

# ナノシリカ粒子を担持させたケイ素含有セラミックスの水潤滑特性

## Water Lubrication Characteristics of Si-based Ceramics 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 Horiba\*, Masataka Uchiyama\*\*, Hiroyuki Kousaka\*\*

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

### 1. はじめに

水潤滑は環境負荷の少ない潤滑システムとして、ケイ素含有セラミックスにおいて様々な検討が進められてきている<sup>1),2)</sup>。当研究グループは Si-DLC 表面を介してナノシリカ粒子を担持させることで水中において超低摩擦を発現させる水潤滑システムを提案している<sup>3)</sup>。当手法の幅広い活用を実現させるために、ナノシリカ粒子を担持する母材にケイ素含有セラミックスの適用を試みた。本研究では前報と同じリングオンディスク試験において、炭化ケイ素にナノシリカ粒子を担持させた場合の水潤滑特性への影響を実験的に明らかにする。

### 2. 実験方法

#### 2.1 実験装置および試験片

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 5000 N 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 3350 rpm である。摩擦力は上部アームを介して摩擦トルクとして、100 N 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を設置することでリング-ディスク試験片が試験開始直後から面当たりになる。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。

試験片は炭化ケイ素のリングとディスクの組み合わせで構成されている。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  $Ra=0.1\ \mu\text{m}$  以下にした。水分散ナノシリカ(日産化学社製 スノーテックス ST-OS, 粒子径は平均 9 nm)は製造日の異なる二種類を準備した。炭化ケイ素試験片として、入手1年未満の水分散ナノシリカを担持させた試験片(SiC\_new), 入手後4年以上経過した水分散ナノシリカを担持させた試験片(SiC\_old)と水分散ナノシリカが無担持の試験片(SiC\_no)を準備した。

#### 2.2 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両摩擦面に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、スポットに保持した水分散ナノシリカを試験面に吹き付けた。

#### 2.3 摩擦試験方法

炭化ケイ素の三種類の試験片(SiC\_new, SiC\_old, SiC\_no)においてすべり速度 300 mm/s のステップ荷重試験を行った。初期荷重 50 N で 60 秒間なじませた後、200 N から 4800 N まで 30 秒のステップ荷重で載荷した。この時の荷重勾配は 10 N/s である。いずれの試験片も 4800 N まで荷重が達することなく、摩擦力が急上昇した時点で試験終了とした。

### 3. 実験結果及び考察

#### 3.1 実験結果

Figure 2 にステップ荷重試験結果の典型的な例として、SiC\_new と SiC\_old の摩擦挙動を示す。摩擦係数が急上昇するまで低摩擦を維持するのが特徴的である。SiC\_new では 400 N

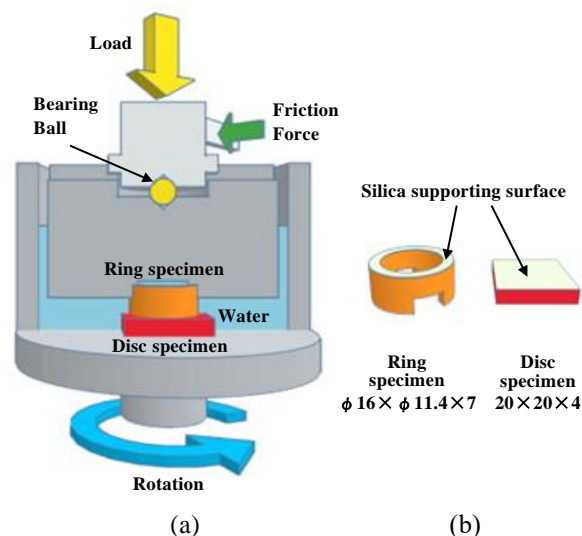


Fig. 1 Schematic images of (a) ring-on-disk friction apparatus and (b) image of specimens.

