

## SRV 試験機を用いた金属ドーパ系 DLC 膜の耐荷重能評価

Evaluation for load carrying capacity of metal-doped 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<sup>1,2)</sup>。なお、これまで用いてきた密着性と耐はく離性という用語は、本評価手法の特徴を端的に表し、かつ膜の負荷容量のニュアンスを含む耐荷重能という用語に置き換える。ここで、はく離とは膜が摩滅や剥がれることなどにより、本来の機能を失う事象を指し、耐荷重能とは膜がはく離によって本来の機能を失う荷重の値を指す。

本報では、膜特性の改善を目的として金属元素を添加した金属ドーパ系 DLC 膜の耐荷重能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、膜種を金属ドーパ系 DLC 膜(a-C:H:W), 目標膜厚を 1 $\mu$ 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 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 球(直径 9.525mm)を用いた。

往復動型の SRV 試験機により、乾燥の雰囲気下と ISO VG32 のポリ $\alpha$ オレフィン(PAO)を供した潤滑の環境下でステップ荷重の摺動試験を実施した。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 $^{\circ}$ C, 潤滑の環境における PAO の油量を 0.3mL とした。試験は観測しているデータ(主に摩擦係数)に急激かつ大きな変動が現れ、はく離や過度の摩耗などが生起したと推察された時点で停止した。試験後ははく離と摩耗痕の外観を観察し、断面形状を測定した。

## 3. 試験結果と考察

乾燥の雰囲気下における摺動試験として実施した 5 回分の試験の摩擦係数及び荷重の経時変化を Fig.1 に示す。このとき、試験を停止した荷重はばらばらであったが、供試膜のはく離や過度の摩耗が発生したと推察される耐荷重能は摩擦係数が急増した 10~20N と考えられた。なお、1N の予荷重の段階での摩擦係数の変動は低荷重に起因するものであり、膜の損耗現象とは無関係である。

40N で停止した試験 No.3, 20N の終盤で停止した試験 No.4 及び 20N の序盤で停止した試験 No.5 におけるプレート側の摩耗痕の外観と摺動方向の断面形状をそれぞれ Fig.2 (i), (ii)及び(iii)に示す。いずれの試験においても摩耗痕の内部と近傍に多量の摩耗粉が見られた。試験 No.3 及び試験 No.4 では摩耗痕の深さが膜厚以上となっており、膜の著しい損耗により、基板が露出したものと考えられた。一方、試験 No.5 では摩耗痕の深さは膜厚以下であり、膜は本来の機能を半ば失いながらも未だ残存しているものと考えられた。

試験 No.3~5 の試験時間 90s, 150s 及び 210s における 20 往復分

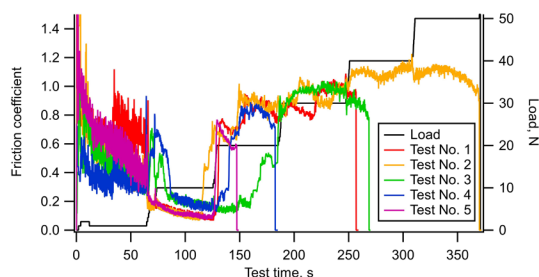
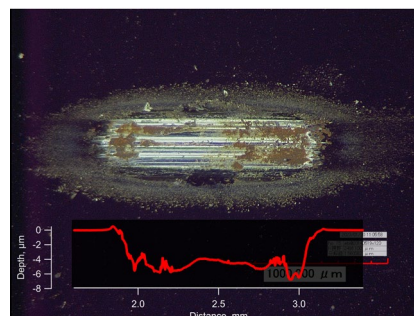
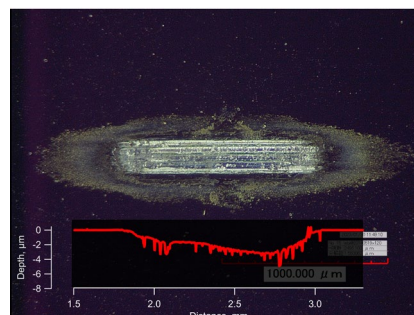


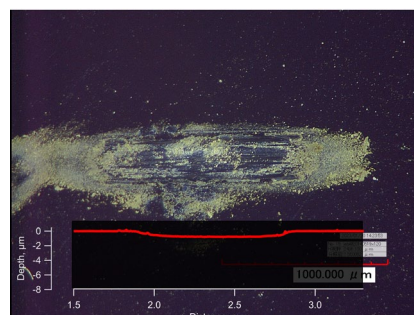
Fig. 1 Trends of friction coefficient and load in tests under dry condition



(i) Wear scar on test plate in test No. 3



(ii) Wear scar on test plate in test No. 4



(iii) Wear scar on test plate in test No. 5

Fig. 2 Examples of overall appearance of wear scar on test plate and its cross-sectional profile along sliding direction in tests under dry condition

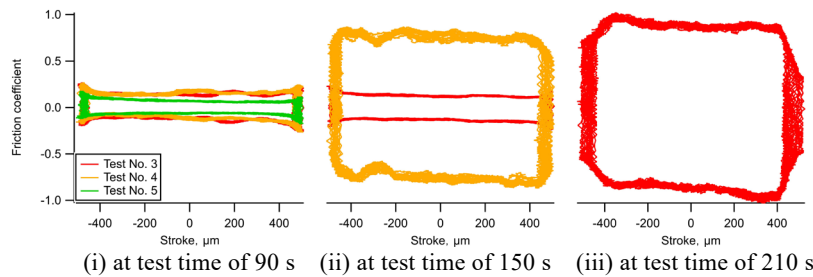


Fig. 3 Examples of relationship between friction coefficient and stroke in tests under dry condition

