

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 6 月 19 日現在

機関番号：12701

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2013～2015

課題番号：25289003

研究課題名(和文) ショットピーニングと自己き裂治癒の併用によるセラミックスの摩擦・摩耗特性の向上

研究課題名(英文) Improvement wear properties of ceramics by shot-peening and crack-healing

## 研究代表者

高橋 宏治 (Takahashi, Koji)

横浜国立大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：90334630

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 12,900,000円

研究成果の概要(和文)：本研究ではセラミックスの摩耗特性に及ぼすショットピーニング(SP)の効果の調査を行うことを目的とした。供試材として窒化ケイ素および部分安定化ジルコニアを用いた。ボールオンディスク型摩擦摩耗試験を行った。摩耗の途中経過を明らかにするため、試験を中断し、摩耗面の観察・計測を行った。実験及び観察の結果、以下の点が明らかとなった。(1)セラミックスにSPを施工することで摩耗を抑制することができた。(2)摩耗が抑制されたのはSPにより導入された圧縮残留応力が粒界破壊を抑制したためと考えられる。これらのことから、SPはセラミックスの摩耗特性向上に有効であると明らかになった。

研究成果の概要(英文)：The effects of shot peening (SP) on the wear performance of ceramics were investigated. Silicon nitride and partially stabilized zirconia plate specimens with and without SP were prepared. Then, ball on plate tests were carried out in air under dry conditions. The wear volume of the plate specimens with SP was lower than that without SP. The wear volume was lower because of the compressive residual stress that was introduced by SP. This result indicates that SP is an effective method to reduce the wear volume of ceramics, thus making it suitable for use as a slide member.

研究分野：材料強度学

キーワード：セラミックス ショットピーニング 圧縮残留応力 摩擦摩耗試験 耐摩耗性

1. 研究開始当初の背景

近年、軸受け等の摺動部材として、セラミックスが注目されている。セラミックスは、金属材料と比較して耐熱性に優れ、低摩擦であるため、摺動部材に適用した場合に高温環境にも耐えることができる。しかしながら、セラミックスは、金属に比べ破壊靱性が低い。そのため、表面欠陥が発生した場合には、その欠陥を起点に突発的破壊に至る可能性があり、信頼性が低い。このため、セラミックスの摺動部材への適用範囲は限られている。このような問題に対し、セラミックスにショットピーニング(以下、SP)を施工し、圧縮残留応力を導入させることで転動疲労強度や曲げ強度を向上できることを明らかにしてきた。しかしながら、SPによるセラミックスの摩耗特性の向上の研究はほとんど行われていない。

2. 研究の目的

本研究では窒化ケイ素(Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>)および部分安定化ジルコニア(PSZ)の摩耗特性に及ぼすSPの効果の調査を行うことを目的とした。

3. 研究の方法

(1)供試材および表面処理方法

供試材として Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> および PSZ を用いた。摩擦摩耗試験機として、寸法 40×25×4mm の試験片を作製した。この試験片の片面は鏡面加工が施されている。これを「Non-SP 材」とする。両材料に対して、直圧式 SP 装置により、ZrO<sub>2</sub> ビーズ (φ180 μm) を投射して SP 処理を施した。これらの試験片を「SP 材」と呼ぶ。投射圧は 0.2MPa とした。この表面処理の条件は、両材料に対して同じであるが、これまでに明らかとなった曲げ強度向上や転動疲労強度向上のための最適条件である。X 線残留応力測定を行い、SP 材の表面から深さ方向の残留応力を測定した。なお、PSZ の試験片では、SP 材の表面から 15 μm の深さまで鏡面研磨した「SP+研磨材」も作製した。

(2)実験方法

図 1 に示すようなボールオンディスク型摩擦摩耗試験機を用いて摩擦摩耗試験を行った。平板状の試験片に対して垂直に荷重を負荷させながら相手材(球)を押し付け、試験片側を回転させることにより試験を行った。表 1 に示すように、本研究では、相手材として Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 試験片に対しては Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 球を、PSZ 試験片に対しては ZrO<sub>2</sub> 球を用いた。球の直径は 4.76mm である。負荷した荷重およびヘルツの最大接触圧力 P<sub>max</sub> は表 1 に示した。回転半径は 5 mm、線速度は 100 mm/sec、総摺動距離は 1000 m とした。摩耗の途中経過を明らかにするため、摺動距離 100 m 毎に試験を中断し、摩耗面の観察・計測を行った。表面状態の観察には光学顕微鏡を、ミクロな摩耗面観察には SPM を用いた。また、摩耗量を算出するため触針式表面粗さ計を用いて