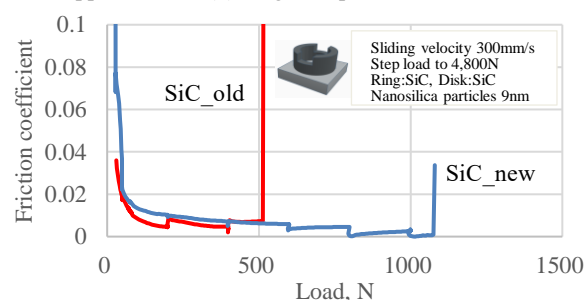


Fig. 2 An example of friction properties of SiC\_new and SiC\_old obtained by step loading test under water lubrication.

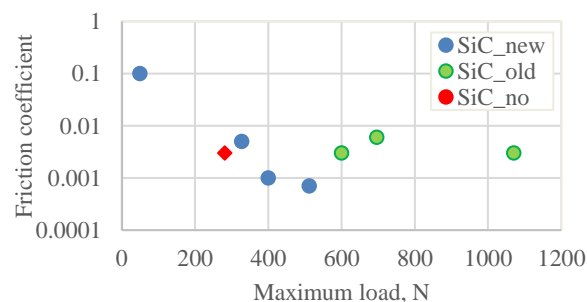


Fig. 3 Friction coefficient as a function of maximum load in step loading test under water lubrication.

から荷重が増加した直後に摩擦係数が增大している。その直前の摩擦係数は 0.005 であった。SiC\_old は 1000 N から荷重が増加した段階で摩擦係数が増大し、その直前の摩擦係数は 0.003 であった。

摩擦力が急上昇する直前の荷重を最大荷重と定義し、最大荷重時の摩擦係数と最大荷重との関係を Fig.3 にプロットした。SiC\_new では、おおむね 400 N 前後の最大荷重を超えると摩擦係数が上昇した。しかし、摩擦試験開始後数秒で摩擦係数が急上昇する場合もあった。ナノシリカを担持させていない SiC\_no は 300 N で摩擦係数の上昇がみられた。一方、SiC\_old では最大荷重が 600~1070 N となり、他と比較して有意な高耐荷重性を示した。

### 3.2 考察

炭化ケイ素に担持されたナノシリカ粒子は、メーカーと製品は同一であるが保管期間が異なっている。その違いが摩擦挙動の違いに影響を与えた可能性を考えた。そこで保管期間の異なる二種類のナノシリカ粒子を炭化ケイ素に担持させた試験片を作成し、担持面に対する X 線光電子分光分析(アルバックファイ社製, PHI5000 VersaProbe)を行った。各試験片において C, O, Si 以外は検出されなかった。C は炭化ケイ素由来であると考えられる。Figure.5(a)と 5(b)に、SiC\_new と SiC\_old における O1s および Si2p ピークのスペクトルを示すが、SiC\_new と SiC\_old の間には認められない。

水分散された状態のナノシリカ粒子に対して 650~4000  $\text{cm}^{-1}$  の範囲での IR 吸収分析(日本分光社製, FT/IR-4100typeA)をおこなった。縦軸は水の変角振動にもとづく吸収による 1640  $\text{cm}^{-1}$  でのピークで規格化されている(Fig6)。この場合も SiC\_new と SiC\_old の間で違いは認められなかった。以上二つの検討により SiC\_new と SiC\_old において成分上で差がないものと考えた。

Figure.7 に摩擦試験と同等の条件でナノシリカを担持させた試験片上の未摩擦部から得た FT-IR スペクトルを示す。縦軸は  $\text{Si}-\text{O}-\text{Si}$  の変角振動の吸収である 1100  $\text{cm}^{-1}$  のピークで規格化されている<sup>4)</sup>。横軸は 800~1600  $\text{cm}^{-1}$  を拡大して示す。両者において 1300~4000  $\text{cm}^{-1}$  では目立った吸収はみられなかった。SiC\_old において 920  $\text{cm}^{-1}$  の明確な吸収がみられる。この付近には 870  $\text{cm}^{-1}$  や 950  $\text{cm}^{-1}$  にシラノール( $\text{Si}-\text{OH}$ )の変角振動による吸収が示唆されている<sup>4)</sup>。このことは摩擦試験用の担持プロセスを経て、SiC\_old では SiC\_new よりも多くのシラノール基が形成され、それが摩擦試験における耐荷重性の増加につながった可能性を示唆している。

