

硬質摺動材の摩擦・摩耗特性の評価

梅本博一^{*1)}, 木村豊恒^{*1)}, 浅野誠^{*1)}, 谷口正^{*1)}

An Estimation of Wear and Friction Characteristics of Hard Sliding Materials

UMEMOTO Hirokazu^{*1)}, KIMURA Toyotsune^{*1)}, ASANO Makoto^{*1)}, TANIGUCHI Tadashi^{*1)}

硬質摺動材, 特に DLC 膜の摩擦・摩耗特性をあきらかにするために, 超硬合金上にプラズマイオン注入・成膜装置により成膜した 3 種の DLC 膜 (金属元素無添加, Si 添加及び Ti 添加) をボールオンディスク試験機及びレーザラマン分光測定装置を使用して評価を行った. ボールオンディスク試験ではボール材を SUJ2, Cu 及び Al とし摩擦係数を測定し, それによって得られたボール摩耗痕の SEM 観察及び構造観察を行った. その結果, 摩擦係数は DLC-Si 膜と Al ボール材との組み合わせでは他のいずれの組み合わせよりも高い値を示した. また, 比摩耗量は DLC-Si と Al の組み合わせを除くいずれの組み合わせについても DLC 膜に金属元素を添加することによって小さくなった. さらに DLC 膜と相手材との組み合わせにより, 移着物生成のメカニズムが異なることがわかった.

1. 緒言

近年, 環境影響やコスト低減の観点から摺動部材の接触表面改質の開発及び実用化が期待されている. その中でもダイヤモンドライクカーボン(DLC)膜は, 低摩擦係数及び化学安定性などの有利性により, 自動車分野から各種機械分野において, 一部実用化されている. しかし, DLC 膜は, 成膜方法及び成膜条件で摺動特性が大きく異なると言われており, 更なる実用化のためには, DLC 膜の摺動(摩擦・摩耗)特性の把握が必須である.

そこで, 本研究では金属元素(シリコン(Si)及びチタン(Ti))添加並びに金属元素無添加 DLC 膜を成膜し, 乾燥空気雰囲気中における摩擦・摩耗特性評価及びラマン分光法分析などを行った.

2. 実験方法

2.1 成膜処理

DLC 膜の成膜には, プラズマイオン注入・成膜装置(株式会社栗田製作所製, PEKURIS-NA 型, 以下 PBIID 装置と呼ぶ.)を使用した. この PBIID 装置は, プラズマの場において試料に負の高電圧パルス印加することで基板とプラズマの界面にシースを形成し, そのシース電場でシース端のイオンを加速して注入と成膜を行う方法である¹⁾. 本装置は, パルスプラズマ生成用の高周波(RF)パルス電源(周波数 13.56MHz, 3kW)及びイオン注入用の負の高電圧パルス電源(-20kV)とこれらを整合する重畳整合回路からなる電源部, ステンレス製円筒型真空容器(φ650×L450mm), 真空排気装置(ロータリポンプ, メカニカルプースタ及び拡散ポンプ), ガス導入装置及び原料加熱気化装置から構成されて

いる. DLC 膜の主原料には, アセチレン(C₂H₂)を用いた. また, 皮膜中に添加する Si の原料にはヘキサメチルジシロキサン(C₆H₁₈OSi₂, 以下 HMDSO と呼ぶ.)を, Ti の原料にはテトラ-*i*-プロポキシチタン(Ti(O-*i*-C₃H₇)₄, 以下 TTIP と呼ぶ.)を用いた. 成膜プロセスは, まず, アルゴン(Ar)と水素(H)との混合プラズマで基板表面のクリーニングを行った. その後, 皮膜と基板との密着性の向上を目的として HMDSO のプラズマにより Si の中間層を形成した後, C₂H₂ 単独, HMDSO 及び TTIP との混合ガスのプラズマにより DLC 膜を成膜した. その膜厚はそれぞれ約 2 μm であった. 成膜時のプラズマ発生条件は, いずれの試料でも RF パルス幅 30 μs, RF 出力 500W, 繰り返し周波数 4kHz 及びバイアスパルス電圧 -20kV とした. なお, 被覆基材は超硬合金(JIS K 10 相当)を使用した.

