

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 20 日現在

機関番号：82108

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2011～2013

課題番号：23560176

研究課題名(和文)シリコン系酸化物潤滑剤コーティング

研究課題名(英文)Silicon Oxide Base Lubricative 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・先進高温材料ユニット・グループリーダー

研究者番号：20343832

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,200,000円、(間接経費) 1,260,000円

研究成果の概要(和文)：シリコン系酸化物をはじめとする酸化物の化学組成や化学量論比を調整できるコーティングシステム、および、大気気雰囲気から真空中まで、また、室温から高温まで、摩擦試験環境を大きく可変できるトライボロジー評価装置をそれぞれ設計・試作して研究基盤を確立するとともに、化学組成や量論比を変えながらコーティング膜を高品質で作成し、さらに、雰囲気依存摩擦係数、表面化学組成、化学結合状態、および、結晶構造についてそれぞれ測定検討し、その結果、酸化物潤滑剤コーティングの化学量論比が摩擦係数に及ぼすコーティングプロセス時にける雰囲気スパッタ全圧や酸素分圧等重要な基本的知見を得ることができた。

研究成果の概要(英文)：Advanced coating system with good control of chemical composition and stoichiometric ratio of such oxide as silicon oxide and a tribology testing machine with change of testing environment have been successfully developed. Some important information has been obtained of the prepared oxides on tribology performance under several environment from room temperature to higher temperature and from atmospheric pressure to vacuum that are possibly effected by surface concentration, chemical bonding state, crystal structure and so on.

研究分野：機械工学

科研費の分科・細目：トライボロジー

キーワード：トライボロジー 固体潤滑 スパッタコーティング 真空 表面分析

### 1. 研究開始当初の背景

ロボットアームや太陽電池パネル伸展機構など周回軌道上の真空環境下の宇宙ステーションの駆動機構部の潤滑コーティング材料として二硫化モリブデンなど真空用固体潤滑剤が一般に用いられている。

しかしながら、軌道上環境では原子状酸素等の粒子線衝突によって潤滑被膜が酸化されやすく、さらに、強力な紫外線照射の影響を受けるために酸化や損傷により硫化物系潤滑コーティングでは摩擦の上昇を抑制できない問題点が存在している。

そこで、本研究ではこの問題点を解決すべく耐環境性に優れた期待される酸化物系潤滑コーティングに着目した。

### 2. 研究の目的

酸化物としてシリコン系酸化物に着目し、 $\text{SiO}_x$  の化学量論比  $x$  を 0.1 から 2.0 まで変化したスパッタ蒸着によるコーティングを行い、シリコンという比較的容易に入手可能で、かつ、環境にも優しい材料を主体とした酸化シリコンをはじめとする酸化物等化合物系の固体潤滑コーティング開発に資する知見を得ることを目的とした。

### 3. 研究の方法

シリコン系酸化物をはじめ酸化物系コーティング膜の組成比や化学量論比が摩擦係数に及ぼす影響を検討し、低摩擦潤滑性を発現できる最適化学量論比を検討した。

シリコンをターゲットとして高周波マグネトロンスパッタ法で SUS304 および SUS440C の各ステンレス鋼基板表面に施し、スパッタガスに用いるアルゴンガス中の酸素分圧を 0 から 100% まで 5% 刻みでガス流量調整することにより化学量論比が異なるコーティング膜を作製した。コーティング膜のトライボロジー特性は、大気中、ならびに、高真空中で、摺動式摩擦試験器により摩擦係数を測定することで総合的に評価し、特に、大気雰囲気中での摩擦測定では印可荷重とすべり回数をパラメータとして変動測定することにより詳細な摩擦特性を把握し、最も低摩擦をできる最適化学量論比、および、結晶配向性を決定する。また、マイクロビッカース硬度計を用いて印可荷重を変動させることにより膜最表面層から膜基板界面までの深さ方向において微小箇所の機械強度、および、その変動を計測するとともに、膜の密着性についても検討する。なお、コーティング膜のシリコンと酸素の化学量論比の分析については主として電子プローブマイクロアナライザを、酸素の化学量論比が主として影響すると予想される結晶すべり面にかかわる膜の結晶格子構造とその配向性の分析には X 線回折装置を、化学結合状態の分析には X 線光電子分光分析器を、表面構造の観察には走査型電子顕微鏡を、それぞれ用いて分析した。

