炭素/炭化ケイ素複合材料の摩擦・摩耗特性

外尾道太・佐々木 寛・広中清一郎

東京工業大学工学部無機材料工学科, 152-8552 東京都目黒区大岡山 2-12-1

Friction and Wear Properties of Carbon/Silicon Carbide Composites

Michita HOKAO, Hiroshi SASAKI and Seiichiro HIRONAKA

Department of Inorganic Materials, Faculty of Engineering, Tokyo Institute of Technology, 2-12-1, Ookayama, Meguro-ku, Tokyo 152-8552

This paper describes the friction and wear properties of carbon/silicon carbide composites in comparison with that of porous silicon carbide and dense silicon carbide. Tests were conducted in ambient air, using a pin-on-disk friction test apparatus. The friction and wear properties of these materials varied according to the combination of pin and disk materials. The carbon/silicon carbide composite containing the largest carbon volume (about 40 vol%) showed the lowest values of friction coefficient and specific wear among all the investigated materials. In addition, it also showed a stable behavior with respect to sliding velocity. The friction and wear mechanisms of these materials were discussed according to the morphology of the worn surfaces observed by scanning electron microscopy (SEM).

[Received September 16, 1999; Accepted November 8, 1999]

Key-words : SiC, Carbon, Composites, Friction, Wear

1. 緒 言

セラミックスは一般に、高強度、高硬度、高融点、耐腐食性、耐摩耗性など優れた特性を有する。このため金属や高分子材料に代わる摺動材料として、特に極低温、超高温、超真空、腐食性雰囲気などの極限条件における適用が期待されている。このような極限条件においては、流動性の低下、熱・酸化劣化、蒸発などのために潤滑油の適用は難しいため、十分なトライボロジー特性を持つ無給油型のトライボセラミックスの開発が要求されている。この解決法の一つとして、潤滑性を有する材料と複合化することにより、自己潤滑性を有するセラミック系複合材料の開発がなされている^{1)~6)}。

炭化ケイ素はセラミックスの中において低摩擦・低摩耗を示すトライボ材料として知られ^{7)~8)}、特に水中においては優れた摩擦・摩耗特性が得られている^{9)~10)}。著者らは自己潤滑性を有する炭化ケイ素複合材料として、多孔質炭化ケイ素に、潤滑性を有する低蒸気圧性のパーフルオロポリエーテルを複合させた複合材料の摩擦・摩耗特性^{1)~3)}や、グラファイトを摩擦充填した複合材料の摩擦・摩耗特性⁴⁾を無潤滑条件において研究し、良好な結果を得ている。

本研究では、多孔質炭化ケイ素に炭素を複合させた複合材料を調製し、ピン/ディスク型摩擦試験機を用いて滑り速度及びピン/ディスクの試験片の組み合わせを変えて摩擦試験を行った。炭素材料は潤滑性、耐熱性及び耐食性などの優れた特性を有する^{11)~12)}ため、炭化ケイ素と複合化することにより優れた潤滑性が付与されることが期待される。潤滑性試験片表面の走

査型電子顕微鏡 (SEM) 観察を行い、得られたモルホロジーから摩擦・摩耗機構を考察した。

2. 実 験

2.1 試料の調製

炭化ケイ素試料は、SiC 粉末 (純度99%以上, 平均粒径0.3 μm) を原料とし、焼結助剤として B_4C 粉末及びカーボンを用いて調製した。緻密質の SiC は2100°C, 多孔質の SiC は1950°Cで不活性ガス雰囲気中において焼結した。X線回折より、調製したこれらの炭化ケイ素は α -SiC 及び β -SiC の混在体と同定された。

炭素/炭化ケイ素複合材料は、有機系炭素を減圧下で多孔質炭化ケイ素に含浸させ、不活性ガス雰囲気中、500~600°Cで加熱炭化処理を行うことにより調製した。炭素を十分含浸させるためにこの操作を2回行った。ディスク試料はエメリー紙 (#600~1000) で研磨した。各試験試料は、トルエン及びアセトン中でそれぞれ15 min 超音波洗浄を行い、乾燥器中で十分に乾燥した後、試験に供した。

