

SRV 試験機を用いた DLC 膜の耐はく離性評価におけるはく離前の AE 解析と摺動面観察

AE analysis and observation of sliding surface before delamination occurrence in evaluation for anti-adhesion characteristics of DLC film using SRV tribotester

産総研（正）*間野 大樹 是永 敦 大花 継頼

Hiroki MANO, Atsushi KORENAGA and Tsuguyori OHANA

National Institute of Advanced Industrial Science and Technology

1. はじめに

硬質薄膜において挙げられる重要な機械的特性の一つに耐はく離性がある。本研究では、主に DLC 膜を対象として、スクラッチ試験と摩擦・摩耗試験の中間的な観点から、実用に近い応力領域で膜の部分的な損傷（はく離）を生起させ、膜の耐はく離性を調べる評価手法の開発に取り組んできた。

本研究では、膜の損耗現象を摩擦係数より高感度に追跡可能なアコースティック・エミッション (AE) 法を導入し、はく離の進行過程において生じる AE の差違を周波数解析によって検討してきた。

本報では、往復摺動とステップ荷重を組み合わせた DLC 膜の耐はく離性評価の試験において、巨視的なはく離が生起する直前（はく離が生起する過程のごく初期）の AE 解析の結果と摺動面観察の結果の相関について検討した結果を報告する。

2. DLC 膜の耐はく離性評価試験

DLC 膜は、プレート試験片となる SUJ2 基板（直径 24mm、厚さ 7.9mm、硬さ HRC58、熱処理後に表面を鏡面研磨）上に、膜種を ta-C、目標膜厚を 1 μ m にて作製した。対向するボール試験片には転がり軸受用の Al₂O₃ 球（直径 9.525mm）を用いた。

往復動型の SRV 試験機により、乾燥の雰囲気下でステップ荷重の摺動試験を実施し、AE 及び振動計測を行った。摺動試験の条件は、荷重の増加幅を 10N（予荷重：1N）、ステップ幅を 1min、揺動の周波数及び振幅を 10Hz 及び 1mm、温度を 40℃とした。振動計測の条件は、周波数帯域を 10Hz~20kHz、測定範囲を 0.98m/s² とし、AE 計測の条件は、増幅率を 80dB、実効値の周波数帯域を 200~400kHz とした。摩擦係数（往復動毎の Peak to Peak 値と往復動の生波形）、揺動振幅（往復動の生波形）、荷重、AE 実効値及び振動（生波形）は 50kHz の取り込み速度で記録した。AE の生波形は上記の実効値がしきい値の 0.5V を超えたときのみ、5MHz の取り込み速度で 1ms 分記録した。試験は観測しているデータ（主に摩擦係数）にはく離が生起する兆候が現れた時点で手動停止した。

3. 試験結果と考察

70N で手動停止した試験における摩擦係数及び荷重の経時変化を Fig.1 に示す。本試験におけるプレート試験片の摩耗痕の外観及

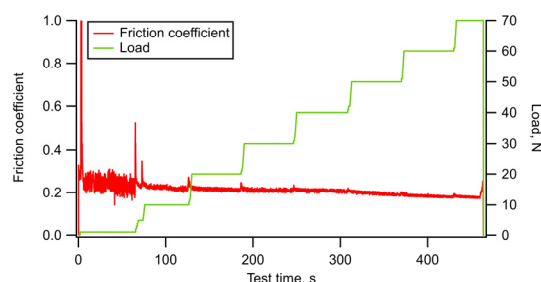
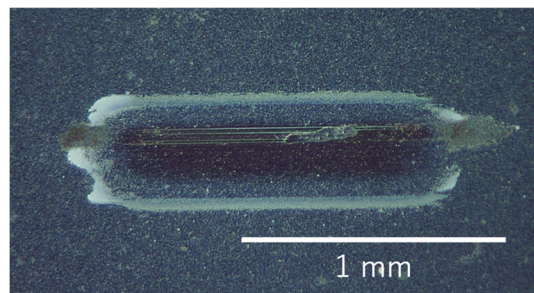
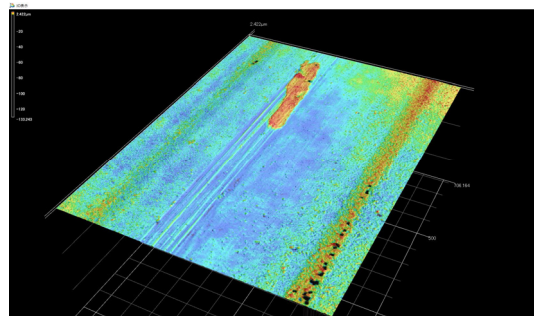


