

平成 21 年 6 月 26 日現在

研究種目：基盤研究（C）
 研究期間：2006～2008
 課題番号：18560149
 研究課題名（和文） 酸化物系固体潤滑材コーティングの開発に関する研究
 研究課題名（英文） Development of Lubricative Oxides Coatings
 研究代表者
 土佐 正弘（TOSA MASAHIRO）
 独立行政法人物質・材料研究機構・材料信頼性センター・グループリーダー
 研究者番号：20343832

研究成果の概要：TiN 他 4 種類の真空用固体潤滑材料(Cu、MoS₂、および Cu+BN)を SUS304 系ステンレス鋼基板にスパッタ蒸着被覆した試料について、JAXA と共同で軌道上にて 1 年間で最長約 3 年の長期にわたり暴露した後地上に回収した各試料について、摩擦特性、微小硬度、表面構造等を分析して軌道用固体潤滑被覆膜の軌道環境暴露の影響について検討するとともに、各特性変化特に真空中摩擦に原子状酸素照射による酸化が及ぼすメカニズムについて解明することができ、表面酸化改質による潤滑被覆膜の開発技術の基盤を確立することができた。

交付額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2006年度	1,000,000	0	1,000,000
2007年度	1,000,000	300,000	1,300,000
2008年度	1,000,000	300,000	1,300,000
年度			
年度			
総計	3,000,000	600,000	3,600,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学・トライボロジー

キーワード：トライボロジー、コーティング、固体潤滑剤、軌道環境、暴露試験、真空、表面分析、摩擦測定

1. 研究開始当初の背景

原子状酸素、紫外線、電子線、放射線、宇宙塵、温度変化等複合因子により摩擦係数の増大や摩耗量の増加の問題が懸念され固体潤滑材料にとって過酷な極限環境である宇宙軌道上環境では、駆動機構系部品材料はそのままでは真空雰囲気起因する摩擦増大の他に酸化や原子状酸素等の照射損傷によってさらに摩擦が増大する可能性があるために、高性能固体潤滑材料のコーティング（被覆）等表面処理により長期にわたって円滑な駆動性が保証される表面改質処理が強く望まれている。

2. 研究の目的

窒化チタン（TiN）をはじめとする 4 種類の固体潤滑材をステンレス鋼基板に被覆した試料および無被覆試料を宇宙軌道上に打ち上げ設置しこの軌道上において 3 年以上の長期間わたって軌道環境で曝露し地上に回収した後、摩擦特性、表面構造、ならびに、組織組成等を分析して軌道用固体潤滑被覆膜の軌道環境曝露試験による影響、特に、各特性変化、特に真空中摩擦に原子状酸素照射励起酸化が及ぼすメカニズムを解明するとともに、得られた知見を元に高信頼性を有する軌道環境対応酸化物系固体潤滑剤被覆開発に資することを目的とした。

3. 研究の方法

(1) 固体潤滑被覆と曝露試験

基板には市販の SUS304 オーステナイト系ステンレス鋼板 (14x14x1mm³) を用い、この SUS304 基板表面に高周波マグネトロンスパッタ蒸着装置を用いて単層膜の Cu、化合物膜の TiN (窒化チタン)、MoS₂ (二硫化モリブデン)、および、Cu+BN (六方晶系窒化ホウ素) 混合膜をそれぞれスパッタコーティング被覆し、TiN/SUS、MoS₂/SUS、Cu/SUS、Cu+BN/SUS、および、無被覆 SUS304 鋼基板の計 5 試料を 1 組とし、地上保管用試料として 1 組、および、軌道上曝露試料として 3 組 (1 年間~3 年間) の試料を作製した。

国際宇宙ステーション (International Space Station : ISS) のロシアモジュールにおける宇宙軌道曝露試験 (Service Module/Micro-Particle Capture & Space Environment Exposure Device : SM/MPAC&SEED) は宇宙航空研究開発機構 (JAXA) により行われた。試料は曝露試験パネルモジュールに搭載され、2001 年 8 月にロシアのソユーズロケットで打ち上げられ ISS 軌道上環境に曝露された。軌道環境は、平均軌道高度約 400km、曝露日数 315 日~1404 日、真空度 10⁻⁵ Pa、飛行軸に直交曝露 59%、平行曝露 41%で、最高温度約 60℃であった。

