

AE を用いた密着力評価法及び FFT 解析による DLC 膜の剥離モードの識別

AE-based adhesion evaluation method and FFT analysis to identify delamination modes of DLC films

宇大院（学）*田口 陸斗 宇大院（正）馬渕 豊

Rikuto Taguchi*, Yutaka Mabuchi*,

*Utsunomiya University,

1. 緒言

地球温暖化対応としての CO₂排出量の削減や、昨今の燃料費高騰も相まって、自動車では省燃費性の向上が最重要課題とされている。エンジン内部の摩擦損失は自動車全体の機械的損失の約 20%を占め、ここでの摩擦損失を軽減することで、車両の省燃費性向上に繋がる。高硬度、低摩擦のダイヤモンドライクカーボン (Diamond-like carbon) 膜は、潤滑下の摩擦低減に有効で、近年エンジン部品への適用が進んでいる¹⁾。題記の評価手法は既に ISO 化しており²⁾、マクロな現象である膜の界面剥離の把握に有効であるが、表面起点での亀裂発生等のローカルな現象の補足は困難であった。一方、水素を含まない DLC (ta-C) 膜上に Ni を蒸着することで、添加剤 MoDTC との反応し低摩擦を示すが、試験後の摺動部に微細なグループとそれに伴うフィッシュボーン状の亀裂が生じた³⁾。そこで、AE イベント数の計測に加え、AE 波の周波数解析をした結果、亀裂発生時に 300kHz で、膜の剥離時に 400-600kHz の周波数が現れることを把握している⁴⁾。しかしながらこれらの計測は荷重変更直後のデータの解析で、起きた瞬間の解析ではなかった。そこで本研究は、従来の荷重変更直後ではなく、試験の間、データを連続的に収集し、ある一定値以上の強さの AE 信号を捕捉した際の前後のデータを保存、解析することで、剥離の起きた瞬間、及びその前後のデータ解析を行った。この手法を用いて、界面剥離と、ドロップレット起因による亀裂発生+表面起点剥離の 2 つのモードの周波数を比較することで、周波数により剥離要因を識別できるかを試みた。

2. 実験方法

DLC 膜の基材に SUJ2 製 HRC64、表面粗さ Ra0.01 以下のディスクを用いた。DLC 膜には IP 法による 2 種の ta-C 膜を用い、膜厚を 1 μm とした。ta-C 膜の仕様は界面剥離モデルとして成膜時の洗浄工程を変更した低密着仕様、表面起点剥離モデルとして ta-C 膜標準仕様にマグネットロンスパッタリングで Ni 層を 0.1 μm 蒸着した仕様を用いた。DLC 膜の相手材に、ペアリング用の 3/8 インチ SUJ2 製 G28 HRC62-64 鋼ボールを用いた。DLC 膜の剥離時に生じる AE 波は、治具に富士セラミクス製のセンサ M304AAE を固定して検知した。AE イベント数の急増する点をもって密着力と判定した。剥離試験は Ball on disk 方式で行った。10 秒ごとに 10kgf のステップ荷重をかけ、回転数は 30rpm とした。仕様オイル PAO4 を使用し、オイル温度を 80°C とした。AE 信号振幅の計測において、界面剥離モデルでの感度を 0dB、表面起点剥離モデルではより感度を高めた 20dB の条件とした。AE 振幅の急増する点を計測し、剥離発生荷重を求めた。試験後の剥離形態の観察に、OLYMPUS 製 OLS4000-SAT レーザー顕微鏡を用いた。Fast Fourier Transport (FFT) 解析用の AE データの取得は、連続的に随時更新しながらトリガ検知（閾値 0.1V）するモードを導入し、剥離発生時の AE 信号を確実に捕捉し、さらに摩擦係数の推移を指標に、剥離時の前後の AE 信号を捕捉した。そのデータを YOKOGAWA 製 DL950 で取得し、LabView で解析した。取得した振幅のサンプリング周波数を 10MHz としたため、LabView においても同一のサンプリング周波数とした。変換した振幅の周波数強度を数値化して整理した。