2.2 試験試料

試験試料は緻密質炭化ケイ素 (以下、(緻密質) SiC と略す)、気孔率15~20%と40~45%の多孔質炭化ケイ素 (以下、それぞれ SiC20 及び SiC45 と略す) 及びそれぞれの炭素/炭化ケイ素複合材料 (以下、それぞれ SiC20C 及び SiC45C と略す) を用いた。未含浸炭化ケイ素試料の主な物性値を表1に示す。それぞれの試料は、半球ピン (曲率半径13.5 mm, 長さ10.0

Table 1. Physical Properties of the Silicon Carbides

Sample	SiC	SiC20	SiC45
Porosity / %	<4	15-20	40-45
Apparent density / 10^3 kg m^{-3}	3.1	2.7	1.8-1.9
Vickers hardness / HV	3100	-	300
Young's modulus / GPa	390	290	91-130
Bending strength / MPa	810	520	150-200
Fracture toughness / $\text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$	3.5	3.5	-
Thermal conductivity / $\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	79	46	29-33
Specific heat / $\text{J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$	790	460	880-960

Table 2. Friction Test Conditions

Sliding velocity / m s^{-1}	Load / N	Sliding distance / m	Atmosphere
0.2, 0.75, 1.5	4.9	1.6×10^4	Ambient air Room temperature Relative humidity: 40-60%

Fig. 1. Sketch of the pin/disk type friction test apparatus.

mm) 及びディスク (外径55 mm, 内径10 mm, 厚さ5 mm) として加工した。

2.3 摩擦試験

摩擦試験は同種類のピン及びディスクを用いた場合、及び SiC ピンに対して各種ディスク試料を摩擦した場合において、滑り速度を変化させた条件 (0.2 ms^{-1} , 0.75 ms^{-1} , 1.5 ms^{-1}) で行い、摩擦係数と摩耗量を測定した。表 2 に試験条件を示す。試験装置はピン/ディスク型試験機を用いた (図 1)。この装置ではピンとディスクを滑り摩擦させたときの摩擦力がロードセルによって測定される。得られた摩擦力は AD 変換器を通して摩擦係数として記録された。滑り速度はディスクの回転数を変化させることで調節し、荷重はアームを通してピン側からかかる。摩擦試験開始直後から試験終了までの摩擦係数値を平均した値を平均摩擦係数とした。

摩擦試験後、光学顕微鏡及び表面粗さ計によってピン試料の平均摩耗半径及びディスク試料の摩耗断面図をそれぞれ測定した。これらよりピン及びディスクの摩耗体積を算出した。単位当たりの滑り距離及び荷重に対するピンとディスクの総摩耗体積を比摩耗量 ($\text{mm}^3 \text{ N}^{-1} \text{ m}^{-1}$) として求め、摩耗特性を検討した。

試験後に走査型電子顕微鏡 (SEM; JSM, T-220A) を用いて摩擦表面のモルホロジー観察を行った。

3. 結果及び考察

3.1 摩擦係数

図 2 に、同じ種類のピン及びディスクを滑り速度 0.75 ms^{-1} で滑り摩擦させた場合の摩擦係数の経時変化を示す。気孔率の異なる複合化していない SiC 試料の摩擦係数を比較すると、気孔率の増加とともに摩擦係数の上昇及び摩擦係数の変動幅の増加が見られ、緻密質 SiC において摩擦係数がより小さく、比較的変動の少ない摩擦特性が得られた。気孔率の変化によるこれらの摩擦特性の相違は、摩擦せん断に対する強度の差が反映しているものと考えられ、SiC45 では脆性破壊が著しく、これが摩擦係数の不安定さと上昇に影響したものと考えられる。SiC 系においては滑り距離の増加とともに摩擦係数が上昇傾向を示したのに対して³⁾、SiC45 系においては摩擦後半で多少の摩擦係数の低減が観察され、滑り距離の増加とともに摩擦係数値の変動が小さくなる傾向を示した。これは SiC45 の開気孔中に摩耗粉が埋め込まれ、摩擦表面層付近で多少の緻密化が起こったものと推論される。炭素複合 SiC 系においては、炭素

Fig. 2. Friction coefficient as a function of sliding distance in the self-mated silicon carbides and their composites at sliding velocity of 0.75 ms^{-1} ; (a) SiC, SiC20 and SiC20C systems and (b) SiC, SiC45 and SiC45C systems.

