

## 摩擦界面その場 SEM 観察による POM の摩擦・摩耗メカニズムの解明 -摩耗粉の生成-

### Friction and wear mechanisms of POM by the in-situ SEM observations of the friction interfaces -the formation of the wear debris-

兵庫県大・工（正）○木之下 博 兵庫県大・工（正）松本 直浩

Hiroshi Kinoshita, Matsumoto Naohiro

University of Hyogo

#### 1. はじめに

近年、軽量・自己潤滑性を有する樹脂のトライボマテリアルへの適応が拡大されているが、樹脂のトライボロジーに関しては十分に理解されていない。樹脂の摩擦では摩耗が大きいことが特徴的であり、アブレシブ摩耗、疲労摩耗、凝着摩耗に分けられる。相手材が平坦である場合は凝着摩耗が主に生じるが、凝着摩耗はさらに摩耗が激しいシビア摩耗と摩耗が少ないマイルド摩耗、シビア摩耗からマイルド摩耗への移行なども生じ、摩耗粉の形状も薄片状のものやロール状の物などがあるなど複雑な現象となっている。凝着摩耗では摩擦相手材表面への移着によって摩耗が生じる。そのため移着膜との摩擦になるので、移着膜の状態によって摩擦・摩耗が変化すると考えられ、加えて樹脂の種類（結晶性、非晶性、熱硬化、熱可塑など）や摩擦温度などに強く影響されると考えられるが、未明な点が多くある。また摩耗粉が摩擦界面から排出されるまでに、樹脂表面と摩擦相手材に摩耗粉が挟まれた状態での摩擦になるが、このようなことが摩擦に与える影響については全く明らかでない。

移着膜の状態やマイクロサイズの摩耗粉の形成過程、さらに摩耗粉の摩擦界面での振る舞いは、その場観察がメカニズム解明に有効と思われるが、ガラスなどの透明材料を摩擦相手材とした光学顕微鏡観察では分解能が十分でない。そのため電子顕微鏡によるその場観察が必要である。しかし走査電子顕微鏡(SEM)では摩擦痕を鳥瞰的に観察することしかできず、透過電子顕微鏡(TEM)では摩擦界面を真横からのみで、摩擦界面を真上から詳細に観察することはできていなかった。そのような中、我々のグループでは TEM 観察用に市販されている電子透過膜を用いて、摩擦界面を真上から SEM で観察する方法を世界で初めて開発した[1-4][1]。本研究では樹脂としてポリアセタール(POM)を用いて、POM と電子透過膜を摩擦させて POM 摩擦表面の変化、電子透過膜への POM の移着、摩耗粉の発生をその場 SEM 観察した結果について報告する。

#### 2. 実験

装置のアナロジーとしては、光学顕微鏡観察におけるガラスを電子透過膜に置き換えたものである。電子透過膜は Si や  $\text{SiO}_2$ 、 $\text{Si}_3\text{N}_4$ 、グラフェン製の薄膜で市販されているが、厚さが最大でも 500 nm であり、そのためマイクロトライボメータを用いて、摩擦を行っている。Fig.1 に今回の装置の模式図を示している。POM は Pin 状にしたもの用いており、その先端が電子透過膜と摩擦する。電子透過膜は  $\text{Si}_3\text{N}_4$  製(SiN film)で厚さは 200nm である。POM 自体は導電性がないため、低真空モードで反射電子を検出することで結像している。電子透過膜は電子に対して透過するので結像されず、摩擦されている POM 表面、電子透過膜に移着した POM、摩耗粉が結像されることとなる。

Fig.2 に実際の装置の写真を示している。荷重、摩擦力は薄い二つの板とひずみゲージを組み合わせた曲げロードセル(Bending beam)によって測定している。電子透過膜は POM Pin の真上に設置され、拡大機構付き PZT に固定されており、荷重調整・摩擦振幅は電子透過膜を可動させて行っている。粗動は超音波モータステージで行っている。荷重は 5.3mN、しゅう動幅は約 420  $\mu\text{m}$  である。

