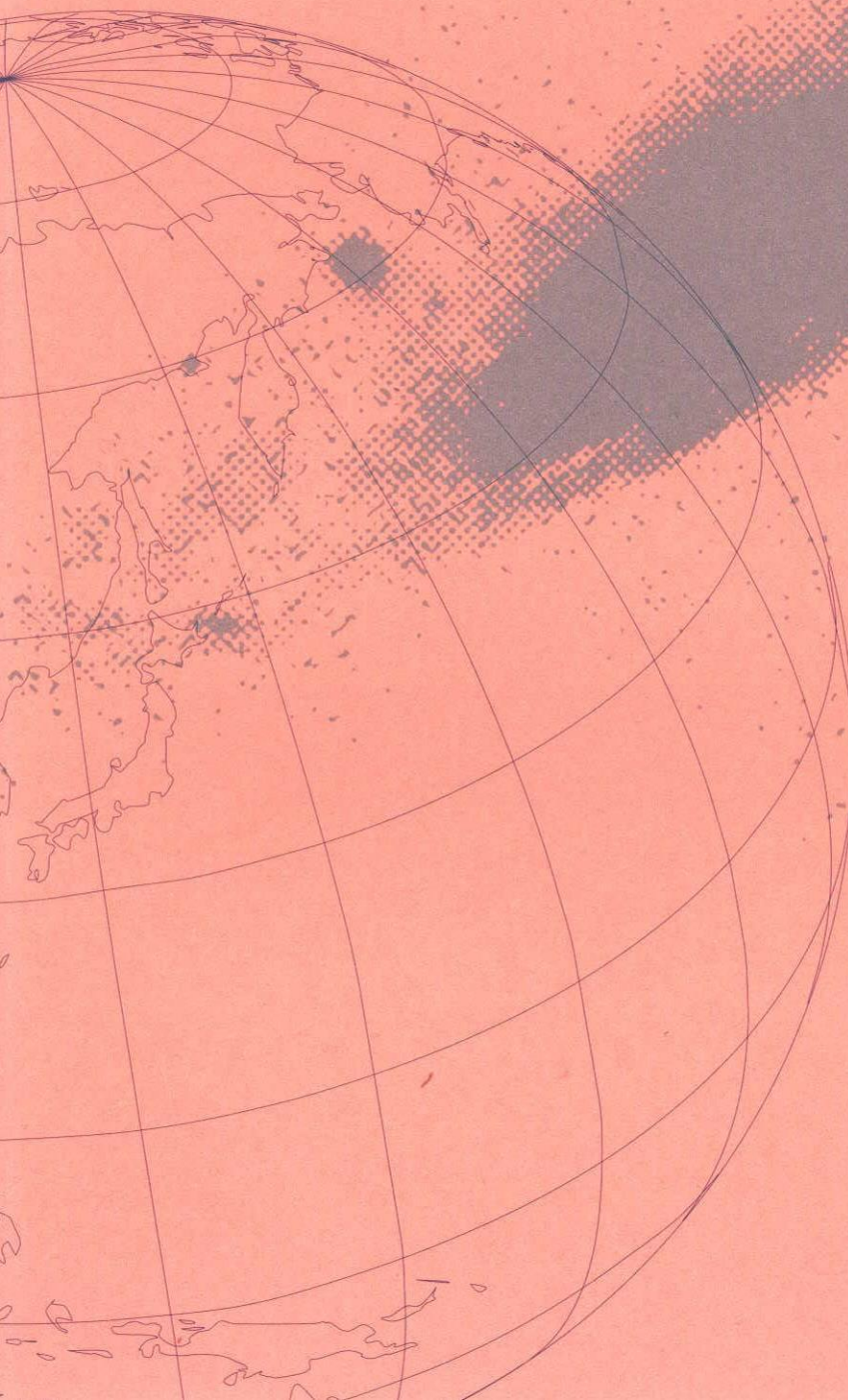


宇宙航空研究開発機構研究開発資料

摩擦試験におけるトライボロジー特性の再現性検討、
及び種々の二硫化モリブデンスパッタ膜の
トライボロジー特性の比較



2004年3月

宇宙航空研究開発機構

宇宙航空研究開発機構研究開発資料
JAXA Research and Development Memorandum

摩擦試験におけるトライボロジー特性の再現性検討、
及び種々の二硫化モリブデンスパッタ膜の
トライボロジー特性の比較

Data Repeatability in Friction Tests and Comparison of
Tribological Performance of Various Sputtered MoS₂ Films

鈴木 峰男

Mineo SUZUKI

総合技術研究本部 宇宙先進技術研究グループ
Advanced Space Technology Research Group
Institute of Space Technology and Aeronautics

2004年3月

March 2004

宇宙航空研究開発機構
Japan Aerospace Exploration Agency

2007年10月10日

2007年10月10日

2007年10月10日

摩擦試験におけるトライボロジー特性の再現性検討, 及び種々の二硫化モリブデンスパッタ膜の トライボロジー特性の比較*

鈴木峰男*¹

Data Repeatability in Friction Tests and Comparison of Tribological Performance of Various Sputtered MoS₂ Films*¹

Mineo SUZUKI*¹

Abstract

Data repeatability in friction tests was examined for various samples including MoS₂ sputtered films, a TiN film, and a polymer material. Tribological characteristics of various types of MoS₂ sputtered films were then evaluated and compared. For similar types of film, repeatability of frictional characteristics was good and the wear life was within a factor of 3, better than the repeatability found in the literature. All the MoS₂ sputtered films tested displayed common features in dependency on environment and friction evolution, typical features of MoS₂ itself. However, wear life was dependent largely on the film type, i.e. the sputtering method and conditions. Factors affecting the wear life were not identified from surface analysis of the films.

Keywords: MoS₂, friction test, wear test

要 旨

MoS₂膜, TiN膜, 高分子材など種々の試料について数回の摩擦試験を行い、トライボロジー特性の再現性を検討した。また、6種の異なる装置で成膜したスパッタMoS₂膜をすべり摩擦、ころがり/すべり摩擦によりトライボロジー特性を評価し、比較した。数回の摩擦試験での摩擦特性の再現性は良好で、被膜の摩耗寿命も3倍程度以内に収まった。MoS₂スパッタ膜は、スパッタ装置、成膜条件が異なっても、摩擦の推移、寿命の雰囲気依存性には共通の傾向が認められ、MoS₂固有の特徴が現れた。しかし、被膜寿命は成膜条件に大きく依存し、すべり摩擦で10倍程度、ころがり/すべり摩擦では50倍も異なるケースがあった。被膜の観察・分析結果では、被膜寿命との明確な相関はみられず、良好な寿命特性を示す要因は特定できなかった。

1. はじめに

トライボロジー特性を評価するため摩擦試験を行う場合、ピン/円板型あるいはボール/円板型の摩擦試験が採用されることが多い。試験結果が実機と対応しない、摩擦状態が実機と異なるなど欠点も指摘されているが、簡単に試験できること、多くの条件で膨大なデータの蓄積があるなどの利点があり、現在でも摩擦試験の主流となっている。

摩擦試験の本質的な問題点としてデータの再現性があげられる。摩擦は材料の破壊を含む複雑な現象であり、

化学反応を伴うこともある。さらに潤滑剤との相互作用を考慮する必要があり、現象はさらに複雑となる。このため摩擦現象を正確に模擬するためには、材料、熱、流体、振動、化学など多岐にわたる分野で条件を同一にする必要がある。しかし、これらすべてを模擬することは不可能で、実際の摩擦試験ではごく一部の条件のみを模擬している。このため、予期していなかったわずかな条件の違いで試験結果が大幅に異なることもしばしば起こる。この結果、試験結果にかなりのデータのバラツキが出ることになる。このデータのバラツキは、ある意味で不可避であり、特に

* 平成15年6月25日 受付 (received 25 June, 2003)

*¹ 総合技術研究本部 宇宙先進技術研究グループ

(Advanced Space Technology Research Group, Institute of Space Technology and Aeronautics)

寿命試験では材料の破壊を伴うため、十数倍のバラツキがあることもそれほど珍しくない。

摩擦試験のデータの再現性には、摩擦試験片の再現性というもう一つの問題がある。素性をはっきりしたバルク材の場合はそれほど問題にはならないが、例えば固体潤滑被膜ではわずかな成膜条件の違いや下地材の前処理が被膜の付着強度や性質の相違となり、トライボロジー特性の劇的な変化につながることもある。

本報告では、まず共通試験片を用いた共同試験（ラウンドロビンテスト）に参加した際の実験結果を述べ、摩擦試験の再現性を検討する。ついで異なる装置・異なる条件で成膜した種々の二硫化モリブデン（ MoS_2 ）スパッタ膜のトライボロジー特性を比較した結果を報告する。

スパッタ MoS_2 膜は下地への密着性が高く、膜厚が $1\mu\text{m}$ 程度の薄膜でも耐久性が良好という特徴があり、寸法精度が要求されるころがり軸受など宇宙用を始め、地上でも真空用として使用されている。スパッタ MoS_2 膜のトライボロジー特性については、これまでに数多くの報告があるが、「スパッタ MoS_2 膜」と呼ばれていても、 Mo と S のモル比、結晶性、配向性、被膜密度、酸化物等の混入比率、下地との化学反応などの点で、かなり異なる被膜のようである。このためトライボロジー特性も異なる。同一の装置、同一条件で成膜しても、成膜を繰り返していくと寿命が低下するという報告もあり、ごくわずかの成膜条件の相違が寿命に大きく影響するものと思われる。このため実用にあたっては、定期的に摩擦試験により性能を確認したり、ターゲット表面を削るなどの対策がとられているようである。本報告では、6種のスパッタ MoS_2 膜のトライボロジー特性を比較するとともに、ボール/円板型の摩擦試験ところがり/すべり摩擦試験でのトライボロジー特性を比較する。

なお、本研究の成果の一部は既に公表している^{2,3)}。本報告では、未公表データを含めてより詳細なデータを紹介するものである。

2. ラウンドロビンテストによる摩擦試験の再現性検討

2.1. VAMAS ラウンドロビンテスト

VAMAS (Versailles Project on Advanced Materials and Standards) プロジェクトは、新材料の評価法を研究・検討し、適切な評価試験法を開発することを目的とした国際共同研究で、1986年のベルサイユサミットで合意されたものである。数多くある分野の内、「摩耗試験法」は最も早く国際共同研究がスタートしており、第1技術作業領域 (TWA No.1: Technical Working Area) となった。この領域には、世界12カ国28機関が参加し、共通試験片を用いた同一の条件での摩擦試験（ラウンドロビンテ

スト）により、摩擦試験法の妥当性や摩耗計測法が検討されている。これまでに軸受鋼、セラミックス、無機被膜（TiN膜）の試験が行われ、軸受鋼、セラミックスについては従来用いられてきたボール/ディスク型摩擦試験機で十分再現性のある結果が得られたことが報告されている^{4,5)}。この成果は、米国ではASTM(American Standard for Testing of Materials)、ドイツではDIN(Deutsche Industrie Norm)、日本ではJIS(Japanese Industrial Standard)として試験法が規格化されている。一方TiN膜については、再現性はあまり良くなく、しかも同一機関で行われた試験でも再現性が乏しいことが報告された⁶⁾。

航空宇宙技術研究所は、この国際共同研究に最初から参加し摩擦試験結果を提供してきた。以下、TiN膜についての航空宇宙技術研究所での実験結果を述べ、再現性が不良であった原因を検討する。

2.1.1. 試験片、試験条件、摩擦試験機および試験方法

試験に用いた材料の組合せを表1に示す。ボール試験片はM-50工具鋼、 Si_3N_4 セラミックス、及び厚さ $7\mu\text{m}$ のTiNをコーティングしたM-50工具鋼の3種である。相手円板は、厚さ $4\mu\text{m}$ のTiNをコーティングしたM-50工具鋼である。これらの共通試験片はドイツのBAM (Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung) で準備したもので、TiN膜の詳しい成膜条件は明らかにされていない。表2に試験片の洗浄法、試験条件、摩耗量の算出方法を示す。摩擦条件は、荷重10 N、すべり速度 0.1m/s で、摩擦距離は試験片の組合せに応じて1000 mまたは200 mである。試験雰囲気は常温の大気中で、湿度は50%である。これらはすべての参加機関に共通の条件である。摩擦試験は、各試験片の組合せについて同一の試験条件で3回行った。

摩擦試験機の概要を図1に示す。DCモータで駆動される垂直の回転軸上部に円板試験片を取り付け、ボール試験片を上部から押し付ける構造である。ボール試験片を保持するホルダーはジムバルで支持されたアームの一端に取り付けられ、アームの他端に重錘を吊り下げることでより荷重を負荷した。摩擦力は、アーム荷重負荷部に取り付けたロッドをストレインゲージを貼り付けた板バネに押しつけて測定した。また、摩耗状況をモニターするため、ボール試験片ホルダーの上下方向変位をレーザー変位計により測定した。試験部は制御された雰囲気で行えるように鋼製のカバーで囲まれている。

試験雰囲気の温度、湿度は、摩擦試験部近傍に設置した温度センサと湿度センサを用いて測定した。温度は、試験機が設置されている実験室の空調により、指定された $23\pm 1^\circ\text{C}$ に設定できた。湿度は、水中をバブリングさせた湿

空気と乾燥空気を適量混合し、数L/minの流量で摩擦試験部に流すことにより、50±5%（指定は50±10%）に設定した。摩擦試験は、雰囲気が所定の条件に設定されてか

ら約1時間経過してから開始した。試験後は、摩擦痕を光学顕微鏡、電子顕微鏡で観察すると共に、摩耗形状を表面あらさ計で検査し、摩耗形状から摩耗量を算出した。

表1 試験片の組合せ

試験番号	ボール試験片	円板試験片
M-1~M-3	M-50 (直径: 9.525 mm)	M-50+TiN膜 (外径42 mm, 内径25 mm, 厚さ4mm, 被膜厚さ4 μ m)
SN-1~SN-3	Si ₃ N ₄ (直径: 10 mm)	
TN-1~TN-3	M-50 (直径: 9.54mm) +TiN膜 (被膜厚さ7 μ m)	

表2 試験片の洗浄法、試験条件、摩耗測定法

試験片洗浄法	(1)トルエン中で超音波洗浄10分 (2)ヘキサン中で超音波洗浄5分 (3)電気炉に入れ110~120℃で30分乾燥させる
試験条件	すべり速度: 0.1 m/s (回転数53rpm, 摩擦径36mm) 荷重: 10 N すべり距離: 1000 m (試験M-1~M-3, SN-1~SN-3) 200 m (試験TN-1~TN-3) 温度: 23±1℃ 湿度: 50±10%
摩耗測定法	ボール: 摩耗痕直径から以下の式で算出 $W_{bv} = \pi/3 \cdot h^2(3R-h)$, $h = R - (R^2 - d^2/4)^{1/2}$ ここで、 W_{bv} : ボールの体積摩耗量、 R : ボール半径、 d : 摩耗痕直径、 h : 摩耗深さ 円板: 周上4カ所の摩耗形状測定から算出 $W_{dv} = \pi DA$ ここで、 W_{dv} : 円板の体積摩耗量、 D : 摩耗痕平均直径、 A : 周上4カ所の摩耗痕断面積の平均

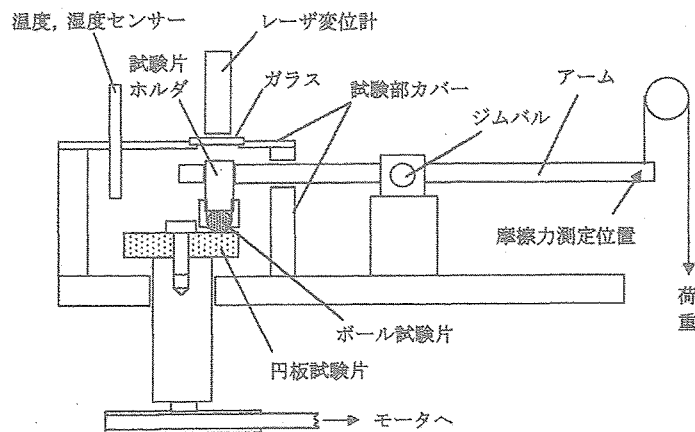


図1 VAMASラウンドロビン試験に用いた摩擦試験

2.1.2. 試験結果および考察

まず各材料の組合せ毎に摩擦特性、ボール試験片の変位、試験後のしゅう動面の状況について述べる。その後、摩擦量についての試験結果を述べ、摩擦試験の再現性について検討する。

(1) M-50 ボール/M-50 円板+TiN膜

図2に、3回の試験（試験番号M-1～M-3）における摩擦係数、ボール試験片の変位を試験時間に対して示す。ボール試験片の変位は図で上方側がボールが円板に近づく方向（摩擦する方向）で、スケールは図中に示した。摩擦係数は、いずれの試験でも運転開始直後に0.75程度まで

急増し、その後は0.7～1.0の間を変動している。ボール試験片は、試験開始直後に急激に摩擦する方向へと変位し、ついでその速度が鈍るという傾向をいずれの試験でも示した。試験時間が約1時間まではボールは摩擦する方向に変位していくが、その後は上下方向の変動はみられるものの、平均的な位置はほぼ同じ場所にとどまっている。試験M-3では、この状態において摩擦係数、ピン変位とも変動が激しく、しかも両者の変化が同時に起こっており相関が認められる。これは、摩擦面に噛み込んだ摩擦粉が摩擦係数を支配する役割を果たしていたことを示唆している。

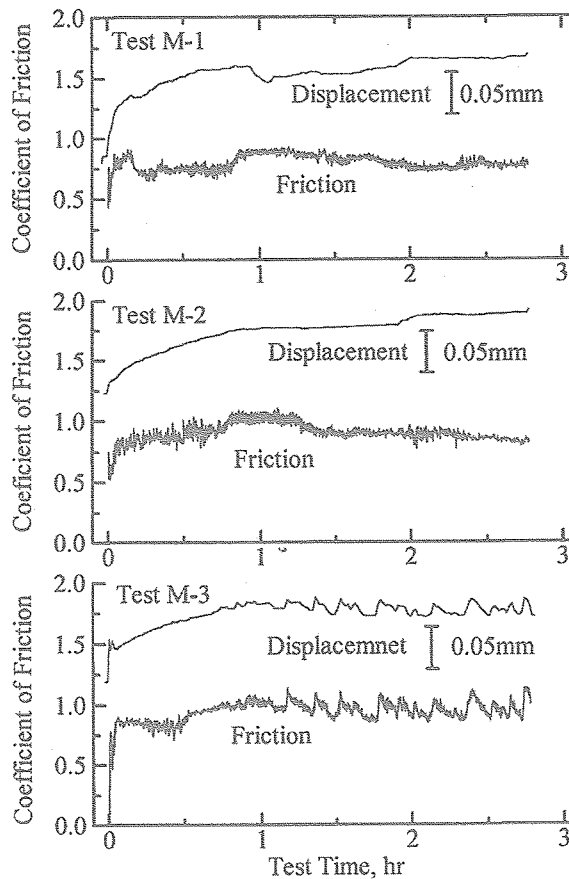


図2 摩擦係数，ボール試験片の変位（M-50ボール/M-50円板+TiN被膜）

試験後の摩擦面の顕微鏡写真を図3に、試験M-1のボール表面の電子顕微鏡写真を図4に、摩擦面の表面あらさを図5に示す。各図から明らかなように、いずれの試験でも表面の状態、表面形状はきわめて類似している。試験後の円板上のTiN膜は、図3、図5に示したように、摺動部中央ではほとんど摩擦していないのに対して、しゅう動部の両脇部分では摩擦が激しく、摩擦方向に深いスクラッチが観察される。一方、ボール試験片は中央が谷状に摩擦し、その摩擦形状は円板試験片ときわめてよく一致

