

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 29 年 4 月 17 日現在

機関番号：12501

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2014～2016

課題番号：26420075

研究課題名(和文) FFM - FCを連動した凝着力測定とトライボロジー基礎特性への適用

研究課題名(英文) Application to the fundamental characteristics of tribology by the measurements of adhesion force by means of FFM-FC system

研究代表者

三科 博司 (Mishina, Hiroshi)

千葉大学・大学院工学研究科・教授

研究者番号：50142641

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)：本研究は、トライボロジー現象の基礎となる摩擦金属表面間の凝着力を新たに考案した方法、すなわち摩擦面顕微鏡(FFM)とフォースカーブ(FC)測定を組み入れたFFM-FCシステムによって測定した。得られた凝着力の測定結果より、凝着力が原子間凝着エネルギーに依存すること、さらに凝着摩耗のもととも基礎となる摩耗素過程における「摩耗素子」の生成個数が凝着力に比例する関係を解明した。その結果によって、凝着摩耗の摩耗式に摩擦面間凝着力を組み込んだ新たな式を提案した。

研究成果の概要(英文)：In the present investigation, the adhesion force between actual sliding metal surfaces was determined by using both friction force microscopy and force-distance curves (FFM-FDC method). Measurement was performed for 50 repetitions of the sliding-adhesion cycle, which consisted of applying sliding friction in FFM mode followed by measurement of adhesion force based on the pull-off force in FDC. The measurement experiments were conducted using nine probe cantilevers made of nine different metals and their corresponding metal blocks. Nanoscale observation and analysis of the sliding surfaces by SEM and AFM revealed the number of wear elements and their generation mechanism. The effects of adhesion force on the mechanism of adhesive wear and the adhesive wear equation are discussed.

研究分野：トライボロジー

キーワード：トライボロジー 凝着力 走査型プローブ顕微鏡 凝着摩耗 摩耗素過程

1. 研究開始当初の背景

凝着摩擦などトライボロジー現象において摩擦する表面間の凝着力は基本的物理量である。しかしながら、摩擦によって摩擦面には塑性変形が起こり、それを考慮した表面間の凝着力は研究されていない。摩擦面凝着力の測定には、摩擦を行った表面同士の凝着力を測定しなければならない。また、凝着力のトライボロジー基礎現象への作用も明らかにされていない状況である。凝着摩擦の素過程における「摩耗素子」の生成と表面間の物理的作用の関係も明らかではない。このような背景のもと、実際に摩擦している摩擦面間凝着力の測定システムが必要であった。

2. 研究の目的

本研究は実際の摩擦面間の凝着力を測定するため、走査型プローブ顕微鏡 (SPM) の摩擦力顕微鏡 (FFM) の摩擦機構とフォースカーブ (FC) による凝着力測定を組み合わせた方法 (FFM - FCシステム) を考案し、FFM によって摩擦した金属表面間の凝着力を測定することによって、摩擦・摩耗のトライボロジー基礎特性に及ぼす凝着力の作用を解明したものである。さらに、 piezoelectric アクチュエータを用いた微小摩擦摩耗試験機によって摩擦した表面の摩耗素子を観察・分析し、摩擦面の凝着力と摩耗素子生成の関係を明らかにすることを第一の目的とした。また、凝着摩擦の基礎となる摩耗素子の生成メカニズム (すなわち、摩耗素過程) を解明するため、摩擦表面と摩擦表面下を走査型顕微鏡 (SEM) と原子間力顕微鏡 (AFM) によって観察した。以上の実験によって得られた結果から、トライボロジー現象の基本となる摩擦面凝着力の物理的作用を測定し解明するとともに、凝着力に強く関係する凝着摩擦の摩耗式を提案することを第二の目的とした。

3. 研究の方法

本研究では、金属表面の凝着力測定のために SPM 用チップレスカンチレバーに約 30 ミクロンの金属粒子プローブをつけたカンチレバーを独自に作製した。このカンチレバーの作製によって、金属粒子と金属平面間の凝着力測定を可能にした。金属材料には、金、銀、鉄、銅、亜鉛、ニッケル、チタン、モリブデン、コバルトの 9 種類の粒子と同種の金属平面を用いた。凝着力は図 1 に示すように摩擦力顕微鏡システムによって金属同士を摩擦し、そのままの状態でもフォースカーブ測定を 50 回繰り返し行って求めた (FFM - FC システム)。凝着摩擦の摩耗素子は、piezoelectric アクチュエータを用いたピン・オン・フラット型微小摩擦摩耗試験機によって摩擦した面を、原子間力顕微鏡を用いて観察・分析してその性状と生成個数を測定した。さらに、

