

粒子衝突痕の自己組織化による周期的微細構造の形成を 狙いとした斜投射微粒子ピーニングの開発と濡れ性制御への応用

東京都市大学 工学部機械工学科
准教授 亀山 雄高
(平成 27 年度 一般研究開発助成 AF-2015031)

キーワード：ピーニング，テクスチャリング，微細周期構造，接触角

1. 研究の目的と背景

近年、微細な溝、窪み、突起などの形状が規則的に設けられた表面構造（以下では周期的微細構造と称する）が示すさまざまな優れた機能や性質に注目が集まっている。例えば、自動車のエンジン部品などでは規則的な窪み形状をしゅう動面に配置して低摩擦化を図る技術が適用されており、省エネルギー化に貢献している。材料や機械製品に高い付加価値が求められる今日においては、周期的微細構造に期待される役割はますます拡大していくことが想定され、周期的微細構造を形成するための新技術に対する要請も高まることが予想される。

著者は、周期的微細構造を創製するための新たな手法として、塑性加工技術の一種である微粒子ピーニング（Fine Particle Peening: FPP）に着目した。これまでの研究を通して、FPP において粒子を被加工面に対して浅い角度から投射（図 1、以下では斜投射 FPP と称する）した場合に、ピッチが数百 μm 程度、高さが数十 μm 程度の周期的うね状の凹凸が形成される点が明らかにされた¹⁾。このような微細構造は、微粒子が被加工面へ衝突したときに作られる変形痕が自己組織的に配列した結果、形成されているものと推察される。周期的微細構造を形成するために今日実用化されている技術として、マスクパターンを設けた上で、ブラスト加工、エッチング処理あるいは蒸着皮膜の付与などを行うという方法が挙げられるが、生産性の観点からはマスクング工程が不要な方法も望ましい。斜投射 FPP はそのような要望に応えうる、マスク不要な微細構造形成手法としての可能性を秘めている。また、周期的微細構造は超精密機械加工や超短パルスレーザ加工などの方法によっても形成が試みられているが、斜投射 FPP は高価で特殊な設備をとくに必要とせず加工ができる点が、それらの手法とは対照的である。斜投射 FPP による周期的うね構造の形成現象を適切に制御することで、周期的微細構造を創製するための新たな加工原理として応用できれば、学術・実用の両面から意義深いと考えられる。

以上を踏まえ本研究では、まず斜投射 FPP によって周期的うね構造が形成される基本的なメカニズムに対する検討を加えつつ、任意の寸法、形状のうね構造を形成するための知見を蓄積することを第一の目的とした。加えて、周期的微細構造の形成によって期待される効果として、材料の濡れ性に着目し、周期的うね構造の形成を通して濡れ

性の制御を行う表面改質を提案することを、本研究の第二の目的とする。エネルギー機器（熱交換器など）や医療用デバイス（外科・歯科インプラントなど）では、表面の濡れ性を適切に調整することでその性能の改善ができるものと期待され、濡れ性をコントロールするための表面改質技術は重要といえる。斜投射 FPP によって材料表面の濡れ性を制御するための原理原則について、濡れの理論に基づき考察を加えた。

2. 実験方法

2・1 斜投射 FPP による試験片の作製

本研究では、二種類の空気式ショットピーニング装置を用いて斜投射 FPP を行った。主に用いたのはノズル径 6mm の吸引式ピーニング装置（図 1）であり、本稿ではとくに断らない限りこの装置を用いた実験の結果を示している。また、一部特記した実験では、直径 4mm と直径 1mm のノズルが同心円状に組み合わせられた二重管式ノズルを有する直圧式ピーニング装置を用いた。この装置では、内側ノズルから圧縮空気に搬送された粒子が吐出され、外側ノズルから粒子を加速するとともに粒子噴流の幅を制御するための圧縮空気が吐出される構造となっている。

