

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成 25 年 6 月 6 日現在

機関番号：5 3 4 0 1

研究種目：基盤研究（C）

研究期間：2010～2012

課題番号：2 2 5 6 0 1 5 2

研究課題名（和文） 摩擦表層のトライボメタラジーとその応用

研究課題名（英文） Tribo-metallurgical properties and application of friction-induced surface layer

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：3 0 3 1 1 0 2 0

研究成果の概要（和文）：耐摩耗性・耐凝着性に優れた摩擦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を研究目的として、摩擦表層の金属学的研究（トライボメタラジー、Tribo-metallurgy）により、摩擦条件と表層組織との関係を明確にし、ナノ結晶化・組織微細化する摩擦表層の生成条件やその物性を明らかにした。さらに、その摩擦を利用した超微細組織金属表層の摩耗特性を評価し、トライボロジー特性に優れた摩擦表層の生成条件を見出した。

研究成果の概要（英文）：Tribo-metallurgical properties of friction-induced surface layers were studied in order to develop anti-wear surface layers. 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 friction-induced layers with ultra-fine structures were produced on the pin and disc surfaces. Nanocrystalline structure and submicron size grains were identified for carbon steel. The friction-induced layers which were produced at a high sliding speed on a steel pin showed good wear resistance, suggesting that phase transformation by friction heating is associated with the ultra-fine structure production.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2010年度	1,700,000	510,000	2,210,000
2011年度	800,000	240,000	1,040,000
2012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

(1)国内外の研究動向

金属材料に対数相当ひずみ 5 以上の極めて大きな塑性ひずみを与える超強加工または巨大ひずみ加工を施すと、高密度の格子欠陥が導入され、結晶粒がサブミクロン/ナノ

オーダーまで微細化された超微細結晶粒組織が得られることが最近の研究で報告されている。例えば、ショットピーニングやドリル加工などの強加工を鉄鋼材料に施すと、表面に厚さが約 $10\mu\text{m}$ で粒径が 20nm のナノ結晶層を作製できること、またこのナノ結晶

層はホールペッチ則から外れるものの極めて高い硬さ(11GPa以上)を示すことが見出されている。

したがって、摩擦の影響を受けた金属材料表面においても、巨大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。Rigneyらの研究グループは、すべり摩擦した金属表面に、摩擦相手材の成分が混合された組成の転位密度の高い3~30nmの微細結晶粒層が生成することを発見しており、相手材との機械的合金化(MA)の可能性も示唆している。鋼のナノ結晶層は、腐食されにくい表面白色組織として観察される場合があり、アプレシブ摩耗やボール軸受け、レール転がり表面などの高面圧摺動部においても、超微細組織の形成が報告されている。

(2)本研究の位置づけ

このように、最近、摩擦表面の金属学的アプローチ(トライボメタラジー)により、摩擦によるナノ結晶化・組織微細化の研究が注目されており、この摩擦を利用した材料表面の高機能化の可能性が期待されている。しかしながら、ナノ結晶化・組織微細化した摩擦表面の生成条件やその物性に関する研究、さらには、この摩擦表面の摩耗特性を把握しようとした研究は見当たらない。また、この超微細組織を持つ摩擦表面を積極的に生成させ、この表面層の高機能な物性(高硬度・耐腐食性・化学的安定性・耐凝着性)を利用して、トライボロジー分野に応用しようという革新的な試みは皆無である。

(3)着想に至った経緯

応募者は最近、真空中でピンオンディスク方式により炭素鋼同士を摩擦させると、30~50nmのナノ結晶化した等軸粒の超微細組織表面層(図1)が生成し、これは大気中で生成した表面層よりも厚くて高硬度であることを見出した[H. Kato et al: Friction-induced ultra-fine and nanocrystalline structures on metal surfaces in dry sliding, to be published in Tribology Int.]. また、真空中で純Cuと炭素鋼を摩擦させると、炭素鋼の表面に30~150nmのナノ結晶化したCu移着層(図2)が生成し、このCu移着層内に50~100nmのサイズの炭素鋼主成分のFeが逆移着混入していることを発見した[加藤寛敬 他3名: 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]。したがって、摩擦を利用した金属表面は、超微細構造・混合組織・高硬度などの高機能性を有し、この表面層が低摩耗・低摩擦を示してトライボロジー分野に応用できるのではないかと考え、本研究課題を実施した。

