

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 6 月 9 日現在

機関番号：12605

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2013～2015

課題番号：25630034

研究課題名(和文) オンチップAFMによる単原子摩擦計測の実現

研究課題名(英文) Realizing friction measurements for sing-atom contact using on-chip AFM

研究代表者

安藤 泰久 (ANDO, YASUHISA)

東京農工大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：00344169

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 2,700,000円

研究成果の概要(和文)：カンチレバーを3次元マイクロステージ上に直接取り付け付けたオンチップAFMを用いて最小接触面積での摩擦特性を調べた。FEM解析で、オンチップAFMの温度ドリフトが小さいことを示した。オンチップAFMのステージ変位は、垂直方向に1.1 $\mu\text{m}$ 、水平方向に1.5 $\mu\text{m}$ であった。-22.5nNの負の垂直荷重をSi製のプローブと移動ステージ間に加え、0.1～100 $\mu\text{m/s}$ の走査速度で摩擦力分布を測定した。その結果、摩擦力分布像を得ることに成功し、速度に対して正の傾きを有する平均摩擦力が得られた。摩擦力と垂直荷重の関係を調べたところ、最小の接触面積は、原子数15個に相当する4.5平方nmとなった。

研究成果の概要(英文)：Tribology characteristics were examined for a minimum contact area using the on-chip AFM in which the cantilever was mounted directly onto the substrate on which the 3-DOF microstage. An FEM analysis showed that the on-chip AFM achieved small thermal drifts. The fabricated on-chip AFM represented stage displacements of 1.1 $\mu\text{m}$  and 1.5 $\mu\text{m}$  in the vertical and lateral directions, respectively. For tribological evaluation, a negative load of -22.5 nN was applied between the Si probe and the Si translation stage surface, and raster scanning was performed at various scanning speeds between 0.1 $\mu\text{m/s}$  and 100 $\mu\text{m/s}$ , for measurement of friction force distribution. Friction force microscopy images were thus successfully obtained, and the average friction force for the entire scanning area represented a positive slope against scanning speed. The relations between friction force and load were examined and the minimum contact area was 4.5 square nanometers, which corresponded to 15 atoms.

研究分野：マイクロトライボロジー

キーワード：凝着力 摩擦力 MEMS 静電アクチュエータ 単結晶シリコン 接触面積 凝縮水

### 1. 研究開始当初の背景

トライボロジーや表面科学に関する研究では、表面の微細構造の観察や摩擦力測定などに、AFM が活躍している。AFM はカンチレバーの先端取り付けられたプローブで試料表面をなぞり、表面形状や摩擦力を測定する(コンタクトモード)。一方、ノンコンタクト(NC)モードでは、試料原子からプローブ先端が受けるポテンシャル勾配をカンチレバーの振動数変化から検出して、原子像を観察する。さらに、プローブを試料表面と平行に振動させて、横方向のポテンシャル勾配を検出する技術も開発されている。一方で、MoS<sub>2</sub> や DLC ( diamond like carbon ) の超低摩擦発現条件に関する研究は、 $\mu\text{m}^2$  以上の接触面積で摩擦の測定が行われている。このような研究に AFM が用いられない理由の一つとして、AFM のプローブのように接触部の曲率半径が小さいと試料表面間に作用する凝縮水の表面張力やファンデルワールス力などの凝着力により、接触面圧を低くすることが出来ないことがあると推察される。

### 2. 研究の目的

摩擦力は接触して滑るときに生じるエネルギー散逸によって発生するので、AFM の NC モードの測定で試料表面の原子分解能のポテンシャル像が得られても、摩擦力を検出していることにはならない。摩擦を調べるためには、コンタクトモードの測定が必要となる。コンタクトモードで接触面圧と接触面積を小さくするために、凝着力を打ち消す方向に垂直力を作用させる方法が考えられる。しかし、通常の AFM では、外部からの微小な振動や温度変化の影響によりプローブが試料から離れてしまうため、安定した摩擦が不可能である。そこで、MEMS 技術により提案者が開発した 3 次元マイクロステージをベースにオンチップ AFM を開発し、振動や温度変化などの擾乱を極小化する。

本研究の特徴は AFM のコンタクトモードの測定において、接触面積を極限まで小さくすることにある。そのような状態で摩擦力を測定すると、プローブ先端で相手側表面を接触する原子の運動が周囲の原子によって拘束されないため、摩擦係数がカンチレバーの剛性によって変化することも予想される。また、極めて低い速度で摩擦を行えば、熱揺らぎの影響を強く受けるために、極めて低い摩擦力が得られる可能性がある。このような測定を行うためには、非常に不安定な荷重条件でプローブ先端と試料表面を安定して接触させることが必要であり、そのためにはオンチップ AFM の技術が必要不可欠である。本研究では、オンチップ AFM を摩擦計測に適用する上での性能を明らかにし、実際に摩擦計測に適用したときの極小接触面積でのトライボロジー特性を明らかにすることを目的とする。

