

表層黒鉛化した複合銅微粒子の潤滑油添加による効果

Composite copper particle with graphitic surface layer used as lubricant additive

兵庫県大・工（正）*松本 直浩 兵庫県大・工（非）牛川 賢俊 兵庫県大・工（非）阪本 徹太
兵庫県大・工（非）前田 樹大 兵庫県大・工（正）木之下 博

Naohiro Matsumoto*, Masatoshi Niegawa, Tetsuta Sakamoto*, Mikihiro Maeda*, Hiroshi Kinoshita*

* University of Hyogo

1.はじめに

環境負荷低減のため、ナノ材料の潤滑油添加が検討されている。境界潤滑下で摩擦界面にナノ材料が侵入することで摺動材料の直接接触を防ぎ摩擦摩耗の改善が期待される¹⁾。なかでも金属ナノ粒子は、摩擦界面での焼結効果により摩擦面に堆積し保護膜を形成することで、高面圧な条件で高い耐摩耗性が得られる²⁾。金属ナノ粒子の合成には、蒸発による気相合成と金属化合物溶液の還元による液相合成が一般に用いられる。一方、木材のミクロな細胞組織を利用してことで、木材の微細構造内部で自己組織的に粒子が形成される³⁾。本手法では、真空を要さずプロセスが比較的シンプルであることから、金属粒子の合成に応用すれば広範な用途で金属粒子の活用が期待される。それに加え、金属の触媒作用により木材組織が黒鉛化し、潤滑性を付与する炭素成分を含有する複合粒子の合成が可能である。

本検討では、スギ木粉を用いて表層黒鉛化した銅微粒子を合成し、PAOへの添加効果を検証した。銅系粒子は、スギ木粉に金属塩水溶液を含侵し、熱処理することで合成した。木材の細孔構造と表面の酸素官能基の存在によって金属イオンを表面にトラップし、加熱により結晶化させた。本プロセスにより得られた金属微粒子表面に黒鉛を含有した黒鉛複合微粒子は、銅の耐摩耗性に加えて、微小な黒鉛層による潤滑効果の発現が期待される。合成した粒子の構造評価は、TEM、SEM、EDX および XRD で行い、得られた粒子の摩擦特性は、PAO4 に混合した潤滑油の往復摺動摩擦試験により評価し、摩擦摩耗特性への効果を検証した。摩擦後の表面はレーザー顕微鏡、SEM および EDX を用いたて評価し、摩擦面での銅微粒子の付着進展挙動と摩擦摩耗特性への影響を検証した。

2. 実験方法

2.1 黒鉛含有銅微粒子の合成

銅系粒子の合成は、スギ木粉へ金属塩水溶液を含浸後、最高 900°C で熱処理することで行った。合成条件を表 1 に示す。4% 硝酸銅水溶液をスギ木粉に含浸し、ろ過・乾燥することで金属塩含浸木粉を得る。窒素フロー中で 400~900°C、1 時間の加熱したのち、空気フロー中で 500°C、2 時間の加熱処理を行い、微粒子を合成した。合成した微粒子の形態観察および構造分析は TEM、SEM、EDX、XRD により行った。

2.2 摩擦特性評価

合成した銅微粒子の摩擦特性評価は、PAO4 に添加した潤滑油の往復摺動摩擦試験により行った。PAO4 に対して銅微粒子 2wt%を添加し、超音波ホモジナイザーにより 30 分間混合したもの用いた。摩擦試験条件を表 2 に示す。ボールおよびプレート材には SUJ2 を使用し、表面粗さはそれぞれ Ra=0.1, 0.5μm を用いた。摩擦条件として、荷重 150N、試験時間を 60min とした。往復摺動時の摩擦係数、および摩擦時間ごとの摩耗体積をレーザー顕微鏡により評価した。摩擦後表面に形成した堆積物の組成を EDX により評価した。

3. 結果と考察

3.1 黒鉛含有銅微粒子の形成

Fig. 1 に合成した黒鉛含有銅微粒子の TEM 像を示す。熱処理温度 400~900°C でほぼ同様な形状の粒子が形成し、その粒径は数 100nm 程度であった。XRD より得られた結晶構造は CuO が主成分であった。また、グラファイトが粒子中に存在し、熱処理温度 900°Cにおいて、わずかに強度の増加が確認された。得られた粒子の TEM 観察から、グラファイトは粒子表層に数 nm の厚さで存在することが確認された。

