615 異なる炭化水素により作製した DLC 膜のトライボロジー特性

Tribological Properties of DLC Films Deposited Using Various Hydrocarbons

○ 西堀 隆之 (茨城大院) 正 田中 章浩 (産総研)
正 前川 克廣 (茨城大) 正 林 照剛 (茨城大)

Takayuki Nishibori, Ibaraki University, Hitachi, Ibaraki
Akihiro Tanaka, AIST, Tsukuba Central, Ibaraki
Katsuhiro Maekawa, Ibaraki University, Hitachi, Ibaraki
Terutake Hayashi, Ibaraki University, Hitachi, Ibaraki

DLC (Diamond-like carbon) films were deposited by a plasma CVD method using various hydrocarbons. The friction and wear test was carried out changing sliding speed, normal load and relative humidity. The wear track and debris were observed by optical microscope and SEM. The friction coefficient of DLC films had a tendency to increase in high humidity and the specific wear rate of DLC films decreased in high humidity. The fold pattern was observed on the friction surface of DLC film especially in high humidity test. The features of debris on DLC films varied by changing humidity. The friction and wear properties of DLC films deposited by various hydrocarbons had no obvious difference.

Key words: DLC film, Friction, Wear, Hydrocarbon, CVD

1. 緒言

近年、すべり面などでの接触部の摩擦損失の低減、耐摩耗性の向上による部品寿命の増大などの観点から、ダイヤモンドカーボン(DLC)膜が注目されている。DLC 膜はダイヤモンドと同様の sp^3 結合を有するカーボンとグラファイトと同様の sp^2 結合を有するカーボンとが混在しており、優れた低摩擦係数、耐摩耗性、化学的安定性等の特徴をもつ¹⁾。

前報ではプラズマ CVD 法とイオンビーム蒸着法の 2 種類で DLC 膜を作製し、雰囲気湿度の摩擦係数への影響を調べた²⁾。しかし、成膜プロセスが異なることによる DLC 膜の諸特性への影響は複雑であると考えられる。そこで本研究では成膜プロセスをプラズマ CVD 法で統一し、3 種類の炭化水素ガスから DLC 膜を作製した。それら DLC 膜の摩擦・摩耗特性を雰囲気湿度、負荷荷重、すべり速度を変えて調べた。特に原料ガスの違いの雰囲気湿度への影響について注目した。本報では、それらに関してこれまでに得られた結果を報告する。

2. 実験方法

2.1 DLC の作製

DLC 膜の作製には、熱電子励起型プラズマ CVD 装置を用いた。基板には Si ウェハを用いた。Ar イオン衝撃により基板をクリーニングした後、原料ガスとして CH_4 、 C_2H_6 、 C_6H_6 を用いて、バイアス電圧 -1.5kV で 3 種類の DLC 膜を作成した。なお、作製した DLC 膜の厚さは、 CH_4 による膜では 420nm、 C_2H_6 による膜では 450nm、 C_6H_6 による膜では 400nm であった。膜の硬さは、 CH_4 による膜では 18GPa、 C_2H_6 による膜では 27GPa、 C_6H_6 による膜では 28GPa であった。DLC 膜に含まれる水素の含有量は、それぞれ CH_4 による膜では 29at.%、 C_2H_6 による膜では 24at.%、 C_6H_6 による膜では 22.5at.% であった。また表面平均粗さは CH_4 による膜では 0.6nm、 C_2H_6 による膜では 0.5nm、 C_6H_6 による膜では 0.7nm であった。

2.2 摩擦実験

摩擦・摩耗特性の評価は、往復動型ボールオンプレート摩擦試験機により行なった。相手材のボールには、摩擦しにくい SiC を用いた。摩擦係数は、ボール試験片を支えるアームの中途に設置した板ばねにより、実験中連続的に測定した。DLC 膜の摩耗量は、走査型プローブ顕微鏡により摩耗痕形状を測定して求めた。実験は、すべり速度が 25cpm と 100cpm、負荷荷重が 0.64N と 1.06N の下で、相対湿度 25%以下または 80%以上の空気

