

DLC の摩擦係数低減に及ぼす潤滑剤中の極性基の影響

機械・材料技術部 材料物性チーム 吉田 健太郎

機械・材料技術部 加納 眞

東京工業大学 理工学研究科 益子 正文

水素を含有する DLC である a-C:H 膜, および実質的に水素を含まない DLC である ta-C 膜を用意し, 極性基としてカルボキシル基および水酸基を有する潤滑剤 2 種類と, 極性基をもたない潤滑剤, 計 3 種類の潤滑剤を用いてすべり摩擦試験を行い, 2 種類の DLC の摩擦係数の速度依存性に及ぼす潤滑剤中極性基の影響を評価した. その結果, 流体が二物体間を隔てる効果の大きい混合潤滑域において, ta-C と極性基を有する潤滑剤の組合せで摩擦係数 10^{-4} オーダーの超低摩擦特性を発現すること, および潤滑剤中の極性基の有無による摩擦係数に与える影響が, a-C:H に比べて ta-C は非常に大きいことがわかった.

キーワード: DLC, 摩擦, 潤滑, 極性, 表面粗さ, オレイン酸

1 はじめに

金属材料しゅう動部の摩擦摩耗低減を目的として, DLC 膜と潤滑剤の組合せによる, 顕著な低摩擦特性が報告されている^{1,2)}. また DLC 膜の摩擦特性に及ぼす潤滑剤や添加剤の効果に関する報告がある³⁾. しかしながらこれらの報告で用いられている潤滑剤や添加剤の構造は非常に複雑で, かつ材料の組合せは無数に存在するため, 摩擦特性に影響する要因を化学的に解明することは極めて難しく, DLC と潤滑剤の化学的作用を直接的に言及した報告例は存在しない.

一方で我々はこれまでに, 水素フリーDLC (ta-C) とオレイン酸を用いた超低摩擦特性を見出している⁴⁾. しかしながら純粋な DLC 膜のすべり摩擦において, 摩擦係数の速度依存性や摩擦低減効果に対し, 化学的作用が大きい潤滑剤に有する極性基の影響についての要因解明が十分になされてはいない. そこで本研究では, 極性基を含まない 1-ヘキサデセン, 極性基のカルボキシル基を含むオレイン酸, 水酸基を含むオレイルアルコールを用いて, 異なる潤滑条件下の DLC 膜の摩擦特性を評価し, 潤滑剤中の極性基有無が摩擦特性に及ぼす影響について考察する.

2 実験方法

2.1 試験片・潤滑剤の仕様

試験片には, SUJ2 鋼のディスク (ϕ 33 mm $\times$ t 3 mm) およびピン (ϕ 9 mm $\times$ L 9 mm) を使用した. ディスクおよびピンの DLC 膜は, プラズマ CVD 法で成膜した a-C:H および T 字型フィルタードアーク法で

成膜した ta-C を用いた. 潤滑剤には, 二重結合を有し, 極性基をもたない 1-ヘキサデセン, カルボキシル基を有するオレイン酸, 水酸基を有するオレイルアルコールを用いた.

2.2 摩擦試験

同種材料同士の組合せで, 速度可変の回転式ピンオンディスク摩擦試験を行った. 摩擦試験方法の模式図を図 1 に, 試験条件を表 1 に示す. すべり速度については, 高速域(100 mm/s)から, 低速域(0.01 mm/s)へ移行させ(往路), その後低速域から高速域へ移行させた(復路). その間, 速度を 13 段階に分け, 各速度で 5 分間保持した. 5 分間の試験終了直前 3 秒間の測定点数 30 点を平均し, 各速度における摩擦係数を得た.

