(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2010 年 1 月 7 日(07.01.2010)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2010/001784 A1

(51) 国際特許分類:
*F16C 33/10* (2006.01) *C10N 40/02* (2006.01)
*C10M 107/02* (2006.01) *C10N 40/04* (2006.01)
*C10M 137/10* (2006.01) *C10N 40/25* (2006.01)
*F16C 33/04* (2006.01) *C10N 80/00* (2006.01)
*C10N 30/06* (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2009/061508

(22) 国際出願日: 2009 年 6 月 24 日(24.06.2009)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願 2008-173634 2008 年 7 月 2 日(02.07.2008) JP
特願 2009-076542 2009 年 3 月 26 日(26.03.2009) JP
特願 2009-145743 2009 年 6 月 18 日(18.06.2009) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 株式会社神戸製鋼所 **(KABUSHIKI KAISHA KOBE SEIKO SHO)** [JP/JP]; 〒6518585 兵庫県神戸市中央区脇浜町二丁目１０番２６号 Hyogo (JP). 協同油脂株式会社 **(KYODO YUSHI CO., LTD.)** [JP/JP]; 〒2518588 神奈川県藤沢市辻堂神台二丁目２番３０号 Kanagawa (JP).

(72) 発明者; および

(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 古垣　孝志 **(FURUGAKI, Takashi)**. 山本　兼司 **(YAMAMOTO, Kenji)**. 伊藤　弘高 **(ITO, Hirotaka)**. 羽山　誠 **(HAYAMA, Makoto)**. 森内　勉 **(MORIUCHI, Tsutomu)**.

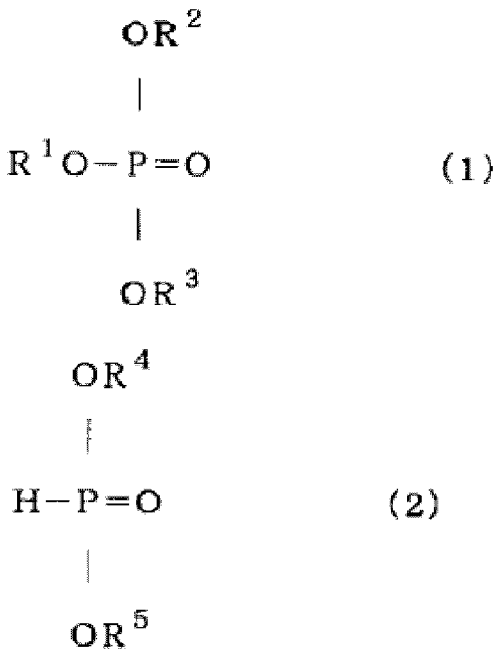
(74) 代理人: 田中　光雄, 外 **(TANAKA, Mitsuo** et al.); 〒5400001 大阪府大阪市中央区城見１丁目３番７号ＩＭＰビル　青山特許事務所 Osaka (JP).

(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

[続葉有]

(54) **Title**: SLIDING MEMBER AND SLIDING METHOD

(54) 発明の名称: 摺動部材および摺動方法



(57) **Abstract**: Provided is a low-friction sliding member which includes a sliding part having excellent wearing resistance and can stably have excellent frictional properties throughout sliding. Also provided is a method of sliding. The sliding member comprises: a sliding part coated with a diamond-like carbon material; and a lubricant disposed on the diamond-like carbon material. The sliding member is characterized in that the lubricant comprises an amine salt represented by formula (1) and/or an amine salt represented by formula (2). In formulae (1) and (2), $R^1$, $R^2$, $R^3$, $R^4$, and $R^5$ are the same or different and each represents hydrogen or a $C_{1-24}$ hydrocarbon group.

(57) 要約:　摺動部の耐摩耗性に優れており、摺動の間優れた摩擦特性を安定して発揮し得る低摩擦摺動部材及び摺動方法を提供する。　ダイヤモンドライクカーボン材料が被覆された摺動部と、前記ダイヤモンドライクカーボン材料の上に配置された潤滑剤とを含む摺動部材であって、前記潤滑剤が下式（１）のアミン塩および／または下式（２）のアミン塩を含むことを特徴とする摺動部材である。　上式（１）および（２）中、$R^1$、$R^2$、$R^3$、$R^4$、$R^5$は同一または異なって、Ｈまたは炭素数１～２４の炭化水素基を表す。

WO 2010/001784 A1

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告（条約第 21 条(3)）

# 明　細　書

## 発明の名称 ： 摺動部材および摺動方法

## 技術分野

[0001] 本発明は、歯車部材、軸受部材、自動車エンジンなどのように潤滑油環境下で摺動する機械部品に適用される摺動部材および摺動方法に関し、特に、極めて優れた低摩擦特性を示す摺動部材および摺動方法に関するものである。

## 背景技術

[0002] 自動車エンジンなどに用いられる摺動部は、接触面積が小さく高面圧下といった、過酷な摺動条件下で使用されるため、潤滑油中の摺動試験で低い摩擦係数を示すことが要求される。最近、省エネルギーや環境問題の観点から自動車エンジンの機械的損失低減への要求が高まっており、特に、機械的損失の約１０％を占める摩擦損失の低減が強く切望されている。上記用途に用いられる摺動部としては、例えば、ＴｉＮ（窒化チタン）やＣｒＮ（窒化クロム）などの硬質膜を基材に被覆したり、$MoS_2$（二硫化モリブテン）などの固体潤滑剤を含む樹脂を基材に被覆した摺動部が用いられている。また、硬度が高く、優れた固体潤滑性を有し、無潤滑状態で低い摩擦係数を示すダイヤモンドライクカーボン（ＤＬＣ）を被覆した摺動部も提案されている。例えば、特許文献１～３には、ＤＬＣ被覆摺動部に好適な潤滑油添加剤として、脂肪酸エステル系無灰摩擦調整剤及び脂肪族アミン系無灰摩擦調整剤（特許文献１）、脂肪族アミン系化合物（特許文献２）、硫黄含有モンリブデン錯体（特許文献３）が、それぞれ開示されている。

特許文献1：特開２００６－１４４１００号公報

特許文献2：特開２００５－９８４９５号公報

特許文献3：国際公開第２００５／０１４７６３号パンフレット

## 発明の開示

## 発明が解決しようとする課題

[0003] 近年、低摩擦化に対する要求特性は益々強くなっており、上述の従来技術ではこの要求特性に充分応えることができない場合がある。

[0004] 本発明は上記事情に鑑みてなされたものであり、その目的は、摺動部の耐摩耗性に優れており、摺動の間優れた摩擦特性を安定して発揮し得る低摩擦摺動部材及び摺動方法を提供することにある。

## 課題を解決するための手段

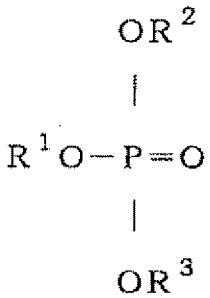
[0005] 上記課題を解決し得た本発明の摺動部材は、ダイヤモンドライクカーボン材料を被覆した摺動部と、前記ダイヤモンドライクカーボン材料に上に配置された潤滑剤を含むものであり、これにより前記摺動部は潤滑剤の存在下で摺動する。そして本発明は、前記潤滑剤が基油と下式（１）のアミン塩および／または下式（２）のアミン塩を含むところに要旨を有している。

[0006] 本発明者は、摺動部がＤＬＣ材料で被覆されており、この摺動部のＤＬＣ材料の上に潤滑剤を備えている摺動部材において、前記潤滑剤がアミン塩を含むことにより、前記摺動部がアミン塩を含む潤滑剤の存在下で摺動することで、耐摩耗性に優れ、優れた摩擦特性を安定して発揮し得る低摩擦摺動部材を得ることができることを見出し、本発明を完成するに至った。

[0007] 本発明は以下に示す摺動部材及び摺動方法を提供するものである。

[0008] １．ダイヤモンドライクカーボン材料が被覆された摺動部と、前記ダイヤモンドライクカーボン材料の上に配置された潤滑剤とを含む摺動部材であって、前記潤滑剤が下式（１）のアミン塩および／または下式（２）のアミン塩を含むことを特徴とする摺動部材。

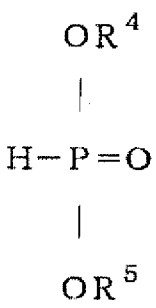
[0009] [化1]



(1)

[0010]

[化2]



(2)

[0011] 上式（１）および（２）中、$R^1$、$R^2$、$R^3$、$R^4$、$R^5$は同一または異なって、Ｈまたは炭素数１～２４の炭化水素基を表す。

[0012] ２．好ましくは、前記潤滑剤が更に基油を含む潤滑油である摺動部材。

[0013] ３．好ましくは、前記潤滑剤が更に基油および増ちょう剤を含むグリースである摺動部材。

[0014] ４．好ましくは、前記潤滑剤が前記式（１）のアミン塩および／または式（２）のアミン塩を０．０５～１０質量%の比率で含む摺動部材。

[0015] ５．好ましくは、前記ダイヤモンドライクカーボン材料中において、水素（Ｈ）と炭素（Ｃ）との合計量に対する水素含有量が４０%原子以下である摺動部材。

[0016] ６．好ましくは、前記ダイヤモンドライクカーボン材料が４Ａ族元素、５Ａ族元素、６Ａ族元素、Ｆｅ、Ｓｉ、ＡＩ、およびＢよりなる群から選択される少なくとも１種である金属元素Ｍｅを含有し、前記ダイヤモンドライクカーボン材料中の炭素（Ｃ）と前記金属元素Ｍｅとの合計量に対する該金属元素Ｍｅの含有量が２０原子%以下である摺動部材。

[0017] ７．上記２～６のいずれか１項記載の摺動部材において、前記の摺動部材において、下式（３）で表される油膜パラメータラムダ（Λ）の値が１以下に制御された状態で摺動部を摺動させることを特徴とする摺動部材の摺動方法。

