

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 30 年 6 月 20 日現在

機関番号：13904

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2015～2017

課題番号：15H04155

研究課題名(和文) 金属のナノ組織化に基づく摩擦係数制御のための組織因子の解明

研究課題名(英文) Elucidation of metallurgical factors for controlling friction coefficient through nanocrystallization in metals

研究代表者

戸高 義一 (TODAKA, YOSHIKAZU)

豊橋技術科学大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：50345956

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 12,400,000円

研究成果の概要(和文)：摩擦係数(トライボロジー特性)に及ぼす金属組織(格子欠陥)の影響を調査した。高密度に格子欠陥を有するナノ組織により、潤滑油・添加剤の性状が顕在化し、摩擦係数(トライボロジー特性)を制御できることが分かった。これは、ナノ組織(格子欠陥)と潤滑油・添加剤分子との相互作用が強められたことに起因する。この現象は、ナノ組織化の手法(例えば、巨大ひずみ加工法、物理的气相成長法)に依らず生じる。

研究成果の概要(英文)：The effect of lattice defects on the tribological behavior for low / high friction coefficient under lubricant was investigated in the nanostructured pure Fe produced by heavy plastic deformation or physical vapor deposition methods. In the nanostructured pure Fe with high-density of lattice defects (grain boundary, dislocation and so on), the tribological behavior was improved in comparison with the conventional pure Fe. This phenomenon occurs by controlling microstructure in materials irrespective of production methods.

研究分野：金属材料工学

キーワード：トライボロジー 構造・機能材料 組織制御 格子欠陥 巨大ひずみ加工

1. 研究開始当初の背景

駆動機器における摺動部の低摩擦損失化や動力伝達部の高効率化が、エネルギー問題の解決の糸口になることは言うまでもない。摺動部の低摩擦損失化には、固体間に潤滑油（物理・化学吸着膜）があることで固体同士が非接触となる流体潤滑状態にして、摩擦係数 μ を低減することが望ましい。また、動力伝達部の高効率化のためには、潤滑油中の添加剤が動力伝達下で化学反応膜を形成し、それが摩擦・摩耗することで高 μ 化と動力伝達部材の高い耐摩耗性が達成できる。

これまでの μ 制御では、一般に、潤滑油・添加剤、表面処理（コーティング、浸炭、窒化等）、試料表面の形状を調整することで試みられてきた。

研究代表者は、鉄鋼材料表面を結晶粒径 20 nm 程度にまでナノ組織化できる表面ナノ組織化摩擦加工 (Surface - Nanocrystallized Wearing) 技術を開発した。表面をナノ組織化した鉄鋼材料 (軸受鋼 SUJ2) をボールオンディスク型摩擦摩耗 (BonD) 試験したところ、適切な潤滑油を選択することで、表面ナノ組織化により低 μ 化 (ポリ- α -オレフィン (PAO) 系, エステル系潤滑油) および高 μ 化 (リン酸トリクレジル (TCP) 配合 PAO 系潤滑油) することが明らかになった。

2. 研究の目的

ナノ組織 (高密度に結晶粒界や転位等の格子欠陥を有する組織) と潤滑油との相互作用・反応を活用することで、摩擦係数 μ を意図的に制御し、低 μ 化 (低摩擦損失) および高 μ 化 (高効率動力伝達) を実現する。金属の組織制御に基づいた新たな μ 制御のための指導原理を提案する。

3. 研究の方法

供試材として、合金元素などの影響を排除する目的で、純 Fe を用いた。

巨大ひずみ加工の一つである HPT (High-Pressure Torsion) 加工により、純 Fe をナノ組織化した。HPT 加工は、円板試料 (厚さ 0.85 mm, 直径 20 mm) を圧縮圧力: 5 GPa, 回転速度: 0.2 rpm の条件でねじり加工 (ねじり回転回数 $N=10$) した。また、結晶粒径制御を目的に、Monotonic-HPT (mHPT) 加工と Cyclic-HPT (cHPT) 加工を行なった。mHPT 加工では、単一回転方向に連続して HPT 加工した。cHPT 加工では、一定量 ($N=1/8$) 回転した後、逆方向に同量回転し、総ねじり回転回数が所定の値 ($N=10$) になるまでこれを繰り返した。さらに、転位密度の調整を目的に、HPT 加工 ($N=10$) 後低温焼鈍 (200 °C, 1 h) を行なった (HPT+A 材)。著しい結晶粒成長を抑制しつつ転位密度を調整するため、200 °C の焼鈍温度を選択した。

