二硫化タングステン焼成膜の真空高温摩擦特性評価

高橋 綾香* 橋本 敬三

帝京大学航空宇宙工学科

J. Japan Inst. Met. Mater. Vol. 80, No. 4 (2016), pp. 289–296
© 2016 The Japan Institute of Metals and Materials

Evaluation of Frictional Properties of Tungsten Disulfide Bonded Films at High Temperature in Vacuum Environments

Ayaka Takahashi* and Keizo Hashimoto

Division of Integrated Science and Engineering, Graduate School of Science and Engineering, Teikyo University, Utsunomiya 320–8551

Spacecraft which is used in harsh environments, may also encounter different problems on the ground. To prevent any problems, many of the sliding portions of a spacecraft are subjected to lubrication processing. WS_2 solid lubricant coatings were fabricated by the heat treatment of a mixture of WS_2 powder and an additive. To simulate deployment friction, experiments were conducted using a pin-on-disk of a tribometer at elevated temperatures in vacuum. The WS_2 coatings were analyzed by Scanning electron microscope (SEM), Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) and Imaging plate x-ray diffraction (IPXRD) after friction tests. It was found that WS_2 coatings showed a high performance with a friction coefficient of less than 0.1 at room temperature. This low friction coefficient was attributed to the reorientation of the (002) plane parallel to the disk surface. According to XRD analysis, the WS_2 (002) plane has not been appeared in a virgin disk. At high temperature, WS_2 showed a low friction coefficient and it would had a sufficient lifetime up to 500°C. Although the initial friction coefficients were relatively high at elevated temperatures, friction coefficient at high temperature became the same as those at room temperatures. It can be rationalized that these WS_2 coatings showed a high friction coefficient because additional force is necessary to reorientation of the stable WS_2 aggregates. [doi:10.2320/jinstmet.JBW201502]

(Received October 15, 2015; Accepted January 13, 2016; Published March 11, 2016)

Keywords: solid lubricant, tribology, elevated temperature, vacuum environment, tungsten disulfide

1. はじめに

宇宙開発が始まって 50 年以上経過し、人類の生活は宇宙開発・宇宙産業と切り離せないものとなった。近年、地球軌道上での運用では比較的短い運用で用いられるマイクロサテライトの様な小型の人工衛星が身近になりつつある一方で、内外惑星への探査ミッションも盛んであり、より過酷な宇宙への進出計画も多く公表されている。宇宙機は ISS (国際宇宙ステーション) や RLV (宇宙往還機) を除き、打ち上げ後の保守や点検ができないため、一般的な宇宙機の開発では不具合の発生を抑える設計が要求される¹⁾。宇宙機の駆動部で特に留意すべきは真空中における凝着や固着という接合現象である。大気中では酸化膜が材料表面を保護しているため、厳密には金属の新生面同士が接触することはほとんど無いが、真空中では表面を保護する酸化膜が期待できず、真に金属の表面同士が接するため、凝着や固着が起きる可能性がある^{2,3)}。実際のミッションでもこれらの現象が原因とされる事例が報告されており⁴⁾、重要な駆動部に凝着や固着が生じた場合、ミッションの大幅な遅れや失敗につながることもあ

る。そして、莫大なコストや時間を要することに繋がる。

宇宙機駆動部の円滑な動きや凝着・固着を防ぐことを目的に、潤滑処理を施す方法がとられている。高真空や極温度環境下でも安定しているという長所を有した固体潤滑剤が宇宙用として多く採用されており、その代表例が二硫化モリブデン (MoS_2)、金 (Au)、ポリテトラフルオロエチレン (PTFE) である。しかし、内惑星；金星 (最高温度 464°C) あるいは水星 (最高温度 427°C) への地表における探査が計画された際、既存の固体潤滑剤では性能に不足が出ると考えられ、いずれはこれらの惑星温度に対応した潤滑剤が必要となる。内惑星地表面に到達しないミッションであっても、内惑星探査機や太陽近接観測機は航行中や軌道上において、高真空 100°C 以上の条件に曝されることもあり、真空高温でより優れた潤滑剤は常に求められている。

