ピンオンディスク法による各種セラミックスの摩擦・摩耗特性

岩佐美喜男・樋端保夫*

(大阪工業技術試験所
*現在：中国工業技術試験所)

代表的なファインセラミックスである SiC, Si₃N₄, Al₂O₃ 及び PSZ の各材質について、原料、助剤、製法等の異なる幾つかの試料を選び、その相互間の摩擦・摩耗特性をピンオンディスク法により測定した。

一定の相手ディスク材質に対する摺動に限定すれば、摩擦係数、比摩耗量は試料のビッカース硬度に対しては負の相関を、破壊靱性に対しては正の相関を示すようであり、また摩擦係数と比摩耗量の間には正の相関が認められた。

いずれの相手ディスクに対しても SiC ピンの摩擦係数、比摩耗量が最も低く、次いでいくらかばらつきがあるものの Al₂O₃ ピンが優れている。Si₃N₄ ピンは摩擦係数、比摩耗量とも比較的高く、摺動部材としての応用には摺動特性の改善の努力が必要であろう。PSZ ピンの摩擦係数、比摩耗量は相手ディスク材質によって大きく変動するが、相手ディスクの熱伝導率等に影響されていると思われる。

ディスク材質としては、SiC, Si₃N₄, Al₂O₃、そして PSZ の順に相手ピンの摩耗が増大したが、ピン材質が Al₂O₃ の場合は逆の順序であった。

(1985 年 4 月 17 日受付)

Friction and Wear of Ceramics Measured by a Pin-on-Disk Tester

Mikio IWASA and Yasuo TOIBANA

(Government Industrial Research Institute, Osaka
8-31, Midorigaoka 1-chome, Ikeda-shi 563
* Now with Government Industrial Research Institute, Chugoku)

Friction and wear properties of ceramics were measured by a pin-on-disk tester. Four of the most promising fine-ceramics, SiC, Si₃N₄, Al₂O₃ and PSZ were selected, and several samples of each with different raw powders, additives or sintering processes were used in this experiment. The coefficient of friction and specific wear rate were correlated negatively with Vickers hardness, and positively with fracture toughness of pin samples for sliding on each disk material. Positive correlation was also observed between coefficient of friction and specific wear rate. SiC pins showed the lowest coefficient of friction and specific wear rate, followed by Al₂O₃ pins. As Si₃N₄ pins showed a relatively higher coefficient of friction and specific wear rate, some improvement must be made for practical sliding part applications of Si₃N₄ ceramics. The coefficient of friction and specific wear rate of PSZ pins changed drastically according to disk materials, perhaps as an effect of their thermal conductivity. Wear of any ceramic pins except Al₂O₃ pins was lowest for sliding on SiC disk, followed by Si₃N₄, Al₂O₃ and then PSZ disk.

[Received April 17, 1985]

Key-words : Silicon carbide, Silicon nitride, Alumina, Partially stabilized zirconia, Friction and wear, Tribology, Pin-on-disk tester

1. 緒 言

炭化ケイ素や窒化ケイ素等の耐熱性に優れたファインセラミックスはガスタービン、そのほかの高温構造材料として期待されているが¹⁾、その実用化はもう少し遠い

将来のことであり、まずはセラミックスの室温付近での高硬度、耐摩耗性等を生かした摺動部材等への応用の可能性が最も高いと思われる²⁾。

そのような意味においても、セラミックスの摩擦・摩

耗の問題は非常に重要であり、最近ではかなり精力的に研究が行われている^{3),4)}。しかしながら、現在までの報告の多くは金属とセラミックス間の摺動や摺動相手セラミックスを固定した測定に限られており^{5),6)}、異なるセラミックスの間の摺動に関する研究は少ないと言える^{7),8)}。セラミックスの特性を生かした摺動部材として使用するには、セラミックス-金属よりもセラミックス-セラミックスの組み合わせの方が望ましいと考えられるが、同一材質間の摺動では異常に高い摩擦を示す場合もあり、セラミックス材質のいろんな組み合わせにおける摺動特性の検討はかなり重要であると思われる⁹⁾。

ここでは非酸化物系の炭化ケイ素と窒化ケイ素、それに酸化物系としてアルミナと最近注目されている相転移強化部分安定化ジルコニアという4種の代表的なファインセラミックスについて^{10),11)}、原料、助剤、製法等の異なる幾つかの試料を選び、その相互間の摺動特性を測定することにした。試験法としては単純な形状の試料を使用でき、比較的高精度な摩擦係数、摩耗量の測定ができ

