

# 摩擦摩耗による特異ナノ構造層の形成挙動

佐藤 尚\* 三浦永理\*\* 渡辺義見\*\*\*

## 1. はじめに

金属材料に摩擦摩耗が生じると、摩耗表面に母材と異なる組織を有する摩耗変質層が形成する<sup>(1)-(12)</sup>。この摩耗変質層は、微細な結晶粒で構成されたナノ構造組織を有しており、摩擦摩耗中に摩耗表面で生じる巨大なせん断変形によって生成する<sup>(1)-(12)</sup>。一方で、鉄鋼材料への摩擦摩耗によって生成した摩耗変質層は、白層(White layer あるいは White etching layer)とも呼ばれており、ナノ結晶粒で構成された組織を有する<sup>(5)(7)-(9)</sup>。この摩擦摩耗で生じる白層も摩耗表面での巨大なせん断変形で形成されるため、摩耗変質層と白層の形成は本質的に同じ現象である。

この摩擦摩耗による変質層の形成と類似した現象は、金属材料への切削加工やドリル加工のような機械加工においても発現する<sup>(13)-(23)</sup>。Todakaらは、Fe-C合金にドリル加工を施すと加工表面にナノ結晶を有する加工変質層(白層)が形成することを報告した<sup>(19)</sup>。同様に、Umemotoらは、Fe-Si合金やFe-C合金へのショットピーニング加工においても、加工表面にナノ結晶を有する加工変質層(白層)が形成すると報告している<sup>(18)(20)</sup>。また、これらの研究でも、加工変質層(白層)は加工表面で生じる巨大ひずみ変形に起因して生成すると述べている。このような機械加工による加工変質層の形成挙動は、それに伴う相変態挙動などを含めて巨大ひずみ加工の観点から多く議論がなされている<sup>(18)-(23)</sup>。一方で、摩擦摩耗による変質層に関する報告では、このような議論が少ない。これは、摩擦摩耗に関する研究の多くが耐摩耗性向上やそれに関係する微細組織の変化に着目しているためである<sup>(24)-(26)</sup>。しかし、上述から分かるように機械加工で生成する加工変質層と摩擦摩耗で生じる摩耗変質層には、その形成挙動において密接な関係が存在する。

筆者らは、近年、摩耗変質層の形成挙動について、巨大ひずみ加工の観点から研究を行っている<sup>(3)(4)(6)(10)(11)</sup>。その中でも、筆者らは、複相材料における第2相粒子が摩耗変質層の形成挙動に及ぼす影響<sup>(3)(4)(6)</sup>や摩耗変質層の生成に伴う相変態挙動<sup>(10)(11)</sup>に着目をおいている。これらの研究を通じて、筆者らは、複相材料における摩耗変質層の形成挙動や鉄鋼材料の摩耗表面で生じる特異相変態挙動について明らかにしつつある。本稿では、摩擦摩耗にて導入されるせん断ひずみの評価方法を述べたうえで、筆者らが遂行した摩耗変質層の形成挙動に関する最近の研究を紹介する。

## 2. 摩擦摩耗にて生じるせん断ひずみの評価方法

摩耗変質層の形成挙動を巨大ひずみ加工の観点から評価するためには、摩耗で生じるせん断ひずみの測定が必要である。本節では、これまでの研究で提案された摩擦摩耗で導入されるせん断ひずみの評価方法について紹介する<sup>(6)(27)</sup>。

Satoらは、摩擦摩耗によって母相結晶粒に生じる公称せん断ひずみの測定方法を提案している<sup>(6)</sup>。図1は、摩擦摩耗による結晶粒の変形を示す模式図である。摩擦摩耗中に公称せん断ひずみ $\delta_{\text{nominal}}$ の単純せん断変形をうけて、平均結晶粒径 $D$ の等軸状結晶粒が厚さ $c$ の楕円状結晶粒に変形する

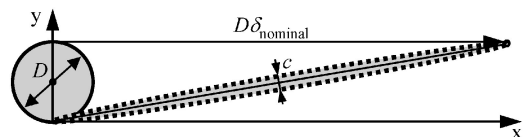


図1 摩擦摩耗による結晶粒の変形を示す模式図。平均結晶粒径が $D$ である等軸状結晶粒が摩擦摩耗による単純せん断変形によって厚さ $c$ の楕円状結晶粒に変形する<sup>(6)</sup>。

\* 名古屋工業大学准教授；大学院工学研究科おもひ領域(〒466-8555 名古屋市昭和区御器所町)

\*\* 名古屋工業大学特任准教授；大学院工学研究科おもひ領域(現在：兵庫県立大学准教授；大学院工学研究科物質系工学専攻)

\*\*\* 名古屋工業大学教授；大学院工学研究科おもひ領域

Formation Behavior of Nanostructural Layer Induced by Sliding Wear; Hisashi Sato\*, Eri Miura-Fujiwara\*\*, Yoshimi Watanabe\*\*\* (\*-\*\*\*Omohi College, Graduate School of Engineering, Nagoya Institute of Technology, Nagoya. \*\*Present address: Graduate School of Engineering, University of Hyogo, Himeji)

Keywords: wear, giant strain, nanocrystal, phase transformation, aluminum, iron

2011年2月8日受理

場合を考える。この変形を2次的に考えると、変形前後における結晶粒の面積は変化しないため、次式が成立する。

$$\frac{\pi D^2}{4} = \frac{\pi c D}{4} (1 + \delta_{\text{nominal}}^2)^{1/2} \quad (1)$$

このとき、摩擦摩耗後試料の結晶粒の厚さ  $c$  が、初期結晶粒径  $D$  に比べてはるかに小さい場合 ( $D \gg c$ )、 $\delta_{\text{nominal}}$  は、式(1)に基づいて次式により表すことができる。

$$\delta_{\text{nominal}} = \left\{ \left( \frac{D}{c} \right)^2 - 1 \right\}^{1/2} \approx \frac{D}{c} \quad (D \gg c) \quad (2)$$

式(2)から分かるように、摩擦摩耗によって導入される  $\delta_{\text{nominal}}$  は、組織写真から  $c$  と  $D$  を測定することで算出可能である。そのため、摩擦摩耗で生じる公称せん断ひずみ分布は、摩擦摩耗前後の組織変化から調べることができる<sup>(6)</sup>。

一方、Dautzenberg と Zaat は、摩擦摩耗による結晶粒の変形を単純せん断変形として考え、それによって生じる公称相当ひずみ  $\bar{\delta}_{\text{nominal}}$  を von Mises 基準に基づいて算出した<sup>(27)</sup>。Dautzenberg と Zaat の論文によると、摩擦摩耗によって生じる  $\bar{\delta}_{\text{nominal}}$  は次式で表される。

$$\bar{\delta}_{\text{nominal}} = \left\{ \frac{\frac{D^2}{c^2} - 1}{3} \right\}^{1/2} \approx \frac{D}{c\sqrt{3}} \quad (D \gg c) \quad (3)$$

