



Y. Kameyama

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

亀山 雄高*

1. まえがき

近年、微細な溝、窪み、突起などの形状を規則的に設けた表面構造を作製し、種々の機械材料の表面へ付加価値をもたらす技術が脚光を浴びている。このような技術は、しばしばテクスチャリング加工と呼ばれている。例えば、自動車産業では、摺動摩擦抵抗の低減を通して燃費向上を図るための重要な技術として、ピストンスカート部やピストンリング表面へテクスチャリング加工が適用されている。周期的微細構造およびそれを作製するためのテクスチャ加工は、今後ますます産業界での重要性が高まっていくことが想定される。

このような背景に基づき著者は、新たなテクスチャリング加工法を提案する。具体的には、塑性加工技術の一種であり、微粒子を材料へ向けて高速投射して表面改質を行う方法である、微粒子ピーニング (Fine Particle Peening: FPP) に注目している。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) すると、周期的なうね状の凹凸 (図 2) が形成される¹⁾³⁾。この現象を利用して、周期的微細構造を形成しようというものである。



図 1 斜投射 FPP 処理装置の概観

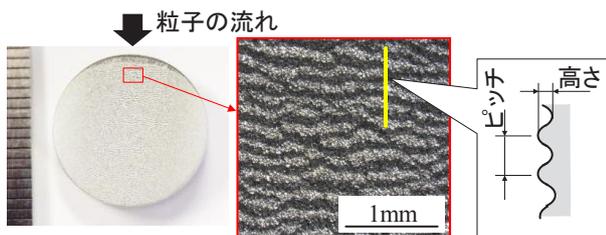


図 2 斜投射 FPP で形成されるうね状の周期的微細構造

今日実用化されているテクスチャリング加工法には、マスキングを施したのちにブラスト加工、エッチング処理や蒸着成膜を行うことによって、構造のパターニングを行う原理のものも少なくない。これに対して、提案する斜投射 FPP では、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て構造が形成されていると考えられ、マスク不要でパターニングが可能である。この点は、実用的、学術的の両観点から大きな特徴といえる。

本論文ではまず、FPP の概要についてこれまでの研究成果に基づき概要を説明する。FPP ではテクスチャリング加工のほかにも、固体潤滑成分を被処理面へ付与することで摩擦の低減を図る⁴⁾ことなども可能である。この効果は本特集号の趣旨とも合致していることから、著者らの過去の研究成果をもとに簡単に紹介したい。その上で、斜投射 FPP によって任意の寸法、形状のうね状構造を形成するための知見の蓄積、ならびに斜投射 FPP により形成した微細構造が表面の濡れ性に及ぼす影響の解明を目的とした研究の成果について述べる。将来的には、うね構造の形成を通して濡れ性の制御が行える表面改質の提案が目標である。このような技術は、例えば、防汚性を発揮するために表面の濡れ性を高度に制御することが求められる金型やエネルギー機器 (太陽光パネルなど) への適用が期待されるものである。

2. FPP の概要

FPP は当初、自動車部品や塑性加工用金型の疲労寿命改善のための技術として普及がなされてきた。機械材料の疲労強度向上のための表面改質法の一つとして、ショットピーニングは古くから知られている。FPP の改質原理は従来からあるショットピーニングと本質的には同じである。ただし、FPP の場合には、ショットピーニングと比較して微細な投射材 (一般に粒径 200 μm 以下とされる) が投射される。その結果、最表面層に改質効果が集中的に表れるといわれている。

一方、FPP を施した表面には、投射した微粒子あるいはその成分がわずかに残存する (著者はこの現象を移着と呼んでいる)⁵⁾。このような作用は、素材の清浄性という点では忌避される場合もあるが、著者らはむしろ、表面改質原理として積極的に応用できるものであると考えている。