るピンオンディスク法を採用した¹²⁾。

2. 実験

2.1 試料

本実験に用いた炭化ケイ素 (SiC)、窒化ケイ素 (Si_3N_4)、アルミナ (Al_2O_3) 及び部分安定化ジルコニア (PSZ) の試料破断面の走査型電子顕微鏡 (SEM) 写真の一部を図1に示した。

SiC については、ホットプレス法 (HPSC)、常圧焼結法 (NSSC)、それに Si 注入法 (RBSC) による3種の焼結体を用いた¹³⁾。X線回折によると HPSC と NSSC は完全な α 相、RBSC は α 相にいくらかの Si が残留していた。破断面の SEM 観察によれば、HPSC はほぼ完全に密着していた。NSSC は HPSC に比べて粒子が大きく、粒界に沿ってかなりの気孔が認められた。RBSC は結合の弱い Si 部分で破壊するためか、粒界破壊に近い破断面を示し、粒子はいくらか丸みをおびている。

Fig. 1. Fracture surfaces of the ceramics used in this experiment. The bars are 5 or 50 μm .

Si_3N_4 については、ホットプレス品 (HPSN) と常圧焼結品 (NSSN), 及び特に焼結助剤として 5 wt% MgO (5 MgO), 5 mol% Y_2O_3 +5 mol% Al_2O_3 (5 Y 5 A), 5 mol% Y_2O_3 +5 mol% La_2O_3 (5 Y 5 L) を Si_3N_4 粉末 (H. C. Starck 社, LC-10) に添加してホットプレス成形した焼結体の 5 種を用いた^{13), 14)}. 5 Y 5 L 以外はほとんど 100% β 化しており, すべて針状粒子がからみあった組織を有している. HPSN は粒径が小さく 1 μm 程度, NSSN, 5 MgO , 5 Y 5 A は粒径 2~5 μm 程度であった. 5 Y 5 L は β 化が不完全で約 20% の α 相が残っており, 針状組織の発達も不十分であった.

Al_2O_3 については, 常圧焼成品 (Al_2O_3 -S) 及び市販の高純度アルミナ (日本化学陶業, SSA-S) を用いた. いずれもほとんど完全に密着しているが, Al_2O_3 -S の方が粒子が細かく, 粒界の気孔が, また SSA-S では粒内に取り残された気孔が若干認められた.

部分安定化ジルコニア (PSZ) としては, 市販の常圧焼結品 (日本化学陶業, YTZ) と HIP により高強度化された焼結体 (PSZ-T) の 2 種, 及びそれらと比較するために Y_2O_3 により完全に安定化された焼成品 (ZR-8 Y) を用いることにした. PSZ はいずれも 1 μm 以下の微粒子の集合体であり, 粒界破壊を示しているが, ZR-8 Y は大きく粒子成長しており, 完全な粒内破壊であり, 粒内には多数の丸い気孔が認められる.

以上の各試料の機械的性質について若干調べた. ビッカース硬度 (H_v) は荷重 1~30 kg を 30 秒間印加して測定した¹⁵⁾. 低荷重で幾分高い値を示す試料が幾つかあった以外は, ビッカース硬度の荷重依存性はほとんど認められなかった. 同時にビッカース圧痕の対角線方向に発生するクラックの長さから Niihara らの式を用いて破壊靱性 (K_{IC}) を計算した¹⁶⁾. K_{IC} については, 各試料より 3×4×40 mm の試験片を切り出し, ヌープ圧子で半円形のクラックを導入後, 3 点曲げ強度試験を行う, いわゆる Controlled Surface Flaw Method でも測定し

た^{17), 18)}. 両測定値はかなり良好な相関を示したので¹⁹⁾, ここでは後者の値を使用することにした.

各試料のビッカース硬度と K_{IC} の関係を図 2 に示した. SiC は高硬度, 低靱性, 逆に PSZ は高靱性, 低硬度であり, 製法等による大きな差異は認められなかった. なお完全に安定化されている ZR-8 Y の K_{IC} は PSZ に比べて非常に低くなっている. ホットプレス法の Si_3N_4 では K_{IC} が 5~6 $\text{MN}/\text{m}^{3/2}$ であり, 常圧焼結品では K_{IC} , H_v とともに低くなっている. Al_2O_3 は常圧焼結の Si_3N_4 と同じ程度の特徴を有していると言える.

