

# 低湿度環境下における窒化炭素膜の低摩擦界面形成に及ぼすシステム剛性の影響

## Effect of System Rigidity on Formation of Low-friction Interface in Carbon Nitride Coatings under Low Humidity Condition

東北大・工（院）\*椿 歩武 東北大・工（正）足立 幸志 東北大・工（正）村島 基之

Ayumu TSUBAKI, Koshi ADACHI, Motoyuki MURASHIMA

Tohoku University

### 1. 緒言

水素含有窒化炭素 ( $\text{CN}_x\text{H}$ ) 膜は窒化ケイ素 ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) との適切な条件下での摩擦において、 $\text{Si}_3\text{N}_4$  表面に自己形成される炭素ベースのナノ界面に起因すると考えられる超低摩擦 ( $\mu < 0.01$ ) を発現することが明らかになっている<sup>[1]</sup>。しかしこれは振動などの生じない安定した接触環境における試験結果であり、実際の機械システムのしゅう動部は必ずしも安定した接触をするとは限らない。例えば自動車のクランクシャフトでは、細軸化やロングストローク化による剛性の低下で、回転時に発生する振動が増加することが報告されている<sup>[2]</sup>。したがって、 $\text{CN}_x\text{H}$  膜の機械システムへの応用に向けて、摩擦特性への接触特性の影響を明らかにする必要がある。そこで本研究では、 $\text{CN}_x\text{H}$  膜を用いた摩擦システムにおいて、接触特性を変化させる要因の一つであるシステム剛性を変化させ、それが摩擦特性や低摩擦界面の形成に与える影響を明らかにすることを目的とする。

### 2. 実験方法

本研究では、シリカゲルと銅触媒の酸化反応により環境中の水分子と酸素分子を除くことができる装置を備えたグローブボックス内にて、ボールオンディスク型摩擦試験機を使用した。この装置は荷重をかける際に用いるばねのばね定数を変化させることができ、そのばね定数によりシステム剛性を定義した。摩擦試験はばねを用いずに行った場合 (Dead weight) と、ばねを用いた場合で行い、用いたばねのばね定数は、1, 10, 100 N/mm である。荷重は 5, 10 N、しゅう動速度は 200 mm/s とし、雰囲気は相対湿度と酸素濃度をそれぞれ 0.96~1.1 %RH, 2000~2300 ppm の室温環境に制御した。ディスク試験片には炭化ケイ素 ( $\text{SiC}$ ) 上に  $\text{CN}_x\text{H}$  膜を成膜した直径 30 mm、厚さ 4 mm のディスクを、ボール試験片には直径 8 mm の  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ボールを使用した。なお、 $\text{CN}_x\text{H}$  膜はメタンガスと窒素ガスを原料とし、バイアス電圧を -100 V とした高周波プラズマ化学気相合成法で成膜した。

### 3. 実験結果および考察

Dead weight と 1, 10, 100 N/mm のばねを用いて 5 N をかけ、 $\text{CN}_x\text{H}$  膜と  $\text{Si}_3\text{N}_4$  ボールを摩擦させた時の摩擦特性を Fig. 1 に示す。この図から、荷重を 5 N とした時は Dead weight で試験した場合と 10, 100 N/mm のばねを用いた場合に不安定な摩擦特性を示し、1 N/mm のばねを用いた場合のみ安定した摩擦特性を示し、定常時の摩擦も 1 N/mm が最小となっていることが分かる。また、10 N をかけた摩擦試験では全ての条件において安定したなじみと低摩擦を発現した。次に、各試験における試験終了から 10 m の平均摩擦係数を Fig. 2 に示す。この図から、荷重を 10 N とすると 1 N/mm を除き摩擦係数は小さくなり、システム剛性による違いも小さくなっていることが分かる。そして、唯一摩擦係数が大きくなった 1 N/mm においても、その値は 5 N の Dead weight, 10, 100 N/mm より小さくなっている。以上の結果から、本研究においてシステム剛性が摩擦特性に影響を与えるのは低荷重条件においてのみであると考えられる。

次に、Dead weight とばね定数 1, 10, 100 N/mm のばねを用いて 5 N をかけた試験後のボール摩耗痕にラマン分光分析を行った。炭素ベースのナノ界面が形成されている部分を黄色、されていない部分を黒色とした時の分布を Fig. 3 (a<sub>1</sub>)~(a<sub>4</sub>)に、それぞれの測定点から検出された典型的なラマンスペクトルを Fig. 3 (b)に示す。この図から、Dead weight と 10, 100 N/mm のばねを用いた時には摩耗痕内にナノ界面が形成されていない部分が存在し、1 N/mm のばねを用いた時にのみ摩耗痕全面にナノ界面が形成していることが分かる。また、荷重を 10 N とした摩擦試験では全ての条件において摩耗痕全体にナノ界面が形成されていた。この結果と Fig. 2 の結果から、ナノ界面が広範囲に形成されているほど摩擦係数が小さくなっていることが分かる。