[0018] [数1]

$$\Lambda = hmin / \sqrt{(Rrms1^2 + Rrms2^2)} \quad \cdots \quad (3)$$

[0019] 上式（３）中、ｈｍｉｎは、相対的に摺動する２つの摺動部材がなす摺動面に形成される最小油膜厚さ、Ｒｒｍｓ１およびＲｒｍｓ２は、各摺動部材の摺動面の２乗平均粗さを意味する。

[0020] ８．上記のいずれかの摺動部材が適用される機械部品。

[0021] ９．好ましくは、前記機械部品が歯車部材、軸受部材、または自動車エンジン部品である機械部品。

[0022] １０．好ましくは、前記自動車エンジン部品が、カムーカムフォロア部材、ピストンーピストンリング部材、またはバルブ部材である機械部品。

## 発明の効果

[0023] 本発明によれば、ＤＬＣ材料が被覆された摺動部を、リン酸またはリン酸エステルのアミン塩、および／または亜リン酸または亜リン酸エステルのアミン塩を含む潤滑剤中で摺動させる摺動機構を採用しているため、ＤＬＣの耐摩耗性、相手摺動部材の保護効果、摩擦低減効果などが飛躍的に高められる。その結果、省燃費効果に顕著に優れた摺動部材および摺動方法を提供することができた。

## 発明を実施するための最良の形態

[0024] 本発明者は、空気中での低摩擦係数に優れているが潤滑剤存在下での摩擦低減作用に劣るＤＬＣ材料について、潤滑油存在下での摩擦係数低減化や摺動部の耐摩耗性向上を目指して検討を重ねてきた。その結果、所定のリン酸／亜リン酸（エステル類を含む）のアミン塩を含有する潤滑剤の存在下で、ＤＬＣ材料で被覆された摺動部を摺動させると所期の目的が達成されることを見出し、本発明を完成した。

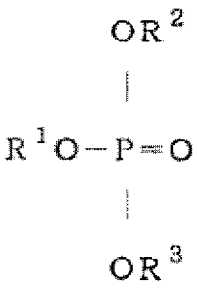
[0025] このように本発明の特徴部分は、ダイヤモンドライクカーボンで被覆された摺動部を潤滑油存在下で摺動させるときの好適な潤滑剤を定めたところにある。具体的には、適用可能な潤滑油添加剤（摩擦低減剤）として、式（１）で表されるリン酸またはリン酸エステルのアミン塩や、式（２）で表される亜リン酸または亜リン酸エステルのアミン塩を採用している。本発明の実験結果によれば、モリブデン化合物などの他の潤滑剤や特許文献２に記載の

脂肪族アミン系化合物（アミド化合物）を含む潤滑油を用いた場合に比べ、上記の式（１）及び式（２）のアミン塩を含む潤滑剤を用いると、摺動部材の耐摩耗性が一層高められ、摺動試験での摩擦係数が一層低減されることが確認された（後記する実施例を参照）。ＤＬＣ被覆摺動部と上記添加剤を含む潤滑剤との組み合わせによる摺動部材は、これまで知られていない。

[0026] 本明細書では、ＤＬＣで被覆された摺動部をＤＬＣ被覆摺動部と略記する場合がある。

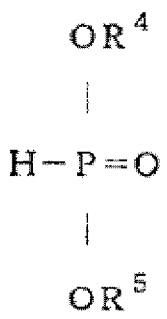
[0027] まず、本発明の摺動部材について説明する。本発明の摺動部材は、ＤＬＣ材料で被覆された摺動部と、該摺動部材（ＤＬＣ材料）上に配置（または塗布）された潤滑剤とを有する。これにより本発明の摺動部材の摺動部は潤滑剤存在下で摺動する。本発明は、上記の潤滑剤が下式（１）のアミン塩および／または下式（２）のアミン塩を含むところに特徴がある。

[0028] [化3]



(1)

[0029] [化4]



(2)

上式（１）および（２）中、$R^1$、$R^2$、$R^3$、$R^4$、$R^5$は同一または異なって、Ｈまたは炭素数１～２４の炭化水素基を表す。

[0030] まず、本発明に用いられるＤＬＣについて説明する。周知のように、ＤＬＣは、ダイヤモンドとグラファイト（黒鉛）の中間の特性を有する非晶質（a

morphous）無機物である。ダイヤモンドやグラファイトは結晶構造を有しているのに対し、ＤＬＣは非晶質である点で両者は大きく相違している。また、ダイヤモンドはｓｐ$^3$混成軌道（Ｄバンド、共有結合）のみからなり、グラファイトはｓｐ$^2$混成軌道（Ｇバンド、二重結合）のみからなるのに対し、ＤＬＣは、ダイヤモンドの性質をもった炭素原子と、グラファイトの性質をもった炭素原子の両方を含んでいるとされる。また、ダイヤモンド膜の成膜に当たっては、通常、基材温度を約１０００Ｋ以上の高温状態に保持する必要があるため、成膜後温度を室温に戻したときの基材との熱膨張率の差が大きく、ダイヤモンド膜が基材から剥離するといった問題があるのに対し、ＤＬＣ膜は、約５００Ｋ以下の低温下でも成膜できるため、このような問題は少なく、基材との密着性に優れている。このようにＤＬＣは、ダイヤモンドに近い硬度を有し、摺動性・耐摩耗性・ガスバリヤ性・生体適合性などに優れていることから、例えば、機械工具、自動車部品などの分野に利用されている。

[0031] 本発明に用いられるＤＬＣ材料は、水素（Ｈ）量が４０原子%以下の範囲であることが好ましい。なお、本明細書においてＤＬＣ材料の水素（Ｈ）量とは、ＤＬＣ材料が含有する炭素（Ｃ）量と水素（Ｈ）量の合計量に対する水素（Ｈ）量を原子%で表した値を意味する。水素（Ｈ）量を４０原子%以下とすることによりＤＬＣ膜の硬度が高められ、ＤＬＣ被覆摺動部材の耐摩耗性が高められる。ＤＬＣ膜の高硬度化の観点からすれば、水素の比率は少ない程よく、このため水素（Ｈ）量は、より好ましくは、２０原子%以下である。ただし、水素の比率が極端に少なくなると、高硬度のため残留応力が増加し、基材との密着性低下や相手摺動部材の摩耗増加を招く。そのため、水素（Ｈ）量は、１０原子%以上であることが好ましい。

[0032] ＤＬＣ材料には、添加元素として、水素（Ｈ）のほかに、４Ａ族元素（Ｔｉ、Ｚｒ、Ｈｆなど）、５Ａ族元素（Ｖ、Ｎｂ、Ｔａなど）、６Ａ族元素（Ｃｒ、Ｍｏ、Ｗなど）、Ｆｅ、Ｓｉ、Ａｌ、Ｂの金属元素が少なくとも１種含まれていても良い。これらの金属元素は、一般に添加剤を吸着して摩擦係

数低減作用を促進することが知られている。よって、ＤＬＣ材料中に上記金属元素の１種または２種以上を添加すると、添加剤の濃度を低くしても良好な低摩擦係数が得られる。炭素（Ｃ）と金属元素との合計量に対する金属元素の合計添加量は０．５原子%以上が好ましく、これにより、上記の作用が有効に発揮される。ただし、上記の金属元素を過剰に添加すると、ＤＬＣ材料の硬さが低下して摩耗量の増大を招くため、炭素（Ｃ）と金属元素との合計量に対する金属元素の添加量は２０原子%以下であることが好ましく、１０原子%以下がより好ましい。上記の金属元素のうち、Ｔｉ，Ｃｒ，Ｍｏ，Ｗの使用が好ましい。

[0033] ＤＬＣの成膜方法は特に限定されず、例えば、プラズマ化学蒸着法などの化学蒸着法（ＣＶＤ）；アークイオンプレーティング法、スパッタリング法などの物理蒸着法（ＰＶＤ）などの蒸着法を採用できる。これらは単独で使用しても良いし、併用しても良い。例えば、スパッタリング法では、グラファイトターゲットを使用し、メタン、アセチレンなどの炭化水素ガスを成膜中に投入してＤＬＣ膜を成膜すれば良い。また、ＣＶＤ法では、メタン、アセチレン、トルエンなどの炭化水素ガスを用い、ＤＣバイアスまたはＲＦバイアスを印可して直接イオン化し、ＤＬＣ膜を成膜する方法が推奨される。

[0034] このようにして得られるＤＬＣ膜の好ましい硬度は、後記する実施例に記載のナノインデンタ硬度計で測定したとき、ＤＬＣ膜中に金属元素を含まない場合は、おおむね、１５ＧＰａ以上（より好ましくは２０ＧＰａ以上）であり、ＤＬＣ膜中に金属元素を含む場合は、おおむね、１０ＧＰａ以上（より好ましくは１５ＧＰａ以上）である。その上限は特に限定されないが、相手摺動部への攻撃性などを考慮すると、ＤＬＣ膜中の金属元素の有無にかかわらず、ＤＬＣ膜の硬度は５０ＧＰａ以下が好ましい。

[0035] 上記のＤＬＣは、本発明の摺動部と相手摺動部とがなす摺動面に存在していれば良く、本発明摺動部の全面に被覆されている必要は必ずしもない。例えば、本発明の摺動部は、基材に直接、ダイヤモンドライクカーボンが被覆されていても良いが、この場合、摺動面にダイヤモンドライクカーボンが存

在するように、基材の少なくとも一部を覆うようにダイヤモンドライクカーボンが被覆されていれば良い。また、本発明の摺動部は、中間層を介してダイヤモンドライクカーボンが被覆されていても良く、この場合は、摺動面にダイヤモンドライクカーボンが存在するように、中間層の少なくとも一部を覆うようにダイヤモンドライクカーボンが被覆されていれば良い。中間層は、基材との密着性を高めるために形成され、例えば、Ｃｒ、Ｔｉ、Ｖ、Ｗ、Ｃ系の中間層が基材とＤＬＣ膜との間に形成され得る。本発明に用いられる中間層の種類は上記に限定されず、基材との間に通常形成される材料から構成される中間層を用いることができる。

