

**科学研究費助成事業 研究成果報告書**

平成 28 年 6 月 9 日現在

機関番号：53401

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2013～2015

課題番号：25420102

研究課題名(和文) 超強加工により作製したサブミクロン微細結晶粒材料の摩擦摩耗特性の解明

研究課題名(英文) Wear behavior of sub-microcrystalline metals produced by severe plastic deformation

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

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,900,000円

研究成果の概要(和文)：超強加工の一つである高圧ねじり(HPT)加工により作製したバルクナノメタルの特異な摩耗特性を、摩擦摩耗により組織が変化した摩耗変質層の金属学的性質と力学特性と関連づけて明らかにすることを目的とし、HPT加工条件と摩耗試験における摩擦条件が純鉄のHPT加工材の摩耗特性に及ぼす影響を調査した。その結果、HPT加工材の摩耗特性は、摩擦速度を速くしてもバルクナノメタルの結晶粒微細化による硬度上昇の効果が得られるという興味深い結果が得られた。さらに、摩耗試験で生成したHPT加工材の摩耗変質層では結晶粒がさらに微細化していることを見出し、摩擦熱による温度上昇に伴う回復や再結晶の影響は認められなかった。

研究成果の概要(英文)：Sliding wear behavior of sub-microcrystalline pure iron discs produced by high-pressure torsion (HPT) straining was studied using a ball-on-disc configuration against a cemented carbide (WC-Co) counter body. The effects of the strain in the HPT process and the duration of wear tests were investigated, and the surface morphology, subsurface microstructure and hardness of the specimens were examined. The degree of wear in the discs decreased considerably with increasing number of turns during HPT, and the wear resistance of pure iron was significantly improved by HPT straining owing to the high hardness of HPT-processed iron. The specific wear rate was inversely proportional to the Vickers hardness of the discs. This study is the first to show that submicron grains produced by HPT straining were further refined to a size of 100-150 nm by friction shear straining beneath the worn surface while grain refinement of iron is saturated upon further straining in HPT processing.

研究分野：トライボロジー

キーワード：超強加工 微細結晶粒材料 バルクナノメタル 高圧ねじり加工 トライボロジー 摩耗変質層 耐摩耗性

## 1. 研究開始当初の背景

### (1) 関連する国内・国外の研究動向

近年、HPT (High Pressure Torsion、高圧ねじり)・ECAP (Equal-Channel Angular Pressing)・ARB (Accumulative Roll Bonding、繰り返し重ね接合圧延)など、対数相当ひずみ5以上の極めて大きな塑性ひずみを金属材料に与える超強加工または巨大ひずみ加工 (Severe Plastic Deformation: SPD) を用いることにより、結晶粒径が  $1\mu\text{m}$  未満の超微細粒組織を持ち高密度の格子欠陥が導入されたバルク状のナノ/サブミクロン微細結晶粒材料 (以下、バルクナノメタルと呼ぶ) を作製できるようになっている。このバルクナノメタルは、合金元素に頼らずに従来の粗大粒材 (結晶粒径が数  $\mu\text{m}$  以上) と比較して高強度を示すという新しい発想に基づいた画期的材料であるために、環境資源・エネルギー問題の観点から次世代の構造材料候補として注目を集めている。

一方、摩耗は疲労・腐食と並んで構造材料の性能・寿命を決定づける重要な要因と言われており、バルクナノメタルを構造材料として使用する場合、その摩擦摩耗特性を明らかにすることは極めて重要で、しかも高強度であるために優れた耐摩耗性を示すと期待される。このような背景を受け、最近、超強加工により作製したバルクナノメタルの摩擦摩耗特性の研究がされ始めてきている。しかしながら、超強加工により耐摩耗性が向上するという結果と、反対に耐摩耗性が低下するという結果が報告されており、摩擦条件によって相反する摩耗特性を示す理由についてもよく分かっていない。すなわち、バルクナノメタルのトライボロジー特性は未だ明らかにされていない。

