

令和元年6月17日現在

機関番号：53401

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2016～2018

課題番号：16K06061

研究課題名(和文)超強加工と摩擦加工によるバルクナノメタル高機能表層とそのトライボロジー特性

研究課題名(英文)Tribological properties of ultra-fine grained materials produced by bulk severe plastic deformation and surface friction-induced deformation

研究代表者

加藤 寛敬 (Kato, Hirotaka)

福井工業高等専門学校・機械工学科・教授

研究者番号：30311020

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,700,000円

研究成果の概要(和文)：バルク材を対象とした超強加工であるHPT(高圧ねじり)加工と、材料表面を対象にした摩擦表層加工であるバニシング加工に着目し、超強加工条件と組織との関係を明らかにして、生成した超微細組織材料の摩擦摩耗特性を評価するとともに、耐摩耗性・耐凝着性に優れた高機能なバルクナノメタルと金属表層を開発することを目的とした。その結果、HPT加工した微細組織材料は、相手材によっては凝着力が高いため硬さ上昇にもかかわらず摩耗量が増加するという特異な摩耗現象を示すことを見出した。また、バニシング加工によるナノ組織表層は、摩耗量が1/5～1/6と極めて少なく耐摩耗性が飛躍的に向上することを明らかにした。

研究成果の学術的意義や社会的意義

極めて大きな塑性ひずみを金属材料に与える超強加工により作製が可能となったナノ/サブミクロン微細結晶粒材料は、合金元素を添加せずに高強度を示すという画期的材料であるために、環境問題の観点から次世代の構造材料候補として注目を集めている。一方、摩耗は疲労・腐食と並んで構造材料の性能・寿命を決定づける重要な要因と言われており、構造材料として使用する場合そのトライボロジー特性を明らかにすることは極めて重要である。したがって、本研究で得られたバルク超強加工と摩擦表層加工により作製した微細結晶粒材料の特異な摩擦摩耗特性に関する成果は、微細組織構造材料をトライボロジー分野に応用展開する上で大きな意義がある。

研究成果の概要(英文)：Ultra-fine grained (UFG) and nanostructured metallic materials produced by severe plastic deformation (SPD) have attracted growing interest owing to their superior mechanical properties without alloying. In this study, we focused on high-pressure torsion (HPT) as a bulk SPD and burnishing as a surface SPD, and the tribological properties of UFG carbon steels produced by HPT and burnishing process were investigated in detail. It was found that the wear rate of HPT increased with increasing the hardness, which was an abnormal wear behavior. The high wear rate of HPT steels were due to the high coefficient of friction as a result of the high adhesion force, which was caused by the high density of the grain boundaries in the UFG materials. Nanostructure in the 30 - 50 nm grain size range was formed in the burnished sub-surface layer, and the hardness significantly increased due to the grain refinement. Moreover the burnishing process reduced the specific wear rates by a factor of six.

研究分野：微細組織金属材料のトライボロジー

キーワード：トライボロジー 超強加工 高圧ねじり加工 バニシング 微細結晶粒材料 バルクナノメタル 耐摩耗性 凝着性

様式 C-19、F-19-1、Z-19、CK-19（共通）

1. 研究開始当初の背景

近年、HPT (High Pressure Torsion, 高圧ねじり) で代表されるように、対数相当ひずみ 5 以上の極めて大きな塑性ひずみを金属材料に与える超強加工または巨大ひずみ加工 (Severe Plastic Deformation: SPD) を用いることにより、結晶粒径が $1\mu\text{m}$ 未満の微細粒組織を持ち高密度の格子欠陥が導入されたバルク状のナノ/サブミクロン微細結晶粒材料 (以下、バルクナノメタルと呼ぶ) を作製できるようになっている。このバルクナノメタルは、合金元素を添加せずに従来の粗大粒材 (結晶粒径が数 μm 以上) と比較して高強度を示すという新しい発想に基づいた画期的材料であるために、希少資源・リサイクルの観点から次世代の構造材料候補として注目を集めている。

