チューブスキャナの円運動による AFM ナノウェア試験方法

梅村 茂¹ 廣野 滋² 安藤 康子³ 金子 礼三⁴

¹千葉工業大学工学部精密機械工学科

²エス・ティ・ティ・アフティ株式会社

³日本電信電話株式会社サイバースペース研究所

⁴和歌山大学システム工学部光メカトロニクス学科

J. Japan Inst. Metals, Vol. 67, No. 6 (2003), pp. 286–290
Special Issue on Microtribology (Its Theory and Application to Materials Engineering)
© 2003 The Japan Institute of Metals

Nanowear Test Method by Using Circular Motion of Tube Scanner in AFM

Shigeru Umemura¹, Shigeru Hirono², Yasuko Andoh³ and Reizo Kaneko⁴

¹Department of Precision Engineering, Faculty of Engineering, Chiba Institute of Technology, Narashino 275–0016

²NTT AFTY Corporation, Mitaka 180–0013

³Cyber Space Laboratories, Nippon Telegraph and Telephone Corporation, Musashino 180–8585

⁴Department of Opt-Mechatronics, Faculty of Systems Engineering, Wakayama University, Wakayama 640–5810

Nanowear tests based on atomic force microscopy (AFM) can be used to evaluate the wear durability of surface layers at below ultralow load conditions. The test is effective for evaluating the tribological characteristics of ultrathin films, such as the protective overcoats for hard disk drives. However, the test is unsuitable for investigating the effects of sliding speed on nm-scale wear characteristics because the relative sliding speed between the stylus of an AFM cantilever and the sample surfaces is very low under the ordinary raster scanning conditions. Therefore, a nanowear test method with increased sliding speed was developed by using a circular motion of a tube scanner. As a result, a nanowear test with the sliding speed of 2×10^{-2} m/s was achieved. Sliding wear experiments on sputtered carbon films using a diamond stylus show that the wear depth of the films increased when the sliding speed was increased from 1×10^{-3} m/s to 1×10^{-2} m/s. Furthermore, experimental results suggest that a nanowear test with a sliding speed of the order of 10^{-1} m/s can be achieved with an appropriate selection of tube scanners and by increasing the power supply capacity for the tube scanners.

(Received January 9, 2003; Accepted March 14, 2003)

Keywords: wear, nanowear, atomic force microscopy, tube scanner, sliding, surface

1. ま え が き

原子間力顕微鏡 (AFM) を用いたナノウェア試験方法は、超軽荷重条件における表面層の耐摩耗性の評価が可能であり、磁気ディスク用保護膜などの極薄膜のトライボロジー特性評価に非常に有効である^{1–4)}。しかし、AFM の通常のラスタースキャンでは、探針・試料表面間の相対摺動速度は低速である。一般に、摩耗の状況は接触時の圧力と摺動速度によって大きく影響を受け、金属摩耗の場合には、圧力と摺動速度をパラメータとしてマイルドウェア、シビアウェアの領域分けがなされている。AFM を用いたナノウェア試験においても、荷重と摺動速度で摩耗がどのように変化するかを明らかにし、摩耗が極微少である条件を見いだすことができれば、接触記録方式など超低摩耗が必要な分野への応用展開が期待できる。AFM のラスタースキャンでは摺動速度が一定

になるようチューブスキャナ駆動には基本的に三角波を用いており、AFM ナノウェア試験を行う場合も、摺動速度が一定になる試験方法が望ましい。しかし、三角波駆動の場合は基本周波数の奇数次の高調波成分が駆動波に含まれるため、駆動周波数によってはチューブスキャナの共振が生じ、チューブスキャナが正常動作しなくなる。筆者らが使用している AFM 装置のチューブスキャナに外部から三角波を加えると、基本周波数約 60 Hz から共振の兆候がみられた。これをラスタースキャンの駆動限界と考えると、ラスタースキャン方式での最大摺動速度は 10^{-3} m/s のオーダーとなる。一方、チューブスキャナを正弦波で駆動すれば、チューブスキャナ共振周波数の近くまで駆動周波数を高めることが可能と考えられ、さらに、チューブスキャナを円運動させれば、摺動速度も一定に保てる。そこで、筆者らはこの点に着目して、AFM によるナノウェア評価で摺動速度の摩耗特性に及ぼす影響を検討するため、チューブスキャナの円運動によって摺