より優れた固体潤滑剤の候補として、宇宙用として実績がある MoS_2 よりも真空高温環境において優れた潤滑性能が知られている WS_2 が挙げられる⁵⁾。Fig. 1 は WS_2 や MoS_2 の摩擦メカニズムを示す結晶モデルである。 WS_2 は MoS_2 と同様の層状結晶構造 (2H 構造) に配向する性質を持ち、2H 構造になった際の硫黄原子 (S) と硫黄原子の間 (層間) の原子間力が弱く、層間が滑りやすい状態にあるため、潤滑剤として機能する。結晶構造が同じである WS_2 と MoS_2 の潤滑メ

* 帝京大学大学院博士研究員 (Post Doctor, Teikyo University)

Fig. 1 Crystal structure of WS_2 ^{11,12)}
Hexagonal $P6_3/mmc$ ($0.3154 \times 0.3154 \times 1.236 \text{ nm}^3$)

カニズムは類似していると推測され、潤滑性能の雰囲気依存性に関しても、両者は真空中や不活性ガス中での摩擦係数が低い傾向にあるが、湿潤環境では寿命が短くなる。以上の様に共通特性が多いが、 MoS_2 が天然鉱物から精製するのに対して WS_2 は反応によって工業的に精製するため品質管理がしやすく、純度が高いものが得られる。また、タングステンは融点が 3400°C に対してモリブデンは 2620°C である。ヤング率もタングステンが大きくさらにタングステンは金属中で弾性異方性の最も小さい金属として知られている。耐酸化特性においては MoS_2 が 350°C であるのに対し、 WS_2 は 425°C で酸化がおこるという報告⁶⁾があり、不活性ガス雰囲気中の高温における摩耗特性は WS_2 の方が優れているという報告がある⁷⁾。また、宇宙機への使用を検討するに当たり、潤滑剤から発生するアウトガスも検討課題の一つであるが、温度条件に対するアウトガス発生量は WS_2 の方が少ない⁸⁾。

以上のように WS_2 については既存の潤滑剤よりも優れた特性を有しているが、ナノ粒子 WS_2 ⁹⁾ やフラーレンライク WS_2 ¹⁰⁾ についての摩擦特性の報告はあるものの、真空雰囲気中による報告はほとんどされていない。また、摩擦メカニズムについても詳細な解明は行われていない。本研究は新たな宇宙用固体潤滑剤として WS_2 に着目し、真空高温環境で摩擦特性評価を行い、試験後の試料について各種分析を行い、 WS_2 の摩擦メカニズムについて提案を行う。

2. 試験試料および実験方法

2.1 試験試料

実用性が高い状態で WS_2 を評価するために、現在宇宙用として評価されている焼成被膜の作製条件を参考に、同一条

Table 1 Physical properties of WS_2 powder.

Grain size (μm)	0.94
Powder morphology circularity (%)	0.7~1
Vol (%) Organic specimen	30
Vol (%) Inorganic specimen	40

Fig. 2 Photographs of the coated disk specimens.
(A); Organic binder WS_2 Bonded film, (B); Inorganic binder WS_2 Bonded film.

Table 2 Specification of examined specimens.

Name	Lubricant	Binder	Base/Coating Method	thickness (μm)
A	WS_2	Organic; (PAI)	SUS316L/Bonded	10
B		Inorganic; (Na_2SiO_3)		

PAI; Polyamidoimide

件で WS_2 焼成膜を作製した。結合剤は主に真空用途では有機系結合材ポリアミドイミド (PAI)、高温用としては無機系結合材 (Na_2SiO_3) が実用化されており、これらの結合剤と WS_2 粉末を混練することにより潤滑剤となるスラリーを作製した。用いた粉末の物性値を Table 1 に示す。Fig. 2 に SUS316L ディスク ($\phi 40 \text{ mm} \times 8 \text{ mm}$) 上に成膜した WS_2 焼成膜を示す。成膜前処理として下地材の脱脂後にアルミナ # 220 粉末でブラスト加工した後に成膜を行う。成膜後 80°C で 20~30 分程度の予備乾燥を行い、焼成は大気中、温度 190°C で 60 分程度行った。各試料について色に大きな差はなく、膜厚は全て $10 \mu\text{m}$ とした。相手材として SUS316 ボール ($\phi 7.94 \text{ mm}$) を用いた。Table 2 に本実験で用いた試料 A, B の仕様を示す。