一方、摩耗は疲労・腐食と並んで構造材料の性能・寿命を決定づける重要な要因と言われており、バルクナノメタルを構造材料として使用する場合、そのトライボロジー特性を明らかにすることは極めて重要である。このような背景を受け、超強加工により作製したバルクナノメタルの摩擦摩耗特性の研究が盛んに実施されている。しかしながら、バルク超強加工では、導入ひずみ量を多くすると結晶粒微細化は飽和してしまうことが知られており、バルク超強加工により耐摩耗性が必ずしも向上しない場合があることも報告されている。すなわち、超強加工バルクナノメタルでは耐摩耗性の改善に限界があり、さらなるバルクナノメタルの摩耗特性向上が急務の課題である。

ところで、摩擦の影響を受けた金属表面も組織が微細化されることは良く知られており、高面圧摺動部や切削加工、摩擦摩耗の表面においてナノ組織の形成が報告されている。摩擦面近傍では大きな摩擦ひずみが与えられるので、このような摩擦表面における摩擦加工も SPD の一種であると言える。そこで、本研究では、バルク超強加工と摩擦加工に着目し、耐摩耗性・耐凝着性に優れた高機能なバルクナノメタル金属表層を開発することを目指す。このような手法で超々微細組織をもつ摩擦表層を生成させるといった独創的な研究は国内外で皆無である。

2. 研究の目的

本研究の目的は、超強加工条件と組織との関係を明らかにして、生成した超微細組織材料の摩擦摩耗特性を評価すること、耐摩耗性・耐凝着性に優れた高機能なバルクナノメタルと金属表層を開発して、トライボロジー分野への応用の可能性を探ることにある。具体的には、バルク材を対象とした SPD の一つである HPT (High Pressure Torsion: 高圧ねじり) 加工と、材料表面を対象とした SPD である摩擦表層加工 (バニシング加工) に着目し、以下の点を明らかにする。

- (1) HPT 加工における加工条件がバルクナノメタルの組織や硬さに及ぼす影響を明らかにし、微細結晶粒材料の凝着力や摩擦摩耗特性を評価し、熱処理により強化した金属材料のトライボロジー特性と比較する。
- (2) 摩擦表層加工における加工条件が摩擦表層の金属学的性質と力学的特性 (硬さ) に及ぼす影響を解明して、超々微細組織を持つ摩擦表層の摩擦摩耗特性を調査し、耐摩耗性に優れた表層を開発する。

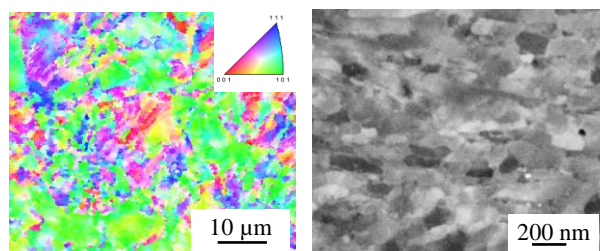
3. 研究の方法

(1) HPT 加工方法と摩擦摩耗試験・凝着力試験方法

HPT 加工では、 $\phi 10\text{ mm} \times t 0.85\text{ mm}$ の炭素鋼 S45C 焼ならし材 (結晶粒径 $15\mu\text{m}$ 程度) を、中央に凹の窪みが付いた上下のアンプルで挟み込み、大きな圧力をかけながら両アンプルを相対的に回転させ、これにより試験片内にせん断ひずみを導入した。HPT 加工回転回数 (N) は $N=0$ (圧縮のみ)、 $1/8$ 、 $1/4$ 、 $1/2$ 、 1 、 2 、 3 の 7 水準とし、圧縮応力 5 GPa 、回転速度 0.2 rpm 、室温の条件で HPT 加工を行った。Fig. 1(a) に $N=1/8$ 試験片の EBSD (Electron Back Scatter Diffraction; 電子線後方散乱回折) による結晶方位分布、(b) に $N=3$ 試験片の SEM 反射電子像を示す。N が増すと結晶粒が細くなり、これらの HPT 加工により粒径が $0.2\sim 1.0\mu\text{m}$ の微細結晶粒材料 (HV 229~588) を得た。なお比較の目的で、S45C 焼ならし材 (記号 N, HV 195)、および焼戻し温度を変化させた焼入れ焼戻し材 (記号 QT, HV 286~640) も準備した。

