

(19)日本国特許庁(JP)

(12)特許公報(B2)

(11)特許番号
特許第7179727号
(P7179727)

(45)発行日 令和4年11月29日(2022.11.29)

(24)登録日 令和4年11月18日(2022.11.18)

(51)国際特許分類 F I
C 2 3 C 14/06 (2006.01) C 2 3 C 14/06 H
F 1 6 J 1/01 (2006.01) F 1 6 J 1/01

請求項の数 10 (全15頁)

(21)出願番号	特願2019-530408(P2019-530408)	(73)特許権者	513228306 アシュ・エー・エフ フランス 4 2 1 6 0 アンドレジュ ブーテオン リュー ベノワ フールネロン
(86)(22)出願日	平成29年12月4日(2017.12.4)	(74)代理人	110000855弁理士法人浅村特許事務所
(65)公表番号	特表2020-507003(P2020-507003 A)	(72)発明者	オウ、クリストフ フランス国、サン テティエンヌ、リュ ポルテール 2 2
(43)公表日	令和2年3月5日(2020.3.5)	(72)発明者	モーラン - ベリエ、フィリップ フランス国、サン マルセラン アン フ オレ、ルート ドゥ サン ロマン 5 6 4
(86)国際出願番号	PCT/FR2017/053377	審査官	今井 淳一
(87)国際公開番号	WO2018/104641		
(87)国際公開日	平成30年6月14日(2018.6.14)		
審査請求日	令和2年3月18日(2020.3.18)		
(31)優先権主張番号	1662033		
(32)優先日	平成28年12月7日(2016.12.7)		
(33)優先権主張国・地域又は機関	フランス(FR)		
前置審査			

最終頁に続く

(54)【発明の名称】 摩擦片、そのような摩擦片を含む機械システムおよび実装方法

(57)【特許請求の範囲】

【請求項 1】

金属表面(12)と外側コーティング層(14)とを有する摩擦片(10)であって、前記外側コーティング層(14)は、窒素でドーブされたタングステンカーバイドWC(N)で構成され、前記外側コーティング層(14)が、

- 原子比40～43%の炭素、
- 原子比40～43%のタングステン、
- 原子比5～12%の窒素、
- 原子比5～12%のコバルト、
- 総原子比0～10%の他の化合物

を含むことを特徴とする、摩擦片(10)。

【請求項 2】

前記外側コーティング層(14)が：

- 原子比40～43%の炭素、
- 原子比40～43%のタングステン、
- 原子比5～12%の窒素、
- 原子比7～9%のコバルト、
- 総原子比0～8%の他の化合物

を含むことを特徴とする、請求項1に記載の摩擦片(10)。

【請求項 3】

前記金属表面(12)が前記外側コーティング層(14)のみでコーティングされていることを特徴とする、請求項1または2に記載の摩擦片(10)。

【請求項4】

前記金属表面(12)が、前記外側コーティング層(14)の下に形成された少なくとも1つの副層(18)でコーティングされていることを特徴とする、請求項1または2に記載の摩擦片(10)。

【請求項5】

前記副層(18)がクロムまたは窒化クロムで構成されることを特徴とする、請求項4に記載の摩擦片。

【請求項6】

- 請求項1～5のいずれか一項に記載の第1の摩擦片(10)、
- 前記第1の摩擦片(10)と潤滑接触するように配置された第2の摩擦片(20)；
- 前記摩擦片(10；20)の間の潤滑接触界面(2)に配置された潤滑剤(3)を含む機械システム(1)。

【請求項7】

前記第2の摩擦片(20)が、前記第1の摩擦片(10)と直接潤滑接触するように配置された金属表面(22)を含むことを特徴とする、請求項6に記載の機械システム(1)。

【請求項8】

前記第2の摩擦片(20)が、金属表面(22)と、前記金属表面(22)上に堆積された外側コーティング層(24)とを含むことを特徴とし、前記第2の摩擦片(20)の前記外側コーティング層(24)は、原子比5～12%の窒素を有する窒素ドーパされたタングステンカーバイドWC(N)で構成される、請求項6に記載の機械システム(1)。

【請求項9】

前記第1の摩擦片(10)の前記外側コーティング層(14)および前記第2の摩擦片(20)の前記外側コーティング層(24)が同じ組成を有することを特徴とする、請求項8に記載の機械システム(1)。

【請求項10】

請求項1～5のいずれか一項に記載の摩擦片(10)を実装する方法であって、前記方法が以下の工程：

- 前記摩擦片(10)と潤滑接触する第2の摩擦片(20)を配置する工程；
 - 前記摩擦片(10；20)間の潤滑接触界面(2)に潤滑剤(3)を配置する工程；
- および
- 前記摩擦片(10；20)間の前記潤滑接触界面(2)が200より高い温度に達するように、前記摩擦片(10；20)を作動させる工程
- を含む方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、潤滑媒体中で高温にさらされる可能性がある摩擦片に関する。本発明はまた、そのような片を含む機械システムに関する。デバイスはまた、そのような片を実装するための方法に関する。

【背景技術】

【0002】

本発明の分野は、薄層でコーティングされた金属摩擦片の分野であり、潤滑媒体中の摩擦を低減することを可能にする。

【0003】

非限定的な例として、摩擦片は自動車エンジンセグメント、特に燃焼室であることができる。実際には、セグメントは、枯渇する可能性がある潤滑媒体中で、200を超える動作温度にさらされる。

