

平成 21 年度戦略的基盤技術高度化支援事業
「テーラードコーティングによるオイルレス
摺動機構部品化技術の開発」

研究開発成果等報告書

平成 22 年 3 月

委託者 関東経済産業局

委託先 財団法人大田区産業振興協会

目 次

第1章	研究開発の概要	4
1.1	研究開発の背景・研究目的及び目標	4
1.2	研究体制	4
1.3	成果概要	7
1.4	当該プロジェクト連絡窓口	8
第2章	テーラードコーティング技術調査	9
第3章	テーラードコーティング技術開発	10
3.1	はじめに	10
3.2	テーラードコーティング装置	10
3.3	プラズマ表面清浄装置	13
3.4	電子ビーム照射装置	14
3.5	摩擦摩耗試験装置(ボールオンディスク試験装置)	17
3.6	スライドレール摺動耐久試験機	18
3.7	メタルシール高温試験機	21
3.8	おわりに	24
第4章	テーラード・コーティング技術基盤整備	25
4.1	はじめに	25
4.2	ナノ積層化コーティング	25
4.3	ナノカラム構造化コーティング	26
4.4	傾斜構造化コーティング	28
4.5	インターレイヤー設計	28
4.6	おわりに	29
第5章	低摩耗ー低摩擦オイルレス摺動機構要素の開発とその部品化技術展開	30
5.1	試験片(ディスク)	30
5.2	ナノインデーション法による DLC 膜の評価	31
5.3	摩擦摩耗試験 (1)	32
5.4	摩擦摩耗試験 (2)	34
第6章	高面圧ー低摩擦オイルレス摺動機構要素の開発とその部品化技術展開	38
6.1	はじめに	38
6.2	テフロンへの DLC コーティング	38
6.3	テフロン製グランドパッキン+ DLC コーティング	40
6.4	メタルシールグランドパッキン+ DLC コーティング	41
6.5	おわりに	42
第7章	高トラクション伝達オイルレス摺動機構要素の開発とその部品化技術展開	43

7.1	シリコンゴム基材への成膜	43
7.2	転造タップへの成膜	49
第8章	テーラドコーテッド工具への展開	52
8.1	DLC膜の耐剥離性・耐摩耗性評価試験	52
8.2	せん断条件	53
8.3	評価法	53
8.4	実験結果	53
第9章	終わりに（実用化に向けて）	55

第1章 研究開発の概要

1.1 研究開発の背景・研究目的及び目標

ロボット化の促進は、わが国における産業構造空洞化などの今日的な課題の解決策の一助となり得る。そのためには、精密機械を構成する部品技術、とりわけ駆動・摺動部品には高精度化、安全・衛生面での適応性の向上、メンテナンスフリー化、ダウンサイズ化等が強く求められている。

テーラードコーティング技術は各種ロボット部品に求められるオイルレス摺動特性・駆動特性に対応してコーティング膜の構造制御を行い、その力学特性・トライボロジー特性を最適化するものである。特に、要求性能に応じて設計されたテーラードコーティングによるオイルレス摺動機構の実現は、画期的な摺動部品の製造技術となると考えられる。さらには、コーティング膜はナノ構造であるため、微小機械要素への適用も視野に入る。

本研究では、このような条件を満足するテーラードコーティング技術を開発・確立し、各種機構の製作、さらには各産業分野における部品への展開の基盤を整えることを目的とする。

1.2 研究体制

1.2.1 事業管理者及び管理員

財団法人大田区産業振興協会

東京都大田区南蒲田一丁目20番20号

氏名	所属・役職	備考
----	-------	----

田口 信夫	企業支援グループ 産学連携チームチーム チームリーダー	H19.9～H21.3
楠 正治	企業支援グループ 産学連携チームチーム チームリーダー	H21.4～H22.3
木川 玲児	企業支援グループ 産学連携チーム コーディネーター	H19.4～H22.3
福田 映子	企業支援グループ 産学連携チーム コーディネーター	H20.4～H22.3
中平 弘	企業支援グループ 産学連携チーム 産学連携コーディネーター	H19.9～H20.3
真岩 和信	企業支援グループ 産学連携チーム 産学連携コーディネーター	H20.4～H20.10
石野 好胤	企業支援グループ 産学連携チーム 産学連携コーディネーター	H20.11～H22.3

1.2.2 研究実施場所及び研究員(再委託先)

①セントラル技研工業株式会社

東京都大田区南六郷三丁目 15 番 10 号

氏名	所属・役職	備考
藤邨 克之	代表取締役	P L
藤邨 秀明	ジェネラルマネージャー	
庄司 匡一	DMグループ チーフエンジニア	
飯田 尚宏	DAグループ	
東 浩昭	DMグループ	
井上 拓	DAグループ	

②ティヴィバルブ株式会社

東京都大田区大森東四丁目 33 番 8 号

氏名	所属・役職	備考
竹内 栄多	代表取締役	
鈴木 健一	主任研究員	
竹内 康晴	研究員	
山口 嘉博	研究員	
高野 充	研究員	
内田 幸洋	研究員	

③ 守野工業株式会社

東京都大田区東糀谷五丁目 9 番 1 号

氏名	所属・役職	備考
守野 淳一	代表取締役	
森田 泰史	顧問	
黒住 修一	技術顧問	
守野 直樹	取締役製造部長	
吉田 尚宏	取締役経営管理部長	

④ 特定非営利活動法人アジア科学教育経済発展機構

東京都中央区新川一丁目 24 番 12 号

氏名	所属・役職	備考
相澤 龍彦	理事	S L H19. 9～H21. 3

⑤ 学校法人芝浦工業大学

東京都港区芝浦三丁目 9 番 14 号

氏名	所属・役職	備考
相澤 龍彦	デザイン工学部デザイン工学科教授	S L H21. 4～H22. 3

⑥ 学校法人湘南工科大学

神奈川県藤沢市辻堂西海岸一丁目 1 番 25 号

氏名	所属・役職	備考
片岡 征二	コンピュータデザイン学科 教授	

⑦ 地方独立行政法人東京都立産業技術研究センター

東京都大田区南蒲田一丁目 20 番 20 号

氏名	所属・役職	備考
植松 卓彦	事業化支援部城南支所技術支援係	

⑧ ライボルトオプティクス株式会社

東京都港区西新橋二丁目 19 番 5 号カザマビル

氏名	所属・役職	備考
北川 信介	代表取締役社長	

1.3 成果概要

- ① テーラードコーティング技術調査(ライボルトオブティクス株)

コーティング先進国であるドイツをはじめとする EU 諸国の技術動向を調査、把握した。また、特許サーベイを行い知的財産戦略立案の資料を得た。
- ② テーラードコーティング技術開発(アジア科学教育経済発展機構、芝浦工業大学、セントラル技研工業株、ティヴィハルブ株)

テーラードコーティングに必要なプロセッシング装置とコーテッド試料の摩擦摩耗特性を評価する評価装置を開発した。具体的には、i)複雑な3次元部品表面への製膜を可能とするテーラードコーティング装置、ii)コーティング膜の改質を図る電子ビーム照射装置、iii)コーティング膜の品質を確保するためのプラズマ表面清浄化装置、iv)ソフトマテリアルにも対応できる摩擦磨耗試験装置(ボールオンディスク試験装置)、v)スライドレール摺動耐久試験機、vi)メタルシール高温耐久試験機を開発し本研究に使用した。
- ③ テーラードコーティング技術基盤整備(アジア科学教育経済発展機構、芝浦工業大学、東京都立産業技術研究センター)

テーラードコーティングの基盤技術であるところの、i)ナノ積層化コーティング、ii)ナノカラム構造化コーティング、iii)傾斜構造化コーティングの各技術を開発し、基材と主層との間にインターレイヤーを設置する手法の整備を行った。
- ④ 摺動機構部品を想定した鉄鋼系素材への各種コーティングおよび評価検討(セントラル技研工業株)

鉄鋼系のコーテッド試料を用いた DLC 成膜実験を行い、成膜レシピの基礎的データベースの充実を図った。また、アドバイザー企業と協力して、オイルレス摺動可能なスライドレール部品の開発提案を行い、スライドレール摺動耐久試験機を用いて実働条件での性能特性基礎データを取得した。その上で、新しいオイルレス摺動機構部品の特許取得を行った。
- ⑤ パッキン、シール部品を想定したテフロン、SUS304 素材への各種コーティングおよび評価検討(ティヴィバルブ株)

テフロン、SUS304 製グラウンド・パッキンへの DLC 成膜実験を行いテーラードコーティング特性に関する最適化を進めるとともに、メタルシール高温耐久性試験を用いて SUS304 製グラウンド・パッキンの実用化性能を調査した。その上で、新しいオイルレス高温シール部品を構想した。
- ⑥ 各種ゴムロール系部材を想定したゴム系素材への各種コーティングおよび評価検討(守野工業株)

ナノ積層化コーテッド・ゴムブレードの実用化を目指して DLC 成膜実験および特性評価試験を行った。また、エンジニアリングプラスチック素材へのテーラードコーティングの展開ならびにタップなどのプレス型部品へのテーラードコーティング技術の展開について検討した。

⑦ 過酷な摺動条件を模擬した環境でのテーラードコーティングの評価検討(湘南工科大学、芝浦工業大学)

市販のコーテッド工具ならびに CVD コーデッド工具とのドライせん断プレス耐久性試験評価を行った。特に、密度分布、水素濃度分布、インターレイヤーの最適化による耐久性向上の可能性、炭素以外のナノ積層化による耐久性向上の可能性も合わせて検討した。

1.4 当該プロジェクト連絡窓口 (平成22年4月1日より)

財団法人大田区産業振興協会 企業支援グループ 経営革新担当

コーディネーター 木川 玲児

〒144-0035 東京都大田区南蒲田一丁目 20 番 20 号

大田区産業プラザ 2F

電話 03-3733-6144

FAX 03-3733-6496

Email kigaware@pio-ota.jp

第2章 テーラードコーティング技術調査

ー ヨーロッパに於ける技術トレンドの要約 ー

ダイヤモンドライクカーボンコーティング(DLC)は(C:H、C:H:Me (C:H:ケイ素など))多種多様な方法にて変化されることができる。

高い耐摩耗性と低摩擦の結合は特に色々なアプリケーションの可能性が見出される。

特にプロセスとポンプシステムを修正する事により、高応力に耐えるであろう DLC コーティングを生み出すことは可能である。

かたいC:Hのコーティングの主に適用され方法はRF (13.56 MHz) またはMF (約10 – 100kHz)での炭化水素気体のグロー放電で行われる。いわゆるこれらの技術はしばしばPACVD(プラズマで補助された化学蒸着)又はPECVDによって要約される。

一方では、金属の代わりにグラファイトターゲットを反応DCマグネトロンスパッタでメタルフリーのa-C:Hのコーティングがある。膜特性は基板バイアス電圧、炭化水素気体フローなどのような対応するプロセスパラメータを変更する事によって再現性の有るプロセスである。その膜は非常に硬い、密度の高い、スムーズで、耐摩耗性がある薄膜である

その外、成膜される部品を取り囲むメタルメッシュを使用したプロセスである。

数千ボルトのパルス電圧がメッシュに負荷された時に、ホロー陰極放電が、成膜する為にメッシュの中で発生する。

このプロセスはDLCコーティングの高いデポレートだけでなく、ポリマーやセラミックスなどの非導電性部分の上に成膜する事が出来る。

ヨーロッパに限らず世界的にDLC/Diamond膜の利用が一般化され要求・利用価値が高まって来ており、加熱および窒化時において、窒化時間、窒化温度、プラズマパワー、の温度調節等は変化させる事により、以前に試験されたC:H(金属の接着層付き)のコーティングよりほぼ倍の高さであるまで、過負荷テストで最初のクラックが起らなかったことは注目する価値がある。

又多層ダイヤモンド膜(細かい粒子及び荒い粒子の多層膜)はクラックや磨耗性を向上させるための新たなアプリケーションに採用されつつある。

第3章 テーラードコーティング技術開発

3.1 はじめに

本テーラード・コーティングプロジェクトでは、コーティングレシピの開発と各種サブテーマの実施をしていく上で、3つの主要なプロセッシング装置を設計、開発した。加えて、コーテッド試料の摩耗摩擦特性を評価する装置も3種類開発し、それぞれの事業化を進める基礎データを取得する努力を行った。以下では、プロセッシング装置の中で、主たるテーラードコーティング装置と表面清浄化装置について、それらの機能と特徴について説明する。さらに評価装置についても紹介する。

3.2 テーラードコーティング装置

本テーラードコーティング装置では、単なる平板サンプルを対象とする成膜ではなく、比較的形状が複雑な3次元部品表面への成膜を目的としているため、サンプルステージの制御性に重きを置いている。具体的には、自転・公転ができる制御機構を設置するとともに、ターゲットからのビームに対して、任意の傾斜での成膜できるなど、空間的な被成膜部品の位置制御を実施することに留意している。加えて、後述するようにジグにも注意を払い、サブテーマごとに異なるジグを利用できるようにした。すでに事業化に向け、装置全体をクリーンブース内に収納し、雰囲気をクリーンに保つとともに、PCによるコーティングレシピの管理、プロセスパラメータの時刻歴も記録できるように整備をしておき、補完研究によるさらなる展開に備えている。

1) 装置主仕様

○成膜室真空排気性能

- | | |
|---------|---------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 1) 到達圧力 | $9 \times 10^{-5} \text{Pa}$ 以下
測定条件：無負荷非加熱清浄時連続 12 時間以上連続
排気後測定 |
| 2) 排気時間 | $2 \times 10^{-3} \text{Pa}$ まで 20 分以内
測定条件：到達圧力まで排気後 N2 ガスベント
を行い 5 分間大気圧に放置後再排気
時の測定時間 |

○スパッタ性能

- | | |
|------------|-----------------------------------|
| 1) スパッタ方式 | プレーナマグネトロン式 $\phi 4'' \times 2$ 源 |
| 2) ターゲット | 非金属（カーボン、ボロンなど）
及び金属（非磁性体） |
| 3) ターゲット寸法 | $\phi 100 \times t5$ (mm) |
| 4) 電源 | R F 電源 |

- | | |
|-------------|-----------------------------------|
| 5) スパッタ動作圧力 | 0.2～2.0Pa |
| 6) 基板寸法 | 標準基板外形寸法：φ4" ×50 (mm) |
| 7) 成膜時基板動作 | 自公転 |
| 8) 処理数 | 1 個/バッチ |
| 9) 膜厚分布 | φ100 内で±25%以内
カソードと対向位置で固定して測定 |
| 10) 導入ガス | 2 系統 (Ar、CH ₄) |
- 加熱性能
- | | |
|---------|---------|
| 1) 加熱温度 | 最大 350℃ |
|---------|---------|
- 操作方式
- | | |
|-----------|-------------|
| 1) 基板装着脱着 | 手動 |
| 2) 真空排気系 | 自動 (手動操作可能) |
| 3) スパッタ系 | レシピ入力による自動式 |
| 4) 総合操作 | 全自動 |
- 装置設置諸元
- | | |
|------------------------------|------------------------------------------------------------------------------|
| 1) ユーティリティ | |
| (a) 電力 | AC200V 3φ 50Hz
装置設備電力 30kVA (冷却水チラー込み) |
| (b) アース | A 種 (一種) アース |
| (c) 冷却水 | 差圧 0.15～0.3MPa
流量 20L/min までとそれ以上の 2 種
供給水温 5～28℃
水質 工業用水～水道水 |
| (d) 圧縮空気またはN ₂ ガス | 真空弁の開閉駆動源に使用する。
圧力 0.5～0.7MPa
使用量 若干量 |
| (e) スパッタ用ガス | ガス種 標準：Ar、CH ₄ 、N ₂
圧力 0.1MPa
使用量 10mL～100mL/min |
| (f) パージ、ベント用ガス | ガス種 N ₂
圧力 0.2MPa
ベント使用量 280NL/バッチ
パージ使用量 40NL/min 程度 |