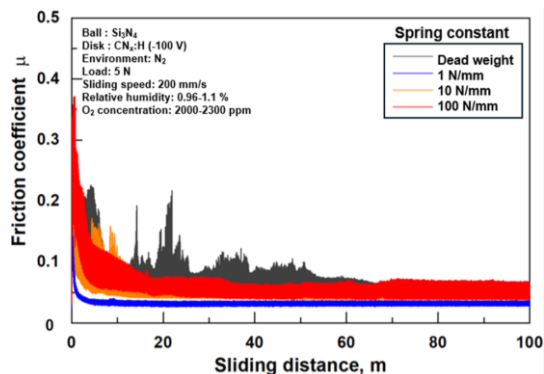


Fig. 1 Friction properties of  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{CN}_x\text{H}$  at 5 N.

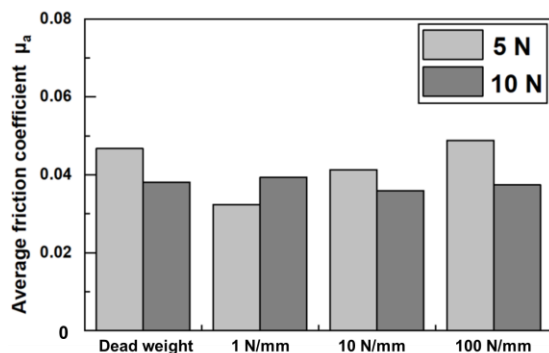


Fig. 2 Average friction coefficient over the last 10 meters.

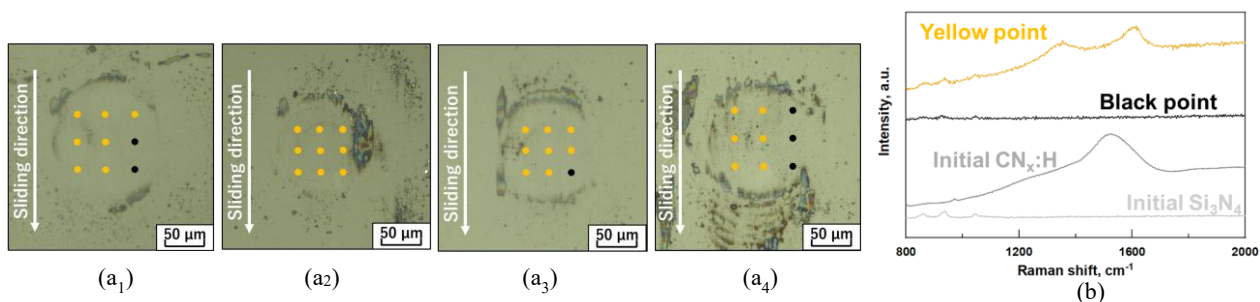


Fig. 3 Formation distribution of nano-interface in cases of (a<sub>1</sub>)Dead weight and (a<sub>2</sub>)1, (a<sub>3</sub>)10, and (a<sub>4</sub>)100 N/mm and (b)typical Raman spectra detected.

続いて、100 N/mm のばねを用いた試験後の、摩耗痕の黄色点部と黒点部の境界の SEM 像を Fig. 4 に、1 N/mm と 100 N/mm の場合のナノ界面の SEM 像を Fig. 5(a), (b)にそれぞれ示す。Fig. 4 から、黒点部では図下部のように直径 50 nm 程度の粒状の凹凸がまだらになっており、ナノ界面が薄くなっていることが分かる。また、Fig. 5 から、1 N/mm のばねを用いた場合のナノ界面は 100 N/mm に比べ平坦であり、摩耗痕全面に一樣に存在することが分かる。一方 100 N/mm では、まだらにナノ界面が存在していない部分がある。

