

## 一 般 論 文

内面・複雑形状への処理が可能な  
DLCコーティング技術の開発Development of DLC (Diamond Like Carbon) coating for the  
inner surface of tube-shape or narrow area

三宅 浩二\*

K. Miyake

辻岡 正憲\*

M. Tsujioka

西海 良平\*

R. Nishiumi

## 概 要

DLC (ダイヤモンドライクカーボン) 膜は摺動部品、工具や金型などで急速に適用が広がっているが、従来の技術では、パイプ・軸受けのような形状の内面や、複雑形状の凹みなどに高品質なDLC膜を形成することは困難であった。

今回、密着力を改善した内面コーティング技術を開発し、量産技術を確立して「ジニアスコートHP」として本格的に販売を開始したので、その技術概要を紹介する。

## Synopsis

DLC(Diamond Like Carbon) film is widely used, especially in the filed of tribological parts, cutting tools and punches/dies for molding. However, it was very difficult to deposit DLC films of high quality which means hard and high adhesion for the inner surfaces of tube-shape or bearings, or for narrow area of complicated shape.

In this paper, we show the new process technologies for the inner surface of tube-shape. We particularly improved the adhesiveness, and established mass-production technologies, and then we released this DLC films as “Genius-coat HP”.

## 1. はじめに

DLC (ダイヤモンドライクカーボン) 膜はC,Hなど環境負荷の小さい物質で構成されており、極めて優れた低摩擦性、耐摩耗性、耐焼きつき性また耐食性という特徴をもっている。このため、自動車をはじめとする輸送機器や機械装置などの摺動部品、工具や金型、また耐食性が要求される部品などへの適用が急速に広がっている<sup>(1)~(5)</sup>。

一方、従来から軸受け摺動部品などに代表される穴形状や複雑形状の凹みなどにも均一・高品質な被膜を形成

できないかというニーズがあったが、従来の技術では、このような部位に高品質なDLC膜を形成することは困難であり、また大量処理を可能にする量産技術にはさらに高い障壁が存在していた。

「ジニアスコートHP」は新しい中間層構造を開発することによって密着力を改善した内面コーティングプロセス技術によるDLC膜であり、さらに大量処理時のガス流れの最適化、放電安定化機構を開発し、量産技術を確立した。今回はそのプロセス技術と膜特性の概要を紹介する。

\*日本アイ・ティ・エフ(株)

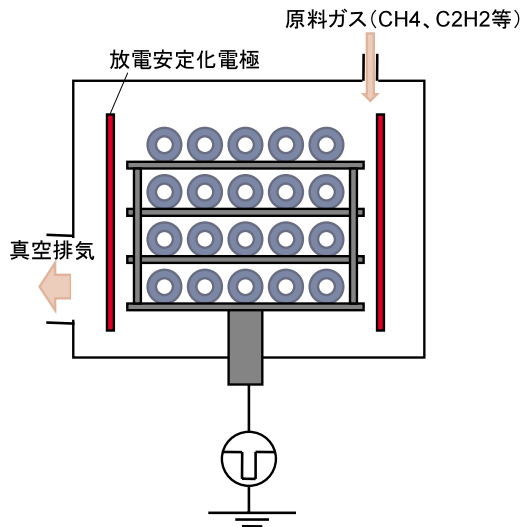


図1 ジニアスコートHP処理装置の概念図

## 2. 「ジニアスコートHP」プロセスの概要

図1に処理装置の簡単な概念図を示す。穴内面や凹み部分に被膜を形成するため、ボンバード（物理的クリーニング）から中間層、DLC処理まで一貫してガスを用いたCVD（Chemical Vapor Deposition）法を用いている。ただし通常のCVDプロセスは安定化のため0.1-10Pa程度のガス圧力範囲で処理を行うのが一般的だが、この圧力範囲ではシース厚みが数10mm以上となるため、図2-1のように数10mm以下の穴では穴の外でしか高密度プラズマが生成されず、穴の内部にイオンが十分侵入しないため、結果として低硬度、低密着、また穴内部に進むほど急激に膜厚が低下してしまう。本プロセスは図2-2のように穴内部でホロー放電を生成させ、ガス圧力を数10Pa以上に保つことにより、穴内部に均一な高密度プラズマを維持させることが特徴となっている。ガス圧力を高くすることにより穴内部にプラズマを生成しDLC膜を形成する例は他にもあるが<sup>(6)</sup>、処理品と真空容器壁面とのあいだでアーキングが発生しやすく、安定した放電が困難であった。本プロセスは接地電位あるいはプラスに直流バイアスした放電安定化電極を配置することにより、高いガス圧力でも安定した放電を可能にしている。図3-1にパイプ形状物、図3-2に複数の円盤形状物を狭ピッチで処理したときの放電状態を示す。穴内面や狭ピッチ間で優先的に強い放電状態になっていることが分かる。

