

| | |
|------|-------------|
| 報告番号 | 甲 第 10322 号 |
|------|-------------|

主 論 文 の 要 旨

論文題目 Effect of Surface Transformation and Transfer Film on Friction of Carbonaceous Hard Coatings (カーボン系硬質膜の摩擦に及ぼす構造変化層及び移着膜の影響)

氏 名 NOR AZMMI BIN MASRIPAN

論 文 内 容 の 要 旨

ダイヤモンドライクカーボン膜 (DLC 膜) や窒化炭素膜 (CN_x 膜) 等のカーボン系硬質膜は、硬質で耐摩耗性が期待でき、かつ密着性にも優れるためエンジン部品のしゅう動面への適用が試みられている。従来、耐摩耗性が注目されていたが、最近摩擦係数が 0.01 以下となる超低摩擦特性が注目されている。カーボン系硬質膜の摩擦特性において、摩擦時に形成するカーボン系硬質膜のグラファイト等への構造変化層及びその構造変化層の相手面への移着膜が摩擦に大きな影響を与えることが従来の研究から推測される。特に、乾燥摩擦では移着膜が摩擦に影響を及ぼし、油中では移着膜は形成しづらく構造変化層が摩擦に影響を及ぼすと考えられる。しかし、従来、構造変化層と移着膜の厚さや機械特性の評価は不十分であり、かつそれらの摩擦に及ぼす影響も明らかではない。

そこで、本研究では、アルゴンガス吹きつけ下における透明なサファイア半球との CN_x 膜すべり摩擦面上の移着物の摩擦時その場観察を行い、CN_x 膜のサファイア半球上移着膜の厚さ及び面積の摩擦に及ぼす影響を明らかにした。その結果、移着物の厚さと面積が摩擦に大きな影響を及ぼすことを明らかにした。次に、DLC 膜の油中境界潤滑下における摩擦に及ぼす構造変化層の影響を明らかにするために、異なる種類の DLC の油中摩擦実験を行い摩擦に及ぼす構造変化層の厚さ及び硬さの影響を明らかにした。さらに、得られた結果から DLC 膜の油中境界潤滑下における低摩擦メカニズムを提案した。各章で得られた主な結果を以下に示す。

第 1 章「緒論」

ダイヤモンドライクカーボン膜 (DLC 膜) や窒化炭素膜 (CN_x 膜) 等のカーボン系硬質膜の成膜方法、特性及び摩擦メカニズムに関する従来の研究を紹介した。その中で乾燥中においてグラファイトの移着膜が生じると低摩擦になる現象はあるが、そのような移着膜の厚さや面積等の定量的評価はなく、かつ摩擦との関係も不明確であることを述べた。また、油中においてはカーボン系硬質膜の摩擦メカニズムに構造変化層の影響が無視されてきたが、これは構造変化層の膜厚が数 100nm 以下と非常に薄いためであり、構造変化層厚さを適切

に計測できれば、その摩擦に及ぼす影響が明らかになることを述べた。これらの調査内容に基づき本研究で、カーボン系硬質膜としてCN_x膜のアルゴンガス吹き付け下における超低摩擦に及ぼす移着膜の影響の解明、DLC膜の油中境界潤滑下における摩擦に及ぼす構造変化層の厚さと硬さの影響の解明及びそれらの結果からカーボン系硬質膜の低摩擦メカニズムの提案を行う背景を述べた。

第2章「アルゴンガス吹き付け下におけるCN_x膜の超低摩擦特性に及ぼす移着膜の影響」

イオンビーム支援成膜法でSiウエハ上に100nmの厚さ成膜したCN_x膜と半径4mmの透明サファイア半球ピンのピンオンディスク試験において、サファイア半球を透過して摩擦時のサファイア半球上の移着膜の厚さと面積のその場観察を行った。なお、観察時には横から乾燥アルゴンガスを吹き付けた。摩擦繰り返し数の増加とともに移着膜厚さは増加し、移着膜厚さが10nmを超えると摩擦係数は減少し、摩擦繰り返し数が1000回で、移着膜厚さが50nmとなり、摩擦係数は0.003となった。その後も、移着膜厚さは増加したが摩擦係数はほぼ一定で

0.003で一定であった。また、このような移着膜が脱落すると、同時に摩擦係数が移着膜の無い摩擦係数まで急増した。このことから移着膜が0.003の超低摩擦係数を発現するのに重要であることが明らかとなった。次に、CN_x膜とサファイアピン及び移着物の合計の接触面積と摩擦係数のすべり距離に伴う変化を明らかにした。その結果、摩擦初期はサファイアピンがCN_x膜と接触しているが、その後、摩擦繰り返し数が1000回程度までに、移着物がサファイア半球ピン前方で成長し、厚くなるにつれ、移着物が荷重支えることで接触面積は減少し、接触圧力が2.25GPaと極大となり、摩擦係数が0.003程度に減少することが明らかとなった。また、移着物と摩擦面のラマン分光分析結果から、摩耗粒子においてDピークの増加が見られ、これより移着物のグラファイト化が示唆された。以上の結果から、小さな移着膜が成長することで、その移着膜の圧力が高まり、室温下での移着物のグラファイト化を促進したとする低摩擦メカニズムを提案した。

