

平成 22 年 5 月 31 日現在

機関番号：53401
 研究種目：基盤研究（C）
 研究期間：2007～2009
 課題番号：19560153
 研究課題名（和文） 摩擦を利用したナノ結晶微細構造表面膜の創製とそのトライボロジー特性評価
 研究課題名（英文） Production and tribological properties of friction-induced ultra-fine and nanocrystalline structures on metal surfaces
 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

研究成果の概要（和文）：すべり摩擦により生成した微細構造表面膜の生成機構に加えて、その表面膜の組織・力学特性（硬さ）やトライボロジー特性の評価を行った。その結果、すべり摩擦の表面突起同士の凝着によるせん断ひずみと相手材からの移着により、金属表面に大きな塑性変形が付与されて組織がナノ結晶（30～150nm）まで微細化され、母材と比べて飛躍的に硬度が上昇することを明らかにした。さらに、Cu 移着膜を生成した摩擦試験片では摩耗特性が極めて向上することを発見した。

研究成果の概要（英文）：Sliding friction tests of pin-on-disc type were carried out for carbon steel, pure iron and pure copper, and the microstructure and hardness near the sliding surfaces were investigated in detail. It was found that patchy transfer layers with ultra-fine structures were produced on the disc surfaces. Nanocrystalline of 30-50 nm was identified for carbon steel, and submicron size grains of 100-150 nm were observed in pure copper. The thicknesses of the ultra-fine structures were in the range of 10-50 μm, depending on the specimen material, sliding speed and applied load. The hardness near the sliding surface of pure iron was increased compared with the matrix. It was suggested that the hardening was due to the very fine structure by severe plastic deformation, but not due to phase transformation caused by thermal effects.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2007年度	1,600,000	480,000	2,080,000
2008年度	900,000	270,000	1,170,000
2009年度	800,000	240,000	1,040,000
年度			
年度			
総計	3,300,000	990,000	4,290,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学 設計工学・機械機能要素・トライボロジー

キーワード：トライボロジー

1. 研究開始当初の背景

摩擦により生じた材料表面膜は、塑性ひず

みの導入や材料移着によるナノ結晶化、相手材との合金化により微細構造を持ち、高硬度

で耐摩耗性、耐凝着性に優れた高機能な膜であると考えられる。ドリル加工やショットピーニングなどの強加工を鉄鋼材料に施すと、表面組織が微細化しナノ結晶化することが報告されている。また、摩擦の影響を受けた金属材料表面においても、ナノメートルオーダーの微細構造が報告されており、これは塑性ひずみや熱の発生、材料移着などにより組織が微細化・ナノ結晶化していると考えられる。一方、摩擦により生成した微細組織やナノ結晶層は、高硬度で低摩擦・低摩耗を実現する高機能材料としての応用が期待できる。

2. 研究の目的

本研究では、ピンオンディスク摩擦試験を行い、摩擦の影響を受けた金属表面について、組織観察やビッカース硬さ試験を実施し、微細組織が生成するかどうかを調査することを目的とした。また、摩擦速度や負荷荷重、試験片材質が微細組織の生成や表面層の硬さに及ぼす影響について明らかにした。

3. 研究の方法

図1に示すように、回転するディスクにピンの端面を押し付けてすべり摩擦させた。ピンの寸法は、 $\phi 5\text{mm} \times 15.5\text{mm}$ で、片側を $\phi 2 \times 2.5\text{mm}$ に旋盤加工した。摩擦試験片ピン及びディスクの材質として、炭素鋼(S45C)、純Fe、純Cuの3種類を用い、同じ材質同士のピンとディスクの組み合わせで、大気中で乾式摩擦試験を行った。摩擦条件として、摩擦速度は0.1m/s、0.5m/s、1.0m/s、3.0m/s、5.0m/sの5種類、負荷荷重は4.91N、19.6N、49.1Nの3種類で摩擦試験を行った。

摩擦試験片断面の組織は、ピンとディスクを摩擦方向と平行な断面で切断し、研磨・腐食して光学顕微鏡及び走査型電子顕微鏡(FE-SEM)で観察した。さらに、FIBにより薄膜を作成し透過型電子顕微鏡(TEM)で観察した。また、ビッカース硬さ試験機を用いて表面層の硬さ(荷重:0.098N)を測定した。