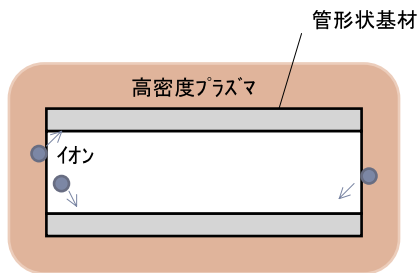


図2-1 従来のCVDプロセスのプラズマ状態

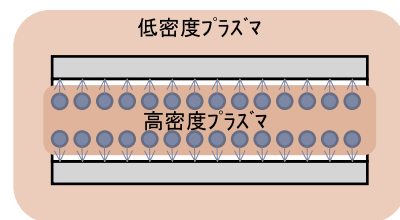


図2-2 ジニアスコートHPプロセスのプラズマ状態

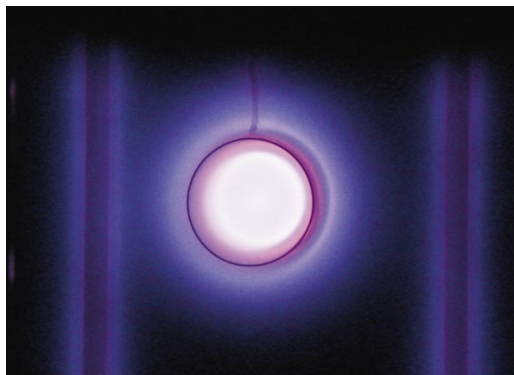


図3-1 パイプ形状物処理時の放電状態



図3-2 複数の円盤形状物を狭ピッチで処理したときの放電状態

さらに図4に、パイプ内面にジニアスコートHPを処理した例を、図5に成膜可能な形状範囲を示す。図5は凹み形状の場合の開口径と深さの相関プロットであり、両端が開いたパイプ形状では図の2倍までの長さの処理が可能である。従来のDLC膜が膜厚・膜硬度などの品質を度外視しても開口径と同程度の深さまでしか処理できなかったことと比較すると、数倍以上の深さまで処理が可能となっている。

### 3. 「ジニアスコートHP」膜特性

図6に内径 30×L100のSUS304パイプ内面にジニアスコートHPを処理したときの膜厚及び膜硬度の分布の一例を示す。全長にわたって±10%以内の均一な膜厚が得られており、摺動用途に適する従来と同等の膜硬度(図中HKはヌーブ硬度の略であり、ピッカース硬度と同等)がこれも±10%以内の均一性で得られている。

ジニアスコートHPと当社他種DLC膜及び未コートとの摺動特性の比較結果を図7に示す。試験材にはSCM415浸炭平板を用いたが、ジニアスコートHPの処理

にあたっては間隔30mmの平板の間に設置することで、内面処理同等の被膜を形成して評価している。DLC膜は特にドライ(無潤滑)の環境下で摩擦係数が大きく下がることが最大の特徴の1つであるが、ジニアスコートHPも従来のDLC膜と同様に0.1前後の摩擦係数が得られ、長時間の耐久性も有していることが分かる。

### 4. 密着力改善効果

本プロセスの最も大きな課題は密着力であった。DLC膜は金属など様々な相手材と結合・凝着しにくい特徴を持っている。言い換えれば、つけようとする基材に直接被膜するのは困難であり、通常は密着力を強化するバインダ層として中間層をDLC膜と基材との間に挟む構造とする。この中間層としては一般にPVD(Physical Vapor Deposition)法で形成されるTi, Cr, Si, W等の金属膜やその窒化膜などが用いられることが多いが、PVD法では穴内面や凹み部に十分被膜が形成できないため、本プロセスには採用できない。このためSiとCを含有するガスを導入してCVD法で中間層を形成する方法を採用していた



