

論文 / 著書情報  
Article / Book Information

題目(和文)	自動車用ガソリンエンジンの環境負荷低減技術のためのエンジン油開発と実用性能に関する研究
Title(English)	Studies on development and practical performance of engine oil for environmentally-friendly technologies in automotive gasoline engines
著者(和文)	佐川 琢円
Author(English)	Takumaru Sagawa
出典(和文)	学位:博士(工学), 学位授与機関:東京工業大学, 報告番号:乙第4113号, 授与年月日:2015年3月31日, 学位の種別:論文博士, 審査員:益子 正文,森 伸介,青木 才子,大竹 尚登,小酒 英範,京極 啓史,三原 雄司
Citation(English)	Degree:., Conferring organization: Tokyo Institute of Technology, Report number:乙第4113号, Conferred date:2015/3/31, Degree Type:Thesis doctor, Examiner:,,,,,,
学位種別(和文)	博士論文
Type(English)	Doctoral Thesis

自動車用ガソリンエンジンの環境負荷低減技術のためのエンジン油開発と  
実用性能に関する研究

Studies on development and practical performance of engine oil for environmentally-friendly  
technologies in automotive gasoline engines

日産自動車株式会社

佐川 琢円

## 目次

<b>第1章 序論</b> .....	7
1.1 研究の背景と目的.....	7
1.2 ガソリンエンジンの構造と特性.....	7
1.3 ガソリンエンジンの環境対策.....	9
1.3.1 エネルギー効率の向上.....	9
1.3.2 排出ガス低減.....	11
1.4 エンジン油に求められる機能とエンジン油規格.....	12
1.4.1 エンジン油の機能.....	12
1.4.2 エンジン油の規格.....	13
1.4.3 エンジン油の粘度分類.....	15
1.5 エンジン油の組成および製法.....	17
1.5.1 エンジン油の製法.....	17
1.5.2 基油(ベースオイル).....	18
1.5.3 添加剤.....	18
1.6 シミュレーションによるトライボロジー現象の解析手法.....	20
1.6.1 Reactive Force Field (ReaxFF).....	20
1.7 省燃費エンジン油の方向性と実用性能.....	21
1.8 本研究の目的と内容.....	23
1.9 用語.....	25
1.10 文献.....	26
<b>第2章 エンジン油中への燃料希釈の要因と希釈量予測手法の開発</b> .....	27
2.1 緒言.....	27
2.2 実験方法.....	27
2.2.1 供試エンジン.....	27
2.2.2 供試ガソリン.....	28
2.2.3 供試オイル.....	29
2.2.4 計測方法.....	29
2.3 結果と考察.....	30
2.3.1 油水温の影響.....	30
2.3.2 燃料性状の影響.....	31
2.3.3 燃料消費量の影響.....	32
2.3.4 噴射時期の影響.....	34
2.3.5 ソークの影響.....	35
2.3.6 モード運転の影響.....	36

2.3.7	燃料希釈率の時間変化 .....	38
2.3.8	燃料希釈式の検証 .....	39
2.3.9	他のエンジンでの燃料希釈式の検証 .....	41
2.4	結言 .....	42
2.5	文献 .....	42
<b>第3章</b>	<b>エンジン動弁系カムシャフト摩耗に与える摩耗要因解析 .....</b>	<b>45</b>
3.1	緒言 .....	45
3.2	実験方法 .....	48
3.2.1	試験エンジン .....	48
3.2.2	供試油 .....	48
3.2.3	カムシャフトとロッカーアーム .....	50
3.2.4	カム摩耗測定 .....	52
3.3	実験結果と考察 .....	53
3.3.1	当初の試験条件 .....	53
3.3.2	油膜厚さ .....	53
3.3.3	初期試験法による試験結果 .....	56
3.3.4	カム摩耗におけるエンジントルクの影響 .....	58
3.3.5	NO <sub>x</sub> のカム摩耗に与える影響 .....	59
3.3.6	エンジントルクの修正 .....	63
3.3.7	カム摩耗における湿度の影響 .....	64
3.3.8	燃料の影響 .....	67
3.3.9	実車試験結果 .....	70
3.3.10	試験法の見直し .....	74
3.4	結言 .....	76
3.5	文献 .....	77
<b>第4章</b>	<b>低フリクションエンジンにおける省燃費性向上限界把握と実用性能との両立 .....</b>	<b>79</b>
4.1	緒言 .....	79
4.2	実験装置 .....	80
4.2.1	省燃費性能評価 .....	80
4.2.2	耐摩耗性能評価 .....	84
4.2.3	低温清浄性／高温酸化安定性評価 .....	84
4.3	結果と考察 .....	85
4.3.1	モータリング試験における低粘度化による省燃費効果 .....	85
4.3.2	実車試験による低粘度化の効果 .....	86
4.3.3	モータリング試験と実車試験による省燃費効果の相関 .....	87
4.3.4	動弁機構の影響 .....	88
4.3.5	80°CでのHTHS粘度低減(0W-20化)による省燃費効果 .....	89

4.3.6 ILSAC GF-3 0W-20 低粘度油における省燃費効果.....	91
4.3.7 省燃費寿命.....	93
4.3.8 ILSAC GF-3 0W-20 低粘度油の実用性能.....	94
4.4 結言.....	98
4.5 文献.....	99
<b>第 5 章 水素フリーDLC コーティング適用エンジンにおける無灰系摩擦調整剤による省燃費効果と実用性能.....</b>	<b>101</b>
5.1 緒言.....	101
5.2 実験装置.....	102
5.2.1 省燃費性能評価.....	102
5.2.2 省燃費寿命.....	104
5.2.3 信頼性確認評価.....	104
5.2.4 評価油の一般性状.....	105
5.3 結果と考察.....	106
5.3.1 SRV 試験による摩擦特性試験結果.....	106
5.3.2 モータリング試験による省燃費性評価結果.....	106
5.3.3 実車試験による省燃費性能.....	108
5.3.4 省燃費寿命.....	108
5.3.5 動弁系摩耗評価.....	109
5.3.6 スーツ摩耗評価.....	110
5.3.7 低温清浄性評価.....	111
5.4 結言.....	111
5.5 文献.....	112
<b>第 6 章 水素フリーDLC コーティングへの摩擦調整剤作用機構解析.....</b>	<b>113</b>
6.1 緒言.....	113
6.2 実験方法.....	113
6.2.1 ta-C コーティングの特徴と特性.....	113
6.2.2 減圧下での摩擦試験機.....	114
6.3 結果.....	115
6.3.1 気体グリセリンと過酸化水素の存在下での ta-C の潤滑による水生成.....	115
6.3.2 コンピューターシミュレーションによる ta-C DLC の原子構造.....	119
6.3.3 未処理 ta-C と OH 含有 ta-C における表面の原子構造.....	120
6.3.4 潤滑下での ta-C 表面間摩擦特性コンピューターシミュレーション.....	122
6.4 考察.....	128
6.5 結言.....	130
6.6 文献.....	131
<b>第 7 章 水素フリーDLC コーティング適用エンジンにおける 0W-20 低粘度化対応の検討.....</b>	<b>133</b>

7.1 緒言 .....	133
7.2 実験方法 .....	133
7.2.1 SRV 往復摺動摩擦試験 .....	133
7.2.2 モータリングトルク試験装置 .....	135
7.2.3 シリンダーヘッドモータリング試験 .....	136
7.2.4 動弁摩耗評価 .....	136
7.2.5 NO <sub>x</sub> バブリングによるオイル劣化評価 .....	136
7.2.6 評価油の一般性状 .....	137
7.3 結果 .....	138
7.3.1 最適摩擦調整剤(FM)検討 .....	138
7.3.2 最適金属清浄剤の検討 .....	140
7.3.3 最適ベースオイルおよび粘度指数向上剤検討 .....	142
7.3.4 省燃費性向上効果 .....	144
7.3.5 省燃費性寿命 .....	148
7.3.6 動弁摩耗評価結果 .....	150
7.4 結言 .....	151
7.5 文献 .....	152
<b>第 8 章 総括 .....</b>	<b>153</b>



# 第 1 章 序論

## 1.1 研究の背景と目的

産業革命は、自然界における生態系の仕組みの中で、エネルギーがコントロールされていた時代から、地下の化石資源を掘り出すことによって、人間がエネルギーをコントロールできることで大きな力を持ち、大きな繁栄につながってきたと見ることができる。と同時に、そのときには気がつかない環境に対してのバランスを崩してきたとも読み取ることができる。1972年に、ローマクラブは「成長の限界」の中で、世界の人口、工業化、汚染、食糧生産、資源消費が今のまま成長を続けるならば、来るべき 100 年以内に地球の成長は限界を迎えるであろうと指摘してきた[1]。少なくとも有限の大きさしかない地球で爆発的に増加している人口を養うだけの食糧増産は、現状の耕地の状況から見れば大きな懸念が予想される。

現在の自動車は、燃料としてのほとんどがこの化石燃料に依存していること、そして排出するガスが温暖化に対して影響を与えていると言われていること、また排気ガスによる汚染も抑えていかなければならないことなどから、自動車に突きつけられた環境への配慮は必須、待ったなしの技術課題になっている。これに対するエンジンの寄与度は大きく、燃費向上と排出ガス低減を達成するため様々な技術開発が行われている。

本研究ではエンジンには欠かすことのできない自動車用ガソリンエンジン潤滑油の環境対応に着目し、省燃費化を実現する低粘度化・低フリクション化や、有害成分(HC,CO,NO<sub>x</sub>)を含んだ排出ガスを清浄化する触媒の被毒を防止するエンジン油の低リン化や低硫黄化など、環境性能を向上させることに伴う潤滑油に求められる課題に関する研究を行った。

## 1.2 ガソリンエンジンの構造と特性

はじめにガソリンエンジンにおける基本的構造と特性について述べる。

Fig.1-1 に基本的なガソリンエンジンの断面図と各部名称を、Fig.1-2 にその基本動作を示す。

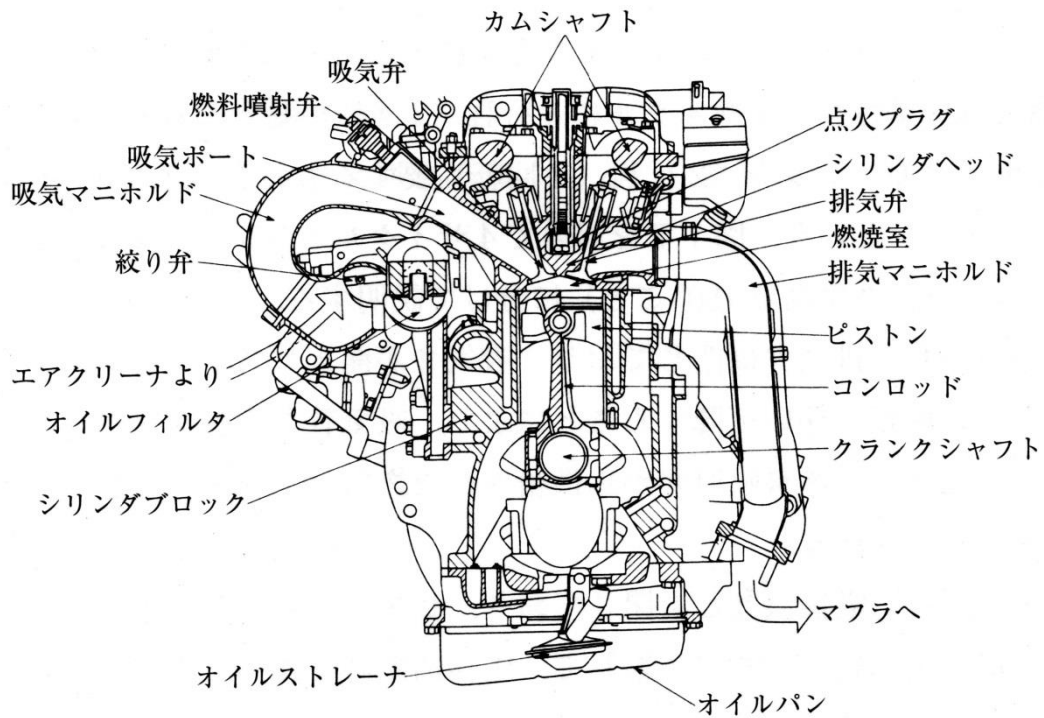


Fig.1-1 : Cut view of gasoline engine (Nissan SR20DE) [3]

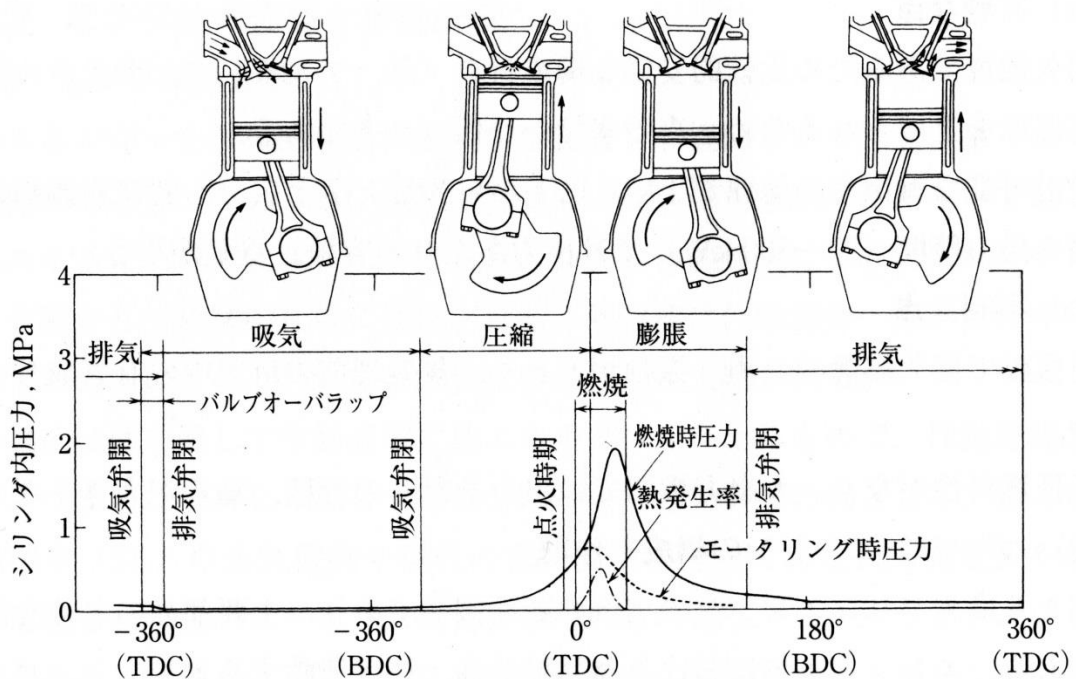


Fig.1-2 : Action of four stroke engine[3]

エンジン本体における運動部品は、往復運動するピストン、ピストンの往復運動を回転運動に変換するクランクシャフトとコンロッド、クランク回転に同期し 1/2 の速度で回転するカムシャフト、カムの回転により開閉する

吸排気弁などからなる。レシプロエンジンは一つのサイクルを完結するために必要な工程(ストローク)数でも分類され、1サイクルに4行程を要するものを4(ストローク)サイクルエンジンという。

4サイクルエンジンの作動順序を、四つの工程(クランク角度で180度、半回転ごと)に分けて説明する。

#### (1) 吸気行程

排気弁は閉じており、吸気弁が開き、ピストンがクランクシャフトの回転に伴い下降することにより、吸気管とシリンダ内圧力との差圧が発生し、燃料噴射弁から供給された燃料と、空気の混合気がシリンダ内に吸入される

#### (2) 圧縮行程

吸排気弁とも閉じており、ピストンの上昇によりシリンダ内の混合気を圧縮する

#### (3) 膨張行程

圧縮工程の末期、ピストンが上死点に達する少し前に混合気に点火、これにより上死点近くで燃焼が行われ、高温高圧の燃焼ガスがピストンを押し下げ、クランクシャフトを回転させて仕事をする。

#### (4) 排気行程

吸気弁は閉じたままで、下死点の少し前から排気弁が開き燃焼ガスを吹き出す。ついで圧力の下がったシリンダ内の燃焼ガスをピストンが下死点から上死点まで押し上げ、シリンダ外に排出して1サイクルを終了する。

以上のことをクランクシャフトが2回転するたびに繰り返す。クランクシャフトに直結されたフライホイールにより、エネルギーの蓄積、放出が行われ、四つの工程の円滑な運転が継続される[2]。

### **1.3 ガソリンエンジンの環境対策**

自動車用ガソリンエンジンの環境対策としてはエネルギー効率の向上と排出ガス低減の2項目が重要である。エネルギー効率の向上には圧縮比の向上、ポンピングロスの低減、機械損失の低減が求められる。また、排出ガス低減については、エンジン出口での排出ガス低減、触媒の早期活性化、触媒の効率向上が必要である。

#### **1.3.1 エネルギー効率の向上**

エネルギー効率の向上には機械損失の低減と、図示熱効率向上が必要である。図示熱効率を上げるためには、理論効率を上げるための圧縮比向上や損失を抑えるためのポンプ損失低減などが重要となっている。

##### (1) 圧縮比の向上

圧縮比を高くすると理論熱効率は向上するが、高負荷でのノッキング、プレイグニッションなどの異常燃焼が発生するため対策が必要となる。対策技術としては、2系統冷却やシリンダヘッド内の水流れの改善による燃焼室の冷却性向上、エンドガスを残さない燃焼室形状、直噴化による燃料の気化潜熱の活用などがある。また、ノックコントロールシステムの採用によりノッキングの発生に合わせて点火時期を細かく制御することで圧縮比を向上させる方法もある。

## (2)ポンピングロスの低減

ガソリンエンジンでは、出力の調整をスロットルバルブによる吸入空気量で制御しているため、ポンピングロスが発生し図示熱効率の低下の一因となっている。低負荷ほど絞り量が増えるためポンピングロスが増加する。したがって燃費の向上には、この低負荷でのポンピングロスの低減が非常に有効である。

第一の手法としては、吸入空気量を増やし希薄燃焼とすることである。この場合はポンピングロスの低減だけでなく、比熱比の向上による理論熱効率の向上も可能である。実際にリーンバーンを行うためには、燃焼室内にスワールやタンブルなどのガス流動を発生させ、燃料噴射時期を調整して点火プラグ近傍に濃い混合気を集めることが必要となる。これは筒内流動強化による燃焼速度の向上と燃焼室内混合気の成層化により、全体として希薄な混合気においても安定した燃焼を実現することが目的である。筒内直噴エンジンも燃費向上の原理は同じで、直噴エンジンでは低負荷領域と高負荷領域において燃料の噴射時期を変えることで燃焼室内の成層化と均質化を調整し、燃費と出力を両立している。

第二の手法としては排気の一部を吸気に戻す EGR(Exhaust Gas Recirculation)である。この場合の燃費向上原理はリーンバーンと同じであるが、空気と排気ガスの比熱比の違いによりリーンバーンよりも燃費向上効果は少なくなる。しかし、リーンバーンに比べて排気ガスの清浄化が容易であるという利点がある。実際の方法としては排気側から吸入側に導入路を設け EGR バルブによって流量を調整する機構が多く用いられる。

第三の手法としては気筒休止である。これはバルブタイミング可変機構を用いて低負荷時に一部の気筒のバルブ駆動を停止するものである。この場合休止気筒は圧縮、膨張を行うのみとなり他の気筒の負荷増によりポンピングロスが低減される。ポンピングロス低減のための吸気バルブ休止やスワールコントロールバルブ、可変バルブタイミング、気筒休止の技術は低回転、低負荷の領域を対象としているため、可変機構の採用により高回転、高負荷領域との両立が図られている。[2]

## (3)機械損失の低減

エンジンを駆動する際の構成部品のしゅう動摩擦や補機類の駆動仕事を総じて機械損失という。エンジンを外部動力により駆動運転したときのエンジン各部の機械損失の内訳は Fig.1-3 のようになる。この図から機械損失はエンジン回転数に比例して増加することがわかる。

機械損失低減の手法としては、接触面積の低減(ピストン、ピストンリング、クランク、カム)、軽量化による慣性力の低減(ピストン、コンロッド、バルブ)、ピストンリング張力やバルブスプリング荷重の低減、ピストンスカート部のコーティングによる摩擦抵抗低減などがある。また、動弁系の損失低減手法としては、粗さ低減、低フリクションコーティングの採用、オイル中の摩擦調整剤によるフリクション低減などが挙げられる。モード燃費においては低回転領域の占める割合が高いため、ピストン、クランク、動弁部品における損失低減の寄与度が高くなっている[2]。

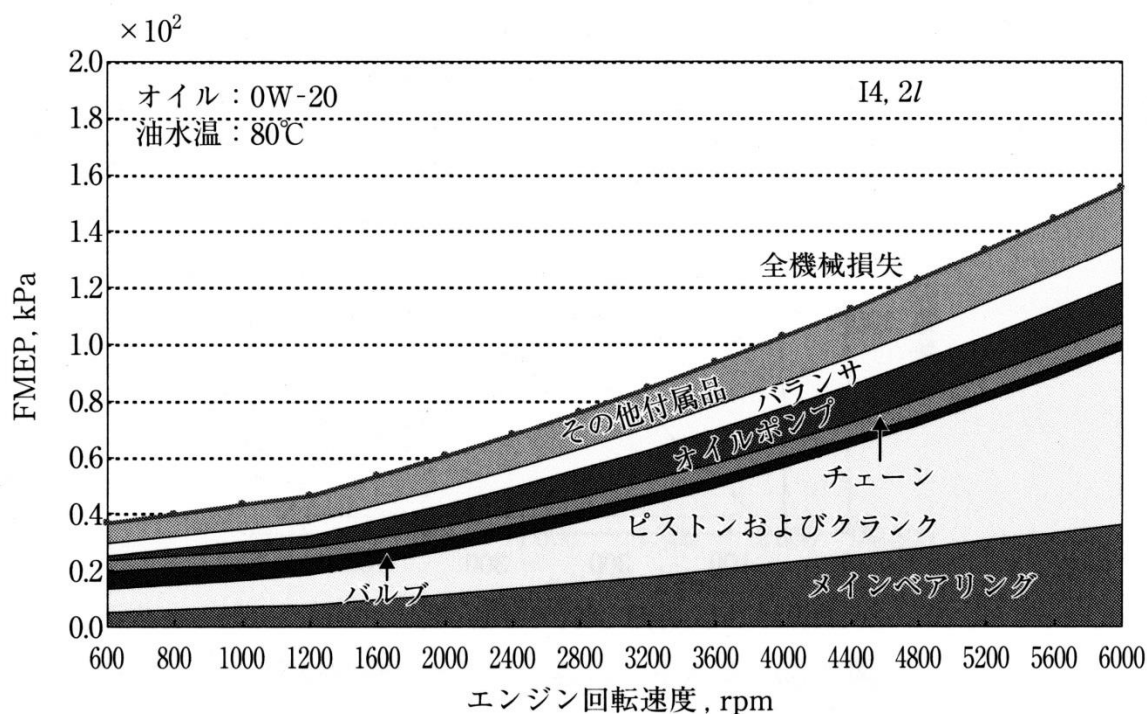


Fig.1-3 : Share of friction loss in engine[3]

### 1.3.2 排出ガス低減

有害成分(HC,CO,NO<sub>x</sub>)を含んだ排出ガスの清浄化対策としては、触媒システムによらず大きく二つに分けて考えることができる。一つは、エンジンの排気ポートから排出される、触媒入口エミッションを低減する方法と、もう一つは、触媒などにより有害成分を低減し、触媒出口エミッションを下げる方法である[3]。

触媒入口エミッション対策としては、1)燃料供給装置の改良、2)排気還流装置、3)ブローバイガス、燃料蒸発の放出防止装置などがある。1)燃料供給装置の改良としては、各シリンダーの吸気ポート部にインジェクタ(噴射弁)を設けた方式において、燃料の微細化などによりHC排出量の低減が図られている。一方、筒内燃料直接噴射方式では、吸気ポート、吸気バルブへの燃料付着がなく適切な噴射タイミングを設定することで、始動直後の未燃HCのピークを低減できる。

2)排気還流装置(EGR:Exhaust Gas Recirculation)は、排気の一部を吸気系に戻して燃焼室に不活性ガスを導入することで、燃焼室内ガスの熱容量が増加し、燃焼ガスの最高温度が下がりNO<sub>x</sub>の発生を抑えることができる。さらにEGRでは燃焼温度の低下による冷却損失の低減、比熱比の増大、吸気圧力の上昇によるポンプ損失の減少のために、点火時期を適切に選ばむしる熱効率は改善される。しかし、多量のEGRを行うと、燃焼速度が遅くなり燃焼変動が増大する原因となる。

3)のブローバイガス還元装置はクランクケース内に漏れ出た未燃HCを吸気系に再循環させる装置で、シリンダーブロック内の通路より、シリンダーヘッド内に送られ、ヘッドカバー上部に設けられたPCVバルブを介して吸気系に導かれて吸気系へのブローバイガス量を制御している。燃料蒸発ガス防止装置としては、キャニスタ式と呼ばれるシステムが採用されている。作動は、燃料タンク内の圧力が高くなるとチェックバルブが開いて、

エバポガスがキャニスタ内の活性炭に吸着される。吸気圧力に応じてパージコントロールバルブが開いて活性炭に吸着されたエバポガスは新気と共にパージエアとして吸気系に導入される。

触媒出口エミッションの低減対策としては、触媒がある。触媒は、排出ガスを通過させ触媒自身は変化せずに HC,CO,NOx の酸化や還元反応を促進するもので、自動車用として大別すると、三元触媒 (Three Way Catalyst) と、リーン状態 (酸素過剰) で処理の困難な NOx を浄化する NOx 触媒の二つのタイプがある。いずれもエンジン油中のリン分、硫黄分などが排気ガスと共に触媒担体表面に付着すると、触媒の転換効率が低下することが知られている[4],[5]。このことから、排気規制の強化などにより、より高い排気清浄化対策を求められる場合には、エンジン油による触媒被毒についても考慮する必要がある。

## 1.4 エンジン油に求められる機能とエンジン油規格

### 1.4.1 エンジン油の機能

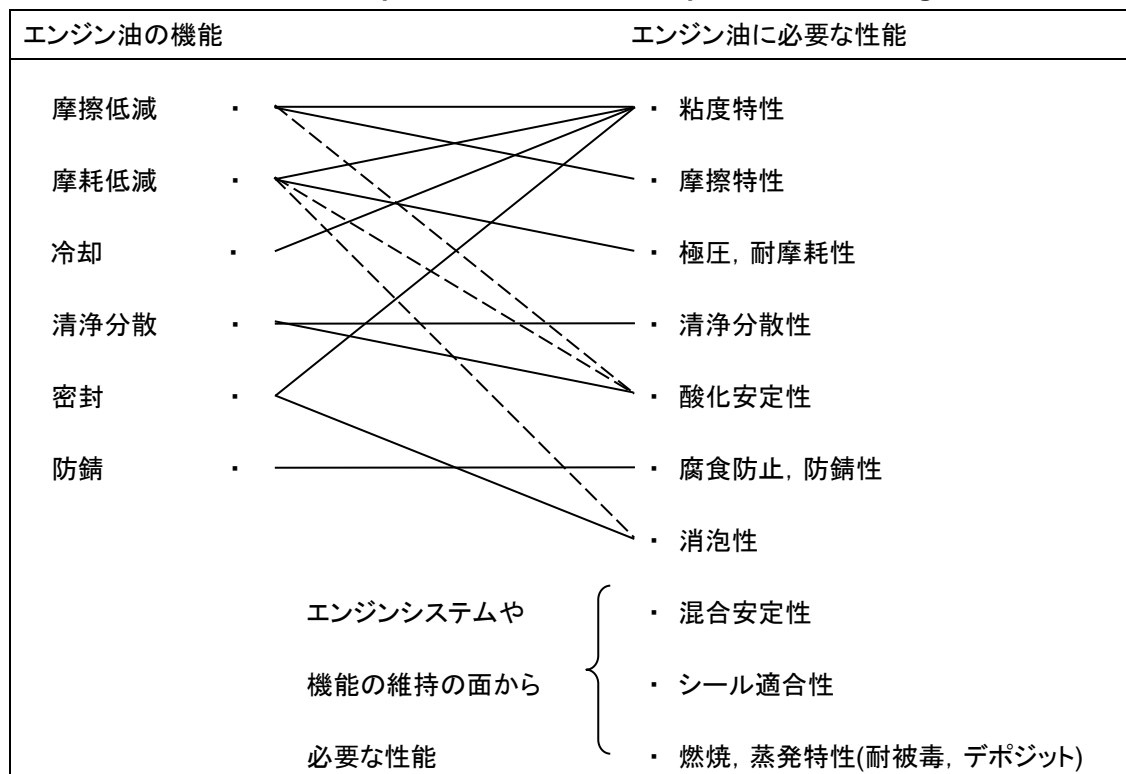
エンジン油の機能としては Table1-1 に示す 6 つの機能がある。

Table 1-1 : Function of engine oil

機能	内容
摩擦低減	摺動部の摩擦低減 (ピストンリング / シリンダーライナー間, カム / リフター間, コンロッドメタル, メインメタル, カムジャーナル等)
摩耗低減	摺動部の摩耗低減 (ピストンリング / シリンダーライナー間, カム / リフター間, コンロッドメタル, メインメタル, カムジャーナル等) 金属の接触部分の摩耗や焼き付きを防ぐ。
冷却	摩耗を少なくして熱の発生を減少させるとともに、オイルの循環によりエンジン内の熱を吸収・発散・冷却する。
清浄分散	燃焼によってエンジン内部で生じるススやスラッジ、摩耗金属粉などエンジンに悪影響を及ぼす汚れや不純物をオイルに溶解させ、エンジンをきれいに保つ。
密封	摺動部の圧力漏れの防止 (ピストンリング / シリンダーライナー間の燃焼ガス吹き抜け防止等) 十分な密封作用には、オイルが適正な粘度を保つことが要求される。
防錆	燃焼によって発生する水分や有毒ガスによるサビや腐食から、エンジン内部を守る。

これらの機能を発揮するためには Table1-2 のようなエンジン油の機能を達成するための性能を考慮する必要がある。これらの性能を、基油や添加剤で達成することが必要となる。

Table 1-2 : Relationship between function and performance in engine oil



#### 1.4.2 エンジン油の規格

エンジン油に必要な性能を満足しているエンジン油のみを新車へ充填, および市場でのオイル交換用として販売することが求められており, 世界で広く API サービス分類や ILSAC 規格に合致したエンジン油が広く販売されている。

API サービス分類は, エンジンオイルの品質・性能の目安として, アメリカ石油協会 (API: American Petroleum Institute), アメリカ自動車技術者協会 (SAE: Society of Automotive Engineers), アメリカ材料試験協会 (ASTM: American Society for Testing Engineers) が協力して定める品質規格であり, 古くから使われてきた。しかしながら法規制の強化に伴い, 自動車メーカーからエンジン油に対する要求を積極的に織り込もうという動きが活発化し, 1993 年, ILSAC (International Lubricant Standardization and Approval Committee: アメリカと日本の自動車工業会が設立した、国際潤滑油標準化および認定委員会) は, エンジンの高性能化と環境対応に整合させる目的で「GF-1」という規格を制定した。(GF とは Gasoline Fuel の意)

ILSAC 規格は, 基本的には一般的な品質性能を API 規格と整合させ, API 規格では十分でなかった省燃費性向上, エンジン油による被毒低減による排気システム適合性を向上させている。Fig.1-4 に示すように規格合格油はシンボルマークを付与して販売でき, ILSAC 規格油は API 規格にも合格するため, API シンボルマーク, ILSAC スターバーストマーク両方を表示している[6]。

API 規格:


品質性能

15W-40 などの高粘度が中心で

API SL 15W-40 などが該当

API シンボルマークが缶に

記載される



ILSAC 規格:

品質性能(API 規格を含んでいる)+省燃費性能

GF-2/SJ 5W-30 や GF-3/SL 0W-20 等

APIに加えて、ILSAC シンボルマークが

缶に記載される




Fig.1-4 : API 規格と ILSAC 規格の位置付け

ILSAC 規格は Fig. 1-5 に示すように以降, 数年毎に改正され省燃費性向上, 被毒低減が図られてきている. ILSAC GF-2 から ILSAC GF-5 までのエンジン試験項目と, 被毒低減関連試験項目を Table 1-3 に示す.

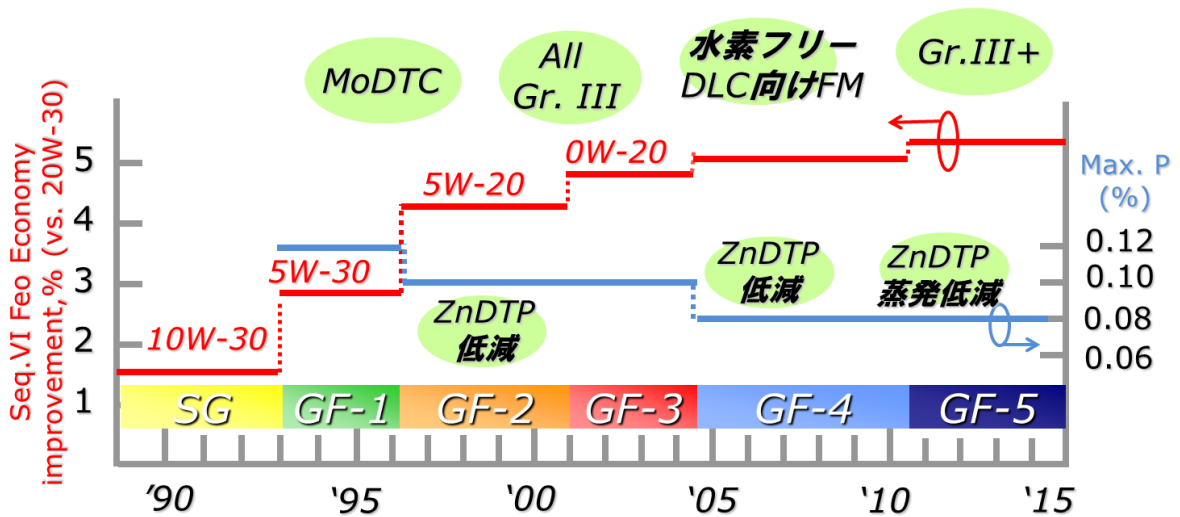


Fig.1-5 : History of ILSAC specification

**Table 1-3 : Engine test and emission protection requirement in ILSAC**

	ILSAC GF-1	ILSAC GF-2	ILSAC GF-3	ILSAC GF-4	ILSAC GF-5
Engine Rusting	Sequence IID	←	Ball Rust Test	←	←
Wear and Oil Thickening	Sequence IIIE	←	Sequence IIIF	Sequence IIIG	←
Wear, Sludge, and Varnish	Sequence VE	←	Sequence VG	←	←
Valvetrain Wear:	Sequence VE	←	Sequence IVA (Nissan KA24E)	←	←
Bearing Corrosion	L-38	←	Sequence VIII	←	←
Fuel Efficiency	Sequence VI	Sequence VIA	Sequence VIB	←	Sequence VID
Catalyst Compatibility Phosphorus Content	P 0.12% (mass) maximum	P 0.10% (mass) maximum	←	0.08% (mass) maximum	←
Phosphorus Volatility ASTM D7320	-	-	-	-	79% minimum
Volatility Evaporation Loss ASTM D5800	25% maximum	22% maximum	15% maximum	←	←

### 1.4.3 エンジン油の粘度分類

エンジン油の粘度分類は SAE J300 よって規定されている[7].

例えば、5W-30 なら、

CCS 粘度 6600 mPa・s 以下 (-30°C), MRV 粘度 60000 mPa・s 以下 (-35°C)

動粘度 9.3~12.5mm<sup>2</sup>/s , HTHS 粘度 2.9mPa・s 以上

という粘度特性を持つオイルということを示している.

Table 1-4 に 2009 年版 SAE J300 で規定されている粘度分類を示す. 2013 年 4 月の改正で 100°C 動粘度 6.1~8.2mm<sup>2</sup>/s , HTHS 粘度 2.3mPa・s 以上の SAE Viscosity grade 16 が追加され, 同時に SAE Viscosity grade 20 は 100°C 動粘度 6.9~9.3mm<sup>2</sup>/s , HTHS 粘度 2.6mPa・s 以上に変更となった.

更に 2015 年 1 月の改正で 100°C 動粘度 5.0~7.1mm<sup>2</sup>/s , HTHS 粘度 2.0mPa・s 以上の SAE Viscosity grade 12 と, 100°C 動粘度 4.0~6.1mm<sup>2</sup>/s , HTHS 粘度 1.7mPa・s 以上の SAE Viscosity grade 8 とが追加された.

Table 1-4 : SAE Engine oil viscosity classification (JAN 2009)[7]

<b>SAE Viscosity Grades For Engine Oils<sup>(1)(2)</sup></b>					
<b>SAE Viscosity Grade</b>	<b>Cranking viscosity (CCS)<sup>(3)</sup>, mPas at °C Max</b>	<b>Pumping viscosity (MRV)<sup>(4)</sup>, mPas at °C Max with No Yield Stress<sup>(4)</sup></b>	<b>100°C Kinematic viscosity (Min.)<sup>(5)</sup> (mm<sup>2</sup>/s) Min</b>	<b>100°C Kinematic viscosity (Max.)<sup>(5)</sup> (mm<sup>2</sup>/s) Max</b>	<b>HTHS viscosity<sup>(6)</sup> (mPas) at 150°C Min</b>
0W	6200 at -35	60000 at -40	3.8	-	-
5W	6600 at -30	60000 at -35	3.8	-	-
10W	7000 at -25	60000 at -30	4.1	-	-
15W	7000 at -20	60000 at -25	5.6	-	-
20W	9500 at -15	60000 at -20	5.6	-	-
25W	13000 at -10	60000 at -15	9.3	-	-
20	-	-	5.6	< 9.3	2.6
30	-	-	9.3	< 12.5	2.9
40	-	-	12.5	< 16.3	2.9 (0W-40, 5W-40, 10W-40 grades)
40	-	-	12.5	< 16.3	3.7 (15W-40, 20W-40, 25W-40, 40 grades)
50	-	-	16.3	< 21.9	3.7
60	-	-	21.9	< 26.1	3.7

(1) **Notes-1cP = 1mPa\* s; 1 cSt = 1mm<sup>2</sup>/S**  
(2) All values are critical specifications as defined by ASTM D3244  
(3) ASTM D5293  
(4) ASTM D4684: Note that the presence of any yield stress detectable by this method constitutes a failure regardless of viscosity.  
(5) ASTM D445  
(6) ASTM D4683, CEC L-36-A-90 (ASTM D4741) or D5481

## 1.5 エンジン油の組成および製法

エンジン油は以下のように基油(ベースオイル)と添加剤を組み合わせで作られる。基油には化学合成油、高粘度指数油、鉱物油などがあり、単独もしくは組み合わせて使用される。これに酸化防止、摩耗防止、流動点降下、消泡、粘度指数向上、清浄分散、摩擦調整などの機能を持った添加剤を組み合わせで添加されている。

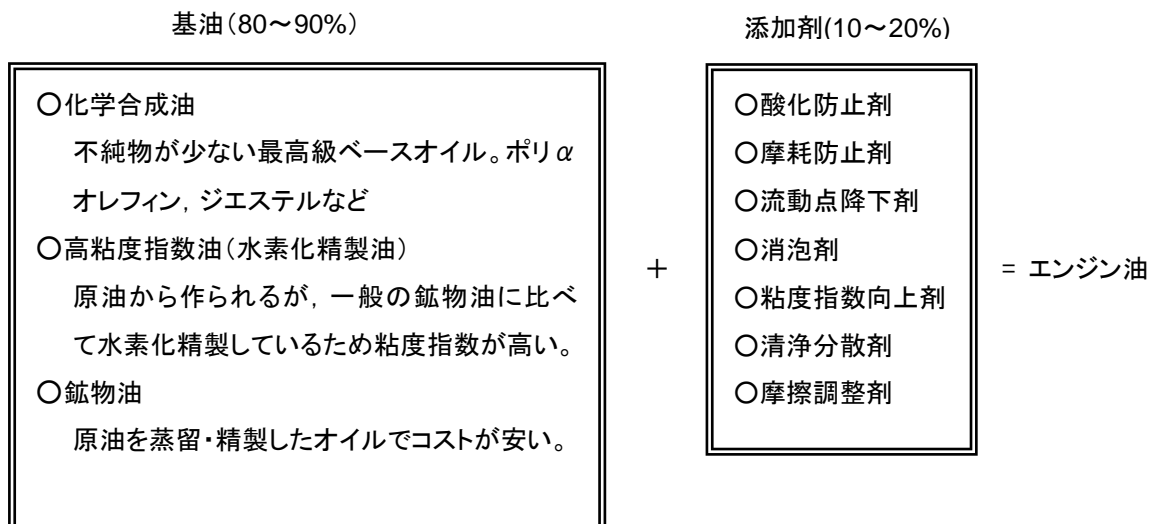


Fig.1-6 : Source of engine oil

### 1.5.1 エンジン油の製法

エンジン油ができるまでのプロセスを Fig.1-7 に示す。まず原油からベースオイルを作るが、これは原油を蒸留して、原油の中から重質成分を取り出すことから始まる。実際にはガソリンや軽油などの燃料用にできない「余り」である蒸留残油が使われることになる。この蒸留残油から更に減圧蒸留、溶剤抽出や水素化精製を行って、目的とする分子量成分を抽出した後、分子内の不飽和結合や、硫黄分を取り除いたりすることで、粘度温度特性を良くしたり酸化安定性を向上させる。これに添加剤を加えてエンジン油が作られる。

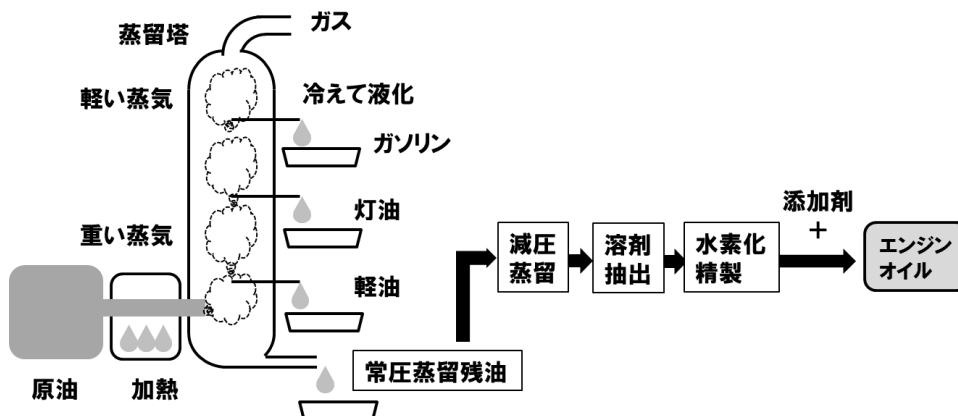


Fig. 1-7 : Production process of engine oil

## 1.5.2 基油(ベースオイル)

基油の種類としては API で Group I～V までに区分けしており、その分類を Table1-5 に示す。Group I から IV までは数字が大きいほど高性能と言え、Group I～III までは原油の蒸留、精製から得られる鉱物油とされており、Group IV は 1-デセンを合成して作られるポリ α オレフィン (PAO) である。Group V は Group I～Group IV に分類できない基油であり、エステル系の合成基油などがここに分類される。

分類は硫黄分、飽和分、粘度指数によって定められている。このうち粘度指数は粘度特性を示す指数として、現在最も多く利用されている。石油の粘度は温度によって変化し、温度が高くなるほど小さくなるが、その程度は一定ではなく、油の種類によって異なる。粘度指数は、粘度の温度変化が極めて小さいペンシルバニア系潤滑油を 100 とし、極めて大きいガルフ・コースト系のものを 0 として定められたもので、値が大きい油ほど粘度変化が小さい。

エンジン油では、低蒸発性、酸化安定性要求が厳しいことから Group I 単独で用いられることはなくなってきており、Group II もしくは Group III との混合系が一般的である。合成油である PAO は粘度温度特性や酸化安定性に優れるため、高性能油で使われる例があるが、PAO (Group IV) だけでは、シール材の収縮を引き起こす場合があるため、エステル系合成油 (Group V) と混合して使われる。

**Table 1-5 API Base Stock Categories[6]**

Base Oil Category	Sulfur (%) ASTM D1552 等 少ないほど酸化安定性に優れる		Saturates (%) ASTM D2007 多いほど酸化安定性に優れる	Viscosity Index ASTM D2270 大きいほど粘度温度特性が良い
Group I	>0.03	and/or	<90	≥80 and <120
Group II	≤0.03	And	≥90	≥80 and <120
Group III	≤0.03	And	≥90	≥120
Group IV	All polyalphaolefins (PAOs)			
Group V	Groups I, II, III or IV 以外			

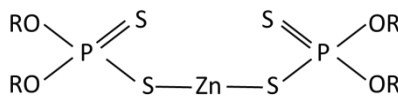
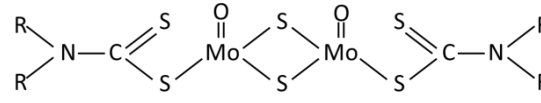
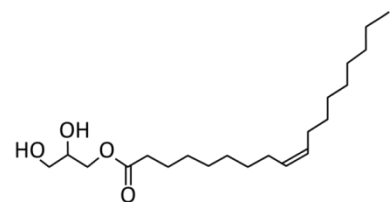
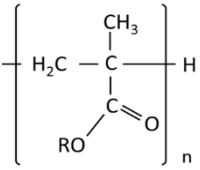
近年の技術改良により Group III+ と称される粘度指数が 130 を超える Group III も出回ってきており、省燃費油への適用が検討されている。

## 1.5.3 添加剤

エンジン油に要求される性能には、清浄分散、摩耗防止、摩擦特性、酸化安定性、酸中和性、錆止め性、消泡性、粘度温度特性、低温流動性等がある。これら性能を付与するためにエンジン油には、各種添加剤がバランスよく配合されている。

エンジン油に添加されている主要添加剤は、清浄分散剤、摩耗防止剤、酸化防止剤、粘度指数向上剤、流動点降下剤、消泡剤等で、その他使用目的によって金属不活性剤、摩擦調整剤、着色剤等も配合されている。Table 1-6 に主な添加剤の種類とその機能について示す。

Table 1-6 Functions of Additives [8],[9]

添加剤の種類	代表的化合物	主な機能
清浄分散剤	フェネート, スルホネート, サリシレート ポリブテニルコハク酸イミド, コハク酸エステル, 分散型粘度指数向上剤	スラッジやカーボンを油中に分散し金属面を清浄に保ちスラッジ・デポジットの前駆体を可溶化して成長を抑制、酸性物質を中和
摩耗防止剤	ジチオリン酸亜鉛 (ZnDTP) 	金属表面に皮膜を作り接触面の摩耗、焼き付きを防止
酸化防止剤	ジチオリン酸亜鉛 (ZnDTP) ヒンダードフェノール, アルキル芳香族アミン, ベンゾ トリアゾール, チアゾアゾール	油の酸化防止 腐食性物質の生成抑制 金属イオンの酸化触媒作用防止
摩擦調整剤	モリブデンジチオカーバメート (MoDTC)  グリセリンモノオレート (GMO: 長鎖脂肪酸エステル)  長鎖脂肪酸エステル, アミン, ホウ素化合物	金属表面に保護膜を作り 摩擦, 摩耗を低減
粘度指数 向上剤	オレフィン共重合体, スターポリマー ポリメタクリレート (PMA) 	温度変化に伴う油の粘度変化を小さくし、粘度指数を改善
流動点降下剤	ポリメタクリレート	油中のワックスと共晶を作り流動点を下げる
消泡剤	ジメチルポリシロキサン	表面張力変化等により、破泡、抑泡する

## 1.6 シミュレーションによるトライボロジー現象の解析手法

近年、シミュレーション技術は計算機性能および解析精度向上に伴い、複雑な現象をなるべくそのまま解析するアプローチ、すなわちマルチスケール・マルチフィジックスの考え方が重要になってきた[10].

シミュレーションの現在とこれからにおいては、解析規模の拡大と計算精度の向上に伴い、従来のアプローチである(1)単一現象、(2)単一スケール、(3)平衡現象、(4)部分領域の解析から(1')マルチフィジックス、(2')マルチスケール、(3')非平衡現象、(4')全体解析という考え方に移行しつつある。これは従来ある程度の近似モデルで限られた解析領域の計算が主流であったのに対して、なるべく解析対象全体を素直に計算境界の影響を少なくして、現象をリアルに解明することの必要性を示している。特にトライボロジーの世界では、薄膜界面等におけるマルチスケールの解析技術が今後特に重要と思われる。

複雑な材料構成やバルクとは違う性質をもつ薄膜(液体を含む)等におけるトライボロジー現象の解明に用いられる解析技術として、材料と流体分野では1)第一原理分子動力学および量子／古典 MD(Molecular Dynamics)ハイブリッド解析、粗視化 MD、2)均質化法、3)フェーズフィールド法、4)転位動力学法、5)粒子法、6)格子ボルツマン法等がある。上記1)は計算機性能向上により第一原理であれば数100原子、古典およびハイブリッド解析では数100万～10億原子程度の計算が可能となりつつある。2)は複合材料や微視構造を有する構造体からなるマクロ構造の変形を解くために有効である。3)は相変態等の複雑な組織形態の形成過程を効率よく解析できる。4)金属材料の転位運動を解くもので、原子系モデルでは対応できない大規模な挙動解明に有効である。5)、6)は従来の手法に比べ液体界面の大変形や不連続な挙動、また構造体と流体の連成等を高精度に解析できる手法である。

上記1)の中で、トライボケミカル反応を伴うトライボロジー現象を扱うためには、量子論に基づく第一原理分子動力学の適用が求められる。しかしながら計算コストが高さから数十個の原子系に限定され、複雑な表面、界面や摩擦の影響を考慮したトライボケミカル反応を取り扱うことは不可能であった。このため、数百原子系の化学反応ダイナミクスを取り扱うことが可能な、Tight-Binding 近似による量子分子動力学法(Quantum Chemical Molecular Dynamics)[11]や、反応性力場を用いた分子動力学法である Reactive Force Field(ReaxFF)[12],[13]などが開発されている。ReaxFF MD 法は古典分子動力学プログラムとは異なり、結合の生成と開裂を記述することができる反応力場 (Reactive Force Field)を搭載している。反応力場のパラメータは量子化学計算のデータから決められているために化学反応の高精度な記述を可能にする一方で、その動力学計算は通常の古典分子動力学シミュレーションに匹敵する計算速度を保持している。

### 1.6.1 Reactive Force Field (ReaxFF)

ReaxFF は非結合系から単結合、二重結合、三重結合系まで、結合長さおよび結合次数の過渡的な関係を繰り返し計算する。加えてファンデルワールスカや、クーロン力のような相互作用も個々の原子間毎に計算される。原子価やねじれ角のような全ての結合依存の相互作用も結合毎に検討され、結合の解離に伴うエネルギーも考慮される。更に分極効果を説明する幾何学依存の電荷計算も使用する。系全体のポテンシャルエネルギーは式 1-1 のように示すことができ、個々のエネルギーの寄与度を計算することで系全体のポテンシャルエネルギーを計算が可能となる[12].

$$E_{system} = E_{bond} + E_{over} + E_{under} + E_{val} + E_{pen} + E_{tors} + E_{conj} + E_{vdWaals} + E_{Coulomb} \quad \text{式(1-1)}$$

- $E_{bond}$ : bond energy; directly derived from bond orders
- $E_{over}$ : Overcoordination energy: penalty for overcoordinating atoms
- $E_{under}$ : Undercoordination energy: stabilizes undercoordinated atoms
- $E_{val}$ : Angle strain; equilibrium angle depends on bond order central atom
- $E_{pen}$ : Penalty for 'allene'-type molecules ( $H_2C=C=CH_2$ )
- $E_{tors}$ : Torsion energy: bond-order dependent
- $E_{conj}$ : Torsion conjugation: general conjugation stability
- $E_{vdWaals}$ : van der Waals: calculated between every atom
- $E_{Coulomb}$ : Coulomb interaction: calculated between every atom; polarizable charges get updated every iteration

## 1.7 省燃費エンジン油の方向性と実用性能

エンジン内の各部品はさまざまな潤滑状態で使用されており、カム-リフト間は境界潤滑領域、ピストン-ボア、ピストン-ピストンピン、チェーンなどは混合潤滑領域、クランクシャフトジャーナルなどは流体潤滑領域で使用されている。自動車用エンジンは使用環境が $-40^{\circ}C$ の低温から $150^{\circ}C$ 以上の高温環境の幅広い使用環境であり、エンジン負荷も無負荷から高負荷、使用燃料も世界各地の様々な燃料が使用することを前提に設計されている。このため、エンジン油もエンジンの全ての使用環境、更にエンジン各部の潤滑領域全てを考慮し、設計される必要がある。

エンジン油の省燃費化の方向性としては、まずは、1)低粘度化であるが、混合潤滑領域における高圧下でのせん断抵抗低減、流体潤滑領域における摩擦トルク低減、低粘度化による攪拌抵抗の低減等がある。高圧下でのせん断抵抗低減には、高圧下での粘度を低く保てる高精製度ベースオイルの適用や、高圧下で油膜生成に有利な粘度指数向上剤の適用などが検討されてきている。流体潤滑領域における摩擦トルク低減や攪拌抵抗低減は、摩耗防止の観点から、高油温での粘度を維持しながら、実用温度領域での粘度を低減できるような高粘度指数基油や、粘度指数向上剤による高粘度指数化が一般的である。

二つ目の方向性としては2)境界潤滑領域でのフリクション低減がある。これには摩擦調整剤の適用・最適化や、清浄分散剤の最適化、高フリクションを示すZnDTP量の削減・最適化などがある。

これらの潤滑状態がエンジンの使用過程で変化すると省燃費性を維持できないのみならず、エンジンを成立させるための各部品の機能・信頼性を維持できないため、使用過程での潤滑状態の維持は重要となる。エンジン油はエンジン燃焼による熱負荷、未燃焼燃料の混入、燃焼によって生じる $NO_x$ 、 $SO_x$ 等の酸性ガス、ススなどによって、エンジン油の性状・特性が著しく変化する。また、エンジン油の蒸発成分が触媒、排気センサー類に付着することで触媒、排気センサー類の機能が低下するため、このような性状・特性変化、触媒、排気センサ

一類に影響しないような蒸発特性, 被毒に影響するリンや硫黄分の低減が必要となる.

