

高温摩擦摩耗試験装置の製作と 焼結アルミナの摩擦摩耗試験

千田 哲也*、高橋 千織*
植松 進*、天田 重庚**

Design of a High Temperature Friction and
Wear Test Equipment and a Friction and
Wear Test of Sintered Alumina

by

Tetsuya SENDA, Chiori TAKAHASHI,
Susumu UEMATSU, and Shigeyasu AMADA.

A friction and wear test equipment with high frequency induction heating of the sample was designed and constructed in order to investigate the tribological properties of ceramic materials up to temperatures around 1000 °C. A particular feature of this equipment was that only a small region surrounding the samples was heated. Friction and wear tests of sintered alumina were carried out. Its coefficient of friction decreased with increasing temperature up to 1200°C and this temperature dependency became more pronounced as higher contact pressures were applied. At temperatures higher than 800°C, the wear loss was far less than that at lower temperatures and a smooth, flat friction face was observed. A thin layer with very fine grains was formed at the surface, probably due to plastic flow, and this layer was thought to be responsible for both the low friction coefficient and the small wear loss. The wear loss at room temperature could be interpreted as being caused by one of either two different behavior modes which have a wear rate difference of a factor of ten. The performance of the equipment was satisfactorily demonstrated by the test of alumina ceramics.

* 材料加工部

** 群馬大学工学部、材料加工部非常勤研究員
原稿受付 平成2年11月8日

目次

| | |
|--------------------|----|
| 1. 緒言 | 2 |
| 2. 高温摩擦摩耗装置の製作 | 2 |
| 2.1 高温摩擦摩耗試験の考え方 | 2 |
| 2.2 装置の概要 | 3 |
| 2.3 試験片 | 5 |
| 2.4 試験温度に関する二、三の問題 | 6 |
| 3. 焼結アルミナの摩擦摩耗試験 | 7 |
| 3.1 実験方法 | 7 |
| 3.2 実験結果 | 8 |
| 3.3 考察 | 10 |
| 3.3.1 室温での摩耗 | 10 |
| 3.3.2 摩擦係数の温度依存性 | 13 |
| 3.3.3 摩耗の温度依存性 | 16 |
| 4. 高温摩擦摩耗試験装置について | 16 |
| 5. 結言 | 17 |
| 謝辞 | 17 |
| 参考文献 | 17 |

1. 緒言

アルミナ、窒化ケイ素等に代表される構造用セラミックスのもつ重要な性質のひとつは、高温でも強度が高く化学的にも安定であることである。このため、耐熱材料としての応用がはかられている。また、硬度が高く摩耗しにくいという性質もあり耐摩耗性材料としての利用も進められている。これらの性質を合わせて考えると、高温での耐摩耗性材料への応用が期待される。一方、従来の油潤滑は300℃以上では難しく、高温での摺動面では固体潤滑による必要がある。このために、高温で使用できる固体潤滑剤の開発が進められているが、セラミックスの構造材そのものに潤滑作用を持たせる方法も考えられる。

高温での耐摩耗性材料の期待される分野の一つにディーゼル機関がある。特にシリンダーライナーとピストンリングの間の摩擦の場合、従来の水冷エンジンでは摩擦面の最高温度は200℃程度であるが、セラミックスを利用した断熱ディーゼルエンジンでは燃焼室内部はさらに高温になる。このため、現在用いられているような油潤滑は使用できない場合が想定される。断熱エンジンのシリンダーライナーにおいて、潤滑の必要な部分のなかで最も高温になるのはピストンのトップリングの上死点付近であるが、その温度について、

Kamoraは550℃に近いと推定しており¹⁾、Sloneyは600℃から1100℃程度と予測している²⁾。これらはいずれもセラミックス系材料の使用が前提となっており、固体潤滑材の開発とともにセラミックス自体の高温での摩擦摩耗特性の研究が必要である。一方、大型の船用ディーゼル機関の場合には、現在の焼結技術では大型の焼結体の製作が困難であるため、まずプラズマ溶射等によるセラミックコーティングが適用されるものと考えられる。以上のような観点から、コーティング材を含むセラミックス系材料の1000℃程度までの高温でのトライボロジー（摩擦、摩耗、潤滑）に関する性質を知ることがきわめて重要と考えられる。

しかしながら、セラミックス系材料の高温でのトライボロジーに関する知見は少なく、データそのものの蓄積が必要であるのが現状である。600℃程度までの試験は少ないが、多くは真空中の結果であり、また負荷荷重やすべり速度に関する系統的な実験は少なく、摩擦機構の考察もあまりない。このことの理由の一つは、市販の摩擦摩耗試験装置で1000℃のレベルで使用できるものがないことにあると思われる。そこで、1000℃程度の高温に対応できる摩擦摩耗試験装置を製作し、セラミックス系材料（焼結体とコーティング材）についての高温でのトライボロジー試験を行うことを計画した。本報告では、まず製作した試験装置の概要について述べ、つぎに高温試験の例として焼結アルミナの摩擦摩耗試験の結果について報告し、最後に試験方法に関する問題点について考察する。

2. 高温摩擦摩耗試験装置の製作

2.1 高温摩擦摩耗試験の考え方

摩擦現象は、荷重を摩擦抵抗で除した値、すなわち摩擦係数で評価される。Amontonsの法則によれば、摩擦係数は荷重に関わらず一定であるが、実際には荷重（または面圧）やすべり速度により変化することがある。摩耗は、摩耗により除去された体積を荷重と摩擦距離で除した比摩耗量で評価され、摩擦係数の場合と同様に荷重やすべり速度の関数になることがある。摩擦摩耗試験の実用上の目的は、摩擦係数と比摩耗量が、荷重（面圧）とすべり速度とどのような関係にあるかを知ることにある。また、摩擦機構を知ることにも摩擦摩耗試験の学術上の重要な目的であり、このためには摩擦面の化学的、物理的变化や微構造変化を調べる必要がある。

荷重と速度のほかに摩擦と摩耗に影響があるパラメー

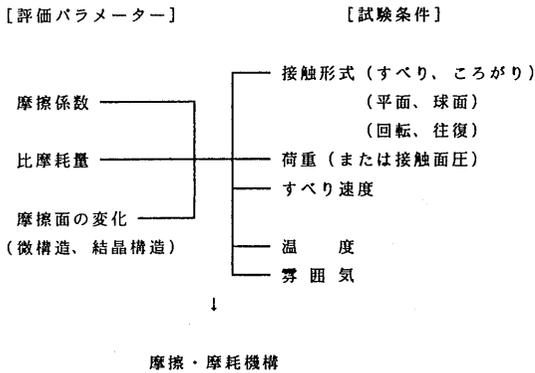


図-1 高温摩擦摩耗試験のパラメーター

ターとして重要なものに、接触の形式、雰囲気および温度がある。接触の形式は、すべりところがり大別され、さらに接触面の形状により平面对平面、平面对円筒面、平面对球面に分類される。また、摩擦の発生が回転運動によるか往復運動によるかの区別もある。雰囲気では、真空または大気中での乾性摩擦か油等による潤滑下での摩擦かの別があるほか、乾性摩擦であっても大気中では湿度の影響が大きいといわれている。

これらのほかに試験温度をパラメーターとするのが高温摩擦摩耗試験の特徴である。

以上のことをまとめると図-1のようになり、摩擦摩耗試験とは温度、荷重、速度等と摩擦係数、比摩耗量等との関係を求め、微構造観察等とあわせて摩擦機構を考察することであると考えられる。

2.2 装置の概要

装置の設計に当たり、まず荷重、速度等の摩擦試験のパラメーターの範囲を決める必要がある。接触の形式としては、ディーゼルエンジンのシリンダーライナーとピストンリングの摩擦を念頭におくため平面同士の回転すべり摩擦方式を基本とし、試料のホルダーを適当に変更すれば容易に転がり接触も行えるものとする。荷重と速度について、セラミックスの摩擦摩耗試験に関するいくつかの文献³⁻⁹⁾を調査したところ、多くが荷重範囲はおよそ10Nから100N、相対速度は0.01m/sから1m/sの範囲であったため、ほぼこの範囲で仕様を決定した。温度は最高を1000℃程度とする。加熱方式は電気炉が一般的である。電気炉方式は、熱容量が大きく摩擦熱発生の影響を受けにくい、高温部分が大きい試料保持部分でリラクゼーション等による問題が発生しやすいといわれる。一方、高周波誘導加熱方式は、高温部分を小さく限定することができ、加