2.2 ピンオンディスク法

各セラミックス間の摩擦・摩耗特性はピンオンディスク法により測定した. 試料ディスク (60 ϕ ×10 mm) の中心から約 25 mm の点に先端を半球状に加工した試料ピン (3×4×20 mm) を荷重 1 kg で押し付ける. モーター, 変速機を通してディスクを一定速度で回転させることにより摺動実験を行う. ピンホルダーがロードセルを押し付ける機構により摩擦力が測定され, 摩耗量は試料ピンの重量減少から求められる. ディスク側の摩耗量も表面粗さ計等で摩耗痕の形状を測定すれば求められるが, 測定精度に問題があるので, ここではピン側の摩耗量測定に限定することにした. 摩擦力, 摩耗量の摺動速度依存性は本試験機の範囲ではほとんど認められなかった¹²⁾, すべての摺動実験は回転数 67 rpm, 摺動速度 18 cm/s 程度の条件で行った.

図 3 に HPSN ディスク上で HPSC ピンを摺動させた場合の測定例を示した. 摩擦係数は摺動距離に対してほとんど変化がなく, $\mu=0.2$ と求められる. 一方, ピンの重量減少は初期摩擦を除外すれば摺動距離に比例している. この直線の傾きから, 単位荷重, 単位摺動距離当たりの摩耗体積, すなわち比摩耗量が $W_s=1.7\times 10^{-9}$ $\text{mm}^3/\text{kg}\cdot\text{mm}$ と計算される. 同様な方法でディスク側に HPSC, HPSN, Al_2O_3 -S 及び YTZ, ピン側にはすべての試料を用いて測定した. 試料ピンの摺動面は SEM で観察した.

Fig. 2. The relation between Vickers hardness and fracture toughness of the samples.

Fig. 3. Coefficient of friction and weight loss of HPSC pin sliding on HPSN disk, as a function of sliding distance. $P=1$ kg, $V=18$ cm/s.

3. 結 果

3.1 炭化ケイ素に対する摺動

ホットプレス炭化ケイ素 (HPSC) ディスクに対する各試料ピンの摩擦係数, 比摩耗量をビッカース硬度を横軸として図4に示した。摩擦係数については, SiC ピンが $\mu=0.2$ 程度, 他のセラミックスピンも $\mu=0.3\sim 0.4$ の範囲であり, SiC ディスクに対する摩擦係数はかなり低いと言える。比摩耗量については, SiC, PSZ ピンが $W_s=10^{-9}$ mm²/kg 程度と非常に低く, Al₂O₃ ピンは $W_s=10^{-8}$ mm²/kg 程度であり, いずれも同材質の試料内の差異は比較的少ない。一方, Si₃N₄ ピンは $W_s=10^{-7}\sim 10^{-8}$ mm²/kg の範囲にあり, 試料により1けた近いばらつきが生じている。同じデータを K_{IC} に対してプロットしたのが図5である。摩擦係数, 比摩耗量とビッカース硬度の関係はあまりはっきりしないが, K_{IC} との間にはいくらか正の相関が認められる。

3.2 窒化ケイ素に対する摺動

ホットプレス窒化ケイ素 (HPSN) ディスクに対する摩擦係数, 比摩耗量を図6に示した。SiC ピンはSiC ディスクに対すると同様に摩擦係数, 比摩耗量ともかなり低い値を示していた。PSZ ピンの比摩耗量はSiC ディスクに対するよりも1けた近く上昇しており, Si₃N₄, Al₂O₃ ピンも幾分か上昇している。なお, ZR-8 Y ピンはSiC ディスク以外では摺動により破損するこ

Fig. 4. Variations of coefficient of friction and specific wear rate of ceramic pins sliding on HPSC disk, in relation to their Vickers hardness. ○: SiC, ●: Si₃N₄, △: Al₂O₃, ▲: PSZ

Fig. 5. Variations of coefficient of friction and specific wear rate of ceramic pins sliding on HPSC disk, in relation to their fracture toughness.

Fig. 6. Variations of coefficient of friction and specific wear rate of ceramic pins sliding on HPSN disk, in relation to their Vickers hardness.

とが多く、測定は不可能であった。

摩擦係数、比摩耗量とビッカース硬度の間には負の相関があるようであり、一方、 K_{1c} との間には明らかに正の相関が認められた。図7に摩擦係数と比摩耗量の関係を示したが、やはり正の相関が認められる。一般に摩擦係数と比摩耗量の間には比例的な関係が成立するとされているが²⁰⁾、セラミックスについてもその関係があてはまると言える。

3.3 常圧焼成アルミナに対する摺動

常圧焼成アルミナ (Al_2O_3 -S) ディスクに対する摺動実験結果を図8に示した。SiC, Al_2O_3 ピンの比摩耗量

Fig. 7. The relation between coefficient of friction and specific wear rate of ceramic pins sliding on HPSN disk.

Fig. 8. Variations of coefficient of friction and specific wear rate of ceramic pins sliding on Al_2O_3 disk, in relation to their Vickers hardness.