(g) 油回転ポンプ排気

オイルミストトラップ排気口に接続。口径：40A

- 2) 装置設置容積 約 w2,440×d2,200×h2,000 (mm)
冷却水チラー、操作エリア、メンテエリアは含まず
- 3) 装置質量 約 2,000kg
- 4) 塗装色 本体 日塗工 No. A22-90D
購入品 メーカー色

装置の全容を図 3-1 に示す。正面にあるサンプルホルダーに専用治具を取り付け、その 3 次元姿勢制御で、部品表面に均一なコーティングを行う、左右にターゲットがあり、主として右ターゲットにカーボンを、左ターゲットに Cr などの金属ターゲットを装着して、テーラードコーティングを行ってきた。重要なパラメータにサンプルとターゲットとの距離があり、サブテーマごとに適切な距離を実験的に調査し、最適化をはかってきた。RF 出力に加えて、バイアス電圧、バイアスパルス制御などもテーラードコーティングでは重要であり、その成果に関しては、テーラード・コーティングレシピとして、PC 上のプロセスファイルとして管理している。

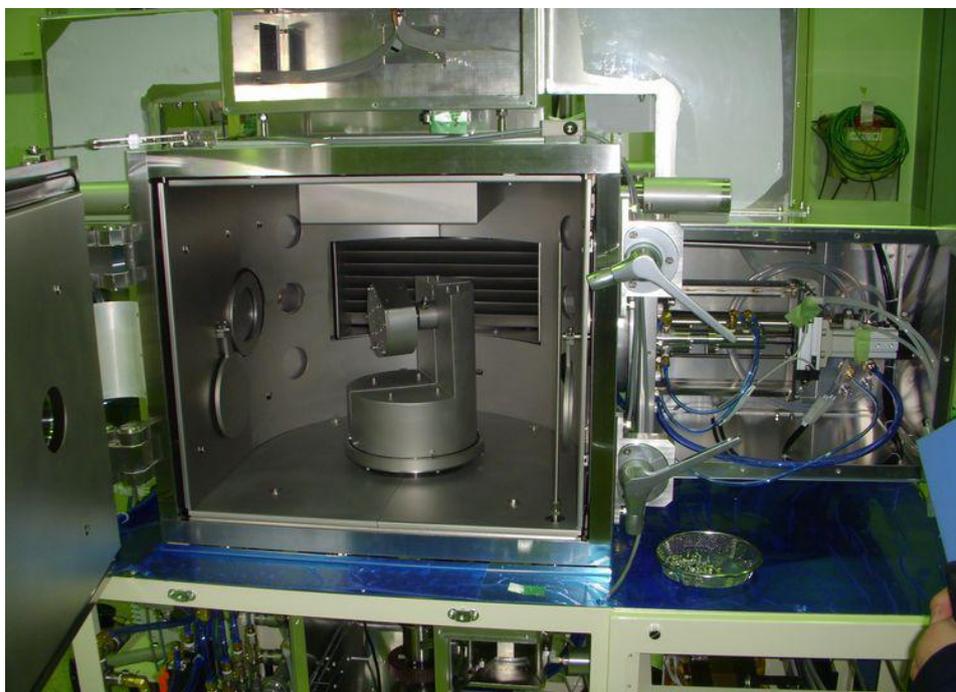


図 3-1 テーラードコーティング装置

3.3 プラズマ表面清浄装置

ソフトマテリアルの表面を清浄化するために、プラズマ表面性状装置を設計、開発した。平成 20 年度に装置設計、製作を行い、表面清浄化実験を経て、平成 21 年度には、より正確に真空度を測定するための真空系の追加、整備を行うとともに、アルゴン、窒素ラインの 2 つを利用できるガス系制御系の改造およびプラズマの姿勢制御性を高めるための電極改造を行った。開発したプラズマ表面清浄装置を図 3-2 に示す。

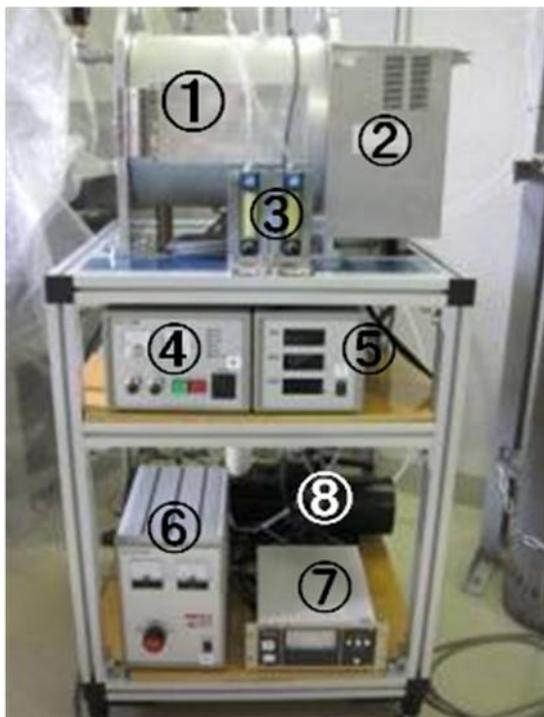


図 3-2 プラズマ表面清浄化装置

- ① アルミ製の真空容器本体。
- ② プラズマ発生用の自己マッチング・電源本体。
- ③ 流量計（アルゴン、窒素）。
- ④ RF 電源制御系。
- ⑤ RF 用の周波数・電圧・電流計。
- ⑥ バイアス用の DC 電源および電圧・電流計。
- ⑦ ピラニ真空計。
- ⑧ 真空ポンプ。

3.4 電子ビーム照射装置

電子ビーム照射装置の原理は、図 3-3 に示すように、一次電子を Si 窓に照射し、その際に発生する 2 次電子シャワーを利用し、比較的大きい投下面積に、より深い部位まで電子ビームを照射し、描画あるいは化学反応を生じさせる。電子ビーム強度は、Si 窓からの距離によりほぼ決定される。ただし、距離を短くすると投下面積も縮小するため、目的に応じた設定が必要となる。また照射量を大きくすると、サンプルの温度上昇も生じる。事前の実験では、最大温度上昇を実測により、200℃と見積もっている。投下深さも、最大照射量で 30 μm となった。これらは、金属基材にコーティングしたアモルファス・カーボン膜では問題とならない。またゴム系あるいはプラスチック系のようなソフトマテリアルでも、照射時間を適切に制御することで、問題とはならない。

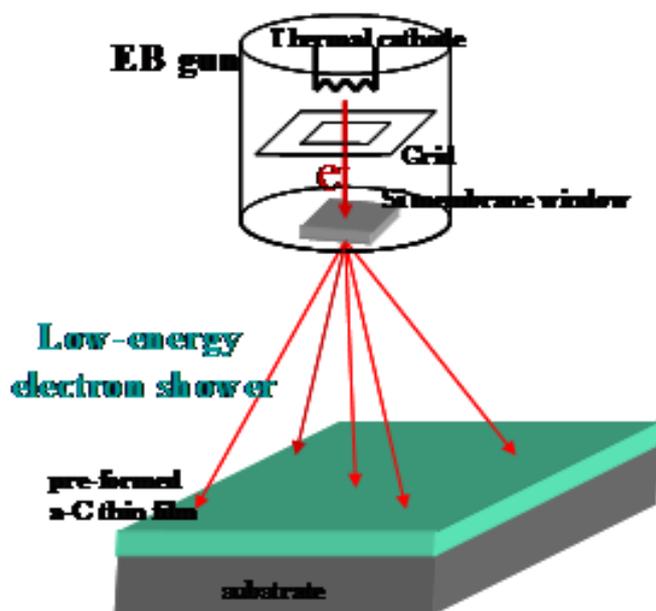


図 3-3 電子ビーム照射の原理図

作製した電子ビーム照射装置の外観図を図 3-4 に示す。電子ビームを利用するために、届け出が必要となる。これは 2 次電子とともに X 線も必然的に放出されるためであり、これらは照射スペースの容器壁で阻止され、また照射室のセキュリティーも安全スイッチにより確保している。サンプルは手前のドアで容易に出し入れすることができ、照射実験は、サンプル投入後、真空引きし、その後窒素置換することで実施する。実験は、照射量を、サンプル位置と印加電圧で設定した後、照射時間で管理する。表 3-1 に本装置の仕様をまとめて示す。

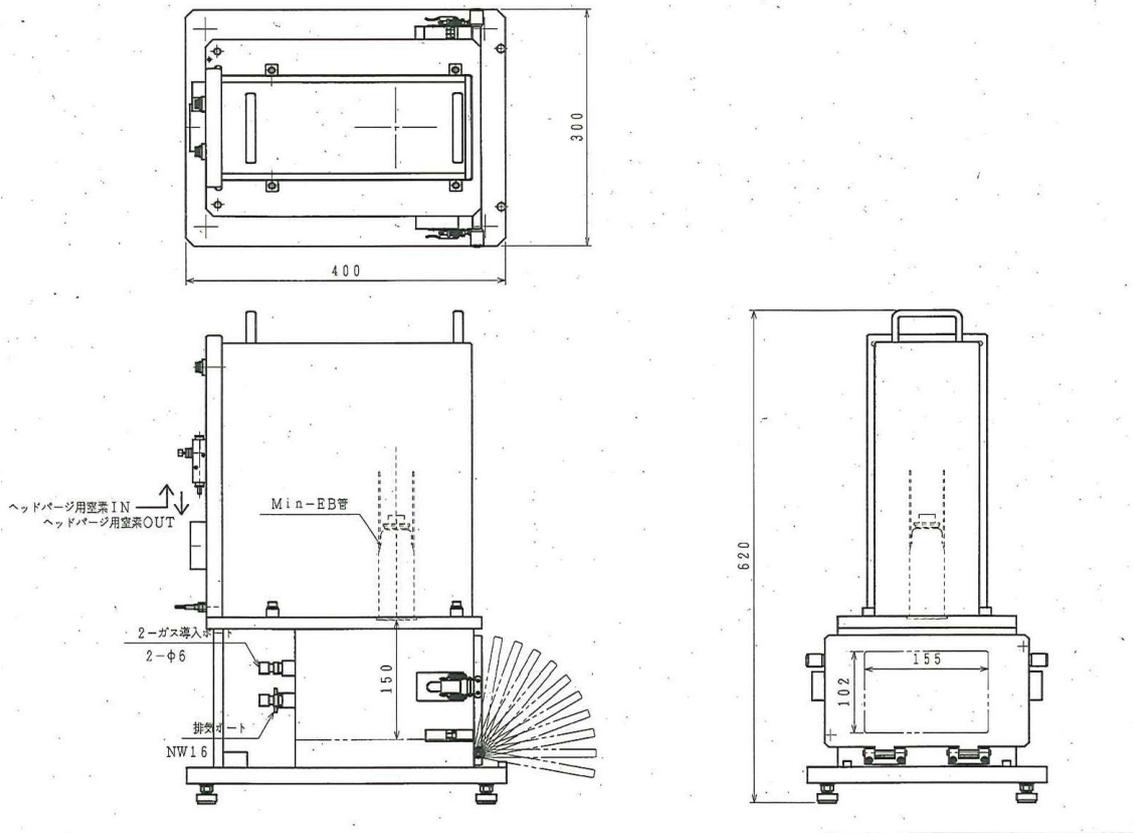


図 3-4 電子ビーム照射装置外観図

表 3-1 電子ビーム照射装置の仕様

装置寸法	300W × 400D × 600H mm (コントローラを含まず)
総重量	80kg
加速電圧	-25~-60KV (可変)
管電流	0~300 μ A (可変)
サンプルサイズ	ϕ 150mm (最大)
照射エリア (80%領域)	ϕ 20mm以上 (-60kV 100 μ A, 10Torr, Gap=60mm)
照射線量 (中央部)	15kGy/sec (-60kV 100 μ A, 10Torr, Gap=60mm)
照射距離	15~150mm (サンプルサイズによって異なります)
照射雰囲気	133.3~101.3 $\times 10^3$ Pa (1~760Torr: 窒素などの不活性ガス)
外部X線量	0.6 μ Sv/h 以下 (-60kV、300 μ A 照射時)

次に、電子ビーム照射装置全体のシステム構成を図 3-5 に示す。

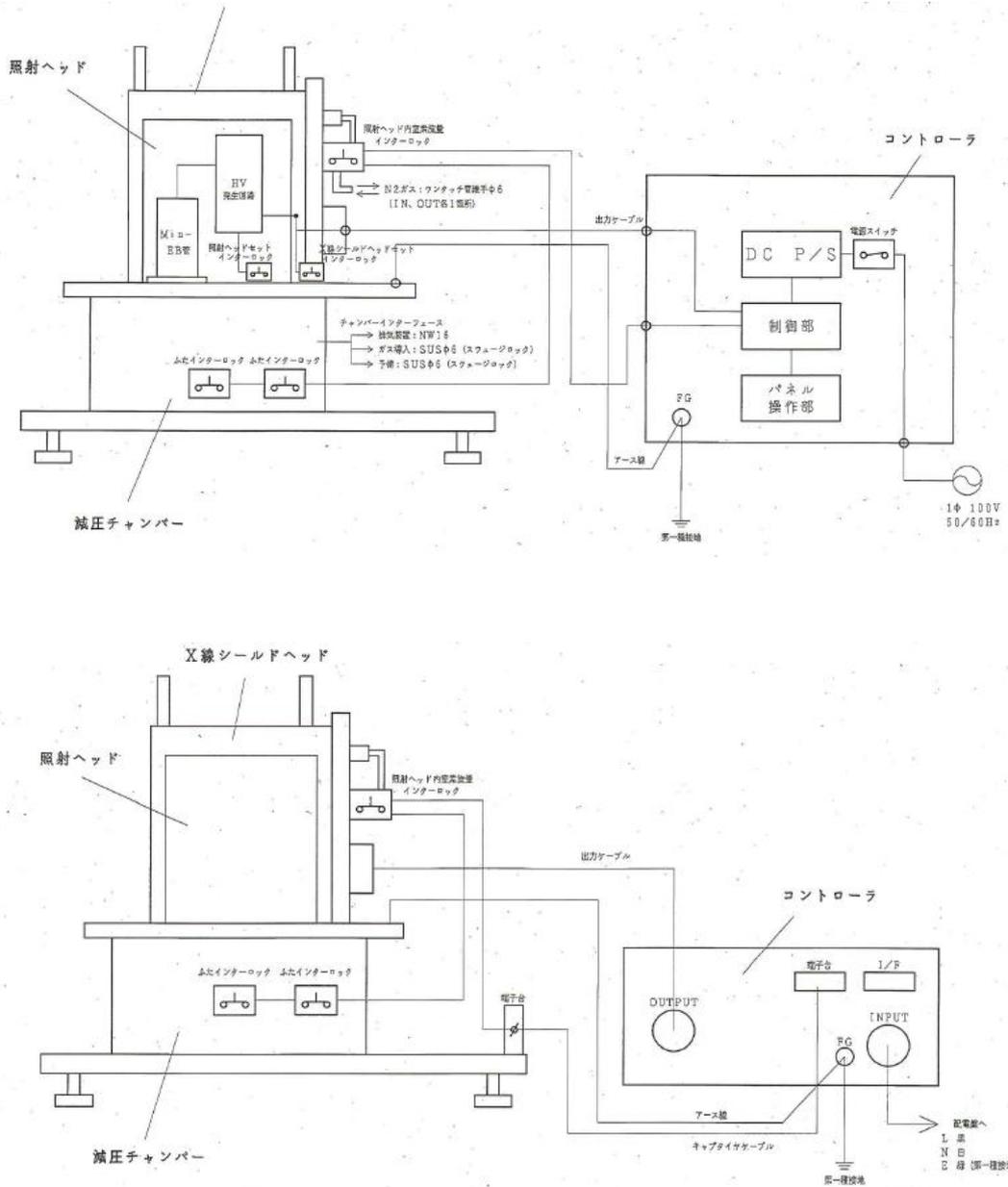


図 3-5 電子ビーム照射装置全体のシステム構成図

3.5 摩擦磨耗試験装置(ボールオンディスク試験装置)

