

## DLC 膜の純転がり条件下における耐ピッティング性に関する研究

Investigation on Pitting Resistance of DLC Films under Pure Rolling Contacts

東理大・工（学）\*中山 憲哉 東理大・院（学）渡邊 聖

東理大・院（正）佐藤 魁星 東理大・工（正）佐々木 信也

Kenya Nakayama\*, Sho Watanabe\*\*, Kaisei Sato\*\*, Shinya Sasaki\*

\*Tokyo University of Science, \*\*Graduate school of Tokyo University of Science

### 1. 緒言

地球温暖化をはじめとする環境問題への関心の高まりから、電気自動車（以下、EV）の技術開発が活発に行われている。現在、EVには航続距離が短いという課題があり、その解決策の一つとしてEVの軽量化が挙げられる。小型・軽量化したEVにおいて従来の自動車と同じ出力を得るために、モータの回転速度を上げる必要がある。しかしながら、モータを高速回転化すると減速機歯車の歯面では転がり接触の頻度が増加し、疲労寿命に至るまでの時間が短くなる。特に、疲労形態のひとつであるピッティングは振動や騒音を引き起こし機械的重大な故障の原因となる。したがって、EVの航続距離を伸ばすためには、EV用部品の耐ピッティング性の向上が求められる。

ダイヤモンドライカーボン膜（以下、DLC膜）は、 $sp^2$ 結合と $sp^3$ 結合が混在した非晶質硬質薄膜の一種であり、低摩擦や高硬度、化学的安定性など、優れたトライボロジー特性を有する。先行研究において、硬度が高いほどピッティングの原因となるき裂の発生が抑制されることが報告されており<sup>1)</sup>、DLCを適用することで歯車や軸受の耐ピッティング性が向上することが期待される。また、歯車の歯面においては、すべりと転がり接触が同時に作用している。先行研究において、すべりによる摩耗で疲労表面が排除されることが報告されており<sup>2)</sup>、ピッティング発生に対する転がり接触の影響を明らかにするためには、すべりの影響の少ない純転がり条件で試験を行うことが有効であると考えられる。

本研究では、ボールオンディスク式転がり試験機を用いて、基油潤滑下で純転がり条件の疲労試験を行い、純転がり条件における耐ピッティング性評価の可能性を検証するとともに、DLC膜が耐ピッティング性に及ぼす影響を調査した。

### 2. 実験方法

#### 2.1 試験片

ディスク試験片には、直径46 mm、表面粗さ  $R_a = 0.2 \pm 0.05 \mu\text{m}$  のSUJ2のディスクを使用した。ボール試験片には、直径19.05 mmのSUJ2のボールとSUJ2ボールにDLC膜をコーティングしたものを作成した。DLC膜はa-C:Hとta-Cの2種類であり、膜厚はいずれも約1.0  $\mu\text{m}$ とした。

#### 2.2 純転がり摩擦試験

MTMトラクション試験機（MTM2, PCS Instruments, UK）を用いて、ボールオンディスク形式純転がり摩擦試験を行った。Figure 1に試験形態の概略図を示す。潤滑油にはポリアルファオレフィン4（poly- $\alpha$ -olefin 4; PAO4）を用い、潤滑油の量は完全浸漬となるよう50 mLとした。Table 1に実験条件を示す。なお、ta-Cについては40 hではピッティングの発生が確認されなかつたため、合計の試験時間を96 hと設定し、追加試験を行った。ボール表面に発生したピッティングおよび剥離の観察には、共焦点レーザ顕微鏡（VK-X150, KEYENCE, JP）を用いた。測定には50倍のレンズを用い、試験後のボール試験片のしゅう動面観察を行った。

#### 2.3 表面分析

試験後のしゅう動部におけるa-C:H膜の有無の確認には、SEM-EDS（TM3030Plus, HITACHI, JP）を用いた。測定は200倍で行い、a-C:Hボール表面の電子顕微鏡像およびEDSマッピング画像を取得した。

各試験片の試験前後における硬さの測定には、ナノインデンサー（iMicro, KLA Corporation, US）を用いた。測定には先端曲率半径20 nm未満のダイヤモンド製バコビッチ圧子を用い、押し込み深さは100 nm、測定点数は16点とした。

