含油多孔質炭化ケイ素のトライボロジー特性

神保匡志・広中清一郎

東京工業大学工学部無機材料工学科, 152 東京都目黒区大岡山 2-12-1

Tribological Properties of Oil-Retaining Porous Silicon Carbide

Tadayuki JIMBO and Seichiro HIRONAKA

Department of Inorganic Materials, Faculty of Engineering, Tokyo Institute of Technology, 2-12-1, Ookayama, Meguro-ku, Tokyo 152

The friction and wear properties of oil-retaining porous silicon carbide and dense silicon carbide in air were studied by using a pin-on-disk friction machine. The tribological properties and morphologies of the worn surfaces of these ceramics were greatly changed depending on the test conditions such as loads applied and the combinations of materials (pin/disk). Dense SiC pin showed a lower and more stable friction coefficient and less wear than those of self-mated dense SiC, when it was slid against the oil-retaining porous SiC disk. The friction and wear mechanisms of these ceramics were discussed from the tribological properties obtained and the morphologies of the worn surfaces by SEM and three-dimensional surface roughness observation.

[Received October 3, 1995; Accepted May 15, 1996]

Key-words : SiC, Oil-retaining porous SiC, Friction, Wear, Morphology

1. 緒 言

セラミックスは高分子、金属材料などと比較して、高強度、高硬度、高融点、耐腐食性、耐摩耗性などの優れた特性から軸受^{1)~4)}、歯車⁴⁾、エンジン部品^{5),6)}などの摺動材料として期待され、研究されている。炭化ケイ素はセラミックスのなかでも低摩擦、低摩耗のトライボ材料の一つであり、今までに空気中や水中、真空中などで摩擦試験が行われ、特に水中においては摩擦摩耗特性が向上することが報告されている^{7),8)}。また、炭化ケイ素は、極低温（潤滑油の流動低下）、高温（潤滑油の粘度低下、熱・酸化劣化）、真空中（潤滑油の蒸発と潤滑系の汚染）などの潤滑油が適用しにくい極限環境下で使用するトライボ材料として期待されているが、無潤滑下では必ずしも十分な摩擦摩耗特性は得られていない。この観点から無給油型トライボ材料の開発が期待されている。

本研究では無給油型トライボ材料の開発及び炭化ケイ素の摩擦摩耗特性の向上を目的として多孔質炭化ケイ素にパーフルオロポリエーテルを含浸させたものと、無含浸の緻密質炭化ケイ素をピン/ディスク型試験機を用いて摩擦試験を行い、そのトライボロジー特性及び走査型電子顕微鏡（SEM）観察によるモルホロジーから摩擦摩耗機構を考察した。

2. 実験方法

2.1 実験試料

試料として、緻密質炭化ケイ素（以下、試料 SiC-A と略す）とパーフルオロポリエーテル含浸多孔質炭化ケイ素（以下、試料 SiC-B と略す）の2種類を半球ピン（半径5 mm、曲率5 mm）及びディスク（外径50 mm、内径10 mm、厚さ10 mm）に加工したものを用いた。試料 SiC-B は多孔質炭化ケイ素を半球ピン、ディスクに加工後、減圧下でパーフルオロポリエーテルを含浸させた。これらの炭化ケイ素及びパーフルオロポリエーテルの物性を表1及び表2に示す。

2.2 滑り試験条件

試験装置はピン/ディスク型試験機を用い（図1）、荷重4.9 N, 9.8 N, 19.6 Nの3荷重、滑り速度は0.75 m/sで一定とし、滑り時間は6h（滑り距離にして 1.6×10^4 m）、雰囲気は室温、空気中で、SiC-A, SiC-B ピンとディスクの組み合わせをそれ

Table 1. Properties of SiC-A and SiC-B Specimens

Properties	Sample	
	SiC-A	SiC-B
Bulk density / 10^3 kg m^{-3}	3.1	2.8(2.7 ^{*1})
Porosity / volume %	<4	<2 (15-20 ^{*1})
Bending strength ^{*2} / MPa	813.4	519.4(519.4 ^{*1})
Young's modulus / GPa	392	294(343 ^{*1})
Poisson's Ratio	0.13	0.17(0.15 ^{*1})
K_{IC} ^{*3} / $\text{MPa m}^{1/2}$	3.5	3.5(^{*1})

