンド砥石のそれと比較した。このとき、 BaSO_4 砥粒の酸化作用を活性化させるために、超仕上液の温度を 40°C と高くした。

つぎに、結晶構造を変えた鋼はダイヤモンド砥石を著しく摩耗させないのかどうかを調べるために、SUH3の調質材(α 相)とその窒化材の拡散層(γ' 相+ α 相+CrN)を超仕上した。そして、ダイヤモンド砥石の損耗率を比較した。なお、実験は表2に示す条件の下に、芯無平面超仕上加工機(西部自動機器製、STK-50FSC)を用いて行った。

5. 実験結果と考察

5・1 摩耗機構の転換の効果 2章で述べた第一の方法は、鋼の表面にダイヤモンドによって還元される酸化鉄 Fe_3O_4 が生成されることが前提になる。それゆえ、この方法はいわゆる錆びない鋼には効果がないと考えられる。つまり、鋼表面が酸化膜で覆われていないと、炭素が鋼中へ容易に拡散していくことは、図2に示したとおりである。このことを確かめるために、Cr水酸化物の緻密な不動態膜で覆われた耐酸化性に優れる耐熱鋼SUH3の調質材を、 BaSO_4 砥粒入りダイヤモンド砥石で超仕上した。

図11は BaSO_4 砥粒入りダイヤモンド砥石の損耗率をダイヤモンド砥石のそれと比較したものである。 BaSO_4

Table 2 Superfinishing conditions

Method for suppressing stone wear	Nitriding	Mechanochemical stone
Stone	SD 4000 M 108 V	SD 4000/ BaSO_4 2000 N 40 V & SD 4000 M 108 V
Workpiece	Nitrided & non nitrided SUH 3	Quenched and tempered SUJ2
Superfinishing pressure MPa	0.1	0.44
Stone speed m/min	88	119
Workpiece speed m/min	185	99
Frequency of oscillation Hz	16.7	16.7
Amplitude mm	0.5	0.5
Superfinishing fluid	Dilute solution of rust inhibitor in water, Concentration=1% by weight	
Temperature of fluid K	293	313

砥粒入り砥石の損耗率はダイヤモンド砥石の約2倍と大きい。このことは、酸化膜を形成しない鋼では、 BaSO_4 砥粒入りダイヤモンド砥石も炭素拡散により摩耗するため、摩耗量が過大になることがわかる。また BaSO_4 砥粒を添加すると砥石の集中度と結合度が下がることになり、この点もダイヤモンド砥石に比べて砥石損耗率が大きい要因となっている。

これに対して、 BaSO_4 砥粒で酸化される軸受鋼SUJ2を超仕上すると、砥石損耗率は図12に示すようになる。 BaSO_4 砥粒入りダイヤモンド砥石の集中度と結合度がダイヤモンド砥石に比べて低いにもかかわらず、砥石損耗率はダイヤモンド砥石の約1/2となり、 BaSO_4 砥粒入りダイヤモンド砥石が耐摩耗性に優れることを示している。これより、摩耗機構が炭素拡散から酸化鉄の還元に変換すると、ダイヤモンド砥石の摩耗が減少することがわかる。

図13は両砥石の仕上能率を比較した結果である。集中度の高いダイヤモンド砥石は作用砥粒数が多いため、ダイヤモンド砥石の目直し直後の仕上能率は、 BaSO_4 砥粒入りダイヤモンド砥石よりも高い。しかし、仕上時間60sで目直し直後の約1/5以下に低下し、切れ味の著しい劣化が認められる。これに対して、 BaSO_4 砥粒入りダイヤ

Fig. 11 Specific stone wear in superfinishing of SUH 3 steel with SD/BaSO₄ and SD stones

Fig. 12 Specific stone wear in superfinishing of SUJ 2 steel with SD/BaSO₄ and SD stones

Fig. 13 Removal rate when superfinishing SUJ 2 steel with SD/BaSO₄ and SD stones

Superfinished with SD stone Superfinished with SD/BaSO₄ stone

Fig. 14 Roughness values of SUJ 2 steel superfinished with SD/BaSO₄ and SD stones

モンド砥石の仕上能率は目直し直後とほとんど変化していない。この結果からも、 BaSO_4 砥粒がダイヤモンド砥石の耐摩耗性を改善させていることがわかる。

図14は超仕上面の粗さを比較した結果である。仕上面粗さに関しては、 BaSO_4 砥粒入りダイヤモンド砥石の集中度が低いいため、ダイヤモンド砥石で得られる仕上面粗さよりも少し大きくなる。この点については、砥石仕様の変更など、改善の余地がある。

5・2 結晶構造の変化の効果 3章に述べた第二の方法は、鋼表面を炭素が拡散しにくい結晶構造に変えるものである。窒化はその一手段であり、ここでは、 α 相から α 相+ γ' 相への結晶構造の変化がダイヤモンド砥石の摩耗抑制に寄与するかどうかについて検討する。

図15はSUH3の α 相(調質材)と α 相+ γ' 相(窒化材)をダイヤモンド砥石で超仕上したときの仕上能率を比較した結果である。どちらの結晶構造をもつ鋼を加工

