

二硫化モリブデン添加による TiN 薄膜の低摩擦化

榊 岳史*¹ 神崎 昌郎*²

Reduction in Friction of TiN Thin Film by Molybdenum Disulfide Addition

by

Takashi SAKAKI and Masao KOHZAKI

(Received on March 31, 2006 & accepted on June 3, 2006)

Abstract

Molybdenum disulfide (MoS₂) was added to TiN films to reduce the friction coefficient of the films. TiN and TiN-MoS₂ thin films were formed by magnetron sputtering. We investigated the crystallinity and chemical bonding states of the TiN-MoS₂ composite thin films by X-ray diffraction (XRD) analysis and X-ray photoelectron spectroscopy (XPS). The adhesive strength and friction coefficients of the TiN and TiN-MoS₂ thin films were evaluated by scratch tests and ball-on-disk friction tests, respectively. The scratch tests revealed that the adhesive strength of the TiN-MoS₂ composite thin film was as high as that of the TiN thin film. Moreover, a decrease in the friction coefficients was observed owing to MoS₂ addition in an ambient atmosphere. Therefore, the TiN-MoS₂ composite thin film is thought to be a new candidate for lubricious hard coating.

Key words : Magnetron sputtering, TiN-MoS₂ composite film, Molybdenum disulfide

1. 緒言

現在、気相合成法などの表面被覆技術を用いて形成された硬質膜は、自動車などの機械部品の摺動部に応用され、摩擦や摩耗を軽減することにより、エネルギーロスの低減や機械の信頼性向上に貢献している¹⁾。

硬質膜の中では TiN (窒化チタン) 膜や DLC (Diamond Like Carbon) 膜が代表的なものである²⁾。特に、TiN 膜は高硬度 (ピッカース硬さで 2500 程度)、高密着力で耐摩耗性に優れ、化学的にも安定である等の優れた特性を有しているため、現在では主に切削工具や機械部品などの摺動部に幅広く利用されている。さらに今後は、ピストンリングや軸受など多岐に渡って応用範囲が拡大し、今以上の高温雰囲気中や長時間の摺動など、より厳しい環境下で使用されることが予想される。

その一方で、TiN 膜は低摩擦特性を有する DLC 膜や MoS₂ (二硫化モリブデン)³⁾膜と比較すると、摩擦係数が高いという問題を抱えている。したがって、現在の重要課題である環境問題の改善を目指した摺動部のオイルフリー化や、機械部品の長寿命化によるコストダウンなどに対応するためには、TiN 膜の摩擦特性を改善し、TiN 膜の持つ現存の諸特性よりもさらに高性能化させることが必須である。

近年、TiN 膜の高性能化を目指して、TiN に C や Cr などの元素を添加し、耐熱性や耐食性の向上を図った TiCN や TiCrN などの新規 TiN 系硬質膜も創成されている⁴⁾⁵⁾。しかし、このような元素置換を行った場合でも TiN の耐熱性等の向上は可能であるが、低摩擦化は十分には実現できていないのが現状である。したがって、単なる元素添加・元素置換ではなく、他の物質との複合化により TiN 膜の低摩擦化を目指すのが有効と考えられる。これまで

にも低摩擦化を図るため、薄膜に MoS₂ や WS₂ (二硫化タングステン)、グラファイトといった固体潤滑物質⁶⁾⁷⁾を添加する複合化^{8)~10)}も行われている。ただし、TiN 膜に対してどのような固体潤滑物質をどの程度複合化することが低摩擦化に有効かは明らかになっていない。

そこで本研究では、TiN 膜の低摩擦化による応用範囲の拡大を念頭に置いた上で、スパッタ成膜時に固体潤滑性に優れる MoS₂ を添加・複合化することによる TiN 膜の低摩擦化および高密着力化を検討した。

2. 実験方法

2.1 TiN 膜および TiN-MoS₂ 複合膜の形成

TiN 膜および TiN-MoS₂ 複合膜の形成は DC 二元マグネトロンスパッタリング法により行った。本実験で用いたマグネトロンスパッタリング装置の概略図を Fig.1 に示す。本装置においてはターゲット背面に磁石を設置している。このことによりプラズマ密度を高め、通常のスパッタリング法より成膜効率を上げることが可能となっている。

基板には、約 20mm²に切り出した厚さ 0.5mm の単結晶 Si を用いた。Si 基板をアセトン中で 10 分間超音波洗浄し乾燥後、チャンパー内に装填し、ターボ分子ポンプにより 2.0×10⁻³Pa 程度の高真空にした。そのチャンパー内に Ar ガスを導入した後、ターゲットを陰極として電圧を印加しグロー放電させ、Ar プラズマを発生させた。ターゲットには、純度 99.9% の Ti ターゲット、および純度 99% 以上の TiN、MoS₂ ターゲットを使用した。

