

DLC 膜の密着性評価法の課題及び摩耗試験法の検討

材料技術部 材料物性チーム
堀 内 崇 弘
吉 田 健太郎
加 納 眞
熊 谷 正 夫
電子技術部 磁気デバイスチーム
星 川 潔

現在、優れた膜特性を有する DLC 膜は、工具や金型をはじめ、摺動部品など多くの分野で使用されているが、密着性について課題を持っており、それが更なる用途拡大の足かせになっている。そこで本報では、実際の使用状況に近い損傷の再現を目的として、連続的に荷重を増加させながら繰り返しすべりさせる摺動試験法を用い、DLC 膜の膜特性評価を行ったので、その結果について報告を行う。

キーワード：DLC 膜、密着性、摩擦摩耗特性

1 はじめに

近年、ダイヤモンドライクカーボン（Diamond-like Carbon：以下、DLC）膜は、工具や金型、摺動部品などをはじめ幅広い分野へ適用されており、さらなる広がりを見せている。しかし現状では、基材との密着性に課題があるとともに、従来から用いられてきたロックウェル圧痕試験やスクラッチ試験での密着性評価法では、実使用に相关した損傷を再現できないことが多い。

そこで本報では、実際の使用状況に近い損傷を再現できる評価法の確立を目的として、連続的に荷重を増加させながら繰り返しすべりさせる摺動試験法を用い、DLC 膜の評価を行ったので、その結果について報告する。

なお、本研究は、文部科学省・神奈川県「環境調和型機能性表面」プロジェクトの支援で行われたものである。

2 試験サンプルおよび評価法

2. 1 試験サンプル

本試験では、鏡面仕上げした鉄鋼材（HRC60）を下地基板材質として用い、その上に膜特性の異なる 3 種類の DLC 膜を成膜した。各膜特性を表 1 に示す。

表 1 各 DLC 膜の膜特性

DLC 膜(A)	ta-C (水素フリー テトラヘドラルアモルファスカーボン)
DLC 膜(B)	a-C (水素フリー アモルファスカーボン)
DLC 膜(C)	a-C:H (水素含有 アモルファスカーボン)

2. 2 密着性・摩耗評価法

2. 2. 1 従来の密着性評価試験

従来から密着性評価試験として使用されている、ロック

ウェル圧痕試験（150kgf, C スケール）とスクラッチ試験を行った。

2. 2. 2 新たに試みた密着性評価試験

本試験では、ボールオンディスク試験（回転摺動式）において、連続的に荷重を増加させつつ繰り返し摺動させ、膜の密着・摩耗特性の評価を行った。（以下、荷重連続増加摩耗試験）相手材にはアルミナ球を使用し、荷重負荷速度 10N/min、大気中無潤滑条件にて行った。

3 試験結果および考察

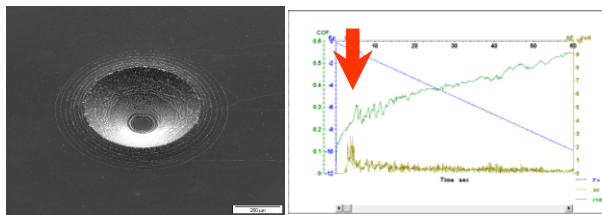
3. 1 従来の密着性評価試験

従来の密着性評価試験（ロックウェル圧痕試験、スクラッチ試験）を行った結果を図 1 に示す。

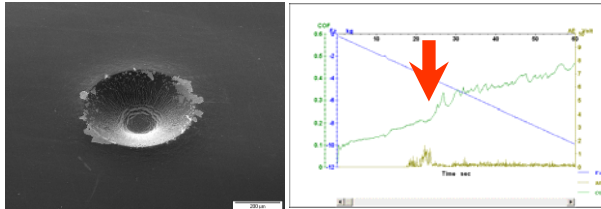
ロックウェル圧痕試験では、DLC 膜（A）は、圧痕形状と同じ、同心円状の細かい亀裂が周縁方向に生じていたが剥離は見られず、DLC 膜（B）では、DLC 膜（A）に比べ、圧痕周縁部分にて剥離部分が見られたが、同心円状の亀裂は確認されなかった。DLC 膜（C）では、他の DLC 膜よりも周縁部分・曲面部分ともに大きな破片による剥離が生じており、他の膜よりも密着性が悪いことが確認できた。

スクラッチ試験においては、DLC 膜（A）では、ロックウェル圧痕試験では確認されなかった DLC 膜の剥離現象が、荷重初期より生じているのが確認され、DLC 膜（C）、DLC 膜（B）の順に、密着性が良くなっていることが確認された。

