

# 16 炭素膜実用化の検討

筒本隆博, 小島洋治, 山本 晃, 岡村雅晴\*, 蓮池光志\*\*

## Applications of Diamond-like Carbon film.

TSUTSUMOTO Takahiro, KOJIMA Hiroharu, YAMAMOTO Akira, OKAMURA Masaharu\*  
and HASUIKE Mitushi\*\*

In this report three applications of Diamond-like carbon (DLC) were attempted. Firstly, in order to prevent liquid permeation of plastic chamber, DLC was coated on polyethylene sheets by RF plasma Chemical Vapor deposition (CVD), and liquid permeations were measured. DLC delayed initiation of permeation but had almost no effect of lowering permeation rate. Secondary, in order to improve sliding performance, DLC was coated on rubber sheets by RF plasma CVD. DLC lowered the friction coefficient and stick-slip factor, B, but durability should be improved. Thirdly DLC was coated on aluminum brake levers by DC plasma CVD, and black colored surface had quite expensive-looking.

キーワード：DLC，バリアー膜，摺動特性，ポリエチレン板，ゴム，アルミニウム

## 1 緒 言

Diamond-Like Carbon (DLC) は硬質で耐摩耗性があり，金型など金属材料への応用が進められてきた。しかしながら近年プラスチック材料を対象とした研究も盛んである。たとえばガスバリア性の付与は<sup>1)</sup>PET ボトルなどに応用が期待されており，また摺動性に関しては，ゴムなど軟質材料へのコーティングにより摺動性を改善した例が知られている<sup>2)</sup>。それらの応用可能性を明らかにするために，製品の中からポリエチレン製の容器への液体バリア性の付与やゴム摺動部品のきしみ音の防止を目的として RF プラズマ CVD 法を用いて DLC コーティングを行い，各種評価を行った。さらにバイク部品としてアルミニウム製のブレーキ，クラッチレバーの耐摩耗性向上及び変色防止のために DLC コーティングを行った。なお，本研究は平成15年度広島県地域研究者養成事業において行った。

## 2 実験方法

### 2.1 DLC 成膜装置の製作

DLC 成膜法の原理を学ぶために，DLC 成膜装置を製作した。装置は図1に示すように真空容器，高周波電源及びガス導入系，ガス排気系からなる。導入ガスはアルゴン，ベンゼン，テトラメチルシラン (TMS) で蒸気をニードルバルブで流量を調整して真空容器内に導入する。基板台と真空容器の間に高周波を印加し，プラズマを発生させ，基板に DLC を成膜させることができる。

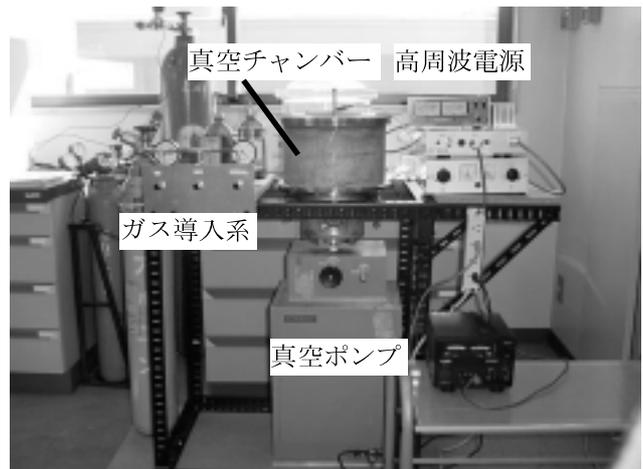


図1 製作した真空装置の外観写真

### 2.2 ポリエチレン板への DLC の成膜

液体透過バリア性を付与するため，ポリエチレン平板 (100mm × 100mm × 3 mm) に表1の条件で成膜した。DLC 成膜ガスとして主にベンゼンを用いた。

それ以外に膜中への酸素添加のために酢酸メチル，フタル酸ブチル，アセトンを試した。また Si 添加のためにトリメチルエトキシシラン，N 添加のために

表1 DLC の成膜条件

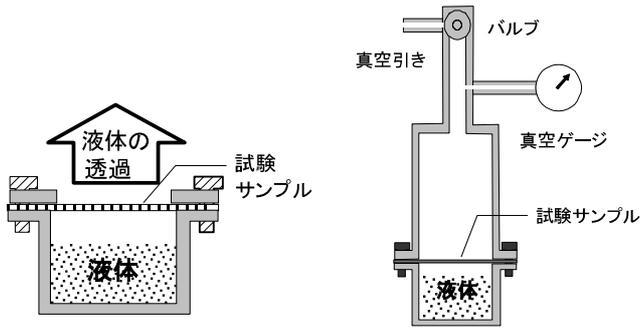
高周波電力	ガス圧力	成膜時間 (分)
50W	0.1Torr	1
		3
		5
		10