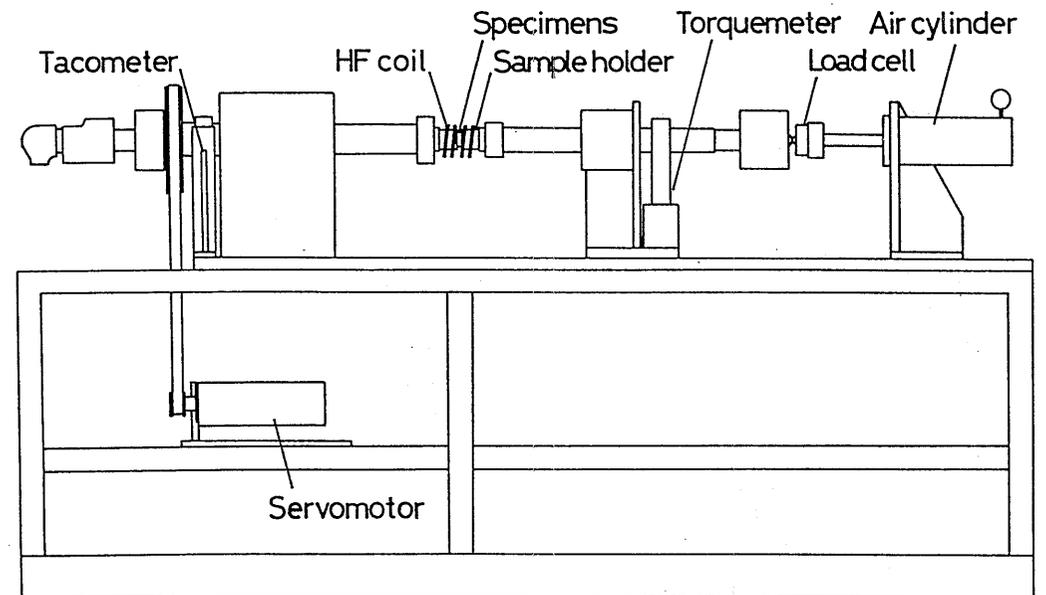


図-2 高温摩擦摩耗試験装置の概念図

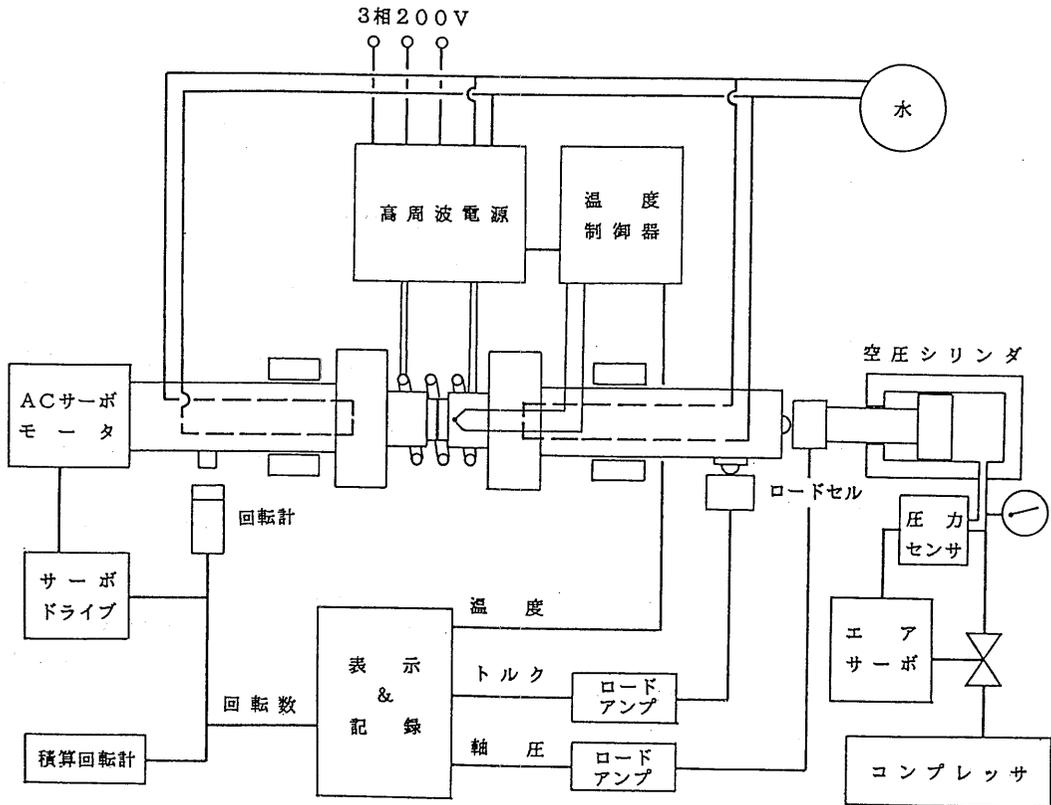


図-3 試験装置の系統図

熱時間が短く制御性も良いためこれを採用した。この方法によるセラミックスの高温摩擦摩耗試験の可能性は志村と水谷により実証されている³⁾。雰囲気は当面は制御しない。

製作した装置の概念図を図-2に、系統図を図-3に、そして仕様を表-1にそれぞれ示す。回転軸と加圧軸が水平に対置されて、セラミックス製断熱リングをはさんで取り付けられた試料ホルダー部分が加熱さ

表-1 高温摩擦摩耗試験装置の仕様

| | | | |
|------|------------------------|--------|-----------|
| 形式 | リング(またはピン)・オン・ディスク方式 | | |
| 負荷方式 | 空圧方式 | 荷重範囲 | 10-500 N |
| 回転方式 | ACサーボモーター | 回転数 | 5-500 rpm |
| | | 最大トルク | 4.8 Nm |
| 加熱方式 | 高周波誘導加熱 | 最大陽極出力 | 5 kW |
| | | 発振周波数 | 100 kHz |
| | | | |
| 計測項目 | 温度、軸荷重、回転トルク、回転数、積算回転数 | | |

れる。装置は、大きくわけて加熱系、加圧系、回転系、および計測系にわけることができ、以下でそれぞれの概要を述べる。

高温での摩擦摩耗試験では、試料の保持方法が最大の問題点である。酸化、リラクゼーションおよび振動等の影響があるため、ネジを使う保持は緩みやかじりの発生可能性がある。そこで、本装置では試料の保持は機械的嵌合のみによることとした。このためには、高温部分をできるだけ小さくする必要があり高周波加熱方式を採用したのであるが、セラミックス系材料の多くは電気伝導性が悪いいため、金属製試料ホルダーからの間接加熱により試料が加熱されることになる。摩擦摩耗試験では、摩擦面は摩擦熱の発生により温度が変化し制御できないため、高温試験の試験温度は、通常、摩擦面や試料の温度ではなく雰囲気温度により定義される。本装置では、高温部分が試料ホルダー部分に限定されているため、電気炉方式のような意味での

雰囲気温度は制御できない。そこで、温度制御は試料ホルダーの先端近くに溶着した熱電対により行うこととした。温度の設定については、2・4で述べる。

加圧系においては、負荷荷重の最大値を500 Nとし、空圧シリンダーによる加圧とし、電気-空圧サーボにより一定荷重に制御する。回転系では、最大回転数を500 rpm とした。これは、半径10 mm とするとすべり速度は約0.5 m/s になる。回転計で検出される回転数をフィードバックするACサーボモータを用いた。最大トルクは4.8 N・mである。加圧軸と回転軸はともに二重管で水冷されている。

回転すべり摩擦における摩擦係数 μ は、押付け荷重をP、接線力をFとすると、

$$\mu = F / P \quad (1)$$

で定義される。接線力は直接計測できないため、軸荷重と回転トルクをロードセルにより計測し、直流電圧として出力しペンレコーダーに記録する。このほかに、温度（2点）、回転数および積算回転数を表示または記録することができる。

2.3 試験片

本研究に用いた試験片の形状を図-4に示す。セラミックス材料は、一般に加工が困難で高価であるため試験片の形状は単純であることが望ましい。そこで、一方は25 mm×25 mm×5 mmの正方形板（板状試験片という）で、もう一方は外径24mm、内径10mmのリングを削り出した形状（リング状試験片という）

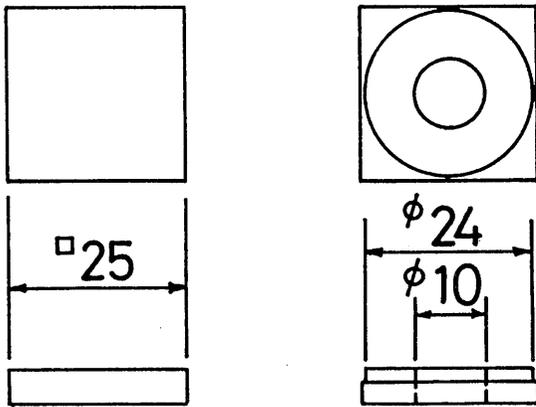


図-4 試験片の形状

とした。摩擦面はリング状であり、摩擦形態は平面と平面のすべりとなる。

図-4のような試料を用いて試験したときに、摩擦面全体に均一な接線力が働いたとしても、発生するトルクは回転半径により異なり、測定されるトルクはこれらの積分値になるため接線力を厳密には求めることができない。そこで、軸荷重は摩擦面に均等に作用し摩擦係数への半径方向の相対すべり速度の差の影響は一応無視できるものとして、したがって接線力は摩擦面全体で均一であるとして、計測されたトルクから接線力を計算することにする。

