

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 6 月 23 日現在

機関番号：22604

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2014～2015

課題番号：26820327

研究課題名(和文)ダイヤモンド状炭素膜の面内ヘテロ構造化による高耐久性テクスチャード金型の開発

研究課題名(英文)Development of Highly-Durable Surface Textured Forming Die by In-Plane Hetero-Structuring of Diamond Like Carbon Films

研究代表者

清水 徹英(Shimizu, Tetsuhide)

首都大学東京・システムデザイン学部・助教

研究者番号：70614543

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,000,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、硬質/軟質相が面内方向に規則配列された「面内ヘテロ構造」を有するテクスチャード表面を実現することで、連続摺動に伴う摩耗をバンプに利用し、軟質相の選択的摩耗を促進させることでテクスチャ構造の自己形成化を図るものである。特に提案する面内ヘテロ構造の創製手法の確立およびその基礎摩擦・摩耗特性を解明することを研究目的とした。本研究を通して、イオン化蒸着法、酸素プラズマエッチング、プラズマCVD法を同一チャンパー内で行うことにより、面内ヘテロ構造を有するDLC膜の形成に成功した。創製した面内ヘテロ構造DLC膜における軟質相の選択的な優先摩耗挙動を明らかにし本提案手法の有効性を示した。

研究成果の概要(英文)：To realize release of stress concentration at edge of textured surface under dry sliding friction, the present study proposed in-plane hetero-structured DLC films, which has a textured structure filled with DLC films with different hardness. By combining ionized vapor deposition, oxygen plasma etching, and plasma enhanced chemical vapor deposition, proposed structure was achieved successfully in a single vacuum system. Tribological properties of fabricated hetero-structured DLC films under dry friction showed the expected function of prior wear of soft phase DLC for the self-construction of textured structure. Structural design in view of wear properties of the in-plane hetero-structured DLC film was theoretically discussed using Archard's and Bhushan's wear equations.

研究分野：工学

 キーワード：表面テクスチャリング ドライ加工 ダイヤモンド状炭素 マイクロ金型 ヘテロ構造 耐摩耗性 ポ
 ールオンディスク試験 イオン化物理蒸着法

1. 研究開始当初の背景

優れた生産性を特徴とするマイクロ精密プレス加工技術が、 μm ～サブ mm オーダーの部品生産における低コスト化に貢献してきている。プロセスのドライ化が求められ中、申請者は、無潤滑下の表面テクスチャリング効果として、(a)接触界面で掘り起こし抵抗に寄与する摩耗粉数の減少と(b)テクスチャ構造間への摩耗粉の捕捉効果に着目し、マイクロプレス加工特有の接触下における、テクスチャ形状・寸法と摩擦摩耗特性との関連性を、乾燥摩擦の寸法効果理論に基づいて明らかにしてきた。

本検討では、メタルマスクを用いて DLC 被膜のテクスチャ構造化を行い、①摩擦変動が安定化すること、②構造寸法の微小化に伴い摩耗粉排出が促され摩擦抵抗が低下することを示してきた。しかし、一方で構造寸法の微小化に伴い、単位テクスチャ当たりの負荷面圧が増大することで、テクスチャ凸部の摩耗が顕著に生じることが判明した。これはドライ摺動下で実耐久性を達成する上で大きな課題となる。