4. 研究成果

(1) 炭素鋼(S45C)のディスクの場合

図2に、S45Cディスクの摩擦面断面組織を示す。すべての試験片で、母材のフェライト・パーライト粒が摩擦方向に曲げられている塑性流動組織が見られ、部分的に母材とは異なる組織が表面に生成していた。とくに、

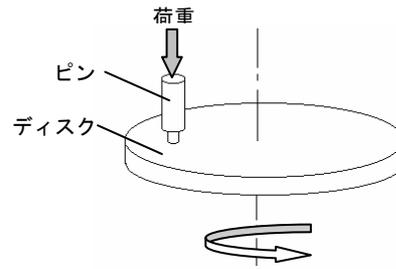


図1 ピンオンディスク摩擦方式模式図

摩擦速度や荷重が大きくなると、母材とは全く異なる組織を持った大きさ数 $100\mu\text{m}$ のPATCH状の移着層が観察された。

図3に、図2の四角枠で示した領域のSEM写真を示す。移着層(①)は、摩擦方向にせん断変形を受けて結晶粒が層状に分断され、結晶粒界が全く見えなかった。図4のTEM観察結果より、移着層は結晶粒が $30\sim 50\text{nm}$ までナノ結晶化していることがわかった。また、SEM写真より、移着層内でも試料表面の方がより微細化していると思われた。なお、塑性流動領域(②)と移着層との境界は明瞭ではなかった。

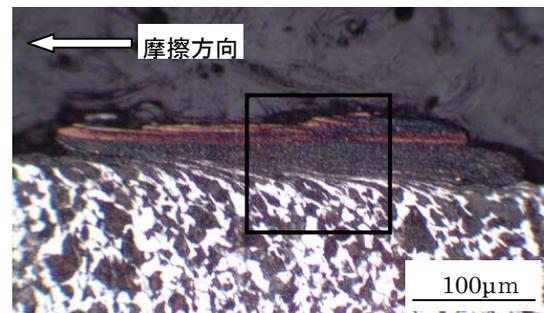


図2 S45Cディスクの摩擦面断面組織 (5.0m/s, 19.6N)

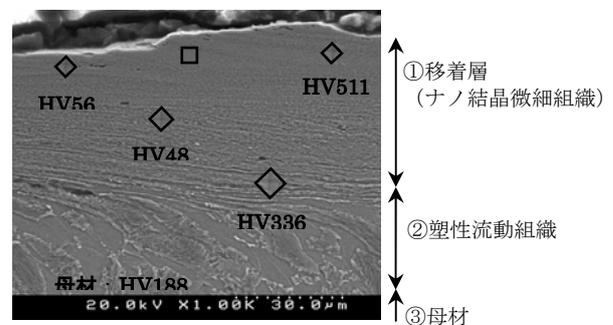


図3 S45Cディスクの摩擦面断面 SEM 写真 (5.0m/s, 19.6N)

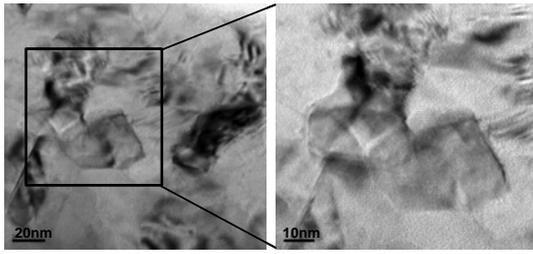


図4 S45C ディスク移着層(図3の四角枠の位置)のTEM写真(5.0m/s、19.6N)

