

(様式第4号)

## 摩擦面に形成される反応膜の XANES 分析 XANES analysis of tribo-film formed on friction surface

田中 宏昌<sup>1)</sup>, 大津 健史<sup>2)</sup>  
Hiroyoshi Tanaka and Takefumi Otsu

1) 九州大学大学院 工学研究院機械工学部門, 2) 九州大学大学院 工学府機械科学専攻  
1)Kysushu University, 2)Graduate School of Kyushu University

### 1. 概要

ビームライン 12 にて、摩擦面に形成された反応膜(酸化膜, 水酸化膜等)に対して、軟 X 線吸収微細構造分析(XANES)を行い、その膜の化学状態、構造を解析した。その結果、空気中で実験した後の摩擦面には、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$  を主とする酸化膜が形成されていたことが分かった。

#### (English)

Chemical reaction films formed on friction surfaces were analyzed by XANES at BL12 in order to understand chemical composition and structure of the film. XANES analysis results suggest that chemical reaction film on friction area tested in air is composed by  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ .

### 2. 背景と研究目的

現在、機械、および、そのシステムの中では、2つの面が接触し摩擦する部分が多く存在しており、この摩擦部分が動力の伝達、締結等の重要な役割を果たしている。その一方で、摩擦部分は、材料表面の損傷や破壊を引き起こすため、機械、および、そのシステムの動作の不具合を引き起こす原因になっている。また、摩擦によるエネルギー損失も大きな問題となる。従って、摩擦の不必要な部分では、摩擦低減効果をもつ潤滑膜などを形成することが必要である。

空気中で、鉄鋼材料を摩擦させると、空気中の酸素や水分が関与した反応膜が摩擦面に形成され、摩擦係数を低下させる。しかし、その膜の詳細な構造、膜の形成過程(化学反応)は、十分に分かっておらず、また、その膜のもつ機械的特性(せん断強度、硬さなど)との関係も不明瞭である。

本研究の目的は、シンクロトロン光を利用した XANES 分析によって、空気中で摩擦した鉄の表面に形成される反応膜の化学結合状態を評価し、その膜の構造、および、摩擦面で起こった化学反応過程を検討することである。

### 3. 実験内容

#### 3-1. 試料

分析試料は、空気中で摩擦実験を行った炭素鋼(S45C, ビッカース硬さ:210)を使用した。摩擦実験の概要は、以下の通りであった。平板ディスク(分析試料)に、球(軸受鋼SUJ2, ビッカース硬さ:750)を押し当て、その後、球に往復の回転運動を加え、ディスクとの間で摩擦させた。押し当て荷重は、270-20Nの繰返し荷重を与えた。球の回転は、角度 $0.4^\circ$ 、繰返し周波数2.5Hzにて行った。また、実験時間は、約3時間であった。

図1に、摩擦実験後の摩擦面を示す。摩擦した領域に、黒く変色した反応膜の形成が確認される。

#### 3-2. 分析条件

本研究での分析条件を、以下に示す。

- ・ビームサイズ: 1.4mm×0.8mm,                      ・分析方法: 全電子収量法
- ・エネルギー範囲: FeのL吸収端 (706-844.6eV), OのK吸収端 (543.1eV)