### (2) 本研究の位置づけ

このように、超強加工によりサブミクロン結晶粒材料の作製が可能となり、構造材料への適用が期待されている。一方、摩擦条件によってバルクナノメタルが相反する摩耗特性を示す理由として、超強加工材特有の材料内部におけるひずみ勾配による組織の違いに加えて、摩擦摩耗の熱やひずみによる材料表面の組織変化が挙げられる。すなわち、摩擦熱の温度上昇によりバルクナノメタルの微細組織が回復 (転位密度の低下による硬度低下)・再結晶して強度低下をもたらす場合と、摩擦ひずみの導入により表層がさらに組織微細化・高硬度化する場合が考えられ、この摩耗変質層 (摩擦の影響を受けた材料表層) の生成により力学特性が変わりその結果摩耗特性が変化したと考えられる。本研究は、バルクナノメタルの摩耗変質層と関連づけて、その特異なトライボロジー特性を解明し、さらにこの結果を超強加工条件にフィードバックしてバルクナノメタルの耐摩耗性の向上を試みようというもので、このような革新的な研究は国内外で皆無である。

## 2. 研究の目的

本研究の最終目的は、超強加工により作製したバルクナノメタルの特異な摩耗特性を、摩擦摩耗により組織が変化した摩耗変質層の金属学的性質と力学特性と関連づけることにより明らかにして、耐摩耗性に優れたバルクナノメタルを開発することである。具体的には、バルクナノメタルとして超強加工の一つである HPT 加工材を採り上げ、以下の点を明らかにすることを目的とした。

(1) まず、HPT 加工における加工条件 (材料組成、圧力、回転速度、回転回数、試料半径) が材料の組織 (結晶粒サイズ、結晶方位) や硬さに及ぼす影響を明らかにする。

(2) 次に、HPT 加工材の摩耗試験における摩擦条件 (摩擦速度、面圧 (荷重)、相手材、雰囲気、試験時間) が摩耗特性に及ぼす影響を明確にする。また、摩耗試験で生成した摩耗変質層の金属学的性質 (結晶粒サイズ、結晶方位、転位密度) と力学的特性 (硬さ) を明らかにして、バルクナノメタルの摩耗特性を摩耗変質層の性質と関連づけて解明する。

(3) さらに、摩耗試験結果を HPT 加工条件にフィードバックしてバルクナノメタルの耐摩耗性の向上を図る。すなわち、生成する摩耗変質層の性質を摩擦条件によって分類し、摩擦条件に応じて耐摩耗性に優れたサブミクロン微細結晶粒材料を作るための HPT 加工条件を明らかにする。

## 3. 研究の方法

### (1) バルクナノメタルの作製

微細結晶粒材料 (バルクナノメタル) は、巨大ひずみ加工の一つである HPT 加工により作製した。HPT 加工とは、図1に示すように、ディスク状の材料を中央に凹の窪みが付いた上下のアンビルで挟み込み、大きな圧力をかけながら両アンビルを相対的に回転させ、形状を変えずに大きなせん断ひずみを材料内に導入するもので、これによりサブミクロンオーダーの微細結晶粒材料が得られる。試験材料は純 Fe、S45C とし、 $\phi 10\text{mm} \times t 0.85 \sim \text{mm}$  の形状に切り出して HPT 加工の供試材とした。HPT 加工は、豊橋技術科学大学の戸高が保有する高圧ねじり試験装置を用いて、圧縮応力 5GPa、回転速度 0.2rpm、回転回数 0~10 回転の条件で行い、種々の結晶粒径をもつ微細結晶粒材料を作製した。