以上のことを踏まえて, 新油状態における低フリクション化, 低粘度化を図りつつも, 実用的な使用環境で性能を維持できるエンジン油が求められる.

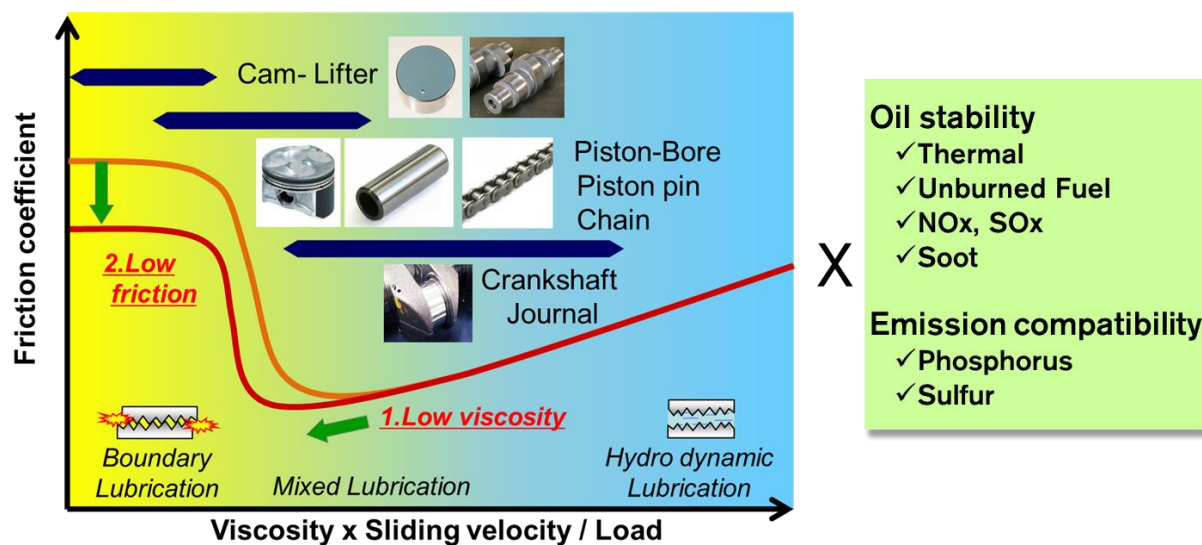


Fig. 1-8 : Direction of fuel economy engine oil

## 1.8 本研究の目的と内容

本論文は、自動車用ガソリンエンジン油の低粘度化、低フリクション化による省燃費化検討および、排出ガス低減効果維持に必要なエンジン油のリン分、硫黄分低減に関する実用上の課題を解析し、更には表面分析や化学反応シミュレーションによるトライボロジー現象の解析を実施した。

第1章「序論」では、自動車用ガソリンエンジンの環境対策としてはエネルギー効率向上と、排出ガス低減が求められており、ガソリンエンジンに使われるエンジン油についても省燃費化を実現するための低粘度化・低フリクション化、有害成分(HC,CO,NOx)を含んだ排出ガスを清浄化する触媒の被毒低減のための低リン化、低硫黄分が課題であることを示した。また、エンジン油に求められる機能や、エンジン油の製法やシミュレーションによるトライボロジー現象の解析手法を示した上で、本研究の目的を明確にした。

第2章「エンジン油中への燃料希釈の要因と希釈量予測手法の開発」では、直噴ガソリンエンジンにおける燃料希釈要因解析と燃料希釈率を推定する手法について検討を行った。ガソリンエンジンの環境対策として商品化されている筒内直噴エンジンにおいては、燃料噴射がシリンダ内で行われるため、燃料によるオイルの希釈増加が懸念されている。この燃料希釈に注目し、燃料希釈を増加させる要因を、吸気ポート噴射エンジンおよび筒内直噴ガソリンエンジンを使って調査した。また、これらの要因解析結果から、燃料希釈率を推定する予測手法について検討を行った。

第3章「エンジン動弁系カムシャフト摩耗に与える摩耗要因解析」では、エンジン動弁系カム摩耗に影響する要因解析を行った。省燃費性向上のためにはエンジン油の低粘度化や低フリクション化、触媒被毒対策としては、リン、硫黄を含む摩耗防止剤 ZnDTP 使用量の低減、高精製度ベースオイル使用による硫黄分の低減が有効な方策である。しかしながら、低粘度化や摩耗防止剤低減により、エンジン各摺動部位の摩耗が増大する懸念がある。影響を受ける摺動部位としてはカムシャフト、ピストンリング、軸受などがあるが、ここでは摩耗防止剤の低減で大きく影響を受けるカム摩耗を取り上げ、カム摩耗に影響する要因のメカニズム解析を行った。

第4章「低フリクションエンジンにおける省燃費性向上限界把握と実用性能との両立」では、省燃費性と実用性能を両立したガソリンエンジン用省燃費油 0W-20 低粘度油の検討を行った。省燃費向上の方策として低粘度エンジン油の開発が行われているが、その燃費向上効果は HTHS 粘度 2.6mPa・s 程度が最良点とされてきた。しかしながら、エンジン各部に低フリクション表面の適用が進んだことにより更なる低粘度化による燃費向上の可能性があるが、その効果は十分に明らかにならなかった。このため、直動式動弁機構を持つエンジンにおける低粘度化による省燃費性向上のポテンシャルを明らかにし、更にローラーロッカー式動弁機構での低粘度化、低フリクション化による省燃費効果の調査も行った。加えて、0W-20 化により 5W-20 油以上の省燃費性能を発揮し、かつ酸化安定性、耐摩耗性、オイル消費低減等の実用性能の向上も加味した ILSAC GF-3 規格に相当する実用性能を有するガソリンエンジン用省燃費油 0W-20 低粘度油の検討を行った。

第5章「水素フリーDLCコーティング適用エンジンにおける無灰系摩擦調整剤による省燃費効果と実用性能」

では、水素フリーDLC バルブリフターを適用したエンジンに最適な 5W-30 GF-4 無灰系摩擦調整剤配合油の検討を行った。低フリクション化のために炭素系薄膜である水素フリーDLC コーティングの適用が進んでいるが、水素フリーDLC は摩擦調整剤の種類により特異的に摩擦を低減することが判っており、水素フリーDLC コーティングのバルブリフターへの適用がなされているエンジンに有効な無灰系摩擦調整剤を使用し、またその他添加剤の改良、粘度特性の改良により低フリクション化達成した 5W-30 GF-4 無灰系摩擦調整剤添加油の省燃費性能と信頼性について検討を行った。

第 6 章「水素フリーDLC コーティングへの摩擦調整剤作用機構解析」では、グリセリンモノオレート(CAS No. 95917-02-5:Table 1-4)のようなエステルが、弾性流体潤滑領域や混合潤滑領域において水素フリーDLC 表面でフリクションを低減するのに加えて、長鎖の分子構造を持たないグリセリン(CAS No. 8043-29-6)のようなポリオールでも低摩擦係数を示す特異的な傾向を示すことから、水素フリーDLC に対する摩擦調整剤の作用機構を解明するため、気相中の潤滑試験装置とコンピューターシミュレーションを使って仮説の検証を試みた。

第 7 章「水素フリーDLC コーティング適用エンジンにおける 0W-20 低粘度化対応の検討」では、水素フリーDLC バルブリフターを適用したエンジンにおいて 0W-20 のような低粘度でも低フリクション化可能なエンジン油の検討をおこなった。0W-20 のような低粘度エンジン油では、油膜が薄くなってより潤滑状態が厳しくなる。そのため水素フリーDLC コーティングが適用していない部位でのフリクションの寄与度が大きくなり、有機系モリブデン摩擦調整剤(MoDTC)の添加が必須となる。加えて、水素フリーDLC コーティングのバルブリフターへの適用がなされているエンジンに最適な摩擦調整剤、金属系清浄剤、ベースオイル、粘度指数向上剤の検討を実施し、DLC 適用エンジンに対して低粘度化を図りつつ、低フリクション化達成した 0W-20 GF-5 油の省燃費性能とその省燃費寿命について検討を行った。

第 8 章「総括」では本論文で得られた結果を総括した。

## 1.9 用語

本論文で使用する用語を以下に示す.

A/F	Air-fuel ratio
API	American Petroleum Institute
ASTM	American Society for Testing and Materials
B/L	Borderline
CEC	Coordinating European Council
DI	Direct Injection
ECM	Engine Control Module
EGR	Exhaust Gas Recirculation
EP	End Point
EVC	Exhaust Valve Close
EVO	Exhaust Valve Open
HTHS	High Temperature High Shear
HVI	High Viscosity Index
IBP	Initial Boiling Point
ILSAC	International Lubricant Standardization and Approval Committee
IVC	Intake Valve Close
IVO	Intake Valve Open
JAMA	Japan Automobile Manufacturers Association, Inc.
JASO	Japanese Automobile Standards Organization
JIS	Japanese Industrial Standards
JPI	Japan Petroleum Institute
MD	Molecular Dynamics
MPI	Multipoint Injection
REO	Reference Oil
RVP	Reid Vapor Pressure
RON	Research Octane Number
SAE	Society of Automotive Engineers
TBN	Total Base Number
TAN	Total Acid Number
WOT	Wide Open Throttle
ZnDTP	Zinc Dithiophosphate

## 1.10 文献

- [1] ドネラ・H・メドウズ著 成長の限界 ローマ・クラブ「人類の危機」レポート, ダイヤモンド社, 1979
- [2] 中島泰夫,村中重夫編著 新・自動車用ガソリンエンジン, 山海堂, 1994
- [3] 村中重夫編著 新訂 自動車用ガソリンエンジン, 養賢堂, 2011
- [4] F. Ueda, S. Sugiyama, K. Arimura, S. Hamaguchi, K. Akiyama, “Engine Oil Additive Effects on Deactivation of Monolithic Three-Way Catalysts and Oxygen Sensors”, SAE Technical Paper 940746, 1994, doi:10.4271/940746
- [5] S. A. Culley, T. F. McDonnell, D J. Ball, C. W. Kirby, S. W. Hawes, “The Impact of Passenger Car Motor Oil Phosphorus Levels on Automotive Emissions Control Systems”, SAE Technical Paper 961898, 1996, doi:10.4271/961898
- [6] API 1509 SEVENTEENTH EDITION ADDENDUM1 OCTOBER 2014, Engine Oil Licensing and Certification System, American Petroleum Institute
- [7] SAE J300, Engine Oil Viscosity Classification, Society of Automotive Engineers
- [8] 桜井俊男編著, 新版 石油製品添加剤, 幸書房 1987
- [9] Leslie R. Rudnick, LUBRICANT ADDITIVES CHEMISTRY AND APPLICATIONS, Marcel Dekker, Inc, 2003
- [10] 佐々木, 岩崎, 石井:トライボロジスト, Vol 52, No.7 , p.480 ,(2007)
- [11] 小野寺, 古山, 久保, 宮本:トライボロジスト, Vol 52, No.7 , p.488 ,(2007)
- [12] A. C. DT. van Duin, S. Dasgupta, F. Lorant, W. A. Goddard III, J. Phys. Chem. A, 2001, 105, p9396-9409, doi: 10.1021/jp004368u
- [13] 中野, R. K. LALIA, P. VASHISHTA, 尾形, 関口, 田中, 鶴田, “超大規模材料シミュレーションのための Asia-Pacific GRID 戦略的活用構想”, 日本機械学会誌, Vol. 108, No. 1043, 2005, p181

## 第2章 エンジン油中への燃料希釈の要因と希釈量予測手法の開発

### 2.1 緒言

筒内直噴ガソリンは、成層燃焼による燃費向上や充填効率向上による出力向上が期待できることから盛んに研究、報告されている。筒内直接噴射ガソリンエンジンでは、燃料噴射弁の位置により、噴射された燃料がシリンダ壁に付着する量の増加が予想され、エンジン油の燃料による希釈が注目される現象の一つとして挙げられている [1],[2],[3].

燃料希釈は、燃焼室内に噴霧された燃料が燃焼しきれず、オイル中に溶け込むことにより起こる現象であり、未燃燃料によりオイルが希釈されると、粘度低下に伴う油膜厚さ減少やオイル劣化の加速要因となる。

ここではオイルパンにおける希釈に注目し、燃料希釈を増加させる要因を、吸気ポート噴射エンジンおよび筒内直噴ガソリンエンジンを使って解析を行った。また、これらの要因解析結果から、燃料希釈率を推定する予測手法について検討を行った。

### 2.2 実験方法

#### 2.2.1 供試エンジン

実験で用いたエンジンを Table2-1 に示す。試験エンジンは吸気ポート噴射エンジン(以下 MPI)と筒内直噴ガソリンエンジン(以下 DI)を使用した。Fig. 2-1 に示すように燃料噴射方式が違いインジェクターの位置が異なるほかは基本的に同じ構造のエンジンを用いた。

Table 2-1 : Test Engine Specification

Engine	MPI	DI
Engine Type	4stroke 4cylinder	4stroke 4cylinder (Prototype)
Bore	86.0mm	86.0mm
Stroke	86.0mm	86.0mm
Displacement	1998cm <sup>3</sup>	1998cm <sup>3</sup>
Compression Ratio	9.5	10.3
Injection	Multi point	Direct (Homogeneous)
Spray Type	-	Hollow cone
Fuel Pressure	-	5MPa

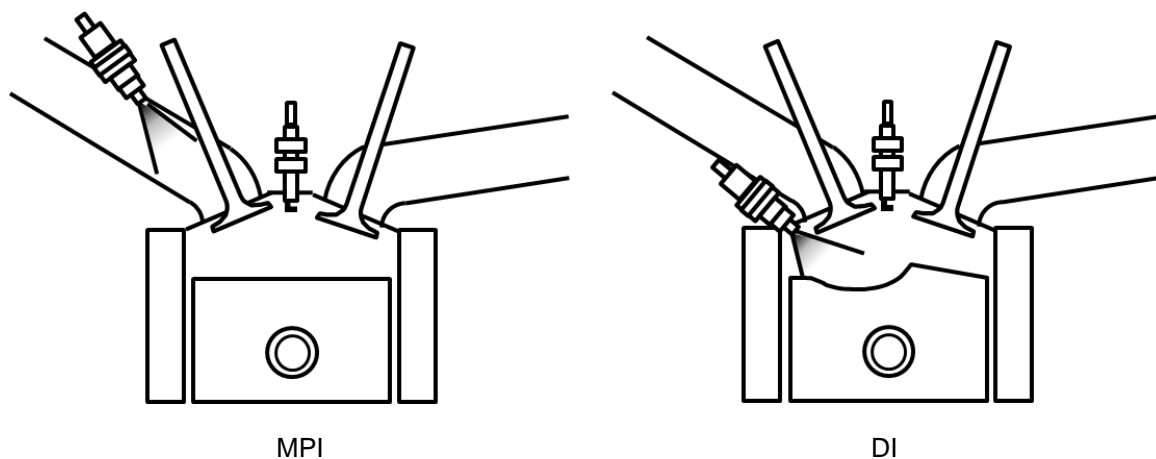


Fig. 2-1 : Injector in test engines

## 2.2.2 供試ガソリン

実験で用いた3種のガソリンを Table 2-2 に示す。一般的には蒸留試験によりガソリンの組成は把握されていて、一定の条件下で試料を加熱、蒸留して、蒸留範囲を調べる。このとき T50 (50%留出温度: 蒸留する時にその 50%が留出する温度), T90(90%留出温度: 蒸留する時にその 90%が留出する温度)などのように、一定の容量が留出する温度が高いほど、燃料が蒸気になりにくく、重質であると言える。3種の中では、T50, T70, T90 のいずれの温度も低いことから、JIS No.2 Gasoline(国内市販レギュラーガソリン)が最も軽質であり、JIS No.1 Gasoline(国内市販ハイオクガソリン)が中程度、T50, T70, T90 のいずれの温度も高い Heavy Gasoline(試作重質ガソリン)が最も重質になっている。

**Table 2-2 : Test Fuel Specification**

Gasoline	JIS No.1	JIS No.2	Heavy Gasoline
Density(15°C) g/cm <sup>3</sup>	0.7583	0.7341	0.7698
Distillation °C			
IBP	29.5	31.5	33.5
10% (T10)	47.0	46.5	58
50% (T50)	98.5	82.0	115
70% (T70)	121.5	112.0	138.0
90% (T90)	144.5	140.5	161.5
EP	180.5	171.5	178.5
RVP(37.8°C) kPa	65.5	72.0	57.5
Aromatics %	43.2	34.8	47.0
Olefins %	18.9	5.8	11.3
Paraffins %	37.9	59.4	41.7

### 2.2.3 供試オイル

供試したエンジン油の性状を Table 2-3 に示す。国内市販 10W-30SG ガソリンエンジン油を用いた。

**Table 2-3 : Test Engine Oil Specification**

	Oil
Viscosity Grade	10W-30
API Grade	SG
Density(15°C) g/cm <sup>3</sup>	0.8741
Viscosity	
40°C mm <sup>2</sup> /s	63.35
100°C mm <sup>2</sup> /s	10.25
Viscosity Index	149

### 2.2.4 計測方法

ガソリンによる燃料希釈の測定は、試験後にオイルパンより供試オイルを採取し、ASTM D 3525 に基づく JPI 5S-24-84 エンジン油のガソリン希釈率試験方法[6],[7]にて測定を行った。特に指定がない場合は、一定の運転条件で燃料希釈がほぼ一定となる 10 時間運転後の希釈率を示す。

また、エンジン油温はメインギャラリー温度、エンジン水温は冷却水出口温度を示す。

## 2.3 結果と考察

### 2.3.1 油水温の影響

一定の運転条件で JIS No.1 Gasoline を使用して 10 時間運転後の燃料希釈率をエンジン油水温 40°C と 80°C で比較した。試験条件を Table 2-4 に示し、その結果を Fig.2-2 に示す。MPI も DI も同じく低油水温になると急激な燃料希釈率の増加を示した。

Table 2-4 : Engine test conditions for investigating effect of water and oil temperature

Engine	MPI	DI
Engine speed	2000 rpm	2000/3200 rpm
Torque	39.2 N·m	39.2 / 98 N·m
Test duration	10 hours	
Water temperature	40/80°C	
Oil temperature	40/80°C	
Test gasoline	JIS No. 2	

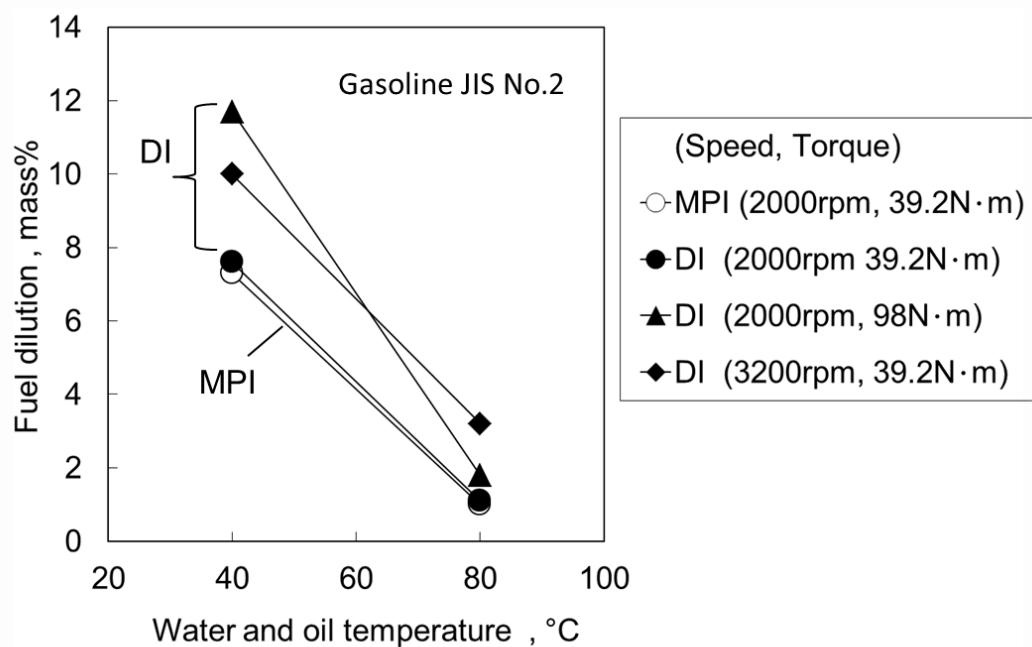


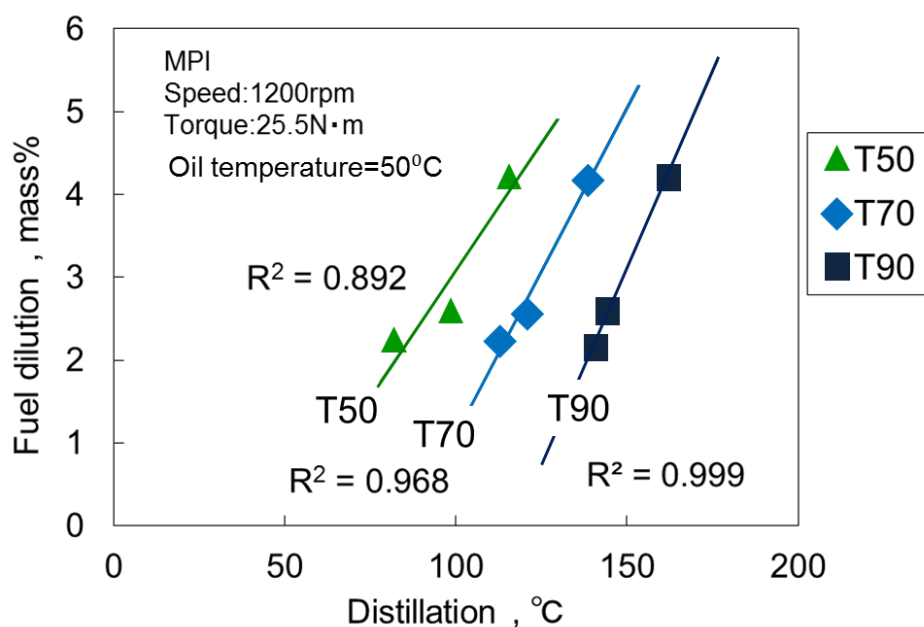
Fig. 2-2 : Effect of water and oil temperature on fuel dilution [4]

### 2.3.2 燃料性状の影響

燃料性状によって燃料希釈率が増加する場合がありますとされており[2], MPI エンジンを使って検証を行った. ここでは Table2-2 に示す蒸留性状の異なるガソリンを使って Table 2-5 に示す同一運転条件での燃料希釈率を調査したところ, Fig. 2-3 に示すように, T50,T70,T90 いずれも温度が高いほど燃料希釈率は増加する. 特に T90 は燃料希釈率との強い相関関係が得られた.

**Table 2-5 : Engine test conditions for investigating effect of fuel distillation**

Engine	MPI
Engine speed	1200 rpm
Torque	25.5 N·m
Test duration	10 hours
Water temperature	50°C
Oil temperature	50°C



**Fig. 2-3 : Correlation between fuel distillation and fuel dilution [4]**

### 2.3.3 燃料消費量の影響

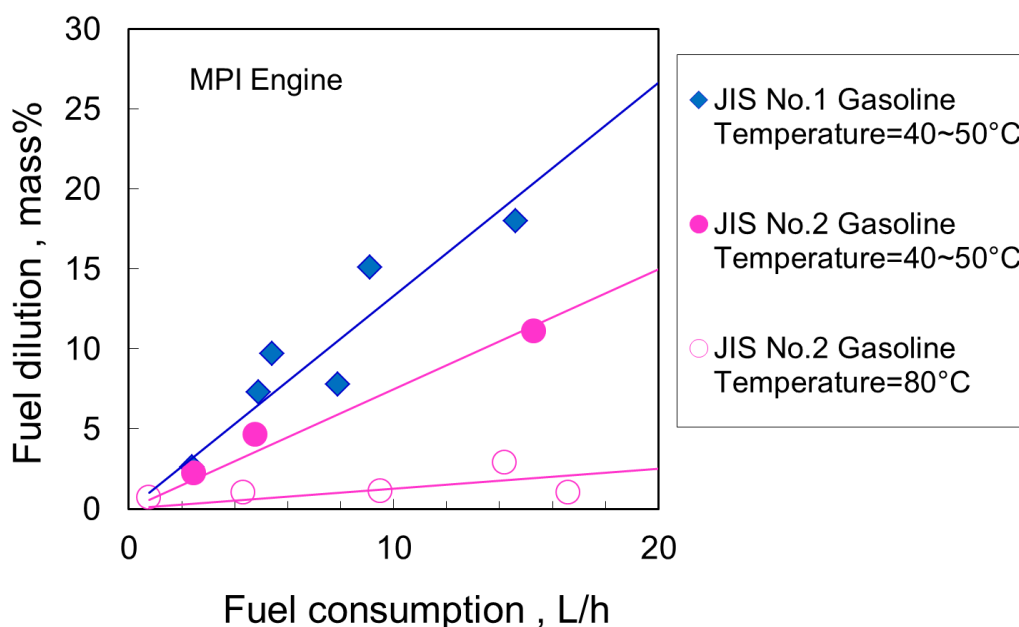
#### (1) MPI エンジンでの燃料消費量の影響

MPI エンジンで回転数, トルクで調整することにより, 燃料消費量の影響を Table 2-6 の試験条件で調査した. その結果, Fig. 2-4 に示すように燃料希釈率は燃料消費量が多いほど増加する傾向が得られた.

また, 低油水温, ガソリンが重質な場合でも燃料希釈率を燃料消費量で整理でき, 油水温, ガソリン性状が同一ならば, 燃料消費量から, 燃料希釈率を推定できることがわかった.

**Table 2-6 : Engine test conditions for investigating fuel consumption in MPI engine**

Engine	MPI
Engine speed	700 - 6000 rpm
Torque	No Load – WOT
Cooling water temperature	40/ 50/ 80 °C
Oil temperature	40/ 50/ 80°C
Test duration	10 hours
Test gasoline	JIS No. 1/JIS No. 2



**Fig.2-4 : Effect of fuel consumption in MPI engine [4]**

(2)DI エンジンでの燃料消費量の影響

DI エンジンでもエンジン回転数, トルクで調整することにより, 燃料消費量と燃料希釈率の関係を Table 2-7 に示す試験により調査した. その結果, Fig. 2-5 に示すようにDI エンジンでも燃料希釈率は燃料消費量が多いほど増加する傾向が得られた. ここで A/F(Aif/Fuel ratio)を 14.1 から 12 へ変更した場合の影響を調査しているが, 燃料消費量が増える分, 燃料希釈率が増加する傾向にあるが, A/F 変更による大きな燃料希釈率増加は見られない.

Table 2-7 : Engine test conditions for investigating fuel consumption in DI engine

Engine	DI
Engine speed	1200 - 6000 rpm
Torque	25.5 N·m – WOT
Cooling water temperature	40/ 50/ 80 °C
Oil temperature	40/ 50/ 80°C
Test duration	10 hours
Test gasoline	JIS No. 1

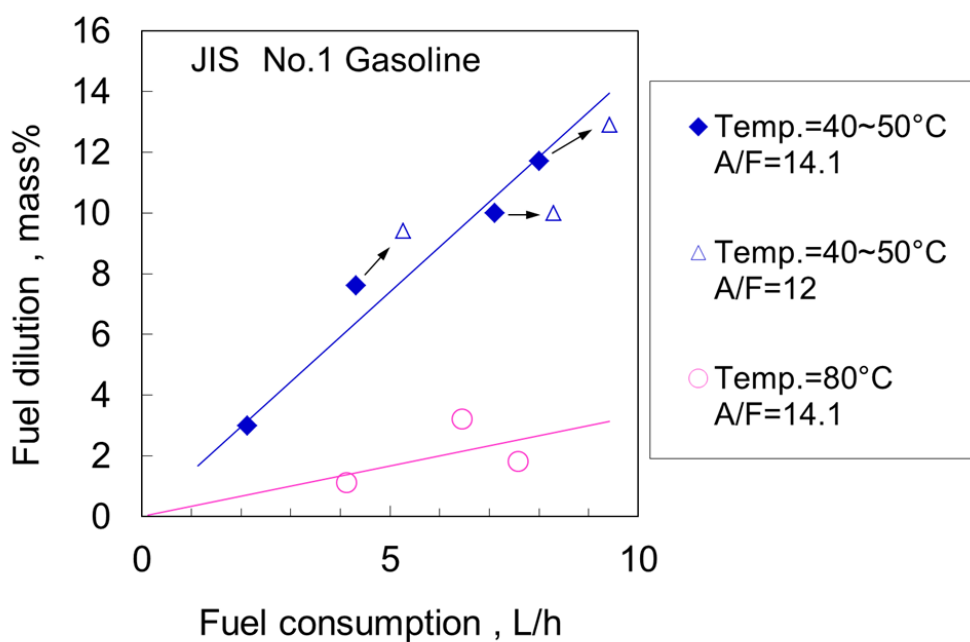


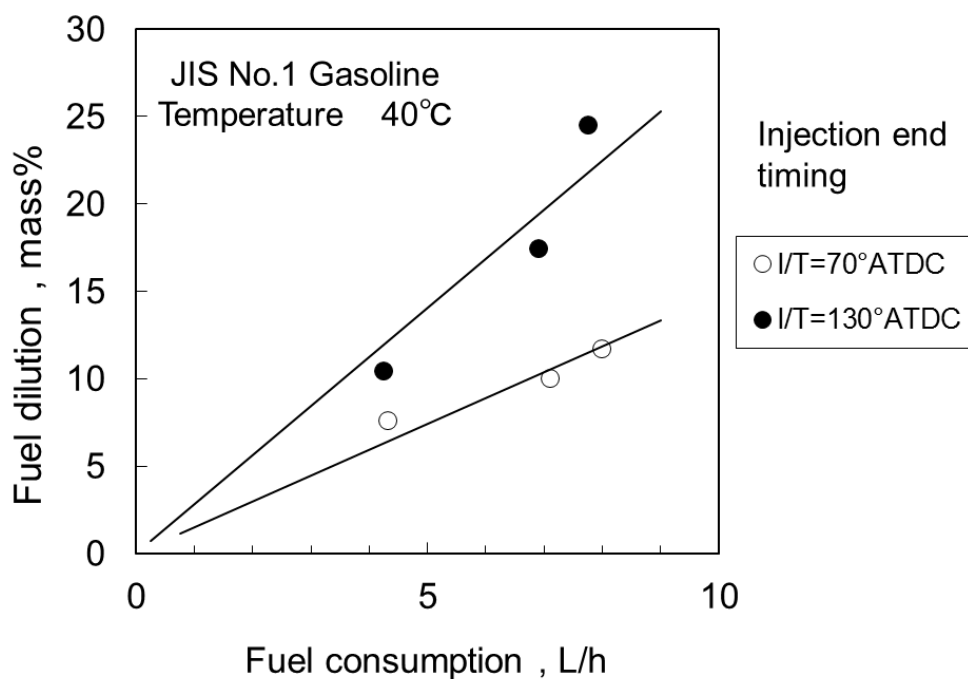
Fig.2-5 : Effect of fuel consumption in DI engine [4]

### 2.3.4 噴射時期の影響

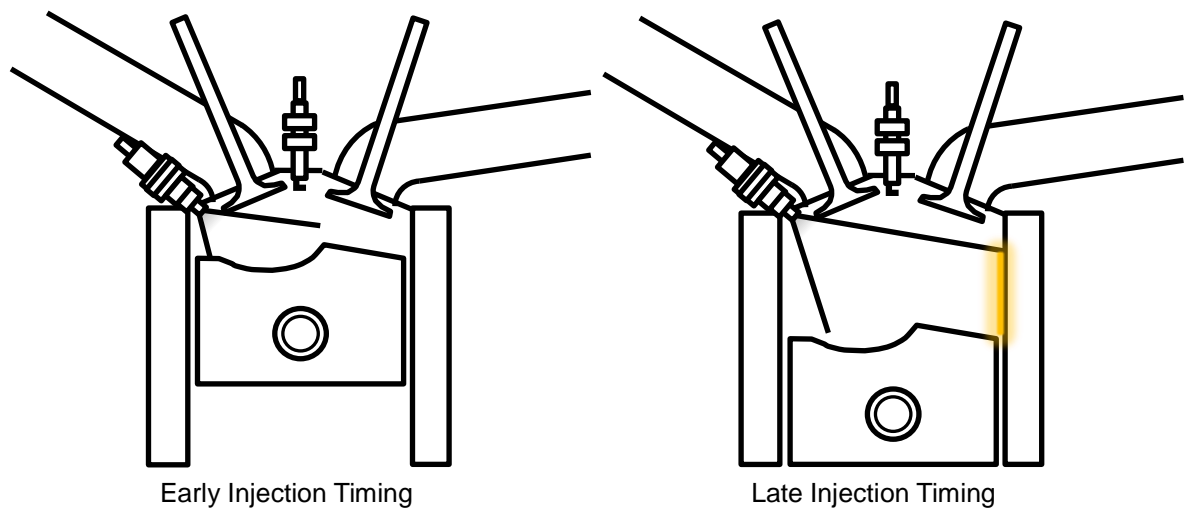
DIエンジンの均質燃焼では、噴射時期が遅くなるほどシリンダボアが露出し、シリンダ部の燃料希釈が増加する[3]。このことから考えるとオイルパン部でも同様の傾向になると予想される。そこで、噴射時期が燃料希釈に与える影響を Table 2-8 の試験により調査した。その結果、Fig. 2-6 に示すように噴射時期(燃料吹き終わり)が遅いほど、燃料希釈率は増加し、また噴射時期が変わっても燃料消費量で整理できることがわかった。

**Table 2-8 : Engine test conditions for investigating effect of injection timing in DI engine**

Engine	DI
Engine speed	2000 - 3200 rpm
Torque	39.2/98 N·m
Cooling water temperature	40°C
Injection end timing	70°/130° ATDC
Oil temperature	40°C
Test duration	10 hours
Test gasoline	JIS No. 1



**Fig.2-6 : Effect of Injection Timing on fule dilution [4]**



**Fig.2-7 : Fuel spray on different Injection Timing**

この結果は Fig.2-7 に示すように燃料噴射時期が遅くなると、ピストンが下降することでボア壁面が露出する。ボア壁面が露出すると燃料噴霧がボア壁面を直撃し燃料希釈が増加するためである[1],[3]

以上の結果より、DI エンジンでも油水温、ガソリン性状、燃料噴射時期が一定の条件ならば、燃料消費量から燃料希釈率を推定できると考えられる。

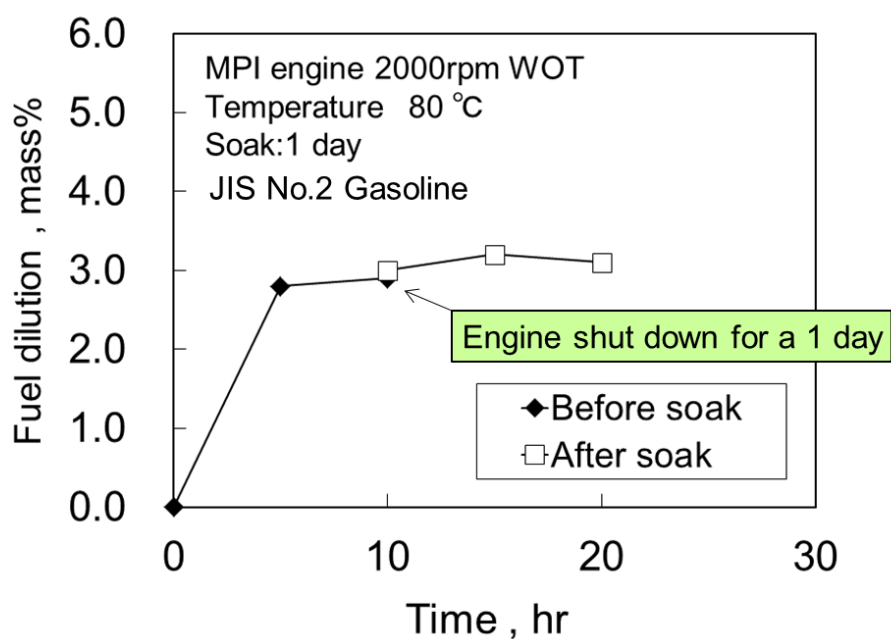
### 2.3.5 ソークの影響

実車では一定の運転状況で走行することは有り得ず、様々な運転条件の組み合わせと言える。そこでまず、ソークの影響について MPI エンジンで Table 2-9 の試験条件で調べた結果を Fig. 2-8 に示す。

試験時間 10 時間まで 2000rpm WOT(全負荷) 80°C で運転した後、エンジン運転を 1 日間止める。止めている間は冷却水も止めるため徐々に室温に至るまで油温は低下する。Fig. 2-8 に示す通り、10 時間まで 3% 程度オイルを希釈させた後、1 日放置してもガソリンは揮発せず、ソークの影響を受けないことを示している。これはエンジンを停止させると、燃料が希釈したオイルは、エンジン壁面等に付着していても徐々にオイルパンに溜まるが、エンジンは停止しているので燃焼室内、クランクケース内への新気導入も無く、燃焼室内、クランクケース内での燃料成分の排出がほとんど無いためだと考えられる。

**Table 2-9 : Engine test conditions for investigating effect of Soak**

Engine	MPI
Engine speed	2000 rpm
Torque	WOT
Cooling water temperature	80°C
Oil temperature	80°C
Test duration	Left 1 day after 10 hours of operation and run for 10 hours after the soak
Test gasoline	JIS No. 2



**Fig.2-8 : Effect of soak on fuel dilution [4]**

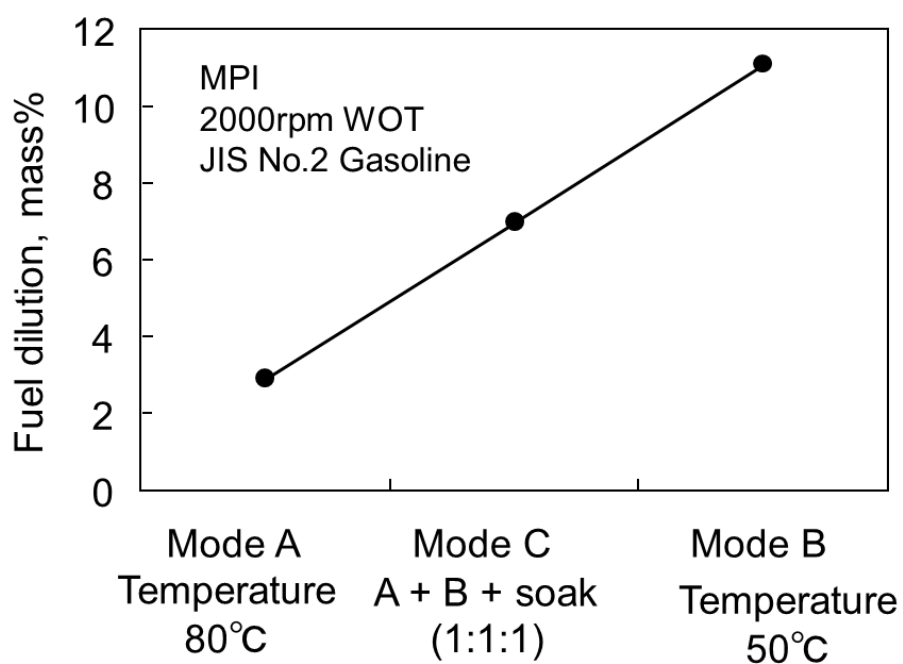
### 2.3.6 モード運転の影響

モード運転を行ったときの燃料希釈への影響を Fig.2-9 に示す。同一の回転数,トルクで油水温を 80°Cと 50°Cにしたモード A,B と, そのモード A,B とソークを 1:1:1 の時間で実施したモードを C とする。モード C はモード A,B の中間の燃料希釈率を示した。以上より, モード運転時でも個々の一定運転条件での燃料希釈率が

ら推定可能であることがわかった。

**Table 2-10 : Engine test conditions for investigating effect of operating mode**

Mode	A	B	C
Engine	MPI		
Engine speed	2000 rpm		
Torque	WOT		
Cooling water temperature	80°C	50°C	50 / 80°C
Oil temperature	80°C	50°C	50 / 80°C
Test duration	10 hours	10 hours	50°C:80°C:soak time = 1:1:1 Total of 10 hours
Test gasoline	JIS No. 2		



**Fig.2-9 : Effect of mix mode [4]**

### 2.3.7 燃料希釈率の時間変化

燃料希釈率は一定の運転条件であれば、ある一定の燃料希釈率に収束する。これはオイル中に溶け込むガソリンとオイルから揮発するガソリン量が平衡になっているためと考えられる。これを理論的に考えるため、前提条件を置いた上で、燃料希釈の時間変化を数式化した。

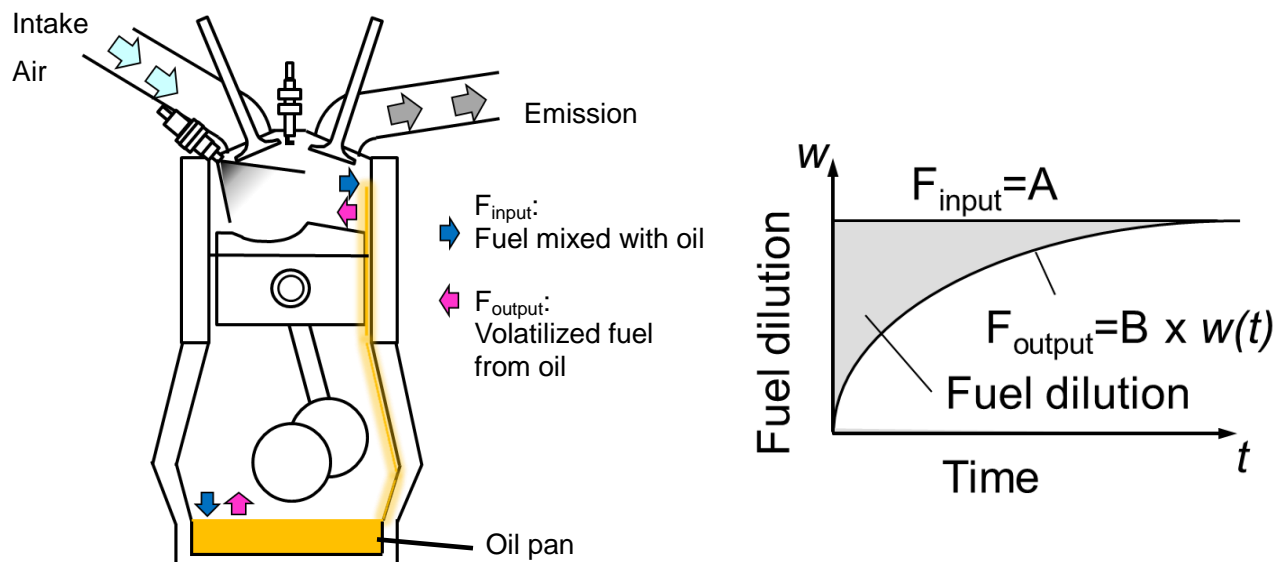


Fig. 2-10 : Fuel input to oil and fuel output from oil

#### (1) オイルに溶け込むガソリン量

オイルに溶け込むガソリン量は、運転条件が一定であれば燃料消費量も一定なので、時間に依らない一定の値になる。よって、オイルに溶け込むガソリン量  $F_{input}$  [g]は、

$$F_{input}(t) = A \quad \text{式(2-1)}$$

t:時間, A [g]:定数(オイルに溶け込むガソリン量)

となる。

#### (2) オイルから揮発するガソリン量

ガソリンの揮発量は、揮発する場所が常に新気で置換されているとすると、油中に溶け込んでいるガソリン量に比例すると考えられる。よって、オイルから揮発するガソリン量  $F_{output}$  [g]は

$$F_{output}(t) = B \times w(t) \quad \text{式(2-2)}$$

t:時間,  $w(t)$ [%]:燃料希釈率, B[g]:定数

となる。

以上より、式(2-1)と式(2-2)の積分の差分がオイル中のガソリン量であり、初期燃料希釈率と油量から、燃料希釈率が求められる。よって、燃料希釈率は式(2-3)のようになる。

$$w(t) = \frac{\int F_{input}(t)dt - \int F_{output}(t)dt}{V} + D \quad \text{式(2-3)}$$

V [g]:油量 , D [%]:初期燃料希釈率

式(2-3)を展開すると式(2-4)のように時間により燃料希釈率の変化を表すことが可能になる。

$$w(t) = \frac{A}{B} + \left( D - \frac{A}{B} \right) e^{-\frac{B}{V}t} \quad \text{式(2-4)}$$

この結果から考えると、燃料希釈率が時間の関数であり、 $t \rightarrow \infty$ ならば油量に依らず運転条件で決まる一定の値となることがわかる。

$$w(\infty) = \frac{A}{B} \quad \text{式(2-5)}$$

### 2.3.8 燃料希釈式の検証

#### (1) 燃料希釈率の時間変化

2.3.7 で求めた数式の検証を行うため、燃料希釈率の時間変化を調査した。その結果、Fig.2-11に示すように燃料希釈率の実測値は式(2-4)の燃料希釈式から求めた近似曲線(実線)と良く一致する。

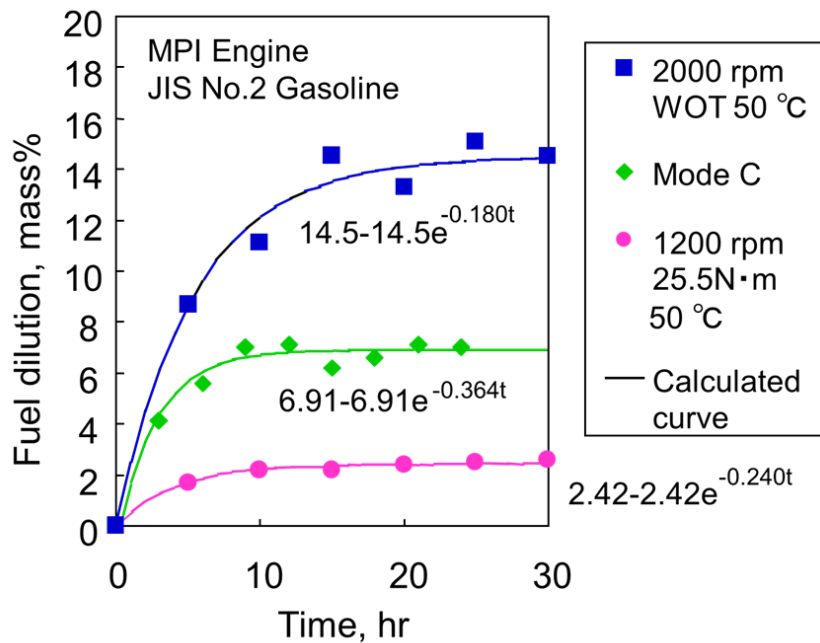


Fig. 2-11 : Fuel dilution curve [4]

一旦燃料希釈率が増加しても油水温が上昇するとガソリンの揮発が予想されるため、Table 2-11 の試験条件で確認をおこなった。このような場合でも式(2-4)の燃料希釈式による近似曲線は Fig.2-12 に示すように実測値と良く一致することがわかる。

**Table 2-11 : Engine test conditions for investigating effect of changes in oil and water temperature**

Engine	MPI	
Engine speed	2000 rpm	
Torque	39.2 N·m	
Cooling water temperature	40°C	80 °C
Oil temperature	40°C	80 °C
Test duration	0 - 10 hours	10 - 20 hours
Test gasoline	JIS No. 1	

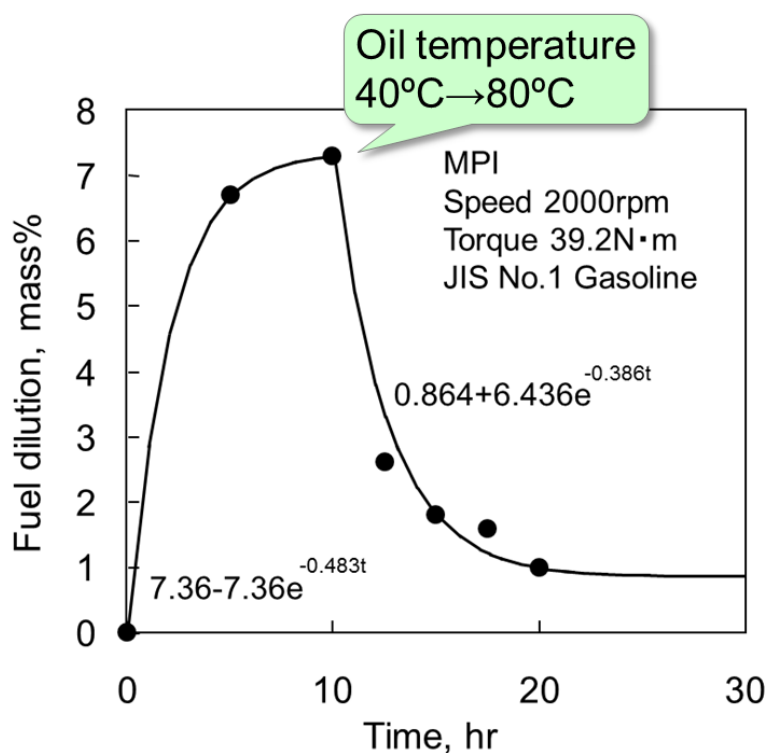


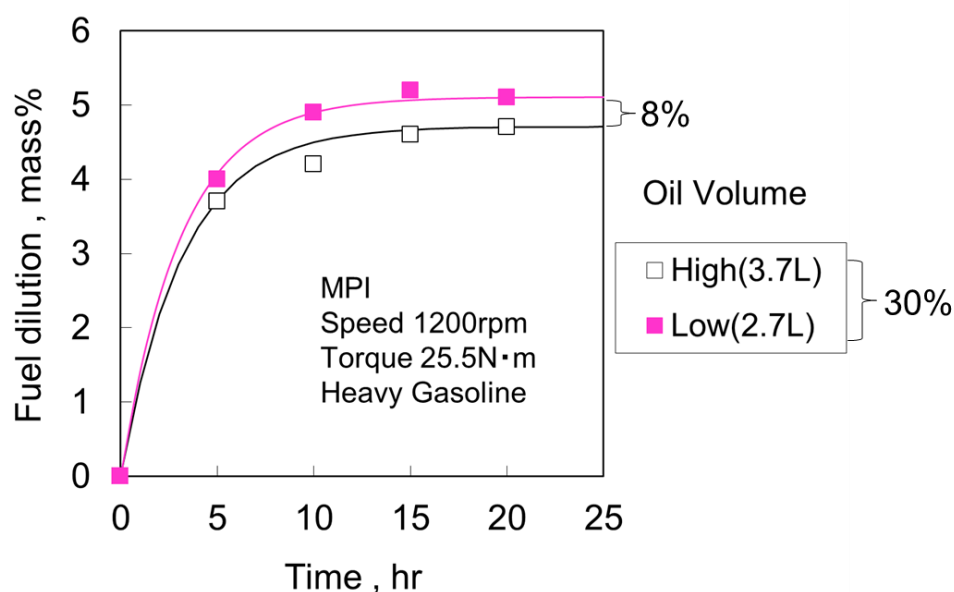
Fig. 2-12 : Fuel dilution change by water and oil temperature [4]

## (2) 油量による燃料希釈率への影響

式(2-5)から考えると、燃料希釈に対して油量の影響はないと考えられる。この油量の影響について Table 2-12 の試験にて確認を行なった。結果を Fig. 2-13 に示すが、油量を約 30%減少させても燃料希釈率の平衡値は 8%しか変わらず、油量はほとんど燃料希釈率の平衡値には影響しないことを示している。

**Table 2-12 : Engine test conditions for confirming effect of oil volume**

Engine	MPI
Engine speed	1200 rpm
Torque	15.5 N·m
Cooling water temperature	50°C
Oil temperature	50°C
Test duration	20 hours
Test gasoline	Heavy



**Fig.2-13 : Effect of oil volume [4]**

### 2.3.9 他のエンジンでの燃料希釈式の検証

他の DI エンジンにおける燃料希釈式についても検証を行った。この結果を Fig. 2-14 に示す。これまでの検討

結果と同じく燃料希釈率は初期に増加し、その後一定となる。また燃料噴射時期についても 2.3.4 での結果と同様に燃料噴射時期(燃料吹き終わり)が遅くなればなるほど増加する傾向を示した。これにより、潤滑系部品の摩耗に影響する燃料希釈による低粘度化を防ぐには、燃料噴射時期を早めに設定することが望ましいことが推察される。一方、燃料噴射時期を過度に早めにする、噴射燃料がピストン冠面に付着し、スス増加の原因となるので、スス増加を抑えながら、燃料希釈率も低減する最適燃料噴射時期を見出す必要がある。本燃料希釈式は、短時間でオイルパン部の燃料希釈率を類推するのに有益である。

