

# 「樹脂基板上に形成した DLC 膜の強度評価に関する研究」

中 村 守 正\*

## 【要 旨】

DLC 膜は、高面圧下で破壊、はく離するという欠点を有する。本研究では、PBIID 法で POM 平板上に生成した DLC 膜に鋼球を負荷をかけて押し付けた後、DLC 膜の損傷の様子を観察した。その結果、静的荷重下では POM 平板上の DLC 膜は、POM 平板が塑性変形するほどの押し付け荷重でなければはく離したりき裂が発生したりしなかった。一方、繰り返し負荷する動的荷重下では、DLC 膜は 65.0N で 10000 回繰り返し鋼球を押し付けると破壊した。

## 1 はじめに

ダイヤモンドライクカーボン (Diamondlike Carbon: DLC) 膜は、優れた耐摩耗性と自己潤滑性を有することから各種しゅう動部品の表面処理皮膜として注目されており、既に様々な分野で実用化されている。しかしながら、DLC 膜は一般に大きな圧縮残留応力が内在することと、炭素結合の安定性という二つの本質的な要因から、基板との密着性が低いという致命的な欠陥も併せ持っている。さらに、DLC 膜は繰り返し生じる高面圧に対して強度が低く脆弱であると言われている。このため現状では、低面圧下で用いられる機械要素部品のしゅう動面に適用されていることがほとんどである。高面圧の生じる歯車歯面や歯切り工具、軸受のころと軌道輪の接触面等といった過酷な環境下で用いられる機械要素部品には適用されていない。

このような機械要素部品のしゅう動面に DLC 膜を適用するためには、基板との密着性や DLC 膜そのものの強度をさらに向上させることが課題となっている。密着性の評価法は、硬質皮膜が生成された平板試験片を尖った圧子で垂直荷重を増加させながら引っ掻いて、皮膜がはく離した時の垂直荷重をもって密着強度とするスクラッチ試験や、

ロックウェル硬さ試験機を用いて圧子を押し込み、皮膜のはく離状態を定性的に評価する方法などが用いられている。しかしながら、どちらの評価方法も皮膜の密着性を評価できているか明確ではない。特に、繰り返し高い面圧が発生する機械要素部品のしゅう動面における皮膜のはく離や損傷に対する強度評価が、スクラッチ試験やロックウェル硬さ試験での評価で対応できるかについては、甚だ疑問である。

そこで本研究では、DLC 膜をはじめとする硬質皮膜の新たな強度評価法について検討を行った。具体的には、ある大きさの球を DLC 膜が生成されたプラスチック基板に所定の負荷で繰り返し押し付け、押し付けた後の DLC 膜の破壊の様子を観察した。

## 2 文献調査結果

本研究を開始するに当たり、まず関連する公表文献を調査した。

今回の調査から、繰り返し負荷による硬質皮膜の強度評価法についての報告が少ないことがわかった。少ない報告の中から、本研究と関連するいくつかの報告を以下に示す。

繰り返し曲げ試験を行い、DLC 膜の疲労特性を評価したことについて報告がある<sup>1)</sup>。この文献は、Ni59Ti49 を用いた SMA 基板に DLC 膜を生成し、

---

\* 京都工芸繊維大学大学院 工芸科学研究科  
助教

繰り返し曲げ試験によって DLC 膜のはく離について報告している。ただ、医療用機器への適用を想定した調査であり、高い面圧が発生する機械要素部品を対象としてはいない。

また、繰り返し押し込みによる TiN および SiC 皮膜のはく離特性を評価したことについても報告がなされている<sup>2)</sup>。この文献は、DLC 膜ではないが硬質皮膜を対象としている。また、金型や工具に適用する硬質皮膜の強度評価に繰り返し押し込み試験法が有効であると述べており、本研究と着眼点、発想は類似しているといえる。ただ、押し込み試験に用いる圧子はロックウェル C 型で先端曲率半径が 0.2mm であり、本研究の想定よりも小さい。本研究では、圧子に曲率半径 5mm の球を用いることを想定しており、この点が異なるといえる。

### 3 押し付け試験の詳細

#### 3.1 DLC 膜生成方法

DLC 膜の生成には、京都府中小企業技術センター 所有 の PBIID (Plasma Based Ion Implantation and Deposition) 装置 (プラズマイオンアシスト製) を用いた。DLC 膜の生成方法は以下のとおりである。真空チャンバに試験片を導入し、アンテナに固定する。その後、真空チャンバ内の不純物、不純ガスを極力排除するために真空ポンプを稼働させ、真空チャンバ内の圧力を  $8.0 \times 10^{-4}$  Pa まで低下させる。そして、ボンバード処理、もしくは皮膜生成処理に必要な原料ガスを真空チャンバ内に所定の流量で流入させる。

