

オニオンライクカーボン分散樹脂複合層の摩擦特性に及ぼす成膜方法の影響

Effect of coating method on friction properties of polymer composite layers
with dispersed onion-like carbon

名城大・理工（正）*榎本 和城　名城大・院（非）佐々木 健人

パレス化学（正）野上 武史　パレス化学（非）鈴木 清史

Kazuki Enomoto*, Kento Sasaki*, Takeshi Nogami**, Kiyofumi Suzuki**

*Meijo University, **Palace Chemical Co.Ltd

1. はじめに

オニオンライクカーボン（Onion-Like Carbon : OLC）は、ナノメートルサイズの炭素骨格から形成される物質群（いわゆるナノカーボン）の中のひとつである。その構造は、グラファイト殻が同心状に多層に積層された球殻構造である。その特徴的な構造から、大気中および真空中¹⁾、潤滑油中への添加²⁾による摩擦低減効果が報告されており、固体潤滑剤としても期待されている。著者らのグループでは、液状樹脂中にOLCを微量分散させた材料をスピンドルコート法によって金属基材表面に被覆して硬化させたOLC分散樹脂複合層の摩擦特性を評価してきた^{3)~5)}。本報では、OLC分散樹脂複合材料をスプレーコート法によって金属基材表面に被覆して硬化させた場合に、成膜方法がOLC分散樹脂複合層の摩擦特性に及ぼす影響について実験的に評価するとともに、他の固体潤滑剤を分散させた樹脂複合層との比較を行うことで、OLCの優位性について検討した結果について報告する。

2. 試料および実験方法

使用したOLCはパレス化学製で平均一次粒子径90 nmである。ベース樹脂として、ポリアミドイミド（PAI）を使用した。この樹脂はPAI固形分とNMP（N-メチル-2-ピロリドン）の混合物であり常温では液状、ガラス転移温度320°Cの耐熱性樹脂である。比較のための固体潤滑剤として、グラファイト（Gr）と二硫化タンゲステン（WS₂）を使用し、PAI固形分重量に対してOLCあるいは他の固体潤滑剤が1 wt.%になるように液状PAI樹脂に分散させた複合樹脂液を作製した。金属基材にはアルミニウム合金（A6061）を用い、外径44 mm×内径20 mm×厚さ10 mmのディスク試験片を旋盤加工により作製し、成膜面はRa 0.2 μm程度の旋盤仕上げ面とした。

成膜方法としては、スピンドルコート法とスプレーコート法を採用した。まず、A6061のディスク試験片を脱脂し、成膜面上に高粘度のPAI樹脂液を用いて中間層をスピンドルコート法で成膜し、220°Cの乾燥炉で1時間加熱して硬化させた。その後、NMPで粘度調整した複合樹脂液を用いて複合樹脂層をそれぞれの方法で成膜し、中間層と同様に硬化させ、最終的に、A6061ディスク上に膜厚15 μm、Ra 0.1 μm程度の複合樹脂層を形成した。

摩擦試験には、研究室自作の3点ボールオンディスク試験機を使用した。相手材ボールには直径6.35 mmの高炭素クロム軸受鋼（SUJ2）球を使用し、ボール先端を研磨仕上げすることで接触面直径を1 mmに調整して、相手材ボール研磨面と成膜面とが平行になるよう試験部に設置した。垂直荷重を負荷した状態で相手材ボール側を回転させたときにディスク試験片が受けける摩擦トルクを測定して摩擦係数に変換した。試験速度は0.5 m/sとし、PAO2を潤滑油として試験前にしゅう動面に0.5 μL滴下した。試験方法は、アイドリングストップを模したインターバル摩擦試験を採用し、2秒間の停止と8秒間の運転を1サイクルとした。停止後の再始動時に生じる摩擦係数の最大値を始動時摩擦係数、運転時後半6秒間の摩擦係数の平均値を定常時摩擦係数として、2種類の摩擦係数の変動をプロットした。