摩擦試験前後のDLC膜の構造変化の観察には、ラマン分光器（inVia Raman microscope, Renishaw, UK）を用いた。ラマン分光法でのDLC観察においては、黒鉛構造由来のGピークと構造の乱れに起因するDピークという2つのピークが存在し、これらの強度比  $I_D/I_G$  比が DLC のグラファイト化の進行を評価するための指標として用いられる<sup>3)</sup>。本

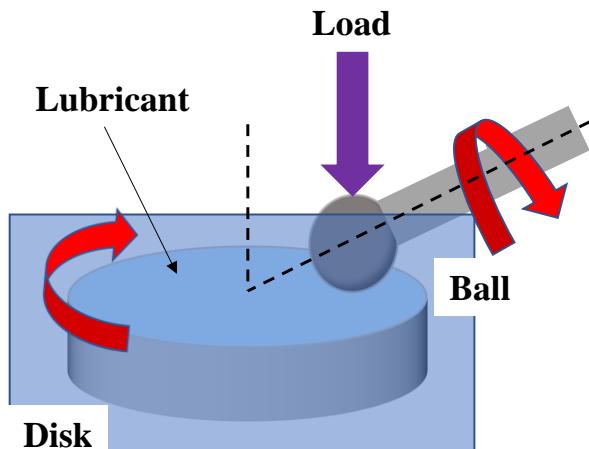


Fig. 1 Schematic diagram of ball-on-disc

Table 1 Test conditions

Lubricant	PAO4
Lubricant temperature, °C	100
Lubricant volume, mL	50
Load, N	75
Entrainment speed, m/s	3.0
Slide-roll-ratio, %	0
Test time, h	40 (96)

実験では ta-C の D ピークと G ピークの比  $I_D/I_G$  を求め、グラファイト化の進行を定性的に評価した。なお、測定には YAG レーザを用い、レーザ波長は 532 nm とした。

### 3. 実験結果

a-C:H では試験開始直後に激しい摩耗が起つたため、試験開始後 1.0 min で試験を停止した。SUJ2 の場合は、深さ約 4 μm のピッティングが確認された。一方で、a-C:H では、約 1 μm の段差が確認された。これは、a-C:H の一部が、摩耗し脱離したためと考えられる。また ta-C では、試験時間が 40 h の場合は、明確な形状変化は確認されなかつたが、試験時間が 96 h の場合は、深さ約 0.7 μm のピッティングが確認された。Figure 2 に、摩擦後の(A) ta-C(40 h), (B) ta-C(96 h) のレーザ顕微鏡画像を示す。

Figure 3 に、a-C:H ボールのしゅう動表面の EDS マッピング画像(A) a-C:H(1 min, Fe), (B) a-C:H(1 min, C) を示す。Figure 3(A), (B) より、a-C:H では摩耗損傷部において Fe の強度が高くなつた一方で C の強度が低くなつた。

Figure 4 に、試験前の SUJ2 ボールと試験前後の ta-C ボールの硬さ測定の結果を示す。試験前の ta-C は SUJ2 表面と比べると硬さが高く、試験後に硬さが低下することが確認された。

Figure 5 に、試験後の ta-C ボールの  $I_D/I_G$  比の測定結果を示す。試験前後において ta-C では  $I_D/I_G$  比が大きくなることが確認された。

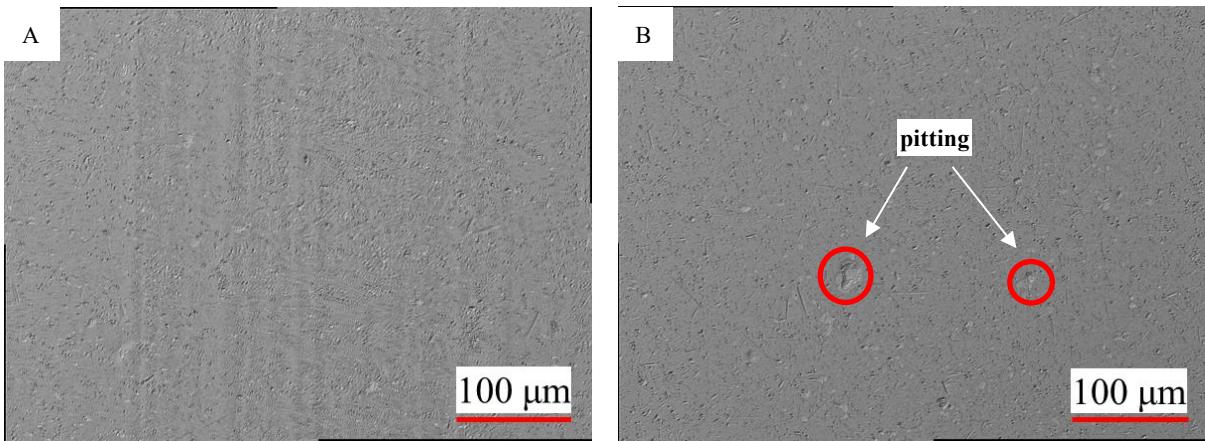


Fig.2 Photography of ta-C ball surface (A) 40 h and (B) 96 h after pure rolling tests

