



極圧剤-清浄分散剤の鋼表面生成被膜のXAFS測定



○堀田 順人, 長瀬 直樹
出光興産株式会社 営業研究所

背景・概要

金属間摩擦を低減するために用いられているエンジン油やトランスミッション油には、摺動部の焼付き防止のため、SP(硫黄リン)系極圧剤が配合されている。このSP系極圧剤は、その他添加剤と組合せることにより、極圧性能が変化することが知られている。その理由は、金属表面に形成される鋼表面生成被膜の違いと考えられているが、未だ不明確な点が多い。そこで、SP系極圧剤を清浄分散剤と組合せた時の極圧性能と鋼表面生成被膜との関係を明らかにすべく、あいちSRのBL6N1とBL7UにおいてXAFS測定を行うことにより、鋼表面生成被膜の分析を行った。

試験片の調整

摩擦試験に使用した供試油の配合を表1に示した。表2に示した試験条件にて、図1に示した摩擦試験を行い、鋼表面生成被膜測定用の試験片を調整した。極圧性能については、摩擦試験後のブロックの摩耗幅を計測して評価した。

表1. 試験供試油

| | 供試油① | 供試油② | 供試油③ | 供試油④ |
|--------|------------------|------|------------------|------------------|
| 基油(鉱油) | 配合 | ← | ← | ← |
| SP系極圧剤 | 配合 ^{a)} | ← | ← | — |
| Ca系清浄剤 | 配合 ^{b)} | ← | ← | — |
| 分散剤 | B無し | — | 配合 ^{c)} | — |
| | B系 | — | — | 配合 ^{d)} |

^{a)}油中のP分: 250ppm, S分: 300ppm ^{b)}油中のCa分: 450ppm
^{c)}油中のN分: 500ppm ^{d)}油中のN分: 500ppm, B分: 100ppm

表2. 摩擦試験条件

| 項目 | 試験条件 |
|------|--------------|
| 試験機 | LFW-1 |
| 荷重 | 1100 [N] |
| 回転速度 | 0.50 [m/sec] |
| 油温 | 110 [°C] |
| 時間 | 30 [分] |