*1) Before Oil-retaining

*2) JIS R 1601 3-point bending test
(at Room temperature)*3) K_{IC} : Fracture toughness

Table 2. Properties of Perfluoropolyether

Properties	
Mean molecular weight / $10^{-3} \text{ kg mol}^{-1}$	6250
Kinetic viscosity (at 20°C) / $10^{-6} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$	1200
Weight loss (at 149°C) / %	0.5
Density (at 20°C) / 10^3 kg m^{-3}	1.91

Fig. 1. Sketch of test machine.

それぞれ変えて4通りのピン/ディスク系について実験を行った。

2.3 摩擦係数測定

摩擦係数は試験機に取り付けられたロードセルから摩擦力を15 min ごとに読み取り、荷重で割ることによって求め、摩擦係数の経時変化及び、荷重依存性を検討した。測定は6h 連続で行い、2.5~6hの摩擦係数の平均をその実験の平均摩擦係数とした。

2.4 摩耗量の測定

摩耗量は実験前後のピンの重量差から求め、各系、各荷重における摩耗進行曲線及び比摩耗量を検討した。比摩耗量($\text{mm}^3 \cdot \text{N}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}$)は単位荷重当たり、単位滑り距離当たりの摩耗体積として求めた。

2.5 摩擦表面のモルホロジー

摩擦試験後のピン及びディスクの摩擦表面のモルホロジーは、SEM 及び3次元粗さ解析装置(エリオニクス, ERA-8000)により検討した。

3. 結果及び考察

3.1 摩擦係数

各系における摩擦係数の経時変化を図2~図5に示す。SiC-A/SiC-A系(図2)において、他の系に比較して摩擦係数の経時安定性は低く、しかも摩擦係数は0.3~0.5と高い値を示した。これらの値は一般のSiCに対する値とほぼ同等であった^{9),10)}。荷重4.9Nでは摩擦係数が最も高く、しかも経時安定性が低く、荷重の増加に伴い減少する傾向を示した。

図3に示すように、SiC-A/SiC-B系においては摩擦係数は摩擦初期から0.1程度であり、四つの系のうちで最も低く、しかも最も経時安定性が見られた。これはディスクに含浸させた油の潤滑効果によるものと考えられる。

SiC-B/SiC-A系(図4)ではSiC-A/SiC-B系ほどのフッ素油の潤滑効果は得られず、摩擦係数は0.2(4.9N)~0.4(9.8N)であった。4.9Nの低荷重ではピンに含浸させた油による潤滑効果が見られたが、高荷重では容量の小さい含油ピン(SiC-B)が常に摩擦されているために、摩擦熱の発生による温度上昇により油の粘度低下が起こったために、潤滑効果が十分に得られず摩擦係数は高くなったと考えられる。また含油ピンが多孔体であるため、より高荷重では脆性破壊が起こりやすく、これによって生じた摩耗粉が摩擦界面に介在することも高摩擦係数の一因と考えられる。

Fig. 2. The friction coefficient as a function of sliding distance in SiC-A/SiC-A system.

Fig. 3. The friction coefficient as a function of sliding distance in SiC-A/SiC-B system.

Fig. 4. The friction coefficient as a function of sliding distance in SiC-B/SiC-A system.

Fig. 5. The friction coefficient as a function of sliding distance in SiC-B/SiC-B system.

Fig. 6. The friction coefficient as a function of load in the four systems.