2.2 摩擦摩耗試験

2.2.1 往復動摩擦試験

結合剤の違いによる摩擦特性の違いを評価するために室温真空中における摩擦摩耗試験データを取得した。試験装置は潤滑剤の評価用として一般的であるピンオンディスク摩擦摩耗試験機を使用し、室温真空環境でのシステム駆動として多い往復駆動を模擬するために往復動式 (Fig. 3) にて摩擦試験を行った。この試験機は真空チャンバー内部にあるステージが往復運動装置と繋がっており、ステージを駆動させることによって試験を行う。試験速度は 10 mm/s で、ピンを固定す

Fig. 3 Diagrams of the reciprocating tribological test apparatus.

Table 3 Reciprocating tribology test conditions.	
Load (N)	10
Number of friction	100,000
Environment (Pa)	$\geq 10^{-5}$
Temperature (°C)	RT
Sliding speed (m/s)	0.01

る軸は二つの滑車を介して、錘が吊り下げられるようになっており、ピンの対面側の軸を上方向へ持ち上げる事ができ、ピン側が下方向に押しつけられる仕組みである。吊り下げる錘の質量で荷重を調節する。また、真空試験を行う場合はターボ分子ポンプを用いて地球周回衛星が多く運用されている軌道と同程度の真空度である約 10^{-5} Pa までチャンパー内を排気し、高真空環境を保持した。試験条件を Table 3 に示す。

2.2.2 真空高温摩擦試験

往復動式摩擦試験での結果を基に、その中から優れた特性を示した潤滑剤について高温真空摩擦試験を行った。宇宙機器の駆動では回転駆動を行うシステムも多く高荷重における性能を知る必要があると考えたため、高温摩擦試験では回転式の摩擦試験機 (Fig. 4) を用いて、30 N 荷重にて摩擦特性評価を行った。回転式も往復動と同じくピンオンディスク式にて試験を行うが、回転機構の場合、速度を要する場合もあるため、速度は 0.5 m/s とした。回転試験機は真空チャンパー内部に設置されているモリブデンヒーターによってディスクの温度調整が可能のため、高温における温度調整が可能である。高温摩擦の試験条件を Table 4 に示す。回転式摩擦試験機を用いた試験は真空 300°C、真空 400°C、真空 500°C において試験を行なった。試料温度が所定の温度で 1 時間以上安定したことを確認した後、実験を開始した。

2.3 摩擦部の観察

真空摩擦摩耗試験後の試料は、チャンパー内に大気を導入し、ボールとディスクを取り出した。ボールとディスクは光学顕微鏡観察、表面あらさ測定、走査型電子顕微鏡 (SEM) による観察、EDS 元素分析を行った。さらにボールとディスクの結晶構造解析を行うため、摩耗痕部分と非摩耗部を X 線回折 (XRD) で観察した。リガク製 RINT RAPID II (イメージングプレート X 線回折装置) を用い、加速電圧 40 kV、30 mA の CuK α 線を用いた。X 線は直径 0.1 mm のコリメータを通過し、摩耗痕中央部に照射されるように、CCD カメラで拡大観察しながら試料位置を調整した。CCD カメ

Fig. 4 Diagrams of the rotary tribological test apparatus.

Table 4 High temperature wear test conditions.	
Load (N)	30
Number of rotation	Until life time
Environment (Pa)	$\geq 10^{-5}$
Temperature (°C)	300, 400, 500
Sliding speed (m/s)	0.1

Fig. 5 Positional relationship of IPXRD sample stage and imaging plate.

ラの光学系と X 線の光学系が一致しているため、摩耗痕からの二次元回折パターンを取得できる。ディスク試料は試料サイズが大きいため、 ω 軸 20° (固定)、 ϕ 軸 0° (固定) の条件で行った。従って、摩耗痕からの特定方向の回折図形を二次元回折パターンとして取得することができる。測定試料と

X線コリメータ, イメージングプレート的位置関係を Fig. 5 に示す. X線コリメータから入る入射 X 線に対して測定試料は 45° に固定したステージ上で測定を行った.

