

機能強化 DLC 膜による機械部品の高度化研究 ～無潤滑下における DLC 膜同士の摩擦摩耗特性～

浅野 誠^{*1)}, 金子 聡志^{*2)}, 原田 陽一^{*3)}, 林 達郎^{*1)}, 谷口 正^{*1)}

Application of Functional DLC Films to Machine Parts ～Friction and Wear Characteristics of the DLC Films under Dry Sliding Conditions～

ASANO Makoto^{*1)}, KANEKO Satoshi^{*2)}, HARADA Youichi^{*3)}, HAYASHI Tatsuro^{*1)}, TANIGUCHI Tadashi^{*1)}

ボールオンディスク式摩擦摩耗試験法により, Si 添加 DLC 膜, Ti 添加 DLC 膜, 無添加 DLC 膜および未処理材をそれぞれ組み合わせた場合の室温, 無潤滑下における摩擦摩耗特性を調査した. その結果, 無添加 DLC ディスクと Si 添加 DLC ボールとを摺動した場合に最も低い摩擦係数約 0.01 を示し, Si 添加 DLC 膜同士を組み合わせた場合に最も高い摩擦係数約 0.05 を示した. また比摩耗量は, 無添加 DLC ディスクと Si 添加 DLC ボールとを摺動した場合に最も低い約 $0.006 \times 10^{-6} \text{mm}^3/\text{Nm}$ を示し, 摩擦係数と同様に Si 添加 DLC 膜同士の組み合わせが最も高い比摩耗率約 $0.570 \times 10^{-6} \text{mm}^3/\text{Nm}$ を示した. このことから, 無添加 DLC 膜と Si 添加 DLC とを組み合わせることで従来の摺動部品の片面のみに DLC 膜を被覆する場合よりもさらなる摩擦係数の向上と摩耗量の低減を図ることが可能であることが分かった.

1. 緒言

DLC膜は, 高硬度, 低摩擦係数, 平滑性および化学的安定性などの優れた特徴を有することから, 機械関連製品や自動車部品などの摺動部材や金属加工用工具や金型への適用が拡大しつつある. また, 最近ではDLC膜の弱点である耐熱性や凝着性を改善する方法としてDLC膜中にSiやTiなどの元素を添加する方法¹⁾が検討されており, それらの実用化には大きな期待が寄せられている. ところで, 無潤滑下での摩擦係数の低減や耐摩耗性の向上を目的として表面処理を行う場合は, 擦れ合う部材のどちらか適切な片方のみに行うことが一般的である. これは, 主として同素材同士では摩擦熱による含有元素の拡散が容易に起こり焼き付きしやすくなることによる. しかし, DLCは平滑性が高くかつグラファイト構造に起因した自己潤滑性を有することから, DLC膜同士を摺動した場合にはさらなる摺動性能の改善が期待できる.

そこで, 本研究ではボールオンディスク式試験法により無添加DLC膜, Si添加DLC膜およびTi添加DLC膜をそれぞれ組み合わせた場合の無潤滑下における摺動特性について調査した.

2. 実験方法

2.1 DLC 成膜処理

DLC の成膜は, プラズマイオン注入・成膜装置 (㈱栗田

製作所製, PEKURIS-NA 型, 以下 PBIID 装置と呼称) を使用し, 無添加 DLC 膜 (以下, Pure-DLC と呼称), Si 添加 DLC 膜 (Si-DLC) および Ti 添加 DLC (Ti-DLC) を各種試験片に被覆した.

2.2 キャラクターリゼーション

DLC 膜の膜厚および表面粗さは共焦点顕微鏡 (レーザーテック社製, OPTELICS H1200 型) を, 皮膜の微小硬さはナノインデンテーションテスター (㈱エリオニクス社製 ENT-2100 型, 荷重 50mN) を使用して測定した. また, 蛍光 X 線分析装置 (㈱リガク社製, ZSX Primus II 型) による皮膜構成元素 (H を除く) の推定定量分析およびレーザーラマン分光光度計 (日本分光㈱製, NRS-2100 型) による皮膜の構造解析を行った. さらに, DLC を被覆した炭素鋼基材を塩水噴霧試験機 (スガ試験機㈱社製, STP-90V 型) で 24 時間暴露した後の発錆状態の観察により成膜欠陥を評価するとともに, 材料抵抗率測定システム (㈱三菱アナリテック社製, ロレスタ GP・ハイレスタ UP 型) を使用してガラス基板の上に被覆した DLC 膜の表面および体積抵抗率について測定した.