動速度を増大させる摩耗試験方法を試みた。

2. 実験方法

実験には光学顕微鏡一体型 AFM (オリンパス OMPM100), ダイヤモンド探針付きカンチレバー, 可変位相 2 出力発振器 (NF 回路設計ブロック 5610B), ピエゾ素子用増幅器 (メステック M-2633B) などを用いた。Fig. 1 に実験装置の概略を示す。なお, 本 AFM 装置で使用しているチューブスキャナは, スキャナの X^+ 端子, X^- 端子への印加電圧がそれぞれ $+220\text{ V}$, -220 V のとき最大 $15\text{ }\mu\text{m}$ 変位する仕様のものである (Y^+ 端子, Y^- 端子についても同様)。チューブスキャナを円運動させるときは, スキャナの X 端子, Y 端子に余弦波, 正弦波をかけ, 試料に円形もしくは円弧状の摩耗痕を形成した。試験後は, 試験時と同一探針を用いて通常のラスタースキャンで摩耗痕を観察した。

このチューブスキャナ円運動方式で摩耗試験を行う場合, AFM では荷重一定モードと高さ一定モードの 2 種類をとる。荷重一定モードでは, Z 方向のフィードバックのサーボ帯域の制限から円運動周波数が高くなるにつれて, 荷重は設定値からのずれが大きくなる。一方, Z 方向のフィードバックをかけない高さ一定モードでは, 試料傾きが荷重ばらつきの原因になるが, チューブスキャナ円運動時のカンチレバー変位より荷重を推定することができる。また, Fig. 1 に示す AFM 装置では, カンチレバーを積層型 PZT アクチュエータで Z 方向に微動させることが可能であり, これによって円運動時の荷重設定値も可変にできる。このため, 本検討でチューブスキャナ円運動時は高さ一定のモードを使用した。

摩耗試験用の試料には ECR スパッタ法によってシリコン基板上に成膜したカーボン薄膜 (膜厚: 40 nm) を用い, スキャナ円運動試験時の探針荷重は最大 $60\text{ }\mu\text{N}$ までとした。また, 本実験に使用したチューブスキャナの共振周波数は, 無負荷時で約 1.8 kHz , 試料と試料台をマグネットホルダでチューブスキャナ上に固定したときは約 1.4 kHz であった。試料表面の傷, 塵埃などをマーカとしてチューブスキャナ円運動時の試料の動きを光学顕微鏡で観察した結果, 約 1 kHz まではチューブスキャナは安定に円運動することを確認し

た。これから, 摩耗試験のチューブスキャナ円運動周波数は最大 1 kHz までとした。これについての測定結果は次項で述べる。

3. 実験結果と考察

3.1 チューブスキャナ円運動状態の観察

AFM 探針と試料を接触させた摩耗実験に先立ち, まず, チューブスキャナの円運動状態を AFM に備わっている光学顕微鏡で観察した。Fig. 2(a), (b), (c) にそれぞれ静止状態, 1 kHz で円運動, 1.6 kHz で円運動時の試料表面の拡大像を示す。なお, チューブスキャナへの印加電圧は 200 Vp-p である。Fig. 2(a) に表示されている試料上の塵埃, レンズ上の塵埃, 光変位センサのスポットを, Fig. 2(b) の像と比較

Fig. 2 Circular motion of tube scanner.
(a) Standing state.
(b) Circular motion at the frequency of 1 kHz .
(c) Circular motion at the frequency of 1.6 kHz .

Fig. 1 Schematic view of the experimental apparatus.

すると、レンズ上の塵埃は静止しているのに対し、試料上の塵埃が円形の軌跡をとってチューブスキャナが円運動していることがわかる。一方、チューブスキャナの共振周波数を越えた周波数では、Fig. 2(c)に示すように試料上の塵埃は移動しており、試料が共振の影響で移動したことがわかる。こ

れより、本実験での周波数上限はチューブスキャナの共振周波数より低めに 1 kHz とした。

3.2 摩耗試験結果

Fig. 3 に摩耗痕の例として、チューブスキャナの X 端子、Y 端子への印加電圧を 100 Vp-p、円運動周波数を 100 Hz、荷重 20~60 μN のときの摩耗痕形状を示す。Fig. に示すように円形の摩耗痕が観察される。この摩耗痕の直径は約 3.6 μm であり、このときの摺動速度は $1 \times 10^{-2} \text{ m/s}$ を上回っている。

