無潤滑滑り接触におけるジルコニアの摩擦摩耗機構

大越将洋・藤田光広・広中清一郎

東京工業大学工学部無機材料工学科, 152 東京都目黒区大岡山 2-12-1

Friction and Wear Mechanism of Zirconia in Unlubricated Sliding Contact

Masahiro OHGOSHI, Mitsuhiro FUJITA and Seiichiro HIRONAKA

Department of Inorganic Materials, Faculty of Engineering, Tokyo Institute of Technology, 2-12-1, O-okayama, Meguro-ku, Tokyo 152

The friction and wear properties of self-mated zirconia (ZrO_2) in unlubricated sliding contact were investigated by using a pin/disk friction machine. From the obtained results and the morphologies of frictional surfaces observed by SEM and particle size distribution of wear particles, the friction and wear mechanism of ZrO_2 pin slide against ZrO_2 disk was discussed. In this system, the average friction coefficient was almost independent of the load applied, but the wear amount increased with an increase of the load. The wear particle sizes became larger with increasing sliding time and load applied. It is found that the friction and wear mechanism of ZrO_2 is dominated with the formation, delamination and fracture of surface film transferred on frictional surfaces by friction and adhesion, and that they are influenced by friction heat and the load applied.

[Received December 27, 1995; Accepted March 15, 1996]

Key-words: Zirconia, Friction, Wear, Wear particle

1. 緒 言

セラミックスは高硬度, 耐熱性, 断熱性, 耐摩耗性などの優れた特性を有することから, トライボ材料としてのセラミックスの摩擦摩耗に関する基礎的研究は多くなされており, 荷重や滑り速度などの機械的条件や温度, 摩擦環境の観点から, その摩擦摩耗機構は明らかにされつつある. 一方, 摩擦摩耗に伴う摩耗粉の生成及びその摩擦摩耗に対する影響を主とした研究は比較的少ない. 金属の摩擦摩耗においては, シビア摩耗からマイルド摩耗への遷移における摩耗粉の役割¹⁾, 各種金属間の摩擦摩耗への摩耗粉の影響²⁾, またフェログラフィーによる摩擦条件と摩耗粉の粒度分布との関係³⁾や潤滑管理上のフェログラフィーによる摩耗粉の生成の解析⁴⁾などがあり, 摩擦環境²⁾や摩擦条件^{2), 3)}によって摩耗粉の役割や摩耗粉粒度分布が異なることが報告されている. セラミックスに関しては, SiC 系セラミックスの摩耗粉としての発塵特性についてクリーン環境の点から⁵⁾, SiC の摩擦摩耗への介在摩耗粉の影響⁶⁾, SIALON や Al_2O_3 などの滑り摩擦における摩耗粉の機械的作用⁷⁾などが研究されており, 摩擦摩耗に伴う摩耗粉の生成はセラミックスの摩擦摩耗特性に大きな影響をもつことが明らかにされている.

本研究では, $\text{ZrO}_2/\text{ZrO}_2$ 系の無潤滑滑り摩擦における摩擦摩耗特性をピン/ディスク摩擦試験機により測定し, 得られた結果と摩擦表面の走査型電子顕微鏡 (SEM) 観察によるモルホロジー及びレーザー分散型マイクロトラック粒度分析計による摩耗粉の粒度分布から, ZrO_2 の摩擦摩耗機構を検討した.

2. 実験方法

2.1 ZrO_2 セラミックス試料

試料としてのジルコニア (ZrO_2) は純度99.6%, 平均粒径 $0.09 \mu\text{m}$ の原料粉末を CIP で成形したものを最高温度1400~1500°C (大気中) で焼結し, 円柱ピン (直径: 4 mm, 長さ: 10 mm) 及びディスク (外径: 50 mm, 内径: 10 mm, 厚さ: 7 mm) に研削, 研磨したものを試験片とした. ZrO_2 の物性は表 1 に示す. 試験片の表面粗さは $R_a: 0.2975 \mu\text{m}$, $R_{\text{MAX}}: 1.639 \mu\text{m}$ (電子線三次元粗さ装置, エリオニクス製) であった.

