

# DLC 膜のラウンドロビンテスト — ISO18535 に向けた公設試験研究機関の取り組み —

表面・化学技術グループ

表面改質技術の一つである DLC (Diamond-like Carbon) コーティングは、1970 年代より本格的な研究が始まりました。現在、日本における DLC 膜の年間受託成膜加工売上高は、100 億円程度と見込まれており、一つの産業分野として市場を形成するほどに成長しています。このような流れの中で、2016 年 3 月に DLC 膜の ISO 規格 (ISO18535) が制定されました。今回は、この規格に向けた全国の公設試験研究機関の取り組みをご紹介します。

## DLC 膜と ISO18535

炭素は単体で多くの同素体を持つことが知られており、DLC 膜は無機炭素材料の非晶質炭素 (無定形炭素) として位置づけられています。簡単に言うと DLC 膜は、「sp<sup>2</sup> 結合と sp<sup>3</sup> 結合を骨格構造とした長期的・周期的構造を持たない炭素膜」と表現できるでしょう。

DLC 膜の物性値は、概ねダイヤモンドとグラファイトの間に入ることが知られており、成膜法や処理条件によりその物性値を制御するのが一般的です。中でも、DLC 膜はその硬さ、摩擦、摩耗に関する特性、すなわち「トライボロジー特性」に優れているとされ、摺動部品や工具、金型などへの実用化が進んでいます。現在、日本における DLC 膜の年間受託成膜加工売上高は、100 億円程度と見込まれており、その多くがトライボロジー特性の改善・付与を目的とした成膜加工となっています。

DLC 膜の利用拡大を受け、2016 年 3 月に ISO18535 が制定されました。この規格は、DLC 膜の摩擦摩耗評価に関する規格であり、DLC 膜に関する世界初の国際規格です。また、2018 ~ 19 年の制定を目指し、日本とドイツにより共同で DLC 膜の分類に関する提案が行われています。加えて、分光エリブソメトリを用いた DLC 膜の評価に關

する提案も進行中です。

一方、DLC 産業界の発展、新規規格を利用した産業界の活性化、国際交流を含めた連携活動促進を目的として、(一社) DLC 工業会が 2016 年に設立されました。ISO18535 や現在進行中の提案に関するステークホルダー的な位置づけとなる同工業会を中心とした DLC 産業界の活性化が期待されます。

## 公設試験研究機関によるラウンドロビンテスト

ISO18535 では、一般的なボールオンディスクタイプの試験機を用いて摩擦摩耗特性を評価します。表 1 に評価条件を示すとおり、基板、接触子 (球) の材種に指定はありませんが、その表面粗さ (Ra) は配慮する必要があります。また、無潤滑環境下における摩擦摩耗試験です。

表 1 ISO18535 の評価条件の概要

基板	材種指定なし ただし、Ra<0.02 μm が望ましい
DLC 膜厚	0.01 ~ 10 μm が望ましい
負荷荷重	5 N
線速度	0.1 m/s
摺動半径	3 mm 以上
摺動距離	1000 m
接触子	球形状で材種指定なし φ 5 mm 以上、Ra < 0.1 μm が望ましい

備考：ISO18535 より、代表的な評価条件を抜粋

ISO18535 は、DLC 膜に特化した規格ですが、他の硬質膜や金属材料、セラミック材料なども十分評価できる条件となっています (例えば、JIS R 1613:2010 の条件とよく似ています)。今後、DLC 膜だけでなく、他の材料にも ISO18535 と同じ評価方法が適用されていくかもしれません。

各県の公設試験研究機関では、ISO18535 に対応することを急務とし、2016 年に同ロットの DLC 膜を用いたラウンドロビンテスト\*を実施しました。参画機関は、(国研) 産業技術総合研究所 (AIST) を主管として、石川県、大阪府、岡山県、神奈川県、東京都、奈良県、福井県、山口県にある計 9 機関です。また、民間より 3 社にご協力いただきました。

\*ラウンドロビンテスト：測定方法や装置の信頼性を検証するために、複数の試験機関で同一の試料を用いて測定を行う試験方法。

## ラウンドロビンテスト結果と今後の取り組み

ラウンドロビンテストで使用した DLC 膜および各機関において評価した摩擦係数、摩耗率の概要を表 2 に示します。DLC 膜は、重量型のプラズマイオン注入成膜法 (Plasma Based Ion Implantation and Deposition; PBI&D) で成膜しました。膜厚は約 1 μm で、試料基板は軸受鋼 (JIS-SUJ2; HRC58 以上、Ra < 0.02 μm) を使用しました。ラマン分光法 (検体数 2 個) による I<sub>B</sub>/I<sub>G</sub> 比は、0.67、X 線光電子分光分析 (検体数 2 個) による