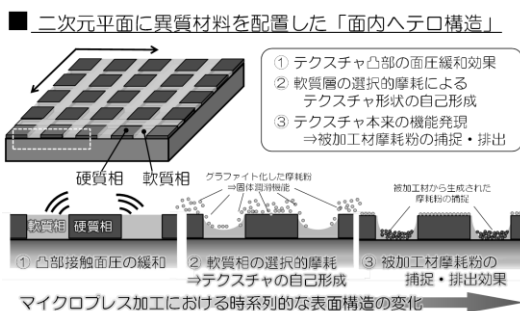


図1 本研究の提案するテクスチャード表面の「面内ヘテロ構造化」

これに対して、本研究では表面テクスチャ凹部空間に異種材料を充填することで凸部への面圧集中を緩和すると共に、その異種材料としてテクスチャ基材よりも軟質な材料を用いることで、当該箇所のみが選択的に摩耗される機構を提案した。本提案プロセスの概念図を図1に示す。これはマイクロプレス成形の連続加工時における、繰り返し摺動に伴う金型の摩耗挙動を逆に利用し、加工回数が増大に伴うテクスチャ構造の自己形成化を図る狙いである。つまり、トライボ特性に悪影響を及ぼす被加工材摩耗粉の捕捉空間を時系列的に増大させていくことで、摩擦の安定化と金型の長寿命化を図っていく。

このようにテクスチャ凹部に異種もしくは異質材料を配置させた面内構造を「面内ヘテロ構造」と称し、プロセストライボロジー制御技術に関する新しい金型表面設計概念の構築を目指す。

2. 研究の目的

マイクロ精密プレス加工の完全なドライ化に耐えうる実耐久性と安定した低摩擦摺動を両立する革新的なテクスチャード表面の創出を目指し、本研究では、テクスチャード表面の「面内ヘテロ構造化」を試みた。研究期間内に以下の3点を明らかにし、提案手法の有効性を示すことを目的とした。

- 面内ヘテロ構造の創製手法の確立
- 面内ヘテロ構造表面の摩擦・摩耗特性
- 面内ヘテロ構造設計指針

3. 研究の方法

研究期間内に明らかにする上記3点の重点課題に対し、下記の通り研究を遂行した。

- (1) 面内ヘテロ構造を有するテクスチャード表面の創製に向けたその作製プロセス条件の検討

本研究が対象とする面内ヘテロ構造を下記の3つのアプローチを同一チャンバー内で作製する手法を提案し、その作製を試みた。

- ① イオン化蒸着による硬質 DLC の成膜
- ② O₂ プラズマによる DLC のパターンの反応性エッチング
- ③ プラズマ CVD による軟質 DLC の成膜

まず基板の上にイオン化蒸着を用いて硬質 DLC 膜を成膜した試料を作製する。その後メタルマスクを膜表面に固定し、同一装置内において O₂ ガスをプラズマ化して照射することで、メタルマスクに沿った凹部を持つ硬質テクスチャ DLC 膜ができる。そのまま連続的にプラズマ CVD 処理を行うことで O₂ プラズマにてエッチングを施した凹部に軟質 DLC を充填することが可能なる。本項では各種成膜処理条件による硬度、摩擦特性の違いについて基礎的検討を行い、最終的に硬度差を有する面内ヘテロ構造の創製を試みた。

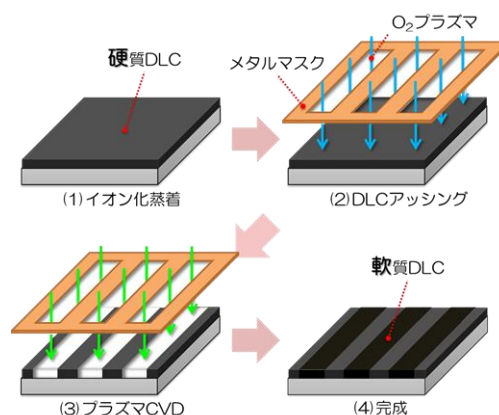


図2 面内ヘテロ DLC 膜の作製手順

(2) 面内ヘテロ構造 DLC 膜の基礎的摩擦・摩耗特性評価

作製した面内ヘテロ構造を有する DLC 膜の基礎的な摩擦・摩耗特性を評価するため、ボールオンディスク式摩擦試験を行った。特に本研究で期待する面内ヘテロ構造化による時系列的な表面テクスチャ形成の可能性について検証を行った。

