

高温水素ガス環境下における樹脂複合材料に充填された固体潤滑剤の効果
Function of solid lubricants being filled to polymer composites
in high-temperature hydrogen gas environment

九州大学・工（正）*居倉 竜也 九州大学（正）陳 乾 九州大学・工（正）新盛 弘法
九州大学・工（正）森田 健敬 スターライト工業（正）堀内 秀紀
スターライト工業（正）上島 弘義 九州大学・工（正）澤江 義則

1. 緒言

地球温暖化や化石燃料の枯渇といった環境問題が深刻化する中で水素エネルギーが注目されており、水素をエネルギー媒体とする水素社会の実現が求められている。特に輸送分野では、高圧水素ガスを燃料として使用する燃料電池自動車の普及が期待されており、そのために高圧水素ガスを供給する水素ステーションネットワークの整備が図られている。今後、水素ステーションの整備を加速していくためには、いくつかの技術的課題の解決が求められている。そのなかでも特にトライボロジ的な課題として、レシプロ圧縮機で使用されているピストンリングの耐久性向上と環境適合性向上が挙げられる。

既存のピストンリングの多くでは母材として PTFE が使用されてきたが、寿命が十分ではなく、また生分解性、リサイクル性に乏しいといった点も指摘されている。そのため、寿命がより長く、レシプロ圧縮機内で発生する突発的な衝撃に耐え、環境適合性が良い代替材の検討が求められている。そこで、この研究では強度が高く耐熱性、耐薬品性が高い PEEK 樹脂を、PTFE に変わる母材の候補として注目した。しかし、PEEK 樹脂は自己潤滑性が低いことから、特に水素ガス環境に最適な固体潤滑剤を充填する必要があると考えられる。そこで本研究では、高温水素ガス中で PEEK 樹脂に適合する固体潤滑剤を探索する。

2. 実験方法

Table 1 List of pin materials tested

名称	母材（割合）	充填剤（割合）	充填剤（割合）
PTFE CF	PTFE(8)	PAN-CF(2)	-
PEEK CF	PEEK(8)	PAN-CF(2)	-
PEEK CF,G	PEEK(8)	PAN-CF(1)	Graphite(1)
PEEK CF,PTFE	PEEK(8)	PAN-CF(1)	PTFE(1)

Table 2 Experimental condition

Disk specimen	FC250
Atmosphere	H ₂
Atmosphere pressure	0.1 MPa
Contact pressure	4 MPa
Sliding speed	2.0 m/s
Gas temperature	150 °C
Sliding distance	なじみ 30000 m 本試験 30000 m

2.1 ピン試験片

ピン試験片に用いた樹脂材料を Table 1 に示す。

2.2 実験装置

本研究では Table1 に記した試験片を評価対象とし、高度雰囲気制御チャンバーを有するピン・オン・ディスク摩擦試験機を用いた。各複合材より直径 6 mm、長さ 15 mm のピン試験片を作成し、外径 56 mm、厚さ 3 mm の FC250 ディスク試験片を相手面としたしゅう動試験を行った。試験条件を Table2 に示す。チャンバーに充てんする水素ガスの純度は、ガス供給配管に設置したフィルター等により制御し、ガス中に含まれる水分量が 5 ppm 以下となっていることを、排気配管に接続した微量水分計により確認した。すべり速度を 2m/s、ピンとディスクの接触面圧を 4MPa とし、なじみ試験 30000m、本試験 30000m においてピン試験片の重量を測定し、試験前との重量変化から比摩耗量を求めた。

すべり試験後のピン試験片摩擦面とディスク試験片表面のしゅう動痕について、光学顕微鏡により観察した後、共焦点レーザ顕微鏡（VK-X260, KEYENCE）により表面粗さと高さ分布を測定した。また、レーザラマン顕微鏡（DXR2xi, Thermo Fisher Scientific）を用い、摩擦面としゅう動部の化学組成分析を行った。さらに、X 線光電子分光装置（XPS, JPS-9200KM, JEOL）を用い、ディスク試験片上のしゅう動痕部について、化学組成の深さ方向分布を求めた。

3. 試験結果

3.1 比摩耗量

Fig.1 に各試験におけるピン試験片の比摩耗量を示す。PEEK_CF,G は PTFE_CF に比べ摩耗量が増加した。それに対し PEEK_CF, PTFE は摩耗量が減少した。これより固体潤滑剤としてのグラファイトは PEEK に対して摩耗減少効果が限定的であるが、PTFE は摩耗量を減少させる作用があることが示された。

以下、PEEK_CF,G と PEEK_CF,PTFE に注目する。

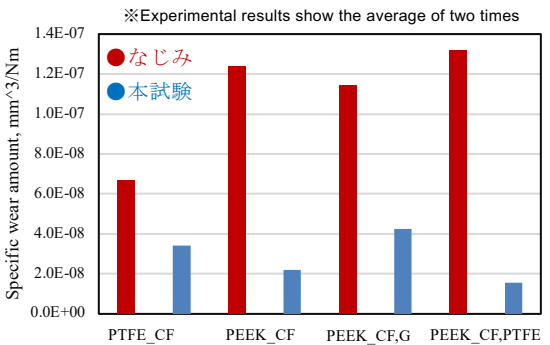


Fig. 1 Comparison of specific wear rate of pin specimen

3.2 摩擦係数

Fig.2 に PEEK_CF,G と PEEK_CF,PTFE の本試験を行った場合の摩擦係数の変化を示す。最終的な摩擦係数は PEEK_CF,PTFE の方が低くなった。摩擦挙動は PEEK_CF,G の方が安定していた。

