

機関番号：13901

研究種目：基盤研究 (B)

研究期間：2008～2010

課題番号：20360077

研究課題名 (和文) 動的測定可能な二軸独立型摩擦力顕微鏡マイクロプローブ

研究課題名 (英文) Dual-axis micro friction force microscopy probe for dynamic measurements

研究代表者：

福澤 健二 (Fukuzawa Kenji)

名古屋大学・大学院工学研究科・教授

研究者番号：60324448

研究成果の概要 (和文)：走査型プローブ顕微鏡の一種である摩擦力顕微鏡は、マイクロ・ナノトライボロジー現象解明の中核的計測法である。本研究では、動的測定や探針位置制御を可能とする静電駆動機構を付与したプローブを提案し作製することに成功した。本プローブでは、水平力を平行板ばねで、鉛直力をねじり梁で検出することにより、水平・鉛直力をお互いの干渉なく検出する。平行板ばねに対向する電極部をマイクロマシン技術を用いて作製することで、プローブを水平方向に駆動可能な静電駆動機構を実現した。

研究成果の概要 (英文)：Friction force microscopy, a type of scanning probe microscopy, is a core method for measuring micro/nanotribological phenomena. In this study, we succeeded in developing a probe with an electrostatic actuator, which can provide the dynamic measurement and probe position control. In this probe, the lateral and vertical forces are measured without interfering with each other, by detecting the lateral and vertical forces with the double-cantilever and torsion beams, respectively. The electrode part that faces the double-cantilever beam was successfully fabricated by using micromachining techniques, which can provide an electrostatic actuator that drives the probe laterally.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2008年度	3,800,000	1,140,000	4,940,000
2009年度	6,700,000	2,010,000	8,710,000
2010年度	4,400,000	1,320,000	5,720,000
総計	14,900,000	4,470,000	19,370,000

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：走査型プローブ顕微鏡, 摩擦力顕微鏡, トライボロジー, マイクロマシン

## 1. 研究開始当初の背景

走査型プローブ顕微鏡の一種である摩擦力顕微鏡 (Friction Force Microscope: FFM) は、マイクロ・ナノトライボロジー現象解明の中核的計測法である。これまでは、プローブとして原子間力顕微鏡 (Atomic Force Microscope: AFM) 用マイクロカンチレバが流用され、プローブ先端のねじれで水平力 (摩擦力) を、鉛直方向のたわみで鉛直力 (荷重) を測定していた。このねじれとたわみは、

同一のプローブの変形であり、両者が干渉する可能性があった。そのため、摩擦係数、摩擦力、荷重、凝着力のような物理量を高精度に定量測定することが困難であり、トライボロジー特性の分布を定性的に可視化する手段にとどまっていた。そこで、申請者らは、水平・鉛直力が干渉しない新規な構造のプローブを着想した。マイクロマシン技術を用いプローブを試作し、原理確認に成功した。本プローブでは、水平力を平行板ばねのたわみ

で、荷重をねじり梁のねじれで検出することにより、水平・鉛直力の干渉のない二軸独立検出を可能とした。しかしながら、トライボロジー現象の計測法としては、以下の二つの課題を解決する必要があった。第一に、現状ではプローブと試料間の相対速度がプローブ走査速度 ( $1\mu\text{m}/\text{sec}$  程度) に限定されており、準静的なトライボロジー現象しか計測できなかった。第二に、プローブは、摩擦力により水平方向にたわみながら走査するため、見かけの探針位置と実際の探針位置とずれが生ずるといった問題があった。このような背景を踏まえて、申請者らは、探針に水平方向の駆動機構を付与することで、上の二つの課題を解決することを着想した。

## 2. 研究の目的

本研究では、申請者らが開発してきた摩擦力顕微鏡用プローブに、新たに駆動機構を付与することで、動的測定及び探針位置の制御を可能とし、動的トライボロジー特性計測法へと発展させることを目的とした。

## 3. 研究の方法

本研究では、全く新規な構造のマイクロプローブの実現を目的としているので、プローブ作製法を確立した後、動的トライボロジー計測法の確立を試みた。

### (1) マイクロマシン技術によるプローブ作製法の確立

本プローブでは、静電駆動のために、プローブ部と駆動部の側面に電極膜を形成する必要がある。微小すきまを介して対向する面に電極膜を形成することは困難であるため、一体作製でなく、プローブ部と駆動部を別々に作製し、組み合わせるものとした。また、本研究で対象とする摩擦力は  $1\text{nN}$  からサブ  $\mu\text{N}$  であるので、これにうち勝ってプローブを駆動するために静電駆動力としては最低  $1\mu\text{N}$  が必要である。プローブ部と駆動部間の静電力  $F$  は、電極間すきまの二乗に反比例する。そのため、プローブ部と駆動部の電極間すきまは  $10\mu\text{m}$  のオーダーが求められる。通常の機械加工では、この精度を実現するのは困難であるので、マイクロマシン技術を用いて作製した。

