

シリカナノ粒子を担持した Si-DLC 膜の水潤滑特性に及ぼす 摩擦試験直前の大気圧プラズマ照射の影響

Effect of Atmospheric Pressure Plasma Irradiation Immediately Before Friction Test on
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

水を潤滑材に用いた境界潤滑環境下において、Si 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 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ではないかと提唱されている。しかし、セラミックスは高価になりやすいという問題点を抱えている。そこで我々は摺動界面の Si-O 結合を豊富に存在する手段として、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 を介して強固に結合することが期待される 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大幅な摩擦低減が見られることを実証した³⁾。

本研究では、シリカナノ粒子を担持した Si-DLC 膜の水潤滑特性に対して試験直前の大気圧プラズマ照射の有無が及ぼす影響について調査した。

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 法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 であり、材質は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（日産化学製スノーテックス ST-OS）を担持させた。Figure 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+IRD1004）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イ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 試験面の処理を行い、④紙ワイパーで試験片表面の拭き取り作業を行った。

2.3 実験方法及び実験条件

Ball-on Disk 摩擦試験装置の概略図を Figure 2 に示す。Ball 試験片には Si₃N₄ 球を使用した。Ball 試験片と Disk 試験片の接触点近傍に脱イオン水を適時滴下し、接触点の浸水を維持した状態で試験を行った。試験条件は滑り距離 1880 mm、荷重約 5、10、20 N とし、それぞれの荷重条件において試験直前に大気圧プラズマを 90 秒間照射した試験片 (with plasma irradiation) と照射しなかった試験片 (without plasma irradiation) の 2 つの試験片で摩擦試験を行った。試験後に光学顕微鏡 (Nikon, ECLIPSE L150) による摩耗痕観察、レーザー顕微鏡 (三鷹光器, MLP-2) による表面粗さ観察を行った。

3. 実験結果および考察

Figure 3, 4, 5 に各荷重条件における摩擦試験結果と摩耗痕の写真を示す。シリカナノ粒子を担持することでどの荷重条件においても、試験直前の大気圧プラズマ照射の有無にかかわらず、0.02 程度の最小摩擦係数になることが分かった。この最小摩擦係数は Si-DLC 膜が水潤滑環境で典型的に発現する 0.06 程度の摩擦係数よりも低く、いずれの試験に

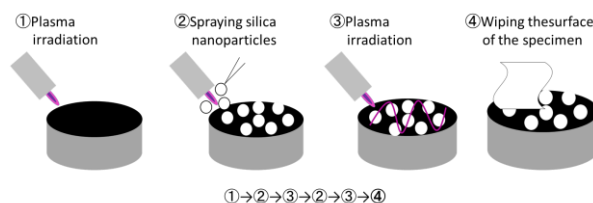


Fig. 1 Step of applying the silica NPs

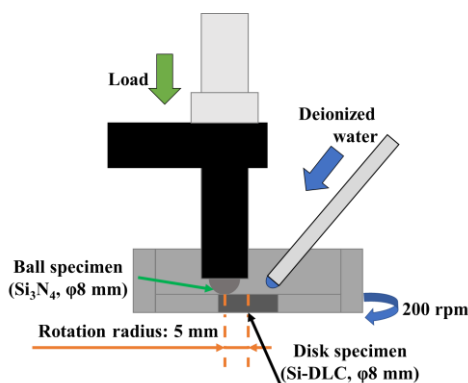


Fig. 2 Schematic of ball-on disk friction test

においても、シリカナノ粒子に起因する低摩擦化⁴⁾が少なくとも一時的には発現したと考えられる。また、全ての荷重条件において、試験直前に大気圧プラズマ照射を行った試験片は行っていない試験片と比較して、最小摩擦係数に近い値をより長時間を示しており、かつ荷重条件が 5, 10 N の場合は試験終了時において大気圧プラズマ照射を行っていない試験片よりも低い摩擦係数を維持した。このことから、シリカナノ粒子を担持した Si-DLC 膜に対しての試験直前の大気圧プラズマ照射は低摩擦を長時間維持させる効果を示したと言える。

しかし、試験終了時まで安定して 0.02 程度の最小摩擦係数を維持しているのは荷重条件が 10 N の場合のみであった。荷重条件が 5 N の場合は滑り距離 1000 m 付近から徐々に摩擦係数が上昇し続け、また 20 N の場合は滑り距離約 1000 m 付近で摩擦係数が上昇し、その後はシリカナノ粒子を担持していない Si-DLC 膜が水潤滑環境で発現するような 0.06 程度の摩擦係数に戻ってしまった。荷重条件が 5 N の場合は荷重が小さく、トライボケミカル反応が促進されにくくなってしまったのではないかと考えられる。荷重条件が 20 N の場合は荷重が大きくなったことで、Si-DLC 膜表面に担持されたシリカナノ粒子が排出されやすくなってしまったのではないかと考えられる。