[0036] なお、相手摺動部は被覆層を有していても良いし、有していなくても良い。本発明の摺動部を用いれば、相手摺動部の被覆層の有無にかかわらず、低い摩擦係数と優れた耐摩耗性が得られることが確認されている。相手摺動部が被覆層を有する場合、当該被覆層は特に限定されない。例えば、ＤＬＣの被覆層を有していても良いし、ＤＬＣ以外の既知の硬質材料、例えば、ＴｉＮやＣｒＮなどの耐摩耗性に優れた硬質被覆層を有していても良い。

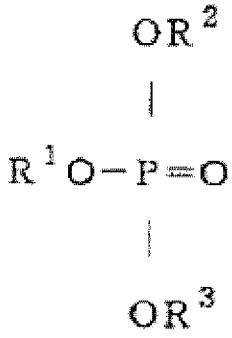
[0037] 本発明の摺動部に用いられる基材は特に限定されず、ＳＵＳ等のステンレス鋼や一般に構造用合金鋼として使用されるＳＣＭ４１５やＳＮＣ４１５、ＳＵＪ２、ＳＫＨ５１（これらは日本工業規格（ＪＩＳ）に規定されている鋼種である。）などに代表される鉄系基材、Ｔｉ合金、Ａｌ合金など、摺動部に通常用いられるものが挙げられる。具体的には、相手摺動部との関係などで、好ましい基材が定められる。例えば、相手摺動部がＤＬＣ膜で被覆されている場合、相手摺動部の基材は特に限定されず、相手摺動部がＤＬＣ膜で被覆されていない場合は、相手摺動部の基材が鉄系基材であることが好ましい。

[0038] 次に、本発明に用いられる潤滑剤について説明する。

[0039] 上記潤滑剤は、下式（１）のアミン塩および／または下式（２）のアミン塩を含有している。本発明の特徴部分は、これらのアミン塩が摺動部の耐摩耗性向上剤、摺動時の摩擦係数低減剤などとして有効に作用することを見出

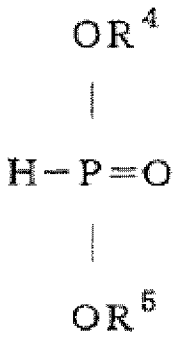
したところにある。本発明では、リン酸や亜リン酸（これらのエステル類を含む）のアミン塩を用いることが重要であり、特許文献２に記載の脂肪族アミン系化合物（アミド化合物）を用いたのでは優れた特性が得られないことを確認している。本発明に用いられる上記のアミン塩は、アミノ基側がＤＬＣ被膜摺動部の表面（潤滑面）に吸着もしくは反応するなどしてせん断力の小さい潤滑膜が形成されるため、摩擦係数の更なる低減化などが有効に発揮されるとともに、リン酸もしくは亜リン酸が相手材である鋼材表面の摩耗を抑制していると考えられる。

[0040] [化5]



(1)

[0041] [化6]



(2)

上式（１）および（２）中、$R^1$、$R^2$、$R^3$、$R^4$、$R^5$は同一または異なって、Ｈまたは炭素数１～２４の炭化水素基を表す。

[0042] 上式（１）のアミン塩は、リン酸またはリン酸エステルと、アミンとの反応によって得られる化合物である。詳細には、リン酸［Ｐ＝Ｏ（ＯＨ）（ＯＨ）（ＯＨ）］またはリン酸エステル［Ｐ＝Ｏ（ＯＨ）（ＯＨ）（$OR^6$）、Ｐ＝Ｏ（ＯＨ）（$OR^7$）（$OR^8$）］と、アミンとの反応生成物である。好ましいアミンは、第１

級アミン$R^9NH_2$、第２級アミン($R^{10}$)($R^{11}$)ＮＨ、第３級アミン($R^{12}$)($R^{13}$)($R^{14}$)Ｎである。リン酸エステル及びアミンの$R^6$～$R^{14}$は同一または異なって、炭素数１～２４の炭化水素基を示し、好ましくは炭素数２～２２の炭化水素基、さらに好ましくは炭素数４～１８の炭化水素基である。

[0043] また、上式（２）のアミン塩は、亜リン酸または亜リン酸エステルと、アミンとの反応によって得られる化合物である。詳細には、亜リン酸［ＰＨ＝Ｏ(ＯＨ)(ＯＨ)］または亜リン酸エステル［ＰＨ＝Ｏ(ＯＨ)(ＯＲ$^{15}$)］とアミンとの反応生成物である。好ましいアミンは、第１級アミン$R^{16}NH_2$、第２級アミン($R^{17}$)($R^{18}$)ＮＨ、第３級アミン($R^{19}$)($R^{20}$)($R^{21}$)Ｎである。リン酸エステル及びアミンの$R^{15}$～$R^{21}$は同一または異なって、炭素数１～２４の炭化水素基を示し、好ましくは炭素数２～２２の炭化水素基、さらに好ましくは炭素数４～１８の炭化水素基である。

[0044] 上式（１）および（２）において、$R^1$、$R^2$、$R^3$、$R^4$、$R^5$は同一または異なって、Ｈまたは炭素数１～２４の炭化水素基である。上記炭化水素基の好ましい炭素数は２～２２、さらに好ましくは４～１８である。

[0045] 本発明では、上式（１）のアミン塩および上式（２）のアミン塩は、それぞれ、単独で含まれていても良いし、２種以上の混合物であっても良い。

[0046] 上記の炭化水素基としては、例えば、アルキル基、アルケニル基、アルキニル基などの脂肪族炭化水素基；アリール基（例えば、フェニル基など）、アラルキル基などの芳香族炭化水素基；などが挙げられる。脂肪族炭化水素基は、直鎖状、分岐状、または環状のいずれであってもよい。また、芳香族炭化水素基には、複素環式基が含まれる。さらに、炭化水素基（例えば、芳香族炭化水素基、特にアリール基）は、炭素および水素以外の元素を含む基、例えば、ハロゲン原子、ヒドロキシ基、アミノ基で置換されていてもよい。好ましい炭化水素基は、例えば、炭素数１～２４のアルキル基、シクロアルキル基、アルキルシクロアルキル基、アリール基、アルキルアリール基、アリールアルキル基であり；より好ましくは、炭素数１～２４のアルキル基である。

[0047] 上記炭化水素基は、具体的には、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ウンデシル基、ドデシル基、トリデシル基、テトラデシル基、ペンタデシル基、ヘキサデシル基、ヘプタデシル基、オクタデシル基、ノナデシル基、エイコシル基、ヘンエイコシル基、ドコシル基、トリコシル基、テトラコシル基などのアルキル基；オレイル基などのアルケニル基；シクロペンチル基、シクロヘキシル基、メチルシクロヘキシル基、エチルシクロヘキシル基、ジメチルシクロヘキシル基、シクロヘプチル基などの環状アルキル基；フェニル基、クレジル基、トリル基、キシリル基、エチルフェニル基、プロピルフェニル基、ブチルフェニル基、ペンチルフェニル基、ヘキシルフェニル基、ヘプチルフェニル基、オクチルフェニル基、ノニルフェニル基、デシルフェニル基、ドデシルフェニル基、テトラデシルフェニル基、ヘキサデシルフェニル基、オクタデシルフェニル基、ベンジル基、フェネチル基などの置換基を有していても良いアリール基；イソプロピル基、イソブチル基、セカンダリーブチル基、ターシャリーブチル基、イソペンチル基、ネオペンチル基、ターシャリーペンチル基、イソヘキシル基、イソオクチル基、（２－エチルヘキシル）基などの分岐状アルキル基などが挙げられる。

[0048] 上記のアミンは、炭素数１～２４の上記炭化水素基を有していても良い。具体的には、Ｒがすべてアルキル基などの脂肪族炭化水素基である脂肪族アミン（例えば、ココナッツアミン、牛脂アミン、オレイルアミンなど）であっても良いし、Ｒのすべてまたは一部が芳香族炭化水素基である芳香族アミンであっても良い。また、上記のアミンは、例えば、一分子内にアミノ基を１個有するモノアミンであっても良いし、２個のジアミンであっても良い。

[0049] 本発明に用いられる上記（１）のアミン塩としては、例えば、モノオクチルアミンジブチルホスフェート、ジブチルアミンジブチルホスフェート、ジオクチルアミンジブチルホスフェート、モノドデシルアミンジブチルホスフェート、シクロヘキシルアミンジブチルホスフェート、シクロヘキシルアミンジオクチルホスフェート、４－テトラプロピレンベンゾアミンジブチルホ

スフェート、４－テトラプロピレンベンゾアミンジメチルホスフェート、４－ターシャリードデシルベンゾアミンモノメチルホスフェート、４－テトラプロピレンベンゾアミンモノブチルホスフェートなどが挙げられる。これらは市販品を用いても良い。また、上記の混合物を用いても良く、例えば、炭素数１１～１４（$C_{11}$－$C_{14}$）のアルキルを有するアルキルアミンモノヘキシルホスフェートとアルキルアミンジヘキシルホスフェートとの混合物（ＣＡＳ Ｎｏ．８０９３９－６２－４）などが挙げられる。

[0050] 本発明に用いられる上記（２）のアミン塩としては、例えば、モノオレイルアミンジ－２－エチルヘキシルアシッドホスフェート、オレイルアミンモノ－２－エチルヘキシルアシッドホスフェート、モノもしくはジ－２－エチルヘキチルアシッドホスフェートのココナッツアミン塩や牛脂アミン塩などが挙げられる。これらは市販品を用いても良い。また、上記の混合物を用いても良い。

[0051] 本発明に用いられる潤滑剤は、代表的には、潤滑油またはグリースとして用いられる。潤滑油は、上式（１）および／または（２）の化合物（アミン塩）と、潤滑油基油（ベースオイル）を含む液体潤滑剤であり、一方、グリースは、上式（１）および／または（２）の化合物（アミン塩）、潤滑油基油および増ちょう剤からなる半固体状の潤滑剤である。

