

DLC 膜の真空中摩擦特性における温度依存性

Temperature dependance of vacuum tribological properties of DLC films

マテリアル・機構技術グループ
Mechanical and Materials Engineering Group

岩木 雅宣
Masanori Iwaki

Abstract

Among diamond-like carbon (DLC) coatings, hydrogenated amorphous carbon (a-C:H) coatings are of great interest since some of them exhibit friction coefficient in the millirange, so-called “superlow friction” in vacuum. However, there are still points to be clarified and improved to employ them as solid lubricant for space use. For example, in space environment solid lubricants are required to function at both low and high temperature. In such an extreme environment, it is necessary to know the evolution of the tribological behavior in temperature, leading to their application limit.

In this work, pin-on-disk friction tests were conducted at various temperatures under vacuum condition. For all temperatures, superlow friction regime could be reached, as it was observed usually at room temperature. However, an effect of temperature is evidenced on the duration of “running-in” phase, i.e. the number of cycles required to reach a superlow friction regime. The lower the temperature was, the longer this duration was. Also, the application limit in temperature was found between 200 and 300°C, at which the friction coefficient slowly increases after running-in, to reach values above 0.01.

1. はじめに

本研究は、将来宇宙用潤滑剤としての利用が期待される DLC (ダイヤモンドライクカーボン) 膜についての真空中におけるトライボロジー特性を取得することを目的としたものである。

本研究は平成 15 年度海外長期派遣研修制度 (平成 16 年 1 月～平成 17 年 1 月) を利用し、フランス・リヨン工科大学 トライボロジー・ダイナミクス研究所 (LTDS) において行われた。

2. 研究の概要

DLC 膜の中でも、「水素化アモルファスカーボン (a-C:H) 膜」には、真空中で super low friction と呼ばれる 0.01 未満の超低摩擦係数を示すものが存在することから大きな注目を集めている[1]。DLC 膜は数々の優れた特性から将来の宇宙用潤滑剤として有望であると考えられているが、実用化のためには未知の特性及びクリアすべき課題が残されている。例えば宇宙用潤滑剤は宇宙の苛酷な温度環境に耐えることが要求されるが、a-C:H 膜の真空中温度依存性については報告がない。

そこで本研究では温度を -130°C から +300°C まで変化させ、真空中での a-C:H 膜の摩擦係数を測定し、温度依存性を調査した。

3. 成果の概要

3. 1 試料

試料はシリコンウェハー上に成膜された a-C:H 膜を用いた。その詳細を Table 1 に示す。

Table 1. Detail of sample

Name	AC5
Structure and composition	Hydrogenated amorphous carbon (a-C:H), H content 40 at.%
Precursor	Acetylene (C ₂ H ₂)
Deposition method	Plasma assisted CVD, bias voltage: -500 V
Manufacturer	IBM
Film thickness	1 μm
Hardness	7 GPa
Substrate	Si wafer, 8×10 mm

3. 2 試験装置

試験は LTDS 所有の UHV Analytic Tribometer[2]を用いた。この試験機は「超高真空での往復摺動試験機+表面分析装置」という構成をしており、真空中摩擦試験後、試料を大気に曝すことなく、その表面を分析できることが特徴である。Figure 1 に概要を示す。

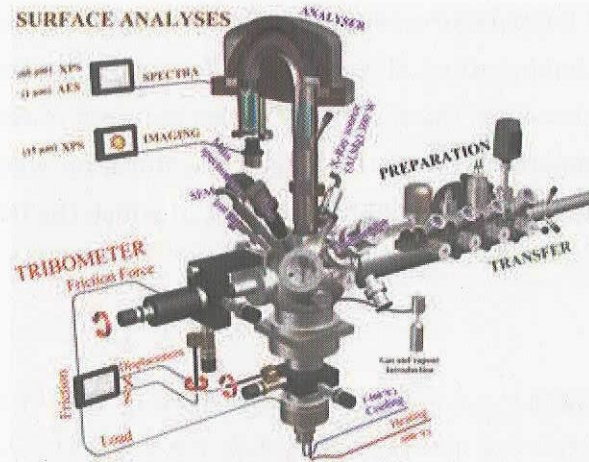


Figure 1 Schematic view of the UHV Analytic Tribometer

3. 3 試験結果

Table 2 に示す試験条件により、温度を変えて真空中摩擦試験を行った。

Table 2 Conditions of vacuum friction test

Friction mode	pin-on-disk, reciprocating friction
Friction length	2 mm
Friction speed	0.5 mm/s
Pin radius	8 mm
Load	3 N (max. Hertzian pressure about 0.5 GPa)
Pressure	about 1×10^{-7} Pa
Temperature	-130~+300°C
Number of cycles	1000

