

## ZrO<sub>2</sub> と DLC の超低摩擦現象に及ぼす垂直剛性の影響

Effect of normal stiffness on the superlubricity phenomenon between ZrO<sub>2</sub> and DLC film

都産技研（正）\*齋藤 廉賀 都産技研（正）徳田 裕樹 都産技研（非）國枝 泰博  
都産技研（正）川口 雅弘

Yasuyoshi Saito\*, Yuuki Tokuta\*, Yasuhiro Kunieda\*, Masahiro Kawagushi

\*Tokyo Metropolitan Industrial Technology Research Institute

### 1. 結言

エタノール雰囲気下における DLC と ZrO<sub>2</sub> の摺動組み合わせで生じる超低摩擦化現象は、50 N 以上の高荷重条件下においても摩擦係数 0.01 以下の超低摩擦を示すことが知られている<sup>(1)</sup>。また、この摩擦現象は摺動界面に形成されるエタノール由来のトライボフィルム<sup>(2)</sup>により発現することが分かっており、摺動界面に安定したトライボフィルムを形成することでさらなる超低摩擦化が期待されている。本研究では、摺動界面に影響を及ぼす因子として摩擦システムの剛性<sup>(3)</sup>に着目し、垂直剛性を変更可能な摩擦試験装置を用いた実験を実施することで、超低摩擦現象に及ぼす摺動安定性の影響を明らかにした。

### 2. 実験条件

摩擦試験は Fig. 1 に示す往復摺動型の摩擦試験環境において実施した。この装置は摩擦試験時の試験荷重をバネの復元力により負荷することのできる機構を有しており、剛性(バネ定数)の異なるバネを装置に組み込むことで摩擦試験時の垂直剛性を変更した。試験に用いたバネはバネ定数 1.0, 6.2, 11.3, 91.9 N/mm の 4 種類とした。また、試験雰囲気は、摺動環境を覆うアクリルケース内に窒素ガス(主流)とエタノール添加窒素ガス(副流)を混合したものを任意の流量で供給し続けることで制御した。なお、エタノール添加窒素ガスは、33 °C に加熱したエタノールを窒素ガスによりバブリングすることで供給した。摺動環境のエタノール濃度はアルコールセンサー(DURASONIC Co., Ltd 製アルコールセンサー モジュール XC4540)を用いて監視し、雰囲気中のエタノールの存在量を出力された電圧値より記録した。摩擦力および垂直方向押しつけ力は各方向に取り付けたロードセルにより記録した。ボール試験片は直径 5 mm のイットリア安定化ジルコニア製とし、プレート試験片は Si ウエハに製膜した DLC(a-c:H) 膜とした。

摺動条件はすべり速度 10 mm/sec, ストローク 10 mm の往復摺動とし、摺動開始前にエタノール蒸気(エタノール添加窒素ガス 90 sccm+窒素ガス 3 slm)を 30 分供給し雰囲気を安定化させ、試験荷重を 9.8 N 負荷した状態で試験を開始した。試験手順は以下の通りであり、試験中の摩擦係数を取得した。

- Step1: 試験荷重 9.8 N 負荷した条件下で摺動を開始する。
- Step2: 試験開始 3 分後に 19.6 N まで荷重を増加する。
- Step3: 試験開始 15 分後にエタノール添加窒素ガスの流量を、80 sccm, 60 sccm, 40 sccm, 20 sccm, 10 sccm, 5 sccm, 1 sccm となるように 2 分毎に供給量を絞る。
- Step4: 試験開始 29 分後に試験を終了とする。

### 3. 実験結果および考察

Figure 2 に実験により得られた摩擦係数とアルコールセンサーの電圧値の時間変化の一例を示す。摩擦係数は荷重増加時(Step2)とエタノール添加窒素ガスの減量時(step3)に減少し、エタノール添加窒素ガスを 1 sccm とした際に最も低い摩擦係数を示す。アルコールセンサーは雰囲気中のエタノールの存在量に対応することから、雰囲気中のエタノールの存在量の低下に伴い摩擦係数が低下していることが示唆される。各試験条件における試験終了時に到達した摩擦係数の結果とバネ定数の関係を Fig. 3 に示す。同図に示すように、摩擦係数はバネ定数の増加に伴い低下する傾向を示す一方で、最もバネ定数の低い 1.0 N/mm の条件下では摩擦係数 0.01 以上を示した。Figure 4 に摩擦試験時の垂直方向の押しつけ力の時間変化を示す。同図に示す通り、押しつけ力は、往復摺動の動きに合わせて 91.9 N/mm では 1.77

