

# 真空環境下における二硫化モリブデン含有 DLC 膜を用いた 超低摩擦層の継続的自己形成

Continuous self-formation of ultra-low friction layer  
using molybdenum disulfide doped DLC film in vacuum environment

東北大・工（院）\*玉林 健 東北大・工（正）村島 基之 東北大・工（正）足立 幸志

Ken Tamabayashi, Motoyuki Murashima and Koshi Adachi

Tohoku University

## 1. 緒言

代表的な宇宙用固体潤滑剤として知られる二硫化モリブデン ( $\text{MoS}_2$ ) と、高強度かつ耐摩耗性に優れたダイヤモンドライクカーボン (DLC) を複合させた構造を有する二硫化モリブデン含有 DLC 膜 ( $\text{MoS}_2$ -DLC 膜, MD 膜) は、超高真空中において表層約 5 nm に  $\text{MoS}_2$  が配向した低摩擦界面を自己形成し、 $\text{MoS}_2$  単層膜より安定した摩擦係数 0.02 以下の低摩擦を発現し得ることが報告されている<sup>[1]</sup>。一方、固体潤滑材の剥離や摩滅に起因した低摩擦の寿命は、固体潤滑材の本質的課題である。

そこで、本研究では MD 膜特有の超低摩擦の持続性に焦点を当て、MD 膜の安定した超低摩擦の長期持続の可能性を明らかにする。

## 2. 実験方法

$3.0 \times 10^{-6}$  Pa 以下の超高真空環境において直径 8 mm の炭化ケイ素 (SiC) 球と  $\text{MoS}_2$  膜, DLC (a-C:H) 膜,  $\text{MoS}_2$  含有量 54 % の MD 膜を成膜した直径 30 mm, 厚さ 4 mm の SiC ディスクを用いた Ball-on-Disk 型すべり摩擦試験を行った。DLC 膜は、メタンガスを原料とした高周波プラズマ気相化学合成法により、 $\text{MoS}_2$  膜は、アルゴンガスをを用いた  $\text{MoS}_2$  のマグネトロンスパッタリング法によりそれぞれ製膜した。さらに、これら 2 つの成膜を同時に行うハイブリッド法によって MD 膜を製膜した。荷重は 1 N, すべり速度は 10 mm/s で一定とし、ディスク上における摺動半径を 1 ~ 10 mm の間で変化させた。

## 3. 実験結果および考察

ディスク上における摺動半径 10 mm の時の  $\text{MoS}_2$  膜, DLC 膜及び MD 膜を用いた場合の摩擦特性を Fig. 1 に示す  $\text{MoS}_2$  膜は摩擦係数 0.04 程度を示すのに対し、DLC 膜は、その寿命は短いものの MD 膜と同様、なじみ後の安定時において摩擦係数 0.01 以下の値を示すことがわかる。続いて、しゅう動半径を 1 ~ 10 mm に変化させた際のこれら 3 種類の固体潤滑膜を用いた場合のなじみ後の安定時の摩擦係数を Fig. 2 に示す。摩擦特性は、いずれの被膜においても摩擦半径に関わらずほぼ一定の値を示し、 $\text{MoS}_2$  膜に対し、MD 膜は、DLC 膜とともにより低摩擦を発現し得る固体潤滑膜であるといえる。ここで、MD 膜と DLC 膜の低摩擦の耐久性に及ぼす摩擦半径の影響に着目すると (Fig. 3), 超高真空中において MD 膜は、DLC 膜より優れた耐久性を示すとともに、その耐久性は摩擦半径の増加に伴い向上する。

次に、しゅう動半径 1 mm 及び 10 mm において得られる MD 膜の摩擦特性を Fig. 4 に示す。10 mm では、実験終了時まで低摩擦が持続する一方で、1 mm では摩擦係数 0.02 以下の値を示した後に 0.05 程度まで値が上昇する。この際、ディスクにおい

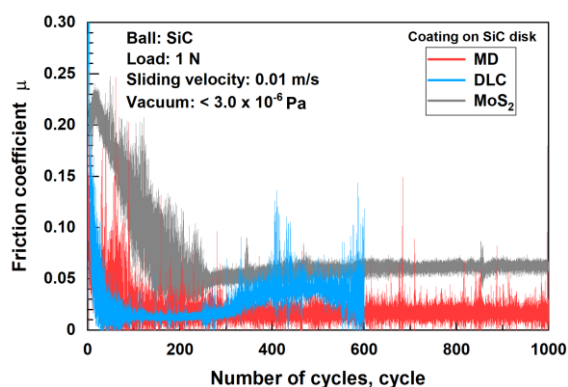


Fig. 1 Friction properties of SiC ball sliding against  $\text{MoS}_2$ , a-C:H and MD coating.

