

# ホウ素イオン注入処理を施した SUS304のトライボロジ特性

## *The Tribological Properties of Boron-ion-implanted SUS304*

久野 正人\*      三浦 健一\*      石神 逸男\*  
*Masato Kuno      Ken'ichi Miura      Itsuo Ishigami*

出水 敬\*\*\*      綱沢 栄二\*\*\*  
*Kei Demizu      Eiji Tsunasawa*

Experiments using SUS304 as well as boron-ion-implanted SUS304 were performed with a self-manufactured reciprocating type tribology testing apparatus. The tribology tests were carried out under unlubricated conditions in air at room temperature. Compared with the unimplanted SUS304, the hardness of the boron-ion-implanted SUS304 increased. No iron borides were, however, identified in the boron-ion-implanted SUS304. From the experimental results, some tribological improvements were obtained by the boron ion implantation treatment into SUS304. This could be related to stress induced martensitic transformation during the ion implanting process and microscopic strain due to the boron ion implantation.

### 1. 緒 言

構造材料における摩耗損傷対策は昨今の重要な課題の1つである。そして、使用環境や条件が従来よりも一層過酷化している中で、摩耗による被害は今後さらに増大すると考えられる。したがって、耐摩耗性の高い材料の開発や、耐摩耗性向上を目的とした表面改質技術に関する研究は間断なく進められているのが現状である。

本研究では、無潤滑条件下室温大気中で自製の往復摺動型摩擦摩耗試験機を用いて、SUS304についてトライボロジ（摩擦摩耗）特性の評価を行った。SUS304は不銹性および展延性に優れたオーステナイト系ステンレス鋼の1つであり広く工業材料として用いられている。しかし、それが無潤滑条件下の摺動部に用いられた場合には、一般に「かじり」や「焼付き」と称される凝着が容易に発生する短所を持っている。

筆者らはこの点についての対策としてイオン注入処理に着目した。イオン注入処理はPVD（物理的気相蒸着法）

やCVD（化学的気相蒸着法）のように材料表面に異質組成の皮膜を被覆する処理ではなく、材料の極表面にある種のイオンを強制的に注入して、材料の表面層のみを改質させる特殊な表面改質処理技術である。例えば、大きな摩擦力を受ける機械部品にPVDやCVDによって処理された材料を用いる際には、機械稼動中の摩耗損傷による皮膜剥離の危険性が必ず含まれている。しかし、イオン注入処理材には皮膜自体が存在しないので、その危険性がまったくなくトライボロジの観点では優れた特性をもっている。したがって、材料のトライボロジ特性を向上させる表面改質処理技術として、イオン注入処理法は非常に高い評価を得ている。

本研究では、侵入型原子であり、イオン注入処理も容易に行うことができるホウ素を注入イオンに選んだ。鉄ホウ化物 $Fe_2B$ は非常に硬く摩擦係数も低い値を示す物質として、トライボロジ的観点からは非常に有望視されている。したがって、材料表面層自体の改質技術であるイオン注入処理を用いて、鉄鋼材料にホウ素イオンを強制的に注入することにより、その材料の極表面層での $Fe_2B$ 生成が期待できるわけである。

上述の理由で今回は、SUS304へのホウ素イオン注入処理を試みるに至った。本研究では、ホウ素イオン注入処

\* 材料技術部 表面機能研究室  
 \*\* 評価技術部 機能評価研究室  
 \*\*\* 材料技術部

理を施したSUS304と未注入材SUS304との比較試験を通してトライボロジ特性の評価を行ったので以下に報告する。

## 2. 実験方法

### (1) 摩擦摩耗試験方法

本研究に用いた往復摺動型摩擦摩耗試験機の概略図を図1に示した。実験では、上部球状試験片に市販のφ10mm玉軸受用鋼球（軸受鋼SUJ2とSUS304）を試験片として供し、下部試験片にはホウ素イオン注入材SUS304と未注入材SUS304の平板状試験片を用いて点接触の組合せにした。このような点接触状態にすることによって、試験片同士の接触の際に生じやすい「片当たり」の問題を避けることができる。

