

ゾル滴下電気泳動堆積法による軸受鋼球への セリア分散部分安定化ジルコニア膜の形成

梶, 優介 / KAJI, Yusuke

(出版者 / Publisher)

法政大学大学院理工学研究科

(雑誌名 / Journal or Publication Title)

法政大学大学院紀要. 理工学研究科編

(巻 / Volume)

63

(開始ページ / Start Page)

1

(終了ページ / End Page)

2

(発行年 / Year)

2022-03-24

(URL)

<https://doi.org/10.15002/00025288>

ゾル滴下電気泳動堆積法による軸受鋼球へのセリア分散部分安定化ジルコニア膜の形成

FORMATION OF CERIA-DISPERSED PARTIALLY-STABILIZED ZIRCONIA FILM ON BEARING STEEL BALL BY SOL-DROPPING ELECTROPHORETIC DEPOSITION METHOD

梶優介

Yusuke KAJI

指導教員 明石孝也

法政大学大学院理工学研究科応用化学専攻修士課程

Various parameters of the sol-dropping electrophoretic deposition (EPD) method were optimized to form a thick and uniform nano CeO₂-dispersed yttria-partially-stabilized zirconia film on the surface of high-carbon chromium bearing ball. There were fewer cracks on the film on the bearing ball fired in air than the film fired in a reducing atmosphere. Wear distance in the frictional wear test was longer in the coated ball formed at an applied voltage of 200 V than that of 100 V during EPD process. The coated ball prepared from the precursor solution that the ratio of alkoxide derived YPSZ to YPSZ powder is 2:8 had the longest wear distance.

Key Words : high-carbon chromium bearing steel, partially-stabilized zirconia, sol-gel method, electrophoretic deposition method, coefficient of friction

1. 緒言

物体を動かすときに発生する摩擦を軽減するための部品に軸受が用いられる。軸受は自動車部品、医療機器、航空機など様々な分野で使用されており、その摩擦を更に低減させることが求められる。これまで、高炭素クロム軸受鋼球表面のイットリア部分安定化ジルコニア(YPSZ)膜にナノ CeO₂ 粒子を分散させることにより、低い摩擦係数を有する軸受鋼の作製に成功した。しかし、被覆した YPSZ 膜が薄いために、摩擦摩耗試験時に短いスライド距離で膜が摩耗し、摩擦係数が上昇してしまう問題があった。

そこで、より厚い膜を被覆するために、当研究室で開発中のゾル滴下電気泳動堆積法(ゾル滴下 EPD 法)を用いた。Fig. 1 に示すように、ゾル滴下 EPD 法は、電極間に電界をかけながら、ゾル-ゲル法の手順で作

製した前駆体溶液をピペットで滴下し、電気泳動させることでコーティングする手法である。ゾル滴下 EPD 法において、厚く、均一なコーティングを行うためには、成膜に関与する様々なパラメーターを最適化する必要がある。

本研究では、ゾル滴下 EPD 時に印加する電圧の大きさ、試料の焼成雰囲気、金属アルコキシド由来の YPSZ と YPSZ 粒子の比などの実験条件の最適化を行うことで、ゾル滴下 EPD 法の実験条件の最適化とその手法の優位性について検討した。

2. 実験方法

2. 1 前駆体溶液の作製

Ar 雰囲気中でナノ CeO₂ 粒子、YPSZ(3 mol% Y₂O₃-partially-stabilized ZrO₂) 粒子、ポリエチレンイミン(PEI)を 2-メトキシエタノールに加えて 1 h 攪拌し、そこに Y(OC₃H₇)₃ と Zr(OC₄H₁₀)₄ とポリ酢酸ビニル(PVAc)を加えて 1.5 h 攪拌することで、前駆体溶液を得た。ここで、金属アルコキシド由来の YPSZ と YPSZ 粒子の比が 4:6, 3:7, 2:8 となるように 3 つの前駆体溶液を作製した。また、Y(OC₃H₇)₃, Zr(OC₄H₁₀)₄, 2-メトキシエタノール混合溶液に対するナノ CeO₂ 粒子濃度 1.16 vol%, PVAc 添加量 0.24 g/g-粒子, PEI 添加量 0.49 g/g-粒子とした。

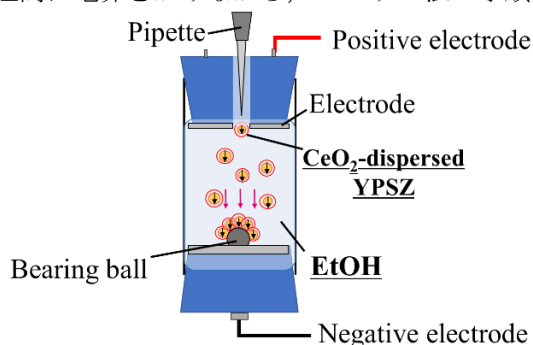


Fig. 1 Vertical cell for the sol-dropping EPD method.

