転がりすべり接触におけるアルミナセラミックスの摩耗機構* (摩耗過程に及ぼすトライボフィルムの影響)

足立 幸志^{*1}, 加藤 康司^{*1}

Wear Mechanisms of Alumina Ceramics in Unlubricated Rolling-Sliding Contact (Effect of Tribo Film on Wear Process)

Koshi ADACHI and Koji KATO

Wear mechanisms of alumina ceramics in unlubricated rolling-sliding contact were investigated based on observation of wear surfaces and wear particles using a scanning electron microscope. Wear particles can be divided into two types, namely powder like wear particles and plate like ones. The sizes of powder like or plate like wear particles are generally on the order of sub microns or several hundred microns, respectively. Powder like wear particles are compacted on the roller surface in the process of repeated contact and form a tribo film, whose thickness changes up to several microns depending on slip ratio. Tribo Film delaminates partially as plate like wear particles by propagation of cracks after repeated contact. As a result, formation and delamination of tribo film control the wear process of alumina ceramics in unlubricated rolling-sliding contact.

Key Words: Tribology, Wear, Alumina Ceramics, Tribo Film, Powder Like Wear Particle, Plate Like Wear Particle

1. 緒 言

石油危機を背景に“セラミックガスタービンの開発”を目的とした構造用セラミックスの開発が米国で本格的にスタートして20年になる。この間にセラミックスは機械構造用の新素材として注目を集めるまでに飛躍的な改善が行われてきた。特に近年では高硬度、高剛性、低密度であり耐熱性、耐食性に優れた耐摩耗材料という特長を生かし金属に変わる新しいしゅう動部材として大いに期待されるに至っている。実際、ロッカームチップ⁽¹⁾、メカニカルシール⁽²⁾、切削工具⁽³⁾等実用化の例もいくつか登場している。さらに、セラミックスの特性を最大限に利用できる苛酷な環境下でのしゅう動部材としての期待は大きくその実用化が待たれるところである。

しかし、現在セラミックスのトライボロジー特性、特に摩耗機構の理解は経験的であり未解明の部分が多く、トライボロジー的観点から使用条件を設定し材料設計指針を構築するには至っていない。このため自動車エンジンの省エネルギー化を考えたセラミックエンジンをはじめセラミックスの利点を十分に発揮した機

械要素として広く利用されていないのが現状である。

一般にセラミックスの摩耗機構は、硬さ、破壊靱性値などその機械的因子により整理が試みられてきた⁽⁴⁾⁽⁵⁾。著者らはセラミックスの脆性破壊に起因した摩耗を支配する無次元因子 S_c , S^* (材料の機械的因子で表される)を用いた統一した整理を提案し⁽⁶⁾⁽⁷⁾、その有効性を示している⁽⁸⁾。

一方、実用を考えたさまざまな条件において摩擦に伴い摩耗表面に母材とは異なる組織・構造をもったトライボフィルムが形成されることが近年数多く報告されている⁽⁹⁾⁻⁽¹¹⁾。このトライボフィルムの形成によりしゅう動表面の機械的特性が変化し、従来のような母材の機械的因子のみで摩耗機構を整理する試みは不可解なものになる。摩擦に伴い形成されるトライボフィルムはトライボロジー特性をも変化させ、その理解をますます困難にするものである⁽¹²⁾。

しかし、セラミックスのより広い実用化のためにはこのような実用的条件で起こりうる摩擦に伴う副次的現象(トライボフィルムの形成)をも考慮した摩耗機構の解明が急務の課題であると考えられる。

そこで、本研究では、大気中、無潤滑下における転がり・すべり接触状態のアルミナセラミックスの摩耗機構をトライボフィルム形成に着眼して解明する。

* 原稿受付 1995年2月22日。

^{*1} 正員、東北大学工学部(〒980-77 仙台市青葉区荒巻字青葉)。

2. 実験方法

二円筒形転がり・すべり摩耗試験装置の概略図を図1に示す。円筒間の垂直荷重 W は、重りにより最大 46.8 N まで変化させた。接線力 F は、従動軸に取付けられたモータおよび電磁ブレーキによりすべり率制御法および負荷トルク制御法の二つの方法で与えられ最大 18.4 N まで変化させた。垂直荷重、接線力および駆動軸、従動軸の回転速度 V_1 , V_2 はロードセル、トルク変換器および非接触形回転検出器によりそれぞれリアルタイムで測定され、すべり率 $S [=100(V_1 - V_2)/V_1 \ %]$ を算出した。駆動側円筒の回転速度は 1000 rpm 一定で行った。