この試験機では下部試験片側が駆動系、上部試験片側が測定系となっている。上部試験片側は直線軸受によって浮動支持されており、摺動方向に自由に運動することができる。試験中の両試験片間に生ずる接線力（摩擦力）は、上部試験片の支持アームを介して直線軸受に装着したロードセルに伝えられ電圧に変換される（ロードセルの測定範囲は±20N以下）。そして、ロードセルの電圧出力は、動ひずみ計とA/D変換器を介してパーソナル・コンピュータに入力され摩擦係数が算出される。なお、この試験機は上部試験片側（測定系）を支持する直線軸受の摩擦抵抗を考慮に入れても、±9.8×10<sup>-3</sup>N以下の接線力（摩擦力）測定が可能である。

垂直接触荷重は図1に示した通り、上部試験片支持アームの支点から上部試験片までの距離の1/3の位置に設けた重錘ホルダーに所定の重錘を置くことによって負荷する。最大負荷値は、両試験片間に働く摩擦係数と垂直接触荷重値との積（接線力）がロードセルの最大許容量を越えない程度と規定されるので、両試験片の材料組合せや潤滑条件によって異なる。しかし、通常の無潤滑条件下での鋼対鋼の接触の場合、摩擦係数は大体1.0程度以下を示すので20Nまでの垂直荷重の負荷が可能である。摺動滑り振幅量は、駆動モーターに装着されたカムの偏心量によって調整できる。すなわち、カム偏心量の2倍の値が摺動中の滑り振幅量に相当するわけである。本研究では摺動滑り振幅を10mmとした。摺動滑り振動数はモーターの回転数で調整できる。なお、この試験機の固有振動数を算出した結果11.1Hzと得られた。したがって、1Hzと2Hzの摺動滑り振動数を用いた本研究の試験条件では実験装置自体の共振による影響は無視できる。

試験中の摩擦係数の算出は次のような方法で行った。まず、ロードセルで測定された接線力を一定時間（本研究の場合、2.3秒間）サンプリングして、パーソナル・コンピュータに入力する。試験片は往復摺動を繰り返すので方向成分が+側と-側に分けられ、接線力は図2のごとく+側と-側に交互に現れる。次にサンプリングデータのうち+側から-側、あるいは、-側から+側に移行する時間（摺動の折り返し中）のデータを除く。続いて、+側でサンプリングした接線力と、-側でサンプリングし

