

組織制御した純鉄における油潤滑環境下の摩擦特性に及ぼす酸素の影響

Effect of Oxygen on Friction Property of Microstructure-controlled Pure Iron
under Oil Lubrication

豊橋技科大（正）*戸高義一 豊橋技科大（学）島野瑠翔 豊橋技科大（非）高田慎

豊橋技科大（非）足立望 豊橋技科大（非）安部洋平 九大（非）光原昌寿

豊田工大（非）椎原良典 東大（非）久保 淳

Yoshikazu Todaka*, Ruka Shimano*, Shin Takada*, Nozomu Adachi*, Yohei Abe*,

Masatoshi Mitsuhashi**, Yoshinori Shiihara***, Atsushi Kubo****

*Toyohashi University of Technology, **Kyushu University, ***Toyota Technological Institute, ****The University of Tokyo

1. はじめに

これまでの研究において、鉄鋼材料の組織を巨大ひずみ加工および熱処理により制御することで、油潤滑環境下にて低い摩擦係数を示すことを明らかにした。^{1,2)} 純 Fe に巨大ひずみ加工の一つである高圧下ねじり（High-Pressure Torsion, HPT）加工を施し、転位や結晶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）を作製した。また、HPT 加工後に熱処理を行なうことで、{110}に配向させた結晶配向材（HPT+A 材）を作製した。これらの試料の摩擦係数は、脂肪酸を配合した潤滑油中の摩擦摩耗試験において、無加工材（ND 材）よりも低い値を示した。HPT 材においては格子欠陥の導入により吸着能の高い結晶性の低い領域が増加したため、また、HPT+A 材においては{110}が高い吸着密度を持つ結晶方位であるためと、第一原理計算の結果から考えられる。^{3,4)}

摩擦摩耗試験中の金属表面は、摩耗による新生面の露出と表面酸化を繰り返す。油潤滑環境下の試験であっても、潤滑油中の溶存酸素との反応により新生面に酸化膜が形成する。そのため、摩擦現象に対して酸素は重要な役割を担う。金属表面と酸素との反応は分子動力学シミュレーションにより調査されている。結晶粒界は、結晶面に比べて、酸素をトラップ・解離させて金属内部への侵入を容易にすることが報告されている。⁵⁾ 結晶方位との関係については、結晶方位ごとに酸素のトラップ、解離、侵入の速度が異なり、{110}が{100}、{111}に比べて金属内部へ速く深くまで酸素が侵入することが報告されている。⁶⁾

本研究では、HPT 加工および熱処理により組織制御した純 Fe に対して、潤滑油中の溶存酸素濃度を变化させた摩擦摩耗試験を行ない、油潤滑環境下の摩擦特性に及ぼす酸素の影響を調査した。また、表面酸化層の影響についても調査した。

2. 実験方法

供試材として純 Fe を用いた。直径 ϕ 20 mm × 厚さ t 0.85 mm の円板試料に切り出し、圧力 P 5.0 GPa, 回転速度 ω 0.2 rpm, 回転回数 N 10, 室温 の条件で HPT 加工を行なった（HPT 材）。HPT 加工後の試料に対して 400 °C, 2 h, 塩浴 の条件にて熱処理を行ない、HPT+A 材を作製した。これらの試料の摩擦摩耗特性を調査するため、ボールオンディスク（BonD）試験を 摺動速度: 10 mm/s, 荷重: 200 g, ボール材: Al₂O₃, 室温 の条件で行なった。潤滑油には、Poly- α -Olefin（PAO）油に脂肪酸であるオレイン酸（OA）を 0.5 mass%配合した PAO+OA 油を使用した。潤滑油中の溶存酸素濃度を調整するため、Ar ガスと O₂ ガスの合計流量を 150 ml/min として潤滑油に供給（バブリング）し、O₂ ガスの流量割合を 0, 20, 100 vol%に変更して BonD 試験を行なった。O₂ ガスの流量は 4500 s ごとに切り替えた。また、表面酸化層の影響を調査するため、HPT+A 材を 200 °C, 10 h, 大気雰囲気 の条件にて熱処理を行ない、酸化層材を作製した。比較のため、研磨にて表面酸化層を除去した酸化層除去材も作製した。これらの試料の摩擦摩耗特性を調査するため、BonD 試験を 摺動速度: 50 mm/s, 荷重: 50 g, ボール材: Al₂O₃, 室温 の条件で行なった。潤滑油には、潤滑油中の溶存酸素濃度を調整していない、PAO 油および PAO+OA 油を用いた。

摩擦特性に及ぼす酸素の影響を調査するため、X 線光電子分光法（XPS）による分析を行なった。2 kV, 1 × 1 mm のスパッタエッチングより、摺動表面からの深さに対する酸素の状態を調査した（スパッタレート: SiO₂ に対して 4 kV, 1 × 1 mm の条件で 100 nm/min）。スパッタ時間 10 s ごとに測定を行ない、O の 1s 軌道と Fe の 2p_{3/2}, 2p_{1/2} 軌道のピーク増減より表面状態を調査した。測定試料には、O₂ ガスの流量割合を 0, 100 vol%に調整して BonD 試験を 4500 s 実施したものをを用いた。

