

二軸独立型マイクロプローブを用いた
局所的な摩擦特性定量化法に関する研究

雨 川 洋 章

目次

目次	i
図目次	iv
表目次	x
第1章 序論	1
1.1 緒言	1
1.2 研究の背景	1
1.2.1 トライボロジー	1
1.2.2 微細加工技術とマイクロ・ナノトライボロジー	4
1.2.2.1 微細加工技術	4
1.2.2.2 マイクロ・ナノトライボロジー	8
1.2.3 マイクロ・ナノトライボロジー特性の測定	14
1.3 摩擦力顕微鏡	17
1.3.1 測定原理と課題	17
1.3.2 摩擦力定量化法	24
1.3.3 動的測定法	26
1.4 二軸独立型プローブ	28
1.5 二軸独立型マイクロ・メカニカルプローブ	31
1.5.1 原理と作製法	31
1.5.2 マイクロ・メカニカルプローブの課題	37
1.6 本研究の目的と本論文の構成	42
1.6.1 本研究の目的	42
1.6.2 本論文の構成	43
第2章 マイクロ・メカニカルプローブを用いた摩擦力測定の定量化法	44
2.1 はじめに	44
2.2 垂直力と摩擦力の同時計測におけるプローブの機械的干渉	45
2.2.1 有限要素法を用いたプローブの変形解析	45

2.2.2	有限要素法解析の結果と考察	49
2.3	水平変位検出用光てこパターンの改良	57
2.3.1	光てこパターンを用いた水平変位検出の原理	57
2.3.2	傾斜面型光てこパターンの検討	58
2.3.3	プローブの作製	64
2.4	水平変位量の較正法	78
2.4.1	段差構造を用いた水平変形量の較正法	78
2.4.2	実験方法	79
2.4.3	実験結果	80
2.5	傾斜面型と従来の光てこパターンの感度比較	85
2.6	FFM 測定の定量化と摩擦力最小検出限界	87
2.6.1	供試試料と測定手順	87
2.6.2	測定結果と摩擦力検出限界	92
2.7	結論	94
第3章	静電駆動プローブによる横振動 FFM 測定	96
3.1	はじめに	96
3.2	マイクロ・メカニカルプローブへの静電アクチュエータの付与	96
3.2.1	静電アクチュエータ機構	96
3.2.2	静電アクチュエータ機構の設計	97
3.2.3	静電アクチュエータ機構を付与したプローブの作製	99
3.3	静電駆動プローブを用いた動的測定	108
3.3.1	測定装置の構成	108
3.3.2	静電アクチュエータの動作確認実験	110
3.3.3	供試試料と測定手順	120
3.3.4	測定結果	125
3.4	結論	131
第4章	結論	133
	参考論文	139

謝辞.....	152
付録.....	154
付録 1 プローブのマイクロマシニングプロセス	154
付録 2 駆動部のマイクロマシニングプロセス	158
発表論文目録.....	160

图目录

Fig. 1.1	Schematic of tribosystem.	2
Fig. 1.2	Stribeck curve.	3
Fig. 1.3	Schematic diagram of the photolithography.	6
Fig. 1.4	Schematic of isotropic (a) and anisotropic (b) etching.	6
Fig. 1.5	Gap reduction in micro-nano scale.	9
Fig. 1.6	Electron microscope image of an electrostatic micromotor [7].	9
Fig. 1.7	Inside of a hard disk drive.	12
Fig. 1.8	Structure of the head disk interface.	12
Fig. 1.9	Schematic diagram of bit patterned media (BPM).	13
Fig. 1.10	Pin-on-disk type for friction measurement method.	16
Fig. 1.11	Schematic of surface force apparatus (SFA).	17
Fig. 1.12	SEM images of conventional FFM probes. (a) I-type probe. (b) V-type probe.	19
Fig. 1.13	Schematic diagram of conventional FFM.	20
Fig. 1.14	Dual-axis probe presented by Ando <i>et al.</i>	30
Fig. 1.15	Dual-axis probe presented by Chui <i>et al.</i>	30
Fig. 1.16	Dual-axis probe presented by Dienwiebel <i>et al</i> [87].	31
Fig. 1.17	Schematic diagram of dual-axis micro-mechanical probe.	35
Fig. 1.18	Schematic diagram of lateral displacement of optical lever pattern image for MMP on a PD.	35
Fig. 1.19	Electron microscope images of a fabricated dual-axis micro-mechanical probe. (a) Bird view. (b) Magnified image of a tip. (c) Magnified image of a shallow-step optical lever pattern.	36
Fig. 1.20	Optical lever pattern image obtained by a shallow-step optical lever pattern. (a) Optical lever pattern image. (b) Light intensity distribution of (a) on the dotted line P-Q.	39

Fig. 1.21	Schematic diagram of calibration method using probe adhesion. (a) Sketch of a relationship between a lateral differential signal and a piezo displacement. (b) Schematic diagram of double cantilever deflections at each position.	40
Fig. 1.22	Schematic diagram of position difference between the tip and probe base positions.	41
Fig. 2.1	Dimension of probes for FEM analyses. (a) Micro-mechanical probe. (b) V-type probe. (c) I-type probe.	47
Fig. 2.2	Images of FEM models. (a) Micro-mechanical probe (110890 elements and 933337 nodal points). (b) V-type probe (32535 elements and 320137 nodal points). (c) I-type probe (18902 elements and 179954 nodal points).	48
Fig. 2.3	Relation of V-type probes between lateral forces and torsion angles.	52
Fig. 2.4	Relation of I-type probes between lateral forces and torsion angles.	52
Fig. 2.5	Relation of MMPs between lateral forces and lateral deflection.	53
Fig. 2.6	Normal forces vs. normalized lateral spring constants.	53
Fig. 2.7	Schematic diagram of inversion of torsion direction. (a) Vertical deflection is small. (b) Vertical deflection is large.	54
Fig. 2.8	Relation of V-type probes between normal forces and deflection angles.	54
Fig. 2.9	Relations of I-type probes between normal forces and deflection angles.	55
Fig. 2.10	Relations of MMPs between normal forces and deflection angles.	55
Fig. 2.11	Lateral forces vs. normalized normal spring constants.	56
Fig. 2.12	Schematic of lateral differential signal detection by optical lever pattern. (a) Schematic movement of optical lever pattern image. (b) Light intensity distribution of (a) on x -axis. (c) Unmoving component of the optical lever pattern image. (d) Light intensity distribution of (c) on x -axis. (e) Moving component of the optical lever pattern image. (f) Light intensity distribution of (e) on x -axis.	59
Fig. 2.13	Schematic diagram of a slope-structure for the optical lever pattern.	60

Fig. 2.14	Schematic diagram of fabrication process for a slope-structure optical lever pattern.	60
Fig. 2.15	Etching progressions in simulation. (a) After 2.2 μm etching. (b) After 6.7 μm etching. (c) After 11.7 μm etching. (d) After 15 μm etching (e) Cross-section profile on line A-B in (d).	62
Fig. 2.16	Simulation results after 15 μm etching in simulation. (a) Snapshot in the case of etching mask width = 30 μm . (b) Cross-section profile on line C-D in (a). (c) Snapshot in the case of etching mask width = 32 μm . (d) Cross-section profile on line E-F in (c).	63
Fig. 2.17	Schematic of fabrication process for micro-mechanical probe with slope-structure optical lever pattern. (a) Formation of a slope-structure optical lever pattern and a step for a torsion beam. (b) Formation of a tip. (c) Fabrication a etching mask. (d) Substrate etching.	67
Fig. 2.18	Schematic of a fabrication process for a torsion beam.	68
Fig. 2.19	Schematic of a fabrication process for a tip.	69
Fig. 2.20	Schematic of a fabrication process for a double cantilever beam.	70
Fig. 2.21	Optical microscope image of dewetting.	72
Fig. 2.22	Images of etched tips. (a) Optical microscope image of a patterned resist. Resist was uncovered on a tip. (b) Electron microscope image of tip after silicon etching. Only tip end was etched by KOH solution.	73
Fig. 2.23	Schematic of etching mechanism of the tip end. (a) After resist coating. Tip end is uncovered by resist. (b) After etching mask etching. Tip end is uncovered by etching mask. (c) After silicon etching. Tip end is etched by KOH.	74
Fig. 2.24	Relation between spin coating speed and thickness of thick resist.	74
Fig. 2.25	Electron microscope images of a fabricated micro-mechanical probe. (a) Image of a micro-mechanical probe. (b) A magnified image of a slope-structure optical lever pattern. (c) A magnified image of a tip.	76

Fig. 2.26	Image obtained by a slope-structure optical lever pattern. (a) An optical lever image by slope-structure optical lever pattern. (b) Light intensity distribution on line P-Q in (a).	77
Fig. 2.27	Schematic diagram of calibration method using step-structure.	79
Fig. 2.28	Calibration results of a step-structure method. (a) Piezo displacement vs. lateral differential signal. (b) Piezo displacement vs. vertical deflection. (c) Calibration result using a translation stage.	83
Fig. 2.29	Calibration results of probe adhesion method. Thin solid and broken lines shows liner fitting curves.	84
Fig. 2.30	Result of calibration of the lateral differential signal for the slope-structure and shallow-step optical lever patterns. Thick and thin lines show the results for the step-structure type and the shallow-step type, respectively.	86
Fig. 2.31	Tapping-mode AFM image of a bear magnetic disk taken using a commercial cantilever probe. Scan size is $3 \times 3 \mu\text{m}^2$. (a) Topography. (b) Cross sectional view on P-P' in (a).	89
Fig. 2.32	Tapping-mode AFM image of 1.7-nm thick lubricant film taken using commercial cantilever probe. Scan size is $1 \times 1 \mu\text{m}^2$. (a) Topography. (b) Cross sectional view on line Q-Q' in (a).	90
Fig. 2.33	Schematic diagram of a measurement method of spring constants using Load cell. (a) Lateral spring constant. (b) Normal spring constant.	91
Fig. 2.34	Schematic of a friction curve.	91
Fig. 2.35	FFM observation of a 1.7-nm thick lubricant film on a magnetic disk. (a) FFM image taken by a probe with a slope-structure optical lever pattern. (b) Cross section view of (a) on line R-R'.	93
Fig. 3.1	Schematic diagram of a dual-axis micro-mechanical probe with an electrostatic actuator for driving a double-cantilever beam.	97
Fig. 3.2	Schematic diagram of alignment between probe and micro-drive parts. (a) Micro-convex structures on drive part in micro-concave structures on probe	

	part. (b) Detail of attachment between concave and convex structures.	99
Fig. 3.3	Schematic of mask patterns and contour of micro-drive part after etching. (a) Mask patterns and contour structure after first etching. (b) Mask patterns and contour structure after final etching.	101
Fig. 3.4	First fabrication process for the drive part.	102
Fig. 3.5	Second fabrication process for the drive part.	103
Fig. 3.6	SEM images of a fabricated drive part. (a) Bird view of a bottom side. (b) Bird view of a top side.	104
Fig. 3.7	Side view of a fabricated convex alignment structure on a drive part.	105
Fig. 3.8	Schematic of gold film deposition on probe and drive parts.	107
Fig. 3.9	SEM image of an assembled dual-axis micro-mechanical probe with an electrostatic actuator.	107
Fig. 3.10	Schematic of experimental setup.	109
Fig. 3.11	Image of a probe on an alumina plate. Wires were bonded between parts and gold coated regions.	109
Fig. 3.12	Oscillated signal of side A. (a) Input voltage signal. (b) Lateral differential signal from the PD.	114
Fig. 3.13	Oscillated signal of side B. (a) Input voltage signal. (b) Lateral differential signal from the PD.	115
Fig. 3.14	Relation between direction of electrostatic force and that of lateral movement of optical lever pattern.	116
Fig. 3.15	Calibration result between the lateral deflection of the probe and the lateral differential signal on PD.	117
Fig. 3.16	Calibration result of side A between amplitude of applied voltage V_{AC} and vibration amplitude of probe A_L . Solid line is a fitting curve.	118
Fig. 3.17	Calibration result of side B between amplitude of applied voltage V_{AC} and vibration amplitude of probe A_L . Solid line is a fitting curve.	118
Fig. 3.18	Oscillated signal applied from both electrode sides.	119

Fig. 3.19	Calibration result of side B between amplitude of applied voltage V_{AC} and vibration amplitude of probe A_L . Electrostatic force was applied from both electrodes. Solid line is a fitting curve.	119
Fig. 3.20	Schematic of sample preparation. (a) Coating of lubricant film. (b) UV irradiation through a photomask patterned line and space. (c) Schematic of the lubricant film after the UV irradiation. (d) Schematic of the lubricant film after rinse.	122
Fig. 3.21	Tapping-mode AFM image of a magnetic disk taken using a commercial cantilever probe. Scan size is $5 \times 5 \mu\text{m}^2$. (a) Topography. (b) Cross sectional view on A-A' in (a).	123
Fig. 3.22	Tapping-mode image of 1.9-nm thick lubricant film patterned by UV treatment taken using commercial cantilever probe. Scan size is $25 \times 25 \mu\text{m}^2$. (a) Topography. (b) Cross sectional view on line B-B' in (a).	124
Fig. 3.23	Lateral displacement image of a dynamic FFM measurement. (a) Lateral displacement image. Scan size was $25 \times 25 \mu\text{m}^2$. (b) Cross sectional view on line A-A' in (a).	126
Fig. 3.24	Amplitude image of a dynamic FFM measurement. (a) Amplitude image. Scan size was $25 \times 25 \mu\text{m}^2$. (b) Cross sectional view on line B-B' in (a).	127
Fig. 3.25	Phase image of a dynamic FFM measurement. (a) Phase image. (b) Cross sectional view on line C-C' in (a).	128
Fig. 3.26	Mechanical model for the dynamic FFM measurement using micro-mechanical probe.	129

表目次

Table 2.1	Summary of results of probe-adhesion and step-structure methods.	84
-----------	---	----

.

第1章 序論

1.1 緒言

本論文は、摩擦力分布を高精度に測定可能なマイクロ・メカニカルプローブを用いた摩擦力顕微鏡測定法において、力の定量化の高精度化を図り、さらに動的現象の測定へ適用領域の拡大を試みたものである。

本章では、まず研究の背景を述べ、微小機械におけるマイクロ・ナノトライボロジー現象の解明のために、摩擦特性分布の解析が重要であることを述べる。次に、摩擦分布測定に一般的に用いられている摩擦力顕微鏡の原理と課題について説明する。その後に、高精度な摩擦力検出のために提案された摩擦力顕微鏡用マイクロ・メカニカルプローブについて、測定原理と課題について述べる。最後に、本研究の目的と本論文の構成を述べる。

1.2 研究の背景

1.2.1 トライボロジー

機械要素が摺動する部分には必ず摩擦が発生し、摩擦が繰り返起こることでエネルギー・資源の損失、騒音・振動の発生、機能・性能・信頼性の低下などがもたらされる。逆に、加工や運動制御などの分野においては、摩擦・摩耗を有効に利用する技術が必要になる。いずれの場合においても、摺動面の摩擦・摩耗を制御することが重要である。古来より摺動面に水や油など介在物を導入し潤滑させることで摩擦を低減させることが経験的に行われていた [1]。現在では、摩擦・潤滑を経験則から学問として体系化するため、「トライボロジー (tribology)」として様々な学問を取り込みながら研究が進められている。トライボロジーにおける研究成果は、相対運動する機械要素により構成される機械の機能・性能・信頼性・寿命など、機械の性能向上に多大の貢献をする上、摩擦・摩耗に対して適切に対策を講じることが大きな経済効果につながる。1986 年に発

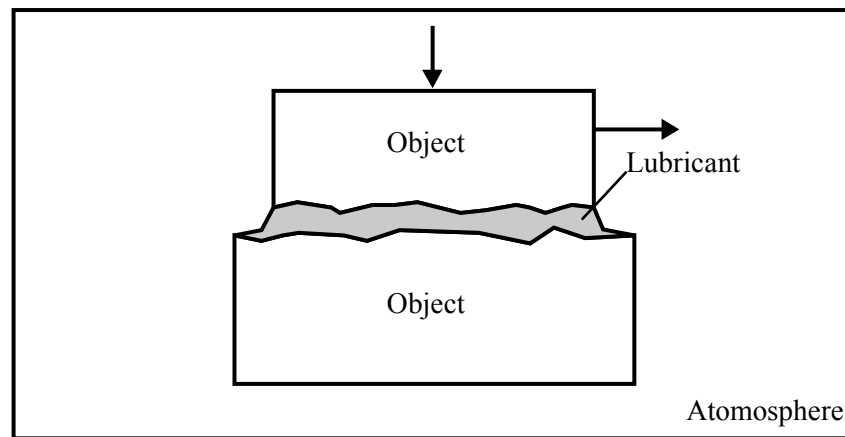


Fig. 1.1 Schematic of tribosystem.

表された報告によると、当時の日本の経済活動においてトライボロジー技術を有効に利用すれば、国民総生産 (GNP) の約 3 %, 金額にして 10 兆円の節約が期待されるという [2]。これはトライボロジー技術が人々の経済活動に大きな影響を与えているとともに、機械の保全に対して非常に重要な役割を持っていることを示している。

二つの機械要素が相対運動している様子を図示すると、Fig. 1.1 のように二物体と、間に介在する潤滑剤および周りの雰囲気と非常に簡単なシステムとして表される。しかし、各要素間の相互作用は多岐に渡る。トライボロジー特性は、材料の物理化学的特性、相対運動の形態、接触および運動に関する力学的条件、潤滑状態、雰囲気など多くの因子によって影響を受ける上、それら材料表面の物理化学特性や機械的特性などは摩擦過程に時々刻々変化する。従って、摩擦・摩耗に及ぼす原因と結果を同定することは容易ではない。力学、熱力学、流体力学や化学など幅広い知識でもって対処する必要がある。

摩擦・摩耗を制御するために、二面間に潤滑剤を供給することは多く行われている。潤滑の形態は流体潤滑 (fluid lubrication)、混合潤滑 (mixed lubrication)、境界潤滑 (boundary lubrication) の 3 つに大別される。流体潤滑は固体間が直接接触せず潤滑膜が荷重を支え摩耗や焼き付きが起こらない状態、境界潤滑は機械の起動・停止時などに潤滑膜が形成されず固体間の直接接触が起きている状態、混合潤滑は境界潤滑と流体潤滑が混在した状態である。これらの潤滑状態は潤滑膜の粘度、滑り速度や荷重で決ま

る． Figure 1.2 は摩擦面の駆動条件 (潤滑膜の粘度(viscosity)×滑り速度 (sliding speed) / 荷重(load)) と摩擦係数 μ の関係を示したもので，ストライベック曲線と呼ばれる．上記の 3 つの潤滑形態は粘度，すべり速度，荷重によって連続的に変化する．従って，二物体間の相対的な摺動速度を調節することは，適切なトライボシステムをつくる上で必要不可欠であると考えられる．

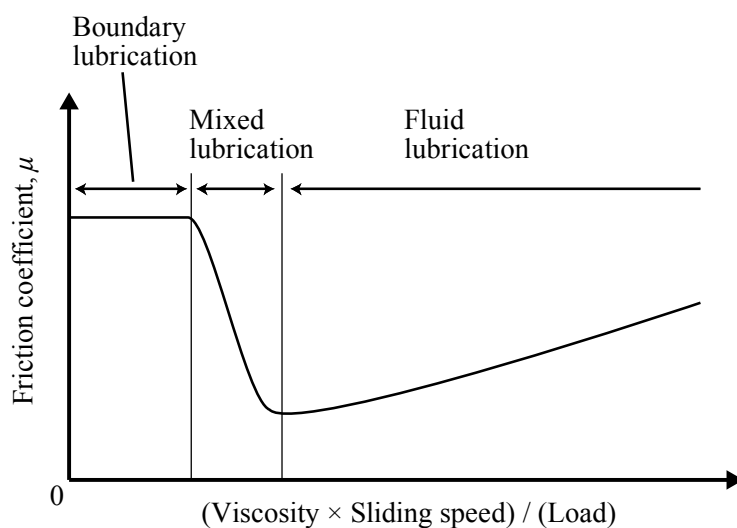


Fig. 1.2 Stribeck curve.

1.2.2 微細加工技術とマイクロ・ナノトライボロジー

1.2.2.1 微細加工技術

半導体の集積化を進展させるために、微細加工技術が非常に進んでいる。従来の機械加工では μm オーダーが限界であったが、数十 nm オーダーの加工精度で半導体を大量生産することが可能となっている。この半導体の微細加工技術を機械要素の微小化に応用した技術はマイクロマシニング技術と呼ばれ、それを用いて作製された機械要素と電子回路から成るデバイスは MEMS (Micro Electro Mechanical Systems) と呼ばれている。機械の小型化がもたらす恩恵は大きい。センサを例にすると、小型化することで測定対象に与える影響を小さくすることができる。また、小型センサを多くアレイ状に並べることで、広範囲の情報を得ることができる。そして、小型化に伴って、寸法効果により機械的な共振周波数が向上する。寸法効果とは、物理量と寸法の関係であり、共振周波数は寸法の 1 乗に反比例して大きくなることから、寸法が小さくなるほど共振周波数は高くなる。これにより、高感度化や外部振動ノイズへの耐性の向上が可能となり、より高性能なセンサが実現可能となる。加速度センサ [3]、角速度センサ [4]、圧力センサ [5] などの各種センサや、プリンタのインク吐出用プリンタヘッド [6]、静電駆動モータ [7], [8] などのアクチュエータなど、さまざまな機能をもつ微小デバイスが急速に普及している。さらには、医療やバイオテクノロジーの分野への応用も期待できる。小型化によって、血管や消化管の中に入って治療や診断を行うことが期待される [9]。また、細胞などの微小な物体の操作も可能になっている [10]。特に、細胞や DNA などの化学・生化学の操作に必要なサンプルの前処理、混合、増幅、反応、分離、生成、検出を一つの集積化したマイクロチップデバイスで行う化学・分析システムは μTAS (Micro Total Analysis Systems) と呼ばれており、サブ μm サイズの DNA を大きさごとに分離するマイクロチップ [11], [12] など、小型であることを活かしたデバイスが実用化に向けて多くの研究がされている。このようにマイクロマシニング技術による機械の微小化技術は電気・電子や機械の分野に加え、化学や医療など多くの分野への応用が期待されて

いる。MEMS 関連デバイスの世界市場は急速に伸びており、1996 年には 25 億米ドル程度であったが、2003 年には 110 億米ドルと 7 年で 5 倍に成長しているという報告がされている [13]。

マイクロマシニングで作られるデバイスの基板材料は、単結晶シリコンがよく利用されている。半導体材料として加工技術が確立していることに加えて、強度など機械材料としての性質も優れている。作製法は半導体フォトリソグラフィを応用したものであり、フォトマスクに任意の形状を描画し、これを被加工物に転写し加工を行う [14]。一連の流れを Fig. 1.3 に示す。紫外線感光性樹脂であるフォトレジストを塗布し (Fig. 1.3 (b))、紫外線 (UV) をマスクパターンを描画したフォトマスクを介して照射する (Fig. 1.3 (c))。図では、感光した部分が現像液に対して可溶性になるタイプ (ポジ型) のフォトレジストを示した。これを現像液に浸漬しフォトレジストの被照射部分のみを溶解させることでフォトレジストにフォトマスクのパターンが転写される (Fig. 1.3 (d))。フォトレジストをエッチングマスクとしてシリコン基板をエッチングすることで、転写されたパターンに従ってシリコンが加工される (Fig. 1.3 (e))。

フォトリソグラフィによって形成したエッチングマスクの開口部をエッチングする。エッチングには等方性と異方性を有する方法がある (Fig. 1.4)。等方性エッチングはマスクと基板の接する点から、各方向に同一の速さでエッチングが進むため、エッチング断面は円形になる上、マスクの下もエッチングされる。これはアンダーカットと呼ばれる。異方性エッチングでは、方向によって異なるエッチング速度でエッチングが進む。さらに、エッチングには薬液との化学反応によってエッチングするウェットエッチングと、プラズマ化させたガスとの化学反応によってエッチングするドライエッチングがある。

シリコンを基板材料として用いたウェットエッチングのうち、異方性ウェットエッチングについて述べる。アルカリ性水溶液で単結晶シリコンをエッチングすると、結晶方位ごとのエッチング速度の違いを反映したエッチング面が現れる [15],[16]。アルカリ性エッチング溶液として、水酸化カリウム (KOH) 水溶液や、水酸化テトラメチルアンモニウム (TMAH) 水溶液がよく利用されている [17]。結晶面{111} 面に対するエッチング速度は{100} 面や{110} 面のエッチング速度に比べて数十から数百倍小さい。シリコ

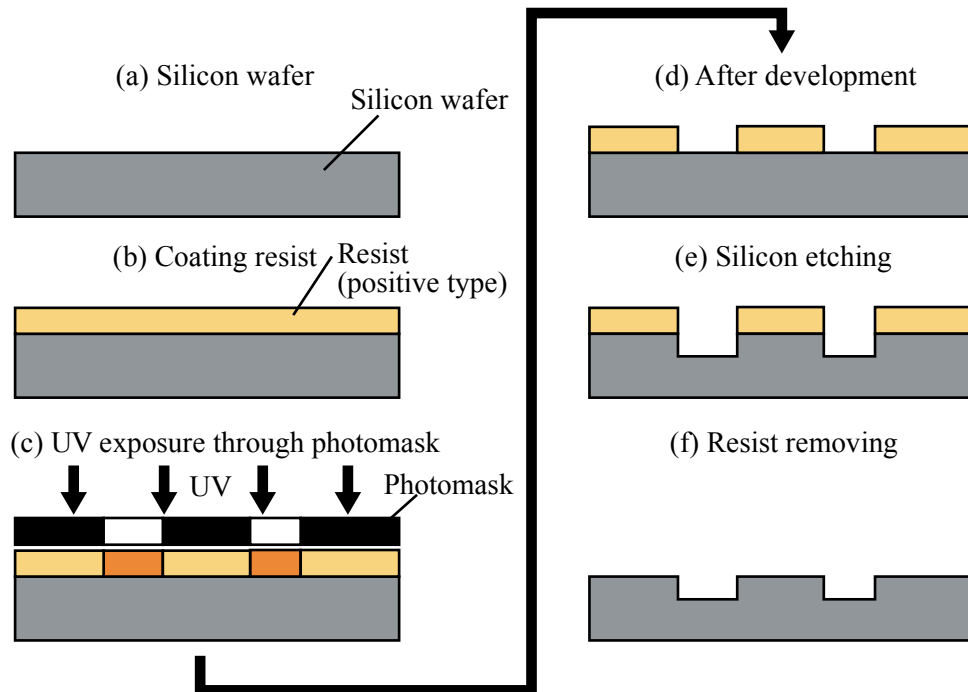


Fig. 1.3 Schematic diagram of the photolithography.

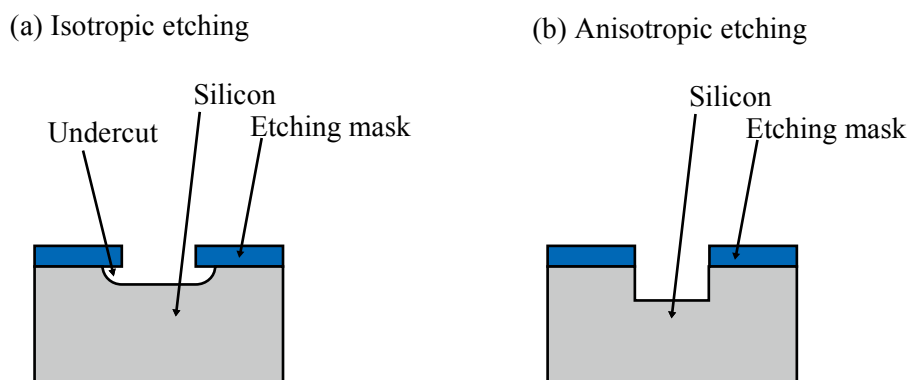


Fig. 1.4 Schematic of isotropic (a) and anisotropic (b) etching.

ンの特定の結晶面が露出するので、非常に平坦な面を得ることができる。逆に、曲面のように多くの結晶面が露出するような面を作ることは通常では困難で、 μ TAS の流路などの構造を結晶異方性エッチングで作ることは容易ではなかった。しかし、近年、界面活性剤を添加することで結晶異方性エッチングで曲面を形成可能であることが報告されている [18]。なお、本論文では結晶面および結晶方位の表記として、(100) 面、(010) 面など、結晶学的には等価である面を $\{100\}$ と、[100] 方位、[010] 方位など等価な方位を $\langle 100 \rangle$ 方位と表わす表記法に倣って記述する [19]。KOH や TMAH 水溶液はフォトレジストをも溶解してしまうことから、Fig. 1.3 のようにフォトレジストをエッチングマスクとして利用することができない。そこで、シリコン結晶異方性エッチングのエッチングマスク材にはシリコン熱酸化膜がよく利用される。シリコン熱酸化膜のエッチング速度はシリコンに対して数十倍小さく、熱酸化することで膜質のよいものが容易に形成できる。フォトレジストのパターンを転写し、フッ酸や CF_4 などのフルオロカーボンでの反応性イオンエッチング (Reactive Ion Etching, RIE) でエッチングすることで、エッチングマスクとする [20]。

シリコンを用いた異方性ドライエッチングについて述べる。 SF_6 を用いた RIE がよく用いられる。ただし、垂直かつ深さが μm を超えるような深堀エッチングを実現するためには、プラズマにバイアス電圧を印加してエッチングイオンに指向性を与え、異方性を有するプロセスを使用する。この異方性を与えるプロセスとして代表的なものが SF_6 のエッチングと、 C_4F_8 膜による側壁保護を繰り返す方法で、エッチング工程と側壁保護工程をエッチング深さサブ μm から μm 程度毎に繰り返す。本プロセスは、開発した企業の名前をとって BOSCH プロセスとも呼ばれる。実際には横方向にもわずかにエッチングされるため、エッチングの繰り返しに応じた凹凸構造が壁面に形成される。これはスキヤロッピングと呼ばれており、平坦な側壁の形成を難しくしている。この課題を解決するために結晶異方性エッチングを用いてスキヤロッピングの平坦化をした例も報告されている [21]。

1.2.2.2 マイクロ・ナノトライボロジー

機械の微小化に伴い、摩擦力や粘性抵抗などの表面積に比例する力が重力などの体積に比例する力に比べて支配的になる。重力は寸法の 3 乗に比例するのに対して、摩擦力は寸法の 2 乗に比例することから、寸法の微小化に比例して重力の効果が小さくなる。従って、微小機械同士の相対運動では、摩擦力、粘性抵抗やファンデルワールス力、表面張力の影響が大きくなる。さらに、機械の微小化は接触摺動している表面の間隔を狭小化させる。通常、物体の表面には表面粗さや長い周期のうねりが存在し、これらの凸部の高い部分同士が接触して表面の間隔を広げる (Fig. 1.5)。しかし、サイズが小さくなると長周期のうねり成分が少なくなるため、高い突起が存在する確率が低下する。そのため、接触面のサイズが小さくなると、相対した面のすき間が小さくなり、挟まれた液体の粘性抵抗やファンデルワールス力が大きくなる。それらの力により凸部同士が直接接触することによって、混合潤滑や境界潤滑のように相対面同士が強く接触し合い、大きい摩擦力が引き起こされる。このように、前述の寸法効果に加えて、機械の微小化による摺動面の微小化は表面の効果を大きくする可能性がある。微小機械の摩擦特性の解析に、表面の構造や状態を知ることがより重要になる。

マイクロマシニング技術によって歯車やモータなどの微小機械が提案されているが、摩擦力や表面張力によって、想定した機能が必ずしも発揮されてない。Figure 1.6 に、Tai らが作製した静電マイクロモータの電子顕微鏡写真を示す [7]。モータの材料は多結晶シリコンで、直径が 120 μm 、厚さは 2 μm である。四方にでている突起がロータで、中心軸の周りを回転する。周囲に放射状に配置したステータは 12 個の電極に分割されており、ステータとロータ間に電圧を加え、ロータを引きつけて回転させる。ロータと軸の接触部には固体潤滑剤として窒化シリコンの膜を付加している。200 V の電圧をロータとステータ間に印加して各相に順次電圧を加えて連続回転させた。しかし、最高回転速度は 134 krpm であると見積もられたにも関わらず、ロータと軸間の摩擦の影響によって実際はわずか 150 rpm だった上、1 分経ったら回転が止まってしまった。Hirano らは摩擦の影響を少なくするために、ロータと軸間にすき間を作ることで接触

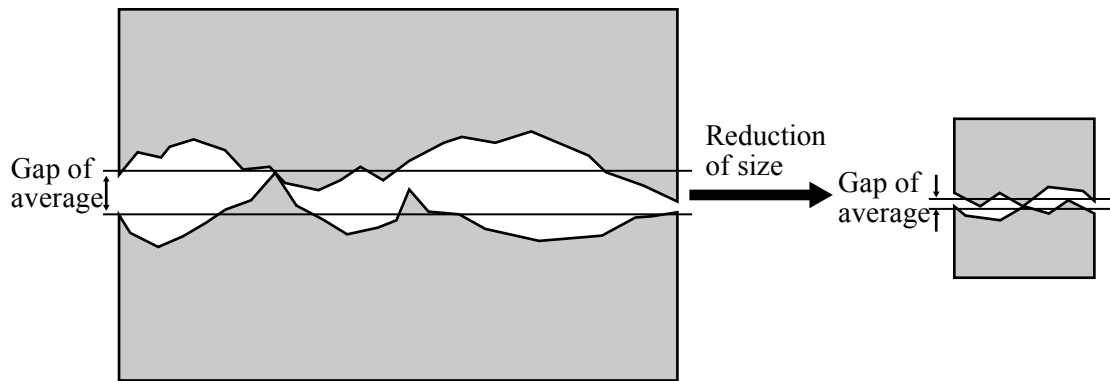


Fig. 1.5 Gap reduction in micro-nano scale.

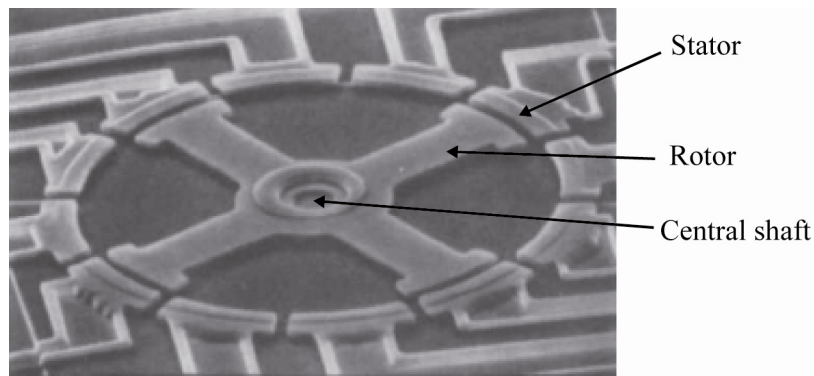


Fig. 1.6 Electron microscope image of an electrostatic micromotor [7].

すべり運動ではなく転がり運動するモータ設計にした [8]. さらに、ロータは基板上に複数形成した針状の上を滑り回転する設計にすることで、接触面積を少なくした. その界面には、低摩擦係数を示す固体潤滑剤のダイヤモンドライクカーボン (Diamond Like Carbon, DLC) 膜を形成することで、より摩擦を少なくする設計を行った. その結果、直径 $120\ \mu\text{m}$, 厚さ $7\ \mu\text{m}$ のロータは $70\text{-}100\ \text{V}$ の電圧で $10000\ \text{rpm}$ (約 $63\ \text{mm/sec}$) で回転し、寿命も 3 日以上になった. しかし、静電モータを実用的な製品とするにはまだ不十分であり、現在でも、加速度センサやインクジェットのプリンタヘッドなどの実用化されたものは、摺動部を含まないように設計されているものが多い.

通常のマクロスケールの機械では摩擦を抑制するために摺動部を潤滑油に浸漬し流体潤滑領域を実現するが、マイクロ・ナノスケールになると寸法効果により、油の粘性抵抗力が慣性力より格段に大きくなってしまうため、機械要素が動けなくなる可能性が

ある [22]. このようにして, MEMS の機械部品にとって, 相対的な摩擦の効果の増大は実用化を阻む大きな課題となっている. そのために, DLC などの固体潤滑膜や高分子の薄膜 [23] を利用するアプローチがなされており, 摩擦係数 0.1-0.01 程度の低摩擦潤滑膜の形成が報告されている [24]. 微小機械要素間でおこる摩擦力を低減するよう潤滑システムを設計するために, マイクロ・ナノトライボロジー特性を明らかにすることが求められている.

実用化されている微小機械の例として, 磁気ディスク装置 (Hard Disk Drive: HDD) が挙げられる. HDD は現在の高度情報化社会において情報を記録するストレージ装置として欠かすことのできないものとなっている. さらに, デジタル情報を一か所に集約するクラウドコンピューティングの利用が広がるなど, 情報の記録量は増加の一途をたっており, 情報を記録するための HDD に対して, さらなる大容量化が求められている.

HDD の内部の写真を Fig. 1.7 に示す. HDD は磁気ヘッド (magnetic head) を固定したスライダをボイスコイルモータ (voice coil motor) で駆動することにより, 磁気ヘッドを磁気ディスク (magnetic disk) 半径方向に走査し, その位置決めを行う. 磁気ディスクはスピンドルモータ (spindle motor) によって 4000-15000 rpm 程度に回転させる. 回転している磁気ディスク上を磁気ヘッドが走査してデジタルデータの記録・再生を行う [25]. HDD の記録容量は, 磁気ディスク円周方向の線記録密度と半径方向のトラック密度の積である面記録密度を指標として記述される. さらなる記録容量の大容量化を達成させるためには, 面記録密度の向上が求められる. そのためには 1 ビットを記録するビットセルの寸法を小さくすることが不可欠である. ビットセルの寸法の微小化に伴い, 磁気ヘッドの記録素子を微小化するだけでなく, 記録素子から漏洩する磁束の広がりを抑えるために, 記録素子を磁気ディスクに接近させる必要がある. 同様に, 磁気読取素子についても, ビットセルから漏洩する磁束の広がりが小さいために, 磁気ディスクに接近させる必要がある. このようにして, 記録・読取の両面において, 面記録密度の向上のためには磁気ヘッドと磁気ディスクのすき間 (磁気すき間) の狭小化が求められる. 今日では, 磁気すき間は 10 nm 程度まで狭小化されている [26].

磁気ヘッドと磁気ディスクの相対運動に関わる領域はヘッド・ディスクインターフェイス (Head Disk Interface: HDI) と呼ばれている. ヘッド・ディスクインターフェイスの

構成を Fig. 1.8 に示す [26]. スライダ後方に向かって狭くなるすき間に磁気ディスクの回転によって空気が押し込まれ、形成された空気層で発生する動圧により、スライダは磁気ディスク面から浮上する. スライダの磁気ディスクに対向する面は ABS (Air Bearing Surface) と呼ばれている. ABS の凹凸によりスライダを磁気ディスク面から引き離そうとする正圧と、引きつけようとする負圧を調整し、スライダの安定な浮上が実現されている. しかし、外部からの衝撃や振動によって磁気ヘッドが磁気ディスクに衝突することがあり、衝突した接触面の面積は数十 μm^2 程度と微小である [27]. 衝撃や振動によって引き起こされる衝突から守るために、スライダの表面および磁気ディスクの記録層の表面は、腐食や摩耗を防止する DLC 膜で被覆されている. 磁気ディスク表面には、さらに液体潤滑膜 (lubricant film) が塗布されている. 高密度記録を狙って磁気ヘッド・磁気ディスク間の磁気すき間を狭小化しているため、DLC 保護膜と液体潤滑膜の薄膜化が進められ、現在では DLC 保護膜の厚さが 3-4 nm、液体潤滑膜の厚さが 2 nm 以下にまで薄膜化している. 液体潤滑膜については単分子直径が 2-3 nm 程度であることから、液体潤滑膜は一様に層状に塗布されているのではなく、分布する設計が成されている [26]. このようにして、HDD の磁気ディスク上の潤滑特性を計測するためには、微小な領域における基板の形状と摩擦の分布を高精度に調べる技術が必要になる. さらに面記録密度を上昇させるための試みとして、磁気すき間を狭小化するために磁気ヘッドが磁気ディスク上を浮上させるのではなく、常時接触して記録の読み書きを行うコンタクト記録方式が提案されている [28]. 数十 μm^2 程度の微小な接触面に 1 GPa 以上の圧力がかかる中で、磁気情報の破壊を防ぐトライボロジーシステムの構築が求められる [29]. 他にも、現在のように連続する磁性膜に 1 ビットを記録するのではなく、1 ビットごとに磁気的に分離されたビットセルに記録するビット・パターンド・メディア (Bit Patterned Media: BPM) が提案されている (Fig. 1.9). 記録層はビットセルと非磁性の埋め込み領域から成るため [30]、表面エネルギーの違いにより、トライボロジー特性はディスク上で一様ではなく、分布する可能性がある [31]. 磁気ビットセルの大きさは数十 nm から数 nm オーダーであることから [32]、BPM のトライボロジー特性を詳細に解析し設計するためには、高い空間分解能でナノ薄膜の摩擦・摩耗特性を測定する必要がある. このようにして、HDD における大容量化・高信頼設計のために局所的

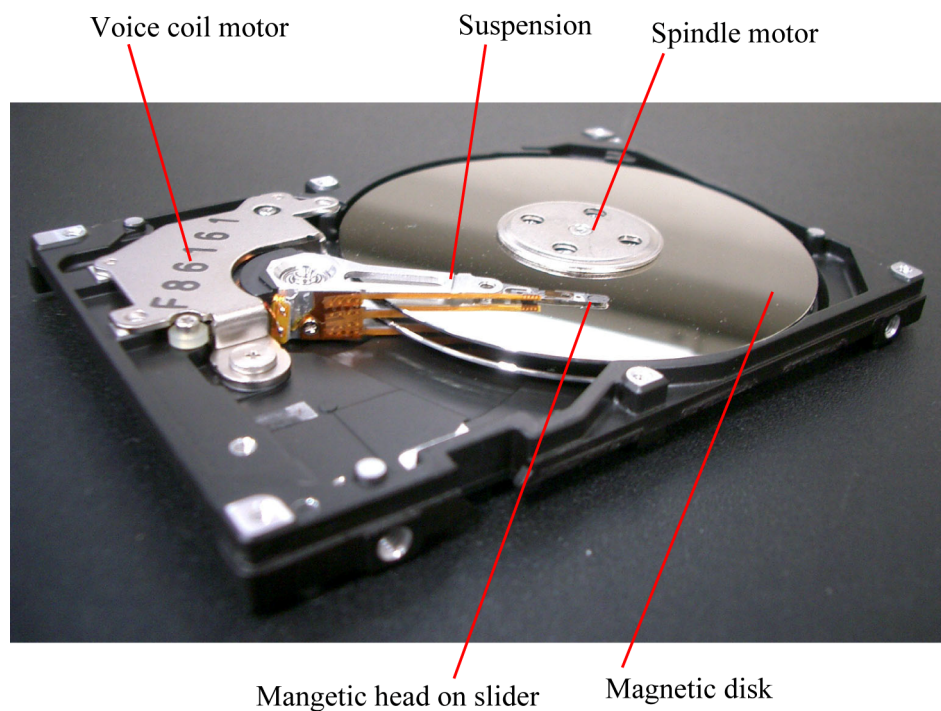


Fig. 1.7 Inside of a hard disk drive.

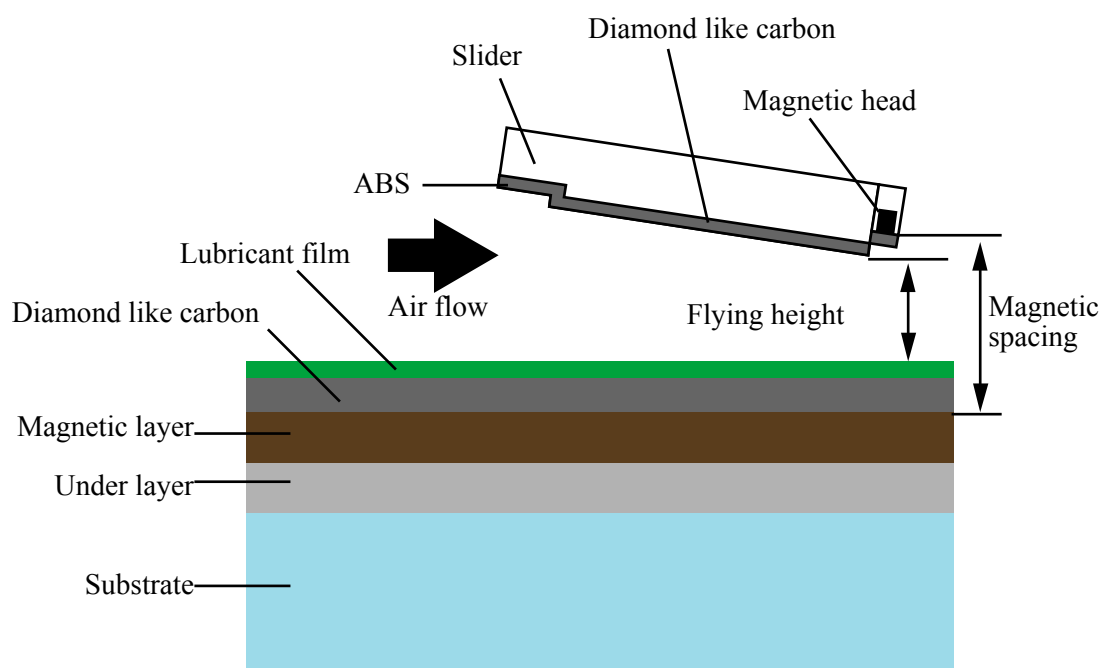


Fig. 1.8 Structure of the head disk interface.

な摩擦特性を測定し，マイクロ・ナノトライボロジー特性を解明することがますます重要になっている．

以上のように，微細加工技術の進展に伴って実用化されている MEMS デバイスや HDD のヘッド・ディスクインターフェイスにおける微小機械の相対運動では摩擦力が支配的となり，局所的な摩擦特性を解明することが求められる．

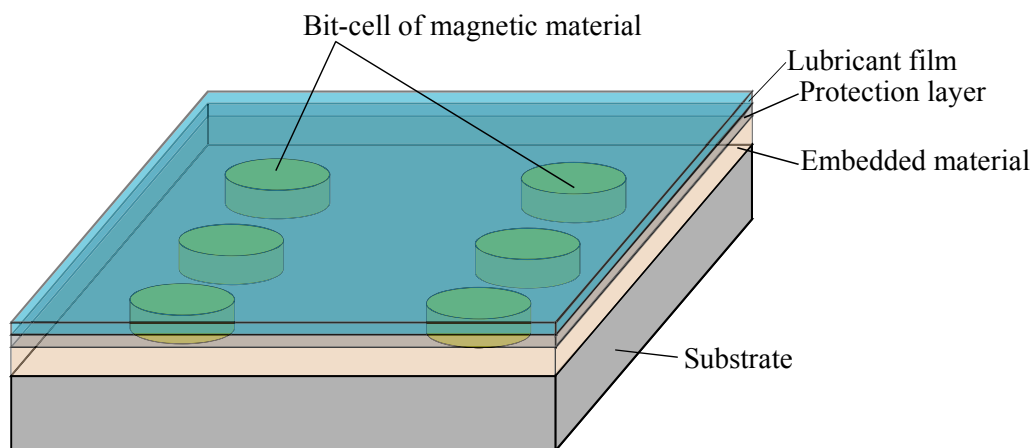


Fig. 1.9 Schematic diagram of bit patterned media (BPM).