本プロジェクトに於いては、金属、非鉄金属、ゴム、プラスチック類にDLC薄膜を成膜し、そのトライボロジー特性を調べ、各基材に対して最適なレシピを見出し低摩擦、耐摩耗、超寿命のテーラードコーティング特性を確立することにある。特にゴム、プラスチックのような基材が柔らかいものも計測できる低加重、高感度の摩擦磨耗試験装置(ボールオンディスク試験装置)を導入した。



図 3-6 ボールオンディスク試験装置

3.5.1 動作原理

本機はウエイトで荷重されたボールを回転している試験片に接触させます。この時の摩擦力によってアームがロードセルを圧縮し、その変位を検出します。

3.5.2 仕様

1) 本体

- | | |
|-----|--------------------|
| ①寸法 | 510×350×H787 (MAX) |
| ②電源 | AC100V 5A |

③試料台回転速度	30～450 r . p . m
④試料台	φ 65 アルミ製 アルマイト処理
⑤ボール	φ 6 SUJ2 6mm SUS304 1/4
⑥回転半径	ストローク 15mm
⑦ウェイト	0.5N・1N・2N・3N
⑧ロードセル	圧縮型 0～2N、定格出力 0.75mV (2N)
⑨モータ	AC100V 25w

2) 制御盤

①電源スイッチ		
②運転開始スイッチ		
③運転停止スイッチ		
④回転数表示	4桁	r/min
⑤回転回数表示	6桁	回
⑥摩擦力表示	4桁	N

3.6 スライドレール摺動耐久試験機

DLC 膜付送りネジ，スライドレールの実用化への目的で摺動耐久試験機を用いるために製作した。

- 3.6.1 直動繰返し摩擦摩耗試験によって摩擦係数の評価をするため，スライドレール及びネジ用基材の代表的な材質として SK3, SUS440C, SKD11 を選択した。各材質における試験片 (8×8×30mm) に DLC 膜をコーティングして実用的な摺動に耐え得る世界トップレベルの DLC 成膜技術を目指し，そのノウハウを確立するために実験を繰返し行った。試験機の主な仕様は，荷重に使用する分銅を 0.2～30N, 摺動摩擦部に使用する試験用ボール径は，10mm または 6mm である。材質は，SUJ2 または，SUS440C である。

摩擦摩耗を評価した試験機は、図 3-7, 図 3-8, 図 3-9 に示す。

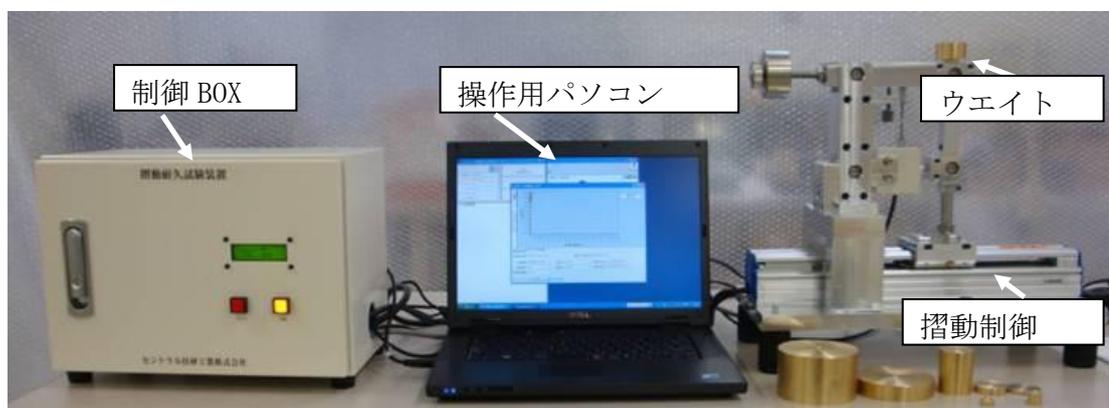


図 3-7 直動繰返し摩擦摩耗試験装置



図 3-8 ボールホルダー及び試験片

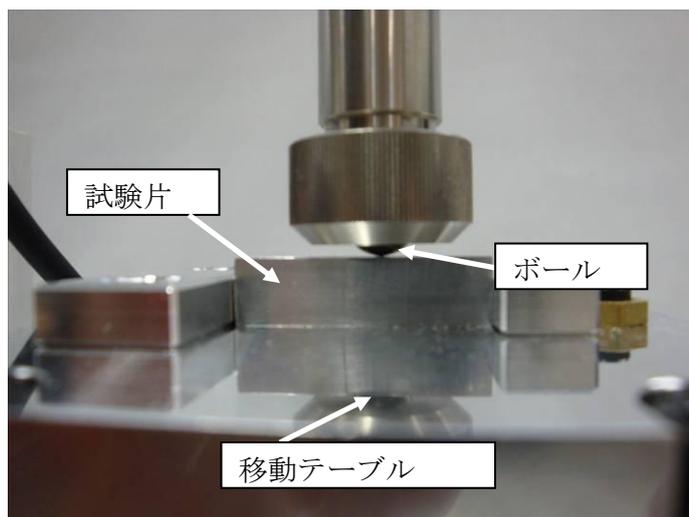


図 3-9 摺動摩擦部の拡大図

3.3.2 更に実用化するために、3.3.1 での試験片のデータを基に実機サンプルを製作し、その耐久性を調べるための試験も行えるようにした。スライドレールは、下部の両端部に設置して移動テーブルの荷重を受けて摺動させ、中央に位置する送りネジの回転により軸方向の移動させることでスライドレールと送りネジの面摩擦を同時に与えて耐久試験を可能にした。

使用した試験機は、図 3-10、図 3-11、図 3-12 に示す。

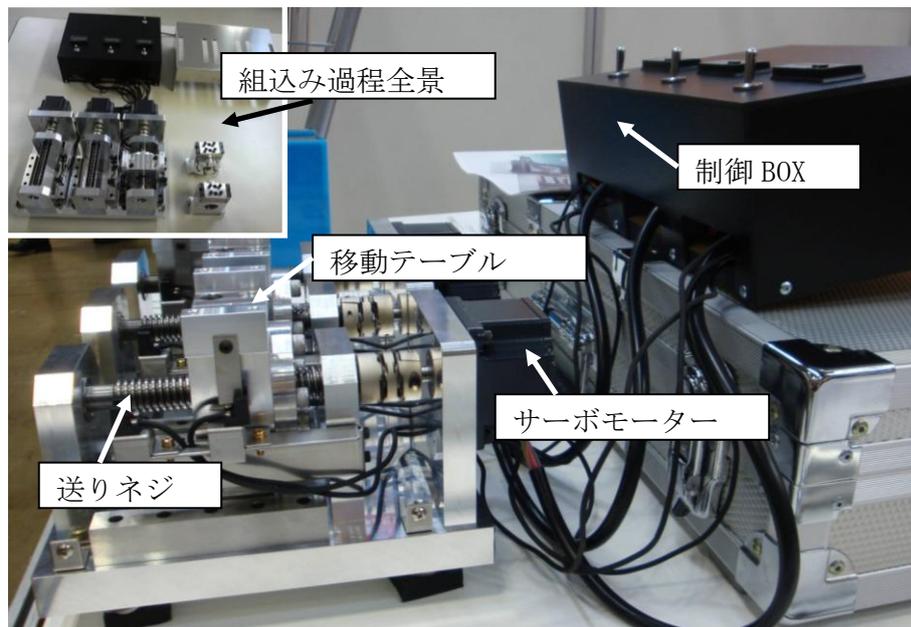


図 3-10. 実機サンプル耐久試験機 (側面)

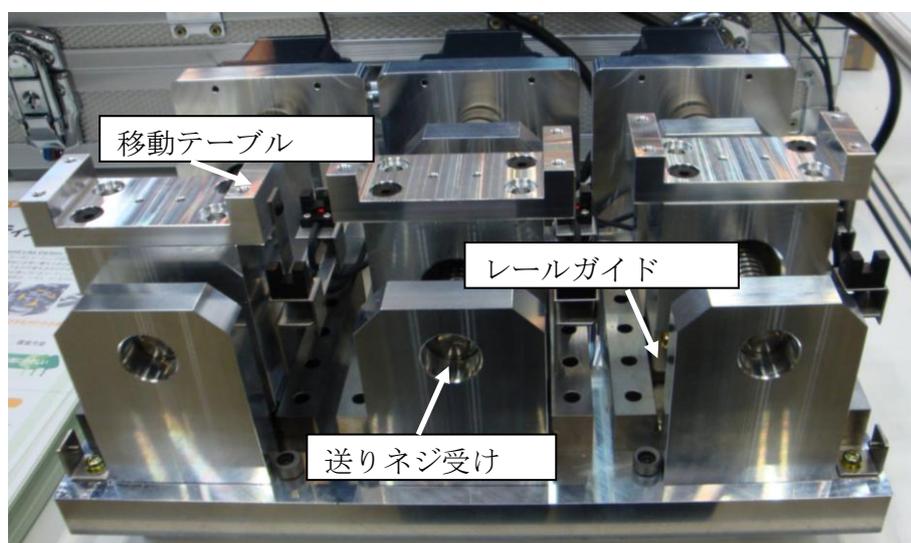


図 3-11 実機サンプル耐久試験機 (正面)

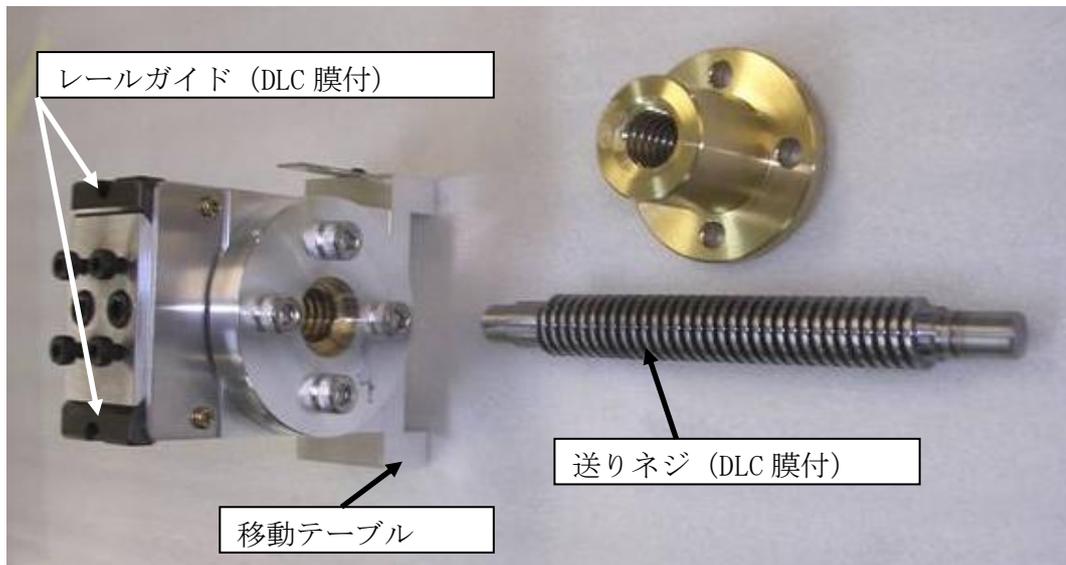


図 3-12 駆動部の部品

3.7 メタルシール高温試験機

3.7.1 装置の目的

本装置は、DLC テーラードコーティングを施したメタルシール試験片の高温下での皮膜の耐久性を試験するために導入したものである。

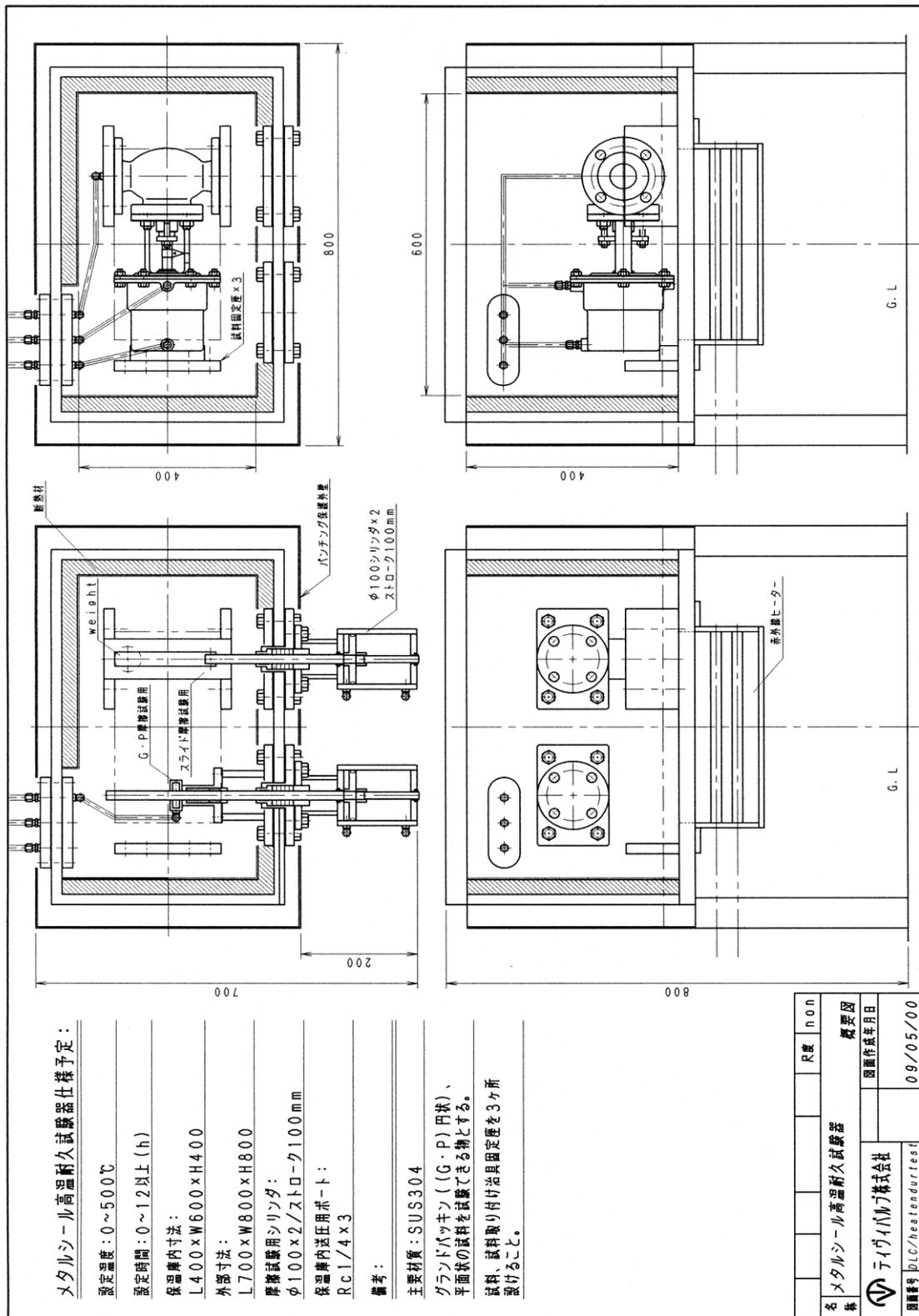
3.7.2 装置概要

試験機は電気ヒータで加温できる保温庫を持ち、保温庫内で各種試験片の摺動試験が可能な構造となっている。保温庫外に 2 個のエアシリンダを持ち、庫壁を貫通して内部の 2 個試験片(膜付き、膜なし)を摺動駆動することができる。主な仕様は次のとおりである。

- (1) 加温能力: 常温～500℃、12 時間以上
- (2) 試験片の種類: 次の 2 種類
 - ① 円筒形状試験片(標準内径 18mm、グランドパッキン)
 - ② 平面形状試験片(標準外形 30mm、内径 10mm、厚さ 8mm)
- (3) 摺動ストローク: 標準 20mm(最大 100mm)
- (4) 電源: 三相 AC200V