TiN 膜を形成する場合、Ti ターゲットを用いて N₂ ガスと反応させるのが一般的であるが、本実験に置いては TiN 膜との複合化に重点を置いたため、TiN ターゲットを用いての TiN-MoS₂ 複合膜の形成も行った。

* 1 工学研究科機械工学専攻博士課程前期

* 2 工学部機械工学科助教

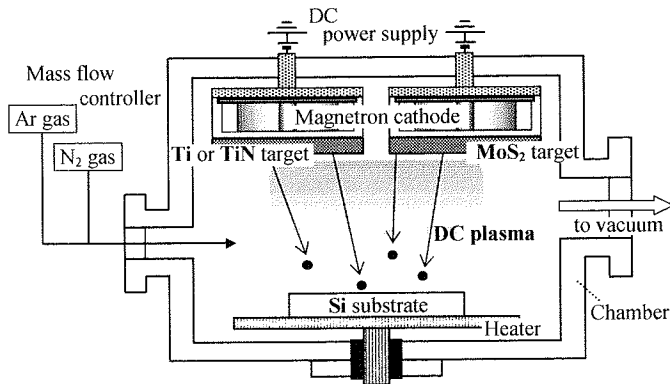


Fig.1 Schematic diagram of DC magnetron sputtering apparatus.

Ti ターゲットを用いて TiN-MoS₂ 複合膜の形成を目指した場合には、基板温度を 350℃と固定し、Ar ガスに加えて TiN を析出させるために N₂ ガスを 10sccm 導入した。また、TiN-MoS₂ 複合膜の機械的特性に及ぼす印加電力の影響を把握するために、印加電力を 0.2kW、0.4kW と変化させて成膜を行った。さらに、Ti ターゲット、MoS₂ ターゲットそれぞれに印加する電力を独立に制御し、より詳細に印加電力の影響を評価した。その際には、Ti ターゲットへの印加電力を 0.2kW に固定し、MoS₂ ターゲットへの印加電力を 0.1kW、0.3kW と二水準に変化させて TiN-MoS₂ 複合膜の形成を行った。

TiN ターゲットを用いて TiN-MoS₂ 複合膜の形成を行った場合には、導入ガスとして Ar ガスのみを用い、印加電力を 0.2kW として実験を行った。

なお、TiN ターゲットを用い、TiN-MoS₂ 複合膜の形成を行った場合には、成膜時の基板温度の違いが機械的特性に及ぼす影響を評価するため、基板温度を室温、100℃、200℃、300℃、350℃と五水準に変化させ成膜を行った。一連の成膜実験は Ar ガス導入量を 30sccm とし、機械的特性の評価に十分な膜厚を得るために、成膜時間を 30 分として行った。

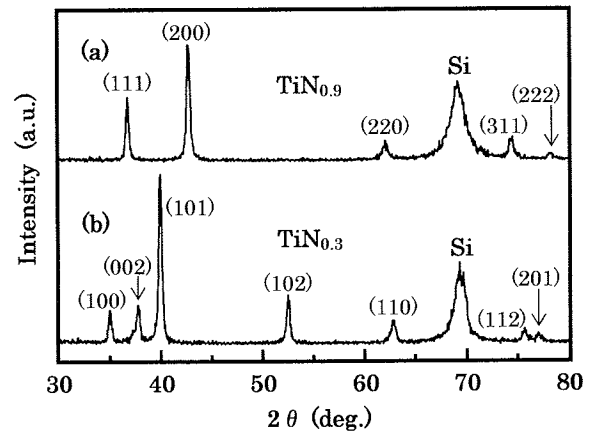
2.2 TiN 膜および TiN-MoS₂ 複合膜の評価

TiN 膜および TiN-MoS₂ 複合膜の膜厚の測定は、成膜時に基板の一部にマジックでマスキングを行い、成膜後にアセトンで洗浄し得られた段差を触針式表面形状測定器 DEKTAK3 を用いて読み取ることにより行った。

結晶性の評価は X 線回折分析法 (XRD) により行った。また、膜中の元素組成と化学結合状態の評価を X 線光電子分光分析法 (XPS) により行った。XPS 分析による Ti2p、Mo3d、S2p の結合エネルギー測定は、3kV の Ar イオンにより 1 分間スパッタクリーニングを行い、表面の吸着物を取り除いた後に行った。