SiC-B/SiC-B系(図5)においては、各荷重とも摩擦係数は0.2程度であり、摩擦初期から経時安定性のある摩擦係数が得られた。しかし、摩擦係数はピン、ディスク両方に油を含浸させているにもかかわらず、摩擦係数がSiC-A/SiC-B系より高くなったのは、ピンが多孔体であるため、脆性破壊による摩耗粉の介在が原因と考えられる。

摩擦係数の荷重依存性を図6に示す。ここで摩擦係数は経時安定性のある系では定常摩擦係数の値を、経時安定性の低い系では摩擦時間の2.5~6hの平均値を用いた。各荷重においても最も摩擦係数が高かったのは緻密質/緻密質(SiC-A/SiC-A)系であり、以下含油多孔質/緻密質(SiC-B/SiC-A)系、含油多孔質/含油多孔質(SiC-B/SiC-B)系の順で、最も低かったのは緻密質/含油多孔質(SiC-A/SiC-B)系であった。ディスクに油を含浸させた系は潤滑効果が見られ、低い摩擦係数でしかも荷重依存性が低かった。ピンのみに油を含浸させてあるSiC-B/SiC-A系の高荷重側では潤滑効果が見られなかった。これはディスクの摩擦トラックに油が十分行き渡らないことと、摩擦熱の影響が考えられる。SiC-B/SiC-B系とSiC-A/SiC-B系の関係から、ピンよりもむしろディスクに油を含浸させるほうが潤滑効果は向上するといえる。

3.2 摩耗量

図7及び図8は、それぞれ最も摩擦係数が高く、経時安定性の低いSiC-A/SiC-A系及び最も摩擦係数が低く、経時安定性に優れるSiC-A/SiC-B系における摩耗量進行曲線を示す。前者に比較して、後者においては摩耗量は1けた少なく、摩擦挙動と対応している。いずれの系においても摩耗の進行は高荷重において顕著に見られ、SiC-A/SiC-A系においては1次的に増加し続けるのに対して、SiC-A/SiC-B系においては摩耗は3hから4h程度で摩耗の進行はほぼ平衡に達している。これはSiC-A/SiC-B系ではディスクに含浸した油の潤滑効果によることと、摩耗形態がマイルド摩耗になっているものと考えられる。またその他の系においては、これらの中間的な摩耗挙動を示した。

各系における比摩耗量の荷重依存性を図9に示す。比摩耗量はSiC-B/SiC-A系が最も高く、以下、SiC-A/SiC-A系、SiC-B/SiC-B系、SiC-A/SiC-B系の順となった。摩耗においても摩擦特性と同様にSiC-A/SiC-B系が最も優れていた。ディスクに含浸させた油が潤滑膜を形成し、固体の接触が減少し、摩耗が抑えられたためと考えられる。摩擦係数の場合と異なり、比摩耗量の最も高かったのは含油多孔質/緻密質系であった。これはピンに含浸させたフッ素油の摩擦熱による粘度低下により、期待されるほどの潤滑効果が現れなかったことの

Fig. 7. The wear amount as a function of sliding distance in SiC-A/SiC-A system.

Fig. 8. The wear amount as a function of sliding distance in SiC-A/SiC-B system.

Fig. 9. The specific wear amount as a function of load in the four systems.

ほかに、多孔体のピンが、緻密体のディスクに比較して強度的に弱く、そのために摩耗しやすいことに起因していると考えられる。

3.3 SEMによるモルホロジー観察

摩擦試験前の SiC-A 及び SiC-B のピン表面の SEM 写真を図10及び図11に示す。緻密質のピンでは $1\mu\text{m}$ 以下の粒がいくつか集まって一つの大きな粒を形成し、ところどころに直径数 μm の気孔が見られる。多孔体のピンでは粒子の粒径は緻密体とさほど変わらないものの、粒の形が丸みを帯びており、しかもそれらは完全に一つの粒に取り込まれているように見える。気孔は多孔体のため、穴というより溝が入っているように見られる。

摩擦試験後のピンの各系、各荷重における SEM 写真を図12～図15に示す。SiC-A/SiC-A 系においては低荷重では、表面

に比較的滑らかな表面膜が形成されて、より高荷重になるにつれて表面膜に亀裂が入り、脆性破壊して摩耗が進行するような摩擦面のモルホロジーが得られた¹⁴⁾。荷重の増加に伴ってピン全体に存在する $1\mu\text{m}$ 以下の摩耗粉（白色に見える）の量が増加しており、その摩耗粉は薄片状の表面膜から取れて行くことによって生じていることが分かる。各荷重ともピン全体の観察から摩耗粉の生成はこのプロセスによって進行している。また試験前に存在した気孔はすべて表面膜又はより細かい摩耗粉によって埋められており、表面は平滑化していた。

