# 科研費

# 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 29 年 5 月 30 日現在

機関番号: 82626

研究種目: 基盤研究(C)(一般)

研究期間: 2014~2016

課題番号: 26420094

研究課題名(和文)正20面体クラスター構造を持つ水潤滑用低摩擦・低摩耗ホウ化物セラミックスの開発

研究課題名(英文) Developments of the icosahedral cluster-boride ceramics exhibiting low friction and low specific wear rates in water

#### 研究代表者

村上 敬 (Murakami, Takashi)

国立研究開発法人産業技術総合研究所・製造技術研究部門・主任研究員

研究者番号:40344098

交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 3,800,000円

研究成果の概要(和文):水は生態系に優しいことから水潤滑システムは最近水圧ポンプや食品機械、医療機器の分野で注目されている。しかし水中で低摩擦・低摩耗を示す材料はほとんど見られない。以前研究代表者らはAIB12、SiB6ベースのセラミックスが水中で低摩擦・低摩耗を示すことを明らかにしている。本研究では不純物をほとんど含まないAIB12、SiB6セラミックスの摩擦係数が0.1以下になること、水潤滑の後AIB12、SiB6ベースセラミックス試験片の摩耗痕上にH3B03被膜がほとんど形成されないことを明らかにした。さらに靭性を改善したAIB12-NiAI系サーメットが放電プラズマ焼結により作製可能であることを明らかにした。

研究成果の概要(英文): Lubricating systems with water are receiving attention in industries related to water pumps, food machinery and medical devices because water is an eco-friendly material. However, there are not few materials exhibiting low friction coefficients and low specific wear rates in water. It was found in our previous study that AIB12- and SiB6-based ceramics exhibited low friction and low specific wear rates in water. In this study, it was found that AIB12 and SiB6 ceramics containing little amount of contamination exhibited friction coefficients lower than 0.1 in water, and that few H3B03 films were not formed on the worn surfaces of the AIB12 and SiB6 ceramic specimens after sliding in water. In addition, it was found that AIB12-NiAI cermet could be obtained by spark plasma sintering.

研究分野: トライボロジー

キーワード: 水潤滑 ホウ化物 トライボロジー トライボケミカル反応 粉末冶金 放電プラズマ焼結

#### 1.研究開始当初の背景

油を使わないクリーンな水潤滑システムは最近水圧ポンプや食品機械などの分野で注目され、既に河川・ダム用水門扉用水圧ポンプや水圧制御弁、あるいは潜水調査船用海水ポンプのピストンシリンダなどに応用され始めている。現在水潤滑用しゅう動材料としては、主にSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、樹脂などが使用されている。しかしSi<sub>3</sub>N<sub>4</sub>(摩擦開始直後など)やAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>は摩擦・摩耗が大きく、樹脂は硬度、耐摩耗性が劣る欠点がある。

研究代表者は、今まで潤滑油、エタノール、 高温など様々な環境下で低摩擦・低摩耗を示 す材料及びそのコーティングを開発してき ているが、最近加圧焼結法で作成したバルク 状 AIB<sub>1</sub> 基及び SiB<sub>6</sub>基セラミックスが、水中 において、低摩擦層状・ゲル状化合物を形成 することにより窒化珪素やアルミナ(摩擦係 数約 0.6、比摩耗量約 10<sup>-5</sup>mm<sup>3</sup>/Nm )より非常に 小さい摩擦係数 (0.1~0.2) 及び低摩耗 (比 摩耗量 10<sup>-7</sup>~10<sup>-6</sup>mm³/Nm )であることを明らか にした。さらに AIB<sub>12</sub>、SiB<sub>6</sub>は B原子同士の結 合力が強く、高硬度(ビッカース硬度 20GPa ~30GPa)になる正20面体B原子クラスター を含む結晶構造であるため、低摩耗を示すと 考えている。また AIB<sub>12</sub>、SiB<sub>6</sub> などのホウ素を 高濃度に含むホウ化物セラミックスは耐腐 食性にも優れていることから、水潤滑システ ム用しゅう動材料として非常に適している と考えている。

従って、本研究において低摩擦・低摩耗機 構を解明しながら、かつ改良を加えることで、 工業的に容易に製造でき、かつ水中でより低 摩擦・低摩耗を示すバルク状、及びコーティ ング状のホウ化物セラミックスを開発でき れば、従来の水潤滑システムの運転コスト低 減及び長寿命化に大きく貢献できると考え ている。

