

## ポリシロキサン含有ポリイミドコーティングのトライボロジー応用 Tribological application of polysiloxane-containing polyimide coatings

岡山大（正）\*塩田 忠 岡山大・院（学）Yuelin Fan

岡山大・院（学）Mingyang Cui 中国能開大（正）藤井 正浩

Tadashi Shiota\*, Yuelin Fan\*, Mingyang Cui\*, Masahiro Fujii\*\*

\*Okayama University, \*\*Chugoku Polytechnic College

### 1. はじめに

環境問題や脱化石燃料の観点から、また、油を嫌う食品、医薬品、半導体の製造分野において、水潤滑技術の研究は古くから行われてきた。しかし、水は粘度が低く、金属を腐食するため、油を単に水に置き換えるだけでは水潤滑を実現できないことが多い。そのため、水潤滑用材料として樹脂材料や樹脂コーティングがしばしば用いられてきた。例えば、ポリテトラフルオロエチレン（PTFE）は、水中で低摩擦を示すため、水中しゅう動部に用いられる材料の一つである。しかし、最近、有機フッ素化合物（PFAS）に対する規制が世界中で強化されており、PTFEに代わる材料が模索されつつある。

そこで著者らは、ポリシロキサン含有ポリイミド（si-PI）コーティングに注目した。si-PIは、エレクトロニクス産業や航空宇宙産業で開発・発展し、既存のポリイミド（PI）の優れた機械的、熱的、電気的特性に加えて、より低い硬化温度、より高い基板接着性を示すとされる<sup>1)</sup>。しかし、これまでにsi-PIコーティングを水潤滑用材料として研究した報告はない。そこで本研究では、様々な温度で硬化したsi-PIコーティングの水潤滑下における摩擦摩耗特性を測定し、既存のPI材やPTFE材と比較することで水潤滑性を評価した。

### 2. 実験方法

si-PIコーティングは、Fig.1に示すディップコーティング法により製膜した。製膜には、si-PI原料溶液（SIL-1400, Starfire System Inc., USA）を高純度エタノールと所定の質量比で混合して前駆体溶液として用いた。基板には、コーティングの密着性を向上させるためにショットブラスト処理した15 mm×15 mm×1 mmのSUS304板を用いた。基板をアセトンとエタノールで超音波洗浄し、前駆体溶液に60秒間浸漬後、10 mm/sの速度で引き上げた。その後、大気中85℃で2時間乾燥させ、電気炉中で160℃～275℃の温度で2時間硬化させた。

コーティングの化学結合状態は、フーリエ変換赤外分光（FT-IR）法により同定した。コーティングの硬度は、ナノインデンターを使用して測定した。水潤滑下におけるトライボロジー特性は、Fig.2のボールオンプレート型往復しゅう動試験機を用いて測定した。相手材には、直径10 mmのSUS304ボールを用い、その表面も基板と同条件でショットブラスト処理した後、基板上のコーティングと同条件でsi-PIコーティングを製膜した。水中におけるしゅう動試験は、室温の精製水中で、平均すべり速度20 mm/s、垂直荷重3 Nで1時間実施した。

