DLC 薄膜を成膜させた各種アルミニウム合金表面の
摩擦摩耗特性に及ぼす中間層の影響

中森 秀樹*・時末 光**・嘉賀 健太**・平塚 傑工***

Journal of Japan Institute of Light Metals, Vol. 56, No. 2 (2006), pp. 77-81

Influence of interlayer on wear characteristics of DLC films deposited on
various aluminum alloys

Hideki NAKAMORI*, Hiroshi TOKISUE**, Kenta KAGA** and Masanori HIRATSUKA***

Diamond-like carbon (DLC) films have been deposited on various aluminum alloys by ion plating method. Prior to DLC deposition, various interlayers were deposited on the alloys using several deposition methods. Tribological properties of such coated materials were measured using the ball-on-disk characterization method. Aluminum alloys improved by DLC films was friction coefficient of about 0.2 to 0.3. It was also found that the nature of the interlayer has an influence on the wear properties of the DLC film. It was also found out that the best interlayer is different for each type of aluminum alloy. Between the tested combinations of interlayers/aluminum alloys, 6061 alloy with a SiC interlayer showed the most excellent wear properties.

(Received May 11, 2005 Accepted October 26, 2005)

Keywords: diamond-like carbon, ion plating, tribological properties, interlayer

1. 緒 言

近年、軽量化を目的にアルミニウム合金の使用量は増加しているが、耐摩耗性に乏しいために、高い素合金やセラミックスなどを分散させたアルミニウム合金基複合材料を用いることが多い。しかし、これらの方法ではマトリックスの耐摩耗性を向上させることは不可能であり、実用に十分な耐摩耗性は得られない。そこで表面に耐摩耗性のある皮膜を付着させる方法が有効であると考えられるが、これらに関するアルミニウム合金を用いた研究報告¹⁾はほとんどないのが現状である。

本研究では、近年摺動部品の耐摩耗性表面コーティングとして注目されているダイヤモンド状炭素 (Diamond Like

Carbon: DLC) 薄膜^{2)~4)}を各種アルミニウム合金上に成膜し、その摩擦摩耗特性に及ぼす中間層の影響を検討した。

2. 試料および実験方法

基材として用いた8種類のアルミニウム合金(幅10×長さ20×厚さ5mm)の化学組成および機械的性質を **Table 1**, **Table 2** に示す。表面をアルコール、アセトンで洗浄し、装置内に試料を固定して真空引き後、成膜直前に Ar イオンボンバードによりチャンバ内における表面洗浄を行い、中間層および DLC 成膜を行った。

本実験では、成膜速度が比較的速く、大面積の薄膜形成が可能な PVD 法の一つであるイオン化蒸着法³⁾を用いた。また、中間層の検討には、Ti, SiC, Volatile Methylsiloxane (以降、

Table 1 Chemical compositions of base metals (mass%)

Materials	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti	Al
A1050P-H24	0.07	0.34	0.02	0.00	0.00	—	0.00	0.02	99.54
A2017P-T3	0.69	0.54	3.7	0.45	0.54	0.01	0.04	0.02	bal.
A2024P-T3	0.06	0.18	4.53	0.59	1.50	0.01	0.18	0.03	bal.
A5052P-H34	0.10	0.27	0.02	0.03	2.54	0.20	0.01	0.02	bal.
A5083P-O	0.15	0.20	0.02	0.68	4.72	0.12	0.01	0.01	bal.
A6061P-T6	0.60	0.40	0.28	0.03	0.97	0.23	0.02	0.03	bal.
A6N01S-T5	0.58	0.17	0.14	0.12	0.44	0.01	0.02	0.02	bal.
A7075P-T651	0.07	0.13	1.49	0.03	2.60	0.20	5.86	0.03	bal.

* ナノテック(株) (〒277-0882 千葉県柏市柏の葉 5-4-6 東葛テクノプラザ内)。Nanotec Corporation (c/o Tokatsu Tecno Plaza, 5-4-6 Kashiwanoha, Kashiwa-shi, Chiba 277-0882)。

** 日本大学生産工学部 (習志野市)。College of Industrial Technology, Nihon University (Narashino-shi, Chiba)。

*** ナノテック(株)表面分析センター (柏市)。Nanotec Corporation, Surface Analysis Center (Kashiwa-shi, Chiba)。

Table 2 Mechanical properties of base metals

Materials	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)	Hardness (HV0.1)
A1050P-H24	120	18.0	35
A2017P-T3	347	12.0	116
A2024P-T3	535	22.1	150
A5052P-H34	280	16.0	76
A5083P-O	354	28.0	79
A6061P-T6	347	17.3	121
A6N01S-T5	260	15.1	90
A7075P-T651	696	14.7	197

Fig. 2 DLC films structure.**Table 3** Wear resistance testing conditions

Load	2.0 (N)
Atmosphere	Air
Wear track radius	2.0 (mm)
Sliding distance	~12400 (m)
Static friction partner	
Shape	Ball
Material	SUS440C
Diameter	6.0 (mm)

Fig. 1 Coating equipment outline.