試験片は、駆動側、従動側ともに常圧焼結されたアルミナ円筒(焼結助剤: MgO, SiO₂, Na₂O 等, 平均粒径: 約 5 μ m)を用いた。試験片形状は、直径 30 mm,

Table 1 Mechanical and physical properties of alumina ceramics

Vickers hardness HV, GPa	19.3
Fracture toughness K _{1c} , MPam ^{1/2}	3.5
Young's modulus E, GPa	343
Poisson's ratio ν	0.25
Density, 10 ³ kg/m ³	3.9
Specific heat c, J/kgK	795
Thermal conductivity λ , W(mK)	29.3

Fig. 1 Diagram of experimental apparatus

Fig. 2 Surface profile and SEM image of initial surface

幅 8 mm であるが、後述する摩耗量測定のため、二円筒の接触幅は、駆動円筒と従動円筒の接触面をずらすことにより 2-6 mm で実験を行った。摩擦面は、研削により仕上げられ、表面の最大高さ R_y (10 箇所 の平均値) は 1.2 μ m である。初期摩擦表面の SEM 写真および周方向の断面曲線を図2に示す。さらに、試験片の諸特性を表1に示す。

試験片はアセトンを用いて超音波洗浄し、十分乾燥させた後実験装置に取付けられた。

摩耗量は触針式粗さ計で測定した円筒表面の軸方向の実験前後の断面曲線より摩耗した部分の断面積を求め、これに摩耗痕の円周を掛けることにより算出した。また実験後、SEM により摩耗面および摩耗粒子の観察を行った。

3. 実験結果

3.1 摩耗量および表面粗さの変化に及ぼすすべり率の影響 すべり率 1%, 100% における駆動側円筒試験片の摩耗進行曲線および表面粗さの変化曲線を

Fig. 3 The change of wear volume with number of cycles

Fig. 4 The change of surface roughness with number of cycles

各々図 3, 4 に示す。表面粗さの指標として、ここでは最大高さ R_v (5 箇所の平均値) を用いた。いずれのすべり率の場合においても回転数に対しほぼ一定の割合で摩耗が進行することがわかる。さらに表面粗さは摩擦初期に急激に増加した後、すべり率に応じたほぼ一定の値(定常状態)になることがわかる。

次に駆動側円筒試験片の摩耗係数 $K (= VH/VL)$: ここで V は摩耗体積, HV はピッカース硬度, W は垂直荷重, L は駆動円筒の転がり距離である) および定常状態における表面粗さに及ぼすすべり率の影響を図 5, 6 に示す。摩耗係数は、すべり率の増加に伴い徐々に増加するもののすべり率 100% の一部を除きほぼ同じ 10^{-4} オーダであることがわかる。一方、表面粗さは、すべり率が数% において約 $2 \mu\text{m}$ から約 $4 \sim 6 \mu\text{m}$ 程度に遷移することがわかる。

3.2 摩耗面の微視的観察 従動側円筒の摩耗面は、同一条件における駆動側円筒のそれと、ほぼ等しいことが確認された。そこで、3.2 節では、摩耗面の微視的観察として、駆動側円筒の摩耗面に注目する。摩擦前の表面および図 5, 6 における B, C, D 点に対

Fig. 5 The relationship between slip ratio and wear coefficient

Fig. 6 The relationship between slip ratio and stable surface roughness

応する駆動側円筒の典型的な摩耗面の SEM 写真を図 7(a)~(d) に示す。初期の表面 [図 7(a), 図 2] は約 $5 \mu\text{m}$ のアルミナ結晶粒子により構成されているのに対し、すべり率の増加に伴い摩耗面を覆う形態の異なる領域が広がりアルミナ結晶粒子が観察できなくなる。この初期の表面とは形態の異なる部分がトライボフィルムの形成部分と考えられる。すべり率 0.01% のときの摩耗面 [図 7(b)] では数個のアルミナ結晶粒子間が結合するようにトライボフィルムが形成されているのに対し、すべり率 100% のときの摩耗面 [図 7(d)] では接触域全域にトライボフィルムが形成し約 $100 \sim 200 \mu\text{m}$ 程度の大ききで脱落していることがわかる。