* 東京都市大学 工学部機械工学科 准教授

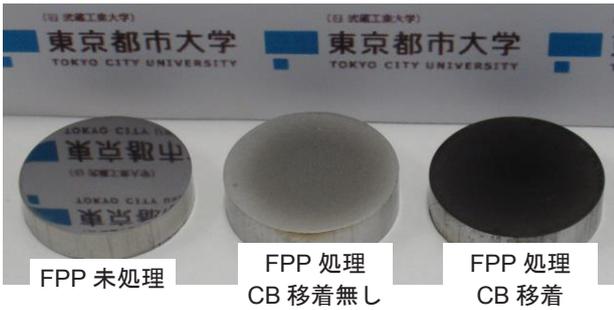


図3 カーボンブラック (CB) の移着を狙いとした FFP 処理で改質した SUS304 鋼表面の巨視的様相 (投射角度 90° … 一般的な FFP)

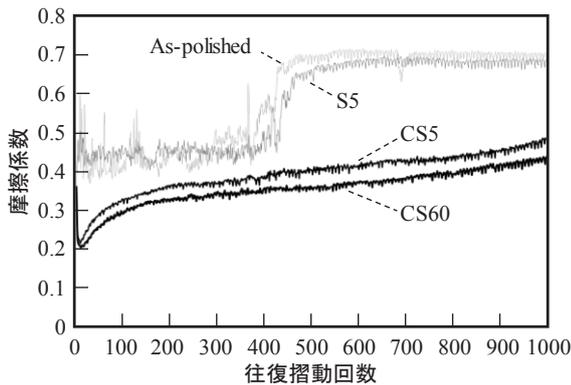


図4 FFP で CB を移着させた SUS304 鋼表面の摩擦係数⁴⁾
 CS5 : FFP 処理・CB 移着, 投射時間 5s.
 CS60 : FFP 処理・CB 移着, 投射時間 60s.
 S5 : FFP 処理・CB 移着無し, 投射時間 5s.
 As-polished : FFP 未処理.
 (いずれも投射角度 90°)

すなわち、ある優れた性質を示す物質を FFP の投射材に適用することで、その物質を FFP 被処理面へ移着させようという考えである。

たとえば図3、4はそれぞれ、FFP によってカーボンブラック (CB) 粉末を移着させた SUS304 鋼製試験片の代表的な様相と、往復摺動式摩擦試験によってその試験片の摩擦係数を評価した結果である³⁾。FFP に当たっては、カーボンブラック粉末を鋼微粒子の表面へ担持させた投射材 (複合粒子) を作製し使用した。試験片の表面は移着したカーボンブラックによって黒色を呈しており、その表面の摩擦係数の値は摩擦試験の終始にわたっておよそ 0.3 ~ 0.4 程度の比較的低い値を示している。これに対して、カーボンブラックが移着していない FFP 処理面では、摩擦係数は最終的に 0.7 程度と高い値を示しており、カーボンブラックを移着させたことが摩擦特性の改善をもたらしていたものと理解できる。カーボンブラックを移着させた表面が低い摩擦係数を示したメカニズムとしては、カーボンブラックが、相手材との接触面に介在して潤滑作用を発揮したためと考えている。

このような粒子の移着現象は、次章以降で述べる斜投射 FFP においても生じることが確かめられている¹⁾。つまり

FFP では、条件を工夫することで表面に周期的微細構造を形成し、同時に有益な特性を示す成分を移着させられる可能性がある。

3. 斜投射 FFP によるテクスチャリング加工とそれを通じた濡れ性制御の試み

3.1 斜投射 FFP によるこれまでの研究

本節ではまず、斜投射 FFP に関してこれまで得られている著者らの知見¹⁾⁻³⁾を整理する。

図5に、投射角度 (FFP 被処理面とノズル軸とがなす角度) を系統的に変化させて FFP を施した表面を光学顕微鏡および走査型白色光干渉式非接触表面形状測定機を用いて観察・解析した結果を示す。まず、一般的な条件での FFP, すなわち投射角度が 90° の場合には、不規則に凸部と凹部が並んだ粗面が形成されている。凹凸の並び方には、特に規則性や異方性は見出せない。このように一般的な FFP では、異方性を有さない粗面が形成される。これに対し二つの条件の斜投射 FFP では、周期性、異方性を有する構造が形成されている。投射角度が小さい (15°) 条件では、うね状構造は粒子の投射方向に直交して周期的に配列していた。投射角度が比較的大きな場合 (75°) には、凹凸の向きは 15° の場合と異なり粒子投射方向と概ね平行であった。すなわち、投射角度に応じて凹凸の配列方向は変化する。