また、巨大ひずみ加工とは異なるナノ組織化手法である PVD (Physical Vapor Deposition) 法にて作製した試料も用いた。

摩擦係数 μ は、ボールオンディスク型摩擦摩耗 (BonD) 試験により評価した。潤滑油として、低 μ 化を目的に物理吸着するエステル系潤滑油と化学吸着するオレイルアミン配合 PAO 系潤滑油を、また、高 μ 化を目的に化学反応膜を形成する TCP 配合 PAO 系潤滑油を用いた。ボール材には Al_2O_3 を用いた。

4. 研究成果

図 1 に、HPT 加工前後の結晶方位像 (SEM/EBSD) を示す。無加工材の結晶粒径が $430 \mu m$ であったのに対して、cHPT 材, mHPT 材ではそれぞれ 550nm, 320nm であった。HPT 加工により、1/1000 程度に組織が微細化したことが分かった。また、XRD による測定から、HPT まま材では $10^{15} m^{-2}$ オーダーの転位密度が、焼鈍により一桁低下することが分かった。

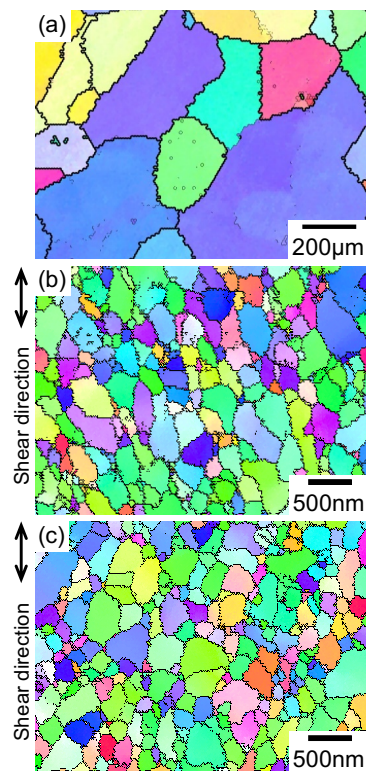


図 1 HPT 加工前後の結晶方位像 (SEM/EBSD). (a) 無加工材, (b) cHPT 材, (c) mHPT 材. HPT 加工の回転軸に平行な方向から、円板中心からの距離 $r=5 \text{ mm}$ の領域 (BonD 試験における摺動位置) を観察した。

図 2 に、物理吸着するエステル系潤滑油中における BonD 試験の結果を示す。HPT 加工した純 Fe では、無加工材に比べて低い μ を示した。格子欠陥密度の増加 (結晶粒径の減少 (結晶粒界密度の増加), 転位密度の増加) に伴って、その程度は大きくなることが分かった。この傾向は、化学吸着するオレイルアミン配合 PAO 系潤滑油中の試験においても認められた。低 μ 化の程度は結晶粒径が $1 \sim 10 \mu m$ 以下になると顕在化し始めることが分

った。また、PVDにて作製したナノ組織化材においても、低 μ 化が認められた。このことから低 μ 化は、プロセスによらず組織微細化（ナノ組織化）により発現する普遍的な現象であることが分かった。

ナノ組織化した純Feにおいて低 μ 化した原因を、周波数変調方式原子間力顕微鏡法（FM-AFM, Frequency Modulation - Atomic Force Microscopy）およびフーリエ変換型赤外分光法（FT-IR, Fourier Transform Infrared Spectroscopy（ATR法））にて調査した。これらの結果から、エステル系潤滑油中においては、無加工材に比べてHPT材（高密度に格子欠陥を有する試料）では、物理吸着膜が厚く・強く結合することが分かった。この起源となるのはファンデルワールス力と考えられ、試料表面でそれを変化させるためには電子的な構造変化があるものと推察される。そのことを調査するために、X線光電子分光（XPS, X-ray photoelectron spectroscopy）分析を行なった。この結果から、高密度に格子欠陥を導入することで電子的な構造変化が生じることが分かった。この変化によって、HPT材（高密度に格子欠陥を有する試料）において物理吸着特性が向上したものと考えられる。