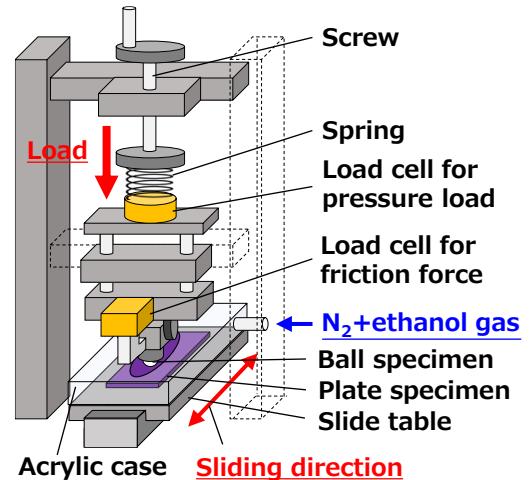


Fig. 1 Schematic image of Friction tester

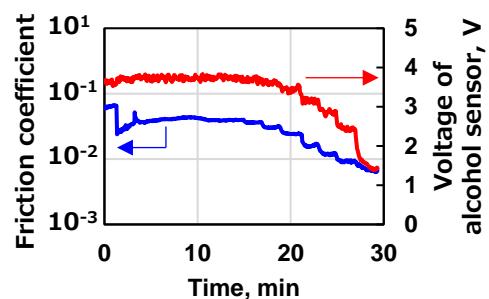


Fig. 2 Friction coefficient  
(spring constant 11.3 N/mm)

$N$ , 6.2 N/mm では 0.35 N の増減が生じており、変化量はバネ係数によって異なることが分かる。このような押しつけ力の変化は垂直方向の変位、すなわちボール試験片が直立位置より傾いていることが原因と考えられる。また、摺動に合わせて連続的な力の変化が生じていることから、ボール試験片が揺動していることが示唆される。

垂直剛性が摺動面安定性と摩擦係数に及ぼす影響を明らかにするために、ボール試験片が揺動する角度 $\theta$ に着目し解析を行った。垂直方向の押しつけ荷重の変動値 $\Delta W$ がボール試験片の揺動によって引き起こされた垂直方向変位 $\Delta h$ から生じたものと仮定すると、 $\Delta h$ はバネ定数 $k$ との関係より式(1)によって表される。

$$\Delta h = \frac{\Delta W}{k} \quad (1)$$

また、未揺動時のボール試験片治具の支点からプレート試験片との接触点までの距離を $L$ 、ボール試験片半径を $r$ とすると揺動角 $\theta$ が生じたときに生じる垂直方向変位との関係は式(2)によって表される。

$$\Delta h = (L - r) \times (1 - \cos \theta) \quad (2)$$

式(1), (2)より、揺動角 $\theta$ は以下の式で表される。

$$\theta = \cos^{-1} \left( 1 - \frac{\Delta W}{k} \times \frac{1}{L-r} \right) \quad (3)$$

Table1 に検出された押しつけ力の変動値 $\Delta W$ と算出された垂直方向変位 $\Delta h$ 、揺動角 $\theta$ を示す。押しつけ荷重の変動値はバネ定数の増加に伴い高い値を示す一方で、ボール試験片の揺動角は垂直方向のバネ定数の増加に伴い低下し、摺動界面が安定することが分かる。算出された揺動角と摩擦係数の関係を Fig. 5 として示す。同図より、摩擦係数は揺動角の低下に伴い低下していることがわかる。このことから超低摩擦現象の更なる低摩擦化を目指す上で、ボール試験片は揺動させないことが重要であると考えられる。