このようなうね状構造がどのように形成されるかという点について、現時点で考えているシナリオを図6に模式的に描いた¹⁾。まず、投射角度が比較的小さい場合に形成されるうねは、個々の粒子が材料を掘り起こすようにしてできる隆起部を前駆体として形成されたものだと考えられる。既成の衝突痕の近傍へ別の粒子が衝突したとき、その粒子によって塑性流動した材料は既存の隆起部にピン止めされ、結果的に隆起部が配列していくというメカニズムを推察している。

これに対し、比較的大きな投射角度 (75°) の場合には、粒子が材料を掘り起こす作用は少なく、この場合には衝突痕端部には明瞭な隆起部は形成されないものと考えられる。この場合に観察されたうね状構造は、粒子の衝突痕が粒子の運動方向に連結した結果形成されていたものと思われる。

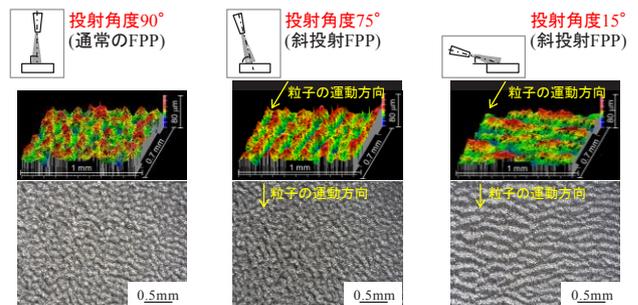


図5 投射角度が表面微細構造形成に及ぼす影響³⁾
 (被処理材材質: A6061 アルミ合金)

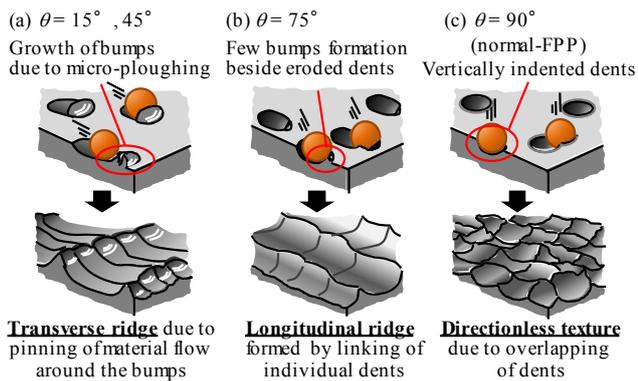


図6 斜投射 FPP によるうね状構造の形成メカニズムに関する仮説¹⁾

また、斜投射 FPP (投射角度 15°) の条件に応じたうね状構造の形状、寸法の変化についても、被処理材に A6061 アルミニウム合金を用い、投射材に粒径 $70\mu\text{m}$ の鋼粒子を用いた場合において系統的な検討を行っている。結果の概略を述べると、うね状構造は投射時間とともに寸法が増大すること、同じ質量の粒子を投射するのであれば長時間かけて (すなわち、単位時間当たりの粒子投射量を少なく設定して) 斜投射 FPP を行った方が、寸法の大きなうねが形成されることなどがわかっている。これまでに実験を行った範囲では、うねの寸法は概ねピッチ (隣接するうね同士の平均間隔) が $100\sim 300\mu\text{m}$ 、高さ (個々のうねの頂部から谷底までの高さの平均) が $10\sim 30\mu\text{m}$ の範囲であった¹⁾。