[0052] 本発明に用いられる潤滑剤において、上式（１）および／または（２）の化合物（アミン塩）の好ましい合計量は、潤滑剤全量基準で０．０５～１０質量%である。より好ましい合計量は１～５質量%であり、さらに好ましくは２～４質量%である。上記アミン塩の合計量が上記の下限を下回ると、摩擦低減作用が有効に発揮されず、一方、上記の上限を超えると、分散性や溶解性が低下する。

[0053] 本発明に用いられる潤滑油基油の種類は特に限定されず、潤滑油組成物の基油として通常用いられる動物・植物油、鉱油、合成油などが挙げられる。具体的には、例えば、牛脂、豚脂、魚油などの動物油；アマニ油、サフラワー油、大豆油、ごま油、コーン油、菜種油、綿実油、オリーブ油などの植物

油；スピンドル油、マシン油などの鉱物油などが挙げられる。また、合成油としては、例えば、ジエステル、ポリオールエステルなどに代表されるエステル系合成油、ポリグリコール化合物、ポリーαーオレフィンなどに代表される合成炭化水素油、フェニルエーテルなどのエーテル系合成油などが例示される。これらの基油は単独で用いても良いし、２種以上の混合物であっても良い。なお、上記潤滑油基油の動粘度や粘度指数などは特に限定されず、摺動部材に通常用いられ得る範囲内に制御されていれば良い。

[0054] 上記基油の好ましい合計量は、潤滑剤全量基準で５０～９９．５質量%である。より好ましい合計量は６０～９９．０質量%であり、さらに好ましくは７０～９８．０質量%である。

[0055] グリースとして用いる場合、具体的には、上式（１）および／または（２）の化合物（アミン塩）と、上記の潤滑油基油と、増ちょう剤を含んでいる。グリースの増ちょう剤としては特に限定されず、金属石けん、複合金属石けん等の石けん系増ちょう剤；ベントナイト、シリカゲル、ウレア化合物、ウレア・ウレタン化合物等の非石けん系増ちょう剤等、一般的に用いられるものを使用できる。このうち石けん系増ちょう剤としては、ナトリウム石けん、カルシウム石けん、アルミニウム石けん、リチウム石けん等が挙げられる。また、非石けん系増ちょう剤のうちウレア化合物、ウレア・ウレタン化合物としては、ジウレア化合物、トリウレア化合物、テトラウレア化合物、これら以外の他のポリウレア化合物、ジウレタン化合物等が挙げられる。

[0056] 上記増ちょう剤の好ましい合計量は、潤滑剤全量基準で１～５０質量%である。より好ましい合計量は３～４０質量%であり、さらに好ましくは５～３０質量%である。

[0057] 本発明に用いられる潤滑剤は、上記のほかに、本発明の作用を阻害しない限度において、摺動部材用潤滑剤に通常用いられる添加剤を含有しても良い。上記添加剤としては、例えば、金属系清浄剤、酸化防止剤、粘度指数向上剤、他の無灰摩擦調整剤、他の無灰分散剤、摩耗防止剤若しくは極圧剤、防錆剤、非イオン系界面活性剤、抗乳化剤、金属不活性化剤、消泡剤などが挙

げられる。これらは、上記添加剤による効果が有効に発揮されるように、単独でまたは複数を組み合わせて配合することができる。

[0058] 本発明の摺動部材は、特に、過酷な摺動条件下で使用される機械部品、例えば、自動車エンジン内のカムーカムフォロア部材やピストンーピストンリング部材、バルブ部材などの自動車部材や、歯車部材、軸受部材などに好適に適用される。

[0059] 次に、本発明の摺動方法について説明する。本発明の摺動方法は、上記摺動部材のうち潤滑油基油を含む摺動部材を、下式（３）で表される油膜パラメータラムダ（Λ）の値が１以下に制御された状態で摺動させるところに特徴を有している。

[0060] [数2]

$$\Lambda = hmin / \sqrt{(Rrms1^2 + Rrms2^2)} \quad \cdots \quad (3)$$

上式（３）中、

ｈｍｉｎは、相対的に摺動する２つの摺動部材がなす摺動面に形成される最小油膜厚さを、

Ｒｒｍｓ１およびＲｒｍｓ２は、各摺動部材の摺動面の２乗平均粗さを意味する。

[0061] このΛ値は、上式（３）に示すように、相対的に摺動する２つの摺動部材がなす摺動面（接触部）の油膜厚さと合成粗さ（Ｒｒｍｓ）との比であり、潤滑の尺度を示す油膜パラメータとして、摺動部材などの分野で汎用されている。摺動によって形成される油膜の厚さは、摺動材の形状や性状、潤滑油の粘度や密度、摺動試験条件などによって算出することができる。Λ値が小さくなるほど油膜厚さｈｍｉｎが小さくなり、Λ≦１では、摺動部同士が直接接触する（境界潤滑域と呼ばれる）など、極めて苛酷な摺動領域となる。特に、自動車エンジンや軸受部材などは、この境界潤滑域で摺動されるため、当該領域での摩擦係数の低減化などが強く切望されている。本発明によれば、トライボ（摩擦）反応によってトライボ膜（摩擦膜）が形成されるが、

上記アミン塩を添加することによって摺動部の直接接触が抑制され、境界潤滑膜が形成されることで、低い摩擦係数や耐摩耗性を得ることができる。

## 実施例

[0062] 以下、実施例を挙げて本発明をより具体的に説明するが、本発明は下記実施例によって制限されず、前・後記の趣旨に適合し得る範囲で適当に変更を加えて実施することも勿論可能であり、それらはいずれも本発明の技術的範囲に包含される。

[0063] 実施例１

本実施例では、スパッタリング法によりＤＬＣ膜が成膜された摺動部を用い、ＤＬＣ被覆摺動部に好適な潤滑油添加剤を検討した。なお、本実施例および後記する実施例において、ＤＬＣ被覆摺動部の基材は測定項目によって変えており、ＤＬＣ膜の組成、硬度、水素含有量を測定するときは鏡面研磨した超硬合金基板を用い、摺動試験にはＳＫＨ５１基板（ディスク形状）を用いた。なお、いずれの場合も、ＤＬＣ膜の厚さは約１．５μｍとした。

[0064] （摺動部の作製）

基材としてＳＫＨ５１を用意し、表面を予め鏡面研磨した。この基材を成膜装置のチャンバー内に導入し、チャンバー内を約１×１０$^{-3}$Ｐａ以下に排気して真空引きを行なった後、上記基材を約２００℃まで加熱し、Ａｒイオンを用いてスパッタクリーニングを実施した。次に、以下の条件でスパッタリングを行ない、厚さ約１．５μｍのＤＬＣ膜を成膜した。

ターゲット：φ６インチのＣ（カーボン）ターゲット

投入電力：２．０ｋＷ、基板印加バイアス：－１００Ｖ

ガス種：ＡｒとＣＨ$_4$の混合ガス（ＡｒとＣＨ$_4$との合計に対するＣＨ$_4$の流量比５％）

成膜時の全圧力：０．６Ｐａ

[0065] このようにして得られたＤＬＣ膜中の水素含有量（炭素（Ｃ）量と水素（Ｈ）量の合計に対する水素（Ｈ）量の比率）をＥＲＤＡ（Elastic Recoil Detection Analysis、弾性反跳散乱分析法）により分析した。本実施例で用い

たＤＬＣ膜中の水素含有量は２４原子%である。

[0066] また、ＤＬＣ膜硬度は、ナノインデンタ硬度計（ＥＬＩＮＯＸ製のＥＮＴ１１００Ａ）を用いたナノインデンテーション法によって測定した。詳細には、ダイヤモンド製のＢｅｒｋｏｖｉｃｈ圧子を用い、測定加重１０～１００ｍＮの範囲で負荷－除荷曲線を測定し、硬度を算出した。補正は、Ｓａｗａらの文献（T. Sawa and K. Tanaka, J. Mat. Res.16 (2001), 3084）に記載の方法によって行った。本実施例で用いたＤＬＣ膜の硬度は２０ＧＰａであった。

[0067] （潤滑剤の調製）

本実施例では、以下の基油と表１に記載の添加剤（１～６）を用意し、基油と添加剤の全量に対して各添加剤を３質量%の比率で配合した潤滑剤を用いた。添加剤１～３は本発明例であり、比較のため、ＤＬＣ被覆摺動部用に用いられている他の公知の添加剤４～６を用いた。このうち添加剤６は特許文献２に記載のアミド化合物である。

[0068] （１）基油：自動車エンジンオイルに通常使用される合成炭化水素油ＰＡＯ（Ｐｏｌｙ Ａｌｐｈａ Ｏｌｅｆｉｎ，８０℃における動粘度：８．９ｍｍ$^2$／ｓ、密度：０．５８ｇ／ｃｍ$^3$）

[0069] （２）添加剤

（２－１）添加剤１：リン酸エステルのアミン塩の混合物

炭素数１１～１４（$C_{11}$－$C_{14}$）のアルキルアミンモノヘキシルホスフェートと炭素数１１～１４（$C_{11}$－$C_{14}$）のアルキルアミンジヘキシルホスフェートとの混合物（ＣＡＳ Ｎｏ．８０９３９－６２－４、混合物中の窒素分２．７%、リン分４．８%）

（２－２）添加剤２：リン酸エステルのアミン塩の混合物

４－テトラプロピレンベンゾアミンジブチルホスフェートと、４－テトラプロピレンベンゾアミンジメチルホスフェートと、４－ターシャリードデシルベンゾアミンモノメチルホスフェートと、４－テトラプロピレンベンゾアミンモノブチルホスフェートの混合物（混合物中の窒素分４．５～５．５%

