

## 科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成25年4月22日現在

機関番号：11301

研究種目：研究活動スタート支援

研究期間：2011～2012

課題番号：23860006

研究課題名（和文）超耐摩耗樹脂系複合材料の開発

研究課題名（英文）Development of super high wear-resistant resin composite

研究代表者

柴田 圭 (SHIBATA KEI)

東北大学・大学院工学研究科・助教

研究者番号：60612398

研究成果の概要（和文）：本研究では、熱可塑性樹脂材料に粒子系の「摩耗低減剤」として米ぬかを原料とする硬質多孔性炭素材料 RB セラミックス，あるいはガラスを充填した複合材料を開発し，大気中無潤滑下において低摩擦，極めて優れた耐摩耗性を示すための好適な充填条件及びしゅう動条件を明らかにした．また，同複合材料の耐摩耗性向上メカニズムの解明を試みるとともに，樹脂系複合材料のしゅう動部材としての応用の可能性を検討した．

研究成果の概要（英文）：In the present study, thermoplastic resin composites which filled with a particulate filler as wear resister were developed. The friction tests for the composites revealed optimal conditions, such as types of filler materials, volume fractions of filler, normal load and sliding velocity. Furthermore the mechanisms of improved wear resistance for the composites were discussed. As a result, the composites were expected to use as tribomaterials.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2011年度	1,300,000	390,000	1,690,000
2012年度	1,200,000	360,000	1,560,000
年度			
年度			
年度			
総計	2,500,000	750,000	3,250,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：設計工学・機械機能要素・トライボロジー

キーワード：トライボロジー，摩擦，摩耗，複合材料，RB セラミックス，ガラスビーズ，充填剤，熱可塑性樹脂

### 1. 研究開始当初の背景

近年金属材料の代替として注目されているスーパーエンジニアリングプラスチックをはじめとする樹脂材料がしゅう動部材として用いられる場合，それら単独で用いられることは少なく，摩擦係数の低減や耐摩耗性の向上など，それぞれの目的に応じて固体潤滑剤や繊維材料などの強化材と複合化されて用いられる．二硫化モリブデン，黒鉛，ポ

リテトラフルオロエチレンなどの固体潤滑剤は，軟質であり，自らの低せん断強度を利用することで低摩擦を実現するものであるため，耐摩耗性を付与することは難しい．一方，ガラス繊維，炭素繊維などの繊維強化材は，材料の強度向上を目指して複合化されるものの，しゅう動面における樹脂や金属材料の塑性流動を十分には抑制できず，しゅう動面からの繊維の抜けにより相手材料の摩耗

を促進するなどの悪影響を及ぼすこともあるため、飛躍的な耐摩耗性の向上が難しく、また低摩擦を得ることも困難な場合が多い。低摩擦と飛躍的な耐摩耗性の向上を両立した充填剤を用いることにより、「摩耗低減剤」として新たなしゅう動用複合材料の開発が可能となると考えられる。

## 2. 研究の目的

本研究の目的は、米ぬかを原料とする硬質多孔性炭素材料 RB セラミックス粒子とガラスビーズの硬質粒子をそれぞれ「摩耗低減剤」として熱可塑性樹脂材料に充填することにより、新しい低摩擦・耐摩耗複合材料を開発し、しゅう動材料として実用化の可能性を検討することである。

## 3. 研究の方法

### (1) 試験片の作製

熱可塑性樹脂であるポリアミド 66 (PA66) 樹脂に、平均粒径 4.9  $\mu\text{m}$  の RB セラミックス粒子を 8 vol%, 26 vol% 充填し、ペレットを作製した。その後このペレットを用いて射出成形することにより、RB セラミックス粒子充填 PA66 樹脂 (PA66/RBC 複合材料) ディスク試験片を作製した。図 1 に、RB セラミックス粒子充填 PA66 樹脂の製造工程を示す。また、比較材料として、PA66 樹脂単体、平均粒径 5.0  $\mu\text{m}$  のガラスビーズを 8 vol%, 26 vol% 充填した複合材料 (PA66/GB 複合材料) を、同様の製造工程にて作製した。