### 4. 研究成果

大気雰囲気から真空中まで、また、室温から高温まで、摺動摩擦環境を大きく変えられる雰囲気中で、シリコン系酸化物 ( $\text{SiO}_x$ ) コーティング膜の化学量論比  $x$  が摩擦係数に及ぼす影響を明らかにするべく、化学量論比を調整できるコーティングシステム、および温度可変トライボロジー評価装置を試作し研究基盤を整備した。

スパッタアルゴンガス中の分圧酸素ガス流量を調整することによってステンレス鋼基板表面に珪素系酸化物をコーティングすることで化学量論比を変えながらシリコン系酸化物コーティング膜を精度良く作成することができた。

また、作製したコーティング膜のトライボロジー特性を系統的に評価するために、室温から高温まで雰囲気温度を加年しながら摩擦荷重と摺動回数を変えながら摩擦係数を取得できる測定器を試作した。この試作機は、パウデンレーベン型の試験器を加熱できるように改造したもので、コーティング基板を搭載したセラミック定盤背面からヒーターにより加熱し、測定部である断熱チャンバー内の最高温度かを  $900^\circ\text{C}$  まで上昇可能である性能を確認した。

シリコン系酸化物コーティングの摩擦係数と対応する表面化学組成、および、結晶構造について分析した結果、コーティング膜の化学量論比が摩擦係数に及ぼすスパッタ全圧や酸素分圧等いくつかの重要な基礎的知見を数多く収集することができ、最適コーティング条件が選定された。

さらに、シリコン以外の酸化物コーティングや硫化物系コーティングについても組成比や構造配列の割合により摩擦係数が及ぼす影響が示された。特に、 $\text{ZnO}$  をコーティングした 304、および、440C の各ステンレス鋼基板を大気中で高温まで加熱していき、各温度で測定した摩擦係数の変化 (304 鋼) を測定した。その結果、室温から 900 の高温領域までおよそ 0.3 前後、特に高温では 0.3 未満と安定して低い摩擦を保持していることが示された。

### 5. 主な発表論文等

[雑誌論文] (計 5 件)

1) T, Maruyama, J, Nakagawa, K. Endo, A. Kasahara M. Goto and M. Tosa, MoS<sub>2</sub> Sputtering Coating for Ultrahigh vacuum manipulation, J. Physics, Conference Series 012048, 417, (2013). 査読有

2) 佐々木道子、土佐正弘、後藤真宏、笠原章、極限環境トライボロジーコーティング、セラミックス、48, 736, (2013). 査読無

3) M. Goto, M. Sasaki, A. Kasahara and M. Tosa, Reduction of Friction by Light, Applied Physics Express, 6,

0472021, (2012). 査読有

4) 佐々木道子、土佐正弘、後藤真宏、笠原章、ハードコーティング用セラミック材料の開発、応用物理、81, 769, (2012). 査読無

5) M.Goto, M.Sasaki, A.Kasahara and M.Tosa, Low Friction Coating of Zinc Oxide Synthesized by Optimization of Crystal Preferred Orientation, Tribology Letters, 43,155, (2011). 査読有

〔学会発表〕(計10件)

1) M.Tosa, M.Sasaki, M.Goto and A.Kasahara, Supra-lubrication of Zinc Oxide Coatings, CIMTEC 2014, Palazzo dei Congressi, Montecatini Terme, Italy, 12 June 2014 (Invited).