3.7.3 構造図、写真

図 3-13 に構造図、図 3-14、図 3-15 に外観及び内部の写真を示す。



メタルシール高温耐久試験機仕様予定:

- 設定温度: 0~500℃
- 設定時間: 0~12以上 (h)
- 保温庫内寸法:
L400×W600×H400
- 外部寸法:
L700×W800×H800
- 摩擦試験用シリンダ:
φ100×2/ストローク100mm
- 保温庫内送圧用ポート:
Rc1/4×3

備考:
 主要材質: SUS304
 グランドパッキン (G・P) 円状、
 平面状の試料を試験できる物とする。
 試料、試料取り付け治具固定座を3ヶ所
 設けること。

名	メタルシール高温耐久試験機	尺数	non
図		概要図	
図		図面作成年月日	
製	テイガイバルブ株式会社		
図		図番	09/05/00
番		図番	DLC/heatendurtest

図 3-13 メタルシール高温試験機構造図



図 3-14 メタルシール高温耐久試験機外観



図 3-15 メタルシール高温耐久試験機内部

3.8 おわりに

上記の装置を整備することで、事業化展開を行う基盤が一応整ったと考えている。今後の補完研究では、これらを有機的に結合し、事業化に向けた活動を加速させたい。

第4章 テーラードコーティング技術基盤整備

4.1 はじめに

位置決め部品には、金属部品のみならずテフロン部品、エンジニア・プラスチック部品・ゴム部品など多様で多種の素材が利用されており、その高度化をはかるには、従来の単層のDLCコーティングでは不満足である。これは単に耐久性の不足という側面だけではなく、表面材料としての機能にも不足しており、新しい発想からのDLCの見直しが必要とされている。

本プロジェクトでは、それを個別の用途・素材・機能デザインに応じてコーティング手法・プロセス・構造を設計する意味を込めて、テーラードコーティングを目標にした。ここでは、その基礎技術に絞って、報告する。

4.2 ナノ積層化コーティング

ナノ積層化コーティングは、図1に示すように、種々の基材の上に後述するインターレイヤーを介して、ナノオーダーで異なる密度をもつDLC相を水平方向に積層化する技術をいう。このコーティングの最大の特徴は、通常のDLCでは制御が困難な硬度・ヤング率などのマクロ力学物性を広い範囲で制御できる点にある。このナノ積層化コーティングは、低密度のDLC相（図4-1右の写真中、比較的黒い相）と高密度のDLC相（図4-1右の写真中、比較的白い相）を間隔が10nm以下でナノ積層した構造化DLC膜である。これまでの結晶相のセラミックナノ積層コーティングと異なり、高密度層と低密度層との間に粒界構造のような規則相をもたないため、ナノ積層間隔を小さくすることで、前述したマクロな力学物性は単調に増加する。

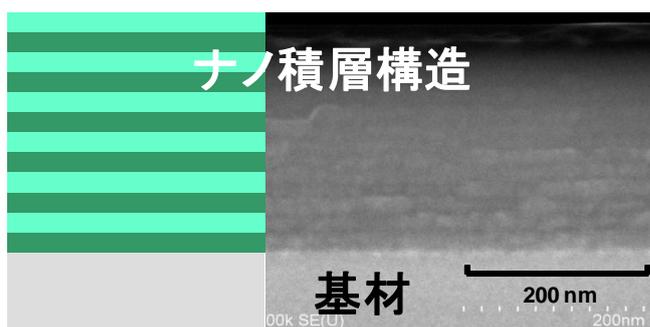


図4-1 ナノ積層構造化コーティング（左は模式図、右は組織断面写真）

実際、ナノ積層間隔ならびに積層内の高密度層と低密度層との比率を変化させた場合の、硬度の変化を図2で比較しておく。同一のナノ積層間隔であっても、積層率比率を変化させることで、硬度を制御することができる。特に高密度層の比率を高めることで高硬度が得られることがわかる。さらにナノ積層間隔を10nmから5nmに変化させること

で、硬度は 50 GPa を超える DLC が得られることがわかる。一方、DLC 膜などの高硬度膜の剥離強度の目安となるスクラッチ強度は、ナノ積層間隔を 10 nm 以下にすることで、100N 以上を積層数に関係なく達成できることもわかっている。

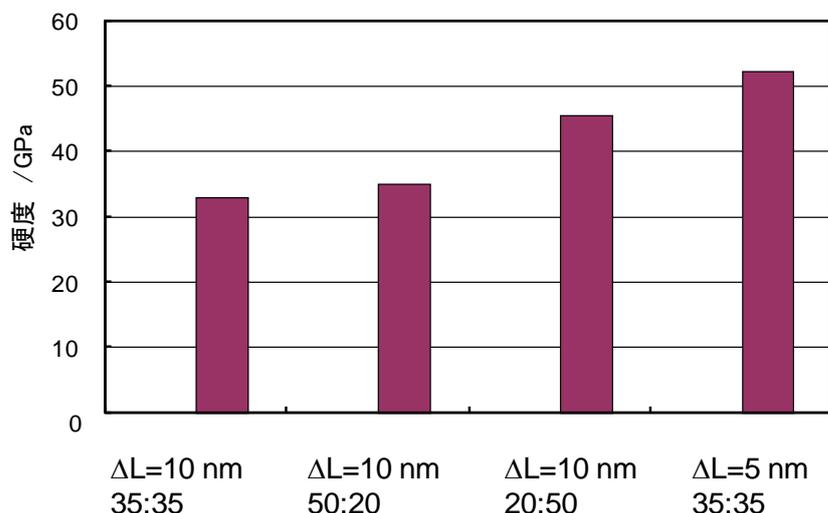


図 4-2 ナノ積層構造化コーティングによる硬度の制御性

4.3 ナノカラム構造化コーティング

ナノカラム構造化では、ナノ積層化が基材と水平方向の DLC コーティングを与えるのに対して、基材に対して垂直方向の DLC コーティング、すなわち基材を底部にしてナノ組織が林立する構造の DLC 膜を与える。図 4-3 に、ナノカラム構造化デザイン (図 4-3 左) と実際に作製したナノカラム膜の断面組織 (図 4-3 右) を示す。

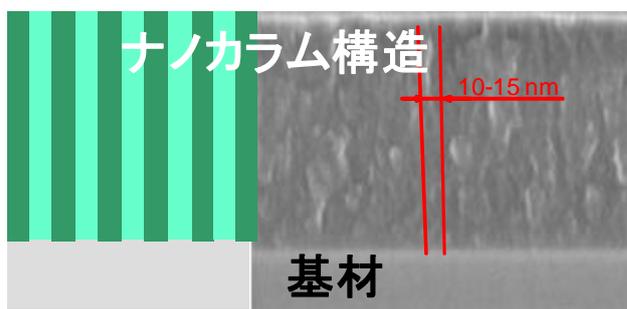


図 4-3 ナノカラム構造化コーティング (左は模式図、右は組織断面写真)

このコーティングでは、図 4-3 右のように、基材に対して直行するカラム組織が、直径 10–15 nm のカラム組織から成立している。実際、カーボン以外の元素を添加しない場合 (未ドーピング系) では、図 4-4 に示すように、カラム間の領域が高密度のナノグラ

ファイト相になり、従前のアモルファス・カーボン相を取り囲むように、ナノカラム構造を構成している。通常の低バイアス条件で成長させたDLC膜が、高密度のナノカラム内部と低密度のナノカラム間構造を有していることは好対照であり、そのマクロ力学特性、挙動も大きく異なることが予想される。

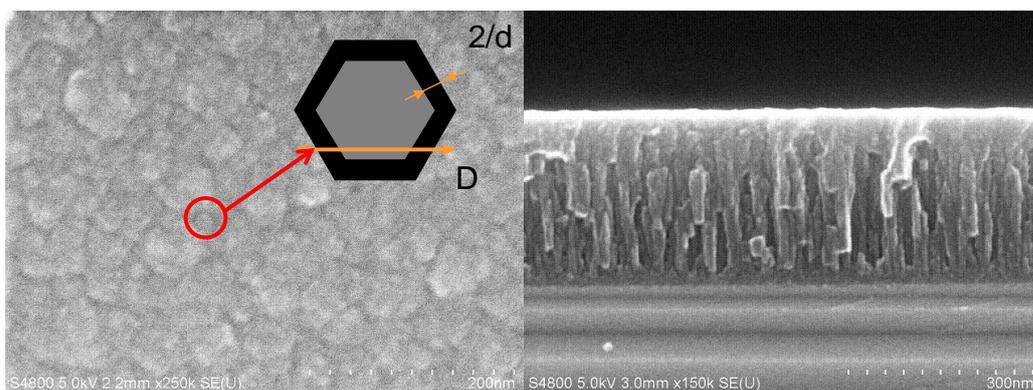


図 4-4 ナノカラム構造化コーティングの微細組織(左が表面組織、右が断面組織である)

実際、ナノインデンテーション法により、出発のアモルファス・カーボン状態のDLCから次第にプロセスを進め、ナノカラム構造化していく段階での、負荷曲線と除化曲線の挙動を図 4-5 にまとめて示す。

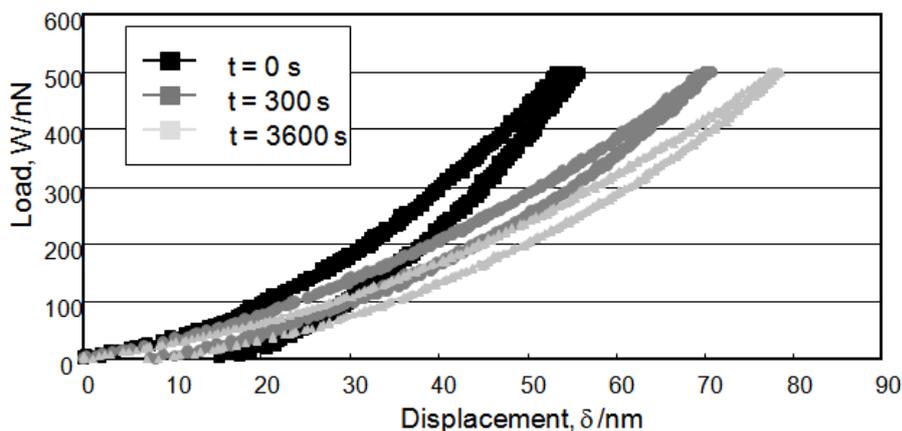


図 4-5 ナノカラム構造化を進めていくときに得られる負荷曲線と除化曲線の比較

出発材料の負荷応答(図 4-5 中、黒線)では、負荷曲線と除化曲線とは異なり、比較的大きなヒステリシスが観察される。これは、除化によるDLC内部に微細なクラックなどの非線形応答が生じ、除化してももとの状態には戻れず、内部に欠陥などの永久変形が残留することを意味している。しかしナノカラム構造化を進展させると、次第に

負荷曲線と除化曲線との間が縮小し、用いたナノインデンテーション装置の変位分解能（5nm以下）に近づいていく。このことは、ナノカラム構造化DLCでは、通常のDLCに内部欠陥を残留させるほどの荷重を負荷しても、除化後に変形状態はもとの無負荷時に戻ることを意味する。この可逆変形は、現時点の技術レベルでも、コーティング厚の10%程度の変形まで及んでおり、種々の機械要素・機械部品のための新しい保護被膜として期待される。

4.4 傾斜構造化コーティング

DLCのみならず、ナノ領域におけるコーティングでは、基材から保護コーティング表面までの構造の中で、構成元素の厚さ方向分布を制御することが重要となる。ここでは、図6に示すように、基材にCr/Ti/Wなどの金属層を成膜後、各金属の炭化物・窒化物（優先方位の結晶層）までナノ傾斜させるナノ構造化を開発した。

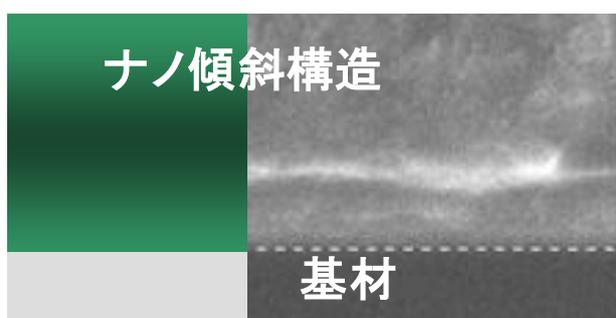


図4-6 ナノ傾斜構造化コーティングのデザインと組織写真(左が濃度傾斜法によるナノ傾斜構造化デザイン、右は断面写真)

この構造化では、連続的あるいは漸次的に元素濃度あるいは密度の分布を傾斜化させるために、剥離の原因となる不連続あるいは急峻な応力変化をなくすために、剥離強度を大幅に軽減することが可能となる。本研究では、4.5に示す基材と主層DLCコーティングに間のインターレイヤー設計に利用している。

4.5 インターレイヤー設計

基材と主層との間にインターレイヤーを設置するアプローチは、現在、標準的な手法として広く採用されている。その実践方法は多岐にわたっているが、本研究では、Crベースのインターレイヤーを標準として、上記に述べた各種ナノ構造化DLC主層との密着性を向上させることに成功している。

一例を、図4-7に示す。ここでは、反応性スパッタリング法を採用し、基材界面に金属クロム相を配置し、それから次第に窒素量をコントロールし、最終相はCrN単相を実現している。図4-7にあるように、最終相はCrN単相であることがわかる。これに

より、DLC層の密着性は、生成したCrN層との間の界面設計に依存し、これを最適化することで、過酷な環境で摩耗は生じても、主層であるDLCコーティングの剥離を抑制できるという特性を実現できる。

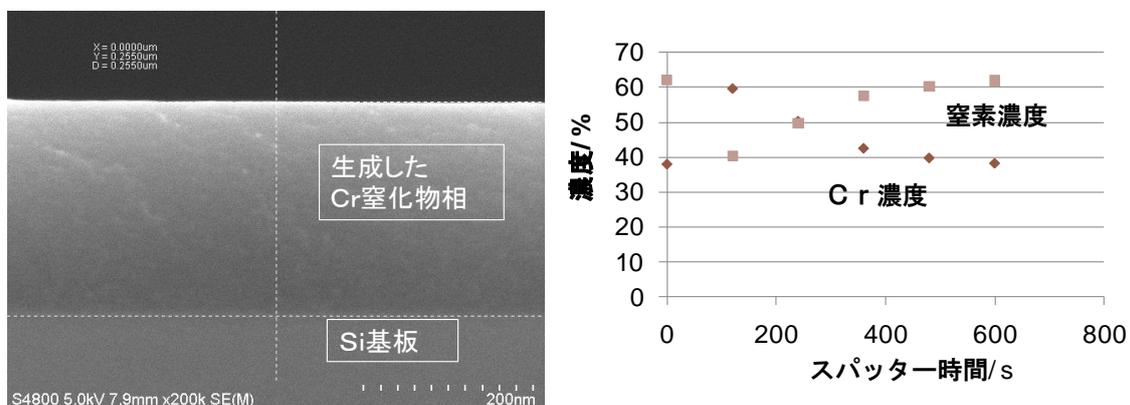


図 4-7 インターレイヤーのみの組織 (左が断面図、右は最終相の濃度変化)

4.6 おわりに

3年間のプロジェクト研究により、テーラードコーティング技術に関して、基礎データ、コーティングレシピ検討およびプロセス手法まで、一貫して本技術を展開できる基盤整備をほぼ終了した。今後の補完研究で、応用展開を視野に入れた、基盤整備をさらに進めることで、従来の位置決め技術の革新を目指したい。

第5章 低摩耗—低摩擦オイルレス摺動機構要素の開発とその部品化技術展開

5.1 試験片(ディスク)

