

# 水素雰囲気圧力が PEEK 複合材の摺動特性に及ぼす影響

Effect of hydrogen gas pressure on the tribological behavior of PEEK composite

九大（正）\*新盛 弘法 NOK（株）（正）橋本 光 九大（非）石井 康太郎

九大（正）森田 健敬 NOK（株）（正）青柳 彩子 NOK（株）（正）本田 重信 九大（正）澤江 義則

Hironori Shinmori\*, Hikaru Hashimoto\*\*, Kotaro Ishii\*

Takehiro Morita\*, Ayako Aoyagi\*\*, Shigenobu Honda\*\*, Yoshinori Sawae\*

\*Kyushu University, \*\*NOK Corporation

## 1. はじめに

化石燃料に代わるクリーンなエネルギー源として、水素エネルギーおよびそれを用いた燃料電池自動車（Fuel Cell Vehicle, FCV）が注目を集めている。この FCV の普及のためには、車体へ水素を充てんするための水素ステーション等のインフラ整備が求められる。ISO 規格により高圧水素ガスの品質が厳格に規定されているため、水素ステーション内の高圧ガスコンプレッサーでは自己潤滑性を有する四フッ化エチレン（Polytetrafluoroethylene: PTFE）をベースとした複合材がピストンリング材料として用いられている。Sawae らはガラス繊維、2 種の炭素繊維、ポリフェニレンサルファイドをそれぞれ充てんした PTFE 複合材を、常圧の水素ガス・空気中にて摺動評価した<sup>(1)</sup>。その結果、炭素繊維を始めとする充てん材を加えることで著しい摩耗特性の改善が確認された。また FCV への供給の都合上、水素ガスはコンプレッサーによって約 80 MPa まで圧縮され、ピストンリングなども高圧の水素ガスに曝された環境下で摺動しなければならない。Nakashima らは 40 MPa の高圧水素ガス中で金属材料の暴露試験を行い、前後での変化を評価した<sup>(2)</sup>。化学分析の結果、水素ガスによる還元作用による純金属成分の増大を報告している。さらに森田らは大気圧・高圧水素ガス中で PTFE 複合材の摩擦試験を実施したところ、ガス圧によって相手金属表面に形成される転移膜の組成が異なることを示した<sup>(3)</sup>。このように水素ガス圧によって PTFE の摺動特性が変化することが報告されているが、他の樹脂複合材に関しての知見は未だに乏しい。そこで本研究では、雰囲気圧力の異なる水素ガス中での polyetheretherketone (PEEK) 複合材の摺動特性を、各種分析を通して明らかにすることを目的とした。

## 2. 試験方法

本研究では、大気圧 ( $P=0.1$  MPa)・高圧 ( $P=40$  MPa) 水素ガスが樹脂複合材に与える影響を評価するために、高度雰囲気制御ピン・オン・ディスク型摩擦試験機と高圧容器内にピン・オン・ディスク型の摩擦機構を組み込んだ摩擦試験機にて試験を行った。両試験機ともに、ピン試験片を保持するアームに荷重を負荷し、ディスク試験片下部に取り付けられたモーターを回転させることで、一方向回転滑り試験を行った。ピン試験片 ( $\phi 6$  mm \* 15 mm) として、炭素繊維充てん PEEK (以下 PEEK) を用意した。相手面には、オーステナイト系ステンレス鋼 SUS316L をディスク試験片 (直径 56 mm, 内径 20 mm, 厚さ 3 mm) として用いた。ディスク試験片に関しては、試験前に  $Ra=0.05$   $\mu$ m になるように表面粗さを調整した。しゅう動条件は、滑り速度 0.25 m/s, 荷重 50.89 N (平均接触圧力 1.8 MPa), 試験片近傍温度 100 °C とした。総滑り距離は 4500 m とし、両試験機とも高真空に引いた後、水素ガスを充てんした。また比摩耗量の算出のために、試験前後で重量計測を行った。試験後の試験片に対し、レーザー顕微鏡による表面観察に加え、X 線光電子分光法 (X-ray photoelectron spectroscopy, XPS), ラマン分光分析, FT-IR 分析を行った。比較として、従来材料である炭素繊維・ブロンズ充てん PTFE 複合材 (以下 PTFE) を同条件で評価した<sup>(3)</sup>。