Table 1. Physical Properties of ZrO_2

Bulk Density	6.0 g/cm ³
Vickers Hardness (H_V)	12.3 GPa
Flexural Strength	850 MPa
Young's Modulus	206 GPa
Poisson's Ratio (ν)	0.31
Fracture Toughness (K_{IC})	6.7 MPa·m ^{1/2}
Thermal Conductivity	4 W/mK
Linear Thermal Expansion Coefficient (40-800°C)	11.0×10 ⁻⁶ /°C

2.2 摩擦摩耗試験

摩擦摩耗試験はピン/ディスク摩擦試験機により⁸⁾, 滑り速度: 46.6 cm/s (222 rpm), 荷重: 4.9~19.6 N, 摩擦時間は摩擦測定: 5h, 摩耗測定: 20h, 室温, 相対湿度: 20~45%, 空気中で行った. 摩耗量は摩擦前後の重量変化より求めた. 摩擦係数の経時変化及び荷重依存性, 比摩耗量の荷重依存性, 摩耗粉粒径の経時変化及び荷重依存性を検討した. 試験片はアセトン及びトルエンによりそれぞれ交互に10 min ずつ超音波洗浄し, 乾燥剤入りデシケーター中に48h 以上保管したものを使用した.

2.3 摩耗粉の粒度測定

摩耗粉の粒度はレーザー分散型マイクロトラック粒度分析計により測定した. 採取した摩耗粉は, 分散剤としてヘキサメタリン酸ナトリウムを用い, 水中に超音波により分散させた. 得

られた結果より摩耗粉の粒度分布（粒子の個数の割合）の経時変化及び荷重依存性について検討した。

2.4 摩擦表面のモルホロジー

試験後の摩擦表面のモルホロジーはSEMにより検討し、摩擦摩耗の測定結果と合わせて ZrO_2 の摩擦摩耗機構を考察した。

3. 実験結果及び考察

3.1 摩擦摩耗特性と摩擦面のモルホロジー

図1には、種々の荷重における摩擦係数の経時変化を示す。摩擦時間約3hまでの摩擦前期においては、摩擦係数は高荷重よりも低荷重における方が大きい。それ以後になると、この傾向は逆転した。摩擦前期の低荷重においては、摩耗粉粒径や摩耗量はそれほど大きくなく、表面移着膜を形成する摩擦面間の凝着に起因して摩擦係数は大きくなったものと考えられる。しかし、時間経過とともにこの表面移着膜が摩擦面全体を滑らかに覆うようになり、摩擦係数はむしろ低下する傾向を示した。これに対して高荷重になるにつれて、この表面移着膜は摩耗粉として剝離又は破壊され、摩擦時間の経過とともに摩擦面に多く介在するようになり、これが高摩擦係数に反映するものと考えられる。

摩擦係数及び比摩耗量（単位滑り距離当たり、また単位荷重当たりの摩耗体積、 $\text{mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$ ）の荷重依存性を図2に示

Fig. 1. Friction coefficient as a function of sliding time under various loads.

Fig. 2. The relation between specific wear amount and friction coefficient and load.

Fig. 3. Scanning electron micrographs of frictional surface of pins.

す。摩擦係数は摩擦時間1~5hの平均値を採用した。本実験条件範囲内では、平均摩擦係数は荷重依存性は低く、約0.4~0.5程度であった。比摩耗量は高荷重になるほど増大し、19.6 Nの比摩耗量は4.9 Nにおける比摩耗量より1けた大きい値を示した。

$\text{ZrO}_2/\text{ZrO}_2$ 系の滑り摩擦において、加藤と林⁹⁾は摩耗形態を分類しているが、本実験の比摩耗量と摩擦表面のSEM観察（図3， ZrO_2 ピン表面）から、この系における摩擦摩耗機構は次のように考察される。 ZrO_2 の摩耗機構は相手面との凝着及び移着による表面膜の形成と剝離及び摩擦剪断による表面膜の破壊が支配的である。図3(b)に示すように、低荷重では表面移着膜とこの表面膜の一部からの小さい摩耗粉の脱落が起こり、より高荷重になると（図3(d)）、表面移着膜の剝離と破壊が起こりやすくなり、より大きな摩耗粉が生成されるものと考えられる。