ただしこれまでの研究では、上記以外の被処理材を用いた場合、あるいは投射材の種類や寸法を変化させた場合のうね形成挙動については、まだ十分に調べられていない。そこで次節では、これらの条件がうね状構造の形成挙動に及ぼす影響について明らかにする。

3.2 種々の被処理材、投射材を用いた斜投射 FPP によるうね状構造

供試材には各種のアルミ材および鋼材を、また投射材には鋼粒子 (Steel)、ホワイトアルミナ粒子 (WA)、ガラス粒子 (GB) を、それぞれ用いて斜投射 FPP を施し、各条件において形成されるうね状構造について形状・寸法を評価する実験を行った。用いた粒子の様相を図 7 に示す。ホワイトアルミナ粒子は一般的な砥粒として供給されているもので、#360 と #1000 の二種類の番手を利用した。形状はグリット状である。またガラス粒子、鋼粒子はそれぞれ球形を呈しており、前者は #40、#200 の二種類の番手を、後者については平均粒径が異なる 4 種類、すなわち $50\mu\text{m}$ 、 $70\mu\text{m}$ 、 $100\mu\text{m}$ 、 $200\mu\text{m}$ のものを用いた。

いずれの条件とも、FPP はノズル径 6mm の吸引式ピーニング装置を用いて行った。投射角度は 15° (斜投射 FPP) および 90° (一般的な FPP) とで比較を行った。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 または 0.5MPa 、ノズルと被加工面との距離を

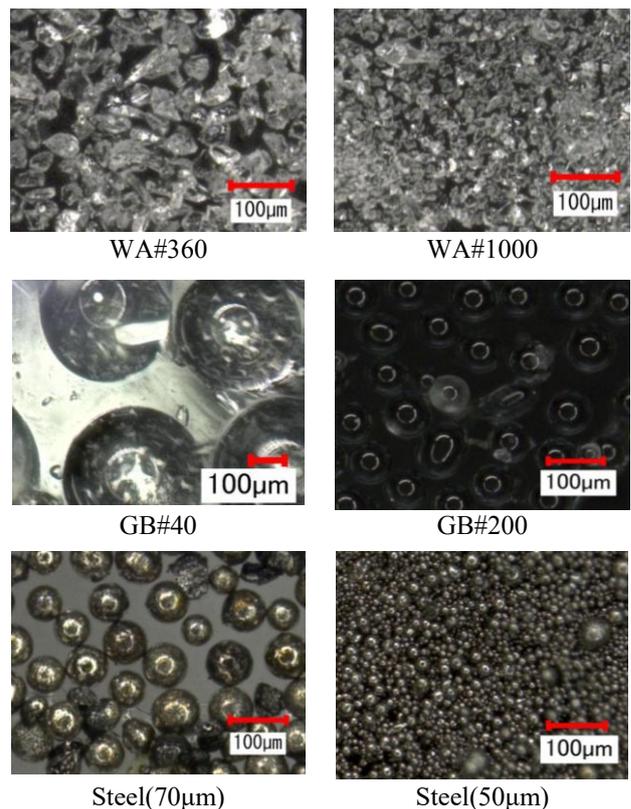
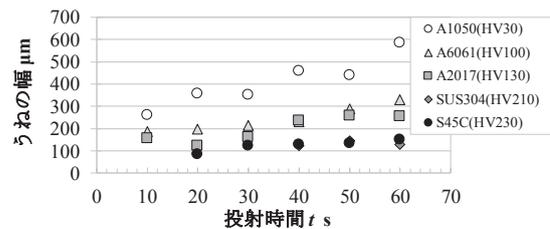
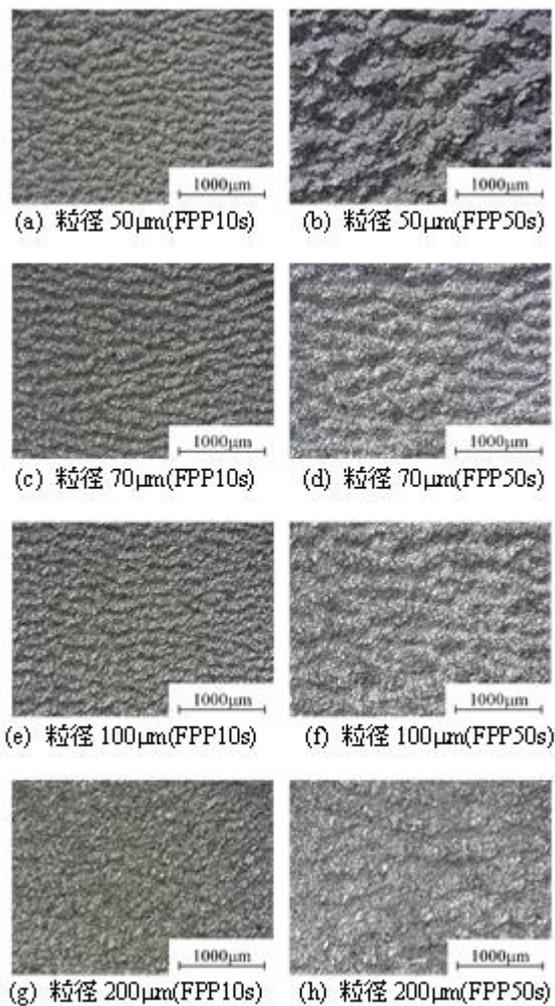


