

ta-C 膜成膜サファイア半球を用いた反射分光摩擦面その場分析装置の開発 Development of in-situ observation of friction area with reflectance spectroscopy by applying ta-C coated sapphire hemisphere

名大・工（学）*祖父江 元輝 名大・工（正）梅原 徳次 名大（正）野老山 貴行

東京科学大（正）張 鋭璽 韓国光技術院（非）李 義永

Genki Sobue*, Noritsugu Umehara*, Takayuki Tokoroyama*, Ruixi Zhang**, Lee Woo-Young***

*Nagoya University, **Institute of Science Tokyo, ***Korea Photonics Technology Institute

1. 結論

しゅう動機構を有する機械部品の長寿命化，部品交換頻度の減少，直接接触の抑制による温度上昇の抑制のため，潤滑油膜の形成は欠かせない．従来 EHL 理論から形成される油膜厚さの推定が行われ，正確な油膜厚さの測定技術は上述の社会的要求を満たすために重要であるが，例えば白色光の干渉から油膜測定を行う手法や，赤外線光を用いた手法は，すべて流体潤滑領域を対象としている．

本研究グループでは反射分光その場分析法により境界，混合潤滑領域を含む油膜の形成厚さを測定する手法を提案している⁽¹⁾．この手法では，摩擦を抑制し入射光及び反射光を取得できるように，サファイア半球を用いたその場摩擦試験装置が用いられるが，ディスク側の相手材料の選択性はあるものの，常にサファイアとの摩擦しか選択できないデメリットがあった．材料の選択性を向上させるためにはサファイア半球への成膜が考えられるが，その有効性は明らかにされていない．そこで本研究ではサファイア半球表面への ta-C 膜の成膜を行い，ta-C 膜上へトライボフィルムを形成する Sec-DMHP (Secondary-type Dialkyl Monohydroxypropyl Phosphonate) 添加剤⁽²⁾をモデル添加剤として用いて試験を行い，境界潤滑中の ta-C 膜やトライボフィルム，油膜の膜厚測定可能性について検討を行った．

2. 実験手法

2.1 反射分光摩擦試験機

反射分光摩擦試験機の略図を Fig. 1 に示す．本装置はボールオンディスク摩擦試験装置の一種であり，摩擦試験装置上部に反射分光膜厚計が備えられている．ボール部に用いる摩擦材として測定光に対し透過性を示すサファイア半球を用い，摩擦試験最中に反射分光膜厚計の測定が可能である．反射分光膜厚計によって得られた反射率に対し，光学モデルから計算される反射率のフィッティングを行い，潤滑油やトライボフィルムの膜厚を算出する．

本研究では ta-C 膜とトライボフィルム，潤滑油膜厚の測定可能性検証のため，Sec-DMHP を添加した PAO4 を潤滑油として用いた．荷重 0.3 N，しゅう動速度 0.75 m/min80℃の条件下で相手材に SUJ2 ディスクを用いて摩擦試験を行った．

2.2 ta-C 膜成膜サファイア半球

反射分光摩擦試験装置における摩擦材の一方がサファイア半球に限定される問題に対し，サファイア半球に ta-C 膜を成膜することで ta-C 膜と金属の組み合わせで摩擦試験を行い，その場分析を可能とした．ta-C 膜を成膜したサファイア半球を用いた反射分光分析の可能性について，斎藤らによって検討が行われ誤差 1 nm 未満の精度で流体潤滑中の潤滑油膜の油膜厚さの測定が可能であることが示された⁽³⁾．本研究では油膜以外の ta-C 膜やトライボフィルムの膜厚測定可能性は検討のため，ta-C 膜成膜サファイア半球を用いた．

ta-C 膜の成膜は FCVA 法によって行われ，基板のバイアス電圧は-50V，アーク電流は 40A で 90 分間成膜を行い，サファイア半球表面に約 300 nm の ta-C 膜の成膜を行った．成膜前のサファイア半球の硬さは 440 GPa で，ta-C 膜成膜サファイア半球の硬さは 485 GPa であった．