Si 基板に対する TiN 膜および TiN-MoS₂ 複合膜の密着力を、超薄膜スクラッチ試験機 (レスカ社製 CSR-02) を用いて評価した。試料を取り付けるステージの角度を 3° とし、そのステージを 20μm/sec で動かすことにより、パネ定数 207g/mm の弾性アームに取り付けた先端径 5μm のダイヤモンド圧子と試料間に生じる荷重を連続的に増加させ、TiN 膜および TiN-MoS₂ 複合膜が剥離に至る臨界荷重を測定した。また、各々の試料で 5 回臨界荷重を測定し、それらの値の平均値を膜の密着力を示す指標とした。

TiN 膜および TiN-MoS₂ 複合膜の摩擦係数の測定は、ボールオンディスク式摩擦摩耗試験機 (レスカ社製 FPR-2000) を用いて大気中・無

Fig.2 XRD patterns of TiN-MoS₂ films ; (a) applied power : 0.2kW, (b) applied power : 0.4kW.

潤滑下で行った。相手材には直径 5mm の SUJ2 ボールを使用し、試験荷重を 0.2N、摩擦速度を 63mm/sec、回転数を 200rpm として摩擦試験を 300 秒行った。

3. 実験結果および考察

本実験で得られた各試料の膜厚は 0.7~1.0μm であり、各評価・分析を行うのに十分な膜厚であることが確認されている。

3.1 TiN 膜および TiN-MoS₂ 複合膜の結晶性

Fig.2 に Ti ターゲットを用いて形成した TiN-MoS₂ 複合膜の XRD スペクトルを示す。印加電力を 0.2kW として形成した薄膜の XRD スペクトルでは、若干窒素が欠落した TiN_{0.9} に近いピークが観測された。それに対して印加電力を 0.4kW と上げた場合には、TiN_{0.9} よりもさらに窒素が欠落した TiN_{0.3} に近いピークが観測された。これは印加電力が高くなることに比例して Ti のスパッタ量が多くなり、窒素と反応する割合が減少したために膜中に取り込まれる窒素量が減少したと考えられる。これらの膜に関しては、Ti と窒素の組成比が 1 : 1 ではないが結晶性 TiN 系薄膜の創成が確認された。しかし、いずれの膜においても MoS₂ の結晶化を示すピークは観測されなかった。これは Ti のスパッタ量よりも相対的に MoS₂ のスパッタ量が少なかったことが主な原因と考えられる。

Ti ターゲット、MoS₂ ターゲットそれぞれに印加する電力を独立に制御して形成した TiN-MoS₂ 複合膜の XRD スペクトルを Fig.3 に示す。

Fig.3(a) に示したように、MoS₂ ターゲットへの印加電力を 0.3kW と上げて形成した膜においては、TiN_{0.9} のピークと共に MoS₂ (101) のピークが観察され、そのピークはブロードな TiN_{0.9} のピークに比べシャープであった。これは MoS₂ の結晶性が比較的高いことを示しており、MoS₂ ターゲットへの印加電力のみを上げることによって、Ti のスパッタ量よりも相対的に MoS₂ のスパッタ量が増大し、かつ 350℃ と基板温度を高くした効果により Ti の結晶化よりも MoS₂ の結晶化が促進されたことが要因と考えられる。また、Fig.3(b) に示したように、MoS₂ ターゲットへの印加電力を 0.1kW とした場合では TiN_{0.9} のピークのみが確認された。この条件で成膜した場合には、相対的に Ti のスパッタ量が多く、TiN_{0.9} の結晶化は進んだものの、MoS₂ の結晶化促進には至らなかったものと考えられる。

Fig.4(a) に、TiN ターゲットを用い、印加電力を 0.2kW として形

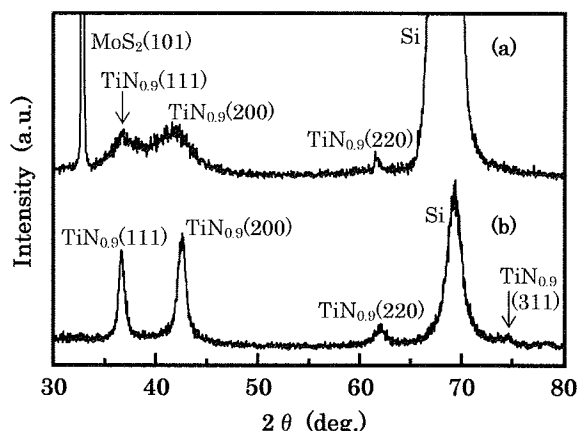


Fig.3 XRD patterns of TiN-MoS₂ films ; (a) applied power to MoS₂ target : 0.3kW, (b) applied power to MoS₂ target : 0.1kW.