Fig.1 Contact area after test

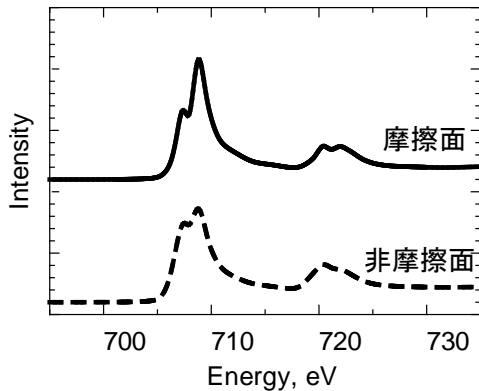


Fig.2 Spectrum of Fe edge for specimen

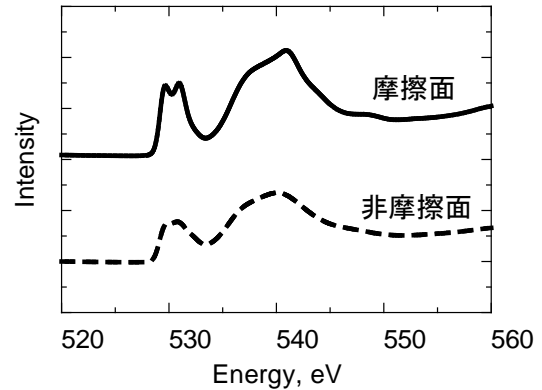


Fig.3 Spectrum of O edge for specimen

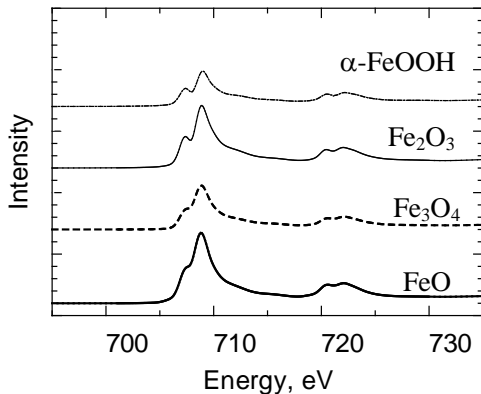


Fig.4 Spectrum of Fe edge for reference

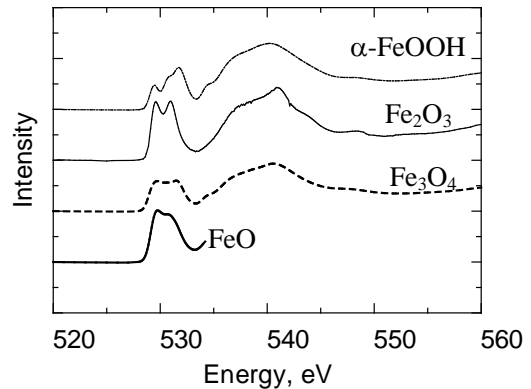


Fig.5 Spectrum of O edge for reference

#### 4. 実験結果と考察

図 2, 3 に、摩擦実験前後における XANES 分析結果を示す。図 2 は Fe の  $L_3$ ,  $L_2$  吸収端付近、図 3 は O の K 吸収端付近のエネルギースペクトルをそれぞれ示す。

図 2, 3 より、摩擦面と非摩擦面において、それぞれのスペクトルに違いが見られた。Fe 吸収端において、摩擦面のスペクトルは、 $L_3$  吸収端付近の 709eV の強度が高くなっており、また、 $L_2$  吸収端の 722eV 付近のピークが明確になっていた。O 吸収端において、摩擦面のスペクトルは、530eV 付近の 2 つのピーク、541eV のピークが明確であり、549eV 付近にもピークが見られた。

図 4, 5 に酸化鉄( $FeO$ ,  $Fe_3O_4$ ,  $Fe_2O_3$ )、オキシ水酸化鉄( $\alpha-FeOOH$ )の粉末の標準試料の Fe の吸収端、および、O の吸収端の分析結果をそれぞれ示す。なお、 $FeO$  の O の吸収端に関しては、分析の都合上、534eV 付近までのデータを示している。

図 4 との比較より、707-709eV において明確な 2 つのピークが見られる点から、摩擦面に形成された反応膜の Fe 吸収端スペクトルは、 $Fe_2O_3$  や  $\alpha-FeOOH$  のスペクトルと傾向が一致する。また、720-722eV のピークにおいても、その傾向は一致する。また、図 5 との比較より、530eV 付近に 2 つの明確なピークが見られる点などから、摩擦面に形成された反応膜の O 吸収端スペクトルは、 $Fe_2O_3$

のスペクトルと傾向が一致する。従って、それぞれのスペクトルの比較から、摩擦面には、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$  を主とした膜が存在していると考えられる。

これまでに、筆者らは、摩擦面に形成される反応膜が、酸素とともに水素を多く含んでいることを、ダイナミック SIMS による質量分析により確認している<sup>1)</sup>。今回の XANES 分析より、摩擦面には、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$  を主とした膜で構成されていることが明らかになった。従って、反応膜は、空気中の酸素や水分が関与し形成され、その構造は、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$  と微量の水酸化鉄の混在状態、あるいは、 $\text{Fe}_2\text{O}_3$  の中に水素が強くトラップされている状態などが推測される。

#### 5. 今後の課題

今回の XANES 分析により、反応膜の化学状態に関する情報が得られた。今後、透過型電子顕微鏡による反応膜の断面観察を行い、比較・検討を行いたい。また、ビームサイズに合った試料作成など、分析に配慮した実験の検討が必要であることも、今後の課題として考えたい。

#### 6. 論文発表状況・特許状況

現在までに、論文発表はないが、今後、検討したい。

#### 7. 参考文献

1) T. Otsu, H. Tanaka, K. Ohnishi, J. Sugimura, "Simple Experiments on Permeation of Hydrogen into Steel in Contact", Proceedings of World Tribology Congress 2009, pp.493, 2009