本研究においては、いずれの装置の場合も、ノズルと被加工面とがなす角度（投射角度）は 15° （斜投射 FPP）および 90° （FPP における標準的な条件であり、比較のため用いた）とした。その他の条件としては、吸引式装置を用いた実験では、投射圧力を 0.65MPa、ノズルと被加工面との距離を 30mm とし、投射時間と投射材を変化させて比較を行った。二重管ノズル直圧式装置を用いた実験では、加速ガス（外側ノズルより吐出）圧力を 0.5MPa、粒子供給ガス（内側ノズルより吐出）圧力を 0.1~0.3MPa の範囲で設定し、時間は系統的に変化させた。



図 1 吸引式ノズルピーニング装置による斜投射 FPP

供試材には、A6061 アルミニウム合金を中心に各種アルミ材、鋼材、およびチタン材を用い、斜投射 FPP、垂直投射 FPP を施した試験片、および比較のため研磨のみを施した試験片を準備した。斜投射 FPP 試験片上に形成された周期的微細構造について、光学顕微鏡で観察を行うとともに触針式粗さ計で断面曲線を得た。断面曲線より、隣接するうね同士の平均間隔（うねの幅）と個々のうねの頂部から谷底までの高さの平均（うねの高さ）を計測し、周期的微細構造の形状を特徴づける指標として用いた。

2・2 濡れ性の評価

作製した試験片表面の純水に対する接触角を測定することで、濡れ性を評価した。図2が接触角の測定に用いた装置であり、上下動するシリンジの先端より吐出した純水2 μ lを試験片表面の定点に静置し、予めその場所に合焦するよう位置決めされたマイクログラフにより液滴を観察し、接触角測定を行うことができる。試験は室温、大気中で行った。

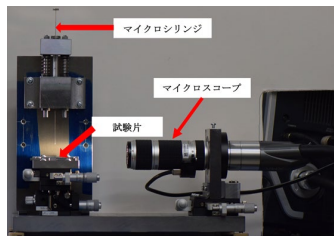


図2 濡れ性試験機外観

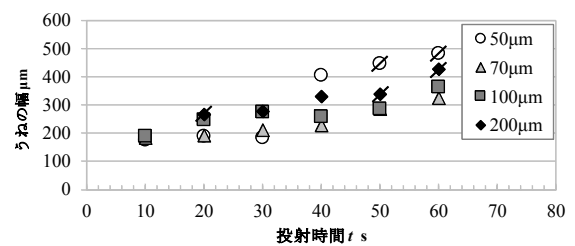
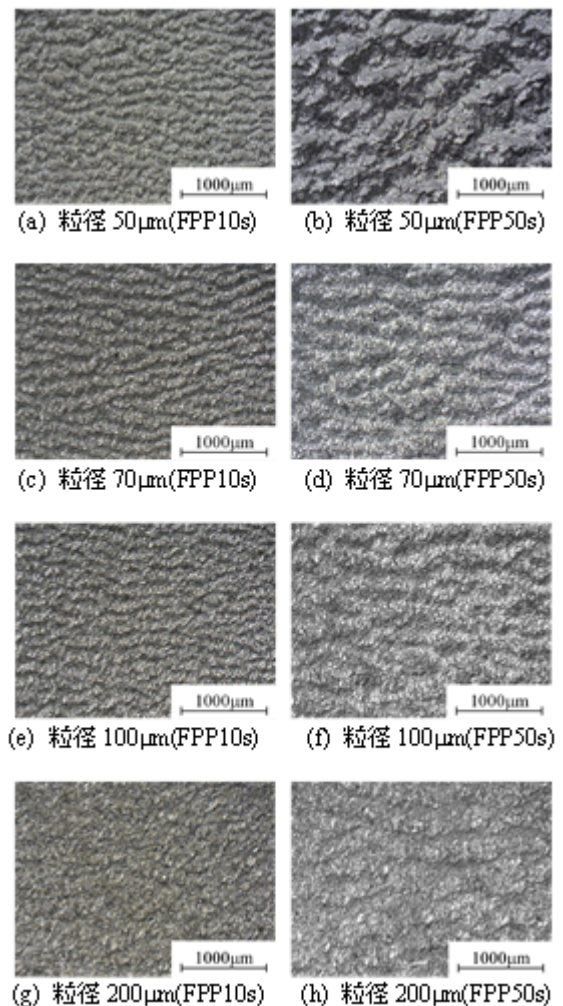
3. 実験結果

