

超合金製ノズルの 複合研磨装置の開発

(課題番号 17560093)

平成 17 年度～平成 18 年度科学研究費補助金(基盤研究(C))

研究成果報告書

平成 19 年 3 月

研究代表者 田村 武夫

(新潟大学 自然科学系 助教授)

はしがき

(1) 研究課題

超合金製ノズルの複合研磨装置の開発

(2) 課題番号

17560093

(3) 研究代表者

田村武夫(新潟大学工学部・助教授)

(4) 研究分担者

なし

(5) 研究経費

平成 17 年度 1,800 千円

平成 18 年度 500 千円

計 2,300 千円

(6) 研究発表

ア. 学会誌等

田村 武夫, 山谷研一 : 超硬合金微細穴の複合研磨に関する研究,
電気加工学会誌, 40 巻, 95 号(2006), pp. 177-183.

田村 武夫: 放電加工された超硬合金微細穴の複合研磨,
電気加工技術, 29 巻, 93 号(2005)pp. 21-26.

田村 武夫: 放電加工された超硬合金微細穴の複合研磨,
機械技術, 53 巻, 11 号(2005)pp. 29-33.

イ. 口頭発表

櫻井 宗貴, 田村 武夫 : ワイヤ放電加工された超硬合金微細穴の
複合研磨に関する研究, 2006 年度電気加工学会全国大会講演論文
集, 2006 年 11 月 17 日

目次

1. 緒言	5
2. 複合研磨法	7
2.1 超硬合金の酸化現象	7
2.2 表面改質法	9
2.3 流動砥粒による研磨	11
2.4 流動砥粒研磨装置	12
3. 実験方法	14
3.1 試料の準備	14
3.2 ワイヤ放電加工によるノズル成形	15
3.3 最大欠陥深さと抗折力との関係	17
3.4 高周波誘導加熱による酸化処理	19
4. 複合研磨面の評価	22
4.1 走査型電子顕微鏡による表面観察	22
4.2 複合研磨面の表面粗さ	24
4.3 複合研磨後の形状	26
5. 流動砥粒研磨装置の改良	30
5.1 流動砥粒研磨装置の問題点	30
5.2 ダイアフラム式研磨装置	30
5.3 研磨によるダレの発生	32
5.4 研磨条件	34
6. 実験結果と考察	36
6.1 新装置で研磨された微細穴の評価	36
6.2 適正な粗研磨方法	46
6.3 粗研磨による粗さの再現性	48
6.4 GC 砥粒#240 による粗研磨	50
7. 結言	54
参考文献	55

付録

超硬合金製ノズルの 複合研磨装置の開発

1. 緒言

現在，耐熱性や耐摩耗性に優れている超硬合金を，高圧噴射や化繊などの，高強度を必要とするノズルに適用したいという市場ニーズがある．微細な形状をした超硬合金を成形する方法として，ワイヤ放電加工を挙げることができる．しかし，超硬合金をワイヤ放電加工すると，加工条件によっては，その加工面にクラックや微小穴といった表面欠陥が発生し，ノズルの早期破損の原因となる．そのため，このような表面欠陥を完全に除去し，場合によっては鏡面状態に仕上げることが望まれている．

しかし，一般的に，ノズル穴は微細で複雑な形状をしていることから，ノズル穴内面の研磨は大変困難であり，表面欠陥を完全に除去し，鏡面状態に仕上げることが非常に難しいのが現状である．

そこで，本研究室では，超硬合金の酸化現象を利用した表面改質法と，流動砥粒を用いた研磨とを結びつけた複合研磨法を開発¹⁾し，微細穴内面の表面欠陥を完全に除去することに成功した．

しかし、現段階ではこの微細穴を鏡面状態に仕上げるまでに至ってはいない。そこで、本研究では、流動砥粒研磨装置を改良し、ワイヤ放電加工により成形された超硬合金微細穴を、鏡面状態に仕上げることを目的として実験を行った。

本論文では、複合研磨法と流動砥粒研磨装置の改良について詳しく述べ、さらに、改良した研磨装置と研磨した超硬合金微細穴について評価、検討を行った。

2. 複合研磨法

本研究では，酸化現象を利用した表面改質法と，流動砥粒を用いた研磨とを複合した研磨法を用いて，超硬合金微細穴の研磨を行う．ここでは，超硬合金の酸化現象と表面改質法ならびに流動砥粒を用いた研磨について簡単に述べる．

2.1 超硬合金の酸化現象

Fig.2-1 は超硬合金を加熱したときに形成される酸化物と加熱温度の関係を示したものである．超硬合金は炭化タングステン WC を主成分として結合材に Co を用いた焼結材料である．超硬合金を高温に加熱していくと，約 400℃で結合材の Co が酸素と反応して酸化コバルト CoO が形成される．次に，約 620℃で炭化タングステン WC がタングステン W と炭素 C に分解され，それぞれタングステン酸化物 WO_3 と二酸化炭素 CO_2 が形成される．発生した二酸化炭素は大気中に放出され，残ったタングステン酸化物の一部はすでに形成されている酸化コバルトと反応して複合酸化物 CoWO_4 を形成する．このように，加熱温度が 620℃以上のときに形成される超硬合金の酸化物は，タングステン酸化物，タングステンとコバルトの複合酸化物および酸化コバルトの 3 種類である．

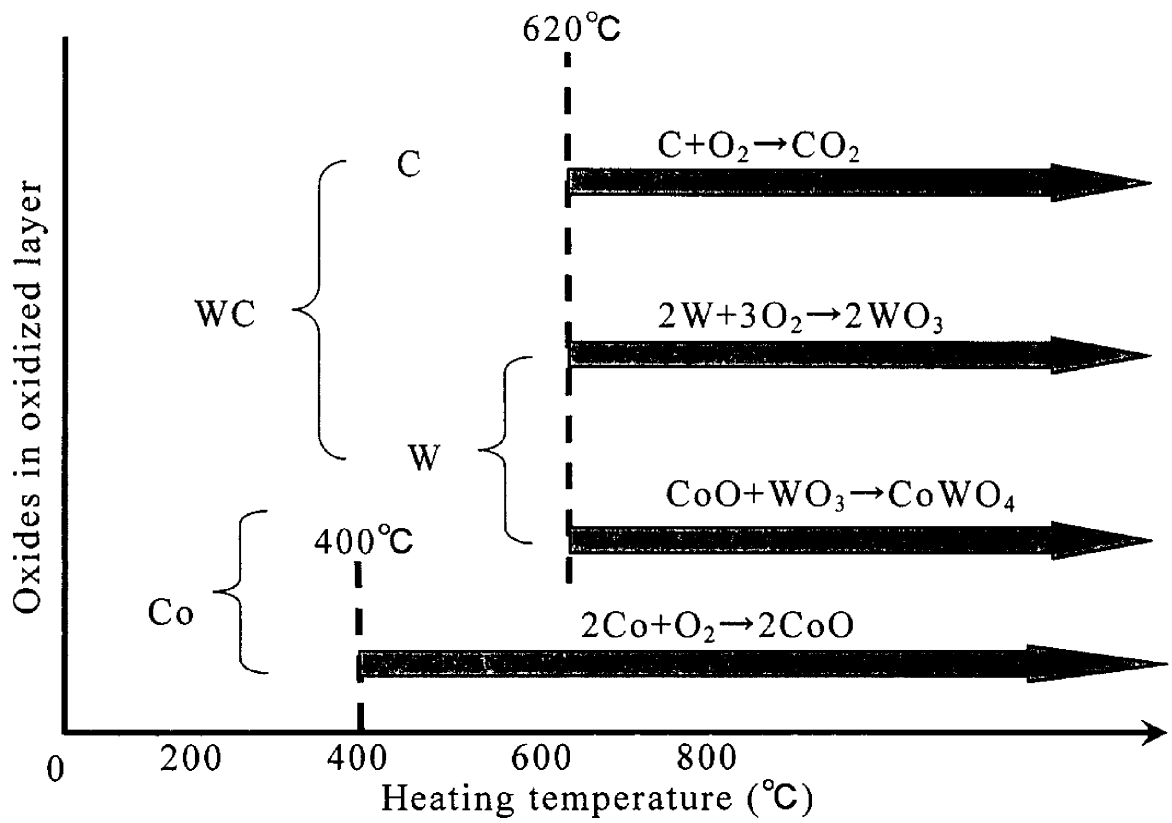
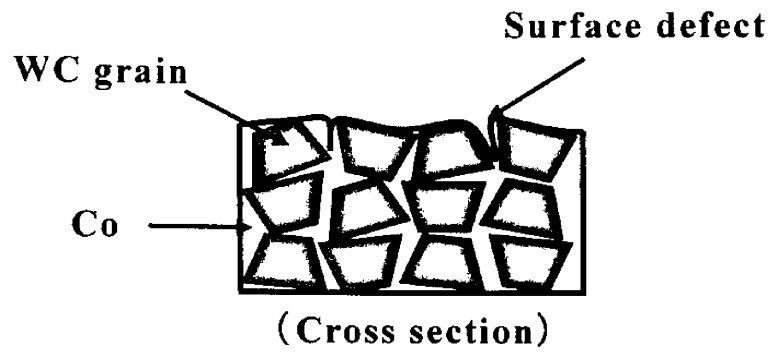


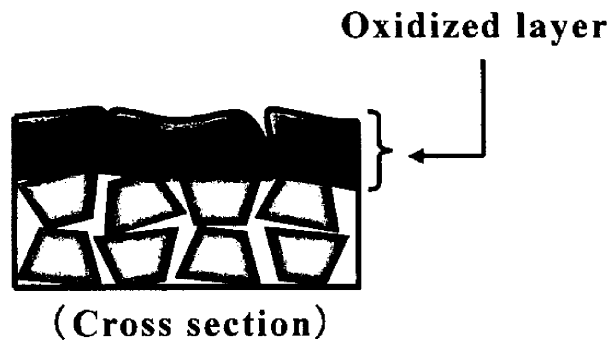
Fig.2-1 Relationship between oxides in oxidized layer and heating temperature

2.2 表面改質法

Fig.2-2 は、表面改質法の原理を模式的に示したものである。Fig.2-2(a)に示すワイヤ放電加工された超硬合金断面には、クラックや微小穴などの表面欠陥が多数存在している。この欠陥を含む表面層を何らかの方法によって、炭化タングステンの分解温度である 620°C 以上の高温に数分間加熱保持する。高温に保持された超硬合金の表面は徐々に酸化し始め、表面欠陥を含んだまま酸化層が形成される。その様子を Fig.2-2(b)に示す。酸化層は、面に対して法線方向に均一に成長していく。また、酸化物の主体である WO_3 は、タングステンの酸化によって約 3 倍に体積が膨張²⁾するため、成長と破壊を繰り返すことにより、多孔質な酸化層が形成されていく。一方、コバルトは約 400°C から酸化し始めるため、 CoO が母材とタングステン酸化物との間に生成され、母材との密着性は弱い。そのため、この酸化層はワイヤブラシで軽くこする程度の作業で容易に除去することができる。酸化層除去後の面は、表面欠陥の全く存在しない健全な面に仕上げることができる。表面欠陥を除去する従来の方法は、ワイヤ放電加工後、表面欠陥をダイヤモンドペーストなどを用いて機械的に除去するものであり、超硬合金を研磨するのに多大な時間と労力を必要としていた。一方、本表面改質法を適用することによって表面欠陥は完全に除去されるため、その後のみがき工程では所望の表面粗さに仕上げるだけでよく、結局、機械的な除去量を大幅に減らすことができる。



(a) WEDMed surface



(b) Surface after oxidizing treatment

Fig.2-2 Principle of surface modification

2.3 流動砥粒による研磨

2.2 節では、ワイヤ放電加工された超硬合金を酸化させ、その酸化層をワイヤブラシなどでこすることによってクラックや微小穴などの表面欠陥が除去され、健全な面が得られること、すなわち表面改質法について述べた。しかしながら、超硬合金微細穴では、その内面に研磨工具を入れて機械的に酸化層を除去し、その後、研磨することは難しいのが現状である。そこで本研究室では流動性のある砥粒を微細穴の内面に流すことにより、微細穴内面の研磨を行う研磨装置を開発した。流動砥粒による研磨とは、微細穴内面に、溶媒に砥粒を混ぜたもの（以下、スラリーという）を強制的に流入させ、微細穴内面に形成された酸化層を除去するとともに表面欠陥を除去し、併せて研磨を進めていく方法である。次に流動砥粒研磨装置について簡単に述べる。

2.4 流動砥粒研磨装置

本研究室で試作した研磨装置の写真を Fig.2-3 に、その模式図を Fig.2-4 にそれぞれ示す。装置はエアコンプレッサ、制御装置、ピストン・シリンダ、砥粒タンク、フィルター、試料保持具およびウレタンチューブなどから構成されている。シリンダと砥粒タンクは、耐圧性と耐久性を考慮に入れてステンレス鋼を用いた。また、シリンダ内には脱イオン水が入っており、砥粒タンク内には脱イオン水と砥粒が混入している。砥粒タンク内の砥粒がシリンダ内への浸入を防ぐために、フィルターを配置している。制御装置は、エアコンプレッサからの圧縮空気を一定の圧力に調整し、送気方向を制御する。また、圧縮空気の送り時間と送り回数の設定や、流量の測定も可能となっている。

エアコンプレッサから送り出された圧縮空気が制御装置により左右のシリンダに交互に送られる。すると、一方のシリンダ内の脱イオン水が、ピストンの運動により砥粒タンク内に流入する。これにより、砥粒タンク内の砥粒と脱イオン水がスラリー状態となり、微細穴を研磨しながら通過する。その後、制御装置により、もう一方のシリンダに圧縮空気が送られる。これを繰り返すことにより微細穴の研磨が行われる。

