

## シリカナノ粒子を担持させた石英ガラスを用いたなじみ処理を施した a-C:H の油潤滑特性

### Oil Lubrication Properties of a-C:H during Running-in Process with Quartz Glass Supporting Silica Nanoparticles

三友特殊精工（正）\*堀場 夏峰 岐阜大（学）\*\*葛谷 修造 岐阜大（正）\*\*上坂 裕之

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

\*Sanyu Tokusyu Seiko, \*\*Gifu University

#### 1. はじめに

当研究グループは、シリカナノ粒子（シリカ NP）を担持させた石英ガラスと a-C:H ペアを水中で摩擦することによって、a-C:H 摩擦面にシリカ NP が移着する現象を利用して、シリカ NP が移着した a-C:H と窒化ケイ素（ $\text{Si}_3\text{N}_4$ ）の組み合わせによる水潤滑リングオンディスク試験で超低摩擦が発現することを見出した<sup>1)</sup>。ところで、炭化ケイ素ペアを水中で平滑化させた摩擦面において、潤滑液をエンジン油や基油に入れ替えると摩擦係数が小さくなる<sup>2)</sup>、窒化ケイ素ペアを水潤滑なじみ処理によって超低摩擦を発現させた後、PAO による潤滑を実施して超低摩擦を発現した<sup>3)</sup>という報告がある。そこで、本研究ではシリカ NP が移着した a-C:H リング試験片と a-C:H ディスク試験片の組み合わせにおいて、油潤滑によるリングオンディスク試験を試み、油潤滑特性を実験的に明らかにする。

#### 2. 実験方法

##### 2.1 実験装置

実験装置はエー・アンド・デイ製 EFM-3-H で、リングオンディスク試験を実施した。概略図を Fig.1 に示す。荷重は上部からロードセルを介して行われる。限界荷重は 5,000 N である摩擦は下部側の回転機構で付与され、軸回転数は最大で 3350 rpm である。摩擦力は上部アームを介して摩擦トルクとして、定格荷重が 100 N のロードセルで検出される。試験片上部のボールベアリングを設置することでリング-ディスク試験片が試験開始直後から面当たりになる。摺動面には油潤滑剤として PAO4 を試験開始時のみ  $60\text{ }\mu\text{l}$  添加した。

##### 2.2 試験片

試験片の a-C:H ディスク試験片と a-C:H リング試験片は、摩擦面に対してラップ処理を行い、面粗さを  $R_a=0.1\text{ }\mu\text{m}$  以下にした。a-C:H リング試験片は事前にシリカ NP（日産化学社製スノーテックス OS：粒子径 9nm）を担持した石英ガラスと水中でなじみ処理を施すことでシリカ移着層を形成させた<sup>1)</sup>。

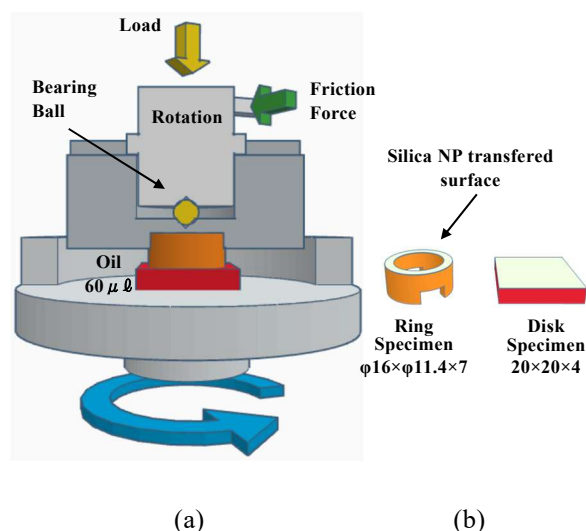


Fig. 1 Schematic images of (a)ring-on-disk friction apparatus and (b)image of specimens.