#### 2.研究の目的

本研究では、研究代表者が水中で低摩擦・低摩耗であることを明らかにした AIB<sub>12</sub> 基及び SiB<sub>6</sub> 基セラミックスから、より低摩擦・低摩耗のバルク状、及びコーティング状のホウ 化物セラミックスを開発するために、「ホウ素を高濃度で含む高硬質ホウ化物の低摩擦・低摩耗機構の解明」「低摩擦・低摩耗のホウ化物セラミックスコーティングの開発」等を行い、最終的に水中で低摩擦、低摩耗を示し、かつ靭性も良好なバルク状及びコーティング状のホウ化物セラミックスを開発することを目的とする。

#### 3.研究の方法

- (1) XPS、SEM-EDS、ラマン分光分析等の表面分析法を用いて  $AIB_{12}$ 、 $SiB_6$ 基板上に形成される摩耗痕の分析を行い、低摩擦、低摩耗のメカニズムを明らかにする。
- (2)放電プラズマ焼結法を用いて、水中で 低摩擦、低摩耗を示し、かつ靭性も良好なバ

ルク状ホウ化物セラミックスを開発する。 (3) RF イオンプレーティング法、大気プラズマ溶射法、めっき法などを用いて、 $AIB_{12}$ や  $SiB_6$ ベースの高硬度、低摩擦、低摩耗コーティング法を開発する。

#### 4. 研究成果

(1)水中で低摩擦・低摩耗を示す  $AIB_{12}$  や  $SiB_6$  について、従来作製した試験片はそれぞれ  $AI_2O_3$ 、ボロシリケートを高濃度で含み、これら不純物を減らしたときの摩擦摩耗特不可能 ないであったため、これら不純物であったため、これら不知の濃度を大幅に抑えた試験片を放電 摩耗特性を調べてみた。その結果、不は物の濃度を大幅に抑えた  $AIB_{12}$ 、 $SiB_6$  試験片とも解析で製した試験片に比べて摩擦係数がとも下り、 及び耐によっては、 及び耐に出た。 ならず、大気中無潤滑条件下でも低摩耗を示すことがわかった。

(2)一方高真空チャンバーで測定する必要 がある AIB<sub>1</sub> 及び SiB<sub>6</sub> 試験片の摩耗痕表面の XPS 分析について、トライボケミカル反応で 形成されていると考えられている H,BO,が 元々蒸気圧が高く、測定前に蒸発している可 能性が明らかになった。このため検出深さは XPS よりかなり深くなるものの大気中での分 析が可能なラマン分光法による分析を実施 したが、当初予想していた HaBOa がほとんど 検出されないことがわかった。このため AIB<sub>12</sub>、 SiB<sub>6</sub>の低摩擦・低摩耗特性はH<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>の形成以外 の要因がありそうであること、また仮に H<sub>2</sub>BO<sub>3</sub> が形成されていたとしても、生成量は極めて 微量であることがわかった。この AIB<sub>12</sub> 及び SiB。の低摩擦・低摩耗メカニズムについては、 まだ不明な点が多く、類似材料などの摩擦試 験などを実施する必要があると考えている。 しかし元々H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>の形成は摩擦低減には効果 的ではあるものの、環境負荷的にはあまり好 ましくないため、H<sub>2</sub>BO<sub>2</sub>がほとんど形成されな い点は、水潤滑材料として非常に適している と考えている。

(3) コーティングについては、RF イオンプ レーティングを取り上げ、AIBっ膜のコーティ ングに取り組んだ。しかし被膜は形成された ものの被膜中の B 濃度が不充分で、コーティ ング中にB含有のガスを流す必要のあること がわかった。本研究では設備、予算的にガス 供給が困難であったために、代わりの方法と して大気プラズマ溶射及び Ni めっき法によ る Ni - AIB っ被膜の形成を試みた。大気プラズ マ溶射については、相手材の SUS304 基板上 の一部にAIB<sub>12</sub>被膜を形成させることができ、 基板表面の硬度、摩擦、摩耗特性の改善が見 られたが、基板前面にコーティングできるレ ベルには達することができなかった。このた め全面コーティングを得るには、溶射条件を より絞り込む必要があると考えている。Ni め っきについては、AIB<sub>12</sub>粒子濃度が 5~10vol%であるため、さらに改善の必要があるが、Ni-AIB<sub>12</sub>被膜を作製することができた。

(4)今回調べたホウ化物は低摩擦・低摩耗ではあるものの、靭性に乏しいため、サーメットにして利用する方法がある。本研究では、靭性が比較的高い NiAI をバインダーとした AIB<sub>12</sub>-NiAI 系サーメットを放電プラズマ焼結 法を用いて作製し、最終的にヌープ硬さ 1700以上の AIB<sub>12</sub>-20vo I% NiAI サーメットが AIB<sub>12</sub>より 500 低い焼結温度で得られることを明らかにした。