2. 研究の目的

本研究の最終目的は、摩擦条件と表面組織との関係や微細組織を有する移着層の生成条件を明らかにすることにより超微細組織をもつ摩擦表面を生成させ、その表面の摩擦摩耗特性を評価して、耐摩耗性・耐凝着性に優れた高機能な金属表面を開発し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。同種材同士の摩擦による巨大塑性ひずみの導入、異種材の摩擦による材料移着の2つの手法により微細組織を持つ摩擦表面を生成し、次の3点を具体的研究目標として実施した。

- (1)摩擦条件とそれにより得られる表面組織との関係を明らかにして、摩擦により材料表面がナノ結晶化する摩擦条件(雰囲気・材料組成・すべり速度・面圧など)を明確にする。
- (2)摩擦によって生じた材料表面の金属学的性質(組織、材料組成、結晶構造(結晶粒径、結晶方位、転位密度)・力学特性(硬さ)など)を明らかにする。

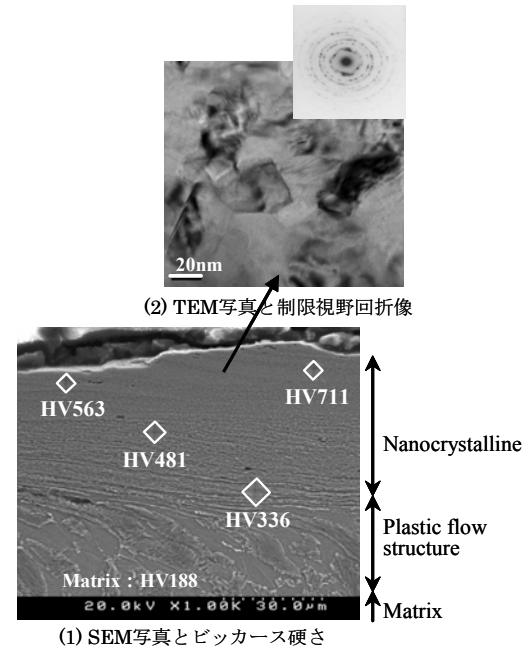


図1 真空中で生成した摩擦表面のナノ結晶組織とビッカース硬さ
[S45C/S45C, 50N, 0.3m/s, in vacuum]

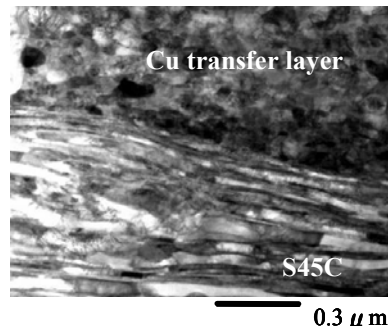


図2 Cu移着層界面のTEM写真
[Cu/S45C, 20N, 0.1m/s, in vacuum]

(3)微細組織を持つ摩擦表層の摩耗特性を評価し、摩擦表層の性質とトライボロジー特性の関係を明らかにすることにより、耐摩耗性に優れた金属表層を開発する。

3. 研究の方法

(1)摩擦による金属表層の生成

摩擦表層の生成は、現有の雰囲気制御が可能なピンオンディスク摩擦試験機(図3)を用いて行った。また、摩擦表層生成は、同種材同士の高速高面圧摩擦による巨大塑性ひずみの導入と、異種材の摩擦による材料移着の2つの手法により行った。具体的には、次のような摩擦条件で試験を行った。

- ①試験片形状：ピンφ5mm(先端φ2mm)、ディスクφ60mm(摺動直径45mm)
- ②試験材料：炭素鋼(結晶構造bcc)、純Cu(fcc)
- ③摩擦速度：0.05~5m/s(21~2100rpm)
- ④荷重：0.5~5Kgf
- ⑤雰囲気：真空中(10⁻⁴Paオーダー)、Arガス中、大気中

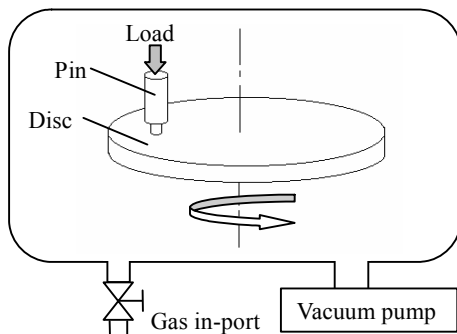


図3 雰囲気制御ピンオンディスク摩擦試験機

(2)摩擦表層の金属学的調査

同種材同士の高速高面圧摩擦では、表層が微細組織化・ナノ結晶化・非晶質化(アモルファス化)しているか、異種材の摩擦では、微細組織移着層が生成し混合化・合金化しているかという観点で摩擦表層の以下に示す物性を調査し、この結果を摩擦条件に随時フィードバックして、ナノ結晶化・組織微細化する摩擦条件を明らかにした。

