

硫黄系極圧添加剤から形成するトライボフィルムの構造解析に関する研究

宮島, 慎

<https://hdl.handle.net/2324/4784616>

出版情報 : Kyushu University, 2021, 博士 (工学), 課程博士
バージョン :
権利関係 :



氏 名 : 宮島 慎

論文名 : 硫黄系極圧添加剤から形成する
トライボフィルムの構造解析に関する研究

区 分 : 甲

論文内容の要旨

潤滑油に添加される極圧添加剤は、摩擦面でトライボフィルムと呼ばれる反応膜を化学反応により形成することで、摩擦・摩耗・焼付きを防止する。極圧添加剤にはさまざまな種類があるが、ステンレス鋼の冷間加工に汎用的に使用されてきた塩素系極圧添加剤は発がん性などの問題があり、硫黄系への代替が検討・実施されている。この硫黄系極圧添加剤がトライボフィルムを形成する反応機構は過去から調査されてきているものの、焼付きに対する効果や鋼材の種類による影響についてはいまだに不明点が多い。鋼材の製造プロセスなどへの広範な適用には、この硫黄系極圧添加剤による焼付き抑制のメカニズムを理解する必要がある。

そこで本研究では、硫黄系極圧添加剤から形成するトライボフィルムを対象とし、このトライボフィルムの生成能力や焼付き過程での構造変化について調査した。調査にあたっては、焼付きの直前の様子を捉えられるその場観察が有効と考えられたため、ラマン分光法および放射光 X 線回折法による 2 つのその場観察手法をトライボフィルム解析に適した形に観察システムを設計して適用した。

第 1 章ではトライボロジーで利用されているその場観察手法について紹介し、その中でもその場観察による焼付きメカニズム解析に関する研究事例を詳細に述べた。先行研究での知見および課題を整理することで本論文の位置づけを明確化し、本研究の目的およびその概要を述べた。

第 2 章では、ラマン分光法によるその場観察システムを構築し、摩擦面温度を測定した。サファイアのラマンスペクトルを利用し、温度変化に対するピークのシフト量、ピーク半値幅の変化、そしてストークス散乱光とアンチストークス散乱光との比の変化といった三種類の温度測定手法を提案した。この三種類の手法による測定温度の比較の結果、半値幅やピークシフトによる算出温度は放射温度計で測定された温度と良く一致していた。また、本ラマン分光法による温度測定方法は潤滑油環境でも測定が可能であるため、焼付きやトライボフィルム形成過程の温度をその場で測定できることを示した。

第 3 章では、ラマン分光法によるその場観察でトライボフィルムを検出することが可能かどうか *ex situ* で詳細に検討した。ポリサルファイドと炭素鋼との化学反応の結果形成される FeS_2 トライボフィルムを潤滑油中で検出することができた。これによりトライボフィルムをラマン分光法でその場観察できる可能性を見出した。

第 4 章では、第 3 章での検討を元にして、実際に FeS_2 トライボフィルムを焼付き過程でその場観察した。ポリサルファイドから形成された FeS_2 トライボフィルム自体が焼付きを抑制する様子をラマン分光法で直接捉えた。また、同時に形成するグラファイトが焼付きを抑制していることも判明し、トライボフィルムの主構造である FeS_2 だけではなく、グラファイトも重要であることがわかつ

た．潤滑油が枯渇するまでの時間が長いほど，焼付きに至る遷移時間が長くなったことから，トライボフィルムの形成量や耐久性の向上が焼付き抑制に影響していることが示された．

第 5 章では，鋼種によるトライボフィルムの構造差を調べるため，炭素鋼とステンレス鋼上で形成するトライボフィルムの構造を 4 種類の *ex situ* な手法で多面的に解析した．ステンレス鋼上で形成する FeS_2 からなるトライボフィルムの厚みは炭素鋼の半分であり，内部の構造にも差がみられた．ステンレス鋼では Cr_2O_3 被膜によって鋼からの Fe の拡散が抑制され，トライボフィルムの形成が抑制されていることがわかった．すなわちステンレス鋼ではトライボフィルムの形成が炭素鋼よりも抑えられるために焼付きやすいことを明らかにした．

第 6 章では，焼付き過程でのトライボフィルムと鋼組織の両方の変化を同時に捉えるために放射光 X 線回折法を用いて摩擦面をその場観察した．トライボフィルムの強度は焼付く直前で最大になり，鋼材の残留オーステナイトは焼付き後に加工誘起マルテンサイト変態する様子が捉えられた．さらに，トライボフィルムは焼付き直前の過酷なしゅう動環境で形成しやすいことを直接的な観測で捉えた．

第 7 章では，本論文の総括を行い，また今後の展望について議論した．

以上，本研究は，硫黄系極圧添加剤であるポリサルファイドから形成する FeS_2 トライボフィルムを，主にラマン分光法と放射光 X 線回折法を用いた摩擦面のその場観察によって解析した．トライボフィルムは焼付きの直前の環境で形成しやすいことや焼付きの抑制には同時に形成するグラファイト構造が重要であること，ステンレス鋼ではトライボフィルムの形成が抑制されることを明らかにした．