# 科研費

# 科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和 4年 6月 3日現在

機関番号: 11301

研究種目: 研究活動スタート支援

研究期間: 2020 ~ 2021

課題番号: 20K22477

研究課題名(和文)MIMメタマテリアル構造を応用したサブナノメートル分解能を有する潤滑膜厚センサ

研究課題名(英文)Lubrication film thickness sensor with sub-nanometer resolution applying MIM metamaterial structure

研究代表者

岡谷 泰佑 (Okatani, Taiyu)

東北大学・工学研究科・助教

研究者番号:80881854

交付決定額(研究期間全体):(直接経費) 2,200,000円

研究成果の概要(和文):本研究では,MIM(Metal-Insulator-Metal)メタマテリアル構造を応用した高感度な潤滑膜厚センサを目指し,シミュレーションを用いた理論検討とセンサ素子の作製及び評価を行った.センサ表面近傍に形成した金属ナノドットアレイと接触対象となる金属表面の間に介在する潤滑膜は,MIMメタマテリアル構造における誘電体層と見なせる.誘電体層の厚み変化はMIMメタマテリアルの共振波長変化として検出できる.金属ナノドットアレイをSoG(Spin on Glass)膜内に封止したセンサ素子を作製し,反射率スペクトル測定を行ったところ,接触対象の金属との間隔変化に伴う共振波長変化を確認できた.

研究成果の学術的意義や社会的意義 近年,エネルギー問題の要請から潤滑油の低粘度化が進み,分子レベルの吸着膜等による超薄膜潤滑への期待が 高まっている.本研究で提案した潤滑膜厚センサは超薄膜潤滑の動的挙動をその場観察するために,従来の光干 渉型を超える分解能を実現できる.サブナノスケールの潤滑膜を制御した状態での摩擦時の挙動は未だ明らかに されておらず,本研究で提案する潤滑膜厚センサはトライボロジーにおける新たな計測手法を与えるものであ る.また,MIMメタマテリアル構造を可動とし,誘電体の厚み計測に用いるという発想はこれまでになく新しい もので,潤滑膜厚センサや力センサ以外の高感度な各種フィジカルセンサへの応用も期待される.

研究成果の概要(英文): In this study, we aimed at a highly sensitive lubrication film sensor that applies the MIM (Metal-Insulator-Metal) metamaterial structure, and conducted theoretical studies using simulations and fabrication and evaluation of sensor elements. The lubricating film between the metal nanodot array formed near the sensor surface and the metal surface to be contacted can be regarded as a dielectric layer in the MIM metamaterial structure. The change in the thickness of the dielectric layer can be detected as the change in the resonance wavelength of the MIM metamaterial. A sensor element in which a metal nanodot array was sealed in a SoG (Spin on Glass) film was manufactured and the reflectance spectrum was measured. It was confirmed that the resonance wavelength changed with the change in the distance from the metal to be contacted.

研究分野:ナノマイクロ科学、応用物理物性、応用物理工学およびその関連分野

キーワード: メタマテリアル 潤滑膜厚センサ 表面プラズモン 金属ナノドットアレイ トライボロジー

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等に ついては、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属します。

#### 1.研究開始当初の背景

近年,エネルギー問題の要請から潤滑油の低粘度化が進み,分子レベルの吸着膜等による超薄膜潤滑への期待が高まっている.超薄膜潤滑の挙動を調べる上で,その厚み計測は重要な課題のひとつである.超薄膜の厚み計測では,しばしばガラスプレートと金属球の間に存在する潤滑膜をガラスプレート側から光学的に計測する手法が用いられる.その際,ガラスプレートの表面近傍にハーフミラー層を設けておき,金属球表面とハーフミラー層との間で生じる光干渉の共振波長を厚みに換算する干渉分光法が知られている.これまで干渉分光法を用いた手法により最小0.3 nm,分解能0.15 nmの厚み計測が達成されている.干渉分光法においても分解能0.15 nmの実現により,潤滑膜を構成する分子層の存在は確認されている.しかし,力に対する分子層の変形の様子など,より詳細に超薄膜潤滑の挙動をその場観察するには,より高い分解能での計測が求められる.

一般的に,光干渉を用いる場合には,潤滑膜厚変化と共振波長変化の関係は線形となり,その比例係数は最大でも潤滑膜の屈折率の2倍程度となる.したがって,膜厚計の分解能は分光器自体の分解能の半分程度に制限されることとなる.光干渉型では潤滑膜厚変化に対する共振波長変化率は一定であるため,分光器自体の性能向上を待つほかない.一方,金属ナノドットアレイなどの微小金属構造で構成されたメタマテリアルの表面では,対面する金属表面との間の誘電体層の厚み変化に対して,厚みが小さくなるほど共振波長変化率が大きくなるという特徴を示すことが知られている.メタマテリアルとは,対象とする光の波長よりも小さな構造(微小サブ波長構造)を備えた人工光学材料である.金属ナノドットアレイなどの微小金属構造では局在表面プラズモン共鳴が発現し,微小金属構造近傍の光学特性変化に高感度に応答するため,各種光学センサへの応用が期待されている.潤滑膜厚計測においても,メタマテリアルが示す特異な光学特性を用いることで,従来の光干渉型を超える潤滑膜厚変化に対する共振波長変化率を達成し,より高分解能な計測手法を実現できる可能性がある.

