

ポリアルキルメタクリレート添加潤滑油のナノすき間におけるずり粘弾性の温度依存性

Temperature Dependence of Shear Viscoelasticity of Polyalkylmethacrylate-Added Lubricants in Nano Gaps

名大(院)・工(学) *野末 拓海, 名大・工(兼) JST さきがけ(正) 伊藤 伸太郎,

名大(院)・工(学) 大久保 尚哉, 名大・工(正) 福澤 健二,

名大・工(兼) JST ACT-X(正) 東 直輝, 名大・情(正) 張 賀東

Takumi Nozue¹, Shintaro Itoh^{1,2}, Naoya Okubo¹, Kenji Fukuzawa¹, Naoki Azuma^{1,3}, Hedong Zhang¹

¹Nagoya University, ²JST PRESTO, ³JST ACT-X

1. はじめに

自動車の燃費向上のために潤滑油の低粘度化が進んでいる¹⁾。潤滑油が低粘度化すると負荷容量が小さくなるため、しゅう動すき間が狭小化して摩耗や焼き付きが発生しやすい。そこで潤滑油の低粘度化を達成しつつ、境界潤滑状態における低摩擦化技術の発展が喫緊の課題となっている。先行研究において、潤滑油に高分子を添加すると境界潤滑状態での摩擦が低減することが報告された^{2,3)}。高分子添加剤は粘度の温度依存性を変化させる粘度指数向上剤としての役割が知られている。一方で、低摩擦化においては表面に吸着した高分子が寄与することが想定され、潤滑設計のためにはその力学物性や吸着形態の解明が必須である。著者らはこれまでの研究において、独自に開発したナノレオロジー計測法であるファイバーウォーリング法(FWM)⁴⁾を応用し、高分子吸着膜の力学物性(ずり粘弾性)の定量化に成功した⁵⁾。本研究ではFWMに試料加熱ステージを導入し、ポリアルキルメタクリレート添加潤滑油を対象として、ナノすき間におけるずり粘弾性の温度依存性の測定を目的とした。

2. 供試試料

基油(Gr.III 鉛油)にポリアルキルメタクリレート(PAMA)を2wt%で添加した潤滑油を用いた。PAMAの分子量は90000のものを用いた。基板にはシリコン基板にステンレス薄膜(膜厚約60 nm)をスパッタコートしたものを用いた。ステンレス表面の最小二乗表面粗さはシリコン基板と同程度の0.2-0.3 nmであった。

3. ずり粘弾性の測定法

測定装置の概略をFig. 1に示す。FWMでは先端を球形状に加工した光ファイバをしゅう動子として利用する。プローブ先端球の半径は約100 μm、長さは約2 mmである。ピエゾ素子によりファイバを正弦波加振して基板上の潤滑油をしゅう動し、その時の先端の振幅・位相変化を光学的に検出することで、プローブ先端と基板間のナノすき間に介在する潤滑油のずり粘弾性を測定できる。プローブ先端と基板表面間のしゅう動すき間は、光干渉計により約1 nmの精度で測定できる。基板表面の反射光とプローブ・潤滑油界面の反射光との干渉光強度をフォトダイオードで検出してすき間を測定する。またすき間の調整にはピエゾステージを用いる。

プローブ加振の周波数は1 kHz、振幅は50 nmとした。基板上に試料となる潤滑油を滴下し、プローブ先端を潤滑油に挿入して加振を開始した。潤滑油の液量はプローブ先端の球部分のみが完全に浸漬する程度に調整した。加熱ステージで昇温を開始して設定温度に達した後、しゅう動すき間を一定の速さ(約10 nm/s)で狭小化した。その過程でのプローブ先端の振動振幅と位相遅れをロックインアンプにより測定した。これらの測定結果から試料油のずり粘弾性のすき間依存性を評価した。加熱温度は25°C~100°Cの範囲で一定値に設定した。本研究ではずり粘弾性として複素粘度 $\eta' - i\eta''$ を測定した。複素粘度の実部 η' は粘性を、虚部 η'' は弾性を表す。複素粘度の算出に用いた力学モデルはこれまでの研究と同じであり、詳細については文献4)を参照されたい。

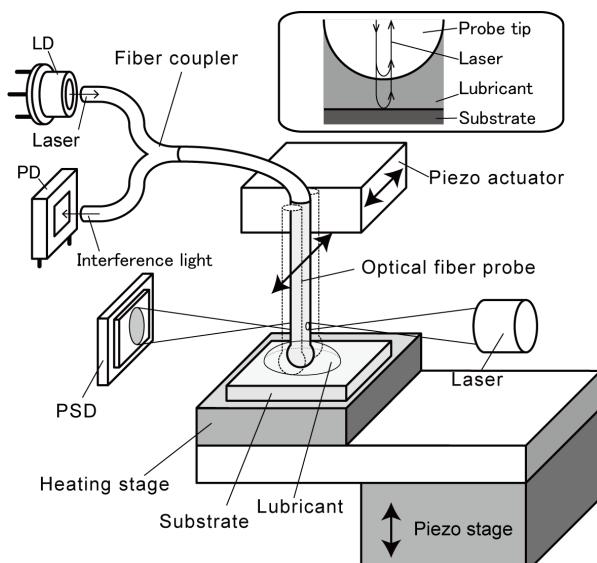


Fig. 1 Schematic of fiber wobbling method equipped with heating stage. Inset shows the schematic of light interference at sliding interface for the gap measurement.