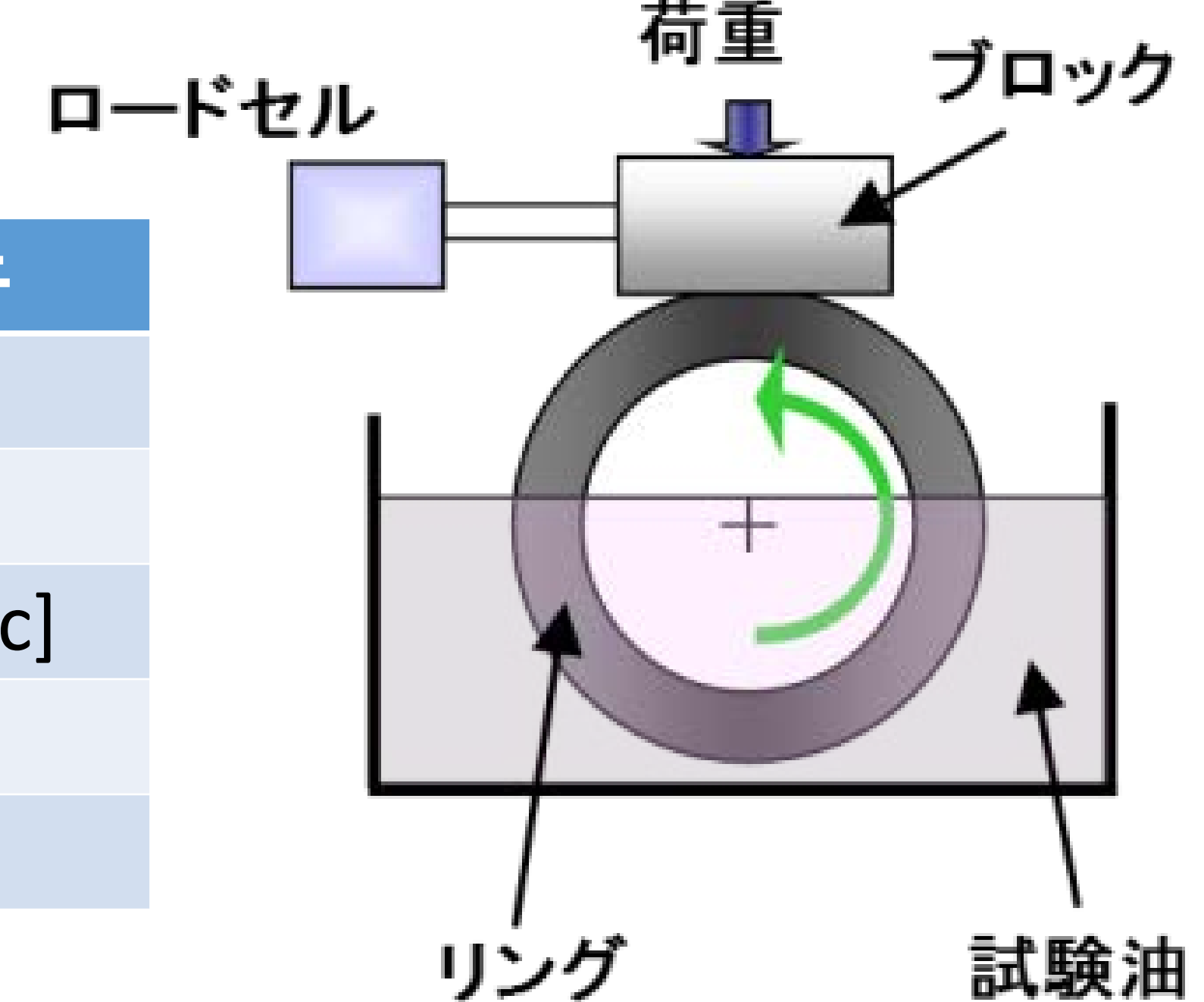


図1. 摩擦試験の概要

XAFS測定法

P K-edgeのXAFSは、あいちSRのBL6N1において、部分蛍光収量法にて測定した。またB K-edgeのXAFSは、同所のBL7Uにおいて、電子収量法により測定した。

測定結果

摩擦試験後のブロックの摩耗幅と摩耗痕の写真を図2に示した。分散剤を含む供試油②と③は、いずれも分散剤を含まない供試油①より摩耗幅が小さく、供試油③は供試油②よりも摩耗幅が小さかった。

摩擦試験後の鋼表面のP K-edgeのXAFS測定結果を図3に示した。いずれの供試油①, ②, ③でもリン酸鉄(FePO₄)類似のスペクトル形状が見られたが、供試油②ではそれに加えリン化鉄(Fe₃P)に特徴的なピークが観測された。この結果は、耐摩耗特性が異なる供試油②と供試油③において、表面生成被膜が異なることを示唆している。

また摩擦試験後のB K-edgeのXAFS測定結果では(図4), 供試油③は分散剤(B系)のみを配合した供試油④と比較し、スペクトル形状が大きく異なった。これは、鋼表面に含まれる分散剤由来のBの結合状態が、SP系極圧剤とCa系清浄剤との共存作用により変化したことを示唆している。

