無電解 Ni-P-PTFE 複合めっき皮膜の摩擦摩耗特性

西羅 正芳*, 山岸 憲史*, 鷹野 修**

Friction and Wear Characteristics of Electroless Ni-P-PTFE Composite Coatings

Masayoshi NISHIRA*, Kenji YAMAGISHI* and Osamu TAKANO**

Composite coatings codeposited with PTFE particles into an electroless nickel matrix were prepared and their friction and wear characteristics were studied. The hardness of the coatings decreased with increasing PTFE content. Friction tests showed that the higher the PTFE content, the lower the coefficient of friction remained even after prolonged sliding motion and the coefficient of friction of the coatings remained low even increased the sliding speed. The relationship between vertical load and friction resistance was linearly proportional, satisfying Amontons' law, except at light loads. The coatings tested were found to have good self-lubricating properties and wear characteristics.

Key Words : Composite Coating, PTFE, Friction, Wear

1. 緒 言

ポリテトラフルオロエチレン(PTFE)は優れた耐薬品性、非粘着性、低摩擦性などを有するフッ素樹脂で、家庭用品から宇宙開発部門までのあらゆる工業用部品などに応用され、その用途は広い。この微粒子をめっき皮膜中に共析させた複合めっき皮膜はPTFEの持つ特性と金属の持つ特性の両方を持ちあわせた新しい複合材料として、工業分野における広範囲な応用に興味を持たれている^{1)~3)}。しかし、この皮膜の摩擦摩耗特性について系統的に調べられた研究は少ない。そこで本研究では無電解Ni-Pめっき皮膜をマトリックスとして固体潤滑剤にPTFE粒子を共析させた複合めっき皮膜を作製し、これらの皮膜の摩擦摩耗特性を表面性測定機で検討した。

その結果、PTFE粒子を共析した複合めっき皮膜は摺動摩擦においては低い摩擦係数を維持するとともに、その摩耗量も小さいことがわかったので以下に報告する。

2. 実験方法

2.1 めっき方法

めっき素地には鉄板(40×40×0.3mm)を用いた。分散粒子は平均粒径7 μ m(ダイキン工業(株)製のPTFE粒子を用いた。めっき浴組成およびめっき方法は前報⁴⁾と同様で、硫酸ニッケル、次亜リン酸ナトリウム、リンゴ酸、コハク酸ナトリウム含有浴を用い、温度353K、

pH5でめっきを行った。めっき浴中にノニオン系とカチオン系の界面活性剤を添加し、チュービングポンプでめっき液を循環することによりPTFE粒子の浴中での均一分散を図った。

2.2 共析量の測定

めっき皮膜中に共析したPTFE粒子の定量法は、複合めっき皮膜を硝酸で溶解し、メンブランフィルタでろ過後、353Kで1時間乾燥してデシケータ中で冷却、直示天秤で重量を測定し、その重量増加より算出した。

2.3 硬さ測定

皮膜の硬さ測定は約50 μ mの厚さにめっきした試料を樹脂で固めて、その断面を鏡面研磨し、マイクロビッカース硬度計(荷重0.05kgf)で測定した。

2.4 摩擦係数の測定

摩擦係数の測定には50 μ mの厚さにめっきした試料(表面の平均粗さは約1.0~1.5 μ m)を用い、新東科学(株)製の表面性測定機(HEIDON-14型)でASTMに準拠した方法⁵⁾により摩擦係数を測定した。その測定方法を図1に示す。回転試料台の上に試料を取り付け、相手

Fig. 1 Diagram of friction test.

