

藤森科学技術振興財団 研究実施概要報告書

(西暦) 2025 年 5 月 30 日

公益財団法人藤森科学技術振興財団
理事長 藤森 明彦 殿

藤森科学技術振興財団の助成金による研究が終了しましたので、下記のとおり報告をいたします。

所属機関 横浜国立大学

職 名 准教授

氏 名 大久保光



【提出書類】

(1) 研究実施概要報告書(本紙)

添付書類(A4 版 3 枚以内): 研究状況を示す写真等の資料

(2) 収支報告書

添付書類: 助成金を充当した経費の領収書

領収書を添付しない場合: 支払一覧表と支払部門担当者確認署名

⑤

(1)テーマ

※スペースが足りない場合は、枠を追加いただいて構いません。

100%ナノセルロース成型体の超潤滑機構の解明とバイオマス摺動システムの創製

(2)本研究の期間

(西暦) 2024 年 4 月 ～ 2025 年 3 月

(3)本研究の目的

近年、次世代のバイオマス産業資材としてCNFの研究開発が進められている。CNFは、セルロース分子が集合したセルロースマイクロフィブリルから構成されるファイバー状の構造体であり、鋼鉄の5倍以上の高強度と1/5の低比重を有したバイオマス材料である。この優れたCNFの特性を生かして、石油由来素材の代替としてCNFの産業利用が拡大しつつある。一般的なCNFの工業利用法の一つとして、ポリエチレン(PE)やポリプロピレン(PP)を母材として、CNFを繊維強化添加剤として使用する方法がある。また、CNFの新奇な利用法として、CNFのみで構成された100%CNF成形体(以下、CNF成形体)がある。CNF成形体は、CNF分散液を加圧・脱水成形することで得られる、高強度、軽量、高熱伝導率及び高加工性を有するバイオマス成形体である。

本研究では、CNF添加プラスチック成型体やCNF成形体のトライボロジー特性及びその表面・内部構造の変態挙動に着目し、種々の分析装置による界面構造計測により、CNFを基軸とした摺動材料の潤滑メカニズムを解明する事を目的とする。得られた知見に基づき、CNF系材料の問題点を抽出し、高機能化を果たすことで、摺動機械要素に適用可能な次世代バイオマス摺動材料の創製を目的とする。本年度は、高温環境下におけるCNF成型体の超低摩擦性発現機構の解明及びCNF添加プラスチック成型体のトライボロジー特性のCNF濃度依存性について報告する。

(4) 本研究の概要

■高温環境下におけるCNF成型体の超低摩擦性発現機構の解明

■装置の構成

本研究で使用した摺動試験装置の外観写真をFig. 1に示す。本装置は、「駆動ユニット」と「力学計測ユニット」、「温度制御ユニット」から構成されている。本研究における試験では、温度制御ユニットにて基板の温度を変化・制御し、駆動ユニットでボールまたはリングを回転させ、基板上で摺動する。力学計測ユニットでは、摺動時に発生する垂直荷重と摩擦力の力信号を取得する。また、レーザーラマン顕微鏡下に本装置を設置し、摺動と同時に試料表面の化学構造を取得する「in-situ計測」を実施する。