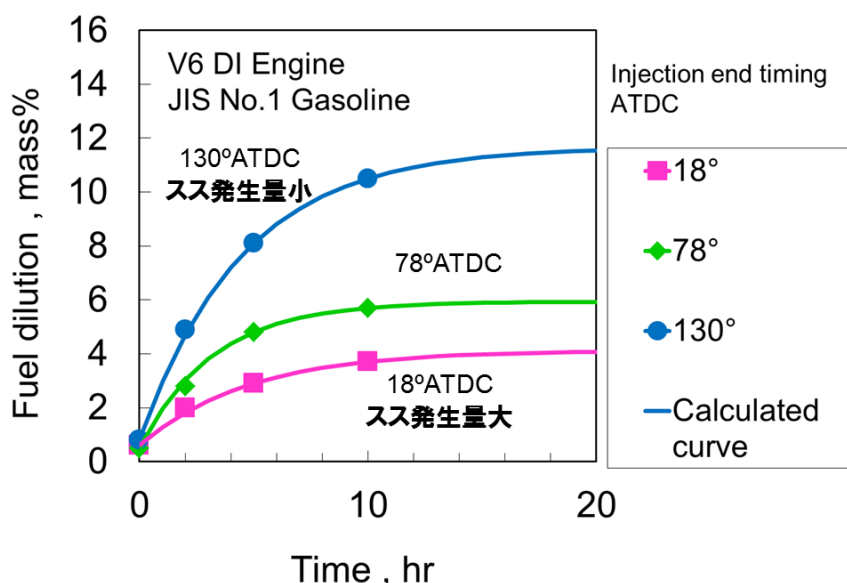


Fig. 2-14 : Calculated curves in another DI engine [5]  
Copyright © SAE International [2002-01-1647]

## 2.4 結言

- (1) 燃料希釈率は、同一エンジンであれば油水温の低下、重質燃料の使用、燃料消費量の増加、噴射時期の遅延化(DIのみ)により増加し、ソーク、油量、A/Fはほとんど影響しないことが明らかになった。
- (2) DI,MPI エンジンとも油水温、ガソリン蒸留性状、燃料噴射時期(DIのみ)が一定ならば、燃料消費量から燃料希釈率を推定でき、モード運転時の希釈率も各条件の平均により推定可能である。
- (3) 燃料希釈率の時間変化を、オイルに溶け込むガソリン量とオイルから揮発するガソリン量を考慮することで数式化することを試み、燃料希釈率の実測値と良く一致することを見出した。

## 2.5 文献

- [1] 杉山雅則, 佐藤充功, 井坂憲司, 斎藤公孝, 今竹信夫, “直噴ガソリンエンジンのガソリンによるオイル希釈低減手法”, 自動車技術会 学術講演会前刷 No.972, 1997年4月, p.173 – 176, JSAE Paper 9732586.
- [2] Keith Owen and Trevor Coley, “Automotive Fuels Reference Book second edition”, SAE, 1990, p. 191

- [3] 藤本 博也, 桑田 一宏, 佐川 琢円, 後藤 隆治, "直噴ガソリンエンジンにおけるオイル希釈の現象解析・第1報—シリンダボア部の希釈—", 自動車技術会 学術講演会前刷集 No.48-99, 1999年5月, p.1 – 4, JSAE Paper 9934014.
- [4] 佐川 琢円, 藤本 博也, 桑田 一宏, "直噴ガソリンエンジンにおけるオイル希釈の現象解析・第2報—オイルパン部の希釈—", 自動車技術会 学術講演会前刷集 No.48-99, 1999年5月, p.5 – 8, JSAE Paper 9934023
- [5] T. Sagawa, H. Fujimoto, K. Nakamura, "Study of Fuel Dilution in Direct-Injection and Multipoint Injection Gasoline Engines", SAE Technical Paper 2002-01-1647, 2002, doi:10.4271/2002-01-1647
- [6] Test Method D3525-93 (1997): Standard Test Method for Gasoline Diluents in Used Gasoline Engine Oils by Gas Chromatography.
- [7] Test Method JPI 5S-24-84 (1984): Testing Method for Gasoline Diluents in Engine Oil, Japan Petroleum Institute



## 第3章 エンジン動弁系カムシャフト摩耗に与える摩耗要因解析

### 3.1 緒言

省燃費性向上のためにはエンジン油の低粘度化や低フリクション化、触媒被毒対策としては、リン、硫黄を含む摩耗防止剤 ZnDTP 使用量の低減、高精製度ベースオイル使用による硫黄分の低減が有効な方策である。このため ILSAC 規格、API 規格のエンジン油では、より低粘度の粘度分類の追加や、リン、硫黄濃度の規定が導入されてきている。しかしながら、この低粘度化や摩耗防止剤低減により、エンジン各摺動部位の摩耗が増大する懸念がある。影響を受ける摺動部位としてはカムシャフト、ピストンリング、軸受などがあり、実用上は低粘度化や摩耗防止剤 ZnDTP 使用量の低減を図りながらも摩耗を防止することが求められる。従来カムシャフト摩耗はタクシーなどアイドル状態が多く、かつ低温下で走行が多い場合に発生するとされてきており、カムシャフト材料の改良や、摩耗防止剤 ZnDTP の添加により摩耗を防止してきたが、カムシャフト摩耗に対する影響要因は十分明らかになっていない。本章では摩耗防止剤の低減で大きく影響を受けるカムシャフト摩耗を取り上げ、カムシャフト摩耗に影響する要因のメカニズム解析を行った。

エンジン油に必要な性能を満足しているエンジン油のみを新車へ充填、および市場でのオイル交換用として販売することが求められており、世界で広く API サービス分類や ILSAC 規格に合致したエンジン油が広く販売されている。この規格油はエンジン油に求められる性能をエンジン試験により評価し、合格したエンジン油のみが市場で規格合格油として販売されている。このエンジン試験法のなかで API SJ,ILSAC GF-2 では Sequence VE 試験法[1]によるエンジン油の耐摩耗性評価が規定されていた。しかしながら、この評価エンジンの供給性の問題から、ILSAC 規格油評価に使用できるエンジン油耐動弁摩耗評価法の開発に着手することとなった。

日本国内で JASO M 328-91[2] として規定されていた、Table 3-1 に示すトヨタ 3A によるモータリング動弁系摩耗試験方法は、動弁系摩耗を再現する JASO 試験法として制定された。この試験条件を Table 3-2 に示す。

Table 3-1 : Toyota 3A engine

Engine	Toyota 3A
Displacement	1452 cm <sup>3</sup>
Number of Cylinders	4
Number of Valve	8
Valve Arrangement	OHC

**Table 3-2 : JASO M 328-91 3A Valve train wear operating conditions**

Engine Speed (rpm)	1000
Enigne Load (Nm)	No Load
Oil Temperature in Oil Pan (°C)	60±2
Test Duration (hr)	200

ASTM Sequence VE 試験法[1]は、API SJ,ILSAC GF-2 で使われていたエンジン油の耐摩耗性とスラッジ防止性能を評価する試験法である。この評価エンジンの供給性の問題から、JASO 試験法をベースに代替することとなったが、JASO M 328-91 はモータリングによる耐摩耗性評価であったため、オイルの劣化による影響を加味した Sequence VE の代替手法としては十分でなかった。

そこで Table 3-3 に示す日産 CA20S エンジンを使った試験法が開発された[3]。その試験条件を Table 3-4 に示す。この試験は2ステージからなっており、ステージ1がアイドル運転、ステージ2が JASO M 328-83[4]の L18 エンジン試験と同じく 1500rpm となっている。このステージ1と2の時間を変更した時のカム摩耗量の傾向を Fig.3-1 に示す。

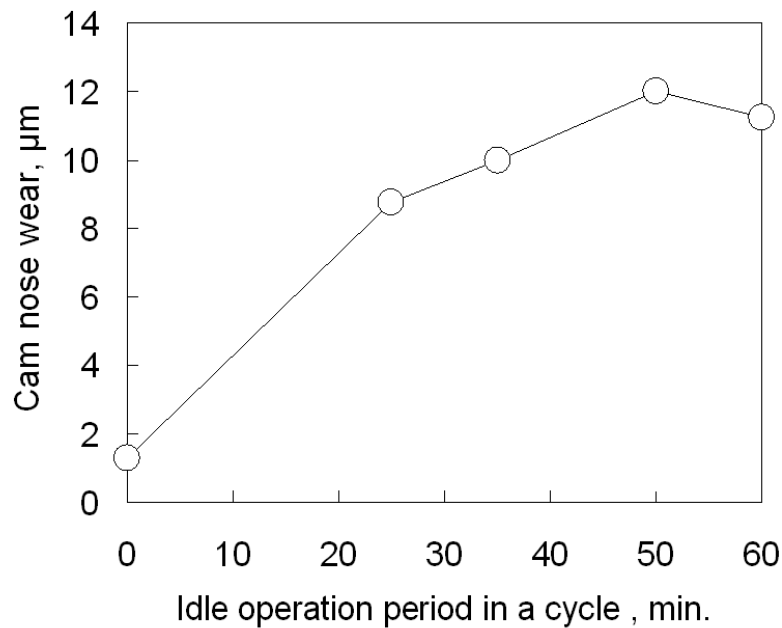
**Table 3-3 : CA20S engine**

Engine	Nissan CA20S
Bore X Stroke	84.5mm X 88mm
Displacement	1973 cm <sup>3</sup>
Number of Cylinders	4
Number of Valve	8
Valve Arrangement	OHC
Fuelling	Carburetor

**Table 3-4 : CA20S valve train wear test operating conditions**

Stage	I	II
Stage Period (min.)	50	10
Engine Speed (rpm)	650±20	1500±20
Oil Temperature In Oil Pan (°C)	50±3	58~63
Water Temperature (°C)	50±3	55±3
Engine Torque (N·m)	No load	No load
Test Duration (hr)	100	

境界潤滑となるアイドル運転はカム摩耗には厳しいと想定される。しかしながら、50分のアイドルと10分の1500rpmを組み合わせることで、カム摩耗が増加した。これは1500rpmではアイドル運転よりも排気中に含まれるNOx濃度が高いため[3]と考えられる。この結果から、CA20Sではカム摩耗量が最大となるアイドル50分、1500rpm 10分のサイクリック運転を動弁系摩耗試験条件とした。



**Fig.3-1 : Effect of idle operation on cam wear [3]**

Copyright © SAE International [940794]

このCA20Sエンジンによる動弁系摩耗試験方法を基に、ILSAC GF-3,API SLでの使用を考慮し、グローバル供給性の観点から日産KA24EエンジンをベースにJASO M 328-95[5]としてJASO規格化を実施した。

本章では、ASTM試験化する課題となっていた試験の再現性を向上させるため、これまで十分に明らかになっていなかったエンジン負荷、試験環境、燃料等に関するカム摩耗の要因解析を行った。

## 3.2 実験方法

### 3.2.1 試験エンジン

KA24E エンジンの詳細を Table 3-5 に示す。1気筒当たり2つのインテークバルブと1つの排気バルブを持つ。エンジンはコンピューターコントロール制御となっている。水温センサーに 300 Ω の抵抗を取り付け、低水温条件下でも一定の A/F 比を保つように改造をおこなった。

Table 3-5 : Test engine details

Engine	Nissan KA24E
Bore X Stroke	89mm X 96mm
Displacement	2389 cm <sup>3</sup>
Number of Cylinders	4
Number of Valve	12
Compression Ratio	8.6
Compression pressure	1.32 MPa at 300rpm
Maximum Output	103kW at 5600rpm
Maximum Torque	198 N·m at 4400rpm
Valve Arrangement	OHC
Fuelling	Multi Point Injection
Oil Pan Capacity	3.5L

### 3.2.2 供試油

試験に使用したオイルを Table 3-6, Table 3-7 に示す。これらは JASO ,ASTM で規定されている標準油である。

**Table 3-6 : JASO reference oils**

Oil Code	Content
GV-1	JASO M 328-95 Good Oil
GV-2	JASO M 328-95 Borderline Oil JASO M 328-83 Good Oil (F-1)
GV-3	JASO M 328-95 Bad Oil JASO M 328-83 Bad Oil (F-2)

**Table 3-7 : ASTM and CEC reference oils**

Oil Code	Content
ASTM 925	ASTM Seq. VE Good Wear
ASTM 1002	ASTM Seq. VE Borderline Wear
ASTM 915	ASTM Seq. VE Poor Wear
ASTM 200	ASTM Seq. IIIE Poor Wear
RL-138	CEC TU-3 Good Wear
RL-142	CEC TU-3 Poor Wear

**Table 3-8 : Properties of JASO reference oils**

CODE	GV-1	GV-2	GV-3
API Grade Level	SG	SE	SD
SAE Viscosity	5W-30	10W-30	10W-30
Kinematic viscosity (mm <sup>2</sup> /s)			
40°C	54.04	59.41	57.18
100°C	9.821	10.60	10.65
Viscosity Index	170	170	179
TBN (mgKOH/g) ASTM D 664	7.83	6.50	2.47
TBN (mgKOH/g) ASTM D 2864	9.57	8.24	3.63
TAN (mgKOH/g) ASTM D 664	2.82	2.20	1.84
Seq. VE Average cam wear, μm	48.4	-	-
Seq. VE Maximum cam wear, μm	83.6	-	-

### 3.2.3 カムシャフトとロッカーアーム

カムシャフトは鋳鉄製で、カムの頂部はチル化により硬度を高めている。硬さを Fig.3-2 に示す。カムシャフトの組成を Table 3-9 に示す。ロッカーアームは焼結クロム合金をロウ付けしたものである。これにより耐摩耗を向上させている。組成を Table 3-10 に示す。バルブとロッカーアームのクリアランスは、ロッカーアームの内部に組み込まれている HLA (Hydraulic Lash Adjuster) により一定となっている。

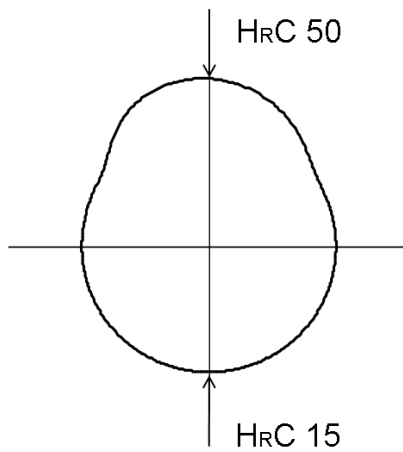


Fig. 3-2 : Camshaft hardness (Typical) [7]  
 Copyright © SAE International [2000-01-1820]

**Table 3-9 : Camshaft chemical composition (Typical)**

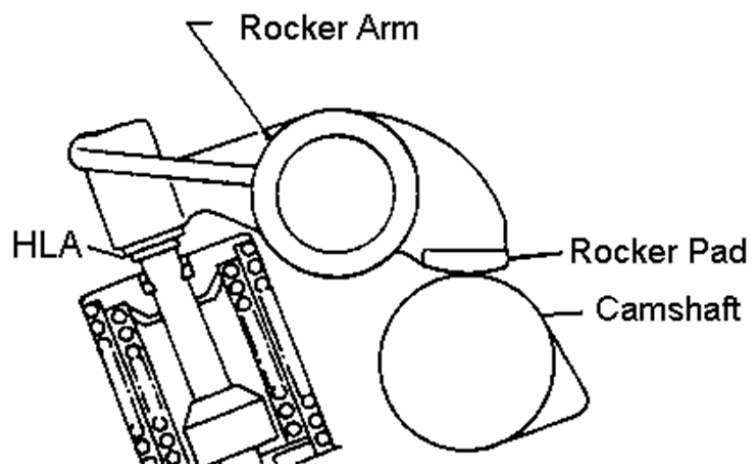
Elements	Content (mass%)
C	3.5
Si	2.1
Mn	0.77
P	0.20
S	0.03
Cr	0.62
Fe	Remainder

**Table 3-10 : Rocker arm pad chemical composition (Typical)**

Elements	Content (mass%)
C	3.0
Cr	16
Mo	3.5
Fe	Remainder

**Table 3-11 : Other characteristics about camshaft and rocker arm pad (Typical)**

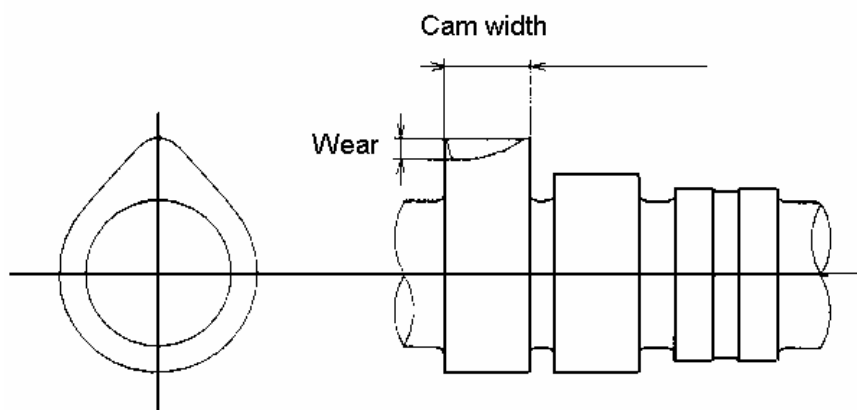
Elements	Camshaft	Rocker arm pad
Hardness (H <sub>RC</sub> )	See Fig. 3-2	60
Roughness (μm)	0.4 Ra	0.4 Ra



**Fig. 3-3 : Camshaft and rocker pad [7]**  
Copyright © SAE International [2000-01-1820]

### 3.2.4 カム摩耗測定

耐摩耗性を評価するため、カム頂部の摩耗を計測する。カム頂部とは、バルブのリフト量が最大となる点である。摩耗は初期のカム表面から、摩耗により減少したカム頂部の最大深さを計測する。



**Fig. 3-4 : Cam nose wear [7]**  
Copyright © SAE International [2000-01-1820]

### 3.3 実験結果と考察

#### 3.3.1 当初の試験条件

初期の KA24E 動弁摩耗試験法の試験条件を Table 3-12 に示す. この試験条件は CA20S 動弁摩耗試験法[3]に基いている. ステージ1の回転数に変更となっているが, これは KA24E のアイドル回転数が 800rpm となっているためである. エンジン出力を規定するためにエンジン負荷と排気圧力の条件が設定されている.

Table 3-12 : KA24E In-house operating conditions

Stage	I	II
Stage Period (min.)	50	10
Engine Speed (rpm)	800±20	1500±20
Oil Temperature In Oil Pan (°C)	50±3	58~63
Water Temperature(°C)	50±3	55±3
Engine Torque (N·m)	Max. 20	Max. 20
Exhaust Pressure (kPa)	Max. 1	-
Test Duration (hr)	100	
Fuel	JIS No.2 Gasoline	

#### 3.3.2 油膜厚さ

動弁摩耗試験条件におけるカムローブとロッカーパッド間の油膜厚さの計算をおこなった. 計算による油膜厚さを Fig.3-5 に示す. 通常の油膜厚さは Pan & Hamrock の式[8]によって求められる. 油膜厚さ計算には JASO GV-1 の性状を使用した.

$$H_c = h_c / R = 2.922 W^{-0.166} U^{0.692} G^{0.470} \quad \text{式(3-1)}$$

$H_c$  : dimensionless nominal film thickness,  $h_c/R$

$h_c$  : nominal film thickness, m

$R$  : effective radius in x-direction ,m

$W$  : dimensionless load parameter,  $w/E'R$

$U$  : dimensionless speed parameter,  $\eta u/E'R$

$G$  : dimensionless materials parameter,  $\alpha E'$

$w$  : load per unit width, N/m

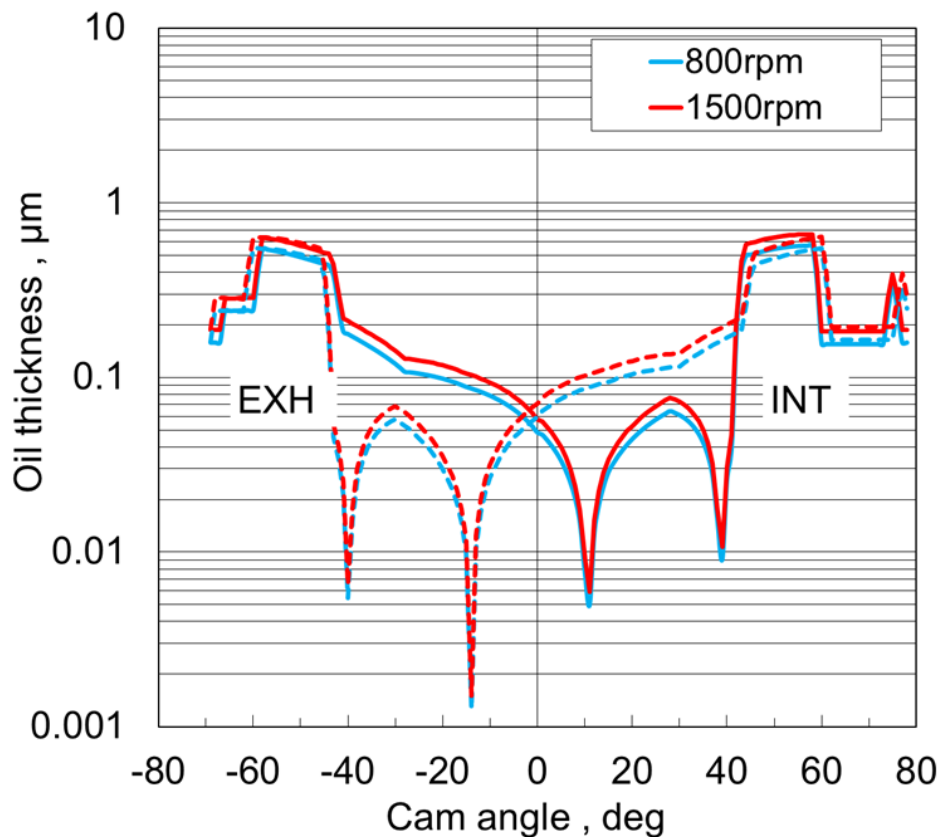
$E'$  : effective elastic modulus, Pa

$\eta$  : absolute viscosity at gage pressure, Ns/m<sup>2</sup>

$u$  : mean surface velocity in direction of motion, m/s

$\alpha$  : pressure-viscosity coefficient, m<sup>2</sup>/N

粘度圧力係数とゲージ圧での絶対粘度は So & Klaus の式[9]で求め、カムローブとロッカーパッドが方当たり無く接触しているという前提で油膜厚さを計算した結果を Fig. 3-5 に示す。カムローブの粗さは 0.4 $\mu$ m Ra, ロッカーパッドの粗さも 0.4 $\mu$ m Ra とした。この計算により、動弁摩耗試験の試験条件における油膜厚さは、KA24E のカムローブとロッカーパッドの合成粗さよりも薄くなっており、十分に境界潤滑条件であることがわかった。エキゾースト側のカムローブとロッカーパッド間の最小油膜厚さはカムの頂点であるカムノーズより約 -14° であり、一方、インテーク側のカムローブとロッカーパッド間の最小油膜厚さはカムの頂点であるカムノーズより約 +10° であった。



**Fig. 3-5 : Oil film thickness [7]**  
Copyright © SAE International [2000-01-1820]

オイルの粘度違いによる油膜厚さへの影響を調査するため、JASO GV-1, ASTM 925 ,RL138 による油膜厚さを計算した結果を Fig. 3-6 に示す。計算に使用したオイルの粘度を Table 3-13 に示す。高粘度の RL138 においても最小油膜厚さを示すカム角度に変化は見られない。また、実用的に上限の高粘度である RL138 でも十分油膜厚さは薄く、境界潤滑状態になっていると推定できる。

Table 3-13 : Viscosity of Reference oils

CODE	GV-1	ASTM925	RL138
Viscosity Grade	5W-30	5W-30	15W-40
Kinematic viscosity (mm <sup>2</sup> /s)			
40°C	54.04	74.91	93.31
100°C	9.821	11.76	14.4

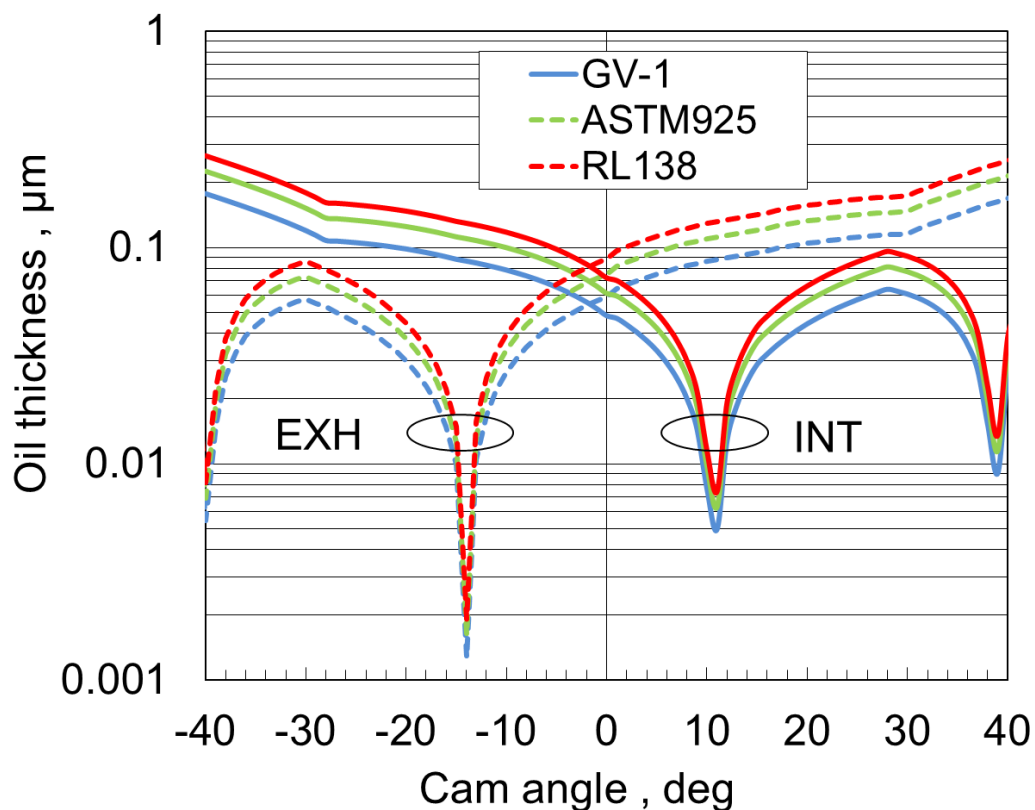


Figure 10 - Effect of viscosity on oil thickness

Fig. 3-6 : Effect of viscosity on oil film thickness [7]  
Copyright © SAE International [2000-01-1820]

### 3.3.3 初期試験法による試験結果

初期の KA24E 動弁摩耗試験法による JASO REO の試験結果を Fig.3-7 に示す。この試験法では JASO REO の耐摩耗性能の違いを評価可能である。Fig.3-8 に ASTM REO の試験結果, Fig.3-9 に CEC REO の結果を示す。この結果はバラツキが大きい、平均値で見ると、ASTM REO の耐摩耗性を評価できている。ASTM REO における Sequence VE と KA24E との関係を図.3-10 に示す。相関性は認められるもの、ASTM 試験法としては更なる精度向上が求められる。このため、試験精度向上に関する検討をおこなった。

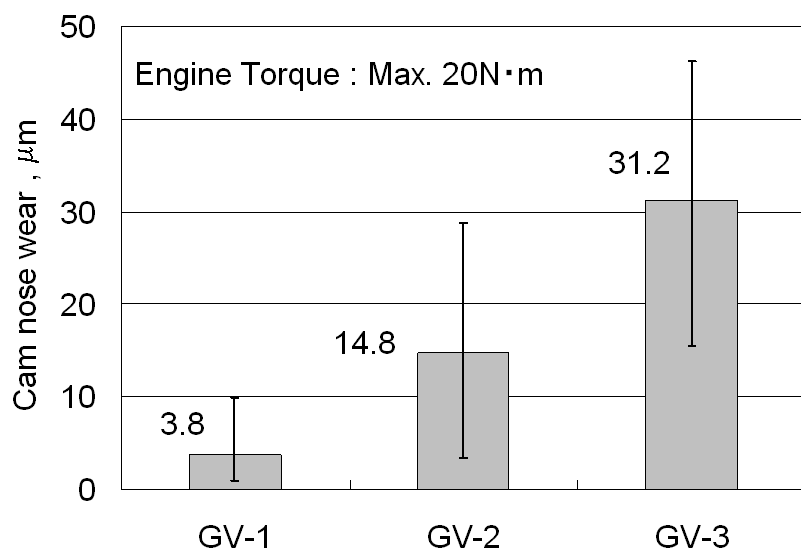


Fig. 3-7 : Cam wear in in-house operating conditions [5]  
Copyright © SAE International [2000-01-1820]

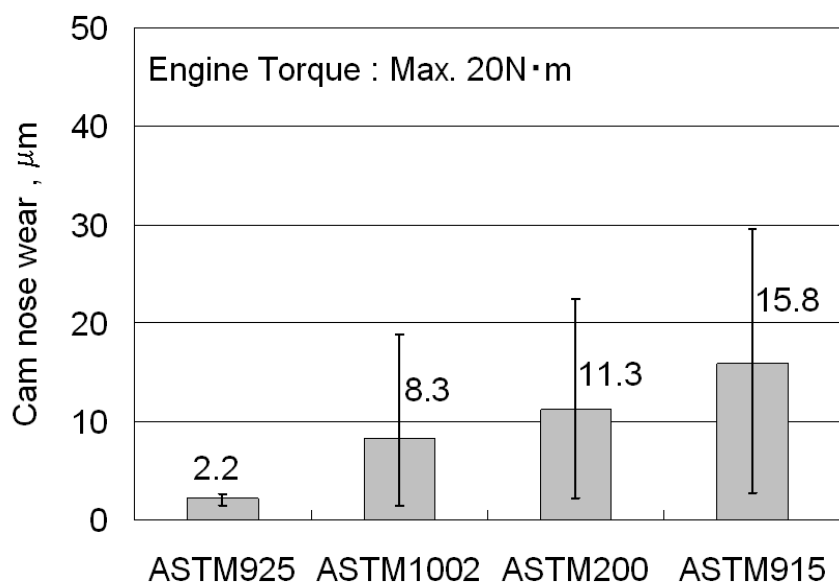
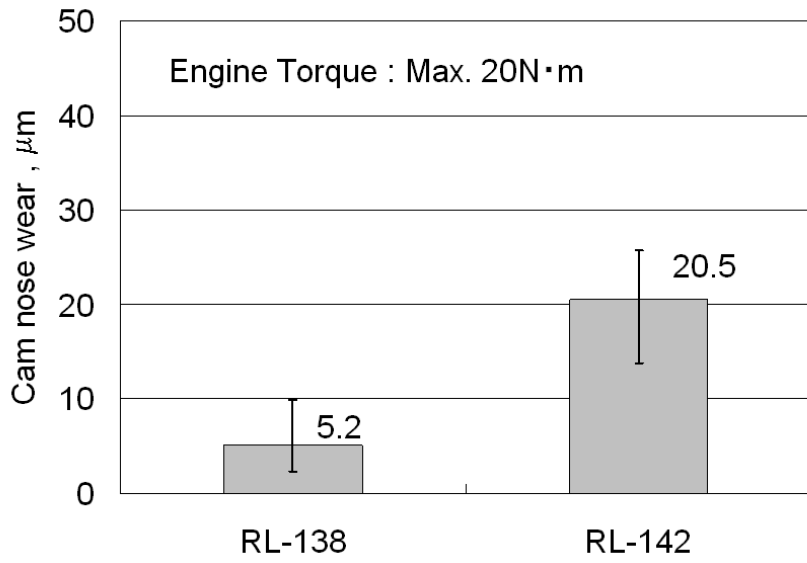
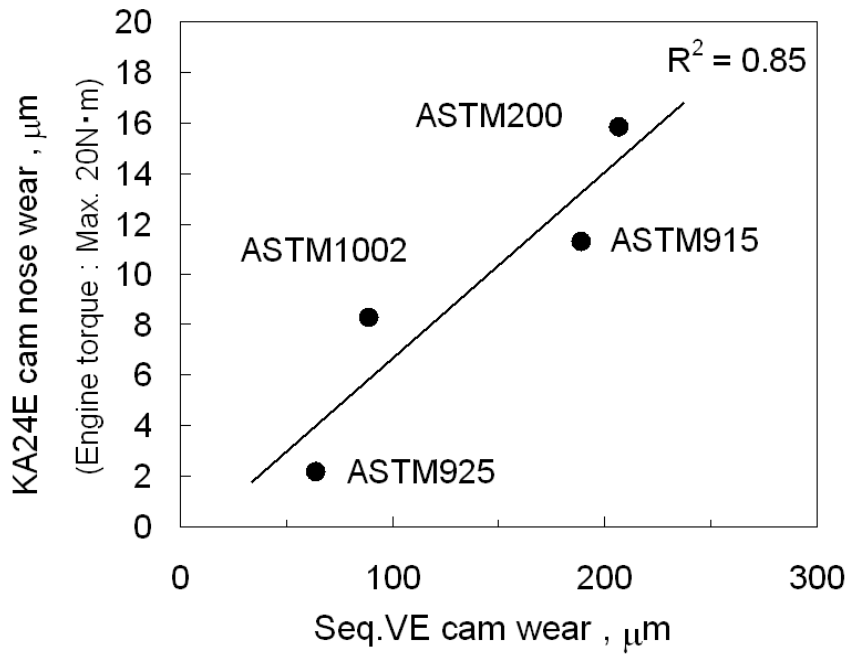


Fig. 3-8 : Cam wear in in-house operating conditions [5]  
Copyright © SAE International [2000-01-1820]



**Fig. 3-9 : Cam wear in in-house operating conditions [5]**  
 Copyright © SAE International [2000-01-1820]



**Fig. 3-10 : Relationship between KA24E and Seq.VE [5]**  
 Copyright © SAE International [2000-01-1820]

### 3.3.4 カム摩耗におけるエンジントルクの影響

カム摩耗に影響する要因としては Table 3-14 に示す要因が想定できる。この要因の影響の調査をおこなった。まずは NOx に影響するエンジントルクの影響を見た。

Table 3-14 : Wear factors

分類	要因
試験条件	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 回転数</li> <li>• 油温</li> <li>• 水温</li> <li>• トルク</li> <li>• 排気圧力</li> </ul>
試験法	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 吸入空気湿度</li> <li>• 吸入空気温度</li> <li>• 試験雰囲気</li> <li>• すり合わせ</li> </ul>
試験部品	<ul style="list-style-type: none"> <li>• カムシャフト</li> <li>• ロッカーパッド</li> </ul>
報告	<ul style="list-style-type: none"> <li>• 摩耗計測</li> </ul>

Fig.3-11 にエンジントルクがカムノーズ摩耗に与える影響を示す。この試験は、ステージ I, IIとも同一のトルクで試験を実施した。その他試験条件を Table 3-12 に示す。JASO GV-2, GV-3 オイルで試験したところ、エンジントルクが大きくなるにしたがってカム摩耗が増加した。トルクが摩耗に影響することから、エンジントルクは 20 N・m に限定することで、精度が向上することがあきらかになった。20 N・m 以上にすることで、試験のシビアリティは上がるが、市場での使われ方から外れてしまう。

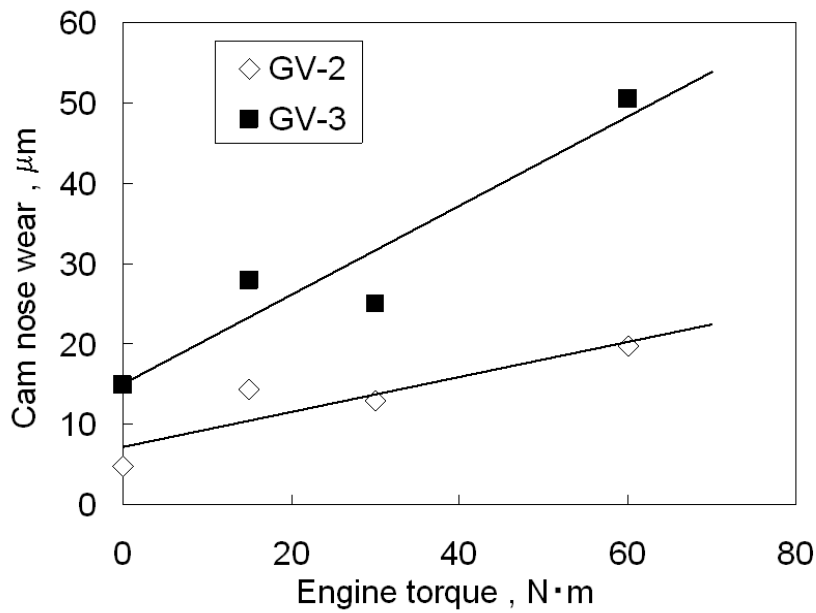
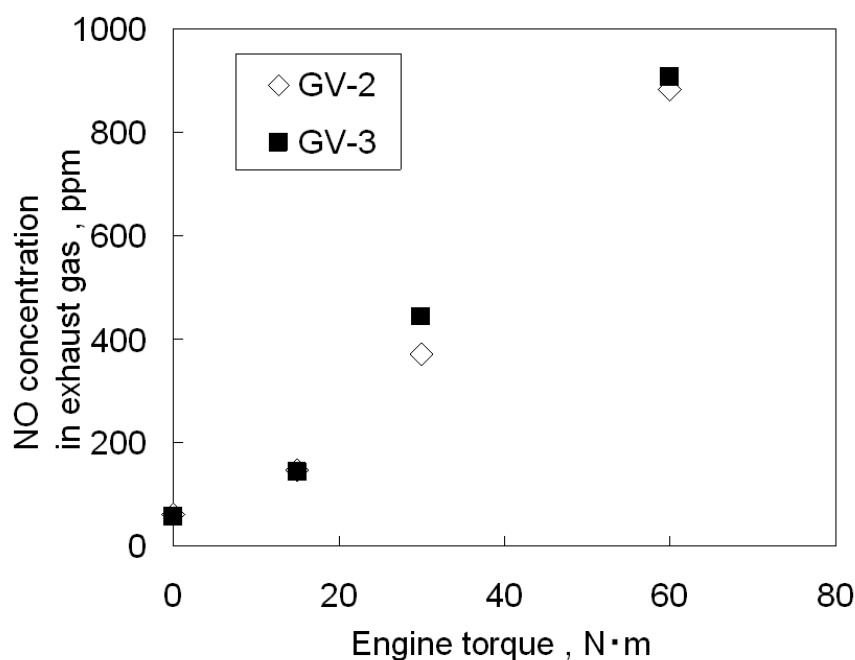


Fig. 3-11 : Effect of engine torque on cam nose wear [7]  
 Copyright © SAE International [2000-01-1820]

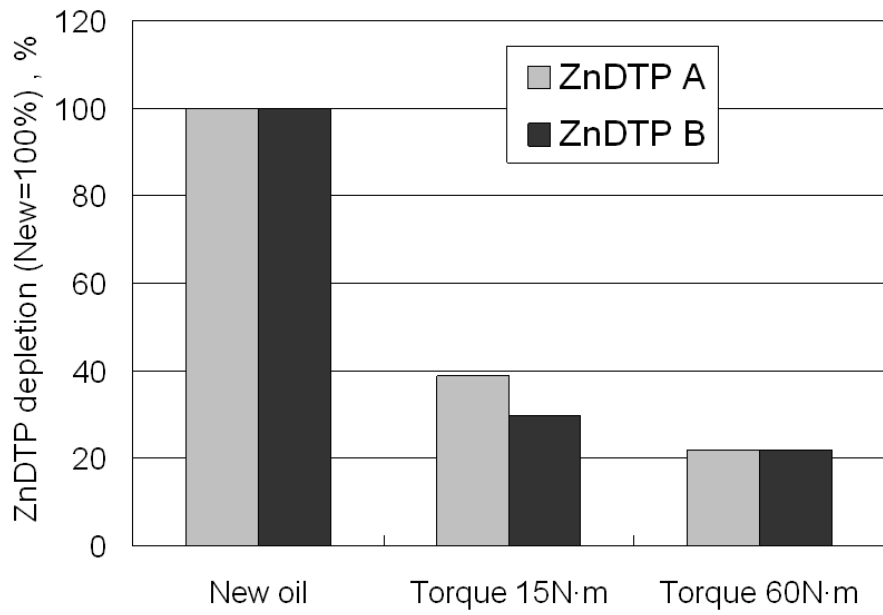
### 3.3.5 NOx のカム摩耗に与える影響

次に、エンジントルクによる摩耗要因について調査をおこなった。SAE940794[3]では NOx がカム摩耗に影響すると報告されており、特にクランクケース中の NOx イオンが影響しているとされている。ここでは、排気中の NO 濃度を測定した。その結果を Fig.3-12 に示す。エンジントルクが増加すると排気ガス中の NO 濃度も増加する。増加した NOx ガスはクランクケースでオイルに混ざる。カム摩耗に対するオイル中 NOx の影響を調査するため、耐摩耗添加剤 ZnDTP の消耗を調査した。ZnDTP はエンジン油に使用される一般的な耐摩耗添加剤で、耐摩耗メカニズムと ZnDTP の分解[10]との関係については多くの研究者によって研究されてきたが、そのメカニズムは非常に複雑である。ZnDTP の劣化を分析するために、<sup>31</sup>P-NMR が用いられた。<sup>31</sup>P-NMR によりどれくらい ZnDTP が劣化したかを把握することで、NOx の影響を調査した。

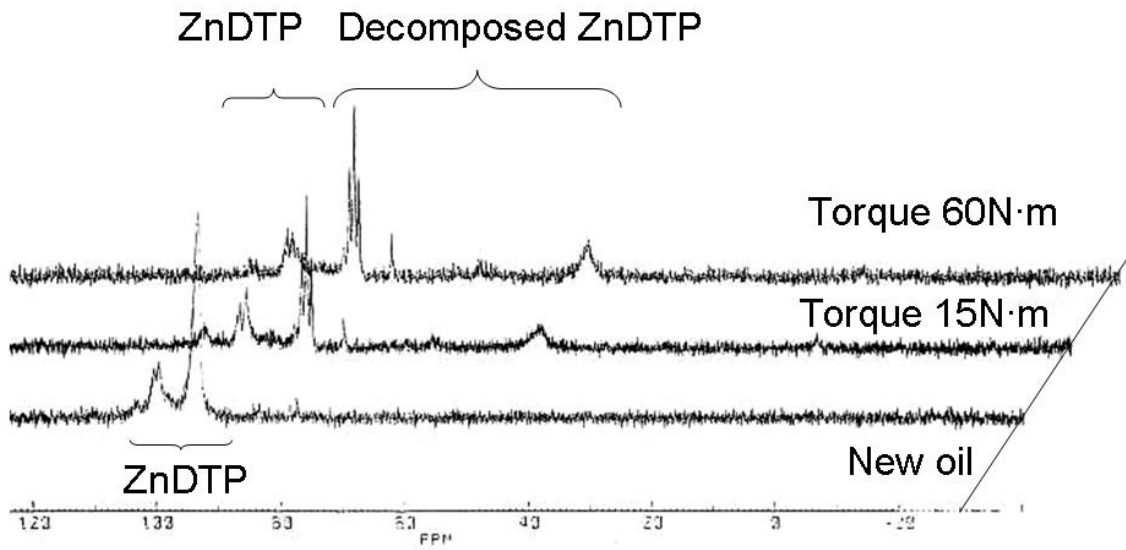


**Fig. 3-12 : Effect of engine torque on NO gas [6]**  
 Copyright © SAE International [2000-01-1820]

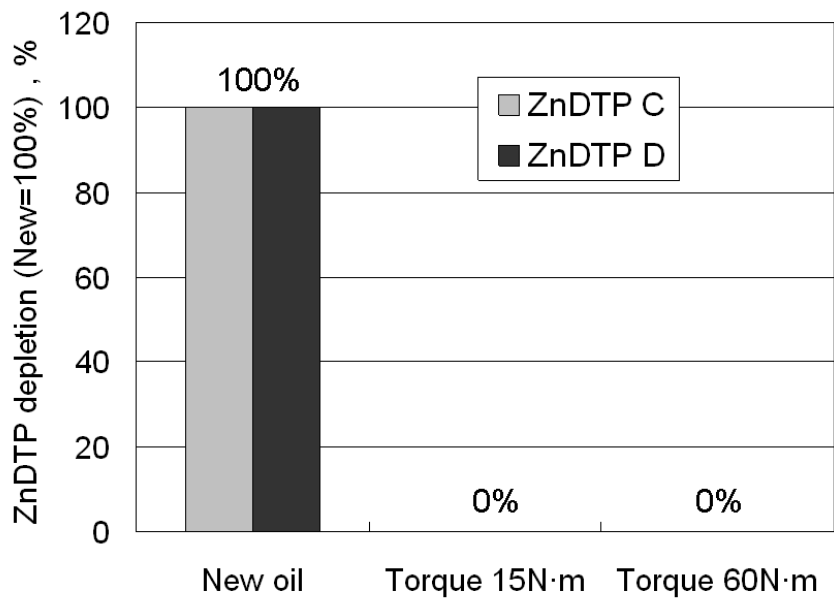
Fig.3-13 はエンジントルク条件違いでの GV-2 REO における ZnDTP 量を示す。エンジントルクを増加した場合、排気ガス中の NO 濃度は増加し、ZnDTP が分解している。このことから、NOx がエンジン油中入ること、カム摩耗が増加することを裏付けている。Fig.3-14 はそのときの  $^{31}\text{P}$ -NMR による分析結果である。100ppm 付近にある ZnDTP のピークが、エンジントルク条件違いで減少し、低磁場側に ZnDTP 分解生成物のピークが増加していることがわかる。Fig.3-14 と Fig.3-15 は GV-3 REO による結果を示し、同様にエンジントルクを増加した場合、ZnDTP が分解している。このことから、エンジントルクを増加すると、排気ガス中の NO 濃度が増加し、NOx がエンジン油中入ること、カム摩耗が増加することを裏付けている。



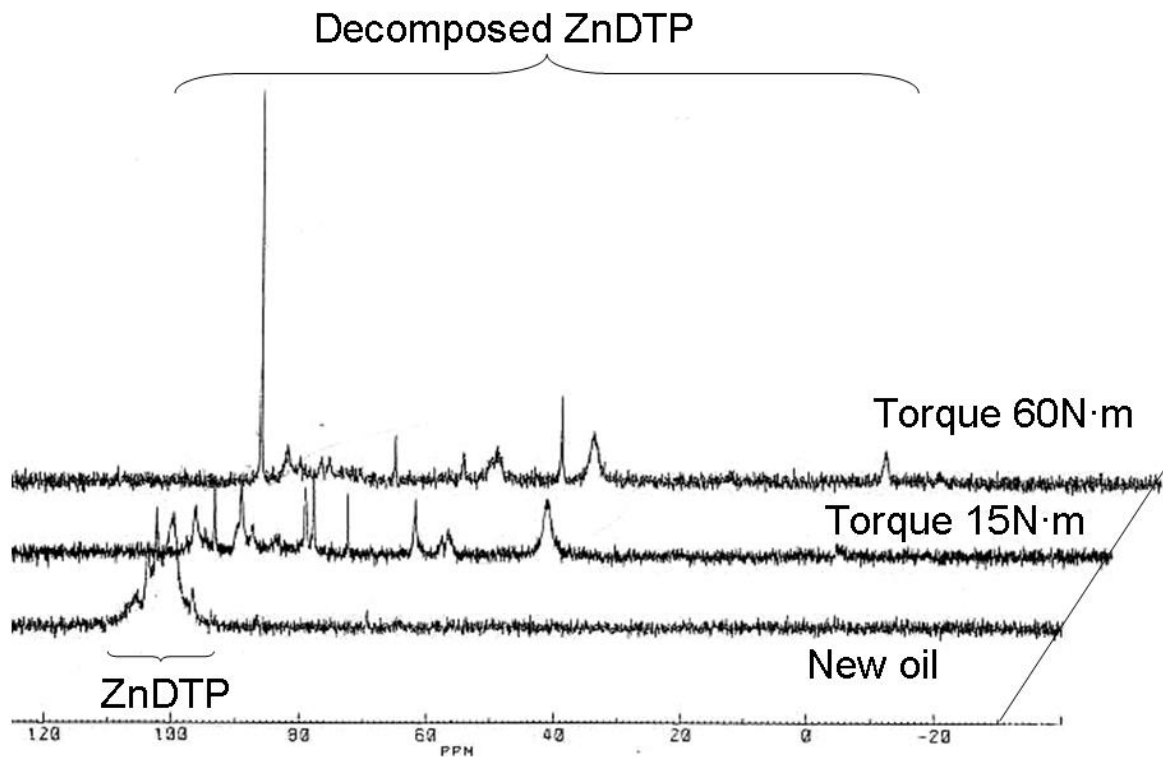
**Fig. 3-13 : ZnDTP depletion (GV-2) [7]**  
 Copyright © SAE International [2000-01-1820]



**Fig. 3-14 : ZnDTP depletion (GV-2) with <sup>31</sup>P-NMR [7]**  
 Copyright © SAE International [2000-01-1820]



**Fig. 3-15 : ZnDTP depletion (GV-3) [7]**  
 Copyright © SAE International [2000-01-1820]



**Fig. 3-16 : ZnDTP depletion (GV-3) in 31P-NMR [7]**  
 Copyright © SAE International [2000-01-1820]

### 3.3.6 エンジントルクの修正

これまでの検討結果から Table 3-15 に示すようにエンジントルク規定の変更をおこなった。カム摩耗量の精度を向上させるため、エンジントルク規定を最大 20N・m から  $15\pm 2$ N・m へ変更した。この変更による結果を Fig.3-17 に示す。この変更により精度向上が図られ、JASO M 328-95 動弁系摩耗試験方法として規格化をおこなった。

**Table 3-15 : JASO M 328-95 operating conditions**

Stage	I	II
Stage Period(min.)	50	10
Engine Speed(rpm)	$800\pm 20$	$1500\pm 20$
Oil Temperature in Oil Pan(°C)	$50\pm 3$	58~63
Water Temperature (°C)	$50\pm 3$	$55\pm 3$
Engine Torque (N·m)	$15\pm 2$	$15\pm 2$
Exhaust Pressure(kPa)	Max. 1	-
Test Duration (hr)	100	
Fuel	JIS No.2 Gasoline	

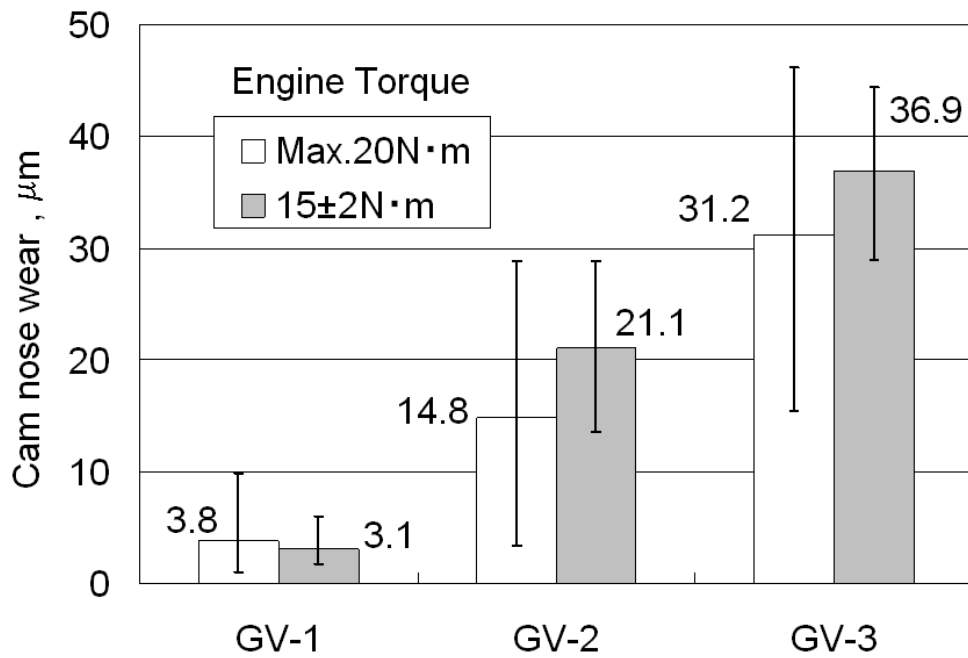
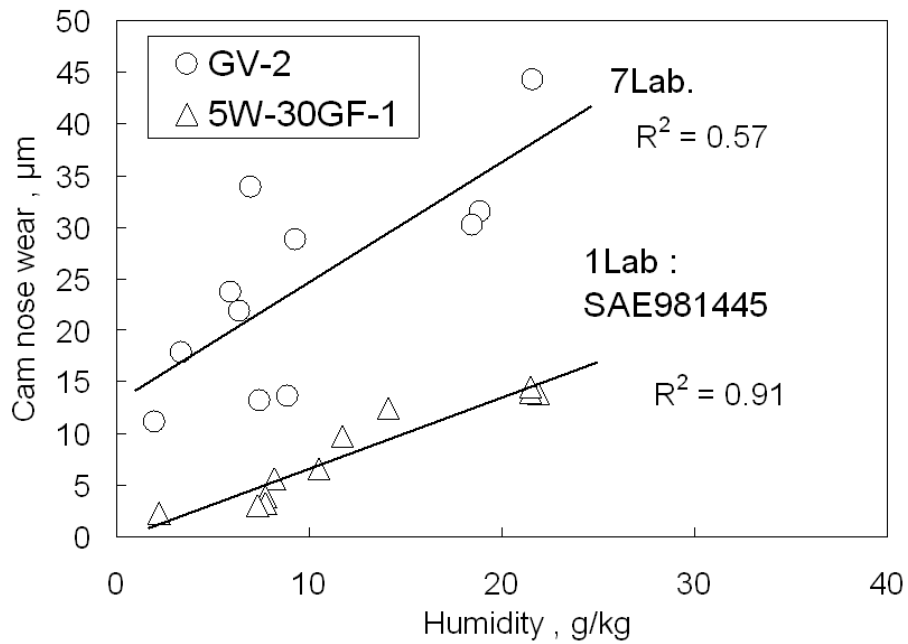


Fig. 3-17 : Cam wear in JASO M 328-95 operating conditions [5]  
Copyright © SAE International [2000-01-1820]

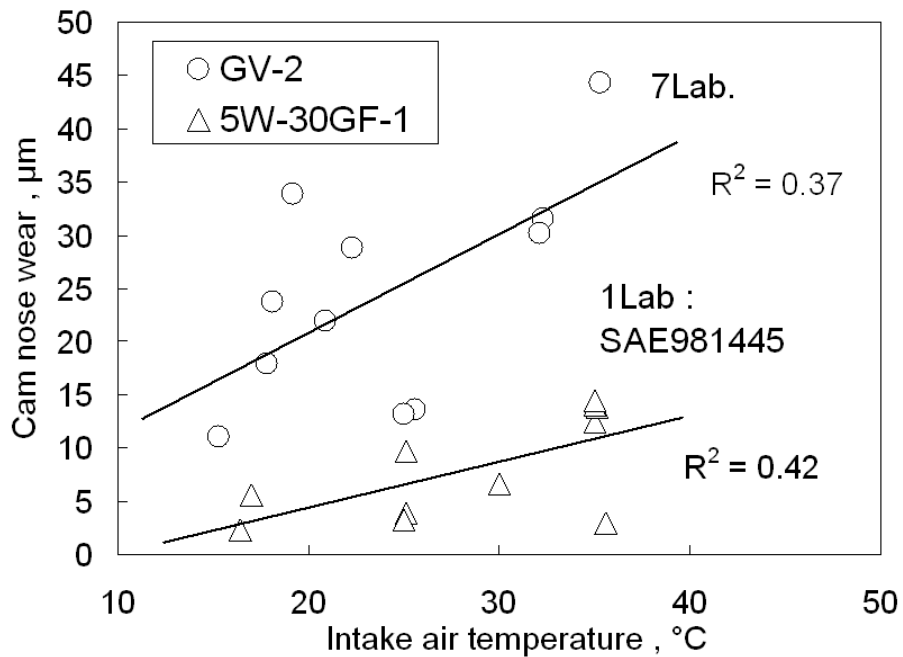
### 3.3.7 カム摩耗における湿度の影響

JASO 規格化の後、吸気湿度の影響が調査された。同一試験場所の結果[11]と、7箇所試験場所における同一オイルでの結果の検証をおこなった。

吸入空気湿度の影響を Fig.3-18 に、吸入空気温度の影響を Fig.3-19 に示す。その結果、吸入空気温度よりも、吸入空気湿度はカム摩耗に影響することが明らかになった。



**Fig. 3-18 : Effect of humidity [7]**  
 Copyright © SAE International [2000-01-1820]



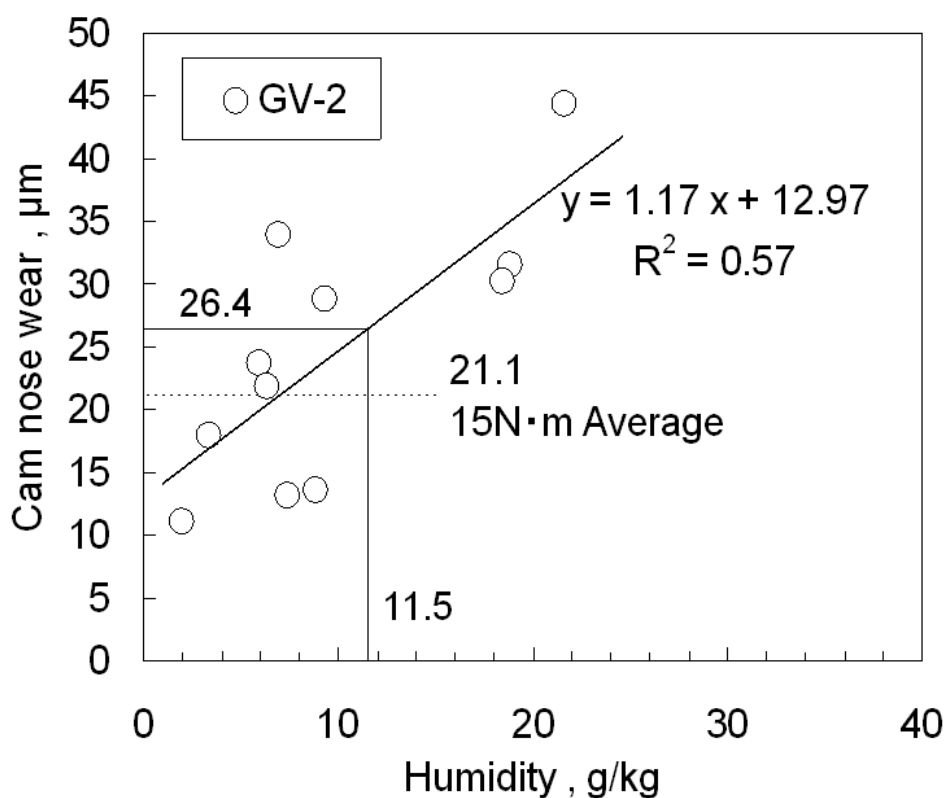
**Fig. 3-19 : Effect of intake air temperature [7]**  
 Copyright © SAE International [2000-01-1820]

吸気温度と湿度は SequenceVE で規定されているが, JASO M 328-95 動弁系摩耗試験方法[5]では規定されていない。(Table 3-16 参照) この試験法に湿度規定を導入することで, 精度を向上できる. Fig.3-20 は平均 21.1µm の JASO GV-2 オイルでの結果を示す.