### 4. 考察

SUJ2 上における純転がり条件の疲労摩擦試験において、ピッティングの発生が確認された。先行研究より、SUJ2 において、ピッティングはすべりと転がり接触が同時に起こる場合に発生すると報告されている<sup>3)</sup>。しかし、本実験では、すべりが微小で転がりの影響が大きい純転がり条件においても、ピッティングが確認されたことから、純転がり条件下においても、耐ピッティング性評価が可能であると考えられる。

a-C:H 上では、試験開始直後に、大きな摩耗損傷が観察された。Fig. 3(A), (B) より、しゅう動部において Fe の強度が高くなつた一方で C の強度が低くなつておらず、段差の高さが a-C:H の膜厚と一致することから、a-C:H は試験開始直後に剥離したと考えられる。今回の実験で a-C:H が剥離した理由には、応力の作用による a-C:H の構造変化による強度低下ならびに a-C:H と基板との密着性が低いことが挙げられる。一方で、ta-C 上では、40 h 後のピッティング損傷は確認されず、摩耗による形状変化も僅かであった。先行研究において、鉄鋼表面の硬度が高いほど、き裂発生が抑制されることが報告されている<sup>1)</sup>。そのため、ta-C 上におけるピッティングの発生の抑制は、ta-C の高硬度に起因すると考えられる。また、ta-C 上の疲労損傷形態を確認するため、96 h に試験時間を増加させた試験を行つた。試験時間 96 h の ta-C 上においては微小なピッティングが確認された。これは、接触回数の増加によって局所的に ta-C 上のき裂が発生したためであると考えられる。また、しゅう動表面のラマン分光分析結果で、ta-C のしゅう動部の  $I_D/I_G$  比が増加した。先行研究より、DLC がグラファイト化すると  $I_D/I_G$  比の値が大きくなる<sup>4)</sup>ことが報告されており、ta-C では長時間のしゅう動によりグラファイト化が進行したと考えられる。また、ナノインデンター試験の結果では、摩擦試験後にしゅう動表面の硬さが低下することが確認された。これらの結果から、96 h においては、ta-C 内の膜構造が変化したことで硬さが低下し、き裂及びピッティングが発生したと考えられる。

### 5. 結言

PAO4 潤滑下において、SUJ2 ならびに 2 種類の DLC 膜 (a-C:H ならびに ta-C) を用い、純転がり条件のボールオンディスク形式転がり摩擦試験を実施した結果、以下の知見を得た。

- (1) SUJ2 においてピッティングが観察されたことから、ボールオンディスク方式による純転がり条件下においても、耐ピッティング性評価が可能であることが確認された。
- (2) a-C:H は、摩擦試験開始直後に膜が摩耗脱離したため、耐ピッティング性の評価はできなかつた。

- (3) ta-C は、40 h 後ではピッティングは発生せず、高い耐ピッティング性を有することが確認された。ただし、96 h 後では微小なピッティングが観察された。
- (4) ta-C 膜の高い耐ピッティング性は、その高い硬度に起因するものと考えられる。一方で、硬さは摩擦により低下することが確認された。硬さ低下の原因はグラファイト化が進行したためであり、これによりピッティングが発生したものと考えられる。

## 文献

- 1) 石倉・井上・辻：ピッティング強度に及ぼすショットピーニングによる加工硬化および残留応力の影響、電気製鋼, 81, 2 (2010) 99-107.
- 2) A. Vrcek, T. Hultqvist, Y. Baubet, M. Björling, P. Marklund & R. Larsson: Micro-pitting and wear assessment of engine oils operating under boundary lubrication conditions, Tribology International, 129 (2019) 338-346.
- 3) M. Ueda., B. Wainwright, H. Spikes & A. Kadirci: The effect of friction on micropitting, Wear, 488-489, 15 (2022) 1-13.
- 4) 大久保・前田・川田・田所・佐々木：MoDTC 油中における水素含有 DLC 膜の異常摩耗メカニズム、日本機械学会論文集, 84, 861 (2018) 1-15.