### 4. おわりに

ナノシリカを担持させたケイ素含有セラミックスの水潤滑試験を行った結果、0.01 以下の低摩擦係数を維持できる最大荷重がナノシリカ粒子を担持しない場合の 282 N を超えて最大で 1070 N まで増大するという結果を得た。しかし一部の試験片では最大荷重が、ナノシリカ粒子を担持しない場合より低い 50 N となった。ナノシリカの入手後の経過時間の差(1 年未満, 4 年以上)が、それらの原因であることが示唆されたが、XPS や FT-IR からは経過時間の差によるナノシリカ自体の化学的構造への影響を特定できなかった。

### 謝辞

本研究の一部は、新あいち創造研究開発補助金(4 産科技第 173-19 号)により実施しました。深く感謝の意を表します。

### 文献

- 1) 足立:セラミックスの水潤滑, トライボロジスト, 52, 8 (2007) 604.
- 2) 坂本・神田・足立:炭化ケイ素の水潤滑特性に及ぼす摩擦対に施す表面テクスチャの組み合わせの影響, トライボロジー会議 2021 秋 松江, C13
- 3) 堀場・内山・上坂:ナノシリカ粒子を担持させた Si-DLC 膜の水潤滑特性, トライボロジー会議 2022 春 東京, C1
- 4) 宇津木:表面処理シリカゲル表面基の赤外吸収スペクトルによる同定, 日本化学会誌, 1972, 12(1972) 2237.

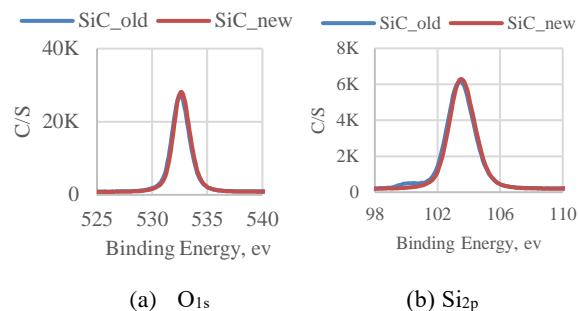


Fig. 4 XPS spectra of SiC\_new surface and SiC\_old surface, (a)O1s, (b)Si2p.

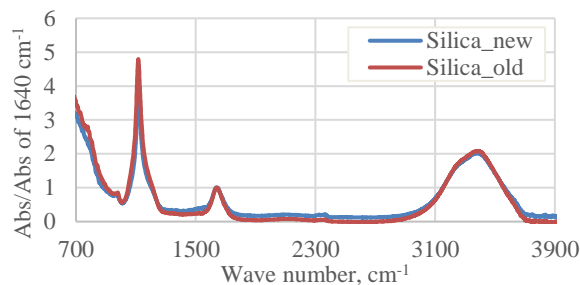


Fig. 5 FT-IR spectra of colloidal silica of SiC\_new and SiC\_old, normalized by Abs. value at 1640  $\text{cm}^{-1}$ .

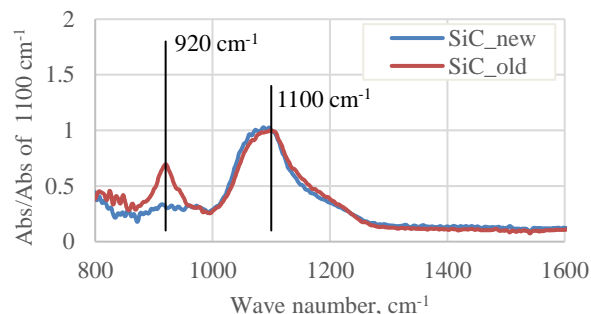


Fig. 6 FT-IR spectra of silica supporting surfaces of SiC\_new and SiC\_old, normalized by Abs. value at 1100  $\text{cm}^{-1}$ .