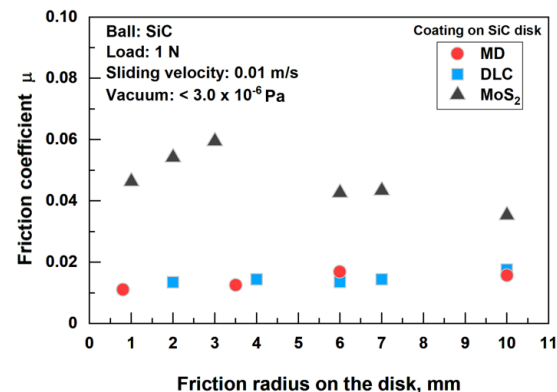


Fig. 2 Effect of friction radius on friction coefficient at stable condition in three friction pairs.

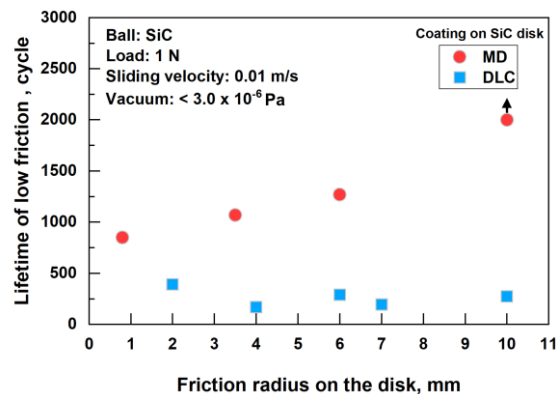


Fig. 3 Effect of friction radius on lifetime of low friction of SiC ball sliding against MD and DLC coating.

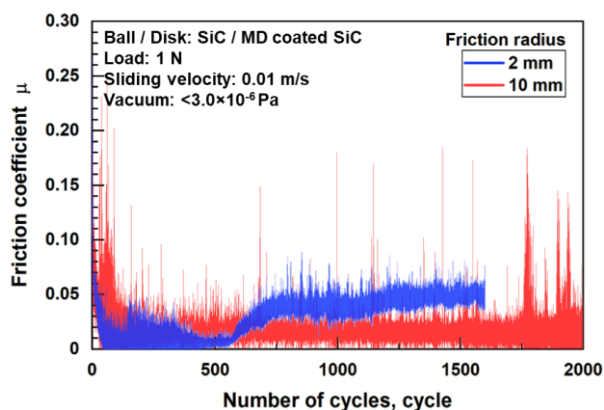


Fig. 4 Friction properties of SiC/MD coating when rubbed with friction radii of 1 and 10 mm.

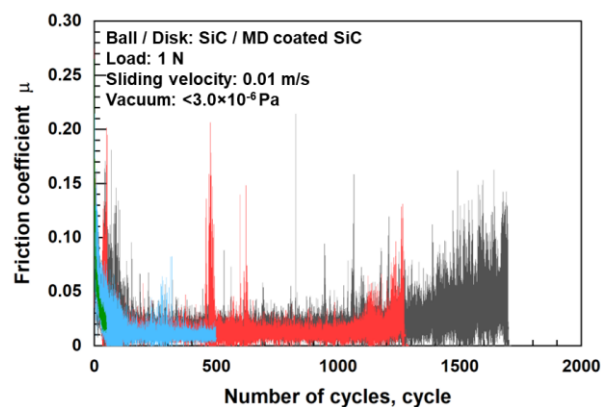


Fig. 5 Friction properties of SiC/MD coating when rubbed with friction radii of 3.5 mm.

て、MD 膜の剥離は観察されていないことから、固体潤滑材が存在する状態において、0.02 以下の値から 0.05 程度の摩擦係数に増加する超低摩擦の寿命が存在するといえる。

そこで、MD 膜による  $\mu < 0.02$  から  $0.05 < \mu$  に遷移する際の経時変化を把握するため、摩擦距離を変化させた 4 つの摩擦実験 (Fig. 5) を行った際の、それぞれの実験後の MD 膜ディスクの SEM 像、SiC ボールの光学顕微鏡像を Fig. 6 に示す。さらに、それらの典型的な摩耗面におけるラマンスペクトルを Fig. 7 に示す。MD 膜表面は、摩擦の繰り返し数の増加に伴い、G バンドにピークを有する炭素構造から D および G ピークが検出される炭素構造に変化する。同時に、初期には検出されなかった MoS<sub>2</sub> 由来のピークが 50 cycle 後から現れ始めている。