10

20

30

40

50

【 0 0 0 4 】

他の非限定的な例によれば、薄膜コーティングは、ピストンピン、ピストンスカート、ピストンの他の任意の部品、または高温動作にさらされる可能性のある他の任意の部品に適用され得る。

【 0 0 0 5 】

工業用途では、2つの摩擦片を分離する潤滑膜を存在させることにより、これら2つの片の間の接触を全くなくすことで、摩耗レベルを低くすることが可能になる。

【 0 0 0 6 】

場合によっては、連続膜を経時的に維持することができず、そのことが2つの片の間の直接的な相互作用を引き起こす。潤滑膜の不連続性は、「混合領域」および「境界領域」における潤滑の主な特徴である。

10

【 0 0 0 7 】

自動車工業では、部品間の摩擦を減らすためにDLC（「ダイヤモンドライクカーボン」）薄層コーティングが広く使用されている。実際には、DLCコーティング部品間の摩擦の低減は、主に混合潤滑領域で動作する。

【 0 0 0 8 】

DLCコーティングの本質的な特徴は、表面の粗さが経時的に低下し、特に低い値に向かう傾向があることである。したがって、境界領域から混合領域へ、または混合領域から流体力学領域への潤滑の移行は、より低速値にシフトする。

【 0 0 0 9 】

DLCコーティング表面とは異なり、最初に研磨された鋼表面は経時的にその粗さが増加する。表面で反応することにより、ZDTPタイプの耐摩耗性添加剤は島を形成し、局所的に粗さが増加する。

20

【 0 0 1 0 】

潤滑接触の中には、200 を超える温度で恒久的に動作し、さらに高温であっても一時的に動作するものがある。これらの接触は潤滑が不十分であり、これはまたそこに広がる高温の説明となる。

【 0 0 1 1 】

そのような動作条件下では、DLCコーティングの摩耗は比較的速い。確率論的挙動がこの摩耗と共に観察され、これはおそらく潤滑が比較的減少し、制御が不十分であるという事実による。

30

【 0 0 1 2 】

その場合、DLCコーティングは研磨による摩耗を示し、コーティング層は酸化と同様の機構に従って消費される。コーティング層の炭素および水素は周囲の酸素と結合して水および二酸化炭素を形成する。潤滑剤の枯渇および摩擦部品間の接触界面での温度上昇は、その消失までDLCコーティングの酸化を加速させる。したがって潤滑の制御が不十分な性質は、高温と相まって、摩耗速度の増加をもたらす。

【 0 0 1 3 】

今日では、2つの手法で上記の問題を解決することができる。

【 0 0 1 4 】

第1の手法は、摩擦の減少を犠牲にして、高温動作条件下で高い強度および不十分な潤滑を有する窒化クロムを含むクロム合金コーティングを使用することである。この手法は、自動車エンジンの燃焼室のような、クロム系の層で通常コーティングされた古い設計の機械システムに対応する。この手法は、コーティングされていない鋼と比較して摩擦損失を低くすることを可能にしないが、それにもかかわらず表面を摩耗および引掻きから保護する。

40

【 0 0 1 5 】

第2の手法は、DLCコーティングに関連する潤滑を改善する手法であり、より優れた放熱および酸素に対する保護を可能にする。この手法は、潤滑剤の流速、ひいてはこの潤滑剤の循環を確実にするために使用されるエネルギーを増加させるように潤滑剤を分配す

50

るために機械システムの設計を変更することを必要とする。実際には、この第2の手法は、追加の設計コスト、および豊富な潤滑を得るために必要な労力のためにコーティングによりもたらされるエネルギー効率が相殺されるという事実のために実施されない。

【発明の概要】

【0016】

本発明の目的は、前述の欠点を修正し、改善された摩擦片を提案することである。

【0017】

この目的のために、本発明は、金属表面と外側コーティング層とを有する摩擦片に関し、外側コーティング層は、原子比5～12%の窒素を有する窒素でドーブされたタングステンカーバイドWC(N)で構成される。

10

【0018】

したがって、本発明は、特に200を超える高い負荷温度に対する耐性を改善しながら、特に混合潤滑領域において、潤滑媒体中でコーティング層がさらされる摩擦を低減することを可能にする。

【0019】

DLCコーティングと比較して、本発明のコーティング材料は、良好な熱安定性およびその耐酸化性のために、高温時の摩耗に対してはるかに耐性があり、同時に十分な摩擦低減を提供する。

【0020】

窒化クロムCrNまたはタングステンカーバイドWC(6重量%のCoを含む)のコーティングと比較して、本発明による窒素でドーブされたタングステンカーバイドWC(N)タイプのコーティング材料は、十分な耐酸化性を提供しながら摩擦を減らすことを可能にする。

20

【0021】

本発明の他の有利な特徴は、別々にまたは組み合わせて、以下に詳述される。

【0022】

好ましくは、外側コーティング層は、総原子比5～11%の、コバルト、ニッケルおよび鉄から選択される少なくとも1つの元素を含む。添加元素は純粋であってもよく、コーティング層内で原子比5～11%を有してもよい。あるいは、コーティング層内で総原子比5～11%で、より多くの添加元素が混合物を形成してもよい。

30

【0023】

好ましい実施形態によれば、コーティング層は：
 - 原子比40～43%の炭素、
 - 原子比40～43%のタングステン、
 - 原子比5～12%の窒素、
 - 総原子比5～12%の、コバルト、ニッケルおよび鉄から選択される少なくとも1つの元素、
 - 総原子比0～10%の他の化合物を含む。