している。特異な摩擦形状であるが、3回の試験でいずれも同一の形状に摩擦しているため、この組合せに固有の摩擦メカニズムによりこのような摩擦形状になったものと思われる。推定される摩擦過程を図6に示した。まず、摩擦開始と共に硬いTiN膜よりもM-50ボール側がもっぱら摩擦し、排出された摩擦粉が摺動部の両脇に付着する。この摩擦粉は加工硬化されており、また活性な新生面が露出するため周囲の気と反応し酸化され硬化すると思われる。このため円板のTiN膜を摩擦させることが可能

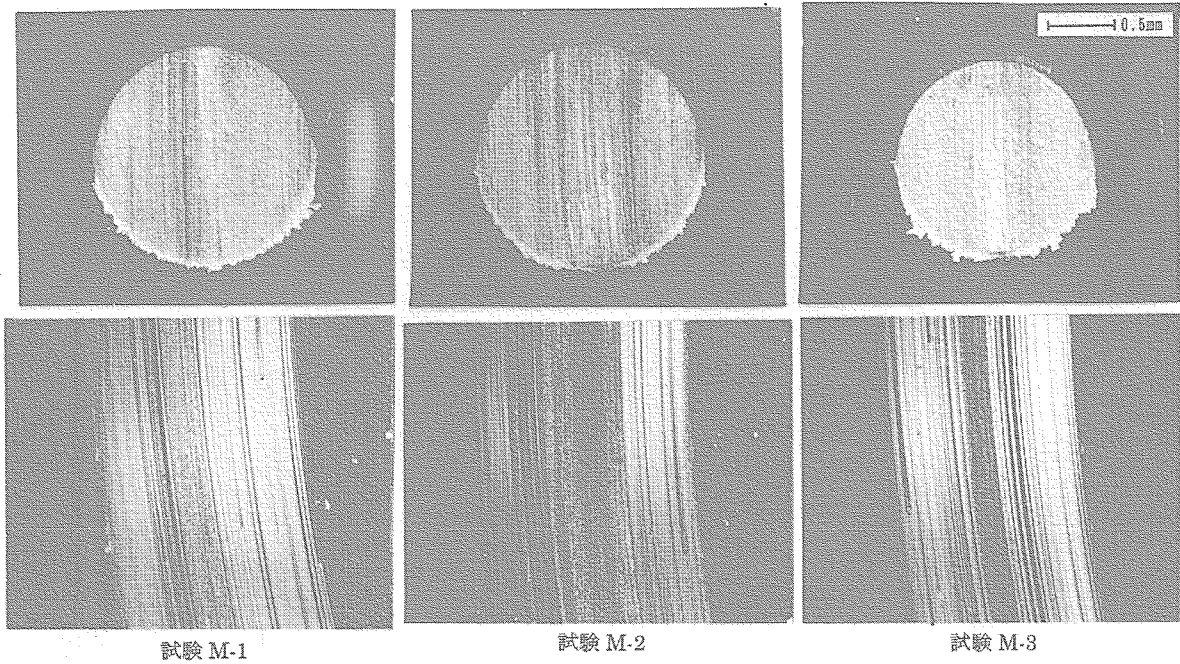


図3 試験後の摩擦面の外観 (M-50ボール/M-50円板+TiN被膜)

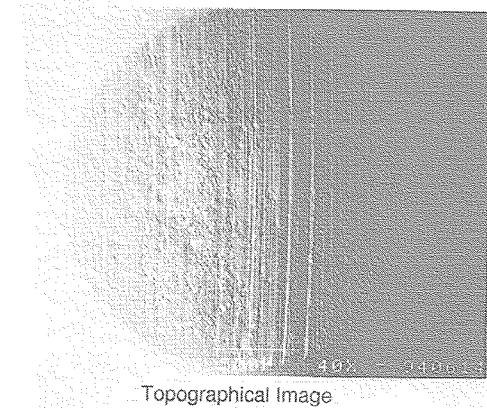
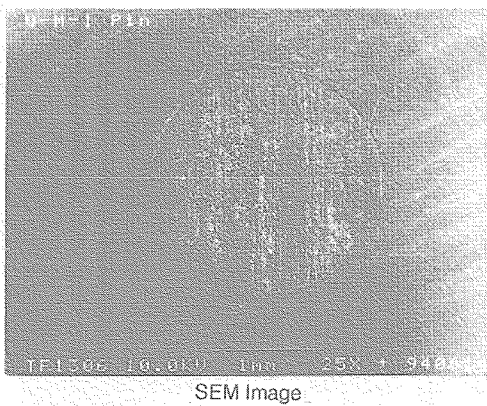


図4 試験後M-50ボールの電子顕微鏡写真 (試験M-1)

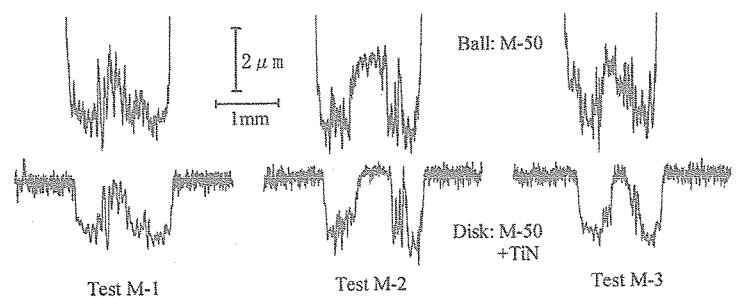
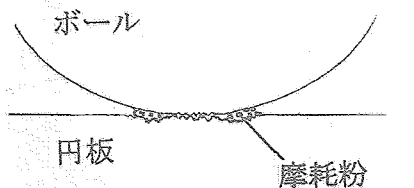


図5 試験後の摩擦面の表面形状 (M-50ボール/M-50円板+TiN被膜)

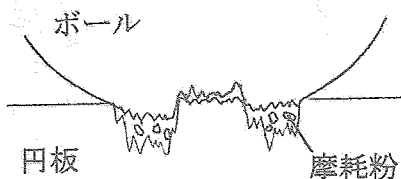
となり、TiN摩耗粉が生成される。生成されたTiN摩耗粉はアブレッシブ粒子として働き、もっぱら摺動部両脇部分が選択的に摩耗する。図3、4に見られるように、ボール表面、ディスク表面ともにスクラッチが認められ、摩耗粉がアブレッシブ粒子として作用していたことが窺われる。

(2) Si₃N₄ ボール/M-50 円板+TiN膜

図7に、3回の試験(試験番号SN-1~SN-3)における摩擦係数、ボール試験片の変位を試験時間に対して示す。摩擦係数は、いずれの試験でも運転開始直後に1.0程度まで急増し、その後は徐々に減少し0.7程度まで低下している。ボール試験片は、試験時間が進むにつれて直線的に摩耗する方向へ変位している。すなわち、摩耗が定常的に



(a) 摩耗したボール摩耗粉がしゅう動部の両脇に堆積する



(b) ボール摩耗粉は酸化・加工硬化などにより TiN 膜を摩耗させるくらいに硬くなる。この摩耗粉及び摩耗した TiN 摩耗粉がアブレッシブ粒子として働き、しゅう動部の両脇部分が選択的に摩耗する。

図6 推定される摩耗過程

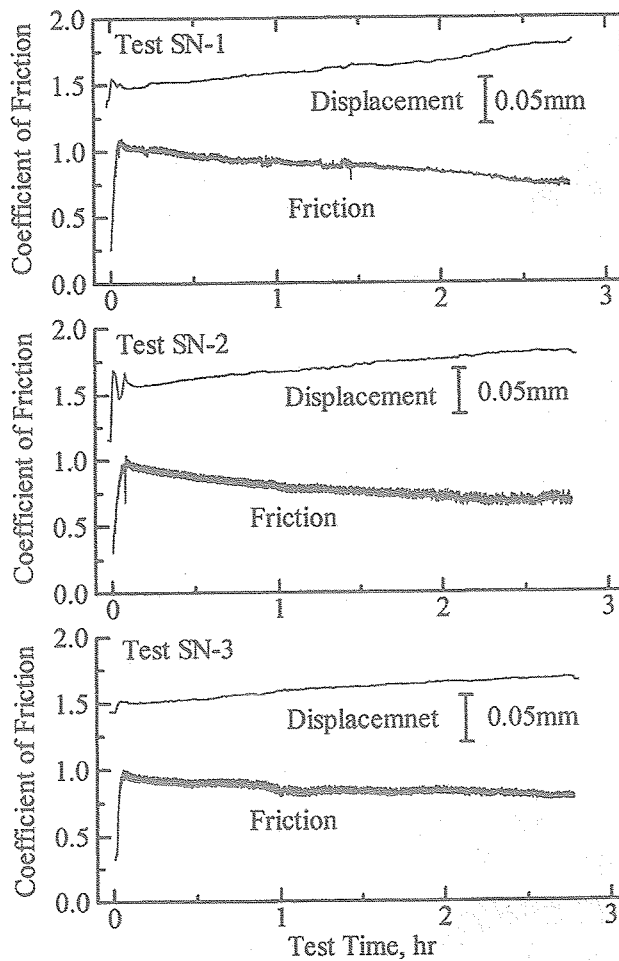


図7 摩擦係数, ボール試験片の変位 (Si₃N₄ボール/M-50円板+TiN被膜)

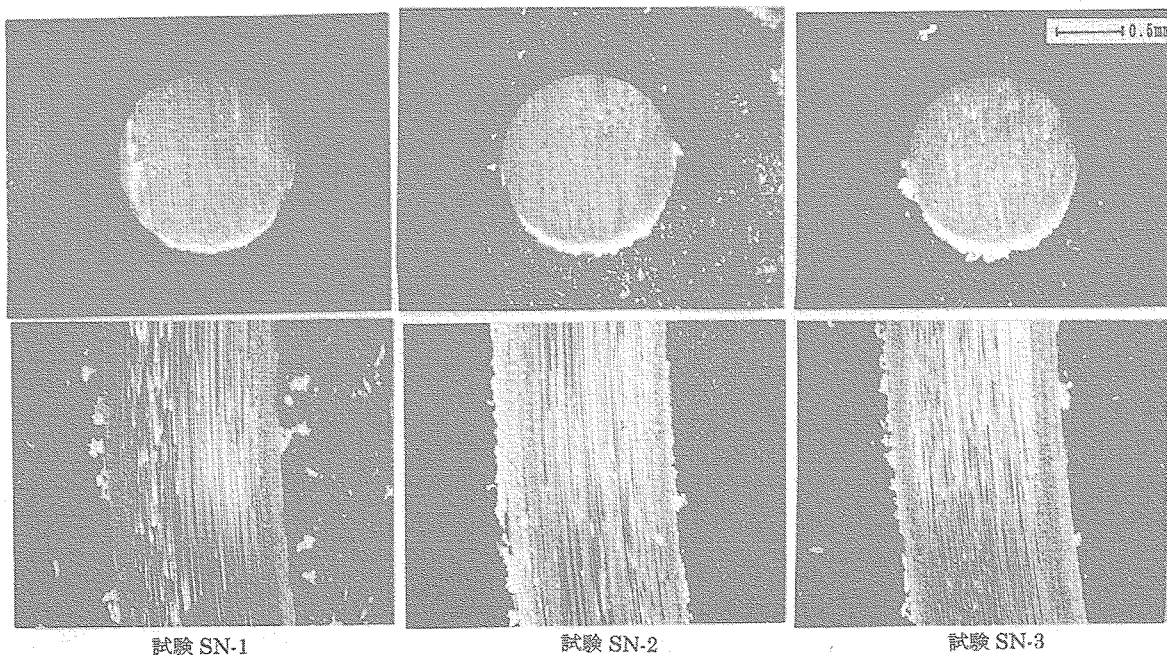


図8 試験後の摩擦面の外観 (Si₃N₄ボール/M-50円板+TiN被膜)

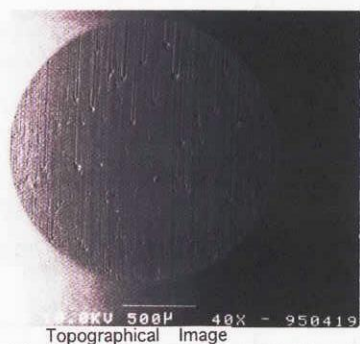

 SN-3: $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{M-50}+\text{TiN}$ -- No.3

 図9 試験後 Si_3N_4 ボールの電子顕微鏡写真 (試験SN-3)

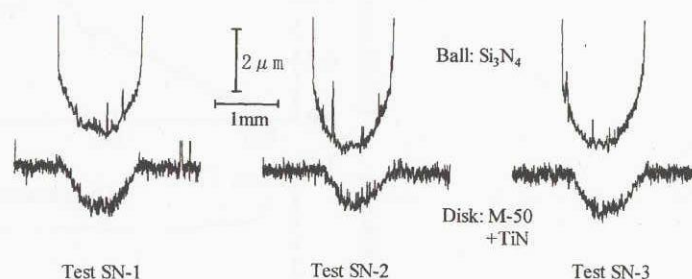
に進行していたことを示唆している。この組合せの場合、比摩擦量(単位荷重、単位摩擦距離当たりの摩擦速度)が意味を持つパラメータであったと言える。摩擦特性の再現性は、M-50ボールの場合よりも良好であった。

試験後の摩擦面の顕微鏡写真を図8に、試験SN-3のボール表面の電子顕微鏡写真を図9に、摩擦面の表面あらしさを図10に示す。3試験ともに表面の状態、表面形状はきわめて類似していた。試験後の摩擦面には多くのスクラッチが円板、ピン試験片に見られ、遊離した摩擦粉が摩擦面にトラップされ、これがスクラッチを引き起こしたと思われる。ただし、スクラッチの長さは上述したM-50ボールの場合に比べかなり短く、この組合せでは摩擦粉が表面にあまり強固に保持されないものと思われる。

(3) M-50 ボール+TiN膜/M-50 円板+TiN膜

図11に、3回の試験(試験番号TN-1~TN-3)における摩擦係数、ボール試験片の変位を試験時間に対して示す。この組合せでは、3回の試験で摩擦特性はかなり異なった。いずれの試験でも、試験開始直後の摩擦係数は0.15と同一であったが、その後、試験TN-1では1.1まで、試験TN-2では0.5まで上昇して一定となったが、試験TN-3では試験終了直前まで0.15という低摩擦係数を保ち、試験終了時でも0.3であった。また、ピン変位には3回の試験で一定の傾向がみられない。

試験後の摩擦面の顕微鏡写真を図12に、ボール表面の電子顕微鏡写真を図13に、摩擦面の表面あらしさを図14に示す。試験後の円板は、試験TN-1, TN-2では摩擦が認められたが、試験TN-3ではほとんど摩擦が認められない。一方、ボール試験片は3回の試験でかなり異なった様相を示した。試験TN-1では、直径約0.5mmの範囲でM-50の下地が露出しており、図14の表面形状をみると


 図10 試験後の摩擦面の表面形状
(Si_3N_4 ボール/M-50円板+TiN被膜)

この部分が最も突き出ている。図13(a)の凹凸像でも突出部がよく確認できる。すなわち、この試験では試験後期にはM-50(ボール)とTiN(円板)の摩擦となっていたことがわかる。このことは摩擦係数が、ボールがM-50の試験M-1~3とほぼ同等であったことから確認できる。なお、この試験に用いたボールの接触領域の周辺部で、図12にみられるように、TiN膜が剥がれていた。この剥離がどの時点で発生したか不明だが、このボールではTiN膜の剥離が起りやすい成膜状態であった可能性がある。

試験TN-2におけるボールのM-50の露出面積は、図12, 図13(b)に見られる通り試験TN-1とほぼ同じだが、図13(b)にみられるように突起部分は少なく、また図14に示したようにその高さも大きくない。この試験では、ボールのM-50、TiNの部分が両方ともに同程度の荷重を負担して摩擦したために、摩擦係数がM-50ボールの約1.0に比べ約0.5と低くなったものと思われる。一方、試験TN-3では図12, 図13(c)に見られるようにM-50の露出部分は試験TN-2に比べてもかなり小さくなっている。ボールのM-50の部分は円板との接触が限られており、これが試験終了時でも約0.3という低い摩擦係数につながったものと思われる。以上の結果は、TiN/TiNの組合せの摩擦では摩擦係数は0.15程度と比較的低いこと、ボールのTiN膜の一部が破断してM-50が露出する部分が増えるに従い摩擦係数が0.3~0.5へと増大すること、そしてM-50/TiNの摩擦では摩擦係数が1.0程度にまで達することを示している。

3回の試験において想定される接触状態を図15に示す。試験TN-1ではTiN被膜が早期に破断し、摩擦したM-50の摩擦粉が接触面間に入り込んだためボールのM-50とディスクのTiN被膜が摩擦したのと同じ状態となった。試験TN-2では、やはりボールのTiN被膜が破断し

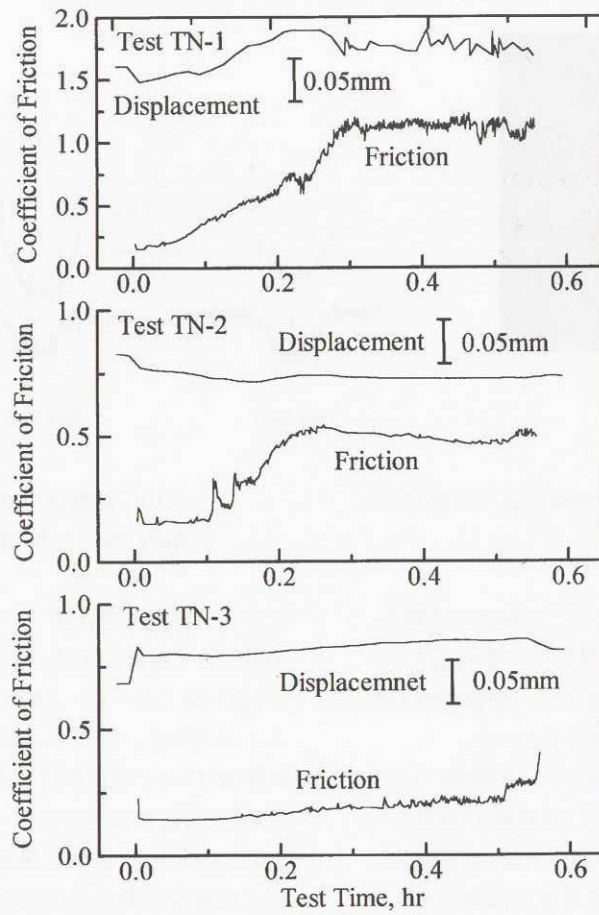


図11 摩擦係数, ボール試験片の変位 (M-50ボール+TiN被膜/M-50円板+TiN被膜)