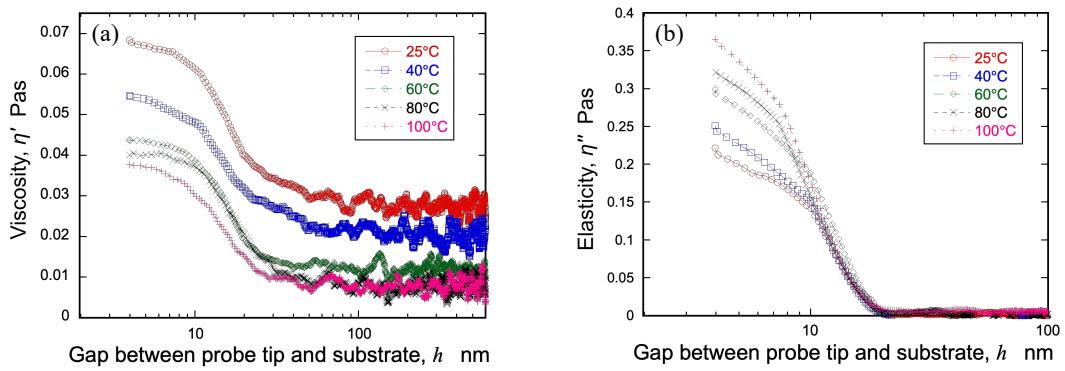


Fig. 2 Gap dependence of (a) viscosity and (b) elasticity measured at temperatures of 25, 40, 60, 80, 100°C.

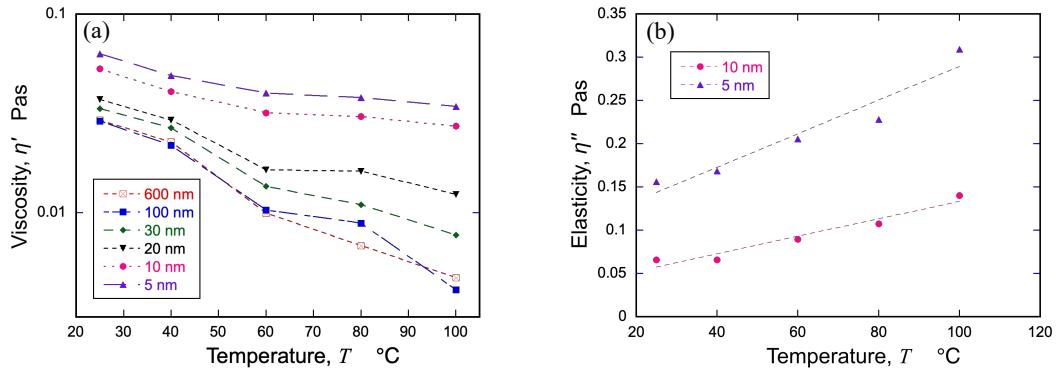


Fig. 3 Temperature dependence of (a) viscosity and (b) elasticity at representative nano gaps.

4. 測定結果と考察

加熱温度 25, 40, 60, 80, 100°Cに設定して測定した複素粘度 $\eta' - i\eta''$ のすき間依存性を Fig. 2 (a)(b)に示す。100 nm 以下のすき間領域において、すきまの狭小化に伴い η' と η'' がともに急増した。これらは基板表面に吸着した PAMA に起因するものと考えられる⁵⁾。いずれの加熱温度においても、ほぼ同じすき間領域で粘弾性の上昇が見られたことから、100°Cにおいても吸着膜は表面から脱離しなかったことが分かる。バルク状態の潤滑油に添加した PAMA は温度上昇に伴って膨潤することが知られている。これに対して吸着膜のすり粘弾性が測定されたすき間領域は温度に依存しなかった。このことから表面吸着により高分子鎖の変形が抑制され、加熱時においても吸着膜は膨潤しなかったと考えられる。

Fig. 2 の結果から代表的なすき間における粘性と弾性を温度に対してプロットしたものをそれぞれ Fig. 3(a)(b)に示す。粘度の温度依存性についてみると、比較的広い 500 nm のすき間においては、25°Cから 100°Cまで温度が上昇すると、粘度は約 85%減少したが、5 nm のすき間では粘度低下率は約 46%であった。すなわち PAMA 吸着膜では温度上昇に伴う粘度低下がバルク状態に比べ抑制されたといえる。一方、弾性 η'' は温度に比例して増加した。この結果より、表面吸着した高分子鎖には自由に運動できる部分があり、それがせん断により引き伸ばされてエントロピー弾性（ゴム弾性）を発現した可能性が考えられる。すなわち高分子鎖の吸着点がバルクのゴム材の架橋に相当する働きをする可能性がある。

5. まとめ

加熱ステージをFWMに導入し、ナノすき間における高分子添加潤滑油のすり粘弾性の温度依存性計測に成功した。加熱温度100°Cにおいても、表面には高分子吸着膜が形成され、その力学特性がナノすき間において支配的であることを明らかにした。さらに高分子吸着膜の粘性は温度依存性が小さく、弾性はエントロピー弾性をもつ可能性が示唆された。

謝辞

本研究は JST さきがけ JPMJPR2092, JSPS 科学研究費補助金 20H02056, ENEOS 株式会社の支援を受けたものである。

文献

- 1) K. Holmberg, P. Andersson, A. Erdemir: *Tribology International*, 47 (2012), pp. 221-234.
- 2) J. Fan, M. Muller, T. Stohr, H. A. Spikes: *Tribology Letters*, 28 (2007), pp. 287-298.
- 3) 田川・村木: トライボロジスト, 60 (2015), pp. 342-348.
- 4) S. Itoh, Y. Ohta, K. Fukuzawa, H. Zhang: *Tribology International*, 120 (2018), pp. 210-217.
- 5) 大久保・伊藤・福澤・張・東, トライボロジーカンファレンス 2021 春東京予稿集, E25.