

機関番号：15401

研究種目：基盤研究（C）

研究期間：2008～2010

課題番号：20560134

研究課題名（和文） ナノ突起界面制御技術による超低摩擦係数 SiC 薄膜の高密着力化

研究課題名（英文） Increase in Adhesion Strength of SiC Film with Super Low Friction Coefficient by Formation Technique of Nano-precipitates at Interface

研究代表者

加藤 昌彦 (MASAHIKO KATO)

広島大学・大学院工学研究院・准教授

研究者番号：70274115

研究成果の概要（和文）：本研究では、微細円錐状突起物のアンカー効果を利用してスパッタ薄膜のはく離強度を向上させることを試みた。工具鋼基板(JIS:SKH51)表面を種々の条件でスパッタエッチングして円錐状突起物を形成させ、エッチング条件と突起物形状の関係を調べた。その結果、突起物の高さおよび半径は、エッチング時間、出力、および真空度により制御可能であることを明らかにした。また、円錐状突起物を形成させた基板上にヘリコンスパッタ装置を用いてアモルファス SiC 薄膜を形成し、はく離強度をマイクロエッジインデント法により評価した結果、はく離強度は、微細突起物の寸法・密度により変化することを明らかにするとともに、最適な条件においてはく離強度を大きく向上させることに成功した。

研究成果の概要（英文）：In this research, improvement of delamination strength of sputtered film was attempted by utilizing an anchor effect of fine conical precipitates formed at interface. Fine conical precipitates were formed on a tool steel substrate(JIS: SKH51) by sputter etching treatment under various conditions, and the relationship between the etching condition and shape of the precipitates was investigated. The result showed that height and radius of the precipitates was controllable by etching time, power, and pressure. The delamination strength of the amorphous SiC film formed on the substrates with fine conical precipitates using helicon sputtering apparatus was measured by micro edge-indent method. The delamination strength of the SiC film varied with the size and density of the precipitates, and exceeded that of un-etched specimens, when appropriate size precipitates were formed on the substrate.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2008年度	1,300,000	390,000	1,690,000
2009年度	700,000	210,000	910,000
2010年度	1,500,000	450,000	1,950,000
年度			
年度			
総計	3,500,000	1,050,000	4,550,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学・設計工学・機械機能要素・トライボロジー

キーワード：SiC 薄膜, はく離強度, 界面制御, アンカー効果

では、ヘッドがディスクに接触して記録面が傷つき、記録内容が損失することを防ぐため、硬度および摩擦係数が優れているダイヤモンドドライカーボン (DLC) コーティングが広く行なわれている。しかしながら、ヘッドの移動時や外部からの振動により、ヘッドがディスク表面に接触すると、はく離強度のあまり高くない DLC 薄膜が部分的にはく離する場合がある。近年の記録密度の向上は著しく、従来限界といわれていた 100Gbit/in² を、垂直磁気記録方式の採用により突破し、テラバイトの記憶容量が現実となるに至っている。このため、従来は問題にならないほどの微細領域の薄膜のはく離が、記録内容の読み取りに問題をおよぼすようになってきている。薄膜のはく離を防ぐには、薄膜の摩擦係数を下げて、界面に作用する応力を低減させること、および膜自体のはく離強度をあげることが重用である。

炭化ケイ素(SiC)は、DLC に匹敵する耐摩耗性を有しているが、摩擦係数が 0.5 以上と DLC の 0.1 に比べて高いので、耐摩擦コーティング材料として注目されることはなかった。しかし申請者は、これまでの研究 (若手研究(B): 課題番号 15760542, および基盤研究(C): 課題番号 18560134) において、ヘリコンスパッタ装置を使用して SiC とチタンを同時スパッタすれば、表面が極めて平滑で、摩擦係数が 0.05 以下である薄膜を作製可能であることを発見するとともに (右図 1 に断面写真を示す)、低摩擦係数の発現には極めて微細な摩耗粉の生成が重要であることを明らかにしている。

一方、本研究により、SiC 薄膜のはく離強度は必ずしも十分ではないことも明らかとなった。薄膜のはく離強度を改善させる一般的な方法は、中間層を多層挿入することであるが、この方法では中間層の分だけヘッドと磁気層の距離が増加するので、記録密度の低下を招く。

