

《様式B》

研究テーマ 「 微粒子ピーニング処理を利用した撥水性から親水性まで制御可能な表面テクスチャリング技術の開発」

研究責任者 所属機関名 豊田工業大学

官職又は役職 助教

氏 名 南部紘一郎 メールアドレス knambu@toyota-ti.ac.jp

共同研究者 所属機関名

官職又は役職

氏 名

(平成 29 年度募集) 第 30 回 助成研究 完了報告書

上記様式記載後

1. 実施内容および成果ならびに今後予想される効果の概要 (1, 000 字程度)

本研究では微粒子ピーニング処理による材料表面のぬれ性を自由に制御可能な表面形状創成技術 (表面テクスチャリングプロセス) の構築を最終目標とし、微粒子ピーニングの処理条件と表面形状創成の関係およびぬれ性について明らかにすることを目的とした。対象材料をステンレス鋼 SUS304 として微粒子ピーニング処理を実施し、処理後の表面粗さと接触角測定から表面粗さが接触角におよぼす影響について検討した。6 種類の投射材で投射圧、投射時間を変化させ微粒子ピーニング処理を行い、表面粗さに注目して試験片表面における濡れ性の評価を行った。得られた結論を以下に述べる。

1. FPP 処理条件のうち投射圧、投射時間よりも投射材の機械的性質と形状の方が、表面の濡れ性に大きく影響を及ぼす。特にグリットと呼ばれる多角形の粒子を投射材として用いたときに元の表面よりも濡れ性が向上し、ビーズと呼ばれる球形の粒子を投射材として用いたときに濡れ性が悪くなる傾向がある。
2. ステンレス鋼 SUS304 に対して、鉄系で多角形の投射材 SG-20 を用いて高圧で処理を行うと、不働態膜に欠陥が生じることで腐食が引き起こされ、超親水表面が得られる場合がある。
3. 算術平均粗さ Ra と接触角には負の相関があり、Ra が大きいほど濡れ性は良くなり、小さいほど濡れ性が悪くなる傾向がある。
4. FPP 処理後の表面には投射材の残留と移着現象が生じており、表面の濡れ性にどのような影響を及ぼすのか、今後さらに分析を進める必要がある。これら 2 つの現象が表面の濡れ性を制御するための新たな技術の確立につながると考えられる。
5. Wenzel 理論と実験による測定値は一致しなかったため、粗さの増加以上に試験片表面の濡れ性に影響を及ぼす因子が存在することが示唆された

これらの研究成果から、表面粗さだけでなく微粒子ピーニング処理によって形成された表面残留物や化合物がぬれ性に対する影響因子であることが示唆された。微粒子ピーニング処理はさまざまな粒子を使用できることと、化合物や皮膜の形成を行うことができることから任意の撥水-親水性を有する表面を作成することが可能であると考えている。この技術はコーティングなど人体への影響が懸念される医療技術や食品技術への応用展開も可能であり、実用化の可能性は高いと考えている。今後特許出願の可能性もあると考えている。

2. 実施内容および成果の説明（A 4で、5 ページ以内）

1. 緒 言

環境問題の観点からさまざまな分野において、技術的な革新が急務の課題である。特に材料に関しては製造から利用、廃棄まで膨大なエネルギーを消費するため、高寿命化や高機能化、軽量化が求められている。様々な材料の中でも金属材料は自動車などの身の回りの製品をはじめ、社会インフラの骨格にも使用されており環境に及ぼす影響も大きい。重要な役割を果たす金属材料にとって、腐食や汚染などの現象は、金属の優れた特性を損なう原因となる。省資源・省エネルギー社会を実現するためにはこれらの現象を抑え、材料の持つ特性を最大限に活用することが求められている。

金属表面の腐食や汚染は材料の寿命を低下させる。その対策として、ステンレス鋼のように自身が耐食性を持つ材料の開発や、メッキなどによる保護膜の形成が施されてきたが、保護膜は一度剥離が起きてしまうと機能を保つことができない。そこで表面に微細構造を作り、濡れ性を意図的に付与することで耐食性・防汚性を高める研究が行われている。[1] 本研究は微粒子ピーニング処理を利用して、濡れ性を自由に制御可能な表面形状創成技術（表面テクスチャリング）の構築を行う。さらに処理条件と表面形状創成の関係及び材料表面の濡れ性について、定量的に評価することを目的とする。

2. 実験方法

2.1 試験片

試験片には、オーステナイト系ステンレス鋼 SUS304 を使用した。SUS304 の化学組成を表 1 に示す。試験片寸法は 10mm×10mm×1mm とした。微粒子ピーニング処理には 6 種の投射材を使用し、1 種の投射材につき投射圧、投射時間を 4 条件ずつ用いた。投射材は、ジルコンビーズ ZB-205 と ZB-120、アルミナグリット AG-220、スチールグリット SG-20、ステンレスビーズ SUB-300、ガラスビーズ GB-300 である。処理条件は表 2 に示す。

