

油剤の不飽和度が DLC 膜の摩擦特性に与える影響

吉田 健太郎（機械・材料技術部 材料物性グループ）

長沼 康弘（機械・材料技術部 解析評価グループ）

1. はじめに

摩擦摩耗特性に優れた DLC 膜は、膜の種類や使用する潤滑剤によってその特性が異なることが知られている¹⁻³⁾。影響を及ぼす因子は様々あるが、潤滑剤の化学構造の違いが及ぼす影響については、系統的な検討がなされていない。そこで著者らは DLC 膜用の環境負荷が低い潤滑剤の設計指針を得ることを目的として、摩擦摩耗の抑制効果が期待される植物油を用いて、それらの不飽和度が摩擦特性に及ぼす影響を調べたので報告する。

2. 実験方法

基材には、SUJ2 軸受鋼(焼入れ、HRC60)のディスク (Φ 33 mm × t3 mm) およびピン (Φ9 mm × L9 mm) を使用した。全てのディスクとピンにラッピング研磨を施し、二乗平均平方根粗さ(Rq)で、それぞれ約 3 nm、約 12 nm の鏡面に仕上げた。その後、その表面に、プラズマ化学蒸着 (Plasma Chemical Vapor Deposition : PCVD) 法による水素含有 DLC (a-C:H、水素含有量約 20 at%、膜厚 1.0 μm) および T 字型フィルタードアーク (T-shaped Filtered Arc Deposition : T-FAD) 法による水素フリーDLC (ta-C、膜厚 0.3 μm) を成膜した。

SUJ2 同士 (基材まま)、a-C:H 同士、ta-C 同士の 3 種類のディスクおよびピンの組合せで、600 秒間の往復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 に示す。試験は大気中室温 (23℃) 環境下にて行い、往復運動を行うディスクに対し、上部に固定したピンに 5N の荷重をかけ、最大すべり速度を 50mm/s として実施した。DLC を成膜したディスクおよびピンは、すべり摩擦試験の前に 2-プロパノールに浸漬させて 5 分間超音波洗浄を行った後、送風乾燥させた。

潤滑剤としては、表 1 に示すような不飽和度の異なる 6

種類の植物油を用いた。試験開始前の摩擦面にこれらを 10 μl 滴下した。材料 3 種類、潤滑剤 6 種類で総計 18 水準の摩擦試験を実施した。

3. 実験結果と考察

各試験組合せにおける平均摩擦係数を図 2 に示す。6 種類の植物油のいずれを用いた場合においても、ta-C 膜の摩擦係数が大幅に低くなる結果となった。SUJ2 および a-C:H については、一価不飽和脂肪酸の含有割合が大きいナタネ油が、ta-C についても一価不飽和脂肪酸を多く含むオリーブ油が最も低い摩擦係数を示した。どの材料組合せにおいても、飽和脂肪酸の含有割合が大きいヤシ油や、三価不飽和脂肪酸を多く含むアマニ油については、相対的に高い摩擦係数となった。

次に、ナタネ油およびアマニ油を用いた a-C:H 膜および ta-C 膜「a-C:H_ナタネ油」「a-C:H_アマニ油」「ta-C_ナタネ油」「ta-C_アマニ油」の 4 種類について、ディスク摩擦面

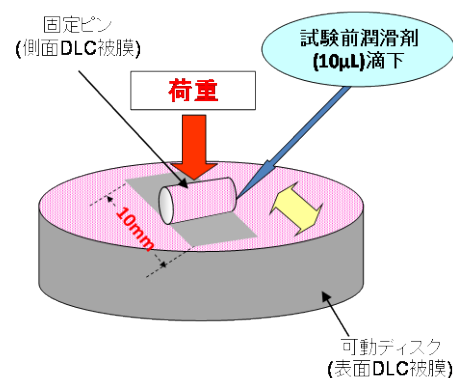


図 1. ピンオンディスク摩擦試験模式図

表 1. 植物油の脂肪酸組成と動粘度

油	飽和脂肪酸, wt%	不飽和脂肪酸, wt%			その他, wt%	動粘度 37.8℃, cSt
		一価	二価	三価		
オリーブ油	14	73	11	-	2	46.68
ナタネ油	8	63	19	9	1	50.64
ダイズ油	16	23	51	7	3	28.49
ヒマワリ油	10	20	70	-	-	33.31
アマニ油	9	19	14	53	5	29.60
ヤシ油	87	6	2	-	5	29.79

の XPS 分析を行った。C1s ピーク分離による各結合の面積比を比較した結果を図 3 に示す。a-C:H 表面には C-O、C=O、O-C=O 等の含酸素結合が存在した。これに対し ta-C 表面の含酸素結合は C-O のみであった。この結果から、a-C:H 上では植物油由来の脂肪酸成分が化学反応を経由せずに表面に残存していることが、ta-C 上では植物油由来の脂肪酸が化学反応によって Cn-O(H) の単結合のみを有する表面層となっていることが示唆される³⁾。

