【技術資料】 潤滑膜の分析手法
～潤滑油により形成される膜成分の膜厚、微細構造、元素分布解析（膜内部）～

概要

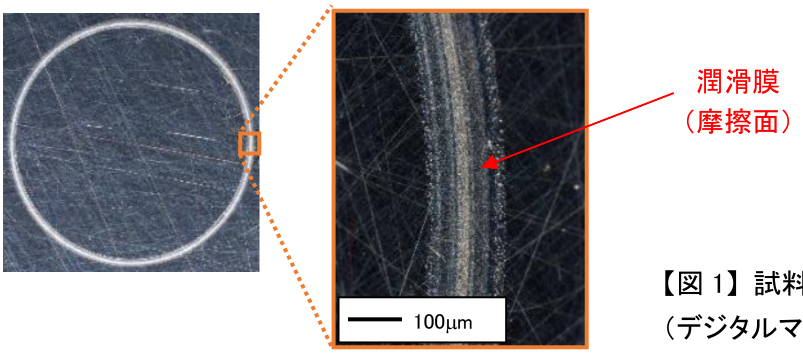
モリブデン（Mo）含有潤滑油は自動車エンジンオイルの代表的な摩擦低減剤で、摩擦面に形成される膜成分（潤滑膜）が低摩擦化に寄与します。透過電子顕微鏡（TEM）及び EDS（エネルギー分散型 X 線分析器）により潤滑膜の膜厚や微細構造、元素分布を解析した事例を紹介します。

試料

以下の通り調製した潤滑膜の分析を実施しました。

Mo 系摩擦低減剤を含む市販エンジンオイルを金属基板上に塗布

→摩擦試験（表面温度 50℃, 試験時間 5～180min）【図 1】

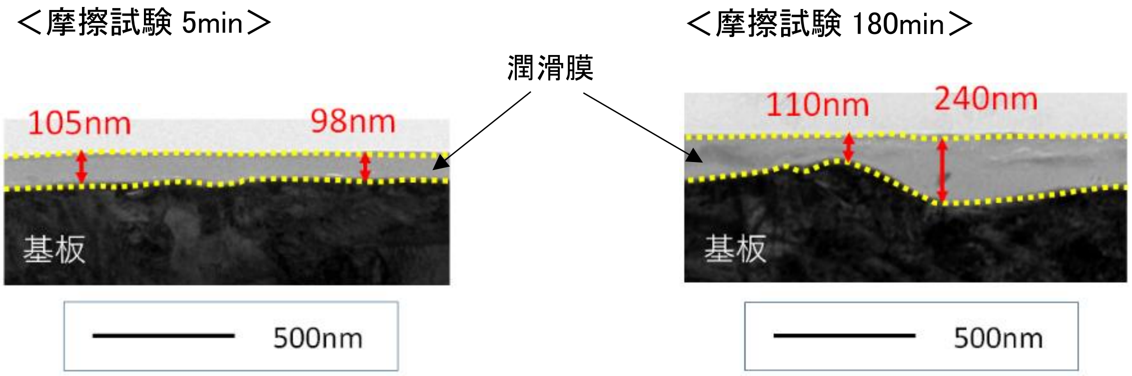


【図 1】 試料外観
（デジタルマイクロスコープ像）

事例紹介

1）膜厚解析

潤滑膜の断面を作製して TEM 観察を行うことで、潤滑膜の膜厚を解析可能です。摩擦試験 180min 後の潤滑膜は摩擦試験 5min 後と比べて厚く、潤滑膜が経時的に形成される様子を確認できました【図 2】。