(3) 各種摩耗理論モデルに基づいた面内ヘテロ構造設計指針の提案

ヘテロ構造の構造幅と硬度比の観点から理論的な摩耗量を算出し、最適な構造設計について検証した。摩耗量の推定には、凝着摩耗とアブレシブ摩耗の二点に着目し、凝着摩耗に関しては Archard の凝着摩耗モデル式を、アブレシブ摩耗に関しては Bhushan の摩耗量に関わる寸法効果理論から接触面内で掘り起こしに寄与する摩耗粉の接触面積、全体の摩耗粉数に対する捕捉された摩耗粉の数の割合および捕捉された摩耗粉の平均直径を仮定してその摩耗量を求めた。

4. 研究成果

(1)各種プロセス条件と膜特性との関連性の説明：

本研究で提案した面内ヘテロ構造の創製法において、プロセスパラメータとして、PECVD では、ガス流量・バイアス電圧と膜特性の関連性、RIE では、酸素ガスによるエッチング速度の検証、IPVD では、イオン化蒸着における、アノード電流値、ガス流量およびバイアス電圧に着目し、得られる幾何構造および DLC 膜の膜特性との関連性を明らかにした。

(2) 面内ヘテロ構造を有する軟質/硬質相 DLC 膜の作製：

表 1 各種 DLC 成膜条件

	イオン化蒸着法	プラズマ CVD
Ar ⁺ による前処理時間 [min]	30	7
導入ガス種	C ₆ H ₆	C ₆ H ₆
ガス流量 [sccm]	1.55	3.55
ガス圧力 [Pa]	2.2×10 ⁻¹	4.1×10 ⁻¹
バイアス電圧 [kV]	-1.0	-3.0
フィラメント電流 [A]	30	
アノード電流 [A]	0.4	
基板温度 [°C]	250	250

面内ヘテロ構造創製の実現可能性の検証として、1.で選定した諸条件により、実際にステンレス製のライン&スペース形状を持つメタルマスク(幅 100μm, ピッチ 150μm)を用いて金型等に多く用いられる超鋼(TH-10)ヘテロ構造 DLC 膜を作製した。各成膜条件を表 1 に示す。

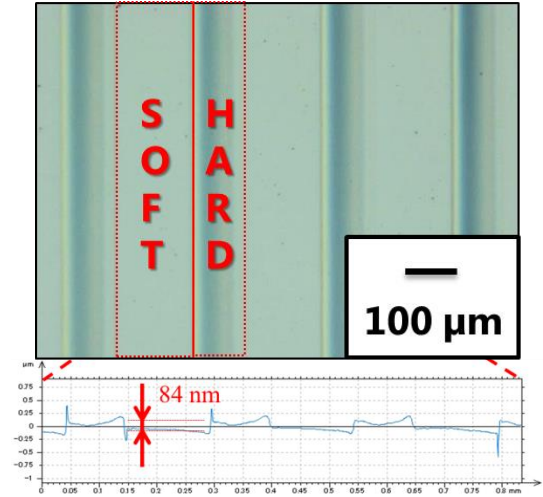


図 3 面内ヘテロ DLC 膜の光学顕微鏡画像および白色干渉計により測定した断面プロファイル

表 2 面内ヘテロ DLC 膜における各種硬質・軟質部のナノインデンテーション硬さおよびヤング率

	イオン化蒸着	プラズマ CVD
硬さ [GPa]	39.9	25.1
ヤング率 [GPa]	402.2	300.0

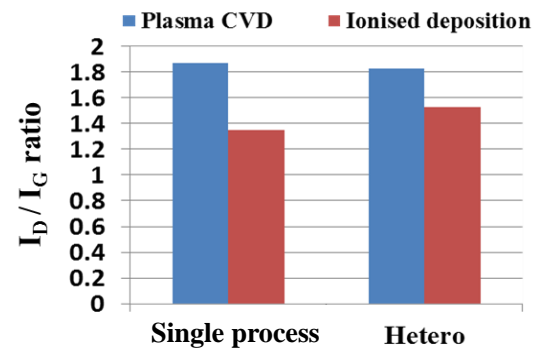


図 4 ラマン分光分析により取得した ID/IG 比の比較

図 3 に作製した面内ヘテロ構造を有する DLC 膜の光学像およびその表面プロファイルを示す。図 3 メタルマスクの非被覆部に隙間なく後プロセスの軟質 DLC が成膜され、基板表面が異種の DLC 膜 2 種によって形成されている様子が確認できる。表面プロファイルより硬質 DLC 側が 80nm 程わずかに高く成膜されていることが分かる。この高度差は軟質/硬質の境界付近で最も分布が高くなっていることから、最終工程の PECVD で、メ

