

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 6 月 21 日現在

機関番号：11401

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2013～2015

課題番号：25420087

研究課題名(和文) 繰り返し衝突貧潤滑摩擦摩耗面の高耐摩耗性・低摩擦表面創製のためのDLC膜設計指針

研究課題名(英文) The design of high wear proof and low friction DLC coating for cyclic impact under boundary lubrication

研究代表者

野老山 貴行 (Tokoroyama, Takayuki)

秋田大学・工学(系)研究科(研究院)・准教授

研究者番号：20432247

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,000,000円

研究成果の概要(和文)：クロムモリブデン鋼ピンとDLC膜の潤滑油中下衝突角度90°の繰り返し衝突摩耗実験を行い、SEMを用いた微視的観察に基づいて、DLC膜の衝突摩耗に及ぼす膜厚及び荷重の影響を明らかにした。DLC膜の繰り返し衝突による摩耗形態は、衝突回数初期においてマイルドな衝突摩耗が起こり、その後摩耗の進行は止まり、ある臨界繰り返し衝突回数後にDLC膜が著しく衝突摩耗するシビアな衝突摩耗に遷移することが明らかとなった。いずれの膜厚のDLC膜においても、急激に摩耗量の増加するシビアな衝突摩耗に遷移するときのひずみ量が同じであることが明らかとなった。マイルド摩耗領域における摩耗深さを推定する式の導出を行った。

研究成果の概要(英文)：The impact wear resistance is demanded in several car parts. One of the potential candidate to prevent this impact wear is assumed DLC. In this study, we conducted impact wear tests with SCM420 pin and DLC coating under lubricated condition. We conducted to distinguish impact wear of DLC from the plastic deformation of substrate by observation of cross-sectional images of DLC which was prepared by FIB equipment. The impact wear crater was also observed by atomic force microscope (AFM) to measure the arc length of the bottom of the crater, then elongation of the DLC surface was factor in strain of the crater diameter and the arc length. The SEM and AFM observation, and impact wear depth were summarized in impact wear map. Wear map indicated that the critical impact cycles of DLC films from mild to severe impact wear was existed. The severe wear took place when the strain exceeded 0.000058 regardless of DLC coating thickness, and peeling off took place when it exceeded 0.00007.

研究分野：トライボロジー

キーワード：繰り返し衝突 ダイヤモンドライクカーボン 貧潤滑 結晶構造 ラマン分光分析 XPS分析

1. 研究開始当初の背景

炭素系硬質薄膜は自動車部品のしゅう動抵抗減少, 高耐摩耗性に伴う超寿命化や, 化学的不活性さに伴う汚染物質などの低付着などが期待されている物質である。様々な接触形態の中でも, 繰り返し衝突の起こる部品を想定した DLC (Diamond-Like carbon) 膜の衝突摩耗特性の報告例は少なく ( ), 特に高繰り返し衝突回数における DLC 膜の摩耗挙動を正確に明らかにした報告例は無い。著者らはこれまでに, 水素含有 DLC 膜の繰り返し衝突摩耗について, 最大衝突荷重の影響, 衝突時の運動エネルギーと衝突後のクレータ深さの関係などについて明らかにしたが ( ), DLC 膜の衝突摩耗量の測定は衝突摩耗痕の形状測定から明らかにされており, この場合, 基板の塑性変形量と DLC 膜の摩耗量を分離して評価できない問題があった。また, DLC 膜を衝突する部材へ適用する際の寿命設計のため, 衝突荷重及び衝突回数による DLC 膜の摩耗深さを推定する実験式が得られれば, 設計時に有用である。

2. 研究の目的

本研究では, 繰り返し衝突による DLC 膜の摩耗機構の遷移の有無を明らかにすること及び得られた実験結果と DLC 膜の比摩耗量から, DLC 膜の衝突摩耗に伴う摩耗深さを推定する式の導出について検討した。DLC 膜摩耗痕の断面観察を正確に行うため FIB (Focused Ion Beam) を用いた断面の作製を行い, 衝突回数に伴う基板の塑性変形量, DLC 膜の摩耗による膜厚の減少量の測定を行った。

