

## MoDTC 共存下における Ni 蒸着 ta-C 膜の低摩擦解析

Low friction analysis of Ni deposited ta-C film in the presence of MoDTC

宇大（学）\*鈴木 真白 宇大（正）馬渕 豊 宇大（非）田倉 雅士

日産（正）樋口 肇 日産（非）増尾 英樹 日産アーク（正）荒木 祥和

Mashiro Suzuki\*, Yutaka Mabuchi\*, Masashi Takura\*

Tsuyoshi Higuchi\*\*, Hideki Masuo\*\*, Sawa Araki\*\*\*

\*Utsunomiya University, \*\* Nissan Motor Co., ltd., \*\*\* Nissan ARC, LTD.

### 1. 緒言

地球温暖化対策として  $\text{CO}_2$  排出量の軽減が求められており、自動車の燃費向上の方策として、エンジンの機械損失の低減が挙げられ、材料による Key 技術の一つに Diamond like carbon (DLC) 膜の適用がある。一方、省燃費性の向上のために、エンジン油の添加剤として摩擦調整剤 Molybdenum Dithiocarbamates (MoDTC) の添加が進んでいる。MoDTC は鉄との摺動部で反応し、固体潤滑剤である Molybdenum Disulfide ( $\text{MoS}_2$ ) を生成する。しかしながら主要部材の鋼と異なり、DLC 膜と MoDTC は反応せず、摩擦低減効果が得られないとの課題が挙げられる<sup>1)</sup>。

先行研究において MoDTC との反応性に優れる金属を探査し、MoDTC 含有/非含有オイル中で多種金属の摩擦試験を実施した結果、Ni が最も反応性に優れ、EDX による元素分析の結果、摺動部に Mo, S の存在が認められた。この結果から、ta-C 膜に Ni を蒸着し、MoDTC 含有オイル中で摩擦試験を行った結果、大幅な摩擦低減効果を示した<sup>2)</sup>。

そこで本研究は、Ni 蒸着 ta-C 膜の表面粗さを考慮した潤滑状態、及び表面分析による反応生成物の構造解析を行うことで低摩擦メカニズムを明らかにする。

### 2. 実験方法

Disk の ta-C 膜は PVD 方式によって成膜したものを（標準）とし、軟質層の上に硬質層を成膜したもの（積層）、FVA 方式で成膜したもの（MFA）を用いた。ta-C 膜の厚さは約 1  $\mu\text{m}$  である。これにイオン化蒸着装置を用いて Ni ターゲットを Ar スパッタリングすることで Ni を約 0.1  $\mu\text{m}$  蒸着した。Disk の大きさは  $\phi 31.1\text{mm}$ 、厚さ 2.4mm である。

摩擦試験は Pin on Disk 方式で行った。Pin に NSK 社製  $\phi 5 \times 5\text{mm}$  の SUJ2、試験油に市販の 0W20 GF-5（含 MoDTC）を用いた。Ni 蒸着、未蒸着の ta-C の Disk で油温 120°C、荷重 90N、回転数 30rpm、180 分間の試験を行った。

表面粗さの計測にオリンパス製レーザー顕微鏡 (OLS4000-SAT)，表面分析には日立製卓上 SEM (TM3000)，英国オックスフォードインストゥルメンツ製 EDX (SwiftED3000) を用いた。また、深さ方向の元素分布を調査するために AES 分析を行った。

本研究で用いた 3 種類の ta-C についてレーザー顕微鏡での観察像を Fig.1 に示す。

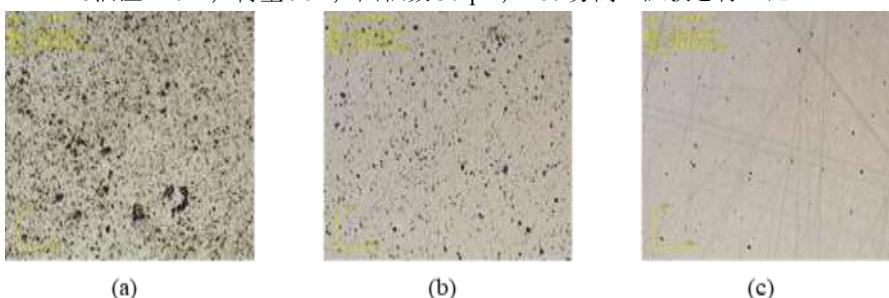


Fig.1 Laser microscopy images of ta-C surface,(a) ta-C (standard), (b) ta-C (stacked), (c) ta-C (MFA)