中で行った。

3. 結果と考察

3.1 摩擦・摩耗特性

摩擦実験で得られた結果を図 1、2 に示す。これらの値は摩擦挙動が安定した摩擦距離 65mm から 75mm の間の平均値である。摩擦係数は高湿度空気中の場合、乾燥空気中より高くなる傾向があった。湿度の摩擦係数への影響には、高速度、高荷重になるにつれて小さくなる傾向があった。また原料ガスの違いによる摩擦係数の湿度への依存性の違いは実験条件によって異なった。

比摩耗量の結果を図 3、4 に示す。いずれの実験条件において高湿度空気中より乾燥空気中の比摩耗量のほうが大きかった。比摩耗量に、原料ガスの違いによる明瞭な違いは見られなかった。

3.2 表面観察

DLC の摩擦面の SEM 写真を図 5 に示す。乾燥空気中(a)と高湿度空気中(b)とを比べると、高湿度空気中の場合には摩擦方向に対して直行する方向に、髪状のものが摩擦面上により顕著に観察された。しかしこの違いについて、原料ガスの違いによる差は明瞭ではなかった。乾燥空気中での摩耗粉については、図 6(a)に示すように細かいパウダー状のものが摩擦面上および周辺に観察され、高湿度空気中では図 6(b)に示すような偏平状のものが多かった。高湿度空気中の実験で比摩耗量が乾燥空気中の実験のそれと比べ小さい値となった理由として、摩擦中に相手材と DLC 膜との間にこの偏平状の摩耗粉が存在し、それが保護効果をしたとも考えられる。なおこの摩耗粉の成分や構造は現在のところ不明で、今後の研究課題である。摩耗粉の形態と原料ガスとの相関関係は認められなかった。

3.3 スクラッチ試験

雰囲気湿度を変えたときの膜の摩耗パターンを調べる一助とするために、スクラッチ試験を行った。試験はスクラッチ部に高湿度あるいは乾燥空気を吹き付けながら行った。それぞれの DLC 膜のはく離荷重は、原料ガス C_6H_6 の場合の乾燥空気中で約 540mN、高湿度空気中で約 590mN、 C_2H_6 の場合の乾燥空気中で約 680mN、高湿度空気中で約 670mN、 CH_4 の場合の乾燥空気中で約 660mN、高湿度空気中で約 650mN であった。雰囲気湿度の違い

いによる離荷重には明瞭な差は見られなかった。試験後のスクラッチ面については、 C_6H_6 の時には、はく離前にスクラッチ面にしま状のものが観察され、 C_2H_2 の時にははく離前に部分的な界面からのはく離が観察された。 CH_4 の時は目立った特長は見られなかった。これらの違いは、膜の硬さの違い、すなわち膜中の残留応力の違いと相関があるのではないかと考えている。

4. 結言

- (1) 異なる原料ガスから作製された DLC 膜の摩擦係数の湿度依存性は実験条件によって異なった。
- (2) 比摩擦量は、高湿度空気中の方が乾燥空気中より小さかった。
- (3) 摩擦面には、高湿度空気中のとき微細な髪状のものが多く観察されたが、乾燥空気の場合はあまり観察されなかった。
- (4) 摩耗粉については、摩擦面上および周辺に乾燥空気中のときには細かいパウダー状のものが観察され、高湿度空気中のときには扁平状の摩耗粉が観察された。
- (5) 原料ガスの違いによりスクラッチ面の様子に違いが見られたが、雰囲気湿度の違いによる差は明瞭ではなかった。

参考文献

- (1) 黒田・楊・大竹・加藤：パルスプラズマによる DLC 膜の合成：日本機械学会関東支部 第 7 期総会講演会講演論文集(2001.3) 253-254
- (2) 西堀・田中・前川：水素含有量の異なる DLC 膜の摩擦摩耗特性：日本機械学会関東支部 第 8 期総会講演会講演論文集(2002.3) 567-568

Fig. 1 Friction coefficient at 25cpm

Fig. 2 Friction coefficient at 100cpm

Fig. 3 Specific wear rate at 25cpm

Fig. 4 Specific wear rate at 100cpm

Fig. 5 Friction surface on DLC film using CH_4 (1.06N, 100cpm)

Fig. 6 Wear debris on DLC film using CH_4 (1.06N, 100cpm)