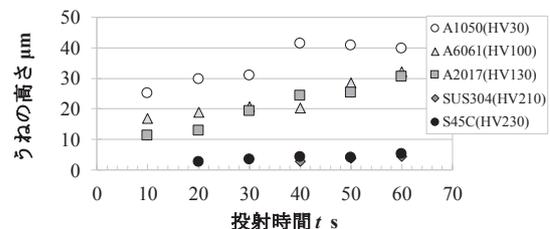
図7 斜投射 FPP 実験に用いた投射材の光学顕微鏡写真

30mm とし、投射時間を系統的に変化させた。斜投射 FPP を施した後、試験片表面に形成されたうね状構造について、光学顕微鏡観察とうねのピッチ、高さの評価を行った。なお、ピッチ、高さは、触針式粗さ計より得た断面曲線より計測している。

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 8⁹⁾に、粒径が異なる鋼粒子を用いて斜投射 FPP (投射圧力 0.65MPa) 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。光学顕微鏡観察結果において、粒子の流れは図の上から下に向いている。概ねいずれの条件とも、粒子の流れと直交する向きのうね状微細構造が観察された。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。うね状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



(a) うねのピッチ



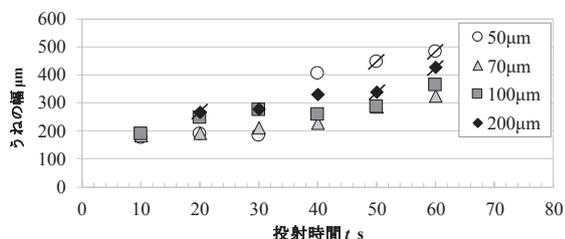
(b) うねの高さ

図9 材料ごとの微細周期構造の寸法の比較⁶⁾

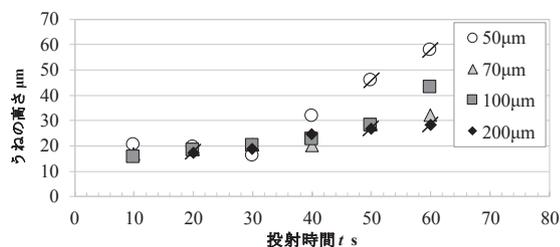
図9⁶⁾は、種々の材質の被処理材に対し、粒径70 μm の鋼粒子を用いて斜投射FPP(投射圧力0.65MPa)を行った結果である。S45Cやステンレス鋼においても、斜投射FPPによるうね状構造の形成が認められた。結果は示していないが、純鉄や純チタンの表面にも、うね状構造の形成は可能であった。ただし、これらの材料では、アルミ材と比べて硬さが比較的高いことから、形成されたうねの寸法は図8に示したA6061アルミ合金のそれと比べて小さかった。照射時間の増加とともにうねが大きく成長するという傾向は、これらの材料でも同様に認められた。