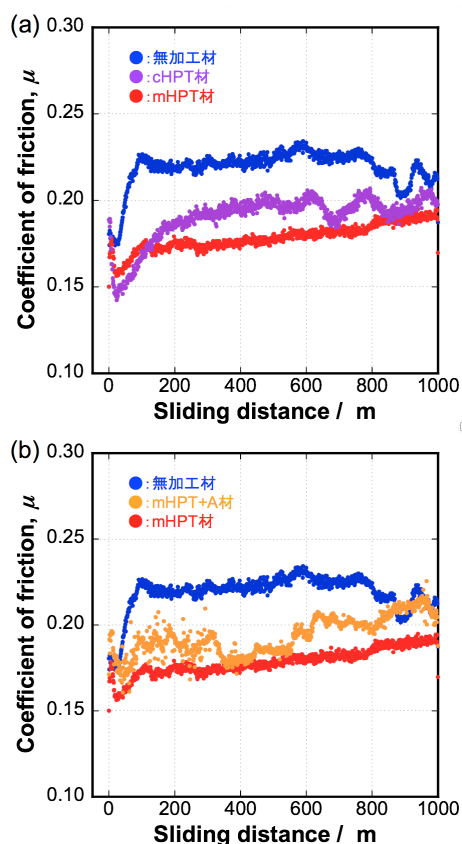


図2 純Feのエステル系潤滑油中BonD試験における μ 変化に及ぼすHPT加工・低温焼鈍の影響。(a) 結晶粒径(結晶粒界密度), (b) 転位密度の影響。

図3に、化学反応膜を形成するTCP配合PAO系潤滑油中におけるBonD試験の結果を示す。HPT加工した純Feでは、無加工材に比べて高い μ を示した。格子欠陥密度の増加（結晶粒径の減少（結晶粒界密度の増加）、転位密度の増加）に伴って、より高い μ を達成でき、また、早期に最高到達 μ に達することが分かった。SEM, STEM観察/EDX分析の結果から、BonD試験にてFe-O-P系化合物膜が純Fe表面に形成し、それがアプレシブ摩耗することで高 μ 化したと考えられる。

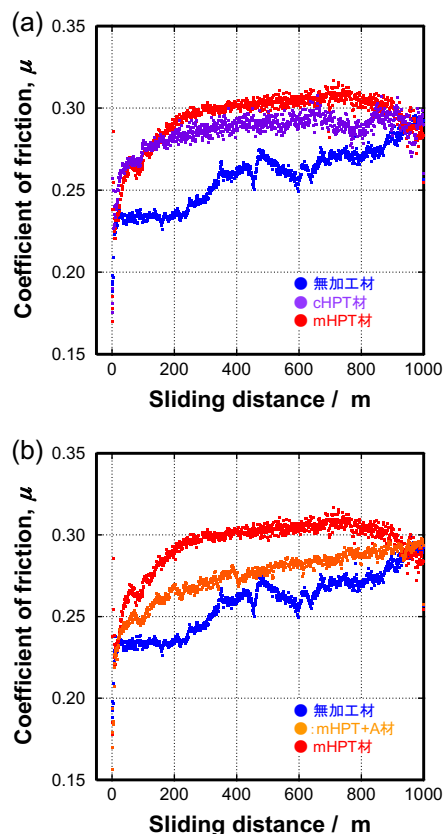


図3 純FeのTCP配合PAO系潤滑油中BonD試験における μ 変化に及ぼすHPT加工・低温焼鈍の影響。(a) 結晶粒径(結晶粒界密度), (b) 転位密度の影響。

以上の結果から、金属の組織制御（高密度格子欠陥化）と適切な潤滑油を選択することにより、摩擦係数制御（低 μ 化, 高 μ 化）が可能であることが分かった。

5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 1 件)