3.3 トライボフィルムの微視的観察 図 8 にすべり率 100% のときの摩擦断面の SEM 写真を示す。摩擦表面に母材とは構造の異なる厚さ数 μm のトライ

Fig. 7 SEM images of initial surface and wear surface. The arrow indicates relative direction of motion of counterface

Fig. 8 Cross section of wear surface ($S = 100\%$, $W = 24.8 \text{ N}$)

ポフィルムが形成されていることがわかる。トライボフィルムの摩擦表面は図7(d)に見られるように非常に滑らかであるのに対しその内部はサブマイクロメートル [μm] 以下の微細粒子が密集した構造になっていることがわかる。

図9にトライボフィルムの破壊した部分において、観察されたその内部の微細粒子の堆積の状態を示す。以上の観察をもとにトライボフィルムの厚さおよび表

Fig. 9 Inside view of tribo film
($S=100\%$, $W=24.8\text{ N}$)

Fig. 10 The schematic diagram of structure of observed tribo film ($S=100\%$, $W=24.8\text{ N}$)

(a) Powder like wear particles ($S=20\%$, $W=10.3\text{ N}$)
(b) Plate like wear particle ($S=20\%$, $W=10.3\text{ N}$)

Fig. 11 Two representative wear particles

(a) Smooth surface ($S=100\%$, $W=24.8\text{ N}$)
(b) Relative rough surface ($S=100\%$, $W=24.8\text{ N}$)

Fig. 12 Two different surface of plate like wear particles

面の状態は接触位置およびすべり率により異なるが基本的な構造は図10に整理される。

3・4 摩耗粒子の微視的観察 本実験において観察された摩耗粒子の形状はサブマイクロメートル [μm] オーダのパウダ状の摩耗粒子と数十～数百マイクロメートル [μm] の板状の摩耗粒子の二つに分類された。また、大部分の摩耗粒子は板状の摩耗粒子であることが観察された。図11(a), (b), にこの二つ典型的な摩耗粒子のSEM写真を示す。

図11(a)は、摩耗面上で観察されたサブマイクロメートル [μm] オーダのパウダ状摩耗粒子である。そのすべてのサイズを正確に測定することは不可能であるがSEMによる観察の結果、小さいものでは約数十nmの粒子が存在することが確認された。

一方、図11(b)は板状の摩耗粒子の一例である。その大きさは、数十マイクロメートル [μm] から数百マイクロメートル [μm] オーダに分布し、その厚さは大部分の摩耗粒子で数マイクロメートル [μm] であり、最大十数マイクロメートル [μm] のものも確認された。また、多くの板状摩耗粒子の表裏は比較的滑らかな面 [図12(a)] とパウダ状粒子およびアルミナ粒子形状に対応する凹凸面 [図12(b)] の異なる2表面を有しており、高いすべり率のときに発生した板状摩耗粒子ほど、この2表面の相違が明確であることが確認された。これは、高いすべり率のとき発生した板状摩耗粒子ほど、1表面が、より滑らかになっていることによるためである。

さらに図13に板状摩耗粒子のエッジ部で観察された表面とその内部構造を表すSEM写真を示す。板状

Fig. 13 Magnified view of edge part of plate-like wear particle ($S=100\%$, $W=46.8\text{ N}$)

Fig. 14 Representative cracks observed at tribo-film.
The arrow indicates relative direction of motion of counterface

Fig. 15 Wear surface including boundary area of tribo-film and its delaminated part. The arrow indicates relative direction of motion of counterface ($S=100\%$, $W=24.8\text{ N}$)

(a) Over view (b) Magnified view. This side corresponds to Fig. 11(b)

Fig. 16 SEM images of back side of plate-like wear particle. This side corresponds to Fig. 12(b) ($S=100\%$, $W=24.8\text{ N}$)

摩耗粒子の表面(片面)は非常に滑らかであるのに対し、その内部は微細なパウダ状粒子が密集した構造をもつことがわかる。この構造は3・3節で観察されたトライボフィルムの構造と同じものと考えられる。

また摩耗粒子は非晶質、結晶質の両方を含んでおり、高いすべり率の場合ほど、非晶質の摩耗粒子の割合が多いことが確認された。

4. 考 察

4・1 トライボフィルムの形成機構 本実験で観察された滑らかな表面層と微細粒子の堆積した内部というトライボフィルムの構造(図10)は高温下におけるニッケル合金の摩耗におけるグリース酸化物膜⁽¹³⁾や金属のフレッティング摩耗における酸化物膜⁽¹⁴⁾においても観察されている。これらの酸化物膜は、生成した酸化物が高温中で堆積・ち密化され、焼結されることにより形成されるものとされている⁽¹⁴⁾。本実験で観察されたアルミナセラミックスのトライボフィルムの形成機構も接触面の局所高温・高圧下における微細摩耗粒子の再焼結化⁽¹⁵⁾さらには非常に微細な粒子であるために起こり得る塑性変形⁽¹⁶⁾、凝集(ファンデルワールス力、静電気力、局部融解により生じた液相の表面張力などに起因したもの)⁽¹⁷⁾などが考えられる。

