

AE による DLC 膜の剥離モードの識別と剥離進展状況の把握

Identification of Delamination Modes and Monitoring of Delamination Progress of DLC Coatings by AE

宇大院（学）田口 陸斗 宇大（正）*馬渕 豊 宇大（非）井上 直哉
Rikuto Taguchi, Yutaka Mabuchi, Naoya Inoue,
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 (DLC) 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⁾。一方、DLC 膜は、膜の密着力の管理が重要であり、DLC 膜の剥離時に生じる弾性エネルギーの音波であるアコースティックエミッション (AE) の放出に着目し、AE イベント数が急増する臨界荷重を求めて、DLC 膜の密着力を評価する手法を確立している²⁾。一方、AE イベント数の計測に加え、界面剥離時の AE 波の周波数解析 (FFT) や AE エネルギに着目して解析を行うことで、DLC 膜の剥離モードやその進展状況を可視化できる可能性がある。そこで本研究では、剥離モード及び密着力の異なる計 3 種の DLC 膜を用い、FFT 解析による膜の剥離モードの識別の他、膜の亀裂発生から基材が露出し、相手材との間で凝着が始まるまでの過程を AE の周波数および AE エネルギの解析を行い、各過程の識別が可能であるか検討を試みた。

2. 実験方法

SUJ2 製 HRC64, Ra0.01 のディスクに IP 法による膜厚 1 μm の ta-C 膜を成膜した。界面剥離仕様には成膜時の洗浄工程を変更し密着力を下げた 2 つの仕様 (DLC-A, DLC-B) を準備し、表面起点剥離仕様には DLC 成膜後にマグネットロンスパッタリング法で Ni 層を 0.1 μm 蒸着した仕様を用いた (DLC-C)。表層の軟質な Ni 層は、残留した膜上のドロップレットを集め、DLC 膜をアブレッシブ摩耗させ剥離に至らせるためである³⁾。DLC 膜の相手材に 3/8inch の SUJ2 製 HRC62-64, G28 級のペアリング球を固定して用いた。AE の計測に富士セラミクス製 AE センサ M304A を用いた。剥離試験は Ball/disk 方式で行い、10kgf, 10s 保持のステップ荷重、滑り速度 0.03m/s、試験油に PAO4 を 80°C とした。AE 信号の振幅計測において、界面剥離仕様での感度は 0dB、剥離規模の小さい表面起点剥離仕様では 20dB に感度を高めて計測した。試験後の観察に OLYMPUS 製 OLS4000-SAT レーザー顕微鏡を用いた。FFT 解析用のデータはサンプリング周波数 10MHz、トリガ 0.1V で振幅が増大する ±0.5 秒間で取得し、Origin-pro でピークフィッティングを行った。

3. 試験結果及び考察

3.1 FFT 解析による剥離モードの識別

界面剥離仕様として DLC-B、表面起点剥離仕様として DLC-C の剥離発生時の FFT 解析結果を Fig.1, Fig.2 にそれぞれ示す。界面剥離を示した DLC-B では、0.0s より 137kHz, 547kHz, 957kHz の 3 つのピークでの増加が認められた (DLC-A も同様に 3 つのピークを示している)。一方、表面起点剥離を示した DLC-C では 615kHz の 1 つのピークで増加が認められた。これらの違いより、2 種の異なる剥離モードの識別は可能と考えられる。

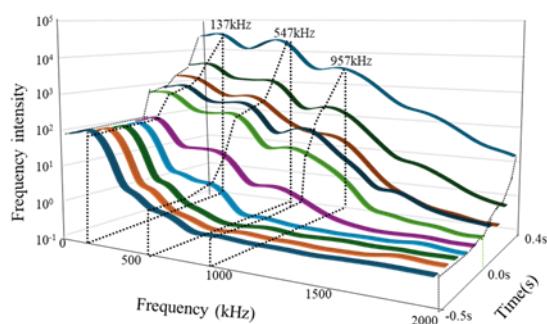


Fig.1 Result of FFT analysis of interfacial delamination model, DLC-B.

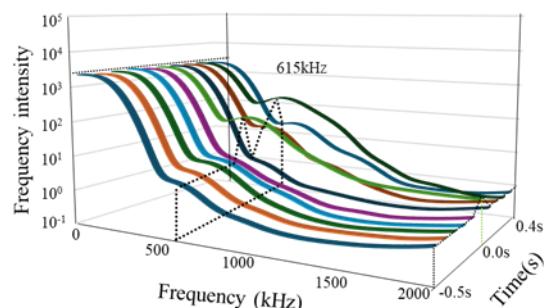


Fig.2 Result of FFT analysis of crack propagation and delamination model, DLC-C.

