

## ナノシリカ粒子を担持させた Si-DLC 膜の水潤滑特性

### Water Lubrication Characteristics of Si-DLC Film Supporting Nanosilica Particles

三友特殊精工（正）\*堀場 夏峰 岐阜大・工（院）内山 正崇 岐阜大（正）上坂 裕之

Natsuo Horia\*, Masataka Uchiyama\*\*, Hiroyuki Kousaka\*\*

\*Sanyu Tokusyu Seiko, \*\*Gifu University

#### 1. はじめに

水を用いた境界潤滑下において Si を含有する基材に低摩擦が発現しやすいことが多くの先行研究により示されている<sup>1,2)</sup>。摩擦界面において形成される豊富な Si-O 結合と水との相互作用によって生じる物質や層がそのような低摩擦の要因であることが提唱されている。しかし Si を含有している基材の中でも Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> のような Si 含有セラミックスは加工性に難があるため、高価となりやすい。そこで我々は、安価で加工しやすい鋼材から部品を加工し、しゅう動面上にナノシリカ粒子を担持し、シリカ表面粒子の Si-O 結合と水の相互作用によって水潤滑環境下で Si 含有セラミックスと同様の低摩擦を誘起することを着想した。

本研究ではナノシリカ粒子の担持効果を容易かつ持続的に発現させるには、鋼材面に成膜された Si-DLC 表面を介してナノシリカ粒子を担持させることが有効ではないかと考えている。そこでナノシリカ粒子の担持量が水潤滑特性にどのような影響を与えるか実験的に明らかにする。

#### 2. 実験方法

##### 2.1 実験装置

実験装置はエー・アンド・デイ製 EFM-3-H で、リングオンディスク試験を実施した。概略図を Fig.1 に示す。荷重は上部からロードセルを介して行われる。限界荷重は 5000N である。摩擦は下部側の回転機構で付与され、軸回転数は最大で 3350rpm である。摩擦力は上部アームを介して摩擦トルクとして、20N か 100N のロードセルで検出される。試験片上部のボールベアリングは、リング-ディスク試験片が試験開始直後から面当たりになるように設置した。摺動面は常に浸水状態を維持されるが、試験開始から終了まで潤滑水は交換されることはない。

##### 2.2 試験片

試験片サイズはリング  $\phi 16 \times \phi 11.4 \times 7$ , ディスク  $20 \times 20 \times 4$  である。材質は SUS440C を硬度 HRC58 に焼き入れ処理を行った後、株式会社 CNK で Si-DLC コーティング処理を施した。DLC における Si の含有率は、23wt%, S25wt%, 39wt%, 50wt%（以後 Si23, Si25, Si39, Si50）のものを準備した。試験面はコーティング前後両方でラップ処理を行い、面粗さ Ra=0.1 $\mu$ m 以下にした。

##### 2.3 シリカ担持方法

水潤滑による低摩擦を発現させるために Si-DLC コーティング面に日産化学製スノーテックス ST-OS、粒子径は平均 9nm の水分散ナノシリカを担持させた。大気圧プラズマ（Ar ガス）にて試験面を洗浄後、大気圧プラズマの噴流を利用して、スポイトに保持した水分散ナノシリカを試験面に吹き付けた。シリカ担持後の表面は大気中のコンタミ等に汚染されるのを防ぐため、水に浸水させて試験直前まで密閉して保管した。

##### 2.4 実験条件

すべり速度 300mm/s になるように回転数を調整した。荷重方法は、初期荷重 50N で 60 秒間なじませた後、200N, 30 秒のステップ荷重で 4800N まで載荷した。この時の荷重勾配は 10N/s である。4800N に達したのち、1000 秒維持した時点で実験終了とした。また、摩擦力にリミッターを設け、Si23 はロードセル 100N でリミッター 50N, Si39 はロードセル 20N でリミッター 18N とした。

##### 2.5 シリカ担持量の判定<sup>3)</sup>

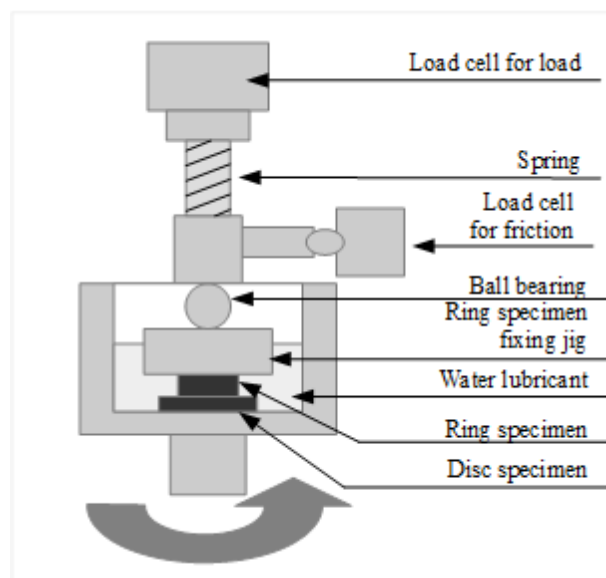


Fig. 1 Schematic diagram of ring-on-disk test

担持量の評価方法は日立ハイテック製 S-4300 型電解放出型走査電子顕微鏡(以下 SEM)およびエネルギー分散型 X 線分析装置(以下 SEM-EDS)を用いた。試料表面の酸素原子の総カウント数を確認することで  $\text{SiO}_2$  の構成を持つナノシリカ粒子の担持量を確認する。ただし、9nm のナノシリカ粒子を SEM で検知することは困難なので、シリカ粒子平均粒径 500nm の日本触媒シーホスター KE-W50 を採用した。2.2 のシリカ担持法で説明した方法で  $15 \times 15 \times 4$  の試験片にシリカ粒子を担持した。その後、石油ベンジンにより 10 分間超音波洗浄を行った。表面をブローで乾燥させた後、アセトンに浸して同様に洗浄して乾燥をさせた。