摩耗によって形成された摩耗断面形状を測定した。このときの摩耗断面積と摩耗円周長さとの積から得た体積を摩耗量と定義した。

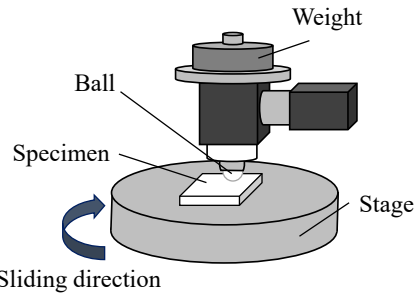


図 1 ボールオンディスク型摩擦摩耗試験

表 1 試験片, 相手材, 試験荷重, ヘルツの最大接触圧力 P<sub>max</sub>

Test material (HV)	Ball material (HV)	Load (N)	P <sub>max</sub> (GPa)*
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (1420)	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> (1490)	0.98-9.8	0.98-2.1
PSZ (1200)	ZrO <sub>2</sub> (1240)	2.9	1.1

\* Maximum Hertzian contact pressure

4. 研究成果

(1)試験片の表面特性

表 2 に、表面処理前後の各試験片の算術平均粗さの計測結果を示す。両材料ともに SP により表面粗さが増加した。しかし、PSZ の SP+研磨材は粗さが低減されていることが分かる。

表 2 表面処理前後の試験片の表面粗さ

Test material	Average roughness R <sub>a</sub> (μm) of test material		
	Non-SP	SP	SP + polished
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	0.032	0.063	—
PSZ	0.042	0.047	0.022

表 3 に、表面処理前後の各試験片のビッカース硬さ HV の計測結果を示す。両材料ともに、SP により HV が上昇した。硬さの向上は SP によって材料表面に生じた塑性変形によるものと考えられる。さらに、SP+研磨材では、15 μm 研磨するとさらに硬い表面が出現することがわかった。

表 3 表面処理前後の試験片の硬さ

Test material	Vickers hardness (HV) of test material		
	Non-SP	SP	SP + polished
Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub>	1420	1490	—
PSZ	1200	1240	1340

SP を行った Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 試験片における圧縮残留応力の値は、表面で最大となっており、約 2000 MPa であった。深さの増大に伴い圧縮残留応力は減少した。圧縮残留応力の導入深さは、20 μm 未満であった。

SP を行った PSZ における圧縮残留応力は、

最表面で約 1400 MPa、深さ 20  $\mu\text{m}$  で最大 1800 MPa であった(雑誌論文①)。その後、深さの増大に伴い減少した。圧縮残留応力の導入深さは、50  $\mu\text{m}$  未満であった。深さ 15  $\mu\text{m}$  程度では、表面よりも圧縮残留応力の値が高いため、HV も表面の値よりも高くなったと考えられる。

## (2) 摩耗試験結果

### ①窒化ケイ素( $\text{Si}_3\text{N}_4$ )における試験結果

図 2 に、窒化ケイ素において、荷重 7.8 N で試験を行ったときの摺動距離と摩耗量の関係を示す。Non-SP 材では試験開始と同時に摩耗量が急激に増加していた。しかし、摺動距離 500 m 以降になると摩耗量の増加が緩やかになった。これは急激に摩耗が進行したことで試験片とボール材の接触面圧が減少したためと考えられる。一方、SP 材では Non-SP 材に比べ試験開始から終了時まで摩耗量が抑制されていた。また、摩耗量も緩やかに増加した。

図 3 に、試験が終了した摺動距離 1000 m における各試験片の荷重と摩耗量の関係を示す。荷重が 0.98 N のとき、Non-SP 材と SP 材の摩耗量はほぼ同等であった。しかし、2.9-9.8 N の荷重のとき、SP 材では Non-SP 材に比べ 15-38 % 摩耗量が抑制された。