【0024】

好ましい実施形態によれば、外側コーティング層は、窒素でドーブされたタングステンカーバイドWC(N)から製造され、
 - 原子比40～43%の炭素、
 - 原子比40～43%のタングステン、
 - 原子比7～9%のコバルト、
 - 原子比5～12%の窒素、
 - 総原子比0～8%の他の化合物を含む。

40

【0025】

実際には、外側コーティング層は、窒素流を導入しながら、タングステンカーバイドW

50

Cのターゲットを真空スパッタリングすることによって形成される。

【0026】

コバルト、ニッケルおよび/または鉄はターゲットの元素である。

【0027】

従来、摩擦片の製造は、コーティングされるべき金属表面をエッチングする工程、特に外側コーティング層を堆積させる前にイオンエッチングする工程を含む。

【0028】

特定の実施形態によれば、金属表面と外側コーティング層との間の副層の存在を除いて、金属表面は外側コーティング層のみでコーティングされる。

【0029】

あるいは、金属表面は、外側コーティング層の下に形成された少なくとも1つの副層でコーティングされる。この副層は、例えばクロムまたは窒化クロムで構成される。

【0030】

本発明はまた、上述のような第1の摩擦片と、第1の摩擦片と潤滑接触するように配置された第2の摩擦片と、摩擦片の間の潤滑接触界面に配置された潤滑剤とを含む機械システムに関する。

【0031】

特定の実施形態によれば、第2の摩擦片は第1の摩擦片と同様である。言い換えれば、第2の摩擦片は、金属表面と、金属表面上に堆積された外側コーティング層とを含み、第2の摩擦片の外側コーティング層は、原子比5~12%の窒素を有する窒素でドーブされたタングステンカーバイドWC(N)で構成されている。

【0032】

好ましくは、第1摩擦片の外側コーティング層と第2摩擦片の外側コーティング層とは同じ組成を有する。

【0033】

あるいは、比較したコーティング層は異なる組成を有し得るが、それでも原子比5~12%の窒素を有する。

【0034】

本発明はまた、上述したような摩擦片を実装するための方法に関する。この方法は、以下の工程を含むことを特徴とする：

- 摩擦片と潤滑接触する第2の摩擦片を配置する工程；
- 摩擦片間の潤滑接触界面に潤滑剤を配置する工程；および
- 摩擦部品間の潤滑接触界面が200より高い温度に達するように、摩擦部品を作動させる工程。

【0035】

本発明は、非限定的な例としてのみ与えられ、添付の図面を参照してなされる以下の説明を読むことによってよりよく理解される。

【図面の簡単な説明】

【0036】

【0036】

【0036】

【図1】本発明による機械システムの断面の部分概略図である。

【図2】本発明の第2の実施形態による機械システムを示す、図1と同様の図である。

【図3】本発明の第3の実施形態による機械システムを示す、図1と同様の図である。

【図4】本発明によるコーティング材料を識別するために使用される試験台の概略図である。

【図5】本発明によるコーティング材料を識別する異なる工程を示すグラフである。

【図6】本発明によるコーティング材料を識別する異なる工程を示すグラフである。

【図7】本発明によるコーティング材料を識別する異なる工程を示すグラフである。

【0037】

図1には、本発明による機械システム1が部分的および概略的に示されている。

【0038】

10

20

30

40

50

機械システム 1 は、その接触界面 2 において潤滑剤 3 によって分離された 2 つの摩擦片 10 および 20 を含む。実際には、界面 2 は 200 より高い動作温度にさらされる。これらの条件下では、潤滑剤 3 は枯渇しやすい。

【0039】

片 10 および 20 は、並進および/または回転において相対運動を与えられる。単純化の目的で、片 10 および 20 は、意図する用途に適した、すなわち機械システム 1 のタイプに適した任意の形状および配置を有し得る。片 10 および 20 は金属製、好ましくは鋼製である。

【0040】

片 10 は、本体 11、外側表面 12、および表面 12 上に堆積された外側コーティング層 14 を含む。層 14 は上面 15 および下面 16 を有する。層 14 の堆積中、表面 15 は金属表面 12 に固定される。表面 16 は、潤滑接触界面 2 で片 20 に面している。

10

【0041】

片 20 は、本体 21 および外側表面 22 を含む。この片は外側コーティング層がない。表面 20 は、潤滑接触界面 2 で片 10 に面している。

【0042】

境界または混合領域では、コーティング層 14 の表面 16 および片 20 の表面 22 は、片 10 と 20 との間の潤滑接触界面 2 で、ある位置で接触している。したがって、潤滑剤 3 は、界面 2 において、表面 16 と 22 との間に不連続膜を形成する。

【0043】

潤滑剤 3 は、想定される用途に応じて、言い換えれば、機械システム 1 のタイプに応じて選択される。例えば、潤滑剤 3 は、従来の添加剤を含む SAE 5W30 油のような市販の自動車用潤滑剤であることができる。

20

【0044】

本発明によれば、コーティング層 14 は、窒素でドーピングされたタングステンカーバイド WC(N) タイプの化合物であり、原子比 5 ~ 12% (両端を含む) の窒素を有する。

【0045】

実際には、そのようなコーティング層 14 は、200 より高い温度で潤滑媒体内で動作するのによく適合される。したがって、コーティング層 14 を含む片 10 は、潤滑媒体中で 200 より高い温度で動作するのに適している。