VMS)を使用した。Ti, SiC 中間層の成膜にスパッタリング法を用い、VMS 中間層にはイオン化蒸着法を用いて行った。**Fig. 1** に本実験で用いた DLC 製造装置の概略図を示す。本装置は原料ガスに C_6H_6 を使用し、イオン源機構部において熱フィラメントによって熱電子を放出させ、アノード（陽極）とフィラメント間でプラズマを生成させて基板に負のバイアスを印加し、ベンゼンイオンを引込むことで DLC 成膜を行う。また、導電試料を電氣的に基板に接触させることにより、3次元形状物にも均一に成膜を行うことができる。

実験における皮膜構造を模式的に **Fig. 2** に示す。基材であるアルミニウム合金に中間層膜を形成し、そこに DLC 薄膜を成膜することにより密着性の向上を図っている。

DLC 成膜したアルミニウム合金は、膜厚、硬さ、ヤング率および摩擦摩耗特性によって評価した。膜厚は、成膜する際に測定用にマスキングされた Si ウエハを設置しナノスクラッチテスタによりマスキング部との段差を測定した。硬さは、ダイナミック超微小硬さ試験機を用いて、中間層を含む DLC 薄膜の硬さを測定した。摩擦摩耗特性は **Table 3** に示す評価条件によってボールオンディスク型摩擦摩耗試験機を用いて行った。**Fig. 3** に摩耗試験の概要図を示す。

Fig. 3 Tribometer structure.

試験は、上部からボールへ 2N の荷重を印加し、試料との間で摩擦摩耗試験を行う。摺動の進行に伴い一定であった摩擦係数が急激に上昇する点が発現する。この点が DLC 薄膜が剥離し、基材のアルミニウム合金が露出するところである。アルミニウム合金は凝着を起こしやすいために比較的顕著にこの点が見られ、この時点が DLC 薄膜のライフタイム（寿命）と言える。よって、本実験では摩擦係数が 2 になったときに自動的に試験機が停止するように設定し、基材が剥離した直後の状態を保つようにした。

3. 実験結果および考察

作製した各種 DLC 薄膜の膜厚を **Table 4** に示す。この膜

Table 4 Thickness of DLC films by various intermediate layers

DLC films	Thickness (μm)
Ti+DLC	0.806
SiC+DLC	1.05
VMS+DLC	0.952

Fig. 4 Relation between DLC films and hardness and Young's modulus. **Fig. 5** Wear characteristics of DLC films deposited on 2024 aluminum alloy.

厚とは Fig. 2 に示した基材から膜表面までの厚さであり、中間層の $0.1\mu\text{m}$ の厚さも含まれている。

硬さとヤング率の測定結果を **Fig. 4** に示す。硬さ、ヤング率ともに中間層 SiC の結合が他に比べてやや高い値を示したが、中間層の種類に関係なく、DLC 薄膜の硬さは約 2000 HV、ヤング率は約 180 GPa であった。

DLC 薄膜を成膜することで摩擦摩耗試験において潤滑材を使用しなくても、すべてのアルミニウム合金は 0.2 ± 0.04 という低摩擦係数を示した。**Fig. 5** にその一例として 2024 合金の摩擦摩耗試験結果を示す。Fig. 4 で硬さが高い値を示した SiC+DLC が耐摩耗性に優れることを示している。また、**Fig. 6** に摩擦係数をまとめて示す。5052 合金の VMS+DLC が高いのは、早い段階で基材が現れ、その影響で摩擦係数が高くなったものと考えられる。

摩擦摩耗試験において、表面には中間層の相違にかかわら

Fig. 6 Friction coefficient comparison between DLC films deposited on various aluminum alloys. **Fig. 7** Lifetime comparison between of DLC films deposited on various aluminum alloys.

ず、ほぼ同程度の硬さと膜厚の DLC が成膜されている。すなわち、本実験における DLC 薄膜のライフタイムは、中間層の影響により異なることが認められた。

アルミニウム合金の種類によって摺動特性を向上させる中間層は異なる。なお、本実験では摩擦摩耗試験は最長で摺動距離 12400m まで試験を行った。アルミニウム合金に対するライフタイムを **Fig. 7** に示す。

Ti+DLC の 2024 合金、SiC+DLC の 2024 合金、6061 合金、VMS+DLC の 6061 合金のみが摺動距離 1000m 以上の摩擦摩耗試験に耐えた。また、全般的にライフタイムが長い SiC+DLC では、2017 合金のみが短い値となった。また、このグラフから、各種アルミニウム合金に最適な中間層はそれぞれ異なることが読み取れる。

Fig. 8 および **Fig. 9** に摩擦摩耗試験によって摩擦係数の急激な上昇が起きた点における摩耗痕の写真を示す。Fig. 8 に示す 6061 合金の場合は、中間層として Ti を用いた膜の摩耗痕写真 (a) において、剥離の発生が観察される。中間層として SiC を用いた膜の摩耗痕写真 (b) では、ボールが転がっ

(a) Ti-DLC

(a) 6061 aluminum alloy

(b) SiC-DLC

Fig. 8 Appearance of wear tracks of DLC coated films on 6061 aluminum alloys.

