

## ナノシリカ粒子を担持させた窒化ケイ素の水潤滑特性

### Water Lubrication Characteristics of Silicon Nitride 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 や炭化ケイ素の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),4)</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窒化ケイ素の適用を試みた。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、窒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、定格荷重が 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（精製水）は交換されることはない。

窒化ケイ素（ $\text{Si}_3\text{N}_4$ ）製のリングとディスクの摩擦面に対してラップ処理を行い、面粗さを  $R_a=0.1\text{ }\mu\text{m}$  以下にした。

##### 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（日産化学社製スノーテックス ST-OS、粒子径は平均 9 nm）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、スポイトに保持した水分散ナノシリカを試験面に吹き付けた。その後、未担持のシリカを除去する目的でふき取りを行った。

#### 3. 実験結果及び考察

##### 3.1 実験結果

まず、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 まで荷重を 30 秒ごとに 200N 増やし、4800 N で 300 秒待機後試験終了とした。また、摩擦力が急上昇した時点でも試験終了とした。ステップ荷重試験により、ナノシリカ粒子が担持された窒化ケイ素におけるリングオンディスク試験では、摩擦係数が開始直後から大きくなることがわかった。Figure 2 には  $\text{Si}_3\text{N}_4$  の摩擦面にナノシリカが担持された試験片（Silica）とナノシリカ無担持の試験片（No silica）の摩擦挙動を示す。いずれの実験においても、開始直後から摩擦係数の上昇が認められた。ナノシリカが担持された窒化ケイ素試験片においては、 $N=5$  のいずれも初動から摩擦係数が増大した。

##### 3.2 実験条件追加

耐荷重性能の向上を図るため、試験片の一方を  $\text{Si}_3\text{N}_4$  から a-C:H に変更した。ナノシリカ粒子を担持させない場合（ $\text{Si}_3\text{N}_4$ :a-C:H\_No silica）と  $\text{Si}_3\text{N}_4$  にナノシリカ粒子を担持させた場合（ $\text{Si}_3\text{N}_4$ :a-C:H）の一例を Fig.3 に示す。いずれも荷重 4800N まで到達し摩擦係数の上昇はなかった。

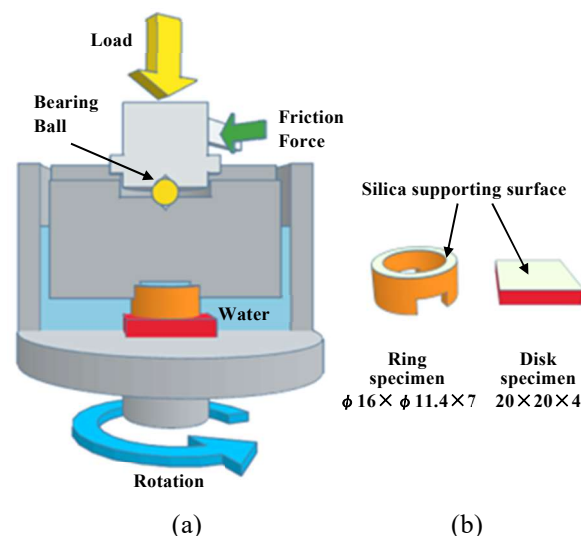


Fig. 1 Schematic images of (a) ring-on-disk friction apparatus and (b) image of specimens.

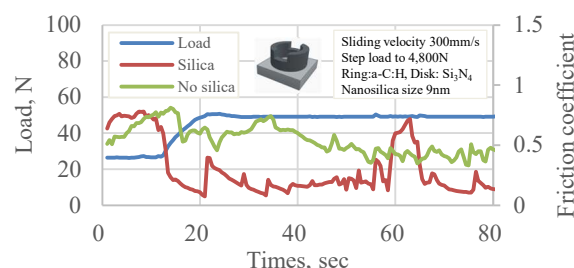


Fig. 2 An example of friction properties of  $\text{Si}_3\text{N}_4$  specimens supporting and not supporting nanosilica particles obtained by step loading test under water lubrication.

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. 4 に示す。Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>:a-C:H\_No silica (N=3), Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>:a-C:H (N=5), 摩擦面にナノシリカ粒子を担持させた Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> (N=5) の他, 比較のために摩擦面にナノシリカを担持させたケイ素含有 DLC のケイ素重量含有率 20% (Si20\_DLC, N=2), 40% (Si40\_DLC, N=5), 50% (Si50\_DLC, N=5)<sup>3)</sup>と SiC (N=11)<sup>4)</sup>の摩擦試験結果も記載する。Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>:a-C:H はいずれも荷重 4800N まで摩擦係数が急上昇することはない, 実験終了時の摩擦係数は 0.02~0.04 であった。一方, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>:a-C:H\_No silica はばらつきが生じ, 最大荷重は 2900~4800N, 最大荷重時の摩擦係数は 0.03~0.08 となった。