図-5に示すように、内半径を r_1 、外半径を r_2 とし、摩擦係数を μ 、接触面圧を p とすると、摩擦面全体で発生するトルクTは、

$$T = \int_{r_1}^{r_2} \mu p r (2\pi r) dr \quad (2)$$

で表される。押付け荷重Pは、

$$P = \int_{r_1}^{r_2} p (2\pi r) dr \quad (3)$$

である。 μ は摩擦面全体で一定値を取ると仮定しているため、

$$\mu = [T \int_{r_1}^{r_2} r^2 dr] / [P \int_{r_1}^{r_2} r^2 dr] \quad (4)$$

と表せる。これを式(1)と比較すると、

$$F = T / r_{eq} \quad (5)$$

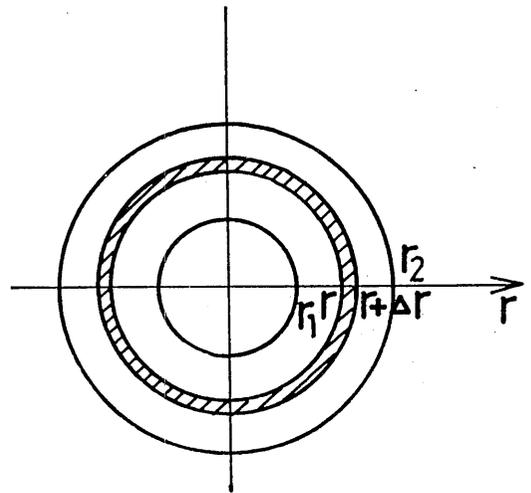


図-5 摩擦面に発生するトルク

ただし、

$$r_{eq} = \left[\int_{r_1}^{r_2} r^2 dr \right] / \left[\int_{r_1}^{r_2} r dr \right] \quad (6)$$

である。これは、測定されたトルクを r_{eq} で割ると接線力が得られることを示している。そこで、この r_{eq} を代表半径とよび、測定されたトルクと荷重から式(5)により計算される値を摩擦係数とする。相対すべり速度や積算の摩擦距離もすべて半径が r_{eq} における値で定義することにする。図-4に示す形状の試料の場合、 $r_{eq} = 9.0$ mmとなる。

2.4 試験温度に関する二、三の問題

摩擦試験においては、摩擦面ではいわゆる摩擦熱の発生がある。図-6は、室温での試験（高周波加熱を行わない）での試料ホルダーの温度変化を測定したものである。試料は図-4に示す形状の焼結アルミナで、すべり速度は0.2 m/sであり、荷重を75 N（摩擦面での面圧にして0.2 MPa）と300 N（0.8 MPa）の場合を比較した。これらの条件は以後の試験で標準的に用いられたものである。すべり速度は一定であるので摩擦距離は試験時間に比例するが、摩擦距離が約250 m（試験時間にすると約20 min）で温度は安定

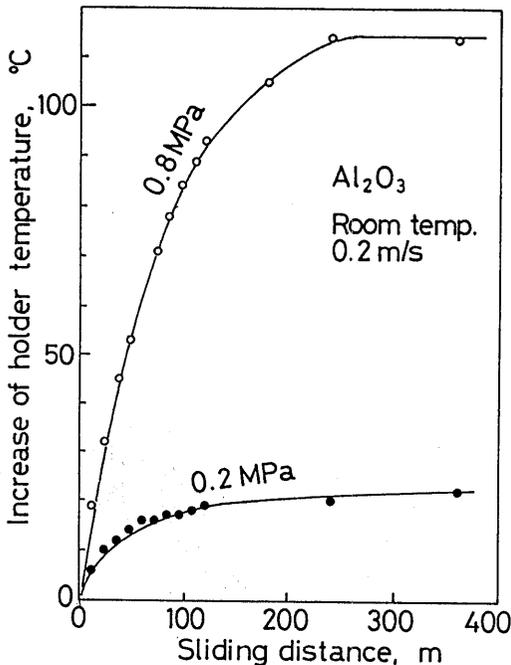


図-6 室温試験における試料ホルダーの温度上昇
(面圧0.8 MPaと0.2 MPaの場合)

した。面圧を大きくした場合ホルダー温度は100 °Cを越えた。したがって、高温試験において、試験温度を100 °C程度にとることはあまり意味がないと考えられ、200 °C以上について温度の効果を調べることにした。

本装置では、2・3節で述べたように、高周波による局所加熱のため雰囲気温度ではなく試料ホルダーの温度を制御している。この場合、ホルダー部と試料表面の間に温度差が存在することも考えられるため、あらかじめ表面に熱電対（直径0.1 mm）を付けたアルミナ試料を保持して静止状態で加熱し、表面温度を制御用のホルダー温度と比較した。昇温速度は120 °C/minとした。図-7にその結果を示す。摩擦面の温度はほぼ直線的に上昇し、制御系が設定温度に到達してから2分程度で ± 1 °Cの範囲に安定した。しかし、その温度はホルダー温度より少し低かった。これは、試料が、周辺の空気の対流により冷却されるためと思われる。安定後のホルダーと試料表面の温度差を各温度ごとに調べた結果を図-8に示す。設定温度（=ホルダー温度）が高くなるほど温度差も大きくなり、その変化はほぼ直線的であった。

何度か述べているように、摩擦試験においては摩擦

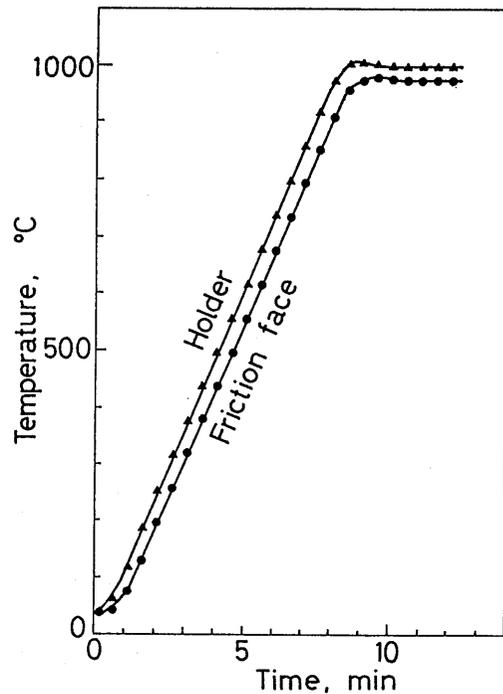


図-7 高周波加熱時の温度変化

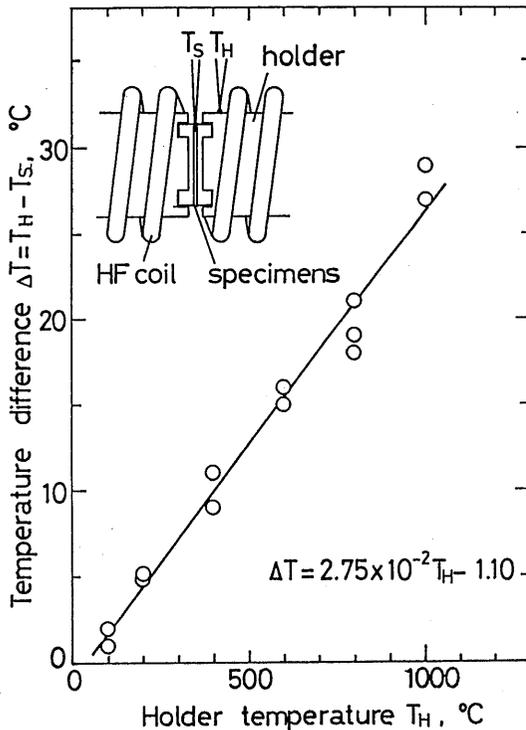


図-8 試料面とホルダー部の温度差

面そのものの温度は、図-6に示すような摩擦熱の発生により変化し厳密に制御することは不可能である。ホルダー部との温度差も、試験中は逆に摩擦面の方が高温になると思われる。電気炉方式では雰囲気温度を試験温度とされていることを考えて、静止状態で摩擦面が試験温度になるようにホルダー温度を設定し、試験中も摩擦熱の発生の多少に関わらずその温度に保持することとした。すなわち、図-8に示す温度差を補正した (ΔT を試験温度に加えた) 温度を設定温度とした。なお、静止状態での温度差は、試料の電気伝導度、熱伝導度等により変化する可能性がある。したがって、試験する材料や試料の形状が変わるとそれぞれについて検定する必要がある。たとえば、電気伝導度が金属と同程度 (約 $10 \mu \Omega \cdot \text{cm}$) であるホウ化チタン (TiB_2) の場合には、温度差は設定温度に関わらず測定誤差範囲内と思われる $\pm 2^\circ \text{C}$ 程度であった。

3. 焼結アルミナの摩擦摩耗試験

3.1 実験方法

表-2 試料の公称化学成分

| Composition | wt% |
|-------------------------|------|
| Al_2O_3 | 99.6 |
| SiO_2 | 0.07 |
| CaO | 0.08 |
| Fe_2O_3 | 0.01 |
| MgO | 0.15 |
| Na_2O | 0.05 |

装置の性能を試験する目的をかねて、焼結アルミナの高温度摩擦摩耗試験を行った。材料は高純度の焼結アルミナ (日本化学陶業SSA-S) で、表-2に成分 (公称) を示す。試験片は、図-4に示す形状であり、板状試験片を加圧軸側に、リング状試験片を回転軸側に取り付けた。試験前の試料表面の走査電子顕微鏡写真を図-9に示す。表面粗さは、 $0.6 \mu \text{m}$ (RMS) であった。

摩擦係数と摩耗量は、それぞれ別の試験から求めた。本報告のなかでは、摩擦係数を求めるために行った実験を摩擦試験といい、摩耗量を測定するために行った試験を摩耗試験とよぶことにする。