2.3 表面粗さ計測

試験終了後の a-C:H および ta-C のディスク, ピンについて, 表面粗さ計を用いてすべり方向と直交する方向に摩耗したしゅう動部の二乗平均平方根粗さ(それぞれ

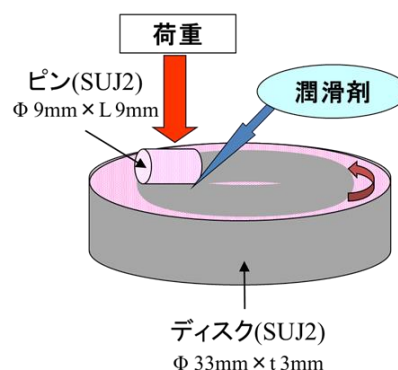


図 1 回転式ピンオンディスク摩擦試験の概略図

表 1 摩擦試験条件

潤滑剤供給方法	試験前塗布
潤滑剤量, μL	10
速度, mm/s	100, 50, 30, 10, 5, 3, 1, 0.5, 0.3, 0.1, 0.05, 0.03, 0.01
荷重, N	5
面圧, MPa	67
時間, s	300 (各速度において)
温度, $^{\circ}\text{C}$	23
湿度, %RH	55 - 70

Rq_{disk} , Rq_{pin}) を測定した。 Rq_{disk} , Rq_{pin} を測定後、それらの合成表面粗さ $Rq = (Rq_{\text{pin}}^2 + Rq_{\text{disk}}^2)^{0.5}$ を算出し、未しゅう動部としゅう動部の Rq 値の違いを比較した。

3 実験結果と考察

3. 1 DLC の摩擦係数速度依存性

SUJ2, a-C:H, ta-C 計 3 種類の同種材同士の組合せで 1-ヘキサデセン, オレイン酸, オレイルアルコールを用いた摩擦係数の速度依存性を評価した。代表例としてオレイン酸潤滑下の往路と復路の各速度と摩擦係数の関係をそれぞれ図 2(a), (b)に示す。図 2(a), (b)ともに、ほぼ全ての速度で SUJ2, a-C:H, ta-C の順に摩擦係数が小さくなった。摩擦係数の値は, ta-C が速度 5 mm/s 付近で, a-C:H が速度 0.3 mm/s 付近でそれぞれ最大となり、それより低速域では減少した。理論的に境界潤滑域では、速度低下によらず摩擦係数は一定となるため、この摩擦係数の減少は DLC 膜の効果によるものと考えられる。速度 50 mm/s 以上においては、a-C:H は 0.02 程度の摩擦係数を示したのに対し、ta-C は 0.001 未満の超低摩擦係数を示した。また図 2(a), (b)ともに、ほぼ同様の摩擦曲線を描いており、再現性が得られている。このことは、摩擦係数に影響を及ぼす摩耗現象や化学反応が、速度を移行させる間には顕著に起こらず、往路と復路で表面状態に大きな変化がないことを示唆している。この再現性は 1-ヘキサデセン, オレイルアルコールの場合も同様であった。

3. 2 表面粗さの影響

a-C:H および ta-C について、試験前後の表面粗さ Rq 値の比較のため、未しゅう動部としゅう動部の Rq 値を比較した。その結果を図 3 に示す。この結果から、試験後の Rq 値の増大分及び絶対値ともに a-C:H と ta-C とで有意差がないことがわかった。そのため、本試験条件において現れる摩擦特性の違いに与える表面粗さの影響は小さいと判断される。