3. 室温真空摩擦試験結果

3.1 摩擦試験結果と SEM 及び EDS 分析

Fig. 6 に (A); PAI+WS₂ 焼成膜【有機系結合材 (PAI) を使用した WS₂ 焼成膜】, (B); Na₂SiO₃+WS₂ 焼成膜【無機系結合材 (Na₂SiO₃) を使用した WS₂ 焼成膜】の真空往復動摩擦試験結果を示す. PAI+WS₂ 焼成膜の試験結果は試験開始から摩擦回数 40000 回まで徐々に摩擦係数が上昇し, 摩擦係数 0.08 に達し, 試験終了時の摩擦係数は 0.07 程度であった. Na₂SiO₃+WS₂ 焼成膜の摩擦係数推移も PAI+WS₂ と類似の傾向を示し, 試験初期に 0.01 と低い摩擦係数を示すが, 試験の半ばで一度上昇し, その後試験終了時に再び上昇した. 試験終了時の摩擦係数は 0.06 であった. どちらも固体潤滑剤として十分な性能を示したが, 摩擦係数の低さや安定性は Na₂SiO₃+WS₂ の方が優れていた.

試験終了後の顕微鏡観察写真と表面あらさ計測の結果を Fig. 7 に示す. ディスク側の顕微鏡写真と表面あらさ計測結果から被膜の摩耗状態を確認すると, (A) の PAI+WS₂ 焼成膜は広く深く摩耗していることがわかる. PAI+WS₂ 焼成膜に対して (B) の Na₂SiO₃+WS₂ 焼成膜は大きな損傷はなく摩耗幅も深さも (A) に比較して小さいことがわかる. ボールの顕微鏡写真からは, ボールの中央部にディスク側から移着したと思われる潤滑剤の存在が確認できる. この潤滑膜は移着膜と呼ばれ, 移着膜の状態もディスク側と同じく PAI+WS₂ の方が大きいことがわかる. 移着膜の形成は潤滑剤にとって大変重要であり, 互いの摩擦面には双方の物質が互いに付着している可能性があるため, 顕微鏡写真だけでは区

Fig. 6 The friction coefficient as a function of number of friction for the bonded films in a vacuum. (A); Organic binder WS₂ bonded film, (B); Inorganic WS₂ bonded film.

別することできない摩耗面の状態を知るために, 走査型電子顕微鏡 (SEM: Scanning electron microscope) による表面観察, およびエネルギー分散 X 線分光法 (EDS: Energy dispersive X-ray spectrometry) を用いた元素分析を行った. SEM 観察結果と同一視野の元素マッピングの結果を Fig. 8 に示す. PAI+WS₂ 焼成膜試料の場合, ボールに W 成分が広く移着しているが, ディスク側の W 成分は破断することなく十分に残っている. ただし, Fe 成分の検出が僅かながら確認できることから, 摩耗して被膜が薄くなっており, 破断へと近づいていると言える. Na₂SiO₃+WS₂ 焼成膜試料においても同様に W のボール側への移着とディスク上の W が観察された. ボールの移着量としては, Na₂SiO₃+WS₂ 焼成膜の方が少なく, ディスク側の Fe 成分の検出がみられないことから, 摩擦回数 100,000 の時点で PAI+WS₂ よりも Na₂SiO₃+WS₂ 焼成膜の方がディスク面に残存する WS₂ 潤滑剤の量が多いことが推測できる.

3.2 XRD 解析

摩擦係数の傾向や摩耗状態に差があるが, 両者とも摩擦係数 0.1 以下という固体潤滑剤として極めて低い値を示した. WS₂ は Fig. 1 に示すように結晶構造が層状であり, 硫黄の原子層と硫黄の原子層, すなわち (002) 面で滑ることによって優れた潤滑性能を示す. しかし, 成膜段階では WS₂ 粒子は多結晶で粒子内に層状構造がランダムな方向に存在していると考えられる. 摩擦する事によって, 滑りやすい面が配向し, 接触面の滑りを助ける構造になる⁹⁾. よって, 低摩擦係数のメカニズムを明らかにするために XRD 解析を行った.

