

## DLC 膜の二層化による摩擦特性への影響

徳田 祐樹<sup>\*1)</sup> 川口 雅弘<sup>\*2)</sup>

## Effect of bi-layered process on friction properties of DLC films

Yuuki Tokuta<sup>\*1)</sup>, Masahiro Kawaguchi<sup>\*2)</sup>

キーワード：トライボロジー，ダイヤモンドライクカーボン膜

Keywords：Tribology, Diamond-like carbon films

## 1. はじめに

近年，オイルレス摺動部材の摩擦低減のために，優れた摩擦特性を有する水素含有ダイヤモンド・ライク・カーボン (Diamond-like carbon; DLC) 膜が注目を集めている。水素含有 DLC 膜 (以下，DLC 膜) は  $sp^2$  結合と  $sp^3$  結合の炭素および，水素で構成されたアモルファス構造の炭素薄膜であり，高硬度・高耐摩耗性・低摩擦係数など優れた特性を有する。本稿では，オイルレス環境における DLC 膜の摩擦特性に及ぼす，「表面テクスチャ」と「膜構造の二層化」の影響について調査した結果を報告する。

## 2. 表面テクスチャによる DLC 膜の摩擦特性向上

我々は先行研究<sup>(1)</sup>において，DLC 膜の摩擦特性に及ぼす表面テクスチャ (表面凹凸) の影響について検討した。オイルレス環境にて，表面テクスチャの有無による摩擦係数の変化を比較した結果，「表面テクスチャなし」の DLC 膜は摩擦係数が約 0.17 であったのに対し，「表面テクスチャあり」の DLC 膜は約 0.10 であった。適切に表面テクスチャを付与する<sup>(1)</sup>ことで摩擦係数を低減することは可能であることを見出している。摩擦面に対する各種分析を行った結果，表面テクスチャなしと比較して，表面テクスチャありの DLC 膜では，グラファイト化 ( $sp^2$  結合の炭素が多い構造に変化) した摩耗粉が摩擦面に多く介在していることを確認した。以上より，図 1 の概略図に示すように，表面テクスチャを付与することで下記の効果が発現したと考えられる。

- ①表面凸部の直接接触による摩耗粉のグラファイト化
- ②表面凹部への摩耗粉の堆積 (トラップ) による，摺動界面への摩耗粉の安定供給

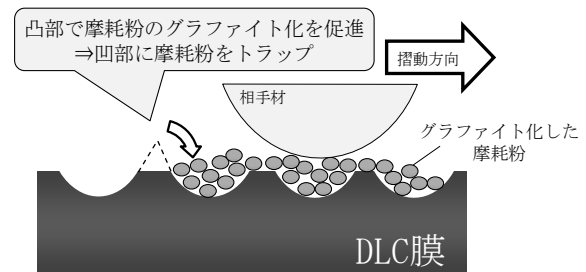


図 1. 表面テクスチャによる低摩擦化メカニズムの概略図

したがって，DLC 膜の摩耗粉の「グラファイト化」および「摺動界面への安定供給」が，摩擦特性の向上に寄与する因子と考えられた。

## 3. 二層化による DLC 膜の摩擦特性向上

本研究では，前述の「摩耗粉のグラファイト化」の発現について詳細に検討するために実験を行った。表面テクスチャを付与した基材表面に DLC を成膜し，さらにその膜表面にグラファイトライクな膜 ( $sp^2$  結合炭素の多い DLC 膜) を成膜した二層 DLC 膜を作製し，グラファイトライクな膜が摩擦特性に及ぼす影響について検討した。