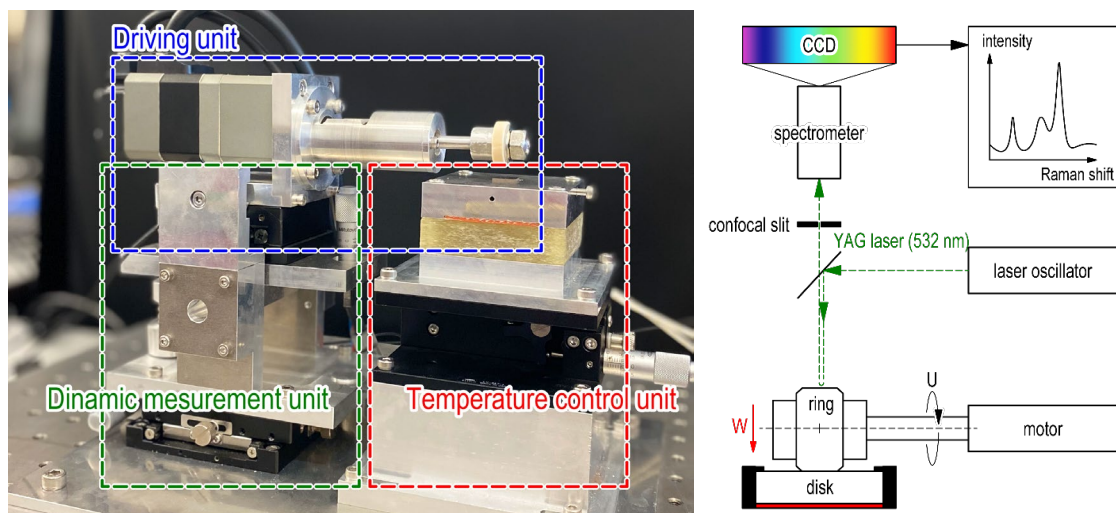


Fig. 1 装置の外観(左)と装置概要図(右)

2.2. 試験条件

本試験では、乾燥下の高濃度 CNF 成型体が様々な温度帯において示す摩擦特性を明らかにすることを目的として、摺動温度をステップアップまたはステップダウンさせ、リングオンディスク試験を実施した。また、摩擦特性に寄与する表面の化学構造変化を取得するため、Raman 分光分析によって in-situ 計測を行った。また、in-situ 計測後に SUJ2 摺動表面の AFM 測定を行った。本試験では、CNF 成型体のリングと SUJ2 基板を用いて、Fig.2 に示す以下の手順で昇温摩擦試験と降温摩擦試験を実施した。

- (1) 駆動ユニットを操作して、垂直荷重が 10 N に達するまでリングを貫入させた。
- (2) 摩擦力信号を 0 点に調整した。
- (3) 摺動前の CNF 成型体リングの Raman 測定(R-0)を行った。
- (4) 昇温試験では「加熱→摺動→Raman 測定」の過程をそれぞれ計 10 サイクルずつ実施した。
- (5) in-situ 計測後の SUJ2 の摺動表面の化学構造を Raman 分光分析によって取得した。