著者らは、サブマイクロメートル [μm] オーダのアルミナ粉体に摩擦力を付加することにより本実験で観察されたトライボフィルムと同様のフィルムが形成されること、さらに摩擦面温度の上昇に伴いポーラスな表面からより滑らかな表面に変化することを実験的に確認している⁽¹⁸⁾。本実験においてすべり率の増加に伴いトライボフィルム表面が滑らかになる現象は、前述した摩擦面温度の上昇に伴うフィルム表面の変化と一致している。これは、転がりすべり接触におけるすべり率の増加が、接触点における接線力係数および相対的なすべり速度の増加を意味し⁽⁸⁾、結果として接触点の温度が上昇することにより説明される。いずれにせよ、微細粒子に摩擦力が負荷されることによりトライボフィルムが形成されていることは間違いない。

4・2 板状摩耗粒子の発生機構 本実験における大部分の摩耗粒子は板状の摩耗粒子である。すなわちこの摩耗粒子の発生が転がり・すべり接触におけるアルミナの摩耗を支配していると考えられる。4・1節において板状摩耗粒子は、図10にみられるトライボフィルムの構造と同じ構造であることが確認された。さらに摩耗面に形成されているトライボフィルムにはさまざまなき裂が観察された。図14(a)、(b)にすべり率2%および100%のときのトライボフィルム

表面上のき裂、図 14(c) にトライボフィルムと母材の界面におけるき裂の一例を示す。さらに図 15 に摩耗表面におけるトライボフィルムの形成されている部分とその脱落部の様子を示す。トライボフィルムの存在しない部分ではアルミナの結晶粒子で形成されている表面を観察することができる。これらの観察結果より板状摩耗粒子は摩擦過程で形成されたトライボフィルムが繰返し摩擦に伴いトライボフィルム内部および母材との界面にき裂が発生・伝ばすることにより部分的にトライボフィルムが脱落したものであると考えることができる。さらに摩耗面の最大高さ(図 6)と 3・4 節で述べた板状摩耗粒子の平均的な厚さは、ほぼ対応しておりトライボフィルムの脱落により板状摩耗粒子が形成されることを裏付けていると考えられる。

次にトライボフィルムにおけるき裂の伝ばについて考察する。図 16(a), (b) に板状摩耗粒子のき裂の伝ばした母材との界面側表面 [図 12(b) に対応する表面] の SEM 写真を示す。被膜に対し垂直方向に形成されたき裂部分 A を起点にき裂が放射状に伝ばした様子がわかる [図 16(a)]。またその起点部および放射状に見える部分にはアルミナの結晶粒子サイズのくぼみを見ることができる [図 16(b)]。これはアルミナの結晶粒界に沿ってき裂が伝ばしたことを意味していると考えられる。これらにより、トライボフィルムの板状摩耗粒子としての脱落は、まずトライボフィルムに垂直方向のき裂が界面部まで発生・伝ばし、この部分を起点とし界面部近傍のアルミナの結晶粒子の粒界に沿ったき裂の伝ばを中心にした破壊が発生した結果と考えられる。

4・3 トライボフィルムと摩耗機構 サブマイクロメートル [μm] オーダのパウダ状摩耗粒子の発生に関しては、真実接触点レベルでのマイクロカッティング⁽¹⁹⁾、摩耗表面から粒界破壊などで発生した摩耗粒子のさらなる粉碎⁽¹¹⁾ など考えられているが、現在その機構は明らかではない。しかし、以上の観察結果をもとに転がりすべり接触におけるアルミナの定常的な摩耗進行過程は次のように考えられる。

- (1) パウダ状摩耗粒子の発生
- (2) (1)に基づくトライボフィルムの形成
- (3) トライボフィルムにおける表面き裂、トライボフィルムと母材の界面におけるき裂の発生・伝ば
- (4) トライボフィルムの脱落：板状摩耗粒子の発生