さらに、式(2)および式(3)における  $\delta_{\text{nominal}}$  と  $\bar{\delta}_{\text{nominal}}$  は、

$$\bar{\delta}_{\text{nominal}} = \frac{\delta_{\text{nominal}}}{\sqrt{3}} \quad (D \gg c) \quad (4)$$

の関係が成立する。 $\delta_{\text{nominal}}$  と同様に、摩擦摩耗にて生じる  $\bar{\delta}_{\text{nominal}}$  も摩擦摩耗前後の組織写真から算出可能である。

しかしながら、公称ひずみは、公称ひずみ量が1よりはるかに小さな変形について使われる場合が多い<sup>(28)(29)</sup>。これは、公称ひずみ量が1よりはるかに大きな変形の場合、公称ひずみではひずみの加算性が失われてしまうためである<sup>(28)</sup>。そこで、尾中は巨大ひずみ加工量の評価法として Hencky ひずみを提案している<sup>(28)(29)</sup>。Hencky ひずみは、テンソル表現の対数ひずみであり、加算性が必要な巨大な変形の記述に適している<sup>(28)-(31)</sup>。尾中は、単純せん断変形について、von Mises の基準による Hencky ひずみの相当ひずみを算出した<sup>(28)</sup>。その結果、せん断量  $\gamma$  の単純せん断変形における Hencky ひずみによる相当ひずみ  $\bar{\delta}_{\text{hencky}}$  は、

$$\bar{\delta}_{\text{hencky}} = \frac{\ln \left\{ \frac{2 + \gamma^2 + \gamma\sqrt{4 + \gamma^2}}{2} \right\}}{\sqrt{3}} \approx \frac{2\ln \gamma}{\sqrt{3}} \quad (\gamma \gg 1) \quad (5)$$

であると報告している。そこで、図1に示すような摩擦摩耗の単純せん断変形における  $\gamma$  を算出すると、 $\gamma$  は  $\gamma = D\delta_{\text{nominal}}/D = \delta_{\text{nominal}}$  になる。そのため、 $\delta_{\text{nominal}} \gg 1$  の場合、Hencky ひずみによる相当ひずみ  $\bar{\delta}_{\text{hencky}}$  は、式(5)より、

$$\bar{\delta}_{\text{hencky}} \approx \frac{2\ln \delta_{\text{nominal}}}{\sqrt{3}} \quad (6)$$

となる。摩擦表面近傍では、通常大きなせん断変形が生じているため  $\delta_{\text{nominal}} \gg 1$  が成立する。よって、この  $\bar{\delta}_{\text{hencky}}$  は、摩擦摩耗で生じるせん断変形に適用可能である。また、 $\delta_{\text{nominal}}$

は摩耗前後の組織写真から測定可能であるため、摩擦表面近傍における  $\bar{\delta}_{\text{hencky}}$  の分布も組織写真から得ることができる。

さらに、尾中は、繰返し重ね接合圧延加工 (ARB) で導入される  $\bar{\delta}_{\text{hencky}}$  を次式にて示している<sup>(28)</sup>。

$$\bar{\delta}_{\text{hencky}} = \frac{2\ln 2}{\sqrt{3}} N_{\text{ARB}} \approx 0.80 N_{\text{ARB}} \quad (7)$$

ここで、 $N_{\text{ARB}}$  は加工サイクル数である。1サイクルの ARB 加工で導入される  $\bar{\delta}_{\text{hencky}}$  は  $\bar{\delta}_{\text{hencky}} \approx 0.80$  となる。従来、巨大ひずみ加工法や摩擦摩耗で導入されるひずみ量の表記は、各加工法の間で公称ひずみと対数ひずみが混在していた<sup>(28)</sup>。そのため、摩擦摩耗によって導入されるひずみ量と巨大ひずみ加工法で導入されるひずみ量を直接比較することが困難であった。しかし、Hencky ひずみを用いることによって、摩擦摩耗で導入されたひずみ量と各巨大ひずみ加工法で生じたひずみ量の直接比較が可能になる。すなわち、摩擦摩耗で生じる現象を巨大ひずみの観点から議論するためには、Hencky ひずみを用いた評価が適している。本稿では、 $\bar{\delta}_{\text{hencky}}$  を用いることによって、摩擦摩耗にて生じるせん断ひずみ量を ARB 加工の  $N_{\text{ARB}}$  に換算しながら現象を評価する。

### 3. Al-Al<sub>3</sub>Ti 傾斜機能材料への摩擦摩耗にて形成する摩耗変質層の形成挙動<sup>(4)(6)</sup>

本節では、柔らかい母相中に硬い第2相粒子が分散した複相材料における摩耗変質層の形成挙動として、リング状 Al-Al<sub>3</sub>Ti 傾斜機能材料への摩擦摩耗で生じた摩耗変質層の形成挙動について述べる。Al-Al<sub>3</sub>Ti 傾斜機能材料は、リング状試料の外周部に向うにつれて Al 母相中の Al<sub>3</sub>Ti 粒子体積分率が大きくなる材料である<sup>(3)(6)(32)(33)</sup>。Watanabe らは、この Al-Al<sub>3</sub>Ti 傾斜機能材料の外周部に摩擦摩耗を施すと摩擦表面近傍に Ti が Al 母相中に過飽和に固溶した過飽和固溶体層が形成することを報告した<sup>(3)(4)</sup>。その後、Sato らはその結果に基づき Al-Al<sub>3</sub>Ti 傾斜機能材料に形成した摩耗変質層の微細組織およびその形成に必要なせん断ひずみを検討している<sup>(6)</sup>。

図2は、リング状 Al-Al<sub>3</sub>Ti 傾斜機能材料におけるリング

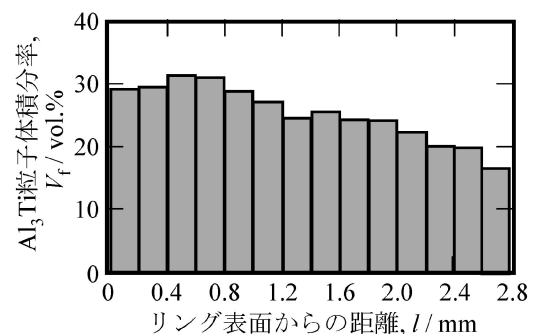


図2 リング状 Al-Al<sub>3</sub>Ti 傾斜機能材料におけるリング表面からの距離に伴う Al<sub>3</sub>Ti 粒子体積分率の変化<sup>(6)</sup>。