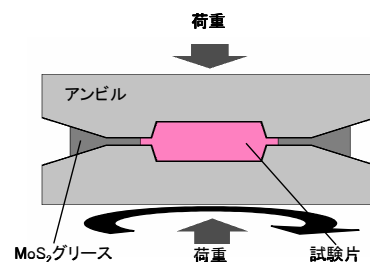


図1 HPT 加工方法模式図

得られた HPT 加工材は、FE-SEM (電界放出型走査電子顕微鏡) による反射電子像や EBSD (Electron Back-Scatter Diffraction、電子後方散乱回折像法) により、結晶粒サイズ、結晶方位解析などの組織観察や、ビッカース硬さ試験を行い、HPT 加工条件の影響について調査した。また、HPT 加工材では試料中心から外周に向かってせん断歪が直線的に増加するので、試料内部における半径方向の違いによる組織・硬さの変化も調査した。

#### (2) バルクナノメタルのトライボロジー特性の評価

トライボロジー特性の評価は、雰囲気制御できる現有のボールオンディスク摩擦摩耗試験機 (図 5) を用いて、摩耗量・摩擦係数・摩耗痕性状などを観察して行った。ボールオンディスクを選んだ理由は、HPT 加工材の試料中心からの距離が同一の位置において点接触でのすべり摩擦が可能のため、これにより試料内部の半径方向の歪みの影響をなくすることができる。ディスク試験片として、サブミクロンオーダーの微細結晶粒を持つ純 Fe、S45C の HPT 加工材、比較材として annealing したままで数十~百  $\mu\text{m}$  の結晶粒をもつ無加工材、さらに合金元素を添加した炭素鋼や合金鋼などを用いて、バルクナノメタルの摩耗特性を評価した。具体的な試験条件として、相手材ボールの材質は軸受け鋼、超硬合金、摩擦速度は 0.5~100mm/s、試験荷重は 0.1~50N、摺動直径は 5mm、試験時間は 1~30 分、摩擦雰囲気は Ar ガス中の条件で行った。

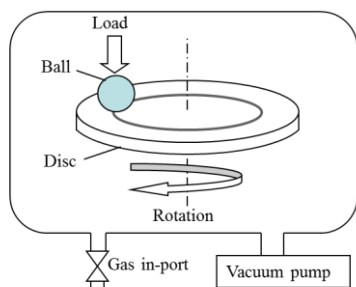


図 2 雰囲気制御ボールオンディスク摩耗試験概略図

#### (3) 摩耗変質層の金属学的調査

摩耗試験したディスクは、摩擦方向に垂直および平行な断面で切断し、摩耗変質層の金属学的・力学的特性の調査を行った。具体的には、光学顕微鏡、FE-SEM、EBSD による結晶粒サイズ・結晶方位関係などの微細構造組織観察、および微小硬さ試験やナノインデントーションテスターによる力学的性質 (硬さ・ヤング率) の深さ方向の変化、EDS 元素分析による化学組成の調査 (相手材移着や混合の有無) を行った。

### 4. 研究成果

#### (1) HPT 加工した試験片の観察

図 3 (a) に無加工材 (ND) の組織写真、図 3 (b) に回転回数  $N=10$  の HPT 加工材でディスク中心からの距離  $r=2.5\text{mm}$  の組織写真を示す。無加工材の結晶粒サイズは約  $700\mu\text{m}$  と粗大であったのに対し、HPT 加工材 ( $N=10$ ) ではディスク中心からの距離  $r=2.5\text{mm}$  の位置で、約  $0.2\mu\text{m}$  とサブミクロンオーダーまで結晶粒が微細化された。

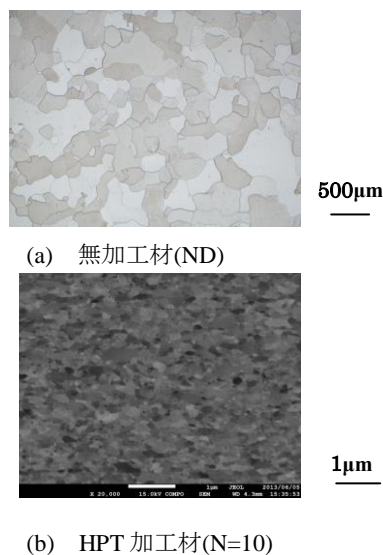


図 3 HPT 加工組織 (純 Fe)