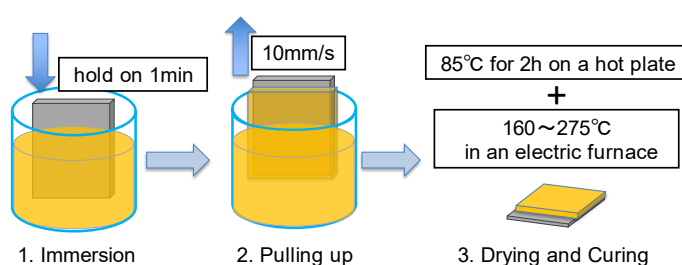


Fig.1 Dip coating process

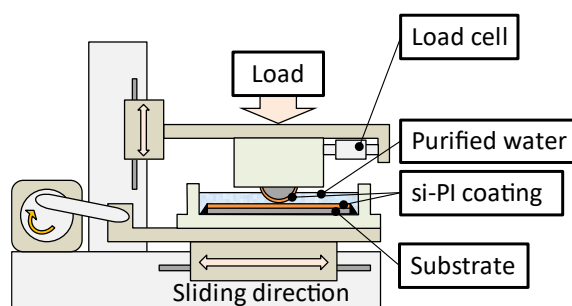


Fig.2 Sliding testing machine

### 3. 結果と考察

コーティングの膜厚は約6～12 μmであり、硬化温度とともにわずかに減少した。表面粗さは0.07～0.15 μmRaであり、ショットブラスト処理されたSUS304基板表面よりも小さくなった。Fig.3に160℃、200℃、260℃で硬化させたコーティングのFT-IRスペクトルを示す。全てのFT-IRスペクトルには、Si-CH<sub>3</sub>に起因すると考えられる1256 cm<sup>-1</sup>と780 cm<sup>-1</sup>の吸収ピーク、およびN-Si-OとSi-O-Siに起因すると考えられる1008 cm<sup>-1</sup>と1048 cm<sup>-1</sup>のブロードな吸収ピークがあり、これらはコーティングにポリシロキサンが含まれていることを示している。さらに、160℃硬化コーティングのFT-IRスペクトルには、イミド基に起因すると考えられる1700 cm<sup>-1</sup>と1775 cm<sup>-1</sup>、および、1396 cm<sup>-1</sup>の吸収ピークが観測されたことから、硬化温度160℃でもイミド結合が形成されたことが分かる。