次に、種々の照射粒子を用いてA6061材に対して斜投射FPP(投射圧力0.5MPa)を行い、形成されたうね状構造を観察した。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10に示す。また、これらのうねのピッチ、高さを計測した結果を図11に整理して示す。まず、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、ピッチがおおよそ50 μm 、高さがおおよそ7 μm の周期構造を得ることができた。この寸法は、WA#1000粒子と粒径が同程度と判断される鋼粒子(50 μm)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10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照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



(i) うねのピッチ



(j) うねの高さ

図8 微細周期構造の形成に及ぼす粒子径の影響⁶⁾

例えば、10sにおける50 μm と100 μm との比較や、40sにおける50 μm と200 μm の比較)。つまり、照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。

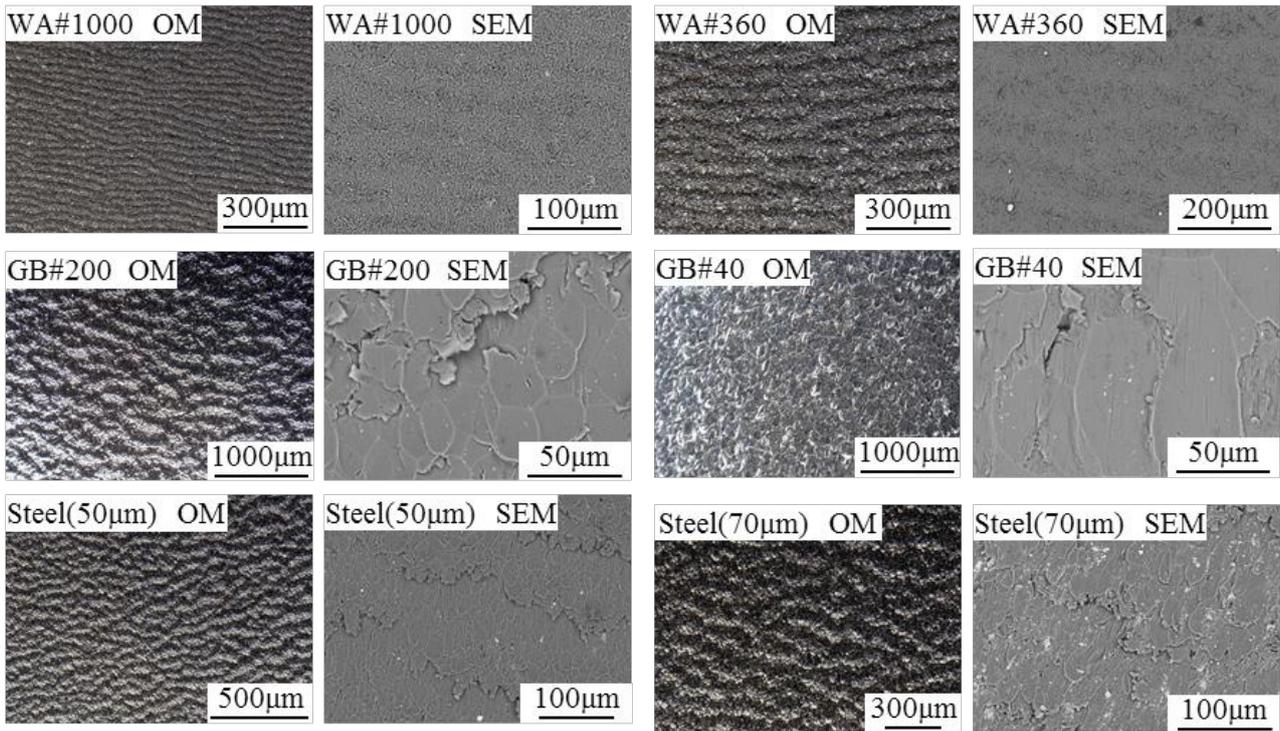


図10 種々の粒子を投射材に用いた斜投射FPPにより形成されたうね状構造の光学顕微鏡観察結果(OM)および走査型電子顕微鏡観察結果(SEM)