本研究では摩耗素子の生成機構の解明のために摩擦面および摩擦表面直下を SEM と AFM によって観察し、摩擦によって生じる塑性変形におけるクロスしたすべり系 (すべり線もしくはすべり帯) の発生から摩耗素子生成過程を調べた。

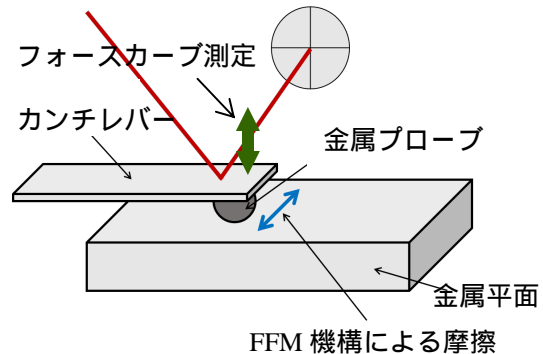


図 1 FFM - FC 測定システム

4. 研究成果

最初に FFM による摩擦を伴わない面の凝着力と FFM - FC システムを用いた時の凝着力を比較し、本実験法の妥当性を示した。金属表面は 40 回程度の FFM 機構による摩擦によって表面膜が破壊・除去され金属表面同士の凝着力測定が可能であることを明確にした。図 2 は Ti - プローブ/T - ブロック平面、Fe/Fe、Zn/Zn の組み合わせについて FFM - FC 測定を 50 回繰り返したときの凝着力の変化である。FFM による摩擦の繰り返しもなると測定される凝着力が増大し、約 40 回程度の繰り返しの後はほぼ一定値になることがわかる。FFM による表面の摩擦によって表面の吸着膜などが壊れ、金属表面間の凝着力が得られることを示している。本研究では、固体表面間の凝着力を最後の 5 回 (つまり 46 ~ 50 回) の凝着力の平均値とした。図 2 より求めた Ti、Fe、Zn の凝着力は、それぞれ 670nN、656nN、500nN である。そして FFM - FC システムによる 9 種類の金属摩擦面の凝着力の測定結果と C. Kittel が求めた金属原子結合の凝集エネルギーの計算値の関係を示したのが図 3 である。摩擦する金属表面間の凝着力と原子間結合力との相関性を確かめることができる。また、金属粒子の粒径を 5 ミクロンから 40 ミクロンの範囲で変化させ、凝着力におよぼす粒子半径の影響を調べた。その結果、摩擦面では塑性変形が起こり塑性変形した表面の凝着力であるため、JKR - DMT 理論で考えられている弾性変形のみを考慮した凝着力のような粒径依存性がないことを示した。さらに、真空中と空気中の凝着力測定から、相対湿度 25 - 30%RH の条件下の本実験では水のメニスカス効果による凝着力への影響もないことを見出した。