、リン分９．５%）

（２－３）添加剤３：亜リン酸エステルのアミン塩の混合物

株式会社アデカ製エフコルーブＡＰＸ－８００

（２－４）添加剤４：グリセリンモノオレート（ＧＭＯ）

（２－５）添加剤５：市販油溶性ＭｏＤＴＣ（モリブデンジチオカーバメート）

（２－６）添加剤６：オレイン酸アミド

[0070] （摺動試験）

上記のようにして得られたＤＬＣ被覆摺動部を用い、６０～１２０℃に加熱した潤滑剤中でベーンオンディスク型摺動試験を行って摩擦係数などを測定した。この摺動温度域は、自動車エンジン内を想定したものである。詳細な摺動方法は以下のとおりである。

[0071] ベーンオンディスク型摺動試験装置（神鋼造機（株）製の３ピン型摺動摩耗試験機）

この装置は、上記のＤＬＣ被覆摺動部からなるディスク（φ５５ｍｍ×５ｍｍ）に２本のベーン（相手摺動部）が設置されたものである。ベーンは、ＳＵＪ２熱処理材を３．５ｍｍ×５ｍｍ×１４ｍｍの形状に加工した後、先端Ｒ５を鏡面研磨したもの（ヤング率：２１０ＧＰａ、ポアソン比：０．３）を用いた（相手摺動部の被覆層なし）。

[0072] ・摺動条件

摩擦係数の測定前に、摺動速度が０．１８ｍ／ｓ、荷重１００Ｎの条件で１分間のなじみ運転を行なった。

荷重：５００Ｎに固定（面圧最大ヘルツ約０．６ＧＰａ）

摺動速度（ｍ／ｓ）：０．１８→０．１３→０．０９→０．０６→０．０４→０．０２に順次変化させるステップ式で摺動試験を行った。各ステップの摺動時間は２０ｍｉｎとした。

・摩擦係数の測定：０．０４ｍ／ｓの摺動速度における摩擦係数の平均値を算出した。

この摺動速度では、摩擦係数の大幅な変動がなかったからである。

摺動速度０．０４ｍ／ｓのときの油膜パラメータΛ値：約０．１（ｈｍｉｎ：０．００７５μｍ、Ｒｒｍｓ１：０．０５μｍ、Ｒｒｍｓ２：０．０５μｍ）

[0073] 更に、相手摺動部の摩耗量（$mm^3$）は摩耗痕の幅から算出した。また、ＤＬＣの摩耗深さ（μｍ）は、株式会社アルバック社製表面形状測定装置（ＤＥＫＴＡＫ ６Ｍ）を用いて測定した。

[0074] 本実施例では、上記の摩擦係数の平均値が小さく（おおむね、０．０７以下）、相手摺動部の摩耗量が小さく（おおむね、$５．０\times１０^{-4}mm^3$未満）、ＤＬＣの摩耗が少ない（摩耗深さが１μｍ以下）ほど、耐摩耗特性に優れ、低摩擦摺動部材として有用であると評価した。表１には、総合評価の欄を設け、これらのすべてが良好なものに「○」を、いずれか一つが悪いものに「×」を付している。

[0075] これらの結果を表１に併記する。

[0076] [表1]

| No. | 添加剤 | 0.04m/sの摩擦係数 | 相手摺動部材の摩耗量($mm^3$) | DLC の摩耗深さ(μm) | 総合評価 |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 無 | 0.135 | $1.2\times10^{-3}$ | ＞1.5 | × |
| 2 | 添加剤1 | 0.065 | $2.0\times10^{-4}$ | 無 | ○ |
| 3 | 添加剤2 | 0.063 | $1.8\times10^{-4}$ | 無 | ○ |
| 4 | 添加剤3 | 0.068 | $9.0\times10^{-5}$ | 無 | ○ |
| 5 | 添加剤4 | 0.068 | $5.0\times10^{-4}$ | 無 | × |
| 6 | 添加剤5 | 0.085 | $7.0\times10^{-4}$ | ＞1.5 | × |
| 7 | 添加剤6 | 0.117 | $1.0\times10^{-3}$ | ＞1.5 | × |

[0077] 表１より、以下のように考察することができる。

[0078] まず、Ｎｏ．１は、潤滑剤中に添加剤を含まない例であり、摩擦係数を測定した摺動条件下（油膜パラメータΛ値：約０．１）では潤滑面が直接接触するため、摩擦係数が非常に高く、ＤＬＣ被覆摺動部および相手摺動部の双方が摩耗した。これに対し、本発明で規定するアミン塩（添加剤１～３）を

含むＮｏ．２～４では、せん断力の小さい潤滑膜が形成されるため、摩擦係数が低くなり、ＤＬＣや相手摺動部の摩耗も抑制された。

[0079] 一方、他の公知の潤滑剤を用いたＮｏ．５では、相手摺動部の摩耗量が大きくなり、Ｎｏ．６では、相手摺動部の摩耗量が大きくなることに加え、さらに摩擦係数が高くなった。また、本発明で規定するリン酸／亜リン酸のアミン塩ではなくアミド化合物を用いたＮｏ．７（添加剤６）では、摩擦係数が高くなり、且つ、耐摩耗性も低下した。

[0080] 実施例２

本実施例では、ＰＶＤ法またはＣＶＤ法で成膜したＤＬＣ被覆摺動部を用い、ＤＬＣ中の水素量が摩擦係数や耐摩耗性に及ぼす影響を調べた。摺動試験は、表１の添加剤１を用いて実施例１と同様にして行い、評価した。

[0081] 具体的には、実施例１において、ＡｒとＣＨ$_4$との合計に対するＣＨ$_4$の流量比を０～４０％の範囲で変えた混合ガスを用いてＤＬＣ膜中の水素含有量を変化させたこと以外は、実施例１と同様にしてスパッタリング法によりＤＬＣ膜が成膜された摺動部を作製した。

[0082] ＣＶＤ法によるＤＬＣ膜の成膜条件は以下のとおりである。

成膜時に基材に印加するＤＣパルス電圧：－４００Ｖ

成膜時の全圧力：１Ｐａ

成膜時のガス種：ＡｒとＣ$_2$Ｈ$_2$（アセチレン）の混合ガス（０：１～１：１）

ＤＬＣ膜中の水素含有量は、アセチレンガス分圧を０．５～１．０Ｐａの間で変化させて調整した。

成膜温度：２００℃以下

パルスの周波数：２５０ｋＨｚ

パルス幅に対する電圧印加時間（ＯＮ）の比率を示すＤＵＴＹ比：２０％

[0083] これらの結果を表２に記載する。

[0084]

[表2]

| No. | 成膜方法 | 水素含有量（原子%） | DLC 膜硬度（GPa） | 添加剤 | 0.04m/sの摩擦係数 | 相手摺動部材の摩耗量（$mm^3$） | DLC の摩耗深さ（$\mu m$） | 総合評価 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1 | PVD | 0 | 41 | 有 | 0.051 | $3.0\times10^{-4}$ | 無 | ○ |
| 2 | PVD | 11 | 28 | 有 | 0.056 | $1.2\times10^{-4}$ | 無 | ○ |
| 3 | PVD | 24 | 20 | 有 | 0.063 | $1.8\times10^{-4}$ | 無 | ○ |
| 4 | PVD | 38 | 15 | 有 | 0.067 | $2.1\times10^{-4}$ | 無 | ○ |
| 5 | PVD | 44 | 10 | 有 | 0.163 | $2.0\times10^{-4}$ | 1 | × |
| 6 | CVD | 33 | 24 | 有 | 0.064 | $1.9\times10^{-4}$ | 0.1 | ○ |
| 7 | CVD | 40 | 21 | 有 | 0.068 | $2.2\times10^{-4}$ | 0.3 | ○ |
| 8 | CVD | 50 | 7 | 有 | 0.144 | $2.0\times10^{-4}$ | ＞1.5 | × |
| 9 | － | － | － | 有 | 0.133 | $3.0\times10^{-4}$ | － | × |
| 10* | PVD | 24 | 20 | 有 | 0.048 | $1.5\times10^{-4}$ | 無 | ○ |
| 11* | PVD | 24 | 20 | 無 | 0.079 | $5.0\times10^{-4}$ | 1 | × |

注：No. 10と11は、ベーン（相手摺動部材）にもディスク（基材）と同じDLC膜を形成した。

[0085] 表２より以下のように考察することができる。

[0086] Ｎｏ．１～５は、ＰＶＤ法（スパッタリング法）で成膜した例である。このうち、ＤＬＣ膜中の水素含有量が４０原子%以下に制御されたＮｏ．１～４は、ＤＬＣ膜の硬度が高く、摩擦係数も小さく、ＤＬＣおよび相手摺動部の摩耗も少なかった。特に、Ｎｏ．２～４のように水素含有量を１０～４０原子%の範囲内に制御すると、耐摩耗性が更に向上した。これに対し、水素含有量が４０原子%を超えるＮｏ．５は、ＤＬＣ膜の硬度が低くなり、摩擦係数は大きくなってＤＬＣの摩耗深さが大きくなった。

[0087] 上記と同様の傾向は、ＣＶＤ法でＤＬＣ膜を成膜したＮｏ．６～８についても見られた。すなわち、水素含有量が４０原子%以下に制御されたＮｏ．６、７では、ＤＬＣ膜の硬度が高く、摩擦係数、耐摩耗性の両方に優れているのに対し、水素含有量が４０原子%超のＮｏ．８は、ＤＬＣ膜の硬度が低く、摩擦係数が高くなった。

[0088] Ｎｏ．１０と１１は、ベーン（相手摺動部）にもディスク（基材）と同様のＤＬＣ膜を形成した例であり、Ｎｏ．１１は、潤滑油に添加剤を添加しな

かったこと以外はＮｏ．１０と同じである。Ｎｏ．１０は、摩擦係数が小さく、ＤＬＣおよび相手摺動部材の摩耗も少なかったのに対し、添加剤を含有しないＮｏ．１１では潤滑膜が形成されず、摩擦係数は高く、ＤＬＣの摩耗量も多かった。また、相手摺動部材にＤＬＣをコーティングした上記Ｎｏ．１０を、相手摺動部材にＤＬＣをコーティングしなかった上記Ｎｏ．３と比較すると、Ｎｏ．１０の摩擦係数および摩耗量はＮｏ．３に比べて一層小さくなることから、ＤＬＣのコーティングは双方の摺動部材に対して行なうことが好ましいことが分かった。