2.2 DLC 膜の評価

2.2.1 膜組成

DLC 膜の組成は蛍光 X 線分析装置(株式会社島津製作所製, XRF-1700 型)を使用して, バックグラウンド・ファンダメンタルパラメーター法により Si 及び Ti の推定定量値を求めた. 測定条件は, 管電圧 40kV, 管電流 75mA, 分析領域は φ30mm とした. また組成分析用の基板には SUS304 を用いた. なお, 本装置では膜中に含有していると考えられる H は分析できない.

2.2.2 摩擦・摩耗試験

(株式会社 CSEM 社製ボールオンディスク試験機)を使用して, 相手材を SUJ2, Cu 及び Al ボール(直径 6mm)とし, 荷重 5N, 速度 50mm/s で摺動距離 100m の試験を乾燥空気雰囲気中(温湿度一定)で行った.

^{*1)} 機械・電子・情報技術チーム

2.2.3 構造観察

超合金金製基板上に被覆した皮膜及び摩擦・摩耗試験後の相手ボール摩耗痕をレーザラマン分光測定装置(JASCO社製, MRS-2100型)を使用して, 後方散乱法によりラマンスペクトルを測定した. 測定条件は, レーザー出力 1mW(波長 532nm), 測定時間 10s, 積算回数 5 回, 波数範囲 900~1900cm⁻¹とした.

3. 結果及び考察

3.1 皮膜組成

本プロセスで成膜した皮膜の構成元素は, 使用した原料ガス(C₂H₂, HMDSO 及び TTIP)の成分から, C, Si, Ti, O 及び H であると考えられ, その構成比率は原料ガスの混合比により変化する. そこで, 金属元素の添加の有無を確認するために, Si 及び Ti について XRF を使用して推定定量値を求めた. その結果を表 1 に示す.

表 1 DLC 膜の化学組成

	Ti	Si
DLC-Ti	5.4	-
DLC-Si	-	30.6
DLC-pure	-	-

(mass%)

3.2 摩擦・摩耗試験

一定摺動距離範囲ごとの摩擦係数の変移を図 1 に示す. また図 2 に摩擦・摩耗試験後の SUJ2, Cu 及び Al ボールの摩耗痕の SEM 写真を示す. 図 2 の写真より, すべての DLC 膜対 Al ボールの摩耗痕及びすべてのボール対 Si 添加 DLC(以下, DLC-Si と呼ぶ.)膜の摩耗痕には移着物が確認できる. 図 1 及び図 2 において, Ti 添加 DLC(以下, DLC-Ti と呼ぶ.)膜では移着物が確認できる Al ボールとの摩擦係数が最も小さいが, 金属元素無添加 DLC(以下, DLC-Pure と呼ぶ.)膜では移着物の確認できる Al ボールとの摩擦係数は, 移着物の確認できない SUJ2 ボールのそれと比べ有意差は認められない. このことから DLC 膜の摩擦・摩耗において, 移着物の有無だけが摩擦係数を決定する要因ではないことがわかる.

また, ボールの摩耗痕より算出した比摩耗量と 3 種類の DLC 膜及び 3 種類の相手ボール材との関係を図 3 に示す. DLC-Pure 膜では全てのボールとの比摩耗量が大きくなっているのに対し, 金属元素添加 DLC 膜は, DLC-Si 膜と Al ボールとの比摩耗量以外の全ての組み合わせでその値は小さくなっていることが分かる. 比摩耗量に関しては, 金属元素添加の効果は認められる.