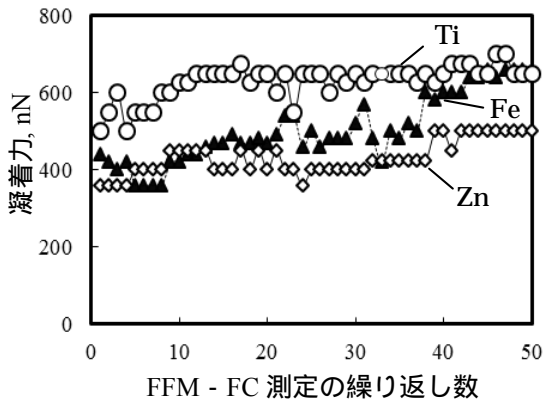


図2 FFM-FC測定によるTi, Fe, Znの凝着力

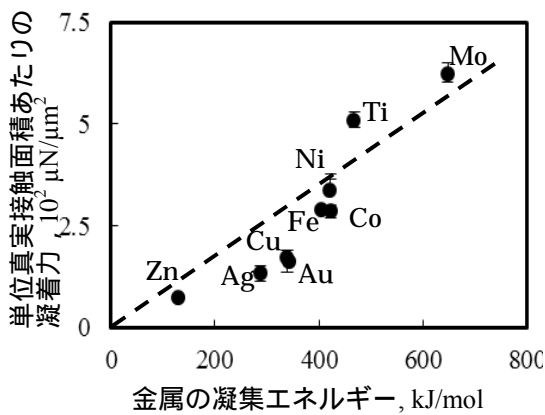


図3 単位真実面積あたりの凝着力と C. Kittel による凝集エネルギーの関係

次に微小摩擦摩耗試験機によって摩擦した表面をAFMで観察し、真実接触部から発生する数nm~数十nmのサイズの摩耗素子の単位面積あたりの個数を求めた。図4はNiピンで一回のみ摩擦したNi平面に観察された摩耗素子(wear elements)である(図中の白い三角で示す粒子)。摩擦面には摩耗素子のほか、摩耗素子が集合堆積した100nm以上の大きさの多くの移着粒子が摩擦方向に並ぶように観察される。得られたAFM像から画像処理して数nm~数十nmの粒子を計測し摩耗素子の単位面積あたりの個数を

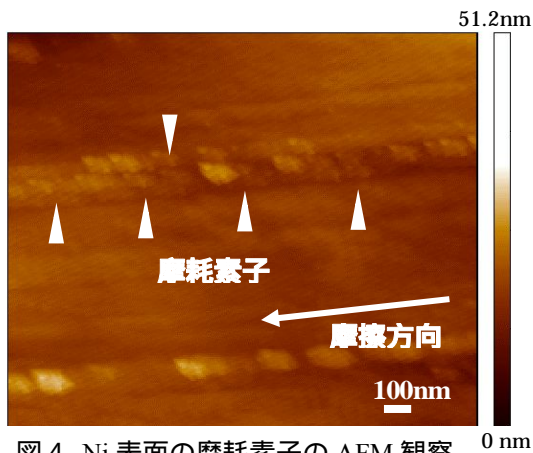


図4 Ni表面の摩耗素子のAFM観察

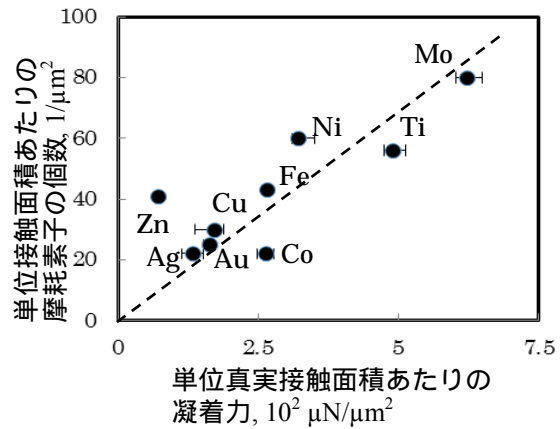


図5 単位面積あたりの摩耗素子の個数と単位真実接触面積あたりの凝着力の関係

求めた。図5はFFM-FC測定で得られた凝着力と微小摩擦摩耗試験によって得られた単位面積あたりの摩耗素子の個数の関係である。単位面積あたりに発生する摩耗素子の個数が、単位真実面積あたりの凝着力に直線的な関係であることをみることができる。

摩耗素子の生成過程については、すでに摩耗素子過程として報告している。すなわち、図6に示すように摩擦による真実接触部で塑性変形にともなうすべり系(すべり線もしくはすべり帯)が交差する表面部から摩耗素子が生成する。摩耗素子のサイズは交差するすべり線の間隔で決まる。本研究においてFeの摩擦面とその内部をSEM観察した結果を図7に示す。写真上部が摩擦面であり、摩擦面には移着粒子が観察される。摩擦面下には図6に顕微鏡観察されたすべり系が微細なレベルで発生していることがわかる。さらにAFMによる観察によると、すべり線の最小間隔は15nm~45nmであり、その大きさが摩耗素子のサイズと同等であることがわかった。このように、摩耗素子は摩擦によって摩擦面下に発生するすべり線が交差した部分から発生し、これが凝着摩耗の起源であることがわかる。本研究の実験結果から、こうして発生する摩耗素子の個数は摩擦面間の