これらの結果から、SP は窒化ケイ素の摩耗抑制に効果があることが明らかとなった。

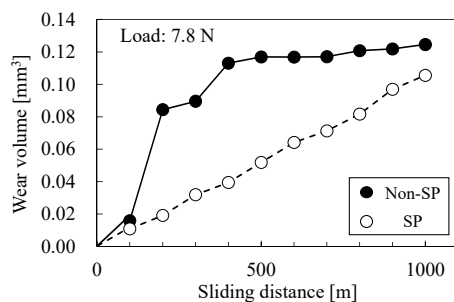


図 2 摩耗量と摺動距離の関係( $\text{Si}_3\text{N}_4$ )

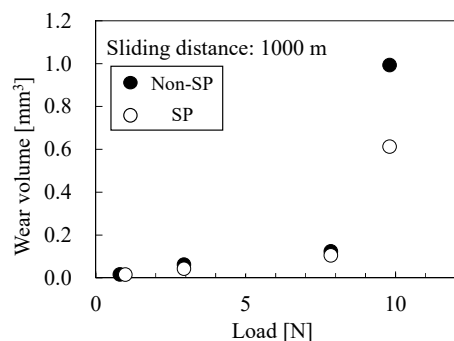


図 3 試験終了時の摩耗量と試験荷重の関係( $\text{Si}_3\text{N}_4$ )

図 4(a)および(b)に、荷重 7.8 N で 1000 m 摺動させた後の、Non-SP 材と SP 材における摩耗面の観察写真をそれぞれ示す。Non-SP 材では摺動方向に沿って筋状の摩耗痕が全体に広がっていることが確認できた。しかし、SP

材では筋状の摩耗痕が非常に少なかった。図 5 には、図 4 に示した試験片の摩耗断面図を示す。Non-SP 材では摩耗面の凹凸が激しく、非常に摩耗が進行していた。しかし、SP 材の摩耗痕は滑らかで摩耗が抑制されていた。以上のように、表面観察および摩耗断面の計測の結果、SP 材では摩耗深さ及び摩耗幅が Non-SP 材に比べ減少していた。他の 0.98-7.8 N の荷重条件においても 2.9 N を除き同様の傾向が見られた。

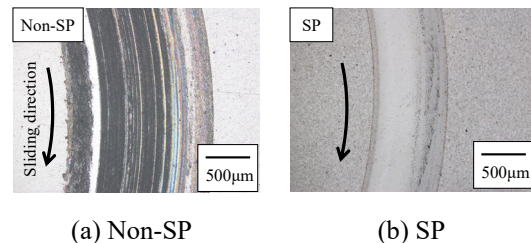


図 4 摩耗面の光学顕微鏡写真 ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ )

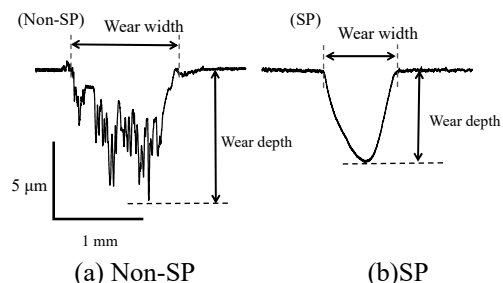


図 5 摩耗面の断面プロファイル ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ )

以上の摩耗量の測定および摩耗面の観察結果から、各荷重の摩耗機構に及ぼす SP の影響を考察する。一般的に、セラミックスの摩耗には、粒界破壊が支配的で摩耗量の多いシビア摩耗と、粒内破壊が支配的で摩耗量の少ないマイルド摩耗に分けることができる。試験荷重が 0.98N の場合には、Non-SP 材と SP 材の摩耗量に大きな差はなく、両材ともにマイルド摩耗が生じていたと考えられる。一方、試験荷重が 2.9N 以上においては、Non-SP 材では、摩耗機構がマイルド摩耗からシビア摩耗に遷移したと考えられる。そのため、Non-SP 材では荷重の増加に伴い摩耗量も大きく増加したと考えられる。しかし、SP 材では、導入された圧縮残留応力により粒界破壊が抑制されたため、Non-SP 材と比べて脱粒が少なくなり、摩耗量の抑制に繋がったと考えられる。