摩擦試験では、同一の試料を用いて順次温度、荷重、

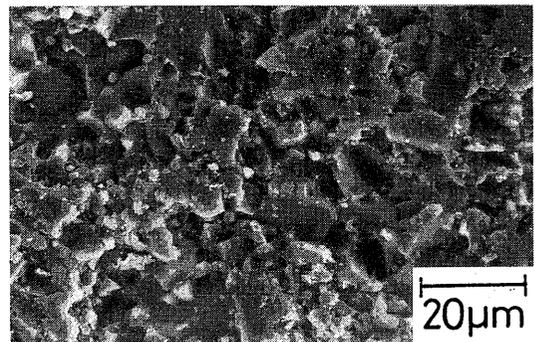


図-9 試験片表面のSEM写真

すべり速度の条件を変えて試験を行い、測定されたトルクと荷重から摩擦係数を求めた。試験温度は室温と200℃から1200℃まで100℃ごととし、荷重は75N（面圧にして0.2MPa）から375N（1.0MPa）、すべり速度は0.05m/sから0.3m/sの範囲で条件を与えた。

摩耗試験では、試験温度は室温と400℃、600℃、800℃および1000℃とし、荷重はおもに150N（面圧0.4MPa）または300N（0.8MPa）とした。また、すべり速度はすべて0.2m/sとした。摩擦距離を500mから2kmの範囲で連続して摩擦を行い、試験前後の板状試験片の重量変化により摩耗量を評価した。試験片は条件ごとに別のものを用いたが、同一の試験片について、最高5kmまで同じ条件での繰り返し試験を行ったものもある。

摩擦面と摩耗粉について走査電子顕微鏡観察（SEM）、X線回折分析（XDA）およびX線光電子分析（ESCA）を行い、摩擦機構を考察した。

3.2 実験結果

図-10は、相対すべり速度0.2m/sで面圧が0.8MPaの場合の摩擦係数と温度の関係である。室温で約0.8であった摩擦係数は、1200℃では約0.4になり、その間温度の上昇とともにほぼ直線的に低下している。室温のデータにみられるように、摩擦係数のばらつきは小さくなく、これを考慮すると500℃程度までは変化はそれほど明らかではない。しかし、温度の上昇とともに摩擦係数が増大するという傾向はなく、全温度域にわたって単調に低下しているといつてよいと思われる。

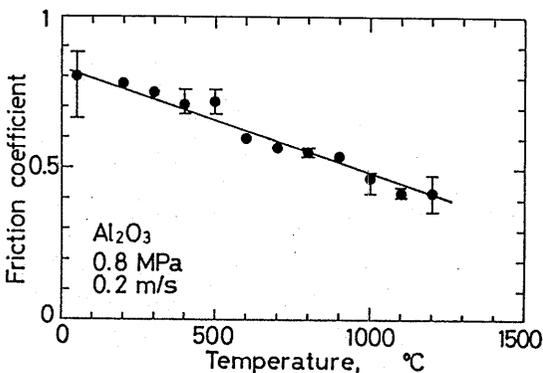


図-10 摩擦係数の温度依存性

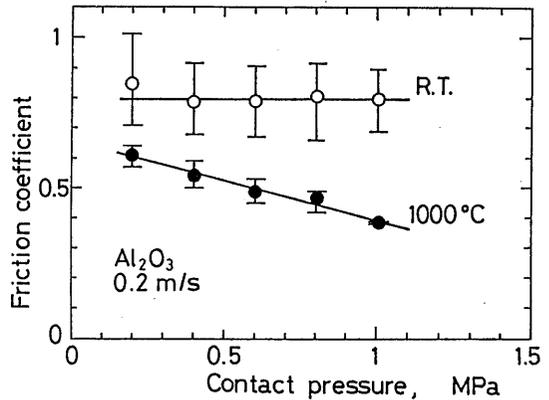


図-11 摩擦係数と接触面圧の関係

図-11はすべり速度一定(0.2 m/s)の時の摩擦係数の面圧(荷重)依存性を室温と1000℃の場合について表す。室温では明確な荷重依存性はみられないが、1000℃では荷重の増加により0.6から0.4へと明らかに摩擦係数は低下している。また図-11は、図-10でみられた温度依存性が高荷重ほどより明確になることを示している。図-12は、荷重一定(0.4 MPa)の時の摩擦係数とすべり速度の関係を示している。摩擦係数は0.2 m/sで最高であり、それより速くても遅くてもやや低くなるように見えるが、すべり速度依存性はあまり明らかではない。

表-3に、摩耗試験の結果を示す。摩耗量はすべて各試験片の最終のもので、試験途中で中断して測定した結果は示していない。摩耗体積を荷重と摩擦距離で

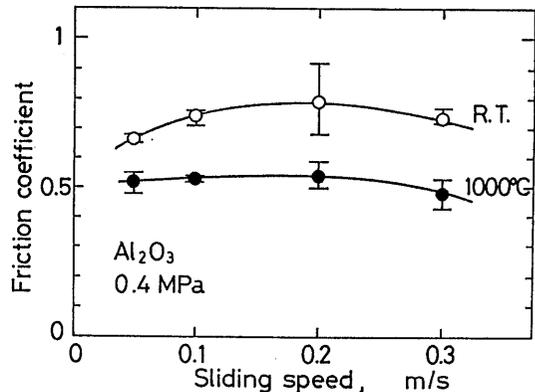


図-12 摩擦係数とすべり速度の関係

表-3 摩耗量の比較

| Sample ID | Temperature (°C) | Load (N) | Sliding Distance (km) | Weight Loss* (mg) | Specific Wear Loss** mm ³ / (N·mm)] | Symbol in Fig 17. | |
|-----------|---------------------|-------------|-----------------------------|-------------------------|--|-------------------------|---|
| a | R. T. | 75 | 2 | 21 | 3.6×10^{-8} | △ | |
| b | | | 150 | 1 | 6 | 1.0×10^{-8} | ▽ |
| c | | | | 1 | 205 | 3.5×10^{-7} | □ |
| d | | | | 5 | 155 | 5.3×10^{-8} | ○ |
| e | | 300 | 3 | 1,139 | 3.3×10^{-7} | ▼ | |
| f | | | 3 | 351 | 1.0×10^{-7} | ■ | |
| g | | | 1 | 253 | 2.2×10^{-7} | ◇ | |
| h | 400 | 150 | 3 | 28 | 1.6×10^{-8} | | |
| i | | 300 | 3 | 77 | 2.2×10^{-8} | | |
| j | 600 | 150 | 1 | 38 | 6.5×10^{-8} | | |
| k | | 300 | 3 | 175 | 5.0×10^{-8} | | |
| l | 800 | 150 | 1 | 2 | 3.4×10^{-9} | | |
| m | | 300 | 3 | 15 | 4.3×10^{-9} | | |
| n | 1,000 | 150 | 1 | 0*** | 0 | | |
| o | | 300 | 1 | 0**** | 0 | | |

注：* 摩耗量は平板状試験片の重量減少で測定した。

** 摩耗重量を $\rho = 3.89 \text{ mg/mm}^3$ を用いて体積に換算し、荷重と摩擦距離で除した。

*** 摩耗粉の生成はあったが重量減少は測定されなかった。

**** 平板試験片では摩耗量はゼロになったが、リング状試験片には若干の摩耗があった。しかし、リング状試験片はエッジ部分の欠落（チッピング）があり、摩耗量を測定することはできなかった。

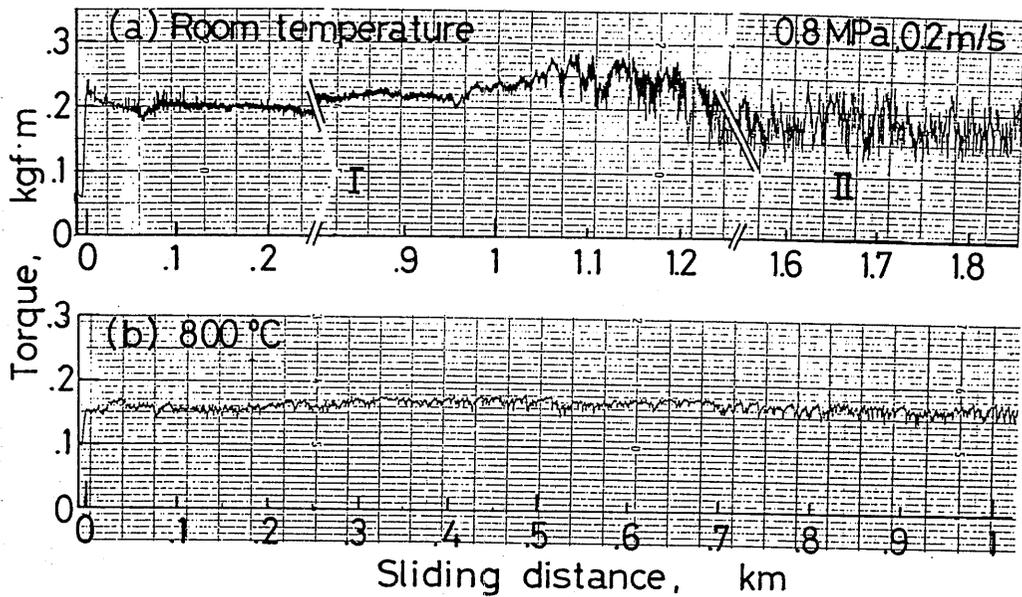


図-13 摩擦トルクの測定例

除した比摩耗量 ($\text{mm}^3/[\text{N}\cdot\text{mm}]$) で比較すると、室温では、 10^{-7} から 10^{-8} のオーダーまで1けた以上違うものがあり結果は大きくばらついた。400 °C と 600 °C では 10^{-8} のオーダーであり、800 °C 以上では 10^{-8} 以下の小さな値となった。特に1000 °C では、摩耗粉の生成はみられたものの測定可能な範囲での摩耗量はでなかった。