30

【0046】

予想外にも、タングステンカーバイド層への窒素のドーピングは、タングステンカーバイド WC がドーピングされていないかまたは軽度ドーピングされている (原子比 5% 未満の窒素) 従来の材料と比較して、潤滑媒体中の摩擦の減少をもたらす。

【0047】

図 2 および図 3 には、本発明の他の実施形態による部分および概略的な機械システム 1 が示されている。第 1 の実施形態と同様のシステム 1 の構成要素は、同じ参照番号を有する。第 1 の実施形態と比較した相違点のみを以下に詳述する。

【0048】

図 2 において、片 10 は、本体 11 とコーティング層 14 との間に形成された副層 18 を含む。表面 12 は副層 18 でコーティングされ、次いでコーティング層 14 でコーティングされる。非限定的な例として、副層はクロムまたは窒化クロムから構成されてもよい。窒化クロムは反応性マグネトロンスパッタリングによって堆積することができる。

40

【0049】

図 3 では、片 20 は、表面 22 上に堆積された外側コーティング層 24 を含む。層 24 は、内側表面 25 と外側表面 26 とを有する。表面 25 は、層 24 の堆積中に金属表面 22 に固定される。表面 26 は、潤滑接触界面 2 において片 10 に面している。潤滑剤 3 は、2 つの片 10 と 20 との間の潤滑接触界面において、コーティング層 14 と 24 との表面 16 と 26 との間に不連続な膜を形成する。

【0050】

50

特定の実施形態によれば、片 20 もまた本発明によるものである。言い換えれば、外側コーティング層 24 は、5 ~ 12 の窒素原子百分率を有する窒素ドーピングステンカーバイド WC (N) タイプの組成を有する。この特定の場合、片 10 および 20 の 2 つの表面 12 および 22 がコーティングされている場合、層 14 および 24 は好ましくは同様の組成を有する。

【0051】

あるいは、片 20 は、層 14 の組成とは異なる組成を有する外側コーティング層 24 を含み得る。

【0052】

さらに、片 20 は、図 2 を参照して片 10 について上記で記載されたように、本体 21 とコーティング層 24 との間に形成された副層を含み得る。

10

【0053】

潤滑および高温の条件に耐えることができるそれらのコーティング材料のための識別方法を以下に詳述する。

【0054】

この方法は、鋼試料片上にコーティング層を堆積させ、次いで一方では潤滑剤内の摩擦によって、他方では 350 の温度に対する耐性によって、異なるコーティングを特徴付けることからなる。

【0055】

試験したコーティング材料は、窒化クロム CrN、タングステンカーバイド WC、窒素でドーピングされたタングステンカーバイド WC (N)、a - C : H タイプ DLC である。

20

【0056】

コーティングを堆積する前に、全ての試験片は同じ準備工程を経る。試験片を脱脂し、最先端の硬質薄膜の真空蒸着に従って、遊星運動で回転するサンプルホルダー上に配置する。次いで真空チャンバのポンピングが行われる。ポンピングは 150 への加熱と一緒に行われ、これにより脱着現象を活性化し、真空の質を改善することを可能にする。2 時間 30 分加熱した後、ペニング真空計を使用して測定された圧力が 2×10^{-5} mbar 未満であることを確実にする。次いで、試料片に -150 V の電圧を印加しながら、鋼試験片のイオンエッチングが 1 時間アルゴンプラズマ中で行われる。エッチング後、試験片の不動態酸化物は消失し、表面は堆積物を受容するのに適する。

30

【0057】

窒化クロムの堆積は反応性マグネトロンスパッタリングによって行われる。試験片のイオンエッチングの終了時に、マグネロンカソードは、その表面を 5 分間洗浄するために、プレスパッタリングカバーの後ろで 5 キロワットの電力で励起される。エッチングの終わりに、イオンアシストプラズマを維持し、バイアス電圧を -50 V に下げ、カバーを開けて薄いクロム層が堆積し始めるようにする。この層の堆積中に、プラズマ中のクロム原子によって放出された強度が 520 nm の波長で測定される。この光強度は 100 に正規化され、クロムから放出された光が純アルゴン中で放出された強度の 50% の値に減少するまで窒素流が導入される。3 時間の堆積にわたって、このようにして CrN の層が、10 mN の下で 2.7 μ m の厚さおよび 1900 Hv の硬度で得られる。

40

【0058】

タングステンカーバイド堆積物は、タングステンカーバイドのターゲットを 6 質量% のコバルトバインダと共にスパッタリングすることによって形成される。イオンエッチングの最後に、ターゲットをカバーの下で 5 分間洗浄する。イオンエッチングが完了すると、WC の堆積を開始するためにプラズマイオンアシストがオフにされ、プレスパッタリングカバーが開かれる。3 時間の堆積後、10 mN 下で厚さ 2.1 μ m および硬度 1900 Hv の層が得られる。

【0059】

窒素ドーピングステンカーバイド堆積物は、スパッタフラックス内に反応性ガス流を導入することによって製造される。

50

【 0 0 6 0 】

60 s c c mの窒素からの窒素流速に関係なく、コーティング層の組成は安定であり、EDX分析は、40%の炭素、12%の窒素、8%のコバルトおよび40%のタングステンを含む組成を示す。これらの条件下で、窒素ドープ堆積物は2900 Hvの硬度を有し、これは反応性ガスを含まないWC堆積物の硬度よりも有意に高い。