### 3. 研究の方法

#### ( 1 ) オンチップ AFM の構造と作製

図 1 に 3 次元マイクロステージ主要部の構造を示す。 $F_A, F_B, F_C$  が作用する位置に、櫛歯型静電アクチュエータにより力を加えることで、ステージが 3 自由度で変位する。実際のデバイスでは補助サスペンションで櫛歯を支持し、フレキシブルビームを介して力を加えている。図 1 の構造に補助サスペンションや櫛歯型静電アクチュエータを加えた全体のサイズは、 $1.9\text{ mm} \times 1.9\text{ mm}$  である。さらに、それぞれの櫛歯型静電アクチュエータの固定電極には、基板外部から電圧を加えるための電極パッドが接続されている(図 2)。これらは、 $4\text{ mm} \times 8\text{ mm}$  の基板上に配置されるように設計されている。基板上的グラウンド電極には、点線で示す  $2.3\text{ mm} \times 3.5\text{ mm}$  のカンチレバー取り付け部を設けた。

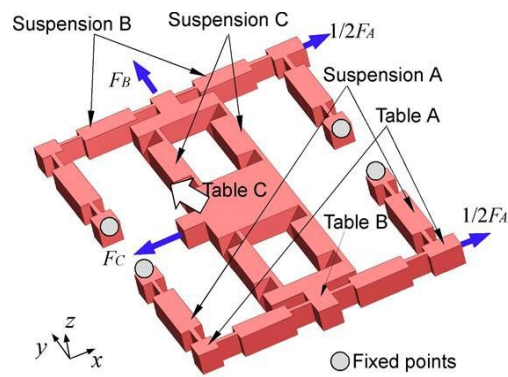


図 1 3 次元マイクロステージの主要部

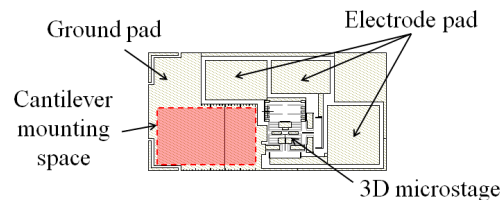


図 2 3 次元マイクロステージ上の配置

3 次元マイクロステージは、SOI ウェハのデバイス層に作製した。作製に用いた SOI ウェハは、デバイス層  $20\ \mu\text{m}$ 、SiO<sub>2</sub> 絶縁層  $4\ \mu\text{m}$ 、ハンドル層  $500\ \mu\text{m}$  の厚さを有する。作製には、フォトリソグラフィと DRIE ( deep reactive ion etching ) プロセスを利用した。傾斜板ばねの形成には、FIB ( focused ion beam ) による酸化膜パターニングと DRIE 加工を利用した。

オンチップ AFM の作製にあたって、プローブ先端から移動ステージ表面までの距離を  $1.0\ \mu\text{m}$  以内に近づける必要がある。そこで、図 3 のような構造を案出した。最初に図 2 の破線で示す位置に、アルミ合金製の傾斜ブロックを導電性のエポキシ接着剤で取り付けた。次に、このアルミ合金製傾斜ブロックの上に、マイクロカンチレバーを支持するベースプレートを接着剤で固定する。接着剤が硬

化する前に、アルミ合金製傾斜ブロック上で図3の矢印の方向に力を加えベースプレートを滑らせることで、プローブ先端と移動ステージ表面の垂直距離を調整した。完成したオンチップ AFM の SEM ( scanning electron microscope ) 像を図4に示す。SEMによる観察から、プローブ先端と移動ステージ間の距離は約 300nm であることを確認した。

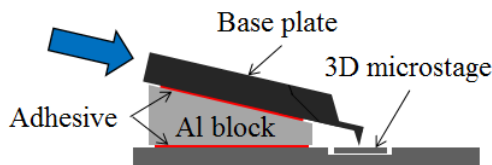


図3 オンチップ AFM の組み立て方法

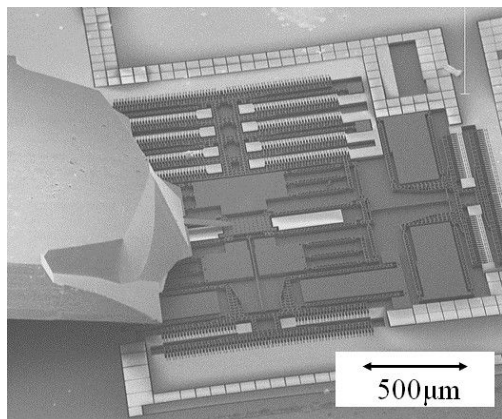


図4 オンチップ AFM の SEM 像

## (2) オンチップ AFM の性能評価

温度変化によるドリフトは機械的なパスの長さに影響される。パスの大半を占める Si についてはその影響は小さいと考えられるが、カンチレバーの取り付けにアルミ合金製の傾斜ブロックを用いているため、温度変化に対して、その影響が現れることが予想される。そこで、まず FEM 解析によって1の温度変化に対する変形を見積もった。