申請者はまた、これまでの研究で、金属をある条件でスパッタエッチングすることにより、表面に直径 1 μm 以下で先端が極めて鋭い円錐状突起の形成に成功している (図 2 に表面写真を示す)。微細突起物を基材表面に形成させたのち成膜すれば、膜厚を増加させることなく、突起のアンカー効果によりはく離強度を著しく向上させることができると考えられる。さらに、薄膜の摩擦係数を 0.01 程度にまで低下させることができれば、ヘッドとディスクを離す必要がなく、常時接触が可能となる。これら 2 つが実現されれば、記録密度が飛躍的に増加する。

2. 研究の目的

本申請課題では、これまでの研究で得られた発見をもとに、超低摩擦係数をする SiC 薄膜

のはく離強度の改善を目指し、①基材のスパッタエッチングにより微細突起を形成させ、②作成した薄膜のはく離強度を、申請者が提案したマイクロエッジインデント法で定量的に評価することを目的とする。

3. 研究の方法

基板材料として、厚さ 1mm の高速度鋼 (JIS:SKH51) を用いた。Ar 雰囲気中で固溶化熱処理 (1323K, 3.6ks, 水冷) ののち、表面をバフ研磨により鏡面に仕上げた。これにマグネトロンスパッタ装置を使用して、圧力 p 、出力 P および時間 t を変化させてスパッタエッチングすることにより、種々の寸法の微細円錐状突起物を形成させた。

微細円錐状突起物を形成させた基材への SiC 薄膜のコーティングにはヘリコンスパッタ装置 (日本真空技術 (株) 製: MSP-2000-HC3-S2) を用い、膜厚 $B_1=3\mu\text{m}$ に成膜した。

マイクロエッジインデント法の概略を Fig. 1 に示す。Fig. 1(a) に示すように集束イオンビーム装置 (FIB) により、試験片表面に直線溝をつけたのち、溝の縁から距離 x の

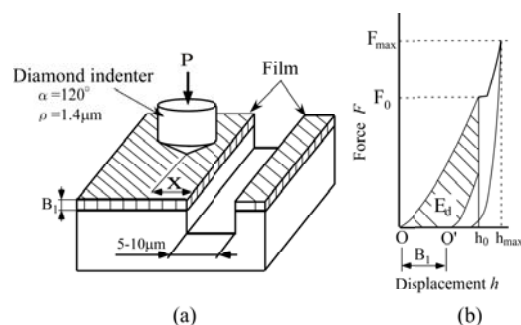


Fig.1 Micro edge-indent test method. Schematic diagram of (a)indent apparatus, and (b)load-displacement curves.

位置に、マイクロインデント (アカシ (株) 製: MZT-4) により円錐形ダイヤモンド圧子 (頂角 $\alpha=120^\circ$ 、先端曲率半径 $\rho=1.4\mu\text{m}$) を押し込んで薄膜をはく離させた。なお、負荷速度 v は 10mN/s、最大試験力 F_{max} は 1N とした。

マイクロエッジインデント試験により得られた試験力 F -圧子変位 h 曲線の代表例を Fig. 1(b) に示す。 F の増加に伴い h も増加するが、 F_0 に達すると薄膜をはく離して h が急激に増加する。薄膜をはく離した後も、最大試験力 F_{max} まで圧子が押し込まれる。この F - h 曲線から、薄膜のはく離エネルギー E_d を次式により算出した。

$$E_d = \frac{\int_0^{h_0} F dh - \int_0^{h_0-B_1} F' dh}{S}, \theta = \tan^{-1} \frac{S}{x^2} \quad (1)$$

ここで、 h_0 は薄膜はく離力 F_0 までの変位、 2θ は、はく離部分 (その面積を S とする) を二等辺三角形で近似したときの頂角である。ま

た、上式の分子第2項は、押し込み深さが膜厚 B_1 を超えたときの補正項で、基板の試験力 F' -変位 h 曲線をもとに、基板の変形に要するエネルギーを全エネルギーから差し引く。

4. 研究成果

基材を種々の圧力 p 、出力 P および時間 t でスパッタエッチングしたのち、表面を電子顕微鏡 (SEM) で観察した結果を Fig. 2 に示す。いずれにおいても表面には円錐状の微細突起物が形成される。その寸法および寸法のばらつきはスパッタエッチング条件により異なる。以降で

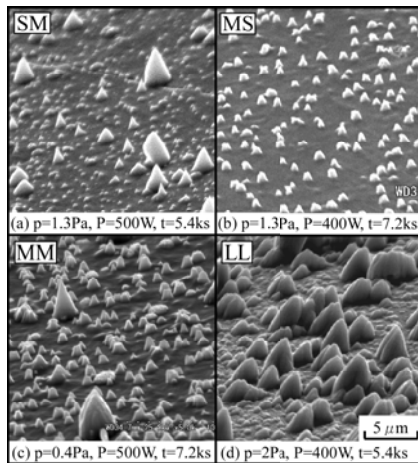


Fig.2 SEM images of sputter-etched substrate.