### 3. 結果および考察

摩擦試験後の Disk と Pin の摺動部について合成表面粗さを算出した。摩擦係数との関係を Fig. 2 に示す。同程度の合成表面粗さでは ta-C よりも ta-C/Ni の方が摩擦係数が低いことがわかる。特に合成表面粗さが小さくなるほど摩擦係数の下がり幅が大きくなる傾向があった。また、ta-C/Ni は ta-C より合成表面粗さが大きくなる、つまり粗面化の傾向があった。同じ条件で行った試験の中で最も摩擦係数の低かった ta-C/Ni の MFA については 480 分間の試験を追加実施した結果、さらに合成表面粗さが小さく、摩擦係数が低下した。

最も低摩擦を示した ta-C/Ni (MFA) の 480 分間試験をした Disk の摺動部について分析を行った。AES による表面の

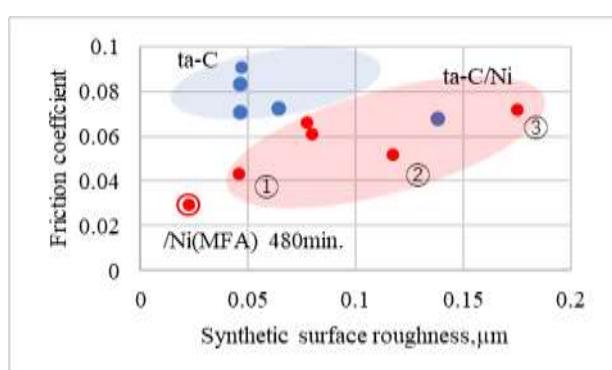


Fig.2 Relationship between coefficient of friction and synthetic surface roughness

元素マッピングを Fig. 3 に、AES 分析による深さ方向の元素分布の調査結果を Fig.4 に示す。Fig.3 より表面の Mo と S が同一箇所に分布していることが認められた。また Fig.4 より表面付近に Mo, S のピーク、その下層に O, Fe, Ni のピークが認められた。小池らは CrN 膜上の MoS<sub>2</sub>層形成には約数 nm の鉄酸化層 (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) の形成が必要であると報告している<sup>3)</sup>。これらのことから ta-C/Ni は Fig.5 のように ta-C の上層に Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>と Ni の層、さらにその上に MoS<sub>2</sub>層が分布する構造をしており、Ni が Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>の生成を促進している可能性が考えられる。