#### 2.研究の目的

本研究の目的は,金属ナノドットアレイと接触対象の金属表面が構成する MIM (Metal-Insulator-Metal)メタマテリアル構造を応用して,金属ナノドットアレイと金属表面の間に介在する潤滑膜厚を計測することである.従来の光干渉型が膜厚を光路差として計測してきたのに対し,本研究で提案する手法は金属ナノドットアレイと接触対象となる金属の間で相互作用する表面プラズモンの共鳴効果を利用する.したがって,接触対象としては金属に限られるものの,光路差として計測するには難しかった小さな膜厚ほど,本研究で提案する手法ではより高い分解能で計測できる可能性がある.サブナノスケールの超薄膜領域ほど強みを持つという光学的な膜厚計測手法は従来にない本研究独自の着眼点である.サブナノスケールの潤滑膜を制御した状態での摩擦時の挙動は未だ明らかにされておらず,本研究で提案する潤滑膜厚センサはトライボロジーにおける新たな計測手法を与えるものと期待される.

#### 3.研究の方法

本研究では、金属ナノドットアレイが示す共振波長変化から潤滑膜厚変化を求める計測原理を RCWA (Rigorous Coupled-Wave Analysis) 法を使ったシミュレーションにより検証する、電子線描画装置等を用いた微細加工により金属ナノドットアレイを含むセンサ素子を試作する、その後、サブナノメートルの位置精度で動作可能なピエゾアクチュエータを含む実験セットアップを構築し、センサ表面と接触対象となる金属表面の間の潤滑膜厚を制御しながらセンサ分解能の評価を行う、

### 4. 研究成果

まず,金属ナノドットアレイの寸法,センサ表面を形成する  $SiO_2$  層,潤滑膜の厚みのほか,潤滑膜の屈折率を考慮してシミュレーションを行った.本研究で提案するセンサ素子は周期構造であるため,周期の基本単位であるユニットセルがシミュレーションモデルとなる.ユニットセルの一例の断面図を図 1 に示す.基板となる  $SiO_2$  の表面近傍に AI からなるナノドットが埋め込まれており,潤滑膜厚を介して接触対象となる AI と対面している.光は  $SiO_2$  基板側から入射する.ナノドットの厚みは 30 nm で,上面図では一辺 250 nm の正方形とした.ナノドットを覆う  $SiO_2$  層の厚みは 50 nm とした.ユニットセルは上面図で見ると正方形であり,一辺の長さ(周期)は 500 nm とした.潤滑膜の厚みを d,屈折率を n とし,これらを変化させながら電磁場計算を行った.

潤滑膜の屈折率を 1.435 に固定して 厚み dを 0, 2, 4, 6, 8, 10 nm とした場合の反射率 スペクトルの計算結果を図2に示す.反射 率スペクトルには MIM メタマテリアルの 共鳴効果によって生じるディップが見られ る.潤滑膜厚が減少し,接触対象である Al 表面がセンサ素子に近づくにつれて、共振 波長が長波長側にシフトしていることが確 認できる.したがって,共振波長変化から潤 滑膜厚変化を推定することが可能である. 潤滑膜厚変化に対する共振波長変化率は最 大で 12.2 となり,これは光干渉型で理論的 に得られる値 2.87( 潤滑膜の屈折率の 2 倍 ) よりも 4.25 倍ほど大きい、したがって、同 じ分光器を使ったとしても, MIM メタマテ リアル型の方が光干渉型よりも 4.25 倍ほど 感度よく潤滑膜厚を計測できることを意味 している.

次に、センサ素子の作製を行った、ガラス基板上に電子線レジストを塗布、パターニングした後、AIを蒸着、リフトオフすることで金属ナノドットアレイを形成した、その後、 $SiO_2$ を成分とする SoG(Spin on Glass)膜を形成することで金属ナノドットアレイを  $SiO_2$ 層内に封止した、最後に、SoG 膜の膜厚を調整するため、希フッ酸溶液により SoG 膜をエッチングした、

作製した金属ナノドットアレイの SEM (Scanning Electron Microscope)像を図3に示す.作製誤差は2%程度であり,ほぼ設計通りの寸法で作製されていることを確認した.AFM (Atomic Force Microscope)により金属ナノドットアレイの表面形状を計測したところ,ナノドットの厚みは34 nm であった.SoG 膜を成膜,エッチングした後,再度形状を計測したところ高低差は11 nm まで減少した.SoG 膜が金属ナノドットアレイの凹凸を平坦化するように封止したと考えられる.

