

高純度水素雰囲気における PTFE/PPS 複合材料の摩擦挙動に対する微量水分の影響  
(第 2 報)

Influence of Trace Moisture on the Tribological Behavior of PTFE/PPS Composite in High-Purity  
Hydrogen Atmosphere (Second Report)

九州大・工（学）\*何 悦      九州大・工（正）新盛 弘法  
九州大・工（正）森田 健敬      九州大・工（正）澤江 義則  
Yue He\*, Hironori Shinmori\*,  
Takehiro Morita\*, Yoshinori Sawae\*  
\* Kyushu University

1. はじめに

水素ステーション用圧縮機のピストンリングには、自己潤滑性に優れる PTFE 複合材が用いられている[1]。しかし、PTFE 単体では機械的強度や耐摩耗性に乏しい。これらを補うために、硬質粒子である Poly Phenylene Sulfide (PPS) を添加した複合材が使用されている。これまでに、室温下における高純度水素雰囲気中の微量水分の影響を報告した。本研究（第 2 報）では、より実使用環境に近い 150℃の条件下における摩擦・摩耗挙動に着目し、特に微量水分の有無がトライボロジー特性に及ぼす影響を明らかにすることを目的とした。

2. 実験方法

本研究の実験には、高度雰囲気制御ピン・オン・ディスク型摩擦試験機を用いた。PTFE (80vol%)を母材とし、PPS 粒子 (20vol%)を充てんした樹脂複合材をピン試験片とし、ディスク試験片には、マルテンサイト系ステンレス鋼 SUS440C を使用した。Table. 1 に示す摩擦・摩耗試験の試験条件において、各条件で 2 回以上の試験を繰り返し実施した。水分条件としては、試験後の水素ガス中水分量がそれぞれ約 10-40 ppm および約 80-120 ppm となる 2 種類の条件を設定した。これらの水分条件においては、前報にて用いた室温・1 ppm 条件と同様の乾燥処理およびガス置換操作を行っており、前処理としては同等のものであると考えられる。試験後はピン表面の三次元形態をレーザー顕微鏡で観察し、フーリエ変換赤外分光分析 (FT-IR) と XPS 分析により、ピン表面ならびにディスク上に形成されたトライボ膜の化学組成を調査した。

Atmosphere	H <sub>2</sub>
Contact pressure [MPa]	1, 2
Sliding speed[m/s]	1.0, 2.0, 3.0, 4.0
Temperature [°C]	150℃
Sliding distance[m]	30000

Table.1 Experimental condition

3. 結果

3.1 摩擦試験

Fig.1 に PV 値 (滑り速度×接触圧力) 1, 2, 4, 6 での摩擦係数をそれぞれ示す (マーカーは複数回の試験の平均値を示し、エラーバーは各条件で観測された最大値と最小値の範囲を示す)。水分量に関係なく、PV 値 1 から 2 まで、全体的に低摩擦を示した。しかし、PV 値 4 になると、高水分量には摩擦係数が低いが、低水分量の場合には摩擦係数が急上昇し、過大摩耗を生じたため、試験を中断した。そして、PV 値 6 になると、水分量に関係なく、PV 値 4 の低水分量と同じシビア摩耗が発生した。

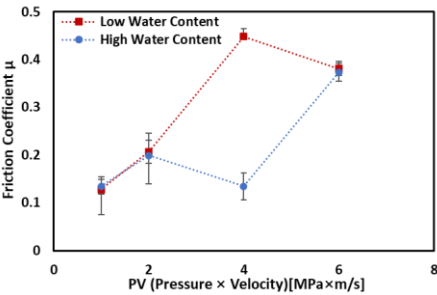


Fig.1 Friction Coefficient

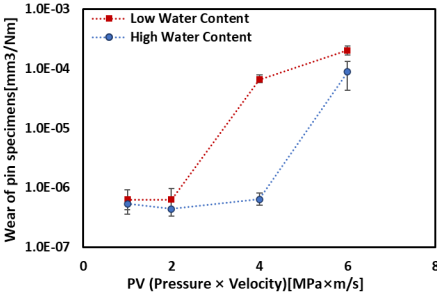


Fig.2 Wear rate of pin specimens

Fig. 2 に PV 値 1, 2, 4, 6 における比摩耗量を示す。PV 値 1 および 2 では、水分量の影響にかかわらず、比摩耗量は低い値を示した。しかし、PV 値 4 では、高水分条件では引き続き低い比摩耗量を示したのに対し、低水分条件ではシビア摩耗が発生し、比摩耗量が大幅に増加した。さらに、PV 値 6 になると、水分量の多少に関係なく、両条件で高い比摩耗量が観察された。