具体的には、以下の手順を用いて駆動部を作製した。基板としては面方位  $\{100\}$  のシリコン単結晶基板を用いた。まず、基板上面からの結晶異方性化学エッチングにより、垂直側面 ( $(010)$  面) を形成した (図 1 (a))。結晶異方性エッチングを利用しているため、側面は結晶学的な精密さで基板面に対して垂直とすることができた。プローブ部の平行板ばね部も同様の方法を用いて作製した。この際、エッチングマスク下のアンダーカット現象を利用して位置合わせ用の微小突起構造も

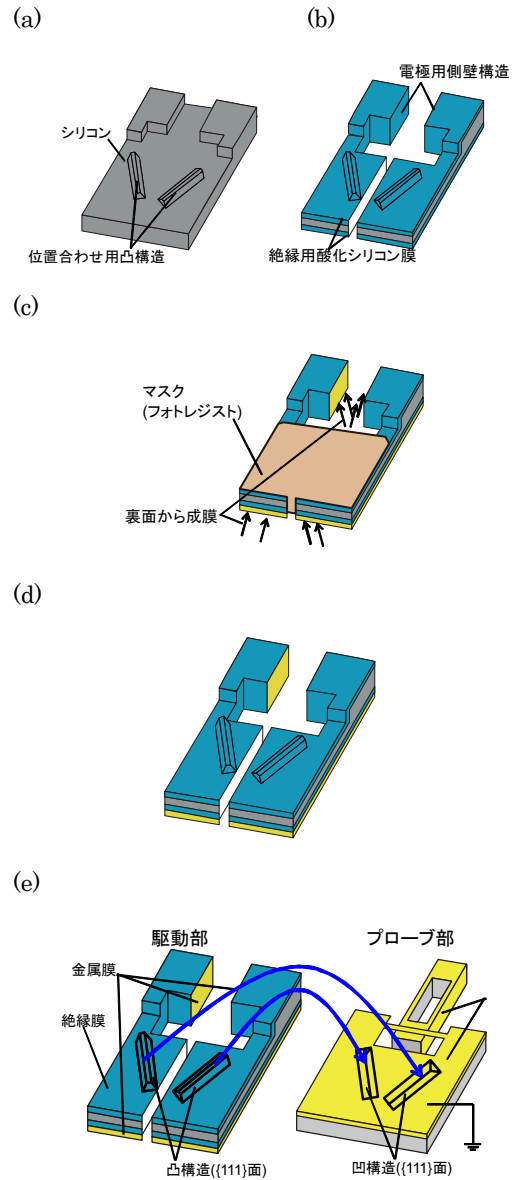


図 1. プローブ作製法. (a) 駆動部への組み合わせ用凸構造の形成. (b) 基板エッチング. (c) 電極膜形成. (d) (b) の完成. (e) 駆動部とプローブ部の組み合わせ.

作製した。その後、基板下面 (反対面) からエッチングすることにより、プローブ部を収納するための貫通部を作製した (図 1 (b))。次に、駆動部をフォトリソ液に浸漬させることで、その一部を覆い、真空蒸着装置で側面や基板下面を金などの電極材料で被膜した。この際、駆動部の側面と基板下面に形成した電極膜が連続膜となるように角度を変えて成膜した (図 1 (c))。その後、有機溶剤でフォトリソを除去し、二つの分離した電極を形成し駆動部を完成させた (図 1 (d))。一方、プローブ台座部に位置合わせ用の微小穴構造を作製し、さらにプローブ全体

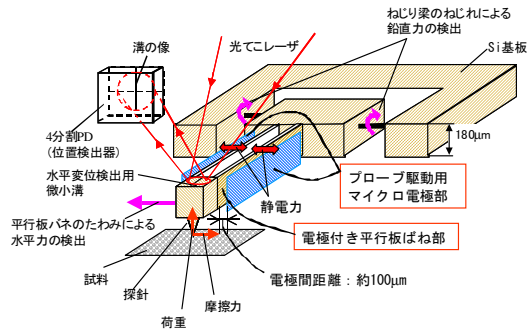


図2. 作製したプローブによる FFM 測定  
の装置構成の概略図.