\*ジー・ピー・ダイキョー株式会社，\*\*イーエム回路設計

アセトニトリル，F，S 添加のためにフルオロベンゼン等合計 9 種類の成膜ガスについて液体バリア特性への影響を検討した。

### 2.3 液体透過量の測定

各種 DLC 成膜したポリエチレン板の試験サンプルを図 2 に示す 2 種類の方法で液体の透過量を測定した。測定はいずれも 40℃ 一定の環境下で行った。



(1) 重量減少測定法 (2) ガス圧変化測定法

図 2 液体透過量測定法

### 2.4 ゴム部品への DLC 成膜と摩擦特性の評価

ゴム部品へのきしみ音防止効果を調べるため、図 3 に示す 2 種類のゴム部品へ DLC を成膜した。成膜ガスはベンゼンを用い、RF プラズマ CVD により成膜した。

成膜時の高周波出力、ガス圧力は表 1 の条件と同等である。ただし、ボルトを電極として穴部へ差し込み、成膜した。こうすることでゴム表面でのプラズマが強まり、DLC が合成可能となった。DLC 成膜後、成膜部分のみを切りだし、耐久試験（32kPa の面圧をかけ、鉄板の上で 20mm 往復摺動を 1960 回繰り返す）前後の摩擦特性の評価を行った。

摩擦特性の評価方法を図 4 に示す。

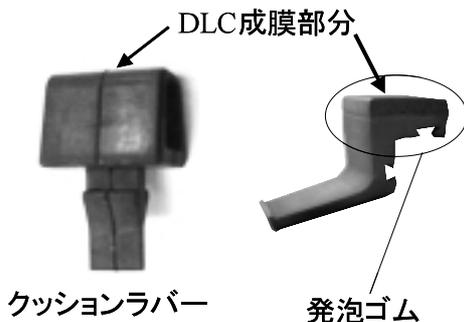


図 3 きしみ音防止のために DLC を成膜したゴム部品

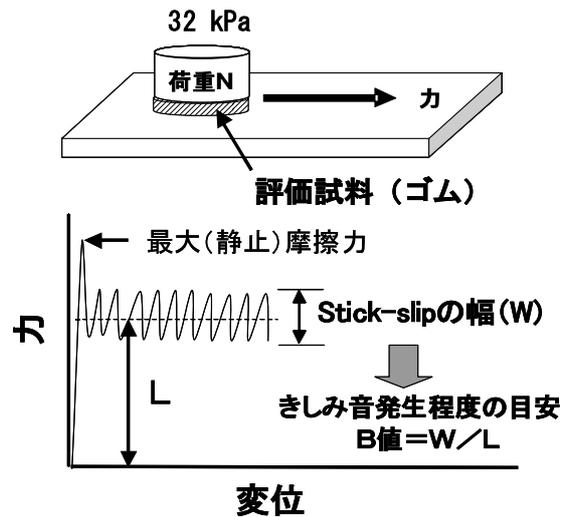


図 4 ゴムの摩擦特性の評価方法

## 3 実験結果と考察

### 3.1 液体透過バリアー性

図 5 及び図 6 にそれぞれ重量減少測定法とガス圧変化測定法の試験結果を示す。液体がそれを封じたポリエチレン板を通して透過することにより、重量が減少したり（図 5）、上部真空室の圧力が上昇したりする様子（図 6）がわかる。

これより、ガス圧変化測定法のほうが感度が高く、変化の様子を精度よく測定できることがわかる。重量減少測定法では正確な液体透過挙動を把握するのに 8 週間かかるところを、ガス圧変化法では 2 週間程度でその傾向を判定することができる。

