

平成 22 年 4 月 13 日現在

研究種目：若手研究(B)
 研究期間：2008～2009
 課題番号：20760095
 研究課題名（和文）
 金属ナノクラスタにより表層を改質した硬質炭素膜の摩擦摩耗特性に関する研究
 研究課題名（英文）
 A study of friction and wear characteristics of close-surface-modified amorphous carbon coatings by metal nano-clusters
 研究代表者
 竹野 貴法 (Takeno Takanori)
 東北大学・国際高等研究教育機構・助教
 研究者番号：
 00451617

研究成果の概要（和文）：

銅のナノ粒子を非晶質炭素膜中の極表層を埋め込み、表面を改質した膜の摩擦摩耗特性は、超高真空環境で非常に特徴的な性質を示す。点接触の摩擦試験において、銅のナノ粒子が非晶質炭素膜から相手材側に付着した。これは、金属を含む非晶質炭素膜の摩擦が、金属粒子が”選択的移着”する事で相手材表面に金属膜を形成し、その金属膜のせん断力に起因する可能性を示唆している。

研究成果の概要（英文）：

A friction behavior of close-surface-modified amorphous carbon coating by copper metal has shown the characteristic feature in ultra high vacuum environment. We have observed that the copper thin film was formed after the point-contact friction tests. The scenario can be that the copper grains were selectively transferred to the counter material and formed the metallic film. It can be understood that friction behavior of metal-containing amorphous carbon coating is well influenced by the shearing force of transferred metal.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2008年度	2,100,000	630,000	2,730,000
2009年度	1,100,000	330,000	1,430,000
年度			
年度			
年度			
総計	3,200,000	960,000	4,160,000

研究分野：設計工学

科研費の分科・細目：機械機能要素・トライボロジー

キーワード：非晶質炭素膜、金属ナノクラスタ

1. 研究開始当初の背景

種々の機械摺動部の低摩擦と低摩耗の両立は、エネルギー消費の低減、CO₂の低減、鉱物資源消費の低減などのために不可欠であり、一層の改良が求められている。DLC膜

は硬質で耐摩耗性を示すことが知られており、近年注目されている摺動材料の一つである。中でも、水素を添加したH-DLCによって超低摩擦($\mu \sim 0.001$)が得られる場合があることが示されているが、超低摩擦の発現条件

が限定的である。また、非晶質炭素膜の非常に高い圧縮応力の為、膜と基板との密着性が非常に悪い事も挙げられている。これらの欠点により広範囲な実用的応用には至っていないのが現状である。

解決策の一つとして、水素以外の添加元素を用いる研究が盛んになってきたが、いずれも決定的な成功を納めていない。これは、添加元素の添加手法上の制約が一因となっている。金属とグラファイトの同時スパッタリング法においては、層状構造を有する膜になる事や金属が炭化してしまう等の問題があり、結果的に非晶質炭素膜とは異なる膜が多い。よって、本来の非晶質炭素膜の特性を十分に生かすことができない。

摩擦特性に関して、申請者はこれまでに炭素マトリクス中に分散した金属ナノクラスタを起点としたせん断が生じ、従来のDLCには見られない摩擦形態をとり得る可能性があることを実験的に示している。金属ナノクラスタの大きさやクラスタ間距離は金属含有量の増大と共に増加する事が報告されている。DLC膜は非常に高い圧縮応力を有しており、摩擦面にかかるせん断力には非常に強い。しかしながら、金属ナノクラスタを内包した場合、内部クラスタがせん断され、金属ナノクラスタどうしをつなぐ割れとなって結果的に膜面方向のせん断が起こることが考えられる。このことは、金属ナノクラスタ含有量の多い膜の方が、摩擦試験後の摩耗量が多くなったという、申請者が得た実験的事実を背景としたものである。よって、膜組織における摩擦形態では、金属ナノクラスタに関わる因子が大きな影響を摩擦摩耗特性に与えることから、金属ナノクラスタの大きさやクラスタ間距離が非常に重要なパラメータとなる。しかしながら、これらの因子と摩擦摩耗特性の相関に関する定量的解明には至っていない。