## 3. 結果および考察

摩擦試験の結果を Fig. 1 に示す。大気圧条件において、PTFE, PEEK はそれぞれ滑り距離 1000 m 付近まで摩擦が増加し、その後は減少傾向を示した。一方で、高圧条件では開始後すぐに摩擦が増加するが、その後一定の摩擦係数で推移する傾向が確認された。

Figure. 2 に試験後のピン表面のレーザー写真を示す。大気圧下 PTFE 表面では炭素繊維の突出が確認された一方で、高圧下では比較的平坦な形状が確認された。PEEK 表面では、部分的にフィルム状の構造が観察された。このフィル

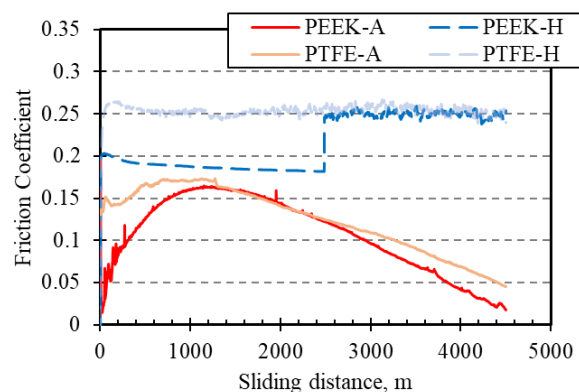


Fig. 1 The transition of friction coefficient. “A” means atmospheric and “H” means high gas pressure.

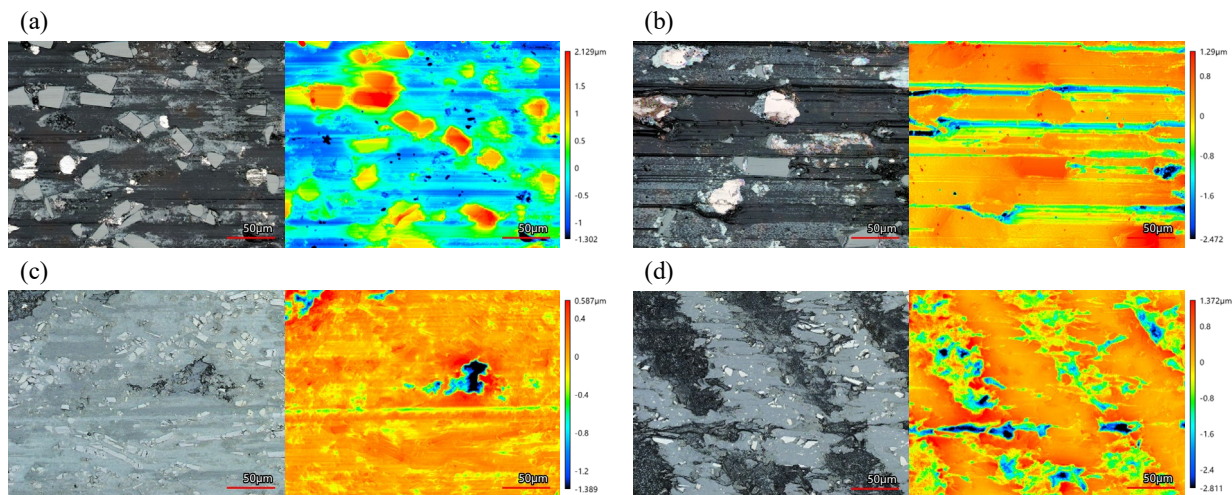


Fig. 2 Laser microscopic images of the pin surface. (a) PTFE under atmospheric gas pressure, (b) PTFE under high gas pressure, (c) PEEK under atmospheric gas pressure, and (d) PEEK under high gas pressure.

