

### 軸受鋼球全体へのナノセリア分散部分安定化 ジルコニア膜のゾル-ゲル被覆

山岡, 共生 / YAMAOKA, Tomoki

---

(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)

65

(開始ページ / Start Page)

1

(終了ページ / End Page)

2

(発行年 / Year)

2024-03-24

(URL)

<https://doi.org/10.15002/00030676>

# 軸受鋼球全体への ナノセリア分散部分安定化ジルコニア膜のゾル-ゲル被覆

SOL-GEL COATING OF NANOCERIA-DISPERSED PARTIALLY STABILISED ZIRCONIA FILM  
ON THE WHOLE SURFACE OF BEARING STEEL BALL.

山岡 共生

Tomoki YAMAOKA

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

In order to form thick and uniform nano-CeO<sub>2</sub> dispersed yttria partially stabilized zirconia (YPSZ) film on the surface of high-carbon chromium bearing steel ball, a heating rate during firing was varied at 200°C/h, 400°C/h and 1000°C/h. Samples fired at a heating rate of 200°C/h showed less cracking and delamination than those fired at 400°C/h and 1000°C/h. In the ball-on-disk friction and wear test, the specimens fired at 200°C/h had a longer wear distance than those fired at 400°C/h and 1000°C/h.

**Key Words** : high-carbon chromium bearing steel, partially-stabilized zirconia, sol-gel method, mechanochemical treatment, coefficient of friction

## 1. 緒言

主に機械の中で回転する軸を支える部品として軸受がある。軸受は自動車や航空機などに使用されており、高い摺動性と耐摩耗性が必要となる。これらの機能を向上させる手段として、軸受鋼球表面にセラミックを被膜させることが有効であると考えられる。

現在までの研究では、球体の合金上部にAlを接合層として蒸着し、それを介してCeO<sub>2</sub>を分散させたイットリア部分安定化ジルコニア(YPSZ)膜をゾル-ゲル法を用いて被覆させた。その後、還元および酸化雰囲気中で焼成することにより、コンポジット膜が形成され、合金板に対する摩擦係数が小さくなることを明らかにした<sup>[1]</sup>。しかし、球体全体への均一な膜のコーティングは困難であった<sup>[2]</sup>。

そこで、本研究では軸受鋼球への応用展開をターゲットとして、軸受鋼球の表面全体にアルミニウムとYPSZを均一にコーティングし、熱処理によりアルミナ接合層を形成することを目的とする。そのため、軸受鋼球を回転させる機構を開発し、それを用いたAl蒸着を行う。そして、材料表面の微細な凹凸に接着剤が入り込むことで接着力が向上する“アンカー効果”を期待して、遊星ボールミル装置を用いて軸受鋼球表面にYPSZ粉末とナノCeO<sub>2</sub>粉末を付

着させ凹凸を作るというメカノケミカル処理を施す。また、ロータリーエバポレーターを用いたゾル-ゲル法により、ナノCeO<sub>2</sub>粒子分散YPSZコーティングを行う。さらに、焼成時の昇温速度の変化による膜の耐摩擦摩耗性への影響も検証する。

## 2. 実験方法

Fig. 1 に真空蒸着装置の回転機構の模式図と外観写真を示す。回転機構に直径4.76 mmの高炭素クロム軸受鋼球を入れ、Alの真空蒸着を行った。

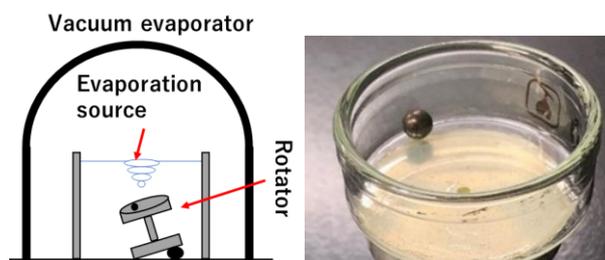


Fig. 1 Schematic illustration and photograph of the rotary mechanism of vacuum deposition equipment.

Ar 雰囲気中でナノCeO<sub>2</sub>粉末0.075 gとYPSZ(3 mol% Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>部分安定化ZrO<sub>2</sub>)粉末1.14 gとポリエチレンイミン(PEI)0.2 gを2-メトキシエタノール5 mL

に加えて混合し、1.5 h 攪拌した。その後、イットリウムプロポキシド( $\text{Y}(\text{OC}_3\text{H}_7)_3$ ) 0.06 g とジルコニウムブトシド( $\text{Zr}(\text{OC}_4\text{H}_9)_4$ ) 1.44 g とポリ酢酸ビニル(PVAc) 0.3 g と 2-メトキシエタノール 5 mL を加え混合し、1.5 h 攪拌することで、ナノ  $\text{CeO}_2$  粒子分散 YPSZ 前駆体溶液を作製した。

Al を真空蒸着した軸受鋼球に遊星ボールミル装置を用いたメカノケミカル処理により YPSZ 粉末とナノ  $\text{CeO}_2$  粉末を回転速度 600 ppm, 回転時間 1 min  $\times$  20 回  $\times$  9 回 (ポーズ時間 20 s) で付着させた。

その後、ロータリーエバポレーターに軸受鋼球と前駆体溶液を加え、溶媒を蒸発させる温度を  $60^\circ\text{C}$  に設定し、溶媒を蒸発させ、球体に膜をコーティングした。前駆体溶液をコーティングした試料を、 $\text{Ar}$ -5% $\text{H}_2$  雰囲気下において  $500^\circ\text{C}$  で 1 h の還元焼成を行った。次に、それぞれの試料をさらに空気中において  $700^\circ\text{C}$  で 1 h の酸化焼成を行った。

