

### 層状物質内格子不整合界面による超潤滑材料探索

TAI, Hiromu / 田井, 大夢

---

(出版者 / Publisher)

法政大学大学院理工学研究科

(雑誌名 / Journal or Publication Title)

法政大学大学院紀要. 理工学研究科編

(巻 / Volume)

64

(開始ページ / Start Page)

1

(終了ページ / End Page)

5

(発行年 / Year)

2023-03-24

(URL)

<https://doi.org/10.15002/00026308>

# 層状物質内格子不整合界面による 超潤滑材料探索

EXPLORING SUPERLUBRICATING MATERIAL  
BY DEVELOPING INCOMMENSURATESLIDING INTERFACE IN LAYERED MATERIAL

田井大夢

Hiromu TAI

指導教員 平野元久

法政大学大学院理工学研究科機械工学専攻修士課程

Friction exists around us every day and has been recognized since ancient times as resistance to the movement of objects. Friction causes friction and wear in mechanical products, resulting in enormous energy loss. Approximately 25% of the energy consumed is consumed by friction, and approximately 70% of mechanical failures are caused by wear material fatigue associated with friction. Technological development to minimize friction in this way plays a major role in all industries. It is clear that. In this study, based on the existing atomic-scale friction theory, by applying shearing to solid lubricants with a close-packed hexagonal lattice, we search for solid lubricants in a superlubricated state with theoretically smaller friction generation. The purpose is to In addition, based on previous research, we also aim to search for solid lubricants that are more industrially feasible.

**Key Words** : Superlubricate, Solid lubricants, A close-packed hexagonal lattice, Friction

## 1. はじめに

摩擦は日常身のまわりに存在し、物体運動の抵抗として古代より認識されてき。摩擦により機械製品には摩擦や摩擦が引き起こされ、膨大なエネルギーが失われている。試算によると全世界で生産されるエネルギーの約 25%が摩擦に消費され、機械故障の約 70%は摩擦に伴う摩擦材料疲労が原因とされている。このように摩擦極力少なくする技術開発があらゆる産業において大きな役割を担うことは明らかである。

ナノテクノロジーで可能になった‘超潤滑’と呼ばれる摩擦が生じない原子スケール摩擦が観察されるようになった。超潤滑の発見によりエネルギー散逸の原子論的機構の解明が特に課題となったが、現実表面の複雑さを原子論的に扱う事の困難さから不確定要素の多い現象であった。しかし、ナノテクノロジー実験の進歩によって摩擦研究は一新された。これまでは摩擦の多様因を特定した理想系での摩擦研究は実験技術上困難であったが、近年、UHV-STM (Ultra High Vacuum Scanning Tunneling Microscope: 走査型トンネル顕微鏡) や QCM (Quartz Crystal Microbalance) 等に代表される原子レベル摩擦計測が可能となってきたことに伴い、原子摩擦に着目した理論面と実験面との直接対

比が可能になった。このことから摩擦要因を厳密に特定した原子スケールの「理想摩擦実験」と「原子摩擦シミュレーション」との連携が密に可能になり、原子スケールの摩擦理論の妥当性を直接実証できるようになり、ナノトライボロジーの新しい知識、知見が獲得されつつある。

本研究では既存の原子スケールの摩擦理論をもとに、最密六法格子を持つ固体潤滑材にせん断加工をかけることで、理論上摩擦発生がより微小な超潤滑状態の固体潤滑材を探索することを目的とする。また、先行研究を基に、より工業的に実現性のある固体潤滑材の探索もあわせて目的とする。

## 2. 先行研究

原子スケールの摩擦理論を論じている先行研究として、本研究室が原子論モデルでコンピューターシミュレーションを行い原子スケールの摩擦を再現した超潤滑実験がある。これまでの超潤滑実験により、上下の固体の原子配列が滑り方向に対して同じである整合接触の場合、各原子に作用する力の方向はそろって逆向きとなり、その総和は有限となり摩擦が発生する。一方で上下の固体の原子配列

