ステンレス基板上に作製した Ti 系薄膜の
高真空中における摩擦・摩耗特性*佐々木道子^{*1}・中村 勲^{*2}・鷹野 一郎^{*2}・沢田 芳夫^{*2}

(受理2000年11月27日, 掲載決定2001年2月3日)

Tribological Properties of Ti-Based Thin Films Prepared
on Stainless Steel in a High VacuumMichiko SASAKI^{*1}, Isao NAKAMURA^{*2},
Ichiro TAKANO^{*2} and Yoshio SAWADA^{*2}^{*1}(Graduate School in Electrical Engineering and Electronics, Kogakuin University,
Nakano 2665-1 Hachioji, 192-0015 Tokyo)^{*2}(Department of Electrical Engineering, Kogakuin University, Nakano 2665-1 Hachioji, 192-0015 Tokyo)

(Received November 27, 2000, Accepted February 3, 2001)

Tribological properties of Ti, TiN and TiO₂ films based on Ti element were investigated in a high vacuum simulating a space environment. Stainless steel (304SS) polished to a mirror surface was used as sample substrates. Ti, TiO₂, and TiN with 0.2 μm in film thickness, were prepared on the substrates by vacuum evaporation, ion beam assisted evaporation, and dynamic ion mixing, respectively. The chemical state and atomic composition of the film were analyzed by X-ray photoelectron spectroscopy (XPS), and the microstructure was measured by X-ray diffraction (XRD). The tribological examination was carried out using a high vacuum equipment (3×10^{-5} Pa) with a wear tester of Pin-On-Disk type. The wear surface was observed with an optical microscope and a scanning laser microscope.

The friction coefficients of stainless steel, Ti, TiN in the atmosphere showed a lower value than that in the high vacuum, because an oxygen or moisture in the air has a role of lubrication. Therefore, in the case of oxide films such as TiO₂, it is considered that the friction coefficient in the high vacuum showed the same value in the atmosphere.

1. はじめに

近年, 科学技術の発達とともに宇宙工学も進歩してきた。宇宙環境は地球環境と比較した場合, 圧力, 温度, 湿度, 重力, 放射線などの面で大きな違いがある。このような異なる環境下で摺動部品等を駆動させた場合, 摩擦係数が地球環境下と比べると大きく増加するため, 誤動作や動作不能状態を起こしたり, 長期的には寿命が短

くなる等の問題がある。したがって, 摩擦をどれだけ低減させられるかが宇宙施設(人工衛星など)の安全性, 信頼性を向上させる点で重要となる。現状では, MoS₂が宇宙環境下での最適な固体潤滑材として考えられているが^{1,2)}, 成膜技術の進歩も取り入れ, さらなる材料開発を行う必要がある。

本研究では基礎的データ収集を目的として, Ti, TiN および TiO₂ の Ti 系薄膜を作製し^{3,4)}, 大気中 (1×10^5 Pa) と高真空中 ($< 4 \times 10^{-5}$ Pa) における異なる環境下の摩擦・摩耗特性の違いについて評価を行った。

* 平成12年10月27日 第41回真空に関する連合会で発表

^{*1} 工学院大学大学院電気・電子工学専攻 (〒192-0015 東京都八王子市中野町2665-1)

^{*2} 工学院大学電気工学科 (〒192-0015 東京都八王子市中野町2665-1)

Fig. 1 Schematic diagram of the ion beam mixing system.

2. 実験方法

2.1 成膜方法

成膜には、Fig. 1 に示したイオンビームミキシング装置 (HIIB-200-B (株) 日立製作所) を用いた。試料基板として、鏡面研磨されたステンレス鋼 (304SS) を用いた。アセトン中で5分間超音波洗浄を行った後、サンプルホルダーに固定し、チャンバー内を 6.0×10^{-4} Pa 以下まで排気した。成膜の前処理として、Ar⁺ イオン照射による試料表面のクリーニングを10分間行った。Ti 膜は蒸着法、TiN 膜はダイナミックイオンミキシング法⁵⁾、そして TiO₂ 膜には反応性イオンビームアシスト蒸着法⁶⁾を用いて、それぞれ成膜を行った。膜厚は、全て $0.2 \mu\text{m}$ とした。

2.2 評価方法

化学結合状態および組成を X 線光電子分光法 (XPS: ESCA-K1S (株) 島津製作所)、結晶構造を X 線回折法 (XRD: High quality XG M18XCE-MAC Science. Co., Ltd) により分析した。

摩擦・摩耗試験には、Fig. 2 に示した Pin-On-Disk 型高真空材料試験装置 (ワールドエンジニアリング (株)) を用いた。高真空中での摩擦試験では、ロータリーポンプ (R.P.) とターボ分子ポンプ (TMP) を組み合わせた排気系を用い、チャンバー内を所定の到達圧力まで排気した。この摩擦試験条件は、大気中 (1×10^5 Pa) と高真空中 ($< 4 \times 10^{-5}$ Pa) の2種類の雰囲気において、相手材に 1/4 inch SUJ2 球を用い、荷重 100 gf、回転速度 135

Fig. 2 Schematic diagram of the high vacuum equipment with a wear resistance tester.