SiC-A/SiC-B 系においては摩耗粉は SiC-A/SiC-A 系ほど多くは見られず、また試験前に存在していた気孔が残っている様子などから摩耗があまり進行しなかったことがうかがえる。油の潤滑層の介在により、摩耗粉が系外に排出されたためとも考えられる。摩耗粉の大きさは $0.5\mu\text{m}$ 程度で、SiC-A/SiC-A

Fig. 10. SEM image of dense SiC pin surface before test.

Fig. 11. SEM image of oil-retaining porous SiC pin surface before test.

Fig. 12

Fig. 13

Fig. 14

Fig. 15

Fig. 12. SEM image of worn surface of pin in SiC-A/SiC-A system. (a) 4.9 N, (b) 9.8 N, (c) 19.6 N.
 Fig. 13. SEM image of worn surface of pin in SiC-A/SiC-B system. (a) 4.9 N, (b) 9.8 N, (c) 19.6 N.
 Fig. 14. SEM image of worn surface of pin in SiC-B/SiC-A system. (a) 4.9 N, (b) 9.8 N, (c) 19.6 N.
 Fig. 15. SEM image of worn surface of pin in SiC-B/SiC-B system. (a) 4.9 N, (b) 9.8 N, (c) 19.6 N.

系より全体的に粒径が小さい。

SiC-B/SiC-A 系では、4.9N において中央部に大きな溝が見られるものの、摩擦面はほとんど表面膜に覆われたような凹凸の少ない平面で、 $0.2 \sim 0.3 \mu\text{m}$ くらいの穴が斑点のように見られる。高荷重になると、薄片状部から $1 \mu\text{m}$ 以下の小さな摩耗粉が取れていくような様子も見られるが、表面膜が破壊剥離したようなモルホロジーを示しており、摩耗は一挙に増大することが推察される。9.8N の場合、ちょうど両荷重の中間的な摩耗挙動であると考えられる。

SiC-B/SiC-B 系では4.9N のとき生じた摩耗粉の大きさは $0.5 \mu\text{m}$ 以下の非常に小さいもので、それより更に小さい摩耗粉がすき間を埋めていることが分かる。9.8N となると、摩耗粉の大きさは $1 \mu\text{m}$ 前後とより大きくなる。表面は試験前に存在した気孔が残っており、そこに摩耗粉が引っかかっているように見える。19.6N の高荷重においては、摩耗粉の量はこの系のなかでは最も多く、その大きさも $0.1 \mu\text{m}$ からそれらがいくつかまともって $1 \mu\text{m}$ 程度にまで大きくなったものまでさまざまである。気孔もかなりの程度埋められていることが分かる。

3.4 3次元表面粗さ解析

各系における試験前後のピンの3次元表面粗さ測定の結果を図16に示す。摩擦前と比較してどの系、荷重においても摩擦摩耗により表面粗さが減少し、また一般に荷重の増加に対して

Fig. 16. R_{a-ave} of pin before and after the test.

Fig. 17. R_{a-ave} of disks after the test.

は表面粗さは増加する傾向が見られた。しかし、摩擦摩耗特性のすぐれた SiC-A/SiC-B 系においては、あまり荷重によらない比較的小さい表面粗さが得られた。

摩擦試験後のディスクの表面粗さを図17に示す。含油多孔質/緻密質系の表面粗さが最も大きいのは油の存在によってピンだけではなくディスクの摩耗も抑えられたためといえる。逆にピンの摩耗量の最も大きかった含油多孔質/緻密質系ではディスクの表面粗さが四つの系のなかで最も低く、摩耗粉の介在によってディスクの摩耗も激しかったことが考えられる。

同じピンを用いた場合 (SiC-A/SiC-A 系と SiC-A/SiC-B 系, SiC-B/SiC-A 系と SiC-B/SiC-B 系) を比較すると、ディスクの表面粗さは、ディスクに SiC-B を用いたほうが大きい。これはディスクに含浸させた油の層が摩耗を初期の凸部同士の摩耗のみにとどまらせ、ピン、ディスク、両方の摩耗を抑えたためである。