[0089] なお、Ｎｏ．９ではＤＬＣを成膜していないため、摩擦係数は高くなった。

[0090] 上記の実験結果より、ＤＬＣ被覆摺動部におけるＤＬＣ膜中の水素含有量は、１０～４０原子%の範囲が好ましいことが分かった。

[0091] 実施例３

本実施例では、スパッタリング法により金属元素含有ＤＬＣ膜が成膜された摺動部を用い、ＤＬＣ膜中の金属元素が摩擦係数や耐摩耗性に及ぼす影響を調べた。摺動試験は、表１の添加剤１を用いて実施例１と同様にして行い、評価した。

[0092] 具体的には、実施例１において、Ｃ（カーボン）ターゲットと金属元素Ｍｅ（Ｃｒ、Ｗ、Ｆｅ、Ｓｉ、Ａｌ、Ｍｏ、Ｂ）含有ターゲットを用い、投入電力を以下のように制御し、基材が搭載されたステージを１０ｒｐｍで回転させたこと以外は、実施例１と同様にしてスパッタリングを行なった。投入電力は、Ｃターゲットに対して約２．０ｋＷとし、Ｍｅ含有ターゲットに対しては、約０．２～１ｋＷの範囲で変化させることによってＤＬＣ膜中のＭｅの組成を制御した。

[0093] これらの結果を表３に記載する。

[0094]

[表3]

| No. | 添加元素 | 添加量（原子%） | DLC膜硬度（GPa） | 0.04m/sの摩擦係数 | 相手摺動部材の摩耗量($mm^3$) | DLCの摩耗深さ（$\mu m$） | 総合評価 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 1 | W | 0 | 22 | 0.061 | $1.7\times10^{-4}$ | 無 | ○ |
| 2 | W | 7 | 17 | 0.05 | $1.3\times10^{-4}$ | 0.1 | ○ |
| 3 | W | 15 | 15 | 0.062 | $1.8\times10^{-4}$ | 0.3 | ○ |
| 4 | W | 20 | 12 | 0.068 | $1.6\times10^{-4}$ | 0.4 | ○ |
| 5 | W | 30 | 8 | 0.11 | $2.5\times10^{-4}$ | ＞1.5 | × |
| 6 | Fe | 15 | 16 | 0.067 | $1.6\times10^{-4}$ | 0.4 | ○ |
| 7 | Si | 15 | 17 | 0.065 | $1.3\times10^{-4}$ | 0.3 | ○ |
| 8 | Al | 15 | 14 | 0.064 | $1.3\times10^{-4}$ | 0.3 | ○ |
| 9 | Mo | 15 | 16 | 0.059 | $1.2\times10^{-4}$ | 0.5 | ○ |
| 10 | Cr | 15 | 15 | 0.066 | $1.9\times10^{-4}$ | 0.4 | ○ |
| 11 | B | 15 | 15 | 0.063 | $1.7\times10^{-4}$ | 0.3 | ○ |

[0095] 表３より以下のように考察することができる。

[0096] Ｎｏ．２～５は、Ｗ（タングステン）を添加した例である。このうちWを２０原子%以下の範囲でＤＬＣ膜中に含むＮｏ．２～４は、Ｗを含まないＮｏ．１に比べてＤＬＣ膜の硬度は低くなったが、密着性の高い潤滑膜が形成されるため、摩擦係数は低く、耐摩耗性も良好である。これに対し、Ｎｏ．５はWの含有量が多いためにＤＬＣ膜硬度が著しく低くなり、摩擦係数が高くなり、ＤＬＣが摩耗した。

[0097] Ｎｏ．６～１１は、W以外の金属元素を本発明の好ましい範囲で含む例であり、摩擦係数が低く、耐摩耗性も良好であった。

上記の実験結果より、ＤＬＣ膜が金属元素を含む場合は、金属元素の含有量が２０原子%以下であり、当該ＤＬＣ膜の硬度がおおむね、１０ＧＰａ以上の場合に、良好な特性が得られることが分かった。

[0098] 実施例４

本実施例では、スパッタリング法によりＤＬＣ膜が成膜された摺動部を用い、潤滑油中に含まれるアミン塩の含有量が摩擦係数および耐摩耗性に及ぼす影響を調べた。

[0099] スパッタリング法の条件は実施例１と同じであり、ＤＬＣ膜中の水素含有

量はすべて２４原子%である。ＤＬＣ膜の硬度は２０ＧＰａである。また、摺動試験は、表１の添加剤１を用い、潤滑剤中の含有量を表４に示す範囲で変化させたこと、および潤滑剤の温度を８０℃にしたこと以外は実施例１と同様にして行い、評価した。

[0100] これらの結果を表４に記載する。

[0101] [表4]

| No. | 添加量（質量%） | 0.04m/sの摩擦係数 | 相手摺動部材の摩耗量($mm^3$) | DLCの摩耗深さ（μm） | 総合評価 |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 0.03 | 0.112 | $1.0\times10^{-3}$ | ＞1.5 | × |
| 2 | 1 | 0.069 | $2.3\times10^{-4}$ | 0.2 | ○ |
| 3 | 2 | 0.065 | $1.9\times10^{-4}$ | 無 | ○ |
| 4 | 3 | 0.063 | $2.0\times10^{-4}$ | 無 | ○ |
| 5 | 4 | 0.064 | $1.5\times10^{-4}$ | 無 | ○ |
| 6 | 10 | 0.068 | $2.2\times10^{-4}$ | 無 | ○ |
| 7 | 15 | 0.093 | $4.3\times10^{-4}$ | 無 | × |

[0102] 表４より以下のように考察することができる。

[0103] Ｎｏ．２～６は、アミン塩の含有量が本発明の好ましい範囲に制御された例であり、摩擦係数が低く、耐摩耗性も良好であった。これに対し、Ｎｏ．１はアミン塩の添加量が少ないため、潤滑膜が充分形成されず、摩擦係数が高く、耐摩耗性も低下した。また、Ｎｏ．７はアミン塩の含有量が多い例であり、摩擦係数が高くなった。これは、アミン塩の添加によって潤滑膜は形成されるが、アミン塩が多いために溶解性や貯蔵安定性が低下し、沈殿物が発生したことによる。

[0104] 上記の実験結果より、本発明に用いられるアミン塩の好ましい添加量は０．０５～１０質量%であることが分かった。

[0105] 実施例５

本実施例では、スパッタリング法によりＤＬＣ膜が成膜された摺動部を用い、摺動時の油膜パラメータΛを種々変化させて摺動試験を行ったときの、本発明に用いられるアミン塩の添加効果を調べた。

[0106] 具体的には、実施例１と同様にしてＤＬＣ被覆摺動部を作製した。ＤＬＣ膜中の水素含有量はすべて２４原子%であり、ＤＬＣ膜の硬度は２０ＧＰａである。摺動試験は、表１の添加剤１を用い、油膜パラメータΛを表５に示す範囲で変化させたこと以外は実施例１と同様にして行い、摩擦係数を評価した。油膜パラメータΛは、摺動速度を表５に示すように実験Ｎｏ．ごとに一定速度に調整して制御した。比較のため、添加剤を含まない潤滑剤存在下で上記の摺動試験を行なった。

[0107] 各実験Ｎｏ．について、所定の摺動速度で２０分間摺動したときの摩擦係数の平均値を測定した。また、アミン塩の添加効果を調べるため、下式に基づき、各実験Ｎｏ．ごとに摩擦係数の変化率を算出した。

摩擦係数の変化率（%）

＝｛［（添加剤「有」のときの摩擦係数）－（添加剤「無」のときの摩擦係数）］／（添加剤「無」のときの摩擦係数）｝×１００

[0108] これらの結果を表５に記載する。

[0109]

[表5]

| No. | 摺動速度（m／s） | Λ値 | 油中添加剤の有無 | 摩擦係数平均値 | 摩擦係数の変化率(%) |
|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 3.67 | 2.238 | 無 | 0.0523 | 0.4 |
| | | | 有 | 0.0525 | |
| 2 | 1.83 | 1.378 | 無 | 0.0539 | -4.5 |
| | | | 有 | 0.0515 | |
| 3 | 1.28 | 1.073 | 無 | 0.0635 | -26.8 |
| | | | 有 | 0.0465 | |
| 4 | 0.92 | 0.848 | 無 | 0.0958 | -44.2 |
| | | | 有 | 0.0535 | |
| 5 | 0.55 | 0.593 | 無 | 0.1106 | -49.5 |
| | | | 有 | 0.0558 | |
| 6 | 0.37 | 0.447 | 無 | 0.1237 | -53.0 |
| | | | 有 | 0.0581 | |
| 7 | 0.18 | 0.275 | 無 | 0.1270 | -50.8 |
| | | | 有 | 0.0625 | |
| 8 | 0.13 | 0.214 | 無 | 0.1310 | -49.0 |
| | | | 有 | 0.0668 | |
| 9 | 0.09 | 0.169 | 無 | 0.1304 | -49.2 |
| | | | 有 | 0.0663 | |
| 10 | 0.05 | 0.118 | 無 | 0.1377 | -51.5 |
| | | | 有 | 0.0668 | |
| 11 | 0.04 | 0.089 | 無 | 0.1432 | -54.3 |
| | | | 有 | 0.0654 | |
| 12 | 0.02 | 0.055 | 無 | 0.1642 | -58.2 |
| | | | 有 | 0.0686 | |

[0110] 表５より、本発明に用いられるアミン塩を用いて摺動試験を行ったＮｏ．１～１２は、Λ値にかかわらず、低い摩擦係数平均値を有している。また、アミン塩添加による摩擦係数低減効果は、Λ値が１以下の場合に顕著に認められた（Ｎｏ．４～１２を参照）。

