J111034

DLC 膜の繰り返し衝突に伴う摩耗機構の解明*

山口 祐人^{*1}, 野老山 貴行^{*2}, 梅原 徳次^{*2}稲吉 成彦^{*3}, 赤尾 剛^{*3}, 宮本 宣幸^{*3}

The clarification of mechanism of DLC under repeated impact

Yuto YAMAGUCHI^{*1}, Takayuki TOKOROYAMA, Noritsugu UMEHARA, Naruhiko INAYOSHI,
Tuyoshi AKAO and Nobuyuki MIYAMOTO^{*1} Nagoya Univ. Dept. of Mechanical Science and Engineering
Furo-cho, Chikusa-ku, Nagoya, Aichi, 464-8603 Japan

Recently, DLC (Diamond-Like carbon) is assumed to be good candidate to be high hardness, low friction and high wear resistance materials. It contains both sp^2 and sp^3 orbital, and with/without hydrogen. In this paper, DLC coated disk was impacted by the chromium molybdenum steel (SCM) pin at several different impact loads and impact cycles up to 10^6 cycles under lubricating condition, to know the impact wear mechanism of DLC against SCM420 pin. 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 (focused ion beam) equipment. From the impact wear of DLC and crater depth of DLC, we drew wear map of DLC. Wear map indicated that the critical impact cycles of DLC films from mild impact wear to severe impact wear were increased with the film thickness, but they were decreased with the impact load.

Key Words : DLC, Impact wear, Strain, SEM obserbation

1. 結 言

無潤滑状態で低摩擦, 高耐摩耗性を達成する手段として, しゅう動面への硬質薄膜コーティングの開発が進んでおり, 最も期待されている材料の一つに DLC (Diamond-Like Carbon) 膜がある. DLC 膜とは, 高硬度, 耐摩耗性, 表面平滑性などの優れた特性から磁気記録媒体, 金型, 軸受, エンジンしゅう動部品及び切削工具などの幅広い産業分野への応用が期待されている⁽¹⁻³⁾.

DLC 膜に対する衝突摩耗の従来の研究としては, 潤滑下において強制的に微小すべりが発生するように衝突角度を試験片に対して垂直 (90°) にして衝突実験を行った場合, DLC 膜の摩耗機構はアブレシブ摩耗が支配的であり, また DLC 膜の耐久性は a-C:H 膜と比べて a-C 膜の方が優れていると報告されている⁽⁴⁾. 従来の研究では大まかな耐久性は報告されているが, DLC 膜の衝突摩耗の開始条件が明らかではない.

そこで本研究では, 臨界繰り返し衝突回数に及ぼす衝突荷重及び DLC 膜の膜厚の影響を明らかにする. 従来, DLC 膜の衝突摩耗量は衝突摩耗痕の形状測定から明らかにされていたが, 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. そこで FIB (Focused Ion Beam) を用いた DLC 膜摩耗痕の断面観察から, 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可能にした.

2. 実験装置及び実験条件

^{*1} 非会員, 名古屋大学 (〒464-8603 愛知県名古屋市中千種区不老町)

^{*2} 正員, 名古屋大学大学院工学研究科 (〒464-8603 愛知県名古屋市中千種区不老町)

^{*3} 非会員, ㈱デンソー (〒448-8661 愛知県刈谷市昭和町 1-1)

E-mail: tokoroyama@mech.nagoya-u.ac.jp

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。その際にスライダの先端に付いたピンが繰り返し衝突摩耗装置の背面を叩くことにより、発生した衝突力が繰り返し衝突摩耗装置に伝わり、試験片ピンが振り子のように運動し、ピンがディスクの 1 点に繰り返し衝突する。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、繰り返し衝突摩耗装置の下に設置した 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。潤滑油としては、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 であり、衝突摩耗試験後、ピン及びディスク試験片を電子顕微鏡で観察するため、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 膜の衝突摩耗量の分離方法の概略図を図 2 に示す。また実験条件を表 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に DLC 膜の膜厚は 3 水準で衝突摩耗実験を行った。

