2111 AFM を用いた CN_x 膜の Si₃N₄ 探針との付着力に及ぼす窒素中摩擦の影響The effect of friction in nitrogen gas on adhesive force between CN_x coating and Si₃N₄ AFM stylus

○正 野老山貴行 (名大) 正 梅原徳次 (名大)

Takayuki Tokoroyama, Noritsugu Umehara

Nagoya University, Furo-cho, Chikusa-ku, Nagoya, Aichi

To clarify the effect of shearing strength on superlow friction mechanism of CN_x coating, we compared between adhesive forces of Si₃N₄ AFM stylus to the surface of as-deposited CN_x and wear track of CN_x which showed friction lower than 0.01. Then, we investigated the effect of N₂ gas on the adhesive force of these surfaces, when N₂ gas was supplied to contact interface during measuring the adhesive forces.

(1) The wear track of CN_x which showed low friction in N₂ provided relatively lower adhesive force under N₂ blowing condition than under O₂ blowing condition. However, it was clear that the adhesive force of the wear track in air was almost the same as that of as-deposited surface.

(2) The surface roughness of the wear track decreased after sliding in N₂. However, we could not obtain obvious difference between the adhesive force of the wear track and that of the as-deposited surface in air.

Keywords: Carbon Nitride, Nitrogen, Adhesive force, Low friction, Shearing strength

1. 緒言

ダイヤモンドライクカーボン (DLC) 膜に代表される炭素系硬質薄膜は窒素雰囲気中において 0.1 を下回る非常に小さな摩擦係数を示すことが近年報告されている⁽¹⁾。これらの低摩擦機構として、水素含有 DLC 膜同士を摩擦する場合、接触する両面のカーボンのダングリングボンドに水素が吸着し、水素同士が反発力を持つために、摩擦係数が減少するというモデルと⁽²⁾、真空装置内での摩擦において、高真空状態から徐々に水素ガスを真空チャンバー内に導入することにより摩擦係数が減少するという実験結果から、DLC 膜の摩擦表面に吸着した水素が摩擦係数を減少させるというモデルが報告されている⁽³⁾。

一方、本研究で用いる CN_x 膜は窒素雰囲気中において相手材料に Si₃N₄ 球を用いた場合、摩擦係数が 0.01 を下回ることが報告されている⁽⁴⁾。この低摩擦モデルとして摩擦に伴い CN_x 膜極表面にせん断抵抗の低い層が形成されていることを報告した⁽⁵⁾。しかし、この低摩擦表面を大気中に暴露し摩擦試験を行うと、元々の CN_x 膜表面の摩擦係数と同じになる。以上のことから CN_x 膜の低摩擦を阻害する要因として酸素や水分が考えられ、これらが低摩擦となった CN_x 膜表面に吸着することにより相手材料との付着力を増加させたものと考えられる。そこで、窒素中摩擦後の CN_x 膜表面と元々の CN_x 膜表面の付着力を原子間力顕微鏡 (AFM) のフォースカーブ測定により求め摩擦前後の付着力変化を明らかにした。また、CN_x 膜表面の付着力に及ぼす窒素ガスの影響を明らかにするため、窒素ガスを AFM カンチレバー先端に吹き付けながら付着力測定を行った。

2. 試験片及び実験方法

CN_x 膜はイオンビームミキシング (IBAD) 法により Si(100) 基板上へ 100 nm の膜厚で成膜をした。この CN_x 膜を窒素雰囲気中において Si₃N₄ 球と摩擦試験を行い、0.01 以下の超低摩擦となるまで摩擦し摩擦面を作製した。摩擦試験は真空チャンバー内を一度ロータリーポンプによ

り 0.1 Pa まで排気した後 1×10⁵ Pa まで窒素を置換した雰囲気で行った。垂直荷重 0.1 N、すべり速度 0.13 m/s で一定とした。

摩擦試験後の CN_x 膜表面を真空チャンバーから取り出すと、表面は大気中の酸素や不純物が吸着し汚染されるため、付着力測定前に AFM (SII 社製 SPA400) の表面走査を窒素吹き付け下においてくり返し行い、吸着物を取り除いた。低摩擦となった CN_x 膜表面及び元々の CN_x 膜表面の Si₃N₄ 探針に及ぼす付着力を先端曲率半径約 10 nm の探針を用い AFM によるフォースカーブ測定を行った。測定は窒素ガス及び酸素ガスを AFM の探針先端に向け流速 5 l/min にて吹き付け、探針を試験片表面に押しつけた後引き離す際の力を測定した。付着力測定では探針先端の鋭さが測定値に大きな影響を及ぼすため、相対評価を行った。

