

## 六チタン酸カリウムを添加した潤滑油の摩擦特性\*

顧 京異\*<sup>1</sup>, 大滝英征\*<sup>2</sup>, 石川義雄\*<sup>2</sup>

### Friction Properties of Lubricating Oil Mixed with $K_2Ti_6O_{13}$ Fibres

Kyoi KO, Hideyuki OTAKI and Yoshio ISHIKAWA

With the development of the materials sustaining the lubricating properties under the severe environmental conditions, solid lubricants such as  $MoS_2$  and graphite are coming into use. On the other hand, new type composite materials and polymer materials appear, for the power transmitting devices material. Thus, it is necessary to study the lubricating properties of solid lubricants of New Ceramic. The fibre of  $K_2Ti_6O_{13}$  breaks easily along with its tunneling structure of crystal lattice and bears in the perpendicular direction, which, in lowering the friction coefficient, is similar to  $MoS_2$ . But, this tunneling structure is different from the formal layer structure, and it is worth examining whether this crystal lattice can lower the friction coefficient or not.

**Key Words:** Lubrication, Friction, Potassium Hexatitanate Fibre, Life of  $K_2Ti_6O_{13}$

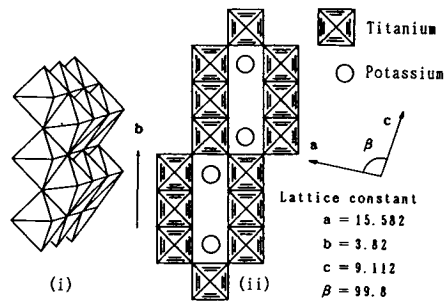
#### 1. ま え が き

特殊な環境下でも潤滑性能を維持する材料の開発がなされ、例えば、二硫化モリブデンやグラファイトのような固体潤滑剤も使用されている。しかし、動力伝達用材料として複合材や高分子材の開発もなされてきているので、従来とは観点を少し変えて、炭化チタン、ニューセラミックスのようなものでも低潤滑作用をするものがあれば、それらすべてを含めて研究を推進する必要性もあろう。

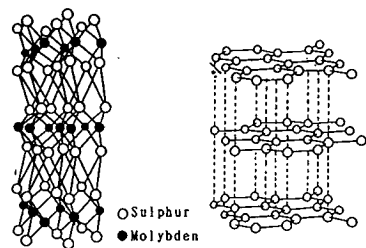
ここでは、セラミック素材として開発された六チタン酸カリウムの繊維をマシン油に添加させて使用した場合、摩擦現象がどのようになるかを検討することとした。

図1(a)は六チタン酸カリウム  $K_2O(TiO_2)_6$  の結晶構造を示した<sup>(1)(2)</sup>ものである。結晶主軸は  $a, b, c$  の方向で単斜晶系である。図の(i)は  $b$  軸方向に沿う  $TiO_6$  八面体の連鎖を、また(ii)は  $b$  方向から見た場合の  $TiO_6$  八面体の連鎖およびそこに形成される  $K^+$  イオンを含むトンネル構造を示したものである。ここで、

繊維の伸長方向は  $b$  方向で、トンネルの方向と一致している。配位多面体の連続を考えると、このトンネル



(a) 六チタン酸カリウム



(b) 二硫化モリブデン (c) グラファイト

図1 結晶構造

\* 原稿受付 平成2年4月26日。

\*<sup>1</sup> 学生員、埼玉大学大学院(〒338 浦和市下大久保255)。

\*<sup>2</sup> 埼玉大学工学部。

に沿ってはせん断しやすいと言える。

このせん断し易い面を持つという性質は二硫化モリブデン<sup>(3)</sup>、グラファイトとも類似性がある。すなわち、両者の結晶構造はともに図1(b)に示したように六方晶系で層状構造をしていることから、結晶はその層間で容易にせん断される。これにより、摩擦力が小さくなるという性質がある。これに対して、六チタン酸カリウムの繊維はトンネル構造(結晶主軸 *b*, *c* 方向)に沿ってせん断しやすく、それに直角方向(結晶主軸 *a* 方向)に対しては荷重を受け持つ。それゆえ、二硫化モリブデン等と摩擦係数の低下作用というところでは類似した性質があるものと考えられる。しかし、従来の層状構造体とは全く趣を異にするので、この結晶系が実際に低摩擦効果を有するかを検討してみた。