一方、SiC ボールにおいても摩擦初期から繰り返し数の増加に伴い、D および G ピークが検出される炭素構造とともに MoS<sub>2</sub> 由来のピークが増加しておりこれが低摩擦を発現する表層数 nm の MoS<sub>2</sub> の配向膜の形成に対応するものと推察される。しかし摩擦が上昇し始める 1300 cycle から SiC ボール表面では、炭素のピークの減少が顕著となるのに伴い MoS<sub>2</sub> が相対的に強くなり、MD 膜表面でも、MoS<sub>2</sub> 由来のピークの検出強度が増加する。SEM や光学顕微鏡でも観察可能な厚さの MoS<sub>2</sub> 膜の形成が約 0.05 程度の摩擦係数への増加の要因と考えられる。

続いて、超低摩擦の発生時および摩擦が上昇した後のボール摩耗痕の TEM 像を Fig. 8 に示す。ともに摩擦表面に Mo, S, C から構成される層が形成されており、部分的には、配向された MoS<sub>2</sub> の存在を確認することができる。これらの膜における C に対する MoS<sub>2</sub> の検出量が超低摩擦時に約 1.5 倍であったのに対し、摩擦上昇後は約 7 倍となっており、MoS<sub>2</sub> の移着量の増加が摩擦増加の要因であることを裏付ける結果といえる。また、MD 膜による超低摩擦発現とその継続には、MoS<sub>2</sub> とともに形成される D および G ピークが検出される炭素構造を有するナノ界面が鍵を握ると考えられる。

#### 4. 結言

超高真空中における SiC と MD 膜 (二硫化モリブデン含有 DLC 膜) の超低摩擦発現に関し以下の結果を得た。

1. MD 膜は摩滅や剥離に依存しない MoS<sub>2</sub> 層の自己形成量に依存する超低摩擦の寿命が存在する。
2. MD 膜による超低摩擦発現には、MoS<sub>2</sub> とともに D および G ピークが検出される炭素構造を有するナノ界面が形成される。

#### 参考文献

- [1] 増田純子, 足立幸志, 真空中における二硫化モリブデン含有ダイヤモンドライカーボン膜による低摩擦界面創成, 日本機械学会東北支部第 53 期総会・講演会講演論文集, (2018) 127-128.

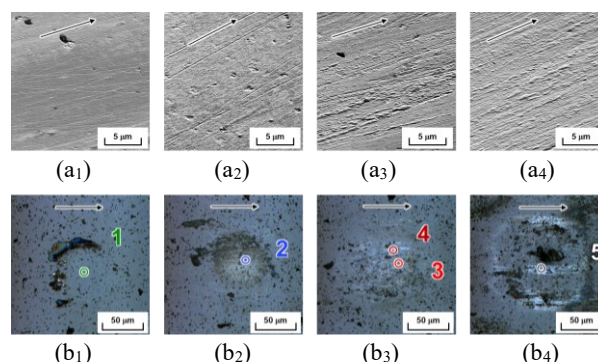


Fig. 6 SEM images of disk wear track and optical images of ball wear scar at (a<sub>1</sub>, b<sub>1</sub>) 50, (a<sub>2</sub>, b<sub>2</sub>) 500, (a<sub>3</sub>, b<sub>3</sub>) 1300 and (a<sub>4</sub>, b<sub>4</sub>) 1700 cycles.

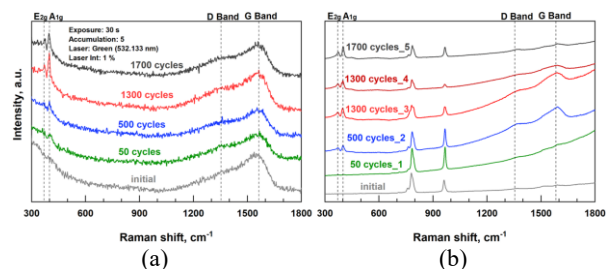


Fig. 7 Raman spectrum of (a) disk wear track and (b) ball wear scar shown in Fig. 6.

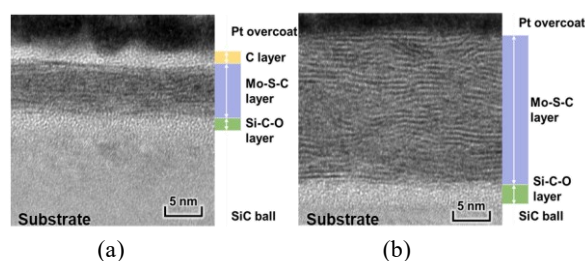


Fig. 8 TEM images of ball wear scar showing (a) super low friction and (b) low friction.