摩耗試験は、回転するディスクにボールを押し付けてすべり摩擦させるボールオンディスク摩耗試験を行った。ディスク試験片に S45C の HPT 加工材を用い、摩耗試験条件として、摩擦速度は 1.57 mm/s (ディスク回転速度 6 rpm)、相手材ボール ($\phi 6\text{ mm}$) は超硬合金 (WC-Co, HV1745) または軸受鋼 SUJ2 (HV798)、雰囲気はアルゴンガス (99.999%) 中の無潤滑、摺動直径は 5 mm 、荷重は 40 N 、試験時間は 10 分とした。

凝着力 (引き離し力) の測定は、Fig. 2 に示すように平行板ばね (ばね定数 4.476 N/mm) の上下動により試験片の負



(a) EBSD map for $N=1/8$

(b) BSE image for $N=3$

Fig.1 SEM microstructure of HPT processed carbon steel

荷・除荷ができる機構をボールオンディスク摩擦試験機に組み込み、摩擦後の引き離し時の板ばねのたわみを静電容量式変位センサで計測することで行った。ボールには鏡面仕上げした SUJ2 ($\phi 6$ mm)、ディスクにはバフ研磨仕上げした S45C の HPT 加工材または焼入れ焼戻し材を用いて、摩擦 (荷重 8 N、回転速度 6 rpm、摺動直径 5 mm、真空中 (10^{-4} Pa オーダー)、摩擦回転回数 60 回) させた後、ボールをディスクから変位速度 $1 \mu\text{m/s}$ で引き離した。この引き離し力測定は同じ試験片を用いて 10 回繰り返した。

(2) 摩擦表層加工方法

摩擦表層加工はバニシング加工により実施した。用いた試験片は、直径 60 mm、厚さ 5 mm の形状に旋盤加工した炭素鋼 S45C (焼ならし材) のディスクである。工具には、鏡面仕上げした超硬合金または Al_2O_3 のボール (直径 6 mm) を用いた。加工前にはディスク、ボールともにアセトンで超音波洗浄した。Fig. 3 に、本研究のバニシング加工方法の概略図を示す。旋盤の主軸に取り付けたディスク試験片を回転させ、その表面にボールをばね力で押しつけながら送りを与えて加工を行った。なお、ボールは回転していない。加工条件として、ディスクの回転速度は 80、300、800 rpm の 3 種類、ボールの押し付け荷重は 50、200、500 N の 3 種類とし、ボールの送りは 0.01 mm/rev 、加工面の直径範囲はディスクの $\phi 50 \text{ mm}$ から $\phi 40 \text{ mm}$ とした。加工回数は 1 パスとし、潤滑油なしの乾燥条件で室温大気中にて行った。

バニシング加工した後、触針式表面粗さ計を用いて加工面の表面粗さを測定し、加工面付近の断面組織を光学顕微鏡、SEM、TEM で観察するとともに試験荷重 0.098 N でビッカース硬さを測定した。バニシング加工面の耐摩耗性は、ボールオンディスク摩耗試験により評価した。バニシング加工したディスク試験片を用いて、相手材は直径 6 mm の SUJ2 ボールとし、摩擦速度は 0.1、0.5 m/s の 2 種類、負荷荷重は 49.1 N、摺動直径 45 mm、試験時間は 30 分の条件で無潤滑の室温大気中で摩耗試験を行った。

4. 研究成果

(1) HPT 加工材の摩擦摩耗特性

Fig. 4 に、相手材が超硬合金ボールの場合の各試験材料のビッカース硬さと比摩耗量の関係を示す。HPT 加工材は N が増えると結晶粒の微細化により硬さが上昇し、それに伴って摩耗量が減少し、耐摩耗性が無加工材と比較して N = 3 の HPT 加工材 (HV588) で約 24 倍と飛躍的に向上した。また、比摩耗量は硬さと相関関係にあり、硬さが上昇するに従って減少する傾向にあり、その摩耗量は QT (焼入れ焼戻し) 材と同等であった。Fig. 5 に、硬さの逆数に対して比摩耗量をプロットしたグラフを示すが、両者材料ともに直線関係が得られ、摩耗の式が成り立った。