1.2.3 マイクロ・ナノトライボロジー特性の測定

マイクロ・ナノトライボロジーは、前項までに述べたように単分子から数分子しかない狭いすき間において働く。接触面積が小さいので働く摩擦力も小さくなり、高い力分解能が求められる。局所的な摩擦特性の測定のためには、高い力感度をもつ計測法で微小な接触面の摩擦特性分布を可視化することが求められる。

マイクロ・ナノトライボロジー特性を測定するために、ピンオンディスク式摩擦試験機、表面力測定装置 (Surface Force Apparatus: SFA) や摩擦力顕微鏡 (Friction Force Microscope: FFM) を中心にして研究が進められてきた。いずれも、小さな力を測定するために板ばねを利用している。力感度は、板ばねのばね定数と板ばねの変形量の測定精度で決定される。板ばねのばね定数を小さくするほど、微小な力でも変形するので力感度が向上するため、測定したい力によって板ばねの寸法や材料を変更することで、測定感度の調整を可能としている。

ピンオンディスク式摩擦試験機の例を Fig. 1.10 に示す [33],[34]。ガラス球をつけた板ばねプローブを試料に押しつけ、試料をスピンドルモータで回転させる。荷重は押しつけ量と板ばねのばね定数から求める。押しつけ量は、プローブの背面に照射したレーザー変位計で検出する。プローブは、摩擦力によって柔らかくたわむ平行板ばねに固定されている。摩擦力は、静電容量変位センサで計測した平行板ばねの変形量とばね定数の積から求める。また、先端の球に直径 1.5 mm で表面粗さが 0.6 nm 程度の平滑なガラス球を用いることで、表面の突起同士の接触を回避し、ガラス球・試料間に挟んだ潤滑剤分子のトライボロジー特性を測定している。しかし、板ばねの押しつけ量は初期位置で固定しているため、試料表面の形状に応じて荷重が一定にかからない。従って、初期荷重と検出された摩擦力の比で摩擦係数を算出している点において誤差が含まれる可能性がある。また、先端球の直径は 1.5 mm と大きく接触面積は数十 μm^2 程度になるため、検出される摩擦特性は数十 μm^2 の面内の平均的な現象を表わしている。

SFA は Israelachvili らによって、二つの対向する表面間にはたらく垂直力を測定するために提案された [35]。SFA の測定原理を Fig. 1.11 に示す。SFA の特徴は、試料とな

る液体を閉じ込める固体表面として、雲母表面を利用する点である。雲母の小片をへき開くと、原子レベルで平坦な表面を得ることができる。交差させた二つの半円筒レンズ表面に雲母の小片を張り付け、上下に移動することによって表面間距離を変え、二つの雲母表面を液体潤滑剤を介して接触させる。原子レベルで平滑な二表面間に潤滑剤分子は閉じ込められるため、表面粗さに影響されない液体の粘弾性特性を測定できる。ただし、固体表面が雲母に限定されることは、より一般的な固体表面での液体の特性を計測することができないという欠点がある。二表面間にはたらく垂直力は、平行板ばねの変位と、ばね定数との積から求めることができる。さらに、Israelachvili らは、表面をせん断方向に駆動する要素を加え、トライボロジー特性の解析を可能にした [36]。雲母板間に液体試料をはさみ、荷重を印加することによって薄膜化する。雲母板の下地は柔らかく弾性変形しやすいので、荷重によって表面は平坦化する。荷重と液体薄膜による斥力が準平衡状態で釣り合うまで待ち、その後下側の表面を水平方向に駆動して、上側の表面にかかるせん断力を平行板ばねの変位を測定することにより求める。下側表面を一定速度で駆動した場合のせん断力を測定すると、アモン・クーロンの法則から摩擦係数を求めることができる。また、下側表面を正弦的に駆動したときの上側表面の応答を測定することにより、粘弾性特性の測定が可能となる。ただし、SFA で用いられる摺動子は半径 1 cm 程度の半円筒レンズと平行板ばねにより構成されており比較的サイズが大きい。したがって高速摺動が困難であり、レオロジー測定において最大の加振周波数は 100 Hz 程度、すべり速度は 10 $\mu\text{m}/\text{sec}$ 程度である [36]。摺動子のサイズが大きいかつ弾性変形しやすいので、接触面積は大きく直径は最大数 mm にもなる。したがって膜厚方向にはナノメートルスケールであるが、面内方向にはミリメートルスケールの領域において平均化された性質を測定していることになる。

局所的な摩擦特性の定量測定を達成するために、従来用いられてきたピンオンディスク摩擦試験機、SFA における問題点をまとめる。まず、両方とも接触面積が大きく平均化された摩擦特性を測定しており、表面形状とそれに対応する摩擦特性を詳細に計測することができない。また、ピンオンディスク摩擦試験機は荷重の大きさがコントロールされておらず、摩擦係数の定量化に誤差を含む可能性がある。SFA において特に問題となるのは、最高周波数が 100 Hz 程度、すべり速度が 10 $\mu\text{m}/\text{sec}$ 程度で、現実の摩

擦現象に対して遅い速度までしか測定できないことである．さらに，固体表面が雲母に限定され，一般的な固体表面でのトライボロジー特性を計測できない．以上のように，局所的な摩擦特性を測定をするために，従来法であるピンオンディスク試験機や SFA を適用することは困難である．

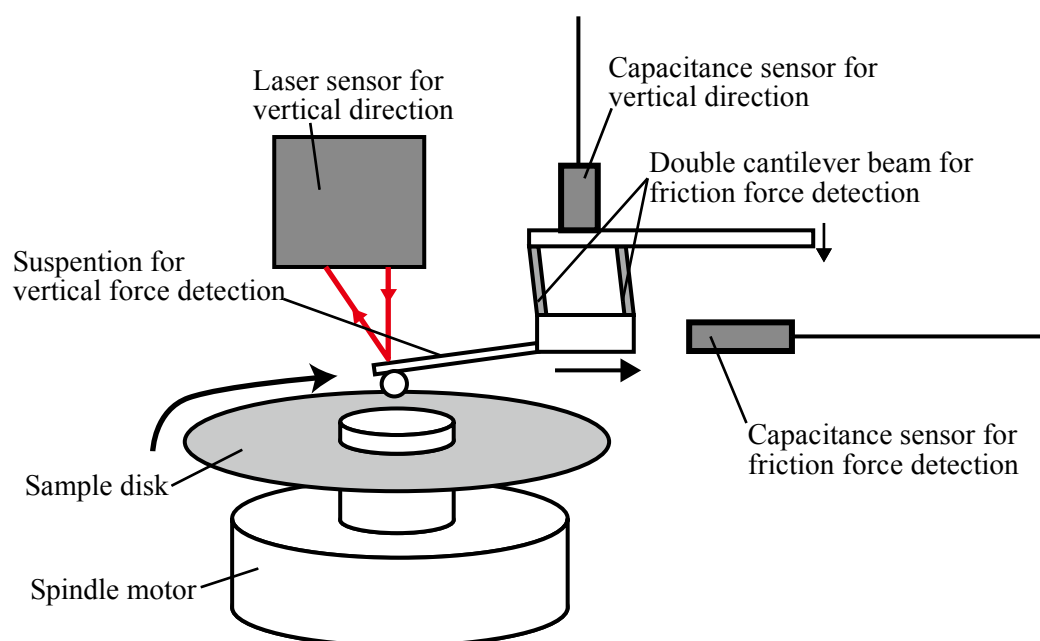


Fig. 1.10 Pin-on-disk type for friction measurement method.

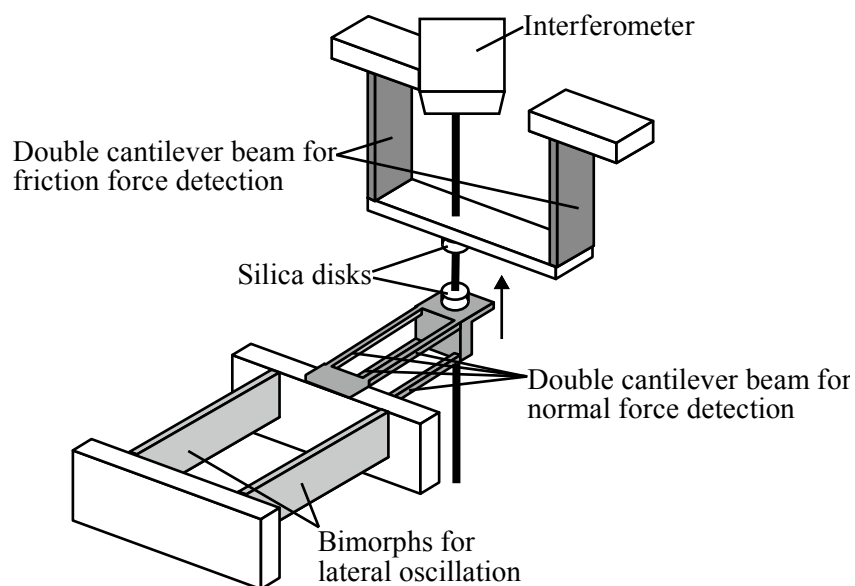


Fig. 1.11 Schematic of surface force apparatus (SFA).

1.3 摩擦力顕微鏡

1.3.1 測定原理と課題

摩擦力顕微鏡 (Friction Force Microscope: FFM) [37],[38] は Binnig らが開発した原子間力顕微鏡 (Atomic Force Microscope: AFM) [39] を応用した装置となっており, Fig. 1.12 に示した, 微小な片持ち梁の自由端に先端曲率半径が 10-20 nm 程度の探針を形成したものを用いる. プローブは Fig. 1.12 (a) のような一本梁型と, Fig. 1.12 (b) のような V 字の形状をしたものが一般的に用いられている. 本論文では, これらのプローブをその形状から前者を I 型プローブ, 後者を V 型プローブと呼ぶことにする. これを Fig. 1.13 のようにピエゾアクチュエータの先に取り付け, 試料表面に探針を接触させながら水平方向に走査する. 押し付け量 (荷重) を一定に保つようプローブの高さを制御しながら試料表面を走査することで, 制御した高さの分布から表面形状を取得する. 水平方向の走査により同時に探針先端にかかる摩擦力をプローブのねじれから取得する

ことで、表面形状と摩擦力を同時計測し画像化することを可能とする。荷重を一定として測定するので、表面形状に関わらず荷重と摩擦力から摩擦係数を得ることができる。AFM では表面形状の測定のみに限定されていたのに対して、FFM によって摩擦特性を測定することが可能となり、原子スケールから摩擦現象の解明を試みる手段として有用なツールとなっている。FFM の高い空間分解能には探針の尖鋭さが大きく寄与している。より先端曲率半径の小さい探針を作製する加工技術が空間分解能の向上を可能としてきた。初期の FFM ではタングステン線の切断面を水酸化ナトリウムでエッチングするだけのもので、先端曲率半径が 150-300 nm 程度あった。現在、一般的に市販されているプローブではシリコンの結晶異方性エッチングで尖鋭化加工して 10-20 nm 程度になっており、さらに尖鋭化処理をして数 nm にした例や [40]、高いアスペクト比をもつカーボンナノチューブを先端に取り付けた例もある [41]。以上のように、本論文で目的としている局所的な摩擦特性の計測に対して、FFM は有用な測定法である。

接触面積が小さく働く摩擦力が小さくなるため、FFM には高い力分解能が求められる。プローブのばね定数を小さくするほど微小な力でも変形し力感度が向上するため、FFM 用プローブには小さいばね定数が求められる。1 nN 程度の力を検出するために、垂直方向のばね定数には 0.1-1 N/m 程度が要求される。これを達成するために板ばねには数 μm 程度の厚さが求められるため、AFM 用プローブの作製には従来の機械加工は適さず、マイクロマシニング技術で作製されている [42],[43]。垂直のばね定数が 0.01-10 N/m 程度で、材料にはシリコンや窒化シリコンがよく用いられる。

従来の静電容量式センサは感度が十分高くないため、AFM 用プローブの変位量を検出することは困難である。そこで、レーザーと四分割フォトダイオード (PD) を用いた光てこ法が一般的に用いられている。Figure 1.13 のようにレーザー光をプローブ背面で反射させ、四分割フォトダイオード (PD) 上に集光させた光の強度を電圧に変換する。プローブが垂直方向にたわむと PD 上の光スポットが垂直方向に変位し、水平方向にねじれると PD 上の光スポットが水平方向に変位する。その変位量を PD の A, B, C, D のセルで検出した光強度の信号 i_A, i_B, i_C, i_D から算出する。垂直方向は $((i_A + i_B) - (i_C + i_D))$ から、水平方向は $((i_A + i_C) - (i_B + i_D))$ から求める。本方法はレーザーをプローブに当て四分割 PD に集光させるという比較的簡単な装置構成にも関わらず 0.1 nm 以下の高分

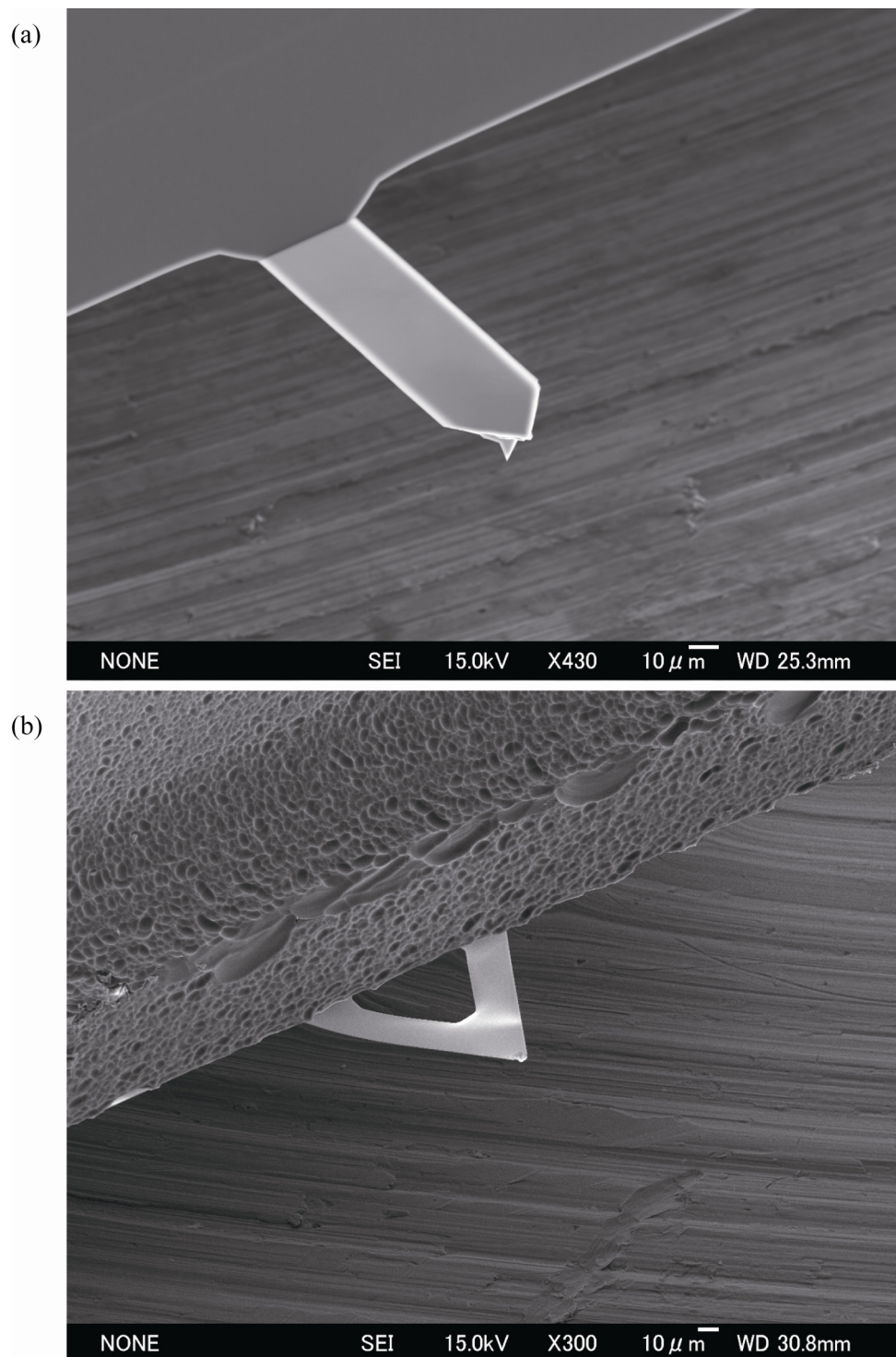


Fig. 1.12 SEM images of conventional FFM probes. (a) I-type probe. (b) V-type probe.

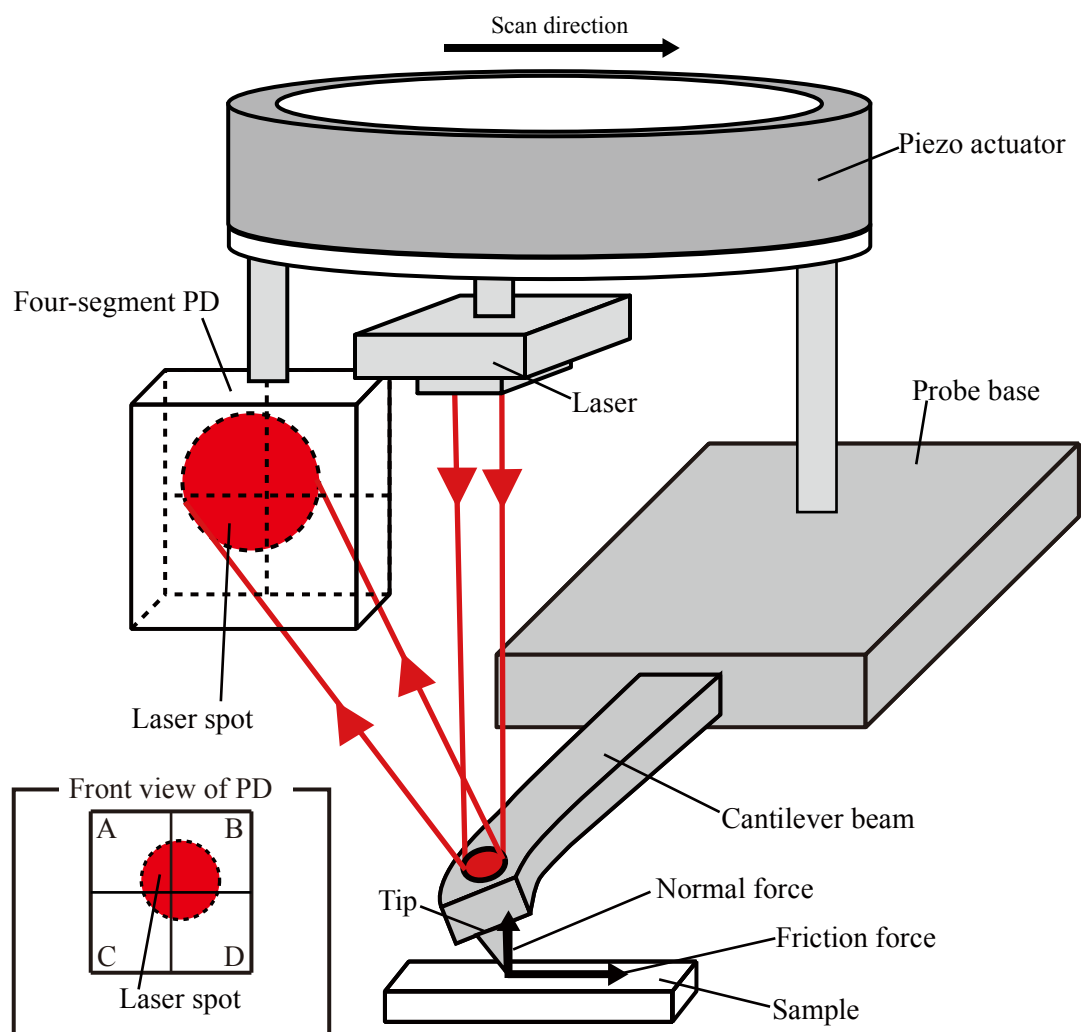


Fig. 1.13 Schematic diagram of conventional FFM.

解能を有することから市販の AFM 装置に広く採用されている。さらに高感度に測定した例として、光干渉計を利用したものが提案されているが [37],[44]、計測可能な最大変位量が原理的に光の波長の $1/4$ に制限されることや、光学系の構築・調整が必ずしも容易でない [45]。他に、シリコンからなるプローブをボロンなどのドーパにより圧電体とし、電極線を形成することでプローブの変形量を圧電電流から求めるものも提案されている [46]。

前述のように FFM は垂直方向のばねをやわらかく、探針を原子スケールに尖鋭に加工することで、高い空間分解能で弱い力を高感度に測定し、形状像と摩擦力像を同時計

測することができる。これを利用して微小機械で用いられる固体潤滑膜を FFM 測定した研究が多く報告されている。尖鋭な探針を一つの突起とみなせるため、FFM 測定では突起一つと試料の間に働く摩擦特性を測定することができることから、複数の突起同士の接触である摩擦特性のメカニズムを、単一の突起同士の摩擦力像と形状像から明らかにすることが可能となる。Bhushan らは、突起の曲率が摩擦特性に及ぼす影響を、探針の曲率と摩擦係数の関係から調べることで、実際の摩擦特性のメカニズムの解明を試みた [47]-[49]。また、FFM は形状と摩擦力を同時に計測できることから、摩擦試験で高摩擦や摩耗が生じた部分を FFM 測定することで、その原因を明らかにすることができる。形成条件の異なる固体潤滑膜の DLC 膜を FFM 測定し、同時測定した形状像と摩擦力像から、摩擦係数が表面粗さ、摩耗による残留物に影響されることが示されている [50]。FFM による摩耗試験では、通常よりも強い力で試料表面を意図的に摩耗させる走査と、通常の荷重で摩耗痕の形状像と摩擦像を観察する走査を繰り返して行い、形状像と摩擦力像から、摩耗量、摩耗形態と摩擦係数の関係を同時に知ることができる。Ando は先端曲率半径が 2 種類の突起配列を加工した面と未加工の面で FFM による摩耗試験を行い、突起の先端曲率が小さい面では切削型のアグレッシブ摩耗が起これることを明らかにした [51]。このようにして、FFM は局所的な弱い摩擦力を高感度に測定し、同時計測した摩擦力像と形状像から、従来の摩擦試験では複雑だったマイクロ・ナノトライボロジー特性のメカニズムを明らかにすることができる。

また、HDD のヘッド・ディスクインターフェイスの潤滑作用の測定にも用いられている。磁気ディスクに磁気ヘッドが衝突し損傷することを防ぐため、磁気ディスクと磁気ヘッドのそれぞれに、摩擦係数を低減する設計がなされる必要がある。磁気ディスクの摩擦特性の測定はピンオンディスク式摩擦試験機を用いた摩擦試験が一般的に行われているが、前述のように接触面が大きく平均化された摩擦特性の測定に限定され、表面形状とそれに対応する摩擦特性を詳細に計測することができず、例えば磁気ヘッドの浮上安定性が磁気ディスクの一部の領域上で不安定になる HDD において、その領域の摩擦特性を詳細に解析することができなかった。Gupta らは、浮上が不安定になる領域を FFM 測定し、サブ μm 程度の領域において、非常に高い摩擦力を示す領域があることを明らかにした [52]。この高摩擦領域は周囲と同程度の高さであるため形状像では

観察することが困難であることから、形状測定だけではなく、FFM 測定による局所的な摩擦特性分布から得られる知見は多い。また、磁気ヘッドの ABS 面の摩擦特性測定にも FFM は使用されている。磁気ヘッドの表面は非常に複雑な形状をしており、衝突時の接触面は μm オーダーになっているため、従来の摩擦試験機の適用が困難であった。ABS 表面の材料として用いられる $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-TiC}$ や SiC などの材料を FFM で測定した例が報告されている [53]。このようにして、局所的な摩擦特性を測定可能な FFM 測定法は、HDD のヘッド・ディスクインターフェイスの摩擦特性に新しい知見を与えることができる。さらに、BPM のように摩擦特性に分布が生じる磁気ディスクに対しても、基板の物質の分布と摩擦特性の関係を明らかにすることができると考えられる。

また、固体潤滑膜・高分子潤滑膜の摩擦特性測定のほかにも FFM は利用されている。例えば、従来の摩擦力測定はマクロな摺動面を対象とし、多数の突起同士の接触に伴う摩擦現象を解明しようとしてきたが、明確化できない要因を含むため困難であった。FFM によって、1 個の突起が原子・分子スケールで性状が制御された表面を、摩耗や損傷の無い軽荷重で摺動するときの摩擦力を測定することが可能となった。例えば、グラファイトやマイカなどの層状の物質のへき界面上で原子格子周期と一致した摩擦力変化が観察されている [37],[54],[55]。高級脂肪酸の単結晶でも同様の現象が観測されている [56]。さらに、探針先端の面と試料の面の結晶方位を制御するよう加工し、水や汚染物の介在が無いよう超高真空装置内で測定することで、摩擦特性を原子間相互作用の基本的性質から調べることができるようになった。Hirano は超高真空中 (10^{-8} Pa) でタングステン針の先端の (011) 面と単結晶シリコン (001) 面を接近させて電圧を与え、表面間に流れるトンネル電流が一定になるよう探針・試料間の距離を制御しながら非接触状態で走査させ、プローブの曲げ変位から摩擦力を測定し、滑り方向によって摩擦係数が極端に小さくなる超潤滑現象を測定した [57]。

FFM ではまた、摩擦力が表面の分子や原子の性質を反映するため、材料の化学組成分布の識別にも使われている。Overney らは、Langmuir-Blodgett 膜 (LB 膜) 中で相分離したフッ化炭素と炭化水素を観察し、サブ μm から $1\mu\text{m}$ 程度の大きさの摩擦力の分布からフッ化炭素と炭化水素の組成分布を明らかにした [58],[59]。他にも、様々な分子について、その末端構造の違いによって異なった摩擦特性を示すことが FFM 測定で示

されている [60]-[62]. また, プローブの探針と試料間の化学的な相互作用を変化させ化学的な識別能を与えるため, 探針を化学修飾する試みがなされている. これは化学力顕微鏡 (Chemical Force Microscope, CFM) と呼ばれており, 多くの測定が行われている [63],[64]. このようにして, FFM はプローブ顕微鏡のもつ高い空間分解能を活かして, 本論文で目的としている固体潤滑膜・高分子潤滑膜の摩擦特性測定のほかにも, マイクロ・ナノスケールのトライボロジー現象や特性分布を可視化する重要な測定手段となっている.

以上のように, FFM は多くの用途に使われる. そこで印加する荷重は数 10 nN から 1 μ N オーダーまで広い範囲にわたる. 一般的に摩擦係数は 0.01-1 程度であるので, アモントン・クーロンの法則から, かかる摩擦力もサブ nN から μ N まではなると見積もられる. 従って, FFM 測定には, 大きな荷重・摩擦力でも定量的に測定できて, かつ nN オーダーの小さな摩擦力でも測定可能な高感度な力分解能かつ高精度な定量化法が必要となる. さらに, 原子スケールの摩擦測定に適用しようとする, 摩擦係数 0.001 程度の試料で荷重 10 nN 程度を印加することから, アモントン・クーロンの法則から 0.01 nN 程度とさらなる高感度測定が求められる.

従来の AFM 用プローブを用いた FFM は, トライボロジー現象の定性的な可視化手段としては様々な成果を上げているが, 定量的な物性値の可視化手段としては課題を有している. プローブの先端のねじれとたわみを用いて水平・垂直方向の力を測定しているため, それぞれの変形の機械的な干渉が発生する可能性がある. 解析式や有限要素法シミュレーションを用いて, 水平・垂直方向に同時に力を印加した際のプローブの変形を見積もり, 摩擦・垂直力によってプローブが非線形的に変形することが明らかになっている [65]-[67]. プローブの変形量から, 摩擦・垂直力を定量化するための方法が報告されているが, 荷重が大きくなるとねじれへの連成が大きくなり解析が複雑になる. 従って, 従来の AFM 用プローブは大きな荷重・摩擦力によってプローブが大きく変形する測定において力を定量化することが困難だった. なお, 従来の AFM プローブの力定量化法は次項にて述べる. この問題に加えて, 機械的干渉を避けるためにプローブのねじれを抑制する設計がなされており, プローブの水平方向のばね定数は 100 N/m 程度と, 垂直方向のばね定数の 1 N/m に比べて 100 倍程度大きくされていた. 摩擦力は

プローブの変形量から検出していることから、この設計が、力感度の向上を困難にしていた [38],[68].

1.3.2 摩擦・垂直力定量化法

摩擦・垂直力の定量化は、フックの法則により水平・垂直方向の変形量とばね定数を乗算して行う．すなわち，垂直力，摩擦力をそれぞれ F_N , F_L ，垂直・水平方向のばね定数を k_N , k_L ，垂直方向の変形量を x_N ，水平方向のねじれ量を θ_L とすると，摩擦・垂直力はそれぞれ

$$F_N = k_N x_N, \quad (1.1)$$

$$F_L = k_L \theta_L, \quad (1.2)$$

と表わせる．Figure 1.13 に示したように，水平・垂直方向の変形量は PD の差分信号から得る．PD の水平・垂直差分信号を I_L , I_N とすると，垂直・水平方向の変形量 x_N , θ_L は次のように表される．

$$x_N = \alpha_N I_N, \quad (1.3)$$

$$\theta_L = \alpha_L I_L. \quad (1.4)$$

α_N , α_L は PD 差分信号 I を，変形量 x もしくはねじれ量 θ_L に変換する変換係数である．従って，水平・垂直力は次式で表わされる．

$$F_N = \alpha_N k_N I_N, \quad (1.5)$$

$$F_L = \alpha_L k_L I_L. \quad (1.6)$$

高精度に摩擦・垂直力を定量化するには，式(1.3) および(1.4) の変換係数 α とばね定数 k を精度良く求める必要がある．以下，AFM 用プローブを用いた従来の FFM で行わ

れている水平・垂直方向の変形量の較正法およびばね定数の較正法について述べる。

垂直方向の変形量の較正はプローブの支持台に固定している走査用チューブ型ピエゾアクチュエータでプローブを試料に押し付けることによってプローブを垂直方向にたわませる。押し付け量 Δx_N とたわみ量に対応した PD の垂直差分信号 ΔI_N とのフィッティング直線の傾きから式(1.3) より変換係数 α_N を求める。本方法は従来の AFM で一般的に行われている方法である [69]。

ねじれ角を較正するためには、ねじれ角を精確にコントロールしながら、PD 水平差分信号との関係を精密に測定する必要がある。しかし、AFM 用プローブの寸法は長さが $100 \sim 200 \mu\text{m}$ 、厚さが $\mu\text{m} \sim 10 \mu\text{m}$ 程度と微小であるため、把持してねじることが難しい。さらには、プローブに当てるレーザーの位置や PD とレーザーの集光位置はセットアップ毎に変わり、較正作業をプローブのセットアップ毎に行う必要があるため、複雑で精密な位置合わせを要する方法は適さない。一般的に用いられている方法として Ogletree らが提案した wedge 法がある [70],[71]。試料表面が二つの結晶面から成る傾斜面試料 ($\{101\}$ 面と $\{103\}$ 面) 上で FFM 測定を行い、そのときの摩擦力によって二つの面の相対角度 $\Delta\theta_L$ に対応した PD 水平差分信号 ΔI_L から、変換係数 α_L を得る。しかし、プローブの探針の先端の摩擦・垂直力による形状変化を考慮していないため、誤差を含む可能性がある。また、探針と試料の相互作用は試料の状態や湿度などの周りの環境によって変わる可能性がある。傾斜面試料を用いた方法では探針先端の接触の状態のコントロールが難しく再現性の高い較正が難しい。一方、Cannara らは段差構造を付与した試料を用意し、段差構造の側壁に、プローブの先端に付した球の側面を押し当て、ねじれさせることによって較正する方法を提案した [72]。Wedge 法が摩擦力でプローブをねじれさせていたのに対して、Cannara らの方法は探針球を押し当てるのみでねじれさせているため、探針の変形や外部環境による影響が少ない。そして、球の幾何形状からねじれモーメントの大きさを見積もることができるため、wedge 法に比べて精度や再現性の高い較正が期待できる。しかし、探針は球のみに限定され、一般的な尖鋭な探針には適用できなかった。これら以外にも多くの較正法が試みられてきたが、微小なプローブ先端のねじれを精確にコントロールすることが原理的に困難であるため、較正法の確立には至っていない [69]。

ばね定数の較正は摩擦力と水平方向のねじれ角、垂直力と垂直方向のたわみ量の関係をフィッティングすることで求める。実験的に力と変形量を求めるアプローチが種々提案されているが、前述のように微小なプローブの変形を精確にコントロールすることが難しいため、高精度な手段が確立されていない [69]。特に、プローブのねじり剛性を実験的に求めることは容易ではない。一般的にはプローブの寸法を測り、プローブを片持ち梁とみなした解析式から算出する方法と有限要素法で構造解析する方法が採用されている [73]。しかし、プローブの寸法は電子顕微鏡で観察していることから、斜め観察による寸法誤差が $1\ \mu\text{m}$ オーダーで生じる可能性がある。プローブの厚さは数 μm であることから、ばね定数の誤差は数十% 程度になる。このように、ねじれ角検出系の較正と、ばね定数の測定を高精度に行うことはプローブの構造上難しかった。

以上のように、摩擦力顕微鏡は片持ち梁形の構造をしているため、摩擦力検出のためのねじれの較正が難しく、高精度な定量化法の確立の障壁になっている。荷重・摩擦力が大きく、大きな変形を伴う測定においては機械的干渉が引き起こされる。一方、荷重・摩擦力が小さい測定でもねじれのコントロールは容易ではない。このように、どちらのケースにおいても高精度に定量化することは難しい。そのため、測定結果の解釈において定性的な議論のみに留まっている研究も少なくない [74],[75]。

1.3.3 動的測定法

通常の FFM の摺動速度はプローブの走査速度に等しいため、 $1\sim 10\ \mu\text{m}/\text{sec}$ のオーダーに制限されている。一般に、これ以上の走査速度による測定は安定して行えない。しかし、実際の摩擦現象は第 1.2.2.2 項の静電モータの例でも示したように、 mm/sec 以上のオーダーで起こる。従って、FFM は探針と試料の相対運動から摩擦力を測定しているが、実際の摩擦現象にとっては準静的な速度で測定していることになる [76]。これに対して、微小機械の動作速度程度に高速に相対運動させながら、プローブを走査する方法が試みられている。相対運動を付与する方法としては、主にプローブをねじれ共振振動させる方法と試料を振動させる方法がある。これらは総称として横振動 (Lateral Modulation: LM) FFM と呼ばれている。前者は、プローブを支持しているステージにピ

エゾ素子を配置しねじれ振動の共振モードを励起させ摺動させるもので、ねじれ共振モード (Torsion Resonance mode: TR mode) と呼ばれている [77]-[79]。後者の、試料を振動させる試料加振モードとして、Yamanaka ら [80] や Tocha ら [81] によって試みられた piezo 素子に試料を接着して加振するものや、Lübben ら [82] によって水晶振動子に試料を接着し水晶の共振モードで加振する方法が提案されている。TR モードはねじれ共振を利用しているので、100 kHz オーダーで高速に加振することが可能であり、試料共振モードにおいても piezo 素子で 10 -100 kHz、水晶振動子なら 1 MHz を超える周波数で加振ができる。通常、振幅は 1-2 nm と非常に微小な振動で加振させ、速度にして 0.1 ~ 1 mm/sec と従来の FFM に対して 100 倍から 1000 倍の摺動速度を実現できる。これを利用して、試料表面上に分布した物質の識別や粘弾性特性についての研究がなされている。Chen らはメタルテープの表面を通常の FFM と TR モード FFM で測定し、金属粒の分布が FFM 像より TR モード像の方がより明瞭に測定できることを示した [83]。同様の結果は試料共振モードでも測定がされている [80]。これは高周波数で微小な領域を何度も摺動するため、物質による相互作用力の違いがより強調されて測定されるためである。これにより、明瞭な FFM 像が得られ、より精密な物質の化学識別が可能になる [78]。

しかし、提案された動的測定法においても片持ち梁プローブを用いているため、前項で述べた感度と定量化に関する課題を有している。通常の FFM と同様、機械的干渉と較正の難しさによってプローブの振幅の大きさを高精度に得ることは難しく、摩擦特性や粘弾性特性の定量化が難しい。それに加えて、機械的干渉を避けるために水平ばね定数を大きくするよう設定しているため、変形量が 1 nm 程度でもプローブの弾性力によって試料に与える力は大きい。従って、比較的硬い試料を小さい変形量で測定するのが一般的であり、柔らかい試料を破壊することなく測定することが難しい。このように、従来の AFM プローブを用いた LM-FFM においても通常の FFM と同様、片持ち梁型構造に起因する機械的干渉とねじれの較正が原因となって、高精度なトライボロジー現象の解析が困難であった。

以上、述べてきたように、摩擦顕微鏡は局所的な摩擦力分布を可視化できる測定法として有用であるが、高精度な定量化が困難であった。従って、マイクロ・ナノトライ

ボロジー現象解明のための手段として、摩擦力顕微鏡の定量化法の確立が必須である。

1.4 二軸独立型プローブ

近年、FFM の課題を解決するべく、垂直力と摩擦力を別々の機構で測定しようとする新たなプローブが提案されている [46],[84]-[90]。本論文では、これらのプローブを二軸独立型プローブと呼ぶ。報告されたプローブの多くは、二本の梁を連結させた構造としている。例えば Ando らは、長軸方向に互いに 90 度回転させた二つの平行板ばねを連結させた構造を提案した (Fig. 1.14) [84]。垂直方向には根元の平行板ばねが変形し、水平方向にはプローブ先端の平行板ばねが変形する。そして、プローブ先端で試料と接触する探針は、水平方向に変形する平行板ばね上に付与されているため、水平方向についてはプローブ先端の変位を直接測定できる。しかし、垂直方向については、この方向に変形する平行板ばねが片持ち梁を介してプローブ先端と接続しているため、プローブ先端の垂直方向の変位は間接的な測定となる。従って、この二本の梁を連結させた構造はプローブの変形量検出の精度の向上が困難になる可能性がある。また、この二軸独立型プローブでは、プローブのねじれを抑制し、摩擦力に対して平行にプローブを変形させる構造としている。そのため、摩擦力がプローブに作用しても、プローブ先端の光てこ用レーザーを反射する面の角度は変化しない。そこで、反射面にサブ μm サイズのカマボコ状の構造を形成した。この構造では表面の法線方向が場所により異なる。プローブ先端が変位すると、レーザー光の反射角が変わることで水平変位量を検出した。しかし、表面の形状を制御して反射角の分布を再現良く形成することは困難であった。プローブの構造も集束イオンビーム (FIB) 装置で少しずつ走査しながら作製するため、プローブ作製の再現性も低かった。この二軸独立型プローブでは、二本の梁の連結した構造と、水平方向の変形量の検出が問題となり、高精度な摩擦力定量化の障壁となっている。

Chui らは探針付きの片持ち梁とその片持ち梁の面と直行する方向に梁面を有する平行板ばねを連結させた構造のプローブを提案した (Fig. 1.15) [46]。垂直方向には片持ち梁が変形し、水平方向には平行板ばねが変形する構造としている。上の例と同じように

このプローブも二本の梁を連結させた構造なので、プローブの変形量検出の精度の向上が困難になる可能性がある。また、このプローブではプローブ変形量の検出に光てこ法を用いず、垂直力検出用の片持ち梁と摩擦力検出用の平行板ばねにピエゾ薄膜を成膜し、それぞれの変形で生じた膜応力による電気抵抗変化を測定することにより、二方向の力を検出している。そのため、プローブの構造・作製法が複雑になっている。

Zijlstra, Dienwiebel らはフォトリソグラフィを用いたマイクロマシニング技術のみで作製した「卍」形状の梁構造を提案した (Fig. 1.16) [85]-[87]。Figure 1.16 (a) の中央のピラミッド形構造の下側に探針が形成されており、働いた摩擦力を、摩擦力の方向と直行する梁のたわみで、垂直力を 4 本の梁の垂直方向のたわみで検出する。このプローブは二本の梁の連結した構造をしていないため、前述のような測定精度の低下の問題は起こらない。しかし、これらの変形量を中央の 4 つの傾斜面にそれぞれレーザー干渉計を組み込むことで検出する必要があるが、観察対象面との間を短い距離でセットしなければならないレーザー干渉計を 4 つの面で行なわなければならないため、プローブの交換毎に精密な調整が必要となる。また、梁の剛性を下げるために、梁の結合部を FIB で一つずつエッチングして厚さを $1\text{ }\mu\text{m}$ オーダーに加工していた (Fig. 1.16 (b))。これにより、ばね定数を 1 N/m オーダーとしたが、 $1\text{ }\mu\text{m}$ オーダーの加工を再現良く行うことは難しい。

以上のように、これまでの二軸独立型プローブは、摩擦力と垂直力を高精度に検出する方法として期待されるが、いずれも構造上の課題を有しており、高精度に摩擦力を定量化するには至っていない。

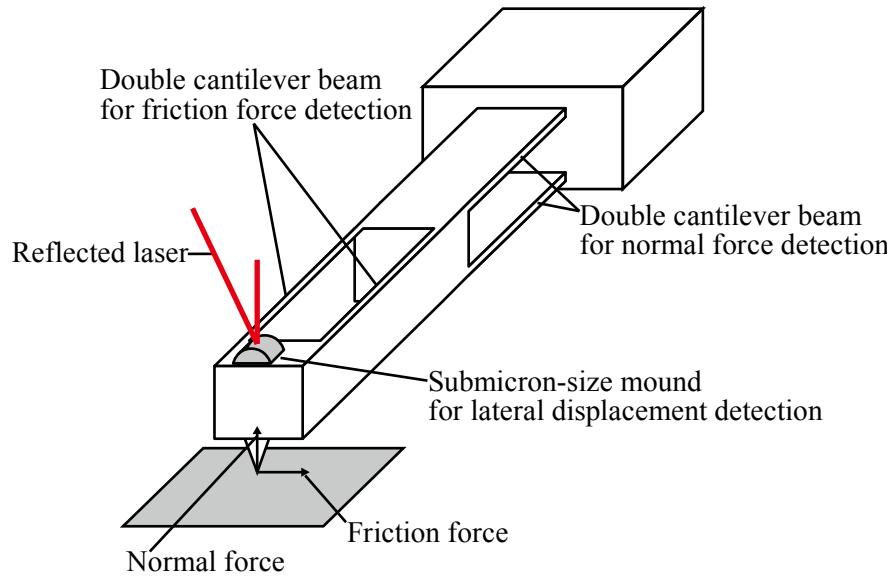


Fig. 1.14 Dual-axis probe presented by Ando *et al.*

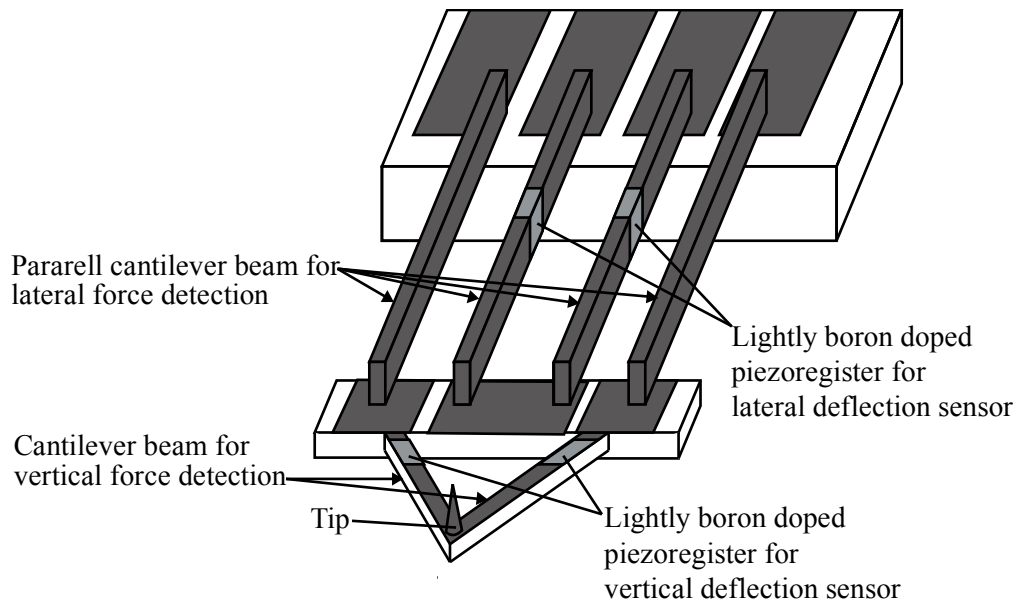


Fig. 1.15 Dual-axis probe presented by Chui *et al.*

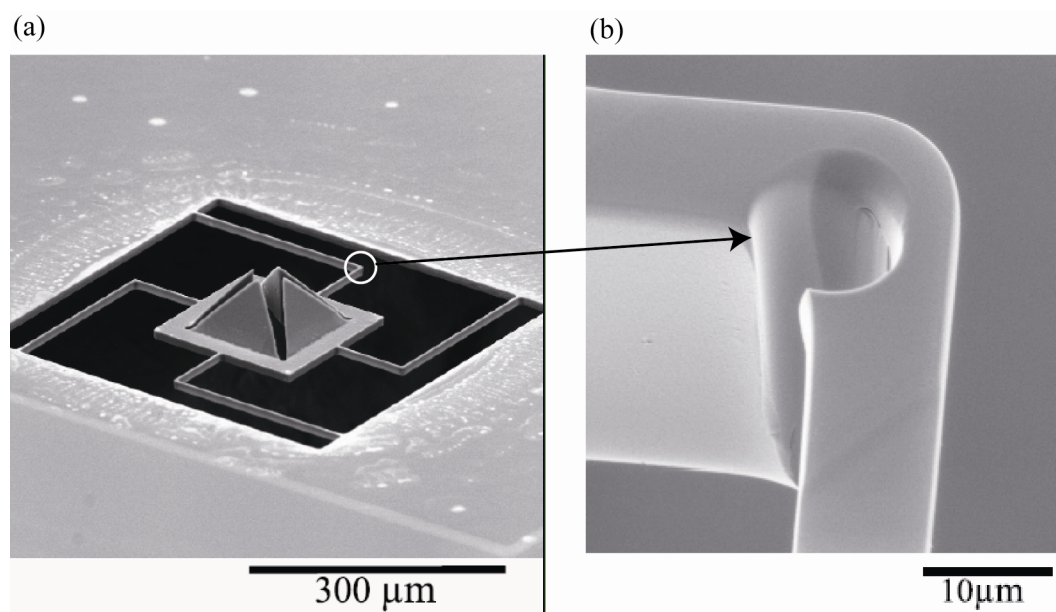


Fig. 1.16 Dual-axis probe presented by Dienwiebel *et al* [87].

