

DLC膜の密着・耐摩耗性評価における試験条件の影響

機械・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

高硬度、低摩擦など優れた特性を持つ DLC 膜は幅広い産業分野に適用されているが、密着性に課題があり、これが更なる適用分野拡大を妨げている大きな要因の1つになっている。DLC 膜の密着性評価法としてロックウェル試験やスクラッチ試験が広く使用されているが、これらは1回の負荷による損傷形成試験のため、繰り返し摺動する実部品の密着性を評価した損傷結果とは相関性が低いという問題がある。そこで本研究では、新たな評価手法として、連続的に荷重を増加しつつ繰り返し摺動させる試験法を提案し、DLC 膜の損傷状態の評価を行った。その結果、実際の使用状況に近い損傷状態を再現できる検証結果が得られ、本評価手法の有効性が確認された。詳細について報告する。

キーワード：DLC 膜，密着性，耐摩耗性，摩擦，評価法

1 はじめに

近年、環境問題の顕在化に伴い、自動車を始めとした種々の産業において省エネ対応が進められており、今後さらなる技術改善、技術開発が求められている。そのニーズに応えるため、基材の表面に数ミクロン程度の硬質な被膜を形成するハードコーティング技術が開発されており、その中でも大きな注目を集めている被膜に、高硬度・低摩擦など優れた特性をもっているダイヤモンドライクカーボン（Diamond-like Carbon：以下、DLC）膜がある。一概に DLC 膜といっても、様々な成膜方法により成膜された膜があり、それぞれに異なる膜特性を有しているため、自動車部品や工具、金型、機械摺動部品、電子機器、生体部品などをはじめとした幅広い分野へ適用されている。¹⁻³⁾

しかし、DLC 膜は基材変形への追従性や密着性に関する課題や、様々な特性を持った DLC 膜がどのアプリケーションに最適な膜なのか、を選定することが非常に難しくなっている等の課題がある。そのため現状では、性能評価方法として実機試験を行っていることが多く、開発時間や開発コストが負担になり、さらなる適用分野拡大への足かせとなってしまう。

被膜の密着性を評価する手法として、従来から用いられてきた試験法には、ロックウェル硬度試験法（以下、ロックウェル試験）を利用した方法や、被膜をダイヤモンド圧子の先端で引っかくスクラッチ試験法がある。

これらの方法は、圧子を押し込むか、押し込みながら引っかくことにより、被膜と基材に塑性変形を加えることで被膜に破壊を生じさせ、その損傷状態から密着性を評価す

る方法である。

しかし、ロックウェル試験やスクラッチ試験は、1 回のみの負荷により被膜と基材に変形を生じさせる損傷形成試験であるため、実際に何回も繰り返し摺動を行う部位における性能評価結果との相関性を得ることは難しい。

そこで、本研究では、実際の摺動状況に近い評価法として、連続的に荷重を増加させつつ繰り返し摺動させる試験法を用いて、異なる成膜法で作製した 3 種類の DLC 膜の密着・耐摩耗性の評価を行ったので、その結果について報告する。

2 試験方法

2. 1 試験サンプル

試験片基板には、表面を鏡面仕上げした SUJ2 (基材硬度 HRC60) を用いた。その上に膜特性の異なる 3 種類の DLC 膜を成膜した。(図 1 参照)⁴⁾ 試験を行った各 DLC 膜の膜構造を表 1 に示す。DLC 膜 (A) は、T 形フィルター⁵⁾ アーク法⁵⁾ にて成膜を行い、水素を含有しない sp^3 構造を主体とするテトラヘドラル-アモルファスカーボン (以下、ta-C) 膜である。DLC 膜 (B) は、スパッタ法にて成膜を行い、水素を含有しない sp^2 構造を主体とするアモルファスカーボン (以下、a-C) 膜である。DLC 膜 (C) は、プラズマ CVD 法にて成膜を行い、水素を含有しているアモルファスカーボン (以下、a-C:H) 膜である。

各 DLC 膜の物性を表 2 に示す。この際、硬度・弾性率は、ナノインデントを用いて測定した。^{6,7)}

DLC 膜 (A) は、ダイヤモンドに近い構造を持っているため、硬度が非常に高く、反対に、DLC 膜 (B) は、グラフ

タイトに近い構造を持っているため、硬度はかなり低い。

2. 2 密着・耐摩耗性試験

今回用いた試験法は、ボールオンディスク試験において、連続的に荷重を増加させつつ繰り返し摺動させ、DLC 膜の密着性と耐摩耗性の評価を同時に行う方法である。(以下、密着・耐摩耗性試験とする。)(図 2 参考)