2. 実験装置および実験方法

2.1 実験装置および実験方法 図2は実験装置の概略構造を示したものである。インダクションモータおよびリングコーン減速機付モータにより任意に速度が設定でき、回転方向は、ローラの接触点で同一になるようにした。潤滑油は無回転時にローラの下半分が浸され、回転時には全周にかかるように油槽を置いた。

ローラ同士の接触圧は、荷重付加装置に重りをつけることにより調整し得るようにした。駆動時の軸トルクは駆動軸中間部に取付けたトルク計により測定して、パーソナルコンピュータに取り込んだ。なお、摩擦係数  $\mu$  は、 $\mu = T / WR$  ( $T$ : トルク,  $W$ : 法線荷重,  $R$ : ローラ半径)として求めた。実験条件は、表1に示したとおりである。

2.2 摩擦試験用ローラ 摩擦試験用ローラには図3に示すようなナイロン66および高炭素クロム軸受鋼(SUJ)製のものを用いた。表2にナイロンローラ

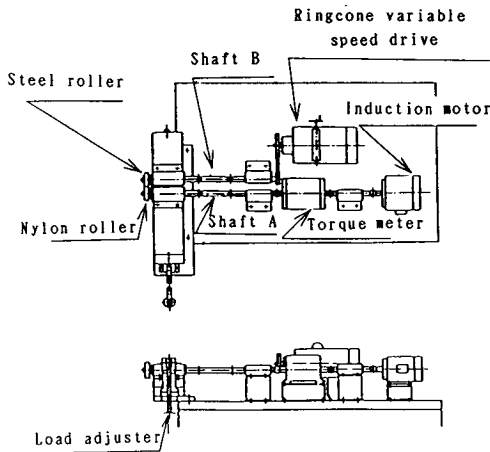


図2 実験条件

表1 実験条件

Velocity of nylon roller	$V_1$ rpm	321~1000
Velocity of steel roller	$V_2$ rpm	321 400
Normal load	$W$ N	958
Mass ratio of $K_2Ti_6O_{13}$ in oil		10%

表2 試験用ローラの機械性質(カタログ値)

	Tensile strength MPa	Young's modulus GPa	Rockwell Hardness HRR
nylon	91	3.5	120

	Outside diameter $D$ mm	Inside diameter $d$ mm	Roller width $b$ mm
Nylon roller	72.4	25.4	14.8
Steel roller	72.4	25.4	20.0

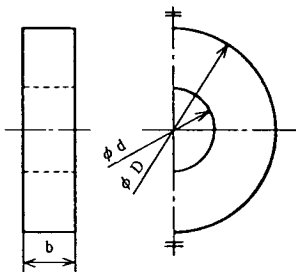


図3 実験片の形状

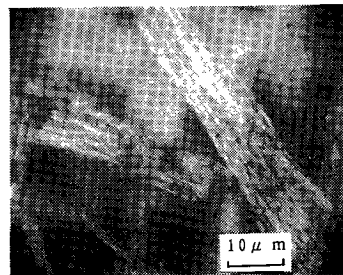


図4 六チタン酸カリウム繊維

の機械的性質<sup>(4)</sup>を示す。

**2.3 六チタン酸カリウム繊維** 六チタン酸カリウム繊維はメルト法で製造したもので図4に示した顕微鏡写真のように板状結晶をしている。直径は10~30 μm、長さは50~200 μmで、扁平な形をしており、アスペクト比(長さ/厚さ)3~20程度である。図中、筋状に見える方向が八面体の連鎖方向(*b*軸方向)で、その面に沿ってせん断破壊しやすいものといえる。表3に繊維の物理的性質<sup>(5)</sup>を示す。モース硬度は4と方解石と同程度である。二硫化モリブデンにおいてもエッジ面(微小硬度900)は活性で硬く、金属を削るほどであることを勘案すると、潤滑油に添加して使用しても、それほど問題のないことをうかがわせる。繊維の成長反応は1100°C前後でK<sub>2</sub>Ti<sub>6</sub>O<sub>13</sub>が分解融解することを利用している。この際に生成する液相量が繊維長とか耐熱性に影響を及ぼす。ここでは、カタログ値で1200°C以上の耐熱性を有する素材を用いた。