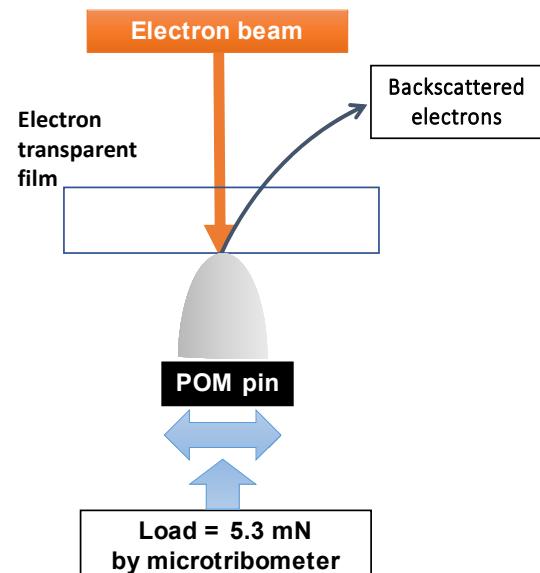


Fig. 1 Schematic drawing of in-situ SEM observation of friction interfaces

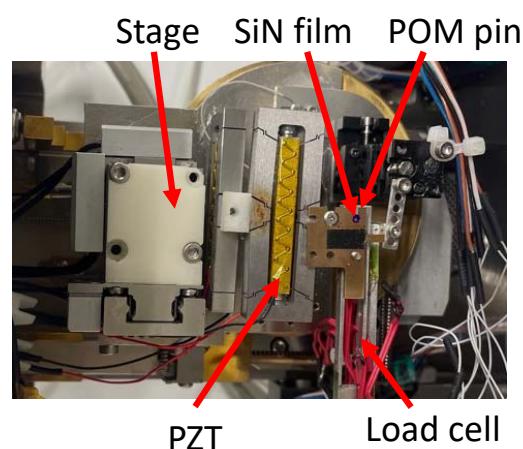


Fig. 2 Photo of the tribometer

### 3. 観察結果

Fig.3 にその場 SEM 観察で得られた摩擦界面 POM 表面の摩擦回数変化を示している。Fig.3 (a)は 1 cycle での SEM 像を示しているが、POM 表面が明瞭に観察され、摩耗粉なども存在しない。摩擦回数が増えると、電子透過膜に POM の移着が生じ、徐々に移着膜が成長するのが観察された。すなわち今回の摩擦条件では、凝着摩耗が生じている。Fig.3 (b)に 29 cycles の時の SEM 像を示しているが、電子透過膜に移着した POM が明るく結像されている。また POM 表面の接触部境界付近で繰返し応力によると思われるミクロンサイズの無数の亀裂の形成が見られた。ただ、まだ全く摩耗粉は観察されていない。摩擦力は移着膜の成長に伴い減少していった。そして摩擦力は最小値になり、さらに続けて移着膜の膜厚が増加すると摩擦力は増加に転じた。Fig.3 (c)は 54 cycles での SEM 像であるが、成長し厚くなった移着膜と、摩耗粉が観察されている。この摩耗粉は移着膜が数  $\mu\text{m}$  に達したときに、移着膜が剥離することによって生じることが観察された。すなわち摩耗粉は POM 表面からではなく、移着膜が剥離することによって生じることが明らかとなった。またこの摩耗粉は往復摺動であるため直ぐには摩擦界面から排出されず、電子透過膜と POM 表面に挟まれて摩擦されていた。Fig.3 (d)の 77 cycles で見られるように、電子透過膜と POM 表面間距離がある値であると摩耗粉は転がり、ロール状になることも観察された。またこのようになると摩擦力は増加するが、移着膜が剥がれることによって POM と電子

透過膜の接触部分が増加すること、あるいは摩耗粉が抵抗になることの影響と思われる。さらに Fig.3 (e)の 115cycles と Fig.3 (f)のその模式図で示すように移着膜が大きく剥がれて遊離し、POM 表面、剥がれた移着膜、電子透過膜の 3 体による摩擦になることも観察された。このように POM による摩擦は摩耗粉によって非常に複雑な摩擦となることが明らかとなつた。