含有量の最も多い SiC45C 系で非常に摩擦係数の小さい、しかも安定した摩擦特性が得られた。これは含浸された炭素が固体潤滑剤¹¹⁾として十分に潤滑作用したためと考えられ、この安定した低摩擦係数は油含浸効果と同等以上の効果であった^{1)~3)}。これに対して SiC20C 系では炭素の含有量が不十分であるためか、炭素の複合化効果はほとんど得られず、摩擦係数値は緻密質 SiC とほぼ同じであったが、摩擦係数の変動はむしろ大きかった。

図 3 として、同じ材質同士における、平均摩擦係数の滑り速度による変化を示す。SiC45C 系を除いては、滑り速度の増加とともに平均摩擦係数も上昇しており、平均摩擦係数に速度依存性が見られた。これに対して SiC45C 系においては滑り速度によらずほぼ一定のより小さい平均摩擦係数が得られ、滑り速度に対して安定した摩擦係数を示した。炭素無充填の SiC 試料における平均摩擦係数を比較すると、各滑り速度において気孔率の増加とともにより高い平均摩擦係数を示したが、炭素を複合することにより摩擦係数の著しい低下が見られ、特に SiC45C 系においてより顕著であった。滑り速度 0.2 ms^{-1} の低速度においては各試料の平均摩擦係数の差が 0.2 以内に収まっているのに対して、速度が上昇すると、各試料の平均摩擦係数の差が増大し、試料による摩擦係数の違いが明確にあらわれた。

Fig. 3. Sliding velocity dependence of mean friction coefficient in the self-mated silicon carbides and their composites.

Fig. 5. Sliding velocity dependence of mean friction coefficient in the system of dense silicon carbide/silicon carbides and their composites.

Fig. 4. Friction coefficient as a function of sliding distance in the system of dense silicon carbide/silicon carbides and their composites at sliding velocity of 0.75 ms^{-1} ; (a) SiC, SiC20 and SiC20C systems and (b) SiC, SiC45 and SiC45C systems.

炭素無充填のSiC試料における、気孔率の増大による摩擦係数の上昇の原因には、気孔率の増大に伴う強度及び硬度の低下及び真実接触面積の減少による接触圧力の上昇が考えられ、このため気孔率の大きいものほど摩擦せん断による脆性破壊が大きく、これが摩擦係数の増大に大きく関係するものと考えられる。また、滑り速度の増大により摩擦係数が大きく増加したが、これは速度の上昇により摩擦界面における熱的、機械的条件が厳しくなったためであると考えられる。

多孔質SiCを炭素と複合材化することにより摩擦係数の低下が見られた。一般に炭素材料は良好な潤滑性を有することが

知られており、この炭素の潤滑作用と併せて、炭素との複合材化により多孔質SiCの表面は平滑化され、摩擦係数が低下したと考えられる。炭素含有SiC系では、SiC45C系において低く、安定した摩擦挙動が得られた。これは炭素含有量のより多いSiC45Cにおいては炭素による十分な潤滑効果が得られたためであると考えられる。

各種ディスクに対して高硬度、高強度の緻密質SiCピンを摩擦させた場合の摩擦特性を図4に示す。高度、強度に劣る多孔質SiCディスク系では、緻密質SiC同士系に比較して約1.5倍の高い摩擦係数を示した。これらの多孔質SiCは炭素充填することによって摩擦係数が多少低下したが、緻密質SiC同士系のレベルまでは低減されなかった。この理由として、炭素複合SiCディスク平面に対してより高硬度、高強度でしかも曲率の小さい緻密質ピンを滑り摩擦させるという厳しい条件であるために、充填された炭素による潤滑作用がこれらの特性差を補うことが出来なかったものと考えられる。おそらく平面同士の接触圧の低いマイルドな摩擦条件ではより良い摩擦特性が得られるものと考えられ、今後検討したい。

図5に、緻密質SiCピンに対して各ディスクを摩擦させたときの、滑り速度による平均摩擦係数の変化を示す。SiC/SiC及びSiC/SiC20系においては平均摩擦係数に明確な速度依存性が見られたが、他の組み合わせにおいては速度依存性はほとんど見られなかった。SiC/SiC20及びSiC/SiC45系に対してディスクに炭素を含有したSiC/SiC20C及びSiC/SiC45C系ではそれぞれ炭素の潤滑効果により小さい摩擦係数が得られ、特に高速度の 1.5 ms^{-1} で顕著であった。炭素含有複合材同士の摩擦であるSiC20C/SiC20C及びSiC45C/SiC45C系に比較して、一方に緻密質のSiCを用いると、摩擦係数の大きな上昇を示した。この原因として、緻密質SiCは多孔質SiCを母材とする炭素含有複合材と比較して強度及び硬度に優れるため、ディスク表面の炭素粒子がSiCピンによって摩擦消費され、炭素による潤滑効果が低減したためであると考えられる。