図4 ジニアスコートHPの処理例

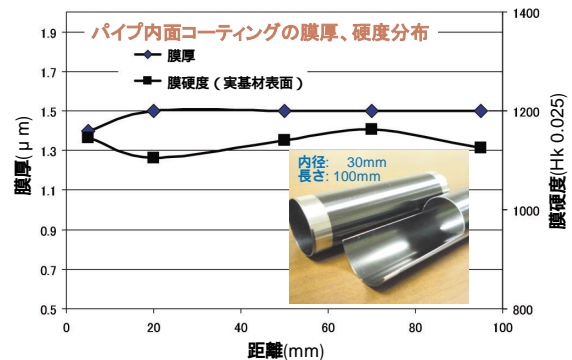


図6 内径 30×L100パイプ内面にジニアスコートHPを処理した場合の膜厚・膜硬度分布

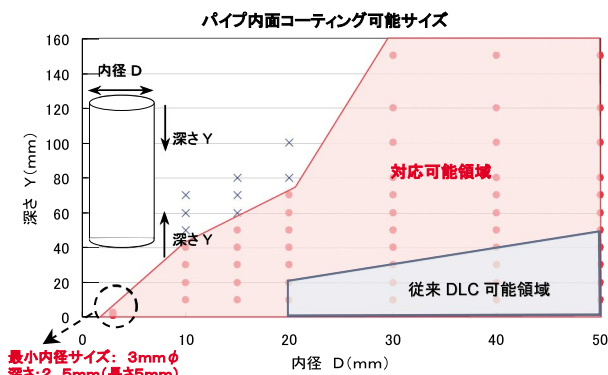
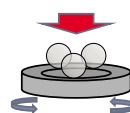


図5 ジニアスコートHPの成膜可能範囲



試験条件:  
 ・ディスク: SCM415浸炭材 (HRC58相当) 鏡面に被膜形成  
 ・ボール: SUJ2 3球固定  
 ・荷重: 50N (ヘルツ面圧: 2.7GPa)  
 ・すべり速度: 47mm/sec (50rpm/φ18mm)

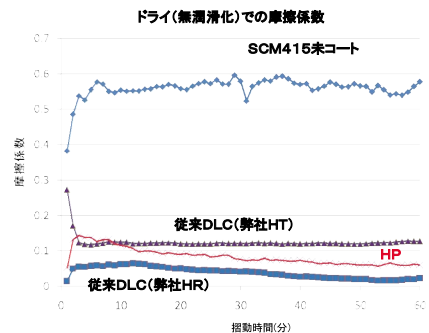


図7 ジニアスコートHPと当社他種DLC膜及び未コートの摺動特性

が、当初は十分な密着力が得られなかった。

中間層構造の再検討を行った結果、図8に示すように中間層膜をレーザーラマン分光分析したときのピーク波形と、中間層膜の硬度に相関があり、さらに中間層膜の硬度アップに伴って密着力が大幅に向上することがわかった。具体的には波長532nmのHe-Neレーザーを照射して1400cm<sup>-1</sup>～1600cm<sup>-1</sup>の範囲に明確なピークが得られたときに、ピークが見られないときと比較してナノインデントーション硬度が13.5GPaから15.8GPaまで上昇した。

粗さRz=1.0μm、HRA=44.0のSPCC基材に、図8-1、図8-2それぞれの中間層を0.2μm形成し、その上に傾斜層を含め膜厚2.2μm、硬度Hk=1250のDLC膜を形成した2種類のジニアスコートHPを用意し、それぞれ膜表面からロックウエル硬度計にて150kgfで圧痕を打ったときの圧痕周囲の剥離状態を図9に示す。剥離状態に明確な差異がみられ、図8-2の中間層構造にすることによって密着力が大幅に向上していることがわかる。

この密着力を向上したジニアスコートHPを、内径

10×L50のSUS304パイプ内面に8μmの膜厚を形成したときの膜厚分布と、内径の3個所にロックウエル硬度計でCスケール圧子にて150kgfの荷重で圧痕を打ったときの写真を図10に示す。8μmという厚膜にもかかわらず圧痕周囲に剥離は見られず、良好な密着性が確保できていることが分かる。

### 5. まとめ

さらにガス流れの最適化や、放電安定化電極の配置・バイアス電圧の最適化などにより、600×600×L600の空間内に、図3-2のような130t2の円盤を9軸50段計450枚、安定的に処理できるところまで量産技術を確立することができた。