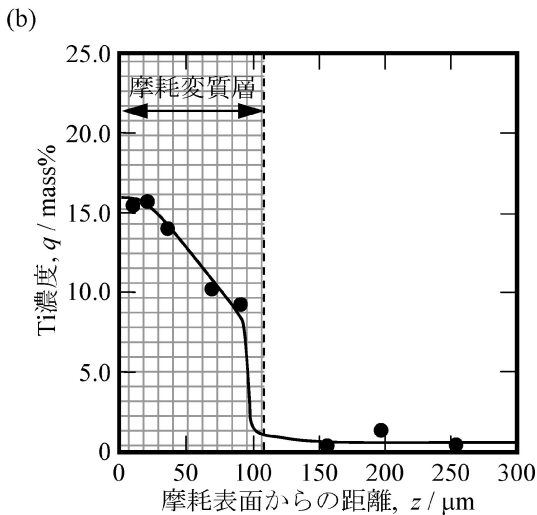
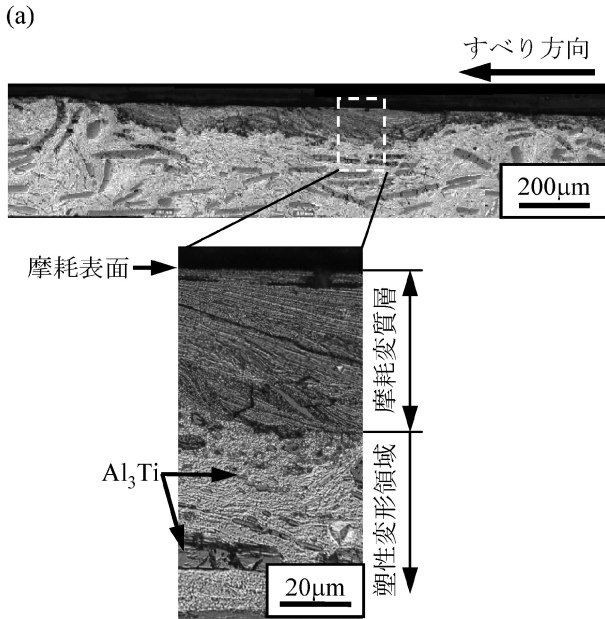


図3 摩耗表面近傍における(a)断面微細組織および(b)  $\alpha$ -Al母相中のTi濃度分布. 試料の摩耗条件は, 初期応力が0.8 MPa, すべり距離が100 mである<sup>(6)</sup>.

表面から内周部に向けた  $\text{Al}_3\text{Ti}$  粒子の体積分率変化を示している. 摩擦摩耗試験で用いた Al-Al<sub>3</sub>Ti 傾斜機能材料は, リング表面で板状  $\text{Al}_3\text{Ti}$  粒子を多く有し, 内部に向かうにつれて減少する. 摩耗試料は,  $\text{Al}_3\text{Ti}$  粒子を多く有するリング状試料の表面が摩耗面で, かつリング状試料の中心軸方向がすべり方向となるように Al-Al<sub>3</sub>Ti 傾斜機能材料から切り出した. また, 摩擦摩耗試験は, HV = 190 の硬さを有する S45C を相手材としてブロックオンディスク式摩耗試験機で行った.

摩擦摩耗試験後の摩耗表面近傍における断面組織を図3に示す. 図3(a)および(b)は, それぞれ摩耗表面近傍に形成した摩耗変質層近傍における光学顕微鏡写真およびエネルギー分散型 X 線分光装置(EDX)による  $\alpha$ -Al 母相中の Ti 濃度分布である. 図3(a)から分かるように, 摩耗表面には厚さ

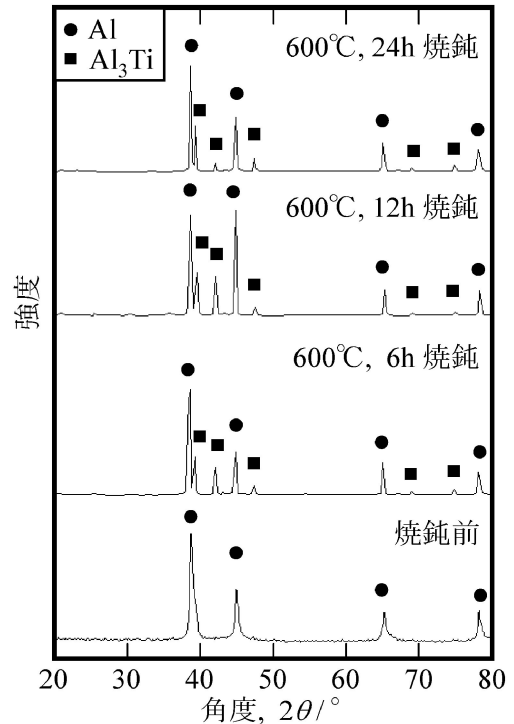


図4 摩耗変質層の焼鈍に伴う X 線回折ピークの変化. 焼鈍時間の経過に伴い  $\text{Al}_3\text{Ti}$  相ピークが高くなる<sup>(4)</sup>.

100  $\mu\text{m}$  程度の摩耗変質層が形成していた. この摩耗変質層には, 塑性変形領域との間に明確な境界が存在する. その境界近傍における塑性変形領域の結晶粒は巨大なせん断変形によって扁平状の形状を有しており, その長手方向が摩耗すべり方向に平行に近い方向を向いていた. さらに, 摩耗変質層と塑性変形領域の境界近傍において, 摩耗変質層内部では走査型電子顕微鏡(SEM)で観察可能な大きさの  $\text{Al}_3\text{Ti}$  粒子が存在していない. 一方で, 塑性変形領域では変形によって破壊された比較的小さな  $\text{Al}_3\text{Ti}$  粒子が存在していた. また, 図3(b)より, 摩耗変質層内部の Ti 濃度は 9 mass% 以上であり, 変質層において局所的に高くなっている. この変質層内部の Ti 濃度は, Al-Ti 系平衡状態図における 665°C のときの最大固溶限 1.24 mass% に比べてはるかに高い. よって, この結果は, 摩耗変質層において, 多くの  $\text{Al}_3\text{Ti}$  粒子が破壊され, Ti が  $\alpha$ -Al 母相中に過飽和に固溶した過飽和固溶体を形成していることを示唆している. 後で詳細を述べるが, この摩擦摩耗にて形成する摩耗変質層は Al-Ti 過飽和固溶体母相と非常に微細な  $\text{Al}_3\text{Ti}$  粒子から構成されている. そこで, 摩耗変質層の焼鈍による組織変化を X 線回折法(XRD)により調査した. 図4にその結果を示す<sup>(4)</sup>.  $\text{Al}_3\text{Ti}$  相のピークが焼鈍により現れ, その強度は焼鈍時間の増加に伴い増大している. これは, 摩擦摩耗によって形成した摩耗変質層内部の Al-Ti 過飽和固溶体が, 焼鈍によって Al 相と  $\text{Al}_3\text{Ti}$  相とに分解したためである. この時, この焼鈍に伴い硬さの向上も認められている<sup>(4)</sup>. さらに, 図5は, 摩耗変質層の内部組織を示す透過型電子顕微鏡(TEM)写真である. この写真

