# 科学研究費助成事業 研究成果報告書



平成 27 年 6 月 9 日現在

機関番号: 5 5 4 0 1 研究種目: 基盤研究(C) 研究期間: 2012~2014

課題番号: 24560179

研究課題名(和文)金属ナノ粒子含有潤滑油のトライボロジー特性及び動力伝達性能

研究課題名(英文) Tribological Properties and Power Transmitting Capacities of Lubricating Oils with
Metal Nanoparticles as an Additive

metar nanoparticles as an Addit

#### 研究代表者

中迫 正一(NAKASAKO, Masakazu)

呉工業高等専門学校・機械工学分野・教授

研究者番号:30259923

交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 4,200,000円

研究成果の概要(和文): 本研究では、金属ナノ粒子(銀、銅およびニッケルナノ粒子)を添加した潤滑油のトライボロジー特性および動力伝達性能を明らかにするために、四球試験機による摩耗試験および動力循環式歯車試験機による歯車試験を実施した。

る圏阜武駅を美加した。 摩耗試験では、摩耗特性に及ぼす銅ナノ粒子の効果が認められた。特に、銅ナノ粒子の添加濃度(重量%)が0.2および0.6%の場合、摩耗こん直径は無添加の場合と比べ26~28%減少した。歯車試験では、歯車の耐スカッフィング性能は、銅ナノ粒子の添加により向上した。

研究成果の概要(英文): In this work, to clarify the tribological properties and the power transmitting capacities of lubricating oils with metal nanoparticles (Ag, Cu and Ni nanoparticles) as an additive, a wear test and a gear test were carried out using a four-ball machine and a power-circulating gear machine, respectively.

From the test results in the wear test, the effect of Cu nanoparticles on the wear properties was recognized. Especially, when the additive amount of Cu nanoparticles was 0.2 and 0.6 wt%, the wear scar diameter was reduced by about  $26 \sim 28\%$  compared with the base oil. In the gear test, the scuffing-load capacities of gears increased due to the Cu nanoparticles additive.

研究分野: 工学

キーワード:機械要素 設計工学 トライボロジー

## 1.研究開始当初の背景

近年、金属ナノ粒子の製造技術の進展に伴い、粒子径 10~30nm の各種金属ナノ粒子が製造されている。例えば、ニッケルナノ粒子は、携帯電話やデジタルカメラ等の電極材料として用いられ、金ナノ粒子は発色材料としての研究が進められている。金属ナノ粒子の応用範囲は極めて広く、今後さらに粒子径の微細化が進むものと考えられる。

各種機械部品や歯車表面の研削後における表面粗さ(最大高さ粗さ)は、0.1µm~2µm(100nm~2000nm)程度であり、10~30nmの金属ナノ粒子は金属材料の表面粗さより小さい。そのため、潤滑油に添加した金属ナノ粒子は、接触面に混入し擬似的に表面粗さを向上させることが期待できる。さらに、銀、銅などの金属ナノ粒子は熱伝導率が高く、表面改質層と同様に作用し、接触面の摩擦熱を拡散させることが期待できる。

本研究は、これまで実施してきた表面改質による金属材料の摩擦・摩耗特性や歯車のスカッフィング性能向上に関する知見を踏まえて、金属ナノ粒子を潤滑油に添加し、高速・高荷重条件下で運転される動力伝達用歯車装置に適応可能である金属ナノ粒子含有潤滑油の開発を目指すものである。

#### 2.研究の目的

(1)市販の無添加タービン油に対して、銀、銅、ニッケル金属ナノ粒子を添加し、四球試験機を用いた摩耗試験を行い、金属材料の摩擦係数、温度上昇および摩耗特性に及ぼす金属ナノ粒子の効果を解明する。特に、複数の添加濃度(重量%)について実験を行い、各種金属ナノ粒子の最適添加濃度を明らかにする。

(2)金属ナノ粒子を添加した潤滑油について、動力循環式歯車試験機を用いたスカッフィング試験を行い、歯車のスカッフィング損傷に対する金属ナノ粒子の効果を明らかにする。

## 3.研究の方法

#### (1)摩耗試験

## 試験球

試験球としては、直径が 12.7 mm の市販の軸受鋼 SUJ2 鋼球を使用した。試験球のマイクロビッカース硬さは、約 800 HV (ロックウェル硬さ HRC 64)である。また、試験球表面の算術平均粗さは  $R_a$   $0.04 \mu \text{mm}$  であった。