3.1 斜投射 FPP による微細周期構造の形成挙動

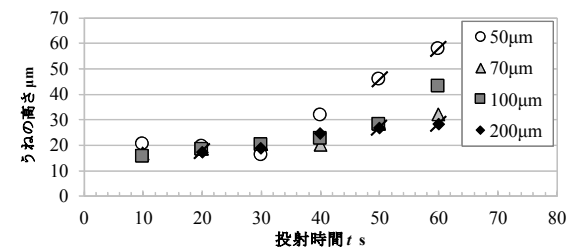
まず、斜投射 FPP の条件を種々に変化させた場合のうね寸法の変化について検討を加えた。図3に、粒径が異なる鋼粒子を用いて斜投射 FPP を施した A6061 アルミ材表面の光学顕微鏡観察結果および断面曲線より計測したうねの幅、高さをまとめて示す。光学顕微鏡観察時には、粒子噴流の通過方向が図の上から下になるように試験片の向きをあわせている。概ねいずれの条件とも、粒子の噴流と直交する向きにうね状の周期的微細構造が形成されていることが見てとれ、その寸法は投射時間の増加とともに増大していることがわかる。ただし、粒径が大きく時間が短い条件や粒径が小さく時間が長い条件では、光学顕微鏡観察では周期的微細構造の形成が明瞭には認められなかった。前者の場合は構造が発達途上の段階、後者の場合は一度微細周期構造が形成されたものの、粒子の衝突が繰り返されるうちに凸部・凹部の配列が乱れ周期的な凹凸が不明瞭になった結果と考えられる。周期的微細構造を形成するには、ある投射時間の範囲内で条件を設定することが効果的であると見出された。一方、粒径の影響についていえば、寸法の大きな投射材を用いても必ずしも大きなうねが形成されるわけではなく、むしろ粒径が小さな粒子の方が寸法の大きなうねを形成した場合もあった（たとえば、10sにおける50 μ mと100 μ mとの比較や、40sにおける50 μ m

と200 μ mの比較）。つまり、投射材寸法とうねの寸法との間には明瞭な相関関係は見出されなかった。

図4は、種々の材質の被処理材に対し、粒径70 μ mの鋼粒子を用いて斜投射FPPを行った結果である。S45Cや純チタ

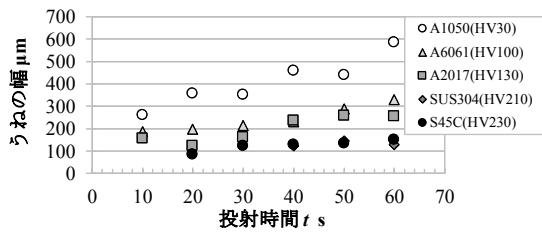


(i) うねのピッチ

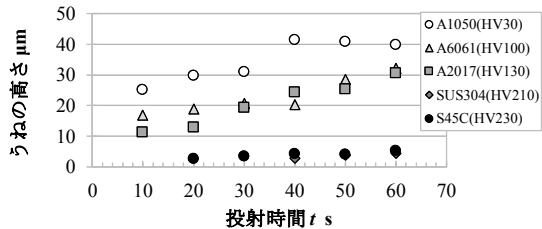


(j) うねの高さ

図3 微細周期構造の形成に及ぼす粒子径の影響



(a) うねのピッチ



(b) うねの高さ

図4 材料ごとの微細周期構造の寸法の比較

ン、また観察結果は示していないが純鉄やステンレス鋼においても、斜投射FPPによるうねの形成が認められた。ただし、これらの材料では、アルミと比べて硬さが比較的高いことから、形成されたうねの寸法は図3に示したアルミ材のそれと比べて小さかった。照射時間の増加とともにうねが大きく成長するという点はこれらの材料でも同一であった。