次に上記 XPS 分析を行った 4 種類のうち、ta-C 膜の 2 種類について ToF-SIMS 分析を行った。一例として図 4 に、「ta-C_ナタネ油」の質量数 0-100 の範囲における強度値を示す。この範囲における Cn-O(H) の質量数は、29、1、53、65、77、89 であり、各試験片についてこれらの質量数の強度をプロットし比較した図を図 5 に示す。図より、質量数 29、41、53 については、アマニ油と比べて、ナタネ油の方が検出強度が大きいことが確認された。それゆえに Cn-O(H) 結合の存在が多いことが示唆され、このような表面状態を呈することが低い摩擦係数の発現につながったと考えられる。

一価不飽和脂肪酸を多く含む油では、相対的に摩擦係数が小さいが、以上の分析で Cn-O(H) が多く検出された。その要因は、化学反応性が高い官能基や二重結合が、一価不飽和脂肪酸分子では 2 ヶ所存在するためと考えられる。反応性が高い部分は ta-C 膜表面との化学反応によって強固に化学吸着することが知られている。しゅう動する 2 つの ta-C 膜の摩擦表面において、一価不飽和脂肪酸の官能基が一方へ、二重結合がもう一方へ化学吸着することで、より安定なトライボ化学反応膜を維持できると推察される。この現象はクロスリンキング効果⁴⁾として他の機関より報告されている。官能基や二重結合が 1 つでは相対する表面同士をつなぐことは難しく、3 ヶ所以上ではクロスリンキング効果が阻害される恐れがあると考えられる。

4. まとめ及び今後の展開

DLC 膜の摩擦特性に及ぼす植物油の不飽和度の影響について評価した結果、ta-C 膜の摩擦係数が総じて低い傾向となり、一価の不飽和脂肪酸含有割合が多い油で低い摩擦係数を示した。水素フリーDLC(ta-C)膜表面には、C-OH 結合で構成された層の形成が確認され、これらの検出強度が高いほど低い摩擦係数を示した。

本研究は、環境負荷を低減する技術として、自動車分野をはじめ、食品、医療、福祉分野等、今後の成長が見込まれる分野への応用が期待される。また、切削、研削、塑性加工等をはじめとする機械加工への応用も可能である。

【参考文献】

- 1) C. Matta et al. ; Phys. Rev., 78, 8(2008)085436.
- 2) M. Kalin & R. Simic ; Appl. Surf. Sci., 271(2013)317.
- 3) 吉田ら, トライボロジスト, 58, 10(2013)773.
- 4) T. Kuwahara et al. ; Nat. Commun., 10, 151(2019).

【外部発表】口頭発表 1 件、論文等発表 1 件予定

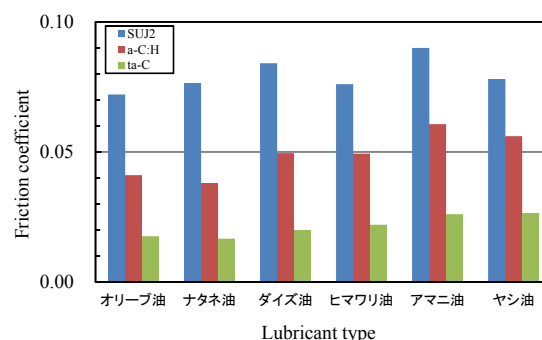


図 2. 植物油潤滑下 DLC 膜の平均摩擦係数

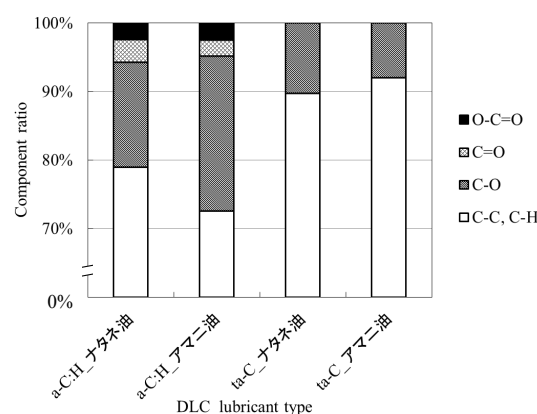


図 3. C1s ピーク分離によるピーク面積比

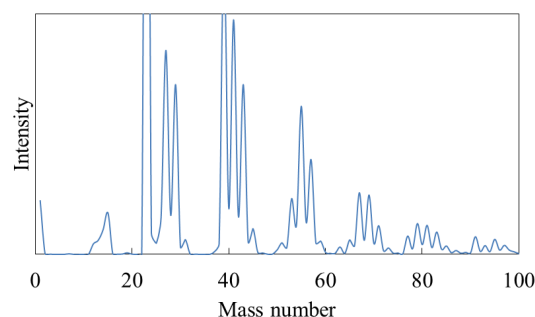


図 4. 「ta-C_ナタネ油」より検出される質量数強度波形

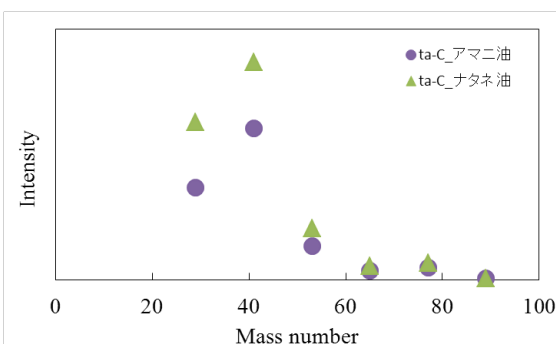


図 5. 摩擦面より検出される Cn-O(H) の強度比較