DLC 膜付基材の膜厚，硬さは次に示す通りである。

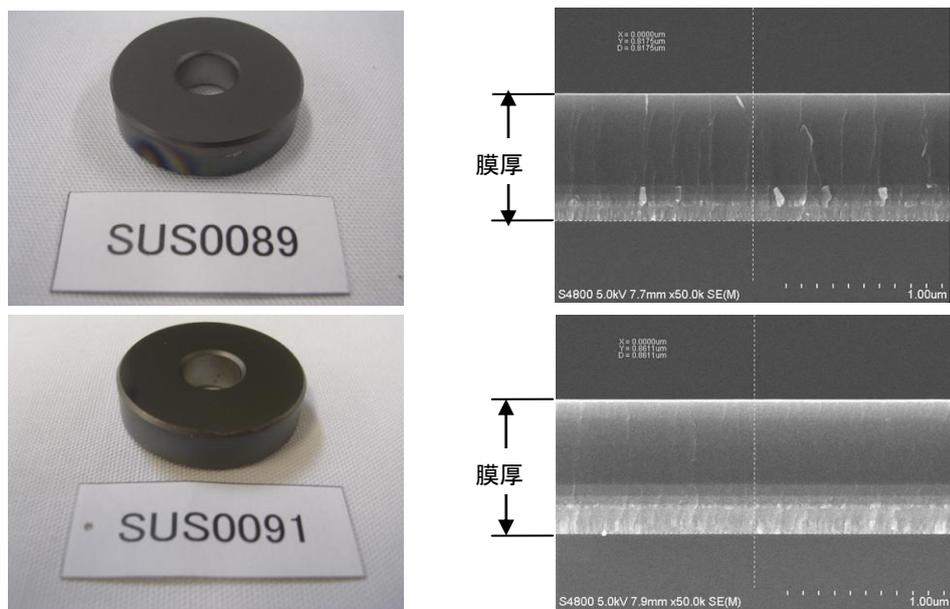


図 5-1 SUS 基材ディスク上の DLC 膜厚

表 5-1 膜厚&硬さ

	ディスク基材 No.	DLC の膜厚 (nm)	膜硬さ (HV)
図 5-1	SUS0089 (単層膜)	850	2500.
	SUS0091 (積層膜)	900	2600
図 5-2	SK0109 (単層膜)	800	2250
	SK0110 (積層膜)	1250	2400

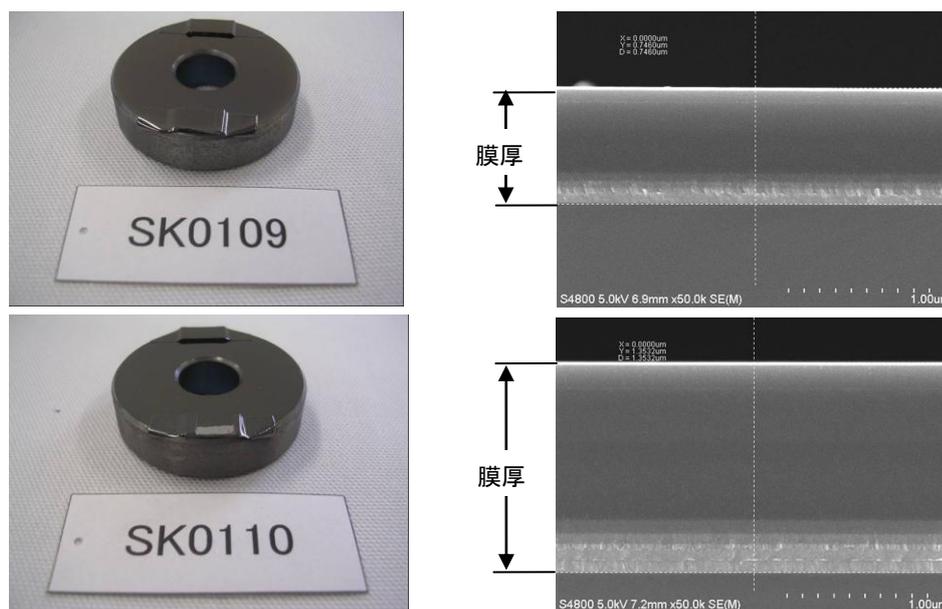


図 5-2 SUS 基材ディスク上の DLC 膜厚

5.2 ナノインデーション法による DLC 膜の評価

ナノインデーション法での SUS 基材における単層膜と積層膜との比較において塑性変形値は下図の通りである。

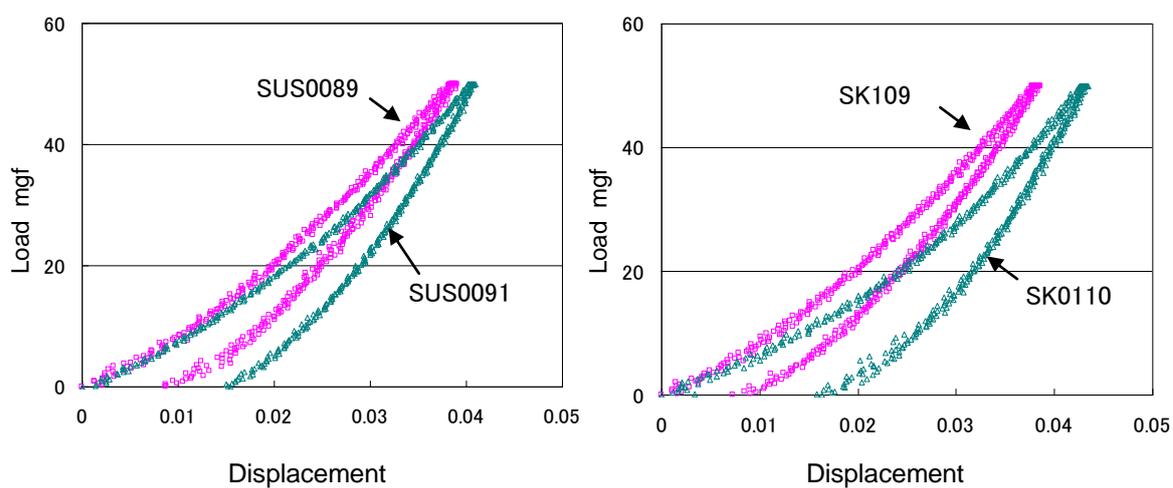


図 5-3 DLC 成膜における単層膜&積層膜の比較

5.3 摩擦摩耗試験 (1)

下図に示す「ボールオンディスク試験機」によってディスク上に単層膜、積層膜を基材別に分けて蒸着した DLC 膜の摩擦摩耗を調べた。

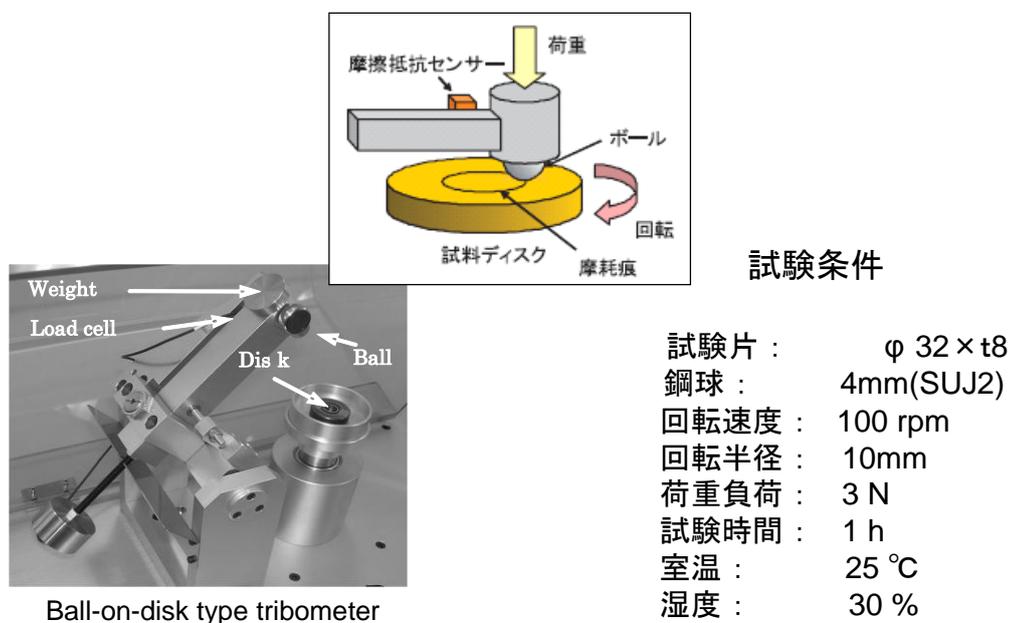


図 5-4 ボールオンディスク試験

5.3.1 ボールオンディスク試験結果

基材別に DLC 成膜評価しても明確に摩擦係数の大きな差は見られなかった。また単層・積層の摩擦係数の差についても同様であった。

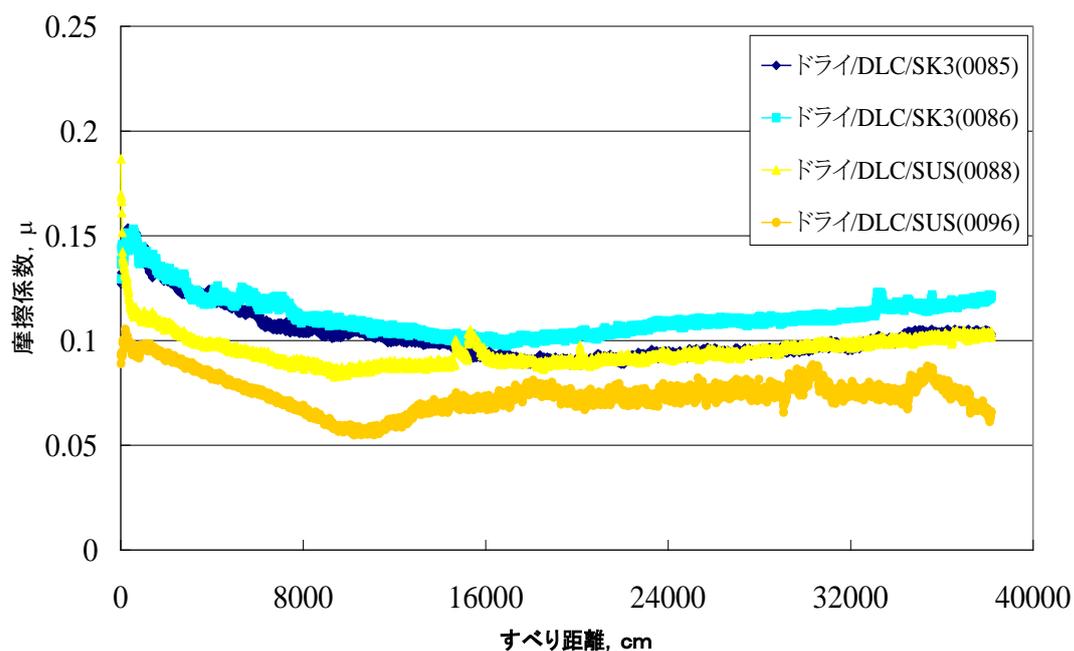


図 5-5 単層・積層・基材別摩擦試験

5.3.2 ボールオンディスク試験における摩耗痕

試験結果は、積層膜には図 5-6 に示す通り膜の剥離は見られなかったが、単層膜には一部に小さな剥離跡が見られた。

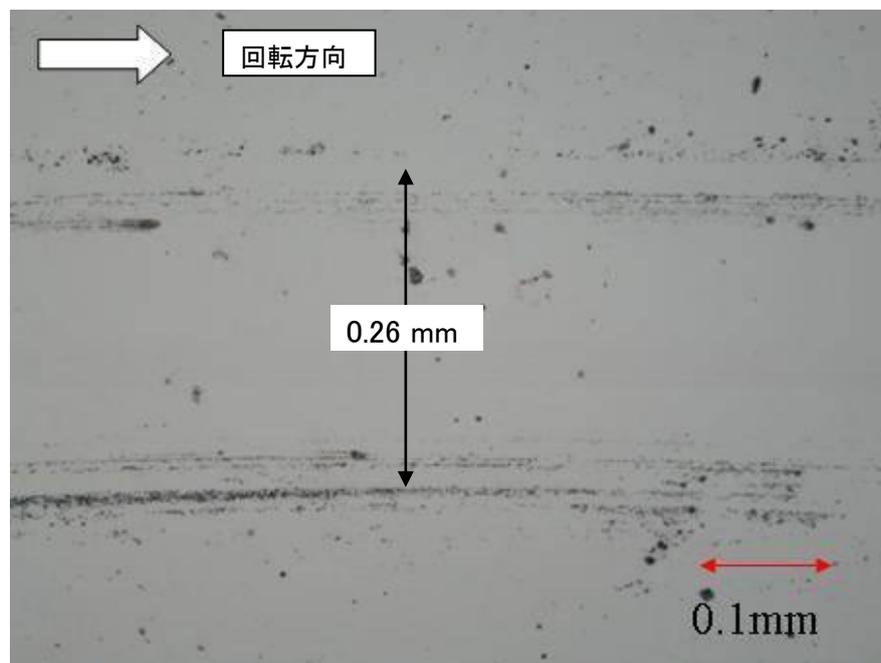


図 5-6 DLC 膜（積層膜）付ディスクの摩耗痕

図 5-6 に示した 4mm ボールの摩耗痕は, 図 5-7 に示す通り, DLC 膜 VS ボール材 (SUJ2) とでは硬さの違いにより生じた摩耗痕が見られる。

5.4 摩擦摩耗試験 (2)

当初の目的であるスライドレールの実用化のために「直動繰返し摩擦摩耗試験装置」を用いて 8×8×30 の試験片に DLC 膜を蒸着し面に, 荷重を加えた 10mm ボール (SUJ2) を接触させて直動繰返し摩擦摩耗試験を行った。

試験機は, 図 5-7 に示すものを使用した。図 5-8 は摩擦部の 10mm ボールと, 試験片である。

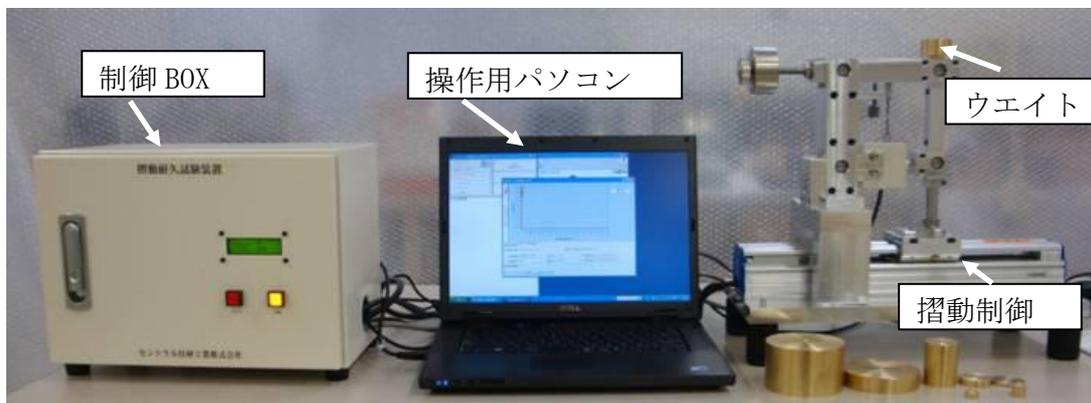


図 5-7 直動繰返し摩擦摩耗試験装置

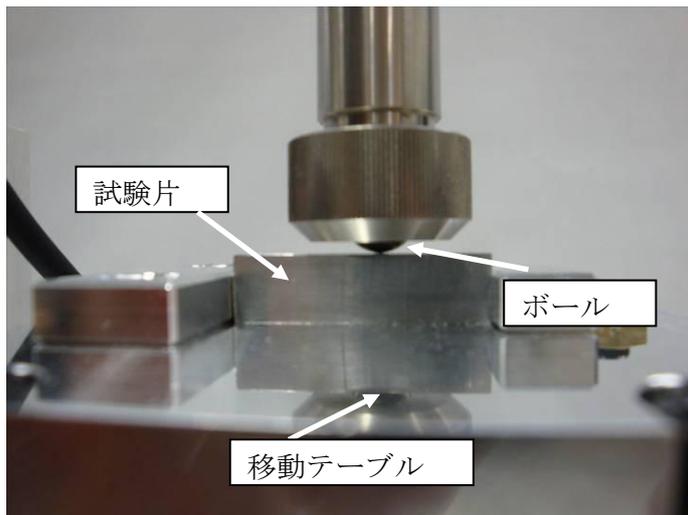


図 5-8 ボールホルダー及び試験片

図 5-9 摺動摩擦部の拡大図

図 5-9 の試験片に固定して，移動テーブルの直線繰返し駆動により最大 20mm 内で摩擦係数を測定する。

摩擦係数の測定は，図 5-10，図 5-11，図 5-12 のグラフで示した通りである。試験荷重は図 5-10，図 5-11 は 3N，最大速度 0.1m/s，摺動距離 100m で試験したが，DLC 膜の剥離，摩耗は見当たらず，次は荷重を 10N に上げて試験した結果，DLC 膜の剥離はなく，光学顕微鏡で観察しても築かない程度であった。今迄ボールオンディスク試験において，負荷 3N かけると剥離したこと考えればすばらしい進歩だと考えている。