3. 研究の方法

3.1 衝突摩耗実験装置及び衝突摩耗深さ測定

接触面の衝突摩耗を模擬したピン・オン・ディスク衝突摩耗試験装置の概略図を図 1 に示す。半径が漸近変化するカムをボール盤に固定し, ボール盤モータの回転駆動に伴い直動ガイドに固定されたスライダが揺動する機構である。スライダはスプリングの力により原点に押し返される。スライダの先端に付いたピンが繰り返し試験片表面の 1 点に衝突する。スプリングの縮み量を調節することにより, ピンがディスクに与える衝突荷重を変化させることができる。また, 繰り返し衝突する試験片直下に設置した Kistler 社製の動力計により, ピンがディスクに与える衝突荷重を測定可能である。潤滑油としてケロシン (和光純薬株式会社) を用いた。潤滑油の供給量は 3.3 mL/min で, ピン及びディスクの衝突する部分へ滴下した。衝突摩耗実験後, ピン及びディスク試験片を電子顕微鏡 (SEM: Scanning Electron Spectroscopy) で観察するため, 試験片をアセトン中で 15 分超音波洗浄した。衝突摩耗実験後の DLC ディスクの摩耗痕深さ, 摩耗痕直径及び円弧の関係を示した概略図, 及び DLC 膜の衝突摩耗量の詳細

概略図を図 2 に示す。図 2 に示すクレータ深さは原子間力顕微鏡 (AFM: Atomic Force Microscope) により直接深さを測定するが, クレータ深さには衝突による膜厚減少量, 及び基板の塑性変形量が含まれるため, DLC 膜の衝突摩耗量と基板の塑性変形量の分離を行う必要がある。そこで FIB を用いた断面観察用試験片の作製を行い, 実験前後の DLC 膜の膜厚の減少量を測定した。FIB 加工による断面観察の模式図を図 3 に示す。衝突により形成されたクレータ部分の中央を横切るように, FIB による溝加工を行い, 観察時にはステージ全体を 60° 傾斜させ観察を行った。SEM 像で得られる距離  $t'$  から衝突摩耗深さ  $t_w$  を算出した。この際, 非衝突部分も FIB により加工しておき, 本来の膜厚  $t$  を明らかにし, 衝突摩耗痕中央の膜厚との差を DLC 膜の膜厚減少量とした。クレータ深さ, 衝突摩耗深さ及び基板の塑性変形深さの関係を式 (1) に示す。

$$D = s + t_w \quad (1)$$

ここで,  $D$  はクレータ深さ,  $t_w$  は衝突摩耗深さ,  $s$  は基板の塑性変形深さである。なお, 基板の塑性変形深さは 1~100 回目程度の衝突時に形成されるものと仮定する。次に衝突摩耗実験後のひずみを算出するため, DLC 膜のクレータ直径とクレータ深さから, 衝突摩耗痕の円弧の長さを算出し, 式 (2) よりひずみの概算値を算出した。