3. 試験結果及び考察

3.1 剥離試験結果

Fig.1 の界面剥離モデルでは、220kgf 時に振幅と AE イベント数の増大が認められた。また、Fig.2 の表面起点剥離モデルでは 320kgf に振幅と AE イベント数の増大が認められた。しかし振幅感度を 20dB と高めたにも拘らず、従来 60kgf で発生していた亀裂発生による振幅増加は認められなかった。

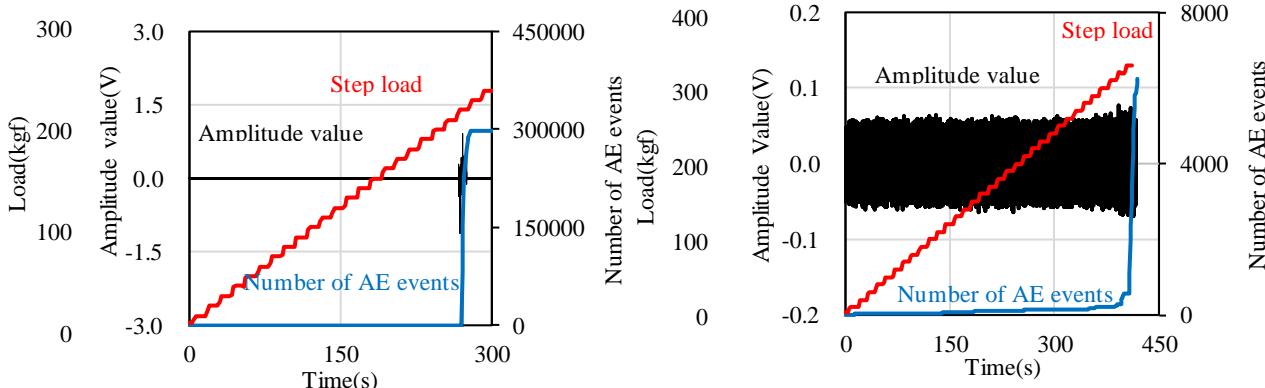


Fig.1 Change of AE amplitude and number of AE events for interfacial delamination model during test.

Fig.2 Change of AE amplitude and number of AE events for crack propagation and delamination model during test.

3.2 試験後の形態観察

それぞれの試験後の形態観察結果より、界面剥離モデルでは Fig.3 に示す界面剥離が認められた。また表面起点剥離モデルでは Fig.4 に示すように、グループ溝の形成と端部の亀裂発生、亀裂伝播による表面起点剥離が認められた。以上の形態観察結果から、狙い通りの剥離モードの再現を確認した。

3.3 剥離時の FFT 解析による考察

Fig.5 の界面剥離モデルのトリガ検知 ± 0.5 秒での AE 振幅値の計測結果より、トリガ検知後に振幅の増大が明確に認められた。また、Fig.6 の表面起点剥離モデルの計測結果より、トリガ検知後に振幅の増大が部分的に認められた。

Fig.5/Fig.6 の計測範囲において 0.1 秒毎の FFT 解析結果を Fig.7/Fig.8 に示す。Fig.7 より、-0.2s で 600kHz に強い信号を確認し、0.0s 以降では、600kHz を含むほぼ全域で強度の増加が認められた。回転周期が 0.5s であることから、-0.2s の信号発信から 1 周以内で剥離を検知していることになり、同一剥離箇所を、2 度通過することによる剥離部の段差や破片巻き込みによる異常振動を含まずに、剥離発生を正確に捕捉できているとみなせる。一方、表面起点剥離の Fig.8 では、剥離発生前の亀裂発生時点での検知ができないおらず、また 0.0s での周波数は界面剥離モデルと同じ 600kHz の強い信号を確認した。