また、そのような Me-DLC は、そのままでは摩耗の増加につながり実用性は低いが、H-DLC と複合化した膜とすることによって、摩耗を制御し低摩擦特性を維持できる可能性がある。この構造は H-DLC 膜上に Me-DLC 膜を製膜することで作製できる。さらに、申請者の開発した製膜手法によって作製された積層膜には、両薄膜間に境界構造が存在しない。つまり、単一 H-DLC 膜中の表面近傍に金属ナノクラスタを分散させた構造が作製可能である。

2. 研究の目的

本研究では、微小せん断力を有する表層改質構造作製の為に、軟質金属を添加元素として用い、表面極近傍に金属ナノ粒子を埋め込んだ膜を作製し、その摩擦摩耗特性を明らかにする事を目的とする。

以下2種類の項目について、本研究では精査する。

(1) インジウム (In) や銅 (Cu) を分散させた非晶質炭素膜の微細構造と荷重や摩擦速度の条件下の摩擦・摩耗特性の相関を明らかにし、大気中や真空中で定常摩擦状態における摩擦機構をモデル化する

(2) 応用を視野に入れた低摩擦・低摩耗性を示す Me-DLC/H-DLC 積層膜を最適化し、大気環境及び真空環境での実用性を検証する。

3. 研究の方法

薄膜材料は、気相化学合成法とスパッタリング法の組合せによって作製した。基板は、表面の平滑性が実験データに与える影響を考え単結晶のシリコン基板とした。制御すべき作製条件は多岐に亘るが、本研究では、原料となる炭化水素ガスの量及びスパッタリング電力とした。

摩擦試験はピンオンディスク型摩擦試験器により実施した。相手材ボールの材質は JIS SUJ-2 を用いた。また、超高真空環境の摩擦試験は、フランスエコールセントラルリヨンにある分析トライボメータを用いた。

材料の微細構造の分析には、透過型電子顕微鏡を用いた。炭素結合状態はラマン分光分析によって検討した。摩擦試験後の表面状態の観察には走査型電子顕微鏡を用い、元素分析にはエネルギー分散型 X 線分光法、オージェ電子分光法を用いた。

4. 研究成果

種々の条件によりインジウム及び銅を含む非晶質炭素膜を作製し、大気環境中で摩擦試験を行ったところ、銅を含む非晶質炭素膜において、低加重 0.5N、及び、摺動速度 2 mm/s の時、最も低い摩擦係数 ~ 0.1 を得ることができた。

大気環境における摩擦試験で最も低い摩擦係数を得ることができた試験片において、超高真空環境で摩擦試験を行ったところ、摩擦係数が 0.2 程度と比較的高かった。さらに、摺動回数が数回で膜が完全にはく離した。これは、超高真空という非常に凝着の激しい環境にあつて、界面強度が本材料では弱かった為に起きたと考えられる。

超高真空環境摩擦試験後、ボールの表面にある移着膜と摩耗痕をオージェ電子分光法を用いて表面の元素分析を行った。摩耗痕は、周りの摩擦していない場所に比べ炭素原子が優位に存在した。一方で、相手材の移着膜は主に金属銅から成っていることが分かった。

以上の結果により、金属を含む非晶質炭素膜では、内包される金属が優先的に相手材表面に移着し、この金属によって形成された移着膜が圧縮・せん断することによって摩擦抵

抗を発現している可能性がある事が明らかになった。

上記で最も低い摩擦係数を示した銅を含む非晶質炭素膜を非晶質炭素膜上に作製し、金属を含む層の膜厚による摩擦係数への影響について検討した。種々の膜厚を有する2層膜において、摩擦係数は上部金属を含む層がある厚さの時に極小となることが分かった。このことから、超高真空環境摩擦試験によって得られた知見を総合すれば、低摩擦を得るためには、移着膜を形成するに十分な上部膜厚が必要であり、必要以上の時は摩耗が著しい事が分かった。

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9件)

1) Takanori Takeno, Takeshi Ohno, Hiroyuki Miki, Toshiyuki Takagi, “Fabrication of copper-nanoparticle embedded in amorphous carbon film and their electrical conductive properties”, International Journal of Applied Electromagnetics and Mechanics, (査読有り), 2010年, in press