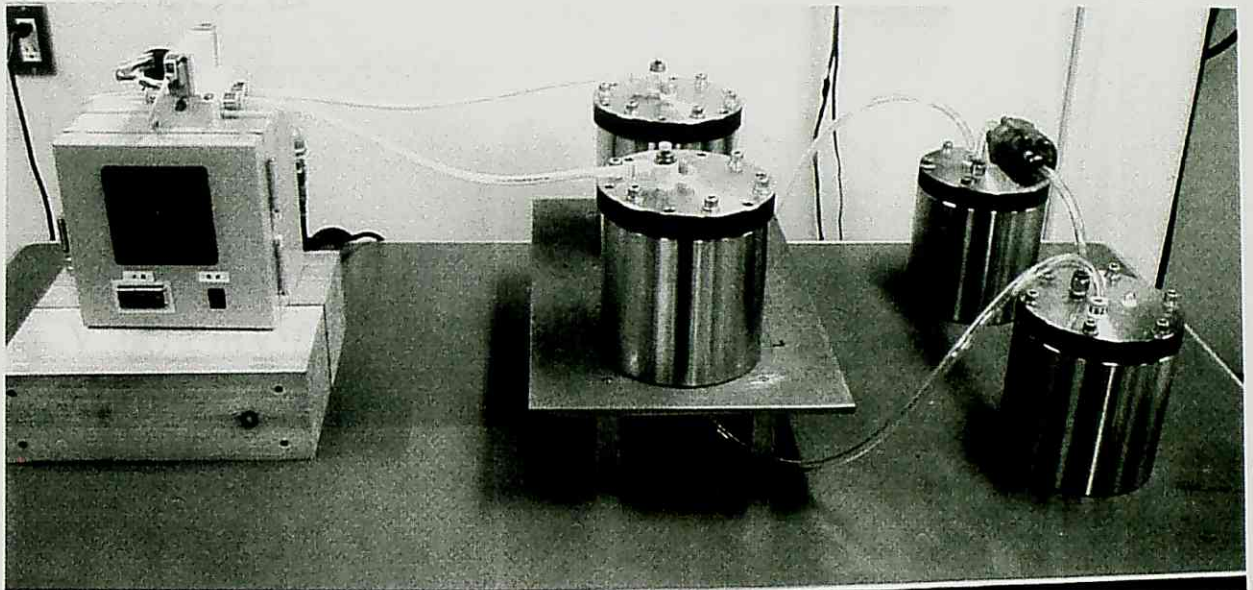


Fig.2-3 The photograph of polishing equipment

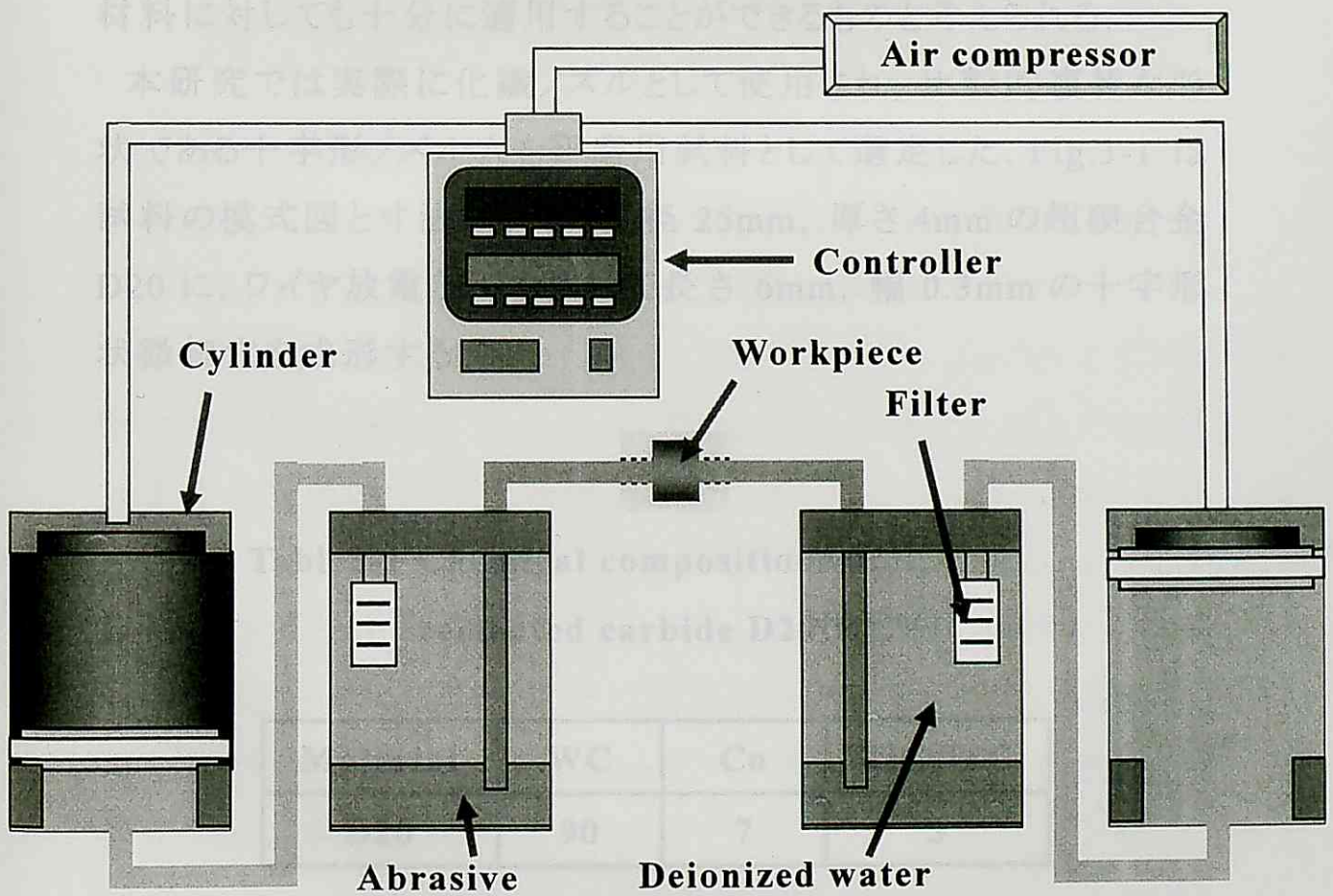


Fig.2-4 Schematic view of polishing equipment

3. 実験方法

3.1 試料の準備

本研究では、研磨用試料として、市販の超硬合金 D20 (JIS 規格 V 種)を用いた。その化学組成を Table3-1 に示す。超硬合金 D20 を選択した理由は、耐磨耗性や、耐熱性に優れ、ノズル材料として適しているからである。また、D20 は炭化チタン TiC や炭化タantal TaC を 3% 含み、比較的耐酸化性の高い材料であり、この材料に表面改質法を適用することができれば、その他の超硬合金材料に対しても十分に適用することができるものと考えられる。

本研究では実際に化繊ノズルとして使用され、比較的複雑な形状である十字形ノズル穴を研磨用試料として選定した。Fig.3-1 は試料の模式図と寸法を示す。直径 25mm, 厚さ 4mm の超硬合金 D20 に、ワイヤ放電加工を用いて長さ 6mm, 幅 0.3mm の十字形状微細穴を成形する。

**Table3-1 Chemical compositions of
cemented carbide D20(wt.%)**

Material	WC	Co	TiC,TaC
D20	90	7	3

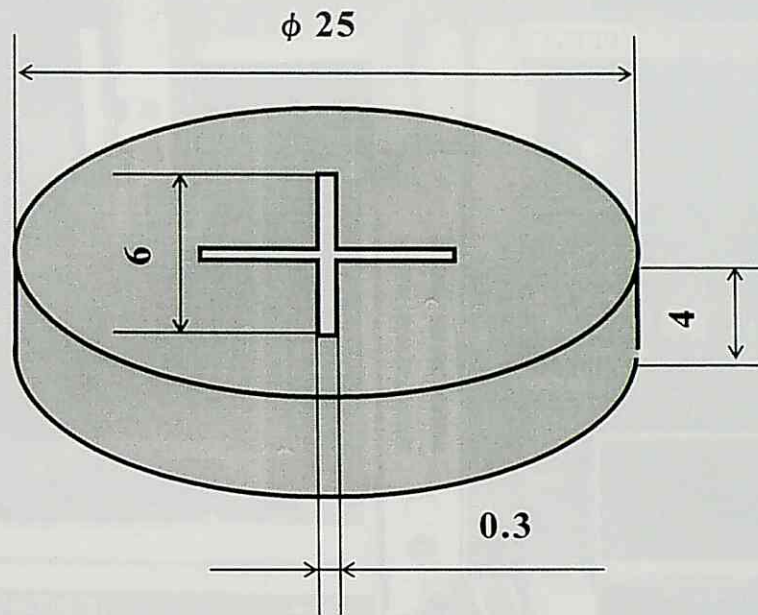


Fig.3-1 Size and form of cross-shaped nozzle

3.2 ワイヤ放電加工によるノズル成形

本研究では、十字形状微細穴の成形にワイヤ放電加工機を用いた。Fig.3-2 は、使用した日立精工(株)(現;日立ビアメカニクス(株))製ワイヤ放電加工機 H-CUT203Q を示す。Table3-2 にワイヤ放電加工条件を示す。1st-cut では、加工速度を上げるため、荒加工条件を用いてワイヤ放電加工をした。1st-cut カット後、切込み(以下、オフセット)を入れて1st-cut の形状通りに2nd-cut を行う。本研究ではオフセットを $15\ \mu\text{m}$ とし、仕上げ加工条件を用いて2nd-cut を行った。2nd-cut では表面粗さを低下させ、加工精度を向上させるために、1st-cut よりもピーク電流を下げ、ワイヤ張力を上げて加工を行った。

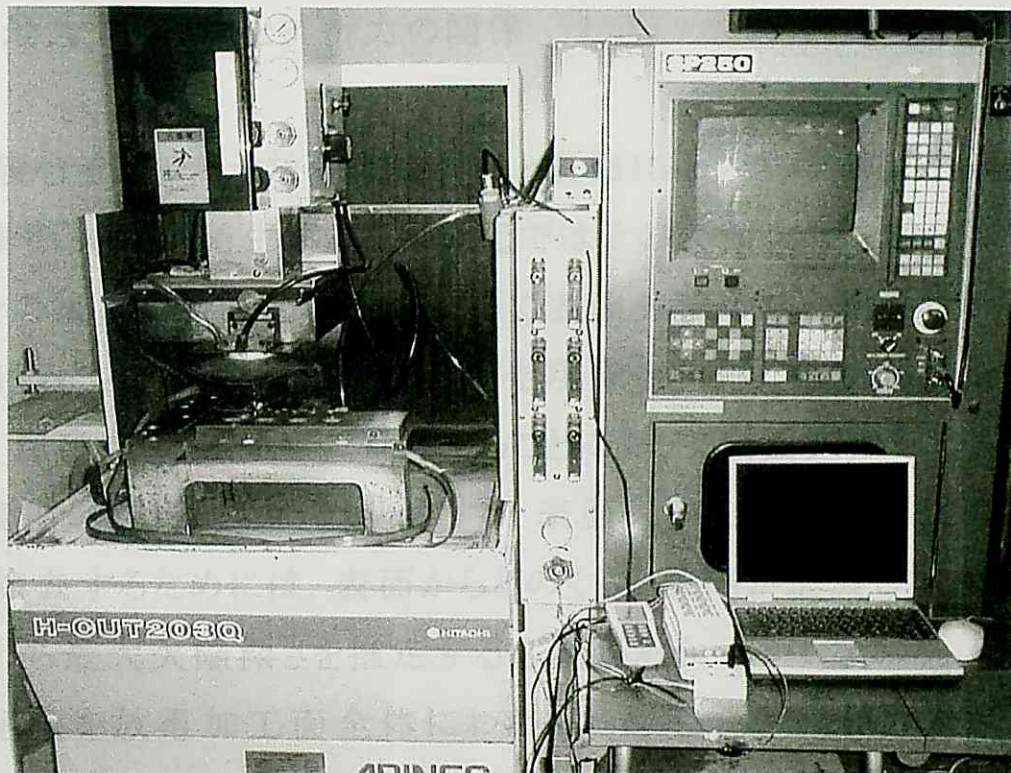


Fig.3-2 The appearance of WEDM machine

Table3-2 Conditions of WEDM

	1st cut	2nd cut
Open circuit voltage(V)	90	200
Discharge current(A)	107	16.5
Discharge duration(μ s)	1	
Off time(μ s)	18.4	16.8
Wire type	Brass, ϕ 0.25	
Wire tension(N)	10.3	16.7
Electric conductivity(μ S/cm)	1~2	

3.3 最大欠陥深さと抗折力の関係

超硬合金をワイヤ放電加工すると表面にはクラックや微小穴などの表面欠陥が発生する。本研究ではその表面欠陥を酸化させて、その後、砥粒を流すことによって表面欠陥のない健全な面に仕上げることを目的としている。酸化現象を利用した表面改質法では、超硬合金を高温に加熱することによって表面欠陥を含んだまま酸化層が形成される。ところで、表面欠陥を酸化層とともに完全に除去するためには、表面からどのくらい欠陥が進展しているか、すなわち最大欠陥深さを推定する必要がある。しかしながら、最大欠陥深さを放電加工面全体にわたって測定することは非常に困難である。そこで本研究室で報告されている、除去量と抗折力との関係³⁾から最大欠陥深さを推定することにした。除去量と抗折力との関係を Fig.3-3 に示す。ここで除去量とは、ワイヤ放電加工したままの表面を、ダイヤモンドペーストを用いて機械的に研磨したときの除去量を表す。この図からわかるように、除去量 $0\mu\text{m}$ 、すなわちワイヤ放電加工したままでは表面欠陥が多数存在し、材料のじん性を示す抗折力は 2000MPa と著しく低下していることがわかる。そこでワイヤ放電加工面を徐々に研磨していき、およそ $20\mu\text{m}$ 機械的に研磨していくと超硬合金が本来もつ抗折力の値、 3500MPa まで回復していくことがわかる。よって、ワイヤ放電加工された表面から約 $20\mu\text{m}$ 除去すれば表面欠陥は存在していないものと考えられ、最大欠陥深さは $20\mu\text{m}$ 程度と推定することができる。したがって、ワイヤ放電加工面を酸化させ、その酸化層を除去した後の寸法減少量が約 $20\mu\text{m}$ となるような酸化処理条件を設定す

れば、表面欠陥のない健全な面が得られるものと考えられる。

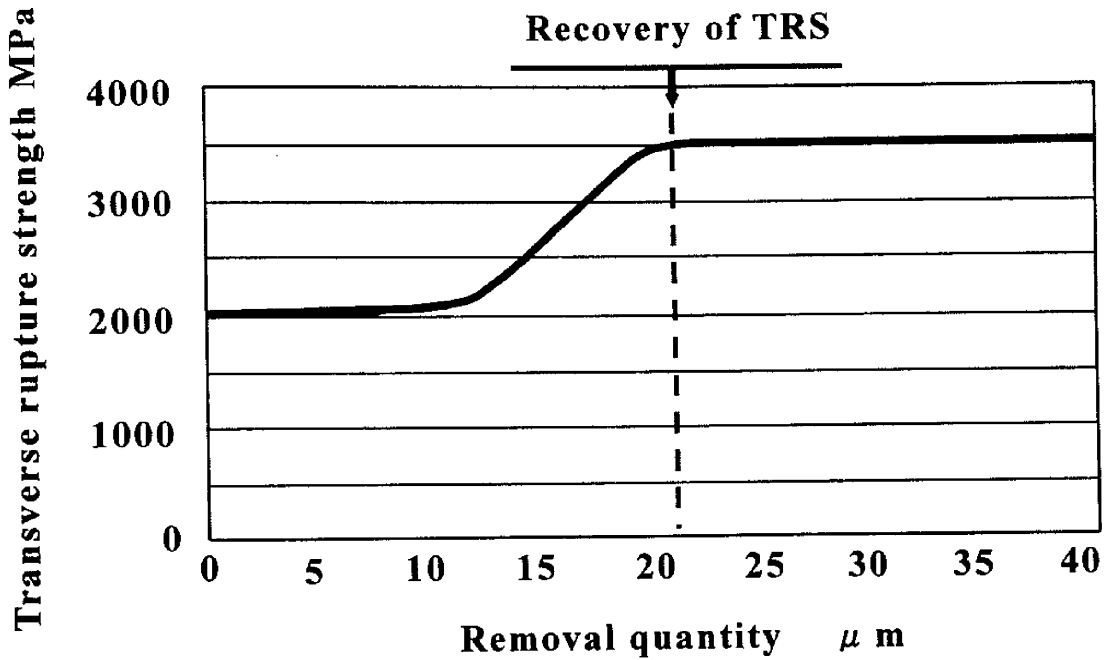


Fig.3-3 Relationship between transverse rupture strength and removal quantity

3.4 高周波誘導加熱による酸化処理

本研究では、試料の加熱には高周波誘導加熱装置を用いた。高周波誘導加熱は、電気炉など他の加熱方法と比べて、短時間での加熱が可能であり、試料表面から発熱させる表皮効果があるため、表面層の改質を目的とする本研究にとって最適な加熱方法であると考えられる。

Fig.3-4 は本研究で使用した高周波誘導加熱装置を示す。この装置は高周波出力 3kW、発振周波数 400kHz の富士電波工機(株)のサイリスタ位相制御方式 FIH-302 である。加熱用コイルとして、外径 3mm、内径 1mm の銅管を用い、加熱中コイルの熱変形を防ぐために銅管内に冷却水を流した。コイル形状は一般的な円筒形で、直径 50mm、長さ 150mm およびピッチ 5mm である。本研究では、試料の加熱温度を管理するため、試料側面に K 型熱電対を埋め込み、温度を測定した。熱電対からの熱起電力信号は、データロガを介してパソコンに取り込まれる。これにより 1 秒毎に加熱温度をモニタリングすることができ、手動にもかかわらず $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 程度で温度を制御することができる。

3.3 節で除去量と抗折力との関係からワイヤ放電加工面を約 $20\ \mu\text{m}$ 除去すれば超硬合金本来のじん性を回復できることがわかった。よって、酸化層除去後の寸法減少量を約 $20\ \mu\text{m}$ にすれば、表面欠陥のない健全な面が得られる。そこで、寸法減少量が約 $20\ \mu\text{m}$ となる酸化処理条件について述べる。

Fig.3-5 は加熱温度と除去率の関係を示している。縦軸は除去率、横軸は加熱温度を示している。高周波誘導加熱装置により温

度を 600～850℃まで変化させ、各温度で 1 分間保持させた後、酸化層を完全に除去したときの寸法減少量を測定した。除去率とは寸法減少量を保持時間で除したものであり、たとえば $10 \mu\text{m}/\text{min}$ とは試料が 1 分間に $10 \mu\text{m}$ 除去されることを意味する。そのため、本研究の酸化処理条件は、加熱温度 800℃、保持時間 2 分間と決定することができる。