本試験法は、ロックウェル試験やスクラッチ試験の様に 1 回のみの負荷試験ではなく、複数回の摺動性を組み入れつつ、加速試験的な要素も持たせた評価手法として新たに提案したものである。

DLC 膜に対する相手球材にはアルミナ球を使用した。理由としては、鋼球では摺動中に接触部が大きく摩耗してしまうため、継続的な面圧の低下による設定面圧との乖離を防ぐとともに、摩耗粉の発生および凝着の発生による試験条件の変動が大きくなるのを防ぐためである。

試験条件には 2 種類の球形を用いた。形状の大きい球には直径 1/6inch の球を用いて、荷重負荷速度 10N/min, 最大荷重 100N, 摺動速度 0.15m/sec, 大気中無潤滑条件にて行った。形状の小さい球には直径 1/16inch の球を用いて、荷重負荷速度 5N/min, 最大荷重 150N, 摺動速度 0.15m/sec, 大気中無潤滑条件にて行った。

また、本試験では、DLC 膜の損傷状態を把握するために摩擦係数の測定と同時に Acoustic Emission (以下、AE) 信号の検出も行った。

3 結果及び考察

3. 1 密着・耐摩耗性試験（高面圧）の結果

小さい球を用いて密着・耐摩耗性試験（以下、密着・耐摩耗性試験（高面圧））を行った際の摩擦係数 μ と AE 信号の結果、および摺動部分の状態を観察した結果について、図 3 に示す。

異なる 3 種類の DLC 膜を評価した結果、本条件における密着・耐摩耗性試験（高面圧）での密着・耐摩耗特性は、DLC 膜 (B) が一番良く、次に DLC 膜 (C)、一番悪いのが DLC 膜 (A) であった。

各膜の損傷形態は、DLC 膜 (A) では、非常に膜が硬いため試験開始後直ぐの負荷荷重がかかった際に膜に損傷が生じた。DLC 膜 (B) では、図 3(b) の写真に見られるように摩耗により損傷が生じた。DLC 膜 (C) では、摺動痕跡の膜の損傷の仕方からも分かるように、亀裂の進展による剥離で DLC 膜に損傷が発生した。

これらの結果、高面圧下での膜の損傷モードは、摩耗による膜損傷よりも膜の変形による膜損傷の方が大きく影響し、特に膜が硬いほど損傷が早い傾向となる、と考えられる。

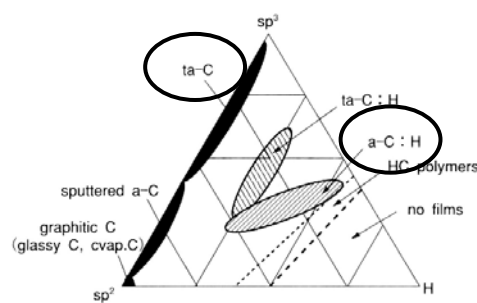


表 1 各 DLC 膜の膜構造

サンプル名	膜構造
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)

表 2 各 DLC 膜の膜特性

サンプル名	硬度 [GPa]	弾性率 [GPa]	膜厚 [μm]
DLC 膜(A)	60	330	約 0.3
DLC 膜(B)	13	140	約 1.0
DLC 膜(C)	21	170	約 1.0

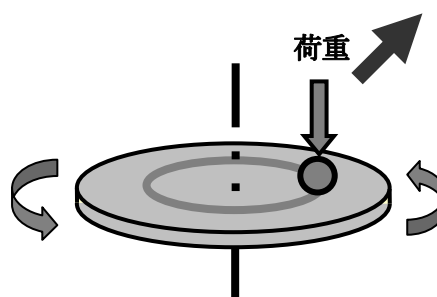


図 2 密着・耐摩耗性試験概要図

3. 2 密着・耐摩耗性試験（低面圧）の結果

次に、大きい球を用いて密着・耐摩耗性試験（以下、密着・耐摩耗性試験（低面圧））を行った際の摩擦係数 μ と AE 信号の結果と、摺動部分の状態を観察した結果について、図 4 に示す。

異なる 3 種類の DLC 膜を評価した結果、本条件における密着・耐摩耗性試験（低面圧）での密着・耐摩耗特性は、DLC 膜 (C) が一番良く、次に DLC 膜 (B)、一番悪いのが DLC 膜 (A) であった。