### 潤滑油

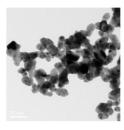
潤滑油としては無添加タービン油(ISO-VG46)を使用した。潤滑油に添加する金属ナノ粒子としては、銀、銅、ニッケル金属ナノ粒子を使用した。図1に各金属ナノ粒子の透過型電子顕微鏡(TEM)写真を示す。

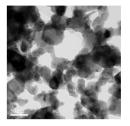
表1に各金属ナノ粒子の諸特性を示す。金属ナノ粒子の平均粒子直径(酸化膜を含む)は、銀ナノ粒子23.8nm、銅ナノ粒子29.4nm、

ニッケルナノ粒子 5.9nm であり、ニッケルナノ粒子の場合が最も小さい。

本実験では、各金属ナノ粒子の添加濃度が 摩耗特性に及ぼす影響を検討するため、各金 属ナノ粒子の添加濃度(重量%)を0.2%、0.6% および1.0%に設定した。また、無添加のター ビン油についても同様の試験を行い、実験結 果の比較・検討を行った。

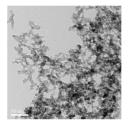
なお、潤滑油の分散には、小型デジタル超音波ホモジナイザーを使用した。





(a)銀

(b)銅



50 nm

(c)ニッケル

## 図1 金属ナノ粒子の透過型電子顕微鏡写真

表1 金属ナノ粒子の諸特性

材質		銀	銅	ニッケル
平均粒子直径	nm	23.7	28.7	4.9
比表面積	$\rm m^2/g$	24.2	23.4	136.6
酸化膜		Ag <sub>2</sub> O	CuO	NiO
酸化膜厚さ	nm	0.1	0.6	1.1
平均粒子直径	nm	23.8	29.4	5.9

酸化膜を含む平均粒子直径

## 試験機および試験条件

図2に摩耗試験に使用した四球式摩擦摩耗 試験機(最大回転数 3000rpm、最大垂直荷重 10kN)を示す。垂直荷重は固定球の入った潤 滑容器に油圧を加えて与え、垂直荷重測定用 ロードセルにより測定した。運転中における 摩擦力の変動は、摩擦力測定用ロードセルに より測定した。

試験は回転球の約1/3がつかる油浴潤滑の状態で行い、この場合の油量は約20mLであった。運転中の潤滑油の温度は、容器の下部の3個の固定球に囲まれた空間の中央に設置した熱電対(Kタイプ)で測定した。

表 2 に試験条件 (ASTM D4172)を示す。摩 耗試験は潤滑油の温度 75 、回転球の回転数 1200 rpm (滑り速度 V 0.46m/s) 垂直荷重 392N (40kgf) 一定とし、60min 運転した。試 験球の摩耗特性に関しては、試験終了後の固 定球に生じた摩耗こん直径により評価した。



図 2 四球式摩擦摩耗試験機

表 2 摩耗試験条件

試験球の直径	$d_0$	mm	12.7
垂直荷重	P	N	392
ヘルツ接触応力	$\sigma$	GPa	3.4
ヘルツ接触円の直径	d	mm	0.3
回転数	n	rpm	1200
すべり速度	V	m/s	0.46
潤滑油温度	$\theta$		75
運転時間	t	min	60

## (2) 歯車試験

## 試験歯重

試験歯車の諸元を表 3 に示す。歯車の材質としてはクロムモリブデン鋼 (SCM415H)を用いた。試験歯車は 900 で 2.5h ガス浸炭を行い、1.5h 拡散した。その後、800 で油焼入れし、180 で 2h 焼戻した。歯面の仕上げは、熱処理後、ライスハウア研削を施しており、歯形精度は JIS1 級である。表面のマイクロビッカース硬さは約 850HV であり、大・小歯車の歯形方向に沿った表面粗さは約  $2.5 \mu m R_v$  であった。

表3 試験歯車の諸元

			小歯車	大歯車	
歯数	z	-	18	40	
中心距離	a	mm	116		
モジュール	m	mm	4		
圧力角	$\alpha_0$	deg	20		
歯幅	B	mm	10		
有効歯幅	$B_f$	mm	4		
バックラッシ	$S_n$	mm	0.25		
ピッチ円直径	$d_0$	mm	72	160	
歯先円直径	$d_1$	mm	80	168	
かみ合い長さ	l	mm	19.15		
かみ合い率	$\varepsilon$	-	1.62		
歯形			標準		

