

科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和 6 年 5 月 13 日現在

機関番号：12401

研究種目：若手研究

研究期間：2021～2023

課題番号：21K14065

研究課題名（和文）複合添加剤によるナノテクスチャ構造の自律形成手法の開発

研究課題名（英文）Development of self-assembly method of nano-textured films on metal surface using lubricant additives

研究代表者

田所 千治（Tadokoro, Chiharu）

埼玉大学・理工学研究科・准教授

研究者番号：00736770

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,600,000円

研究成果の概要（和文）：本研究では、金属表面と潤滑油との相互作用を利用した低摩擦な潤滑システムの実現を目指して、潤滑油の添加剤により自律的に形成されるnmオーダーの凹凸（自己組織化ナノテクスチャ）表面の作製法の開発を目的とした。自己組織化ナノテクスチャの形成過程の温度依存性を調査するために、温度調整（25-100度）が可能な潤滑膜厚分布計測システムを開発した。吸着型添加剤と反応型添加剤に対して、潤滑膜形成過程の温度依存性をそれぞれ調べるとともに、併用の場合についても調べた。その結果、反応型添加剤を用いて自己組織化ナノテクスチャを形成させる条件を見出すことができた。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究では、転がり軸受の鋼球表面に潤滑油添加剤による潤滑膜が形成する過程を対象とし、機械運転時の面圧・速度・温度条件にて高精度の膜厚分布計測を可能にした。これまで観測が不可能とされていた添加剤による潤滑膜の形成過程が、本研究により開発した潤滑膜厚の「その場」計測システムを用いることで、温度の影響についても捉えることが可能となった。本研究で対象とする自己組織化ナノテクスチャだけでなく、一般的な潤滑油の潤滑メカニズムの解明にも貢献できる点において学術的重要性が見られる。また、本研究における自己組織化ナノテクスチャを活用する新規潤滑油の研究開発は、機械の高効率化・長寿命化に貢献する技術に繋がる。

研究成果の概要（英文）：This research aims to develop a self-assembly method of a nano-textured lubricant film formed by lubricant additives to realize a low-friction lubrication system using the interaction between a metal surface and lubricant. To examine the influence of temperature on the formation process of the self-assembled nano-textured film, an apparatus was built to measure the film thickness distribution under rolling contact at various temperature conditions ranging from 25 to 100 degree Celsius. The temperature dependences on the formation process of self-assembled nano-textured films were examined using physical-adsorption type additives, chemical-reaction type additives, or a combination of both. As a result, the conditions for forming a self-assembled nano-textured film using the chemical-reaction type additive were found.

研究分野：トライボロジー、機械工学、振動工学

キーワード：トライボロジー 潤滑油 添加剤 自己組織化 薄膜計測 その場計測 光干渉法

様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

機械可動部では摩擦損失を低減するために潤滑油が用いられている。潤滑油は、主成分である基油と極微量の添加剤から成る。潤滑油が摩擦損失を低減させるのは、摩擦面に潤滑膜を形成させて金属同士の直接接触を妨げるためである。潤滑膜には、基油が流体力学的に作用して形成させる流体膜と、添加剤が金属表面に優先的に吸着して自発的に形成させる自己組織化膜がある。また、自己組織化膜には、添加剤分子がそのまま固体表面に吸着して形成させる吸着膜と、添加剤分子が化学反応して形成させる反応膜とがある。これまで、自己組織化膜は基油との相互作用が弱いと、基油と自己組織化膜が独立して機能する独立型潤滑システムとして見なされてきた。申請者は、添加剤の組合せや使用条件を変えることで、金属表面に nm オーダーの凹凸をもつ自己組織化膜が形成されることを見出した。本研究では、これを自己組織化ナノテクスチャと呼ぶ。自己組織化ナノテクスチャは、基礎試験において基油との相互作用を発現させること、それにより摩擦を低減できることが実証されているが、極薄膜であるため耐久性に乏しいことが課題であった。強固な反応膜を形成させる反応型添加剤を利用し、吸着型添加剤との併用によりナノテクスチャを自律的に形成させることができれば、優れた低摩擦性を低速度・高荷重下においても長期間にわたって維持可能な新規潤滑システムの実現が期待できる。