- ①組織の深さ方向の変化(表層厚さ)…断面組織観察(光学顕微鏡、デジタルマイクロスコープ)
- ②結晶構造(結晶粒径、結晶方位関係)…摩擦断面TEM(透過電子像、電子回折像)
- ③力学的性質(硬さ・ヤング率)…極微小領域硬さ試験
- ④表面構造…FE-SEM、SPM(走査型プローブ顕微鏡)
- ⑤化学組成…EDS元素分析・ESCA・XRD(X線回折)

(3)微細組織摩擦表層のトライボロジー特性評価

生成した摩擦表層のトライボロジー特性評価は、大気中で高荷重摩耗試験が可能な図1とは別のピンオンディスク摩擦試験機を用いて行った。具体的には次のような摩耗実験を行った。

- ①試験片：摩擦表層を生成したディスクまたはピン
- ②相手材材質：同種材同士摩擦による超微細組織表層は極めて高硬度になっていると予想されるので、軸受鋼や超硬合金、セラミックスを相手材とする。
- ③荷重：1~100N
- ④摩擦速度：0.05~5m/s
- ⑤雰囲気：実用性の観点から大気中で行った。
- ⑥評価内容：耐摩耗性、摩擦係数、表面性状などを評価し、摩擦表層微細組織の物性(結晶粒径、材料組成、硬さの深さ方向分布など)との関係を明らかにするとともに、得られた結果を表層生成摩擦条件にフィードバックした。

4. 研究成果

(1)摩擦表層の摩耗試験結果

図4に、旋盤加工したピン、大気中で摩擦速度0.05m/s、0.1m/s、0.5m/s、1.0m/s、3.0m/sで摩擦試験したピン、真空中で摩擦速度0.5m/sで摩擦試験したピンの摩耗試験におけるピン変位量を示す。

大気中で摩擦速度1.0m/s、3.0m/sで摩擦試験したピン、真空中で摩擦速度0.5m/sで摩擦試験したピンは、テスト終了(60分)まで激しい摩耗(シビア摩耗)にならず、終始緩やかな摩耗(マイルド摩耗)が続き非常に耐摩耗性に優れた結果となった。それ以外のピンはディスク回転回数300回あたりまでマイルド摩耗が続くが、その後、シビア摩耗へと変化しピン変位量が0.5mmに達した。マイルド摩耗からシビア摩耗に変化したのは、摩擦試験でできた摩擦表層(旋盤加工のピンの場合は加工変質層)が摩耗により削り取られたためと考えられる。

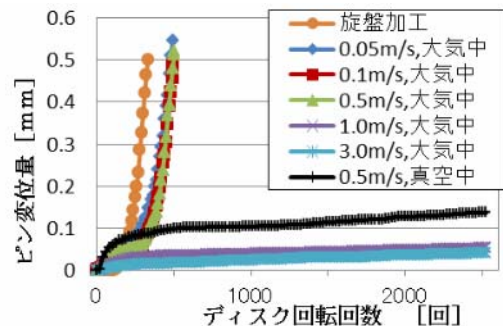


図4 摩擦表層の摩耗試験結果

(2) 摩擦表層の断面組織と硬さ

図5に大気中で摩擦速度 1.0m/s で摩擦試験したピン、(b)に真空中で摩擦速度 0.5m/s で摩擦試験したピンの断面を光学顕微鏡により観察した組織を示す。また、ビッカース硬さ測定位置とビッカース硬さの値も示す。両方とも、摩擦試験で 60 分間終始マイルド摩擦が続いたピンである。

図5に示すように、最表面でフェライト粒、パーライト粒が全く観察できない超微細組織が観察され、その下に、フェライト粒、パーライト粒が摩擦により摩擦方向に塑性変形している塑性流動組織が観察された。なお、超微細組織の上側に白く見えるのは Ni メッキ層である。一方、摩擦試験中にシビア摩擦に変化したピンには超微細組織は観察されなかったが、大気中、真空中で摩擦試験したピン全てに、結晶粒が摩擦方向に変形して傾斜した塑性流動組織は観察された。