3. 結果および考察

HPT 材, HPT+A 材に対して潤滑油中の溶存酸素濃度を調整した BonD 試験を行なった結果, 両試料ともに O_2 ガスの流量割合が 0 vol% (Ar ガス流量割合: 100 vol%) の場合において最も低い摩擦係数を示した. また, O_2 ガス流量割合の増加に伴い, 摩擦係数は高くなった. XPS 分析により BonD 試験後の摺動部表面を調査した結果, O_2 ガス流量割合の増加に伴い, 表面および内部 (スパッタエッチング 40 s 程度までの深さ) の酸素濃度が高いことが分かった.

また, 表面酸化層の影響を調査するため, 酸化層材, 酸化層除去材に対して, PAO 油および PAO+OA 油を用いた BonD 試験を行なった (Fig.1). 酸化層除去材の摩擦係数は, PAO 油中では約 0.15 であり, PAO+OA 油中では約 0.13 であった. 配合したオレイン酸による低摩擦化の影響が認められた. いずれの潤滑油においても, 試験開始直後から安定した摩擦係数を示した. 一方, 酸化層材では, 両潤滑油において, 試験開始直後は摩擦係数 2 程度の高い値を示し, 摩耗 (金属新生面の露出) に伴って徐々に摩擦係数が低下した. 最終的には, 酸化層除去材の摩擦係数と同程度にまで低下した.

以上のことから, 表面酸化層にはオレイン酸は吸着し難く, また, 潤滑油中に溶存酸素が存在する場合はオレイン酸の吸着を阻害することが分かった.

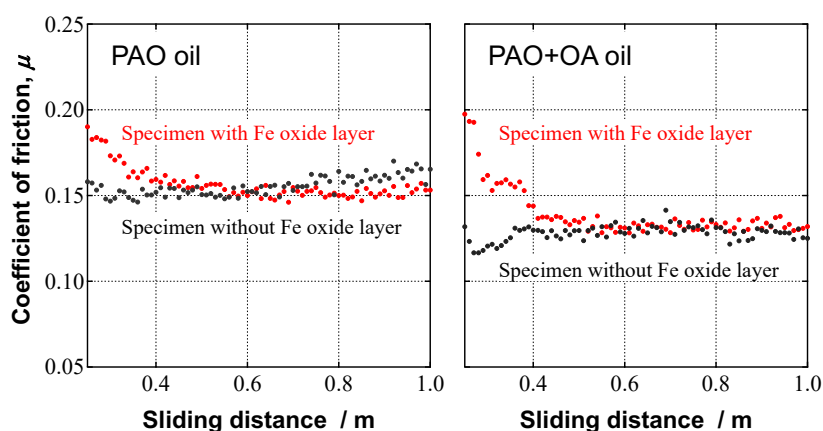


Fig.1 Results of ball-on-disk test under the lubrication of PAO and PAO+OA oils in the specimens with/without Fe oxide layer.

謝辞

本研究は, 日本学術振興会 科学研究費補助金 基盤研究(A) 22H00261 の支援によって実施した. ここに記して深甚なる謝意を表します.

参考文献

- 1) 戸高義一・足立望: 鉄鋼材料の組織制御に基づく油潤滑下における低摩擦係数化・高摩擦係数化, 表面技術, 71 (2020) 756.
- 2) 戸高義一・足立望: 鉄鋼材料における強ひずみ加工・熱処理による表層ナノ組織化制御に基づく転動疲労高特性化, 山陽特殊製鋼技報, 29 (2022) 12.
- 3) I. Lobzenko, Y. Shiihara, A. Sakakibara, Y. Uchiyama, Y. Umeno & Y. Todaka: Chemisorption enhancement of single carbon and oxygen atoms near the grain boundary on Fe surface: ab initio study, Applied Surface Science, 493 (2019) 1042.
- 4) I. Lobzenko, Y. Shiihara, Y. Umeno & Y. Todaka: Adsorption enhancement of a fatty acid on iron surface with $\Sigma 3(111)$ grain boundary, Applied Surface Science, 543 (2021) 148604.
- 5) Y.-T. Zheng, F.-Z. Xuan & Z.D. Wang: The role of atomic structures on the oxygen corrosion of polycrystalline copper surface, Procedia Engineering, 130 (2015) 1184.
- 6) R. Subbaraman, S.A. Deshmukh & S.K.R.S. Sankaranarayanan: Atomistic insights into early stage oxidation and nanoscale oxide growth on Fe(100), Fe(111) and Fe(110) surfaces, Journal of Physical Chemistry C, 117 (2013), 5195.