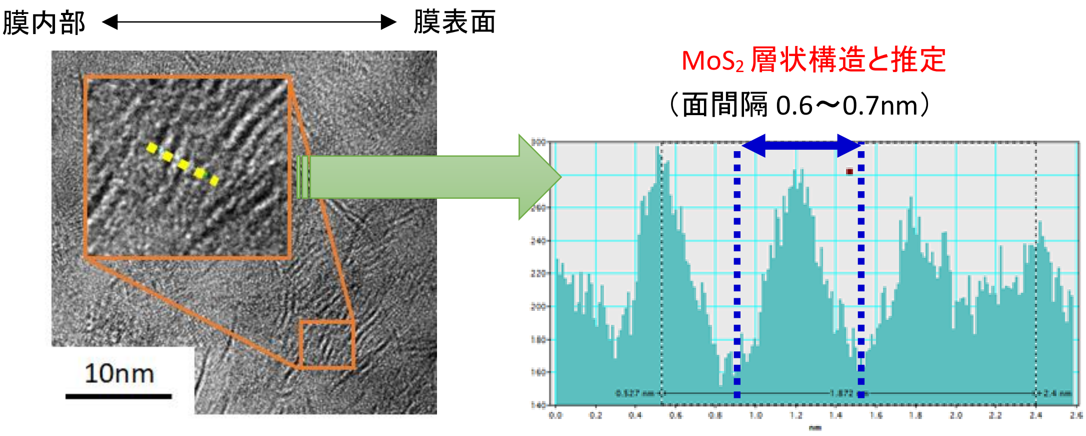


【図 2】 潤滑膜の断面 TEM 像

2）微細構造解析

低摩擦化は、二硫化モリブデン（MoS_2）の層滑りに起因することが知られています [1~3]。このため、潤滑膜中における MoS_2 層状構造の把握は重要です。

高倍率の断面 TEM 像における輝度プロファイルを詳細解析することで、摩擦試験 180min 後で MoS_2 層状構造が確認できました。MoS_2 層状構造は摩擦試験 5min 後では確認できず、経時で潤滑膜中に形成されていると考えられます【図 3】。

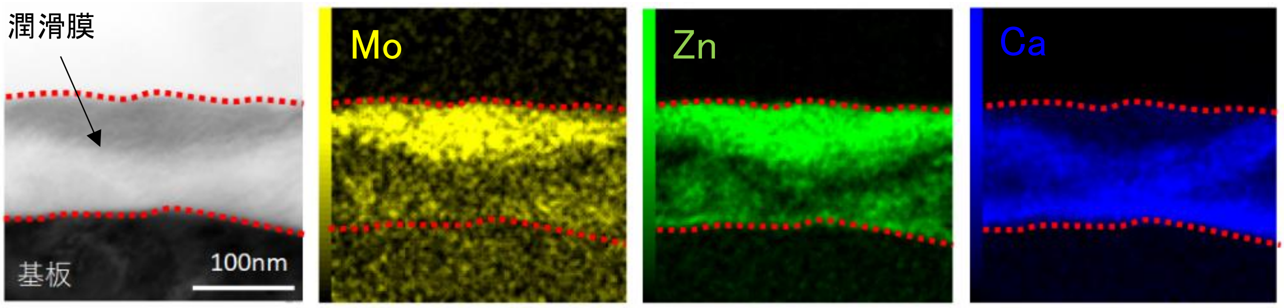


【図 3】潤滑膜の断面 TEM 像（左）及び輝度プロファイル（右）
※摩擦試験 180min 後の観察結果。摩擦試験 5min 後は同様の構造が確認されず。

3）元素分布解析

断面 TEM 像の EDS 分析より、潤滑膜内部の元素分布を解析できます。

摩擦試験 180min 後の EDS 元素マッピング【図 4】より、Mo は膜全体に分散し、特に表層で多い様子が確認されました。また、添加剤に由来する元素のうち、Zn は Mo 分布と同傾向であり、MoS_2 形成に寄与する可能性が推定されます [4~5]。



【図 4】潤滑膜の断面 TEM-EDS 元素マッピング結果

引用文献

1) 駒場ら：MoDTC 添加油の潤滑効果に対する温度の影響，トライボロジスト，62，11 (2017) 35.
2) 山田ら：MoDTC の摩擦低減機構，日石三菱レビュー，43，1 (2001) 5.
3) 高木：MoS_2 族の層状構造と摩擦，精密機械，46，11 (1980) 1434.
4) MI De Barros Bouchet et al.　：Mechanisms of MoS_2 formation by MoDTC in presence of ZnDTP effect of oxidative degradation，Wear，258，11-12 (2005) 1643.
5) 大津ら：MoP・ZnDTP 併用条件における境界潤滑特性とその潤滑機構に関する研究，トライボロジスト，63，10 (2018) 715.

適用分野：その他無機製品
キーワード：潤滑油、潤滑膜、モリブデン、Mo、層状、摩擦低減剤、低摩擦化、断面、TEM、EDS、膜厚、元素分布