**2.4 潤滑油** 六チタン酸カリウム繊維の粘結材としてマシン油[粘度:194 cSt(18°C)]を用い、10%濃度の潤滑油とした。表4中に、この潤滑油の動粘度を示した。

3. 実験結果および考察

**3.1 六チタン酸カリウム繊維の熱分析** 図5は、580°Cまで重量熱分析をした結果を示したものである。重量はほとんど580°Cまで変わらず、熱分解をしない

表3 六チタン酸カリウム繊維の物理的性質(カタログ値)

Chemical structure	K <sub>2</sub> Ti <sub>6</sub> O <sub>13</sub>
Crystal system	Monocline
Color	Thin yellow
Real specific gravity	3.35
Tensile strength GPa	4.9 ~ 6.9
Morse Hardness	4
Melting point °C	1310~1350
Hest-resisting °C	Don't contain the crystal water while the temperature is higher than 1200 °C.

表4 六チタン酸カリウムを添加する潤滑油の粘度

	Temperature °C	Kinematic viscosity ν cSt	
		before use	after use
K <sub>2</sub> Ti <sub>6</sub> O <sub>13</sub> 's Oil	18	212.6	244.8

ことがわかった。一般に摩擦剤は温度が高くても化学的に安定であることが必要で、そのために酸化防止剤等を添加している。しかし、六チタン酸カリウムの場合は、580°C程度までほとんど熱分解をしないことから、それが不要なことがわかる。

**3.2 荷重に対する摩擦係数の変化** まず、六チタン酸カリウム繊維自体がどの程度の低摩擦効果を持つかを検討した。図6は、六チタン酸カリウム、マシン油および六チタン酸カリウム繊維を添加させた潤滑油を鋼試験片間(表面粗さ:R<sub>max</sub>=1.0 μm、材質:S45C)に挟んで、垂直方向荷重を変化させた場合の摩擦係数の変化状況を示したものである。六チタン酸カリウムを添加した潤滑油がマシン油のみの場合と比較してもさらに摩擦係数が低下した。六チタン酸カリウム繊維のみを挟んだ場合、接触圧が4000 Pa程度以上となると、アプレーシブ(いわゆる、引っかききず)的な摩擦が目立ち、摩擦係数も一定値に落ち着く、マシン油のみの場合は摩擦係数が低下するものの接触圧が5400 Pa程度以上のなると、上昇傾向を示した。これは、接触圧が高くなると、油膜の一部がとところどころとぎれ、分離したためと考えられる。これに対して、六チタン酸カリウム繊維を添加した油では、高接触圧に

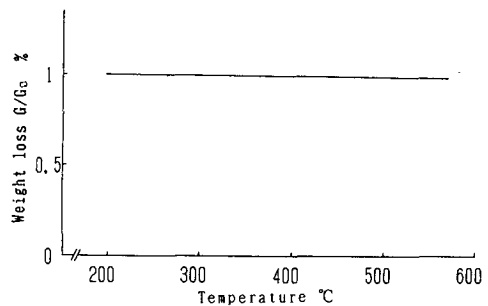


図5 六チタン酸カリウム繊維の熱分析

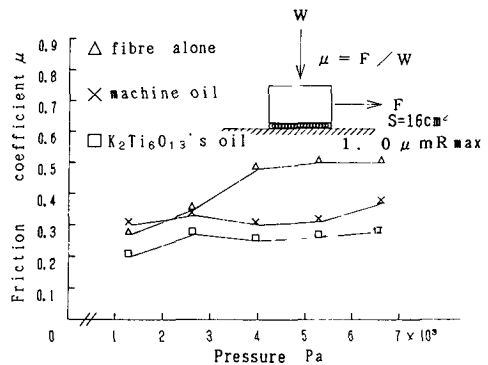


図6 圧力と摩擦係数(摩擦速度0.02 m/s, 温度18°C)

なっても、低摩擦係数を維持した。これは、八面体の連鎖方向に対し直角方向に荷重が加った場合、図1(a)の結晶構造からもわかるように荷重をしっかりと支える。接触面では、繊維は表面に平行に並ぶ確率が高くなると考えられるので、大荷重時にも薄層がとところどころとぎれ分離するということが起こらず、潤滑作用を維持したものと考えられる。

