

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 24 日現在

機関番号：55501

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2011～2013

課題番号：23560174

研究課題名(和文) 摩擦界面における軟質金属層の挙動と摩擦・摩耗特性に関する研究

研究課題名(英文) Study on the correlation between the behavior of a soft metal layer at frictional interface and its tribological properties

研究代表者

後藤 実 (GOTO, Minoru)

宇部工業高等専門学校・機械工学科・准教授

研究者番号：00435455

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,000,000円、(間接経費) 1,200,000円

研究成果の概要(和文)：プラズマCVD法とマグネトロンスパッタ法の複合プロセスにより成膜した銅および銀を含有するダイヤモンドライクカーボン(DLC)ナノコンポジット膜(以下、Me-DLC)の摩擦・摩耗実験を行い、摩擦界面に生成するトライボフィルムの諸特性と摩擦・摩耗特性の関係を明らかにした。トライボフィルムの組成はほぼMe-DLCに含まれる金属元素で構成され、ナノインデンテーション硬さは1～2 GPa程度であり、硬いしゅう動相手材と軟らかいトライボフィルムの組合せの場合、摩擦係数の荷重依存性が認められた。

研究成果の概要(英文)：We have studied correlation between the characteristics of tribofilm on a slider surface and the tribological properties of metal/diamondlike-carbon nanocomposite (Me-DLC) in which copper or silver were contained. The Me-DLC was prepared by the combined process between plasma enhanced chemical vapor deposition and direct current magnetron sputtering. The composition of the tribofilm was almost pure metal which is contained in Me-DLC. The nanoindentation measurements indicated that the hardness of the tribofilm was approximately 1 to 2 GPa, and load-dependent friction behavior was observed when the softer tribofilm forms on the harder slider surface.

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学・設計工学・機械機能要素・トライボロジー

キーワード：トライボロジー 国際情報交流 表面・界面物性 薄膜 ナノ構造 放射線X線粒子線 フランス

1. 研究開始当初の背景

接触し相互運動する二固体間の摩擦界面では、摩擦・摩耗現象の本質と密接に関係する物理的・化学的状態変化が生じる。その状態変化の適切な制御手法を確立することが固体間摩擦・摩耗制御に対して極めて重要であることは広く認知されている。そのため、摩擦・摩耗制御のための基礎技術の確立は地球規模での省エネルギーおよび環境保全に対して極めて重要であることを示している。

二つの物体が直接的あるいはナノスケールの分子吸着層を介して間接的に接触する摩擦界面では、摩擦界面現象の結果生じる極めて薄い反応生成膜（以下、トライボフィルムと記す）の物性が摩擦・摩耗現象と密接に関係している。

申請者は過去にSi(111)ウエハを成膜基板とした銀エピタキシャル膜および多結晶膜とダイヤモンド単結晶球面の超高真空中における摩擦・摩耗特性に関する研究を行い、摩擦現象が生じている界面に存在する膜厚100nm以下の軟質金属層のナノ構造が巨視的な摩擦力におよぼす効果を明らかにしてきた。それらの研究では、表面科学の分野で用いられている走査プローブ顕微鏡(SPM)や反射高速電子線回折(RHEED)等の原子レベルの表面構造解析手法を用い、極めて清浄な超高真空環境で成膜した純度の高い銀薄膜の巨視的な摩擦による構造変化を明らかにしてきた。これらの現象は摩擦界面のナノメートル尺度の軟質金属界面層の物性が巨視的な摩擦・摩耗特性と密接に関係することを示すと共に、摩擦現象を利用した機能性表面創製の可能性も示唆している。しかし、これらの知見を工学的な摩擦系設計に拡張するためには、銀以外の軟質金属薄膜や単結晶以外のしゅう動相手材に関する同様の研究が必要であり、

さらにより広範囲の環境下における摩擦条件も考慮しなければならない。

一方、優れた低摩擦特性および耐摩耗性を示し、一部で工業的に実用化されているダイヤモンドライクカーボン(DLC)膜の摩擦・摩耗特性も、摩擦界面に形成されるトライボフィルムの物性や形成過程と密接に関連している。近年では、DLC膜の摩擦・摩耗特性をさらに向上させ、電気伝導性等の新たな性質を付与する目的で、DLC膜中に様々な添加元素を分散させる研究が行なわれており、電気伝導性を付与する目的で軟質金属元素を添加した金属含有DLC(以下、Me-DLC: Meは金属元素を表す)膜の摩擦・摩耗特性についても報告されている。しかし、生成したトライボフィルム中の軟質金属ナノ構造および硬さやせん断強度などの機械的性質と摩擦・摩耗特性の関係は明らかにされておらず、その解明が待たれている。