2.3 摩擦摩耗特性の評価

DLC 膜の摩擦摩耗特性は, ボールオンディスク試験機 (CSEM 社製, ball-on-disk TRIBOMETER 型) を用い, 室温, 無潤滑下で試験した. 本試験機の概略図を図 1 に示す. ディスクには Pure-DLC, Si-DLC および Ti-DLC を約 $3 \mu\text{m}$ 被覆した超硬合金 (K10 相当, $\phi 20\text{mm} \times 3.5\text{mm}$, 被覆表面は検鏡面加工, 以下, Pure-DLC disk, Si-DLC disk, Ti-DLC

^{*1)} 機械・電子・情報技術チーム, ^{*2)} 同志社大学工学部エネルギー機械工学科,

^{*3)} 同志社大学大学院工学研究科機械工学専攻

disk と呼称) を使用した。一方、ボールにはディスクと同様に Pure-DLC, Ti-DLC および Si-DLC を約 3 μm 被覆した高炭素クロム軸受鋼 (SUJ2, φ6mm, 以下, Pure-DLC ball, Si-DLC ball, Ti-DLC ball と呼称) を使用した。摩擦摩耗試験条件を表 1 に示す。なお、比較として未被覆処理品についても評価した。また、共焦点顕微鏡を使用して試験後ボールの摩擦痕寸法から比摩耗量を算出した。

ここで、ボールの半径を r 、摩擦痕の直径を d としたとき摩耗体積 W は、

$$W = \pi d^4 / 64r \quad (1)$$

と表わされる。よって、摺動距離を L 、荷重を P としたとき比摩耗率 w は、

$$w = \pi d^4 / 64rPL \quad (2)$$

と算出でき、単位は (mm³/(N・m)) で表される。

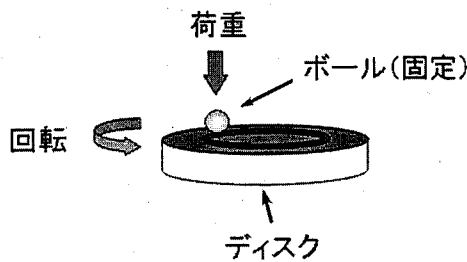


図 1 ボールオンディスク試験機概略図

表 1 試験条件

荷重	5 N
摺動距離	1000m
摺動速度	40mm/s
ボール直径	6mm

3. 結果及び考察

3.1 摩擦係数

図 2 に、摺動距離と摩擦係数との関係の一例として Pure-DLC disk に対する未被覆の SUJ2 ボール (以下, Solid ball と呼称), Pure-DLC ball, Si-DLC ball および Ti-DLC ball の結果を示した。また、図 3 には Solid ball および各種 DLC 膜同士を組み合わせさせた場合の摩擦係数を示した。図 3 に示した結果から、未処理の Solid ball と各 DLC 膜とを摺動した場合と比較して DLC 同士を摺動させた場合の方が摩擦係数は概ね低い傾向にあることが分かる。特に、Pure-DLC

disk と Si-DLC ball とを組み合わせさせて摺動した場合に最も低い摩擦係数約 0.01 を示した。一方、Si-DLC disk と Si-DLC ball とを組み合わせさせて摺動した場合は Si-DLC disk と未被覆の Solid ball を摺動した時よりも高い摩擦係数約 0.05 を示した。

