

令和元年6月12日現在

機関番号：13901

研究種目：基盤研究(B) (一般)

研究期間：2016～2018

課題番号：16H04252

研究課題名(和文) 蛍光発光標識法と摩擦面直接観察によるDLC膜の摩耗に及ぼす潤滑油添加剤の影響解明

研究課題名(英文) The effect of oil additives on the wear of DLC and its in-situ observation by fluorescent light emission method

研究代表者

野老山 貴行 (Tokoroyama, Takayuki)

名古屋大学・工学研究科・准教授

研究者番号：20432247

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 13,800,000円

研究成果の概要(和文)：DLC膜のエンジン油中における異常な摩耗促進を及ぼす添加剤の影響を解明するため、MoDTCを代表とするMo系の物質を蛍光染色し、摩擦面内への進入過程の観察と摩耗量の測定を行った。その結果、境界潤滑条件においても1 μm以下の粒子が接触面間に進入し、摩耗を促進させていることが明らかになった。特にMo₂Cによるアブレイブ作用が顕著に摩耗を促進すること、MoDTC自身による摩耗の促進も明らかとなった。また、MoDTC自身による摩耗の促進はラマン分光分析結果から化学腐食摩耗であることが示唆された。

研究成果の学術的意義や社会的意義

内燃機関は今後50年間において全自動車の約70%以上を依然として占め、燃費向上は化石燃料の使用量減少のために不可欠である。ピストンリングとライナー部の摩耗にはエンジン油、燃料、燃焼による温度上昇、摩擦・気液混合など複雑な条件であるが、エンジン内での摩擦係数減少の達成により2%の燃費向上が見込まれている。特定の添加剤による摩耗増大機構の解明は、エンジンの長寿命化への設計指針を与えるため非常に重要である。

研究成果の概要(英文)：To clarify an effect of oil additives on wear of Diamond-Like Carbon under lubrication, a friction test with in-situ observation to the contact point by using fluorescent stain method for imitation wear powders such as MoDTC, and measurement of DLC wear amount was conducted. As a result, imitation wear powders which diameter less than 1 μm could enter into the contact point even if it was boundary lubrication condition, then those situation could enhance the wear of DLC. Especially, Mo₂C had abrasive effect to enhance wear of DLC and also the MoDTC itself had wear acceleration effect. The mechanism of wear acceleration by MoDTC was assumed to be classified to chemical wear by Raman analysis.

研究分野：トライボロジー

キーワード：DLC 摩擦 摩耗 エンジン 蛍光染色 その場観察 ラマン分光分析 境界潤滑

様式 C-19、F-19-1、Z-19、CK-19 (共通)

1. 研究開始当初の背景

近年、CO₂ガス排出による地球温暖化をはじめとする地球環境への関心が高まり、石油資源の消費抑制のため、自動車の燃費を向上させることは自動車産業にとっての終わりの無い課題となっている。自動車の燃費の向上という課題には、パワートレインの向上、車体の軽量化、走行抵抗の低減などの方策がある。パワートレインの向上にはエンジンの直噴化やハイブリットシステムなどによりエネルギー効率が飛躍的に向上したシステムが実現した。今後もさらに効率を向上させるには、システムの更なる改良に加え、摩擦によるエネルギー損失を低減させることが重要である。エンジン駆動系の摩擦低減の方策として、①摩擦係数の低減、②摩擦部位への荷重負荷の低減、③しゅう動部面積の低減、④粘性抵抗低減のための低粘性オイル化などが図られている。車体の軽量化に関しては、複合材料などの採用で軽量化が進んでいるが、エンジン部品などでの金属材料の高機能化要求は一段と高まり、表面改質技術へのニーズが高まっている。また、エンジン動弁系・カムフォロワ機構は、他のしゅう動部位に比べて摩擦条件がはるかに厳しく、耐摩耗性改善を狙って TiN や CrN が適用されてきている。現在では、低摩擦、小さな表面粗さ、高い耐摩耗性、化学的不活性、ガスバリア性などの優れた潤滑特性を持っているダイヤモンドライクカーボン(Diamond-like Carbon; DLC)膜のコーティングが注目されている。今後は、動弁系以外の部品(ピストンリング、ギア)などしゅう動部品への適用が進むと考えられている。エンジン部品に使用される DLC 膜には ATF (Automatic Transmission Fluid) のように添加剤を含む潤滑油中において使用される場合がある。DLC 膜に要求される性能として、低摩擦のみならず、添加剤の吸着活性や、添加剤による摩耗促進の有無が重要なパラメータとなりつつある。さらに DLC 膜は高硬度であり、無潤滑下でも耐摩耗性が高く、低い摩擦係数を示すことから金型、工具、機械部品などのさまざまな分野での実用化がされている。しかし、DLC 膜は製造法によってさまざまな形態のものが生成され、さらに膜の種類によって耐摩耗性や摩擦係数が大きく異なるという特徴がある。このことから、試行錯誤的に最適な DLC 膜の選択しなければならない。