Fig. 6 に、相手材が SUJ2 ボールの場合の各試験材料のビッカース硬さと比摩耗量の関係を示す。データにバラツキが非常に大きく明確な相関関係があるとは言えないが、HPT 加工材は硬

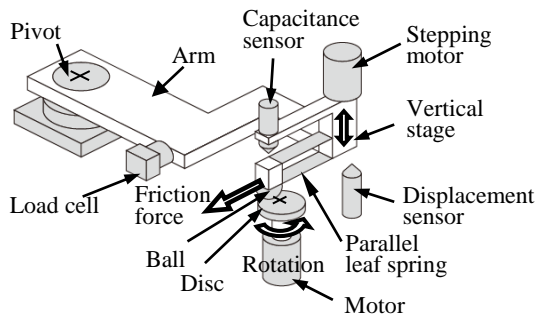


Fig.2 Schematic drawing of experimental apparatus for adhesion force measurement

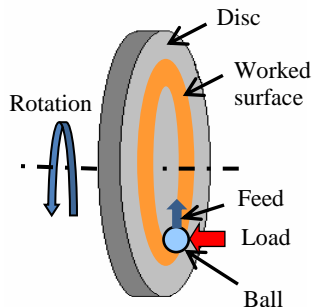


Fig.3 Schematic diagram of burnishing method

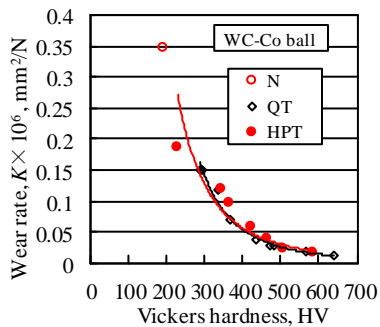


Fig.4 Effects of hardness on wear rate (WC-Co ball)

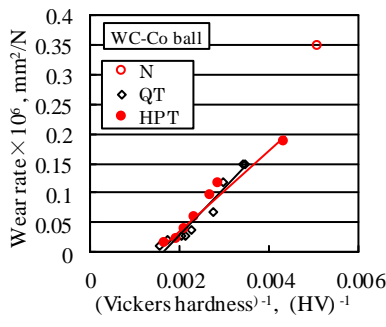


Fig.5 Relation between inverse of hardness and wear rate (WC-Co ball)

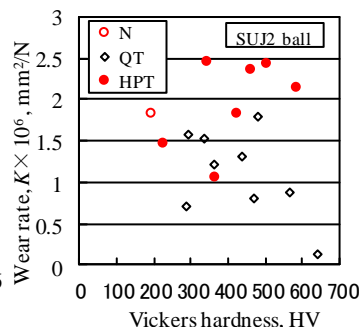


Fig.6 Effects of hardness on wear rate (SUJ2 ball)

さが上昇すると比摩耗量も増加する傾向にあり、特異な摩耗特性を示した。一方、QT 材は硬さが上昇すると比摩耗量は減少する傾向にあり、HPT 加工材と比べて耐摩耗性が優れるという結果となった。Fig. 7 に、SUJ2 ボールの場合の摩耗試験中の平均摩擦係数と比摩耗量の関係を示す。摩擦係数が高いほど比摩耗量が多くなる傾向がみられ、HPT 加工材は QT 材より摩擦係数が全体的に高く、その結果比摩耗量も多くなったと言える。

Fig. 8 に、QT 材 (300°C焼戻し、HV471) と HPT 加工材 (N = 1、HV464) の引き離し力 (凝着力) の測定を 10 回繰り返した結果を示す。それぞれの試験で引き離し力の値には非常に大きなバラツキがあったが、HPT 加工材の方が QT 材と比べて大きな引き離し力を示した。これは、HPT 加工材は結晶粒の微細化により粒界が多くなって不安定で活性な材料であるため、同種の相手材と接合しやすくなって凝着力が高くなったと考えられる。したがって、相手材が SUJ2 ボールの場合の HPT 加工材の摩耗試験結果において硬さが上昇したにもかかわらず摩耗量が増加したのは、HPT 加工材は結晶粒が微細化して凝着力が大きいため摩擦係数が高くなって摩耗が進行したためと結論づけられる。