2 種の剥離解析より、剥離損傷が大きい界面剥離ではトリガ検知後、周波数全域の強度の増加が認められたのに対し、剥離損傷が小さい表面起点剥離モデルでは、600kHz から 2MHz までの限定された領域の強度増加が認められた。この違いより、2 種の異なる剥離モードの識別は可能と考えられる。

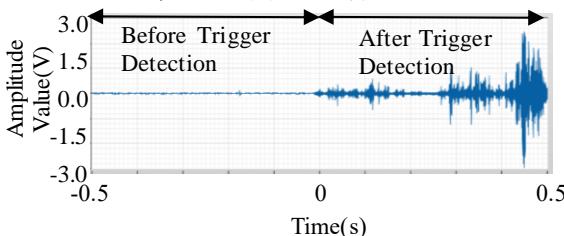


Fig.5 AE amplitude value at 0.5 seconds \pm trigger detection for interfacial delamination model sample.



Fig.3 Post-test morphological observation for interfacial delamination model.

Fig.4 Post-test morphological observation for crack propagation and delamination model.

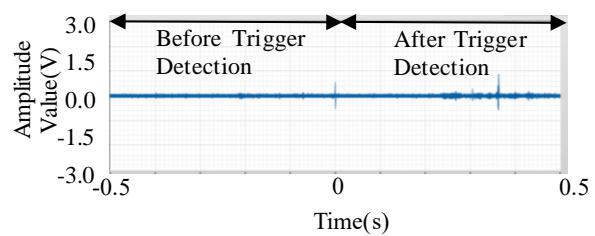


Fig.6 AE amplitude value at 0.5 seconds \pm trigger detection for crack propagation and delamination model.

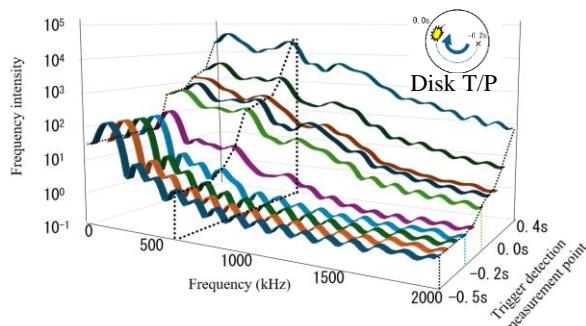


Fig.7 Result of FFT analysis of interfacial delamination model.

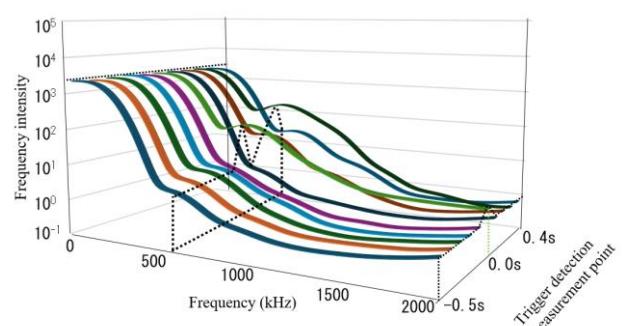


Fig.8 Result of FFT analysis of crack propagation and delamination model.

4 結言

異なる剥離モードの試料の AE 振幅が増大する点をトリガで検知し FFT 解析することで下記の知見を得た。

- [1] トリガ検知により剥離発生時及び前後での FFT 解析を行うことが出来た。
- [2] ta-C 膜の剥離発生時の周波数はいずれも 600kHz を主体とする信号であった。
- [3] トリガ検知では、剥離発生前に亀裂が発生した時点での検知はできなかった。
- [4] FFT 解析により 2 種の異なる剥離モードの識別が可能であることを示した。

文献

- 1) 馬渕, トライボロジスト, 58, 8(2013)p557-565.
- 2) ISO 4821:2022 Plain bearings.
- 3) 鈴木ら, 表面技術協会第 146 回講演大会, 2022 年 8 月, 07B-03, P63.
- 4) 田口, 馬渕, 日本機械学会茨城講演会 2023, p42.