2. 研究の目的

添加剤として含まれる二硫化モリブデン (MoS₂) や有機モリブデン (特に MoDTC, モリブデンジチオりん酸亜鉛) の熱変性に伴う三酸化モリブデン (MoO₃) 粒子の生成とその粒子による摩耗機構については報告されていない。特に MoO₃に含まれる酸素原子による DLC 膜の骨格に対する化学的腐食作用について明らかにする必要がある。そこで本研究では、MoO₃粒子を含有したポリアルファオレフィン (PAO) 潤滑油中における MoO₃の DLC 摩耗促進の可能性を検討するため、MoO₃を異なる濃度で含有する基油を用いて摩擦試験を行い、MoO₃による摩耗促進機構について明らかにした。特に、DLC 膜の摩耗に及ぼす MoO₃の影響として、粒子によるアブレシブ効果及び酸素原子の影響を明らかにする必要がある。そのため、MoO₃含有量が 0, 0.005, 0.01, 0.05, 0.1 vol. %となる基油を用意し、DLC 膜の摩耗に及ぼす影響を明らかにする。また、酸化による影響比較のために酸化摩耗を起こさない代表的な材料としてガラス基板 (ホウケイ酸ガラス) を用意し、アブレシブによる摩耗の有無を確認した。

3. 研究の方法

本研究における油中摩擦試験機の潤滑油にはポリアルファオレフィン (Poli- α -olefin, PAO) を用いた。PAO は α -オレフィンを純剛させることで科学的に合成される化学合成油である。PAO は高い粘度指数や優れたせん断安定性などからエンジンオイルとして用いられている。今回実験に用いた PAO 油は常温粘度 14 cSt の PAO4 を用いた。これに予め用意した MoO₃の量を測定し加えた。MoO₃の添加量はそれぞれ約 0.1 vol.%, 0.05 vol.%, 0.01 vol.%, 0.005 vol.% になるようにした。今回実験で用いた潤滑油の種類は、0 vol.%, 0.005 vol.%, 0.01 vol.%, 0.05 vol.%, 0.1 vol.% の 5 種類である。MoO₃の作製は平均粒子直径が 1 μ m 以下の二硫化モリブデン (MoS₂) から行った。MoS₂粒子をアルミホイルに包み、大気中においてガスバーナーを用いて約 1 時間加熱して MoO₃粒子を得た。

本研究ではピンオンディスク型摩擦試験機を用いた。Z 軸を上下させ、相手球をステージに固定した試験片に押し付けることで垂直荷重を与え、ステージをモータで回転させることで回転しゅう動をさせる。ステージを回転させるモータの回転速度は変化させることが出来るため、すべり速度を任意の値にすることが出来る。荷重および摩擦力は、平行バネに貼り付けたひずみゲージによって測定した。

4. 研究成果

DLC 膜の摩擦試験結果を図 1 (a) 及び (b) に示す。MoO₃を含有しない場合の表面への損傷は少なく、一方、MoO₃を含む潤滑油中において摩擦試験を行った表面では浅い引っかき傷が多く観察された。このような摩耗形態はアブレシブ摩耗に属するものと考えられる。また、図 2 (a) から (d) に示す SEM 及び EDS による分析結果では、MoO₃粒子が DLC 膜表面に突き刺さっている様子が示されている。図 2 (a) に示される MoO₃粒子が突き刺さっている表面の白枠内を拡大した写真を (b) に示し、図中に白点線で MoO₃と DLC 膜の境界線を示す。また、(c) 及び (d) に Mo 及び酸素の元素マッピング分析結果を示す。図に示されるように、MoO₃粒子は Mo 及び酸素で構成されていることから、マッピング分析においても粒子形状の境界線の内側に Mo と酸素が存在している。一方、(b) の SEM 写真で示されるように二本の境界線間に挟まれた領域は表面形状が雲のように凹凸を有しているように見える。この範囲へ