2. 2 前駆体溶液を被覆した試料の作製

直径 4.76 mm の高炭素クロム軸受鋼(SUJ2)の球の表面に真空蒸着法により、厚さ 1 μm の Al 層を形成させた。次に、エタノールを縦置き筒形容器に入れ、前駆体溶液をピペットで 30 滴滴下させ、印加電圧 100 V と 200 V で下部電極上に設置した軸受鋼球表面に堆積させた。その後、それぞれの試料を空气中で 24 h 乾燥後、2 つの方法で焼成を行った。1 つは、500 $^{\circ}\text{C}$ の Ar-5 %H₂ 中で 1 h、もう 1 つは、500 $^{\circ}\text{C}$ の空气中で 1 h 焼成した。これらの試料についてエネルギー分散型 X 線分析(EDS)による表面観察を行った。また、ボールオンディスクによる SUS304 基板に対する摩擦摩耗試験をそれぞれの球体試料で行った。

3. 結果および考察

印加電圧 100 V および 200 V で電気泳動した後、還元焼成と空气中焼成により得られた試料のマイクロスコップ像を Fig. 2 に、高倍率の EDS 像を Fig. 3 に示す。還元焼成後の試料は、空气中焼成の試料と比較して膜の亀裂や剥離が多く観察された。また、ボールオンディスクによる摩擦摩耗試験の結果、印加電圧 100 V で還元焼成と空气中焼成で得られた試料の摩擦係数が上昇した距離(摩耗距離)は、それぞれ 0.42 m と 0.19 m となり、印加電圧 200 V の場合にはそれぞれ 1.67 m と 2.31 m となり、印加電圧 200 V の試料の摩耗距離が比較的長くなった。

Fig. 4 に金属アルコキシド由来の YPSZ:YPSZ 粒子=4:6, 3:7, 2:8 の前駆体溶液から作製された試料(印加

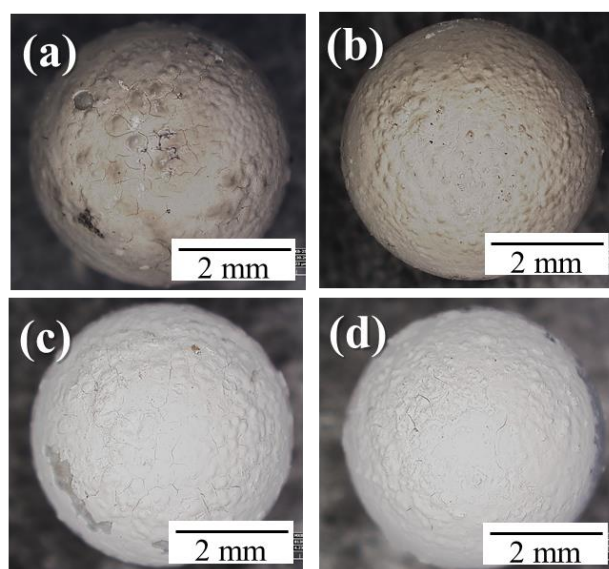


Fig. 2 Microscope images of coated balls by the sol-dropping EPD method with an applied voltage of (a) 100 V and (b) 200 V and firing in a reducing atmosphere as well as with an applied voltage of (c) 100 V and (d) 200 V and firing in air.

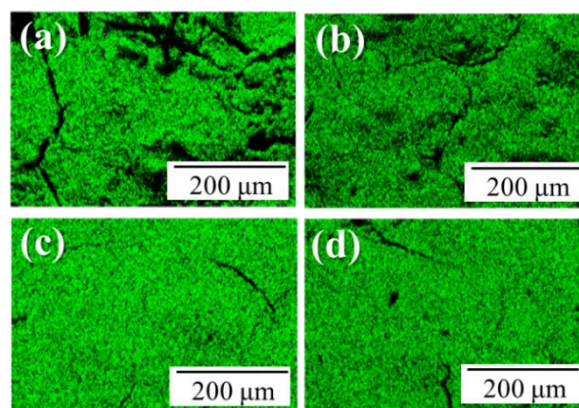


Fig. 3 Zr characteristic X-ray images of nano CeO₂-dispersed YPSZ layers on bearing steels (experimental conditions of (a), (b), (c), and (d) are the same as in Fig. 2).

電圧 200 V, 空气中焼成) のボールオンディスクによる摩擦係数の経時変化を示す。摩耗距離は、それぞれ 0.11 m, 0.27 m, 2.31 m となり、金属アルコキシド由来の YPSZ:YPSZ 粒子=2:8 の前駆体溶液から作製された試料の摩耗距離が、他の 2 つと比較して長くなり、高い耐摩耗性を示した。

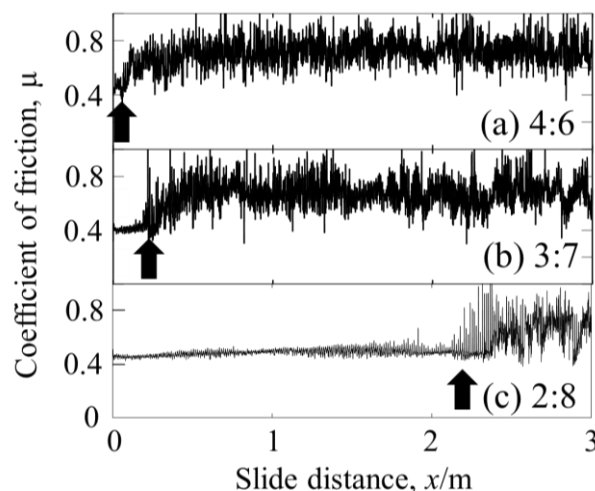


Fig. 4 Result of frictional wear test for each sample prepared by sol-dropping EPD method at an applied voltage of 200 V and firing in air. The ratio of sol-gel derived YPSZ to YPSZ powder is (a) 4:6, (b) 3:7, and (c) 2:8.

4. 結言

ゾル滴下 EPD 法により高炭素クロム軸受球にナノ CeO₂ 分散 YPSZ 膜を成膜した。金属アルコキシド由来の YPSZ と YPSZ 粒子比を 2:8 とし、印加電圧 200 V で電気泳動し、その後の空气中焼成により得られた試料の膜表面の亀裂が少なかった。この試料の摩擦摩耗試験による摩耗距離は、従来のスピコート法により成膜した試料と比較して、約 5 倍に延びた。

参考文献

- 1) Y. Kaji, T. Akashi, 第 30 回日本 MRS 年次大会, 2020/12/9-11, G-P9-009.