湿度規定は JASO M 328-95 で規定されている摩耗量のシビアリティを変更しないことを考慮する必要があり、また ASTM 試験である Sequence VE では湿度コントロールされた吸入空気を使っているため、その装置をそのまま使える方が望ましい。この湿度条件における JASO GV-2 REO のカム摩耗量を推定すると 26.4 $\mu$ m となる。この計算結果から Seq.VE の吸入空気湿度と温度規定を導入することで、JASO M 328-95 で確立したシビアリティを変更せずに精度向上を図れる可能性があることが判明した。

**Table 3-16 : Comparison between Sequence VE and JASO M 328-95**

	Sequence VE	JASO M 328-95
Intake air Temperature	32°C	Not specified
Intake air Humidity	11.5g/kg	Not specified



**Fig. 3-20 : Estimation of severity [7]**  
Copyright © SAE International [2000-01-1820]

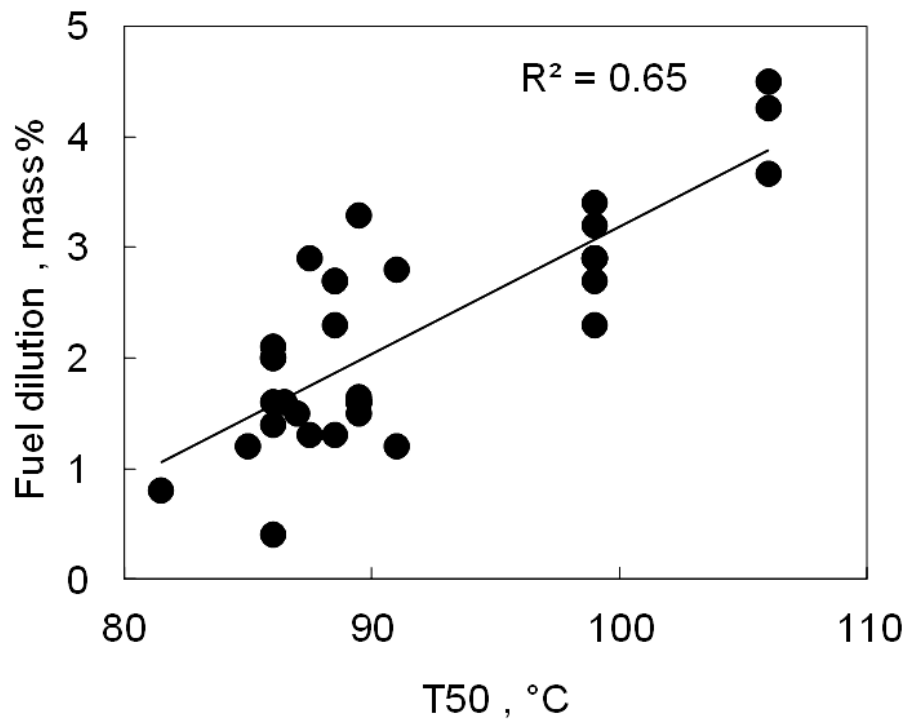
### 3.3.8 燃料の影響

動弁系摩耗における燃料性状の影響について調査をおこなった。より高分子量の化合物割合が高いガソリンを使用した場合、クランクケース中のオイルの燃料希釈が増加する。ASTM エンジン試験ではこのような高分子量の化合物割合が高い重質ガソリンガソリンが使用されている。このような重質ガソリンを使った低油水温条件でのエンジン試験では、使用油の粘度は燃料希釈で低下し、カム摩耗量が増加する可能性がある。JASO M 328-95 では軽質な JIS 2 号無鉛ガソリンが使われている。一方、Sequence VE では Phillips “J”有鉛ガソリンが使われていた。API SL/ILSAC GF-3 ASTM エンジン試験に使用するガソリンを Howell EEE 無鉛ガソリンに変更することとなり、KA24E エンジン試験への影響を検討した。

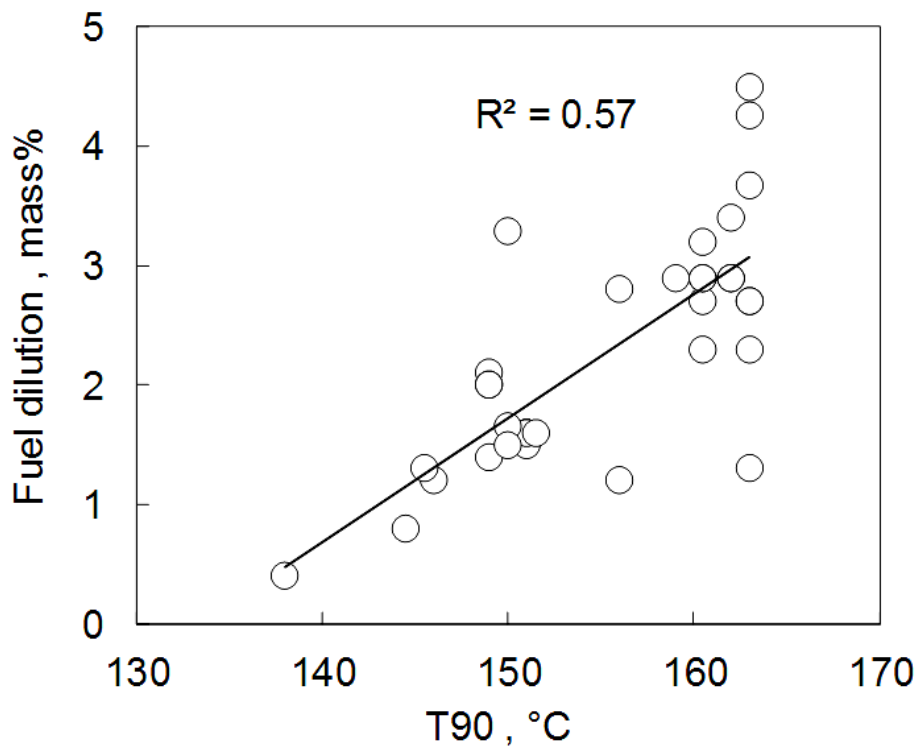
JIS 2 号ガソリン、Phillips “J”ガソリン、“EEE”ガソリンの性状を Table 3-17 に示す。Fig.3-21 と Fig.3-22 で使用された JIS 2 号ガソリンは日本の市販ガソリンであり、Table 3-17 中の最小、最大のデータ範囲内である。JIS 2 号ガソリンは Phillips “J”ガソリン、“EEE”ガソリンの T50 が 105°C を超えるのに対し、低くなっている。T90 でも JIS 2 号ガソリンでの上限値レベルが、Phillips “J”ガソリンの 160°C を超えるレベルである。燃料の蒸留性状はクランクケース中の燃料希釈率に影響するので、この影響を KA24E エンジン試験により確認を行った。

Table 3-17 : Properties of fuels

		JIS No.2 Gasoline		Phillips J	Howell EEE
		MIN.	MAX.	Typical	Mean
Density (g/cm <sup>3</sup> )		0.7184	0.7431	-	0.7426
Distillation (°C)	IBP	27.5	35.0	-	31.7
	10%	44.5	55.0	55.5	54.4
	50%	81.5	99.0	106	106.4
	90%	144.5	164.5	163	158.6
	EP	173.0	209.0	219	194.7
Sulfur(%)		0.001	0.017	0.0078	0.0012
RVP(kPa)		57	76	48.6	62.4
Aromatics(vol%)		21.4	35.5	42.9	30
Olefins(vol%)		5.8	23.2	15.1	0.8
Saturates(vol%)		51.4	62.2	42	69.2



**Fig. 3-21 : Effect of fuel property (T50) [7]**  
 Copyright © SAE International [2000-01-1820]



**Fig. 3-22 : Effect of fuel property (T90) [7]**  
 Copyright © SAE International [2000-01-1820]

Fig.3-21 と Fig.3-22 は JASO M 328-95 試験条件での燃料希釈率を示す。T50,T90 が高くなると、燃料希釈

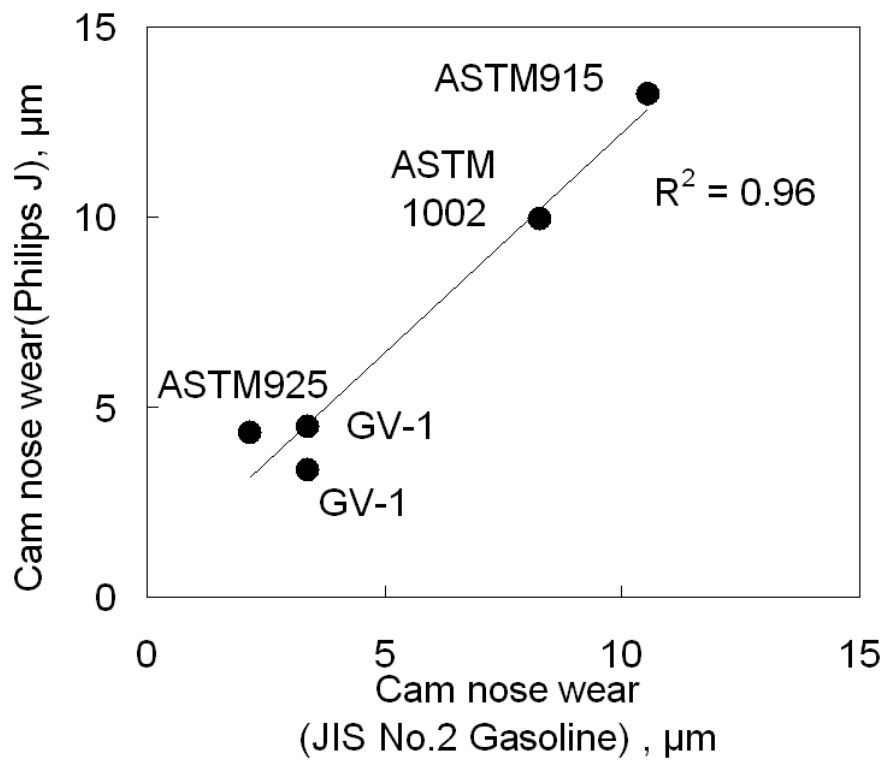
率が増加する傾向が得られた。これらの試験は16種類の燃料と10箇所の試験場所でおこなわれた。これらの試験はさまざまなオイルを使った評価であるが、燃料希釈率には影響しない。燃料希釈率は JPI 5S-24-84 法により測定された。

低温条件での燃料希釈率が調査[12],[13]されているが、この結果からすると、燃料希釈はおおよそ 10 時間の運転により一定となる。燃料希釈率が増加し、クランクケース中のオイルが低粘度化したら、カム摩耗が増加することが想定される。そこで、JASO M 328-95 試験法で重質ガソリンである Phillips “J” ガソリンを使って摩耗試験を実施した。

Table 3-18 に示すような JIS 2 号ガソリンよりも燃料希釈率の多い、Phillips “J”ガソリンを使用して JASO M 328-95 試験を実施した。Phillips “J”ガソリンを使用した場合のカム摩耗量は、Fig.3-23 に示すように JIS 2 号ガソリンを使用した場合とでは大きな違いは見られなかった。この結果から、重質ガソリンはカム摩耗に対して大きな影響を与えず、ASTM 規定のガソリンを使用しても JASO M 328-95 とほぼ同じシビアリティになることが想定できる。

**Table 3-18 : Fuel dilution after 100hr test**

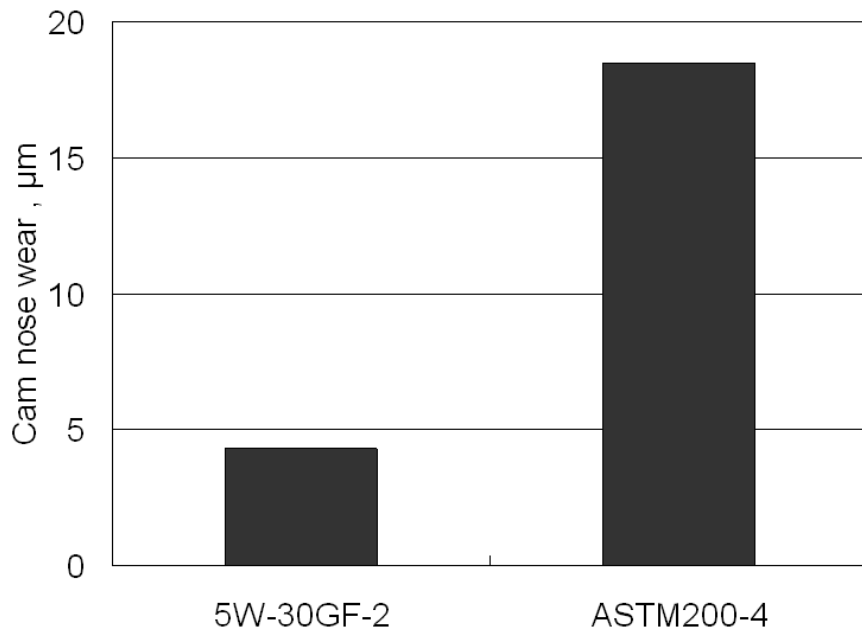
Fuel	Fuel dilution after 100hr test (mass%)		
	Min.	Max.	Average
JIS No.2 Gasoline	0.4	3.4	2.0
Phillips J	3.7	4.5	4.1



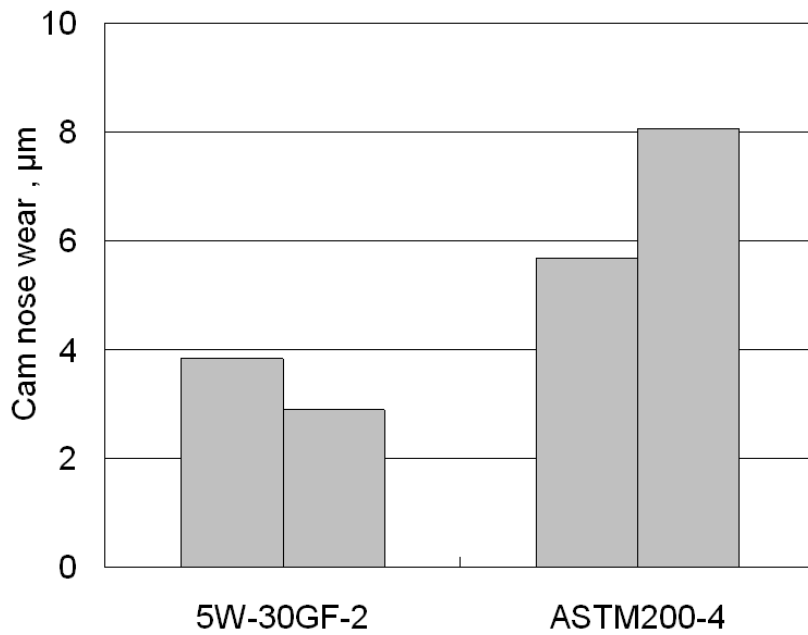
**Fig. 3-23 : Effect of fuel property [7]**  
 Copyright © SAE International [2000-01-1820]

### 3.3.9 実車試験結果

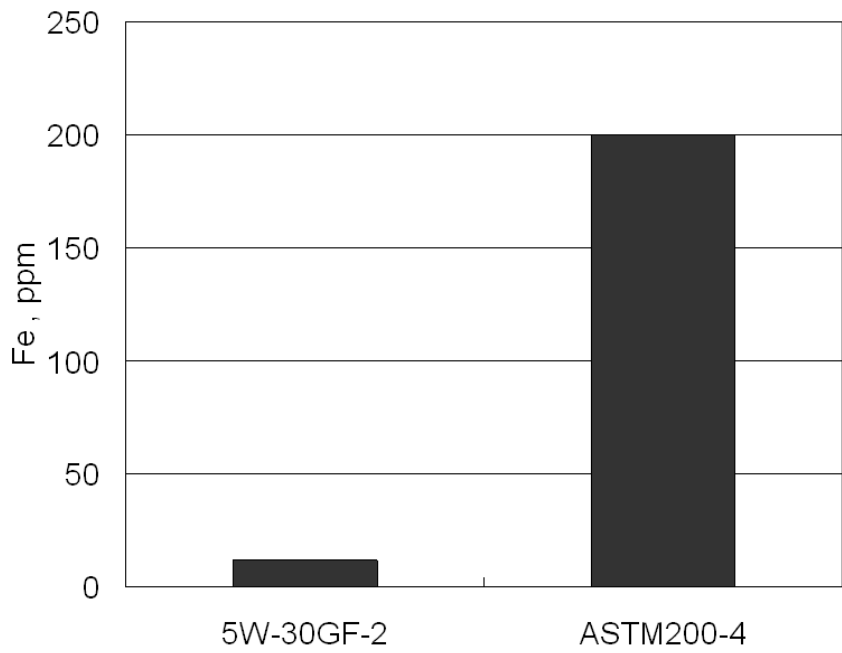
JASO M 328-95 KA24 動弁摩耗試験と市場における実車との相関を調査した。試験条件を Table 3-19 に示す。Fig.3-24 に SAE 5W-30 GF-2 と ASTM 200-4 による KA24E 動弁摩耗試験結果を示すが、この結果は Fig.3-25 に示す実車での試験結果と同じ傾向を示す。クランクケース中の摩耗による鉄濃度は、Fig.3-26、Fig.3-27 に示すようにカム摩耗と同じ傾向を示した。



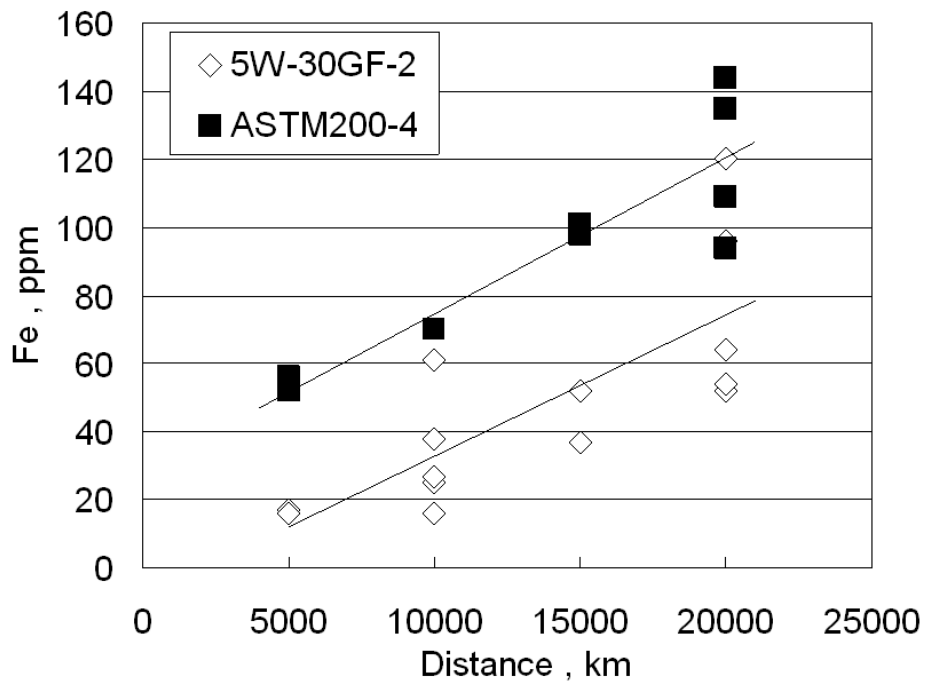
**Fig. 3-24 : Cam wear in engine test (JASO M 328-95) [7]**  
 Copyright © SAE International [2000-01-1820]



**Fig. 3-25 : Cam wear in field test [7]**  
 Copyright © SAE International [2000-01-1820]



**Fig. 3-26 : Fe concentration in engine test (JASO M 328-95) [7]**  
 Copyright © SAE International [2000-01-1820]



**Fig. 3-27 : Fe concentration in field test [7]**  
 Copyright © SAE International [2000-01-1820]

**Table 3-19 : Field test conditions**

Vehicles	NISSAN PICKUP TRUCK (D21)
Engine	KA24E
Distance	60,000km (37,500miles)
Oil change Interval	20,000km (12,500miles)
Filter change Interval	20,000km (12,500miles)
Test Oil	5W-30 GF-2      3vehicles Seq.VE cam wear : 44.2µm
	ASTM 403/200 REO   2vehicles Seq.VE cam wear : 191.5µm
Test Mode	Commuter mode in North America City 21%, Suburban 28.6%, Freeway 50.4% (Distance%) Idling operation is added in cold start for 100hours

### 3.3.10 試験法の見直し

JASO M 328-95 エンジン試験を ASTM 試験法とするために、これまでの検討結果を踏まえて試験条件の検討をおこなった。また、その他検討内容を Table 3-20 に示す。JASO 試験法ではトランスミッションを使用していたが、精度向上のため ASTM エンジン試験ではトランスミッションを使っていない。その他補機部品（ウォーターポンプ、ファン、オルターネータ）のトルクは Table 3-21 に示すトルクとなるので、ASTM 試験法では Table 3-22 に示すように  $15\pm 2$  N·m から  $25\pm 2$  N·m にトルク規定を変更した。

**Table 3-20 : Modified test procedure from JASO M 328-95**

Engine torque	Torque was increased instead of Transmission and Alternator except for JASO M 328-95 condition. Engine torque condition was changed from $15\pm 2$ to $25\pm 2$ N·m.
Intake air control	The same Intake air temperature and humidity as Seq.VE was specified. Humidity is 11.5g/kg. Temperature is 32°C.
Test fuel	Seq.VG fuel (Specified Fuels EEE) was specified.
The number of tests	The number of test per one cylinder head was specified.
Exhaust and intake air pressure	Pressure with absolute pressure was specified to prevent engine power decreasing at high ground. Exhaust is 103kPa and Intake air is 0.05kPa.
Others	<ul style="list-style-type: none"> <li>•Coolant flow is specified.</li> <li>•Oil cooler for vehicles is specified.</li> <li>•Break-in procedure and oil is specified.</li> </ul>

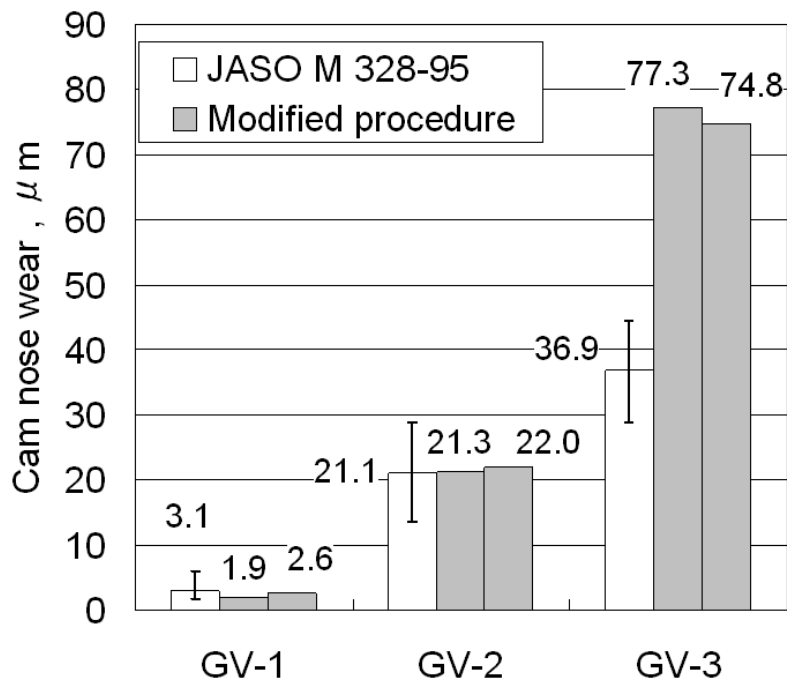
**Table 3-21 : Estimated torque (N·m)**

Parts	Stage I	Stage II
Fan	0.37	0.49
Water pump	0.11	0.22
Alternator	7.25	6.08
Transmission	1.86	1.86
Total	9.59	8.65

**Table 3-22 : Preliminary ASTM operating conditions**

Stage	I	II
Stage Period(min.)	50	10
Engine Speed(rpm)	800	1500
Oil Temperature In Oil Gallery(°C)	50	60
Coolant out Temperature(°C)	50	55
Engine Torque (N·m)	25	25
Intake Air Temperature(°C)	32	32
Intake Air Pressure(kPa)	0.050	0.050
Intake Air Humidity(g/kg)	11.5	11.5
Exhaust Pressure(kPa-abs)	103.5	103.5
Coolant Flow(L/m)	30	30
Test Duration (hr)	100	
Test Fuel	Specified Fuels EEE (Seq.VG fuel)	

この最終試験条件によるカム摩耗量の結果を Fig.3-28 に示す。



**Fig. 3-28 : Cam wear in modified test procedure [7]**  
Copyright © SAE International [2000-01-1820]

修正試験条件においても Fig.3-28 で示すように, JASO REO の耐摩耗性を評価できる. GV-3 のカム摩耗量が JASO M 328-95 よりもかなり摩耗しているが, JASO GV-3 の耐摩耗性は API SD レベルの非常に低いレベルのものであり, 試験油として使用しないレベルのものであり, 実用上は問題ない.

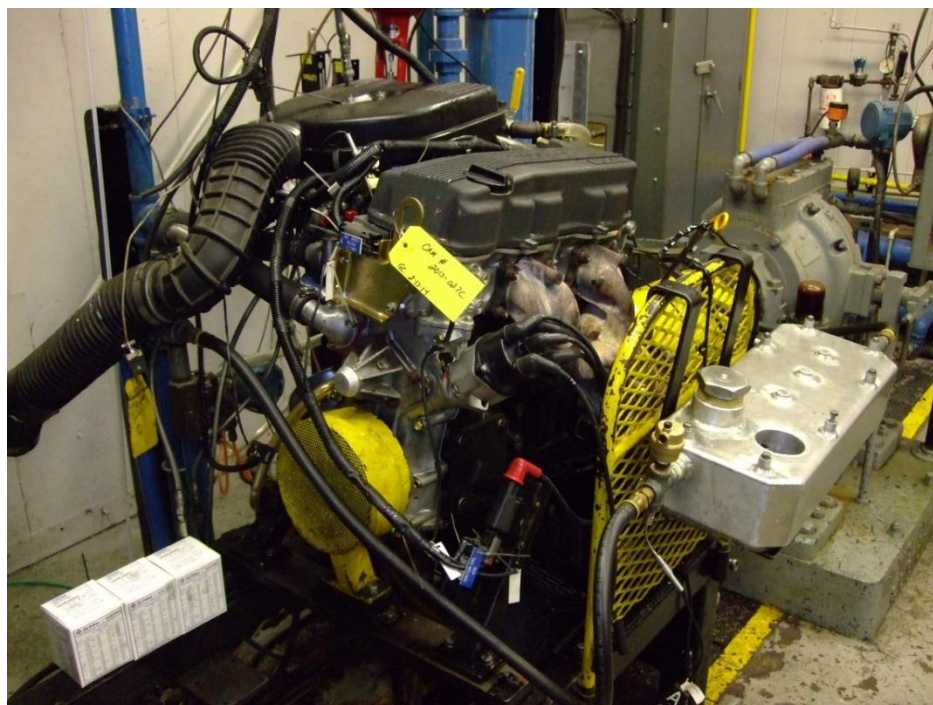


Fig. 3-29 : Sequence IVA test engine KA24E

### 3.4 結言

- (1) エンジントルクの増加は排気 NOx 濃度が増加し, 耐摩耗防止剤 ZnDTP の分解が進んでカム摩耗が増加することから, エンジントルク規定幅を狭めることで同一エンジン油評価時のカム摩耗量精度を向上できることが明らかになった.
- (2) エンジン吸気湿度がカム摩耗量に影響することから, Sequence VE で規定されているエンジン吸入空気湿度 11.5g/kg と吸入温度 32°C を採用することで, JASO M 328-95 で確立したシビアリティを変更せずにカム摩耗量の精度向上できることが明らかになった.
- (3) T50 が 105°C, T90 が 160°C を超えるような重質ガソリンにて, JASO M 328-95 の試験条件を実施することにより, クランクケース中オイルの燃料希釈率は 4% 程度まで増加するが, カム摩耗量に影響しないことを示した.
- (4) 実車 5 台による 60,000km 走行試験後のカム摩耗量は, JASO M 328-95 と同様のカム摩耗傾向を示し, JASO M 328-95 によるカム摩耗量は市場でのカム摩耗量を再現できることを明らかにした.

本解析結果を踏まえて, ASTM D6891 Sequence IVA 動弁摩耗評価方法を規格化し, ILSAC GF-3/API SL から ILSAC GF-5/API SN まで, ガソリンエンジン油の耐動弁摩耗の認証試験方法として, 国際的に使用されている.

### 3.5 文献

- [1] Test Method for Evaluation of Automotive Engine Oils for Inhibition of Deposit Formation and Wear in a Spark-Ignition Internal Combustion Engine Fueled with Gasoline and Operated Under Low-Temperature, Light-Duty Conditions, ASTM D5302
- [2] Japanese Automobile Standards Organization , "Valve Train Wear Test Procedure for Evaluating Automobile Gasoline Engine Oils", JASO M 328-91"
- [3] K. Hanada, Y. Murakami, Y. Shoji, H. Aihara, and A. Hirose, "Development of a Valve Train Wear Test Procedure for Gasoline Engine Oil", SAE Technical Paper 940794, 1994, doi:10.4271/940794
- [4] Japanese Automobile Standards Organization , "Valve Train Wear Test Procedure for Evaluating Automobile Gasoline Engine Oils", JASO M 328-83
- [5] Japanese Automobile Standards Organization , "Valve Train Wear Test Procedure for Evaluating Automobile Gasoline Engine Oils", JASO M 328-95
- [6] Standard Test Method for Evaluation of Automotive Engine Oils in the Sequence IVA Spark-Ignition Engine, ASTM D6891
- [7] T. Sagawa, K. Nakamura, W. A. Buscher , L. M. Bendele, "Development of the Sequence IVA Valve Train Wear Lubricant Test: Part 1", SAE Technical Paper 2000-01-1820, 2000, doi:10.4271/2000-01-1820
- [8] P. Pan, B. J. Hamrock, "Simple Formulas for Performance Parameters Used in Elastohydrodynamically Lubricated Line Contacts", Trans. ASME, Journal of Tribology, Vol.111 (1989), 246, doi:10.1115/1.3261900
- [9] B. Y. So, E. E. Klaus, "Viscosity-pressure correlation of liquids", ASLE Transactions, 23, 4 (1980), 409, Doi:10.1080/05698198008982986
- [10] K. Yagishita, J. Igarashi, "<sup>31</sup>P-NMR and Mass Spectrometric Studies of the Reaction of Zinc Dialkyl-Dithiophosphates with Cumene Hydroperoxide (Part I)", Journal of the Japan Petroleum Institute, 38, 1995, 374-383
- [11] T. Fujitsu, S. Doki, B. McCourt, "Investigation of Seasonal Effects on Valve Train Measured with the NISSAN KA24E Engine Test", SAE Technical Paper 981445, 1998, doi:10.4271/981445
- [12] 藤本 博也, 桑田 一宏, 佐川 琢円, 後藤 隆治, "直噴ガソリンエンジンにおけるオイル希釈の現象解析・第1報—シリンダボア部の希釈—", 自動車技術会 学術講演会前刷集 No.48-99, 1999年5月, p.1 - 4, JSAE Paper 9934014.
- [13] 佐川 琢円, 藤本 博也, 桑田 一宏, "直噴ガソリンエンジンにおけるオイル希釈の現象解析・第2報—オイルパン部の希釈—", 自動車技術会 学術講演会前刷集 No.48-99, 1999年5月, p.5 - 8, JSAE Paper 9934023



## 第 4 章 低フリクションエンジンにおける省燃費性向上限界把握と実用性能との両立

### 4.1 緒言

地球環境問題に対し自動車の省燃費性能の向上が強く求められており、省燃費エンジン油の開発も盛んに行なわれきた。国内では、5W-30 油から 5W-20 油への低粘度化が進み、更なる低粘度化、低フリクション化による省燃費油の検討も行なわれてきている[1],[2],[3]が、その燃費向上効果は HTHS 粘度 2.6mPa・s 程度が最良点とされてきた[1]。しかしながら、エンジン各部の低フリクション表面適用などにより更なる低粘度化による燃費向上の可能性はあるが、その効果は十分に明らかになっていない。

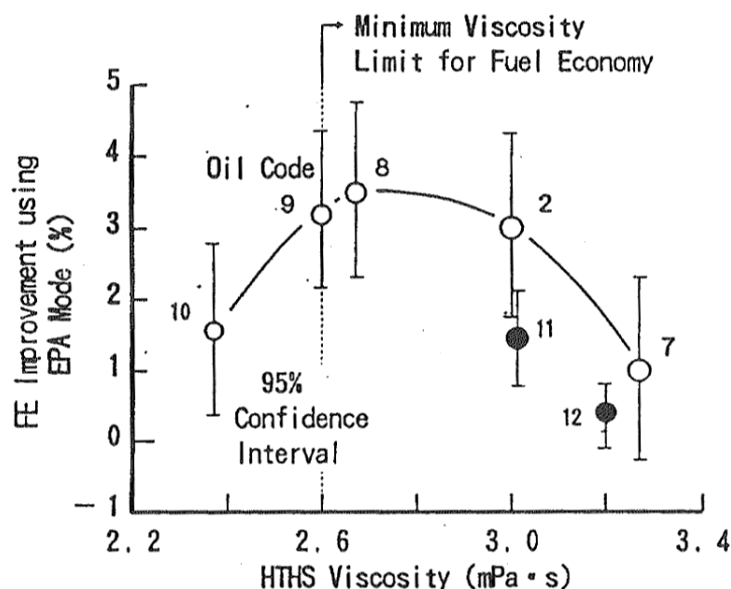


Fig. 4-1 : HTHS viscosity and fuel economy improvement using EPA mode [1]  
Copyright © SAE International [932690]

一方、エンジンの低フリクション化を達成する方策として、摺動面の低面粗度化やローラーロッカー式動弁機構の導入が進んでいる。ローラーロッカー式動弁機構では摺動抵抗を極力減らすため、ロッカーアームにローラーを内蔵し、カムシャフト面と転がり接触している。そのため境界潤滑で低フリクション化を図る摩擦調整剤などの効果が、ローラーロッカー式の動弁機構では得られない可能性がある。そのため、低粘度化による省燃費性向上のポテンシャルを明らかにし、またローラーロッカー式動弁機構での低粘度化、低フリクション化による省燃費効果の調査も行った。

また、ガソリンエンジン油規格である ILSAC (International Lubricant Standardization and Approval

Committee) GF-3 の規格[4]では、ガソリンエンジン油の省燃費寿命、及び酸化安定性、耐摩耗性等の実用性能の向上も求められている。

以上を踏まえて、ここでは摺動面の低面粗度化を図ったエンジンやローラーロッカー式動弁機構を持つエンジンを用いて、低粘度化による省燃費性能向上の限界を把握し、今後の低粘度化の指針とした。また、実用性能を考慮したガソリンエンジン油規格 ILSAC GF-3 で規定されている低粘度限界、すなわち市場規格で粘度下限となる 0W-20 油の省燃費性能と ILSAC GF-3 適合性について検討を行った。

## 4.2 実験装置

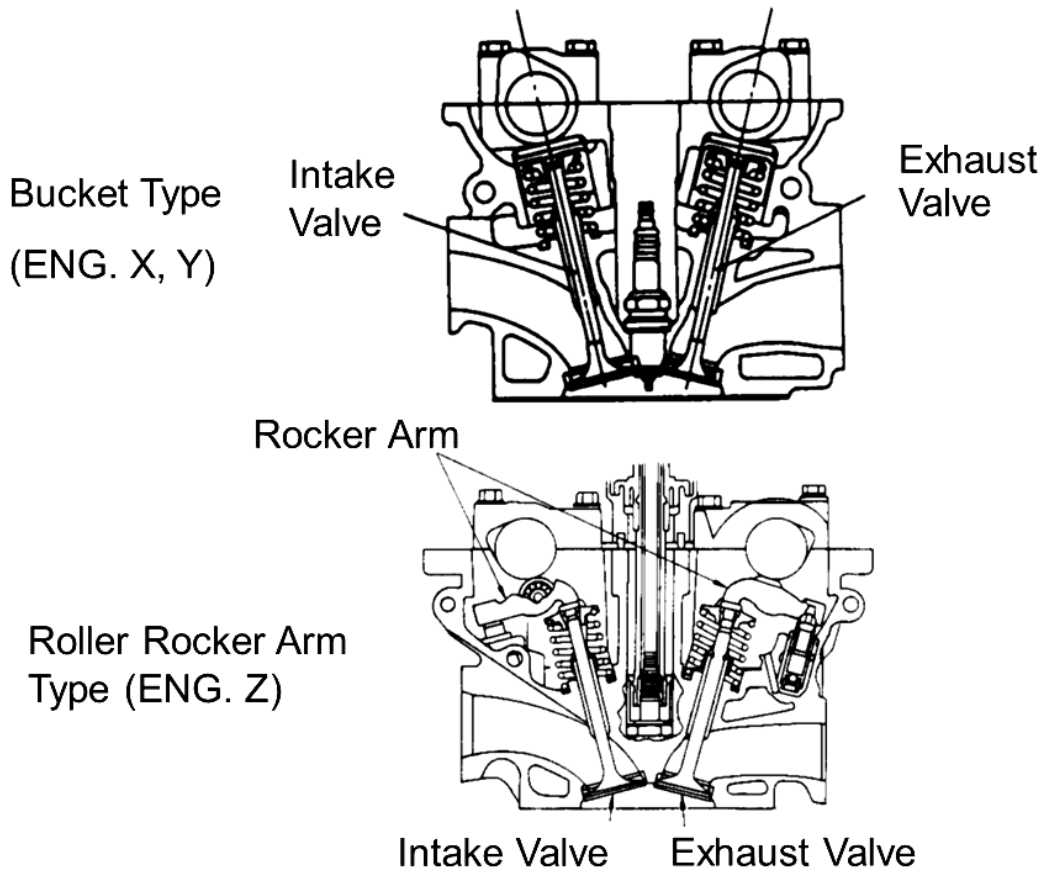
### 4.2.1 省燃費性能評価

#### (1) 初期省燃費性能

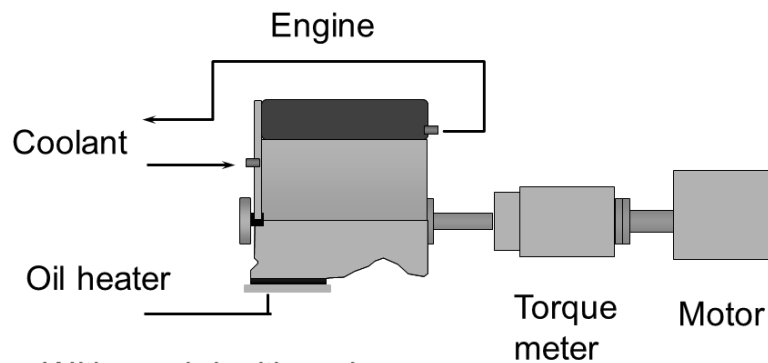
モータリング試験は供試油でフラッシングを実施した後、測定条件で運転を行い、トルクが一定になったところをその条件でのフリクショントルクとする。このフリクショントルクから、10・15 モードの燃費向上率を算出した。実験で用いた3種のエンジンを Table 4-1 に示す。動弁機構としては一般的に使用されている直動式 (Bucket type) および動弁系部品の摩擦低減を図るために用いられているローラーロッカーアーム式 (Roller Rocker) の2種類の比較を行った。動弁機構の比較図を Fig. 4-2 に示す。

Table 4-1 : Motoring test engines

Engine	X	Y	Z
No. of strokes	4	4	4
No. of cylinders	4	6	4
Displacement	1497cm <sup>3</sup>	2987cm <sup>3</sup>	1998 cm <sup>3</sup>
Number of Valves	16	24	16
Valve Arrangement	DOHC Bucket type	DOHC Bucket type	DOHC Roller Rocker
Test speed range	630-2800 rpm	700-2800 rpm	680-2800 rpm
Water temperature	80°C		
Oil temperature	80°C		



**Fig. 4-2 : Valve train mechanisms [5]**  
 Copyright © SAE International [2002-01-1636]



With spark ignition plugs,  
 exhaust manifold and intake  
 manifold removed

**Fig. 4-3 : Friction measurement setup [5]**  
 Copyright © SAE International [2002-01-1636]

モータリング試験装置を Fig. 4-3 に示す。スパークプラグ、エキゾーストマニホールド、インテークマニホールドをエンジンから取り外し、フライホイールを改造してトルクメーターに接続した。エンジン油はオイルパン中の電気ヒーターで加熱した。水温は外部の温度調整装置を使って調整をおこなった。

1600rpm で 2 回の 30 分間のフラッシングを実施後、フリクション計測を実施した。エンジンフリクションはアイドル回転数から 2800rpm まで計測し、フリクショントルクの低減率からオイルによる燃費向上への寄与度を計算した。試験油の測定前後に標準油でエンジンフリクションを確認し、装置上のフリクショントルク変化が無いことを確認した。また、本試験により測定した 2000rpm でのフリクショントルクから、10・15 モード燃費向上率を計算により求めた。

## (2)省燃費寿命

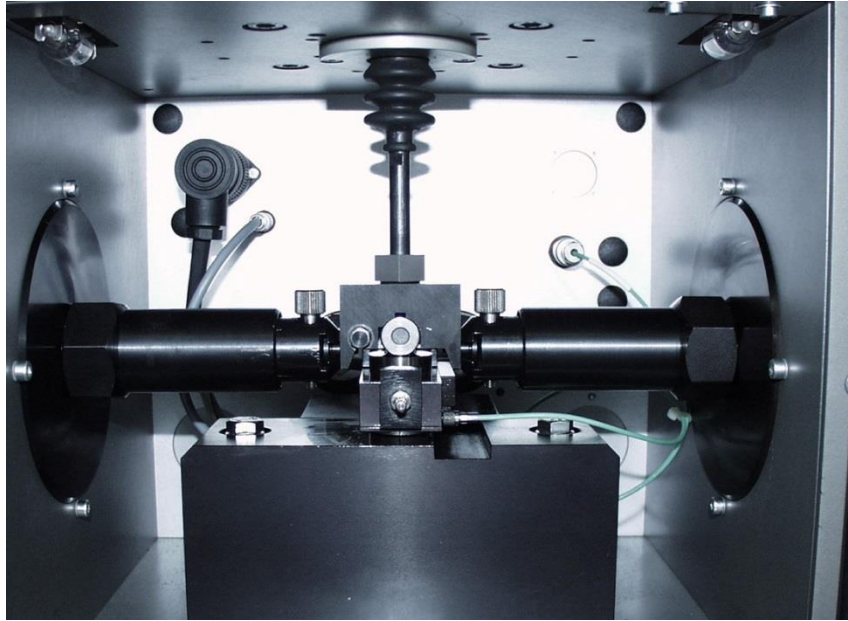
省燃費寿命は、動弁系摩擦を模擬した Optimol 社製 SRV 往復動摩擦試験機を用いてエンジン耐久試験後のエンジン油の摩擦係数を計測することにより評価を行なった。エンジン耐久試験条件を Table 4-2 に示し、SRV 摩擦試験条件を Table 4-3 に、SRV 摩擦試験の装置図を Fig. 4-4, Fig. 4-5 に示す。

**Table 4-2 : Engine Test Condition of Oil Aging**

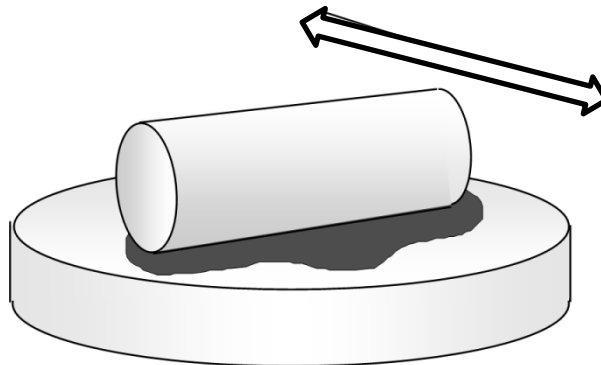
Engine		L4 2.0L
Duration	Hr	200
Engine speed	rpm	Idle~7000
Oil temp.	°C	110
Water temp.	°C	85

**Table 4-3 : SRV test conditions**

Specimen	Cylinder on disk
Material	DIN 100Cr6
Load	400N
Frequency	50Hz
Amplitude of vibration	1.5mm
Temperature	80°C



**Fig. 4-4 : SRV test equipment [5]**  
Copyright © SAE International [2002-01-1636]



**Fig. 4-5 : SRV test piece [5]**

## 4.2.2 耐摩耗性能評価

### (1) 動弁系摩耗評価

オイルの耐動弁系摩耗性能を評価するため、Table 3-15 に示す JASO M 328 に規定する自動車用ガソリン機関潤滑油の動弁系摩耗試験[7]を実施した。

### (2) メタル摩耗評価

オイルの耐メタル摩耗性能を評価するため、高温高負荷耐久を実施した。試験条件を Table 4-4 に示す。

**Table 4-4 : High Temperature and High Load Durability test Condition**

Engine		L4 2.0L
Duration	hr	100
Engine speed	rpm	Maximum speed
Engine Torque	N·m	Maximum torque
Oil temp.	°C	135
Water temp.	°C	110

## 4.2.3 低温清浄性／高温酸化安定性評価

### (1) 低温清浄性

オイルの清浄性評価として、中・低温域でのスラッジ発生の抑制効果を評価するため、Table 4-5 に示す JASO M 331 に規定する自動車用ガソリン機関潤滑油の清浄性試験[8]を実施した。

**Table 4-5 : JASO M 331-91 detergency test**

Engine	VG20E 2.0L		
Stage	I	II	III
Stage duration (min.)	24	24	12
Engine speed (rpm)	800±20	1800±20	3500±20
Oil temperature (°C)	50±2	96±2	117±2
Water temperature (°C)	42±4	85±3	97±3
Engine torque (N·m)	19.6±2.9	98.1±2.9	93.1±2.9
Test duration (hr)	300		

### (2) 高温酸化安定性

オイルの高温使用時の耐酸化安定性の評価として、高温酸化安定性エンジン試験を実施した。試験条件を

Table 4-6 に示す.

**Table 4-6 : Oxidation stability test**

Engine	4 cylinders 2.0L		
Stage	I	II	III
Stage duration (min.)	30	30	60
Engine speed (rpm)	650	2000	4400
Oil temperature (°C)	60	115	150
Water temperature (°C)	55	110	110
Engine torque (N·m)	39.2	107.9	78.5
Test duration (hr)	160		

#### 4.3 結果と考察

##### 4.3.1 モータリング試験における低粘度化による省燃費効果

モータリング試験により, Table 4-7 に示す MoDTC を含む処方 A をベースに低粘度化した場合の 10・15 モード燃費推定値の結果を Fig. 4-6 に示す. 直動式の動弁機構を持つ ENG.X, ENG.Y とも従来の低粘度化限界とされている HTHS 粘度 2.6mPa·s から更に低い HTHS 粘度 2.0 mPa·s 程度まで燃費が向上する結果が得られた.