以上で述べてきた結果では、形成された微細周期構造はおよそ 10^1 mmオーダーのピッチ、 10^2 mmオーダーの高さを有していた。うね寸法を、より精密かつ広範囲に制御する狙いで、粒子の微量供給が可能な特徴を有する二重管式ノズル直圧式ピーニング装置を用いた実験も行った。この実験では粒径 $70\mu\text{m}$ の鋼粒子を投射し、前章で述べたように粒子供給ガス圧力および照射時間を変化させて比較を行った。図5は、各条件で形成されたうねの寸法測定結果を整理したものである。二重管式ノズル装置を用いた場合、図3、4で前述した吸引式ピーニング装置による結果と比較して、より微細なうねを作製することができた。とくに、粒子供給ガス圧力を低下させる、もしくは照射時間を短くすることで、うねの寸法が微細化する傾向が明らかになった。

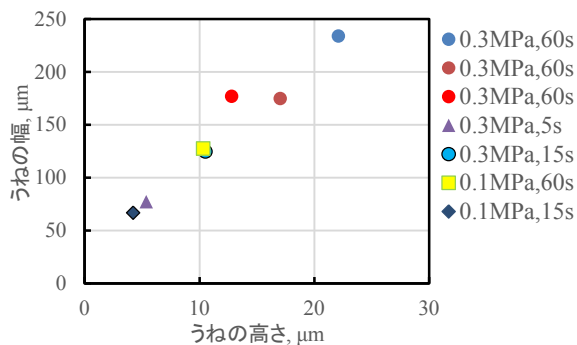


図5 二重管式ノズルピーニング装置による構造形成

次に、図6に示す種々の材質・寸法の投射粒子(WA：ホワイトアルミナ、GB：ガラスビーズ、Steel：鋼(図3、4で用いた粒子と同じもの)、それぞれ粒径が二通り)を用いてA6061材に対して斜投射FPPを行い、形成された微細周期構造を観察した。形成されたうねを光学顕微鏡(OM)および走査型電子顕微鏡(SEM)で観察した結果の代表的な例を図7に示す。ホワイトアルミナ粒子を用いて斜投射FPPを行った場合には、ガラスビーズや鋼粒子を用いた場合と比べてうねが密に配列した、すなわち高周波の周期構造が形成されている様子が見て取れる。とくに、寸法の小さなホワイトアルミナ粒子(#1000)粒子を用いた場合には、ピッチがおよそ $50\mu\text{m}$ 、高さがおよそ $7\mu\text{m}$ の周期構造を得ることができた。この寸法は、光学顕微鏡観察より、WA#1000粒子と粒径が同程度と判断される鋼粒子($50\mu\text{m}$)粒子を用いた場合に形成されたうねのピッチと比べて小さい。鋼とホワイトアルミナでは、密度や粒子形状が異なり、それらに起因して微細周期構造の形成挙動が影響を受けているものと理解された。

図7には、SEMによって表面の様相を高倍率で観察した結果も示している。そのSEM像に着目すると、うねの表面に存在する微細な凹凸について、以下のように興味深い知見が見出される。ホワイトアルミナ粒子を投射して形成されたうねの表面には微細な切削痕が認められ、鋼粒子の投射によって形成されたうねは、鋼粒子の表面性状が転写されてきたと考えられる細かな凹凸に覆われており、またうねの頂部にはバリの生成を伴っている。すなわち、これらの表面は、サブミリスケールの凹凸(うね状の周期構造)と、マイクロ～サブマイクロスケールのごく微細な凹凸が