各膜の損傷形態は、DLC 膜 (A) では、高面圧時と同様に、試験開始後直ぐの負荷荷重がかかった際に膜に損傷が生じた。DLC 膜 (B) では、摩擦により損傷が生じ、それに加えて膜の一部で剥離が発生した。DLC 膜 (C) では、摩擦や亀裂の進展に伴う剥離による膜の損傷はほとんど見られず、摩擦係数 μ および AE 信号ともに大きく変化することもなく、本試験条件の最終負荷荷重に到った。

これらの結果、より低面圧下での膜の損傷モードは、膜の変形による膜損傷よりも摩擦による膜損傷の方が大きく影響し、特に膜が軟らかいほど損傷が早い傾向となる、と考えられる。ただし面圧によっては、非常に硬い膜の場合において、膜の変形による損傷が生じることも確認された。

3. 3 従来から用いられてきた評価試験法との比較

表 3 に、今回行った各評価試験結果および別途行ったスクラッチ試験結果の序列を示す。

これらの結果、従来から評価試験法として用いられている 1 回のみの押し込みもしくは、引っかきによる塑性変形を伴う破壊試験であるロックウェル試験やスクラッチ試験の結果とは違い、密着・耐摩耗性試験では異なる序列の結果が得られた。これは DLC 膜の損傷モードの支配的な要因が、圧子球の形状変化などの試験条件による負荷条件に大きく影響していることを示していると考ええる。

DLC 膜の損傷モードには、「塑性変形による要因」と「繰り返しによる要因」が大きく 2 つあると考える。「塑性変形による要因」としては、下地への追従性などの膜特性に依存する性質、「繰り返しによる要因」としては、摩擦特性などの膜特性に依存する性質、と考えている。

つまり、(球形状が小さい) より高負荷条件の場合には、「塑性変形による要因」が強くなり、その評価の代表的な評価手法である、スクラッチ試験の傾向に近くなると考える。具体的には、亀裂進展による損傷が大きい DLC 膜 (C) の方が、摩擦損傷が大きい DLC 膜 (B) よりも性能維持時間が短かった。(図 3 参照)

また、(球形状が大きい) より低負荷条件の場合には、「繰り返しによる要因」が強くなったためスクラッチ試験の結果と異なった、と考える。具体的には、膜硬度が低く摩擦損傷が大きい DLC 膜 (B) の方が、膜硬度が高く摩擦損傷が小さい DLC 膜 (C) よりも性能維持時間が短かった。(図 4 参照)

以上の結果より、DLC 膜で損傷が発生するのは従来「塑性変形による要因」が大きく考えられているが、「繰り返しによる要因」も重要であることが明らかになった。また同時に、今回行った密着・耐摩耗性試験は、複数回摺動する部位に DLC 膜を適用した際の評価手法として、実際の摺動条件で発生する損傷モードに近い状態を再現できる有効な試験法であると考ええる。