が滑り方向に対して異なる非接合接触の場合、各原子に作用する力の向きと大きさは不揃いになり結果として、幾らかの力が互いに打ち消しあうことが分かっている。

また、固体潤滑剤に関する先行研究として、1994年リヨン工科大学 J M Martin 氏らが発表した論文がある。こちらの研究で、代表的な固体潤滑材である二硫化モリブデンをシート状に加工し、真空中での摩擦実験での実績がある。実験の結果、TEM(透過電子顕微鏡)の観察において、せん断加工前と後の材料を比較したところ、結晶構造の不揃いを確認することができた。

### 3. 実験方法

#### 3.1 二軸せん断装置

本研究では、先行研究であるリヨン工科大学の実験装置を模倣し、せん断装置を作成した。作成したせん断装置を Fig.1 に示す。

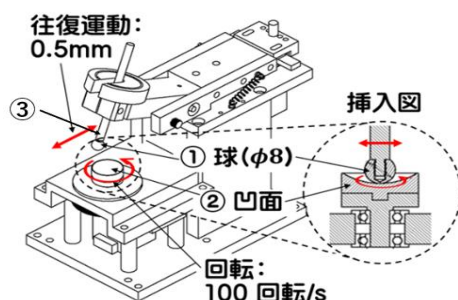


Fig.1 Biaxial shear device

せん断を行う上部に 500g の重りを乗せ、制御装置から信号を送り、せん断をかける球の軸部分を 0.5 mm の往復運動を 1 秒間に 1 往復、材料をのせる台座を凹面のにし、回転運動を 1 秒間に 1 回転するように 60 分間運動させ、攪拌しながらせん断実験を行った。

#### 3.2 一軸せん断装置

二軸せん断装置を改良したせん断装置である一軸せん断装置を Fig.2 に示す

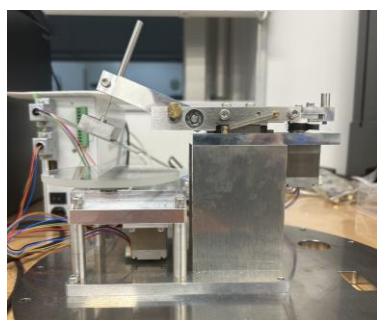


Fig 2 Uniaxial shear device

二軸せん断装置と同様にせん断軸の上部に 500 g の重りを乗せ実験を行った。台座を平面のガラス板にし、せん断軸の先端にもガラス板を採用して、材料を圧縮させながら上部ガラス板を 0.5 mm で 1 秒間に 1 往復の往復運動させた。

#### 3.3 インデンテーション試験

インデンテーション試験法はダイヤモンドインデンターを応力制御により試料の表面から内部へ押し込み、そしてその位置に戻す過程における応力と針入量の関係を表す機械特性試験である。得られたストレス/ストレインカーブから試料の硬さ、ヤング率、降伏値、タフネス、クリープ等を求めることができる。インデンターには各種タイプがあり、試料や測定目的によって使い分けを行う。

本研究で用いたインデンテーション試験法の測定条件を Table.1 に示す。

Table.1 Indentation test measurement conditions	
インデンター	ダイヤモンド製Conical 120° 20 μm
荷重	0.3N
アプローチ速度	30 μm/min
荷重速度	0.9N/min
除荷速度	0.9N/min
ポアソン比	0.30
測定回数	n3

#### 3.4 スクラッチ試験

スクラッチ試験法は一般的に試料に荷重をかけたとき、試料が損傷する時の力を検査する方法として使用される。それは試料の粘着性や密着性あるいは摩擦係数等の評価に適している。測定には 1 μm~200 μm 先端径のインデンター(圧子)が使用され、試料表面を一定速度、コンスタント荷重又はプログレッシブ荷重等でひっかけ試験が行われる。圧子にはいくつかの形状があるが、マイクロスクラッチには 20 μm~200 μm, ナノスクラッチには 1 μm~20 μm のものが使用されることが多い。プログレッシブ荷重テストの場合、試料が損傷する最小荷重を検出することができる。本試験方法は粘着/密着性損傷やクラック及び変形、初期損傷、摩擦係数等の評価に非常に有効な方法である。