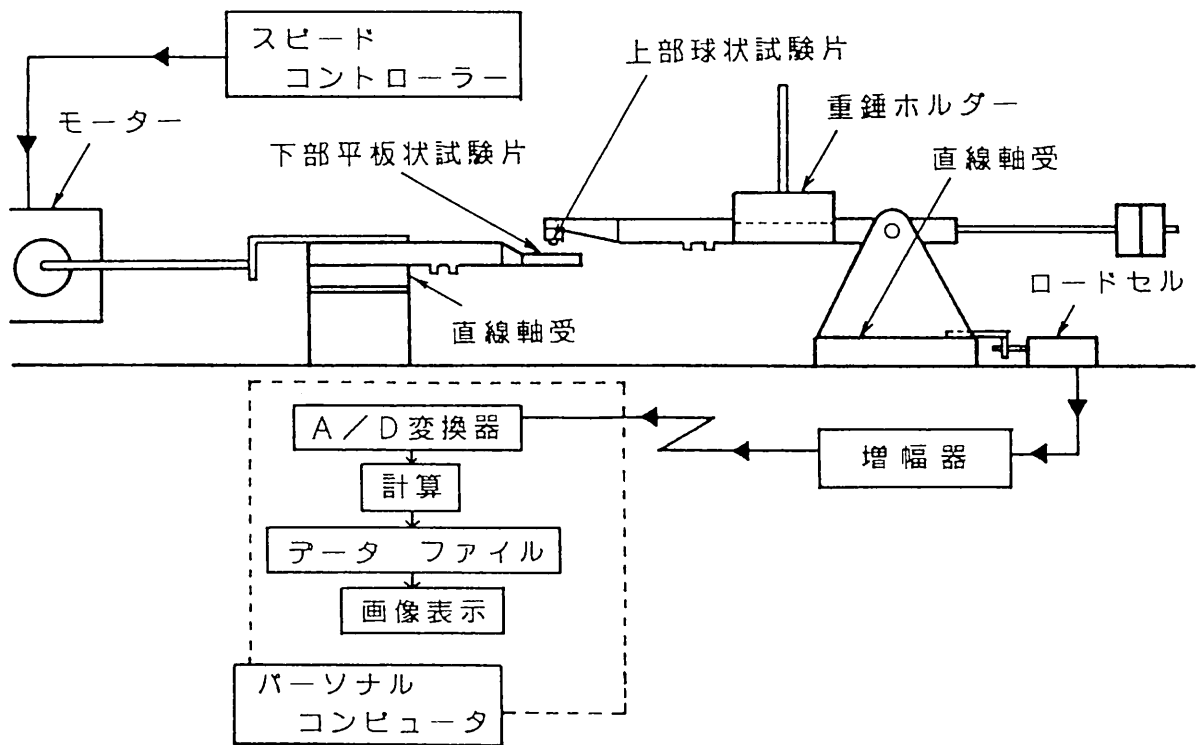


図1 往復摺動型摩擦摩耗試験機の模式図

Schematic diagram of the reciprocating type tribology testing apparatus

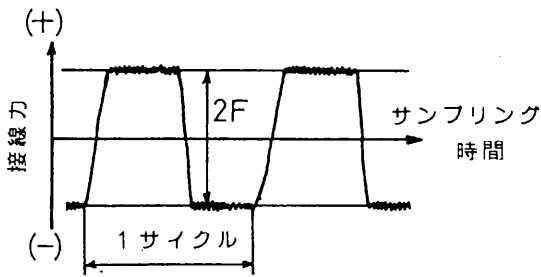


図2 コンピュータによる計算処理過程でのデータ採取時間と接線力との関係

Relationship between the sampling time and the tangential force

た接線力の平均値を各々算出し、+側と-側の各々の接線力を求める。これより、+側と-側の接線力の差 $2F$ が得られ、垂直接触荷重が $N$ のときの摩擦係数 $\mu$ が式(1)によって算出される。

$$\mu = \frac{1}{2} \times \frac{2F}{N} \quad (1)$$

この接線力測定は、最大測定時間を200等分した時間の間隔(例えば、1時間の摩擦摩耗試験の場合は18秒間隔)ごとにデータのサンプリングを行って摩擦係数を算出するようにした。これにより、リアルタイムに摩擦係数の変化をモニター画面に表示させ、試験中の接線力や摩擦係数の変化はデータ・ファイルとしてフロッピー・ディスクに保存することができる。

## (2) イオン注入処理法

表1に今回用いたイオン注入処理条件を示した。試験片のSUS304はラッピング仕上げで、表面は中心線平均あらし $Ra=0.003\mu\text{m}$ 以下に仕上げられた状態でイオン注入処理を施した。注入イオン種はホウ素に限定して、イオン注入エネルギーを200keVとし、ホウ素イオンの注入量を $1.5 \times 10^{17} \text{ions/cm}^2$ とした。母材に注入されるイオンの

表1 イオン注入処理条件

The conditions of ion implantation

	イオン	エネルギー	注 入 量
SUS304	ホウ素	200keV	$1.5 \times 10^{17} \text{ions/cm}^2$

深さは、注入エネルギーの増加にともなって深くなる。そこで、このイオン注入処理材SUS304について表面から深さ方向へのホウ素濃度分布を調べるために2次イオン質量分析(SIMS)を行った。その結果、図3に示したようにホウ素の最大濃度は表面下 $0.28\mu\text{m}$ の位置に現れることが認められた。