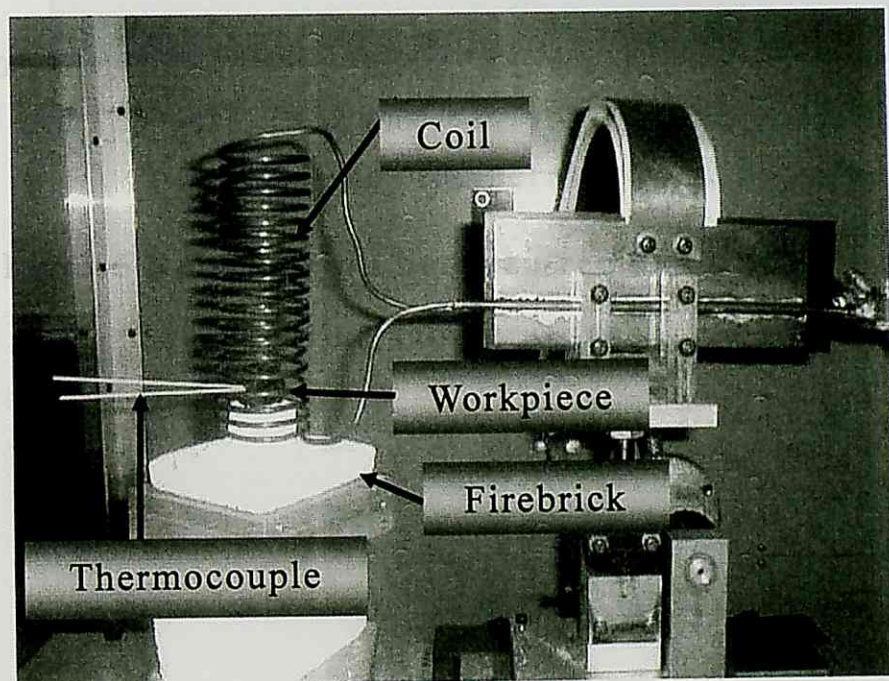


Fig.3-4 Device for high frequency induction heating

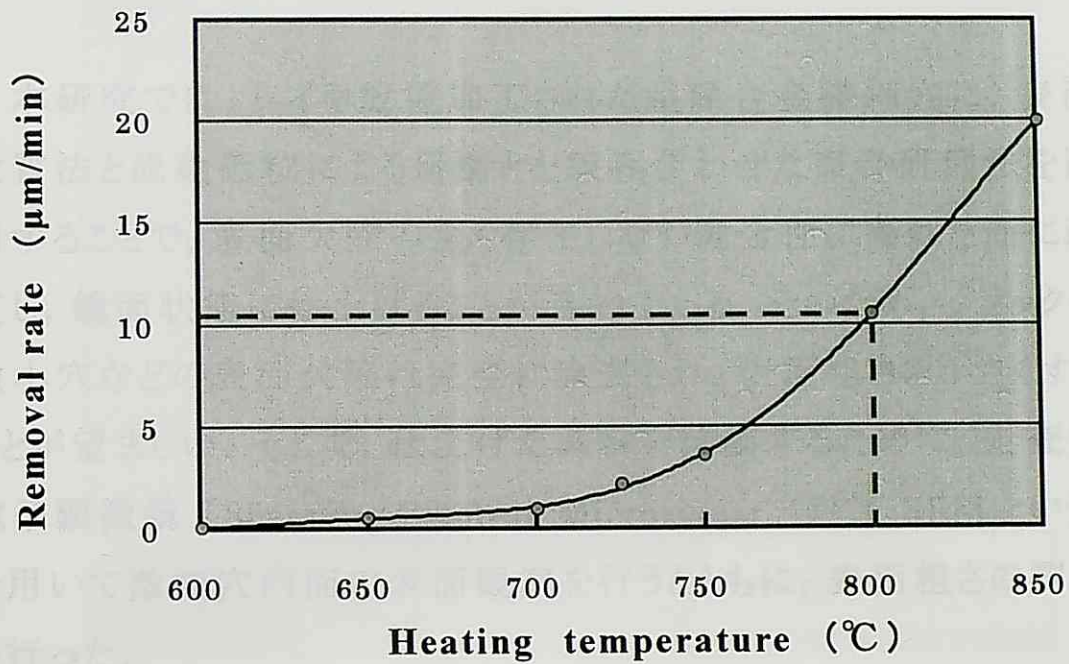


Fig.3-5 Relationship between removal rate and heating temperature

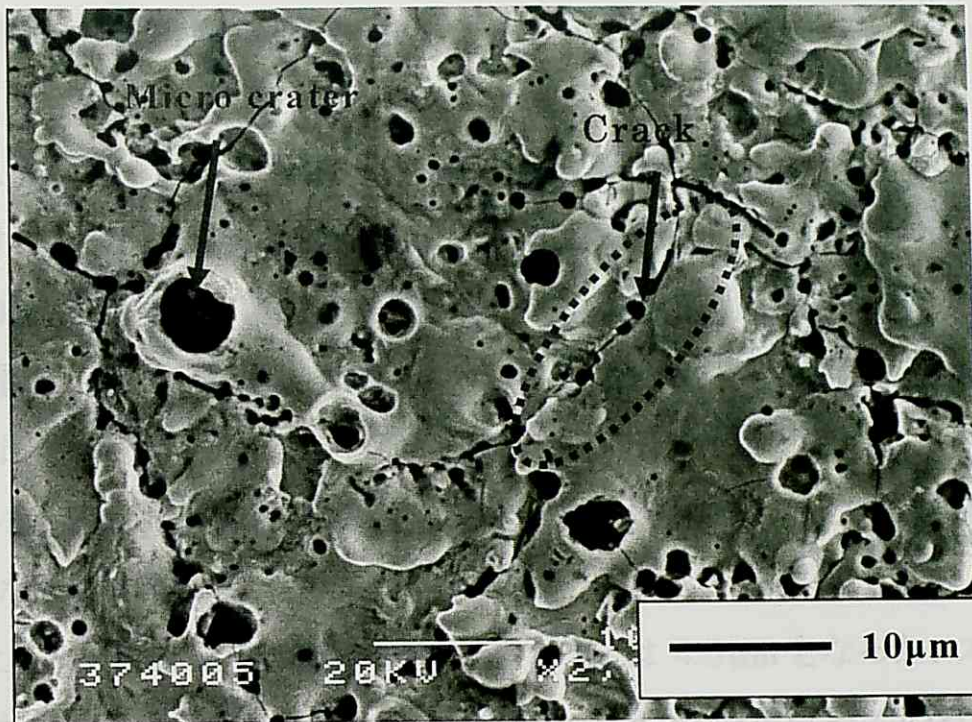
複合研磨法によって仕上げた試料に、表面欠陥が存在しているかどうかを調べるために、SEMを用いて表面観察を行った。Fig.4-1(a)は、ワイヤ放電加工後の表面をSEMにより観察したものである。ワイヤ放電加工された超硬合金の表面には、典型的クラックが放電トレック間を横切るように進展しており、小さなクラックも数多く存在している。また、微小穴も多く分布しており、放電による損傷が大きいことがわかる。Fig.4-1(b)は、複合研磨後の表面をSEMにより観察したものである。ワイヤ放電加工後の表面に見られたクラックや微小穴などの表面欠陥は全く存在せず、全面が酸化タンタム粒子層に被覆されており健全な状態であることがわかる。

4. 複合研磨面の評価

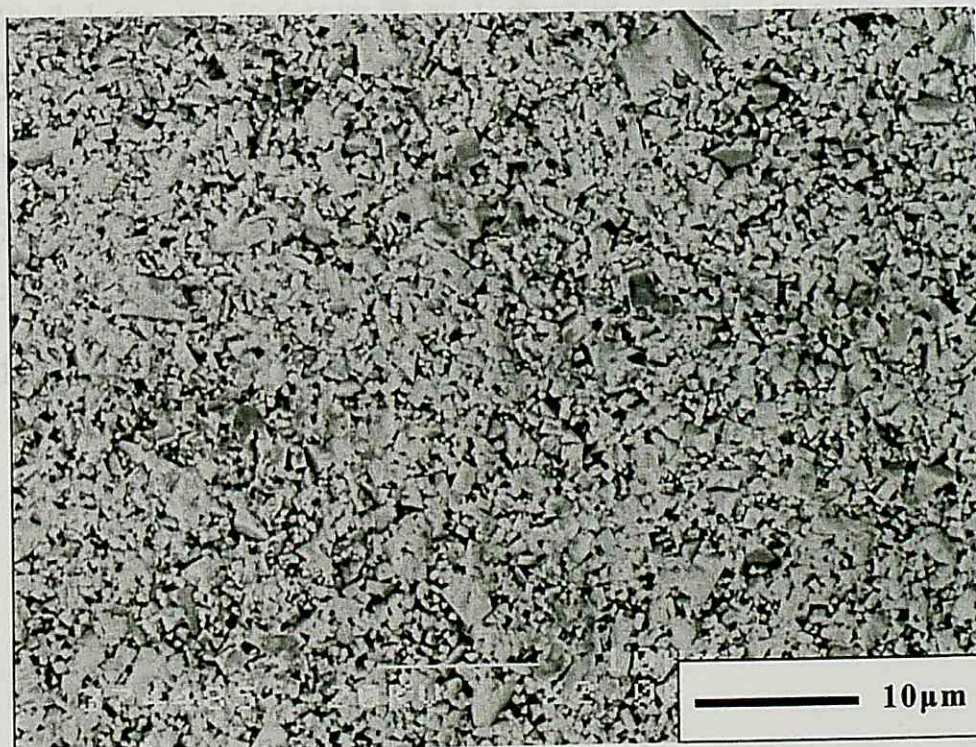
本研究では、ワイヤ放電加工された超硬合金微細穴に、表面改質法と流動砥粒による研磨とを組み合わせた複合研磨法を適用することで、表面欠陥の全く存在しない健全性に優れた面に改質し、鏡面状態に仕上げることが目的である。そのため、クラックや微小穴などの表面欠陥は完全に除去され、表面粗さを小さくすることが望ましい。そこで、仕上げた試料を評価するために、走査型電子顕微鏡（Scanning Electron Microscope：以下 SEM という）を用いて微細穴内面の表面観察を行うとともに、表面粗さの測定を行った。

4.1 走査型電子顕微鏡による表面観察

複合研磨法によって仕上げた試料に、表面欠陥が存在しているかどうかを調べるために、SEM を用いて表面観察を行った。Fig.4-1(a)は、ワイヤ放電加工後の表面をSEMにより観察したものである。ワイヤ放電加工された超硬合金の表面には、明瞭なクラックが放電クレータ間を縫うように進展しており、小さなクラックも数多く存在している。また、微小穴も多く分布しており、放電による損傷が大きいことがわかる。Fig.4-1(b)は、複合研磨後の表面をSEMにより観察したものである。ワイヤ放電加工後の表面に見られたクラックや微小穴などの表面欠陥は全く存在せず、全面が炭化タングステン粒子群に改質されており健全な状態であることがわかる。



(a) WEDMed surface



(b) Surface obtained after combined polishing

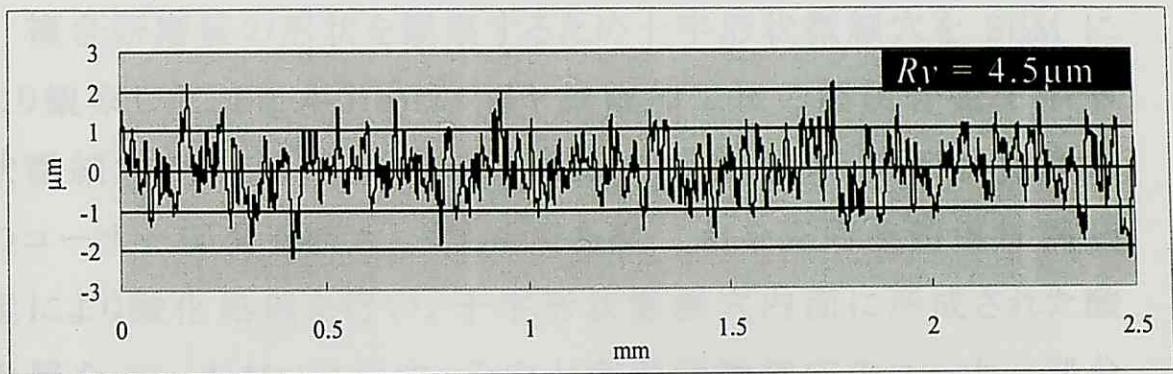
Fig.4-1 SEM photographs

4.2 複合研磨面の表面粗さ

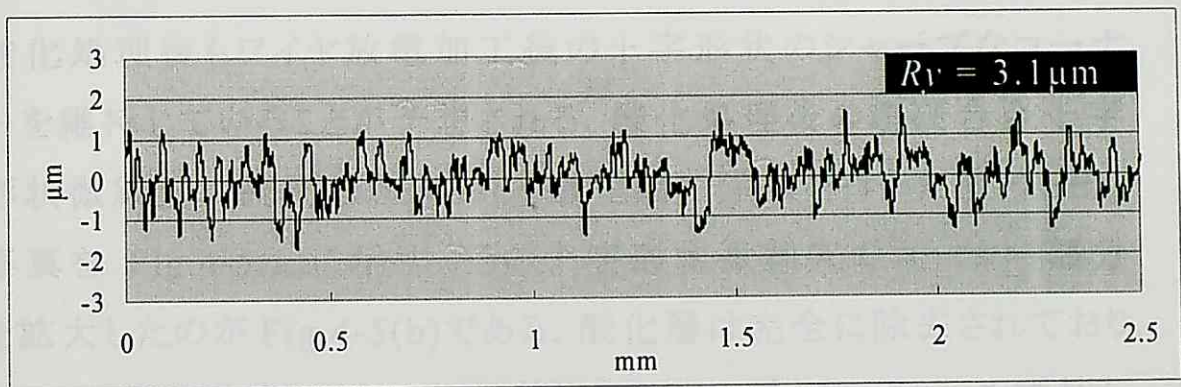
Fig.4-2 は、ワイヤ放電加工面と複合研磨面における粗さ波形を示す。表面粗さの測定には、小坂研究所(株)サーフコーダ SE1700 α を用いた。粗さ波形を比較すると、Fig.4-2(a)に示すワイヤ放電加工面では周波数の大きな波形であり、これはクラックや微小穴などの表面欠陥を粗さ計の触針が検出したことによる。一方、Fig.4-2(b)に示す複合研磨面ではワイヤ放電加工面より周波数が小さくなっている。

また、ワイヤ放電加工面の最大高さ R_y は $4.5\mu\text{m}$ となった。本研究では、表面粗さを小さくする目的から 2nd カットを行っているため、粗さは比較的小さな値となっている。一方、複合研磨面の最大高さ R_y は $3.1\mu\text{m}$ と、ワイヤ放電加工面に比べ、粗さが改善されていることがわかる。

しかしながら、本研究の目的は、微細穴内面を準鏡面状態に仕上げることであり、 $R_y=3.1\mu\text{m}$ という値は、準鏡面状態とは差がある。そこで、表面粗さをさらに低下させ、 $R_y=1.0\mu\text{m}$ を目標とし、鏡面仕上げを行うため、流動砥粒研磨装置の改良を目指した。