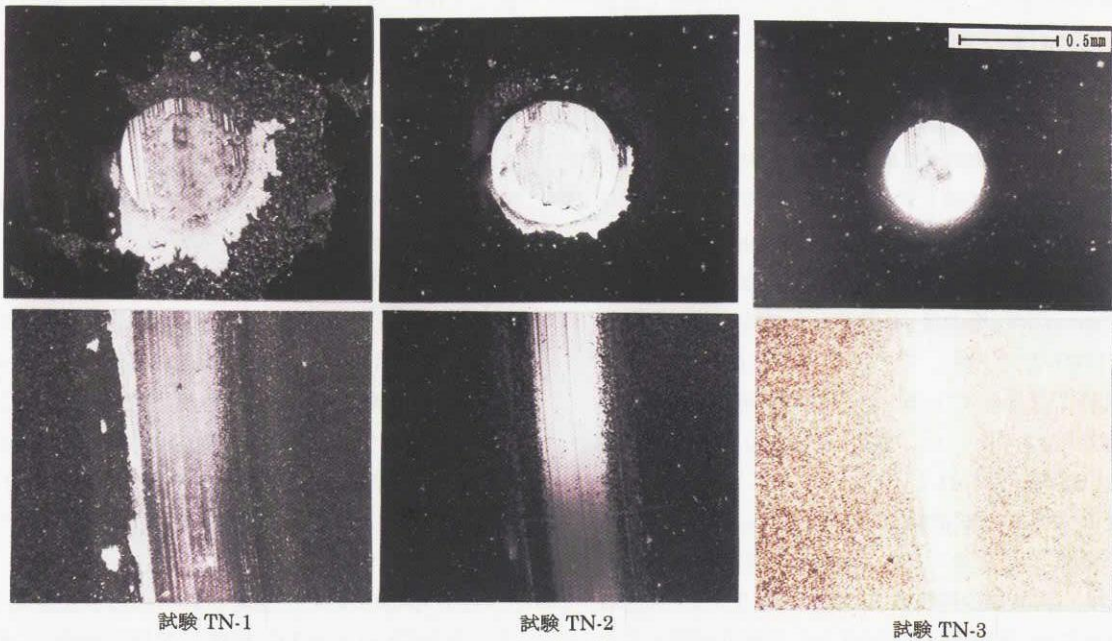
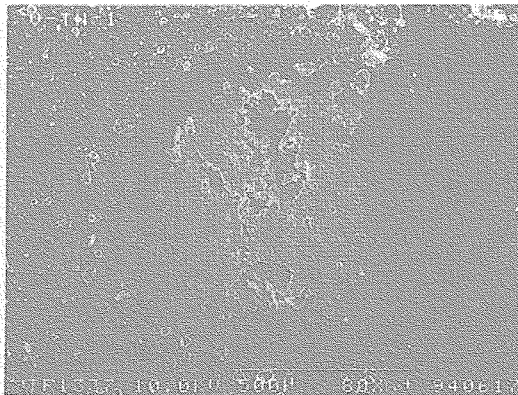
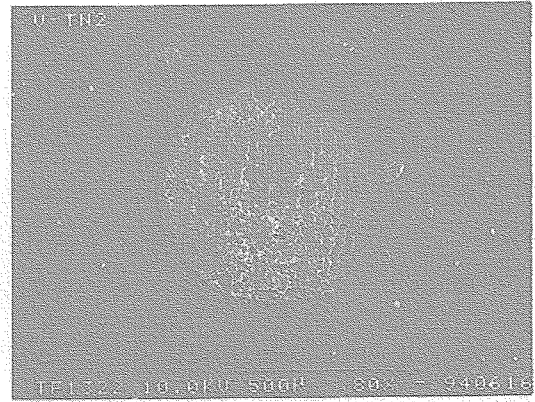


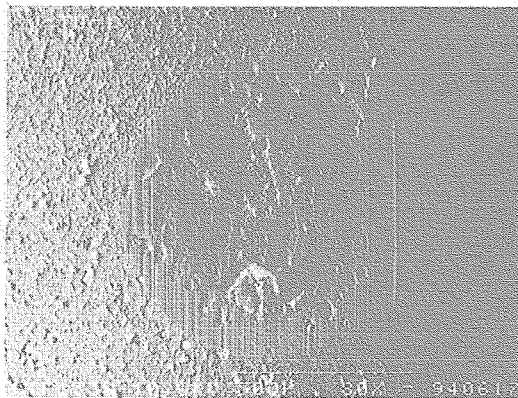
図12 試験後の摩擦面の外観 (M-50ボール+TiN被膜/M-50円板+TiN被膜)



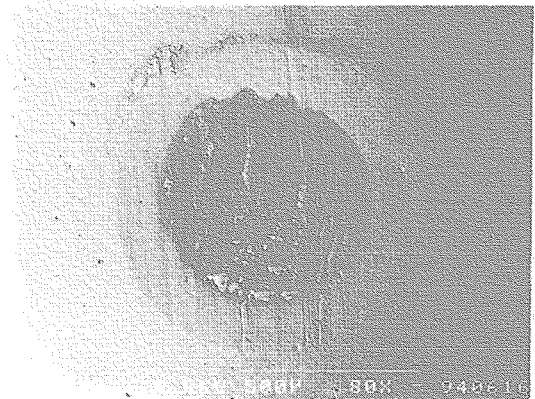
SEM Image



SEM Image



Topographical Image



Topographical Image

TN-1: M-50+TiN/M-50+TiN -- No.1

TN-2: M-50+TiN/M-50+TiN -- No.2

図13(a) 試験後ボールの電子顕微鏡写真 (試験TN-1)

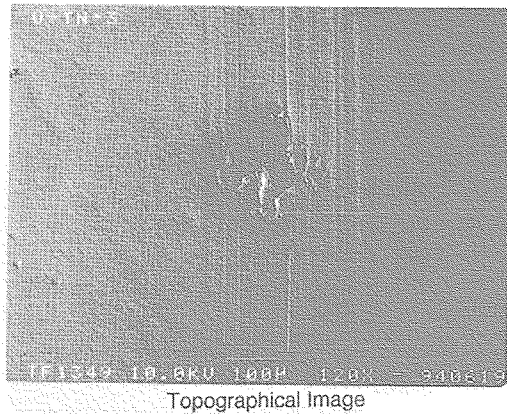
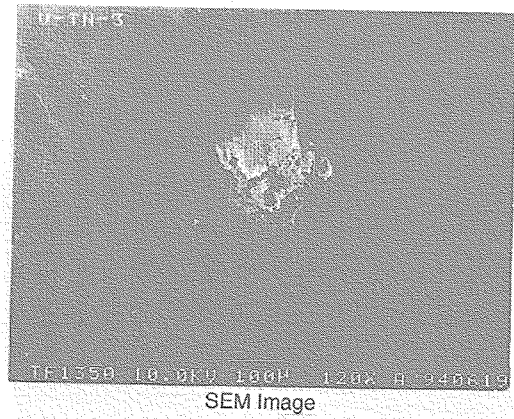
図13(b) 試験後ボールの電子顕微鏡写真 (試験TN-2)

M-50が露出したが、摩耗粉は接触面間からは排除されたために、M-50/TiNとTiN/TiNの摩擦が混在した状態となり摩擦係数が試験TN-1ほどには上昇しなかった。一方、試験TN-3では、TiN被膜の破断は限定された範囲に留まったため、ほとんどがTiN/TiNの摩擦という状態となり摩擦係数がさらに低くなったと想定される。

(4) 摩擦試験の再現性の検討

図16に、各試験における最大摩擦係数、すべり距離200mと1000m (M-50+TiN膜/M-50+TiN膜の組合せでは100m及び200m)での摩擦係数、及びボール・ディスクの摩耗体積を示す。摩擦特性については、M-50/M-50+TiN膜、Si₃N₄/M-50+TiN膜の組合せでは、最大摩擦係数、200m・1000mでの摩擦係数ともに概ね再現性は

良好という結果が得られた。しかし、M-50+TiN膜/M-50+TiN膜の組合せでは摩擦特性の再現性はよくない。このように再現性がない原因は、上述したように、ボールのTiN膜の耐摩耗性が3試験で相違したためと考えられる。摩擦係数の変化から判断すると、ボールのTiN膜の寿命は試験TN-3で0.5時間、試験TN-2で0.1時間、試験TN-1で数分であったと推定される。一方、摩耗量についてもM-50/M-50+TiN膜、Si₃N₄/M-50+TiN膜の組合せでは、ボール・円板ともに若干差異が認められるが、再現性は良好である。これに対して、M-50+TiN膜/M-50+TiN膜の組合せでは、TiN膜/TiN膜の摩擦が支配的と推定される試験TN-3ではディスク摩耗はかなり小さくなっているが、M-50が露出したと考えられる試験TN-1、TN-2ではやや多くなっている。



TN-3: M-50+TiN/M-50+TiN -- No.3

図13(c) 試験後ボールの電子顕微鏡写真 (試験TN-3)

以上の結果から判断すると、M-50+TiN膜/M-50+TiN膜の組合せで摩擦試験の再現性が良好でなかった原因は、ボールのTiN被膜の摩耗特性に再現性がないために摩擦ペアの材料が相違してしまったためと推定される。Si₃N₄/M-50+TiN膜の組合せでは、比摩耗量が意味のある値となる定常的な摩耗特性を示し、再現性がきわめて良好であった。一方、M-50/M-50+TiN膜の組合せでは、特異な摩耗形状にもかかわらず3試験できわめて類似した摩耗形状を示しており、摩耗メカニズム・プロセスは同じであったと想定される。本実験結果は、摩耗メカニズムが同じであれば摩擦試験の再現性は高いということを示唆している。逆に言えば、摩擦試験で再現性がない場合は、摩擦中に摩耗メカニズムが変化したためである可能性が高い。

2.2. ESTL ラウンドロビンテスト

ESTL (European Space Tribology Laboratory) ラウンドロビンテストは、VAMASプロジェクトの手法を宇宙

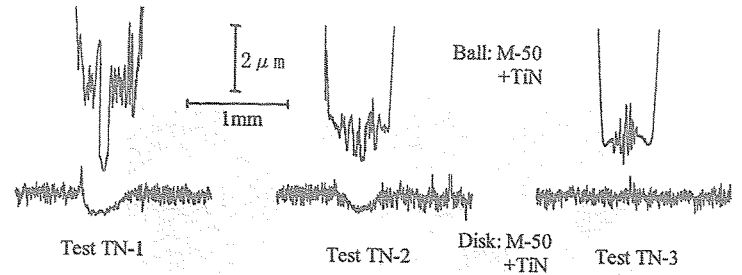


図14 試験後の摩擦面の表面形状
(M-50ボール+TiN被膜/M-50円板+TiN被膜)

用として広く用いられている3種の材料組合せについて適用したものである。ESTLが用意した共通試験片を用い、同一の条件で5カ国7機関が参加して行われた^{7,8)}。5機関はボール/ディスク試験、1機関が円筒/円板試験、1機関が2円筒ころがり/すべり摩擦試験である。以下、航空宇宙技術研究所が担当した2円筒ころがり/すべり摩擦試験の実験結果を述べ、再現性を検討する。

2.2.1. 摩擦試験機、試験片、および試験条件

試験に用いた真空ころがり/すべり摩擦試験機の概要を図17に、試験機外観写真を図18に示す。試験片は各々独立のモータで駆動される主軸に取り付けられており、モータ回転数を調整して任意のすべり率を与えられるようになっている。各回転軸の真空シールは磁性流体シールを用いた。図17の左側の主軸系は支点周りに回転できる構造となっており、この主軸系に取り付けられた円板を重錘により他の円板外周面に押付け、荷重を負荷する。図17右側のモータと試験片を取り付けた固定主軸の間にトルク変換器を設置し、摩擦トルクを測定した。測定されたトルクは、摩擦トルクと磁性流体シールのトルクとの和である。このため摩擦トルクは、測定されたトルクから試験前に試験片を非接触状態にして回転させ安定した状態のトルク（磁性流体シールのトルク）を差し引いて算出した。試験中の摩耗状態をモニターするため、荷重アーム部の変位を渦電流式の変位計で測定した。またアウトガスを調べるため、分析範囲m/e=1~100の4重極質量分析計を取り付けた。

試験片はすべて、ESTLで準備・洗浄され、窒素ガス封入プラスチックバッグに梱包された状態で提供された。試験片の準備・洗浄の詳細については文献8に記述されている。それによれば、試験片の洗浄は、まず目視でコンタミネーションが認められなくなるまでイソプロパノール (IPA) を浸したダストフリーリントによる拭き取りと超音波洗浄を行った後、さらにIPA超音波洗浄10分、