(2) 摩擦測定と表面分析

曝露試料の摩擦 (μ) 測定には図 1 に示す超高真空対応パウレンレーベン型摩擦試験器を用いた。測定条件は、印可荷重 0.49N、摩擦距離 5mm、測定回数 5 回、測定圧子 1/8 インチ径サファイア球を用い、真空中 (~10⁻⁵Pa) で測定を行った。また、軌道上曝露試料表面の各元素の化学結合状態の分析には X 線光電子分光分析器 (XPS) を用いた。

4. 研究成果

(1) 摩擦係数におよぼす曝露の影響

図 2 に SUS304 ステンレス鋼の表面荒さ (Ry) を変えて測定した試料の 500K 加熱・冷却後の真空中での摩擦係数 (μ) の時間変化を示す。Ry 値の大小により時間的変化は異なるが、加熱・冷却後 2×10⁵sec あたりまで一般的には大幅に μ 値が増大していくことがわかる。これはステンレス鋼表面に吸着している水や汚染層が真空中加熱によって脱離してしまい、潤滑剤となるこの表面層が消失して清浄に近い凝着しやすい固体表面となるからであると考えられている。さらに、真空中での放置時間が進むにつれ加熱・冷却後 10⁶sec あたりから μ 値が徐々に低下していくが、これは真空中の水や気体分子等の鋼表面への再吸着の影響であるものと考えられる。

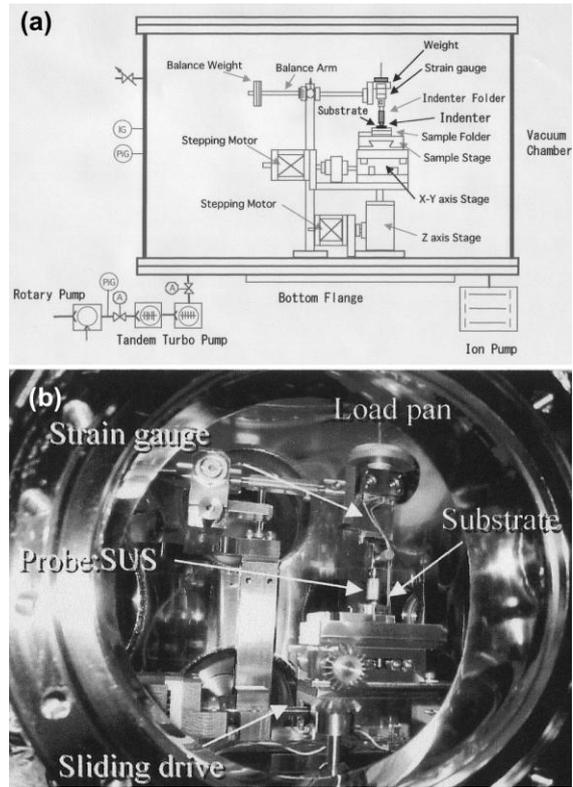


図 1 真空中での μ を測定する超高真空対応パウレンレーベン型摩擦試験器

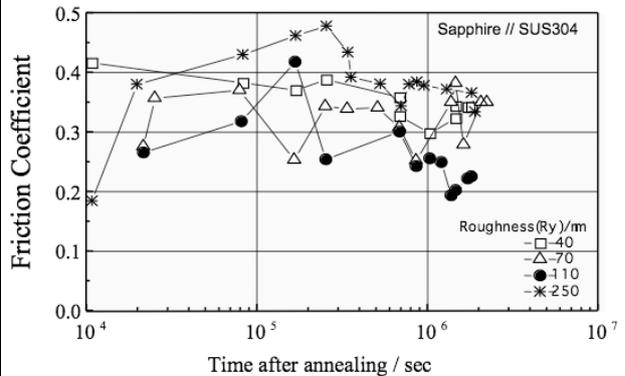


図 2 SUS304 ステンレス鋼の Ry を変えて測定した真空中での μ の時間変化

図 3 (a) に軌道環境曝露 (1 年間、2 年間及び 3 年間) 試料の摩擦係数 (ベースライン破線)、ならびに真空加熱後の真空中摩擦の時間変化を示す。曝露しないステンレス鋼の測定では表面粗さによる差異はあるものの一般に加熱により摩擦係数が増大し (μ : 0.3~0.4)、ほとんど減少していかない (10⁶sec 後で μ : 0.2~0.3) が、1 年間曝露したステンレス鋼試料では、加熱・冷却による真空中で摩擦係数の上昇ならびに時間経過後の減少がほとんど観測されないことが示された。