この超微細組織では、ビッカース硬さが HV600~700 程度まで上昇しており相当結晶粒が微細化していると考えられ、ナノメートルオーダーまで組織が微細化していると思われる。

また、超微細組織は、大気中ではピンの摩擦後方部に生成され、真空中ではピンの摩擦前方部に生成された。これは、大気中ではピン表面が摩擦方向に塑性変形して生成したため、真空中では大きな塑性変形により超微細組織となった摩擦粉が凝着して生成したためと考えられる。

図6に大気中で摩擦速度 1.0m/s で摩擦試験したピン断面のビッカース硬さを示す。表面部で HV700 程度まで硬さが上昇しており、表面から離れるにしたがって硬さが徐々に低下した。なお、摩擦試験したピン断面のビッカース硬さは、全てのピン表面において、旋盤加工のままのピンよりも硬くなっていた。

(3) まとめ

- ①大気中で摩擦速度 0.05m/s、0.1m/s、0.5m/s、1.0m/s、3.0m/s と変化させて摩擦試験したピンを用いて摩擦試験を行った結果、1.0m/s、3.0m/s のピンでは終始マイルド摩擦が続き、耐摩擦性に優れる結果となった。それ以外ではマイルド摩擦からシビア摩擦に変化した。
- ②真空中で摩擦速度 0.05m/s、0.5m/s で摩擦試験したピンを用いて摩擦試験を行った結果、0.5m/s では終始マイルド摩擦が続き、耐摩擦性に優れる結果となった。
- ③摩擦試験において終始マイルド摩擦が続いたピンでは、フェライト粒、パーライト粒が全く観察できない超微細組織が観察された。また、超微細組織は、大気中においてはピンの摩擦後方部に、真空中においてはピンの摩擦前方部に生成された。これは、大気中

ではピン表面の摩擦方向への塑性変形、真空中では超微細組織となった摩擦粉の凝着により生成したためと考えられた。

④超微細組織を得るためには、摩擦速度を速くすると生成しやすくなり、真空中であれば大気中よりも遅い摩擦速度で得ることができたことが分かった。

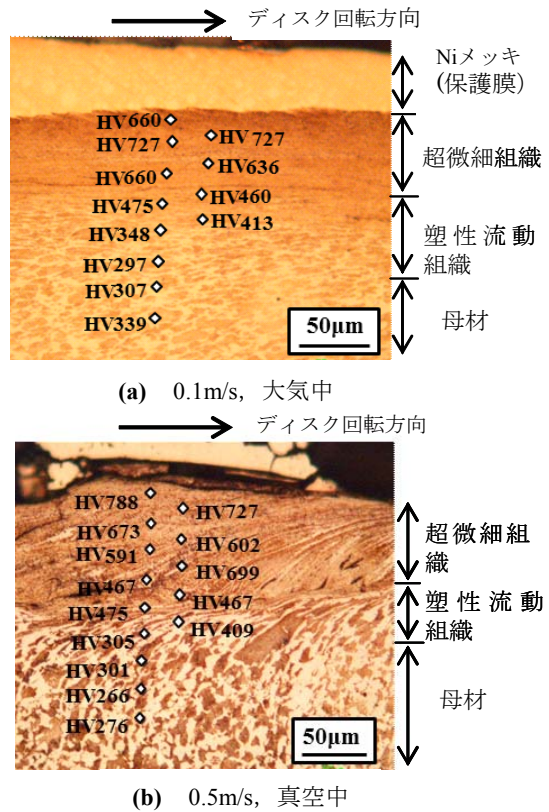


図5 摩擦表層の断面組織とビッカース硬さ

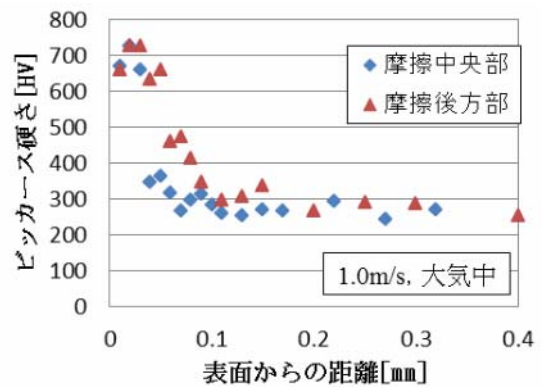


図6 摩擦試験したピン断面のビッカース硬さ分布

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 13 件)

