

平成 30 年 5 月 14 日現在

機関番号：17501

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2015～2017

課題番号：15K17963

研究課題名(和文) 複数添加剤を併用した低摩擦潤滑機構とその評価法に関する研究

研究課題名(英文) Study on low friction lubrication mechanism in the combination condition of additives and the method for evaluation of the lubrication performance

研究代表者

大津 健史 (OTSU, Takefumi)

大分大学・理工学部・助教

研究者番号：10634488

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,700,000円

研究成果の概要(和文)：本課題では、境界潤滑の低摩擦化を目的に、潤滑油添加剤の併用条件における摩擦特性とその評価方法に関する研究を行った。実験では、有機モリブデン系添加剤のモリブデンジチオカーバメート(MoDTC)とリン系添加剤の併用条件で摩擦試験を行い、その低摩擦特性と潤滑メカニズムを明らかにした。また、リン酸モリブデンを用いた新たな添加条件における低摩擦特性についても調べた。さらに、MoDTCの低摩擦特性と運転条件の関係、併用時の潤滑特性の総合的な評価方法についても調べ、実用面での潤滑面設計への応用に関する検討も行った。

研究成果の概要(英文)：In this study, the boundary lubrication properties in the combination condition of lubricant additives were investigated, and the method for evaluation of lubrication performance was proposed in order to accomplish the low friction machine system. It was revealed from the friction test results that the low friction properties were improved by the combination condition of molybdenum dithiocarbamate (MoDTC) and phosphate additives. In addition, the condition using molybdenum phosphate was proposed as a new type additive condition having lower friction coefficient. Moreover, the relationship between the friction performance of MoDTC and operating conditions, and the radar chart method for evaluation of performance were proposed through the discussion of the test results.

研究分野：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 境界潤滑 添加剤 低摩擦 有機モリブデン系添加剤 併用条件

### 1. 研究開始当初の背景

近年、各種機械における摩擦ロスを削減させるために、使用する潤滑油の低粘度化が行われている。低粘度油の利用は、流体潤滑下の摩擦低減に寄与する一方で、比較的摩擦係数の高い境界潤滑領域での運転を拡大させる。その結果として潤滑システム全体の摩擦係数が上昇することとなる。従って、潤滑部における摩擦低減を効果的に行うためには、境界潤滑領域での低摩擦化が必要となる。

一般に境界潤滑域での低摩擦化のために、摩擦低減効果を示す添加剤が利用される。有機モリブデン系添加剤のモリブデンジチオカーバメート(MoDTC)は、摩擦面上に二硫化モリブデン(MoS<sub>2</sub>)の膜を形成することによって、境界潤滑領域での低摩擦を実現する。さらに、これまでの研究により、他の添加剤との併用でその摩擦低減効果が向上することも分かっている。

本研究では、有機モリブデン系添加剤と他の添加剤、特にリン酸エステル添加剤の併用条件下での低摩擦特性を調べ、その境界潤滑機構の解明を行う。また、新たな添加剤の組合せにおける低摩擦潤滑特性についても調べる。さらに、それらの潤滑特性を総合的に評価する新たな方法について提案し、実用面での応用に向けた検討も行う。

### 2. 研究の目的

本研究の目的は以下の二つである。

一つに、複数の添加剤を併用させた条件下での摩擦特性を調べることが挙げられ、MoDTCの低摩擦化をもたらす併用条件とその潤滑機構について調べる。また、その結果を基に、新たな添加剤併用条件についても検討を行う。

二つに、低摩擦を示す潤滑条件を評価できる方法を提案することが挙げられる。特に、低摩擦を示す運転条件を提示すること、および添加剤併用条件において低摩擦特性だけでなく、耐摩耗性、極圧性といった様々な潤滑特性を総合的に評価できる方法を提案することを目的とする。