#### 4. 結言

垂直剛性の異なる摺動条件において、エタノール雰囲気下での ZrO<sub>2</sub> 球と DLC プレートの摺動試験を実施し、以下の点を明らかにした。

- (1) 摩擦試験装置の垂直剛性は試験中の垂直方向押しつけ力に影響を与える、バネ定数 1.0 N/mm では 0.15 N、ばね定数 91.9 N/mm では 1.77 N の荷重変動が生じる。
- (2) エタノール雰囲気下における低摩擦現象は垂直剛性を高くすることで、ボール試験片の揺動が収まり、到達する摩擦係数が低下する傾向を示す。

#### 謝辞

本研究を遂行するにあたり、ご指導いただきました東京大学の加藤先生、野坂氏に厚く御礼申し上げます。

#### 文献

- 1) 野坂・森崎・藤原・加藤・川口、トライボロジー会議 2016 春 予稿集, E23.
- 2) Y. Tokuta, Y. Saito, S. Nakashima & M. Kawaguchi, The investigation about formation mechanism of tribofilm induces super-lubricity of DLC films sliding against ZrO<sub>2</sub> in vaporized ethanol environment, Proceedings of the International Tribology Conference 2020NE, (2021).
- 3) 邱、摩耗に及ぼすシステム敏感因子の影響に関する研究、博士学位論文、東北大学、(1996)。

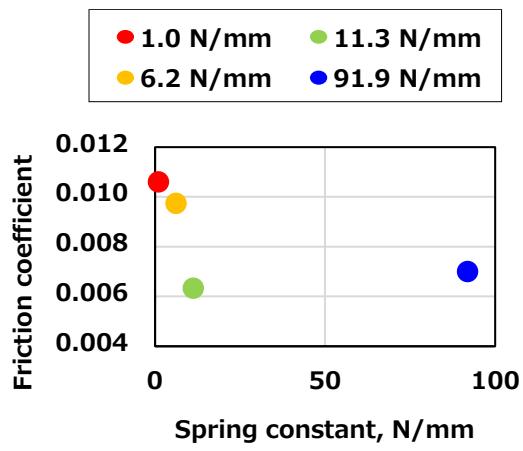


Fig. 3 Relation between friction coefficient and spring constant

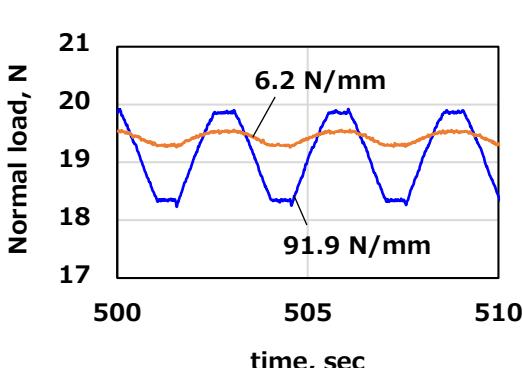


Fig. 4 Fluctuations of normal load during friction tests

Table1 Results of estimates

Spring constant, N/mm	Fluctuation load $\Delta W$ , N	Estimated displacement $\Delta h$ , mm	Fluctuation angle $\theta$ , deg
1.0	0.15	0.15	5.51
6.2	0.35	0.06	3.37
11.3	0.52	0.05	3.05
91.9	1.77	0.02	1.96

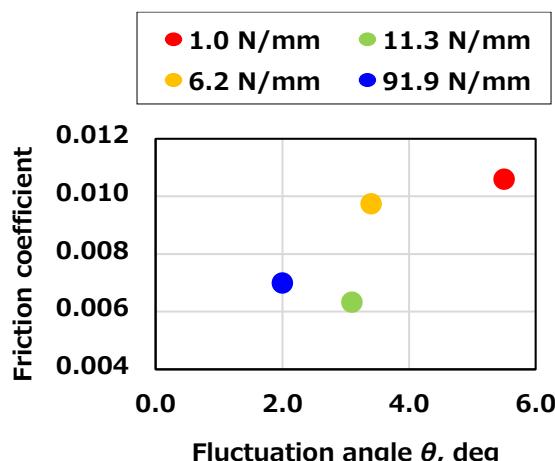


Fig. 5 Relation between friction coefficient and fluctuation angle