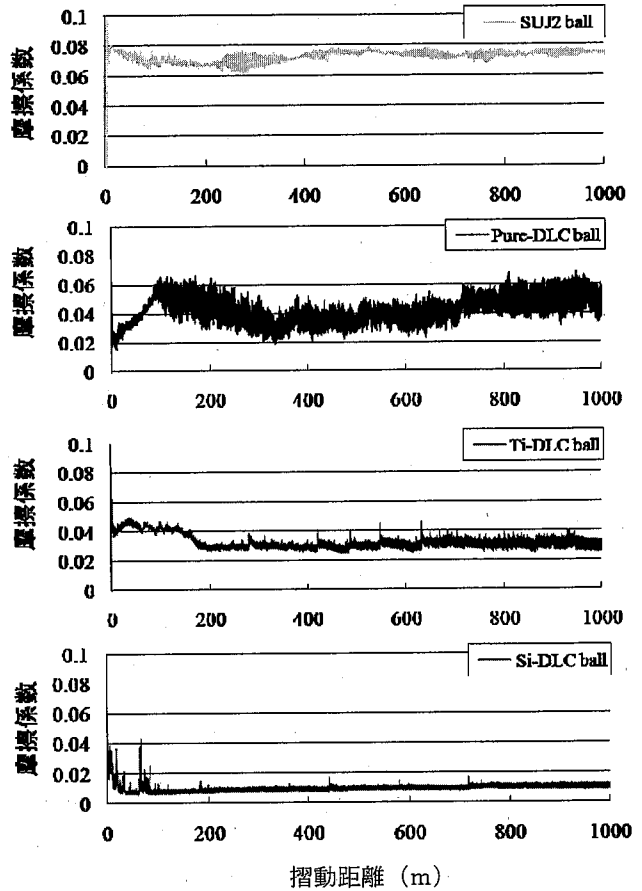


図 2 Pure-DLC disk に対する Solid ball および各種 DLC 膜の摩擦係数

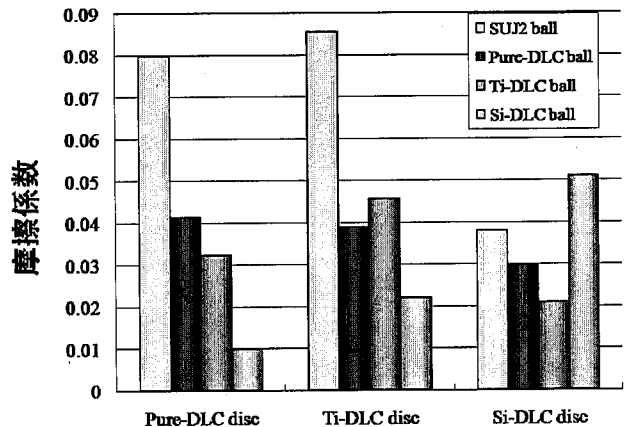


図 3 Solid ball および各種 DLC 膜同士の摩擦係数

3.2 比摩耗量

図4に, Solid ball および各種 DLC 膜同士を組み合わせた場合のボールの比摩耗量について示した. また, 図5に摺動痕の共焦点顕微鏡像の一例を示した. 図4の結果から, Pure-DLC disc と Si-DLC ball とを組み合わせた場合に最も低い比摩耗率 $0.006 \times 10^{-6} \text{mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$ を示した. 一方, Si-DLC 同士を組み合わせた場合は最も高い比摩耗率 $0.570 \times 10^{-6} \text{mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$ を示すことが分かった. これら比摩耗量の傾向における DLC の組み合わせは, 摩擦係数の傾向とほぼ一致した.