DLC 膜の生成前に、試験片表面のコンタミを除去するため、Ar ガスと H<sub>2</sub> ガスを用いてボンバード処理を行った。その後、DLC 膜の密着性を高めるため、真空チャンバにヘキサメチルジシロキサン (HMDSO) ガスを流入させ中間層を形成する。そして、アセチレンガスをを用いて所定の条件で

DLC 膜を形成する。表 1 は、今回の取り組みで用いた DLC 膜の生成条件を示す。

表 1 DLC 膜生成条件

	Bombardment	Middle layer	Deposition
Time (min)	30	30	90
Frequency (kHz)		2	
RF power (W)		300	
RF width (μs)		30	
Negative voltage (kV)		1	
Pulse width (μs)		30	
Pulse delay (μs)		100	
Puressure (Pa)		0.6	
Ar gas (sccm)	25	0	0
H <sub>2</sub> gas (sccm)	50	0	0
C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> gas (sccm)	0	0	50
HMDSO gas (sccm)	0	50	0

#### 3.2 試験片

DLC 膜を生成する対象の平板試験片は、POM (ポリアセタール) 製である。POM 製平板試験片の寸法は、40×40×8mm である。POM 板試験片の準備方法は以下のとおりである。所定の寸法に切り出した後、研磨装置を用いて、まず基準面を作製するために #600 のエメリー紙を用いて研磨した。その後、DLC 膜を生成する面を #1200、#2400、#4000 のエメリー紙を用いて算術平均粗さ Ra が 0.03 μm になるまで研磨した。このようにして、POM 平板の寸法、表面性状を整えた後、アセトンを用いて研磨粉や試験片表面の不純物を除去するため、洗浄してから PBIID 装置の真空チャンバに導入して DLC 膜を生成した。

#### 3.3 押し付け圧子

φ10mm の SUJ2 球 (HRC62~67) を DLC 膜を生成した POM 平板に押し付けるため、図 1 に示すジグを作製して用いた。



図 1 押し付け用ジグ

### 3. 4 静的押し付け試験

いわゆる動的な試験である繰り返し押し付け試験を行うにあたり、まず静的な押し付け試験を DLC 膜を生成した POM 平板に対して行った。そして、試験後の DLC 膜の状態を観察した。静的な押し付け試験には、図 2 の自作の押し付け試験機を用いた。圧子上部のステージに所定の重さのおもりを積載し、試験機上部のハンドルを回転させてステージをゆっくりと下降させると、圧子が試験片に接触しハンドルとステージの拘束が外れる。この時、所定の負荷で試験片に圧子を押し付けていることになる。



図 2 静的押し付け試験機

### 3. 5 動的押し付け試験

繰り返し押し付け試験には、万能試験機（インストロン製 5500R）を用いた。球を取り付けた図 1 のジグを万能試験機のクロスヘッドにボルトで固定した後、DLC 膜生成 POM 平板を万能試験機のステージ部分に設置した。その後、万能試験機の運転条件をセットして、DLC 膜の強度試験を開始した。押し付けは、繰り返し速度を 1Hz で行った。

### 3. 6 DLC 膜の観察

押し付け試験後の DLC 膜表面を、金属顕微鏡を用いて観察した。

### 4 POM 平板上に生成した DLC 膜の状態

図 3 は、POM 平板上に作成した DLC 膜の様子である。DLC 膜に傷があるように見える。これは、研磨した POM 平板の表面に研磨傷が元々あったためである。局所的にはく離した様子などが認められないことから、POM 平板上での DLC 膜の様子は良好と思われる。



図 3 POM 平板に生成した DLC 膜の様子

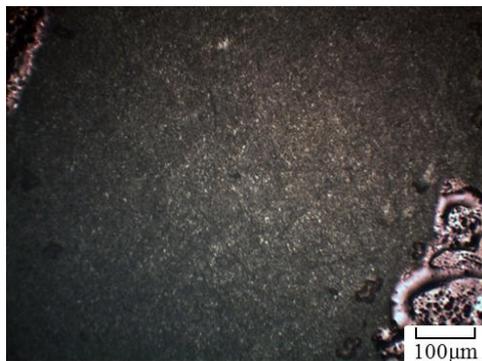
### 5 押し付け試験後の DLC 膜の状態

#### 5. 1 静的押し付け試験の結果

図 4 は、自作の押し付け試験機を用いて垂直荷重 30、40、45N（ヘルツ面圧 154.6、170.1、176.9MPa）で SUJ2 球を押し付けた後の DLC 膜の様子である。このレベルの面圧では、POM 平板は塑性変形せず、弾性変形しかしない。どの DLC 膜にも顕著な損傷は認められないが、元々あったピンホールもしくは不純物に押し付けた場合は、損傷が発生するようである。