2. 研究の目的

吸着型添加剤と反応型添加剤は、潤滑膜を金属表面に形成させる温度条件が異なるため、潤滑膜形成に対する温度の影響を調べる必要がある。そこで、本研究では以下2つを研究目的とした。

- (1) 添加剤が形成させる nm オーダーの潤滑膜の凹凸を「その場」計測できる実験を、温度を変えて実施可能な試験装置を開発する。
- (2) 本実験装置を用いて、吸着型添加剤と反応型添加剤が形成させる自己組織化ナノテクスチャに対する温度と組合せの影響を調査する。

3. 研究の方法

(1) 温度調節機能付き高精度膜厚分布計測システムの開発

本研究にて開発した試験装置の概念図を図1に示す。本試験装置は、摩擦を生じさせるための摩擦機構部と潤滑膜厚を計測するための分光分析システムから成っている。摩擦機構部では、転がり軸受に使用される鋼球を用い、ガラス平板と接触させ、摩擦させることができる。摩擦運動には、鋼球とガラス平板を同速度で駆動させる純転がり運動と鋼球のみを駆動させる純滑り運動を選択できる。また、本研究では、鋼球を取り付ける油槽にヒーターを設置して、摩擦面の温度調節(25~100度)を可能にした。また、分光分析システムでは、これまでに開発した0.1 nm分解能で潤滑膜を計測する手法を応用し、摩擦運動に合わせて膜厚分布の計測を可能にした。

(2) 自己組織化ナノテクスチャの形成に対する温度特性と添加剤の組合せの調査

上記の計測システムを用いて、吸着型添加剤にはステアリン酸(SA)に代表される脂肪酸を用い、反応型添加剤にはジアルキルジチオリン酸亜鉛(ZnDTP)を用い、それぞれ単成分における潤滑膜形成に対する温度の影響を調べるとともに、駆動速度や添加剤の組合せの影響についても調べた。

4. 研究成果

上記の研究を実施することで得られた成果を以下に示す。

- (1) 温度調節機能付き高精度膜厚分布計測システムを用いて、SAやZnDTPを添加剤とした潤滑油に対して、潤滑膜形成に対する温度条件や摩擦運動の影響を図2~図4の通りに観測することができた。
- (2) 吸着型添加剤SAを添加剤、ヘキサデカンを基油とした潤滑油を用いて純転がり運動(0.1 mm/s)させながら潤滑膜の膜厚分布を計測した結果、温度が高いほど、潤滑膜の凹凸は全体的に薄く形成されることが確認できた(図2、図3)。ただし、ステアリン酸の融点より高温でも潤滑膜が形成されていることから、ステアリン酸分子が固体表面に物理的に吸着しているのではなく、化学反応を伴ったステアリン酸鉄として固体表面に強固に吸着していると推察される。
- (3) 反応型添加剤ZnDTPを添加剤、ポリ- α -オレフィン(PAO)を基油とした潤滑油を用いた場合、純転がり運動(0.1 mm/s)では高温条件でも反応膜は形成されず、滑り摩擦(0.1 mm/s)を加えることで反応膜が形成されることがわかった(図4)。ZnDTPはパッドライク構造と呼ばれる凹凸を形成させることが知られており、本研究ではZnDTPのアルキル鎖の影響を調べた結果、 μm オーダーの直径で nm オーダーの膜厚の自己組織化ナノテクスチャの形成を確認した。自己組織化ナノテクスチャの成長速度は、滑り摩擦時の駆動速度に依存し、極大値をとることがわかった。吸着性添加剤と反応型添加剤の併用については、今回実施した範囲では、高温条件においても吸着型添加剤の吸着が反応型添加剤の潤滑膜の形成を妨げることがわかった。