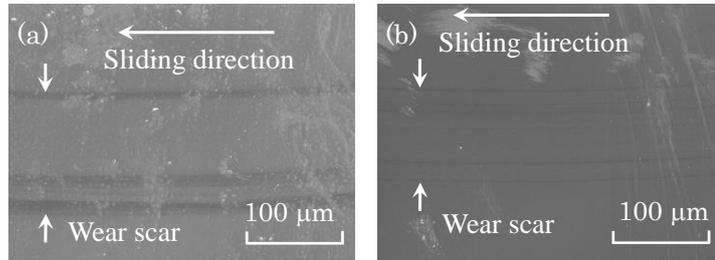


図 1 (a) MoO_3 を含有しない潤滑油中摩擦試験後 DLC 膜の摩耗痕 SEM 写真 (b) MoO_3 を含有した場合の SEM 写真

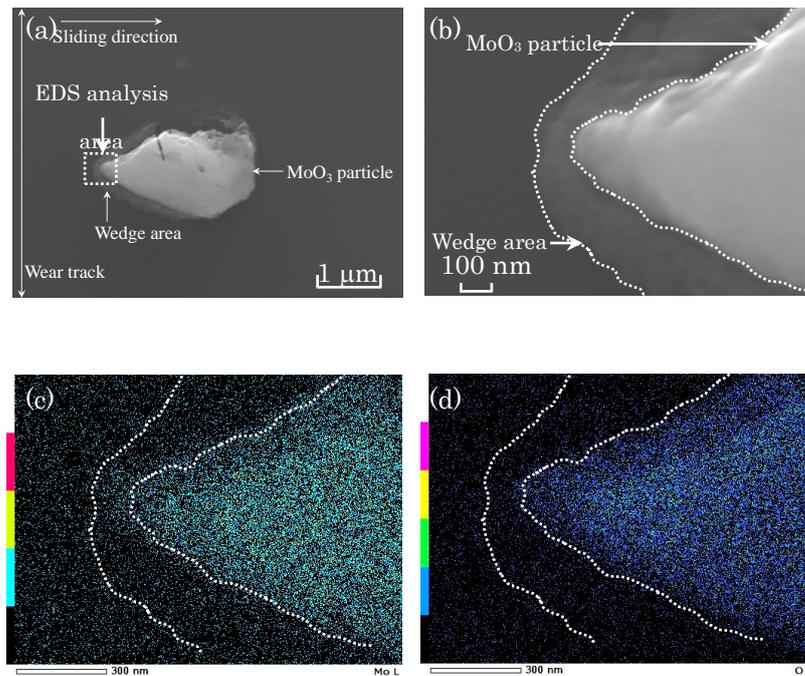


図 2 (a) MoO_3 粒子が DLC 膜表面に突き刺さっている様子の SEM 写真 (b) 粒子の先端部分 ((a) 写真内の白枠内) 拡大 SEM 写真 (c) 粒子及び DLC 膜の EDS 元素分析による Mo 元素分析結果及び (d) 酸素分析結果

の Mo や酸素の拡散は確認されなかった。以上のことから、DLC 膜への Mo 元素、酸素元素の拡散による化学変化は否定されている。

MoO_3 の潤滑油中添加量と DLC 膜の比摩耗量の関係を図 3 に示す。図中に示す a-C:H 膜は Si を含有した a-C:H 膜の比摩耗量に比べ全体的に高かった。以上の実験結果から、 MoO_3 による a-C:H 膜の摩耗量増加はアブレイブ効果によるものと考えられ、摩耗促進する物質であることが確認された。

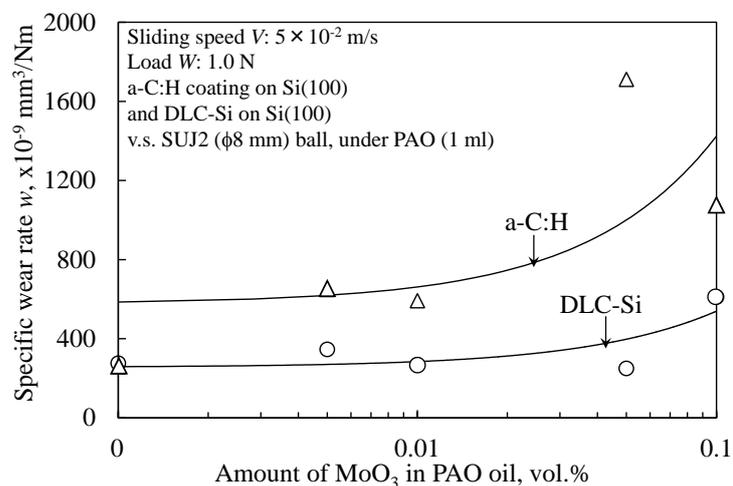


図 3 MoO_3 を含有する潤滑油中摩擦による a-C:H 膜及び DLC-Si 膜の比摩耗量

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕（計 0 件）

〔学会発表〕（計 3 件）

1. T. Tokoroyama et. al., The wear of Diamond-Like Carbon by Molybdenum based particles under boundary lubrication, 6th International Conference Integrity-Reliability-Failure, 2018.

2. T. Tokoroyama et. al., The effect of MoDTC particles on wear properties of DLC under boundary lubrication, 7th International Conference on Mechanics and Materials in Design, 2017.

3. T. Tokoroyama et. al., The effect of Molybdenum trioxide on wear of Diamond-Like Carbon under boundary lubrication condition, 5th International Conference on Integrity, Reliability and Failure, 2016.

〔図書〕（計 0 件）

〔産業財産権〕

○出願状況（計 0 件）

名称：

発明者：

権利者：

種類：

番号：

出願年：

国内外の別：

○取得状況（計 0 件）

名称：

発明者：

権利者：

種類：

番号：

取得年：

国内外の別：

〔その他〕

ホームページ等

6. 研究組織

(1) 研究分担者

研究分担者氏名：山口誠

ローマ字氏名：Yamaguchi Makoto

所属研究機関名：秋田大学

部局名：理工学研究科

職名：准教授

研究者番号（8桁）：90329863

(2) 研究分担者

研究分担者氏名：月山陽介

ローマ字氏名：Tsukiyama Yosuke

所属研究機関名：新潟大学

部局名：自然科学系

職名：助教

研究者番号（8桁）：00533639

(2) 研究協力者

研究協力者氏名：

ローマ字氏名：

※科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属されます。