## 3. 試験結果および考察

### (1) 未注入材SUS304の摩擦摩耗特性

前述の試験機を用いてSUS304の摩擦摩耗試験を行っ

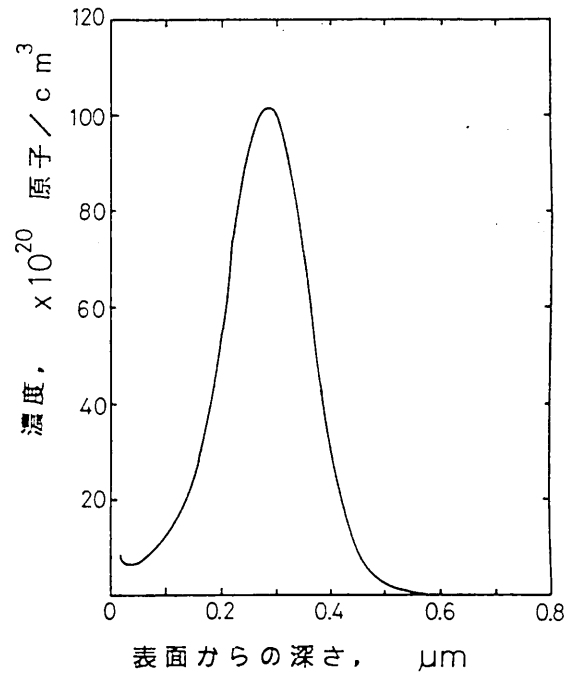


図3 イオン注入材SUS304表面下のホウ素の分布状態  
The distribution of the ion-implanted boron in SUS304

た。なお、以下の未注入材についても注入材と同様に試料表面の中心線平均あらしは $Ra=0.003\mu\text{m}$ 以下に仕上げられたものである。また、摩擦摩耗試験開始前には必ず上下部試験片ともアセトンによって洗浄を施し試験に備えた。

表2 トライボロジ試験条件  
The tribology test conditions

上部球状試験片	$\phi 10\text{mm}$ SUJ2, $\phi 10\text{mm}$ SUS304
下部平板状試験片	SUS304未注入材 HV275 (荷重 0.0294N)
	SUS304注入材 HV360 (荷重 0.0294N)
摺動滑り振幅	10mm
摺動滑り振動数	1 Hz, 2 Hz
垂直荷重	0.98N, 4.9N
最大摺動回数	7200サイクル
潤滑条件	無潤滑環境下
試験温度	室温
試験雰囲気	大気中

表2の条件で摩擦摩耗試験を行った。図4(a)と(b)には、上部球状試験片をSUS304とSUJ2の二種類に変えて垂直接触荷重が0.98Nの場合と4.9Nの場合での摩擦係数の変化を示した。また、図5には、両試験条件下での7200サイクルの摩擦摩耗試験終了後における摩耗痕のプロファイルを示した。なお、このプロファイルは下部平板状試験片のSUS304に現れた長方形の摩耗痕

の長軸（摺動）方向の中央部を、触針式表面あらさ計で短軸方向に測定したものである。

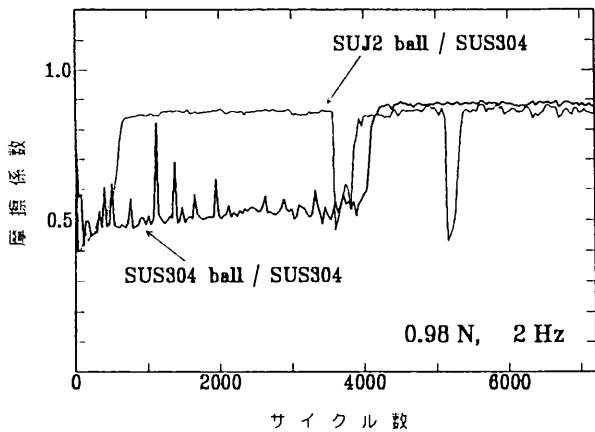


図4(a) 垂直荷重が0.98NのときのSUJ2球/未注入材SUS304とSUS304球/未注入材SUS304の組合せでの摩擦係数の変化

Variation of the coefficients of friction of both SUJ2 ball and SUS304 ball / unimplanted SUS304 combinations under a normal load of 0.98N