**Table 4-7 : Test engine oil properties**

Oil	A	B	
Formulation (DI + FM)	A	B	
Viscosity Grade	5W-20	5W-30	
ILSAC	GF-2	GF-2	
Viscosity	40°C mm <sup>2</sup> /s	42.18	63.46
	100°C mm <sup>2</sup> /s	8.016	10.61
Viscosity Index	166	157	
HTHS Viscosity mPa·s	2.69	2.95	
Friction Modifier	Organic Mo	Ashless	

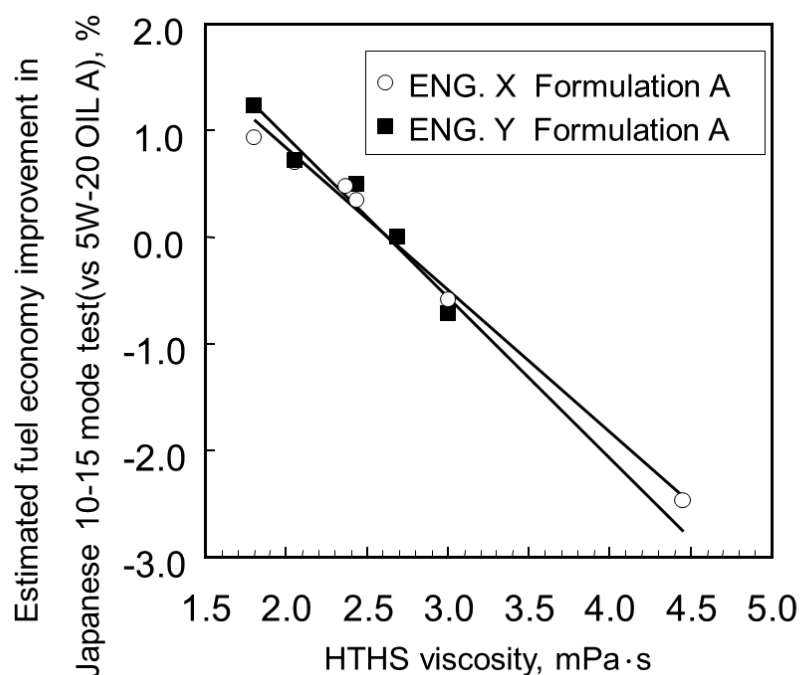


Fig. 4-6 : Relationship between HTHS viscosity and estimated fuel economy improvement [4]

#### 4.3.2 実車試験による低粘度化の効果

HTHS 粘度 2.6mPa·s から更に低い HTHS 粘度でも燃費向上が期待できるため、直動式動弁機構を持つ直列4気筒エンジン搭載車を使って、Formulation A, Formulation B の低粘度化による実車 10・15 モード燃費向上率を調査した。結果を Fig. 4-7 に示す。

Formulation A,B ともモータリング試験結果と同様に低粘度化するほど燃費向上が期待できるが、特に MoDTC を含む Formulation A の方が、低粘度による燃費向上効果は大きくなる。また、逆に高粘度化すると、MoDTC による省燃費効果は少なくなることが判明した。

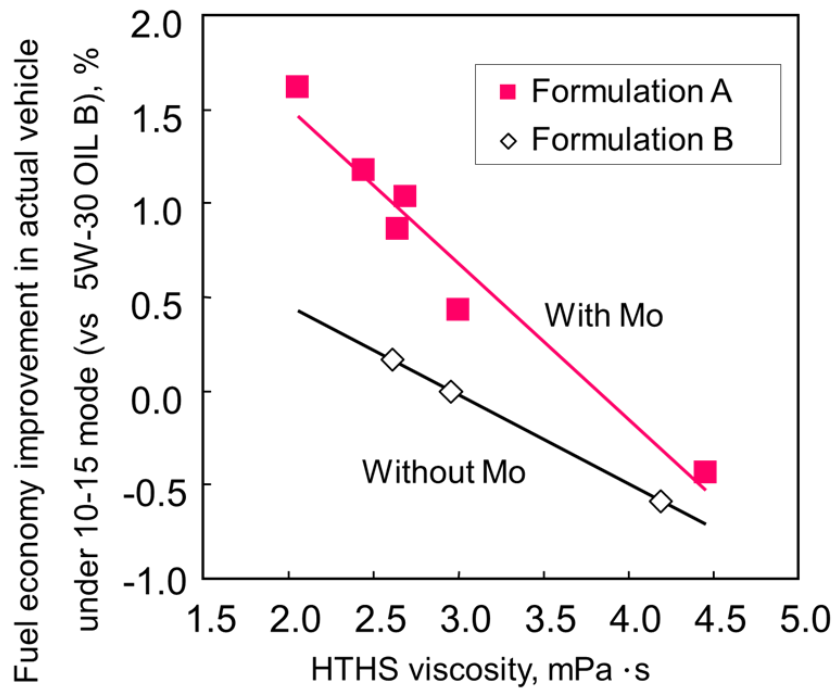


Fig. 4-7 : Relationship between HTHS viscosity and fuel economy improvement in actual vehicle tests [4]

#### 4.3.3 モータリング試験と実車試験による省燃費効果の相関

モータリング試験による省燃費効果と、実車試験による省燃費効果の相関を確認したその結果を Fig. 4-8 に示す。モータリング試験に使用したエンジン (Engine Y) と、実車試験で使用したエンジンは異なる。しかしながらモータリング試験結果から算出された省燃費効果は実車による省燃費効果と良い一致を示した。

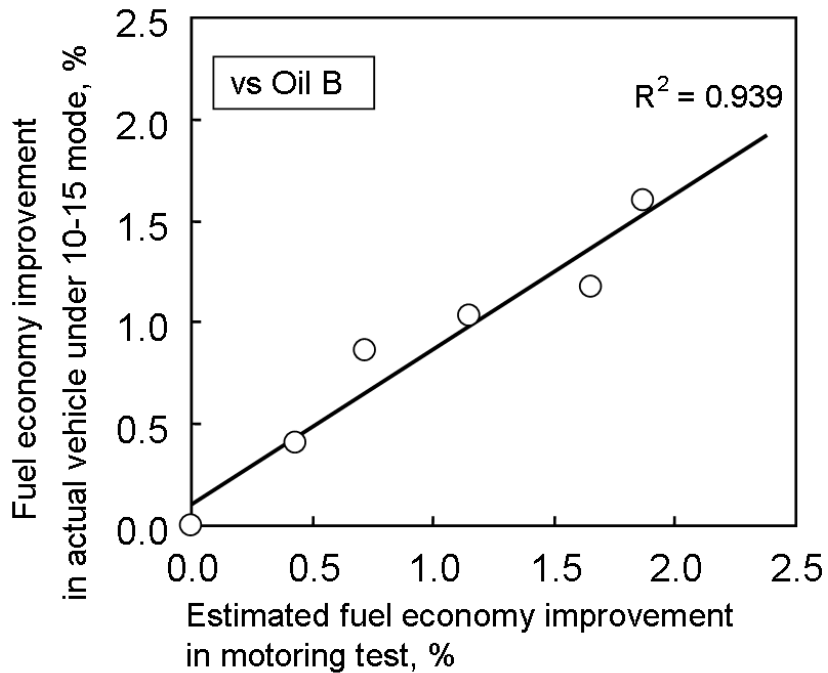


Fig. 4-8 : Correlation between motoring test (Eng. Y) and actual vehicle test (4-cylinder engine) [5]  
Copyright © SAE International [2002-01-1636]

#### 4.3.4 動弁機構の影響

モータリング試験により動弁機構の影響を調査した。直動式動弁機構のエンジンでは低粘度化の効果および MoDTC の添加によるトルク低減率の向上が見られるが、ローラーロッカー式動弁機構の Engine Z では Fig. 4-9 に示すように低粘度化の効果しか見られない。ILSAC ではローラーロッカー式動弁機構のエンジンによる省燃費性が規定されているが、ローラーロッカー式動弁機構のエンジンによる省燃費性試験では Fig. 4-9 に示すように直動式動弁機構のエンジンで効果の大きい MoDTC を添加したようなオイルの優劣を判別できない。このことから直動式動弁機構を持つエンジンで省燃費性を向上させるためには、直動式動弁機構を持つエンジンでの省燃費性試験が必要となる。

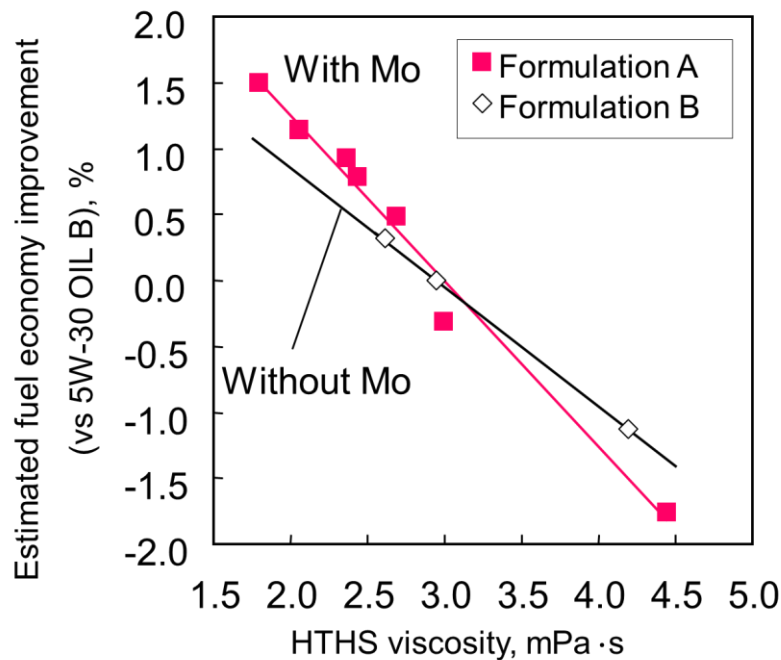
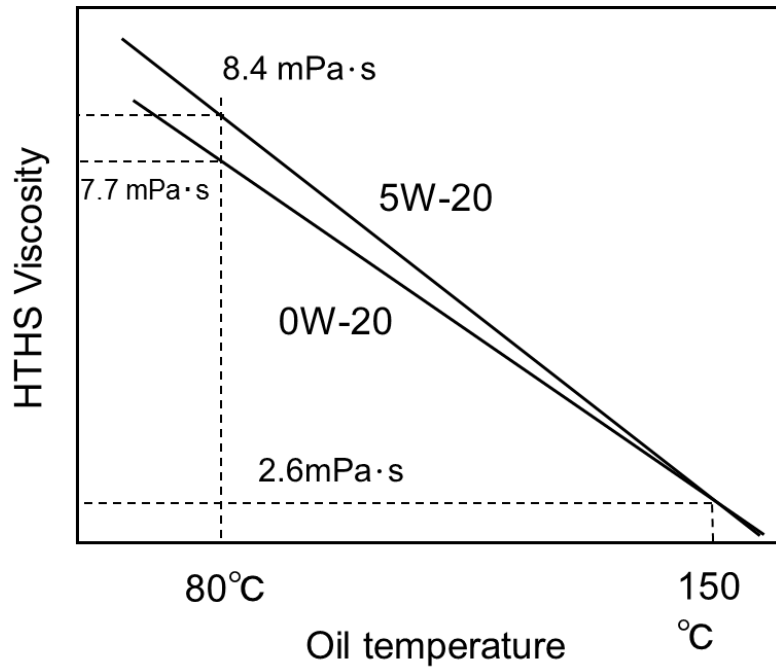


Fig. 4-9 : Relationship between HTHS viscosity and estimated fuel economy improvement (Engine Z) [4]

#### 4.3.5 80°Cでの HTHS 粘度低減(0W-20 化)による省燃費効果

HTHS 粘度の低減により、燃費を向上させることが可能なことが示したが、エンジン油規格である ILSAC GF-3 では高せん断速度下での耐摩耗性を維持するため最低 HTHS 粘度が 2.6mPa·s と規定されている。また、通常 HTHS 粘度は 150°C で測定されるが、日本の燃費認証試験モードである 10-15 モードなどはエンジン油温が約 80°C の条件下で実施される。Fig. 4-10 のように、5W-20 と 0W-20 の HTHS 粘度は同一であるが、5W-20 から 0W-20 へのように低温粘度を下げることで、10-15 モードでの油温約 80°C 近辺での粘度を下げることで、省燃費性の向上が期待できる。

ILSAC 規格に適合させるため、HTHS 粘度(150°C)を 2.6mPa·s に維持しながら、Table 4-8 に示すようにベースオイル、VII 量調整により、常用時のエンジン油水温し、0W-20 化を図ったオイルでのモータリング試験結果を Fig. 4-11 に示す。80°C の HTHS 粘度はキャピラリー式粘度計(ASTM D 5481)を用いて測定を行った。その結果、0W-20 化して 80°C の HTHS 粘度を低下させると省燃費性が向上し、その効果代は 80°C の HTHS 粘度で整理できる。



**Fig. 4-10 : Viscosity characteristics [5]**  
 Copyright © SAE International [2002-01-1636]

**Table 4-8 : Test conditions**

Engine	X
Oil	0W-20/5W-20 based on formulation A
Oil temperature	80°C
HTHS viscosity	ASTM D 5481

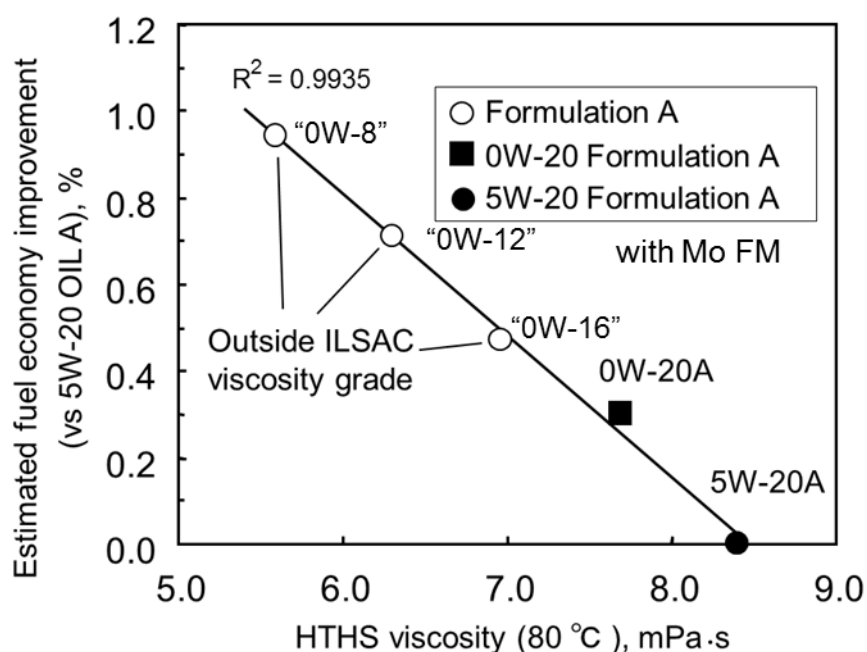


Fig. 4-11 : Relationship between HTHS viscosity and at 80°C and fuel economy [4]

#### 4.3.6 ILSAC GF-3 0W-20 低粘度油における省燃費効果

これまでの検討結果を基に、燃費測定温度である80°Cでの粘度低減を狙いとしたILSAC GF-3 0W-20油の検討を行った。GF-3 0W-20油の性状をTable 4-9に示す。

Table 4-9 : Properties of Test oils

Items		Developed oil	Current oil
SAE viscosity grade		0W-20	5W-20
Formulation		C	A
ILSAC Grade		GF-3	GF-2
Kinematic viscosity mm <sup>2</sup> /s	40°C	36.7	45.2
	100°C	8.04	8.27
Viscosity Index		201	162
HTHS <sup>*1</sup> viscosity, mPa·s		2.6	2.69
CCS <sup>*2</sup> viscosity mPa·s	-30°C	2890	-
	-25°C	-	3050
NOACK <sup>*3</sup>		14.5	13
Friction modifier		Organic Mo type	Organic Mo type

\*1 : High Temperature High Shear

\*2 : Cold Cranking Simulator

\*3 : Evaporation loss @250°C x 1hr

#### (1)低粘度化(0W-20 化)による省燃費効果

エンジン内には様々な潤滑環境が存在するが、その中で流体潤滑領域でのフリクショントルクを低減させる為に、エンジン油の低粘度化は有効な手段であると考えられる。4.3.5 の Fig. 4-11 に示す通り、エンジン油における粘度の省燃費効果に与える影響は、実用領域である油温 80°Cにおける HTHS 粘度で整理でき、80°Cの HTHS 粘度を低減することにより省燃費効果が向上する。

0W-20 油は、ILSAC GF-3 における 150°Cの HTHS 粘度規定に適合させるため、ベースオイル、粘度指数向上剤の処方を調整することにより高粘度指数化し、150°Cにおける HTHS 粘度 2.6mPa・s を維持しながら 80°Cでの HTHS 粘度を低減することにより燃費向上を図った。その結果、Fig. 4-12 に示す通り、0W-20 油は 5W-20 油からの低粘度化(0W-20 化)により、ENG. X において 10・15 モード燃費向上率で 0.3%の省燃費効果が得られた。

#### (2)添加剤処方変更による省燃費向上効果

直動式動弁機構を持つエンジンにおいては摩擦調整剤(以下 FM)、特に有機モリブデン系 FM によるフリクション低減効果が大きく、境界潤滑領域の大きい低回転側でより効果を発揮する。0W-20 油では、従来の 5W-20 油の有機モリブデン系 FM の処方を更に改良することにより 0.2%の省燃費効果の向上を図ることができた。0W-20 油は低粘度化されているため、境界潤滑領域が増えており、より FM の効果が発揮されやすい環境になっているものと考えられる。また、FM の効果を十分に発揮させる為、その他添加剤処方の変更を行なうことにより、更に 0.1%の省燃費効果を得ることができた。

その結果 Fig. 4-12 に示す通り、0W-20 油の 5W-20 油からの低粘度化および添加剤処方変更により、ENG. X において 10・15 モード燃費向上率では 0.6%の省燃費性能を得ることが出来た。一方、FM の改良はローラーロッカー式動弁機構の ENG. Z ではここまでの効果が見られず、この FM の改良は直動型動弁機構の方が効果的に作用することが明らかになった。GF-3 および GF-4 規格ではローラーロッカー式の燃費試験 (Seq.VIB) が採用されているため、同じ GF-3 規格油でも直動型動弁機構を持つエンジンでは省燃費性に差異が見られると推測される。

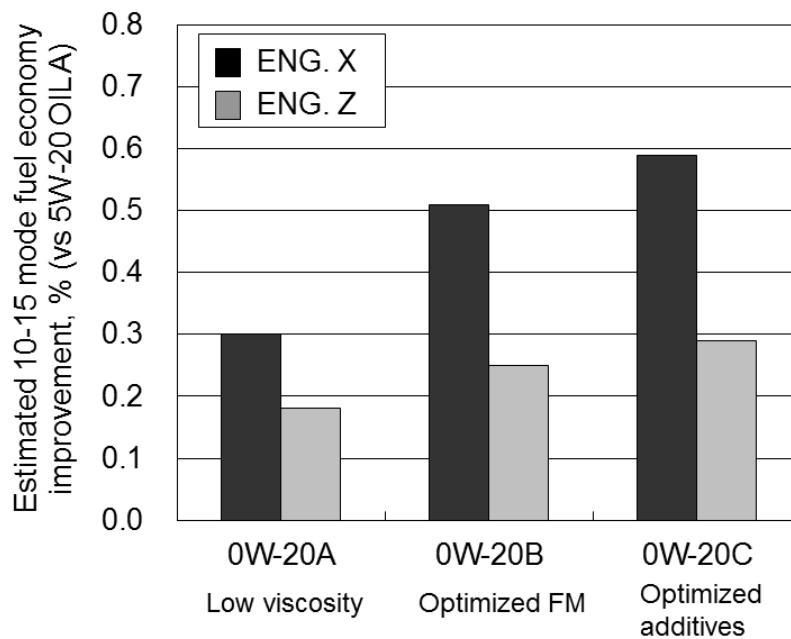


Fig. 4-12 : Effect of 0W-20 oil on fuel economy improvement

#### 4.3.7 省燃費寿命

耐久試験後のSRVによる摩擦係数の測定結果を Fig.4-13 に示す。有機モリブデン系 FM を添加したエンジン油では早期にその摩擦低減効果が失われる事例が報告[9],[10]されており、0W-20 油の 5W-20 油からの添加剤処方変更、及び低粘度化(0W-20 化)により省燃費寿命へ与える影響を確認した。その結果、0W-20 油における有機モリブデン系 FM のフリクション低減効果の持続性は、5W-20 油同等以上であり、およそ 10000km 走行まで持続することを確認した。

5W-20 油からの初期燃費の向上と省燃費寿命の結果より、0W-20 油は ILSAC GF-3 相当の省燃費性能を有していると考えられる。

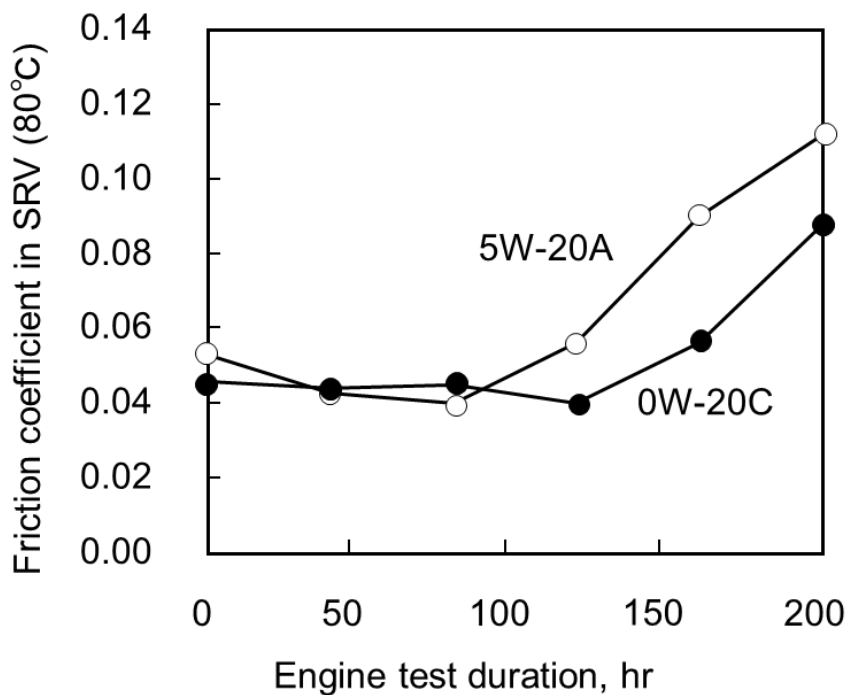


Fig. 4-13 : Effect of aging [5]  
Copyright © SAE International [2002-01-1636]

#### 4.3.8 ILSAC GF-3 0W-20 低粘度油の実用性能

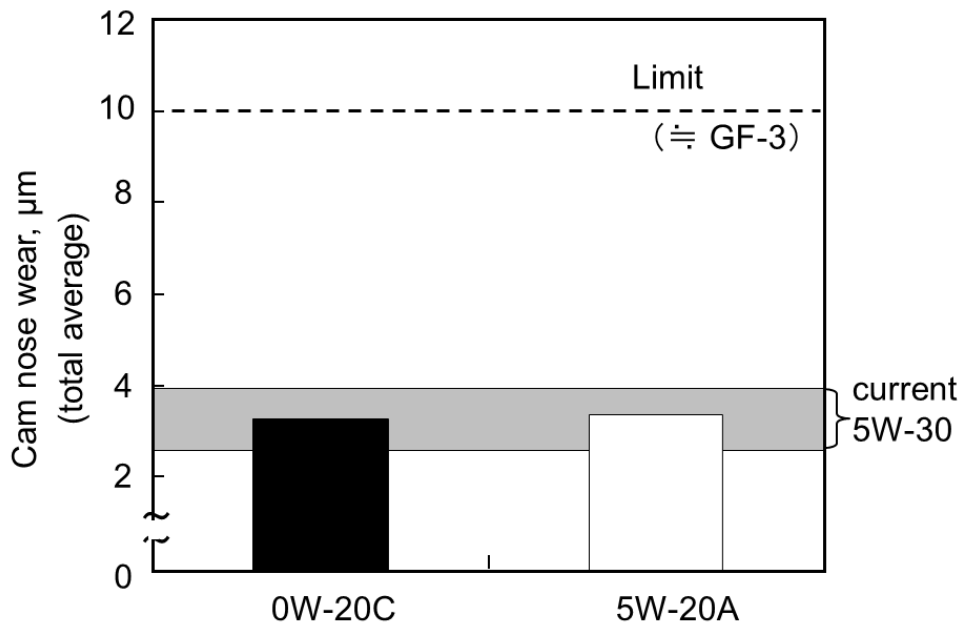
##### (1) 耐摩耗性能

0W-20 油は低粘度化による耐摩耗性能の低下が懸念される。そこで、0W-20 油の耐摩耗性能を評価し、5W-20 油並びに 5W-30 油との比較を行なった。

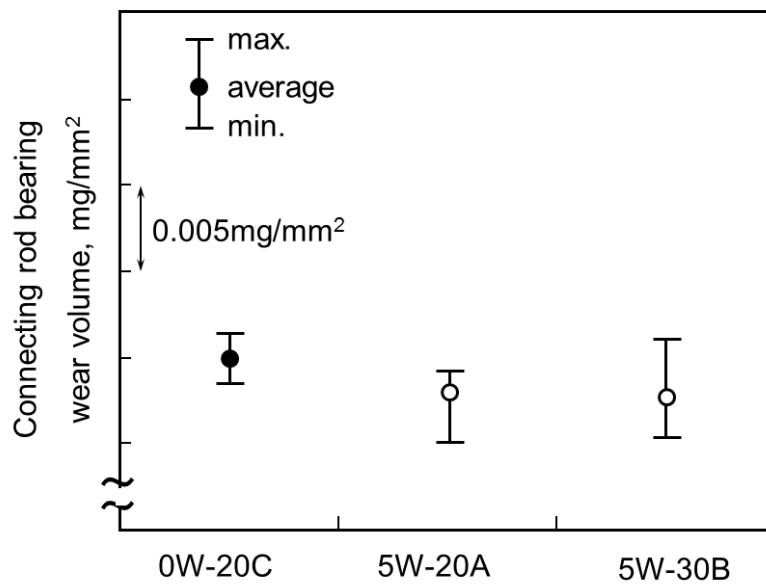
動弁系摩耗試験によるカムノーズ部摩耗量の測定結果を Fig. 4-14 に示す。0W-20 油のカムノーズ部摩耗量は、5W-20 と同等であり、且つ ILSAC GF-3 に求められる耐動弁系摩耗性能と相関のある許容値と比較しても良好な結果である。

高温高負荷耐久後のメタル摩耗量の結果を Fig. 4-15 に示す。0W-20 油のメタル摩耗量は 5W-20 油並びに 5W-30 油 (GF-2 相当) と比較して同等である。

これらの結果より、0W-20 油は ILSAC GF-3 に相当する十分な耐摩耗性能を有していることを確認できた。



**Fig. 4-14 : JASO M 328-95 valve train wear engine test results [5]**  
 Copyright © SAE International [2002-01-1636]



**Fig. 4-15 : Bearing wear engine test results [5]**  
 Copyright © SAE International [2002-01-1636]

(2)低温清浄性／高温酸化安定性能

0W-20 油は高い省燃費性能に加え、エンジン油に求められる寿命延長という観点から、酸化安定性に優れた HVI(High Viscosity Index)ベースオイルの使用、添加剤処方の変更を行なうことにより、低温清浄性、並びに高温酸化安定性能の向上を図った。

低温清浄性試験の結果を Fig. 4-16 に示す。0W-20 油のスラッジ評点は、Good REO(ILSAC GF-2 合格油で本試験の結果が良好なエンジン油)と同等であり、B/L REO(ILSAC GF-2 合格油で本試験の結果が中程度のエンジン油)と比較して良好な結果である。また、ILSAC GF-3 で求められる清浄性と相関を取った許容値を満足している。

次に、0W-20 油の高温酸化安定性試験の結果を Fig.4-17 に示す。0W-20 油の 40℃動粘度上昇率は、本試験の Good REO 並びに B/L REO と比較しても良好な結果であり、且つ ILSAC GF-3 で求められる高温酸化安定性能と相関のある許容値を満足しており、優れた高温酸化安定性能を有していることが確認できた。

これらの評価結果より、0W-20 油は ILSAC GF-3 で要求される低温清浄性並びに高温酸化安定性に相当する性能を有していると考えられる。

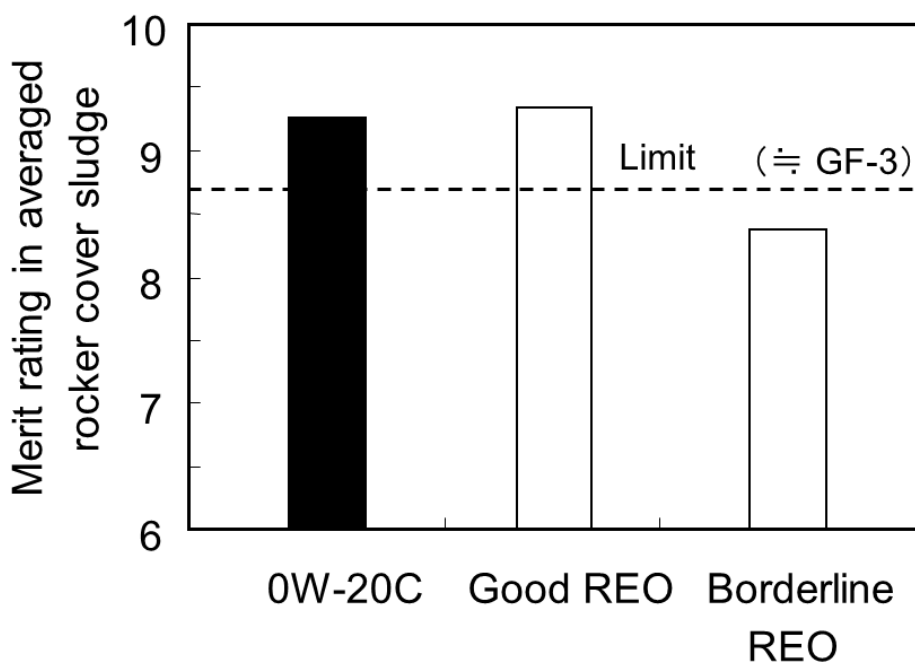


Fig. 4-16 : Detergency engine test results [5]  
Copyright © SAE International [2002-01-1636]

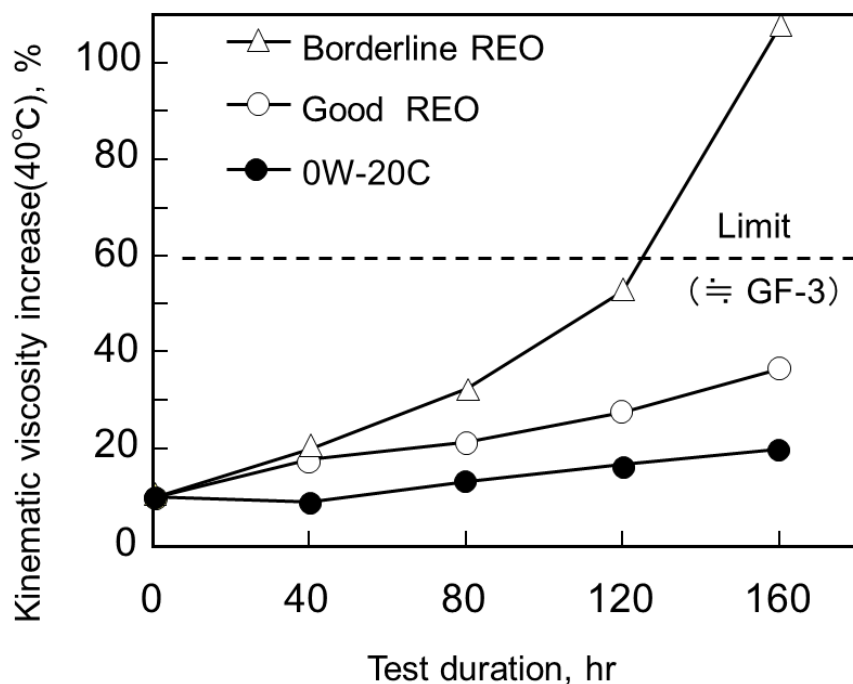
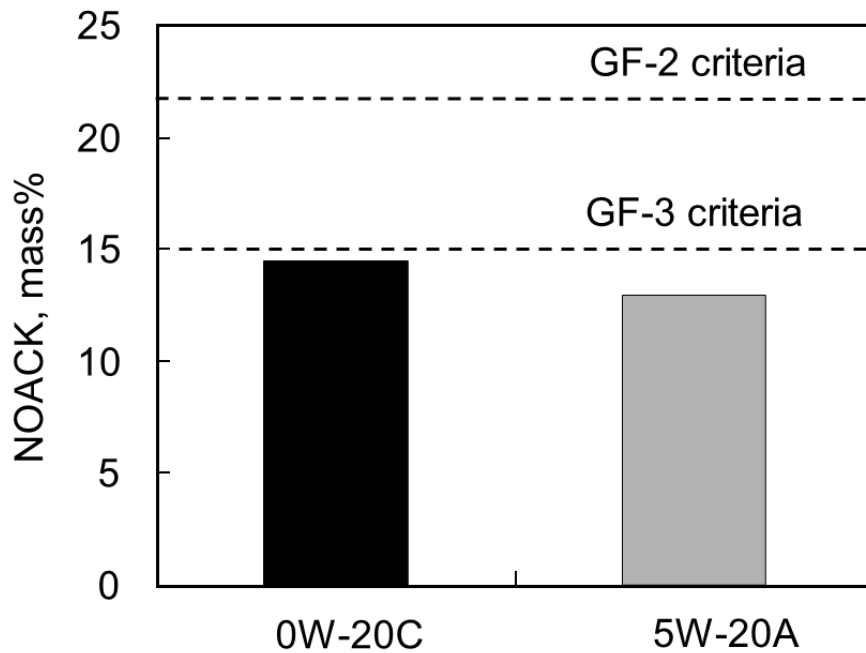


Fig. 4-17 : Oxidation stability engine test results [5]  
 Copyright © SAE International [2002-01-1636]

(3) 蒸発特性

0W-20 油では低粘度化により、蒸発損失の悪化が懸念される。また、オイル消費量を改善する為、オイルの蒸発損失(NOACK)に関する要求が ILSAC GF-2 では 22mass%以下であったのに対して、ILSAC GF-3 では 15mass%以下とより厳しいものになった。0W-20 油の蒸発損失の結果を Fig.4-18 に示す。0W-20 油は蒸発損失が少ない HVI(高粘度指数)ベースオイルを使用している為、ILSAC GF-3 規格値である 15mass%以下を満足する。



**Fig.4-18: NOACK test results [5]**  
 Copyright © SAE International [2002-01-1636]

#### 4.4 結言

- (1) 直動式動弁機構のエンジンだけでなく、ローラーロッカー式動弁機構のエンジンでも HTHS 粘度 2.0mPa·s まで燃費向上することを確認できた。
- (2) 直動式動弁機構のエンジンにおいて、MoDTC を添加した処方では低粘度による燃費向上効果が大きくなるが、ローラーロッカー式動弁機構のエンジンにおいては MoDTC による省燃費効果は小さい。
- (3) 低粘度化(0W-20 化)により、5W-30 油に対する 10・15 モード燃費向上率推定値で 2.1%、5W-20 油との比較では 0.6%の省燃費効果が得られた。また、省燃費寿命に関しても 5W-20 油同等以上であり 10000km 走行程度の持続性を有していることが確認できた。
- (4) 低粘度油(0W-20)の耐摩耗性は、エンジン試験の結果より従来 5W-30 油と同等であることを確認できた。
- (5) HVI ベースオイルを用いることにより 0W-20 油においても、ILSAC GF-3 に対応可能な NOACK 15mass%以下の蒸発特性に抑制できることを明らかにした。

ILSAC ではローラーロッカー式動弁機構のエンジンによる省燃費性が規定されているが、ローラーロッカー式動弁機構のエンジンによる省燃費性試験では直動式動弁機構のエンジンに最適なオイルを選定できない。よって、直動式動弁機構を持つエンジンで省燃費性を向上させるためには、直動式動弁機構を持つエンジンでの省燃費性試験が必要となる。

## 4.5 文献

- [1] K. Akiyama, F. Ueda, J. Miyake, K. Tasaka, S. Sugiyama, "Fuel economy Performance of the Highly Efficient Fuel Economy Oils Using Chassis Dynamometer Test", SAE Technical Paper 932690, 1993, doi:10.4271/932690
- [2] T. Nagashima, T. Saka, H. Tanaka, T. Satoh, A. Yaguchi, Y. Tamoto, "Research on Low-Friction Properties of High Viscosity Index Petroleum Base Stock and Development of Upgraded Engine Oil", SAE Technical Paper 951036, 1995, doi:10.4271/951036
- [3] K. Hoshino, H. Kawai and K. Akiyama, "Fuel Efficiency of SAE 5W-20 Friction Modified Gasoline Engine Oil", SAE Technical Paper 982506, 1998, doi:10.4271/982506
- [4] 佐川琢円・上野貴文・石川 学・安藤俊行・中村清隆, "ガソリンエンジン油の0W-20化における低フリクション化検討", トライボロジー会議 '99 秋 高松
- [5] T. Sagawa, T. Ueno, K. Nakamura, T. Ishikawa, T. Ando, M. Ishikawa, "Development of 0W-20 ILSAC GF-3 Gasoline Engine Oil," SAE Technical Paper 2002-01-1636, 2002, doi:10.4271/2002-01-1636.
- [6] The ILSAC GF-3 Minimum Performance Standard for Passenger Car Engine Oils (AAMA 1998).
- [7] Japanese Automobile Standards Organization, "Valve Train Wear Test Procedure for Evaluating Automobile Gasoline Engine Oils", JASO M 328-95.
- [8] Japanese Automobile Standards Organization, "Low and Medium Temperature Detergency Test Procedure for Evaluating Automobile Gasoline Engine Oils", JASO M 331-91.
- [9] 秋山健優, 菊池隆司, 杉山真一, 芦田健, 田中勲, "エンジン油の燃費改善効果の持続性", 自動車技術会学術講演会前刷集No.952, 1995年4月, p.207 – 210, JSAE 9535279
- [10] Y. Yamada, M. Ishimaru, A. Yaguchi, K. Inoue, K. Akiyama, H. Kawai, "Retention of Friction Reducing Performance of MoDTC-Containing Fuel Efficient Gasoline Engine Oils During Use," SAE Technical Paper 2000-01-2053, 2000, doi:10.4271/2000-01-2053.



## 第5章 水素フリーDLCコーティング適用エンジンにおける無灰系摩擦調整剤による省燃費効果と実用性能

### 5.1 緒言

これまでエンジン油の省燃費化の達成手段としてはモリブデン系摩擦調整剤の使用が一般的であり、各自動車メーカーでモリブデン系摩擦調整剤添加油の採用が進んでいる[1][2]。一方、触媒被毒低減の観点から、Fig.5-1 に示すように ILSAC GF-4 規格では油中リン量の規定が最大 0.08mass%に低減され、リンを含む耐摩耗防止剤、酸化防止剤の ZnDTP 含有量が減量されている[3]。今後市場導入予定の ILSAC 規格でも更なる低リン化が検討されており、油中 ZnDTP 含有量の更に減量される可能性がある。このことから、モリブデン系摩擦調整剤添加油については、フリクション低減被膜  $\text{MoS}_2$  を形成する為に必要な ZnDTP からの S 供給量減による省燃費性悪化が懸念されている。

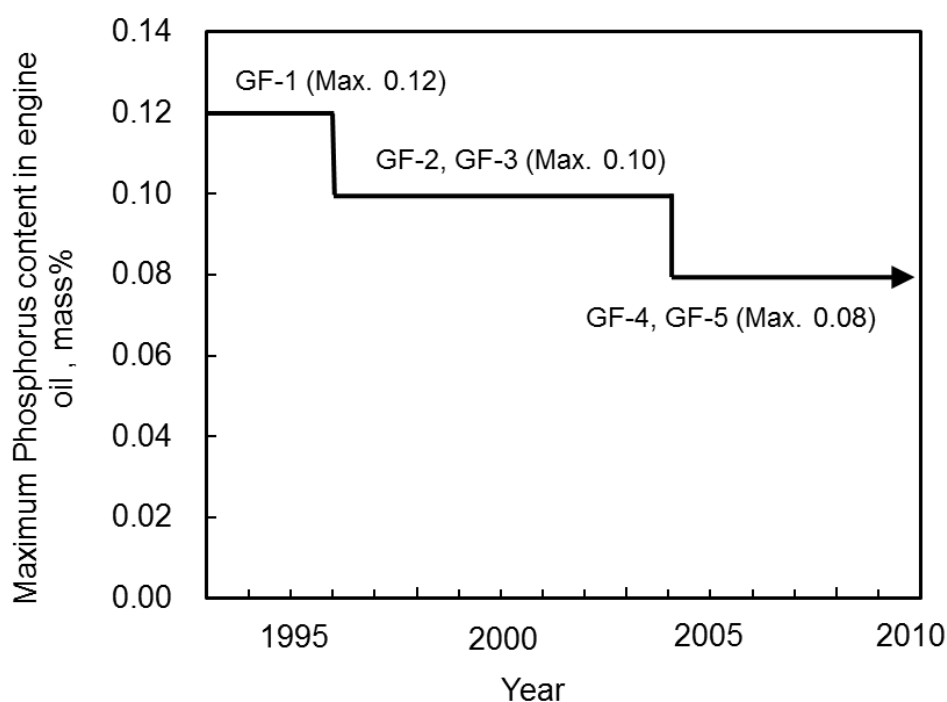


Fig. 5-1 : Specification of Maximum Phosphorus concentration in ILSAC

またエンジン部品の低フリクション化も盛んに検討されており、Fig. 5-2 に示すような炭素系薄膜である水素フリーDLC(ダイヤモンドライクカーボン)のバルブリフターへの適用が検討されてきた[4],[5]。この DLC 表面には金属系被膜は形成しないため、MoDTC による低フリクション効果は発揮されないが、無灰系摩擦調整剤の使用により顕著な低フリクション特性を示すことが明らかとなっており[6],[7],[8]、その効果を生かしながらも実用的なエンジン油が求められている。

エンジン油の実用性能を持たすには、摩耗防止剤や清浄分散剤を使用する必要があるが、水素フリーDLC表面での低フリクション化には悪影響を及ぼす。そこで、その影響を最小限に抑えながらも、従来有機モリブデン系摩擦調整剤が有効に作用する部位においても低フリクション化が図れるよう、水素フリーDLCに有効な無灰系摩擦調整剤を使用し、またその他添加剤の改良、粘度特性の改良により低フリクション化を達成した。この低フリクション化により、従来の有機モリブデン系摩擦調整剤使用油と比較して、0.5%の燃費向上を達成した。ここでは、5W-30 GF-4 無灰系摩擦調整剤添加油の省燃費性能と信頼性について解析を行った。

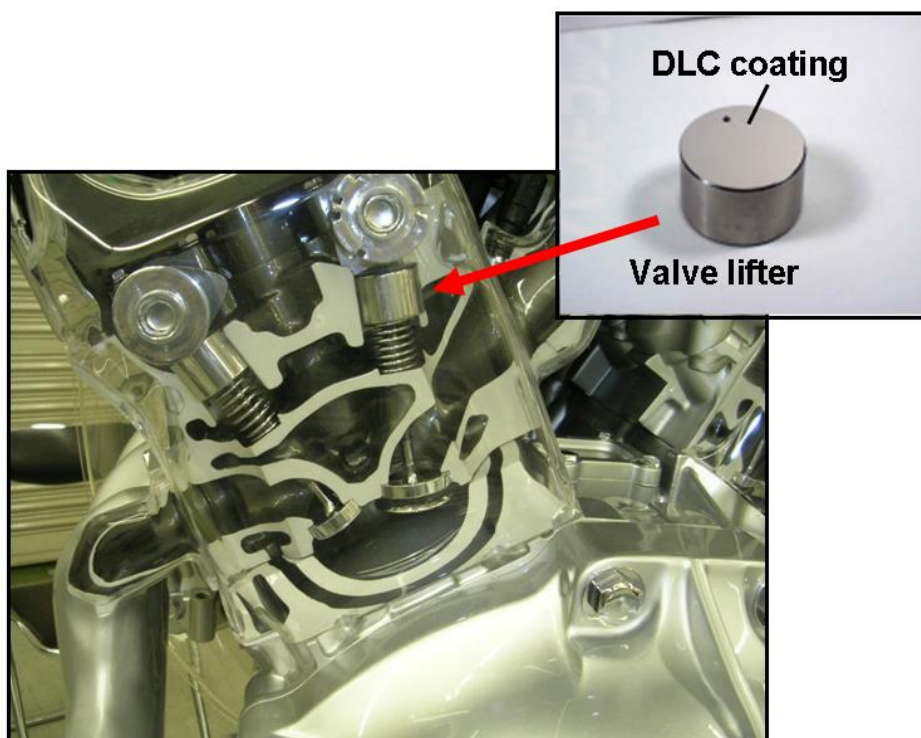


Fig. 5-2 : DLC valve lifter

## 5.2 実験装置

### 5.2.1 省燃費性能評価

初期省燃費性能の評価には SRV 試験およびモータリングトルク試験を用いた。また実車により省燃費効果を確認した。

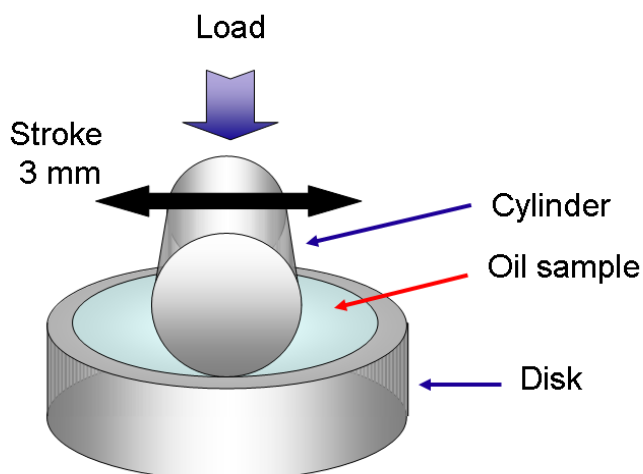
#### (1) 省燃費性能 -SRV 摩擦試験-

Optimol 社製 SRV 往復動摩擦試験機を用いて動弁系摩擦を模擬した摩擦試験を行った。ディスク状試験片には、SUJ2 材および PVD であるグラファイトのターゲットからのアーキオンプレーティング法による DLC 薄膜を被覆した試験片を用いた。本試験で用いた DLC 薄膜は水素を含有しない Tetrahedrally-coordinated

carbon (ta-C)コーティングであり, その成膜後の膜厚は 0.5 $\mu$ mとした. SRV 試験条件を Table 5-1, 試験片を Fig. 5-3 に示す.

**Table 5-1 : SRV test condition**

Cylinder test piece	$\phi$ 15x22mm SUJ2
Disk test piece	$\phi$ 24x7mm SUJ2 or Hydrogen free DLC coating on SUJ2 at thickness of 0.5 $\mu$ m
Load	400N
Stroke	3.0 mm
Frequency	50Hz
Oil Temp.	80°C
Oil Volume	100 $\mu$ L
Test Time	30 min



**Fig. 5-3 : SRV test piece**

(2) 省燃費性能-モータリング試験-

省燃費性能の評価にはモータリングトルク試験を用いた. 本試験により測定した 550,800,1200,1400rpm のフリクショントルクから, 使用頻度を加味して 10-15 モード燃費向上率を計算により求めた. モータリングトルク試験に用いたエンジン及び試験条件を Table 5-2 に示す.

