

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（第二報）

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

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 Sawae**, Takehiro Morita**, Joich Sugimura**

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

1. 緒言

PTFE (Polytetrafluoroethylene) は優れた自己潤滑性能を持ち、その複合材料はレシプロ式ガスコンプレッサーや燃料電池自動車内のバルブなど、揮発性潤滑成分の使用が制限されるしゅう動部にピストンリングやシール材として広く用いられている。特に炭素繊維充てん PTFE は、水素や窒素の高純度ガス雰囲気において低摩擦・低摩耗になることが報告されている¹⁾。また、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もこれまでの研究で報告されている²⁻⁵⁾。しかし、摩擦中トライボ膜の形成に対する、ガス雰囲気中の微量水分の影響は未だに解明されていない。

本研究では、炭素繊維充てん PTFE 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。第一報では、すべり試験後の PTFE 複合材摩耗面と相手面上のしゅう動痕の形態と表面トポグラフィの観察結果から、ガス雰囲気中の水分量が形成される炭素を主成分とするトライボ膜の量と構造に影響を及ぼし、摩擦・摩耗が変化したことを明らかにした⁶⁾。本報は、X 線光電子分光装置 (XPS) を用いて相手面しゅう動痕部の化学組成分析を行い、雰囲気中の水分がトライボ膜の形成メカニズムに及ぼす影響を調査した。

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⁶⁾。PAN 系炭素繊維 20wt% 充てん PTFE をピン試験片、マルテンサイト系ステンレス鋼 SUS440C をディスク試験片とした。ディスク試験片は表面粗さが $R_a = 0.05 \mu\text{m}$ になるように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。すべり速度を 2m/s、ピンとディスクの接触面圧を 1 MPa とし、すべり距離 4000m においてピン試験片の重量を測定し、試験前との重量変化から比摩耗量を求めた。実験はすべて室温条件にて行い、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。

3. 実験結果

Figure.1, 2 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

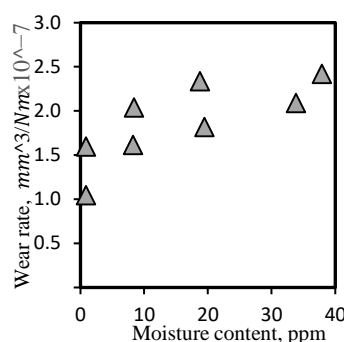


Fig.1 Specific wear rate

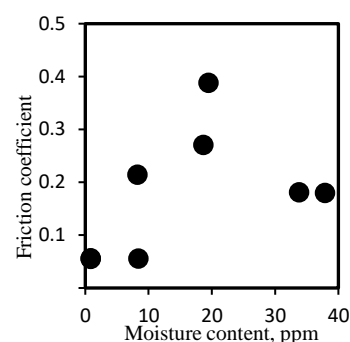


Fig.2 Friction coefficient

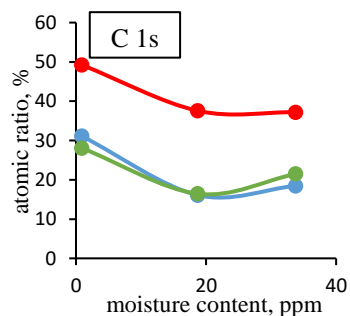
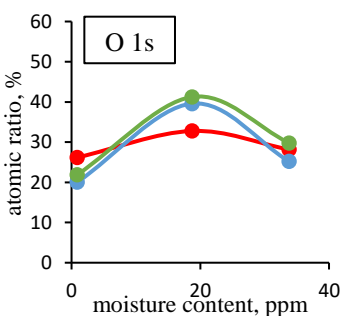
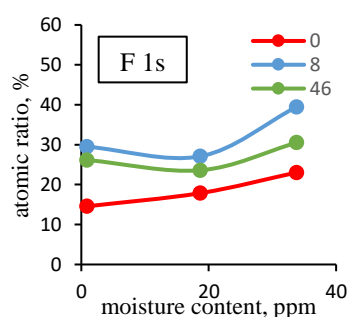
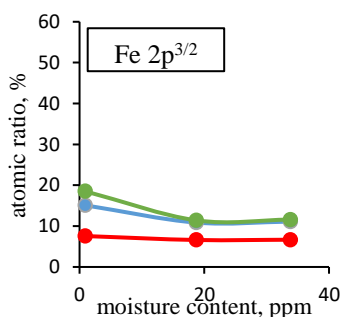


Fig.3 Atomic ratios of sliding tracks formed on disk surface

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 の間は比摩耗量と同様の傾向が確認されたが、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った。