これらの試験片について、ヤング率、引張強度、ビッカース硬さ、ガラス転移温度等の機械的・熱的性質を明らかにした。

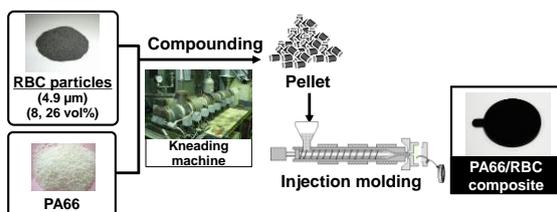


図 1 RB セラミックス粒子充填 PA66 樹脂の製造工程

### (2) 摩擦・摩耗試験方法

複合材料が間欠接触 (ボールオンディスク摩擦試験)、連続接触 (ピンオンディスク摩擦試験) となる条件で摩擦・摩耗試験を行い、摩擦・摩耗特性を明らかにする。

#### ● ボールオンディスク摩擦試験

硬質粒子を充填した PA66 樹脂の基礎的な摩擦・摩耗特性を明らかにするため、直動往復型ボールオンディスク摩擦試験装置を用いて摩擦試験が行われた。ディスク試験片として、前述の複合材料を用いた。この場合、複合材料が間欠接触となる。相手ボール試験

片として半径 1 mm の軸受鋼 (SUJ2) 研磨球を用い、垂直荷重 4.9 N、すべり速度 0.01 m/s のもとで実験は行われた。摩擦繰返し数は、 $1 \times 10^4$  回である。

#### ● ピンオンディスク摩擦試験方法

前述の複合材料がしゅう動材料として用いられる場合、連続接触の摩擦となる場合も多いものと考えられる。そこで、同複合材料の連続接触となる摩擦・摩耗特性を明らかにするため、回転型ピンオンディスク摩擦試験装置を用いて摩擦試験が行われた (図 2)。ピン試験片として、前述の複合材料を用いた。この場合、複合材料が連続接触となる。相手ディスク試験片として 50 mm 四方のオーステナイト系ステンレス鋼 (SUS304) 平板を用い、垂直荷重 9.8–19.6 N、すべり速度 0.2–2.0 m/s のもとで実験は行われた。すべり距離は、2000 m である。また、複合材料試験片側面の、摩擦面から約 1.5 mm 上の位置での表面温度を、放射温度計によって測定した。

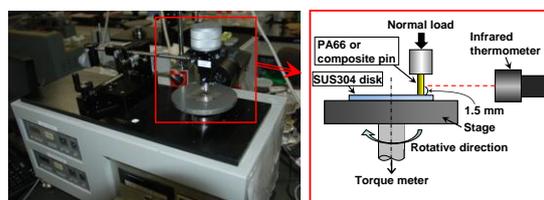


図 2 回転型ピンオンディスク摩擦試験装置

## 4. 研究成果

### (1) 硬質粒子を充填した熱可塑性樹脂の機械的・熱的性質

表 1 に、硬質粒子を充填した熱可塑性樹脂の機械的・熱的性質を示す。同表より、ヤング率とビッカース硬さは、充填剤の充填率の増加に伴い増加することが判る。また、引張強度は、ガラスビーズの場合、充填率の増加に伴い減少するものの、RB セラミックス粒子の場合、充填率の増加に伴い増加することが判る。ガラス転移温度においては、ガラスビーズを 8 vol% 充填した場合に最も高い値を示すことが判る。

表 1 硬質粒子を充填した熱可塑性樹脂の機械的・熱的性質

Plate specimen	PA66	PA66/RBC	PA66/GB
Volume fraction of filler $V_f$ , vol%	–	8	26
Young's modulus $E$ , GPa	3.0	3.7	4.8
Tensile strength $\sigma_T$ , MPa	74.3	81.4	83.8
Vickers hardness $H_V$ , GPa	0.11	0.16	0.19
Glass transition temperature $T_g$ , °C	48.5	59.2	44.7
Melting temperature $T_m$ , °C	263	262	261
Crystallinity, %	29.7	29.4	29.2
Surface roughness $R_a$ , $\mu\text{m}$	0.1	0.1	0.1

### (2) ボールオンディスク摩擦試験による摩擦・摩耗特性

図3に、摩擦繰返し数と摩擦係数の関係を示す。いずれの材料においても、摩擦係数は、摩擦初期に増加し、その後ほぼ一定の値を示す。摩擦繰返し数  $1 \times 10^4$  回において、粒子系充填剤を充填することにより摩擦係数が低減できることが判る。また、ガラスビーズを充填した複合材料に比べ、RB セラミックス粒子の方が低い摩擦係数の値を示す。さらに、充填率の増加に伴い、摩擦係数が減少することが判る。

図4に、摩擦繰返し数と摩耗体積の関係を示す。PA66 樹脂単体の摩耗体積は、摩擦繰返し数の増加に伴い増加することが判る。RB セラミックス粒子及びガラスビーズを 8 vol% 充填した複合材料では、摩耗体積は摩擦繰返し数に対して増加するものの、PA66 樹脂単体に比べ低い値を示す。一方、RB セラミックス粒子及びガラスビーズを 26 vol% 充填した複合材料では、摩擦初期に摩耗体積がわずかに増加した後、ほぼ一定の値を示すことが判る。