図 5 は、参考までに直径が 6.35 mm の球をロックウェル硬さ試験機により高面圧（467.2MPa、垂直荷重 350N）を発生させて押し付けた後の DLC 膜の様子である。このレベルの高面圧で押し付けると POM 平板が塑性変形する。図 5 から、DLC 膜に円周状にき裂が認められる。図 6 は、マイクロビッカース硬さ試験機を用いてビッカース圧子を押し込んだ後の DLC 膜の様子である。圧子の押し付けにより POM 平板が塑性変形し圧痕が深いため、圧痕全体にわたって金属顕微鏡の焦点が合っていないが、図 6 の破線内のように、圧痕の周囲にき裂が発生している。すなわち、静的に押し付ける

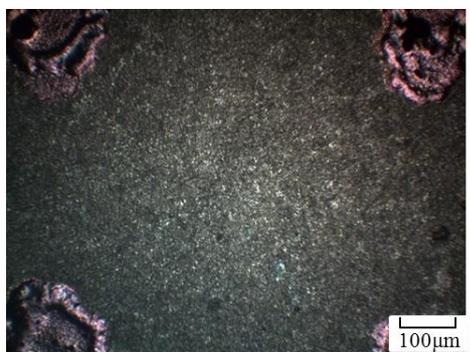
場合、基板が塑性変形するほどの高い面圧で押し付けなければ、DLC 膜が破壊しないと考えられる。



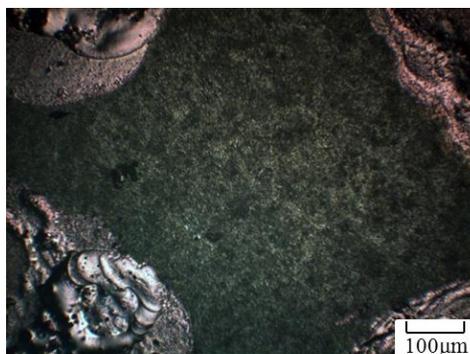
(a) 押し付ける前の DLC 膜の様子



(b) 30N で押し付けた後の DLC 膜の様子



(c) 40N で押し付けた後の DLC 膜の様子



(d) 45N で押し付けた後の DLC 膜の様子

図4 POM 平板に生成した DLC 膜の様子

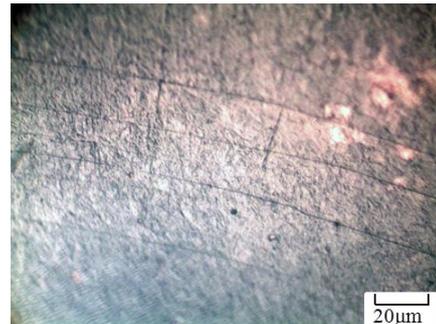


図5 ロックウェル圧痕周囲の DLC 膜のき裂



図6 ビッカース圧痕周囲の DLC 膜の破壊

## 5. 2 動的押し付け試験の結果

図7は、万能試験機を用いて繰り返し SUJ2 球を押し付けた後の DLC 膜の様子である。負荷が低いため POM 平板は弾性変形する。そのため、圧痕が残存しないので、押し付けた箇所を円で示している。押し付け荷重 27.5N (面圧 150MPa) では、1回、1000回、10000回押し付けても DLC 膜に損傷は認められない。押し付け荷重 65.0N (面圧 200MPa) でも同様に、1回及び 1000回押し付けても DLC 膜に損傷は認められなかったが、10000回押し付けると DLC 膜に損傷が発生した。このような DLC 膜の損傷は、押し付けた球の中心直下では発生せず、それ以外の箇所で発生している。