### ②部分安定化ジルコニア(PSZ)における試験結果

図 6 に、PSZ における摺動距離と摩耗量の関係を示す。全ての試験片において、摺動距離が延びるとともに摩耗量が増加していることがわかる。また、摺動距離 1000 m 時点での摩耗量は、Non-SP 材と比較して、SP 材では約 240 % 増加し、SP+研磨材では約 90 % 減少した。

図 7 および図 8 に、それぞれ、試験後の摩

耗面および摩耗断面の観察および測定結果を示す。摩耗量が多いほど摩耗面の幅が広くなり、摩耗深さも深くなっていることがわかる。また、摩耗量の少なかった SP+研磨材では、図 7(c)の破線で示している部分の内側に、相手材が接触しているにもかかわらず摩耗深さが非常に浅い部分があることが観察できた。

続いて、PSZ の摩耗機構に及ぼす SP および研磨の影響を考察する。SP 材の表面には十分な圧縮残留応力が導入されているため、粒界破壊が抑制されることが予測された。しかし、SP 材では、Non-SP 材に比べて、試験開始後早期にシビア摩耗が支配的となり、摩耗量が多くなった。この原因は、SP を施すことで生じたショット材の衝突による剥離が表面に存在していたことや、表面粗さが増大してしまっただけでなく、粒界破壊の起点となる点が多くなってしまったためと考えられる。一方、SP+研磨材では、SP 材および Non-SP 材に比べて、シビア摩耗が抑制され、摩耗量が大幅に少なくなった。この理由は、表面層を研磨したことでショット材の衝突により生じる剥離を取り除くとともに、SP 材に比べ表面粗さを低減できたためと考えられる。さらに、研磨によって Non-SP 材や SP 材表面より硬い面が出現したため、摩耗量が抑制されたと考えられる。

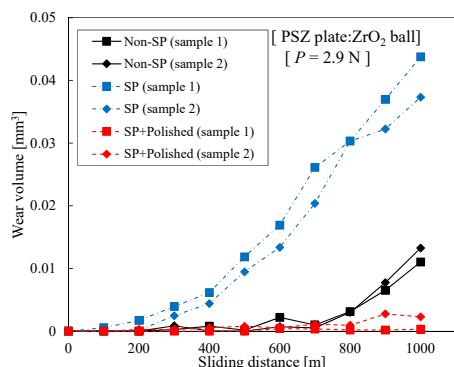


図 6 摩耗量と摺動距離の関係(PSZ)

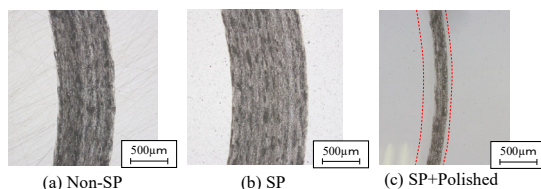


図 7 摩耗面の光学顕微鏡写真 (PSZ)

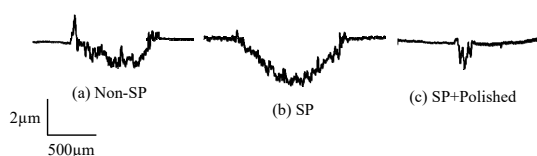


図 8 摩耗面の断面プロファイル (PSZ)

5. 主な発表論文等  
〔雑誌論文〕(計 4 件)

- ① K. Takahashi, K. Iwanaka, T. Osada, H. Koike, Increase in Strength of Partially Stabilized Zirconia After Shot Peening, *Journal of Materials Engineering and Performance*, 24, 9, PP.2573-3578 (2015), 査読有, DOI: 10.1007/s11665-015-1623-x
- ② 高橋宏治,セラミックスの自己き裂治癒, *日本画像学会誌*, 54-3, (2015), pp.229-235., 査読無し, DOI: 10.11370/isj.54.229
- ③ H. Koike, K. Iwanaka, K. Takahashi, Measurement of sliding wear of shot-peened Partially Stabilized Zirconia plate, *Applied Mechanics and Materials*, 597, PP.353-357 (2014), 査読有, DOI:10.4028/www.scientific.net/AMM.597.353
- ④ 高橋宏治, 山元大貴, ショットピーニングと自己き裂治癒の併用処理によるセラミックスの転動疲労強度向上, *メカニカル・サーフェステック*, 18, 16-18(2014) 査読無し

