

UDC 54-128:
546.571.59:
621.89:
62-982

航空宇宙技術研究所報告

TECHNICAL REPORT OF NATIONAL AEROSPACE LABORATORY

TR-505

イオンプレーティング金、銀膜の摩擦、
摩耗特性に関する研究

宮 川 行 雄 ・ 西 村 允
野 坂 正 隆 ・ 宮 脇 雄 三

1977 年 7 月

航空宇宙技術研究所
NATIONAL AEROSPACE LABORATORY

目 次

第1章 緒 言	2
第2章 本研究に用いた薄膜付着法	4
2.1 まえがき	4
2.2 イオンプレーティング法	4
2.3 真空蒸着法	5
2.4 スパッタリング法	5
第3章 イオンプレーティング，スパッタリングの付着およびつきまわり特性	6
3.1 まえがき	6
3.2 イオンプレーティングの付着とつきまわり特性	6
3.2.1 実 験 法	6
3.2.2 付着率とまわりこみ率に及ぼすポート形状の影響	7
3.2.3 付着率とまわりこみ率に及ぼす蒸発速度の影響	8
3.2.4 付着率とまわりこみ率に及ぼす印加電圧の影響	9
3.2.5 付着率とまわりこみ率に及ぼす電極間距離の影響	10
3.2.6 付着率とまわりこみ率に及ぼす雰囲気ガス圧力の影響	12
3.2.7 イオンプレーティング金膜の膜厚分布	15
3.2.8 イオンプレーティングの条件	15
3.3 スパッタリングの付着とつきまわり特性	15
3.4 第3章の結論	16
第4章 実験装置および実験法	16
4.1 まえがき	16
4.2 すべり摩擦実験装置	16
4.2.1 空気中における摩擦試験機	16
4.2.2 超高真空中における摩擦試験機	17
4.3 摩擦試験片	18
4.4 摩擦試験片の清浄処理	18
4.4.1 膜付着前の洗浄	18
4.4.2 イオンボンバード処理	18
4.4.3 膜付着後の洗浄	18
4.5 実 験 法	18
第5章 金，銀薄膜のすべり摩擦特性に及ぼすイオンボンバード処理時間の影響	18
5.1 まえがき	18
5.2 イオンボンバード処理と基板の温度上昇	19
5.3 金，銀薄膜の付着状況とイオンボンバード処理時間	21
5.4 空気，真空中における各種金属組み合わせの乾燥摩擦特性	26
5.5 イオンプレーティング金膜の摩擦特性とイオンボンバード処理時間	28
5.6 真空蒸着金膜の摩擦特性とイオンボンバード処理時間	29
5.7 スパッタリング金膜の摩擦特性とイオンボンバード処理時間	29
5.8 イオンプレーティング金膜と真空蒸着金膜との比較	30
5.8.1 SUJ 2 基板の場合	30
5.8.2 SUS 304 基板の場合	34
5.8.3 イオンプレーティング金膜の付着強さ	36
5.9 イオンプレーティング金膜とスパッタリング金膜との比較	37
5.9.1 直流電力によるイオンボンバード処理の場合	38

5.9.2	高周波電力によるイオンボンバード処理の場合	38
5.10	イオンプレーティング，真空蒸着，スパッタリング金膜のX線回折，ガス分析による検討	40
5.10.1	金膜のX線回折	40
5.10.2	四極子型質量分析計による金膜のガス分析	44
5.11	イオンプレーティング銀膜の摩擦特性とイオンボンバード処理時間	44
5.12	第5章の結論	46
第6章	イオンプレーティング金，銀膜のすべり摩擦特性	47
6.1	まえがき	47
6.2	金膜の摩擦特性に及ぼす印加電圧の影響	47
6.3	金，銀膜の摩擦特性に及ぼす摩擦金属組み合わせの影響	48
6.3.1	金膜	48
6.3.2	銀膜	49
6.4	金，銀膜の摩擦特性に及ぼす雰囲気の影響	49
6.4.1	金膜	49
6.4.2	銀膜	51
6.5	金膜の摩擦特性に及ぼす湿度の影響	51
6.6	金，銀膜の摩擦特性に及ぼす雰囲気温度の影響	53
6.6.1	金膜	53
6.6.2	銀膜	57
6.7	第6章の結論	59
第7章	イオンプレーティング金，銀膜の潤滑機構	59
7.1	まえがき	59
7.2	金膜の潤滑機構	59
7.2.1	鋼球(SUJ 2)／円板(SUJ 2+Au)の場合	60
7.2.2	鋼球(SUS 440C)／円板(SUJ 2+Au)の場合	60
7.3	銀膜の潤滑機構	65
7.3.1	空气中	65
7.3.2	真空中	67
7.4	金膜と銀膜の潤滑特性の比較	71
7.4.1	鋼球の摩耗速度	73
7.4.2	潤滑膜の表面被覆率	74
7.5	第7章の結論	76
第8章	イオンプレーティング金，銀膜によるころがり軸受の潤滑	76
8.1	まえがき	76
8.2	実験装置およびイオンプレーティング膜の作成法	76
8.2.1	ころがり軸受試験機	76
8.2.2	試験軸受	77
8.2.3	ころがり軸受部品のイオンプレーティング時の保持法	77
8.2.4	イオンプレーティング前の洗浄	78
8.2.5	イオンボンバード処理	78
8.2.6	実験法	80
8.3	金潤滑軸受の空気中における性能	81
8.3.1	軸受の耐久時間と軸受形式	81
8.3.2	鋼球(SUJ 2+Au)／内外輪(SUJ 2)	82

8.3.3	鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUS 440C)	82
8.3.4	鋼球 (SUS 440C+Au) / 内外輪 (SUJ 2)	82
8.3.5	鋼球 (M50+Au) / 内外輪 (SUJ 2)	82
8.4	金潤滑軸受の真空中における性能	83
8.4.1	鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUJ 2)	83
8.4.2	鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUJ 2+Au)	87
8.4.3	鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUS 440C)	91
8.4.4	鋼球 (SUS 440C+Au) / 内外輪 (SUJ 2)	91
8.4.5	鋼球 (M50+Au) / 内外輪 (SUJ 2)	91
8.5	銀潤滑軸受の空気中における性能	91
8.6	銀潤滑軸受の真空中における性能	96
8.6.1	鋼球 (SUJ 2+Ag) / 内外輪 (SUJ 2)	96
8.6.2	鋼球 (SUJ 2+Ag) / 内外輪 (SUJ 2+Ag)	99
8.6.3	鋼球 (SUS 440C+Ag) / 内外輪 (SUJ 2)	99
8.7	第9章の結論	99
第9章	総括	99

イオンプレーティング金、銀膜の摩擦、 摩耗特性に関する研究*

宮 川 行 雄**・ 西 村 允**・
野 坂 正 隆**・ 宮 脇 雄 三***

Study on Friction and Wear Performance of Ion-Plated Gold and Silver Films

By Yukio MIYAKAWA, Makoto NISHIMURA,
Masataka NOSAKA and Yūzo MIYAWAKI

ABSTRACT

The sliding friction properties of gold and silver films deposited by ion plating, with varying depositing conditions, were examined under various conditions and compared with those of vacuum-evaporated and sputtered films. The ion plating apparatus used in this experiment was basically a diode system consisting of two electrodes. Pin-on-disk type friction testers were used in the sliding tests.

The experiments were also carried out to clarify the running performance of angular contact ball bearings (type #7204C) lubricated by ion-plated gold and silver films.

The main results obtained are as follows.

- (1) The throwing power of ion plating is caused by the scattering of the evaporated particles through collision with argon atoms, rather than by the movement of the evaporated metal ions through an electrical field.
- (2) The throwing power of ion plating depends on the evaporating velocity of plating metal, the distance between two electrodes, the applied negative potential and the argon pressure. The high throwing power is obtained at the evaporating velocity of 10–15 mg/s, with an interval between the two electrodes of 120 mm, an applied potential of 4 kV and at an argon pressure of 5×10^{-2} Torr for gold, and 2×10^{-2} Torr for silver.
- (3) In ion plating, vacuum evaporation and sputtering, the adhesive strength of a film to substrate metal vitally dependent on the temperature of the substrate surface during film deposition. Film wear life becomes maximum at the particular temperature of the substrate surface.
- (4) The plating metal in ion plating has a higher kinetic energy value than those of vacuum evaporation and sputtering. Therefore the ion-plated film should provide far better lubrication performance than vacuum-evaporated and sputtered performance. Nevertheless, vacuum-evaporated film exhibited the best lubrication performance, ion-plated second and sputtered third; all three deposits made under optimum conditions. This result indicates that the adhesive strength of a film depends primarily on the temperature of the substrate

* 昭和 52 年 5 月 24 日 受付

** 宇宙研究グループ

*** 研修生 (慶應義塾大学大学院生)

surface during depositing the film, rather than the kinetic energy of the plating metal. Therefore, the merit of ion plating is to provide good adhesion of a film to a substrate metal close to that of vacuum-evaporation, and high throwing power.

- (5) The sliding friction properties of gold film are markedly affected by the sliding metal combination; effective lubrication of gold takes place, when adherence between gold and substrate metal is strong, but adhesion between gold and rider metal is weak. On the other hand, the influence of the sliding metal combination on silver film is relatively small.
- (6) Both gold and silver films in a vacuum provide far better performance than in air. However, the atmospheric influence on a silver film is more remarkable than on a gold film. Silver film exhibited a higher friction and shorter wear life in air than gold. On the other hand, friction in a vacuum was as low as that of gold film, and did not rupture even after 10^5 times repeated traverse, while gold film exhibited an endurance life of 2×10^3 repetitions.
- (7) Wear life of gold film increases with an increase in relative humidity in air and reaches maximum in the relative humidity range of 20–50 %. Above 60 %, wear life gradually decreases.
- (8) The temperature limit of gold and silver lubrication using steel as the substrate metal was about 200°C . Prevention of diffusion is necessary to produce effective lubrication above 200°C .
- (9) When gold and silver film was applied to the ball bearings, the bearings with a cage ceased to operate in a short time due to film wear. Ball bearings with a full component of SUJ 2 races and gold or silver plated SUJ 2 balls exhibited the best lubrication performance.
- (10) In air and a vacuum, the longest running time to failure of the full type ball bearings lubricated by gold was about 1500 hours at a rotational speed of 2000 rpm under a thrust load of 1 kg. However, reliability was poor. Moreover, running time to failure in a vacuum decreases markedly as the rotational speed increases from 2000 to 3000 rpm.
- (11) The full type ball bearings lubricated by silver provided very short running time in air; only several hours. On the other hand, the running time in a vacuum was much longer than gold, and reliability was good. No break in the silver film on the balls was found even after a total 800 hours operation at a speed of 2000, 3000 and 4000 rpm.

第 1 章 緒 言

宇宙空間では潤滑剤は超高真空中にさらされるが、油やグリースは真空中の蒸発速度が大きいため 100°C 以上の高温での使用は困難である。また人工衛星の寿命から蒸発速度が許容内にあっても、軸受から蒸発した油蒸気の付着によって機能が害される計器類がまわりにあるときは使用できない。1 例として人工衛星の姿勢検出に地球の赤外線をとらえるアース・センサーが用いられているが、このレンズの表面に油が付着すると赤外線が吸収されるため使用不能となる。また宇宙空間のみならず地上における各種超高真空装置でも油の蒸発によってその機能が害されるため油やグリースの使用が制限される場合

が多い。

このため超高真空中では、蒸発速度の小さい二硫化モリブデンなどの固体潤滑剤が用いられているが、とくに潤滑剤からのガス放出が極度に制限されるところには潤滑剤として金、銀などの軟質金属が用いられている。

軟質金属を潤滑剤として使用することは、すべり軸受ではかなり以前から用いられており、たとえば軸受メタルの上に鉛をめっきしてなじみ性をよくし焼付きを防ぐ三層軸受として実用されている。ところが軸受を金、銀などの軟質金属で潤滑することを試みたのは NASA で、¹⁾ Evans らは人工衛星 Explorer VIII (1960) に搭載の電場計用小形モータの支持玉軸受の潤滑に金を用いた。この際問題となったのは金のめっき法で、Evans らは電気

めっきを用いたが、潤滑性にばらつきが大きく信頼性に欠けることがわかった。このため NASA では 1965 年に電気めっきに代わって真空蒸着によるめっきを試み²⁾、ばらつきの少ない潤滑性のよい金膜を得ることができた。しかし真空蒸着にはつきまわりがないためころがり軸受の保持器、転動体、内外輪などのように立体的なものに一樣な膜をめっきすることは不可能である。ついで NASA では 1963 年に Mattox³⁾ によって発表されたイオンブレーティング法を取りあげ、1966 年にころがり軸受部品への応用を可能とした⁴⁾。

イオンブレーティング法は従来の真空蒸着とスパッタリングを組み合わせたともいえるべき方法で、アルゴンガスなどのプラズマ中に付着すべき金属を蒸発させてイオン化し、電場によって加速し立体的な試料に一樣に付着させる方法である。この積極的なイオン化とつきまわりが大で立体的な形状のものにも簡単に一樣な膜を付着しうることが、従来の真空蒸着やスパッタリングなどにみられない大きな特徴である。さらに蒸発原子のもつエネルギーは真空蒸着で 1 eV 以下、スパッタリングで約 10 eV であるのに対し、イオンブレーティングでは数 100 ～ 数 1000 eV にも達するため作成された薄膜の基板への付着強度も大きいとされている。

しかしイオンブレーティング法におけるめっき材のつきまわり特性や最適付着条件、さらにはこのようにして作成された金属薄膜の潤滑性に及ぼす膜の付着時の諸因子の影響については不明確な点が多い。本研究はイオンブレーティング法による金、銀薄膜の潤滑特性を明らかにするために行ったものである。本研究の主な内容は下記のとおりである。

(1) イオンブレーティング法における金、銀の付着およびつきまわり特性と、イオンブレーティング膜の潤滑特性に及ぼす諸因子の影響を明らかにする。

(2) 従来電子工学などの分野でよく用いられてきた金属薄膜作成法であるところの真空蒸着、スパッタリング法によって作成した金、銀薄膜とイオンブレーティング膜の潤滑特性を比較し、イオンブレーティング膜がどのような特長をもっているかを検討する。

(3) イオンブレーティング金、銀膜の各種条件下におけるすべり摩擦特性を明らかにし、この結果から金、銀膜の潤滑機構について考察する。

(4) イオンブレーティング金、銀膜をアンギュラ玉軸受の潤滑に用いたときの空气中、真空中における軸受性能について明らかにする。

本論文は、第 2 章では本研究に用いたイオンブレーティング、真空蒸着、スパッタリング装置と薄膜作成法

を、第 3 章ではイオンブレーティングの付着とつきまわり特性に及ぼすボート形状、蒸発速度、電極間距離、印加電圧、雰囲気ガス圧力などの影響と、スパッタリングにおける付着とつきまわり特性について述べる。第 4 章は本研究に用いたすべり摩擦実験装置と実験法、第 5 章では金、銀薄膜のすべり摩擦特性に及ぼすイオンボンバード処理時間の影響について述べる。すなわちイオンボンバード処理は基板表面の清浄化に不可欠のものであるが、この処理によって同時に基板温度が上昇するため膜の付着時の基板温度はボンバード処理によって変化する。この膜の付着時の基板温度が付着膜の潤滑性を左右する最も重要な因子であることをイオンブレーティング、真空蒸着、スパッタリング膜について明らかにし、この結果から三者の潤滑特性を比較しイオンブレーティング膜が従来の薄膜作成法による真空蒸着、スパッタリング膜に比較してどのような特長を持っているかを検討する。第 6 章ではイオンブレーティング金、銀膜のすべり摩擦特性に及ぼす印加電圧、摩擦金属の組み合わせ、雰囲気、湿度、温度などの影響を明らかにし、第 7 章では以上のすべり摩擦に関する実験結果からイオンブレーティング金、銀膜の潤滑機構について考察する。第 8 章はイオンブレーティング金、銀膜で潤滑したアンギュラ玉軸受(#7204C)の空气中、真空中における軸受性能について述べる。

第 9 章は以上のまとめであり、この結果明らかとなった重要なことはイオンブレーティング、真空蒸着、スパッタリングのいずれの薄膜作成法においても、付着膜の潤滑性、耐摩耗性は蒸発原子のもつエネルギーの大小よりも膜の付着時の基板温度によって左右されることである。すなわち金、銀膜の摩擦特性はイオンボンバード時間によって大きな影響を受け、被膜の寿命はあまりボンバード時間が長すぎてもまた短かすぎても減少し、膜の寿命を最大とするボンバード時間が存在する。この最適条件で作成したイオンブレーティング、真空蒸着、スパッタリング金膜を比較すると、真空蒸着膜の摩擦特性が最もよく、イオンブレーティング膜は真空蒸着膜と同等でスパッタリング膜は最も悪い。したがってイオンブレーティング膜の最大のメリットはつきまわりの大きいところであり、膜の摩擦特性に関しては従来の真空蒸着膜と同等でとくに優位は認められない。

イオンブレーティング金、銀膜のすべり摩擦特性は摩擦金属の組み合わせ、湿度、雰囲気などによって非常に大きな影響を受け、金、銀膜が最もよい潤滑性を発揮するのは基板には薄膜との付着が強く、いっぽう相手摩擦材には薄膜との凝着の弱い摩擦金属組み合わせを用い、超高真空中で使用するときである。金、銀膜はいずれも空気

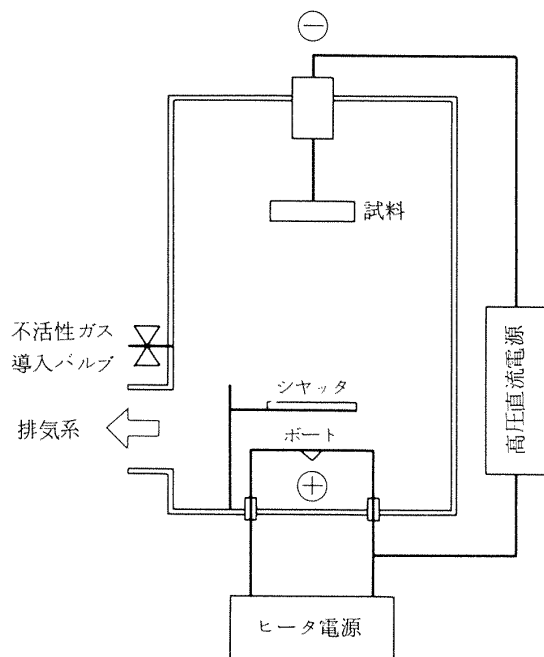


図1 イオンプレーティング装置

中よりも真空中ですぐれた潤滑性を示すが、真空中では金よりも銀がすぐれている。この雰囲気の影響はイオンプレーティング金、銀膜で潤滑したアンギュラ玉軸受の実用試験結果ともよく対応している。

第2章 本研究に用いた薄膜付着法

2.1 まえがき

本研究に用いた薄膜付着法はイオンプレーティング、真空蒸着、スパッタリング法の3種類である。本研究の主体はイオンプレーティング法にあるが、イオンプレーティング法が従来の薄膜作成法である真空蒸着およびスパッタリング法に比較してどのような特長があるかを明らかにするためにこの3種類を用いた。以下この3種類について実験装置と薄膜作成法の手順について述べる。

2.2 イオンプレーティング法

本研究に用いたイオンプレーティング装置の概略図を図1に、その外観を図2、図3に示す。

本装置は真空槽、真空排気系、試料ホルダー、蒸発源、ガス導入系、高圧直流電源、真空度測定系およびこれら

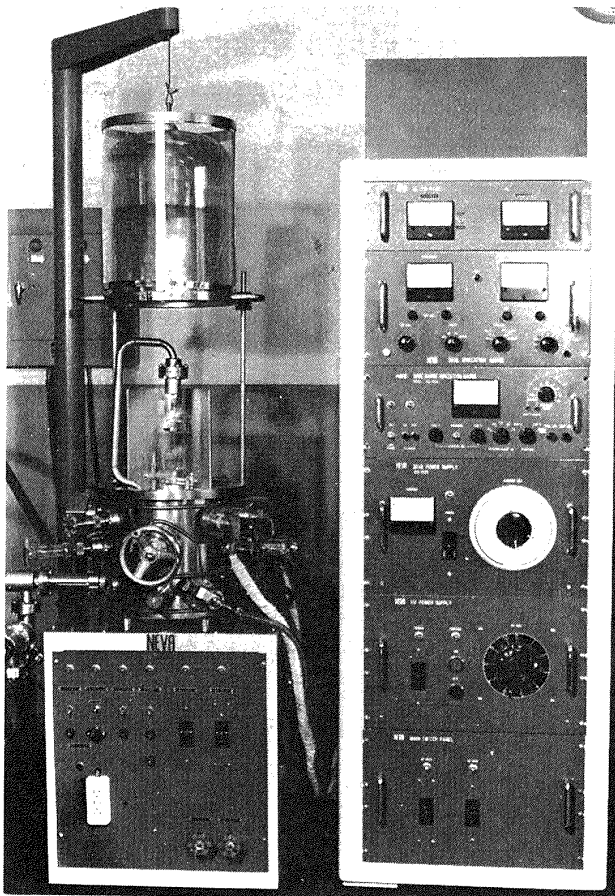


図2 イオンプレーティング装置外観

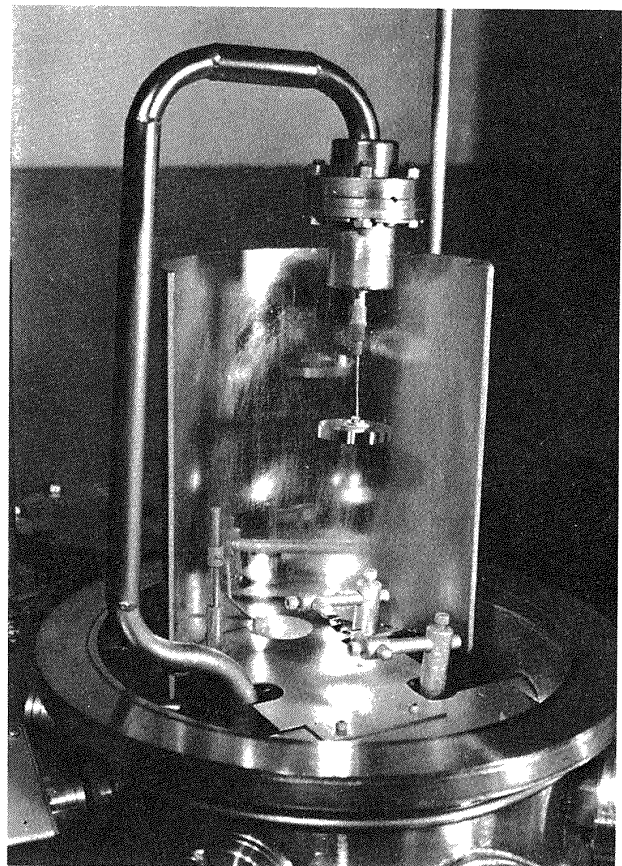


図3 イオンプレーティング装置の一部

の制御系から成り立っている。あらかじめ真空槽を 10^{-6} Torr まで排気しついで不活性ガスを導入し、常時不活性ガスを流しながら圧力を 10^{-2} Torr 台に保つため排気系には油拡散ポンプを主ポンプとした系を用い、また液体窒素トラップを設けることによって油拡散ポンプからの油蒸気の逆流を防いでいる。蒸発源はタングステン薄板フィラメントを用いた抵抗加熱方式である。なおシャッターは基板表面のイオンボンバード処理の際に基板から飛び出す原子が蒸発物質に付着するのを防止すると同時に、蒸発金属の溶解初期に飛び出す汚染物が試料基板に付着するのを防止するためのものである。低真空度測定にはシュルツゲージ、高真空度測定には BA ゲージを用いた。

装置の中に不活性ガスを導入して圧力を 10^{-2} Torr 程度に保ち、蒸発源フィラメントを正極とし、基板負電極の間に直流電圧(−1〜−5 kV)を印加すると基板のまわりにグロー放電を生じ、プラズマ中のガスイオンによって基板がスパッタされ、このイオンボンバードによって表面が清浄となる。ついでグロー放電を続行しながら付着させようとする物質を蒸発源から蒸発させると、蒸発原子はグロー放電によって形成されたプラズマの中でイオン化されたガスイオンに衝突して荷電の交換が行われて蒸発イオン化原子が生じ、金属では正に荷電される。つぎに正に荷電したイオン化原子が電界によって加速されて(加速は主として基板陰極前面のダークスペースの強い電界で行われる)高いエネルギーをもって基板表面に打ち込まれる。Spalvins⁴⁾によると電界によって形成された電気力線によってイオン化原子が引きつけられ、この結果基板の背面まで一様にまわりこむとされている。しかしこの点については問題があり、詳細については第3章で検討する。

以上のようにまわりこんで付着する過程においても基板表面は同時にガスイオンによってスパッタされる。

したがってイオンブレーティングは膜の付着とスパッタリングが同時に起っているため、付着率がスパッタ率よりも大きい場合にのみ薄膜の生成が進行する。このため第3章で述べるように最適の付着条件が存在する。

イオンブレーティング法は従来の方法よりもつきまわりが非常に大きく立体的な試料にも一様な膜を付着することができる。さらに蒸発原子が数100〜数1000 eVの高いエネルギーをもって基板に打ち込まれ、かつ基板表面はスパッタリングによって常に清浄に保たれるため作成された薄膜の基板表面への付着強度は大きいといわれている。

以上のイオンブレーティング法による金属薄膜作成の

手順をまとめるとつぎのとおりである。

- (1) 真空槽を 10^{-6} Torr まで排気し、ついで不活性ガスを真空槽内に導入し、槽内を所定のガス圧に保つ。
- (2) 基板に負電位を印加して基板のイオンボンバード処理を行う。
- (3) 蒸発源フィラメントを加熱し付着すべき金属を熔融し、ついでシャッターを開いて蒸発させイオンブレーティングを行う。
- (4) 高真空中に排気して試料を除冷後取り出す。

2.3 真空蒸着法

装置は図1のイオンブレーティング装置をそのまま使用し、蒸着膜作成の手順はつぎのとおりである。

- (1) 真空槽内を 10^{-6} Torr まで排気し、ついで不活性ガスを導入し、槽内を所定のガス圧に保つ。
- (2) 基板に負電位を印加して基板のイオンボンバード処理を行う。
- (3) イオンボンバード処理後ただちに不活性ガスの導入を中止して 10^{-6} Torr まで排気し、蒸発源フィラメントを加熱し付着すべき金属を熔融し、ついでシャッターを開いて蒸発させ真空蒸着を行う。
- (4) 試料を高真空中に保持し徐冷後取り出す。

この真空蒸着では蒸発が 10^{-6} Torr 程度の高真空領域で行われ、蒸発源と基板表面との距離はせいぜい20〜50 cm 程度であることから、蒸発原子はほぼ直線的に飛んで行くためつきまわりはなく複雑な形状への一様な膜の付着は困難である。また蒸発原子のエネルギーが0.2 eV 程度であることから付着膜の基板に対する強度は小さいといわれている。

2.4 スパッタリング法

装置には市販の高周波スパッタリング装置を一部改造して用いた。装置の概略図を図4に示す。本装置は真空槽、真空排気系、高周波電源、高圧直流電源、高周波コイル、真空度測定系およびこれらの制御系から成り立っている。このうち直流電源は試料基板のイオンボンバード処理用で、高周波コイルは高周波励起により低圧不活性ガス中のグロー放電の保持を容易にするため追加したものである。

スパッタリング膜作成の手順はつぎのとおりである。

- (1) 真空槽内を 10^{-6} Torr まで排気し、ついでアルゴンガスを導入し、槽内を所定の圧力に保つ。
- (2) 基板に負電位を印加して基板のイオンボンバード処理を行う。
- (3) 直流電源を切り、ターゲットに高周波電力による負電位を印加し、シャッターを開いて薄膜の付着を行う。
- (4) 高真空中に排気して試料を除冷後取り出す。

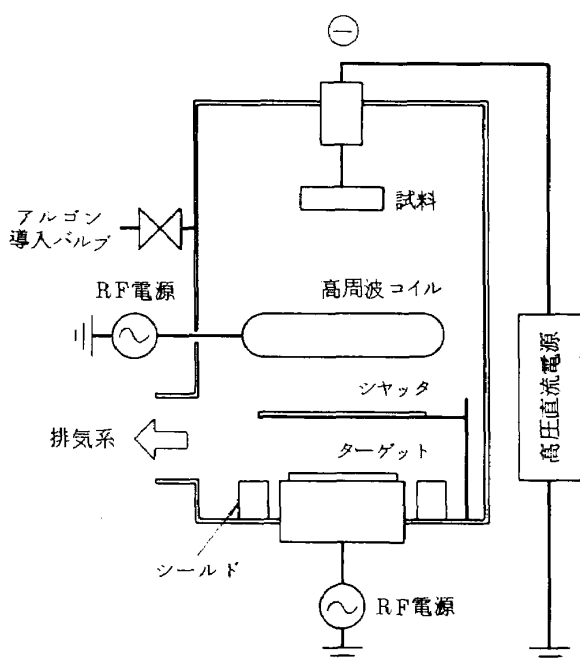


図4 高周波スパッタリング装置

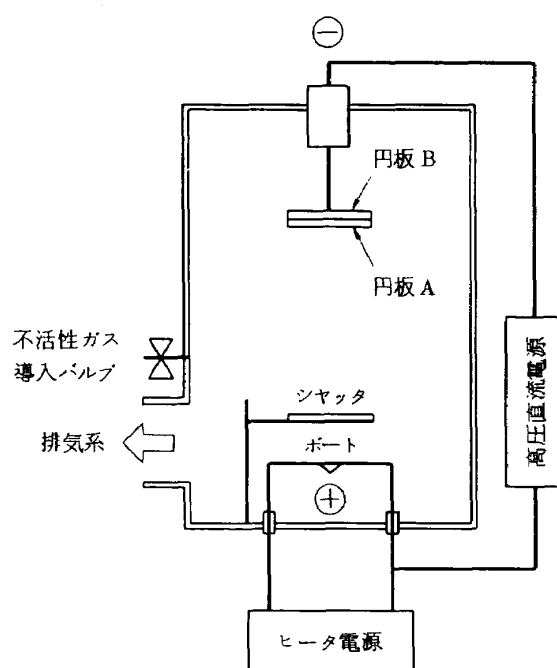


図5 イオンブレーティング装置

スパッタリングでは、スパッタされた原子が低圧不活性ガス雰囲気によって散乱されるためイオンブレーティングにおけると同様つきまわりがある。この点については第3章で検討する。ターゲットに入射するガスイオンのエネルギーは数10～数1000 eVと大きい、いっぽうスパッタされ基板に付着する原子は途中不活性ガス雰囲気中で散乱されるためエネルギーは数eVから約100 eVに分布し、約10 eV程度のものが最も多いとされている。したがって薄膜の付着強度はイオンブレーティング法によるものと真空蒸着法によるものの中間に位置するものと考えられる。

第3章 イオンブレーティング、スパッタリングの付着およびつきまわり特性

3.1 まえがき

イオンブレーティングでは膜の付着とスパッタリングが同時に起っているため、付着率がスパッタ率よりも大きい場合のみ薄膜の生成が進行する。またイオンブレーティングは真空蒸着、スパッタリングに比較してつきまわりが非常に大きいとされている。

イオンブレーティングにおいては膜の形成に種々の因子が複雑に影響するが、付着とつきまわり特性にはポートの形状、付着すべき金属の蒸発速度、電極間距離、印加電圧、不活性ガス圧力などが大きな影響を及ぼすであろうと考えられる。

以下イオンブレーティングの付着とつきまわり特性に及ぼす諸因子の影響について述べる。なおイオンブレーティングと対比して本研究に用いたスパッタリングの付着とつきまわり特性についても言及する。

3.2 イオンブレーティングの付着とつきまわり特性

3.2.1 実験法

図5に示すように直径50mm、厚さ0.5mmのSUS304円板(A,B)を2枚重ね合わせて試料基板とし、ポートの形状、付着すべき金属の蒸発速度、電極間距離、印加電圧、不活性ガス圧力を種々変化してイオンブレーティングを行い、円板A,Bに付着した金属薄膜の重量を測定して付着とつきまわり特性を検討した。なおイオンブレーティングに際し、2.2のイオンブレーティングの手順の中でイオンボンバード処理は省略した。これはボンバード処理に伴うスパッタリングによる円板の重量減を避けるためである。

以下付着とつきまわりの度合をあらわすのに、つぎの定義に従って付着率、まわりこみ率という言葉を用いた。

いま

W = 蒸発源ポートからの金属の総蒸発重量

W_A = 蒸発源側の基板(円板A)への付着金属重量

W_B = 蒸発源と反対側の基板(円板B)への付着金属重量

とし、 W_A/W 、 W_B/W をそれぞれ基板前、後面への付着率、 W_B/W_A をまわりこみ率とする。

本実験には不活性ガスとしてアルゴンとヘリウムを用いたが、ガス圧力の付着率、まわりこみ率に及ぼす影響をしらべるにあたっては圧力の測定が問題となる。2.2で述べたようにガス圧力の測定には熱陰極型電離真空計（シュルツゲージ）を使用した。電離真空計には窒素ガスに対して他の絶対圧力計（マクラウド真空計）によって較正された値が目盛られるため、窒素以外のガスの圧力測定には再較正が必要となる。図6にマクラウド真空計を用いて較正したアルゴン、ヘリウムガスの電離真空計による真空度に対する絶対圧力を示す。なお以下とくにことわらない限りガス圧力の表示には電離真空計による値を用いた。

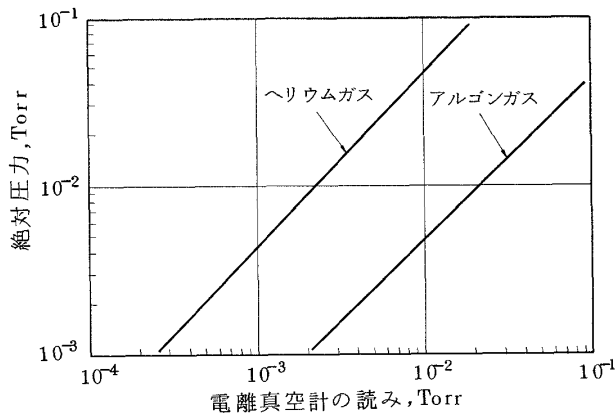


図6 真空度較正線

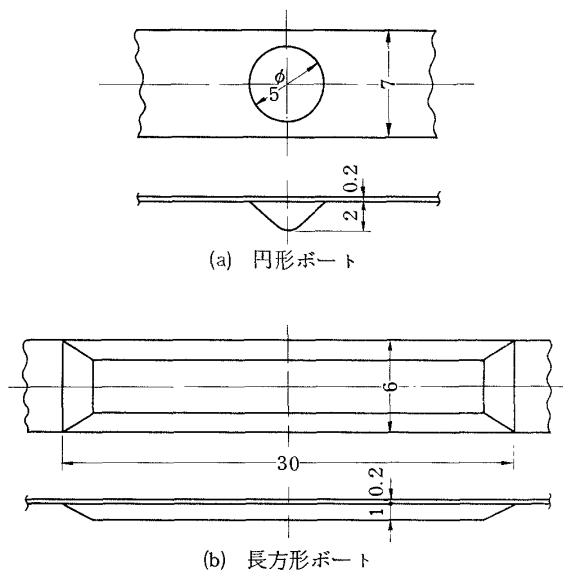


図7 タングステンボードの形状

3.2.2 付着率とまわりこみ率に及ぼすポート形状の影響

本装置では蒸発源にタングステン薄板を用いているが、付着すべき金属をのせるポートの形状が付着とつきまわり特性に影響することが考えられる。図7に示す直径5 mm、深さ2 mmの円形と、長さ30 mm、幅6 mm、深さ1 mmの長方形の2種類のポートについて、印加電圧4 kV、アルゴンガス圧力 2×10^{-2} Torr、 W 300 mg、イ

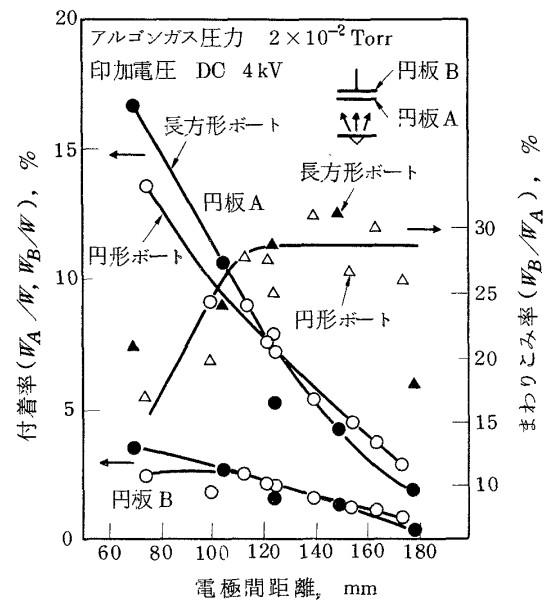


図8 金の付着率、まわりこみ率と電極間距離との関係に及ぼすポート形状の影響
(アルゴンガス)

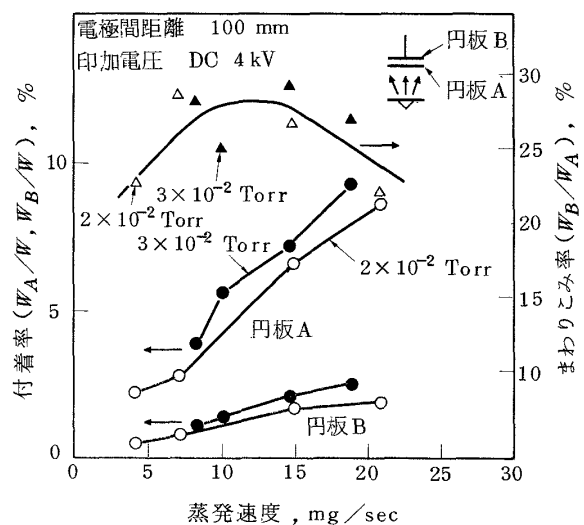


図9 銀の付着率、まわりこみ率に及ぼす蒸発速度の影響
(アルゴンガス)

オンブレーティング時間30秒における金の付着率およびまわりこみ率と電極間距離との関係を図8に示す。

電極間距離125mmまでは円板A,Bとも長方形ポートよりも円形ポートの付着率が小さく、これ以上の電極間距離では逆に長方形ポートよりも円形ポートの付着率が大きくなっている。いっぽう、まわりこみ率は円形ポートでは電極間距離の増大とともに増加し、120mm 以上から約29%で一定する。これに対し長方形ポートでは、電極間距離の増大とともにはじめは円形ポートと同一傾向を示すが、電極間距離が180mm になるとまわりこみ率はかえって急激に減少している。

円形ポートに比較して長方形ポートのほうが蒸発面積が大きいためまわりこみ率が大きくなるのではないかと

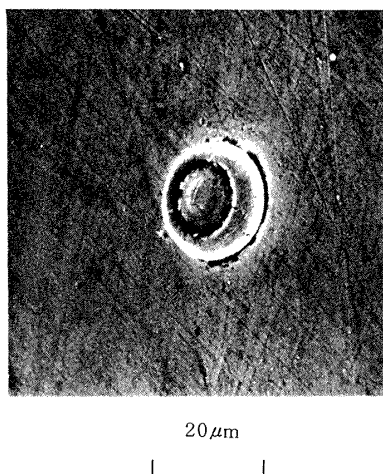


図10 円板A上の銀の巨大粒子

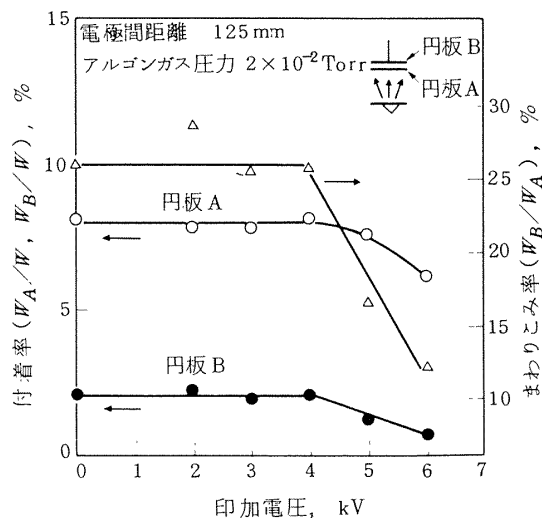


図11 金の付着率、まわりこみ率に及ぼす印加電圧の影響 (アルゴンガス)

考えられるが、電極間距離120mm までは両者とも同一のまわりこみ率を示し、これ以上では円形ポートでは一定するのに対し、長方形ポートではかえって減少する。この理由としては、長方形ポートは蒸発面積が大きいため電極間距離が大きいときは基板以外の方向に飛ぶ蒸発原子の割合が増大するためと考えられる。

以上の結果から、以下の実験にはすべて円形ポートを用いた。

3.2.3 付着率とまわりこみ率に及ぼす蒸発速度の影響

図9は電極間距離100mm, 印加電圧4kV, アルゴンガス圧力 2×10^{-2} , 3×10^{-2} Torrにおける銀の付着率とまわりこみ率に及ぼす蒸発速度の影響である。蒸発速度は \dot{W} を300mg 一定とし、イオンブレーティングの時間をかえて変化した。

蒸発速度の増加とともに円板A,Bの付着率は増大しているが、まわりこみ率は蒸発速度10~15mg/s間で最大となり、これ以下でもまたこれ以上でも減少する。蒸発速度が低いときはフィラメントに流れる電流が小さいためポートの温度が低く、したがって蒸発原子の運動エネルギーが小さくなり、基板に蒸発原子が到達する間にアルゴン分子との衝突の影響を受けて付着量は低下する。また300mgを蒸発させるのに長時間かかるためせっかく基板に付着した銀膜がスパッタリングされる割合

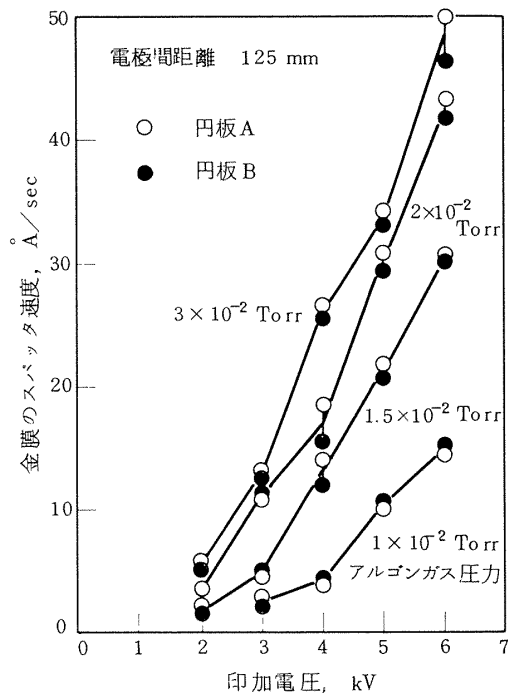


図12 金膜のスパッタリングによる膜厚の減少速度と印加電圧

が大きくなり、この結果まわりこみ率が低下すると考えられる。

いっぽう、蒸発速度が大きくなると短時間でイオンブレーティングをすることができるため銀膜のスパッタ量は減少し、かつ蒸発原子の運動エネルギーも大きくなるため付着量も増加する。しかしこの場合、蒸発原子の運動エネルギーが増加するため基板に対して垂直に飛ぶ蒸発原子の数が増え、蒸発源側の円板Aへの付着量は増加するが、裏面にまわりこむ割合が減少するため円板Bの付着量の増加割合は小さくなり、したがってまわりこみ率は減少する。さらに蒸発速度を大きくするためフィラメント電流を多く流すと銀が暴発的に蒸発し、図10に示すように蒸発源側の円板Aに銀の巨大粒子が付着し、蒸発速度が大きくなると粒子の数が増える傾向が認められ、これもまわりこみ率を低下させることになる。

したがって適当な蒸発速度範囲でまわりこみ率は最大となり、以下の実験は W 300 mg, 蒸発速度 15mg/s 一定で行った。

3.2.4 付着率とまわりこみ率に及ぼす印加電圧の影響

図11は電極間距離125mm, アルゴンガス圧力 2×10^{-2} Torrにおける金の付着率とまわりこみ率に及ぼす印加電圧の影響である。付着率, まわりこみ率は印加電圧4 kVまでは一定であるが、これ以上では急激に低下している。これはイオン化された金原子が強い電界の影響を受けたというよりも、アルゴンガスイオンによって付着した金膜がスパッタリングされる割合が増加し、この結果相対的に付着率が低下しまわりこみ率も急激に減少し

たとえられる。

図12は電極間距離125mm, アルゴンガス圧力 1×10^{-2} , 1.5×10^{-2} , 2×10^{-2} , 3×10^{-2} Torrにおける印加電圧とあらかじめSUS 304円板A, B上にイオンブレーティングした金膜のスパッタリングによる膜厚の減少速度との関係である。この膜厚の減少速度は同一印加電圧でアルゴンガス圧力の高いほど大きく、また蒸発源に面した円板Aのほうが後面の円板Bよりも大きい。図12から求めた金膜のスパッタ量を図11の付着率とまわりこみ率に加えて補正すると、印加電圧と付着率およびまわりこみ率との関係は図13のようになり電界の影響はほとんど認められなくなる。

図14は電極間距離120mm, ヘリウムガス圧力 0.8×10^{-2} , 1.5×10^{-2} Torrにおける金の付着率とまわりこみ率に及ぼす印加電圧の影響である。ヘリウムガス中においてもアルゴンガス中におけるほぼ同じ傾向を示している。ただし付着率は印加電圧が高くなってもアルゴンガス中におけるほど急激に減少することなく、これに伴ってまわりこみ率の減少も小さく、とくにこの傾向はヘリウムガス圧力 0.8×10^{-2} Torrにおいて明瞭である。アルゴンガス圧力 2×10^{-2} Torrの絶対圧力は 1×10^{-2} Torrであるのに対し、ヘリウムガス圧力 0.8×10^{-2} , 1.5×10^{-2} Torrの絶対圧力はそれぞれ 3.5×10^{-2} , 7×10^{-2} Torrでアルゴンの絶対圧力よりも大きい、このためイオン電流はアルゴンで5mA, ヘリウムではそれぞれ12mA, 30mAとヘリウムガス中での電界条件はアルゴンガス中に比較し

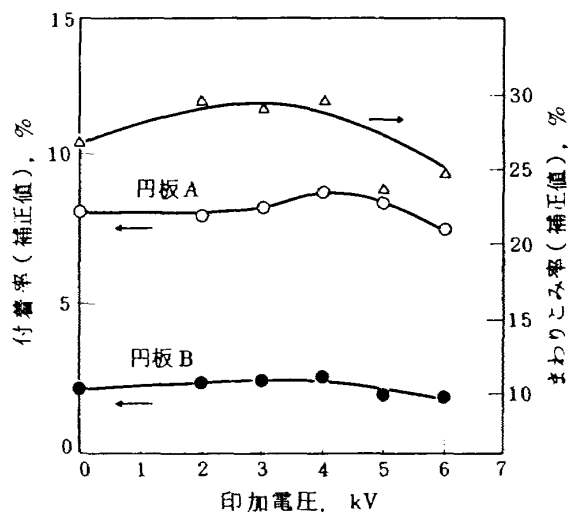


図13 付着率およびまわりこみ率の補正值と印加電圧

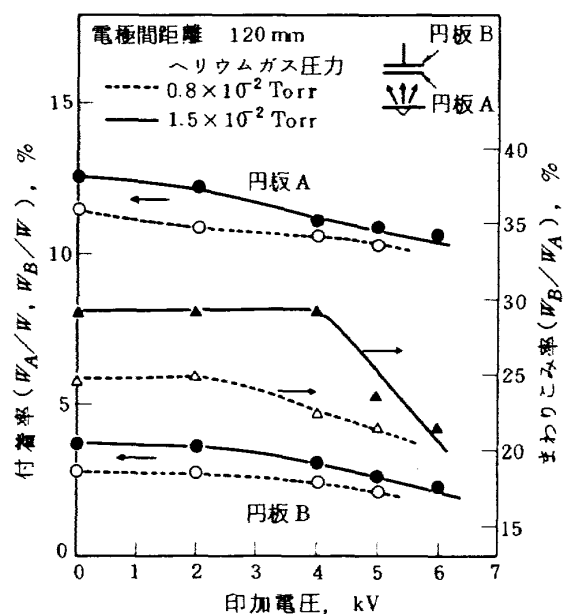


図14 金の付着率, まわりこみ率に及ぼす印加電圧の影響 (ヘリウムガス)

てきびしい。しかし上述のようにアルゴンガス中に比較してヘリウムガス中での印加電圧の増加による付着率とまわりこみ率の減少割合が小さいのは、500 eVのイオンエネルギーに対する金のスパッタ率がアルゴンガスで2.7であるのに対し、ヘリウムガスでは0.07と小さいことによるものである。

なお図11, 図14において、印加電圧0 kV においても4 kVを印加したときと同一のまわりこみ率を示すことから、イオンブレーティングのまわりこみは Spalvins⁴⁾ がいようなイオン化された金原子の電界に沿った運動によるというよりは、不活性ガス中において金原子がガス分子と衝突して散乱されることに起因していると考えられる。

3.2.5 付着率とまわりこみ率に及ぼす電極間距離の影響

電極間距離の影響については3.2.2でも触れたが、ここであらためて詳細に論ずることとする。図15, 図16は印加電圧4 kV, アルゴンガス圧力 2×10^{-2} Torr, ヘリウムガス圧力 1×10^{-2} Torrにおける金の付着率とまわりこみ率に及ぼす電極間距離の影響である。

図15のアルゴンガスにおいては、まわりこみ率は電極間距離の増大とともに増加するが、約120 mm 以上から30% 前後で一定する。この大きさは従来の真空蒸着やスパッタリングに比較すると非常に大きく、イオンブレーティングの大きな利点の一つはまわりこみ率が高いところにあるといえる。ただしまわりこみ率が30%程度であることからいって一様な厚さの膜が得られるといわれているが、前面と後面とではかなりの差がある。しか

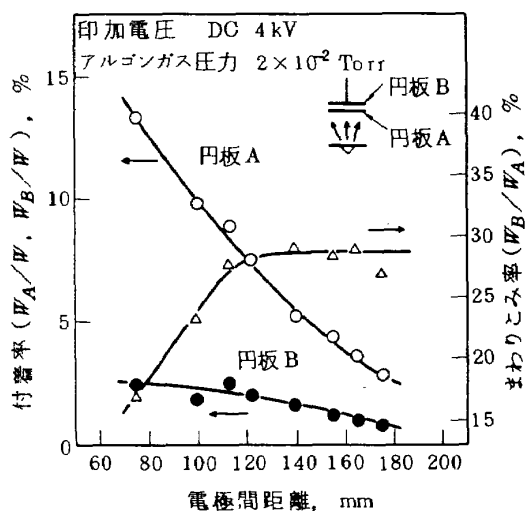


図15 金の付着率, まわりこみ率に及ぼす電極間距離の影響 (アルゴンガス)

し実用上からはこの程度でも十分であろう。

いっぽう, 図16のヘリウムガスの場合は電極間距離が120 mm 以上になっても一定とならず, 180 mmでもまだ増加の傾向を示している。本実験に使用した装置では電極間距離を180 mm 以上にできないためこれ以上の距離におけるまわりこみ率は測定できなかったが, アルゴンガスの結果からある電極間距離以上でまわりこみ率は一定するであろうと考えられる。

付着率はいずれも電極間距離の増大とともに減少している。真空蒸着においては, 電極間距離を r とすると付着率は r^{-2} に比例することが明らかにされている。すなわち真空蒸着においては次の関係式が成立する。

$$m = 4\pi r^2 \rho t \quad (1)$$

ここに, m は蒸発重量, ρ は蒸発物質の密度, t は距離 r における付着膜厚である。

いま, 付着面積を A とすると付着率 C は

$$C = \frac{A \rho t}{m} = \frac{A}{4\pi} r^{-2} \quad (2)$$

となり, 付着率は r^{-2} に比例する。

しかしイオンブレーティングにおいては, 付着率は真空蒸着におけるように r^{-2} に比例せず, 図15, 図16の付着率を電極間距離の2乗に対し片対数で表示すると図17のようになる。

すなわち付着率 C は

$$C = k \exp(-r^2) \quad (3)$$

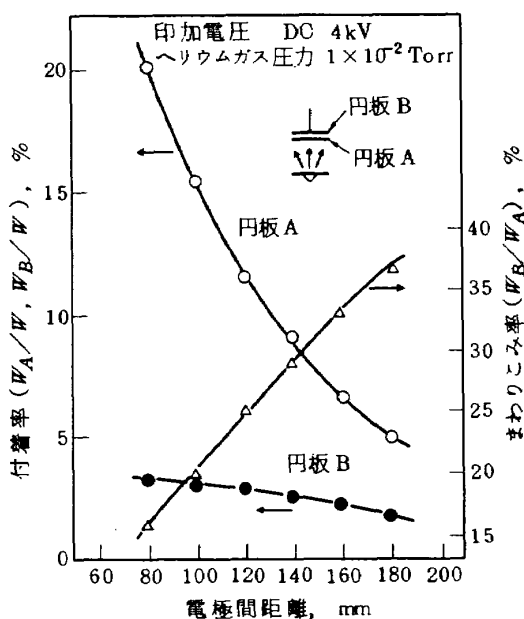


図16 金の付着率, まわりこみ率に及ぼす電極間距離の影響 (ヘリウムガス)

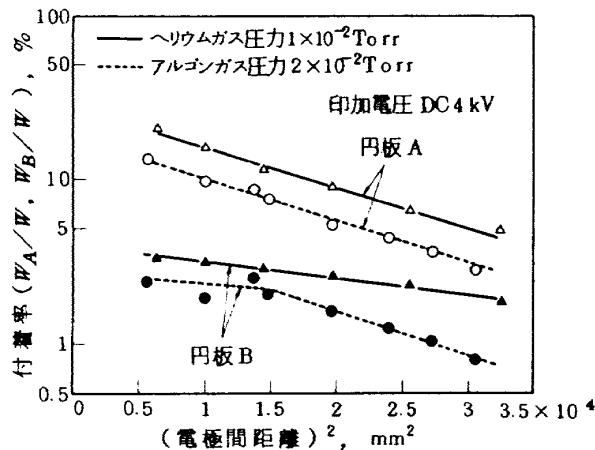
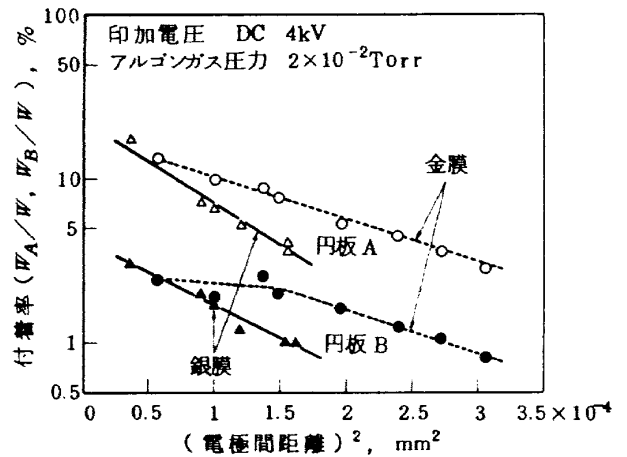
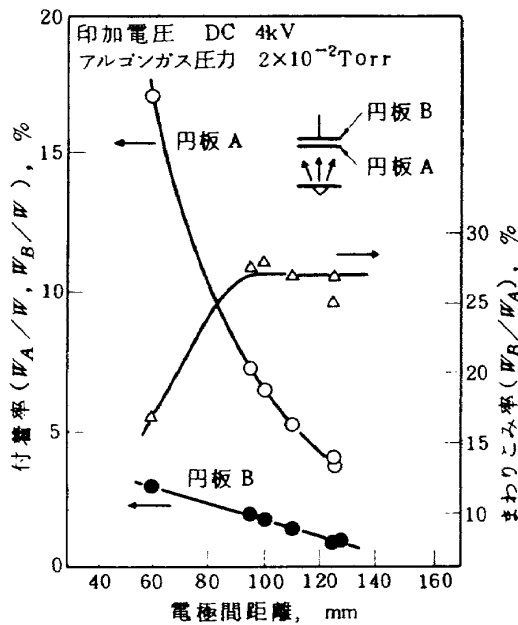
図17 金の付着率と(電極間距離)²との関係図19 銀、金の付着率と(電極間距離)²との関係

図18 銀の付着率、まわりこみ率に及ぼす電極間距離の影響(アルゴンガス)

で表示される。ただし k は定数である。もちろん式(3)は基板や真空槽の大きさその他の実験条件によって当然変化するものと考えられる。しかし高真空における真空蒸着と 10^{-2} Torr 台の低真空におけるイオンブレーティングでは付着の挙動に大きな相違があることは明瞭である。

図17において、アルゴンガス中でもまたヘリウムガス中でも蒸発源側の面、すなわち円板Aの付着率の(電極間距離)²に対する傾斜は同じである。しかし蒸発源に対して背面の円板Bにおいては電極間距離120 mmまではアルゴンガス中、ヘリウムガス中でも同じ付着傾向を

示すが、これ以上の距離ではアルゴンガス中の付着率は急激に減少し、円板Aと同じ傾向を示すようになる。すなわちアルゴンガスの場合は、電極間距離120 mm以上で円板Aと円板Bの付着率の(電極間距離)²に対する変化率は等しくなり、この結果まわりこみ率は一定となる。しかしヘリウムガス中では円板Bにこのような現象がみられないためまわりこみ率は直線的に増加することになる。

さらにアルゴンガス中に比較してヘリウムガス中の付着率が大きいのは絶対圧力が異なるためである。すなわちヘリウムガス圧力の 1×10^{-2} Torr, アルゴンガス圧力の 2×10^{-2} Torrは絶対圧力ではそれぞれ 4.5×10^{-2} , 1×10^{-2} Torrとなり、絶対圧力ではアルゴンガス圧力よりもヘリウムガス圧力が高い。またこの圧力における平均自由行程はヘリウムで3 mm, アルゴンで6 mmで、アルゴンガスよりもヘリウムガスのほうが分子密度が大きいことも影響している。アルゴンガス中で電極間距離120 mm以上で円板Bの付着率が急に減少しているが、これも絶対圧力の相違が影響しているのではないかと考えられる。

なおヘリウムガス中で明瞭であるが、円板Aに付着する傾向と円板Bに付着する傾向が相違している。すなわち(電極間距離)²の増加に対する円板Aの付着率の減少率は円板Bよりも大きい。これは電極間距離が大きくなるに従ってガス分子と金原子との衝突回数が増加し、このため円板Aの付着量は減少するが、逆にその散乱量だけ円板Bへの付着量が増加するためと考えられる。

図18は印加電圧4 kV, アルゴンガス圧力 2×10^{-2} Torrにおける銀の付着率とまわりこみ率に及ぼす電極間距離の影響である。銀の場合は電極間距離100 mmからまわ

りこみ率は一定となっている。金に比較して短い距離でまわりこみ率が一定となるのは、金の原子量が 197.0 であるのに対し銀は 107.9 と軽いため、それだけアルゴン分子の影響を受けやすいためと考えられる。

図18の銀の付着率を電極間距離の2乗に対して片対数で表示し、図17のアルゴンガス中の金と比較したのが図19である。銀の場合にも金におけると同様式(3)が成立しているが、金と比較して銀の付着率と(電極間距離)²の直線の傾斜が大きい。これは前述のように銀の原子量が金の約半分であることからアルゴン分子との衝突の影響を受けやすいためと考えられる。すなわち銀ではアルゴン分子による散乱の影響が大きいので、電極間距離が大きくなると銀原子の基板方向への数は金に比較して大幅に減少し付着率の低下が大きくなる。また円板Bの付着率において、金では電極間距離 120 mm 以下で一定する傾向を示したが、銀ではこのような現象はみられない。この相違は金では電極間距離が小さいときはアルゴン分子による散乱の影響が小さいため基板方向への金原子の数が多くなり、それだけ基板裏側にまわりこむ原子は少なくなるが、銀ではアルゴン分子による影響が大きいので電極間距離が小さくとも裏面にまわりこむ原子の数が多くなることによると考えられる。

3.2.6 付着とまわりこみ率に及ぼす雰囲気ガス圧力の影響

図20, 図21は電極間距離 120 mm, 印加電圧 0, 4 kV における金の付着率とまわりこみ率に及ぼすアルゴンおよびヘリウムガス圧力の影響である。

図20のアルゴンガスにおいては、印加電圧 0 kV では円板Aには 1.5×10^{-5} Torr においても 6.2 % の付着率を示すが、円板Bには 4×10^{-3} Torr から付着が認められ、アルゴンガス圧力の増加とともに両者の付着率は増大し

ている。しかしまわりこみ率は 5×10^{-2} Torr から 33 % で一定となる。電圧を 4 kV 印加したときは 9×10^{-3} Torr からグロー放電を開始し、 1.5×10^{-1} Torr 付近でメタルブラックを発生する。これはガス圧力が高すぎると平均自由行程が著しく小さくなり、飛行している金原子同士の衝突が起きて飛行中に凝固し、結晶化した金原子が基板に付着し黒色化するためである。したがってアルゴンガス中のイオンブレーティングの可能な圧力範囲は 9×10^{-3} Torr から 1.5×10^{-1} Torr までとなる。この圧力範囲内で付着率とまわりこみ率は 0 kV の場合に比較して低下しているが、ほぼ同一傾向を示しまわりこみ率は 5×10^{-2} Torr から 29 % で一定となる。

図21のヘリウムガス中でも印加電圧 0 kV ではガス圧力の増加とともに付着率の増大することはアルゴンガス中におけると同じであるが、ただしまわりこみ率は 1×10^{-2} Torr から 31 % で一定となる。電圧を 4 kV 印加したときは 5×10^{-3} Torr からグロー放電を開始し、 4×10^{-2} Torr でメタルブラックを発生し、アルゴンガスに比較してイオンブレーティングの可能な圧力範囲はせまい。電圧を 4 kV 印加することによって 0 kV の場合に比較して付着率とまわりこみ率の低下していることもアルゴンガス中におけると同様であるが、まわりこみ率は 0 kV では 1×10^{-2} Torr から一定となったのに対し、4 kV では 2×10^{-2} Torr の高い圧力から 26 % で一定となっている。アルゴンガス中ではまわりこみ率が一定となるガス圧力値は電圧によってあまり変化しなかったが、ヘリウムガス中で電圧によって変化しているのは放電状態が異なるためと考えられる。