$$\varepsilon = (l - d) / d \quad (2)$$

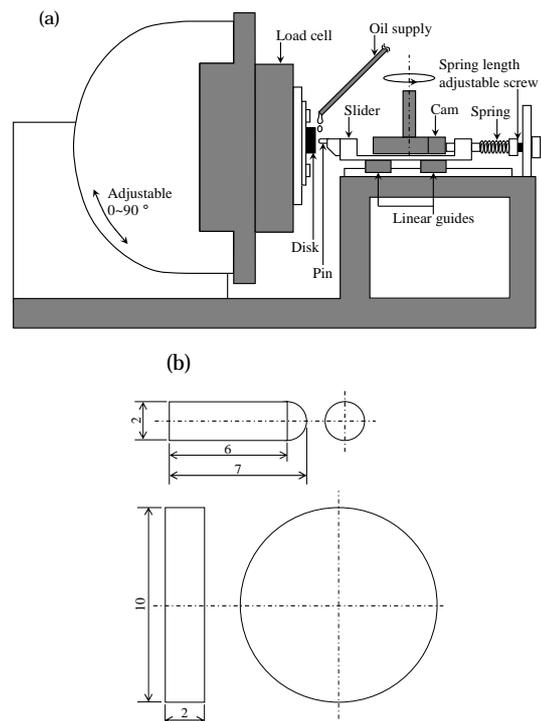


図 1 (a) 実験装置の概略図, (b) 試験片の概略図

ここで、 $\varepsilon$ はひずみ、 $d$ はクレータ直径、 $l$ はクレータ底部の円弧長さである。

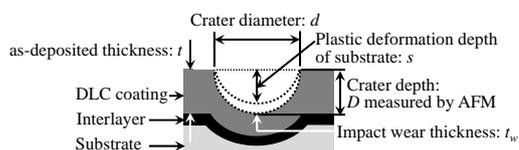


図2 衝突摩耗痕の模式図

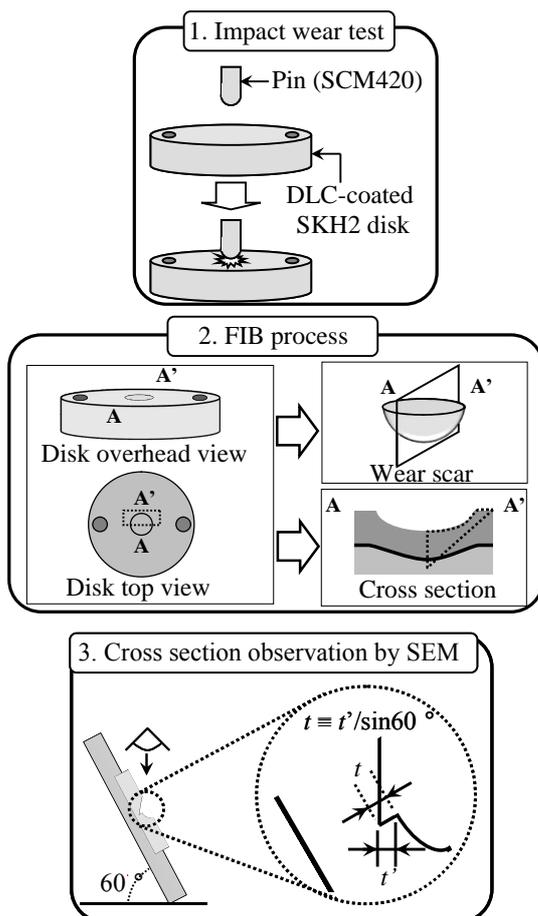


図3 FIBプロセスによる断面作製とSEMによる断面観察の模式図

### 3.2 ピン及びディスク試験片

ピン試験片として、クロムモリブデン鋼（SCM420）研削仕上げした試験片を用いた。先端曲率半径約1mm、初期最大高さ粗さが約0.4 $\mu$ mとなるように加工した。ピン試験片の硬さは743 Hv、ヤング率は295 GPaである。衝突回数及び衝突荷重等の実験条件を表1に示す。膜厚の衝突摩耗に及ぼす影響を明らかにするため、DLC膜の膜厚は3水準（ $t = 2.23, 2.92$ 及び4.72 $\mu$ m）で用意され衝突摩耗実験が行なわれた。DLC膜の硬さはHv2100~2500程度、初期最大高さ粗さは0.1~0.2 $\mu$ m程度である。最高衝突回数10<sup>6</sup>回まで各点の衝突摩耗量の測定を行った。