基板材料として，高炭素クロム軸受鋼 (SUJ2) を用いた。重畳型イオン注入成膜装置 (PEKURIS，栗田製作所製)<sup>(2)</sup>により，印加電圧：5 kV，7 kV および 11 kV の条件で，各種 DLC 膜を作製した。DLC 膜の硬さは，ナノインデンテーション硬度試験機 (TI-950，HYSITRON 社製) で測定した。膜内炭素結合状態は，X 線光電子分光分析 (XPS) 装置 (QUANTERA，ULVAC-PHI 社製) で測定し， $sp^3/(sp^3+sp^2)$  比を算出した。各 DLC 膜の膜硬度および  $sp^3/(sp^3+sp^2)$  比を図 2 に示す。図より，成膜時の印加電圧の増加に伴い，膜内部の  $sp^3/(sp^3+sp^2)$  比および膜硬度が増加することがわかる。また印加電圧 5 kV の DLC 膜は，膜硬度， $sp^3/(sp^3+sp^2)$  比ともに低いことから，印加電圧 11 kV の DLC 膜と比較してグラファイトライクな膜と考えられる。本研究では，一層目は

印加電圧 11 kV で成膜し、二層目は印加電圧 5 kV で成膜した二層 DLC 膜に対して摩擦試験を行った。比較対象として、印加電圧 11 kV で単層 DLC 膜を製作し、同様の摩擦試験を行った。単層および二層 DLC 膜の摩擦試験結果を図 3 に示す。図より、摩擦試験終了時の単層 DLC 膜の摩擦係数は約 0.12 であるのに対し、二層 DLC 膜は約 0.08 であることから、最表面のグラファイトライクな膜は摩擦低減に寄与すると考えられる。

摩擦試験後の DLC 膜の摩擦面に対して、ラマン分光分析装置 (In Via Reflex, RENISHAW 社製) を用いて摩耗粉の構造を解析した。DLC 膜のラマン分光分析より得られるスペクトルは、Disorder 構造に起因した D ピーク、および Graphite 構造に起因した G ピークに分離した。得られた D ピークと G ピークの高さ強度比  $I_D/I_G$  を算出し、膜構造を解析した。単層 DLC 膜および二層 DLC 膜の摩擦面と、非摩擦面の  $I_D/I_G$  比を比較した結果を図 4 に示す。図より、単層および二層 DLC 膜ともに、非摩擦面と比較して摩擦面の  $I_D/I_G$  比は高いことがわかる。摩擦試験後における  $I_D/I_G$  比の増加は、DLC 膜構造のグラファイト化が進行することを示唆する<sup>(3)</sup>ことから、いずれの DLC 膜の摩擦面でも、グラファイト化した摩耗粉が存在すると考えられる。一方、非摩擦面の  $I_D/I_G$  比に対する摩擦面の  $I_D/I_G$  比の増加割合は、二層 DLC 膜の方が大きい (単層 DLC 膜で 10%、二層 DLC 膜で 23%) ことから、単層 DLC 膜と比較して、二層 DLC 膜の方が摩耗粉のグラファイト化が進行していると考えられる。

以上より、基材表面に同じ表面テクスチャを付与したにもかかわらず、単層 DLC 膜と比較して二層 DLC 膜の摩擦特性は向上した。表面にグラファイトライクな膜を形成することで、グラファイト化がより進行した摩耗粉が生成し、その潤滑効果により摩擦係数が低減したと考えられる。したがって、DLC 膜の摩擦特性の向上に対して、摩耗粉のグラファイト化とその促進が重要な因子の一つであると考えられる。

#### 4. まとめ

本研究では、二層化による DLC 膜の摩擦特性に及ぼす影響について検討した。その結果、表面にグラファイトライクな膜を形成することで摩擦係数が低減することを確認した。また、摩擦特性の向上に対して、摩耗粉のグラファイト化とその促進が重要な因子であることを見出した。

今後は当該研究により得られた知見を活用し、膜構造制御や異種元素の添加など、表面テクスチャ付 DLC 膜のさらなる低摩擦化を実現する手法について検討する。

#### 謝辞

本研究の遂行において、PBII&D 成膜装置による DLC 膜作製にご助力いただきました、株式会社フジメタル新規事業開発室の伊東隆氏、潮崎隆彦氏に厚く御礼申し上げます。