3.2 摩耗粉の粒度分布

$\text{ZrO}_2/\text{ZrO}_2$ の無潤滑滑り摩擦の荷重4.9 N及び9.8 Nにおける各摩擦時間区間に生成される摩耗粉の粒度分布（粒子の個数の割合）の経時変化をそれぞれ図4と図5に示す。両荷重のいずれの摩擦時間区間においても、 $0.34 \mu\text{m}$ 前後の粒径をもつ摩耗粉の頻度が最も高い割合を示した。摩擦時間区間が長時間側へ移行するにつれて $0.34 \mu\text{m}$ のピークは小さくなり、次第に大

Fig. 4. Particle size distribution of wear particles obtained under 4.9 N.

Fig. 5. Particle size distribution of wear particles obtained under 9.8 N.

Fig. 6. The effect of load on particle size distribution of wear particles.

きな摩耗粉の割合が大きくなる傾向を示した。

図6は、試験開始から5h経過後までの摩耗粉の粒度分布の荷重依存性を示す。いずれの荷重においても、 $0.34\ \mu\text{m}$ 前後の粒径の摩耗粉の頻度が最も高い割合を示した。また高荷重になるにつれて $0.34\ \mu\text{m}$ のピークは減少し、次第に大きな粒径の割合が大きくなっている。

$0.34\ \mu\text{m}$ 粒子の最大ピークの出現は現段階ではいまだ明らか

にされていないが、未摩擦面のSEM観察から、焼結粒の平均粒径はこの付近に存在するものと推察され、この付近の粒径の粒子が多く摩耗粉として生成されるものと考えられる。また摩擦時間経過及び荷重の増加とともに、より大きな摩耗粉生成へと移行することは、表面移着膜の剥離や破壊によって起こるものと推察される。また摩擦時間経過と荷重の増大とともに、摩擦熱の発生と蓄熱が増大し、摩擦応力による表面マイクロクラックの内部への伝播は起こりやすくなり、これらが表面移着膜の剥離や破壊を起こし、より大きな摩耗粉の生成への起因になるものと考えられる。

4. 結 論

ピン/ディスク摩擦試験による ZrO_2 同士の無潤滑滑り摩擦における摩擦摩耗特性と摩耗粉の生成機構についての検討結果から、次のように結論される。

(1) 平均摩擦係数の荷重依存性は小さいが、摩耗量は荷重の増大とともに増加する傾向を示した。

(2) 摩耗粉は、摩擦時間の経過とともに、また荷重の増大とともにより大きな摩耗粉が生成される傾向が得られた。

(3) ZrO_2 の摩擦摩耗機構は、摩擦界面の凝着による表面移着膜の形成と剥離及びこの表面移着膜の摩擦剪断による破壊が支配的で、負荷条件や摩擦熱の影響を受けることが明らかとなった。

謝 辞 摩耗粉の粒度分布測定にご協力頂いた東京工業大学工学部無機材料工学科の岡田 清教授ならびに亀島欣一助手に感謝致します。また摩擦表面のSEM写真及び表面粗さの測定にご協力頂きました株式会社エリオニクスへ深く感謝致します。

文 献

- 1) 平塚健一, 日本機械学会論文集, 58-C, 3362 (1992).
- 2) 桑原改造, 升本秀治, 潤滑, 25, 126 (1980).
- 3) 久村健一, 木村好次, 中野 健, 日本トライボロジー学会トライボロジー会議予稿集 (1995-5) p. 63.
- 4) 野呂瀬 進, 佐藤明史, 笹田 直, 潤滑, 28, 685 (1983).
- 5) 三宅正二郎, 北野雅之, 山元賢二, トライボロジスト, 40, 153 (1995).
- 6) 楊 林, 門田光央, 橋本正明, 山本雄二, 日本トライボロジー学会トライボロジー会議予稿集 (1994-10) p. 269.
- 7) J. Denape and J. Lamon, *J. Mater. Sci.*, 25, 3592 (1990).
- 8) 大越将洋, 藤田光広, 広中清一郎, 日本トライボロジー学会トライボロジー会議予稿集 (1995-5) p. 589.
- 9) 加藤康司, 林 慎之, 日本トライボロジー学会トライボロジー会議予稿集 (1992-10) p. 219.