

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成25年 6月9日現在

機関番号：15401

研究種目：若手研究（B）

研究期間：2010～2012

課題番号：22760079

研究課題名（和文） cross-ply構造を利用した高密着力を有する炭素系硬質薄膜被覆部材の創製

研究課題名（英文） creation of material coated carbon thin film with high adhesion strength applied cross-ply structure

研究代表者

曙 紘之(AKEBONO HIROYUKI)

広島大学・大学院工学研究科・助教

研究者番号：50447215

研究成果の概要（和文）：

本研究では、近年注目されている炭素系硬質薄膜(CTF)を3次元的 cross-ply 構造に成膜することにより、従来の CTF 被覆部材よりも高い密着性、耐久性を発揮する炭素系硬質薄膜被覆部材の創製を目指した。cross-ply 構造1層のみ成膜した試験片の微視的観察から、提案した3次元 cross-ply 構造成膜が可能であることを確認し、さらに、3層 cross-ply 試験片は従来のCTF被覆部材に比べ、3倍程度高い耐久性を示すことが確認されたことから、実機への応用が期待される。

研究成果の概要（英文）：

In this study, we try to improve the adhesion strength between the Carbon Thin Film(CTF) which is focused recently and the substrate by coating CTF films with 3D cross-ply structure. First, we identify that it is possible to coat CTF films with 3D cross-ply structure suggested in this study from microscopic observation of 1-layer coated specimen. Furthermore, 3-layer coated specimen indicated three times higher durability on friction loading compared with practical coated specimen, so this coating process suggested in this study have a possibility to be applied for real machine parts.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2010年度	900,000	270,000	1,170,000
2011年度	1,400,000	420,000	1,820,000
2012年度	700,000	210,000	910,000
年度			
年度			
総計	3,000,000	900,000	3,900,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学，機械材料・材料力学

キーワード：破壊，微視的損傷機構

1. 研究開始当初の背景

近年、様々な産業分野において、炭素系硬質薄膜技術(Carbon Thin Film: CTF)が注目を集めている。一般的にCTFは著しく優れた摺動特性を有しており、接触時のエネルギー損失の劇的な減少、すなわち高エネ

ルギー効率を実現することのできる成膜技術である。近年の深刻化する地球環境問題に対処し、CO₂の排出量の大幅削減を達成すべく、多くの機械・装置類の駆動系に上述した炭素CTFを適用することにより、駆動時エネルギー損失の減少、すなわちより高

いエネルギー効率を実現する、いわゆる「環境親和型新材料」の開発が進められている。

このような社会的・学術的背景の下、世界中の研究機関・企業で炭素系硬質薄膜に関する研究開発が盛んに行われており、次々と新たな被膜化学組成や成膜方法が数多く発表され、世界規模で炭素系硬質薄膜の研究開発が行われていることがわかる。中でも、炭素系硬質薄膜の実用に際し常に懸念される「母材との密着性」に関する取組は盛んに行われており、現在、密着性改善のアプローチとして、母材とCTFの間に中間層を設ける方法が主流となっており、これにより基材との密着力が大きく向上することは多くの研究結果より明らかになっている。しかしながら、この方法では、膜厚方向の密着力向上は期待できるものの、膜幅方向などの密着力向上は期待できない。事実、研究代表者のこれまでの研究により、炭素系硬質薄膜被覆部材に膜幅方向へ負荷を与えた場合、負荷の極初期段階で炭素系硬質薄膜に微小割れが生じ、これにより基材表面が露出してしまいう現象が明らかになっている。

以上述べたように、CTFの実用に際し常に「母材との密着性」が懸念されており、そのためその適用範囲が限られているのが現状であり、CTFのさらなる適用範囲拡大のためには、様々な負荷方向・負荷状態においても優れた密着力・耐久性をを発現することのできる新しい成膜方法が必要とされている。

2. 研究の目的

上述したように、炭素系硬質薄膜CTFの実用を想定した場合、実用箇所により複雑な負荷状態にさらされることは容易に想像できるため、今後のCTF成膜技術の更なる適用範囲拡大のためには、このような複雑な負荷状態においても実用上十分な基材密着性を発現する炭素系硬質薄膜被覆部材が望まれる。

従来の成膜技術では、基材と炭素系硬質薄膜の間に中間層を設けることにより密着性の改善を図っているが、この方法では、膜厚方向のみの密着力改善効果しか望めない。そこで本研究では、密着力改善に有効な中間層を格子状に成膜し、その上に汎用性の高い炭素系硬質薄膜CTF被膜を成膜する。この層をcross-ply構造に成膜することにより、実用上十分な膜厚を確保し、且つ膜厚方向のみではなく、膜幅方向に対しても高い密着力を発現する炭素系硬質薄膜被覆部材の創製を目指す。また本研究では、繰返し負荷に対する密着力を合わせて検討することにより、実用を想定した繰返し負荷に対する抵抗力、すなわち炭素系硬質薄膜被覆部材の疲労

特性を解明することができる。今後の炭素系硬質薄膜のさらなる実用拡大を想定した場合、長期間に渡る信頼性・安全性の確保が重要となってくることから、高い密着力を有する炭素系硬質薄膜被覆部材の創製と合わせて、その疲労特性に関する実験的知見を得ることも本研究の目的としている。