Fig. 9 に PAI+WS₂ 焼成膜の XRD 二次元回折結果を示

Fig. 7 Surface morphologies of pin and disk after the friction tests. (Upper: Ball surface, Lower: Disk surface) (A); Organic binder WS₂ bonded film, (B); Inorganic WS₂ bonded film.

Fig. 8 SEM micrographs and EDS mappings of the surfaces of the bonded films after the friction tests. (A): Organic binder WS_2 bonded film, (B): Inorganic binder WS_2 bonded film.

(A) Organic binder

Fig. 9 X-ray Debye-ring patterns from the wear point and non-wear point on organic bonded films. (a) Non-wear point, (b) Wear point, (c) Intensity profile against β angle from wear point.

(B) Inorganic binder

Fig. 10 X-ray Debye-ring patterns from the wear point and non-wear point on inorganic bonded films. (a) Non-wear point, (b) Wear point, (c) Intensity profile against β angle from wear point.

す. a : 非摩耗部の2次元回折像, b : 摩耗部の2次元回折像, c : bにおいて(002)面の回折ピークが検出されている回折角(14.36°)で360°回転させた β 角に対する強度分布を示した結果である. PAI+ WS_2 焼成膜と同様に $Na_2SiO_3+WS_2$ 焼成膜のXRD解析結果をFig. 10に示す. どちらの結果も滑り面を示す(002)面の回折角が非摩耗部では検出されず摩耗部からのみ検出されたことから, 成膜直後は(002)面がラ

ンダムな配向をとっていたが, 摩擦させることによって(002)面が揃い, 潤滑剤として機能することが明らかとなった. また, (002)面の β 回折角は, XRDの試料ステージの固定角度である45°[$=315^\circ$]にピークが存在していることから, (002)面はディスク試料面と平行に配列していることが明らかになった.

4. 高温真空摩擦試験結果

4.1 摩擦試験結果

室温真空摩擦試験の結果から、 $\text{Na}_2\text{SiO}_3 + \text{WS}_2$ 焼成膜の方が摩擦係数および摩擦試験後の摩耗状態が優れた特性を示したため、高温真空摩擦試験では $\text{Na}_2\text{SiO}_3 + \text{WS}_2$ 焼成膜について実験を行った。Fig. 11 に $\text{Na}_2\text{SiO}_3 + \text{WS}_2$ 焼成膜の真空高温回転摩擦試験結果を示す。Fig. 11(a) は 300°C における摩擦係数の推移である。最大摩擦係数 0.25 で最低摩擦係数が 0.04 で、摩擦回数 8,800 回を超えたところで、摩擦係数が上昇し試験を終了した。寿命直前の摩擦係数が一番低い結果となった。Fig. 11(b) は 400°C における摩擦係数の推移である。試験開始直度の摩擦係数が 0.2 を超えたが、摩擦回数 250 回から 1,000 回の間で摩擦係数が下がり、試験後半では摩擦係数が 0.05 に達するまで下がり、摩擦回数約 1800 回で摩擦係数が上昇し試験を終了した。Fig. 11(c) は 500°C における摩擦係数推移である。試験開始から終了まで摩擦係数 0.07 を維持した状態で、摩擦回数 900 回を超えたところで試験を終了した。 WS_2 焼成膜は試験開始後に摩擦係数が 0.15 を超え、その後は摩擦係数 0.07 まで下がり安定していたが、再び摩擦係数が上昇、そして低下を繰り返し、摩擦回数 1800 回を超えたところで試験を終了した。最低摩擦係数は 0.05 であった。

400°C や 500°C の場合と比較し、 300°C における寿命が明

Fig. 11 The friction coefficient as a function of number of rotation for the inorganic binder WS_2 bonded films in a vacuum. (a) 300°C , (b) 400°C , (c) 500°C .