タルマスク裏に回り込んで硬質 DLC 膜上に成膜された結果であると考えられる. 両 DLC 膜の硬度とヤング率を表 2 に示す. イオン化蒸着膜では硬さ 40GPa とプラズマ CVD では 25GPa 程度の硬さが得られ, 両者で約 15GPa ほどの硬度差が得られた. またヤング率に関しても同様に 100GPa 程度の差が得られた. さらに同一チャンバー内での一連の処理により形成した DLC 膜の構造変化がないことを確認するため, 各プロセス単独で形成した DLC 膜との比較をラマン分光分析によって比較を行った. 図 4 に各試料より得られた ID / IG 比の算出結果を示す. 一連の成膜プロセスによる各 DLC の材料構造への影響は極めて低いことが確認できる.

(3) 面内ヘテロ構造化 DLC 膜の基礎摩擦・摩耗特性の解明:

上記で作製した同ヘテロ構造膜の時系列的な摩耗特性を評価するため往復摺動型のボールオンディスク摩擦試験により評価した. 摺動相手材として, 直径 6mm の SUJ2 製ボールを使用し, ヘルツ最大接触面圧において約 1.2GPa に相当する垂直荷重 5N を負荷した. 試験は大気中で行い, 往復動振幅 6mm, 最大速度 10cm/s の摺動条件で往復 10000 サイクル摺動を行った. 図 5 に摺動後の軟質部および硬質部における摺動表面プロファイルを示す. 中部の凹形状がボールにより摩耗された部位に該当する. 同面積より比摩耗量を算出した結果, 硬質部で $1.94 \times 10^{-16} \text{ m}^3/\text{N}\cdot\text{m}$, 軟質部で $2.46 \times 10^{-16} \text{ m}^3/\text{N}\cdot\text{m}$ の値が得られ, 本研究の提案手法において期待していた軟質部の優先的な摩耗挙動が得られることを確認した.

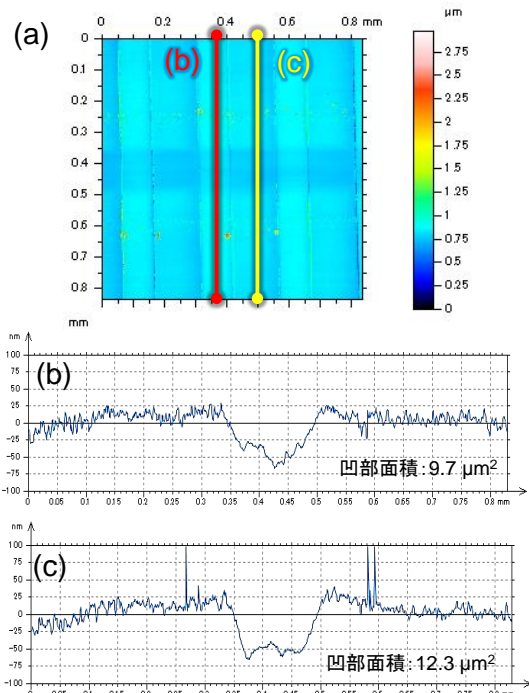


図 5 10000 回往復摺動後の面内ヘテロ構造を有する DLC 膜表面観察 (a) 白色干渉計による高さマッピング像 (b) 硬質部断面プロファイル (c) 軟質部断面プロファイル

さらに矩形テクスチャにおける無潤滑摩擦特性を評価するため, 新たに図 6 に示す構造幅約 150 μm ピッチ 80 μm のメタルメッシュを用いて, 面内ヘテロ DLC テクスチャ表面を創製した. 図に示すようにメタルメッシュマスクに沿った O₂ プラズマエッチングにより凹部を創製し, 同部位にイオン化蒸着プロセスを施すことにより異種 DLC 膜を面内に有するヘテロ構造表面の創製に成功した.

