

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 27 年 6 月 16 日現在

機関番号：15301

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2013～2014

課題番号：25630036

研究課題名(和文) イオン液体の潤滑作用への超熱原子状酸素照射による影響のin-situ測定

研究課題名(英文) In-situ measurement of effect of hyperthermal atomic oxygen exposure on tribological property of ionic liquids

研究代表者

藤井 正浩 (Fujii, Masahiro)

岡山大学・自然科学研究科・教授

研究者番号：80209014

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,800,000円

研究成果の概要(和文)：近年、イオン液体の超低蒸気圧、化学的安定性、適度な粘度によって宇宙用の潤滑液体として利用することが期待されている。一方、低地球軌道に存在する超熱原子状酸素によって高分子材料を中心に激しく劣化されることが明らかになっているが、イオン液体へ反応性やトライボロジー特性に及ぼす影響は全く未明である。本研究ではレーザープラズマ型超熱原子状酸素発生装置内に具備されたトライボメーターを用いて、超熱原子状酸素照射によるイオン液体のトライボロジー特性への影響について調べた。その結果、 $2.5 \times 10^{20}$  atoms/cm<sup>2</sup>の超熱原子状酸素の照射によってもイオン液体のトライボロジー特性には影響がないことが明らかとなった。

研究成果の概要(英文)：Recently, since ionic liquids have very low vapor pressure, chemical stability, and proper viscosity, ionic liquids are expected to use lubricated liquids in space facilities. In low Earth orbit, polymer and carbon materials are intensely eroded by hyperthermal atomic oxygen exposure. However, effect of hyperthermal atomic oxygen exposure on tribological property of ionic liquids are unknown. In this study, the effect was investigated using a laser-plasma type hyperthermal atomic oxygen facility. The experimental findings suggested that the tribological property of ionic liquids was not changed by exposure of hyperthermal atomic oxygen with  $2.5 \times 10^{20}$  atoms/cm<sup>2</sup>.

研究分野：機械要素設計・トライボロジー

キーワード：イオン液体 トライボロジー 低地球軌道 超熱原子状酸素

1. 研究開始当初の背景

イオン液体は、固体の塩化ナトリウムと同様にアニオンとカチオンから構成される“塩”であるが、有機カチオンを用いることで融点が下がり室温で液体となる。イオン液体は、カチオンとアニオンの組み合わせで理論的には数百万存在するが、一般的に極めて低い蒸気圧を有し、化学的熱的に高安定で、適度な粘性を有する。それゆえ潤滑油と検討され、近年高真空中でも優れた潤滑性能を示すことが明らかになり新規宇宙用潤滑油として注目されている。

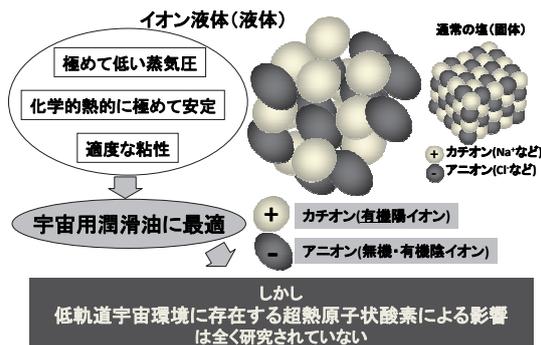


図1 超熱原子状酸素照射によるイオン液体のトライボロジーへの影響

しかし宇宙環境の材料劣化要因による影響はほとんど研究されていない。特に低地球軌道(高度 100~800km)環境に存在する 5eV の並進運動エネルギーで人工衛星と衝突する超熱原子状酸素は、有機材料との反応性が高く、有機分子を含むイオン液体も激しい劣化が予想される。5eV は有機分子の炭素結合を切断できるエネルギーで、原子状酸素の高い活性と相まって有機材料に激しい劣化を生じさす。照射量は高度によって異なるが有機材料の表面原子 1 個につき毎秒約 1 個衝突する量 (約  $10^{15}$  atoms/cm<sup>2</sup>) で、ポリイミドで 1 日 3 μm 深さのエッチングが生じる。

