

酸化銅微粒子添加エポキシ樹脂の摩擦特性に対する粒子分散性の影響

Effect of particle dispersibility on friction properties of wood-derived copper oxide particles added to epoxy resin

兵庫県立大・工（学）*岡村 大輝 兵庫県立大・工（非）井上 風雅

兵庫県立大（正）松本 直浩 兵庫県立大（正）木之下 博

Daiki Okamura*, Fuga Inoue*, Naohiro Matsumoto*, Hiroshi Kinoshita*

*University of Hyogo

1. 緒言

近年、金属材料の代替材料として軽量で安価である樹脂材料の機械しゅう動部への応用が期待されている。しかし高負荷条件下や直接接触する箇所では樹脂材料が激しく摩耗してしまうため用途が制限されている。そこでこの課題を解決するために粒子を樹脂に添加が検討されている。本研究ではバイオマス資源である木粉を使用することで安価で簡便に酸化銅微粒子を合成しエポキシ樹脂へ添加することで耐摩耗性の向上を図った。これまでの研究よりエポキシ樹脂に酸化銅微粒子を添加することで 50%以上の樹脂摩耗量の低減が確認されている⁽¹⁾。一方、1.2mass%よりも高濃度で添加すると摩耗低減効果が弱まることが分かっている。これは 1.2mass%よりも高い添加条件だと粒子同士がくっつき大きな凝集体を形成することが影響していると予想される。しかし粒子が凝集するとなぜ樹脂の摩耗低減効果が弱まるのかそのメカニズムは明らかになっていない。そこで本研究では酸化銅微粒子をエポキシ樹脂に添加した際の粒子分散性と樹脂摩耗量の関係性を明らかにし、粒子分散性を改善することでエポキシ樹脂の更なる耐摩耗性の向上を目的とした。

2. 実験方法

2.1. 酸化銅微粒子の合成

木粉を鋳型とした酸化銅微粒子の合成方法を以下に示す。まず、硝酸銅水溶液にスギ木粉を混ぜ、48 時間攪拌させることで木粉に多数存在する酸素官能基に銅イオンを吸着させる。その後濾過し、乾燥炉で 80℃、24 時間加熱、乾燥させる。次に、銅イオンを吸着させた木粉を加熱炉にて窒素中で 400℃、1 時間加熱することで銅微粒子を合成し、大気中で 600℃、2 時間加熱することで銅粒子を酸化させ酸化銅微粒子を合成した。

2.2. 微粒子添加樹脂の作成

酸化銅微粒子を添加した樹脂の作成手順を下記に示す。主剤にビスフェノール A 型エポキシ樹脂 (120～150P/25℃)、硬化剤にメタキシリレンジアミン (45～90P/25℃) を使用した。まず始めに超音波処理 (15W) を施すことで合成した酸化銅微粒子を硬化剤に分散させる。その後、硬化剤と主剤を 2 : 3 の割合で混合し減圧容器内で脱泡、攪拌し、加熱炉で加熱、乾燥させることで樹脂を作成した。本研究では、粒子分散性には酸化銅微粒子の分散相手剤の粘度および超音波攪拌時の強度の影響が大きいと考えた。そこで従来の作成方法 A : 分散相手材が低粘度 (45～90P/25℃) で低攪拌強度 (15W) に加えて、作成方法 B : 分散相手剤が高粘度 (120～150P/25℃) で低攪拌強度 (15W)、作成方法 C : 分散相手材が高粘度 (120～150P/25℃) で高攪拌強度 (50W) の 3 通りの方法で樹脂を作成しそれぞれ Resin (A), (B), (C) とし樹脂内での粒子分散状態の比較を行った。

2.3. 摩擦試験

摩擦試験にはピンオンプレート試験機を用いた往復しゅう動試験を行なった。この試験方法は摩擦試験機に樹脂基板を固定し、基板に対して球 (直径 2mm, SUJ2) を垂直に押し付け荷重を加え、基板を往復しゅう動することで基板と球を摩擦する。試験条件は荷重 1N、しゅう動振幅 2.5mm、しゅう動周波数 5Hz、しゅう動回数 18000 回とし水潤滑下で摩擦試験を行った。

3. 結果と考察

3.1 粒子分散性の評価結果

5mass%添加時の樹脂中の酸化銅の粒径を計測し 2 μ m 以上の凝集体の割合を比較すると、作成方法 A と比較して作成方法 B の樹脂では凝集体の割合が約 9%減少し、作成方法 C では約 14%減少した。この結果より微粒子の分散相手剤の粘度の増加、超音波処理の強度の増加の両方で高濃度添加時の粒子分散性が向上することが分かった。粒子分散性が向上した理由としては高粘度場かつ高強度の攪拌による高いせん断力によって分散初期に生成した凝集体が破碎

し微細化したと考える。また、1.2mass%添加樹脂でも同様に粒子分散性の改善を試みたが $2\mu\text{m}$ 以上の凝集体の割合に大きな変化は見られず、低濃度添加時ではすでに粒子分散性が良好であったと考えられる。