1.5 二軸独立型マイクロ・メカニカルプローブ

1.5.1 原理と作製法

前項に述べた二軸独立型プローブの課題を克服するために、Fukuzawa らによって平行板ばねとそれを支持するねじり梁からなる二軸独立型マイクロ・メカニカルプローブ (Micro-Mechanical Probe: MMP) が提案された [88]-[90]. 本プローブを本論文では MMP と呼ぶ. MMP は Fig. 1.17 のように、プローブの先端の平行板ばねをねじり梁が支持した構造としている. プローブ先端に付した探針に加わる摩擦力で平行板ばねがたわみ、垂直力でねじり梁が垂直方向にねじれることで、MMP は摩擦力と垂直力に対してそれぞれ独立に変形する. 従来の FFM と同様にプローブの台座部に固定したチューブ型ピエゾアクチュエータでプローブの平行板ばねの面に対して鉛直方向に走査する. 従来の FFM と同様に、試料にかかる荷重を一定にしながら試料面の高さを制御することで得た形状と摩擦力を高空間分解能で画像化する.

プローブの変位量の検出は、従来の FFM と同じ光てこ法を適用できるよう、プロー

ブの先端に光の反射率の低い領域 (光てこパターン) を形成している．概略図を Fig. 1.18 に示す．プローブ背面にレーザーを照射し，反射光を四分割 PD に集光させ，プローブの変形に対応した先端の変位を PD 上の光スポットの移動から検出する．PD 上へ投影されてできる光スポット中の暗領域 (光てこパターン像) の移動量からプローブ先端の水平変位を検出するしくみとした (Fig. 1.18)．すなわち，プローブ先端が変位すると，この像が水平方向に移動し，PD の水平差分信号 $((i_A + i_C) - (i_B + i_D))$ が変化する．この時，光スポットの位置は垂直方向に変化せず，スポット内の光てこパターン像のみが移動する．一方，垂直力によってプローブが垂直方向に変位すると，平行板ばねがねじり梁を中心に回転し，光スポットの位置が垂直方向に変化するため，PD の垂直差分信号 $((i_A + i_B) - (i_C + i_D))$ が変化する．このときは光てこパターン像は変化しない．この方法によって，従来の光てこ法をそのまま適用できるため，MMP は従来の AFM 装置に搭載するだけで特別な構造を必要とすることなく測定ができる．

MMP の力の定量化は，従来のプローブと同様に，フックの法則により水平・垂直方向の変形量とばね定数を乗算して行う．摩擦力は平行板ばねのばね定数と水平変形量の積から求められる．垂直力は，上に述べたようにねじり梁の軸周りのねじれにより測定するため，垂直方向の等価的なばね定数と垂直方向の変位量の積から求められる．すなわち，垂直力，摩擦力をそれぞれ F_N, F_L ，垂直・水平方向のばね定数を k_N, k_L ，垂直・水平方向の変形量を x_N, x_L とすると，摩擦・垂直力はそれぞれ

$$F_N = k_N x_N, \quad (1.7)$$

$$F_L = k_L x_L, \quad (1.8)$$

と表わせる．水平・垂直方向の変形量は PD の差分信号から得る．PD の水平・垂直差分信号を I_L, I_N とすると，垂直・水平方向の変形量を x_N, x_L は

$$x_N = \alpha_N I_N, \quad (1.9)$$

$$x_L = \alpha_L I_L. \quad (1.10)$$

α_N, α_L は PD 差分信号 I を変形量 x に変換する変換係数である．従って，水平・垂直力は次式で表わされる．

$$F_N = \alpha_N k_N I_N, \quad (1.11)$$

$$F_L = \alpha_L k_L I_L. \quad (1.12)$$

つまり，高精度に摩擦・垂直力を定量化するには，従来のプローブと同様に式(1.9) および(1.10) の変換係数 α とばね定数 k を精度良く求める必要がある．

MMP に求められる仕様について述べる．微小機械で用いられる固体潤滑膜・高分子潤滑膜における測定では，第 1.3.1 項において摩擦係数 0.01 ～ 1.0 程度の試料に荷重として数 10 nN から 1 μ N を印加する条件で行われていることを述べた．アモントン・クーロンの法則から，摩擦力 0.1 nN を検出できることが要求される．光てこ検出系の最小検出分解能が 0.1 nm オーダーであることから，要求される力感度を達成するために，フックの法則からばね定数は 1 N/m オーダーに設定された．なお，第 1.3.1 項で述べた原子スケールの摩擦の測定に対しても，二軸独立型によって高精度な摩擦力の定量化と摩擦力感度の向上が期待できる．しかし，原子スケールの摩擦の測定においては 0.01 nN 程度の摩擦力感度が要求されるため，水平のばね定数を 0.1 N/m 程度にするために平行板ばねの寸法を最適に設計する必要がある．さらに，探針先端の尖鋭化と先端の結晶性を制御し，清浄な環境で測定するよう高真空装置内に AFM 装置を設置する必要がある．従って，本研究で設定したプローブの仕様では，原子スケールの摩擦を測定法として MMP を適用するためには不十分であり，プローブの最適な設計と探針先端の結晶性の制御が必要である．

プローブ構造の作製法について述べる．微小な力を検出するために平行板ばねのたわみ剛性，ねじり梁のねじれ剛性を十分に小さくした上で，平行板ばねのねじれや，ねじり梁の長手軸周りのねじれ以外の剛性など，他の剛性を十分に大きくなるよう設計する必要がある．そのため，平行板ばねのたわみ，およびねじり梁の垂直方向のねじれのばね定数が 1 N/m オーダーで，かつその他の変形の剛性がこれより十分大きくなるよう，ばね定数が 100 倍程度以上になるよう設計された．以上の条件を満たすプローブの寸

法として、平行板ばねに厚さ 5 μm 、幅 185 μm の微小かつ高いアスペクト比をもつ構造が必要と見積もられた。そのため、MMP の作製は通常の AFM プローブと同様に機械加工では作製が困難であり、マイクロマシニング技術を用いて作製された。その中でもエッチングにはシリコンの結晶異方性化学エッチング法が用いられた。まず、探針とねじり梁用の段差部がエッチングにより作製された。探針は、エッチング時のアンダーカットにより正方形のマスク (数十 μm 角) 下に形成される角錐を利用して形成された。そして、反対面から平行板ばねおよびプローブ構造を形成するためのエッチングをすることで二軸独立構造が形成された。さらに、プローブ先端の光てこパターンとして、表面を粗面とすることで光の反射率を下げる目的で、FIB 装置を用いて深さ 1 μm の矩形の浅い溝構造 (浅溝型光てこパターン) がプローブ先端の探針と反対側の面に作製された。作製されたプローブの電子顕微鏡写真を Fig. 1.19 に示す。Figure 1.19 (a) はプローブの全体、Fig. 1.19 (b) に探針の拡大写真 (先端曲率半径 約 120 nm)、Fig. 1.19 (c) に光てこパターンの拡大写真を示している。平行板ばねの梁面として、基板面に垂直な面が形成され、厚さとして 5 μm 程度までの薄い梁構造が作製された。これまで、本プローブの摩擦力・垂直力の同時独立測定に成功し、HDD 用高分子潤滑膜の摩擦力の分布像と形状像の同時観察がなされた [88]-[90]。

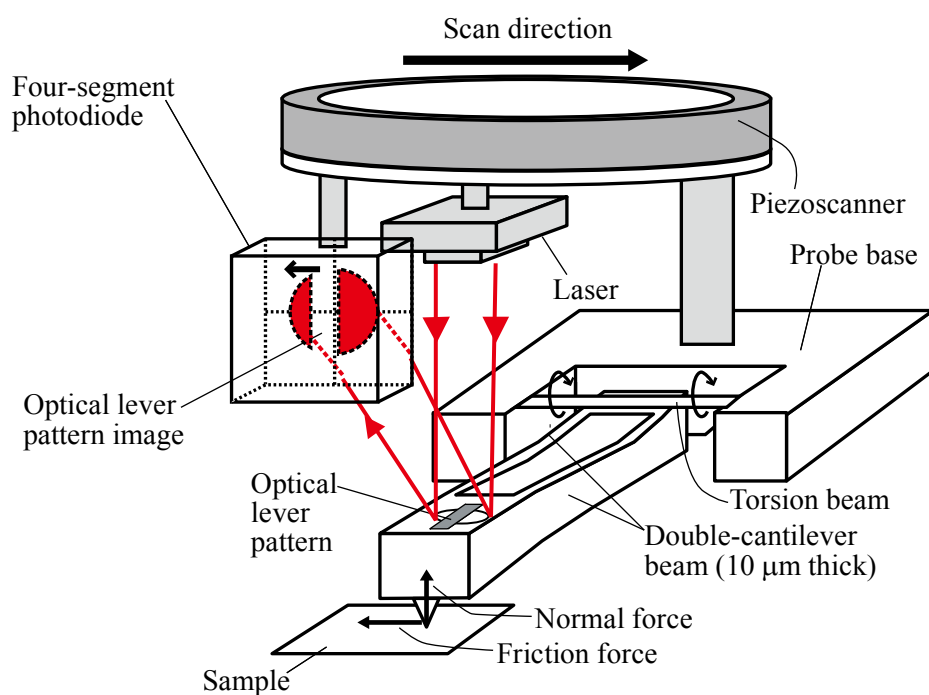


Fig. 1.17 Schematic diagram of dual-axis micro-mechanical probe.

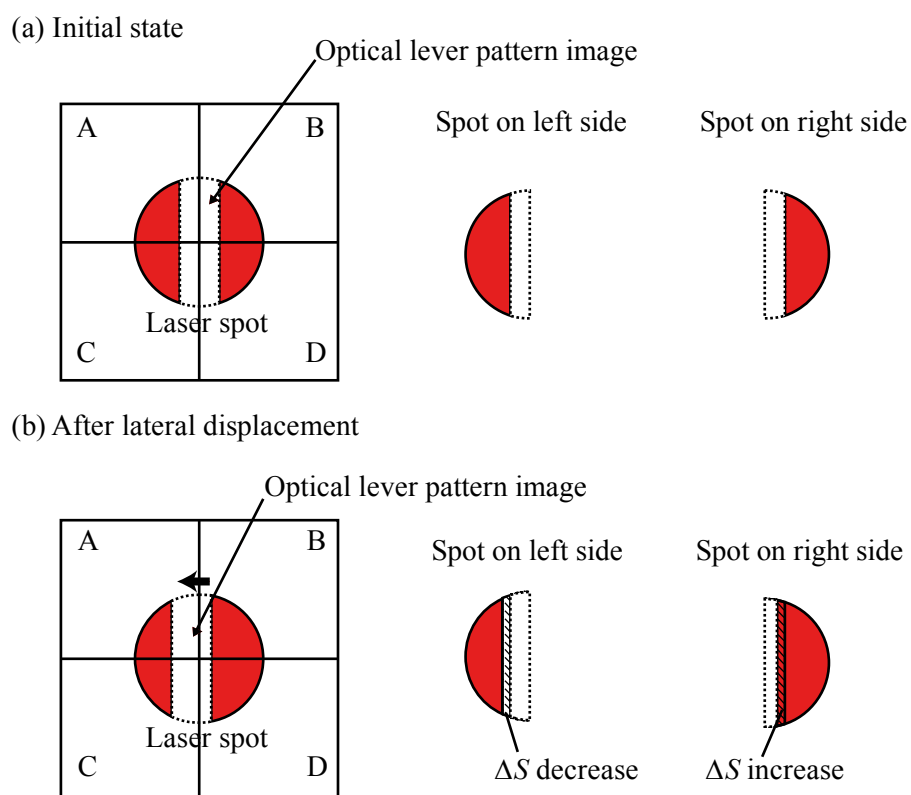


Fig. 1.18 Schematic diagram of lateral displacement of optical lever pattern image for MMP on a PD.

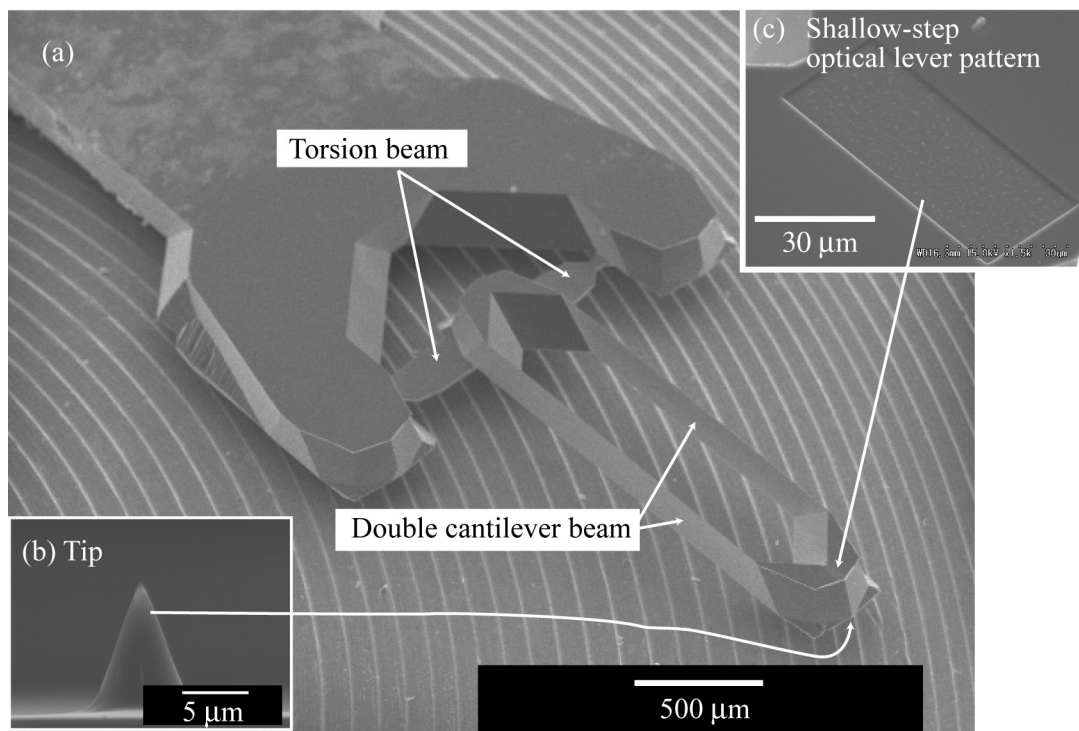


Fig. 1.19 Electron microscope images of a fabricated dual-axis micro-mechanical probe. (a) Bird view. (b) Magnified image of a tip. (c) Magnified image of a shallow-step optical lever pattern.

1.5.2 マイクロ・メカニカルプローブの課題

MMP はこれまでの研究により，二軸独立型構造，作製法および測定法について原理確認に成功していた．しかし，本測定法をマイクロ・ナノトライボロジー特性定量化のための有効な手段とするために，以下の課題を解決する必要がある．

(A) 摩擦力の定量化法の確立

摩擦力・垂直力の定量化は，従来のプローブと同様，フックの法則より変形量とばね定数の積から求める (式(1.7)，式(1.8))．MMP は光てこ法を用いるので，従来プローブと同様に MMP の力の定量化は，光てこ信号の変換係数とばね定数を精密に求めることで得られる．しかし，高精度・高感度に再現良く定量化する方法として以下に述べる 3 つの課題があった．

(A.1) 機械的干渉抑制の検証

MMP は二軸独立構造で機械的干渉を抑制するために提案されたが，従来の AFM プローブで見られた，機械的干渉による非線形な変形が MMP で抑制できているかが定量的に明らかにされていない．摩擦・垂直力がそれぞれ単独に働いた場合のプローブ変形を近似解析的に見積もることはされていたが [89],[90]，実際の FFM 動作時のように摩擦力・垂直力が同時に働いた場合を解析的に解くことは難しい．MMP の力の定量化法の確立のために，MMP の機械的干渉について精密に議論し，MMP は平行板ばねとねじり梁に二方向の力が同時に働いても干渉することなく独立に変形することを明らかにする必要がある．

(A.2) 水平変位検出用光てこパターンの改良

摩擦力を高感度に定量化するために、水平変形量を高感度に検出しなければならない。MMP の水平変形量は、前述のように光てこパターンを用いた光てこ法を用いている。浅溝型光てこパターンにより得られた光スポット (Fig. 1.20 (a)) および破線 P-Q 上の輝度値の断面図 (Fig. 1.20 (b)) を示す。× 印は光てこパターンの無いプローブで得られた光スポットの輝度値の断面図、○ 印は浅溝型光てこパターンが形成されたプローブで得られた光スポットの輝度値の断面図である。Figure 1.20 (a) において、浅溝型光てこパターンによって暗い領域 (光てこパターン像) が形成されていることがわかるが、Fig. 1.20 (b) の輝度値断面図より光てこパターンによる暗領域の輝度値は明領域の半分程度にしか低下しておらず、コントラスト比が小さい。そのため光てこパターン像の移動による光強度の変化は小さく、高感度なプローブ水平変位検出の課題となっていた。さらに、FIB によって粗面の粗さをコントロールすることは難しく、粗面形成の再現性は高くなかった。高感度なプローブの変形量検出を実現するために、反射率の低い光てこパターンを高い再現性で作製する方法が必要とされる。

(A.3) 摩擦力信号の較正法の確立

摩擦力の定量化のために、第 1.5.1 項で述べたようにプローブの実際の変形量 Δx_L と PD の水平差分信号 ΔI_L の間の関係である変換係数 a_L を求める必要がある。プローブのセットアップ毎に PD 上に集光される光スポットおよび光てこパターン像が変わり変換係数 a_L が異なることから、高精度かつ手順の簡単な方法で較正することが望ましい。前述したように、従来の AFM プローブのねじれ量 $\Delta \theta_L$ を実験的に較正することは困難であった。これに対して、MMP では摩擦力に対してねじれではなく平行板ばねのたわみで検出する。この水平のたわみ量の検出はねじれに比べて容易なので、MMP は従来の AFM プローブを用いた場合に比べて高精度かつ簡便に水平変形量を較正できることが期待される。MMP に対して従来試みられた較正法では、走査開始時に静止摩擦力により、探針が試料面に付着 (スティック) される現象を利用していた [89],[90]。Figure 1.21 (a) に本プローブによる FFM 測定結果の一例を示す。横軸はピエゾステージの変位量、縦軸は PD の水平差分信号である。本測定系では、ピエゾステージは PD に

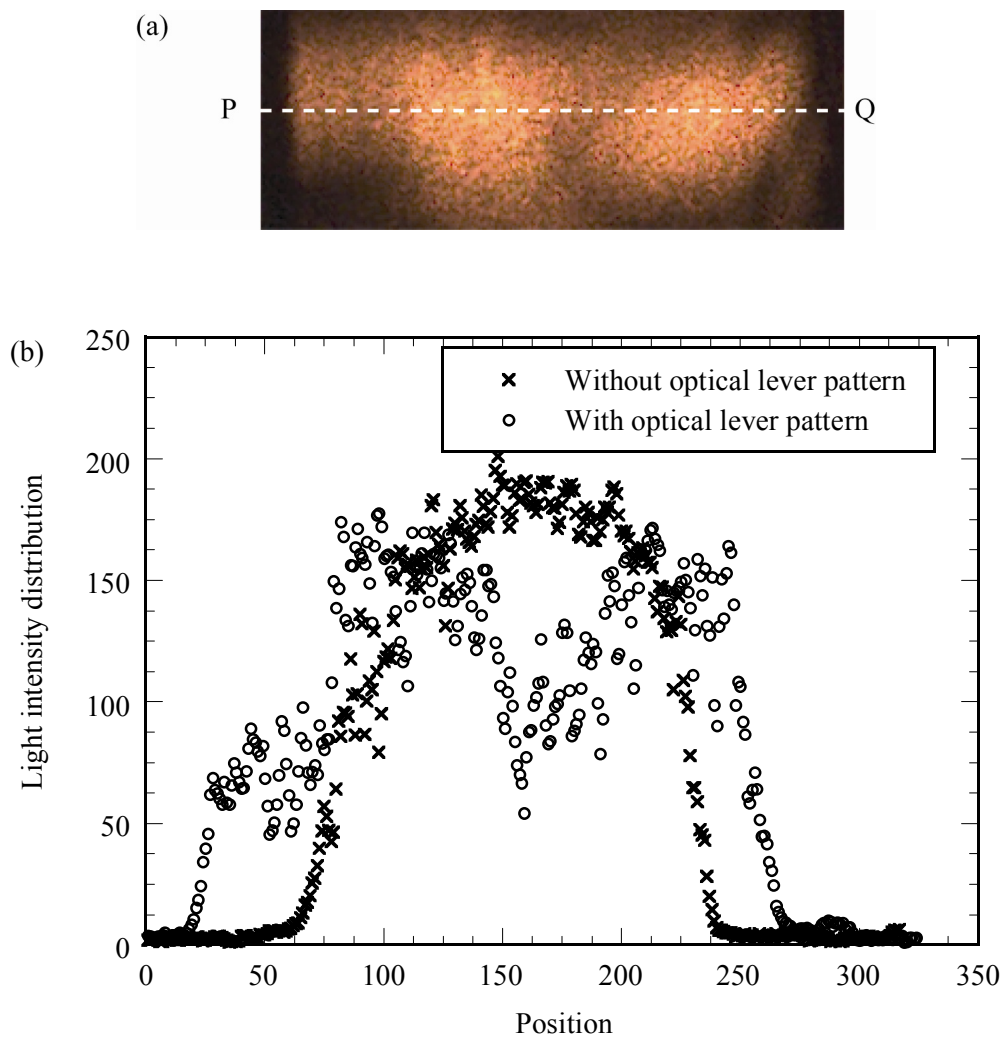


Fig. 1.20 Optical lever pattern image obtained by a shallow-step optical lever pattern. (a) Optical lever pattern image. (b) Light intensity distribution of (a) on the dotted line P-Q.

対して相対位置を変えないように移動するよう設計されている．探針のあるプローブ先端部の位置とピエゾステージの位置とのずれが，水平変位信号 $((i_A+i_C)-(i_B+i_D))$ として検出される．走査開始後 (Fig. 1.21 (a) の領域(I))，ピエゾステージの変位量に対応して，変位信号曲線がおおむね線形に増加し (Fig. 1.21 (a) の領域(II))，後に一定の信号強度となっていることがわかる (Fig. 1.21 (a) の領域(III))．これは，プローブ先端が静止摩擦力により停止している状態 (Fig. 1.21 (b)の領域(II)) から，プローブによる弾性力が水平方向の静止摩擦力を超えた時点で動き出し (Fig. 1.21 (b)の領域(III))，以降は動摩擦力によるたわみ量をおおむね維持しながら移動すると考えられる．ここで，プローブが停止

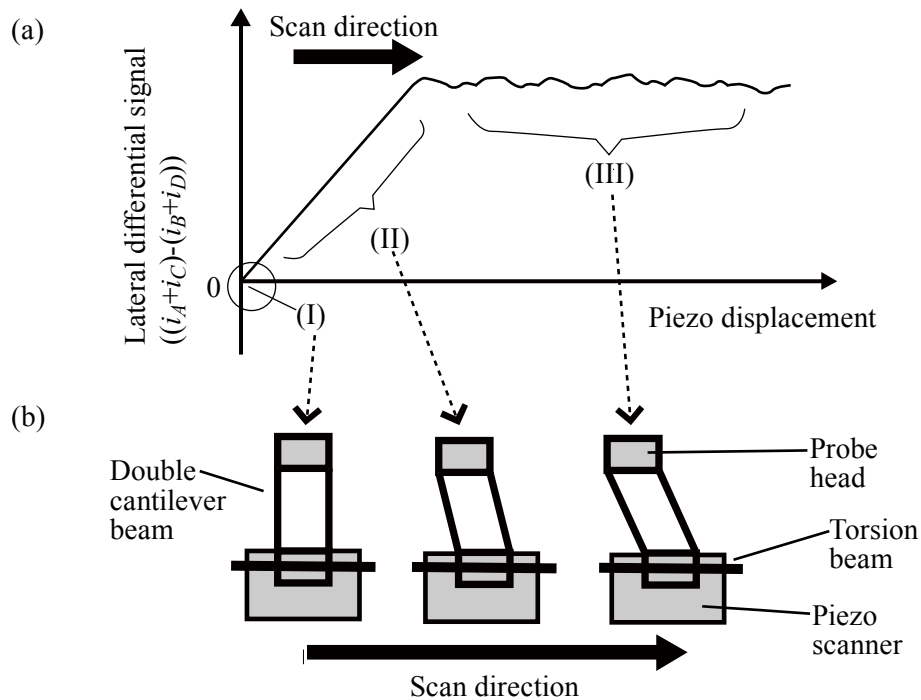


Fig. 1.21 Schematic diagram of calibration method using probe adhesion. (a) Sketch of a relationship between a lateral differential signal and a piezo displacement. (b) Schematic diagram of double cantilever deflections at each position.

している領域をスティック領域，移動している領域をスリップ領域と呼ぶ．スティック領域では，探針位置が変化しないため，ピエゾステージの変位量がプローブの水平たわみ量に等しい．Figure 1.21 (a) の領域(II) では，プローブの水平たわみ量と，水平差分信号の関係が表されていると解釈できる．すなわち，スティック領域の信号曲線の傾きから，変換係数 α_L を求めることができる．しかし，試料によっては探針試料間の凝着が小さく，上の方法の適用が困難な場合があった．すなわち，試料表面の静止摩擦係数が小さく，探針-試料間が十分に凝着せずに滑りを生じ，再現性が得られなかった．プローブの水平たわみ量と PD の水平差分信号の関係の定量化がねらいであるので，試料によらない汎用的な方法の確立が必要である．

(B) 探針位置ずれの補正

MMP に特有の，摩擦力像に引き起こされる問題がある．Figure 1.22 に MMP に摩擦力が働き水平方向に変形している様子の上面図を示す．Figure 1.22 (a) は力が印加されていないとき，Fig. 1.22 (b) は摩擦力が印加されて変形している様子を示している．

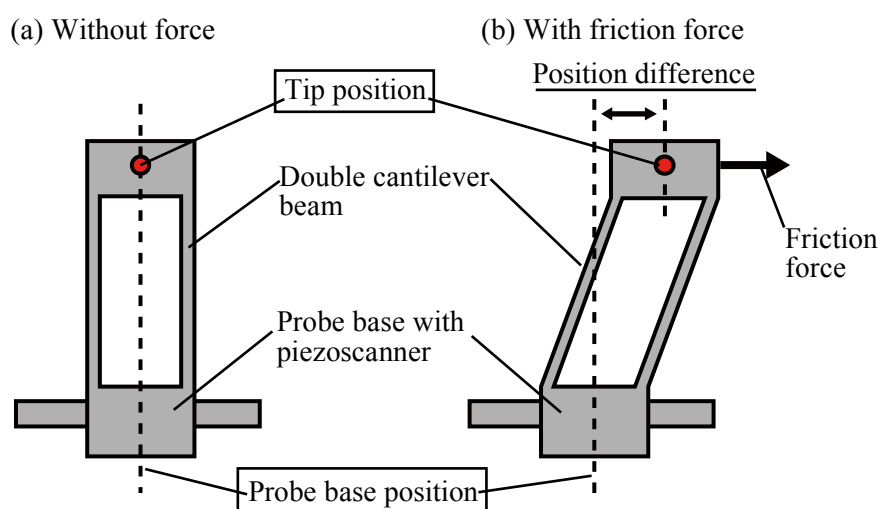


Fig. 1.22 Schematic diagram of position difference between the tip and probe base positions.

AFM 装置は、プローブを支持しているピエゾアクチュエータの位置を探針位置として画像化する。しかし、摩擦力によって実際の探針位置とピエゾアクチュエータの位置との間にずれが生じる。これにより、摩擦力像と実際の像との間にサブ μm オーダーのずれが生じてしまう。一方、従来の AFM プローブは、摩擦力をねじれを用いて測定していたことに加えて剛性が高いため、位置のずれが数 nm ～ 数十 nm 程度しかない。この像のずれは摩擦力に対して平行に変形するために生じ、MMP を含む二軸独立型プローブに特有の問題となっており、高精度な摩擦力像の取得の大きな障害となっている。

(C) 動的測定への応用

さらに、MMP の摺動速度は、従来のプローブと同様にピエゾアクチュエータの走査速度に限定され、1 $\mu\text{m}/\text{sec}$ を超えるような動的測定が困難であった。プローブのねじれ共振を利用した TR モードは、ねじれを用いない MMP には適用することができない。

MMP は二軸独立構造を有し、作製法が確立していることから、従来の AFM 用プローブや他の二軸独立型プローブに対して高精度に摩擦力を測定できる可能性がある。しかし、先に述べたように、摩擦力の定量化、動的測定および摩擦力の画像化の誤差を有する点において、測定法として解決すべき課題があった。

1.6 本研究の目的と本論文の構成

1.6.1 本研究の目的

MEMS や HDD の潤滑システムなどで利用されている固体潤滑膜・高分子潤滑膜の摩擦特性を定量化するために、以下の条件を満たす計測手段の確立が望まれる。

- (1) マイクロ・ナノメートルスケールでの局所的な摩擦力を可視化する。
- (2) 小さい荷重で高感度に摩擦力を測定する。
- (3) 摩擦力を定量化する。

(4) 動的トライボロジーあるいはレオロジー特性を定量化する．

原子スケールに尖鋭なプローブによって局所的な摩擦力分布を可視化する手段として、摩擦力顕微鏡は固体潤滑剤や高分子潤滑剤の摩擦特性を高精度に測定できることが期待される．しかし、従来の AFM 用プローブを用いた方法では、片持ち梁型の構造により摩擦力の感度と定量化に課題があった．それに対して、MMP は二軸独立型構造により機械的干渉を抑制することで、水平方向の剛性を小さくし従来に比べて 100 倍程度の摩擦力測定の高感度化に成功した．しかし、高精度な摩擦力定量化と動的測定の手段を確立していなかった．また、MMP の水平に変形する構造によって、摩擦力の画像化に誤差が生ずる可能性があった．そこで、本研究では上記の MMP の課題を克服する計測手段を提案し、局所的な摩擦特性を定量化する計測法を確立することを目的とする．

1.6.2 本論文の構成

本論文は全 4 章からなる．以下にその構成を示す．

第 1 章では本研究の背景として、微小機械の動作時にみられるマイクロ・ナノトライボロジーについて述べ、微小機械の安定動作において必須となるマイクロ・ナノトライボロジー特性の解明についてその重要性和従来法における問題点を挙げるとともに、本研究の目的について述べた．

第 2 章ではマイクロ・メカニカルプローブを用いた摩擦力測定の定量化法について検討する．まず、有限要素法解析を用いてマイクロ・メカニカルプローブの機械的干渉について解析する．次に、摩擦力の定量化のために、プローブの水平変形量を高感度に検出する方法と、プローブの水平変形量を高精度に再現良く較正する方法を検討する．最後に、本章で確立した摩擦力定量化法の精度について定量的に述べる．

第 3 章では、マイクロ・メカニカルプローブの動的測定と探針位置ずれの補正のための静電アクチュエータ機構について検討する．マイクロマシニング技術を用いて静電アクチュエータ付きプローブを作製し、それを用いた LM-FFM 測定法を検討する．

第 4 章では以上の成果を総括する．

第2章 マイクロ・メカニカルプローブを用いた摩擦 力測定の定量化法

2.1 はじめに

従来の FFM プローブの片持ち梁形構造では摩擦力によるねじれの較正が難しく、高精度な摩擦力の定量化法の確立が困難であったが、マイクロ・メカニカルプローブ (MMP) は二軸独立型構造で機械的干渉を抑制することで、高精度に摩擦力を定量化することが期待される。しかし、以下に挙げる 3 つの課題があったため、MMP の摩擦力測定の定量化は確立していなかった。

課題(1) 摩擦力は、フックの法則より、ばね定数とプローブの変形量の積から得られる。プローブ構造が力に対して線形に変形する場合でのみ適用できる。MMP の二軸独立構造は二つの力を独立に測定して、機械的干渉による非線形な変形を抑制することを狙いとしたが、摩擦力と垂直力が別々に働いた場合の近似解析的見積もりに留まり、二つの力が同時に働いた場合の精密な解析がなされていなかった。

課題(2) プローブの水平変形量を光てこパターン像の移動量から検出する方法において、従来の浅溝構造を利用した光てこパターンでは検出感度が十分ではなく、再現性も低かった。

課題(3) プローブの水平変形量を定量化するための、変形量と PD の検出信号の関係を高精度に較正する方法が確立していなかった。

そこで、本章では MMP による摩擦力測定の高精度な定量化法について検討した。まず、課題(1) を明らかにするために、マイクロ・メカニカルプローブと片持ち梁形プローブに水平・垂直力が同時に働いた場合の変形を有限要素法を用いて数値解析した。次に、課題(2) の解決を狙いとして、プローブの変形量を高感度に検出する方法について検討した。コントラスト比の大きい光てこパターン像の形成を狙いとして、プローブ背面に傾斜面型光てこパターンを形成した。傾斜面型構造を含めたプローブの作製法について検討し、再現良く作製する方法の確立を試みた。さらに、課題(3) の解決を狙いとして、

プローブの水平変形量を高精度に再現良く較正するため、段差構造を用いた方法を提案した。平行板ばねに対して平行な側面をもつ段差構造をプローブに押し付けることで高精度かつ再現性良く、水平変形量をコントロールすることを狙った。最後に、本章で確立した摩擦力定量化において摩擦力の検出限界を考察し、ナニュートンオーダーの摩擦力の検出の可否を検討した。

2.2 垂直力と摩擦力の同時計測におけるプローブの機械的干渉

MMP および従来の片持ち梁プローブに水平・垂直力の両方を印加された時の変形を有限要素法解析で調べた。水平方向の力は水平方向の変形量と水平ばね定数の積から求め、垂直方向の力は垂直方向の変形量と垂直ばね定数の積から得られる。すなわち、

$$F_L = k_L x_L \text{ (MMP) or } F_L = k_L \theta_L \text{ (Conventional probe)}, \quad (2.1)$$

$$F_N = k_N \theta_N . \quad (2.2)$$

しかし、それぞれの変形に機械的な干渉が発生すると、非線形に変形し式(2.1), (2.2) が成り立たないため、高精度に力を定量化できない。摩擦力・垂直力がそれぞれ単独に働いた時のプローブ変形を、単純な梁構造で近似した解析的な見積もりはされていたが、本来の FFM 動作時の摩擦力・垂直力が同時に働いた場合を解析的に解くことは難しかった。そこで、本節では、有限要素法解析を用いて水平・垂直力を印加し、水平・垂直方向の変形量からばね定数を求めることで、機械的な干渉について調べる。MMP の二軸独立型構造によって機械的な干渉が抑制されていることを明らかにする。なお、本節では摩擦試験を行っていないので、プローブに対して印加する水平方向の力を、摩擦力ではなく水平力と呼ぶことにする。

2.2.1 有限要素法を用いたプローブの変形解析

解析に使用したプローブのモデルの寸法を Fig. 2.1 に示す。V 型、I 型のプローブに

は一般的に FFM で使用されているものを用いた。密度，ヤング率，ポアソン比はそれぞれ 2330 kg/m^3 ， 160 GPa ， 0.22 とした。解析には市販の MEMS 用解析ソフトウェア CoventorWare 2008 (Coventor 社) を用いた。本ソフトウェアは有限要素法解析のソルバーに Abaqus (SIMULIA 社) を用いている。有限要素解析を行うため，Fig. 2.2 のようにプローブの三次元の要素・接点モデルを作成した。プローブの梁は曲面が無いような形状に近似し，六面体要素で分割した。探針は四面体要素で分割した。節点は，それぞれの要素の頂点と中点に設定した。要素と節点の数は，それぞれ 110890, 933337 (MMP), 32535, 320137 (V 型), 18902, 179954 (I 型) とした。境界条件は，プローブの根元を固定端とした。なお，計算コストを低減するため，MMP のプローブの先端および根本の部分は剛性が十分に高くほとんど変形しないと仮定して，平行板ばねとねじり梁部に比べて要素の密度を疎にした。平行板ばねとプローブの先端と根元，およびねじり梁とプローブの根元の要素の間の境界条件は，相対的に運動しない tied link とした。本モデルに対して，探針先端に水平力 F_L ・垂直力 F_N をそれぞれ 0 から $20 \text{ }\mu\text{N}$ 印加することで応力解析を行った。解析結果から水平・垂直方向の変形量を計算した。水平力と水平方向のねじれ角もしくは変位量，および垂直力と垂直方向のたわみ角で結果をまとめ，力と変形量が線形の関係にある領域において式(2.1)，(2.2) を用いてばね定数を求めた。そして，様々な垂直力が印加された際の水平ばね定数，および様々な水平力が印加された際の垂直ばね定数を求めた。

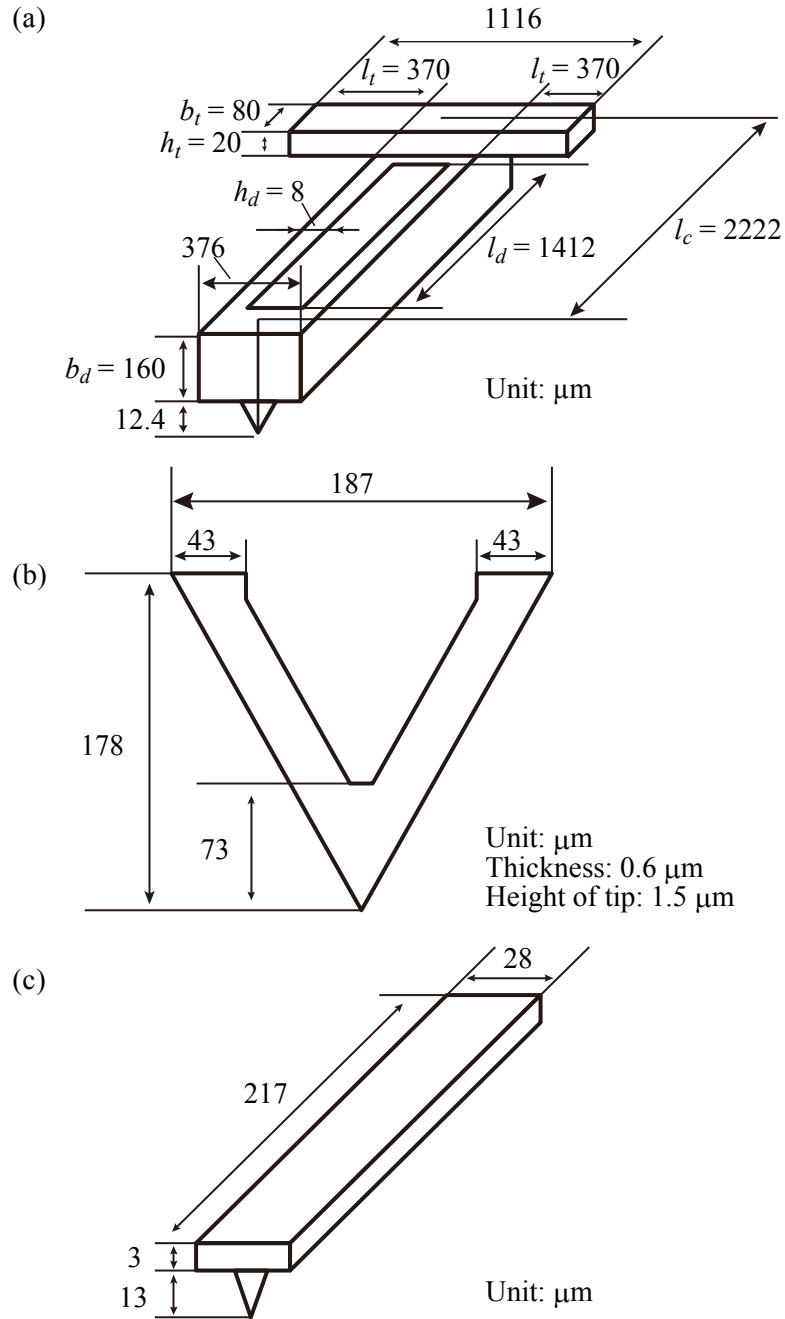


Fig. 2.1 Dimension of probes for FEM analyses. (a) Micro-mechanical probe. (b) V-type probe. (c) I-type probe.

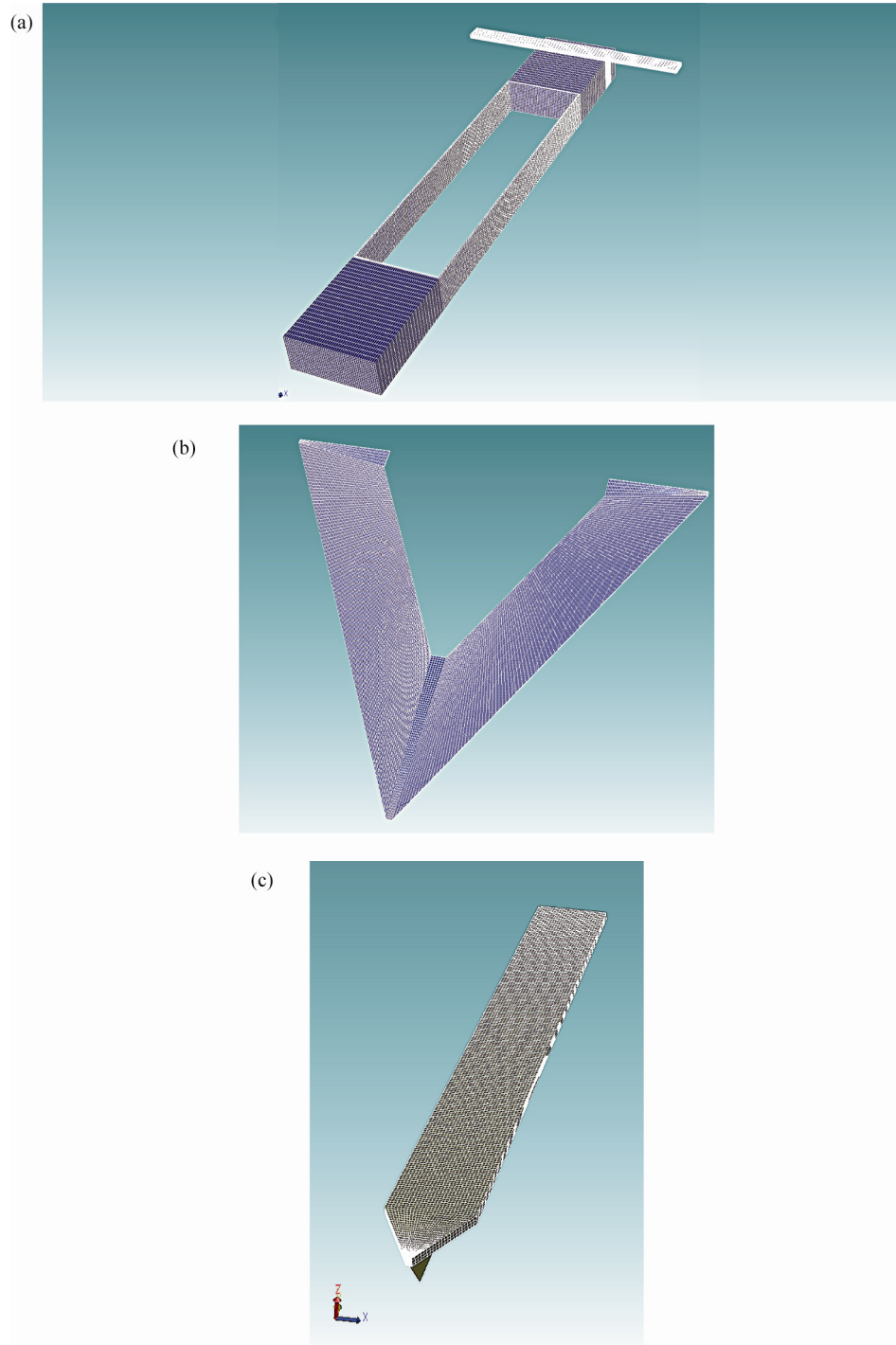


Fig. 2.2 Images of FEM models. (a) Micro-mechanical probe (110890 elements and 933337 nodal points). (b) V-type probe (32535 elements and 320137 nodal points). (c) I-type probe (18902 elements and 179954 nodal points).

