

水素雰囲中における PEEK 複合材の摺動特性に対する充てん材の効果

Effect of fillers on the tribological behavior of PEEK composites under hydrogen gas atmosphere

九大（正）*新盛 弘法 NOK（株）（正）橋本 光 九大（非）石井 康太郎, 九大（正）李 文肖

九大（正）森田 健敬 NOK（株）（正）青柳 彩子, 九大（正）陳 乾, NOK（正）乗京 傑

NOK（株）（正）本田 重信 九大（正）澤江 義則

Hironori Shinmori*, Hikaru Hashimoto**, Kotaro Ishii*, Wenxiao Li*, Takehiro Morita*, Ayako Aoyagi**

Qian Chen*, Suguru Norikyo**, Shigenobu Honda**, Yoshinori Sawae*

*Kyushu University, **NOK Corporation

1. はじめに

近年、次世代のクリーンな輸送車両としてバッテリ式電動自動車（Battery Electric Vehicle, BEV）や燃料電池自動車（Fuel Cell Vehicle, FCV）が注目を集めている。特に FCV は航続距離・充てん時間の観点から社会的な普及への期待が高まっている。FCV の普及および実用のためには、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は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 らは種々の充てん材を添加した PTFE 複合材を、常圧の水素ガス・空気中にて摺動評価した⁽¹⁾。その結果、充てん材、特に炭素繊維を添加することで顕著な摩耗の低減を確認した。また 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⁽²⁾。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。新盛らは大気圧・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元素組成が異なることを示した⁽³⁾。また同様の傾向が炭素繊維を充てんした polyetheretherketone（PEEK）複合材でも確認され、高圧水素ガス中では母材樹脂の相手面への転移が起こりやすいことを示唆した⁽³⁾。このように水素ガス圧によって樹脂複合材の摺動特性が変化することが報告されており、潤滑特性を維持するためには異なる水素ガス圧における複合材の特性の理解が不可欠である。そこで本研究では、雰囲気圧力の異なる水素ガス中における polyetheretherketone（PEEK）複合材の摺動特性に対し、異なる充てん材がどのような影響を及ぼすのかを、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、高圧雰囲気制御ピン・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（φ6 mm * 15 mm）として、炭素繊維充てん PEEK（以下 PEEK α ）と炭素繊維・PTFE 充てん PEEK（以下 PEEK β ）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 μ 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中に引いた後、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。試験後の試験片に對し、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）、ラマン分光分析を行った。

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、PEEK α は滑り距離 1000 m 付近まで摩擦が増加し、その後は減少傾向を示した。同様の傾向は PEEK β でも確認された。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、両試験片で確認された。摩擦係数の値としては、PEEK β の方が低摩擦を示した。

Figure. 2 に試験後のディスク表面のレーザー写真を示す。大気圧条件では、比較的厚い転移膜の形成が、特に PEEK α で確認された。ピン試験片の表面も同様に観察し

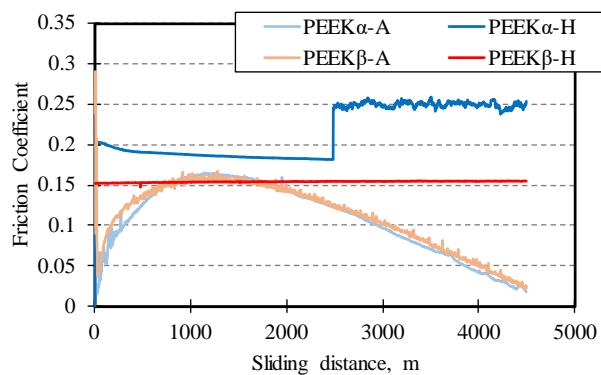


Fig. 1 The representative transition of friction coefficient. “A” means atmospheric gas pressure and “H” means high gas pressure.

