

シリカナノ粒子を担持した Si-DLC 膜が発現する水潤滑特性のメカニズム解明

Elucidation of the Mechanism of Water Lubrication Properties of Silica Nanoparticles Supported on Si-DLC

岐阜大・工（院）*葛谷 修造 岐阜大（正）上坂 裕之 三友特殊精工（正）堀場 夏峰

Shuzo Kuzuya*, Hiroyuki Kousaka*, Natsuo Horiba**

*Gifu University, **Sanyu Tokusyu Seiko

1. はじめに

水を用いた境界潤滑環境下において、ケイ素を含有するセラミックスが摩擦係数が 0.01 を下回る超低摩擦を発現することが確認されており¹⁾、セラミックスと水とのトライボケミカル反応によって豊富な Si-O 結合を豊富に含んだ物質や層が超低摩擦の発現要因なのではないかと提唱されている。しかし、セラミックスは非常に硬度が高いため、加工性に乏しく、加工品が高価になりやすいという問題点がある。そこで、我々はしゅう動界面に Si-O 結合を豊富に存在させるために、SiO₂ を主成分とするシリカナノ粒子を摩擦面に担持することで鋼材でもセラミックスと同様の超低摩擦を安価に実現することを着想した。これまでに、シリカナノ粒子と Si を介する結合により強固に結合されることを期待して Si-DLC (Si-doped Diamond-Like Carbon) をバインダー層として採用し、それらが超低摩擦を発現することをリングオンディスク試験を用いて実証した²⁾。さらに、ボールオンディスク試験においても、ディスク側へのシリカナノ粒子担持により、水境界潤滑環境下の摩擦低減が見られることを実証した³⁾。

本研究では、Si-DLC にシリカナノ粒子を塗布した際に発現する超低摩擦がどのようなメカニズムで発現するかを明らかにすることを目的とし、ボールオンディスク試験でシリカナノ粒子に起因する低摩擦が見られる場合の摺動面に対する XPS (フルスペル) 分析を行った。

2. 実験方法及び実験装置

2.1 Si-DLC 試験片

シリカナノ粒子を担持させる試験片として、プラズマ CVD によって合成される Si 含有量が 8.0 wt.% の水素含有 Si-DLC (a-c:H:Si) を用意した。なお、Si 含有量は SEM-EDS (日立、S-4300) を使用し、Si と C の含有量を 100 % として算出した。試験片サイズは直径 22.5 mm、厚さ 4 mm の高炭素クロム軸受鋼鋼材 (SUJ2, JIS) である。

2.2 シリカナノ粒子担持方法

水潤滑による低摩擦を発現させるために、Si-DLC コーティング面に粒子径が平均 9 nm の水分散シリカナノ粒子 (日本化学製スノーテックス ST-OS) を担持させた。Fig.1 に担持方法を示す。①大気圧プラズマ照射装置 (日本プラズマトリート株式会社、FG5001+1RD1004) を用いて 30 秒かけて Si-DLC 試験面を洗浄後、②20 秒間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 Si-DLC 試験面に吹き付けた。この作業をもう一度繰り返し、③最後に 30 秒間大気圧プラズマで Si-DLC 試験面の処理を行った。

2.3 実験装置及び実験条件

Ball-on Disk 摩擦試験装置の概略図を Fig.2 に示す。Ball 試験片と Disk 試験片の接触点近傍に脱イオン水適時滴下し、接触点の浸水を維持した状態で試験を行った。

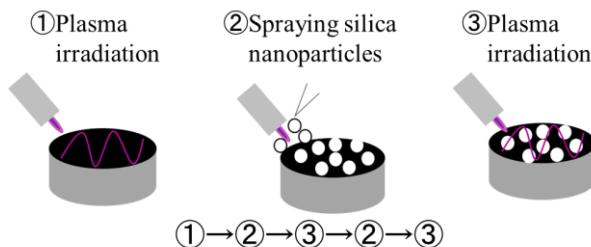


Fig.1 Step of applying the Silica NP

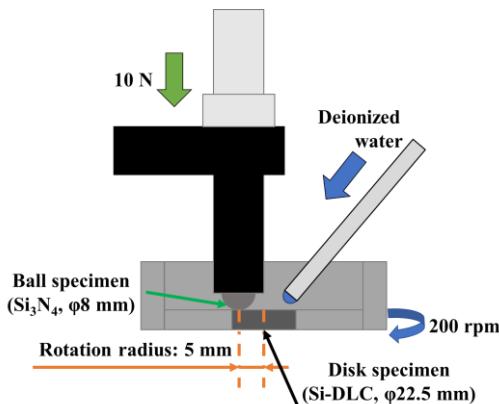


Fig.2 Schematic of Ball-on-Disk friction test

3. 実験結果

Fig.3 に Si-DLC にシリカナノ粒子を担持した際の水潤滑環境下における Ball-on Disk 摩擦試験結果を示す。シリカナノ粒子を担持しなかった場合の摩擦係数は 0.08 程度である一方、シリカナノ粒子を担持した過去の報告³⁾では、Si-DLC 膜にシリカナノ粒子を担持した際の摩擦係数が 0.01 程度になることを報告したが、今回の試験では約 0.03 と少し高い摩擦係数を示している。これは、前報では試験直前に大気圧プラズマ処理を行って親水性を回復してから摩擦試験を行ったが、今回は当該装置の故障でそれを行うことができず、それが影響したと考えている。また、Fig.4 に Disk 側摩