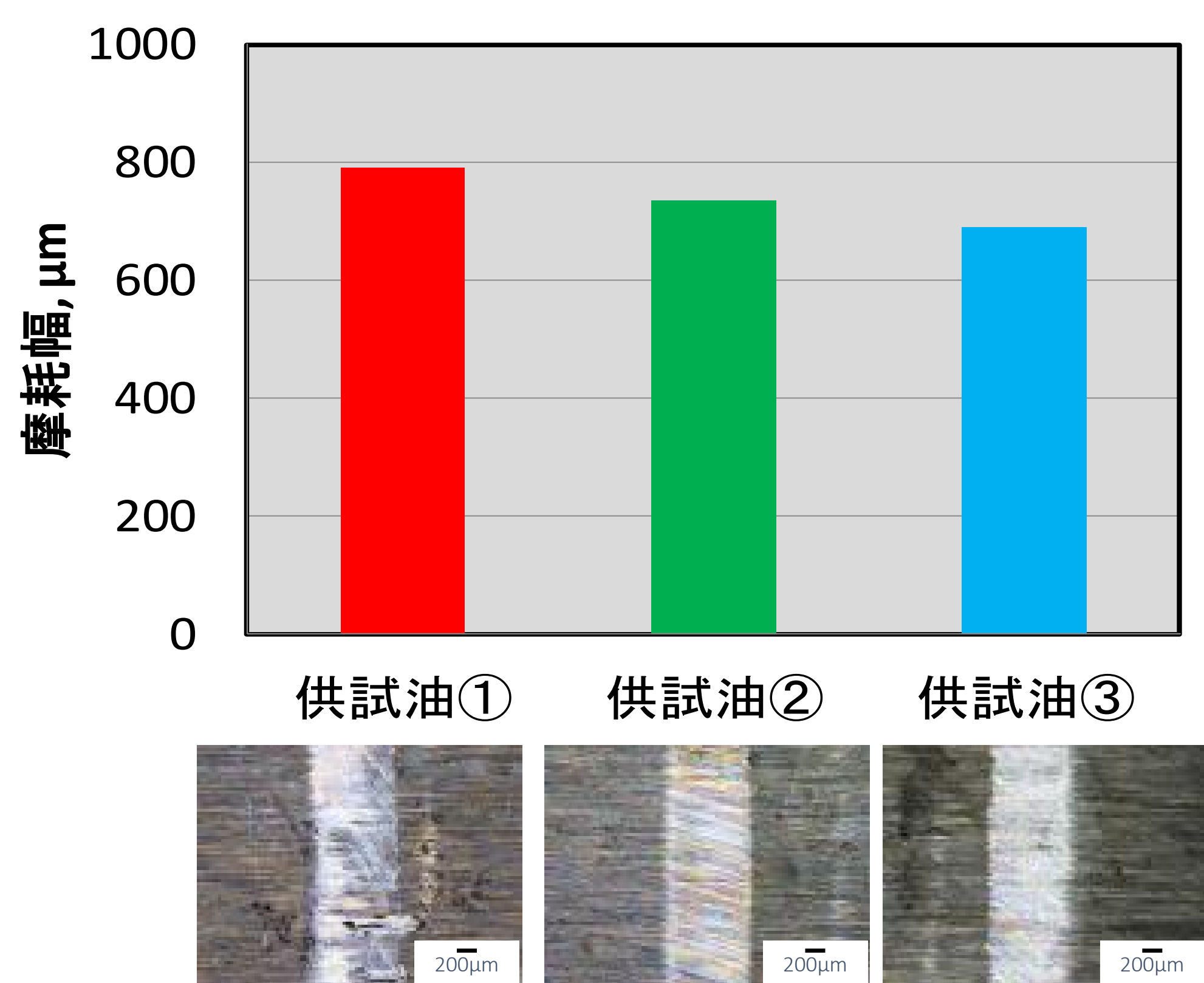


図2. 摩擦試験後の摩耗幅と摩耗痕の写真