* 兵庫県立工業技術センター機械金属工業指導所(〒673-04 兵庫県三木市平田字フケ240-1)
Hyogo Pref. Inst. of Ind. Res., Tech. Center for Machinery and Metals (240-1, Hirata Aza Fuke, Miki-shi, Hyogo 673-04)

** 姫路工業大学工学部(〒671-22 兵庫県姫路市書写2167)
Fac. of Eng., Himeji Inst. of Tech. (2167, Shosya, Himeji-shi, Hyogo 671-22)

材には直径10mmのアルミナボールを用いた。これはボールを用いることにより試験片同士が均一に接触しやすく、また硬いために摩耗によるボールの変形が少ないためである。試料とアルミナボールとの摩擦の軌跡が直径10mmの円を描くように回転させ、接線方向に発生する摩擦抵抗力(F)を測定し、次式により動摩擦係数として表した。この方式によると、試料とアルミナボールとの接触面は点接触しているため、アルミナボールと試料との接触点では高い圧力がかかる。

測定条件は大気中(温度 293K, 湿度 60%)である。

$$\mu = \frac{F}{N}$$

μ : 動摩擦係数

F : 摩擦抵抗力

N : 垂直荷重

摩擦摩耗に影響をおよぼす因子は接触形態と相手材、荷重、速度、温度、雰囲気などいろいろあるが本研究では垂直荷重、摺動速度などの影響について検討した。試験後の試料の摩耗量は重量減を測定するにはあまりにも少なすぎるため、摩耗痕を顕微鏡で観察し、その幅を測定して評価した。

3. 実験結果

3. 1 共析量と硬さの関係

図2は皮膜中に共析したPTFE量と硬さとの関係を示したものである。PTFE粒子を共析していないNi-P(無電解Ni-P)皮膜の硬さは約HV 560であるが共析量が増加するにつれて硬さは減少していき11wt%の共析量ではHV 300にまで低下した。Duncan⁶⁾やBrown⁷⁾らが行った研究でもPTFE粒子共析量の増加は硬さを低下させ約25wt%では約HV 250にまで低下することを報告している。これはNi-Pマトリックス中に軟らかいPTFE粒子が分散共析することにより、塑性変形が起こりやすくなり硬さが低下していくものと考えられる。

3. 2 摩擦特性

3. 2. 1 共析量と摩擦係数の関係

図3はNi-P皮膜およびPTFE粒子を4wt%, 11wt

Fig. 2 Vickers hardness of coatings.

%共析した複合めっき皮膜の摩擦試験結果を示したものである。PTFE粒子を共析していないNi-P皮膜は最初から高い摩擦係数を示し、その振動も大きく少しずつ上昇していった。一方、PTFE粒子を共析した皮膜については共析量が多いほど最初から低い摩擦係数を維持し、4wt%皮膜では約5000回転後には振動も大きくなり、摩擦係数も上昇していった。しかし、11wt%皮膜については24000回転後でも最初よりもわずかな上昇に留り、低い摩擦係数を維持し、振動もほとんど観察されなかった。図4は皮膜中のPTFE粒子の共析量と動摩擦係数(100および24000回転後)の関係を示したものである。動摩擦係数はPTFE粒子の共析量が多いほど低い値を維持することがわかった。また、11wt%の共析量では、はじめから動摩擦係数は低く、その値を長時間に渡って持続することがわかった。J. Henryが行った摩擦試験(ASTM G-77 Block on Ring Test)⁸⁾においてもPTFE粒子複合めっき皮膜は長時間、低摩擦係数を維持する結果を報告している。

これより、PTFE粒子の共析量が少ない場合は摩擦によりめっき皮膜の破壊が進み摩耗粉による研磨や凝着な

Fig. 3 Friction change of PTFE composite coatings with revolution number.

Load : 200gf, Sliding speed : 400rpm

Fig. 4 Effect of PTFE content on coefficient of friction.

Load : 200gf, Sliding speed : 400rpm

どが起こり、摩擦係数の上昇や振動の増大につながる。それ以上では凝着や脱落の繰り返しで一定の摩擦係数をとるものと考えられる。しかし多量にPTFE粒子を共析した皮膜においては、摩擦面上に直ちにPTFE粒子が現れ、これが摺動面間に薄い膜を作り、そのせん断強さの弱いことから低い摩擦係数を示すものと思われる。