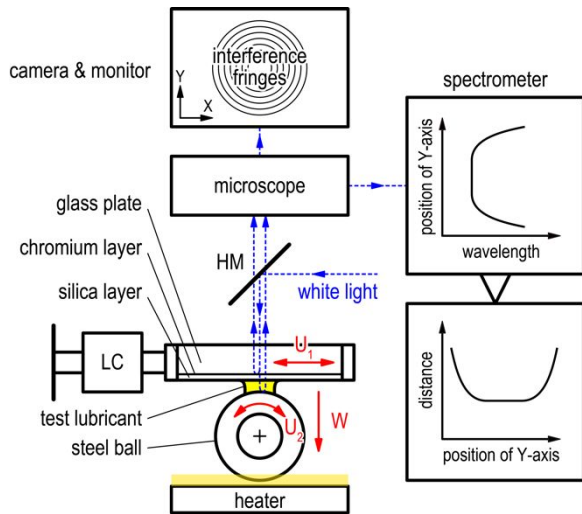


図1 新規開発の温調機能付き高精度膜厚分布計測システム

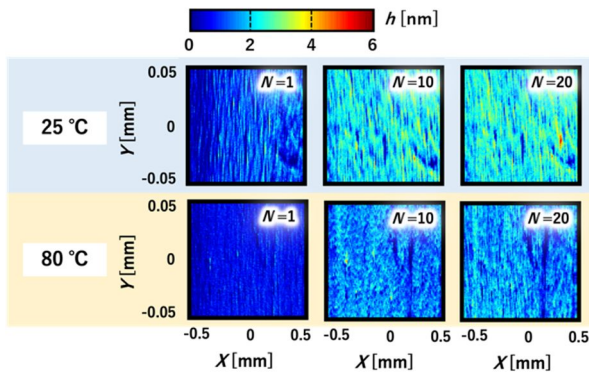


図2 SAの潤滑膜形成に対する温度の影響

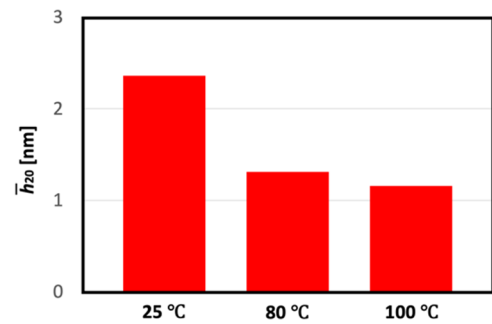


図3 SAの平均膜厚に対する温度の影響

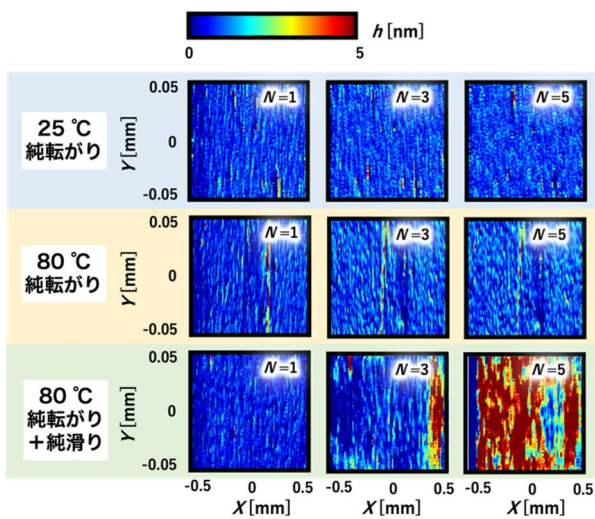


図4 ZnDTPの潤滑膜形成に対する温度と摩擦運転の影響

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計3件（うち招待講演 1件 / うち国際学会 1件）

| |
|-------------------------------|
| 1. 発表者名 土屋巧、長嶺拓夫、鷺津仁志、田所千治 |
| 2. 発表標題 脂肪酸の吸着過程に対する温度の影響 |
| 3. 学会等名 トライボロジー会議2022秋福井 |
| 4. 発表年 2022年 |

| |
|--|
| 1. 発表者名 土屋 巧、田所 千治、長嶺 拓夫 |
| 2. 発表標題 超薄膜光干渉法による脂肪酸吸着膜の成長分布のその場計測 |
| 3. 学会等名 トライボロジー会議2021 秋 松江 |
| 4. 発表年 2021年 |

| |
|---|
| 1. 発表者名 田所 千治 |
| 2. 発表標題 Visualization of boundary film formation by rolling contact scan with ultra-thin film interferometry |
| 3. 学会等名 9th International Tribology Conference, Fukuoka 2023 (招待講演) (国際学会) |
| 4. 発表年 2023年 |

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

| 氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号) | 所属研究機関・部局・職 (機関番号) | 備考 |
|---------------------------|-----------------------|----|
|---------------------------|-----------------------|----|

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8 . 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

| 共同研究相手国 | 相手方研究機関 |
|---------|---------|
|---------|---------|