作製したセンサ素子の光学特性評価を行 った.本研究で構築した実験セットアップ では,垂直方向に動作可能なピエゾアクチ ュエータを用いてセンサ素子と接触対象の 間隔を変化させながら,反射率スペクトル を計測できるようになっている .また,フォ ースゲージにより同時に接触力も計測可能 である. ピエゾアクチュエータに接触対象 となる Al を成膜した凸面鏡を取り付け,対 面に試作したセンサ素子を固定した.凸面 鏡とセンサ素子の接触面を観察しつつ、セ ンサ素子の基板側から光を入射し,接触力 と反射率スペクトルを計測した.計測結果 を図 4 に示す.接触力の増加とともにディ ップの共振波長のシフトが確認できた.ま た,金属ナノドットアレイを封止する材料 として PDMS (polydimethylsiloxane) を成膜 したものも作製し,高感度な力センサとし て応用できることを示した. 本研究の時間 内では潤滑膜厚の計測までは至らなかった

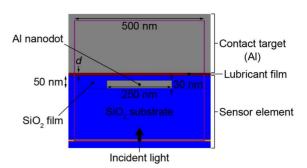


図1 ユニットセルの断面図.

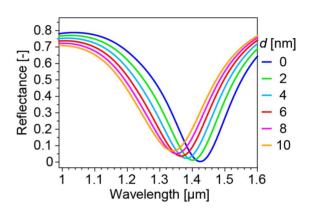


図 2 潤滑膜厚を変化させた時の反射率スペクトル のシミュレーション結果.

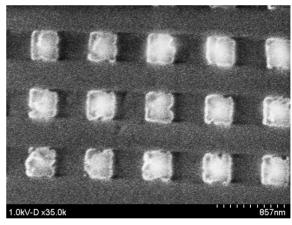


図3 金属ナノドットアレイの SEM 像.

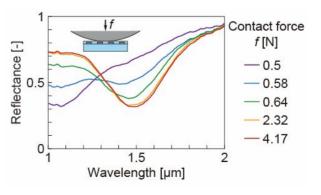


図 4 接触力を変えた時の反射率スペクトルの計測 結果.

が ,金属ナノドットアレイを SoG 膜内に封止したセンサ素子でも MIM メタマテリアルに特有の 共鳴効果を確認でき , 潤滑膜厚センサを含む各種センサへの応用も今後期待される .

#### 5 . 主な発表論文等

「雑誌論文〕 計1件(うち査読付論文 1件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 0件)

「粧砂調文」 前一件(つら直読刊調文 一件/つら国際共者 サイフラオーノファクセス サイ	
1.著者名 岡谷 泰佑,金森 義明	4.巻 69(12)
2 . 論文標題 メタマテリアル光学センサ (界面・表面を制御する化学に学ぶ)	5.発行年 2021年
3.雑誌名 化学と教育 = Chemistry & education	6 . 最初と最後の頁 532-535
掲載論文のDOI(デジタルオブジェクト識別子)	査読の有無
オープンアクセス	有 国際共著
オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	-

	〔学会発表〕	計3件(うち招待講演	0件 / うち国際学会	0件)
--	--------	------------	-------------	-----

1.発表者名

岡谷 泰佑, 金森 義明

2 . 発表標題

Metal-Insulator-Metalメタマテリアル構造を応用したナノギャップ計測に向けたSpin-on-Glass膜封止型ナノドットアレイの作製

3 . 学会等名

第69回応用物理学会春季学術講演会

4.発表年

2022年

1.発表者名

MunkhOrgil Dashdeleg, Taiyu Okatani, Yoshiaki Kanamori

2 . 発表標題

Metal-Insulator-Metal structured optical force sensors with thin polydimethylsiloxane

3 . 学会等名

第69回応用物理学会春季学術講演会

4.発表年

2022年

1.発表者名

岡谷 泰佑、金森 義明

2 . 発表標題

Metal-Insulator-Metalメタマテリアル構造を応用した潤滑膜厚計測法の検討

3.学会等名

第68回応用物理学会春季学術講演会

4 . 発表年

2021年

## 〔図書〕 計0件

|--|

産業財産権の名称	発明者	権利者
力覚センサ	田名網克周,林美由	同左
	希,金森義明,岡谷	
	泰佑	
産業財産権の種類、番号	出願年	国内・外国の別
特許、特願2022-027127	2022年	国内
13411 1300-1-1-1		<u> </u>

産業財産権の名称 力覚センサの製造方法	発明者 田名網克周,林美由 希,金森義明,岡谷 泰佑	権利者 同左
産業財産権の種類、番号	出願年	国内・外国の別
特許、特願2022-027043	2022年	国内

産業財産権の名称 力覚センサ及び力覚センサの製造方法	発明者 田名網克周,林美由 希,金森義明,岡谷 泰佑	権利者同左
産業財産権の種類、番号	出願年	国内・外国の別
特許、特願2022-027048	2022年	国内

産業財産権の名称 力覚センサモジュール	発明者 田名網克周,林美由 希,金森義明,岡谷 泰佑	権利者 同左
産業財産権の種類、番号	出願年	国内・外国の別
特許、特願2022-059542	2022年	国内

産業財産権の名称	発明者	権利者
力覚センサモジュール	田名網克周,林美由	同左
	希,金森義明,岡谷	
	泰佑	
産業財産権の種類、番号	出願年	国内・外国の別
特許、特願2022-059543	2022年	国内

〔取得〕 計0件

〔その他〕

-

6.研究組織

0.1听九組織		
氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考

## 7 . 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------