**3.3 滑り率に対する摩擦係数の変化** 本実験では、転がりのほかに滑りを加えた。滑り率  $s$  ( $= (V_1 - V_2)/V_1$ ;  $V_1$ : 駆動側ローラの外周速度,  $V_2$ : 従動側ローラの外周速度) の大小により摩擦係数がいかように変化するかを検討してみた。油膜厚さは、マシン油のみの場合について、Dowson<sup>(6)</sup>による弾性流体潤滑油膜厚さ計算式によって計算すると7.7  $\mu\text{m}$ 程度と推定される。六チタン酸カリウム繊維が含まれる場合も粘度の圧力係数が同じものと仮定して計算してみると、8.8  $\mu\text{m}$ 程度となった。スチールローラおよびナイロンローラの表面粗さは1.5  $\mu\text{m}$   $R_{\text{max}}$ , 5  $\mu\text{m}$   $R_{\text{max}}$ であり、上記で計算される値を勘案すると、実際の潤滑モードは流体潤滑状態にあるものと考えられる。

図7は、例としてスチールローラ側速度を321rpmおよび400rpmの二者に設定し、各場合についてナイロンローラ側の回転速度を種々変化させた場合の滑り率に対する摩擦係数の変化状況(摩擦係数は3.6節で

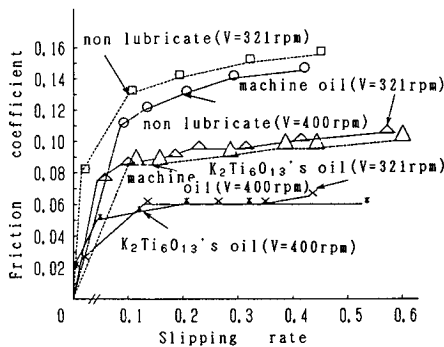


図7 滑り率と摩擦係数

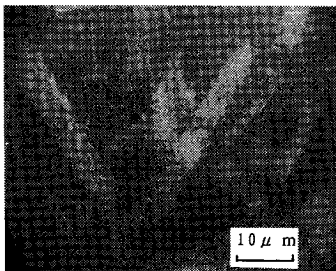


図8 実験後の六チタン酸カリウム繊維

述べるようにある変動幅をもって変化するが、その平均値をとっている)を示したものである。これより、例えば無潤滑の状態では滑り率が增大するとともに摩擦係数が増大し、ある値を超えるとほぼ一定値に落ち着く。しかし、スチールローラ側の速度が少し増大すると、摩擦係数が急激に減少することがわかる。これにより、スチールローラの変動に対して、摩擦係数は不安定な状態におかれることがわかる。六チタン酸カリウム繊維10%を添加した潤滑油を使う場合には、速度変化があっても摩擦係数はほとんど変化せず、安定している。しかも、摩擦係数はかなり低くなり、摩擦係数の低減化には効果のあることがわかる。

**3.4 六チタン酸カリウム繊維のせん断** 図8は、上記摩擦実験後の繊維の状況を示したもので、トンネル方向に沿ってすべて破壊し、繊維長も短くなっているのがわかる。

このように、滑り破壊しやすいことから、摩擦係数が減少したものと推察される。また摩擦面では、六チタン酸カリウムが扁平であることから、八面体の連鎖方向が接触表面と平行に配列するようになると、チタンの稠密方向と合致する。それゆえ相手材への凝着による拡散は少なく、したがって摩擦力は減少したものと考えられる。

### 3.5 六チタン酸カリウム繊維の油との親和性

六チタン酸カリウム繊維を添加した潤滑油に水を加え、超音波洗浄(水の量: 500  $\text{cm}^3$ , 温度: 18°C, 時間: 2h)を行い六チタン酸カリウムが油と親和性を有するかどうか検討した。その結果、図9に示した顕微鏡写真からもわかるように、油と親和性が極めて良く、分離しないということがわかった。これより、接触面では常に油と一体で潤滑作用を起こし、油と分離し、単独で相手材へ攻撃を加えることが少ないものと考えられる。それゆえ、潤滑性素材の機能としては満足できるものと考えられる。