2.2.2 有限要素法解析の結果と考察

Figures 2.3~2.5 に、0 から 20 μN の垂直力を印加した際の水平力 F_L と水平ねじれ角 $\Delta\theta_L$ もしくは水平変位量 Δx_L の関係を示す。Figure 2.3 は V 型プローブ、Fig. 2.4 は I 型プローブ、Fig. 2.5 は MMP の結果を示している。いずれの結果においても、ねじれ角は水平力に概ね比例する結果が得られた。しかし、特に V 型プローブにおいて印加された垂直力によってその傾きが大きく変化した。ここで、フィッティングした直線の傾きは、水平方向のばね定数に対応していることから、水平ばね定数が垂直力の大きさによって大きく変化することを示している。つまり、Fig. 2.3 の結果はねじれ角と垂直力が機械的に干渉していることを示している。次に、水平方向の変位量と垂直力の機械的干渉を定量的に調べるため、Fig. 2.6 に、垂直力 $F_N = 0 \mu\text{N}$ 時の水平ばね定数 k_{L0} で正規化した水平ばね定数 k_L/k_{L0} と垂直力 F_N の関係をまとめた。□印は MMP、×印は I 型、△印は V 型プローブの結果を示す。V 型、I 型プローブの水平ばね定数は垂直力により急激に変化した。I 型は垂直力 $F_N = 20 \mu\text{N}$ 内で 10 % 程度変化した。V 型は急激に変化し、垂直力が 2.5 μN を超えるとねじれ方向が逆転する現象がみられた。これは、垂直方向の変形量大きいことが引き起こした可能性がある。Figure 2.7 に示したように、垂直方向の変形が小さいときは、摩擦力が印加している探針先端に対して回転中心は、概ねプローブの軸にあたる位置であるため、Fig. 2.7 (a) の方向にねじりモーメントがかかる。それに対して、垂直力が大きく、回転軸より探針先端が高い位置に変位した場合、Fig. 2.7 (b) のようにねじりモーメントの方向が Fig. 2.7 (a) の場合に対して逆転する。このような現象が Fig. 2.3 の V 型プローブの解析で起こった可能性がある。I 型プローブでは V 型プローブに比べ、ねじれ方向が逆転するまでには至らなかったが、これは、V 型プローブの垂直方向のばね定数は 0.1 N/m 程度であるのに対して、I 型プローブは 1 N/m 程度と、V 型プローブに比べて 10 倍程度大きく、垂直力が 20 μN 以下では、Fig. 2.7 のようになるまで大きく変形しなかったからであると考えられる。同程度の寸法の I 型プローブに垂直力を 1 mN 程度印加すると V 型プローブと同様にねじれ方向が逆転するという報告がなされていることから [66]、この非線形な変形は水平・垂直力をねじれとたわみで検出する片持ち梁型構造に起因する。それに対して、

MMP の水平ばね定数の変化は垂直力 $20\ \mu\text{N}$ の範囲において $0.001\ \%$ 程度であった。本結果は、MMP の垂直力による水平の変形への機械的干渉は、従来の V 型、I 型プローブのそれに対して非常に小さいことを示している。

次に垂直ばね定数について解析を行った。Figures 2.8~2.10 に、0 から $20\ \mu\text{N}$ の水平力を印加した際の垂直力 F_N と垂直たわみ角 $\Delta\theta_N$ の関係を示す。Figure 2.8 は V 型プローブ、Fig. 2.9 は I 型プローブ、Fig. 2.10 は MMP の結果を示している。垂直力とたわみ角の関係は線形であるが、特に Fig. 2.8 の V 型プローブの結果において、印加された水平力によってその傾きが変化している。これは垂直方向のたわみ角と水平力の間の機械的干渉を示している。この機械的干渉を定量的に調べるため、次に、垂直ばね定数 k_N と水平力 F_L の関係を Fig. 2.11 に示す。横軸は水平力、縦軸は垂直ばね定数を示す。縦軸は水平力 = $0\ \mu\text{N}$ 時の垂直ばね定数で正規化をした。□印は MMP、×印は I 型、△印は V 型プローブの結果を示す。Figure 2.6 と同様に、V 型プローブの垂直ばね定数が水平力によって変化していることが示された。水平力 $20\ \mu\text{N}$ の範囲においてその変化量は約 $7\ \%$ であった。I 型プローブの変化は小さく、その変化量は水平力 $20\ \mu\text{N}$ の範囲において $0.1\ \%$ であった。それに対して、MMP の垂直ばね定数の変化は $0.001\ \%$ 程度であった。本結果は、水平力による垂直の変形への機械的干渉についても、MMP は従来の V および I 型プローブに対して非常に小さいことを示している。すなわち、本計算によって MMP の機械的干渉は、従来プローブのそれに対して非常に小さく、大きな荷重・摩擦力が働いてもばね定数の変化は $20\ \mu\text{N}$ 以下の力について $0.001\ \%$ 以下であることを示している。本解析により、二軸独立型構造が機械的干渉の抑制を狙い通り達成できることを明らかにした。

本項では二方向の力が同時に働く時の変形を有限要素法で解析したが、これまでは、MMP のプローブ変形は、摩擦力・垂直力がそれぞれ単独に働いたときのプローブ変形を、単純な梁構造で近似したモデルで解析的に見積もっていた。そこで、両方の解析によるばね定数を比較する。まず、本解析で用いた MMP のモデルの寸法 (Fig. 2.1 (a)) から、従来の近似解析による水平・垂直方向のばね定数 k_L , k_N を見積もる [89],[90]。平行板ばねの長さ、幅、厚さをそれぞれ l_d , b_d , h_d とする。平行板ばね先端に水平力を加えたときの境界条件を、両端固定した梁の中心部に集中荷重を加えたときの境界条件と

等しいとし、水平方向のばね定数 k_L は以下の式で与えられる．

$$k_L = 2E \frac{b_d h_d^3}{l_d^3} . \quad (2.3)$$

ここで、 E はヤング率である．垂直力は、ねじり梁の軸周りのねじれにより測定する．垂直力による等価的なばね定数 k_N は、ねじり梁の長さ、幅、厚さをそれぞれ l_t 、 b_t 、 h_t とし、探針とねじり梁の軸までの長さを l_c とすると、

$$k_N = 2f \frac{G b_t h_t^3}{l_c^2 l_t} . \quad (2.4)$$

ここで、 f は、ねじり梁の幅 b_t と厚さ h_t で決まる定数で、 $b_t \gg h_t$ のとき、 $f = 1/3$ である．また、 G は横弾性係数である．以上の式と Fig. 2.1 の寸法からばね定数を算出すると、 $k_L = 9.3 \text{ N/m}$ 、 $k_N = 15.3 \text{ N/m}$ と求められた．ヤング率 E 、ポアソン比 ν 、横弾性係数 G は有限要素法解析と同じく、単結晶シリコンとしてそれぞれ 160 GPa 、 0.22 、 656 GPa とした．一方、有限要素法解析により、MMP の水平ばね定数は Fig. 2.5 より $k_L = 9.2 \text{ N/m}$ 、垂直ばね定数は Fig. 2.10 の傾きの逆数をモーメントの長さで除することで $k_N = 12.9 \text{ N/m}$ と求められた．求められたばね定数の大きさは、水平・垂直力がそれぞれ単独に働いたときの近似解析の結果と、両方の力が同時に働いたときの有限要素法解析の結果がほぼ等しいことを示している．これらは、MMP の水平・垂直力が同時に働いたときの変形は、二つの機械的な干渉が抑制されているために、それぞれ単独で働いたときの変形応答とほぼ等しいことを示している．本結果は、MMP は二つの力が同時に働いても、機械的な干渉が抑制され、水平力は平行板ばねのたわみ、垂直力はねじり梁のねじれで検出できることを示している．

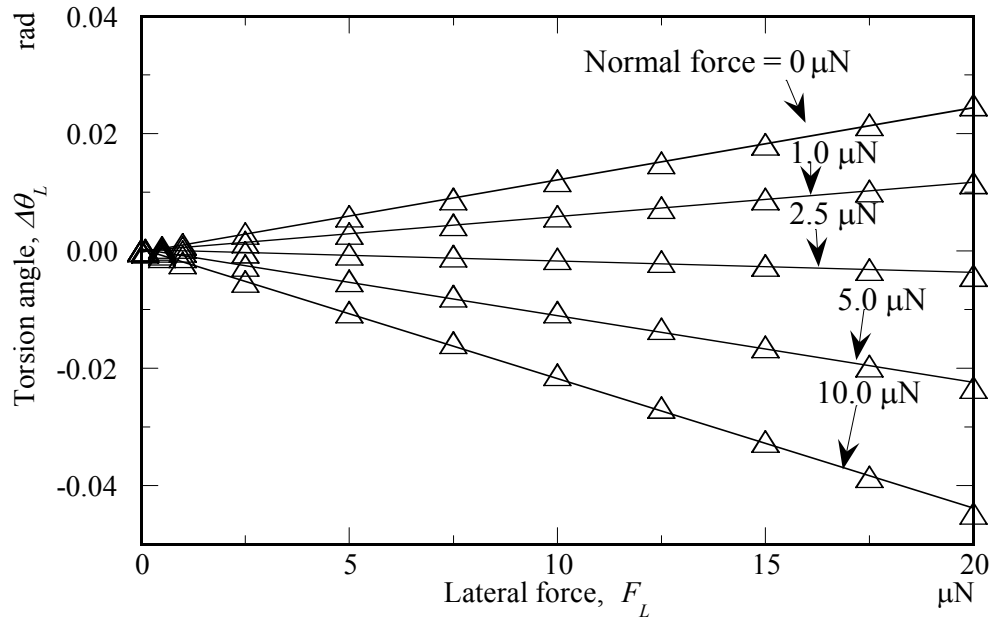


Fig. 2.3 Relation of V-type probes between lateral forces and torsion angles.

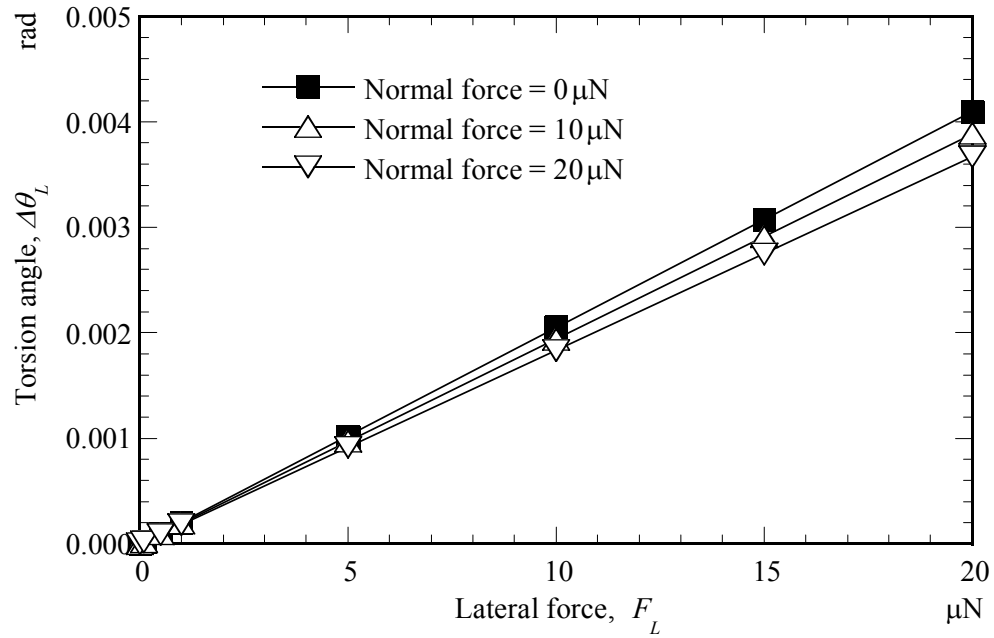


Fig. 2.4 Relation of I-type probes between lateral forces and torsion angles.

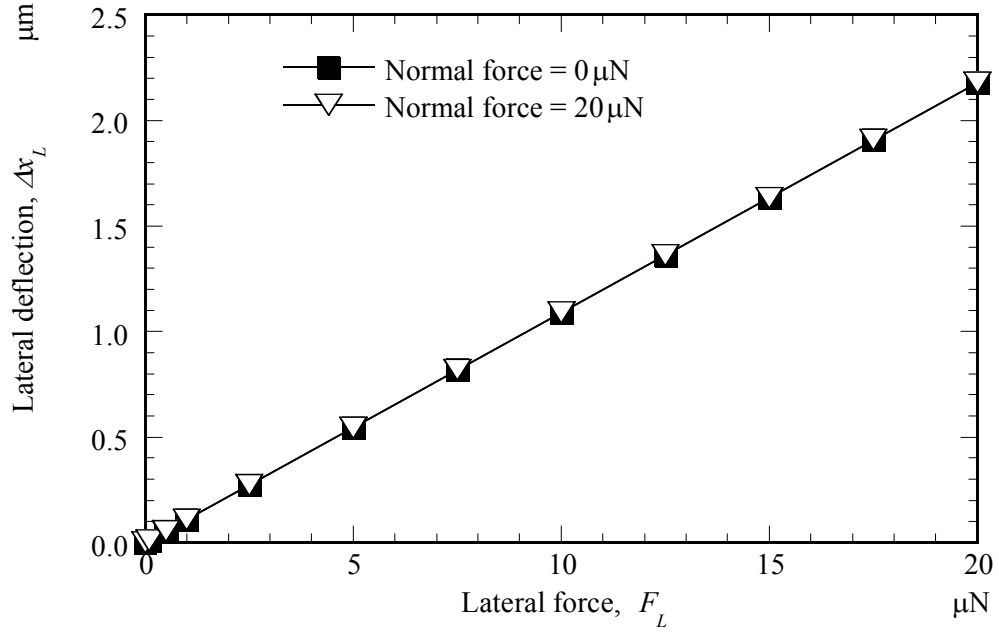


Fig. 2.5 Relation of MMPs between lateral forces and lateral deflection.

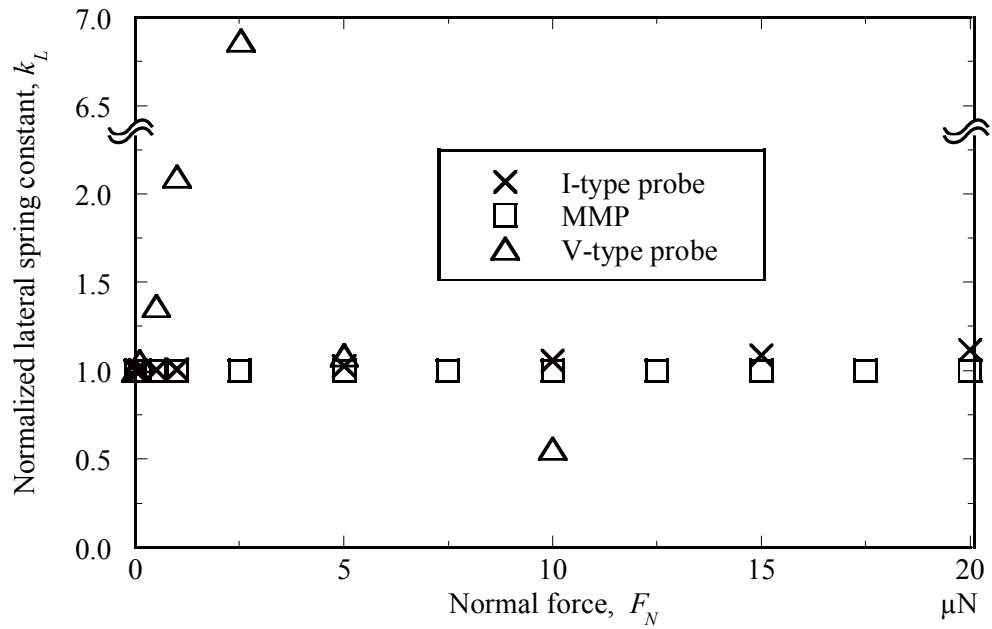


Fig. 2.6 Normal forces vs. normalized lateral spring constants.

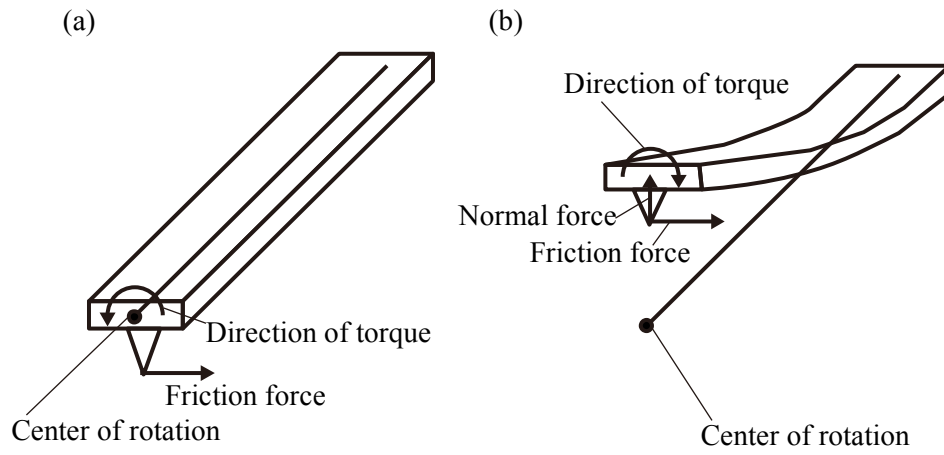


Fig. 2.7 Schematic diagram of inversion of torsion direction. (a) Vertical deflection is small. (b) Vertical deflection is large.

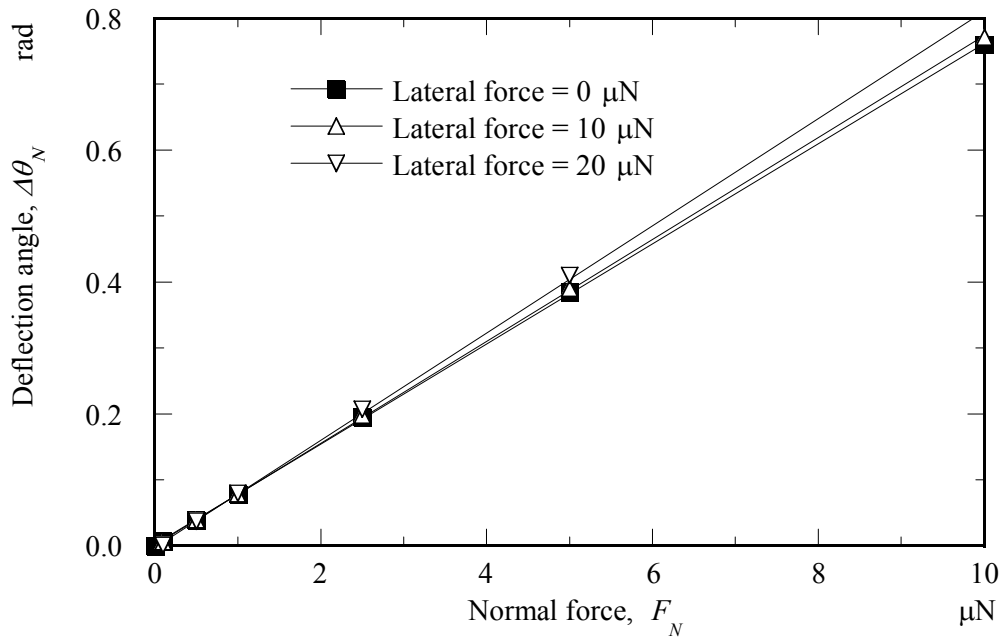


Fig. 2.8 Relation of V-type probes between normal forces and deflection angles.

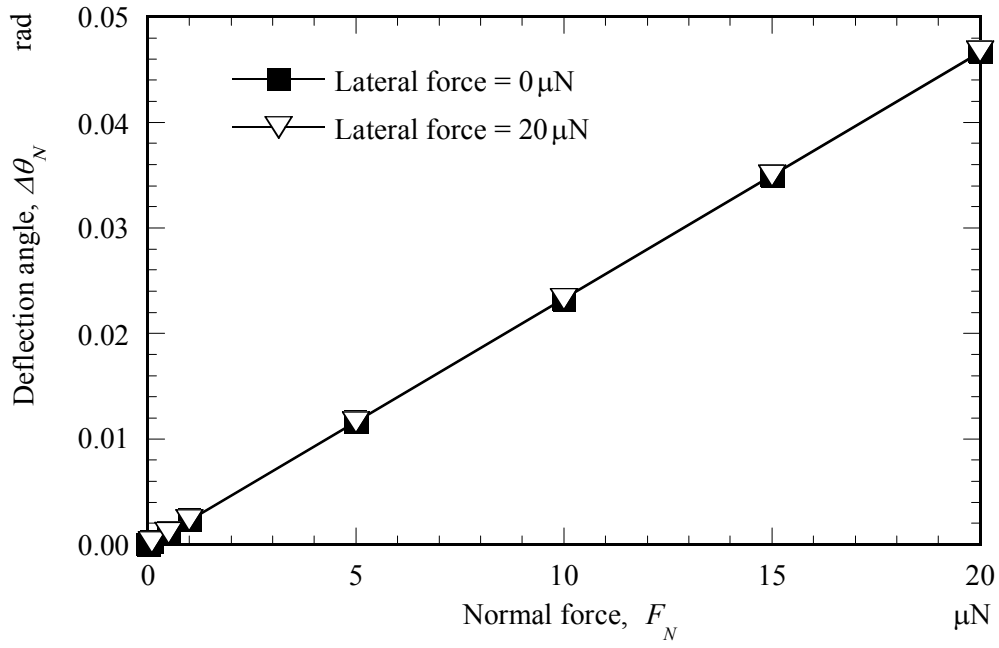


Fig. 2.9 Relations of I-type probes between normal forces and deflection angles.

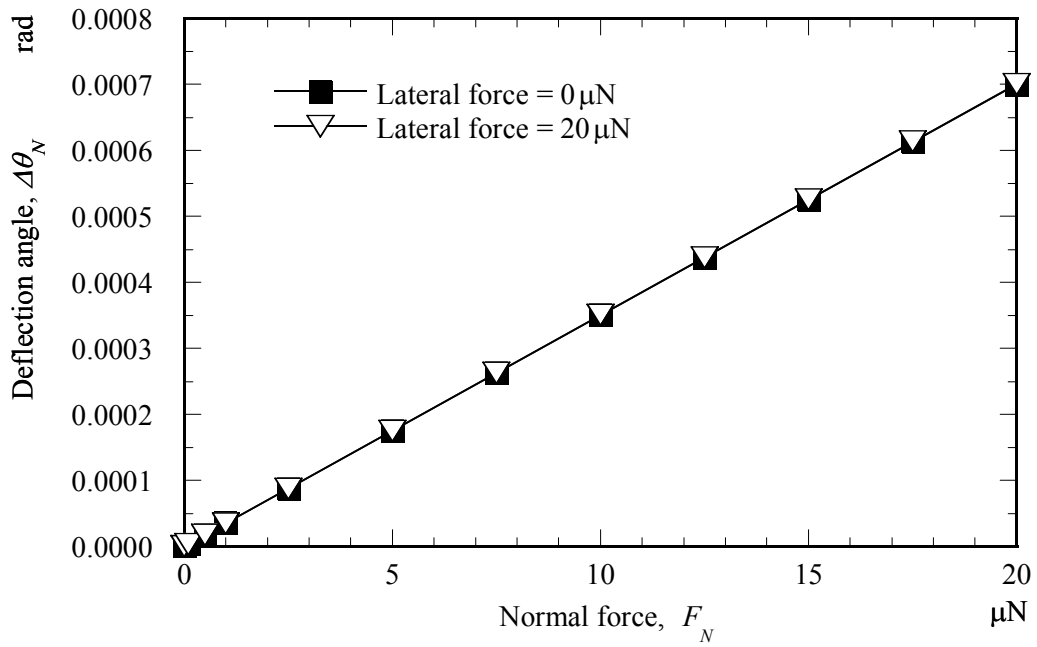


Fig. 2.10 Relations of MMPs between normal forces and deflection angles.

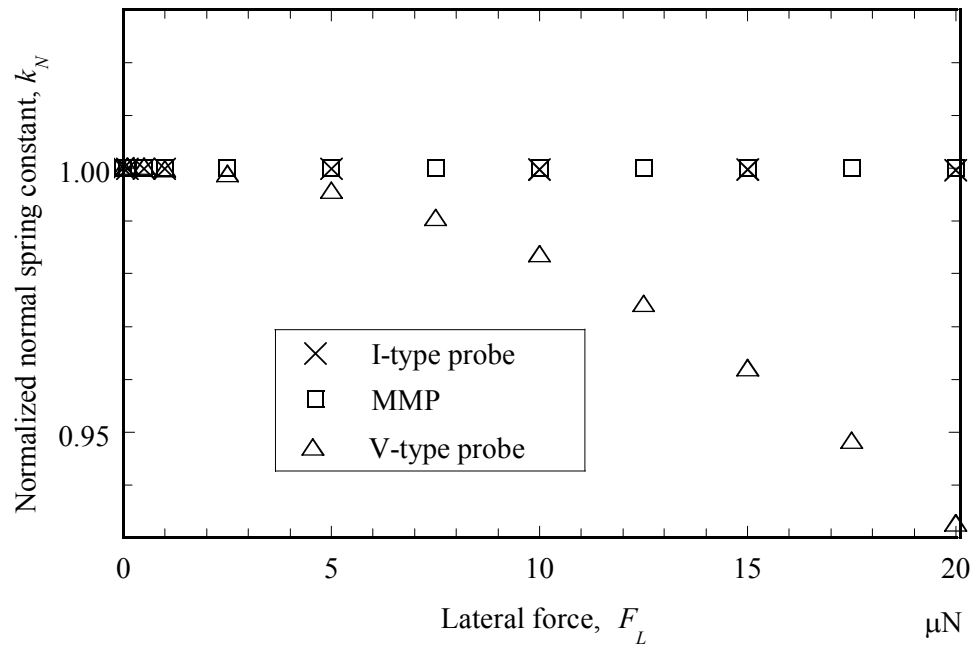


Fig. 2.11 Lateral forces vs. normalized normal spring constants.

2.3 水平変位検出用光てこパターンの改良

本節では MMP の水平変形量を高感度かつ再現性良く検出する方法について検討した。MMP のプローブの変位検出は、低反射率領域（光てこパターン）を用いた光てこ法で行う。従来は光てこパターンとしてエッチングにより浅い溝を形成し、その表面を粗くすることで反射率を低下する加工をしていたが、コントラスト比が低く、かつ粗面形成の再現性が高くなかったため、高感度かつ再現性のよくプローブの水平変形量を検出することが困難であった。

そこで、コントラスト比の大きい光てこパターン像の形成を狙いとして、傾斜面を用いた光てこパターンを提案し、傾斜面構造を含めたプローブの作製法について検討する。作製の再現性向上を狙いとして、結晶異方性エッチングで傾斜面構造を作製することを試みる。

2.3.1 光てこパターンを用いた水平変位検出の原理

光てこパターン像を用いた水平変形量検出法の概要を Fig. 2.12 に示す。Figures 2.12 (a), (b) はそれぞれプローブの変形前後における PD 上での光スポットと x 軸上の光強度分布を示している。また、破線が変位前の、実線が変位後の光てこパターン像および光強度分布である。この光てこパターン像はプローブのたわみ量に対応して変位するが、光スポットは動かない。従って、Fig. 2.12 (a) で示した光スポット像は、プローブが変形しても動かない成分 (Figs. 2.12 (c), (d)) と動く成分 (Figs. 2.12 (e), (f)) の和と考えることができる。Figures 2.12 (d), (f) は Figs. 2.12 (c), (e) の像の x 軸上における光強度分布を示している。光てこパターン像に対応する後者の成分は負の強度を持つ部分として表わされる。前者は光てこパターンのないプローブから得られる光スポット像と同じである。後者 (Figs. 2.12 (e), (f)) の成分が光てこパターン像の動きに対応している。次に、光てこパターン像の変位によって得られる光強度の差を見積もる。まず、 x 軸に対して正の方向に光てこパターン像が Δx だけ変位すると、左側の PD セルの光強度の

和 (i_A+i_C) が増加する．ここで，光てこパターン像の光強度分布が一様で単位面積あたりの光強度が σ_d であると仮定すると，PD セル A と C で増加した光強度 (i_A+i_C) は $(+\sigma_d L \Delta x)$ で表せる．PD セル B と D での光強度の変化は (i_B+i_D) は $(-\sigma_d L \Delta x)$ となる．従って，水平差分信号 $((i_A+i_C)-(i_B+i_D))$ は $(+2\sigma_d L \Delta x)$ となる．本見積りから，水平変形量の感度の向上には光強度密度 σ_d の増加が必要であることがわかる．光強度密度 σ_d は Figs. 2.12 (e), (f) における減光成分の大きさ I_d に比例することから，感度の向上には減光成分 I_d の増加が必要である．これは光てこパターン像が十分に暗いことが必要であることを意味している．

従来の光てこパターンで得られた像 (Fig. 1.20) において，Fig. 1.20 (a) は PD に投影された像の写真，Fig. 1.20 (b) の○印は直線 P-Q での輝度値の断面，×印は光てこパターンの無い同仕様のプローブで得られた輝度値を示す．Figure 1.20 (b) より，光てこパターン像の光強度の減光量が小さかった．コントラスト比の高い光てこパターン像が得られず，高感度なプローブ水平変位検出の課題となっていた．さらに，FIB によって粗面の粗さをコントロールすることは難しく，粗面形成の再現性は高くなかった．高感度なプローブの変形量検出を実現するために，反射率の低い光てこパターンを高い再現性で作製する方法が求められる．

2.3.2 傾斜面型光てこパターンの検討

一般的に反射率を調整するパターンの形成技術として，反射防止膜 (anti reflection film) が用いられている．光の反射を防止するための薄膜を真空蒸着法などで形成したものを用いており，単層から多層のものまで広く利用されている．しかし，薄膜を形成する作製プロセスが必要となる上，プローブの基板であるシリコン以外の材料を必要とするなど，作製法が複雑化する．そこで，本研究では十分に暗い光てこパターン像を形成するために Fig. 2.13 のような光てこパターンを提案した．プローブ先端の一部に，スポット光の径より小さい，傾斜面から成るパターンを作製する．傾斜角を十分に大きく取ることによって，傾斜パターン上で反射したレーザー光は PD に集光せず，光強度が低い領域，すなわち光てこパターン像を形成する．本方法は，反射率を調整する多層膜を必

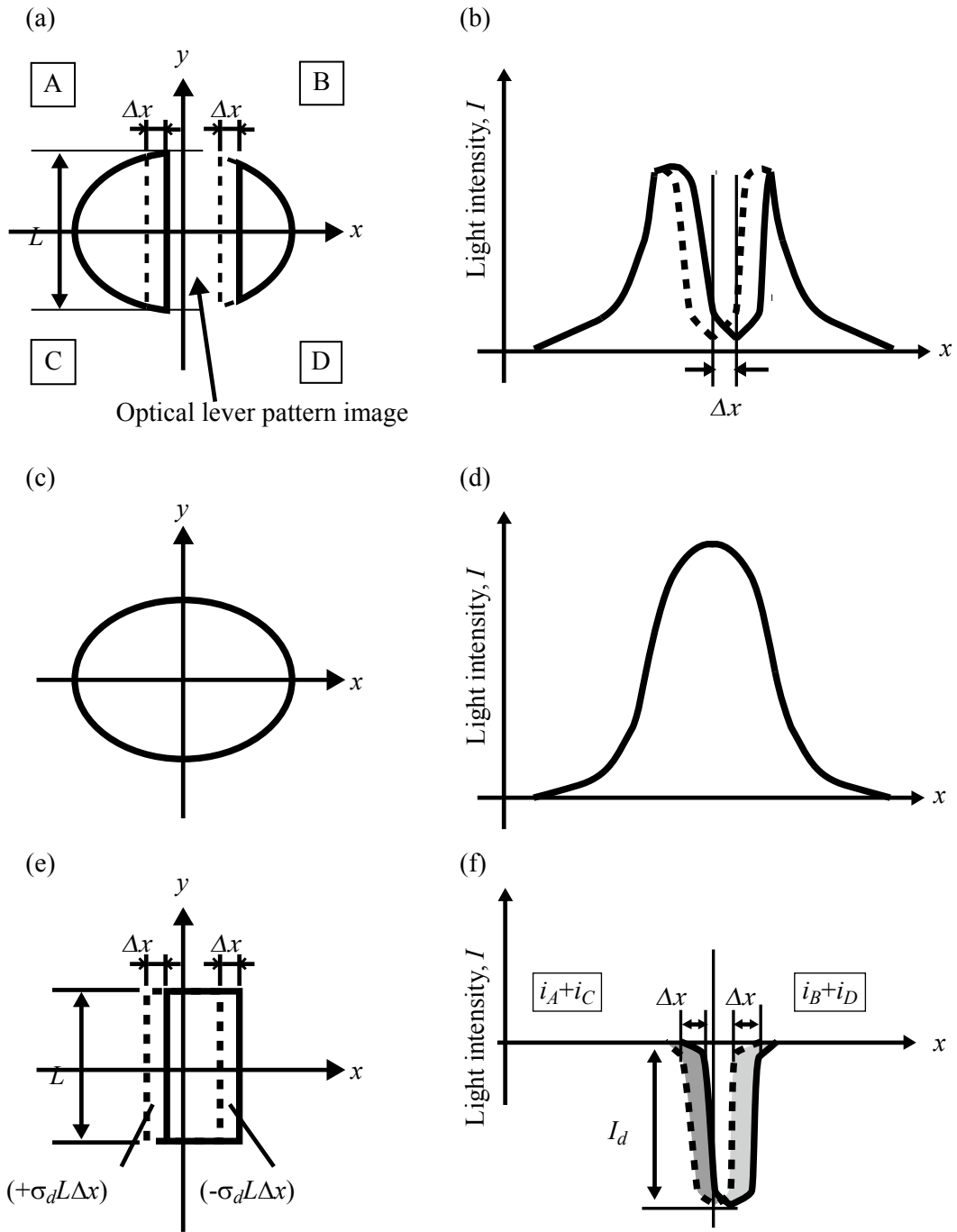


Fig. 2.12 Schematic of lateral differential signal detection by optical lever pattern. (a) Schematic movement of optical lever pattern image. (b) Light intensity distribution of (a) on x -axis. (c) Unmoving component of the optical lever pattern image. (d) Light intensity distribution of (c) on x -axis. (e) Moving component of the optical lever pattern image. (f) Light intensity distribution of (e) on x -axis.

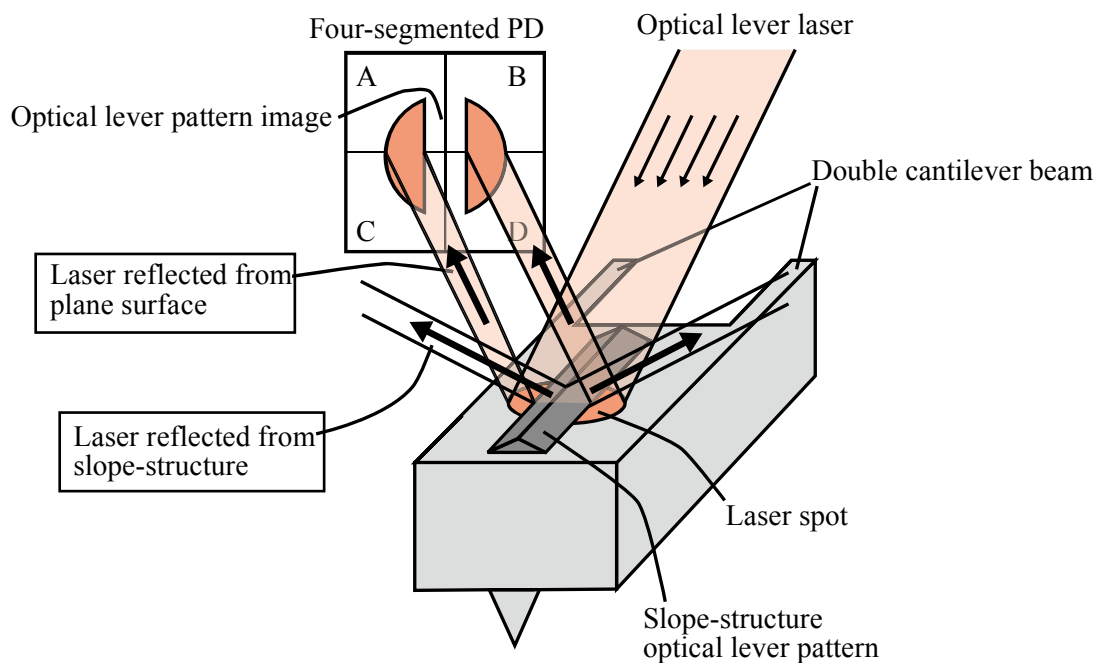


Fig. 2.13 Schematic diagram of a slope-structure for the optical lever pattern.

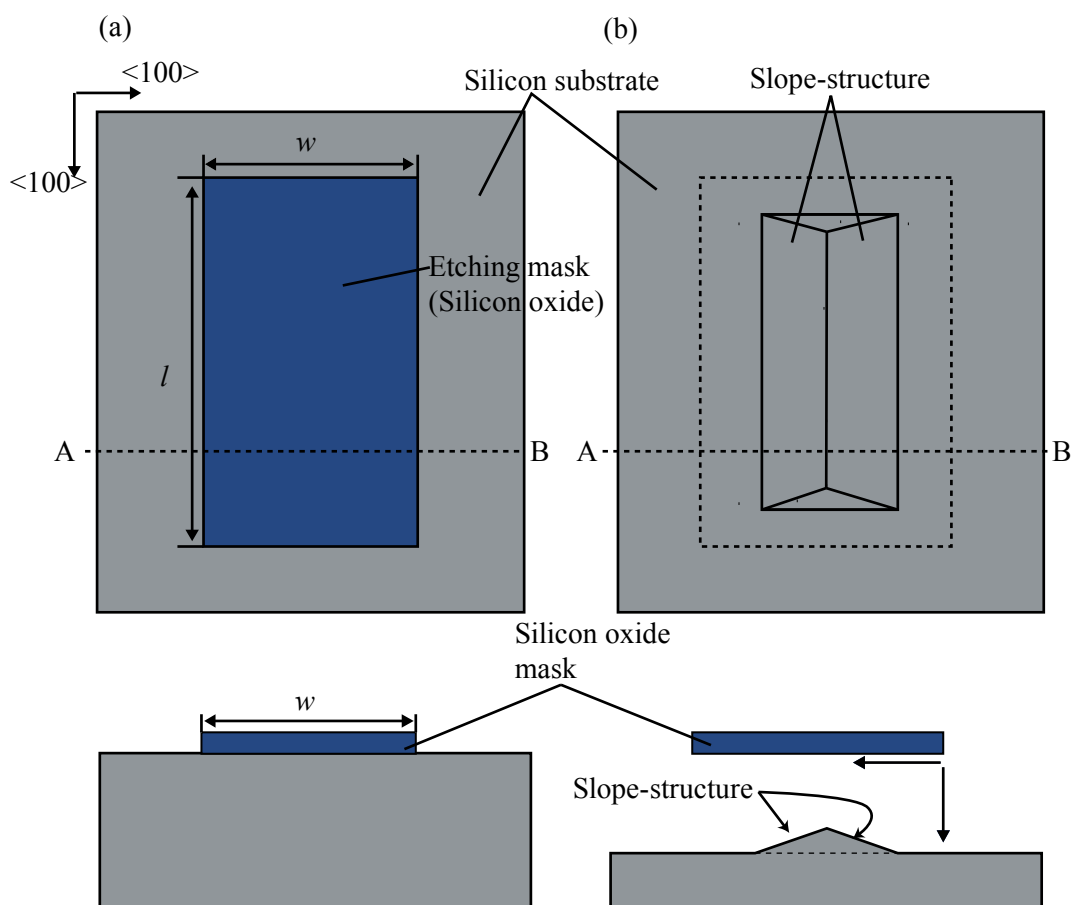


Fig. 2.14 Schematic diagram of fabrication process for a slope-structure optical lever pattern.

要とせず、傾斜面の構造を制御するだけで、高感度な光てこパターン像の形成が可能である。傾斜面型光てこパターンの構造には、結晶異方性エッチング時のアンダーカットにより、長方形のマスク下に形成される面を用いることとした。エッチング溶液を調整することで特定の結晶面を露出させることから、高精度かつ再現良く傾斜面を形成することができる。また、プローブと同時に形成することできることから、FIB などによる追加工的方法に対して、作製工程の簡素化が可能となる。シリコンの結晶異方性エッチングを用いた傾斜面の形成について検討する。Figure 2.14 に傾斜面形成の概略を示した。Figure 2.14 (a) はシリコン基板に形成したエッチングマスクパターンを、Fig. 2.14 (b) はそれを結晶異方性エッチングした後を示しており、それぞれ上部が基板の上面図、下部が Fig. 2.14 (a) の直線 A-B 上の断面図を示している。Figure 2.14 (a) のように<100> 方向に対して平行に長方形のエッチングマスクを形成する。これを結晶異方性エッチングを行うことで Fig. 2.14 (b) の断面図のように、基板上になだらかな傾斜面が形成され、エッチングマスクを除去後の傾斜面を光てこパターンとして利用する。

結晶異方性エッチングによる傾斜面の形成をエッチングシミュレータを用いて検討した。結晶異方性エッチングシミュレータには FabMeister-ES (みずほ情報総研) を用いた [91],[92]。被加工材の全方位のエッチングレートデータベースから、任意のウエハ面、マスクレイアウトに対してのエッチングプロファイルの時間的变化が得られる。本解析ではエッチング量を $15\text{ }\mu\text{m}$ とした。エッチングマスクには Fig. 2.14 に示した長方形のマスクを用いた。エッチングマスクの長さは光てこのスポット径約 $80\text{ }\mu\text{m}$ より十分に大きくなるよう $100\text{ }\mu\text{m}$ に設定した。幅は 28, 30, $32\text{ }\mu\text{m}$ の 3 種類で解析を行った。ウエハ結晶面方位はプローブの基板と同様に $\{100\}$ 面とした。

Figure 2.15 に幅 $28\text{ }\mu\text{m}$ でのエッチングの時間的变化を示した。Figures 2.15 (a)~(d) はそれぞれウエハを 2.2, 6.7, 11.2, $15\text{ }\mu\text{m}$ エッチングしたときのスナップショットで、それぞれエッチング時間が 2, 6, 10, 13.4 分経過後の解析結果である。エッチングの進行は、深さ方向と同時に、長方形エッチングマスクパターンを側面から削るように進むことがわかる。そして、側面同士がエッチングされきると、Fig. 2.15 (e) に示した $15\text{ }\mu\text{m}$ エッチング後の断面図のように、傾斜角が 12 deg の面が形成された。これは、Fig. 2.14 で検討した傾斜面が、結晶異方性エッチングで形成可能であることを示している。さらに、

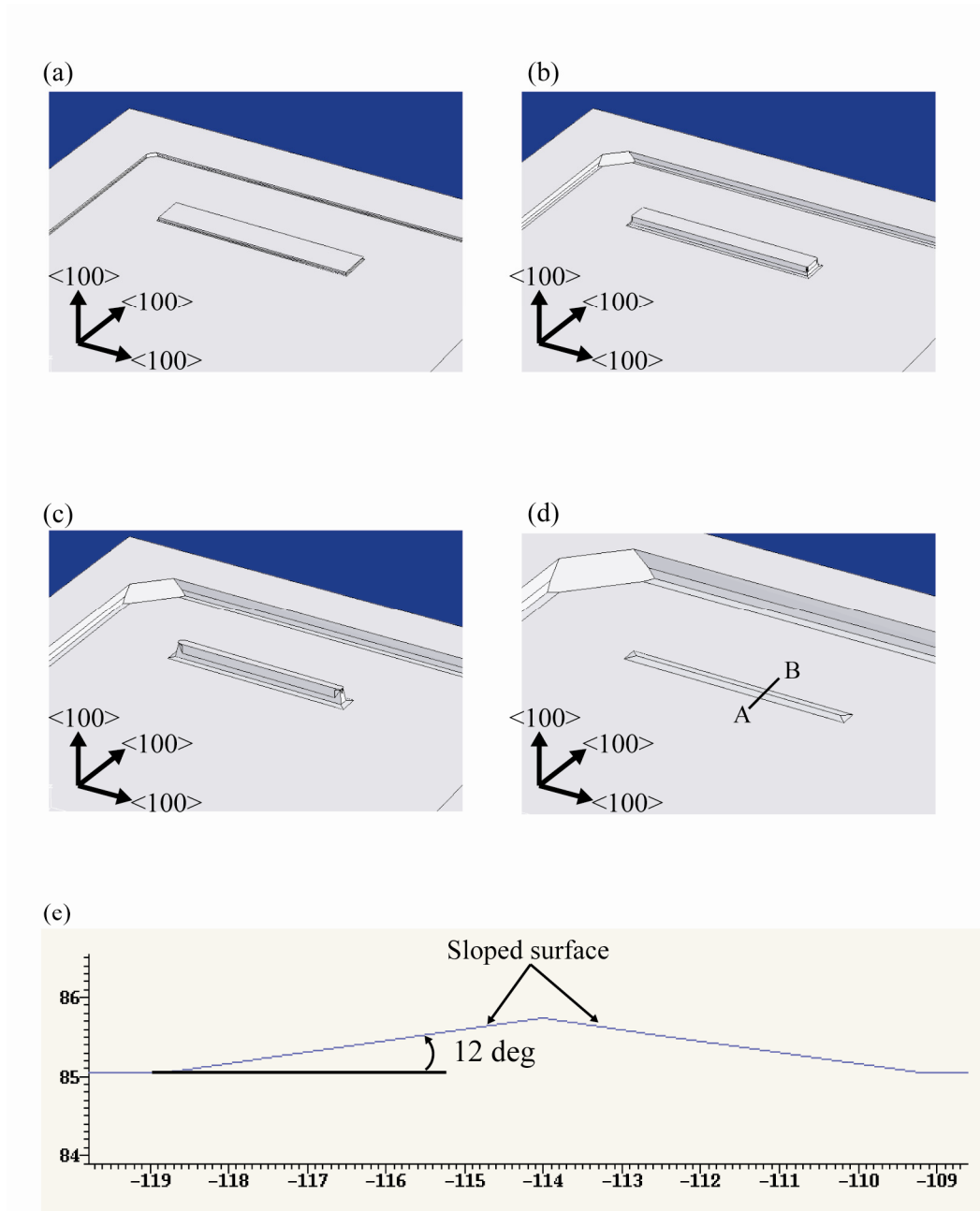


Fig. 2.15 Etching progressions in simulation. (a) After 2.2 μm etching. (b) After 6.7 μm etching. (c) After 11.7 μm etching. (d) After 15 μm etching (e) Cross-section profile on line A-B in (d).

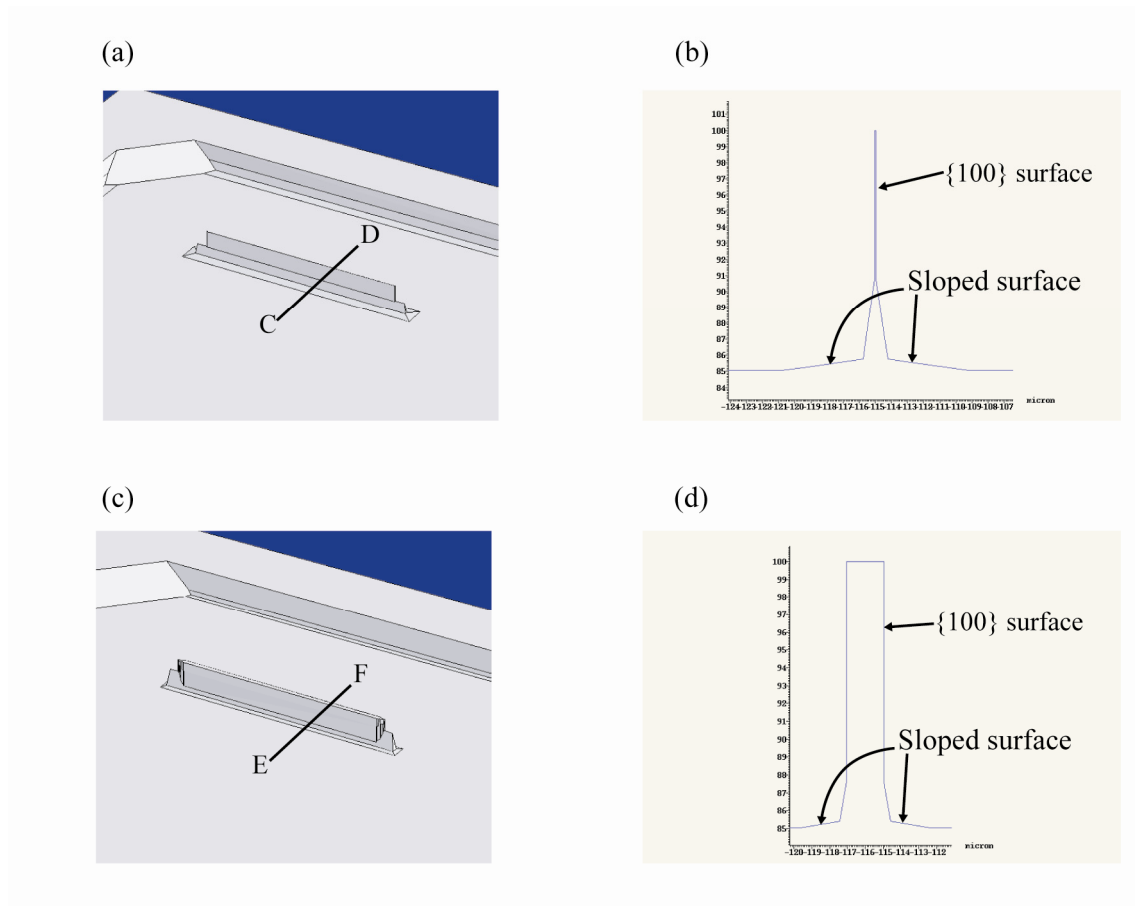


Fig. 2.16 Simulation results after 15 μm etching in simulation. (a) Snapshot in the case of etching mask width = 30 μm . (b) Cross-section profile on line C-D in (a). (c) Snapshot in the case of etching mask width = 32 μm . (d) Cross-section profile on line E-F in (c).

