

ナノサイズ二硫化モリブテンの添加剤への応用
Nanometer-size MoS₂ for Oil and Grease Additives

DIC (正) *小寺 史晃 DIC (非) 大道 浩児 DIC (正) 松枝 宏尚 DIC (非) 袁 建軍

Fumiaki Kodera, Koji Omichi, Hironobu Matsueda, Yuan Jianjun

DIC Corporation

1. 緒言

高温・高圧のしゅう動下では、相対する金属が直接接触し、摩擦や摩耗が大きくなる。これらを防ぐ目的で、潤滑油には様々な添加剤が配合される¹⁾。二硫化モリブテンは、しゅう動面においてへき開することで耐摩擦性と耐摩耗性を向上できるため、古くから用いられてきた固体潤滑剤である。市販されている二硫化モリブテン（マイクロサイズ MoS₂）は鉱山で採鉱された後、粉碎・分級工程を経て粒子サイズが調整されている。最も多く流通しているのはマイクロメートルサイズの粒子であり、サイズが 1μm 未満のものはごく僅かである。そのため、微細粒子が求められるアプリケーションでの使用は限定的であった。今回我々は独自の手法で数百ナノメートルサイズの二硫化モリブテン（ナノサイズ MoS₂）を人工的に合成する手法を開発した。本研究では、ナノサイズ MoS₂ の粒子形状解析及び、オイル又はグリースに添加した際の摩擦摩耗特性について検討した。

2. 方法

ナノサイズ MoS₂ とマイクロサイズ MoS₂ の粒子形状は日本電子株式会社製の透過電子顕微鏡 (TEM) と Oxford Cypher-ES 社製の原子間力顕微鏡 (AFM) を用いて観察した。

粒度分布は、ナノサイズ MoS₂ を添加したアセトン溶液に超音波処理を行った分散液を作成したのち、マイクロトラック社製の湿式粒度分布径を用いて測定した。

エンジンオイル添加剤としての評価では、動摩擦係数測定を行った。市販のエンジンオイル（粘度 0W-8）にナノサイズ MoS₂ を 300ppm になるように添加したのち、超音波処理を行って得られたナノサイズ MoS₂ 分散エンジンオイルの動摩擦係数を、オプチモール社製の SRV 試験機を用いてシリンダーオンディスク方式で 40℃ から 120℃ まで 10℃ 毎に 15 分間測定した。

グリース添加剤としての評価では、しゅう動痕の観察を行った。市販のリチウムグリースにナノサイズ MoS₂ をそれぞれ 0.1%、0.3%、1%、3% 添加し、得られたナノサイズ MoS₂ 添加グリースの動摩擦係数をオプチモール社製の SRV 試験機を用いてボールオンディスク方式で測定した。また、動摩擦係数測定後のディスクをキーエンス社製のレーザー顕微鏡 VK-X250 を用いて観察し、しゅう動痕の形状と算術平均粗さ Ra を評価した。

3. 結果と考察

○ ナノサイズ MoS₂ の粒子形状解析

ナノサイズ MoS₂ とマイクロサイズ MoS₂ の TEM 像を Table 1 に示す。マイクロサイズ MoS₂ は分級工程を経て 1μm 未満のサイズに調整されたものであるため、600nm 前後の粒子が多く含まれるが、1μm 以上の粗大粒子も存在していることが確認できた。これに対してナノサイズ MoS₂ には粗大粒子が存在せず、250nm 前後の粒子が多く観察された。

ナノサイズ MoS₂ の粒度分布測定結果を Fig. 1 に示す。粒径中心値 (D50) は 251nm であり、シャープなガウシアン型の粒度分布を示した。

Figure 2 はナノサイズ MoS₂ の AFM 像である。同図の A-B 断面プロファイルからナノサイズ MoS₂ 粒子の厚みを計測したところ、約 10nm であった。

以上より、ナノサイズ MoS₂ は、粒径中心値が 251nm で粒度分布が狭く、厚みが約 10nm のシート状微粒子であることが確認できた。

Table 1 TEM images of nanometer-size MoS₂ and micrometer-size MoS₂

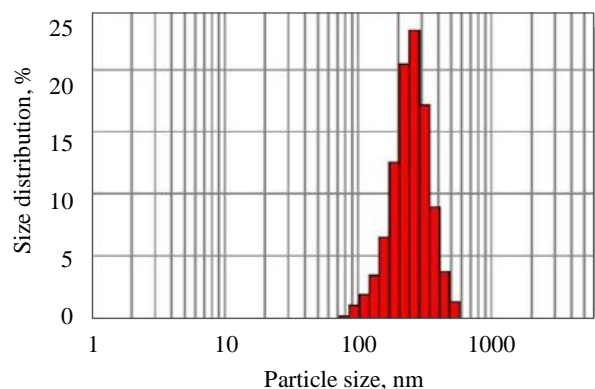
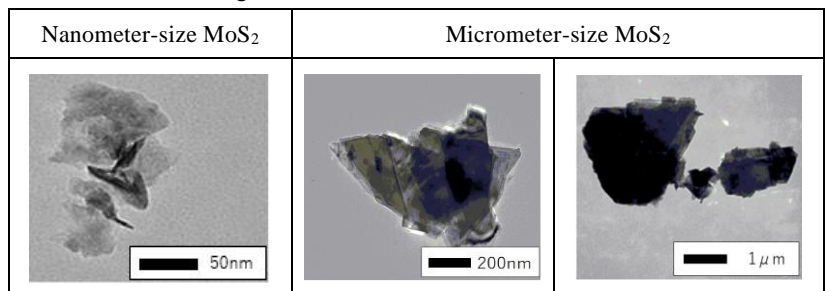