### 3.2 IR 分析

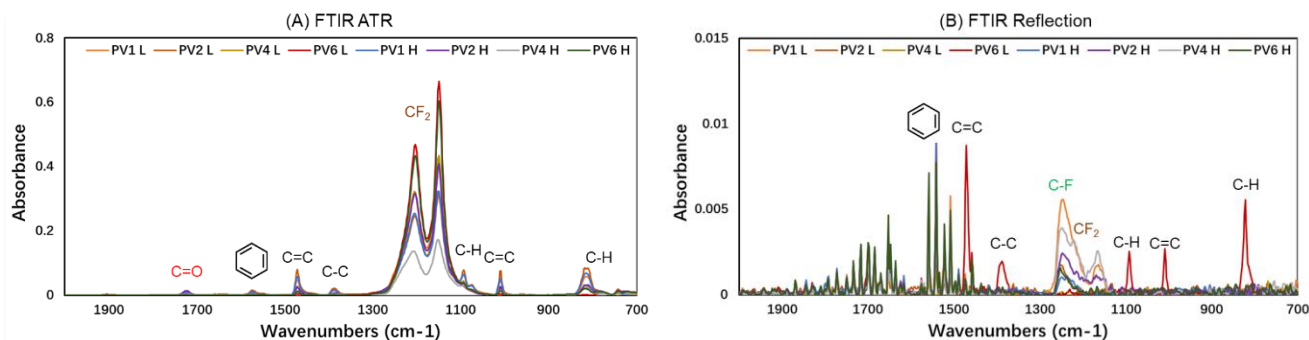


Fig.3 FT-IR spectra from disk surface after sliding tests

Fig. 3 に、試験後のピン表面とディスク表面の IR スペクトルを示す。Fig. 3 (A)は、PPS 粒子が視認されない領域から取得した ATR 測定結果である。1200cm<sup>-1</sup> 付近に PTFE の CF<sub>2</sub> 結合に由来する 2 つの大きなピークが確認できる。また、PPS に由来するピークが 820cm<sup>-1</sup>, 1011cm<sup>-1</sup>, 1076~1094cm<sup>-1</sup>, 1390cm<sup>-1</sup>, 1472cm<sup>-1</sup>, 1573cm<sup>-1</sup> にそれぞれ確認できる[2]。加えて、PPS の酸化によって現れた 1720cm<sup>-1</sup> の C=O ピークも PV1 と PV2 の条件で確認された。Fig. 3 (B)は、ピンから移着した部分を測定した反射スペクトルである。PTFE に関するピークは全ての条件で確認された。また CF<sub>2</sub> 基の対称伸縮振動に関連する 1253 cm<sup>-1</sup> 付近のピーク生成も確認された[3]。しかし、PPS に由来するピークは PV6、低水分量の条件だけで認められた。

### 3.3 XPS 分析

Fig. 4 にフッ素および酸素の元素比率を示す。フッ素は、低水分条件において PV 値の上昇に伴い比率が顕著に低下し、PV6 では最も低い値を示した。一方、高水分条件では PV1・PV4・PV6 で比較的高い比率を示したが、PV2 では一時的に低下した。酸素は、低水分条件において全体的に高く、特に PV4 で最大値を示した。高水分条件では PV2 で最大となりその後低下した。すなわち、高水分条件では、酸素の挙動がフッ素とは逆となる傾向を示された。

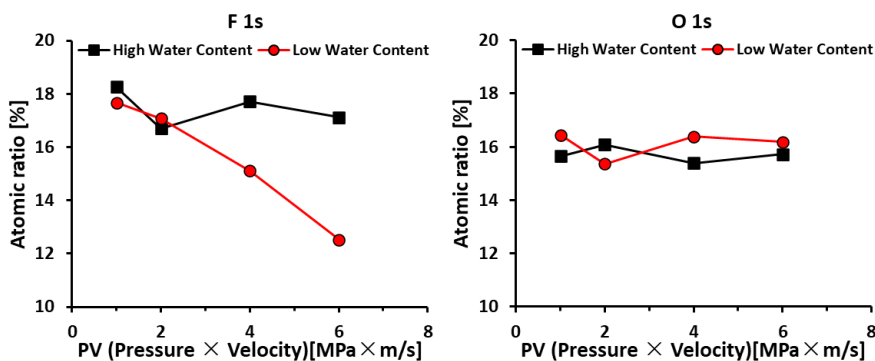


Fig.4 Element Ratios of F 1s and O 1s on Disk Surface (Depth: 8.1 nm)

### 4. 考察

本研究で評価した PPS 充てん PTFE は、150℃においても PV 値 2 までは水分量にかかわらず安定した低摩擦・低摩耗を示した。しかし、PV 値が 4 になると、低水分条件では摩擦係数の急上昇とシビア摩耗が発生し、比摩耗量が大幅に増加した。一方、高水分条件では PV 値 4 でも比較的稳定した摩擦特性と低い比摩耗量が維持された。PV6 になると、高水分でもシビア摩耗が発生した。FT-IR 分析および XPS 分析の結果から、高水分条件では金属ディスク表面にフッ化金属が形成され、これが摩擦および摩耗を抑制した要因と考えられる。しかし、PV 値は 6 まで増加すると、フッ化金属の潤滑効果が完全に失われ、PPS 粒子が摩耗し接触荷重を支持ができなくなった。これに対し、低水分量には、PV2 までフッ化金属が形成できるが、PV4 になるとその量が減少し、シビア摩耗が発生した。

### 5. 結言

150℃における PPS 充てん PTFE は、PV1 および PV2 では水分量にかかわらず安定した低摩擦・低摩耗を示した。PV4 では水分量による挙動の差が顕著に現れた。これは、高水分条件ではフッ化金属の形成により摩擦・摩耗が抑制されたが、低水分条件ではフッ化金属の形成が抑制され、その結果摩耗が急増した。PV6 では水分量に関係なくシビア摩耗が発生した。これは PV 値の上昇と共にフッ化金属を含む転移膜の保護効果が破綻したことが主因であると考えられる。

[1] Brian J. Briscoe, et al. Wear, 108, (1986) ,357-374

[2] Zhuangzhu Luo, et al. Surface & Coatings Technology 203, 2009, 1516-1522.

[3] Kathryn L. Harris, et al. Macromolecules 2015, 48, 3739-3745