本研究で用いたスクラッチ試験の測定条件を Table.2 に示す。

測定モード	プログレッシブ荷重
インデント	ダイヤモンド製Conical 120° 20 $\mu$ m
荷重	0.3N
アプローチ速度	20 $\mu$ m/min
荷重速度	0.9N/min
スクラッチ速度	1mm/min
測定距離	0.3mm
測定回数	n3

#### 4. 実験材料

本研究では、リヨン工科大学の先行研究で使用した固体潤滑材をシート状に加工したものでなく、より工業的に再現性の高い粉体で実験した。

研究に用いた固体潤滑材を以下の Table.3 に示す。

	粒形 ( $\mu$ m)	結晶構造
二硫化モリブデン	5.00	最密六法格子
二硫化タングステン	5.00	最密六法格子
フレークグラファイト	500.00	最密六法格子

#### 5. 実験結果

##### 5. 1 MoS<sub>2</sub>, WS<sub>2</sub> せん断実験

せん断加工前と加工後の二硫化モリブデンと二硫化タングステンを、それぞれ Fig.3,4 と Fig.5,6 に示す。なお、せん断加工はすり鉢を用い手動で、観察はSEM（走査電子顕微鏡）を用い行った。

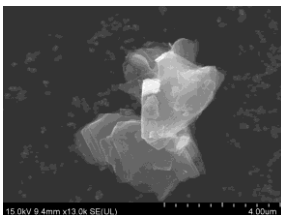


Fig.3 MoS<sub>2</sub> before

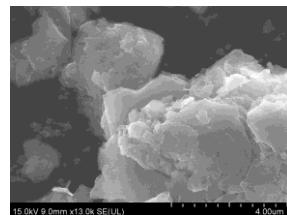


Fig.4 MoS<sub>2</sub> after

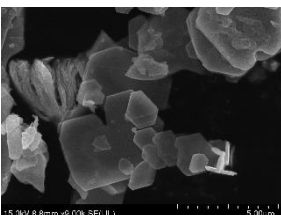


Fig.5 WS<sub>2</sub> before

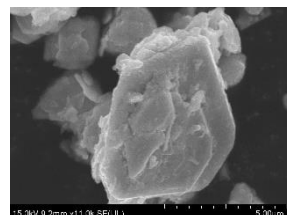


Fig.6 WS<sub>2</sub> after

##### 5. 2 二軸せん断実験

フレークグラファイトを、二軸せん断装置で加工したせん断加工した観察写真を、Fig.7,8,9 に示す。なお、観察はSEMを用いて行い、Fig.9 は凹面に蒸留水を加え実験を行った写真である。