らかに長かったが、最低摩擦係数も最高摩擦係数も温度条件による差はなかった。また、 400°C と 500°C の比較では両者に差が見られなかった。

4.2 XRD 解析

室温における摩擦試験では、摩擦前半での摩擦係数が極めて低く、回数を重ねることによって、摩擦係数が 0.05 まで高くなった。それに対して、高温摩擦試験では試験初期の摩擦係数が 0.15~0.2 まで上昇し、摩擦を重ね寿命直前に摩擦係数が 0.05 に下がる傾向にあった。このような差が生じた理由を解明するために、非摩耗部と摩耗部の X 線回折を行い、3.2 項のときと同様に結晶状態の比較を行った。

回折結果を Fig. 12 に示す。Fig. 12 は Fig. 10 とは異なり、摩耗部だけでなく非摩耗部においても (002) 面の存在を示すデバイシェラーリングが確認できる。摩耗部においては (002) 面に集合組織化した回折像が得られた。室温試験試料と 500°C 試験試料の (002) 面の状態は厳密には同じ状態にはない可能性があるため、両温度条件における非摩耗部と摩耗部の回折像の濃淡の変化について考察を行う。

5. 考 察

摩耗部は試験終了時もしくは試験終了直前の状態だと考えられるため、摩擦係数 0.05 の状態を示す。非摩耗部は温度による影響のみ受けた状態であり、摩擦試験前の状態を示している。Fig. 12 の画像や Fig. 9 および Fig. 10 で示した β 回折像のピーク値を直接比較することは意味を持たないため、(002) 面に交わり、さらに強い回折強度を示す (103) 面のピーク値との比を計算し、(002) ピークの相対比として定量化した。各被膜の (103) 面を 100 とした際に計算される相対比は、完全な 2H 構造の結晶の場合 1.84 となる。非摩耗部および摩耗部の (002) 面の相対比を Fig. 13 に示す。 500°C 摩擦試験後試料の非摩耗部の (002) 面相対比は 0.1、摩耗部の (002) 面相対比は 0.25 であり、摩擦によって (002) 面の形成が促されるという結果になった。Fig. 13 に示すように、室温状態における非摩耗部は (002) 面が検出されない状態であることに対して、 500°C に曝された試料の X 線回折像は、摩擦前の段階で (002) 面を示すデバイシェラーリングの

Fig. 12 X-ray diffraction patterns from the non-wear point and the wear point on the inorganic binder WS_2 bonded films tested at 500°C . (a) Non-wear point, (b) Wear point.

存在が確認できる．これは高温に曝されることで原子拡散が起こり，原子がより安定状態へと動いたために再結晶化が起こり，摩擦メカニズムにおいて重要な(002)面がより明確に表れたものと考えられる．Fig. 13の結果から推測できる結晶状態について，各温度条件に対する摩擦前および摩擦後の様子をFig. 14に示す．

室温および高温環境の摩耗部に関して(002)面の相対比と摩擦係数の比較を行うと，(002)面の相対比は室温および高温ともに0.25であり，摩擦試験終了時の摩擦係数も室温および高温ともに0.05~0.06であった．以上の結果から，温度条件に関わらず試験終了時における結晶の配向性は類似した状態になっていると考えられる．続いて，差が生じた室温および高温環境の非摩耗部について比較を行うと，(002)面の相対比が少ない場合に摩擦係数が低く，(002)面の相対比が多い場合には初期の摩擦係数が高いという，(002)面の存在が低摩擦メカニズムとされていた従来の WS_2 潤滑メカニズムでは説明できない現象が明らかとなった．

摩擦前に(002)面が現れているということは， WS_2 の微細結晶が集合し再結晶化しているために，微細結晶状態の時よりも安定し，大きな抵抗が生じているものと考えられる．硫

Fig. 13 X-ray diffraction intensity ratio between (002) plane and (103) plane indicates degree of planer perfection at the inorganic binder of RT and the inorganic binder of 500°C and, in wear and non-wear regions of WS_2 bonded films.

Fig. 14 Images of WS_2 crystalline state in each conditions. (a) non-wear point at RT, (b) wear point at RT, (c) non-wear point at 500°C, (d) wear point at 500°C.