3. 研究の方法

供試材には、一般的な構造用鋼SCM440(焼準材)を用いる。これを厚さ2mmの板材に機械加工した後、基材表面を鏡面状に研磨する。その後、cross-ply積層構造うち1層のみを次の手順で成膜する。

①試験片表面にアルミナメッシュを設置

②UBMS装置により、中間層としてMetal-DLC(他金属を10%含む比較的軟質なDLCであり、中間層として広く使用されている)を成膜する

③アルミナメッシュを取り除き、再度UBMS装置にてDLC層を成膜する。

作製した試験片の外観(密着力の低いものは成膜後すぐに局所的に剥離を起こす)、および断面観察による基材部との密着性(基材部との空隙の有無等)評価により、最も状態の優れた被膜構造を3水準選定する。

次に、先述した被膜構造を繰返し積層することにより、本研究の目的であるcross-ply積層構造を有する炭素系硬質薄膜被覆部材を作製する。なお、積層回数は、3層、および6層の2種類である。このように作製したcross-ply積層構造炭素系硬質薄膜被覆部材に繰返し負荷を与えることにより、その基材密着力を評価を行う。繰返し負荷は油圧式サーボパルサーを用いて行う。一定応力レベルで繰返し負荷を与え続け、被膜表面を高解像度のCCDビデオマイクロスコープによりその場観察しながら、被膜の挙動を明らかにする。また、試験を適宜中断し、試験片断面を走査型電子顕微鏡SEMを用いて観察することにより、時系列的に被膜のマイクロ損傷を追跡をあわせて行う。

4. 研究成果

まず、炭素系硬質薄膜の一つであるDLC(Diamond-like carbon)薄膜に注目し、1層のみのcross-ply構造成膜を行い、実用に近い繰返し負荷に対しても高い密着力を有するcross-ply積層構造を有する炭素系硬質薄膜被覆部材の創製を更に進める目的で実験的検討を行った。本研究での試験片作成手順を図1に示す。

まず基材として一般的な構造用炭素鋼SCM440を選定し、板状試験片へと機械加工を行い、さらに炭素系硬質薄膜成膜に適した表面粗さまで機械的研磨を行った。次にアルミナメッシュを用い、タングステンを添加

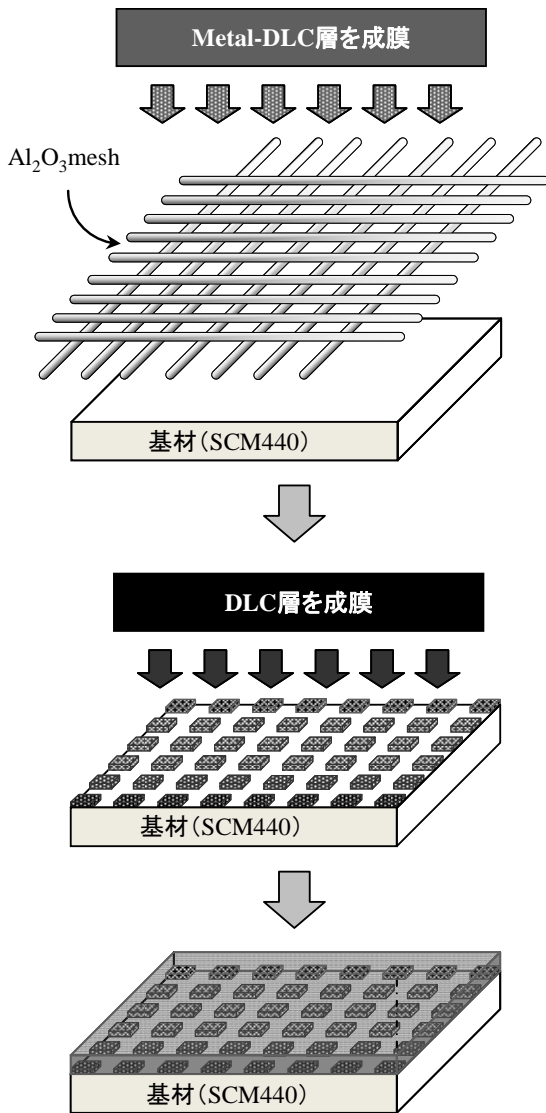


図1 成膜手順

した比較的軟質なDLC層をcross-ply構造に厚さ $0.5\mu m$ 成膜し、その後、タングステンを添加しない比較的硬質なDLC層を $1.0\mu m$ 成膜することにより、1層のみのcross-ply構造を有する被覆試験片を作成した。なお、成膜には一般的な炭素系硬質薄膜成膜手法の一つであるUBMS装置を用いた。また比較のため、タングステンを添加した比較的軟質なDLC層のみ、またタングステンを添加しない比較的硬質なDLC層のみの試験片も合わせて作成した。作成した1層のみのcross-ply構造を有する被覆試験片の断面を走査型電子顕微鏡により詳細に観察した結果、本研究で提案した1層のみのcross-ply構造を有するDLC被膜には、被膜の割れや、基材界面での割れは確認されず、極