(a) After WEDM

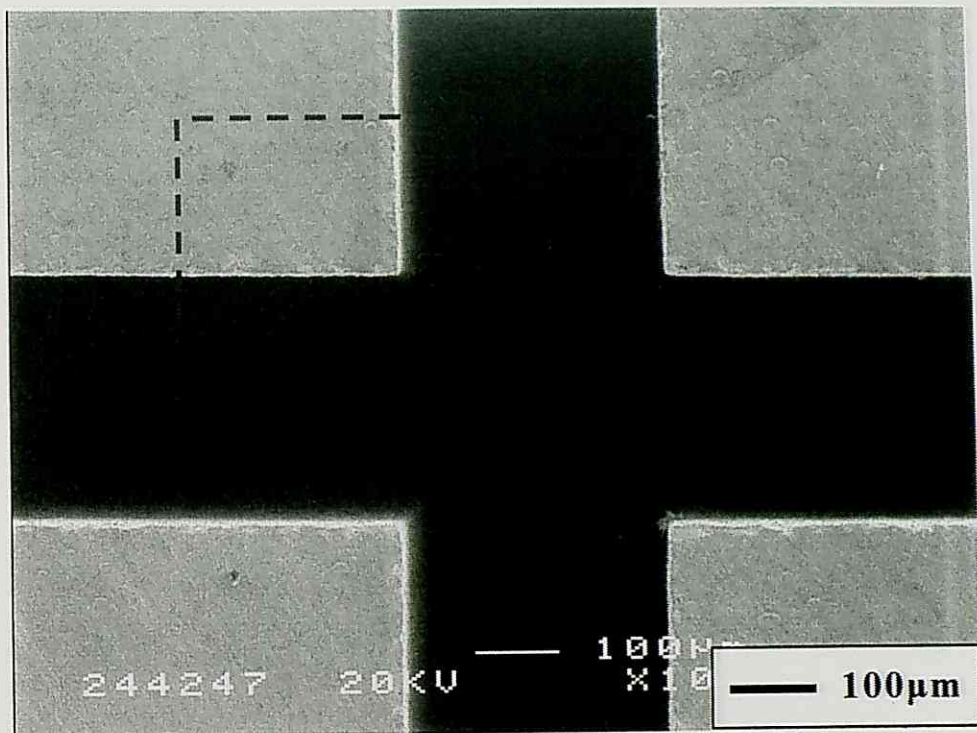


(b) After combined polishing

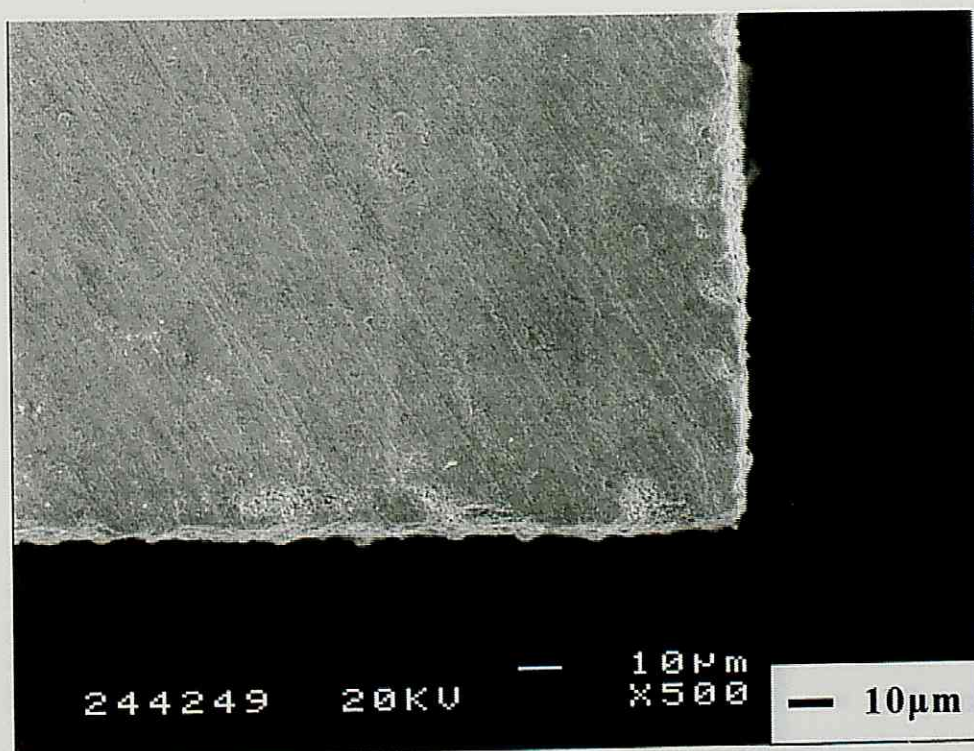
Fig.4-2 Surface roughness waves in each process

4.3 複合研磨後の形状

複合研磨後の形状を観察するため十字形状微細穴を SEM により観察した。Fig.4-3(a)はワイヤ放電加工後の超硬合金十字形状微細穴の SEM 写真である。Fig.4-3(b)はその十字形状微細穴のコーナー部分を拡大したものである。これを高周波誘導加熱装置により酸化処理を行い、十字形状微細穴内面に形成された酸化層を Fig.4-4(a)に示す。その十字形状微細穴のコーナー部分を拡大したのが Fig.4-4(b)である。この SEM 写真から、酸化層は面に対して法線方向に形成されていることがわかる。このことから、酸化処理後もワイヤ放電加工後の十字形状のシャープなコーナーを維持していることが予想される。酸化処理後の超硬合金十字形状微細穴に流動砥粒を流し、酸化層の除去を行った後の SEM 写真を Fig.4-5(a)に示す。その十字形状微細穴のコーナー部分を拡大したのが Fig.4-5(b)である。酸化層は完全に除去されており、Fig.4-3(b)と比較しても、十字形状はシャープなコーナーを維持していることがわかる。このことから、複合研磨を適用しても、ワイヤ放電加工後の形状を維持しているといえる。

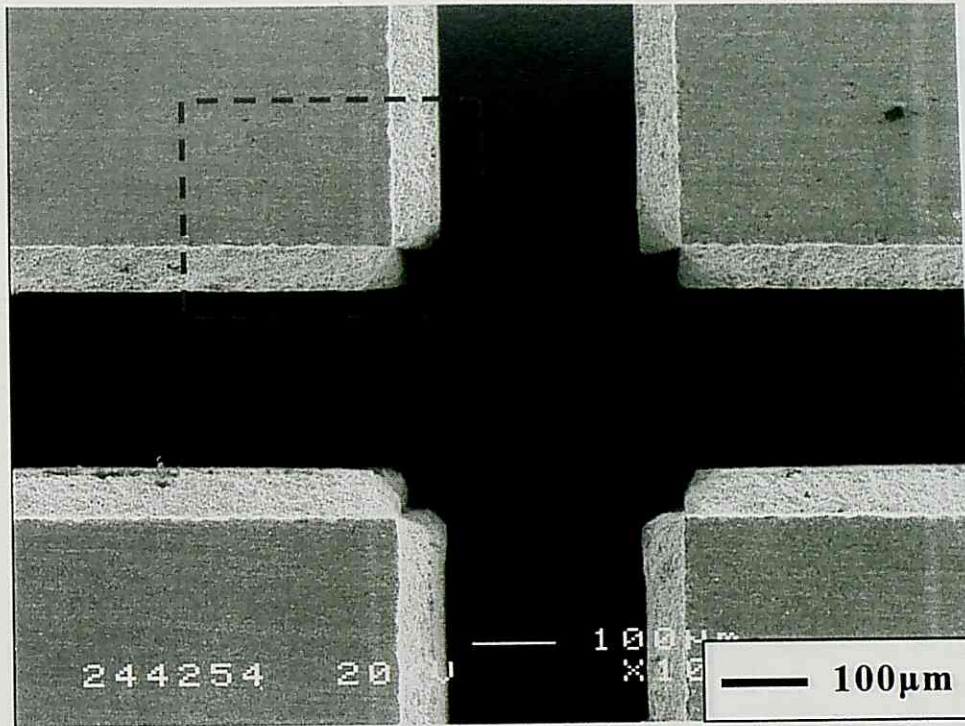


(a)

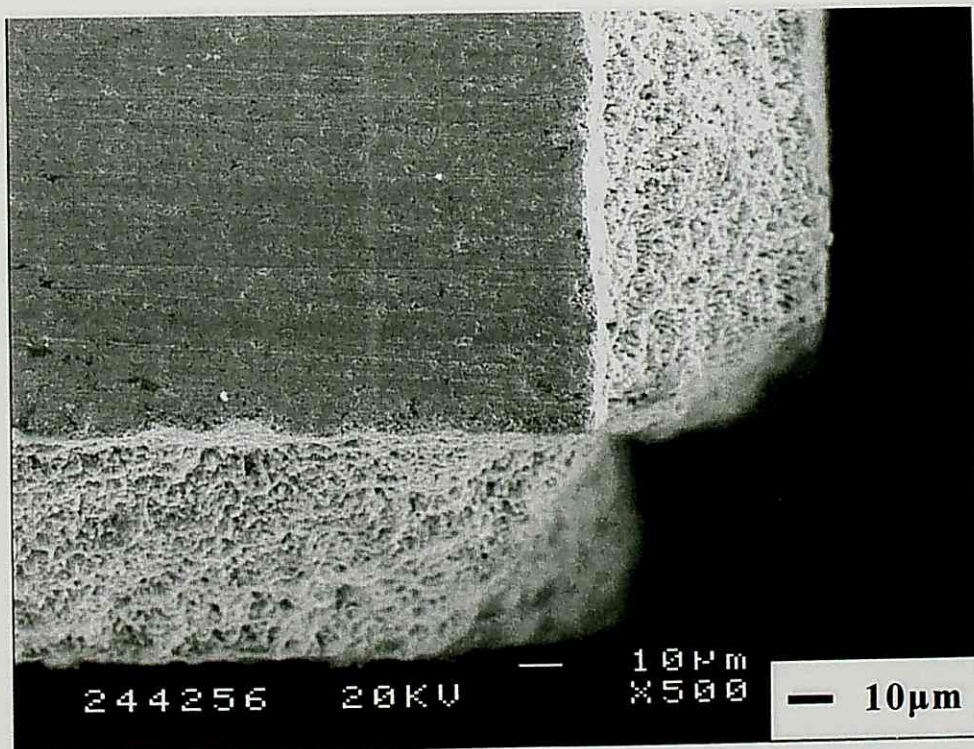


(b)

**Fig.4-3 SEM photographs of workpiece
after WEDMed surface**

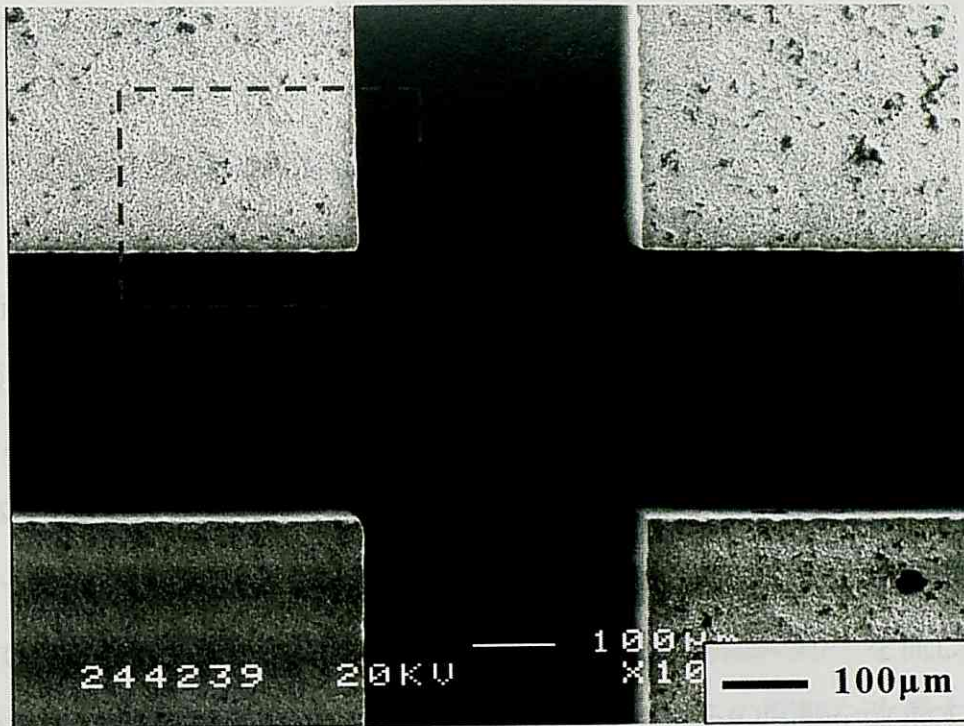


(a)

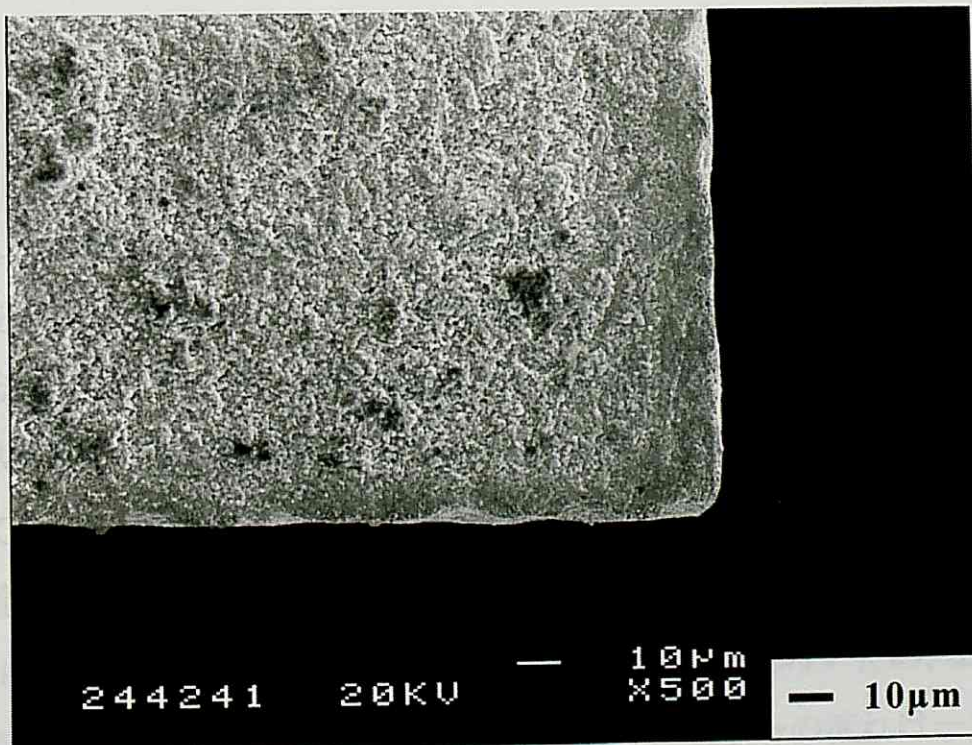


(b)

**Fig.4-4 SEM photographs of workpiece
after oxidizing treatment**



(a)



(b)

**Fig.4-5 SEM photographs of workpiece
after combined polishing**

5. 流動砥粒研磨装置の改良

5.1 流動砥粒研磨装置の問題点

2.4 節で述べた流動砥粒研磨装置(以下, 旧装置という)では, 以下のような問題点がある. 本研究では, 微細穴を準鏡面状態に仕上げることが目的としているが, そのためには, より微細な砥粒を微細穴に流すことが必要である. しかしながら, 旧装置において, #280 よりも微細な砥粒を用いたところ, 砥粒がフィルターを通過しシリンダ内へ浸入することとなった. そのため, 旧装置では #280 までの砥粒しか用いることができない. また, 双方向にスラリーを流して研磨を行うため, 試料の両端面にダレが生じてしまう. これらの問題を改善するため研磨装置の改良を試みた.

5.2 ダイアフラム式研磨装置

改良した流動砥粒研磨装置(以下, 新装置という)の写真を Fig.5-1 に, その模式図を Fig.5-2 にそれぞれ示す. 新装置はエアコンプレッサ, ダイアフラムポンプ, 砥粒タンク, モーター, 攪拌機, 試料保持具およびウレタンチューブなどから構成されている. 砥粒タンク内では, 脱イオン水と砥粒が攪拌機により混ぜられてスラリー状態となる. そのスラリーをダイアフラムポンプにより吸い上げ, 超硬合金微細穴へ流す. 微細穴を通過したスラリーは, 再び砥粒タンクへ戻る. このように, 旧装置とは異なり新装置はフィルターを必要としないため, より微細な砥粒を用いて研磨することが可能である. また, スラリーの流れは一方向のみであるため, 微細穴のダレはスラリーの流入口のみに形成されることとなる.