成した TiN-MoS₂ 複合膜の XRD スペクトルを、また、Fig.4(b)には、結晶性評価の比較として、TiN ターゲットのみで形成した TiN 膜の XRD スペクトルを示す。なお、Fig.4(a)および(b)に示した TiN-MoS₂ 複合膜および TiN 膜は、それぞれの膜の中で最も結晶性の高かった基板温度 350°C で形成したものである。

基板温度を室温～200°C として形成した TiN-MoS₂ 複合膜の XRD スペクトルにおいては、TiN_{0.9} のピークのみが観測されたが、基板温度を 300°C と上げた場合には、TiN_{0.9} のピークと共に MoS₂ (101) のピークが観測された。さらに、基板温度を 350°C に上げた場合においては、Fig.4(a)に示したように TiN_{0.9} のピークと共に MoS₂ (110) および (520) のピークがそれぞれ観測された。これは基板温度の上昇に伴い膜内部において MoS₂ の結晶化が進み、配向性が変化したためと考えられる。また、基板温度を 350°C に上げた場合、TiN_{0.9} のピークは (200) にしか観測されず、TiN_{0.9} と MoS₂ のピーク強度は同程度であった。

基板温度を室温～350°C として形成した TiN 膜の XRD スペクトルにおいても、若干窒素が欠落した TiN_{0.9} に近いピークが観測された。ただし、基板温度 200°C までは (111) 配向が強い膜であったが、Fig.4(b)に示したように、300°C 以上では (200) のピークが強い TiN 膜であった。

上述のように、TiN ターゲットを用い、基板温度を変化させた一連の成膜実験においては、TiN_{0.9}、MoS₂ 両方のピークが確認され、かつそのピークが強かったことを考え合わせると、基板温度 350°C で成膜した場合に最も結晶性の高い TiN-MoS₂ 複合膜が形成されたと言える。

3.2 TiN-MoS₂ 複合膜の化学結合状態

Fig.5 に Ti ターゲット、MoS₂ ターゲットそれぞれに印加する電力を独立に制御して形成した TiN-MoS₂ 複合膜の XPS スペクトルを示す。Fig.5(a)に示した Ti2p のスペクトルにおいて、MoS₂ ターゲットへの印加電力を 0.1kW および 0.3kW とした場合、454.5eV 付近を主成分としたピークが観測された。ピークがブロードであることから、Ti-Ti、Ti-O、Ti-N の結合を示すピーク（それぞれ 454.0eV、454.8eV、455.8eV 付近）が含まれていると考えられる¹¹⁾。Fig.5(a)に示した Ti2p スペクトル、および N1s、O1s それぞれの XPS スペクトルから求めた Ti : N : O の相対比率は、MoS₂ ターゲットへの印加電力を 0.1kW とした場合に 1 : 0.45 : 0.20、印加電力を 0.3kW とした場合に 1 : 0.55 : 0.21 であった。いずれの印

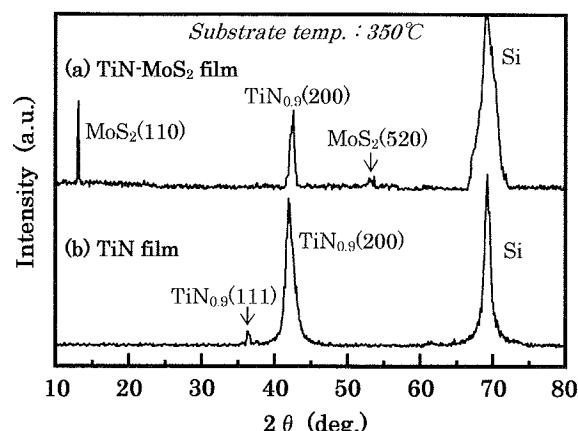


Fig.4 XRD patterns of TiN and TiN-MoS₂ films prepared with TiN target at 0.2kW ; (a) TiN-MoS₂ film, (b) TiN film.