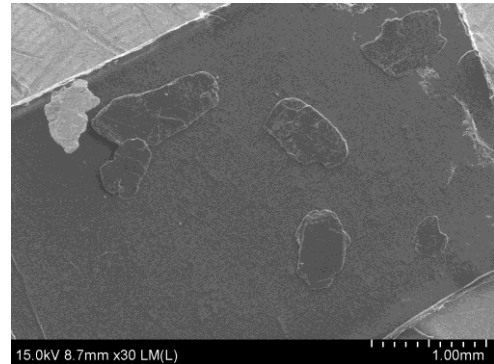


Fig.7 Flake graphite before processing

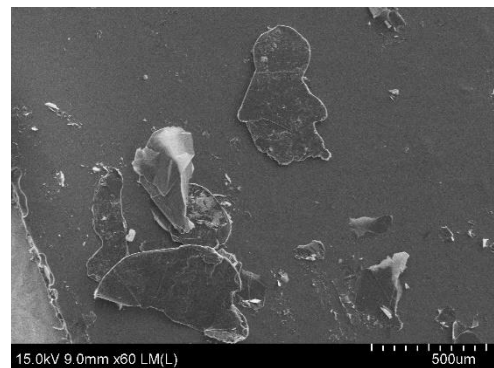


Fig.8 Flake graphite after processing

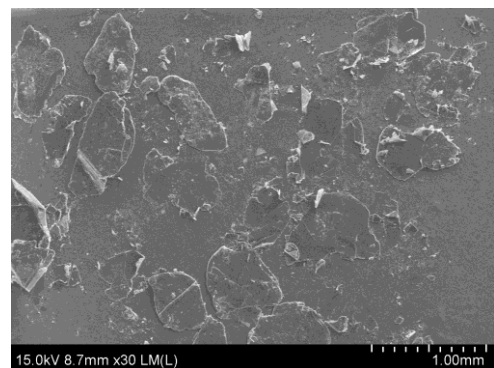


Fig.9 Flake graphite after underwater processing

##### 5. 3 平面手動せん断実験

面接触でのせん断加工の効果を測るために、2枚のガラス板の間にフレークグラファイトを挟み、10mmの間を手動で往復運動させた加工前後の写真を Fig.10,11 に、厚さの平均と標準偏差に対する正規分布を Fig.12 に示す。な

お、観察と測定はデジタルマイクロスコープを用いて行った。



Fig.10 Flake graphite before manual processing

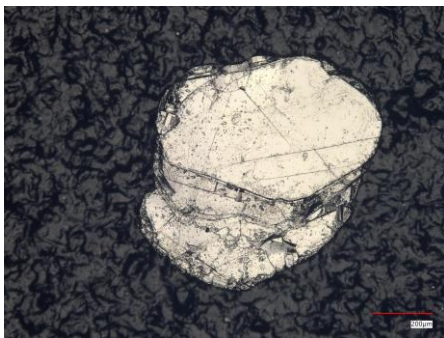


Fig.11 Flake graphite after manual processing

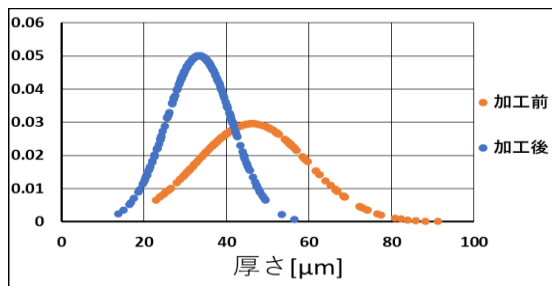


Fig.12 Flake graphite thickness before and after shearing

#### 5. 4 一軸せん断実験

手動でのせん断加工実験を踏まえて、フレークグラファイトを一軸せん断装置で加工した写真を、Fig.13 に示す。なお、観察はデジタルマイクロスコープを使用し行った。

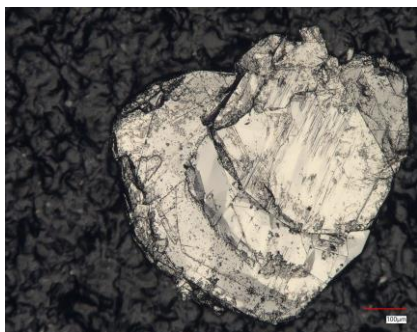


Fig.13 Flake graphite after automatic processing

#### 5. 5 TEM 観察結果

一軸せん断装置で加工前と後のフレークグラファイトを TEM (透過電子顕微鏡) で観察した TEM 像観察写真と電子回析観察写真を Fig.14,15,16,17 に示す。