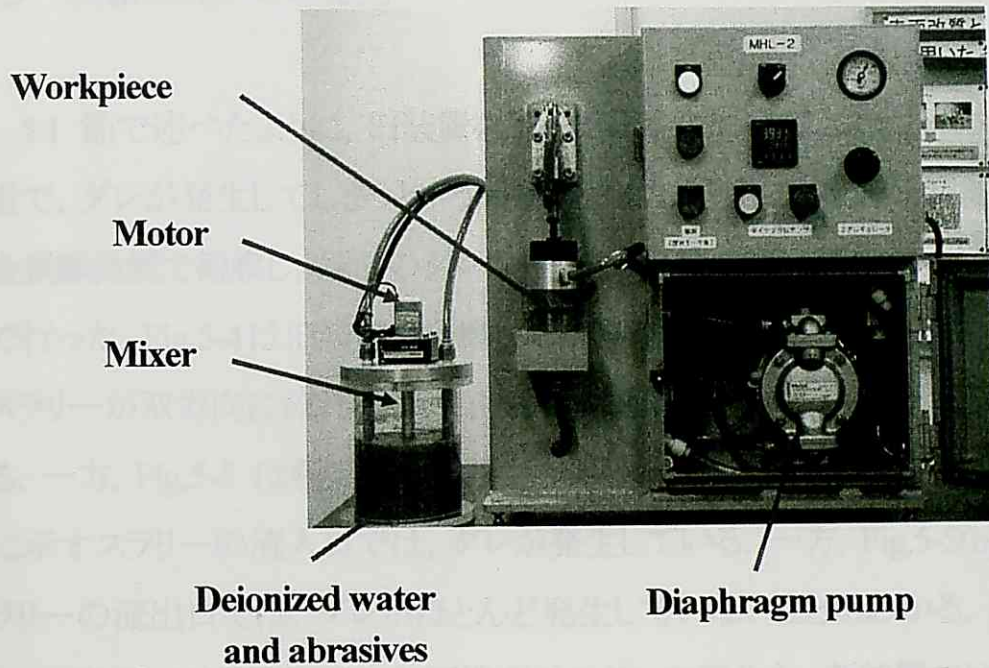


Fig.5-1 The photograph of new polishing equipment

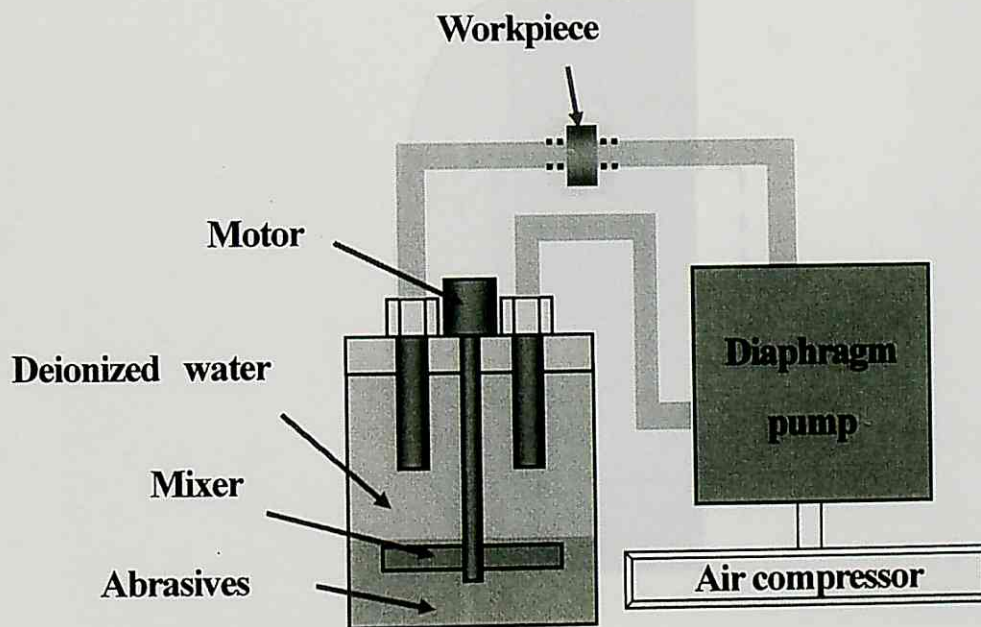


Fig.5-2 Schematic view of new polishing equipment

5.3 研磨によるダレの発生

5.1 節で述べたように、旧装置を用いた研磨において、スラリーの流入口付近で、ダレが発生してしまうという問題が生じた。そこで、複合研磨後の試料を金属顕微鏡で観察し、端面のダレの様子を調べた。観察はFig.5-3に示す位置で行った。Fig.5-4は旧装置で研磨した試料の両端面の様子を示す。このように、スラリーが双方向に流れることにより、両端面にダレが発生していることがわかる。一方、Fig.5-5は新装置で研磨した試料の両端面の様子を示す。Fig.5-5(a)に示すスラリーの流入口では、ダレが発生している。一方、Fig.5-5(b)に示すスラリーの流出口では、ダレがほとんど発生していないことがわかる。このことから、旧装置では問題であった両端面でのダレの発生を、新装置では片面のみに抑えることができた。

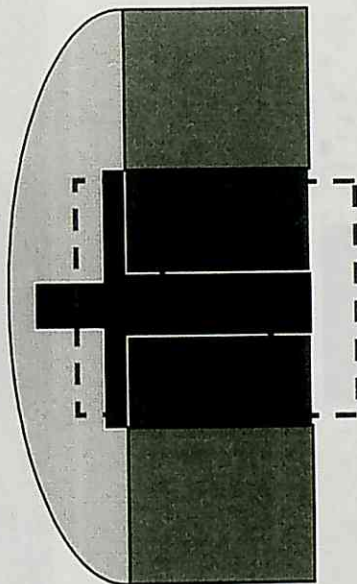


Fig.5-3 Schematic view of position for observation

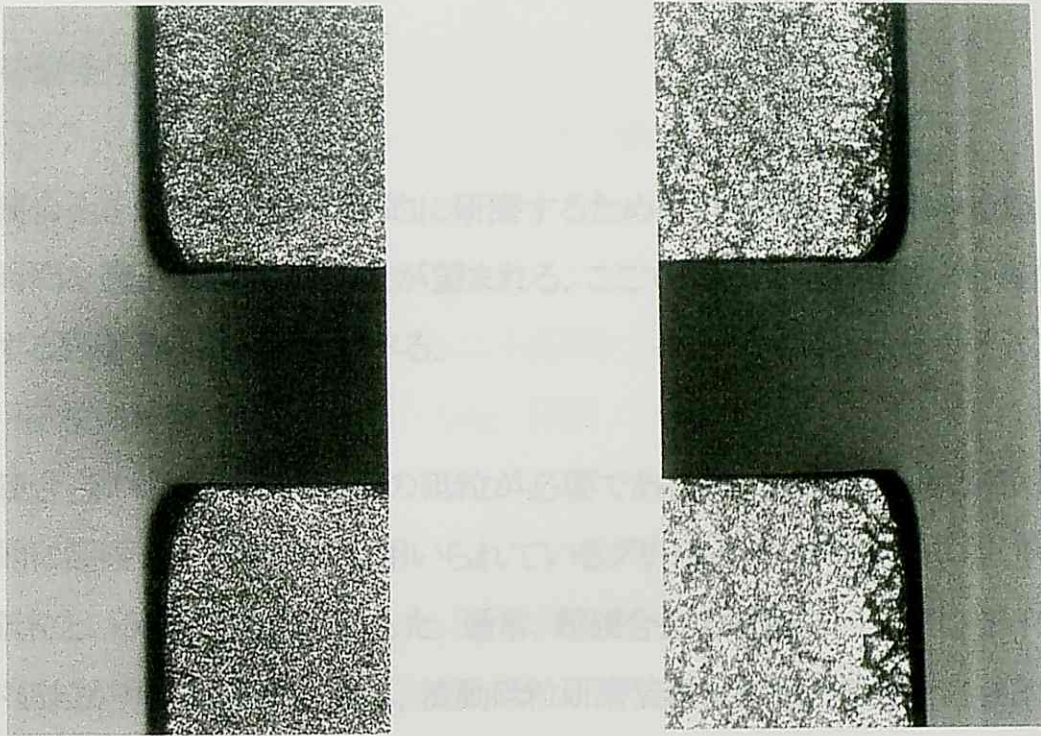


Fig.5-4 Enlarged view of workpiece after combined polishing by old polishing equipment

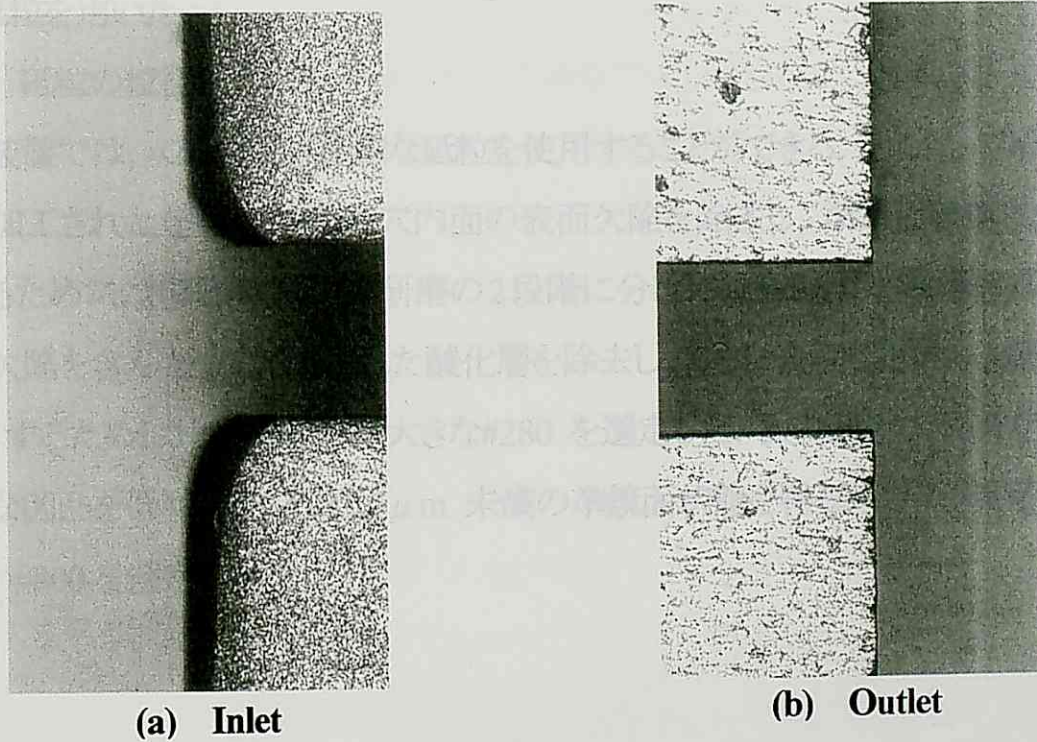


Fig.5-5 Enlarged view of workpiece after combined polishing by new polishing equipment

5.4 研磨条件

超硬合金を短い時間で効率的に研磨するためには、砥粒の種類や粒径、研磨時間を適正に選択することが望まれる。ここでは超硬合金微細穴を複合研磨する研磨条件について述べる。

5.4.1 砥粒の種類

超硬合金の研磨には高硬度の砥粒が必要である。そのため、硬度が高く、一般的に超硬合金の加工にも用いられているグリーンカーボラダム(以下、GC 砥粒という)を用いることにした。通常、超硬合金の研磨材としては、ダイヤモンド砥粒が用いられる。しかし、流動砥粒研磨装置は大量の砥粒を必要とするため、ダイヤモンド砥粒の使用は、コスト面から制限される。そのため、コスト面から流動砥粒研磨装置にダイヤモンド砥粒は適さないと考え、本実験ではGC 砥粒を用いた。

5.4.2 砥粒の粒径

新装置では、#280 よりも微細な砥粒を使用することができる。そこで、ワイヤ放電加工された超硬合金微細穴内面の表面欠陥を除去し、準鏡面状態に仕上げるために、粗研磨と仕上げ研磨の2段階に分けて研磨を行う。粗研磨では、表面欠陥を含んだまま形成された酸化層を除去し、さらに表面粗さをある程度小さくするために比較的粒径の大きな#280 を選定した。次の仕上げ研磨では、微細な凹凸を低減させ、 $R_y=1.0\mu\text{m}$ 未満の準鏡面状態を得るために、粒径の小さい#800 を選定した。

5.4.3 砥粒と溶媒

溶媒には脱イオン水を用いて研磨を行った。脱イオン水とは、水道水をイオン交換樹脂に通し、イオン分を取り除いた水である。水道水が約一週間で腐食するのに対し、脱イオン水は数年間放置しておいても腐食しないこと、精製、取り扱いが容易であることなどの理由から溶媒として選定された。この溶媒と砥粒の混合割合は、試行的に溶媒 1000g, 砥粒 150g, すなわち 13%(重量%)と決定された。この比率は粗研磨と仕上げ研磨の両方に適用した。

5.4.4 研磨時間

本研究では酸化処理後の試料を流動砥粒研磨装置で研磨して、健全性に優れた面に改質し、準鏡面状態に仕上げることが目的である。そのため、必要とする研磨時間は未知数である。旧装置において、#280の砥粒を10分間流すことにより、クラックや微小穴などの表面欠陥は完全に除去されることがわかっている。5.3.2 項で述べたように、研磨は粗と仕上げの2段階に分けて行う。そこで、GC#280で10分間粗研磨を、さらに#800で10分間仕上げ研磨を行い、これを条件①とした。次に、GC#280で20分間粗研磨のみを行い、これを条件②とした。

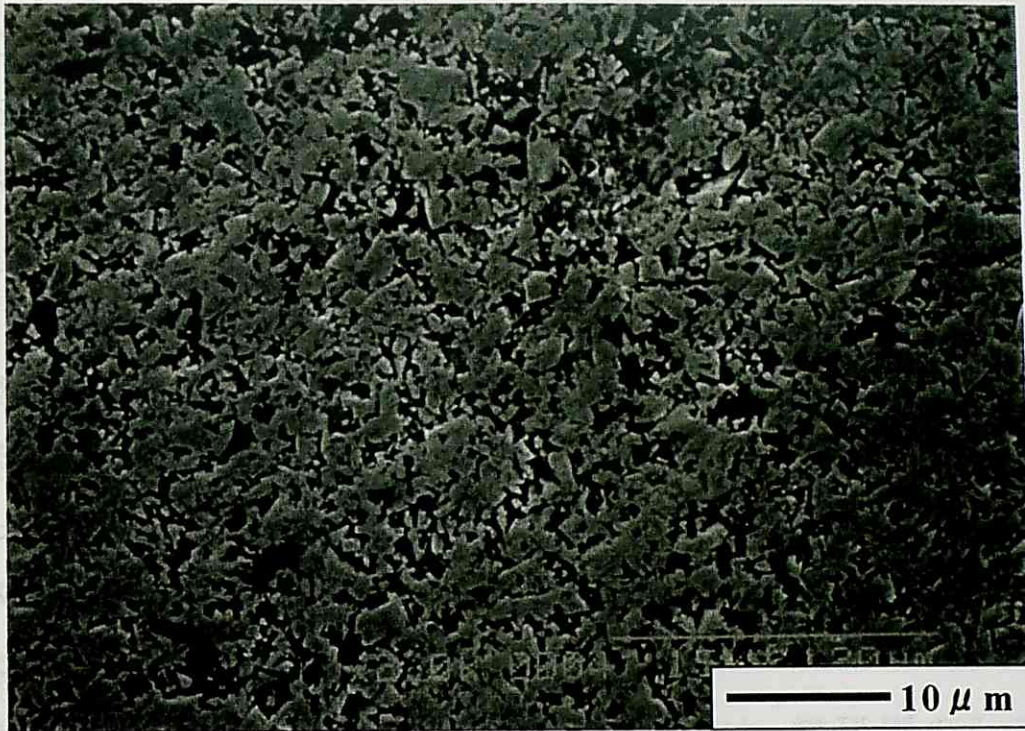
6. 実験結果と考察

6.1 新装置で研磨された微細穴の評価

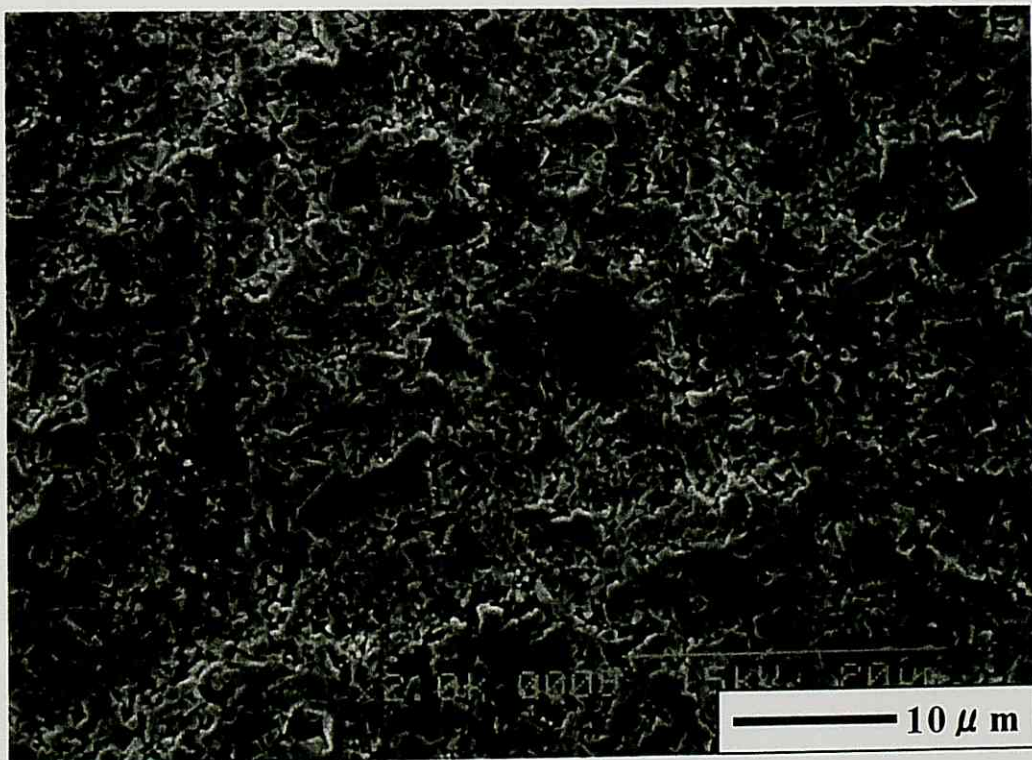
本研究では、ワイヤ放電加工された超合金微細穴に、複合研磨法を適用することにより、表面欠陥の存在しない健全性に優れた面に改質し、さらに準鏡面状態に仕上げることが目的である。そこで、研磨した試料を評価するために、SEM による表面観察を行うとともに、表面粗さについて調べた。