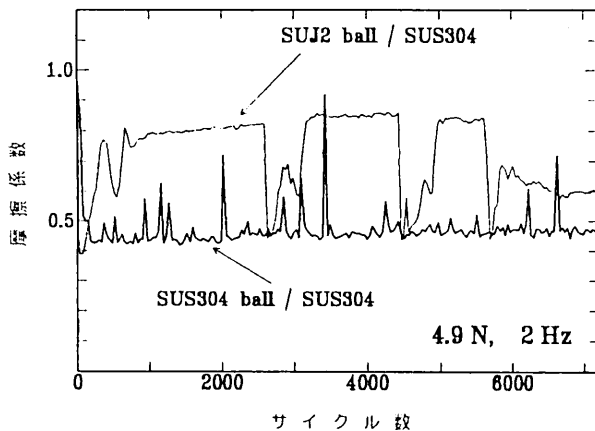


図4(b) 垂直荷重が4.9NのときのSUJ2球/未注入材SUS304とSUS304球/未注入材SUS304の組合せでの摩擦係数の変化

Variation of the coefficients of friction of both SUJ2 ball and SUS304 ball / unimplanted SUS304 combinations under a normal load of 4.9N

図4および図5のように、摩擦条件が同一であっても、摩擦相手材（上部球状試験片）がSUJ2鋼球からSUS304鋼球に変化するだけで、摩擦係数や摩耗痕の形状に大きな相違が現れた。しかし、摩擦係数は、どちらの鋼球を用いても、定常状態で推移するものの、一時的に上昇したり、または、下降したりする現象がみられる。また、急激に摩擦係数が上昇して、そのまま定常状態に至るなどの複雑な挙動を示す現象もある。したがって、試験片の組合せが変化しても、これらの挙動においては類似性が認められる。一方、摩耗痕に関しては、垂直接触荷重や摩擦速度が同一であっても、SUJ2鋼球を用いた場合に

はSUS304平板状試験片上に現れた損傷は深さ方向に進展するが、SUS304鋼球を用いた場合には幅方向に進展することが図5から認められる。以上のような複雑な摩擦挙

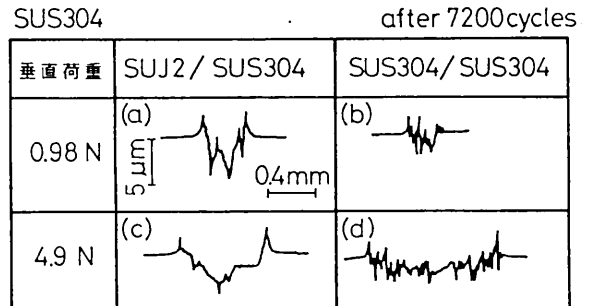


図5 下部平板状試験片未注入材SUS304に現れた摩耗痕中央部のプロファイル

Surface profiles of the wear scars on the unimplanted SUS304 lower flat specimens

動や摩耗形態を示す要因としては接触面介在物による影響が考えられ、それについてはGodet<sup>(1)</sup>やIwabuchiら<sup>(2)-(4)</sup>が提唱する“Third body approach”によって説明できる。この“Third body”とは接触するふたつの物体間に存在する接触面介在物（第3の物体）のことで、今回の場合は摩耗粉を意味する。すなわち、摩耗過程において、摩耗粉が生成し凝集して、ち密化されながら堆積層を形成することにより、これが接触界面で1つの物体らしき様相を示すという理論に基づいた考察法である。たとえば、この摩耗粉の集合体が接触2固体（上部試験片および下部試験片）間の直接的な金属接触を妨げる作用をするためには、接触する2つの固体間に働く接触荷重を支える強さが必要である。この強さの大小は主に、摩耗粉の凝集の度合や、ち密化された摩耗粉のサイズや硬さ、そして、堆積層の厚み等の因子に依存する。図6のように、一定の垂直接触荷重条件下で同じ試験片の組合せであっても摺動滑り振動数が1 Hzから2 Hzに変化するだけで、このように異なる結果が現れる。図6には、摺動滑り振動数が与える摩耗粉の挙動への影響が明らかに示されている。同様に、垂直接触荷重が0.98Nから4.9Nに変化するだけでも摩擦特性がかなり異なることが図4(a)と(b)の比較からわかる。