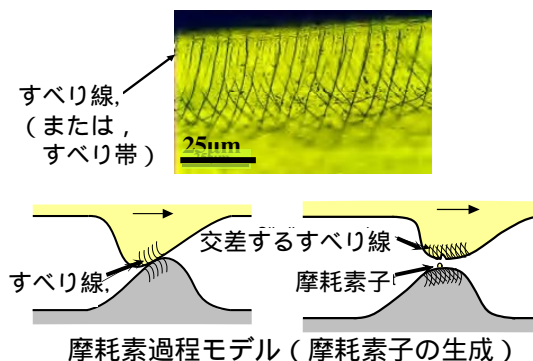


図6 Fe摩擦面直下に発生するすべり系の顕微鏡観察写真と摩耗素子の生成機構(摩耗素子過程)のモデル

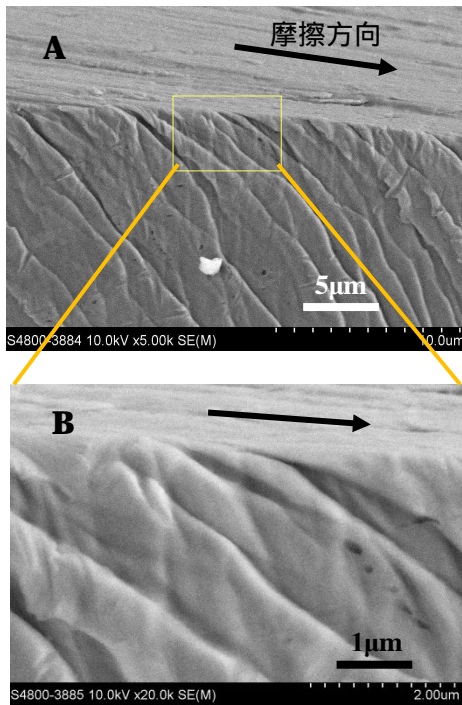


図7 摩擦した Fe の摩擦面と摩擦面直下のすべり系の SEM 観察；B は A の矩形部の拡大写真

凝着力に依存し、凝着力の大きい表面間では多くの摩耗素子が生成され、その集合堆積した移着粒子および摩耗粒子は増加し、結果的に摩耗量の増大になる。このように、凝着摩耗の摩耗量は摩擦面間の凝着力に比例して増大することが本研究によって得られた。

本研究で得られた実験結果によって、以前に報告した凝着摩耗の摩耗式に物理的作用として凝着力を導入し、新たに以下の摩耗式を導出した。すなわち、

$$V = \frac{1}{3} \left(\frac{k \cdot F_{ad}}{\lambda} \right) \left(\frac{b}{a} \right)^3 \left(\frac{P \cdot \ell}{p_m} \right)$$

である。ここで、 V は摩耗体積、 a および b はジャンクションおよび摩耗素子の平均半径であり、 P は荷重、 ℓ は摩擦距離、 p_m は軟らかい方の材料の降伏応力、 λ は化学吸着活性に依存する係数で摩耗形態を決めるパラメータである。そして、上述したようにジャンクション 1 個から生成する摩耗素子の個数（つまり、摩擦距離 $2a$ の間に生成する素子の数）が塑性変形した真実接触部の摩擦面凝着力に依存することから、 k を係数として単位真実面積あたりの凝着力を F_{ad} とした。この式は、摩耗量が摩耗の素となる「摩耗素子」の生成を物理的因子の凝着力が決め、その後の摩耗粉生成過程（移着成長・脱落過程）が雰囲気物質の化学吸着などの化学的因子 λ によって摩耗形態の違いとして決定されることを意味している。また、この式から以前より摩耗式として知られている Holm の式における摩耗係数 Z は、Holm が述べたような

粒子が真実接触部から取れる確率ではなく、 $Z = (1/3) \cdot (k \cdot F_{ad} / \lambda) \cdot (b/a)^3$ 、という物理化学的性質に依存する物性値であることが得られた。

本研究の FFM - FC システムを用いた実験によって、金属摩擦面に関する凝着力についての基礎的実験データから多くの知見が得られ、その結果はトライボロジーとくに凝着摩耗についてもっとも基本的な現象の解明に至ることができた。その結果は、凝着摩耗の基本となる摩耗式に凝着力による影響を組み入れた新たな式として提案することができた。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 8 件)