### 3. 研究の方法

#### (1) 実験装置

本研究では3種類の接触条件での摩擦試験を行った。

一つは球と円筒試験片を面接触させたスピンドル摩擦試験である。接触の概略図をFig.1(a)に示す。回転試験片には直径13.5 mmの軸受鋼球(SUJ2)を使用し、固定試験片には直径13 mm、高さ10 mmのクロムモリブデン鋼(SCM435)の円筒材を使用した。円筒の端面には直径5 mmの穴を設け、端面はバフ研磨を行い、鏡面に仕上げた。また、試験前に穴の端面が球面となるように塑性変形させた。実験は、油温40℃、荷重200 N(平均面圧58 MPa)、回転数120 rpm(すべり速度20 mm/s)、実験時間1 hの条件で行った。

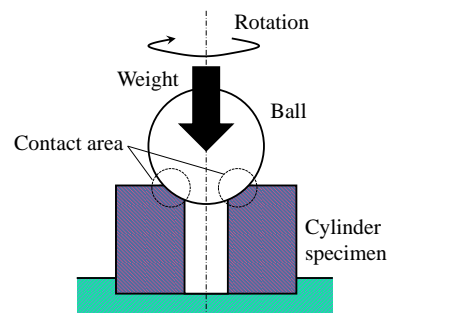
た。

二つに、球と平板試験片の接触による点接触すべり摩擦試験を行った。本試験機ではFig.1(b)に示すように、接触部の向かい側に顕微鏡を配置し、摩擦面を直接観察できるようにした。また、球、平板試験片はともに高炭素クロム軸受鋼(SUJ2)である。実験は、油温40℃、すべり速度20-145 mm/s、荷重104-178 N(最大ヘルツ圧1.42-1.70 GPa)、実験時間は1 hで行った。なお、この実験条件における膜厚比は0.09-0.35の範囲であった。

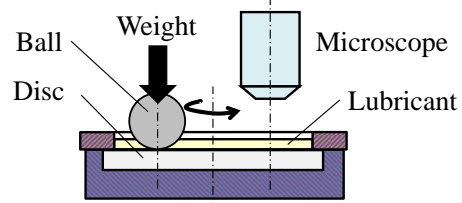
三つに、球と円筒試験片を点接触させた条件下におけるすべり摩擦試験を行った(Fig.1(c))。球、円筒試験片はともに高炭素クロム軸受鋼(SUJ2)である。実験は、油温80℃、荷重125、250 N(最大ヘルツ接触圧力2.06、2.46 GPa)、回転数50 rpm(すべり速度128 mm/s)、試験時間1 hで行った。

#### (2) 潤滑油、および添加剤

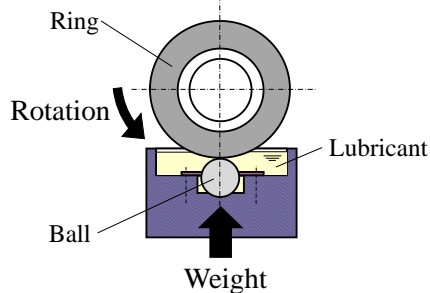
本研究では、基油として、鎖状炭化水素スクアラン(C<sub>30</sub>H<sub>62</sub>, Sq)を用いた。なお、動粘度は20 mm<sup>2</sup>/s@40℃である。添加剤には、モリブデン系のMoDTC、リン酸モリブデン(MoP)、リン系のリン酸トリクレシル(TCP)、酸性リン酸エステル(AP)、リン-硫黄系のジチオリン酸亜鉛(ZnDTP)を主として使用した。



(a) 面接触型スピンドル摩擦試験



(b) 点接触型すべり摩擦試験(球-平板)



(c) 点接触型すべり摩擦試験(球-円筒)

Fig.1 摩擦試験

#### 4. 研究成果

(1) MoDTC・リン酸エステル併用条件での摩擦特性

Fig.2 に MoDTC(0.24 mass%), TCP(1.1%), Sq での 1 h の摩擦係数の時間変化, および TCP での 1 h の実験後, MoDTC に潤滑油のみを入替えた場合の結果をそれぞれ示す. 本実験は面接触型スピン摩擦試験(Fig.1(a))で行った. 図より, MoDTC の摩擦係数は開始後 300 s までに約 0.06 まで低下し, その後徐々に上昇し 1 h 時には約 0.1 となる. また, 1 h 時の摩擦係数は TCP では約 0.12, Sq では約 0.16 となる. 一方で, TCP から MoDTC に入替えを行った場合には, 摩擦係数が約 0.06 となり, その後の上昇も見られないことが分かる. 表面分析結果より, 実験後の摩擦面では, TCP によるリン系反応膜の上に MoS<sub>2</sub> が形成されていることが分かった. リン系反応膜の存在により, MoDTC の吸着・反応が高まり MoS<sub>2</sub> の形成が促進されたこと, および耐摩耗性が向上したことが考えられ, その結果, 摩擦係数が低下したと推測される.