その後、液体透過速度である曲線の傾きは、DLC 成膜の有無にかかわらず、ほぼ同程度になる傾向がある。

DLC を成膜することにより、初期に液体透過が始

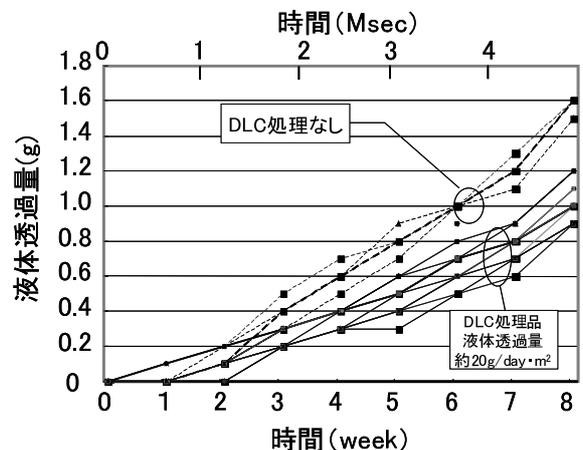


図 5 重量減少より求めた液体透過重量

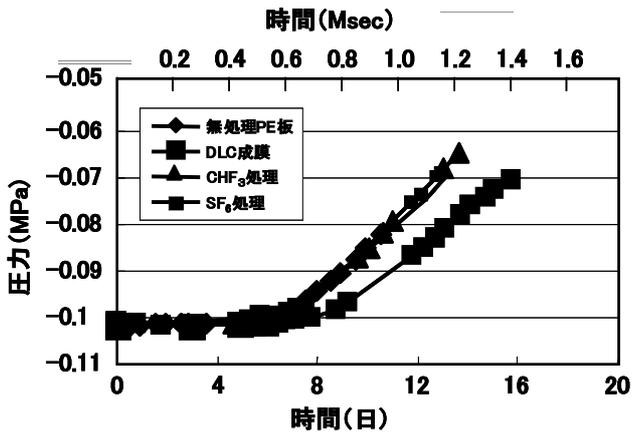


図6 ガス圧変化測定法における真空室の圧力変化

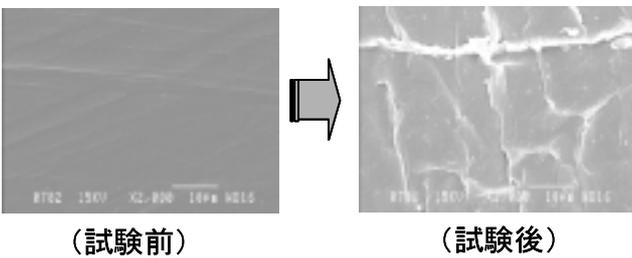


図7 液体透過試験前後の DLC 膜表面の変化

まる時間がわずかに遅れることがわかった。しかし、十分な液体バリア性を有する成膜条件を見いだすことはできなかった。その原因を調べるために、液体透過試験前後の膜表面を走査型電子顕微鏡で観察した。結果を図7に示す。試験前には平滑な表面であるが、試験後写真のように無数の割れが発生している。

この割れが、DLCの液体バリア性を低下させた原因であると考えられる。しかしながら図8に示すように液体浸漬後もDLC膜は膨潤しているとは言えず、割れができる原因については検討する必要がある。

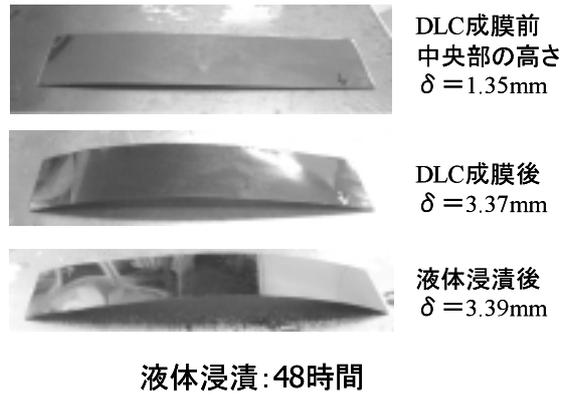


図8 鋼薄板(100μm)へDLCを成膜、液体浸漬した時の薄板の変形の様子。膜の内部応力は成膜時に発生、液体浸漬後も変わっていない。

### 3.2 ゴム部品の摩擦摺動特性

図9にゴム部品にDLCを成膜したときの摩擦摺動特性の評価結果を示す。評価した試料として、DLC成膜前のもの、比較材としてフェルト(厚,薄)クッションラバーを、DLC成膜時間も2分,3分,10分と変えたものに対して、耐久試験前後の特性を評価した。

動摩擦係数は、厚いフェルトを接着したものが最も低く、耐久試験後も低い値を示した。DLCをコーティングしたものは、コーティングしないものに対し摩擦係数が半分以下になるが、耐久試験後はもとの状態に戻っている。

きしみ音の目安となるB値においても、フェルト接着品が最も低くなりDLCコーティング品の中では最も薄い2分コーティング品でB値が最も低い。しかしながら、耐久試験後は、コーティングしない試料のレベルまで上昇していることがわかる。これは、耐久試験の荷重が高すぎるため、コーティングがほとんどはがれたためと思われる、荷重の検討が必要であるこ