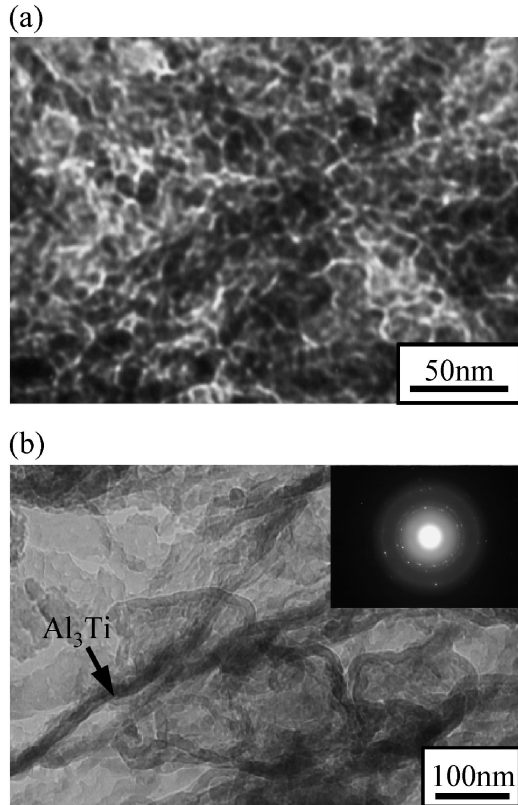


図5 摩耗変質層内部における微細組織のTEM観察写真。摩耗変質層は、(a)一部が非晶質化し、かつナノ結晶粒を持つ $\alpha$ -Al母相と(b)微細な繊維状 $Al_3Ti$ 粒子から構成する。回折パターンから母相の非晶質化を示すハローリングが観察される<sup>(6)</sup>。

より、摩耗変質層は、母相の平均結晶粒径が16nmで一部が非晶質化し、かつ微細な繊維状 $Al_3Ti$ 粒子から構成されている。以上の結果から、摩耗変質層は、一部が非晶質化したナノ結晶粒を持つAl-Ti過飽和固溶体母相と微細な繊維状 $Al_3Ti$ 粒子から構成されていることが明らかである。

ここで、摩耗変質層の生成に伴う結晶粒微細化のメカニズムを考えると、その結晶粒微細化メカニズムには、①摩擦熱に伴う不連続動的再結晶あるいは②摩擦摩耗の巨大なせん断変形に伴う連続動的再結晶の2つの可能性が考えられる<sup>(34)</sup>。Watanabeらは、本研究と同様のAl- $Al_3Ti$ 傾斜機能材料に摩擦摩耗試験を供した場合に生じる平均摩擦熱が100°Cであることを報告している<sup>(4)</sup>。一方、純Alにおける不連続動的再結晶の発生温度は200°Cである<sup>(35)</sup>。よって、摩擦摩耗試験中に生じる摩擦熱は不連続動的再結晶が発生する温度よりも低いため、摩擦摩耗試験中に不連続動的再結晶は生じにくい。それゆえ、摩耗変質層の生成に伴う結晶粒微細化機構は、摩擦摩耗で生じる巨大なせん断変形に起因した連続動的再結晶であることが明らかである。そこで、この摩耗変質層が形成するために必要なせん断ひずみについて、式(6)の $\bar{\delta}_{hencky}$ を用いて評価した。図6は、摩耗表面からの距離に伴う $\bar{\delta}_{hencky}$ の変化を示している。塑性変形領域における変質層直下での $\bar{\delta}_{hencky}$ は約5.2であった。そのため、摩耗変質層

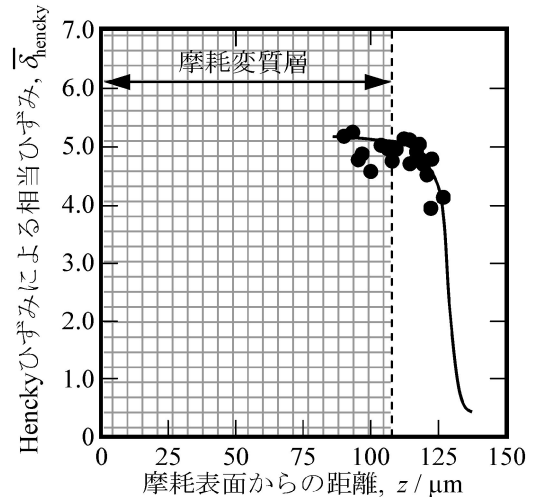


図6 摩耗変質層近傍におけるHenckyひずみによる相当ひずみの分布。

の形成に必要な $\bar{\delta}_{hencky}$ は5.2程度であることが分かる。また、この $\bar{\delta}_{hencky}$ は、ARB加工の $N_{ARB}$ に換算すると $N_{ARB}=6.5$ に相当する。よって、第2相粒子が分散した複相材料に生成する摩耗変質層は、ARB加工で $N_{ARB}=6.5$ に相当する巨大なせん断変形によって第2相粒子の破壊とその過飽和固溶および連続動的再結晶による母相の結晶粒微細化を伴いながら形成されることが明らかとなった。

このような複相材料への巨大なせん断変形による第2相粒子の破壊および過飽和固溶体の形成は、バルク状試料への巨大ひずみ加工においても報告されている<sup>(36)</sup>。Quellenecらは、Cu母相中に $\alpha$ -Fe相が分散したCu-Fe合金への高圧ねじり加工(HPT)に伴う組織変化を調査している<sup>(36)</sup>。その結果、HPT加工による加工量の増加に伴って、組織微細化とCu母相中にFeが過飽和に固溶した過飽和固溶体の形成が生じることを見出している。Quellenecらは、この過飽和固溶体の形成が巨大なせん断変形に伴うメカニカルアロイング効果によって生じることを述べている。同時に、組織微細化に伴い材料全体のCu/Fe界面エネルギーが増大することによって、FeがCu母相中に過飽和固溶するための駆動力が大きくなることも過飽和固溶体の形成要因として挙げている<sup>(36)</sup>。このように、摩擦摩耗による過飽和固溶体の形成は、本質的にバルク状試料への巨大ひずみ加工で生じる過飽和固溶体の形成と同じ現象である。また、摩擦摩耗による過飽和固溶体の形成要因は、バルク状試料への巨大ひずみ加工と同様にメカニカルアロイング効果および過飽和固溶体形成のための駆動力の増大であろう。摩擦摩耗による過飽和固溶体の形成要因の解明は、我々の今後の課題である。

#### 4. Fe-Ni合金への摩擦摩耗にて形成する摩耗変質層の形成挙動<sup>(10)(11)</sup>

前節では、相変態が生じなく柔らかい母相中に第2相粒子が分散した複相材料における摩耗変質層の形成挙動につい

表1 Fe-33 mass%Ni 合金および Fe-30 mass%Ni 合金における相変態温度<sup>(37)-(39)</sup>.