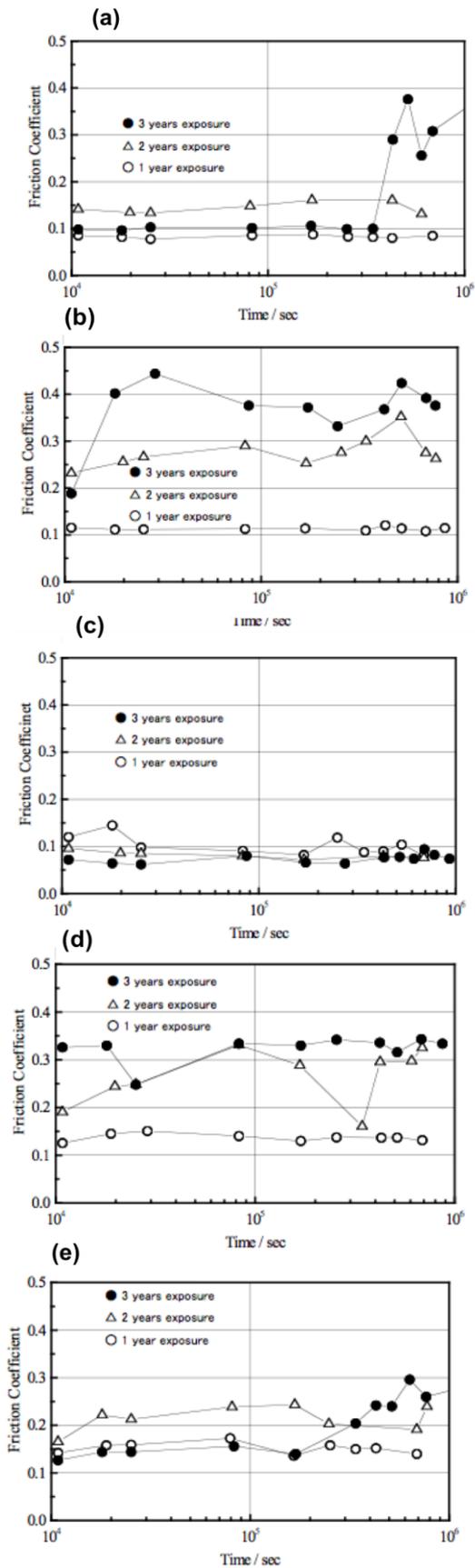


図3 軌道環境曝露（1年間、2年間及び3年間）試料の摩擦係数（ベースライン破線）、ならびに真空加熱後の真空摩擦の時間変化

さらに、図3(b)～(e)に示されるように他の曝露試料についてもほぼ同様の傾向が見られ、特に、(b)Cu 試料、(c)TiN 試料、(d)MoS₂ 試料、および(e)Cu+BN 混合膜試料についても加熱によっても真空摩擦の上昇はほとんど観測されなかった。また、2年間曝露した試料では、MoS₂ 試料以外は若干の摩擦増加傾向にあることが示され、さらに3年間曝露した試料では大幅な上昇がみられ、MoS₂ 試料のみが低摩擦を維持できた。このように、軌道上では1年程度の短期間の曝露では、各種照射線を受ける厳しい真空環境であるにもかかわらず摩擦係数の上昇がみられないことがわかる。