に電極膜を形成した. 平行板ばね部の二つの側面電極は共通接地として用いたので, 駆動部のように電極を分割する必要はない. そして, 位置合わせ用微小構造をガイドとしてプローブ部と駆動部を組み合わせ, 接着剤を用いて固定した (図 1 (e)). その後, ワイヤボンダ装置で, 金細線による電極の引き出しを行ないデバイスとして完成させた.

#### (2) プローブの基本性能と摩擦力顕微鏡への適用

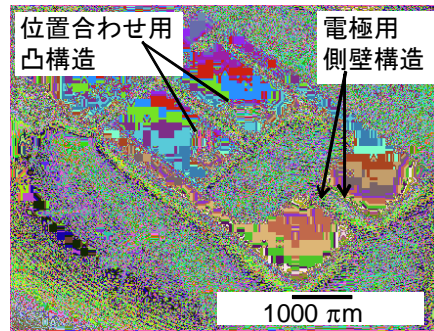
作製したプローブを市販の摩擦力顕微鏡観測可能な原子間力顕微鏡装置 (Veeco 社, Nanoscope IV) に取り付け, プローブの基本性能と摩擦力顕微鏡への適用の可否を検証した. 本プローブでは, 水平方向に働く摩擦力を平行板ばねのたわみで測定し, 鉛直方向の力を平行板ばね支持部を支えるねじり梁部のねじれによって独立に測定する. プローブ先端の鉛直方向の変位は通常的光てこ法で検出する. そして, 水平方向の変位については, プローブ先端部に作製した微小凹凸構造に光てこ用レーザーを集光し, 溝の像 (光が反射しない部分) を位置検出器に投影し, 像の変位を検出して得た. プローブ搭載後, 交流加振時の探針の振幅を測定し, 基本特性の確認を行った.

摩擦力顕微鏡への適用の可否を検証するために, 動的測定実験を行った. 駆動部からの静電力を交流的に変化させることにより, プローブ先端を水平方向に正弦加振しながら, 試料面上を走査し, その際の振幅・位相応答を測定した. 試料として, 厚さ 1.9nm の潤滑剤薄膜をフォトマスクを介しての紫外線照射後リンス処理し, 潤滑剤分子が吸着した部分と潤滑膜が除去された部分から成る局所的に異なる摩擦特性を有する潤滑膜を作製した. パターンは, ラインアンドスペース (幅  $10\mu\text{m}$ , 周期  $20\mu\text{m}$ ) 状とした.

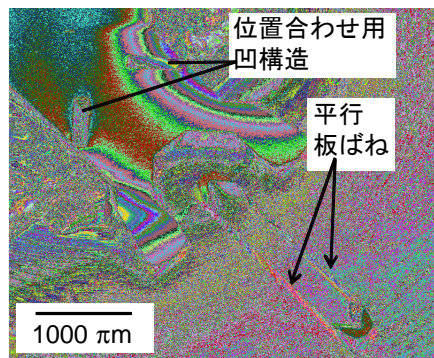
#### 4. 研究成果

本研究で得られた成果を, 前項にしたがっ

(a)



(b)



(c)

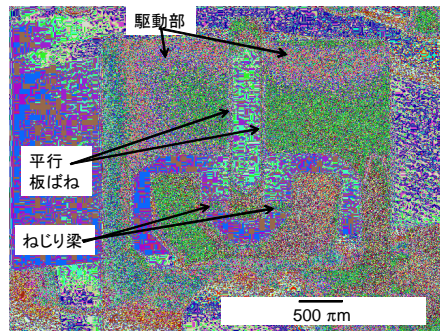


図3. 作製したプローブによる FFM 測定  
(a)駆動部, (b)プローブ部, (c) 駆動部とプローブ部を組み合わせ完成したデバイス.

て以下に述べる.