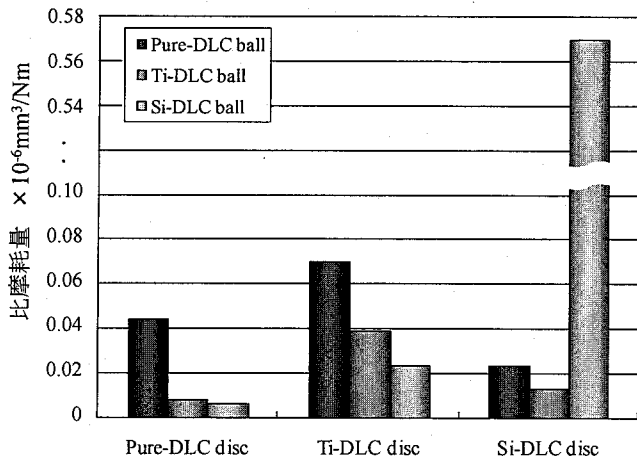
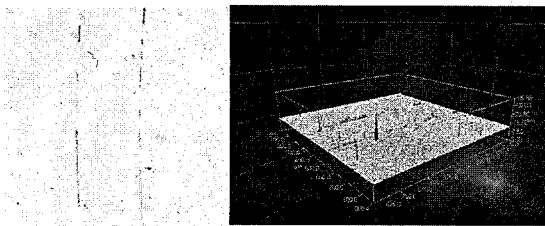
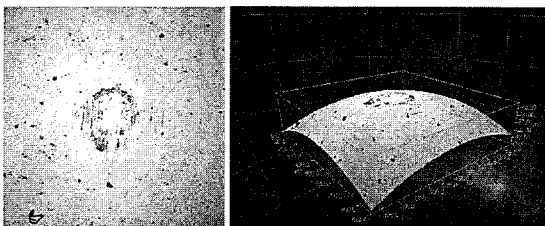


図4 各種 DLC 膜同士の比摩耗量



(a) DLC disc の摺動痕



(b) DLC ball の摺動痕

図5 摺動痕の共焦点顕微鏡像 (Pure-DLC disc / Ti-DLC ball)

3.3 摩擦摩耗特性と DLC 膜の性質との関連性

図6に各種 DLC 膜のラマン散乱スペクトルを示した. 各 DLC のスペクトルを波形分離した結果, Pure-DLC がグラファイトの内面振動に係わる G バンド²⁾と sp^2 混成軌道結合炭素不規則構造に由来した D バンド²⁾とからなる典型的な DLC の波形であったのに対し, Si-DLC には T バンド³⁾と呼ばれる sp^3 混成軌道結合炭素構造が主体の波形であった. 一方, Ti-DLC は Pure-DLC に類似した波形であったが, G バンドに対する D バンドのラマンピーク強度比は Pure-DLC よりもやや高い傾向であることが認められる.

図7にナノインデンテーションテスターで測定した各種 DLC 膜の微小硬さ (ピッカース換算値) を示した. 各皮膜の硬さは, 前述したラマン分光法の構造解析結果と強い関連性が認められ, 主として sp^2 混成軌道結合炭素不規則構造の Pure-DLC 膜および Ti-DLC の硬さはそれぞれ約 18GPa および約 15GPa であるのに対し, sp^3 混成軌道結合炭素構造の Si-DLC 膜は約 25GPa と他 2 種よりも明らかに高い硬度を示した.

