



潤滑グリースの潤滑機構の解明ならびに ポリエチレンブレンド材料のマクロ構造観察手法の考案

プロジェクトメンバー：機械工学系 竹市 嘉紀, 中堀 優希, 大南 恭太郎, 後藤 匠
(株)ソミック石川 鈴木学



背景

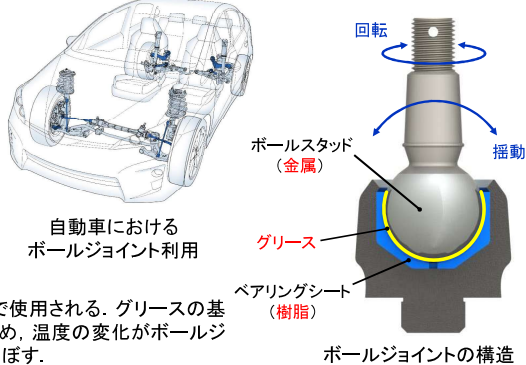
自動車用ボールジョイント

- 継ぎ手部品として以下のような装置に利用される
 - ・ステアリングシステム装置
 - ・サスペンションシステム装置
- ボールスタッド(鋼球)とベアリングシート(樹脂)の組合せで、接触面はグリースで潤滑されている。
- 潤滑機構解明の必要性
 - ・往復動すべり摩擦状態
 - ・金属と樹脂との摩擦
 - ・グリースによる潤滑(増ちよう剤と基油の組合せ)

ボールジョイントの性能向上における課題

ボールジョイントは-30〜80℃という幅広い温度環境下で使用される。グリースの基油(PAO:ポリ-α-オレフィン)の粘度は温度に依存するため、温度の変化がボールジョイントに用いられているグリースの潤滑挙動に影響を及ぼす。

⇒ 粘度の温度依存性が小さいシリコンオイルを基油としたグリースの利用を検討



自動車におけるボールジョイント利用

ボールジョイントの構造

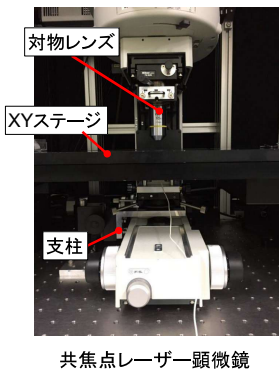
本研究の目的:異なる基油からなるグリースの潤滑挙動に対する基油の影響を明らかにする

Experiment

潤滑剤として2種類のグリース(Gre_PAO, Gre_Si)を供試材とした。いずれのグリースも増ちよう剤は同一でリチウムステアレートであるのに対し、基油は異なっており、Gre_PAOはPAO(ポリ-α-オレフィン)、Gre_Siはジメチルシリコンオイルを基油としている。また、グリース中の増ちよう剤の挙動を蛍光法を用いて観察するため、0.01%のクマリンをそれぞれのグリースに添加した(それぞれ、Gre_PAO*, Gre_Si*と表記)。

POM製のピン試験片に対して定点観察を行うため、観察画像において接触部は静止しており、ガラス試験片の移動にともなう接触面の周囲および内部の増ちよう剤の挙動を観察している。垂直荷重は5Nと小さいが、ピン試験片の先端半径が2mmと小さいため、接触面圧は実際のボールジョイントの接触圧と同等の100MPaとなる。

潤滑剤	供試グリース			
	Gre_PAO	Gre_PAO*	Gre_Si	Gre_Si*
成分	増ちよう剤: リチウムステアレート 基油: PAO		増ちよう剤: リチウムステアレート 基油: ジメチルシリコン油	
ちょう度	280		290	
動粘度 (40℃), mm ² /s	1,240		6,050	
外観				
備考	-	蛍光処理	-	蛍光処理