加電力で形成した TiN-MoS₂ 複合膜においても、Ti に対して窒素が少なく、酸素が含まれていることが分かった。これは、XPS 分析を行う前に Ar スパッタクリーニングを行ったものの、膜表面における酸化層が厚く完全に除去できていなかったことが影響したと考えられる。また、酸化物の形成により Ti-N 結合が阻害され、膜全体において Ti : N = 1 : 1 の組成にならなかったと推測される。

Fig.5(b)に示した Mo3d スペクトルにおいては、227.9eV 付近にピークが観測された。これは金属的な状態で存在する Mo に対応するものである。MoS₂ ターゲットへの印加電力を 0.1kW から 0.3kW と上げた場合において、ピーク強度が強くなることから、TiN-MoS₂ 複合膜中に存在する Mo は増加する傾向にあることが分かった。しかし、いずれの印加電力で形成した膜においても、227.9eV 付近に Mo に対応するピークが最も強く観測されたことから、スパッタリングにより MoS₂ が分解し、TiN-MoS₂ 複合膜中で Mo は金属的な状態で存在する割合が高いと考えられる。なお、231.0eV 付近にも金属的 Mo に起因する Mo の電子軌道 Mo3d_{3/2} のピークが観測された。

Fig.5(c)に示した S2p スペクトルにおいては、162.5eV 付近に Mo-S 結合を示すピークが観測され、存在する S の多くは Mo と結合していることが確認された。また、Mo3d のスペクトルと同様に、MoS₂ ターゲットへの印加電力を 0.3kW と増加させるに伴いピーク強度が強くなった。ただし、印加電力を 0.3kW と上げた場合においても、Mo と S の含有率はそれぞれ 5.8%、6.3%であり、TiN-MoS₂ 複合膜中での存在量は少なかった。

また、Ti ターゲット、MoS₂ ターゲットそれぞれに印加する電力を独立に制御することなく、印加電力を 0.2kW として形成した TiN-MoS₂ 複合膜において、Ti-N 結合を示す N1s スペクトルは観測されたものの、Mo3d および S2p のピークは弱く、また、Mo-S 結合を示す Mo3d および S2p スペクトルは観測されなかった。これは MoS₂ のピークが観測されなかった XRD の結果 (Fig.2(a)) と一致するものであり、膜中の Mo および S の存在量が極めて少なかったためと考えられる。

今回得られた XRD 分析結果と XPS 分析結果を考え合わせると、Ti ターゲット、MoS₂ ターゲットそれぞれに印加する電力を独立に制御することが、TiN と結晶性 MoS₂ の複合化に有効と判断できる。

先に述べたように、TiN ターゲットを用い、印加電力を 0.2kW

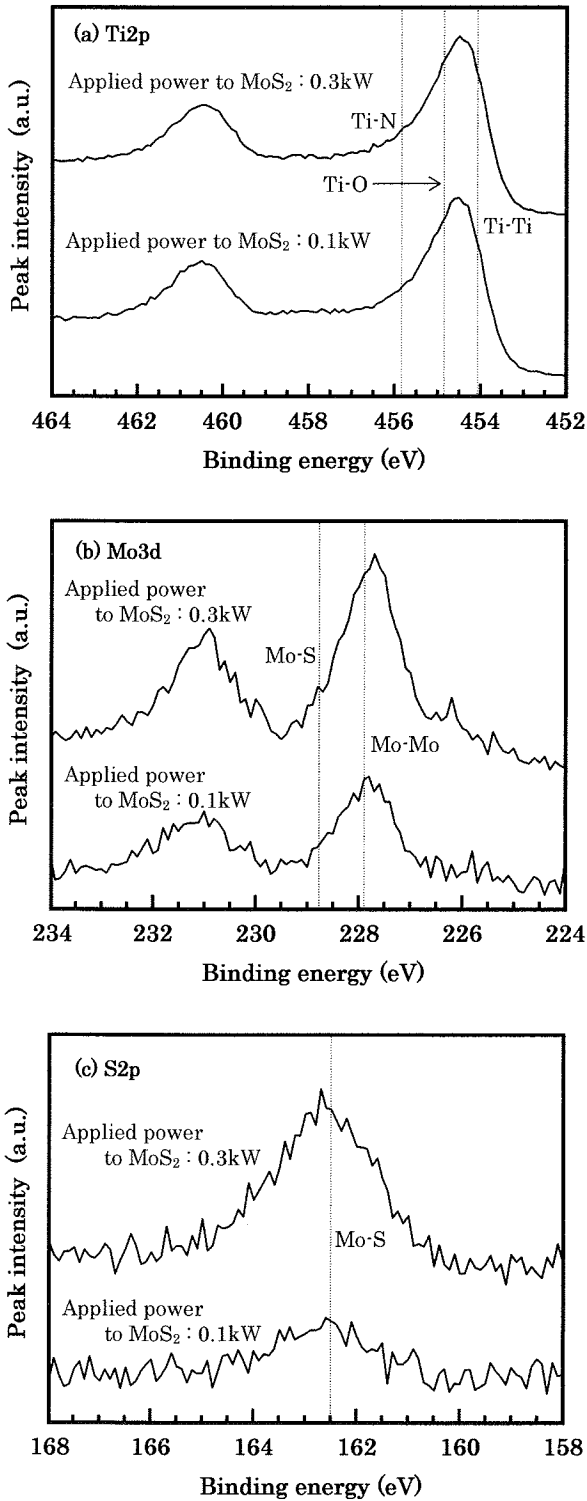


Fig.5 XPS spectra of TiN-MoS₂ films ; (a) Ti2p spectrum, (b) Mo3d spectrum, (c) S2p spectrum.