Table 5-2 : Motoring torque test condition

Engine type	V6 3.0L	
	Valve train type	Bucket type DOHC
	Valve lifter type	CrN
		Hydrogen free DLC coating
Test condition	Speed	550~2800 rpm
	Oil temp.	80°C
	Water temp.	80°C

(3) 省燃費性能 -実車試験-

モーティング試験から推定した省燃費効果を確認するために、実車による省燃費性能評価を行った。試験には V6 3.5L エンジン搭載車両(CrN バルブリフター)を用いた。国内燃費認証モードである 10-15 モード、北米燃費認証モードである LA Comb.モードで実測した。

5.2.2 省燃費寿命

省燃費寿命は、実車フリート試験後のオイルの摩擦係数を SRV 摩擦試験機で測定することにより評価を行った。試験条件は Table 5-1 に示す。

5.2.3 信頼性確認評価

耐摩耗性能および清浄性評価をエンジン試験および単体試験にて行った。

(1) 動弁系摩耗評価

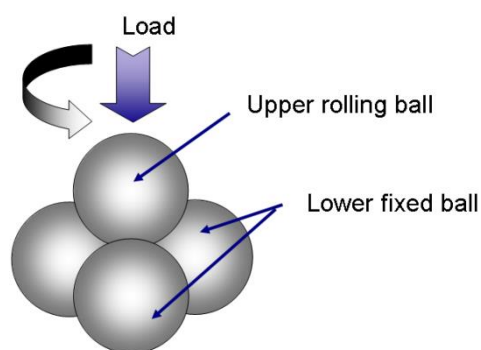
オイルの耐動弁系摩耗性能を評価するため、Table 3-22 に示す Sequence IVA (ASTM D 6891) [10]に規定する動弁系摩耗試験を実施し、カムノーズ平均摩耗量を測定した。

(2) スーツ摩耗評価

オイルへのスーツ混入による耐摩耗性能を評価するため、新油およびスーツ配合油によるシェル四球試験 [11],[12]を実施した。試験条件を Table 5-3, Fig. 5-4 に示す。

**Table 5-3 : Shell four ball test condition**

Test piece	SUJ2 Diameter: 8.73 mm
Load	294 N
Rotating speed	1200 rpm
Oil Temp.	80°C
Test Time	90 min
Soot	Mitsubishi Chemical MA100 2%



**Fig. 5-4 : Four ball tests**

(3) 低温清浄性評価

オイルの清浄性評価として、中・低温域でのスラッジ発生抑制効果を評価するため、Table 4-5 に示す JASO M 331-91[11]に規定する自動車用ガソリン機関潤滑油の清浄性試験を実施した。

**5.2.4 評価油の一般性状**

評価に用いた 5W-30 GF-4 無灰系摩擦調整剤添加油(以下、無灰系 FM 油)および一般的な 5W-30 GF-3 および MoDTC 添加油の性状を Table 5-4 に示す。

**Table 5-4 : Properties of test oils**

Oil spec.		Developed oil	Current oil	
		Ash-less	Conventional	MoDTC
SAE viscosity grade		5W-30	5W-30	5W-30
API/ILSAC		SM/GF-4	SL/GF-3	SL/GF-3
Kinematic viscosity (mm <sup>2</sup> /s)	40°C	47.2	61.5	51.3
	100°C	9.8	10.4	10.1
VI		200	158	188
HTHS viscosity (mPa·s)		2.97	3.03	2.95
CCS viscosity (mPa·s)	-30°C	4268	5900	5250
Friction modifier type		Ash-less	Ash-less	Organic Mo

## 5.3 結果と考察

### 5.3.1 SRV 試験による摩擦特性試験結果

5W-30 GF-4 無灰系 FM 添加油について SRV による摩擦試験の結果を Fig.5-5 に示す。一般的な 5W-30 GF-3 油において軸受鋼である SUJ2 のシリンダーと SUJ2 のディスクによる SRV 摩擦試験結果に対し、DLC 処理を施したディスクによる摩擦係数は DLC の低摩擦効果により低下する。更に無灰系の FM を使用し、DLC コーティングに対し最適化した 5W-30GF-4 油では更に摩擦係数を低減することができ、5W-30GF-3 の DLC 無処理の組み合わせに対し、摩擦係数は半減する。しかしながら、一般的に SUJ2 などの鋼材に対し顕著に摩擦を低減する摩擦調整剤として一般的に使用されている MoDTC を使用した場合、DLC を使用すると摩擦係数は増加する。この結果から DLC 表面上では、MoDTC が分解しながら生成する低摩擦被膜である MoS<sub>2</sub> が形成され難く、無灰系摩擦調整剤が有効に作用しているのではないかと考える。

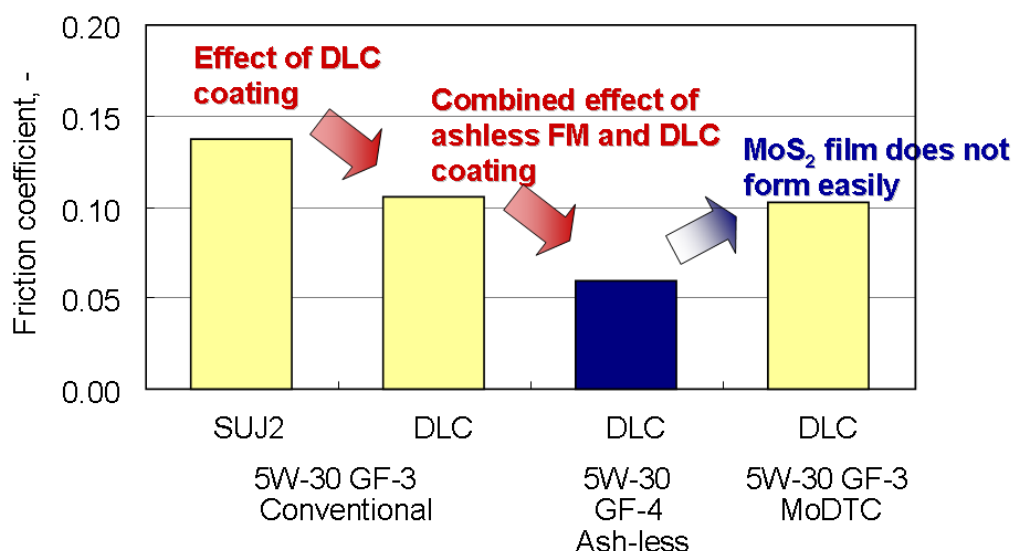


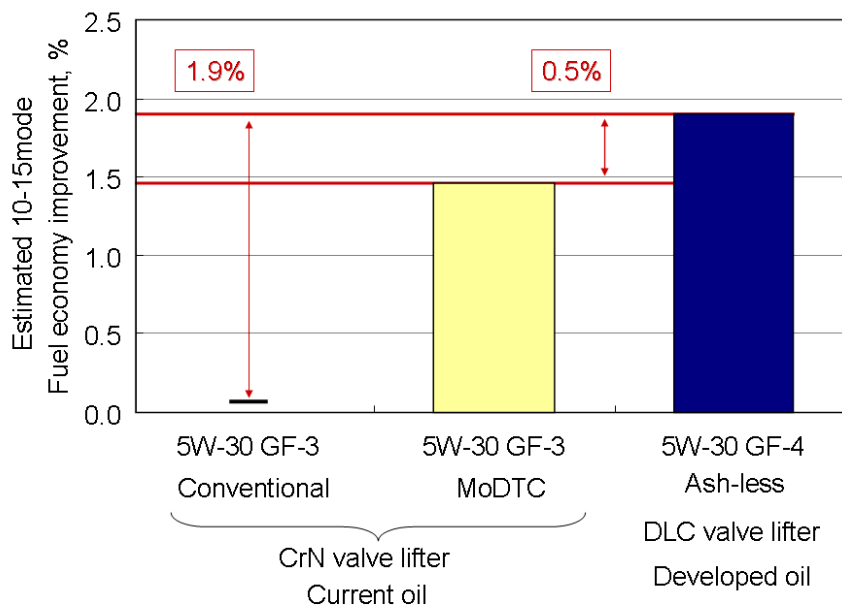
Fig. 5-5 : Result of SRV friction test [9]

Copyright © SAE International [2007-01-1979]

### 5.3.2 モータリング試験による省燃費性評価結果

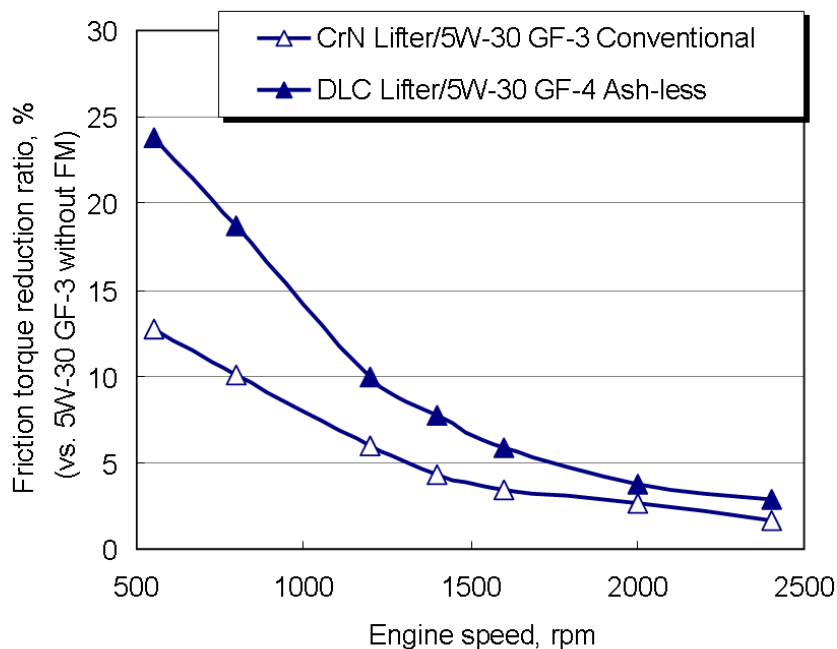
DLC バルブリフター搭載エンジンを用いて 5W-30 GF-4 無灰系 FM 添加油の省燃費性能の評価を実施し、CrN バルブリフター搭載エンジンにおける一般的な 5W-30 GF-3 油および MoDTC 添加油の省燃費性能と比較した。10-15 モード燃費向上率推定値の測定結果を Fig. 5-6 に示す。5W-30 GF-4 無灰系 FM 添加油は、MoDTC 添加油に対し、10-15 モード燃費向上率推定値+0.5%の省燃費性能を得ることが出来た。また、各回転数におけるフリクシントルク低減率を Fig. 5-7 に示す。5W-30 GF-4 無灰系 FM 添加油は一般的な 5W-30 GF-3 油と比較して、全回転域においてフリクシントルクが低減しており、省燃費効果が得られていると考えら

れる。これらの結果より、低回転域では、無灰系摩擦調整剤と DLC の組み合わせによるフリクション低減効果が現れ、中・高回転域では、粘度特性の改良による効果が現れていると考える。



**Fig.5-6 : Result of 10-15 mode fuel economy improvement [9]**

Copyright © SAE International [2007-01-1979]



**Fig. 5-7 : Result of motoring torque test [9]**

Copyright © SAE International [2007-01-1979]

### 5.3.3 実車試験による省燃費性能

V6エンジン CrNバルブリフター搭載車両を用いて省燃費効果を確認した。結果を Fig. 5-8 に示す。一般的な 5W-30 GF-3 油と比較すると日本の燃費認証モードである 10-15 モード実車燃費で 1.5% 向上した。これはモータリング試験結果による 10-15 モード燃費推定値とほぼ一致することからモータリング試験による省燃費効果の推定値は妥当と考える。また北米燃費認証モードである LA4 Comb.モードにおいても、実車燃費で 0.9% 向上することが確認できた。

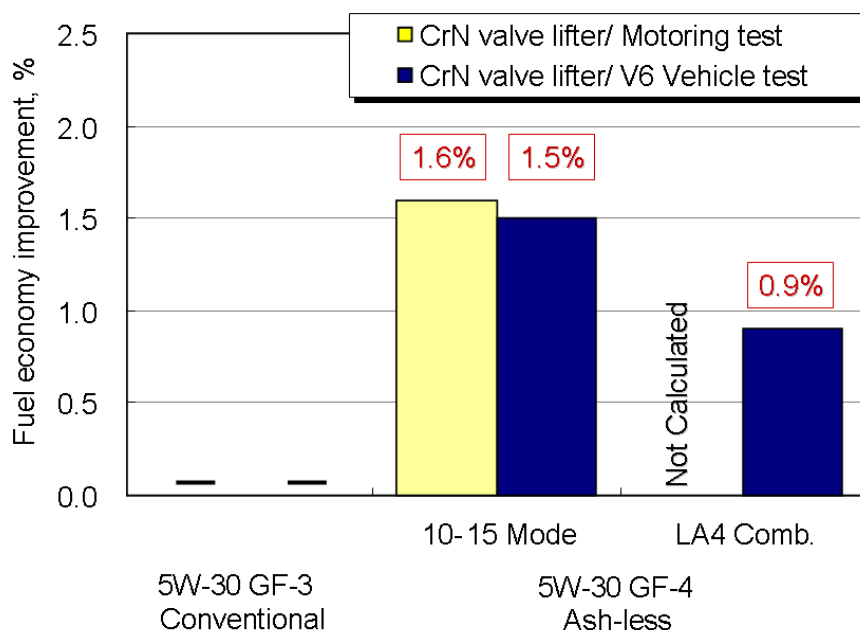


Fig. 5-8 : Result of fuel economy improvement with vehicle [9]

Copyright © SAE International [2007-01-1979]

### 5.3.4 省燃費寿命

実車によるフリート試験後油について SRV 摩擦試験を実施した。結果を Fig.5-9 に示す。5000km 毎 15000km 走行油まで摩擦係数を測定した。MoDTC 添加油は、6000km 走行時点で摩擦係数が上昇しているが、無灰系摩擦調整剤による摩擦低減効果は、15000km 走行まで持続することが確認できた。これは SUJ2 材および DLC いずれにおいても摩擦係数はほぼ一定であることから、無灰系摩擦調整剤の安定性が優れること、GF-4 化により酸化安定性が向上しているためと考える。

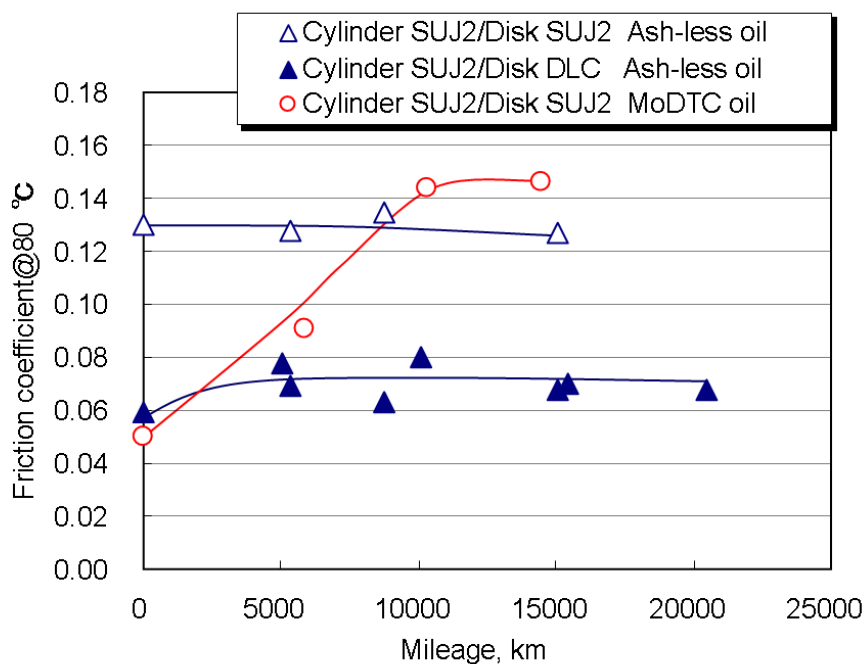


Fig.5-9 : Result of SRV friction test with oils after fleet test [9]

Copyright © SAE International [2007-01-1979]

### 5.3.5 動弁系摩耗評価

ILSAC 規格が GF-3 から GF-4 へ移行することにより、油中リン量の規格が最大 0.1mass%から最大 0.08mass%に変更になった。摩耗防止性能を持つ ZnDTP 量の添加が制限されたことになるため、耐摩耗性能の低下が懸念される。

Sequence IVA に規定される動弁系摩耗試験を実施し、カムノーズ平均摩耗量を測定した。Fig.5-10 に示す。5W-30 GF-4 無灰系 FM 添加油は油中リン化を図るために ZnDTP 量を減量しながらも、十分な耐摩耗性能を持ち、5W-30 GF-3 油と同等の耐動弁系摩耗性能を持つと言える。

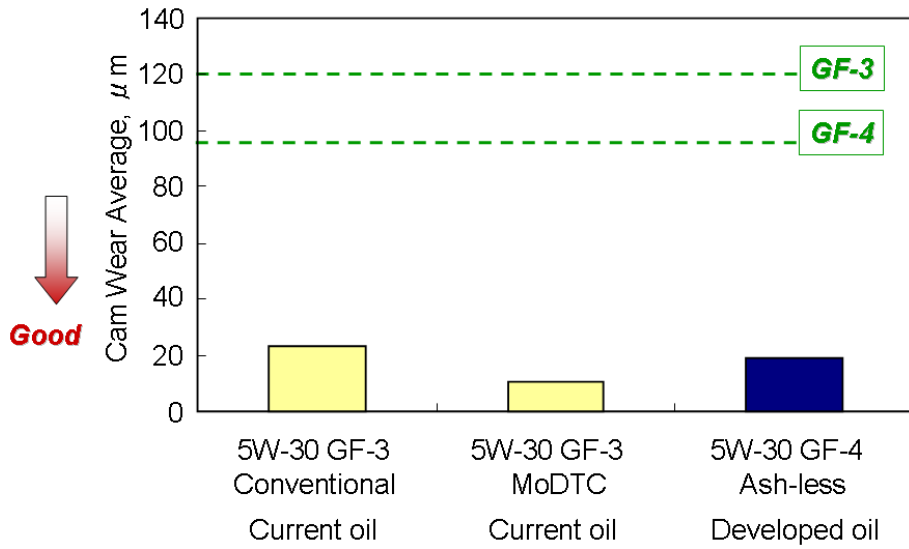


Fig.5-10 : Result of Cam Wear Average on Sequence IVA [9]

Copyright © SAE International [2007-01-1979]

### 5.3.6 スーツ摩耗評価

5W-30 GF-4 無灰系 FM 添加油の新油およびスーツ混入油についてシェル四球試験を実施し、5W-30 GF-3 MoDTC 添加油と比較した。摩耗痕径の測定結果を Fig. 5-11 に示す。スーツ混入時の耐摩耗性能は、5W-30 GF-3 MoDTC 添加油以上の性能を持つと言える。

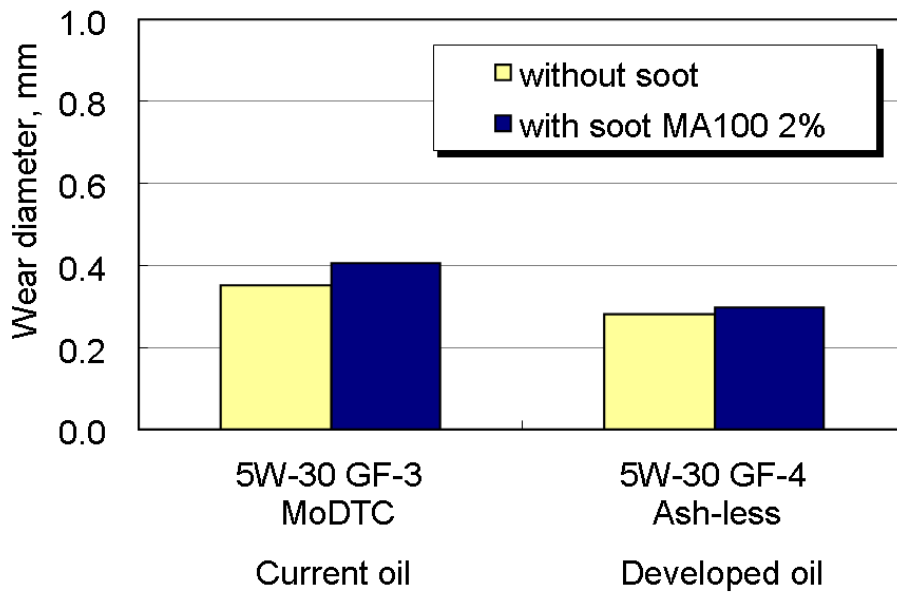


Fig. 5-11 : Result of four ball test with soot/without soot [9]

Copyright © SAE International [2007-01-1979]

### 5.3.7 低温清浄性評価

省燃費性能、耐摩耗性能に加え、エンジン油に求められる寿命延長という観点から、清浄性評価を行った。今回は、オイル劣化によりエンジンが正常に作動しなくなるまで評価を行い、その時間とロッカーカバースラッジ評点(右バンク)を比較した。清浄性寿命は、5W-30 GF-3 MoDTC 添加油は 450 時間であったのに対し、5W-30 GF-4 無灰系 FM 添加油は 600 時間と大きく延びた。スラッジ評点の変化を Fig.5-12 に示す。この結果より、基油および添加剤処方特性により、清浄性を大きく改善できた。

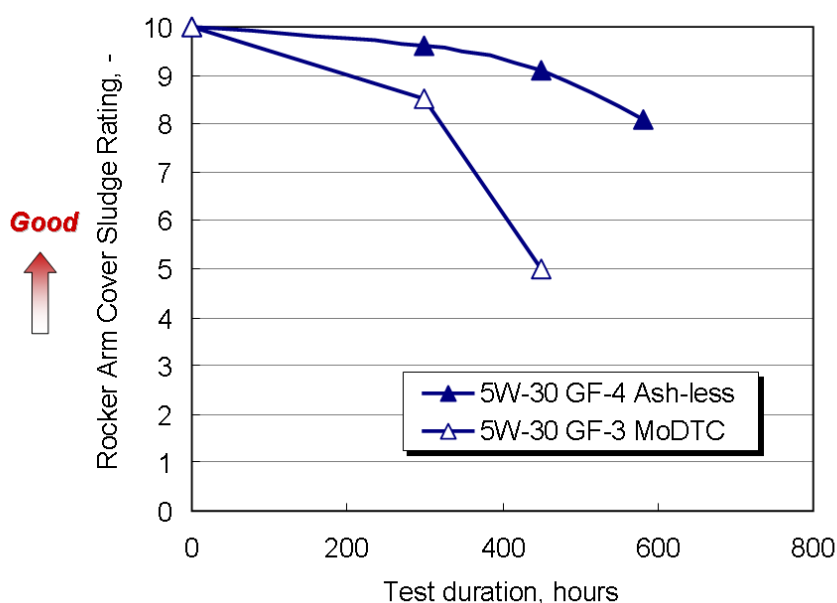


Fig. 5-12 : Result of Rocker Cover Sludge Rating in right bank [9]

Copyright © SAE International [2007-01-1979]

### 5.4 結言

水素フリーDLC の効果を最大限発揮させるための無灰系摩擦調整剤の添加および粘度特性の改良により、その効果を消すことなく実用的な性能を有する 5W-30 無灰系摩擦調整剤添加油を開発することができた。

- (1) 省燃費性能は、5W-30 GF-3 MoDTC 添加油に対する 10-15 モード燃費向上率推定値で 0.5%、汎用油に対しては、1.6%であり、実車による省燃費効果の確認も行った。また、省燃費寿命に関しても MoDTC 添加油同等以上であり 15000km 走行まで持続していることが確認できた。
- (2) 油中リン量減量に伴う耐摩耗防止剤 ZnDTP の減量により耐摩耗性の悪化が懸念されたが、エンジン試験の結果およびスーツ摩耗試験の結果より問題無いことが確認できた。
- (3) 低温清浄性は、エンジン試験の結果より現行 GF-3 油より大きく改善し、寿命延長効果が確認できた。

これらの結果より、本油は ILSAC GF-4 の性能を有しながらも DLC バルブリフター対応省燃費エンジン油として十分な性能および信頼性を持つエンジン油である。

## 5.5 文献

- [1] H. Tanaka, T. Nagashima, T. Sato, S. Kawauchi, "The Effect of 0W-20 Low Viscosity Engine Oil on Fuel Economy," SAE Technical Paper 1999-01-3468, 1999, doi:10.4271/1999-01-3468.
- [2] T. Sagawa, T. Ueno, K. Nakamura, T. Ishikawa, T. Ando, M. Ishikawa, "Development of 0W-20 ILSAC GF-3 Gasoline Engine Oil," SAE Technical Paper 2002-01-1636, 2002, doi:10.4271/2002-01-1636.
- [3] The ILSAC GF-4 STANDARD FOR PASSENGER CAR ENGINE OILS (2004).
- [4] Y. Yasuda, M. Kano, Y. Mabuchi and S. Abou, "Research on Diamond-Like Carbon Coatings for Low-Friction Valve Lifters", SAE Technical Paper 2003-01-1101, 2003, doi:10.4271/2003-01-1101
- [5] M. Kano, Y. Yasuda, Y. Mabuchi, J. Ye and S. Konishi, "Ultra-low Friction Properties of DLC Lubricated with Ester-Containing Oil --Part 1: Pinon-disk and SRV Friction Tests--", Proc. of 30<sup>th</sup> Leeds-Lyon Symposium on Tribology, 2003.
- [6] T. Ueno, T. Hamada, M. Kano and K. Nakamura, Summaries of Tribology Conference, Japanese Society of Tribologists (Tottori 2004-11), 561 (in Japanese).
- [7] S. Okuda, T. Sagawa, T. Kubo, H. Nanao, I. Minami, S. Mori, "Investigation of tribo-chemistry using stable isotopic tracers: Mechanism of low friction of DLC lubricated by friction modifiers", ASIATRIB KANAZAWA, Japan 2006-10 T8-190
- [8] C. Matta, M. I. De Barros Bouchet, T. Le Mogne, B. Vacher, J. M. Martin, S. Okuda, T. Sagawa, M. Kano, "Improved Boundary Lubrication With Glycerol-Diamond Like Carbon Technology", ASIATRIB KANAZAWA, Japan 2006-10 T8-94
- [9] S. Okuda, T. Dewa, T. Sagawa, "Development of 5W-30 GF-4 Fuel-saving Engine Oil for DLC-coated Valve Lifters", SAE Technical Paper 2007-01-1979, 2007, doi:10.4271/2007-01-1979
- [10] American Society for Testing and Materials, "Standard Test Method for Evaluation of Automotive Engine Oils in the Sequence IVA Spark-Ignition Engine", ASTM D6891-05.
- [11] Japanese Automobile Standards Organization, "Low and Medium Temperature Detergency Test Procedure for Evaluating Automobile Gasoline Engine Oils", JASO M 331-91.
- [12] F. G. Rounds, "Soots from Used Diesel Engine Oils- Their Effects on Wear as Measured in 4-Ball Wear Tests", SAE Technical Paper 810499, 1981, doi:10.4271/810499
- [13] T. Katafuchi, H. Fujita, "Effect of soot for lubrication characteristics in diesel engine oil (in Japanese)", Japanese Society of Tribologist, Tribology conference 1990 October.

## 第 6 章 水素フリーDLC コーティングへの摩擦調整剤作用機構解析

### 6.1 緒言

これまで, Fig.6-1 に示すようなグリセリンモノオレート(GMO)のようなエステルが, 弾性流体潤滑領域や混合潤滑領域下における水素フリーDLC 表面で摩擦係数を低減することが知られている. 例えば GMO を含むポリアルファオレフィンによる摩擦試験では, 20~100℃の領域で 0.02 と低いフリクションを示している [1],[2],[3]. この摩擦係数のレベルは, 同じ試験条件における極性分子による結果でも同様に低いレベルにある. しかしながら, 実際のエンジン油への適用を考慮するとベースオイルへの可溶性や, エンジン油としての機能を発揮するため摩耗防止剤や清浄分散剤と組み合わせる必要があるため, 摩擦係数は 0.06 から 0.08 のレベルに留まる[4].

一方, 純グリセリンでも同様の低摩擦係数を示す[3]ことから, 長鎖の分子構造を持つ単分子層が摩擦を低減するメカニズムが, この場合には当てはまらない. これまでの研究で炭素表面でのヒドロキシル化が代替メカニズムとして提案されているが, 分析の前に表面を洗浄する必要があるため, 分析的に証拠が示されていないのが現状である. そこで気相中の潤滑試験装置とコンピューターシミュレーションを使ってこの仮説の検証を行った. ここでは, 2つの単純な分子を検証に用いた. 一つが重水素を持つグリセリンで, もう一つが過酸化水素である. 表面は全ての場合において水素フリーDLC である(Tetrahedrally-coordinated carbon) ta-C 炭素表面とした.

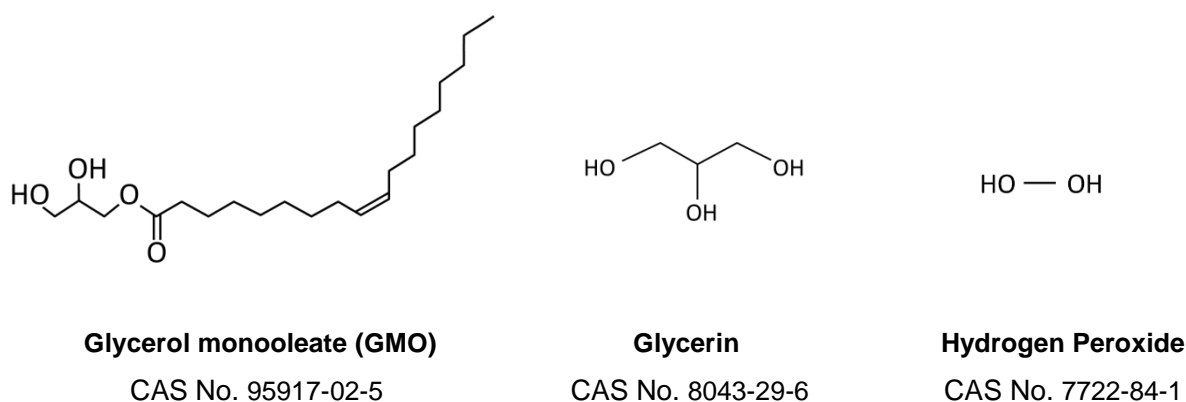


Fig. 6-1 : Comparison Glycerin and Hydrogen Peroxide with GMO

### 6.2 実験方法

#### 6.2.1 ta-C コーティングの特徴と特性

表面仕上げされた浸炭鋼のディスクと高硬度鋼のピンに, 物理蒸着(PVD)であるグラファイトのターゲットからのアーカイオンプレーティング法により, 約 0.9  $\mu\text{m}$  の厚さを持つ ta-C (水素フリーDLC)表面を作成した. 加えて, Secondary Ion Mass Spectrometry (SIMS)による同定実験では, ta-C コーティングのバルク中に明らか

な水素は検出できず、水素フリーであることを示している[5],[6]。ta-C コーティングの材料物性は既に他で報告されており、その結果を Table 6-1 に示す[5],[6],[7]。

**Table 6-1 : Properties of ta-C material and characterization methods**

	ta-C properties	Characterization methods	References
Content of sp <sup>3</sup> -carbon (%)	80±10	XANES+AES+EELS	[3],[5],[7]
H content (atomic %)	<1	ToF-SIMS	[5]
Hardness (GPa)	65±15	Nanoindentation	[5]
Young's modulus(GPa)	600±100	Nanoindentation	[5]
Surface roughness RMS(nm)	30±10	AFM	[5]
Contact angle (°)	95	Wettability measurements	[6]

ta-C コーティング中の sp<sup>3</sup> 結合の比率は、XANES と AES の分析結果によると、70%から 80%の間である[5],[6]。これはクロスセクション法を使ったFIB-TEMを適用した低エネルギー損失EELSから概算された3.43 g/cm<sup>3</sup> という密度と一致する。この密度は密度とプラズモン損失(plasmon loss)の最大値との関係から概算されている[8]。また、ta-C コーティング中の sp<sup>3</sup> 結合の比率が高いことから、高硬度(~ 65 GPa)と高ヤング率になっていることを、ナノインデンテーション測定で確認されている[3]。ダイヤモンドライクなアモルファスもしくは四面体構造によるカーボンのコーティングは、Robertson による carbon-hydrogen phase diagram で整理できる[9]。このアモルファスコーティングは、バルク中で主に sp<sup>3</sup> の炭素同士の結合からできていると述べられていたが、最表面は sp<sup>2</sup> リッチであることが観察されている。ダイヤモンド粉による研磨加工の結果、ta-C コーティングの最表面には 3nm 厚さのグラファイトカーボン層が存在していることを EFTEM による研究により示されている[8]。ta-C 層の表面粗さはタッピングモードによる AFM で測定されている。研磨された浸炭鋼基板に 900nm の厚さで蒸着させたときの粗さ(RMS)は、20-30 nm であった。

## 6.2.2 減圧下での摩擦試験機

実験では、Fig. 6-2 に示す気相中の摩擦試験用途に開発された Environmentally Controlled Tribometer (ECT)を使用した。気圧は 10<sup>-9</sup> hPa から 1000 hPa (1000 mbar)まで制御可能である。10<sup>-3</sup> hPa 以下の気圧においては気体導入の間、連続的に減圧されていて、動的な流れが起きている。高気圧では減圧チャンバーはポンプシステムから分離されていて、定常環境が実現されている。摩擦試験は往復しゅう動とし、pin-on-flat のテストピースで試験温度 80°C、最大面圧 345MPa、すべり速度 1mm/s で実施した。半球のピンと平板双方に前述の ta-C コーティングが施された。

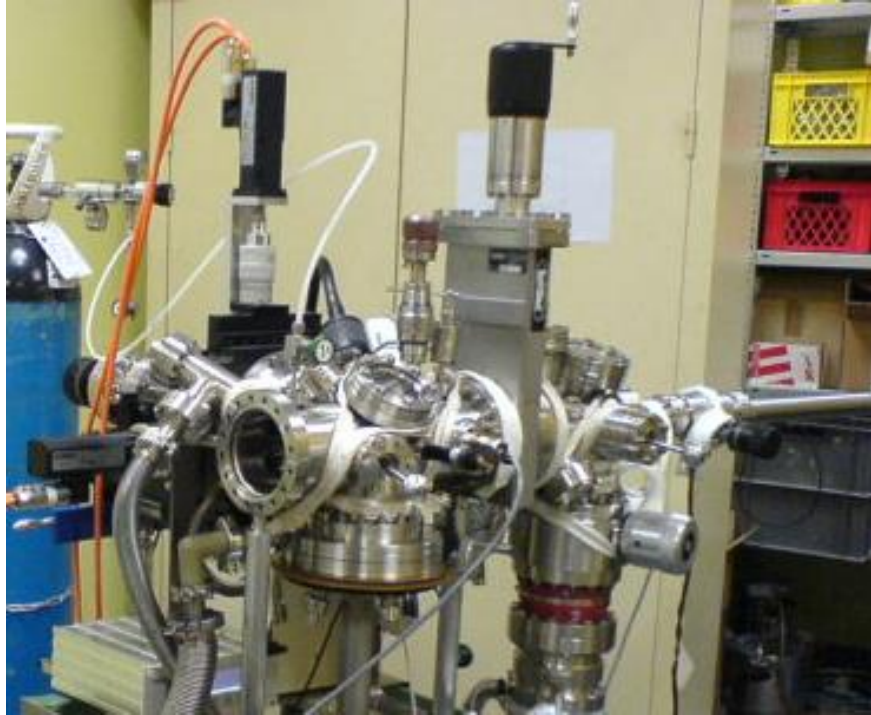


Fig. 6-2 : Environmentally Controlled Tribometer

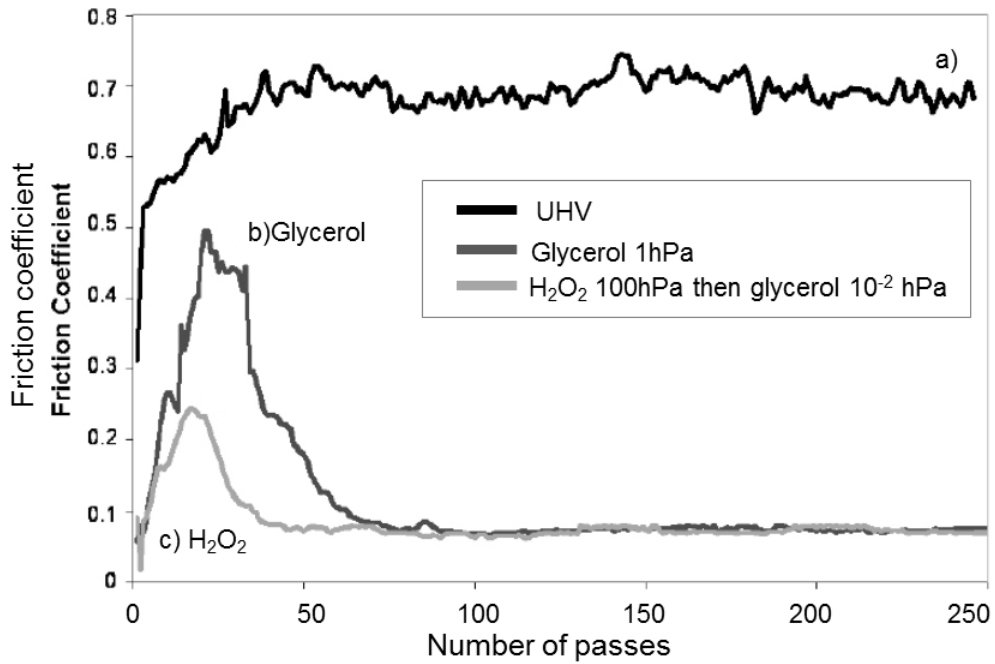
摩擦試験前に ta-C 処理試験片はヘプタンとアルコールを使って超音波洗浄器で洗浄され、高真空チャンバ一に導入した。最初に表面上のコンタミを取り除くために 150°C に加熱をおこなった。摩擦試験では重水素化されたグリセリン(D-glycerol) 化学式  $C_3H_5(OD)_3$  と過酸化水素(化学式  $H_2O_2$ ) を使用した。この試験で使用された D-glycerol は市販の物であり、純度は 99.5%、密度は 25°C で 1.257 である。

## 6.3 結果

### 6.3.1 気体グリセリンと過酸化水素の存在下での ta-C の潤滑による水生成

Fig. 6-3 は異なる環境下での ta-C/ta-C 同士の摩擦によるしゅう動回数と摩擦係数変化との関係を示す。最初に UHV(Ultra High Vacuum と呼ぶ高真空状態の  $10^{-8}$  hPa 減圧下での ta-C の摩擦挙動を調査した。その結果、Fig. 6-3 の a) に示すように、参考文献[10]と同様の高い摩擦係数をすぐに示し、その後ほぼ定常状態となった。これは、最初の摩擦で発生する2つのしゅう動面間における炭素原子のダングリグボンドに起因している。試験の初期段階で 1 hPa のグリセリン蒸気を導入したところ、Fig. 6-3 の b) に示すように摩擦係数は UHV における 0.7 から 0.05 に劇的に低下した。これはグリセリン分子が初期の ta-C 表面間トライボケミカル反応によって摩擦係数を下げるためには、摩擦回数約 80 回の誘導期間が必要だということを示唆している。この誘導期間の存在の理由を明らかにするために、洗浄した ta-C 表面を 1 時間 100 hPa の過酸化水素ガスに曝露した。その後、過酸化水素を真空排気した後、同一の試験条件で  $10^{-2}$  hPa グリセリン蒸気中で摩擦試験を実施した。その結果を Fig. 6-3 の c) に示す。Fig. 6-3 の b)、および Fig. 6-3 の c) に示すグリセリン存在下で実施した試験の定常状態での摩擦係数はほぼ同一であるが、過酸化水素の影響は、Fig. 6-3 の c) において約 50 回の誘導期間に短縮している。このことは  $sp^2$  炭素が多く存在する ta-C 最表面において、OH を含む分子の存在下でヒ

ドロキシ化が起こり、摩擦を下げる要因となる H/OH 末端表面の生成することを示唆している。一旦、炭素表面のカルボキシ化が完全に進めば、OH を含む分子は水素結合により OH 末端表面に吸着できる。Fig. 6-4 に示すようにグリセリン存在下でのこの低摩擦機構は過酸化水素の前処理の有る無しに関わらず、しゅう動面には摩擦を発生させない。Fig. 6-5 の b) と Fig. 6-5 の c) に示すように、同様の低摩擦は過酸化水素のみ存在した場合でも発生する。摩擦係数は過酸化水素を使用した分圧に応じた誘導期間を持った後、約 0.05 にまで低下する。



**Fig. 6-3: Friction coefficient versus the number of passes for ta-C/ta-C couple at 80°C: a) in UHV, b) in 1 hPa of glycerol vapor and c) in 10<sup>-2</sup> hPa of glycerol vapor after a previous saturation of the ta-C surface with H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> [11]**

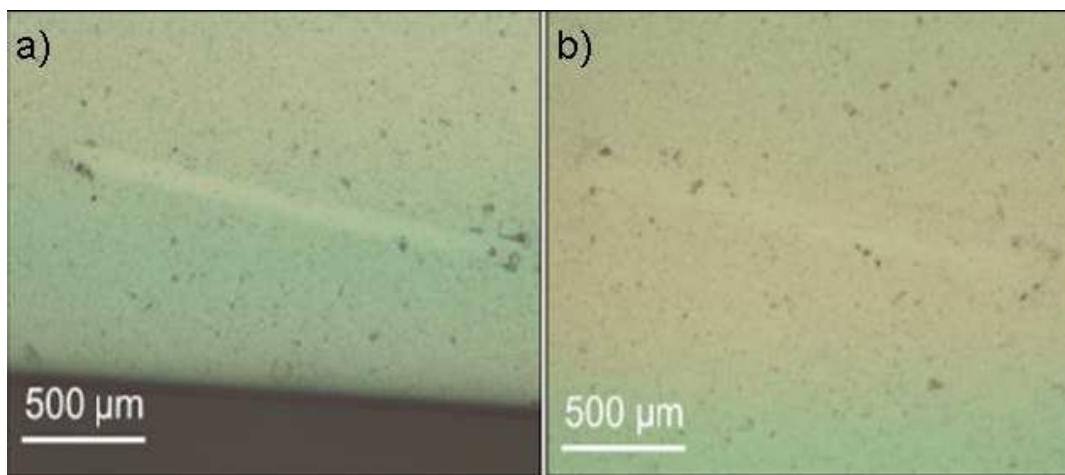


Fig. 6-4 : Wear tracks on the ta-C-coated flats after friction: a) in 1 hPa of glycerol vapor and b) in  $10^{-2}$  hPa of glycerol vapor after a previous saturation of the ta-C surface with  $H_2O_2$  [11]

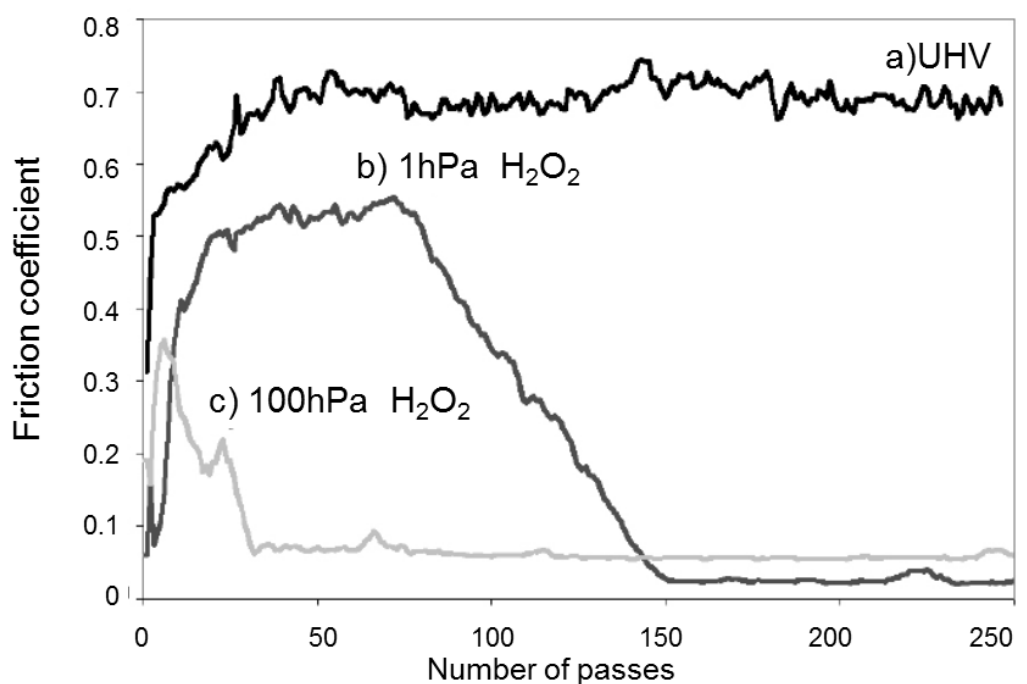


Fig.6-5 : Friction coefficient versus the number of passes for ta-C/ta-C couple at 80°C: a) in UHV, b) in 1 hPa of  $H_2O_2$  vapor and c) in 100 hPa of  $H_2O_2$  vapor [11]

摩擦試験中に発生する気体の組成を同定し、その気体の分圧を測定するためメインチャンバーを分離し、残留ガス分析器(RGA:residual gas analyser)を使うために  $10^{-6}$  mbar に圧力を調整した。これは残留ガス分析器が高圧下では測定できないためである。マススペクトルは摩擦試験中 15 分おきに記録され、18( $H_2O$  and/or OD) と 20( $D_2O$ )のピークに着目した。Fig. 6-6 は試験期間中の質量ピークの変化を示す。試験時間が長くなる

につれて重水(質量数 20)によるピークが増加し、一方純水もしくは OD による質量数 18 のピークが減少していることが明らかになった。このことは、摩擦中にグリセリンの分解により重水が生成されることを強く示唆している。この試験の終了時に、摩耗痕内側と比較対象としての摩耗痕の外側で ToF-SIMS 分析を実施した。Table 6-2 は H, D, OH, OD のピーク強度を示す。この結果は 2H, OD フラグメントによるピーク強度は明らかに増加している。このことは、重水の生成を伴った炭素表面でのヒドロキシル化、水素化メカニズムを裏付けている。

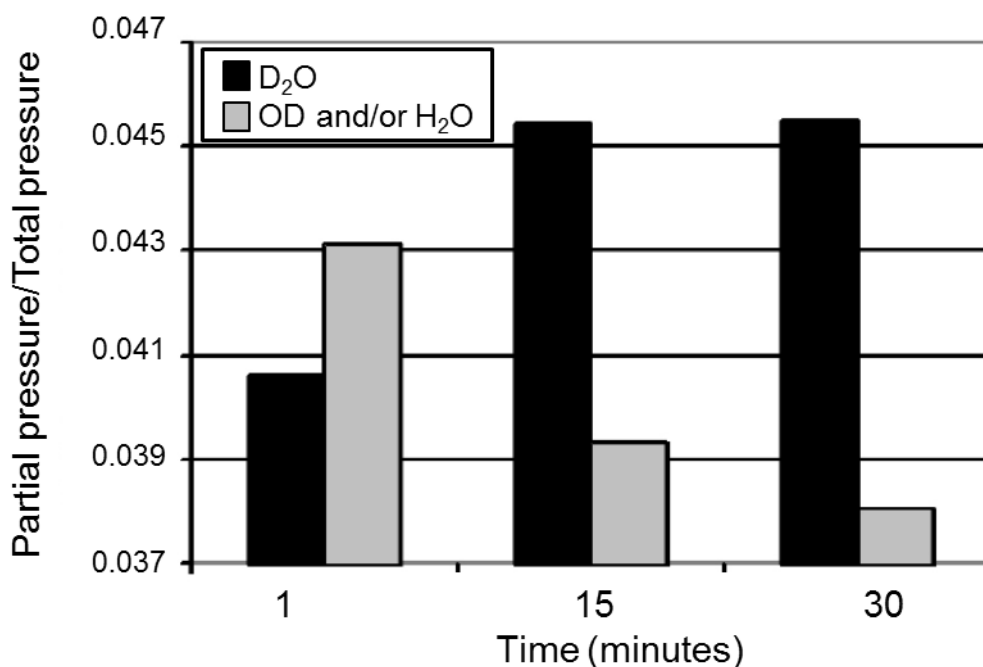


Fig. 6-6 : Evolution of the relative peak intensities at mass 18 (H<sub>2</sub>O and/or OD) and at mass 20 (D<sub>2</sub>O) during a friction test performed with gaseous deuterated glycerol C<sub>3</sub>H<sub>5</sub>(OD)<sub>3</sub> [11]

Table 6-2 : ToF-SIMS analyses in the wear track after a friction experiment with gaseous deuterated glycerol. A significant increase of the intensities of D and OD peaks is observed (compared with intensities of spectrum recorded outside the wear track). This strongly supports the hydroxylation and/or hydrogenation mechanism of ta-C surface during the friction process.

	H	D	OH	OD
Outside the wear track	3012841	10575	706662	1121
Inside the wear track	3364705	105857	740762	3778

### 6.3.2 コンピューターシミュレーションによる ta-C DLC の原子構造

次に表面としてta-C, 潤滑剤としてグリセリン, 過酸化水素を使用したモデルトライボロジー系での分子動力学(Molecular Dynamic:MD)シミュレーションによる予測を, 摩擦による水の生成に着目して検討した.

1から4層のグリセリン分子層の存在下における OH 末端 ta-C と未処理 ta-C 表面の摩擦について, 分子動力学を適用して検討を行った. 分子動力学は構造と化学反応の量子力学計算に基づいた ReaxFF(reactive force field)を適用した. 過去の研究では, 多くの炭素原子を持つアモルファス系での反応を表し, 構造を再現する ReaxFF の正確さが報告[12],[13]されている. アモルファスの炭素構造を含むため, ダイヤモンド構造(4x4x4 規則格子)で512原子を含むセルから検討を始めた. この系で液層を作るため2ps間7722°Cまでこの系を加熱し, その後27°Cにまで冷却した. 最後に3ps間27°Cで平衡状態を保った. この工程により2.7から3.4 g/cm<sup>3</sup>までの密度が得られた. 一番安定的な DLC は3.0-3.3 g/cm<sup>3</sup>になっている. Fig. 6-7は密度と炭素ネットワーク構造における sp<sup>3</sup> 比率との関係を示す. この結果は, 実験によって求められた文献値と良い一致を示している[14],[15]. 冷却速度が遅くなると, 3.0 から3.3g/cm<sup>3</sup>の密度範囲の安定的な ta-C 構造になろうとするため, 炭素構造のエネルギーを減少させる. このときの密度は 3.24 g/cm<sup>3</sup> であり, sp<sup>3</sup> の炭素原子が83%を占めることがわかり, sp<sup>2</sup>は16.6%,sp<sup>1</sup>は0.4%となる. 全てのsp<sup>3</sup>原子は正四面体型ネットワークを作るため内部で結合しており, 分離されたsp<sup>2</sup>原子もしくはsp<sup>2</sup>原子の短い枝分かれがついている. sp<sup>1</sup>原子は2つのsp<sup>2</sup>原子間にあるか, 分離されている. この計算による構造を Fig. 6-8 に示す. ここで sp<sup>3</sup> はピンク色, sp<sup>2</sup> は青色, sp<sup>1</sup> は緑色である. シミュレーションモデルは Table 6-1 に示す XANES and TEM-EELS の実験結果と一致している. これらの結果から3.24 g/cm<sup>3</sup>の密度と83%のsp<sup>3</sup>カーボンを持つ ta-C モデルを以降の摩擦シミュレーションで使用した.

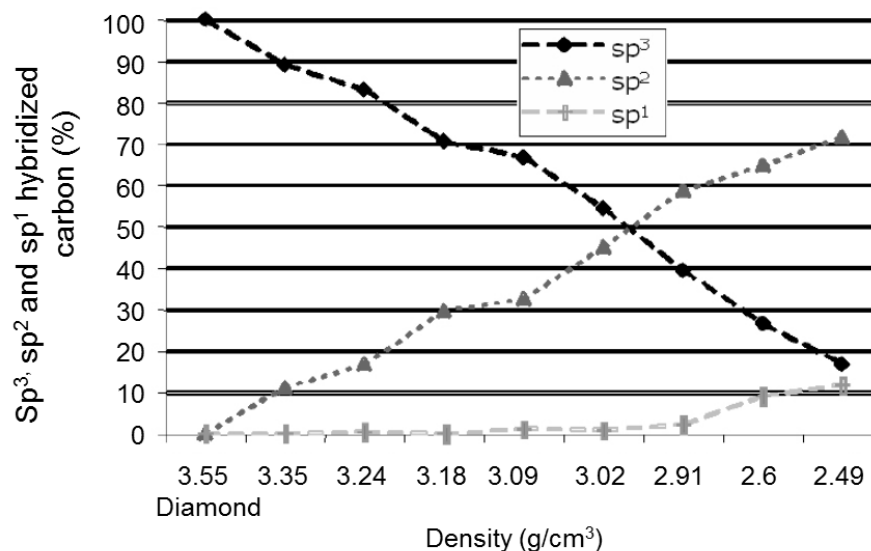


Fig. 6-7 : Correlation of the density and sp<sup>3</sup>, sp<sup>2</sup> and sp<sup>1</sup> fractions for ta-C coating obtained from molecular dynamics simulations. A near-linear dependence for the sp<sup>3</sup> and sp<sup>2</sup> fractions as a function of density is obtained for hydrogen-free ta-C material [11]

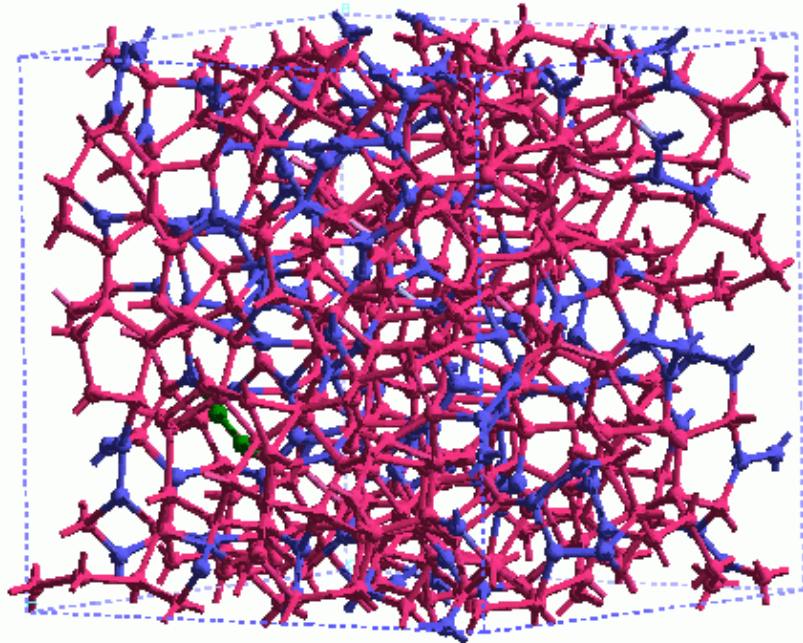
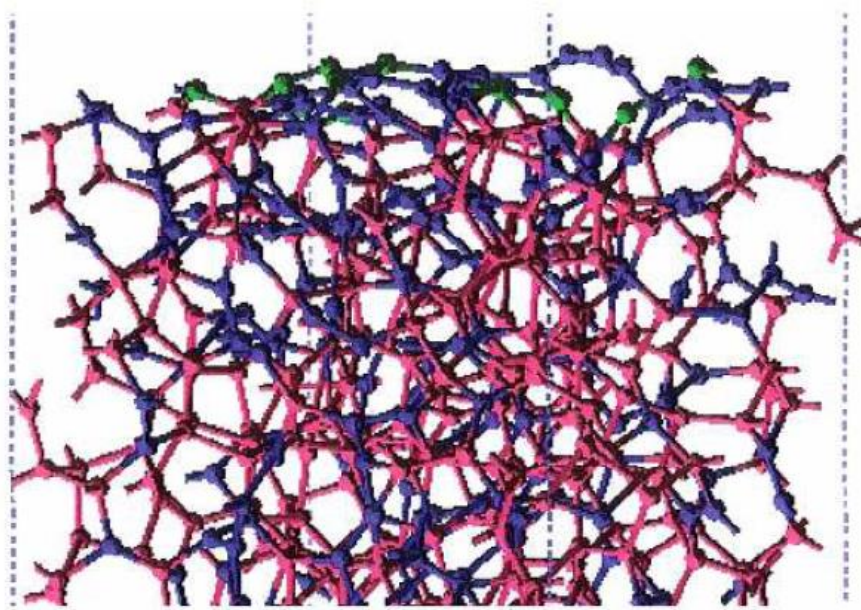


Fig. 6-8 : Calculated structure of the ta-C bulk material with a density of 3,24 g/cm<sup>3</sup>, a) sp<sup>3</sup> atoms of the structure (83%) and b) sp<sup>2</sup> and sp<sup>1</sup> atoms of the structure (16.6% in blue and 0.4% in green respectively). [16]

### 6.3.3 未処理 ta-C と OH 含有 ta-C における表面の原子構造

まず ta-C の表面を作るため, x,y,z 方向のそれぞれで垂直平面でセルを切った. おおの 3 方向, 30 箇所て固体を切断することを試みた. セルサイズは 14.75 Å であることから, これは 0.5 Å の間隔に相当する. 3 方向それぞれの ta-C の 2 つ平面 1.5 Å 分を区切り, 原子の配置がエネルギーを最小にするように最適化された. それから 3 方向 3 組の平面から最も良い平面が選択され, 27°C でシミュレーションを実施し, ta-C 構造の実表面として最適なものを選択した.

Fig. 6-9 は 3.24 g/cm<sup>3</sup> のバルク ta-C(70.5 % sp<sup>3</sup>, 29.5 % sp<sup>2</sup>) から作られた ta-C 表面の原子構造を示す. 表面では 52%の sp<sup>3</sup>, 37%の sp<sup>2</sup>, 11%の sp<sup>1</sup> 構造となる. 表面原子の約 0.4%がバルクの C 原子と結合している. この計算によると ta-C 材料の最表面においては, 実表面における実験的な TEM-EELS の観察からなるバルクでの結果[8]と比較して sp<sup>1</sup> と sp<sup>2</sup> 炭素が多くなっている.