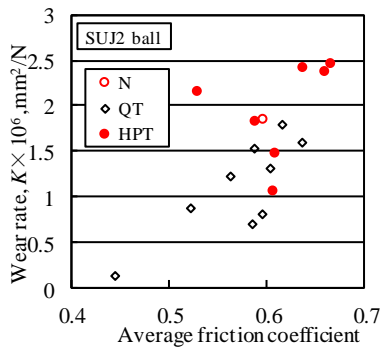


Fig. 7 Relation between friction coefficient and wear rate (SUJ2 ball)

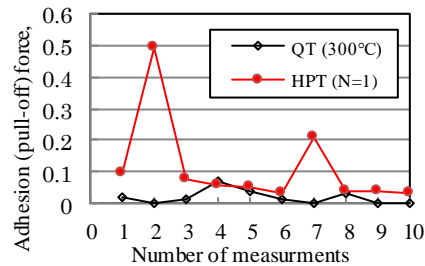


Fig. 8 Adhesion (pull-off) force measurement results (SUJ2 ball)

(2) 摩擦表面 (バニシング) 加工材の組織・硬さ・摩耗特性

Fig. 9 に、超硬ボールを用いて回転速度 800 rpm、荷重 500 N でバニシング加工した表面近傍の平行断面の光学顕微鏡写真とビッカース硬さ試験結果を示す。この図の矢印はバニシング加工による相対的な摩擦方向を示し、実際の加工ではディスク試験片がこの矢印と反対方向に回転している。バニシング加工すると、結晶粒が摩擦方向に曲げられた塑性流動組織と、光学顕微鏡では粒界が観察できないほど結晶粒が細くなった超微細組織が表面に生成した。これは、摩擦の影響により大きな歪速度を伴った SPD が表面に導入されたため、この SPD による結晶粒微細化により加工表面近傍の硬さが大幅に上昇した。Fig. 10 に、同じ試験片の TEM 像を示すが、サイズが 30~50 nm 程度まで微細化した等軸粒が観察された。

加工面のビッカース硬さに及ぼす摩擦条件の影響については、回転速度と荷重が大きくなる程硬くなる傾向にあり、最高で HV 700~800 の極めて硬い値が得られた。また、HV 500 以上の硬さを示す硬化深さについては、200 N よりも 500 N の高荷重の方が、800 rpm よりも 300 rpm の中速度の方が深い値が得られた。高速度の場合、摩擦熱による温度上昇の影響も要因として考えられる。一方、80 rpm (低速)、50 N (低荷重) のいずれの条件では、超硬合金、Al₂O₃ ボールともに HV 500 以上の硬さが得られなかった。

Fig. 11 に、バニシング加工面 (超硬ボール、800 rpm、500 N) のボールオンディスク摩耗試験結果を示す。比摩耗量は、計測したディスクの摩耗幅から摩耗体積を計算して求めた。バニシング加工面の摩耗量は、バニシング未加工材

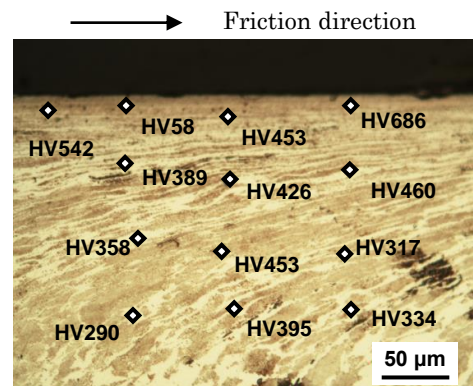


Fig. 9 Optical microstructure and Vickers hardness of burnished surface layer (WC-Co ball, 800 rpm, 500 N)