2) 土佐正弘、佐々木道子、後藤真宏、笠原章、低摩擦酸化トリボコーティング、日本材料学会、工学院大学、2014年6月6日。

3) 土佐正弘、佐々木道子、後藤真宏、笠原章、酸化物系潤滑コーティングの創製、岩手表面技術談話会第29回表面技術セミナー、岩手大学、2013年11月29日(招待講演)。

4) 土佐正弘、佐々木道子、本田博史、鈴木裕、後藤真宏、笠原章、高温トリボロジー材料の開発、2013年真空・表面科学合同講演会、つくば国際会議場、2013年11月27日

5) M.Tosa, M.Sasaki, M.Goto and A.Kasahara, Molybdenum Disulfide Coatings for Vacuum Lubrication, 19th International Vacuum Congress, Paris Internatl. Congress Center, Paris, France, 12 Sept. 2013.

6) 土佐正弘、佐々木道子、後藤真宏、笠原章、丸山敏征、中川潤、遠藤克己、真空中の摩擦を低減するコーティングの開発、日本材料学会、工学院大学、2013年6月8日。

7) 土佐正弘、佐々木道子、後藤真宏、笠原章、酸化物系潤滑コーティングの開発、日本真空学会産学連携院回例会セミナー、機械振興会館、2012年12月12日(招待講演)。

8) 土佐正弘、佐々木道子、後藤真宏、笠原章、酸化亜鉛コーティングの摩擦特性、表面科学会、東北大学、2012年11月22日(招待講演)

9) M.Tosa, M.Sasaki, M.Goto and A.Kasahara, Advanced Solid Lubricative coating, 5th Tsukuba International Coating Symposium 2012, AIST, 29 Nov.2012 (Invited) .

10) 土佐正弘、佐々木道子、本田博史、鈴木裕、後藤真宏、笠原章、表面析出現象を利用した材料開発、日本真空学会、甲南大学、神戸、2012年11月14日。

〔産業財産権〕

出願状況(計6件)

名称：結晶配向が位置により変化する表面領域を形成する方法、摩擦係数最適化方法、及び表面結晶配向の制御方法

発明者：後藤真宏、佐々木道子、笠原章、土佐正弘

権利者：物質・材料研究機構

種類：特許出願

番号：2013-083027

出願年月日：2013年4月11日

国内外の別：国内

名称：スパッタガン

発明者：後藤真宏、笠原章、土佐正弘

権利者：物質・材料研究機構

種類：特許出願

番号：2011-248866

出願年月日：2012年11月12日

国内外の別：国内

名称：真空超高速シャッター

発明者：後藤真宏、笠原章、土佐正弘

権利者：物質・材料研究機構

種類：特許出願

番号：2011-258444

出願年月日：2011年11月28日

国内外の別：国内

名称：スパッタガン

発明者：後藤真宏、笠原章、土佐正弘

権利者：物質・材料研究機構

種類：特許出願

番号：2011-258456

出願年月日：2011年11月28日

国内外の別：国内

名称：摩擦摩耗測定用試料加熱装置

発明者：後藤真宏、笠原章、土佐正弘

権利者：物質・材料研究機構

種類：特許出願

番号：2011-223559

出願年月日：2011年10月11日

国内外の別：国内

名称：低摩擦 ZnO コーティングおよびその作製方法

発明者：後藤真宏、笠原章、土佐正弘

権利者：物質・材料研究機構

種類：特許出願  
番号：2012-534981  
出願年月日：2011年9月2日  
国内外の別：国内

〔図書〕(計1件)  
土佐正弘、真空ポンプと排気曲線とベーキング、問題と解説で学ぶ表面科学 6、現代表面科学シリーズ、(2013)。

〔その他〕  
ホームページ：  
[http://www.nims.go.jp/group/g\\_tribology/index.html](http://www.nims.go.jp/group/g_tribology/index.html)

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

土佐正弘(独立行政法人物質・材料研究機構・先進高温材料ユニット・グループリーダー)

研究者番号：20343832