## 4. 研究成果

4.1 DLC膜のクレータ深さ及び衝突摩耗深さに及ぼす衝突荷重及び膜厚の影響

表1 衝突試験条件の一覧

Normal impact load $L, N$	70	160	240
Impact angel $\alpha, Degree$	90		
Atmosphere	Air		
Temperature of contact surface	Room temperature		
Impact frequency $N_f, rpm$	600		
Initial radius of pin $R, mm$	1.0		
Lubricant	Kerosene		
Film thickness $t, \mu m$	2.23, 2.92, 4.72		
Number of impact cycles, $N$	1, 2, 4, 10, 40, 10 <sup>2</sup> , 10 <sup>3</sup> , 10 <sup>4</sup> , 10 <sup>5</sup> , 10 <sup>6</sup>		

繰り返し衝突摩耗実験を行った後のDLC膜表面AFM観察結果の代表として、膜厚2.92 $\mu$ m、衝突荷重70Nの結果を図4に示す。AFMによりクレータ直径及び深さが測定され、次に膜厚減少量をFIBによる断面作製試験片から測定を行った結果を図5に示す。いずれの試験片もFIB加工による垂直方向の加工痕が見受けられるが膜厚測定には影響は無い。10<sup>2</sup> cyclesから10<sup>4</sup> cyclesまでのDLC膜厚はほぼ同程度であるが、10<sup>5</sup> cycles以上の衝突回数では明らかに膜厚が減少していた。同様の衝突実験及び観察を膜厚2.23及び4.72 $\mu$ mに行い、断面観察、DLC膜厚測定を行った。図6にクレータ深さに及ぼす衝突荷重及び膜厚の影響を示す。また、図7にクレータ深さから基板の塑性変形深さを差し引いて算出した衝突摩耗深さに及ぼす衝突荷重及び膜厚の影響を示す。図6に示すように、衝突荷重160, 240Nの場合、1回目の衝突によりクレータ深さは測定されており、基板の塑性変形が起こっていると考えられる。図7には10<sup>2</sup> cycles以降の衝突摩耗深さを示している。いずれの衝突荷重条件においても衝突により摩耗する深さは0.1 $\mu$ m以下で、DLC膜の摩耗量は少ない状況である。初期10<sup>2</sup> cyclesまでに形成されるクレータ深さは主に基板の塑性変形により起こり、AFMにより測定されていることが明らかである。図6に示すように、衝突回数10<sup>5</sup> cyclesまではクレータ深さの増加が抑制され、衝突回数10<sup>6</sup> cyclesにおいてクレータ深さが急激に増加していたが、クレータ深さから基板の塑性変形分を差し引いた摩耗深さからは、図7に示すように衝突条件によって10<sup>4</sup> cyclesから摩耗深さが急激に増加している結果が得られている。10<sup>4</sup> cycles以降の衝突回数では摩耗機構が変化していることが示唆されている。

### 4.2 DLC膜の摩耗痕SEM観察結果

図8(a)及び(b)にDLC膜厚2.23 $\mu$ mの試験片に対し、衝突荷重160及び240Nにて10<sup>5</sup> cyclesまで繰り返し衝突摩耗実験を行ったDLC膜表面、及び図8(c)にDLC膜厚4.72 $\mu$ mに対して、衝突荷重240Nにて10<sup>6</sup> cyclesまで繰り返し衝突摩耗実験を行ったDLC膜表