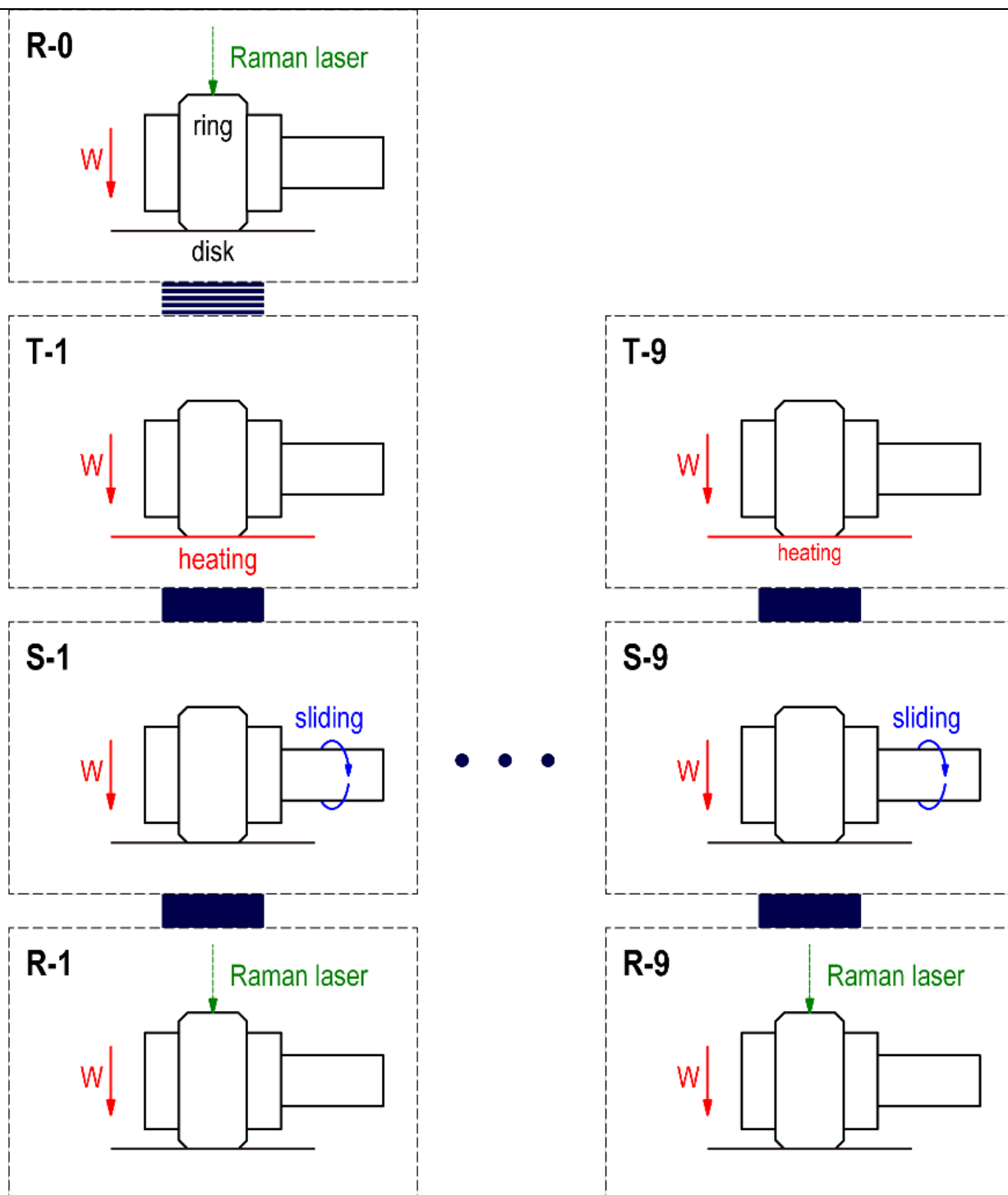


Fig. 2 試験手順

(5)本研究の内容及び成果

2.3. 実験結果及び考察

Fig. 3 に, in-situ 計測の昇温過程にて得られた各摺動温度における摩擦係数の時系列信号を示す. **Fig. 3** より, 摺動温度が高いほど平均摩擦係数が減少する結果が確認された. **Fig. 4** に, in-situ 計測の昇温過程にて CNF 成型体より得られた Raman 波形を示す. **Fig. 4** より, in-situ 計測で取得した CNF 成型体表面のラマンスペクトルから, セルロースに関連する分子振動に起因するピークが確認された. CCC, CCO, CO 環の変角振動が示す 380 cm^{-1} ピークはセルロースの結晶化状態に敏感なピークであり, 510 cm^{-1} のピークはセルロース分子の鎖長が短くなり COC グリコシド結合が切断されることで強度比が減少することが知られている. また, メチン基に帰属される 896 cm^{-1} のピーク強度に関して, セルロースの C6 とヒドロキシ基の乱れの量に比例することが示唆されており, セルロースのミクロフィブリルの断片化が影響すると考えられる. 1057 cm^{-1} のピーク強度は, セルロースが有する分子内・分子間の水素結合に帰属され, 分子鎖束が解繊することでピーク強度が減少する. そこで, セルロースナノファイバーの状態を反映すると考えられる上記のピークと自由水のピークにおいて, セルロースの代表的ピークに対する測定ごとの強度比を算出し, 摩擦面における Raman イメージング画像を作製した. **Fig. 5** にセルロース成型体の結晶化度に関わるピーク強度比より得られる Raman イメージング画像を示す. **Fig. 5** より, 各ピーク強度比は, 昇温過程にて減少することが確認された. 従って, CNF/SUJ2 間の摺動によって CNF の非晶質化とグリコシド結合の切断, メチン基の減少による分子鎖の断片化や分子鎖間の水素結合の切断が起きていると考えられる. また, これらの CNF の構造変化は摺動表面の加熱によっても引き起こされることが示唆される.