摩耗痕の形状がねらい通りに円形となることが確認できたため、次に摩耗深さの荷重および駆動周波数依存性(摺動速度依存性)を検討した。Fig. 4 は最大荷重 20 μN 、駆動周波数 200 Hz のときのカンチレバー変位(Fig. 4(a))と円弧状の摩耗痕(Fig. 4(b))を示す。また、Fig. 5 は荷重 50 μN 、200 Hz のときのカンチレバー変位と円弧状の摩耗痕を示す。ここで、Fig. 4(a)および Fig. 5(a)は AFM 装置の変位センサで測定したカンチレバー変位のオシロスコープ写真であり、横軸は時間を示す。実験方法で述べたように、本検討では Z 方向のフィードバックをかけない高さ一定モードで実験を行った。そのため、試料の傾きがあると、チューブスキャナの

5x5 μm

Fig. 3 Typical circular wear mark.
(Load: 20~60 μN , frequency: 100 Hz, number of circular motions: 1×10^4).

(b)

5x5 μm

Fig. 4 Cantilever displacement signal and circular wear mark.
(Maximum load: 20 μN , frequency: 20 Hz, number of circular motions: 1×10^4).

(a) Cantilever displacement signal.
(b) Circular wear mark.

(b)

5x5 μm

Fig. 5 Cantilever displacement signal and circular wear mark.
(Maximum load: 50 μN , frequency: 20 Hz, number of circular motions: 1×10^4).

(a) Cantilever displacement signal.
(b) Circular wear mark.

円運動時に探針と試料表面が接触する場合と接触しない場合がありうる。Fig. 4(a)および Fig. 5(a)で、信号の水平部分が探針と試料表面が接触していない時間、上に凸の信号の部分が探針と試料表面が接触している時間を示す。チューブスキャナは円運動しているため、探針と試料表面が接触している時間のカンチレバー変位信号は正弦波の一部の形となり、その凸部の頂点で最大荷重がかかっていることになる。

次に円弧状の摩耗痕を見てみると、Fig. 4 の場合は(b)に示すように、摩耗痕は円周の約 1/3 である。これは Fig. 4(a)で探針が試料と接触している時間の割合と一致している。また、Fig. 5 の場合でも、円周に対する円弧状摩耗痕の割合は、探針が試料と接触している時間の割合と一致している。これらの探針接触時間と摩耗痕形状を考え合わせると、円弧状摩耗痕で最も深い箇所は円弧の中央部ではなく、その手前の荷重が最大値になる直前の箇所であるといえる。

以上のような探針を試料に部分的に接触させる摩耗実験を、円運動周波数 1 kHz まで、円運動の総回数 1×10^4 回までの条件で行った。その結果、Fig. 6 に示す荷重および摺動速度 v と摩耗深さ d の関係が得られた。ここで、荷重は Fig. 4(a)、Fig. 5(a)などに示すカンチレバー変位の最大値から求め、摩耗深さは Fig. 4(b)、Fig. 5(b)などに示す円弧状摩耗痕の最深部をとった。ここで、試料の摩耗が進行すればカンチレバー変位はその摩耗深さ分だけ小さくなるわけであるが、摩耗深さとカンチレバー変位の比は、Fig. 4～Fig. 6 のデータから計算すると $1/20 \sim 1/30$ の大きさである。そのため、ここでは摩耗進行に伴う荷重減少分は無視した。

Fig. 6 より、摺動速度 1×10^{-3} m/s と 1×10^{-2} m/s の間で摩耗深さが増大する傾向がみられる。

3.3 考 察

Fig. 6 に示したように、本実験では、摺動速度 1×10^{-3} m/s と 1×10^{-2} m/s の間で摩耗深さが増大する傾向がみられた。これは摩擦熱の影響の可能性があるため、接触面積を Hertz 接触面積の場合、およびその面積の半径が数分の 1 の場合を仮定し、以下の式⁵⁾によって摩擦熱による接触面の温度上昇を粗く見積もった。

$$\Delta T = \alpha \mu W v (J \pi r)^{-1} (2 \sigma k r)^{-1/2}$$

ここで、記号は下記の通りである。

ΔT : 周囲温度からの温度上昇分

α : 探針と試料への熱の伝達割合 (0.5 と仮定)

μ : 動摩擦係数 (0.3 と仮定)

W : 荷重

v : 摺動速度

J : 熱の仕事等量

r : 接触部の半径

σ : 冷却係数 (10^{-3} calcm $^{-2}$ °C $^{-1}$ s $^{-1}$ と仮定)

k : 探針の熱伝導率 (ダイヤモンド結晶の熱伝導率を使用)

上記の式による概算結果を Fig. 7 に示す。ここで接触面積は、Hertz 接触面積そのもの、Hertz 接触面積の半径が 2/3 (面積で 4/9) の場合、Hertz 接触面積の半径が 1/3 (面積で 1/9) の 3 種で計算した。このような接触面積を仮定した

Fig. 6 Relationship between wear depth of carbon films and sliding speed of diamond stylus.