#### 潤滑油

潤滑油としては摩耗試験の場合と同様に無添加タービン油(ISO-VG46)を使用した。 潤滑油に添加する金属ナノ粒子としては、銅ナノ粒子を使用した。

試験機およびスカッフィング試験条件

表 4 にスカッフィング試験条件を示す。試験は図 3 に示す動力循環式歯車試験機を用いて、小歯車の回転数 n を 6000 rpm 一定として、単位歯幅当たりの垂直荷重  $P_n$  を、スカッフィングが発生するまで段階的に増加させた。この場合、歯面の瞬間温度上昇 $\theta_f$  (最高値)の計算値が、 $100 \sim 950$  まで 50 ずつ上昇するように、各試験段階 ( $P1 \sim P18$ )の歯面荷重  $P_n$  を設定した。瞬間温度上昇の計算には、三次元熱流の場合の放物線状移動熱源による温度上昇式を用いた。

給油方法としては、大歯車の最下位の歯たけの約2倍がつかる油浴潤滑とした。この場合の油量は約2.7Lであった。

各潤滑油とも試験開始時の油温が 50±3 になるよう、歯車箱に設置したヒータを自動 温度調節器により加熱・制御した。

大歯車の本体温度に関しては、歯の側面のピッチ円上の中央に直径 2mm、深さ 2.5mm の穴をあけて熱電対を埋込み、スリップリングにより熱起電力を取り出して測定した。歯車騒音に関しては、試験歯車箱の正面中央から約 20cm 離れた位置にコンデンサマイクロホンを設置して、精密騒音計を用いて歯車騒音を測定した。歯車箱の振動加速度に関しては、試験歯車箱の側面に取り付けた加速度検出器により検出し、歯車騒音と同様に、FFT アナライザにより周波数分析を行なった。

表 4 スカッフィング試験条件

			小歯車	大歯車	
回転数	n	rpm	6000	2700	
ピッチ点の周速度	V	m/s	22.6		
試験段階			P1 ~ P18		
瞬間温度上昇	$\theta_{\!\scriptscriptstyle f}$		100 ~ 950		
歯面荷重	$P_n$	N/mm	155 ~ 3151		
ヘルツ接触応力	$\sigma$	GPa	0.81 ~ 3.66		
運転時間	t	min	10		
潤滑油温度	$ heta_{oil}$		$50 \pm 3$		



図3 動力循環式歯車試験機

#### 4. 研究成果

#### (1) 摩耗試験による実験結果

図4に摩耗試験により3個の固定球に生じた摩耗こん直径の測定結果を示す。摩耗こん 直径の測定は測微顕微鏡を用いて測定した。

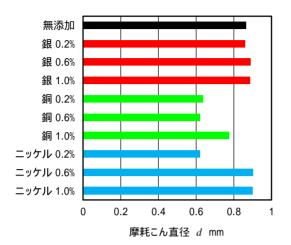
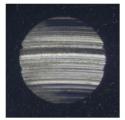
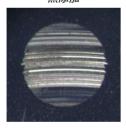


図4 潤滑油の種類と摩耗こんの関係

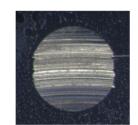
500μm



無添加



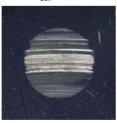
銀 0.2%



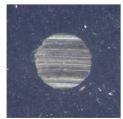
銀 1.0%



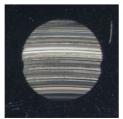
銅 0.2%



銅 1.0%



ニッケル 0.2%



ニッケル 1.0%

図5 摩耗こんの光学顕微鏡写真

なお、摩耗試験は各潤滑油に対して3回以上 実施しており、各試験の摩耗こん直径の差が 0.06mm 以内である結果の平均値を示す。

無添加タービン油の場合の摩耗こん直径は 0.86mm となった。銀ナノ粒子を添加した場合、摩耗こん直径は 0.86~0.89mm であり、摩耗特性に及ぼす銀ナノ粒子の効果はほとんど見受けられない。