合金	Ms	As	室温で加工誘起マルテンサイト変態
Fe-33 mass%Ni	-110°C	200°C	生じない
Fe-30 mass%Ni	RT~73°C	390°C	生じる

表2 摩耗前の Fe-Ni 合金試験片における  $\gamma$  相体積分率<sup>(10), (11)</sup>.

試料名	合金	オーステナイト化処理後の熱処理	$\gamma$ 相体積分率
33W	Fe-33 mass%Ni	水冷	99.7 vol.%
33L		サブゼロ処理 (液体窒素中で1800 s)	16.5 vol.%
30W	Fe-30 mass%Ni	水冷	66.4 vol.%
30L		サブゼロ処理 (液体窒素中で1800 s)	3.6 vol.%

て紹介した。しかし、金属材料には、鉄鋼材料のように加工誘起で相変態が発生する場合がある。例えば、Umamoto および Todaka らは、Fe-C 合金にショットピーニング処理を施すと、加工誘起マルテンサイト変態が発生し、微細なマルテンサイト ( $\alpha'$ ) 相で構成された変質層が形成することを報告している<sup>(18)(20)</sup>。また、Todaka らは、ドリル加工を施した加工表面においても同様の現象を見出している<sup>(19)</sup>。このように、鉄鋼材料への摩擦摩耗や機械加工では、ナノ構造組織を有する変質層が形成し、かつ加工誘起マルテンサイト変態が発現する。しかし、変質層形成に伴って生じる相変態挙動を調査した報告は少ない。特に、加工誘起マルテンサイト変態が生じる材料の場合、摩擦摩耗のような表層巨大ひずみ加工で生成する変質層の組織は、材料が有する相変態温度やその初期組織に大きく依存するであろう。

本節では、鉄鋼材料の初期組織あるいは相変態温度が摩耗変質層の形成挙動に及ぼす影響を調査した筆者らの最近の研究を紹介する<sup>(10)(11)</sup>。本研究では、摩擦摩耗中に生じる相変態の影響を抽出するために Fe-Ni 合金を用いた。Fe-Ni 合金は、簡単な組織を有し、かつマルテンサイト変態や逆変態が明確に生じる<sup>(37)</sup>。ゆえに、Fe-Ni 合金は相変態の現象を単純化するためのモデル材料として適している。本研究では、Fe-30 mass%Ni 合金および Fe-33 mass%Ni 合金を用いて実験を行った。表1は、これらの Fe-Ni 合金における相変態温度を示している<sup>(37)-(39)</sup>。それぞれの合金に対し、オーステナイト化処理後に水冷あるいはサブゼロ処理を行い、同一組成の合金で初期組織が異なる試料を作製した。作製した試料の詳細は、表2の通りである。これらの試料を用いて、ブロックオンディスク式磨耗試験機にて摩擦摩耗試験を行った。

## (1) 鉄鋼材料の初期組織が摩耗変質層の形成に及ぼす影響

Fe-33 mass%Ni 合金の摩擦表面近傍における光学顕微鏡写真、電子線後方散乱回折法 (EBSD) にて得られた逆極点マップおよび相分布マップを図7に示す。図7(a)および(b)は、それぞれ 33W 試料および 33L 試料の微細組織を示している。両試料とも、摩耗表面に近づくにつれて  $\gamma$  結晶粒および  $\alpha'$  相ともに微細化している。また、摩耗変質層と塑性変形領域の間には明確な境界が存在している。図8は、XRD による5ピーク法で得られた摩耗表面近傍における  $\gamma$  相体積分率である。本研究の測定における X 線の深度は計算により約 2  $\mu\text{m}$  であることが推算された。この深度は、摩耗変質層の最大厚さである 50  $\mu\text{m}$  よりも十分に小さい。それゆえ、図8に示す測定値は、摩耗変質層内部の  $\gamma$  相体積分率に相当する。図8(a)より、初期組織が  $\gamma$  単相である 33W 試料に形成した摩耗変質層は、摩擦摩耗による相変態が発生しておらず  $\gamma$  単相であった。一方、初期組織に  $\alpha'$  相を多く有する 33L 試料に生成した摩耗変質層の微細組織も 33W 試料と同様に  $\gamma$  単相である。つまり、33L 試料では、摩擦摩耗によって逆変態が生じている。その結果、Fe-Ni 合金における摩耗変質層における微細組織は、初期組織に関わらず同じ組織になることが分かる。図9(a)は、摩擦摩耗を施した Fe-33 mass%Ni 合金の試料におけるビッカース硬さ分布を示している。水冷およびサブゼロ処理両試料とも摩耗表面に向かって硬さが連続的に増加している。また、摩耗表面近傍における硬さは、両試料とも同じ硬さであった。この硬さ分布からも、Fe-Ni 合金における摩耗変質層は、摩擦摩耗に起因する逆変態で初期組織に関わらず同じ微細組織を有することが明らかである。

## (2) 鉄鋼材料の相変態温度が摩耗変質層の形成に及ぼす影響

前節では、鉄鋼材料の摩耗変質層が摩擦摩耗中に生じる逆変態によって初期組織に関わらず同じ組織になることを述べた。そのため、鉄鋼材料の摩耗変質層の微細組織は、相変態温度に依存すると考えられる。本研究では、前節で用いた Fe-33 mass%Ni 合金に比べて相変態温度が比較的高い Fe-30 mass%Ni 合金に同様の摩擦摩耗試験を供した。図10は、Fe-30 mass%Ni 合金における摩擦表面近傍の光学顕微鏡写真、EBSD による逆極点マップおよび相分布マップを示している。Fe-30 mass%Ni 合金においても、摩耗表面に近づくにつれて  $\gamma$  結晶粒および  $\alpha'$  相が微細化し、表面にて摩耗変質層が形成されていた。また、図10(a)の相分布マップから、30W 試料における塑性変形領域では、初期組織に比べて  $\alpha'$  相が多く存在しており、摩耗中に加工誘起マルテンサイト変態が生じていることが分かる。一方、Fe-30 mass%Ni 合金の摩耗変質層における  $\gamma$  相体積分率を図8(b)に示す。摩耗表面での  $\gamma$  相体積分率は、両試料とも初期組織に比べて高い。また、摩耗変質層における  $\gamma$  相体積分率は、初期組織に関わらず 30W および 30L 試料ともに近い値である。