3. 結果および考察

スピンドルコートで成膜した場合について、垂直荷重100N、接触面直径1.0mm（面圧換算42MPa相当）、大気中、室温で250サイクルまでのインターバル摩擦試験の結果をFig. 1に示す。始動時摩擦係数（Fig. 1(a)）では、サイクル毎のばらつきが大きいがそれぞれの平均始動時摩擦係数は、PAI単体層0.12、WS₂複合樹脂層0.11、Gr複合樹脂層0.07、OLC複合樹脂層0.07となり、始動時においてはGrとOLCで摩擦係数の低減効果が見られた。定常時摩擦係数（Fig. 1(b)）では、4種類の間にほとんど差異は見られず、すべて0.01程度の摩擦係数を示した。潤滑油量は0.5 μLであったが、定常運転中は樹脂複合層と相手材ボール面との間に十分な厚さの油膜が形成されたことにより流体潤滑状態となり、複合樹脂層とボールが固体接触しなかったことが原因であると推察される。一方で始動時においては、一旦停止したことによって十分な厚さの油膜が未形成なために、局所的には固体接触が発生するような境界潤滑から混合潤滑の状態にあり、OLCとGrの固体潤滑剤としての機能が発現したことによって摩擦係数が低減したと考えられる。

スプレーコートで成膜した場合について、スピンドルコートの場合と同条件でのインターバル摩擦試験の結果をFig. 2に示す。始動時摩擦係数（Fig. 2(a)）では、スピンドルコートの場合とは異なりOLC複合樹脂層だけが低摩擦を示し、平均始動時摩擦係数でOLC複合樹脂層は0.05程度だったのに対して、その他の場合は、スピンドルコートの場合と同程度の0.07~0.12であった。定常時摩擦係数（Fig. 2(b)）では、スピンドルコートの場合と同様に4種類の間にほとんど差異は見られず、すべて0.01程度の摩擦係数を示した。GrやWS₂の粒子形状は板状であり、摩擦特性も粒子の方向に依存すると考えられる。これらの粒子をスピンドルコート法で成膜した場合、樹脂液が金属基材表面に薄く広がっていく過程で、

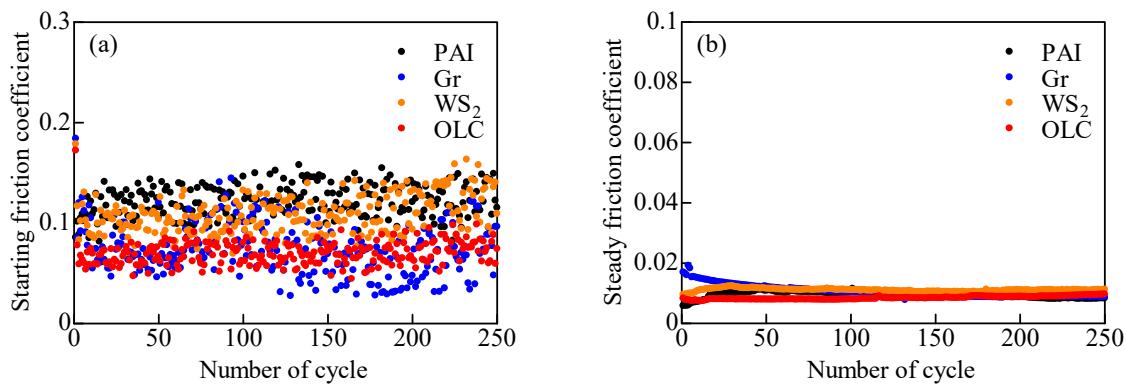


Fig. 1 Results of interval friction test in the case of composite layer coated by spin coating method: (a) Starting friction coefficient, (b) Steady friction coefficient.