### 3.6 摩擦係数の変動

摩擦係数は、装置の駆動

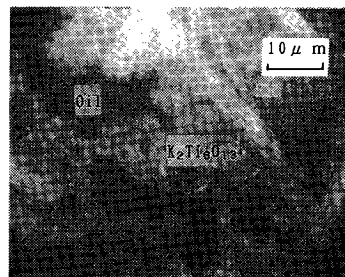
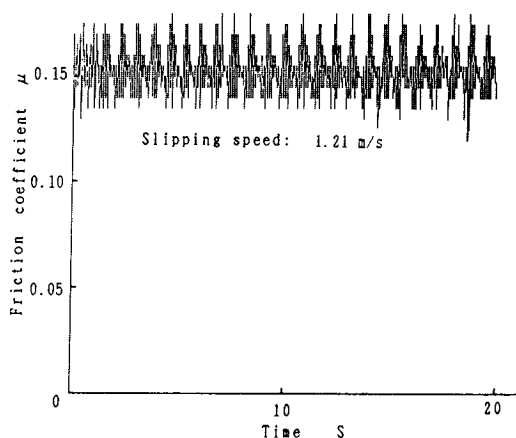


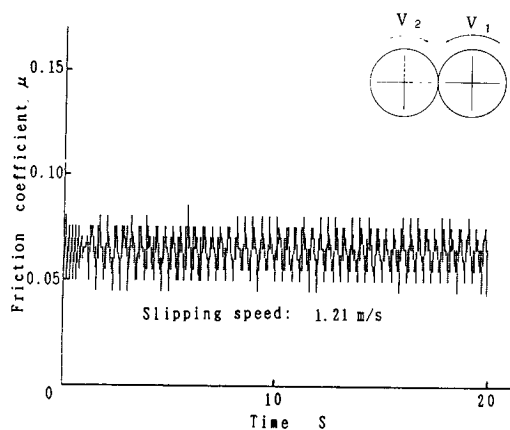
図9 超音波洗浄後の六チタン酸カリウム繊維

中に変動が少なく安定していることが望まれる。ナイロンローラとスチールローラにおける動力伝達時の摩擦係数がいかに変動するかを、潤滑剤のある、なしの場合について検討した。

図10は、無潤滑状態および六チタン酸カリウム繊維10%を含有する潤滑油で潤滑した場合の摩擦係数の変動状態を示したものである。いずれの場合も、ナイロンローラの回転速度は647 rpm(周速:2.45 m/s)、スチールローラの回転速度は327 rpm(周速:1.24 m/s)、で互いの駆動方向は図10中に併記したとおりである。図10を検討してみると、六チタン酸カリウム繊維を添加させた油を潤滑剤として使う場合の摩擦係数の変動幅の絶対値は無潤滑の場合よりかなり小さくなるのがわかる。この現象は他の速度の場合でも同様に見られた。すなわち、六チタン酸カリウム繊維



(a) 無潤滑



(b) 六チタン酸カリウム潤滑

図10 無潤滑と六チタン酸カリウム潤滑の摩擦係数振動波形

維の添加により摩擦係数の変動幅は小さく抑えることができ、安定的な駆動を期待できる。

3・7 六チタン酸カリウム繊維の鋼ローラに対する攻撃性 六チタン酸カリウム繊維は図1(a)の結晶構造からもわかるように $K^+$ が融出し、イオン交換機能もある。摩擦面にて発生するイオンのイオン化系列によっては、摩擦材への攻撃性が変化するものと考えられる。

鋼ローラ表面は、摩擦実験前の状態では目に見えるようなさびは長時間放置しても目立たないが、実験後のものはさびが目立つようになる。これは $K^+$ が鋼ローラの $Fe^{++}$ とイオン交換をきたしたものと考えられる。表5は、実験前後における六チタン酸カリウム繊維をも含む油の蛍光X線分析結果を示したもので、相対的にFe、Tiが増加し、Kが減少している。鋼ローラから $Fe^{++}$ が飛び出し、 $Fe^{++}$ と $K^+$ との交換が行われ、油中にはTiとFeとが相対的に多くなったものと考えられる。

3・8 摩耗 図11は、ナイロンローラ表面に食込

表5 蛍光X線分析結果

Element of $K_2Ti_6O_{13}$ 's Oil	before use %	after use %
Ti	53.1	79.5
K	46.0	18.26
Ca	0.93	1.10
Br	0.001	0.34
Fe	0.001	0.15
Cu	0.001	0.000
S	0.000	0.18