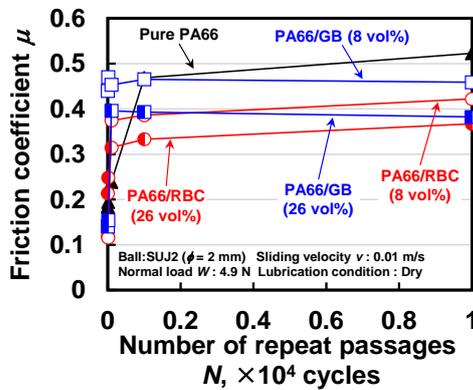


図3 摩擦繰返し数と摩擦係数の関係

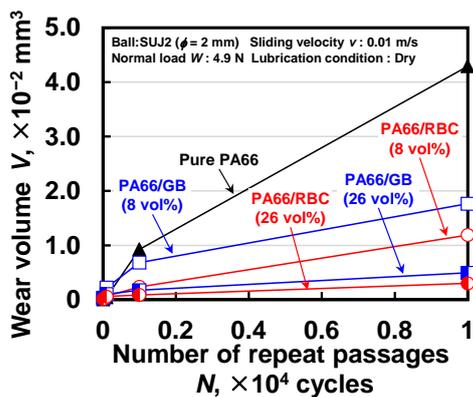


図4 摩擦繰返し数と摩耗体積の関係

このような摩擦・摩耗特性の違いを考察するために、摩耗進行過程における摩耗面変化過程の観察を行った。図5に、各摩擦繰返し数における摩耗痕のSEM像を示す。同図より、PA66 樹脂単体では、摩擦繰返し数 100 回において、微小なしわ状の塑性流動痕あるいはロール状粒子の形成が見られ、摩擦繰返し数 1000 回以降において、ある程度周期的な間隔

を有する大型のロール状粒子が形成されることが判る。また、大型のロール状粒子が形成される場合、摩擦係数は高い値を示す。このロール状粒子の形成には、繰返し摩擦による微小粒子の凝集・成長が寄与していると考えられる。これらのロール状粒子の凝集・成長に伴いロール状粒子のサイズが増加し、摩耗粉として系外に排出されることにより摩耗が促進されるものと考えられる。一方、RB セラミックス粒子を 26 vol% 充填した複合材料において、摩擦繰返し数 100 回における摩耗痕表面は滑らかであり、摩擦繰返し数の増加に伴い、微小なしわ状の塑性流動痕あるいはロール状粒子の形成が見られるが、大型のロール状粒子の形成は見られないことが判る。

図6に、摩擦繰返し数 10000 回における、ビッカース硬さ及び摩擦係数を両軸とした比摩耗量分布図を示す。同図より、ビッカース硬さの増加及び摩擦係数の減少に伴い、比摩耗量が減少すること、及び、RB セラミックス粒子を 26 vol% 充填した複合材料が最も耐摩耗性に優れることが判る。RB セラミックス粒子の充填による硬さの増加及び摩擦係数の減少に伴い、ロール状粒子の成長が抑制され、耐摩耗性が向上したのと考えられる。

