

## 水素雰囲気における炭素繊維充てん PTFE のトライボ膜形成と摩擦・摩耗に及ぼす微量水分量の影響

Effects of trace moisture content on tribo-film formation, friction and wear of CF-filled PTFE in hydrogen

九州大学（正）\*陳 乾 九州大・工（正）澤江 義則 九州大・工（正）森田 健敬 九州大・工（正）杉村  
丈一

Qian Chen\*, Yoshinori Sawai\*\*, Takehiro Morita\*\*, Joich Sugimura\*\*

\*Kyushu University, \*\*Department of Mechanical Engineering, Faculty of Engineering, Kyushu University

### 1. 緒言

高圧水素ガスをエネルギー媒体とする燃料電池自動車や関連水素ガスインフラでは、昇圧ためのピストン式コンプレッサーなど高圧水素ガスを封止しながら動する機械要素が存在し、その中のシール材には優れた自己潤滑性能を示すPTFE（Polytetrafluoroethylene）複合材料をはじめ樹脂複合材料が数多く使用されている[1]。しゅう動材料のトライボロジー特性は、雰囲気ガスおよびガス中の酸素や微量水分などのしゅう動環境によって影響を受けることがこれまでの研究で報告されている[2]。

本研究では、高圧水素ガスコンプレッサーに用いられるPTFE系樹脂シール材に着目し、高純度水素ガス雰囲気中における微量水分が、そのトライボロジー特性に及ぼす影響を調べることを目的とする。ここでは、充てん材として炭素繊維のみを含む炭素繊維充てんPTFEについて、雰囲気中の水分量を1ppmから40ppmの範囲で調整してすべり試験を行った。

### 2. 実験方法

本研究では高度雰囲気制御チャンバーを有するピン・オン・ディスク摩擦試験機を用いてしゅう動試験を行った。Figure.1に試験機の概略図を示す。本装置は加湿装置を備えており、ガス中の水分量をppmレベルで制御することが可能である。ピン試験片はPAN系炭素繊維20wt%充てんPTFE、ディスク試験片は高い表面硬さ(284VH)を持つマルテンサイト系ステンレス鋼SUS440Cを用いた。ディスク試験片は表面粗さがRa=0.05umになるよう耐水ペーパーにより研磨した。ピン試験片は、長さ15mm、直径6mmの円柱型であり、ディスク試験片は外径56mm、内径20mm、厚み3mmのリング状である。全ての試験片は、10分間ヘキサンとアセトンの混合液を用いて超音波洗浄し、その後、乾燥環境で保存した。実験はすべて室温条件にて行った。チャンバー内の気圧を $5 \times 10^{-4}$ Paまで真空排気した後、高純度水素ガスをオーバーフローさせながら試験を行った。試験では、すべり速度を2m/sとし、ピンとディスクの接触面圧を1MPaとした。すべり距離40000mにおいてピン試験片の重量は電子天秤を用いて測定し、試験前との重量変化から比摩耗量を求めた。すべり試験において、雰囲気中の水分量を1ppm、10ppm、20ppmと40ppmを目標に調整し、各水分量で実験を2回実施した。

すべり試験後のピン試験片摩耗面とディスク試験片表面のしゅう動痕について、光学顕微鏡により観察した後、共焦点レーザー顕微鏡(VK-X, KEYENCE)により表面粗さや高さ分布を測定した。また、レーザーラマン顕微鏡(DXR2xi, Thermo Fisher Scientific)を用い、摩耗面と摺動部の化学組成分析を行った。さらに、X線光電子分光装置(XPS, JPS-9200KM, JEOL)を用い、ディスク試験片上のしゅう動痕部について、表面から深さ45.9nmでの化学組成分布を求めた。

### 3. 実験結果

Figure.2, 3に、横軸を水素ガス雰囲気中の水分量、縦軸を摩擦係数とピン試験片比摩耗量としてまとめたものを示す。なお、摩擦係数の比較には、すべり試験の最終100mでの摩擦係数の平均値を用いた。全ての試験において、水素ガス中の水分量が多いほど、ピン試験片の比摩耗量は多くなる傾向が見られた。摩擦係数については、水分量が1ppm以下から20ppmの間、比摩耗量と同様の傾向が確認された。しかし水分量が20ppmを超えた後、ガス中水分量の増加と共に摩擦係数は低くなる傾向が観測された。試験後、すべての試験片摩擦面を共焦点レーザー顕微鏡にて表面粗さ測定したところ、水素ガス中の水分量が多いほど、ディスク試験片しゅう動痕部は平滑になる傾向が見られた。