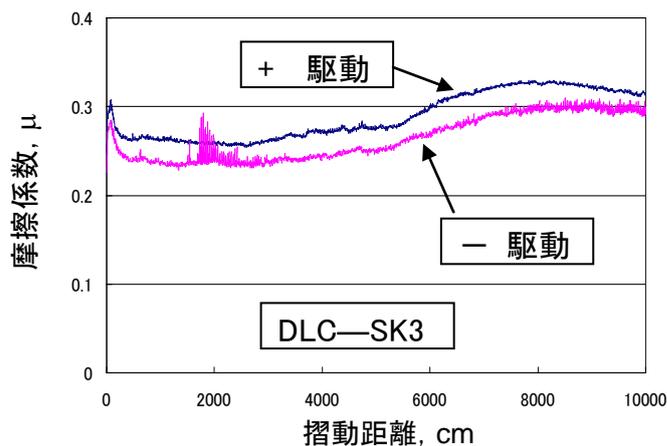


図5-10 直動繰返し摺動摩擦計測機

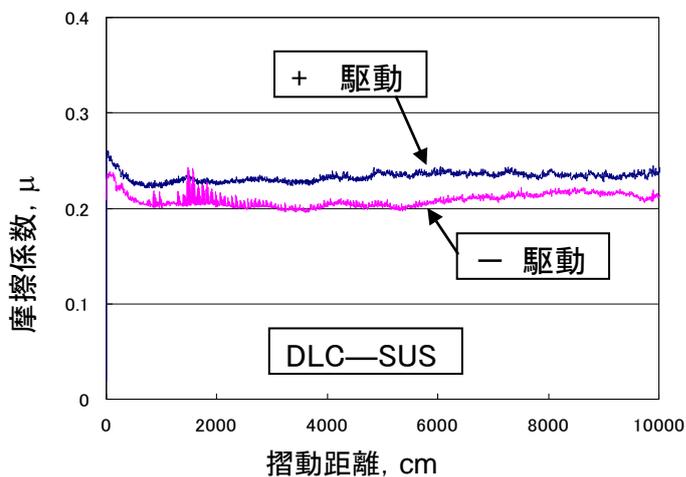


図5-11 直動繰返し摺動摩擦計測機

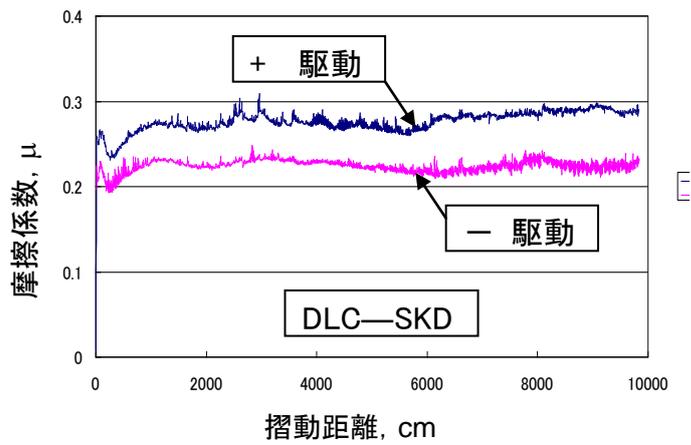


図5-12 直動繰返し摺動摩擦計測機

図 5-13 は直動繰返し摩擦試験後の 10mm ボールと試験片である。



図 5-13 直線摺動試験結果

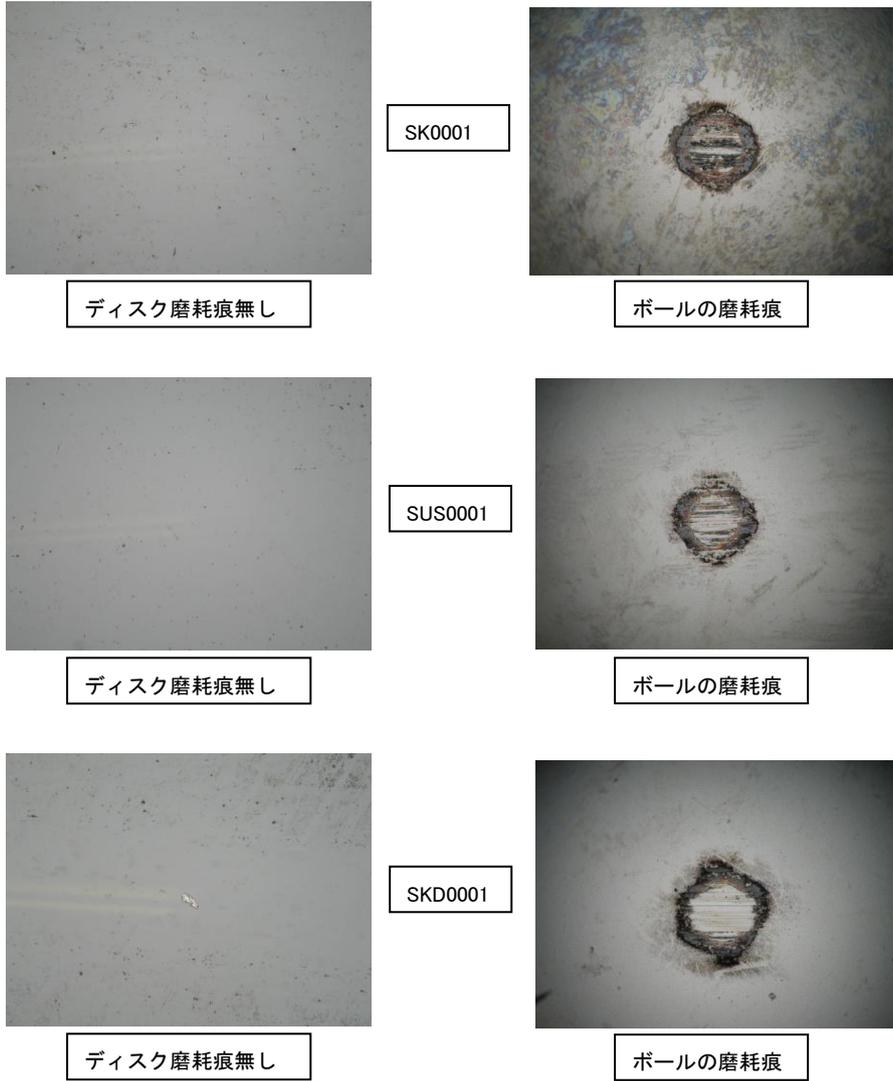


図 5-14 摺動実験後の観察

第6章 高面圧—低摩擦オイルレス摺動機構要素の開発とその部品化技術展開

6.1 はじめに

本研究項目の目標は、オイルレスシール材の開発、シール材の高寿命化である。

現在、環境問題への対応が大きく問われる中、工業製品、プラントには多くの漏洩元となる機器があり、それらからなる排出物はきわめて多い。

バルブをみた場合、漏洩元となるのはフランジまたバルブグランドパッキン部で、各プラントに数多く設置されているバルブからの排出をトータルで見れば、その量は無視の出来ないものと考えられる。

海外規格の中でもグランドパッキンからの漏洩量を規制するものがあり、それらの保守等にかかるプラント運営費は増大するものである。

今後そのような背景から本研究課題である高面圧—低摩擦オイルレス摺動機構要素の開発とその部品化技術の展開は社会的に大きな意味を持つものとする。

バルブシール材（バルブ本体—ステム間シール部）はグランドパッキンと呼ばれ、材質はテフロン製のものが多く使われている。このシール材は耐薬品性、シール性、摩擦特性、また加工性に優れているが、摩耗によりテフロン粉末が流出すること、増締め、交換の多さからくる保守性の低さ、また対応温度の低さが弱点としてあげられる。

本研究ではこのテフロン製グランドパッキンにDLCコーティングを施行しその優位性を更に向上させることを目標とした。

またテフロン製グランドパッキンは高温用バルブには使用できず、多く使用されている高温用グランドパッキンは炭素繊維等を編組したものが多い。それらグランドパッキンは潤滑剤を必要とする場合があり一般に摺動抵抗が大きく、バルブ駆動部の選定にあたり考慮しなくてはならない点である。そこで高温用バルブに対応するメタルシール+DLCコーティングの開発も同時にスタートすることとした。

6.2 テフロンへのDLCコーティング

テフロンの持つ、強力な撥水性は大きな利点であるがDLCコーティングをするに有利に働く特性ではない。そこでテフロン被コーティング部に親水性を持たせる処理を施行することとした。



図 6-1 テフロン試料+表面処理

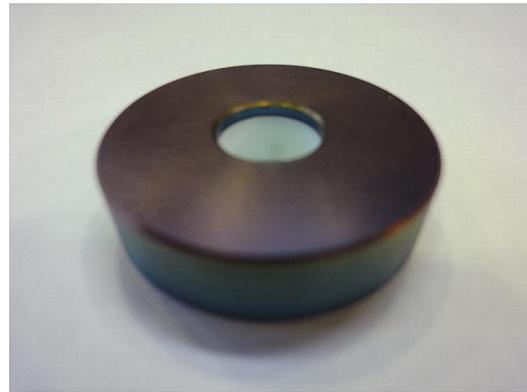


図 6-2 テフロン試料+DLCコーティング

テフロンへのDLCコーティングは成功し、テープ剥離試験において剥離はみられない。また鋭器でコーティング膜を剥がす作業をしてもDLCコーティング膜は剥がれることなく、テフロン母材と共に削れるのみである。

テフロン+DLCコーティング表面特性は図 6-3 とおり、DLCコーティングが標準的に持つ摩擦係数を示しており、DLCコーティング膜がテフロン母材に正しく成膜されていることがわかる。

表面粗度に関して平均Ra 1.3%の上昇があるが、テフロン本来表面粗さ特性が優れているため、問題の無いレベルと考えている。

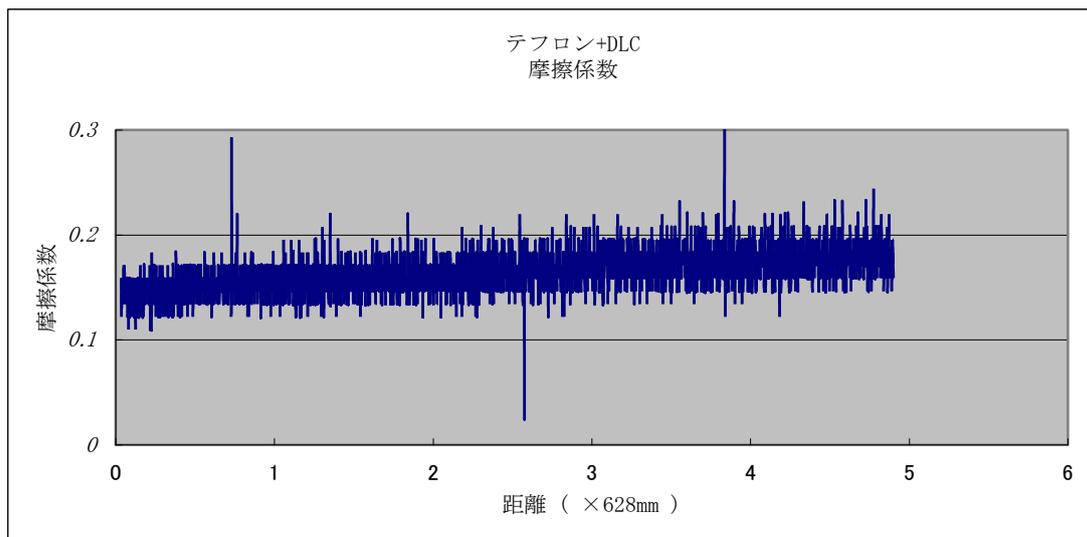


図 6-3 テフロン+DLCコーティング摩擦係数

6.3 テフロン製グランドパッキン+DLCコーティング

テフロン製グランドパッキンにDLCコーティングを施行し、耐久試験を行った。試験条件はバルブ実機に近い条件となるよう本外内部圧をかけ、グランドパッキン/シャフト摩擦スピードは実機同等となるようにした。



図 6.4 テフロン製グランドパッキン



図 6.5 テフロン製グランドパッキン+
表面処理+DLCコーティング

テフロン製グランドパッキン+DLCコーティングの耐久試験にて、ある一定条件下では、DLCコーティング膜に剥離、摩耗痕は見られない。また被摺動部ステンレス製シャフトにもキズ等はなくDLCコーティングに被摺動部への攻撃性がないことがわかる。

まだ試験回数の少ないこともあるが今後、耐久試験を重ね実用化に向け研究を進めていく予定である。



図 6-6 テフロン製グランドパッキン+
表面処理+DLCコーティング/耐久
試験後



図 6-7 ステンレス製シャフト（被摺動
部）/耐久試験後

6.4 メタルシールグランドパッキン+DLCコーティング

一般に金属同士では摩擦によりカジリ等損傷が生じやすく、同系また高温下では更にその可能性は高まる。またDLCコーティング摺動部負担を考えれば被摺動部バルブシャフトへの成膜が有効と考えられるが、保守の点からメタルシールグランドパッキンへ成膜することとした。

メタルシール形状は、テフロン製グランドパッキンの内圧を利用しシールするタイプのものとした。



図 6-8 メタルシールグランドパッキン



図 6-9 メタルシールグランドパッキン
セット+DLCコーティング

次にメタルシールグランドパッキン+DLCコーティングを高温条件下（300℃）で耐久試験を行った。メタルシールグランドパッキン+DLCコーティングと非コーティングのものとを同時に試験した場合、ピストンスピードを比較すると、DLCコーティング側シリンダの作動が早く、コーティングの有効性が確認できた。



図 6-10 メタルシール高温耐久試験機

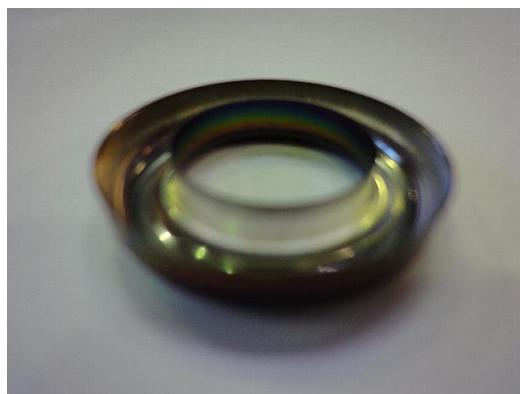


図 6-11 メタルシールグランドパッキン
／耐久試験後

現段階では一定条件下でメタルシールグランドパッキン+DLCコーティングの有効性がみられる。しかしまだシール性、耐久性また内径部への成膜能力を向上させるといった更に優位性を高める余白は多く残っているものと考えており、メタルシールグランドパッキン+DLCコーティング製品化に向けての研究を続け成就させるつもりである。