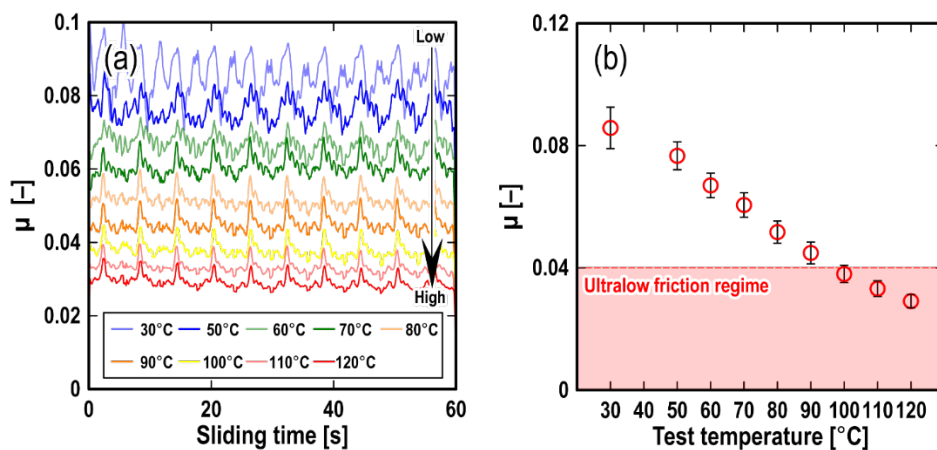


Fig. 3 各試験温度における摩擦係数の挙動 (左) 及び試験温度と平均摩擦係数の関係 (右)

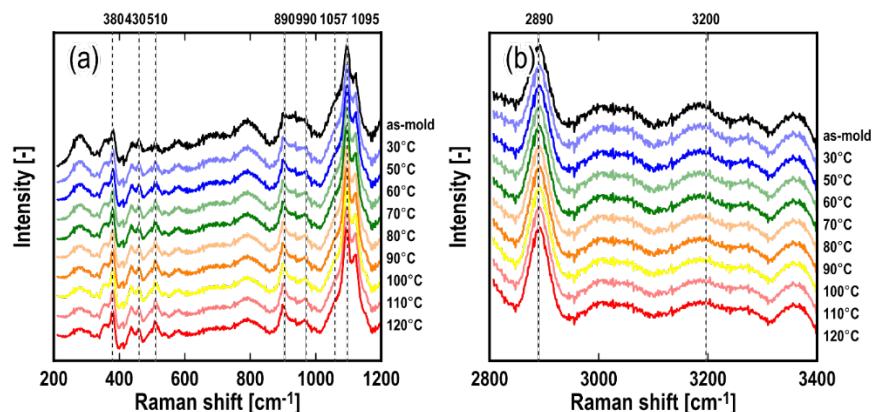


Fig. 4 各試験温度における CNF 成型体の Raman 波形 (左: 低波数領域・右: 高波数領域)