めて良好な被膜が形成されていることを確認した。これにより、目標とするcross-ply積層構造への応用が十分可能であることを明らかとした。

次に、先述した1層のみ(厚さ $1.5\mu m$)のcross-ply構造を複数回積層することが可能であるか、またこれにより、本研究の目的とする従来の成膜に比べ著しく高い密着力を有する炭素系硬質薄膜被覆部材の創製が可能であるかを実験的に検討した。まずこれまで同様、基材(SCM440)を板状試験片に機械加工し、成膜に適した表面粗さまで機械的研磨を行った後、厚さ $1.5\mu m$ のcross-ply構造を3層、および6層積層することにより、3層cross-ply積層、および6層cross-ply積層した2種類の炭素系硬質薄膜被覆試験片を作成した。なお、比較的軟質なDLC層にはタングステンを添加し、成膜にはUBMS装置を用いた。作成した2種類のcross-ply構造を有する被覆試験片の断面を走査型電子顕微鏡SEMにより詳細に観察することにより、被膜性状を確認した。その結果、3層cross-ply積層被膜には被膜の割れや、基材界面での割れは確認されなかったものの、6層cross-ply積層被膜には、局所的に界面剥離が確認された。これは、被膜厚さの増加に伴い被膜の内部応力が増大したことに起因するものと考えられる。

次に、上述した2種類のcross-ply構造を有する被覆試験片のうち、被膜状態の良好であった3層cross-ply構造を有する試験片に対し、繰返し負荷を与えることにより、その耐久性、密着性を検討した。なお、比較のため、積層構造を有さない従来の硬質薄膜被覆部材に対しても同様の実験を行なった。その結果、負荷応力 $550MPa$ で繰返し負荷を与えた場合、従来の硬質薄膜被覆部材がおおよそ 4×10^4 回程度で試験片全体の破断に至ったのに対し、本研究で提案する3次元Cross-ply構造を有する炭素系硬質薄膜被覆部材は、おおよそ 1.3×10^5 回程度まで破断寿命が延命化することが明らかとなり、3倍以上高い耐久性を発現することがわかった。さらに、走査型電子顕微鏡を用いたその場観察により、被膜の微視的損傷を追跡した結果、従来の硬質薄膜被覆部材が、繰返し負荷の早期に硬質薄膜に微小な割れが生じるのに対し、本研究で提案した3次元cross-ply構造を有する硬質薄膜被覆部材は、微小な割れの発生が顕著に遅延されることが明らかとなり、これにより先述した高い耐久性を発現したものと考えられる。

以上の実験的検討より、本研究で提案した3次元cross-ply構造を有するCTF被覆部材は、従来の被覆部材に比べ、極めて高い耐久性を示すことから、実機への応用、特にこれまでその低い密着性・耐久性から適用が敬遠

されてきた機械部品にもその適用が期待される成膜技術であるといえる。

しかしながら、先述した通り、本研究の範囲では、6層 cross-ply 構造を有する硬質薄膜被覆部材においては良好な被膜性状を維持することができなかった。これは、被膜厚さの増加に伴い、被膜内の内部応力が増大したことに起因するものと考えられるが、CTF 被膜の更なる実用範囲拡大には、CTF 被膜の厚膜化は必須課題であることから、上述した内部応力を緩和しながら、積層数を増加させる成膜技術を確立することが今後の課題であるといえる

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. Hiroyuki Akebono, Masahiko Kato and Atsushi Sugeta, Fatigue properties and fracture mechanism of steel coated with diamond-like carbon films, International Journal of Modern Physics C, 査読有, 2012 年, Vol.6, pp.312-317.

[学会発表] (計 4 件)

1. 宝蔵雄一, 曙紘之, 加藤昌彦, 菅田淳, SCM440 の DLC 被覆部材の疲労特性および疲労破壊メカニズムの解明, 日本機械学会 M&M2012 材料力学カンファレンス, 2012 年 9 月 23 日, 愛媛県松山市
2. Hiroyuki Akebono, Masahiko Kato and Atsushi Sugeta, Fatigue properties and Fracture mechanism of steel coated with diamond-like carbon films, The 2nd Japan-China Joint Symposium on Fatigue of Engineering Materials and Structure, 2011 年 10 月 17 日, 中国・成都
3. Hiroyuki Akebono, Masahiko Kato and Atsushi Sugeta, Fatigue properties and Fracture mechanism of steel coated with diamond-like carbon films, 6th International Conference on Advanced Materials Development and Performance, 2011 年 7 月 17 日, 徳島県徳島市
4. 曙紘之, 炭素系硬質薄膜被覆部材の疲労特性および破壊メカニズム, 日本材料学会疲労部門委員会, 2010 年 9 月 28 日, 兵庫県神戸市

[その他]

ホームページ等

<http://home.hiroshima-u.ac.jp/zaikyou/>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

曙 紘之 (AKEBONO HIROYUKI)
広島大学・大学院工学研究科・助教
研究者番号：50447215

(2) 研究分担者

なし

(3) 連携研究者

なし