黄原子間の結合弱さを利用した潤滑剤である WS_2 において，摩擦初期の段階で再結晶化した WS_2 の(002)面がランダムに配向している場合，当然摩擦係数が高くなる．一方，再結晶化前の場合，硫黄原子間の結合力は再結晶化後の状態よりも弱く， WS_2 微細結晶が低摩擦係数で回転，平行移動することが可能なため，摩擦係数は低くなる．バインダーは WS_2 結晶を保持する働きのみで， WS_2 焼成膜が低摩擦係数を示すメカニズムは， WS_2 の(002)面が摩擦面に平行に配向するためであると結論できる．

6. 結 論

本研究は WS_2 固体潤滑の可能性を検討するために，既に宇宙用として実績がある焼成膜を基準として，これらと同一の粒径，配合比を持ち，同一の成膜方法で成膜した WS_2 試料を作製し，室温真空および高温真空環境にて摩擦試験を行い，試験後の状態について二次元X線回折を行った．摩擦係数の値と結晶状態の関係性について，次のことが明らかとなった．

(1) $Na_2SiO_3 + WS_2$ 焼成膜は PAI + WS_2 焼成膜よりも摩擦係数の推移が安定しており，低摩擦係数であった．また，摩擦回数 100,000 における最大摩擦係数は 0.06 と極めて低い値を示した．

(2) WS_2 が低摩擦係数を示すメカニズムは(002)面が摩擦面に平行に配向することによって滑りやすくなったためである．摩擦前に再結晶化によってランダムな(002)面が現れている場合，安定に近い状態であり硫黄間の原子間力が働いているので，抵抗によって初期の摩擦係数高くなる．

(3) 摩擦前に(002)面が微細結晶としてバインダー中に存在する場合，硫黄間の原子間力が弱いため初期の摩擦係数は低い．

(4) 摩擦を繰り返し，類似の結晶状態になった場合，温度条件に関係なく室温においても 500°C においても摩擦係数は近い値を示す．

本研究を進めるに際し，宇宙航空研究開発機構(JAXA)のご協力の下，真空摩擦試験を行うことができました．焼成膜については株式会社川邑研究所より提供された試料を用いました．

文 献

- 1) M. Sakata et al.: *Materials for Space Technology*, ed. by Materials Science Society of JAPAN, (SHOKABO TOKYO, 1991) p. 1.
- 2) C. E. Moeller and M. C. Noland: *Asle Trans.* **10**(1967) 146-157.
- 3) F. S. Gregory, C. K. Manoj, S. B. George and W. M. George: *Science*, **253**, No. **5021**(1991) 776-778.
- 4) Y. Fujimori and M. Nishimura: *Tribologist* **36**(1991) 181-188.
- 5) W. A. Brainard: The thermal stability and friction for the disulfides, diselenides, and ditellurides of molybdenum and tungsten in vacuum: NASA Technical note NASA TN D-5141 (1969).
- 6) M. Nishimura et al.: *Shinban-Kotaijyunkatsu Handbook*, ed. by Shadanhojin - Nihon tribology Gakkai Kotaijyunkatsu Kennkyukai, (YOKENDO, 2010) p. 163.
- 7) B. Bhushan: *Modern Tribology Handbook*, (Chapter22, 2000) pp.

- 787
- 8) P. M. Magie: *A review of the properties and potentials of the new heavy metal derivative solid lubricant*, (Lub Eng, 1966) pp. 262–269
- 9) M. Ratoi, V. B. Niste, J. Walker and J. Zekonyte: Tribol Letters, DOI [10.1007/s11249-013-0195-x](https://doi.org/10.1007/s11249-013-0195-x), 2013.
- 10) F. Gustavsson, F. Svahn, U. Bexell and S. Jacobson: Surf. Coat. Technol. **232**(2013) 616–626.
- 11) S. Prasad and J. Zabinski: Nature **387**(1997) 761–763.
- 12) V. L. Kalikhman: Izv. Akad. Nauk SSSR, Neorg. Mater. **19**(1983) 1060.