- 1) H. Kato, Y. Todaka, M. Umemoto, K. Morisako, M. Hashimoto and M. Haga, “Dry Sliding Wear Properties of Sub-Microcrystalline Ultra-Low Carbon Steel Produced by High-Pressure Torsion Straining”, Mater. Trans. Vol.53, pp.128-132 (2012). [査読有]
- 2) H. Kato and Y. Todaka, “Tribological Properties of Sub- Microcrystalline Ultra-Low Carbon Steel Produced by High-Pressure Torsion Straining”, International Workshop on Bulk Nanostructured Metals, Kyoto, p.13 (2012). [査読無]
- 3) N. Yasumaru, E. Sentoku, K. Miyazaki, J. Kiuchi, “Femtosecond-laser- induced nanostructure formed on nitrided stainless steel”, to be published in Applied Surface Science. [査読有]
- 4) H. Kato, A. Takimi, M. Umemoto, “Tribofilms produced by supply of fine metal particles in vacuum”, Tribology Online, Vol.6, pp.50-54 (2011). [査読有]
- 5) H. Kato, Y. Todaka, M. Umemoto, K. Morisako, M. Hashimoto and M. Haga, “Wear of Submicron-Structured Materials Produced by Severe Plastic Deformation”, Extended abstract book of International Tribology Conference Hiroshima 2011, CD (ITC 2011). [査読無]
- 6) N. Yasumaru (1 番目), 他 3 名, “Frictional properties of diamond-like carbon, glassy carbon and nitrides with femtosecond-laser induced nanostructure”, Diamond & Related Materials, Vol. 20, pp.542-545 (2011). [査読有]
- 7) 加藤寛敬, “摩擦面への粉末粒子供給によるトライボフィルムの生成” トライボロジスト, Vol. 56, pp. 597-602 (2011). [査読有]
- 8) 安丸尚樹 (1 番目), 他 3 名, “フェムト秒レーザーによりナノ構造が形成された DLC および GC の摩擦特性”, 日本機械学会第 3 回マイクロ・ナノ工学シンポジウム講演論文集, pp. 159-160 (2011). [査読無]
- 9) 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, Vol. 55, pp. 200-207 (2010). [査読有]
- 10) 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]
- 11) H. Kato, M. Haga, Y. Todaka, M. Umemoto, K. Morisako and M. Hashimoto, “Wear properties of submicrocrystalline pure Fe produced by high-pressure torsion straining”, Proc. of Int. Tribology Congress - ASIATRIB 2010, Perth, p.1029 (2010). [査読有]
- 12) H. Kato, M. Haga, M. Sasase and N. Suiya, “Microstructure of Cu transfer layers produced on carbon steel by sliding”, Proc. of Int. Tribology Congress - ASIATRIB 2010, Perth, p.1104 (2010). [査読有]
- 13) N. Yasumaru (1 番目), 他 3 名, “Frictional properties of diamond-like carbon, glassy carbon and nitrides with femtosecond-laser induced nanostructure”, Abstracts of 21st European Conference on Diamond, Diamond-Like Materials, Carbon Nanotubes and Nitrides (Diamond 2010), p1-8 (2010). [査読有]

[学会発表] (計 5 件)

- 1) 加藤寛敬, 戸高義一, 梅本実, “HPT 加工した極低炭素鋼のトライボロジー特性”, 日本金属学会 2012 年秋期講演大会 (第 151 回) (2012).
- 2) 宇都宮国人, 加藤寛敬, 戸高義一, “HPT (高圧ねじり) 加工した微細結晶粒純 Fe の摩耗特性”, 日本金属学会北陸信越支部日本鉄鋼協会北陸信越支部連合講演会 (2012).
- 3) 加藤寛敬, 戸高義一, 梅本実, “HPT 加工した極低炭素鋼のトライボロジー特性”, 日本金属学会 2012 年秋期大会講演概要 CD (2012).
- 4) 加藤寛敬, 戸高義一, 梅本実, 森迫和宣, 橋本元仙, “HPT (高圧下ねじり) 加工により作製したサブミクロン微細結晶粒純鉄の摩耗特性”, 日本トライボロジー会議予講集 (福井 2010-9), pp. 25-26 (2010).
- 5) 加藤寛敬, “摩擦面への粉末粒子供給によるトライボ膜の生成と摩耗低減”, 日本トライボロジー会議予講集 (福井 2010-9), pp. 215-216 (2010).

[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