Fig. 1 Trends in test terminated at load of 70 N

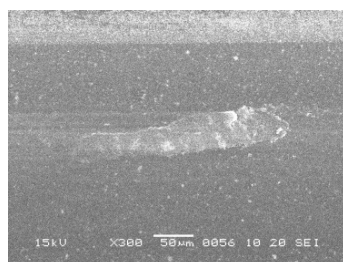


(i) Overall appearance of wear scar

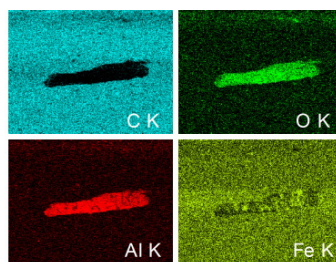


(ii) Enlarged 3D profile around center area

Fig. 2 Overall appearance and enlarged 3D profile around center area of wear scar on test plate in test terminated at load of 70 N



(i) SEM image



(ii) Results of EDS analysis

Fig. 3 SEM image and results of EDS analysis for central ridge of wear scar on test plate in test terminated at load of 70 N

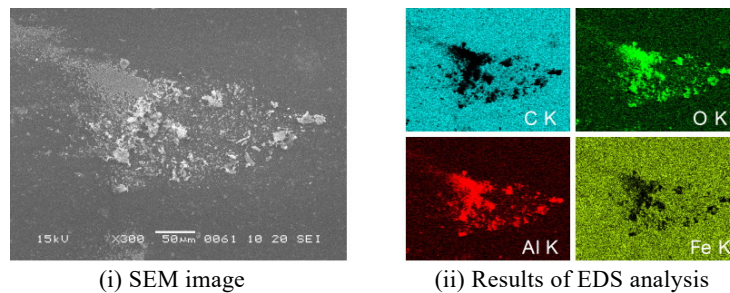


Fig. 4 SEM image and results of EDS analysis for right edge of wear scar on test plate in test terminated at load of 70 N

び中心部の三次元形状を Fig.2 (i) 及び (ii) に示す。摩耗痕の内部に見られる特徴的な形状ははく離ではなく堆積物であり、その高さは約 $1\mu\text{m}$ であった。本堆積物の SEM 像と EDS 分析結果を Fig.3 (i) 及び (ii) に示す。本堆積物は主に Al_2O_3 球の摩耗粉が DLC 膜の微視的なはく離に埋め込まれたものと推察された。摩耗痕の右端側に掃き出された摩耗粉の SEM 像と EDS 分析結果を Fig.4 (i) 及び (ii) に示す。微細な摩耗粉と疎大な摩耗粉はそれぞれなじみ過程とはく離の出現に伴って生成されたと考えられ、どちらも主に Al_2O_3 球の摩耗粉であった。

試験終了約 10s 前の摩擦係数、AE 実効値及び振動の経時変化を Fig.5 に示す。本試験では AE と振動の変動が定常的に観測され、試験後の摩耗痕近傍に多量の摩耗粉が見られたことから、その変動は摩耗粉の発生と噛み込みに起因すると推察された。しかし、AE は信号レベルがデータロガーの入力範囲を超えて飽和したため、実効値の詳細な傾向は不明であった。一方、摩擦係数は安定状態から増加に遷移し、摩擦係数の増加に若干遅れて、振動が減少に転じた。このとき、摩擦係数の増加は摺動面の微視的な粗化の進行に起因する可能性が考えられ、振動の減少は粗化の際に生じた凹型の損傷に摩耗粉が埋め込まれて摺動面が巨視的には平滑化された可能性が考えられた。なお、本試験では Fig.5 の期間中に AE の生波形を 183 回記録しており、▽は本報で紹介する周波数解析結果を記録した時点 (454.655s, 458.855s, 461.257s 及び 463.453s) を表している。試験終了直前の摩擦係数、摩擦係数の生波形及び振動の経時変化を拡大して Fig.6 に示す。ここでは、往復動の摩擦係数の生波形において局所的な変動が見られるようになり、往復動毎の Peak to Peak 値の更なる増加に繋がった。摩擦係数の局所的な変動から推定された損傷の位置と実際の損傷の位置は正確に一致し、前述の損傷が成長することにより、摺動面の形状や特性などの変化が誘起されたものと推察された。振動は同じ損傷の上を通過しながら往復動の掃引方向によって信号の様相が異なっており、掃引方向によって荷重の掛かり方が異なる可能性が考えられた。