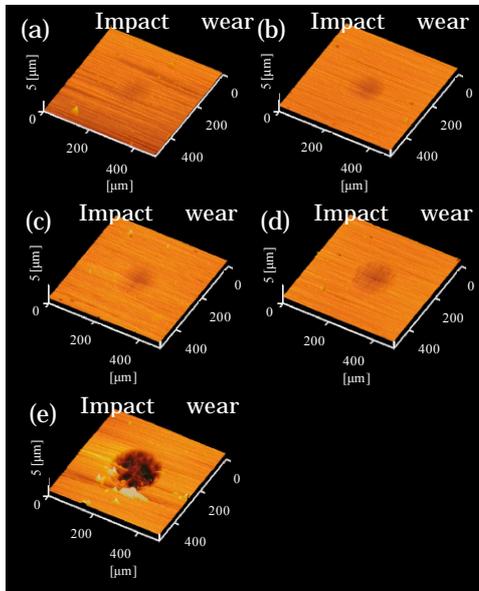


図4 繰り返し衝突摩耗痕のAFM観察結果(a)  $10^2$  cycles ~ (e)  $10^6$  cycles

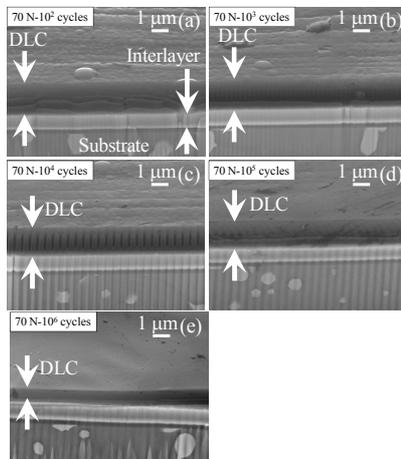


図5 繰り返し衝突摩耗痕内の断面観察結果 (a)  $10^2$  cycles ~ (e)  $10^6$  cycles

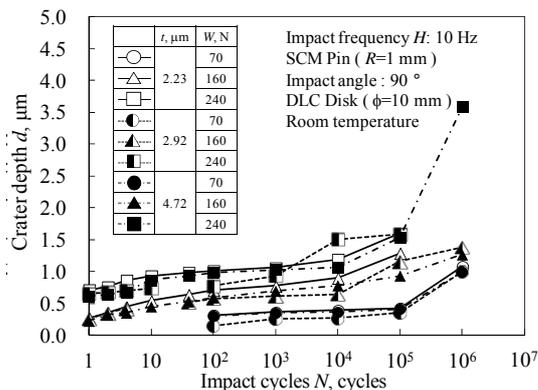


図6 繰り返し衝突回数と衝突摩耗痕深さの関係

面のSEM観察結果を示す。衝突荷重160及び240 Nにおいて、 $10^4$  cyclesまではく離は観察されなかったが、衝突回数 $10^5$  cyclesからはく離が観察された。図8(a)の矢印1で示すクラッチ痕は、基板材料の研削仕上げ時に形成されたものであり、DLC膜のはく離

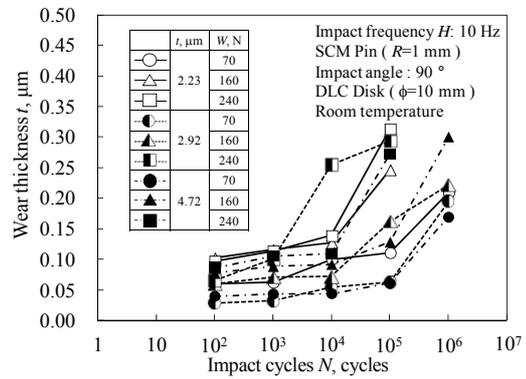


図7 衝突回数と摩耗深さの関係

した部分の矢印2で示すと連続したものと考えられるため、DLC膜のはく離は基板とDLC膜の界面から起こっているものと予想される。また、図8(b)の矢印aで示したはく離部分は、中間層と考えられる部分が観察されており、中間層ごとDLC膜がはく離したものと考えられる。一方、膜厚4.72 μmの場合、衝突荷重240 Nでは $10^5$  cyclesまではく離は観察されず、 $10^6$  cyclesにおいて図8(c)に示すような部分的な摩耗痕が観察された。図中矢印で示した部分は残留したDLC膜と考えられ、基板に到達するようなはく離は見られなかった。