なお、試験片のバックグラウンドノイズをキャンセルするため、ナノシリカ粒子担持前後で試験片表面の酸素の総カウント数を測定した。

### 3. 実験結果

水潤滑化においてナノシリカ粒子を担持した Si-DLC 面における摩擦特性を Fig.2 と Fig.3 に示す。Fig.2 の Si23 の場合、Si23-1, Si23-2 においては荷重初期段階でなじみ過程と思われる摩擦係数の上昇がみられるが、1000N を境に安定した摩擦挙動を示し所定の 4800N まで荷重を加えることができた。ただし、試験終了後のしゅう動面では DLC 膜の剥離が確認された。一方、Si23-3 のデータは Si23-1, Si23-2 と比較して摩擦係数が大きくなっている。試験開始直前の Disc 試験片の水接触角を比較すると Si23-1, Si23-2 は、 $10^\circ$  以下であったが、Si23-3 は  $57^\circ$  であった。Si25 はシリカ無担持の試験結果である。2400N を境に摩擦係数が 0.03 から 0.1 を超える大きな値を示した。試験終了後はしゅう動面に DLC 膜の剥離が確認された。

Si39 の場合は試験直後から摩擦係数が低下して、最小値で 0.002 を下回った。その後、加圧とともに摩擦係数は徐々に大きくなり Si39-1 は 2400N, Si39-2 は 3200N で摩擦カリミッターにより試験が終了した。なお、Si50 のデータに関しては当日発表する予定である。

### 4. 考察

Figure 4 に各試験片における酸素の総カウント数を示す。Si23 は、300 に対し Si39 は 2400 と 8 倍ほどのカウントであった。このように Si-DLC の Si 含有率が多くなるほどナノシリカの担持量が増えていると考えられる。一方、Fig.2 と Fig.3 から Si 含有率の高い試験片ほど低摩擦を得ることが示されている。このことからナノシリカの担持量が低摩擦に寄与することが示唆されている。

### 5. おわりに

鋼材面に成膜された Si-DLC にナノシリカ粒子を担持させてリングオンディスク型水潤滑試験を行った結果、明らかになった内容を以下にまとめる。

- (1) Si-DLC には Si 含有率に限らず、ナノシリカ粒子を担持させることで低摩擦を発現させることが分かった。
- (2) ナノシリカ粒子の担持量が多い程、最小摩擦係数がより低下する傾向が示唆された。

### 参考文献

- 1) (社)日本トライボロジー学会セラミックスのトライボロジー研究会編:セラミックスのトライボロジー, 第 1 版, 養賢堂, (2003)
- 2) 足立:セラミックスの水潤滑, トライボロジスト, 52, 8 (2007) 604.
- 3) 内山・上坂・古木・堀場: Si-DLC 膜上に塗布したシリカナノ粒子の担持状態に及ぼす膜中 Si 含有量の影響, 日本機械学会 2021 年度年次大会, 予稿集

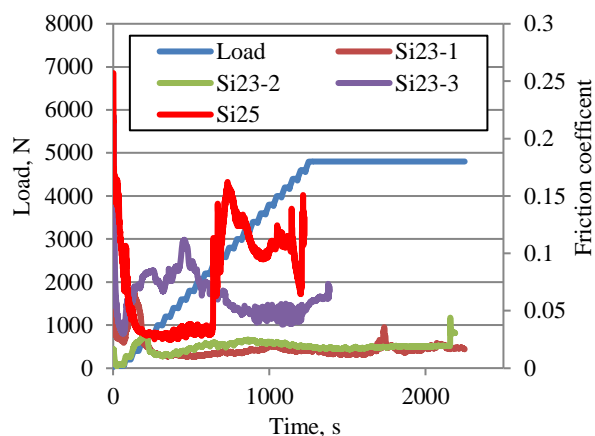


Fig. 2 Friction properties of Si-DLC-23 & 25 supporting nanosilica particles under water

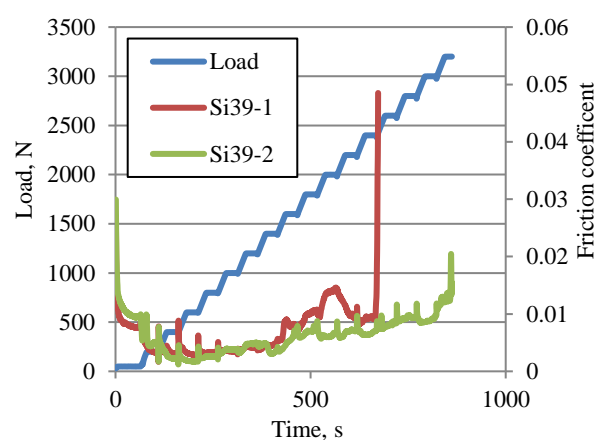


Fig. 3 Friction properties of Si-DLC-39 supporting nanosilica particles under water

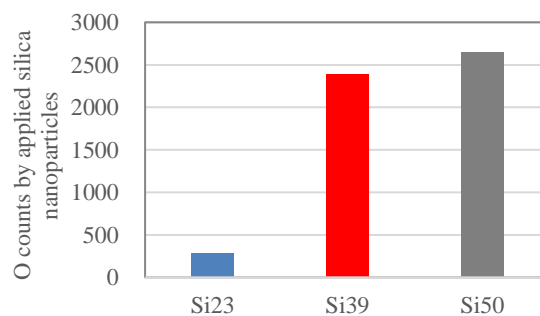


Fig. 4 The relation between O counts and Specimen