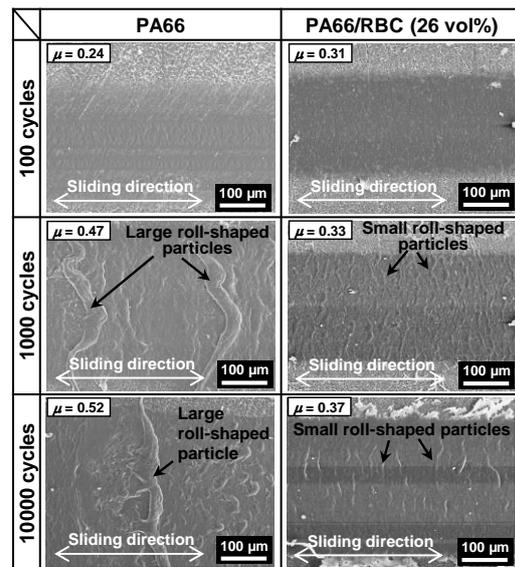


図5 摩擦繰返し数に対する摩耗痕のSEM像

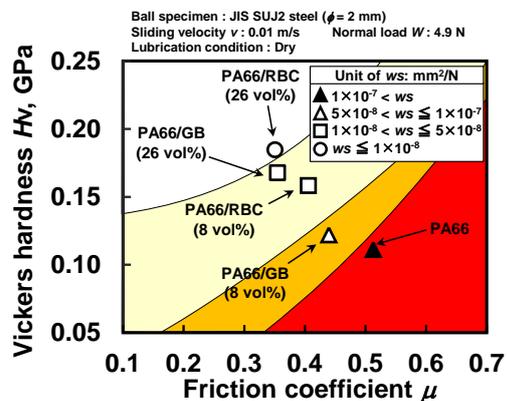


図6 ビッカース硬さ及び摩擦係数を両軸とした比摩耗量分布図  
 (3) ピンオンディスク摩擦試験による摩擦・摩耗特性

図7に、すべり距離に対する摩擦係数と表面温度の変化の一例を示す。同図より、PA66樹脂単体の摩擦係数は、すべり距離の増加に伴い増加し、表面温度もほぼ同様の傾向を示すことが判る。

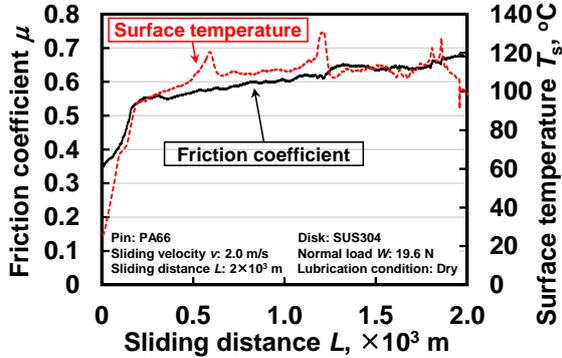


図7 すべり距離に対する摩擦係数と表面温度の変化の一例

図8に、 $Pv$  値と摩擦係数の関係を示す。 $Pv$  値とは、みかけの接触圧力  $P$  とすべり速度  $v$  の積であり、摩擦条件の過酷さを示すものである。PA66樹脂単体では、 $Pv$  値が  $1 \text{ MPa} \cdot \text{m/s}$  以上において急激に摩擦係数が増加することが判る。一方、RBセラミックス粒子あるいはガラスビーズを充填した複合材料では、 $Pv$  値の増加に伴う摩擦係数の変化が少ないことが判る。

図9に、 $Pv$  値と比摩耗量の関係を示す。PA66樹脂単体の比摩耗量は、 $Pv$  値の増加に伴い緩やかに減少し、26 vol%を除いたRBセラミックス粒子を充填した複合材料、ガラスビーズを充填した複合材料の比摩耗量は、 $Pv$  値の増加とともに増加するものの、 $0.5 \times 10^{-8} \text{ mm}^2/\text{N}$  付近あるいはそれ以下の低い値を示すことが判る。

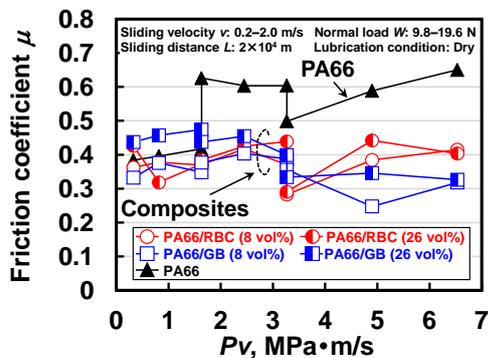


図8  $Pv$  値と摩擦係数の関係

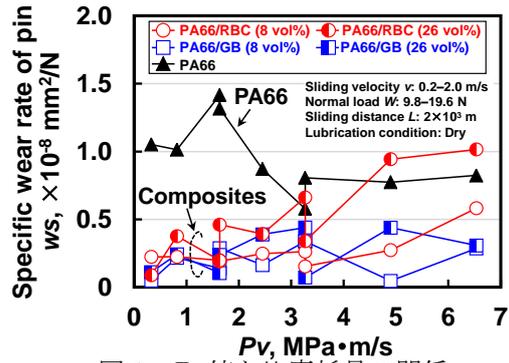
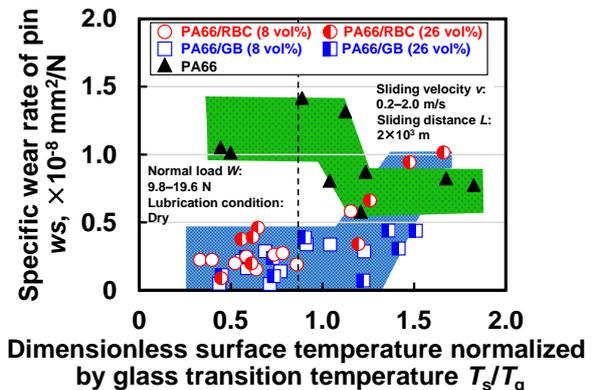