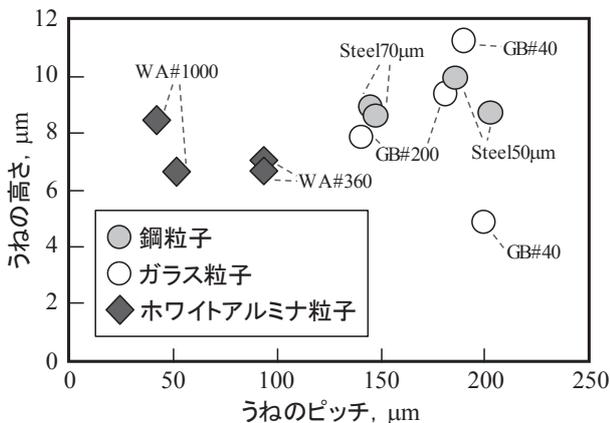


図11 うね状構造のピッチと高さの計測結果

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、ガラス粒子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7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。

以上の結果より、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が

明らかとなった。また、斜投射 FPP に用いる投射材の選定に応じて、うねの寸法、ひいてはうねの表面性状も変化することが見出された。

3.3 うね状構造を有する表面の濡れ性

前節で作製した試験片の一部に対して、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12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2µl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。

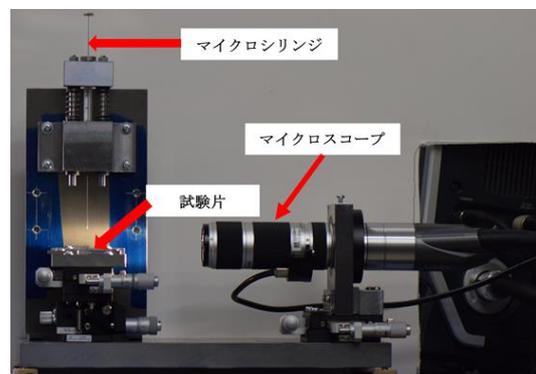
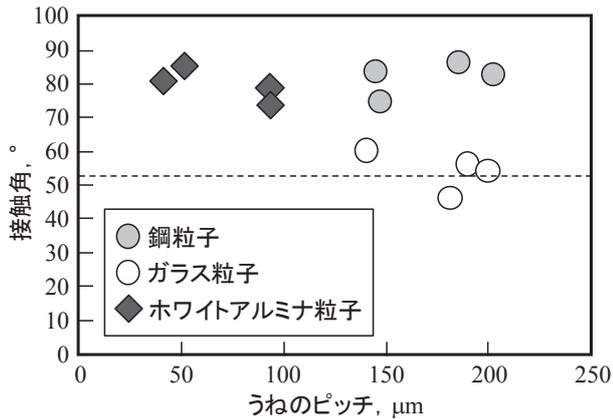
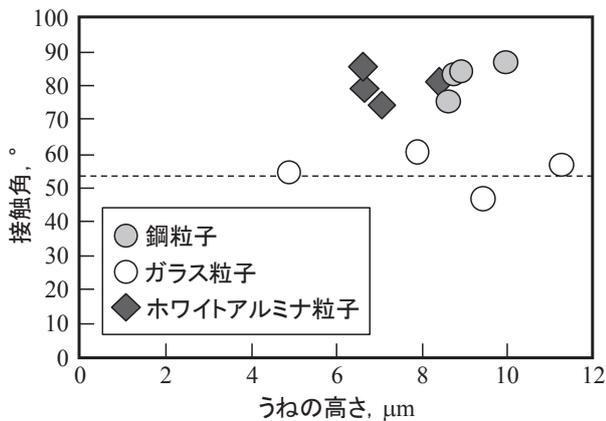