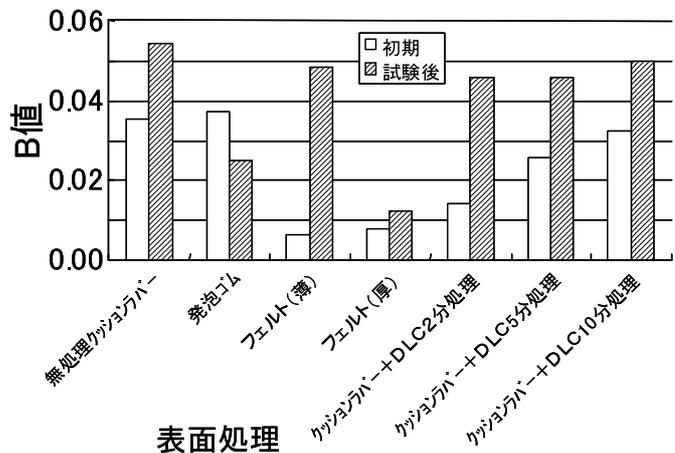
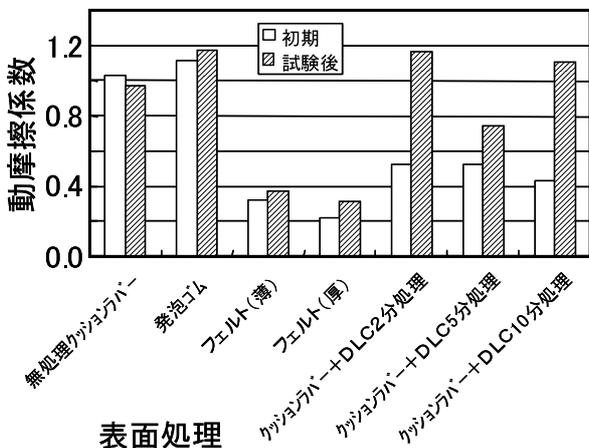


図9 耐久試験前後(初期, 試験後)の動摩擦係数(左図)とB値(右図)の変化

とがわかった。

### 3.3 バイクのブレーキレバーへの DLC 成膜

アルミニウム製のバイクのレバーは、使用しているうちに摩耗し変色する。それを抑える目的で、レバー表面に DLC を成膜した。

ゴムやプラスチック部品の場合、基板材料が絶縁体であるため直流を印加すると基板に電流が流れなくなり、正常な成膜ができない。そこで一般的にプラスチックやゴム、セラミックスなどの絶縁材料は高周波を印加してプラズマを発生させ DLC を成膜する。一方、アルミニウムでは、基材が導電性なので、より簡単な直流を用いることができる。そこで本コーティングでは直流プラズマを利用して DLC を成膜した。加速電圧は約1000V、圧力約0.1Torr、成膜前にアルゴンで試料表面を清浄にし、中間層としてテトラメチルシラン ( $\text{Si}(\text{CH}_3)_4$ ) ガスを利用し、Si 層を成膜した。このようにすることで膜の密着性が向上する。

図10にコーティングを行ったバイクのレバーの外観を示す。コーティングすることにより高級感がでる。実際に使用した時の変色、摩耗を今後検討する必要がある。

## 4 結 言

- (1) プラスチック容器の液体透過を防止する目的で、ポリエチレン板に RF プラズマ CVD 法を用いて DLC コーティングを行い、液体の透過を測定した。その結果 DLC コーティングすることによりわずかな透過開始の遅れは現れるものの透過速度はほとんど低下しないことがわかった。



図10 DLC 成膜前（白）、成膜後（黒）のバイクのブレーキレバー

- (2) 摺動性を向上させるため、RF プラズマ CVD 法を用いてゴム部品に DLC コーティングして、摺動試験前後の動摩擦係数、スリップ特性値である B 値を測定した。その結果、コーティングにより動摩擦係数と B 値は低下するが、摺動試験によりほぼコーティング前の状態に戻った。
- (3) アルミニウム製のバイクのレバーの摩耗変色を防ぐため、DLC コーティングを行った。コーティングにより黒く着色し高級感が向上した。

## 文 献

- 1) 白倉 昌, 鹿毛 剛, 古賀義紀, 鈴木哲也: NEW DIAMOND, Vol.16 (2000), No.2, P. 32
- 2) 中東孝浩: 表面技術, 57 (2002), P. 11