Disk 側摩耗痕を観察したところ、with plasma irradiation の際は摩擦面が平滑化しているように見られる。Figure 6 に試験終了時の Disk 側摩耗痕の表面粗さと摩擦係数の相関を示す。荷重条件が 5, 10 N の場合は低い摩擦係数となった with plasma irradiation の試験片の方が表面粗さは小さい値を取ったが、荷重条件が 20 N の場合はそのような関係は見られなかった。このことから、摩擦面の平滑化が低摩擦の要因ではないと考えられる。

4. 結言

本研究では、シリカナノ粒子を担持した Si-DLC 膜の水潤滑特性に試験直前の大気圧プラズマ照射が及ぼす影響について調査した。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た試験片に対して、摩擦試験直前に大気圧プラズマ照射を行わなかった場合・行った場合のどちらでも最小摩擦係数は 0.02 程度であった。
- 摩擦試験直前に大気圧プラズマ照射を行った試験片は、荷重条件が 5, 10 N の際は試験終了時（滑り距離 1880 m）まで大気圧プラズマ照射を行わなかった試験片よりも低い摩擦係数を維持した。
- 荷重条件が 5, 10 N の場合は低い摩擦係数となった試験片の方が表面粗さが小さくなったが、20 N の場合はそのような関係は見られなかった。

文献

- 1) M. Chen et al.: Tribology Letters, 11, 1 (2001) pp. 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) 葛谷・上坂・堀場：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，トライボロジー会議 2024 春予稿集，C21

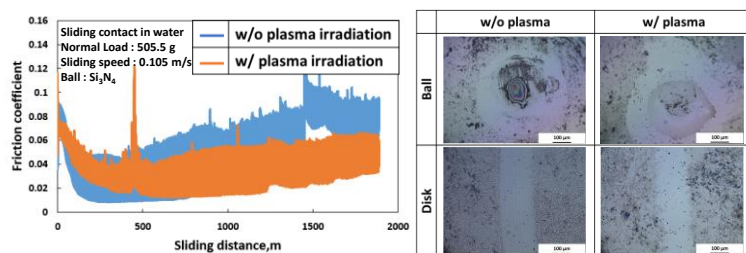


Fig.3 Friction test results at 5 N and worn surface images

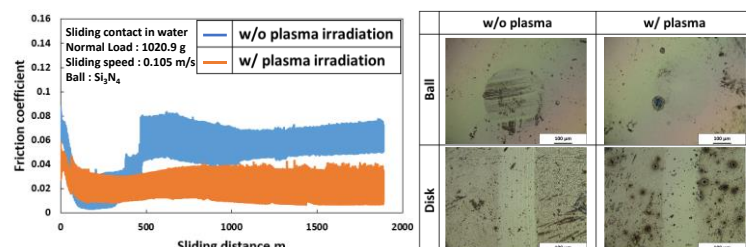


Fig.4 Friction test results at 10 N and worn surface images

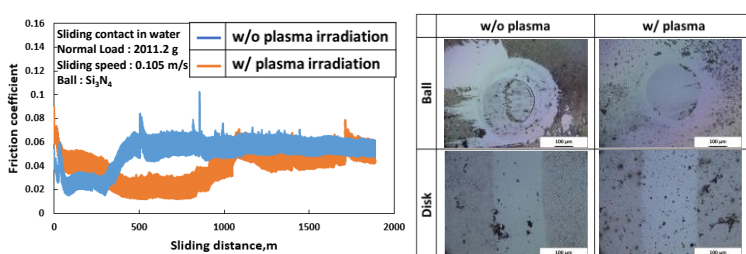


Fig.5 Friction test results at 20 N and worn surface images

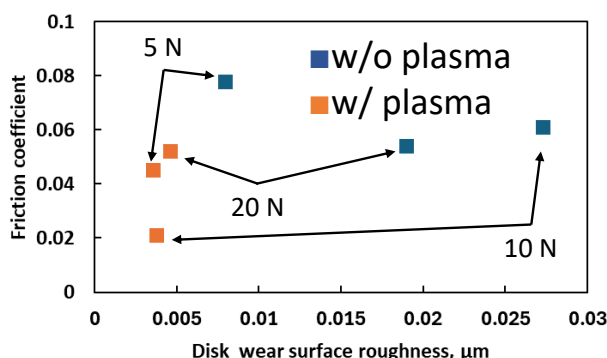


Fig.6 Relationship between friction coefficient and disk surface roughness