(平成 28 年 7 月 4 日受付, 平成 28 年 7 月 19 日再受付)

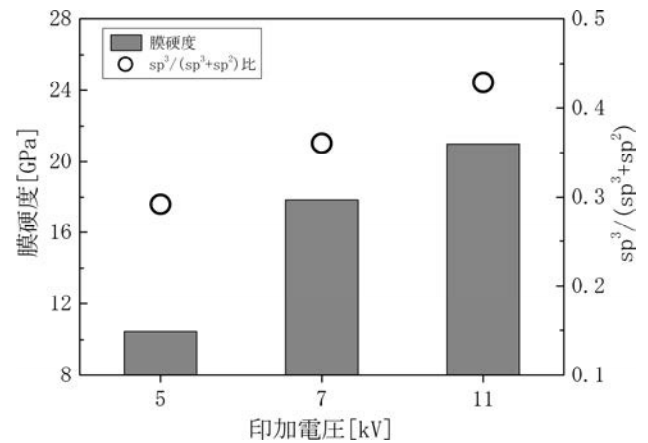


図 2. 印加電圧と膜硬度および  $sp^3/(sp^3+sp^2)$  の関係

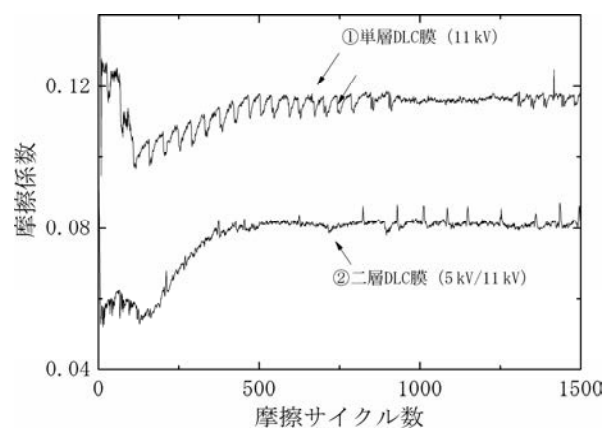


図 3. 単層 DLC 膜および二層 DLC 膜の摩擦挙動

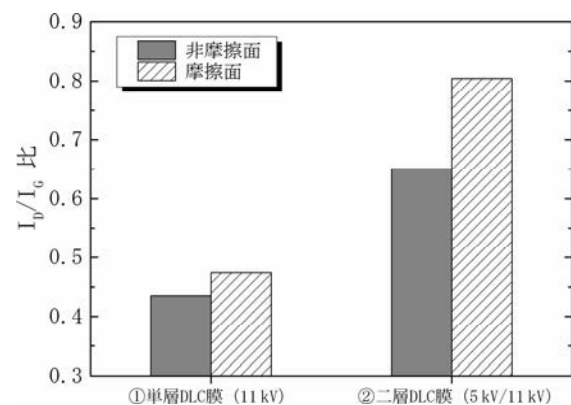


図 4. 摩擦面と非摩擦面の  $I_D/I_G$  比の比較

#### 文 献

- (1) Y. Tokuta, M. Kawaguchi, S. Sasaki: "Effects of Surface Texture for Improving Friction Properties of Hydrogenated Amorphous Carbon Films", Tribology Online, Vol.1.11, No.2, pp.203-208 (2016)
- (2) Y. Nishimura, M. Shinohara, Y. Sato "Development of Superimposed PBIID Equipment for Uniform and Superthick DLC Coatings", New Diamond and Frontier Carbon Technology, Vol.16, pp.29-54 (2006)
- (3) A.C. Ferrari, J. Robertson "Raman spectroscopy of amorphous, nanostructured, diamond-like carbon, and nanodiamond", The Royal Society, Vol.362, pp.2477-2512 (2004)