Table 1 Conditions of copper oxide particles syntheses

Specimens	N400	N800	N900
Impregnation of wood powder in metal salt solution	Concentration of Cu-nitrate solution	10wt% of Cu to wood	
Heating in nitrogen flow	Temp time	400°C 1h	800°C 900°C
Heating in air	Temp time	500°C 2h	

Table 2 Friction test conditions using pin-on-plate reciprocating tribometer

Materials	Ball	SUJ2, diameter: 10mm, Ra: 0.1μm
	Plate	SUJ2, Ra: 0.5μm
Friction conditions	Load	150 N
	Contact pressure	2.5 Gpa
	Maximum sliding velocity	33.3 mm/s
	Reciprocation length	2.0 mm

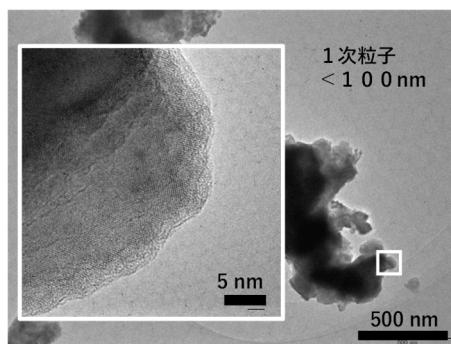


Fig. 1 SEM images of copper-based particles. (a) N400, (b) N800, and (c) N900.

3.2 添加潤滑油の摩擦特性

Fig. 2 に黒鉛含有微粒子を添加した PAO4 の摩擦試験結果を示す。無添加の PAO4 において、摩擦係数は摺動初期のなじみ過程において最大 $\mu=0.6$ 程度の高い値を示し、その後 $\mu=0.2$ 程度で安定化する推移を示したのに対して、粒子を添加した条件ではいずれの添加濃度においても摩擦係数の低下が確認された。PAO4 単独に比べて、初期の高摩擦領域が減少するとともに、5,000 cycle 程度で安定な $\mu=0.1$ 程度に到達した。さらに、高い耐摩耗性が得られており、なじみ後の 5,000 cycle 以降は摩耗が大幅に抑制されることが分かった。CuO による耐摩耗性に加えて、黒鉛による摩擦低減効果が得られたものと考えられる。

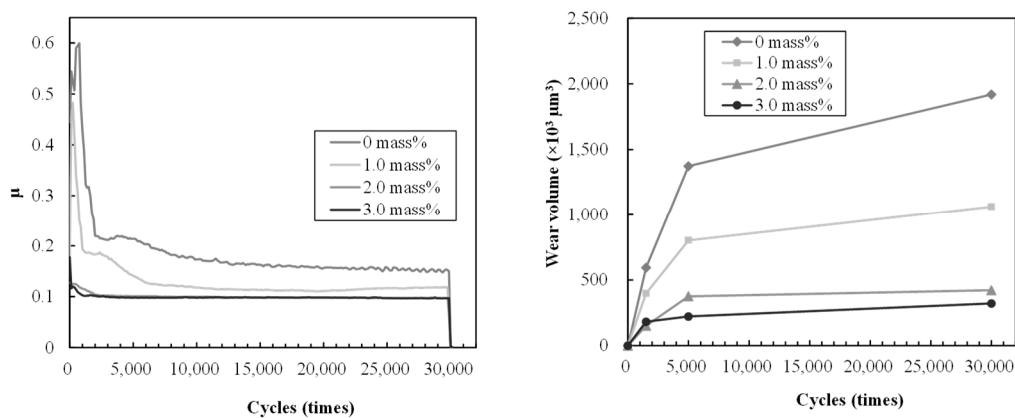


Fig. 2 Friction test results of synthesized copper-based particles added in PAO4.

4 おわりに

木材細胞を利用して CuO 結晶を主成分とする表層黒鉛銅微粒子を合成し、潤滑油への添加効果を検証した。得られた粒子を添加した PAO4 は SUJ2 ペアの高面圧な摩擦条件で優れた摩擦特性を示した。今後は黒鉛含有金属複合粒子の構造の精密制御により、摩擦界面での効果検証を進める。

文献

- 1) L. Rapoport et al.: Inorganic Fullerene-like Material as Additives to Lubricants: Structure–function Relationship, *Wear*, 225 (1999) 975.
- 2) H. Kato & K. Komai: Tribofilm Formation and Mild Wear by Tribo-sintering of Nanometer-sized Oxide Particles on Rubbing Steel Surfaces, *Wear*, 262, 1–2, (2007) 36.
- 3) Fan, T. et al.: Microstructure and Infrared Absorption of Biomorphic Chromium Oxides Tempered by Wood Tissues. *J. Am. Ceram. Soc.*, 89, 11, (2006) 3511.