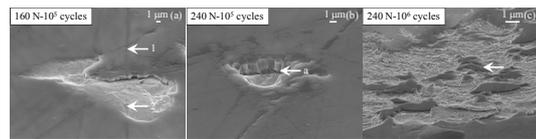


図8 衝突摩耗痕内のSEM観察結果(a)160 N,  $10^5$  cycles, 膜厚2.23 μm, (b)240 N,  $10^5$  cycles, 膜厚2.23 μm, (c)240 N,  $10^6$  cycles, 膜厚4.72 μm

DLC膜の衝突摩耗形態は、図7に示すように異なる膜厚及び衝突荷重により、徐々に衝突摩耗深さが増加する期間と、急激に衝突摩耗深さが増加する期間に分かれていることが、これまでの観察から明らかとなった。図9(a)及び(b)に、膜厚2.23 μm及び4.72 μmの摩耗形態図を示す。図中ので示した点は、衝突摩耗量に急激な変化があった点を示す。基板の塑性変形及び衝突摩耗が発生しないと考えられる弾性変形領域(Elastic deformation of the substrate)を点線で示し、基板が塑性変形を起こす衝突荷重以上のDLC膜の摩耗形態の変化点を実線で示した。図9(a)に示す衝突回数初期の基板の塑性変形が支配的に進行する領域(Plastic deformation of the substrate)では、衝突荷重70 Nの場合衝突回数 $10^2$  cyclesまで基板の塑性変形領域であった。一方、衝突荷重240 Nの場合、衝突回数40 cyclesまでの少ない衝突回数で基板の塑性変形が終了していた。次に衝突回数を増加させていくと、ク

レータ深さの増加が抑制される領域 (Suppression of plastic deformation of the substrate) があり ( $10^3$  から  $10^5$  cycles 付近), 衝突回数が増加してもクレータ深さが増加しない期間が存在した. その後, クレータ深さの増加の抑制された期間が終わり, 急激にクレータ深さが増加する点を確認された (この点を臨界繰り返し衝突回数と定義する). DLC 膜の衝突摩耗形態として, 衝突回数初期の衝突摩耗深さが徐々に増加するマイルドな衝突摩耗から, 高衝突回数において急激に衝突摩耗深さが増加するシビアな衝突摩耗の 2 種類存在することが明らかにされた.

DLC 膜厚  $2.23 \mu\text{m}$  及び  $4.72 \mu\text{m}$  の異なる膜厚を用いた場合でも, 衝突荷重が同じ場合は衝突回数初期の基板塑性変形が支配的に進行する期間に大きな差はなく, 基板の塑性変形に及ぼす膜厚の影響は小さいことが明らかとなった. 一方, 膜厚  $2.23 \mu\text{m}$  の場合の方が, 少ない繰り返し衝突回数で DLC 膜のシビアな衝突摩耗形態に遷移することが明らかとなった.

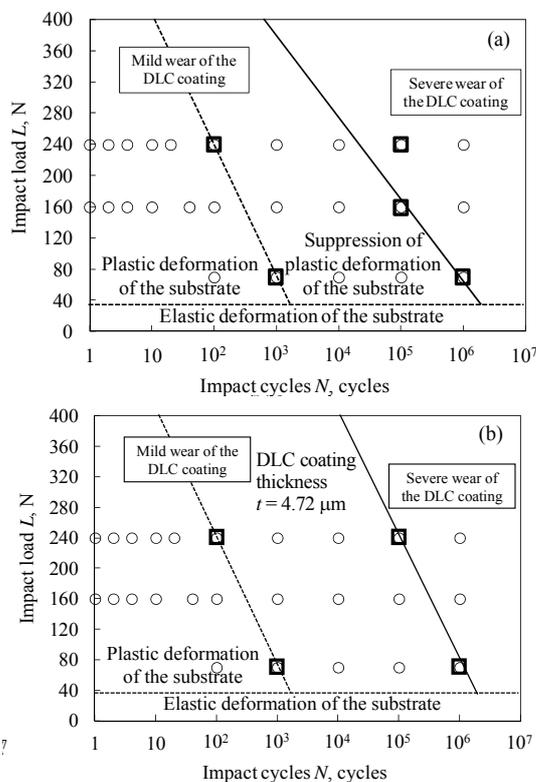


図 9 衝突回数及び衝突荷重におけるマイルド-シビア摩耗形態図 (a) 膜厚  $2.23 \mu\text{m}$ , (b) 膜厚  $4.72 \mu\text{m}$