3. 2. 2 摺動速度と摩擦係数の関係

摩擦摩耗試験において試験片の耐摩耗性は摩擦速度によって大きく変化する場合がある^{9)~11)}。そこで一番低い摩擦係数を示したPTFE粒子11wt%共析量の試料を用いて摺動速度と摩擦係数の関係について測定を行った。図5は摺動速度を200~1000rpmの範囲の一定速度で、おのおの24000回転まで摩擦したときの摩擦係数の変化を示したものである。どの摺動速度においても摩擦係数は最初、低い値を示し、摺動速度の増加に伴わずかに上昇して行った。また振動は24000回転まで大きな変化は見られなかった。図6は100および24000回転後の摺動速度と摩擦係数の関係(垂直荷重は200gf一定)をプロットしたものである。これより200rpmの摺動速度では100回転後の摩擦係数は0.13であるが、24000回転後には0.22に上昇した。400~1000rpmまで摺動速度を上げても200rpmのときとほとんど同様の傾向を示すことがわかった。最初は小さい摩擦係数を示し、摺動が繰り返されるにつれて摩擦面の損傷により摩擦係数もわずかに大きくなるが、摩擦面においてPTFE粒子の出現に

Fig. 5 Friction change of PTFE composite coatings.
Sample: Ni-P-PTFE (11wt%), Load: 200gf

より、摺動速度の速い苛酷な条件においても潤滑効果が得られ相手材との摩擦抵抗を小さくし、試料の摩耗を少なくしているものと考えられる。このようにPTFE複合めっき皮膜は摺動速度の違いによる影響をほとんど受けないことがわかった。

3. 2. 3 垂直荷重と摩擦係数の関係

一般に荷重を増加していくと連続すべりをしていたものが付着すべりに移り、摩擦も急激に増加して行き、ついには焼付きを起こして破損する場合がある。そこで次に摺動速度を400rpm一定とし、垂直荷重を変化させたときの摩擦係数との関係について調べたものが図7である。100回転後の摩擦係数は垂直荷重が50gfのとき0.2であるが荷重が大きくなるにつれて摩擦係数は小さくなり、100gf以上ではほぼ0.13の一定な値を示した。24000回転後においては50gfの場合0.28で、100gfでは0.20と小さくなり、それ以上の荷重でも変化はなく0.20の摩擦係数を示した。GhouseとRamachandranが行った銅めっき皮膜中にグラファイトや二硫化モリブデンを共析させた複合めっき皮膜の摩擦摩耗に関する研究¹²⁾においても同様の傾向を報告している。このように100

Fig. 6 Effect of sliding speed on coefficient of friction.
Sample: Ni-P-PTFE (11wt%), Load: 200gf

Fig. 7 Effect of load on coefficient of friction.
Sample: Ni-P-PTFE (11wt%),
Sliding speed: 400rpm

Fig. 8 Wear of composite coatings.
Sample : Ni-P-PTFE (11wt%),
Sliding speed : 400rpm

Fig. 9 Wear of composite coatings.
Sample : Ni-P-PTFE (11wt%), Load : 200gf

gf 以上の荷重範囲において摩擦係数は一定値を示す。即ち、摩擦抵抗力と荷重は正比例の関係があり、Amontons の法則が成立していることがわかった。一般に接触面同士が弾性接触する場合、摩擦係数は $W^{-1/3}R^{2/3}$ (W : 荷重, R : 球面曲率半径) に比例して変化するため荷重が小さいほど摩擦係数は大きくなる。荷重が 100gf 以下においては摩擦係数が少し大きくなるのは、このように軽荷重域では金属表面での微視的な接触機構の違いによるためと考えられる。