以上の結果から、あるガス圧力以上でまわりこみ率が一定となる原因について検討しよう。イオンブレーティングのまわりこみ効果は印加電圧 0 kV, すなわち不活

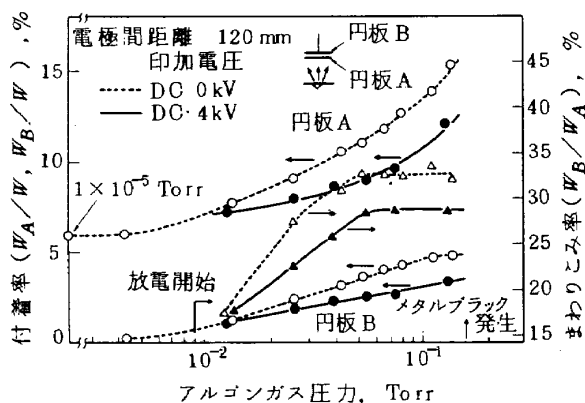


図20 金の付着率, まわりこみ率に及ぼすアルゴンガス圧力の影響

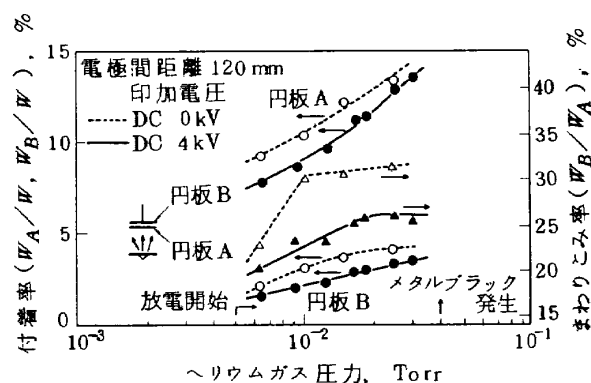


図21 金の付着率, まわりこみ率に及ぼすヘリウムガス圧力の影響

性ガス中で蒸着した場合にもその効果が存在することから、蒸発原子が不活性ガスによって散乱されることによるものと考えられる。もしもそうであるならば不活性ガス分子の平均自由行程の大きさが散乱に大きな影響を及ぼすであろうと考えられる。図22はアルゴンガス、ヘリウムガスの27°Cにおける平均自由行程とガス圧力（絶対圧力で表示）との関係を示したものである。図23、図24は図20、図21の付着率とまわりこみ率を平均自由行程に対して表示しなおしたものである。いま印加電圧による影響を考慮すると複雑になるため0 kVの場合について検討すると、図23で円板Aにおいては、アルゴンガス、ヘリウムガスの付着率は平均自由行程で整理する

と同一の曲線にのり、付着率はガスの種類に関係なくガス分子の平均自由行程に依存している。ただし円板Bにおいては、同一平均自由行程でアルゴンガス中のほうがヘリウムガス中よりも若干大きい付着率を示している。この差が図24にみられるようにアルゴンガス中のまわりこみ率がヘリウムガス中よりも大きい原因となっている。この円板Bにおける付着率の差はアルゴンとヘリウムの分子量の違いによるものと考えられる。すなわちヘリウムの分子量 ($m=4$) はアルゴンの分子量 ($m=40$) よりも著しく小さいため、蒸発源からでてくる金原子の運動エネルギーはアルゴンガス中でもヘリウムガス中でも同程度と考えられるが、金原子がヘリウムガス分子と衝

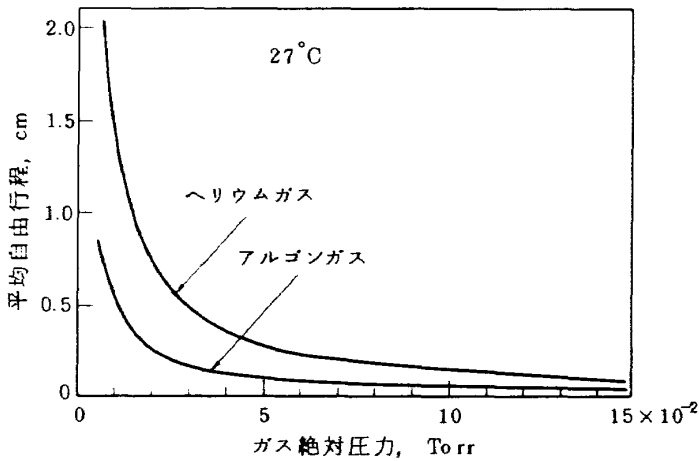


図22 アルゴンガス、ヘリウムガスの27°Cにおける平均自由行程とガス圧力

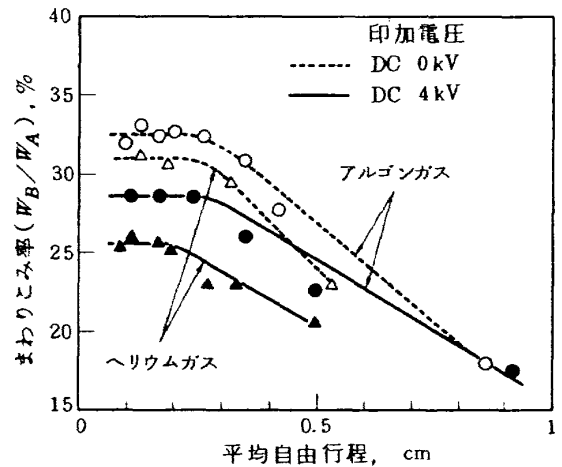


図24 金のまわりこみ率と平均自由行程

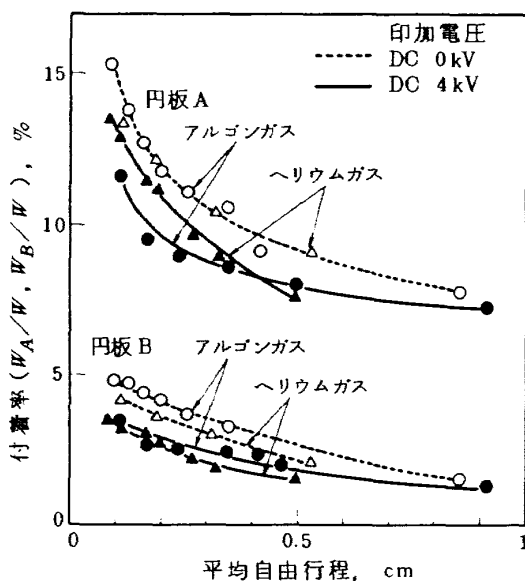


図23 金の付着率と平均自由行程

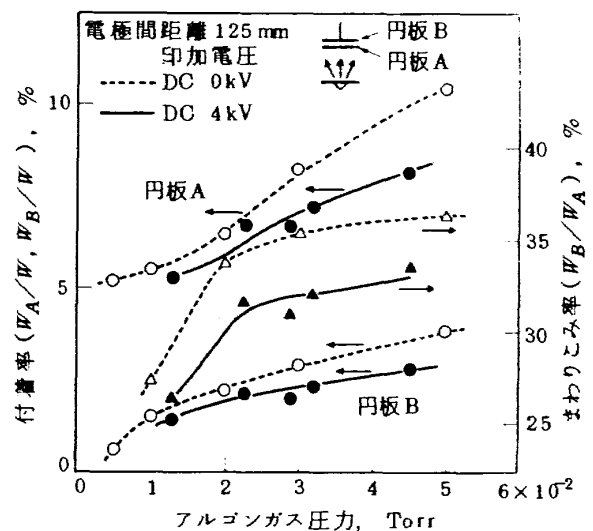


図25 銀の付着率、まわりこみ率に及ぼすアルゴンガス圧力の影響

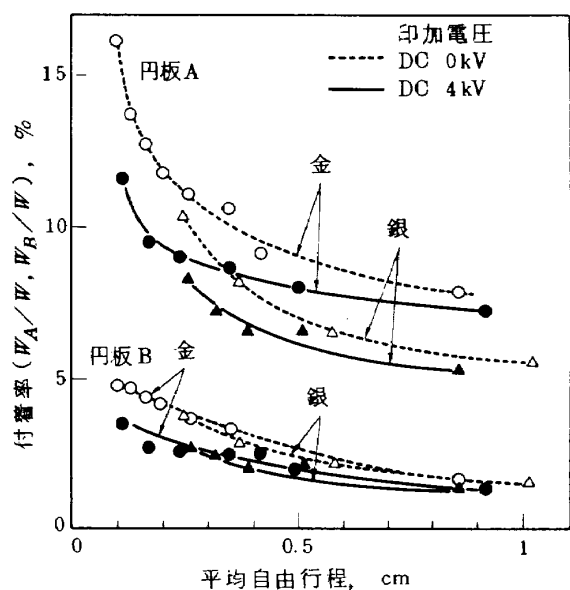


図 26 銀、金の付着率と平均自由行程

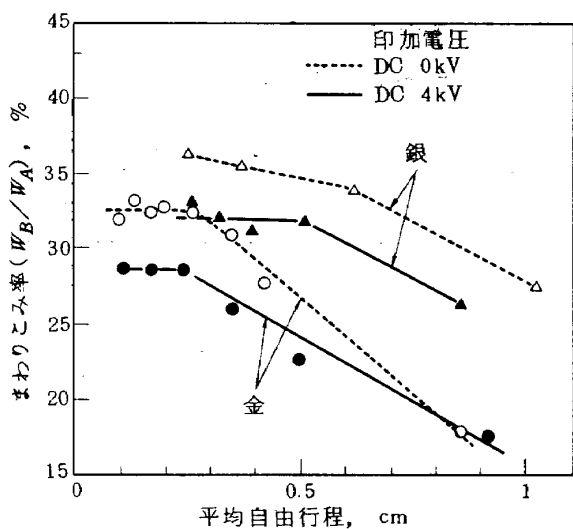


図 27 銀、金のまわりこみ率と平均自由行程

突しても金原子の運動方向はあまり変化しないことになる。したがって円板Bのヘリウムガス中の付着率はアルゴンガス中よりも減少し、これに伴ってまわりこみ率は小さくなる。このことから、まわりこみ率を大きくするには不活性ガスとしては分子量の大きいほうが有利である。

さらに図24においてまわりこみ率はアルゴンガス、ヘリウムガスの場合とも平均自由行程約0.28 cm以下で一定となっている。この結果からイオンブレーティングでまわりこみ率が一定となるのは不活性ガスの種類に無関係

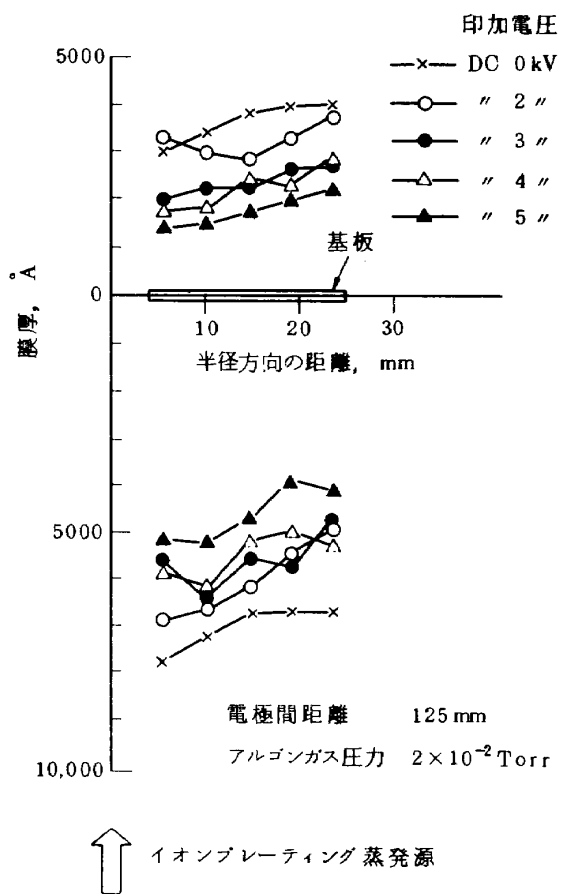


図 28 円板上の金膜の厚さ分布

係で、そのガス分子の平均自由行程の大きさによるといえる。すなわち飛行中の金原子の平均自由行程はガス分子のそれと等しいと考えられるので、金原子の平均自由行程がある値以下になるとまわりこみ率が一定になると考えることができる。

図25は電極間距離125 mm、印加電圧0.4 kVにおける銀の付着率とまわりこみ率に及ぼすアルゴンガス圧力の影響である。付着率は金よりも小さいが、まわりこみ率はアルゴンガス圧力 2×10^{-2} Torrから印加電圧0.4 kVでそれぞれ36%、33%でほぼ一定となり金よりも大きい。図26、図27は図25の付着率とまわりこみ率を平均自由行程に対して表示しなおし、アルゴンガス中の金と比較したものである。同一平均自由行程で金よりも銀の付着率は小さいが、まわりこみ率は金よりも大きい。また金では平均自由行程約0.28 cm以下からまわりこみ率が一定となったのに対し、銀のまわりこみ率がほぼ一定する平均自由行程は約0.5 cmと金よりも大きい。この相違はこれまでも述べたように銀の原子量が金の約半分でアルゴン分子との衝突の影響を受けやすいためと考えられる。

3.2.7 イオンブレーティング金膜の膜厚分布

これまで付着膜の重量測定から付着率とまわりこみ率について検討したが、つぎにイオンブレーティング膜がどのように均一に付着しているかを検討しよう。

図28は電極間距離 125 mm, アルゴンガス圧力 2×10^{-2} Torr において印加電圧を 0, 2, 3, 4, 5 kV に変化して直径 50 mm, 厚さ 7 mm の SUS 304 円板に金をイオンブレーティングしたときの円板上の半径方向の膜厚の変化である。膜厚の測定には二光線式干渉顕微鏡を用いた。

図28において、これまでの結果と対応して蒸発源に対する前面の膜厚は後面よりも大きく、かつ印加電圧が大きいほど膜厚は減少している。蒸発源に対する前面においては中心部の膜厚が大きく、周辺に行くにしたがって減少している。これに対し蒸発源に対して後面では周辺部の膜厚が大きく中心部に向かって減少する傾向を示している。このように前面と後面とで膜厚分布の傾向が逆になっているのは基板周辺部の放電状況の相違によるものと考えられる。しかし全般的にいて膜厚の変化はさきほど大きくはなく、実用上からはまずこの程度で十分であろう。

3.2.8 イオンブレーティングの条件

以上の結果から、まわりこみ率を大きくするには電極間距離は 120 mm, 印加電圧は 4 kV, アルゴンガス圧力は金に対しては 5×10^{-2} Torr, 銀に対しては 2×10^{-2} Torr, ヘリウムガス圧力は金に対しては 2×10^{-2} Torr が最適である。

以下本研究のイオンブレーティングの条件としては、ヘリウムガスよりもアルゴンガスのほうがイオンブレーティングの可能な圧力範囲が広く使いやすいためアルゴンガスを用い、その圧力は金、銀について同一とするため 2×10^{-2} Torr とし、電極間距離は 120 mm, 印加電圧は 4 kV 一定とした。

3.3 スパッタリングの付着とつきまわり特性

スパッタリングの付着に及ぼす諸因子の影響に関してはすでに数多くの研究結果が発表されているので、ここではイオンブレーティングと対比して付着速度およびまわりこみ率とアルゴンガス圧力との関係を主体にして検討する。

実験方法はイオンブレーティングにおけると同様に直径 50 mm, 厚さ 0.5 mm の SUS 304 円板 2 枚を重ね合わせて試料基板とし、電極間距離, アルゴンガス圧力を変化してスパッタリングし、重量測定から付着速度およびまわりこみ率を測定した。ここで付着速度とはターゲット側の円板 A に単位時間当りに付着した膜厚である。

図29に高周波電力 300 W, 高周波コイル電力 200 W,

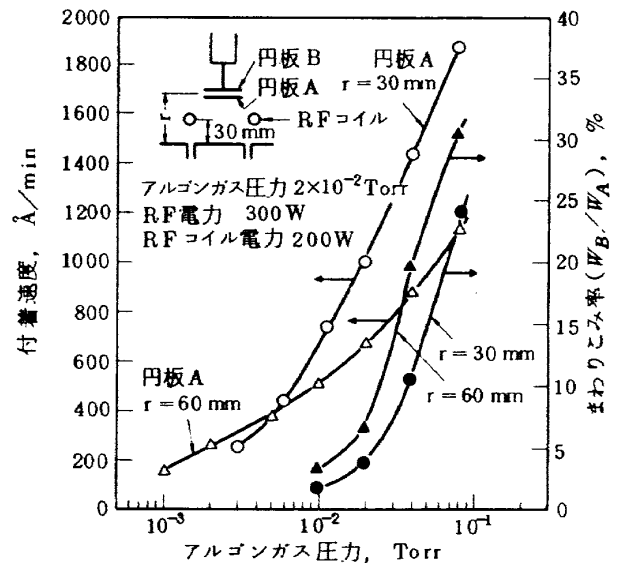


図29 金の付着速度, まわりこみ率に及ぼすアルゴンガス圧力の影響

電極間距離 30, 60 mm における付着速度およびまわりこみ率とアルゴンガス圧力との関係を示す。付着速度はいずれの電極間距離においてもガス圧力の増加とともに増大しているが、約 5×10^{-3} Torr 以上の圧力領域では電極間距離 60 mm よりも 30 mm の付着速度が大きい、これ以下の圧力では 60 mm におけるほうが付着速度は大きくなる。これは電極間距離が短い場合、ガス圧力 5×10^{-3} Torr 付近では陰極暗部の厚さが電極間距離よりも大きくなり、このため放電が不安定になり付着速度が低下するためである。

いっぽう、まわりこみ率はガス圧力の増加とともに増大し、電極間距離の大きいほど大である。しかしイオンブレーティングにおいては電極間距離を大きくとることができるためアルゴンガス圧力 2×10^{-2} Torr においても約 30 % のまわりこみ率を示したが、スパッタリングでは同一アルゴンガス圧力で約 6 % と非常に小さい。スパッタリングでは電極間距離を大きくすることができないため低真空では大きなまわりこみ率は期待できない。しかしガス圧力の増加とともにまわりこみ率は急激に増大し、アルゴンガス圧力 8×10^{-2} Torr, 電極間距離 60 mm でまわりこみ率は約 30 % となりイオンブレーティングの 2×10^{-2} Torr におけると同程度になる。このことからスパッタリングにおけるつきまわりはイオンブレーティングにおけると同様蒸発原子がアルゴンガス分子と衝突して散乱することによるものである。

スパッタリングでもアルゴンガス圧力を大きくとることによってまわりこみ率をイオンブレーティングにおけ

と同程度にとることができる。しかしアルゴンガス圧力を大きくすると当然膜の性状は劣化し、できるだけ低真空でスパッタリングすることが望ましい。このため以下の実験では、スパッタリングはイオンブレーティングと同一のアルゴンガス圧力 2×10^{-2} Torr で、電極間距離 60 mm，高周波電力 300 W，高周波コイル電力 200 W で行った。

3.4 第3章の結論

イオンブレーティングの付着とつきまわり特性に及ぼすボートの形状，付着すべき金属の蒸発速度，電極間距離，印加電圧，不活性ガス圧力の影響を明らかにするために実験を行ったが，主な結果はつぎのとおりである。

(1) 円形ボートと長方形ボートとを比較すると，電極間距離の増大とともにまわりこみ率は増加し，約 120 mm から 30 % 前後で一定するのは両者とも同一であるが，電極間距離が 180 mm になると長方形ボートのまわりこみ率は急激に低下する。したがってボートとしては長方形ボートよりも円形ボートが適している。

(2) まわりこみ率は付着金属の蒸発速度 10 ~ 15 mg / s 間で最大となり，これ以下でもまたこれ以上でも減少する。

(3) アルゴンガス中においては，金，銀のまわりこみ率は電極間距離の増大とともに増加するが，それぞれ約 120，100 mm 以上から 30 % 前後で一定する。これに対しヘリウムガス中では金のまわりこみ率は電極間距離 180 mm でも一定となる傾向は認められない。

付着率 C は電極間距離を r ， k を定数とするとつぎの式で表示される。

$$C = k \exp(-r^2)$$

真空蒸着において付着率は r^{-2} に比例することから，高真空における真空蒸着と 10^{-2} Torr 台の低真空におけるイオンブレーティングは付着の挙動が相違している。

(4) アルゴン，ヘリウムガス中で金の付着率とまわりこみ率は印加電圧 4 kV までは一定であるが，これ以上では急激に低下する。印加電圧 0 kV においても 4 kV を印加したときと同一のまわりこみ率を示すことから，イオンブレーティングのつきまわりはイオン化された蒸発原子の電界に沿った運動によるというよりは，不活性ガス中で蒸発原子がガス分子と衝突し散乱することによるところが大きいと考えられる。

(5) アルゴン，ヘリウムガス中の金のイオンブレーティング可能な圧力範囲はそれぞれ $9 \times 10^{-3} \sim 1.5 \times 10^{-1}$ Torr， $5 \times 10^{-3} \sim 4 \times 10^{-2}$ Torr である。まわりこみ率は印加電圧 4 kV でアルゴンガス中では 5×10^{-2} Torr，ヘリウムガス中では 2×10^{-2} Torr から 30 % 前後で一定する。

このようにあるガス圧力以上で金のまわりこみ率が一定となるのは不活性ガス分子の平均自由行程に依存し，不活性ガスの種類に無関係に平均自由行程約 0.28 cm 以下でまわりこみ率は一定する。

(6) 銀のまわりこみ率は印加電圧 4 kV でアルゴンガス中で 2×10^{-2} Torr から 33 % 前後で一定となる。同一平均自由行程で銀の付着率は金よりも小さいが，まわりこみ率は金よりも大きい。また銀のまわりこみ率が一定する平均自由行程は約 0.5 cm と金よりも大きい。この相違は銀の原子量が金の約半分でアルゴンガスとの衝突との影響を受けやすいためである。

(7) イオンブレーティングでまわりこみ率を大きくするには蒸発速度は 15 mg / s，電極間距離は 120 mm，印加電圧は 4 kV，アルゴンガス圧力は金に対しては 5×10^{-2} Torr，銀に対しては 2×10^{-2} Torr，ヘリウムガス圧力は金に対しては 2×10^{-2} Torr の条件が最適である。

第4章 実験装置および実験法

4.1 まえがき

ここでは第5章，第6章，第7章のすべり摩擦実験に用いた装置と実験法について述べる。ころがり軸受実験に用いた装置については別個に第8章に記す。

4.2 すべり摩擦実験装置

本研究のすべり摩擦実験に用いた試験機はいずれもビン／回転円板形式で，以下に述べる3機種である。

4.2.1 空気中における摩擦試験機

室温の実験に用いた試験機を図30に示す。回転円板に接するピンは2個の玉軸受で支持されたアームによって支えられ，荷重は重錘によって負荷される。摩擦力はロッドによってアームからストレングジをはった板ばねに伝えられる。回転円板は無段変速機を介してモータで駆動される。

この試験機で乾燥空気や窒素，酸素，アルゴンガス雰囲気中での実験を行うには摩擦試験機にカバーをかぶせこの中に所定のガスを送った。また空気中の相対湿度を変化するときには，図31に示すように乾燥空気ポンプから空気はエアフィルタを通った後2系統に分かれ，一つは流量計から洗浄びんを通して飽和水蒸気とし，いま一つは流量計を通し混合びんで両者を混合し，この二つの流量計を調節することによって所定の湿度とし試験機カバーに送る。カバー内の相対湿度は湿度計で測定した。

雰囲気温度の影響をしらべるためには図32に示す高温摩擦試験機を用いた。回転円板に接するピンは4個の玉軸受を用いたジンバル機構によって支持されたアームによって支えられる。荷重は重錘によって負荷され，摩擦

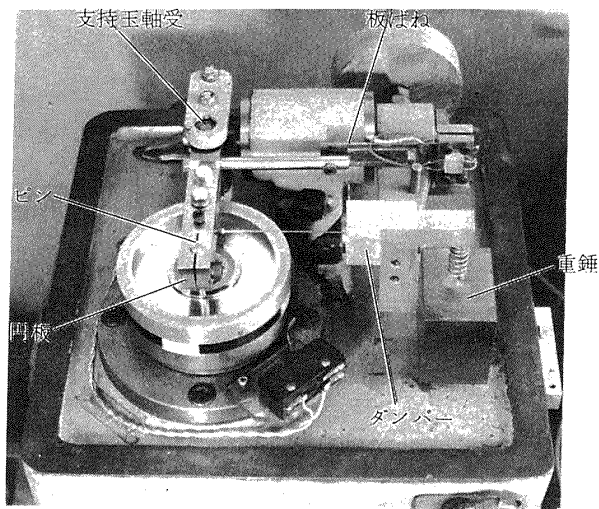


図 30 すべり摩擦試験機

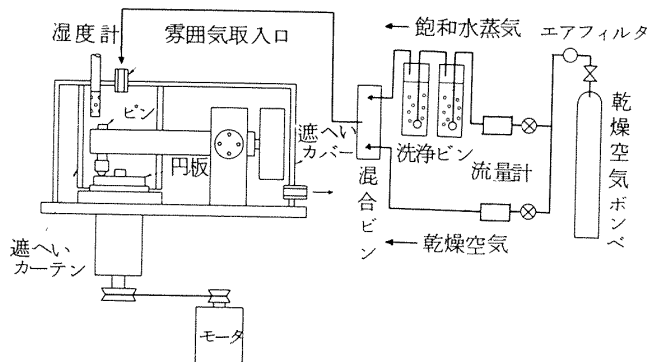


図 31 湿度調整装置

力はアームからUゲージに伝えられる。電気炉は2 kWのヒータで最高800℃まで円板を加熱できる。霧気温度は回転円板の近くにシーズ熱電対をおいて測定し、静止状態で円板に挿入した熱電対による円板温度とほぼ一致することを確認した。なお各種ガスを電気炉内に送ることによって各種ガス雰囲気中の実験も可能である。回転円板は無段変速機を介してモータで駆動される。

4.2.2 超高真空中における摩擦試験機

図33、図34は試験機の概略と外観である。回転円板に接するピンを支持するアームはベローズで真空槽とシャ断されて真空槽外にたのち、4個の玉軸受を用いたジンバル機構で支持される。荷重はアームに重錘によって負荷され、摩擦力はアームをストレングージをはった板ばねにあてて測定した。円板が固定された主軸は2個の玉軸受(#7204C)によって支持され、軸端にマグネットがついている。このマグネットは真空槽外のマグネットによって駆動される。

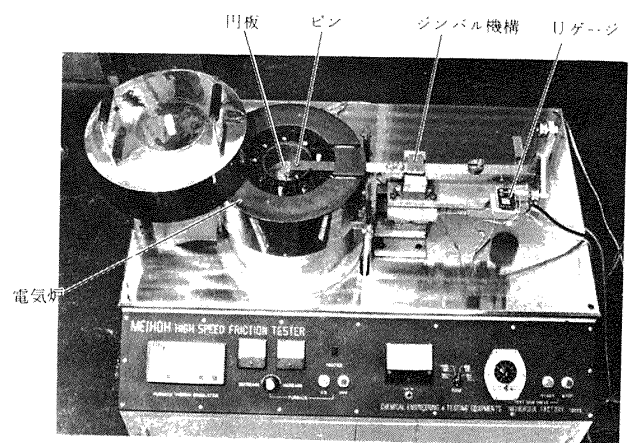


図 32 高温すべり摩擦試験機

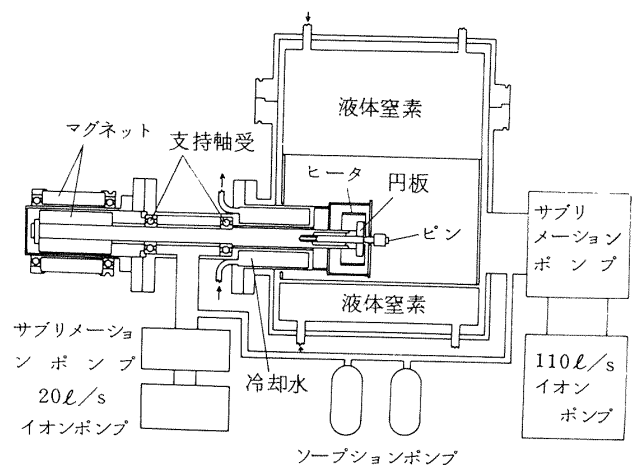
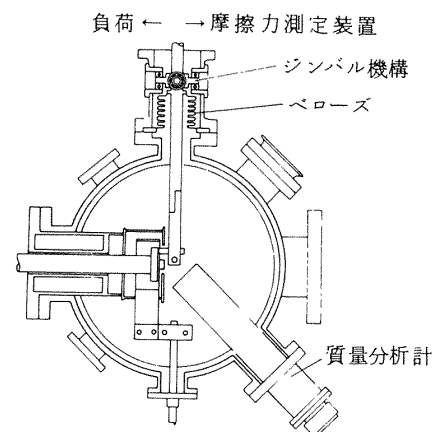


図 33 超高真空すべり摩擦試験機

排気系は摩擦実験槽と支持軸受槽の2系統に分かれ、摩擦実験槽は110ℓ/sのイオンポンプとサブリーメーションポンプ、支持軸受槽は20ℓ/sのイオンポンプとサブリーメーションポンプで排気した。荒引用にはソーブションポンプ2台を用いた。なお支持軸受から発生するガスが摩擦実験槽に浸入するのをできるだけ防ぐため、軸が

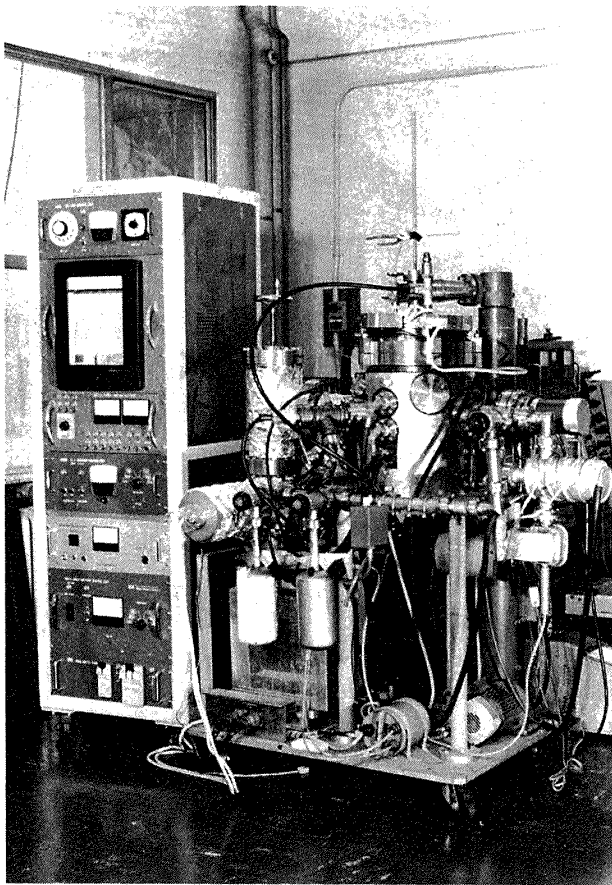


図 34 超高真空すべり摩擦試験機の外観

摩擦実験槽に貫通する部分の軸とスリーブの直径すきまは 0.2 mm にとりスリーブの外側に水を流して冷却した。これはマスフィルター型質量分析計で摩擦実験槽内のガス分析を行うときの正確を期したためである。真空度は真空槽内の摩擦試験片の近くにヌードイオンゲージをとりつけ電離真空計で測定した。

4.3 摩擦試験片

直径 43 mm, 厚さ 7 mm の円板と直径 5/16" の鋼球を用いた。円板の材料は SUS 440C ステンレス鋼 (HRC 61~63), SUJ 2 高炭素クロム軸受鋼 (HRC 61~63), SUS 304 ステンレス鋼 (HV220) の 3 種類である。鋼球には玉軸受用の SUS 440C と SUJ 2 を用いた。

本研究ですべり摩擦試験片にころがり軸受材料である SUS 440C と SUJ 2 を用いたのは、ころがり軸受のイオンプレーティング膜による潤滑を目的としたためである。SUS 304 は後述のように摩擦特性に及ぼすイオンボンバード処理時間の影響をしらべるのに適しているためである。

4.4 摩擦試験片の清浄処理

4.4.1 膜付着前の洗浄

基板表面の汚れは金属薄膜の付着強度に非常に大きな影響を及ぼす。本研究では種々の予備実験を行った結果下記の方法を用いた。

(1) エメリペーパー (# 0~# 06) でベンゼンを用いた湿式表面研磨。

(2) 酸化クロム粉末と水を用いたバフ研磨による鏡面仕上。(表面あらさは $R_{\max} = 0.1 \mu\text{m}$ 以下)

(3) 水洗。

(4) トリクロールエチレン中超音波洗浄 3 分。

(5) アセトン中超音波洗浄 3 分。

(6) 2% NaOH 水溶液中における電解洗浄 2 分

(7) 精製水による水洗。

(8) エチルアルコールで水滴除去後強制乾燥。

4.4.2 イオンボンバード処理

前述の表面洗浄を行っても空気中では表面は吸着物質によって汚染され、十分に清浄な面を得るためにはさらに真空中でイオンボンバード処理を行う必要がある。イオンボンバード処理とは基板に負電位を印加し不活性ガスイオンを衝突させてスパッタリングによって表面を清浄にする方法である。なおこのイオンボンバード処理は数分子層程度の吸着物質の除去に対しては非常に有効であるが、多量の汚れの除去は困難であるため 4.4.1 の前処理にも十分注意する必要がある。

4.4.3 膜付着後の洗浄

摩擦試験片は真空中で金属薄膜を付着後真空槽から外部にとりだされるが、真空中で徐冷する際不可避免的に油拡散ポンプおよび油回転ポンプの油蒸気が試料表面に若干付着するため、金膜に対しては 4.4.1 (4) 以下の洗浄を再度行った。銀膜に対しては銀の酸化を防ぐためイソプロピルアルコール蒸気洗浄を行った。

4.5 実験法

摩擦条件としては、荷重は 1 kg, すべり速度は 0.1 m/s ないし 0.3 m/s である。金、銀薄膜は円板のみに付与し、その厚さは膜厚の影響をしらべる以外は 6000 Å 一定とし、膜厚の測定には二光線式干渉顕微鏡を用いた。

第 5 章 金、銀薄膜のすべり摩擦特性に及ぼすイオンボンバード処理時間の影響

5.1 まえがき

蒸発原子のもつエネルギーは真空蒸着で 1 eV 以下、スパッタリングで約 10 eV であるのに対し、イオンプレーティングでは数 100~数 1000 eV にも達し、かつ基板表面はスパッタリングによって常に清浄に保たれるため作成された薄膜の基板に対する付着強度が大きいといわれている。もしもそうであるならば当然イオンプレーテ

リング法によって作成した膜は他の真空蒸着、スパッタリング膜よりも付着強度が大きいことからすぐれた摩擦特性を示すべきである。

しかし付着性のよい膜を得るためには真空中のイオンボンバード処理によって基板表面を十分に清浄にする必要がある。空気中で基板表面をできる限り清浄にしてもイオンボンバード処理を行わないでイオンブレーティングした膜は簡単にはがれるほど付着強度が弱い。このようにイオンボンバード処理は付着強度の大きい膜を得るためには不可欠なものであるが、この処理によって基板温度が上昇するため膜の付着時の基板温度はイオンボンバード時間によって変化する。

本章では蒸発原子のもつエネルギーの大小よりも膜の付着時の基板温度が付着膜の潤滑性と耐摩耗性を左右する最も重要な因子であることをイオンブレーティング金、銀膜について明らかにする。さらにイオンブレーティン

グ膜のみならず真空蒸着、スパッタリング膜においても全く同じことが成立することを明らかにする。この結果からイオンブレーティング膜と真空蒸着およびスパッタリング膜と比較し、イオンブレーティング膜がどのような特長をもっているかを検討する。

5.2 イオンボンバード処理と基板の温度上昇

表面吸着層の厚さなどによって清浄な基板表面を得るに必要なイオンボンバード処理時間は異なってくるが、およそその清浄度を知るには放電電流の大きさが目安と

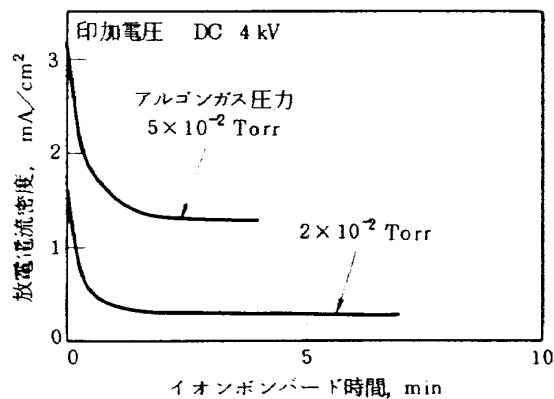


図 35 イオンボンバード時間と放電電流密度

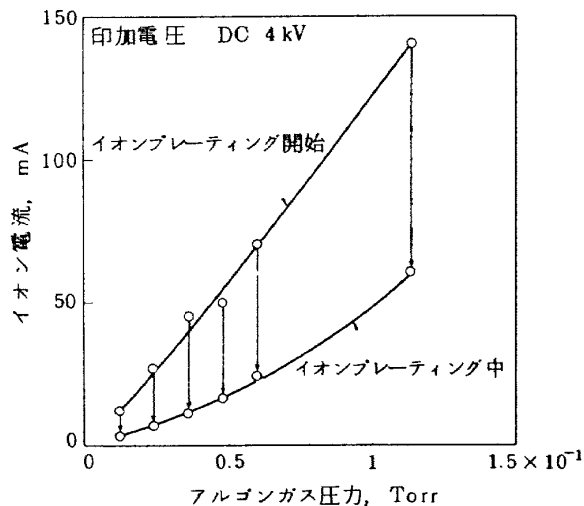


図 36 イオンブレーティング時におけるイオン電流の変化(アルゴンガス)

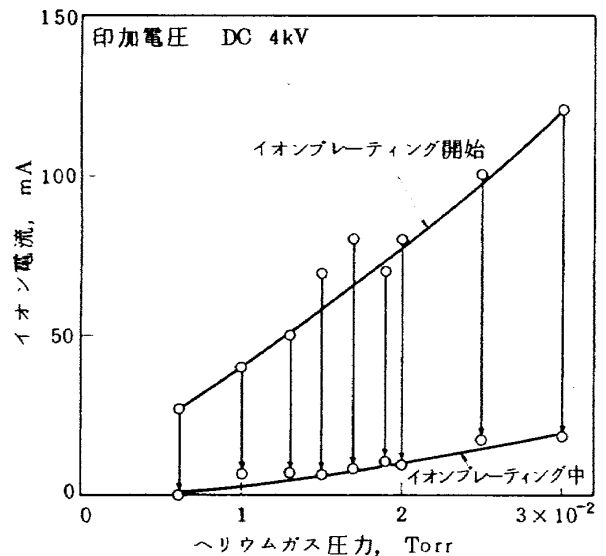


図 37 イオンブレーティング時におけるイオン電流の変化(ヘリウムガス)

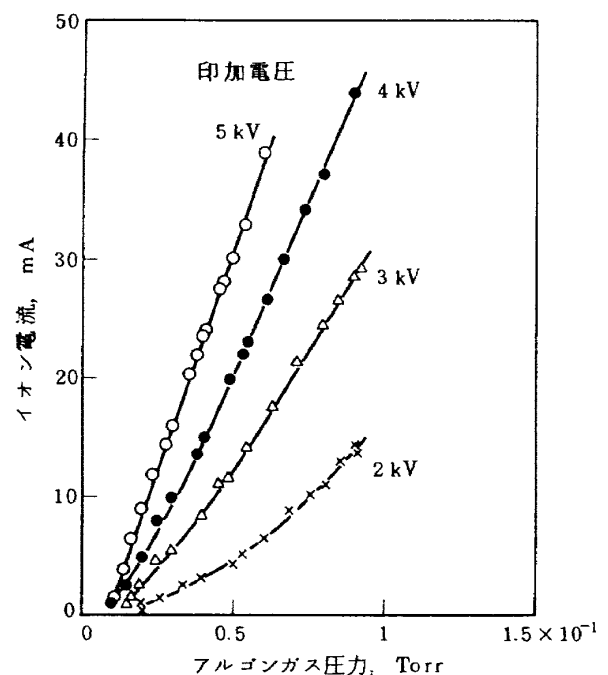


図 38 イオン電流とアルゴンガス圧力

なる。これは放電電流の一部はイオンボンバードされる表面からの放出二次電子から成り、電流値は表面状態にきわめて敏感なためである。一般に金属酸化物の二次電子放出係数は金属のそれより大きいためイオンボンバード初期には電流値が大きく、酸化物等が除去されるにしたがって一定値におちつく。図35はこの変化を示す一例で、直径43 mm、厚さ7 mmのSUS 304円板の印加電圧4 kV、アルゴンガス圧力 2×10^{-2} Torr、 5×10^{-2} Torrにおけるイオンボンバード処理時間と放電電流密度との関係である。

以上のように放電電流は表面の変化にきわめて敏感であり、図36、図37は3.2で用いた直径50 mm、厚さ0.5 mmのSUS 304円板を2枚重ね合わせてイオンブレーティングを行ったときの、イオンブレーティング開始時とイオンブレーティング中のイオン電流とアルゴンガス、ヘリウムガス圧力との関係である。金が表面に付着すると表面からの放出二次電子が減少するためイオン電流は急激に減少し、イオン電流の変化は表面状態の変化とよく対応している。

図35において 2×10^{-2} Torrのアルゴンガス圧力で放電電流は60 mAから10 mAに、 5×10^{-2} Torrでは120 mAから50 mAに変化している。図38、図39は各種印加電圧下の平衡状態における直径43 mm、厚さ7 mmのSUS 304円板に流れるイオン電流とアルゴンガス、ヘリウムガス圧力との関係である。イオン電流はガス圧およ

び印加電圧の増加とともに急激に増大している。なおヘリウムガス中ではアルゴンガス中に比較してイオン電流に若干ばらつきを生じているが、これはイオン電流測定時に試料基板やベルジャーからヘリウム以外のガスが発生し、そのガスの電離による影響をアルゴンガスよりもヘリウムガスが受けやすいためと考えられる。このイオン電流によって基板の温度が上昇し、一例として図40、図41に直径43 mm、厚さ7 mmのSUS 304円板に熱電対を挿入し、印加電圧4 kVで各種アルゴン、ヘリウムガス圧力において測定した円板温度とイオンボンバード時間との関係を示す。なおこの温度測定には図42に示すように、直径1 mmのクロメル・アルメルシーズ熱電対を円板に挿入し、グロー放電によるスパッタリングの影響を防ぐため円板から80 mmまでは直径2 mmのセラミック管で、それからさきは直径3 mmのテフロン管で被覆し、セラミック管とテフロン管の接続部はガラス管で保護した。円板温度はガス圧力が高いほどイオンボンバード時間とともに急激に増大し、アルゴンガス圧力 3×10^{-2} Torr、ヘリウムガス圧力 1×10^{-2} Torrで5分の短時間のイオンボンバードで円板温度はそれぞれ 180°C 、 204°C に達している。ただしここで測定しているのは円板のバルクの温度で、表面温度はもっと高くなっていると考えられる。

図43はアルゴンガス圧力 2×10^{-2} Torr、印加電圧4 kVにおいてイオンボンバードを行ったときの、直径43 mm、

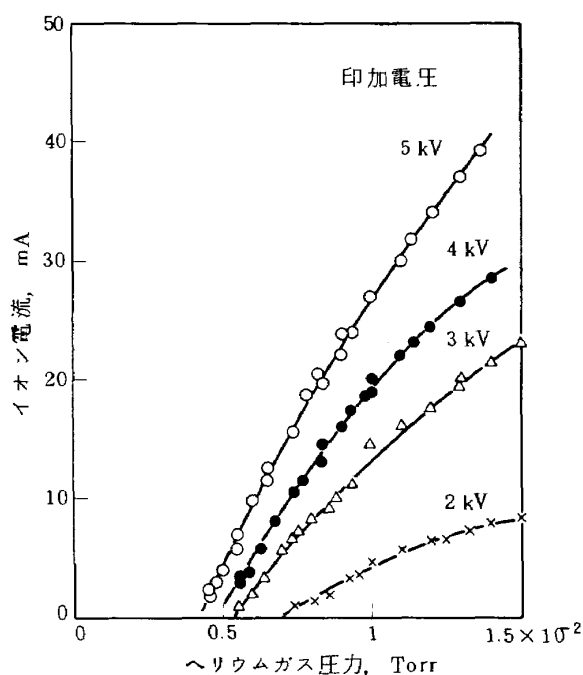


図39 イオン電流とヘリウムガス圧力

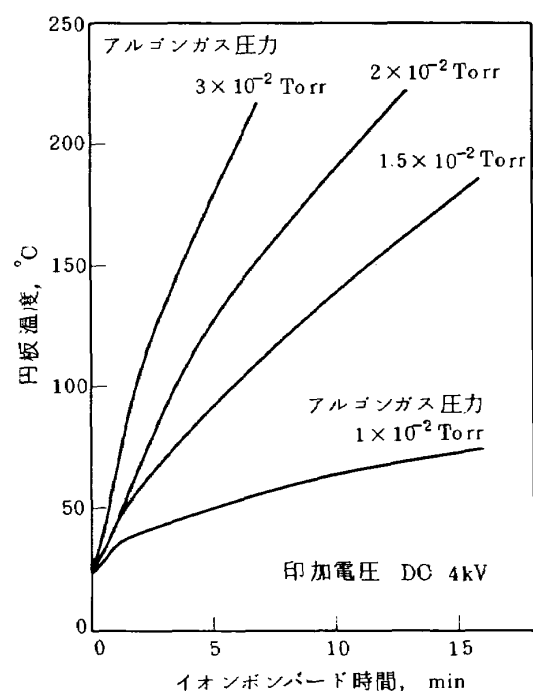


図40 イオンボンバード時間と円板温度(アルゴンガス)

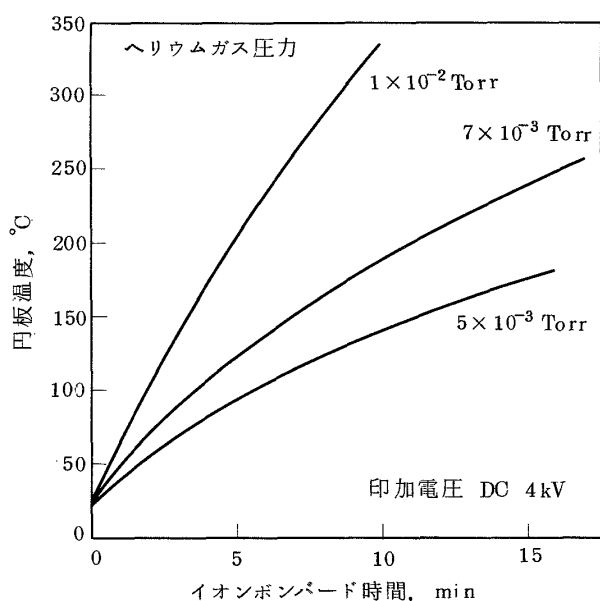


図 41 イオンボンバード時間と円板温度（ヘリウムガス）

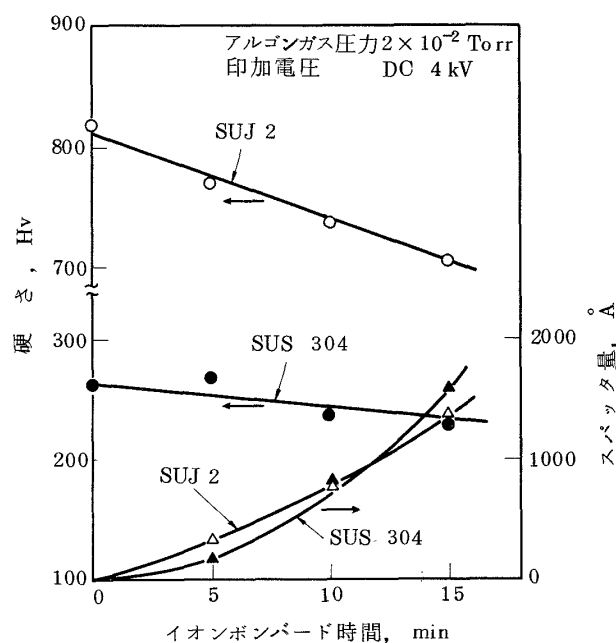
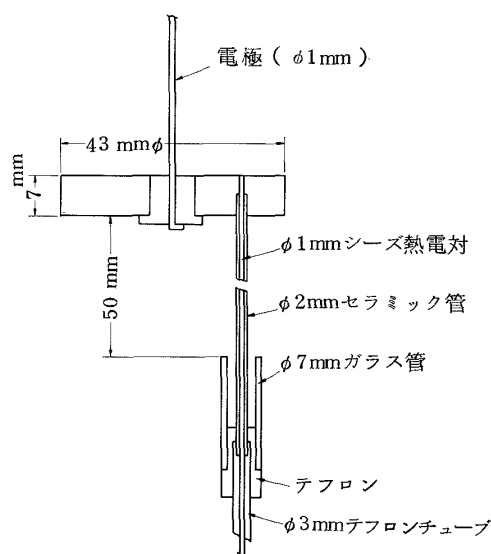
図 43 イオンボンバード時間と硬さ変化
およびスパッタ量

図 42 熱電対取付法

厚さ 7 mm の SUS 304, SUJ 2 円板の硬さ変化およびスパッタ量とイオンボンバード時間との関係である。SUS 304 円板では硬さ変化は少ないが、焼入硬化処理をしている SUJ 2 円板ではイオンボンバード時間の増加とともに硬さは急激に減少している。したがってところがり軸受部品のように材料に SUJ 2 を用いているときはイオンボンバード処理に伴う温度上昇に注意する必要がある。第 3 章で明らかにしたようにまわりこみ率を大にする最適の電極間距離、印加電圧、雰囲気ガス圧力がきまると、

基板温度はイオンボンバード時間によって決定され外部から任意に調節することはできない。したがって目的に応じて使用する基板ごとに基板温度とイオンボンバード時間との関係を検定しておく必要がある。いっぽう、スパッタ量は当然イオンボンバード時間とともに増大し、イオンボンバード時間 15 分で約 1800 Å に達している。

5.3 金、銀薄膜の付着状況とイオンボンバード処理時間

イオンボンバード処理によって基板の温度が上昇するため、これに引続いて膜を付着する際ボンバード時間の長いほど基板温度は高くなる。この膜の付着時の基板温度について検討すると、イオンプレーティングではイオンボンバード後直ちに付着すべき金属を蒸発させ 6000 Å の膜の付着は約 20 秒の短時間で終了し、かつ膜の付着時にもスパッタリングが行われて引続き円板の温度が上昇する。したがって膜の付着時の円板温度はイオンボンバード終了時の温度と大差はないと考えられる。

真空蒸着ではイオンプレーティングと同一のイオンボンバード処理を行うが、ついで 10^{-6} Torr まで排気して真空蒸着するのが約 2 分後となる。このため膜の付着時の円板温度はイオンボンバード終了時の温度からかなり低下することになる。

スパッタリングではイオンプレーティング、真空蒸着に比較して膜の付着速度が遅いため膜の付着時の円板温度の変化が大きい。図 44 は印加電圧 4 kV, アルゴンガス

圧力 2×10^{-2} Torr でイオンボンバード時間を変化し、ついで 6000 \AA の金膜をスパッタリングした過程における円板温度と時間との関係である。イオンボンバード後 6000 \AA の膜のスパッタリングに約 9 分と長時間かかるためこの間の温度変化が大きい。

図 45, 図 46 は SUJ 2 円板, SUS 304 円板に印加電圧 4 kV, アルゴンガス圧力 2×10^{-2} Torr でイオンボンバード時間を種々変化してイオンブレーティング, 真空蒸着, スパッタリングした厚さ 6000 \AA の金膜の走査形電子顕微鏡写真である。なおイオンボンバード時間 3, 5, 7, 10, 15, 20 分後の円板温度は図 40 からそれぞれ 90, 128, 155, 190, 237, 275°C となる。

イオンブレーティング金膜はボンバード時間 5 分までは表面に多数のクラックが発生しており, このクラックはボンバード時間の短いほど多い。ただしこのクラックは下地金属までは到達していないようである。ボンバー

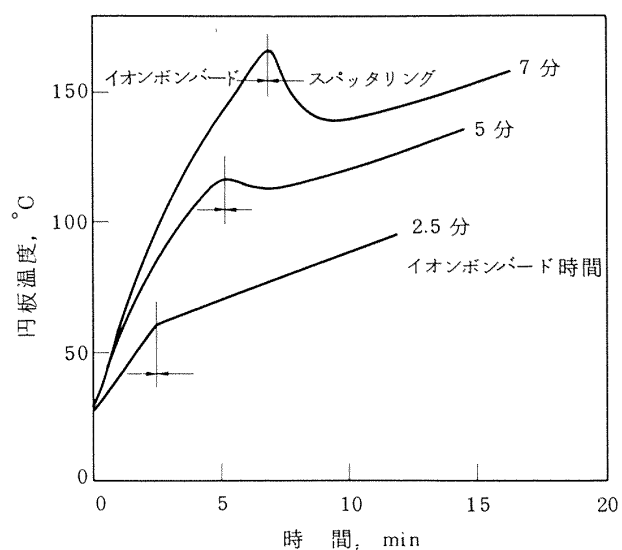
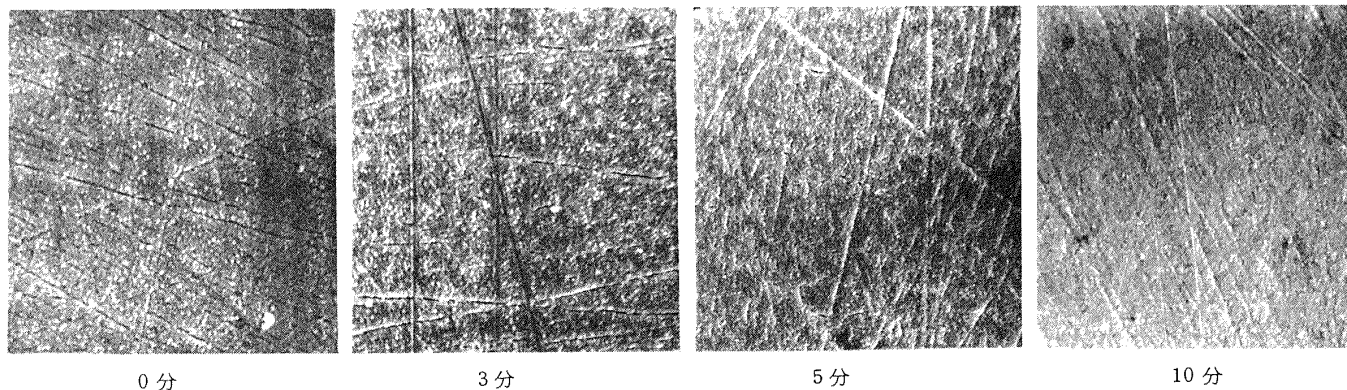


図 44 イオンボンバードおよびスパッタリング中の円板温度変化

SUJ2 + イオンブレーティング金膜



SUJ 2 + 真空蒸着金膜

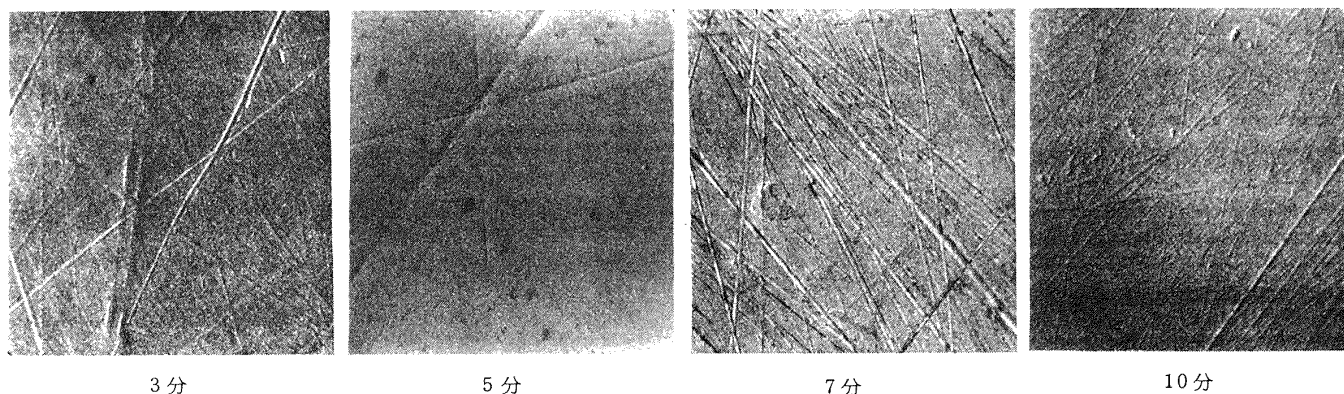


図 45 イオンブレーティング, 真空蒸着金膜 (SUJ 2 基板) の外観に及ぼすイオンボンバード時間の影響

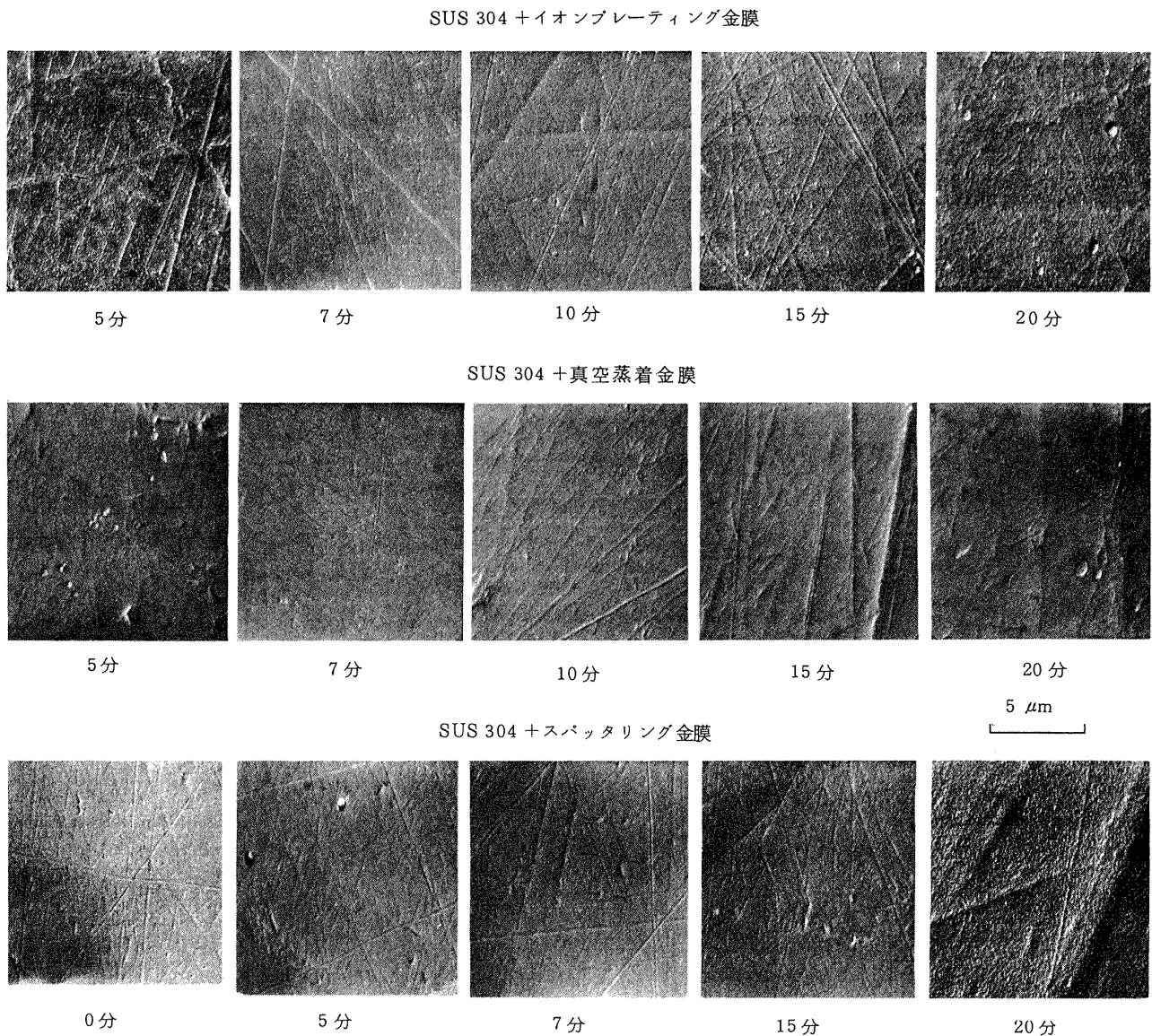


図 46 イオンプレーティング，真空蒸着，スパッタリング金膜（SUS 304 基板）
の外観に及ぼすイオンボンバード時間の影響

ド時間が長くなるにしたがってクラックは消えて表面が滑らかになっている。したがってイオンプレーティング膜を保護被膜として使う場合には長時間のボンバードが必要なことを示している。ただし SUS 304 円板でイオンボンバードを 20 分と長くすると表面に微小な凹凸が形成されている。これはボンバード時間が長いと膜の付着時の基板温度が高くなるため付着膜が軟化し、アルゴンガスイオンのスパッタリングの影響を受けやすくなったためと考えられる。

これに対し真空蒸着，スパッタリング金膜ではボンバード時間によって金膜の表面状態はほとんど変化せず，

表面は基板表面を忠実にあらわしている。またピンホールも非常に少ない。ただし SUS 304 円板のスパッタリング金膜のボンバード時間 20 分ではイオンプレーティング金膜同様表面に微小な凹凸が形成されている。これは中性アルゴン原子の衝突によるバックスパッタが原因と考えられる。

イオンプレーティング金膜でボンバード時間が短いときにクラックを発生する理由としてはつぎのように考えられる。イオンプレーティングではボンバード後約 20 秒の短時間で膜の付着が完了することから，ボンバード時間が短いときは円板の表面温度は高いが内部の温度が低