【 0 0 6 1 】

堆積物の特徴は以下の表1に要約されている。WC0からWC4まで記録された堆積物は、窒素飽和まで(ここで使用される堆積条件の特定の場合には60 s c c m)、増加する窒素流で製造される。

【 0 0 6 2 】

【表1】

表1-窒素でドープされたタングステンカーバイド堆積物

参照	Nの 原子比 %	Coの 原子比 %	Wの 原子比 %	Cの 原子比 %	kg. mm ⁻² で表した Hv	GPaで 表した E'	コンプライアンス
WC0	0	10	45	45	2200	270	NC
WC1	2	10	44	44	2400	290	NC
WC2	5	9	43	43	2850	305	C
WC3	9	9	41	41	2950	310	C
WC4	12	8	40	40	2900	315	C

【 0 0 6 3 】

最後に、a - C : H DLCタイプの堆積は、文献国際公開第2012/156647号パンフレットに記載されているように、PACVDで調製されたDLC層の接着を促進するために、その組成を得るように漸進的に炭素で富化されたWC系の副層を堆積するため、PVD堆積技術の組み合わせによって行われる。このようにして得られた堆積物は、厚さ0.8 μmのW系の層で構成され、その上に2.2 μmのDLC層が堆積される。総堆積物厚さは3 μmであり、表面硬度は3200 Hvである。

【 0 0 6 4 】

図4～図7は、試験片に対する一連のトライボロジー試験からなる第1の特性試験を示す。

【 0 0 6 5 】

図4は、摩擦計を含む試験台30の概略図である。一連の試験の目的は、鋼/鋼接触と比較して、潤滑媒体中の摩擦を低減するための特定のコーティング材料の可能性を実証することである。コーティングの効果のみを試験するために、試験が同じ条件下で行われることが確実にされる。特に、全ての試験片は同一の初期粗さを有する。

【 0 0 6 6 】

試験台30は、鋼製の2つの試験片41および42、すなわちシリンダ41およびディスク42からなる機械システム40内の摩擦を特徴付けるために使用される。連続試験は複数のシステム40、したがっていくつかの試験片41および42を実装する。参照システム40において、試験片41および42はコーティングを受けず、これは鋼/鋼接触面を特徴付けることを可能にする。他のシステム40のそれぞれにおいて、試験片41および42は同じコーティング材料を受ける。互いにこすれ合う2つのコーティングされた試験片41および42は、図3の構成に対応する。

【 0 0 6 7 】

試験に使用したシリンダ41は、ころ軸受けの100Cr6鋼円筒ころである。シリンダ41の直径は10 mmである。< 0.02 μmの算術平均粗さRaを得るために、シリンダ41の表面を少なくとも1つの母線上で研磨し、次いでこの母線を試験材料でコーティングする。

【 0 0 6 8 】

10

20

30

40

50

試験に使用されたディスク42は、25mmの直径および5mmの厚さを有する。各ディスク42の平らな表面を $< 0.02 \mu\text{m}$ の平均粗さRaまで研磨し、次いで試験材料でコーティングする。

【0069】

試験を実施するために、ディスク42を、市販の自動車用潤滑剤、この場合は慣用の添加剤を含むタイプ43 SAE 5W30の油で満たされたタンク32に設置する。この油43は、境界潤滑領域における鋼/鋼接触について0.12~0.13のオーダーの摩擦係数を得ることを可能にする。ディスク42は、油43に浸された状態でタンク32内に固定されている。

【0070】

シリンダ41は、試験片41および42が接触した場合にシリンダ41とディスク42の研磨面との自己整合を可能にする可撓性の鋼ブレードによって吊り下げられた支持体31上に取り付けられている。この自己整合システムは、試験片41と試験片42との間の接触の幾何学的形状が摩擦測定値に偏りを引き起こさないように完全に制御されることを確実にする限り、試験を正しく行うために不可欠である。このような試験では、試験片41および42を平らな円筒形接触で整列させることが最も困難である。

【0071】

シリンダ41の支持体31は、シリンダ41のコーティングされた母線とディスク42のコーティングされた平面との間の潤滑接触に面して配置された圧電センサ33によって摩擦計の他の部分に接続されている。センサ33は接線力 F_t を測定することを可能にし、そこから摩擦係数が決定される。

【0072】

シリンダ41とディスク42との間の潤滑接触界面は、母線に沿って長さ4mm、摩擦方向の接触幅 $35 \mu\text{m}$ である。21Nに等しい垂直荷重 F_n を適用することにより、200MPaに等しい接触圧が得られる。試験片41および42の配列以外に、接触圧力は摩擦係数を決定する上で不可欠な要素である。

【0073】

運動学的観点から、コーティング材料の性質に関係なく、シリンダ41はディスク42よりも早く摩耗する。したがって、試験後にシリンダ41が有意な摩耗を示さないことを確実にすることが重要である。実際には、試験後のシリンダ41の摩耗は、接触面積の拡大による接触圧力の低下をもたらす。それ故、摩擦の減少はもはやコーティング材料のみならず摩耗による接触圧力の低下にも関連する。これを回避するために、1200グレードのSiC研磨紙でコーティングされたディスク42のライト研磨が行われる。この研磨は表面のピークを除去し、それはシリンダ41の摩耗速度の顕著な減少を引き起こす。試験の終わりに、摩擦トラックの幅が確認される。トラックの幅が $45 \mu\text{m}$ を超えると試験は不合格になる。示された全ての結果について、摩擦トラックの幅は $35 \sim 45 \mu\text{m}$ であり、有意な摩耗が生じていないこと、ひいては摩擦がコーティング材料の性質によるものであることを示している。

