

早稲田大学大学院基幹理工学研究科

博士論文概要

論文題目

摩擦エネルギー解析による窒素添加ダイヤモンド
ライクカーボン(DLC)膜の摩耗挙動の研究

Study of Wear Behavior of Nitrogenated
Diamond-like Carbon (DLC) Films through
Friction Energy Analysis

申請者

| | |
|-------|----------|
| 山本 | 修二 |
| Shuji | YAMAMOTO |

機械科学専攻 材料強度学研究

2014年7月

研究概要

エネルギー枯渇問題、環境破壊が社会問題になっている中、摩擦・摩耗による生じる故障、事故、あるいは不必要な摩擦熱発生は、国民総生産の約 3%だと言われている。原発、環境の問題でエコロジー技術の進化が強く求められている現状において、この摩擦熱を抑えた、或いは耐摩耗性の優れた材料・機構の開発は省エネルギー問題に大きく貢献する。その中で自動車技術は、いかに摩擦をコントロールし、より安全性、信頼性、燃費性の高い生産技術を確立することが、開発課題の一つとなっている。無駄な摩擦熱を発生させない材料開発、摩耗による故障予測、装置設計の過程における摩擦熱で発生するクリアランス不適合問題が解決できれば、より国際競争力の高い車が開発できる。

摩擦で発生する熱を解析するには、摩擦・摩耗現象をエネルギー的に考察する必要がある。しかしこれまでの摩擦・摩耗評価は、フレッチング摩耗現象の解析以外は剪断力で評価されてきた。摩擦・摩耗挙動がエネルギーを使って考察されなかった原因は、1) 摩耗量-摩擦エネルギーの評価式が無かった、2) 摩擦エネルギー量を測定する一般的方法が無かった、ためである。この摩擦エネルギーによる摩擦熱を考慮した材料設計を行えば、より摩擦・摩耗特性の優れた材料開発ができると考えられる。

そこで本研究の目的は、摩擦エネルギー量を用いた評価法を提案、導出し、窒素添加 DLC 膜と鋼材、アルミナの摺動面での摩擦熱及び摩耗特性と摩擦エネルギー量との関係を考察し、提案する新評価法の有効性を検証するとともに、摩擦熱の影響を基に設計した窒素濃度傾斜を持つ新 DLC 膜の摩耗特性を評価し、傾斜組成 DLC 膜の有効性を明らかにすることである。

ダイヤモンドライクカーボン (Diamond-like carbon, DLC) 膜は、ダイヤモンド (sp^3) 構造とグラファイト (sp^2) 構造を有するアモルファスカーボンで、低摩擦皮膜材として注目を浴びている。この DLC 膜成膜中に窒素を添加し、ダイヤモンドよりも硬いと予測されている β -CN を合成析出し、より摩耗特性の優れた DLC 膜の開発が盛んに行われている。この DLC 膜には温度が 400°C 以上になると、グラファイト化して、耐摩耗性が低下するという問題点がある。本研究では、評価試料としてプラズマ CVD 法で成膜した DLC 膜及び窒素添加 DLC 膜と、相手材には軸受材として使用される鋼材 (SUJ2 鋼, SUS440C 鋼) 及びアルミナを使用する。

研究過程は、一般の摩耗試験機による摩擦エネルギー量測定方法を考案、次に従来の摩耗量を求める式 (Holm-Archard の式) を変形して摩耗量-エネルギー式を導出し、摩擦エネルギー量を用いた評価方法の構築を行う。この摩擦エネルギーは、主に摩耗に使われるエネルギー、熱エネルギー、弾性ひずみエネルギー、塑性変形エネルギーで消費されるとして、摩耗エネルギー (本論文では摩耗粉形成エネルギーと表現)、弾性ひずみエネルギー、塑性変形エネルギーの定量化を行う。その結果から推定された摩擦熱エネルギー量による熱分布シミュレーション

ョンで、摺動面での温度を解析し、このシミュレーションデータの精度を確認ために、熱電対での実測温度と比較する。次に摩擦エネルギーと摺動面での温度、及び摩擦量の関係を解析し、その解析結果より、摩擦熱の影響を考慮した DLC 構造を設計製作し、耐摩擦性の優れた DLC 膜の作製を試みる。