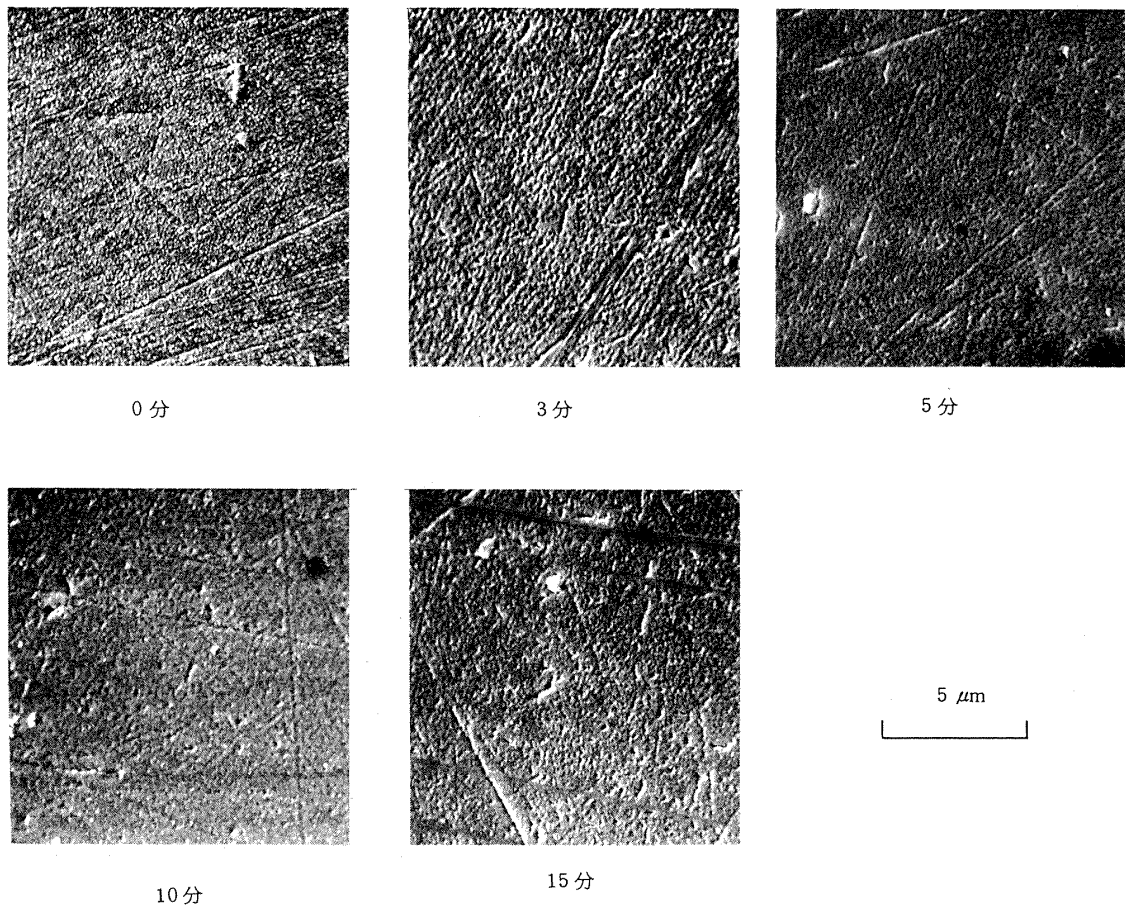


図 47 イオンプレーティング銀膜 (SUS 304 基板) の
外観に及ぼすイオンボンバード時間の影響

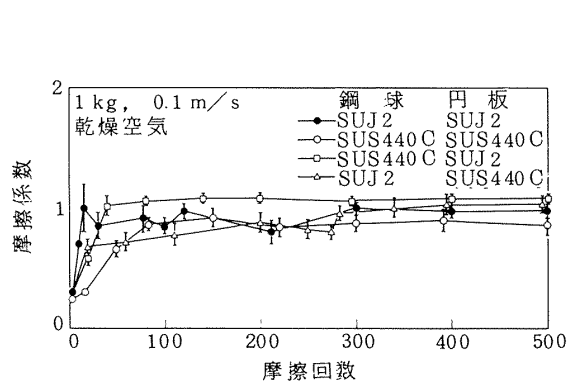


図 48 SUJ 2 および SUS 440C 組み合わせ
の乾燥摩擦特性 (乾燥空气中)

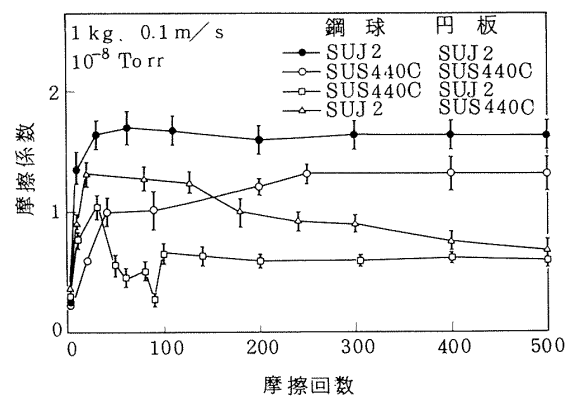


図 49 SUJ 2 および SUS 440C 組み合わせ
の乾燥摩擦特性 (真空中)

いため膜の急冷によってクラックが発生したものと考えられる。このことは円板の周辺部にクラックの発生が多いことから推察される。これに対し真空蒸着ではボンバード後 2 分たってから膜の付着が行われるためこの間に温度が均一化しクラックが発生し難いと考えられる。

同様にスパッタリングにおいても図 44 に示したように 6000 Å の膜の付着に 9 分もかかるため、この間に表面温度と内部温度の均一化がより促進されることになる。

図 47 は SUS 304 円板上のイオンボンバード時間を変化してイオンプレーティングした厚さ 6000 Å の銀膜の外

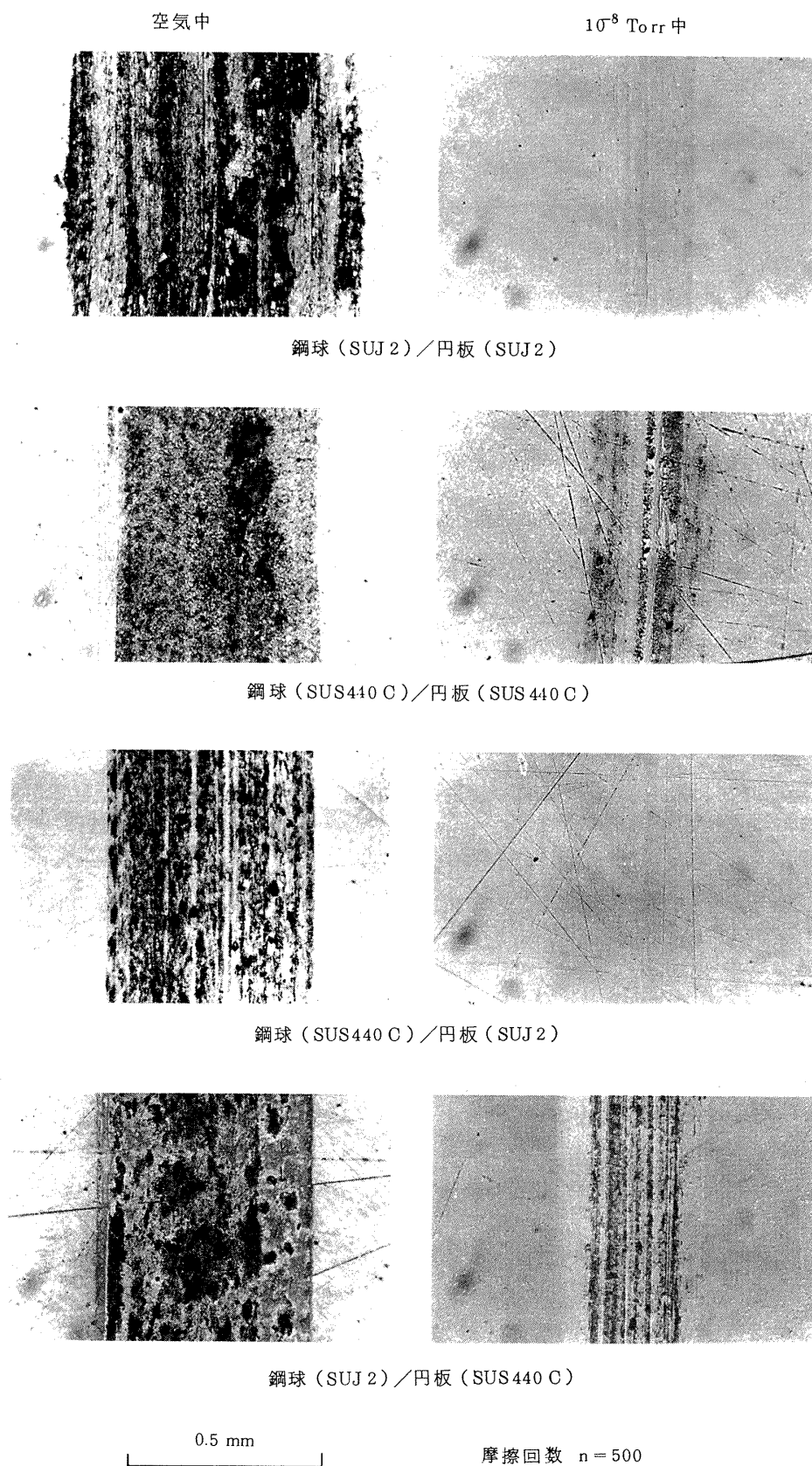


図 50 SUJ2, SUS440C 組み合わせの空気, 真空中における摩耗痕

観である。銀膜においても金膜と同様イオンボンバード時間の長いほど表面は平滑となりクラックやピンホールが減少している。しかし15分ボンバードの膜にもなお数1000 Å 径のピンホールが多数存在しているが、金膜におけると同様ピンホールの多くは基板までは到達していないようである。

以上の結果から明らかなようにイオンボンバード処理時間、すなわち膜の付着時の基板温度は金、銀膜の外観に非常に大きな影響を及ぼしている。しかしたんに外観からだけでは膜の潤滑性を推定することは不可能で、実際のすべり摩擦実験によって確認する必要がある、以下摩擦実験結果について述べる。

5.4 空気、真空中における各種金属組み合わせの乾燥摩擦特性

金属薄膜の潤滑性を評価するにはあらかじめその基本となる下地金属の乾燥摩擦係数を明らかにする必要がある。このため摩擦金属としてSUJ 2, SUS 440C, SUS 304 について空气中、真空中の摩擦係数と摩耗を測定した。

図48, 図49 はSUJ 2, SUS 440C の各種組み合わせの

乾燥空気、真空中における摩擦係数と繰返し摩擦回数との関係である。表1は各種摩擦金属組み合わせのほぼ一定した摩擦係数と鋼球の摩耗痕径をまとめて示したものである。図50はこのときの円板の摩耗痕の写真である。

乾燥空気中においては、異種金属同士の摩擦係数は同種金属同士よりも少し大きい、摩擦係数の変動幅は小

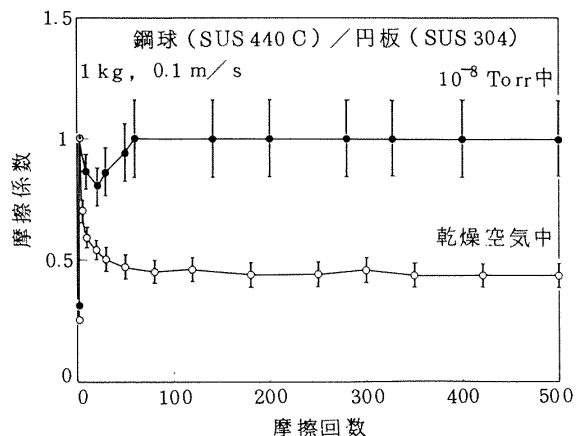
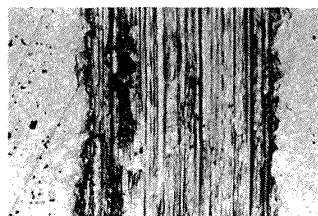
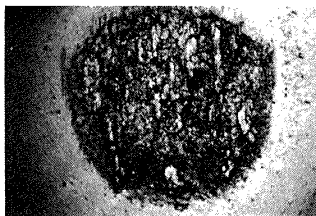


図 51 鋼球 (SUS 440C) / 円板 (SUS 304) の乾燥摩擦特性

乾燥空気中



真空中



1 mm

摩擦回数 n = 500

図 52 鋼球 (SUS 440C) / 円板 (SUS 304) の摩耗痕 (摩擦回数 500 回)

さくかつ不規則変動もなく、鋼球の摩耗痕径も小さい。
円板の摩耗痕は図50に示したように、いずれの場合も酸化
化物でおおわれており、損傷の度合いとくに大きな差は
認められない。

真空中においては、同種金属同士の摩擦係数は異種金
属同士の約2倍で変動も大きく、乾燥空気中におけると
逆になっている。鋼球の摩耗痕径は摩擦係数の最も大き
いSUJ 2同士の組み合わせが最も小さいが、円板の摩耗痕
の損傷は著しい。SUS 440C 同士ではSUJ 2同士に比較し
て円板の摩耗痕の損傷は減少しているが、鋼球の摩耗痕径
は最も大きい。これに対し異種金属の組み合わせは摩擦係
数が低いとともに鋼球の摩耗痕径は小さく、円板の摩耗
痕の損傷も少ない。鋼球の摩耗痕径はいずれの組み合わせ
でも乾燥空気中より真空中のほうが小さい。これは空気
中では酸化によって摩耗が促進されるためと考えられる。

以上の摩擦金属組み合わせの中で最適な組み合わせは
乾燥空気中において最も摩耗が少なく、かつ真空中におい
ても摩耗が少ないと同時に摩擦係数が一番小さい鋼球
(SUS 440C)/円板 (SUJ 2) である。

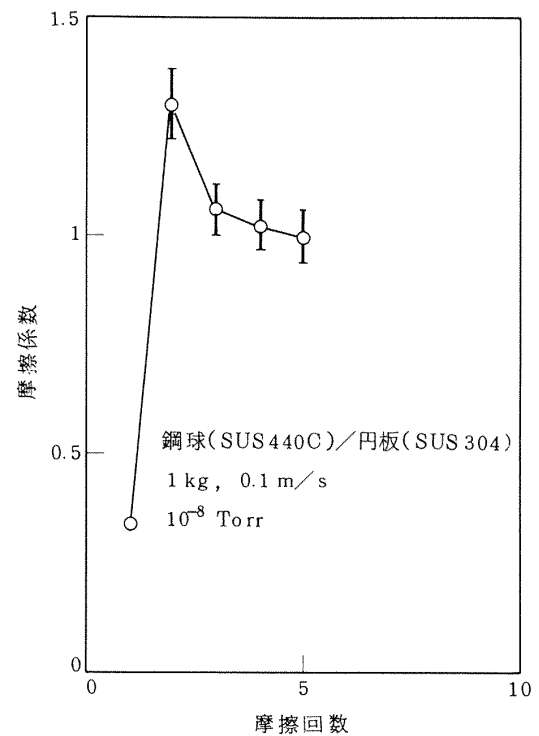


図 53 鋼球 (SUS 440C)/円板 (SUS 304) の真空中
の乾燥摩擦特性 (摩擦回数 5 回)

表 1 SUJ 2 および SUS 440C 組み合わせの乾燥摩擦
係数 (μ) と鋼球摩耗痕径 (d)

鋼 球	円 板	乾 燥 空 気		$2 \sim 5 \times 10^{-8}$ Torr	
		μ	d , mm	μ	d , mm
SUJ 2	SUJ 2	0.98	0.95	1.62	0.25
SUS 440C	SUS 440C	0.84	0.80	1.32	0.42
SUS 440C	SUJ 2	1.08	0.60	0.62	0.28
SUJ 2	SUS 440C	1.0	0.80	0.70	0.26

荷重: 1 kg, 速度: 0.1 m/s, 摩擦回数: 500 回

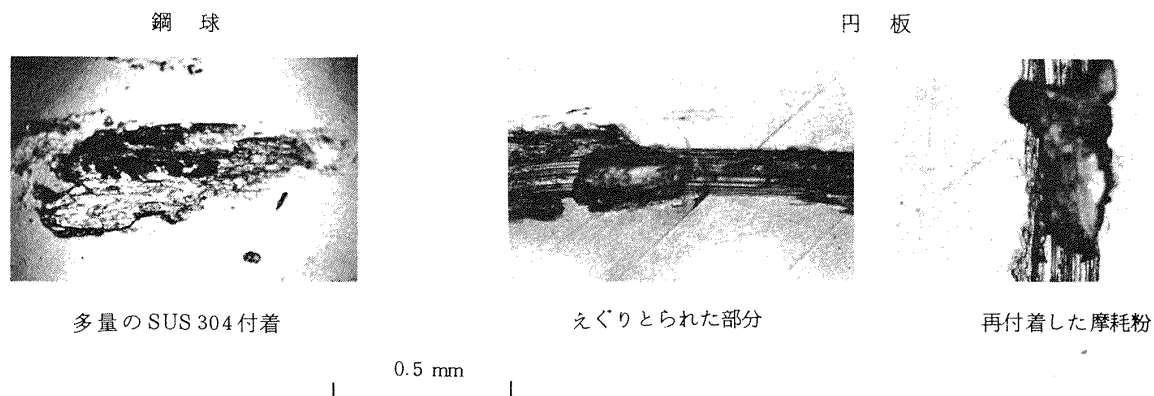


図 54 鋼球 (SUS 440C)/円板 (SUS 304) の摩擦痕 (摩擦回数 5 回)

図51は鋼球(SUS 440C)/円板(SUS 304)の乾燥空気、真空中における摩擦係数と繰返し摩擦回数との関係である。図52は鋼球、円板の摩耗痕である。

真空中では、摩擦係数は1.0で変動幅も大きく、これに伴って摩擦音も大きい。鋼球には円板金属が多量に付着している。いっぽう、乾燥空気中では摩擦係数は0.44で真空中の $\frac{1}{2}$ 以下であるが、やはり円板の摩耗痕の損傷は著しく、鋼球には円板金属が付着している。ただし損傷の程度および付着量は真空中よりは大幅に減少している。

この摩擦組み合わせの空気、真空中の摩耗の共通点は界面の凝着力が強く円板内部で破断が生じていることである。図53、図54に真空中において5回摩擦したときの摩擦特性と摩耗痕を示す。僅か5回の繰返し摩擦で鋼球には多量の円板金属が付着しており、また円板にはむしりとられた穴や再付着した摩耗粉がみられる。このようにこの組み合わせでは摩耗は円板側から発生するから、SUS 304側に金属薄膜を付与すれば、膜が部分的に破断して金属同士が接触すると円板内部で破断を生じやすい。このため表面損傷がひどく膜の破断部への補修が困難となり、膜の部分破断が全面破断へと進行しやすい。したがってこの組み合わせは膜の自己補修をあまり含まない状態での被膜の寿命評価が可能である。

5.5 イオンブレーティング金膜の摩擦特性とイオンボンバード処理時間

図55はSUS 304円板に印加電圧4 kV、アルゴンガス圧力 2×10^{-2} Torrでイオンボンバードを3、5、10分行

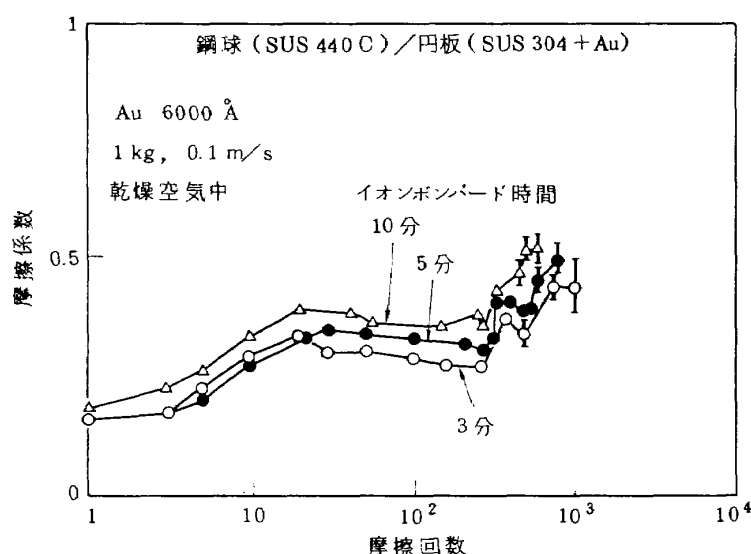


図55 イオンブレーティング金膜(SUS 304基板)のすべり摩擦特性に及ぼすイオンボンバード時間の影響(乾燥空気中)

い、ついでイオンブレーティングした厚さ6000 Åの金膜を乾燥空気中でSUS 440C鋼球で摩擦したときの摩擦特性である。イオンボンバード時間が長くなるにしたがって摩擦係数は増大し、膜が破断する摩擦回数は減少しているがとくに大きな差は認められない。

図56、図57はSUJ 2, SUS 304円板に印加電圧4 kV、アルゴンガス圧力 2×10^{-2} Torrでイオンボンバード時間を種々変化し、ついでイオンブレーティングした厚さ6000 Åの金膜を真空中でSUS 440C鋼球で摩擦したときの摩擦特性である。図55と比較して明らかなことは空気中における摩擦特性と真空中におけるそれとが大幅に相違していることである。すなわち空気中では摩擦係数は約0.4付近で一定となり、ついで摩擦回数500回内外から増大し直ちに膜の破断を生じている。これに対し真空中ではボンバード時間の長い場合にとくに明瞭であるが、

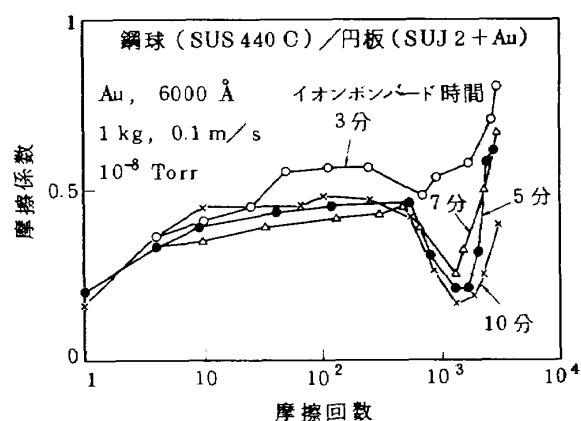


図56 イオンブレーティング金膜(SUJ 2基板)の摩擦特性に及ぼすイオンボンバード時間の影響(真空中)

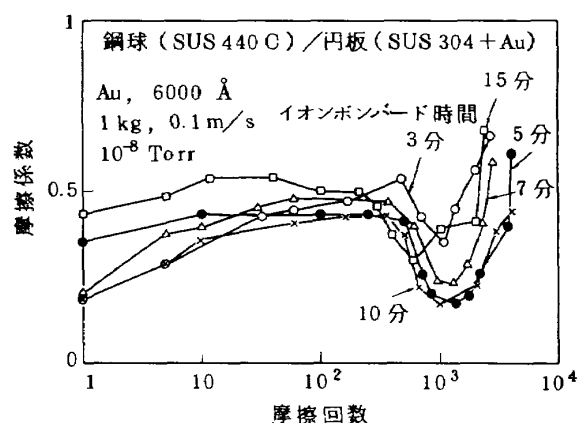


図57 イオンブレーティング金膜(SUS 304基板)の摩擦特性に及ぼすイオンボンバード時間の影響(真空中)

空气中で膜が破断しはじめる摩擦回数 500 回付近から摩擦係数はかえって低下して 0.2 前後の低い値に達し、ついで摩擦係数は増大するが膜が破断する摩擦回数は 2000 ~ 3000 回に大幅に増加している。このように金膜が空气中よりも真空中ですぐれた潤滑性を発揮する理由については第 7 章で論ずる。

さらに重要なことは空气中では摩擦特性に及ぼすイオンボンバード時間の影響があまり明瞭にあらわれなかったのに対し、真空中では非常に顕著にあらわれていることである。5.3 においてイオンボンバード処理時間、すなわち膜の付着時の基板温度がある程度高いほうが良好な膜が得られることを示したが、イオンボンバード時間はたんに金膜の外観に対してだけでなく、膜の潤滑性と耐摩耗性に非常に大きな影響を及ぼしている。すなわち図 56 の SUJ 2 円板では、イオンボンバード時間 3 分では多数回繰返し摩擦しても摩擦係数の低下は小さく膜の寿命も短い、イオンボンバード時間 5, 7, 10 分では繰返し摩擦回数 500 回から摩擦係数は急激に低下して 0.2 前後の低い値に達し、ついで摩擦係数は増大し膜が破断するが、ボンバード時間の長いほど膜の寿命は増大している。また図 57 の SUS 304 円板においても同一傾向を示しているが、ただしボンバード時間が 15 分とあまり長すぎるとかえって摩擦係数が増大し膜の寿命は低下している。結局、イオンボンバード時間が短すぎてもまた長すぎても摩擦特性は悪化し、最適のイオンボンバード時間の存在することが認められる。

以上のようにイオンボンバード時間、すなわち膜の付着時の基板温度は金膜の潤滑性を決定する重要な因子である。このように膜の付着時の基板温度が膜の潤滑性に大きな影響を及ぼす理由としてはつぎのようなことが考えられる。すなわち基板の温度上昇に伴って基板金属と

金膜との熱拡散が大きくなると、金膜は基板金属と相互拡散層を形成しやすく、この結果基板と金膜との付着強さが増加し膜の寿命は増大する。しかしあまり基板温度が高すぎると金膜内部への基板原子の拡散により潤滑性が減少し、この両者のバランスから最適の基板温度が存在すると考えられる。なおこの詳細な検討については 5.8 で行う。

5.6 真空蒸着金膜の摩擦特性とイオンボンバード処理時間

5.5 でイオンブレーティング金膜の摩擦特性にイオンボンバード時間、すなわち膜の付着時の基板温度が非常に大きな影響を及ぼすことを明らかにしたが、この現象はイオンブレーティング膜に特有なものであるかどうかを検討するため真空蒸着金膜についても同様な実験を行った。

図 58, 図 59 は SUJ 2, SUS 304 円板に印加電圧 4 kV, アルゴンガス圧力 2×10^{-2} Torr で時間を変えてイオンボンバード処理を行い、ついで 10^{-6} Torr で真空蒸着した厚さ 6000 Å の金膜を真空中で SUS 440C 鋼球で摩擦したときの摩擦特性である。摩擦特性に及ぼすイオンボンバード時間の影響はイオンブレーティング金膜におけると同じである。したがって膜の付着時の基板温度が金膜の摩擦特性を決定する重要な因子であることは真空蒸着金膜においても同一で、イオンブレーティング膜に特有な現象ではない。なお真空蒸着金膜とイオンブレーティング金膜の摩擦特性の比較検討については 5.8 で行う。

5.7 スパッタリング金膜の摩擦特性とイオンボンバード処理時間

図 60 は SUS 304 円板に印加電圧 4 kV, アルゴンガス圧力 2×10^{-2} Torr でイオンボンバード時間を種々変化し、ついでスパッタリングした厚さ 6000 Å の金膜を真空中

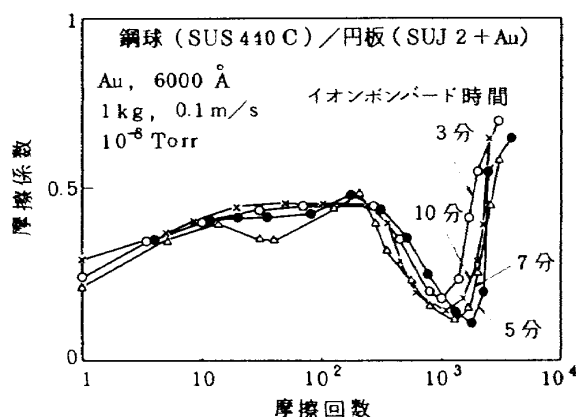


図 58 真空蒸着金膜 (SUJ 2 基板) の摩擦特性に及ぼすイオンボンバード時間の影響 (真空中)

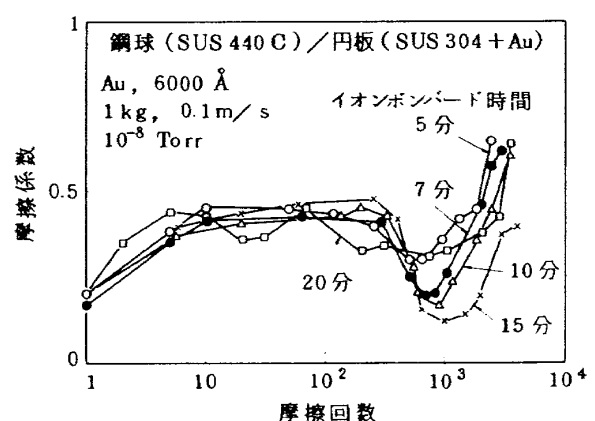


図 59 真空蒸着金膜 (SUS 304 基板) の摩擦特性に及ぼすイオンボンバード時間の影響 (真空中)

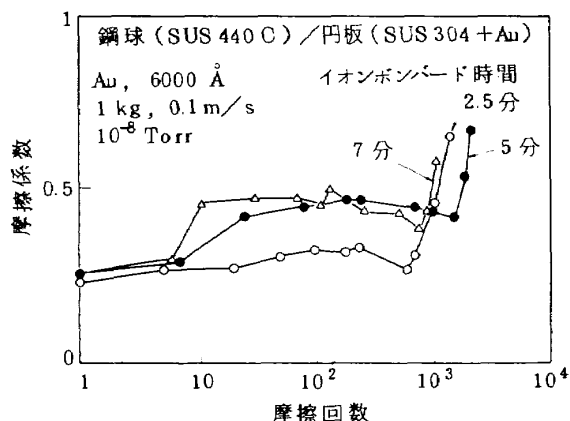


図 60 スパッタリング金膜 (SUS 304 基板) の摩擦特性に及ぼすイオンボンバード時間の影響 (真空中)

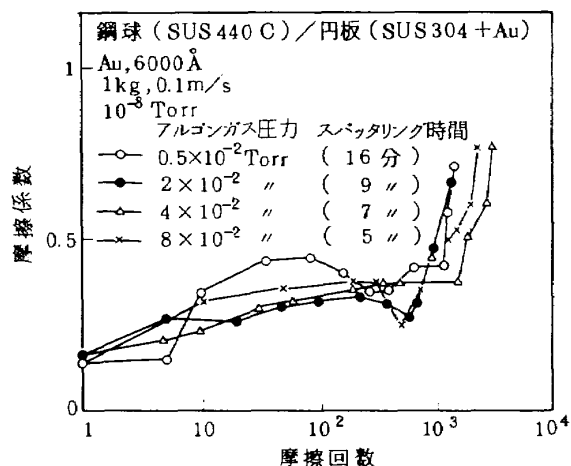


図 61 スパッタリング金膜 (SUS 304 基板) の摩擦特性に及ぼすアルゴンガス圧力の影響 (真空中)

で SUS 440C 鋼球で摩擦したときの摩擦特性である。スパッタリング金膜においても摩擦特性にイオンボンバード時間が大きな影響を及ぼしている。ボンバード時間が長いほど摩擦係数は増大しているが、ボンバード時間 5 分が最も長い膜の寿命を与える。このことからスパッタリング金膜においても摩擦特性は膜の付着時の基板温度によって左右されることが明らかである。

しかし図 57 のイオンブレイティング金膜と比較するとスパッタリング金膜は多数回繰返し摩擦後の摩擦係数の低下がきわめて小さく、かつ膜の寿命も短い。図 60 はイオンブレイティングにおける同一アルゴンガス圧力 2×10^{-2} Torr でスパッタリングした結果であるが、さらに高真空で行えば膜の摩擦特性が向上するのではないかと期待される。このため印加電圧 4 kV, アルゴンガス圧力 2×10^{-2} Torr で 2.5 分イオンボンバード処理後アルゴンガス圧力を 5×10^{-3} Torr から 8×10^{-2} Torr の範囲で種々変化して SUS 304 円板にスパッタリングした金膜の真空中の摩擦特性を図 61 に示す。しかしガス圧力を広範囲に変化しても摩擦特性、膜の寿命に大きな差は認められない。スパッタリングでは膜の付着速度が遅いため膜に混入するアルゴンガスが圧力に大きく依存することから、ガス圧力を広範囲に変化すれば摩擦特性に相違があらわれるのではないかと予想したが、この結果から真空度をよくしてもとくにその効果は認められない。スパッタリング金膜はイオンブレイティングおよび真空蒸着金膜とはかなり違った摩擦特性を示すが、この点についての詳細な検討は 5.9 で行う。

結局、イオンブレイティング、真空蒸着およびスパッタリングのいずれの薄膜作成法によってもイオンボンバード処理時間 すなわち膜の付着時の基板温度によって

摩擦特性と膜の寿命が左右され、最適な温度が存在する。この膜の付着時の基板温度の重要性については従来ほとんど認識されていなかったが、金属薄膜の潤滑性を比較する場合にはどのような条件で薄膜を作製したかというところまで考慮しなければ意味がないといえよう。

5.8 イオンブレイティング金膜と真空蒸着金膜との比較

蒸発原子のもつエネルギーは真空蒸着で 1 eV 以下、スパッタリングで約 10 eV であるのに対し、イオンブレイティングでは数 100 ~ 数千 eV にも達し、かつ基板表面はスパッタリングによって常に清浄に保たれるため作成された薄膜の基板に対する付着強度は大きいといわれている。もしもそうであるならば当然イオンブレイティング法によって作成した金膜は他の真空蒸着、スパッタリング法による金膜よりも付着強度が大きいことからすぐれた摩擦特性を示すべきである。

しかしこれまで明らかにしたようにいずれの薄膜作成法によっても摩擦特性と膜の寿命はイオンボンバード時間によって左右されることから、イオンボンバード時間を考慮に入れてイオンブレイティング膜が他の膜よりもすぐれているかどうかを比較検討する必要がある。以下これまでの実験結果からイオンブレイティング金膜と真空蒸着金膜の真空中における摩擦特性を比較する。

5.8.1 SUJ 2 基板の場合

図 56, 図 58 においてイオンブレイティング、真空蒸着金膜ともある摩擦回数から摩擦係数は急激に低下して最小摩擦係数を示すが、両者の最小摩擦係数 μ_{\min} と μ_{\min} における繰返し摩擦回数を比較したのが図 62 である。真空蒸着膜の μ_{\min} はイオンブレイティング膜よりも小さく、この μ_{\min} の差はイオンボンバード時間の短いほど

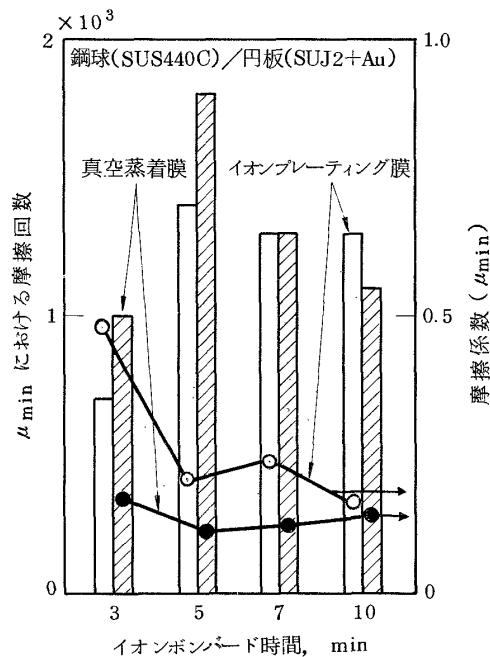


図 62 イオンボンバード時間と μ_{\min} および μ_{\min} における摩擦回数 (SUJ 2 基板)

大きい。ボンバード時間10分ではほとんど差はなくなる。いっぽう、 μ_{\min} における摩擦回数は真空蒸着、イオンプレーティング膜ともボンバード時間5分で最大を示し、これよりボンバード時間が短くともまた長くても摩擦回数は減少している。両者の μ_{\min} における摩擦回数を比較すると、ボンバード時間3, 5分では真空蒸着膜のほうがイオンプレーティング膜よりも多く、ボンバード時間7分では同じになり、10分ではイオンプレーティング膜が真空蒸着よりも多くなっている。このことからボンバード時間が長くなると両者の間にほとんど差はないが、ボンバード時間の短いところではイオンプレーティング膜よりも真空蒸着膜がすぐれている。

図56, 図58において摩擦係数が μ_{\min} に達した後摩擦係数はしだいに上昇するが、この摩擦金属組み合わせの真空中における乾燥摩擦係数は表1から0.62であることから、かりに摩擦係数が0.4に達したとき膜が破断したとしてその摩擦回数をイオンプレーティング、真空蒸着膜について比較すると図63のようになる。膜が破断する摩擦回数は両者ともボンバード時間の増加とともに増大しているが、これは金膜と下地金属との相互拡散層の形成の進展によるものと考えられる。しかしボンバード時間5分以上からはほぼ一定する傾向を示している。この膜が破断する摩擦回数においてもボンバード時間が短いところではイオンプレーティング膜よりも真空蒸着膜がすぐれている。

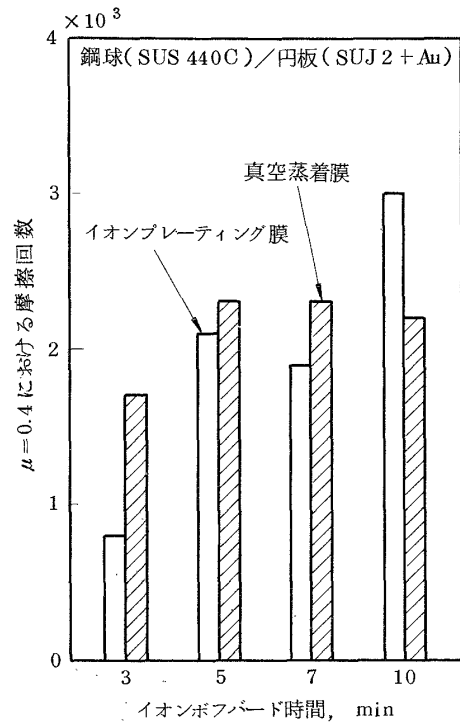


図 63 イオンボンバード時間と $\mu = 0.4$ における摩擦回数 (SUJ 2 基板)

いっぽう、 μ_{\min} から $\mu = 0.4$ までの摩擦係数の上昇の勾配は金膜と下地金属との相互拡散の度合をあらわす目安になると考えられる。図56, 図58においてボンバード時間3分を別とすれば両者の勾配にほとんど差は認められない。図64, 図65はイオンプレーティング、真空蒸着金膜の摩擦回数 $n = 4000$ 回と $n = 10,000$ 回における鋼球と円板の摩耗痕であるが、摩擦特性同様両者の間にとくに相違は認められない。

以上の結果から、イオンプレーティング、真空蒸着金膜がボンバード時間が短くともすぐれた潤滑性を示す理由としてはつぎのことが考えられる。SUJ 2 基板は金との付着性がよく、表面が清浄であれば比較的強い金膜の付着強度が得られやすいことである。図66はその一例であるが、印加電圧4 kV, アルゴンガス圧力 2×10^{-2} Torr でSUJ 2 円板にイオンボンバードを5分行った後、直ちに 10^{-6} Torr まで排気してボンバード終了後2分, 1時間, 2時間たってから真空蒸着した金膜の真空中の摩擦特性である。ボンバード後1時間放置した真空蒸着膜でも摩擦特性の悪化は少ない。このように金はSUJ 2に付着しやすいが、しかし2時間放置すると摩擦係数は増加し、膜が破断する繰返し摩擦回数も減少する。5時間放置後では摩擦実験前の電解洗浄中に金膜がはく離するほど付着強度は著しく低下している。

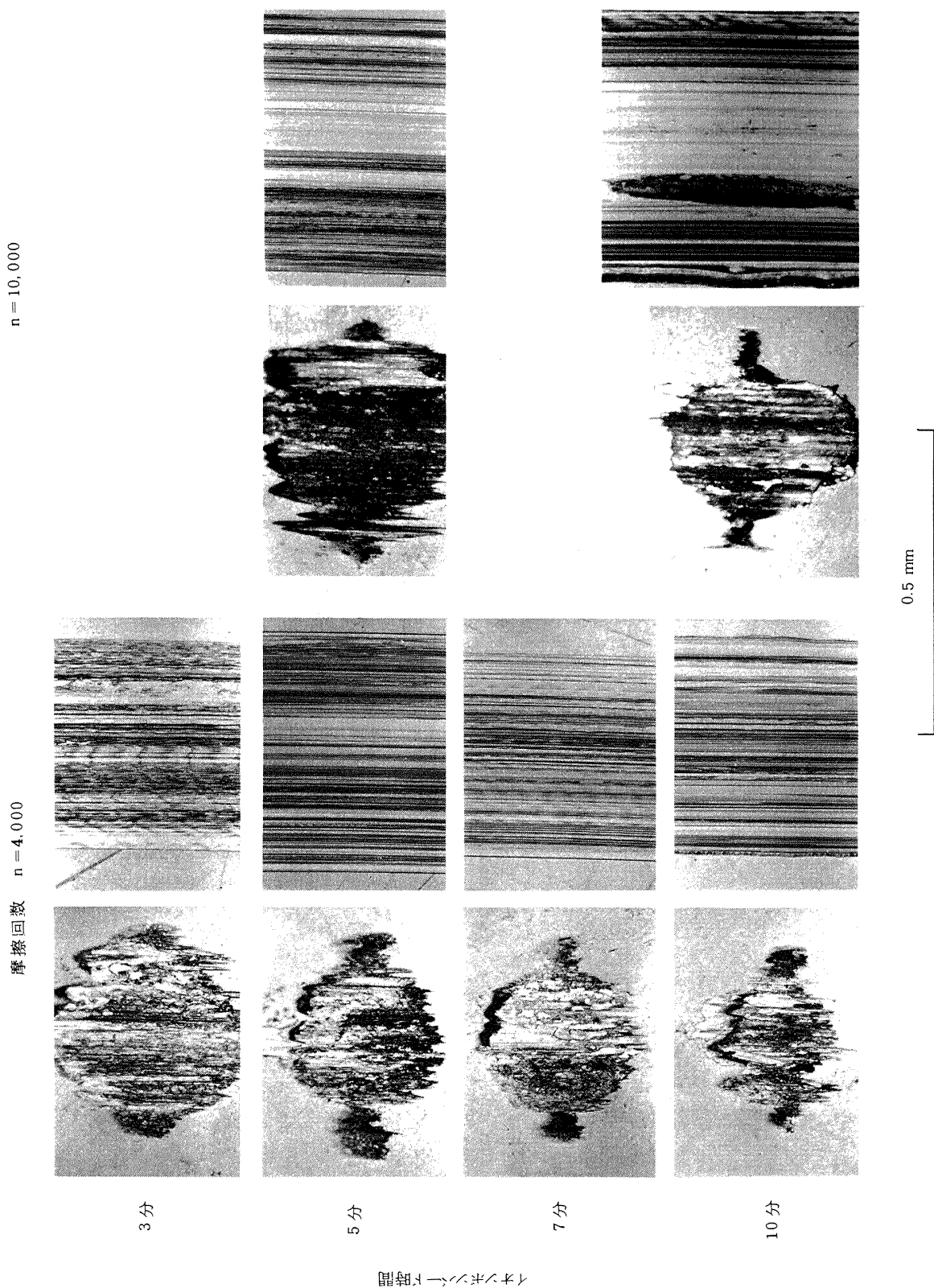


図 64 鋼球 (SUS 440C) / 円板 (SUJ 2+イオンブレーティング金膜) の
 摩耗痕とイオンボンバード時間

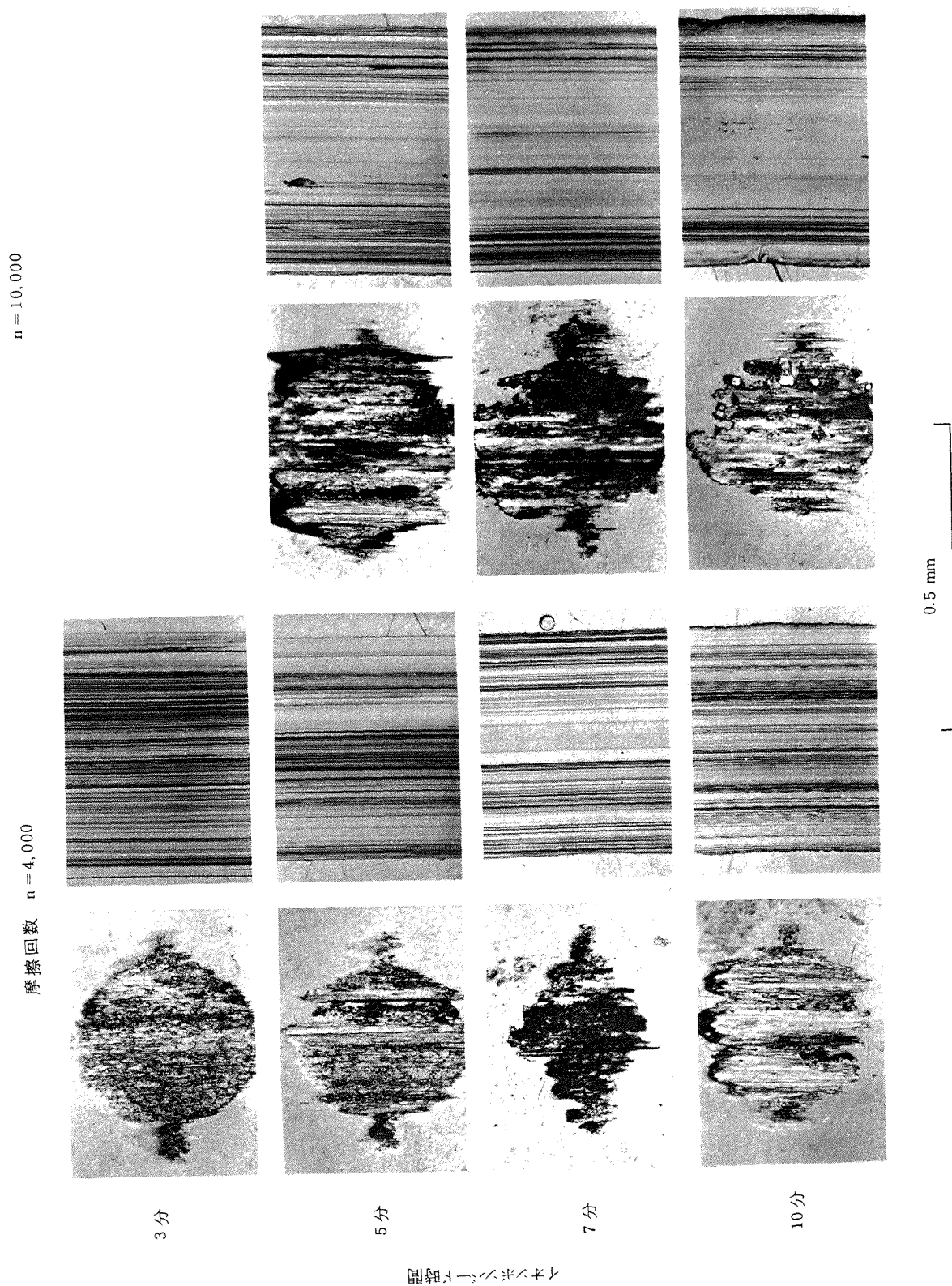


図 65 鋼球 (SUS 440C) / 円板 (SUS 2 + 真空蒸着金膜) の摩耗痕とイオンボンバード時間

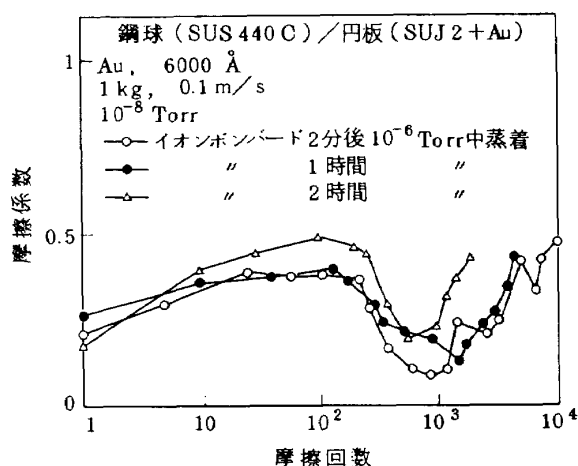


図 66 真空蒸着金膜 (SUJ 2 基板) の摩擦特性に及ぼす冷却時間の影響 (真空中)

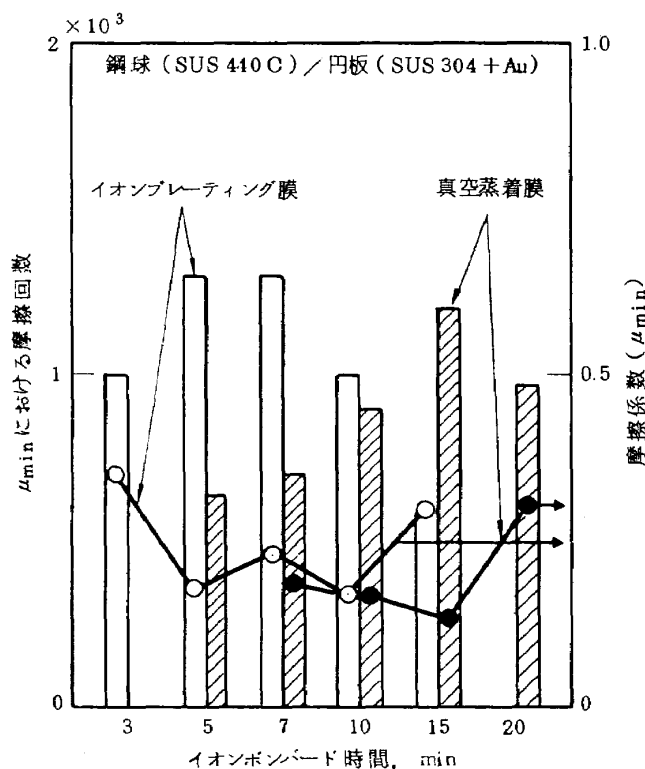


図 67 イオンボンバード時間と μ_{\min} および μ_{\max} における摩擦回数 (SUS 304 基板)

なおボンバード時間の短いとき真空蒸着膜はイオンプレーティング膜よりもすぐれた潤滑性を示しているが、これはイオンプレーティング膜の場合膜中に含有されるアルゴンガスが悪影響を及ぼしているためと考えられる。したがってボンバード時間を長くすると基板温度の上昇によりアルゴンガスは離脱しやすくなり、膜のバルクの性質は真空蒸着膜に近づくと考えられる。図 62、図 63 においてボンバード時間が長くなると両者の間にほとんど

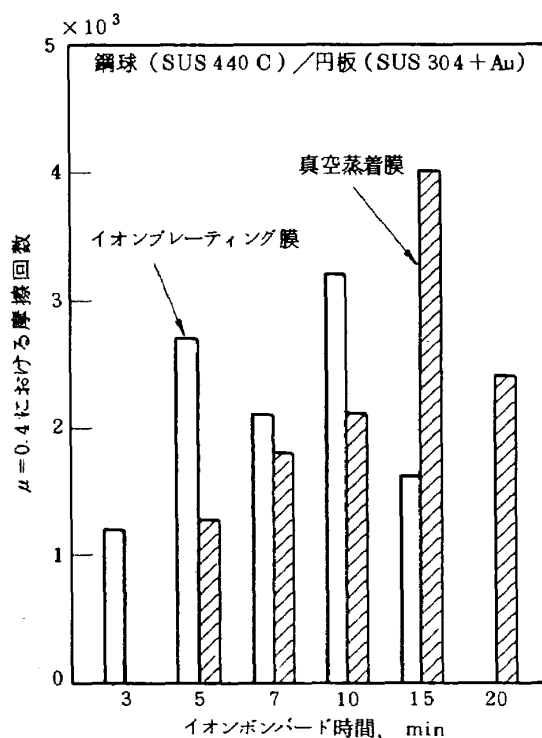


図 68 イオンボンバード時間と $\mu = 0.4$ における摩擦回数 (SUS 304 基板)

差がなくなることともこれを示している。さらに 5.3 で示した走査形電子顕微鏡による金膜の観察結果と 5.10 で後述する X 線回折およびガス分析結果からも裏づけられる。

以上の結果から、SUJ 2 基板ではボンバード時間が短いときは真空蒸着金膜のほうがイオンプレーティング金膜よりもすぐれているが、ボンバード時間が長くなると両者の間に差はなくなる。しかしボンバード時間を長くすると図 43 に示したように SUJ 2 の硬さが低下するため、この点からボンバード時間は制限される。したがって焼入鋼のように長時間のイオンボンバードができない場合には真空蒸着金膜はイオンプレーティング金膜よりもすぐれている。

5.8.2 SUS 304 基板の場合

SUS 304 基板は下記の点で SUJ 2 基板よりも摩擦特性に及ぼすイオンボンバード時間の影響をしらべるのに適している。

(1) やわらかい SUS 304 基板ではイオンプレーティングにおける打ちこみ効果が (もしあるとすれば) 明瞭にでるであろう。

(2) SUS 304 基板ではイオンボンバード時間を長くしても図 43 に示したように硬さの低下がきわめて小さいためボンバード時間の長い実験が可能である。

イオンプレーティング、真空蒸着金膜の μ_{\min} と μ_{\max} における繰返し摩擦回数を図 67 に示す。イオンプレーティン

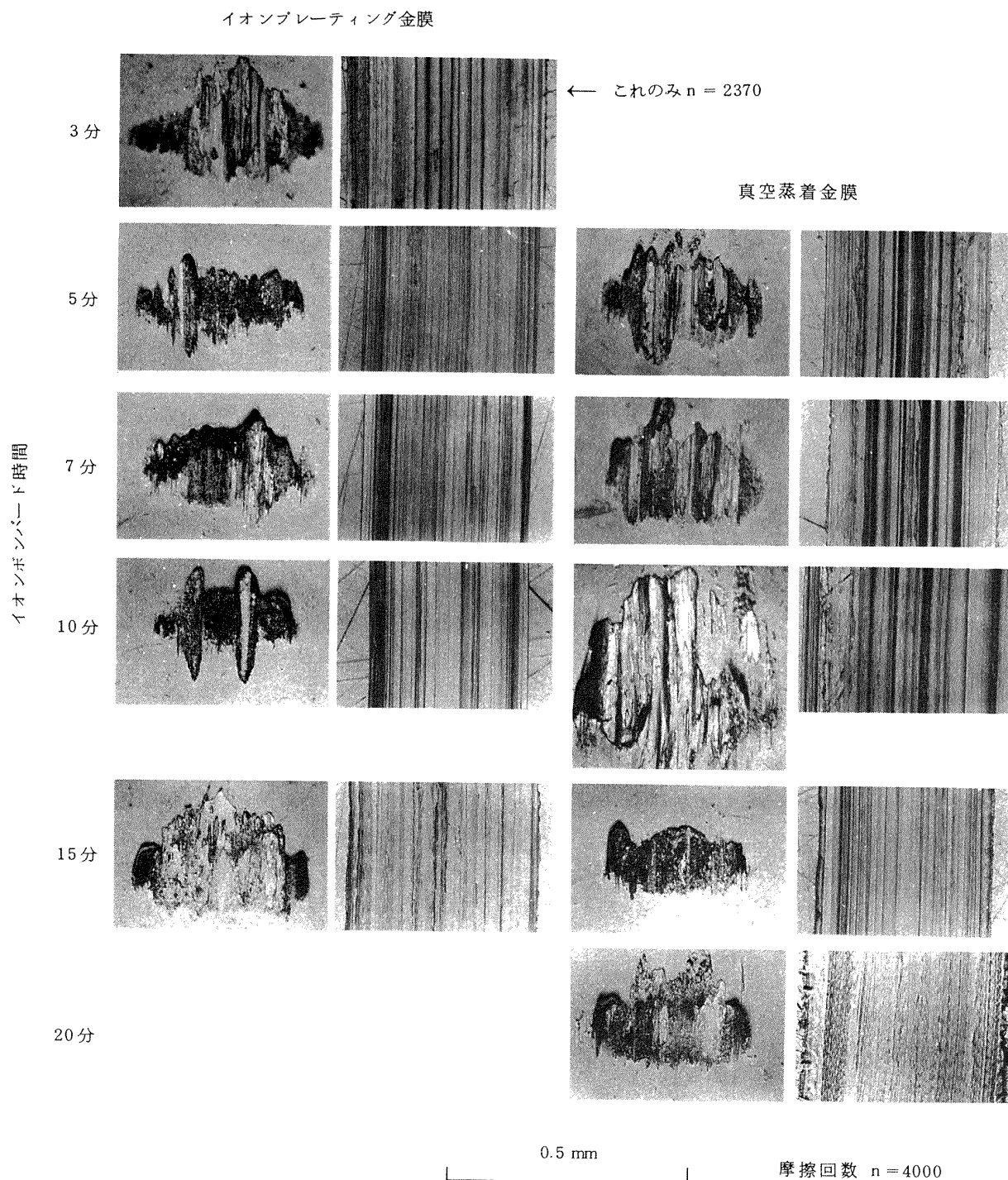


図 69 鋼球 (SUS 440C) / 円板 (SUS 304 + イオンブレーティング金膜, 真空蒸着金膜) の摩耗痕とイオンボンバード時間)

グ，真空蒸着膜ともボンバード時間の増加とともに μ_{\min} における摩擦回数は増大し，イオンブレーティング膜ではボンバード時間 5，7 分，真空蒸着膜では 15 分で最長の寿命を示し，ボンバード時間がさらに増加すると膜の寿命は低下している。このように最長寿命を与えるボンバード時間はイオンブレーティング膜が真空蒸着膜より

も短い，最長寿命時における膜の寿命， μ_{\min} にほとんど差は認められない。

図 68 は $\mu = 0.4$ における繰返し摩擦回数とイオンボンバード時間との関係である。膜が破断する摩擦回数においても図 67 と同様，両者ともあるボンバード時間で最大となり，この最長寿命を与えるボンバード時間はイオン

ブレーティング膜が真空蒸着膜よりも短い。

図69はイオンブレーティング膜，真空蒸着膜の各種ボンバード時間における摩擦回数4000回の鋼球，円板の摩耗痕である。図68で最長寿命を与えるイオンブレーティング膜のボンバード時間10分，真空蒸着膜のボンバード時間15分の摩耗痕が一番小さく，これよりボンバード時間が短くともまた長くとも摩耗痕は大きくなっている。

以上のように最長寿命を与えるボンバード時間はイオンブレーティング膜よりも真空蒸着膜が長い，これは真空蒸着膜ではボンバード後蒸着までに約2分の時間遅れがあり，この間に表面温度が著しく低下するためと考えられる。前述のSUJ2基板では最長寿命を与えるボンバード時間にほとんど差がみられなかったことは，SUJ2基板に金が付着しやすいことと材料の違いによる下地金属の拡散の度合が異なるためと考えられる。SUJ2基板では硬さ低下のためボンバード時間を長くすることはできなかったが，SUS304基板でボンバード時間を長くしたときは膜の潤滑性は著しく悪化している。これはボンバード時間が長すぎると金膜と下地金属との拡散が著しくなるためと考えられる。この点についてはさらに5.8.3で検討する。

SUS304基板ではイオンブレーティング膜は真空蒸着膜よりも短いボンバード時間で強固な付着膜が得られるが，膜の寿命と摩擦特性はボンバード時間の長い真空蒸着膜と同等である。

5.8.3 イオンブレーティング金膜の付着強さ

イオンブレーティング膜は真空蒸着膜よりも付着強度が大きいといわれているが，その原因として下記の理由があげられている。

(1) 蒸発原子がグロー放電中でイオン化され，電界により加速されて大きなエネルギーをもって基板に衝突する。

(2) 蒸発原子がグロー放電中のガス衝突によってエネルギーを与えられ高エネルギー状態で基板に衝突する。

(3) 膜の付着時に付着の弱い原子はスパッタされ付着の強い原子のみ表面に残る。⁵⁾

(4) 前処理としてのイオンボンバードによる表面清浄作用および表面温度上昇が付着膜と下地材料との拡散層の形成を促進する。

(5) プリスパッタにより下地表面に微小な凹凸が形成され，原子がその谷間に喰いこむことにより物理的に付着強度を増加させる。

蒸発原子のイオン化率はCarpenter⁶⁾によればたかだか0.1%にすぎず，またAisenberg⁷⁾も1~5%程度であるとしている。本実験結果でも最適条件下におけるイオン

ブレーティング膜と真空蒸着膜との摩擦特性はほぼ同一で優劣は認められなかった。真空蒸着の場合蒸発原子のもつエネルギーが0.1~1 eVであることと上記の事実を考え合わせると，(1)，(2)の付着原子のもつエネルギー効果は付着強度に影響するにせよ一般にいわれているほど大きいとは考えられない。また(3)のスパッタ作用の効果も本実験結果を説明できない。(4)，(5)は前処理としてのイオンボンバードの効果をもってイオンブレーティング膜の付着強度をもたらし主因とする考であるが，これは真空蒸着膜にもそのままあてはまる。

イオンブレーティング膜および真空蒸着膜の付着強度がともにボンバード時間，すなわち膜の付着時の基板温度によって影響されるという本実験結果は(4)をうらづけている。またイオンボンバードにより試料表面に微小な凹凸が形成されることもKaminsky⁸⁾によってすでに明らかにされている。図70はSUS304円板を印加電圧4 kVアルゴンガス圧力 3×10^{-2} Torrで20分イオンボンバードした表面の走査型電子顕微鏡写真である。イオンボンバードにより数1000 Åの山々が形成されている。このような素地の上に付着された薄膜の付着強度がなめらかな表面上の薄膜よりも強いであろうということは十分考えられる。とくに親和力の弱い材料同士の場合有効であろう。しかし金膜に関しては，本実験結果のあるボンバード時間で膜の寿命が最大になるという事実は，金膜の付着強度は温度上昇による下地金属との相互拡散に依存しているといえる。すなわち基板の温度上昇に伴って基板金属と金薄膜との熱拡散が大きくなり，基板界面に拡散層が形成され，この結果基板と膜の付着強度は増加し膜の寿命は長くなるが，金薄膜内部への基板原子の拡散に

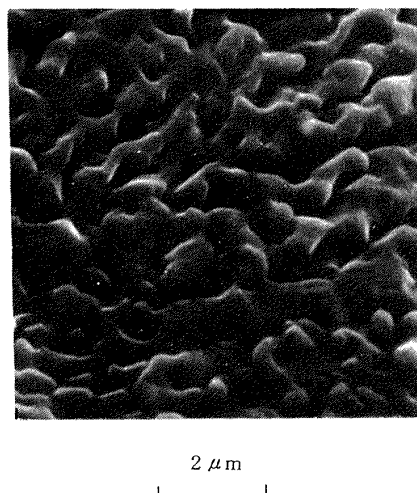


図70 イオンボンバードによる凹凸の形成

より潤滑性が減少し、この両者のバランスから最適の基板温度が存在することになる。桑原⁹⁾らも銅基板に真空蒸着した金膜への基板原子の拡散をESCAを用いることによって確認している。

結局、イオンプレーティングの最大のメリットはつきまわりの大きいところであり、膜の摩擦特性に関しては従来の真空蒸着におけると同等でとくに優位は認められない。これに対しSpalvins¹⁰⁾は真空蒸着金膜よりもイオンプレーティング金膜が非常にすぐれた摩擦特性を示すと報告しているが、膜の付着条件が不明確で、このような結論に達したのは真空蒸着にイオンボンバード処理を用いなかったか、あるいは膜の付着強度に大きな影響

を及ぼす基板温度に考慮をはらわなかったためと考えられる。

5.9 イオンプレーティング金膜とスパッタリング金膜との比較

5.7のスパッタリングのイオンボンバード処理はイオンプレーティング、真空蒸着におけると同じく直流電圧を印加して行ったが、スパッタリング金膜は明らかにイ

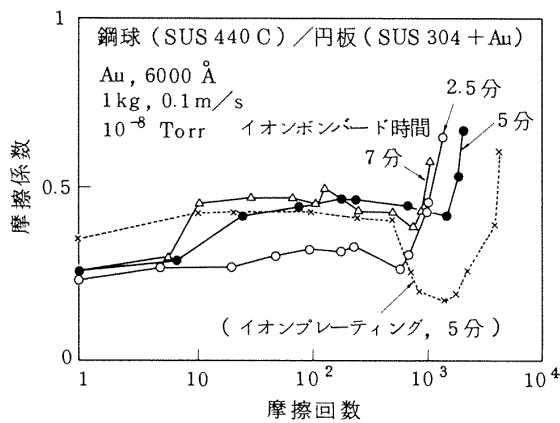


図 71 スパッタリング金膜 (SUS 304 基板) の摩擦特性に及ぼすイオンボンバード時間の影響 (真空中)