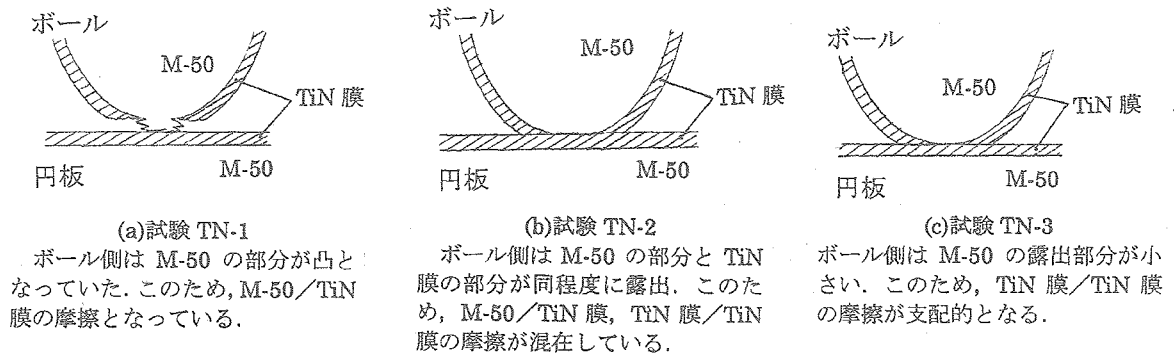


図15 推定されるボール/円板の接触状態

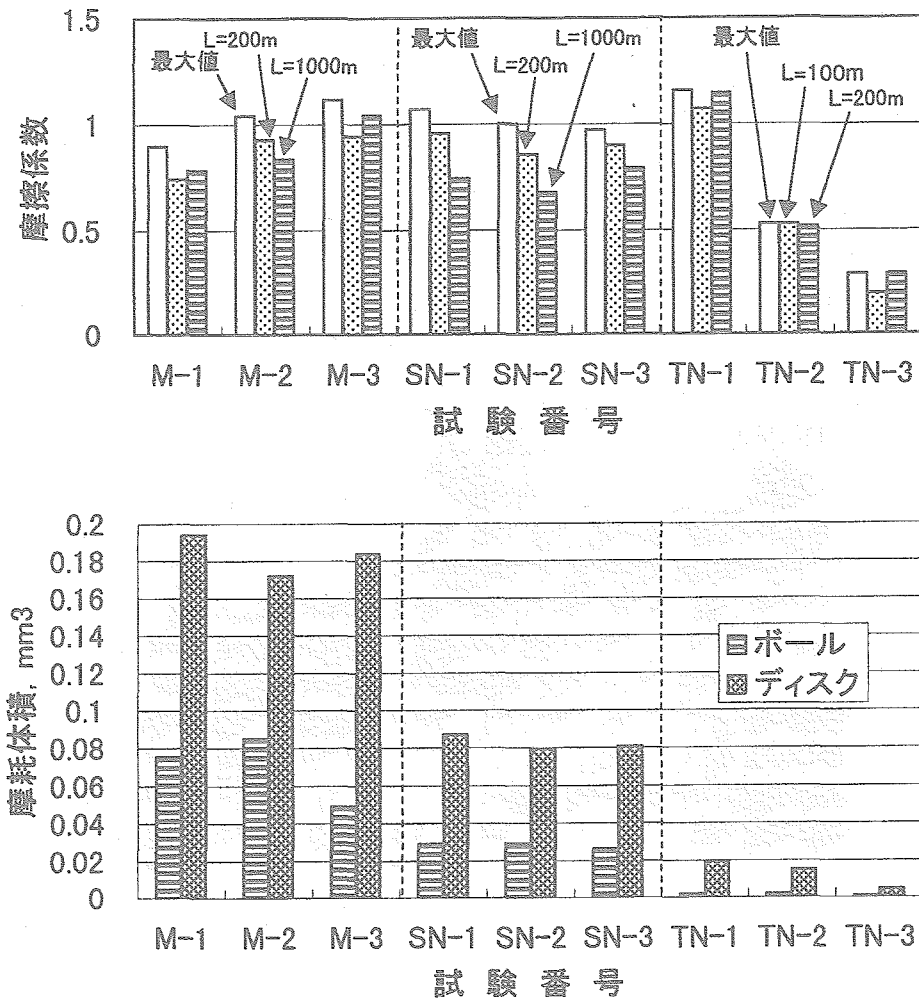


図16 各試験における摩擦係数と摩耗量の比較

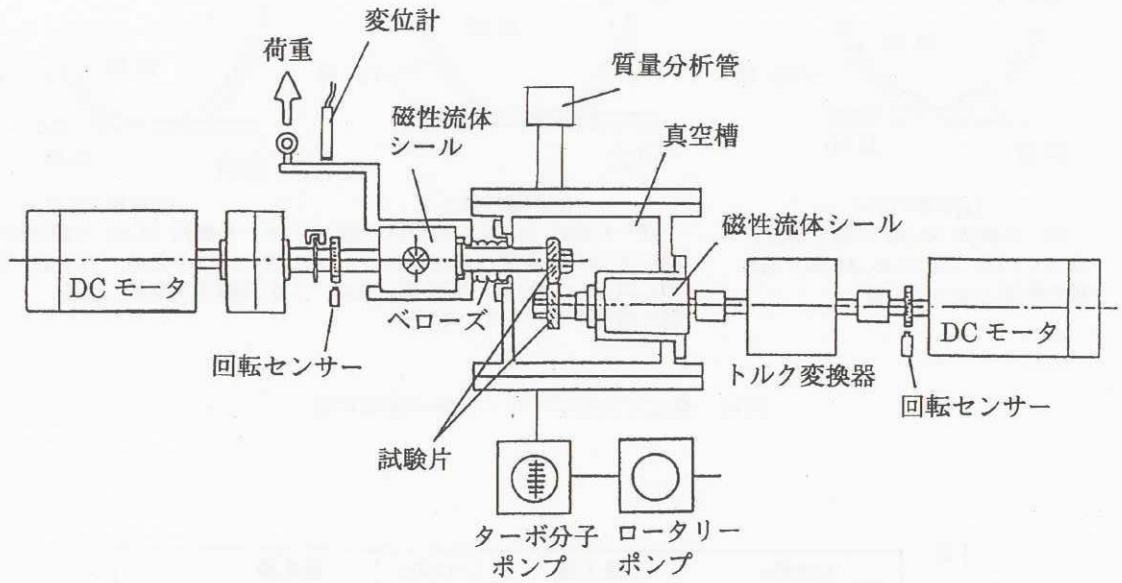


図17 ころがり／すべり摩擦試験機

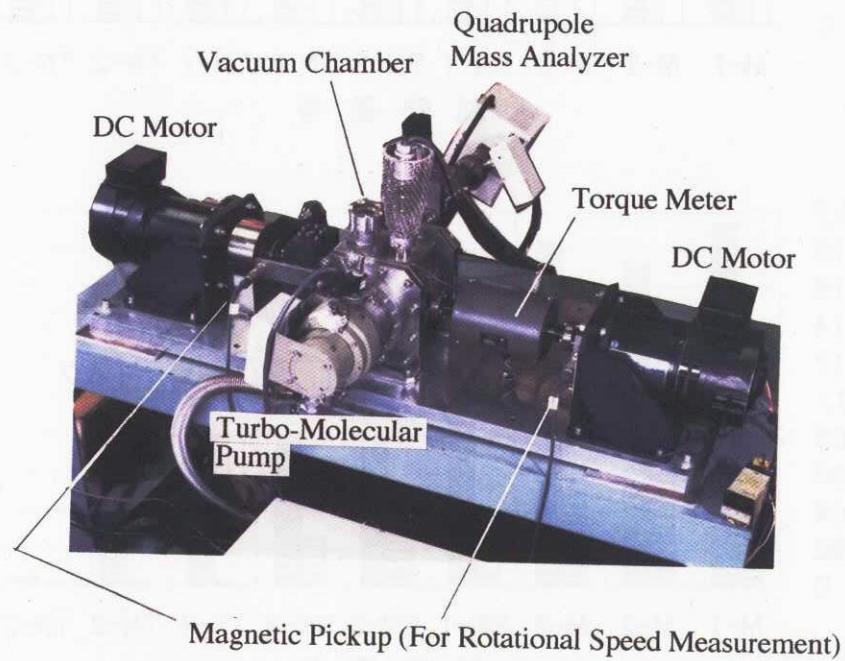


図18 ころがり／すべり摩擦試験機の外観写真

表3 試験片の組合せ、試験条件

試験片組合せ	1	2	3
円筒試験片	52100鋼 +MoS ₂ スパッタ膜	52100軸受鋼	52100軸受鋼
鼓状試験片	52100軸受鋼	鉛青銅 (LB9)	ポリイミド (Vespel SP-3)
鼓状試験片のR	50 mm	300 mm	50 mm
回転速度	0.5 m/s(240 rpm)	0.1 m/s(50 rpm)	0.1 m/s(50 rpm)
すべり率	10 %	10 %	10 %
荷重	100 N	5 N	5 N
平均ヘルツ面圧	578 MPa	125 MPa	22 MPa
試験時間	48 h または 摩擦係数が0.1に上昇する まで	8000回転または 摩擦係数が0.5に上昇する まで	8000回転または 摩擦係数が0.5に上昇する まで

Arklone-P超音波洗浄10分、Arklone-Pのリンスを行い、ダウンフローキャビネットで乾燥させている。航空宇宙技術研究所では、指示に従い追加洗浄は行っていない。試験片の組合せ、試験条件を表3に、試験片の形状と回転軸への取付状況を図19に示す。試験面は直径40mmの円筒外周面で、片当たりを避け、設定した面圧で接触できるように片方の試験片はRが付いた鼓形状となっている。その曲率半径は、52100鋼/52100鋼+MoS₂スパッタ膜、ポリイミド/52100鋼の組合せでは50 mm、鉛青銅/52100鋼の組合せでは300mmである。

試験は、各試験片の組合せについて同一試験条件で3回行った。運転条件は、52100鋼/52100鋼+MoS₂スパッタ膜の組合せでは荷重100N、回転速度0.5m/s(240rpm)、鉛青銅/52100鋼及びポリイミド/52100鋼では荷重5N、回転速度0.1m/s(60rpm)で、すべり率は10%である。試験中の真空圧力は10⁻⁵ Pa台であった。

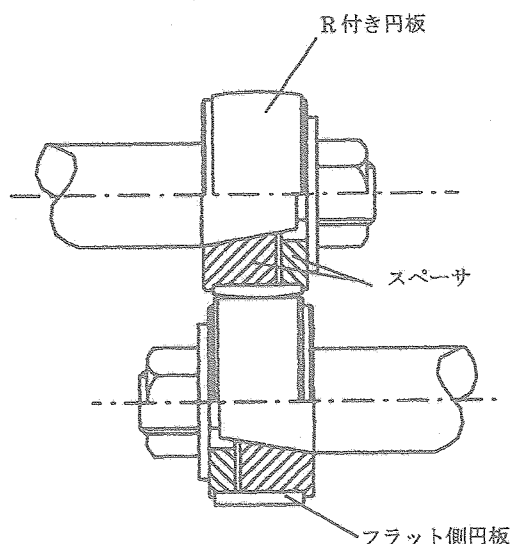


図19 ころがり/すべり試験片

2.2.2. 実験結果と考察

図20に、各試料組合せの3回の試験における摩擦係数の推移を示す。図中の番号は、同一条件における試験の順番を示している。52100鋼/52100鋼+MoS₂スパッタ膜の組合せでは、いずれも指定された試験時間48時間(摩擦回数で69×10⁴回)以内に被膜寿命となり試験を停止させた。被膜寿命には約2倍の開きがあるが、摩擦係数が初期に約0.04、その後徐々に低下し0.015程度で安定した後、被膜破断により急増するという推移はきわめて類似している。被膜寿命の相違が2倍程度というのは、従来の実験結果からみても再現性は良好である。鉛青銅/52100鋼、ポリイミド/52100鋼の組合せでは、すべての試験で停止条件である摩擦係数0.5まで上昇することはなく、指定された8000回転まで試験を行った(鉛青銅/52100鋼の1試験では、ミスにより約8800回転まで運転した)。鉛青銅/52100鋼の組合せでは、摩擦係数は初期に0.2程度であるがすぐに0.15程度に低下し、その後は安定した値を示した。一方、ポリイミド/52100鋼の組合せでは、摩擦初期は摩擦係数が0.4~0.5と高いが、約1000回摩擦後に急激に低下し、その後は0.1以下の良好な特性を示した。両組合せともに、摩擦係数の値・推移のいずれも再現性は極めて良好である。

図21は試験中の鼓状試験片の変位である。各組合せ毎に1例を示してあるが、3回の試験での変位の推移は同様の傾向であった。図中「Near」と表示されている方向は試験片が近寄る方向、すなわち摩耗していることを示唆し、「Far」は試験片が遠ざかる方向、すなわち摩耗粉の付着や転移膜が形成されたことを示している。なお、図中のエラーバーは測定値の変動で、試験片製作時の同心度(製作時の指定は10μm以下)や取付部のはめあいすきまによる試験片外周面の振れに起因するものである。試験中、摩擦面は5~20μm変位していたことがわかる。

52100+MoS₂膜/52100の組合せでは、試験中、常に試験片が「Near」の方向に動いている、という測定結果となった。試験後の検査では後述するように、被膜の摩耗は1μm程度であり相手材にはほとんど摩耗が生じていなかったため、この変位は試験片の摩耗により生じたものではない。試験片が直径すきま20~40μmをもつホルダーを介して軸に取り付けられていること(図19参照)、この試験の場合には荷重が比較的大きいことを考慮すると、試験中の振動などにより、すきまの部分で半径方向に試験片が変位したためと思われる。試験最後の部分で、試験片はやや「Near」方向に動いた後、ついで「Far」方向に動いた。これは、残留していた被膜が突然摩耗し、ついで、金属同士の接触によって生じた摩耗粉が摩擦面に

入り込んだためと思われる。

鉛青銅/52100鋼の組合せでは、試験中ほとんど試験片の変位はみられなかった。一方、ポリイミド/52100鋼の組合せでは、試験初期に「Near」の方向に動いた。この期間は、図20と比べると、摩擦係数が高い時と一致している。ついで、試験片は「Far」方向に動きだし、摩擦係数が大きく低下した。試験後の52100鋼の表面には、後述するように転移膜が形成されていることが確認されており、試験初期にまずポリイミドに摩耗が生じ、ついでポリイミドの転移膜が鋼表面に形成され、これが良好な潤滑特性につながったものと思われる。

なお、試験中の真空槽の残留ガスを4重極質量分析計で調べたが、検出されたピークは、試験前に検出された

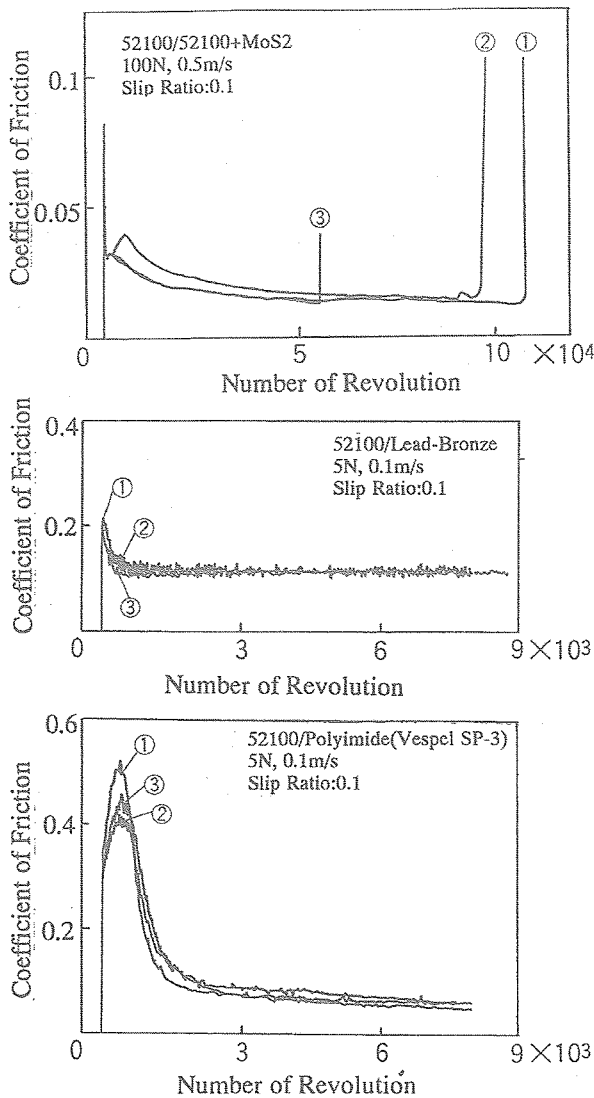


図20 各試験における摩擦係数の推移

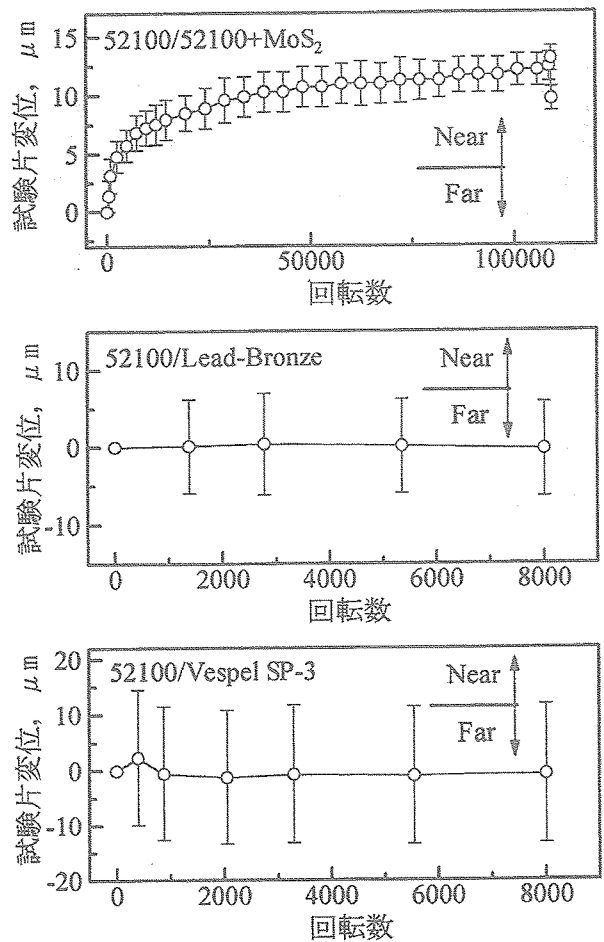
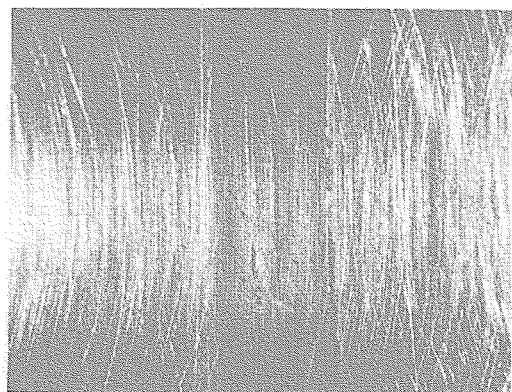
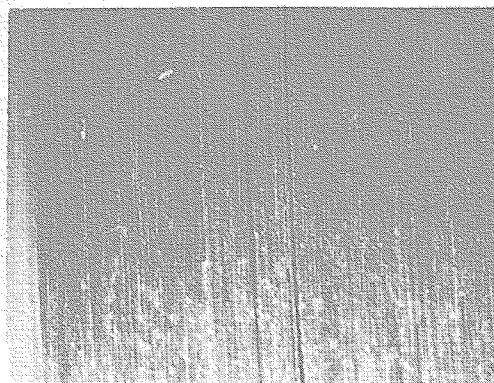


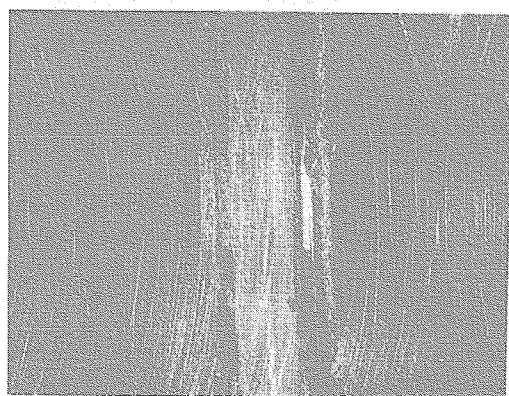
図21 試験中の鼓型試験片の変位



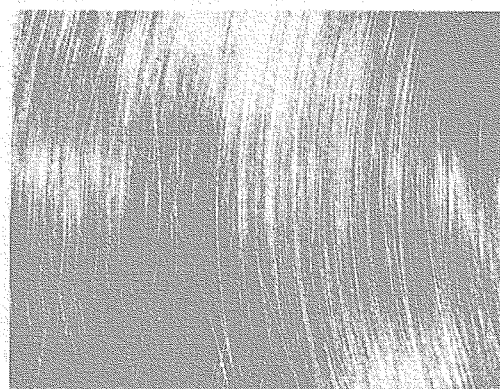
R 付き円板
52100 軸受鋼



R 付き円板
鉛青銅



フラット側円板
52100 軸受鋼+MoS₂膜



フラット側円板
52100 軸受鋼

図22(a) 試験後の摩擦面表面の顕微鏡写真

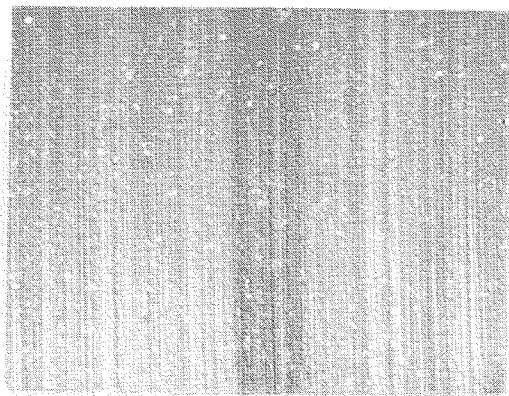
図22(b) 試験後の摩擦面表面の顕微鏡写真

通常の真空槽にみられるH₂O, CO, CO₂などであり、試験片からのアウトガスは検出されなかった。既に宇宙用として実用されている材料の組合せの試験であり、当然ではあるが、アウトガス特性には問題がないことが再確認された。

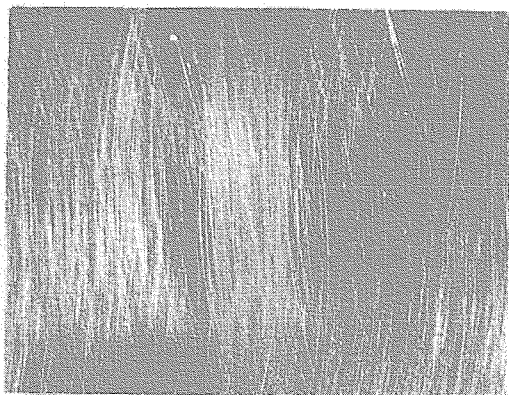
図22に試験後の摩擦面表面の顕微鏡写真、図23にあらさ形状を示す。52100鋼/52100鋼+MoS₂スパッタ膜の組合せでは、約1μmの厚さのMoS₂膜は完全に摩耗しており、相手材の52100鋼にはMoS₂の移着が観察され摩耗はほとんど認められない。鉛青銅/52100鋼の組合せでは、外観写真で鉛青銅側にわずかに摩擦痕が認められる程度で、あらさ測定からはほとんど摩耗痕が特定できない。きわめて摩耗が少なかったことが確認できる。一方、ポリイミド/52100鋼の組合せでは、外観写真から鋼表面上に転移膜が形成されていることが観察され、ポリイミド側にも摩耗が認められる。ただし、あらさ測定からは転移膜は測定不能であり、ポリイミドの転移膜はき

わめて薄いものと推定される。

図24は、摩擦係数の変化を、このプロジェクトに参加した法政大学で行われたボール/ディスク試験の結果と比較したものである²⁾。52100鋼/52100鋼+MoS₂スパッタ膜の組合せの場合、寿命は異なるものの摩擦係数の推移はボール/ディスク試験と2円筒ころがりすべり試験で大きな相違はない。鉛青銅/52100鋼の組合せでは、摩擦係数の推移の傾向は類似しているが、安定した摩擦係数はボール/ディスク試験で0.18、2円筒ころがりすべり試験で0.13とやや異なっていた。一方、ポリイミド/52100鋼の組合せの場合、いずれのコンフィグレーションでも摩擦係数は試験初期に急激に増加し、ついで急激に0.04~0.05程度の極めて小さい値に低下したが、摩擦係数が低下する摩擦回数が大幅に異なった。この組合せの場合、摩擦係数の低下はポリイミドの転移膜形成が原因と考えられ、転移膜形成にはすべり摩擦が大きな影響を及ぼすと考えられる。このため、すべり摩擦距離に対し