- (1) Naoya Hyodo, Nozomu Adachi, Masahiro Hino, Yoshikazu Todaka, Yojiro Oba, Effect of grain size on friction coefficient under oil lubrication in nanostructured Fe fabricated by PVD and SPD methods, Procedia Manufacturing, in press. 査読有

[学会発表] (計 35 件)

- (1) 戸高義一, 足立望, 三阪佳孝, 表層強ひずみ摩擦加工と高周波焼入れにより作製した表層ナノ組織化鉄鋼材料における転がり疲労特性, 日本鉄鋼協会 第175回 春季講演大会, 千葉工業大学 新習志野キャンパス, 2018年.
- (2) 日野正裕, 足立望, 戸高義一, 大場洋次郎, 平山朋子, X線・中性子反射率法による潤滑界面の平均構造評価の試み, 京都大学 原子炉実験所 第52回 学術講演会, 京都大学 原子炉実験所, 2018年.
- (3) 大場洋次郎, 足立望, 戸高義一, 間宮広明, HPT加工した純鉄における特異な磁気ナノ構造, 日本中性子科学会 第17回 年会, 福岡大学, 2017年.
- (4) 橘士遠, 戸高義一, 足立望, ナノ組織化した合金工具鋼SKD11の潤滑油中における摩擦・摩耗特性, 日本鉄鋼協会・日本金属学会 東海支部 第27回 学生による材料フォーラム, 名古屋工業大学, 2017年.
- (5) 兵頭直弥, 戸高義一, 足立望, PVD法により作製したFe膜における摩擦係数に及ぼす結晶粒径の影響, 日本鉄鋼協会・日本金属学会 東海支部 第27回 学生による材料フォーラム, 名古屋工業大学, 2017年.
- (6) 額額友規, 戸高義一, 足立望, 純Feにおける摺動条件の変化による摩擦係数への影響, 日本鉄鋼協会・日本金属学会 東海支部 第27回 学生による材料フォーラム, 名古屋工業大学, 2017年.
- (7) 伊藤駿, 戸高義一, 足立望, 純Feにおける物理吸着膜の形成に及ぼす格子欠陥の影響, 日本鉄鋼協会・日本金属学会 東海支部 第27回 学生による材料フォーラム, 名古屋工業大学, 2017年.
- (8) 碓力哉, 戸高義一, 足立望, 表層ナノ組織化摩擦加工による高硬度層の形成, 日本鉄鋼協会・日本金属学会 東海支部 第27回 学生による材料フォーラム, 名古屋工業大学, 2017年.
- (9) Kazuki Tonotsuka, Yoshikazu Todaka, Nozomu Adachi, Masanobu Izaki, Masatoshi Mitsuhashi, Minoru Nishida, Seiji Watase, Masashi Nakamura, Influence of high-density lattice defects on physisorbed film formation, NIMS WEEK 2017, Academic Symposium “Structural Materials for Sustainable, Safe and Smart Society -Design vs Performance-”, Tsukuba, JAPAN, 2017年. (国際学会, NIMS WEEK 2017 POSTER AWARD 受賞)
- (10) Naoya Hyodo, Yoshikazu Todaka, Nozomu Adachi, Masahiro Hino, Yojiro Oba, Masatoshi Mitsuhashi, Minoru Nishida, Tribological property of ion beam sputtered coatings with different coating thickness, NIMS WEEK 2017, Academic Symposium “Structural Materials for Sustainable, Safe and Smart Society -Design vs Performance-”, Tsukuba, JAPAN, 2017年. (国際学会)
- (11) 戸高義一, 強ひずみ加工によりナノ組織化した鉄鋼材料の潤滑油中における摩擦・摩耗特性, 日本物理学会 格子欠陥フォーラム, 東京大学 生産技術研究所, 2017年. (招待講演)
- (12) 足立望, イオンビームスパッタにより作製した鉄膜の摩擦摩耗特性, 日本物理学会 格子欠陥フォーラム, 東京大学 生産技術研究所, 2017年. (招待講演)
- (13) 戸高義一, 足立望, 殿塚一希, 兵頭直弥, 橘士遠, ナノ組織化した極低炭素鋼におけるオレイルアミン配合ポリ- α -オレフィン系潤滑油中の摩擦・摩耗特性に及ぼす摺動条件の影響, 日本鉄鋼協会 第174回 秋季講演大会, 北海道大学 札幌キャンパス, 2017年.
- (14) 足立望, 戸高義一, 兵頭直弥, 日野正裕, イオンビームスパッタにより作製した超微細粒純鉄の潤滑油下における摩擦摩耗特性, 日本金属学会 第161回 秋期講演大会, 北海道大学 札幌キャンパス, 2017年.
- (15) Yoshikazu Todaka, Nozomu Adachi, Yoshinori Shiihara, Yoshitaka Umeno, Masahiro Hino, Yojiro Oba, Masatoshi Mitsuhashi, Minoru Nishida, Effect of lattice defects on tribological behavior under lubricants in nanostructured steels produced by heavy plastic deformation processes, International Conference on Advanced Materials, (IUMRS-ICAM 2017), Kyoto, JAPAN, 2017年. (国際学会, 招待講演)
- (16) 戸高義一, 鉄鋼材料のナノ組織化に基づく転動疲労高特性化のための低摩擦係数化, 日本金属学会・日本鉄鋼協会 東海支部 第72回 若手材料研究会, 名古屋工業大学, 2017年.
- (17) Yoshikazu Todaka, Motohiro Horii, Shion Tachibana, Nozomu Adachi, Masatoshi Mitsuhashi, Minoru Nishida, Tribological behavior under lubricant in heavy plastic deformed steels with high-density of lattice defects, Frontiers in Materials Processing, Applications, Research and Technology, (FiMPART' 2017), Bordeaux, FRANCE, 2017年. (国際学会, 招待講演)
- (18) Yojiro Oba, Nozomu Adachi, Yoshikazu Todaka, Masaaki Sugiyama, Small-angle neutron scattering of anomalous magnetic microstructure in pure Fe induced by high-pressure torsion