6.1.1 走査型電子顕微鏡による表面観察

旧装置では、ワイヤ放電加工面を表面欠陥のない健全性に優れた面に改質することができた。新装置においても同様に、ワイヤ放電加工された微細穴を複合研磨し、表面欠陥が除去されたかどうかを SEM により観察した。Fig.6-1 は新装置による研磨面を SEM 像で示したものである。Fig.6-1(a)は、GC#280 で 10 分間粗研磨を、次に、#800 で 10 分間仕上げ研磨を行った、すなわち条件①での研磨面を示す。Fig.6-1(b)は、GC#280 で 20 分間粗研磨のみを行った、すなわち条件②での研磨面を示す。これらの SEM 写真から、クラックや微小穴などの表面欠陥が完全に除去され、炭化タングステン粒子群に覆われていることがわかる。このことから、新装置を用いた場合においても、複合研磨法が有効であることが立証できた。しかしながら、本研究では、準鏡面状態に仕上げることが一つの目的であるので、次に、研磨面の表面粗さの測定を行った。



(a) Condition ①



(b) Condition ②

Fig.6-1 SEM photographs of surface

6.1.2 研磨面の表面粗さ

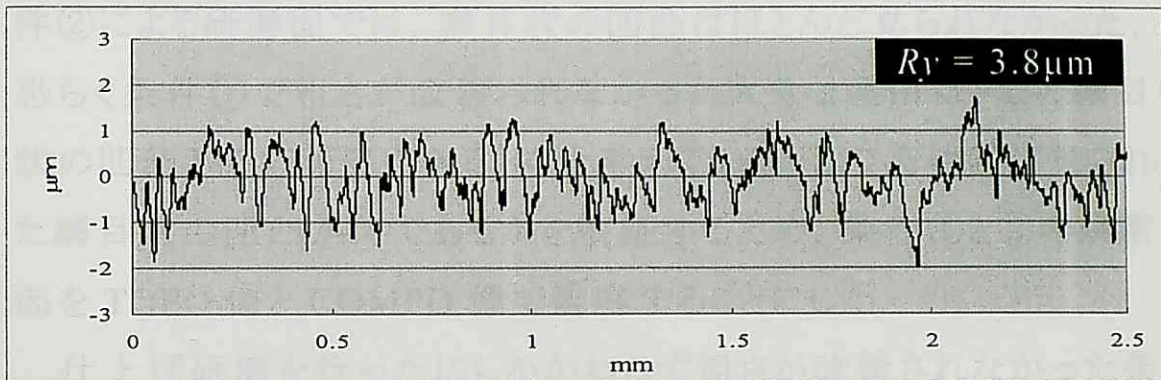
Fig.6-2(a)は条件①で研磨した試料の表面粗さを示す. 最大高さ Ry は $3.8 \mu\text{m}$ と, Fig.4-2(b)に示した旧装置による研磨面 ($Ry=3.1 \mu\text{m}$) より大きな値となった. Fig.6-2(b)は条件②で研磨した試料の表面粗さを示す. 最大高さ Ry は $2.0 \mu\text{m}$ と, 条件①の研磨面より小さな値となった.

条件①では, 粗研磨を 10 分間, 続いて仕上げ研磨を 10 分間行ったため, 当初, 表面粗さは小さくなるものと予想された. しかしながら, 粗研磨のみを 20 分間行った条件②よりも, 条件①の最大高さは大きな値となった.

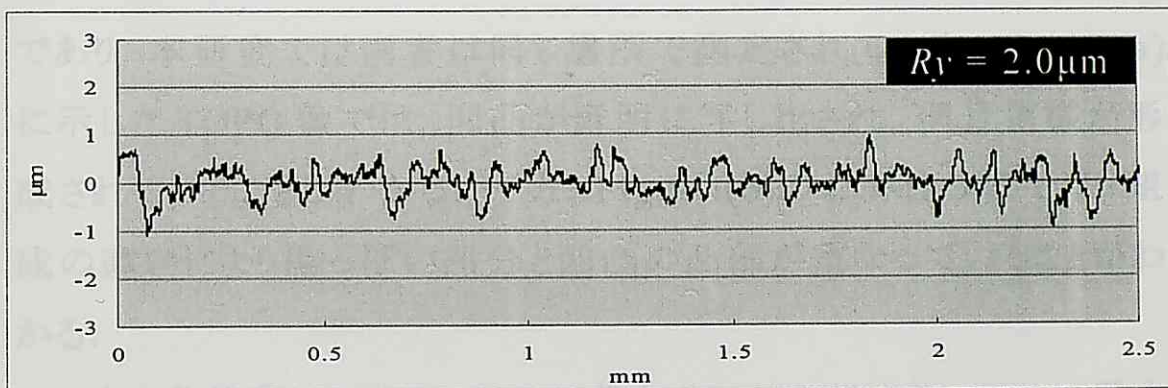
それでは, 仕上げ研磨を行った条件①では, 粗研磨のみの条件②よりも粗さの改善が見られなかった理由を, それぞれの研磨面を低倍率で観察することにより, その解明を試みる.

6.1.3 研削面の凹凸

Fig.6-3は、半体①と条件②の研削面を金属顕微鏡で撮影した写真である。Fig.6-3(a)に示す条件①による研削面では、磨粒状の凹凸が研削面全体に分布している。一方、Fig.6-3(b)に示す条件②



(a) Condition ①



(b) Condition ②

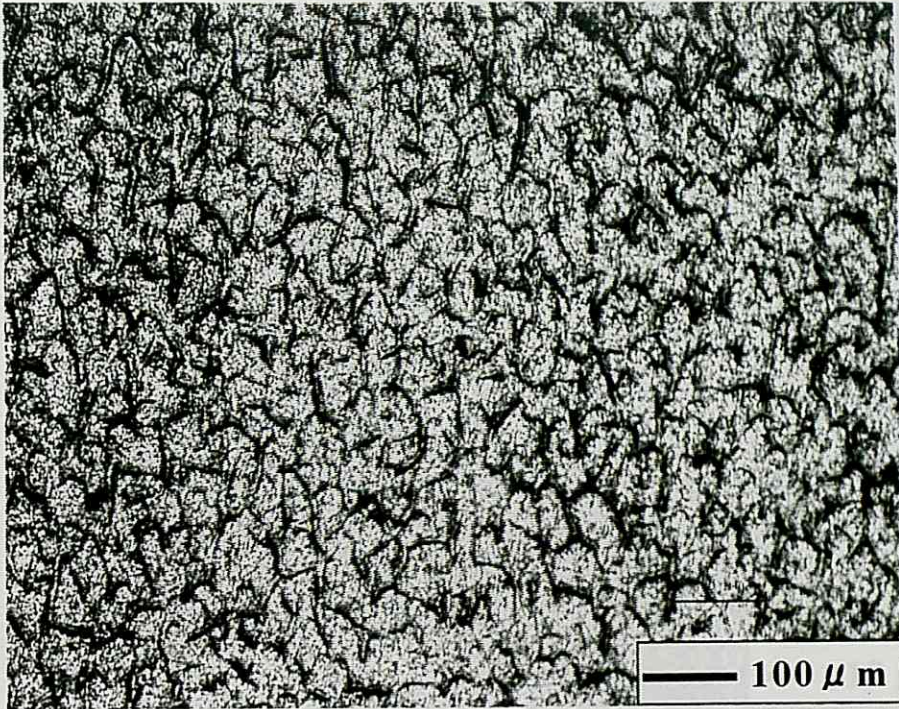
Fig.6-2 Surface roughness waves in each process

6.1.3 研磨面の凹凸

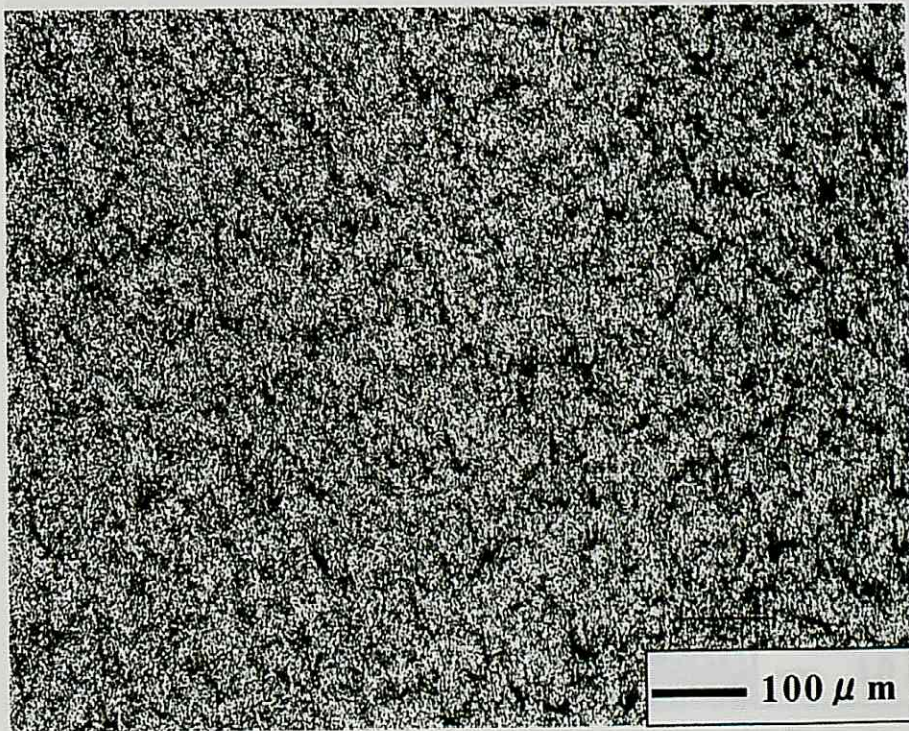
Fig.6-3 は、条件①と条件②の研磨面を金属顕微鏡で観察した写真である。Fig.6-3(a)に示す条件①による研磨面では、網目状の凹凸が研磨面全体に分布している。一方、Fig.6-3(b)に示す条件②による研磨面では、網目状の凹凸はほとんど見られなかった。恐らく条件①で粗さが改善されなかった大きな理由は、この網目状の凹凸と深い関連があるものと考えている。この条件①に見られた網目状の凹凸が何であるかを検証するため、条件①と②の研磨面を TOPO 像と COMPO 像で観察することにした。

仕上げ研磨を行ったにもかかわらず粗さが改善されなかった条件①について、TOPO 像と COMPO 像を Fig.6-4 に示す。TOPO 像は表面の凹凸を、COMPO 像は組成の違いを濃淡で表すものであり、本研究では両者は同じ場所で測定されている。Fig.6-4(a)に示した TOPO 像では、凹凸が鮮明に写し出され、網目模様が形成されていることがわかる。一方、Fig.6-4(b)の COMPO 像では、組成の違いにより黒っぽい部分と凹凸の凸部が重なっていることがわかる。

一方、条件②について、TOPO 像と COMPO 像を Fig.6-5 に示す。Fig.6-5(a)に示す TOPO 像では、はっきりとした凹凸は存在せず、平坦な面であることがわかる。また、Fig.6-5(b)に示す COMPO 像にも、条件①に見られたような組成の違いは存在せず、均一な組成になっていることがわかる。