【0074】

ディスク42は、並進機構34によって往復直線運動で並進移動可能である。この場合、ディスク42は容器32内に固定され、容器は玉軸受レール35上に配置され、ロッド36によって回転移動可能な偏心要素37に接続される。偏心要素37は、簡略化のために図示されていないモータによって回転させられる。この機構34は、正弦則に従って、容器32、したがってディスク42に、10mmのストロークで往復直線運動を伝達することを可能にする。

【0075】

油43は容器32内で110 に加熱され、次いで機構34はドラム32を前後運動で駆動する。偏心要素37の回転速度300rpmで、21Nの垂直荷重 F_n で1時間の予備試験を実施する。この予備試験は、表面を研磨し摩擦を安定させるために使用される。

【0076】

10

20

30

40

50

安定した摩擦を得た後、偏心要素 37 の回転速度 300、450、600 および 750 rpm で 3 分間の試験を実施する。これらの試験から、ディスク 42 の並進速度に依存する摩擦係数の漸次的変化が抽出される。

【0077】

図 5 は、所与のコーティング材料について、試験ベンチ 30 に取り付けられた圧電センサ 33 を用いて行われた測定値を示すグラフである。

【0078】

x 軸は秒単位の時間 T を表す。左の縦軸は接線力 F t をニュートン単位で表す。右側の縦軸は、42 mm / s のディスクの変位速度 V を表す。

【0079】

図 5 のグラフは、時間 T の関数として、ディスク 42 の変位速度 V を表す正弦曲線 V 42 と、センサ 33 によって測定された接線力 F t を表す曲線 F T 40 とを示す。

【0080】

図 6 のグラフは、所与のコーティング材料についての測定値から、ディスク 42 の瞬間変位速度 V に応じた摩擦係数 C f の漸次的変化を表す曲線 C f i を示す。

【0081】

x 軸は曲線 V 42 から得られる瞬間速度 V (mm / s 単位) を表し、一方で y 軸は曲線 F T 40 から決定される瞬間摩擦係数 C f を表す。

【0082】

図 7 は、異なるコーティング材料についての摩擦係数 C f の漸次的変化を示すグラフである。このグラフに示される曲線のそれぞれは、所与のコーティング材料について、図 6 の曲線 C f に対応する。

【0083】

x 軸は瞬時速度 V を mm / s 単位で表し、一方で y 軸は瞬時摩擦係数 C f を表す。

【0084】

図 7 のグラフは：

- コーティングされていない試験片 41 および 42 を用いて得られた結果に対応する参照曲線 c f 0 (鋼 / 鋼接触)；

- 窒化クロムでコーティングされた試験片 41 および 42 を用いて得られた曲線 C f 1 (CrN / CrN 接触)；

- 参照 WC 0 のドーブされていないタングステンカーバイドでコーティングされた試験片 41 および 42 を用いて得られた曲線 C f 2 (WC / WC 接触)；

- 原子比 2% の参照 WC 1 を有する窒素でドーブされた WC でコーティングされた試験片 41 および 42 を用いて得られた曲線 C f 3 (WC(N) / WC(N) 接触)；

- 原子比 5% の参照 WC 2 を有する窒素でドーブされたタングステンカーバイドでコーティングされた試験片 41 および 42 を用いて得られた曲線 C f 4 (WC(N) / WC(N) 接触)；

- 原子比 9% の参照 WC 3 を有する窒素でドーブされた WC でコーティングされた試験片 41 および 42 を用いて得られた曲線 C f 5 (WC(N) / WC(N) 接触)；

- 原子比 12% の参照 WC 4 を有する窒素でドーブされた WC でコーティングされた試験片 41 および 42 を用いて得られた曲線 C f 6 (WC(N) / WC(N) 接触)；

- a - C : H タイプの DLC でコーティングされた試験片 41 および 42 を用いて得られた曲線 C F 7 (DLC / DLC 接触)

を示す。

【0085】

摩擦係数 C f の 2 種類の漸次的変化が図 7 から区別できる。

【0086】

第 1 のグループの材料は、鋼、CrN、ドーブされていない WC および軽度にドーブされた WC(N) (原子比 5% 未満の窒素) を含む。これらの材料は、0.12 より高い摩擦係数 C f を特徴とし、これは滑り速度 V が増加すると徐々に減少する。この摩擦レベル

10

20

30

40

50

は、境界潤滑領域および油 4 3 内に含まれる ZnDTP 添加剤から形成される表面（トライボフィルム）上に成長する耐摩耗性反応膜の剪断の非常に典型的なものである。ZnDTP は、表面上で反応し、ポリリン酸亜鉛のトライボフィルムを形成することによって分解し得る。摩擦面は最初に研磨されているが、境界潤滑領域における摩擦は、島の形で生成されたトライボフィルムの粗さによって引き起こされる。光学顕微鏡を使用して平面およびシリンダを観察すると、これらの島の存在が明らかになり、これらは、その厚さに応じて青および茶色の色を有する。