第3章「ベース油中の硬さの異なる種々のDLC膜の摩擦摩耗特性」

DLC膜の乾燥雰囲気中の摩擦において構造変化層や移着膜が低摩擦を発現することは知られている。しかし、油中の摩擦においては構造変化層や移着膜のDLC膜の摩擦摩耗に及ぼす影響は不明である。そこで、異なる成膜方法による硬さの異なるDLC膜をSUJ2ローラーの円筒面に成膜し、異なる油温のベース油中におけるS55C軟鋼とのピンオンディスク試験においてDLC膜の摩擦摩耗特性を明らかにした。

その結果、硬さが47.1GPaのDLC1においては、油温が23 から80、120 と増加するにつれて摩擦係数は減少するが、160 と増加すると摩擦係数も増加した。一方、硬さが11.8GPaと6.1GPaのDLC2とDLC3において、摩擦係数は油温の増加とともにわずかに増加した。移着膜はいずれの場合も形成しなかった。DLCの比摩耗量においては、いずれの膜も油温とともに増加した。また、それらの比摩耗量は硬さに大きな影響を受け、硬い膜ほど比摩耗量は小さかった。さらに、摩耗痕のラマン分光分析が行われ、いずれの膜においても油温の増加とともに、ID/IG比の増加が見られ、DLC膜のグラファイトへの構造変化が摩擦摩耗に大きな影響を及ぼすことが示唆された。

第4章「ベース油中のDLC膜の摩擦特性に及ぼす構造変化層の厚さの影響」

第3章においてベース油中DLC膜の繰り返し摩擦において構造変化層が形成し、それが摩擦摩耗に影響を及ぼすことが示唆された。そこで、前章の実験において、すべり距離の増加に伴う構造変化層厚さと摩擦係数の変化を求め、それらの関係を明らかにした。構造変化層厚さの測定のために、反射分光分析装置を用い、600nm以下の波長の光によりのみ反射スペクトルを検出することにより、数10nmの構造変化層厚さの検出が可能となった。

その結果、油温を変化させた硬質のDLC1のベース油中の摩擦において、摩擦係数が構造変化層厚さの増加とともに減少することが明らかとなった。また、DLC膜と相手面の合成自乗平均あらさ $\sqrt{t/61555}$ に対する構造変化層厚さ t の比の $t/61555$ により摩擦係数を整理した結果、

$t/61555$ の値が1程度以上において摩擦係数の減少が見られた。この結果より、本DLC膜のベース油中における低摩擦機構として、構造変化層が軟質固体潤滑膜として作用する事を提案した。

第5章「ベース油中のDLC膜の摩擦特性に及ぼす構造変化層の硬さの影響」

第4章においてDLC膜の繰り返し摩擦による構造変化層が軟質固体潤滑膜と作用する低摩擦メカニズムを提案した。しかし、構造変化層が軟質であるかどうかは未確認である。そこで、ベース油中の摩擦によるDLC膜の摩耗痕をダイヤモンド探針によるナノスクラッチ試験を行い、スクラッチ痕の深さから摩耗痕の構造変化層の硬さを明らかにした。

その結果、すべてのDLC膜において摩擦痕の硬さは油温の増加とともに小さくなることが明らかになった。また、摩擦係数と構造変化層硬さの関係として、構造変化層が2.8GPa~4.3GPa程度において摩擦係数は0.03程度と低摩擦であるが、この範囲より軟質あるいは硬質の場合は、摩擦係数の増加が得られた。以上の結果から、構造変化層の硬さと厚さの摩擦係数に及ぼす影響をまとめたところ、ベース油中の摩擦により硬さが1.5GPa以上で厚さが

100nm以上の構造変化層において、摩擦係数が0.03以下となることが明らかとなった。

第6章「結論」

以上の各章で得られた知見をまとめている。

以上、本論文では、カーボン系硬質膜の摩擦に及ぼす移着膜の影響を明らかにするため、アルゴンガス吹き付け下における透明なサファイア半球とのCN_x膜すべり摩擦面上の移着物の摩擦時その場観察を行い、CN_x膜のサファイア半球上移着膜の厚さ及び面積の摩擦に及ぼす影響を明らかにした。得られた結果から、CN_x膜のアルゴンガス吹き付け下における低摩擦メカニズムを提案した。次に、カーボン系硬質膜の摩擦に及ぼす構造変化層の影響を明らかにするため、異なる種類のDLCの油中摩擦実験を行い摩擦に及ぼす構造変化層の厚さ及び硬さの影響を明らかにした。得られた結果からDLC膜の油中境界潤滑下における低摩擦メカニズムを提案した。