3.2. 粒子分散性が及ぼす樹脂の摩擦特性への影響

各添加濃度における粒子分散性を变化させた際の摩擦試験結果を図1に示す。低濃度添加条件である1.2mass%では摩擦係数、樹脂摩耗量ともに大きな変化は見られなかった。これは低濃度添加条件ではどの作成条件でも粒子分散性が良好であったため摩擦特性にも大きな変化が見られなかったと考えられる。次に高濃度添加条件では粒子分散性が低かった Resin (A)に比べ、粒子分散性の高い Resin (B), (C)では摩擦係数の低減が見られ、また5mass%では約83%、10mass%では約64%の大幅な樹脂摩耗量の低減が確認された。以上の結果より、粒子分散性を改善することで特に高濃度添加時の樹脂の摩擦特性、耐摩耗性が向上することが分かった。

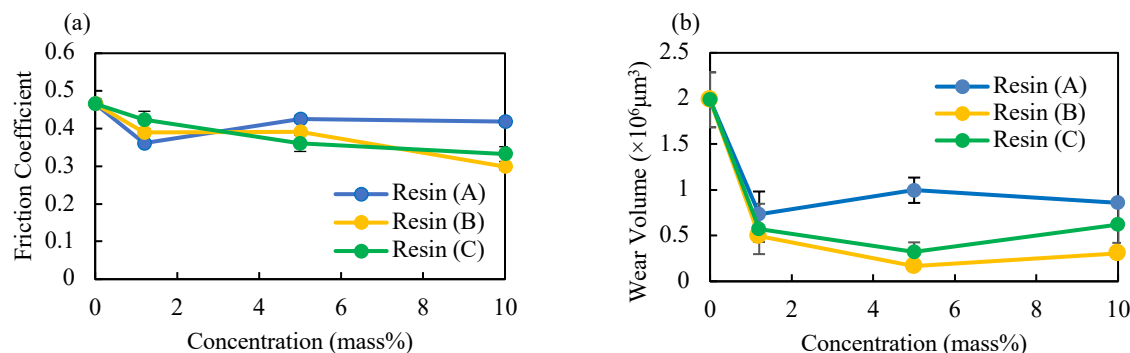


Fig. 1 Friction test results of epoxy resins with copper oxide particles dispersed by different conditions. (a) Friction coefficient, and (b) wear volume of the resin.

3.3. 樹脂摩耗の低減に対する考察

次に試験後の5mass%添加樹脂の表面を走査電子顕微鏡(SEM)で観察した結果を図2に示す。(a)より Resin (A)では表面に直径約 $4\mu\text{m}$ の凝集体の引き抜き痕が観察された。このような引き抜き跡は(b)の Resin (B)では見られなかった。この結果より添加粒子が凝集し粗大化すると摩擦時に引き抜かれていることが考えられる。また試験後の樹脂表面の粗さを比較すると Resin (A)では $S_a=0.90\mu\text{m}$, Resin (B)では $S_a=0.35\mu\text{m}$, Resin (C)では $S_a=0.3\mu\text{m}$ であった。この結果より粒子分散性の低い樹脂では表面が粗いのに対して、粒子分散性を改善した樹脂では試験後の樹脂表面が滑らかなことが分かる。以上より粒子分散性が樹脂摩耗に影響を及ぼすメカニズムとしては、粒子分散性の低い樹脂では凝集体が摩擦時に引き抜かれることで樹脂表面が粗くなり、硬質な相手球により樹脂表面に残った凸部分が削り取られ樹脂摩耗量が大幅に増加したと考える。一方で粒子分散性を改善した樹脂では凝集体の割合が少ないため、凝集体の引き抜きが抑えられ樹脂表面の粗さが滑らかなまま摩擦が進行するため摩耗速度が遅くなり耐摩耗性が向上したと考える。

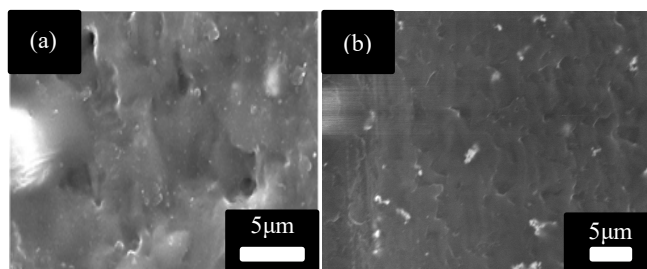


Fig. 2 SEM image of (a) resin (A) and (b) resin (B)

4. おわりに

酸化銅微粒子添加エポキシ樹脂の樹脂中の凝集体を破碎し微細化することで樹脂の摩擦特性、耐摩耗性が向上することが明らかとなった。耐摩耗性の向上メカニズムとしては、粒子分散性が低いと凝集体が摩擦時に剥離し樹脂表面が粗くなり、樹脂の凸部が硬質な相手球に削られ樹脂の摩耗が著しく進んでしまうが、粒子分散性の高い樹脂では凝集体が少ないため剥離が起きにくく摩耗速度が遅くなる。以上の理由で粒子分散性の向上が樹脂の耐摩耗性の向上に繋がったと考えられる。

参考文献

(1) Matsumoto, N., Maeda, M., Nakatani, Y., Omiya, Y. & Kinoshita, H. Application of Wood-Utilized Synthesized Copper-Based Particle for the Improvement of Wear Resistance of Epoxy Resin. Tribol Online 15, 388–395 (2020).