

## DLC 膜の耐荷重能評価手法の標準化に向けた取り組み

Towards standardization of evaluation method for load carrying capacity of DLC films

産総研（正）\*間野大樹 大花継頼 ナノテック 平塚傑工 東工大 平田敦

Kano Consulting Office 加納眞 岡山県工業技術センター 國次真輔

レスカ 竹内光明 宝泉俊寛 パーカー熱処理工業 越智直行 DLC 工業会 田中章浩

Hiroki MANO, Tsuguyori OHANA, National Institute of Advanced Industrial Science and Technology

Masanori HIRATSUKA, Nanotec Corporation

Atsushi HIRATA, Tokyo Institute of Technology

Makoto KANO, Kano Consulting Office

Shinsuke KUNITSUGU, Industrial Technology Center of Okayama Prefecture

Mitsuaki TAKEUCHI, Toshihiro HOUSEN, Rhescia Co., Ltd.

Naoyuki OCHI, Parker Netsushori Kogyo Co., Ltd.

Akihiro TANAKA, Diamond-Like Carbon Industry Association

### 1. はじめに

ダイヤモンドライクカーボン (DLC) 膜は低摩擦・低摩耗を発現する代表的なトライボコーティングである。DLC 膜の品質に関する評価手法としては膜と基板の密着性を調べるロックウェル圧痕試験とスクラッチ試験があり、信頼性に関する評価手法としては摺動条件下の膜の寿命を調べる摩擦摩耗試験がある。また、その中間的な観点から膜の性能を調べる新しい評価手法も提案されている。

発表者らは、繰り返し接触の影響に着目し、往復動摩擦試験とステップ荷重を組み合わせ、DLC 膜の耐荷重能に相当する臨界損傷荷重を測定する新しい評価手法を開発した<sup>1)</sup>。日本のワーキンググループは、同手法の標準化を目指し、実験から解析までの標準的なプロシージャの策定を進め、ラウンドロビン試験による有効性の検証を行ったのち、ISO に新作業項目 (NP) 提案として申請した。本報では、提案した標準案の概略とラウンドロビン試験の結果の一例について報告する。

### 2. 提案した標準案の概略

本評価における試験と評価方法の模式図を Fig.1 に示す。本試験では、往復動摩擦試験機において、供試膜を付与したディスクに相手材のボールを押し付け、水平方向に加振し、ディスクとボールの間の摩擦力を測定する。ボールを介したディスクへの荷重をステップ的に増加させながら、摩擦力を荷重で除して、摩擦係数を逐次求める。試験中は摩擦係数と荷重をモニタリングし、摩擦係数の経時変化に急激かつ大きな変動が現れ、膜のはく離や過度の摩耗が発生したと推察された時点で試験を停止する。このときの荷重が供試膜の耐荷重能となる。なお、本試験の雰囲気は、評価の容易性を確保しつつ、環境条件の影響を抑制するため、大気中の乾燥（無潤滑）環境とする。

本標準案では主に下記の事項について規定し、膜のはく離の具体例とばらつきを有するデータの処理例は Annex に記載する。

- ・試験片であるディスク（供試膜及び基板）とボールが具備すべき諸元
- ・試験機が具備すべき機構と性能
- ・試験片の前処理方法と試験機への組み込み方
- ・試験の始め方・進め方・終わり方
- ・推奨する試験条件
- ・耐荷重能の評価方法

### 3. ラウンドロビン試験の結果の一例

国内 4 機関が参加し、製品膜を対象としたラウンドロビン試験を実施した。供試膜は ta-C 及び a-C:H を直径 24mm×厚さ 7.9mm の軸受鋼ディスク上に 1 $\mu$ m 狙いの膜厚で作製した。相手材には直径 9.525mm の転がり軸受用アルミナボールを用いた。揺動の振幅及び周波数は 1mm 及び 10Hz、荷重の増加幅及びステップ幅は 10N 及び 60s、プレート試験片の温度は 40℃とした。湿度は一部の機関は 30%以下及び 70%以上とし、その他の機関は任意（可能であれば 50 $\pm$ 10%）とした。

ta-C に関する試験結果の一例を Fig.2 に示す。試験後の供試膜

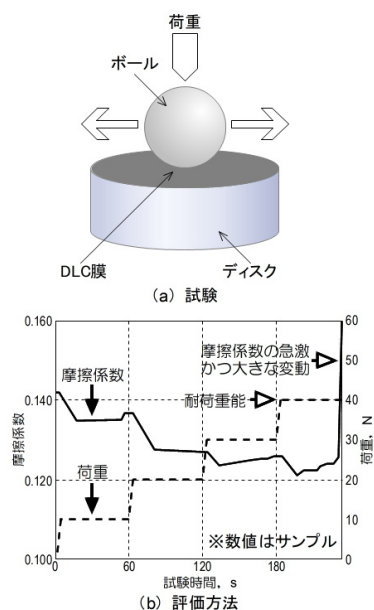


Fig. 1 Experimental configuration and method of determining load carrying capacity of DLC film

の摩耗痕には多量の摩耗粉と部分的なはく離が観察された。このとき、試験を停止した荷重は 40N であったが、耐荷重能は摩擦係数が急増した 30N と考えられた。ta-C では、a-C:H と比較して、摩擦係数が試験開始直後に急増したものが多かった。

a-C:H に関する試験結果の一例を Fig.3 に示す。試験後の供試膜の摩耗痕には ta-C より規模の大きいはく離が観察された。このとき、試験を停止した荷重は 340N であり、摩擦係数が急増した時点で停止したため、この荷重が耐荷重能と考えられた。a-C:H では、ta-C と比較して、試験終了直前まで摩擦係数の急峻な変動は見られず、即ち、はく離や過度の摩耗が発生するまでの期間もが明らかに延伸した。