図 4 に HPT 加工材の結晶粒径とビッカース硬さの関係を示す。一般に、金属材料のビッカース硬さは結晶粒径の  $-1/2$  乗に比例すると言われている (ホールペッチの関係)。この図を見ると ND 材と  $N=0$  材を除いた  $N=1/4$ 、 $N=1/2$ 、 $N=1$ 、 $N=5$ 、 $N=10$  のプロット点はほぼ一直線上に分布しており、この HPT 加工試験片において、結晶粒径とビッカース硬さにはホールペッチの関係が成り立っているとと言える。

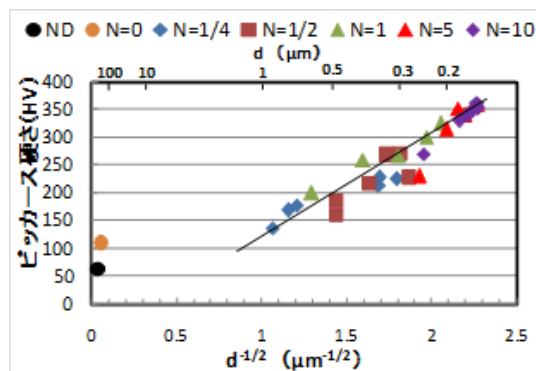


図 4 純 Fe の HPT 加工材の結晶粒径とビッカース硬さの関係

#### (2) HPT 加工材の摩耗特性

図 5 に相手材が SUJ2 ボールで、回転速度

が 6rpm、荷重が 40N、試験時間が 20 分の場合の各試験材料の摩耗痕断面積の結果をビッカース硬さで整理したグラフ、図 6 に相手材が超硬ボールで、回転速度が 180rpm、荷重が 1kgf、試験時間が 2 分の場合の各試験材料の摩耗痕断面積をビッカース硬さで整理したグラフを示す。図 5 を見ると HPT 加工材のグラフが右下がりになっており、硬さが上昇するにしたがって摩耗痕断面積は減少するという結果になった。一方、他の鉄系比較材は HPT 加工材より摩耗が少なく、HPT 加工材は硬さの割に摩耗量が多かった。図 6 を見ると、HPT 加工材だけでなく、比較材として使用した材料についても右下がりの曲線となっており、硬さが上昇するにしたがって摩耗痕断面積は減少するという結果になった。

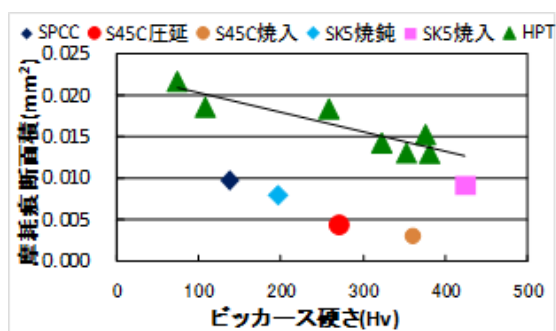


図 5 相手材が SUJ2 の場合の硬さと摩耗痕断面積の関係 (6rpm、40N、20 分)

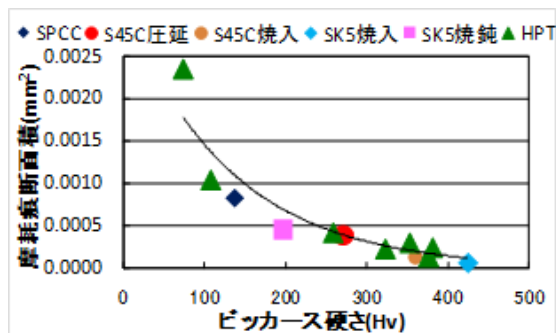


図 6 相手材が超硬合金の場合の硬さと摩耗痕断面積の関係 (180rpm、10N、2 分)