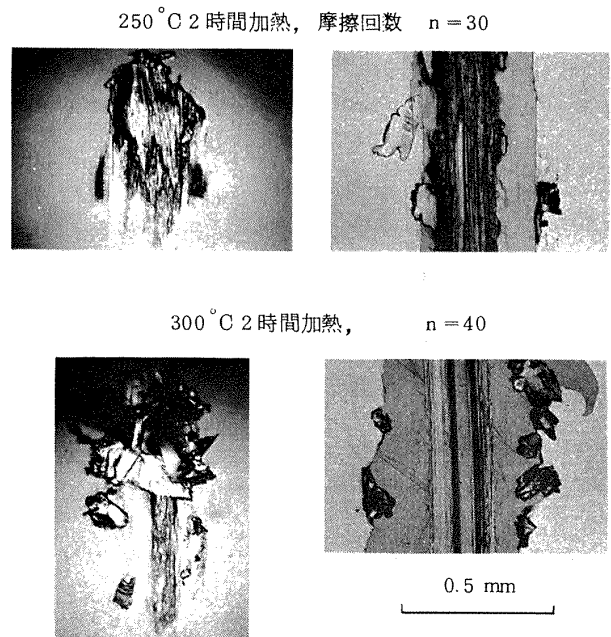


図 73 鋼球 (SUS 440 C) / 円板 (SUS 304 + スパッタリング金膜) の摩耗痕と真空熱処理 (ボンバード時間 0 分)

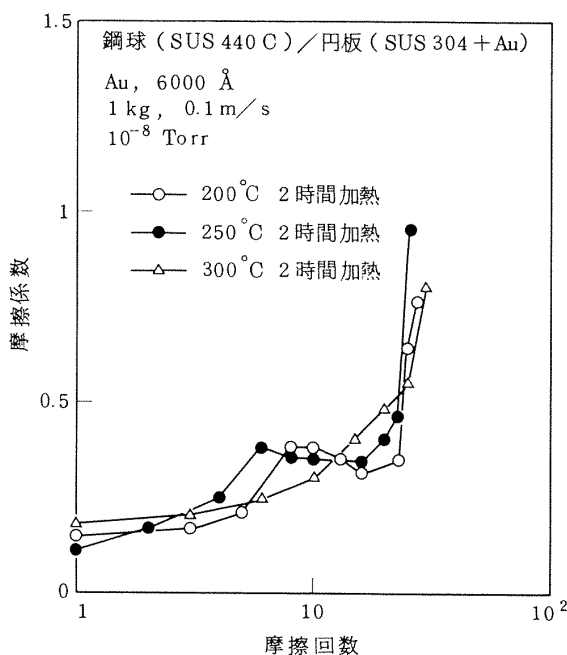


図 72 真空加熱処理をしたスパッタリング金膜の摩擦特性 (ボンバード時間 0 分, 真空中)

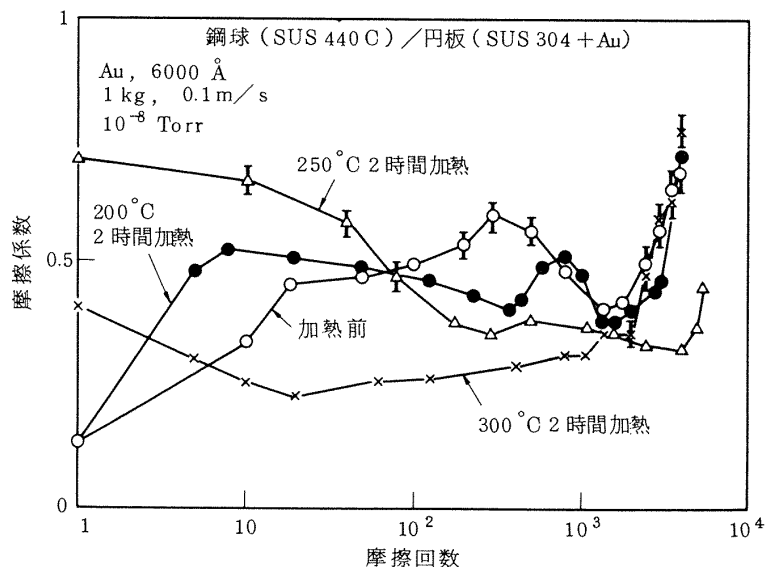


図 74 真空加熱処理をしたスパッタリング金膜の摩擦特性 (ボンバード時間 5 分, 真空中)

オンブレーティング金膜よりも劣るという結果が得られた。しかしスパッタリングでは高周波電力によってイオンボンバードを行うこともできる。この方法によれば直流電圧イオンボンバード処理では困難な絶縁性不純物の除去も可能となるためスパッタリング金膜の性能向上が期待される。このような観点から高周波電力によるイオンボンバード処理も試みたので、以下この2種類のイオンボンバード処理法によるスパッタリング金膜とイオンブレーティング金膜とを比較する。

5.9.1 直流電力によるイオンボンバード処理の場合

図71は図60のスパッタリング金膜の結果にイオンブレーティング金膜で最もよかったボンバード時間5分の結果を合わせて示したものである。スパッタリングで最もよい摩擦特性を示すボンバード時間5分でもイオンブレーティング膜よりもはるかに劣る。すでに明らかにしたように金膜は基板金属と薄膜の熱拡散層が適当に形成されればすぐれた潤滑性を示す。したがってスパッタリング金膜でも真空中で加熱し熱拡散層を促進させることによってイオンブレーティング金膜に近づけ得るのではないかと考えられる。

まずイオンボンバード処理を施さずSUS 304円板に金膜をスパッタリングし、ついで 10^{-7} Torrの真空中において200, 250, 300°Cでそれぞれ2時間の加熱処理を試みた。図72は加熱処理金膜の室温、真空中における摩擦特性である。真空中で加熱処理をしてもいずれも摩擦回数20回付近から摩擦係数は急激に増大し、速かに膜が破断する。図73はこのときの鋼球と円板の摩耗痕で、僅か数10回の摩擦によって金膜が円板からはく離している。イオンボンバード処理を行わないため基板表面に汚れが存在するときは、真空中で加熱処理をしても金膜と基板との拡散がきわめて行われ難いことを示している。また300°Cで2時間真空加熱した後においても金膜は金色を呈しており、摩擦実験前に行う電解洗浄時に容易にはがれるほど付着が悪い。このため今回の実験はいずれも電解洗浄なしで行っている。この結果からいかに基板の洗浄に注意してもイオンボンバード処理を行わない限り界面は清浄にならないことが明らかで、イオンボンバード処理の有効性を証している。

つぎに印加電圧4 kV, アルゴンガス圧力 2×10^{-2} Torrでイオンボンバードを5分行ってから金膜をスパッタリングし、ついで真空中で加熱処理を試みた。200, 220°Cで2時間加熱した金膜は依然として金色を呈しているが250°C 2時間ではかなり金色が消え、300°C 2時間では金色が消失し変色している。このようにイオンボンバードを行ったときは加熱処理によって拡散を生じている。

図74は加熱処理金膜の室温、真空中における摩擦特性である。図75はそのときの摩耗痕である。200°Cで2時間の加熱処理しても摩擦特性は未処理のものほとんど同じで拡散があまり進行していないことを示している。しかし250°Cで2時間加熱したときは拡散がかなり進行しており、摩擦初期の摩擦係数は非常に高いが200~4000回の繰返し摩擦の間0.3台にあり、図75に示したように摩耗痕も小さい、このことから真空加熱処理は界面での相互拡散を促進し膜の付着強度を高めることがわかる。しかし繰返し摩擦回数5000から摩擦係数は急激に増大し膜が破断する。300°C 2時間加熱では250°Cに比較して摩擦係数は大幅に低下しているが、摩擦回数2000回から急激に増大し膜が破断する。このように摩擦係数が低下するのは金膜と基板金属との間に拡散が進んで金膜の硬さが大きくなり、図75の摩耗痕から明らかなように接触面積の減少によると考えられる。しかし反面潤滑効果を与える層が薄くなるため膜の寿命は短くなる。

以上のように真空加熱処理によって相互拡散が促進され、スパッタリング金膜でも性能を向上させることができるが、イオンブレーティング金膜の摩擦特性に近づけることはできない。この際真空加熱処理のスパッタリング金膜の摩擦特性がイオンブレーティング金膜のそれとかなり異なることから、両者の拡散層には大きな相違があると考えられる。なおスパッタリング金膜が300°C, 2時間の真空加熱処理で金色を失い、また摩擦特性も悪化することから、金膜の潤滑膜としての使用限界温度は鉄系材料を下地とした場合は200°C以下で、これ以上の温度で使用するときは界面に拡散防止層を設ける必要がある。

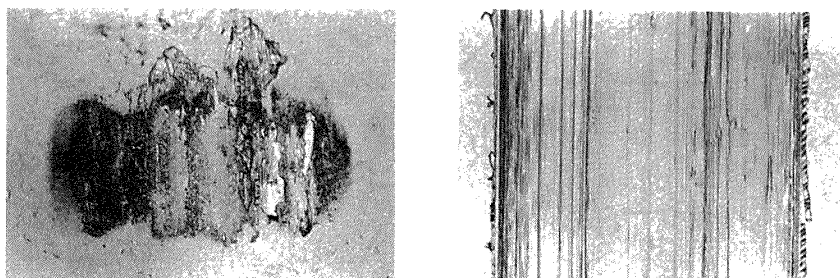
5.9.2 高周波電力によるイオンボンバード処理の場合

高周波電力によってイオンボンバード処理を行えば直流電圧イオンボンバード処理よりも清浄な表面が得られるはずである。したがってこの処理を用いることによってスパッタリング金膜の性能向上が期待される。

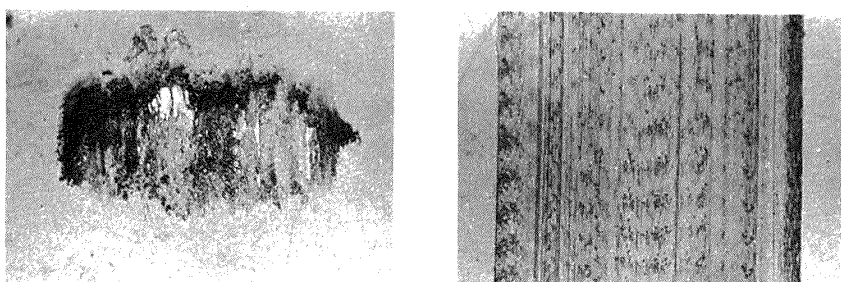
図76は図4のスパッタリング装置を基板にも高周波電力を印加できるように改造した概略図である。ただしこの改造によって高周波励起によって低圧アルゴンガス中のグロー放電の保持を容易にするための高周波コイルの導入ができなくなったため、スパッタリングの条件はアルゴンガス圧力を 5×10^{-2} Torrに高くとり、また付着速度の著しい低下をさけるため電極間距離は30 mmとした。

図77は高周波電力100 Wで、5, 10, 15分のイオンボンバード処理後、ターゲットに300 W印加してスパッタ

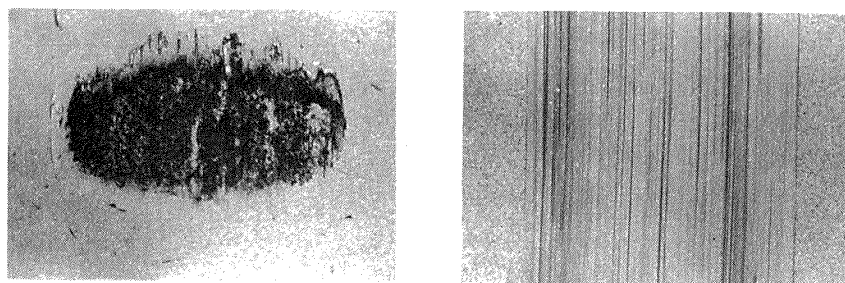
加熱前，摩擦回数 $n = 4,000$



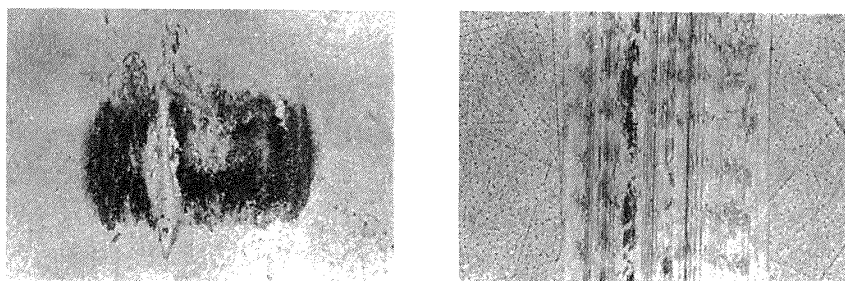
200 °C 2 時間加熱， $n = 4,000$



250 °C 2 時間加熱， $n = 4,000$



300 °C 2 時間加熱， $n = 4,000$



0.5 mm



図 75 鋼球 (SUS 440C) / 円板 (SUS 304 + スパッタリング金膜) の
摩耗痕と真空加熱処理 (ボンバード時間 5 分)

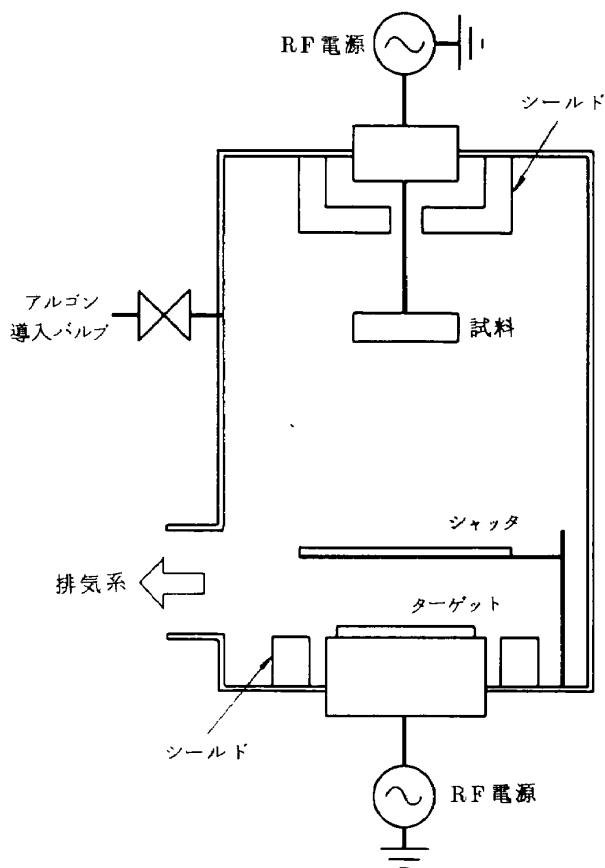


図 76 スパッタリングの高周波イオンボンバード法

リングした金膜の乾燥空気中における摩擦特性である。図中の直流イオンボンバード時間 3 分と比較して摩擦特性、膜の寿命は同程度でとくに性能向上はみられない。

図 78 は真空中の摩擦特性である。図 60 の直流電力イオンボンバードと比較して膜の寿命がやや増大している程度で摩擦特性にほとんど変化は認められない。このように高周波電力イオンボンバード処理によってもスパッタリング金膜の性能を向上させることはできない。スパッタリング金膜は一般に繰返し摩擦による摩擦係数の立ちあがり早くその値も大きく、また多数回繰返し摩擦後の摩擦係数の低下がきわめて小さい。図 79 は直流電力および高周波電力イオンボンバード処理を行ったスパッタリング金膜の真空中の摩耗痕で、摩擦特性と同様両者の間にほとんど差は認められない。

したがってスパッタリング金膜はどのような処理を行ってもイオンブレーティング、真空蒸着金膜よりも劣る。スパッタリングでは膜の付着に長時間を要するため膜中に含有されるアルゴンガス量が多くなることから、イオンブレーティング、真空蒸着膜に比較して膜の付着強度が弱いと考えられる。この点については 5.10 で検討する。

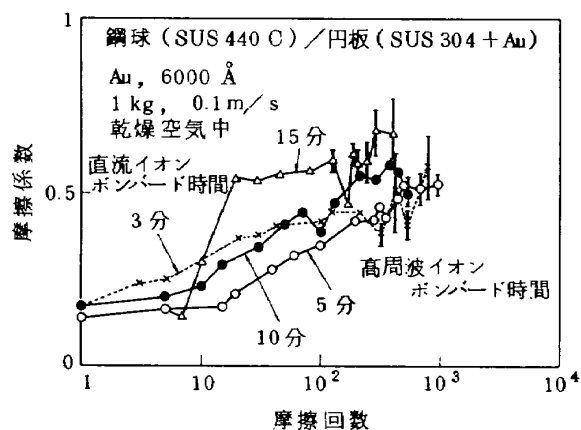


図 77 高周波イオンボンバード処理によるスパッタリング金膜の摩擦特性 (乾燥空気中)

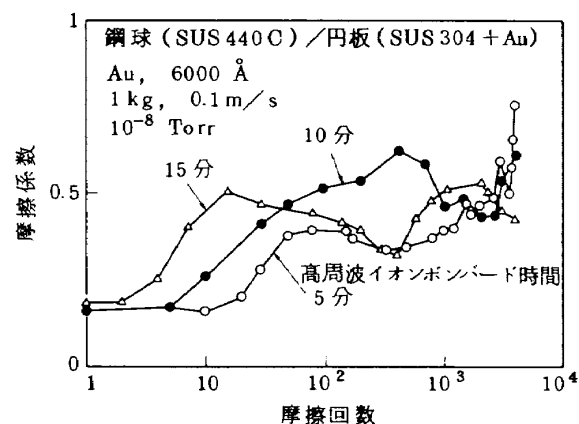


図 78 高周波イオンボンバード処理によるスパッタリング金膜の摩擦特性 (真空中)

5.10 イオンブレーティング、真空蒸着、スパッタリング金膜の X 線回折、ガス分析による検討

5.10.1 金膜の X 線回折

これまで各種付着法によって作成した金膜のすべり摩擦特性について比較したが、以下 X 線回折から金膜の結晶学的性質について検討する。

図 80, 図 81, 図 82 は印加電圧 4 kV, アルゴンガス圧力 2×10^{-2} Torr でイオンボンバード時間を種々変化して作成したイオンブレーティング、スパッタリングおよび真空蒸着金膜の (111) 面の X 線回折図形である。なお参考のために ASTM カードによる金バルクの回折角を図中に示した。

図 80 のイオンブレーティング金膜ではボンバード時間 15 分までは処理時間の増加とともに反射強度は増大しているが、20 分では著しく低下している。図 81 のスパッタリング金膜においても同様な傾向がみられる。図 82 の真

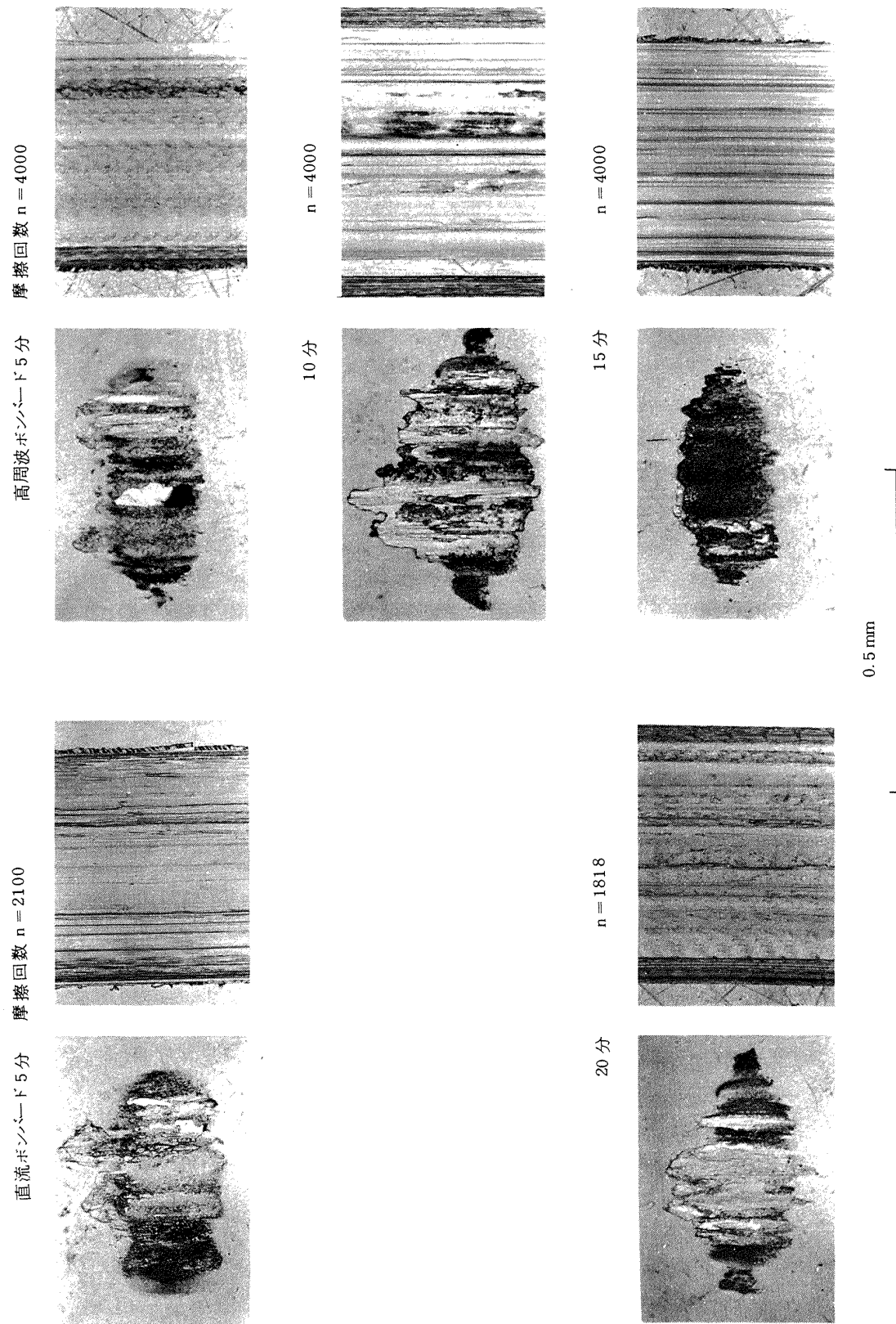


図 79 直流スパッタリングと高周波スパッタリングによるスパッタリング金膜の真空中の摩耗痕

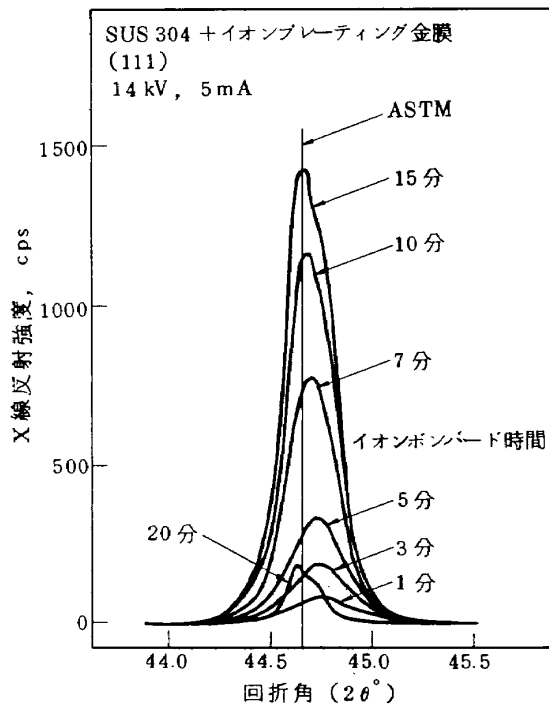


図 80 イオンプレーティング金膜の X 線回折図形に及ぼすイオンボンバード時間の影響

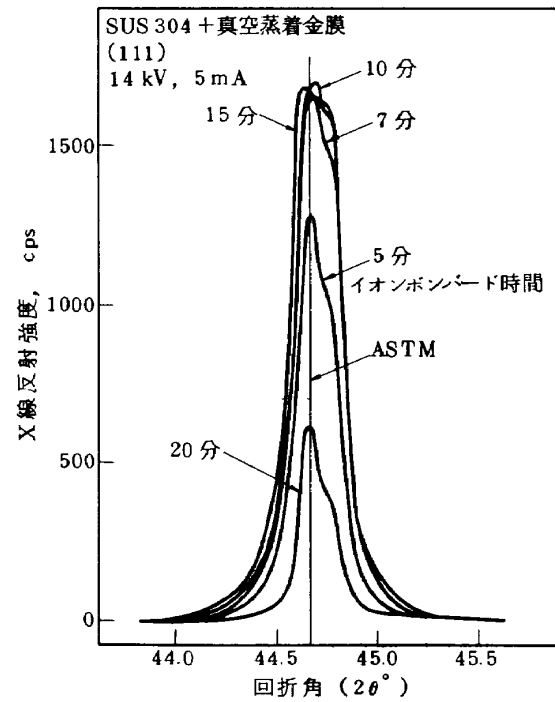


図 82 真空蒸着金膜の X 線回折図形に及ぼすイオンボンバード時間の影響

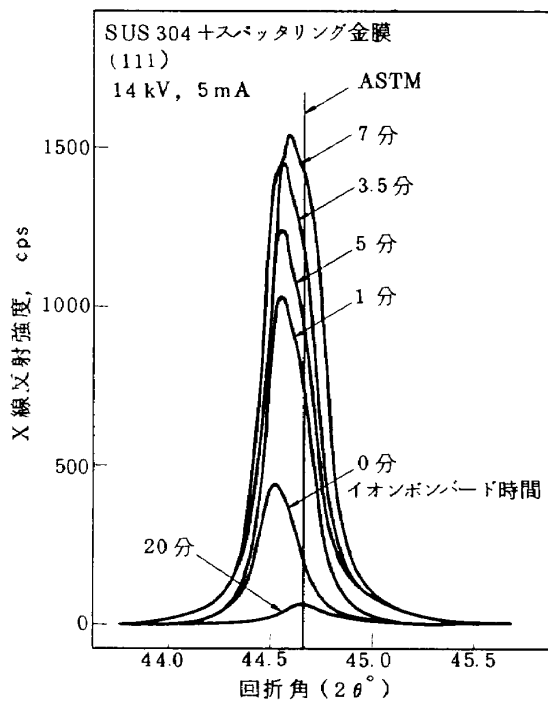


図 81 スパッタリング金膜の X 線回折図形に及ぼすイオンボンバード時間の影響

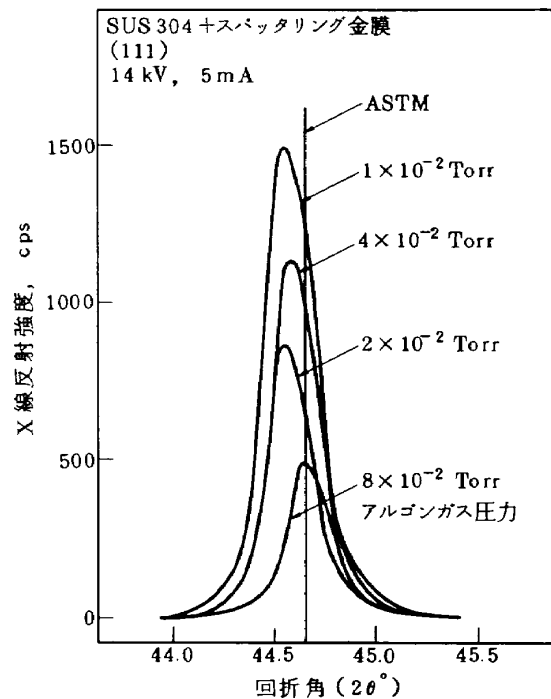


図 83 スパッタリング金膜の X 線回折図形に及ぼすアルゴンガス圧力の影響

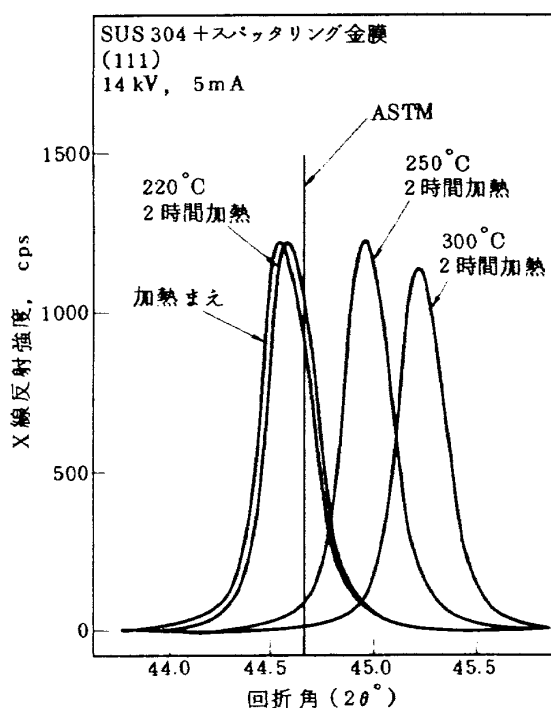


図 84 スパッタリング金膜のX線回折図形に及ぼす真空加熱処理の影響

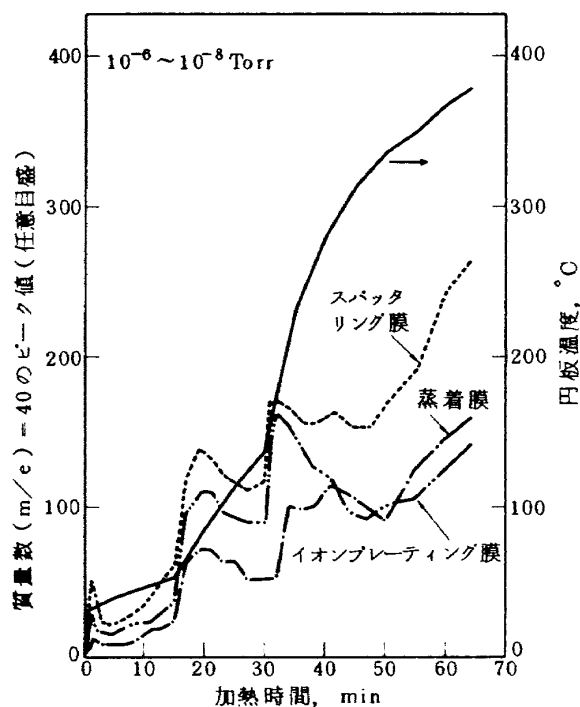


図 86 $m/e = 40$ のピーク値と円板温度

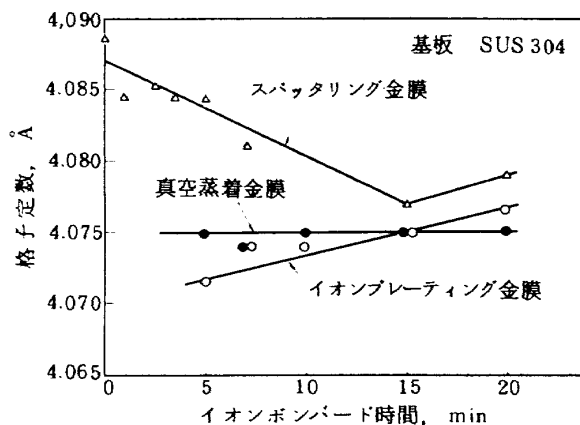


図 85 格子定数に及ぼすイオンボンバード時間の影響

空蒸着金膜でもボンバード処理時間の増加とともに反射強度は増大しているが、処理時間7, 10, 15分の反射強度がほぼ同じにあらわれている。これは1500 cps程度の強度になるとガイガーカウンターに数え落しがでくるため、15分の膜では回折図形のピークの形状から実際はもっと強い反射強度をもっているものと思われる。したがって真空蒸着金膜においても他の金膜と同じ傾向と考えてよい。

各金膜ともボンバード処理時間15分までは処理時間の増加とともに反射強度が増大する原因としては膜の不均一ひずみの減少が考えられる。すなわちボンバード時間

表 2 種々のアルゴンガス圧力で作成したスパッタリング金膜の格子定数

アルゴンガス圧力, Torr	格子定数, Å
1×10^{-2}	4.0844
2×10^{-2}	4.0844
4×10^{-2}	4.0818
8×10^{-2}	4.0774

表 3 真空加熱処理を施したスパッタリング金膜の格子定数

加熱処理温度, °C	格子定数, Å
220	4.0835
250	4.0523
300	4.0303

が長いほど試料温度が高くなるため焼鈍によって膜に存在する不均一ひずみが減少すると考えられる。しかし処理時間20分で反射強度が急激に減少しているが、これは処理時間が長いと基板と膜の界面にかなりの相互拡散層が形成されるため膜表面層は応力を受けて不均一ひずみを生じ、この影響が焼鈍による影響よりも大きくなったためと考えられる。

イオンブレーティング，スパッタリング金膜で不均一

ひずみを生ずるもう一つの原因として膜中へのアルゴンガスの混入が考えられる。図83は印加電圧 4 kV, アルゴンガス圧力 2×10^{-2} Torr で 2.5 分イオンボンバード処理を行った後、アルゴンガス圧力を変化して作成したスパッタリング金膜の回折図形である。この場合イオンボンバード処理条件が同一であり、また膜形成終了時の基板温度に大きな相違がないことから、前述の基板温度が異なることによる焼鈍効果は無視してもよいと考えられる。したがってばらつきはあるが全体としてアルゴンガス圧力の増加による反射強度の減少は、アルゴンガスが膜に混入することによって不均一ひずみが生じたものと考えられる。

図84は印加電圧 4 kV, アルゴンガス圧力 2×10^{-2} Torr で 5 分のイオンボンバード処理後スパッタリングした金膜に 5.9.1 の真空加熱処理を施したときの回折図形である。真空加熱処理を施した場合はいずれも回折角は増大するが、反射強度に差はみられない。これはイオンボンバード処理による拡散層の形成とは異なって、真空加熱処理では拡散が除々にかつ均一に行われ不均一ひずみを生じないためと考えられる。

図85は回折角から求めた各金膜の格子定数とイオンボンバード処理時間の関係である。真空蒸着膜の格子定数は処理時間に関係なく一定である。これに対しイオンブレーティング膜は処理時間の増加とともに格子定数は増大し、真空蒸着膜の値に近づいている。ボンバード処理時間が長くなるとそれだけ基板温度が高くなるためイオンブレーティング膜に混入しているアルゴンガスが放出され、アルゴンガスの影響の少ない真空蒸着膜に近づくといえる。しかしスパッタリング膜では処理時間の増加とともに格子定数が減少する傾向についてはこの説明は適用できない。また表2はアルゴンガス圧力を変化して作成したスパッタリング膜の格子定数であるが、この場合もアルゴンガス圧力が高くなるにしたがって格子定数は減少している。スパッタリングでは他の付着法に比較して付着速度が著しく小さいためそれだけアルゴンガスの混入量も非常に大きいことや、膜の付着時の基板温度変化が激しいなど多くの要因が影響していると考えられるが、現時点では他の膜と比較して一義的に解釈することは困難である。

なお真空加熱処理を施したスパッタリング金膜の格子定数を表3に示すが、この場合に加熱温度が高くなるにしたがって格子定数が減少しているのは、基板金属が熱拡散することによって膜全体の結晶構造が変化したためと考えられる。

以上のX線回折の結果から、イオンブレーティング金

膜は比較的真空蒸着金膜に近く、スパッタリング金膜だけは他とはかなり違った特性を示している。この結果はボンバード時間を最適にとることによってイオンブレーティング金膜と真空蒸着の摩擦特性はほぼ同等であるが、スパッタリング金膜は他の金膜よりも摩擦特性が劣るということとよく対応している。

5.10.2 四極子型質量分析計による金膜のガス分析

図86はイオンブレーティング、真空蒸着およびスパッタリング金膜を真空槽内で加熱したときの加熱時間と金膜から離脱するアルゴンガス量の大小をあらわす質量数 (m/e) = 40 のピーク値および円板温度との関係である。

加熱による $m/e = 40$ のピーク値は、スパッタリング金膜が最も高く、ついでイオンブレーティング金膜、真空蒸着金膜の順となっている。スパッタリング、イオンブレーティング金膜にはかなりのアルゴンガスが混入している。しかし真空蒸着金膜からもかなりのアルゴンガスの放出がみられ、スパッタリング金膜と真空蒸着金膜のガス量の比は1桁台で、従来報告されているよりも著しく小さい。この原因としては

(1) 真空蒸着の場合、金の付着していない円板の裏面にイオンボンバードによるアルゴンガスの含有があると考えられ、そのガス放出分が $m/e = 40$ に加算されている。

(2) 基板表面の洗浄に 4.4.1 で述べたようにエチルアルコール (C_2H_5OH , $m = 46$) を用いているため、その子ピークが $m/e = 40$ に加算されてその分だけ値が大きくなった。

(3) 加熱温度が 400°C と割合低いなどが考えられる。しかし $m/e = 40$ のピーク値の定性的傾向は予想どおりであり、イオンブレーティング膜とスパッタリング膜にはアルゴンガスがかなり混入しており、前節のX線回折結果とよく対応している。

5.11 イオンブレーティング銀膜の摩擦特性とイオンボンバード処理時間

図87はSUS 304円板に印加電圧 4 kV, アルゴンガス圧力 2×10^{-2} Torr でイオンボンバード時間を種々変化し、ついでイオンブレーティングした厚さ 6000 \AA の銀膜を真空中でSUS 440C鋼球で摩擦したときの摩擦特性である。金膜と同様銀膜の摩擦特性もイオンボンバード処理時間によって大きな影響を受けている。摩擦係数はボンバード時間が長くなるほど大きくなる傾向を示しているが、膜の寿命はボンバード時間3分で最も長く、ボンバード時間がこれ以下でもまた以上でも膜の寿命は低下している。図88は図87からボンバード時間と膜の破断までの繰返し摩擦回数との関係に書き直したものである。金膜で

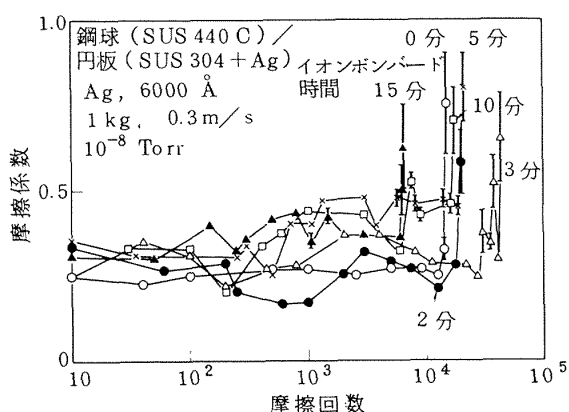


図 87 イオンブレーティング銀膜 (SUS 304 基板) の摩擦特性に及ぼすイオンボンバード時間の影響 (真空中)

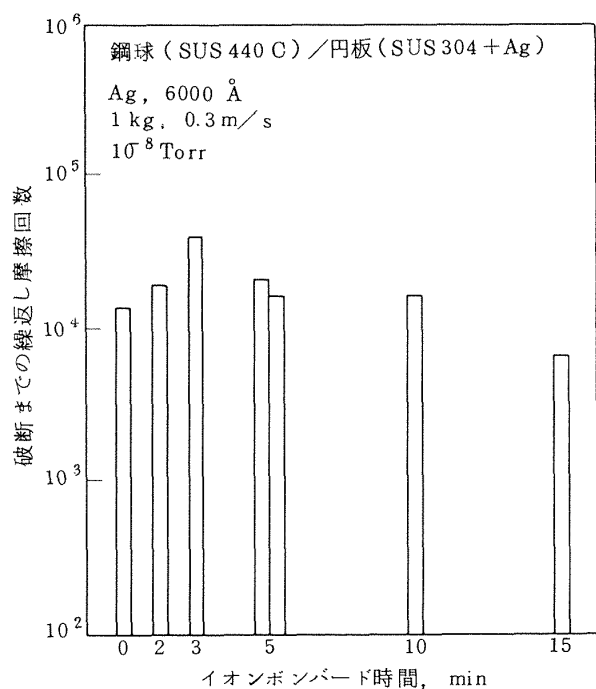


図 88 イオンブレーティング銀膜 (SUS 304 基板) の寿命に及ぼすイオンボンバード時間の影響 (真空中)

は図68に示したように最適なボンバード時間においても摩擦回数約 3000回で膜が破断したのに対し、銀膜ではボンバード時間0分でも 10,000 回以上の繰返し摩擦に耐える。

図89は銀膜の摩耗痕で、ボンバード時間0分の膜は摩耗痕の両側が下地金属からはがれた状態になっており、鋭利な刃物でひっかくと下地より簡単にはく離する。金膜のボンバード時間0分では僅か数回の摩擦によって膜が破断するのに対し、銀膜ではこのように付着弱度が弱

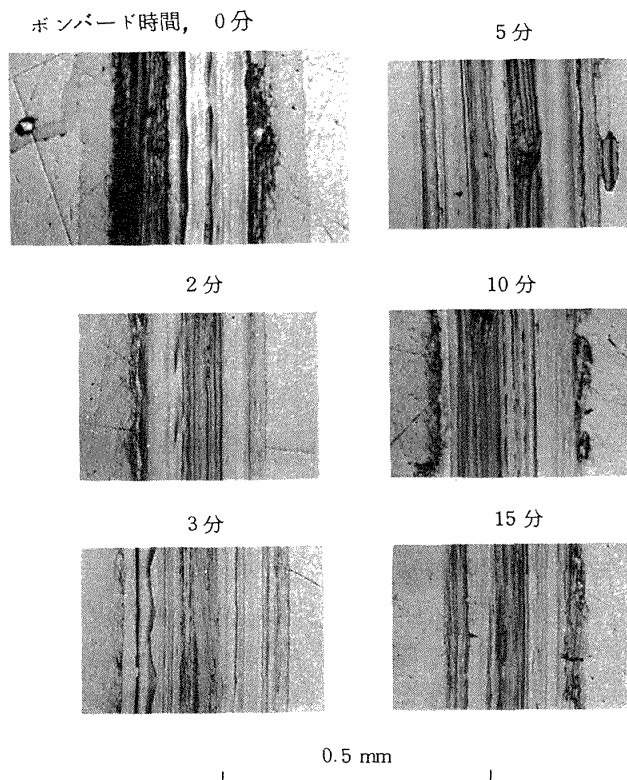


図 89 鋼球 (SUS 440C) / 円板 (SUS 304+Ag) の摩耗痕とイオンボンバード時間



図 90 イオンボンバードによる表面の変化

くても 10^4 回以上の繰返し摩擦に耐える原因については第7章で論ずることとする。

SUS 304 円板上のイオンブレーティング金膜の寿命はボンバード時間10分で最も長かった。これに対し銀膜の最長寿命を与えるボンバード時間は3分である。金膜は下地金属との相互拡散層を作りやすいことから、その形成の度合によって膜の寿命が決定されるとして説明でき

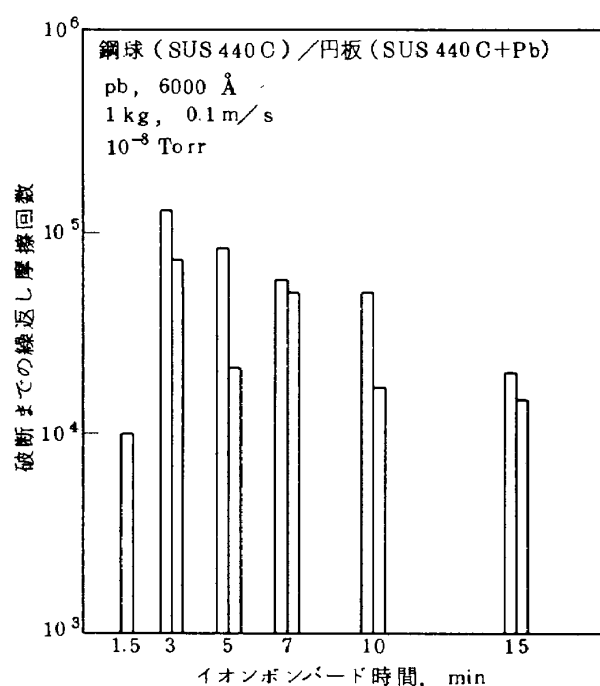


図 91 イオンブレイティング鉛膜 (SUS 440 C 基板) の寿命に及ぼすイオンボンバード時間の影響 (真空中)

る。しかし銀膜ではこのような効果は少なく、付着力は銀膜と基板との界面の物理、化学的状态に依存すると考えられる。はじめイオンボンバード時間とともに膜の寿命が増大するのは表面が清浄になるためと考えられるが、ボンバード時間が長くなると膜の寿命が低下する理由としては

- (1) 下地表面の組成が銀との親和力の小さい元素が多くなった。
- (2) 温度上昇により表面へ親和性の弱い成分が析出した。
- (3) 親和性の弱いオリエンテーションになった。
- (4) 下地表面に打ちこまれたアルゴンの影響
- (5) アルゴン中に含まれる不純物の化学的作用

などが考えられる。なお(3)の一例として SUS 304 円板を印加電圧 4 kV, アルゴンガス圧力 3×10^{-2} Torr で 20 分イオンボンバードしたときの表面の外観を図 90 に示す。結晶面によってスパッタエッチングの程度が相違している。

図 91 は SUS 304 円板に印加電圧 4 kV, アルゴンガス圧力 2×10^{-2} Torr で時間を種々変化してイオンボンバード処理を行った後、イオンブレイティングした厚さ 6000 Å の鉛膜の寿命とボンバード時間との関係である。銀と同様鉛のように下地金属と相互拡散層を形成しがたい場合にも膜の寿命はボンバード時間によって変化している。

したがって上記の各種の要因が何んらかの影響を及ぼしていることは明らかである。

5.12 第 5 章の結論

イオンブレイティング, 真空蒸着およびスパッタリング膜の摩擦特性に及ぼすイオンボンバード処理時間の影響を明らかにするために実験を行い, この結果からイオンブレイティング膜と真空蒸着およびスパッタリング膜の摩擦特性を比較検討したが, 主な結果はつぎのとおりである。

(1) イオンボンバード処理は基板表面の清浄化に不可欠のものであるが, 同時に基板の温度が上昇する。したがってイオンボンバード時間によって膜の付着時の基板温度が決定される。

(2) イオンブレイティング金, 銀膜はイオンボンバード時間が短いと, すなわち膜の付着時の基板温度が低いと表面にクラックやピンホールを発生し, きれいな膜を得るにはボンバード時間を長くする必要がある。真空蒸着, スパッタリング金膜の表面状態はボンバード時間によって影響を受けることが少なくきれいである。

(3) イオンブレイティング金膜, 真空蒸着およびスパッタリング金膜の摩擦特性はボンバード時間によって大きな影響を受け, 膜の寿命はあまりボンバード時間が長すぎてもまた短すぎても減少し, 膜の寿命を最大とするボンバード時間が存在する。したがって金膜の潤滑性と耐摩耗性を支配するのは膜の付着時の基板温度である。

(4) SUJ 2 基板にイオンブレイティング, 真空蒸着した金膜の摩擦特性は, ボンバード時間が短いときは真空蒸着金膜のほうがイオンブレイティング金膜よりもすぐれているが, ボンバード時間が長くなると両者の間に差はなくなる。したがって SUJ 2 のように硬さの低下のため長時間のイオンボンバードができない場合には真空蒸着金膜はイオンブレイティング金膜よりもすぐれている。

(5) SUS 304 基板ではイオンブレイティング金膜は真空蒸着金膜よりも短いボンバード時間で強固な付着膜が得られるが, 摩擦特性と膜の寿命はボンバード時間の長い真空蒸着金膜と同等である。

(6) スパッタリング金膜の摩擦特性は最適ボンバード時間においてもイオンブレイティング, 真空蒸着金膜よりも劣る。

(7) イオンブレイティング金膜, 真空蒸着金膜ともあるボンバード時間で膜の寿命が最大となり, かつこのときの両者の摩擦特性, 膜の寿命が同等であるということとは, 金膜の付着強度は蒸発原子のもつエネルギーの大小よりも基板の温度上昇による下地金属との相互拡散に依存している。

(8) X線回折の結果ではイオンブレーティング金膜は比較的真空蒸着金膜に近く、スパッタリング金膜だけは他とはかなり違った特性を示す。

(9) 金膜中に含有されるアルゴンガス量はスパッタリングが最も多く、イオンブレーティング、真空蒸着の順に減少している。

(10) イオンブレーティング銀膜の摩擦特性もイオンブレーティング金膜と同様イオンボンバード時間によって変化し、膜の寿命を最大とするイオンボンバード時間が存在する。ただし銀膜の場合基板に対する付着強度は金膜におけるような下地金属との相互拡散よりも、銀膜と基板との界面のイオンボンバードによる物理、化学的狀態の変化に依存している。

第6章 イオンブレーティング金、銀膜のすべり摩擦特性

6.1 まえがき

第5章において金、銀膜の摩擦特性にイオンボンバード

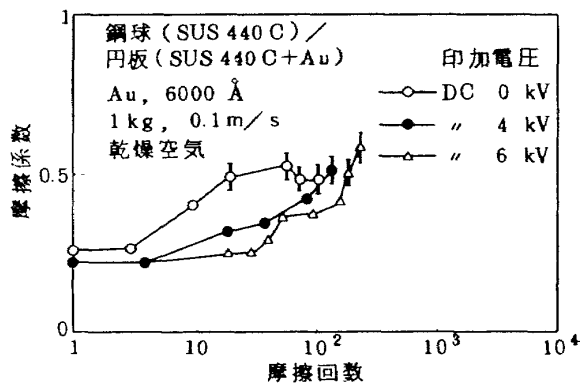


図92 イオンブレーティング金膜の摩擦特性に及ぼす印加電圧の影響 (乾燥空气中)

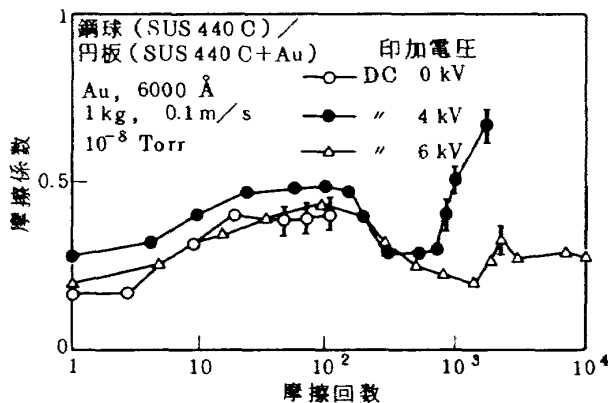


図93 イオンブレーティング金膜の摩擦特性に及ぼす印加電圧の影響 (真空中)

ド処理時間すなわち膜の付着時の基板温度が大きな影響を及ぼし、膜の寿命を最大とする最適ボンバード時間が存在することを明らかにした。この最適ボンバード時間はイオンブレーティング、真空蒸着、スパッタリングで相違するが、それぞれの最適条件下で摩擦特性を比較すると真空蒸着金膜が最もよく、イオンブレーティング金膜はこれとほぼ同等で、スパッタリング金膜はこの両者よりも劣る。こうしてみるとイオンブレーティングは真空蒸着と同等の良好な膜が得られると同時に大きなつきまわりを有しているところに利点があるといえる。したがってイオンブレーティング法はころがり軸受部品のよう立体的なものへ潤滑膜を形成するのに最適な方法といえる。

本章ではイオンブレーティング金、銀膜を潤滑膜として応用する目的から各種条件下におけるすべり摩擦特性について明らかにする。なお以下の実験ではイオンボンバードの条件としては、SUS 440 C の硬さの低下を避けるため印加電圧 4 kV, アルゴンガス圧力 2×10^{-2} Torr, ボンバード時間 5 分を用いた。

6.2 金膜の摩擦特性に及ぼす印加電圧の影響

図92, 図93はアルゴンガス圧力 2×10^{-2} Torr で印加電圧を変化して SUS 440 C 円板にイオンブレーティングした金膜を SUS 440 C 鋼球で乾燥空気, 真空中で摩擦した結果である。

印加電圧 0 kV, すなわち 2×10^{-2} Torr のアルゴンガス圧力中で真空蒸着した金膜は乾燥空気中で摩擦回数30回

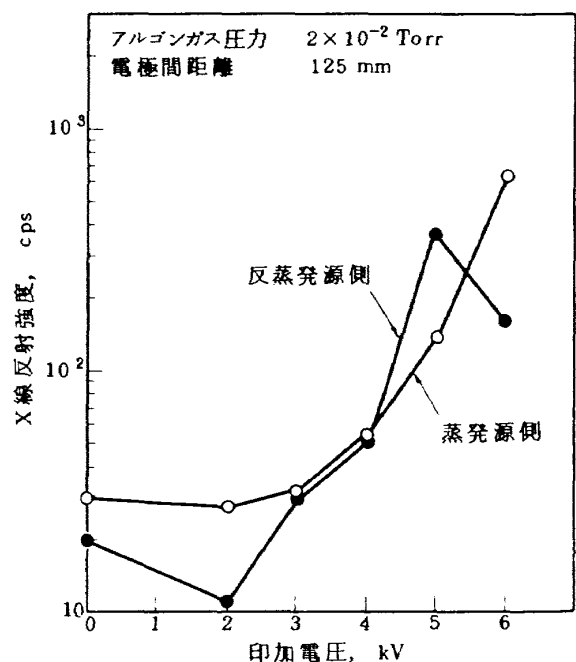


図94 イオンブレーティング金膜の反射強度と印加電圧

で摩擦係数が不規則変動をしはじめ膜が全面破断する。しかし真空中では摩擦係数の変動幅は大きいものの膜が破断する摩擦回数は 100 回に増大している。このような低真空蒸着膜は多量の雰囲気ガスを含んでいるため空気中の摩擦では膜が破断しやすいが、真空中では摩擦によって物理吸着しているだけのアルゴンガスが離脱して膜の寿命が増大すると考えられる。

いっぽう、電圧を印加することによって空気中においても印加電圧 0 と比較すると摩擦係数が大幅に低下するとともに膜が破断する摩擦回数は増大し、印加電圧の高いほど膜の寿命は長い。この傾向は真空中では一層明瞭にあらわれ、印加電圧 0 の膜の破断が摩擦回数 100 回であるのに対し、印加電圧 4 kV では 1,000 回に増大し、6 kV では 10,000 回でも膜の破断を生じていない。このように印加電圧の効果は非常に大きい。図 94 は印加電圧と金膜の X 線回折による反射強度との関係で、印加電圧が高いほど反射強度は増加しており、結晶の配列性が強まる傾向を示している。

以上のようにアルゴンガス雰囲気中の低真空蒸着膜の摩擦特性は非常に悪いが、電圧を印加したイオンブレーティング膜では摩擦特性は非常に向上する。したがってイオンブレーティング膜は低真空のアルゴンガス雰囲気中においても電圧を印加することによって高真空蒸着膜に匹敵する摩擦特性を示すようになる。この際印加電圧の高いほど摩擦特性はよくなるが、図 11 に示したように印加電圧 4 kV 以上ではまわりこみ率は急激に低下する。したがって摩擦特性からみれば印加電圧の高いほどよいのであるが、まわりこみ率を重視すれば印加電圧は 4 kV に制限される。このため以下の実験ではイオンブレーティングは印加電圧 4 kV 一定で行った。

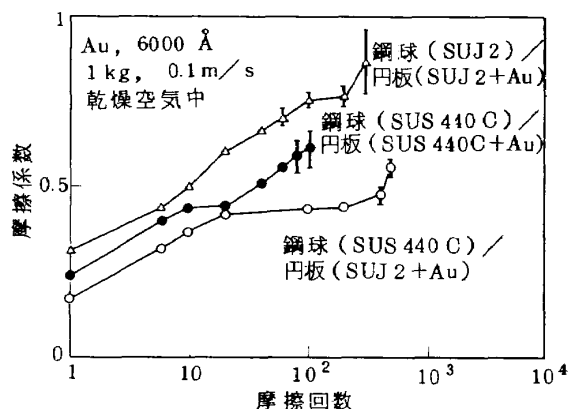


図 95 イオンブレーティング金膜の摩擦特性に及ぼす摩擦金属組み合わせの影響 (乾燥空气中)

6.3 金、銀膜の摩擦特性に及ぼす摩擦金属組み合わせの影響

6.3.1 金 膜

図 95 は SUJ 2 および SUS 440 C 円板にイオンブレーティングした金膜を乾燥空气中で SUJ 2 および SUS 440 C 鋼球で摩擦したときの摩擦特性である。イオンボンバード処理ならびにイオンブレーティングによる金膜の作成条件は全く同一であるが、摩擦特性は摩擦金属の組み合わせによって大幅に相違している。SUJ 2 鋼球/SUJ 2 円板組み合わせの摩擦係数が一番大きく、摩擦回数 10 回で 0.5 を越え 100 回で 0.75 に達し、ほぼ 100 回の繰返し摩擦回数で膜が破断したと考えられる。これに対し SUS 440 C 鋼球/SUJ 2 円板の摩擦係数は一番低く、摩擦回数 20 回から 350 回まで 0.45 で一定し、膜が破断する摩擦回数は 500 回程度に増大している。この両者の摩擦特性の相違はすでに高木¹¹⁾らが明らかにしているように、SUJ 2 と SUS 440 C に対する金の凝着の程度が異なるためである。すなわち SUJ

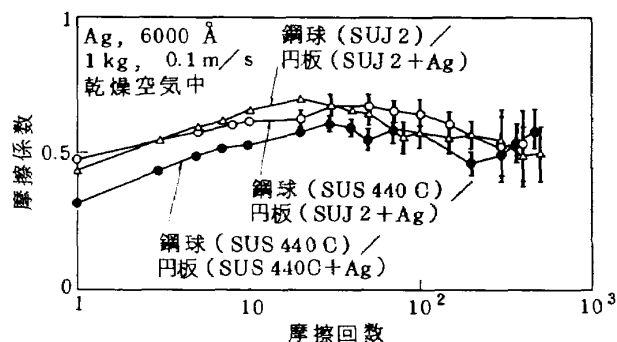


図 96 イオンブレーティング銀膜の摩擦特性に及ぼす摩擦金属組み合わせの影響 (乾燥空气中)

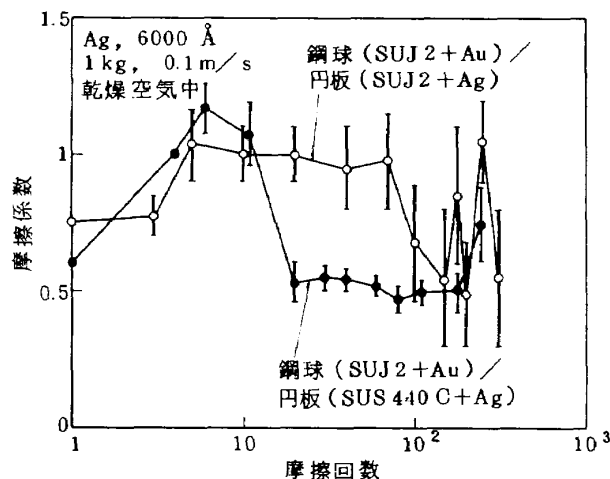


図 97 イオンブレーティング銀、金膜組み合わせの摩擦特性 (乾燥空气中)

2には金が凝着しやすいためSUJ 2鋼球で摩擦したときは金膜の内部でせん断を生じ、摩擦係数の増大と膜の急速な破断を生ずる。これに対しSUS 440C鋼球で摩擦したときはSUS 440C表面の酸化クロムが金の凝着を妨げ、この結果SUS 440C鋼球と金膜との界面ですべりを生ずるために摩擦係数が低く膜の寿命も増大する。

いっぽう、SUS 440C鋼球/SUS 440C円板の摩擦係数は前二者の中間の値を示し、摩擦係数が0.5に達する摩擦回数はSUJ 2同士の10回から40回に増加しているが、膜の破断は100回付近で生じSUS 440C鋼球/SUJ 2円板よりも著しく減少している。このことはSUS 440C鋼球表面の酸化クロムは金の凝着を妨げ摩擦低下に有効であるが、SUS 440C円板の酸化クロムは金膜の付着強さを低下させ膜の寿命を短くするように作用することを示している。

以上のように金膜の摩擦特性は摩擦金属の組み合わせによって大きな影響を受け、下地金属には金との付着が強く、いっぽう相手摩擦金属には金との凝着が弱い摩擦金属の組み合わせが最適である。この観点からいってSUS 440C鋼球/SUJ 2円板の組み合わせがよく、かつ5.4で述べたようにこの摩擦金属組み合わせは真空中の乾燥摩擦係数、摩耗が最小であることからすぐれている。

6.3.2 銀 膜

図96は図95と同一の摩擦金属組み合わせにおける銀膜の乾燥空気中における摩擦特性である。いずれの摩擦金属の組み合わせでも金膜より摩擦係数は非常に大きく、また50~100回のきわめて少ない摩擦回数で銀膜が破断している。このように銀膜では摩擦金属組み合わせの影響は少なく、金膜におけるようにSUS 440C鋼球/SUJ 2円板の組合せでも摩擦係数の低下と膜の寿命の増大を得ることはできない。

以上のように銀の摩擦特性に金膜のように摩擦金属組み合わせの影響がほとんどあらわれないのは銀の酸化物のためである。詳細については第7章で論ずるが、銀は金と違って空気中で表面が酸化銀となっている。酸化銀は酸化物表面に凝着しやすいことから、銀は表面の酸化銀を介して鋼球の酸化物に比較的強く凝着する。このため銀は金と違ってSUJ 2鋼球のみならずSUS 440C鋼球にも銀が付着し、この結果いずれの場合も銀膜内部でせん断を生ずるため摩擦係数が大きく膜の寿命も短い。

図97はSUJ 2鋼球に金膜をイオンブレーティングし銀膜を摩擦した結果である。鋼球の酸化物を金膜で被覆すれば銀の凝着が減少するため摩擦係数は低下し膜の寿命も増大するはずである。しかし図97において鋼球に金膜をイオンブレーティングした効果は全く認められない。

これは鋼球に金膜があっても摩擦によって短時間で取り去られ下地金属が露出するためと考えられる。

結局、銀は空気中ではどのような組み合わせでもその摩擦特性は金よりも著しく劣っている。

6.4 金、銀膜の摩擦特性に及ぼす雰囲気の影響

6.4.1 金 膜

図98はSUJ 2円板にイオンブレーティングした金膜をSUS 440C鋼球で乾燥空気、酸素、アルゴンガス中で摩擦したときの摩擦特性である。金膜の摩擦特性は雰囲気ガスによってあまり変化していない。ただ摩擦回数100回から400回の間で酸素ガス中の摩擦係数が一番低く、ついで乾燥空気、アルゴンガスの順に大きくなっている。

図99は上記雰囲気ガス中の摩擦回数1070回における円板、鋼球の摩耗痕である。摩擦特性は雰囲気ガスによってあまり変化しなかったが、摩耗痕には雰囲気ガスの影響が明瞭にあらわれている。すなわちアルゴンガス中における摩耗痕の幅が一番小さく、乾燥空気、酸素ガスの順に大きくなり、これに伴って下地金属の酸化も進んでいる。摩擦回数100回から酸素ガス中の摩擦係数が一番低かったのは摩擦金属の酸化のためと考えられる。金自体は酸化しないため雰囲気ガスの影響を受けないが、酸素の存在は摩擦金属の酸化を促進し有害である。

図100は図95と同一摩擦組み合わせの真空中における摩擦特性である。金膜は空気、酸素ガス中よりも不活性ガス中で使用するほうが有利であるが、真空中ではさらにすぐれた潤滑性を示している。図100において、SUJ 2鋼球/SUJ 2円板は真空中においても乾燥空気中におけると同様な摩擦特性を示し、摩擦係数が大きく膜の破断する摩擦回数が空気中よりも若干増大している程度である。しかしSUS 440C鋼球/SUJ 2円板では、空気中で膜が破断しはじめる摩擦回数500回付近から摩擦係数はかえって低下し0.2前後の低い値に達し、ついで摩擦係数は