また、ビッカース硬さを調べると、移着層の全ての部分で母材硬さ HV188 よりも硬く、母材から試料表面へと向かうに従って硬さが上昇する傾向にあった。

(2) 炭素鋼 (S45C) のピンの場合

図5に、S45C ピンの摩擦面断面組織を示す。すべての試験片で微細組織が観察されたが、ピン表面の微細組織は移着層によるものかどうかは判断できなかった。

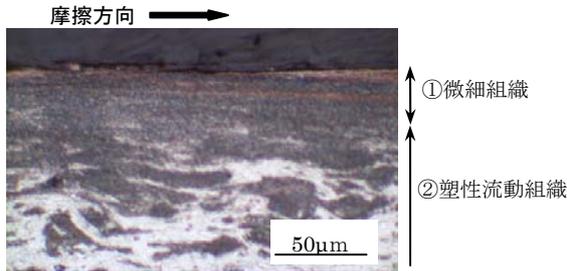


図5 S45C ピンの摩擦面断面組織(5.0m/s、19.6N)

(3) S45C 微細組織に及ぼす摩擦速度と荷重の影響

光学顕微鏡観察で母材とは異なる組織を微細組織とし、S45Cの微細組織の厚さに及ぼす摩擦速度と荷重の影響を図6に示す。ピン試験片よりもディスク試験片の方が微細組織は厚く、摩擦速度1.0m/s以上では摩擦速度による影響は少なかった。また、荷重が大きくなると厚くなる傾向にあった。

図7に、各摩擦速度における微細組織層の最高硬さを示す。ピン、ディスク共に、全ての摩擦条件(摩擦速度・荷重)で母材硬さよりも微細組織層の硬さが上昇し、最高の硬さで母材硬さの3倍に達した。しかし、硬さが

粒径の逆数の2乗に比例するホールペッチの法則と比べると、この硬度上昇の度合いは小さかった。また、摩擦速度0.5m/s以上では摩擦速度が及ぼす硬さへの影響はほとんど無かった。

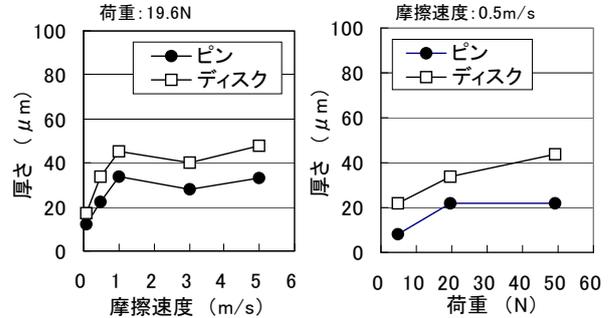


図6 S45C 微細組織の厚さに及ぼす摩擦速度と荷重の影響

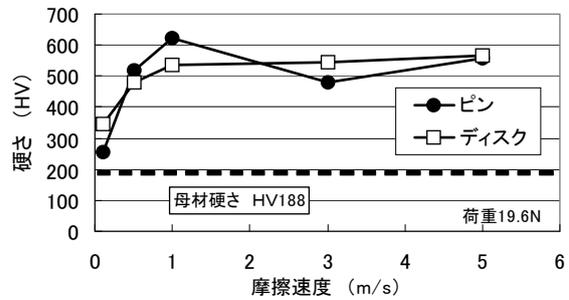


図7 S45C 微細組織層の硬さと摩擦速度の関係

(4) 純Feの場合

図8に、純Feピンの摩擦面断面SEM写真を示す。S45Cと同様に、①最表面の微細組織、②塑性流動組織、③母材組織の3つが観察された。また、母材から摩擦面に向かって硬さがHV225→HV345と上昇する傾向に

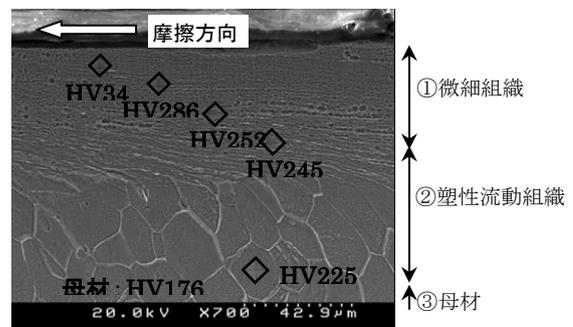


図8 純Feの摩擦面断面SEM写真(摩擦速度:5.0m/s、荷重:19.6N、試験片:ピン)

あった。純 Fe においても生成した微細組織の硬さが母材より上昇したことから、S45C における微細組織の硬度上昇は、摩擦熱によるオーステナイト化後のマルテンサイト変態や応力誘起変態によるものではなく、結晶粒微細化によるものであるといえる。