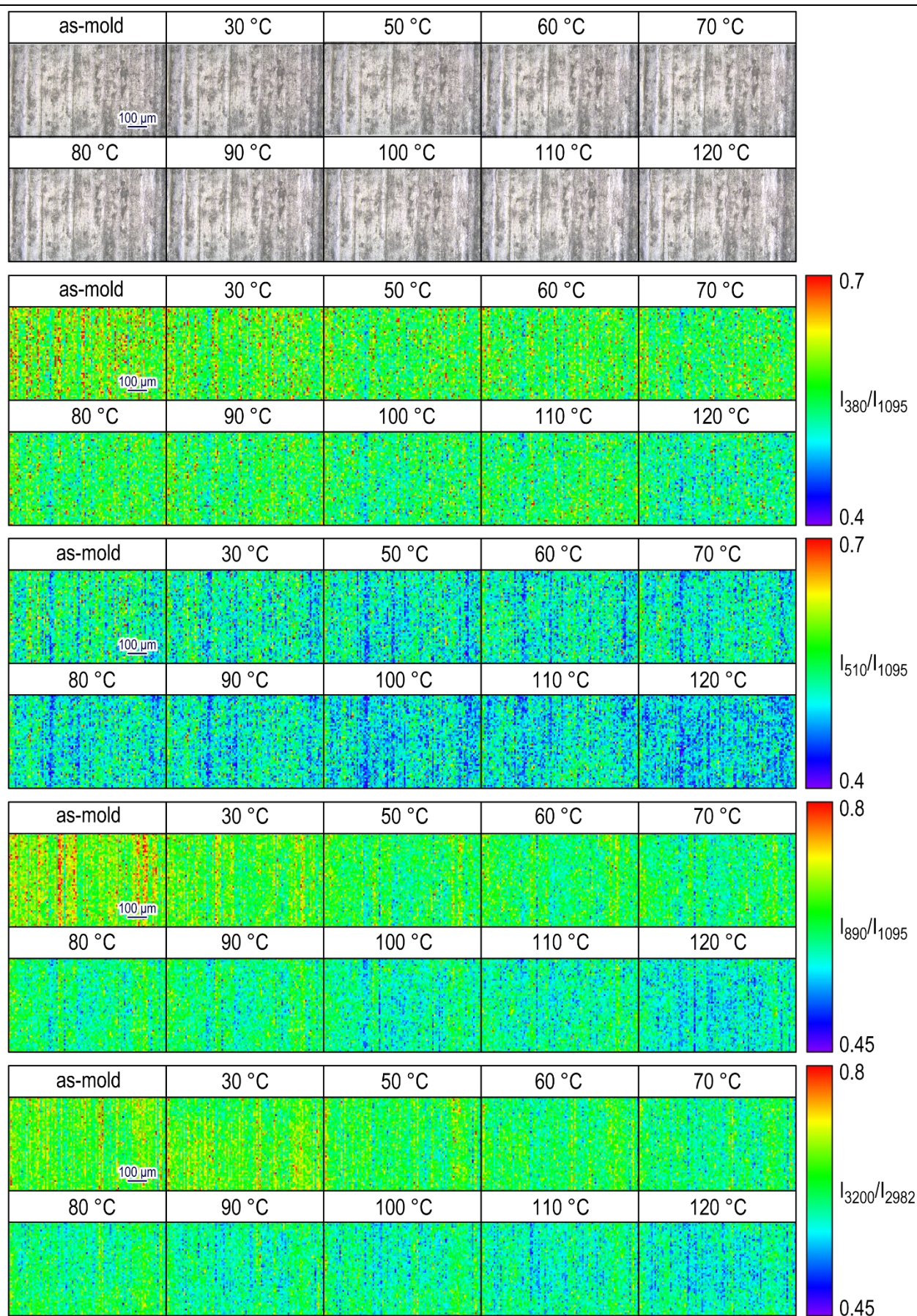


Fig.5 各強度比の Raman イメージング

また、**Fig.6** に in-situ 計測後に撮影した SUJ2 摺動表面の顕微鏡像と in-situ 計測後の SUJ2 摺動表面で取得した Raman スペクトルを示す。なお、Raman スペクトルは、多項式フィッティングによってベースライン補正を施した。Fig.6 より、in-situ 計測を実施した後の SUJ2 摺動表面では、移着膜とみられる物質が形成されていた。また、その移着膜表面の Raman 波形からは、セルロースのピークに加えて、グラファイトに起因するピークである 1350 cm^{-1} と 1580 cm^{-1} が確認された。従って、in-situ 試験後の SUJ2 基板表面上の移着膜は、主に CNF 成型体表面にて破壊または切断された CNF がグラファイトに編成しているものと推定される。**Fig.7** に低摩擦時の移着膜と高摩擦時の移着膜の化学構造を示す。低摩擦時にはグラファイト成分が多量に検出され、高摩擦時にはグラファイト成分は低濃度であった。従って、CNF 成型体の高温環境における低摩擦化は、高温環境下における移着の生成とその移着の変態に伴う低せん断特性を有するグラファイト構造の形成によるものと結論した。

