

## 原子間力顕微鏡のプローブ表面材質による凝着力測定への影響

Effect of probe surface material on adhesion force measurements using atomic force microscopy.

日本製鉄（正）\*菊地 なつみ

Natsumi Kikuchi

Nippon Steel Corporation

### 1 はじめに。

凝着力はミクロスケールにおいて摩擦や摩耗といったしゅう動現象とも相関があることが明らかになっており<sup>1,2)</sup>、しゅう動特性を制御するうえで重要な因子である。原子間力顕微鏡（以下 AFM と記載）や表面力測定装置などを用いることで、測定端子と測定対象サンプルの間の凝着力を測定できることがわかっている<sup>1,3-5)</sup>。工業製品に深く根付いている鋼材の凝着力に関する研究事例は少ないが、著者らは鋼材の凝着力に及ぼす鋼材組織の影響を調査してきた<sup>6)</sup>。実際の工業製品において鋼材は様々な金属との接触・凝着を伴いながら使用される中で、相手材による鋼材の凝着力の変化や、その凝着力測定方法が課題の一つであった。

AFM は Fig.1 に示すような構造になっており、プローブの先端を評価材料表面に近づけ、原子レベルの力を検知し、原子レベルで表面形状や表面特性を測ることができる装置である。一般的に AFM のプローブは Fig.1 中のように先端が針状になっており、材質は Si や単結晶ダイヤモンド、DLC コーティングをしたもののが一般的である。一方、鋼材のしゅう動部品は同じく金属でできた相手材としゅう動しており、実際の凝着現象に合わせた凝着力測定を行うには、金属製のプローブを相手として測定する必要がある。しかし、一般的な市販の金属プローブは先端に Au コロイドを付けた Au プローブしかなく、実際の工業製品に使われる Al や Cu、Fe といった材質のものは無い。そこで今回は、AFM 測定で金属同士の凝着力を測定するため金属プローブを作製し、凝着力測定を行った。本報告では金属（Al, Au 蒸着）プローブと市販の Au プローブで対純 Fe の凝着力測定を行い、プローブ表面材質による影響があるのか調査した結果について述べる。

### 2 試験内容

金属プローブは用途に応じて FIB 加工や蒸着法等により作製が試みられてきた<sup>7,8)</sup>。本検討では蒸着法を参考にし、Au や Al の金属プローブを作成した。蒸着法で作製した金属プローブが正しく作製できているか確認するため、市販の金属プローブも比較として用いた。

凝着力測定はオックスフォードインストルメンツ社製 AFM を用いて、Ar ガス雰囲気下で対純 Fe にて行った。凝着力測定に利用した Force 測定は、タッピングしながら試料表面に接触するカンチレバーに作用する力を測定することで凝着力を得ることができる。Fig.2 に Force 測定におけるカンチレバーの動きおよび AFM で測定されるフォースカーブの概略を示す。カンチレバーが完全に脱離した際の値 (Fig.2 中 v の値) を凝着力としている。測定箇所 1 箇所につき 3 回以上、3 箇所以上で測定を行った。荷重は 50nN とした。

測定対象の純 Fe（市販品、純度 99.99%）の測定面表面は #1200 まで研磨し、表面平滑の為最後に Ar イオンビーム加工を行った。この加工は Ar イオンビームを試料に対し垂直方向から角度 80° 以上で照射して研磨する手法で、主に機械研磨による歪み除去や表面の平滑化の目的で用いられる<sup>9,10)</sup>。

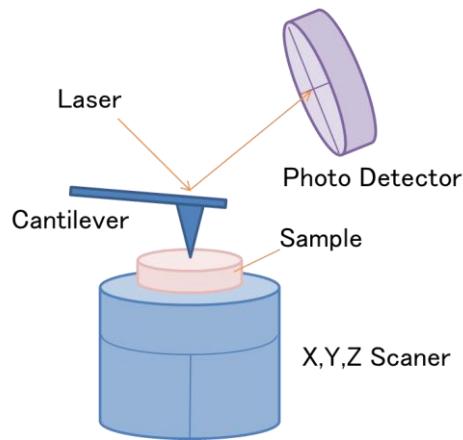


Fig. 1 Schematic diagram of AFM.

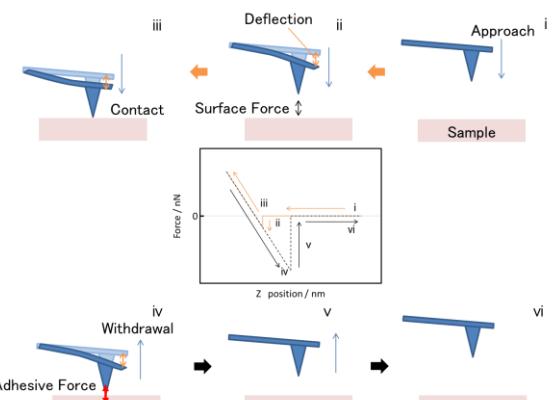


Fig. 2 Schematic diagram of force curve and probe on Force mode.