本論文は、第 1 章から第 7 章で構成されており、第 1 章が序論、第 2 章から第 6 章が本論、第 7 章が結論である。

第 1 章では、摺動における、さらなる低摩擦化が必要とされる社会背景及び今回の研究目的を述べる。現在、環境問題、エネルギー枯渇が叫ばれている中、機器の高速度運用化が推進されている。そのため、摩擦・摩擦によって無駄に消費されるエネルギーをできるだけ削減させるための材料、表面処理技術の研究が盛んに行われている。特に摩擦による熱の発生は、無駄にエネルギーを消費させ、かつ機器寿命を短縮させている。この中で、低摩擦材として注目を浴びている DLC 膜を保護膜として使った摺動部品の開発が進められていることから、本論文では窒素添加 DLC 膜と相手材として鋼材、アルミナとの摩擦特性を摩擦エネルギーによって発生する熱の観点から解明することを目的とする。

第 2 章では、DLC 膜の構造及び開発の現状を説明した後、今回使用する DLC 膜の成膜法及びそれによって作られた DLC 膜の構造解析結果について述べる。今回の基準被膜として、ベンゼン(C_6H_6)ガスを主ガスとした DLC 膜、及びその DLC 膜をベースに窒素含有量の異なる DLC 膜を作製し、EPMA で DLC 膜中の窒素含有量測定、ラマン分光、XPS を用いて窒素含有量の違いによる結晶構造の変化を解析する。ナノインデント法で、各 DLC 膜の硬度及びヤング率、AFM で表面粗さを測定し、窒素含有量と硬度、ヤング率の関係を解析し、窒素含有量増加による DLC 膜中の sp^3/sp^2 構造比の変化、それに伴う DLC 膜の硬度低下の関係を明らかにする。

第 3 章では今回提案する摩擦エネルギー量を用いたトライボロジー評価法についての考え方を述べる。摩擦量と荷重、スライド距離の関係を示す Holm-Archard の式を変形して、摩擦量-エネルギー式を求める。次に摩擦試験中摩擦試験機から入力されるエネルギー(摩擦エネルギー量)の測定法を提案し、この導入過程においてエネルギー表記による摩擦係数の式を求める。Holm-Archard の式、摩擦量-エネルギー式、摩擦係数-エネルギー式を基に摩擦率とスライド速度の関係式、摩擦率と温度の関係式の導出を試みる。

第 4 章では、摩擦試験時発生する摩擦エネルギー内の摩擦粉形成エネルギー、弾性ひずみエネルギー、塑性変形エネルギー、化学反応エネルギー及び摩擦熱エネルギーの定量化を行う。摩擦粉形成エネルギーは、圧痕法で求めた窒素添加 DLC 膜の表面エネルギーと、画像解析から求めた摩擦粉総表面積の積から求める。弾性ひずみエネルギーはヘルツ理論を用いて、垂直応力及び摩擦力によってボール中に生じる弾性ひずみエネルギー、剪断ひずみエネルギーを求める。塑

性変形エネルギーは、鋼材の応力－ひずみ曲線を用いて推定する。また、反応熱エネルギーは鉄の酸化反応過程から求める。これらのエネルギー量を摩擦エネルギー量から減じることにより、摩擦エネルギーの99%以上が摩擦熱エネルギーに変換されることを明らかにする。さらに熱電対による摩耗試験中のボール中の温度の実測値と、DLC膜とボール鋼材への熱エネルギーの分配率を考慮して補正した温度のシミュレーション値を比較し、実測値とシミュレーションによる温度が一致することを明らかにする。