そこで本研究の全体構想では、軟質金属を含む広範囲な摩擦界面層の組成・構造・機械的性質の評価手法を確立して摩擦・摩耗特性との関係を明らかにし、摩擦界面現象を積極的に制御する手法を確立することを目的としている。実用的用途に主眼を置いた研究が進められているMe-DLC膜の摩擦・摩耗特性において、申請者らの基礎的な研究成果を利用および発展させ複雑な摩擦機構の理解を図ることは、その摩擦・摩耗特性の本質的な制御手法確立に対して極めて重要である。

2. 研究の目的

本科学研究費交付期間である平成23年度から平成25年度において、銅および銀を含有するMe-DLC膜との摩擦によりしゅう動相手材摩擦面に生じるトライボフィルムの組成と構造および硬さとせん断強度の評価手法を確立し、摩擦界面層中の軟質金属ナノ構造および機械的性質と

摩擦・摩耗特性の関係を明らかにする。また、海外の研究者も参画した国際的な水準で推進される学術的研究であることから、国際的な研究ネットワークの構築により、より高度なトライボロジー技術の確立を目指すものである。

3. 研究の方法

銅 (Cu) および銀 (Ag) を含有する DLC ナノコンポジット (それぞれ Cu-DLC および Ag-DLC) 膜は、プラズマ CVD 法と DC マグネトロンスパッタ法の複合プロセスによって $8 \times 10 \times 0.6 \text{ mm}^2$ にカットした Si(100) ウエハ上に成膜した。成膜条件は、DC マグネトロンスパッタ出力 100W とし、アルゴン (Ar) とアセチレン (C_2H_2) を混合したスパッタガスを圧力 1.3Pa になるように導入した。膜中の金属濃度は Ar と C_2H_2 の比率によって変化させることができる。

Me-DLC 膜としゅう動相手材である SUJ2 ベアリング球および真鍮球の大気中または超高真空中における摩擦試験を行った後、摺動相手材摩擦面に生成したトライボフィルムの組成と硬さ分布を測定し、Me-DLC の摩擦・摩耗特性とトライボフィルムの諸特性の関係を調査した。Me-DLC 膜は東北大学所有設備によって成膜した。摩擦試験は東北大学流体研所所有の装置および共同研究者の在籍する Ecole Centrale de Lyon 所有の装置を使用し、主として申請者が推進した。

摺動相手材摩擦面に生成したトライボフィルムの組成は連携研究者である東北大学三木寛之准教授と連携して東北大学流体科学研究所およびやまぐちイノベーション創出推進拠点所有のエネルギー分散型 X 線分析 (EDS) を使用した。また、トライボフィルムの微小領域の硬さ分布は仏国 Centre National de la Recherche Scientifique(CNRS) の Julien FONTAIN

博士の研究協力の下で Ecole Centrale de Lyon 所有のナノインデンテーション測定装置を使用した。

4. 研究成果

4-1. Cu-DLC、Ag-DLC の摩擦特性とトライボフィルムの諸特性

Cu-DLC 膜の場合、膜中の Cu 濃度が増加すると接触電気抵抗が低下する一方、摩擦係数が増加し膜の剥離が生じやすくなる。そのため、金属添加量に関して摩擦特性と接触電気抵抗の最適化を図る必要がある。

Ag-DLC の場合も同様の傾向が認められた。

図 1 に示す様に、大気中における Cu-DLC 膜と SUJ2 鋼球との摩擦試験では、その摩擦係数は試験雰囲気および接触面圧に殆ど依存せず 0.15 前後の安定した値を示した。一方、超高真空中の摩擦係数は、試験開始直後は 0.2 程度であるが、摺動回数の増加に伴い摩擦係数は徐々に減少し、摺動回数 20 回以降は 0.5 GPa および 1.4 GPa の両方の接触面圧における摩擦係数は両者とも 0.15 程度の値を示した。