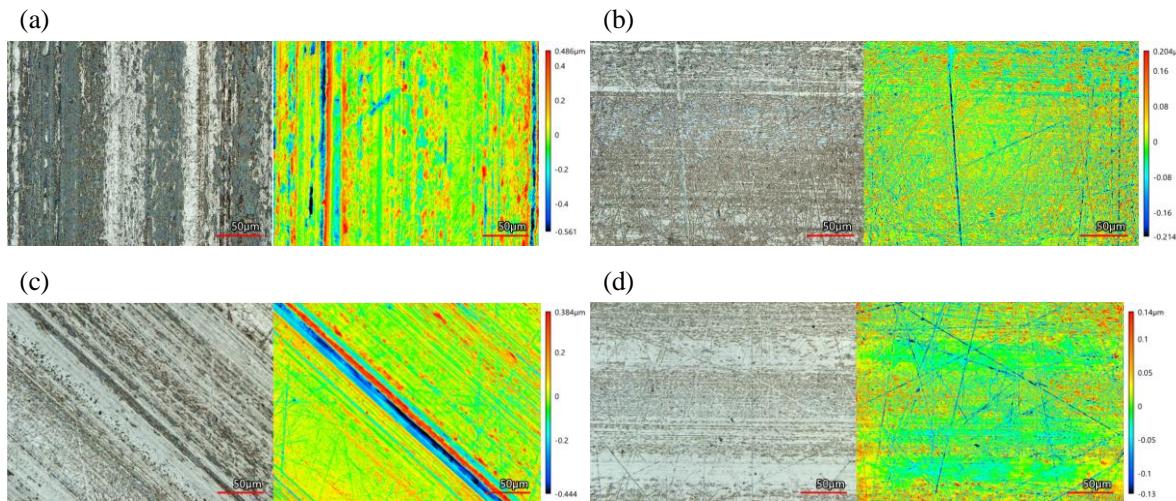


Fig. 2 Laser microscopic images of the disks. (a) PEEK α under atmospheric gas pressure, (b) PEEK α under high gas pressure, (c) PEEK β under atmospheric gas pressure, and (d) PEEK β under high gas pressure.

た結果、充てん材の種類に依らず部分的にフィルム状の構造が観察された。このフィルム形状に対して、ラマン分析をした結果、炭素繊維由来のスペクトルならびに母材である PEEK 由来の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。

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 (Fig. 3)。PEEK α 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、PEEK β 表面において、大気圧条件ではフッ化金属由来のピークが僅かに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。すなわち、高圧水素ガス下での PEEK β の転移膜中に PTFE の存在が示唆される。

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¹。よ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、PEEK α 、 β 間での差異が生じなかつたと考えられる。また水素ガス圧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^{2,3}。本研究でも同様の傾向が高圧水素ガス中の PEEK β

にて確認された。このことから、PTFE の潤滑効果によって、高圧水素ガス中では PEEK β の方が低摩擦を示したと考えられる。

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、高圧水素ガス中では自己潤滑性を有する母材もしくは充てん材の添加が潤滑特性を向上させる可能性が示唆された。

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) 新盛 弘法 他, トライボロジー会議 2024 春 東京, 2024.

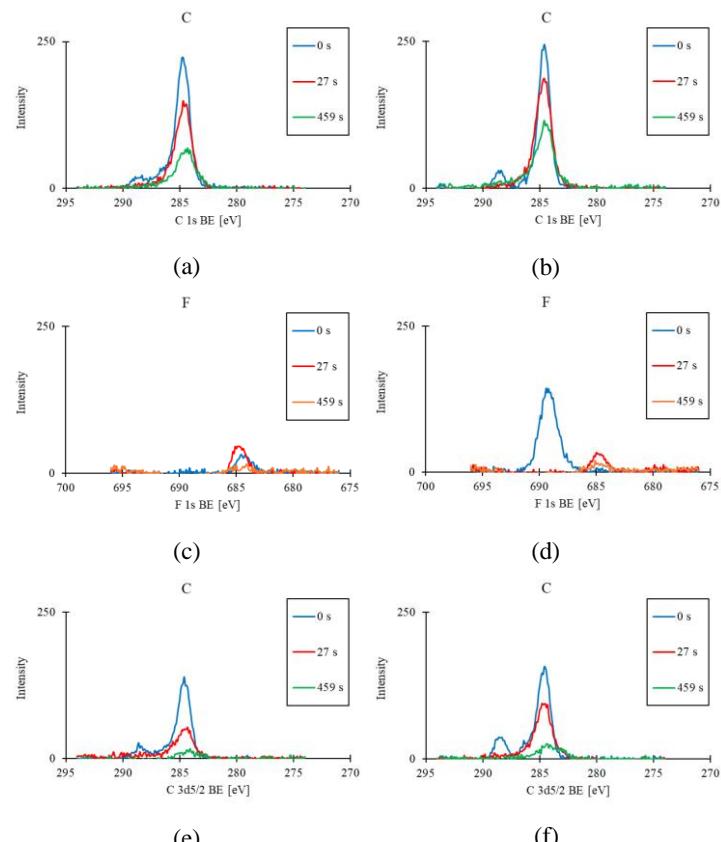


Fig. 3 XPS analysis results after friction test. “Time” means Ar etching time. (a) & (b) Atmospheric and high gas pressure of PEEK α . (c) & (e) Atmospheric, and (d) & (f) high gas pressure of PEEK β .