(2) 曝露部分の組成変化

軌道曝露による摩擦係数上昇が抑制される原因を調べるべく表面化学状態分析を行った。図4に測定された1年間軌道曝露 TiN 被覆試料表面の XPS 分析結果を示す。Ti や N の主要被覆膜元素の小さい光電子ピークのほかに一般的な汚染物である C や F のピークが観察され、また、Si のピークも観察され、特に O の大きいピークが観察され、何らかの酸化物が表面に形成されていることがうかがえる。また、曝露試料の一部を覆って曝露試験時の原子状酸素などの照射作用を極力制御した部分の表面についての XPS 観察結果では、多少のピークの長短はあったが、Si のピーク以外は同様に観察された。C や F のピークについては、ピーク強度の大小はあるものの曝露部分ならびに無曝露部分のいずれでも観察されたために地上での試料移動中に表面吸着した汚染層であるものと考えられる。

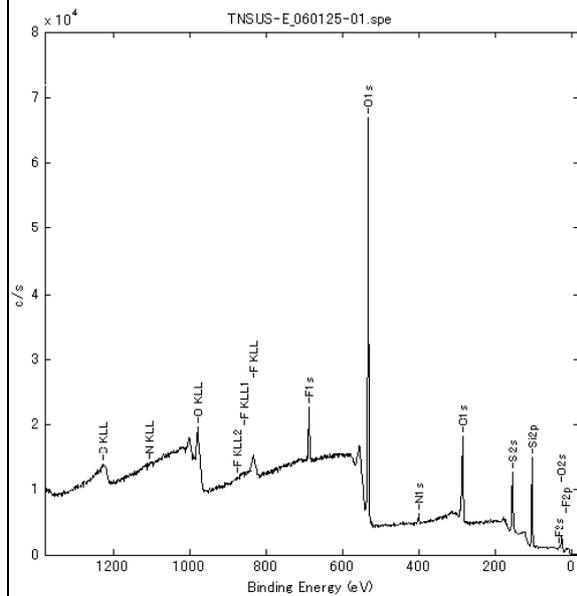


図4 軌道曝露1年後のTiN 被覆試料表面の XPS スペクトル

図5にXPSで測定された軌道曝露TiN被覆試料の深さ方向の主要元素の組成変化(a)を示す。非曝露被覆試料(b)では全く観察されないSiとのOの濃縮層が形成されていることが観察される。そこで、SiとのOのピーク近傍の光電子エネルギースペクトルを深さ方向に高分解能で検討したところ、最表面では珪素系酸化物(SiO_x)が形成されていることが検出された。これは曝露試験期間中にステーション船体部分に用いられている接着剤などシリコン系の物質からSiが脱離しこれが原子状酸素と化学反応して試料表面に生成したものと考えられる。

この酸化層が曝露中に形成されることで試料の摩擦係数低減に何らかの影響を及ぼしているものと考えられ、高信頼性を有する軌道環境対応酸化系固体潤滑剤被覆開発の指針を得ることができた。しかしながら、2年間、3年間と曝露期間が長くなるにつれ摩擦係数の大幅な上昇がみられるのにMoS₂試料のみが低摩擦を維持できるなど不明な点が多く今後詳細な検討が必要となる。