しても、仕上能率はほとんど変わらない。ところが、ダイヤモンド砥石の損耗率を比較すると、図16に示すように大きな差が認められた。 α 相を加工すると、ダイヤモンド砥石は仕上量の約5倍も摩耗し、工具としてまったく役に立っていないことがわかる。このような過大な砥石摩耗はダイヤモンドの鋼に対する熱伝導率の大きさにも起因すると指摘されている⁹⁾。天然単結晶ダイヤモンドIa型の熱伝導率は鋼の約50倍と極めて大きい。そのため、超仕上過程で発生する熱量の大部分はダイヤモンド砥粒に流入するので、砥粒と鋼の接触界面に大きな温度勾配が生じる。これが炭素拡散を活性化させ、ダイヤモンド砥石の摩耗を助長させると考えられている。

一方、 α 相+ γ' 相を超仕上したダイヤモンド砥石の損耗率は、 α 相を超仕上した砥石の約1/10に激減している。これより、結晶構造を α 相+ γ' 相に変えると、炭素拡散が抑えられてダイヤモンド砥石の摩耗が減少することがわかる。

さらに、窒化は仕上面粗さにも好影響を与える。図17に示すように、砥石を激しく摩耗させる α 相の仕上面粗さは大きいことがわかる。これは炭素拡散に起因するダイヤモンド砥粒の激しい目つぶれにより、砥石作業面の後退と砥粒の新出が繰り返されるためであると思われる。これに対して、 α 相+ γ' 相の仕上面粗さは仕上時間の増加とともに減少する傾向がある。これは炭素拡散が抑制される結果、ダイヤモンド砥粒の目つぶれが徐々に進むためであると思われる。

6. 結 論

ダイヤモンド砥石で鋼を仕上げると、炭素拡散のために砥石は著しく摩耗する。それゆえ、ダイヤモンド砥石の目直し間寿命を長くするために、摩耗を低減する方法について検討した。得られた結果を要約すると、つぎのようになる。

- (1) 第一の方法は、ダイヤモンド砥粒の摩耗機構を酸化鉄の還元に変換するものである。そのために、鋼表面を酸化させる BaSO_4 砥粒をダイヤモンド砥石に添加した複合砥粒砥石を製作した。本砥石で鋼を超仕上したところ、砥石損耗率が減少することが確認された。
- (2) 第二の方法は、鋼表面を炭素が拡散しにくい結晶構造に改質するものである。本稿では窒化処理によって鋼表層の結晶構造を α 相+ γ' 相に変えた。この鋼を超仕上したところ、ダイヤモンド砥石の損耗率が大幅に減少することが確認された。

Fig.15 Comparison of removal rates of γ' -phase + α -phase and α -phase in superfinishing with SD stone

Fig.16 Comparison of specific stone wears of SD stone in superfinishing of γ' -phase + α -phase and α -phase

Fig.17 Comparison of roughness values of γ' -phase + α -phase and α -phase

謝 辞

本研究は文部科学省の科研費 (JSPS No. 20560119) の助成を受けて行われたことをここに記し、謝意を表します。

文 献

- (1) Ikawa, N., Tanaka, T., Wear of Diamond Abrasive Grain in Grinding Pure Iron, *Journal of the Japan Society for Precision Engineering*, Vol. 37, No. 11, (1971), pp.824-828.
- (2) Shimada, S., Tanaka, H., Higuchi, M., Yamaguchi, T., Honda, S., Obata, K., Thermo-Chemical Wear Mechanism of Diamond Tool in Machining of Ferrous Metals, *Annals of the CIRP*, Vol.53/1, (2004), pp.57-60.
- (3) The Japan Institute of Metals ed., *Physical Chemistry of Metals*, (2003), p.25, The Japan Institute of Metals.
- (4) Higuchi, M., Yamaguchi, T., Furushiro, N., Sugimoto, T., Shimada, S., Matsumori, N., Ogura, H. Development of Superabrasive Stone for Mechanochemical Superfinishing, *Precision Engineering*, Vol.33, No.1, (2009), pp.65-70.
- (5) Higuchi, M., Furushiro, N., Yamaguchi, T., Sugimoto, T., Matsumori, N., Ogura, H., Shiamada, S., Mechanochemical Diamond Stone Containing BaSO₄ Abrasive, *Proceedings of ASPE 2008 Annual Meeting*, (2008), pp.392-395.
- (6) DiBello, P.M., Manganaro, J.L., Aguinaldo, E.R., *Barium Compounds*, *Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology*, John Wiley & Sons, Inc., (2004), pp.351-375.
- (7) Brinksmeier, E., Gläbe, R., Osmer, J., Ultra-Precision Diamond Cutting of Steel Molds, *Annals of the CIRP*, Vol.55/1, (2006), pp.551-554.
- (8) Shackelford, J.F., *Introduction to Materials Science for Engineers*, 7th ed., (2008), p.150, Prentice Hall.
- (9) Yasunaga, N., Thermo-chemical Polishing of Diamond, *Journal of the Japan Society for Abrasive Technology*, Vol.46, No.1, (2002), pp.17-20.