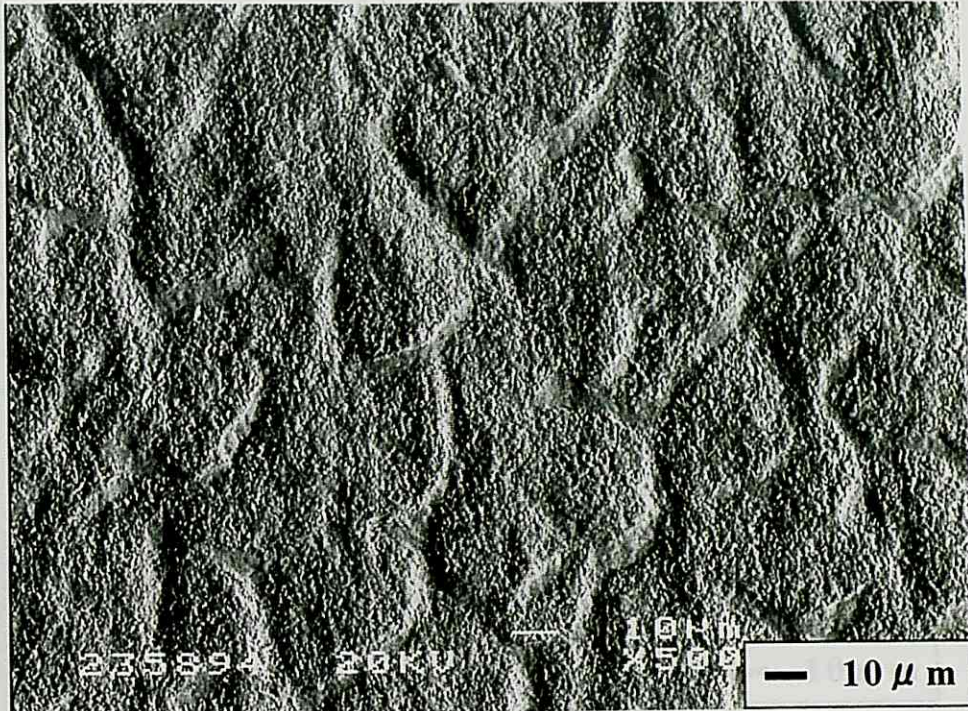


(a) Condition ①

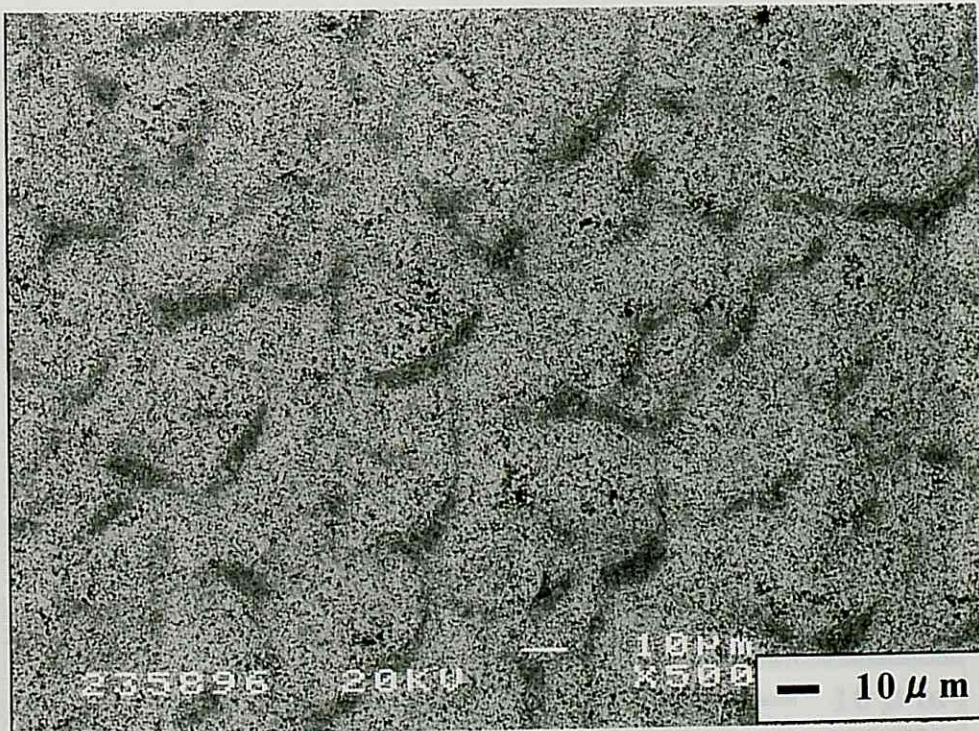


(b) Condition ②

Fig.6-3 Photographs obtained by metallurgical microscope

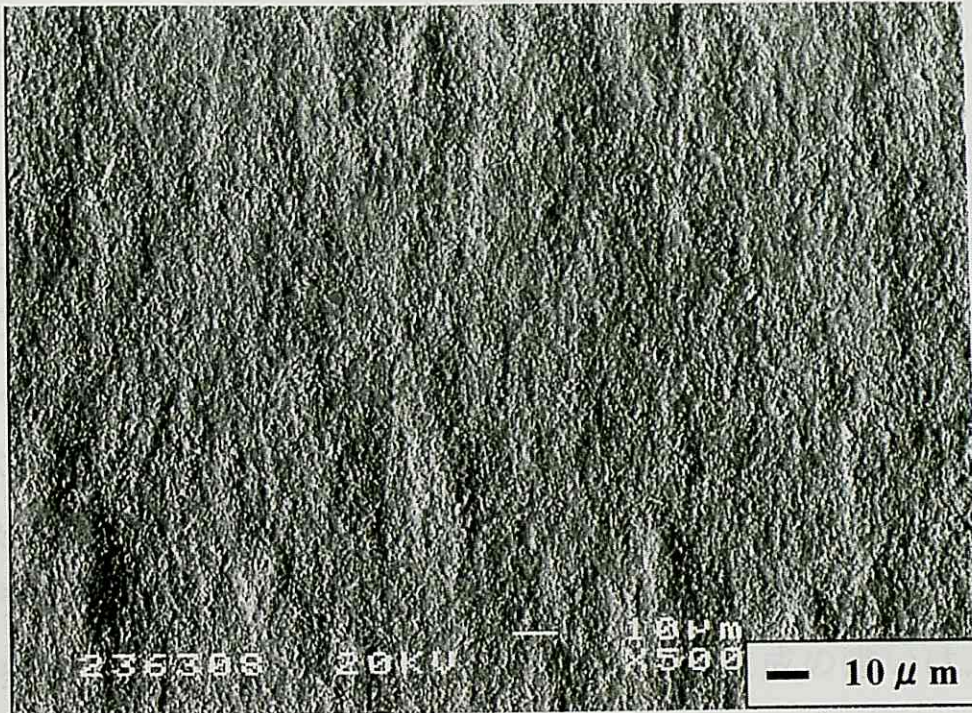


(a) TOPO image

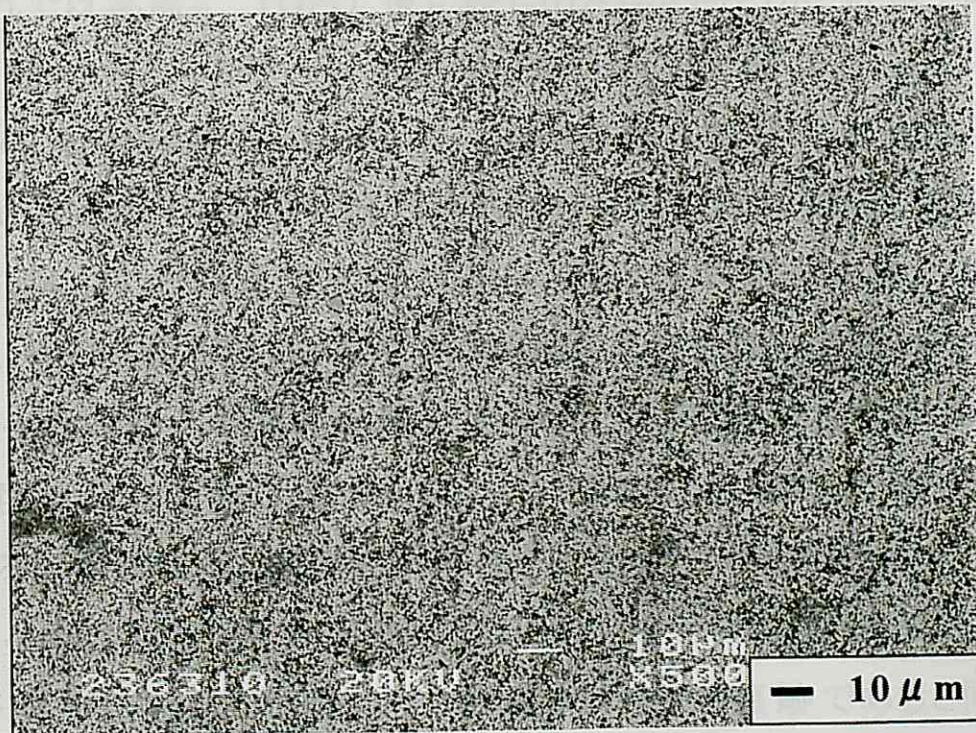


(b) COMPO image

Fig.6-4 TOPO image and COMPO image of condition ①



(a) TOPO image



(b) COMPO image

Fig.6-5 TOPO image and COMPO image of condition ②

6.1.4 放電クレータの同定

6.1.3 項で述べたように条件①による研磨面では、COMPO 像から得られた組成の違いで濃淡の濃い部分が TOPO 像の凹凸の凸部と重なっていることがわかった。ところで、超硬合金をワイヤ放電加工した場合、凹凸のある放電クレータが形成される。超硬合金をワイヤ放電加工した場合、個々の放電クレータが積み重なり、網目状の面を形成する。1つの放電クレータに着目すると、クレータ中央部は溶融再凝固物で覆われており、網目に相当する外周部はクラックの発生により炭化タングステン WC 粒子群となっていることが多い。したがって、COMPO 像に見られた組成の違いは、放電クレータの痕跡を示しているものと推察される。

それでは実際に TOPO 像に映し出された凹凸が、放電クレータの痕跡であるのかどうかを検証していく。はじめに Fig.6-4(a)の TOPO 像の写真にランダムに一本の直線を引く。その直線と、凸部との交点に印をつけていき、それぞれの交点の間隔を測る。次に Fig.4-1(a)の放電加工面の SEM 写真でも同様に一本の直線を引く。その直線と放電クレータの境界線との交点に印をつけていき、それぞれの交点の間隔を測る。このサンプル数をそれぞれ 50 個として度数分布に表したのが Fig.6-6 である。放電加工面と条件①による研磨面では、その分布形はどちらもガウス分布に近く、さらにピーク位置も近く類似性があることがわかる。このことから、条件①の研磨面に見られた凹凸は、放電クレータの痕跡であると同定された。

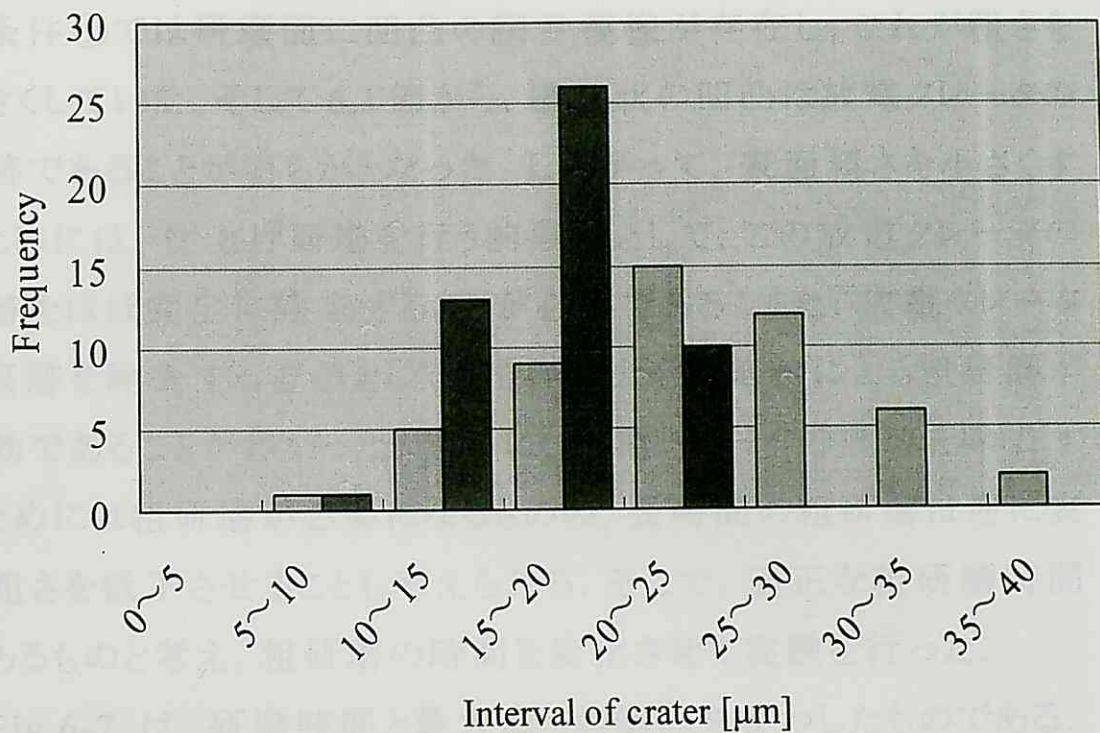


Fig.6-6 Frequency distribution on the size of mesh pattern in WEDMed surface and polished surface of condition ①

□ Condition ①
 ■ WEDMed surface

6.2 適正な粗研磨方法

条件①では研磨面に凹凸の網目模様が存在し、これが粗さを大きくしていた。そして6.1節から、網目状の凹凸は放電クレータの痕跡であることが明らかとなった。したがって、表面粗さを小さくするためには、仕上げ研磨を行う前段階として、この放電クレータの痕跡をほぼ完全に除去することが必要である。また、放電クレータの痕跡を除去する方法として、粒径の大きい砥粒による粗研磨が有効であることがわかった。確かに、放電クレータの痕跡を除去するためには粗研磨が必要になるものの、長時間の粗研磨は逆に表面粗さを低下させることも考えられる。そこで、適正な粗研磨時間があるものと考え、粗研磨の時間を変化させて実験を行った。

Fig.6-7 は、研磨時間と最大高さの関係を表わしたものである。横軸に研磨時間、縦軸に最大高さを示している。研磨条件として砥粒には GC#280 を用い、脱イオン水との混合割合を 13% に固定して、研磨時間のみを変化させて研磨が行われた。研磨時間を長くしていくにつれて、最大高さは徐々に低下していくことがわかる。研磨時間 40 分で最大高さ $Ry=1.2 \mu m$ と、表面粗さは最小となり、40 分を超える研磨時間では粗さは逆に増加し、 $Ry=1.4 \mu m$ でほぼ一定の値となった。

このことから、粗研磨を 40 分間行うことで、放電クレータの痕跡をほぼ完全に除去することができ、粗研磨の段階でも、最大高さをかなり小さくすることができた。また、研磨時間を長くし過ぎると、逆に、最大高さが大きくなるということもわかった。

そこで、粗研磨を 40 分間行った後、仕上げ研磨を行うことで、

微細穴内面を準鏡面状態に仕上げることができると考え、次に仕上げ研磨の確立を目指した。

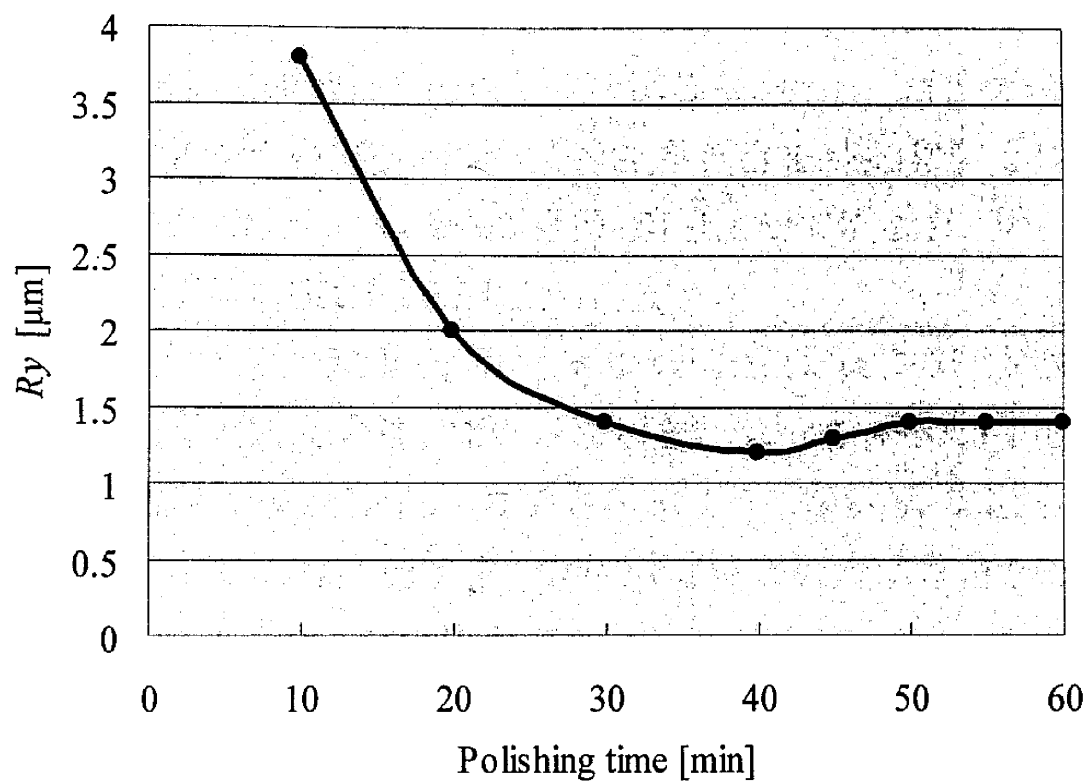


Fig.6-7 Relationship between R_y and polishing time

6.3 粗研磨による粗さの再現性

6.2 節から粗研磨を 40 分間行うことで放電クレータの痕跡はほぼ完全に除去されることがわかった。そこで、粗研磨を 40 分間行った後、仕上げ研磨を導入し、その時間を変化させることで、 $Ry=1.0\ \mu\text{m}$ 未満の研磨面を達成しようと試みた。仕上げ研磨では、砥粒に GC#800 を用い、脱イオン水との混合割合を 13% に固定し、研磨時間を 20, 30, 40 および 60 分間と変化させて研磨を行い、それぞれの研磨面の粗さを測定した。

粗研磨を 40 分間行うことで、最大高さは $Ry=1.2\ \mu\text{m}$ まで低下させることができおり、その後、仕上げ研磨を行うことで $Ry=1.0\ \mu\text{m}$ 未満の研磨面が得られるものと推察される。しかしながら、実験を行った結果、最大高さはいずれも、 $Ry=2.0\ \mu\text{m}$ よりも大きな値となってしまう。それでは、なぜ最大高さの低下が見られなかったのかを調べるため、それぞれの研磨面を金属顕微鏡により観察した。Fig.6-8 は、仕上げ研磨を 20 分間行った試料の研磨面を示す。これは、スラリーの流出口付近の研磨面を撮影したもので、粗研磨の段階で除去されているはずの放電クレータの痕跡が除去されずにそのまま残っていることがわかる。仕上げ研磨を 40 分間行った試料の研磨面では、このような放電クレータの痕跡は見られなかったが、30, 60 分間仕上げ研磨を行った試料の研磨面には、スラリーの流出口付近で放電クレータの痕跡が除去されていなかった。このことから、粗研磨を 40 分間行うことで放電クレータの痕跡を除去し、最大高さを $Ry=1.2\ \mu\text{m}$ まで低下させるということの、再現性がないものと考えられる。