DLC 膜の衝突摩耗量と基板の塑性変形量の分離方法として、FIB によって作製した断面観察用試験片の断面観察をすることにより、実験前後の DLC 膜の膜厚の減少量を測定した。膜厚の減少量が DLC 膜の衝突摩耗量となるため衝突摩耗深さとなる。クレータ深さと衝突摩耗深さとの差から基板の塑性変形量が算出可能である。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。

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

ここで、 D はクレータ深さ、 t は衝突摩耗深さ、 s は基板の塑性変形深さである。

次に衝突摩耗実験後のひずみの算出するため、DLC ディスクのクレータ直径と摩耗痕深さから、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。

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

ここで、 ε はひずみ、 d はクレータ直径、 l は円弧である。

3. 実験結果

3・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

図 3 と図 4 にクレータ深さに及ぼす衝突荷重及び膜厚の影響及びクレータ深さに及ぼす衝突荷重及び膜厚の影響をそれぞれ示す。図 3 に示すように、いずれの DLC 膜厚、衝突荷重条件においても衝突回数の増加に伴ってクレータ深さが増加した。衝突回数 10^2 サイクルまでは、基板の塑性変形が支配的に進行するためクレータ深さが急激に増加する。その後衝突回数 10^5 サイクルまではクレータ深さの増加が抑制され、衝突回数 10^6 サイクル以降になるとクレータ深さが急激に増加した。図 4 に示すように、衝突回数の衝突摩耗深さに及ぼす影響は 10^4 サイクルから 10^5 サイクルに衝突回数が増加すると、衝突摩耗深さが急激に増加していたことから摩耗形態が変化したものと考えられる。

Fig. 1 Schematic image of impact test equipment

Table 1 Experimental conditions

Normal impact load L , N	70	160	240
Impact angel α , Degree	90		
Atmosphere	Air		
Temperature of contact surface	Room temperature		
Impact frequency N , rpm	600		
Initial radius of pin R , mm	1.0		
Lubricant	Kerosene		
Film thickness t , μm	2.23, 2.92, 4.72		
Number of impact cycles, N	1, 2, 4, 10, 40, 10^2 , 10^3 , 10^4 , 10^5 , 10^6

Fig. 2 The schematic images of cross section (a) Strain and (b) impact wear and plastic deformation of substrate

Fig. 3 Crater depth with impact cycles

Fig. 4 Wear thickness with impact cycles

3・2 DLC 膜の摩耗痕 SEM 観察結果

図 5(a)及び(b)に膜厚 2.23 μm で衝突摩耗実験した場合、図 5(c)に膜厚 4.72 μm で衝突摩耗実験した場合の SEM 観察結果を示す。膜厚 2.23 μm で衝突摩耗実験を行った場合、図 5(a)及び(b)に示したように、衝突荷重 160 N 及び 240 N において衝突回数 10^5 サイクルからはく離が観察された。一方、膜厚 4.72 μm で衝突実験を行った場合、図 5(c)に示したように、衝突荷重 240 N においては衝突回数 10^6 サイクルからはく離が観察された。

Fig. 5 The SEM images of (a) 160 N, 10^5 cycles for $t = 2.23 \mu\text{m}$, (b) 240 N, 10^5 cycles for $t = 2.23 \mu\text{m}$, and (c) 240 N, 10^6 cycles for $t = 4.72 \mu\text{m}$

4. 考 察

DLC 膜の摩耗形態は、膜厚、衝突回数及び衝突荷重により異なることが、これまでの観察から明らかとなった。図 6 (a) 及び (b) に、それぞれ膜厚 $2.23\ \mu\text{m}$ 及び $4.72\ \mu\text{m}$ の摩耗形態図を示す。それぞれ基板の塑性変形の摩耗形態を点線で、DLC 膜の摩耗形態を実線で仕切られたものとする。