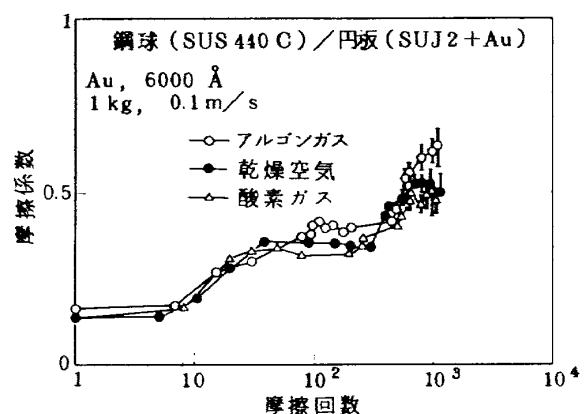
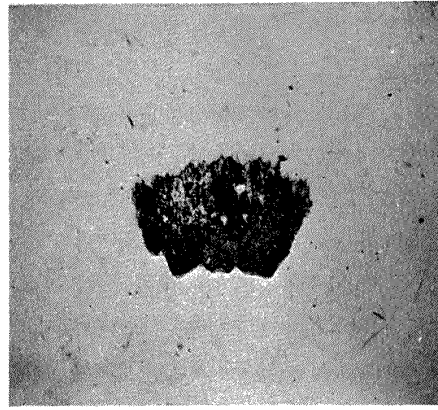
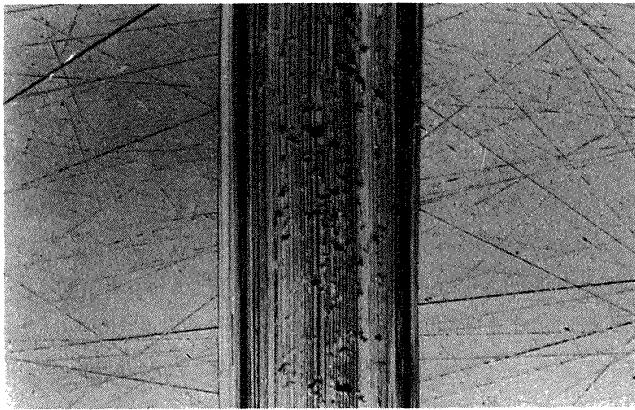
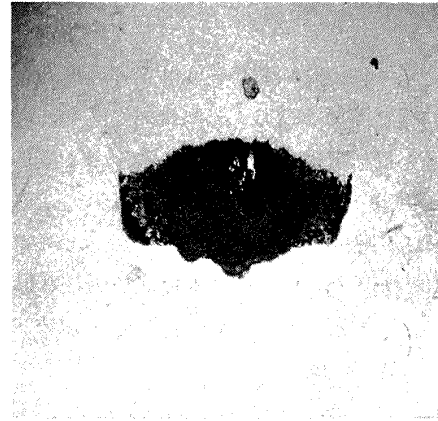


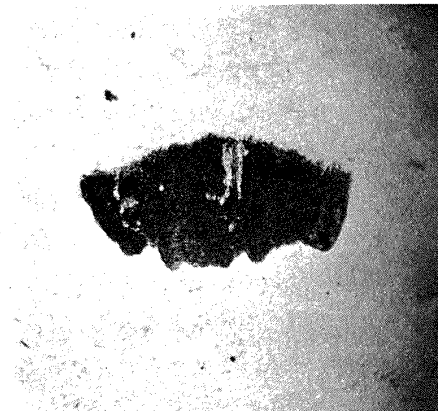
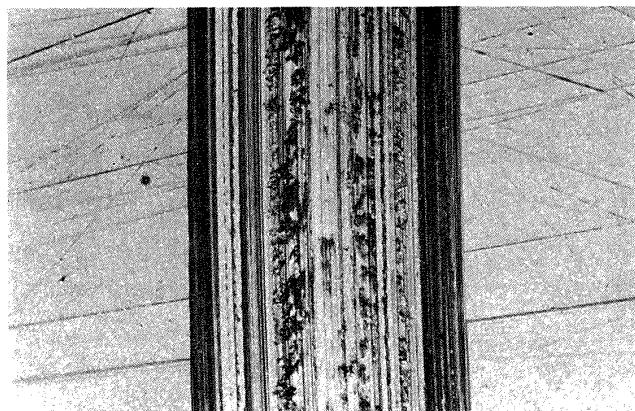
図98 イオンブレーティング金膜の摩擦特性に及ぼす雰囲気ガスの影響



アルゴンガス, 摩擦回数 $n = 1070$



乾燥空気 $n = 1070$



酸素ガス $n = 1070$

0.5 mm

図 99 鋼球 (SUS 440C) / 円板 (SUJ 2+Au) の摩耗痕と雰囲気ガス

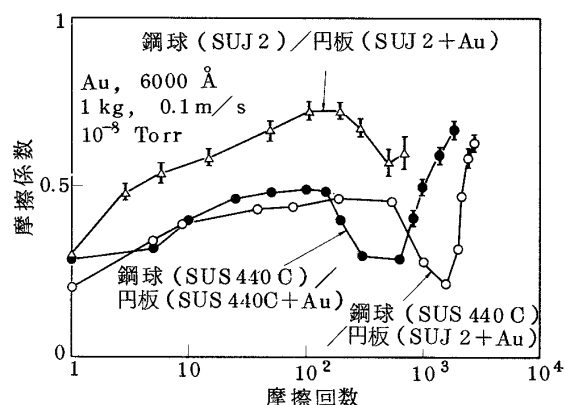


図100 イオンプレーティング金膜の真空中の摩擦特性

増大するが膜が破断する摩擦回数は3000回程度に大幅に増加している。SUS 440C 鋼球／SUS 440C 円板も類似の摩擦特性を示しているが、SUS 440C 鋼球／SUJ 2円板に比較すると膜が破断する摩擦回数は減少している。

以上のように金膜は真空中で非常にすぐれた潤滑性を示すが、金膜は真空中においても空気中におけると同様その摩擦特性は摩擦金属組み合わせによって大きな影響を受ける。真空中においてすぐれた潤滑性を発揮するためには6.3で述べたように下地金属には金との付着が強く、いっぽう相手摩擦金属には金との凝着が弱い摩擦金属の組み合わせが必要である。なお金が空気中よりも真空中ですぐれた潤滑性を示す理由については第7章で述べる。

6.4.2 銀 膜

図101はSUJ 2円板にイオンプレーティングした銀膜をSUS 440C 鋼球で乾燥空気、酸素、アルゴンガス中で摩擦したときの摩擦特性である。金膜の摩擦特性は雰囲気ガスによってあまり変化しなかったが、銀膜では雰囲気ガスによって大幅に変化している。すなわち酸素ガス中の摩擦係数が一番大きく、ついで乾燥空気、アルゴンガスの順に低下している。

図102は上記雰囲気ガス中の摩擦回数70回における円板、鋼球の摩耗痕である。アルゴンガス中の摩耗痕の幅が一番小さく、摩耗痕の中央部で部分的に膜の破断を生じている。乾燥空気中では膜の破断割合が増加し、酸素ガス中では膜は完全に破断し、下地金属も著しく損傷している。金に比較して銀では酸素の存在が摩擦特性に非常に悪影響を与えているのは6.3.2で述べたように銀酸化物の影響である。アルゴンガス中で一番摩擦係数が低いのは銀の酸化が起きにくいからである。

図103は図96と同一摩擦金属組み合わせにおける真空中の摩擦特性である。真空中ではいずれの摩擦金属組み合わせでも乾燥空気中よりも摩擦係数は大幅に低下し膜の寿

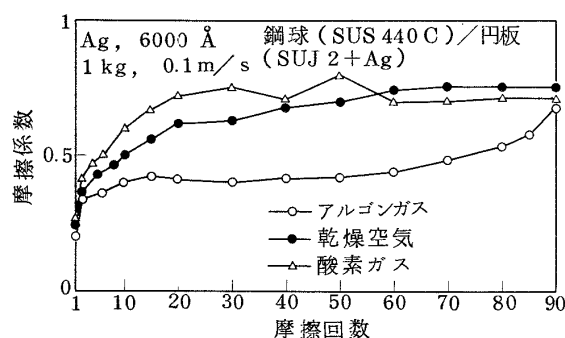


図101 イオンプレーティング銀膜の摩擦特性に及ぼす雰囲気ガスの影響

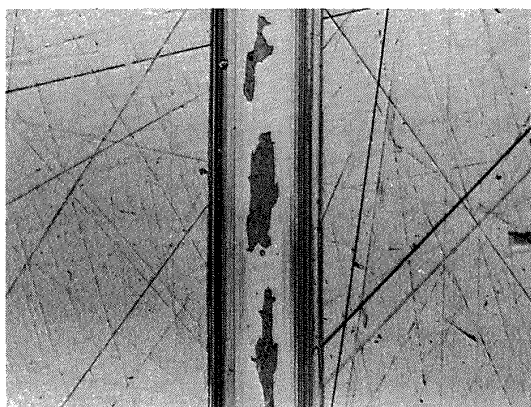
命も非常に増大している。摩擦回数1000回まではSUS 440C 鋼球／SUJ 2円板の金膜におけると類似の摩擦特性を示しているが、金膜では摩擦係数が最小値に達した後急激に上昇したが、これに対し銀膜ではこれ以後も低い摩擦係数で推移する。金膜の最適の組み合わせであるSUS 440C 鋼球／SUJ 2円板でも膜が破断する摩擦回数は3000回程度であったのに対し、銀膜では最も悪い摩擦組み合わせであるSUJ 2同士でも膜が破断する摩擦回数は340,000回に大幅に増大し、SUS 440C 鋼球／SUJ 2円板では1,600,000回でもまだ銀膜の全面破断を生じていない。

以上のように銀は空気中で金膜に劣るが、真空中では金膜よりはるかにすぐれた摩擦特性を示し、かつ摩擦金属組み合わせの影響を受けることも少ないという点でも有利である。銀は表面の酸化銀を介して鋼球の酸化物に強く凝着するが、真空中においては銀酸化物、鋼球の表面酸化物が減少するため鋼球に銀が付着しにくいことによると考えられる。このことはアルゴンガス中においてもみられたが、ただしこの場合摩擦係数は低いのであるが膜の破断は摩擦回数90回で生じ、真空中に比較すると問題にならないほど短い。これはガス雰囲気中では脱落した金属粉や摩擦金属に対するガス吸着のため再付着による膜の自己補修性が期待できないのに対し、真空中ではガス吸着が減少するため再付着による自己補修作用が大きいと考えられる。

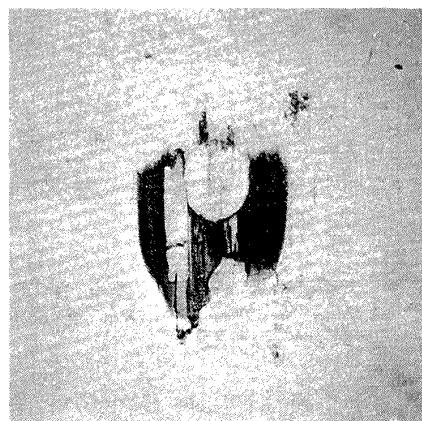
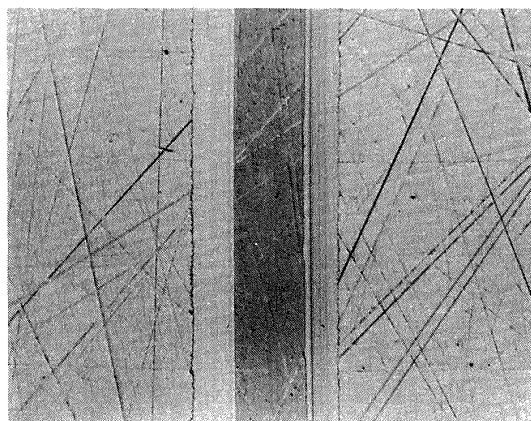
以上のように金とく銀は真空中においてすぐれた潤滑性を示し、超高真空用潤滑剤として非常に適している。なお金、銀の潤滑機構の比較検討については第7章で行うこととする。

6.5 金膜の摩擦特性に及ぼす湿度の影響

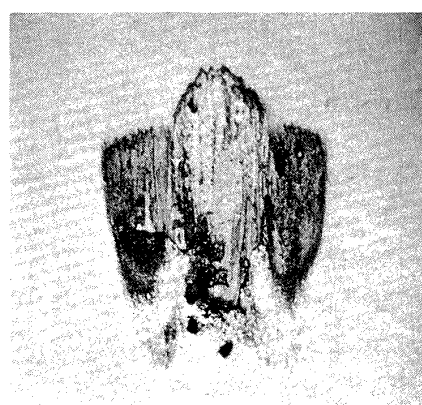
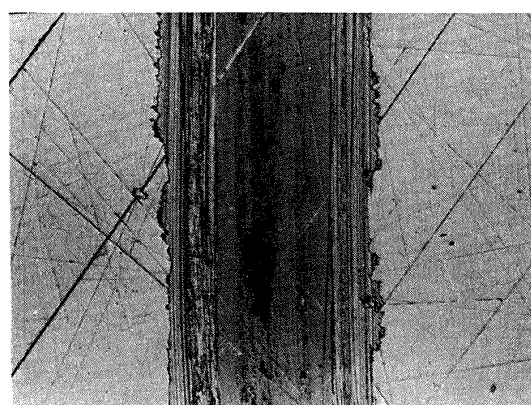
金属薄膜による潤滑においては6.3.1で明らかにしたように、下地金属と金属膜との付着が強固で、いっぽう相手摩擦金属面に対する凝着が弱いほど摩擦係数が低く



アルゴンガス, 摩擦回数 $n = 70$



乾燥空気 $n = 70$



酸素ガス $n = 70$

0.5 mm

図 102 鋼球 (SUS 440C) / 円板 (SUJ 2+Ag) の摩耗痕と雰囲気ガス

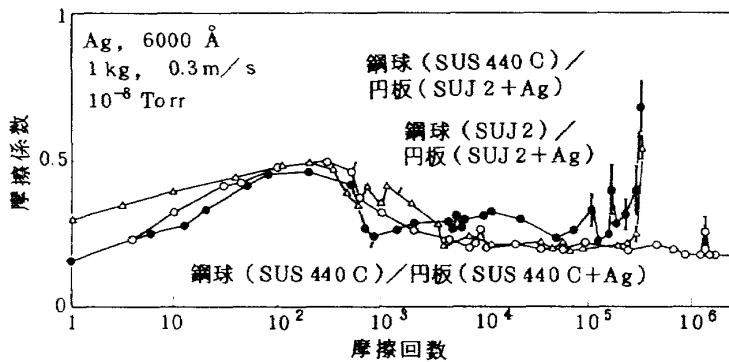


図 103 イオンブレーティング銀膜の真空中の摩擦特性

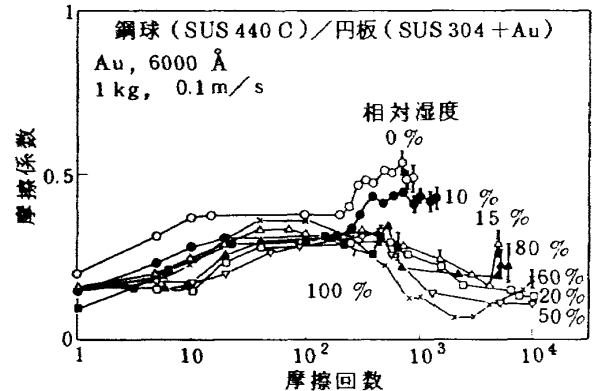


図 104 イオンブレーティング金膜の摩擦特性に及ぼす湿度の影響

膜の寿命も長い。この潤滑機構からいって金属薄膜潤滑においては空気中の湿度によっても非常に大きな影響を受けるであろうと考えられる。

図104は空気中の相対湿度を種々変化したときの金膜の摩擦特性で、図105は円板、鋼球の摩耗痕である。予想どおり金膜の摩擦特性は空気中の相対湿度によって非常に大きな影響を受けている。相対湿度0の乾燥空気中においては繰返し摩擦回数900回で金膜は完全に破断し、図105に示したように下地金属の酸化を生じ摩耗痕の損傷が著しい。相対湿度が増加するにしたがって摩擦係数は低下し膜が破断する摩擦回数は相対湿度10%では1000回、15%では5000回程度に増大している。相対湿度20%では急激に膜の寿命は増大し、摩擦回数100,000回においても低い摩擦係数を示し、図105から明らかなようにまだ金膜の破断は生じていない。相対湿度30, 40, 50%と増加するにしたがってさらに摩擦係数は低下し、摩擦回数10,000回においても膜が破断しないことは20%におけると同じであるが摩耗痕の幅は減少している。しかし相対湿度60%では摩擦回数3000回から摩擦係数は増大し摩擦回数10,000回における摩耗痕は著しい損傷を生じている。さらに相対湿度が80%に増加すると、膜が破断する摩擦回数は6,000回に低下し、摩耗痕の損傷も相対湿度60%の摩擦回数10,000回におけると同程度になっている。相対湿度100%すなわち水中で摩擦したときは膜が破断する摩擦回数は700回に大幅に低下している。

図106は摩擦回数1500回における摩擦係数および摩擦回数10,000回における円板の摩耗痕の幅と相対湿度との関係である。摩擦回数1,500回における摩擦係数をとったのはこの付近から摩擦係数がほぼ一定するためである。摩擦係数は相対湿度の増加とともに減少しているが、摩耗痕の幅は相対湿度30~50%間で低い値を示し、

これより相対湿度が減少してもあるいは増加しても摩耗痕の幅は増加する。このように金膜は相対湿度30~50%間ですぐれた潤滑性を示す。

金膜の摩擦特性に空気中の湿度が非常に大きな影響を及ぼす理由としてはつぎのように考えられる。相対湿度の増加とともに金膜上にしだいに厚い水の吸着膜が形成されて鋼球面への金の凝着が減少するため摩擦係数が低下し膜の寿命が増大する。しかし相対湿度が著しく大きくなると、金膜上に水の膜が形成されるようになり、このため金膜のクラックへ水が侵入して膜をはく離しやすくと同時に摩擦金属の酸化が促進され膜の寿命は減少する。したがって膜の寿命からいって最適の湿度範囲が存在することになる。

以上の結果から金属薄膜潤滑に関する従来の多くの実験が空気中で湿度を考慮することなく行われたことは再検討を要しよう。すなわち異なった相対湿度下で行った金属薄膜の摩擦係数、膜の寿命の比較は全く無意味であるといえる。これまでの空気中における実験を乾燥空気中で行ったのはこの湿度の影響を避けるためであった。

6.6 金、銀膜の摩擦特性に及ぼす雰囲気温度の影響

5.9でスパッタリング金膜の真空加熱処理における温度の影響について述べたが、ここではイオンブレーティング金、銀膜の摩擦特性に及ぼす雰囲気温度の影響について検討する。

6.6.1 金 膜

(1) 空気中

図107はSUJ2円板にイオンブレーティングした金膜を各種温度においてSUS440C鋼球で摩擦したときの摩擦特性である。なお図107において18°Cは乾燥空気中で、これ以外は大気中(相対湿度30%)で実験を行った。

18°Cでは膜の破断する摩擦回数は約1000回であるが、

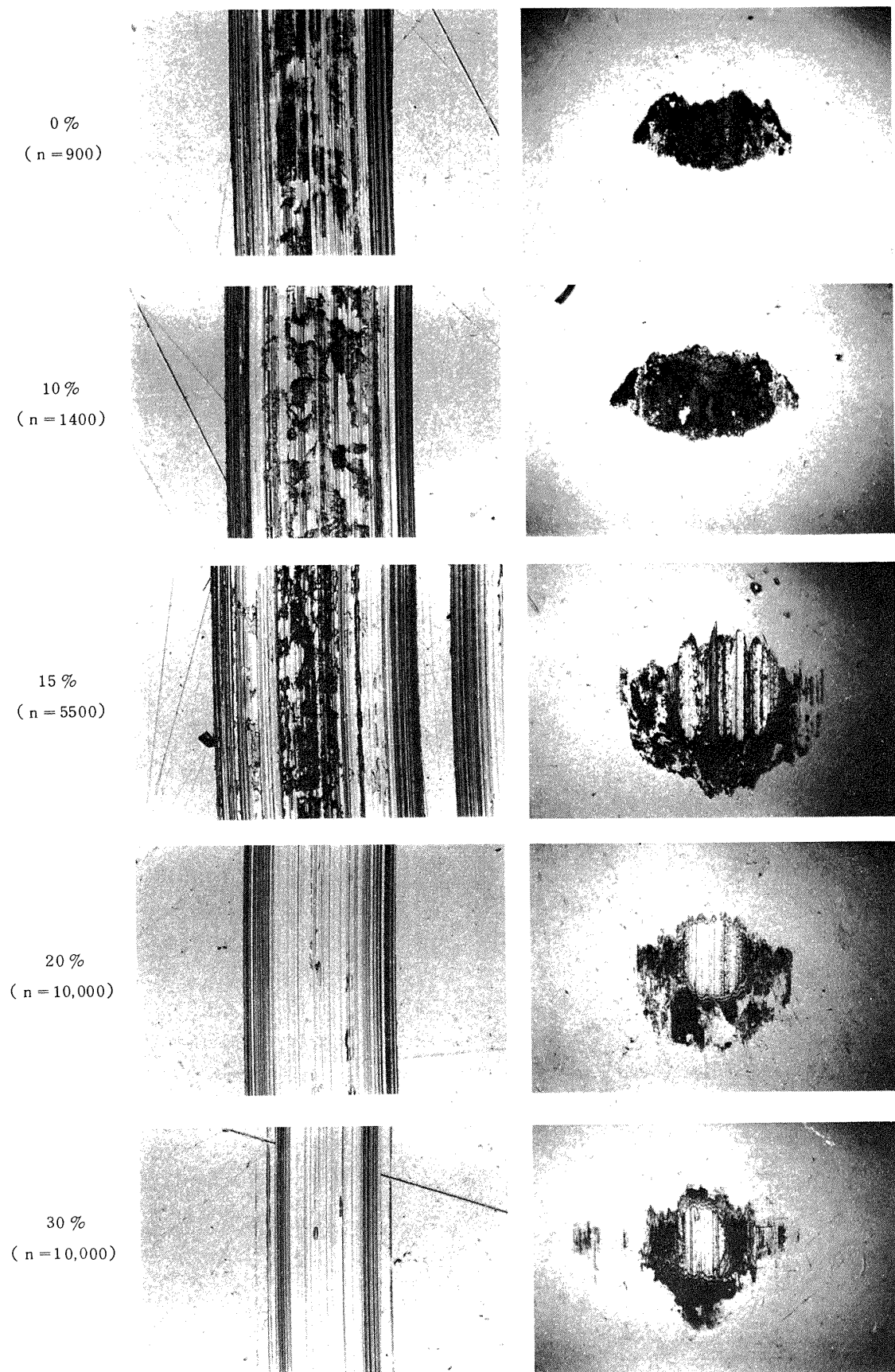


図 105 鋼球 (SUS 440C) / 円板 (SUS 304+Au) の摩耗痕と湿度 (続く)

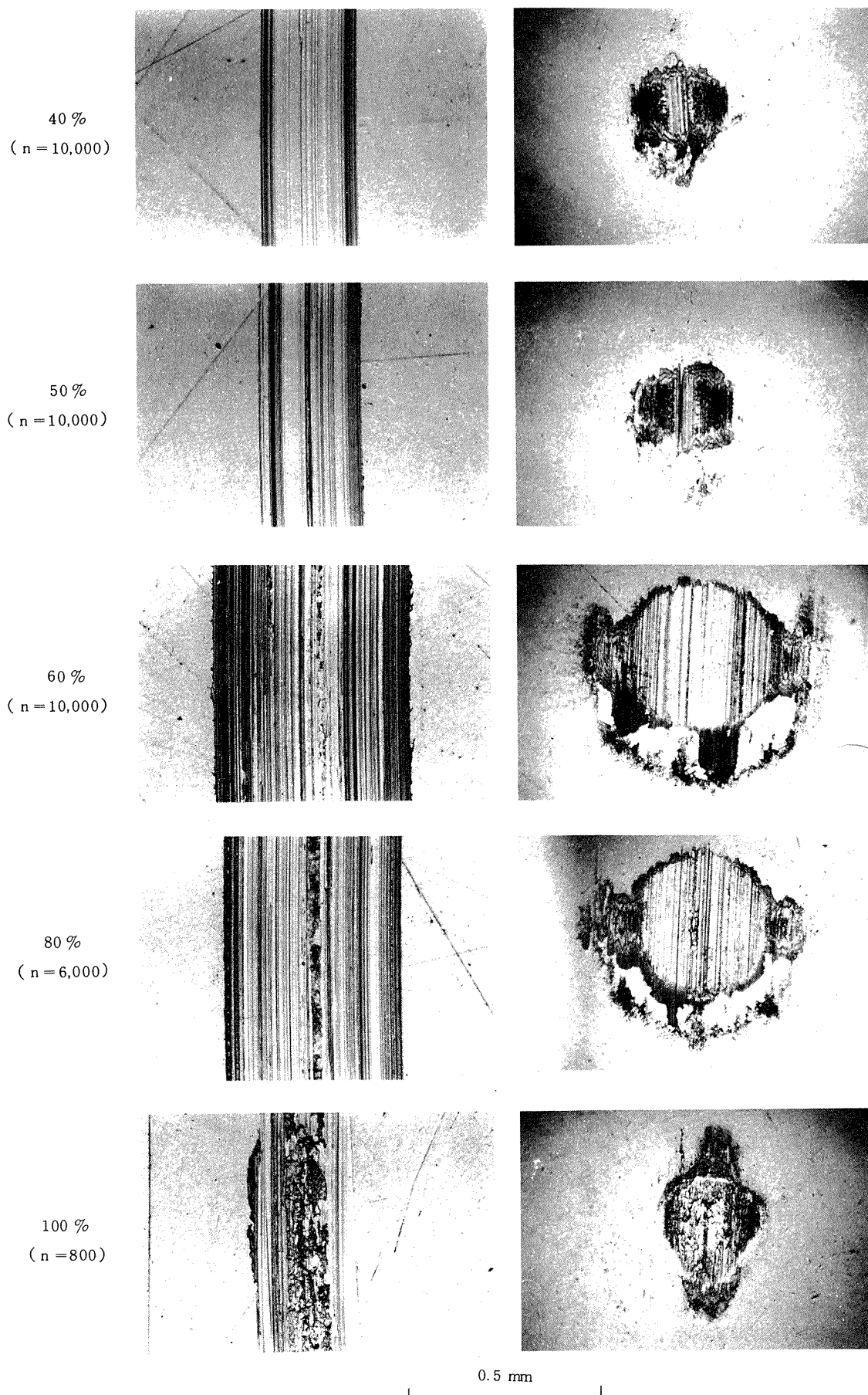


図 105 鋼球 (SUS 440C) / 円板 (SUS 304+Au) の摩耗痕と湿度

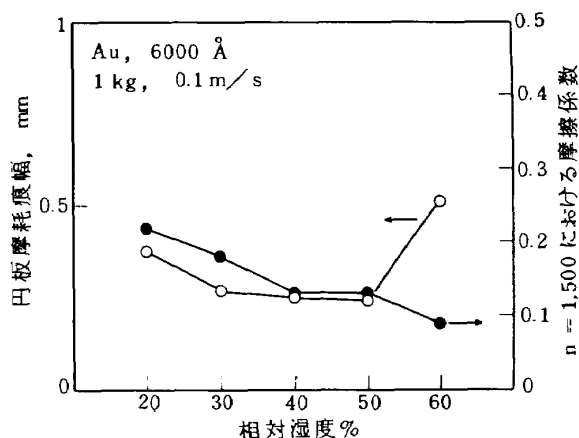


図 106 円板摩耗痕幅および摩擦係数と相対湿度

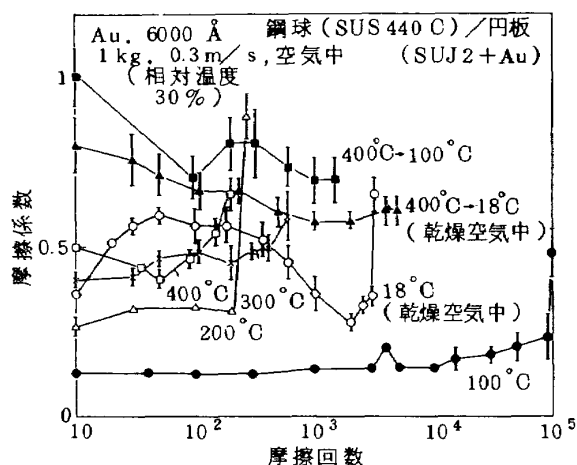


図 107 イオンプレーティング金膜の摩擦特性に及ぼす温度の影響（空气中）

100°Cでは摩擦係数が大幅に低下するとともに10,000回以上に増大している。しかし200°Cになると摩擦係数は増大し、膜が破断する摩擦回数は200回に大幅に低下している。300°Cでは金膜は金色が消失して変色し、膜が破断する摩擦回数は200°Cにおけると同程度であるが、摩擦係数はさらに増大している。400°Cでは摩擦係数にあまり大きな変化はみられないが、膜が破断する摩擦回数は100回以下に減少している。なお図107に400°Cに加熱した後室温まで冷却し、ついで18, 100°Cで摩擦した結果も示したが、いずれも加熱前よりも摩擦係数は非常に増大しており、400°C加熱によって金膜の性状が大幅に変化したことを示している。

以上の結果から、金膜は空气中では200°C以上での使用は困難である。このように200°C以上で膜の潤滑性が急激に劣化するのは金膜と下地金属の相互拡散の度合いが大きくなることと、鋼球の酸化も著しくなるためと考え

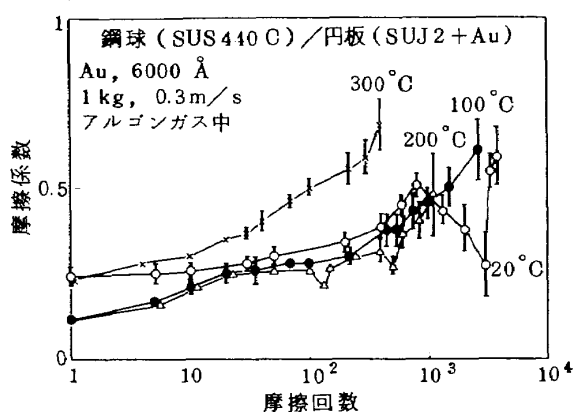


図 108 イオンプレーティング金膜の摩擦特性に及ぼす温度の影響（アルゴンガス中）

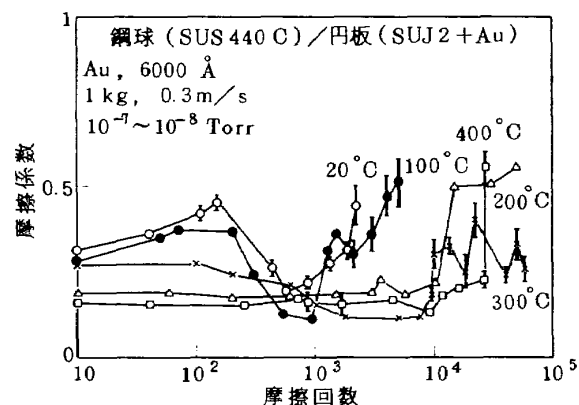


図 109 イオンプレーティング金膜の摩擦特性に及ぼす温度の影響（真空中）

られる。なお100°Cでとくに摩擦係数が低くかつ膜の寿命も著しく増大しているのは、界面での相互拡散により膜の付着強さが増加するためか、あるいは鋼球面に形成された酸化膜が金の凝着を防ぐためではないかと考えられる。この点については後で再検討する。

(2) アルゴンガス中

図108はアルゴンガス中における金膜の各種温度における摩擦特性である。20, 100°Cとも摩擦回数800回まではほぼ同じ摩擦係数を示し、これ以上から摩擦係数の変動が大きくなり膜が破断する。このようにアルゴンガス中では20°Cと100°Cの摩擦特性にほとんど相違が認められないことから、空气中で100°Cの低い摩擦係数と膜の寿命の著しい増加は界面での相互拡散よりも鋼球面に形成された酸化膜によるところが大きいといえる。

アルゴンガス中では200°Cでも20, 100°Cとほぼ同じ摩擦特性を示し、膜が破断する摩擦回数も若干減少し

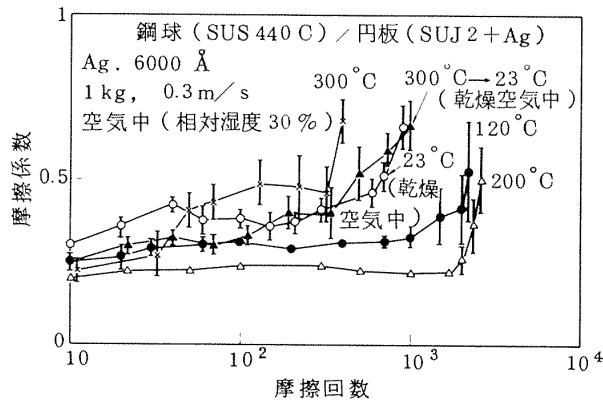


図 110 イオンプレーティング銀膜の摩擦特性に及ぼす温度の影響（空气中）

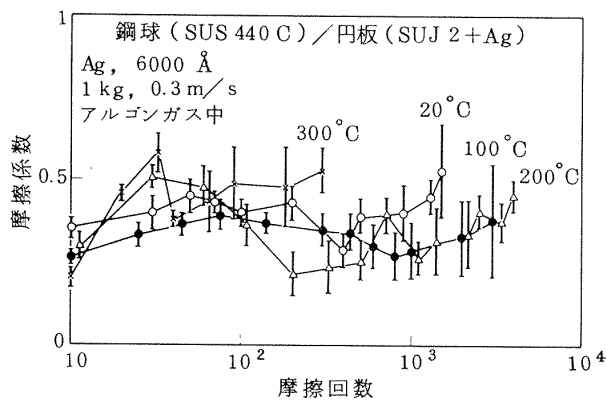


図 111 イオンプレーティング銀膜の摩擦特性に及ぼす温度の影響（アルゴンガス中）

ている程度で、空气中的膜が破断する摩擦回数の200回に比較して非常に増加している。この相違はアルゴンガス中では摩擦金属の過度な酸化が防止されるためと考えられる。しかしアルゴンガス中でも300°Cになると摩擦係数は増大し、膜が破断する摩擦回数も100回程度に著しく減少している。300°Cではアルゴンガス中においても金膜の金色が消失し、下地金属との相互拡散がかなり進んでいる。アルゴンガス中では空气中よりは使用限界温度はやや高くなるが、300°Cでの使用は困難である。

(3) 真空中

図 109 は真空中における金膜の各種温度における摩擦特性である。20°Cではすでに述べたように摩擦係数はある摩擦回数から急激に低下して最小摩擦係数に達し、ついで上昇し摩擦回数2000回付近で膜の破断を生じている。100°Cにおいても金膜の摩擦係数は20°Cにおけるよりも若干低下しているが、摩擦特性は20°Cにおける

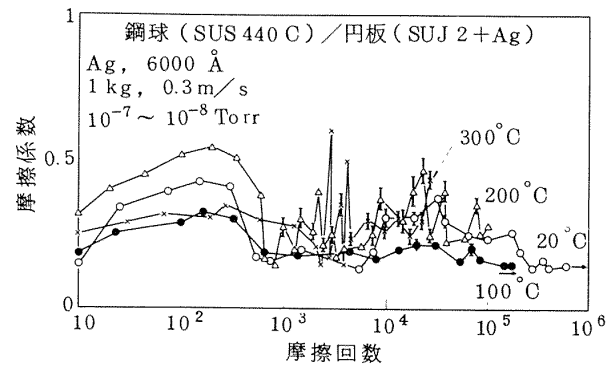
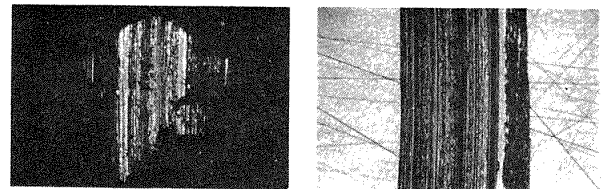


図 112 イオンプレーティング銀膜の摩擦特性に及ぼす温度の影響（真空中）

200°C, 摩擦回数 $n = 100,000$



300°C, 摩擦回数 $n = 28,000$

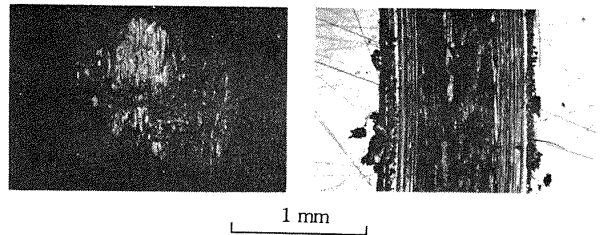


図 113 鋼球 (SUS 440 C) / 円板 (SUJ 2+Ag) の 200, 300°C における摩耗痕

と同一傾向を示している。しかし200°Cでははじめから20°Cの最小摩擦係数に相当する低い摩擦係数を示し、膜が破断する摩擦回数も10,000回近くに増大している。300°C, 400°Cでも200°Cにおけると同じ摩擦特性を示し、真空中ではかなりの高温まですぐれた潤滑性を示す。しかし300°Cでは下地金属の金膜への熱拡散が大きく膜は銀色に変色している。したがって金膜を高温で用いるときは、下地金属が鉄系材料である場合は界面に拡散防止層を設けるか、あるいは拡散し難い材料を下地金属に用いる必要がある。

6.6.2 銀 膜

(1) 空气中

図 110 はSUJ 2円板にイオンプレーティングした銀膜を各種温度においてSUS 440C鋼球で摩擦したときの摩擦特性である。なお図 110 において金と同様 23°C は乾燥空

真空中で、これ以外は大気中（相対湿度 30%）で実験を行った。

200°Cまでは温度上昇とともに摩擦係数は低下し、膜が破断する摩擦回数も増加している。しかし 300°Cでは室温におけるよりも摩擦係数は増大し、膜が破断する摩擦回数も減少している。ただし銀では金と違って 300°Cに加熱しても少し白色化するだけで、金のように著しい変色は生じていない。この点からいって銀では金におけるほど界面における相互拡散が起り難いことがわかる。このことは 300°C加熱後 23°C に冷却し摩擦したときの摩擦特性が加熱前の摩擦特性とほぼ同一であることから明らかである。この結果は第 5 章で述べたように金膜と銀膜とでは温度上昇による相互拡散層の形成に大きな相違があることを裏づけている。

(2) アルゴンガス中

図 111 はアルゴンガス中の各種温度における銀膜の摩擦特性である。アルゴンガス中においても空気中におけると同様な摩擦特性を示し、300°Cになると摩擦特性はやはり悪化している。

(3) 真空中

図 112 は真空中の各種温度における銀膜の摩擦特性である。20°Cにおいては摩擦回数 500 回付近から摩擦係数が低下して最小値に達しついでこの状態で推移し、摩擦回数 1,000,000 回でも膜の破断は生じていない。100°Cにおいても 20°C におけると同様な摩擦特性を示している。しかし 200°Cでは摩擦回数 2,000 回以上で摩擦係数が不規則に変動し、そのピークは 0.4 を越えるが全体として 0.25 付近の値を維持する。摩擦回数 10,000 回近くから摩擦係数は増大し 0.4 まで上昇するが、30,000 回で再び低下し、その後 100,000 回まで 0.2~0.3 の安定した摩擦係数を示す。以上の経過から、200°Cでは銀膜は早期に部分破断するが銀の軟化による流動性増加が効果

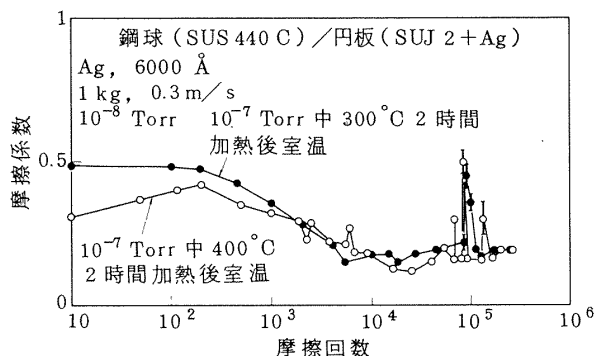


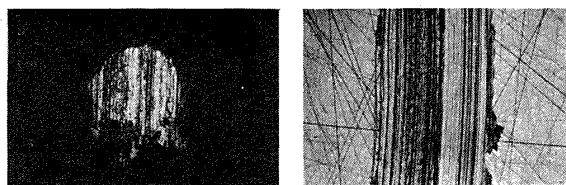
図 114 イオンプレーティング銀膜の摩擦特性に及ぼす加熱処理の影響（真空中）

を示し、これ以後も銀の潤滑作用が保持されていることがわかる。

300°Cでは摩擦回数 2,000 回までは摩擦係数は低い安定した値を示すが、これ以後は著しく変動しピーク値は 0.6 を越える。摩擦回数 4,500 回くらいから摩擦係数の平均値は 0.2~0.3 程度であるが、瞬時ピーク値は 0.5 を越え、摩擦音も大きい。ついで摩擦係数は摩擦回数 24,000 回からしだいに増大し、28,000 回で 0.43 に達している。図 113 は 200, 300°C の摩擦回数 100,000, 28,000 回における円板の摩耗痕である。300°Cでは 200°Cよりも少ない摩擦回数において下地金属同士接触による表面損傷が著しい。このように 300°Cでは摩擦回数 2,000 回以上で銀膜の潤滑性は著しく低下するが、2,000 回までは低摩擦を示すことから荷重が低い場合には 300°Cでも潤滑能力を持つと思われる。

図 114 は真空中で 300, 400°C に 2 時間保持しついで室温に冷却したときの真空中の摩擦特性である。300°C 2 時間加熱後の摩擦特性は加熱前と同様で、温度履歴による影響はない。摩擦係数は摩擦回数 100,000 回近くで一時的に増大するが、その後再び低下し 0.15~0.20 の安定した値を 250,000 回まで維持する。400°C 2 時間加熱でも 300°Cにおけると同様の摩擦特性を示し、摩擦回数 250,000 回後でも 0.20 前後の摩擦係数であるが、その変動幅は 300°C加熱よりも大きい。図 115 は両者の円板の摩耗痕で、400°C加熱では下地金属同士接触による損傷が著しく、鋼球への銀の付着量も少ない。このことは 400°C

300°C 2 時間加熱室温
摩擦回数 $n = 250,000$



400°C 2 時間加熱後室温
摩擦回数 $n = 250,000$

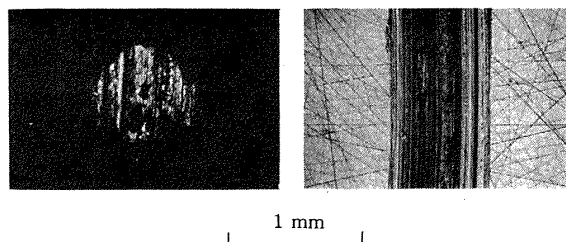


図 115 鋼球 (SUS 440C) / 円板 (SUJ 2+Ag) の真空加熱後室温における摩耗痕

2時間加熱により銀膜と下地金属との拡散がかなり進行し、膜の潤滑性が低下したことを示している。

以上から銀膜は金膜より下地金属の熱拡散が起りにくいいため 200°C でも使用可能である。また摩擦条件が厳しくなければ 300°C においても短時間ならば使用可能である。

6.7 第6章の結論

イオンプレーティング金、銀膜の各種条件下におけるすべり摩擦特性を明らかにするために実験を行ったが、主な結果はつぎのとおりである。

(1) イオンプレーティング金膜の摩擦特性は印加電圧の高いほどよくなるが、まわりこみ率は 4 kV 以上から急激に低下するため印加電圧は 4 kV に制限される。

(2) 金の摩擦特性は摩擦金属組み合わせによって大幅に変化し、金膜と下地金属との付着が強く、いっぽう相手摩擦金属との膜との間の凝着の少ない組み合わせが低い摩擦係数と長い膜の寿命を与える。この最適な組み合わせは鋼球 (SUS 440C) / 円板 (SUJ 2+Au) である。

(3) 銀の摩擦特性に及ぼす摩擦金属組み合わせの影響は金に比較して非常に少ない。

(4) 金は空気中よりも真空中ですぐれた潤滑性を示す。空気中では繰返し摩擦回数約 500 回で金膜が破断するのに対し、真空中では 2000~3000 回に増大する。

(5) 銀は空気中では金に比較して摩擦係数は非常に大きく約 100 回程度の繰返し摩擦で膜が破断する。しかし真空中では金と同等の低い摩擦係数を示すとともに膜の寿命は金よりも著しく増大し、繰返し摩擦回数 1,600,000 回でも膜の破断を生じない。

銀は空気中では金よりもはるかに劣るが、真空中では金よりもすぐれた潤滑性を示す。

(6) 金膜の摩擦特性は空気の湿度によって大きな影響を受ける。金膜の寿命は相対湿度が増加するにしたがって増大し、相対湿度 20~50 % で最大となり、これ以上では相対湿度の増加とともに減少する。

(7) 金膜の使用限界温度は鉄系材料を下地金属としたときは 200°C 内外で、銀膜は金膜より下地金属との熱拡散が起りにくいいためこれよりもやや高い。しかしさらに高温で使用するためには金属膜と下地金属との界面に拡散防止層を設ける必要がある。

第7章 イオンプレーティング金、銀膜の潤滑機構

7.1 まえがき

第6章で明らかにしたように金と銀の潤滑作用は非常に異なっている。金の摩擦特性は摩擦金属組み合わせによって大きな影響を受け、空気中よりも真空中ですぐれた潤滑性を示す。これに対し銀の摩擦特性は摩擦金属組み合わせの影響を受けることが少なく、空気中では金と比較にならないほど潤滑性が悪いが、しかし真空中では金よりもはるかにすぐれた潤滑性を示す。

本章では金、銀のこのような摩擦特性の相違がどうしてあらわれるかを第6章の実験結果をもとにして検討し、金、銀の潤滑機構について考察する。

7.2 金膜の潤滑機構

摩擦特性に及ぼす摩擦金属組み合わせと雰囲気の影響を主体にして考察を進めるが、摩擦金属組み合わせとしては鋼球 (SUJ 2) / 円板 (SUJ 2+Au) の組み合わせが最も悪く、鋼球 (440C) / 円板 (SUJ 2+Au) の組み合わせが最もよかったことから以下この両者を取りあげることにする。図 116 は以下の議論のため図 95, 図 100 からこの両

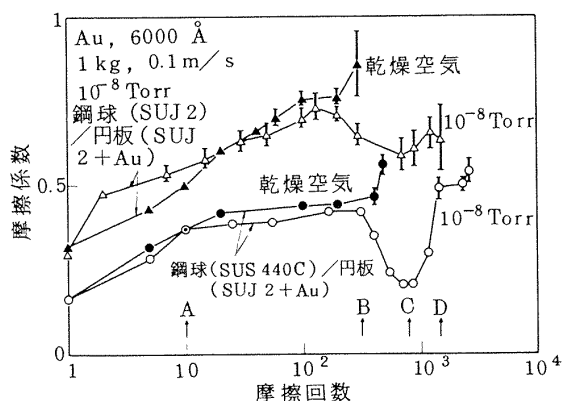


図 116 イオンプレーティング金膜の乾燥空気、真空中における摩擦特性

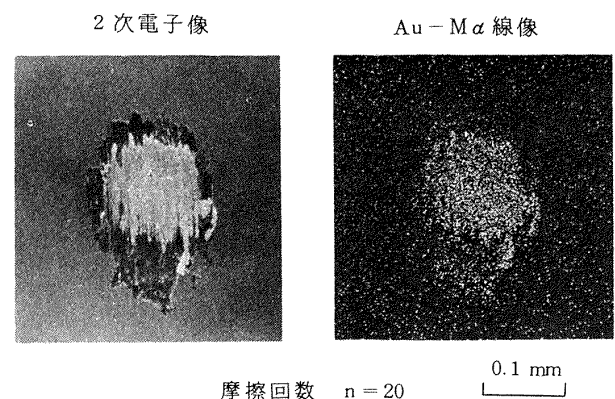


図 117 鋼球 (SUJ 2) / 円板 (SUJ 2+イオンプレーティング金膜) の鋼球摩耗痕の XMA 写真 (乾燥空気中)

者の乾燥空气中、真空中の摩擦特性を比較して示したものである。

7.2.1 鋼球 (SUJ 2) / 円板 (SUJ 2+Au) の場合

摩擦係数は乾燥空気、真空中とも摩擦回数10回で0.5を越え、100回で0.7~0.75に達する。図117は乾燥空气中で20回摩擦したときの鋼球の摩耗痕のXMA写真である。僅か20回の摩擦によって鋼球面に多量の金が付着しており、SUJ 2には金が付着しやすくせん断は金膜内部に発生することを示している。このようにSUJ 2鋼球では金膜内部でせん断が起るため摩擦係数が大きく、空气中、真空中の摩擦係数もほぼ同一となる。

繰返し摩擦によって金膜が薄くなると、空气中の場合には塑性流動で生じたクラックをとうして下地金属へのガス吸着や酸化が起り、せん断は時として、金膜内部ではなく、金膜と下地金属の界面でも発生するようになる。ついで鋼球と円板下地金属との直接接触の機会が増加し、部分破断から全面破断へと進行する。

いっぽう、真空中では部分破断を生じて、金属面へのガス吸着や酸化が起りにくいため破断部分への再付着による補修も行われやすく膜の寿命は空气中よりも長くなる。図118は真空中で1690回摩擦後の鋼球摩耗痕のXMA写真である。円板上にはほとんど金は存在していないが、鋼球面には多数回摩擦後もまだ金の存在が認められ、真空中では金膜が薄くなっても潤滑性を保っている。

7.2.2 鋼球 (SUS 440C) / 円板 (SUJ 2+Au) の場合

図116において摩擦係数はA-B間で最大となり、このときの空气中、真空中の摩擦特性はほぼ同じで、最大摩擦係数は約0.4である。空气中では摩擦係数はB点以降増大し膜が破断する。真空中では逆に摩擦係数は低下してC点で最小の0.2となり、以後不規則に変動しながら増加しD点で膜が破断する。

図119に真空中のA~D間における鋼球、円板の摩耗痕の光学顕微鏡写真を、図120に鋼球摩耗痕のXMA写真を示す。図121は真空中のA~D間の繰返し摩擦回数に対する摩擦係数と鋼球摩耗痕の直径との関係である。これらの結果をもとにA点からD点までの摩擦機構について検討しよう。

(1) A点~B点

図116において摩擦係数は雰囲気気に影響されずほぼ一定である。図120において真空中におけるA~B点の鋼球の摩耗痕には金がほとんど検出されないことから、せん断はSUS 440C 鋼球と金膜との界面で起っていると考えられる。真空中においてもSUS 440C 鋼球の表面には不

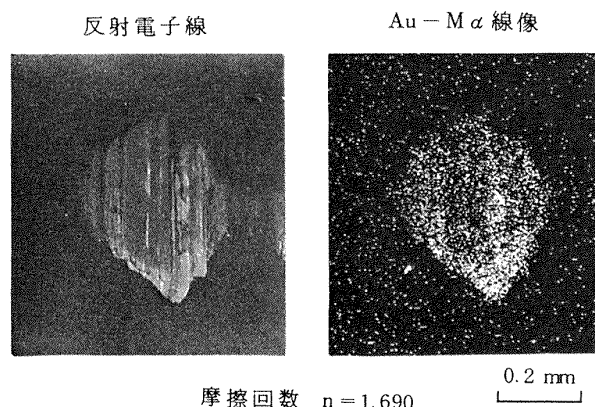


図118 鋼球 (SUJ 2) / 円板 (SUJ 2+イオンプレーティング金膜) の鋼球摩耗痕のXMA写真 (真空中)

可避の汚染物や酸化クロム膜があり、とくに酸化クロムには金が凝着しにくい。したがって真空中においても最初に鋼球面に存在するこれらの膜が破断しないかぎり金は凝着しにくく、せん断は主として鋼球面と金膜との界面で発生することになる。このためA~B間の摩擦係数は雰囲気にかかわらずほぼ一定となる。

SUS 440C 鋼球の場合せん断は主として鋼球面と金膜との界面で生じていることから、この界面のせん断強さを求めるとつぎのようになる。図116、図120から摩擦回数100回の際の摩擦力 $F = 0.43 \text{ kg}$ 、摩擦面積 $A = 0.0194 \text{ mm}^2$ であるから、せん断強さ S は

$$S = F/A = 0.43/0.0194 = 22.2 \text{ kg/mm}^2 \quad (4)$$

となる。

いっぽう、金のせん断強さ S_{Au} はSUJ 2鋼球の図116および図117の空气中で20回摩擦した鋼球摩耗痕上の金分布から、摩擦力 $F = 0.55 \text{ kg}$ 、金の付着している面積 $A = 0.0128 \text{ mm}^2$ であるから、

$$S_{Au} = F/A = 0.55/0.0128 = 43.0 \text{ kg/mm}^2 \quad (5)$$

となり、この値は金の硬さ $20 \sim 60 \text{ kg/mm}^2$ からみてほぼ妥当と考えられる。

(2) B点~C点

図121からB点からC点までの鋼球の摩耗痕径はほぼ一定である。この結果からB点において金膜はかなり薄くなっているものと考えられる。したがって空气中では7.2.1で述べたと同じ機構で金膜が破断し、B点より摩擦係数は増大する。しかし真空中ではB点からかえって摩擦係数は低下し、膜が薄くなってもなお潤滑性を保持し、C点で摩擦係数は最小となる。B点からC点への摩擦係数の低下の理由としてはつぎのようなことが考えられる。

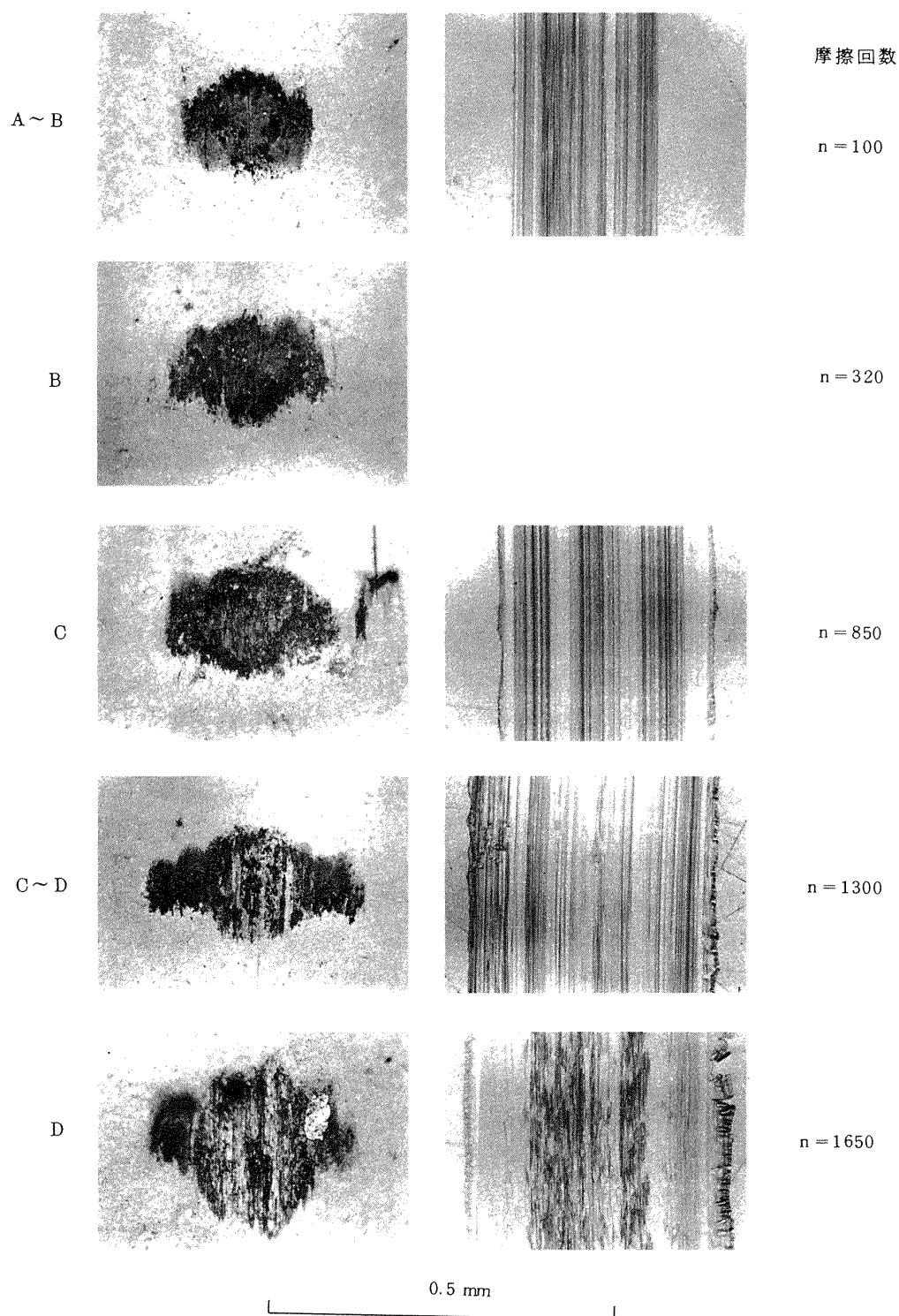


図 119 鋼球 (SUS 440C) / 円板 (SUJ 2+イオンブレーティング金膜) の
摩耗痕と摩擦回数 (真空中)

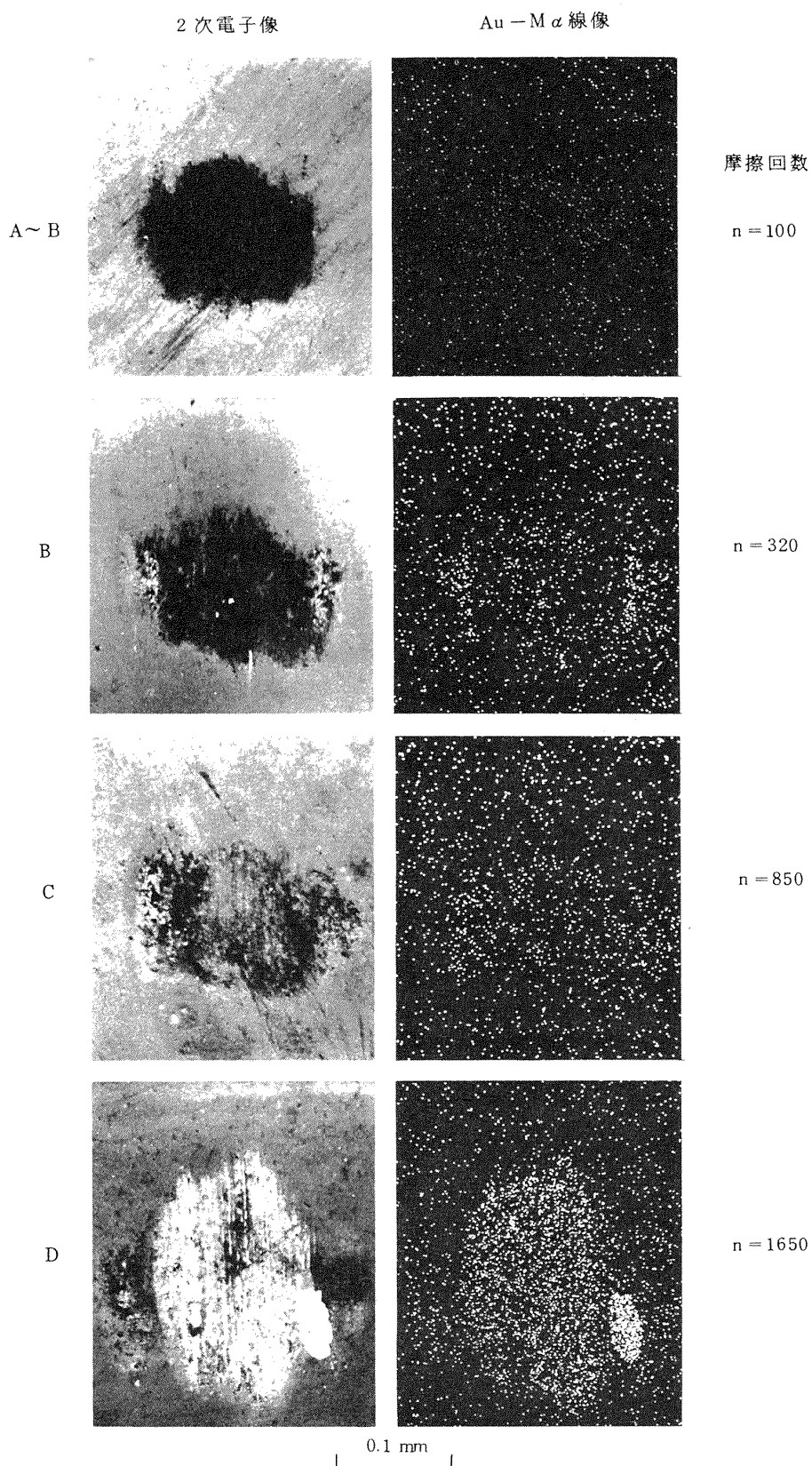


図 120 鋼球 (SUS 440C) / 円板 (SUJ 2+1 オンプレーティング金膜) の
鋼球摩耗痕の XMA 写真 (真空中)

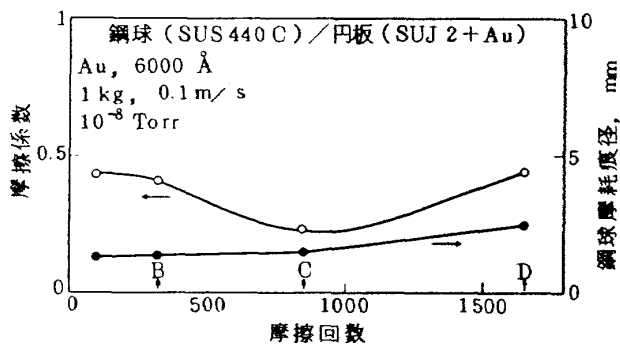


図121 摩擦係数および鋼球摩耗径と摩擦回数

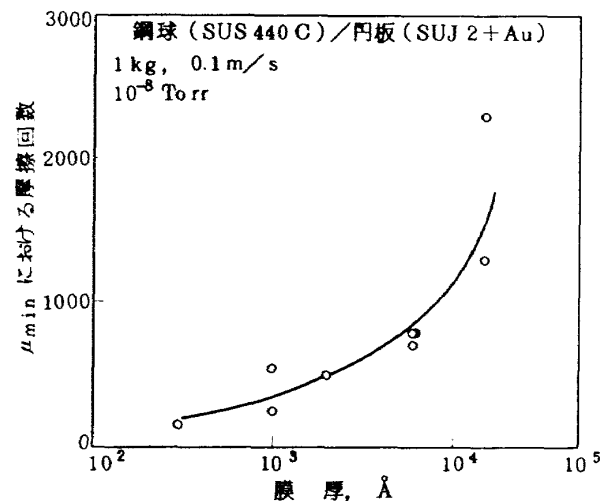
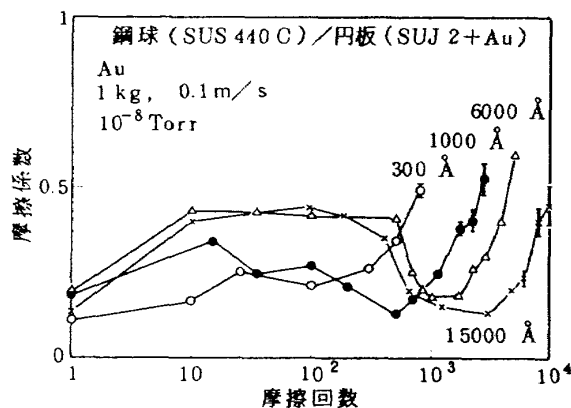
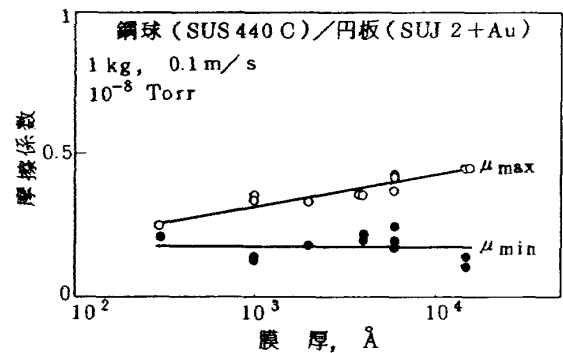
図123 μ_{\min} における摩擦回数と膜厚