本ラウンドロビン試験で観測された耐荷重能は同一の条件下でも大きくばらついていた。そこで、耐荷重能の主因と推察されるであるはく離の生起するメカニズムが最弱リンクモデルに沿う（即ち、はく離の生起する確率がワイブル分布に従う）ものと仮定し、ワイブル解析を適用した<sup>2)</sup>。ta-C 及び a-C:H における全機関の耐荷重能のワイブルプロットを Fig.4 に示す。ta-C の耐荷重能は低荷重側に、a-C:H の耐荷重能は高荷重側に分布しており、両者の耐荷重能には相対的に高低が認められた。両供試膜における全機関の耐荷重能の分布について、ワイブルスロープと累積破損確率 10%及び 50%の耐荷重能を算出し、Table 1 にまとめる。耐荷重能の代表値はワイブルプロットからも明らかのように ta-C < a-C:H であった。また、耐荷重能のばらつきに相当するワイブルスロープは ta-C < a-C:H となり、両供試膜の耐荷重能のばらつきにも相対的に大小が認められた。

#### 4. おわりに

本提案については、2022 年 12 月に ISO/TC107 – Metallic and other inorganic coatings へ申請し、ISO NP 20511 として回付された。NP 提案の投票は 2023 年 3 月に締め切られ、P メンバー 21 カ国のところ、賛成 7、反対 0、棄権 14、エキスパート参加 3 との結果となった。従って、「投票した P メンバーの 2/3 以上が賛成」の要件はクリアできた一方で、「5 カ国以上からエキスパートが参加」の要件をクリアできなかったため、本提案は PWI として登録されることとなった。再度の NP 提案を目指し、内容の更なるブラッシュアップに努めると同時に、諸国の理解と協力を得られるよう国内外の有識者と改めて協議を行っている。

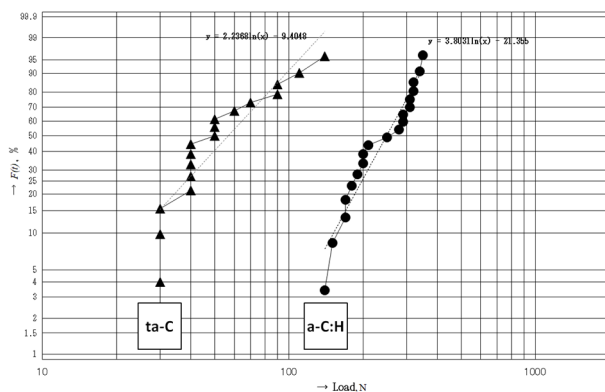


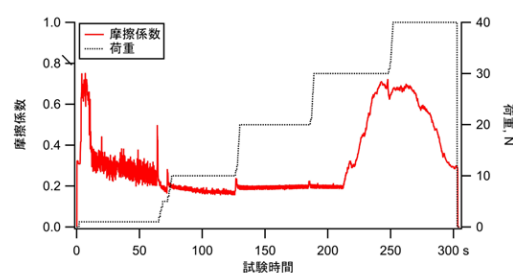
Fig. 4 An example of Weibull plot of load carrying capacity

#### 謝 辞

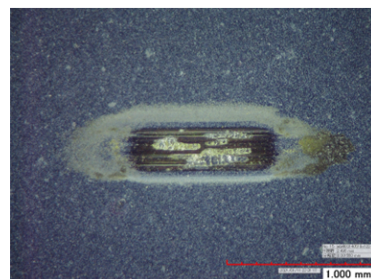
本稿は一般社団法人 DLC 工業会と一般社団法人ニューダイヤモンドフォーラムが、経済産業省委託事業として野村総合研究所より令和 2 年度~令和 4 年度省エネルギー等国際標準開発事業の「摩擦低減効果をもつ DLC 膜の信頼性及び特性試験に関する国際標準化」の委託を受けて実施した成果の一部を記載した。

#### 文 献

- 1) H. Mano and T. Ohana : Wear, 386-387 (2017) 188.
- 2) H. Mano and T. Ohana : Materials, 14, 11 (2021) 2746.

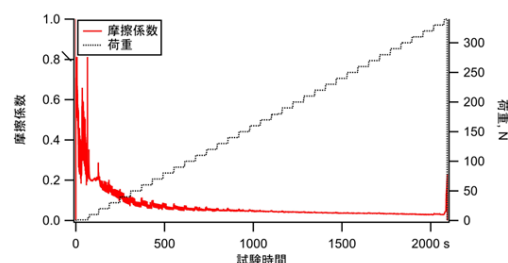


(a) 摩擦係数と荷重の経時変化

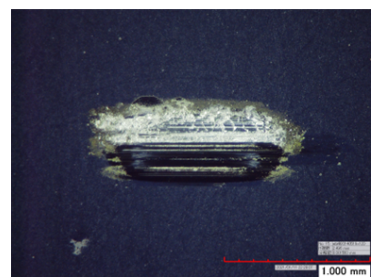


(b) 供試膜の摩耗痕とはく離の外観

Fig. 2 An example of evaluation results on ta-C film



(a) 摩擦係数と荷重の経時変化



(b) 供試膜の摩耗痕とはく離の外観

Fig. 3 An example of evaluation results on a-C:H film

Table 1 An example of representative value of load carrying capacity

供試膜	ワイブル スロープ	耐荷重能, N	
		累積破損 確率 10%	累積破損 確率 50%
ta-C	2.24	24.5	56.9
a-C:H	3.80	151.9	249.3