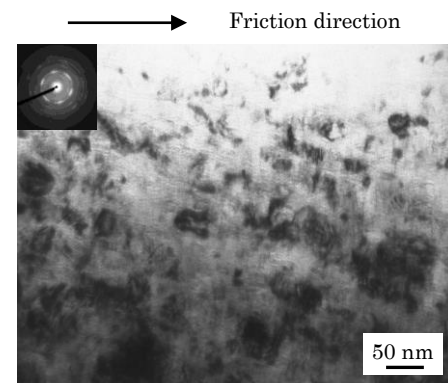


Fig. 10 TEM image of longitudinal section of burnished top-surface layer

(旋盤加工のまま)と比べて1/5~1/6と少なく、耐摩耗性が飛躍的に向上した。これは、表面性状の向上と結晶粒微細化による硬度上昇の効果と考えられるが、硬さ上昇の方が耐摩耗性向上への寄与度は大きいと思われる。一方、摩耗試験における摩擦係数は、バニシング加工の有無に関係なくいずれの場合でも0.5~0.6の程度の値であった。また、相手材であるSUJ2ボールの摩耗量についてもバニシング加工の有無に関係なくほとんど差はなかった。なお、このグラフで摩擦速度が0.1 m/sの比摩耗量が0.5 m/sの場合より若干多いのは、摩耗試験時間を一定(30分)で行ったため、すべり距離の違いによる影響と考えられる。

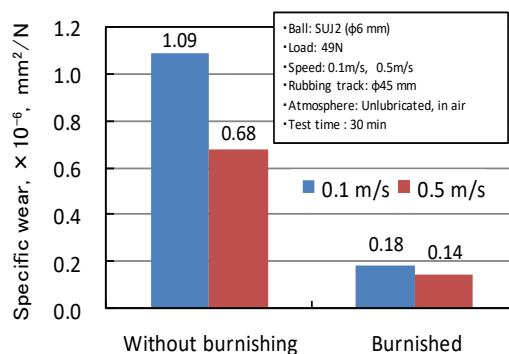


Fig.11 Wear test result of burnished surface (WC-Co ball, 800 rpm, 500 N)

5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計5件)

- ① H. Kato, K. Yamashita, E. Sentoku, Y. Todaka, Microstructure and tribological properties of sub-microcrystalline carbon steel produced by severe plastic deformation, Applied Mechanics and Materials, Vol. 876, pp.3-8 (2018). [査読有]
- ② H. Kato, K. Yasunaga, Ultra-fine and nano-crystalline structure induced by sliding friction of carbon steel, Defect and Diffusion Forum, Vol. 382, pp.63-67 (2018). [査読有]
- ③ H. Kato, H. Ueki, K. Yamamoto, K. Yasunaga, Wear resistance improvement by nanostructured surface layer produced by burnishing, Materials Science Forum, Vol. 917, pp.231-235 (2018). [査読有]
- ④ H. Kato, Y. Todaka, Microstructure and wear properties of high-pressure torsion processed iron, Materials Science Forum, Vol. 890, pp.371-374 (2017). [査読有]
- ⑤ 加藤寛敬、摩擦を利用した高機能表層のトライボメタラジーとその応用、機械の研究、第68巻、第6号、pp.477-484 (2016). [査読有]

[学会発表] (計6件)

- ① 加藤寛敬、山下航平、戸高義一、超強加工した微細結晶粒材料の摩耗特性、トライボロジー会議2018春東京予稿集、pp.456-457 (2018).
- ② 山本啓太郎、加藤寛敬、安永和史、バニシング加工による炭素鋼のナノ組織、日本金属学会北陸信越支部平成29年度連合講演会、p.13 (2017).
- ③ 山下航平、加藤寛敬、戸高義一、HPT(高圧ねじり)加工した炭素鋼のトライボロジー特性、日本金属学会北陸信越支部平成29年度連合講演会、p.85 (2017).
- ④ 上木裕友、山本啓太郎、加藤寛敬、安永和史、バニシング加工による耐摩耗性向上、トライボロジー会議2017春東京予稿集、pp.161-162 (2017).
- ⑤ H. Kato, Y. Todaka, Microstructure and wear properties of high-pressure torsion processed iron, 5th Int. Conf. on Material Science and Engineering Technology, Tokyo, pp.71-72 (2016).
- ⑥ 加藤寛敬、摩擦摩耗を利用した高機能表層のトライボメタラジー、日本鉄鋼協会北陸信越支部平成28年度湯川記念講演会、pp.1-8 (2016).