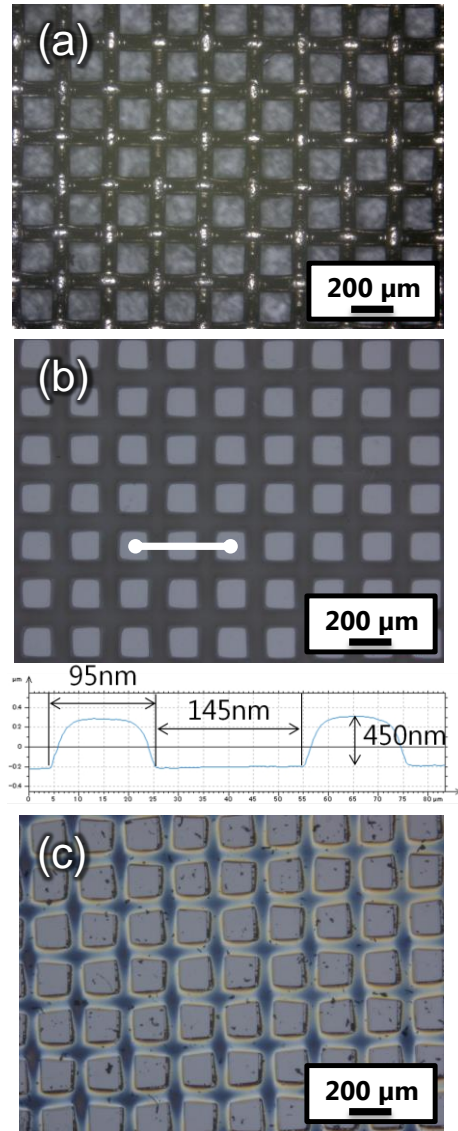


図 6 矩形テクスチャを有する面内ヘテロ構造の創製 (a) メタルマスク外観写真 (b) O₂ プラズマエッチング後の DLC テクスチャ表面観察像および断面プロファイル (c) 凹部へのイオン化蒸着 DLC 成膜後の表面観察像

同面内ヘテロ DLC 表面のボールオンディスク摩擦摩耗試験を行った. テクスチャを施さない平滑な DLC 膜 (図中 F-DLC) との比較結果を図 7 に示す. 面内ヘテロ構造を付与していない従来の DLC 膜では, $\mu=0.15$ の比較的低い摩擦係数が得られたのに対し, 面内ヘテロ構造膜ではそれとほぼ同等もしくは若干高い $\mu=0.18-0.2$ 程度の摩擦係数を示した.

また摺動初期のなじみ過程における高い摩擦係数も観察された。これらは初期の硬質部および軟質部における高低差に起因するものと考えられる。しかし5万回転の耐久性試験において、ヘテロ構造を有するDLC膜では、安定した摩擦係数が得られると共に、比摩耗量にして $5.56 \times 10^{-16} \text{ m}^3/\text{N}\cdot\text{m}$ の優れた耐摩耗性を示した。