3. 実験結果及び考察

3. 1 摩擦試験結果

図 1 に窒素中において低摩擦面を得るために Si₃N₄ 球とくり返し摩擦試験を行った結果を示す。図に示すように摩

Fig.1 Friction behavior of CN_x coating sliding against Si₃N₄ ball as a function of sliding cycles.

Fig.2 AFM images of the wear tracks on CNx coating (a) before sliding, (b) after sliding in N₂.

摩擦係数は0.01程度までくり返し摩擦により減少した。図2に摩擦前後のCNx膜表面AFM像を示す。図は摩擦面内の任意の一部を□500 nmの範囲で走査した結果である。摩擦前に比べると摩擦後の表面は細かなくぼみが無くなっていることがわかる。表面粗さは摩擦前後で最大高さ粗さが0.95から0.61nmに、中心線平均粗さが0.12から0.10にいずれも減少していた。

3. 2 付着力測定結果

得られた低摩擦面と元々のCNx膜表面のSi₃N₄探針に及ぼす付着力を窒素吹き付け中、及び酸素吹き付け中で測定した結果を図3に示す。窒素中で摩擦し低摩擦となった表面は窒素吹き付け中の方が酸素吹き付け中よりも付着力が小さかった。また、元々のCNx膜表面も窒素吹き付け中の方が酸素吹き付け中よりも付着力が小さく、いずれも付着力に及ぼす吹き付けガス種の影響の傾向は同じであった。

窒素中低摩擦となったCNx膜表面の窒素吹き付け中における付着力が本条件内で最も小さく、窒素ガス吹き付けにより付着力が低下したことが明らかとなった。

図4は元々のCNx膜と窒素中低摩擦となった表面の大気中での付着力測定結果を示す。CNx膜の表面粗さは摩擦により減少したが、大気中での付着力は元々のCNx膜とほぼ同じであった。

4. 結言

CNx膜の窒素中における超低摩擦機構を明らかにするため、窒素中摩擦前後のCNx膜表面の付着力測定を行い、

Fig.3 The adhesive forces of (a) wear track under N₂ gas blowing, (b) wear track under O₂ gas blowing, (c) as-deposited CNx under N₂ blowing, and (d) as-deposited CNx under O₂ blowing.

Fig.4 The adhesive forces of (a) as-deposited CNx in air, (b) wear track in air.

窒素中におけるCNx膜とSi₃N₄球の摩擦がCNx膜の付着力に及ぼす影響を明らかにした。得られた主な結果を示す。

- (1) 窒素雰囲気中において低摩擦となったCNx膜表面とSi₃N₄探針との付着力は、窒素吹き付け中において、大気吹き付け中に比べ減少した。また、同じ低摩擦表面の付着力を大気中で測定すると、元々のCNx膜を大気中で測定した場合とほぼ同じであることがわかった。
- (2) CNx膜の表面粗さは窒素中摩擦により減少したが、大気中における付着力に影響はなかった。

参考文献

- (1) A. Erdemir, A. Kovalchenko, M.J. McNallan, S. Welz, A. Lee, Y. Gogotsi, B. Carroll., Surf. Coat. Technol., 188-189 (2004) 588-593.
- (2) J. Fontaine, C. Donnet, A. Grill, T. LeMogne., Surf. Coat. Technol., 146-147 (2001) 286-291.
- (3) A. Erdemir, Surf. Coat. Technol., 146-147 (2001) 292-297.
- (4) N. Umehara, K. Kato, T. Sato., Proc. Int. Conf. Metallurgical Coat. Thin Films (1998) 151.
- (5) T. Tokoroyama, T. Nakamura, N. Umehara., Proc. ICMMDT 2005 Seoul (2005) 24.