また、焼成時の  $500^\circ\text{C}$  までの昇温速度を  $200^\circ\text{C}/\text{h}$ ,  $400^\circ\text{C}/\text{h}$ ,  $1000^\circ\text{C}/\text{h}$  の 3 つの条件に設定した。これらの作製した試料についてマイクロSCOPEを用いて観察した。さらに、ボールオンディスクを用いて各試料の摩擦係数の経時変化を計測した。また、特性 X 線分析(EDS)による断面観察をそれぞれの試料で行った。

### 3. 結果および考察

昇温速度  $200^\circ\text{C}/\text{h}$ ,  $400^\circ\text{C}/\text{h}$  および  $1000^\circ\text{C}/\text{h}$  で焼成した試料のマイクロSCOPE像を Fig. 2 に、各試料のボールオンディスクによる摩擦係数の経時変化を Fig. 3 に示す。Fig. 2 により、回転機構を用いることにより軸受鋼球全体に比較的均一に膜が形成されていた。昇温速度  $200^\circ\text{C}/\text{h}$  で製膜した試料では、 $400^\circ\text{C}/\text{h}$  や  $1000^\circ\text{C}/\text{h}$  の試料と比較して膜の亀裂や剥離が少なかった。また、Fig. 3 のボールオンディスクによる摩擦試験の結果、 $400^\circ\text{C}/\text{h}$  で焼成した試料において、摩擦係数が上昇した時間は 50 s 未満と速いのにに対し、 $200^\circ\text{C}/\text{h}$ ,  $1000^\circ\text{C}/\text{h}$  の場合にはそれぞれ 200 s と 150 s となった。このことより、膜が摩耗するまでの時間が伸びたと考えられる。

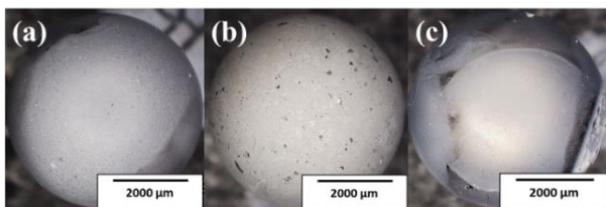


Fig. 2  $\text{CeO}_2$ -dispersed YPSZ coat on bearing ball after firing at a heating rate of (a)  $200^\circ\text{C}/\text{h}$ , (b)  $400^\circ\text{C}/\text{h}$  and (c)  $1000^\circ\text{C}/\text{h}$ .

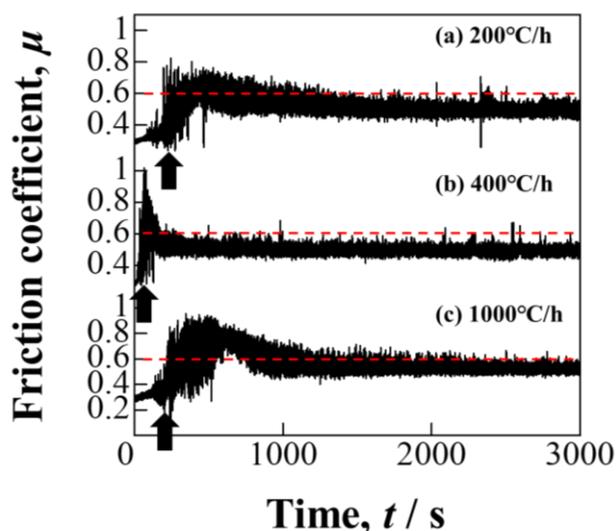


Fig. 3 Coefficient of friction by ball-on-disk method for sol-gel coated steel ball fired at various heating rate.

Fig. 4 に摩耗距離が伸びた試料 ( $200^\circ\text{C}/\text{h}$  と  $1000^\circ\text{C}/\text{h}$ ) の断面に対する Zr の特性 X 線像を示す。  $1000^\circ\text{C}/\text{h}$  で焼成した試料では  $200^\circ\text{C}/\text{h}$  で焼成した試料よりも膜厚が薄いことが観察され、急速加熱により膜の一部が剥離したと考えられる。

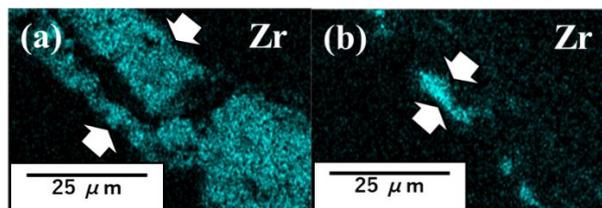


Fig. 4 Characteristic X-ray images of Zr for cross-section of nano- $\text{CeO}_2$  dispersed YPSZ layers on bearing steel fired at a heating rates of (a)  $1000^\circ\text{C}/\text{h}$  and (b)  $200^\circ\text{C}/\text{h}$ .

### 4. 結言

球状試料への被覆の際に試料の回転機構を設け、また、試料表面へのメカノケミカル処理を行うことにより、高炭素クロム軸受鋼球全体にナノ  $\text{CeO}_2$  粒子分散 YPSZ 膜を被覆した。昇温速度  $1000^\circ\text{C}/\text{h}$  で焼成した試料の膜には亀裂や剥離が少なく、膜厚が厚かった。この試料のボールオンディスクによる摩擦試験の摩擦係数の経時変化の比較では、他の条件で焼成した試料よりも膜が摩耗するまでの時間が伸びた。

### 参考文献

- [1] 上野真由香：2018 年度 法政大学 卒業論文.
- [2] 梶優介：2019 年度 法政大学 卒業論文.