エッチングマスクの幅を 30, 32 μm に大きくした際の結果を Figs. 2.16 (a), (b) にそれぞれ示す．左側が 15 μm エッチング後のスナップショット，右側が直線上での断面図を示している．本結果は，エッチングマスクの幅を 28 μm より大きくすることで，側壁構造が完全にエッチングされきらないことを示している．本プローブにおいて，光てこパターンには光スポットの中央部に暗い領域が形成されることが求められる．しかし，Fig. 2.16 (d) のエッチングマスクの幅 32 μm の断面図のように，光てこパターン中にウェハ基板と平行な面が存在するとその領域に照射された光が反射し PD の中央部に投影され光てこパターン像のコントラスト比を下げる可能性がある．従って，本研究ではエッチングマスクの幅はエッチング量に対して 2 倍弱程度に設定することにした．

2.3.3 プローブの作製

従来の MMP の作製は探針・ねじり梁の形成工程と，平行板ばねの形成工程の 2 工程であった．傾斜面型光てこパターンは探針とは逆の面に形成する必要があることから，3 工程としてプローブの作製工程もあわせて検討した．

ウェハ面方位{100}の 200 μm 厚の単結晶シリコンウェハを用いた．作製工程は，ねじり梁と光てこパターンを作製する工程，探針を作製する工程，平行板ばねを作製する工程の 3 工程とした．それぞれの工程において，フォトリソグラフィを用いてエッチングマスクにパターンを転写し，結晶異方性エッチングでシリコンを溶解させる．結晶異方性エッチングには KOH 水溶液を，エッチングマスクには KOH 中でのシリコンのエッチング速度に対してエッチング速度の遅い熱酸化シリコンを用いた．従って，1 回の工程は大きく分けて，エッチングマスクの形成，エッチングマスクへのフォトマスクパターン転写，シリコンエッチングの工程から成る．プローブの作製プロセスの概要を Fig. 2.17 に示した．Figure 2.17 (a) がねじり梁と傾斜面型光てこパターンを上面からエッチングを行った様子，Fig. 2.17 (b) が探針を下面からエッチングを行った様子，Fig. 2.17 (c) が平行板ばねを含めたプローブの構造を形成するためのエッチングマスクパターンの形状，Fig. 2.17 (d) が Fig. 2.17 (c) を結晶異方性エッチングを用いてエッチングをした後の様子を示している．また，3 つの工程の詳細な手順を Figs. 2.18～2.20 に示

した. Figure 2.18 はねじり梁と傾斜面型光てこパターン形成工程におけるねじり梁の形成の様子を, Fig. 2.19 は探針形成工程における Fig. 2.17 (b) の直線 A-B 上の様子を, Fig. 2.20 は平行板ばね形成工程における Fig. 2.17 (c) の直線 C-D 上の様子を示している. 以下, プローブの作製工程の詳細について述べる.

まず, 購入した 200 μm 厚さのシリコンウェハには, ウェハ毎に 10 μm 程度の厚さのバラつきがあった. 本プローブの作製プロセスはウェハを貫通するまでエッチングを行うため, ウェハ厚さのバラつきによって, 貫通に要するエッチング量がウェハ毎にバラついてしまう恐れがあり, 作製の再現性の低下を招く. そこで, まずシリコンウェハを TMAH 水溶液中でウェハ厚が 192 μm になるようエッチングを行った (Fig. 2.18 (a)). エッチングマスクを形成するために酸素・水蒸気雰囲気電気炉内で 1058 $^{\circ}\text{C}$ の熱酸化を 1 時間行い, 厚さ 0.6 μm の熱酸化膜を形成した (Fig. 2.18 (b)). 次にフォトレジストを塗布し, フォトマスクパターンを介して UV 光を照射し, 転写した. ポジ型のフォトレジストを使用した場合, 被照射部を溶解させるため現像液 (アルカリ水溶液) 中に浸漬するが, フォトレジストとシリコン基板の付着が弱いと剥がれる恐れがある. そのため, フォトレジスト塗布前に, シリコン基板表面の清浄化を狙いとして酸素プラズマアッシングとアニール処理を行った. さらに, フォトレジストの密着性の向上のためにプライマー (OAP2-72, 東京応化) を塗布し, フォトレジスト (OFPR 800 LB 粘度 34 cP, 東京応化) を塗布した後に, プリベークした (Fig. 2.18 (c)). 塗布にはスピコート法を用いた. プリベークはフォトレジスト中の有機溶剤を蒸発させてフォトレジストと基板の密着性を上げるためである. 次にフォトマスクパターンを UV 光照射でフォトレジストに転写した (Fig. 2.18 (d)). 本プローブはシリコンの結晶異方性を利用したエッチングを行うため, シリコンの結晶方位とフォトマスクパターンの間の位置合わせに高い精度が要求される. 位置合わせには, 光学顕微鏡を通してフォトマスクパターンとシリコンウェハの相対位置をステージで操作することができるアライナーを用いた. シリコンウェハのオリエンテーションフラットとフォトマスクパターンの位置を合わせて位置合わせを行った. UV 光照射はフォトマスクとシリコンウェハを接触させた状態で行った. 次に現像液に浸漬して UV 光の照射部のみを溶解させた (Fig. 2.18 (e)). 現像液には TMAH 2.38 % 水溶液 (NMD-3, 東京応化) を用いた. 残ったフォトレジストの密

着性の向上と感光能力の除去のため、ポストバークを行った。次にフォトレジストパターンをシリコン酸化膜に転写するためにシリコン酸化膜エッチングを行うが、フォトレジストが塗布されていない裏面を保護するために、あらかじめ耐酸テープを貼付した後、バッファードフッ酸 (BHF) 水溶液に浸漬しシリコン酸化膜エッチングを行った (Fig. 2.18 (f)). BHF 水溶液は、シリコンに対して酸化シリコンを選択的にエッチングする 50 % フッ化水素水溶液に、40 % フッ化アンモニウム水溶液を 1:6 で混ぜフォトレジストを膨潤させたり剥離させたりする作用が小さいものである。エッチング時間はシリコンが露出されるまで行った。シリコン酸化膜が親水性であるのに対して、シリコンは疎水性なので、ウェハを水に浸し引き揚げた際の濡れ性の様子からエッチング終了時間を判断した。その後、アセトン中で超音波洗浄することで、フォトレジストと耐酸テープを除去した (Fig. 2.18 (g)). アセトンのみでは有機物系の汚染物が除去しきれないため、さらにプラズマアッシングを行った。さらにシリコンエッチングを行う直前に希フッ酸水溶液に浸して自然酸化膜を溶解した (Fig. 2.18 (h)). そして、KOH 水溶液に浸漬して結晶異方性エッチングを行った (Fig. 2.18 (i)). エッチング深さは 20 μm とした。本エッチング工程で、ねじり梁となる段差構造と光てこパターンのための傾斜面構造が形成される。

次に探針の形成プロセスをねじり梁と光てこパターンを形成した面とは反対の面に形成する。同様の手順で探針作製用マスクパターンをエッチングマスクに転写し、シリコンエッチングを行った (Fig. 2.19). 40% KOH 水溶液で深さ 12 μm のエッチングを行い、正方形マスクパターンのアンダーカットにより形成された角錐形状から成る探針を作製した。そして、平行板ばね用のマスクパターンを探針と同じ面に形成し、40 % KOH 水溶液で深さ 160 μm のシリコンエッチングを行った (Fig. 2.20). このとき、基板の不要部を除去し、平行板ばねが形成される。

しかし、平行板ばね用マスクパターンのフォトリソグラフィ工程において、プロセス上の問題があった。探針作製のために深さ 12 μm だけエッチングした面に対してフォトレジストを塗付する際に、段差の箇所においてフォトレジストが被覆されていない問題が起こった (Fig. 2.21). これはシリコンウェハとフォトレジストの密着性が悪く、撥水現象が起きていると考えられる。そこでシリコンウェハの濡れ性を向上させるため、

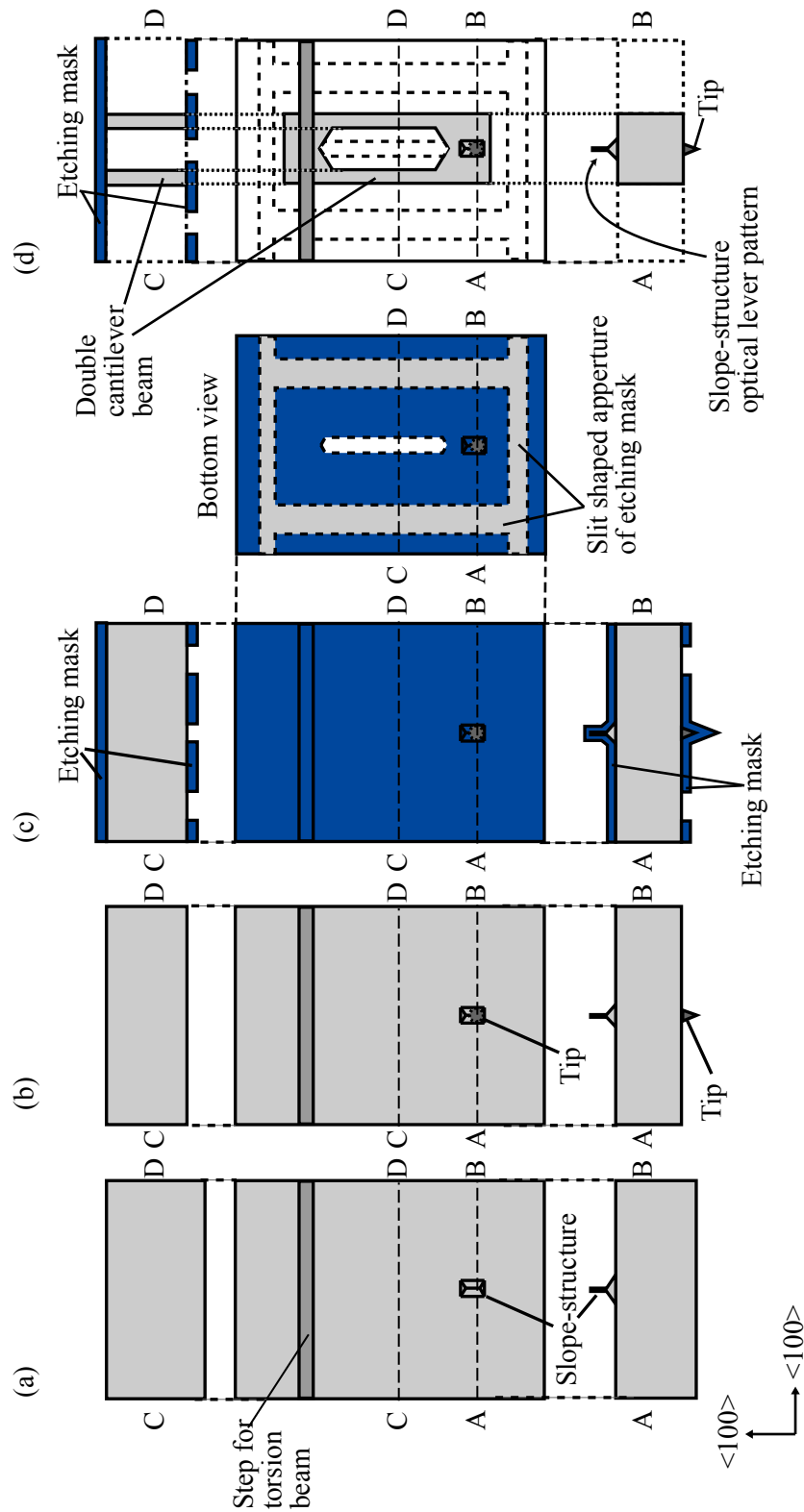


Fig. 2.17 Schematic of fabrication process for micro-mechanical probe with slope-structure optical lever pattern. (a) Formation of a slope-structure optical lever pattern and a step for a torsion beam. (b) Formation of a tip. (c) Fabrication of an etching mask. (d) Substrate etching.

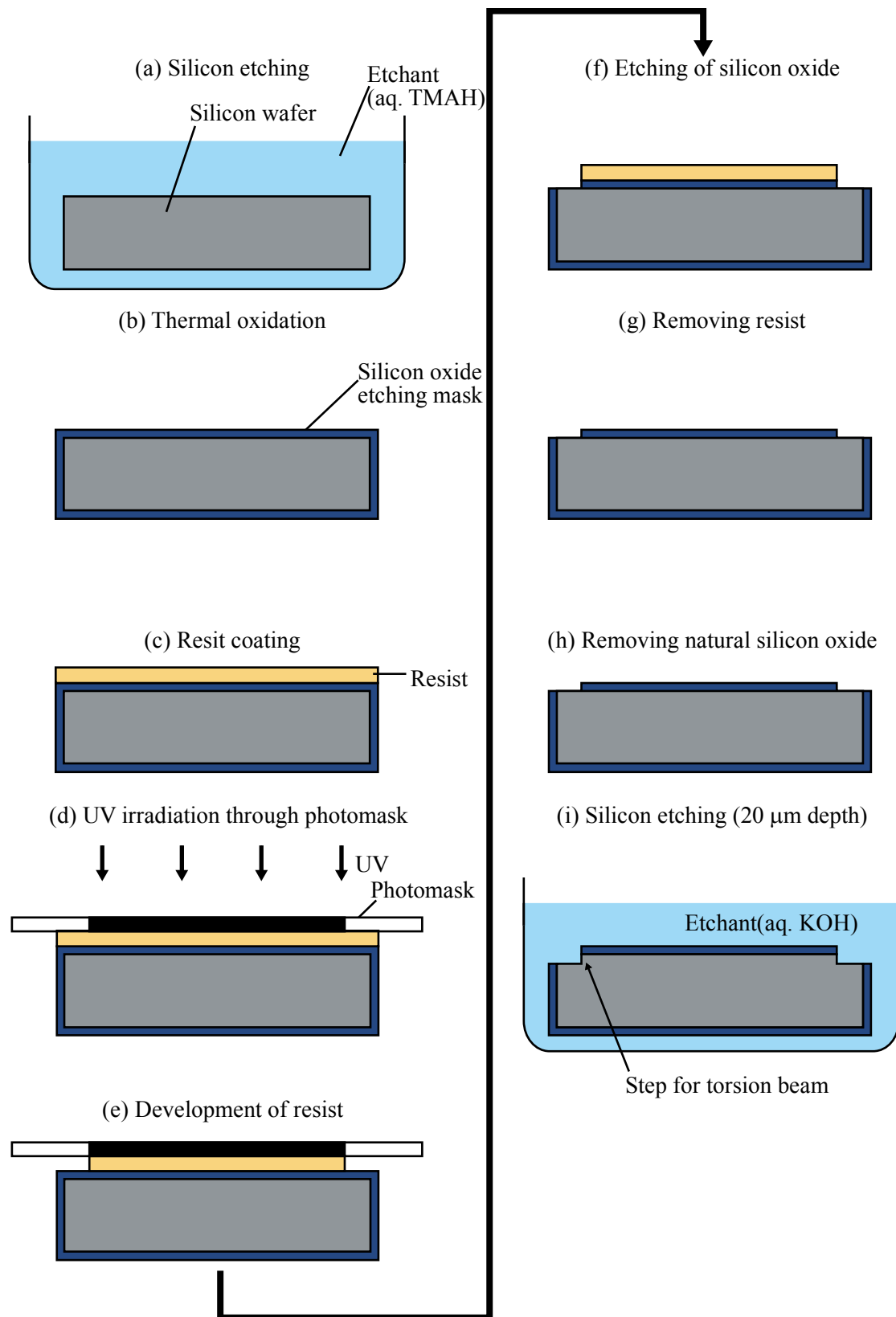


Fig. 2.18 Schematic of a fabrication process for a torsion beam.

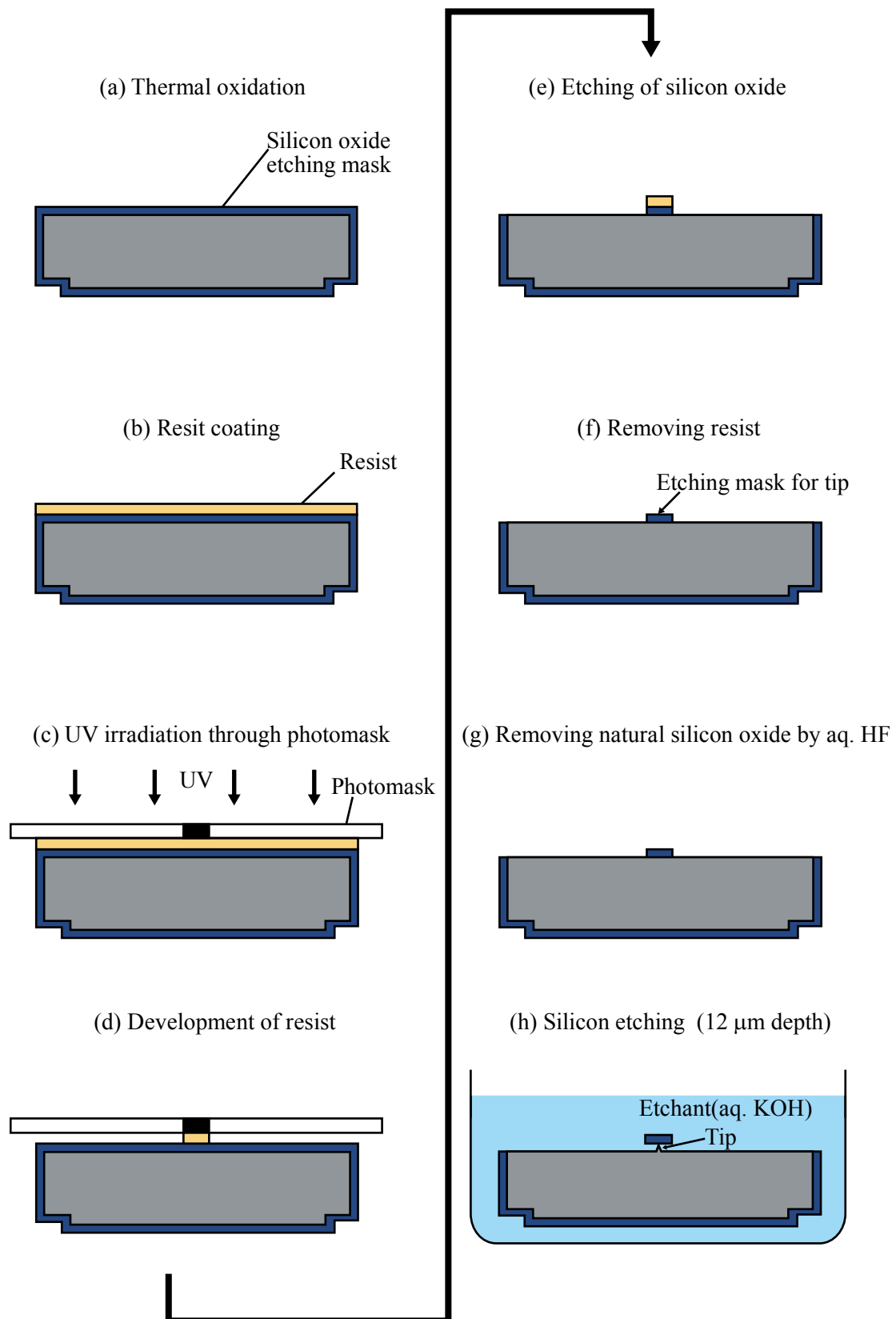


Fig. 2.19 Schematic of a fabrication process for a tip.

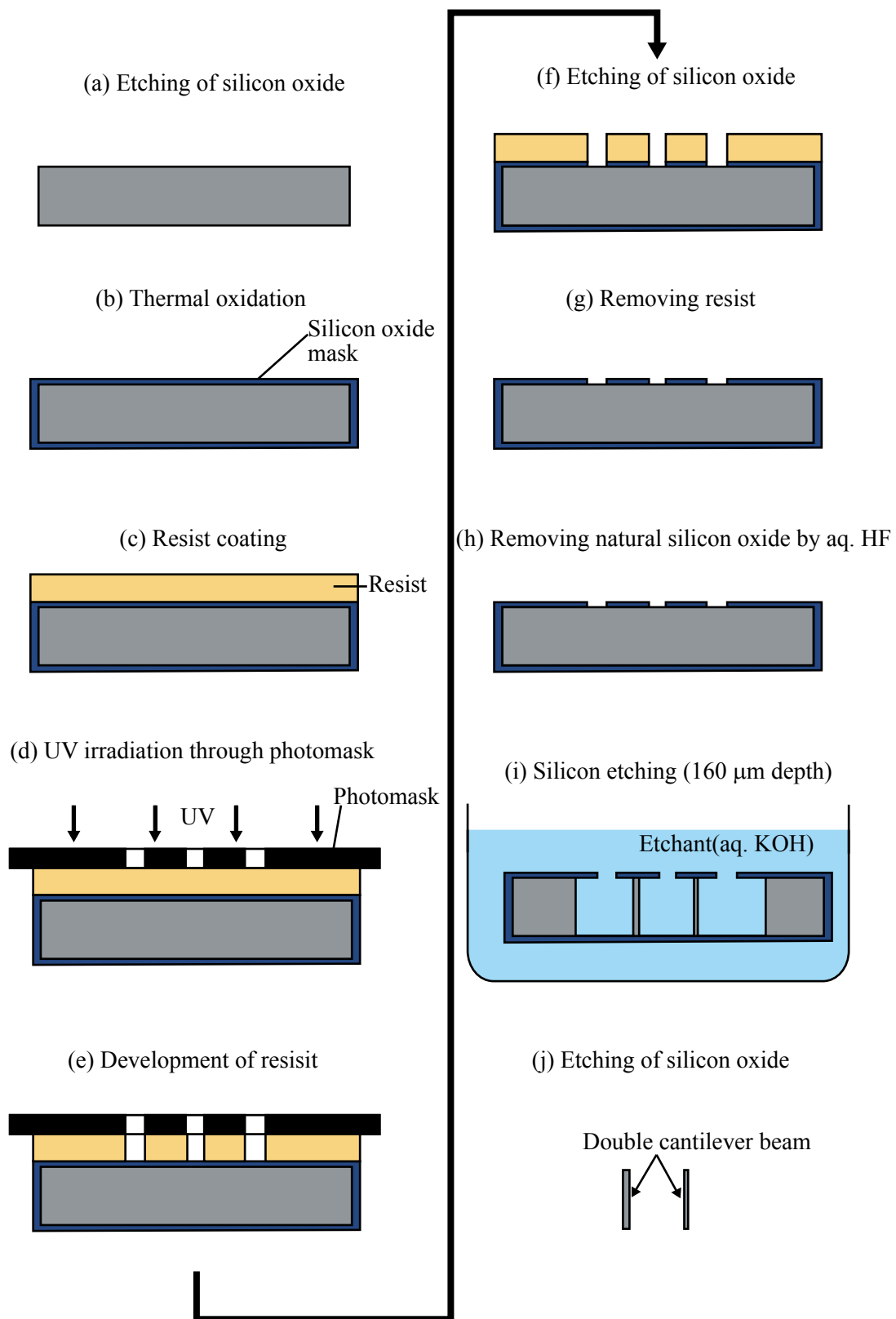


Fig. 2.20 Schematic of a fabrication process for a double cantilever beam.

フォトレジスト塗膜前にベーク (200 °C, 30 分) を行うことで解決を図った。結果、段差部をフォトレジストで被覆することができた。このベーク処理によって、フォトレジストの密着性や均一性も向上した。

さらに、探針をフォトレジストで被膜することができず、探針があるはずの箇所からエッチングが進行する問題があった (Fig. 2.22)。特に、Fig. 2.22 (b) の電子顕微鏡写真は探針の、先端のみエッチングが進行してしまった様子を示している。探針は約 12 μm の高さがあるが、フォトレジストの膜厚は 1 μm 程度と探針を被覆するために十分な膜厚ではなかった。そのため探針の先端部だけ被覆されず (Fig. 2.23 (a)), 酸化膜エッチングにより探針の先端だけ酸化膜マスクがエッチングされ (Fig. 2.23 (b)), シリコンエッチングによりエッチングされてしまったと考えられる (Fig. 2.23 (c))。そこで、探針の高さより厚いフォトレジスト膜を塗付し、探針を被覆することで解決を図った。本研究では、厚膜を塗付できるフォトレジスト (PMER P-LA900PM 900cP, 東京応化) を用いることを検討した。主にめっき用に用いられるポジ型フォトレジストで、厚い膜厚に加えて高い耐薬品性を特徴としている。まず、スピンコート回転速度と膜厚の関係を調べた。結果を Fig. 2.24 に示す。探針の高さ 12 μm を十分に覆うことができるよう、回転速度を 1250 rpm として 15 μm のフォトレジスト膜を塗布した。なお、回転速度とフォトレジスト膜厚の関係は温度・湿度といった外部環境により変化するため、十分な膜厚を塗布できる回転速度の条件は季節毎に変化した。従って、フォトレジスト PMER の膜厚の条件出しは季節毎に行う必要がある。また、15 μm のフォトレジスト膜厚での露光時間および現像時間についても検討し、露光時間 50 秒、現像時間 4 分 30 秒が最適であることがわかった。この条件でフォトリソグラフィを行った結果、探針の保護と平行板ばねの作製を両立することに成功した。

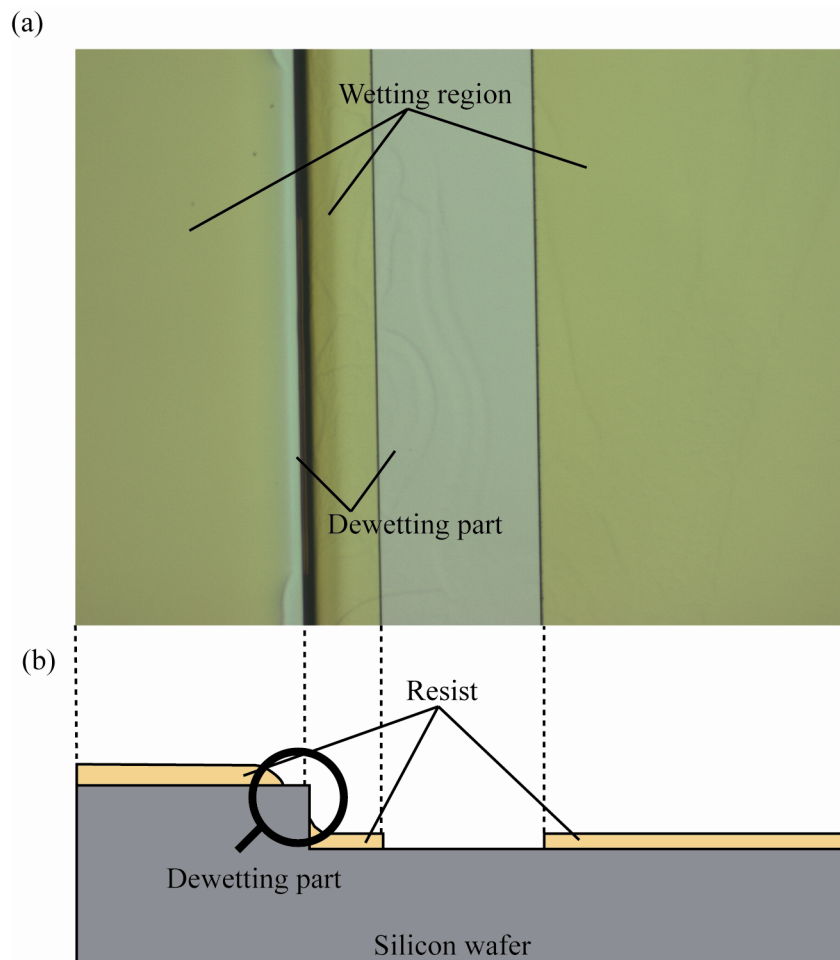


Fig. 2.21 Optical microscope image of dewetting.

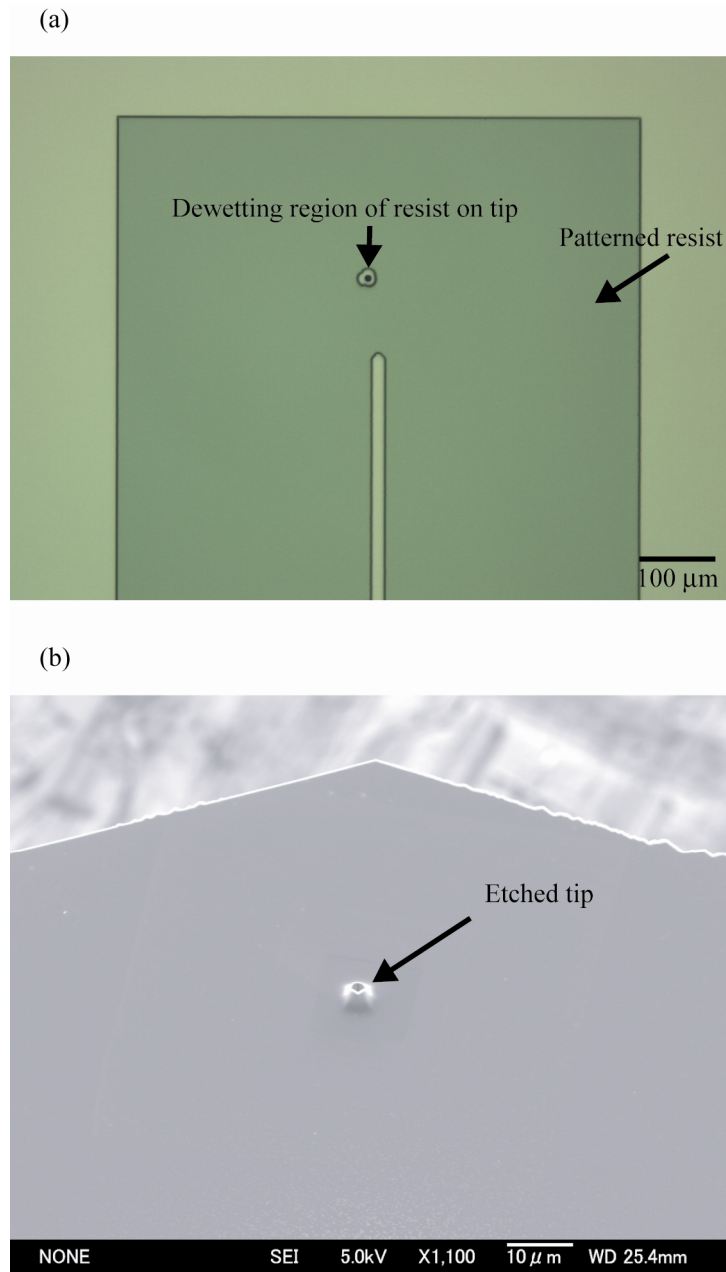


Fig. 2.22 Images of etched tips. (a) Optical microscope image of a patterned resist. Resist was uncovered on a tip. (b) Electron microscope image of tip after silicon etching. Only tip end was etched by KOH solution.

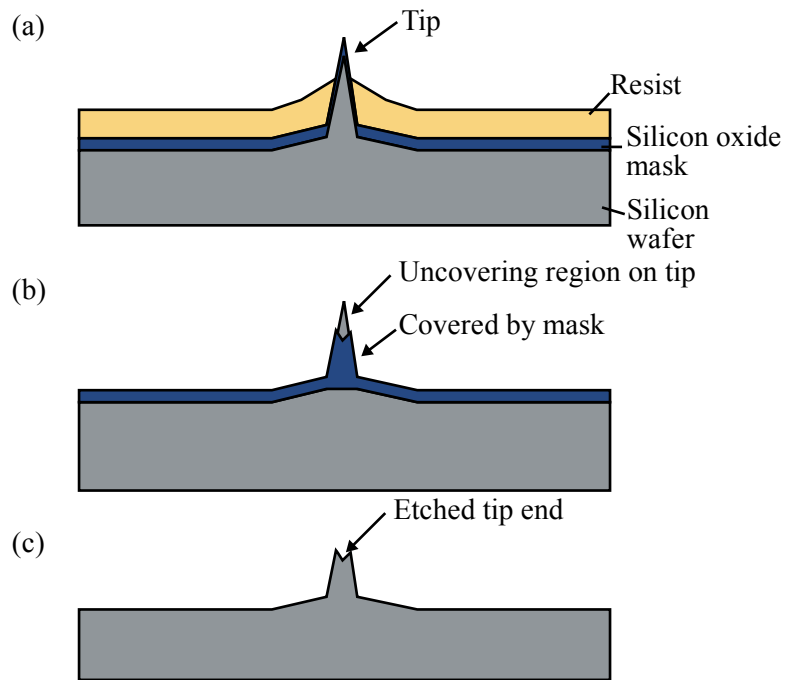


Fig. 2.23 Schematic of etching mechanism of the tip end. (a) After resist coating. Tip end is uncovered by resist. (b) After etching mask etching. Tip end is uncovered by etching mask. (c) After silicon etching. Tip end is etched by KOH.

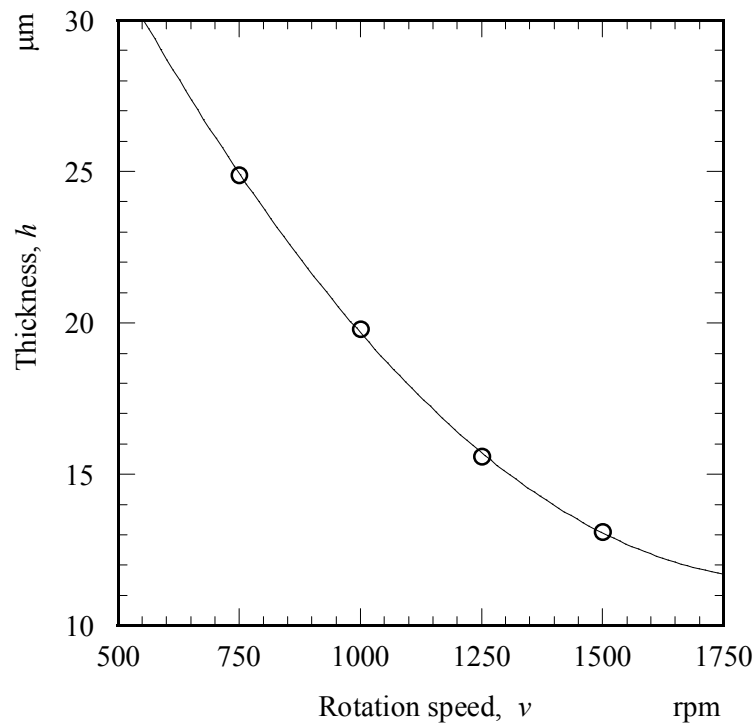


Fig. 2.24 Relation between spin coating speed and thickness of thick resist.

作製したプローブの電子顕微鏡写真を Fig. 2.25 に示す. Figure 2.25 (a) は全体図, Fig. 2.25 (b) は傾斜面型光てこパターン, Fig. 2.25 (c) は探針の拡大写真である. 本結果は MMP の二軸独立型構造と傾斜面型光てこパターン, 探針が狙い通りに作製できたことを示している. 作製した傾斜面型光てこパターン付プローブを AFM 装置に搭載し, PD に形成される光てこパターン像を観察した. 得られた PD 上の光スポットと光てこパターン像を Fig. 2.26 に示す. × 印は光てこパターンの無いプローブで得られた光スポットの輝度値の断面図, ○ 印は傾斜面型光てこパターンが形成されたプローブで得られた光スポットの輝度値の断面図である. これらは, 傾斜面型光てこパターンにより, コントラスト比の高い光てこパターン像を PD 上に形成できることを示している.

次に, Fig. 2.26 の光スポットの光強度から, 従来の FIB で作製した浅溝型の光てこパターンに対する, 傾斜面型光てこパターンの水平たわみ量の感度向上の程度を見積もった. PD の水平差分信号は光てこパターンによる減光量 I_d に比例することから, 従来の光てこパターンの減光量 I_{d_FIB} と傾斜面型光てこパターンの減光量 I_{d_slope} を Fig. 1.20 および Fig. 2.26 から求めた. このとき, 減光量の最小点 I_d は, 光強度の低い領域の曲線を二次曲線に近似して, その最小点位とした. 感度向上の比 $(I_{d_slope} / I_{d_FIB}) = 1.7$ 倍と求められ, 傾斜面型光てこパターンによって, 水平たわみ量の検出感度が 1.7 倍向上することが期待される.

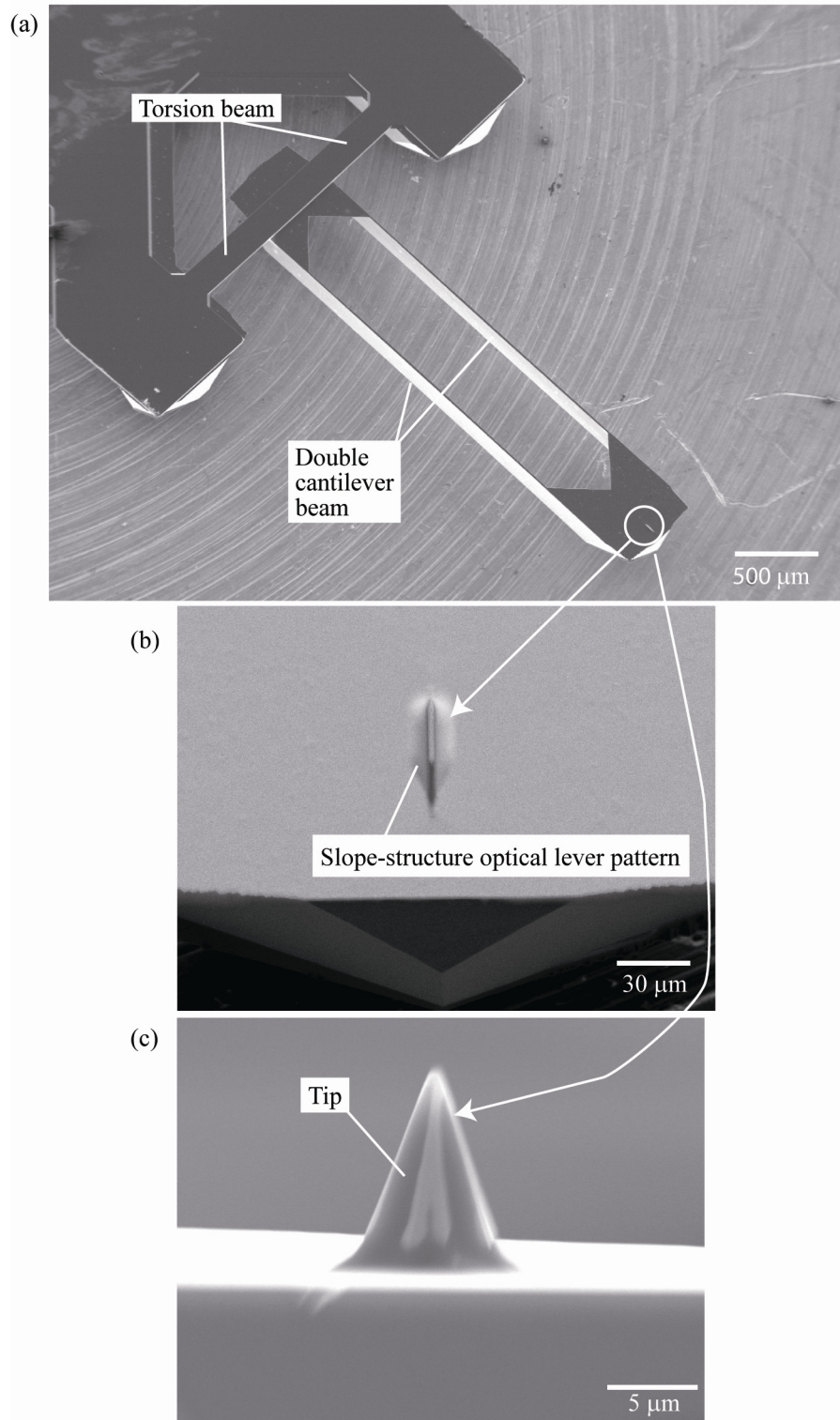


Fig. 2.25 Electron microscope images of a fabricated micro-mechanical probe. (a) Image of a micro-mechanical probe. (b) A magnified image of a slope-structure optical lever pattern. (c) A magnified image of a tip.

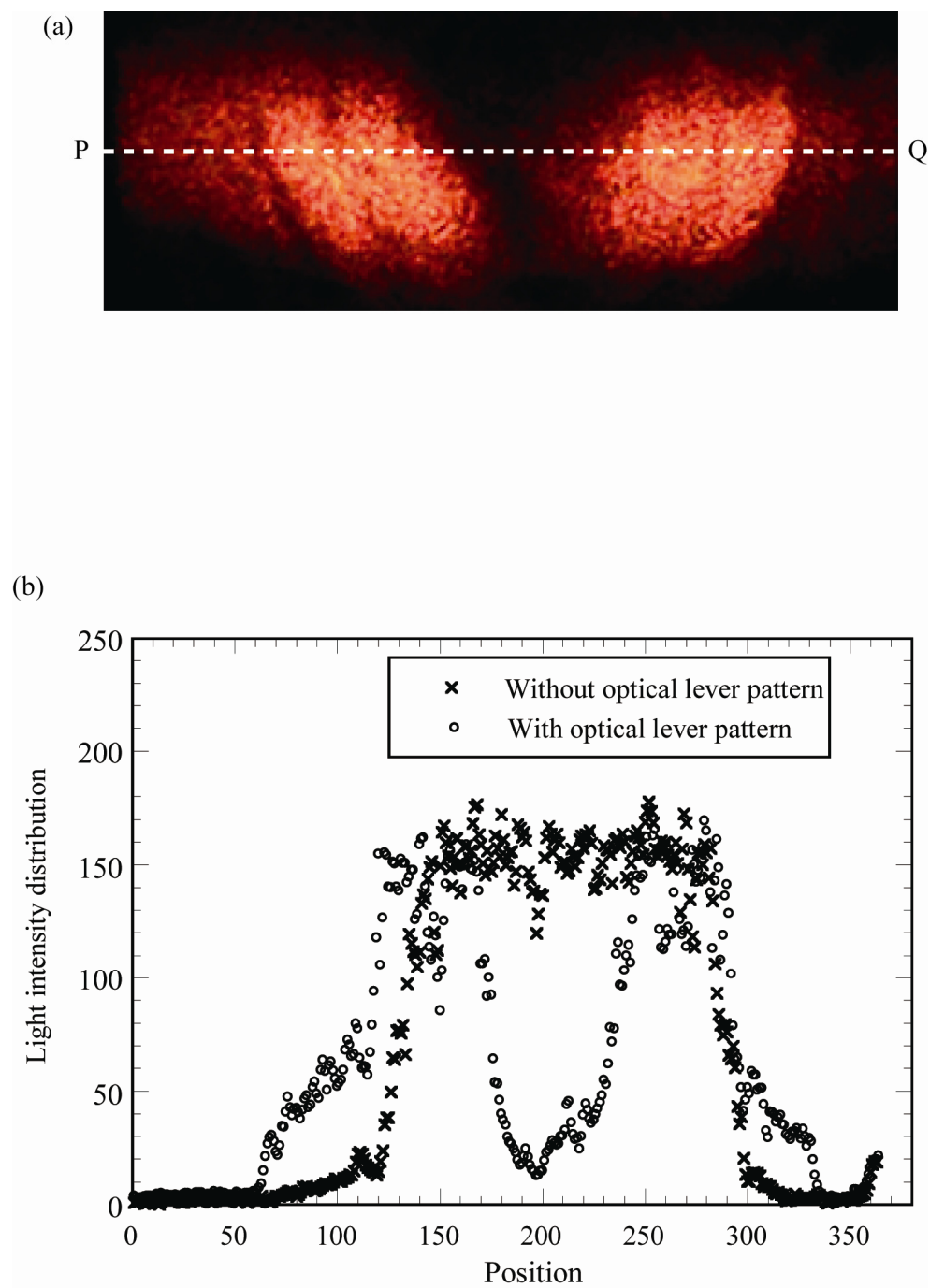


Fig. 2.26 Image obtained by a slope-structure optical lever pattern. (a) An optical lever image by slope-structure optical lever pattern. (b) Light intensity distribution on line P-Q in (a).