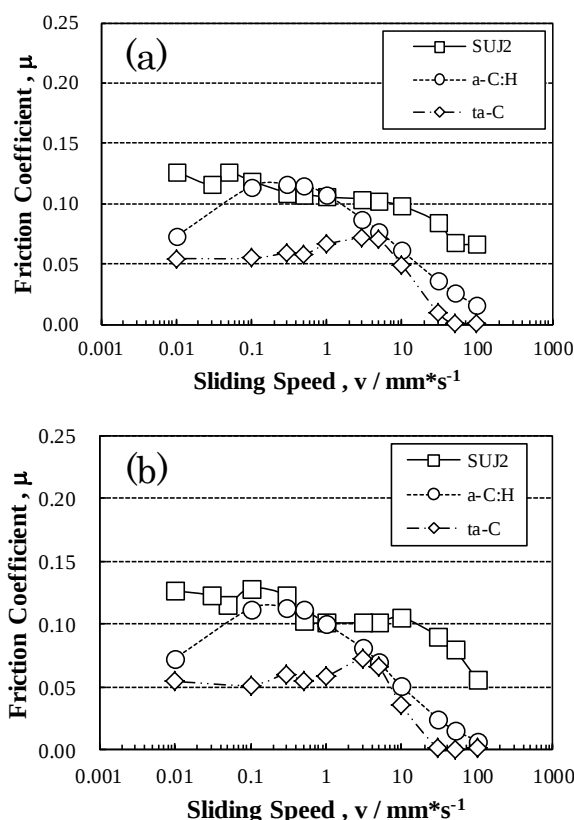


図 2 オレイン酸潤滑下の摩擦係数速度依存性 (a)往路(b)復路

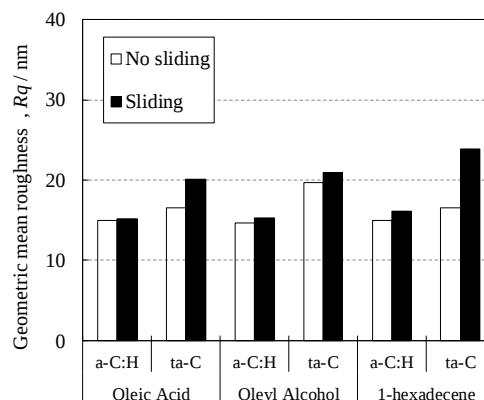


図 3 非摩擦部と摩擦部の表面粗さ比較

3. 3 潤滑剤中の極性基の影響

a-C:H と ta-C の摩擦特性に対する極性基の影響を考察するために、潤滑剤の粘度や表面粗さから算出した油膜厚さ λ に対する摩擦係数を評価した。その結果を図 4 に示す。(a)には無極性潤滑剤の 1-ヘキサデセンについて、(b)には極性基を有する潤滑剤のオレイン酸, オレイルアルコールの結果をそれぞれ示す。油膜厚さ比とは、接触面の最小油膜厚さに対し、表面粗さで代表される微細な突起間の干渉の程度、すなわち潤滑状態を表す指標であり、DLC 膜種による摩擦係数との関係性の違

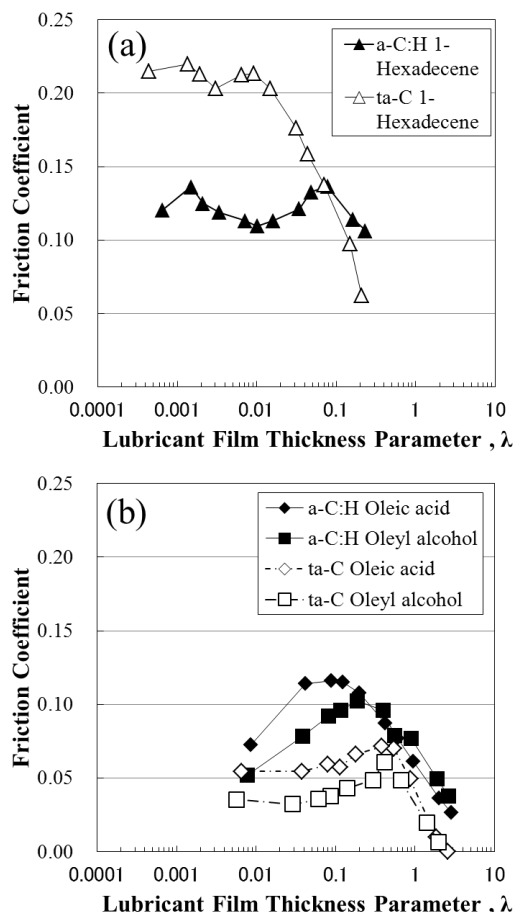


図4 油膜厚さ比 λ と摩擦係数の関係 (a) 1-ヘキサデセン (b) オレイン酸, オレイルアルコール

いを整理するのに適切であると考えた。油膜厚さ比 λ は, Rq 値を用いて Grubin の弾性流体潤滑理論に基づく油膜厚さ比計算モデル式にて次式のように算出した⁶⁾。