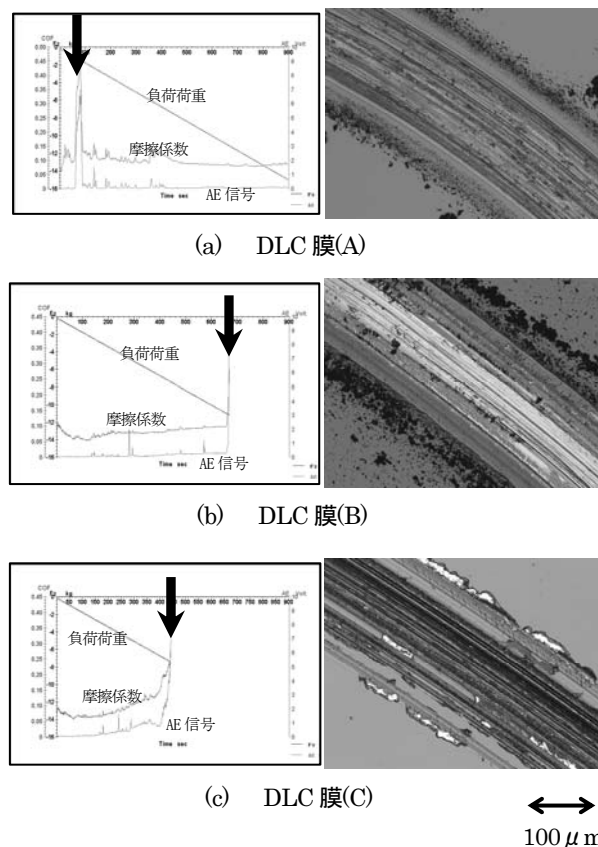


図 3 密着・耐摩耗性試験（高面圧）結果

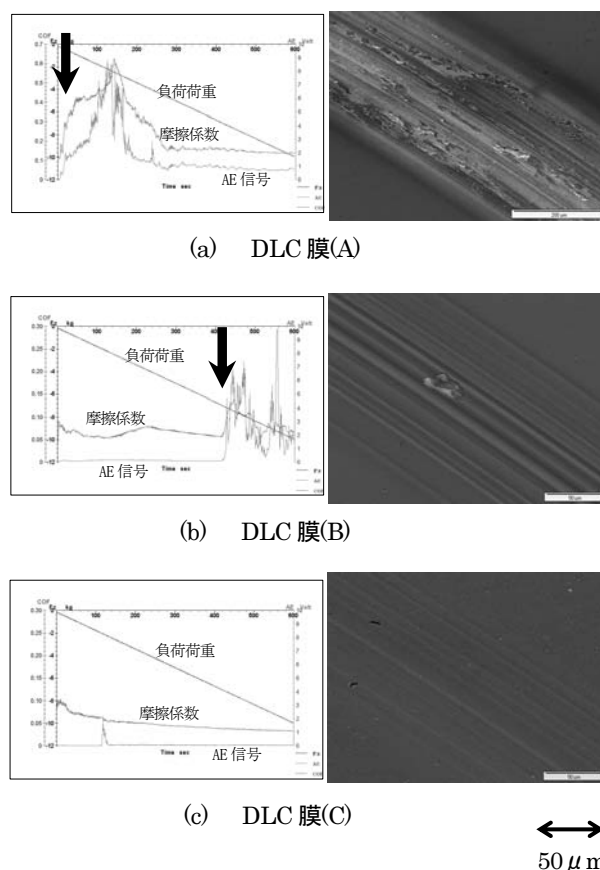


図 4 密着・耐摩耗性試験（低面圧）結果

4 まとめ

異なる膜特性を有する DLC 膜および異なる試験条件にて、今回新たに提案した密着・耐摩耗性試験を行った所、以下の結果が得られた。

(1) 密着・耐摩耗性試験において、膜損傷の主要因は、高面圧条件では膜の変形に伴う亀裂や剥離などの要因、低面圧条件では膜の摩耗による要因、であることが分かった。

(2) 密着・耐摩耗性試験では、摺動条件をコントロールすることで、より実際の損傷に近い状態を再現できる可能性があり、有効な評価手法であることが分かった。

表 3 各評価試験の結果

サンプル名	密着・耐摩耗性試験		
	スクラッチ試験 (高面圧) (低面圧)		
DLC 膜(A)	Poor	Poor	Poor
DLC 膜(B)	Good	Fair	Good
DLC 膜(C)	Fair	Good	Fair

謝 辞

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。

文 献

- 1) M. Kano ; *New Diam. Front Carbon Technol*, 16, 201 (2006).
- 2) J. Ando, et al. ; *SAE Paper*, 01, 0820 (2006).
- 3) A. Shirakuma, M. Nakaya, Y. Koga, H. Kodama, T. Hasebe and T. Suzuki ; *Thin Solid Films*, 494, 84 (2006).
- 4) A. C. Ferrari and J. Robertson ; *Physical Review*, B61, 14095 (2000).
- 5) H. Takikawa, K. Izumi, R. Miyano and T. Sakakibara ; *Surface and Coatings Technology*, 163, 368 (2003).
- 6) G. M. Pharr ; *Material Sci. Eng.*, A, 253, 151 (1998).
- 7) W. C. Oliver and G. M. Pharr ; *Journal of Material Research*, 7, 1564 (1992).

Effect of examination condition on adhesion and wear resistance method of DLC films

Takahiro Horiuchi, Kentaro Yoshida, Makoto Kano and Masao Kumagai

Diamond-like carbon (DLC) coatings are currently being used in a wide variety of industrial fields because of their outstanding properties such as high hardness and low friction, among others. DLC coatings have various characteristics depending on the coating deposition method used. However, they have a problem regarding adhesion with the base material, which is a major factor hindering their expanded application in other fields. The adhesion of DLC coatings is generally evaluated in Rockwell indentation tests and scratch tests. These test methods induce damage in the specimen with the application of a single load. Accordingly, there is a problem of low correlation between such test results and evaluations of the adhesion of coatings on actual components that undergo repeated sliding cycles.

With the aim of resolving that problem, this study evaluated the damage condition of three types of DLC coatings having different physical properties using newly devised cyclic sliding test methods involving the application of a continuously increasing load. The evaluation results obtained with these new methods differed from the results of Rockwell tests and scratch tests. These new test methods are better able to reproduce the damage done to DLC coatings in actual sliding cycles. This paper describes the test procedures and the evaluation results obtained.