3. 3 摩耗特性

本実験で用いた表面性測定機での摩耗量は極めてわずかなため重量法による測定は不可能であった。そこで 3.2.2 および 3.2.3 で摩擦係数を求めたあとの試料 (PTFE 粒子 11wt%) の 24000 回転後の摩耗痕の幅を顕微鏡で観察することにより摩耗特性の評価を行った。図 8 は摺動速度を 400rpm 一定として、垂直荷重を変化させたときの摩耗痕の幅との関係を示したものである。垂直荷重が増加するにつれて摩耗痕の幅は大きくなった。これは垂直荷重が増加するにつれて試料との真実接触面積は大きくなり、摩耗痕の幅も大きくなるのがわかる。図 9 は摺動速度と摩耗痕の幅との関係 (垂直荷重は 200 gf 一定) を示したものである。摺動速度を増やしても摩耗痕の幅は一定で約 0.3mm であった。これは図 6 に示したように摩擦係数の変化もないことから摺動表面における PTFE 粒子の存在による潤滑効果で凝着摩耗や微小切削粉によるアブレシブ摩耗などが抑えられるためと考えられる。図 10 は Ni-P 皮膜, Ni-P-PTFE (11wt%) 皮膜の 24000 回転後 (垂直荷重 200gf, 400rpm) の摩耗痕の写真である。Ni-P 皮膜では広い幅で深い摩耗痕が多く観察されるとともに摩耗に伴う Ni-P 皮膜の摩耗粉が凝着したものと思われる箇所が多く見られる。一方、PTFE 粒子を共折した皮膜では掘り起こしの痕は少なく、皮膜中に共折していた PTFE 粒子が露出しているものが見られ、穏やかな摩耗状態を示している。このように Ni-P 皮膜の表面では相手材との接触やその時に発生す

Fig. 10 Photomicrographs of wear track.
(a) Ni-P, (b) Ni-P-PTFE (11%)

る摩耗粉などにより表面の損傷も増大していくものと考えられるが、PTFE 複合めっき皮膜は摺動摩擦に対する潤滑効果を示し、Ni-P 皮膜に比べて約 1/2 倍もの小さい摩耗痕の幅で耐摩耗性を示すことが認められた。

アブレシブ摩耗のような形態を取る摩耗機構においては PTFE の共折量が多くなるほどめっき皮膜の硬さの低下とともに摩耗量が多くなることを Ronald N. Duncan¹³⁾ が報告しているが本実験のような凝着をとまう摺動摩擦においては PTFE 粒子の低いせん断力

で摩擦係数を下げ、耐摩耗性の向上につながるものと思われる。

性を有し、耐摩耗性にも優れていることがわかった。

(1992-10-14 受理)

4. 結 論

無電解 Ni-P 皮膜中に PTFE 粒子を共析させた複合めっき皮膜を作製し、その皮膜の摩擦特性について検討した。その結果、次のことが明らかになった。

- 1) W. Metzger and W. Luce ; *MetallOberfläche*, **40**, 283 (1986)
- 2) 豊田 稔 ; 表面技術, **41**, 1101 (1990)
- 3) 松村宗順 ; 表面技術, **42**, 11 (1991)
- 4) 西羅正芳, 鷹野 修 ; 表面技術, **42**, 8 (1991)
- 5) ASTM D 1894 (Standard Test Method for Static and Kinetic Coefficients of Friction of Plastic Film and Sheet)
- 6) Ronald N. Duncan ; *Metal Finishing*, **86**, 83 (1989)
- 7) L. Brown ; *Transaction of the Institute of Metal Finishing*, **62**, 139 (1985)
- 8) J. Henry ; *Metal Finishing*, **11**, 15 (1990)
- 9) 大久保敬吾 ; 表面技術, **25**, 41 (1974)
- 10) 竹内栄一 ; 潤滑, **30**, 43 (1985)
- 11) 竹内栄一, 野口奉夫, 佐藤吉彦 ; 熱処理, **22**, 9 (1982)
- 12) M. Ghouse, E. G. Ramachandran ; *Metal Finishing*, **79**, 85 (1981)
- 13) Ronald N. Duncan ; *Metal Finishing*, **9**, 623 (1989)

(1) PTFE 粒子を共析した複合めっき皮膜の硬さは PTFE 粒子の共析量が増加するにつれて減少し、11wt% の共析量では HV 300 まで低下した。

(2) めっき皮膜中の PTFE 粒子の共析量と摺動摩擦との関係は共析量が増加するにつれて長時間の摺動においても摩擦係数は低い値を維持することがわかった。

(3) PTFE 複合めっき皮膜は摺動速度が変化しても低い摩擦係数を維持することがわかった。

(4) PTFE 複合めっき皮膜は摺動摩擦において、低荷重域を除いて、垂直荷重と摩擦抵抗力とは正比例し、Amontons の法則が成立する。

(5) PTFE 複合めっき皮膜は摺動摩擦において、潤滑特