### 3 結果および考察

Fig.3 の棒グラフの左から順に、市販の Au プローブ（「Au」と記載）、Au 蒸着したプローブ（「Au'」と記載）、そして Al 蒸着したプローブ（「Al'」と記載）を用いて純 Fe の凝着力を測定した結果を示す。凝着力は見かけの接触面積に比例する<sup>11)</sup>とされている。各プローブは接触面積が異なるため、今回はヘルツ接触理論から見かけの接触面積を計算して、市販の Au プローブを基準にして規格化し、凝着力を換算した。

まず市販の Au プローブと Au 蒸着したプローブを比較すると若干後者の方が小さいものの測定誤差を考慮するとほぼ同等の結果となった。つまり作製手法に依らず、プローブ表面の材質が同一で接触面積も同じであれば、同等の凝着力が得られると言える。次に Au 蒸着したプローブと Al 蒸着したプローブを比較すると後者の方が凝着力は約 2.2 倍大きくなつた。これはプローブ表面材質による影響と考えられ、Al は Au よりも Fe に凝着しやすいということが実験的にわかつた。このことから、プローブ表面材質を変える本手法によって実態の系に近しい凝着力を測定できると考えられる。

### 4 まとめ

AFM 測定で金属同士の凝着力を測定するため金属プローブを作製し、凝着力測定を行つた。金属（Al、Au 蒸着）プローブと市販の Au プローブを用いて、対純 Fe の凝着力を測定した結果、凝着力はプローブ表面の材質によって異なることを明らかにし、特に Al は Au よりも Fe に凝着しやすいということが実験的にわかつた。このことから、プローブ表面材質を変える本手法によって実態の系に近しい凝着力を測定できると考えられる。

### 文献

- 1) H. Mishina and A. Hase: Effect of the adhesion force on the equation of adhesive wear and the generation process of wear elements in adhesive wear of metals, Wear, 432-433, (2019) 202936.
- 2) Y. Ando and J. Ino: Friction and pull-off forces on submicron-size asperities, Wear, Elsevier, Amsterdam, (1998), 216.
- 3) 角田和雄: “マクロとマイクロのトライボロジー その誕生と未来, 日本ゴム協会誌, 72, 4, (1999).
- 4) 安藤泰久: マイクロトライボロジー入門, 米田出版(2009).
- 5) 梅村茂, et al.: AFM を用いた極薄膜の密着性と耐摩耗性の評価, トライボロジスト, 46, 6 (2000) 439.
- 6) 菊地なつみ: 純鉄における結晶面方位ごとの摩擦力および凝着力の評価, トライボロジスト, 69, 4 (2024) 312.
- 7) 大道英二, et al.: バイメタルカンチレバーを用いた熱的検出高周波 ESR 測定法の開発, 日本物理学会第 70 回年次大会概要集, (2015).
- 8) 市村垂生, et al.: 局在表面プラズモンを利用した超解像顕微分光とイメージング, 分光研究, 64, 6, (2015), 582.
- 9) 金子朝子, et al.: イオンミリング装置の機能紹介と応用事例, 表面技術, 66, 12, (2015) 581.
- 10) 大上悟: EBSD による各種めつき被膜断面の結晶方位測定について, 表面技術, 66, 12, (2015) 586.
- 11) Y. Ando, et al.: Friction and pull-off forces on submicron-size asperities, Wear, 216, 115-122 (1998).

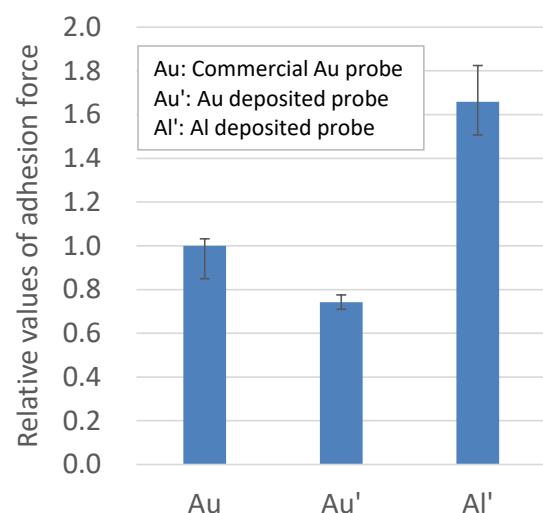


Fig.3 Adhesion force of pure iron using various probes.