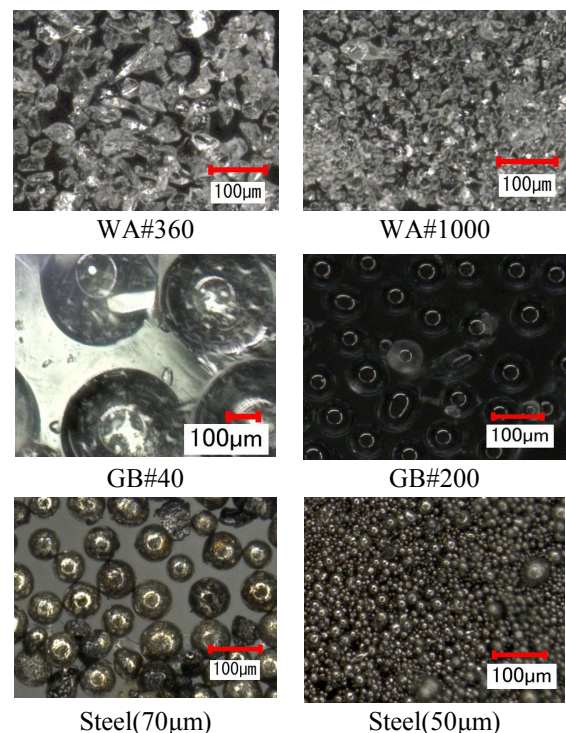


図6 用いた粒子の光学顕微鏡写真

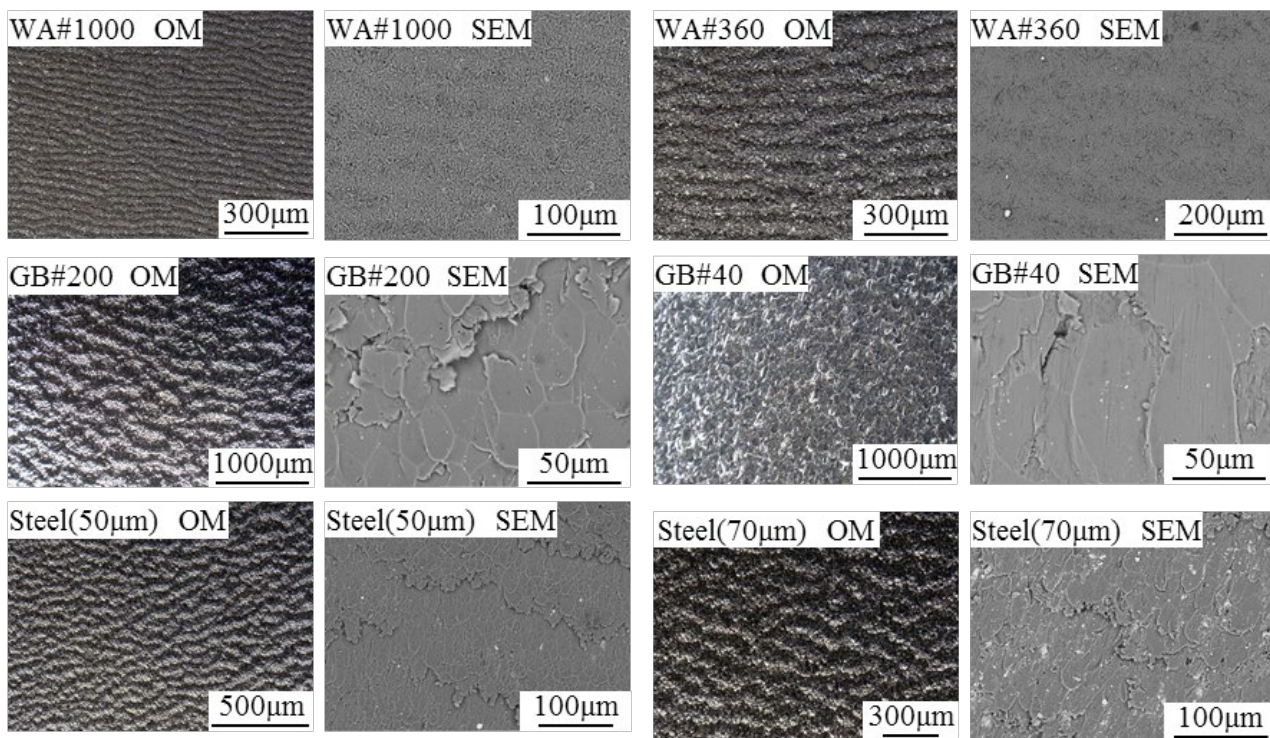


図7 種々の粒子を投射材に用いた斜投射FPPにより形成された微細周期構造の光学顕微鏡観察結果(OM)および走査型電子顕微鏡観察結果(SEM)

重畳して、いわば階層的なテクスチャが形成されている。これに対し、ガラスビーズの投射によって形成されたうねの表面は、うろこ状の塑性変形痕が認められるものの、その表面は滑らかな様相を呈している。図6に示したとおり、ガラスビーズの表面は極めて滑沢となっていて、これがうねの表面へ転写されたものと考察される。

このように、斜投射 FPP のノズル構造、あるいは投射条件を適切に選定することで、微細周期構造の寸法をある範囲で任意に制御できる見通しが得られた。とくに、投射材の選定に応じて、うねの寸法のみならず、うねの表面性状も変化させることが可能である。また、うねの生成はある特定の材料においてのみ生じるわけではなく各種の金属材料に生じることを明らかにした。

3.2 うね状微細周期構造面の濡れ性とその影響因子

まず、前項図5に示した各表面に対し、接触角の測定を行った結果を図8に示す。多くの条件で接触角は 90° 以上となり、疎水性を示した。また、うねの高さの増加に伴って、接触角は大きくなった。一方、図9は図7に示した各表面において測定された接触角を整理したものであり、破線で研磨面での接触角も示してある。