た痕は明瞭に確認できるが、試験による DLC 薄膜の剥離は認められない。

Fig. 9 に示す VMS 中間層は、6061 合金を用いた膜の摩耗痕写真 (a) と 6N01 合金を用いた膜の摩耗痕写真 (b) は、両者とも激しく剥離しているのが観察される。しかし、Fig. 7 で明らかなように、それぞれのライフタイムは異なる。

アルミニウム合金に DLC 成膜することによって、その摩擦摩耗特性を顕著に変化させた。DLC 薄膜は 2000 HV 前後の高硬度の硬質薄膜であり、基材表面を硬く滑らかな膜で覆うことで顕著な低摩擦摩耗特性を示した。Fig. 6 に示した各アルミニウム合金別の摺動距離から、中間層の違いによりそのライフタイムに大きな相違が見られた。このことは、各アルミニウム合金に含まれる元素が中間層との密着性に大きく影響していると考えられる^{5),6)}。しかし、その対応関係は複雑であり断定的なことは言えない。例を挙げて考察すると 6N01 合金、7075 合金は、どの中間層を用いても他のアルミニウム合金に比べて DLC 成膜による特性向上は見込めないと考える。2017 合金と 2024 合金、5052 合金と 5083 合金、6061 合金と 6N01 合金はそれぞれ同一の系に属しているにもかかわらず、その向上の度合は異なる。含有成分の微量な違いで DLC 薄膜の摩擦摺動特性を向上させる中間層も異なると言える。注目すべき点は 2017 合金と 2024 合金の SiC+DLC、6061 合金

(b) 6N01 aluminum alloy

Fig. 9 Appearance of wear tracks of DLC coated films on aluminum alloys (VMS-DLC).

の VMS+DLC である。50 m にも満たない 2017 合金に対して、2024 合金は 1000 m を超えている。同じ Al-Cu-Mg 系のアルミニウム合金であるにもかかわらず大きな差が生じた。VMS を中間層に使用した場合、6061 合金だけが 2000 m 以上の優れた摩擦摩耗特性を見せた。これは、6061 合金に SiC 元素が微量に含まれているため、中間層の SiC と結合するためと考えられる。また、このことは、VMS 中間層も Si と C を含むため 6061 合金において最大のライフタイムとして示されたと推定する^{5),6)}。

4. 結 言

DLC 成膜を施した各種アルミニウム合金の摩擦摩耗特性に及ぼす中間層 (Ti, SiC, VMS) の影響を検討した結果、次の結論を得た。

(1) すべてのアルミニウム合金は DLC 成膜を施すことで、硬さ、摩擦係数が向上し、表面改質効果が認められた。

(2) 2024 合金および 6061 合金に SiC を中間層として DLC 成膜を施した場合、そのトライボロジー特性は他のアルミニウム合金に比較して著しく改善された。

本研究により、アルミニウム合金に DLC 成膜を施すことで硬さ、摩擦係数の面で表面改質を実現することができた。

特に 2024 合金、6061 合金に SiC を中間層として DLC 成膜

を施した場合、そのトライボロジー特性の結果は他と比較してその違いが明らかである。

現在、2024 合金、6061 合金が使用される製品には航空機用材や自動車部品、鉄道車両や船舶などの輸送機材料があるが、実験結果よりこれらに DLC 成膜を施した製品の実現化が見込める。また、DLC 薄膜によって、高硬さ、高強度を実現し、薄肉化による更なる軽量化が実現できる。

DLC 成膜によってアルミニウム合金を表面改質することで摩擦摩耗特性に対して効果があることが明らかとなった。本実験により、アルミニウム合金ごとに DLC 成膜の最適な中間層は異なり、アルミニウム合金中の含有元素がその原因のひとつであることが示唆された。

これらの実験から DLC 成膜した 2024 合金、6061 合金を用

いた金型の作製が可能となる。今後、これを応用し安価で軽量の離脱性に優れた金型が期待できる。

参 考 文 献

- 1) A. H. Hambi, X. Qiu, G. W. Malaczynski, A. A. Elmoursi, S. Simko, M. C. Militello, M. P. Balogh, B. P. Wood, K. C. Walter and M. A. Nastasi: *Surface and Technology*, 103-104 (1998), 395-400.
- 2) 政 誠一, 松岡信一, 矢後俊郎: *軽金属*, **54** (2004), 367.
- 3) X. Tian, M. Rusop, Y. Hayashi, T. Soga, T. Jimbo and M. Umeno: *Jpn. J. Appl. Phys.*, **41** (2002), 970-973.
- 4) H. Nakamori, Y. Yoshida and K. Suzuki: *IEE Japan*, Vol. 122-A No. 3 (2002), 274-280.
- 5) 片岡誠二, 基 昭夫, 玉置賢次, 村川正夫, 野口裕之, 神 雅彦: *塑性加工春季講演会講演論文集*, (2003), 43-44.
- 6) 熊谷 泰: *ニューダイヤモンド*, Vol. 4 (2000), 66.