ム形状に対して、ラマンおよび FT-IR 分析をした結果、炭素繊維由来のラマンスペクトルならびに母材である PEEK 由来の IR スペクトルが検出された。このことから、ピン表面の膜は摩擦により形成された PEEK と炭素繊維が複合したトライボフィルムであると考えられる。一方で、PTFE ピン表面では炭素繊維の突出がレーザー画像、ラマン分光分析の結果から確認された。

またディスク表面に対してラマン分光分析を行った結果、炭素繊維由来のラマンスペクトルがピン表面と同様に検出された。さらに転移膜の組成を分析するために、XPS 分析を行った。PEEK 表面では、両ガス圧で炭素のピークが顕著に検出された。一方で、PTFE 表面において、大気圧条件では炭素繊維・フッ化金属のピークが検出されたことに対し、高圧水素ガス中では C F 結合由来のピークが炭素・フッ素の検出域において確認された (Fig. 3)。先行研究において、炭素繊維による摺動特性の向上が報告されている<sup>(1)</sup>。一方で、水素ガス圧力によって金属表面の特性が変化することが報告されている<sup>(2,3)</sup>。したがって、大気圧水素ガス中では炭素繊維による転移膜が主に摩擦挙動に寄与したため、PTFE・PEEK とともに低摩擦を示したと考えられる。一方で高圧水素ガス中では、PTFE・PEEK それぞれで形成される転移膜の組成が異なるために、摩擦の差が生じたと考えられる。

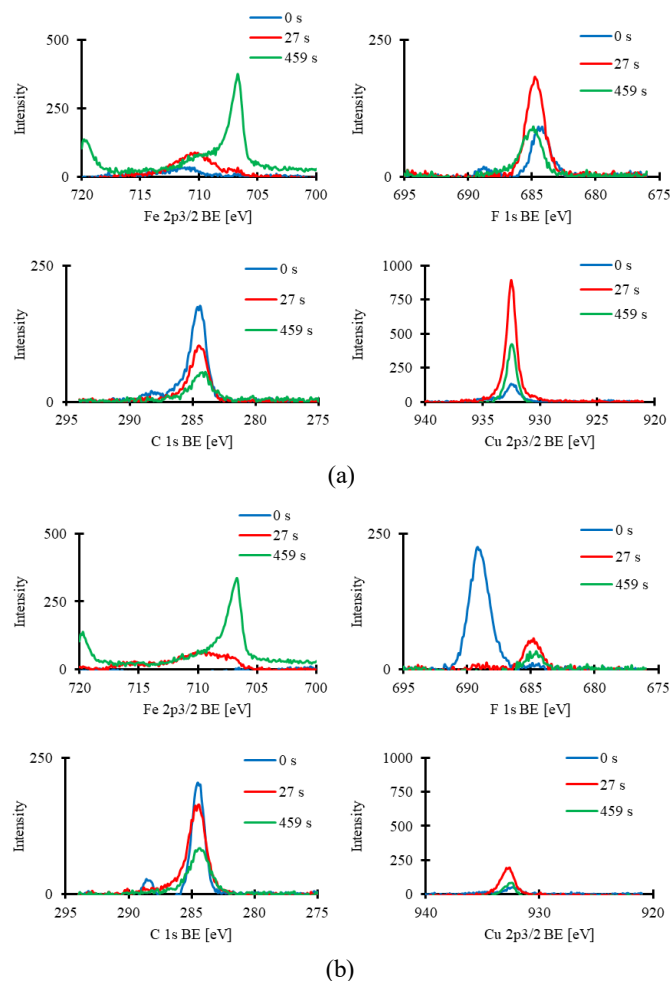


Fig. 3 XPS analysis results after friction test of PTFE. “Time” means Ar etching time. (a) atmospheric and (b) high gas pressure.

#### 4. 結言

本研究では、異なる水素ガス雰囲気圧力下での PEEK 複合材の摺動特性を評価した。結果として、大気圧下では炭素繊維による転移膜の潤滑特性が発揮されるが、高圧下では母材によって転移膜の組成が異なることが確認された。

#### 文献

- 1) Y. Sawae, et al., Tribology International, 157 (2021) 106884.
- 2) K. Nakashima, et al., Proc. Inst. Mech. Eng. Pt. J: J. Eng. Tribology. 224 (2010) 285–292.
- 3) 森田 健敬 他, トライボロジー会議 2023 春 東京, 2023.