次に、各試験における接触特性を評価するために、荷重の分析を行った。それぞれの試験中に測定されたなじみ後の垂直荷重を Fig. 6 に示し、その平均値と、垂直荷重を二階微分した値の絶対値の平均値を Fig. 7 に示す。Fig. 6 から、垂直荷重は常に変化していることが分かり、その振幅はシステム剛性に異なることが分かる。そして、Fig. 7 と Fig. 2 の結果を対応させると、平均荷重が増加するにつれて摩擦係数も増加していることが分かる。従来の DLC の低摩擦研究では、ID/IG 比の増加にみられるような炭素構造の変化が重要であり、それは試験温度や摩擦エネルギーを大きくすると加速されると明らかになっている。一方で、本研究では平均荷重が小さい場合に摩擦係数も小さくなっており、従来の考え方とは異なった傾向がみられた。そこで、垂直荷重を二階微分した値の傾向を見ると、摩擦係数が小さい 1, 10 N/mm は Dead weight, 100 N/mm の場合よりも値が小さいことが分かる。また、SEM 画像では直径 50 nm 程度の粒状の凹凸が維持されているという結果も踏まえると、低荷重における DLC の低摩擦界面の持続的な形成には、急激な荷重の変動が起きないような安定的な環境が従来以上に重要であるということが明らかになった。

#### 4. 結言

Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ボールと CN<sub>x</sub>:H ディスクを用い、システム剛性を変化させて行った低湿度・低酸素濃度環境中すべり摩擦において以下の結論を得た。

1. 荷重を 5 N とした試験において、1 N/mm のばねを用いた場合のみ安定した摩擦特性を示し、最小平均摩擦係数 0.032 を示した。
2. 荷重を 5 N とした試験において、1 N/mm のばねを用いた場合に荷重の振動が最も小さくなり、その時ナノ界面が摩耗痕全面に存在していた。

#### 参考文献

- [1] 渡友美, 山田脩裕, 竹野貴法, 足立幸志, トライボロジー会議 2015 春 姫路 予稿集, (2015) 272-273.
- [2] 宮澤昌也, 望月計, 近藤孝, 細軸とロングストロークを追求したクランク軸系の振動低減検討, 自動車技術会論文集, 47, 6(2016) 1387-1392.

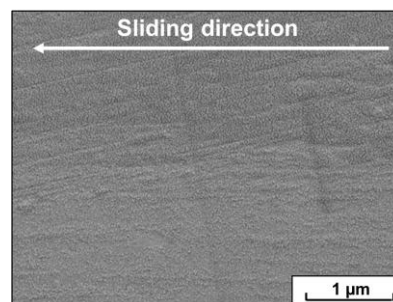


Fig. 4 SEM images of border between black and yellow points at 5 N using springs with spring constants of 100 N/mm.

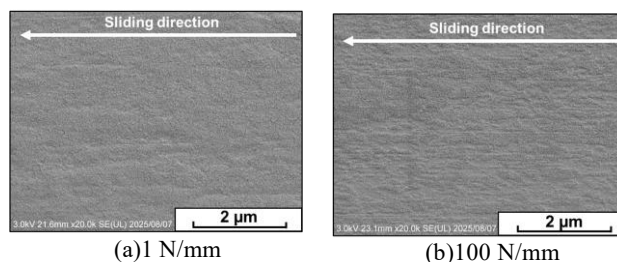


Fig. 5 SEM images of nano interface at 5 N using springs with spring constants of (a)1 N/mm and (b)100 N/mm.

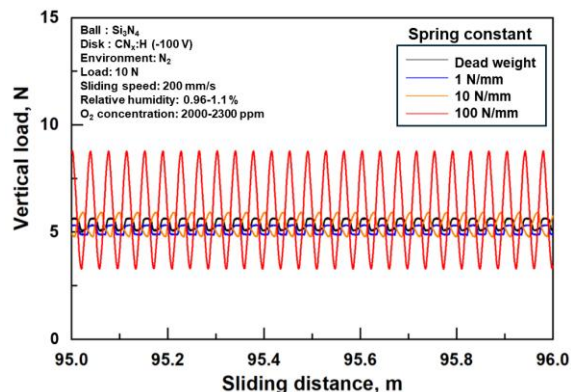


Fig. 6 Vertical load after running-in period.

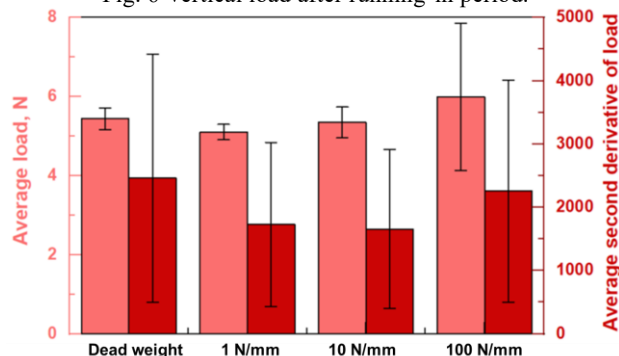


Fig. 7 Average load and average absolute value of second derivative of load for each spring constant.