の摩擦係数生データと揺動振幅の関係をそれぞれ Fig.3 (i), (ii)及び (iii)に示す. 試験時間 90s, 150s 及び 210s はそれぞれ荷重 10N, 20N 及び 30N の段階に対応する. なお, Fig.1 の摩擦係数の経時変化は各揺動毎の摩擦係数生データの Peak to Peak の値を 2 で除し, 逐次記録したものである. Fig.3 において 90s(10N)ではいずれの試験も低い摩擦係数を維持しているが, 試験 No.4 は 150s(20N)から, 試験 No.3 は 210s(30N)から揺動振幅全域にわたって摩擦係数が高くなっており, Fig.1 において摩擦係数が急増した直後には膜が本来の機能を失っていたことが改めて確認された.

潤滑の環境下における揺動試験として実施した 2 回分の試験の摩擦係数及び荷重の経時変化を Fig.4 に示す. 試験 No.1 は摩擦係数が急増した直後の荷重 1670N で自動停止し, 試験 No.2 は摩擦係数が増加から減少に転じた荷重 300N で手動停止した.

試験 No.1 及び 2 におけるプレート側の摩耗痕の外観と揺動に垂直方向の断面形状をそれぞれ Fig.5 (i)及び(ii)に示す. 試験 No.1 では摩耗痕の深さが 10μm 以上となっており, 高荷重により, 露出した基板とボールの焼付きが誘発されたものと考えられた. また, 試験 No.2 でも摩耗痕の深さは膜厚以上であり, 最初の摩擦係数の増加の時点で既に基板が露出していたものと考えられた.

試験 No.1 及び 2 の試験時間 90s(10N), 750s(120N)及び 1470s(240N)における 20 往復分の摩擦係数生データと揺動振幅の関係をそれぞれ Fig.6 (i), (ii)及び(iii)に示す. 試験時間の経過(荷重の増加)に伴い, 摩擦係数は徐々に大きくなっており, 摩擦係数の変動の傾向から膜が本来の機能を失った耐荷重能を判定することは困難であった.

#### 4. おわりに

乾燥の雰囲気と潤滑の環境における評価結果の差違の解明と, 雰囲気・環境に依らない耐荷重能の見極めは今後の課題である.

#### 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.

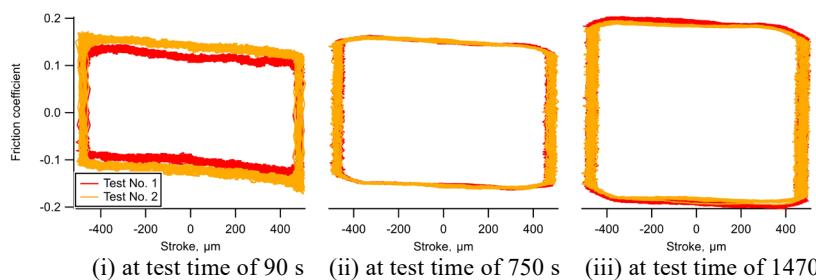


Fig. 6 Examples of relationship between friction coefficient and stroke in tests under lubricating condition

#### 文 献

- 1) H. Mano and T. Ohana : Wear, 386-387 (2017) 188.
- 2) H. Mano and T. Ohana : Materials, 14, 11 (2021) 2746.

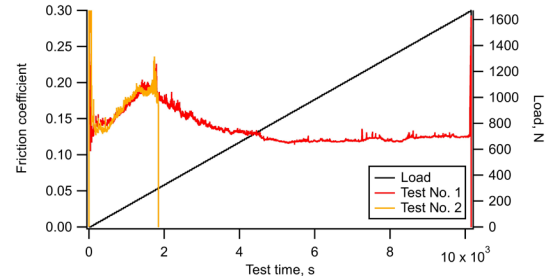
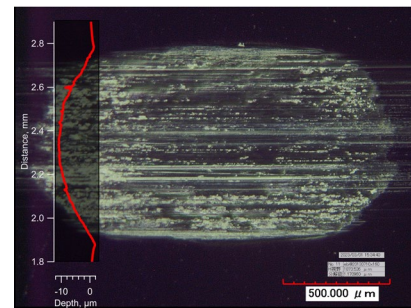
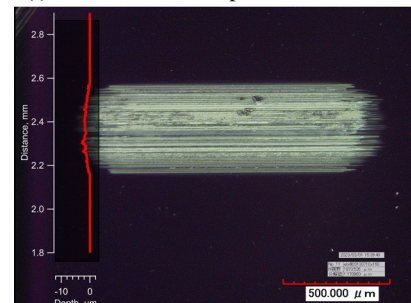


Fig. 4 Trends of friction coefficient and load in tests under lubricating condition



(i) Wear scar on test plate in test No. 1



(ii) Wear scar on test plate in test No. 2

Fig. 5 Examples of overall appearance of wear scar on test plate and its cross-sectional profile along perpendicular to sliding direction in tests under lubricating condition