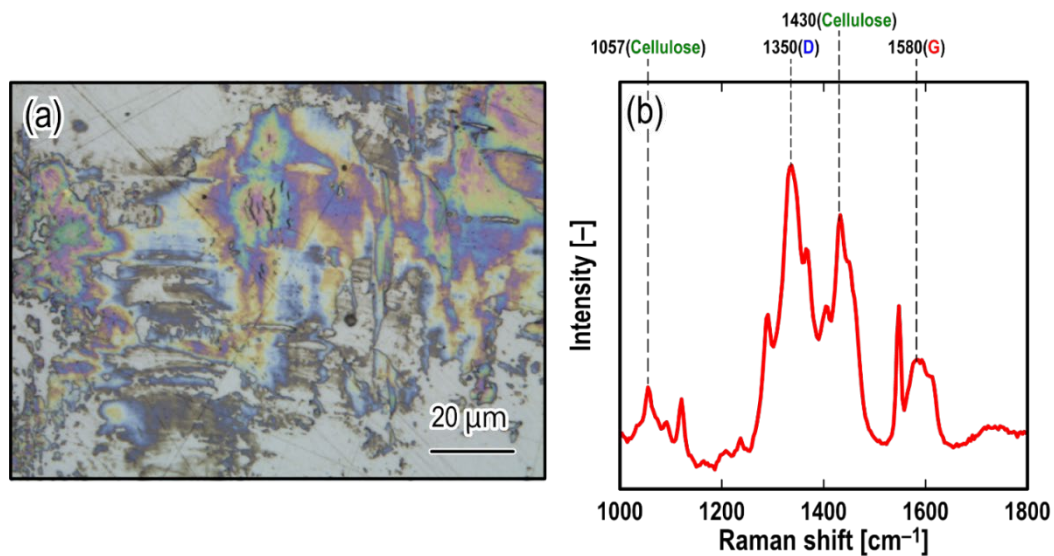


Fig.6 SUJ2 表面の移着膜の顕微鏡画像（左）とその Raman 波形（右）

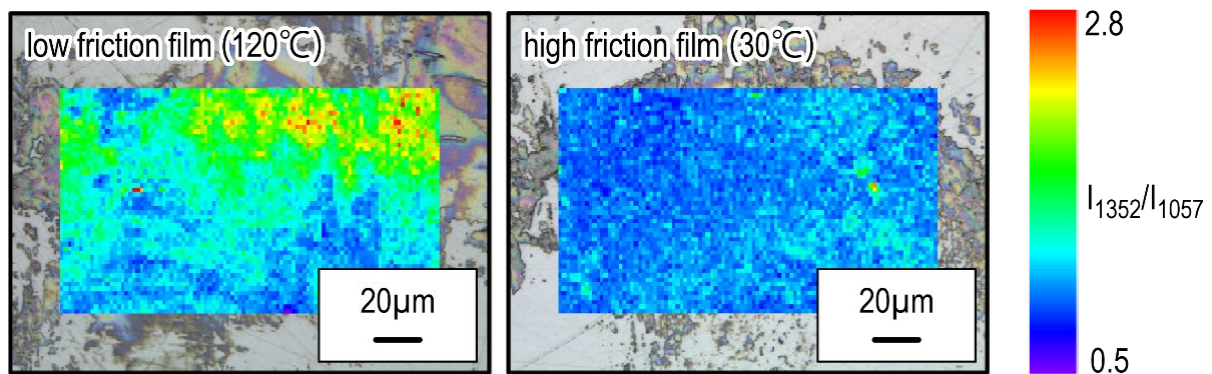


Fig.7 低摩擦時の移着膜と高摩擦時の移着膜の化学構造

(6) 本研究の考察

本研究における CNF 成型体の高温環境における低摩擦化は、高温環境下における移着の生成とその移着の変態に伴う低せん断特性を有するグラファイト構造の形成によるものと結論した。