2.4 水平変位量の較正法

前節においてプローブの水平変位量を PD の差分信号で検出するためのパターンの形成に成功した。次に、水平変形量の較正法について検討した。

プローブが水平に変形すると、変形量に対応してプローブ先端に付した傾斜面型光てこパターンが移動し、PD 上に形成される光てこパターン像が水平に移動する。光てこパターン像の移動量を、PD の水平差分信号 $((i_A+i_C)-(i_B+i_D))$ から検出する。従って、プローブの水平変形量と PD の水平差分信号の関係が定量化できれば、プローブの水平方向のばね定数を乗ずることで摩擦力に換算することができる。そのため、水平差分信号の較正が本プローブによる摩擦力定量化において重要となる。

本節では、従来提案されていた探針・試料間の付着を利用した方法は試料毎の再現性が低かったため、プローブ側面に、試料に付した段差構造の側面をピエゾ素子で押し当てる方法を新たに提案する。潤滑剤を塗布した試料と塗布していない試料を用意して、提案する段差構造の方法と従来法について再現性と精度を比較する。

2.4.1 段差構造を用いた水平変形量の較正法

Fig. 2.27 に示したように、プローブの平行板ばねの幅よりも大きな段差構造を持った試料を用意し、プローブを走査し接触させることにより確実に探針位置を固定することを試みた。段差構造を持った基板としては、熱酸化処理をしたシリコンウェハにシリコン基板片を接着したものをを用いた。プローブをコンタクトモードで走査し、段差構造に接触させ、そのときの PD 水平差分信号を測定する。ここで、通常、コンタクトモードでは荷重を一定とするため、プローブの高さをピエゾステージにより制御しながら走査するが、本方法では、段差構造に接触後のプローブ変形の複雑化を避けるため、開ループ制御で走査する。ピエゾステージ変位量と PD 水平差分信号の関係から、プローブ水平変位量と PD 水平差分信号の関係を定量化する。探針は段差構造により固定されるので、従来法における探針のすべりによる再現性の低下を抑制できる。また、本方法では、段差構造接触時のプローブねじれの発生を避けるために、プローブ側面と段差構造をで

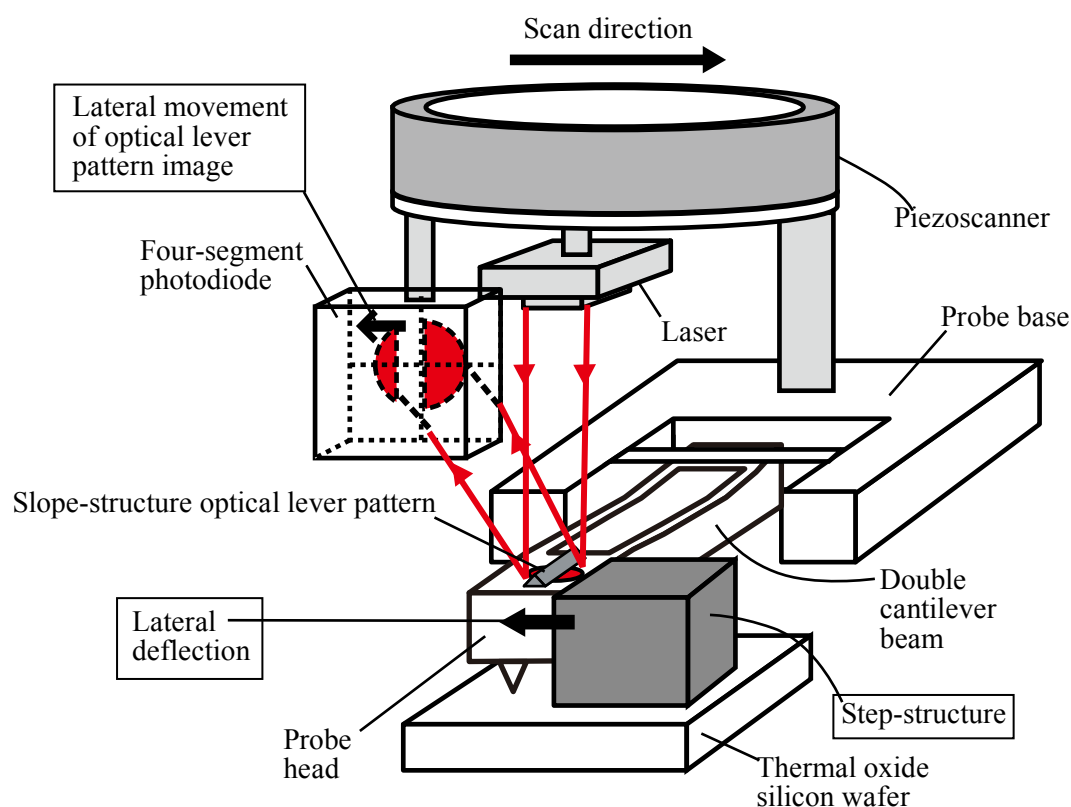


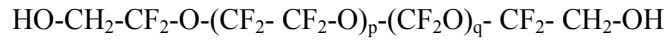
Fig. 2.27 Schematic diagram of calibration method using step-structure.

きるだけ平行に接触させる必要がある。そこで、段差構造である Si 基板片の側面は、化学エッチングにより垂直性の高い {100} 面とした。また、Si 基板片の厚さは、プローブの平行板ばねの幅 ($160\ \mu\text{m}$) より十分大きい $200\ \mu\text{m}$ とした。

次に、較正実験を行って、本方法と従来法の再現性と精度を比較した。

2.4.2 実験方法

試料は、探針のすべりの大小による較正実験の再現性を比較するため、熱酸化膜を形成したシリコンに HDD 用高分子潤滑剤を塗布したものと、塗布していないものを用意した。高分子潤滑剤には、Perfluoropolyether (PFPE) 系潤滑剤 Zdol4000 (Solvay Solexis) を用いた。Zdol4000 は分子量 $4000\ \text{g/mol}$ の直鎖構造をしており、化学構造は次のように表わされる。



この潤滑剤をディップ法を用いて厚さ 3.5 nm 塗布し、150 °C でアニール処理をすることで熱酸化シリコン基板に強く吸着させた。

プローブは前節で作製した、傾斜面型光てこパターンを付したプローブを用いた。同一のプローブに対して、段差構造を利用した較正法と探針・試料間の付着を利用した較正法 (従来法) を行い、得られた変換係数を比較した。

2.4.3 実験結果

段差構造を用いた較正実験の測定結果を Figs. 2.28 (a), (b) に示す。試料は潤滑膜を塗布していないものを用いた。プローブ先端部のねじれは誤差を生ずる可能性があるため、ここでは、プローブの垂直たわみ量も同時に測定した。横軸がピエゾステージの変位量、Fig. 2.28 (a) の縦軸が PD の水平差分信号、Fig. 2.28 (b) の縦軸がプローブの垂直たわみ量を示す。走査範囲は 3 μm とした。この結果から、水平差分信号はおおむね一定の信号を出力しながら、 $x = 2.4 \mu\text{m}$ 近傍から急激に増加することが分かる。これはおおむね一定の水平たわみ量を維持していたプローブが、 $x = 2.4 \mu\text{m}$ 近傍で段差構造と接触したことを示している。上に述べたように、接触後の水平差分信号曲線の傾きが水平変位の変換係数の逆数 ($1/\alpha_L$) を表す。同測定を 10 回繰り返し、水平変位信号曲線の傾きの逆数の平均と標準偏差を求め、水平変位の変換係数として $228 \pm 0.38 \text{ nm/V}$ が得られた。即ち、誤差は 0.1 % 以下であった。これは本方法で再現性良く変換係数の取得が可能であることを示している。一方、Fig. 2.28 (b) から段差構造に接触後、水平差分信号の増加と共に、プローブ垂直たわみ量が線形に増加する傾向が見られた。これは、プローブ先端部の側面に対して、接触した段差構造の側面が完全に平行ではないことに起因する信号出力である可能性がある。しかし、この変形は、水平方向に 0.6 μm 走査して 2 nm と微小な変形でしかないため、おおむね平行に接触していると解釈できる。以上のことから、本較正法で水平変位量の変換係数を求めることができる。次に、潤滑膜を塗布し

た場合でも同様の実験を行った。同実験を 10 回行い、線形領域の傾きの逆数から求めた変換係数 α_L の平均と標準偏差は $233 \pm 0.34 \text{ nm/V}$ となった。これは、潤滑膜を塗布していない場合に得られた変換係数に対して 2 % の違いしかなかった。これは試料表面の状態に依らずに較正ができていることを示している。

次に、上記の方法で求められた変換係数の妥当性を検証するため、別の方法で変換係数を求めた。マイクロメータヘッドを利用した変位ステージ上に、段差構造を付した酸化シリコン基板を接着し、プローブを走査せず静止させた上で、ステージを操作して段差構造をプローブ先端に押し込み、たわみに対応して出力される PD の水平差分信号 $((i_A+i_C)-(i_B+i_D))$ を測定した。ステージの最小変位分解能は $0.5 \text{ }\mu\text{m}$ だった。結果を Fig. 2.28 (c) に示す。このとき、段差構造はステージに固定されていたため、ステージの移動量はプローブの水平変位量に対応する。同じ実験を 10 回繰り返した。線形領域の傾きの平均と標準偏差から変換係数を求めると $216 \pm 6.4 \text{ nm/V}$ と求められた。これは Fig. 2.28 (a) の 228 nm/V と概ね一致する。これは段差構造にプローブ先端を押し付けている間、プローブ先端が確実に固定されていることを支持する結果である。以上の結果から、Fig. 2.28 (a) の段差構造を用いた較正実験によって、プローブ先端を確実に固定し、水平変位量の変換係数を求めることができることが明らかとなった。

次に、探針付着を用いた較正法の結果を示す。Figure 2.29 に較正実験の結果を示す。実線は潤滑剤無しの、破線は潤滑剤有りの基板の結果であり、それぞれフィティングした曲線を細い線で示した。潤滑剤を塗布した試料ではピエゾの変位量と PD の差分信号が比例する領域が得られなかった。これは探針・試料間が十分に付着しておらず、探針が基板上で滑りが起きていることを示唆する結果である。本実験を 10 回ずつ行ない、フィッティング直線の傾きの逆数の平均と標準偏差から変換係数を求めると、潤滑剤付き試料では $250 \pm 24.0 \text{ nm/V}$ 、潤滑剤無し試料では $209 \pm 4.5 \text{ nm/V}$ であった。潤滑剤付き試料での傾きは潤滑剤無し試料での傾きより小さく求められた。本結果は探針・試料間の付着によって得た変換係数は試料表面の状態によって異なり、高い再現性が得られないことを示している。

最後に、探針付着と段差構造を用いた較正と、試料上の PFPE 系潤滑剤の有無についての結果の比較する。Table 2.1 はこれまでの結果をまとめたものである。探針付着法

において潤滑剤の有無による変換係数の違いは16%で、段差構造法における潤滑剤の有無による違いは2%と、探針付着法に対して8倍小さかった。また、標準偏差は10倍小さかった。これらの結果は段差構造法の汎用性と再現性は探針付着法に比べて大きく向上していることを示している。段差構造法はプローブを確実に固定し、水平差分信号と変形量をより精確に較正することができる。

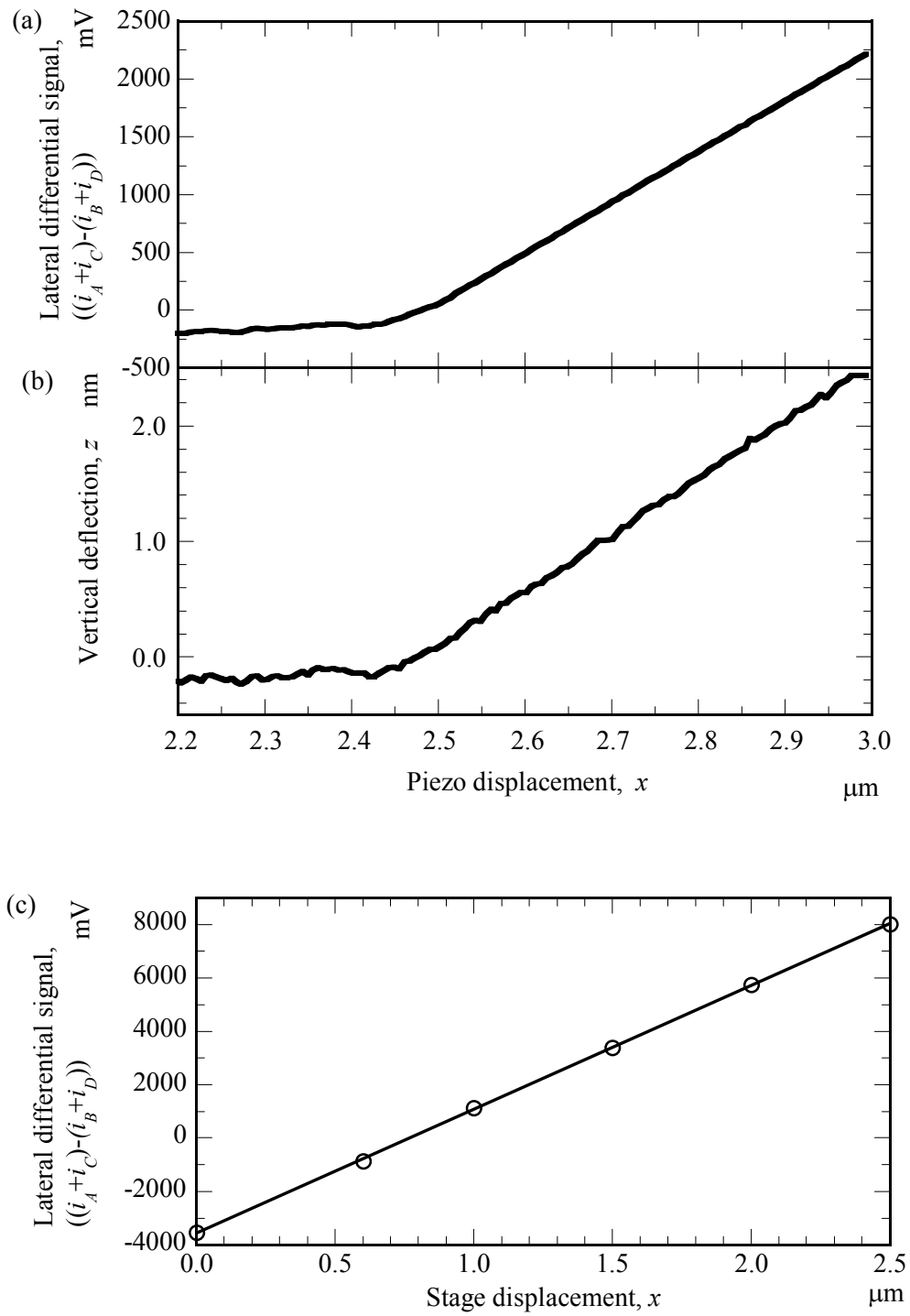


Fig. 2.28 Calibration results of a step-structure method. (a) Piezo displacement vs. lateral differential signal. (b) Piezo displacement vs. vertical deflection. (c) Calibration result using a translation stage.

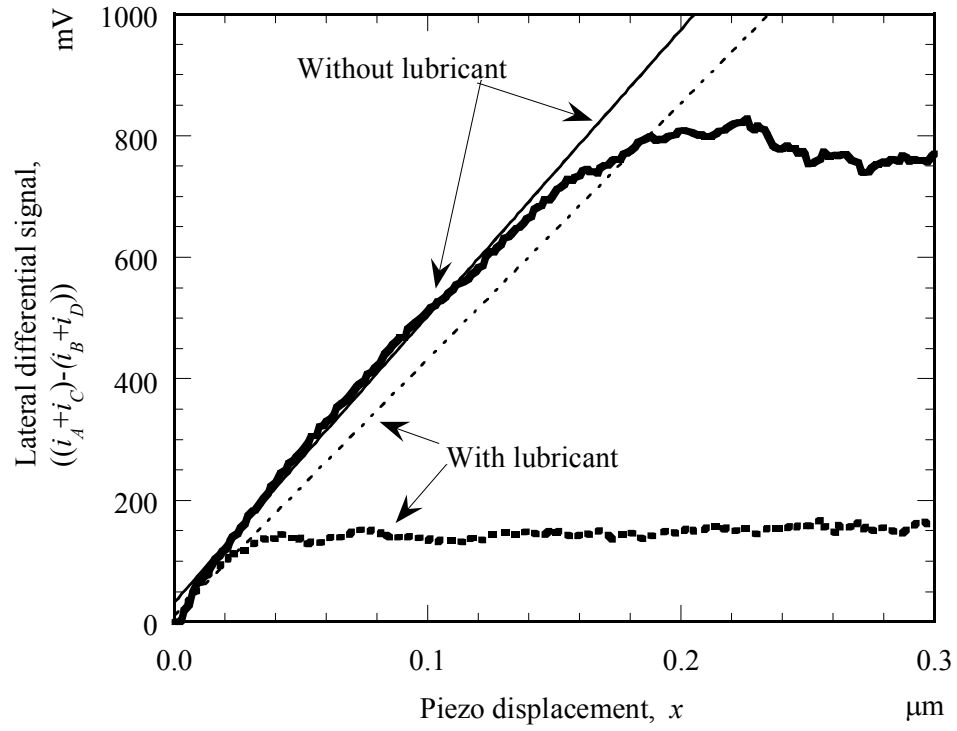


Fig. 2.29 Calibration results of probe adhesion method. Thin solid and broken lines shows liner fitting curves.

Table 2.1 Summary of results of probe-adhesion and step-structure methods.

	Probe-adhesion method		Step-structure method	
	Conversion coefficient, α_L (nm/V)	Standard deviation (nm/V)	Conversion coefficient, α_L (nm/V)	Standard deviation (nm/V)
Sample without lubricant	209	4.5	228	0.38
Sample with lubricant	250	24.0	233	0.34

2.5 傾斜面型と従来の光てこパターンの感度比較

第 2.3 節において、水平たわみ量の検出感度を向上させるために傾斜面型光てこパターンを作製した。そして、光てこパターン像を撮影した写真の光強度分布から、傾斜面型光てこパターンは従来の浅溝型に比べて 1.7 倍の感度向上が期待できることを見積もった。本節では、段差構造を用いた較正実験を行って実験的に検討した。段差構造に押し込むことによるプローブ先端の水平変位に対応した傾斜面型光てこパターンの変位量と、PD の水平差分信号 $((i_A+i_C)-(i_B+i_D))$ の関係を定量化する。

Figure 2.30 に較正実験の結果を示す。横軸がピエゾステージの変位量、縦軸が PD の水平差分信号量 $((i_A+i_C)-(i_B+i_D))$ で、太線が傾斜面型光てこパターン、細線が従来の浅溝型の光てこパターンの結果である。走査範囲を $1\text{ }\mu\text{m}$ としたが、Fig. 2.30 にその一部を示す。この結果から、傾斜面型光てこパターンは $x = 850\text{ nm}$ 付近から、浅溝型光てこパターンは $x = 830\text{ nm}$ 付近から段差構造に接触したことにより、水平差分信号が急激に増加したことが分かる。この、接触後の水平差分信号曲線の傾きから、傾斜面型光てこパターンの変換係数は 179 nm/V と求められた。一方、同様にして求めた浅溝型光てこパターンの変換係数は 256 nm/V であった。以上のことから、傾斜面型光てこパターンは感度を約 1.5 倍向上したことを示している。さらに、これは、第 2.3.3 項で光てこパターン像の光強度分布から理論的に見積もった、感度向上比 1.7 倍とおおむね一致している。従って、光てこパターンを用いたプローブたわみ量検出法は、PD 上の光強度の低い領域における光強度の最小値により決まることが示され、よりコントラスト比の高い光てこパターン像を形成できる傾斜面型光てこパターンによって、高感度なプローブ変位量検出が可能となることが実験的に明らかとなった。

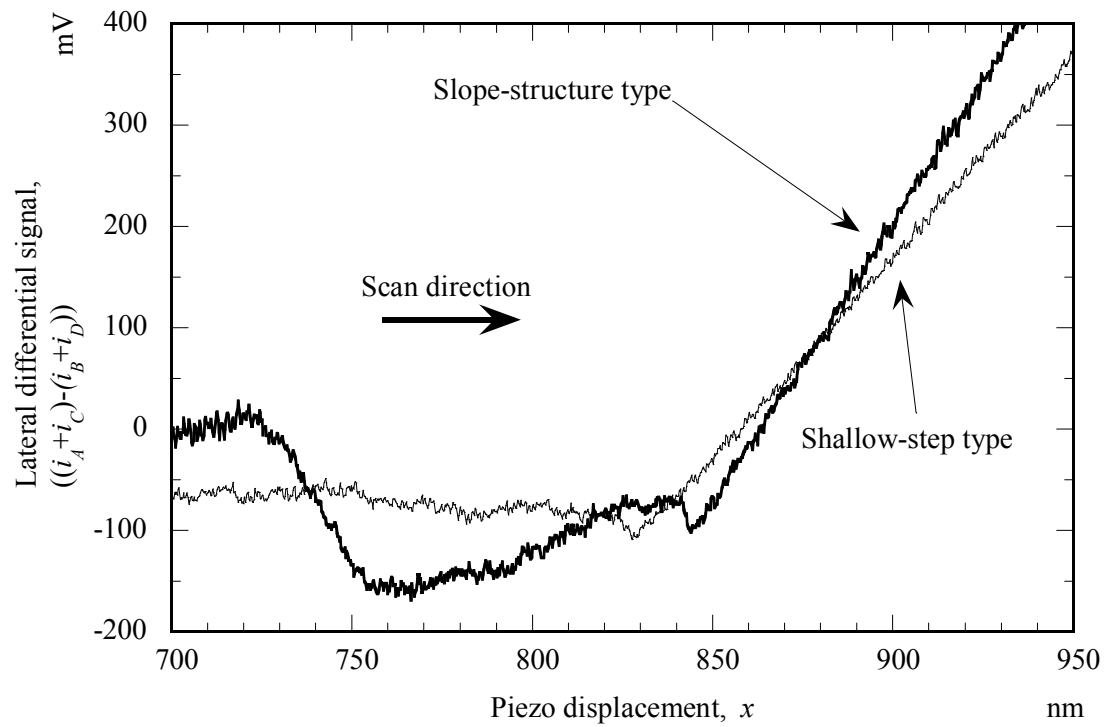


Fig. 2.30 Result of calibration of the lateral differential signal for the slope-structure and shallow-step optical lever patterns. Thick and thin lines show the results for the step-structure type and the shallow-step type, respectively.

2.6 FFM 測定の定量化と摩擦力最小検出限界

前節までにおいて、MMP の水平変位量の較正法を確立し、高感度に水平変位量を検出するために傾斜面型光てこパターンを作製した。本節では、実際に傾斜面型光てこパターンを形成したプローブを使用して、FFM 測定の原理確認を行った。潤滑剤分子を塗布した磁気ディスクを試料として、摩擦力分布を測定した。そして、あらかじめ第 2.4 節で確立した段差構造を用いた方法で水平変形量を較正しておくことで、FFM 信号を摩擦力に変換した。

2.6.1 供試試料と測定手順

摩擦力分布測定ができることを明確に判断できるよう、潤滑特性が面内で局所的に異なる試料として、PFPE 系液体潤滑剤を塗付した磁気ディスクを用いた [93]。潤滑剤には第 2.4.2 項でも使用した Zdol4000 を使用した。基板に用いた磁気ディスク表面の AFM 像を Fig. 2.31 (a) に、断面形状を Fig. 2.31 (b) に示す。表面粗さは、算術平均粗さ (R_a) が 0.31 nm, 二乗平均粗さ (R_{rms}) が 0.40 nm, 最大高さ (R_{max}) が 2.31 nm だった。Figure 2.31 から分かるように、本実験で使用した磁気ディスクの表面はランダムな粗さが分布しているのではなく、比較的均一な畝のような構造 (テクスチャ) が形成されていた。このテクスチャ構造は幅が約 100 nm, 高さが約 2 nm となっていた。潤滑膜の塗布は一般的に用いられているディップ法で行った。溶媒 (HFE-7200, 3M) に Zdol4000 を希釈した溶液に磁気ディスクを浸し、モータを用いて引き上げて塗布した。引き上げ速度と溶液の濃度を調節することで潤滑膜の膜厚を制御できる。エリプソメータを用いて測定した膜厚は約 2.0 nm だった。この基板を 150 °C で 24 時間アニール処理をすることで、潤滑剤を磁気ディスク基板に強く吸着させた。そして、基板に強く吸着した潤滑剤分子のみが形成するよう、溶媒でリンス処理をして吸着していない潤滑剤分子を洗い流した。リンス処理後にエリプソメータで測定した膜厚は 1.7 nm だった。この試料の AFM 像を Fig. 2.32 (a) に、断面形状を Fig. 2.32 (b) に示す。表面粗さは算術平均粗さ (R_a) が 0.27

nm, 二乗平均粗さ(R_{rms}) が 0.34 nm, 最大高さ(R_{max}) が 1.88 nm だった. Figure 2.32 から分かるように, 磁気ディスク基板にあらかじめ形成されているテクスチャ構造に沿って潤滑剤分子が吸着した. この AFM 測定では, 潤滑剤分子の変形を抑制して表面を精密に測定するために, 探針表面にフッ素加工を施してプローブ探針・潤滑剤分子間の相互作用を弱めて AFM 測定を行った [94].

次に, 上で作製した試料の FFM 測定を行う前に, 水平方向のプローブ変位検出用の PD 水平差分信号の較正と, プローブの水平ばね定数の測定を行った. 水平方向の較正は第 2.4 節で確立した段差構造に押し当てる方法で変換係数を取得した. ばね定数の測定はロードテスター (GRAMMER, MAGNEBIT 社) を用いて測定した. 概要を Fig. 2.33 に示す. プローブを両面テープで固定した基板をクランプ固定し, プローブの先端にロードセルを押し付ける. ロードセルの変位する方向と平行板ばねのたわみが平行になるよう固定することで水平ばね定数を (Fig. 2.33 (a)), ねじり梁の垂直方向のねじれが平行になるよう固定することで垂直ばね定数を測定する (Fig. 2.33 (b)). ロードセルの力測定分解能は 1 mgf, マイクロメータの送り分解能は 1 μm である. プローブに接触後のロードセルの送り量が, プローブの相対的なたわみ量に対応する. マイクロメータによる送り量とロードセルにより測定した力の関係からばね定数を求めた. 本実験で使用したプローブの水平ばね定数 k_L を測定し, $k_L = 1.7 \text{ N/m}$ を得た.

FFM 測定における摩擦力の算出法について述べる. FFM では試料表面を往復走査し, 検出した PD 水平差分信号を画像化する. このとき, プローブを走査しているピエゾアクチュエータの変位量を横軸, PD の水平差分信号を縦軸とすると Fig. 2.34 に示すように往き (trace) と戻り (retrace) の曲線が記録される. 走査開始時は静止摩擦力によりプローブ先端が試料表面に付着し, プローブ先端とピエゾアクチュエータ間の相対変位が増大することで PD 水平差分信号が増加する. 相対変位が増大することで平行板ばねの水平方向の弾性力が大きくなり, 最大静止摩擦力を超えるとプローブが試料表面を滑り動摩擦領域がみられる. 戻りの走査に入った際も同様な現象が起こるが, プローブの変形の方法が往きと逆であるため, 往きの曲線にたいして反転した曲線が得られる. この FFM 測定で見られる曲線は一般的にフリクションカーブやフリクションループと呼ばれる. 往きと戻りについてそれぞれ動摩擦領域の平均をとり, それらの差の 1/2 が摩擦

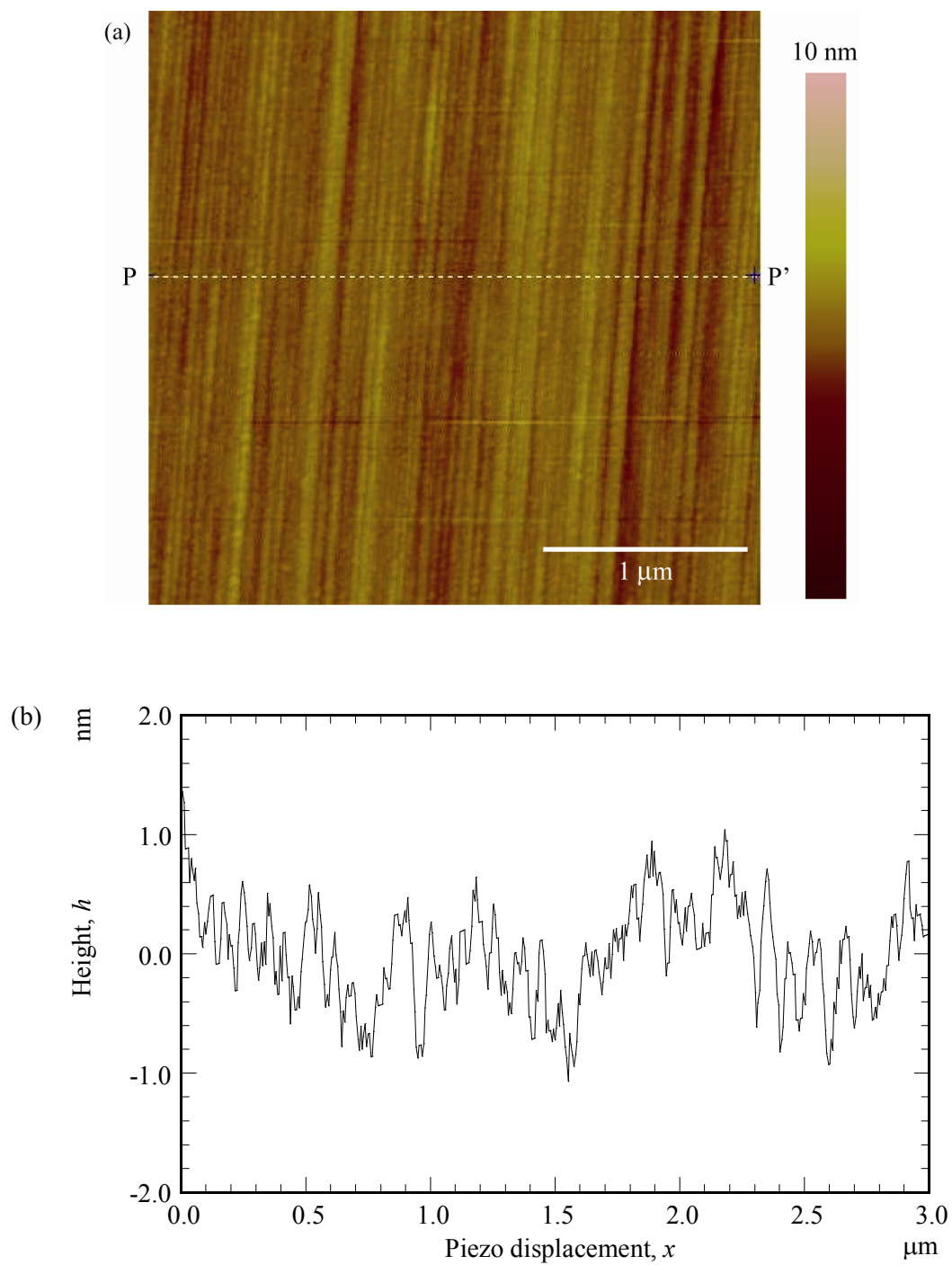


Fig. 2.31 Tapping-mode AFM image of a bear magnetic disk taken using a commercial cantilever probe. Scan size is $3 \times 3 \mu\text{m}^2$. (a) Topography. (b) Cross sectional view on P-P' in (a).

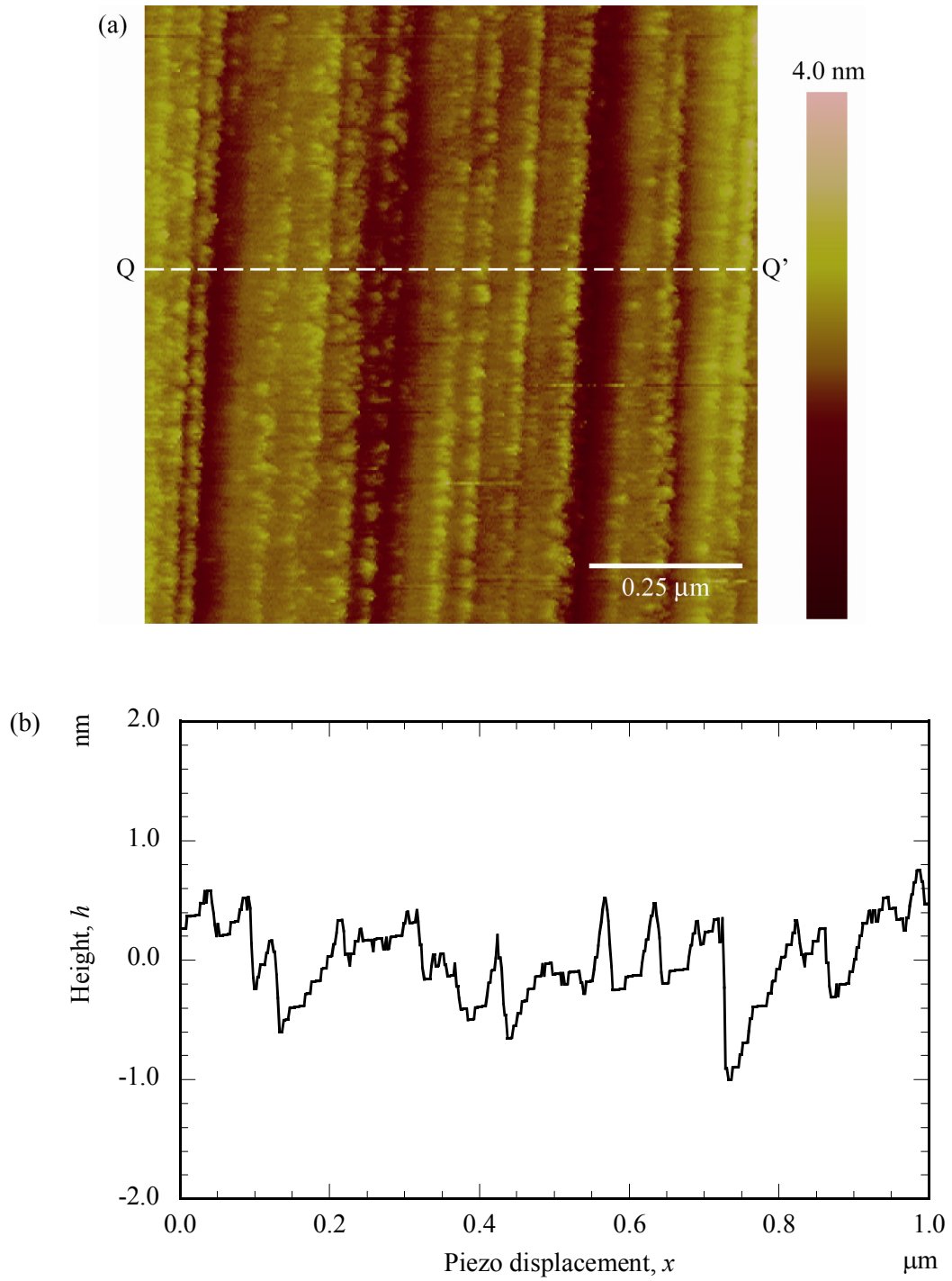


Fig. 2.32 Tapping-mode AFM image of 1.7-nm thick lubricant film taken using commercial cantilever probe. Scan size is $1 \times 1 \mu\text{m}^2$. (a) Topography. (b) Cross sectional view on line Q-Q' in (a).

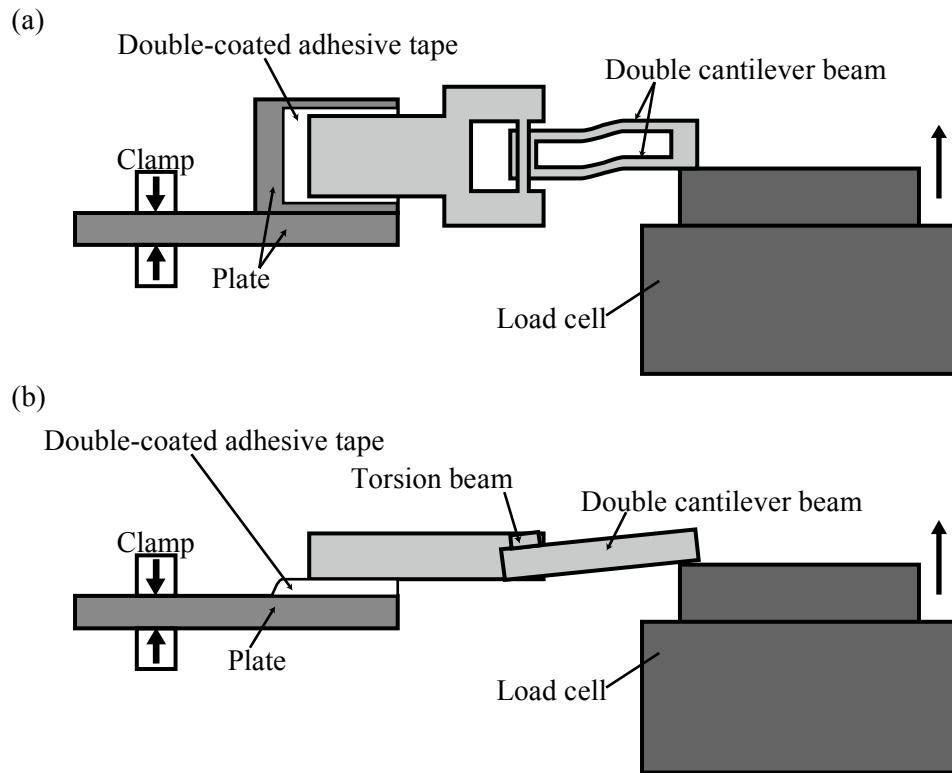


Fig. 2.33 Schematic diagram of a measurement method of spring constants using Load cell.

(a) Lateral spring constant. (b) Normal spring constant.

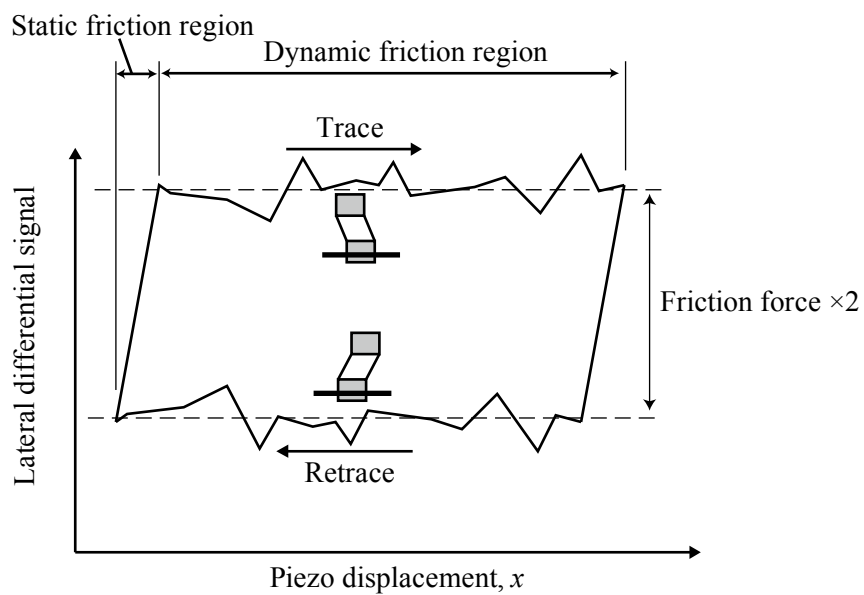


Fig. 2.34 Schematic of a friction curve.

力信号の絶対値になる。

2.6.2 測定結果と摩擦力検出限界

FFM 測定の結果を Fig. 2.35 に示す。Figure 2.35 (a) は FFM 像で走査範囲を $5 \times 5 \mu\text{m}^2$ としたときの結果であり, Fig. 2.35 (b) は直線 R-R' 上の摩擦力分布を示す。通常の FFM 測定と同様, 荷重を一定とするために, プローブの垂直たわみ量が一定になるようピエゾステージの高さを閉ループで制御しながら走査した。Fig. 2.35 (b) には得られたフリクションカーブのうち, 復路の走査時のもののみ示した。摩擦力の定量化には, 前項で得た較正の変換係数 $\alpha_L = 233 \text{ nm/V}$, 水平のばね定数は 1.7 N/m を用いた。Figure 2.35 から図の上下方向に付与されたナノテクスチャに沿った, 10 nN 程度の摩擦力の分布が見出された。これは, Fig. 2.32 の AFM で観察された潤滑剤分子のテクスチャ構造に沿った分布によるプローブの変形量を, 傾斜面型光てこパターンで検出できたことを示している。本結果は, 傾斜面を利用した光てこパターンによって摩擦力像を取得可能なことを示している。

これまで, 水平変形量の検出のための傾斜面型光てこパターンを作製し, 段差構造を用いた水平変形量と PD 水平差分信号の較正法を提案した。最後に, これらの方法を用いた, 本測定系の摩擦力分解能について論ずる。Figure 2.35 の FFM 測定において, PD 水平変位信号の雑音信号強度は 1.0 mV 程度であった。これと求めた変換係数 $\alpha_L = 233 \text{ nm/V}$ を用いると, 本測定系の水平たわみ量検出限界は式(1.10) より 0.23 nm となり, ロードセルで求めた水平ばね定数 1.7 N/m を式(1.12) に代入することで, 摩擦力の検出限界は 0.39 nN となる。以上の結果は, 段差構造を用いた較正法と傾斜面型光てこパターンにより, ナノメートルオーダーの変位分解能でプローブの水平たわみ量, すなわち, ナニュートンオーダーの摩擦力を定量化できることを示している。

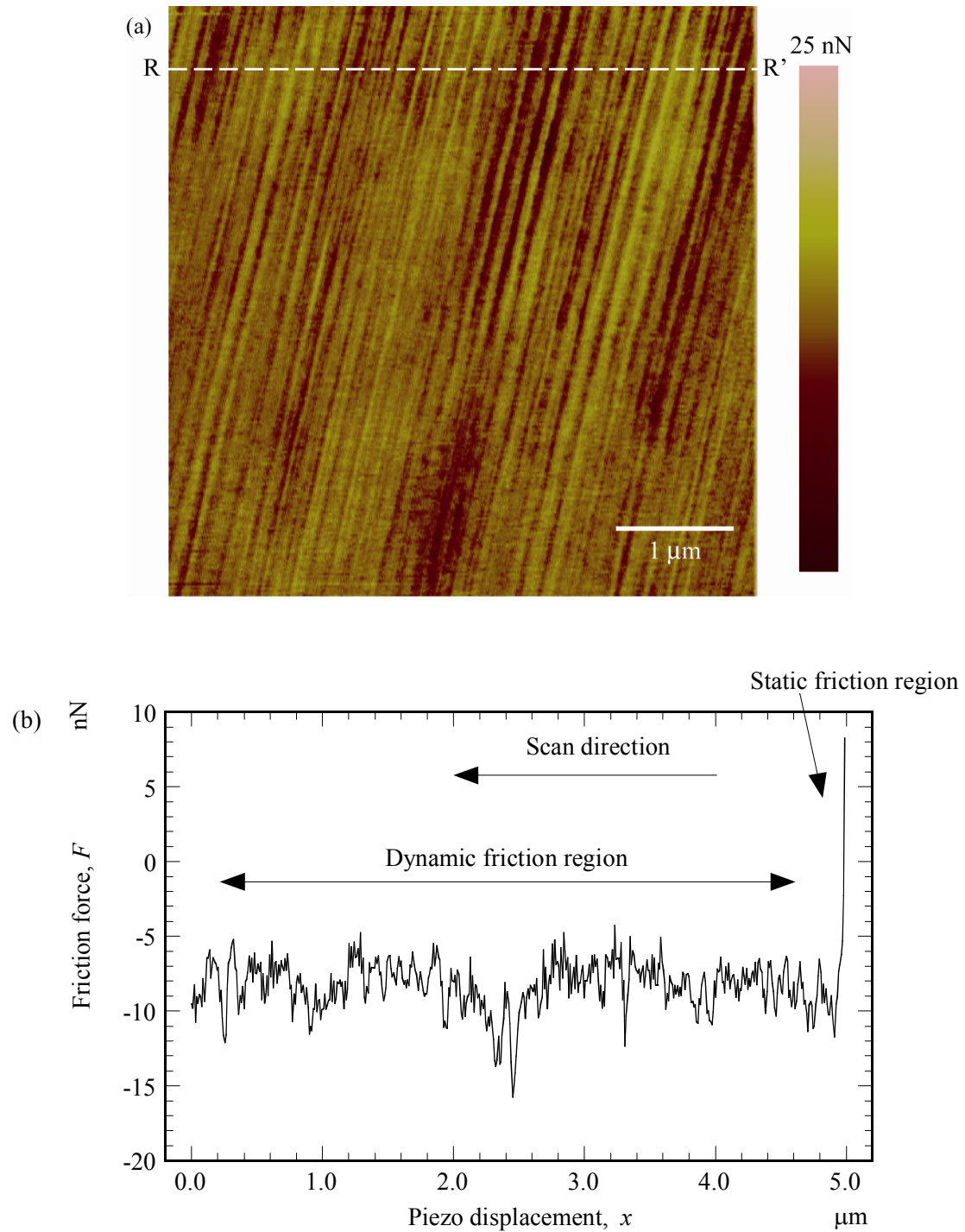


Fig. 2.35 FFM observation of a 1.7-nm thick lubricant film on a magnetic disk. (a) FFM image taken by a probe with a slope-structure optical lever pattern. (b) Cross section view of (a) on line R-R'.