Table 1 Height, radius and aspect ratio of conical precipitates.

	Height, h [μm]			Radius, r [μm]			λ (h/r) ave
	ave	min	max	ave	min	max	
MS	0.97	0.35	1.49	0.44	0.28	0.64	2.20
SM	0.57	0.14	2.76	0.28	0.09	1.53	2.04
MM	1.08	0.39	5.31	0.44	0.18	1.89	2.44
LL	1.24	0.21	4.71	0.75	0.17	2.38	1.65

は、突起物の平均寸法およびそのばらつきで表示する (L, M, S は、それぞれ大中小に対応する)。

Fig. 2 で観察される突起物の高さ h 、底面半径の平均、最大、最小値、および平均アスペクト比 (h/r) を Table 1 に示す。いずれにおいても h の平均値は膜厚 ($3\mu\text{m}$) 以下であるが、MS 基材以外では、 h の最大値が膜厚程度または膜厚以上である。一方、 λ はいずれの基材でも $1.5\sim 2.5$ の範囲内である。

スパッタエッチングした基材に SiC 薄膜をコーティングした結果、微細円錐状突起物の寸法のばらつきが最も小さい (すべての突起物の高さが膜厚以下) MS 基材、および膜厚以上の高さの突起物が多数存在する LL 基材では成膜可能であったが、SM および MM 基材では、成膜直後に薄膜ははく離した。

SiC 薄膜を成膜可能であった MS 基材、LL 基材、および比較材として未スパッタエッチング基材について、マイクロエッジインデ

ント試験を行ったのちの表面の様子を Fig. 3 に示す。いずれも SiC 薄膜は、圧痕を頂点として三角形にはく離する。はく離面を詳細に観察すると、MS 基材試験片では、微細突起物が残留しているが、LL 基材試験片では、突起物が脱落している。

Fig. 4 に、マイクロエッジインデント試験で得られた試験力 F -圧子変位 h 曲線を示す。未スパッタエッチング基材試験片では、SiC 薄膜のはく離に対応する圧子変位の

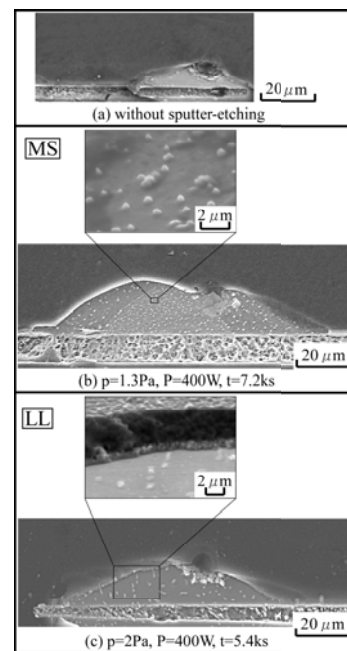


Fig.3 SEM images of specimens after micro edge-indent test.

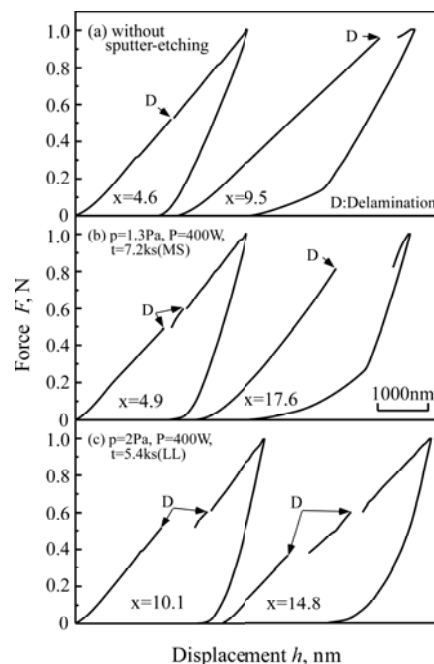


Fig4. Force-displacement curves.