同図より、接触角とうね寸法との間の明瞭な相関性が認められず、むしろ用いた粒子の種類によって接触角が異なるということが見出された。すなわち、鋼粒子およびホワイトアルミナ粒子を投射した場合には、研磨面よりもやや高い接触角を示しているのに対し、ガラスビーズ投射面のそれは研磨面と近い値であった。鋼粒子投射面、ホワイトアルミナ投射面に

関しては、接触角は 90° をわずかに下回ってはいるものの、研磨面と比べると疎水性が強くなっていると判断できる。前述の図8の結果と比べると接触角の絶対値は小さいものの、変化の傾向は矛盾していないと判断した。

鋼粒子投射面およびホワイトアルミナ粒子投射面において、研磨面と比べて接触角が増大した要因について考察を加える。まず、同等の寸法のうねを形成したガラスビーズ投射面では接触角の変化が認められなかったことを考慮すると、微細周期構造を形成したことが主たる要因であるとは断言しにくい。むしろ、図7で述べたように、うね構造の表面に微細な凹凸が重畳した、階層的なテクスチャ構造が影響を及ぼしていた可能性があるものと考えられる。粗面における濡れ性を記述するモデルとして、Cassie-Baxter理論が知られている。このモデルは、液滴が粗面の凹部に完全に侵入しない場合には、見かけ上、固体と空気層の複合材料として振る舞って接触角が定まると要約できる。濡れの挙動がCassie-Baxterモデル²⁾に従っていた、すなわち、極めて微細な凹部が、液滴接面に空気層を介在させたと考えれば、わずかな接触角の増加がみられたという結果を合理的に理解できるものと考えられる。