試験後のステンレスディスク表面しゅう動部の XPS 分析結果を Fig. 3 から Fig. 6 に示す。PTFE 複合材由来の F 1s, C 1s, ステンレス鋼由来の Fe 2p^{3/2}, Cr 2p^{3/2} に O 1s を加えた合計 5 元素について深さ 46 nm までスペクトルを取得した。鉄と炭素の元素割合は水分量の増加と共に減少したのに対し、フッ素の割合は増加する傾向が認められた。一方、酸素の割合は、摩擦係数とよく一致した (Fig.3)。また、C と F の波形分離から、炭素の sp² と sp³ 結合、フッ化鉄などのフッ化金属成分が確認された (Fig.4)。Fig.5 と 6 に、フッ化金属の割合および炭素の構造と、水分量の関係を示す。フッ化金属の割合は、水分量の増加と共に増加した。炭素の構造については、水分量が 1ppm 以下から 20ppm に増加すると、特に表面から 46 nm 程度の内部では sp³ 比率が上昇したが、水分量が 20ppm を超えると、一転して sp³ 比率は減少した。

以上より、低水分 1ppm 以下の場合に得られる低摩擦・低摩耗は、ディスク表面への厚くかつ sp³ 比率の低い構造の炭素膜の形成が一因と考えられる。水分量が 20ppm まで増加すると、炭素を主とする転移膜は薄くなると同時に sp³ 割合が上昇し、摩擦・摩耗共に増加している。さらに水分量が増加すると、転移膜がさらに薄くなる一方で、sp³ の比率が低減し、フッ化金属割合も増加したことで摩擦係数が低減したと考えられる。このように、雰囲気中の水分量の変化により、トライボケミカル反応を介したディスク表面への転移膜形成が大きな影響を受け、それが摩擦・摩耗挙動に影響していることが示唆された。

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。摩擦面の分析結果から、雰囲気中の微量水分量がトライボ膜の形成を通じて摩擦係数および比摩耗量に顕著な影響を及ぼすことが示唆された。

文献

- 1) Y. Sawae et al "Friction and wear mechanism of carbon fiber-filled PTFE in high purity hydrogen gas (in Japanese)" Proceedings of Tribology Conference 2017 spring in Japan.
- 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) 阿部・小島 他, 水素ガス雰囲気における炭素繊維充てん PTFE の摩擦・摩耗に及ぼす微量水分量の影響, 日本機械学会講演論文集.
- 4) 梅井・澤江 他, 炭素繊維充填 PTFE の自己形成炭素膜による低摩擦化メカニズム, トライボロジー会議 2017 秋予稿集.
- 5) R. Taninokuchi et al, Low friction of PAN-based carbon fiber filled PTFE in high-purity hydrogen, 2018 Tribology Frontiers Conference, Chicago Illinois.
- 6) 陳・澤江 他, 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, トライボロジー会議 2022 春 予稿集.

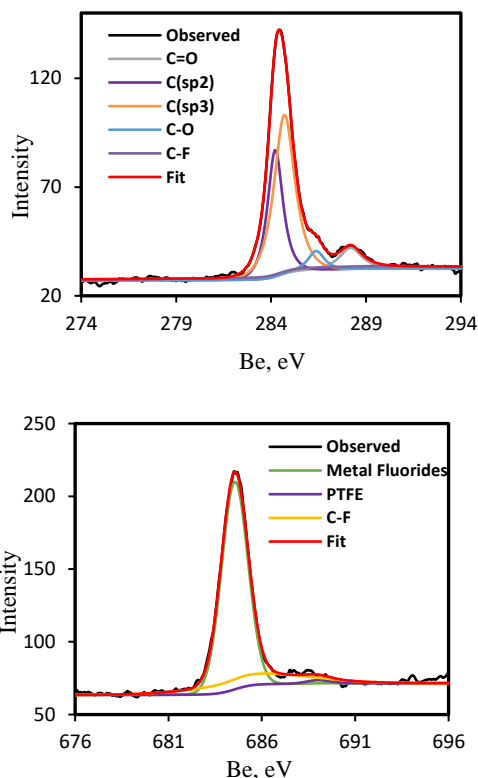


Fig. 4 XPS spectra of C 1s and F 1s from sliding tracks formed on disk surface at 0.89 ppm

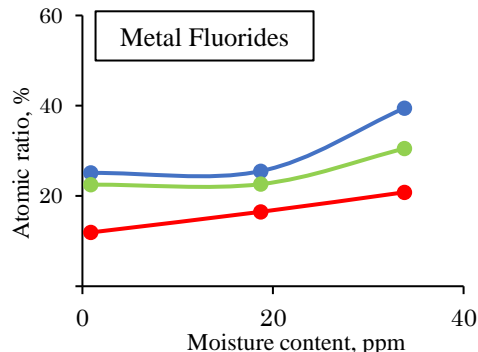


Fig. 5 Atomic ratio of metal fluorides from sliding tracks

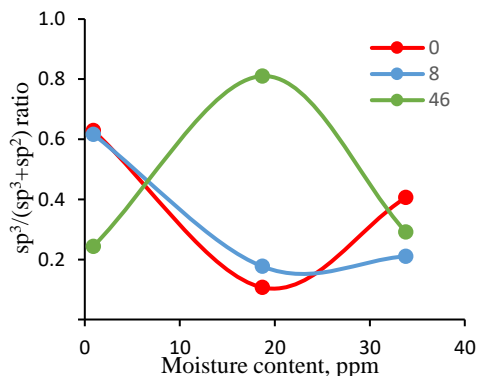


Fig.6 Fraction of C-C sp³ to (sp³+sp²)