として形成した TiN-MoS₂ 複合膜の中では、350℃で成膜したものが最も結晶性が高かった。この TiN-MoS₂ 複合膜の XPS Mo3d, S2p スペクトルにおいては、Fig.5 とほぼ同様に、Mo-Mo および Mo-S の結合を示すピークが 227.9eV 付近、162.5eV 付近にそれぞれ観測された。この結果は MoS₂ のピークが観測された XRD 分析の結果 (Fig.4(a)) と調和するものである。

また、基板温度 200℃以下で形成した薄膜においても、Mo およ

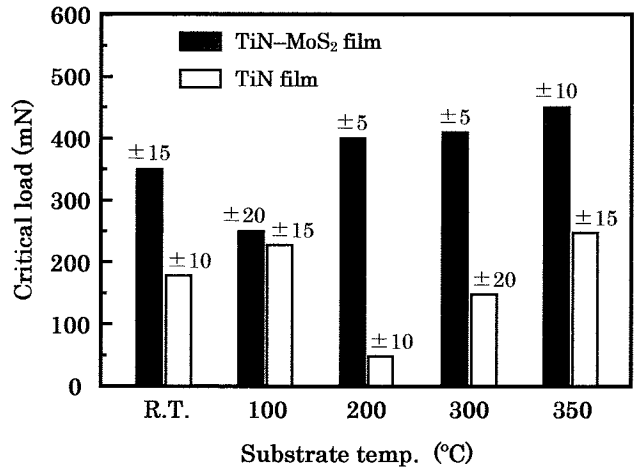


Fig.6 Critical loads of TiN and TiN-MoS₂ films prepared with TiN target at 0.2kW.

び Mo-S 結合を示す Mo3d と S2p スペクトルは観測された。ただし、基板温度が低い場合は MoS₂ の結晶化が促進されず、そのため Fig.4(b)に示した XRD スペクトルにおいては、MoS₂ の明確な結晶化が確認できなかったと考えられる。

3.3 TiN 膜および TiN-MoS₂ 複合膜の密着力

Fig.6 に、TiN ターゲットを用い、印加電力を 0.2kW として形成した TiN 膜および TiN-MoS₂ 複合膜の臨界荷重の基板温度依存性を示す。

一般的に TiN 膜は基板に対する密着力が高いとされているが、今回の実験においては、基板温度により密着力 (臨界荷重) は大きく変動した。Fig.6 に示したように、基板温度 350℃で形成した TiN 膜が臨界荷重 250mN と最大値を示し、次いで 100℃で形成した TiN 膜の臨界荷重が 230mN と高かった。XRD 分析の結果より、100℃で形成した TiN 膜では (311) のピークが強く、350℃で形成した TiN 膜は他の成膜温度で形成した膜よりも (200) のピークが最も強かった (Fig.4(b)参照)。この XRD 分析の結果と対応して、TiN 膜の臨界荷重の基板温度依存性は、結晶性および配向性に関係があると考えられる。

それに対し TiN-MoS₂ 複合膜の臨界荷重の基板温度依存性は相対的に小さく、全ての成膜条件 (基板温度) で TiN 膜と同等以上の高い臨界荷重を示した。特に 200℃以上の高温で成膜した TiN-MoS₂ 複合膜においては、臨界荷重は高く 400mN 以上であった。XRD 分析の結果では、200℃以下で成膜した TiN-MoS₂ 複合膜においては TiN_{0.9} のピークのみが観測され、基板温度を 300℃以上にした場合には TiN_{0.9} と MoS₂ 両方のピークが観測された。このことから、TiN と MoS₂ が複合化し、かつ結晶化が進んだと考えられる 300℃以上で成膜した TiN-MoS₂ 複合膜において密着力が大きく上昇したと言える。また、TiN 膜単体よりも複合化した TiN-MoS₂ 膜の臨界荷重が増大した要因として、低硬度の MoS₂ あるいは Mo の含有による内部応力の低下、および複合化後の膜の結晶性が高かったことが考えられる。また、今回得られた TiN 膜に関しては、Ti と N の組成比が 1 : 0.9 と窒素が若干欠落しており、このことが原因となり TiN 膜本来の密着力を得られていない可能性がある。化学量論組成の TiN 膜の形成は、複合膜のより一層の密着力向上を実現する上でも重要な今後の課題である。なお、MoS₂ ターゲットのみでの成膜を行った場合には、得られた膜の臨界荷重は