人工衛星のヒンジやガイドレール、他衛星との結合部分など摺動部が宇宙空間に曝露している部分は多々存在する。摺動部の不具合は衛星の運用停止に直結し、イオン液体の実際の“使用前”に詳細に超熱原子状酸素照射の影響について調べなければならない。さらに超熱原子状酸素との同時照射効果が高いと報告されている真空紫外線の影響も研究する必要がある

2. 研究の目的

そこで本研究では、超熱原子状照射によるイオン液体のトライボロジー特性の影響を調べた。

3. 研究の方法

実験装置としては既存のレーザープラズマ型超熱原子状酸素発生装置を用いた。図 2 にその装置図の概略を示す。装置はパルス CO<sub>2</sub> レーザーとパルス超音速バルブ (Pulsed valve) を利用している。以下に超熱原子状

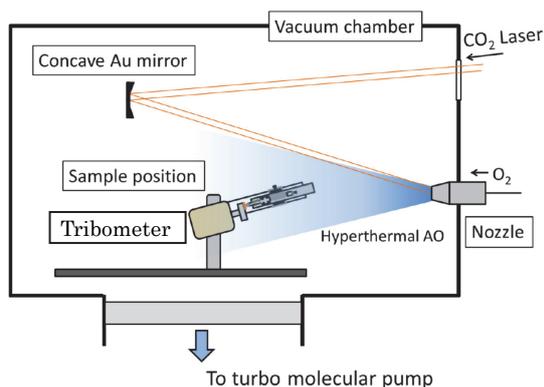


図2 レーザープラズマ型超熱原子状酸素照射装置

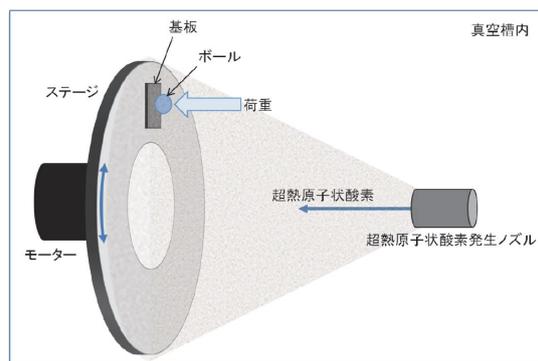


図3 トライボロジー試験時の構成

素発生の動作原理・プロセスを記述する。超熱原子ビームを発生させるために、まず PSV によりノズル内にパルス的に酸素分子ガスを導入する。それに同期してレーザーを発光させる。レーザー光は金凹面鏡により導入した原料ガスに集光され、高密度のレーザープラズマが形成される。レーザー光の発光の停止と共に、プラズマは断熱膨張し、熱エネルギーが並進エネルギーに変換されプラズマ内の粒子は高い並進エネルギーを有することとなる。また一度電離した、電子とイオンが空間中で再結合するために、酸素原子イオンは中性化される。結果として、高い並進運動エネルギーを有した原子状酸素が発生することとなる。さらに装置内で動作可能なトライボメータを作製し、一定量照射後にしゅう動試験を行い摩擦係数と潤滑寿命の測定を行った。トライボメータの試料基板は SUS 304 で焼き入れされていない。ボールは SUJ 2 の 2 mm 球である。荷重はバネ式で、変異がないようにひずみゲージで摩擦試験中も荷重をモニタリングしている。摩擦は往復摺動で行っている。これは荷重範囲を限定して、繰り返し回数をなるべく多くするためである。イオン液体としては、1-ブチル-3-メチルイミダゾリウムテトラフルオロボラート ([BMIM] {BF<sub>4</sub>}) を用いた。超熱原子状酸素の平均並進エネルギーは約 5eV で、試料位置でのフルーエンスは約  $10^{15}$  atoms/cm<sup>2</sup>/shot である。