【0087】

第 2 群の材料は、窒素含有量が、参照番号 WC 2、WC 3、WC 4 に対応する 5 % の原子比に達するかまたはそれを越える窒素ドーピング WC の層およびタイプ a C : H の DLC を含む。これらの材料は、摺動速度 V が増加すると減少する摩擦係数 C f によって特徴付けられる。この挙動は混合潤滑領域の典型である。この領域における摩擦の減少は、試験後に摩擦面が滑らかなままであるという事実によって達成される。摩擦係数が低下する速度は、試験後の試験片の粗さを反映している。ここで試験された全ての材料の中で、DLC は摩擦の最大の減少を引き起こすものである。試験後の摩擦面を観察したところ、トライボフィルムの明らかな存在は見られなかった。これらのフィルムは、存在しないかまたは従来のトライボフィルムと比較して著しく薄い厚さのいずれかである。より薄い厚さは、それが島の構造および粗さを生じる厚さである限り、最初に研磨された表面上の粗さを制限することにつながる。

【0088】

DLC に関しては、ZnDTP に関して低い親和性をもたらすのはおそらくその非金属的性質である。タングステンカーバイドに酸素または窒素をドーピングすると、ZnDTP との親和性が著しく低下するようである。意外なことに、窒素原子比が 5 % を超える WCCO の堆積物内の窒素の添加は、ドーピングされていないまたは軽度ドーピングされた層と比較して摩擦の低下をもたらす。

【0089】

コーティング材料の第 2 の特性試験は、平らにコーティングされた試験片を用いて行われる。

【0090】

試験は、試験片を空气中 350 で 2 時間加熱することからなる。材料が無傷のままであることを確実にするために、コーティング層の厚さを加熱の前後で測定する。350 の温度の選択は、数十時間の代わりに数時間の試験期間内で酸化速度を加速し、材料を分類することを可能にする。

【0091】

以下の表 2 は、加熱前後の各コーティング層の厚さ測定値を示す。堆積物の厚さはカロテストによって特徴付けられる。

【0092】

【表 2】

表 2 - 加熱前後のコーティング厚さ

コーティング材料	初期総厚さ (μm 単位)	350°C で 2 時間加熱した後の総厚さ (μm)
CrN	2.7	2.7
WC (参照 WC0)	2.1	2.1
鋼	—	—
WC(N) (参照 WC1)	2.2	2.1
WC(N) (参照 WC2)	2.1	2.1
WC(N) (参照 WC3)	2.3	2.3
WC(N) (参照 WC4)	2.4	2.4
DLC タイプ a-C:H	3.0	0.8

10

20

30

40

50

【 0 0 9 3 】

DLCの他、全てのコーティング層は加熱後（測定精度の範囲内まで）同じ厚さを有し、その酸化は重要ではないことを示している。さらに、これはその視覚的外観が変わらないという事実によって確認される。酸化を検出可能するには温度および持続時間が低すぎる。逆に、a-C:H DLC堆積物全体は酸化により消失した。WCタイプ副層のみが適所に残り、それはDLCをつなぐのに役立つ。試料片の目視検査は、酸化後に初期には黒色の表面が金属光沢を帯びている限り、DLCの酸化および消失を示すのに十分である。

【 0 0 9 4 】

以下の表3は、上記の様々な試験によって決定されたコーティングの特性を示す。特に、それは、50mm/sと300mm/sとの摺動速度間の摩擦係数の漸次的変化、ならびに350の中程度の温度におけるコーティングの耐性を示す。

【 0 0 9 5 】

【表3】

表3ーコーティングの特性

コーティング材料	50mm/sでのCf	300mm/sでのCf	350°Cでの耐酸化性	コンプライアンス
CrN	0.140	0.126	あり	NC
WC(参照0)	0.135	0.123	あり	NC
鋼	0.135	0.121	NA	NC
WC(N)(参照1)	0.130	0.118	あり	NC
WC(N)(参照2)	0.132	0.095	あり	C
WC(N)(参照3)	0.145	0.097	あり	C
WC(N)(参照4)	0.142	0.093	あり	C
DLCタイプa-C:H	0.118	0.014	なし	NC

【 0 0 9 6 】

CrN、窒素でドーブされていないWC（参照WC0）、窒素でわずかにドーブされたWC(N)（参照WC1）のコーティングは、本発明に従わない硬質層である潤滑媒体中の摩擦は、コーティングされていない研磨鋼と比較して摩擦の減少をもたらさない。これらの材料は350の中程度の温度に耐えることができる。

【 0 0 9 7 】

潤滑媒体中で広く使用されているDLCコーティングもまた本発明に従わない。実際、潤滑媒体中の摩擦の減少は注目に値するが、350の温度にさらされると酸化コーティングが破壊される。

【 0 0 9 8 】

参照WC2、WC3およびWC4の被覆WC(N)は本発明によるものである。ドーブされていないまたは軽度ドーブされたWCとは異なり、潤滑媒体では摩擦の有意な減少が観察される。この減少はDLCほど劇的ではないが、これらの材料は350の温度にさらされることによる劣化を受けないという利点を有する。

【 0 0 9 9 】

当業者であれば、上記の説明で言及した様々な実施形態および変形形態の技術的特徴は、全体としてまたはそのいくつかについて互いに組み合わせることができることを理解する。したがって、摩擦片10は、コスト、機能性および性能の点で適合され得る。