第5章では、DLC膜に対する鋼材の摩耗特性を、第3章で提案、導出したエネルギー法を用いて解析する。軸受材として良く使われるSUJ2鋼(炭素鋼)、SUS440C鋼(マルテンサイト系ステンレス)ボールを相手材DLC膜で摩耗試験を行い、SUJ2鋼に比べ、SUS440C鋼のほうが摩耗特性に優れていることが明らかにする。SUJ2鋼及びSUS440C鋼の摩耗面の温度を、第4章での熱シミュレーション解析で推定し、SUJ2鋼の摺動面温度は、SUS440C鋼のそれよりも高く、各鋼の硬度の温度特性から、摩擦熱によってSUJ2鋼では硬度が20%程度低下するのに対し、SUS440C鋼は全く変化がないことを示し、SUJ2鋼の摩耗特性が低い原因は、摩耗面温度上昇による硬度低下であることを明らかにする。また、Holm-Archardの式と今回提案した摩耗量－エネルギー式の摩耗係数の比が各鋼材とDLC膜の摩擦係数と等しいことを示し、Holm-Archardの式と摩擦量－エネルギー式が等価であることを明らかにする。

第6章では、最初にDLC膜及び窒素含有量の異なるDLC膜のアルミナボールに対する摩擦・摩耗特性を、摩擦エネルギー法を用いて考察し、窒素含有量を5.4, 7.3, 10.7 mass%含有したDLC膜の摩擦係数はDLC膜の摩擦係数に比べ非常に高く、DLC膜の窒素含有量が多いほど(DLC膜の硬度が低いほど)摩耗量が増加すること明らかにする。さらに、窒素添加DLC膜に対する摩耗量－エネルギー式の摩耗係数は、摩耗粉形成エネルギー/摩擦エネルギー比と同レベルであることを示し、摩耗量－エネルギー式の摩耗係数は、摩耗に消費されるエネルギー消費率であることを明らかにする。次に摩擦熱によるDLC膜と基板間の熱応力を緩和するよう、基板側を基板と熱膨張係数が近い窒素含有量10.7 mass%のDLC膜、表層を摩擦・摩耗特性の優れたDLC、中間層は窒素含有量5.4 mass%とした窒素組成傾斜DLC膜構造を設計、作製し摩耗特性を解析し、従来のDLC膜に比較して、耐摩耗性が優れていることを明らかにする。

最後に7章で本論文の結論を述べる。

早稲田大学 博士(工学)学位申請 研究業績書

氏名 山本 修二 印

(2015年 3月 現在)

| 種類別 | 題名、 発表・発行掲載誌名、 発表・発行年月、 連名者(申請者含む) |
|------------------|--|
| 論文 [査読有] ○ | <ol style="list-style-type: none"> <li data-bbox="331 517 1469 763">1. Evaluation of the temperature distribution in steel balls induced by friction energy generated during tribotest against diamond-like carbon coatings Shuji Yamamoto, Takahiro Okuaki, Mitsuru Egashira, Chitoshi Masuda Tribology – Materials, Surface & Interface, Vol.9, (2015), pp.33-40 <li data-bbox="331 797 1469 976">2. Evaluation of wear energy consumption of nitrogenated diamond-like carbon against alumina Shuji Yamamoto, Mitsuru Egashira, Katsuyoshi Kondoh, Chitoshi Masuda, Tribology letters, Vol.55, (2014), pp.279-288 <li data-bbox="331 1010 1469 1155">3. Tribological behavior of DLCs produced by rf PCVD based on energetic evaluation Shuji Yamamoto, Atsuo Kawana, Chitoshi Masuda Surface & Coatings Technology, Vol.236, (2013), pp.457-464 <li data-bbox="331 1189 1469 1357">4. Tribological behavior of stainless steel with respect to that of DLC in terms of energetic aspects Shuji Yamamoto, Atsuo Kawana, Chitoshi Masuda Tribology – Materials, Surface & Interface Vol.7, (2013), pp.161-167 <li data-bbox="331 1391 1469 1603">5. Relationship between tribological properties and sp^3/sp^2 structure of nitrogenated diamond-like carbon deposited by plasma CVD Shuji Yamamoto, Atsuo Kawana, Hiroshi Ichimura, Chitoshi Masuda, Surface & Coatings Technology, Vol.210, (2012), pp.1-9 <li data-bbox="331 1637 1469 1760">6. プラズマ CVD 法により作製した窒素添加 DLC の構造とトライボロジー特性 山本 修二、日高 徳昭、川名 淳雄、増田 千利 表面技術 第63巻,(2012), pp.35-40 |