2) T. Takeno, S. Abe, K. Adachi, H. Miki, T. Takagi, “Deposition and structural analyses of molybdenum-disulfide (MoS₂)-amorphous hydrogenated carbon (a-C:H) composite coatings”, Diamond and Related Materials (査読有り), vol.19, 2010年, pp. 548-552

3) Toshiyuki Takagi, Takanori Takeno, Hiroyuki Miki, “Metal-containing Diamond-like carbon coating as a smart sensor”, Material Science Forum, (査読無し), vols. 638-642, 2010年, pp. 2103-2108

4) T. Takeno, T. Komiyama, H. Miki, T. Takagi, T. Aoyama, “XPS and TEM study of W-DLC/DLC double-layered film”, Thin Solid Films, (査読有り), vol. 517, 2009年, pp. 5010-5013

5) T. Takeno, T. Sugawara, H. Miki, T. Takagi, “Deposition of DLC film with adhesive W-DLC layer on stainless steel and its tribological properties”, (査読有り), Diamond and Related Materials, vol. 18, 2009年, pp. 1023-1027

6) Hiroyuki Miki, Kosuke Ito, Toshifumi Sugawara, Julien Fontaine, Takanori Takeno, Maxime Ruet, Mechel Belin, Kshi

Adachi, Toshiyuki Takagi, “Friction and Electrical Contact Resistance of Iridium-Containing DLC Coatings for Electrically Conductive Tribo-Elements”, Tribology Online, (査読有り), 2009年, pp. 60-65

[学会発表] (計31件)

1) T. Takeno, S. Abe, K. Adachi, H. Miki, T. Takagi, “Deposition and structural analyses of molybdenum-disulfide (MoS₂)-amorphous hydrogenated carbon (a-C:H) composite coatings”, 20th European Conference Diamond, Diamond-like Materials, Carbon Nanotubes and Nitrides, 2009年9月7-10日, ギリシャ・アテネ

2) J. Fontaine, H. Miki, M. Ruet, T. Sugawara, T. Takeno, K. Ito, M. Belin, K. Adachi, T. Takagi, “Tribological behavior of metal-DLC nanocomposite coatings: the critical role of tribofilm build-up”, World Tribology Congress 2009, 2009年9月6-10日, 京都

3) Singo Abe, Takanori Takeno, Koshi Adachi, Hiroyuki Miki, Toshiyuki Takagi, “Friction properties of MoS₂-containing DLC in Ultra High Vacuum”, World Tribology Congress 2009, 2009年9月6-10日, 京都

4) 菅原敏文, M. Ruet, 伊藤耕祐, 三木寛之, 竹野貴法, J. Fontaine, M. Belin, 高木敏行, “金属上に製膜された金属を含む導電性非晶質炭素膜の摩擦特性”, 第22回ダイヤモンドシンポジウム, 2008年10月22日, 東京

5) T. Takeno, T. Sugawara, H. Miki, T. Takagi, “Deposition of DLC film with adhesive W-DLC layer on stainless steel and its tribological properties”, 19th European Conference on Diamond, Diamond-like Materials, Carbon nanotubes and Nitrides, 2008年9月7-11日, シツェス・スペイン

6) K. Ito, M. Ruet, T. Takeno, J. Fontaine, S. Bec, C. Guerret-Picourt, H. Miki, M. Belin, T. Takagi, “Tribological, mechanical and electrical properties of metal-containing DLCs”, 35th Leeds-Lyon Symposium on Tribology, 2008年9月10日, リーズ・英国

7) J. Fontaine, K. Ito, M. Ruet, H. Miki, T. Takeno, S. Bec, C. Guerret-Picourt, M. Belin, “Tribological properties of Metal-containing DLCs”, Gordon Research Conference, 2008年6月6日-10日, ウォータービル・米国

〔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.iiare.tohoku.ac.jp/>

<http://www.ifs.tohoku.ac.jp/asel/>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

竹野 貴法 (Takeno Takanori)

東北大学・国際高等研究教育機構・助教

研究者番号：00451617