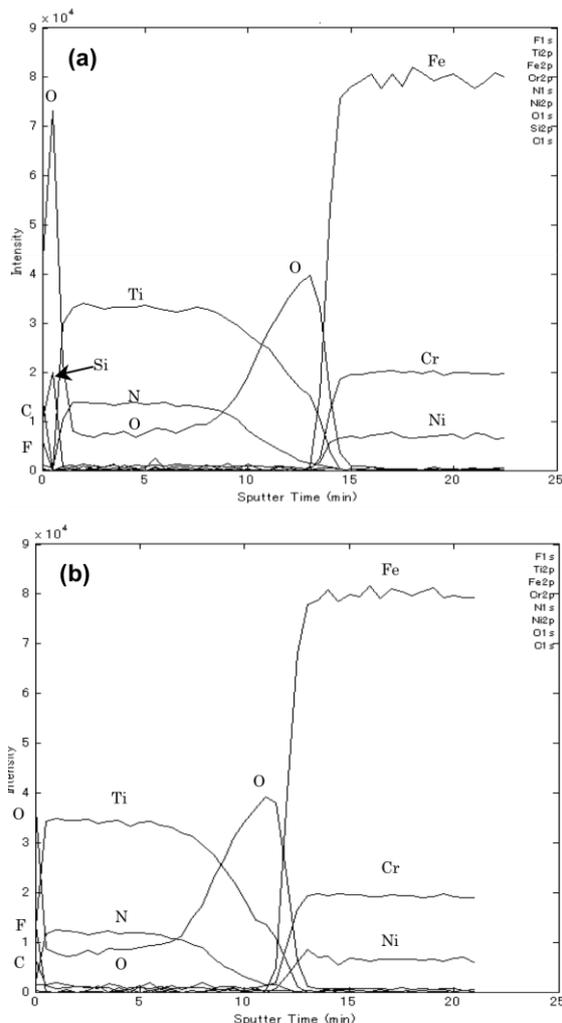


図5 XPSで測定された軌道曝露TiN被覆試料の深さ方向の主要元素の組成変化

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計6件)

- ① 土佐正弘、笠原章、後藤真宏、固体潤滑剤スパッタコーティング膜に及ぼす軌道曝露の影響、J. The Vacuum Society of Japan、51、559-562、(2008)、査読有
- ② 土佐正弘、笠原章、後藤真宏、Y. Pihosh、Orbit Exposure Test on Solid Lubricative Coatings / Orbit Exposure Test on Solid Lubricative Coatings、Program and Abstracts: The 4th Vacuum and Surface Science Conference of Asian and Australia、1、306-306、(2008)、査読無
- ③ 土佐正弘、笠原章、後藤真宏、Evaluation of Solid Lubricative Coatings after Space Environment Exposure Test / Evaluation of Solid Lubricative Coatings after Space Environment Exposure Test、Abstract of International Symposium on SM/MPAC&SEED Experiment、1、14-14、(2008)、査読無
- ④ 土佐正弘、笠原章、後藤真宏、真空環境下におけるトライボロジー、トライボロジスト、52、771-776、(2007)、査読有
- ⑤ 土佐正弘、笠原章、後藤真宏、Characterization of Lubricative Coating after Exposure Test in Orbit、J. Surface Analysis、13、217-220、(2006)、査読有
- ⑥ 土佐正弘、笠原章、後藤真宏、他7名、Characterization of Lubricative Coating Exposed in Space Orbit、Proceedings of The Third Asia International Conference on Tribology、2、625-626、(2006)、査読無

[学会発表] (計6件)

- ① 土佐正弘、笠原章、後藤真宏、Y. Pihosh、Orbit Exposure Test on Solid Lubricative Coatings / Orbit Exposure Test on Solid Lubricative Coatings、VASSCAA-4、2008年6月5日、くにびきメッセ(松江)
- ② 土佐正弘、笠原章、後藤真宏、Orbit Exposure Test on Solid Lubricative Coatings、26th International Symposium on Space Technology and Science、2008年6月5日、アクトシティ浜松(静岡)
- ③ 土佐正弘、表面改質による真空材料の開発、日本真空協会産業部会3月定例部会、2008年3月19日、機械振興会館(東京)
- ④ 土佐正弘、笠原章、後藤真宏、他7名、Effect of Exposure Test on Solid Lubricative Coating in Space Orbit、International Symposium Physical Sciences in Space、2007年10月25日、

奈良県新公会堂(奈良)

⑤ 土佐正弘、笠原章、後藤真宏、他7名、宇宙軌道環境暴露試験による固体潤滑被膜の摩擦特性変化、日本材料科学会主催平成19年度学術講演大会、2007年5月25日、東工大(東京)

⑥ 土佐正弘、笠原章、後藤真宏、
Characterization of lubricative coating exposed in space orbit、Conference on Micro-Nano-Technologies for Aerospace Applications、2006年8月28日、Le centre de congres Pierre Baudis、Toulouse、(仏)

6. 研究組織

(1) 研究代表者

土佐 正弘 (TOSA MASAHIRO)
独立行政法人物質・材料研究機構・材料信頼性センター・グループリーダー
研究者番号：20343832

(2) 研究分担者

笠原 章 (KASAHARA AKIRA)
独立行政法人物質・材料研究機構・材料信頼性センター・主幹研究員
研究者番号：70354355
後藤 真宏 (GOTO MASAHIRO)
独立行政法人物質・材料研究機構・材料信頼性センター・主幹研究員
研究者番号：00343872

(3) 連携研究者

なし