#### 3. 実験結果及び考察

##### 3.1 実験結果

500N の定荷重にて、すべり速度を変化させる摩擦試験を行った。初期荷重 50 N で 60 秒間なじませた後、100 N から 500 N まで荷重を 30 秒ごとに 100N 増やし、500 N に達したのち、すべり速度を 300 秒毎に 0.3, 0.1, 0.05, 0.01, 0.05, 0.1, 0.3 m/s と変化させた。Figure 2 にはシリカ NP を移着させた a-C:H リング試験片と a-C:H ディスク試験片のペア（以後、a-C:H/S,  $N=4$ ）とシリカ処理のない a-C:H ペアにおける摩擦挙動を示す。横軸はすべり速度 (m/s)、縦軸は各すべり速度で平均化した摩擦係数を示す。

シリカ処理のない a-C:H ペアでは、初期なじみののちにすべり速度が 0.3, 0.1, 0.05 m/s と遅くなると摩擦係数は小さくなったが、すべり速度 0.01 m/s の段階で摩擦係数が上昇し、以後摩擦係数が 0.1 を上回った状態で試験終了となった。

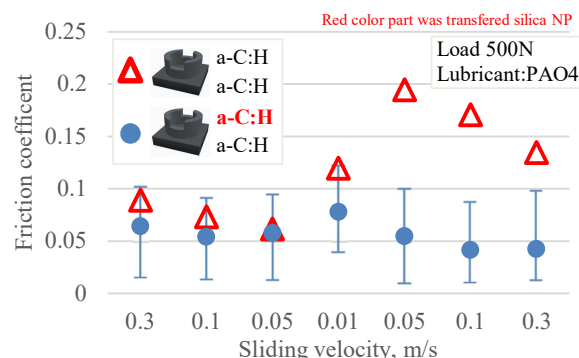


Fig. 2 Friction properties as a function of sliding velocity

a-C:H/S ペアではすべり速度の変化に対して、摩擦係数は0.042~0.078を示し、すべり速度 0.01 m/s のときに摩擦係数が最大となり、もっとも大きい値で 0.12 であった。反対に摩擦係数が最も小さかったのは、復路のすべり速度 0.05 m/s のときで 0.010 であった。

N=4 の実施試験のうち、摩擦係数が全体としてもっとも小さい摩擦挙動 (a-C:H/S\_1) ともっとも大きい摩擦挙動 (a-C:H/S\_2) の比較を Fig. 3 に示す。横軸は時間 (秒)、縦軸は摩擦係数、横軸下側の区切りは時間帯毎のすべり速度を示し、横軸上側の区切りは荷重が 500N を維持した範囲を示す。摩擦係数の最も小さい a-C:H/S\_1 は試験開始から荷重が 500N に達してからすべり速度 0.1 m/s まで、摩擦挙動は安定している。しかし、すべり速度 0.01 m/s において摩擦係数が増大し、一時的に摩擦係数 0.056 となったが、最終的には 0.027 になった。その後、すべり速度を早くなっていくと、摩擦係数は小さくなり、再び安定挙動を示した。a-C:H/S\_1 の最小摩擦係数はすべり速度 0.05 m/s で 0.0095 であった。一方、a-C:H/S\_2 の摩擦挙動では、荷重が 500N に到達してからすべり速度の変化に関わらず、摩擦係数は 0.1 前後を示した。

### 3.2 考察

a-C:H/S\_1,2 の摩擦挙動の違いを検討するために、それぞれの摩擦試験後の摩擦面の面粗さを観察した。摩擦面はキーエンス社製レーザー顕微鏡 VK-X210/200 を使用した。Figure 4 は a-C:H/S\_1 リング紙面片の摩擦面を撮影した図である。摩擦面でのばらつきを評価するためにランダムな箇所で 4~10 箇所の測定を行った。倍率は 50 倍で測定し、測定箇所を四角で示している。Table 1 に摩擦試験後の a-C:H/S\_1,2 の各摩擦面および a-C:H ブランクの面粗さを Sq で示す。( ) 内は標準偏差、単位は  $\mu\text{m}$  である。a-C:H/S\_1 のリング面で若干ばらつきがみられるが、ブランクと比較して面粗さは小さくなっていると評価できる。同様にディスク面も面粗さは小さくなっている。一方、a-C:H/S\_2 のリング・ディスク摩擦面の面粗さは、ブランクと同等かやや大きくなる傾向が認められる。合成粗さを算出すると a-C:H/S\_1 は 0.0081, a-C:H/S\_2 では 0.0156 であった。a-C:H/S\_1 と a-C:H/S\_2 の摩擦挙動と面粗さの間には相関があることが示唆された。