R 付き円板
Polyimide (Vespel SP-3)



フラット側円板
52100 軸受鋼

図22(c) 試験後の摩擦面表面の顕微鏡写真

て摩擦係数をプロットしてみたのが図25である。摩擦係数の推移はきわめて類似しており、摩擦係数が低下する摩擦距離は、ボール/ディスク試験で約10m、2円筒ころがり/すべり試験で約20mである。転移膜は主にすべり動作により形成され、ころがり/すべりより純すべりの方が転移膜は形成されやすいものと思われる。

本実験により、真空中のころがり/すべり摩擦試験においても再現性はきわめて良好であることが確認された。ただし、今回のラウンドロビンテストでは2円筒ころがり/すべり摩擦試験は航空宇宙技術研究所のみが実施しており、摩擦試験機が異なる場合の再現性は比較できなかった。興味深いのは、すべり率10%のころがり/すべり摩擦試験、純すべり摩擦のボール/ディスク試験とかなり異なる摩擦形態にもかかわらず、図24ではMoS₂膜、鉛青銅にかなり類似の摩擦の推移がみられたこと、図24では全く異なってみえたポリイミドの摩擦が転移膜形成メカニズムを考慮してプロットすると図25のように類似したことである。

2.3. ラウンドロビンテストで得られた摩擦試験の再現性に関する知見

摩擦試験の再現性が乏しいことはよく経験することであり、これ故にラウンドロビンテストが計画・実施されたと思われる。しかし、上述したラウンドロビン試験では、摩擦試験の再現性は概ね良好であるという結果が得られた。今回の試験では、試験条件が厳しく指定されており、そのために試験結果の再現性が高かったことは確かだ

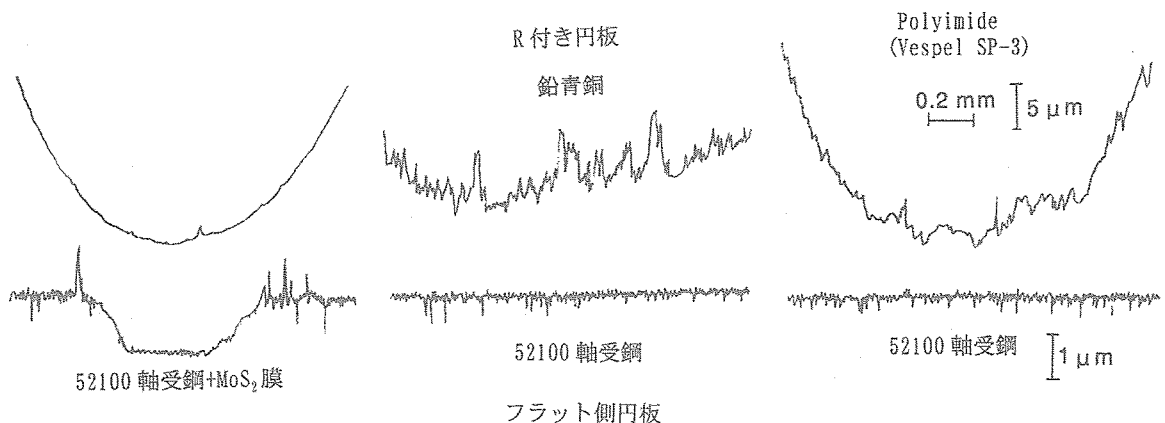


図23 試験後の摩擦面のあらさ形状

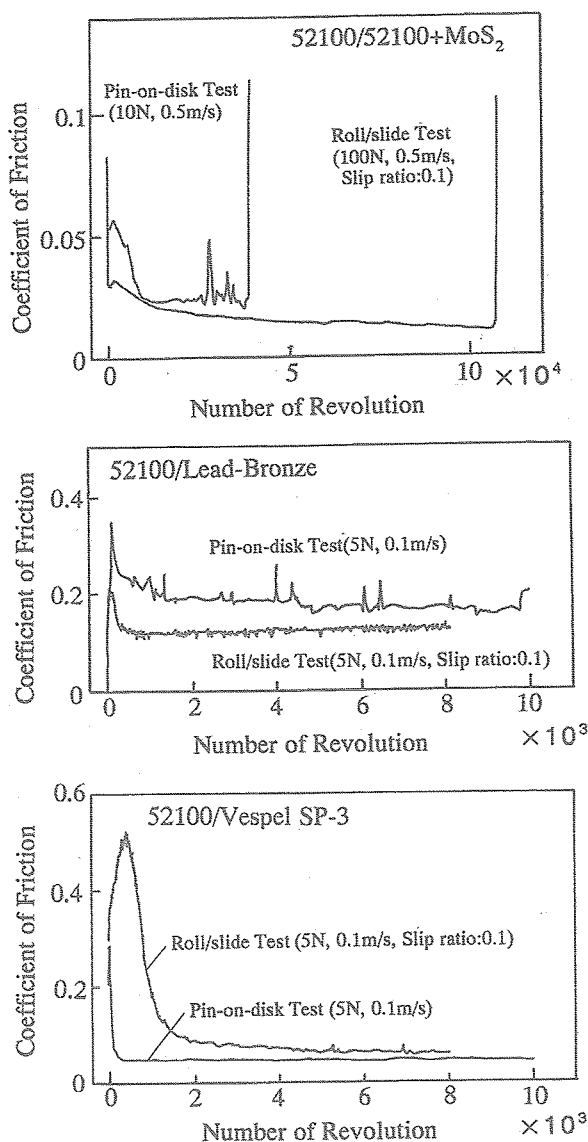


図24 ボール/ディスク試験と2円筒ころがりすべり試験との比較

あろう。また、2.1節のM-50/M-50+TiN被膜のように摩擦形態が特殊な場合や、2.2節の52100/ポリイミドのように転移膜が摩擦特性を支配していたと考えられる場合でも摩擦特性の再現性は良好であったことは注目に値する。従来、摩擦試験の再現性が不良であったのは、試験料や摩擦条件に微妙な差があり、これが摩擦摩耗メカニズムを大きく変化させたためである可能性が高い。摩擦摩耗メカニズムが同一となる条件で摩擦試験を実施すれば、良好な再現性を期待できると思われる。

ただし、被膜寿命に関しては再現性が劣るという結果であった。上述した航空宇宙技術研究所の試験では、被膜寿命の相違は数倍程度以内に収まったが、ESTLのMoS₂被膜に関するボール/ディスク試験のラウンドロビンテ

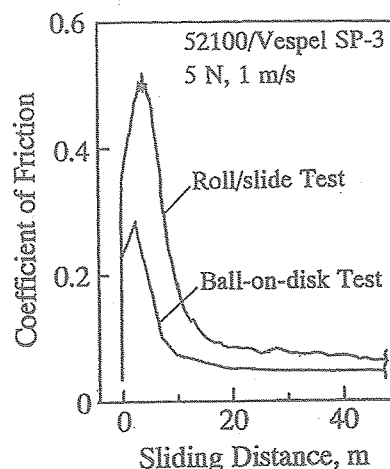


図25 すべり摩擦距離に対して摩擦係数をプロットした場合

ストでは、寿命が10倍近く(極端に寿命が短かった1例を加えると1000倍近く)異なることが報告されている^{7,8)}。被膜破断・剥離などカタストロフィックな現象に支配される被膜寿命では、再現性がある程度不良となるのはやむを得ない面がある。摩擦試験で被膜寿命を評価する場合は、振動や荷重荷法などカタストロフィックな被膜破断につながる恐れのある要因をできるだけ排除して試験条件を設定するとともに、寿命に相違がみられた場合は、摩擦面の観察などから寿命に至ったメカニズムが同じかどうかの検討を行う必要がある。

3. 種々のスパッタ装置で成膜したMoS₂被膜のトライボロジー特性

固体潤滑被膜では、成膜条件のわずかな相違が被膜の性質に大きな影響を及ぼすことがある。前節のラウンドロビンテストでは、被膜性質の相違による影響を排除するため、同一機関が同一の条件で作成した被膜を試験片としたが、それでも被膜寿命の再現性があまり良くないケースも見受けられた。固体潤滑被膜の寿命を評価した結果が多数報告されているが、その場合は異なる機関が異なる条件で被膜を作成している。類似の被膜でも寿命に大きな相違がみられるケースが多々あるのは、摩擦試験法だけでなく、被膜自体の性質に相違があった可能性もある。例えば、スパッタMoS₂膜といっても種々の方式、条件で成膜されており、成膜方式・装置・条件が異なれば被膜の性質、トライボロジー特性も異なると思われる。また、摩擦形態(純すべり、ころがり/すべり)が相違すると摩耗メカニズムが変化し、異なるトライボロジー特性を示す可能性がある。本節では、5機関・6種のスパッタ装置を用いて成膜したMoS₂膜についてトライボロジー

特性を比較・検討した結果について述べる。各被膜について、寿命の再現性を確認した上で、成膜装置・方式や摩擦形態によるトライボロジー特性の相違について検討する。

3.1. 実験装置、実験条件、下地試料

摩擦試験のコンフィグレーション、主な試験条件を図26に示す。トライボロジー特性評価には、3台のボール/ディスク型摩擦試験機、及び1台の2円筒ころがり/すべり型摩擦試験機を用いた。ボール/円板型摩擦試験機は、回転軸の方向が垂直、水平の2台の超高真空摩擦試験機(試験機No.1, No.2)と、垂直の回転軸をもつ雰囲気制御摩擦試験機(試験機No.C)である。2台の超高真空摩擦試験機の構造はほぼ同じで、回転軸先端に取り付けた試験円板に、真空槽外部のジムバル機構で支持されるアームに取り付けたボール試験片を円板に押しつける方式である。アームの真空シールはペローズで行い、荷重・摩擦測定を大気側で行えるようになっている。回転軸は、マグネットカップリングを介してモータで駆動される。主真空排気系は、試験機No.1, 2ではターボ分子ポンプ、試験機No.2ではイオンポンプを用いた。試験中の真空圧力は 10^{-5} Pa台であった。雰囲気制御摩擦試験機は、窒素ガス中及び乾燥空気中での評価に用いた。モータで駆動される回転軸上部に試験円板を取り付け、2対の玉軸受により荷重方向、摩擦力方向に自由に動けるアームに取り付けられたボールを円板に押しつける構造である。試験部をアクリル製のカバーで覆い、その内部にガスを送り込むことにより任意の雰囲気で行うことができるようになっている。ガス源には市販のガスボンベ(工業用ガス)を用いた。試験では、アクリル製カバー内を30分以上パージした後に試験を開始し、試験中は約3 L/minの流量でガスを流し続けた。いずれの試験機でも、荷重10N、すべり速度0.5m/sの条件で摩擦試験を行った。ボール/円板試験に供した下地円板は、ラップ仕上げされた直径45mm、厚さ8mmのSUS440C製で、表面あらさは中心線平均あらさで約0.04 μm である。相手側の玉はSUS440C製で、直径は7.9375mm (5/16インチ)である。

ころがり/すべり摩擦試験は、2節の図17, 図18に示した摩擦試験機を用い、真空中で行った。片当たりを避け、設定した面圧で接触させるため、1つの試料は円筒形状、他の試料は鼓状としたことは2節と同様であるが、鼓状試験片の曲率半径は150mmとした。両試料ともにSUS440C製で、直径40mm、厚さ10mmである。試験面の表面あらさは、中心線平均あらさで約0.1-0.15 μm であった。ただし、一部の試験では、これとは異なる表面あらさをもつ試験片も用いた。これ以降、円筒形状の試料をF側

円板、鼓状試料をR側円板と呼ぶことにする。摩擦試験は、F側円板の回転速度(N1)を0.5m/s一定とし、荷重100-150N、すべり率0.01-0.1の条件で行った。なお、すべり率(S)は、両試験片の回転数をN1, N2 (N1>N2)とした時、 $S=(N1-N2)/N1$ と定義した。また1試験ではスリップの方向を逆転させた試験も行った。

被膜がないと仮定して計算した最大ヘルツ接触圧力は、ボール/円板摩擦試験の場合で1.16GPa、ころがり/すべり摩擦試験では荷重150Nの時に0.75GPaである。被膜寿命は、ボール/円板摩擦試験の場合には摩擦係数が0.3に達した時点、ころがり/すべり摩擦試験では0.15に達した時点とした。

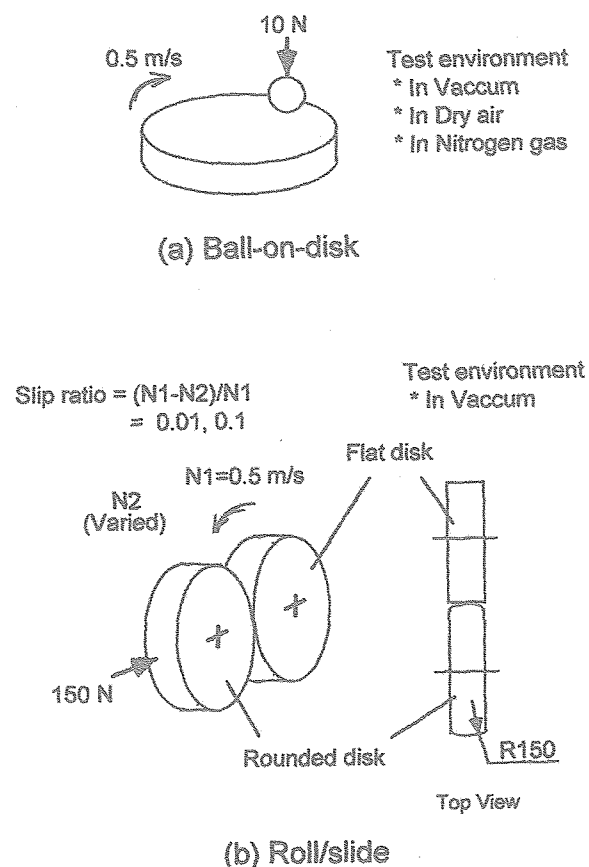


図26 摩擦試験のコンフィグレーション

3.2. 試験した MoS_2 被膜

試験した被膜は、5機関が所有する2種のRFスパッタ装置、3種のRFマグネトロン装置、1種のECRイオンビームスパッタ装置を用い、共通の円板試験片に成膜した合計6種の MoS_2 膜である。その作成装置・条件の概要を表4に示す。スパッタ中のArガス圧力は、スパッタ装置がRF方式では 10^{-2} Torr台、マグネトロン方式では 10^{-3} Torr台、ECRイオン銃方式では 10^{-4} Torr台と、装置の特徴

が現れている。またターゲット (MoS₂の供給源) も装置により異なっている。MoS₂膜は、航空宇宙技術研究所が提供した円板試験片に各機関で最適化された条件で膜厚1μmを目標に成膜を依頼した。表中でスパッタ時間がかなり異なっているのは、装置により成膜レートが相当に異なることを示している。

すべての被膜をボール/円板型摩擦試験で評価したが、ころがり/すべり摩擦試験には被膜A, B, C, Eを用いた。ころがり/すべり摩擦試験片では、MoS₂膜は円板の外周面に付着させる必要がある。被膜Bでは外周面をMoS₂ターゲットに平行に設置し、スパッタ中に試料を回

転させながら成膜した。このため、回転機構に高電圧を印加するのが難しく、被膜Bのころがり/すべり摩擦試験片では被膜処理前に試験片のスパッタエッチクリーニングは行っていない。被膜A, C, Eは、図27に示すように、試料外周面をMoS₂ターゲットと直角方向に設置して成膜した。このような試料面とMoS₂ターゲット面の位置関係の相違や、試料面のイオンボンバードによるクリーニングの有無により、ボール/円板摩擦試験用の試験片ところがり/すべり摩擦試験片の被膜の性質が異なることは十分に考えられる。

表4 スパッタ条件

被膜	スパッタ装置	ターゲット (注1)	スパッタ中の圧力 Torr	スパッタエッチクリーニング		スパッタ時間(注3) min
				下地	ターゲット	
A膜	RF	HP	5×10 ⁻²	○	○	30
B膜	RF	NA	2×10 ⁻²	○(注2)	×	30
C膜	RFマグネトロン	HP	6×10 ⁻³	○	○	30
D膜	RFマグネトロン	CIP	2×10 ⁻³	○	○	15
E膜	RFマグネトロン	HP	5×10 ⁻³	○	○	10
F膜	ECR イオン銃	CIP	1.5×10 ⁻⁴	○	×	180

(注1) HP: Hot-Press, CIP: Cold Isostatic Press, NA: Data Not Available

(注2) ころがり/すべり試験片では ×

(注3) 膜厚1μm (目標) の成膜に要する時間

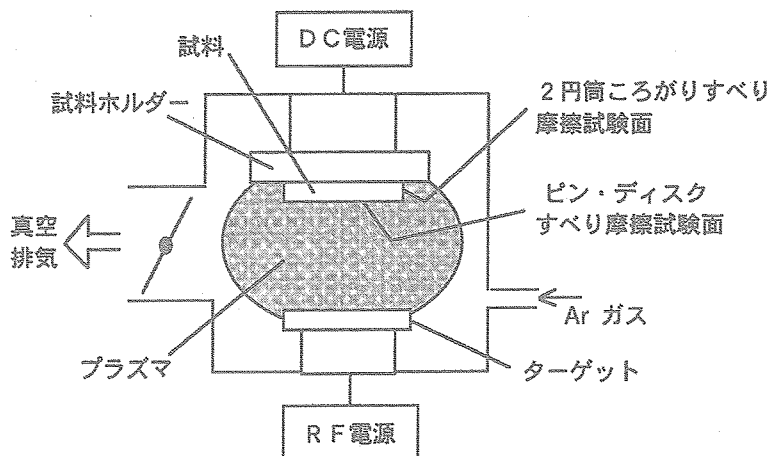


図27 スパッタ中のターゲットと成膜面の位置関係

表5に各被膜の色、膜厚、EPMA分析によるS/Mo比を示す。ボール/円板型摩擦試験用の被膜外観は、A, Bは黒色であったが、被膜C, D, Eはやや金属光沢をもつ銀灰色であり、被膜Fは金属光沢を示していた。スパッタ方

式により外観が異なっており、被膜性質も異なることを想定させる。EPMA分析によるS/Mo比は、被膜A, B, C, Eが1.7~1.8、被膜Dが1.4、被膜Fが1.0~1.3であった。被膜外観の色彩とは対応していない。ころがり/すべり摩