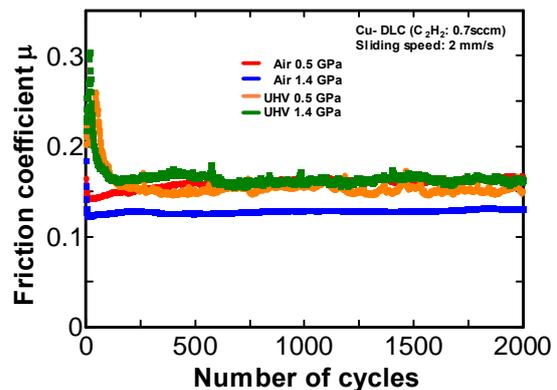


図 1. 大気中および超高真空中で行った Cu-DLC 膜と SUJ2 鋼球の摩擦試験結果

一方、大気中における Ag-DLC 膜と SUJ2 鋼球との摩擦試験では摩擦係数に明確な荷重依存性が認められた。その様子を図 2 に示す。いずれの垂直荷重の場合においても試験開始初期の摩擦係数値は 0.3 で

あるが、垂直荷重が増加するに従い摩擦係数は低下する傾向を示している。この結果は、SUJ2 球と Ag-DLC 膜の間の摩擦係数は明確な荷重依存性を持ち、垂直荷重の増加に伴って摩擦係数が減少することを示している。ところが、Ag-DLC の摺動相手材を SUJ2 鋼球から硬さおよびヤング率がともに小さい真鍮球に変えると摩擦係数の垂直荷重依存性に低下する傾向が認められた。垂直荷重 1N, 5N および 10N の場合における真鍮球と Ag-DLC の摩擦係数の範囲は SUJ2 球/Ag-DLC の組み合わせのときよりも小さく 0.19 から 0.14 の範囲であった。Ag-DLC の摩擦係数の荷重依存性と摺動相手材のヤング率の関係は Singer によるヘルツ接触モデルに従うことが確認された (図 3 参照)。

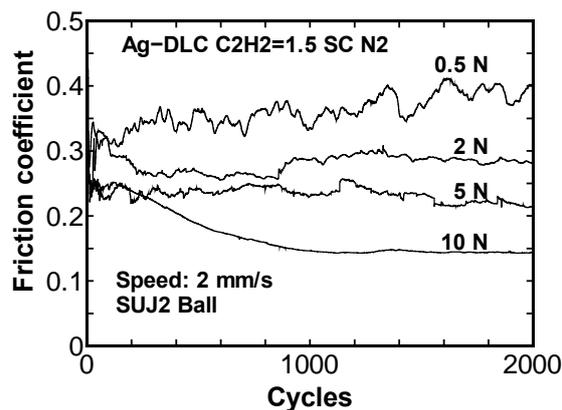


図 2. Ag-DLC 膜と SUJ2 鋼球との異なる荷重条件下における摩擦試験結果

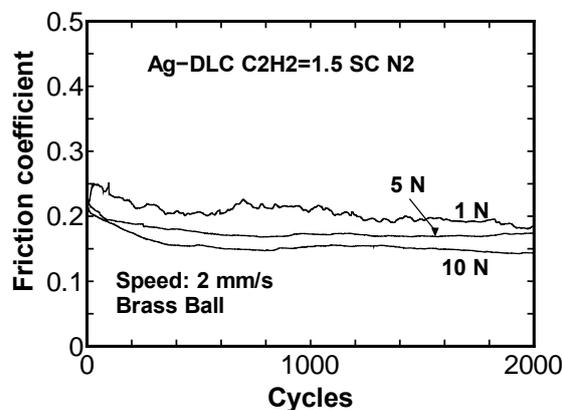


図 3. Me-DLC の摩擦係数の荷重依存性

4-3. トライボフィルムの機械的性質と金属含有 DLC の摩擦特性

軟質金属 DLC 複合膜の摩擦・摩耗特性はその摺動相手材摩擦面の「トライボフィルム」の有無により左右され、Cu-DLC 膜および Ag-DLC 膜が安定した摩擦状態にあるときには膜に含まれる金属元素を主成分とする”トライボフィルム”が形成されている。

Cu-DLC と摩擦した SUJ2 球摩擦面の元素分析結果を図 4 に示す。Cu-DLC の摺動相手材摩擦面には銅を主成分とするトライボフィルムが形成されており、大気中における摩擦でも EDX レベルでは酸化している形跡が認められなかった。