本技術は穴内径・複雑形状につきまわりよくDLC膜を形成できることが特徴であるが、このように大量の処理品を狭いピッチで並べ、一度に処理することも可能である。

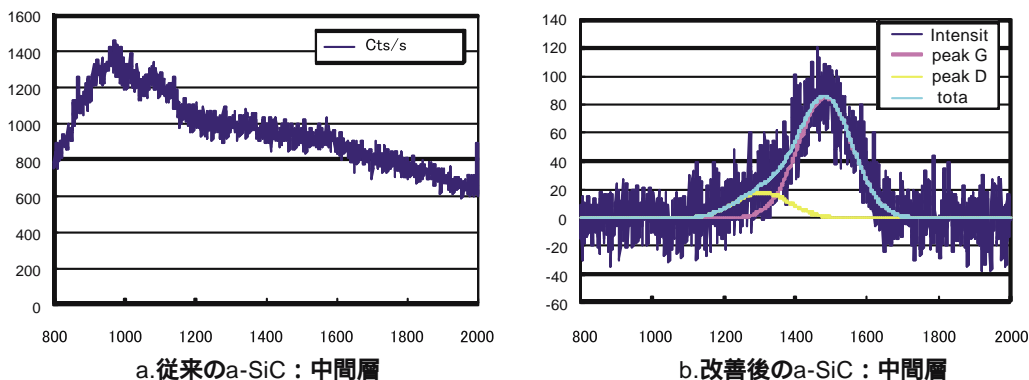


図8 レーザーラマン光による中間層構造の比較

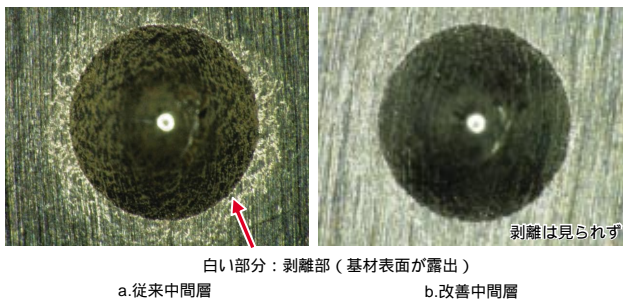


図9 従来中間層と改善中間層それぞれの上にDLC膜を形成し、ロックウエル度計にて150khfで圧痕を打ったときの剥離状態の比較

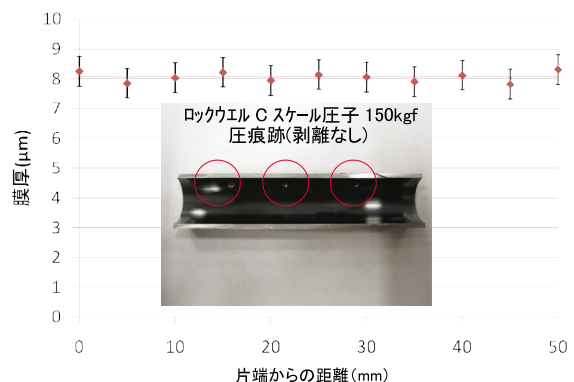


図10 内径 10×L50 SUS304パイプ内面ジニアスコートHPを処理した場合の膜厚分布とロックウエル圧痕跡

ジニアスコートHPの特徴を表1にまとめる。コート可能な材質としては鋼材のほかに超硬(WC)、アルミ合金、チタン合金、銅までを確認している。プロセス原理上、基材には導電性が必要である。コート可能な最小穴径は3mm、また膜厚は最大10μmまで可能であることを確認している。

表1 ジニアスコートHPの特徴

対応可能基材	鋼材、超硬、アルミ合金、チタン合金、銅
処理法	CVD法(水素含有)
処理温度	200 前後(調整可能)
膜厚	最大10μm
膜硬度	800 - 1700Hv(制御可能)
可能内径サイズ	3mm (図5参照)

## 6. 今後の展開

ジニアスコートHPは安定量産性の確立をもって本年度から本格的に販売を開始し、従来のDLC膜では適用困難であった、次のような様々な産業分野での活用を期待している。

自動車・機械分野では、軸受けやシリンダー形状物等への内面コート、ギア等の複雑形状物への均一コートによる耐摩耗性向上、摺動性向上  
金型では、ダイ凹部へのコーティングによる長寿命化、焼き付き防止  
液体、ガスが流れるパイプ形状部品内面の耐食性向上、金属イオン溶出防止

### 参考文献

- (1) 桑山健太, トライボロジスト, 42巻6号(1997)pp436-441
- (2) 白倉昌, 表面技術, Vol.52, No.12(2001)pp57-58
- (3) 井浦重美, 山崎大, 駒村秀幸, 機械設計, 48巻8号(2004年)pp46-49
- (4) 加納真, トライボロジスト, 52巻3号(2007)pp186-191
- (5) 加納真, 表面技術, Vol.58, No.10(2007)pp578-581
- (6) 寺山暢之, トライボコーティングの現状と将来シンポジウム予稿集, Vol.8th Page.29-35

### 執筆者紹介



三宅浩二 Koji Miyake  
日本アイ・ティ・エフ(株)  
梅津工場 開発課長



西海良平 Ryouhei Nishiumi  
日本アイ・ティ・エフ(株)  
梅津工場 開発課



辻岡正憲 Masanori Tsujioka  
日本アイ・ティ・エフ(株)  
執行役員