次に、銅ナノ粒子を 1.0%添加した場合、摩耗こん直径は 0.77mm となり、摩耗こん直径は約 10%減少した。また、銅ナノ粒子を 0.2%および 0.6%添加した場合においては、摩耗こん直径は  $0.62 \sim 0.64$ mm となり、摩耗こん直径は約  $26 \sim 28\%$ 減少した。本実験結果より、銅ナノ粒子は摩耗特性の改善に有効な金属ナノ粒子であり、その添加濃度は  $0.2\% \sim 0.6\%$ が最適であることが明らかになった

一方、ニッケルナノ粒子の場合、ニッケルナノ粒子を 0.6%および 1.0%添加した場合では、摩耗特性に及ぼすニッケルナノ粒子の効果はほとんど見受けられない。しかしながら、ニッケルナノ粒子を 0.2%添加した場合、摩耗こん直径は 0.62mm に減少(約 28%減少)しており、摩耗特性に及ぼすニッケルナノ粒子の効果は、添加濃度に大きく依存することが明らかとなった。

一例として、図5に無添加タービン油、添加濃度が0.2%および1.0%の場合の銀、銅、ニッケルナノ粒子の場合の摩耗こんの光学顕微鏡写真を示す。銅およびニッケルナノ粒子を0.2%添加した場合の摩耗こんは無添加タービン油の場合と比べて著しく減少しており、摩耗特性に及ぼす金属ナノ粒子の効果が認められる。

# (2) 歯車試験による実験結果 図6にスカッフィング発生後の歯面の光学



大歯車 (無添加)



小歯車(無添加)



大歯車(銅 0.2%)



小歯車(銅 0.2%)

図 6 歯面の光学顕微鏡写真

顕微鏡写真を示す。無添加タービン油の場合、 試験段階 P-12 でスカッフィングを発生し、 スカッフィング限界荷重(スカッフィングを 発生した単位歯幅当たりの垂直荷重)は 1895N/mm であった。一方、銅ナノ粒子を 0.2% 添加した場合のスカッフィング限界荷重は 2093N/mm となり、無添加タービン油の場合の 限界荷重と比べて約 200N/mm 増加しており、 歯車の耐スカッフィング性能に及ぼす銅ナノ粒子の効果が認められた。

なお、銅ナノ粒子を添加した潤滑油の運転中における歯車騒音および歯車箱の振動加速度は、無添加タービン油の場合とほぼ等しく、歯車の運転性能に及ぼす銅ナノ粒子の効果はほとんど認められなかった。

### (3)研究総括

本研究では、金属ナノ粒子を添加した潤滑油について,四球式摩擦摩耗試験機による摩耗試験および動力循環式歯車試験機によるスカッフィング試験を行った結果、以下のことが明らかとなった。

摩耗試験では、銅ナノ粒子が摩耗特性の改善に有効な金属ナノ粒子であり,その添加濃度は 0.2% ~ 0.6%が最適であることが明らかになった。また、ニッケルナノ粒子の摩耗特性は,添加濃度に大きく依存することが判明した。

歯車試験では、銅ナノ粒子を添加した潤滑油のスカッフィング限界荷重(2093N/mm)は、無添加タービン油の場合の限界荷重(1895N/mm)と比べて約200N/mm増加しており,歯車の耐スカッフィング性能に及ぼす銅ナノ粒子の効果が認められた。

おわりに、金属ナノ粒子含有潤滑油はその 歴史が浅く、金属ナノ粒子がトライボロジー 特性に及ぼすメカニズムに関する知見が極 めて乏しい。引き続き、高速・高荷重条件下 で運転される動力伝達用歯車装置に適応可 能である金属ナノ粒子含有潤滑油の開発を 追究する予定である。

## 5. 主な発表論文等

# [雑誌論文](計2件)

ISBN 9788890818509

中迫正一、鎌倉諒、柿原大毅、金属ナノ 粒子含有潤滑油の摩耗特性、日本設計工 学会中国支部講演論文集、査読無、No.30、 2013、pp.17-20、

http://jglobal.jst.go.jp/detail.php? JGLOBAL\_ID=201302256833275223

<u>中迫正一</u>、柿原大毅、鎌倉諒、富岡信彦、 Effect of Nanoparticles on Wear Properties of Lubricating Oils (Case of Ag, Cu and Ni Nanoparticles) 、 5th World Tribology Congress (WTC 2013)、查読有、Paper No.297、2013、

#### 6. 研究組織

## (1)研究代表者

中迫 正一(NAKASAKO MASAKZU) 呉工業高等専門学校・機械工学分野・教授 研究者番号:30259923