以上のように、得られた結果からは、微細周期構造よりも、その表面に存在するさらに微細な凹凸構造の方が、接触角に大きな影響を及ぼしている可能性が示唆された。一方で図8に示した結果のように、接触角が微細周期構造の寸法に依存する可能性も見いだしている。微細周期構造の形状や寸法をより最適に制御すること、あるいは構造形成面に疎水性(親水性)の物質を被覆するなどの工夫を加え

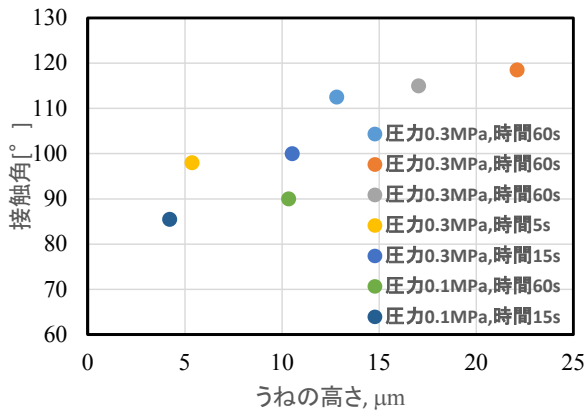


図8 二重管ノズルピーニング装置で作製した微細周期構造面における純水の接触角

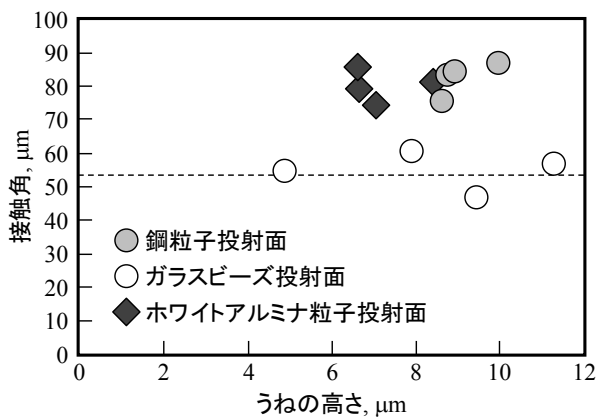


図9 種々の投射材を用いて作製した微細周期構造面における純水の接触角

れば、濡れ性をより明確に制御できる可能性もあるのではないかと考えられる。

結論

- (1) 斜投射 FPP における微細周期構造形成は、アルミニウム、鉄鋼材料やチタンなど各種の金属材料で普遍的に認めうる現象であることを明らかにした。形成される微細周期構造の寸法は、投射時間や投射材の材質・形状などの条件の変化を通して、ある範囲で制御することができる。また、粒子の投射装置の構造にも依存する。
- (2) 微細なホワイトアルミナ粒子を投射した場合や、粒子を微量ずつ供給する条件で投射を行った場合には、とくに寸法の小さな（高さ一桁 μm オーダー）微細周期構造の形成が可能である。なお、このスケールの凹凸は、トライボロジー分野における潤滑性向上にも効果があるとされ、本研究から得られた知見の応用先として期待できる。
- (3) 濡れ性の制御に関しては、微細周期構造の形成そのものよりも、その表面に存在する、粒子表面構造が転写されてできた微細な凹凸が、接触角へ大きな影響を及ぼしている可能性がある。この点に関しては、引き続き詳しい懸賞も必要である。

謝辞

本研究は公益財団法人天田財団平成 27 年度一般研究開発助成 AF-2015031 による補助を受けて実施した。ここに謝意を表す。

参考文献

- 1) Y. Kameyama, H. Ohmori, H. Kasuga, T. Kato, Fabrication of micro-textured and plateau-processed functional surface by angled fine particle peening followed by precision grinding, CIRP Annals., 64, 1 (2015) 549-552.
- 2) A. B. D. Cassie, S. Baxter, Wettability of porous surfaces, Trans. Faraday Soc., 40 (1944) 546-551.