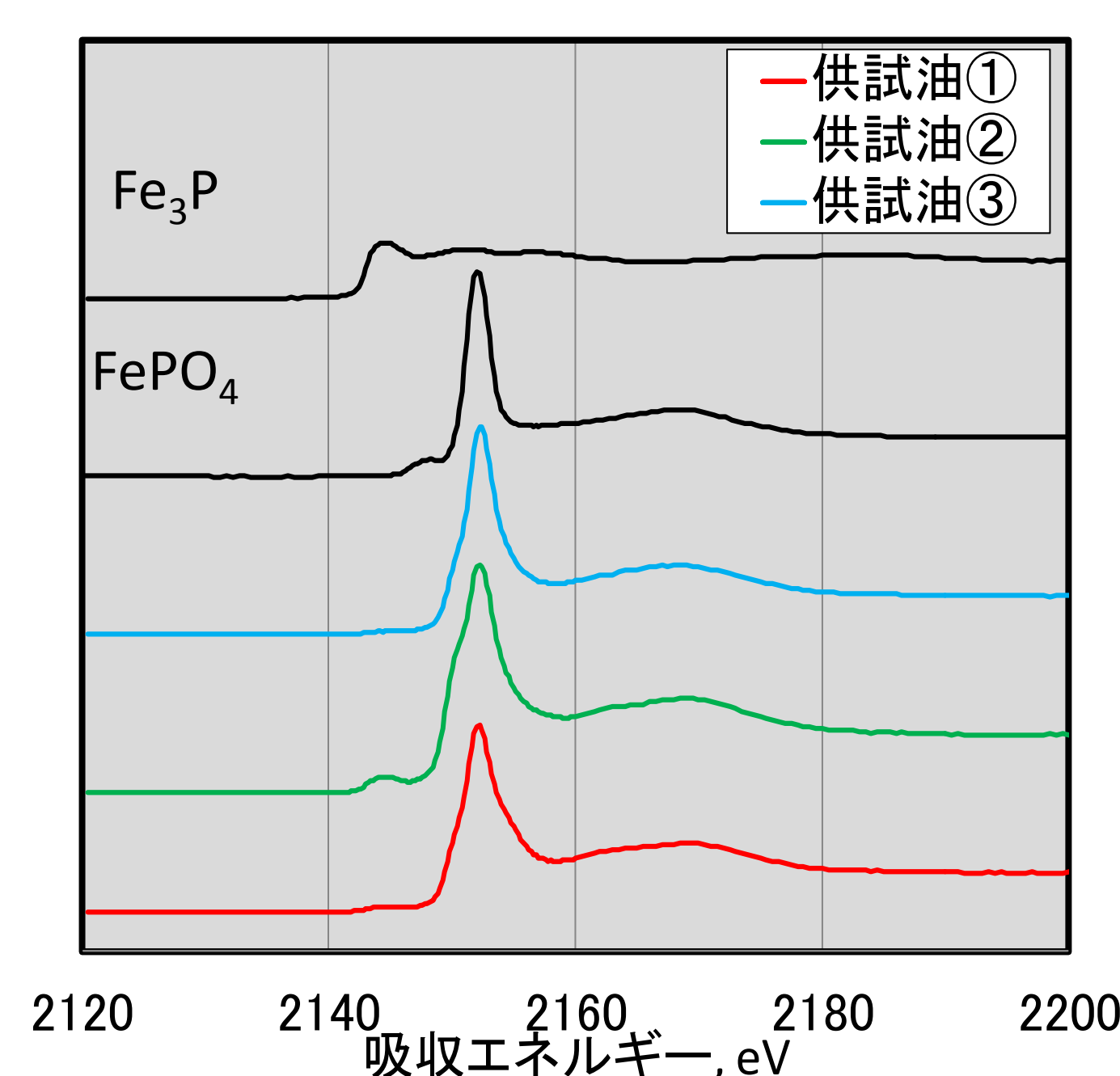


図3. 摩擦試験後の鋼表面のXAFS測定結果 (P K-edge)