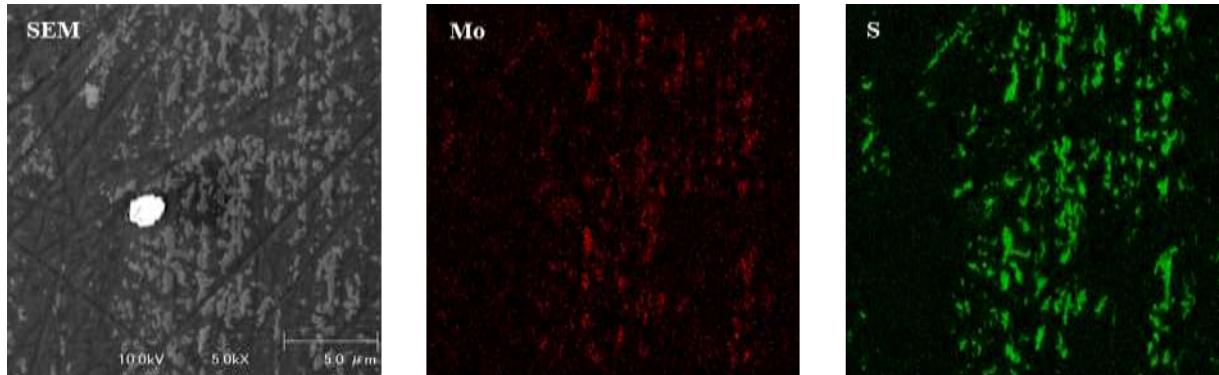


Fig.3 SEM image and elemental mapping image

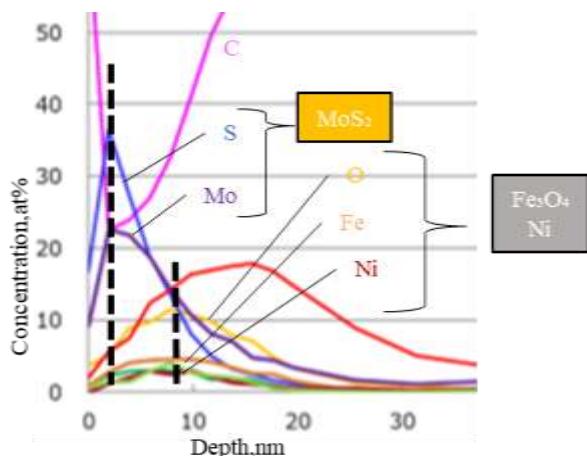


Fig.4 Depth profile AES analysis of ta-C/Ni(MFA,480min.)

ta-C/Ni の粗面化傾向について考察するために Fig.2 の①ta-C/Ni (MFA), ②ta-C/Ni (積層), ③ta-C/Ni (標準) を選定し、レーザー顕微鏡で Ni 蒸着前の ta-C の算術平均粗さを、SEM-EDX で試験後の摺動部の Ni 残存量を計測した。結果を Table1 に示す。これより ta-C の算術平均粗さが小さいほど摺動部の Ni の残存量が少ないことが認められた。また Fig.2 と比較し、Ni の残存量が少ないほど合成表面粗さが小さく摩擦低減効果が大きいことがわかった。

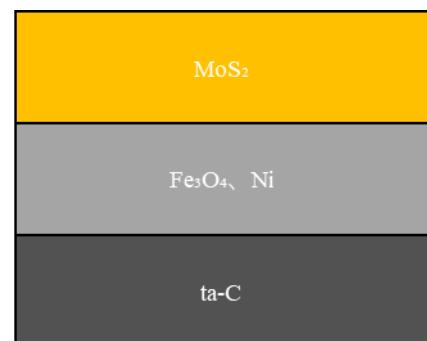


Fig.5 Structural model of ta-C/Ni in the depth direction

Table 1 Relationship between arithmetic mean roughness and residual Ni

	R <sub>a</sub> , μm	Ni, at%
①ta-C/Ni (standard)	0.003	0.063
②ta-C/Ni (stacked)	0.008	0.769
③ta-C/Ni (MFA)	0.011	0.781

#### 4. 結言

Ni 蒸着 ta-C 膜の試験後の表面粗さを考慮した潤滑状態や、表面反応生成物の構造を解析し以下の知見を得た。  
 [1] 摩擦試験後の Disk と Pin の合成表面粗さが小さいほど、Ni 蒸着による摩擦低減効果が大きいことが認められた。  
 [2] ta-C/Ni (MFA) の 480 分間試験をした Disk について AES 分析により深さ方向の元素分析を行った結果、表面付近に Mo, S のピーク、その下層に O, Fe, Ni のピークが認められた。  
 [3] ta-C/Ni で摩擦係数の高い仕様では、試験後の表面粗さが粗く、Ni の残存量も多かった。

#### 文献

- 1) M. KANO, Y. YASUDA, J. YE ; Lubrication Science 17(1) p95~103 (2004).
- 2) 相樂ら、トライボロジーカンファレンス 2020 秋 別府、予稿集、D4, p202-203.
- 3) 小池ら、トライボロジスト、2019 年 64 卷 8 号 p. 504-512.