3.2 比摩耗量

図6に同種のピン/ディスク系における、滑り速度に対する比摩耗量の変化を示す。SiC45C/SiC45C系を除いた系においては滑り速度の増加とともに比摩耗量も増加しており、速度依存性が見られる。特にSiC20系においては 0.75 ms^{-1} から 1.5 ms^{-1} にかけて比摩耗量の大幅な増加がみられた。速度の

Fig. 6. Sliding velocity dependence of specific wear amount in the self-mated silicon carbides and their composites.

Fig. 7. Sliding velocity dependence of specific wear amount in the system of silicon carbide/silicon carbides and their composites.

上昇による比摩耗量には、摩擦界面における熱的、機械的条件の悪化が関係していると考えられる。SiC45/SiC45系が多孔質系にもかかわらず、予想外に比摩耗量が少ない理由としては摩耗粉の一部が気孔に埋まったことが考えられる。一方、SiC45C系においては $10^{-8} \sim 10^{-7} \text{ mm}^3 \text{ N}^{-1} \text{ m}^{-1}$ の非常に低い比摩耗量が得られ、摩擦挙動と摩耗挙動が良く対応していた。このことからある程度以上の炭素を含むSiC複合材料同士の滑り摩擦では、無給油型の摩擦・摩耗特性に優れたトライボロジー系が得られることが分かった。

図7に、SiCピンに対して各種ディスクを滑らせた場合の、比摩耗量の滑り速度依存性を示す。ディスクに炭素/炭化ケイ素複合材料を用いたSiC/SiC20CやSiC/SiC45C系でも耐摩耗特性の向上は認められず、SiC/SiC系が最も低い比摩耗量を示した。これは機械的性質に優れたSiCピンによるディスクの掘り起こし作用のために、摩耗が増大したためであると考えられる。曲率を持った高硬度、高強度の緻密質SiCピンがディスク平面に対して負荷接触しているため、接触部の接触圧はかなり高いことが推測され、このため掘り起こしが生ずるものと考えられる。

3.3 ディスク摩耗表面のSEM観察

図8から図10に、摩擦試験前後の各系におけるSiC、SiC45、

Fig. 8. SEM photographs of the unworn area (a) and worn area (b) of the SiC disk in the SiC/SiC system at 1.5 ms^{-1} .

SiC45Cディスク試料のSEM写真を示す。図8に示すように、SiCディスクの摩耗面はランダムに配向した棒状物質に覆われており、試験前と異なるモルホロジーが得られた。この棒状物質は α -SiC結晶と考えられ、滑り摩擦により初期の表面層が取り除かれたため現れたものと考えられる。多孔質SiCを代表してSiC45ディスクのSEM写真を図9に示す。SiC45の試験前の表面では開気孔が多数見られた(図9(a))のに対して、摩擦試験後の表面では試験前に見られたような開気孔はほとんど見られず、より荒れた状態になっていた(図9(b)及び(c))。SiC45同士で滑らせた場合には摩耗面中に表面がめくれあがったような部分が散見された(図9(b))のに対して、緻密質SiCピンに対して摩擦させた場合には頂上部が上から押し固められたような形状を持つ小丘部が摩耗面中に多数見られ(図9(c))、SiC45同士の場合よりもむしろ摩耗面は平滑化されていた。これはSiC45ディスクが強度、硬度に優れたSiCピンによって掘り起こされたためであると考えられる。SiC20ディスクではSiC45ディスクと同様な摩耗面が得られたが、気孔率が低いいためか摩耗面はより平滑化されていた。炭素/炭化ケイ素複合材を代表してSiC45CのSEM写真を図10に示す。SiC45Cの試験前の表面は炭素複合化により多少緻密化が見られるもののSiC45と同様な凹凸の多い粗いモルホロジーを示した(図10(a))。摩擦試験後のSiC45Cディスクでは、ピンにSiC45C及び緻密質SiCを用いたそれぞれの場合においてSiC45ディスクでは見られなかった平滑な摩耗面が得られた(図10(b)及び(c))。このような平滑な摩耗面は、炭素充填による試料の緻密化及び炭素固有の潤滑性のために形成されたと考えられる。特にSiC45C同士を滑らせた系においては、摩擦界面に十分な量の炭素が供給されるためか非常に平滑な摩耗面が得られ、本研究により得られた摩擦・摩耗特性とよく対応していた。SiC20CディスクではSiC45Cディスクと同様な傾向を示したが、炭素の含有量がより多いSiC45Cを用いた場合よりも荒れた摩耗面を示した。