[0111] 実施例６

本実施例では、スパッタリング法によりＤＬＣ膜が成膜された摺動部を用い、グリース潤滑下における本発明に用いられるアミン塩の添加効果を調べた。

[0112] 潤滑剤には、以下の２種類のベースグリース（基油＋増ちょう剤）を用いた。また、本発明に用いられるアミン塩は、実施例１の添加剤１、２を用いた。比較のため、ＤＬＣ被覆摺動部用に用いられている公知の添加剤であるグリセリンモノオレアート（ＧＭＯ、前述した表１に記載の添加剤４）を用いた。上記の各添加剤は、グリース潤滑剤全量に対して３質量%の比率で配合した。

[0113] （１）鉱油ウレアグリース

鉱油（１０$mm^2$／ｓ、１００℃動粘度）をジウレア系増ちょう剤（４，４’－フェニルメチルイソシアネートとオクチルアミンを反応させて得られるジウレア化合物、７重量%）で増ちょうさせたグリースに、各添加剤を所定量混合し、３段ロールミルでミル処理を行った後、脱泡し、グリース組成物を調製した。

[0114] （２）ＰＡＯリチウムグリース ＰＡＯ（６$mm^2$／ｓ、１００℃動粘度）をリチウム石けん（ステアリン酸リチウム、１０重量%）で増ちょうさせたグリースに、各添加剤を所定量混合し、３段ロールミルでミル処理を行った後、脱泡し、グリース組成物を調製した。

[0115] 上記の各グリース潤滑剤を用い、実施例１と同様にしてＤＬＣ被覆摺動部を作製した。ＤＬＣ膜中の水素含有量はすべて２４原子%であり、ＤＬＣ膜の硬度は２０ＧＰａである。また、摺動試験は上記グリース潤滑剤を摺動部に塗布したこと以外は実施例１と同様にして行い、評価した。

[0116] これらの結果を表６に記載する。

[0117] 本実施例では、上記の摩擦係数の平均値が小さく（おおむね、０．１２０以下）、相手摺動部の摩耗量が小さく（おおむね、５．０×１０$^{-4}$$mm^3$未満）、ＤＬＣの摩耗が少ない（摩耗深さが１μｍ以下）ほど、耐摩耗特性に優

れ、低摩擦摺動部材として有用であると評価した。表６には、総合評価の欄を設け、これらのすべてが良好なものに「○」を、いずれか一つが悪いものに「×」を付している。

[0118] [表6]

| No. | ベースグリース | 添加剤 | 0.04m/sの摩擦係数 | 相手摺動部材の摩耗量($mm^3$) | DLCの摩耗深さ（μm） | 総合評価 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 1 | 鉱油ウレアグリース | 無 | 0.146 | $9.2x10^{-4}$ | ＞1.5 | × |
| 2 | 鉱油ウレアグリース | 添加剤1 | 0.105 | $1.1x10^{-4}$ | 無 | ○ |
| 3 | 鉱油ウレアグリース | 添加剤2 | 0.110 | $2.3x10^{-4}$ | 無 | ○ |
| 4 | 鉱油ウレアグリース | 添加剤4 | 0.107 | $8.0x10^{-4}$ | 0.3 | × |
| 5 | PAOリチウムグリース | 無 | 0.135 | $8.3x10^{-4}$ | ＞1.5 | × |
| 6 | PAOリチウムグリース | 添加剤1 | 0.111 | $9.3x10^{-5}$ | 無 | ○ |
| 7 | PAOリチウムグリース | 添加剤2 | 0.108 | $1.5x10^{-4}$ | 無 | ○ |
| 8 | PAOリチウムグリース | 添加剤4 | 0.113 | $7.5x10^{-4}$ | 0.1 | × |

[0119] 表６より以下のように考察することができる。

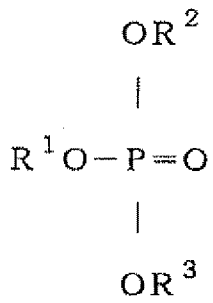
[0120] Ｎｏ．１～４はベースグリースに鉱油ウレアグリースを用いた例であり、Ｎｏ．５～８はＰＡＯリチウムグリースを用いた例である。このうちＮｏ．１、５は、グリース中に添加剤を含まない例であり、潤滑面が直接接触するため、摩擦係数は非常に高く、ＤＬＣおよび相手摺動材の双方が摩耗した。

[0121] これに対し、本発明で規定するアミン塩（添加剤１、２）を含むＮｏ．２、３、６、７では、せん断力の小さい潤滑膜が形成されるため、摩擦係数が低くなり、ＤＬＣや相手摺動部の摩耗も抑制された。一方、公知の添加剤を含むＮｏ．４、８では、相手摺動材の摩耗が大きくなった。

# 請求の範囲

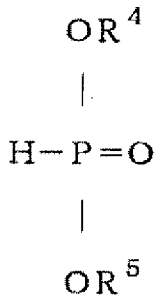
[請求項1] ダイヤモンドライクカーボン材料が被覆された摺動部と、前記ダイヤモンドライクカーボン材料の上に配置された潤滑剤とを含む摺動部材であって、前記潤滑剤が下式（１）のアミン塩および／または下式（２）のアミン塩を含むことを特徴とする摺動部材。

[化1]



(1)

[化2]



(2)

上式（１）および（２）中、$R^1$、$R^2$、$R^3$、$R^4$、$R^5$は同一または異なって、Ｈまたは炭素数１～２４の炭化水素基を表す。

[請求項2] 前記潤滑剤は、更に基油を含む潤滑油である請求項１に記載の摺動部材。

[請求項3] 前記潤滑剤は、更に基油および増ちょう剤を含むグリースである請求項１に記載の摺動部材。

[請求項4] 前記潤滑剤が前記式（１）のアミン塩および／または式（２）のアミン塩を０．０５～１０質量%の比率で含む請求項１に記載の摺動部材。

[請求項5] 前記ダイヤモンドライクカーボン材料中において、水素（Ｈ）と炭

素（Ｃ）との合計量に対する水素含有量が４０原子%以下である請求項１に記載の摺動部材。

[請求項6] 前記ダイヤモンドライクカーボン材料は、４Ａ族元素、５Ａ族元素、６Ａ族元素、Ｆｅ、Ｓｉ、ＡｌおよびＢよりなる群から選択される少なくとも１種である金属元素Ｍｅを含有し、前記ダイヤモンドライクカーボン材料中の炭素（Ｃ）と前記金属元素Ｍｅとの合計量に対する該金属元素Ｍｅの含有量が２０原子%以下である請求項１に記載の摺動部材。

[請求項7] 請求項２に記載の摺動部材において、下式（３）で表される油膜パラメータラムダ（Λ）の値が１以下に制御された状態で摺動部を摺動させることを特徴とする摺動部材の摺動方法。

[数1]

$$\Lambda = hmin / \sqrt{(Rrms1^2 + Rrms2^2)} \quad \cdots \quad (3)$$

[請求項8] 請求項３に記載の摺動部材において、下式（３）で表される油膜パラメータラムダ（Λ）の値が１以下に制御された状態で摺動部を摺動させることを特徴とする摺動部材の摺動方法。

[数2]

$$\Lambda = hmin / \sqrt{(Rrms1^2 + Rrms2^2)} \quad \cdots \quad (3)$$

[請求項9] 請求項１に記載の摺動部材を用いた機械部品。

[請求項10] 前記機械部品が歯車部材、軸受部材、または自動車エンジン部品である請求項９に記載の機械部品。

[請求項11] 前記自動車エンジン部品が、カムーカムフォロア部材、ピストンーピストンリング部材、またはバルブ部材である請求項１０に記載の機械部品。

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2009/061508

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
F16C33/10(2006.01)i, C10M107/02(2006.01)i, C10M137/10(2006.01)i, F16C33/04(2006.01)i, C10N30/06(2006.01)n, C10N40/02(2006.01)n, C10N40/04(2006.01)n, C10N40/25(2006.01)n, C10N80/00(2006.01)n
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
F16C33/10, C10M107/02, C10M137/10, F16C33/04, C10N30/06, C10N40/02, C10N40/04, C10N40/25, C10N80/00

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched
Jitsuyo Shinan Koho 1922-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2009
Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2009 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2009

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

| Category* | Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages | Relevant to claim No. |
|---|---|---|
| X<br>Y | JP 2007-9200 A (Nippon Oil Corp.),<br>18 January, 2007 (18.01.07),<br>Full text<br>& WO 2006/129888 A1 | 1-4,9-11<br>7,8 |
| Y | JP 2008-45631 A (NSK Ltd.),<br>28 February, 2008 (28.02.08),<br>Par. Nos. [0024], [0025]<br>(Family: none) | 7,8 |

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

| Date of the actual completion of the international search | Date of mailing of the international search report |
|---|---|
| 03 September, 2009 (03.09.09) | 15 September, 2009 (15.09.09) |
| Name and mailing address of the ISA/<br>Japanese Patent Office<br><br>Facsimile No. | Authorized officer<br><br>Telephone No. |

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.
PCT/JP2009/061508

**Box No. II Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 2 of first sheet)**

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. ☐ Claims Nos.:
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:

2. ☐ Claims Nos.:
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:

3. ☐ Claims Nos.:
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

**Box No. III Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 3 of first sheet)**

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:
See extra sheet.

1. ☐ As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
2. ☐ As all searchable claims could be searched without effort justifying additional fees, this Authority did not invite payment of additional fees.
3. ☐ As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:

4. ☒ No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims; it is covered by claims Nos.:
Claims 1-4 and 7-11

**Remark on Protest**

the

☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest and, where applicable, payment of a protest fee.

☐ The additional search fees were accompanied by the applicant's protest but the applicable protest fee was not paid within the time limit specified in the invitation.

☐ No protest accompanied the payment of additional search fees.