リン系反応膜の効果を調べる目的で, 実験に静的加熱条件下でリン系反応膜を形成させた試験片を用いた. 加熱処理は AP 中に試験片を浸し, 100 °C の下で 1, 3, 6 h 保持することで行った. 処理後の試験片にはリン系反応膜が形成され, 加熱時間とともにその膜は厚くなった. 一方で試験片表面の粗さは時間とともに大きくなった. Fig.3 に, MoDTC(0.24%) での実験における摩擦係数の時間変化を示す. 結果より, 摩擦係数は加熱時間の影響を受けることが分かり, 3, 6 h で摩擦係数が低いことが分かる. また, 表面分析結果より, 加熱時間が長いほど表面に形成される反応膜中の硫黄濃度が高まること

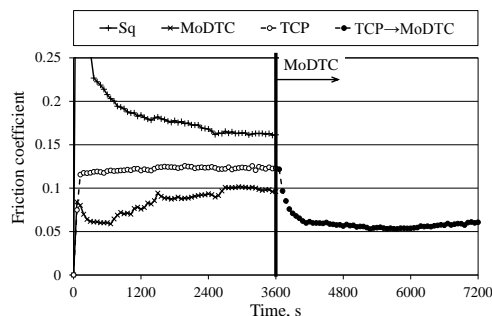


Fig.2 摩擦係数の時間変化

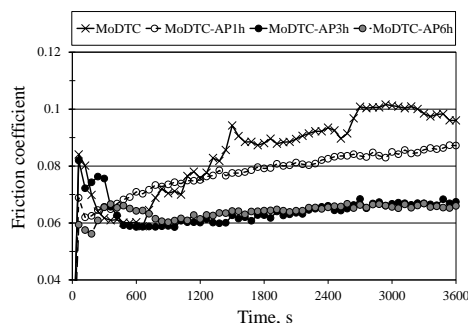


Fig.3 加熱処理の摩擦係数に及ぼす影響

が分かった. これらの結果より, 表面に形成される MoS<sub>2</sub> 膜は下地のリン系反応膜の厚さの影響を受け, 摩擦過程においてリン系反応膜が除去されにくい条件で MoS<sub>2</sub> の形成促進効果が高まったと考えられる.

Fig.4 に MoDTC(0.24%) と TCP(0.05, 0.24, 1.1, 3.0%) を同時に添加した場合の実験結果を示す. 図は, TCP 添加量と摩擦係数の関係であり, 実験後の反応膜中の硫黄, リン, 酸素濃度の分析結果も示している. 結果より, 摩擦係数は TCP 添加量とともに上昇し, それとともに膜中のリン, 酸素濃度も上昇していることが分かる. 一方で, 硫黄濃度はほぼ一定となっている. TCP 濃度が高まるとともに表面にはリン酸鉄等のリン系反応膜が主体的となり, その結果摩擦係数が上昇したと考えられる. 低摩擦を実現するためには, 下地にリン系膜を形成させ, その上に MoDTC が吸着するようなプロセスが必要であり, 各添加剤の競争吸着を考慮した潤滑油設計が必要である. 一方で, 本研究結果より, リン系反応膜が存在することにより, MoS<sub>2</sub> の形成が促進されることも明確となり, リン酸エステルとの併用条件が MoDTC の低摩擦化に対して効果的であることを提案することが可能となった.

(2) 新たな併用条件(MoP・ZnDTP)の提案とその摩擦特性

前述した実験結果において, リン系反応膜が MoDTC の吸着・反応性を向上させ, MoS<sub>2</sub> を効果的に形成させることが可能と分かった. このことを考慮すると, 分子構造にリンとモリブデンを含むリン酸モリブデン MoP と硫黄-リン系の ZnDTP を併用させることにより, リン系反応膜を効果的に形成させることができ, また, その際に分解したモリブデンと硫黄を利用することで MoS<sub>2</sub> も表面に形成できると予想される. この点について, MoP・ZnDTP の新しい併用条件で実験を行い, その摩擦特性を調べた.