表 1 SUS304 の化学組成 (wt%)

C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr
0.08	1.00	2.00	0.045	0.030	10.50-8.00	20.00-18.00

表 2 微粒子ピーニング処理条件

投射圧(MPa)	投射時間(s)
0.2	5
	20
0.8	5
	20

2.2 接触角測定

濡れ性を評価するために 1 μ L の液滴を滴下し，その接触角を $\theta/2$ 法により測定した．微粒子ピーニング処理後には，蒸留水及びエタノールで各 30 分超音波洗浄を実施した．

2.3 表面粗さ測定

微粒子ピーニング処理を施した表面の形状評価を目的として，3D デジタルスコープと WinROOF を用いて表面粗さを測定した．

2.4 SEM-EDS 分析

処理後の試験片表面上に投射材の残留が予想されるため，投射材残留の有無を調査する目的で EDS 分析を行った．

3. 実験結果と考察

3.1 FPP 処理と接触角処理条件と接触角の測定結果を図.1 に示す．FPP 処理を行う前の表面の接触角は 81.2°であった．FPP 処理後の表面では SG-20 を用いた場合を除いて投射圧，投射時間と接触角の間には，明確な関係性は確認できない．しかし，投射材ごとに接触角が異なるため投射圧，投射時間よりも投射材の機械的性質と形状の方が，濡れ性に影響を及ぼすことが分かる．また，SG-20 を用いて，0.8MPa で処理した表面は超親水性を示しているが，超音波洗浄時に酸化物 Fe₂O₃ が生じていた．高圧処理によって不働態膜に欠陥が生じ，すき間腐食が生じたと考えられる．金属酸化物の固-液界面エネルギーは一般的にその金属よりも小さいため，理論的には濡れ性の低下，つまり疎水性を示す．しかし本研究においてはその逆の超親水性を示したので，界面エネルギーとは別に親水性を引き起こすメカニズムが存在する可能性を示唆している．

3.2 表面粗さと接触角

接触角と算術平均粗さ Ra の関係を図.2 に示す．図.2 より Ra と接触角の間には負の相関がみられる．Ra が 1 を超える表面は超親水性を示し，1 以下では，60°以上の値を示した．このことから，超親水性には表面粗さの高さ分布が大きく影響をしていると考えられる．