AE の生波形の周波数解析結果を Fig.7 に示す。454.655s には摩耗粉の噛み込みに起因すると考えられる特徴的なスペクトルが、458.855s 及び 461.257s にはごく初期のはく離の発生と成長に伴うき裂の進展と関連すると考えられる 400kHz 以下の帯域のピーク群が、463.453s には更なるはく離の成長によって生成された疎大な Al_2O_3 の摩耗粉によるアブレイブ摩耗と関連すると考えられる 400kHz~1MHz の帯域のピーク群がそれぞれ見られた。これらの周波数解析結果から考察された内容は、摩擦係数及び振動から考察された内容を支持し、摺動面の状況を裏付けるものであった。

4. おわりに

DLC 膜の耐はく離性評価において、はく離前の AE 解析と摺動面観察を実施し、はく離の進行過程を考察した。

謝辞

本稿は一般社団法人 DLC 工業会と一般社団法人ニューダイヤモンドフォーラムが、経済産業省委託事業として野村総合研究所より令和 2 年度~令和 4 年度省エネルギー等国際標準開発事業の「摩擦低減効果をもつ DLC 膜の信頼性及び特性試験に関する国際標準化」の委託を受けて実施した成果の一部を記載した。

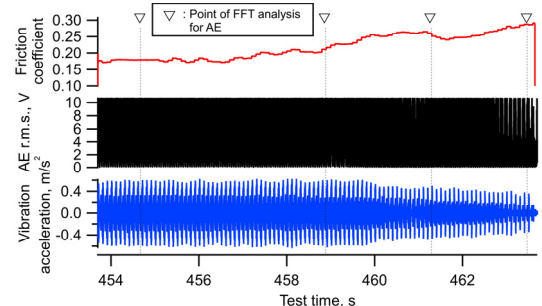


Fig. 5 Trends of friction coefficient, AE r.m.s. and vibration acceleration in approximately 10 s before test termination

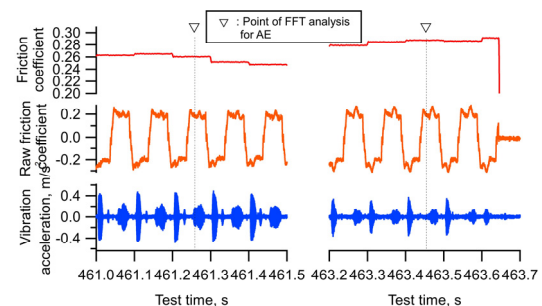


Fig. 6 Enlarged view of trends of friction coefficient, raw friction coefficient and vibration acceleration before test termination

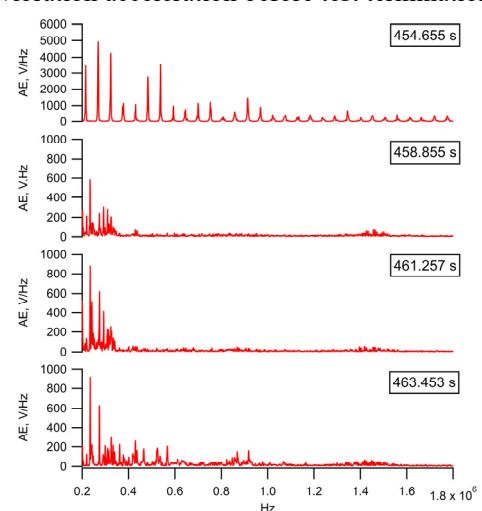


Fig. 7 Frequency analysis results of AE at test time of 454.655 s, 458.855 s, 461.257 s and 463.453 s