#### 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 3件)

T. Murakami, H. Inui, Friction and Wear Properties of AIB<sub>12</sub>-NiAl Cermet Prepared by Spark Plasma Sintering, Materials Science Forum, 査読有, Vol. 879, 2016, pp.1338-1343, DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.879.1 338

<u>村上敬</u>、トライボケミカル反応を考慮したしゅう動材料の開発、トライボロジスト,査読有,Vol. 61, 2016, pp.161-166, DOI:http://doi.org/10.18914/tribologist.61.3 161.

T. Murakami, H. Inui, Friction and wear properties of spark-plasma-sintered -AIB<sub>12</sub> and SiB<sub>6</sub> powder compacts in water, Tribology International, 査読有, Vol. 92, 2015, pp. 446-453. DOI: 10.1016/j.triboint.2015.07.029.

#### [学会発表](計11件)

村上敬, 乾晴行, 放電プラズマ焼結法により作製した AIB12-NiAI 系複合材料の組織, 日本金属学会 2017 年春期大会, 2017 年 3 月 16 日, 首都大学東京(東京都八王子市)

村上敬, 乾晴行, ホウ化物被膜の摩擦・摩耗特性, トライボロジー会議 2016 秋新潟, 2016 年 10月 12日, 朱鷺メッセ(新潟県新潟市)

村上敬, 乾晴行,  $AIB_{12}$ -NiAI 系複合材料の組織及び機械的性質, 日本金属学会 2016 年秋期大会, 2016 年 9 月 22 日, 大阪大学 (大阪府豊中市)

T. Murakami, H. Inui, Friction and wear properties of AIB<sub>12</sub>- and SiB<sub>6</sub>-based ceramics, THERMEC' 2016, 2016 年 5 月 30 日, グラーツ (オーストリア) 村上敬, 乾晴行, AIB<sub>12</sub>, SiB<sub>6</sub> 粉末焼結体

の水中及び大気中における摩擦・摩耗特性,日本金属学会 2016 年春期大会,2016年3月25日,東京理科大学(東京都葛飾区)

T. Murakami, H. Inui, Friction and Wear Properties of Boride-Based Composite, ITC Tokyo 2015, 2015 年 9 月 19 日, 東京理科大学(東京都葛飾区)

村上敬, 乾晴行, 無潤滑条件下における ホウ化物の摩擦・摩耗特性, トライボロ ジー会議 2015 春姫路, 2015 年 5 月 29 日, 姫路商工会議所(兵庫県姫路市)

村上敬, 乾晴行, AIB<sub>12</sub>、SiB<sub>6</sub> 粉末焼結体の組織及びトライボロジー特性, トライボロジー会議 2014 秋盛岡, 2014 年 11 月7日, アイーナ いわて県民情報交流センター(岩手県盛岡市)

村上敬, トライボケミカル反応を意識した金属間化合物、ホウ化物系しゅう動材料の開発, 第 10 回固体潤滑シンポジウム, 2014年10月22日, 東京理科大学(東京都新宿区)

 $\underline{T.}$  Murakami, Friction and wear properties of  $Fe_7Mo_6$ -,  $aIpha-FeSi_2$ - and  $SiB_6$ -based alloys, EMN Open Access Week meeting, 2014 年 9 月 22 日,成都(中国) 村上敬,境界潤滑下で固体潤滑膜を形成させる硬質材料の開発,トライボロジー会議東京 2014, 2014 年 5 月 21 日,国立オリンピック記念青少年総合センター(東京都渋谷区)

[図書](計 0件)

#### 〔産業財産権〕

出願状況(計 0件)

名称: 発明者: 権利者:

種類: 番号:

出願年月日: 国内外の別:

取得状況(計 0件)

名称: 発明者:

権利者: 種類:

番号:

取得年月日: 国内外の別:

〔その他〕 ホームページ等

#### 6. 研究組織

#### (1)研究代表者

村上 敬 (MURAKAMI, Takashi) 産業技術総合研究所・製造技術研究部門・ 主任研究員 研究者番号: 40344098

# (2)研究分担者

廣瀬 伸吾(HIROSE, Shingo)

産業技術総合研究所・製造技術研究部門・

主任研究員

研究者番号: 10357874

### (3)連携研究者

乾 晴行(INUI, Haruyuki)

京都大学・大学院工学研究科・教授

研究者番号:30213135

# (4)研究協力者

( )