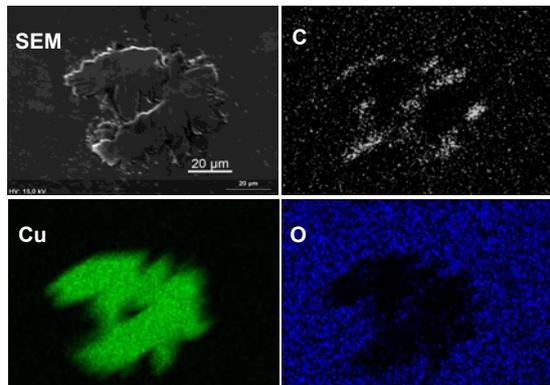


図 4. Cu-DLC と摩擦した SUJ2 球摩擦面の元素分析結果

トライボフィルムは初期ヘルツ接触面圧によって形態が異なり、低面圧条件では移着した銅が島状に高く堆積していくが、高面圧条件では移着した銅が大きく塑性流動していることが確認された。一方、Cu-DLC 側の摩耗痕からは銅が大きく減少しており、トライボフィルムは摺動過程において銅の選択的移着が生じたことを示している。従って、大気中および真空中における真実接触部のせん断強度はトライボフィルムと DLC マトリクス (Cu/C) 間で生じ、雰囲気によらずほぼ一定であったと考えられる。この時のトライボフィルムの見かけの硬さは初期ヘルツ面圧に依らず

高々2 GPa 程度であり, Cu-DLC の硬さ (4.3 GPa)や摺動相手材の硬さ (8.3 GPa) よりも小さい. 従って, 摺動時の接触状態はトライボフィルムの塑性変形で決定され, 接触部のせん断強度は雰囲気によらず一定であるために異なる荷重条件・摺動雰囲気においてほぼ同じ値の摩擦係数を示したものと考えられる (図 5 参照).

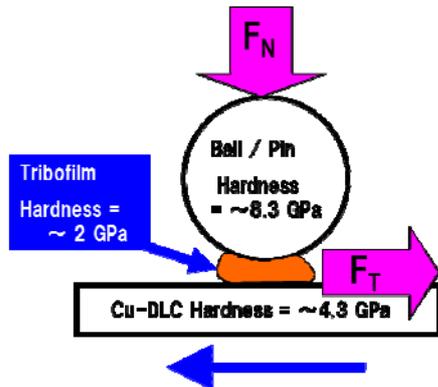


図 5. Cu-DLC/SUJ2 摩擦界面の模式図

一方, Ag を主成分とするトライボフィルムは摺動相手材の材質によって付着強度が異なった. この結果は, 銀を主成分とするトライボフィルムの凝着力は真鍮球上で SUJ2 球上よりも大きいことを示している. この理由は, 真鍮の主成分である銅はトライボフィルムの主成分である銀と完全に固溶するのに対し, SUJ2 の主成分である鉄は銀と殆ど固溶しないためであると考えられる. また, 炭素は鉄と固溶するため, SUJ2 球上のトライボフィルムには DLC マトリクスの摩耗成分が取り込まれたものと考えられる. ナノインデンテーションの結果, Ag を主成分とするトライボフィルムの見かけの硬さは Cu を主成分とするトライボフィルムの 50%程度であり, 摺動相手材の違いによって摩擦係数の荷重依存性が異なる原因は摺動相手材とトライボフィルムの硬さの比が大きく異なることが原因の一つと考えられる (図 6 参照).

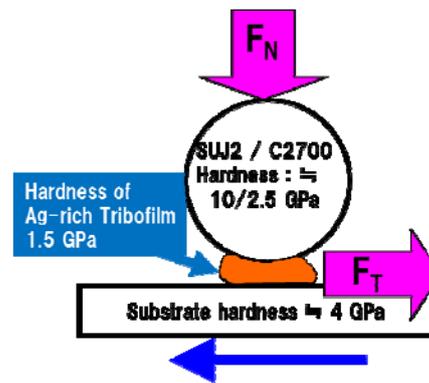


図 6. Cu-DLC/SUJ2 摩擦界面の模式図

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 1 件)

- ① Takanori Takeno, Hayato Saito, Minoru Goto, Julien Fontaine, Hiroyuki Miki, Michel Belin, Toshiyuki Takagi, Koshi Adachi, Deposition, structure and tribological behavior of silver-carbon nanocomposite Coatings, *Diamond & Related Materials*, 査読有, Vol.39 (2013) pp.20–26.