図4(a)のSUJ2球/SUS304平板での3600や5000サイクルあたりで見られる摩擦係数の急激な減少や、図4(b)での2700や4500, 5800サイクル近傍での同様の現象は、接触2物体間に摩耗粉が堆積し、それが転がりベアリングのような挙動を示したためであろう。また、垂直接触荷重が4.8Nの場合と比較すると、0.98Nの場合には、摺動滑り振動数が10mmの比較的大きな振幅条件と小さな接触荷重とがあいまって、生成された摩耗粉が接触部分から容易に排出されたと考えられる。そして、接触2

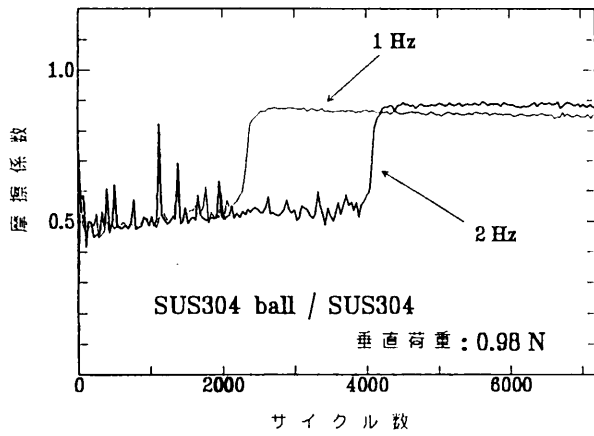


図6 摺動滑り振動数が1 Hzと2 HzのときのSUS304球/未注入材SUS304の組合せで現れた摩擦係数の変化  
Variation of the coefficients of friction of a SUS304 ball/unimplanted SUS304 combination under reciprocating slip amplitudes of 1Hz and 2Hz

物体間では、常に直接的な金属接触が支配的に生じて、図4 (a)のように高い摩擦係数が全般にわたって現れたと考察できる。次に、垂直接触荷重が4.9Nの場合では、接触部に比較的大きな垂直荷重が負荷されるために生成された摩耗粉は容易には排出されず、その摩耗損傷部の中に堆積したと考えられる。これが接触2物体間の直接的な金属接触を妨げ、図4 (b)に示した5800サイクル以降の低摩擦係数の原因となったのであろう。図5 (a)と(c)のように、垂直接触荷重が0.98Nと4.9Nに変化しても摩耗損傷深さに大きな差が現れないのは、接触部分での摩耗粉の保護によって摩耗深さを拡大させるような損傷には至らなかったと考えられる。

一方、SUS304同士の組合せの場合は、摩耗幅を拡大させるような摩耗挙動を示す傾向にある。これは著者のひとり<sup>(5)</sup>やPendlebury<sup>(6)</sup>がフレッチング摩耗に関する研究でも報告しているように、比較的高サイクルの摺動中であっても摩耗粉が接触部から排出されて、接触部分の外周部に直接的な金属接触が優先的に起こりやすくなり、高い摩擦係数を示すことが認められている。このように、生成された摩耗粉が接触部から活発に排出される条件下では、接触部分の外周での直接的な金属接触が放射状に拡大して行くので図5 (d)のような摩耗損傷の形状に至ると考察されている<sup>(5)-(6)</sup>。

(2) 注入材SUS304の摩擦摩耗特性

図7に注入材SUS304と未注入材SUS304の摩擦係数の変化を示した。なお、この摩擦摩耗試験での上部球状試験片にはφ10mmSUJ2鋼球を用いた。また、図8には、この摩擦摩耗試験後に得られた下部平板状試験片上の摩耗痕のプロファイルを示した。注入材SUS304の平板状試験片に現れた摩耗痕は、未注入材のそれに比べて軽微な損傷しか呈していないことが認められる。