- straining, *Frontiers in Materials Processing, Applications, Research and Technology*, (FiMPART ' 2017), Bordeaux, FRANCE, 2017 年. (国際学会, 招待講演)
- (19) 岩崎眞澄, 山崎重人, 光原昌寿, 中島英治, 西田稔, 堀井基弘, 戸高義一, HPT 加工した純鉄の摩擦特性と微細組織, 日本鉄鋼協会・日本金属学会・軽金属学会 九州支部 平成 29 年度合同学術講演会, 熊本大学, 2017 年.
- (20) 戸高義一, 足立望, 強加工による組織変化, 日本熱処理技術協会, 東京工業大学 大岡山キャンパス, 2017 年. (招待講演)
- (21) 戸高義一, 鉄鋼材料の強ひずみ加工によるナノ組織化に基づく摩擦係数制御, 日本塑性加工学会 プロセス・トライボロジー分科会 第 150 回研究会, 東京理科大学 葛飾キャンパス, 2017 年. (招待講演)
- (22) 戸高義一, 足立望, 椎原良典, 梅野宜崇, 日野正裕, 大場洋次郎, 光原昌寿, 西田稔, 強ひずみ加工により作製した表層ナノ組織化炭素鋼の転がり疲労特性, 日本トライボロジー学会 トライボロジー会議 2017 春 東京, 国立オリンピック記念青少年総合センター, 2017 年.
- (23) 戸高義一, 堀井基弘, 足立望, 巨大ひずみ加工によりナノ組織化した極低炭素鋼におけるオレイルアミン配合ポリ- α -オレフィン系潤滑油中の摩擦・摩耗特性, 日本鉄鋼協会 第 173 回春季講演大会, 首都大学東京 南大沢キャンパス, 2017 年.
- (24) 殿塚一希, 戸高義一, 堀井基弘, 伊崎昌伸, 渡瀬星児, 中村優志, 御田村紘志, 極低炭素鋼の物理吸着膜形成に及ぼす高密度格子欠陥の影響, 日本鉄鋼協会 第 173 回春季講演大会 学生ポスターセッション, 首都大学東京 南大沢キャンパス, 2017 年. (努力賞 受賞)
- (25) 戸高義一, 強ひずみ加工による金属材料の力学的高機能化, 生産加工研究会 第 59 回研究会, 豊橋技術科学大学, 2016 年. (招待講演)
- (26) 木下聖也, 戸高義一, SUJ2 軸受鋼の表層強ひずみ摩擦加工による表層ナノ組織の形成, 日本鉄鋼協会・日本金属学会 東海支部 第 26 回学生による材料フォーラム, 名古屋大学, 2016 年.
- (27) 殿塚一希, 戸高義一, ナノ組織化した純 Fe の潤滑油下における高摩擦係数化の解明, 日本鉄鋼協会・日本金属学会 東海支部 第 26 回学生による材料フォーラム, 名古屋大学, 2016 年.
- (28) 兵頭直弥, 戸高義一, 純 Fe における潤滑油膜形成に及ぼすナノ組織化の影響, 日本鉄鋼協会・日本金属学会 東海支部 第 26 回学生による材料フォーラム, 名古屋大学, 2016 年.
- (29) Yoshikazu Todaka, Mechanical properties of surface - nanocrystallized carbon - steels produced by severe plastic deformation, 1st International Hetero - Structure Materials Workshop, Rohm Memorial Hall, BKC, Ritsumeikan University, 2016 年. (国際学会, 招待講演)