は $W_s=10^{-8}$ mm²/kg 以下であるが、PSZ ピンは Si_3N_4 ディスクに対するよりも更に上昇している。 Si_3N_4 ピンの比摩耗量は $W_s=10^{-7}$ mm²/kg 近くになり、SiC, Si_3N_4 ディスクに対するよりもかなり摩耗が激しいと言える。摩擦係数についても Si_3N_4 ディスクに対するより全体的に高くなっている。摩擦係数、比摩耗量とビッカース硬度との間には負の相関があり、 K_{1c} との間には正の相関が幾分認められた。

3.4 部分安定化ジルコニアに対する摺動

常圧焼結の部分安定化ジルコニア (YTZ) ディスクに対する結果を図9に示した。SiC, Si_3N_4 , Al_2O_3 ピンの比摩耗量は Al_2O_3 ディスクに対するのと同程度であるが、PSZ ピンの比摩耗量は $W_s=10^{-7}$ mm²/kg 以上と非常に高くなっている。摩擦係数、比摩耗量とビッカース硬度の間には負の相関があり、 K_{1c} とは正の相関が認められた。

4. 考 察

各セラミックス間の摩擦係数、比摩耗量は、 Si_3N_4 ピンのように製法等による同材質の試料内のばらつきがかなり大きい場合もあるが、ほとんどはセラミックス材質の組み合わせにより決定されていると言えるであろう。そこで、各々のセラミックス材質の組み合わせに対して、各試料について測定された摩擦係数、比摩耗量の平均値

Fig. 9. Variations of coefficient of friction and specific wear rate of ceramic pins sliding on PSZ disk, in relation to their Vickers hardness.

を用いてまとめると図 10 のようになる。

SiC ピンはいずれのディスクに対しても摩擦係数は $\mu = 0.2$ 、比摩耗量は $W_s = 10^{-9} \text{ mm}^2/\text{kg}$ 程度と非常に低く、優れた摺動特性を示していると言える。次いで若干のばらつきがあるものの、 Al_2O_3 ピンが優れている。 Si_3N_4 ピンは摩擦係数が $\mu = 0.4 \sim 0.8$ 、比摩耗量が $W_s = 10^{-7} \text{ mm}^2/\text{kg}$ に近く、かなり高い値であり、摺動部材等として使用するには、もう少し摩擦係数、比摩耗量を下げる工夫が必要であると思われる²¹⁾。PSZ ピンは少し特異な挙動を示している。相手ディスク材質が SiC、 Si_3N_4 、 Al_2O_3 、PSZ の順に摩擦係数、比摩耗量が増加していき、特に PSZ ディスクに対しては $W_s = 10^{-7} \text{ mm}^2/\text{kg}$ 以上の急速な摩耗を示している。この順位は試料ディスクの熱伝導率の順位に一致しており、恐らく熱伝導が極端に悪い PSZ ピンでは相手ディスクの熱伝導も悪ければ、摩擦発熱により接触点がかかなり高温になり、それが摩擦・摩耗に大きく影響しているのではないかと考えられる。

ディスク側のセラミックス材質としては、 Al_2O_3 ピンに対しては逆転しているが、それ以外では SiC、 Si_3N_4 、 Al_2O_3 、PSZ の順に相手ピンの摩耗が増大していた。硬度や熱伝導等の物理的性質や化学的性質が複雑に影響しているのかもしれないが、結論を得るにはもう少し詳しい実験が必要であると思われる。

摩耗の様子を検討するため、各試料ピンの摺動面を

Fig. 10. Coefficient of friction and specific wear rate are plotted for each ceramic pin and disk combination.

SEM で調べた。その SEM 写真の一部を図 11 に示した。SiC ピンはいずれのディスクに対しても非常に平たんな摺動面であり、摺動による粒子の脱落はほとんど発生せず、各粒子がゆっくりとすり減っていくのみであり、これが非常に低い摩擦係数、比摩耗量と関係していると思われる。RBSC ピンでは粒界の Si 部分がエッチングされたように除去されている様子が観察されるが、SiC 粒子の摩耗は他の試料と同様であろう。 Si_3N_4 ピンもかなり平たんな摺動面ではあるが、粒界にクラックが発達し、構成粒子が少しずつ脱落していったと思われる様子も認められ、 Si_3N_4 ピンのかなり高い比摩耗量が説明されると思われる。 Al_2O_3 ピンの摺動面には多くのクラックや凹凸が認められ、アブレイシブな摩耗に特有な条痕が観察される場合もあった。しかしながら、 Al_2O_3 は Si_3N_4 に比べると結晶粒子が大きいので、それだけ粒子そのものの脱落が少なく、したがって Si_3N_4 より比摩耗量も低くなっているのではないかと考えられる。PSZ ピンでは摩擦係数や比摩耗量と同様に摺動面の様子も相手ディスクによってかなり変化した。比摩耗量が最も低い SiC ディスクに対しては非常に滑らかな摺動面であった。相手ディスクが Si_3N_4 、 Al_2O_3 へと比摩耗量が増加していくとともに、摺動面が破壊され結晶粒子がいくらか取り去られていったと思われる様子も認められるようになってくる。比摩耗量が最大となる PSZ ディスクに対しては摺動面の状態が大きく変わり、多数のクラックや変形の様子が観察される。

