

# 金属基板／潤滑油界面に形成される添加剤吸着層の XAFS 分析 XAFS Analysis of Adsorbed Additive Layer Formed at Metal/Lubricant Interface

平山朋子<sup>1,\*</sup>, 佐々木悠斗<sup>1</sup>, 増田卓也<sup>2</sup>, 白澤徹郎<sup>3</sup>

<sup>1</sup>同志社大学, 〒610-0394 京都府京田辺市多々羅都谷 1-3

<sup>2</sup>物質・材料研究機構, 〒305-0044 茨城県つくば市並木 1-1

<sup>3</sup>産業技術総合研究所, 〒305-8565 茨城県つくば市東 1-1-1 つくば中央第 5 5-2-2107

Tomoko HIRAYAMA<sup>1,\*</sup>, Yuto SASAKI<sup>1</sup>, Takuya MASUDA<sup>2</sup>, Tetsuro SHIRASAWA<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Doshisha University, 1-3 Miyakodani, Tatara, Kyotanabe, Kyoto 610-0394, Japan

<sup>2</sup>National Institute for Materials Science 1-1 Namiki, Tsukuba, Ibaraki 305-0044, Japan

<sup>3</sup>National Institute of Advanced Industrial Science and Technology

5-2-2107 1-1-1 Higashi, Tsukuba, Ibaraki 305-8565, Japan

## 1 はじめに

近年、自動車をはじめとする各種機械において、更なる低摩擦化への要求が日増しに高まっている。特に自動車においては、2010 年ごろからエンジンオイルの急速な低粘度化が進められており、潤滑状態は極めて厳しいものとなってきている。そのような厳しい境界潤滑状態において、添加剤の最適化、高性能化は喫緊の課題であり、添加剤から成る境界潤滑層の *in-situ* 分析に大きな期待が寄せられてきた。中でも、放射光 X 線や中性子線といった量子ビームを用いた分析はラボ系分析に比べて得られる情報量が格段に多く、特に近年、トライボロジー分野においてもその高い有用性が認知され浸透しつつある。本稿では、PF-AR NW-10A にて行った金属基板／潤滑油界面に形成される添加剤吸着層の XAFS 分析結果に関して報告する。

## 2 研究背景

近年、添加剤最適化に関する具体的な試みの一つとして、モリブデンジチオカルバメート (MoDTC) と無灰系摩擦調整剤 (Friction Modifier (FM)) の併用が検討されつつある。これまで MoDTC は MoS<sub>2</sub> の生成をより促進させるような ZDDP 等の硫黄を含む添加剤と併用することが効果的であるとされてきた。しかしながら著者らのグループにおいて、特に低面圧条件下で MoDTC と無灰 FM との併用が摩擦係数低減に有効であることを確認し、報告してきた[1]。図 1 に、各種添加剤を混入した潤滑油 (本実験ではヘキサデカンを基油としている) を銅表面に滴下してコロイドプローブ AFM を用いて摺動試験を行った後の表面状態を示す。詳細は文献[1]を参照されたいが、領域 A は 210MPa で 1 時間摺動試験を行った領域、領域 B は摩擦係数を測定した領域、領域 C は観察のみとした領域に該当する。これより、MoDTC と無灰 FM (ここではパルミチン酸 (PA)) 併用時は領域 C に柔らかく厚い吸着膜を形成している様子が見て取れる。また、領

域 A において MoS<sub>2</sub> と思われる層の成長は MoDTC 単体使用時より抑制されているものの、領域 A での摩擦係数測定結果は併用時が最も低いという結果が得られた。ここで、MoDTC と無灰 FM の併用時に観察された領域 C での厚い吸着膜がキーとなると推察されるが、基板をヘキサソールでリンスして XPS 分析を行ったところ、吸着膜は洗い流され、MoS<sub>2</sub> と MoO<sub>3</sub> のみしか検出されなかった。

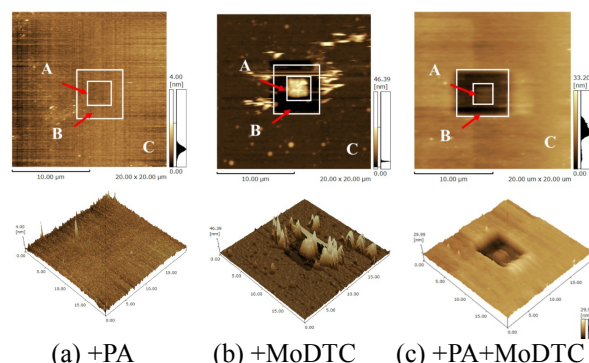


図 1: コロイドプローブ AFM で観察した摺動試験後表面の 3D プロファイル。基板は銅とし、基油にはヘキサデカンを用いている。

## 3 実験結果

以上のようにヘキサソールリンス後の *ex-situ* 分析では吸着膜の化学構造の同定が困難であったことから、固液界面の *in-situ* XAFS (X 線吸収微細構造分析) により Mo-K の吸収端プロファイルの取得を試みることにした。今年度はリファレンスとなる標準試料の XAFS プロファイルの取得を目的として、MoS<sub>2</sub> と MoO<sub>3</sub> ペレットを用意し、ビームラインに取り付けて X 線を照射した。得られた EXAFS プロファイルをフーリエ変換したものを図 2 に示す。これより、両者ともに比較的良好なプロファイルが取得できたが、MoO<sub>3</sub> に関してはフィッティングと実験結果に多少ずれが生じた。現在、リファレンスとなる標準試料を増やして固液界面に形成される境界潤滑層の

化学構造同定に取り組んでおりその結果が待たれるが、液中であっても固液界面に存在する反応生成物の化学構造を同定し得る点で、今後境界潤滑層による潤滑メカニズムの解明に *in-situ* XAFS の活用はますます広範化するであろうと期待される。

#### 参考文献

- [1] 平山朋子, MoDTC と無灰 FM の併用系における固液界面構造とナノトライボロジー特性, 潤滑経済 632 (2017) 10-16.

\* thirayam@mail.doshisha.ac.jp

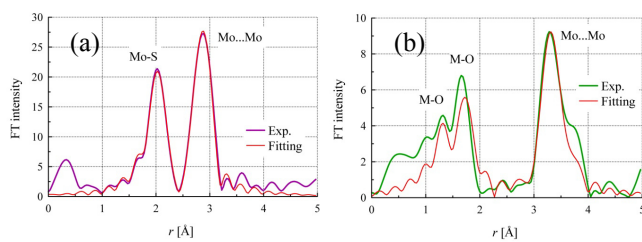


図 2 : 得られた EXAFS プロファイルをフーリエ変換したもの。(a) MoS<sub>2</sub> ペレット (標準試料)、(b) MoO<sub>3</sub> ペレット (標準試料)。