図122 イオンブレーティング金膜の摩擦特性に及ぼす膜厚の影響 (真空中)

図124 μ_{\min} および μ_{\max} と膜厚

(a) 金の加工硬化による真実接触面積の減少, 金は加工硬化しやすく, 焼鈍状態で $20 \sim 25 \text{ kg/mm}^2$ の硬さが加工硬化により 60 kg/mm^2 まで増加する。本実験におけるような薄膜潤滑の場合, 荷重は下地金属で支えられていることから加工硬化による金の流動性の低下が真実接触面積を減少させることが考えられる。

(b) 摩擦の繰返しとともに金膜が外側に排除されることによる周辺部の真実接触面積の減少, これは膜厚効果を意味しており, 図122に金膜の膜厚を変化したときの摩擦特性を示す。図123, 図124は図122から求めた膜厚とC点の最小摩擦係数 μ_{\min} における繰返し摩擦回数, 膜厚とA～B点間の最大摩擦係数 μ_{\max} および μ_{\min} との関係である。図123で膜が厚いほど μ_{\min} における繰返し摩擦回数は増加しているが, 図124から μ_{\min} は膜厚にかかわらずほぼ一定である。したがって μ_{\min} における膜厚ははじめの膜厚にかかわらずほぼ同じと考えられる。いっぽう, μ_{\max} は膜厚の増加とともに増大している。このように膜が厚いほど μ_{\max} と μ_{\min} との差が大きいということは, 繰返し摩擦によって膜厚が減少しそれだけ真実接触面積が減少することを意味している。

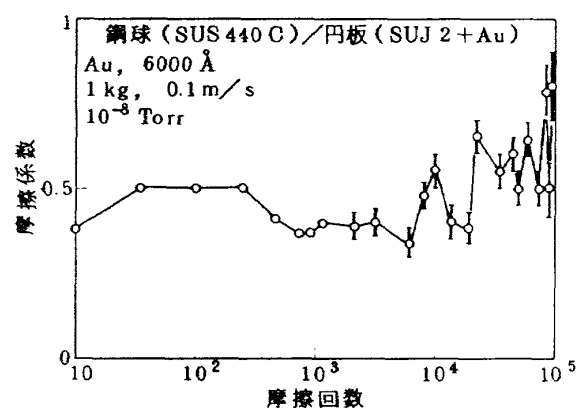


図125 イオンブレーティング金膜の多数回摩擦後の摩擦特性 (真空中)

膜厚 300 Å の場合 $\mu_{\max} = \mu_{\min}$ であることから, C点における膜厚は数 100 Å と考えられる。このように金膜が薄くなっても図120から明らかなようにせん断は鋼球表面と金膜との界面で発生している。

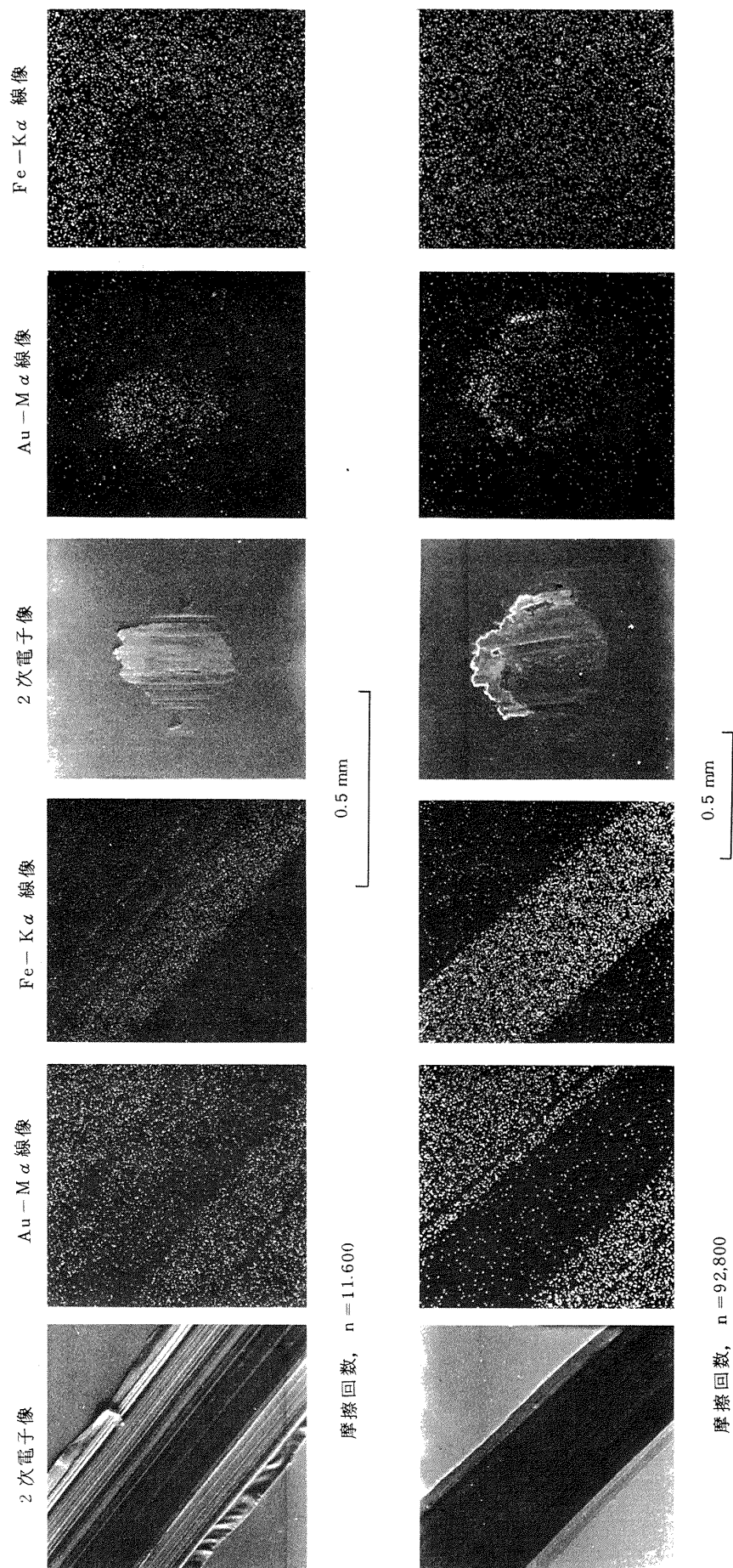


図126 鋼球(SUS 440C)／円板(SUJ 2+1 オンプレーティング金膜)の摩耗痕のXMA写真(真空中)

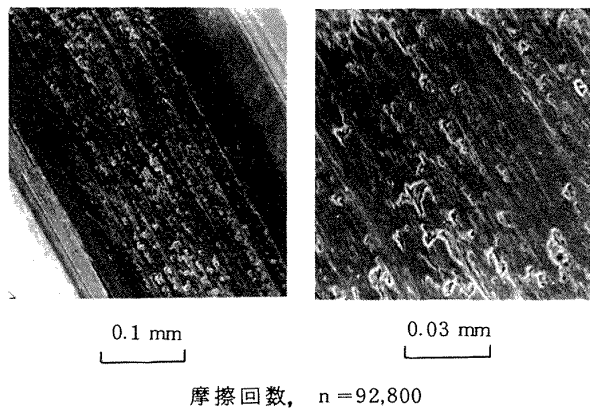


図127 多数回摩擦後の円板摩耗痕の2次電子像

(3) C点～D点

図120のD点のAu Mα像にはA～C点までと異なり鋼球面上に多量の金の付着がみられる。したがってC点を越えると図119にみられるように金膜の部分的破断，鋼球と下地金属との接触，鋼球上の酸化クロムの摩耗，露出した鋼球面への金の付着などが起り摩擦係数の増加，不規則変動の発生および変動幅の増加などが著しくなってくる。

(4) D点以降

真空中においては金薄膜は破断後も鋼球もしくは円板に空气中よりもはるかに再付着しやすく，しかも強固に再付着すると考えられる。したがって金が摩耗粉として脱落することは稀れで，膜の自己補修作用は空气中よりもはるかに大きいと考えられる。このためD点を越えて摩擦を繰返した場合摩擦係数が高く，膜が部分的に破断しても容易に全面破断にはいたらないことが予想される。つぎにこの点について検討しよう。

図125はD点以後の摩擦特性で，図126は摩擦回数11,600，92,800回における円板，鋼球の摩耗痕のXMA写真である。摩擦係数は1500～3000回の繰返し摩擦後には時として0.7まで上昇し変動幅も大きい，平均としては0.5程度で，数万回の摩擦回数までこの状態で推移する。図126から11,600回繰返し摩擦後も鋼球および円板には金が残存しており全面破断にはいたっていない。摩擦回数70,000回付近から摩擦係数はしばしば1を越え変動も大きくなる。92,800回摩擦後の円板の摩耗痕には金が非常に少ない。図127は倍率を高めた円板の摩耗痕の2次電子像で，摩耗痕は著しく損傷している。

図128に空气中，真空中の各摩擦回数における円板の摩耗痕の幅を示す。空气中では摩擦回数の増加とともに摩耗痕の幅は増大し，摩擦回数2000回で完全に膜が破

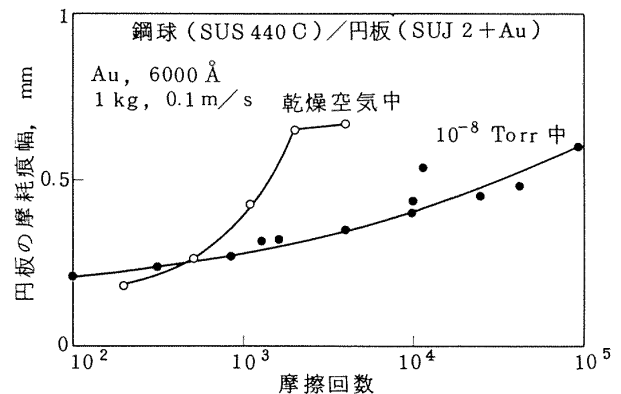


図128 空気，真空中における円板の摩耗痕幅と摩擦回数

断し，このためこれ以後の摩耗痕の幅はほぼ一定する。これに対し真空中では92,800回摩擦後の摩耗痕幅でも空气中の2000回の場合よりも小さい。このことは真空中における金膜の自己補修性の良好なことを示している。

空气中では金膜が部分的に破断すると摩擦金属の酸化が進み，また脱落した金摩耗粉や摩擦金属に対するガス吸着のため再付着による膜の自己補修性が期待できない。このため400回程度の短い摩擦回数で膜は完全に破断する。これに対し真空中では金の再付着による自己補修作用が大きいため膜の寿命は空气中よりもはるかに増大する。しかしこの自己補修作用もSUS 440C鋼球のようにせん断が鋼球面と金膜との界面で生ずるときに顕著にあらわれ，SUJ 2鋼球のように金膜内部でせん断を生ずるときはSUS 440C鋼球におけるほど効果的ではない。このように金は空气中よりも真空中ですぐれた潤滑性を示すが，摩擦金属組み合わせの影響を強く受ける。

7.3 銀膜の潤滑機構

7.3.1 空气中

図96に示したように銀膜は金膜に比較して摩擦係数が大きく膜の寿命が非常に短い。また摩擦特性に対する摩擦金属組み合わせの影響も少ない。図129はSUJ 2円板上の銀膜をSUS 440CおよびSUJ 2鋼球で20回摩擦したときの鋼球面上の銀分布である。7.2で述べたように金はSUJ 2鋼球によく凝着するが，SUS 440C鋼球に対しては摩擦回数850回でも付着は認められずせん断はSUS 440C鋼球と金膜との界面で生じていた，しかし銀は図129から明らかなようにSUJ 2のみならずSUS 440C鋼球にも僅か20回の繰返し摩擦で銀が付着している。いまません断が銀膜内部で発生しているとして，図129の摩擦後の銀の付着面積Aと摩擦力Fから銀のせん断強さを計算すると下記のようになる。

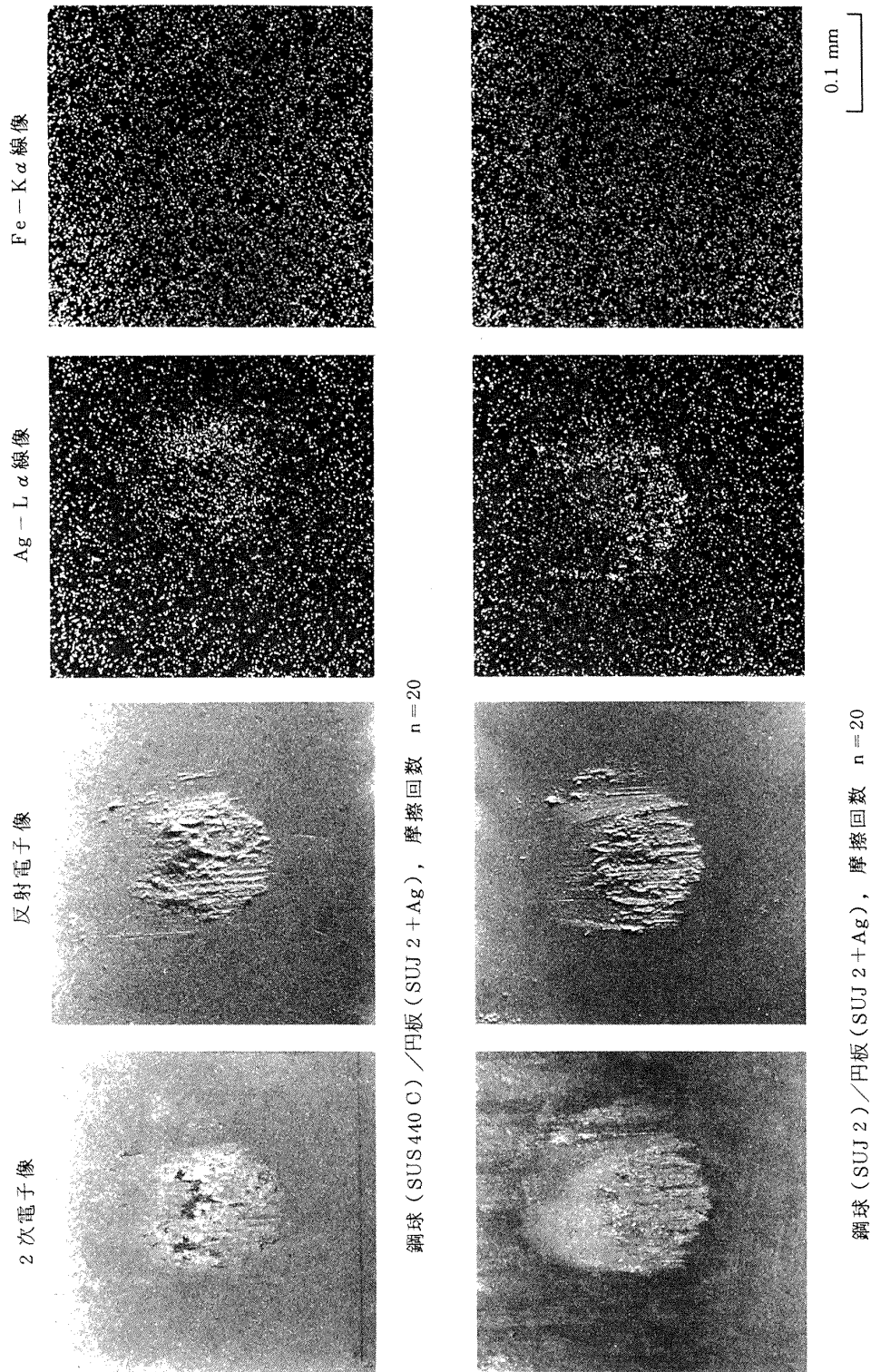


図 129 イオンブレーティング銀膜の乾燥空气中における
鋼球摩耗痕のXMA写真（摩擦回数20回）

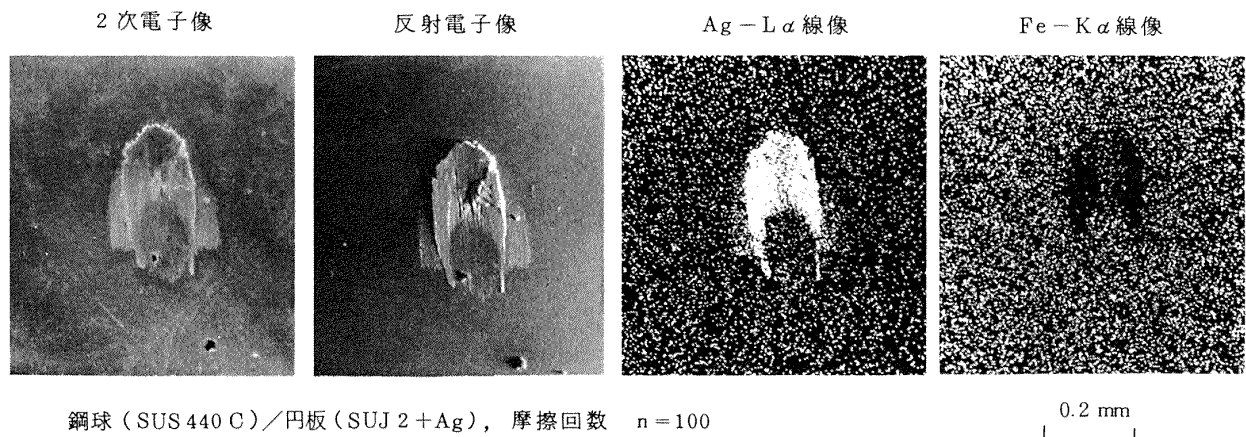


図 130 イオンブレーティング銀膜の乾燥空気中における
鋼球摩耗痕のXMA写真（摩擦回数100回）

SUS 440C 鋼球に対して

摩擦力 $F = 0.54 \text{ kg}$

接触面積 $A = 0.012 \text{ mm}^2$

となるから，せん断強さ S_{440C} は

$$S_{440C} = \frac{F}{A} = \frac{0.54}{0.012} = 45.0 \text{ kg/mm}^2 \quad (6)$$

同様に SUJ 2 鋼球に対しては

$$S_{\text{SUJ2}} = \frac{F}{A} = \frac{0.61}{0.0086} = 70.9 \text{ kg/mm}^2 \quad (7)$$

となる。銀の硬度は $H_v = 20 \sim 100 \text{ kg/mm}^2$ であるから上の値はほぼ妥当と考えられる。

図 130 は SUJ 2 円板上の銀膜を SUS 440C 鋼球で 100 回摩擦したときの鋼球面上の銀分布である。図 129 と比較して多数回摩擦後には鋼球の摩耗痕の先端部には銀が多量に付着している。空気中では SUS 440C 鋼球にも銀が付着しやすいことから，鋼球に付着した銀が塑性流動する際に銀膜内部にクラックを生じ，クラック内に侵入した空気によるガス吸着層あるいは銀酸化物の形成により銀同士や銀と下地金属との再付着が妨げられて銀膜と下地金属との境界で破断し，鋼球先端に多量に付着したと考えられる。このようにして銀は鋼球面に持ちさらられ，円板上の摩耗痕には銀はほとんど残っていない。

銀膜の空気中における摩耗機構は，(1)銀は SUJ 2 鋼球のみならず SUS 400C 鋼球にもよく付着する，(2)銀は気体吸着に関し金よりも活性である。(3)銀は空気中で酸化しやすいなどの点で金膜と相違している。そしてこれが銀膜の空気中における寿命を金膜より著しく短くさせる原因となっている。すなわち銀は空気中において表面が酸化銀となっており，酸化銀は酸化物表面に付着しやすいこ

とから，銀は表面の酸化銀を介して鋼球面の酸化物に比較的強く付着しやすい。したがって SUJ 2 鋼球のみならず SUS 440C 鋼球にも銀が付着し，この結果銀膜内部でせん断を生ずるためいずれも膜の寿命が短く摩擦金属組み合わせの影響が少ないことになる。

なお 4.4.3 で述べたように円板に銀膜をイオンブレーティングした後摩擦試験前の洗浄として電解洗浄の代りにイソプロピルアルコール蒸気洗浄を用いたのは，この銀の酸化物の生成を極力少なくするためである。

7.3.2 真空中

図 103 に示したように銀膜は空気中に比較して真空中では摩擦係数が大幅に低下し膜の寿命も非常に増大している。ただしこの場合も摩擦金属組み合わせの影響は少ない。摩擦特性はいずれも摩擦回数 1000 回までは鋼球 (SUS 440C) / 円板 (SUJ 2+Au) の場合に類似しているが，金膜では摩擦係数が最小となった後急激に上昇するのに対し，銀膜では摩擦係数が低いまま推移する。

図 131 に鋼球 (SUJ 2) / 円板 (SUJ 2+Ag)，鋼球 (SUS 440C) / 円板 (SUJ 2+Ag)，鋼球 (SUS 440C) / 円板 (SUS 440C+Ag) の組み合わせにおける鋼球面の銀の付着状況を示す。SUJ 2 鋼球では摩擦回数 500 回までは鋼球への付着は少ないが，1000 回繰返し摩擦後には銀が付着するようになる。SUS 440C 鋼球では摩擦回数 1000 回においても鋼球への付着は少なく，せん断は主として SUS 400C 鋼球と銀膜の間で発生していることを示している。空気中では図 129 に示したように 20 回の繰返し摩擦で鋼球に銀が付着したのに対し，真空中では SUS 440C 鋼球のみならず SUJ 2 鋼球に対しても多数摩擦後も銀が付着しにくい。銀膜は空気中に比較して真空

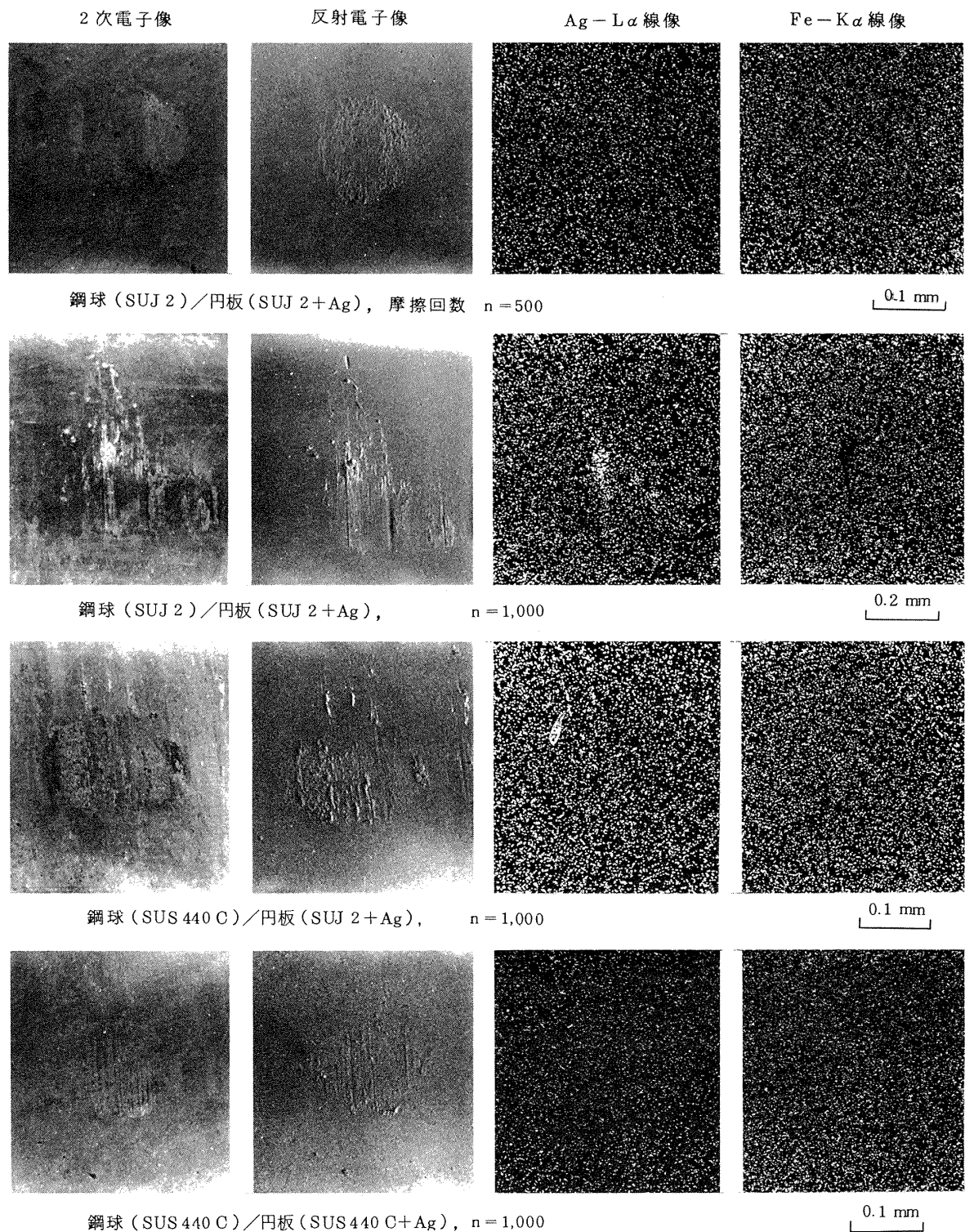


図 131 イオンプレーティング銀膜の真空中における
鋼球摩耗痕のXMA写真

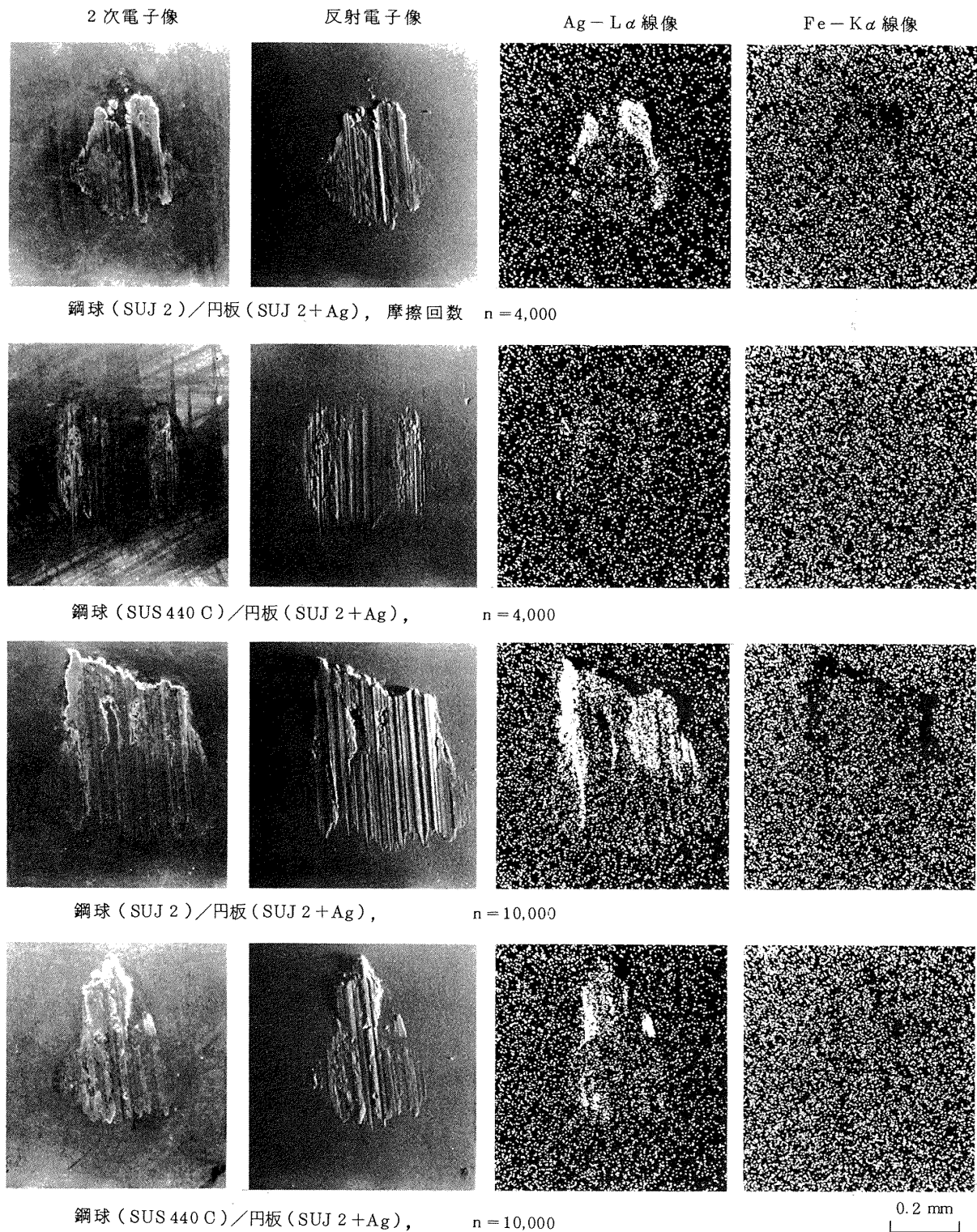


図 132 イオンブレーティング銀膜の真空中における
鋼球摩耗痕のXMA写真

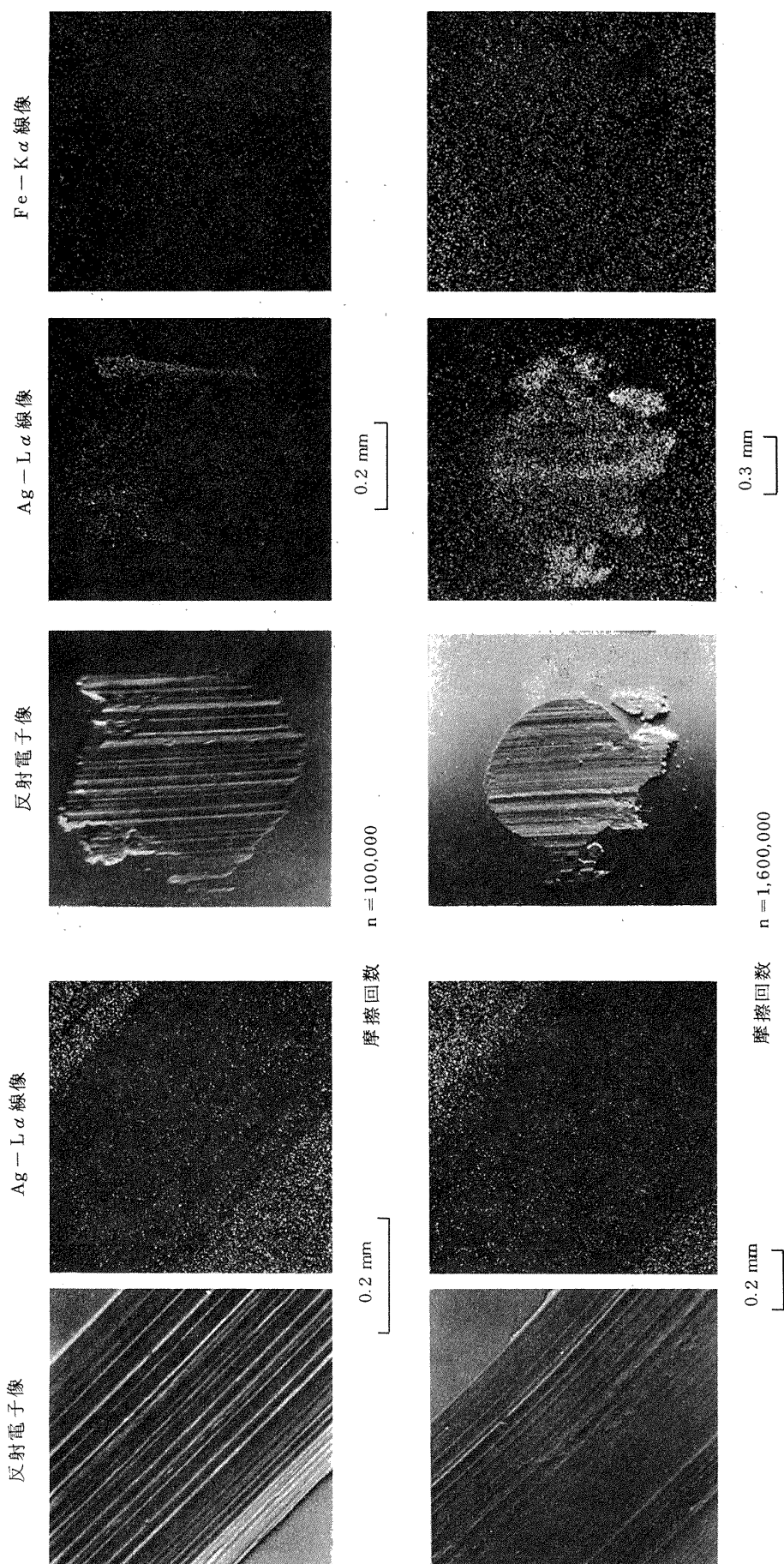


図 133 鋼球 (SUS 440C) / 円板 (SUJ 2+1 オイブンブレーティング銀膜) の摩耗痕の XMA 写真 (真空中)

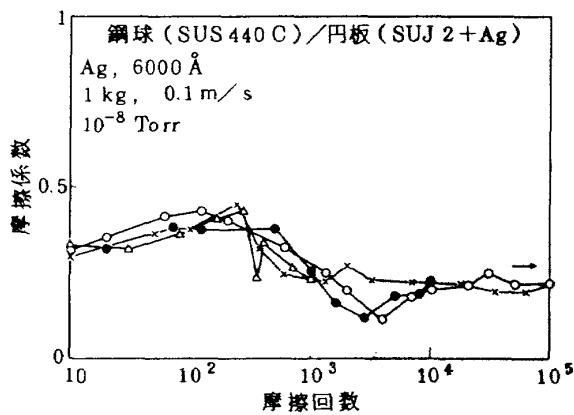


図 134 電解洗浄を用いたときの銀膜の摩擦特性 (真空中)

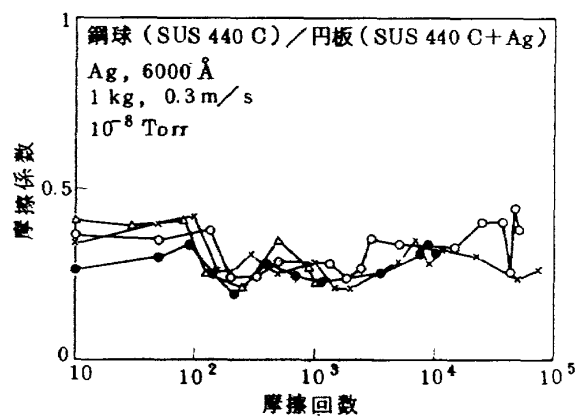


図 135 電解洗浄を用いたときの銀膜の摩擦特性 (真空中)

中で摩擦係数が大幅に低下し，摩擦金属組み合わせの影響が少ないということは真空中では鋼球に銀が付着しにくいことによるものである。

図 132 は SUJ 2 円板上の銀膜を SUJ 2 および SUS 440 C 鋼球で 4,000, 10,000 回繰返し摩擦後の鋼球への銀の付着状況である。このように多数回繰返し摩擦後には SUJ 2 鋼球および SUS 440 C 鋼球に銀がかなり付着するようになる。この銀の付着状況から摩擦回数 400 C 回付近で円板上の銀膜が部分破断したと考えられる。ただし SUS 440 C 鋼球への付着量は SUJ 2 鋼球よりも少ない。このように真空中では鋼球に銀が付着しにくいのであるが，やはり SUS 440 C 鋼球よりは SUJ 2 鋼球に付着しやすい。この付着の相違が図 103 に示したように鋼球 (SUJ 2) / 円板 (SUJ 2+Ag) の膜の寿命が 340,000 回であるのに対し，鋼球 (SUS 440 C) / 円板 (SUJ 2+Ag) では 1,600,000 回の繰返し摩擦後においても膜の破断を生じないという差になってあらわれている。

図 133 は鋼球 (SUS 440 C) / 円板 (SUJ 2+Ag) 摩擦回数 100,000, 1,600,000 回における円板，鋼球の摩耗痕の XMA 写真である。100,000 回摩擦後の摩耗痕をみても膜の全面破断を生じていない。さらに 1,600,000 回摩擦後も鋼球，円板に銀が存在し，銀膜は潤滑性を失っていない。金膜では図 127 に示したように 92,800 摩擦後には円板の摩耗痕には金がほとんどなく面も著しく損傷している。このように銀は多数回繰返し摩擦後も摩擦面間かなりの銀が残存している。

以上のことから，真空中で銀が金よりも非常にすぐれた潤滑性を示す理由としてはつぎのようなことが考えられる。銀は酸化銀を介して鋼球の表面酸化物に比較的強く付着するが，真空中においては銀酸化物，鋼球の表面酸化物が減少するため鋼球に銀が付着しにくい。このた

め SUJ 2 鋼球においてもせん断は鋼球と銀膜の界面で起るため金膜の場合に比較して膜の寿命は非常に増大する。また多数回摩擦後に鋼球に銀が付着するようになっても，銀は金に比較して加工硬化しにくいいため流動性を保持して自己補修を行う。このため多数回繰返し摩擦後も銀は摩擦系外に排除されることなく潤滑作用を保持する。

このように銀は酸化銀を介して鋼球の表面酸化物に付着しやすいということが銀の摩擦特性を左右する重要な因子となっている。つぎに銀が酸化銀を介して鋼球酸化物に付着しやすいといういま一つの例を示そう。本実験では 4.4.3 で述べたように銀膜の洗浄に電解洗浄をやめてイソプロピルアルコール蒸気洗浄を用いた。これは酸化銀の生成をできるだけ少なくするためであるが，つぎに電解洗浄を用いて酸化銀がかなり生成されていると考えられる銀膜の摩擦特性について検討しよう。

図 134, 図 135 は銀膜の洗浄に電解洗浄を用いた鋼球 (SUS 440 C) / 円板 (SUJ 2+Ag), 鋼球 (SUS 440 C) / 円板 (SUS 440 C+Ag) の真空中における摩耗特性である。図 103 図のイソプロピルアルコール蒸気洗浄の摩擦特性と比較して，いずれの摩擦組み合わせでも摩擦初期の摩擦係数が大きく，最小摩擦係数は繰返し摩擦回数の少ないほうに移動している。

図 136 は鋼球 (SUS 440 C) / 円板 (SUJ 2+Ag) の摩擦回数 100, 1000 における摩耗痕の XMA 写真である。摩擦回数 100 回で鋼球に銀が付着しており，円板上の銀膜は部分的に破断している。このように真空中においても銀表面にかなりの酸化銀が存在しているときは鋼球に銀が付着しやすいため銀膜の破断を生じやすい。この例からいかに銀は酸化銀を介して鋼球酸化物に付着しやすいかということがわかる。

7.4 金膜と銀膜の潤滑特性の比較

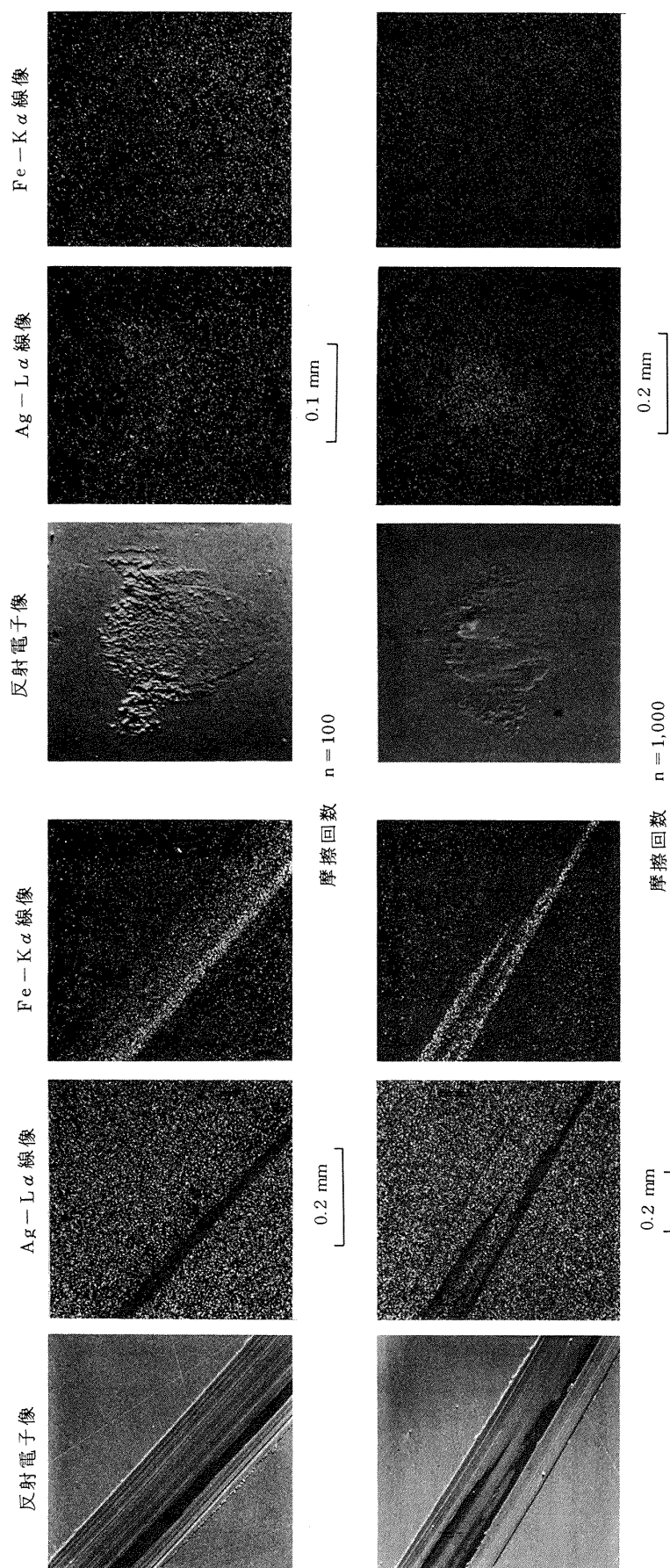


図 136 鋼球 (SUS 440C) / 円板 (SUJ 2+1 オイロンプレーティング銀膜) の摩擦痕の XMA 写真 (真空中)

金膜と銀膜はともに鋼球に SUS 440 C, 円板に SUJ 2 を用いた場合に最も長い寿命を示す。そこで摩擦金属の組み合わせとして以下この組み合わせに限定して議論を進める。

被膜の寿命のきめかたとして膜の部分破断発生をもって寿命とする見方と、ある限度の摩擦係数に到達した時点で寿命とする見方の二通りがある。前者の見方からすれば金膜は空気中においては 400~500 回、真空中において約 1000 回で寿命となる。また銀膜の場合空気中では 50~100 回の寿命であるが、真空中では約 4000 回程度である。しかし実用面からは一定の摩擦係数に達するまでの繰返し摩擦回数をもって寿命とする、いわゆる膜の自己補修性を含めた特性を知ることが重要である。以下この点を考察する。

膜の部分破断発生後は界面では下地金属同士接触と軟金属膜を介しての接触が共存する潤滑状態となる。そして軟金属は鋼球および円板に付着、再付着を繰返しながら摩擦系外に排除される。いっぽう鋼球の摩耗痕先端に多量に付着した軟金属塊および円板摩耗痕の両側より摩擦によって鋼球および円板の接触面に軟金属が供給される。摩擦が進行するにつれて摩耗痕は広がるから、軟金

属の供給量が一定としても見かけの接触面積に対する供給量の割合は減少する。実際には摩耗痕の拡大とともに軟金属供給量は減少するから上の割合はますます減少することになる。このことは軟金属による表面被覆率の低下を意味する。このように膜の部分破断によって表面被覆率が低下すればこれに伴って鋼球の摩耗も進行することになる。したがって鋼球の摩耗速度と表面被覆率が摩擦距離によってどのように変化するかをしらべることによって、金、銀膜の自己補修性を含めた潤滑性を評価することができる。

7.4.1 鋼球の摩耗速度

鋼球の摩耗痕はほぼ円形であるから、任意の摩擦距離における鋼球の摩耗速度を幾何学的に求めることができる。

図 137 において、鋼球の摩耗体積 V は

$$V = \pi h \left(\frac{h^2}{6} + \frac{C^2}{8} \right) \quad (8)$$

$C^2 \gg h^2$ であるから

$$V \div \frac{\pi}{8} h C^2 \quad (9)$$

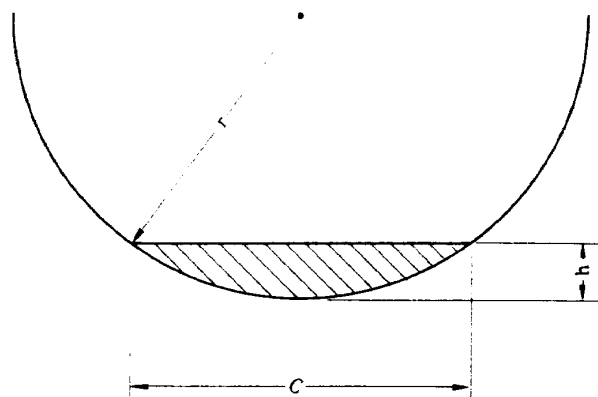


図 137 鋼球の摩耗

表 4 金、銀膜の A, B

膜	雰囲気	A	B
金 膜	空 気 中	0.23	0.021
	10^{-8} Torr 中	0.23	0.013
銀 膜	空 気 中	0.62	0.00063
	10^{-8} Torr 中	0.21	0.015

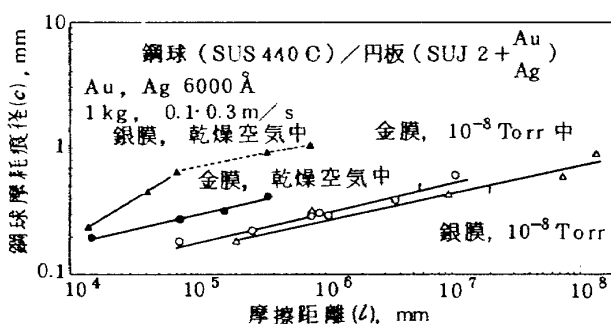


図 138 鋼球の摩耗痕径と摩擦距離

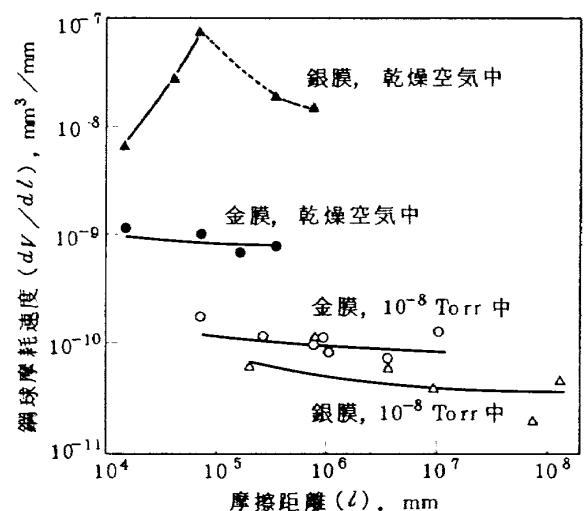


図 139 鋼球摩耗速度と摩擦距離

また

$$C^2 = 8rh - 4h^2$$

$$h = \frac{2r \pm \sqrt{4r^2 - C^2}}{2} \quad (10)$$

$h < r$ であるから式(10)の符号は一となり

$$h = \frac{2r - \sqrt{4r^2 - C^2}}{2} \quad (11)$$

式(9)に式(11)を代入すると

$$\begin{aligned} V &= \frac{\pi}{8} C^2 \left(\frac{2r - \sqrt{4r^2 - C^2}}{2} \right) \\ &= \frac{\pi}{16} (2rC^2 - C^2 \sqrt{4r^2 - C^2}) \end{aligned} \quad (12)$$

式(12)を C で微分すると

$$\frac{dV}{dC} = \frac{\pi}{16} (4rC - 2C\sqrt{4r^2 - C^2} + \frac{C^3}{\sqrt{4r^2 - C^2}}) \quad (13)$$

鋼球の摩耗速度は摩擦距離を l とすれば dV/dl であるから

$$\frac{dV}{dl} = \frac{dV}{dC} \cdot \frac{dC}{dl} \quad (14)$$

式(14)に式(13)を代入して

$$\begin{aligned} \frac{dV}{dl} &= \frac{\pi}{16} (4rC - 2C\sqrt{4r^2 - C^2} + \frac{C^3}{\sqrt{4r^2 - C^2}}) \\ &\quad \cdot \frac{dC}{dl} \end{aligned} \quad (15)$$

となる。

図 138 に鋼球摩耗痕径 C と摩擦距離 l との関係を示す。ただしここでの摩擦距離は実際の摩擦距離から鋼球の摩耗は膜の部分破断が生じた時点から進行しはじめるものとしてこの摩擦距離を差引いたものであらわしている。この膜の部分破断が生じた時点は摩擦係数の変動から推定したが、膜の部分破断までの摩擦距離は金膜の乾燥空気、真空中で 35 m, 100 m, 銀膜の乾燥空気、真空中で 10 m, 200 m である。

図 138 から C と l との関係は

$$\log C = A \log l + \log B \quad (16)$$

であらわされる。定数 A , B は表 4 のようになる。

なお図中の銀膜の乾燥空気中の点線は膜がほぼ完全に破断し酸化摩耗状態になった場合である。このときの A , B は $A = 0.16$, $B = 0.12$ である。

式(16)から

$$C = Bl^A \quad (17)$$

であるから、 l で微分して

$$\frac{dC}{dl} = AB l^{A-1} \quad (18)$$

式(15)に式(18)を代入し、 dV/dl は最終的に次式のようになる

$$\begin{aligned} \frac{dV}{dl} &= \frac{\pi}{16} (4rC - 2C\sqrt{4r^2 - C^2} \\ &\quad + \frac{C^3}{\sqrt{4r^2 - C^2}}) AB l^{A-1} \end{aligned} \quad (19)$$

式(19)から dV/dl と l との関係を求めると図 139 となる。この結果を要約するとつぎのようになる。

(1) 銀膜の鋼球摩耗速度

空气中においては鋼球の摩耗速度が最も高く、しかも摩擦距離の増大とともに急激に増加している。空气中における銀膜の摩擦、摩耗には銀膜、鋼球材料、銀酸化物、鋼球材料酸化物および円板材料酸化物が影響してきて解析が難かしいが、空气中の金膜の摩耗特性と比較して少なくとも銀酸化物の存在が銀膜の摩耗特性を悪化させる方向に作用していることは確かである。図の点線は銀膜がほぼ完全に破断し、下地金属同士の酸化摩耗が支配的となった場合である。この酸化物が潤滑剤としての効果を示し、鋼球の摩耗速度は減少することがわかる。

真空中においては銀膜潤滑下の鋼球の摩耗速度が最も小さく、空气中の約 $1/1000$ である。しかも鋼球の摩耗速度は摩擦距離の増加とともにかえって減少している。これは銀膜が接触面より排除され、摩耗によって下地の新鮮面が露出するほど摩耗が進行しなくなるという真空中特有の現象のあらわれであるが、この点については後で再検討する。

(2) 金膜の鋼球摩耗速度

金膜では銀膜ほど鋼球の摩耗速度の雰囲気依存性は顕著でなく、真空中で空气中の約 $1/10$ である。

空气中では鋼球の摩耗速度は摩擦距離の影響をほとんどうけない。いっぽう真空中では摩耗速度は銀膜と同じように摩擦距離の増加とともに漸減しているが、銀膜よりも約 2 倍大きい。

以上の結果から、銀膜は金膜より真空用に適し、金膜は空气中および真空中の併用を要求される用途に向いている。

7.4.2 潤滑膜の表面被覆率

軟金属の接触面中の表面被覆率 α は摩擦係数の大きさからつぎのように与えられる。

$$\mu = (1 - \alpha) \mu_m + \alpha \mu_l = \mu_m + \alpha (\mu_l - \mu_m) \quad (20)$$

$$\alpha = \frac{\mu_m - \mu}{\mu_m - \mu_l} \quad (21)$$

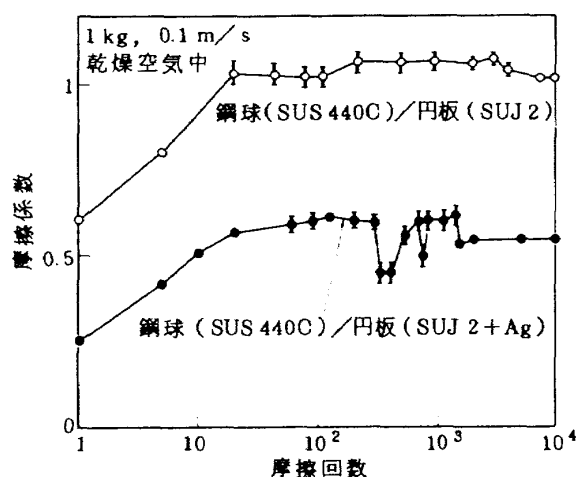


図 140 乾燥摩擦係数と銀潤滑下の摩擦係数

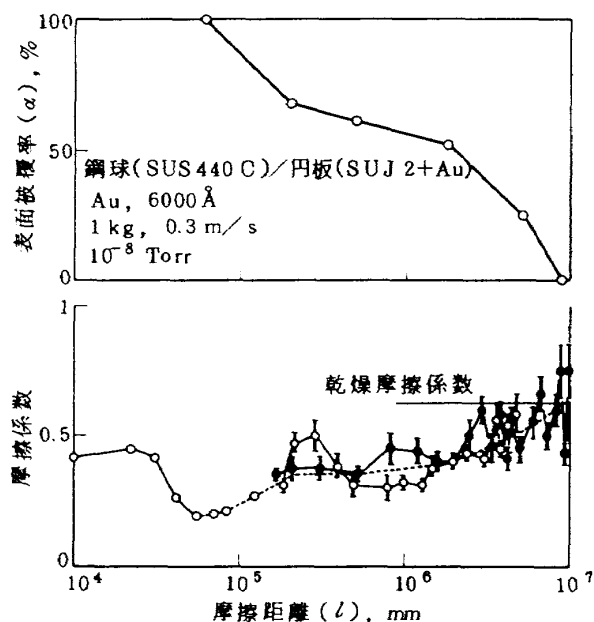


図 141 摩擦係数および表面被覆率と摩擦距離

ここに、 μ は測定された摩擦係数、 μ_m は下地金属同士の摩擦係数、 μ_l は軟金属膜の摩擦係数である。

つぎに計算例として鋼球 (SUS 440C) / 円板 (SUJ 2 + Au) の組み合わせをとりあげる。下地金属同士の空气中、真空中における乾燥摩擦係数は表 1 から

空气中 $\mu_m = 1.08$

真空中 $\mu_m = 0.62$

である。しかし破断しやすい銀膜を同一摩擦金属組み合わせで空气中で摩擦し、摩擦を 10,000 回繰返し銀膜がほとんど破断した後でも図 140 に示すように摩擦係数は乾燥摩擦係数の半分以下である。このように銀がほとんど存在していないにもかかわらず摩擦係数が乾燥摩擦係数

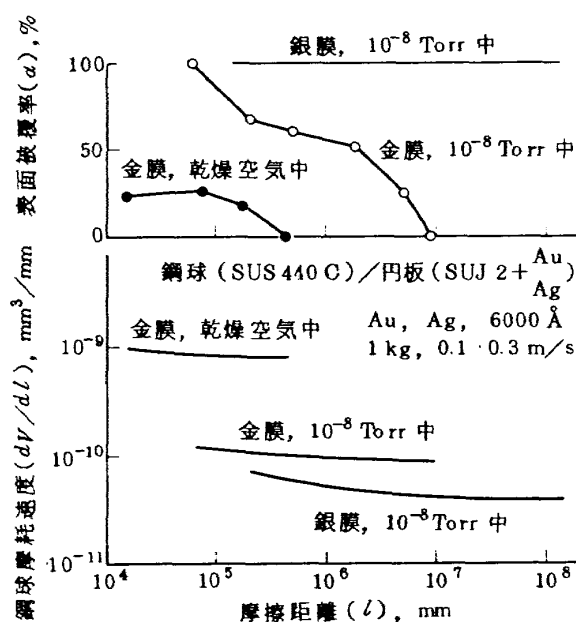


図 142 表面被覆率および鋼球摩耗速度と摩擦距離

の値に達しない原因はつぎのように考えられる。すなわち多数回の繰返し摩擦後銀膜が摩擦系外に排除されたあと摩擦は銀膜を側壁とした溝の中で行われることになる。この場合生成された下地金属の酸化物は側壁を越えて系外にでていかなければならない。銀膜の厚さは 6000 Å しかないが、それでも摩耗粉を拘束するものがなにもない下地金属同士の摩擦よりは酸化粉末が摩擦系より脱落しにくいと思われる。この結果摩耗痕に残留した酸化粉末が潤滑作用をして摩擦係数は低いまま推移すると考えられる。したがって空气中の乾燥摩擦係数としては上記の 1.08 を用いるよりは、図 140 の銀膜の 10,000 回摩擦後の 0.52 を用いたほうが現実的と考えられる。もちろん真空中においては酸化摩耗粉の発生はほとんど生じないため上記の値を用いて問題はないと考えられる。 μ_l としては真空中の最小摩擦係数である 0.2 を用いた。

図 141 は真空中における金膜の摩擦係数および表面被覆率と摩擦距離との関係である。なおここで金膜の μ としては図中の点線の値をとった。図 142 は金膜の空气中、真空中における表面被覆率および鋼球の摩耗速度と摩擦距離との関係である。なお比較のため真空中の銀膜の結果も示したが、銀膜では摩擦係数が最小値に達した後この値で推移するため表面被覆率は計算上 100 % となっている。図 142 からつぎの諸点が明らかである。

(1) 金膜は真空中においては摩擦の繰返しとともに表面被覆率は低下し、10,000m 摩擦後には表面被覆率はほぼ 0 となる。いっぽう鋼球の摩耗速度は摩擦距離の増加に伴い一定の勾配で低下する。すなわち表面被覆率が

低下すると摩擦速度も低下することがわかる。これは真空中の境界潤滑下では潤滑剤の存在がかえって摩擦を促進することを意味し、摩擦により下地金属の新鮮な面が露出すると摩擦は進行しなくなる。このことは摩擦の凝着理論からも予想されることである。

(2) 銀膜は真空中で実験範囲内で終始表面被覆率はほぼ 100 % である。ただし摩擦回数が多くなると瞬間的に摩擦係数が 0.5 程度に達することもあるから、下地金属同士接触の機会は増加していると思われる。

(3) 空気中においては下地金属酸化物、とくにルーズな状態で存在する酸化粉と金との摩擦が式(2)で考慮されていないためこの式で表面被覆率を求めることには問題はあるが、一応式(2)で計算した。空気中では鋼球の摩擦速度は表面被覆率が低下するとほぼ一定となる。この理由は金膜が摩擦しても下地金属同士接触の結果生成された酸化物が潤滑剤として働くためと考えられる。

なお表面被覆率が摩擦の初期からすでに低いのは上記の理由に加えて、金膜の空気中における摩擦係数 μ_1 を真空中における最小値にとったこともあるであろう。すなわち実際には空気中においては金膜の摩擦係数は 0.2 まで低下することはない。 μ_1 より大きな値にとれば表面被覆率は増加し実態に近づくと思われる。

7.5 第 7 章の結論

イオンブレーティング金、銀膜の摩擦特性に及ぼす雰囲気と摩擦金属組み合わせの影響について検討したが、主な結果はつぎのとおりである。

(1) 鋼球 (SUJ 2) / 円板 (SUJ 2+Au) の摩擦係数が大きく膜の寿命が短いのは、金が SUJ 2 鋼球に凝着しやすくせん断が金膜内部で起るためである。

(2) 鋼球 (SUS 440C) / 円板 (SUJ 2+Au) の摩擦係数が低く膜の寿命が長いのは、SUS 440C 鋼球に金が凝着しにくくせん断が SUS 440C 鋼球と金膜との界面で起るためである。

(3) 空気中で繰返し摩擦によって金膜が薄くなり膜が部分的に破断すると摩擦金属の酸化が進み、また脱落した金粒子や摩擦金属に対するガス吸着のため再付着による膜の自己補修性がないため全面破断へ進行する。

しかし真空中では部分破断を生じて金膜の再付着による自己補修作用が大きいため膜の寿命は空気中よりも増大する。しかしこの自己補修作用も SUS 440C 鋼球のようにせん断が鋼球面と金膜との界面で生ずるときに顕著にあらわれる。

(4) 銀は空気中でいずれの摩擦金属組み合わせでも摩擦係数が大きく膜の寿命は非常に短い。これは空気中で銀は表面の酸化銀を介して鋼球の酸化物に付着しやすいこ

とから、銀は SUJ 2 鋼球のみならず SUS 440C 鋼球にも付着し、いずれの摩擦金属組み合わせでもせん断が銀膜内部で起るためである。

(5) 真空中では銀酸化物、鋼球の表面酸化物が減少し鋼球に銀が付着しにくいことから、いずれの摩擦金属組み合わせでも摩擦係数は低く膜の寿命は著しく増大する。また銀は金に比較して加工硬化しにくく膜の自己補修作用が大きいため、銀膜の寿命は金膜よりも非常に大きい。

(6) 銀は金よりも真空用に適し、金は空気中および真空中の併用を要求される用途に適している。

第 8 章 イオンブレーティング金、銀膜によるころがり軸受の潤滑

8.1 まえがき

これまでイオンブレーティング法の付着とつきまわり特性ならびにイオンブレーティング金、銀膜のすべり摩擦特性を明らかにし、真空蒸着、スパッタリング膜と比較検討してきた。イオンブレーティング法は真空蒸着、スパッタリング法に比較してつきまわりが非常に大きく、ころがり軸受部品のような立体的なものへのめっき法として適している。しかもイオンブレーティング膜は同じ低圧アルゴンガス雰囲気におけるスパッタリング膜よりも非常にすぐれており、高真空蒸着膜に匹敵する潤滑性を示す。さらにイオンブレーティング金、銀膜は空気中ですぐれた潤滑性を示すことから、真空中で使用されるころがり軸受の潤滑剤としてきわめて適しているといえる。