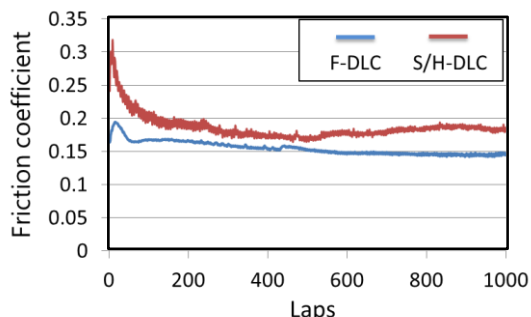


図7 ポールオンディスク摩擦試験における面内ヘテロ構造DLCおよび非テクスチャDLC表面の各種摩擦係数の推移

(4) ヘテロ構造設計指針の構築

上記基礎的な摩擦摩耗特性の検証結果から、面内ヘテロ構造化に際して、各種DLCの構造寸法比や硬度差による影響を考慮した上で構造設計をする必要がある。そこで本研究では、構造幅と硬度比の観点から摩耗量を算出し、その最適な構造設計について検証した。摩耗量の推定には、摩耗機構の中でも凝着摩耗とアブレシブ摩耗の2点に着目し、凝着摩耗 V_{adh} に関しては Archard の凝着摩耗モデルから、摩耗係数 K_{adh} (実験値より算出)、荷重 W 、軟らかい材料の硬度 H 、摺動距離 L で表される次式によって算出した。

$$V_{adh} = K_{adh} WL/H \quad (1)$$

またアブレシブ摩耗に関しては Bhushan の摩耗量に関わる寸法効果理論から接触面内で掘り起こしに寄与する摩耗粉の接触面積 A_{dp} 、全体の摩耗粉数に対する捕捉された摩耗粉の数の割合 N_{tr} 、および捕捉された摩耗粉の平均直径 d からなる

$$A_{dp} = N_{tr} (\pi d^2)/4 \quad (2)$$

を利用してその摩耗量を求めた。以上2つの摩耗項の合計を面内ヘテロDLC膜における総摩耗量とし、構造幅および異種材料間の硬度比によりまとめた結果を図8に示す。構造幅は60~70 μm ほど、硬度比2倍ほどの構造寸法を有する面内ヘテロDLC膜が摩耗量低減に最も有効であるという結論を得た。

(5) まとめ

本研究では、提案する硬質・軟質の異種DLC膜を面内配置した面内ヘテロ構造の創

製法の確立およびその基礎摩擦摩耗特性に基づいた、面内ヘテロDLC膜における構造設計指針について検討を行った。今後硬質/軟質ヘテロ相の被膜硬度比・構造寸法比のバランスと面内空間における同ヘテロ構造の配置が摩擦・摩耗特性の時系列的な変化に及ぼす影響をより学術的に解明していく必要がある。また研究期間内に検証に至らなかった面内ヘテロ構造の実加工における有用性の検証が課題となる。

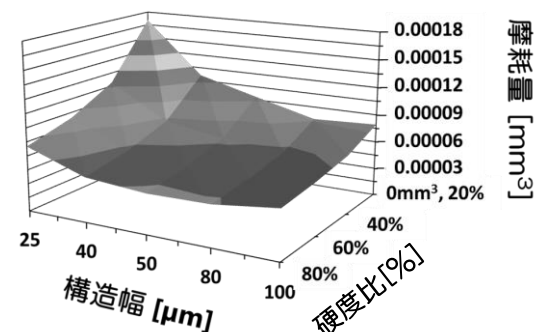


図8 面内ヘテロDLC膜の各種寸法・硬度比における推定総摩耗量

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 4 件)

- ① T. Shimizu, M. Yang, K. Manabe, Classification of mesoscopic tribological properties under dry sliding friction for microforming operation: *Wear*, Vol.330-331(2015), pp.49-589, 査読有, (DOI:10.1016/j.wear.2015.01.050)
- ② 掛川泰, 清水徹英, 鷲坂芳弘, 楊明, マイクロ金型の表面テクスチャリングとそのドライ摩擦・摩耗挙動のその場観察, *塑性と加工*, Vol.56, no.657, (2015) pp.891-896, 査読有.
- ③ T. Shimizu, T. Kakegawa, M. Yang, Micro-texturing of DLC thin film coatings and its tribological performance under dry sliding friction for microforming operation: *Journal of Procedia Engineering*, Vol.81 (2014), pp. 1884-1889, 査読有 (DOI:10.1016/j.proeng.2014.10.251)
- ④ Y. Jin, S. Yasuhara, T. Shimizu, M. Yang, Tribological characterization of boron nitride films against pure-titanium for microforming die application, *Journal of Procedia Engineering*, Vol.81(2014), pp. 1909-1914. 査読有, (DOI:10.1016/j.proeng.2014.10.255)