2.7 結論

本章で得られた結果についてまとめる．二軸独立型マイクロ・メカニカルプローブにより測定された摩擦力の高精度な定量化法を確立するために、3 つの課題の解決について検討した．(1) 摩擦力は、フックの法則よりばね定数とプローブの変形量の積から得られる．プローブ構造が力に対して線形に変形する場合でのみ適用できる．しかし、MMP の二軸独立構造の機械的干渉について、近似的解析に留まり精密な解析がなされていなかった．(2) プローブの水平変形量を光てこパターン像の移動量から検出する方法において、従来の浅溝型光てこパターンでは十分な検出感度が得られず、粗面形成の再現性も低かった．(3) プローブの水平変形量を定量化するための、変形量と PD の検出信号の間を高精度に較正する方法が確立していなかった．これらの課題を克服する計測法を提案した．主な成果について下にまとめる．

- 課題(1) を明らかにするため、MMP および、従来の AFM 用プローブとして I 型、V 型プローブに水平・垂直力を同時に 20 μN 印加した際の変形特性を有限要素法で解析した．垂直力による水平ばね定数の変化は V 型プローブでは非線形に大きく変わり、I 型プローブでは約 10 % だった．それに対して、MMP ではわずか 0.001 % 程度であった．水平力による垂直ばね定数の変化についても同様に、V 型では 7 %、I 型では 0.1 % だったのに対して、MMP では 0.001 % 程度とほとんど変化しなかった．つまり、MMP の二軸独立構造によって水平・垂直力による機械的干渉が大きく抑制され、ばね定数の変化は 20 μN 以下の力に対して 0.001 % 以下であった．
- 課題(2) に対して、プローブの水平変形量を高感度に検出するために、コントラスト比の大きな光てこパターン像を形成可能な傾斜面型光てこパターンを提案した．光てこ用レーザーのスポット径は数十 μm 程度であるため、数 μm 程度のサイズの傾斜面構造を再現良く作製できる方法が求められた．そこで、傾斜面構造を、シリコンの結晶異方性エッチングを用いてプローブ先端の背面に作製した．傾斜面型光てこパターンは、従来の浅溝型に比べて感度を従来の 1.5 倍向上

でき、作製の再現性を向上できることを示した。

- 課題(3) に対してプローブの水平変形量と PD の水平差分信号との関係を高精度に再現良く較正するため、段差構造を用いた較正法を提案した。較正実験を行い、試料の潤滑状態の違いによる変換係数の誤差と再現性を評価し、8~10 倍向上させることに成功した。
- 傾斜面型光てこパターンと段差構造を用いた変形量較正法により、摩擦力の最小検出限界として 0.39 nN を達成した。

以上により、MMP は大きい摩擦・垂直力が印加されても機械的干渉が起きず、1 nN オーダーの微小な摩擦力を測定し定量化することが可能であることを示した。

第3章 静電駆動プローブによる横振動 FFM 測定

3.1 はじめに

従来のマイクロ・メカニカルプローブの摺動速度は、従来の FFM プローブと同様に piezoアクチュエータの走査速度の $1\ \mu\text{m}/\text{sec}$ 程度に限定され、動的な摩擦測定が困難であった。また、MMP の平行板ばねが水平に変形することにより実際の探針位置と摩擦力像との間にサブ μm オーダーのずれが生じ、高精度な摩擦力像の取得に大きな障害となっていた。そこで、水平変形量を制御し両方の問題の解決を可能とする静電アクチュエータ付きマイクロ・メカニカルプローブを作製した。プローブの平行板ばねを正弦波的に加振することで、高速摺動が可能となる。また、プローブの水平変形量がゼロになるよう静電気力を調節することでプローブ先端の位置ずれの補償も可能となる。本章では静電アクチュエータ機構の設計・作製を行い、二つの課題のうち、動的な摩擦測定が困難であった課題を解決するため、LM-FFM 測定を試みる。

3.2 マイクロ・メカニカルプローブへの静電アクチュエータの付与

3.2.1 静電アクチュエータ機構

プローブの摩擦力検出用の平行板ばねの側面積が大きいことに着目して、平行板ばねを電極とした静電アクチュエータ機構を提案した。Figure 3.1 に静電アクチュエータ機構を付与したプローブの概略図を示す。本プローブは、プローブ部と駆動用電圧を印加する駆動部から成る。駆動電圧を印加するため、電極として平行板ばねに金属膜を被膜する。駆動部を平行板ばねに対向させ、電圧を平行板ばねと駆動部間に印加することで、静電気力で平行板ばねを水平方向に変位させる。例えば、駆動電圧を正弦波にすることで、摺動速度を電圧と周波数で調節し LM-FFM 測定を可能とする。

プローブの動的応答は第2章で確立した光てこ法を用いて検出し、変位信号を段差

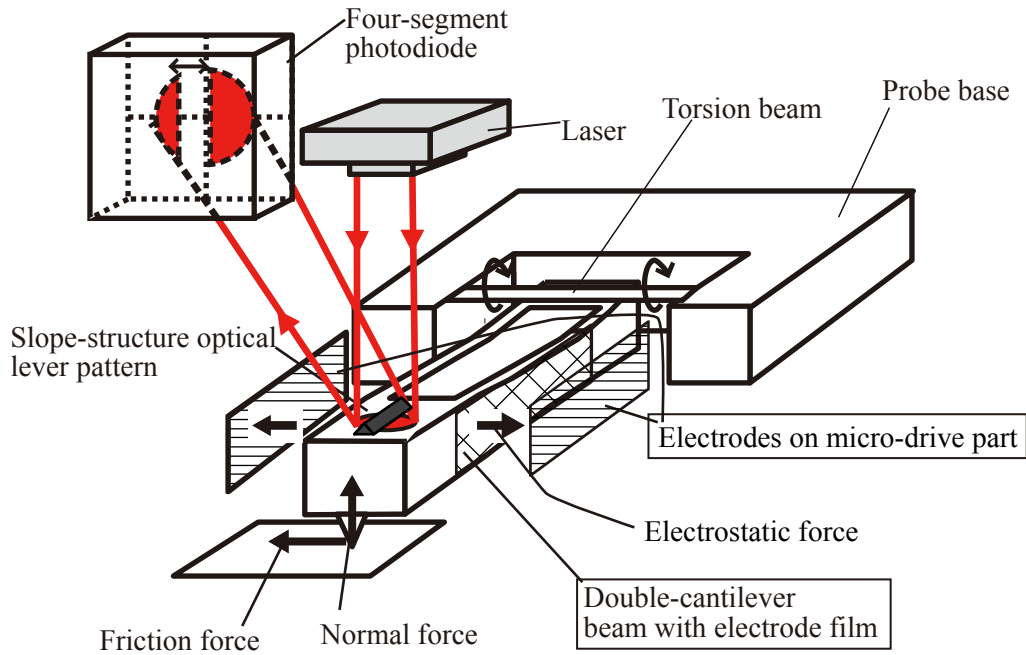


Fig. 3.1 Schematic diagram of a dual-axis micro-mechanical probe with an electrostatic actuator for driving a double-cantilever beam.

構造を用いた較正法で定量化する．即ち，プローブの変形を，プローブ先端の傾斜面型光てこパターンにより形成された PD 上の光てこパターン像の変位から検出された差分信号 $((i_A+i_C)-(i_B+i_D))$ から得る．さらに，段差構造を用いた較正法によって，水平差分信号と変形量を較正し，振幅量を定量化できる．

3.2.2 静電アクチュエータ機構の設計

Figure 3.1 の概略図に示したプローブに付与する静電アクチュエータについて，まず平行板ばね・駆動部間の電極間距離 d について検討する．プローブを走査中，片方の電極のみを駆動する場合，プローブに働く静電気力 F_e ，摩擦力 F_f ，および弾性力 F_s の力のつり合いは次式で表わされる．

$$F_e = \frac{1}{2} \frac{\epsilon S}{d^2} V^2 = F_f + k_L \Delta x_L \quad (3.1)$$

FFM では、一般的に荷重として nN から μN オーダーを印加するため、摩擦係数として 0.01 から 1.0 程度の試料を測定しようとする、 μN のオーダーまでの摩擦力がプローブにかかる。摩擦力が働いているプローブに対しても加振あるいは探針位置制御を行うのに十分な静電気力を発生させるために必要な電極間距離は、例えば、空気の誘電率 $\epsilon = 8.85 \times 10^{-12} \text{ F/m}$ 、側面積 $S = 1300 \times 100 \mu\text{m}^2$ 、電圧 $V = 40 \text{ V}$ 、水平たわみ量 $\Delta x_L = 1 \mu\text{m}$ 、水平ばね定数 $k_L = 1.0 \text{ N/m}$ 、摩擦力 $F_f = 1 \mu\text{N}$ とすると、 $21 \mu\text{m}$ が必要となる。従って、十分な静電気力を得るためには電極間距離を数十 μm オーダーで制御可能なプローブの作製技術が求められる。通常の機械加工ではこの要求を満たすことは困難なので、単結晶シリコンを基板としたマイクロマシニング技術を用いて作製することとした。さらに、シリコンは半導体でその導電率は十分でない、電極用の金属膜を平行板ばねと対向する面に形成する必要がある。しかし、数十 μm という狭いすき間で対向した面に金属膜を形成することは難しい。そこで、プローブ部と駆動部を一括して形成し金属膜の形成を行うのではなく、プローブ部と駆動部を別々に作製し金属膜を形成してから組み立てることとした。ただし、本方法はプローブ部と駆動部の高精度な位置合わせが必要不可欠である。位置合わせ法として、駆動部上に形成した微小凸構造をプローブ部に形成した凹構造にはめ合わせる方法を着想した。概要を Fig. 3.2 に示す。位置合わせの精度は位置合わせ構造のできあがり寸法の精度に等しい。位置合わせ構造の対向する面が平行かつ平滑になるよう、 $\{111\}$ 面となるように設計した。 $\{111\}$ 面はエッチング速度が遅い面であるため、エッチング量を浸漬時間でコントロールする場合でも、浸漬時間による誤差による影響がサブ μm 程度しかなく、再現性よく作製できる。また、ぴったりとはめ合うように、凸構造が凹構造より数 μm 程度大きくなるよう設計した。駆動部の電極用側壁構造の作製プロセスにおいて、フォトリソグラフィのパターン転写誤差 ($1\text{--}2 \mu\text{m}$) と、結晶異方性エッチングで $5 \mu\text{m}$ 程度の寸法誤差が生じ得る。従って、本位置合わせ法で見積もられる位置合わせ誤差は $10 \mu\text{m}$ 以下である。プローブ・駆動部の電極間距離は数十 μm であるため、本方法で組み立てが可能であると考えられる。

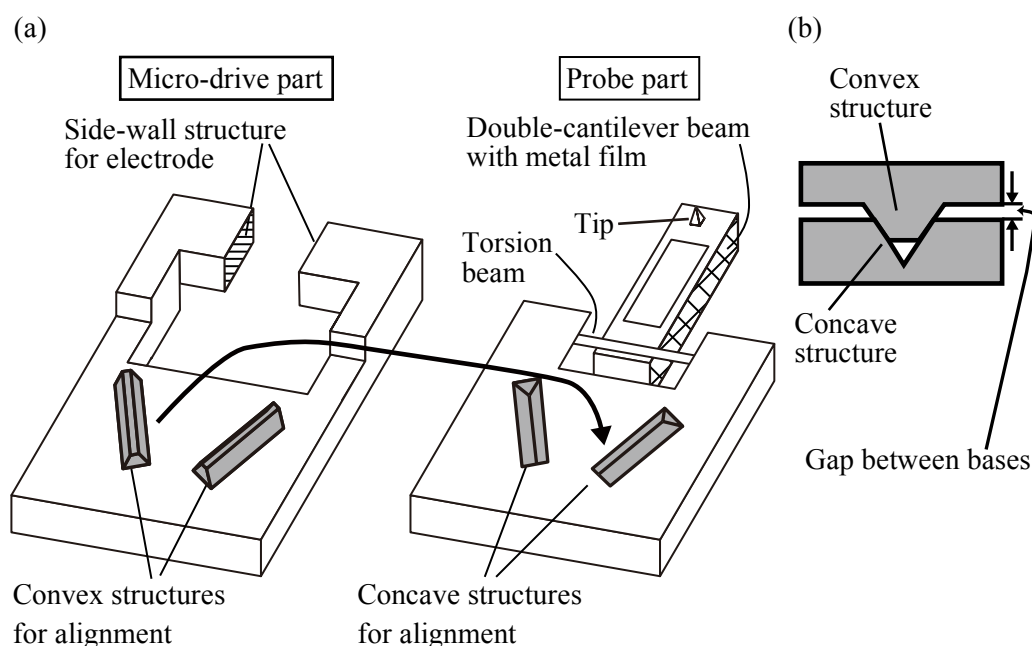


Fig. 3.2 Schematic diagram of alignment between probe and micro-drive parts. (a) Micro-convex structures on drive part in micro-concave structures on probe part. (b) Detail of attachment between concave and convex structures.

3.2.3 静電アクチュエータ機構を付与したプローブの作製

静電アクチュエータ付プローブの作製法について述べる．前項で述べたとおり，本プローブはプローブ部構造と駆動部構造を別々に作製したあと，電極用金属膜を形成し組み合わせる．プローブ部の位置合わせ凹構造以外の作製工程は第 2.3.3 項で述べた方法で作製した．駆動部作製のために，シリコンウェハは単結晶シリコンで面方位が $\{100\}$ ，厚さが $200\ \mu\text{m}$ のものを用いた．駆動部の作製工程は二回のフォトリソグラフィと結晶異方性エッチングから成る．フォトマスクのパターンの形状およびエッチング後の構造の輪郭を Fig. 3.3 に示す．第一工程で，電極用側壁構造と位置合わせ用凸構造を $100\ \mu\text{m}$ エッチングして形成する (Fig. 3.3 (a))．第二工程で，裏面から Fig. 3.3 (b) に示したマスクパターンを用いて貫通するまでエッチングし，駆動部の構造を形成する．それぞれ，Fig. 3.3 の直線 A-A'における，全体の作製工程を Fig. 3.4 (第一工程)，Fig. 3.5 (第二工程)

に示す.

駆動部構造の作製プロセスの第一工程の詳細について述べる. 購入したウェハの厚さは $10\text{ }\mu\text{m}$ 程度のバラつきがあった. 本作製法ではウェハを貫通するまでエッチングを行う. ウェハ厚さのバラつきにより, 貫通に要するエッチング量がウェハ毎にバラつき, 作製の再現性の低下を招く恐れがある. そこで, シリコンウェハを TMAH 水溶液中でエッチングすることでウェハ厚を $190\text{ }\mu\text{m}$ に揃えた. エッチングマスクを形成するために酸素・水蒸気雰囲気電気炉内で $1058\text{ }^{\circ}\text{C}$ の熱酸化を 3 時間行い, 厚さ約 $1\text{ }\mu\text{m}$ 程度の熱酸化膜を形成した. そして, フトリソグラフィでフォトレジストにフォトマスクパターンを転写した. その後, エッチングマスクにフォトレジストパターンを転写するために熱酸化シリコンを BHF 水溶液でエッチングした. フォトレジスト除去後, KOH 水溶液に浸漬して結晶異方性エッチングを行った. エッチング深さは $100\text{ }\mu\text{m}$ とした. 本エッチング工程で, プローブの平行板ばねと対向する電極構造と位置合わせ用凸構造が形成される.

次に第二工程を行った. 前工程でエッチングした面とは逆の面に対してフトリソグラフィとエッチングを行う. まず, 再度熱酸化し, ウェハ全体を酸化膜で覆い, 前工程と同様の方法でフトリソグラフィを行った. フォトマスクパターンは Fig. 3.3 (b) を用いた. 結晶異方性エッチングでウェハを貫通するまで $100\text{ }\mu\text{m}$ 程度エッチングし, 駆動部構造をウェハから切り出せる形に形成した. しかし, この時点ではエッチングマスクとして用いたシリコン酸化膜が薄く残ってしまっているため, BHF を用いてシリコン酸化膜エッチングを少し行って溶解させた. ただ, 絶縁膜としてシリコン熱酸化膜が駆動部の台座部に形成されている必要があるため, エッチング時間には注意して行った. なお, 作製プロセスの詳細な手順およびパラメータを付録 2 に記載した. このようにして作製された駆動部の SEM による全体写真および位置合わせ用凸構造を側面から観察した写真を Figs. 3.6, 3.7 に示す. Figure 3.6 (a) は裏面, Fig. 3.6 (b) は表面の写真を示している. これらの写真は駆動部構造と位置合わせ用凸構造の作製に成功したことを示している.

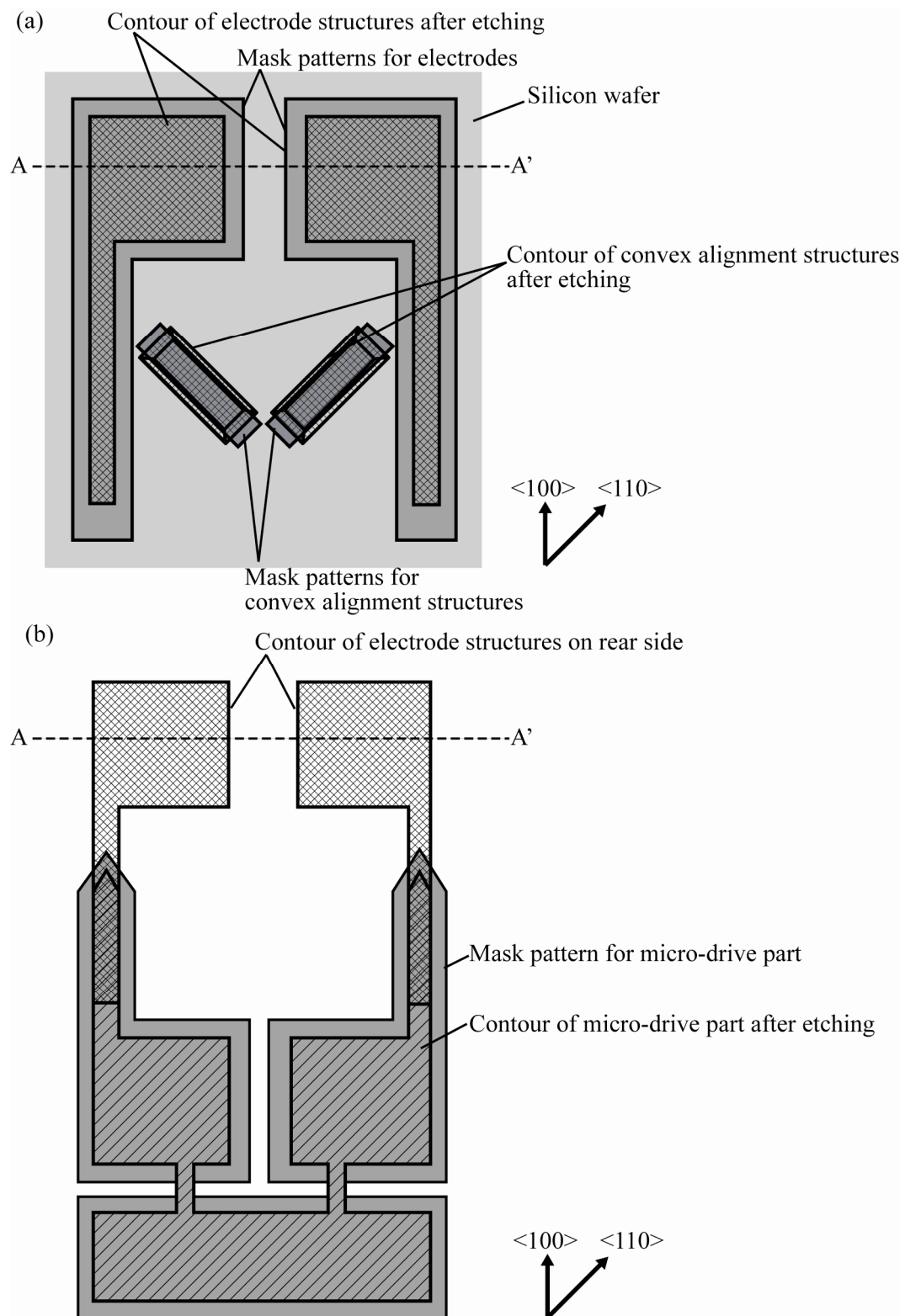


Fig. 3.3 Schematic of mask patterns and contour of micro-drive part after etching. (a) Mask patterns and contour structure after first etching. (b) Mask patterns and contour structure after final etching.

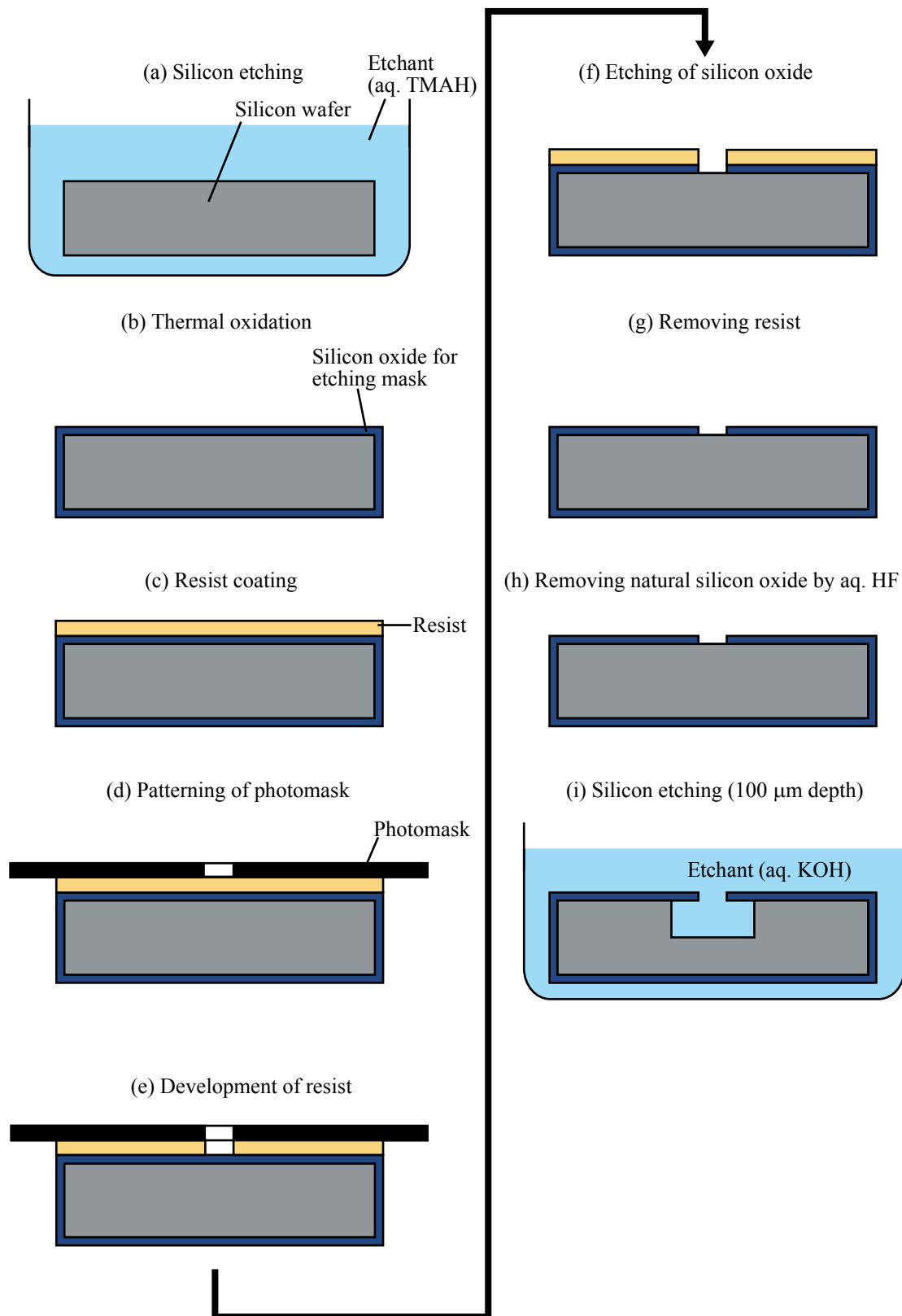


Fig. 3.4 First fabrication process for the drive part.

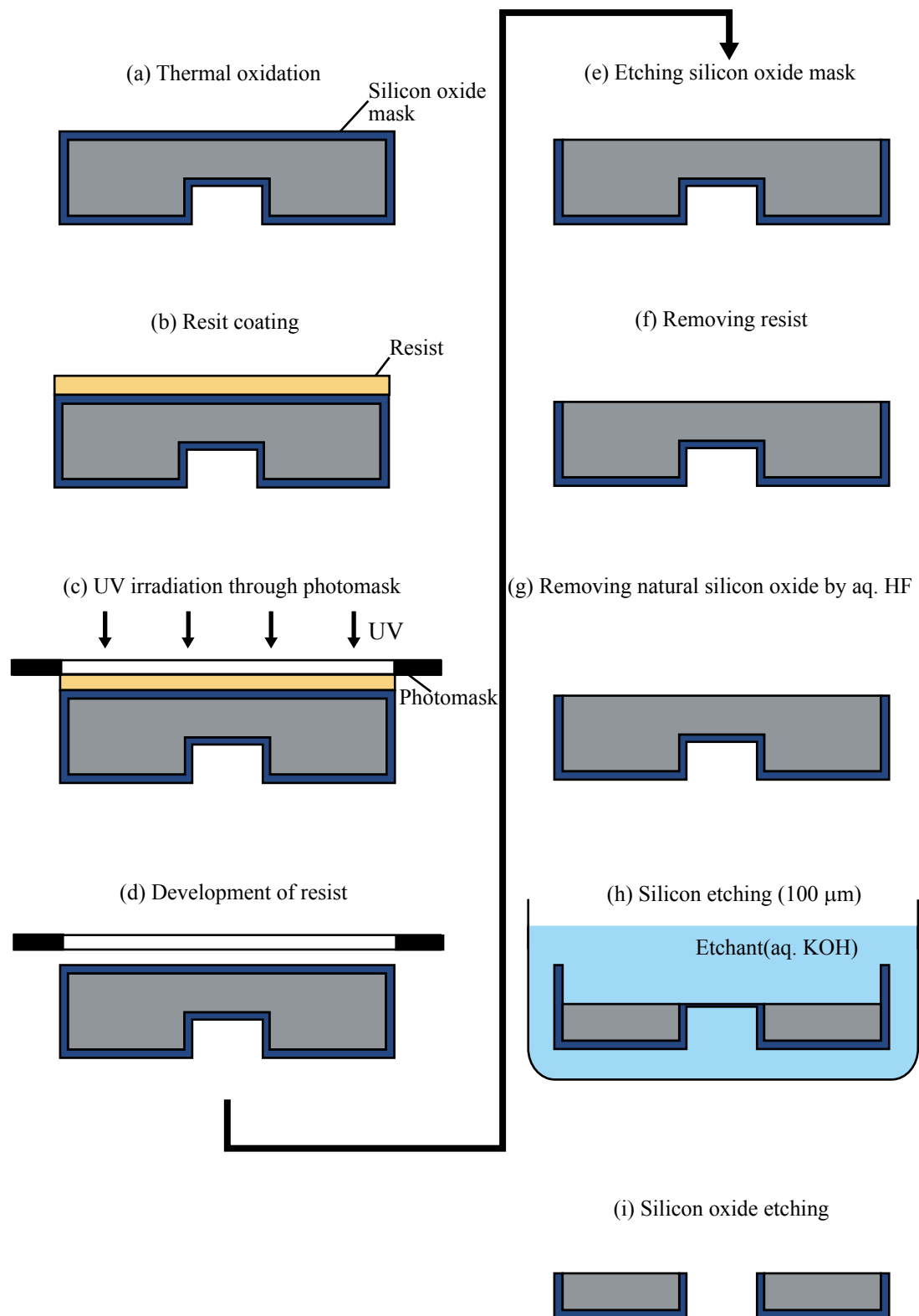


Fig. 3.5 Second fabrication process for the drive part.

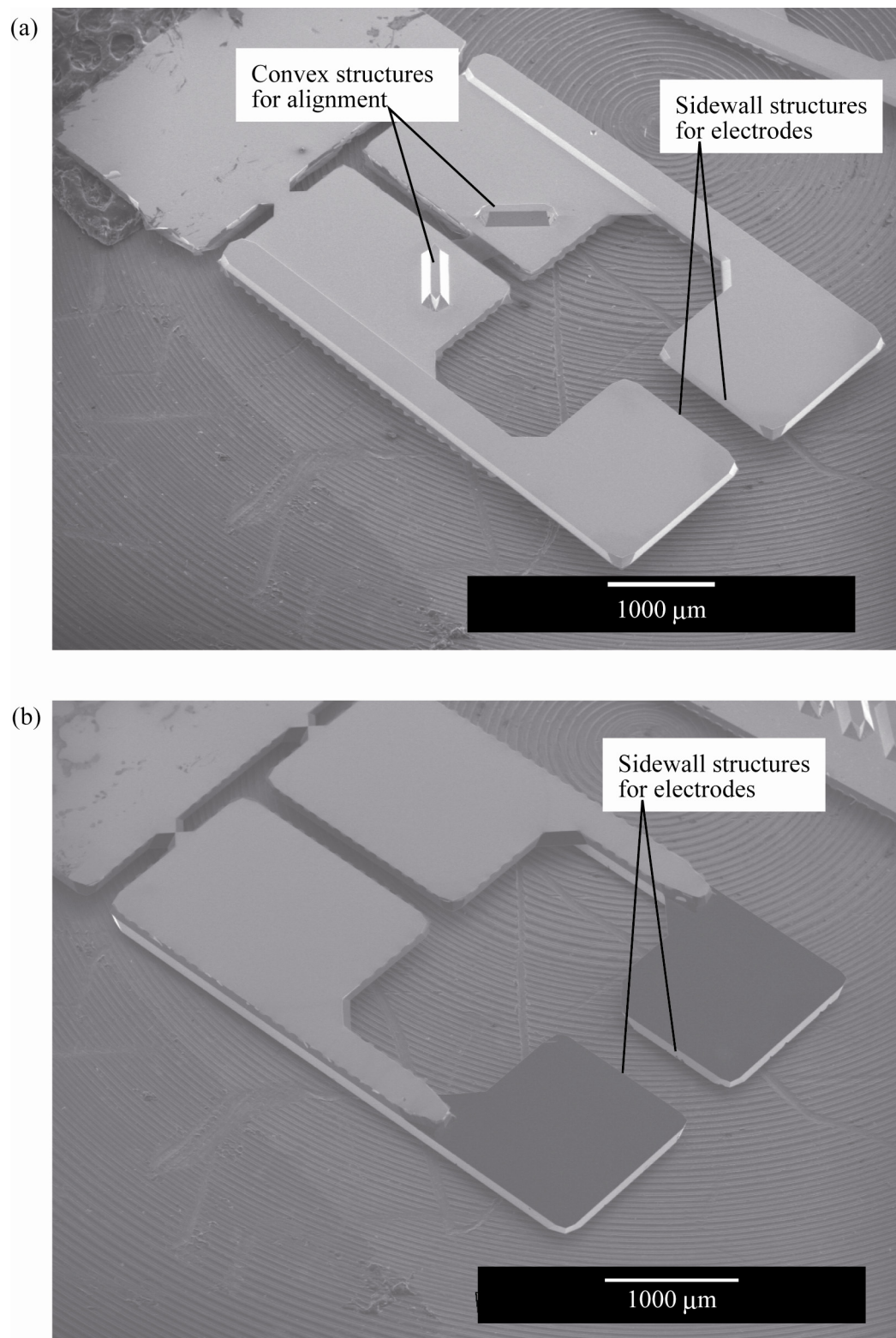


Fig. 3.6 SEM images of a fabricated drive part. (a) Bird view of a bottom side. (b) Bird view of a top side.

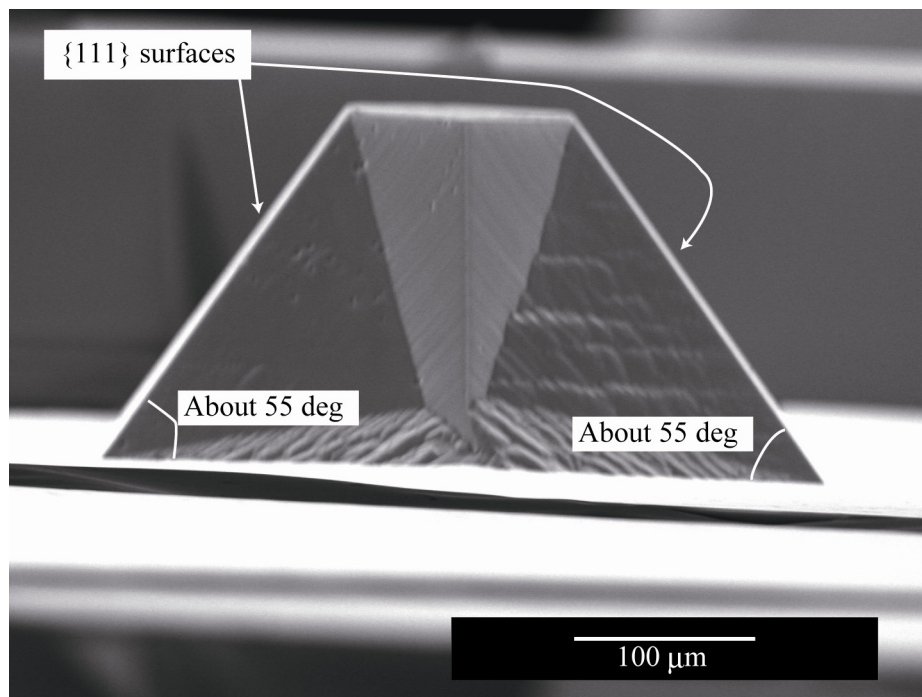


Fig. 3.7 Side view of a fabricated convex alignment structure on a drive part.

次に、作製したプローブ部と駆動部に対して電極膜となる金属膜を形成した。金属膜の形成には抵抗加熱式真空蒸着装置 (SVC-700TM/700-2, サンヨー電子) を用いた。本方法は、ターゲット材である金線をタングステン線でできたかごにセットし、 10^{-4} Pa 程度の真空状態にしたあと、電流をタングステン線に流し抵抗加熱することで蒸発したターゲット材を試料に堆積させるものである [95]。基本的に、ターゲット材に向いている面にのみ金属膜が形成され、影になる部分には形成されない。本研究ではプローブおよび駆動部の側面に膜を形成する必要がある。そのため、Fig. 3.8 のように、側面がターゲットに向くように、斜面を有する治具にプローブ部と駆動部を取り付け蒸着を行った。両面に形成させるために、片面毎に二度蒸着を行った。斜面の角度は 45 deg とし、各蒸着工程毎に直径 0.5 mm 、長さ 1 cm の金線をタングステン線のかごにセットし、金線が蒸発し終わるまで 10 秒 程度電流を流した。タングステン線と試料までの距離は 7 cm 程度とした。また、駆動部の位置合わせ用凸構造を形成した面はプローブとの導通を避けるために熱酸化シリコンを形成しており、この上に金属膜を形成することは避け

なければならない．そこで、フォトレジスト (PMER P-LA 900cP, 東京応化) を塗布することでマスクした．金蒸着が終了後、駆動部をアセトンに浸漬させ数十秒の超音波洗浄によりフォトレジストを剥離した．

最後に、プローブ部と駆動部を組み合わせて接着固定した．駆動部は Fig. 3.6 のように、左右の電極用構造が根本の架橋部で支持された状態でできあがる．架橋部は変形しやすいため、この状態でプローブと左右の電極用構造を同時に位置合わせすることは難しい．そこで、組み合わせ時にそれぞれ架橋部をピンセットで押しこんで切り離し、左右の電極用構造を一つずつプローブに接着させた．位置合わせは、実体顕微鏡で観察しながら、基板に接着固定したプローブ部との位置を、駆動部を把持した変位ステージを調節することで行った．固定には接着剤 (アラルダイト ラピッド, ニチバン) を用いた．駆動部の把持には液圧ピンセット (HYM-P1, シグマサイバーテック) を用いた．液圧ピンセットはピンセットの把持力を液圧でコントロールできるため、手で把持した場合に難しい細かい作業が可能になる．プローブと駆動部の位置合わせが完了したら、接着剤が硬化するまで 30 分程度の間、液圧ピンセットで押し付け続けた．この作業を両側の駆動部に対して行った．作製したプローブの例を Fig. 3.9 に示す．Figure 3.9 の写真において左側の電極間距離は 29 μm 、右側の電極間距離は 37 μm でプローブ部と駆動部の組み合わせに成功した．

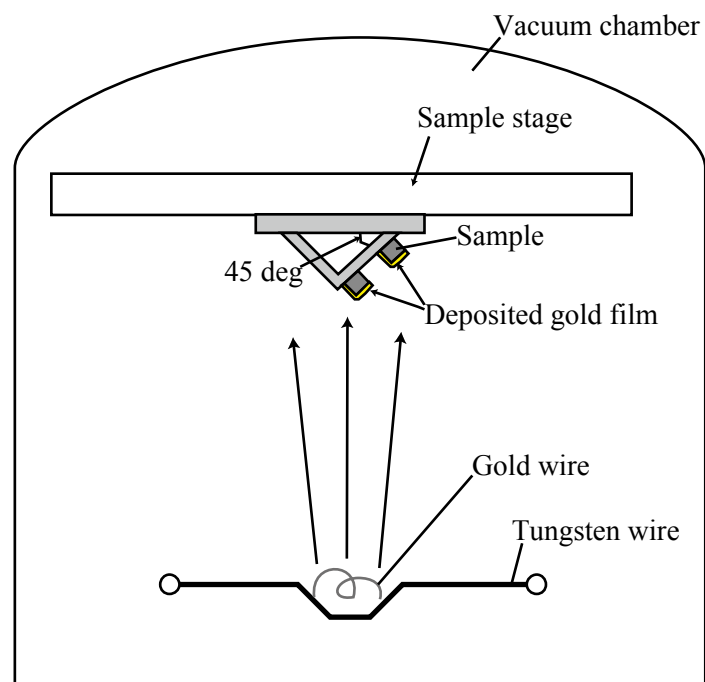


Fig. 3.8 Schematic of gold film deposition on probe and drive parts.

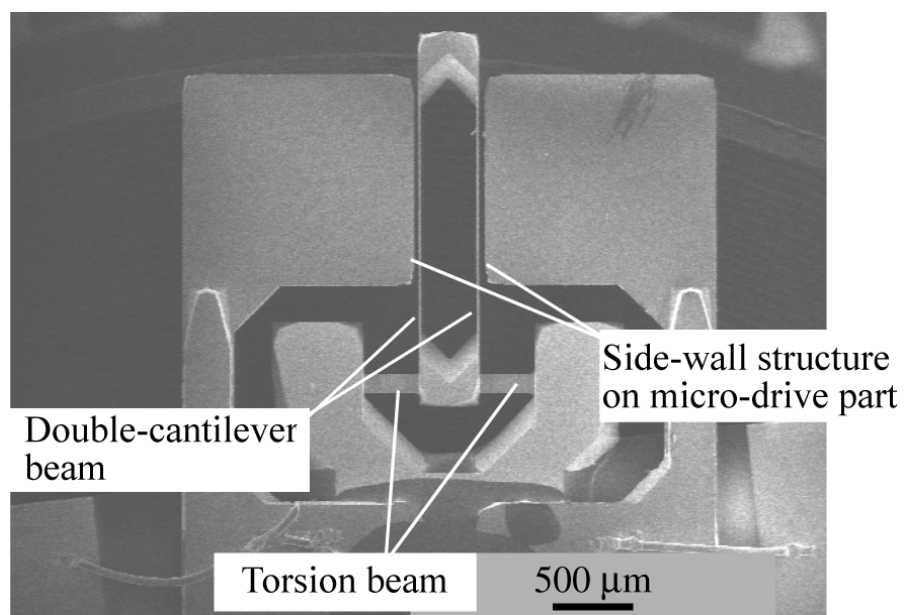


Fig. 3.9 SEM image of an assembled dual-axis micro-mechanical probe with an electrostatic actuator.

3.3 静電駆動プローブを用いた動的測定

3.3.1 測定装置の構成

装置構成を Fig. 3.10 に示す．作製したプローブを市販の AFM 装置 (Nanoscope IV, Veeco) に搭載した．AFM の piezo アクチュエータでプローブを走査しながら電極間に電圧をかけ，プローブの先端を水平方向に駆動した．電圧はファンクションジェネレータ (WF1974, NF) の駆動信号を電圧増幅器 (M-2663, MESS-TEK) により増幅して加えた．光てこ法を用いてプローブ先端の変位量を PD の差分信号から得た．静電アクチュエータ駆動特性を調べるために，ファンクションジェネレータからの駆動力信号を参照信号としてロックインアンプ (LI5640, NF) で同期検出し，プローブの変位信号の振幅と位相を検出した．検出した振幅と位相信号を AFM 装置用 PC に入力し，画像化した．従って，プローブ駆動用電源と同期検出用ロックインアンプを追加したのみで，ほぼ市販の AFM のみの装置構成で実験可能であった．本動的測定法は，市販の AFM 装置に一般的な信号発生器・検出器を追加するだけで行うことができ，汎用性に優れている．

プローブの静電アクチュエータに電圧を印加するための配線について述べる．絶縁体であるアルミナ基板に接着した駆動部付きプローブの大きさは 2-3 mm 程度しかなく，金属線とプローブをはんだ付けすることは難しい．そこで，金属電極膜付きのアルミナ基板を用い，プローブと基板の電極膜間をワイヤーボンディング装置により金線で結んだ．基板から電源まではんだ付けで配線した．ワイヤーボンディングした様子を Fig. 3.11 に示す．基板上に三つの金属膜形成領域を形成しておき，それらと左右の駆動部とプローブ部をつなげる．左右の駆動部はそれぞれ電源とつなぎ，プローブ部は接地した．なお，本節では Fig. 3.11 において右側のプローブ・駆動部間電極を A 側電極，左側のプローブ・駆動部間電極を B 側電極と呼ぶことにする．

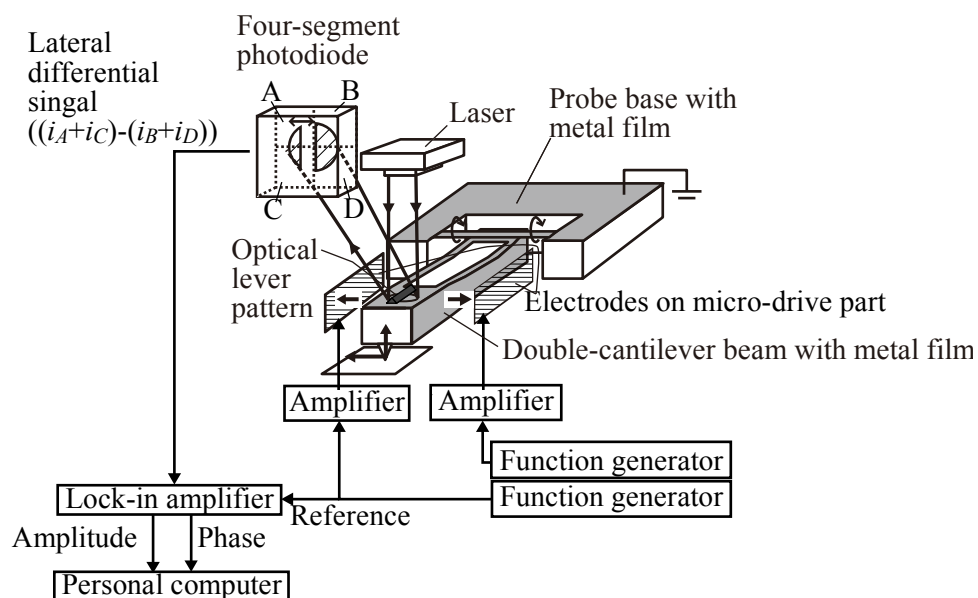


Fig. 3.10 Schematic of experimental setup.

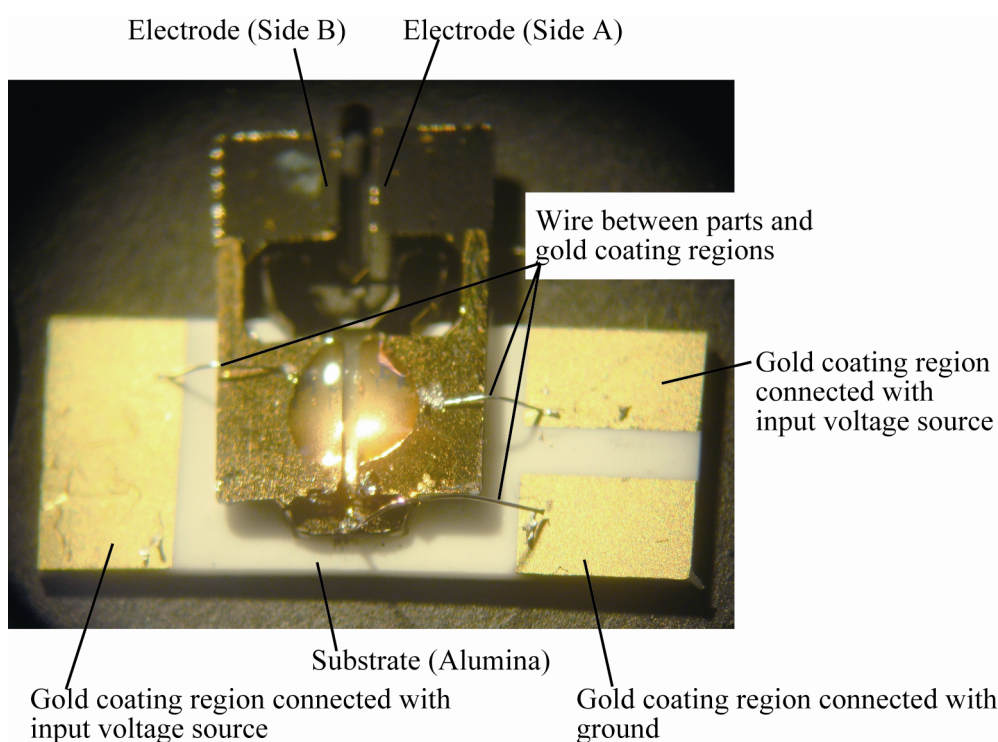


Fig. 3.11 Image of a probe on an alumina plate. Wires were bonded between parts and gold coated regions.