以上の点から本章ではイオンブレーティング金、銀膜をころがり軸受の潤滑に用いた結果について述べる。

8.2 実験装置およびイオンブレーティング膜の作成法

8.2.1 ころがり軸受試験機

超高真空中の実験に用いたころがり軸受試験機の概略を図 143 に、その外観を図 144 に示す。2 個の支持軸受 (# 6204) によって支持された回転軸の右端に試験軸受 (# 7204C) がとりつけられ、他方の軸端にマグネットがついている。回転軸はこのマグネットに相対する真空槽外部のマグネットによって駆動される。支持軸受には高真空グリースを封入したシールド軸受を用い、支持軸受ハウジングに中空のリングをはめ外部から水を送って冷却した。さらに支持軸受部と試験軸受の排気系は別にし、支持軸受と試験軸受との間の回転軸とスリーブの直径すきまを 0.2 mm にとり支持軸受から発生したガスが試験軸受槽内に侵入して汚染するのを極力防いだ。この結果回転数 4,000 rpm においても支持軸受温度を 45°C 前後におさえ、試験軸受槽を 10^{-8} Torr 台に保持することがで

きた。

試験軸受にはスラスト荷重2 kgまではステンレス鋼線、ブーリを介して重錘によって軸受ハウジングに負荷した。なおこれ以上のスラスト荷重は図143に示したように重錘の代りにベローズを外部からガスで加圧し、ステンレス鋼線を介して負荷できる。軸受の摩擦トルクは試験軸受のハウジングからでた腕を真空槽とはベローズでシャ断されたトルク棒にあて、トルク棒の他端をストレングージをはった板ばねにあてて測定した。

8.2.2 試験軸受

試験軸受はアンギュラ玉軸受# 7204Cで、鋼球、内外輪に金、銀をイオンブレーティングするため鋼球には正規の寸法よりも $5\sim 10\ \mu\text{m}$ 小さいものを用いた。鋼球には軸受鋼(SUJ 2, M-50)とステンレス鋼(SUS 440 C)を、内外輪にはSUJ 2とSUS 440Cを用いた。保持器には高速度鋼(SKH4A)のみ抜き形を用いた。

8.2.3 ころがり軸受部品のイオンブレーティング時の保持法

内外輪、保持器はすべり摩擦実験用円板と同様陰電極から吊り下げることができるが、鋼球にこの方式を用いることはできない。そこで図145に示すように粗いステンレス鋼金網の上に24個の鋼球をおいてイオンブレーティングを行った。この方式では鋼球と金網の接触しているところに金、銀が付着しないのではないかという懸念があったが、イオンボンバードによって膜の付着時に鋼球温度が上昇しているため表面拡散により金網に接しているところにも金、銀の流れることがわかった。しかしこの部分の膜厚は他のところと比較して薄く、理想的にはイオンブレーティング時に鋼球を動かして一様に付着させるべきであろう。しかし装置が複雑になるのところがり軸受による実験でもとくにこれに基因する悪影響は認められなかったのでこの方式を用いた。

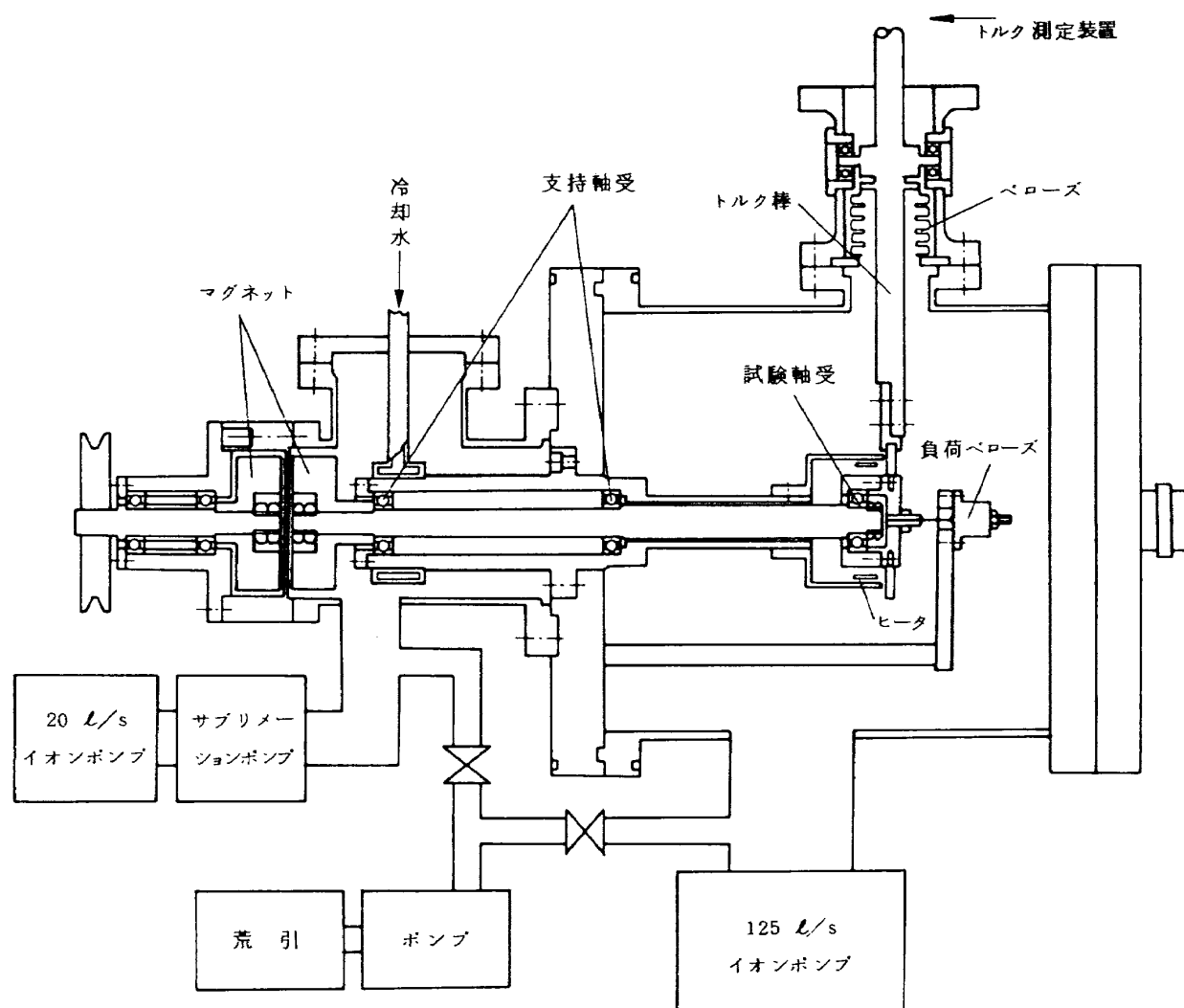


図143 超高真空ころがり軸受試験機

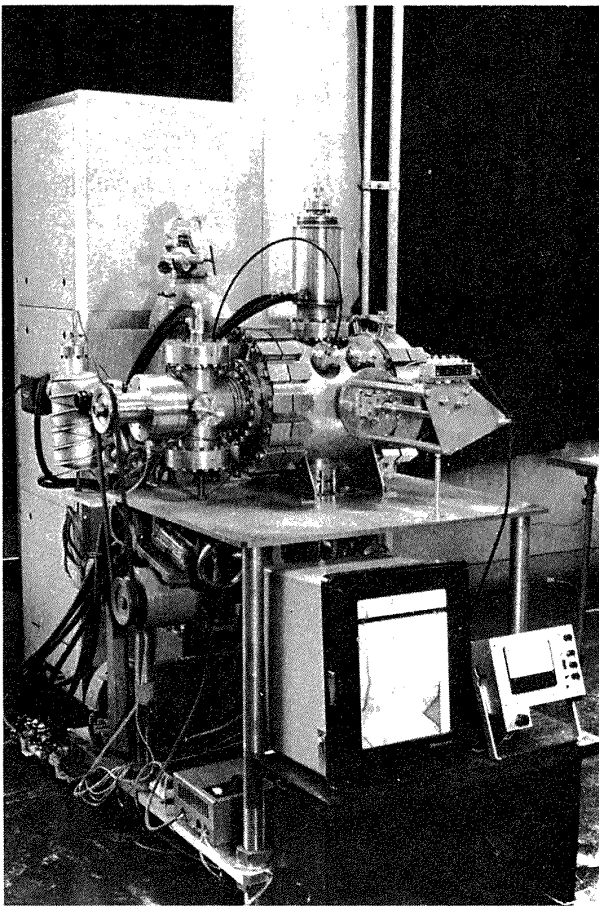


図 144 超高真真空ころがり軸受試験機の外観

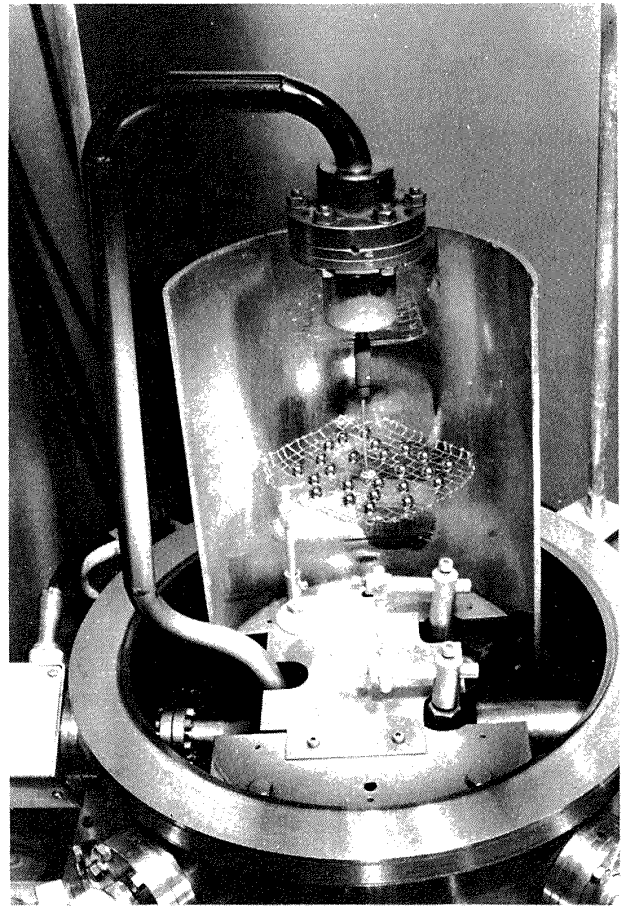


図 145 イオンプレーティングにおける鋼球保持法

8.2.4 イオンプレーティング前の洗浄

トリクロロールエチレン、アセトン超音波洗浄をそれぞれ3分行った後、イソプロピルアルコール蒸気洗浄を10分行った。

4.4.1 で述べたすべり摩擦試験片の洗浄におけると相違している点は2% NaOH 水溶液中における電解洗浄を止めたことである。この電解洗浄は汚れの除去にきわめて効果的であるが、SUJ2 軸受鋼ではイオンプレーティング後長期間おいておくとさびを発生する。すべり摩擦実験は短時間で実験が終了するため電解洗浄を用いても問題はないが、ころがり軸受の実験は数ヶ月以上の長期にわたることが多いためさびの発生が問題となる。このため電解洗浄の代りにイソプロピルアルコール蒸気洗浄を用いた。

なおトリクロロールエチレン蒸気洗浄も試みたが、この際洗浄時間が長いと塩素化溶剤スマットが形成される欠点がある。いったん塩素化溶剤スマットが形成されると、イオンボンバード処理をしても除去することは困難で、スマットがイオンプレーティング膜中に混入すると膜の潤滑性を著しく悪化させることがわかった。図 146 は直

径5/16" のSUJ2 鋼球にそれぞれトリクロロールエチレンの蒸気洗浄を10分と30分行ってから印加電圧4 kV、アルゴンガス圧力 2×10^{-2} Torr で1分間イオンボンバードし、ついで厚さ4000 Åの金膜をイオンプレーティングした2種類の鋼球とSUJ2内外輪とを組み合わせた総玉軸受の空気中の回転数2000 rpm、スラスト荷重1 kgにおける軸受の摩擦トルクおよび軸受外輪温度と運転時間との関係である。なおこの組み合わせの総玉軸受を用いた理由については後で述べる。

トリクロロールエチレンの蒸気洗浄30分では摩擦トルクが160 g·cmと大きくかつ変動し短時間で金膜ははく離する。これに対し洗浄時間10分では摩擦トルクが20~30 g·cmと非常に小さく耐久時間も1000時間以上となっている。

以上のようにイオンボンバードによる表面の清浄は完全なものではなく、表面に残存した汚れが金膜に混入すると潤滑性が著しく悪化する。したがってイオンボンバード前の洗浄についても十分注意する必要がある。

8.2.5 イオンボンバード処理

すべり摩擦実験試料と同様洗浄後イオンボンバード処

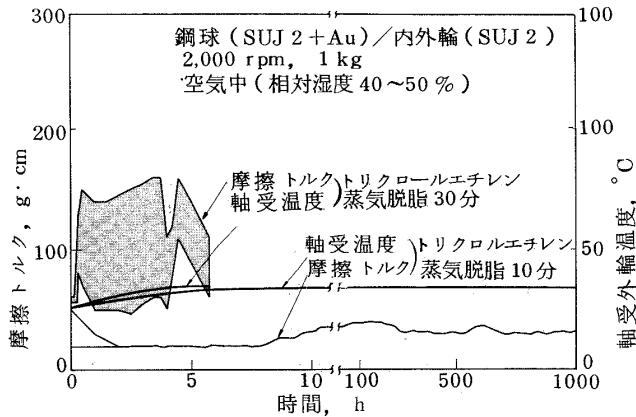


図 146 金潤滑総玉軸受の性能に及ぼすトリクロルエチレン蒸気洗浄時間の影響（空气中）

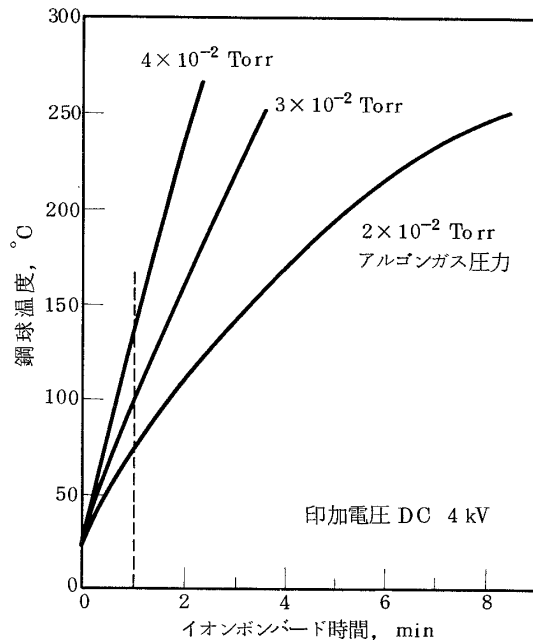


図 147 イオンボンバード時間と鋼球温度

理を行った。図 147 は印加電圧 4kV，各種アルゴンガス圧力における直径 5/16" の鋼球温度とイオンボンバード処理時間との関係である。図 148 はこの測定に用いた熱電対の取付法である。図 40 のすべり摩擦実験用円板と比較して鋼球の熱容量が小さいためイオンボンバード時間による温度上昇は大となっている。SUJ 2 軸受鋼は 200°C 以上から硬度が急激に低下するためイオンボンバードによって温度が上がりすぎないように注意する必要がある。

第 5 章で金膜のすべり摩擦特性にはイオンボンバード処理時間，すなわち膜の付着時の基板温度が非常に大きな影響を及ぼすことを明らかにした。ところが軸受においても軸受性能にイオンボンバード処理時間が影響を与えるであろうと考えられる。このため直径 5/16" のSU

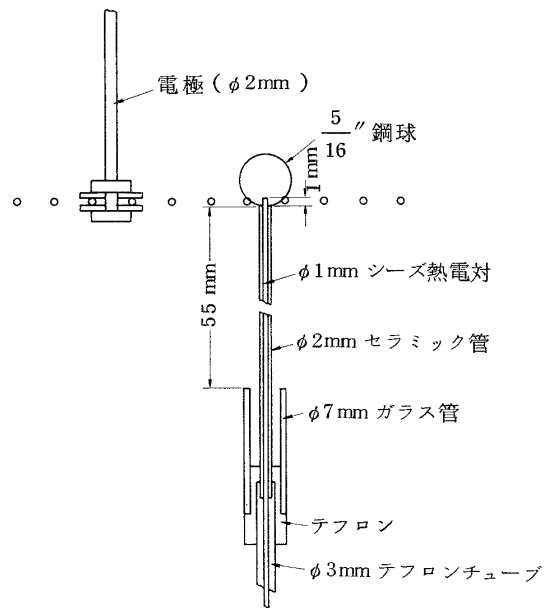


図 148 熱電対取付法

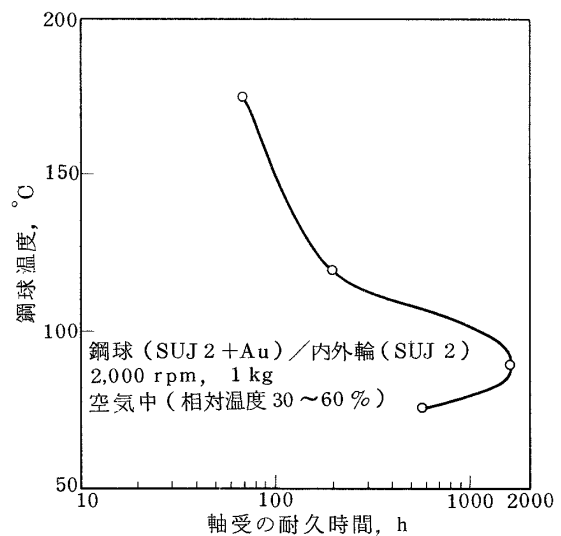


図 149 軸受の耐久時間に及ぼすイオンプレーティング終了時の鋼球温度の影響（空气中）

J 2 鋼球に印加電圧 4kV，アルゴンガス圧力 1.4, 2, 2.8 4×10^{-2} Torr でそれぞれ 1 分間イオンボンバードを行い，ついで印加電圧 4kV，アルゴンガス圧力 2×10^{-2} Torr で厚さ 4000 Å の金をイオンプレーティングし，膜の付着時の鋼球温度を 4 種類に変化した。イオンボンバード後の鋼球温度は図 147 に示したようにアルゴンガス圧力の大きいほど高く，60~140°C の範囲で変化している。これらの鋼球と SUJ 2 内外輪とを組み合わせた 4 種類の総玉軸受の空気中の回転数 2000 rpm，スラスト荷重 1 kg における軸受の耐久時間とイオンプレーティング終了時の鋼球

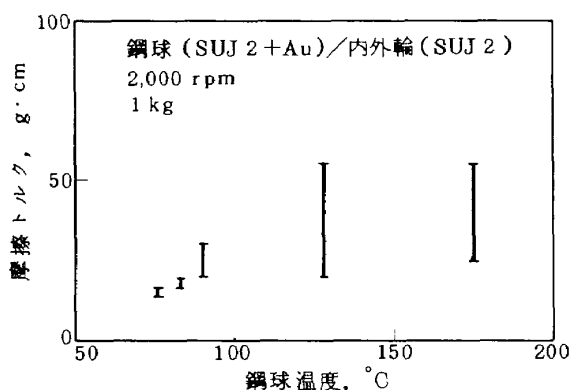


図 150 摩擦トルクとイオンブレーティング終了時の鋼球温度 (2,000rpm, 1kg)

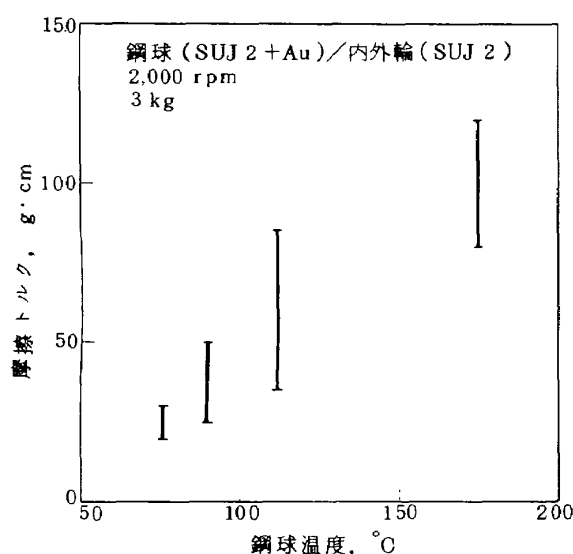


図 150 摩擦トルクとイオンブレーティング終了時の鋼球温度 (2,000rpm, 3kg)

温度との関係を図 149 に示す。ただし軸受の耐久時間は非常にばらつくので数多くのデータの中から最も長い耐久時間で示した。

第 5 章のすべり摩擦においては真空中はともかく空気中では摩擦特性にイオンボンバード時間の影響は明瞭にあらわれなかったが、ころがり軸受では空気中においてもこの影響が顕著にあらわれている。すべり摩擦は摩擦条件としては比較的過酷であり、空気中では摩擦によって金膜が短時間で摩擦するためボンバード時間の影響はあらわれにくい。これに対しころがり軸受ではころがり摩擦が主体であるためすべり摩擦に比較すると摩擦条件は非常に楽である。このような条件下においては金膜の潤滑性の僅かな相違が耐久時間には増幅されて非常に大きな差となってあらわれると考えられる。

図 150 は回転数 2000rpm、スラスト荷重 1kg における軸受の摩擦トルクとイオンブレーティング終了時の鋼

表 5 金、銀潤滑アンギュラ玉軸受 (#7204C) の耐久時間

鋼 球	内外輪	保持器	耐久時間 h
Au	Au	Au	1 ~ 2
Au	Au	Ag	1 ~ 2
Au	—	Au	1 ~ 2
Au	—	Ag	1 ~ 2

(2,000 rpm, 1 kg)

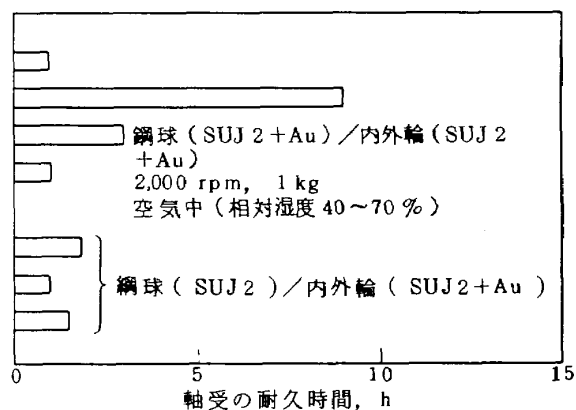


図 152 金潤滑総玉軸受の耐久時間

球温度との関係である。鋼球温度が高くなるにしたがって摩擦トルクは増大しているが、とくに鋼球温度 100°C 以上から摩擦トルクは急激に増大している。スラスト荷重を 3 kg に増加すると図 151 に示すように、鋼球温度の増加による摩擦トルクの増大は一層顕著にあらわれている。ある鋼球温度から摩擦トルクが急激に増大しているのは、あまり基板温度が高すぎると金膜内部への基板原子の拡散により潤滑性が悪化するためと考えられる。

したがって図 149 において鋼球温度 90°C で軸受の耐久時間が最長になるということは、金膜は基板の温度上昇に伴って基板界面に拡散層を形成しやすいため膜の付着強さが増加し軸受の耐久時間は増大するが、あまり基板温度が高すぎると潤滑性の悪化によりかえって耐久時間が減少するためと考えられる。

以上の結果からイオンボンバードの条件としては最長の軸受耐久時間を与える印加電圧 4 kV、アルゴンガス圧力 2×10^{-2} Torr、ボンバード時間 1 分を用いた。

8.2.6 実験法

ころがり軸受部品のイオンブレーティング金、銀膜の厚さは約 4000 Å 一定とした。

試験軸受はイオンブレーティングした部品を組み込み後トリクロロールエチレンおよびアセトン超音波洗浄、イソ

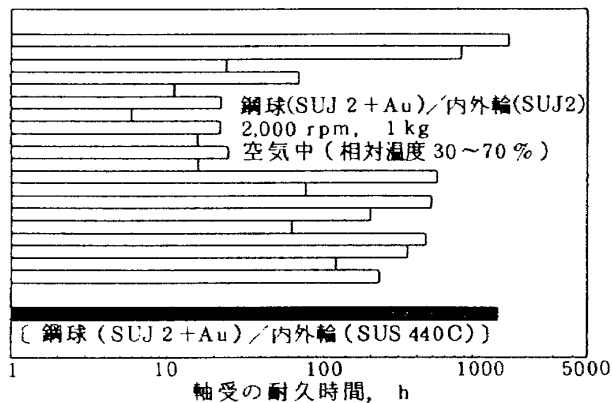


図 153 鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUJ 2) の耐久時間 (2,000 rpm)

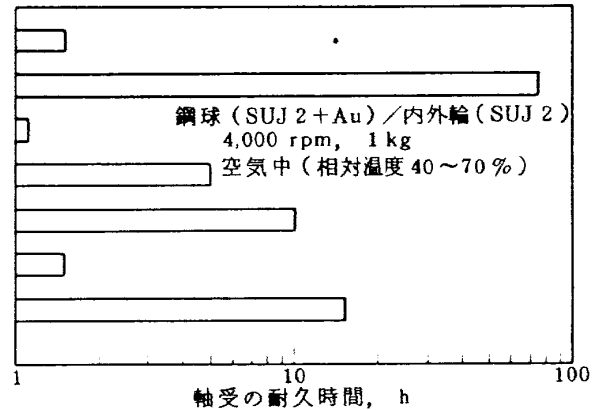


図 155 鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUJ 2) の耐久時間 (4,000 rpm)

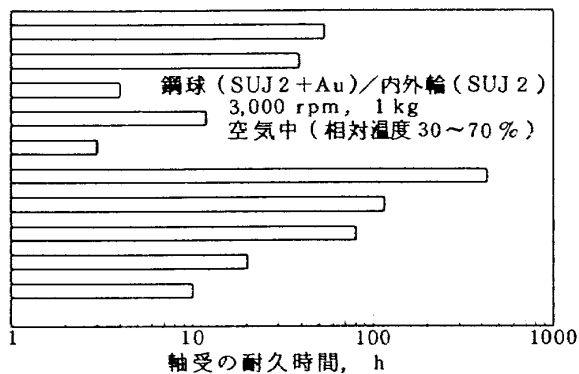


図 154 鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUJ 2) の耐久時間 (3,000 rpm)

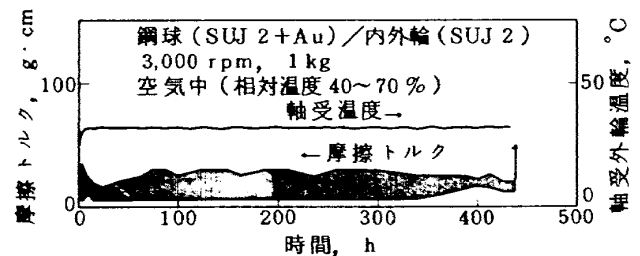


図 156 鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUJ 2) の摩擦特性 (3,000 rpm)

プロピルアルコール蒸気洗浄を行い、真空中の実験ではあらかじめ 100~130°C のベーキングを行った。

スラスト荷重は 1 kg ないし 2 kg とした。このようにスラスト荷重が小さいのは、金属薄膜潤滑では脱落摩擦粉の影響などで荷重の小さいほど潤滑の良否がよくあらわれるためである。

8.3 金潤滑軸受の空気中における性能

8.3.1 軸受の耐久時間と軸受形式

表 5 はアンギュラ玉軸受の鋼球、内外輪、保持器に金あるいは銀をイオンブレーティングし、4 種類の組み合わせについて回転数 2000 rpm, スラスト荷重 1 kg で運転したときの軸受の耐久時間である。軸受の耐久時間はいずれも 1~2 時間と非常に短い。実験後の軸受はころがり面および保持器のすべり摩擦部分の金属膜が摩耗はく離し酸化摩擦粉を発生している。このように耐久時間が短いのは保持器のポケット穴と鋼球、保持器の案内面と内輪の案内面との間は完全にすべり摩擦であり、このすべり摩擦の存在が金属膜の急速な摩耗を生じたと考えられる。

したがって金属薄膜潤滑ではころがり軸受内のすべり

摩擦のできるだけ少ない軸受形式がよく、保持器なしの鋼球の数を多くした総玉軸受が適している。図 152 は総玉軸受の鋼球と内外輪に金をイオンブレーティングした軸受と、内外輪にのみ金をイオンブレーティングした軸受の耐久時間である。表 5 の保持器付きの場合と比較して総玉軸受にしても軸受の耐久時間はほとんど同程度か僅かに増大しているにすぎない。鋼球と内外輪に金をイオンブレーティングしたときは、鋼球の金が内外輪に移着しやすく、鋼球面に金がなくなると急速に酸化摩擦粉を発生し使用限界となる。すなわち内外輪に金が移着しても内外輪では常に同一の接触面が摩擦されるため金膜は摩耗しやすく、いったん摩耗して金属接触を起すと急速に酸化摩擦粉を発生する。内外輪にのみ金をイオンブレーティングした軸受の耐久時間がさらに短くなっているのも同じ理由による。

結局金の移着は鋼球から内外輪へ起り、この逆の移着はきわめて少なく鋼球に金膜がなくなると急速に酸化摩擦粉を発生し使用不能となる。したがって総玉軸受でも鋼球のみに金をイオンブレーティングして内外輪への金の移着を防ぎ、鋼球の金膜ができるだけ長時間保持されるようにするのがよい。以下の実験ではこの組み合わせの総玉軸受を用いた。

8.3.2 鋼球 (SUJ 2+Au)/内外輪 (SUJ 2)

図 153, 図 154, 図 155 にスラスト荷重 1 kg, 回転数 2000, 3000, 4000 rpm における軸受の耐久時間を示す。いずれの回転数においても 8.2.5 でも述べたようにイオンボンバード, イオンブレイティングの条件を同一にしても軸受の耐久時間は非常にばらついている。このようにばらついてはいるが最長の軸受の耐久時間では回転数 2000 rpm で 1500 時間に達しており, 金は空気中でも良好な潤滑性を示す。ただし最長の軸受の耐久時間は回転数 3000 rpm で 430 時間, 4000 rpm で 75 時間で, 回転数の増加とともに急激に減少している。

図 156 は回転数 3000 rpm における軸受の摩擦トルクおよび外輪温度と運転時間との関係の一例で, 摩擦トルクは $10 \sim 30 \text{ g} \cdot \text{cm}$, 外輪温度上昇は $5 \sim 6^\circ \text{deg}$ 程度で, 金潤滑の摩擦トルクと軸受温度上昇は非常に低い。

以上のように金潤滑は空気中でも良好な軸受性能を与えるが, ただし軸受の耐久時間が非常にばらつき信頼性のないのが欠点である。このばらつきの原因としてはまず膜の付着時の基板温度のばらつきが考えられる。イオンブレイティングでは基板温度は印加電圧, アルゴンガス圧力, イオンボンバード時間によって決定され外部から任意に調節することはできない。このため膜の付着時の基板温度を厳密に一定に保持することは困難で, ある程度のばらつきは当然生ずる。また膜の付着時の基板温度が一定であっても金膜と下地金属との拡散層の形成状態にばらつきを生ずることも考えられる。図 149 に示したようにころがり軸受はこのばらつきに敏感な性質をもっている。

なお第 5 章のすべり摩擦実験においては, SUJ 2 鋼球に金が凝着しやすく金膜内部でせん断を生ずるため摩擦が大きく膜の寿命も短い, SUS 440C 鋼球では表面の酸化クロムが金の凝着を妨げ金膜との界面ですべりが起るため潤滑上非常に有利であることと明らかにした。しかしころがり軸受では内外輪に SUJ 2 を用いても鋼球の金はほとんど内外輪に移着しない。これはころがり摩擦ではすべり摩擦よりも金属表面の酸化層やガス吸着層が金の凝着を防ぐ効果が大きいと考えられる。ころがり軸受で内外輪に SUJ 2 を用いても非常に長い軸受の耐久時間を示すことも, 鋼球の金が内外輪に凝着しにくいことによるものと考えられる。ただしある期間を越すと急速に金膜が摩耗はく離し, この際金膜は破片状で脱落している。このことから金膜の破断はころがり疲れによるところが大きいと考えられ, もしもそうであるならば軸受の耐久時間にばらつきを生ずることになる。

さらに第 6 章で明らかにしたように金膜のすべり摩擦

特性は空気中の相対湿度によって大きく左右される。本実験では相対湿度は $30 \sim 70 \%$ に変化しているため, ばらつきの原因として湿度変化が考えられる。しかしほぼ同一の相対湿度で実験しても軸受の耐久時間は非常にばらついている。したがって湿度変化によってこのように大きなばらつきを生じたということは考えられない。

以上のようにころがり軸受では SUJ 2 同士の組み合わせでも長い軸受の耐久時間を与えるが, ばらつきが非常に大きいのが欠点である。

8.3.3 鋼球 (SUJ 2+Au)/内外輪 (SUS 440C)

図 153 にこの組み合わせの最長の耐久時間も示してあるが, 内外輪に SUJ 2 を用いた時と同等である。また耐久時間のばらつきも内外輪に SUJ 2 を用いた時と同じである。すべり摩擦においては金膜に対する SUJ 2 と SUS 440C の摩擦特性の違いは非常に明瞭にあらわれたが, ころがり軸受では両者の間にほとんど差はない。ころがり軸受では前述のように空気中では鋼球から内外輪への金の移着がほとんど起らないためである。しかし清浄な金属表面があらわれやすい真空中では, ころがり軸受においても内外輪に SUJ 2 と SUS 440C を用いたときは両者に非常に大きな差があらわれるが, この点については 8.4 で述べる。

8.3.4 鋼球 (SUS 440C+Au)/内外輪 (SUJ 2)

図 157 にこの組み合わせの回転数 2000 rpm, スラスト荷重 1 kg における軸受の耐久時間を示す。同一条件で鋼球に SUJ 2 を用いたときに比較して軸受の耐久時間は非常に短い。これは第 6 章のすべり摩擦実験結果とよく対応しており, SUS 440C 表面の酸化クロムは金の凝着を妨げる作用があるが, 基板に用いたときは金膜の基板に対する付着強さを低下させるため不利である。

なお図 157 に空気中 (相対湿度 $40 \sim 70 \%$) と乾燥空気中の軸受の耐久時間を示してある。すべり摩擦においては乾燥空気中よりも相対湿度の著しく高い場合を除いて湿った空気中におけるほうが摩擦係数が低く, 膜の寿命も大であった。しかしころがり軸受の耐久時間に及ぼす湿度の影響は逆で, 湿った空気中よりも乾燥空気中のほうが耐久時間は増大している。この相違はころがり軸受における金膜の破断はころがり疲れによるところが大きいことから, 湿った空気中では表面の水の吸着膜がころがり疲れ寿命を低下させるように働くためと考えられる。また乾燥空気を軸受ハウジングに送り, 軸受内を通して排気しているため初期の摩耗粉を吹きとばしてそのかみこみを防ぐ効果もきいていいると考えられる。

8.3.5 鋼球 (M 50+Au)/内外輪 (SUJ 2)

図 158 にこの組み合わせの回転数 2000 rpm, スラスト荷

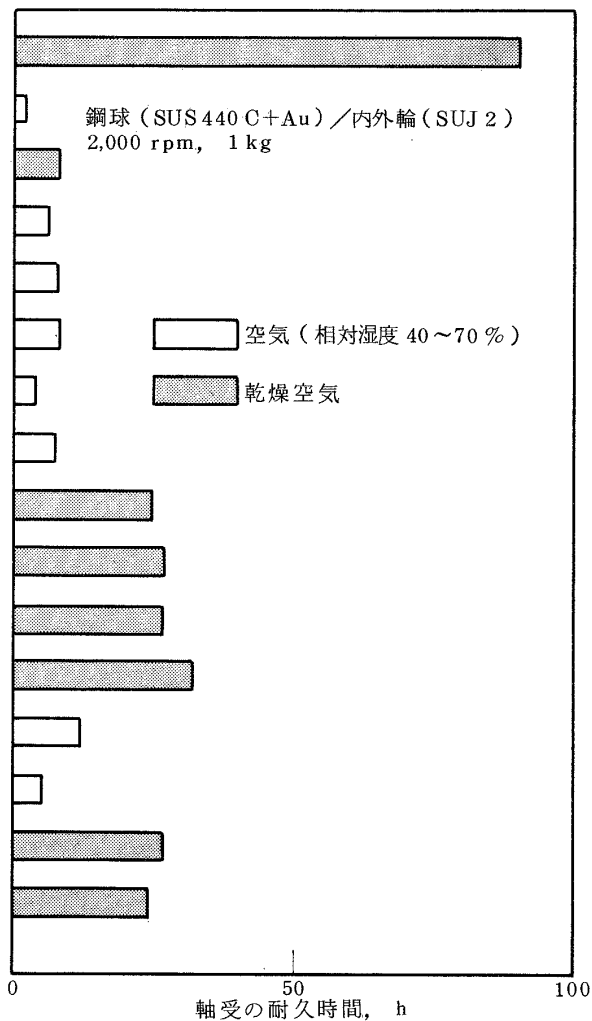


図 157 鋼球 (SUS 440C+Au) / 内外輪 (SUJ 2) の耐久時間

重 1kg における軸受の耐久時間を示す。SUS 440C 鋼球と同様 M50 鋼球においても軸受の耐久時間は非常に短く，金膜の M50 に対する付着強度は弱いことを示している。

以上の結果から空気中では鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUJ 2) か鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUS 440C) の組み合わせが最もよい。ただし最長の軸受の耐久時間は 1500 時間にも達しているが，短いのは 10 時間以下でばらつきが非常に大きく信頼性に欠ける。

8.4 金潤滑軸受の真空中における性能

8.4.1 鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUJ 2)

空気中では前述のように内外輪の酸化層やガス吸着層が鋼球からの金の凝着を妨げるため，鋼球の金膜が長時間にわたって保持されて潤滑が行われる。しかしいったん鋼球の金膜がはく離してなくなると直ちに酸化摩耗粉を発生しこの時点が使用限界となる。これに対し真空中では鋼球の金が比較的短時間で内外輪に移着し，ついで内外輪に移着した金膜で潤滑が行われる。

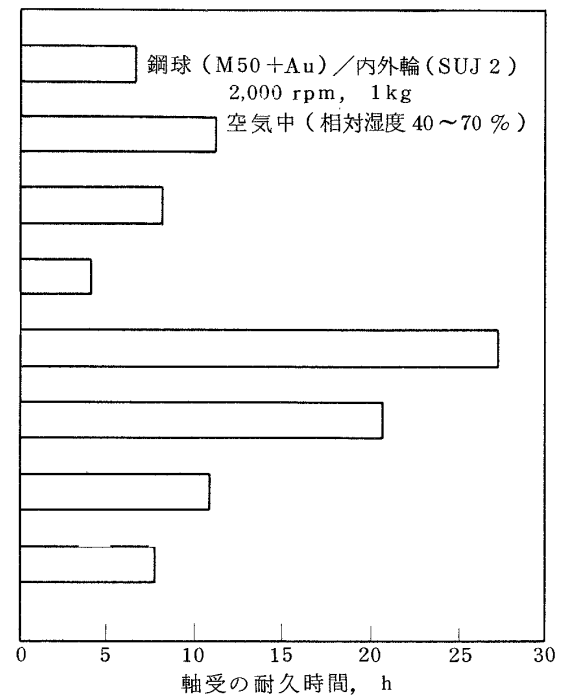


図 158 鋼球 (M50+Au) / 内外輪 (SUJ 2) の耐久時間

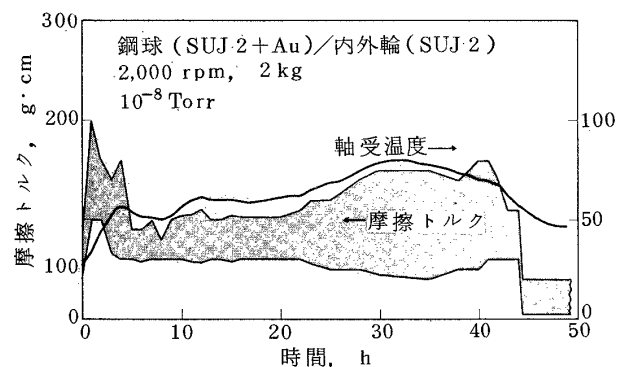
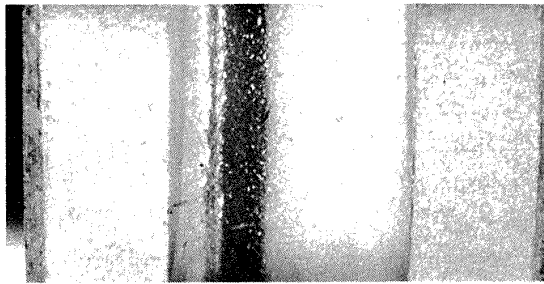
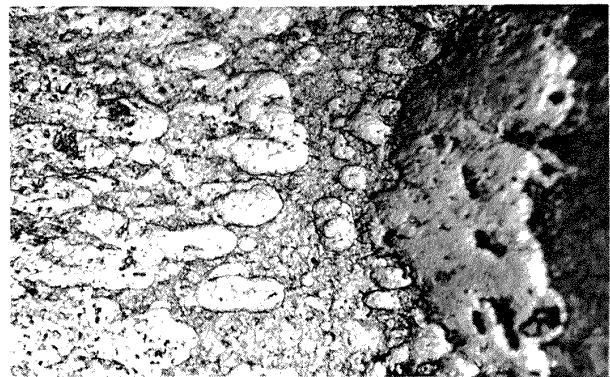


図 159 鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUJ 2) の摩擦特性

図 159 は真空中のこの過程を示す一例で，回転数 2000 rpm，スラスト荷重 2 kg における摩擦トルクおよび軸受外輪温度と運転時間との関係である。摩擦トルクははじめ非常に大きくついで低下してこの状態で推移するが，44 時間で急激に低い値に下がる。いっぽう，軸受外輪温度もはじめ急激に増大し，ついでゆるやかに増大するが，40 時間付近から急激に低下し低い値で一定するようになる。図 160 は 49.5 時間運転後の内輪，鋼球の外観である。鋼球にはほとんど金膜が残っていないが，内輪の軌道面には金の移着膜がみられる。このように真空中では比較的短時間で鋼球の金が内外輪に移着し，この金に移着する過程においては摩擦トルクが大きく，かつ軸受温度も

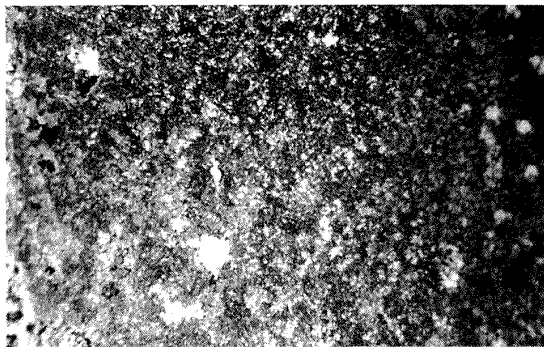


内 輪

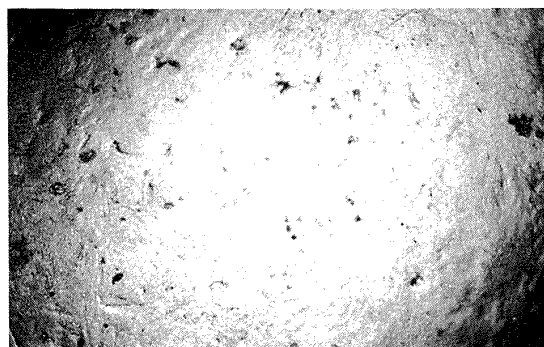


0.1 mm

図 161 内輪に部分的に形成された厚い移着金膜

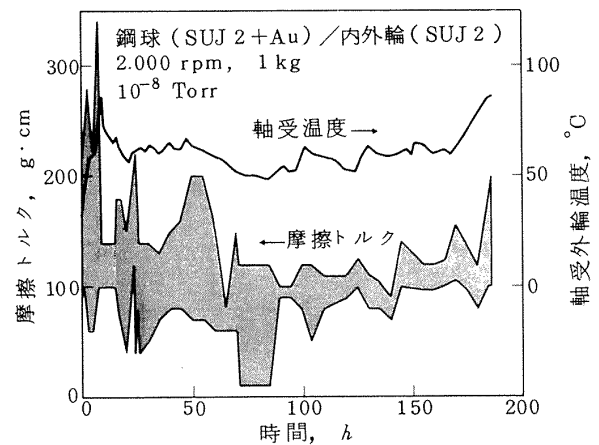
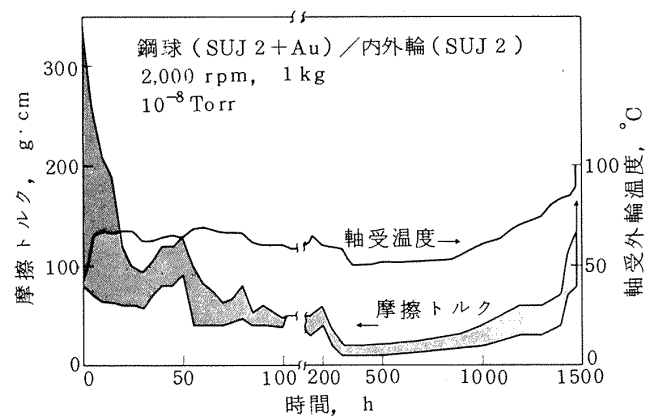


内 輪



鋼 球

0.1 mm

図 160 49.5 時間運転後の内輪，鋼球の外観
〔鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUJ 2)〕図 162 鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUJ 2)
の摩擦特性図 163 鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUJ 2)
の摩擦特性

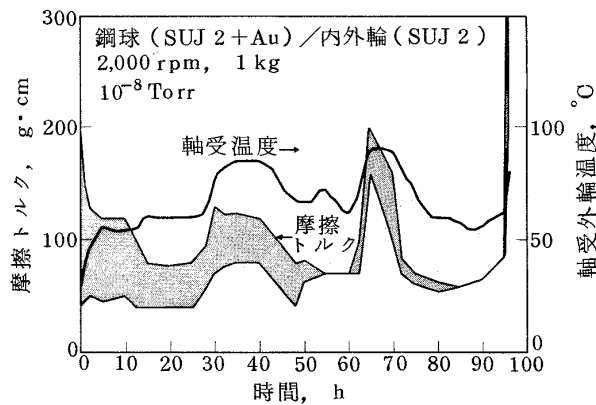


図 164 鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUJ 2) の摩擦特性

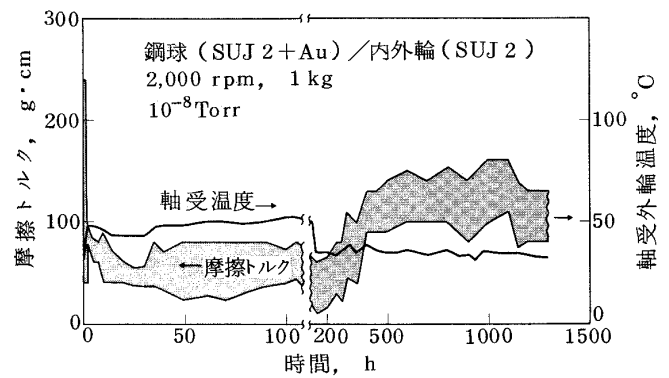


図 166 鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUJ 2) の摩擦特性

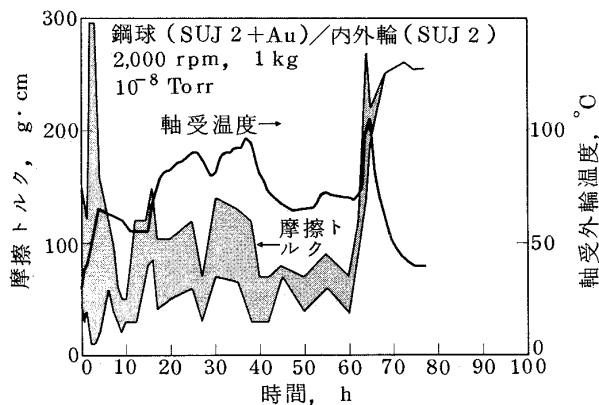


図 165 鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUJ 2) の摩擦特性

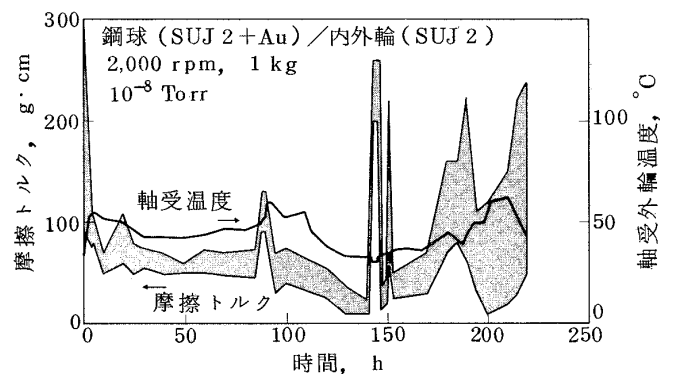


図 167 鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUJ 2) の摩擦特性

高いが、金の移着が完了すると摩擦トルク、軸受温度は急激に低下して低い値に落ついている。空気中ではこのような金の移着は起りにくく、図 156 に示したように摩擦トルクは $10 \sim 30 \text{ g} \cdot \text{cm}$ 一定と低く、軸受温度上昇も $5 \sim 6 \text{ deg}$ 程度で、長時間運転後に急速に膜の破断を生じている。真空中でこのように鋼球の金が内外輪に移着しやすいのは、真空中では表面の酸化物やガス吸着層が減少し清浄な面があらわれるためと考えられる。

以上のように真空中では鋼球の金は短時間で内外輪に移着し、いったん内外輪に金に移着すると内外輪から鋼球への逆移着はほとんど起らない。空気中で鋼球に金膜がなくなると直ちに酸化摩耗粉を発生するが、真空中では酸化摩耗粉を発生することがないためこの後は内外輪に移着した金膜で潤滑が行われる。したがって金の移着後の軸受の耐久時間は内外輪にどのような金の移着膜が形成されたかによって左右される。図 160 の例は内外輪に比較的一様な金の移着膜が形成された場合であるが、図 161 に示すように部分的に厚い金の移着膜が形成され

ると軸受の円滑な回転が妨げられて摩擦トルク、軸受温度の変動を生じ、焼付きまでいたらなくともここで使用限界となる。

図 162~167 に回転数 2000 rpm、スラスト荷重 1 kg における摩擦トルクおよび軸受温度と運転時間との関係のいくつかの例を示す。図 168 は摩擦トルクと軸受温度の変化から推定した鋼球から内外輪への金の移着完了時間と最終的に焼付きを生じた時間である。なお図 168 の下方の矢印は金の移着完了後摩擦トルクと軸受温度に大きな変動を生じたので中止したものである。図 169 は焼付いた軸受の内輪、鋼球の外観の一例で、焼付いた軸受は程度の差はあるがいずれもこのように損傷が著しい。

軸受の耐久時間は内外輪にどのような金の移着膜が形成されたかということにかかっており、図 170 は図 168 において 1296 時間で運転を打切った軸受の内輪、鋼球の外観である。鋼球にはほとんど金がなくなりかけているが、内輪にはほぼ一様な金膜がまだ残っている。このように内外輪に一様な金の移着膜が形成されると軸受の耐

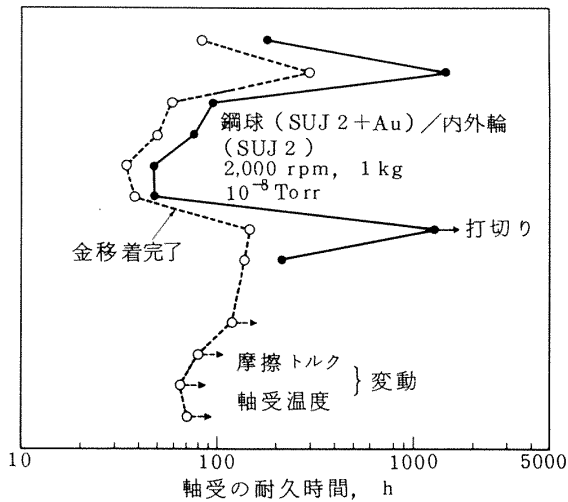
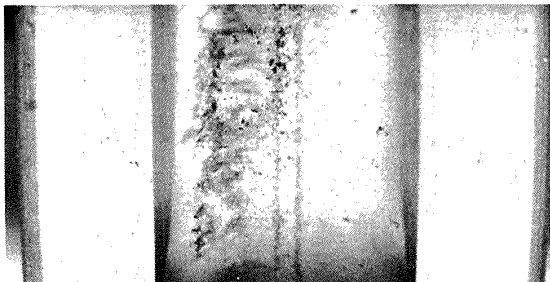


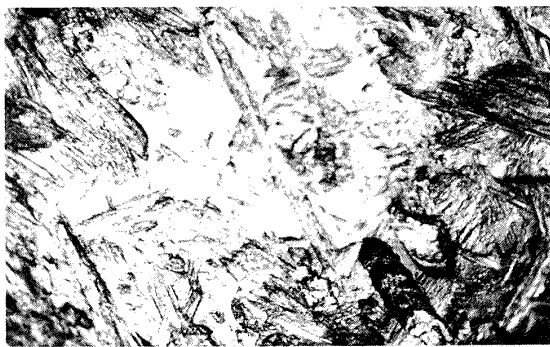
図 168 鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUJ 2) の耐久時間



内 輪

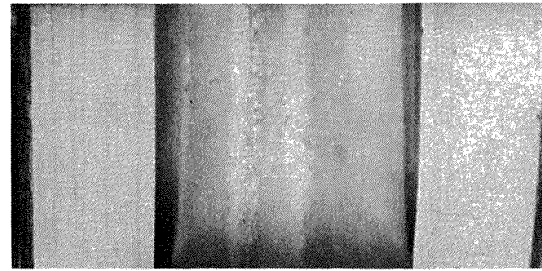


内 輪

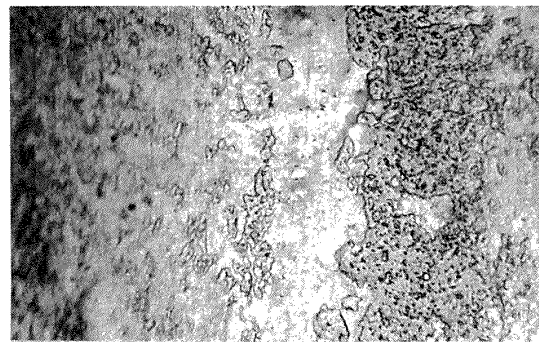


鋼 球 0.1 mm

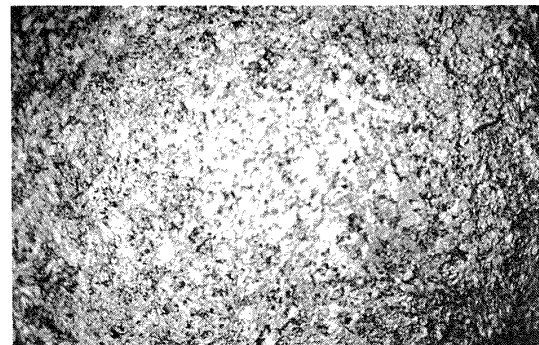
図 169 焼付いた軸受の内輪, 鋼球の外観
〔鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUJ 2)〕



内 輪



内 輪



鋼 球 0.1 mm

図 170 1296 時間で運転を打切った軸受の
内輪, 鋼球の外観
〔鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUJ 2)〕

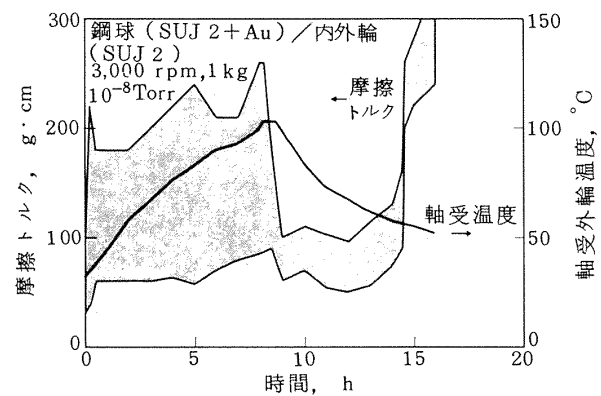


図 171 鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUJ 2) の摩擦特性 (3,000 rpm)

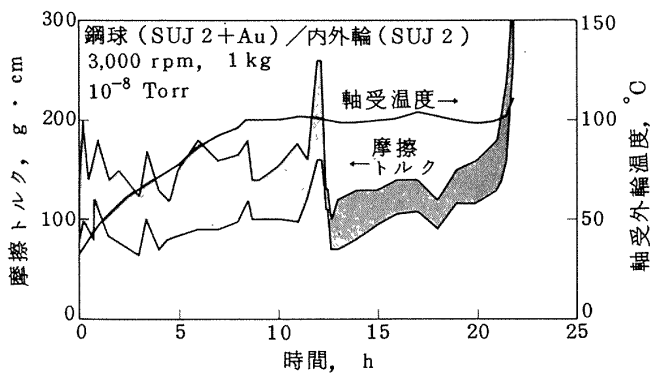


図 172 鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUJ 2) の摩擦特性 (3,000 rpm)

長時間も長い，この移着金膜の形成状態を人為的にコントロールすることは困難である。このため真空中においても軸受の耐久時間は非常にばらつき，金潤滑は信頼性に欠ける。

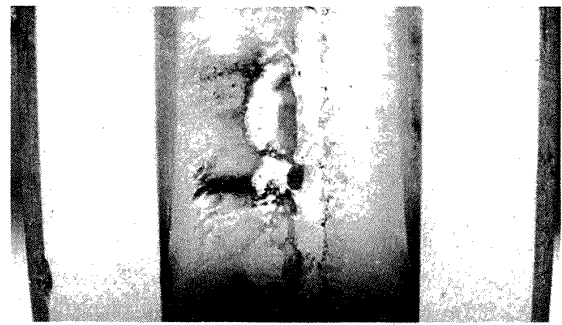
この金潤滑の欠点は回転数を 2000 rpm から 3000 rpm に増加すると一層明瞭にあらわれる。図 171，図 172 は回転数 3000 rpm，スラスト荷重 1 kg における摩擦トルクおよび軸受外輪温度と運転時間との関係である。僅か 15～20 時間で摩擦トルクは急激に増加し軸受は円滑に回転しなくなる。図 173 は図 171 に示した軸受の運転後の内輪，鋼球の外観，図 174 は内外輪の真円度，図 175，図 176 は外輪，内輪みぞ形状である。鋼球の金膜はほとんどなくなりかけているが，内外輪に部分的に非常に厚い金の移着膜が形成されており，このため軸受が円滑に回転しなくなっている。このように回転数が 2000 rpm から 3000 rpm に増大すると速かに鋼球から内外輪に金に移着し，この際部分的に厚い移着膜が形成されやすいため短時間で運転不能となる。

図 156 は図 171 の鋼球と一緒にイオンブレーティングした鋼球を組み込んだ軸受の空気中における摩擦特性である。空気中においては回転数 3000 rpm でも摩擦トルクは 10～30 g·cm，軸受温度上昇は 5～6 deg と低く，軸受の耐久時間も真空中の 15～20 時間に対し 430 時間に増大している。このように真空中と空気中とではその挙動は全く相違している。これはさきに述べたように空気中では鋼球から内外輪への金の移着が起り難いためである。

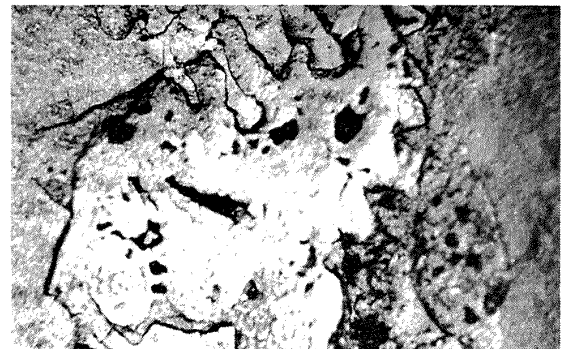
8.4.2 鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUJ 2+Au)

空気中におけるよりもこの組み合わせは真空中で一層不利である。真空中では鋼球の金が内外輪に移着しやすことから，内外輪にも金膜があると部分的に厚い金の移着膜を形成しやすいためである。

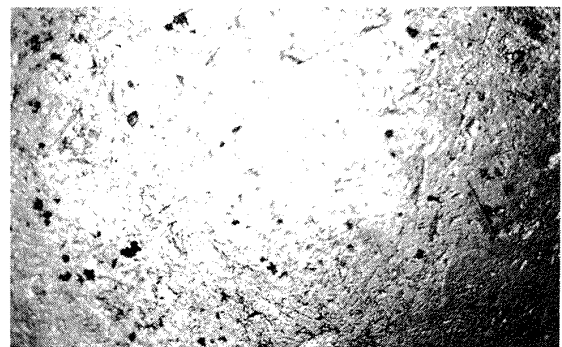
図 177，図 178 はこの組み合わせの回転数 2000 rpm，ス



内 輪



内 輪

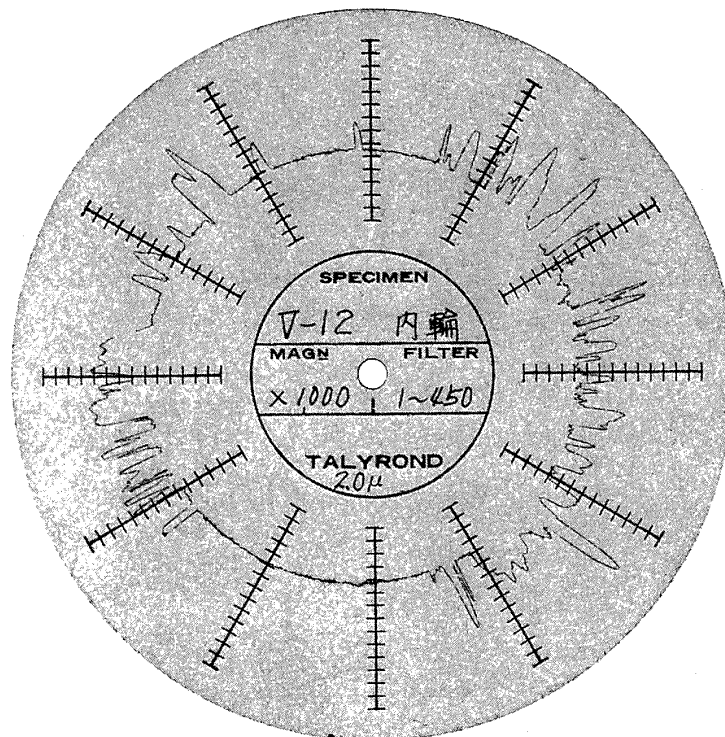


鋼 球

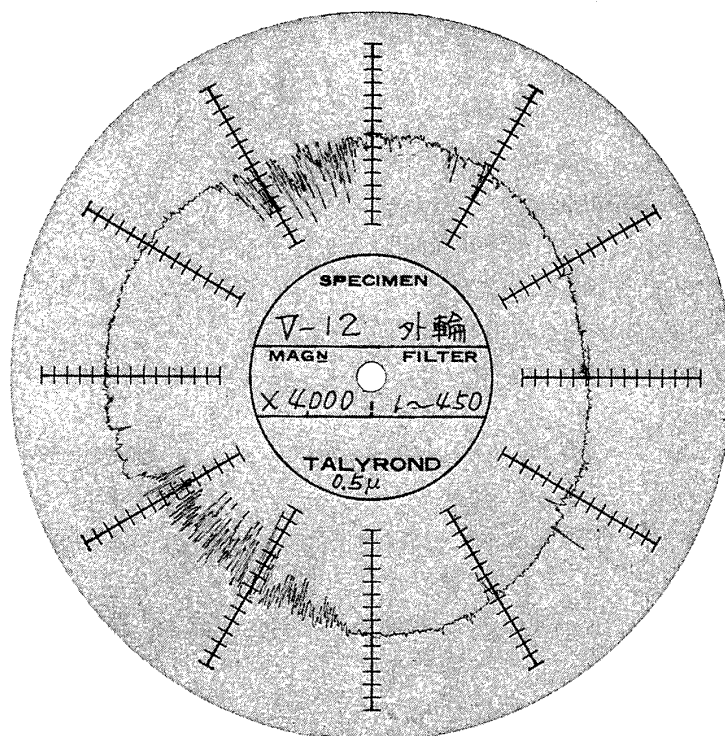
0.1 mm
└──┘

図 173 試験後の内輪，鋼球の外観
〔鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUJ 2)，3000 rpm〕