6.5 おわりに

世界を取り巻く厳しい情勢のなか、当社において本プロジェクトを通じ得たことは非常に有意義なものであり参加できたことに感謝の意を表したいと思う。

今後環境問題、顧客への要望またバルブメーカーの存続に対応するためにもこの研究を成就させることを切に望み、まだ課題は多く道のりは長いものとなろうがこの研究を意味のあるものとせねばならないと考えている。

第7章 高トラクション伝達オイルレス摺動機構要素の開発とその部品化技術展開

7.1 シリコンゴム基材への成膜

7.1.1 目的

複合複写機には、多数のゴムロールが紙送りを目的として、使用されている。

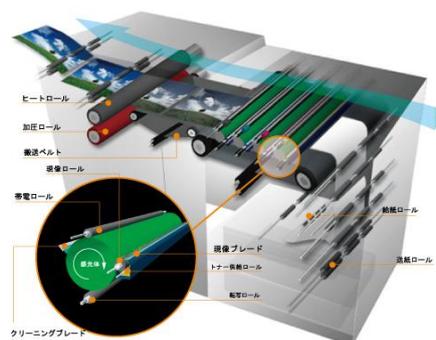


図 7-1 複合複写機

しかしながら、紙詰まりや印刷時の色むらなど、紙の使用量の増大とともに、不安定な結果をもたらすことも多く経験するところである。メーカーはその解決方法として、不具合発生から時間レベルでの解決をめざし、顧客満足を得る営業戦略をとっている。この体制を維持するには多数の人員を抱えサービス体制を整えざるを得ない。更に、その体制を維持するには、膨大なコストがかかり、技術的改善での耐久性向上でサービスマンの業務効率化が望まれるところであり、複写機メーカーの差別化戦略となりつつある。

特に、カラーコピーの時代では、多色を使用した鮮明なコピー資料を大量に早く作成することがユーザー側からは求められており、特に、「色むら」があることは、即座に性能欠陥と評価され、ブランド全体の評価下落に繋がりがかねない。装置メーカーとしては、印刷時の「色むら」がなく、良好な状態を長く維持することは他社との競争戦略から考えても、大きな要素としてとりあげている。その課題解決として、ゴムブレード（複写機のドラム表面に残る四色トナーをかき取ることで、ドラム表面を清浄化する部品）に DLC 被膜をつけることで、ゴムブレードの耐久性を向上させることを提案することをめざした。

7.1.2 被膜密着性の向上

H19 年からシリコンゴムの成膜を続けているが、H20 年度では、下記のマイクロスコプ写真や摩擦係数から判断すると、一定の成果が出せた。

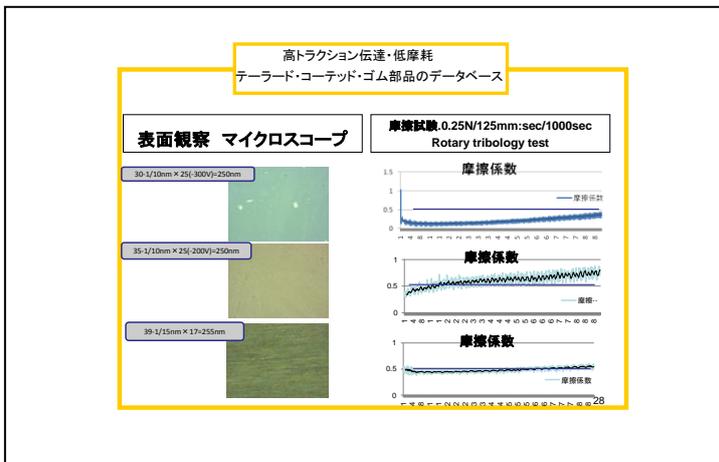


図 7-2 被膜写真と摩擦係数比較図

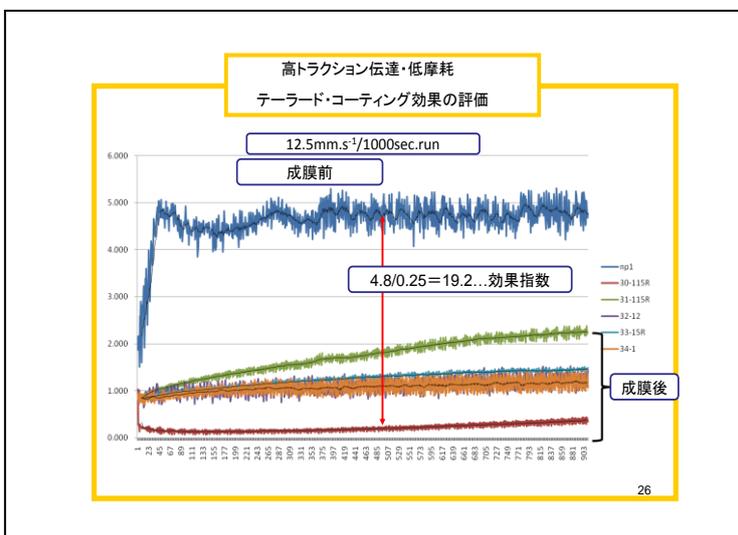


図 7-3 摩擦係数(被膜ありとなし比較)

7.1.3 前処理による基材の表面清浄化

被膜の密着性を高めるために、前処理について再検討し、具体的な方法を考案し、実施・評価することにした。

前処理とは

表 7-1 前処理の定義

定義

前処理とは、基材表面の状態を「密着性をよくするために不純物の除去や界面の状態を変えることとする。

- ①脱脂→基材表面に付着する「油脂分」の除去
- ②洗浄→基材表面に付着する「汚れ」の除去
- ③研磨→基材表面に付着する「異物」の除去
- ④表面改質→基材表面(特に不導体)の状態を「活性化」

2010/1/7

morita hiroshi

3

前処理の方法

表 7-2 前処理の方法

- ①脱脂→洗剤により、油脂分を乳化させ、基材から剥離させる
- ②洗浄→水又は温湯を使用し、清浄度を高める
- ③研磨→基材表面に物理的な衝撃を与え、基材表面の酸化物等を除去する
- ④表面改質→基材表面をArガスプラズマを使用し、プラズマ内のイオンが基材表面に高いエネルギーを持って衝突させ、改質させる

2010/1/7

morita hiroshi

4

以上のような定義を前提にし、ウエット方式とドライ方式について、実験研究する。ウエット方式は脱脂剤の選択、脱脂方法とその評価が中心であり、ドライ方式では「アルゴン洗浄装置」を使用することで、最適条件を探すことにした。

7.1.4 脱脂洗浄処理

基材に付着する油脂分の性質が分からないので、脱脂剤都度選択する必要があるが、一般的には工業用洗剤を一定割合の水で希釈し、使用する。更に、超音波洗浄器で加振し、基材から油脂分を離脱しやすくする。

<結果>

工業用洗剤を水で希釈した溶液を作り、20分程度超音波洗浄器で洗浄すると、表面張力が弱くなり、親水性試験で試薬が拡散することが分かった。拡散の程度で表面の脱脂状態を確認することができた。図7-4、図7-5の写真で分かるように、脱脂前は滴下試液が球状になっているが、脱脂後は球が崩れて、液が拡散している。尚、脱脂後は流水(水道水)で脱脂液を流し取り、ろ過水で再度リンスした後に、温風乾燥を行うことで、ウエット式前処理のプロセスを固めた。

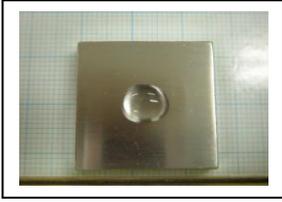


図 7-4 脱脂前

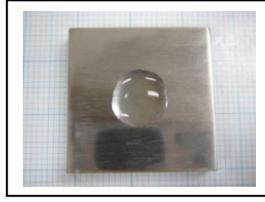


図 7-5 脱脂後

7.1.5 アルゴン洗浄

ドライ方式として、当初はこの方法だけを採用することを考えていたが、油脂分の脱脂作用の効果は考えにくく、ウェットとドライの併用を進めた。

<作業方法>

チャンバー内に基材を入れ、一定の真空度

にした後、アルゴンガスを注入し、微量なガス量を放出することで、新鮮なアルゴンガスをチャンバー内に充満させたうえで、RF電源とDC電源を入力することで、アルゴンプラズマを立たせ、そのガスの持つ物理的エネルギーを利用し、基材表面を改質する。

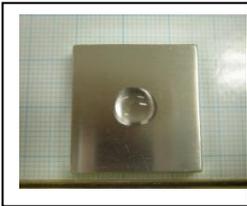


図 7-6 スパッタ前

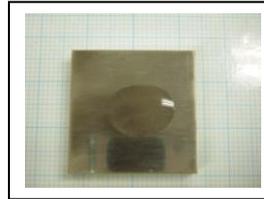
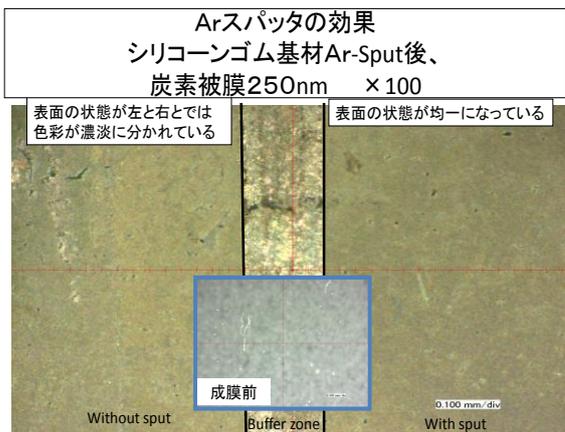


図 7-7 スパッタ後



2010/1/7

morita hiroshi

9

図 7-8 アルゴン洗浄後の被膜観察

図 7-8 の写真は、同一試料を、左部分をカプトンテープで遮蔽し、アルゴン照射を行った後、それを外して成膜をした。中央部分の色調がまだらなところは、左右を明示するために油性ペンで線を引いた痕跡で、油脂分が付着したまま成膜しているため、正常な膜質ではない。

右の部分は左部分と比較し、均一な被膜状態を示している。

〈結果〉

アルゴンスパッタリングの標準的な作業で、金属の場合、図 7-6 と図 7-7 に示す写真のように液が拡散していることから、表面改質の効果が確認できた。

7.1.5 膜質の安定性

アルゴン洗浄の前処理も最適化を図らなければ、逆に基材表面を粗らしてしまうことになる。図 7-9 はアルゴン洗浄の時間軸で表面改質の状態を変化させ、摩擦係数により最適条件を求めたもの。最適化すれば、摩擦係数で 0.3 以下（水色）を達成した。

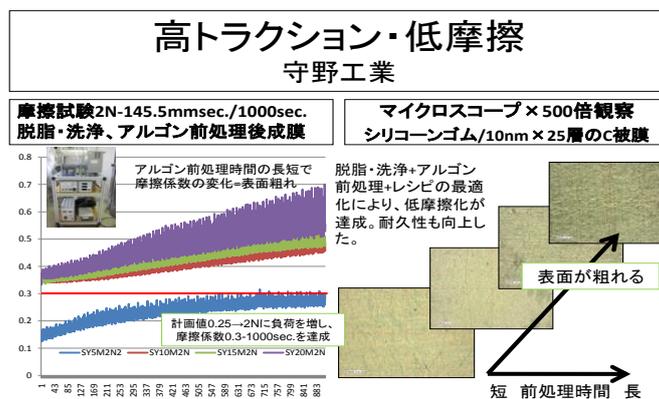


図 7-9 アルゴン洗浄時間と摩擦係数

図 7-10 は脱脂のある・なしで成膜後、摩擦係数比較をしたものが、脱脂ありの方が摩擦試験による圧痕（2N負荷）を目視で確認することが難しく、密着性の良さと被膜硬さを明示しているものと理解する。摩擦係数は脱脂だけだと 0.6 程度だが、更にアルゴン洗浄することでより大きな効果があることを確認。

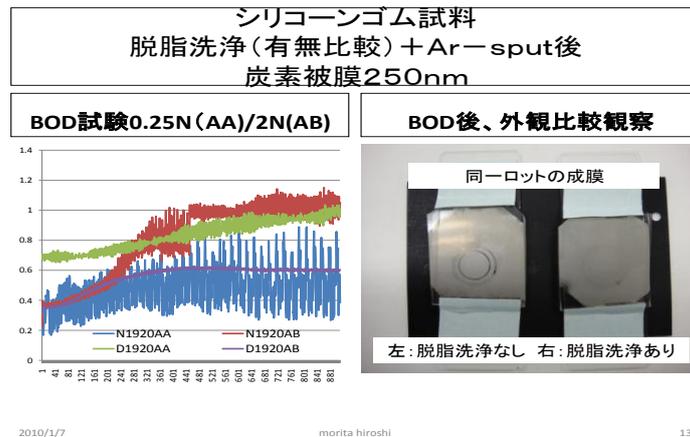


図 7-10 脱脂とアルゴン洗浄と摩擦係数

7. 1. 6 平面の成膜から複雑形状への成膜へ

基材形状により被膜の質が一定しないことは、既に観察している。平板基材は容易に被膜形成ができるが、凹凸の激しいものや円柱形状などは付きまわりが簡単ではない。更に、板状基材であっても、狭い部位への被膜形成はかなりの工夫を必要とする。図 7-11 の通り、平成 20 年では、膜質がまだらであり、平成 21 年でも、エッジ部からクラックが入っていることを観察している。前処理方法やレシピ改善さらに特殊治具開発により、現在では、狭い部位にも均一な被膜の形成ができるようになった。拡大観察では、摩擦係数の低下と被膜の均一性は同期していることが判明した。

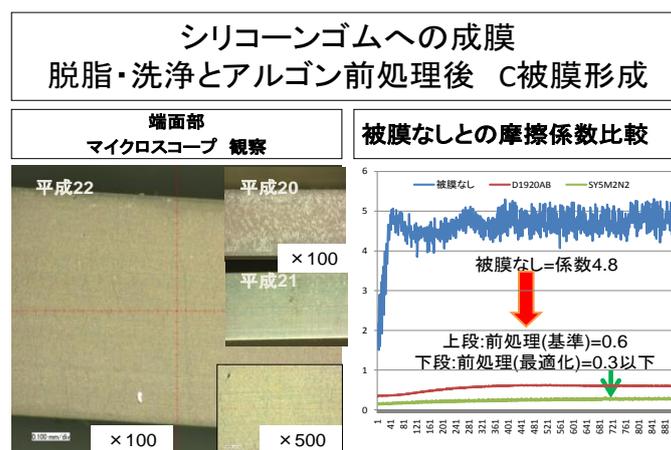


図 7-11 被膜表面状態と摩擦係数

〈成果〉

ナノ積層カーボン被膜の成膜レシピを固定したうえで、前処理（脱脂・洗浄・アルゴンスパッタ洗浄）の採用と最適化により、膜質の均一性と摩擦係数の低下及び密着性の向上が図られた。

7.1.7 これからの計画

今後は、ある程度の前処理条件を確認実証することができたので、前処理プロセスを固定化したうえで、成膜レシピの変更により、より耐久性の高い被膜を形成していき、川下業者に具体的な工業化に向けて、取引関係を創出していく。

7.2 転造タップへの成膜

高耐久性で低摩擦被膜の応用として、塑性加工のドライ化を目指しているが、具体的な対象として、「転造タップ」を掲げた。既に、被膜形成した商品も市場にはあるが、ドライ加工ができる商品も商品は、アルミ基材のみで、耐久性も公開されていない。複雑形状への被膜形成と鉄鋼基材のタップドライ加工をめざして、研究する。

7.2.1 複雑形状基材への成膜

タップ工具は図 7-12 の通り、山谷があり、谷底まで密着性の高い被膜を形成することが求められている。我々の被膜は、SPCC 材でのドライ加工をめざす。タップ成膜用治具も刃の谷底まで十分に照射される機能を備える必要があり、基材形状に即した専用のものを開発した。