Figure 2 に摩擦試験結果を示す。Table 3 に示すように、すべての温度において superlow friction 状態を達成したが、摩擦係数は 200°C で往復数 (Figure 2 で Cycles と表示) とともに漸次増加傾向、300°C では 200 往復近辺より 0.05~0.10 程度まで急上昇した。これは DLC の実用的使用限界がこの 200~300°C 付近にあることを示している。

Figure 3 の光学顕微鏡像においても、高温 (200°C 及び 300°C) と常温・低温 (30°C 及び -130°C) の間には大きな違いが見られ、高温での摩擦痕の荒れが目立つ。

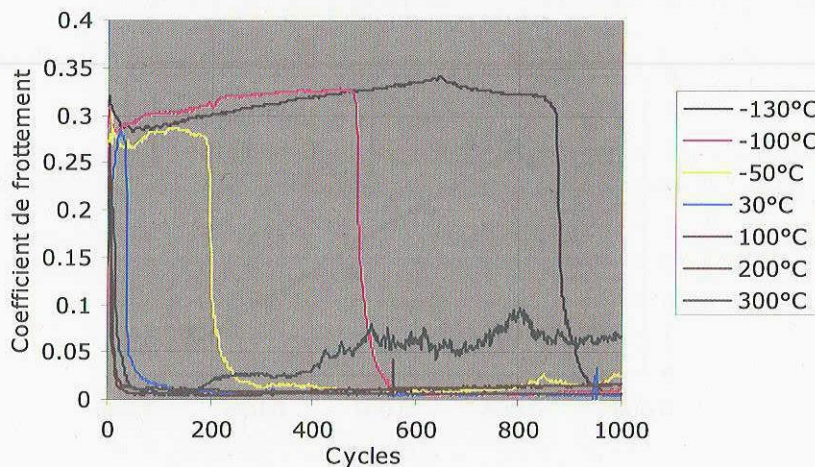


Figure 2 Vacuum friction test result of the DLC film

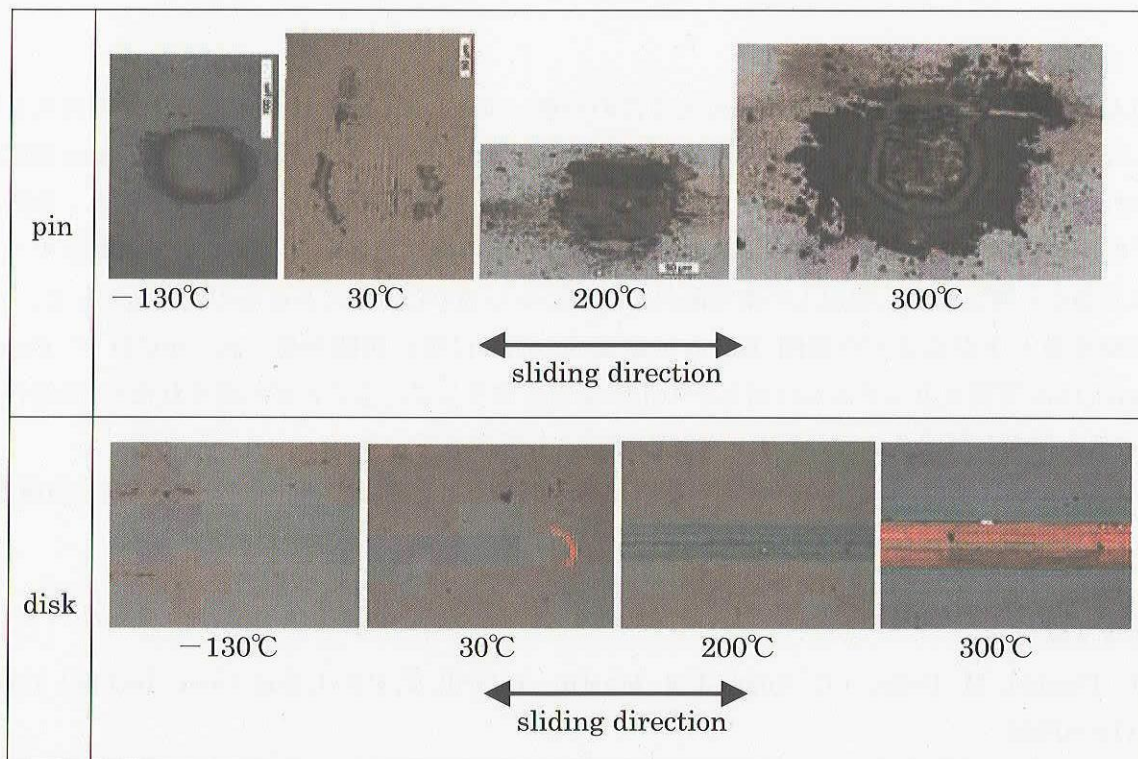


Figure 3 Optical images of the friction traces of the DLC film after vacuum friction test

また、摩擦係数は、摩擦開始後一定期間 0.3 前後で推移した後、劇的に superlow friction レベルまで低下した。この摩擦係数が高い時期の持続時間については温度依存性が見られ、温度が低く

なればなるほど、長くなる傾向があった。この期間 (superlow friction が得られるまでに要する往復数) を inscribed period: P_{inc} と呼ぶこととすると、 P_{inc} の逆数の自然対数と試験温度の逆数の間には Figure 4 のような線形な関係が得られる。図中の近似直線と各データとの相関係数は 0.92 以上と非常に高い相関を示している。これはアレニウス・プロットと呼ばれ、化学反応の速度を推定するためによく用いられる。すなわち superlow friction 発現メカニズムには、何らかの化学反応が関係していることが想定される。ただし、表面に吸着した水 (あるいは氷) が影響したことも考えられ、この点についてはさらに検討を進める予定である。