5. 総 括

代表的なファインセラミックスである SiC、 Si_3N_4 、 Al_2O_3 及び PSZ の各材質について、原料、助剤、製法等の異なる幾つかの試料を選び、その相互間の摩擦・摩耗特性をピンオンディスク法により測定した。その結果、以下の結論を得た。

(1) 一定の相手ディスク材質に対する摺動に限定すれば、摩擦係数、比摩耗量は試料のピッカース硬度に対しては負の相関を、破壊靱性に対しては正の相関を示すようであり、また摩擦係数と比摩耗量の間には正の相関が認められた。

(2) いずれの相手ディスクに対しても SiC ピンの摩擦係数、比摩耗量が最も低く、次いでいくらかばらつきがあるものの Al_2O_3 ピンが優れている。 Si_3N_4 ピンは摩擦係数、比摩耗量とも比較的高く、摺動部材としての応用には摺動特性の改善の努力が必要であろう。

(3) PSZ ピンの摩擦係数、比摩耗量は相手ディスク材質によって大きく変動するが、相手ディスクの熱伝導率等に影響されていると思われる。

(4) ディスク材質としては、SiC、 Si_3N_4 、 Al_2O_3 そして PSZ の順に相手ピンの摩耗が増大したが、ピン材

Fig. 11. Scanning electron micrograph of wear surfaces of ceramic pins. The bars are 5 or 50 μm .

質が Al_2O_3 の場合は逆の順序であった。

文 献

- 1) D.W. Richerson, *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **64**, 282-86 (1985).
- 2) 通商産業省生活産業局ファインセラミックス室, 工業技術, **25**, 20-28 (1984).
- 3) 津谷裕子, “セラミックスの機械的性質”, 窯業協会編 (1979) p. 75-85.
- 4) D.H. Buckley and K. Miyoshi, *Wear*, **100**, 333-53 (1984).
- 5) K. Miyoshi, D.H. Buckley and M. Srinivasan, *Am. Ceram. Soc. Bull.*, **62**, 494-500 (1983).
- 6) 佐藤準一, 山本治利, 望月善一, 川口直孝, 潤滑, **29**, 775-78 (1984).
- 7) C.S. Yust and F.J. Carignan, *Proc. of International Symposium on Ceramic Components for Engine*, Japan (1983) p. 632-41.
- 8) 高井重治, 岩永 寛, 住友金属, **36**, 191-97 (1984).
- 9) 岩佐美喜男, ファインセラミックス評価技術セミナー, 中部科学技術センター (1984) p. 125-41.
- 10) 上垣外修己, 日本機械学会誌, **85**, 1398-405 (1982).
- 11) 五十嵐 昇, 工業材料, **33**, 117-20 (1985).
- 12) 岩佐美喜男, 樋端保夫, 吉村 茂, 小林英一, 窯協, **93**, 73-80 (1985).
- 13) 米屋勝利, 工業材料, **31**, 45-49 (1983).
- 14) 上野和夫, 樋端保夫, 窯協, **91**, 409-14 (1983).
- 15) 松野外男, 若井史博, 阪口修司, “ファインセラミックス評価技術集成”, リアライズ社 (1984) p. 182-89.
- 16) K. Niihara, R. Morena and D.P.H. Hasselman, *J. Mater. Sci. Letters*, **1**, 13-16 (1982).
- 17) J.J. Petrovic, L.A. Jacobson, P.K. Talty and A.K. Vasudevan, *J. Am. Ceram. Soc.*, **58**, 113-16 (1975).
- 18) 岩佐美喜男, 上野 力, R.C. Bradt, 材料, **30**, 1001-04 (1981).
- 19) 岩佐美喜男, 溶射技術, **6**, 1-10 (1985).
- 20) 會田範宗, 潤滑, **20**, 360-70 (1974).
- 21) 岩佐美喜男, 垣内千一, 窯協, **93**, 661-65 (1985).