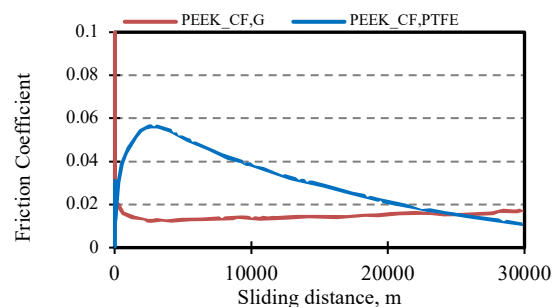


Fig. 2 Transition of friction coefficient between PEEK composites and FC250

4. XPS 分析

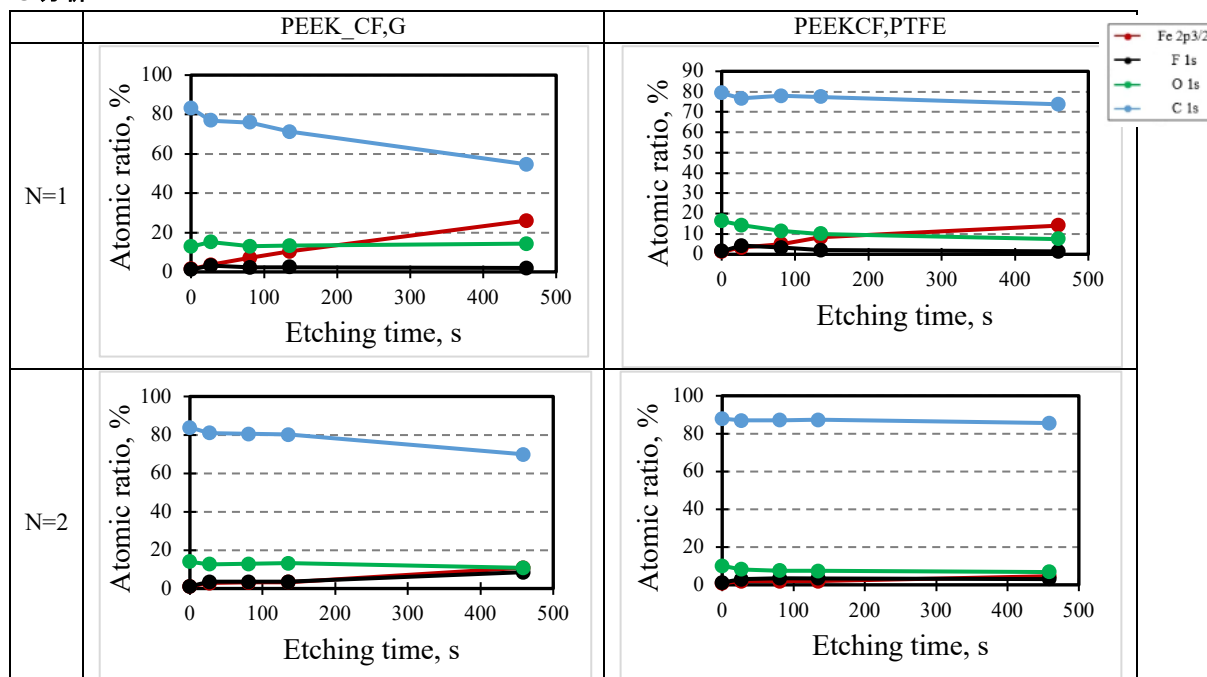


Fig. 3 XPS により得られた元素の深さ方向分布

摩擦後のディスク試験片を X 線光電子分光法(XPS : X-ray Photoelectron Spectroscopy)分析装置にて分析した。分析結果を横軸に深さ、縦軸に分子の割合でまとめた結果を Fig.3 に示す。この結果より PTFE_CF,G は深さ方向に対して炭素の割合が減少している。PEEK_CF,PTFE は深さ方向に対し炭素量の減少が小さい。

5. 考察

Fig.1 より母材が PEEK の場合、水素ガス雰囲気ではグラファイトよりも PTFE の方が固体潤滑剤として効果的であることが示された。しかし、Fig.2 よりグラファイトを充填した方が摩擦挙動は安定することが分かった。この結果を踏まえ Fig.3 を見ると、グラファイトを充填させた場合は相手面表面に炭素膜が形成されるものの、炭素膜と金属との固着が比較的弱く、XPS 分析ではエッチングにより炭素量が減少した。それに対し PTFE を充填した場合は形成された炭素膜が金属に強固に移着し厚い炭素膜が形成されたことが分かる。そのため最終的な摩擦係数は PTFE を充填した方が低くなり摩耗量も少なくなった。これは PTFE 中のフッ素がディスク試験片表面の酸化金属と反応しフッ化金属となることで炭素の移着を助けたと考えられる。

6. 結言

固体潤滑剤としてグラファイトおよび PTFE を炭素繊維充填 PEEK 複合材に充填し、高度雰囲気制御摩擦試験機を用いて高温水素ガス中のピン・オン・ディスク型摩擦・摩耗試験を行った結果、以下の知見が得られた。

- グラファイトを PEEK に充填した場合は、摩擦挙動が安定するものの、摩耗低減効果は限定的であった。
- PTFE を PEEK に充填した場合は、しゅう動距離に伴い摩擦係数が低下し、摩耗低減効果が得られた。

文献

- 1) Sawae & Morita & Takeda & Onitsuka & Kaneuti & Yamaguchi & Sugimura : Friction and wear of PTFE composites with different filler in high purity hydrogen gas, Tribology International 157(2021)106884.