Fig.5 に, 各添加条件における摩擦係数の時間変化を示す. 実験は面接触型のスピン摩擦試験(Fig.1(a))で行った. 図より, MoP(0.24%), ZnDTP(0.24%) の単独使用条件では摩擦係数が約 0.1 を超えるのに対し, MoP(0.24%)・ZnDTP(0.24%) 併用条件では摩擦係数が約 0.05 まで低下することが分かる. また, 1 h 経過時の値は MoDTC(0.1%) の値よ

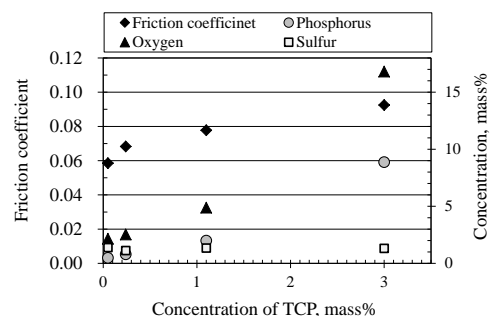


Fig.4 TCP 添加量の摩擦係数に及ぼす影響

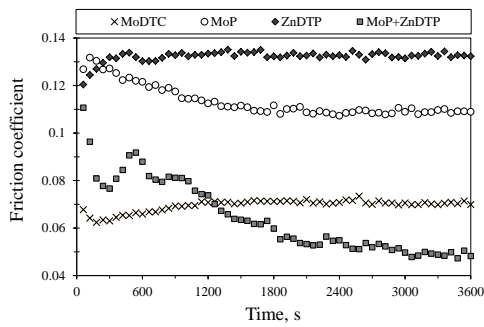


Fig.5 MoP・ZnDTP 併用時の摩擦係数

りも低くなっていることが分かる. さらに, 実験後の反応膜の表面分析結果より, MoP・ZnDTP 併用条件ではリン系反応膜とともに MoS<sub>2</sub> が形成されていることが分かり, その膜は MoDTC の場合よりも層状化していることが明らかとなった. 従って, MoP・ZnDTP の併用により, MoS<sub>2</sub> を効果的に形成させることが可能と分かった.

実験では ZnDTP の添加濃度の影響についても調べ, 添加濃度が高くなるほど, 表面に硫黄系化合物の形成量が高まるため, 摩擦係数が上昇することも分かった. 従って, 併用条件における添加量の適正值があることも明らかとなった.

(3) 低摩擦を示す運転条件の検討, およびその評価方法の確立

低摩擦特性を評価する方法として, MoDTC の低摩擦特性と運転条件の関係性について検討を行った. ここでは, その評価法の確立を目的に, 運転条件として荷重, すべり速度に着目し, それらとの関係を調べた. この確立により, 低摩擦となるための運転条件を提案することができ, これは摩擦面設計の効率化・機能化を実現する評価法となる.

Fig.6, 7 に, 実験開始後 300 s, 1 h の摩擦係数と荷重・すべり速度の積  $PV$  値との関係を示す. 実験は点接触型すべり摩擦試験 (Fig.1(b)) で行った. 図中には基油 Sq での実験結果も示す.

Fig.6 より, 300 s 時の MoDTC(0.24%) の摩擦係数は  $PV$  値とともに低下し, その値は MoDTC の方でより低下している. 一方, Fig.7 の 1 h 時では, Sq の摩擦係数は 300 s よりも約 10% 高くなっているのに対し, MoDTC ではその値が約 25% 低下し, さらに  $PV$  値 3.6-11.6 の範囲では摩擦係数の右下がりの傾向が見られなくなることが分かる. 従って, MoDTC では, 時間経過とともに  $PV$  値との関係性がなくなるといえる.