3.2 AE 周波数および AE エネルギによる剥離の進展状況の把握

Fig.3 に、界面で剥離する DLC 膜の AE 振幅値と摩擦係数の時間推移を、また Fig.4 に剥離発生直後の亀裂のみ進展した mode I、膜が剥離し相手材と基材の鋼同士が直接接触し凝着が発生した mode II の模式図を示す。mode II から凝着により摩擦係数の増大が開始する。膜の密着力が高い程、mode I から II への移行が遅れる傾向にある⁴⁾。

剥離発生後の 0.1s 毎で平均した AE 信号の FFT 解析およびピーク分離により周波数成分を特定し、それぞれの周波

数の強度比を算出して整理した結果を Fig.5, Fig.6 に示す。DLC-A, DLC-B 共に特定したピークは 3 つであり、それぞれ peak 1 (100-250kHz), peak 2 (550~650kHz), peak 3 (約 950kHz) とし、強度比を帯グラフとして示した。DLC-A では peak 1 が 45%, peak 2 が 45%, peak 3 が 10% となり、また亀裂発生直後から振幅値が大きく mode II であったと考えられる。一方、DLC-B では、0.1, 0.2, 0.3, 0.4 秒の区間においては peak 1 が 69-76% と高かったが、0.5 秒で 57% に低下し、同時に peak 2 は 38% に増加した。この変化は、全域 mode II と考える DLC-A の比率に近い。

次に、AE 振幅値の時間積分となる AE エネルギについて、DLC-A, DLC-B それぞれの剥離発生から試験時間に対する推移を Fig.7 に示す。DLC-A では剥離直後から高い値で推移し、時間に対し徐々に減衰している様子が認められた。一方、DLC-B では剥離直後から約 0.3s までは低い値で推移し、0.4s 以降に大きく増加し、DLC-A とほぼ同じ値で推移した。約 0.4 秒での DLC-B の AE エネルギの変化は、mode I から mode II への移行と考えられ、AE 振幅値の変化や FFT 解析による各ピーク強度比で得られた結果と良い一致を示した。以上の結果から、AE 信号の FFT 解析によるピーク強度解析及び AE エネルギ解析の手法は、DLC 膜の剥離の進展状況の把握に有効と考えられる。

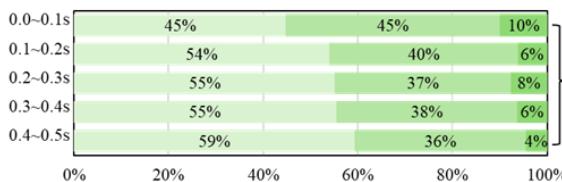
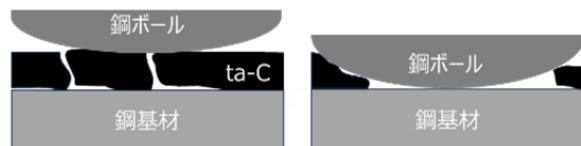
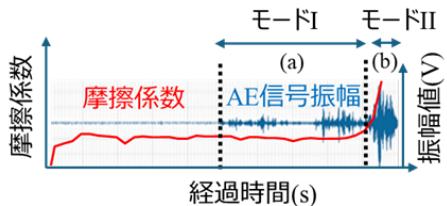


Fig.5 The ratio of each peak of DLC-A.

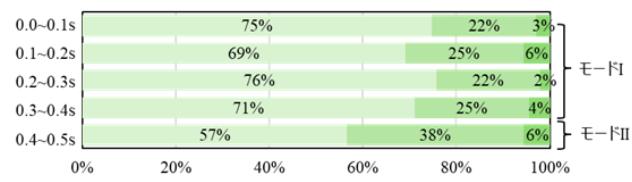


Fig.6 The ratio of each peak of DLC-B.

4 結言

異なる剥離モードの DLC 膜を用い、AE 振幅値や AE 信号の FFT 解析、AE エネルギの解析をすること以下の知見を得た。

- [1] 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。界面剥離仕様では 3 つのピーク、表面起点剥離の仕様では 1 つのピークを確認した。
- [2] 亀裂発生後 0.5 秒間における 0.1 秒毎の AE 信号を FFT 解析し、周波数のピーク強度比を算出した結果、DLC-A では剥離直後から peak II の強度比が大きいのに対し、DLC-B では 0.4 秒以降から同様の日となることが分かった。
- [3] DLC-A の AE エネルギは初期から高い値で推移したのに対し、DLC-B は 0.4 秒以降、DLC-A と同等の値で推移した。これは周波数のピーク強度比での 0.4 秒以降の変化と一致した。

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) 谷田貞ら、日本機械学会 第 27 回茨城講演会、(2019)No.415.