2.3 原子間力顕微鏡 (AFM)

摩擦試験後の ta-C 膜成膜サファイア半球の表面形状を観察するため，原子間力顕微鏡 (Atomic Force Microscope, AFM) を用いる．測定にはコンタクトモードを用い，カンチレバーにはダイヤモンドコートシリコンカンチレバーを用いた．表面形状の走査を目的とするため，試験片の表面が摩擦しない程度の軽荷重である 75 nN で走査を行った．

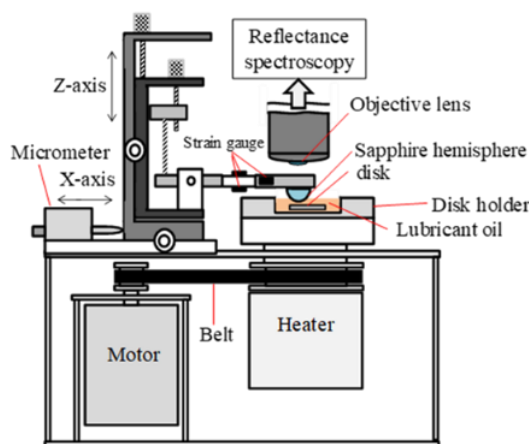


Fig. 1 Schematic of in-situ reflectance spectroscopy

3. 実験結果及び考察

3.1 反射分光摩擦面その場分析法によるその場分析結果

その場分析法により測定された摩擦試験中の ta-C 膜、トライボフィルム、潤滑油膜の膜厚を Fig. 2 に示す。摩擦初期から 3.5 分までは潤滑油膜は測定されず、トライボフィルムのみが測定され境界潤滑状態だった。また、試験開始 4 分後から潤滑油膜が測定され、流体潤滑状態だった。摩擦初期 326 nm の膜厚があった ta-C 膜は徐々に摩耗し 9.5 分で膜厚 83 nm となり、その後 ta-C 膜がサファイア半球からはく離したため、10 分以降は測定不可となった。

3.2 光学顕微鏡による摩擦面の観察

反射分光膜厚計に設置されている光学顕微鏡像の各時間における観察画像を Fig. 3 に示す。摩擦開始前 0 min において、垂直荷重 0.3 N を印加した状態での油膜は表面粗さと同程度と考えられ、赤色を呈した部分は接触しているものと推定される。垂直荷重及び用いたサファイア半球のヤング率、直径から算出されるヘルツ接触円直径は約 17.8 μm であり、(i) で Contact area と記載した点線の直径と一致している。摩擦開始 2 min では、接触円直径が 37.5 μm まで増加している。これは、サファイア半球上に成膜された ta-C 膜の摩耗により、見かけの曲率半径が大きくなったためと推測される。この際 0 min から 2 min にかけて接触円直径の外側に観察されるニュートンリングは直径が大きくなる方向へ移動することから、サファイア半球はディスク側へ近づくことを意味する。4 min から 10 min にかけて、接触円中心には薄い緑色の領域が現れる。この干渉色は ta-C 膜の厚みに依存するものと考えられ、膜厚が減少して現れたと推定される。

3.3 AFM による試験後の半球の観察

摩擦試験後の ta-C 膜成膜サファイア半球を AFM で観察して得た表面画像を Fig. 4 に示す。初期接触部からしゅう動方向に向かって ta-C 膜がはく離していた。初期接触部付近ははく離痕の段差の高さが 103 nm で Fig. 2 に示したはく離直前の ta-C 膜の膜厚に近い値を、接触部から離れた段差の高さは 296 nm で摩耗前の ta-C 膜の膜厚に近い値を示した。