次に準静的および動的な性能を調べるために、静電アクチュエータに加える電圧とステージ変位の関係を調べた。測定には、共焦点顕微鏡 ( OPTELICS HYBRID, レーザテック社 ) を用いた。

トライボロジー計測に関しては、負の一定荷重を加えて面走査を行い、摩擦力像を取得するとともに、摩擦力の平均値を求めて、走査速度と摩擦力の関係を調べた。さらに、一定速度で荷重を変化させながら摩擦ループ測定を行い、荷重と摩擦力の関係を調べるとともに、接触面積をどこまで小さく出来るかについて検討を行った。

## 4. 研究成果

図5に1の温度変化に対するオンチップ AFM の変形の様子を示す。カンチレバーの先端を基準にして、それに対する相対変位を示している。カンチレバーから遠くなるほど相

対変位は大きくなるが、カンチレバーと対抗する移動ステージの相対変位は、垂直方向に 8.4 nm, 水平方向に 0.4 nm となり、オンチップ AFM は極めて低い温度ドリフト性能を有していることが明らかになった。

図6に各静電アクチュエータに電圧を印可したときのステージの移動量 ( z 方向及び x 方向 : ) を示す。このような測定結果から、電圧と移動量の関係を求め、それを用いて以下に述べる摩擦測定時のステージ変位を校正した。

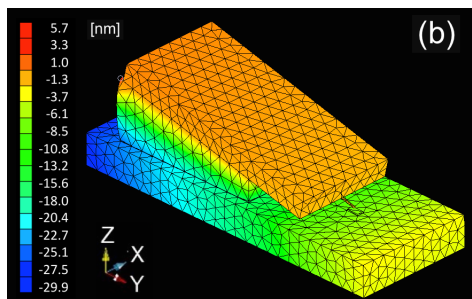
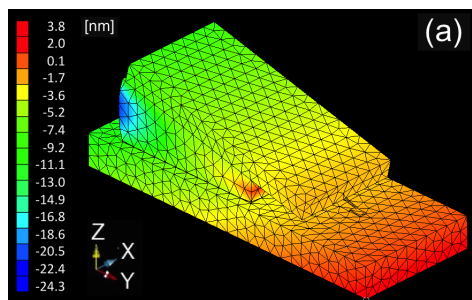


図5 1の温度変化に対する変形

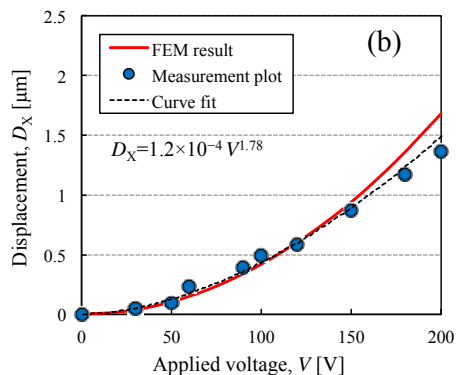
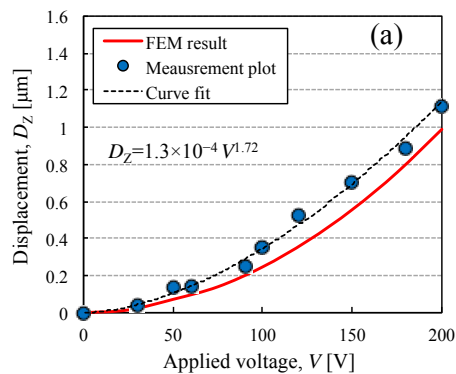
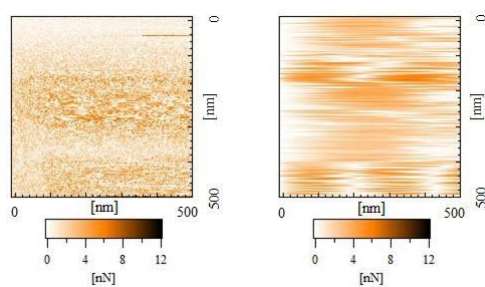


図6 印可電圧とステージ変位の関係

オンチップ AFM を用いて、移動ステージ上の摩擦係数測定を行った。引き離し方向の荷重を-22.5 nN と一定にして、走査速度を変化させて面走査を行い、摩擦速度と摩擦係数の関係を調べた。その結果を図 7 に示す。移動ステージの表面性状の違いにより摩擦係数分布が生じている。