**Fig. 6-9 : Calculated structure of the ta-C material surface with a density of 3,24 g/cm<sup>3</sup>. In the surface, 52% of atoms are hybridised sp<sup>3</sup> in pink 37% of atoms are hybridised sp<sup>2</sup> in blue and 11% of atoms are hybridised sp<sup>1</sup> in green [11]**

次にOH末端基で表面を覆い、表面上でのH/OHの最大量を決めるために、ta-C/ta-C表面間に14個の過酸化水素分子を置き、27°Cで反応させた。弱い結合を取り除くため、その後1727°Cまで表面を加熱した。Fig. 6-10に示すように、これにより下面に9箇所の(H+OH)、上面に10箇所の(H+OH)末端ができる。

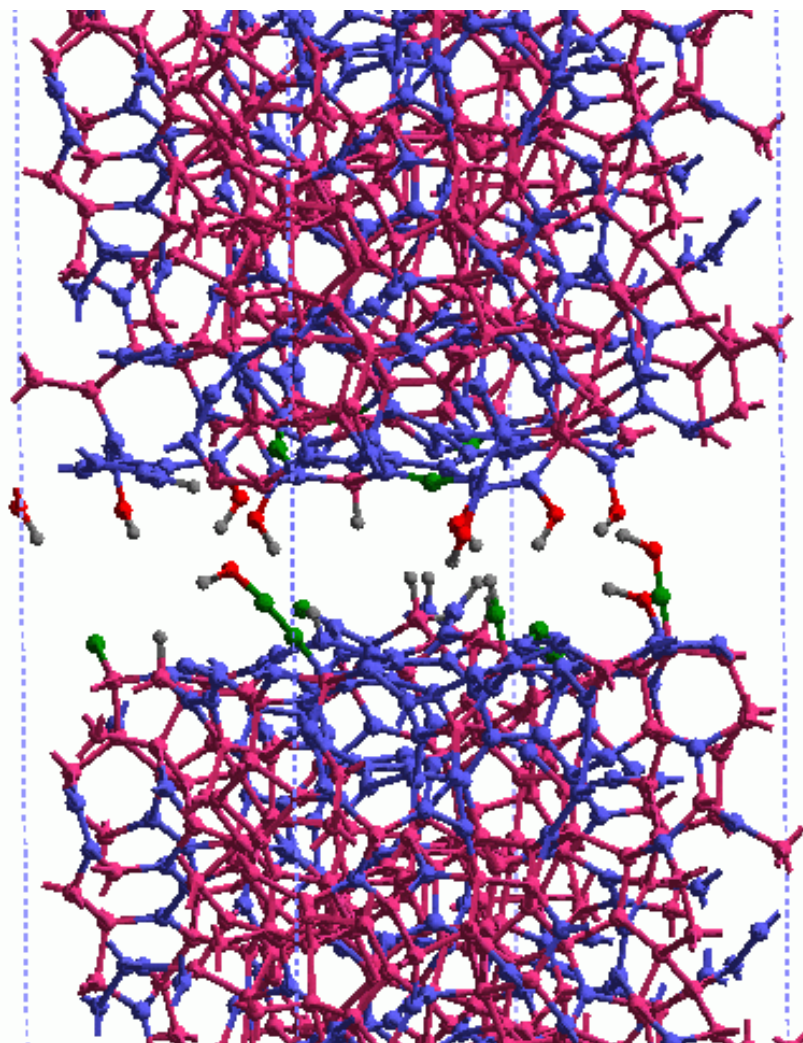


Fig. 6-10 : Calculated structure of the lower and upper slabs after saturation of the ta-C/ta-C interface with 14 H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> molecules at 27°C [11]

#### 6.3.4 潤滑下での ta-C 表面間摩擦特性コンピューターシミュレーション

ta-C 表面を使って、最底面に対して最表面を滑らせる ReaxFF を使ったすべり摩擦のシミュレーションをおこなった。2つの ta-C の厚板を接触させることによって ta-C/ta-C すべり面の組み合わせを作成した。周期的な境界条件を x-y 面に与え、z 方向は約 45~48 Å の真空の状態とした。1つのセル中に 32 元素を持つ下側厚板の底面 0.9 Å はすべての計算時に固定され、上側の厚板の上面 0.9 Å はしゅう動方向に沿って 1nm/ps の一定速度で動く。シミュレーションは、体積、エネルギーが一定(NVE)の平衡条件で実施された。また摩擦シミュレーションは最表面から最底面まで一定の速度(CVM)になるように実施された。これにより動的摩擦を計算できるようになる。外部速度  $V_{ex}$  はステップ時間毎に最表面の炭素原子に熱運動速度を与え、一方底面の炭素原子はすべり方向である x 方向に引っ張られる。おのおのの点で残りの原子は、かかる力に応じて自由に動くことができる。最表面の炭素層の動きは速やかに厚板内部に伝わり、最表面は与えられた速度  $V_{ex}$  で速やかに

動く。一定速度で最表面層が動いているので、2面間の摩擦力は  $V_{ex}$  による力とバランスしなければならない。シミュレーションでは、動的摩擦力  $f$  は、上部厚板層の原子によるすべり方向の原子間力の合計になっている。2つの ta-C 層がお互いに近づくと、表面原子間で反発し合い相互作用エネルギーが増加する。一方 ta-C 層が離れていくとゼロに近づく。外部入力  $F_n$  は、2つの厚板層の間で発生する相互作用と平衡で、2つの厚板の質量中心の間の距離を一定に保つようにz方向(厚板に対して垂直)に沿って与えられる。以上より、摩擦力と外部入力を求めることができ、摩擦係数  $\mu$  は動的摩擦力  $f$  の平均値を外部入力  $F_n$  の平均値で除した値で定義される。[16]

$$\mu = f / F_n \quad \text{式(6-1)}$$

シミュレーションは未処理 ta-C 表面や H や OH で覆った ta-C 表面を含む条件で行った。

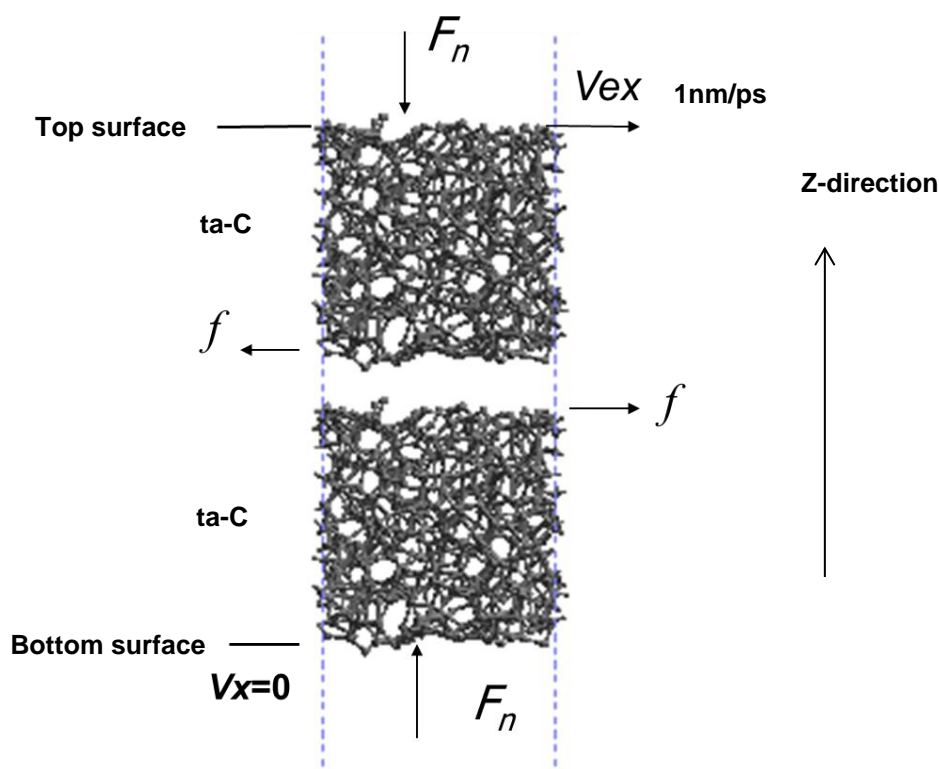


Fig. 6-11 : Constant Velocity Simulation to determine Kinetic Friction

(1)未処理ta-C表面の場合

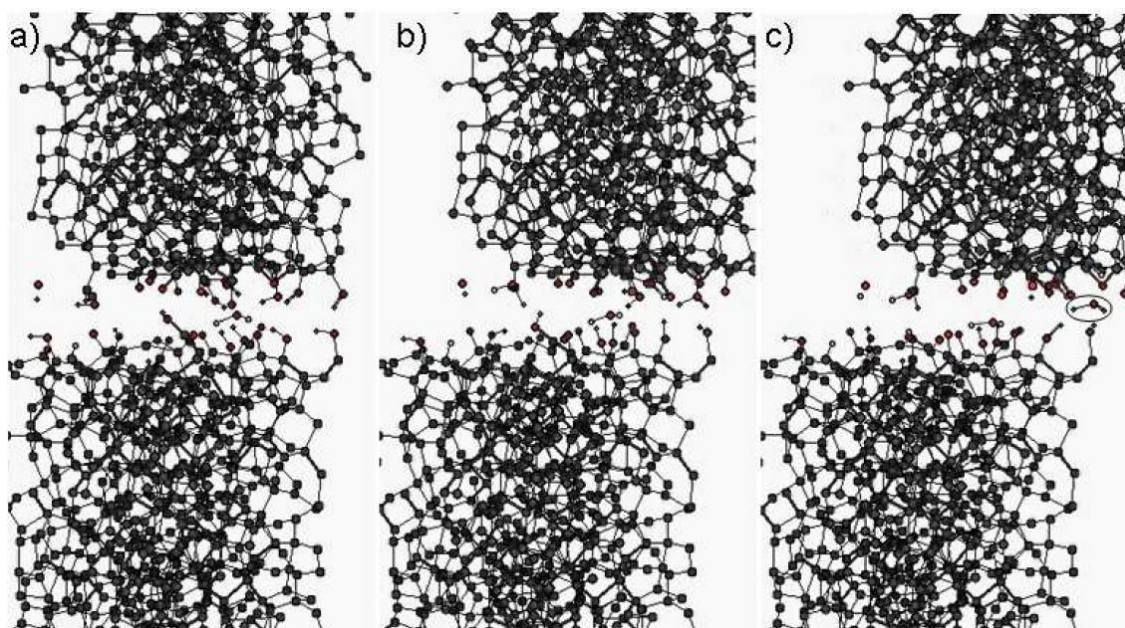
Fig. 6-8 に示す未処理 ta-C 表面間のフリクションは 1.0 よりも高い摩擦係数となった。2面間の不飽和炭素原子により結合の生成と切断が起こるため、非常に大きな摩擦を示す。この結果は、2つの向かい合う厚板における、ダイヤモンドによるシミュレーションを使った共有結合の相互作用と、炭素原子間の連結を示す共有結合

電荷(bond overlap population)の計算によって確認されている[17]. これは UHV における ta-C 表面で実施された実験(摩擦係数 0.6~0.7 Fig. 6-3a 参照)と同様の傾向を示している.

## (2)H/OH で飽和した ta-C 表面の場合

過酸化水素と未処理ta-C表面の反応後, ta-C表面に付着していないフラグメントを取り除き, H/OH末端表面上での滑り摩擦シミュレーションを行った結果, 0.6GPaから2.2GPaの範囲で0.01から0.03の摩擦係数が得られた. これはta-C表面に形成されたH/OH基が摩擦を約100倍低減することを示している. これはFig. 6-5 b),c)で報告されているta-C上の過酸化水素の潤滑効果の実験結果と良く一致している. 2つのH/OH末端表面のしゅう動10ps後に, 水分子の生成が確認できた(2つの表面間にはグリセリンのような分子は存在しない).

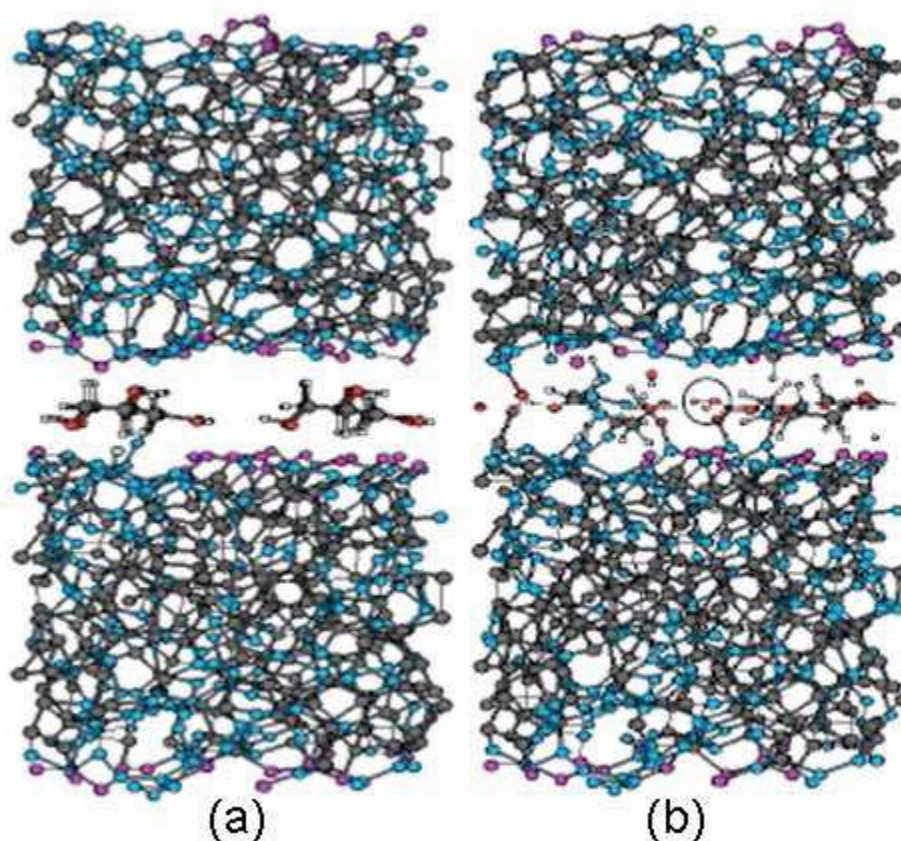
Fig.6-12はシミュレーションにおいて, 炭素原子に結合している2つのヒドロキシル基から水分子が生成されていることを示しており, 残りの水素原子は炭素表面に結合したままとなっている. ダイヤモンド/ダイヤモンド系において, 森田らによる炭素原子シミュレーション[17]でも同様の結果が得られている. 計算による摩擦力はH末端基とOH末端基双方によって明らかに低減されていて, 加えてOH末端基への横方向の摩擦力はH末端基よりも低くなる. 共有結合電荷の計算結果によると, 炭素のダングリングボンドはOH末端によって完全に埋め尽くされている. これらの解析から, HとOH末端表面は反結合性相互作用によってお互いに反発する作用を持つと結論付けた. しかしながら, 純ダイヤモンドの場合, 森田らによると水分子の生成は確認されておらず, しゅう動中O-H結合の回転だけが観察される.



**Fig. 6-12 : Simulation of friction between two H/OH-terminated ta-C surfaces (without any molecules like glycerol between the two slabs), a) simulation model at the beginning of the friction, b) simulation model after sliding for 5 ps and c) simulation model after sliding for 10 ps depicting that a water molecule is generated by tribochemical reaction [11]**

### (3)グリセリン分子層で潤滑される未処理ta-C表面の場合

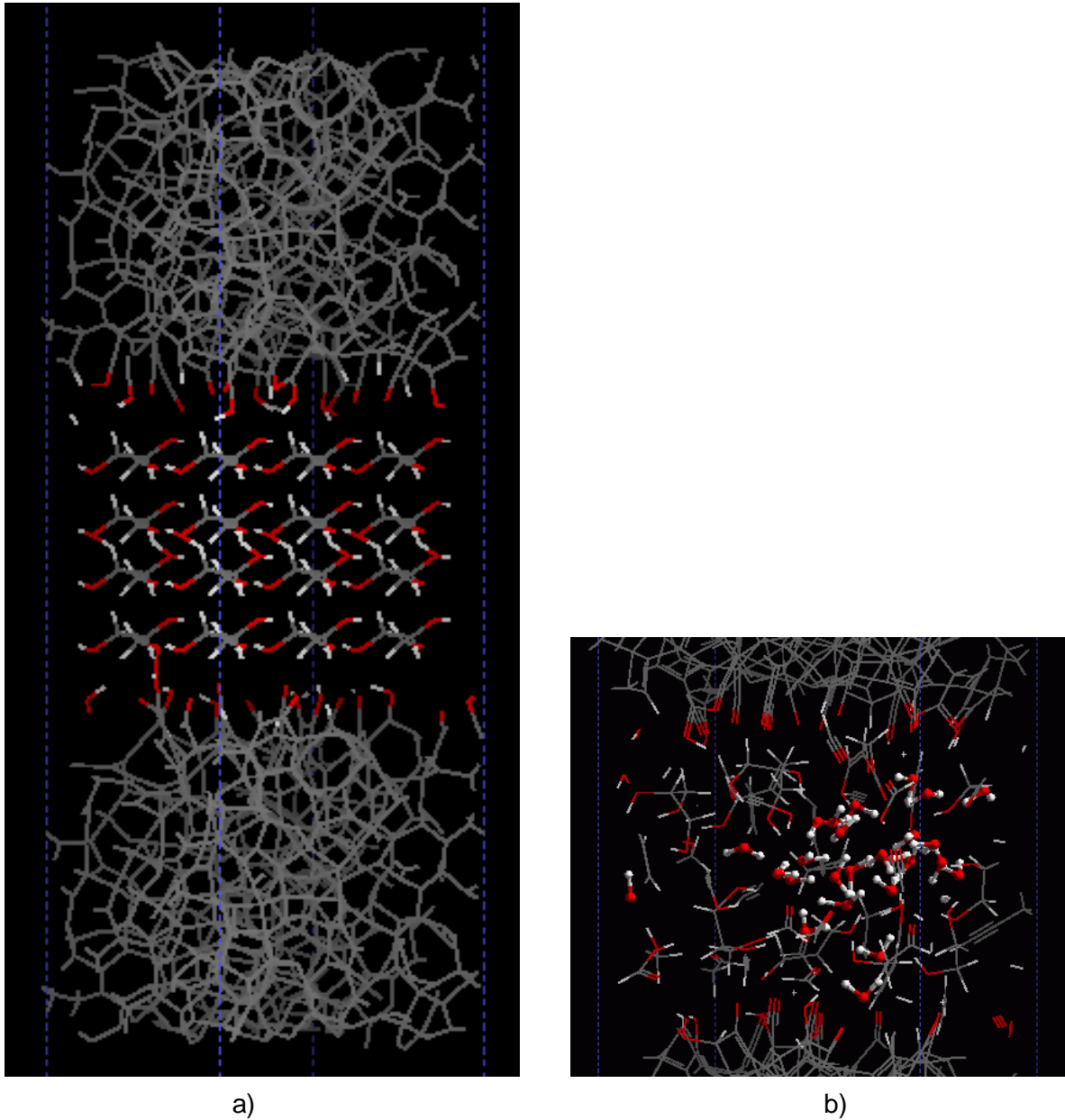
未処理ta-C表面に挟まれるグリセリン6分子による単分子層のしゅう動では、グリセリン由来のH原子とO原子がカーボン表面に吸着することを示している。このしゅう動によりグリセリンは速やかに炭素表面と反応し、直ぐに分解する。10psのしゅう動後、6つの水素原子と4つのO-R(OHもしくはグリセリンの分解による他のフラグメント)が炭素表面に吸着し、40ps間変化しなかった。HもしくはO-Rによる反応が最も活性だったのは $sp^1$ のラジカルサイトであった。40psのシミュレーションの間、ただ一つの $sp^2$ 炭素原子が水素と反応した。Fig.6-13は20psしゅう動後のシミュレーションモデル構造であるが、水分子がトライボケミカル反応により生成することを示している。グリセリンによるta-C表面上のヒドロキシル化は、前述の過酸化水素により生成する表面の場合と同様に、劇的に摩擦を低減する。このコンピューターシミュレーション結果はFig. 6-3のb)に示す実験的な結果と一致している。



**Fig. 6-13 : Simulation of friction between bare ta-C surfaces lubricated with one monolayer of 6 glycerol molecules, a) simulation model at the beginning of the friction and b) simulation model after sliding for 20 ps depicting that a water molecule is generated by tribochemical reaction [11]**

#### (4)グリセリンによって潤滑される H/OH 末端表面の場合

グリセリン 6 分子からなるグリセリン4分子層と6分子層を, 2つの H/OH 末端 ta-C 表面間に挟みこんだケースでグリセリン分子の反応を調査した. グリセリンの存在下で H/OH 末端 ta-C 表面の組み合わせのしゅう動による摩擦では, 最初に層構造が無秩序化し, 次にグリセリン4分子層の結果である Fig. 6-14 に示されるように, グリセリンの分解と, 多くの水分子の生成が確認できる. ここでエタンとグリコールアルデヒド分子も生成する. 水分子の数は, 4ps 後ゼロから 14 まで増加する. グリセリン分子の分解によって生成した水分子は, 主に表面上でとどまり, 強力な水素結合によって DLC 表面上の OH 基と強い結合を妨げることで, 表面の低摩擦を維持する可能性がある. グリセリン層中の温度計算結果によると, しゅう動の開始時において高温になる可能性を示し, グリセリン分子が熱的に分解する可能性を示している. 接触圧を 0.5GPa と仮定すると, 水は臨界状態にある. ( $P > 22.1 \text{ MPa}$ ,  $T > 374^\circ\text{C}$ ).



**Fig. 6-14 : Simulation of friction between OH-terminated ta-C surfaces lubricated with four monolayers of 6 glycerol molecules, a) simulation model at the beginning of the friction and b) simulation model after sliding for 4 ps depicting the water molecules generation by tribochemical reaction (water molecules are highlighted with balls) [11]**

文献ではグリセリンの劣化は、フリーラジカルとイオン系の反応経路の2つの部分からなっている[18]と説明されている。摩擦係数における接触圧の影響も調査し、圧力の関数として摩擦係数が減少する大まかな傾向が得られた。水分子の生成は、圧力やせん断の複合的な影響により活性となるので、これらのシミュレーション結果から水分子の生成が摩擦低減の重要なメカニズムであるということが推定できる。

## 6.4 考察

低摩擦を実現している水の正確な役割を調べるためにモデルとして、氷上のフリクションを考える。水は、スキーやスケートにおいて特徴的な氷の滑りやすさに影響していることが知られている。実際のスピードスケートを行っている間の摩擦係数は0.005程度と低いが、すべり速度は遅い場合は、摩擦係数が増加すると推定できる。摩擦表面間の水の存在に関しては、(i)圧力-溶解による水の生成、(ii)摩擦熱による溶解、(iii)氷表面の水によるものとされていて、古典的には圧力は著しく水の氷点を下げるとされている。計算によるとスケートにおける接触圧力は氷を溶解させ、スケートと氷間の摩擦を下げる。スケート靴の刃が3mm幅と20cmの長さを持つ場合の計算は約 $10^5$ Pa(0.1 MPa = 10 atm)となり、氷の溶解温度を低減する。氷のすべりは、定常的な潤滑油を供給するためであり、これは氷表面をコートする“擬似流体”層によっている。だけれども-20°Cにおいて氷は劇的にすべりやすさが低減してしまう。フリクションは温度が低下するにつれて増加し、-80°Cで0°Cと比較して5から6倍になる[19]。-160°Cにおいてはその層は1分子の厚さになってしまう。他の研究では、摩擦熱が局所的な表面の溶解と摩擦の低下を生み出しているとしている。Lyon大のグループは高圧下での低温の氷のフリクションについて研究を行なっている[20]。UHV摩擦摩耗試験機を用いて、鋼のディスク上に約10nmの薄い氷の層を生成し、-140°Cと-100°Cの間の温度での摩擦が観察された。そのときの計算による平均接触圧力は約130MPaであった。温度が上がると0.1から0.05までフリクションが直線的に低下することが観察された。氷は相対的に低温で潤滑されている可能性があることを示している。摩擦で溶解した層は、低摩擦の要因であることを実験的に示している。

氷の場合、水の放出のメカニズムが何であれ、明らかに水は接触領域に存在していて、氷自身が溶けることによって生成する。氷のすべりにおけるこの論議から、圧力とせん断、摩擦熱の複合効果の状況で水が生みだされていたとしても、明らかに水の薄膜が相対的に高圧である場合でさえも接触を潤滑することができている。

水は低粘度で、高すべり速度下でさえ高接触圧力で平板-球体接触によるEHL膜を作ることはできない。完全な水膜が形成されるときは弾性流体潤滑条件を除き、水は鋼の接触に対して良い潤滑剤とはいえない(文献[16]では0.002の摩擦係数が報告されている)。しかし、液相の水および水蒸気は境界潤滑下におけるダイヤモンドとアモルファスカーボン(ta-Cとa-C)を潤滑できる場合があることが知られている。その理由は現在も引き続き論議がなされているが、水と炭素原子間のトライボケミカル反応が起きているとされている。近年Carpick[20]はXANES分析によってOH末端基によるダイヤモンド表面の不活性化が水の存在下で低摩擦になることを示した。他の研究として森田らはOH末端のダイヤモンド表面が低摩擦(0.01以下)を示すことを分子動力学計算により示している[17]。

ta-C同士の接触に戻ると、水の粘度は1mPa·s程度なのに対し、いくつかのポリオールのような小さい分子は大変高粘性(室温でグリセリンは1Pa·s)であり、どんな硬い材料や粗さが小さい材料でも厳しい混合潤滑条件で、薄いEHL膜を作ることができる[21]。例えばVergne[22]は詳細にグリセリンによる鋼材のEHL潤滑について調査し、トラクション係数は混合潤滑条件化でさえ驚くべき低さを示すことを明らかにした。一方、中程度の圧力で比較的高温(400 MPa,  $330^\circ\text{C} < T < 430^\circ\text{C}$ )下でのグリセリンの熱的な化学分解はBülher[23]によって

実験的に研究されている。グリセリンの分解による主生成物は水、エタノール、メタノール、アルデヒド類、アクロレイン、二酸化炭素、一酸化炭素、水素である。高圧の超臨界水中のグリセリンの分解はいくつかの文献で証明されている。本研究では、コンピューターシミュレーションにおいて、グリセリンの薄膜を、高圧(0.5 GPa)で高せん断速度( $10^8 \text{ s}^{-1}$ 以上)下にさらし、摩擦初期時のグリセリン層内における温度が計算された。グリセリンが水分子とその他フラグメントに分解することは、熱分解により生成する物質と一致している。気相のグリセリンによる炭素表面での摩擦実験結果では、Fig.6-6に示すように摩擦時間が増えるに従って気相中の水の生成を確認できた。よってFig. 6-15に示すようなグリセリンによる炭素の潤滑に寄与するトライボケミカル反応が示唆される。

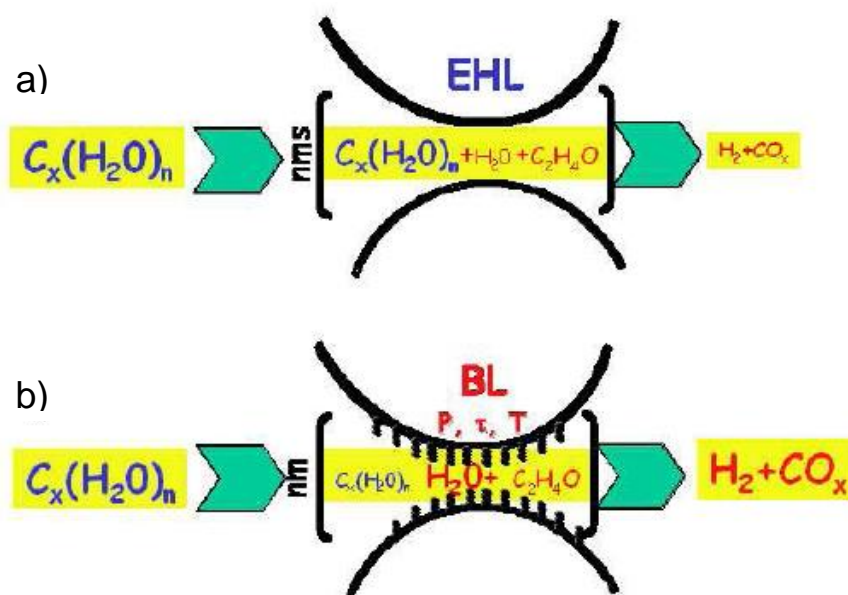


Fig. 6-15 : Schematic view of the tribochemical reactions for lubrication by glycerol, a) under EHL regime and b) under mixed Boundary Lubrication regime [11]

- 1) マイルドな条件下: 高度に研磨された鋼と ta-C 表面間にグリセリンの EHL ナノメートルレベルの薄膜を生成し、Fig. 6-15 a)で示すように、この薄膜の部分的な化学的分解により接触領域内で水を生成する。その結果、接触領域での水とグリセリンの混合物の生成が著しく粘度を低減し、結果としてせん断力が低減する。
- 2) シビアな条件下: Fig. 6-15 b)で示すように、炭素原子に対するグリセリンの反応で、炭素原子が H/OH 末端となり表面を不活性化する。加えて、この論文のコンピューターシミュレーションによると H/OH 末端炭素表面間の摩擦により水分子を生成し、低フリクションを引き起こしていることを示している。

結果として EHL 条件下よりも境界潤滑条件下でより摩擦は低くなる。どの場合でも、水分子は接触領域で分子せん断により合成され、グリセリンの熱分解は低摩擦プロセスの中で重要な役割を果たしている。

## 6.5 結言

高硬度の炭素表面(ta-C)とOHを含む分子であるグリセリンおよび過酸化水素間のトライボケミカル相互作用の解析を行うため、UHV摩擦試験機と気相の化合物を使って摩擦試験を実施し、更にコンピューターシミュレーションによって相当する反応を調査した。

- (1) 水素フリーDLCであるta-Cコーティングした2面間の摩擦ではグリセリンガスでも、過酸化水素ガスでも低フリクション効果が発現する。グリセリンはトライボケミカル反応で化学的に分解し、水が界面で生成することを確認した。結果として、低フリクション効果に寄与していると推察されるが、これは炭素原子表面にH/OH末端が生成するためと考えられる。ta-C表面を過酸化水素に曝露しても摩擦係数が低くなるが、これも炭素原子表面にH/OHが満されるためと考えられる。
- (2) コンピューターシミュレーションによって、ta-Cバルク全体と、ta-C最表面を再現した。ta-Cの表面は $sp^2$ が含まれ、大変反応活性の高い $sp^1$ 炭素も含まれていて、EFTEMの結果と一致することを確認できた。
- (3) コンピューターシミュレーションによって得られた未処理ta-C同士の摩擦係数は高くなり、UHV摩擦試験機で実施したときの実験結果と一致する。これは界面における不飽和炭素原子から生成するダングリングボンドが、2面の炭素原子間の共有結合を生成、切断することで作用し、その結果として高せん断力を発生するためと考えられる。
- (4) ta-Cは2面間に挿入したグリセリン分子によりフリクションが低下する。コンピューターシミュレーションでは、速やかにグリセリンが化学的に分解し、多くの水分子を含むいくつかのフラグメントを生成し、実験結果と一致することが確認できた。
- (5) コンピューターシミュレーションでも未処理ta-C表面に過酸化水素を曝露することにより、 $sp^1, sp^2$ 炭素をH/OH末端で満たされることが確認できる。これによりフリクションが低下することを裏付けられた。

実験的な結果とコンピューターシミュレーション結果の一致は、他のアルコールや炭化水素における今後の研究にとっても有効であると考えられる。また、多価アルコールから生成される水による低フリクション効果は、境界潤滑条件下での水素フリーDLC低フリクション化の新しいメカニズムと考えられる。

## 6.6 文献

- [1] Y. Yasuda, M. Kano, Y. Mabuchi and S. Abou, "Research on Diamond-Like Carbon Coatings for Low-Friction Valve Lifters", SAE Technical Paper 2003-01-1101, 2003, doi:10.4271/2003-01-1101
- [2] Y. Mabuchi, T. Hamada, H. Izumi, Y. Yasuda, M. Kano, "The Development of Hydrogen-free DLC-coated Valve-lifter", SAE Technical Paper 2007-01-1752, 2007, doi:10.4271/2007-01-1752.
- [3] M.I. De Barros Bouchet, M. Kano, "Superlubricity of Diamond/Glycerol Technology Applied Technology to Automotive Gasoline Engine", Superlubricity, edited by A. Erdemir and J. M. Martin, Elsevier, New York, April 2007.
- [4] S. Okuda, T. Dewa, T. Sagawa, "Development of 5W-30 GF-4 Fuel-saving Engine Oil for DLC-coated Valve Lifters", SAE Technical Paper 2007-01-1979, 2007, doi:10.4271/2007-01-1979.
- [5] M. Kano, Y. Yasuda, Y. Okamoto, Y. Mabuchi, T. Hamada, T. Ueno, S. Ye, J. Konishi, S. Takeshima, J.M. Martin, M. I. De Barros Bouchet, T. Le Mogne, "Ultra low friction of DLC in presence of glycerol mono-oleate (GMO)", Tribology Letters, 18 (2), 2005, 245-251, Doi:10.1007/s11249-004-2749-4.
- [6] M. I. De Barros Bouchet, C. Matta, T. Le-Mogne, J.M. Martin, T. Sagawa, S. Okuda and M. Kano, "Improved mixed and boundary lubrication with glycerol-diamond technology", Tribology-Materials, Surfaces and Interface, vol. 1, 2007, 28-32, Doi: 10.1179/175158407X181507
- [7] C. Matta, M. I. De Barros Bouchet, T. Le-Mogne, B. Vachet, J. M. Martin, T. Sagawa, "Tribochemistry of tetrahedral hydrogenfree amorphous carbon coatings in the presence of OH-containing lubricants", Lubrication Science, 20 (2), 2008, 137-149, DOI: 10.1002/lis.46
- [8] L. Joly-Pottuz, C. Matta, M.I. De Barros Bouchet, B. Vacher, J.M. Martin, T. Sagawa, "Superlow friction of ta-C lubricated by glycerol :An electron energy loss spectroscopy study", Journal of Applied Physics 102, 1 (2007), DOI:10.1063/1.2779256
- [9] J. Robertson, "Gap states in diamond-like amorphous carbon", Philosophical Magazine part B, Vol 76, Issue 3, 1997, 335, DOI:10.1080/01418639708241098
- [10] J. Andersson, R. A. Erck, A. Erdemir, "Frictional behaviour of diamond like carbon films in vacuum and under varying water vapour pressure", Surface and Coatings Technology; Vol. 163-164, 2003, 535-540, DOI: 10.1016/S0257-8972(02)00617-5
- [11] J. M. Martin, M. I. De Barros Bouchet, C. Matta, Q. Zhang, W. A. Goddard III, S. Okuda, T. Sagawa, "Gas-Phase Lubrication of ta-C by Glycerol and Hydrogen Peroxide. Experimental and Computer Modeling", J. Phys. Chem. C, Vol. 114, 2010, pp 5003-5011, DOI: 10.1021/jp909940j
- [12] A. C. T. van Duin, S. Dasgupta, F. Lorant, and W. A. Goddard, "ReaxFF: A Reactive Force Field for Hydrocarbons", J. Phys. Chem. A, 2001, 105(41), pp 9396, DOI: 10.1021/jp004368u .
- [13] A. C. T. van Duin, A. Strachan, S. Stewman, Q. S. Zhang, X. Xu, and W. A. Goddard III, "ReaxFF<sub>SiO</sub> Reactive Force Field for Silicon and Silicon Oxide Systems", J. Phys. Chem. A, 2003, 107(19), pp 3803, DOI: 10.1021/jp0276303.
- [14] P.J. Fallon, V.S. Veerasamy, C.A. Davis, J. Robertson, G.A.J. Amaratunga, W.I. Milne, J. Koskinen,

- “Properties of filtered-ion-beam-deposited diamondlike carbon as a function of ion energy”, *Physical Review B*, 48 No.7, 1993, pp 4777-4782 , DOI: 10.1103/PhysRevB.48.4777
- [15] A.C. Ferrari, A. Libassi, B.K. Tanner, V. Stolojan, J. Yuan, L.M. Brown, S.E. Rodil, B. Kleinsorge and J. Robertson, “Density,  $sp^3$  fraction, and cross-sectional structure of amorphous carbon films determined by x-ray reflectivity and electron energy-loss spectroscopy”, *Physical Review B*, 62 No. 16, 2000, pp 11089-11103, DOI: 10.1103/PhysRevB.62.11089
- [16] Q. Zhang, A. C.T. Van Duin, T. Cagin, and W. A. Goddard, III, J.M. Martin, M.I. De Barros-Bouchet, T. Le Mogne, T. Sagawa, S. Okuda, “The Structure and Sliding Friction of Diamond-like carbon surfaces from Molecular Dynamics Simulations”, *STLE/ASME International Joint Tribology Conference, IJTC2006-12214*, 2006, doi:10.1115/IJTC2006-12214
- [17] Y. Morita, T. Shibata, T. Onodera , R. Shanoun, M. Koyama, H. Tsuboi, N. Hatakeyama, A. Endou, H. Takaba, M. Kubo, C. A. del Carpio and A. Miyamoto, “Effect of Surface Termination on Super-Low Friction of Diamond Film: A Theoretical Study”, *Japanese Journal of Applied Physics*, 47 No.4, 2008, pp 3032-3035.
- [18] T. Fujii, P. Khuwijtjaru, Y. Kimura, S. Adachi, “Decomposition kinetics of monoacyl glycerol and fatty acid in subcritical water under temperature-programmed heating conditions”, *Food Chemistry*, Vol. 94, Issue 3, 2006, pp 341-347, DOI: 10.1016/j.foodchem.2004.11.021
- [19] J. G. Dash, H. Y. Fu, J.S. Wettlaufer, “The premelting of ice and its environmental consequences”, *Rep Prg Phys*, 58, 1995, pp 115, doi:10.1088/0034-4885/58/1/003
- [20] H. Liang, J. M. Martin, T. Le-Mogne, “Experimental investigation of friction on low-temperature ice”, *Acta Mater*, Vol. 51, Issue 9, 2003, 2639, DOI: 10.1016/S1359-6454(03)00061-2.
- [21] L. Joly-Pottuz, J. M. Martin , M. I. De Barros Bouchet, M. Belin, “Anomalous low friction under boundary lubrication of steel surfaces by polyols”, *Tribology Letters*, Vol. 34, 2009, pp 21-29
- [22] P. Vergne, “Super low traction under EHD and mixed lubrication regimes”, *Superlubricity*, Elsevier, 2007, pp. 429–445
- [23] W. Bühler, E. Dinjus, H.J. Ederer, A. Kruse, C. Mas, “Ionic reactions and pyrolysis of glycerol as competing reaction pathways in near- and supercritical water”, *Journal of Supercritical Fluids*, Vol. 22, Issue 1, 2002, pp 37-53, DOI: 10.1016/S0896-8446(01)00105-X

## 第 7 章 水素フリーDLC コーティング適用エンジンにおける 0W-20 低粘度化 対応の検討

### 7.1 緒言

近年、特にコーティング材料によるフリクション低減の研究が盛んに行われており、代表的なコーティング材料としてはダイヤモンドライクカーボン(Diamond Like Carbon: DLC)が広く知られている。中でも水素フリー DLC はフリクション特性に優れており[1]、この種のコーティング材料と組み合わせる潤滑油用の摩擦調整剤(Friction modifier: FM)としては無灰系のものが好適と報告[2]されている。

しかしながら、この報告では 5W-30 への適用であり、0W-20 のような低粘度エンジン油では DLC を適用していない部位の影響により、無灰系の FM ではエンジン全体のフリクション低減に対して十分な効果が得られていない。

また、これまでの研究では FM の効果に加えて、各種金属系清浄剤やベースオイル違い[3]による低フリクション効果について検討されてきており、低フリクション化に効果があることが知られている。近年では、高粘度指数ベースオイルが一般化してきたが、その高粘度指数ベースオイルなどの組み合わせに関する検討は未だ充分には成されていない。

本章では API/ILSAC SN/GF-5 [4]に適合する添加剤パッケージをベースに、従来よりフリクションの低減に効果が高いと言われているサリシレート系清浄剤を含む処方中での無灰系 FM および MoDTC のフリクション特性の比較を行い低粘度での MoDTC の優位性を明らかにした。また、サリシレート系清浄剤の種類違いが FM の効きに与える影響についても検討した。さらにエンジン系全体で最適なフリクション特性を有するエンジン油処方の達成という観点から基油、粘度指数向上剤(Viscosity Index Improver: VII)違いがエンジンフリクションに与える影響についても併せて検討した。

加えて、これらの検討の結果を踏まえて摩擦調整剤として MoDTC を添加した ILSAC GF-5 相当のエンジン油による省燃費効果およびその実用性性能について検討を行った。

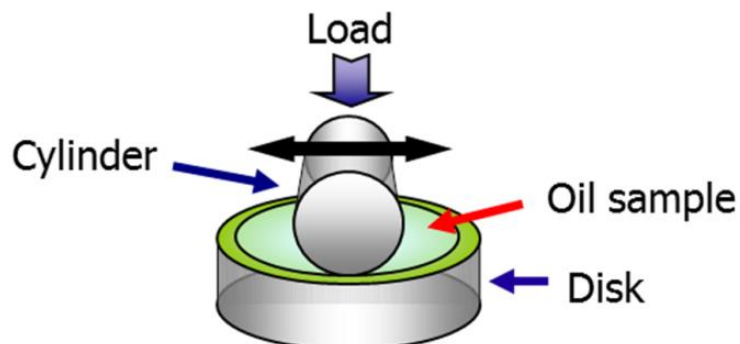
### 7.2 実験方法

#### 7.2.1 SRV 往復摺動摩擦試験

エンジンの動弁機構部分を想定した各種候補油の境界潤滑での摩擦特性を評価するにあたり、Optimol 社製 SRV 往復動摩擦試験機を用いて摩擦係数を測定した。

本試験機は、上部試験片に垂直に荷重を加え、且つ水平方向に振幅させ、下部試験片との間に発生する動摩擦係数を測定する。試験装置概要を Fig. 7-1 に示す。上部試験片としては、 $\phi 15 \times 22\text{mm}$  のシリンダー状試験片を、下部試験片としては  $\phi 24 \times 7\text{mm}$  のディスク状試験片を用いた。材質は SUJ2 材(表面粗さは  $Ra=0.03$ )または PVD であるグラファイトのターゲットからのアークイオンプレーティング法で作成した水素フリーDLC(ta-C)とした。表面粗さは  $Ra=0.01\mu\text{m}$ 、膜厚は  $0.5\mu\text{m}$  とした。試験油はディスク状試験片上に約  $100\mu$

L 滴下, 摺動条件としては垂直荷重 400N、振幅 3mm、振動数 50Hz、試験温度 80°Cとした。試験条件を Table 7-1 に示す。



**Fig.7-1 : SRV test [7]**

Copyright © SAE International [2014-01-1478]

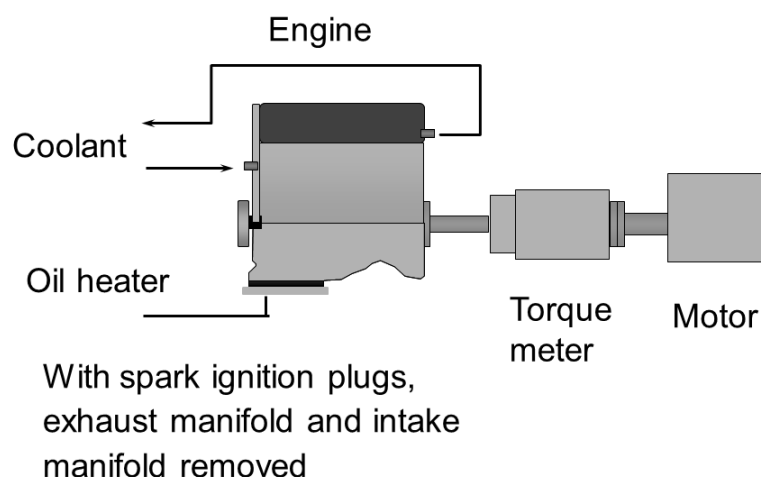
**Table 7-1 : SRV test conditions**

Cylinder test piece	Ø15x22 mm SUJ2
Disk test piece	Ø 24x7 mm SUJ2 or hydrogen-free DLC coating 0.5 µm in thickness on SUJ2
Material	JIS G 4805 SUJ2 C: 0.95-1.10% Si: 0.15-0.35% Mn: 0.50% Max. P: 0.025% Max. S: 0.025% Max Cr : 1.30-1.60% Mo: 0.08% Max.
Load	400 N
Stroke	3.0 mm
Frequency	50 Hz
Oil temp.	80 °C
Oil volume	100 µL
Test time	30 min.

## 7.2.2 モータリングトルク試験装置

エンジン全体での摩擦特性を測定するための装置を Fig. 7-2 に示す。

エンジンからスパークプラグ、エキゾーストマニフォールド、インテークマニフォールドを取り外し、トルクメーターに接続するためにフライホイールを加工した。エンジンはオイルパン中の電気ヒーターで加熱される。冷却水温度は外部の温度調節装置でコントロールされる。フリクシヨントルク測定の前に 1600rpm で 30 分間のフラッシング運転を実施し、その後アイドル回転から 2800rpm までフリクシヨントルクを測定する。試験油のフリクシヨントルク測定の前後にリファレンスオイルのフリクシヨントルクを測定し、試験油のトルク変化を測定し、フリクシヨントルク低減代を各回転毎に算出する。エンジン油の燃費向上への寄与度はフリクシヨントルクの低減代から計算が可能となっている。日本の燃費認証試験モードである 10-15 モードにおける実車の各エンジン回転での走行頻度と、各回転数におけるモータリングトルクでのトルク低減代から 10-15 モードでの燃費向上代を推定する。ここでは代表点として 550,800,1200,1400rpm でのモータリングトルクを使用した。このモータリングトルク試験条件を Table 7-2 に示す。



**Fig. 7-2 : Engine assembly motoring test [7]**

Copyright © SAE International [2014-01-1478]

**Table 7-2 : Motoring test conditions**

Engine type	3.0L V6
Valve train type	Bucket type DOHC
Valve lifter type	Hydrogen-free DLC coating
Engine speed	550-2800 rpm
Oil temperature	80 °C
Coolant temperature	80 °C

### 7.2.3 シリンダーヘッドモータリング試験

本章では FM や金属系清浄剤のフリクションへの影響を検討するため、上記 SRV 試験に加えヘッドモータリング試験を用いてフリクション特性の検討を行った。ヘッドモータリング試験の概要を Table 7-2 および Fig. 7-3 に示す。

本試験装置で V6 の右バンクを使用し、モーターでカムシャフトを駆動した時のフリクショントルクをトルクメーターにて計測することで、潤滑油毎のフリクション特性を比較している。本試験装置ではバルブリフターの表面に水素フリー-DLC のコーティングを施している。試験は 80°C で実施、エンジン回転数 550～2800rpm の間で評価した。

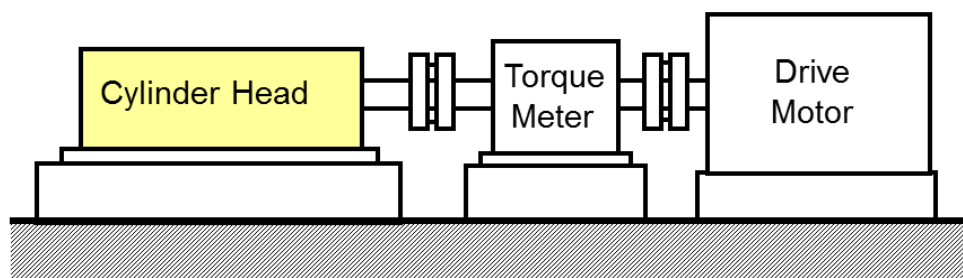


Fig. 7-3 : Cylinder head motoring test [7]  
Copyright © SAE International [2014-01-1478]

### 7.2.4 動弁摩耗評価

ASTM D6891 Sequence IVA に規定される動弁系摩耗試験を実施し、実機による耐摩耗性を確認した。耐摩耗評価としてカムシャフトのノーズ部の摩耗を評価した。

### 7.2.5 NOx バブリングによるオイル劣化評価

オイル劣化による低フリクション効果への影響を確認するため、NOx バブリング試験を実施した。試験条件を Table 7-3 に示す。O<sub>2</sub> ガスは水槽を通すことで加湿され、その後 NO ガスと混合された状態でオイルにバブリングされる。

Table 7-3 : NOx bubling test conditions

Oil weight	90g
Oil temperature	150 °C
Test duration	28hours (Sampling timing : 8, 16hours)
Gas flow	NO gas 8000ppm 20ml/min. O <sub>2</sub> gas 99.99% 115ml/min. Mix gas is flowed through water bath.

## 7.2.6 評価油の一般性状

Table 7-4 に試験に用いたエンジン油の組成を示す。

すべて SAE J300 粘度分類の 0W-20 のエンジン油であり、摩擦調整剤として無灰系 FM と MoDTC の FM を使用し、3 種類の Ca サリシレート系清浄剤を使用した。Fig. 7-4 に過塩基性ホウ酸カルシウムサリシレート、Fig. 7-5 に過塩基性炭酸カルシウムサリシレートの構造式を示す。

また、ベースオイルについては、Group II, Group III のベースオイルに加えて、粘度指数 120~125 の通常の Group III ベースオイルよりも優れた粘度特性を持つ、粘度指数 140 以上の高 VI Group III ベースオイルも使用した。

更に 4 種類のポリメタクリレート(PMA)系粘度指数向上剤の添加効果を確認するために用いた。他の添加剤については、すべて同じ添加剤パッケージが用いた。添加剤は API/ILSAC SN/GF-5 に合格する添加剤パッケージの中から選択した。

**Table 7-4 : Formulations of sample oils**

Oil	FM type	Detergent (Ca salicylate)	Base oil	VM
1	Ashless	Borate overbased type+ Carbonate overbased type-1	High VI Gr. III	PMA-1
2	MoDTC	Borate overbased type + Carbonate overbased type-1	High VI Gr. III	PMA-1
3	MoDTC	Carbonate overbased type-1	High VI Gr. III	PMA-1
4	MoDTC	Carbonate overbased type-2	High VI Gr. III	PMA-1
5	MoDTC	Borate overbased type + Carbonate overbased type-1	Gr. III	PMA-1
6	MoDTC	Borate overbased type + Carbonate overbased type-1	Gr. II	PMA-1
7	MoDTC	Borate overbased type + Carbonate overbased type-1	High VI Gr. III	PMA-2
8	MoDTC	Borate overbased type + Carbonate overbased type-1	High VI Gr. III	PMA-3
9	MoDTC	Borate overbased type + Carbonate overbased type-1	High VI Gr. III	PMA-4

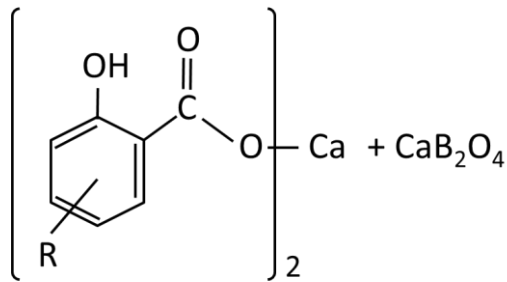


Fig. 7-4 : Borate overbased Ca salicylate

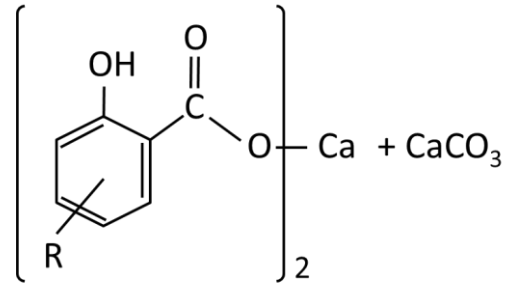


Fig. 7-5 : Carbonate overbased Ca salicylate

### 7.3 結果

#### 7.3.1 最適摩擦調整剤(FM)検討

Fig. 7-6 に Oil-1 (無灰系 FM 処方), Oil-2 (MoDTC 処方) の SRV 試験結果を示す。本結果では Oil-1 に対して, Oil-2 は SUJ2-SUJ2 の摺動部のみならず, SUJ2-DLC の摺動部でも低い摩擦係数を示した。一方で, DLC-DLC の組み合わせでは Oil-1 の方が低い摩擦係数を示しており, これにより, DLC 上では従来報告されている通り, MoDTC よりも無灰 FM の方が適した FM であることが確認された。さらに, SUJ2-DLC の組み合わせで MoDTC 処方の Oil-2 が低い摩擦係数を示したのは上部試験片上に生成した二硫化モリブデン皮膜に由来すると考えられ, このことから二硫化モリブデン皮膜-DLC の摺動部は摩擦係数低減の一方策であることが示唆された。

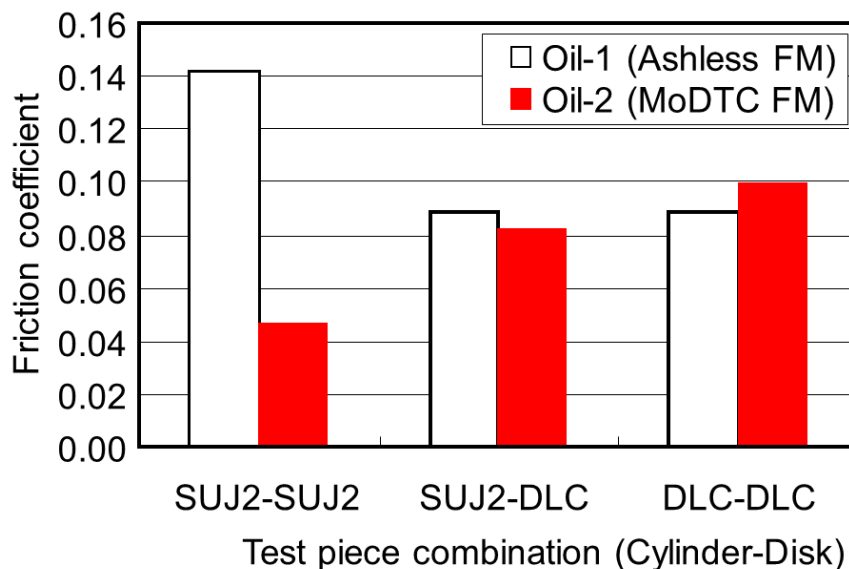


Fig. 7-6 : SRV test results to study the FM effects [7]

Copyright © SAE International [2014-01-1478]

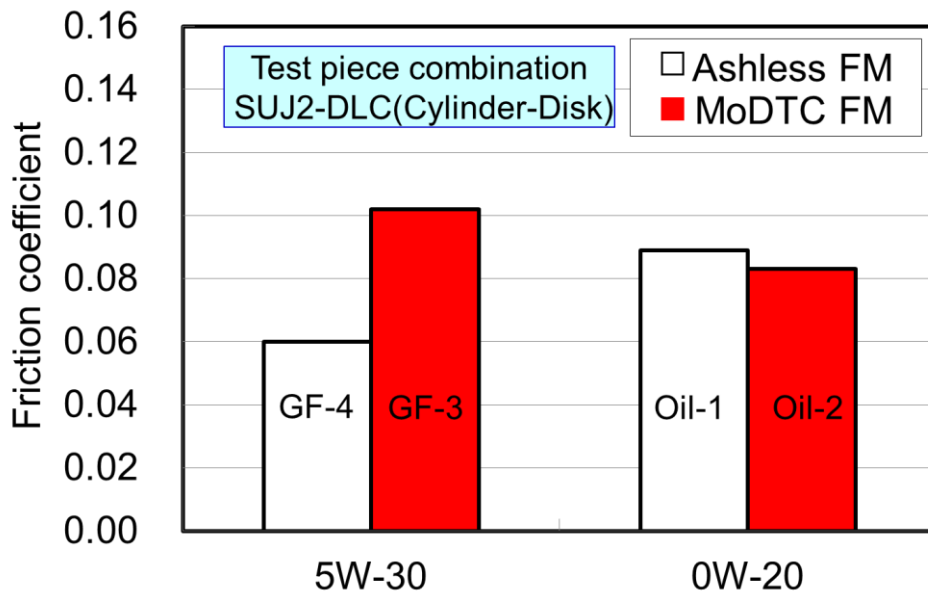


Fig. 7-7 : SRV test results in 5W-30 and 0W-20 on SUJ-DLC surface combination

次いで Fig 7-7 に Fig. 5-5 で示す 5W-30 GF-4 無灰系 FM 添加油, および 5W-30 GF-3 MoDTC 添加油との比較結果を示す. 水素フリーDLC における SRV 試験結果では, 無灰系 FM を使用した 0W-20 Oil-1, MoDTC を使用した 0W-20 Oil-2 共に, 5W-30 GF-4 無灰系 FM よりもフリクションが高くなる傾向を示す. これは Oil-1, Oil-2 共に低粘度であり, 水素フリーDLC における無灰系 FM の効果が減少しているためと考えられる.