Fig. 7 Estimated temperature of sliding surfaces.

のは、本実験でのダイヤモンド探針とカーボン薄膜の弾性接触を仮定した接触部全体で摩擦が生じているとは考えにくいためである。

Fig. 7 より、接触面積が Hertz 接触面積の半径の 1/3 で荷重が 50 μ N の場合、摺動速度 v が 4×10^{-3} m/s を上回ると、温度上昇 ΔT は 400 度に達する。また、接触面積が Hertz 接触面積の半径の 1/3 で荷重が 20 μ N の場合でも、摺動速度 v が 7×10^{-3} m/s を上回ると温度上昇 ΔT は 400 度を上回る。一般に、カーボン薄膜の熱によるグラファイト化は約 400°C で生じるといわれており、そのときは膜の耐摩耗性は低下する。Fig. 6 に示した摩耗深さの増大傾向は、荷重が 50 μ N で摺動速度 v が 2×10^{-3} m/s を上回ると顕著になっている。これより、著者らは Fig. 6 に示した摩耗深さの増大傾向は、摩擦熱の影響で膜構造が変化したためであり、このときの接触面の面積は Hertz 接触面積の 1 桁以下のサイズになっているであろうと考えている。

また、本実験での最大摺動速度は約 2×10^{-2} m/s であったが、より変位量の大きいチューブスキャナを選択、ピエゾ素子用増幅器の電源容量増によって、摺動速度を 10^{-1} m/s のオーダーまで増大させることは可能である。例えば、最大

印加電圧での変位が $90\text{ }\mu\text{m}$ のチューブスキャナを使用し(本実験で使用したチューブスキャナの変位の6倍), 駆動電圧を2倍にとれば(3.1項の実験は使用機器の電源容量制限により, チューブスキャナ最大駆動電圧の1/2で駆動), 両者の組み合わせで摺動速度は12倍になり, 摺動速度は $2\times 10^{-1}\text{ m/s}$ を上回る(チューブスキャナの共振周波数が大きく低下しないことを想定して). したがって, 以上のようなチューブスキャナ円運動方式により, ラスタスキャン方式に比べて摺動速度が2桁上回るAFMナノウェア試験が可能といえる.

4. あ と が き

AFMによるナノウェア評価で摺動速度の摩耗特性に及ぼす影響を検討するため, チューブスキャナの円運動によって摺動速度を上げる摩耗試験方法を試みた. その結果, 試料固定時の共振周波数が約 1.4 kHz のチューブスキャナを用いたとき, 駆動周波数約 1 kHz まで安定した円運動が可能であ

り, 最大 $2\times 10^{-2}\text{ m/s}$ の摺動速度のナノウェア試験を可能にした. スパッタカーボン薄膜とダイヤモンド探針の組合せの摺動実験では, 速度 $1\times 10^{-3}\text{ m/s}$ と $1\times 10^{-2}\text{ m/s}$ の間から摩耗深さが増大する傾向がみられた. これは摩擦熱の影響のためと考えられる. また, 本実験での摺動速度は最大 $2\times 10^{-2}\text{ m/s}$ までであったが, チューブスキャナの種類を選択, スキャナ駆動電源の容量増によって摺動速度は 10^{-1} m/s のオーダーまで達することが可能との見通しを得た.

文 献

- 1) R. Kaneko, S. Oguchi, T. Miyamoto, Y. Andoh and S. Miyake: STLE Special Publication SP-29 (1990) 31-34.
- 2) S. Umemura, Y. Andoh, S. Hirono, T. Miyamoto and R. Kaneko: Philos. Mag. **A74**(1996) 1143-1157.
- 3) S. Hirono, S. Umemura, Y. Andoh, T. Hayashi and R. Kaneko: IEEE Trans. Magn. **MAG34**(1998) 1729-1731.
- 4) S. Umemura, Y. Andoh, S. Hirono and R. Kaneko: IEICE Trans. on Electronics E81-C (1998) 337-342.
- 5) F. P. Bowden and D. Tabor: *The Friction and Lubrication of Solids*, (Oxford at the Clarendon Press, 1950) pp. 33-35.