(5) 純 Cu の場合

純 Cu でも、ディスク表面に微細組織を持つ移着層が観察された。また、SEM では転位によると思われるエッチピットが移着層で観察され、試料最表面の TEM 観察では 5~30nm の超微細結晶粒が見られた。また、微細組織の硬さは、S45C や純 Fe と比べると上昇の度合いは少なかった。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 8 件)

- 1) H. Kato, A. Takimi, M. Umemoto, Tribofilms produced by supply of fine metal particles in vacuum, to be published in Tribology Online. [査読有り]
- 2) H. Kato, M. Sasase, N. Suiya, Friction-induced ultra-fine and nanocrystalline structures on metal surfaces in dry sliding, Tribology International, vol. 43, pp. 925-928 (2010). [査読有り]
- 3) 加藤寛敬, 常光幸美, 笹瀬雅人, 推谷信昭, 金属同士の摩擦により生成した移着膜の特徴とその摩擦特性, トライボロジスト, 第 55 巻, 第 3 号, pp. 200-207 (2010). [査読有り]
- 4) N. Yasumaru, Surface nanostructure and modified layer formed on hard coatings with femtosecond laser pulses, Special issue of "NETSU SHORI", Journal of the Japan Society for Heat Treatment, Vol. 49, pp. 396-399 (2009). [査読有り]
- 5) H. Kato, Production and wear behavior of tribofilms by supplying oxide nanoparticles on rubbing steel surfaces, J. Solid Mech. Mater. Eng., Vol. 3, pp. 613-623 (2009). [査読有り]
- 6) H. Kato, Wear-protective tribofilms produced by supplying oxide nanoparticles on rubbing steel surfaces, 2008 ASME MSEC, CD (2008). [査読有り]

- 7) H. Kato, Effects of supply of fine oxide particles onto rubbing steel surfaces on severe-mild wear transition and oxide film formation, Tribology International, Vol. 41, pp. 735-742 (2008). [査読有り]
- 8) H. Kato, K. Komai, Tribofilm formation and mild wear by tribo-sintering of nanometer-sized oxide particles on rubbing steel surfaces, Wear, Vol. 262, pp. 36-41 (2007). [査読有り]

[学会発表] (計 6 件)

- 1) H. Kato, A. Takimi and M. Umemoto, Tribofilms produced by supplying fine metal particles on rubbing surfaces in vacuum, Proc. WTC IV, p. 466 (2009).
- 2) 加藤寛敬, 常光幸美, 笹瀬雅人, 推谷信昭, 金属の摩擦移着により生成したトライボ膜の特性, 日本トライボロジー会議予稿集 (東京 2009-5), pp. 55-56 (2009).
- 3) H. Kato, M. Sasase, N. Suiya, Ultra-fine structure and nanocrystalline of tribologically-induced metal surfaces, Proc. of 2nd Int. Conf. Advanced Tribology, pp. 277-279 (2008).
- 4) 加藤寛敬, 笹瀬雅人, 推谷信昭, “摩擦による金属材料表面の組織微細化・ナノ結晶化”, 日本トライボロジー会議予稿集 (名古屋 2008-9), pp. 107-108 (2008).
- 5) 山品陽平, 加藤寛敬, 安丸尚樹, “各種雰囲気における DLC コーティング膜の摩擦摩耗特性”, 日本機械学会北陸信越支部第 45 期総会講演会講演論文集 (No. 087-1), pp. 375-376 (2008).
- 6) 山品陽平, 加藤寛敬, 安丸尚樹, “DLC コーティング膜の摩擦摩耗特性”, 日本金属学会北陸信越支部講演会概要集, p. 106 (2007).

[図書] (計 0 件)

[産業財産権]

○出願状況 (計 0 件)

○取得状況 (計 0 件)

[その他]

ホームページ等

<http://mech.me.fukui-nct.ac.jp/~katolab/>

6. 研究組織

(1) 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

(2) 連携研究者

安丸 尚樹 (YASUMARU NAOKI)
福井工業高等専門学校・機械工学科・教授
研究者番号：90158006