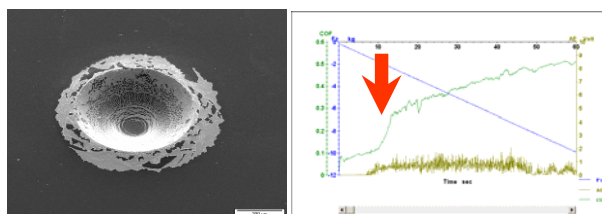
以上のことより、ロックウェル圧痕試験の結果とスクラッチ試験の結果では、必ずしも密着性の順番が一致しないことが確認された。



1-1 DLC 膜(A)



1-2 DLC 膜(B)



200 μm

1-3 DLC 膜(C)

図1 各 DLC 膜における従来の密着性評価結果

3. 2 新たに試みた密着性評価試験

次に荷重連続増加摩耗試験（回転摺動式）における摩擦係数 μ と AE 信号の結果と、試験後の条痕の様子（SEM 観察）を図2に示す。

DLC 膜 (A) では、試験開始早々に摩擦係数 μ の上昇と、AE 信号が発生したのが確認された。これは図 2-1 に見られる様に、試験開始後に DLC 膜が部分的に剥離・摩耗したためと考えられる。また、さらに負荷荷重を上げていくと、摩擦係数が減少し安定した。これは、摩耗粉や DLC 膜のボール表面への付着による影響だと思われる。

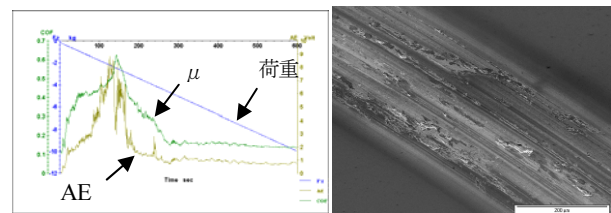
DLC 膜 (B) では、試験後半の負荷荷重が 60N を超えた所で、DLC 膜 (A) と同様に、摩擦係数 μ の上昇と、AE 信号の発生が見られた。これは、図 2-2 のように、DLC 膜への深い条痕の発生と一部剥離が生じたことによるものと思われる。

DLC 膜 (C) では、特に摩擦係数 μ 、AE 信号ともに大きく変化することもなく、本試験条件を達成し、DLC 膜側への条痕もほとんど見られなかった。特に本 DLC 膜はロックウェル圧痕試験では一番状態が悪く、スクラッチ試験でも DLC 膜 (B) より悪かったが、本試験法では、3 膜種の中で最も良い結果であった。

このように、荷重連続増加摩耗試験を用いた密着・摩耗特性の結果は、ロックウェル圧痕試験やスクラッチ試験の

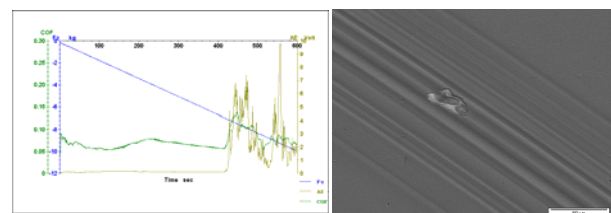
結果とは異なり、密着性の順番が一致しなかった。これは繰り返し摺動による各 DLC 膜への疲労の影響や、試験法の違いによる各 DLC 膜の相手材への移着状況の違いが、要因の1つであると考えられる。

しかしながら、実際の摺動部において DLC 膜は一部剥離しても、低い摩擦係数 μ や寿命を維持することが見受けられることから、従来の密着性評価試験に比べ、本密着性評価試験の結果の方が、より実際の損傷に近いと思われる。



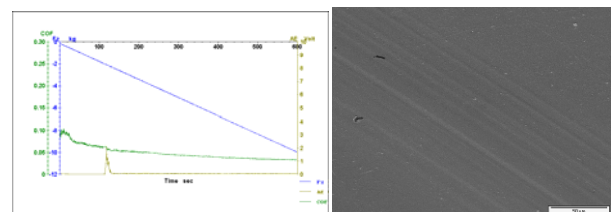
2-1 DLC 膜(A)

200 μm



2-2 DLC 膜(B)

50 μm



2-3 DLC 膜(C)

図2 各 DLC 膜の試験結果および摺動表面観察

4 まとめ

異なる膜特性を有する DLC 膜の各種密着性・摩耗評価試験および観察、検討を行い、密着・摩耗特性の優劣は、評価試験（ロックウェル試験やスクラッチ試験、荷重連続増加摩耗試験）毎に異なり、実際の使用用途に近い摺動条件下の損傷を再現できる評価試験を行うことが重要であると思われる。

今後は、密着性・摩耗評価試法の実使用状況との更なる相関性向上の検討とともに、DLC 膜の物性評価（弾塑性など）を進め、剥離摩耗現象との関係を調べていく予定である。

文 献

- 堀内ほか；トライボロジー会議予稿集（東京 2007-5）173-174.