[学会発表] (計 11 件)

- ① 清水徹英, 一般社団法人 日本塑性加工学会, 平成 27 年度 第 63 回塑性加工技術フォーラム 「金型の寿命向上に向け

- た最新技術」, 「工具摩耗の原因とコーティングや機能面付与の効果」, RAKO 華乃井ホテル(長野県諏訪市) 2015 年 10 月 16 日.
- ② 宮本武, 清水徹英, 楊明, 「軟質/硬質相を面内配置した DLC 複合膜の作製とそのトライボロジー特性評価」, 日本機械学会 2015 年度年次大会, 北海道大学工学部(北海道札幌市), 2015 年 9 月 15 日.
- ③ 戸田晶子, 清水徹英, 楊明, 「カーボンオニオン微粒子の固体潤滑特性に及ぼすその添加量および基材表面粗さの影響」, 日本機械学会 2015 年度年次大会, 北海道大学工学部(北海道札幌市), 2015 年 9 月 14 日.
- ④ T. Shimizu, T. Kakegawa, M. Yang, Development of in-situ observation system of dynamic contact interface between dies and materials during microforming operation, 4th International Conference on New Forming Technology (ICNFT2015), Glasgow(UK), 6th August 2015.
- ⑤ Jin Yong, 安原重雄, 清水徹英, 楊明, 「熱フィラメント CVD 法による窒化ホウ素膜の形成と純チタンに対する耐凝着性評価」, 平成 27 年度 日本塑性加工学会 春講演会, 慶應義塾大学 矢上キャンパス(神奈川県横浜市), 2015 年 5 月 30 日.
- ⑥ 清水徹英, 掛川泰, 宮本武, 伊藤國吉, 楊明, 「マイクロ金型摺動界面のその場観察による表面テクスチャリングの有効性検証」, 平成 27 年度 日本塑性加工学会 塑性加工春季講演会, 慶應義塾大学 矢上キャンパス(神奈川県横浜市), 2015 年 5 月 30 日.
- ⑦ Tetsuhide Shimizu, Ming Yang, Ken-ichi Manabe, Classification of mesoscopic tribological properties under dry sliding friction for microforming operation, Wear of Materials (WOM), Tronto (Canada), 15th April 2015.
- ⑧ Y. Jin, S. Yasuhara, T. Shimizu, M. Yang, Tribological characterization of boron nitride films against pure-titanium for microforming die application, The 11th International Conference on Technology of Plasticity (ICTP 2014), Nagoya Congress Center (Nagoya, Nagoyashi), 21st October 2014.
- ⑨ T. Shimizu, T. Kakegawa, M. Yang, Micro-texturing of DLC thin film coatings and its tribological performance under dry sliding friction for microforming operation, The 11th International Conference on Technology of Plasticity (ICTP 2014), Nagoya Congress Center (Nagoya, Nagoyashi), 20th October 2014.
- ⑩ 清水徹英, 楊明, 真鍋健一「乾燥摩擦の寸法効果モデルによる金属箔材の摺動

摩擦挙動解析」, 第 65 回塑性加工連合講演会, 岡山大学(岡山県岡山市),2014 年 10 月 12 日.

- ⑪ 掛川泰, 清水徹英, 楊明, 「マイクロ金型への表面テクスチャリングとそのドライ摩擦・摩耗特性評価」, 日本機械学会 2014 年度年次大会, 東京電機大学東京千住キャンパス(東京都足立区), 2014 年 9 月 9 日.

[図書] (計 0 件)

[産業財産権]

○出願状況 (計 0 件)

○取得状況 (計 0 件)

[その他]

ホームページ等

<http://www.comp.sd.tmu.ac.jp/yanlab/>

6. 研究組織

(1)研究代表者

清水 徹英 (SHIMIZU, TETSUHIDE)

首都大学東京 システムデザイン学部・助教

研究者番号 : 70614543

(2)研究分担者

なし

(3)連携研究者

なし