

## 純 Fe における油潤滑環境下の摩擦特性に及ぼす結晶配向の影響

### Effect of crystal orientation in pure Fe on friction property under oil lubrication

豊橋技科大（学）\*島野 瑞翔 豊橋技科大（学）宮田 航英 豊橋技科大（非）足立 望

豊橋技科大（正）戸高 義一 九大（非）光原 昌寿 豊田工大（非）椎原 良典 東大（非）久保 淳

Ruka Shimano\*, Koei Miyata\*, Nozomu Adachi\*, Yoshikazu Todaka\*, Masatoshi Mitsuhashara\*\*

Yoshinori Shiihara\*\*\*, Atsushi Kubo\*\*\*\*

\*Toyohashi University of Technology, \*\*Kyushu University

\*\*\*Toyota Technological Institute, \*\*\*\*The University of Tokyo

#### 1. 緒言

これまでの研究により、金属組織の変化が油潤滑環境下における摩擦係数 ( $\mu$ ) に影響を与えていていることが明らかとなった[1,2]。純 Fe に、巨大ひずみ加工の一種である High-Pressure Torsion (HPT) 加工を用いて転位や粒界などの格子欠陥を高密度に導入したナノ組織化材 (HPT 材) は、潤滑油中で摩擦試験を行ったところ、無加工材 (ND 材) よりも低  $\mu$  化した。また、HPT 材に対し、熱処理 (400°C, 2h) を行い、 $\{110\}$ への配向を高めた結晶配向材 (HPT+400A 材) も、ND 材と比べ低  $\mu$  化した。各組織の SEM/EBSD IPF (Inverse Pole Figure) 観察結果を、Fig. 1 に示す。HPT 材は、結晶粒径が 1μm 以下である。結晶粒径が 1μm 以下の微細粒で、粒界密度は急激に上昇するため、HPT 材は高い粒界密度を持つ。粒界近傍における吸着エネルギーを計算すると、完全結晶面に比べ低くなることが第一原理計算より示された[3]。吸着エネルギーの変化は、粒界近傍では結晶性が低く原子の変位自由度が高いことに由来すると考えられる。このことは、格子欠陥が導入された試料で、吸着性が向上することを示している。HPT 材では、格子欠陥が導入され潤滑油分子との相互作用が向上し、優れた吸着膜を形成したことが低  $\mu$  化の理由と考えられる。SEM を用いたオレイン酸 (OA) を吸着させた試料の直接観察を行うと、HPT 材は結晶方位に依存せず均一に高い皮膜率を示した。しかし、ND 材、HPT+400A 材では、吸着膜の形態に結晶方位依存性を持つことが示された。結晶配向による影響を調べるために、 $\{100\}$ ,  $\{110\}$ ,  $\{111\}$  の方位を持つ純 Fe 表面に酢酸分子を配置し、酢酸分子を引き離す際のエネルギーを第一原理計算により求めた。その結果、 $\{110\}$ において吸着密度が最も高く、引き離しに必要となる単位面積あたりのエネルギーが大きくなることが示された。HPT+400A 材は、熱処理により転位の回復と結晶粒の成長が起きている。そのため、格子欠陥導入によるものではなく、 $\{110\}$ への配向により、吸着密度が高まったことが低  $\mu$  化の要因であると考えられる。

本研究では、結晶方位と配向度が HPT+400A 材と異なる試料を作製し、結晶配向が  $\mu$  に与える影響について調査を行った。

#### 2. 実験方法

供試材には純 Fe を用いた。直径 20mm の円板試料に対し、HPT 加工 (室温、圧縮応力: 5GPa, 回転速度: 0.2rpm, 回転数: N10) を行い、HPT 材を作製した。HPT 材に、塩浴

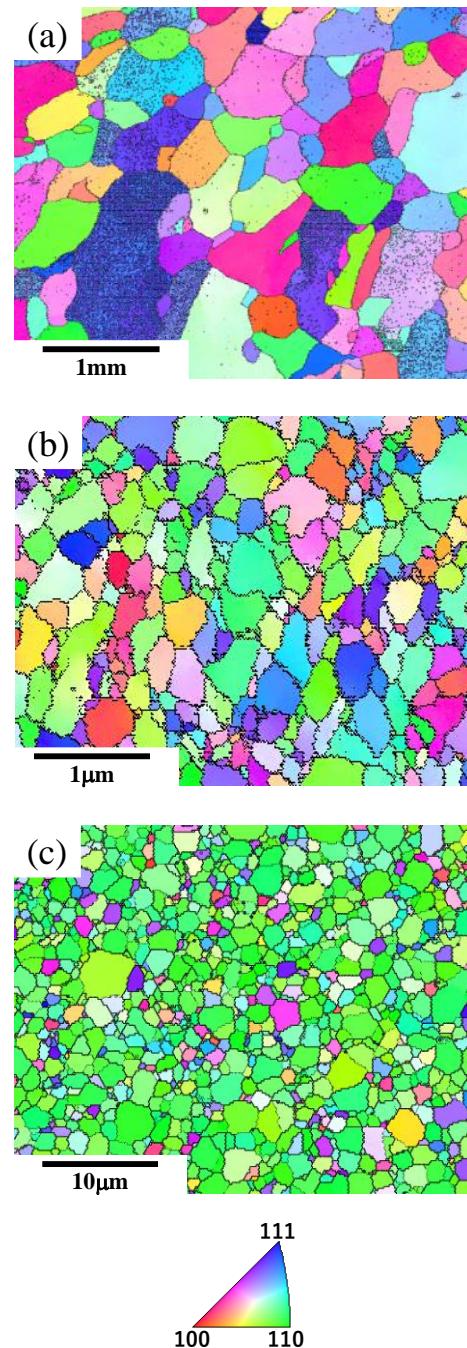


Fig. 1 SEM/EBSD IPF maps of pure iron. (a) ND, (b) HPT, (C) HPT+400A.