ディスクを同じものにした場合 (SiC-A/SiC-A 系と SiC-B/SiC-A 系, SiC-A/SiC-B 系と SiC-B/SiC-B 系) を比較すると、ピンに SiC-B を用いた方がディスクの表面粗さが小さくなる。ピン SiC-B は初期にある気孔 (ピンもディスクも) を埋めるほど小さな ($0.1 \mu\text{m}$ 以下) 摩耗粉が生成しやすいためではないかと考えられる。

4. 結 論

以上の結果より次のことが結論づけられる。

(1) 四つの系のうちで SiC-A/SiC-B 系は荷重依存性の低い約0.1の最も低い摩擦係数を示し、経時安定性にも優れていた。

(2) SiC-B/SiC-B 系はピン、ディスク両方に油が含浸してあったにもかかわらず、最も摩擦摩耗特性の優れた組み合わせとはいえなかった。これは多孔質であるため強度が弱く、脆性破壊による摩耗粉の存在の影響を油潤滑で十分まかなえなかったことと考えられる。

(3) ピンの比摩耗量において、SiC-A/SiC-B 系が最も優れた特性であった。比摩耗量の最も高かったのは摩擦係数の最も高かった SiC-A/SiC-A 系ではなく、SiC-B/SiC-A 系であった。これは摩擦界面に潤滑効果を示すだけの十分な油が供給されなかったためと、高強度の緻密体 (SiC-A) に対して、多孔体の SiC-B ピンが脆性破壊しやすく、予想以上の摩耗が生じたためであると考えられる。

(4) ディスクに油を含浸させた SiC-A/SiC-B 系、及び SiC-B/SiC-B 系では油の潤滑効果によりピンの摩耗は小さく、試験前に存在した気孔が残っているのが見られた。これらの系では小さな摩耗粉が取れていくようなモルホロジーを示した。それに対し、SiC-A/SiC-A 系及び SiC-B/SiC-A 系において、ピン表面は摩耗粉による表面膜に覆われ、その膜から小さな摩耗粉が取れていく様子も見られるが、条件が過酷になると、その表面膜ごと取れる様子も見られた。

(5) 3次元粗さ解析によって摩擦前後のピンの表面粗さを比較すると、摩擦試験後のほうが小さい値を示し、これにより、摩耗による摩擦面の平滑化が起こったことが分かった。また相手面のディスクの表面粗さは、ピンとの組み合わせにより異なることが判明した。

謝 辞 炭化ケイ素試料を提供されたイビデン(株)に深く謝意を表します。

文 献

- 1) 野呂瀬 進, 古沢利明, 日本トライボロジー学会トライボロジー会議予稿集 (1995-5) pp. 599-600.
- 2) 清原耕一, 西原克己, 日本トライボロジー学会トライボロジー会議予稿集 (1995-5) pp. 349-52.
- 3) 高柳栄一, セラミックス, 29, 316-18 (1994).
- 4) 吉岡武雄, 藤田清志, 竹林博明, 唯根 勉, トライボロジスト, 38, 1077-82 (1993).
- 5) 小島康一, 神谷純生, セラミックス, 28, 1007-21 (1993).
- 6) 海野泰明, 北 英紀, 日本トライボロジー学会トライボロジー会議予稿集 (1994-5) pp. 591-92.
- 7) 加藤康司, 翁 和傑, 梅原徳次, 新居勝敏, 日本トライボロジー学会トライボロジー会議予稿集 (1990-5) pp. 329-32.
- 8) 林 洋一郎, 久住美郎, 李 同生, 日本トライボロジー学会トライボロジー会議予稿集 (1992-10) pp. 203-04.
- 9) D. C. Crammer, *J. Mater. Sci.*, 20, 2029-37 (1985).
- 10) P. Anderson and A. Blomberg, *Wear*, 174, 1-7 (1994).
- 11) 陳 寧, 加藤康司, 安達幸志, 日本トライボロジー学会トライボロジー会議予稿集 (1993-11) pp. 489-92.