ラスト荷重 1 kg における摩擦特性の一例である。いずれも 20～30 時間程度で摩擦トルクは急激に増大し軸受は円滑に回転しなくなる。図 179 は図 178 に示した軸受の運転後の内輪の外観，図 180 は内外輪の真円度，図 181，図 182 は外輪，内輪みぞ形状である。内輪に部分的に非常に厚い金の移着膜が形成されており，このため手で軸受をまわしても回転が非常に重くなっている。このように内外輪にも金膜があると鋼球からの金の移着が促進され部分的に厚い移着膜を形成しやすく，鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUJ 2) の回転数 3000 rpm におけると



内 輪



外 輪

図 174 試験後の内外輪の真円度
〔鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUJ 2), 3000 rpm〕

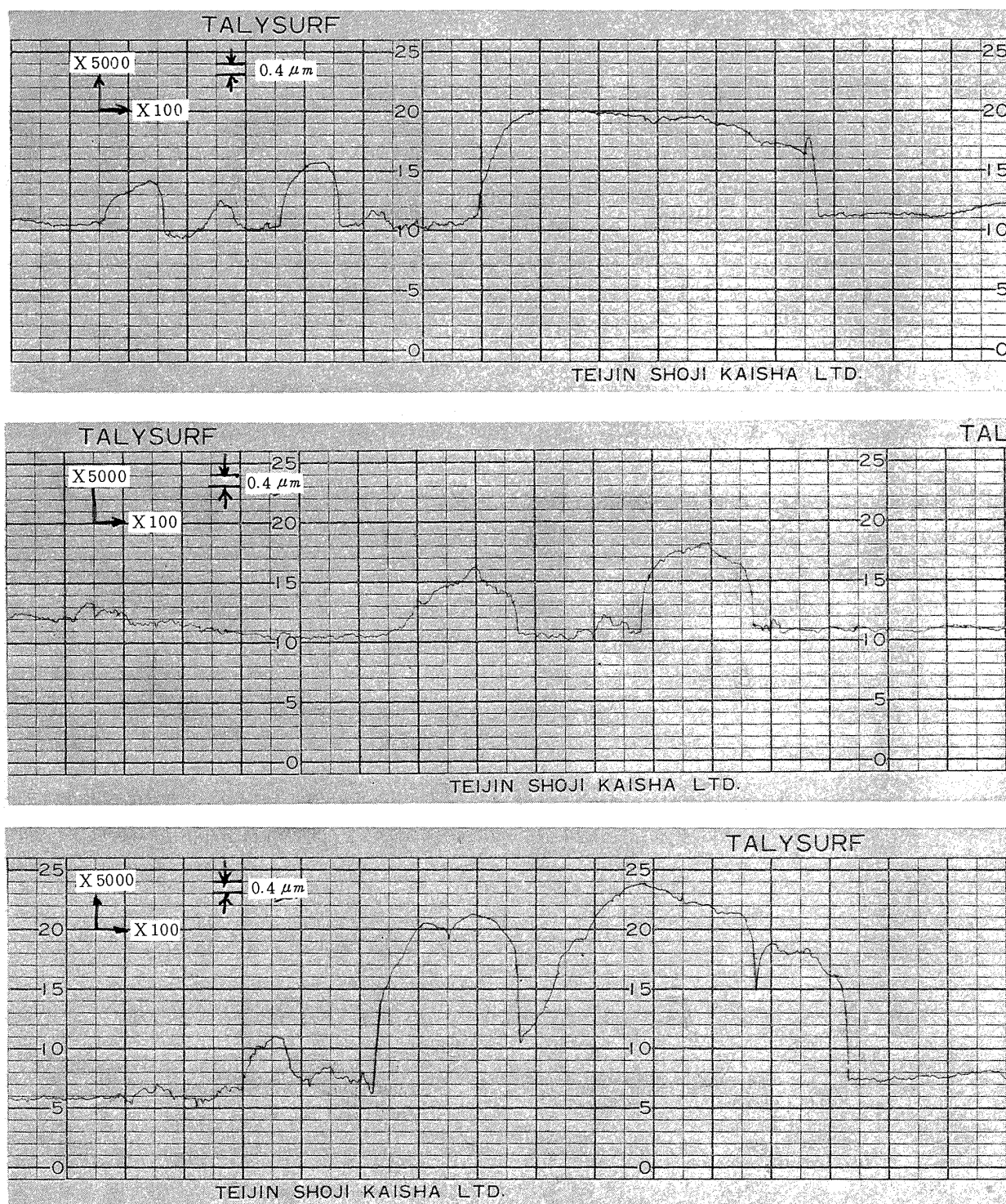


図 175 試験後の外輪みぞの形状
〔鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUJ 2) , 3000 rpm〕

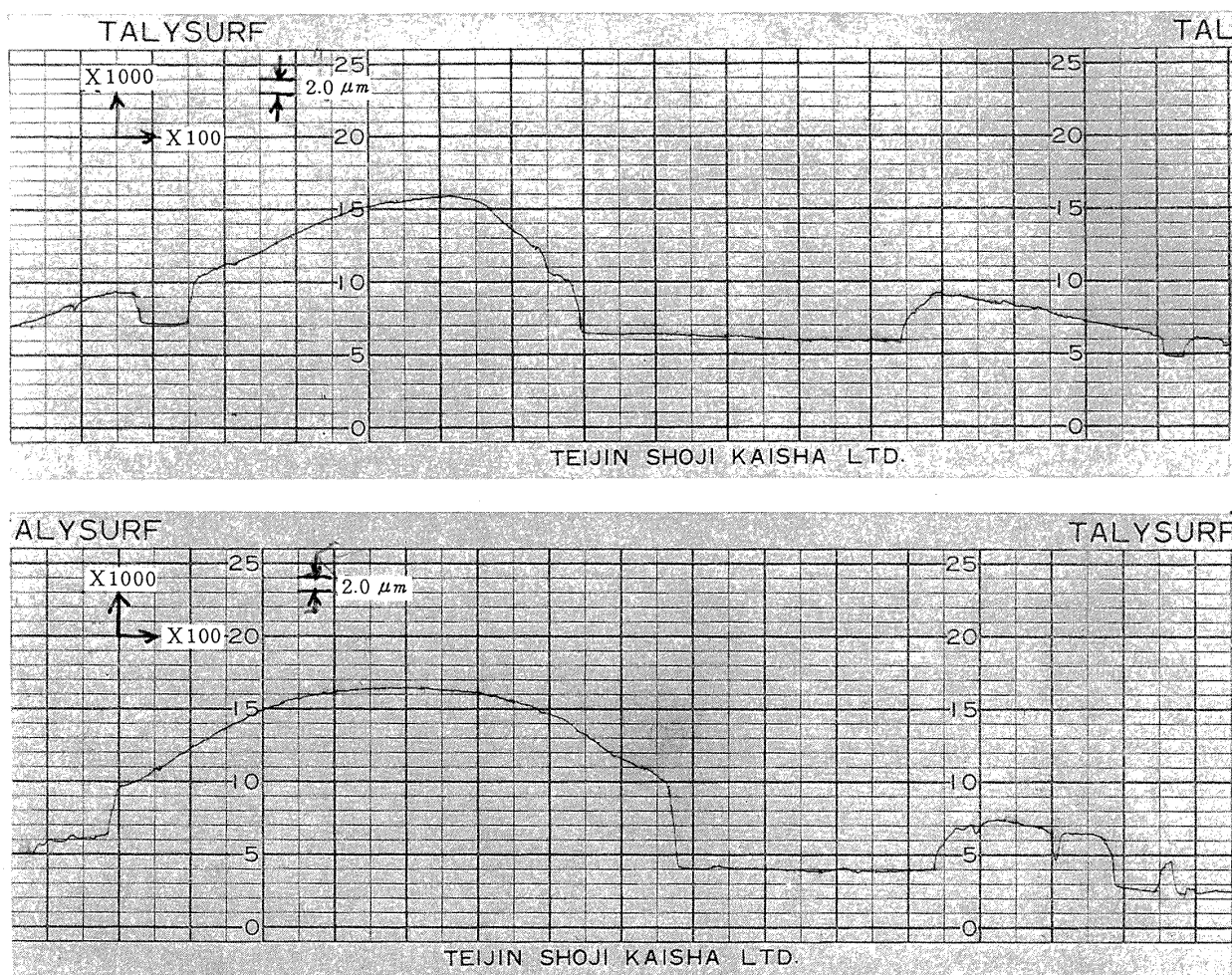


図 176 試験後の内輪みぞの形状
〔鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUJ 2), 3000 rpm〕

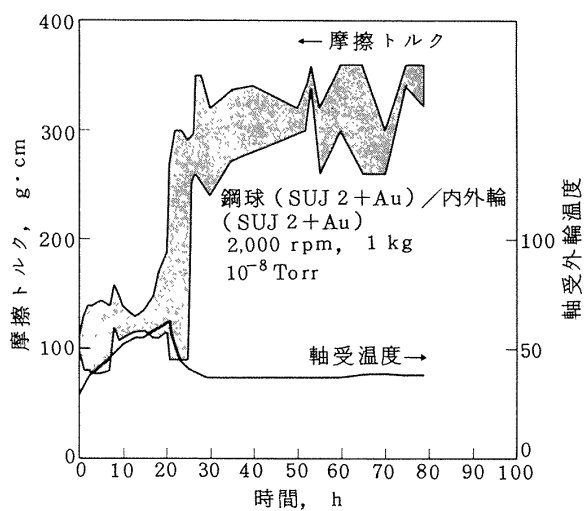


図 177 鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUJ 2+Au) の摩擦特性

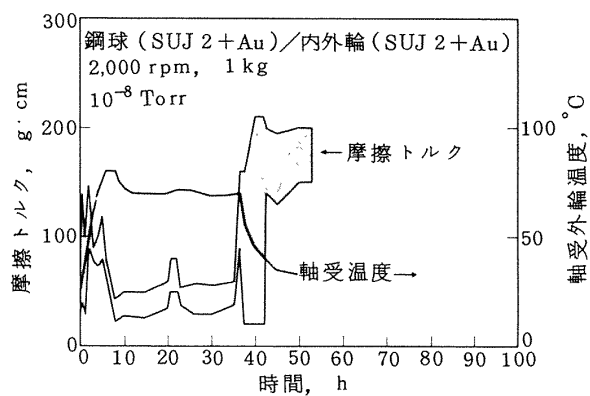


図 178 鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUJ 2+Au) の摩擦特性

同程度に軸受の耐久時間が短くなっている。

8.4.3 鋼球 (SUJ 2+Au)／内外輪 (SUS 440 C)

真空中では鋼球の金が内外輪に移着しやすく，この結果部分的に厚い金の移着膜が形成されると軸受の円滑な回転が妨げられ運転不能となる。SUJ 2に比較してSUS 440 C には金が凝着しにくいことから，内外輪にSUS 440 C を用いると金の移着が減少し軸受の耐久時間が増加するのではないかと考えられる。

図 183，図 184 にこの組み合わせの摩擦トルクおよび軸受温度と運転時間との関係の一例である。予想に反し100 時間内外で摩擦トルクは急激に増大しており，手で軸受がまわらないほど固くなっている。図 185 は運転後の内輪の外観で，軌道面は荒れているが線状に金が移着したあとがみられる。摩擦トルクの変化と合わせ考えると，SUS 440 C には金が凝着しにくいだけに局部的に金が移着するとそこに集中的に金が移着し，かえてSUJ 2におけるような一様な金の移着膜の形成は困難なようである。

図 153 に示したように空気中においては内外輪にSUJ 2あるいはSUS 440 Cを用いても 軸受の最長の耐久時間にほとんど差がなかったのは，空気中では鋼球から内外輪への金の移着が起りにくいためである。

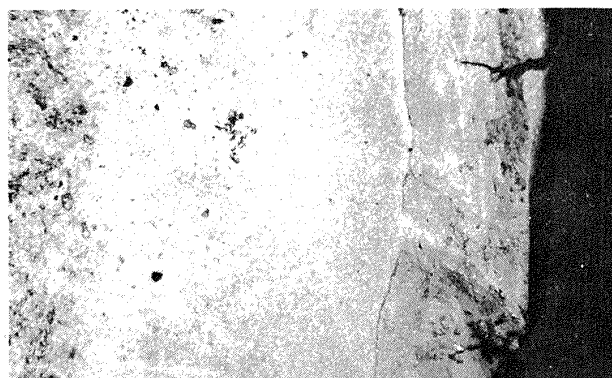
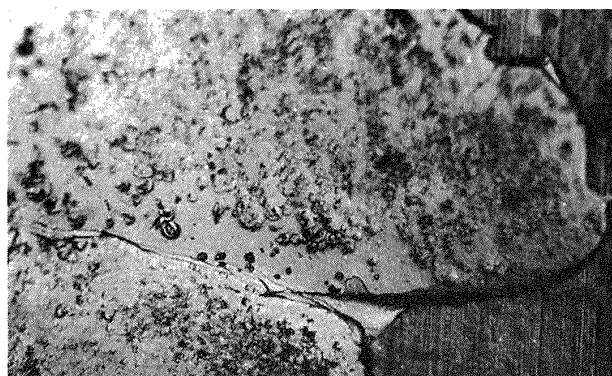
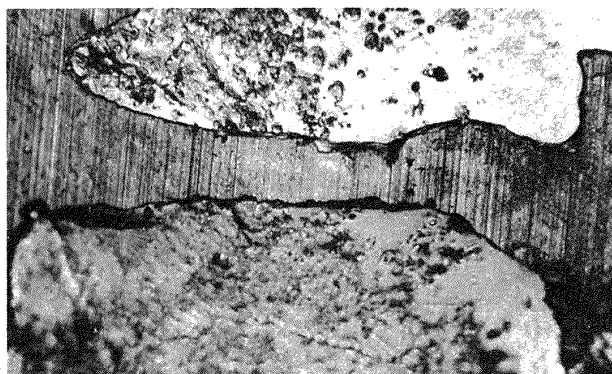
8.4.4 鋼球 (SUS 440 C+Au)／内外輪 (SUJ 2)

図 186～189にこの組み合わせの摩擦トルクおよび軸受温度と運転時間との関係の一例を示す。いずれも短時間で摩擦トルクが急増し運転不能となる。このように耐久時間が短いのはSUJ 2 鋼球に比較してSUS 440 C 鋼球に対する金の付着強度が小さく，それだけ鋼球の金が内外輪に移着しやすくなるためである。

8.4.5 鋼球 (M 50+Au)／内外輪 (SUJ 2)

図 190，図 191 にこの組み合わせの摩擦トルクおよび軸受温度と運転時間との関係の一例を示す。この場合も短時間で摩擦トルクが増大し，軸受の回転は非常に重くなっている。SUS 440 C 鋼球同様M50に対する金の付着強度が小さいことを示している。

以上5種類の組み合わせについて真空中の摩擦特性を明らかにしたが，最もよい組み合わせは鋼球 (SUJ 2+Au)／内外輪 (SUJ 2) である。真空中では短時間で鋼球の金が内外輪に移着し，ついて内外輪に移着した金膜によって潤滑される。したがって内外輪にどのような移着金膜が形成されたかによって軸受の耐久時間が左右され，もしも局部的に厚い移着金膜が形成されると軸受の円滑な回転が妨げられ運転不能となる。この観点から鋼球 (SUJ 2+Au)／内外輪 (SUJ 2+Au)，鋼球 (SUS 440 C+Au)／内外輪 (SUJ 2)，鋼球 (M 50+Au)／内外輪 (SUJ 2) の組み合わせは鋼球から内外輪へ金が移着しやすく



0.1 mm
└──┘

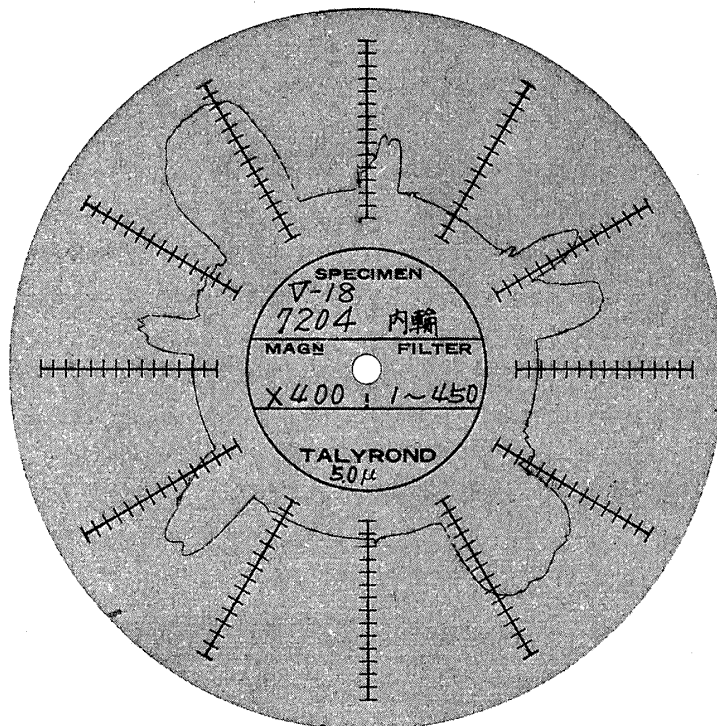
図 179 試験後の内輪の外観
〔鋼球 (SUJ 2+Au)／内外輪 (SUJ 2+Au)〕

また鋼球 (SUJ 2+Au)／内外輪 (SUS 440 C) も内外輪に局部的に厚い移着膜を形成しやすいため性能的に劣る。

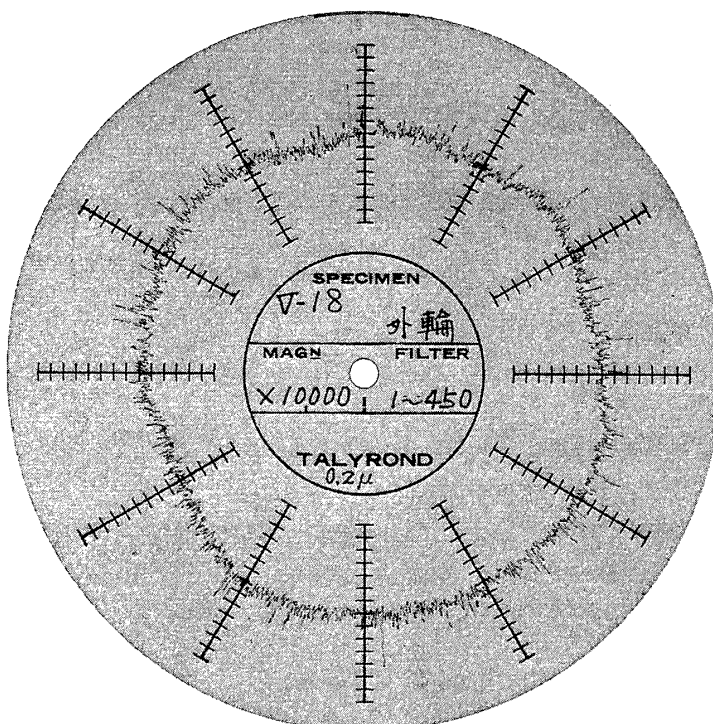
金潤滑は雰囲気の影響を受けることが少なく，空気中，真空中とも最も長い軸受の耐久時間は1500 時間にも達するが，短いのは10 時間以下と非常にばらつきの大きいのが欠点である。

8.5 銀潤滑軸受の空気中における性能

図 192 は銀潤滑総玉軸受の回転数 2000 rpm，スラスト荷重 1 kg における耐久時間である。鋼球 (SUJ 2+Ag)／内外輪 (SUJ 2) は数時間で銀が摩耗はく離し，金潤滑に比較して耐久時間は非常に短い。このようにころが



内 輪



外 輪

図180 試験後の内外輪の真円度
〔鋼球(SUJ 2+Au)／内外輪(SUJ 2+Au)〕

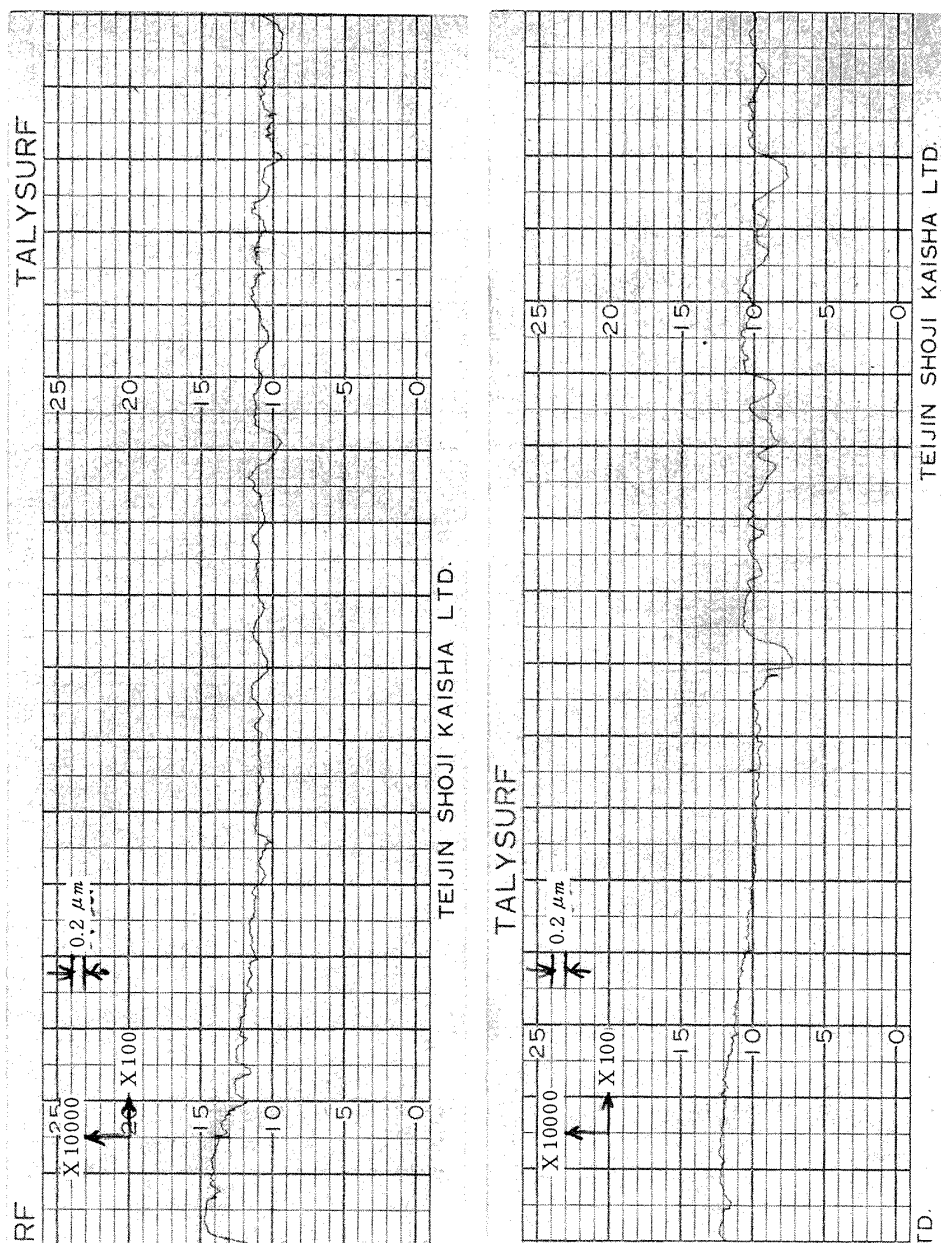


図181 試験後の外輪みぞの形状
〔銅球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUJ 2+Au)〕

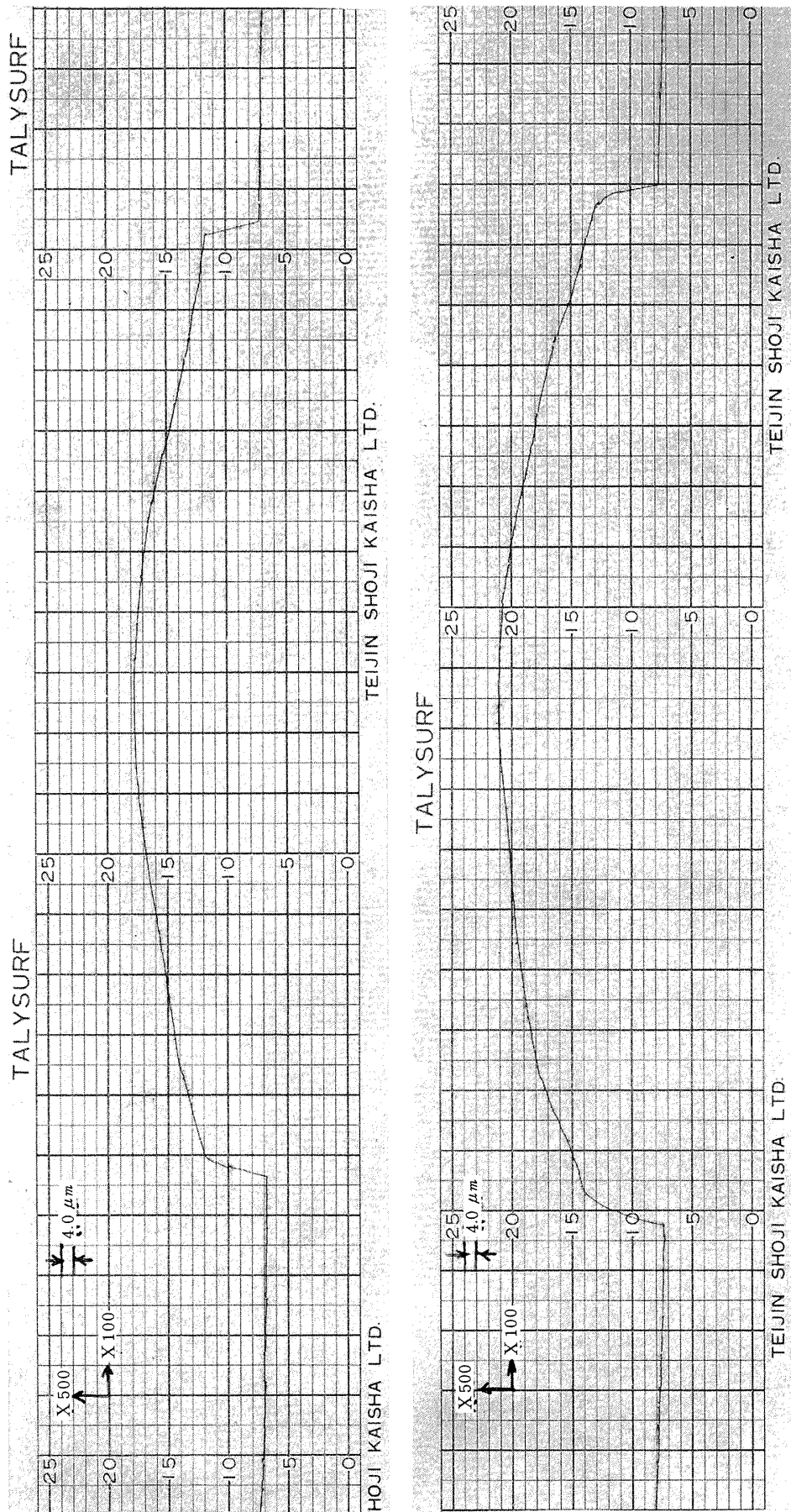


図 182 試験後の内輪みぞの形状
〔鋼球 (SUJ 2+Au) / 内輪 (SUJ 2+Au)〕

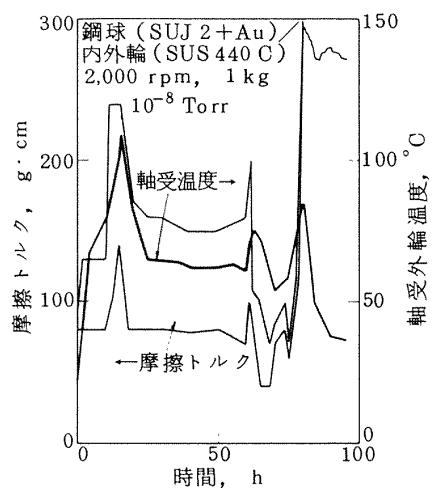


図183 鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUS 440 C) の摩擦特性

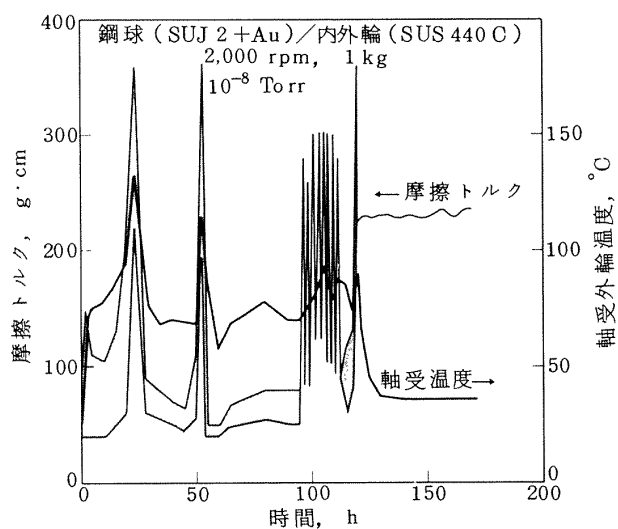


図184 鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUS 440 C) の摩擦特性

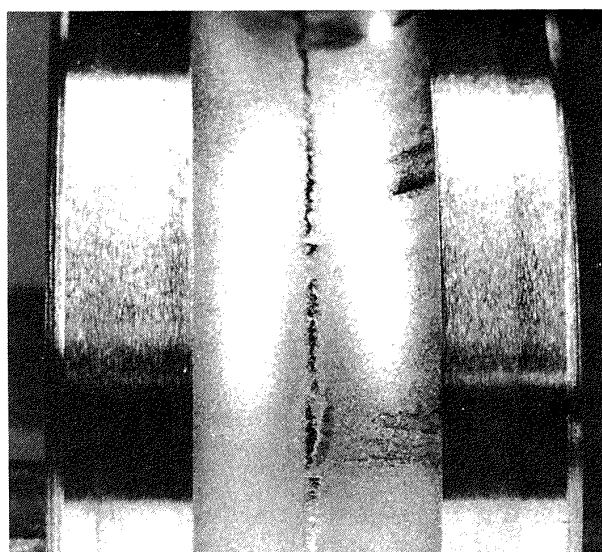


図185 試験後の内輪の外観
〔鋼球 (SUJ 2+Au) / 内外輪 (SUS 440 C)〕

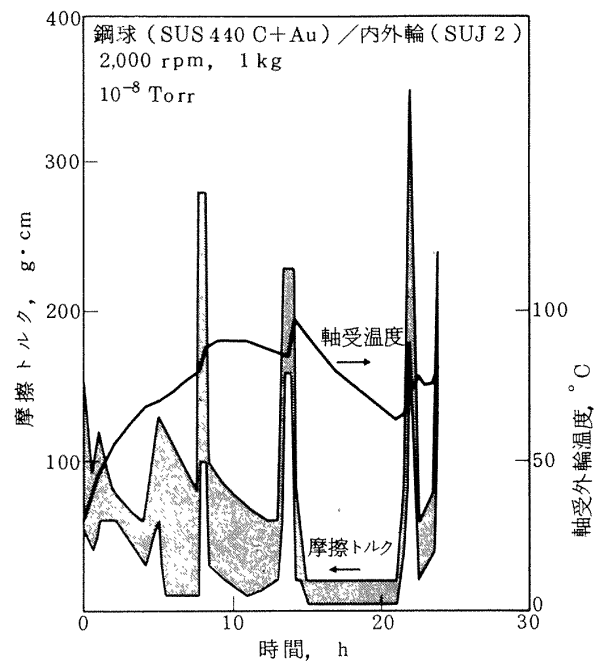


図186 鋼球 (SUS 440 C+Au) / 内外輪 (SUJ 2) の摩擦特性

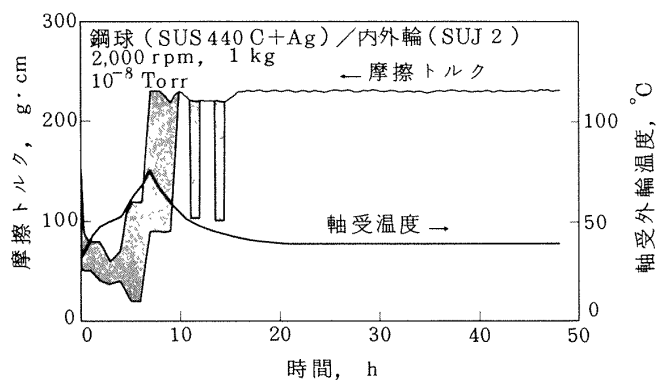


図187 鋼球 (SUS 440 C+Au) / 内外輪 (SUJ 2) の摩擦特性

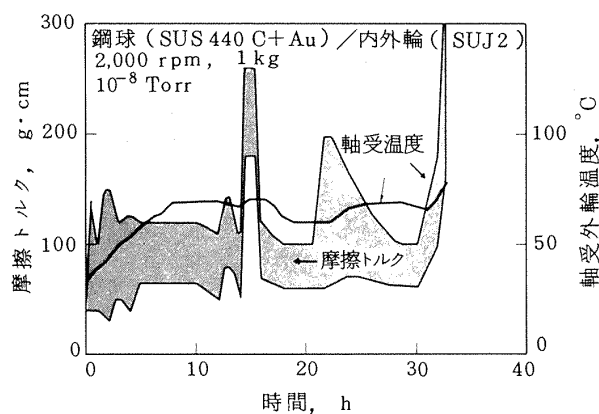


図188 鋼球 (SUS 440 C) / 内外輪 (SUJ 2) の摩擦特性

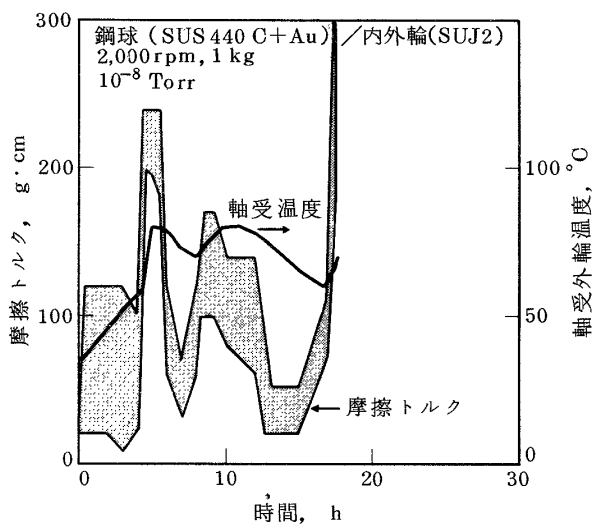


図189 鋼球 (SUS 440 C+Au) / 内外輪 (SUJ 2) の摩擦特性

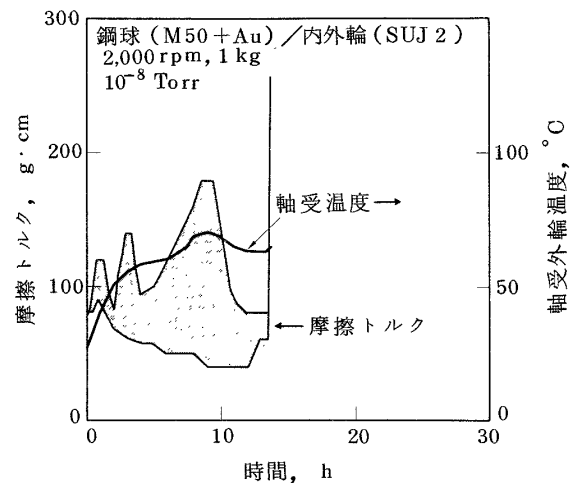


図191 鋼球 (M50+Au) / 内外輪 (SUJ 2) の摩擦特性

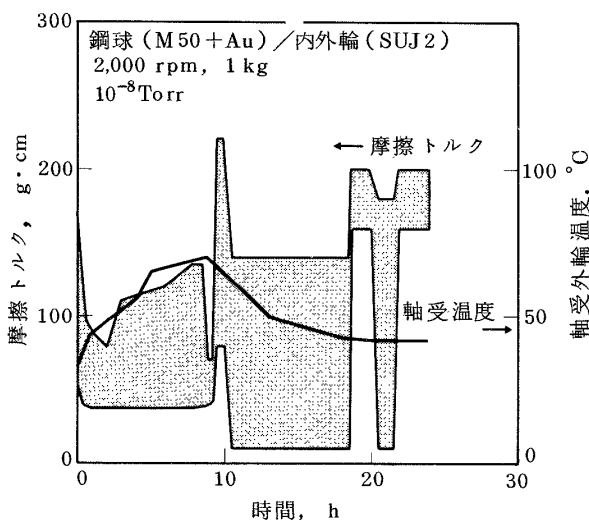


図190 鋼球 (M50+Au) / 内外輪 (SUJ 2) の摩擦特性

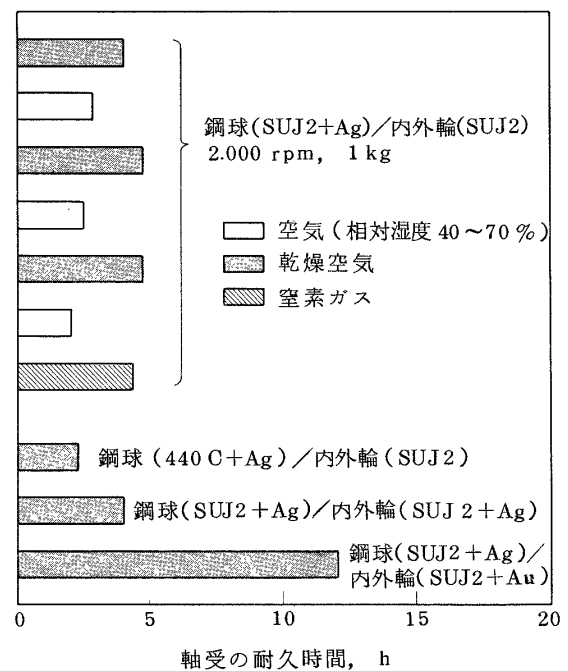


図192 銀潤滑総玉軸受の耐久時間

り軸受においても空気中で銀潤滑は金潤滑に比較して著しく劣るという結果は、第6章のすべり摩擦実験結果とよく一致している。

なお第7章に明らかにしたように銀潤滑では銀酸化物が悪影響を与えることから、図192に乾燥空气中、窒素ガス中の軸受の耐久時間も示したが、湿った空气中よりも耐久時間が若干増大している程度でとくに顕著な効果は認められない。

図192に鋼球 (440 C+Ag) / 内外輪 (SUJ 2)，鋼球 (SUJ 2+Ag) / 内外輪 (SUJ 2+Ag) の耐久時間も示したが、上記組み合わせにおける大差はない。ただ鋼球

(SUJ 2+Ag) / 内外輪 (SUJ 2+Au) の場合に耐久時間がやや増大しているが、それでもせいぜい12時間程度である。このように空気中で銀をころがり軸受の潤滑に用いることはすべり摩擦における同様に全く見込みがないといえる。

8.6 銀潤滑軸受の真空中における性能

図193にスラスト荷重2 kg，各種回転数における銀潤滑総玉軸受の耐久時間をまとめて示す。

8.6.1 鋼球 (SUJ 2+Ag) / 内外輪 (SUJ 2)

空気中の軸受の耐久時間は僅か数時間であったが、真

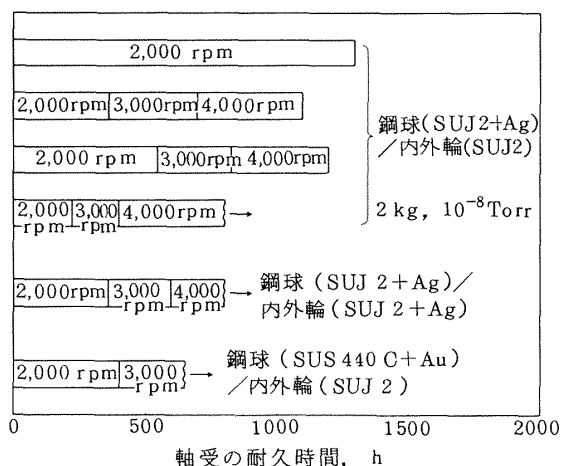


図193 銀潤滑総玉軸受の耐久時間

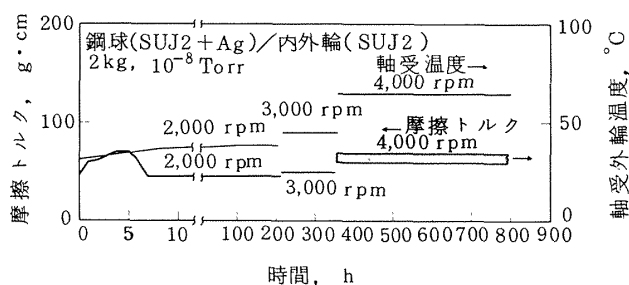
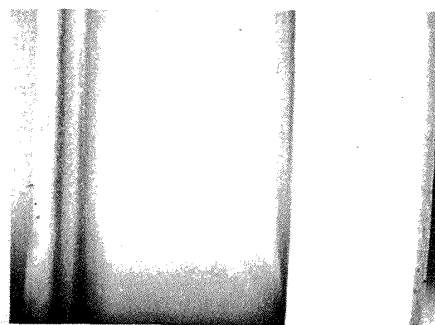


図194 鋼球(SUJ2+Ag) / 内外輪(SUJ2)の摩擦特性

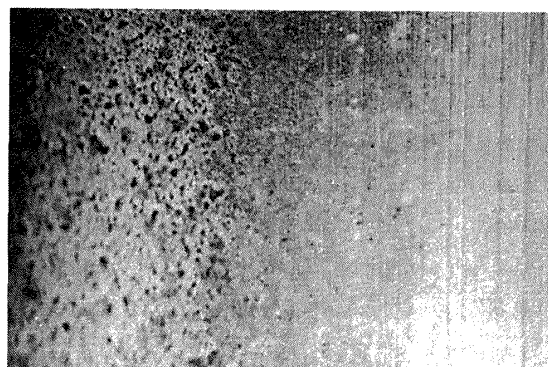
空中ではいずれも1000時間を越えている。さらに金潤滑では軸受の耐久時間は非常にばらついたが、銀潤滑ではばらつきが非常に少なく再現性がある。とくに金潤滑においては回転数3000rpmでは15~20時間で摩擦トルクが急増し運転不能となったのに対し、銀潤滑では3000rpm, さらには4000rpmにおいても異常なく回転しうる。

図194は摩擦トルクおよび軸受温度と運転時間との関係の一例で、金潤滑に比較して銀潤滑では摩擦トルクが非常に小さくかつ変動も少ない。これに伴って軸受温度も低く、4000rpmにおいても65°C, 軸受温度上昇で40 deg程度である。

このように空气中よりも真空中で銀が非常にすぐれた潤滑性を示すことはすべり摩擦の実験結果とよく対応している。銀潤滑と金潤滑における大きな相違は、銀潤滑では鋼球から内外輪への銀の移着が起りにくいことである。図195は図193において800時間で運転を打切った軸受の内輪、鋼球の外観である。内外輪に薄い銀の移着膜が形成されているが、鋼球にはまだ銀膜が十分残っている。第7章で銀は真空中では鉄系材料に凝着しにくい



内輪



内輪



鋼球

0.1 mm

図195 試験後の内輪，鋼球の外観〔鋼球(SUJ2+Ag) / 内外輪(SUJ2)〕

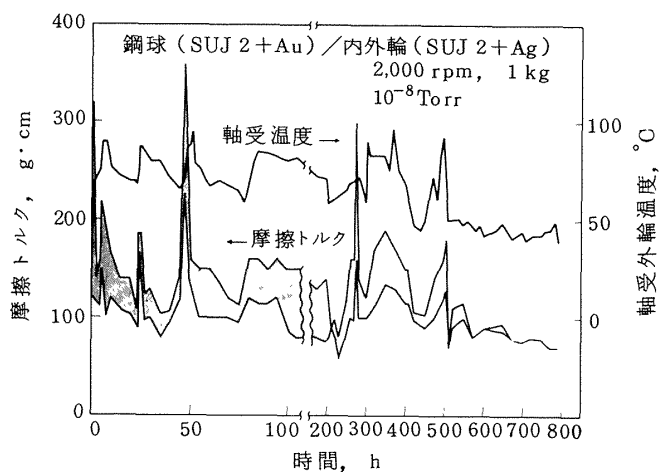
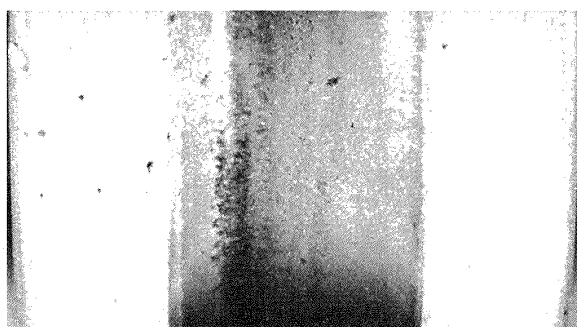
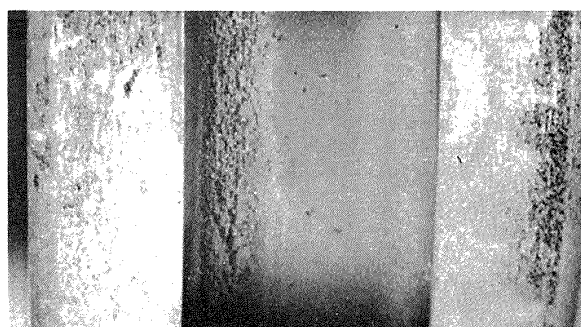


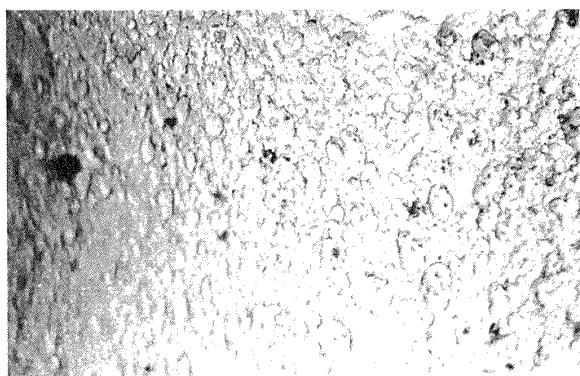
図196 鋼球(SUJ2+Au) / 内輪(SUJ2+Ag)の摩擦特性



内 輪



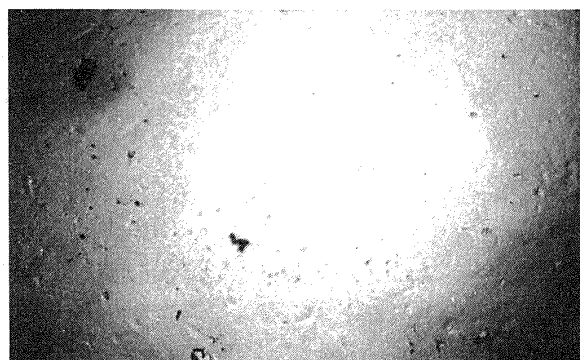
内 輪



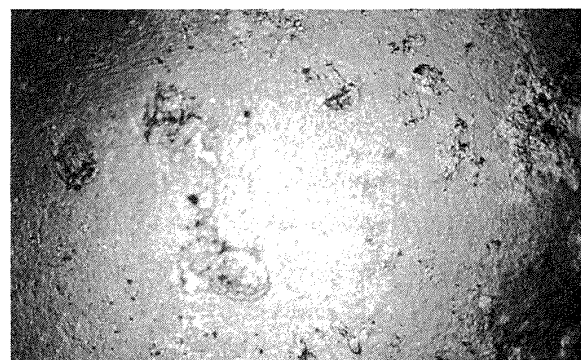
内 輪



内 輪



鋼 球

0.1 mm
└──┘

鋼 球

0.1 mm
└──┘

図 197 試験後の内輪，鋼球の外観
〔鋼球(SUJ 2+Au)／内外輪(SUJ 2+Ag)〕

ことを明らかにしたが，このように鋼球から内外輪へ銀が移着しにくいことが銀潤滑における軸受の耐久時間のばらつきを少なくし，かつ長い耐久時間と低い摩擦トルクと軸受温度を与える原因となっている。すなわち金潤滑では短時間で鋼球から内外輪に金に移着し，この後は内外輪に移着した金膜によって潤滑されるため移着金膜の形成状態によって摩擦特性と軸受の耐久時間が左右されるのに対し，銀潤滑では鋼球に付与された銀が長時間にわたって保持されるところに大きな違いがある。

図 198 試験後の内輪，鋼球の外観
〔鋼球(SUJ 2+Ag)／内外輪(SUJ 2+Ag)〕

以上のような金，銀潤滑の相違は図 196 に示す鋼球(SUJ 2+Au)／内外輪(SUJ 2+Ag)の摩擦特性によくあらわれている。はじめ摩擦トルクと軸受温度が大きくかつ変動しているが，運転時間 500 時間から摩擦トルクと軸受温度は急激に低下し，ついで低い値で推移している。図 197 は運転後の内輪，鋼球の外観で，鋼球の金は完全になくなっているが，内外輪には銀膜が十分残っている。したがってはじめは金の摩擦特性が優先してあらわれ，さいごには銀の摩擦特性に変わったといえる。

8.6.2 鋼球(SUJ 2+Ag)/内外輪(SUJ 2+Ag)

金潤滑では図 177, 図 178 に示したように回転数 2000 rpm で僅か 10 時間で摩擦トルクが急増し運転不能になったのに対し、銀潤滑では図 193 に示したように 2000 rpm で 350 時間, 3000 rpm で 250 時間, 4000 rpm で 200 時間計 800 時間運転しても問題はない。しかし鋼球(SUJ 2+Ag)/内外輪(SUJ 2)に比較して摩擦トルク, 軸受温度はやや大きい。800 時間運転後手で軸受をまわしてみると音がやや大きく部分的に回転がひっかかる。これは内外輪にも銀膜があると、鋼球から内外輪への銀の移着が促進され部分的に厚い移着膜が形成されて軸受の円滑な回転が妨げられるためと考えられる。

図 198 は 800 時間運転後の内輪, 鋼球の外観である。鋼球にはまだ銀膜が残っているが、内外輪には部分的に厚い銀の移着膜が形成されている。しかし金潤滑に比較するとその程度は少なく、銀潤滑ではこの組み合わせでも長時間の運転が可能であるが、金潤滑におけると同様組み合わせとしては鋼球(SUJ 2+Ag)/内外輪(SUJ 2)が適している。

8.6.3 鋼球(SUS 440C+Ag)/内外輪(SUJ 2)

金潤滑のこの組み合わせは図 186 ~ 189 に示したように 10 ~ 20 時間で摩擦トルクが急増し運転不能となったのに対し、銀潤滑では図 193 に示すように 2000 rpm で 410 時間, 3000 rpm で 240 時間運転しても異常はない。この時点で鋼球には銀膜が十分残っており、軸受に異常は認められない。また摩擦トルク, 軸受温度も鋼球(SUJ 2+Ag)/内外輪(SUJ 2)におけると同等である。

銀潤滑では鋼球から内外輪へ銀が移着しにくいいため鋼球材料の影響を受けることが少ない。金潤滑は条件の変化に対して非常に敏感で信頼性に欠けるが、銀潤滑は条件が変化してもその影響を受けることが少なく非常に安定している。

8.7 第 9 章の結論

イオンブレーティング金、銀膜で潤滑したアンギュラ玉軸受の空气中、真空中における軸受性能を明らかにするために実験を行ったが、主な結果はつぎのとおりである。

(1) アンギュラ玉軸受を金、銀で潤滑するときは鋼球のみに金、銀をイオンブレーティングし、総玉軸受形式で使用するのがよい。軸受材料としてはステンレス鋼(SUS 440C)よりも高炭素クロム軸受鋼(SUJ 2)が適している。

(2) 金潤滑アンギュラ玉軸受の回転数 2000 rpm, スラスト荷重 1 kg における空气中、真空中の最も長い耐久時間は 1500 時間に達し雰囲気の影響を受けることが少

ない。しかし空气中、真空中とも軸受の耐久時間は非常にばらつき金潤滑は信頼性に欠ける。また真空中で回転数を 3000 rpm に増加すると軸受の耐久時間は数 10 時間に減少し、金潤滑は摩擦条件の変化に対して非常に敏感である。

(3) 銀潤滑アンギュラ玉軸受の空气中の耐久時間は数時間で金に比較して問題にならないほど短い。これに対し真空中では軸受の耐久時間は非常に増大し、金潤滑よりも長い耐久時間を示す。さらに耐久時間のばらつきが非常に少なく再現性があり、銀は真空中で非常にすぐれた性能を示す。また銀潤滑は真空中で 4000 rpm の回転数でも運転可能で、2000 rpm で 230 時間, 3000 rpm で 170 時間, 4000 rpm で 400 時間計 800 時間運転後も銀膜の破断は生じていない。

(4) 常時真空中で使用されるところがり軸受の潤滑には銀が適している。空气中と真空中の両方で使用されるときは金を使用せざるを得ないが、ばらつきが大きく信頼性に欠ける。

第 9 章 総 括

本研究はイオンブレーティングの最適付着条件とイオンブレーティング金、銀膜の各種条件下におけるすべり摩擦特性をしらべ、真空蒸着およびスパッタリング膜と比較した。さらにイオンブレーティング金、銀膜で潤滑したアンギュラ玉軸受の性能を明らかにするために実験を行った。その個々の結果の詳細については各章の結論で述べたので、ここでは主要な結果をまとめて示すこととする。

(1) イオンブレーティングは真空蒸着やスパッタリングに比較してつきまわりが非常に大きい。この大きなつきまわりはイオン化された蒸発原子の電界に沿った運動によるというよりは、不活性ガス中で蒸発原子がガス分子と衝突し散乱されることに起因している。

(2) イオンブレーティングにおける付着率とまわりこみ率はめっき材の蒸発速度、電極間距離、印加電圧、不活性ガス圧力によって変化する。まわりこみ率を大きくするには蒸発速度は 15 mg/s, 電極間距離は 120 mm, 印加電圧は 4 kV, アルゴンガス圧力は金に対しては 5×10^{-2} Torr, 銀に対しては 2×10^{-2} Torr の条件が最適である。

(3) イオンボンバード処理は基板表面の清浄化に不可欠のものであるが、同時に基板の温度が上昇する。したがってイオンボンバード時間によって膜の付着時の基板温度が決定される。イオンブレーティング, 真空蒸着, スパッタリング金膜のいずれにおいても摩擦特性はイオ

ンボンバード時間によって左右される。膜の寿命はあまりイオンボンバード時間が長すぎてもまた短すぎても減少し、膜の寿命を最大とするイオンボンバード時間が存在する。したがって金膜の潤滑性と耐摩耗性を支配するのは膜の付着時の基板温度である。

(4) 蒸発原子のもつエネルギーは真空蒸着で1 eV 以下、スパッタリングで約10 eV であるのに対し、イオンブレーティングでは数100～数1000 eV にも達し、かつ基板表面はスパッタリングによって常に清浄に保たれるため作成された薄膜の基板に対する付着強度が大きいといわれている。しかし膜の寿命を最大とするボンバード時間で作成したイオンブレーティング金膜と真空蒸着およびスパッタリング金膜の摩擦特性を比較するとイオンブレーティング金膜と真空蒸着金膜はほぼ同等で、スパッタリング金膜はこの二者よりも著しく劣る。このようにイオンブレーティング金膜、真空蒸着金膜ともあるボンバード時間で膜の寿命が最大となり、かつこのときの両者の摩擦、膜の寿命が同等であるということは、金膜の付着強度は蒸発原子のもつエネルギーの大小よりも基板の温度上昇による下地金属との相互拡散に依存している。したがってイオンブレーティングの最大のメリットは真空蒸着膜とほぼ同等の潤滑性をもちながらつきまわりが非常に大きいところにあるといえる。

(5) イオンブレーティング銀膜の摩擦特性もイオンブレーティング金膜と同様イオンボンバード時間によって変化し、膜の寿命を最大とするイオンボンバード時間が存在する。ただし銀膜の場合基板に対する付着強度は金膜におけるような下地金属との相互拡散よりも、銀膜と基板との界面のイオンボンバードによる物理、化学的状态の変化に依存している。

(6) 金膜の摩擦特性は摩擦金属組み合わせによって大幅に変化し、金膜と下地金属との付着が強く、いっばり相手摩擦金属と膜との間の凝着の少ない組み合わせが低い摩擦係数と長い膜の寿命を与える。銀膜においてもこの関係は成立するが、金膜に比較すると摩擦金属組み合わせの影響は非常に少ない。

(7) 金、銀膜の摩擦特性は雰囲気によって大幅に変化する。金膜は空気中では繰返し摩擦回数約500回で破断するのに対し、真空中では2000～3000回に増大する。銀膜は空気中では金に比較して摩擦係数が非常に大きく50～100回の繰返し摩擦で膜が破断する。しかし真空中では金膜と同等の低い摩擦係数を示すとともに、膜の寿命は金膜よりも著しく増大し繰返し摩擦回数1,600,000回でも膜の破断を生じない。金、銀とも空気中よりも真空中ですぐれた潤滑性を示すが、真空中では金よりも銀

がすぐれている。

(8) 金膜の摩擦特性は空気の湿度によって大きな影響を受ける。金膜の寿命は相対湿度が増加するにしたがって増大し、相対湿度20～50%で最大となり、これ以上では相対湿度の増加とともにかえって減少する。したがって空気中で金膜の潤滑性を評価するときに湿度の影響を考慮する必要がある。

(9) 金膜の使用限界温度は鉄系材料を下地金属としたときは200℃内外で、銀膜は金膜より下地金属との熱拡散が起りにくいいためこれよりもやや高い。

(10) アンギュラ玉軸受を金、銀で潤滑するときは鋼球のみに金、銀をイオンブレーティングし、総玉軸受形式で使用するのがよい。軸受材料としてはステンレス鋼(SUS 440C)よりも高炭素クロム軸受鋼(SUJ 2)が適している。

(11) 金潤滑アンギュラ玉軸受の回転数2000 rpm, スラスト荷重1 kg における空気中、真空中の最も長い耐久時間は1500時間に達し雰囲気の影響を受けることが少ない。しかし空気中、真空中とも軸受の耐久時間は非常にばらつき信頼性に欠ける。

(12) 銀潤滑アンギュラ玉軸受の空気中の耐久時間は数時間で金に比較して問題にならないほど短い。これに対し真空中では軸受の耐久時間は非常に増大し、金潤滑より長い耐久時間を示す。さらに耐久時間のばらつきが非常に少なく再現性があり、銀は真空中で非常にすぐれた性能を示す。とくに金潤滑の3000 rpm における軸受の耐久時間は数10時間であるのに対し、銀潤滑では4000 rpm においても長時間の運転が可能である。

終りにのぞみ、実験に協力された慶應義塾大学学生の森田美樹、荒木龍彦ならびに長谷川勉の諸君に厚く感謝の意を表する。

REFERENCES

1. T. W. Flatley and H. E. Evans; The Development of the Electric Field Meter for the Explorer VIII Satellite (1960) NASA, TN D-1044 (1962).
H. E. Evans and T. W. Flatley; Bearings for Vacuum Operation Retainer Material and Design, NASA, TN D-1339 (1962).
H. E. Evans and T. W. Flatley; High Speed Vacuum Performance of Gold Plated Miniature Ball Bearings with Various Retainer Materials and Configurations, NASA, TN D-2101 (1963).
T. W. Flatley; High Speed Vacuum Performance of Miniature Ball Bearings Lubricated with Combinations of Barium, Gold, and Silver Films, NASA, TN D-2304 (1964).
2. T. Spalvins and D. H. Buckley; Vapor-Deposited Thin Gold Films as Lubricants in Vacuum (10^{-11} mm Hg), NASA, TN D-3040 (1965).
3. D. M. Mattox and J. E. McDonald; Interface Formation during Thin Film Deposition, J. Appl. Phys. Vol. 34, No. 8 (1963) pp. 2493.
D. M. Mattox; Film Deposition Using Accelerated Ions, Electrochemical Technology, Vol. 2 (1964) pp. 295.
4. T. Spalvins, J. S. Przybyszewski and D. H. Buckley; Deposition of Thin Films by Ion Plating on Surfaces Having Various Configurations, NASA, TN D-3707 (1966).
Sputtering and Ion Plating; NASA SP-5111 (1972).
5. L. B. Leder; Fundamental Parameters of Ion Plating, Metal Finishing, Vol. 72, March (1974) pp. 44.
6. R. Carpenter; The Basic Principles of Ion Plating, Science and Technology of Surface Coating (1974) pp. 400, Academic Press.
7. S. Aisenberg; Dominant Physical Processes in Ion Plating, NASA, SP-5111 (1972) pp. 172.
8. M. Kaminsky; Atomic and Ionic Impact Phenomena on Metal Surfaces (1965) pp. 211, Springer Verlag.
9. K. Kuwahara, Y. Yamamura and K. Tamura; Diffusion of Copper into the Thin Gold Films Deposited in Vacuum, Memoirs of the Faculty of Eng. Hiroshima Univ., Vol. 5, No. 2 (1974) pp. 39.
10. T. Spalvins and D. H. Buckley; Importance in Lubrication of Various Interface Types Formed during Vacuum Deposition of Thin Metallic Films, NASA, TM-X-52305 (1967).
11. R. Takagi and T. Liu; The Lubrication of Steel by Electroplated Gold, ASLE Trans., Vol. 10, No. 2 (1967) pp. 115.

航空宇宙技術研究所報告 505号

昭和52年7月発行

発行所 航空宇宙技術研究所
東京都調布市深大寺町1880
電話武蔵野三鷹(0422)47-5911(大代表)〒182
印刷所 株式会社 共 進
東京都杉並区久我山4-1-7(羽田ビル)