共焦点レーザー顕微鏡

Result : In-situ observation

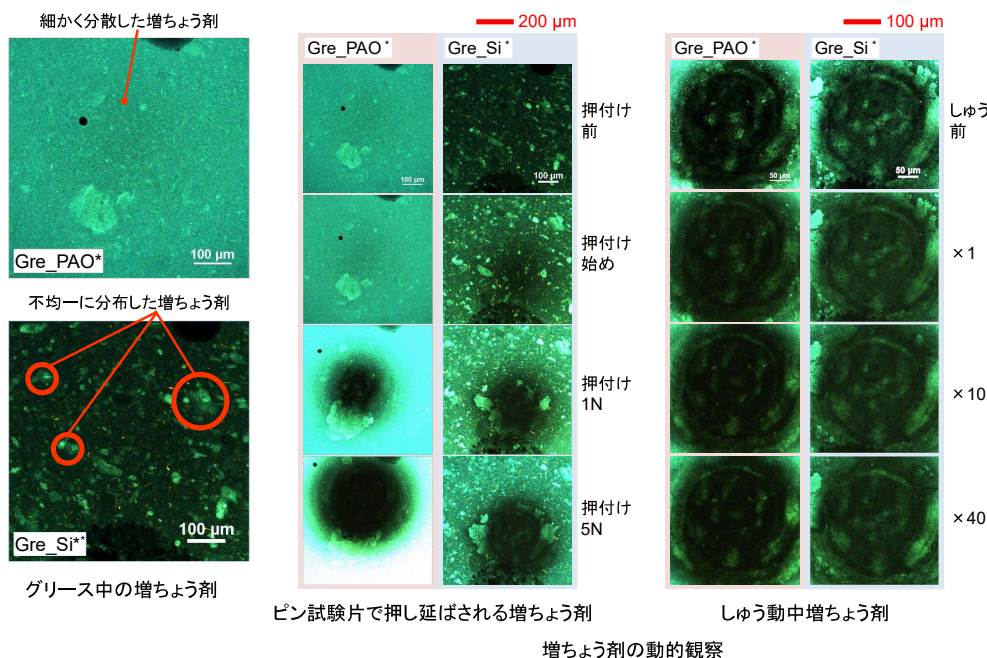
➢ 初期状態のグリース中の増ちよう剤観察

いずれのグリースにおいても、増ちよう剤による蛍光は緑色の明るい部分として観察される。Gre_PAO* では、増ちよう剤が細かく分散している様子が観察されるのに対し、Gre_Si* では、増ちよう剤の不均一な分布が観察される。

➢ 増ちよう剤の動的観察

ピン試験片を押し付けると増ちよう剤が押し延ばされる様子が観察される。Gre_PAO*の接触円周辺の明るさはGre_Si*の接触円周辺より明るい。接触円内部についてはGre_Si*の方がGre_PAO*よりも明るい。このことから、接触円内部ではGre_Si*の方が増ちよう剤の量が多いということが考えられる。

両グリースとも、しゅう動中に接触円内部に島状に増ちよう剤が残留している。この増ちよう剤の塊はピン試験片表面に存在する微小な凹部に捕捉されたものと考えられる。往復回数が増えるにつれて接触円内部から増ちよう剤が徐々に減少している。Gre_PAO*ではしゅう動により接触円内部から引きずり出された増ちよう剤が反転しゅう動時に接触円内部に戻りにくい。一方、Gre_Si*ではGre_PAO*と比較して接触円内部に増ちよう剤を保持する傾向が見られる。このような増ちよう剤の挙動の違いは、基油と増ちよう剤の分離性の違いや、増ちよう剤とガラスやPOMとの接着性の違いによって影響されると考えられる。

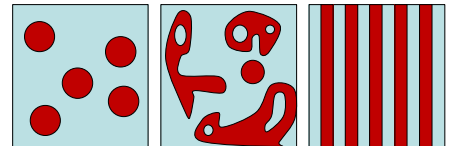


背景

ポリエチレンブレンド材料(HDPE+UHMWPE)

- ポリエチレンは密度や分子量によって分類される
 - ・HDPE: 成型性○
 - ・UHMWPE: 成型性× 耐摩耗性○
- ポリマーブレンドによる性能改善
 - ・欠点の克服
 - ・性能の向上

ブレンド材料は単一材料とは異なる構造(マクロ構造)を有する



ポリエチレンブレンド材料の潤滑メカニズム解明における課題

摩擦試験結果から、単一材料(HDPE, UHMWPE)より良好な摩擦特性を示すことが確認されたが、その潤滑メカニズムは不明である。また、ブレンド材料は単一の材料とは異なる構造(マクロ構造)を有する。潤滑メカニズム解明のためにも、まずはマクロ構造を把握する手法を確立する必要がある。

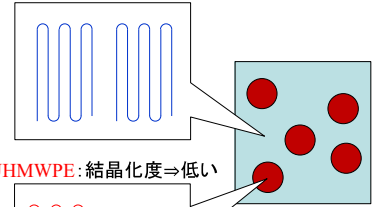
分析手法の検討

本ブレンド材料を構成するHDPEおよびUHMWPEはどちらもポリエチレンであるため、基本構造はどちらも $-CH_2-$ である。そのため、結合種の違いなどから成分を区別することができない。

一方で、ポリエチレンは結晶性樹脂に分類されており、その分子量の違いすなわち分子鎖の長さの差によって結晶性(結晶化度)が異なる。そこで、ラマン分光分析を用いてスペクトルを取得し、そこから算出される結晶化度の違いから、ブレンド材料中の成分を区別できると考えた。

また、結晶性の違いは光の複屈折性にも影響を与えることが考えられるため、偏光観察を実施してマクロ構造の観察を試みた。両者の結果を比較し、ラマン分光分析によるマクロ構造把握の有用性を検討する。