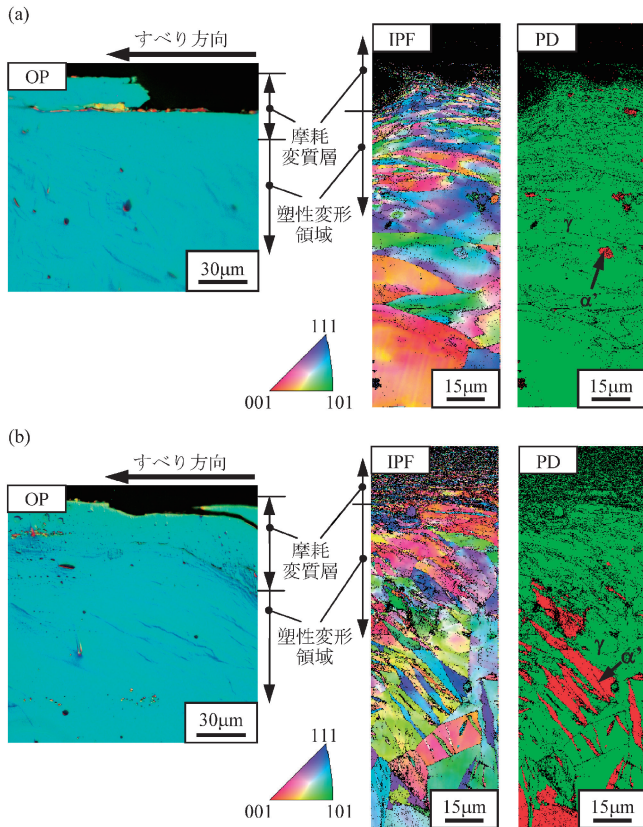


図7 光学顕微鏡およびEBSDにて観察した(a) 33Wおよび(b) 33Lにおける摩耗変質層近傍における微細組織(左図:光学顕微鏡写真(OP), 中央図:逆極点マップ(IPF), 右図:相分布マップ(PD)). EBSDの結果はConfidential index > 0.2のみをマッピングしている.

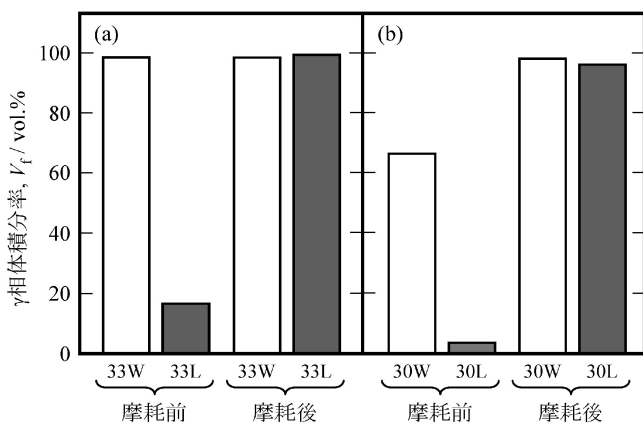


図8 XRDにて測定された摩耗前後における摩耗表面近傍の $\gamma$ 相体積分率変化:(a) Fe-33 mass%Ni合金,(b) Fe-30 mass%Ni合金.

さらに, 図9(b)に示すように, 摩耗変質層の硬さは30Wおよび30L両試料とも同じ硬さである. よって, Fe-30 mass%Ni合金への摩耗においても逆変態が発生するため, 摩耗変質層は初期組織に関わらず近い組織になる. また, Fe-30 mass%Ni合金の摩耗変質層における $\gamma$ 相体積分率は,

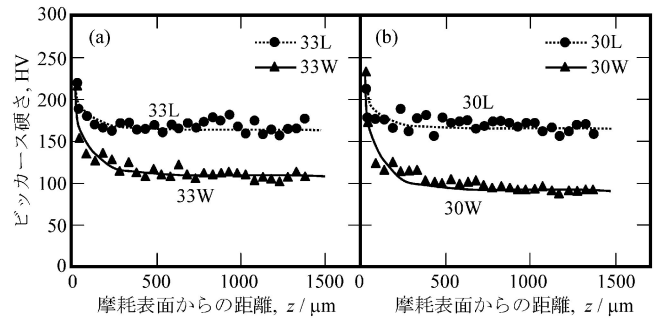


図9 摩耗表面からの距離に伴うビッカース硬さ変化:(a) Fe-33 mass%Ni合金,(b) Fe-30 mass%Ni合金.

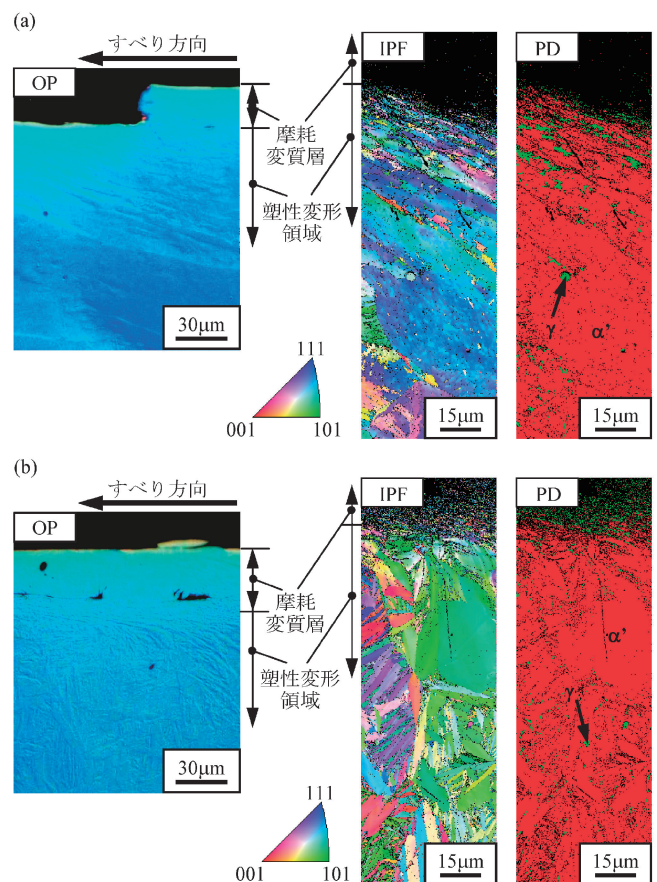


図10 光学顕微鏡およびEBSDにて観察した(a) 30Wおよび(b) 30Lにおける摩耗変質層近傍における微細組織(左図:光学顕微鏡写真(OP), 中央図:逆極点マップ(IPF), 右図:相分布マップ(PD)). EBSDの結果はConfidential index > 0.2のみをマッピングしている.