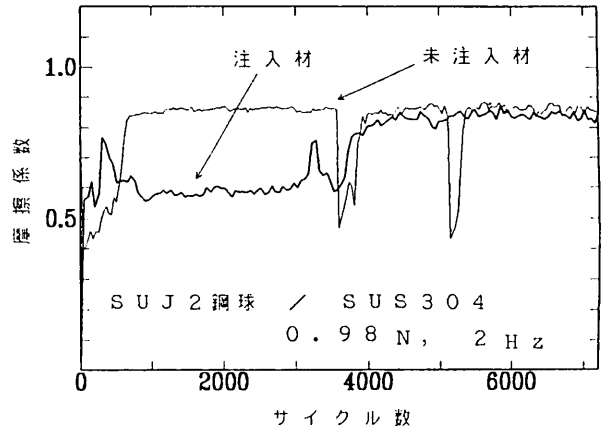


図7 垂直荷重が0.98NのときのSUJ2球/未注入材SUS304とSUJ2球/ホウ素イオン注入処理材SUS304の組合せでの摩擦係数の変化  
Variation of the coefficients of friction of both SUJ2 ball/unimplanted SUS304 and boron-ion-implanted SUS304 combinations under a normal load of 0.98N

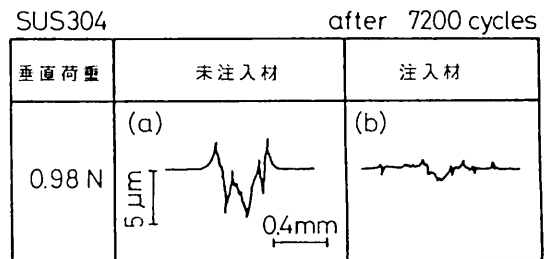


図8 下部平板状試験片SUS304に現れた摩耗痕中央部のプロファイル

Surface profiles of the wear scars on the unimplanted SUS304 and boron-ion-implanted SUS304 lower flat specimens

この注入材SUS304の表面層を視斜角入射X線回折法(薄膜X線回折法)で分析した結果を図9に示した。測定では、CuKαとCoKαの二種類の特性X線を用いた。また、X線浸透深さをできる限り浅くするためにX線入射角度を1°に設定し、X線有効浸透深さをX線回折強度が試料全体による回折強度の99%となる深さと定義して算出した<sup>(7)</sup>。その結果、SUS304へのX線有効浸透深さはCuKαを用いた場合では0.33μm、CoKαのときには1.77μmと得られた。図9 (a)にはCuKαでのX線回折強度曲線を、(b)にはCoKαでのそれを示した。両結果より、ホウ素イオン注入処理によるSUS304表面層でのホウ化物生成は認められなかった。一方、この2つのX線回折強度曲線より、オーステナイト(γ)と、マルテンサイト(α')の2相の存在が確認できた。本試験片は試料準備過程での加工において、表面層は幾分か加工ひずみを受けて応力誘起マルテンサイトが形成されているものの、表2に示したイオン注入処理後のSUS304に見られる表面

層硬化から判断すると、注入のために加速されたホウ素イオンがSUS304の表面層を衝撃することによって生成した応力誘起マルテンサイト変態に起因するものと考えられる。図9では $\alpha'$ と $\gamma$ との間の強度比に相違が現れた。