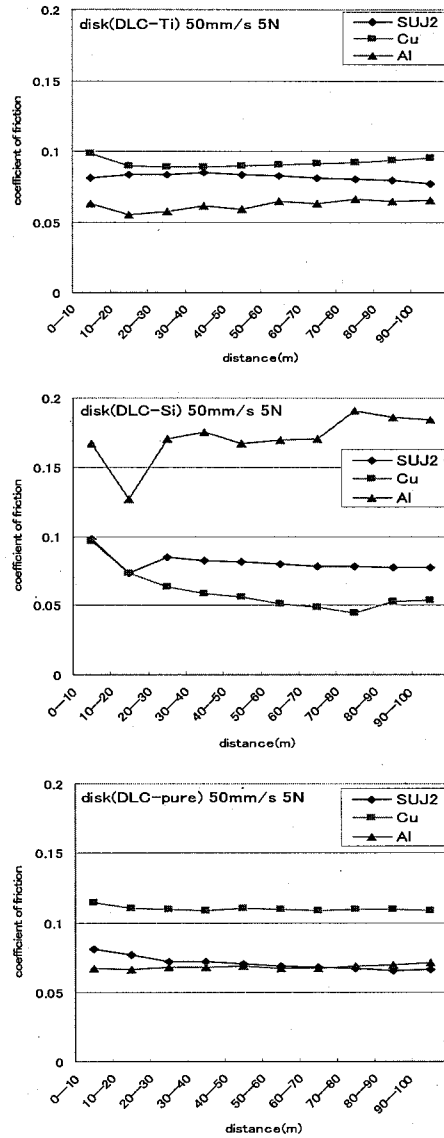


図 1 DLC 膜とボールとの摩擦係数

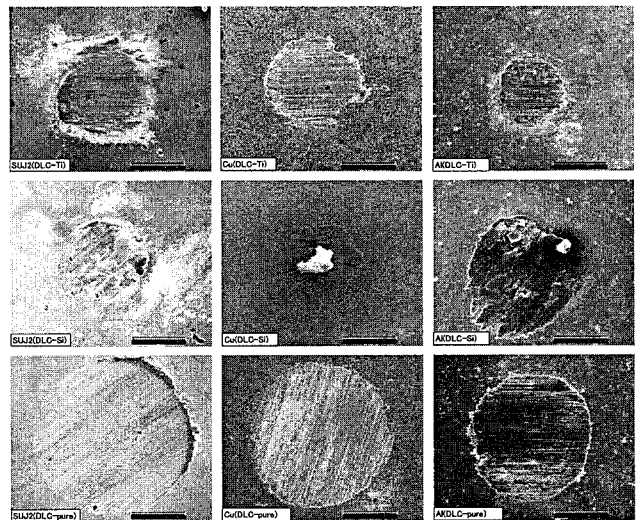


図 2 ボール摩耗痕の SEM 写真

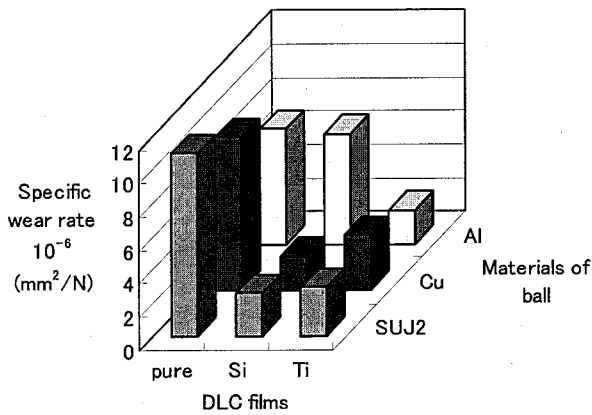


図3 比摩耗量 (ボール)

3.3 ラマン分光分析

超硬合金に成膜した DLC 膜のラマン分光分析結果を 図 4 に示す。DLC-Si 膜は、DLC-Ti 膜及び DLC-Pure 膜と比べて異なる構造を持つ DLC 膜であることが分かった。また、摩擦・摩耗試験後のボールの摩耗痕のラマン分光分析結果を図 5 に示す。これらからも SEM 観察と同様にボールの摩耗痕への移着物の有無が確認できた。また移着物の構造に差異が認められ、このことは移着物の生成メカニズムの違いによるものと思われる。