早稲田大学 博士(工学)学位申請 研究業績書

| 種類別 | 題名、 発表・発行掲載誌名、 発表・発行年月、 連名者(申請者含む) |
|-------------|--|
| 論文 [査読有] | <p>7. Effect of substrate bias voltage on the properties of arc ion-plated TiN films onto high speed steels Shuji Yamamoto, Hiroshi Ichimura J.Mater. Res., Vol. 11, (1996), pp.1149-1156</p> <p>8. Effects of intrinsic properties of TiN coatings on acoustic emission behavior at scratch test Shuji Yamamoto, Hiroshi Ichimura J.Mater, Res., Vol. 7, (1992), pp.2240-2247</p> <p>9. Atomic Features of the Interaction between a Screw Dislocation and Self-interstitial Atoms in Model Iron and Vanadium Lattices Eiichi KURAMOTO, Yasuhisa AONO, Shuji YAMAMOTO, Koichi MAKII, and Tetsuo TSUTSUMI Transactions of The Iron and Steel Institute of Japan Vol.28, (1988), pp.885</p> <p>10. BCC 金属中の転位と点欠陥の応力下での相互作用の 計算機シミュレーション 蔵元 英一、青野 泰久、堤 哲男、山本 修二 九州大学 応用力学研究所所報 第63号 (1988) 93</p> |
| 講演 | <p>○ 1. 窒素添加 DLC における摩耗消費エネルギーの定量化 山本 修二、川名 淳雄、江頭 満、増田 千利 金属学会 2014年9月25日</p> <p>○ 2. エネルギー論観点からの DLC に対する鋼材のトライボロジー特性 山本 修二、川名 淳雄、増田 千利 トライボロジー会議 2013年5月22日</p> <p>○ 3. Ball-on-Disk 法による DLC に対する鋼材のトライボロジー特性 —摩耗挙動のエネルギー論的考察— 山本 修二、川名 淳雄、増田 千利 トライボロジー会議 2012年5月15日</p> <p>○ 4. 窒素添加 DLC のトライボロジー特性 山本 修二、日高 徳明、川名 淳雄、増田 千利 トライボロジー会議 2011年5月25日</p> |

早稲田大学 博士(工学)学位申請 研究業績書

| 種類別 | 題名、 発表・発行掲載誌名、 発表・発行年月、 連名者(申請者含む) |
|-----|--|
| 講演 | <p>5. ADHESION OF TiN COATING ON STEEL S. YAMAMOTO, T. OHMURA, A. KAWANA, Y.CHIBA and H. ICHIMURA MRS International Meeting on Advance Materials. Vol.4 (1990)5079</p> <p>6. セラミックコーティング膜の密着力の評価 山本 修二、市村博司 第3回素材開発研究交流会 資源・素材学会誌 1991年</p> <p>7. ジルコニア薄膜の電気的特性 山本修二、山中厚志、市村博司 日本セラミックス協会 第3回秋季シンポジウム 1990年9月26日</p> <p>8. アーク式イオンプレーティング法によるTiN膜の鋼材の密着力 山本 修二、川名 淳雄、千葉 祐二、大村 敏夫、市村 博司 日本セラミックス協会 第2回秋季シンポジウム 1989年10月2日</p> <p>9. 真空アーク放電型イオンプレーティング法におけるTiN膜の密着力 山本 修二、川名淳雄、千葉 祐二、市村 博司 日本金属学会 春季(第102回)大会 1988年3月31日</p> <p>10. スクラッチテスターのアコースティック・エミッション(AE)解析 山本 修二、川名淳雄、千葉 祐二、市村 博司 日本金属学会 春季(第102回)大会 1988年3月31日</p> <p>11. バナジウムの照射軟化と計算機シミュレーション 山本 修二、堤 哲男、青野 泰久、蔵元 英一 日本金属学会 秋季(第99回)大会 1986年10月20日</p> <p>12. 鉄中のらせん転位とdi-interstitialの応力下での 相互作用に計算機シミュレーション 山本 修二、堤 哲男、青野 泰久、蔵元 英一 日本金属学会 春季(第98回)大会 1986年4月2日</p> |