Fe-33 mass%Ni合金に形成した摩耗変質層の $\gamma$ 相体積分率に比べて3%ほど低い値を示した. これは, Fe-30 mass%Ni合金の相変態温度がFe-33 mass%Ni合金の相変態温度に比べて高いためであると考えられる. この様に, 本研究のFe-Ni合金に生成した摩耗変質層の微細組織は, 相変態温度に依存する.

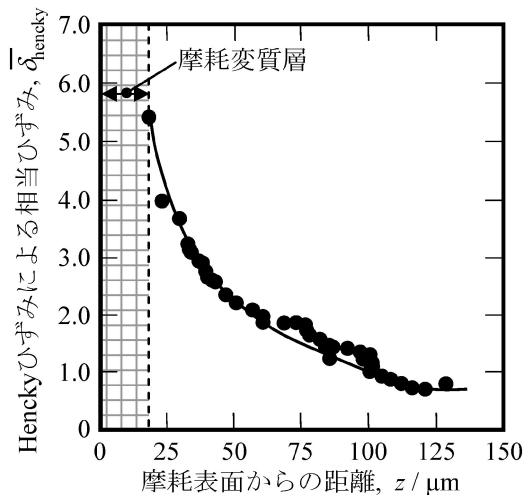


図11 摩耗変質層近傍における Hencky ひずみによる相当ひずみの分布。

### (3) 鉄鋼材料における摩耗変質層形成に伴う相変態挙動

Fe-Ni 合金における摩擦摩耗では摩耗変質層形成に伴い逆変態が生じた。本節では、摩擦摩耗による逆変態の発生要因について検討する。摩擦摩耗中の逆変態の主な発生要因として摩擦熱が考えられる。そこで、熱電対を用いて摩擦摩耗中に生じた摩擦熱を測定した結果、摩擦熱は最大で230℃であった。この摩擦熱は表1に示すように Fe-30 mass%Ni 合金の逆変態開始温度( $A_s$ 点)に比べて低い。そのため、摩耗変質層の形成過程で生じる逆変態の発生要因は摩擦熱の他に存在する。

Ivanisenko らは、Fe-C 合金に対して HPT 加工を施した際に生じる相変態挙動を調べた<sup>(40)</sup>。その研究において、Fe-C 合金への HPT 加工によって bcc から fcc への逆変態が生じることを見出している。同時に、Ivanisenko らは、この要因を高い圧力と巨大なせん断変形で  $A_s$  点が低下するためと報告している<sup>(40)</sup>。さらに、Li らは、SUS304 に対して HPT 加工を施し、その加工に伴う相変態挙動を調査した<sup>(41)</sup>。その結果、HPT 中において、公称相当ひずみが3.0以下 ( $\bar{\delta}_{hencky} = 1.9$ 以下)で加工誘起マルテンサイト変態が発生し、それ以上のひずみにおいて逆変態が生じることを見出している。また、Li らは、その相変態挙動を動的相変態(DPT)と呼び、HPT 加工中の加工熱と巨大なせん断変形の両方に起因して DPT が生じることを報告している<sup>(41)</sup>。

本研究の摩擦摩耗試験においても、摩擦摩耗中に巨大なせん断変形と約230℃の摩擦熱が生じていた。さらに、摩耗表面からの距離を関数とした  $\bar{\delta}_{hencky}$  の分布を図11に示す。摩耗変質層直下における  $\bar{\delta}_{hencky}$  は5.3であり、Fe-Ni 合金における摩耗変質層が  $\bar{\delta}_{hencky} = 5.3$  ( $N_{ARB} = 6.6$ 相当)で形成している。この値は、前節で述べた Al-Al<sub>3</sub>Ti 傾斜機能材料での摩耗変質層形成に必要な  $\bar{\delta}_{hencky} = 5.2$  とほぼ一致しており、かつ Li らによって報告された加工に伴う逆変態に必要な  $\bar{\delta}_{hencky} = 1.9$  に比べて大きい。よって、本研究の摩擦摩耗で生

じた逆変態も、巨大なせん断変形と摩擦熱に起因して生じているであろう。さらに、図10(a)に示すように、30W 試料では塑性変形領域で  $\alpha'$  相が多く、摩耗変質層で  $\gamma$  相が多い組織を有しており、逆変態の前に加工誘起マルテンサイト変態が発生している。ゆえに、鉄鋼材料における摩耗変質層は、摩擦摩耗に伴うせん断変形によって加工誘起マルテンサイト変態が生じた後、さらに大きなせん断変形と摩擦熱に起因する逆変態および結晶粒微細化によって形成されることが分かった。

## 5. おわりに

本稿では、摩擦摩耗で生じるせん断ひずみ評価方法を述べたうえで、摩耗変質層の形成挙動を巨大ひずみ加工の観点から紹介した。摩擦摩耗に伴う変質層の形成挙動では、巨大ひずみ加工で生じる現象と同様に、ナノ構造組織の形成や特異な相変態挙動が発生する。

このような金属材料への摩擦摩耗に伴う現象を上手に利用すれば、材料表面に新たな機能を付与する技術につながることを期待できる。特に、鉄鋼材料への摩擦摩耗にて生じる特異な相変態挙動は、材料表面の磁気特性制御への応用が可能であろう。従来の鉄鋼材料に対する表面処理技術は、材料表面で加工誘起マルテンサイト変態を生じさせて磁性を付与することが可能であった。しかし、本稿で紹介した特異な相変態挙動を応用すれば、加工に伴う逆変態によって材料表面の磁気特性を弱める効果が見込める。さらに、摩擦摩耗のような表面加工は、加工によって導入されるひずみ量が材料内部で傾斜しているため、傾斜機能材料の創製にもつながる。しかし、これらの技術を確立するためには、摩擦摩耗に起因する転位組織の形成挙動のような基礎的な課題を解決しなければならない。今後、この現象の傾斜機能材料への適用を目指して、摩擦摩耗による変質層形成挙動に関する学術的な現象解明に努めたい。