レーザー顕微鏡でシリカ膜を評価する場合、シリカ膜が透明であるため正確な面粗さを評価できていない可能性がある。引き続き AFM で面粗さの評価を行う予定である。

## 4. おわりに

シリカ NP を担持させた石英ガラスと a-C:H を水中でなじみ処理をすることで、a-C:H にシリカ層が移着する現象を利用して、シリカ NP が移着した a-C:H リング試験片と a-C:H ディスク試験片のペアにおいて、油潤滑リングオンディスク試験を実施した。その結果、もっとも摩擦挙動の安定した摩擦ペアにおいて、すべり速度を 0.3→0.01→0.3m/s のように変化させたとき、0.1m/s の低速度に移行すると摩擦係数は 0.056 程度まで上昇するが再びすべり速度を早くすると摩擦係数は低下し、最小摩擦係数は 0.0095 となった。a-C:H 表面に適切なシリカ層を形成させることができれば、油潤滑下でも低摩擦が発現する可能性を示すことができた。潤滑油に使用した PAO4 はシェル ルブリカンツ ジャパン株式会社から提供いただいた。また、本研究の一部は、2024 年度あいち中小企業応援ファンド新事業展開応援助成金 (一般枠) (6 あ産新第 72-2 号) により実施した。深く感謝の意を表する。

## 文献

- 1) 堀場・葛谷・上坂：シリカナノ粒子を担持させた石英ガラスを用いてなじみ処理を施した a-C:H の水潤滑特性、トライボロジー会議 2024 秋 名護, B50.
- 2) 水谷・志村・矢作・堀田：セラミックスのトライボロジー、豊田中央研究所 R&D レビュー, Vol. 27 No. 2 (1992. 6).
- 3) Fei Guo, Zixi Wang, Ying Liu, Yuming Wang & Yu Tian: Investigation of ultra-low friction between self-mated  $\text{Si}_3\text{N}_4$  in water after running-in, Tribology International, 115, 11(2017), 365.

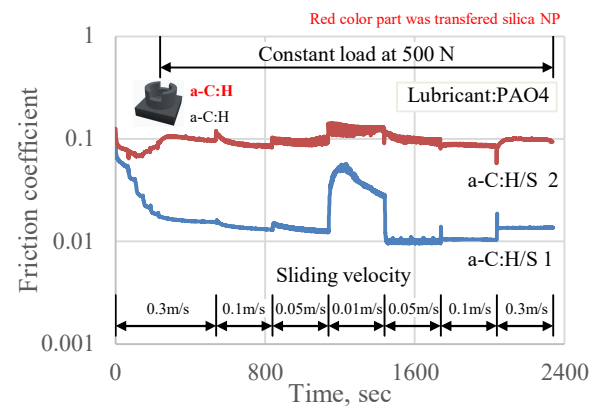


Fig.3 Friction properties of a-C:H transferred silica NP and a-C:H pairs as a function of sliding velocity

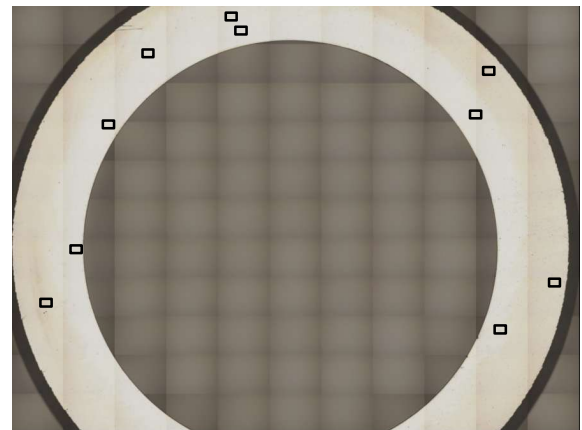


Fig.4 Example of measurement of a friction surface using a laser microscope

Table 1 Results of surface roughness measurement after friction test

	Specimens	Sq ( $\sigma$ ) $\mu\text{m}$
a-C:H/S_1	Ring	0.0064 (0.0042)
	Disk	0.0050 (0.0000)
a-C:H/S_2	Ring	0.0122 (0.0026)
	Disk	0.0095 (0.0009)
a-C:H	Blank	0.0103 (0.0012)