3.3 考察

3.3.1 室温での摩耗

表-3に示すように室温では摩耗量が大きくばらついた。また、一つの試料について、摩耗量の増え方が試験途中で大きく変化することもあった。摩耗量のはかに、トルク変動のようすや発生する音にも変化があった。図-13は、計測された試験中のトルクの変動を示す。800 °C ではトルクは試験中大きく変化しないが、室温では図中にIとIIで示される変化を示すことがある。Iでは大きな周期の変動はあるが1回転毎の変動の幅は小さく、発生する音はびびり音であった。IIでは、回転軸の1回転毎のトルクの変動が激しく、切削音を発して、Iのときとくらべると明らかに多量の摩耗粉を生成した¹⁰⁾。

IとIIの領域における摩擦現象をそれぞれmode Iとmode IIとよぶことにして、それぞれに対応する摩

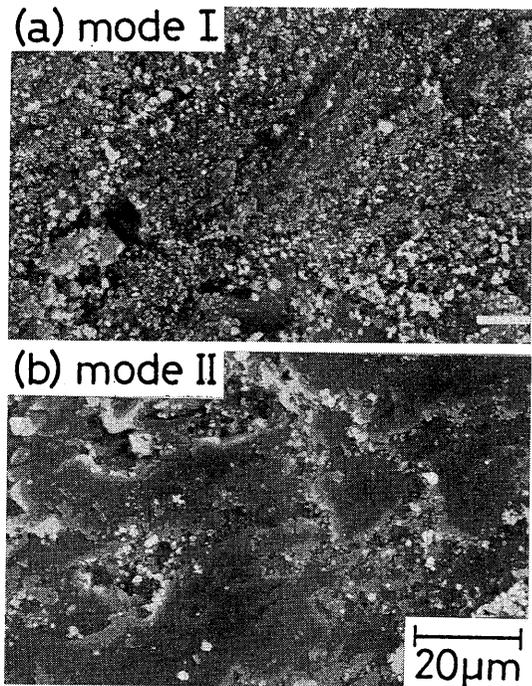


図-14 室温試験の摩擦面の表面SEM写真

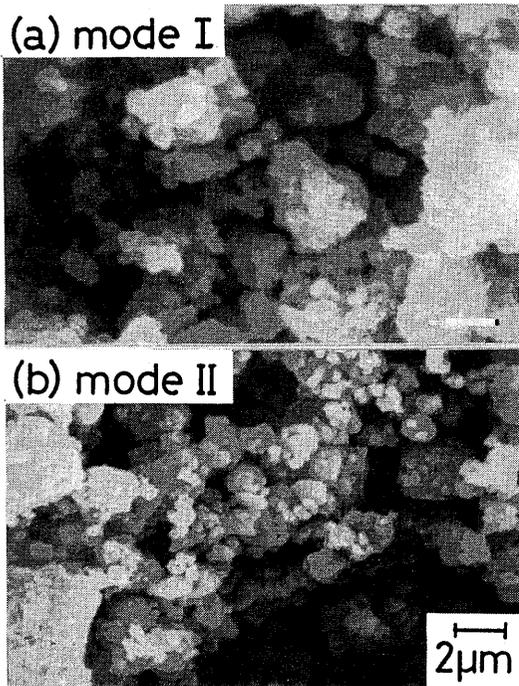


図-15 室温試験の摩耗粉のSEM写真

擦面のSEM写真を図-14に、摩耗粉のSEM写真を図-15に示す。摩擦面の様子はIとIIで異なっており、Iに対応する面は図-9に示すもとの表面より平滑であるが、IIに対応する面では層状の剥離がみられる。一方、摩耗粉については、ともに $0.1\ \mu\text{m}$ から数 μm の径の粒子であり、IとIIのあいだに明確な差はみられない。

図-16は、室温で同じ条件で試験された2つの試料の摩耗による重量減少量を示している。1つ(No.1、表-3のe)は、OABで示されるように摩耗量は摩擦距離に比例して増加するが、もう1つ(No.2、表-3のf)はOCDのように折れ線になる。また、同じ摩擦距離で比較すると、両者の摩耗量は数倍(BとD)から1ケタ(AとC)違う。すなわち、摩耗量は非常に大きなばらつきを示し、OAB、OCおよびODに対応する比摩耗量(図-16では直線の傾きが比摩耗量に対応すると考えられる)は大きく異なる。一方、図-13のIとIIでは摩擦の機構が異なっていると考えられ、これらはそれぞれ異なる固有の比摩耗量を持つものと仮定してみる。IからIIへの変化はトルクの変

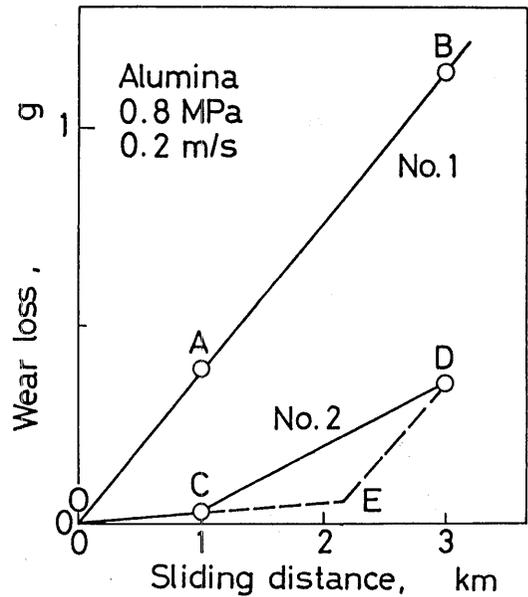


図-16 室温試験における摩耗量の例
(OCを、モードの変化する2,150 mまで延長した点をEとする。EからOABに平行な直線を引くと、その直線はほぼDを通る。)

動の違いから判定することとすると、図-16の2つの試料については、No.1では試験のきわめて初期からmode IIであったが、No.2では、摩擦距離が2,150 m付近でIからIIへの変化が起きたとみられる。そこで、図-16のOABがmode IIを代表し、またC点は2,150 m以下にあるのでOCがIを代表すると考え、それぞれの直線の傾きを摩耗率と呼ぶことにする。試料No.2について摩擦距離2,150mまではmode Iと考えているので摩耗率はOCと同じと仮定し、OCを2,150mまで延長しEとする。2,150 mからはmode IIに遷移したと仮定すると摩耗率はOABと同じと考えることができるから、EからOABに平行に直線を引く。図-16にみられるように、この直線はほぼ点Dを通る。このことは、この2つの試料については、2つの異なる摩擦の機構を考え、それぞれに対応する摩耗率(比摩耗量と考えてもよい)を適用することにより摩耗量のばらつきを説明することができることを示している。

室温での結果には、試験の最後までmode Iであったもの、試験のきわめて初期からmode IIになったもの、およびmode Iからmode IIに変化したものが含ま

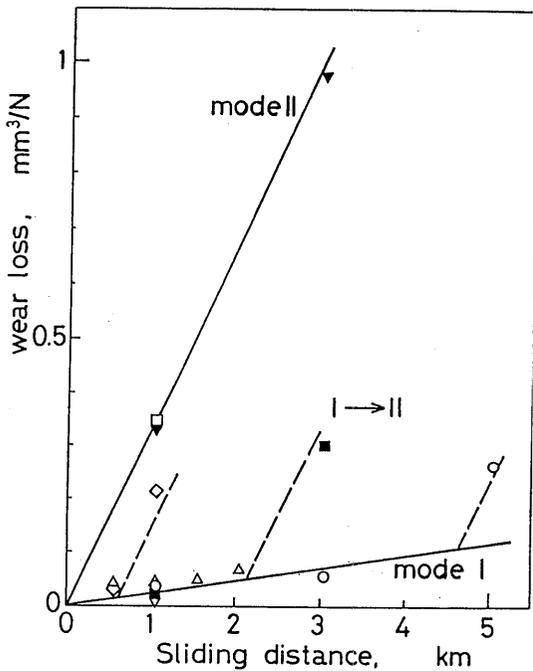


図-17 室温での摩耗試験結果

(図中の破線は、トルク変動挙動から求められたmode I からmode IIへ遷移する距離において、mode I の直線からmode IIの直線に平行な線を引いたものである。)

れるが、mode IIからmode Iへの変化はなかった。すべり速度が同じ(0.2m/s)である表-3に示すすべての室温での摩耗のデータについて、摩耗量を体積に換算し軸荷重で除した比摩耗量を摩擦距離との関係で示したのが図-17である。Mode Iにあるとみられるデータ(最後までmode Iであった2つ [$\Delta = a$ 、 $\nabla = b$]を含む)については、摩擦距離に対して比摩耗量が必ずしも比例関係にあるとはいえないが、1次近似として直線を仮定する。試験開始直後からmode IIの特徴を示した2つの試料($\square = c$ 、 $\blacktriangledown = e$)はほぼ同じ比摩耗量を示したので図-16と同じくこれをmode IIの摩耗率と仮定し、トルクの挙動が途中で変化した3つの試料($\diamond = g$ 、 $\blacksquare = f$ 、 $\circ = d$)について変化した距離をトルク計測結果から求め、それらの距離においてmode Iの直線から分岐して図中の破線のような折れ線を引くと実験点の近傍を通る。このことは、図-16の場合と同じように、mode Iとmode IIにそれぞれ固有の比摩耗量を仮定することにより、ば