[学会発表] (計 1 2 件)

- ① Minoru Goto, Julien Fontaine, Sandrine Bec, Kosuke Ito, Takanori Takeno, and Hiroyuki Miki, Load-dependent friction behavior of metal diamondlike-carbon nano-composite coatings, TWC2013, Sept. 8-13, Torino Italy.
- ② M. Goto, K. Ito, J. Fontaine, T. Takeno, and H. Miki, Formation process of metal-rich tribo-film on the counter face during sliding against metal/diamondlike-carbon nanocomposite coatings, 40th Leeds-Lyon Symposium on Tribology & Tribochemistry Forum 2013, Sept. 4-6, 2013, Lyon France.
- ③ 後藤 実、軟質金属を含む固体潤滑膜の研究動向、トライボロジー会議 2013 春 東京、2013.5.20-22 国立オリンピック記念青少年総合センター.
- ④ 後藤 実、Fontaine Julien、竹野 貴法、三木 寛之、異なる荷重条件における銀含有 DLC ナノコンポジット膜の摩擦係数と接触電気抵抗、トライボロジー会議 2012 秋 北海道 室蘭、2012.9.16-18 室蘭工業大学.
- ⑤ 後藤 実、Julie FONTAINE、Sandrine BEC、伊藤 耕祐、竹野 貴法、三木 寛之、Cu-DLC ナノコンポジットコーティングの摩擦特性におよぼすトライボフ

イルム生成の影響、日本機械学会 [No. 12-14] 第 12 回機素潤滑設計部門講演会講演論文集 ['12.4.23-24 松山] pp.99-100.

- ⑥ Minoru GOTO, Julien FONTAINE, Sandrine BEC, Michel BELIN, Thierry LE MOGNE, Kosuke ITO, Takanori TAKENO, and Hiroyuki MIKI, Tribological Properties of Me-DLC Containing Ag and Cu (Invited talk), Eighth International Conference on Flow Dynamics, Nov. 1-3, 2011, Sendai, Japan.
- ⑦ Minoru GOTO, Natacha RUTY, Vincent DE CHILLAZ, Julien FONTAINE, Takanori TAKENO, Hiroyuki MIKI, Michel BELIN, Silver-diamond-like carbon nanocomposite coatings: tribological behavior and electrical capabilities, ITC Hiroshima 2011 E1-01, Oct. 31-Nov. 3, Hiroshima Japan.
- ⑧ 後藤 実、超高真空中における銀薄膜のトライボロジー、日本機械学会機素潤滑設計部門「中国四国機素潤滑設計技術研究会」第 53 回例会 (依頼講演)、岡山大学 工学部 1 号館 2 階 第五講義室、2011.9.30.
- ⑨ 竹野 貴法、齋藤 勇人、後藤 実、FONTAINE Julien、三木 寛之、高木 敏行、BELIN Michel、銀を含む非晶質炭素膜を用いた導電性摺動要素、日本機械学会 2011 年度年次大会 S043033、2011.9.11-14.
- ⑩ Minoru GOTO, Julien FONTAINE, Sandrine BEC, Kosuke ITO, Takanori TAKENO, Maxime RUET, Hiroyuki MIKI, Michel BELIN, Thierry LE MOGNE, The role of tribofilm growth on the frictional behavior of copper-diamond-like carbon nanocomposite coating, 38th Leeds-Lyon Symposium on Tribology Sept. 6-9 2011 Lyon France.
- ⑪ 後藤 実、Ag 極薄膜による超潤滑時のすべり面、ライボロジー会議 2011 春 東京 2011.5.23-25、pp.13-14.
- ⑫ T. Takeno, J. Fontaine, M. Goto, K. Ito, H. Miki, K. Adachi, M. Belin. T. Takagi, Design and deposition of amorphous carbon nanocomposite coatings for tribological application (Invited talk), ICMCTF2011, E3-1-5, May 2-6 San Diego USA.

[図書] (計 0 件)

[産業財産権]

○出願状況 (計 0 件)

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
出願年月日：
国内外の別：

○取得状況 (計 0 件)

名称：
発明者：
権利者：
種類：
番号：
取得年月日：
国内外の別：

[その他]
ホームページ等無し

6. 研究組織

(1) 研究代表者

後藤 実 (GOTO Minoru)
宇宙工業高等専門学校・機械工学科・准教授
研究者番号：00435455

(2) 研究分担者

秋本 晃一 (AKIMOTO Kohichi)
日本女子大学・理学部・教授
研究者番号：40262852

(3) 連携研究者

岩木 雅宣 (IWAKI Masanori)
(独) 宇宙航空研究開発機構・研究開発本部・開発員
研究者番号：20421860

(4) 連携研究者

三木 寛之 (MIKI Hiroyuki)
東北大学・国際高等研究教育機構・准教授
研究者番号：80325943

(5) 連携研究者

竹野 貴法 (TAKENO Takanori)
東北大学・工学(系)研究科(研究院)・助教
研究者番号：00451617

(6) 連携研究者

伊藤 耕祐 (ITO Kosuke)
日本大学・工学部・准教授
研究者番号：40420004