$$\lambda = h_0 / Rq$$

h_0 は油膜厚さで, 以下の式により算出される。

$$h_0 = R \times 1.95 \times (G \times U')^{0.727} / W'^{0.091}$$

ここで, $G = \alpha E'$, $U' = \mu_0 U / 2 E' R$, $W' = W / E' L R$, $1 / E' = 1 - \varepsilon^2 / E$ である。 α は圧力粘度係数, μ_0 は流体の粘度, ε はポアソン比, E は縦弾性係数, U は接触部位での速度, R は接触部位の接触半径, L は線接触の接触長さ, W は荷重である。圧力粘度係数は $2.0 \times 10^{-7} \text{ GPa}^{-1}$, ポアソン比は 0.3, 縦弾性係数は $21000 \text{ kgf} / \text{mm}^2$ として計算した。ポアソン比および縦弾性係数については, DLC 膜厚が約 $1 \mu\text{m}$ 以下と薄いため, 基材鋼の SUJ2 の物性を用いた。 λ 値よりおよその潤滑状態を知ることができ, $\lambda < 0.1$ を境界潤滑域, $0.1 < \lambda < 3$ を混合潤滑域, $\lambda > 3$ を流体潤滑域と考えることができる。

図 4(a)の極性基をもたない 1-ヘキサデセンにおいては, ta-C は a-C:H に比べて摩擦係数の変化が大きく, $\lambda < 0.1$ で著しく高い値を示した。一方, 図 4(b)において, 極性基を有するオレイン酸, オレイルアルコールに

ついて a-C:H と ta-C の摩擦係数を比較すると, λ 値の全領域で, ta-C の方が低い摩擦係数を示した。オレイン酸潤滑下において $\lambda = 0.03$ の ta-C の摩擦係数は, a-C:H の約 $5/7$ の数値であるが, $\lambda = 3$ では, $1/20$ 未満と比率は大きく減少した。オレイルアルコール潤滑下において $\lambda = 0.03$ の ta-C の摩擦係数は, a-C:H の約 $7/10$ の数値であるが, $\lambda = 3$ では, $1/20$ 未満と比率は大きく減少した。

図 4(b)のように極性基を有する潤滑剤を用いた場合には, 極性基と DLC 膜との化学反応によって DLC 膜上にトライボ化学反応膜が生成すると考えられる。部分的に固体接触する境界潤滑域である $\lambda < 0.1$ では, この反応膜の特性が摩擦係数に影響するため, ta-C 上に生成するトライボ化学反応膜の摩擦係数が a-C:H に比べて低いと考えられる。一方, $\lambda > 1$ の領域は速度が速いことから, 流体が二物体間を隔てる効果が大きくなる。この領域では, ta-C の摩擦係数は 0.001 未満の超低摩擦領域に入っており, a-C:H に比べて著しく低い。この領域での著しい摩擦係数の差は, トライボ化学反応膜の特性に加えて流体が二物体間を隔てる流体潤滑効果の違いが大きな影響を及ぼしていると推測される。

4 まとめ

3 種類の潤滑剤を用いて a-C:H および ta-C の摩擦係数の速度依存性を評価した結果から, 摩擦低減特性の違いを考察し, 以下のことがわかった。

- 1) 極性基を含まない 1-ヘキサデセンに対して, 極性基のカルボキシル基を含むオレイン酸, 水酸基を含むオレイルアルコールは, a-C:H, ta-C とともに低摩擦特性を示した。オレイン酸とオレイルアルコールの摩擦低減効果は同等であった。
- 2) オレイン酸およびオレイルアルコールの 50 mm/s における摩擦係数は, a-C:H の 0.02 に対し, ta-C は 0.001 未満の超低摩擦特性を示した。潤滑剤中の極性基は, a-C:H に比べて ta-C に強く影響を与えることがわかった。

文献

- 1) S. Okuda *et al.*; JSAE/SAE International Fuels and Lubricants Meeting, 1 (2007).
- 2) C. Matta *et al.*; Phys. Rev., 78, 8, 085436 (2008).
- 3) M. Kalin & J. Vizintin; Wear, 261, 22 (2006).
- 4) 吉田健太郎, 加納眞, 益子正文; トライボロジー会議 2012 秋室蘭予稿集, 75 (2012).
- 5) 桜井俊男; 新版潤滑の物理化学, 25 (1978)
- 6) R. M. Terrill; Wear, 92, 1, 67 (1983).