## 6 繰り返し押し付け試験機の検討まとめ

ここまでの試験結果を踏まえ、現在、より高速で繰り返し押し付け試験を行うことが可能な試験機について検討している。図8は、試験機案の正面模式図である。

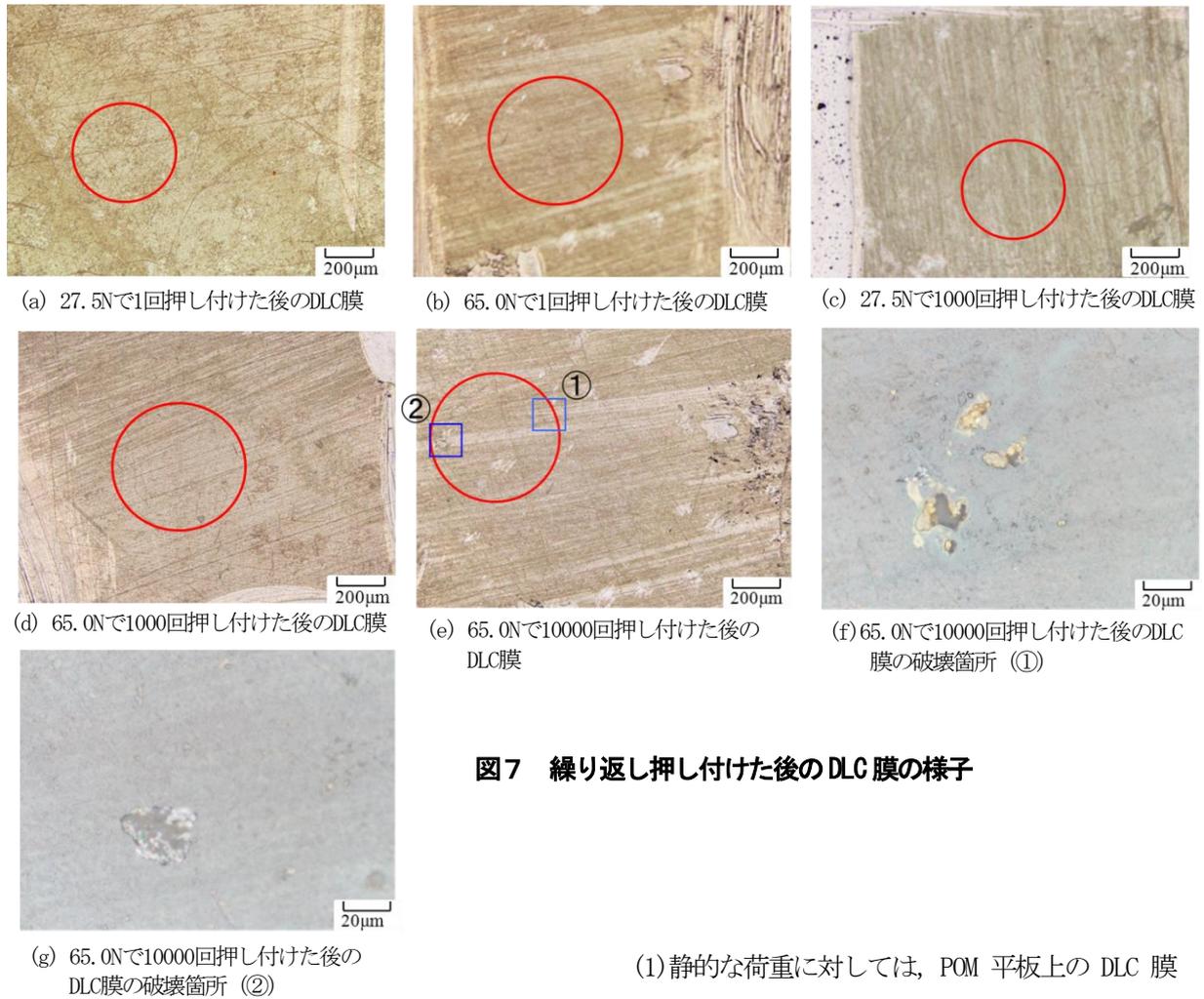


図7 繰り返し押し付けた後のDLC膜の様子

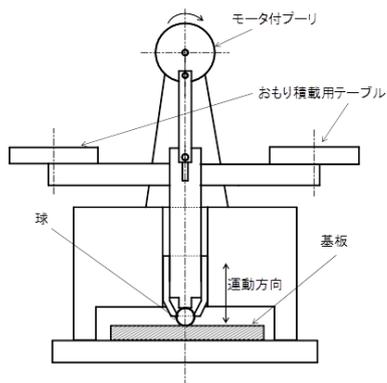


図8 繰り返し押し付け試験機案

## 7 まとめ

PBIID法でPOM平板上に生成したDLC膜に球を押し付け、DLC膜の損傷の様子を観察した。その結果、以下の結果を得た。

- (1) 静的な荷重に対しては、POM平板上のDLC膜は、POM平板が塑性変形するほどの押し付け荷重でなければく離したりき裂が発生したりしない。
- (2) 動的な荷重に対しては、DLC膜は65.0Nで10000回繰り返し球を押し付けると破壊する。現在、得られた結果を踏まえ、負荷を伴って球を押し付けた時を想定したDLC膜の破壊モデルを検討している。また、より高速度で繰り返し押し付けができるよう新たな試験装置の設計も行っている。

## (参考文献)

- 1) 塩田浩之, 竹野貴法, 三木寛之, 高木敏行: 日本機械学会A編, 76, 766, pp. 745-751 (2010)
- 2) 加藤昌彦, 中佐啓治郎, 李明, 章博: 材料, 57, 7, pp. 718-724 (2008)