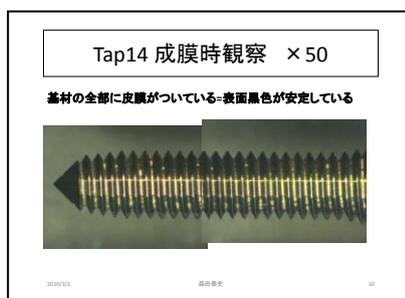


図 7-12 タップ工具拡大写真

7.2.2 密着性の向上

1) 前処理

脱脂剤で超音波洗浄器で洗浄し、流水で洗い落した後、ろ過水で再度、超音波洗浄器で洗浄。取り出し後すぐに、温風乾燥機で、十分に乾燥させ、その後に、アルゴンスパッタ洗浄を行い、すぐに成膜作業に入る。

2) レシピ

インターレイヤーにCr被膜を形成し、その上にカーボンのナノ積層被膜を堆積させる。積層膜数は、10nm×100Lを基準とした。

最新のレシピでは、平板テストピースに成膜したもののだが、10N負荷、150mm-sec. 1000sec. runの摩擦摩耗試験結果で、表8のような結果を出すことができた。摩擦係数で0.17程度を維持している。

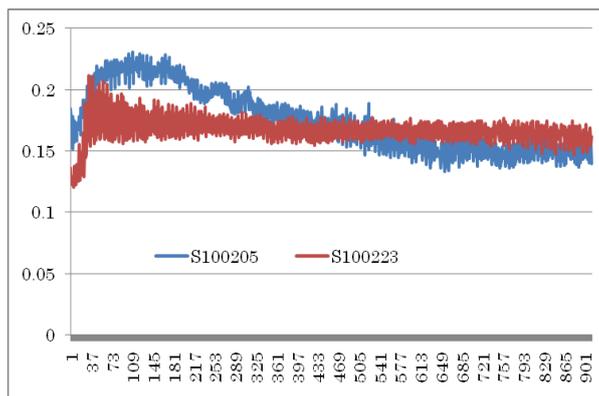


図 7-13 摩擦係数(平板試料による)

7.2.3 評価方法

<被加工材料の種類とネジの健全性>

被加工材料ごとに、実際にタップ加工を行い、一定回数ごとにタップ Go-NoGo ゲージで、ネジの健全性を確認して、被膜の耐久性評価を行う。

被膜の摩耗や剥離を肉眼で観察するのは難しいが、10倍率程度のマイクロスコープでも、十分にタップ工具の状況が確認できる。

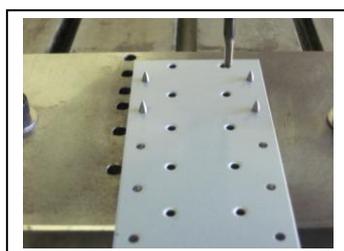


図 7-14 タップ加工試験

〈成果〉

現在では、SPCC基材を使用し、完全ドライ環境で200回の転造加工ができた。今後は、まず、1000回をめざし、次に10000回を実現していく。

7.2.4 これからの計画

10N 負荷で0.17の摩擦係数を出す被膜を創出しているので、中間層の強化により、高耐久性につなげる。例えば、Cr から CrN へ中間層を移行することで実現する。

第8章 テーラドコーテッド工具への展開

8.1 DLC 膜の耐剥離性・耐摩耗性評価試験

DLC 膜はトライボ特性に優れ、高面圧条件での使用にも期待が寄せられている。高面圧条件では、DLC 膜の剥離や摩耗が発生するが、その評価試験法としてせん断加工法を取り入れることを試みる。すなわち、せん断加工においては、工具の刃先が酸化膜を突き破り、高面圧条件の下、新生面と擦れ合いながら材料内に食い込み、最終的に材料をせん断するというトライボロジー的には過酷な摩擦条件となる。本研究では、この工具刃先のトライボ環境に注目し、DLC 膜の耐剥離性、耐摩耗性の評価に適用することを試みる。

表 8-1 DLC 膜および各種表面処理のコーティング条件

	コーティング名称	コーティング条件	膜厚
①	積層 A DLC	Cr→CrC→C: 6 層傾斜, 各層 5nm ナノ積層 (積層間隔: 10nm)	1 μm
②	積層 B DLC	Cr→CrC→C: 6 層傾斜, 各層 10nm	1 μm
③	神港 A PIG-DLC	中間層 CrN PIG プラズマ CVD 方式	3 μm
④	神港 B PIG-DLC	中間層 Ti PIG プラズマ CVD 方式	4 μm
⑤	ICS	不明	
⑥	神港 SBD-DLC	ホロカソード方式, 中間層なし	2 μm
⑦	神港 PIG 傾斜 DLC	PIG プラズマ方式, Cr→CrN→Cr: 1 μm 傾斜層 (Si/Si+C=15%の DLC) : 0.4 μm , DLC (C+H) : 2.8 μm , 硬度 2100HV	4.1 μm
⑧	神港 PIG 傾斜 DLC (Si)	PIG プラズマ方式, Cr→CrN→Cr: 1 μm 傾斜層 (Si/Si+C=15%の DLC) : 0.4 μm DLC (Si+C+H) : 3 μm → Si/Si+C=4%の DLC 硬度 1810HV	4.4 μm
⑨	神港 PIG 軟 DLC	PIG プラズマ方式, Cr→CrN→Cr: 1 μm 傾斜層 (Si/Si+C=15%の DLC) : 0.4 μm , DLC (C+H) : 2.8 μm , 硬度 1230HV	4.1 μm
⑩	神港 PIG 軟 DLC (Si)	PIG プラズマ方式, Cr→CrN→Cr: 1 μm 傾斜層 (Si/Si+C=15%の DLC) : 0.4 μm DLC (Si+C+H) : 3.1 μm → Si/Si+C=4%の DLC 硬度	4.5 μm

		810HV	
⑪	新コーティング膜	BN ナノ積層	
⑫	新コーティング膜	C r -N系インターレイヤー上にナノ積層 (5nm 間隔)	
⑬	新コーティング膜	C r N単層コーティング	
⑭	神港 c -BN	中間層 TiN	3 μ m

8.2 せん断条件

より過酷な摩擦状態とするために、本実験では被加工材として板厚 0.5mm のステンレス鋼板 SUS304 を用いた。また、金型は DLC コーティングに実績のある超硬合金とした。せん断加工はすべて無潤滑、すなわちドライの条件で実験を行った。金型の寸法は、ダイス径 15mm とし、パンチ径は 14.85mm とした。

一方、DLC 膜のコーティング条件を表 8-1 に示す。基材表面はサンドブラスト等であらすことなしに、ラッピング面とした。試料番号①から⑩までが DLC コーティング膜であり、残りの⑪から⑭の膜は、比較のために行った DLC 以外の表面処理膜である。ドライせん断加工に使用したプレス機械は(株)アイダエンジニアリング製 60 トンの一般的なクランクプレスとした。

8.3 評価法

せん断工具の寿命試験の評価方法は、連続 1,000 回のドライせん断加工を実施し、加工後の工具表面の DLC コーティング膜、あるいはその他の表面皮膜の剥離状況によって評価した。すなわち、パンチ側面の皮膜に注目し、加工後に皮膜が剥離せずに残っている割合 (皮膜の残存率) を求めることによって DLC 膜、および各種皮膜の耐剥離性と耐摩耗性の評価を行った。

8.4 実験結果

残存率を求めた結果を図 8-1 に示す。神港 PIG 傾斜 DLC⑦については、残存率 100% となっており、DLC 膜の耐剥離性、耐摩耗性が優れているのを確認することができる。また、顕微鏡の観察でも厳しい摩擦を受けたと思われるスクラッチ痕は観察されるものの DLC 膜がパンチ側面全体に亘って残存しているのが確認できた。今後、高面圧摺同部品への適用、あるいは無潤滑プレス加工、すなわちドライプレス加工工具への適用に期待が持てるといえよう。

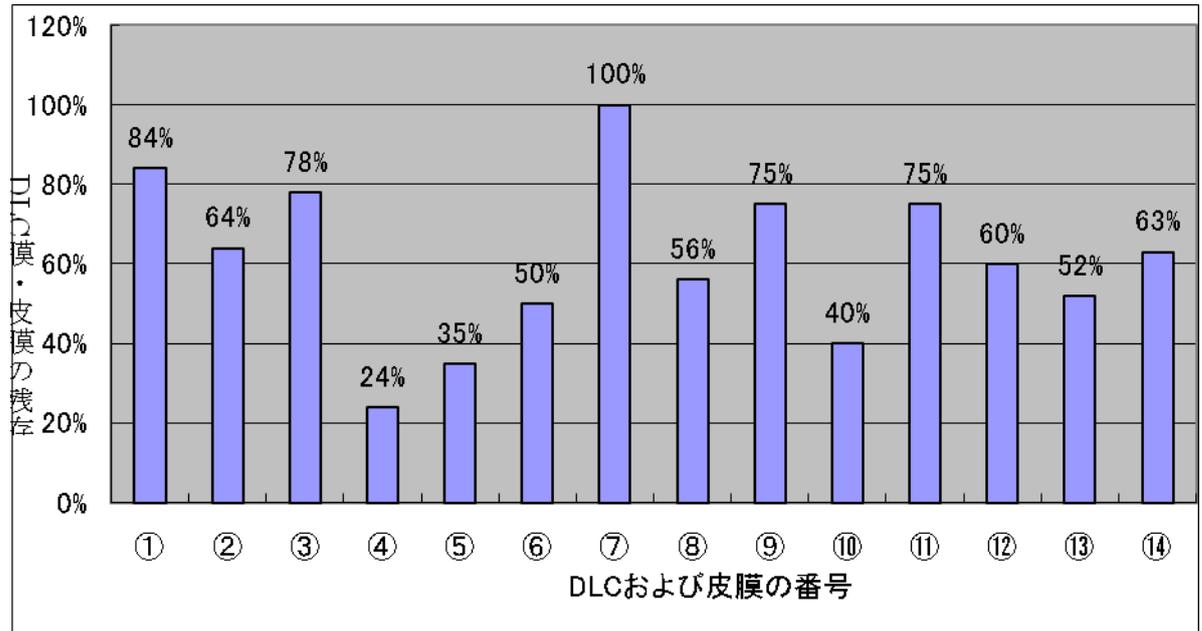


図 8-1 残存率測定結果

第9章 終わりに（実用化に向けて）

9.1 目的

平成19年4月～平成22年3月までの3年間、世界に誇りうる最先端技術テーラードコーティングの研究と技術習得をメンバーの協力のもとに取り組んできた。特にロボットの高精度位置決め技術における商品化において、環境にやさしい技術（オイルレス）用途に応じた下記の如く個別対応技術の確立とその応用部品化である。

- ① 高面圧・低摩擦条件の実現
- ② 低摩耗・低摩擦の実現
- ③ 高トラクション伝達、低摩耗の実現

9.2 成膜技術

DLC膜の個別対応技術「テーラードコーティング」レシピの標準化を確立したことである。

- ① ナノ積層構造
- ② ナノカラム構造
- ③ ナノ傾斜構造

9.3 成膜の種類

成膜レピシを使用目的に応じて使い分けることによって、DLC膜の実用効果の向上が図れる。本サポイン事業で装置の開発及び製作した研究設備は次の通りである。

- ① スパッタリング PVD 成膜装置（単層膜・積層膜）
- ② ナノカラム構造化のための電子ビーム装置
- ③ その他成膜後の評価試験装置等

9.4 サポイン終了後の研究開発実用化計画

本サポイン事業終了後も引き続き研究と成膜技術向上により実用化計画に基づき3企業とも連携して継続である。サポインで習得した技術を活用して各社が部品化技術、商品化へ今後とも実用化を目指して継続する。サポインのメンバーとの交流を図るとともに、サポインの管理法人を引受けてくれた大田区産業振興協会を中心として、開発した研究設備を有効に共同使用するに当たり取扱規定を設けて効率よく且有効利用して行く予定であり、現在の使用効率は100%である。

日本経済も停滞気味で雇用統計も最悪の状態が続き、まだ先行きの明るさは見えていませんが、この時期にこそ研究の成果を生かせるものと信じている。

まず、例えばC社の例では、

- ① ボールレスのスライドレールの開発

② ボールレスでの送りネジの開発（ボールネジに変わる駆動機構）

③ 何れの目標もオイルレス構造

現状では、ユーザーの期待に沿う耐剥離性の大きい長寿命のDLC膜が実用化されていない。このサポインで研究されているDLC膜は、

④ 単層膜に電子シャワーを当てる

するとDLC膜に垂直方向に強、弱のナノ柱が比較的規則正しく並んでいて、DLC膜厚の10%程のしなやかな弾力性を持った膜に仕上がる。更に本来DLC膜の持っている耐摩耗性が加わる。

⑤ 積層膜の1層当たり5nm、10nm単位で数百層の膜も可能である。

これらの特性を生かして、スライドさせる摺動部に成膜して、耐剥離性を持ち、摩擦磨耗特性、摺動特性共に優れたDLC膜を蒸着して省エネ、省資源化、オイルレス化を特徴としたスライドレール、送りネジを実用化させることを目標にしている。

今後10年の間には、DLC成膜は大きく進むであろうと考えており、成膜企業も今の10倍となる予想を立てている。10年後にはコスト競争も激化する。従って成膜装置のコストも抑えるための装置開発も必要である。又、世界トップ技術確立し、他社との差別化ができるように研究も続けなくてはならないと考えている。私たちサポインメンバーは互いに知恵を出し合い協力し合うことで、今の時代にでも発展できる可能性があると考えている。

最後に表9-1に平成21年度のDLC成膜技術の経過と平成22年度の実用化に向けての技術課題と解決スケジュール、平成22年度以降実用化計画予定の目標予定を示し、研究開発の遂行と販売計画を示した表9-2を添付した。（PL藤邨克之）

表 9-1 実用化に向けての技術課題と解決スケジュール

		H 2 1 年度	H 2 2 年度
高面圧・低摩擦	アドバイザー企業と協司でのテラードコーティングによるオイルレス摺動部品開発	ロボット用オイルレス摺動部品 ① グリース無しの1軸ロボット ② テラードコーティングによる各種オイルレス摺動機構開発 ③ オイルレス摺動機構の利用展開	川下企業のニーズに合わせた協同試作品の実用化試験 ① テラードコーティングの実用化試験 ② 試作部品のオイルレス化摺動試験 ③ 1軸ロボット試作品の長寿命化に向けての耐久試験 ④ コーティングのデータ
		新規事業化展開へ ① 高耐久性樹脂系パッキン ② 高耐久性金属系パッキン ③ 高温耐久性金属パッキン	オイルレス摺動部品化 ① テラードコーティング樹脂系パッキンの実証試験 ② テラードコーティング金属系パッキンの実証試験 ③ テラードコーティングパッキン部品の販売計画
		経済性と環境負荷 ① 薄膜化と機械特性の向上 ② 投下エネルギーの減少—装置提案 ③ 連続成膜方法—装置提案 ④ 容量の大型化—装置提案	省エネと環境負荷低減 ① テラードコーティング部品の実証試験 ② 省エネ化部品のデーターベースの確立と、成膜装置の提案 ③ テラードコーティングの提案とアドバイザー企業との試作部品の実証試験
低摩擦・低摩耗	アドバイザー企業と協司でのテラードコーティング情報のデーターベース化		テラードコーティング情報のデーターベース化とグループの共有化 アドバイザー企業と協司でのテラードコーティングによるオイルレス摺動部品開発
高トラクション伝達・低摩擦			

表 9-2 H 2 2 年度以降実用化計画予定表

事業項目	H22年度	H23年度	H24年度	それ以降
テーラードコーティング技術の水平展開	ドライ加工金型への展開	C-B-N系コーティングのテーラード化	コーティングの新装置提案	
スライドレールでの商品化 (セントラル技研)	川下企業との共同開発	実機搭載試験	製品化	
パッキン・シール材の商品化 (ティヴィバルブ)	耐久性データの蓄積・技術提案	川下企業との共同開発	実機搭載試験	製品化
ゴム系摺動部品・タップでの商品化 (守野工業)	川下企業との共同開発	実機搭載試験	製品化	