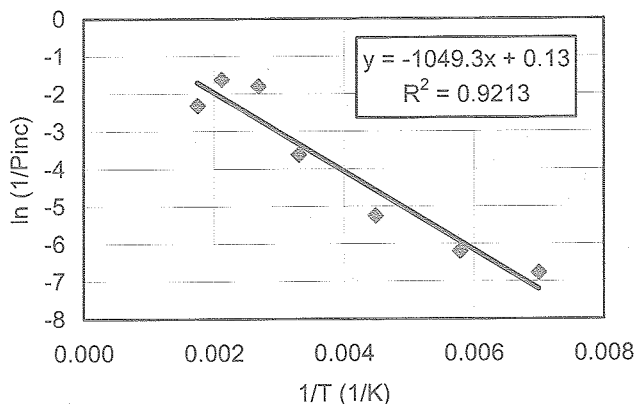


Figure 4 Arrhenius' plot between temperature and P_{inc}

4. まとめ

DLC 膜を宇宙用潤滑剤として実用化するための第一歩として、a-C:H 膜の真空中摩擦特性を取得した。-130~200°C という広い温度範囲で摩擦係数 0.01 未満となる Superlow Friction 状態が得られ、温度特性は良好であると言える。300°C においても摩擦係数としては 0.1 未満と、依然として低い値を示しているが、摩擦係数の挙動及び摩擦痕の観察結果から 200°C までの摩擦モードとは異なると考えられ、実用上の使用限界が 200°C から 300°C の間にあるものと考えられる。

摩擦係数が下がるまでの期間 P_{inc} と試験温度の間には強い相関が見られ、a-C:H の Superlow friction 発現メカニズムには何らかの化学反応が寄与していることが示唆されたが、詳細なメカニズムはまだ解明されておらず、今後の課題として残っている。

今後は a-C:H 膜の潤滑メカニズムの解明を推し進めるとともに、実用化に向けて耐宇宙線性、地上保管時の安定性などの特性評価を行っていく予定である。

[参考文献]

- [1] C. Donnet, M. Belin, J.C. Augé, J.M. Martin, A. Grill, V. Patel, Sur. Coat. Technol. 68/69 (1994)626.
- [2] T. Le Mogne, J.M. Martin, C. Grossiord, in : D. Dowson (Ed.), Lubrication at the Frontier, Tribology Series, vol. 36, Elsevier, 1999