擦試験用の被膜C、Eでは外観が黒色となり、ボール/円板摩擦試験片の銀灰色とは異なっていた。前述したように、成膜面とターゲットの位置関係が異なっており、これ

が影響して被膜の性質も変化したものと思われる。被膜厚さは1 μm目標としたが、試験後の摩擦面形状の測定から推定した膜厚は、0.7~1.8 μm であった。

表5 試験MoS₂膜の性状

	ディスク試験片 (ボール/ディスク試験)			ころがり/すべり試験片	
	色	膜厚 (注1)	S/Mo 比(注2)	色	膜厚 (注1)
A膜	黒	1.0~1.1 μm	1.70~1.75	黒	0.6~0.9 μm
B膜	黒	1.1~1.8 μm	1.74~1.80	黒	0.8~1.5 μm
C膜	銀灰色	1.0~1.1 μm	1.78~1.82	黒	0.6 μm
D膜	銀灰色	1.3~1.7 μm	1.41~1.44	----	----
E膜	銀灰色	1.4~1.5 μm	1.80~1.89	黒	1.4~2.2 μm
F膜	金属光沢	0.7~1.0 μm	1.25~1.31 (注3) 1.02~1.06 (注4)	----	----

(注1) 試験後の摩耗痕形状から推定

(注2) EPMA(加速電圧7kV) で5箇所測定し、最大・最小を除いた3点の値。

(注3) イオンビームに近い側 (注4) イオンビームから遠い側

3.3. 試験結果と考察

3.3.1. ボール/円板型摩擦試験の再現性

一連の試験で得られた種々のMoS₂被膜の寿命を表6に示す。試験の最初のステップとして、まず各スパッタMoS₂膜のトライボロジー特性の再現性を真空中のボール/円板型摩擦試験により調べた。図28は、同一の摩擦条件(荷重10N、すべり速度0.5m/s)で試験した際の摩擦係数の推移である。ほとんどの試験は、回転軸が垂直な試験機No.1を用いたが、A膜、C膜では回転軸が水平である試験機No.2での結果も示してある。固体潤滑被膜を摩擦すると、摩擦係数の推移は運転初期にやや高く(なじみ時期)、その後は低い摩擦係数で安定し(定常状態)、ある時期から変動を示すようになり(部分破断、修復過程)、最終的には被膜が完全に破断して寿命(摩擦係数が0.3以上)に達するというパターンを示すのが一般的といわれている。しかし今回の一連の試験では、このような典型的なパターンを示すケースはそれほど多くなく、初期なじみ過程がほとんど見られない場合、定常状態で摩擦係数が徐々に変化する場合、変動期間がほとんどみられず急激に摩擦が増大し寿命に至る場合、定常状態が極端に短いケースなどがみられた。定常状態の摩擦係数は、ほとんどの被膜が概ね0.05程度であったが、0.1程度と高い場合や、0.02程度まで低くなった場合があった。

摩擦係数の全般的な推移をみると、被膜が同じ場合には摩擦係数の変化の様相はかなり似ており、そのために他の被膜と明らかに区別できる場合があった。例えばB

膜とC膜では、寿命に至る直前での摩擦係数の変動の有無から、被膜を識別できる可能性がある。このことは、被膜の種類による摩擦特性の相違が分かる程度に、摩擦試験に再現性があったことを意味する。いずれの被膜においても、初期なじみ過程が現れる場合、現れない場合があった。試験初期は、摩擦による被膜の破壊、移着などカタストロフィックな変化により摩擦界面の潤滑状態が決まるため、異なった摩擦特性を示したものと思われる。摩擦試験に固有の避けられないバラツキであろう。このような摩擦試験に避けられないバラツキは、今回の試験では、摩擦ペア固有の摩擦特性を隠すほど大きくないことが確認された。

摩擦試験の再現性で最も問題となる被膜寿命の再現性はどうか。表7に同一の試験機で評価した時の寿命の再現性を、表8に試験機が異なる場合の寿命の再現性を示す。同じ被膜を同じ試験機で評価した場合、寿命の相違はA膜~E膜で2倍程度、F膜で3.6倍であった。試験機が異なる場合は、データ数は少ないがやはり2倍程度の差である。円板の回転軸が水平、垂直と異なる2種の試験機を用いた場合には、摩耗粉の飛散・再付着の状態が重力に影響され寿命も相違すると想定したが、今回の実験では明確な寿命の相違はみられなかった。これは、スパッタMoS₂膜では被膜がきわめて薄く、摩耗粉の発生が少ないため、表面から遊離した摩耗粉の挙動にトライボロジー特性があまり影響されなかったためと思われる。スパッタMoS₂膜は、宇宙の無重力下で摩耗粉によってトラ

表6 ボール/ディスク試験でのMoS₂スパッタ膜の寿命

	雰囲気	試験機	試験番号	寿命	備考	
被膜A	真空	No.1	1-1	6.28 E4		
			2-1	5.54 E4		
			3-1	6.10 E4		
			3-2	4.52 E4		
			4-1	1.01 E5		
			3-3	4.32 E4	MoS ₂ 膜付ボール	
			No.2	5-1	8.94 E4	
	窒素ガス	No.C	2-3	8.63 E5		
		No.1	4-3	1.09 E6		
		No.2	6-1	5.24 E5		
乾燥空気	No.C	2-2	4.20 E5			
被膜B	真空	No.1	1-1	1.41 E5		
			2-1	1.04 E5		
			2-2	6.89 E4		
			2-3	1.10 E5	MoS ₂ 膜付ボール	
	窒素ガス	No.C	1-3	5.96 E5		
乾燥空気	No.C	1-2	2.45 E5			
被膜C	真空	No.1	1-1	8.50 E4		
			2-1	7.02 E4		
			2-2	1.14 E5		
			2-3	1.15 E5	MoS ₂ 膜付ボール	
		No.2	3-1	1.12 E5		
	窒素ガス	No.C	1-3	1.52 E6		
	乾燥空気	No.C	1-2	4.71 E5		
被膜D	真空	No.1	2-1	8.14 E5		
			2-2	3.97 E5		
			2-3	7.28 E5	MoS ₂ 膜付ボール	
	窒素ガス	No.C	1-3	6.5 E6+	寿命前に停止	
	乾燥空気	No.C	1-2	6.83 E5		
被膜E	真空	No.1	1-1	2.17 E5		
			2-1	2.91 E5		
			2-2	4.25 E5		
			2-3	3.32 E5	MoS ₂ 膜付ボール	
	窒素ガス	No.C	1-3	2.4 E6+	寿命前に停止	
	乾燥空気	No.C	1-2	1.40 E6		
被膜F	真空	No.1	2-1	7.37 E4		
			2-2	1.74 E5		
			3-1	2.68 E5		
			2-3	2.44 E5	MoS ₂ 膜付ボール	
	窒素ガス	No.C	1-3	2.52 E6		
	乾燥空気	No.C	1-2	5.51 E5		

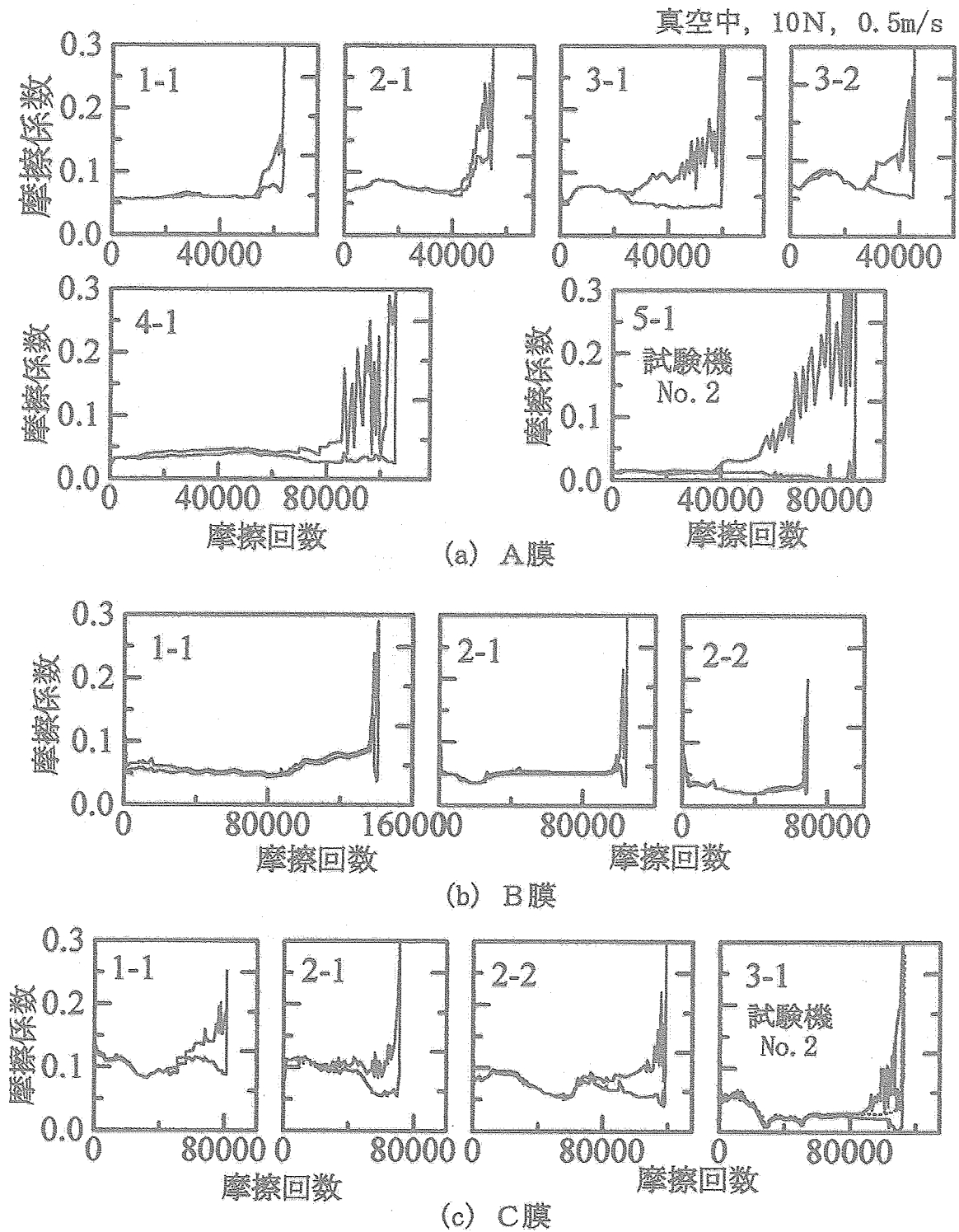


図28 真空中試験における摩擦係数の推移 (1/2)

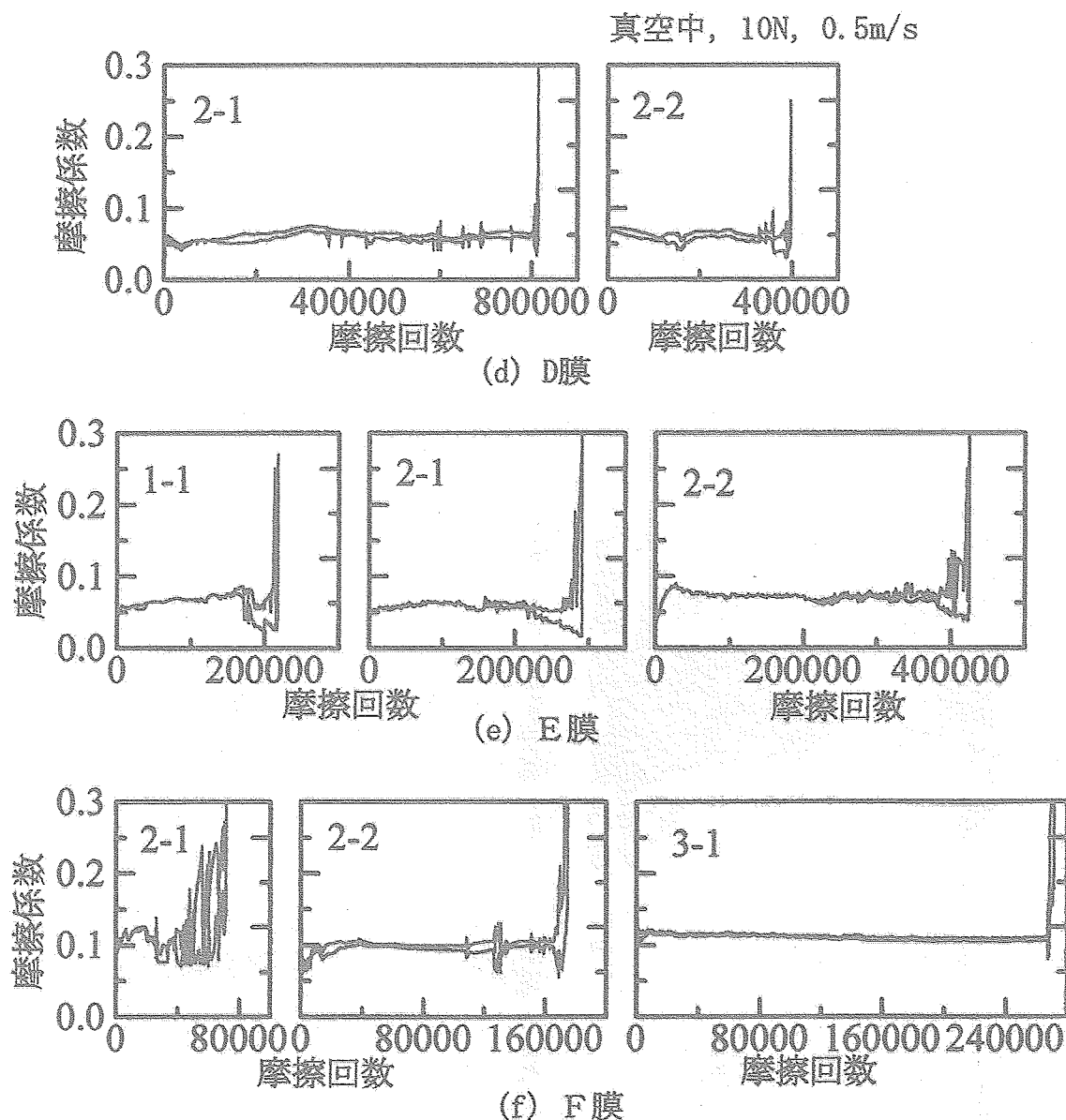


図28 真空中試験における摩擦係数の推移 (2/2)

イボロジー特性が変化する懸念は小さいと考えられる。

円板上の被膜は、試験初期にほぼ下地まで摩耗してしまうことを他の実験で確認しており、ボール摩擦面に移着したMoS₂膜が寿命を支配すると考えられる。図29は、試験後のボール摩擦面の顕微鏡写真である。いずれの被膜でもボール摩擦面には移着膜が形成されていたことは共通しているが、移着膜の様相は、帯状、島状、全面を覆う薄膜状などと異なっている。しかし、移着膜の様相は被膜の種類や寿命にはあまり関係がないようで、例えば図に示したA膜の3回の試験ではボール面の移着膜の付着状態はかなり異なっていたが、被膜寿命はあまり大差がない。一方、A膜の試験2-1とE膜の試験1-1では帯状の移着

膜が認められ、移着膜の様相は類似しているが、寿命はE膜が4倍長かった。この観察結果は、寿命を決定づけるのはボール摩擦面にどのような形態の移着膜が形成されるのかではなく、形成された移着膜の下地への付着強度であることを示唆している。寿命にバラツキが生じる要因は、ボール上の移着膜の付着強度が試験毎に微妙に異なったためと思われる。

今回の試験では、できるだけ再現性が得られるよう同一の被膜、同一の試験機、同一の作業で試験を実施したが、それでも寿命には3倍程度の相違が出た。なじみ過程(移着)、被膜の破断(寿命)等のカストロフィックな変化に関しては再現性が低下するのは避けられない

表7 同一試験機で評価した時の
寿命の再現性

被膜種類 (試験回数)	寿命比 最長/最短
A膜 (5回)	2.2
B膜 (3回)	1.2
C膜 (3回)	1.6
D膜 (2回)	2.1
E膜 (3回)	2.0
F膜 (3回)	3.6

試験機：回転軸垂直，雰囲気：真空中

表8 異なる試験機で評価した時の
寿命の再現性

被膜種類 (雰囲気)	寿命比、最長/最短 (使用試験機)
A膜 (真空)	2.2 (No.1, No.2)
C膜 (真空)	1.6 (No.1, No.2)
A膜 (N ₂)	2.1 (No.1, No.2, No.C)

No.1：回転軸垂直 真空摩擦試験機
No.2：回転軸水平 真空摩擦試験機
No.C：回転軸垂直 雰囲気制御摩擦試験機

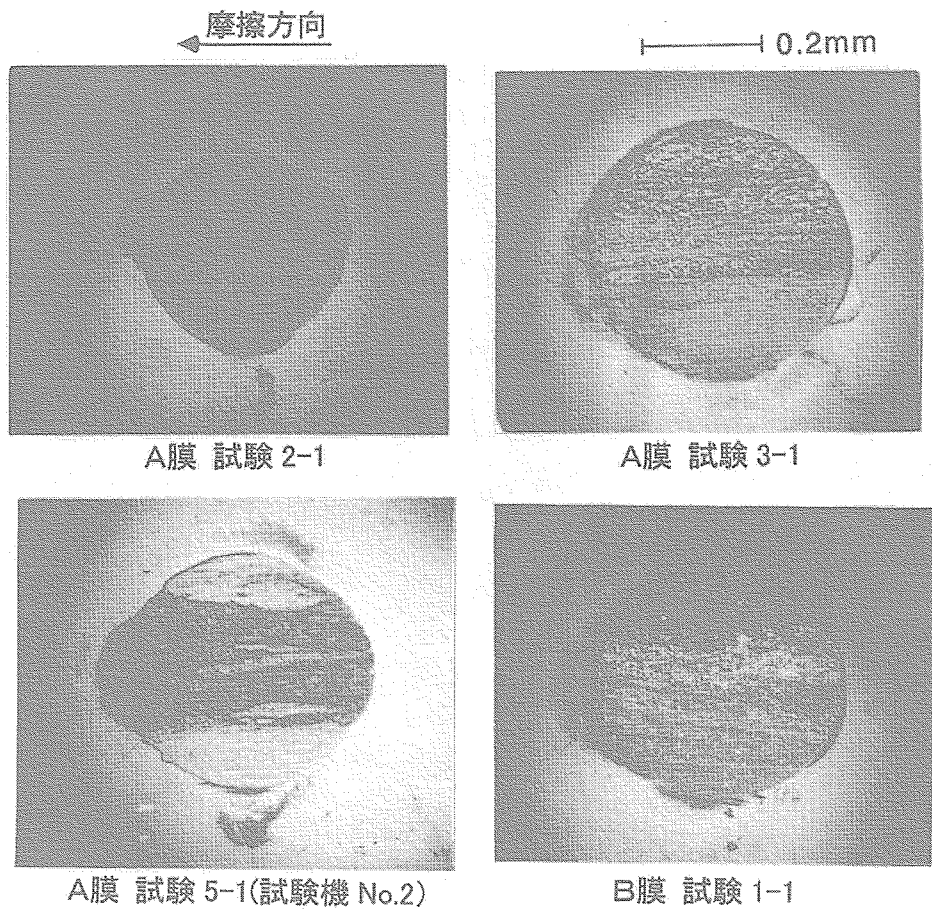


図29 (1/2) 真空試験後のボール摩擦面の顕微鏡写真

め、ボール/円板試験でこれ以上の寿命の再現性を望むことは難しいと思われる。ただし、摩擦の全般的な推移、摩擦係数の値などは、被膜や摩擦試験機の種類によらず、再現性はかなり良好であった。ボール/円板型摩擦試験は、適切に実験を行えば、従来想定されていた以上に再現性があり、信頼性の高いデータを提供できることがわかった。