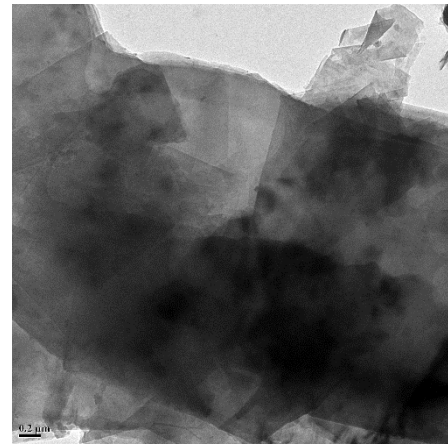


Fig.14 TEM image before processing



Fig.15 Election diffraction image before processing

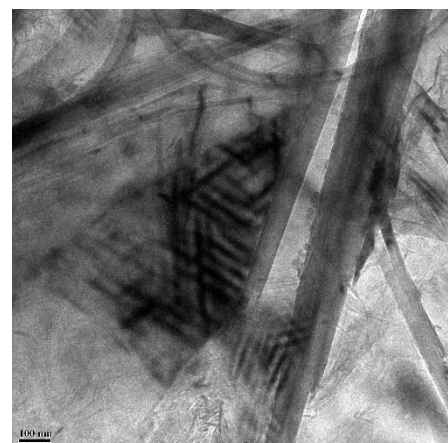


Fig.16 TEM image after processing



Fig.17 Election diffraction image after processing

## 5. 6 インデンテーション試験結果

一軸せん断装置でフレークグラファイトを加工する前後のインデンテーション試験の結果を Table.4,5 に示す。

Table.4 Indentation test before processing

	最大荷重 (mN)	最大深さ (μm)	ヤング率 (GPa)
N1	296.526	5.777	5.121
N2	295.096	6.228	5.434
N3	295.460	5.794	5.646

Table.5 Indentation test after processing

	最大荷重 (mN)	最大深さ (μm)	ヤング率 (GPa)
N1	275.437	2.550	20.222
N2	276.108	2.484	21.765
N3	289.139	3.025	20.851

## 5. 7 スクラッチ試験結果

一軸せん断装置でフレークグラファイトを加工する前後のスクラッチ試験の結果を Table.6,7 に示す。

Table.6 Scratch test before processing

	スクラッチ長さ (mm)	最大荷重 (N)	最大摩擦力 (mN)	最大摩擦係数	最大深さ (μm)
N1	0.3	0.291	0.026	0.145	-3.888
N2	0.3	0.301	0.017	0.069	-2.273
N3	0.3	0.305	0.030	0.172	-4.072

Table.7 Scratch test after processing

	スクラッチ長さ (mm)	最大荷重 (N)	最大摩擦力 (mN)	最大摩擦係数	最大深さ (μm)
N1	0.3	0.295	0.017	0.093	-4.709
N2	0.3	0.263	0.018	0.103	-2.970
N3	0.3	0.313	0.044	0.140	-5.658

## 6. 結論

固体潤滑材の超潤滑条件探索を目的として、二硫化モリブデン、二硫化タングステン、フレークグラファイトを対象に行った本研究から、以下の結果を得た。

- 1) 大気中での二硫化モリブデン、二硫化タングステンのせん断加工実験は、SEM 観察像より、酸化反応が確認され適してないと判断できる。
- 2) 二軸せん断装置を用いたせん断加工実験は、材料が接点を避ける動きをし、結果的にせん断できた材料が限られてしまった。先行研究のリヨン工科大学のシート状の試験材料と違い、粉体での実験は困難だと判断できる。また、蒸留水でコーティングしせん断することを試みたが、部分的なせん断加工になってしまい、定量分析ができないと判断した。
- 3) 平面手動せん断実験、一軸せん断実験において、層がずれたフレークグラファイトを多く確認することができた。また、加工前後の厚さの平均と標準偏差に対する正規分布を示した Fig.12 から、粉体状の固体潤滑材において、面接触によるせん断加工が最適だと考えられる。
- 4) せん断加工前後の TEM 観察結果から、TEM 像で見られるモアレ部分において、結晶構造のズレを確認することができ、モアレ部において非接合接触が起きていると考えられる。
- 5) インデンテーション試験とスクラッチ試験の結果から、加工前後で最大深さとヤング率に大きな差が出ることを確認できた。ただし、サンプル数が少ないため今後さらに計測回数を増やしていく必要がある。

## 謝辞

本研究を行うにあたって多大なるご指導を賜ったゼミ担当教員の平野元久教授、材料観察にご協力いただいた精密分析室の方々、試験材料の測定にご協力いただいた(株)日本サーマル・コンサルティングの江尻様、JFE テクノリサーチ(株)の方々、そして研究を支えてくれたデジタルエンジニアリング研究室の皆様には謝意を表します。

## 参考文献

- 1) 鈴木弘茂, 黒鉛の化学と工学, 窯業協会誌, 1958
- 2) J, M, Martín. et al. : Superlubricity of MoS<sub>2</sub> : crystal orientation mechanism, Surface and Coatings Technology, 68/69, pp.427-432, 1994