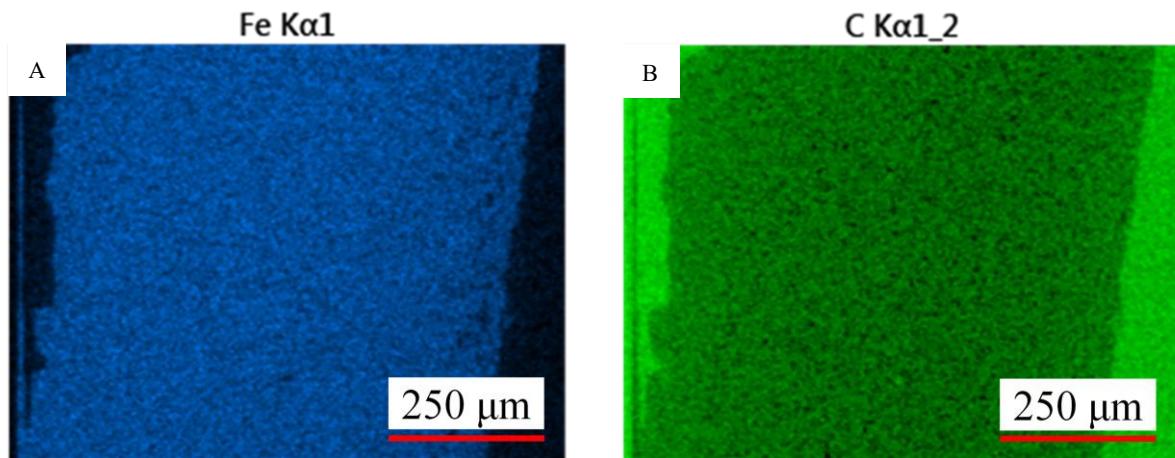


Fig. 3 EDS image of a-C:H ball surface after pure rolling (x200) (A) Fe and (B) C

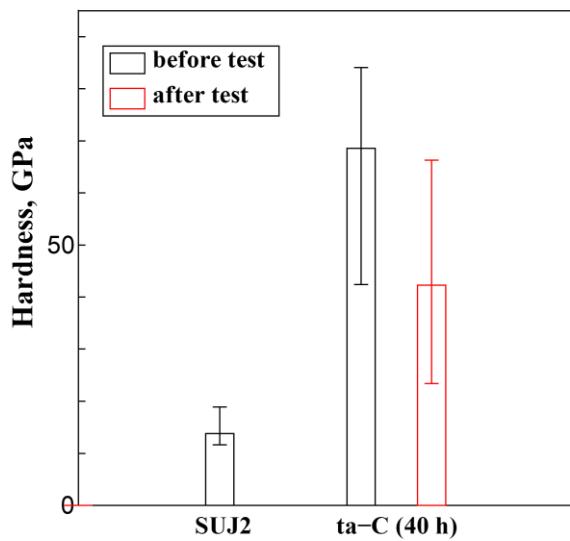


Fig. 4 Hardness of each ball

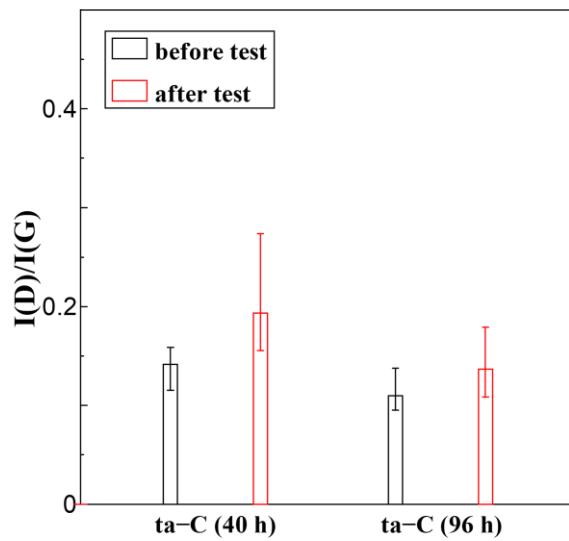


Fig. 5  $I_D/I_G$  ratio of ta-C ball