(60)

らついた実験結果を説明できることを示している。

以上のように、トルクの変動、音の変化、摩耗粉生成の目視観察、摩擦面のSEM観察等から推定した2つの異なる摩擦形態についての仮説は摩耗量のばらつきを説明することができたが、その機構の違いは明らかではない。金属等では、薄い表面酸化層が剥離し、金属どうしの直接接触が始まると摩耗量が急激に増えるという現象があるが、アルミナは化学的に安定でありX線回折等からはこれに相当する変化はみられなかった(図-22を参照)。一方、セラミックスでも窒化ケイ素で摩耗量が途中で急激に増加するという結果が報告されており、表面の損傷がある程度蓄積したところで急激に摩耗量が増加するとしており¹¹⁾、これは一種の疲労摩耗と考えられる。本実験結果について、表面SEM写真等から摩耗機構を特定することは難しいが、摩耗量の変化の様子からは、おそらく同じようなメカニズムであると思われる。試験開始直後からmode IIの挙動を示す場合が存在することは、IからIIへの変化を損傷の蓄積による摩耗の加速という考えに反する。しかし、これらは荷重の大きな場合にみられることであり、試験片加工時の損傷の影響が残っていきわめて早期に破壊に至ったと考えることができる。

目視観察からは、mode IIでは摩耗粉が摩擦面に滞留しているのがみられ、ある程度の摩耗粉が試験片の間に滞留するとmode IIに移行するようにも思われる。いったんmode IIに移行した試料では、摩耗粉を除去しても直ちにmode IIの挙動を示すが、板状試料にできた摩耗痕に摩耗粉が保持されやすいためと考えることもできる。金属では、摩耗粉は酸化され硬度が母材より高くなるために、摩耗粉の滞留がアプレシブ摩耗を加速するというモデルがある。しかし、アルミナの場合、生成された摩耗粉も元の試験片と同じ α -アルミナであり硬度に差はない。摩耗粉の滞留が摩耗に影響することは経験的に知られてはいる¹²⁾が、機構は明らかではない。

本試験結果だけからこの2つの摩耗形態の違いをすべて説明することは難しい。しかし、2つの形態を考えることにより、摩耗量のばらつきを整理することができる。測定されたトルクの変動のしかた等から、摩擦試験で測定された摩擦係数は、トルクの計測結果や摩耗粉の生成の程度等からみて、すべてmode Iに対応するものであると考えられる。そこで、以下では、mode Iの場合を室温の摩擦を代表するものとして考

察を進める。

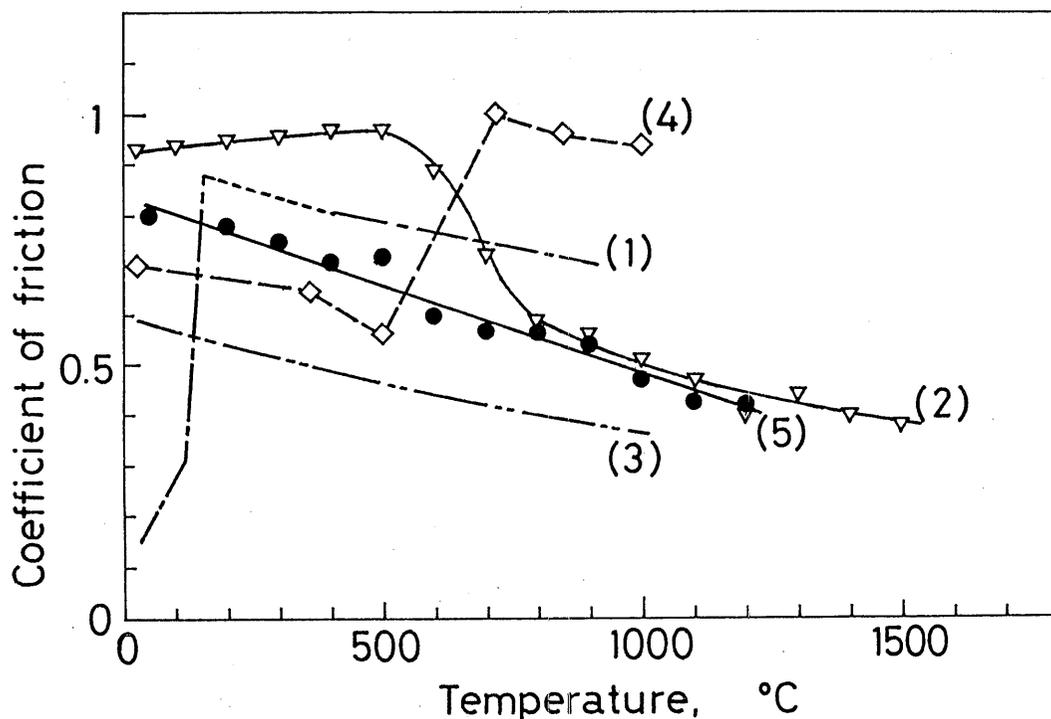
3.3.2 摩擦係数の温度依存性

摩擦係数に関する結果の中で最も特徴的なのは図-11に示す温度依存性である。一般に、セラミックスの大気中乾燥摩擦においては、温度の上昇にともない摩擦係数は増大するといわれている。それは、室温では試料表面に潤滑作用を持つ水分等の吸着があるが、高温では吸着層がなくなり固体の直接接触が起きて摩擦係数が増大すると説明されている。図-18に文献中のデータとの比較を示すように、アルミナについても Peterson と Murray¹³⁾ や志村と水谷^{4,14)} らにより実験結果として報告されている。一方、室温でも水分の吸着の少ない真空中では、温度の上昇にともない摩擦係数が単調に減少する結果が報告されている^{12,15)}。

本研究では、実験は大気中で行ったが摩擦係数の上昇はなく、むしろ真空中の例に近い。用いた試験片は、

摩擦面がリング状で常時全面が接触しており、荷重も比較的大きいため、摩擦面が大気に直接接触することがない。また、摩擦面は、熱が除去されにくく温度が高くなっているうえ、表面層は常に摩耗により除去され新しい面が生成されるため、水分等の吸着は起きにくくなっていると思われる。もちろん、清浄な表面に雰囲気気体の吸着層が形成されるのに要する時間はかなり短く¹⁶⁾、表面の粗さのため固体接触しない時間は吸着層の形成に十分と考えられるが、ディスク試料が大気に解放されているピンオンディスク方式等にくらべると吸着の影響は小さくなると思われる。

真空中で、温度の上昇とともに摩擦係数が下がる現象についての明確な説明はこれまでのところ与えられていない。試験温度は、摩擦熱の影響を受ける表面層の温度とは異なるが、摩擦係数に大きな変化がなく荷重やすべり速度が同じなら試験温度が高いほうが摩擦



- (1) Peterson & Murray¹³⁾ (大気中), (2) Semenov & Katsura¹²⁾ (真空中),
 (3) 津谷, 梅田¹⁵⁾ (真空中), (4) 志村, 水谷⁴⁾ (大気中), (5) 本研究 (大気中)

図-18 アルミナの摩擦係数の温度依存性の比較

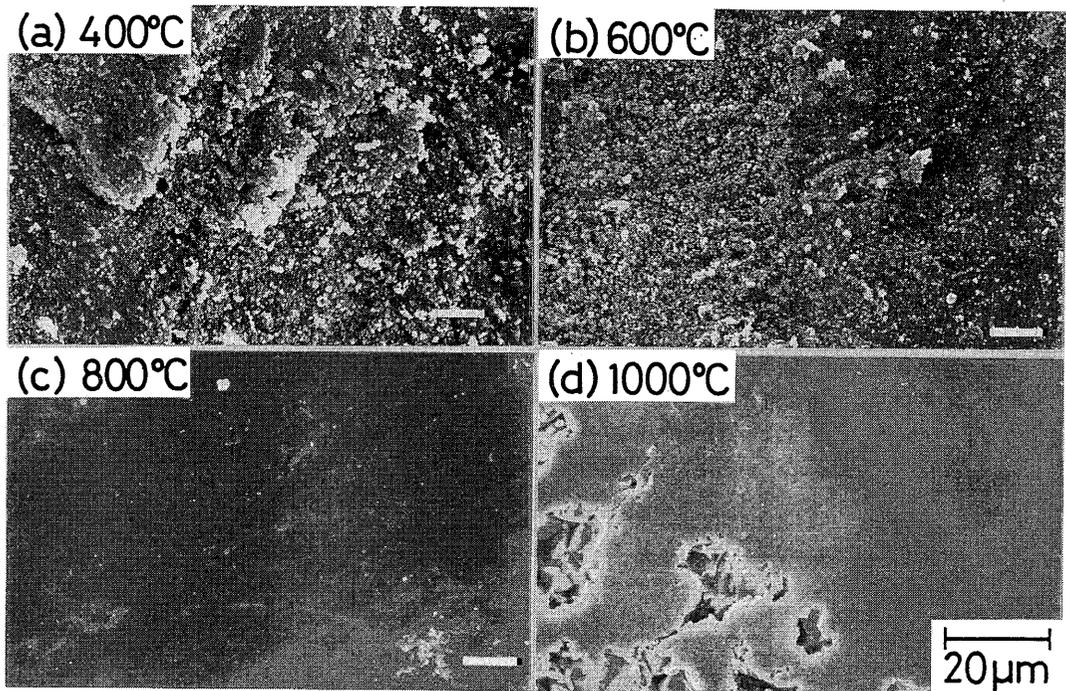


図-19 高温試験の摩擦面の表面SEM写真

面の温度も高くなることは当然と思われる。アルミナについては、温度の上昇とともに、弾性係数¹⁷⁾や硬度⁴⁾が低下することが知られており、その温度依存性は図-10の摩擦係数の傾向と似てほぼ直線的である。すなわち、温度の上昇とともに材料の軟化が進行すると考えられる。一方、金属材料では、摩擦面の軟化によりせん断応力が緩和されて摩擦係数が低下するという現象がある¹⁵⁾。また、SemenovとKatsuraは、真空中でのアルミナの摩擦係数を測定し、温度の上昇にともなう摩擦係数の減少は、硬度の低下と関連すると述べている¹²⁾。