Table 1 Grain size, Vickers hardness and Degree of orientation of the samples.

Samples	Grain size [nm]	Vickers hardness [GPa]	Degree of orientation	
			{110}	{111}
ND	530,000	0.6	1.2	<1
HPT	360	3.6	2.1	<1
HPT+400A	3,700	1.4	6.8	<1
HPT+400A+CR	2,900	1.9	<1	3.0
HPT+600A	39,900	1.0	9.9	<1

熱処理（400°C, 2h）を行い、{110}に結晶配向させたHPT+400A材を作製した。結晶方位の制御を目的として、HPT+400A材に対し圧延（50%）を行った（HPT+400A+CR材）。{110}への配向度を高めるため、HPT+400A材と比較して高温長時間である塩浴熱処理（600°C, 8h）を行ったHPT+600A材を作製した。これらの試料のμを、ボールオーナンディスク（BonD）試験（摺動速度: 10mm/s, 摺動半径: 5mm, 荷重: 200g, ボール材: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 摺動距離: 200m）により測定した。潤滑油には、Poly-α-Olefin (PAO) にOAを0.5mass%配合したものを使用した。作製した試料に対し、SEM/EBSDによる組織観察および配向度の調査を行った。配向度の調査には、SEM/EBSD観察に加え、より広範囲の測定が可能であるXRDも用いた。

### 3. 実験結果および考察

Table 1に、各試料の結晶粒径、ビッカース硬さ、結晶配向度を示す。結晶粒径および結晶配向度は、BonD試験において摺動部となる円板中心から  $r = 5\text{mm}$  の位置をSEM/EBSD観察することを求めた。HPT+400A+CR材は、圧延を行うことで結晶方位が{110}から{111}へ変化した。加工により格子欠陥が導入されたため、HPT+400A+CR材は、転位が増加し結晶粒が小さくなり、HPT+400A材よりも硬さが向上した。高温長時間で熱処理を行ったHPT+600A材は、{110}への高い配向度を示した。また、HPT+400A材よりも全体的に結晶粒が大きく成長したことに加え、特定の粒が大きく成長する異常粒成長が見られた。転位の回復と結晶粒の成長により、硬さが低下した。XRD測定で得られた回析ピークについても、HPT+600A材はSEM/EBSD観察と同じ配向度の傾向を示した。

BonD試験結果をFig. 2に示す。μは、摩擦試験時に安定した値を示した摺動距離50～200mの平均値をとった。HPT+400A材に比べ、HPT+400A+CR材は高μ化した。圧延加工により格子欠陥が導入されたHPT+400A+CR材において高μ化した理由は、格子欠陥導入による低μ化よりも{110}配向度の低下による高μ化への影響が大きかったためと考えられる。また、{111}への配向は、{110}への配向と比べ潤滑油分子の吸着が乏しかったと考えられる。{110}への高い配向度を持つHPT+600A材は、HPT+400A材よりも低μ化し、HPT材と同等のμを示した。熱処理による結晶粒成長で粗大粒となり、硬さが低くなったにもかかわらず低μ化したことから、吸着密度の高い{110}への配向により吸着膜の形成が促進され、優れた潤滑状態にあったと考えられる。

### 4. 結言

本研究では、結晶配向を制御した純Feの摩擦試験を行い、以下の知見を得た。

- (1) {111}へ配向したHPT+400A+CR材は、HPT+400A材と比べ高μ化した。潤滑油分子の吸着密度が高い{110}への配向度が低減したためと考えられる。
- (2) HPT+600A材は、HPT+400A材と比べ低μ化した。{110}への配向度が高まったためと考えられる。また、結晶粒径によらず、結晶配向のみでのμ制御の可能性が示された。

### 参考文献

- [1] 戸高・戸田・堀井・梅本: 鉄と鋼, 101 (2015), 530-535.
- [2] 殿塚・戸高・足立・堀井・戸田・光原・岩崎・椎原・梅野・西田・中島: 鉄と鋼, 105 (2019), 282-289.
- [3] I. Lobzenko, Y. Shiihara, A. Sakakibara, Y. Uchiyama, Y. Umeno, Y. Todaka: Appl. Surf. Sci., 493 (2019), 1042-1047.

### 謝辞

本研究は、科学技術振興機構 産学共創基盤研究プログラム「ヘテロ構造制御」(JPMJSK1511)，ならびにJSPS科研費(JP15H04155, JP22H00261)の支援を受けて行われたものであり、ここに深甚なる謝意を表します。