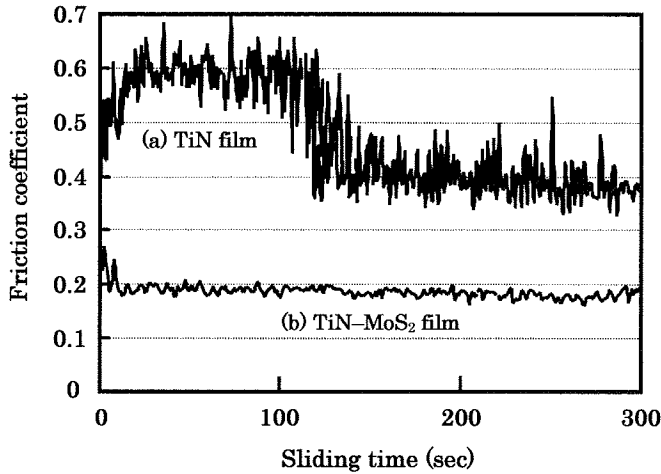


Fig.7 Friction coefficients of TiN and TiN-MoS₂ films prepared at 300°C.

30mN 前後と小さい値を示し、MoS₂ 膜の密着力は極めて低いものであった。すなわち、いずれの成膜条件においても TiN と MoS₂ の複合化により、MoS₂ 膜の密着力を大幅に改善することができたとと言える。

また、Ti ターゲット、MoS₂ ターゲットそれぞれに印加する電力を独立に制御して形成した TiN-MoS₂ 複合膜においては、先に述べた TiN ターゲットを用い、印加電力を 0.2kW として形成した TiN-MoS₂ 複合膜より臨界荷重は小さかった (MoS₂ ターゲットへの印加電力 0.1kW の場合: 100mN, 0.3kW の場合: 220mN)。この臨界荷重の低下は、TiN_{0.9} の結晶性が MoS₂ の結晶性よりも低いことを示す XRD 分析の結果 (Fig.3(a)参照) に対応するものと考えられる。

3.4 TiN 膜および TiN-MoS₂ 複合膜の摩擦特性

Fig.7 に、TiN ターゲットを用い、印加電力を 0.2kW として形成した TiN 膜および TiN-MoS₂ 複合膜の摩擦係数を示す。なお、Fig.7 に示した TiN 膜および TiN-MoS₂ 複合膜は、安定した摺動特性を示した 300°C で形成した薄膜である。

TiN 膜においては、摺動初期に摩擦係数が増加する傾向がみられたが、時間経過とともに 0.4 程度の安定した値を示した。350°C で形成した TiN 膜は他の温度で形成した薄膜に比べ若干摩擦係数が高い傾向にあったが、室温~300°C で成膜した TiN 膜の摩擦係数は 0.4 前後であり、一般に用いられている TiN 膜と同等の摩擦係数²⁾を示した。

TiN-MoS₂ 複合膜では、基板温度に関係なく摩擦係数は 0.2 前後であり、今回得られた TiN 膜および一般に用いられている TiN 膜の半分程度の摩擦係数であった。XRD 分析の結果では、室温~200°C で TiN-MoS₂ 複合膜を形成した場合には MoS₂ の結晶化を示すピークは確認されなかったものの、膜内部において局所的に MoS₂ に近い構造が存在するため TiN 膜よりも低摩擦であったと考えられる。また 300°C および 350°C で形成した TiN-MoS₂ 複合膜では、XRD 分析において TiN_{0.9} と MoS₂ の結晶化を示す明確なスペクトルが、XPS 分析において Mo-S 結合の存在を示すスペクトルがそれぞれ観測されたことから、TiN と結晶性 MoS₂ の複合化の効果により摩擦係数が低減したと考えられる。