本研究は、文部科学省 科学技術研究費補助金 特定領域研究「巨大ひずみ」(課題番号 19025005)、日本学術振興会 科学技術研究費補助金 若手研究 B(課題番号 21760553, 23760664)、文部科学省 地域イノベーションクラスタープログラム(グローバル型)~東海広域ナノテクものづくりクラスター~および勸業田理化学研究所の支援により行った成果の一部をまとめたものである。本研究を行うにあたり、摩擦摩耗で生じたせん断ひずみ測定および組織観察に関して東京工業大学大学院総合理工学研究科の加藤雅治教授、尾中晋教授および藤居俊之准教授に多大なご指導を頂いた。また、本研究の実験を遂行するにあたり、東京工業大学大学院総合理工学研究科の村瀬崇氏(現:古河スカイ株)および名古屋工業大学大学院工学研究科窪田優一氏(現:新日本製鐵株)に多大なご協力を頂いた。この場を借りて御礼を申し上げる。

## 文 献

- (1) S. B. Newcomb and W. M. Stobbs: Mater. Sci. Eng., **66**(1984), 195-204.
- (2) S. M. Kuo and D. A. Rigney: Mater. Sci. Eng. A, **157**(1992), 131-143.
- (3) Y. Watanabe, N. Yamanaka and Y. Fukui: Metall. Mater. Trans. A, **30A**(1999), 3253-3261.
- (4) Y. Watanabe, K. Yokoyama and H. Hosoda: Mater. Sci. Forum, **396-402**(2002), 1467-1472.
- (5) Y. Xu, L. Fang, Q. Cen and J. Zhu: Wear, **258**(2005), 537-544.
- (6) H. Sato, T. Murase, T. Fujii, S. Onaka, Y. Watanabe and M. Kato: Acta Mater., **56**(2008), 4549-4558.
- (7) W. Feng: J. Alloy. Compd., **462**(2008), 252-255.
- (8) 高橋 淳, 川上和人, 上田正治: ふえらむ, **14**(2009), 29.
- (9) 三田尾眞司, 本庄 稔, H. W. Zhang, 大崎 智, 宝野和博: ふえらむ, **14**(2009), 30-31.
- (10) H. Sato, Y. Kubota, E. Miura-Fujiwara and Y. Watanabe: Proceedings of the 2nd International Symposium on Steel Science, The Iron and Steel Institute of Japan, (2009), 249-252.
- (11) H. Sato, Y. Kubota, E. Miura-Fujiwara and Y. Watanabe: Mater. Sci. Forum, **654-656**(2010), 1227-1230.
- (12) F. C. Zhang, B. Lv, C. L. Zheng, Q. Zou, M. Zhang, M. Li and T. S. Wang: Wear, **268**(2010), 1243-1249.
- (13) M. Field and J. F. Kahles: Ann. CIRP, **20**(1971), 153-163.
- (14) D. M. Turley: Mater. Sci. Eng., **19**(1975), 79-86.
- (15) B. J. Griffiths: Trans. ASME. J. Tribol., **109**(1987), 525-530.
- (16) J. Barry and G. Byrne: Mater. Sci. Eng. A, **A325**(2002), 356-364.
- (17) S. Akcan, S. Shah, S. P. Moylan, P. N. Chhabra, S. Chandrasekar and H. T. Y. Yang: Metall. Mater. Trans. A, **33A**(2002), 1245-1254.
- (18) M. Umemoto, Y. Todaka and K. Tsuchiya: Mater. Trans., **44**(2003), 1488-1493.
- (19) Y. Todaka, M. Umemoto, S. Tanaka and K. Tsuchiya: Mater. Trans., **45**(2004), 2209-2213.
- (20) Y. Todaka, M. Umemoto, Y. Watanabe, A. Yamazaki, C. Wang and K. Tsuchiya: ISIJ Int., **47**(2007), 157-162.
- (21) 江田 弘: 材料加工層, 養賢堂, (2007), 1-5.
- (22) 梅本実, 戸高義一, L. Jingo: 鉄と鋼, **94**(2008), 616-628.
- (23) 戸高義一, 川畑雄士, L. Jinguo, 田中修二, 小栗和幸, 鈴木正, 梅本実, 土谷浩一: 鉄と鋼, **96**(2010), 21-28.
- (24) Y. Zhan, G. Zhang and Y. Zhuang: Mater. Trans., **45**(2004), 2332-2338.
- (25) A. Wang and H. J. Rack: Wear, **147**(1991), 355-374.
- (26) S. C. Tjong and K. C. Lau: Mater. Sci. Eng. A, **282**(2000),

183-186.

- (27) J. H. Dautzenberg and J. H. Zaat: Wear, **23**(1973), 9-19.
- (28) 尾中 晋: 日本金属学会誌, **74**(2010), 165-170.
- (29) S. Onaka: Philo. Mag. Lett., **90**(2010), 633-639.
- (30) A. D. Freed: J. Eng. Mater. Tech., **117**(1995), 379-385.
- (31) H. Hencky: Z. Techn. Phys., **9**(1928), 215-220.
- (32) K. Yamashita, C. Watanabe, S. Kumai, M. Kato, A. Sato and Y. Watanabe: Mater. Trans. JIM, **41**(2000), 1322-1328.
- (33) Y. Watanabe, H. Eryu and K. Matsuura: Acta Mater., **49**(2001), 775-783.
- (34) F. J. Humphreys and M. Hatherly: Recrystallization and related annealing phenomena, Oxford: Pergamon Press, (1995) 377-379.
- (35) O. Dimitrov, R. Fromageau and C. Dimitrov: Recrystallization of metallic materials, Riederer-Verlag GMBH, (1978) 137.
- (36) X. Quelennec, A. Menand, J. M. Le Breton, R. Pippan and X. Sauvage: Philo. Mag., **90**(2010), 1179-1195.
- (37) 牧 正志, 狭間徳一, 下岡貞正, 田村今男: 材料, **24**(1975), 296-300.
- (38) 須藤 一, 田村今男, 西沢泰二: 金属組織学, 丸善, (1972), 161-197.
- (39) L. E. Pope: Metall. Trans., **3**(1972), 2151-2156.
- (40) Y. Ivanisenco, I. MacLaren, X. Sauvage, R. Z. Valiev, H.-J. Fecht: Acta Mater., **54**(2006), 1659-1669.
- (41) J. G. Li, M. Umemoto, Y. Todaka, K. Fujisaku and K. Tsuchiya: Rev. Adv. Mater. Sci., **18**(2008), 577-582.



佐藤 尚

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★

2004年 東京工業大学大学院 総合理工学研究科 博士課程修了

2004年 マックスプランク鉄鋼研究所 博士研究員

2005年 名古屋工業大学 大学院工学研究科 助教

2009年- 現職

専門分野: 材料組織学, 材料強度学

◎鉄鋼材料の相変態に関する現象解明や傾斜機能材料の開発に従事。後方散乱電子線回折法を用いたマルチサイト変態や表層巨大ひずみ加工組織を中心に研究を行っている。

★★★★★★★★★★★★★★★★★★★★



三浦永理



渡辺義見