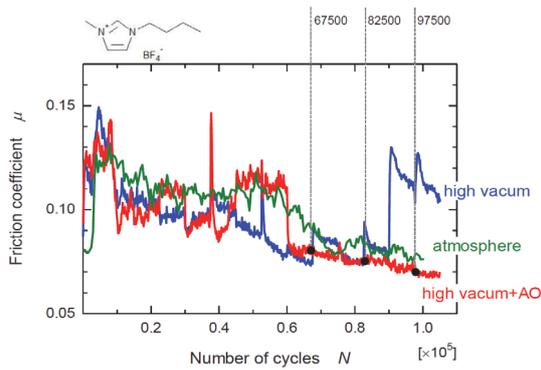
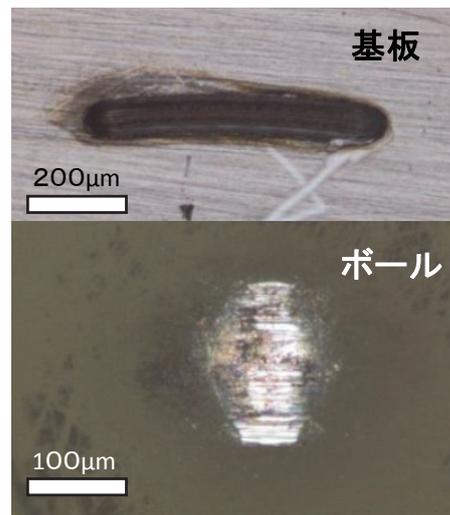


図 4 摩擦係数の摩擦回数による変化. 同様の実験を, 大気中, 真空中, 真空中で超熱原子状酸素照射を行った試料でおこなっている.

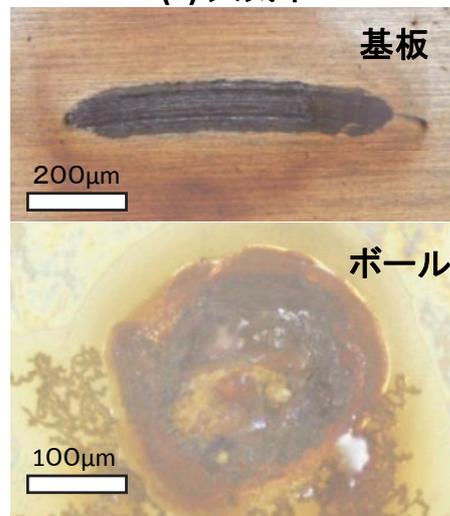
#### 4. 研究成果

実験はイオン液体をボールと基板に滴下して, 表面張力でその間に留まる最低のイオン液体量で行っている. 摩擦試験は, 超熱原子状酸素照射との対比を行うために, 大気中, 真空中に対しても行っている. 荷重は 1.8Nで行っている. 研究当初, 照射を行いながら摩擦試験を行っていたが, 摩擦力に全く変化がなかった. また, 照射を行わなくても摩擦面が形成されるに従って, 摩擦力が小さくなる傾向が認められた. それゆえ, 本研究での照射は途中で摩擦を止めて 67500shots ( $6.8 \times 10^{19}$ atoms/cm<sup>2</sup>), 82500shots ( $8.3 \times 10^{19}$ atoms/cm<sup>2</sup>), 95700shot ( $9.6 \times 10^{19}$ atoms/cm<sup>2</sup>) を照射し, 合計  $2.5 \times 10^{20}$ atoms/cm<sup>2</sup> の照射を行った. 総照射量は高度にも依るが, おおよそ低地球軌道に 2~3 日曝露されたのと一致する. 図 4 にそれぞれの条件で摩擦回数による摩擦係数の変化を示している. 超熱原子状酸素照射の場合だけ, 上述のように途中で摩擦を止めて照射を行っているが, その時の摩擦回数と照射数を示している. 図に示すように真空中のみで摩擦した時に 9 万回の摩擦時に摩擦係数が大きくなっているが, それ以外は大気中, 真空中 + 超熱原子状酸素照射とほとんど変化がない. 特に摩擦を止めて超熱原子状酸素を照射し, 摩擦を再開した時に, 照射前と照射後に違いは全く見られない.