### 4. まとめ

本研究では、POM 摩擦界面のその場 SEM 観察を行い、これまで未明であった以下の現象が明らかになった。(1)摩耗粉は POM 表面から直接排出されることではなく、移着膜が剥がれることによって生成されること、(2)ロール状の摩耗粉は、移着膜が剥がれ POM 表面と電子透過膜の間に適度な距離がある時のみ、その間で回転させられ生成されること、(3)移着膜が大きく剥離し、遊離した状態となって POM と電子透過膜の間に挟まり、摩擦が POM と遊離移着膜の間と、遊離移着膜と電子透過膜の間との 2箇所で生じることもあること、が明らかとなつた。

- [1] Kinoshita, H., and Matsumoto, N., "Novel Method for Direct Observation of Friction Interfaces between SUJ2 Ball and Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Thin Film Using Scanning Electron Microscopy," *Tribology Online*, 14, 5, 2019, 382–387.
- [2] 木之下博, 松本直浩, "新奇な走査電子顕微鏡による境界潤滑下の摩擦界面観察の試み," トライボロジー会議2019 春東京, 2019, E25.
- [3] 木之下博, 松本直浩, "電子透過膜を用いたPAO中の境界潤滑摩擦界面のSEMによるその場観察," トライボロジー会議2021 秋 松江, 2021, A9.
- [4] 木之下博, 松本直浩, "電子透過膜を用いたSEMによる摩擦界面 のその場観察 -ナノ材料の摩擦 -," トライボロジー会議2022 春 東京, 2022, A25.

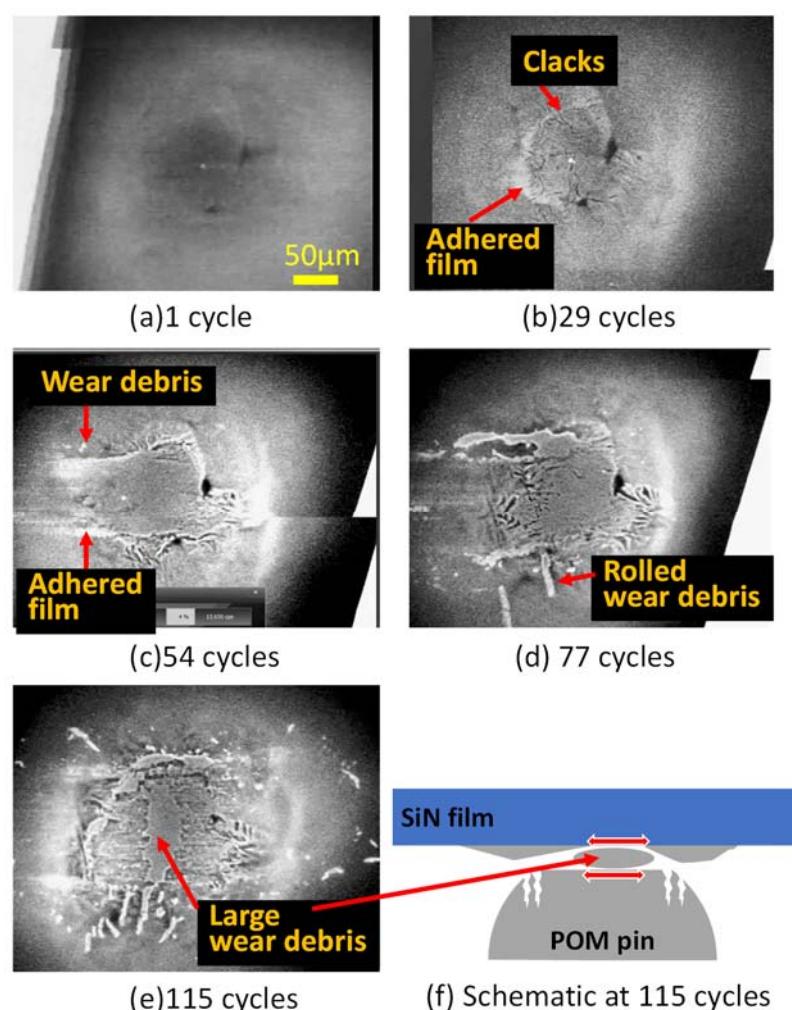


Fig. 3 SEM images of POM surfaces slid against the SiN film at (a) 1 cycle, (b) 29 cycles, (c) 54 cycles, (d) 77 cycles, and (e) 115 cycles. (f) The schematic configuration of the large wear debris, POM pin, and SiN at 115 cycles.