- (30) 戸高義一, 金属の組織微細化による摩擦係数制御のための量子ビーム解析への期待, 新構造材料技術研究組合 (ISMA) 中性子等量子ビームを使った構造材料解析技術に関する調査委員会, 蚕糸会館 (東京都千代田区), 2016 年. (招待講演)
- (31) 堀井基弘, 戸高義一, 足立望, 光原昌寿, 粉川良平, 森口志穂, 極低炭素鋼のナノ組織化による潤滑油膜形成の変化, 日本鉄鋼協会 第 171 回春季講演大会, 東京理科大学 葛飾キャンパス, 2016 年.
- (32) Yoshikazu Todaka, Motohiro Horii, Shion Tachibana, Nozomu Adachi, Ryohei Kokawa, Shiho Moriguchi, Minoru Umemoto, Tribological behavior under lubricants in nanostructured steels produced by heavy plastic deformation processes, 3rd International Conference of Global Network for Innovative Technology (3rd IGNITE 2016), Penang, Malaysia, 2016 年. (国際学会, 基調講演)
- (33) Yoshikazu Todaka, Motohiro Horii, Shion Tachibana, Nozomu Adachi, Minoru Umemoto, Effect of lattice defects on tribological behavior under lubricants in nanostructured steels, Twenty-Fourth International Symposium on Processing and Fabrication of Advanced Materials (PFAM XXIV), Kansai University, Senriyama Campus, 2015 年. (国際学会, 招待講演)
- (34) 堀井基弘, 戸高義一, バルクナノ組織化した極低炭素鋼の潤滑油膜形成に及ぼす高密度格子欠陥の影響, 日本鉄鋼協会・日本金属学会 東海支部 第 25 回学生による材料フォーラム, 名豊ビル (愛知県豊橋市), 2015 年. (優秀ポスター賞 受賞)
- (35) 橘士遠, 戸高義一, 潤滑油中における鉄鋼材料の高摩擦係数化に及ぼす高密度格子欠陥の影響, 日本鉄鋼協会・日本金属学会 東海支部 第 25 回学生による材料フォーラム, 名豊ビル (愛知県豊橋市), 2015 年.

[その他]

ホームページ等

豊橋技術科学大学 機械工学系 材料機能制御研究室：<http://martens.me.tut.ac.jp/>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

戸高 義一 (TODAKA, Yoshikazu)

豊橋技術科学大学・大学院工学研究科・教授

研究者番号：50345956

(2) 研究分担者

なし

(3) 連携研究者

足立 望 (ADACHI, Nozomu)

豊橋技術科学大学・大学院工学研究科・助教

研究者番号：00758724

日野 正裕 (HINO, Masahiro)

京都大学・原子炉実験所・准教授

研究者番号：70314292

室 隆之 (MURO, Takayuki)

公益財団法人高輝度光科学研究センター・利用研究促進部門・主幹研究員

研究者番号：50416385

(4) 研究協力者

なし