3.3.2. ボール/円板型摩擦試験における各被膜のトライボロジー特性

MoS₂膜の寿命は、表6に示したように被膜の種類、試験雰囲気によって大きく異なった。表9は、A膜の真空中での寿命を基準とし、被膜の種類、雰囲気が変化したときの寿命の比率である。真空中の寿命をみると、マグネトロン方式で成膜したD膜、E膜の順に長く、ついでE C R

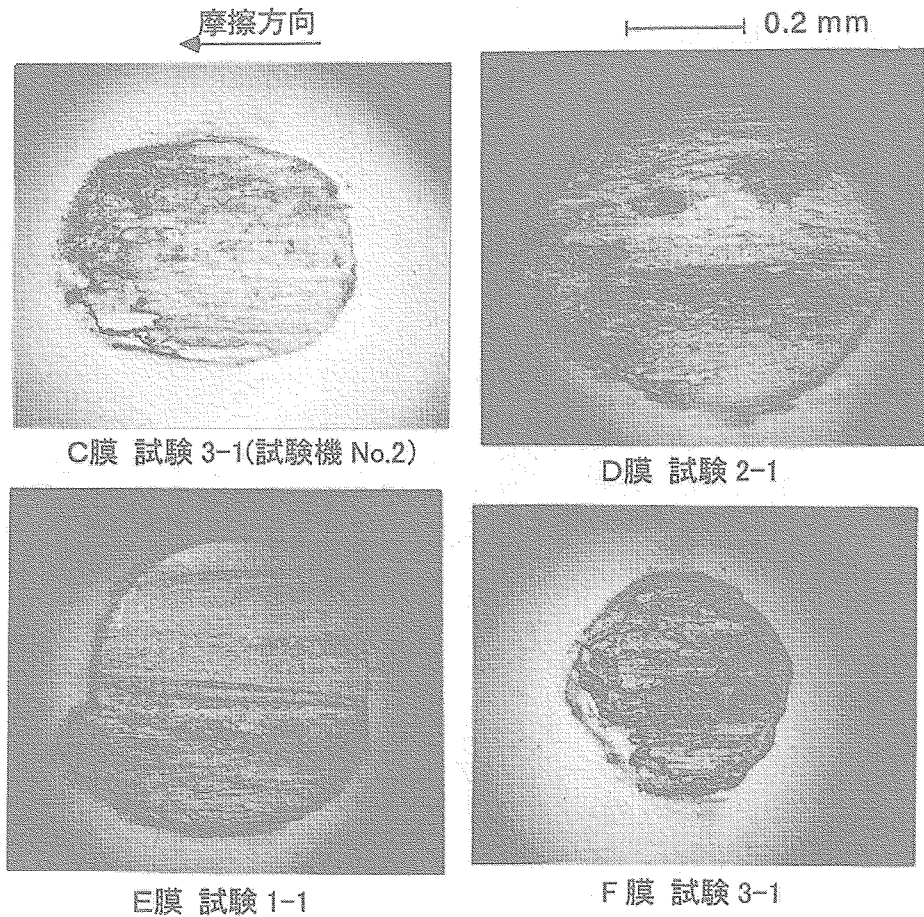


図29 (2/2) 真空試験後のボール摩擦面の顕微鏡写真

表9 被膜の種類、雰囲気による寿命の相違
(A膜<RF方式>の真空中寿命の平均を1とした場合の寿命)

被膜種類	スパッタ方式	試験雰囲気		
		真空中(試験回数)	窒素ガス中	乾燥空气中
A膜	RF	1.0	7.6 ~ 15.8 (3)	6.1
B膜		1.0 ~ 2.0 (3)	8.6	3.5
C膜	マグネトロン	1.0 ~ 1.6 (4)	22.0	6.8
D膜		5.7 ~ 11.8 (2)	> 94	9.9
E膜		3.1 ~ 6.2 (3)	> 35	20.3
F膜	ECRガン	1.1 ~ 3.9 (3)	36.5	8.0

イオン銃方式, RF方式となっている。ただし, D膜, E膜は表5に示したように被膜がやや厚いため, この点を割り引いて考える必要がある。マグネトロン方式であってもC膜はRF方式とあまり変わらない寿命であった。表4をみると, マグネトロン方式の中ではC膜のみ成膜速度が遅くなっており, このような微妙なスパッタ条件が寿命に影響したことが考えられる。この結果は, マグネ

トロン方式がRF方式より良好な被膜を成膜できること, しかしスパッタ条件によっては寿命が大幅に変わることを示している。

被膜により寿命が相違したことは, 被膜の性質自体が異なっていたことを想定させる。EPMA分析によるS/Mo比を比較してみると, 表5に示したように, D膜は1.4程度, F膜が1.0~1.3, その他の膜は1.7~1.8で寿命と

の相関は認められない。また、被膜の色もスパッタ方式で決定されるようであり、やはり寿命との相関はみられない。これら以外の要因が寿命を支配していたと思われる。

図30に、各被膜について試験雰囲気を変化させた時の摩擦係数の推移を示す。図中の真空中のデータは最も長い寿命を示した試験のものである。なおD膜、E膜の窒素ガス中の試験では、試験途中で窒素ガスの供給が途切

れ、摩擦係数が上昇してしまったため試験を打ち切っている。すべての被膜が窒素ガス雰囲気中で最も寿命が長く、次いで乾燥空気中、真空中の順番であった。D膜のみは、乾燥空気中の寿命が真空中で最も寿命が長い場合より短かった。摩擦係数はA膜では真空中が乾燥空気中と同程度に低かったが、その他の被膜では、乾燥空気 < 窒素ガス < 真空の順であった。

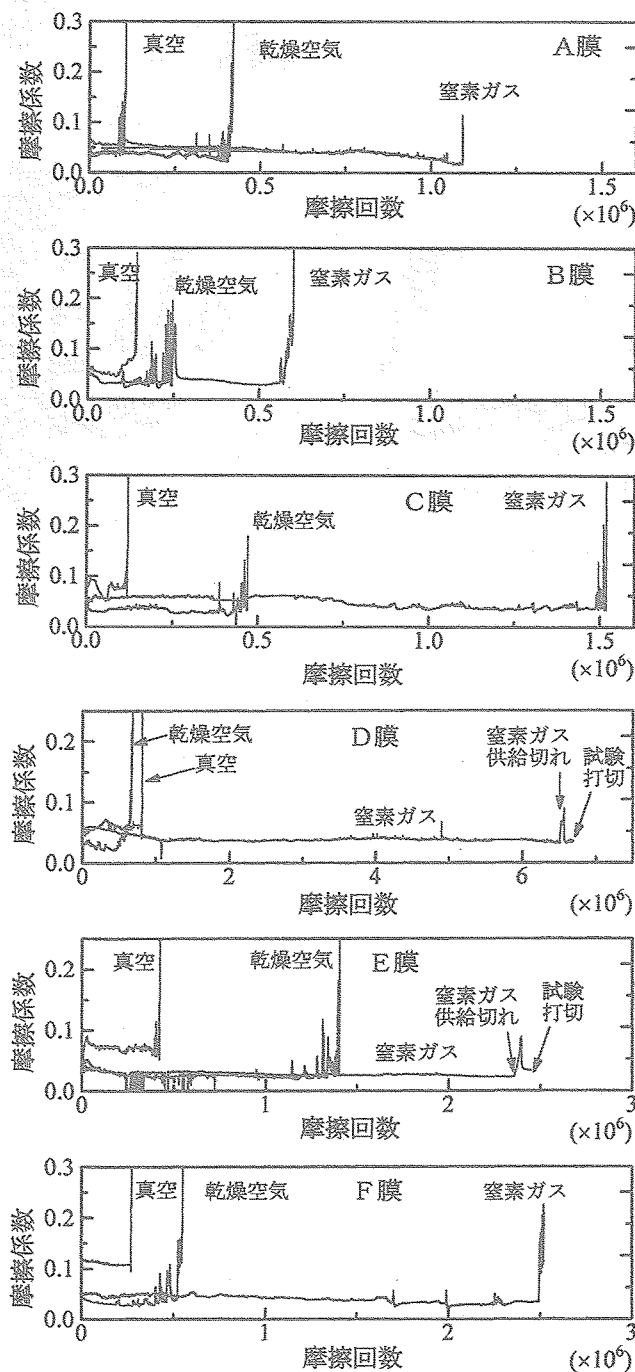


図30 各雰囲気における摩擦係数の推移

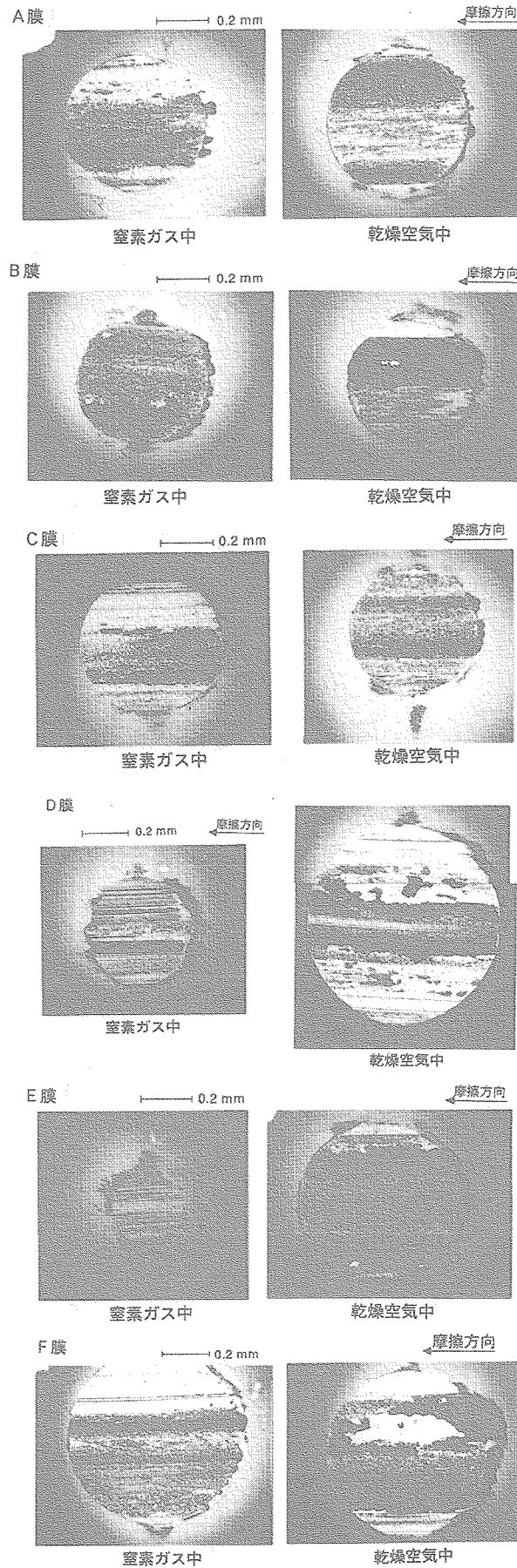


図31 窒素ガス, 乾燥空気試験後の摩擦面の顕微鏡写真

表9、図30をみると、真空中で寿命が長い膜は、窒素ガス中、乾燥空気中でも寿命が長いという傾向を示している。これは、寿命への雰囲気の影響がいずれの被膜でも類似していたことを示しており、雰囲気はMoS₂に固有の同一のメカニズムで影響を及ぼすものと思われる。種々のMoS₂スパッタ膜の寿命の優劣を大雑把に把握したい場合には、真空、窒素ガス、乾燥空気などの雰囲気でも評価できる可能性がある。

図31に、窒素ガス中、乾燥空気中で試験した後のボール表面の顕微鏡写真を示す。ボール表面の様相は、いずれの被膜でも、図29に示した真空中とはかなり異なっていた。乾燥空気中では酸化物と思われる黒色の膜と、MoS₂と思われる白色の膜が混在して付着していた。真空中ではMoS₂の移着膜は塊状や帯状で比較的大きなサイズで連続して付着しているのに対し、乾燥空気中ではMoS₂移着膜のサイズは小さく粒状や筋状となっている。ただし、D膜やF膜では塊状や帯状の移着膜も観察された。窒素ガス中で試験したボール表面は、真空中よりも乾燥空気中に近い様相を示した。MoS₂移着膜のサイズは乾燥空気中よりもやや大きく、また帯状の移着膜も多く観察された。黒色の部分の物質が何であるかは不明であるが、乾燥空気中の黒色の膜と類似している場合もあり、窒素ガス中に不純物としてわずかに含まれる酸素により生成された酸化物である可能性もある。

真空中よりも窒素ガス中、乾燥空気中の方がなぜ寿命が長いのかは不明であるが、摩耗粉の成長や移着膜の形成に雰囲気ガスが有益な効果を及ぼしていた可能性が高い。雰囲気にごく微量の酸素や水分が含まれていると寿命が急増するという報告⁹⁾や、きわめて高純度の窒素ガス中では寿命が真空中と同程度に低下したという報告がある¹⁰⁾。窒素ガス中の寿命が長かったのは、窒素ガスに不純物として含まれていた微量の酸素が影響した可能性がある。多量に酸素が存在すると、MoS₂膜のトライボロジー特性に悪影響を及ぼすことはよく知られている¹¹⁾。乾燥空気中の方が真空中よりも長い寿命を示したということは、雰囲気ガスの存在が移着膜の形成などに良好な影響を及ぼしたと想定せざるを得ない。酸素の悪影響に比べ、雰囲気ガスの良好な効果が優ったため寿命が長くなったと思われる。

ボール側にスパッタMoS₂膜を付着させた場合についても試験を行ったが、表6に示したように寿命増大効果は全く認められなかった。ボール側のMoS₂膜が容易に摩耗してしまい、摩擦初期から下地が現れたためと思われる。円板側では同じ箇所は1回転に1回しか摩擦されないのに対し、ボール側は常に摩擦されること、曲面に付着させたMoS₂膜の摩耗粉は容易に排出され再付着しにく

いことなどが、ボール上のMoS₂膜が早期に摩耗した理由と考えられる。

3.3.3. ころがり/すべり摩擦試験における各被膜のトライボロジー特性

一連のころがり/すべり摩擦試験の実験条件と得られた寿命を表10に示す。試験ではすべり率、被膜成膜位置(被膜をF側に付着させたか、R側に付着させたか)の影響を各被膜で比較した。一部の被膜では表面あらさや荷重の影響も調べた。試験は被膜A, B, C, Eについて常温、真空中で行った。

図32は、F側円板に被膜を付与した場合の荷重150N、すべり率10%の条件下における摩擦係数の推移を各被膜で比較したものである。ボール/円板型摩擦試験では真空中の寿命は、A膜<B膜=C膜<E膜であったが、ころがり/すべり摩擦試験ではC膜が最も長い寿命を示した。また、ころがり/すべり摩擦試験では、試験の最後に摩擦係数が急激に立ち上がって0.15に達し試験機が停止しており、ボール/円板摩擦試験でみられたような被膜の破断・修復により摩擦係数が変動を繰り返すような現象はみられなかった。このことは、ころがり/すべり摩擦でのMoS₂膜の摩耗メカニズムが純すべり条件とは異なることを示唆している。

ころがり/すべり摩擦試験片へのスパッタ膜の成膜では、B膜を除き、図27に示したようにターゲットとは直角方向が摩擦面となるように試験片を固定している。このため、ターゲットと平行な面が摩擦面となるボール/円板摩擦試験片のMoS₂膜とは性状が異なっていた可能性がある。また、C膜以外はボール/円板型摩擦試験に基づいてスパッタ条件を最適化したのに対し、C膜は玉軸受試験の結果に基づいてスパッタ条件を最適化したとのことであった。玉軸受にスパッタ被膜を施す場合、内外輪転走面をMoS₂ターゲットと直角に設置する。C膜ではターゲットと直角方向の面のMoS₂膜に対してスパッタ条件が最適化され、その結果、ころがり/すべり摩擦試験で最も長い寿命を示した可能性もある。

図33にすべり率を変化させた時の摩擦係数の推移を、ボール/円板摩擦試験に比較して示す。C膜、E膜ではすべり率を1%から10%に変化させると摩擦係数が大きくなり、純すべりのボール/円板の摩擦試験ではさらに高くなった。一方、A膜ではすべり率1-10%の範囲では摩擦係数はほとんど同じであった。ボール/円板での摩擦係数は他の被膜に比べ小さいが、それでもころがり/すべり摩擦より高い。全般に、すべりが存在すると摩擦係数が高くなる傾向が認められたが、その影響の度合いは被膜の種類に依存するという結果であった。今回の試験で

表10 ころがり/すべり摩擦試験の実験条件と寿命

被膜	荷重 N	すべり率 %(注1)	被膜の有無		寿命 h	備考
			F側	R側		
被膜A	150	10	○		1.46	すべり率の影響評価
		5	○		2.13	
		1	○		1.75	
		-10	○		0.51	
	150	10	○	○	5.12	被膜成膜位置の影響評価
		10		○	0.18	
	150	10	○		3.70	表面あらさの影響評価
		10	○		4.08	
		10	○		1.37	
	100	10	○		3.25	荷重の影響評価
10			○	0.70		
被膜B	150	10	○		5.31	すべり率の影響評価
		1	○		1.60	
被膜C	150	10	○		46.03	すべり率の影響評価
		1	○		22.06	
	150	10		○	2.63	被膜成膜位置の影響評価
被膜E	150	10	○		21.73	すべり率の影響評価
		1	○		11.49	
	150	10		○	5.92	被膜成膜位置の影響評価
	100	10	○		261.56+	荷重の影響評価

(注1) F側回転数N1, R側回転数N2とした時、すべり率=(N1-N2)/N1

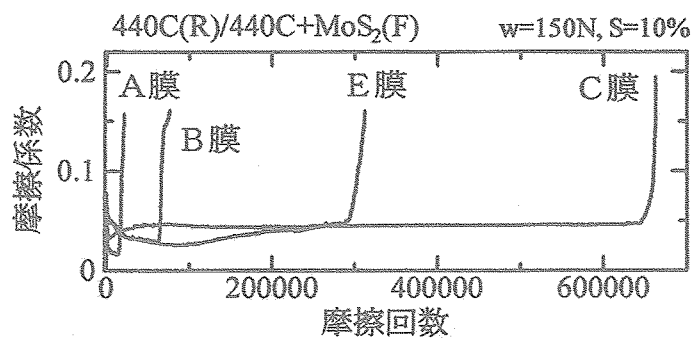


図32 ころがり/すべり摩擦試験における摩擦係数の推移

はF側試験片の回転を早くしたが、1例だけF側を遅くした試験を行った(図中にはすべり率-10%と表示)。この試験では摩擦係数がきわめて小さくなったが、寿命も短くなった。この理由は不明である。