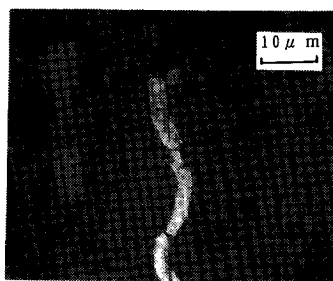


図11 入り込んだ六チタン酸カリウム繊維の状況

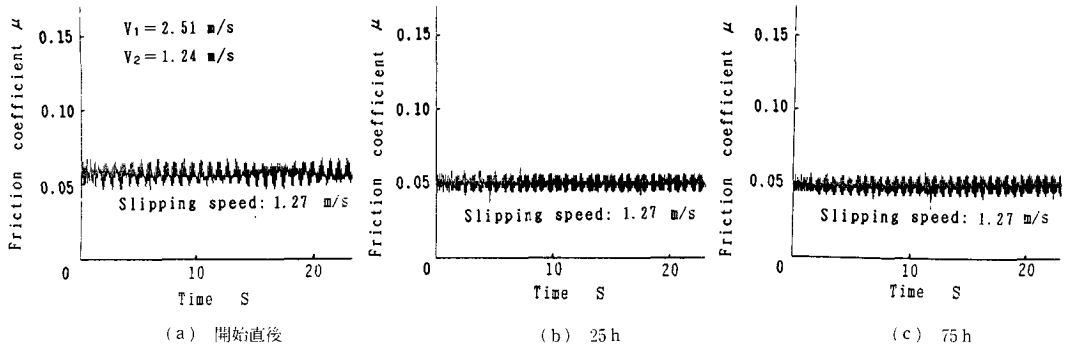


図 12 時間ごとの摩擦係数の変化状態

んだ六チタン酸カリウム繊維の状況を示したものである。ほとんどが表面と平行になるように配列しており、表面と直交方向が入り込んでいるものはほとんどない。またスチールローラ側にはアブレイブ摩耗に特徴的な溝状の損傷といったようなものは見られなかった。

すなわち、六チタン酸カリウム繊維は摩擦の初期段階でナイロン表面に食込んでしまうので、摩擦は移着層との界面で発生し、繊維先端部が相手材をひっかきながら、移動するために生じると考えられるアブレイブ摩耗が伴わなくなったものと考えられる。

3・9 六チタン酸カリウムを添加した潤滑油の寿命潤滑油の経時変化を検討するため長時間使用に対しても安定的に機能するかどうか実験した。図 12 は、連続運転中においてある時間経過ごとの摩擦係数の変化状態を示したものである。開始直後の変動幅がいちばん大きいのが、これは六チタン酸カリウムのへき開破壊などがあまり起こっておらず粒子がまだ大きい状態に置かれているためである。75 h 経過後の波形はかなり安定した状態となる。へき開破壊等が進み粒子が図 8 にも示したように細くなったり、前述のようにナイロンローラ表面にくい入り、摩擦状態が安定化したためであると考えられる。次に表 4 に、使用前後の油の粘度を併記した。使用前に 213 cst 程度であった粘度が使用後は 245 cst 程度と高くなっている。これは六チ

タン酸カリウムの微砕化による影響と考えられる。図 8 にも示したように、実験後の繊維状態を観察すると、図 4 の繊維を単にスケールダウンした 10~40 μm 程度の長さで扁平形状をして浮遊している。これにより、潤滑油は長時間に使って潤滑機能を有していることがうかがい知れる。

#### 4. ま と め

本実験では、六チタン酸カリウム繊維を添加した油の潤滑特性について検討し、次の結論を得ることができた。

六チタン酸カリウム繊維は、潤滑剤として使用した場合、摩擦係数を低下させ、しかも、安定化させる作用がある。油膜厚さおよび繊維長分布については、油や水に添加して使う場合等によって、最適な系が異なるであろうが、これらについては今後の研究課題である。

#### 文 献

- (1) 藤木, 日本セラミックス協会学術論文誌, 96-11(1988), 1109.
- (2) 小林, クボタ技報, No. 22(1989), 89.
- (3) 西村, 機械の研究, 37-2(1985), 305.
- (4) 日本ポリベンコ製品規格案内, (1988).
- (5) 久保田鉄工, TXAX, カタログ.
- (6) 木村・岡部, トロイボロジ一般論, (1984), 111, 養賢堂.