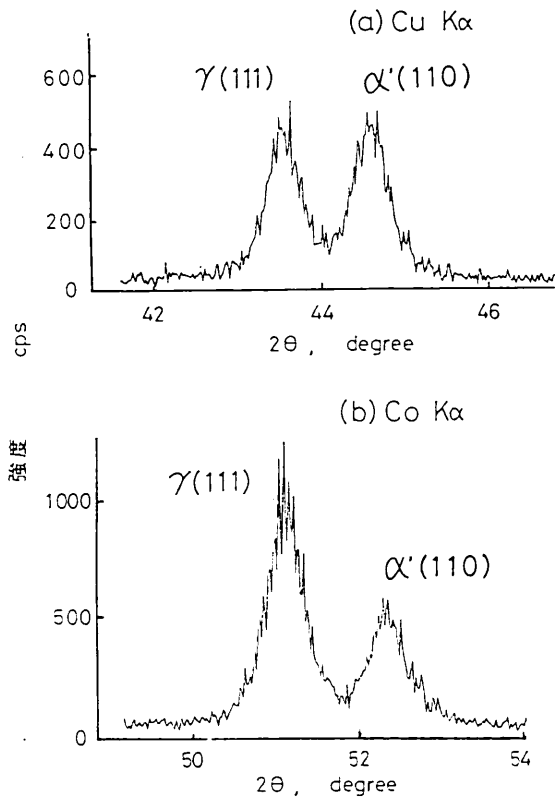


図9 ホウ素イオン注入処理を施したSUS304のX線回折強度曲線

(a) 特性X線 : CuK $\alpha$

入射角 : 1°

(b) 特性X線 : CoK $\alpha$

入射角 : 1°

Diffracted X ray intensity curves in boron-ion-implanted SUS304

(a) Characteristic X rays : CuK $\alpha$

incident angle : 1 degree

(b) Characteristic X rays : CoK $\alpha$

incident angle : 1 degree

すなわち、X線有効浸透深さが $0.33\mu\text{m}$ のCuK $\alpha$ では $\gamma$ の強度と $\alpha'$ の強度とがほぼ同程度であるのに、より深い位置である $1.77\mu\text{m}$ のX線有効浸透深さをもつCoK $\alpha$ では $\alpha'$ の強度が $\gamma$ の強度の約1/2を示した。この結果から、応力誘起マルテンサイトは表面下 $1.77\mu\text{m}$ よりも浅い位置の $0.33\mu\text{m}$ の方が多いことがわかる。したがって、ホウ素イオンの衝撃が最も厳しい試験片表面が最も大きな応力を受けるため、表面に近づくほど優先的にマルテンサイト変態が誘起されやすいと考えられる。また、このイオン注入処理により、侵入型原子であるホウ素がSUS304表面層の結晶格子に強制的に侵入することで格子歪みが生じ、微視的な圧縮残留応力が生成されることも考えられ

る。この微視的圧縮残留応力はホウ素濃度と相対関係を示し、図3の曲線に似た分布を示していると思われる。以上の点から、注入材SUS304表面層では摩擦摩耗中に次の挙動が起こると推察できる。すなわち、表面下ではイオン注入処理によって応力誘起マルテンサイト変態が起こり、また、摩擦摩耗中の応力誘起変態も加わって一層の微視的体積膨張が生じる。それにより、硬化と圧縮残留応力を伴う表面層が生成され、摩擦摩耗試験中に生じた表面からのき裂の進展が阻止される。また、より浅い表面下( $0.28\mu\text{m}$ 付近)では、上述の格子歪みによる圧縮残留応力も付加された表面層が生成されるので、き裂の進展は表面から深さを増す方向には進展しがたくなり、図8(b)のような深さ方向に進展し難い摩耗損傷に至ると考えられる。

#### 4. 結 言

SUS304のトライボロジ特性を向上させる目的でホウ素イオン注入処理を施した。自製の往復摺動型摩擦摩耗試験機を用いての室温大気中無潤滑条件下での摩擦摩耗特性評価結果を要約すると以下の通りである。

(1) SUJ2鋼球対未注入材SUS304平板の組合せでは、接触荷重の増加にともない、未注入材SUS304に現れる摩耗損傷は深さ方向に進展する傾向にある。一方、未注入材SUS304同士の場合には、両試験片の接触部分を拡大させる方向に優先的に摩耗が進展することが認められた。

(2) ホウ素イオン注入によりSUS304は、30%以上も硬化した。この硬化現象は、イオン注入処理過程での応力誘起変態に起因することが認められた。摩擦摩耗試験結果でも、未注入材に比べて軽微な摩耗損傷を示したことなどから、ホウ素イオン注入処理によりSUS304のトライボロジ特性が改善することが確認できた。

#### 参 考 文 献

- 1) Godet, M. Wear. 100, 437 (1984)
- 2) Iwabuchi, A., Hori, K., Sugawara, Y. Wear. 125, 67 (1988)
- 3) Iwabuchi, A., Hori, K., Kubosawa, H. Wear. 128, 123 (1988)
- 4) 岩瀬 明, トライボロジスト, 35 (6), 386 (1990)
- 5) Kuno, M., Waterhouse, R.B. Proceeding of the 5th International Congress on Tribology (EuroTrib '89), Vol.3, Helsinki, 1989, p.30.
- 6) Pendlebury, R.E. Proceeding of International Conference, IMechE, London, 1987, p.267.
- 7) Cullity, B.D. (松村源太郎訳). "新版カリティX線回折要論". 東京, アグネ, 1991. p.266.