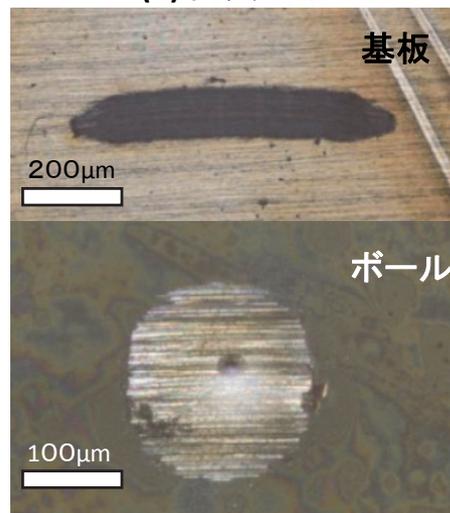
さらにこれらの実験後のボールと基板の光学顕微鏡写真を示しているのが, 図 5 である. 基板摩擦面が直線ではなく, 円弧を描いているのは, 摩擦が円盤に取り付けた基板の往復動によってなされているためである. 高真空中のみのボール表面が浸食されているようになっているが, それ以外の基板摩擦幅も, ボール摩擦幅もほとんど変化がない. ただ大気中で行った摩擦で, 基板摩擦痕の周辺に浸食が認められる. これは, イオン液体の大気中での摩擦では摩擦によってイオン液体が酸化されて, HF などが作られて, それによって浸食されると言われており, 本実験でもそのようなことが生じていると思われ



(a) 大気中



(b) 高真空中



(c) 高真空中  
+超熱原子状酸素照射

図 5 図 4 の摩擦試験後のボール, 基板の摩擦痕の光学顕微鏡像

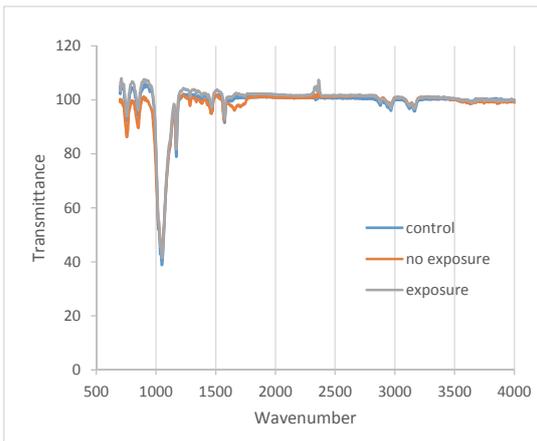


図6 イオン液体のFT-IRスペクトラ。試料はアズレシーブのもの、真空中で摩擦したもの、真空中+超熱原子状酸素照射のものである。

る。しかしながら、真空と真空+超熱原子状酸素照射での摩擦ではそのような浸食は基板摩擦痕では見られない。

図6はフーリエ変換赤外分光でイオン液体を分析した時のスペクトラを示している。測定はATR法で行っている。試料としては比較のための、何もしていないアズレシーブのイオン液体、真空中で摩擦し基板に残存したイオン液体、真空中+超熱原子状酸素照射のものである。図に示すようにこの3つのイオン液体でほとんど変化が認められない。すなわち照射による官能基の変化は、FT-IRで測定できないほど小さかった。

このように本実験では低地球軌道上で2-3日曝露したイオン液体でも、摩擦およびイオン液体の官能基に変化は認められなかった。ポリイミドなどの高分子が低地球軌道上に2-3日曝露されると、おおよそ数 $\mu\text{m}$ エッチングされる。今回の実験でイオン液体の質量減少は測定しなかったが、同じようにエッチングされていたとしても、ボールと基板に滴下したイオン液体が作る液厚は数百 $\mu\text{m}$ と見積もられるのでほとんど影響しないと考えられる。また一般的に超熱原子状酸素によるエッチングでは、表面が酸化されて構造が弱くなったところで生じる。今回のように液体ではある程度の流動があり、酸化されたイオン液体が常に最表面に無く、エッチングされない可能性もある。

本実験で2-3日の低地球軌道への曝露ではイオン液体([BMIM][BF<sub>4</sub>])のトライボロジー特性に変化が無いことが明らかになった。

## 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0件)

[学会発表] (計1件)

富岡俊介, 近藤正大, 木之下博, 藤井正浩, “超熱原子状酸素照射によるグラファイト系固体潤滑薄膜の摩擦特性への影響”, トライボロジー会議 2015 春姫路, PB8, 2015年5月27日-5月29日。

[図書] (計0件)

[産業財産権]

○出願状況 (計0件)

○取得状況 (計0件)

[その他]

ホームページ等

なし

## 6. 研究組織

(1) 研究代表者

藤井 正浩 (FUJII, Masahiro)

岡山大学・大学院自然科学研究科・教授

研究者番号: 80209014

(2) 研究分担者

木之下博 (KINOSHITA, Hiroshi)

岡山大学・大学院自然科学研究科・准教授

研究者番号: 50362760