そのメカニズムを **Fig.8** に示す。CNF のフラグメント化と炭素構造への変態が摩擦界面に適宜発生することで、鉄鋼材料側に低摩擦な炭素構造体が生供給され、低摩擦化が発生したものと推定される。

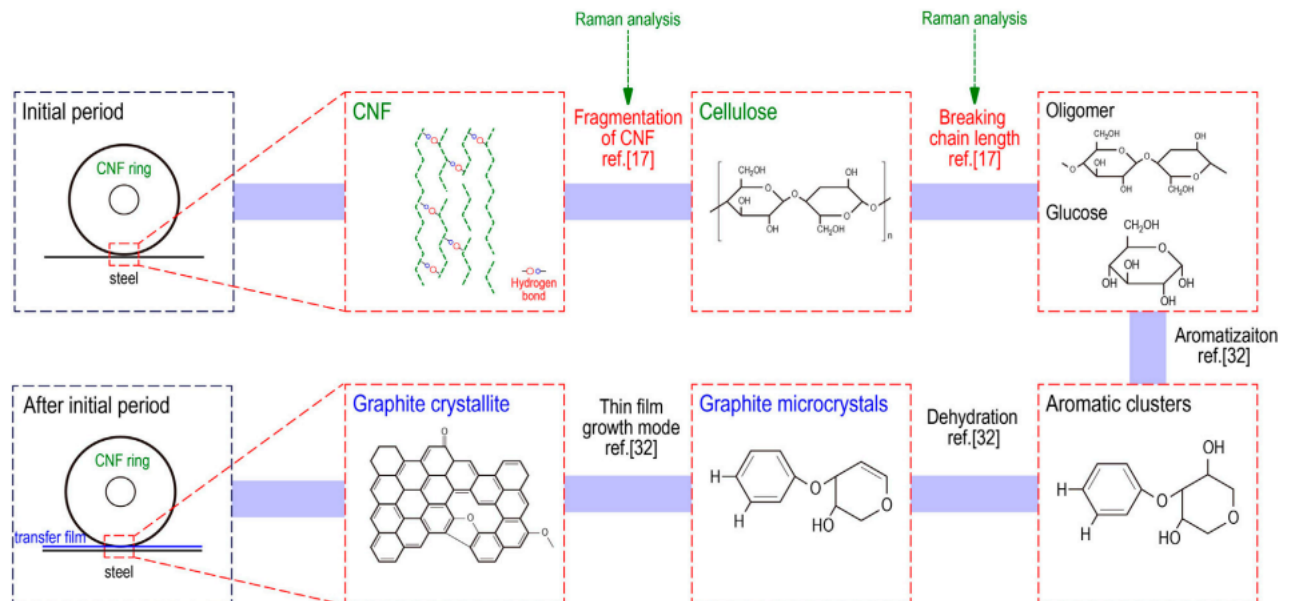


Fig.8 高温環境下における CNF 成型体の低摩擦メカニズム

⑤

(7)共同研究者(所属機関名、役職、氏名)

該当なし

(8)本研究の成果の公表先

該当なし(論文化予定)

[注]この報告書を当財団のホームページ等に掲載します。予めご了承ください。