ワイヤ放電加工された超合金微細穴内面の表面粗さを $Ry=1.0\ \mu\text{m}$ 未満に仕上げるために、粗研磨と仕上げ研磨を組み合わせた複合研磨を実施した。この手法では仕上げ研磨を導入する前の研磨面の状態を把握することはできない。たとえ放電クレータの痕跡が十分に除去されていなくとも、仕上げ研磨を行わなければならない。そのため、確実に放電クレータの痕跡を除去する粗研磨条件を探す必要がある。そこで、放電クレータの痕跡を完全に除去するために、研磨時間を長くするだけでなく、GC 砥粒 #280 よりも粒径の大きい GC 砥粒 #240 を用いての粗研磨を試みた。

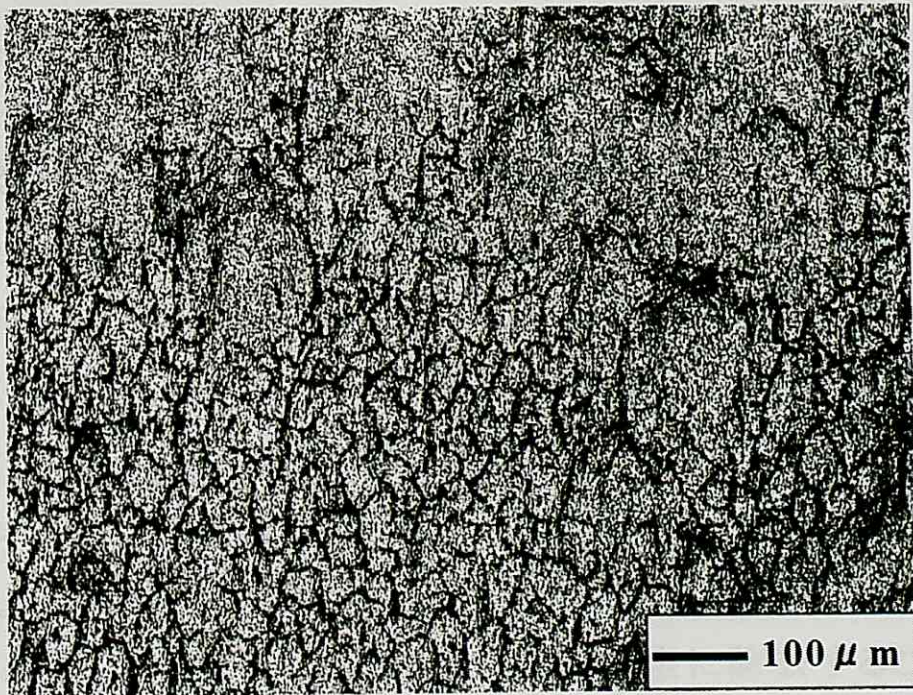


Fig.6-8 Photograph obtained by metallurgical microscope

6.4 GC 砥粒#240 による粗研磨

6.3 節で述べたように、放電クレータの痕跡をほぼ完全に除去するために、GC 砥粒#240 を用い、60 分間研磨を行った。Fig.6-9 に示す TOPO 像からわかるように、放電クレータの痕跡はほぼ完全に除去され、Fig.6-5(a)に示した TOPO 像と比較しても、非常に平坦な面に仕上げられていることがわかる。次に、Fig.6-10 はその表面粗さの波形を示す。最大高さは $Ry=1.5 \mu m$ と粗さの改善がみられなかった。なぜ放電クレータの痕跡がほぼ完全に除去されているのに、粗さの低下が見られなかったのか、その原因を次のように考察した。

Fig.6-10 の粗さ波形の中央部に大きく凹んでいる部分がある。これは、今までの試料では見られなかったものであり、注目すべき点である。そこで、この凹部が研磨面においてどのような形態を示しているかを調べるために、SEM により研磨面の観察を行った。Fig.6-11 は研磨面の SEM 写真を示す。Fig.6-11(a)の SEM 写真では、Fig.6-1(b)には見られなかった白い影のようなものが研磨面全体に広がって多数存在していることがわかる。この 1 つを拡大し、それを Fig.6-11(b)に示す。この写真からこの白い影は、炭化タングステン WC 粒子の脱落した部分であることがわかる。

このように GC#240 という粒径の大きな砥粒を用いて複合研磨を行った場合、放電クレータの痕跡をほぼ完全に除去することが可能であるが、逆に研磨能力が大きく、炭化タングステン WC 粒子を脱落させる悪い影響も作用しているものと考えている。この炭化タングステン WC 粒子の脱落が、表面粗さに悪い影響を及ぼしてい

ると考えられる. したがって, 炭化タングステン WC 粒子が脱落しない研磨条件を採用すれば, 表面粗さは改善されるものと期待される.

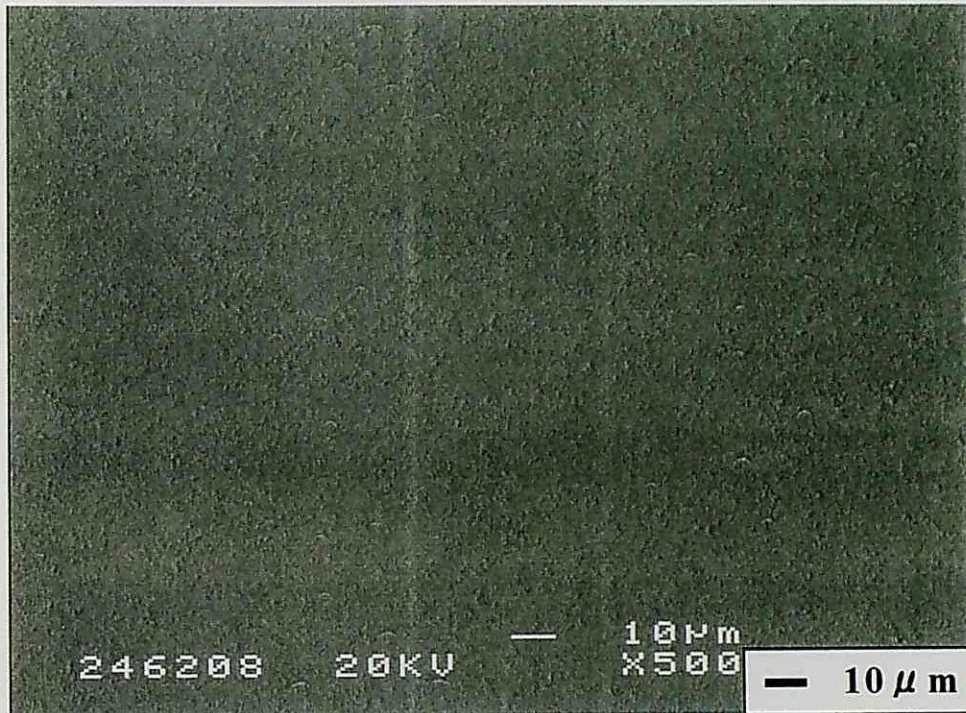


Fig.6-9 TOPO image of surface

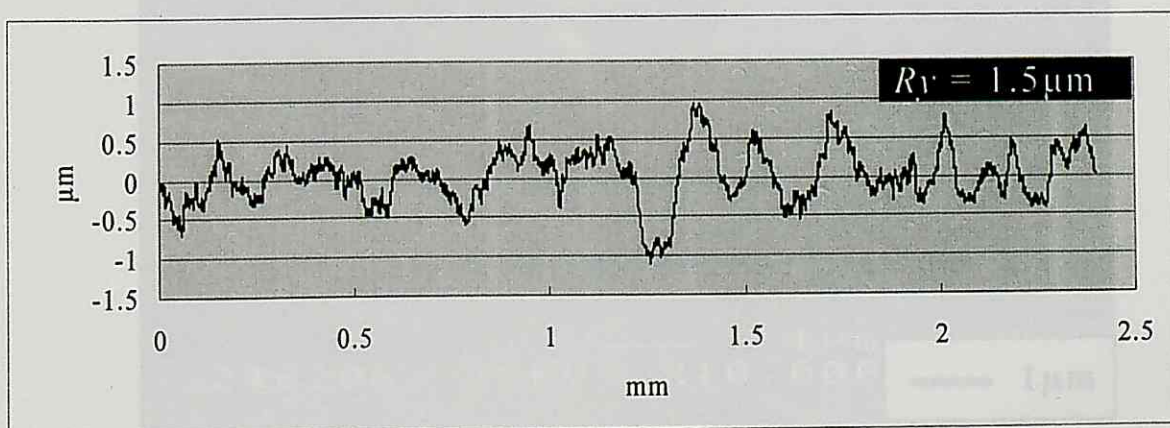
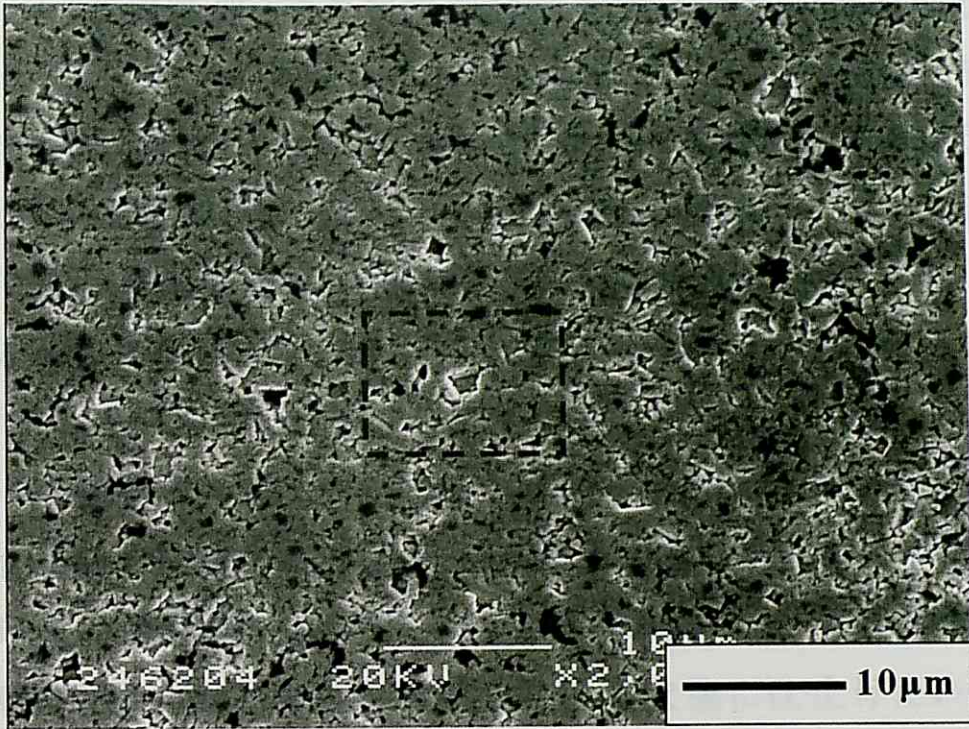
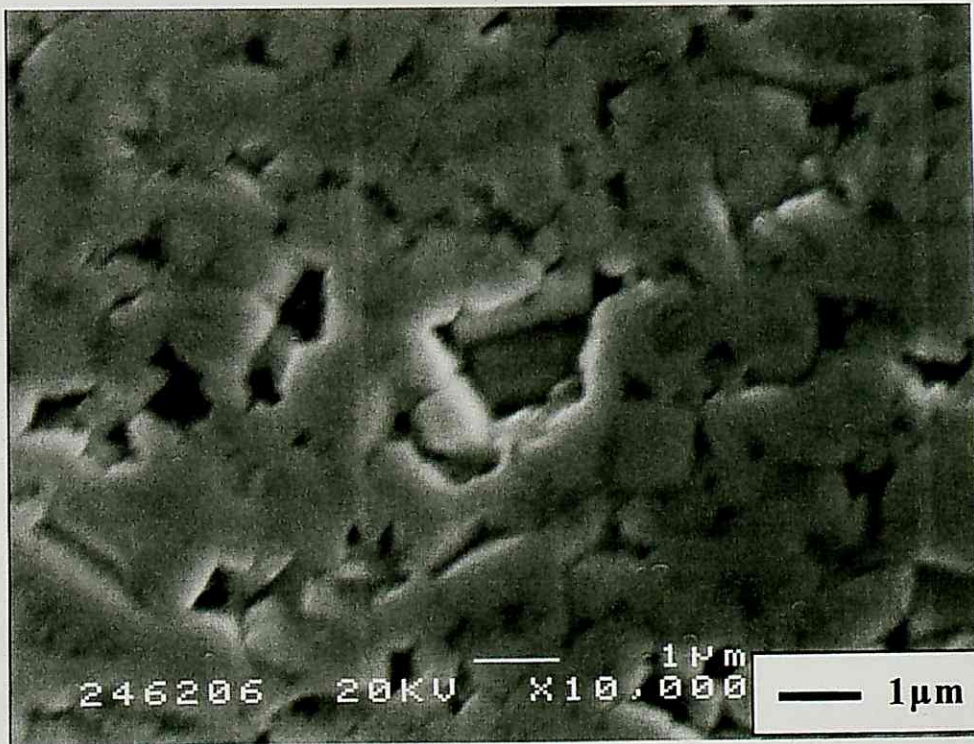


Fig.6-10 Surface roughness wave



(a)



(b)

Fig.6-11 SEM photographs of surface

以上、ワイヤ放電加工された超硬合金微細穴内面を準鏡面状態に仕上げるため、流動砥粒による研磨を行った。その結果、放電クレータの痕跡はほぼ完全に除去することが準鏡面状態に仕上げるための必須条件であり、#280 程度の砥粒を流すことが有効であることがわかった。実験で得られた最良の表面粗さは $Ry=1.2 \mu m$ であった。しかしながら、その後、#800 の砥粒を用いて仕上げ研磨を行っても、粗さは低減するわけではなく、逆に劣化してしまった。実験では砥粒に GC や WA を用いたり、また、研磨時間も色々変化させて試行錯誤的に研磨を行ってみたが、 $Ry=1.0 \mu m$ 未満の研磨面を得ることは残念ながらできなかった。今後、系統的な研磨実験を行い、微細穴内面を準鏡面状態に仕上げたい。

7. 結 言

ワイヤ放電加工された超硬合金微細穴の内面を，準鏡面状態に仕上げるために，すでに開発した流動砥粒研磨装置を改良し，様々な条件で複合研磨した後，微細穴内面の観察や表面粗さの測定を行い，以下の結論を得た．

- (1) 双方向流動砥粒研磨装置では，#280 までの砥粒の使用が限界であったのに対し，ダイヤフラム式研磨装置では，ダイヤフラムポンプを用いることによって，より粒径の小さい砥粒を用いての研磨が可能になった．また，一方向に流動砥粒を流すため，両端面に発生するダレを片面のみに抑えることができた．
- (2) 放電クレータの痕跡を除去するには，粗研磨の時間を長くすることが有効であることがわかった．そこで，研磨時間を変化させた結果，40 分間で放電クレータの痕跡がほぼ完全に除去され，最大高さは $Ry=1.2\mu\text{m}$ まで改善することができた．
- (3) 微細穴内面を準鏡面状態に仕上げるため，粒径の大きい砥粒(GC#280)による粗研磨と粒径の小さい砥粒(GC#800)による仕上げ研磨の 2 段階での研磨を試みた．しかしながら，表面粗さは， $Ry=2.0\mu\text{m}$ となり，準鏡面状態を得ることはできなかった．これは放電クレータの痕跡をほぼ完全に除去できなかったことが一つの要因として挙げられる．

参考文献

- 1)田村武夫, 山谷研一:超硬合金微細穴の複合研磨に関する研究, 電気加工学会誌, Vo1.40, No.95, pp.177-183(2006).
- 2)岡本剛, 井上勝也:腐食と防食, 大日本図書, pp.30(1971).
- 3)田村武夫, 松本敏:みがき工程における超硬合金放電加工面の表面健全性に関する研究, 電気加工学会誌, Vo1.35, No.78, pp.12-19(2001).