Fig. 9. SEM photographs of the unworn area (a) and worn areas of the SiC45 disks in the SiC45/SiC45 system (b) and SiC/SiC45 system (c) at 1.5 ms^{-1} .

Fig. 10. SEM photographs of the unworn area (a) and worn areas of the SiC45C disks in the SiC45C/SiC45C system (b) and SiC/SiC45C system (c) at 1.5 ms^{-1} .

4. 結 言

本研究では、緻密質 SiC、気孔率の異なる多孔質 SiC (SiC20 及び SiC45) 及びこれらの多孔質 SiC に炭素を含浸・焼成した炭素/炭化ケイ素複合材 (SiC20C 及び SiC45C) を用いて、その摩擦・摩耗特性を無潤滑下において比較検討した。

同種のピン及びディスクを用いて摩擦試験を行った場合、気孔率40～45%の多孔質 SiC に炭素を含浸させた SiC45C/SiC45C 系において、最も低い経時安定性のある摩擦係数及び比摩耗量を示し、かつ速度依存性のない優れた摩擦・摩耗特性が得られた。これは摩擦界面に十分に存在する炭素が潤滑作用を示したためであると考えられ、炭素/炭化ケイ素複合材のトライボ材料としての可能性が示された。これに対して、緻密質 SiC ピンに対して各ディスク試料を摩擦させた場合、多孔質 SiC に炭素を複合させることにより摩擦係数が低下したが、SiC/SiC 系におけるほどの低い比摩耗量は得られなかった。これは緻密質 SiC が高硬度、高強度の機械的特性に優れているためであると考えられる。これらの結果は摩擦界面での接触圧の高いピン/ディスク型試験によるものであり、面接触のようなより接触圧の低い条件では炭素による潤滑効果がより効果的に得られると考えられるため、今後の検討課題としたい。

文 献

- 1) T. Jimbo and S. Hironaka, *J. Ceram. Soc. Japan*, 104, 620–25 (1996) [in Japanese].
- 2) T. Jimbo and S. Hironaka, the 1st World Tribology Congress, London (1997) p. 137.
- 3) T. Jimbo and S. Hironaka, *J. Ceram. Soc. Japan*, 105, 492–95 (1997).
- 4) T. Jimbo and S. Hironaka, *Mater. Technol.*, 15, 248–51 (1997) [in Japanese].
- 5) M. Iwasa and S. Kakiuchi, *J. Ceram. Soc. Japan (Yogyo-Kyokai-Shi)*, 93, 661–65 (1985) [in Japanese].
- 6) M. Iwasa and Y. Nagai, *J. Ceram. Soc. Japan (Yogyo-Kyokai-Shi)*, 95, 1202–06 (1987) [in Japanese].
- 7) M. Iwasa and Y. Toibana, *J. Ceram. Soc. Japan (Yogyo-Kyokai-Shi)*, 94, 336–43 (1986) [in Japanese].
- 8) J. Denape and J. Lamon, *J. Mater. Sci.*, 25, 3592–604 (1990).
- 9) B. Loffelbein and M. Woydt and K. H. Habig, *Wear*, 162–164, 220–28 (1993).
- 10) S. Sasaki, *Junkatsu*, 33, 620–28 (1988) [in Japanese].
- 11) T. Doi, “Kotaijunksatsu Handbook,” Ed. by Y. Tsuya, Miyuki Shobo (1978) pp. 67–84.
土肥 禎, “固体潤滑ハンドブック,” 津谷裕子編, 幸書房 (1978) pp. 67–84.
- 12) T. Ishikawa and T. Nagaoki, *J. Jpn. Soc. Mech. Eng.*, 76, 1543–49 (1973) [in Japanese].