〔学会発表〕(計 10 件)

- ① 古池仁暢, 高橋宏治, 北條恵司, ショットピーニングによるジルコニア炭化ケイ素複合材の摺動面改質の効果, *M&M2015 材料力学カンファレンス*, 2015 年 11 月 21~23 日, 慶應義塾大学
- ② 西出勇隆, 山元大貴, 古池仁暢, 谷川若奈, 高橋宏治, ショットピーニングを用いた窒化ケイ素の摩耗特性の向上, *M&M2015 材料力学カンファレンス*, 2015 年 11 月 21~23 日, 慶應義塾大学
- ③ 高橋宏治, 構造用セラミックスの自己き裂治癒挙動, *日本材料学会関東支部講演会「各種材料の自己修復技術の最前線」*, 2014 年 12 月 16 日, 東京理科大学
- ④ 岩中華栄, 高橋宏治, 古池仁暢, ショットピーニングによる部分安定化ジルコニアの長寿命化, *日本ばね学会 2014 年秋季ばね及び復元力応用講演会*, 2014 年 11 月 7 日, 京都府
- ⑤ 古池仁暢, 高橋宏治, 岩中華栄, ショットピーニングによる部分安定化ジルコニアの摺動面改質の効果, *日本機械学会 M&M2014 カンファレンス*, 2014 年 7 月 18 日~21 日, 福島大学
- ⑥ 西出勇隆, 古池仁暢, 山元大貴, 高橋宏治, 窒化ケイ素/炭化ケイ素複合材の摩擦摩耗特性に及ぼすショットピーニン

グの効果, 日本機械学会 M&M2014 カンファレンス, 2014年7月18日~21日, 福島大学

- ⑦ H. Koike, K. Iwanaka, K. Takahashi, Measurement of sliding wear of shot-peened Partially Stabilized Zirconia plate, 3rd International Conference on Advanced Materials Design and Mechanics (ICAMDM2014), 2014年5月23日~24日, シンガポール
- ⑧ 高橋宏治, 自己治癒とショットピーニングの併用によるセラミックスの強度向上, 神奈川県産業技術センター超寿命材料フォーラム, 2013年10月23日~25日, 神奈川県産業技術センター
- ⑨ 大木友也, 山元大貴, 長田俊郎, 高橋宏治, ショットピーニングと自己き裂治癒の併用によるアルミナ炭化/ケイ素複合材の転動疲労強度向上, 日本機械学会 M&M2013 カンファレンス, 2013年10月12日~14日, 岐阜大学
- ⑩ 岩中華栄, 長田俊郎, 高橋宏治, ショットピーニングによる部分安定化ジルコニアにおける表面き裂の発生及び進展抑制, 日本機械学会 M&M2013 カンファレンス, 2013年10月12日~14日, 岐阜大学

[図書] (計2件)

- ① T. Osada, W. Nakao, K. Takahashi, K. Ando, Self crack-healing behavior in ceramic-matrix composites, I.M. Low Eds., Advances in Ceramic Matrix Composites, Chapter 17, 410-441, Woodhead Publishing, (2014), DOI: 10.1533/9780857098825.2.410
- ② K. Ando, K. Takahashi, T. Osada, Structural ceramics with self-healing properties, in A.S.H. Makhlof Eds., Handbook of Smart Coatings for Materials Protection, Chapter 22, 586-605, Woodhead Publishing, (2014), DOI: 10.1533/9780857096883.3.586

[その他]

上記〔学会発表〕の④および⑦は, それぞれの学会から, 優秀ポスター賞および Best Paper Award が授与された.

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

高橋 宏治 (TAKAHASHI KOJI)  
横浜国立大学・大学院工学研究院・教授  
研究者番号: 90334630

### (2) 研究分担者

北條 恵司 (HOUJOU KEIJI)  
小山工業高等専門学校・機械工学科・准教授  
研究者番号: 10455115  
(2015年7月まで研究分担者)

長田 俊郎 (OSADA TOSHIO)  
物質・材料研究機構・主任研究員  
研究者番号: 50596343

古池仁暢 (KOIKE HITONOBU)  
横浜国立大学・共同研究推進センター・特任教員 (助教)  
研究者番号: 40603329  
(2015年9月から研究分担者)