#### (1) マイクロマシン技術によるプローブ作製法の確立

図3に作製したプローブの電子顕微鏡像を示す. 図3 (a) および (b) はそれぞれ, 作製した駆動部とプローブ部の例で, 図3 (c) はプローブ部と駆動部を組み合わせたものである. 本法で用いたエッチング法は, 単結晶シリコンの結晶方向による選択的なエッチング特性を利用しているので, 駆動部と平行板ばね部の対向面について,  $1\text{mrad}$  のオーダの高い平行度が実現できた, また, プローブ部と駆動部の組み合わせについても,

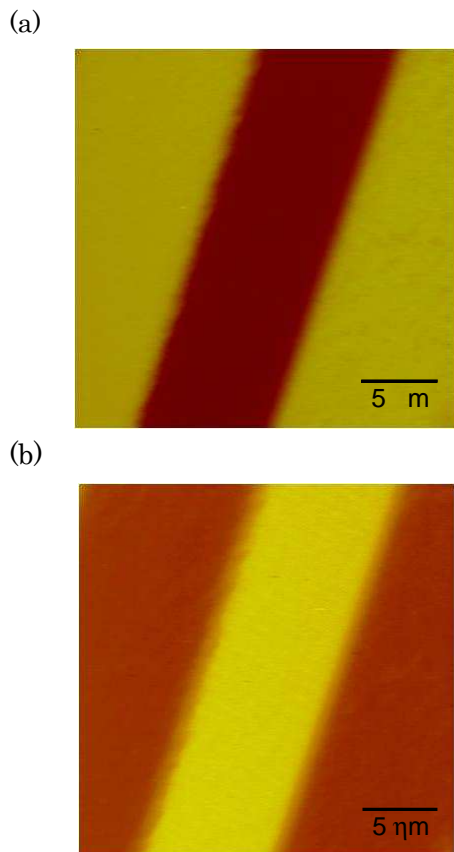


図4. 作製したプローブによる摩擦力顕微鏡 (FFM) 測定. (a)振幅応答, (b)位相応答.

位置合わせ用の微小凹凸構造を用いることにより、マニピュレータを用いた手動による組み合わせながら、ねらいとしていた 20 μm 前後の電極間すきまを達成できた。ここでは、位置合わせ用の微小凹凸構造として、エッチングマスクの辺が〈110〉群に属するようなものを用い、図3 (a) および (b) に示すような傾斜面を持った構造とした。これにより手動による組み合わせを行っても、凹凸構造がそれぞれの中心軸を一致させるように、プローブと駆動部の位置合わせが自動的に行われる。これにより、ねらいとしていた self alignment 型の高精度組み合わせを達成した。

以上より、局所的な摩擦特性を高精度に定量化できる二軸独立型の摩擦力顕微鏡用プローブにおいて、駆動機構付きのプローブをはじめて実現することができた。

(2) プローブの基本性能と摩擦力顕微鏡への適用

静電駆動機構の基本特性を調べるために作製したプローブへ正弦波状の駆動電圧を印加した際のプローブの振幅応答を測定した。印加電圧に対応して 1 V あたり約 50 nm の振幅が得られ、十分な駆動力が得られることを確認した。

図4に作製したプローブを用いて測定した摩擦力/原子間力同時観測の結果を示す。正弦加振したプローブを試料表面に接触摺動させ、その際の振幅と位相応答を測定した。試料は、前項に述べた 10 μm 幅でパターンニングした厚さ 1.9 nm の潤滑薄膜であった。図4 (a) には振幅応答を、図4 (b) には位相応答を示す。試料のラインアンドスペース状のパターンを反映した、局所に異なる応答特性が得られた。図の中央の部分は、振幅の低下と位相の変化が大きいため、紫外線が照射されず、潤滑剤がリンス処理により除去され、基板が露出した部分と考えることができる。また、振幅・位相応答から試料の粘弾性に関する特性を求めることもできる。

以上のように、作製したプローブを用いて、本研究のねらいであった動的な摩擦・粘弾性計測の測定が可能であることを示した。すなわち、二軸独立型プローブにおいて、動的な摩擦特性の計測に初めて成功した。これは、従来のプローブで困難であった、動的な摩擦特性の定量化に対する端緒を開くものであり、今後の展開が期待される。また、本研究のもう一つのねらいであった探針位置制御についても、静電駆動の有効性が達成できている。探針のプローブ支持部からの位置ずれをフィードバックして補償する制御系を付加すれば可能であり、本研究で原理的なめどをつけることができたと言える。実現の詳細については、今後の研究課題とする。

## 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2件)

- ① H. Amakawa, K. Fukuzawa, M. Shikida, H. Zhang, S. Itoh, “Quantification of Friction Force on Dual-Axis Micro-Mechanical Probe for Friction Force Microscopy,” Tribology Online, Vol. 5, 2010, pp. 144-149 (査読有り) .
- ② H. Amakawa, K. Fukuzawa, M. Shikida, H. Zhang, S. Itoh, “Improved Sensitivity of Dual-Axis Micro-Mechanical Probe for Friction Force Microscope,” Tribology Online, Vol. 3, 2008, pp. 356-360 (査読有り) .