図34に各被膜のすべり率1%、10%の時の寿命を、ボール/円板型摩擦試験と比較して示す。図では、ボール/円板型摩擦試験の寿命は数回の試験の平均値でプロット

してある。A膜を除けば、すべり率10%の方が1%よりも寿命が長い。これは、表面に強固に付着する潤滑膜の形成にすべり動作が有効に作用していたことを示唆している。A膜の場合は、図33に示したようにすべり率5%で寿命が最大になった。被膜の性質の違いで最大寿命を示すすべり率が異なったとも考えられるが、試験のバラツキであった可能性もある。純すべりの場合と比べると、A膜

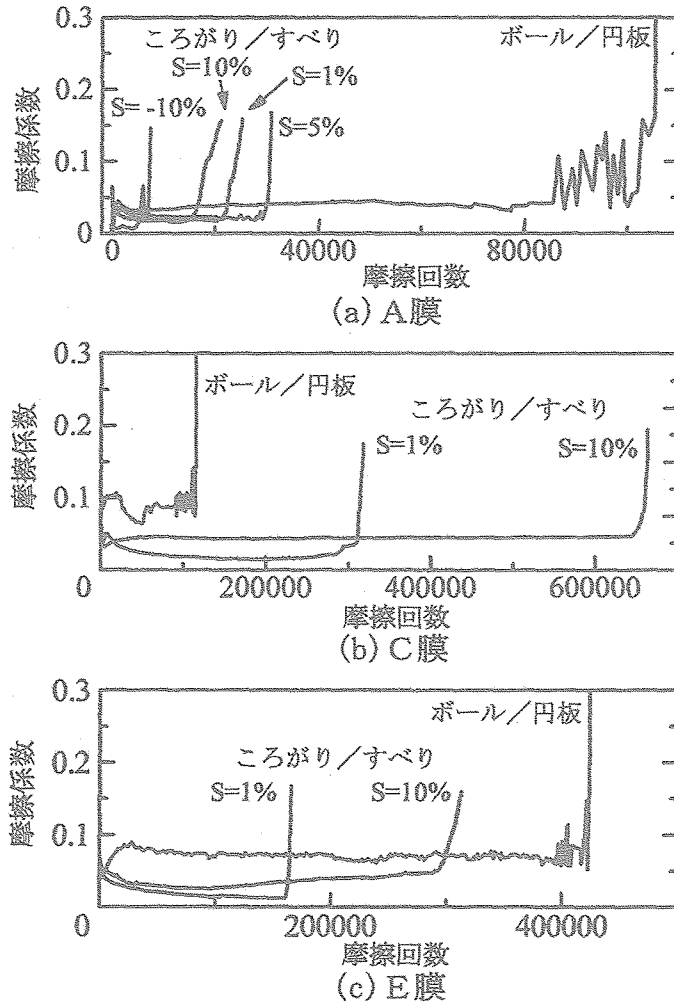


図33 ころがり/すべり摩擦試験とすべり摩擦試験の摩擦係数の比較

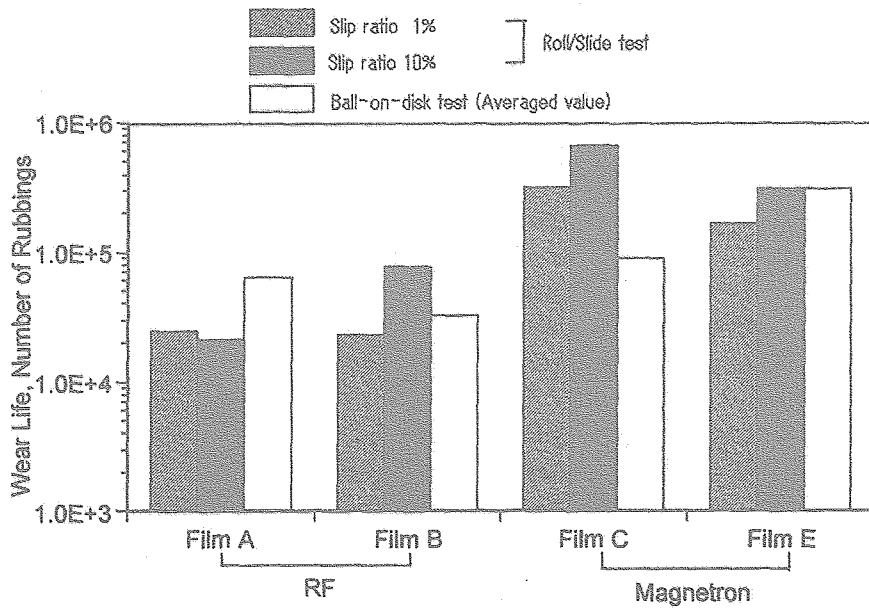


図34 ころがり/すべり摩擦試験、すべり摩擦試験の寿命

ではすべり摩擦の方が、B膜・C膜では逆にころがり／すべりの方が寿命が長く、E膜では両者はほぼ同じであった。

ころがり／すべり摩擦試験に用いた試験片の表面あらかさは、ボール／円板摩擦試験の円板に比べ、かなり粗かった。表面あらかさは固体潤滑膜の寿命に大きな影響を与えることが知られており、A膜について、被膜付着面の表面あらかさを变化させて試験を行った。試験後に測定した摩擦と直角方向の表面あらかさを図35に、試験中の摩擦係数の推移を図36に示す。図35から分かるように、2ケースでは最大表面あらかさがMoS₂の膜厚1μmよりもかなり大きい、この試験片の方が寿命が長い。摩擦係数は、図36に示したように表面が粗い場合でも良好な低い値

を示しており、表面あらかさによる差異は認められない。この試験片の摩擦方向（周方向）の表面あらかさは測定できなかったが、旋盤加工であること、摩擦係数が低かったことなどから、かなりなめらかだったと思われる。摩擦と直角方向の表面あらかさの谷部分にMoS₂が保持され、摩擦中にMoS₂が接触面である山部分に供給されたため、寿命が長くなったと思われる。摩擦方向にはなめらかで、摩擦と直角方向にある程度粗い表面が固体潤滑に適している可能性がある。ボール／円板型摩擦試験では、なめらかな面の方が短い寿命となった例、逆に長くなった例が報告されている¹²⁻¹³⁾。表面あらかさの影響については、摩擦方向との関係も含め、さらにデータの積み重ねが必要である。

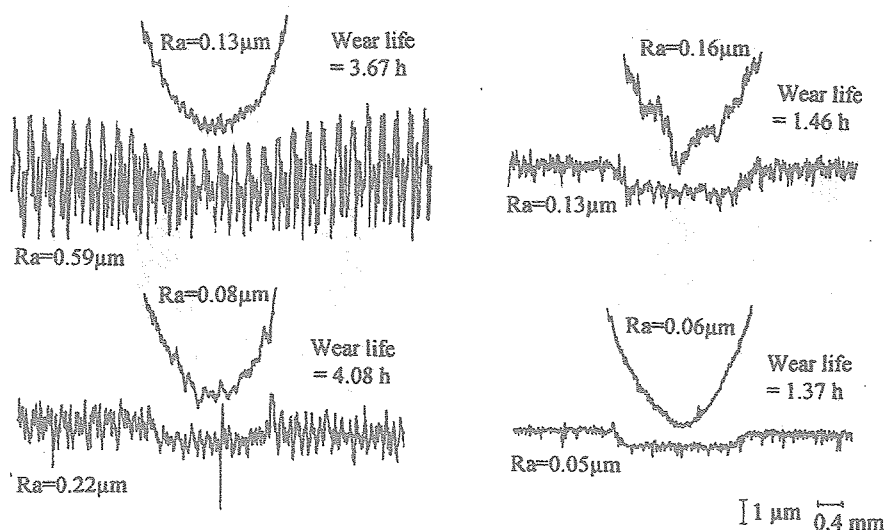


図35 ころがり／すべり試験片の試験後の表面あらかさ

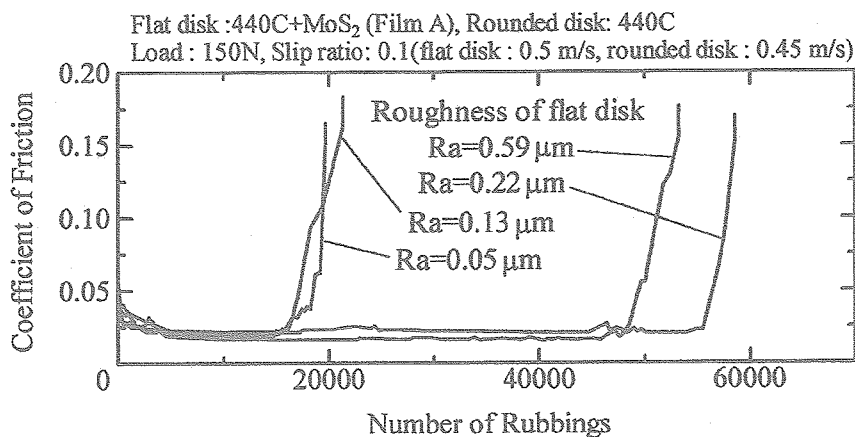


図36 表面あらかさを变化させた時の摩擦係数

これまでに述べたころがり／すべり摩擦試験では、 MoS_2 膜はF側試験片のみに付着させていた。 MoS_2 膜をR側試験片に付着させた場合に寿命が相違するのかわ、A膜・C膜・E膜について調べた。荷重150N、すべり率10%で行った試験における寿命を図37に示す。両方の試験片に MoS_2 膜を付着させると、片側だけに MoS_2 膜を付着させた場合に比べ、寿命は格段に長くなるのがA膜で確認された。一方、R側試験片のみに MoS_2 膜を付着させた場合は、いずれの被膜でも寿命が明らかに短いという結果であった。この原因としてR側試験片が鼓状であること、遅く回転していることの2点が考えられた。この点を確認するため、前述したようにA膜を付着させたF側試験片を遅く回転させた試験を行ったところ、図37に示したように、寿命は MoS_2 膜をR側試験片、F側試

験片に付着させた場合の中間の値となった。曲率が大きい試験片に MoS_2 膜が存在する場合、遅く回転する試験片に MoS_2 膜が存在する場合のいずれのケースでも寿命は低下する、という結果である。

ボール／円板摩擦試験でボール側に MoS_2 膜を施しても、3.3.2項で述べたように寿命にはほとんど影響がなかった。これから類推すると、曲率が大きい摩擦面の MoS_2 膜は早期に摩耗し寿命が短くなる可能性はある。一方、遅く回転する試験片に MoS_2 膜を施した場合に寿命が低下する理由は思い浮かばない。 MoS_2 膜を付けたF側円板を遅く回転させた試験では、前述したように摩擦係数が低かったが(図33)、この摩擦係数低下と寿命低下が同一の要因で生じた可能性もある。この点については、さらに検討が必要である。

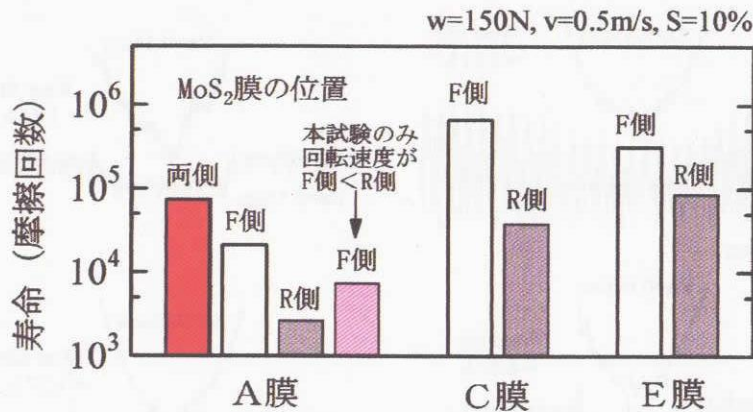


図37 被膜成膜位置による寿命の相違

3.4. 種々の MoS_2 スパッタ被膜のトライボロジー特性評価で得られた知見

MoS_2 スパッタ被膜といっても種々の方式のスパッタ装置があり、多様な条件で成膜されていると思われる、トライボロジー特性は被膜の種類によりかなり異なるものと想定される。今回の試験では6種の異なる装置・条件で成膜した被膜を評価したが、同じ装置・同じ条件で成膜された被膜のトライボロジー特性の再現性は良好で、2節のラウンドロビンテストの結果を追認できた。成膜時のロットによる被膜品質の差は、摩擦試験の再現性よりも小さいように思われる。

被膜の種類(スパッタ装置・条件)が異なると、トライボロジー特性の相違が顕在化した。スパッタ方式・条件の違いにより異なる性質の被膜が生成されたためと思われる。純すべり、ころがり／すべりの摩擦形態により、適切な被膜の種類が異なる可能性もあることが分かった。しかし、EPMAの元素分析、SEMや光学顕微鏡による表面観察程度では、トライボロジー特性の相違を説明でき

るような要因は見いだせなかった。トライボロジー特性を支配する要因を特定できる被膜のキャラクタリゼーション法の開発が必要である。

一方、各被膜に共通する現象も見られた。雰囲気が窒素ガス・乾燥空気の場合に寿命が真空中よりも増加すること、ころがり／すべり試験で高速側のF側試験片に MoS_2 膜を付着させた場合に寿命が長いこと、などである。これらは MoS_2 自体の性質に由来する特徴と思われる。表面あらかの寿命への影響などもこの範疇に入る現象かも知れない。ただし、これらの現象がなぜ起きるのかという点については、不明な点が多く、今後の研究が必要である。

4. 結語

トライボロジー特性を評価する場合、実験で得られたデータのバラツキが摩擦試験に起因するのか、それとも試験片のバラツキに起因するのかを判断するのが難しい。今回の試験では同一の被膜を用いれば概ね良好な再現性が得られており、摩擦試験は比較的再現性が高いことが

確認された。

一方、スパッタMoS₂被膜のトライボロジー特性は、スパッタ方式、成膜条件により大きく異なることが確認された。しかし、被膜のどのような性質が影響し、どのようなメカニズムでトライボロジー特性に影響を与えたかは不明な点が多く、トライボロジー特性を予測できる被膜のキャラクタリゼーション法など、今後の進展が望まれる。

謝辞

末尾ながら、スパッタ膜を成膜していただくとともにスパッタ装置や成膜条件に関する貴重なデータを快くご提供いただいたNSK齊藤氏、NTN渡辺氏、東芝 吉井氏、法政大学 西村教授に厚く御礼申し上げます。また、ラウンドロビンテストの実施、結果の取りまとめにお骨折りをいただいたBAMのDr. Santner, ESTLのDr. Rowntree, Ms. Cunninghamに感謝します。

参考文献

- 1) 宮川行雄、弘田雄吾、吉川英昭二：硫化モリブデンの最適スパッタリング条件、トライボロジスト, 38, 1 (1993) 46.
- 2) M. Suzuki and M. Nishimura, Repeatability of Friction and Wear Characteristics of Some Tribo-materials for Space Applications in Rill/slide and Ball-on-disk Friction Tests, *Preprint of 20th Int. Symp. on Space Tech. & Sci.*, 96-b-29.
- 3) M. Suzuki : Comparison of Tribological Characteristics of Sputtered MoS₂ Films Coated with Different Apparatus, *Wear*, 218 (1998) 110.
- 4) Czichos, H., Becker, S. and Lexow, J. : Multilaboratory Tribotesting: Results from the Versailles Advanced Materials and Standards Programme on Wear Test Methods, *Wear*, 114 (1987) 109-130.
- 5) Czichos, H., Becker, S. and Lexow, J. : International Multilaboratory Sliding Wear Tests with Ceramics and Steel, *Wear*, 135 (1989) 171-191.
- 6) E. Santner & N. Kohler: Tribological testing of TiN-coatings in dry sliding contacts – Evaluation of an international multilaboratory project, Abstracts of World Tribology Congress (1997) 501.
- 7) J.M. Cunningham and C. Garcia Marirridriga, A Practical Assessment of Data Repeatability & Reproducibility in Tribometer Tests for Space Applications, *Proc. Sixth European Space Mechanisms & Tribology Symposium, ESA SP-374* (1995) 35-43.
- 8) J.M. Cunningham, Tribometer Round-robin Test Results – Extended Version, A Practical Assessment of Data Repeatability & Reproducibility in Tribometer Tests for Space Applications, *ESTL/TM/170* (1995)
- 9) M. Suzuki: Tribological performance of a sputtered MoS₂ film in air, N₂, O₂, H₂O environments at pressures from 10⁻⁵ Pa to 10⁵ Pa, *Lub. Eng.*, 57 (2001) 23.
- 10) P.D. Fleischauer, J.R. Lince & S.V. Didziulis, Chemical effects on MoS₂ lubricant transfer film formation – wear life implications, Papers WTC2001, Paper No.424, Austrian Tribology Society (ISBN 3-901657-09-6)
- 11) K. Matsumoto and M. Suzuki, Influence of Oxygen and Water Vapor in Operating Environment on Wear Life of an MoS₂ Film, *Proc. Int. Trib. Conf., Yokohama 1995* (1996) 1165-1169.
- 12) E.W. Roberts, B.J. Williams and J.A. Ogilvy, The Effect of Substrate Surface Roughness on Friction and Wear of Sputtered MoS₂ Film, *J. Phys. D : Appl. Phys.* 25 (1992) A65-A70.
- 13) J.W. Cunningham, I.J. Ford, J.A. Ogilvy and E.W. Roberts, Interpretation of Friction and Wear Properties of MoS₂ Coated Steel Substrate, *Wear*, 177 (1994) 93-101.

[Faint, illegible text, possibly bleed-through from the reverse side of the page]

宇宙航空研究開発機構研究開発資料 JAXA-RM-03-030

発行日 2004年3月25日
編集・発行 独立行政法人宇宙航空研究開発機構
〒182-8522
東京都調布市深大寺東町七丁目4番地1
TEL 0422-40-3000 (代表)
印刷所 株式会社ビー・シー・シー・
東京都港区浜松町2-4-1

©2004 JAXA

※本書(誌)の一部または全部を著作権法の定める範囲を超え、無断で複写、複製、転載、テープ化およびファイル化することを禁じます。

※本書(誌)からの複写、転載等を希望される場合は、下記にご連絡ください。

※本書(誌)中、本文については再生紙を使用しております。

<本資料に関するお問い合わせ先>

独立行政法人宇宙航空研究開発機構 情報化推進部 宇宙航空文献資料センター



宇宙航空研究開発機構
Japan Aerospace Exploration Agency