これらの結果より, 実験初期と後期では摩擦係数と  $PV$  値の関係性が異なり, これは表面の MoS<sub>2</sub> の形成速度の影響によるものと考えられる. 一般に,  $PV$  値は表面の摩耗と摩擦熱に影響を及ぼす.  $PV$  値が高い条件では実験初期の摩耗が大きく, 摩擦熱も大きいことから, MoS<sub>2</sub> 形成のトライボ化学反応が促進される. その結果, 実験初期から低摩擦に

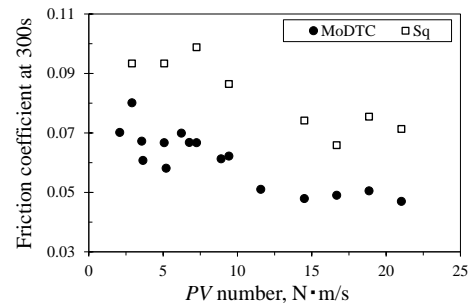


Fig.6 摩擦係数と  $PV$  値の関係(300 s 時)

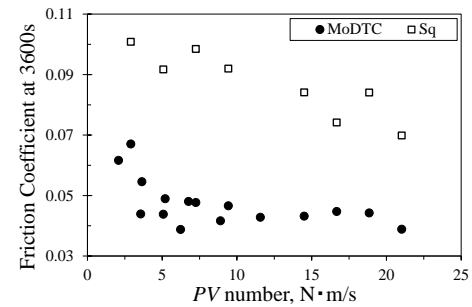


Fig.7 摩擦係数と  $PV$  値の関係(3600 s 時)

なったと推測される. そのため, 摩擦係数は  $PV$  値に対し右下がりの傾向を示したと考えられる.

一方,  $PV$  値が低い条件では膜が摩擦面全体に形成されるまでに時間を要するため, 初期の摩擦係数が高くなったと考えられる. 時間経過とともに膜が形成されると, MoDTC の摩擦係数と  $PV$  値の関係がなくなってくるため,  $PV$  値に対して右下がりの傾きが小さくなると予想される.

本結果より, MoDTC(0.24%) 添加条件で, 運転初期より低摩擦を実現するためには, 例えば  $PV$  値を 10 以上に設定することが必要と提案できる. 今後,  $PV$  値を含め, その他の運転条件との関係性を理解することにより, 低摩擦に対する潤滑面設計法が実現されると考える.

(4) 潤滑特性の総合的評価方法の検討

添加剤併用条件における潤滑性能を総合的に評価する方法として, レーダーチャートによる評価法の検討を行った. 境界潤滑においては, 低摩擦特性だけでなく, 耐摩耗性, 極圧性, 持続性が要求される性能として挙げられ, 全てを併せ持つような潤滑油設計が求められる. 一方で, 現状では一つの特性に着目した評価が一般的であるため, その潤滑性能は総合的には評価されていない. 各添加剤の潤滑性能を総合的に把握することが可能となれば, 使用する添加剤の効率的な選択が可能となり, 複雑な潤滑油設計も解決されると考えられる.

Fig.8 に, MoDTC(0.24%), ZnDTP(1.1%), TCP(1.1%) の性能評価チャートを示す. 実験は球と円筒の点接触型すべり摩擦試験機 (Fig.1(c)) で行った. このチャートには, 125, 250 N での実験における摩擦係数(1 h 経過時