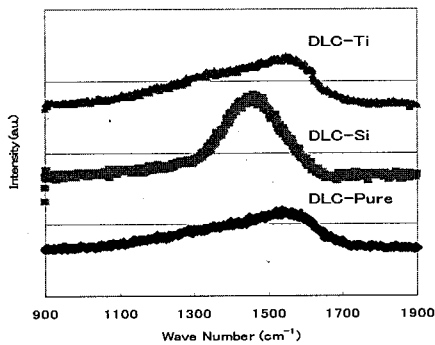


図4 DLC 膜のラマンスペクトル

4. 結言

本研究は、プラズマイオン注入・成膜装置によって超硬合金基板上に成膜した金属元素(チタン(Ti) 及び シリコン(Si))添加並びに金属元素無添加 DLC 膜の摺動部材への適用促進を図るため摩擦・摩耗特性を評価し、以下の結果が得られた。

1)DLC-Si 膜と Al ボールとの組み合わせを除いたいずれの組み合わせにおいても摩擦係数は 0.06~0.12 程度であった。

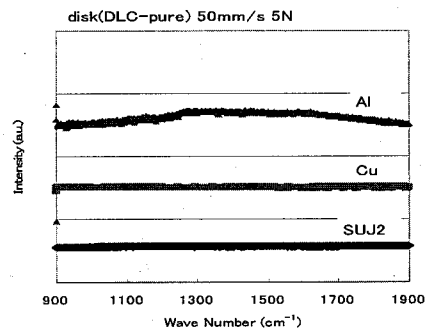
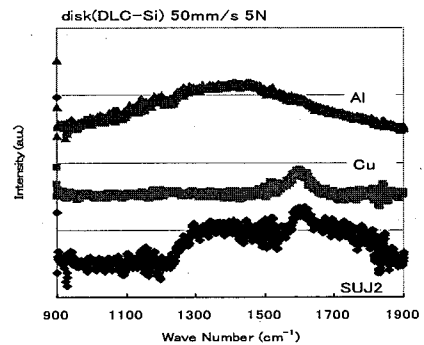
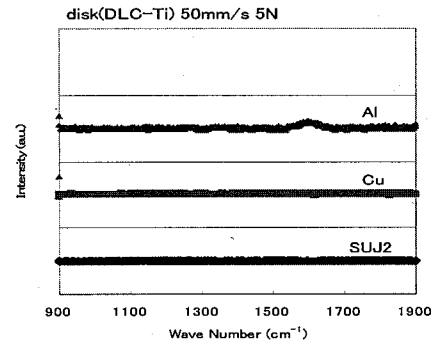


図5 ボール摩耗痕のラマンスペクトル

- 2)DLC-Si 膜と Al ボールとの摩擦係数は 0.17~0.19 程度で他の組み合わせに比べ高い値を示した。
- 3) DLC-Si 膜と Al ボールの組み合わせを除き、金属元素(シリコン及びチタン)を添加することで相手材の比摩耗量は小さくなる。
- 4) DLC 膜と相手材の組み合わせにより、移着物生成のメカニズムは異なる。

摺動部材として DLC 膜を適用するためには、摩擦摩耗特性を決定させる要因の一つである移着膜生成のメカニズムを解明することが重要である。また、DLC 膜の摩擦・摩耗特性は温度及び湿度も関係することも分かっており²⁾、実用性を高めていくためには、今後さまざまな実使用環境における摩擦・摩耗特性を明らかにしていく必要がある。

なお,本研究で使用したプラズマコーティング装置(DLCコーティング装置)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.



参考文献

- 1)J.R.Conrad, J.L.Radtke, R.A.Dod, F.J.Worzaro and N.C.Tran ; J.Appl.phys., **62**, 4591 (1987)
- 2)佐々木信也 ; DLC 膜ハンドブック, p31, 株式会社エヌ・ティー・エス(2006)