一方、Ti ターゲット、MoS₂ ターゲットそれぞれに印加する電力を独立に制御して形成した TiN-MoS₂ 複合膜においては、摩擦

特性改善の効果は見られなかった。MoS₂ ターゲットへの印加電力を 0.1kW として形成した TiN-MoS₂ 複合膜の摩擦係数は 0.9 程度と高い値を示した。この場合、摺動面上の TiN-MoS₂ 複合膜は剥離し、大きく摩擦していることがわかった。スクラッチ試験により測定した臨界荷重は 100mN 前後と低い値であったことから、摩擦試験中に剥離に至ったと考えられる。MoS₂ ターゲットへの印加電力を 0.3kW とした場合においても、TiN-MoS₂ 複合膜の摩擦係数は 1.0 程度と大きな値を示した。この場合も印加電力を 0.1kW とした場合と同様に、摺動面上の TiN-MoS₂ 複合膜の剥離および摩擦が観察された。XRD 分析の結果においては明確な MoS₂ のピークが観測され、複合化していることが確認されたが、TiN_{0.9} の結晶性が低かったことが、先に述べた低密着力および低硬度につながり、摩擦試験中に剥離に至ったと考えられる。これらの結果より、MoS₂ ターゲットへの印加電力を独立に制御して複合化を行う場合は、TiN ターゲットを用いる等により結晶化を促進させることが重要と考えられる。

なお、比較のために測定した Si 基板と SUJ2 ボールの摩擦係数は 0.8 程度であった。この結果も、TiN 系薄膜と MoS₂ との複合化が低摩擦化に有効であることを示すものである。今後、TiN と MoS₂ を複合化させるにあたり、TiN および MoS₂ の結晶化の促進や密着力のさらなる向上を目指していくことにより、DLC 膜や MoS₂ 膜と同等の低摩擦化 (摩擦係数 0.1 以下) が実現できるものと期待される。

4. 結言

本研究では、TiN 膜の低摩擦化による応用範囲の拡大を念頭に置いた上で、薄膜の低摩擦化に有効な複合化という技術に注目し、スパッタリング時に固体潤滑性に優れた MoS₂ を添加し複合化することによる TiN 膜の低摩擦化を検討した。その結果、以下のことが明らかとなった。

- 1) Ti ターゲット、MoS₂ ターゲットそれぞれに印加する電力を独立に制御することが、TiN と結晶性 MoS₂ の複合化に有効であった。また、MoS₂ ターゲットへの印加電力を上げることにより、TiN-MoS₂ 複合膜中の Mo および S の含有量を増加させることができた。
- 2) TiN ターゲットを用い、印加電力を 0.2kW として成膜することにより TiN-MoS₂ 複合膜が形成され、特に基板温度を 350°C で形成した TiN-MoS₂ 複合膜において高い結晶性を得ることができた。
- 3) TiN ターゲットを用い、印加電力を 0.2kW として形成した TiN-MoS₂ 複合膜は、同条件で形成した TiN 膜および Ti ターゲットを用いて形成した TiN-MoS₂ 複合膜よりも高い密着力を示した。特に、350°C で形成した TiN-MoS₂ 複合膜の臨界荷重は TiN 膜の二倍以上であった。
- 4) TiN ターゲットを用い、印加電力を 0.2kW として形成した TiN-MoS₂ 複合膜の摩擦係数は、基板温度によらず 0.2 程度と低い値を示し、複合化により TiN 膜の摩擦係数の半分程度に低減できた。ただし、TiN の結晶性が低く、密着力が小さかった TiN-MoS₂ 複合膜 (Ti ターゲット、MoS₂ ターゲットそれぞれに印加する電力を独立に制御して形成) においては、摩擦特性改善の効果は見られなかった。

謝辞

本研究の一部は、大澤科学技術振興財団平成16年度研究助成を受けて行ったものである。

参考文献

- 1) 川口純, 表面技術, 49(1998), 805-811.
- 2) 池永勝, 鈴木秀人, ドライプロセスによる超硬質皮膜の原理と工業的応用, 日刊工業新聞社.
- 3) 小熊清典, 池田満昭, 砂原賢治, 松田健次, 兼田禎宏, トライボロジスト, 50(2005), 82-89.
- 4) I. Nakamura, Vacuum, 74(2000), 659-663.
- 5) K. J. Ma, C. L. Chao, D. S. Liu, Y. T. Chen, M. BShieh, Materials Processing Technology, 127(2002), 182-186.
- 6) 青木岩夫, 表面技術, 47(1996), 22-25.
- 7) 小熊清典, 池田満昭, 加来久幸, 松田健次, 兼田禎宏, トライボロジスト, 50(2005), 546-552.
- 8) 武井厚, 表面技術, 47(1996), 12-17.
- 9) 今田康夫, 百武秀治, 本多文洋, 中島耕一, 表面技術, 48(1997), 723-727.
- 10) 平野元久, 表面科学, 24(2003), 334-339.
- 11) 吉武道子, T. Akhadejdamrong, 相澤龍彦, 真空協会, 46(2003), 6-20.