### 3.3 考察

Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>:a-C:H の Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> と a-C:H の摩擦・未摩擦面を電界放出型走査電子顕微鏡 (日立ハイテクノロジーズ社製 SU-70, 以下 FE-SEM) にて観察した。Figure 5 (a)は 9nm のナノシリカ粒子が担持された Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 未摩擦面, Fig.5 (b)は試験後の摩擦面である。Figure 5 (a)にはナノシリカが重層的に Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 表面に担持されているが, 摩擦試験後には平滑になり (Fig.6 (b)), 面粗さは Sa 16nm から Sa 9.9nm に低下した。一方, Fig. 5 (c) は a-C:H の未摩擦面, Fig.5 (d)は摩擦試験後の摩擦面である。面粗さは Sa 1.9nm から Sa 6.1nm と大きくなった。リングオンディスク試験において, 9nm のナノシリカ粒子が重層的に担持された Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 表面は, a-C:H と摩擦することで平滑化されることがわかる。一方, a-C:H 表面は, Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> に担持されたナノシリカ粒子を平滑化する際, 摩耗痕が生じたと考えられる。しかし, 摩耗痕の深さは小さいため, 耐荷重 4800N においても摩擦係数は低摩擦で安定した。

### 4. おわりに

粒子径が 9nm のナノシリカを担持させた Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> 製リングとディスクの水潤滑しゅう動を行ったところ, 初動から摩擦係数が増大した。そこで耐荷重性能の向上を目指し, 摩擦試験片の片面を a-C:H に切り替えた。Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> と a-C:H の摩擦試験では耐荷重性能が向上し, ナノシリカを担持させた場合, 少なくとも 4,800N の耐荷重性能と 0.02~0.04 の摩擦係数が得られた。

### 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: ケイ素系セラミックスを用いた水潤滑システムにおける超低摩擦の耐久性に及ぼす摩擦材料組み合わせの影響, トライボロジー会議 2022 秋 福井, D33.
- 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) 堀場・内山・上坂: 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, トライボロジー会議 2022 秋 福井, F16.

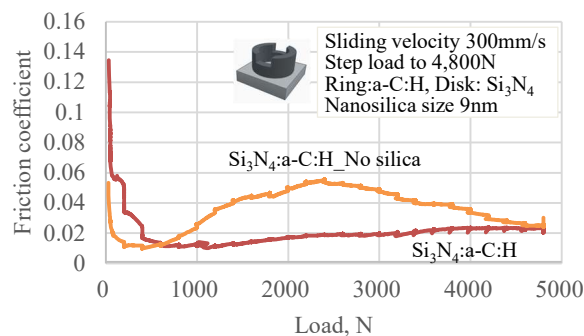


Fig. 3 An example of friction properties of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>:a-C:H and Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>:a-C:H\_No silica obtained by step loading test under water lubrication

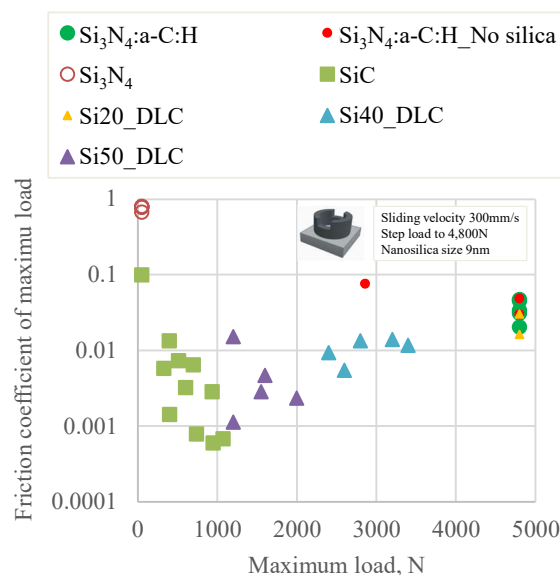


Fig. 4 Friction coefficient as a function of maximum load in step loading test under water lubrication.

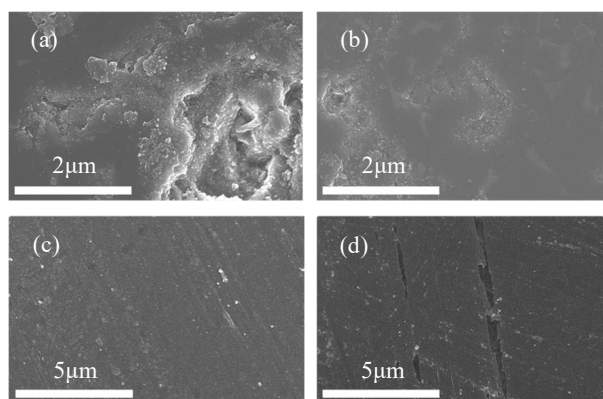


Fig. 5 Images of FE-SEM, (a).non-friction surface of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>(Sa 16nm), (b).friction surface of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>(Sa 9.9nm), (c).non-friction surface of a-C:H(Sa 1.9nm), (d).friction surface of a-C:H(Sa 6.1nm)