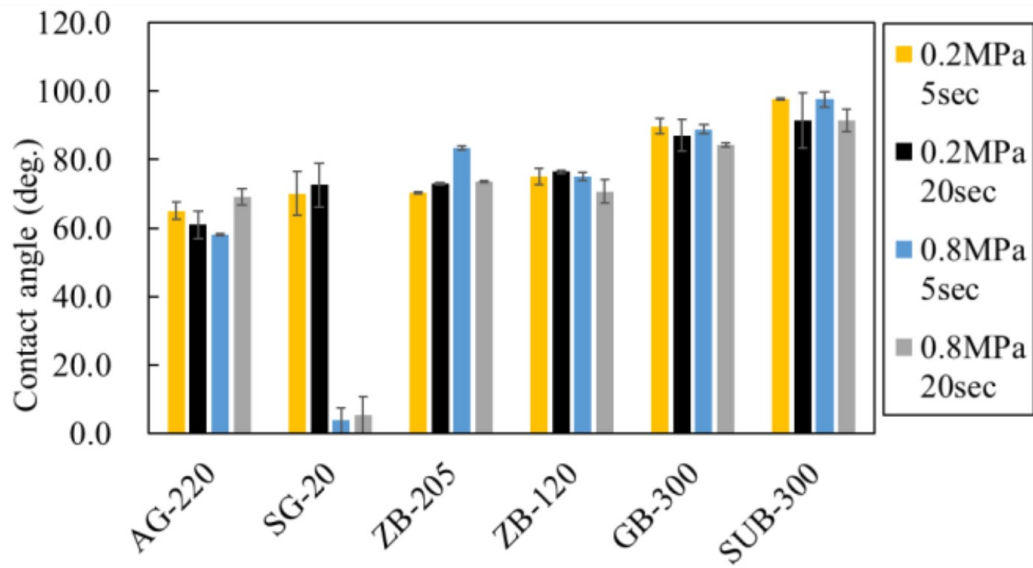


図1 各種処理条件における接触角測定結果

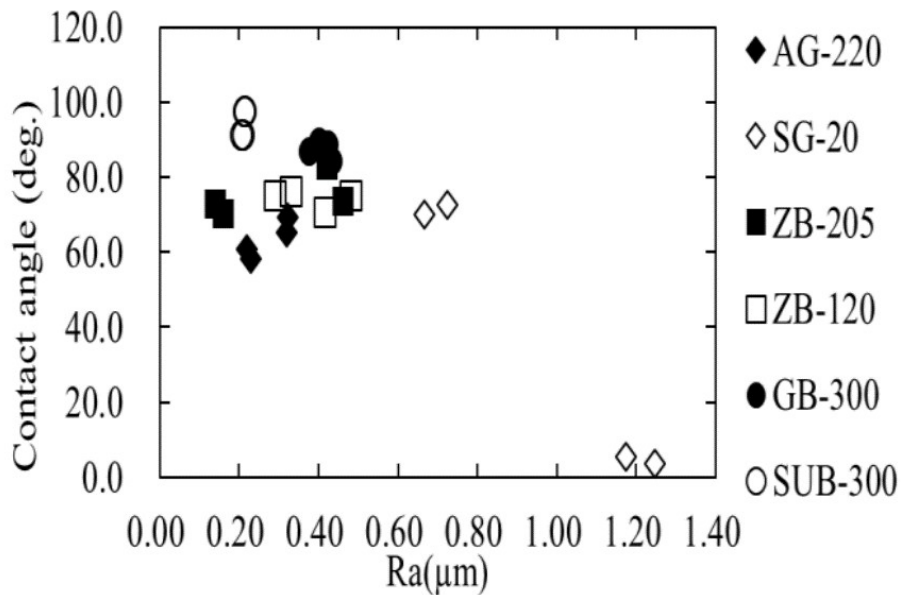


図2 Ra と接触角の関係

3.3 SEM-EDS 分析

図.3 に ZB-205 で処理した表面の SEM 画像と EDS 分析による元素マッピング図を示す。図.3 より ZB-205 の主成分 Zr が投射材と思われる球と同じ位置に検出され、投射材の残留または移着と呼ばれる現象が確認された(2)。

3.3 Wenzel 理論 との比較

液体と固体，固体と気体，および気体と液体の間にはそれぞれ異なる界面エネルギー γ が作用しており，これらのつり合いにより接触角 θ が決まる。この関係を表したのが以下の(1)に示す Young の式である。

$$\gamma_{\text{固気}} = \gamma_{\text{固液}} + \gamma_{\text{液気}} \cos\theta \quad (1)$$

上記の Young の式は、極限に滑らかな固体表面上界面エネルギーの平衡について記述したが、実際固体表面エネルギーの平衡について記述したが、実際固体表面エネルギーの平衡について記述したが、実際固体表面は、必ず粗さが存在する。そこで Wenzel は、粗さを有する表面の接触角を、線が移動する際仕事最小に条件 表面の接触角を、線が移動する際仕事最小に条件 表面の接触角を、線が移動する際仕事最小に条件 から下の式 (2)(2)(2) のように導いた。

$$\cos\theta^* = r \cos\theta \quad (2)$$

ここで、 θ は Young の接触角（平滑面上）を示し、 r は実表面積と見かけの面積比

（ $A_{\text{act}}/A_{\text{app}}$ ）で算出される粗さを示す。この式は、粗さがあることにより実際の表面積が増えることから r の値が大きくなるので、平滑面での親水性や撥水性の性質をさらに強めることを示している。

Wenzel 理論に基づき計算された接触角と実際に測定した FPP 処理表面の接触角を図.4 に示す。

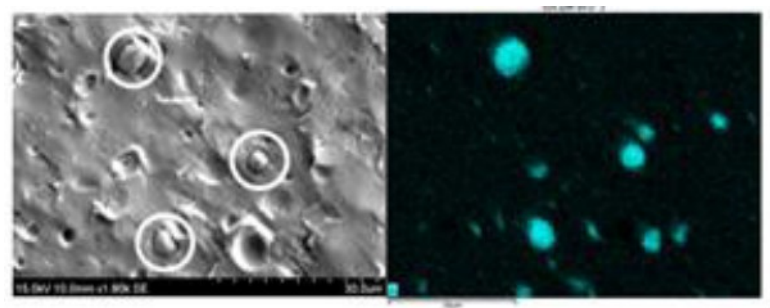


図 3 ジルコニア粒子投射後の SEM および EDS 解析結果

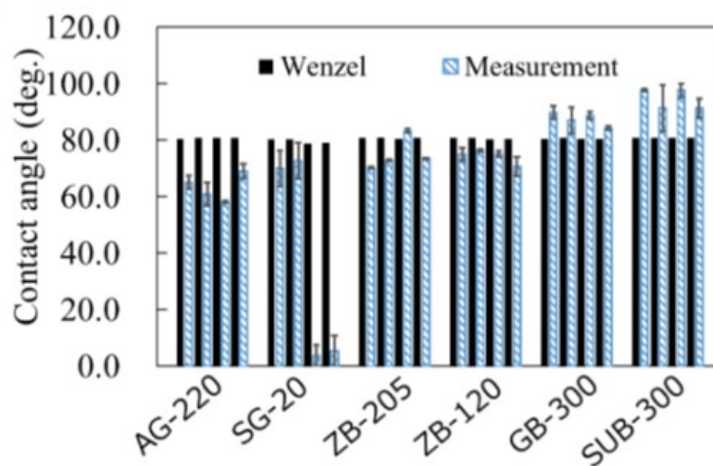


図 4 Wenzel 理論を用いた理論値と実験値の比較