1. A. Hase, H. Mishina: Study on Elementary Process of Adhesive Wear Using Scanning Probe Microscopy, Tribology Online, Vol.11, pp.114-120 (2016) 査読有
2. A. Hase, H. Mishina, M. Wada: Fundamental Study on Early Detection of Seizure in Journal Bearing by Using an Acoustic Emission Technique, Wear, Vol.346-347, pp.132-139 (2016) 査読有
3. H. Mishina, K. Chiba, A. Hase: Generation of Ammonia during Wear Process in Adhesive Wear, Tribology online, Vol.10, pp.201-206 (2015) 査読有
4. 三科博司: 固体表面の凝着現象とトライボロジー, 砥粒加工学会誌, 59巻, pp.574-577 (2015) 査読有
5. A. Hase, H. Mishina, T. Koga, M. Wada: Scanning Electron Microscope Observation Study for Identification of Wear of Wear Mechanism Using Acoustic Emission Technique, Tribology International, Vol.72, pp.41-57 (2014) 査読有
6. 長谷亜蘭, 三科博司: 摩耗現象の可視化技術, トライボロジスト, 59巻, pp.283-289 (2014)
7. A. Hase, T. Koga, M. Wada, H. Mishina: The Relationships between Acoustic Emission Signals and Cutting Phenomena in Turning Process, International Journal of Advanced Manufacturing Technology, Vol. 70, pp.947-955 (2014) 査読有
8. 古賀俊彦, 長谷亜蘭, 二宮敬一, 和田正毅, 三科博司: アコースティックエミッション技術による切削工具の機上計測に関する基礎的研究, 精密工学会誌, 80巻 pp.1012-1017 (2014) 査読有

〔学会発表〕(計 12 件)

1. 植田裕基, 北古賀崇史, 上原崇宏, 三科博司, 大森達夫, 長谷亜蘭: FFM-FCにより得られた金属摩擦面の凝着力と摩耗素子の関係, トライボロジー会議

- 2016 秋 新潟 (2016.10.12-14 新潟)
2. 北古賀崇史, 上原崇宏, 植田裕基, 三科博司, 大森達夫, 長谷亜蘭: FFM-FC測定による異種金属間の摩擦面の凝着力と凝着摩耗の関係, トライボロジー会議 2016 秋 新潟 (2016.10.12-14 新潟)
 3. 小暮健吾, 長谷亜蘭, 三科博司, 大森達夫: AE信号周波数変化に着目したジャーナル軸受の焼け付き予知に関する研究, トライボロジー会議 2016 秋 新潟 (2016.10.12-14 新潟)
 4. 長谷亜蘭, 三科博司: SPM-AEその場計測による金属間マイクロトライボロジー現象の認識, トライボロジー会議 2016 秋 新潟 (2016.10.12-14 新潟)
 5. A. Hase, T. Yamaguchi, H. Mishina: Acoustic Emission Signals Detected in Tribological Phenomena on SPM, The 43rd Leeds-Lyon Symposium on Tribology, Leeds, Paper 4.3 (2016.9.5-7 Leeds)
 6. 長谷亜蘭, 山口拓真, 三科博司: 金属間の摩擦で生じる AE 信号の SPM その場計測の試み, トライボロジー会議 2016 春 東京 (2016.5.23-25 東京)
 7. A. Hase, H. Mishina: Study on Elementary Process of Adhesive Wear Using Scanning Probe Microscopy, International Tribology Conference, TOKYO 2015 (2015.9.15-20 東京)
 8. H. Mishina, Y. Ichimoto, H. Kobayashi, T. Uehara, T. Ohmori, A. Hase: Measurement of Adhesion Force between Sliding Surfaces by Means of FFM-FC System, International Tribology Conference, TOKYO 2015 (2015.9.15-20 東京)
 9. H. Mishina: Formation and Emission of Wear Particles in Adhesive Wear, International Tribology Conference, TOKYO 2015 (2015.9.15-20 東京)
 10. 上原崇宏, 小林英樹, 植田裕基, 鈴木健太, 三科博司, 大森達夫, 長谷亜蘭: FFM-FC 測定により得られた守株の金属摩擦面の凝着力, トライボロジー会議 2015 春 姫路 (2015.5.27-29 姫路)
 11. 三科博司, 小林英樹, 上原崇宏, 大森達夫, 長谷亜蘭: 凝着摩耗式における摩擦面の凝着項測定, トライボロジー会議 2014 秋 盛岡 (2014.11.5-7 盛岡)
 12. A. Hase, H. Mishina: Identification of Tribological Phenomena under Electric Current Using AE technique, The first African Congress In Tribology, (2014.4.30-5.2 Marrakesh)

〔図書〕(計1件)

1. 三科博司: トライボロジー設計マニュアル, テクノシステム, 総ページ数 735 (2015) 分担執筆

6. 研究組織

(1) 研究代表者

三科 博司 (Hiroshi Mishina)
千葉大学・大学院工学研究科・教授

研究者番号: 50142641

(2) 研究分担者

長谷 亜蘭 (Alan Hase)
埼玉工業大学・工学部・講師

研究者番号: 10552953