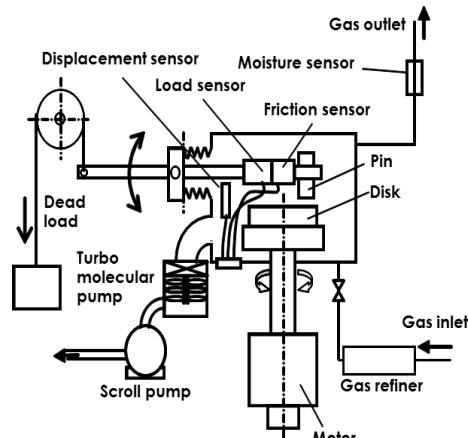


Fig.1 Schematic of friction tester

(Fig.4). ピン試験片の摩擦面については、摩擦係数と同様の傾向が見られた。

ディスク試験片しゅう動痕部をラマン分光法にて分析したところ、グラファイト構造 (sp<sub>2</sub> 結合) に起因する G バンドとその構造の欠陥による D バンドが見られた。スペクトルの特徴は充てん材である炭素繊維に似ており、炭素繊維の摩耗粉がディスク側に移着し転移膜を形成したと考えられる。また、ピン試験片摩擦面のラマン分析結果から、ピン側にも炭素を主成分とするトライボ膜が形成されていることが確認された。Figure.5 に、水素ガス雰囲気中の水分量と、ピンおよびディスク試験片のラマンスペクトルから求めた炭素面積強度 (900-1900cm<sup>-1</sup>) の関係を示す。炭素面積強度は水分量の増加とともに減少しており、水分の増加により炭素を主成分とするトライボ膜の形成が減少することがわかる。ラマンスペクトルの G、D バンドに波形分離し、1580cm<sup>-1</sup>付近の G ピックと 1350cm<sup>-1</sup>付近の D1 ピックの信号強度比 (G/D 比) を算出し、水分量との関係を Fig.6 に示した[3]。ガス中の水分量が多いほど、ディスクしゅう動痕部の炭素膜欠陥量が少なくなる傾向が確認された。また、ピン試験片トライボ膜の接触荷重を支持したと思われる部分については、G/D 比は摩擦係数と同様の傾向を示し、無定形炭素量は水分量と共に増加する傾向が見られた。このことから、低水分量条件下では、ピンおよびディスク表面が厚い炭素膜で覆われ、充てん材の炭素繊維と炭素膜により荷重が支持されることで、低摩擦・低摩耗をなっていると考えられる。ガス中の水分量が増加すると、炭素膜の形成が抑制され、母材である PTFE の一部がディスク表面と直接接触するため摩擦・摩耗ともに増加する。しかし、更に水分量が増加すると、炭素膜中の無定形炭素量が選択的に減少し、結果として薄いが平滑でグラファイト構造の欠陥が少ない炭素膜が形成され、摩擦が低減されたのではないかと考えられる。

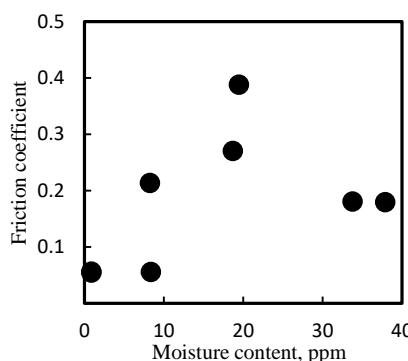


Fig.2 Friction coefficient

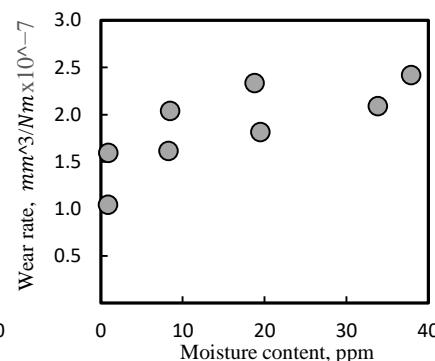


Fig.3 Specific wear rate

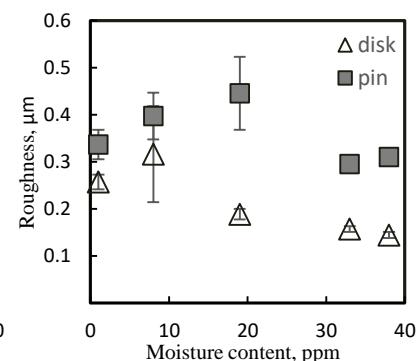


Fig.4 Surface roughness

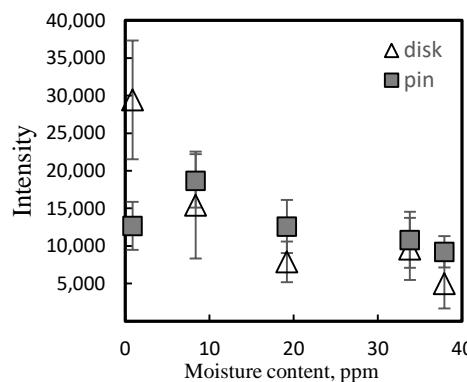


Fig.5 Area intensity of carbon

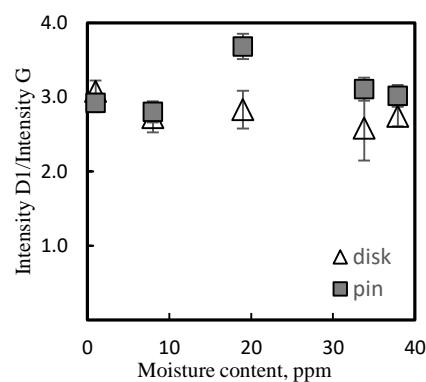


Fig.6 Intensity ratio of D1 and G peak

#### 4. 結言

高純度水素ガス雰囲気において、PAN 系炭素繊維 20wt%充てん PTFE とステンレス鋼 SUS440C のすべり試験を行い、雰囲気中の微量水分が摩擦・摩耗特性およびトライボ膜の形成に及ぼす影響を調べた。その結果、ガス雰囲気中の水分量が、形成されるトライボ膜の量と構造に影響を及ぼし、その結果摩擦・摩耗特性が変化したことが示唆された。

#### 文献

- 1) Sawae Y, Morita T, Takeda K, Onitsuka S, Kaneuti J, Yamaguchi T, Sugimura J. Friction and wear of PTFE composites with different filler in high purity hydrogen gas. *Tribol Int* 157 (2021) 106884.
- 2) Fukuda K, Sugimura J. Influences of trace water in a hydrogen environment on the tribological properties of pure iron. *Tribol Online* 2013;8:22–7.
- 3) A. Sadezky, H. Muchenhuber, H. Grothe, R. Niessner, U. Poschl. Raman microspectroscopy of soot and related carbonaceous materials: Spectral analysis and structural information. *Science direct, carbon* 43 (2005) 1731-1742.