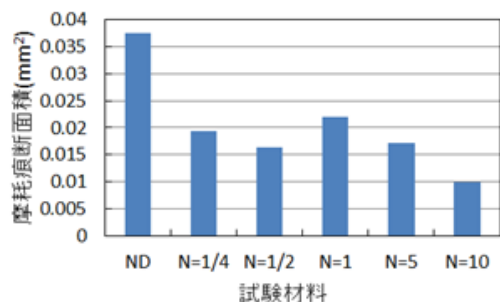
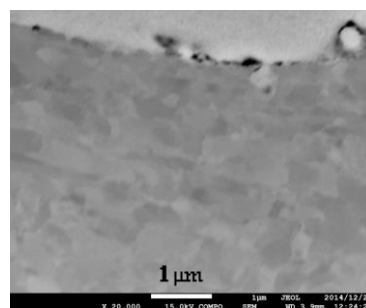


図 7 摩擦速度が速い場合の HPT 加工材の摩耗量 (超硬合金ボール、980rpm、10N、2 分)

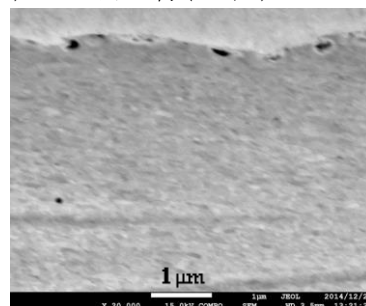
次に、摩耗試験における回転速度を 980rpm にして摩擦速度を速くした場合の各試験材料の摩耗痕断面積を図 7 に示す。HPT 加工回転回数が増加すると摩耗量が減少し、HPT 加工材の摩耗量は摩耗の理論どおり硬さの上昇に従って減少した。すなわち、高速 (980rpm) であっても、低速の場合と同様に、HPT 加工材の硬さ上昇による耐摩耗性向上の効果が得られた。

### (3) 摩耗変質層の観察

図 8 に、ディスク摩耗痕の平行断面を SEM により撮影した組織写真を示す。HPT 加工材 (N=1/4、N=10) の結晶粒が、摩擦摩耗の影響により微細化していた。すなわち、HPT 加工材の摩耗痕断面の組織では、摩擦熱による結晶粒粗大化は認められなかった。すなわち、摩擦速度を速くしても、熱の影響はなかったといえる。



(a) HPT 加工材 (N=1/4)



(b) HPT 加工材 (N=10)

図 8 摩耗痕平行断面の組織写真

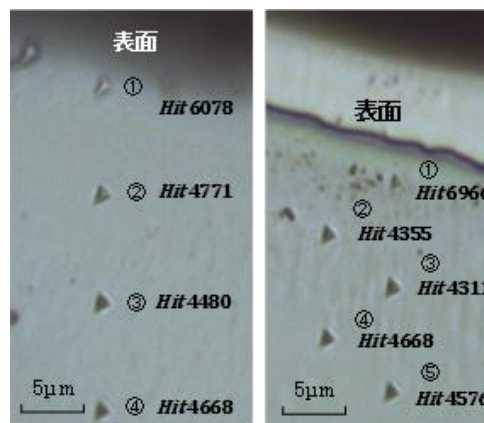


図 9 HPT 加工した純 Fe の摩耗痕垂直断面におけるナノインデンテーション硬さ試験結果 (試験力 5mN)

図9にHPT加工した純Feの摩耗痕垂直断面の超微小硬さ(ナノインデンテーション)試験結果を示す。試料表面付近は母材よりも約1.5倍硬くなっていることが分かった。さらに、試料表面付近では結晶粒が微細化(0.1~0.2 $\mu$ m)していることが確認された。このことから、この試料の表面付近においては、摩耗試験によって結晶粒が微細化され、硬さが向上していることが明らかになった。したがって、摩擦速度を速くしても摩耗変質層における摩擦熱の影響はなかったと言える。