不連続増加が1箇所存在するが、MS 基材および LL 基材試験片では2箇所認められる場合がある。SiC 薄膜のはく離過程は、圧子押し込みにより発生したき裂が界面を進展することにより起こるので、圧子変位の不連続増加は界面き裂の不安定伝ばに対応すると考えられる。界面に微細円錐状突起物が存在しない基材(未スパッタエッチング基材)の場合、一旦界面き裂が不安定伝ばを開始すると、停止することなく SiC 薄膜を完全にせん断はく離させるが、界面に微細突起が存在する場合は、界面き裂が不安定伝ばを開始しても停止する場合があることを示唆している。

はく離時の試験力 F_0 、はく離面積 S および式(1)を用いて算出したはく離エネルギー E_d と、圧子押し込み位置のエッジからの距離 x の関係を Fig. 5 に示す。 F_0 は、未スパッタエッチング基材および LL 基材試験片では、 x に比例して増加するが、MS 基材試験片では、 x が 5 より大きくなると、増加の程度が小さくなる。一方、 S は、基材によらず x の 2 乗に比例した一本の曲線で表せる。未スパッタエッチング基材および LL 基材試験片の E_d は、 x によらずほぼ一定である。一方、MS 基材試験片の E_d は、 x が $5\mu\text{m}$ では、未スパッタエッチング基材のそれよりも大きい、 x の増加に伴い低下する。MS 基材試験片のはく離面には微細円錐状突起物が残留していることより、SiC 薄膜は微細円錐状突起物の斜面に沿って押し上げられるようにはく離すると考えられる。

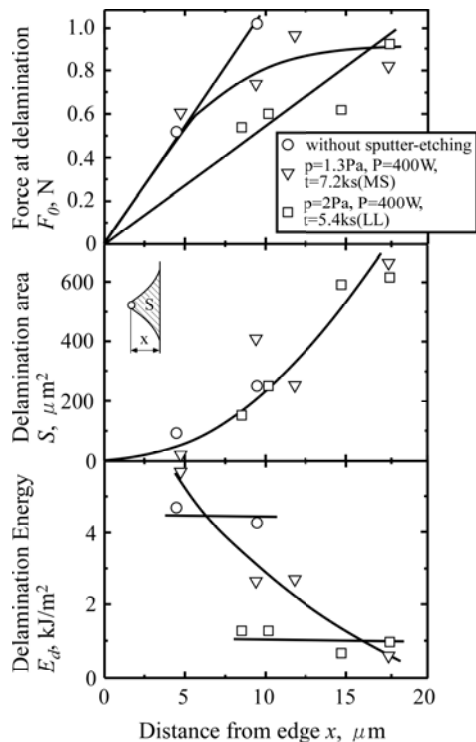


Fig5. Influence of indentation distance from edge on force at delamination, delamination area and delamination energy.

したがって、 E_d が低下したのは、 x が増加するほどこの影響が顕著になるためと考えられる。

以上、本研究より、中間層を用いることなく突起のアンカー効果のみではく離強度を向上可能であることが証明できた。

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 1 件)

1. Masahiko KATO, Koumei FUJIOKA, Hiroyuki AKEBONO and Atsushi SUGETA, Measurement of Delamination Energy of Sputtered SiC Film Coated on Tool Steel Substrate, Journal of JSEM, vol.10, 査読有, 2010, pp.141-145

[学会発表] (計 5 件)

1. 加藤昌彦, 林真人, 曙紘之, 菅田淳, SiC スパッタ薄膜のはく離強度に及ぼす界面微細突起物の影響, 日本材料学会第 59 期学術講演会, 2010 年 5 月 22 日, 北海道大学
2. Masahiko KATO, Masato HAYASHI, Hiroyuki AKEBONO and Atsushi SUGETA, Improvement of Delamination Energy of Sputtered SiC Film by Forming Conical Precipitates at Interface, 4th International Symposium on Advanced Fluid/Solid Science and Technology in Experimental Mechanics, Nov 28 2009, Niigata

[その他]

ホームページ等

6. 研究組織

(1) 研究代表者

加藤 昌彦 (MASAHIKO KATO)
 広島大学・大学院工学研究院・准教授
 研究者番号: 70274115

(2) 研究分担者

菅田 淳 (ATSUSHI SUGETA)
 広島大学・大学院工学研究院・教授
 研究者番号: 60162913

曙 紘之 (HIROYUKI AKEBONO)

広島大学・大学院工学研究院・助教
 研究者番号: 50447215

(3) 連携研究者

()

研究者番号: