研究速報

Si薄膜の蒸着とイオン照射によるセラミックス
のトライボロジー特性の改善

(株) 豊田中央研究所 神崎昌郎 野田正治 土井晴夫 上垣外修己

Masao Kohzaki, Shoji Noda, Haruo Doi and Osami Kamigaito : Improvement of The Tribological Properties of Ceramics by Si Film Deposition and Ion Irradiation.

We studied the tribological properties of surface modified SiC ceramics with a pin-on-disk friction and wear tester in an ambient atmosphere without oil lubrication. The friction coefficient between Si film deposited SiC(Si/SiC) and a diamond pin was about 0.05, which was smaller than one half of that between SiC and a diamond pin. The low friction state of Si/SiC lasted for 40 hours when the Si/SiC was irradiated with Ar⁺ ions. Ar⁺ ion irradiation was also effective for reducing the wear. Effectively no wear was detected in Si/SiC irradiated to the dose over 5×10^{15} ions/cm².

(Received August 17,1988)

1. 緒 言

セラミックスは高強度、高硬度、化学的に安定である等の優れた特性を持っている。これらの特性を生かし、構造用部材として様々な分野に用いられるようになってきた。その一つが工具やガイド部を含む摩擦摩耗面への適用である。特に、金属を用いるのが困難な高温条件下や腐食性環境下におけるしゅう動部材としてセラミックスの適用が検討されている。しかし、現在のところ必ずしも期待された結果は得られていない¹⁾。

トライボロジー特性は材料表面の機械的及び化学的性質の影響を強く受ける。したがって、適当な表面改質を施せばセラミックスのトライボロジー特性を改善できると期待される。我々は SiC焼結体にNb薄膜を蒸着し、イオン照射することによりダイヤモンドピンとの摩擦係数が低下し、耐摩耗性が著しく向上することを報告した²⁾。今回、SiC焼結体上にSi薄膜を形成し、Ar⁺イオン照射した試料とダイヤモンドピンとのトライボロジー特性を室温・大気中・無潤滑下で評価したので報告する。

2. 実験方法

京セラ製 SiC焼結体をRz $\sim$ 0.1 μ mまで研磨し、洗浄乾燥後、真空蒸着法により厚さ0.1 μ mのSi薄膜を形成した。蒸着時の圧力は 1×10^{-6} torr、温度は300 $^{\circ}$ Cに制御した。Si薄膜を蒸着した SiC (以後Si/SiCと記す) の半分に Ar⁺イオンを照射し、残り半分は未照射のままとした。イオン照射時のエネルギーは130 keV に設定した。130 keV Ar⁺イオンのSi中での投影飛程は0.12 μ mと見積もられる³⁾。Ar⁺イオン照射によって生じる照射損傷もガウス分布し、投影飛程より浅い深さ約0.1 μ m付近にそのピークが生じると考えられる⁴⁾。この場合はSi薄膜と SiC基板の界面で原子拡散が

Table 1 Condition of pin-on-disk friction and wear test.

Pin diamond (3 mmR radius)	
rotational speed	85 rpm
rotational radius	3 $\sim$ 5 mm
normal load (contact pressure)	200, 500, 1000 gf (1.0, 1.4, 1.8 GPa)
sliding time	40 hours
ambient atmosphere, no lubrication	

効率的に生じ、原子混合層が形成されると期待される。イオンビーム電流密度は $2 \sim 3 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ 、イオン照射量は $1 \times 10^{15} \sim 1 \times 10^{17} \text{ ions}/\text{cm}^2$ の範囲で変化させた。尚、イオン照射時に温度制御は行なわなかった。

トライボロジー特性の評価は室温・大気中・無潤滑下でのピンオンディスク式摩擦摩耗試験により行なった。ピンには鏡面研磨した先端径 3mmR のダイヤモンドを用いた。ピンが Ar^+ イオン照射部と未照射部のどちらをも通るように試料をセットした。ピンオンディスク試験時の条件をTable 1 に示した。摩擦試験後の試料について表面粗さ計により摩耗痕形状を測定し、SEMにより摩耗痕を観察した。また、イオン照射前後の界面状態の変化をAES分析法により調べた。

3. 結果

3-1) 摩擦係数

ダイヤモンドピンとSi/SiCの摩擦係数は0.05程度とSiC単体の摩擦係数に比べ $1/2$ 以下になった。また、Si/SiCの低摩擦状態は Ar^+ イオン照射することにより試験40時間にわたり保持された。尚、今回の実験では40時間にわたる試験中にイオン照射部と未照射部とで摩擦係数はほぼ同じであった。これは後で述べるように、試験40時間中にSi薄膜の剥離が見られないイオン照射部からSiがダイヤモンドピンに付着し運ばれることにより、薄膜が剥離してしまっている未照射部でも摩擦係数が小さかったものと考えられる。

3-2) 摩耗量

表面粗さ計により測定したピンオンディスク試験40時間後のSi/SiC及び Ar^+ イオン照射Si/SiCの摩耗痕形状を図1に示した。また、摩耗痕形状より求めた摩耗痕の深さを垂直荷重に対しプロットし、図2に示した。SiC、Si/SiCとも垂直荷重の増加とともに摩耗量は多くなった。Si/SiCではSi薄膜が剥離し摩耗痕の深さは $0.5 \mu\text{m}$ 以上あるが、摩耗量はSiCの $1/6 \sim 1/7$ に減少した。さらに $5 \times 10^{15} \text{ ions}/\text{cm}^2$ 以上 Ar^+ イオン照射したSi/SiCでは耐摩耗性の向上は著しく、 $2 \times 10^{16} \text{ ions}/\text{cm}^2$ 以上照射した試料では荷重1000gfの場合でもほとんど摩耗しなかった。逆に $0.2 \mu\text{m}$ 程度の盛り上がりが観察された場合があった。また、わずかではあるが荷重増加とともに、盛り上がりの高さは高くなる傾向にあった。薄膜の厚さが $0.1 \mu\text{m}$ であることを考えると、 $0.2 \mu\text{m}$ の盛り上がりはかなり大きな量である。原因は不明だが、フッ酸などでエッチングするとこの盛り上がりの部分だけがエッチングされるので、吸着層及び酸化層の形成によると推測される。また、イオン照射により発生した応力が摩擦中に解放され、体積膨張したことが一因かもしれない。

図3に $\text{Ar}^+ 2 \times 10^{16} \text{ ions}/\text{cm}^2$ 照射部-未照射部境界

Fig.1 Cross-sectional profiles of wear tracks of Si/SiC and Ar^+ ion-irradiated Si/SiC after 40 hours' friction test.

Fig.2 Depth of wear tracks of SiC, Si/SiC and Ar^+ ion-irradiated Si/SiC after 40 hours' friction test.

付近の試験40時間後の摩耗痕(荷重500gf)のSEM像を示した。写真上部のイオン照射部ではSi薄膜の剥離は見られずほとんど摩耗していないが、未照射部ではSi薄膜は剥離し基板のSiCも摩耗していた。また、その境界も極めて明瞭であり、イオン照射によるSi/SiCの耐摩耗性の向上を顕著に示している。

3-3) 薄膜及び摩耗痕の特性

AES分析より求めた未照射、 $\text{Ar}^+ 5 \times 10^{15}$ ions/cm² 照射及び $\text{Ar}^+ 1 \times 10^{17}$ ions/cm² 照射 Si/SiCの元素の深さ方向の分布を図4に示した。未照射のSi/SiCと 5×10^{15} ions/cm² 照射Si/SiCでは元素の分布に大きな違いはなかった。しかし、イオン照射Si/SiCのSi薄膜と SiC基板の界面でわずかに原子の相互拡散(原子混合)が誘起されていることがわかる。この原子拡散層の形成によりSi薄膜の基板に対する付着力が向上し、摩擦試験中に剥離しにくくなったと考えられる。しかし、図1に示

Fig.3 SEM image of the wear track on Si/SiC in the vicinity of the $\text{Ar}^+ 2 \times 10^{16}$ ions/cm² irradiated and unirradiated area tested with a normal load of 500 gf for 40 hours.

Fig.4 Elemental depth profiles obtained by AES analysis : (a) Si/SiC, (b) Si/SiC irradiated with Ar^+ to a dose of 5×10^{15} ions/cm², (c) Si/SiC irradiated with Ar^+ to a dose of 1×10^{17} ions/cm².

したように 5×10^{15} ions/cm² 照射したSi/SiCは、荷重1000gfで摩擦試験をした場合、Si薄膜は剥離していた。すなわち、 5×10^{15} ions/cm² 程度の照射量で形成される拡散層では十分な付着力が付与されなかったと言える。他方、 1×10^{17} ions/cm² 照射したSi/SiCでは図4(c) からわかるようになり厚い拡散層が形成されている。そのため付着力の向上が著しく、荷重1000gfで摩擦試験を行なってもSi薄膜が剥離せず、耐摩耗性が向上したと推測される。

4. 結 論

Siを真空蒸着した SiC(Si/SiC)及びSi薄膜を通し Ar⁺イオン照射したSi/SiCの室温・大気中・無潤滑状態でのトライボロジー特性をダイヤモンドピンを用いたピンオンディスク式摩擦摩耗試験により評価した。

(1) ダイヤモンドピンとSi/SiCの摩擦係数は0.05と SiC単体の摩擦係数の 1/2以下であった。また、Ar⁺イオン照射により低摩擦状態が試験40時間にわたり保持された。

(2) Siを蒸着することにより SiCの摩耗量は 1/6~1/7 に減少した。さらに、Ar⁺イオン照射により耐摩耗性は向上し、 5×10^{15} ions/cm² 以上照射した試料ではほとんど摩耗しなかった。

文 献

- 1) C.S.Yust and F.J.Carignan : ASLE Trans., 28(1985),245.
- 2) 神崎、野田、土井、上垣外：粉体および粉末冶金, 35(1988),174.
- 3) A.F.Burenkov, F.F.Komarov, M.A.Kumakhov and M.M.Temkin : Tables of ion implantation spatial distributions, (1986).
- 4) Y.Kido, I.Konomi, M.Kakeno, K.Yamada, K.Dohmae and J.Kawamoto : Nucl. Instrum. Methods, Phys. Res., B15(1986),42.