図-19に400℃以上の高温での摩耗試験を行った試料の表面SEM写真を示す。800℃と1000℃では、図-9に示す試験前の表面と比較して、きわめて平滑な面が形成されているのが注目される。600℃では局部的に平滑な部分が存在するが、400℃ではほとんどなく図-14に示される室温試験の表面と似ている。このような摩擦面の特徴は、温度に固有のものであった。たとえば高温で平滑になった試料を用いて低い温度で

試験すると、面の平滑さは失われた。摩耗粉については、図-20に1000℃の場合のSEM写真を示すように、粒径、形状ともに図-15に示される室温の場合とあまり差はなかった。

Mizutaniらも、高温で試験した時に表面粗さが小さくなることを見いだしており、塑性流動の増加と考

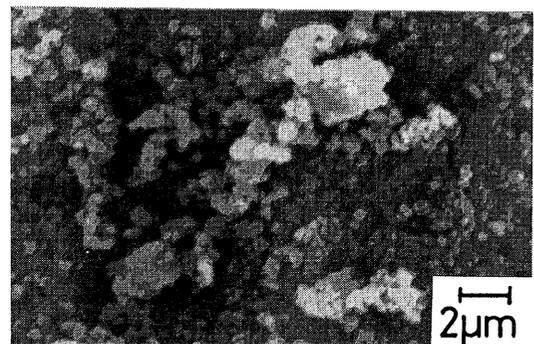


図-20 1000℃での試験で生成された摩耗粉

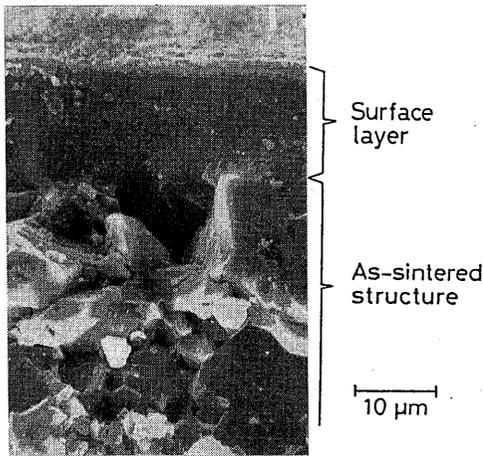


図-21 試料断面のSEM写真(1000°C)

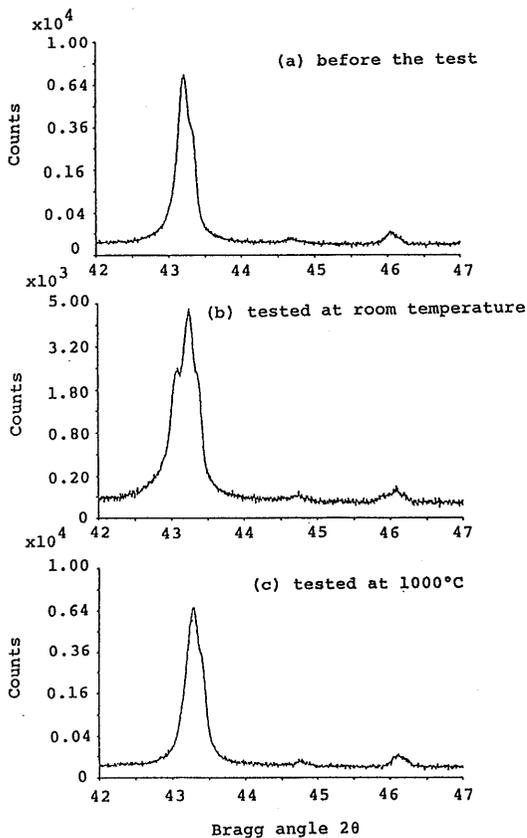


図-22 試料表面のX線回折結果

えている¹⁴⁾。また、Hinesらは、室温でのアルミナの摩擦試験で、摩擦距離の増加とともに表面粗さが減少すると同時に微粒の δ -アルミナからなる表面層の形成を見だしている¹⁸⁾。これが本研究でみられた高温で形成される表面層と同じ性質のものかどうかは明かでないが、彼らは、双晶の形成をともなう塑性流動によるものと考えている。

図-21に、1000°Cで試験した試料の断面の表面近傍のSEM写真を示す。これによると、この平滑層の厚さは5から10 μ m程度であり、微細な粒子が見られる。これは、おそらく塑性流動に加え、真実接触点での温度上昇による局所的な熔融を含めた滞留摩擦粉の再焼結の可能性があると思われる。図-22は、試料表面のX線回折結果である。室温と1000°Cで試験したものは、いずれも試験前と本質的な差はない。43°、44.7°および46°付近にみられるピークはいずれも α -アルミナに対応するもので、 γ 相、 δ 相または θ 相といった準安定相（これらはいずれも45°から46°付近に大きな回折のピークを持つ）はまったく見られなかった。これらの準安定相は熔融状態からの急冷により形成されるといわれており¹⁹⁾、Hinesらの観察した δ 相も局所的な熔融を示唆していると思われる。しかし、本試験のように摩擦面が高温に保たれ急冷されない場合には、熔融しても冷却後 α 相になるため、熔融があったかどうかは断定できない。なお、室温試験の場合に、回折線幅が少し広がっているのは、塑性変形による残留ひずみによるものと思われる。

熔融の有無は不明であるが、いずれにしても、この層は摩擦時に高温でありかなりの流動性を有していたと思われる、その程度は表面温度が高いほど、すなわち試験温度が高いほど大きいことは容易に想像される。すなわち、高温での摩擦係数の減少は、摩擦面近傍の流動層の影響である可能性が高い。

一方、セラミックスは、原料や製法により同じアルミナでも性質が大きく異なることがある。本研究で用いたアルミナでは高温においてなんらかの潤滑作用を有する成分が表面に析出し摩擦係数を減少させた可能性もある。しかし、1000°Cで試験した試料の表面をX線光電子分析(ESCA)により調べ、試験前の状態と比較したところ明確な差はなかった。また、摩擦面および摩擦粉のX線回折結果によれば、表面も摩擦粉もともに α -アルミナのみであり(図-22を参照)、結晶構造の変化はみられなかった。また、公称の不純物含有量はきわめて少なく、摩擦係数に大きな影響を

与えるとは考えにくい。

本研究で用いた試料は、接触面積が大きく、特に半径方向に幅を持つため、アライメントの不良に基づく片当りによる見かけの摩擦係数の変化が有りうる。局所的な摩擦係数が同じでも、外周のみで接触するときには全面が均等な圧力で接するときにくらべ、見かけの摩擦係数は約1.3倍になる。室温では弾性係数が大きく、同じ荷重でも片当りしやすい。温度により弾性係数が変化し、室温で片当りしていたものが、高温で均等な接触に変わり、見かけの摩擦係数が低下することとも考えられる。しかし、本研究で測定された摩擦係数の差は、片当りにより期待される差の最大値より大きく、これだけでは説明できない。

摩擦係数についてのもうひとつの特徴は、高温での荷重依存性である。アルミナの摩擦係数の荷重依存性の報告は少ない。SemenovとKatsuraは、真空中の結果として摩擦係数が荷重にまったく依存しないというデータを発表している¹²⁾が、PetersonとMurray¹³⁾は、室温で荷重の増加にしたがって摩擦係数が増加すると報告している。また、石垣は、大気中では荷重の増加とともに摩擦係数が増加するが、真空中では逆に減少するとし、その理由として大気中では摩擦面内の現象は掘り起こしが主であるが、真空中では凝着の