DLC 膜の衝突摩耗開始条件を明らかにするため, クレータ直径と摩耗痕断面から得られる摩耗痕底部の円弧との比からひずみを算出し, ひずみと DLC 膜の衝突摩耗深さの関係を図 10 に示す. ひずみと衝突摩耗深さの関係はほぼ線形であることが明らかである. ひ

ずみが  $0.000058$  以上の領域では, 衝突摩耗深さが急激に増加していたことから, このひずみ以上の領域が DLC 膜の衝突摩耗遷移点であると考えられる.

次に DLC 膜のはく離の開始は, ひずみが  $0.00007$  以上であったことが SEM 観察から明らかとなった. DLC 膜のはく離は, 基板の塑性変形によって DLC 膜が基板に追従して変形し, DLC 膜内に引張力が働くために起こると考えられる. 図に示すように膜厚  $2.23$  及び  $2.92 \mu\text{m}$  の試験片はいずれも  $0.00007$  以上のひずみにおいてはく離が観察されていたのに対し, 膜厚  $4.72 \mu\text{m}$  の場合, ひずみが他の場合に比べて小さく, 膜内に発生する引張力が小さくなり, はく離が発生しなかったものと考えられる.

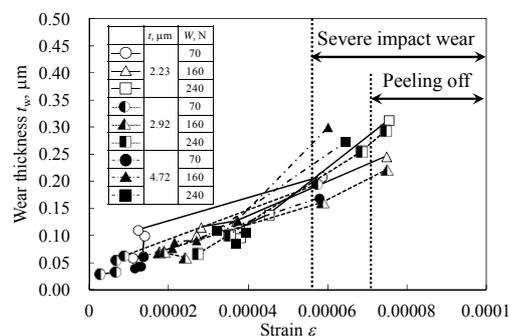


図 10 ひずみと摩耗深さの関係

以上の結果から DLC 膜に発生するひずみから摩耗深さを推定することが可能であることが示唆された.

#### <引用文献>

Wang, L., Su, J.F., and Nie, X., Surface and Coatings Technology, Vol. 205 (2010), pp.1599-1605.

Lawes, S.D.A., Hainsworth, S.V. and Fitzpatrick, M.E., Wear, Vol.268 (2010), pp.1303-1308.

Abdollah, M.F.B., Yamaguchi, Y., Akao, T., Inayoshi, N., Umehara, N. and Tokoroyama, T., Surface and Coatings Technology, Vol.205 (2010), pp.625-631.

Abdollah, M.F.B., Yamaguchi, Y., Akao, T., Inayoshi, N., Tokoroyama, T. and Umehara, N., Tribology Online, Vol.6, No.6 (2011), pp.257-264.

Abdollah, M.F.B., Yamaguchi, Y., Akao, T., Inayoshi, N., Miyamoto, N., Tokoroyama, T. and Umehara, N., Wear, Vol.274-275, (2012), pp.435-441.

Abdollah, M.F.B., Yamaguchi, Y., Akao, T., Inayoshi, N., Miyamoto, N., Tokoroyama, T. and Umehara, N., Tribology Online, Vol.7, No.3 (2012), pp.107-111.

## 5．主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 0 件)

〔学会発表〕(計 0 件)

〔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.gipc.akita-u.ac.jp/~tokoro/>

## 6．研究組織

### (1)研究代表者

野老山 貴行 (TOKOROYAMA Takayuki)

秋田大学・大学院理工学研究科・准教授

研究者番号：20432247