図12 濡れ性試験機外観

図13は図10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る。図中の破線は、研磨面で測定され



(a) うねのピッチと接触角の関係



(b) うねの高さと接触角の関係

図13 種々の粒子を投射材に用いた斜投射FPPにより形成されたうね状構造の純水に対する接触角

た接触角を示している。同図より、接触角はうねピッチ、うね高さのいずれとの間にも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ように判断された。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、より疎水性に近い性質を示したものと判断できる。

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。比較のため、一般的なFPP（投射角度90°、鋼粒子70μm）で作製された粗面における接触角を測定したところ、およそ80°であった。その値は、図13に示した鋼粒子斜投射FPP処理面でのそれと概ね同等であった。

斜投射FPP処理面が示す濡れ性は、うね状の周期構造

の存在よりもむしろ、図10で述べたような、階層的なテクスチャ、すなわちうね構造の表面へ重畳した微細な凹凸の有無によって決定付けられていた可能性があると考えられる。粗面における濡れ性を記述するモデルとして、Cassie-Baxterの理論⁷⁾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モデルに従っていた、すなわち、極めて微細な凹部が、液滴接置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。

4. まとめ

本論文では、FPPを利用した表面改質の特徴について概観した後に、斜投射FPPを利用したテクスチャリング加工とそれによって表面の濡れ性制御を図った研究について述べた。斜投射FPPにおけるうね状構造形成は、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生じる現象であること、形成される構造の寸法は、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ことを明らかにした。なかでも例えば、微細なホワイトアルミナ粒子を投射した場合には、とくに寸法の小さな（高さ一桁μmオーダー）うね状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。

濡れ性の制御に関しては、うね状構造の存在そのものよりも、その表面に重畳して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た。すなわち、表面にごく微細な凹部が重畳していることで、その表面の親水性は低下（寄り疎水性に近づく）する可能性を見出した。このような表面は、表面に微細な凹凸を有する粒子やグリット形状の粒子を用いた場合に作製することが可能である。以上より、斜投射FPPによって表面の濡れ性を制御する上で、条件選定や作製すべき微細構造の設計を行うに当たっての指針となる知見を得ることができた。

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, Annals of the CIRP, 64, 1 (2015) 549-552.

- 2) 亀山雄高, 春日博, 加藤照子, 大森整 ; 斜投射微粒子ピーニング(Angled-FPP)による周期的微細構造の形成と摺動部材への適用の可能性, 潤滑経済, 620 (2016) 7-13
- 3) 理化学研究所プレスリリース, 凹みと平坦部を周期的にもった表面を機械的に形成 - 凹みの方向性と平坦面の割合も調整可能な加工法開発 -, 2015 年 8 月 21 日, http://www.riken.jp/pr/press/2015/20150821_1/
- 4) Y. Kameyama, K. Nishimura, H. Sato, R. Shimpo, Effect of fine particle peening using carbon-black/steel hybridized particles on tribological properties of stainless steel, Tribology International, 78 (2014) 115-124.
- 5) Y. Kameyama, J. Komotori J, Effect of Micro Ploughing during Fine Particle Peening Process on the Microstructure of Metallic Materials, Journal of Materials Processing Technology 209, 20 (2009) 6146-6155.
- 6) 伊藤佑介, 亀山雄高, 佐藤秀明, 眞保良吉, 大森整 ; 斜投射微粒子ピーニングによる微細周期構造の形成およびその大面積化, 砥粒加工学会誌, 61, 5 (2017) 263-268
- 7) A.B.D.Cassie, S.Baxter, Wettability of porous surfaces, Trans. Faraday Soc., 40 (1944) 546-551.