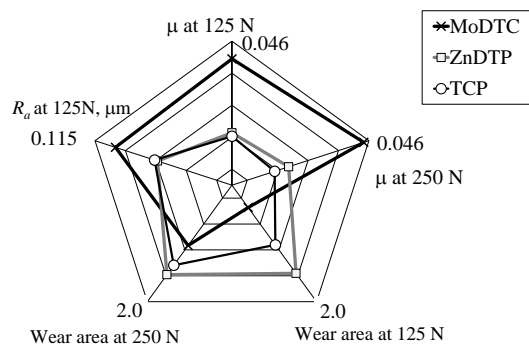


Fig.8 各添加剤の性能評価チャート

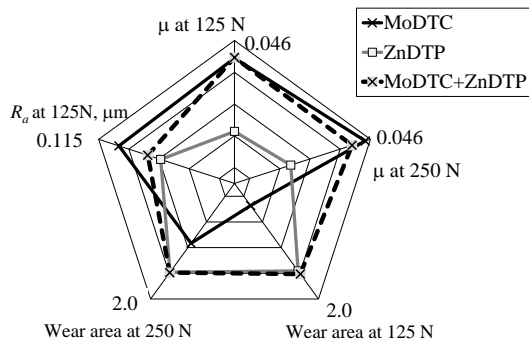


Fig.9 併用条件時の性能評価チャート

の値), 実験後の摩耗痕面積比(各荷重のヘルツ接触面積との比), 摩擦面の表面粗さ  $R_a$ (125 N での実験における接触中央部の算術平均粗さ)をプロットしている. チャート内の摩擦係数により摩擦低減作用, 摩耗痕面積比と  $R_a$ により耐摩耗性, 250 N における摩擦係数と摩耗痕面積比により極圧性が評価可能と考える. 従って, このチャートにおいて, 摩擦低減作用, 耐摩耗性, 極圧性のいずれも優れている場合には, 図中の五角形が大きくなり, いずれも劣る場合には五角形が小さくなる. なお, チャートの中心における摩擦係数は 0.15, 摩耗痕面積比は 6.5,  $R_a$ は 1.5  $\mu\text{m}$  である.

Fig.8 より, 各添加剤の特性が明確に示されていることが分かり, MoDTC では低摩擦特性に優れ, ZnDTP, TCP では耐摩耗特性に優れていることが分かる.

Fig.9 に MoDTC・ZnDTP 併用条件における性能評価チャートを示す. 図より, MoDTC(0.24%)と ZnDTP(1.1%)を併用させると, 摩擦係数は MoDTC の値に近くなり, 摩耗痕面積は ZnDTP の値に近くなるのが分かる. 従って, 併用条件では, 各添加剤を単独で使用した場合よりも五角形が大きくなり, 摩擦低減作用, 耐摩耗性, 極圧性が向上した性能になるといえる. この結果は, 添加剤を併用することにより, 各添加剤の持つ潤滑性能を併せ持った潤滑油を設計できることを示しており, 両添加剤の相乗効果により, 摩耗の抑制, および摩擦低減に効果的な反応膜形成が可能であったと考えられる.

このような評価方法を確立させ, 発展させ

ることにより, 併用条件での各種潤滑特性を明確に評価することが可能となり, 潤滑油設計の効率化が進むと考えられる.

## 5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 1 件)

Takefumi Otsu,  
Effect of phosphate film on frictional properties of MoDTC, Journal of Engineering Tribology, Proceedings of Institute of Mechanical Engineers, 査読有, Vol.232, No.4, 2018, pp.369-379, DOI : 10.1177/1350650117714187

他 1 件, 雑誌論文投稿中.

[学会発表] (計 6 件)

①出口 健人, 大津 健史, 三浦 篤義, 今戸 啓二, MoDTC の低摩擦特性に及ぼす PV 値の影響, トライボロジー会議 2017 秋高松, 2017.

②坂本 駿, 大津 健史, 三浦 篤義, 今戸 啓二, MoP の境界潤滑特性に及ぼす ZnDTP 添加量の影響, トライボロジー会議 2017 秋高松, 2017.

③坂本 駿, 大津 健史, 三浦 篤義, 今戸 啓二, MoP の摩擦特性に及ぼす ZnDTP の影響, 日本機械学会九州支部講演論文集, 2017.

④出口 健人, 大津 健史, 三浦 篤義, 今戸 啓二, MoDTC の摩擦特性に及ぼす運転条件の影響, トライボロジー会議 2016 秋新潟, 2016.

⑤大津 健史, 松井 悟, MoDTC の境界潤滑特性に及ぼすりん酸被膜の影響, 日本機械学会 2016 年度年次大会, 2016.

⑥大津 健史, 松雪 武士, 石丸 良平, MoDTC の潤滑特性に及ぼす併用添加剤の影響, 日本機械学会 2015 年度年次大会, 2015.

[その他]  
特になし.

## 6. 研究組織

(1) 研究代表者

大津 健史 (OTSU, Takefumi)

大分大学理工学部・助教

研究者番号: 1 0 6 3 4 4 8 8