Fig. 1 Particle size distribution of nanometer-size MoS₂

○ナノサイズ MoS₂分散エンジンオイルの動摩擦係数

ナノサイズ MoS₂分散エンジンオイルと市販エンジンオイルの SRV 試験結果を Fig. 3 に示す。測定の初期においてナノサイズ MoS₂分散エンジンオイルは市販エンジンオイルに比べて動摩擦係数が小さくなった。これは、極圧性を持つナノサイズ MoS₂がしゅう動初期からしゅう動面に侵入・存在して固体潤滑剤として機能したことを示唆している。

ナノサイズ MoS₂分散エンジンオイルの SRV 試験における測定温度と動摩擦係数の関係を Fig. 4 に示す。測定温度が 80℃以下の領域において、ナノサイズ MoS₂分散エンジンオイルでは、市販エンジンオイルと比較して動摩擦係数が 4%低減した。これは、市販エンジンオイルを用いた場合、含有される有機モリブデン錯体からトライボフィルムが効率的に生成されないため、しゅう動面で金属接触に起因する摩擦の上昇が起きて動摩擦係数が上昇したのに対し、ナノサイズ MoS₂分散エンジンオイルを用いた場合、しゅう動面に侵入したナノサイズ MoS₂が金属同士の直接接触を緩和したことを示唆する。一方、測定温度が 80℃以上の領域では、ナノサイズ MoS₂含有の有無に関わらず動摩擦係数は同一水準であった。これは熱トライボ反応により、有機モリブデン錯体からトライボフィルムが形成されたため、ナノサイズ MoS₂の有無によらずしゅう動面に類似の表面が形成されていることを示唆する。

以上の結果から、ナノサイズ MoS₂は熱トライボ反応を経由せずに固体潤滑剤として機能し、しゅう動面間の動摩擦係数を低減する効果があると考えられる。このため、有機モリブデン錯体と併用することにより、広い温度領域でエンジンオイルの動摩擦係数を低減可能であると期待できる。

○ナノサイズ MoS₂添加グリースの耐摩耗性

SRV 試験後のディスク表面をレーザー顕微鏡で観察し、しゅう動痕の深さ及び形状を解析した結果を Table 2 に示す。ナノサイズ MoS₂の添加量が増加するに従いしゅう動痕が浅くなるとともに、しゅう動方向に沿って発生する鋭利な傷が減少した。これらは、ナノサイズ MoS₂の増加に従ってアブレシブ摩耗が抑制されたことを示唆している。ナノサイズ MoS₂はグリースの耐摩耗性向上に効果的な添加剤であることが期待できる。

Table 2 Laser microscope images of disc surface after SRV testing

Amount of nanometer-size MoS ₂ (%)	0	0.1	0.3	1	3
Depth of scratch (mm)	34.7	26.0	19.8	14.3	12.9
Ra	7.1	5.2	3.1	2.5	2.0

発表当日はナノサイズ MoS₂添加グリースの動摩擦係数及び各種摩擦摩耗試験におけるマイクロサイズ MoS₂との比較についても議論する予定である。

参考文献

- 1) 酒井・高橋・松枝・砂川・宇野・坂田・赤松・酒井, トライボロジスト, 67 (2022) 61-67.

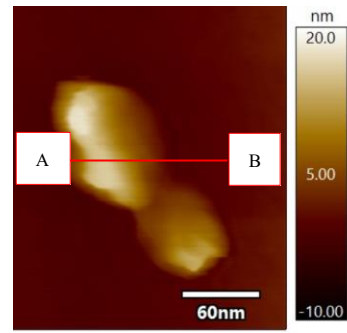


Fig. 2 AFM image of nanometer-size MoS₂

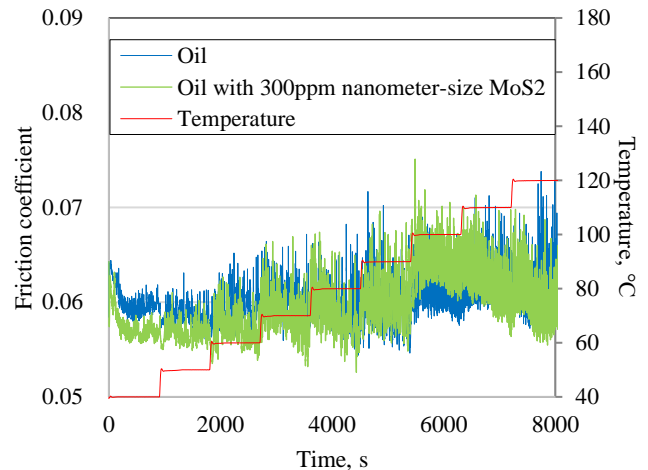


Fig. 3 Measurement results of friction coefficient

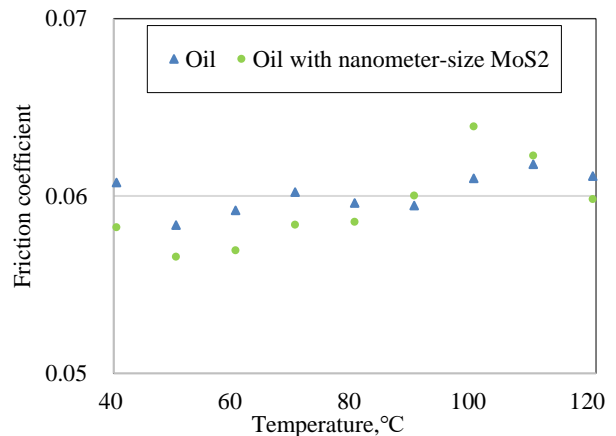


Fig. 4 Temperature dependence of friction coefficient