次いで Fig 7-8 には Oil-1 を基準油とした際の Oil-2 のヘッド部モータリングトルクの低減率を示す. 本 Fig.上では縦軸の値が“正”の場合には Oil-2 の方が低フリクションであり, “負”の場合には Oil-1 のフリクション特性が優れることを示している. 本結果では 1200 回転以下では SRV 試験の結果から期待されたとおり Oil-2 の方が優れたフリクション特性を示しているが, 1600rpm 以上では Oil-1 の無灰系 FM 処方の方が優れたフリクション特性を示した.

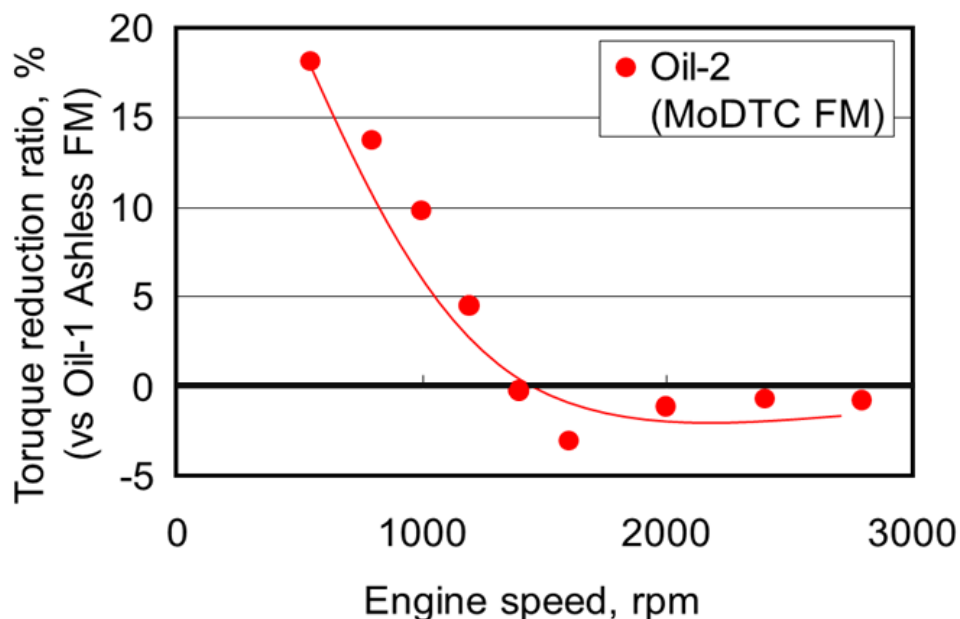


Fig. 7-8 : Head motoring torque test results to study the FM effects [7]

Copyright © SAE International [2014-01-1478]

以上のことから、DLCリフターを採用した動弁機構であっても、無灰系FMとMoDTCが効果的に摩擦係数を低減する潤滑領域には違いがあることが示唆された。すなわち、より境界潤滑に近い条件ではMoDTCが有効であるのに対して、混合域に近づくにつれて無灰系FMが優れた効果を示すと考えられる。また、このことは同じ添加剤処方系であってもエンジン油の粘度グレードによって効果的なFMが異なる可能性も示唆している。つまり、より粘度の高いエンジン油においては無灰系FMが有効であり、0W-20のような低粘度エンジン油ではMoDTCが効果的であると考えられる。

### 7.3.2 最適金属清浄剤の検討

Fig. 7-9 には Oil-2, Oil-3, Oil-4 の SRV 試験結果を示している。SUJ2-SUJ2 の試験結果では 3 油種に有意差は無く、ほぼ同等の値となったが、SUJ2-DLC の試験結果で Oil-2, 4 では優位差は認められず、Oil-3 のみ摩擦係数が高くなった。

更に Fig. 7-10 にはこれら 3 サンプルのヘッドモータリング試験の結果を、Oil-1 を基準油とした時のトルク改善率として示す。先ほどの Fig.7-5 同様に MoDTC 処方では低回転側で無灰系 FM 処方の Oil-1 よりもトルク低減率が優れるのに対して、1600rpm 以上では Oil-1 よりも劣る結果となった。また、MoDTC 処方同士を比較した場合、SRV では優位の差を識別できなかった Oil-2, 4 でも差が確認でき、Oil-2 のフリクション性能がもっとも優れていた。SRV (SUJ2-DLC)で高い摩擦係数を示した Oil-3 はヘッドモータリング試験でもトルク低減率が最も悪く、MoDTC の効果が制限されていた。

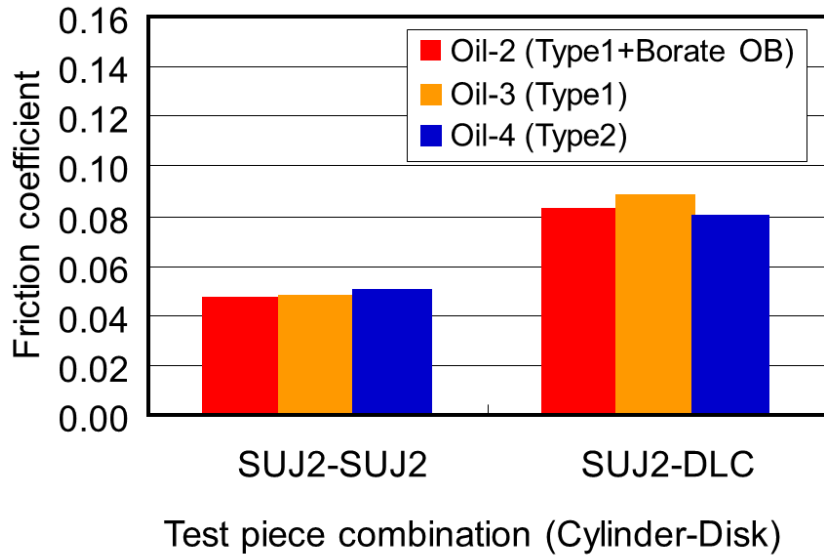


Fig. 7-9 : SRV test results to study the detergent effects [7]

Copyright © SAE International [2014-01-1478]

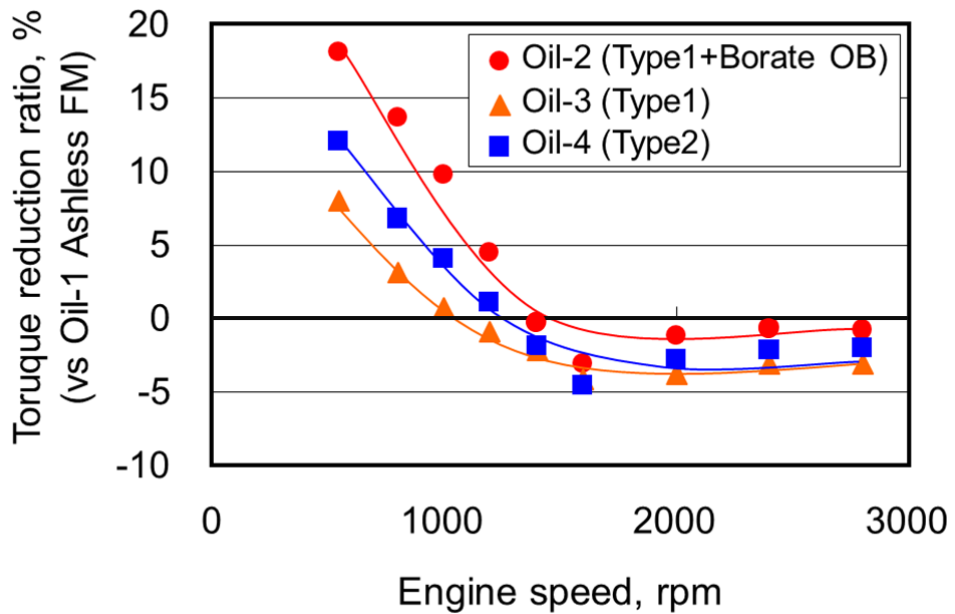


Fig. 7-10 Head motoring torque test results to study the detergent effects [7]

Copyright © SAE International [2014-01-1478]

Oil-2 で使用されたホウ酸 Ca サリシレートは金属表面上でホウリン酸ガラスを形成し得る化学構造を有しており、このガラス膜は MoDTC の効果を向上することが既に報告[5],[6]されている。本試験結果でも Oil-2 のフリクション特性が最も優れており、バルブリフターに DLC コーティングを採用した実部品系でもこの種の金属系清浄剤の選択が燃費改善に効果的であることが明らかとなった。

### 7.3.3 最適ベースオイルおよび粘度指数向上剤検討

Table 7-5 には Oil-2, Oil-5~9 の粘度特性を記す。

基油、粘度指数向上剤違いのオイルは必要最低限の耐摩耗性を確保できる 150°C の HTHS 粘度が 2.6 mPa・s となるように調整した。Oil-2, Oil-5, Oil-6 の比較から基油違いによる粘度特性の差が検討できるが、150°C の HTHS 粘度を同じ 2.6 mPa・s に揃えても従来の Gr.III や Gr.II では High VI Gr.III 処方である Oil-2 よりも 100°C の HTHS 粘度が高くなる傾向が見られた。中でも Gr.II を用いた Oil-6 は 100°C の HTHS 粘度が著しく高くなった。

また、Oil-2 と Oil-7~9 の比較により粘度指数向上剤違いによる粘度特性が検討できる。ここで、Oil-7, 9 で使用されている PMA 2, 4 はそれぞれ従来から使われている PMA であり、Oil-2, 8 に使われている PMA1, 3 は従来型より低温で収縮しやすい構造の PMA である。Table 7-5 の通り、Oil-2, 8 は Oil, 7, 9 よりも低い 100°C HTHS、動粘度(Kinematic Viscosity:KV)を示し、Oil-2, 8 を比較すると Oil-2 はより低い 100°C 動粘度を、Oil-8 はより低い 100°C HTHS を示した。

**Table 7-5 : Viscosity characteristics of sample oil**

Oil code	HTHS at 150°C, mPa・s	HTHS at 100°C mPa・s	KV at 100°C mm <sup>2</sup> /s
Oil-2	2.6	4.9	7.6
Oil-5	2.6	5.0	7.6
Oil-6	2.6	5.8	7.8
Oil-7	2.6	5.4	8.9
Oil-8	2.6	4.7	8.0
Oil-9	2.6	5.3	8.9

Fig. 7-11 には従来より省燃費エンジン油に良く用いられる Gr.III 基油を用いた Oil-5 を基準油とした時の Oil-2, Oil-6 のエンジンモータリング試験結果を示す。

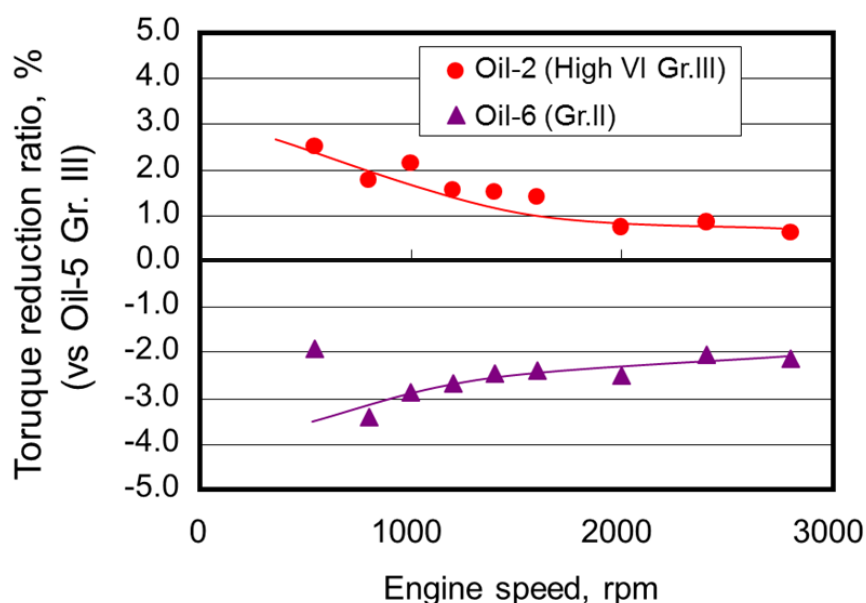


Fig. 7-11 : Engine motoring test results to study the base oil effects [7]

Copyright © SAE International [2014-01-1478]

Fig. 7-11 より, High VI Gr.III は各回転域でのトルク低減率が高く, 今回のように FM に適した処方系でも依然, HTHS 低減が燃費改善で重要な方策であることがわかる。

また, Fig. 7-12 には一般的に省燃費油で広く使用される PMA を用いた Oil-9 を基準とした場合の Oil-2, Oil-7 ~8 のエンジンモータリング試験結果を示す。結果, 粘度特性から期待されたとおり, Oil-2 はトルク低減率に優れる処方であった。一方, 同様にトルク低減が期待された Oil-8 は従来 PMA を使用している Oil-7, 9 よりもフリクション性能が悪化しており, 最適な VII の選択は粘度特性のみでは困難であった。この点については今後の更なる検討が必要ではあるが, たとえば今回 Oil-8 に使用した VII は今回検討した PMA の中でも最も溶解性が低く, VII の極性などその膨潤-収縮挙動を制御する際に調整するパラメータの選択が, 特に今回のように FM が効果を発揮しやすい処方系では, 重要となる可能性が考えられる。

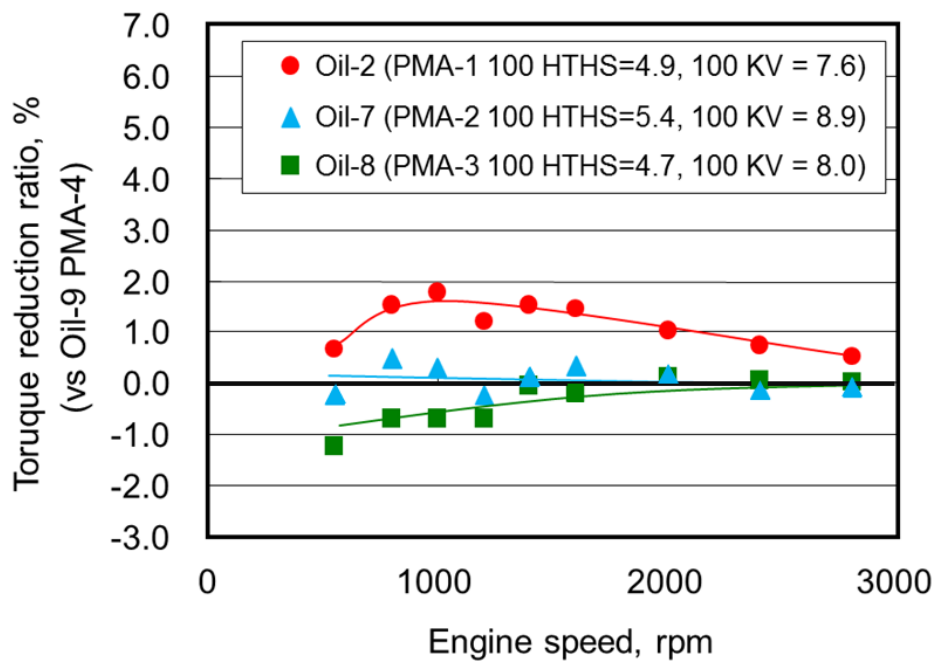


Fig. 7-12 : Engine motoring test results to study the VM effects [7]

Copyright © SAE International [2014-01-1478]

#### 7.3.4 省燃費性向上効果

これまでの知見を使って GF-5 の省燃費エンジン油の検討を行った。性状を Table 7-6 に示す。比較として 0W-20 GF-4 の省燃費油 REO1, 5W-30 GF-4 の汎用エンジン油 REO2 との比較を実施した。

Table 7-6 : 0W-20 GF-5 oil properties

Oil		Oil-10	REO1	REO2
SAE viscosity grade		0W-20	0W-20	5W-30
ILSAC		GF-5	GF-4	GF-4
Kinematic viscosity (mm <sup>2</sup> /s)	40°C	28.7	30.8	57.41
	100°C	7.3	7.6	10.12
Viscosity Index		235	233	165
150°C HTHS viscosity (mPa·s)		2.6	2.6	2.9
CCS viscosity (mPa·s)	-35°C	3500	3300	
	-30°C	-		3963
NOACK (%)		13	13	13
Chemical elements	B (mass%)	0.04	<0.01	<0.01
Friction modifier		MoDTC	MoDTC	Ashless

最初に Table 7-5 に示す 0W-20 GF-5 の Oil-10 と GF-4 0W-20 GF-4 の REO1 とのモータリングトルク試験による比較を行った結果を Fig. 7-13 に示す。清浄剤の組み合わせ最適化により低回転域でのトルク低減が図れている。一方高回転域では比較対象となった REO1 も高粘度指数基油を使用しており、顕著な差は確認できなかった。

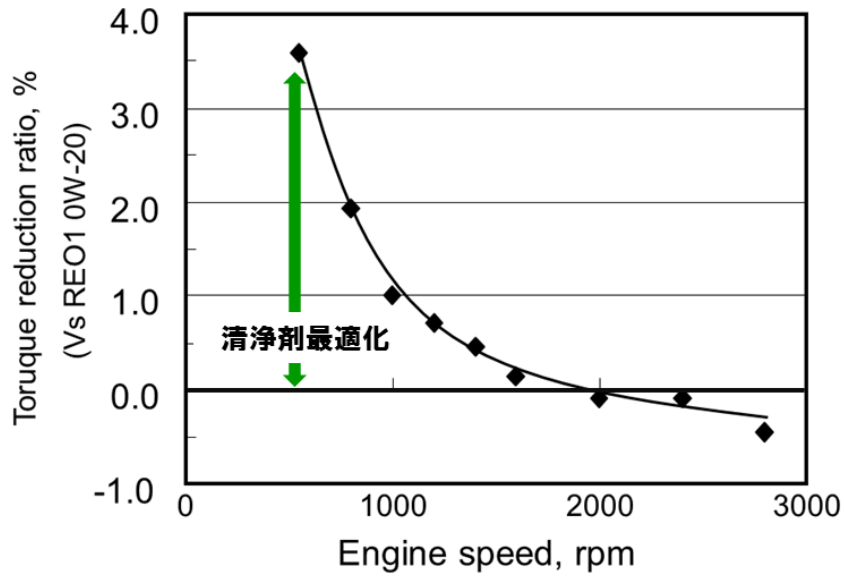


Fig. 7-13 : Torque reduction ratio in motoring test (Oil-10 vs REO1) [7]

Copyright © SAE International [2014-01-1478]

さらに 0W-20 GF-5 の Oil-10 と 5W-30 GF-4 の REO2 とのモータリングトルク試験での比較を Fig. 7-14 に示す。REO2 は、汎用として一般的に使われている添加剤を使用していて、MoDTC による摩擦低減効果および清浄剤の組み合わせ最適化により低回転域でのトルク低減が図れている。高回転域でも Fig. 7-10 で示されているようなトルク低減効果が得られた。

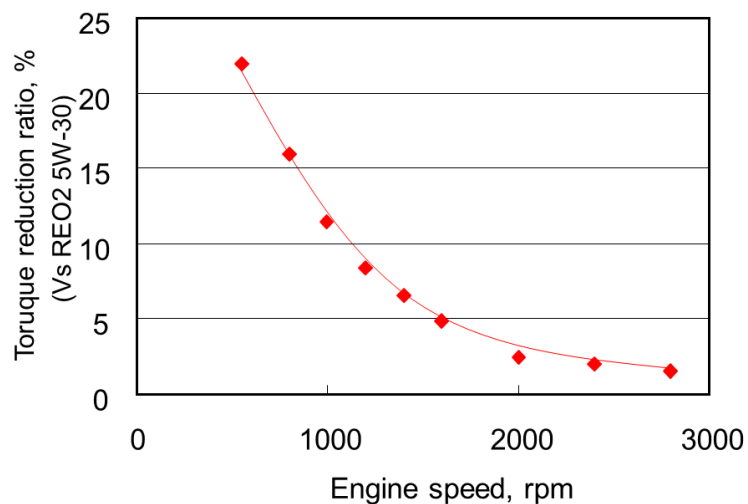


Fig. 7-14 : Torque reduction ratio in motoring test (Oil-10 vs REO2) [7]

Copyright © SAE International [2014-01-1478]

これまでのエンジンモータリングトルク測定結果から、10-15モード燃費向上率を計算した結果を Fig. 7-15 に示す。0W-20 GF-5 の Oil-10 は比較油である0W-20 GF-4 GF-4 REO1 に対して10-15モードで0.4%の燃費向上効果を持つと推定できる。

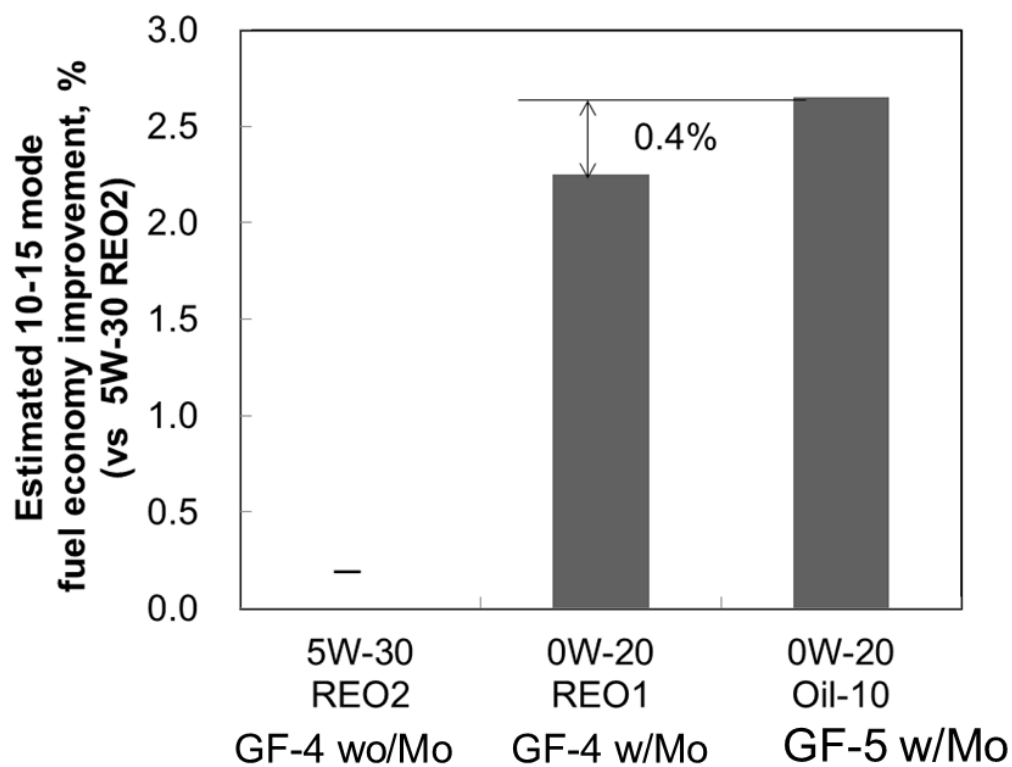


Fig. 7-15 : Estimated fuel economy performance [7]

Copyright © SAE International [2014-01-1478]

### 7.3.5 省燃費性寿命

MoDTCによるフリクション低減効果は、オイルの劣化のともに失われていくことが報告されている。また、無灰系FMでは、その摩擦低減効果は少ないものの、オイルが劣化してもDLCバルブリフターを適用した場合には、DLCとFMの組み合わせにより摩擦低減効果が維持できることが報告されている。そこで、今回MoDTCを添加したOil-10での摩擦低減寿命を、実車耐久油を回収して調査することにより確認した。

実車耐久は排気量2.5L 4気筒エンジンを搭載した車両をシャシーダイナモ上でテストパターンを走行し、オイルを劣化させた後の摩擦係数をTable 7-1の条件で測定した結果をFig. 7-16に示す。

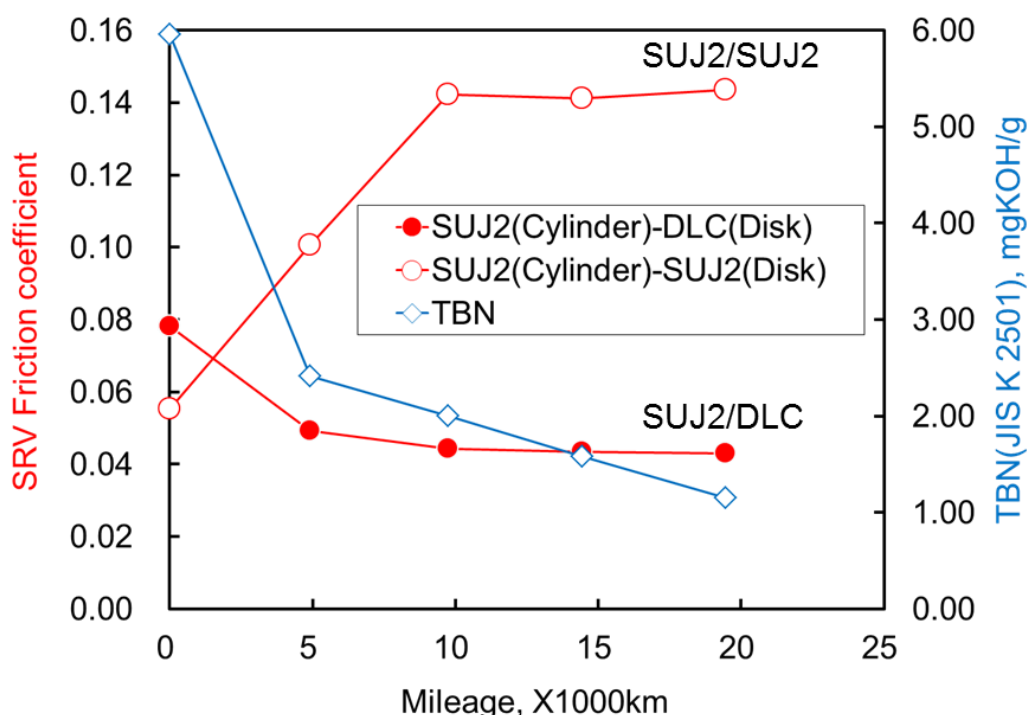


Fig. 7-16 : Change of friction coefficient in used oil [7]

Copyright © SAE International [2014-01-1478]

SRV試験片がSUJ2(Cylinder)-SUJ2(Disk)の組み合わせでは、これまで報告されている通り、10000km走行時ではほぼMoDTCによる摩擦低減効果は失われるが、SUJ2(Cylinder)-DLC(Disk)の組み合わせでは新油よりもさらにフリクションが低下し、オイル補給がないのにも関わらず20000km走行後までその低摩擦効果が維持された。これはMoDTC由来のMoS<sub>2</sub>がSUJ2表面上に生成し、摩擦を低減させるが、SUJ2-SUJ2同士ではMoDTCが劣化により少なくなるとMoS<sub>2</sub>の生成が少なくなりフリクションが上昇し、SUJ2-DLCの組み合わせでは、MoDTCが減少しても低フリクションが維持されていることを示唆している。

この現象の解析を行うため、Oil-10を用いて7.2.4に示すNOxバブリング試験を実施した。Fig.7-17に示すように、TBNは実車試験時と同様に試験時間が経つにつれ低下するのに対し、NOxバブリング試験28時間後の

摩擦低減効果は、SUJ2-SUJ2の組み合わせと同様にSUJ2-DLCの組み合わせでも摩擦低減効果が失われている。これはオイルの劣化によりMoDTCが失われて摩擦低減効果が無くなっていることを示すが、実車試験でSUJ2-DLCの組み合わせのみ摩擦低減効果を維持している傾向と一致しない。実車試験ではエンジン内の燃焼によりオイル中に未燃燃料や水分などが混入することで摩擦低減作用が水素フリーDLC上で発揮されているか、もしくはオイルが劣化しても微量のMoS<sub>2</sub>が表面上に存在することで、実車試験の回収油では水素フリーDLC摩擦低減効果が維持できていることを示唆している。

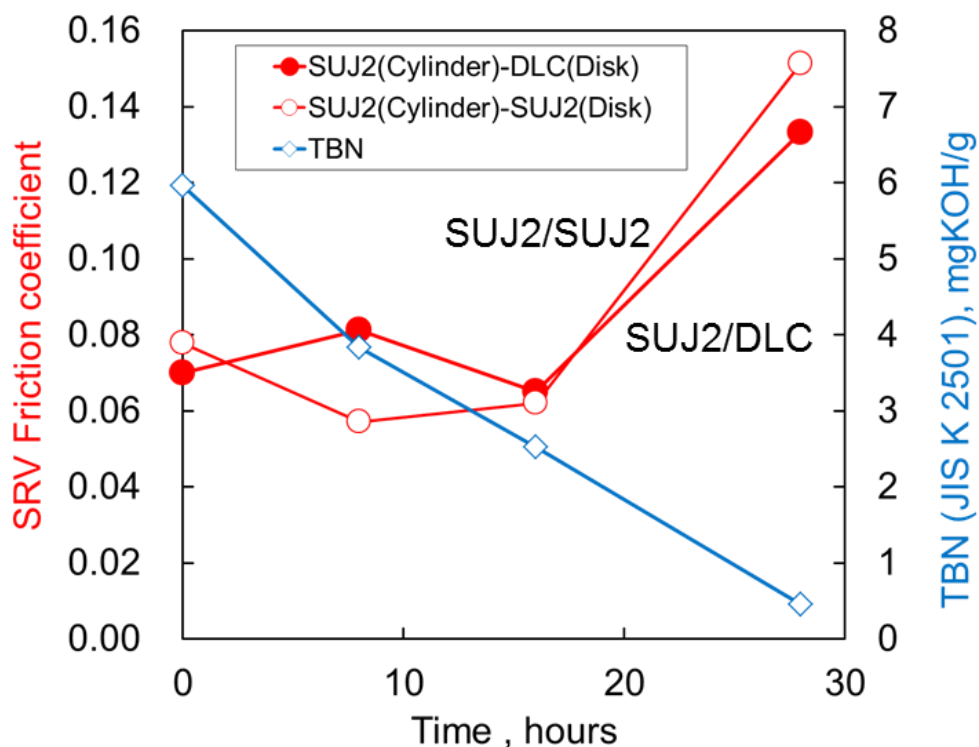


Fig. 7-17 : Change of friction coefficient in NOx bubling test

### 7.3.6 動弁摩耗評価結果

Oil-10では省燃費性向上のため、高粘度指数化することで、低～中温域での低粘度化を図っている。そのため低～中温域の摩耗増加が懸念されるため、Sequence IVAに規定される動弁系摩耗試験を実施し、カムノーズ摩耗量を測定した結果をFig. 7-18に示す。その結果、Oil-10はREO1と同等の耐動弁系摩耗性能を持つと言える。

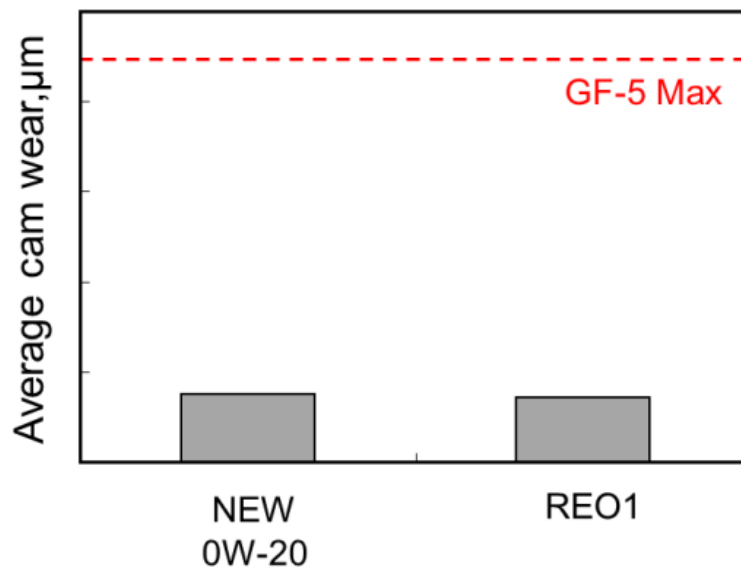


Fig. 7-18 : Sequence IVA test results (Oil-10 vs REO1) [7]

Copyright © SAE International [2014-01-1478]

## 7.4 結言

API/ILSAC SN/GF-5 に適合する0W-20処方をベースに、水素フリーDLCコーティング材しゅう動下でエンジン油がフリクション低減に及ぼす効果を検討した結果、以下の点が明らかとなった。

- (1) 水素フリーDLCコーティング適用エンジンにおいて、5W-30では 無灰系摩擦調整剤添加により、低フリクション化が可能であるが、0W-20のような低粘度エンジン油では水素フリーDLCを適用していない部位の影響により、燃費改善には摩擦調整剤MoDTCがより効果的である。
- (2) MoDTCの効果は金属系清浄剤との組み合わせで変わり、ホウリン酸塩ガラスを形成可能なCaサリシレートが最も効果的である。
- (3) 摩擦調整剤としてMoDTCを添加しても粘度温度特性の燃費への寄与度は無視できない。一方でVII添加による省燃費化の効果は粘度温度特性だけでは整理できず、詳細な検討が必要である。
- (4) 上記処方系の組み合わせにより 0W-20 ILSAC GF-4 の現行油に対して 10-15 モードで 0.4%の燃費向上効果を達成できることを確認した。
- (5) 実車走行時のようなオイルが劣化する環境において、水素フリーDLCとSUJ2の組み合わせは、SUJ2同士のフリクションよりも大幅に低減でき、低フリクション効果を20,000km走行程度まで維持できることを確認した。

## **7.5 文献**

- [1] Y. Mabuchi, T. Hamada, H. Izumi, Y. Yasuda, M. Kano, "The Development of Hydrogen-free DLC-coated Valve-lifter", SAE Technical Paper 2007-01-1752, 2007, doi:10.4271/2007-01-1752.
- [2] S. Okuda, T. Dewa, T. Sagawa, "Development of 5W-30 GF-4 Fuel-saving Engine Oil for DLC-coated Valve Lifters", SAE Technical Paper 2007-01-1979, 2007, doi:10.4271/2007-01-1979.
- [3] T. Nagashima, T. Saka, H. Tanaka, T. Satoh, A. Yaguchi, T. Yoshitaka, "Research on Low-Friction Properties of High Viscosity Index Petroleum Base Stock and Development of Upgraded Engine Oil", SAE Technical Paper 951036, 1995, doi:10.4271/951036.
- [4] ILSAC GF-5 STANDARD FOR PASSENGER CAR ENGINE OILS, Jointly developed and approved by Japan Automobile Manufacturers Association Chrysler LLC, Ford Motor Company and General Motors Corporation, 2009
- [5] J. M. Martin, C. Grossiord, K. Varlot, B. Vacher, J. Igarashi, "Synergistic effects in binary systems of lubricant additives: a chemical hardness approach", Tribology Letters, Volume 8, Issue 4, , 2000, pp193-201,
- [6] C. Grossiord, J. M. Martin, K. Varlot, B. Vacher, T. Le Mogne, Y. Yamada, "Tribological interactions between ZnDTP, ModTC and calcium borate" , Tribology Letters, 2000, Volume 8, Issue 4, pp 203-212
- [7] T. Sagawa, T. Katayama, R. Suzuki, S. Okuda, T., "Development of GF-5 0W-20 Fuel-Saving Engine Oil for DLC-Coated Valve Lifters", SAE Technical Paper 2014-01-1478, 2014, doi:10.4271/2014-01-1478

## 第 8 章 総括

本論文は、自動車用ガソリンエンジンの省燃費化に必要な低粘度化、低フリクション化、および排出ガス低減効果維持に必要なエンジン油のリン分、硫黄分低減に関する実用上の課題を解析し、更には表面分析や化学反応シミュレーションによるトライボロジー現象の解析をまとめたものである。本研究で得られた結果は以下のように要約される。

第 1 章「序論」では、自動車用ガソリンエンジンの環境対策として、エネルギー効率向上と排出ガス低減が求められており、ガソリンエンジンに使われるエンジン油についても省燃費化を実現するための低粘度化・低フリクション化、有害成分(HC,CO,NOx)を含んだ排出ガスを清浄化する触媒の被毒を低減する低リン化、低硫黄分が課題であることを示した。また、エンジン油に求められる機能や、エンジン油の製法やシミュレーションによるトライボロジー現象の解析手法を示した上で、本研究の目的と本論文の構成について示した。

第 2 章「エンジン油中への燃料希釈の要因と希釈量予測手法の開発」では、直噴ガソリンエンジンにおける燃料希釈要因解析と燃料希釈率を推定する手法について検討を行った。ガソリンエンジンの環境対策として商品化されている筒内直噴エンジンにおいては、燃料噴射がシリンダ内で行われるため、燃料によるオイルの希釈増加が懸念されている。この燃料希釈に注目し、燃料希釈を増加させる要因を、吸気ポート噴射エンジンおよび筒内直噴ガソリンエンジンを使って調査した。その結果、以下に示す知見が得られた。

- (1) 燃料希釈率は、同一エンジンであれば油水温の低下、重質燃料の使用、燃料消費量の増加、噴射時期の遅延化(DI のみ)により増加し、ソーク、油量、A/F はほとんど影響しないことが明らかになった。
- (2) DI,MPI エンジンとも油水温、ガソリン蒸留性状、燃料噴射時期(DI のみ)が一定ならば、燃料消費量から燃料希釈率を推定でき、モード運転時の希釈量も各条件の平均により推定可能である。
- (3) 燃料希釈率の時間変化を、オイルに溶け込むガソリン量とオイルから揮発するガソリン量を考慮することで数式化することを試み、燃料希釈率の実測値と良く一致することを見出した。

第 3 章「エンジン動弁系カムシャフト摩耗に与える摩耗要因解析」では、エンジン動弁系カム摩耗に影響する要因の解析を行った。省燃費性向上のためにはエンジン油の低粘度化や低フリクション化、触媒被毒対策としては、リン、硫黄を含む摩耗防止剤 ZnDTP 使用量の低減が有効な方策である。しかしながら、低粘度化や摩耗防止剤低減により、エンジン各摺動部位の摩耗が増大する懸念がある。影響を受ける摺動部位としてはカムシャフト、ピストンリング、軸受などがあるが、ここでは摩耗防止剤の低減で大きく影響を受ける動弁系カム摩耗を取り上げ、カム摩耗に影響する要因のメカニズム解析を行った結果、以下に示す知見が得られた。

- (1) エンジントルクの増加は排気 NOx 濃度が増加し、耐摩耗防止剤 ZnDTP の分解が進んでカム摩耗が増加することから、エンジントルク規定幅を狭めることで同一エンジン油評価時のカム摩耗量精度を向上できることが明らかになった。
- (2) エンジン吸気湿度がカム摩耗量に影響することから、Sequence VE で規定されているエンジン吸入空気湿度 11.5g/kg と吸入温度 32°C を採用することで、JASO M 328-95 で確立したシビアリティを変更せずにカム摩耗量の精度向上できることが明らかになった。

- (3) T50 が 105°C, T90 が 160°Cを超えるような重質ガソリンにて, JASO M 328-95 の試験条件を実施することにより, クランクケース中オイルの燃料希釈率は 4%程度まで増加するが, カム摩耗量に影響しないことを示した.
- (4) 実車 5 台による 60,000km 走行試験後のカム摩耗量は, JASO M 328-95 と同様のカム摩耗傾向を示し, JASO M 328-95 によるカム摩耗量は市場でのカム摩耗量を再現できることを明らかにした.

本解析結果を踏まえて, ASTM D6891 Sequence IVA 動弁摩耗評価方法を規格化し, ILSAC GF-3/API SL から ILSAC GF-5/API SN まで, ガソリンエンジン油の耐動弁摩耗の認証試験方法として, 国際的に使用されている.

第 4 章「低フリクションエンジンにおける省燃費性向上限界把握と実用性能との両立」では, 省燃費性と実用性能を両立したガソリンエンジン用省燃費油 0W-20 低粘度油の検討を行った. 省燃費向上の方策として低粘度エンジン油の開発が行われているが, その燃費向上効果は HTHS 粘度 2.6mPas 程度が最良点とされてきた. しかしながら, エンジン各部に低フリクション表面の適用が進んだことにより更なる低粘度化による燃費向上の可能性があるが, その効果は十分に明らかになってこなかった. このため, 直動式動弁機構を持つエンジンにおける低粘度化による省燃費性向上のポテンシャルを明らかにし, 更にローラーロッカー式動弁機構での低粘度化, 低フリクション化による省燃費効果の調査も行った. 加えて, 0W-20 化により 5W-20 油以上の省燃費性能を発揮し, かつ酸化安定性, 耐摩耗性, オイル消費低減等の実用性能の向上も加味した ILSAC GF-3 規格に相当する実用性能を有するガソリンエンジン用省燃費油 0W-20 低粘度油の検討を行い, 以下に示す知見が得られた.

- (1) 直動式動弁機構のエンジンだけでなく, ローラーロッカー式動弁機構のエンジンでも HTHS 粘度 2.0mPa·s まで燃費向上することを確認できた.
- (2) 直動式動弁機構のエンジンにおいて, MoDTC を添加した処方では低粘度による燃費向上効果が大きくなるが, ローラーロッカー式動弁機構のエンジンにおいては MoDTC による省燃費効果は小さい.
- (3) 低粘度化 (0W-20 化) により, 5W-30 油に対する 10・15 モード燃費向上率推定値で 2.1%, 5W-20 油との比較では 0.6%の省燃費効果が得られた. また, 省燃費寿命に関しても 5W-20 油同等以上であり 10000km 走行程度の持続性を有していることが確認できた.
- (4) 低粘度油 (0W-20) の耐摩耗性は, エンジン試験の結果より従来 5W-30 油と同等であることを確認できた.
- (5) HVI ベースオイルを用いることにより 0W-20 油においても, ILSAC GF-3 に対応可能な NOACK 15mass%以下の蒸発特性に抑制できることを明らかにした.

ILSAC ではローラーロッカー式動弁機構のエンジンによる省燃費性が規定されているが, ローラーロッカー式動弁機構のエンジンによる省燃費性試験では直動式動弁機構のエンジンに最適なオイルを選定できない. よって, 直動式動弁機構を持つエンジンで省燃費性を向上させるためには, 直動式動弁機構を持つエンジンでの省燃費性試験が必要となる.

第5章「水素フリーDLCコーティング適用エンジンにおける無灰系摩擦調整剤による省燃費効果と実用性能」では、水素フリーDLC(ta-C)バルブリフターを適用したエンジンに最適な5W-30 GF-4エンジン油の検討を行った。低フリクション化のために炭素系薄膜である水素フリーDLCコーティングの適用が進んでいるが、水素フリーDLCは摩擦調整剤の種類により特異的に摩擦を低減することが判っており、水素フリーDLCコーティングのバルブリフターへの適用がなされているエンジンに有効な無灰系摩擦調整剤を使用し、またその他添加剤の改良、粘度特性の改良により低フリクション化達成した5W-30 GF-4 無灰系摩擦調整剤添加油の省燃費性能と信頼性について検討を行った。その結果、以下に示す知見が得られた。

- (1) 省燃費性能は、5W-30 GF-3 MoDTC 添加油に対する10-15モード燃費向上率推定値で0.5%、汎用油に対しては、1.6%であり、実車による省燃費効果の確認も行った。また、省燃費寿命に関してもMoDTC 添加油同等以上であり15000km 走行まで持続していることが確認できた。
- (2) 油中リン量減量に伴う耐摩耗防止剤 ZnDTP の減量により耐摩耗性の悪化が懸念されたが、エンジン試験の結果およびスーツ摩耗試験の結果より問題無いことが確認できた。
- (3) 低温清浄性は、エンジン試験の結果より現行 GF-3 油より大きく改善し、寿命延長効果が確認できた。

以上のように、水素フリーDLC の効果を最大限発揮させるための無灰系摩擦調整剤の添加および粘度特性の改良により、その効果を消すことなく実用的な性能を有する5W-30 無灰系摩擦調整剤添加油を開発することができた。本油は ILSAC GF-4 の性能を有しながらも DLC バルブリフター対応省燃費エンジン油として十分な性能および信頼性を持つエンジン油である。

第6章「水素フリーDLCコーティングへの摩擦調整剤作用機構解析」では、グリセリンモノオレートのようなエステルが、弾性流体潤滑領域や混合潤滑領域において水素フリーDLC 表面でフリクションを低減するのに加えて、長鎖の分子構造を持たないグリセリンのようなポリオールでも低摩擦係数を示す特異的な傾向を示すことから、水素フリーDLC に対する摩擦調整剤の作用機構の解明を試みた。ここでは高硬度の炭素表面(ta-C)と2つのOHを含む分子、グリセリンと過酸化水素間のトライボケミカル相互作用の解析を行い、高真空摩擦試験機と気相の潤滑油を使って摩擦試験を実施し、更にコンピューターシミュレーションによって相当する反応を調査した。その結果、以下の知見を得た。

- (1) 水素フリーDLCであるta-Cコーティングした2面間の摩擦ではグリセリンガスでも、過酸化水素ガスでも低フリクション効果が発現する。グリセリンはトライボケミカル反応で化学的に分解し、水が界面で生成することを確認した。結果として、低フリクション効果に寄与していると推察されるが、これは炭素原子表面にH/OH末端が生成するためと考えられる。ta-C表面を過酸化水素に曝露しても摩擦係数が低くなるが、これも炭素原子表面にH/OHが満されるためと考えられる。
- (2) コンピューターシミュレーションによって、ta-Cバルク全体と、ta-C最表面を再現した。ta-Cの表面は $sp^2$ が含まれ、大変反応活性の高い $sp^1$ 炭素も含まれていて、EFTEMの結果と一致することを確認できた。
- (3) コンピューターシミュレーションによって得られた未処理ta-C同士の摩擦係数は高くなり、UHV摩擦試験機で実施したときの試験結果と一致する。これは界面における不飽和炭素原子から生成するダングリングボンドが、2面の炭素原子間の共有結合を生成、切断することで作用し、その結果として高せん

断力を発生するためと考えられる。

- (4) ta-Cは2面間に挿入したグリセリン分子によりフリクションが低下する。コンピューターシミュレーションでは、速やかにグリセリンが化学的に分解し、多くの水分子を含むいくつかのフラグメントを生成し、実験結果と一致することが確認できた。
- (5) コンピューターシミュレーションでも未処理ta-C表面に過酸化水素を曝露することにより、 $sp^1, sp^2$ 炭素をH/OH末端で満たされることが確認できる。これによりフリクションが低下することを裏付けられた。

実験的な結果とコンピューターシミュレーション結果の一致は、他のアルコールや炭化水素における今後の研究にとっても有効であると考えられる。また、多価アルコールから生成される水による低フリクション効果は、境界潤滑条件下での水素フリーDLC 低フリクション化の新しいメカニズムと考えられる。

第7章「水素フリーDLC コーティング適用エンジンにおける0W-20 低粘度化対応の検討」では、水素フリーDLC (ta-C) バルブリフターを適用したエンジンにおいて、0W-20 のような低粘度でも低フリクション化可能なエンジン油の検討を実施した。0W-20 のような低粘度エンジン油では、油膜が薄くなってより潤滑状態が厳しくなる。そのため水素フリーDLC コーティングが適用していない部位でのフリクションの寄与度が大きくなり、有機系モリブデン摩擦調整剤(MoDTC)の添加が必須となる。加えて、水素フリーDLC コーティングのバルブリフターへの適用がなされているエンジンに最適な摩擦調整剤、金属系清浄剤、ベースオイル、粘度指数向上剤の検討を実施し、DLC 適用エンジンに対して低粘度化を図りつつ、低フリクション化達成した0W-20 GF-5 油の省燃費性能とその省燃費寿命について検討を行った。その結果、以下の点が明らかとなった。

- (1) 水素フリーDLCコーティング適用エンジンにおいて、5W-30では 無灰系摩擦調整剤添加により、低フリクション化が可能であるが、0W-20のような低粘度エンジン油では水素フリーDLCを適用していない部位の影響により、燃費改善には摩擦調整剤MoDTCがより効果的である。
- (2) MoDTCの効果は金属系清浄剤との組み合わせで変わり、ホウリン酸塩ガラスを形成可能なCaサリシレートが最も効果的である。
- (3) 摩擦調整剤としてMoDTCを添加しても粘度温度特性の燃費への寄与度は無視できない。一方でVII添加による省燃費化の効果は粘度温度特性だけでは整理できず、詳細な検討が必要である。
- (4) 上記処方系の組み合わせにより0W-20 ILSAC GF-4 の現行油に対して10-15 モードで0.4%の燃費向上効果を達成できることを確認した。
- (5) 実車走行時のようなオイルが劣化する環境において、水素フリーDLCとSUJ2の組み合わせは、SUJ2 同士のフリクションよりも大幅に低減でき、低フリクション効果を20,000km走行程度まで維持できることを確認した。

## 謝辞

本論文をまとめるにあたり、ご指導を賜りました東京工業大学 益子正文教授に心より感謝申し上げます。

また、有益なる御討論と御教示をいただいた東京工業大学 機械物理工学専攻 大竹尚登教授、東京工業大学機械宇宙システム専攻 京極啓史教授、東京工業大学 機械宇宙システム専攻 小酒英範教授、東京工業大学 化学工学専攻 森 伸介准教授、東京工業大学 化学工学専攻 青木才子准教授、東京都市大学 機械工学科 三原雄司教授に深く感謝致します。

この研究を進めるにあたり多大な協力と貢献を頂きましたEcole Centrale de Lyon Laboratory of Tribology and System DynamicsのJean Michel MARTIN名誉教授、元Ecole Centrale de LyonのChristine MATTA博士、California Insitute of Technology Materials and Process Simulation CenterのWillam A. Goddard, III教授、元California Insitute of TechnologyのQing Zhang博士、元Southwest Research InstituteのLarry M. Bendele氏、William A. Buscher氏、JX日鉱日石エネルギー株式会社、昭和シェル石油株式会社、出光興産株式会社関係各位に御礼申し上げます。

最後となりましたが、実験、解析、助言等で多大なる協力を頂きました日産自動車株式会社の皆様、特に奥田紗知子氏、中村清隆氏、片山拓也氏、上野貴文氏、杉崎聡氏の各氏に御礼申し上げます。