耗痕の光学顕微鏡画像を示す。

シリカナノ粒子を担持した Si-DLC 膜の摺動部と未摺動部の結合状態の比較のために XPS を用いて測定した。Fig.4 に摩擦試験を行った後の Disk 側摩耗痕と摩耗痕外の Si2p ナロースペクトルを示す。摩耗痕外を計測したデータでピークフィッティングを行ったところ、103.2 eV, 103.6 eV を中心とするピークでフィットされ、文献^{4),5)}を参考にそれぞれ Si_2O_3 , SiO_2 であると判定した。一方、摩耗痕を計測したデータでピークフィッティングを行ったところ、それぞれ Si_2O_3 , SiO_2 と判定される 103.2 eV, 103.6 eV のピークに加えて、100.6 eV, 101.5 eV を中心とするピークでフィットされ、文献^{4),5)}を参考にそれぞれを Si_2O , SiO であると判定した。

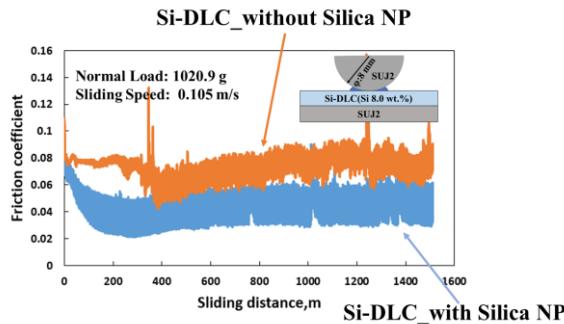


Fig.3 Friction coefficient as a function of skidding distance

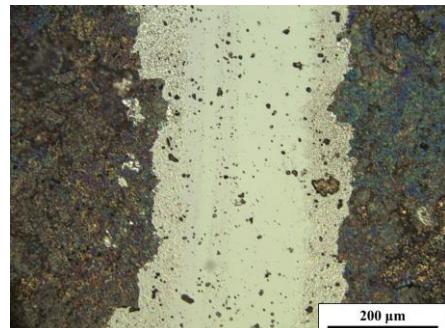


Fig.4 Worn surface of silica-supported disk after sliding

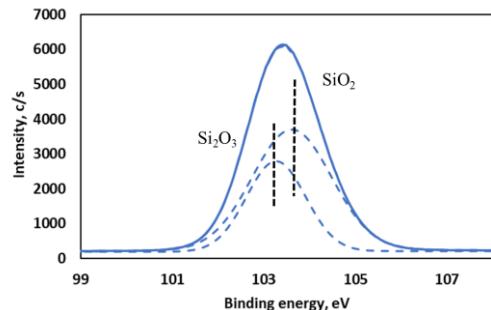


Fig.5 XPS spectra from disk surface without sliding (Si2p)

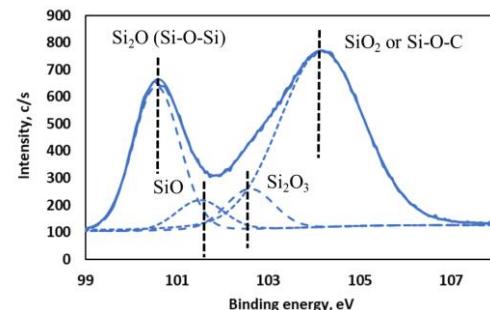


Fig.6 XPS spectra from disk surface after sliding (Si2p)

4. 考察

Si-DLC 膜にシリカナノ粒子を担持する事で摩擦係数が低下していることから、Si-DLC 膜にシリカナノ粒子を担持する事は摩擦係数が低下させる手法として有用であると考えられる。また摩耗痕の XPS 計測結果より、摩耗痕外では見られなかった Si_2O , SiO のピークが現れていることから、担持前のシリカナノ粒子がそのまま維持されているわけではないことは明らかである。しかしフィットピークの中でも SiO_2 が主であることから、シリカナノ粒子が摩耗しつつ、トライボケミカル反応を受けて変性しながら残存した層があるように思われる。

5. 結言

本研究では、Si-DLC 膜にシリカナノ粒子を担持した際に発現する低摩擦メカニズムを Ball-On Disk 摩擦試験明らかにすることを目的とした。得られた結論を以下に示す。

- Si-DLC 膜にシリカナノ粒子を担持しなかった際の摩擦係数が 0.08 程度であるが、シリカナノ粒子を担持した際の摩擦係数は 0.02~0.03 程度であり、Si-DLC 膜にシリカナノ粒子を担持することによる摩擦係数を低減する効果があることが確認された。
- XPS 計測の結果、摩耗痕外では Si_2O_3 , SiO_2 のピークのみ確認された一方、摩耗痕ではこれらに加えて Si_2O , SiO のピークが確認された

文献

- 1) M. Chen et al.: The difference in running-in period and friction coefficient between self-mated Si_3N_4 and SiC under water lubrication, *Tribology Letters*, 11, 1 (2001) 23-28.
- 2) 堀場・内山・上坂：ナノシリカ粒子を担持した Si-DLC 膜の水潤滑特性、トライボロジー会議 2022 春予稿集, C1
- 3) S. Kuzuya et al.: Improved durability of water lubrication characteristics exhibited by Si-DLC film supporting silica nanoparticles, TACT2023(2023)No.0173
- 4) A. Lakhoncahi et al.: Improvement of corrosion resistance and mechanical properties of chrome plating by diamond-like carbon coating with different siliconbased interlayers, *Mater. Res. Express*, 9 (2022), 055604
- 5) H. Li et al.: Surface modification of self-healing poly(urea-formaldehyde) microcapsules using silane-coupling agent, *Applied Surface Science*, 255, (2008) 1894–1900