Fig. 3 Friction coefficient of 304SS, Ti, TiN and TiO₂ films in the atmosphere (1×10^5 Pa).

rpm, 摩擦距離を24 m とした。

摩擦試験後の摩耗面と相手材を光学顕微鏡 (MAT-SUZAWA SEIKI. Co., Ltd) および走査型レーザー顕微鏡 (1LM21 レーザーテック (株)) で観察した。また、XPS により摩耗面の元素分析も併せて行った。

3. 実験結果および考察

大気中での304SS, Ti 膜, TiO₂ 膜および TiN 膜の摩擦係数の変化を Fig. 3 に示す。304SS と TiO₂ 膜の摩擦係数変化は同様な挙動を示し、摩擦係数が0.2(1 m) から0.5(24 m) まで徐々に高くなった。Ti 膜の場合は、摩擦係数0.35から始まり、摩擦距離9 m以降から摩擦係数が徐々に高くなり、304SS および TiO₂ 膜と同様な値となった。一方、TiN 膜は10 m まで摩擦係数0.1を示し、他の膜よりも低い値を示した。その後の24 m までの摩擦係数は他の膜と同じ0.4を示した。

Fig. 4 には、高真空中における304SS, Ti 膜, TiO₂ 膜および TiN 膜の摩擦係数変化を示す。TiN 膜の場合、10 m までの摩擦係数は大気中よりも高い0.3を示した。その後も摩擦係数は高くなり、24 m まで摩擦係数0.3

Fig. 4 Friction coefficient of 304SS, Ti, TiN and TiO₂ films in the high vacuum (3×10^{-5} Pa).

を保持した。さらに、TiおよびTiO₂膜もTiN膜と同様の挙動を示し、24 mまで摩擦係数0.3を示し、膜質による違いは見られなかった。

大気中と高真空中の摩擦係数変化を比べると、304SSでは、高真空中より大気中での摩擦係数が全体的に0.3ほど低い値であった。これは、大気中に存在するO₂及びH₂O等の影響により摩擦面で酸化が生じ、そこで生成された酸化物が潤滑剤の役割を果たしたためと考えられる。一方、O₂及びH₂O等が少ない高真空中では、304SS表面に酸化が生じにくいので、摩擦係数は大気中よりも高い値を示したと考えられる。Ti膜をコーティングした試料の場合、9 mまでの摩擦係数は、大気中と高真空中で共に同じ0.3を示した。これは、Ti膜コーティング後の表面に酸化皮膜が形成されてTiO₂膜と同じ摩擦係数を示したと考えられる。しかし、大気中では9 m以降の摩擦係数が0.4(24 m)まで徐々に変化したものの、ほぼ一定の摩擦係数を保持した。一方、高真空中では304SSよりもTi膜の方が低い摩擦係数を示し、19 mまで摩擦係数0.3を保持した。その後は徐々に高くなり、

Fig. 5 Wear surface photographs of 304SS, Ti, TiN and TiO₂ films observed by the scanning laser microscope.

Fig. 6 Atomic concentration of the wear surface of Ti and TiO₂ films measured by XPS.

22 m 付近で大気中よりも高い摩擦係数を示した。TiN 膜の場合、10 m までの摩擦係数は大気中よりも高真空中の方が高くなったものの、高真空中では一定の摩擦係数0.3を長い距離で保持した。大気中では摩擦距離10 mで膜が剥離し、304SSと同様になるが、高真空中では酸化物が生じないため摩擦係数は高くなるものの膜剥離は生じず一定の摩擦係数を示した。ところがTiO₂膜の場合、膜自体が酸化物のため、大気中・真空中ともにO₂及びH₂O等による酸化の影響を受けず、大気中と高真空中の摩擦係数に大きな違いが見られなかった。

摩擦・摩耗試験後の表面を走査型レーザー顕微鏡で観察した結果をFig. 5に示す。大気中の試料では、全ての膜の摩耗面上に酸化物と考えられる黒い凝着物が観察された。一方、高真空中の場合、摩耗面上に凝着物は見られず、摩耗幅は相対的に広がった。

レーザー顕微鏡による観察結果をもとに、膜が摩耗面に残っていると考えられるTi膜とTiO₂膜について摩耗面のXPS組成分析を行った。Fig. 6に示すように、Ti膜でコーティングした試料を真空中で摩擦・摩耗試験した場合には、大気中に比べて、摩耗面に残っている

Tiが少なくなっていた。これに対して、TiO₂膜でコーティングした試料の摩耗面に残っているTiは、高真空中の方が多かった。一方、基材の露出を示すFeについて比較すると、Ti膜とTiO₂膜とで前述したTiとは逆の傾向が見られた。これらのことより、高真空中における摩擦摩耗に関しては、TiO₂膜の方が優れた特性を示すと結論できる。

4. ま と め

酸化の影響を大きく受ける304SSは、大気中では潤滑剤の役割を持つ酸化物が生じるため、高真空中よりも低い摩擦係数を示した。一方、Ti系膜をコーティングした試料は、O₂及びH₂O等が存在しない高真空中では摩擦摩耗時に酸化の影響を受けず、各試料とも大気中よりも一定の摩擦係数が得られた。このことは、大気中と高真空中でTiO₂膜の摩擦係数に大きな差が見られないことからわかる。また、304SSにTi系膜をコーティングすることで、高真空中での摩擦係数を低減できることが明らかになった。

本研究は、文部省ハイテクリサーチセンター整備事業の一環として行われた。

【文 献】

- 1) M. Suzuki and M. Nishimura: TECHNICAL REPORT OF NATIONAL AEROSPACE LABORATORY, TR-1389 (1999) p. 2 [in Japanese].
- 2) 加藤康司, 金亨資, 足立幸志, 古山秀之: 機論 C, 62-600 (1996) 3237.
- 3) 池田佳直, 斎藤一也, 塚原園子, 西浦正満, 佐藤勝, 大石政治, 佐久間泰: 真空, 38 (1995) 826.
- 4) 笠原 章, 土佐正弘, 吉原一紘: 真空, 42 (1999) 447.
- 5) I. Nakamura, M. Kamiya, I. Takano and Y. Sawada: Jpn. J. Appl. Phys., 36 (1997) 2308.
- 6) 笹瀬雅人, 鷹野一朗, 磯部昭二, 横山修一: 電学論 A, 116 (1996) 804.