#### 5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計8件)

- ① 加藤寛敬、摩擦を利用した高機能表層のトライボメタラジーとその応用、機械の研究、第68巻、第6号、印刷中(2016)、査読有。
- ② H. Kato, Y. Todaka, M. Umemoto, M. Haga, E. Sentoku, Sliding wear behavior of sub-microcrystalline pure iron produced by high-pressure torsion straining, *Wear*, Vol. 336-337, pp. 58-68 (2015)、査読有。
- ③ N. Yasumaru, E. Sentoku, M. Haga, J. Kiuchi, Femtosecond-laser-induced nano-structure and high ablation rate observed on nitrided alloy steel, *JLMN-Journal of Laser Micro/ Nanoengineering*, Vol. 10, pp. 33-37 (2015)、査読有。
- ④ 戸高義一、他3名、鉄鋼材料における潤滑油中の低摩擦係数化に及ぼす高密度格子欠陥の影響、鉄と鋼、Vol. 101, pp. 530-535 (2015)、査読有。
- ⑤ K. Edalati, M. Ashida, Z. Horita, T. Matsui and H. Kato, Wear resistance and tribological features of pure aluminum and Al - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composites consolidated by high-pressure torsion, *Wear*, Vol. 310, pp. 83-89 (2014)、査読有。
- ⑥ N. Yasumaru, E. Sentoku, J. Kiuchi, Femtosecond-laser-induced nano-structure and high ablation rate observed on nitrided alloy steel, *Proc. of LPM2014 - 15th International Symposium on Laser Precision Microfabrication*, #14-65, pp. 1-5 (2014)、査読有。
- ⑦ H. Kato, Y. Todaka, Wear properties of sub-microcrystalline pure iron produced by severe plastic deformation, *Proc. 5th World Tribology Congress*, Torino, Italy, USB ISBN 978-88-908185 (2013)、査読有。
- ⑧ N. Yasumaru、他3名、Femtosecond-laser-induced nano-structure formed on nitrided stainless steel, *Applied Surface Science*, Vol. 264, pp. 611-615 (2013)、査読有。

[学会発表] (計6件)

- ① H. Kato, K. Yasunaga, N. Suiya, "Microstructure and wear properties of friction induced nanocrystalline layers of carbon steels", *Extended abstract of International Tribology Conference 2015 Tokyo (ITC 2015 Tokyo)* USB, pp. 655-656 (2015).
- ② 加藤寛敬、安永和史、推谷信昭、“摩擦表層に生成した超微細組織のトライボメタラジー”、トライボロジー会議2015春 姫路 予稿集 USB, pp. 82-83 (2015) .
- ③ H. Kato, Y. Todaka, E. Sentoku, "Microstructure and wear properties of sub-micro- crystalline pure iron produced by high-pressure torsion process", *Proc. 41st Leeds-lyon Symposium on Tribology*, Leeds, U.K., USB (2014).
- ④ 道場充、加藤寛敬、戸高義一、“HPT(高圧ねじり)加工した純鉄の組織と摩耗特性”、日本金属学会北陸信越支部講演会概要集、p. 29 (2014).
- ⑤ 加藤寛敬、“摩擦摩耗を利用した高機能表層のトライボメタラジー(トライボロジーと材料科学)”、日本機械学会北陸信越支部特別講演会 (2013).
- ⑥ 加藤寛敬、“摩擦摩耗を利用した高機能表層のトライボメタラジー、JOINT フォーラム 2013 (2013).

[図書] (計0件)

[産業財産権]

○出願状況 (計0件)

○取得状況 (計0件)

#### 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

戸高 義一 (TODAKA, Yoshikazu)  
豊橋技術科学大学・機械工学系・准教授  
研究者番号：50345956