図7のような摩擦係数分布のデータから Y 軸方向のラインごとに摩擦係数の平均値を求め、走査速度の関数として3次元的に表した結果を図8に示す。図8では、走査速度によらず、200 nm 及び440 nm 付近の高摩擦の分布位置はほぼ一定であった。このことから、100Hz までの摩擦係数測定において、摩擦係数計測に装置の特性が影響を与えていなかったと推察される。



(a) 0.1 μm/s (b) 100 μm/s  
図7 摩擦係数分布像

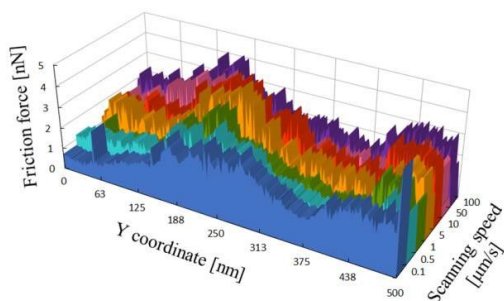


図8 主走査ライン毎の摩擦係数の平均

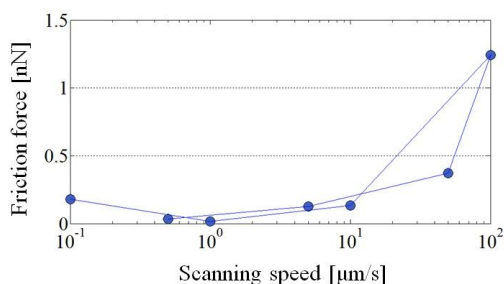


図9 走査速度と摩擦係数の関係

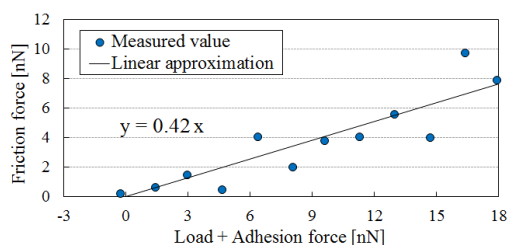


図10 実効荷重と摩擦係数の関係

図7に示す摩擦係数分布測定結果から、走査範囲全体を平均して求めた摩擦係数を走査速度の関数として図9に示す。走査速度が0.1~1 μm/s の低速度域、及び、走査速度が10 μm/s 以上の高速度域で、摩擦速度と共に摩擦係数が増加している。大気中の測定であることから、凝縮水による潤滑効果と粘性抵抗により、Stribeck 曲線と同様な挙動を示したと考えられる。大気中での AFM による摩擦係数測定では、低い摩擦速度の時に摩擦係数が増加する現象が観察されることが多い。それに対して、オンチップ AFM では、高摩擦速度での摩擦係数の増加が確認されており、熱ドリフトが小さく振動の影響を受けにくいために負の垂直荷重で摩擦を安定して行うことができた結果、凝縮水の粘性の影響が顕著に現れたものと理解される。

荷重を変化させた測定したときの、荷重と摩擦係数の関係を図 10 に示す。摩擦係数は実効荷重とともに減少し、実効荷重が 0 nN においても摩擦係数が測定されている。JKR 理論より接触面積を計算すると 4.5 nm<sup>2</sup> となるが、接触点の周囲に水が凝縮しており、そのラプラス圧力による力が作用しているとすると、実際の接触面積は、それよりもさらに小さく、単原子摩擦に近い状態で摩擦を測定できていた可能性がある。

## 5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計 1 件)

高原大地, 安藤泰久, Development of cantilever-integrated 3-DOF microstages for AFM and application to tribological studies, Review of Scientific Instruments, 査読有(投稿中)

〔学会発表〕(計 4 件)

高原大地, 安藤泰久, Measurement of diminishing friction force under ultra-light load using atomic force microscope, International Tribology Conference, Tokyo 2015, 東京理科大学, 東京都葛飾区, 2015-09-16

高原大地, 安藤泰久, 3次元マイクロステージを用いた単原子摩擦に関する研究, 2014年度日本機械学会年次大会, 東京電機大学, 東京都足立区, 2014-09-08

高原大地, 安藤泰久, 大谷友基, 3次元マイクロステージを用いた単原子摩擦に関する研究, 関東学生会第49回学生員卒業研究発表講演会, 東京農工大学, 東京都小金井市, 2014-03-14

大谷友基, 安藤泰久, カンチレバー一体型3次元マイクロステージの開発, 日本機械学会 関東支部第20期総会・講演会, 東京農工大学, 東京都小金井市, 2014-03-14

## 6. 研究組織

(1)研究代表者

安藤泰久 (ANDOU, Yasuhisa)

東京農工大学・大学院工学研究院・教授

研究者番号: 00344169