Continuation of Box No.III of continuation of first sheet(2)

Document 1 (JP 2007-9200 A (Nippon Oil Corp.), 18 January, 2007 (18.01.07), the whole document & WO 2006/129888 A1) describes a sliding member which comprises a sliding part coated with a diamond-like carbon material (hereinafter, referred to as "DLC") and, disposed on the DLC, a lubricating oil comprising a base oil and an amine salt of a given chemical formula. The subject matter of claims 1 and 2 is hence not considered to be novel with respect to the invention described in document 1. Claims 1 and 2 have no special technical feature. Consequently, the other claims depending on claim 1 are examined as to whether the subject matters had any special technical feature at the time of the order of payment for an additional fee. As a result, the claims are considered to involve three inventions respectively having the special technical features shown below.

The subject matter of claims 1 and 2, which has no special technical feature, is classified as Invention 1.

(Invention 1) Claims 1-4 and 7-11

A method of sliding a sliding member which comprises "sliding the sliding part so that the sliding part has a value of oil film parameter regulated to 1 or smaller."

The subject matter of claims 3, 4, and 8-11 is the mere addition of a known technique to the subject matter of claim 1, and does not produce any new effect. Claims 3, 4, and 8-11 are hence classified as Invention 1.

(Invention 2) Claim 5

A sliding member in which "the DLC has a hydrogen content up to 40 at.% of the total amount of hydrogen and carbon."

(Invention 3) Claim 6

A sliding member in which "the DLC contains a metallic element (Me) selected from a given group and has a content of the Me up to 20 at.% of the total amount of carbon and the Me."

# 特 許 協 力 条 約

ＰＣＴ

国際調査報告

（法８条、法施行規則第40、41条）
〔ＰＣＴ18条、ＰＣＴ規則43、44〕

| | | |
|---|---|---|
| 出願人又は代理人<br>の書類記号　669133 | 今後の手続きについては、様式ＰＣＴ／ＩＳＡ／２２０<br>及び下記５を参照すること。 | |
| 国際出願番号<br>ＰＣＴ／ＪＰ２００９／０６１５０８ | 国際出願日<br>(日.月.年)　２４．０６．２００９ | 優先日<br>(日.月.年)　０２．０７．２００８ |
| 出願人（氏名又は名称）<br>株式会社神戸製鋼所 | | |

国際調査機関が作成したこの国際調査報告を法施行規則第41条（ＰＣＴ18条）の規定に従い出願人に送付する。
この写しは国際事務局にも送付される。

この国際調査報告は、全部で　4　ページである。

☐ この調査報告に引用された先行技術文献の写しも添付されている。

１．国際調査報告の基礎

ａ．言語に関し、この国際調査は以下のものに基づき行った。

☑ 出願時の言語による国際出願

☐ 出願時の言語から国際調査のための言語である＿＿＿＿＿＿＿＿ 語に翻訳された、
この国際出願の翻訳文（ＰＣＴ規則12.3(a)及び23.1(b)）

ｂ．☐ この国際調査報告は、ＰＣＴ規則91の規定により国際調査機関が認めた又は国際調査機関に通知された明らかな誤りの訂正を考慮して作成した（ＰＣＴ規則43.6の2(a)）。

ｃ．☐ この国際出願は、ヌクレオチド又はアミノ酸配列を含んでいる（第Ⅰ欄参照）。

２．☐ 請求の範囲の一部の調査ができない（第Ⅱ欄参照）。

３．☑ 発明の単一性が欠如している（第Ⅲ欄参照）。

４．発明の名称は

☑ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 次に示すように国際調査機関が作成した。

＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿＿

５．要約は

☑ 出願人が提出したものを承認する。

☐ 第Ⅳ欄に示されているように、法施行規則第47条第１項（ＰＣＴ規則38.2）の規定により国際調査機関が作成した。出願人は、この国際調査報告の発送の日から１月以内にこの国際調査機関に意見を提出することができる。

６．図面に関して

ａ．要約書とともに公表される図は、
第 ＿＿＿ 図とする。 ☐ 出願人が示したとおりである。

☐ 出願人は図を示さなかったので、国際調査機関が選択した。

☐ 本図は発明の特徴を一層よく表しているので、国際調査機関が選択した。

ｂ．☑ 要約とともに公表される図はない。

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２００９／０６１５０８

第Ⅱ欄　請求の範囲の一部の調査ができないときの意見（第１ページの２の続き）

法第8条第3項（ＰＣＴ17条(2)(a)）の規定により、この国際調査報告は次の理由により請求の範囲の一部について作成しなかった。

１．☐ 請求項 ＿＿＿＿＿＿＿＿ は、この国際調査機関が調査をすることを要しない対象に係るものである。
つまり、

２．☐ 請求項 ＿＿＿＿＿＿＿＿ は、有意義な国際調査をすることができる程度まで所定の要件を満たしていない国際出願の部分に係るものである。つまり、

３．☐ 請求項 ＿＿＿＿＿＿＿＿ は、従属請求の範囲であってＰＣＴ規則6.4(a)の第２文及び第3文の規定に従って記載されていない。

第Ⅲ欄　発明の単一性が欠如しているときの意見（第１ページの３の続き）

次に述べるようにこの国際出願に二以上の発明があるとこの国際調査機関は認めた。

特別ページ参照。

１．☐ 出願人が必要な追加調査手数料をすべて期間内に納付したので、この国際調査報告は、すべての調査可能な請求項について作成した。

２．☐ 追加調査手数料を要求するまでもなく、すべての調査可能な請求項について調査することができたので、追加調査手数料の納付を求めなかった。

３．☐ 出願人が必要な追加調査手数料を一部のみしか期間内に納付しなかったので、この国際調査報告は、手数料の納付のあった次の請求項のみについて作成した。

４．☑ 出願人が必要な追加調査手数料を期間内に納付しなかったので、この国際調査報告は、請求の範囲の最初に記載されている発明に係る次の請求項について作成した。

請求項１－４、７－１１

追加調査手数料の異議の申立てに関する注意

☐ 追加調査手数料及び、該当する場合には、異議申立手数料の納付と共に、出願人から異議申立てがあった。

☐ 追加調査手数料の納付と共に出願人から異議申立てがあったが、異議申立手数料が納付命令書に示した期間内に支払われなかった。

☐ 追加調査手数料の納付はあったが、異議申立てはなかった。

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２００９／０６１５０８

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　F16C33/10(2006.01)i, C10M107/02(2006.01)i, C10M137/10(2006.01)i, F16C33/04(2006.01)i, C10N30/06(2006.01)n, C10N40/02(2006.01)n, C10N40/04(2006.01)n, C10N40/25(2006.01)n, C10N80/00(2006.01)n

Ｂ．　調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　F16C33/10, C10M107/02, C10M137/10, F16C33/04, C10N30/06, C10N40/02, C10N40/04, C10N40/25, C10N80/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

| | |
|---|---|
| 日本国実用新案公報 | １９２２－１９９６年 |
| 日本国公開実用新案公報 | １９７１－２００９年 |
| 日本国実用新案登録公報 | １９９６－２００９年 |
| 日本国登録実用新案公報 | １９９４－２００９年 |

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

Ｃ．　関連すると認められる文献

| 引用文献のカテゴリー＊ | 引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示 | 関連する請求項の番号 |
|---|---|---|
| X | JP 2007-9200 A (新日本石油株式会社) 2007.01.18, 全文 & WO 2006/129888 A1 | １－４，９－１１ |
| Y | | ７、８ |
| Y | JP 2008-45631 A (日本精工株式会社) 2008.02.28, 【００２４】、【００２５】（ファミリーなし） | ７、８ |

☐　Ｃ欄の続きにも文献が列挙されている。

☐　パテントファミリーに関する別紙を参照。

＊　引用文献のカテゴリー
「Ａ」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「Ｅ」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「Ｌ」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「Ｏ」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「Ｐ」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献
「Ｔ」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「Ｘ」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Ｙ」特に関連のある文献であって、当該文献と他の１以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「＆」同一パテントファミリー文献

| | |
|---|---|
| 国際調査を完了した日<br>０３．０９．２００９ | 国際調査報告の発送日<br>１５．０９．２００９ |
| 国際調査機関の名称及びあて先<br>日本国特許庁（ＩＳＡ／ＪＰ）<br>郵便番号１００－８９１５<br>東京都千代田区霞が関三丁目４番３号 | 特許庁審査官（権限のある職員）　３Ｊ　３５３１<br>佐藤　高弘<br>電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３３２８ |

文献１（JP 2007-9200 A（新日本石油株式会社）2007.01.18，全文 & WO 2006/129888 A1）にはダイヤモンドライクカーボン材料（以下、「ＤＬＣ」と記載。）が被覆された摺動部と、ＤＬＣの上に配置された、所定の化学式からなるアミン塩と基油を含む潤滑油とを含む摺動部材が記載されており、請求項１、２に係る発明は、文献１に記載された発明に対して新規性が認められず、特別な技術的特徴を有しない。そこで、請求項１の従属請求項について手数料の追加納付命令時点での特別な技術的特徴を判断すると、以下に示す各特別な技術的特徴で連関する３の発明が含まれるものと認められる。

なお、特別な技術的特徴を有しない請求項１、２に係る発明は、発明１に区分する。

（発明１）請求項１－４、７－１１
「油膜パラメータの値が１以下に制御された状態で摺動部を摺動させる」摺動部材の摺動方法。

なお、請求項３、４、８－１１に係る発明は請求項１に係る発明に対する周知技術の付加に過ぎず、新たな効果を奏するものではないため、発明１に区分する。

（発明２）請求項５
「ＤＬＣ中において、水素と炭素との合計量に対する水素含有量が４０原子％以下である」摺動部材。

（発明３）請求項６
「ＤＬＣは、所定の群から選択される金属元素Ｍｅを含有し、ＤＬＣ中の炭素とＭｅとの合計量に対する該Ｍｅの含有量が２０原子％以下である」摺動部材。