10

20

30

40

50

【図面】

【図 1】

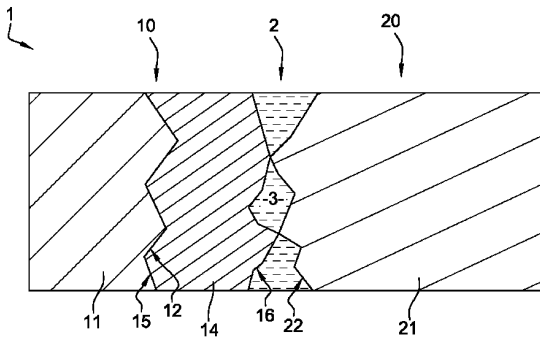


Fig. 1

【図 2】

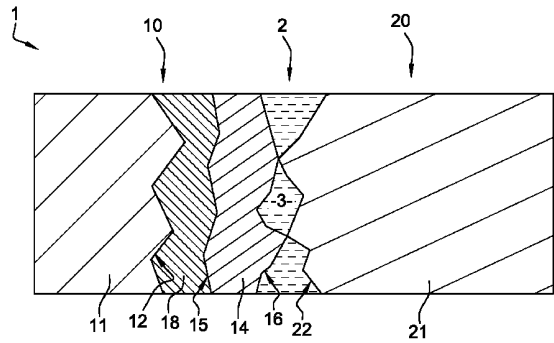


Fig. 2

【図 3】

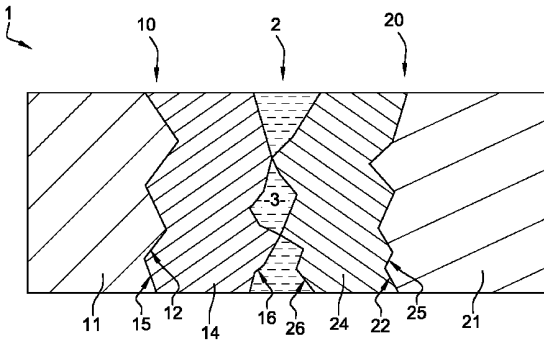


Fig. 3

【図 4】

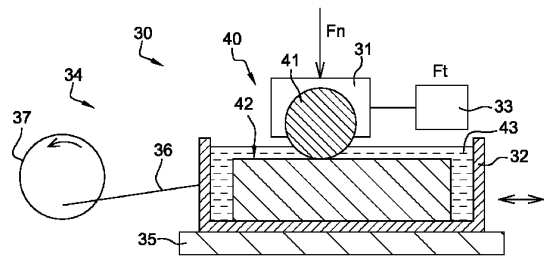


Fig. 4

10

20

30

40

50

【 5 】

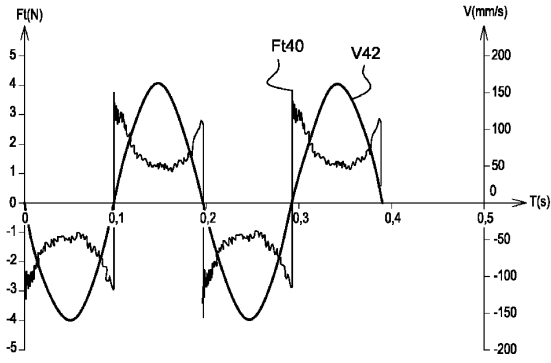


Fig. 5

【 6 】

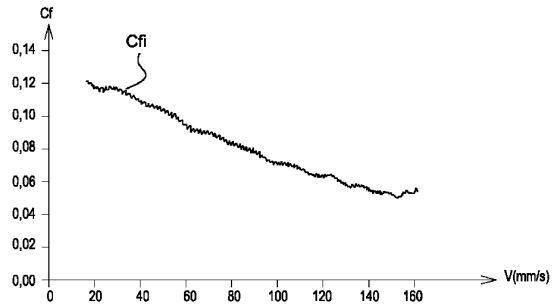


Fig. 6

10

【 7 】

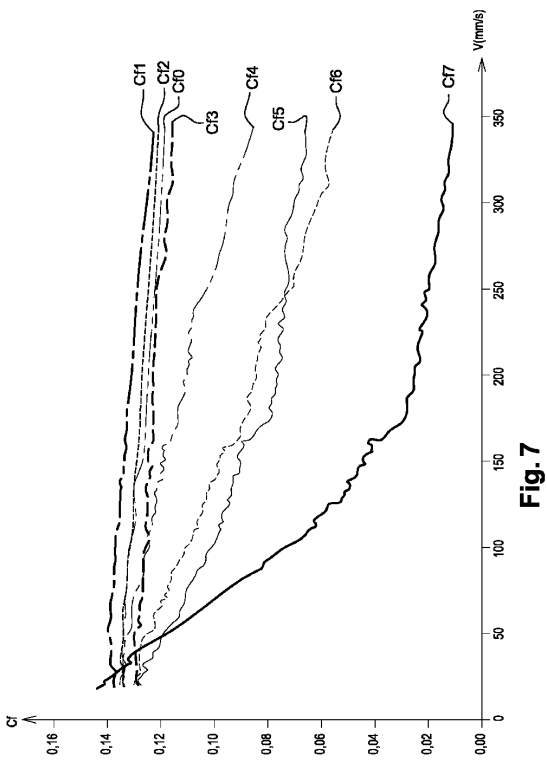


Fig. 7

20

30

40

50

フロントページの続き

- (56)参考文献 特開2009-155721(JP,A)
特開2015-180764(JP,A)
特開2009-114311(JP,A)
特開2006-124818(JP,A)
- (58)調査した分野 (Int.Cl., DB名)
C23C 14/06
F16J 1/01