図9  $Pv$  値と比摩耗量の関係

図10に、表面温度  $T_s$  をガラス転移温度  $T_g$  で規格化した無次元表面温度と比摩耗量の関係を示す。PA66樹脂の比摩耗量は、無次元表面温度が1を超えると、減少する傾向を示すことが判る。RBセラミックス粒子を26 vol%充填した複合材料では、無次元表面温度が1を超えると、増加する傾向を示す。一方、RBセラミックス粒子を8 vol%充填した複合材料、ガラスビーズを充填した複合材料では、無次元表面温度が1以上においても、比摩耗量は、 $0.5 \times 10^{-8} \text{ mm}^2/\text{N}$  付近あるいはそれ以下の低い値を示すことが判る。低負荷条件において、PA66樹脂単体では、軟質なPA66樹脂が塑性流動し、系外に摩耗粉として排出されるため、高い比摩耗量を示したものと考えられる。一方、RBセラミックス粒子あるいはガラスビーズを充填した複合材料では、硬質粒子により樹脂の大規模な塑性流動が抑制され、低い比摩耗量を示したものと考えられる。また、高負荷条件において、PA66樹脂単体では、軟化による大規模な塑性流動が生じるものの、軟化による真実接触面積の増加により摩擦係数は増加したものと考えられる。一方、RBセラミックス粒子を8 vol%充填した複合材料、ガラスビーズを充填した複合材料では、母材の軟化が生じ比摩耗量はわずかに増加するものの、充填した粒子の塑性流動抑制作用により、PA66樹脂単体に比べ低い比摩耗量を示したものと考えられる。



## 図 10 $Pv$ 値と比摩耗量の関係

これらの結果より、硬質粒子を充填した熱可塑性樹脂複合材料は、耐摩耗性に優れる熱可塑性樹脂製しゅう動部材としての応用が期待される。

### 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 1 件)

- ① K. Shibata, T. Yamaguchi and K. Hokkirigawa, Improvement of Tribological Properties of Thermoplastic Resin by Using Rice Bran Ceramics Particulate as Wear-Resistant Fillers, Final Papers of 15th Nordic Symposium on Tribology, 査読有, 2012, USB flash drive

[学会発表] (計 7 件)

- ① Kei Shibata, Takeshi Yamaguchi, Ryota Ifuku, Moeko Kishi and Kazuo Hokkirigawa, Friction and Wear Behavior of Polyamide 66 Composites Filled with Rice Bran Ceramics Slid against Stainless Steel, 5<sup>th</sup> World Tribology Congress, 2013 年 9 月 8 日, Torino, Italy
- ② 柴田圭, 山口健, 伊福遼太, 貴志萌子, 堀切川一, 硬質粒子の充填によるポリアミド 66 樹脂の耐摩耗性向上に関する研究, 日本トライボロジー学会, 2013 年 5 月 21 日, 東京
- ③ 伊福遼太, 柴田圭, 山口健, 堀切川一男, RB セラミックス粒子を充填したポリアミド 66 樹脂の大気中無潤滑下における摩擦・摩耗特性, 日本トライボロジー学会, 2012 年 11 月 30 日, 愛知
- ④ 伊福遼太, 柴田圭, 山口健, 堀切川一男, RB セラミックス粒子を充填したポリアミド 66 樹脂とステンレス鋼の摩擦・摩耗特性, 日本機械学会, 2012 年 9 月 22 日, 八戸
- ⑤ K. Shibata, T. Yamaguchi and K. Hokkirigawa, Improvement of Tribological Properties of Thermoplastic Resin by Using Rice Bran Ceramics Particulate as Wear-Resistant Fillers, 15th Nordic Symposium on Tribology, 2012 年 6 月 15 日, Trondheim, Norway
- ⑥ 柴田圭, 山口健, 浦部達広, 伊福遼太, 堀切川一男, RB セラミックス粒子の充填によるポリアミド 66 樹脂の耐摩耗性発現機構の解明, 日本トライボロジー学会, 2012 年 5 月 14 日, 東京

- ⑦ 柴田圭, 浦部達広, 山口健, 堀切川一男, RB セラミックス粒子の充填による熱可塑性樹脂の耐摩耗性発現機構, 日本機械学会, 2011 年 9 月 22 日, 米沢

### 6. 研究組織

#### (1) 研究代表者

柴田 圭 (SHIBATA KEI)  
東北大学・大学院工学研究科・助教  
研究者番号：60612398

#### (2) 研究分担者

( )

研究者番号：

#### (3) 連携研究者

( )

研究者番号：