粒子が樹脂液から力を受けて回転し、基材表面に板状粒子が敷き詰められた状態を形成しやすいと考えられる。このように敷き詰められた場合、しゅう動方向と Gr や WS₂ のへき開面である (002)面は平行に配列されていることになり、Gr や WS₂ の固体潤滑剤としての機能（低摩擦性）が発現しやすい状態である。一方で、スプレーコート法で成膜した場合、スプレーノズルから放出された複合樹脂液は微粒化されて金属基材表面に堆積していく。この過程では、板状粒子はランダムな方向を向いて基材表面に堆積していくため、成膜された複合樹脂層内で板状粒子の配向は生じにくく、低摩擦が発現しにくい状態であると推察される。しかし、OLC の粒子形状は球形であり、方向による影響を受けないため、異なる方法で形成された樹脂複合層の摩擦特性には変化が生じなかつたのではないかと考えられる。

スピンドルコート法は、平面上に成膜する場合には適した成膜方法であるが曲面の成膜には適しておらず、複雑な構造を有する摺動部品の量産化など実用面ではスプレーコート法のほうが適している。OLC 複合樹脂層は、成膜方法によらず同程度の低摩擦性を発現することから、特にスプレーコート法で成膜する場合には他の固体潤滑剤に対する優位性があると示唆された。

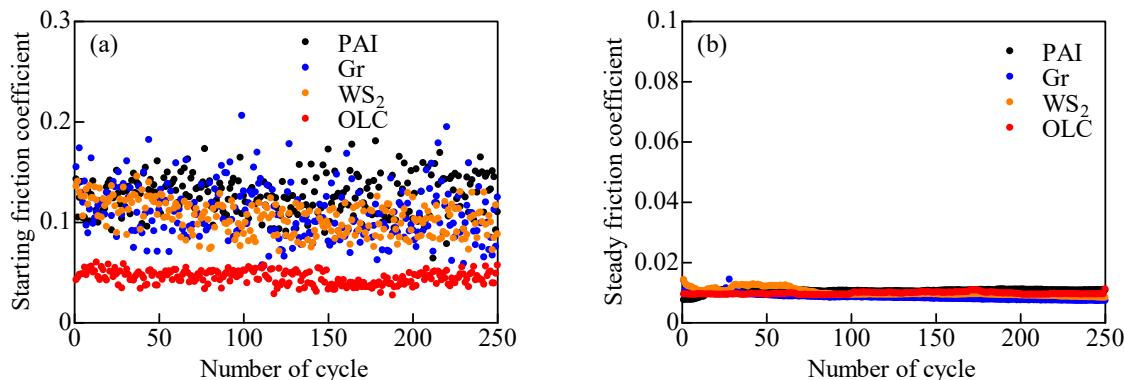


Fig. 2 Results of interval friction test in the case of composite layer coated by spray coating method: (a) Starting friction coefficient, (b) Steady friction coefficient.

4. おわりに

OLC 分散樹脂複合材料を金属基材表面に被覆・硬化させた複合樹脂層の摩擦特性に及ぼす成膜方法の影響について、他の固体潤滑剤を分散させた樹脂複合層と比較した結果、OLC 複合樹脂層は、成膜方法によらず同程度の低摩擦性を発現したことから、特にスプレーコート法で成膜する場合には他の固体潤滑剤に対する優位性があると示唆された。

文献

- 1) A.Hirata, M. Igarashi & T. Kaito: Study on solid lubricant properties of carbon onions produced by heat treatment of diamond clusters or particles, Trib. Int., 37 (2004) 899.
- 2) N.Matsumoto, L. Joly-Pottus, H. Kinoshita & N. Ohmae: Application of onion-like carbon to micro and nanotribology, Diam. Rel. Mater., 16 (2007) 1227.
- 3) 岡本・野上・鈴木・榎本：オニオンライクカーボン分散複合樹脂膜の摩擦特性、トライボロジーカンファレンス 2021 秋（松江）予稿集, (2021) A3.
- 4) R. Okamoto, T. Nogami, K. Suzuki & K. Enomoto: Study on tribological properties of polymer composite layer dispersed with onion-like carbon, Proc. JSME Int. Conf. on M&P 2022, (2022) Mo-3B-4.
- 5) K. Sasaki, T. Nogami, K. Suzuki & K. Enomoto: Friction properties of polymer composite layer dispersed with onion-like carbon on aluminum substrate, Int. Trib. Conf. Fukuoka 2023, (2023) 28-PO-39.