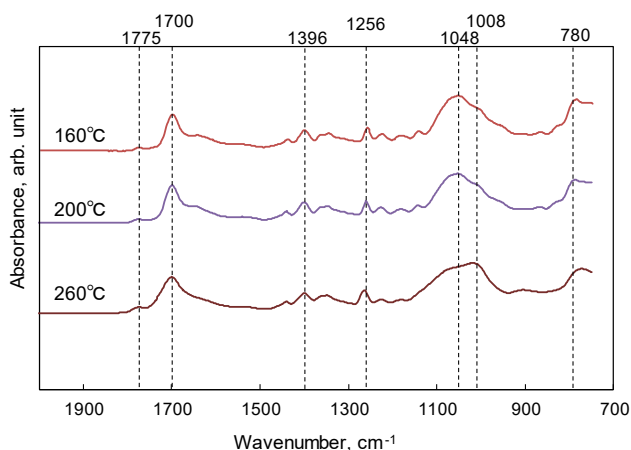


Fig.3 FT-IR spectrum of si-PI coatings

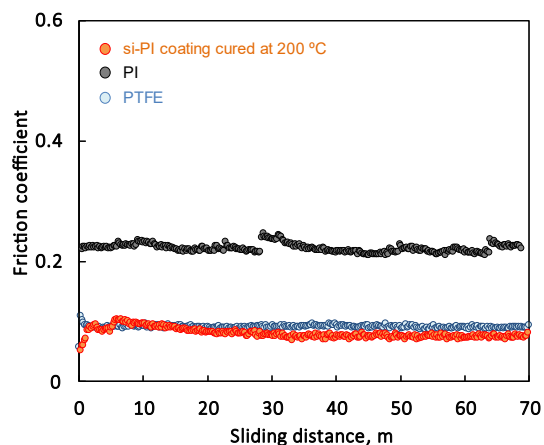


Fig.4 Friction properties in water of the si-PI coatings, PIs and PTFEs

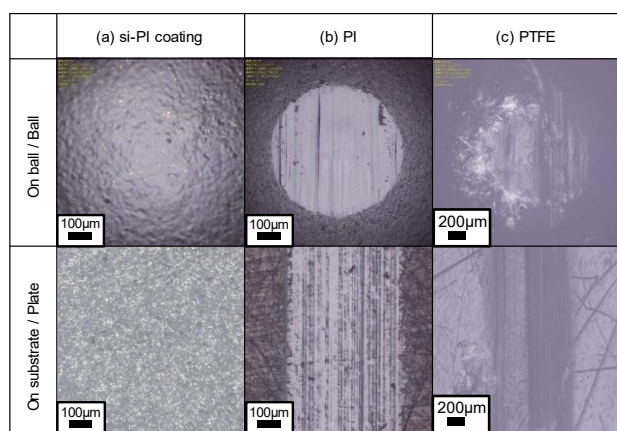


Fig.5 Wear properties in water of the si-PI coatings, PIs and PTFEs

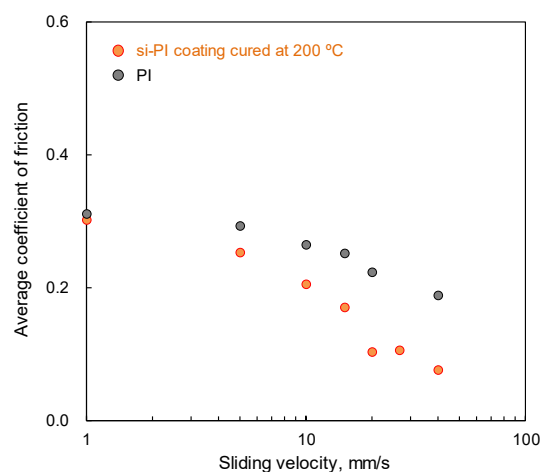


Fig.6 Sliding speed dependence of friction coefficient of si-PI coatings and PIs

si-PI コーティングのナノインデンテーション硬さは、硬化温度によらずほぼ一定で 0.27 GPa 程度であり、既存の PI 材 (Vespel SP-1, デュポン, USA) よりも少し高い値を示した. 200°C 硬化 si-PI コーティング同士の水中摩擦特性を Fig.4 に示す. 図には、PI 同士と PTFE 同士の水中摩擦特性も示した. いずれの場合も安定した摩擦が見られたが、si-PI コーティングの摩擦係数が最も低くなった. Fig.5(a) にボール上と基板上的 si-PI コーティングのしゅう動面を示し、Fig.5(b) と Fig.5(c)に、PI ボールと PI 板、PTFE ボールと PTFE 板のしゅう動面をそれぞれ示す. PI 材と PTFE 材には明確な摩耗痕が観察されたが、si-PI コーティングについては、ボール上のコーティングにわずかな変形と思われる跡が観察された以外には、明確な摩耗や損傷が見られなかった. このような si-PI コーティングの水中摩擦摩耗特性は、硬化温度に関わらずほぼ同様であった. Fig.6 に示すように、すべり速度を変化させると si-PI コーティング同士と PI 同士ともに同様の摩擦係数の変化を示したが、si-PI コーティング同士の方が低い水中摩擦を示し、明確な摩耗や損傷も見られなかった. このように、境界潤滑下のしゅう動と考えられる場合でも si-PI コーティング同士では明確な摩耗が見られなかったことから、水中において si-PI コーティング同士の凝着性が低いことが、低摩擦・低摩耗の一因と推察される.

#### 4. まとめ

ポリシロキサン含有ポリイミド (si-PI) コーティング同士の水中摩擦摩耗特性を測定し、既存の PI 材同士ならびに PTFE 材同士の水中摩擦摩耗特性と比較検討した. その結果、si-PI コーティングが低い水中摩擦係数を示し、摩耗がほとんど見られなかった. このように、si-PI コーティングは優れた水中摩擦摩耗特性を示したことから、新しい水潤滑用材料として期待される.

#### 文献

- 1) Y. Yamada, N. Furukawa & Y. Kimura: Characteristics and applications of silicon containing polyimides. Polym. Appl., 46, 2 (1997) 50-59 (in Japanese).