基板の変形に関する摩耗形態は、基板が塑性変形を起こさない衝突荷重以下においては、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) が存在する。図 3 に示したように、基板が塑性変形を起こす衝突荷重以上においては、衝突回数初期で基板の塑性変形が支配的に進行する領域 (Plastic deformation of the substrate) があり、衝突荷重 $70\ \text{N}$ においては衝突回数 10^2 サイクルにおいて塑性変形が終了しているが、衝突荷重 $240\ \text{N}$ の場合、衝突回数 40 サイクル以下の少ない衝突回数で基板の塑性変形が終了していた。また衝突回数を増加させた場合、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、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する。その後、クレータ深さの増加の抑制された期間の終わる臨界繰り返し衝突回数となり DLC 膜の衝突摩耗に遷移し、クレータ深さが急激に増加した。

次に DLC 膜の衝突摩耗の摩耗形態は、図 4 に示したように、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 種類ある。膜厚 $2.23\ \mu\text{m}$ 及び $4.72\ \mu\text{m}$ の場合、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。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に遷移することが明らかとなった。

Fig. 6 The wear map (a) DLC coating thickness $t = 2.23\ \mu\text{m}$, and (b) the thickness $t = 4.72\ \mu\text{m}$

Fig. 7 The relationship between wear thickness and strain (a) impact wear and (b) peeling off

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 7 に示す。図 7 (a) に示すようにひずみの増加に伴って DLC 膜の衝突摩耗深さが増加することが明らかとなった。またこれまでに得られた衝突摩耗実験結果から、ひずみが 0.000058 以上の領域では摩耗が急激に増加しており、このひずみ以上の領域が DLC 膜の衝突摩耗遷移点である。

次に DLC 膜のはく離の開始条件は、光学顕微鏡及び SEM 観察結果から定義されたはく離の開始条件をまとめたものを図 7(b)に示すように、ひずみ量が 0.00007 以上であることが明らかとなった。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が、膜厚 4.72 μm の場合、ひずみが他の場合に比べて小さく、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。また従来の研究において、膜厚が厚くなるほど衝突摩耗によりクラックが発生する臨界荷重が増加すると報告されており⁽³⁶⁾、本研究で用いた膜厚 4.72 μm の DLC 膜の膜厚が、他の試験片よりも厚く、衝突摩耗実験によって膜厚が減少しても、約 4 μm 以上の膜は残っていることになる。従って膜厚 2.23 μm の場合と比較して、はく離が生成されにくかったものと考えられる。

5. 結 言

本研究では DLC 膜の繰り返し衝突に伴う摩耗形態を明らかにするため、クロムモリブデン鋼ピンを用いて、衝突角度 90° の潤滑油中下で繰り返し衝突摩耗実験を行い光学顕微鏡及び 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。得られた主な結果を以下に示す。

- 1) 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。
- 2) 潤滑下において衝突荷重 70, 160 及び 240 N で衝突実験を行った場合、高荷重ほど少ない繰り返し衝突回数でシビアな衝突摩耗に遷移した。
- 3) 潤滑下において異なる 3 種類の膜厚及び衝突荷重 70, 160, 240 及び 360 N で衝突実験を行った場合、薄い DLC 膜ほど少ない衝突回数でシビアな衝突摩耗に遷移した。さらに薄い DLC 膜ほどはく離を起こしやすいことが明らかとなった。
- 4) 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。

文 献

- (1) 山田克明, 遠藤昌宏, 玉置司, “カミソリと人体のトライボロジー”, トライボロジスト, Vol. 53, No. 12 (2008), pp. 781-786.
- (2) 西口晃, “金型・工具への DLC の応用技術”, トライボロジスト, Vol. 54, No. 1 (2009), pp. 28-33.
- (3) 安藤淳二, 中西和之, “Si 含有 DLC 膜のトライボロジー特性とその応用”, トライボロジスト, Vol. 52, No. 2 (2007), pp. 120-125.
- (4) Lawes, S.D.A., Hainsworth, S.V., and Fitzpatrick, M.E., “Impact wear testing of diamond-like carbon films for engine valve-tappet surfaces”, Wear, Vol. 268 (2010), pp. 1303-1308.