HDPE: 結晶化度⇒高い



UHMWPE: 結晶化度⇒低い

本研究の目的:ポリエチレンブレンド材料中のマクロ構造を観察するための手法の確立

Experiment

薄型切片の作成

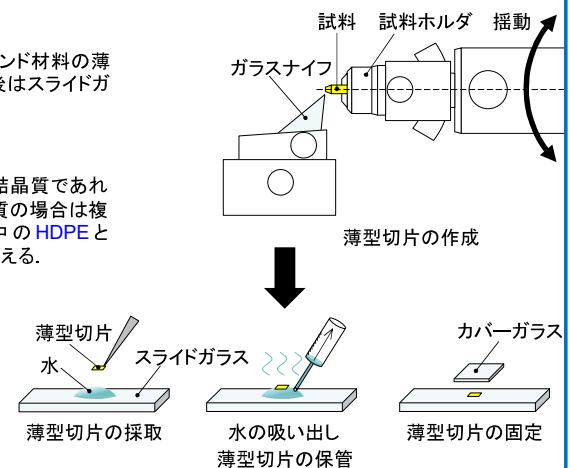
右図のように、マイクロームを使用して、ポリエチレンブレンド材料の薄型切片を作成した。試料厚さは2μmとし、切片切り出し後はスライドガラス上に移動させ、保管した。

偏光観察

VHX-8000を用いて薄型切片の偏光観察を実施した。結晶質であれば、複屈折が生じて透過光が観察レンズに届くが、非晶質の場合は複屈折は生じず透過光が届かない。ブレンド材料中のHDPEとUHMWPEの結晶化度の差から像の明暗が分かれると考える。

ラマン分光分析

NRS-7100を用いてラマンスペクトルを取得した。スペクトルは結晶質および非晶質のピークに分離することで、結晶化度の算出が可能である。薄型切片から取得したスペクトルの非晶質由来の積分強度からラマンイメージングを出力することで、HDPEとUHMWPEで色味が分かれると考える。



Result

➢ ポリエチレンブレンド材料薄型切片の偏光観察

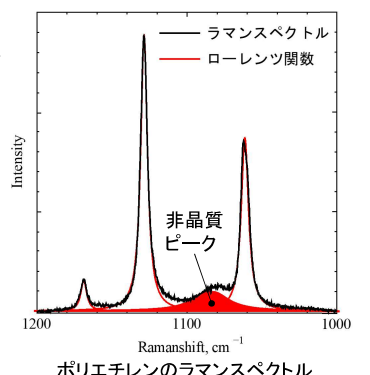
通常観察像と比較すると、偏光観察像は試料中で像の明暗がはっきりと分かれていることが確認できる。UHMWPEはHDPEと比べて分子鎖が長く、結晶化度が低いとされているため、偏光画像の試料中において、黒い斑点の領域にUHMWPEが存在していることが分かる。

➢ ポリエチレンブレンド材料薄型切片のラマン分光分析

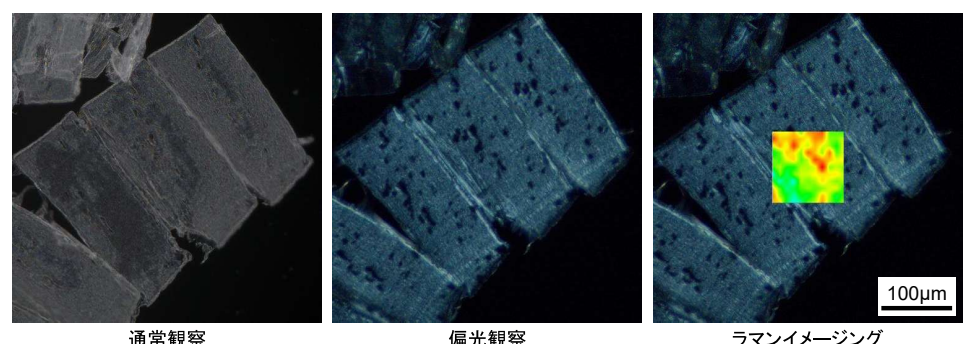
ポリエチレンについてラマン分光分析を実施すると、右図の黒線で示すようなスペクトルが取得できる。ローレンツ関数を用いて各ピークを分離し、1000-1200cm⁻¹の積分強度に対する非晶質ピークの積分強度の割合から結晶化度が算出される。

非晶質ピークの積分強度を利用し、ラマンイメージングを出力した。赤い領域ほど結晶化度が低いことを示しており、UHMWPEが存在数る領域と考える。偏光観察像と比較すると、偏光観察に見られた黒い斑点領域と同一箇所にラマンイメージングの赤い領域が存在している。そのため、偏光観察で見られたマクロ構造と同様のものが、ラマンイメージングにて捕捉可能であると結論づける。このようなHDPEが大部分を占める「海」の中にUHMWPEが「島」のように点在する構造を「海島構造」と呼ぶ。

今後は、ラマンイメージングによる分析を摩擦面に適用し、摩擦前後における海島構造の変化を追跡することで、ポリエチレンブレンド材料のマクロ構造が摩擦に与える影響を調査する。



ポリエチレンのラマンスペクトル



通常観察

偏光観察

ラマンイメージング