表 2 ラウンドロビンテストに使用した DLC 膜とその摩擦摩耗試験結果の概要

成膜法	PBI&D
膜厚	1.0 μm*1
I <sub>B</sub> /I <sub>G</sub>	0.67*2
sp <sup>3</sup> /(sp <sup>2</sup> +sp <sup>3</sup> )	0.33*3
水素量	9.8at%*4
硬さ	14.5 GPa
摩擦係数 (1000m 平均)	0.04 ~ 0.17
摩耗率 (10 <sup>-16</sup> )	1.4 ~ 19.7 m <sup>3</sup> /Nm

\*1：図 1 参照  
\*2：ラマン分光分析による測定  
\*3：X 線光電子分光分析による測定  
\*4：弾性反跳検出分析による測定

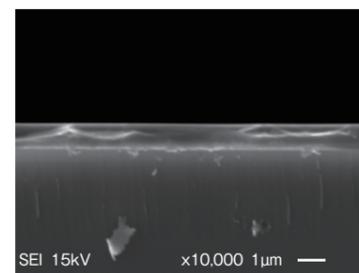


図 1 DLC 膜の断面観察

sp<sup>3</sup>/(sp<sup>2</sup>+sp<sup>3</sup>)比は 0.33、弾性反跳検出分析 (検体数 2 個) による水素量は、9.8 at% でした。また、ナノインデンテーションによる硬さは、14.5 GPa でした。したがって、一般的な DLC 膜と比較して、今回使用した DLC 膜の諸特性は逸脱しておらず、供試材として適切であると判断しています。

摩擦摩耗試験について、負荷荷重は 5 N、線速度は 0.1 m/s、摺動半径は 5 mm、摺動距離は 1000 m と、接触子は直径 1/4 インチの Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 球 (Ra < 0.1 μm) を使用しました。各機関の検体数は 3 個です。また、可能な限り、室温 ± 2℃、湿度 50%RH ± 10% となるように試験環境を制御しました。

各機関の摩擦摩耗試験結果をまとめたところ、摩擦係数 (摺動距離 1000 m の平均) は、0.04 ~ 0.17 の範囲内に収まり、その平均は 0.07 でした (摩擦係数 = 摩擦力 / 負荷荷重で算出)。また、摩耗率は、1.4 ~ 19.7 × 10<sup>-16</sup> m<sup>3</sup>/Nm の範囲内に収まり、その平均値は 7.2 × 10<sup>-16</sup> m<sup>3</sup>/Nm でした。なお、摩耗率は、摺動距離 1000 m 試験後の基板の摩耗痕に対して、任意 90 度ごとに摩耗痕の断

面積を計測し、その結果より算出した摩耗体積を負荷荷重および摺動距離で除することで算出しました (摩耗率 = 摩耗体積 / (負荷荷重 × 摺動距離))。

評価結果について、Z スコアによる検定 (パフォーマンス統計) を行った結果、今回のラウンドロビンテストで得られた摩擦係数、摩耗率は概ね |Z| ≤ 2 となり、統計学的に許容できるばらつきと判定できることがわかりました。しかし、公設試験研究機関としては、今回の結果に満足していません。DLC 膜の産業分野では、0.01 の摩擦係数の違いを有意差として取り扱うことは珍しくないため、ラウンドロビンテストにおける摩擦係数、摩耗率のばらつきをさらに小さくする必要があると考えています。

現在、さらに参画機関を拡大したラウンドロビンテストを行っており、公設試験研究機関のどの評価装置を使っても、概ね同じ結果となるように、今後も各機関の連携を強化していく予定です。

謝辞  
実施にあたり、(株) 栗田製作所、ナノテック (株)、(株) レスカにご協力いただきました。心より感謝申し上げます。

## Key Point

### ISO18535 とは

DLC 膜の摩擦摩耗評価に関する世界初の国際規格です。2016 年 3 月に制定されました。評価条件の概要は表 1 に示すとおりですが、他に前処理 (洗浄方法) や評価環境 (温度、湿度など) について規定されています。一方、装置については特に指定がないため、都産技研では、CSM 製のトライボメーターにて対応しています。