また、この繰返しが定常的な摩耗現象であり、定常摩耗の程度は、トライボフィルムの形成速度、脱落速度により決まるものと考えられる。特にこのトライボ

フィルムの脱落速度が摩耗特性を支配すると考えられる。

このような摩耗粒子の堆積・ち密化による摩擦・摩耗への影響は、Godet⁽²⁰⁾ により“Third body approach”として論じられているが、本実験の結果は、転がり・すべり接触におけるアルミナの摩耗がまさに Third body としてのトライボフィルムの形成・脱落により進行する一例を実験的に示したものである。

従来、セラミックスの転がりすべり接触における摩耗機構は、パルク材に発生するき裂の伝ばにより考えられる場合が多い⁽⁶⁾⁽⁸⁾⁽²¹⁾。しかし、本実験で観察されたように、トライボフィルムの形成、脱落により摩耗が進行する場合も少なくないと考えられる。なぜなら、セラミックスの摩耗面には、多くの場合トライボフィルムの存在が確認されているからである。

5. 結 言

大気中、無潤滑下におけるアルミナセラミックス同志の転がり・すべり摩耗実験により以下の結論を得た。

- (1) 本実験条件において、アルミナセラミックスの摩耗はトライボフィルムの形成・脱落により進行する。
- (2) 摩耗粒子はサブマイクロメートル [μm] オーダのパウダ状粒子と数十～数百マイクロメートル [μm] オーダの板状粒子の 2 種類に分類される。
- (3) トライボフィルムはサブマイクロメートル [μm] オーダのパウダ状粒子により形成される。
- (4) 板状摩耗粒子はトライボフィルムが部分的に脱落したものである。

本実験に際し、ご協力いただいた当時、東北大学学生、濱崎庫泰君に感謝する。また本研究は平成 4 年度科学研究費(奨励研究費)および(財)倉田記念科学振興会奨励金の交付を受けて行われたものであり、記して感謝する。

文 献

- (1) Kano, M. and Tanimoto, I., *Wear*, **145** (1991), 153-165.
- (2) 田上寛男, トライボロジスト, **34** 2 (1989), 140-143.
- (3) 小林正樹, トライボロジスト, **36** 7 (1991), 523-526.
- (4) Evans, A. G. and Marshall, D. M., *Fundamentals of Friction and Wear of Materials*, (1980), 439, ASM.
- (5) Fischer, T. E., Anderson, M. P., Jahanmir, S. and Salher, R., *Wear*, **124** (1988), 133-148.
- (6) Kim, S. S., Kato, K., Hokkirigawa, K. and Abé, H., *Trans. ASME, J. Trib.*, (1986), 522-526.
- (7) 堀切川一男・加藤康司, (社)日本潤滑学会トライボロジー会議予稿集, (1990 5), 405-408, 東京.
- (8) Adachi, K., Hokkirigawa, K. and Kato, K., *Wear*, **151** (1991), 291-300.

- (9) Komvopoulos, K. and Li, H., *Trans. ASME, J. Trib.*, **114** (1992), 131-140.
- (10) Fischer, T. E. and Tomizawa, H., *Wear*, **105** (1985), 29-45.
- (11) Blomberg, A., Olsson, M., Bratthall, J., Engstrom, H. and Hogmark, S., *Proc. Japan Int. Trib. Conf. Nagoya*, (1990-10/11), 1371-1376.
- (12) 足立幸志・加藤康司, セラミックス, **27**-10 (1992), 953-958.
- (13) Stott, F. H., Lin, D. S. and Wood, G. C., *Corrosion Science*, **13** (1973), 449-469.
- (14) Iwabuchi, A., *Wear*, **106** (1985), 163-170.
- (15) Adachi, K., Kato, K. and Takizawa, R., *Proc. 22nd Leeds-Lyon Symp.*, (1995), in press.
- (16) Kendall, K., *Nature*, **272** 5655 (1987), 710-711.
- (17) 木下是雄・ほか5名, 表面・微粒子, (1986), 299, 共立出版(株).
- (18) 足立幸志・加藤康司, 日本機械学会東北支部米沢地方講演会講演論文集, (1993-8), 303-305.
- (19) Hokkirigawa, K., *Wear*, **151** (1991), 219-228.
- (20) Godet, M., *Wear*, **100** (1984), 437-452.
- (21) 鍵本良実・松本 将・佐木邦夫, (社)日本潤滑学会第32期全国大会予稿集, (1987-11), 353-356.