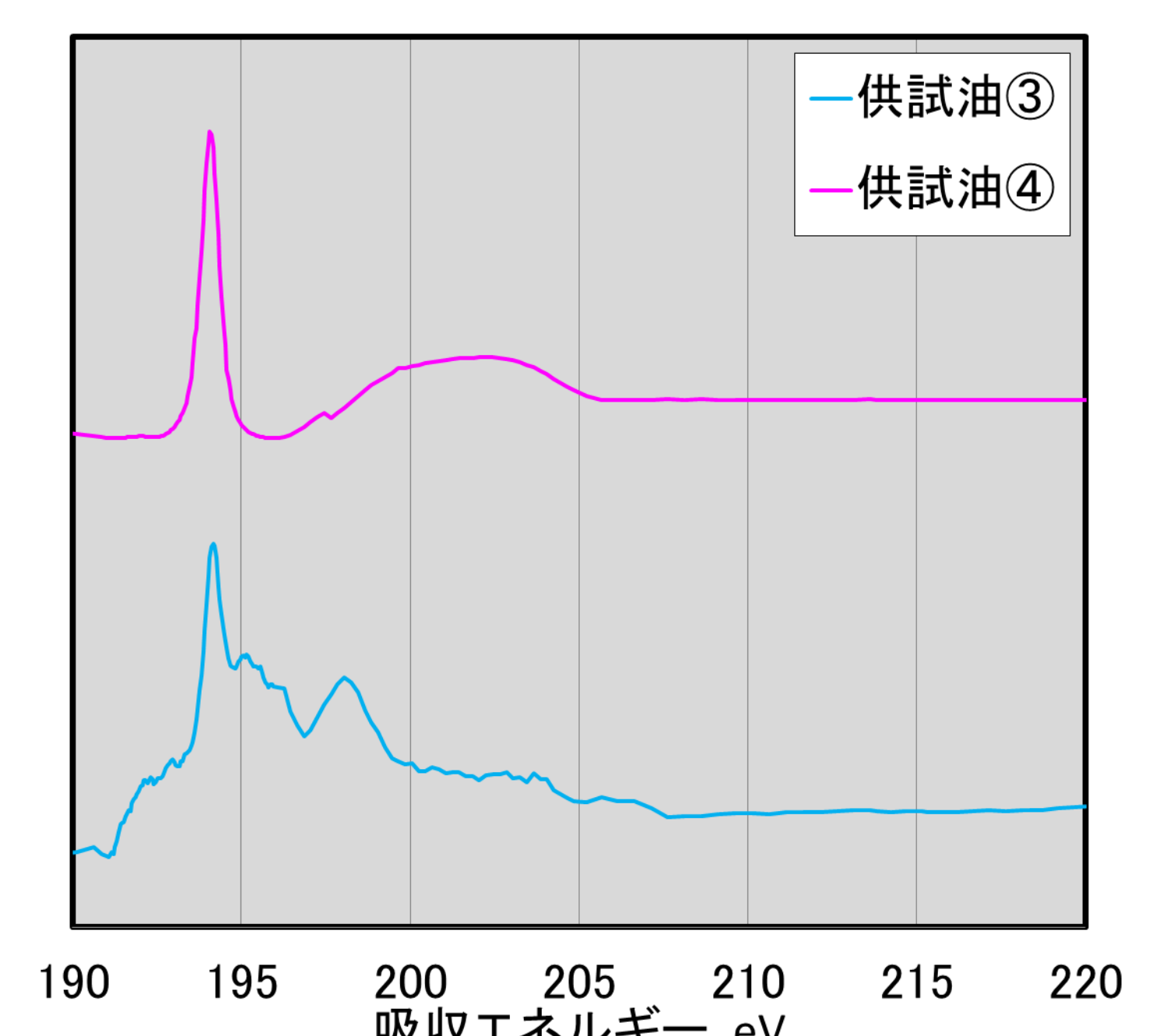


図4. 摩擦試験後の鋼表面のXAFS測定結果 (B K-edge)

まとめ

本検討により、SP系極圧剤と清浄分散剤を組合せた時の極圧性能と鋼表面生成被膜の違いを認識することができた。また、放射光XAFS測定が鋼表面のPやBの鋼表面生成被膜同定に有効な手法であることも確認できた。本知見は、今後の潤滑油開発、並びに潤滑被膜の生成メカニズム解明の一助になるものと考えられる。