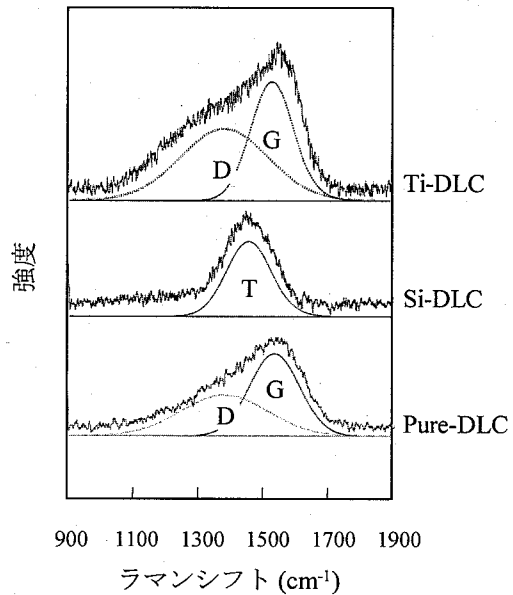


図6 各種 DLC 膜のラマン散乱スペクトル

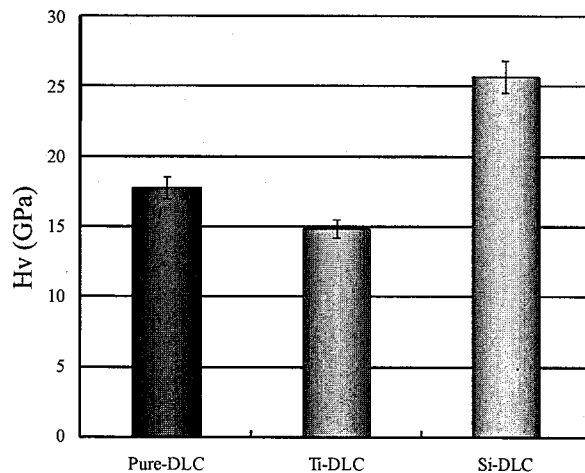


図7 各種DLC膜の微小硬さ

表 2 に共焦点顕微鏡の表面粗さ評価機能で測定した各 DLC 膜の表面粗さ Ra を示した。その結果、Pure-DLC と Si-DLC は同程度であり、Ti-DLC の表面粗さはやや高い値であった。

表 2 各種 DLC 膜の表面粗さ

	Surface roughness Ra (nm)
Base material	0.9
Pure-DLC	1.3
Ti-DLC	3.2
Si-DLC	1.5

以上の結果から、これら皮膜の特性と摩擦摩耗特性との関連性について考察すると、摩擦係数は未被覆材と DLC 膜とを摺動した場合よりも DLC 膜同士を摺動した方が比較的は低い傾向が認められる。これは、主に sp^2 混成軌道結合したグラファイト構造に起因した自己潤滑作用よると考えられる。また、DLC 同士の場合には、同種を組み合わせた場合よりも異種を組み合わせた方が摩擦係数は向上する傾向が認められ、さらにこの傾向は皮膜の硬度差の大きい方がより摩擦係数の低減効果も大きいことが分かった。また、比摩耗量には摩擦係数との関連性が認められ、摩擦係数が大きい組み合わせほど比摩耗量も大きくなる傾向がある。即ち、摩擦係数の最も小さい Pure-DLC disc と Si-DLC ball との組み合わせが比摩耗量も最小であり、摩擦係数が最も大きい Si-DLC 同士を組み合わせた場合に最大となることが判明した。また、同種よりも異種の皮膜を組み合わせた方が低くなる傾向が認められた。これらのことから、DLC 同士における摩擦摩耗特性は、DLC 中の炭素の構成単位である sp^2 混成軌道結合と sp^3 混成軌道結合とを組み合わせることによって比摩耗量および摩擦係数を向上できることが明らかとなった。なお、表面粗さについては、摩擦摩耗特性に及ぼす顕著な影響は認められなかった。また、成膜欠陥量および電気抵抗率についても測定、評価したが、今回の研究では摩擦摩耗特性との明確な関連性は認められなかった。

4. 結言

ボールオンディスク式摩擦摩耗試験法により、Si 添加 DLC 膜、Ti 添加 DLC 膜、無添加 DLC 膜および未処理材をそれぞれ組み合わせた場合の室温、無潤滑下における摩擦摩耗特性を調査した。その結果、無添加 DLC ディスクと Si 添加 DLC ボールとを摺動した場合に最も低い摩擦係数を示し、Si 添加 DLC 膜同士を組み合わせ場合に摩擦係数は最も高くなることが判明した。また比摩耗量は、無添加 DLC ディスクと Si 添加 DLC ボールとを摺動した場合に最少を示し、摩擦係数と同様に Si 添加 DLC 膜同士の組み合わせが最大となった。このことから、無添加 DLC 膜と Si 添加 DLC とを組み合わせることで摺動部品の片面のみに DLC 膜を被覆する場合よりもさらなる摩擦係数および摩耗量の低減を図ることに有効であることが分かった。

なお、本研究で使用したプラズマコーティング装置、蛍光 X 線分析装置、塩水噴霧試験機、材料抵抗率測定システム、共焦点顕微鏡およびナノインデンテーションシステムは、財団法人 JKA の「機械工業振興補助事業」により導入、設置したものである。

KEIRIN
00

参考文献

- 1) 浅野誠, 三木靖浩, 谷口正, 松岡敬, 平山明子, 中井貴美子; 奈良県工業技術センター研究報告, **33**, 11-16(2007)
- 2) 齊藤秀俊; 表面技術, **53**, 706-710(2002)
- 3) B.Oral, K.-H.Ernst, C.J.Schmutz; *Diamond Films and Technology*, **5** (1996)