3.4 各種膜厚の測定可能性

Fig. 2 の反射分光その場分析によって測定された摩擦開始時の ta-C 膜の膜厚 326 nm に対し AFM で測定された非摩擦部の膜厚は 296 nm で、はく離直前の 9.5 分の膜厚 83 nm に対し AFM による摩擦部付近の膜厚は 103 nm で、反射分光によって ta-C 膜の摩耗が正確に測定できると明らかになった。このことから、反射分光その場分析は ta-C 膜の膜厚の減少を測定可能で、さらに潤滑油膜やトライボフィルムを含んだ複数の膜厚を同時にその場分析可能であることが明らかとなった。

4. 結論

本研究ではサファイア半球表面への ta-C 膜の成膜を行い、ta-C 膜上への摩擦面においてトライボフィルムを形成する Sec-DMHP (Secondary-type Dialkyl Monohydroxypropyl Phosphonate) 添加剤をモデル添加剤として用い、境界潤滑中の ta-C 膜、トライボフィルム、油膜の膜厚の測定可能性について検討を行った。その結果、ta-C 膜は摩耗しながら膜厚が減少すること、トライボフィルムの形成、潤滑油の流入による油膜形成について、反射光から光学モデルを介して算出可能であることを明らかにした。

文献

- 1) Makoto Kano, Diamond-Like Carbon Coating Applied to Automotive Engine Components, Tribology Online, (2014) 9, 3, 135-142
- 2) Tanaka, K., Tokoroyama, T., Umehara, N., Murashima, M., Oshio, T., & Yagishita, K. (2023). Effects of Phosphonate Additives with Hydroxy Groups on the Tribological Properties of ta-C Coatings Under Boundary Lubrication. Tribology Letters, 71(2), 67.
- 3) 齋藤・梅原・野老山・張・李：ta-C 膜成膜サファイア半球による反射分光摩擦面その場分析の可能性の検討，年次大会，(2024) S114-35.

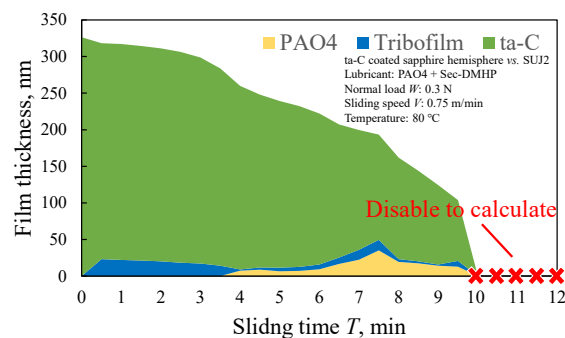


Fig. 2 Film thickness during friction test

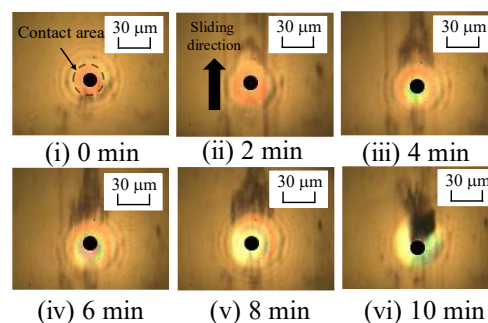


Fig. 3 Optical microscope photo of friction area

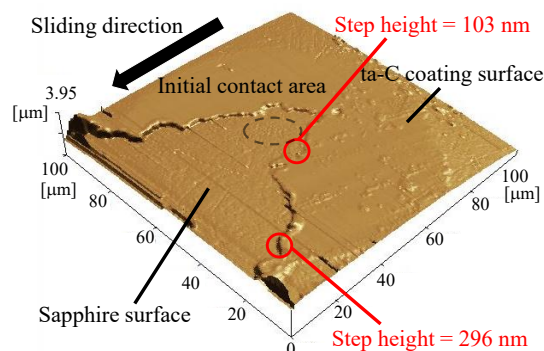


Fig. 4 AFM image of ta-C coated sapphire hemisphere after friction test