[学会発表] (計9件) (すべて筆頭者が発表)

- ① 福澤健二, 雨川洋章, 辻弘明, 式田光宏, 伊藤伸太郎, 張賀東, “摩擦力顕微鏡用二軸独立検出型マイクロ・メカニカルプローブの高精度化,” 第2回マイクロ・ナノ工学シンポジウム, pp. 119-120

- 松江市くびきにメッセ(2010.10.14)
- ② H. Amakawa, K. Fukuzawa, M. Shikida, H. Tsuji, H. Zhang, S. Itoh, “Development of driving structure with dual-axis micro-mechanical probe for friction force microscope,” トライボロジー会議予稿集 福井 2010-9, pp. 495-496 福井大学 (2010.9.16).
- ③ 雨川洋章, 板倉誠史, 張 賀東, 福澤健二, 式田光宏, 伊藤伸太郎, “摩擦顕微鏡用二軸独立型プローブを用いた紫外線照射による潤滑膜の摩擦特性の変化の測定,” 日本機械学会 2010 年度年次大会講演論文集, Vol. 8, pp. 227-228 名古屋工業大学 (2010.9.7).
- ④ 雨川洋章, 福澤健二, 式田光宏, 張賀東, 伊藤伸太郎, “摩擦顕微鏡用二軸独立型プローブの摩擦・鉛直力の検出におけるクロストーク効果,” 日本機械学会情報・知能・精密機器部門講演会講演論文集 pp.40-43, 東京電機大学 (2010.3.16).
- ⑤ 雨川洋章, 福澤健二, 式田光宏, 張賀東, 伊藤伸太郎, “高感度な摩擦顕微鏡用二軸独立検出型マイクロ・メカニカルプローブ,” 第 59 期総会講演会講演論文集 No.103-1, pp. 335-336, 名古屋市名城大学 (2010.3.10).
- ⑥ H. Amakawa, K. Fukuzawa, M. Shikida, H. Zhang, S. Itoh, “Quantification of Friction Force for Dual-Axis Probe Friction Force Microscope,” Proceedings of the ASME/STLE International Joint Tribology Conference (CD-ROM), IJTC2009-15241, Memphis (USA) (2009.10.20).
- ⑦ H. Amakawa, K. Fukuzawa, M. Shikida, H. Zhang, S. Itoh, “Dual-Axis Micro-Mechanical Probe for Highly Sensitive Friction Force Microscope,” Proceedings of World Tribology Congress 2009 (WTC2009) 261, Kyoto International Conference Center (2009.9.8).
- ⑧ H. Amakawa, K. Fukuzawa, M. Shikida, H. Zhang, S. Itoh, “Improved sensitivity of dual-axis micro-mechanical probe for friction force microscope,” トライボロジー会議予稿集名古屋 2008-9, pp. 493-494 名古屋 (2008.9.17).
- ⑨ 雨川洋章, 福澤健二, 張賀東, 伊藤伸太郎, 式田光宏, “高精度な摩擦顕微鏡用二軸独立検出型マイクロ・メカニカルプローブの開発,” 日本機械学会 2008 年度年次大会講演論文集, vol. 8, pp. 3-4, 横浜国立大学 (2008.8.4).

○取得状況 (計 2 件)

①名称: 測定プローブ, 試料表面測定装置, 及び試料表面測定方法

発明者: 福澤健二, 式田光宏, 寺田諭

権利者: 科学技術振興機構

種類: 外国特許出願

番号: No.US7,557,933,B2

取得年月日: 2009 年 7 月 7 日

国内外の別: 外国 (米国)

②名称: 測定プローブ, 試料表面測定装置, 及び試料表面測定方法

発明者: 福澤健二, 式田光宏, 寺田諭

権利者: 科学技術振興機構

種類: 特許

番号: 特許番号 4546535

取得年月日: 2010 年 7 月 9 日

国内外の別: 国内

[その他]

ホームページ等

<http://www.mitsuya.nuem.nagoya-u.ac.jp/Research/mmprobe.html>

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

福澤 健二 (Fukuzawa Kenji)

名古屋大学・大学院工学研究科・教授

研究者番号: 60324448

### (2) 研究分担者

式田 光宏 (Shikida Mitsuhiro)

名古屋大学・大学院工学研究科・准教授

研究者番号: 80273291

伊藤 伸太郎 (Itoh Shintaro)

名古屋大学・大学院工学研究科・講師

研究者番号: 50377826

### (3) 連携研究者 なし