



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

1. 測定実施日

2016年 7月26日 10時 - 17時00分 (2シフト), BL6N1
2016年 7月27日 10時 - 17時00分 (2シフト), BL6N1
2016年 9月16日 10時 - 17時00分 (2シフト), BL7U
2016年 10月13日 10時 - 17時00分 (2シフト), BL6N1

2. 概要

S P (硫黄リン) 系極圧剤と清浄分散剤を組合せた油を用いて摩擦試験を行い、摩擦試験後の鋼表面生成被膜に対しXAFS測定を行った。その結果、S P系極圧剤とB (ホウ素) が無いイミドを組合せた油では、鋼表面にリン化鉄の生成が確認された。またS P系極圧剤とBがあるイミドを組合せた油では、Bの結合状態に変化が生じたことが明らかとなった。このことから、本分析手法が鋼表面生成被膜の同定に有効な手法であり、今後の潤滑油開発、及び潤滑メカニズムの解明に活用出来るものと考えられる。

3. 背景と研究目的

自動車用エンジンやトランスミッション用の潤滑油は、各種摺動部の潤滑を担う重要な基材である。近年、潤滑油の使用環境がより厳しくなっており、そのような環境下でも摺動部材の焼付きを防ぐため、当該潤滑油にはS P系極圧剤が配合されている。また清浄分散性を保持するため、当該潤滑油には清浄分散剤も配合されているが、SP系極圧剤と組合せる清浄分散剤の組合せを変更することで、SP系極圧剤の焼付き防止効果が異なることが知られている[1]。その理由として、金属表面に形成される潤滑生成被膜の違いが考えられているが、未だ不明確である。そこで、本研究では、SP系極圧剤と高温清浄剤の組合せを変更した時の摩擦試験後の鋼表面生成被膜について、XAFS測定を行い、各組合せにおける鋼表面生成被膜の分析を行った。

4. 実験内容

(1) XAFS 測定試験片の調整

表1に摩擦試験に使用した供試油の配合を示した。また表2にLFW-1摩

擦試験の試験条件を示し、図 1 に摩擦試験の概要を示した。表 1 に示した供試油で LFW-1 摩擦試験を行うことで、鋼表面生成被膜測定用の試験片を調整した。また各供試油の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. LFW-1 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]

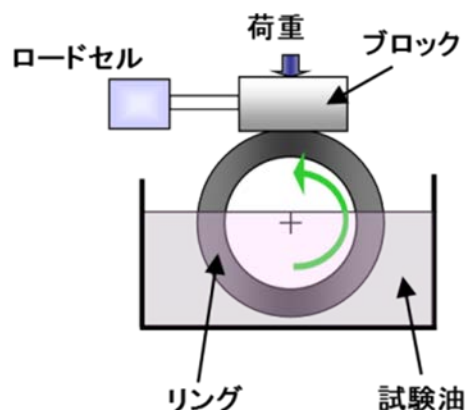


図 1. LFW-1 摩擦試験の概要

(2) 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。

5. 結果および考察

図 2 に摩擦試験後のブロックの摩耗幅と摩耗痕の写真を示した。分散剤を含む供試油②と③は分散剤を含まない供試油①より摩耗幅が小さく、更に供試油③は供試油②よりも摩耗幅が小さく最も極圧性能に優れていた。

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 (FePO_4) 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(Fe_3P)に特徴的なピークが観測された。この結果は、耐摩擦特性が異なる供試油②と供試油③において、鋼表面生成被膜が異なることを示唆する結果であった。

また図4に摩擦試験後のB K-edgeのXAFS測定結果を示した。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ていた[2]。この結果から、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が示唆された。

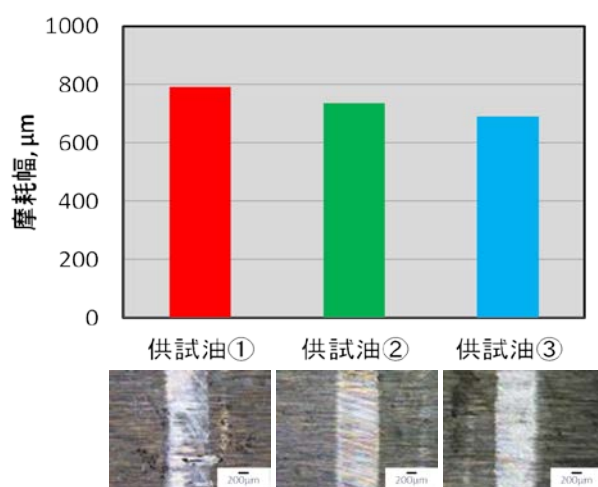


図2. 摩擦試験後の摩擦幅と摩擦痕の写真

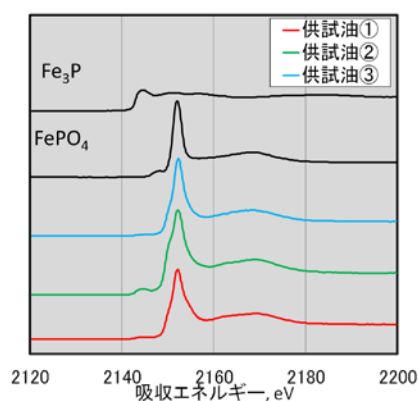


図3. 摩擦試験後の鋼表面
XAFS測定結果(P K-edge)

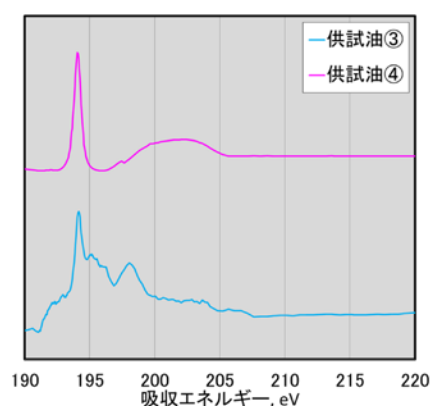


図4. 摩擦試験後の鋼表面
XAFS測定結果(B K-edge)

6. 今後の課題

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することができた。本知見を活用し、今後は、SP系極圧剤と組合せる高温清浄剤の違いによる極圧性能と反応被膜の関係の解明に努めていきたいと考える。

7. 参考文献

- [1] T. Kurachi *et al.*, 潤滑, **28**(1982), 131
- [2] K. Yamamoto *et al.*, 立命館大学 SR CENTER 紀要(Annual Report), No.09 (2007). <http://www.ritsumei.ac.jp/acd/re/src/memoirs/no09/no09p093.pdf>