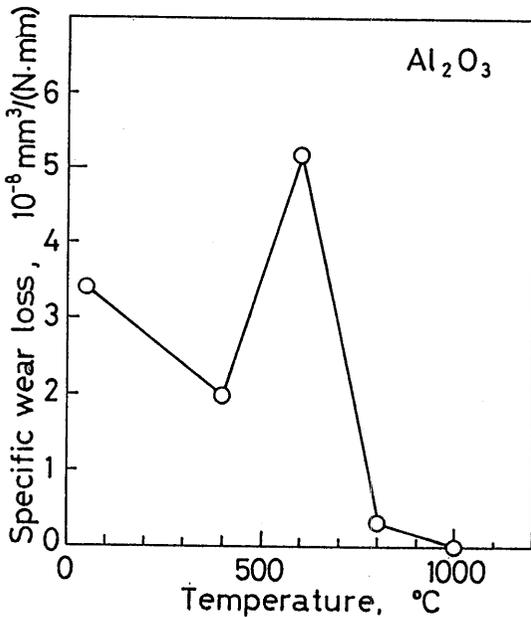


図-23 比摩耗量の温度依存性

効果が大きくなるためとしている²⁰⁾。本研究では大気中での試験結果であるが、この意味ではむしろ真空中の傾向に近い。凝着の有無については明らかではない。この傾向は、高温では表面への水分の吸着がなく真空中に近い条件になっているという推測に一致する。

3.3.3 摩耗の温度依存性

室温での比摩耗量をmode Iの結果で代表させることとして、体積に換算した摩耗量を荷重と摩擦距離で除した比摩耗量の温度依存性を図-23に示す。室温から600℃までと比較して、800℃から1000℃では摩耗量は1ケタ以上低くなっている。このような摩耗量の低下は、塑性流動による潤滑効果とともに、さきに考察した摩耗粉の再凝結の可能性も示唆していると思われる。志村と水谷の結果と比摩耗量を比較すると、800℃以上の高温域では摩耗量が低くなるという点で一致している。これについて彼らは、塑性流動の増加が摩耗量の低下の原因でもありとしている^{4,14)}。図-21に示す表面層の形成は、摩擦係数だけでなく摩耗量の低下にも寄与していると考えられる。

4. 高温摩擦摩耗試験装置について

室温から1000℃程度までの温度域で試験できる摩擦摩耗試験装置を試作した。この装置を用いて焼結アルミナ材の摩擦摩耗試験を行ったところ、試験は、長時間を要する摩耗試験で1000℃まで、短時間で完結する摩擦試験では最高1200℃を達成することができた。また得られた結果からアルミナの摩擦摩耗特性の温度依存性を評価することができ、この装置が所期の目的を達成できることが実証された。しかし、同時に、いくつかの問題点もあったので、以下で考察する。

高周波加熱方式では、加熱される部分の熱容量が小さいため、制御の応答性はよいが摩擦熱発生の影響を受けやすい。したがって、熱容量の比較的大きい電気炉方式とは厳密には温度条件が異なる場合がある。図-6に示されるように、荷重を低くして熱発生の総量を抑えることは有効であろう。しかしながら、加熱方式を含めた試験方法は標準化されておらず、また、摩擦面の温度を厳密に制御することは本質的に不可能なので、現状では加熱方法の違いにより生ずる若干の差はやむを得ないと思われる。

断熱ディーゼル機関への応用を考える範囲では、今回の1200℃という最高温度は十分であるが、炭化ケイ素等の高温用セラミックスの使用温度は1500℃程度まで考えられている。試験温度の上限は、加熱される試

料ホルダーの耐熱性に依存する。耐熱鋼や超合金では1200℃が限度である。ホルダーは、導電性が要求され、また形状が複雑で応力集中部もあるためセラミックス化は難しいが、今後検討したい。

今回の試験では、大気中の試験でありながら大気の影響は少ないと思われる結果であった。それは、摩擦面が常に全面で接触しているためと思われた。このことは、摩擦熱の蓄積や摩耗粉の滞留へも影響があると考えられることもあり、想定する実機での接触形態を考慮して試験片を設計する必要がある。また、大気中の試験でも湿度の制御は重要であり、雰囲気槽を設けることが望ましい。試験片については、リング状試験片でエッジ部分が欠落する(チッピング)ことがあり、摩耗量の測定をリング状試験片で行うことができなかった。これを防ぐため、試験片の形状を少し変更することにした。

5. 結 言

セラミックスの耐熱性と耐摩耗性の両方に着目して高温摩擦摩耗試験を行うことを計画し、最高温度1000℃を目標に試験装置を製作した。この装置を用いて焼結アルミナの摩擦摩耗試験を行ったところ、摩擦係数で1200℃、摩耗量で1000℃までの評価を行うことができ、装置の性能が実証された。

焼結アルミナについての摩擦摩耗試験の結果を以下にまとめる。

- (1) 摩擦係数は、温度が高くなるにしたがって単調に低下する。高温では、荷重の増加にともない摩擦係数は低下した。
- (2) 摩耗量は、600℃までは室温と同じ程度であるが、800℃から1000℃では1ケタ以上少なくなった。
- (3) 800℃以上の高温で、微細な粒子からなる平滑な摩擦面が観察された。摩擦係数と摩耗量の現象は、この層の形成に関係するものと思われる。
- (4) 室温では、少なくとも2つの異なる摩擦の形態があり、摩耗量はこれらの2つの領域にわけることにより評価することができる。

これらの結果は、アルミナの高温での固体潤滑材としての応用と表面仕上げ法の一つとしての高温摩擦の可能性を示唆するもので興味深い。今後は、見いだされたいくつかの問題点を考慮しつつ試験を進めていく予定である。

謝 辞

装置の製作は、科学技術庁科学技術振興調整費課題「多孔質物質の合成及び評価に関する研究」により行われた。摩擦摩耗試験の方法については、大阪工業技術試験所の岩佐美喜男氏に助言をいただいた。豊田中央研究所の水谷嘉之氏と志村好男氏には、高温摩擦摩耗試験装置の製作と試験方法について多くの教示をいただいた。結果について、航空宇宙技術研究所の西村允氏に有益な討論をしていただいた。X線光電子分析では西村氏とNTN(株)の南 政美氏にお世話になった。感謝の意を表したい。

参考文献

- 1) Kamo, R., Bryzik, W. and Glance, P.; Adiabatic Engine Trends - Worldwide, SAE Tech. Pap. No.870018, (1987), pp.1-13.
- 2) Sliney, H.E.; Self-lubricating Coatings for High-temperature Applications, NASA Conf. Pub.10003, (1987), pp.1-89 - 1-101.
- 3) 志村好男、水谷嘉之; 高温におけるステンレス鋼の摩擦摩耗、潤滑学会29期北陸大会予稿集、(1984), pp.249-252.
- 4) 志村好男、水谷嘉之; セラミックスの高温摩耗、潤滑学会29期春季発表会予稿集、(1985), pp.173-176.
- 5) 岩佐美喜男、垣内千一; Si_3N_4 -BN系複合焼結体の機械的及び摩擦・摩耗特性、窯業協会誌、93巻、10号、(1985), pp.661-665.
- 6) 岩佐美喜男、村尾 勉; 窒化アルミニウム焼結体の摩耗特性、窯業協会誌、94、巻 1号、(1986), pp.198-203.
- 7) 岩佐美喜男、木下 実; ボールオンディスク法によるセラミックス-軸受鋼間の摺動摩耗測定、窯業協会誌、95巻、9号、(1987), pp.899-905.
- 8) 花桐誠司、ほか3名; ボールオンディスク法によるBN添加 Al_2O_3 - Cr_2O_3 プラズマ溶射皮膜の摩耗特性評価; セラミックス協会1988年年会講演予稿集、(1988), p.420.
- 9) 光井 彰、ほか3名; ZrB_2 - B_4C -SiC系セラミックスの高温摩擦挙動、(8)と同じ、p.421.
- 10) 横井雅之、中井幹雄; 摩擦音の発生機構に関する研究(第1報、こすれ音と鳴き音の発生機構)、機械学会論文集、45、巻 391C号、(1979), pp.346-355.

- 11) Gee, M.G.,ほか3名; The Measurement of Sliding Friction and Wear of Ceramics at High Temperature, *Wear of Materials 1989*, (1989), pp.387-397, ASME.
- 12) Semenov, A.P. and Katsura, A.A.; Investigation of Friction and Wear of Corundum Ceramics at Temperatures to 1500°C, *Proc. 2nd Int. Conf. Wear of Mater.*, (1979), pp.551-555, ASME.
- 13) Peterson, M.B. and Murray, S.F.; Frictional Behavior of Ceramic Materials, *Metals Eng. Q.*, Vol.7, No.2, (1967), pp.22-29.
- 14) Mizutani, Y.,ほか3名; Friction and Wear of Ceramics in Various Environments, *Proc. Jap. Int. Tribo. Conf.*, (1990).
- 15) 津谷裕子、梅田一徳; 高温における潤滑、潤滑、27巻, 11号, (1982), pp.800-806.
- 16) 西村允; 真空とトライボロジー、*機械学会誌*、92巻, 848号, (1989), pp.614-617.
- 17) Morrell, R.; *Handbook of Properties of Technical and Engineering Ceramics, Part 2*, (1987), p.80, HMSO.
- 18) Hines, J.E.Jr., Bradt, R.C. and Biggers, J. V.; Delta Alumina Formation during the Abrasive Wear of a Polycrystalline Alumina, *Wear of Materials 1979*, (1979), pp.540-550, ASME.
- 19) McPherson, R.; Formation of Metastable Phases in Flame- and Plasma-prepared Alumina, *J. Mat. Sci.*, Vol.8, (1973) pp.851-858.
- 20) 石垣博行; セラミックスの摩擦について、潤滑、30巻, 9号, (1985), pp.627-632.