3.3.2 静電アクチュエータの動作確認実験

作製した静電アクチュエータ付プローブの動作確認実験を AFM 装置に搭載して行った。用いた静電アクチュエータ付プローブの電極間距離は A 側電極で 23 μm , B 側電極で 21 μm だった。また, プローブには探針の無いものを用いた。最初に駆動部・プローブ部間の電極に電圧を印加した際のプローブ先端の水平変位を測定した。片方の電極に正弦波の電圧を印加したときの PD の水平差分信号をオシロスコープ (DLM2054, 横河電機) により検出した。A 側のみに電圧を印加した際の結果を Fig. 3.12, B 側のみに電圧を印加した際の結果を Fig. 3.13 に示す。それぞれ, (a) が駆動信号, (b) がプローブの変形に対応した PD の水平差分信号である。本実験において, 印加した DC, AC 電圧と周波数はそれぞれ 50 V, 14.1 V, 10 Hz だった。PD の水平差分信号において, 入力信号と同周期の正弦波が見られた。本結果は, 静電気力によって, プローブ先端が水平方向に変位することを示している。これは本研究において提案した静電駆動機構が実現されていることが示している。

また, 本実験において, A 側電極においては, 駆動信号に対して逆位相の出力信号が得られたのに対して, B 側電極においては同位相の出力信号が得られた。この理由は Fig. 3.14 のように説明できる。Figure 3.14 (a) は A 側の電極に電圧を印加したとき, Fig. 3.14 (b) は B 側の電極に電圧を印加した際のプローブの変位と PD 上の光てこパターン像の動きを示した。静電気力は引力なので, A 側の電極に印加すると静電気力が大きくなるほどプローブ部が A 側に変形する。光てこパターン像も移動し, PD 水平差分信号 $((i_A + i_C) - (i_B + i_D))$ が減少する。これによって Fig. 3.12 において, 駆動信号が大きくなると PD 水平差分信号が小さくなる逆位相の関係となる。B 側電極に印加したときは, 反対に, 静電気力が大きくなるほど PD 水平差分信号 $((i_A + i_C) - (i_B + i_D))$ が増加する。Figure 3.13 において, 駆動信号が大きくなると PD 水平差分信号が大きくなる同位相の関係となる。

これまでの実験ではプローブの振幅応答と PD の水平差分信号の関係を調べた。次に, プローブの変形量を定量的に調べるための較正を検討した。較正ができれば, プローブ

の周波数だけでなく振幅を調節することでプローブ・試料間の摺動速度をコントロールすることが可能になり、試料の速度依存性やレオロジー特性の定量化が可能となる。まず、プローブの変形量と PD の水平差分信号との関係を第 2.4 節で述べた段差構造を用いた方法で較正を行った。駆動部付きプローブは、Fig. 3.9 に示した SEM 写真のようにプローブ部先端が 200-300 nm 程度突き出している。この突出部の側面に段差構造を押し当てることで較正を行った。電圧は印加していない状態で行った。結果を Fig. 3.15 に示す。段差構造に接触した（ピエゾアクチュエータの変位が 2.1 μm ）ときより PD の水平差分信号はプローブ先端の変位量に概ね比例し、その傾きの逆数から変換係数 $\alpha_L = 128 \text{ nm/V}$ を得た。本結果は、駆動部をつけても第 2.4 節で述べた方法で較正が可能であることを示している。

次に電極間に印加した正弦波交流電圧の振幅の大きさと PD の水平差分信号の関係を調べ、上で求めた変換係数を使ってプローブの振幅と駆動電圧の大きさとの関係を定量化を検討した。まず、探針が試料に接触していない状態で、両側の電極に正弦波交流電圧を印加したとき、両側の電極間にかかる静電気力 F_{e1}, F_{e2} と弾性力 F_s はつり合う。式(3.1) を使って、

$$F_s = F_{e2} - F_{e1} = \frac{1}{2} \left(\epsilon_2 \frac{S_2}{d_2^2} V_2^2 - \epsilon_1 \frac{S_1}{d_1^2} V_1^2 \right). \quad (3.2)$$

それぞれの電極に印加する正弦波交流電圧は

$$V_1 = V_{DC1} + V_{AC1} \sin(\omega_1 t + \delta_1), \quad (3.3)$$

$$V_2 = V_{DC2} + V_{AC2} \sin(\omega_2 t + \delta_2), \quad (3.4)$$

で表わされる。ここで、 V_{DC} は直流成分、 V_{AC} は正弦波電圧の振幅、 ω は角周波数、 δ は位相を示している。式(3.3)、(3.4) を式(3.2) に代入すると、弾性力が得られる。なお、本プローブは両側の電極に置いて、側面積 S は等しい。また、測定を大気環境で行うとすると、誘電率 ϵ は真空下での値と概ね等しい ($\epsilon_1 = \epsilon_2 \cong \epsilon_0$)。 $V_{AC} \ll 4V_{DC}$ のとき、弾

性力 F_s は,

$$F_s = \frac{\epsilon S}{2} \left(\frac{V_{DC2}^2}{d_2^2} - \frac{V_{DC1}^2}{d_1^2} \right) + \epsilon S \left(\frac{V_{DC2} V_{AC2}}{d_2^2} \sin(\omega_2 t + \delta_2) + \frac{V_{DC1} V_{AC1}}{d_1^2} \sin(\omega_1 t + \delta_1) \right), \quad (3.5)$$

で表される．このようにして，静電気力は，時間によって変化しない DC 成分と，正弦的に変化する AC 成分とに分けて表される．ここで，両側の電極に，同一周波数で逆位相 ($\delta_2 = \delta_1 + \pi$) の交流電圧を印加すると式(3.5) は次式であらわされる．

$$F_s = \frac{\epsilon S}{2} \left(\frac{V_{DC2}^2}{d_2^2} - \frac{V_{DC1}^2}{d_1^2} \right) + \epsilon S \left(\frac{V_{DC2} V_{AC2}}{d_2^2} + \frac{V_{DC1} V_{AC1}}{d_1^2} \right) \sin(\omega t + \delta_1). \quad (3.6)$$

弾性力がフックの法則 $F_s = k_L \Delta x_L$ で表せるとすると，振幅 A_L は正弦波の振幅の大きさに対応するため次式となる．

$$A_L = \frac{\epsilon S}{k_L} \left(\frac{V_{DC2} V_{AC2}}{d_2^2} + \frac{V_{DC1} V_{AC1}}{d_1^2} \right). \quad (3.7)$$

よって，両電極に同一周波数で逆位相の電圧を印加すると，両方に印加した静電気力で駆動される．なお，片方の電極のみに電圧を印加した場合の振幅 A_L は次式で表される．

$$A_L = \frac{\epsilon S}{k_L} \left(\frac{V_{DC} V_{AC}}{d^2} \right). \quad (3.8)$$

式(3.7)，式(3.8) は，プローブの振幅は電圧の DC 成分を一定にした場合，AC 成分に比例することを意味している．よって，プローブの加振振幅は AC 成分の振幅を調節することで変えることが可能となる．また，式(3.7) より，両方の電極に同じ周波数，逆位相で同時に正弦波電圧を印加することで，同じ印加電圧でもより大きな加振振幅を与

えることができる。

次に、これまでの見積もりをもとに印加電圧と変位信号の関係を調べた。まず、片方の電極に正弦波交流電圧を印加し、電圧の振幅を変化させたときの PD の水平差分信号の振幅をロックインアンプで同期検出した。このときの DC 成分の電圧は 50 V であった。A 側電極のみに電圧を印加した結果を Fig. 3.16 に、B 側電極のみの結果を Fig. 3.17 に示す。横軸は印加した正弦波交流電圧の振幅、縦軸は変換係数 α_L を用いて変換したプローブの振幅である。実線は最小二乗法によりフィッティングした直線である。プローブの振幅は交流電圧の振幅に比例しており、本結果は理論的に見積もった式(3.8)の結果と一致している。フィッティング直線の傾きより、振幅と駆動電圧の関係は A 側電極では $\beta_1 = 14.8 \text{ nm/V}$ 、B 側電極では $\beta_2 = 27.3 \text{ nm/V}$ と得られた。この傾きの違いは電極間距離の違いによるものであると考えられる。以上により、印加電圧の振幅を変えることで、プローブ振幅を調節できることを示した。これは、本プローブが振幅を変えることで摺動速度を変えることができることを示している。

さらに、両側の電極に同時に同一周波数で逆位相の正弦波交流電圧を印加した。両側の電極に互いに逆位相の正弦波を印加することで、式(3.7)で示したように片側のときに比較してより大きな振幅が得られることが期待される。PD の水平差分信号を Fig. 3.18 に、駆動電圧とロックインアンプで同期検出した振幅の関係を Fig. 3.19 に示す。Figure 3.18 より、プローブが正弦波的に加振されていることが示された。そして、Fig. 3.19 の係数が 53.2 nm/V となり、片側のみに印加した場合に比べて大きな振幅が得られることが実験的に明らかになった。このように、両方の電極に同一周波数・逆位相の正弦波を印加することで、より大きな静電気力を印加して、大きな振幅を得ることができる。以上のように、本プローブでは加振周波数と振幅を調節することで、探針試料間を動的な速度で摺動することができる。

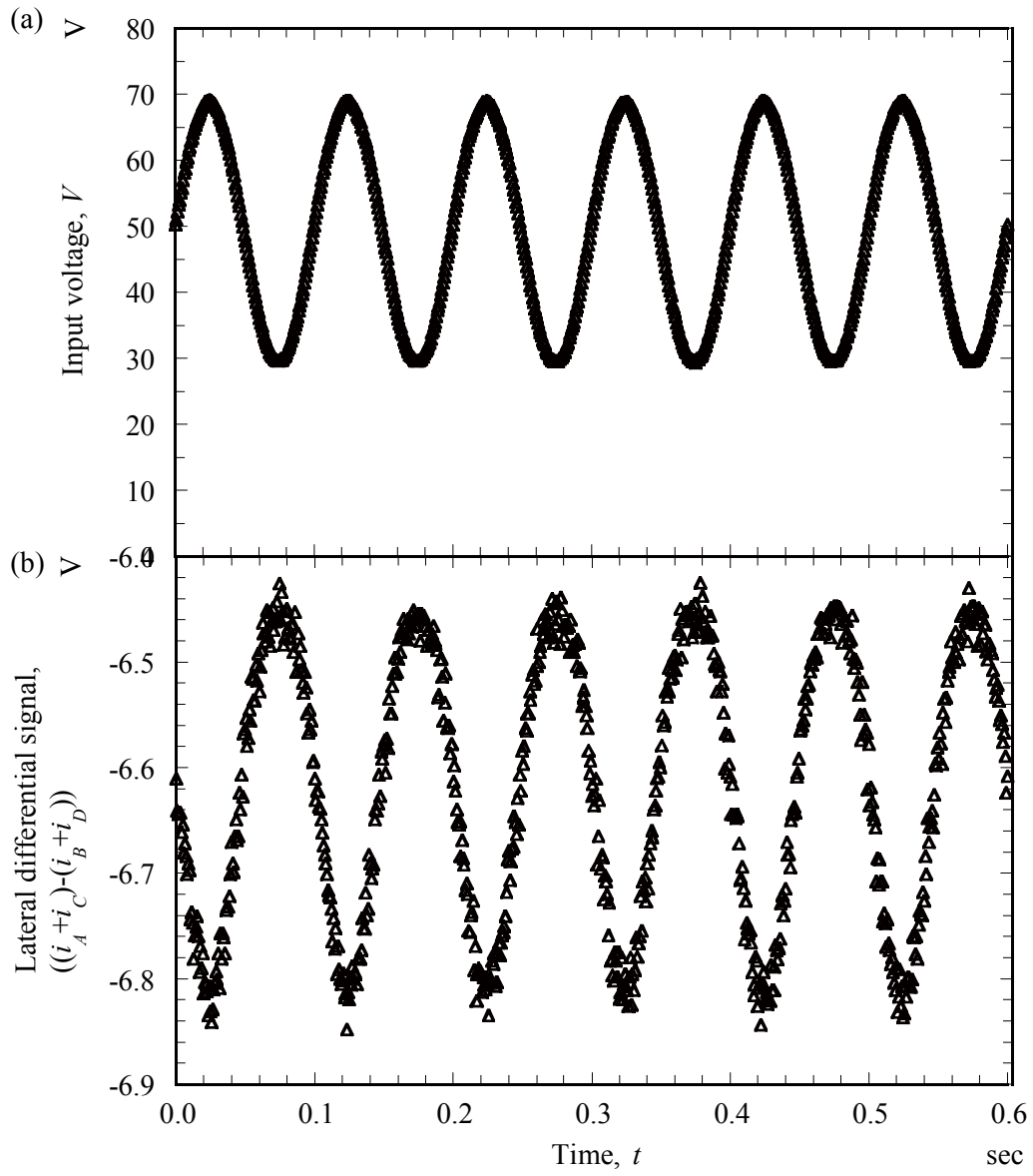


Fig. 3.12 Oscillated signal of side A. (a) Input voltage signal. (b) Lateral differential signal from the PD.

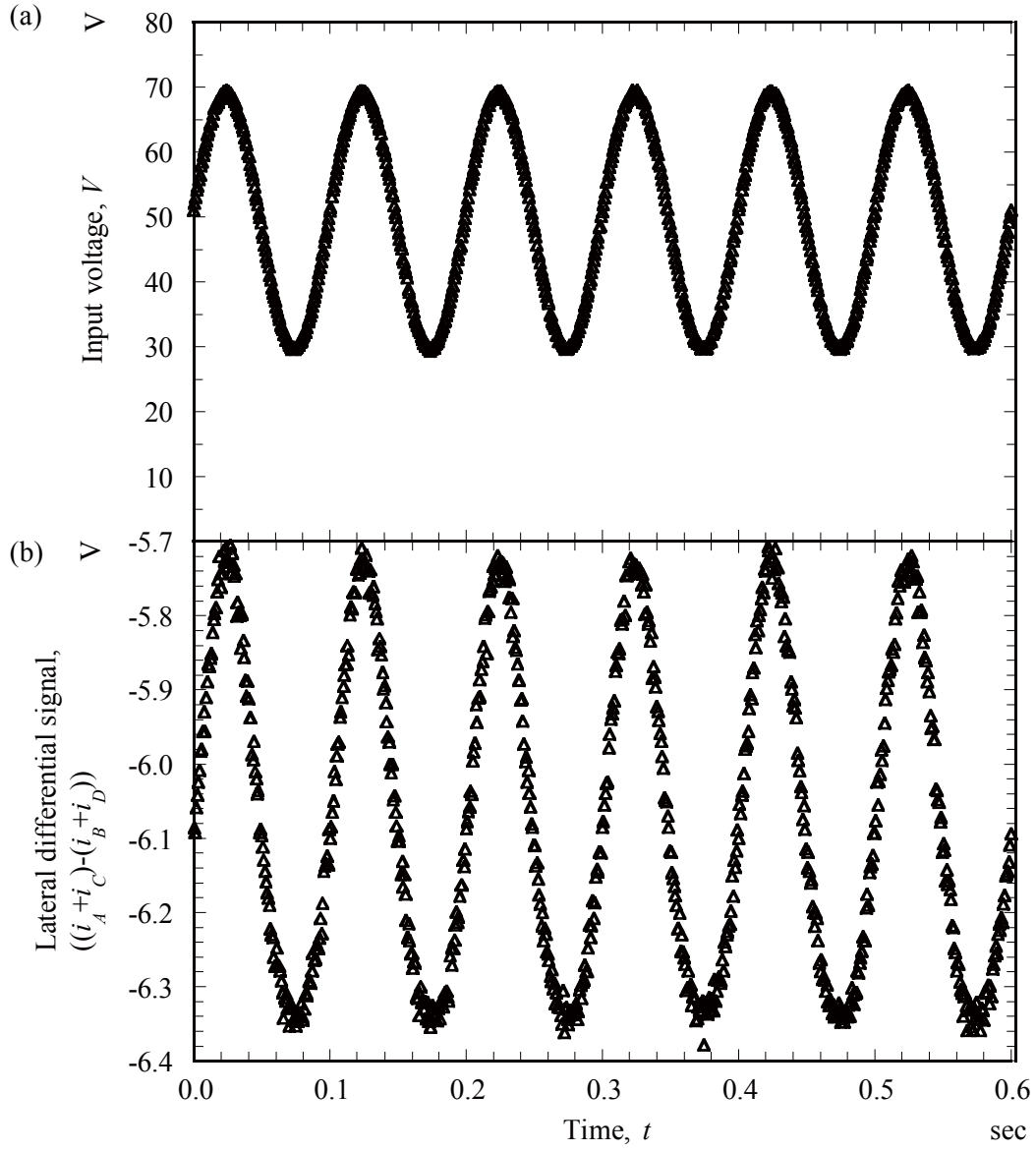


Fig. 3.13 Oscillated signal of side B. (a) Input voltage signal. (b) Lateral differential signal from the PD.

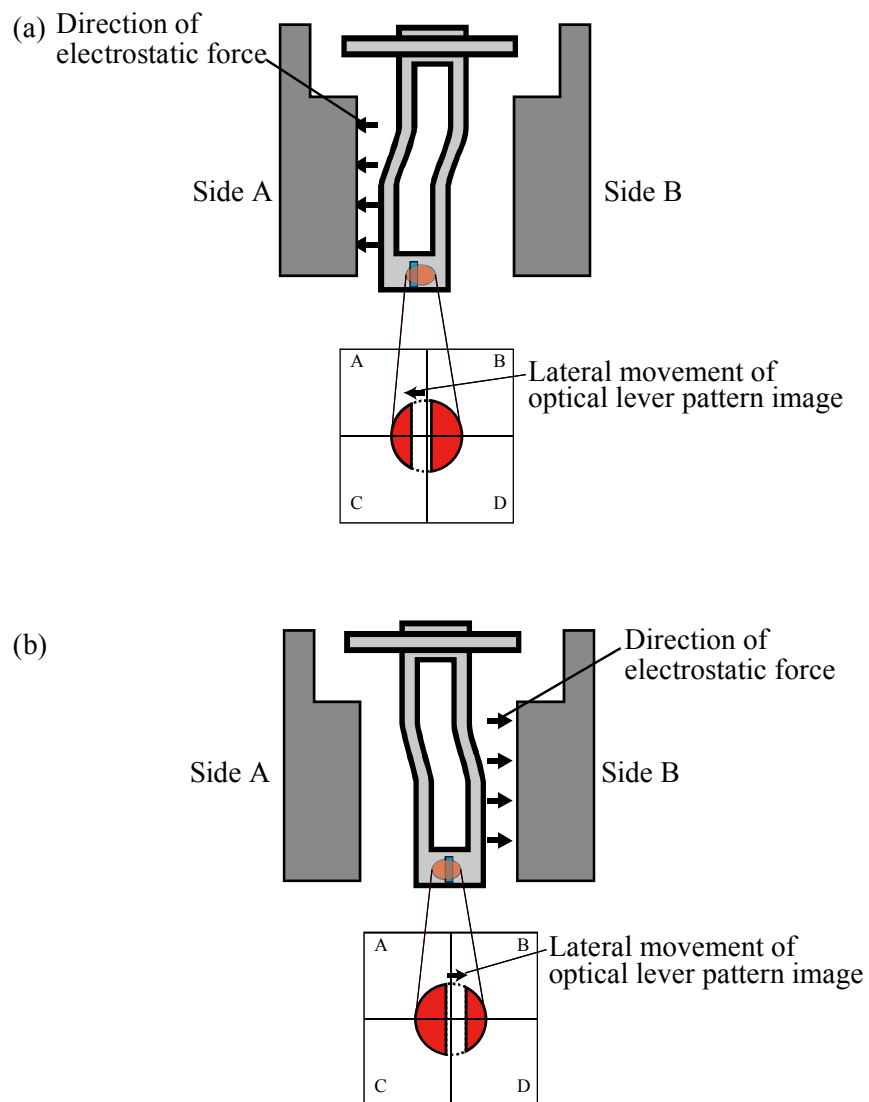


Fig. 3.14 Relation between direction of electrostatic force and that of lateral movement of optical lever pattern.

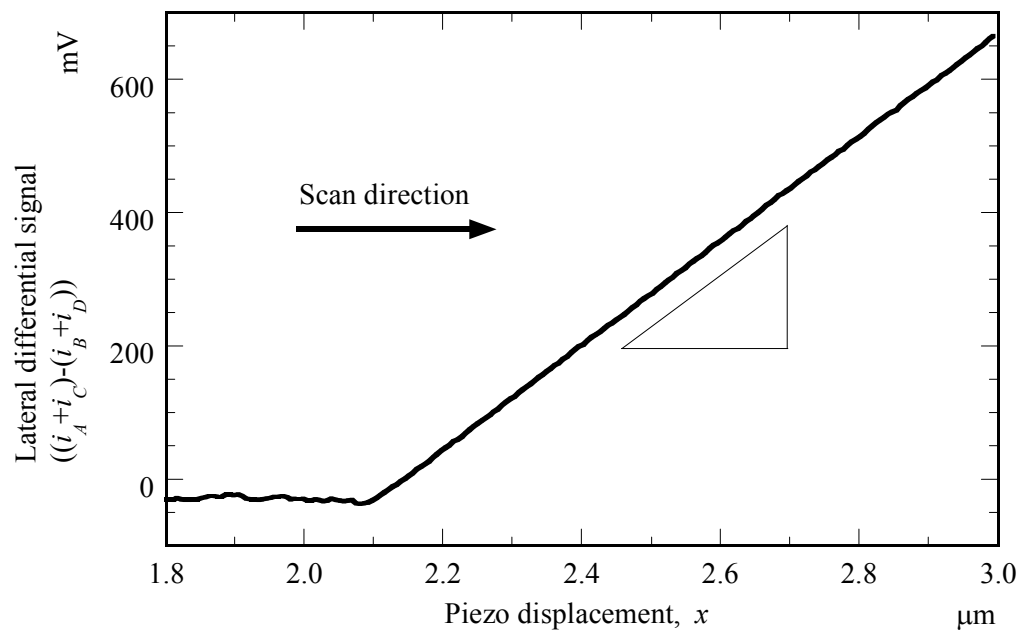


Fig. 3.15 Calibration result between the lateral deflection of the probe and the lateral differential signal on PD.

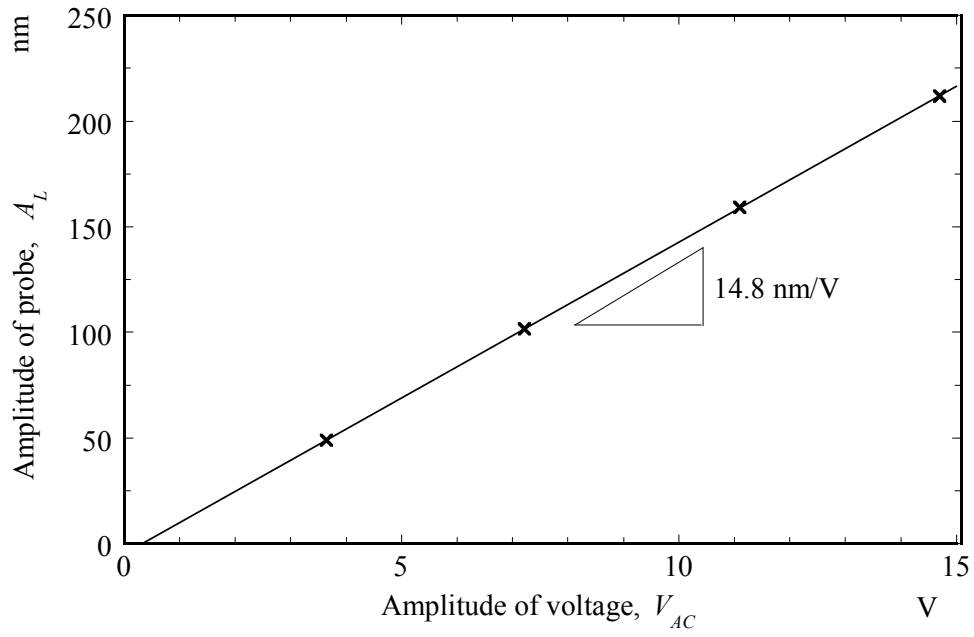


Fig. 3.16 Calibration result of side A between amplitude of applied voltage V_{AC} and vibration amplitude of probe A_L . Solid line is a fitting curve.

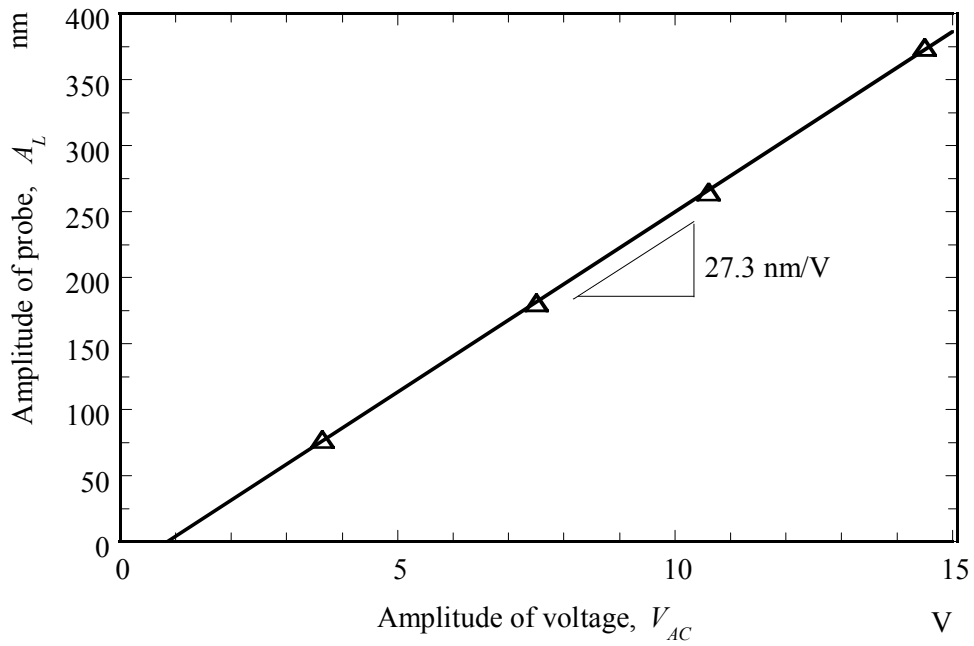


Fig. 3.17 Calibration result of side B between amplitude of applied voltage V_{AC} and vibration amplitude of probe A_L . Solid line is a fitting curve.

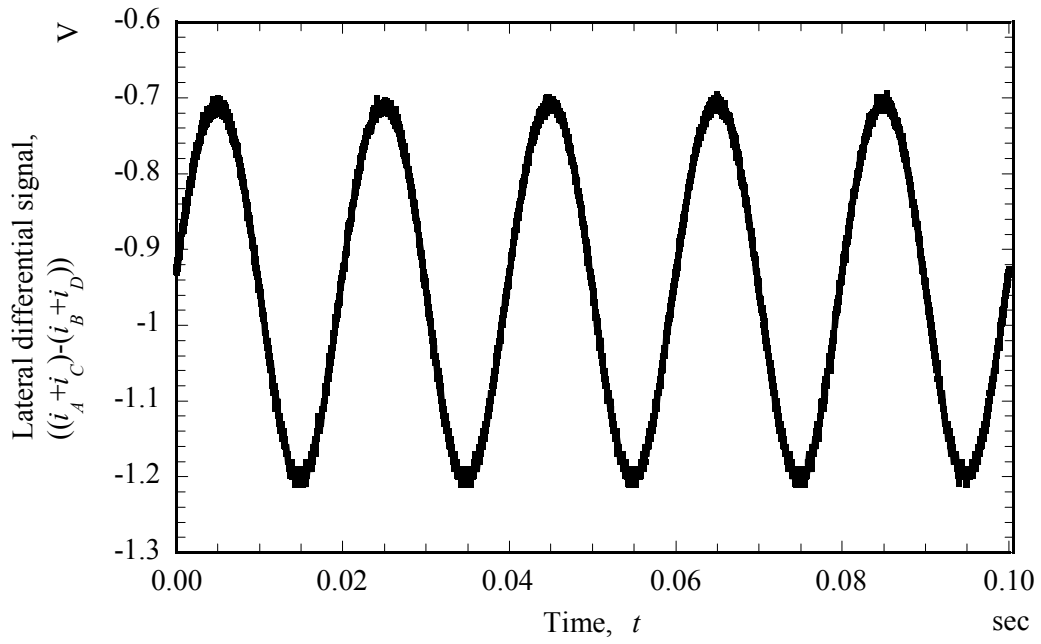


Fig. 3.18 Oscillated signal applied from both electrode sides.

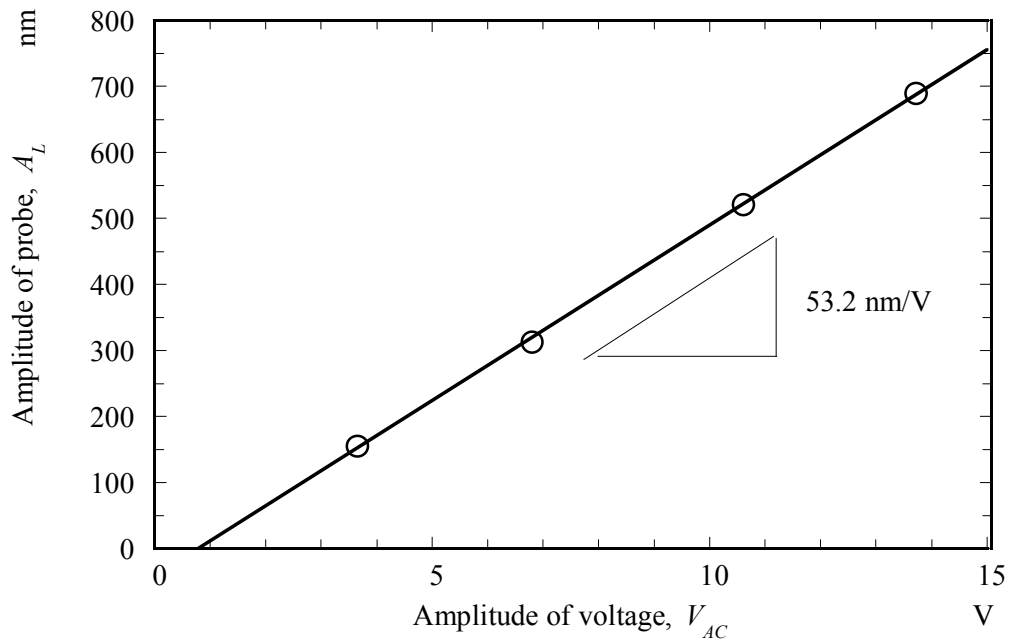
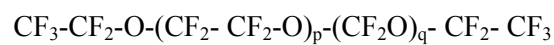


Fig. 3.19 Calibration result of side B between amplitude of applied voltage V_{AC} and vibration amplitude of probe A_L . Electrostatic force was applied from both electrodes. Solid line is a fitting curve.

3.3.3 供試試料と測定手順

試料には潤滑膜を塗布した HDD 用磁気ディスクを用いた。試料の作製手順を Fig. 3.20 に示す。潤滑剤には Perfluoropolyether (PFPE) 系潤滑剤 Z03 (Solvay Solexis) を用いた。Z03 は分子量 4000 g/mol の直鎖構造をしており、化学構造は次のように表わされる。



磁気ディスク最表面の DLC 保護膜の AFM 像を Fig. 3.21 (a) に、断面形状を Fig. 3.21 (b) に示す。測定の結果、算術平均粗さ(R_a) は 0.29 nm, 二乗平均粗さ(R_{rms}) は 0.36 nm, 最大高さ(R_{max}) は 2.17 nm だった。

潤滑膜の塗布は一般的に用いられているディップ法で行った。溶媒 (HFE-7200, 3M) に Z03 を希釈した溶液に磁気ディスクを浸し、モータを用いて引き上げて塗布した。エリプソメータを用いて測定した膜厚は 14 nm だった。

本実験では、動的摺動速度における摩擦特性分布の定量化の可否を確認するために、潤滑膜の性質に分布を与える処理を行った。潤滑膜の塗布は、Zhang らによって提案されたフォトマスクを介して UV 光を照射する方法で行った [96]。フォトマスクのパターンは、UV 光を透過しない部分 (Cr 層) と UV 光を透過する部分が縞状に分布したものを用了。縞幅および縞の周期は 10 μm および 20 μm とした。10 μm 程度の間隔で分布を作ること、測定範囲が大きくても 20-30 μm 程度に限られる FFM 装置を用いて、潤滑膜の分布を測定することが可能となる。UV 光が照射された潤滑剤分子は磁気ディスク表層の DLC 保護膜に強く吸着するため、UV 光照射後に溶媒でリンス処理をしても基板表面に残る。しかし、UV 光が照射されていない潤滑剤分子は容易に溶媒に溶けるため、UV 光照射とリンス処理によりフォトマスクパターンを反映した潤滑剤分子の分布が形成できる。パターンニング後の磁気ディスク基板の表面を tapping-mode AFM で測定した。形状像を Fig. 3.22 (a) に、直線 B-B' 上の断面形状を Fig. 3.22 (b) に示す。潤滑膜を塗布する前 (Fig. 3.21) には見られなかった、1.9 nm の段差を有する縞

状の形状が観察された。幅は約 $10\ \mu\text{m}$ であることから、本形状は UV フォトリソグラフィ法による潤滑膜の分布であることが示唆される。UV 光照射部の潤滑剤は基板に吸着し、UV 光を照射していない部分の潤滑剤は吸着が弱くリンス処理で除去されることから、高い領域が潤滑剤分子が基板に強く吸着して存在している領域、低い領域が潤滑剤分子が除去された領域であることが推察される。

次にプローブを AFM 装置に組み込む前に、プローブのばね定数をロードセルを用いて測定した。水平ばね定数を測定する際にプローブの側面からロードセルを押し当てる必要があるが、駆動部との組み立て後では駆動部構造がプローブ側面を覆ってしまうため、測定が困難だった。そのため、プローブのばね定数の測定は駆動部との接着を行う前に、第 2.6.1 項と同じ方法であらかじめ行った。アルミナ基板に固定したプローブを市販の AFM 装置に搭載した。光てこ用レーザーを第 2.3 節で述べたプローブ先端の傾斜面型光てこパターンに当て、PD 上に光スポットおよび光てこパターン像が PD の中央に形成されるようレーザーの照射方向と PD の位置を調整した。まず、試料に接触させない状態で電圧を加えて加振し、そのときの自由振幅 A_{L0} 、初期位相 δ_0 を測定した。さらに、試料を測定する前に、水平および垂直方向の PD の差分信号とプローブの変形量の較正を行った。水平方向の較正は、第 2.4 節で述べた方法、すなわち AFM 装置を使ってプローブを段差構造に近づけ、押しつける方法で行った。垂直方向の較正もこの試料に対してチューブピエゾスキャナで押しつけることで行った。これとあらかじめ測定したばね定数を用いて、測定した垂直・摩擦力の定量化を行った。次に、測定対象の試料に対して、まず **contact-mode AFM** でプローブを走査し、安定して試料上を走査できるよう荷重を調節後、プローブ・駆動部間に電圧を印加して **LM-FFM** 測定を行った。本実験では、正弦波電圧を印加した。プローブの走査方向は平行板ばねの長軸に対して平行とし、正弦波電圧による加振方向はプローブの走査方向に対して直交方向とした。PD の水平差分信号 ΔI_L からプローブ振幅 A_L 、位相 δ を得た。

使用したプローブは前項と同じ、水平ばね定数 $2.14\ \text{N/m}$ 、垂直ばね定数 $12.5\ \text{N/m}$ のものを用いた。傾斜面型光てこパターンを有し、探針無しのプローブを用いた。プローブ部先端が試料と接触し探針の役割を果たしている。変位量の較正における変換係数は水平方向が $128\ \text{nm/V}$ 、垂直方向が $118\ \text{nm/V}$ だった。

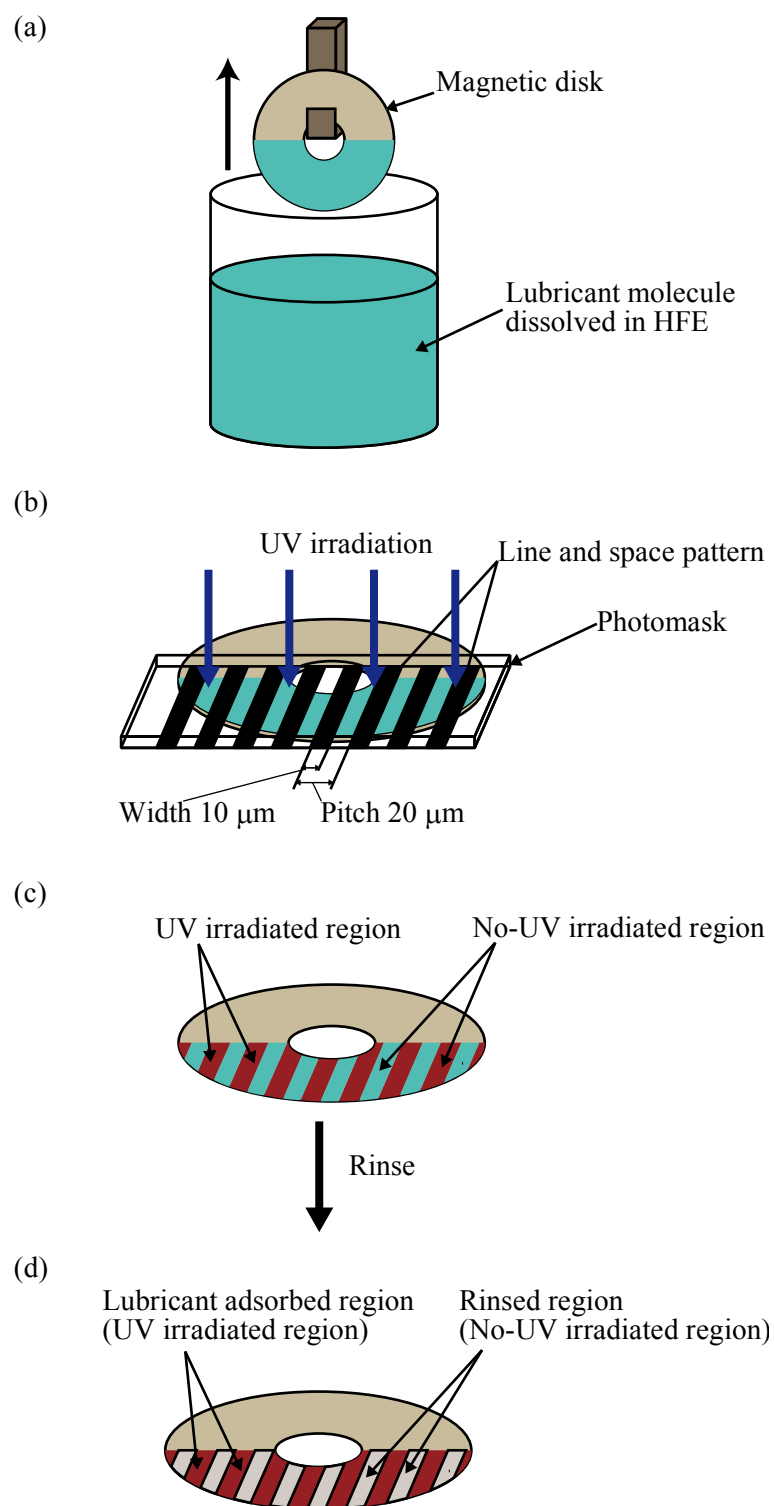


Fig. 3.20 Schematic of sample preparation. (a) Coating of lubricant film. (b) UV irradiation through a photomask patterned line and space. (c) Schematic of the lubricant film after the UV irradiation. (d) Schematic of the lubricant film after rinse.

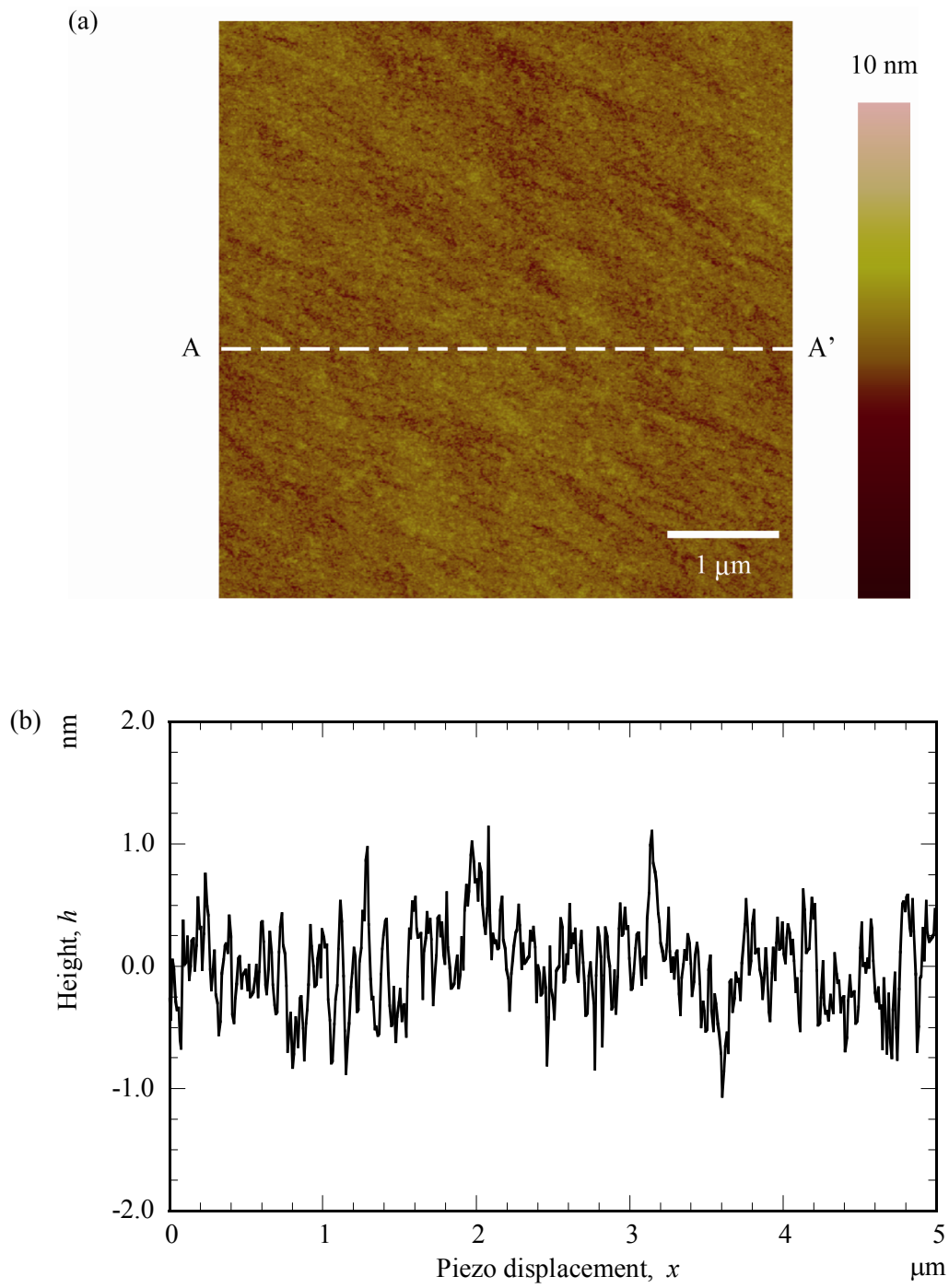


Fig. 3.21 Tapping-mode AFM image of a magnetic disk taken using a commercial cantilever probe. Scan size is $5 \times 5 \mu\text{m}^2$. (a) Topography. (b) Cross sectional view on A-A' in (a).

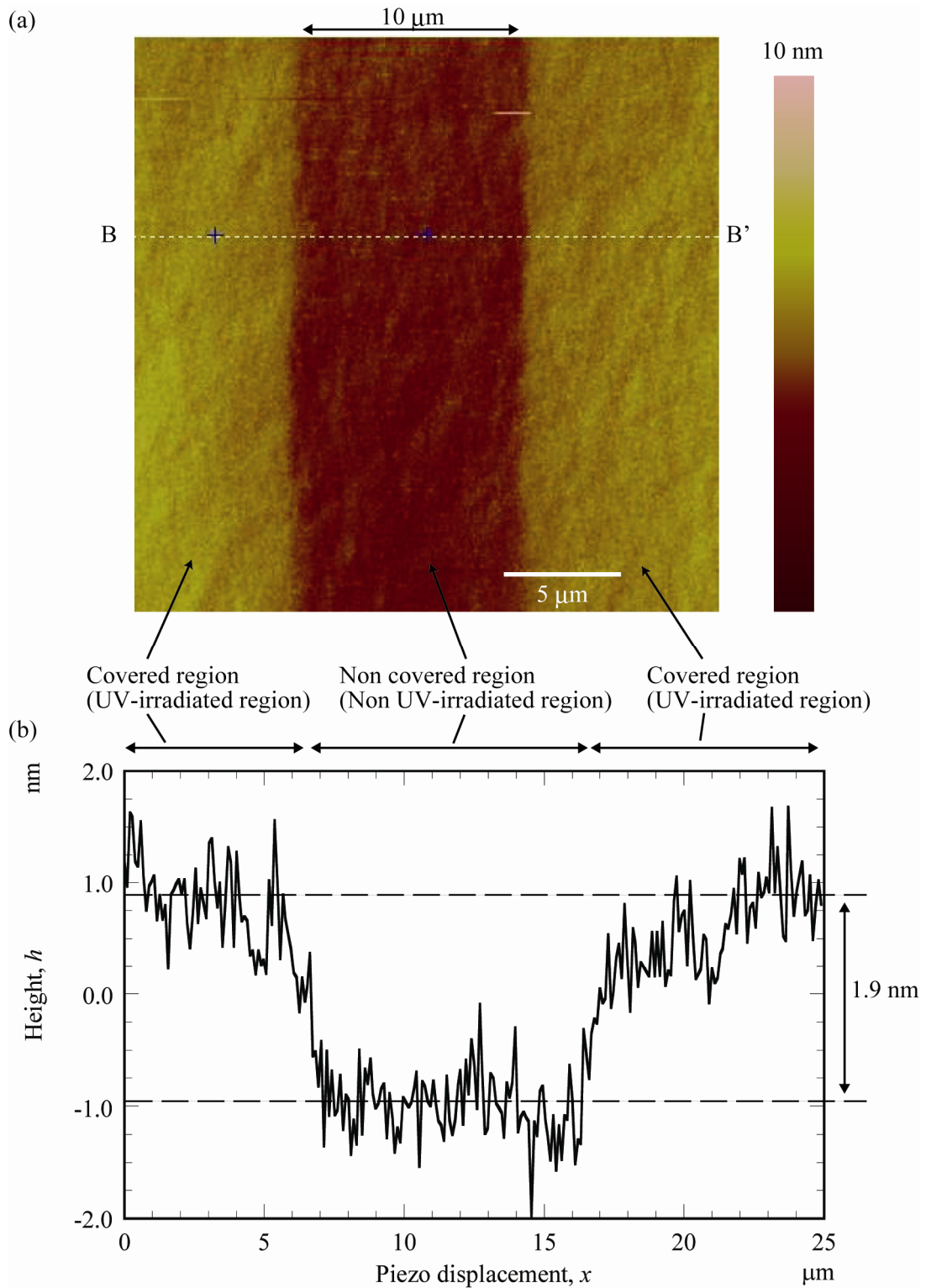


Fig. 3.22 Tapping-mode image of 1.9-nm thick lubricant film patterned by UV treatment taken using commercial cantilever probe. Scan size is $25 \times 25\ \mu\text{m}^2$. (a) Topography. (b) Cross sectional view on line B-B' in (a).

3.3.4 測定結果

プローブを加振しながら FFM 測定した結果を示す. Figure 3.23 は PD 水平差分信号, Fig. 3.24 は振幅, Fig. 3.25 は位相遅れ量を示している. 走査範囲 $25 \times 25 \mu\text{m}^2$, 荷重 $0.74 \mu\text{N}$, 加振振幅 101 nm , 加振周波数 100 Hz (速度 $63.5 \mu\text{m/sec}$) の条件で測定した. 縞状の振幅減衰と位相遅れの両方が小さい領域と, 両方が大きい領域が観察された. これは試料に形成した潤滑剤の縞状分布を, プローブの動的な応答として検出できたことを示している. また, 本試料は潤滑剤が強く吸着している領域と基板が露出している領域とに分布している. 基板が露出している領域ではプローブと基板が直接接触するので摩擦係数が高く, 潤滑剤が吸着している領域では潤滑作用によって摩擦係数が低く抑えられる. そのため, 振幅減衰と位相遅れが小さい領域は Fig. 3.22 の高い領域, 振幅減衰と位相遅れが大きい領域は Fig. 3.22 の低い領域に対応していることが示唆される. これは, 高い領域は吸着した潤滑剤分子で被覆され, 低い領域は潤滑剤が存在しないため, 試料表面の摩擦が高いと考えられる. これは, UV 光非照射領域ではリンス処理によって潤滑剤分子がほぼ除去されるという結果と一致する.

本実験において, プローブと試料が接触していない場合に対して, 潤滑剤を介して接触している場合では振幅が減衰し位相が遅れる結果が得られた. 両者間の振幅比と位相差を用いてレオロジー特性を見積もることができる. 探針が試料上で振動している系を, 質量 m_L の物体が外力 $F_L = F_0 \cos \omega t$ によって $x = A_L \cos(\omega t - \delta)$ で振動する粘性減衰系であると, Fig. 3.24 のような系に近似する. ここで, A_L は振幅, ω は外部加振力の角周波数である. 添え字が s のばねとダンパは探針・試料間, 添え字が L のばねとダンパはプローブのものを表わしている.

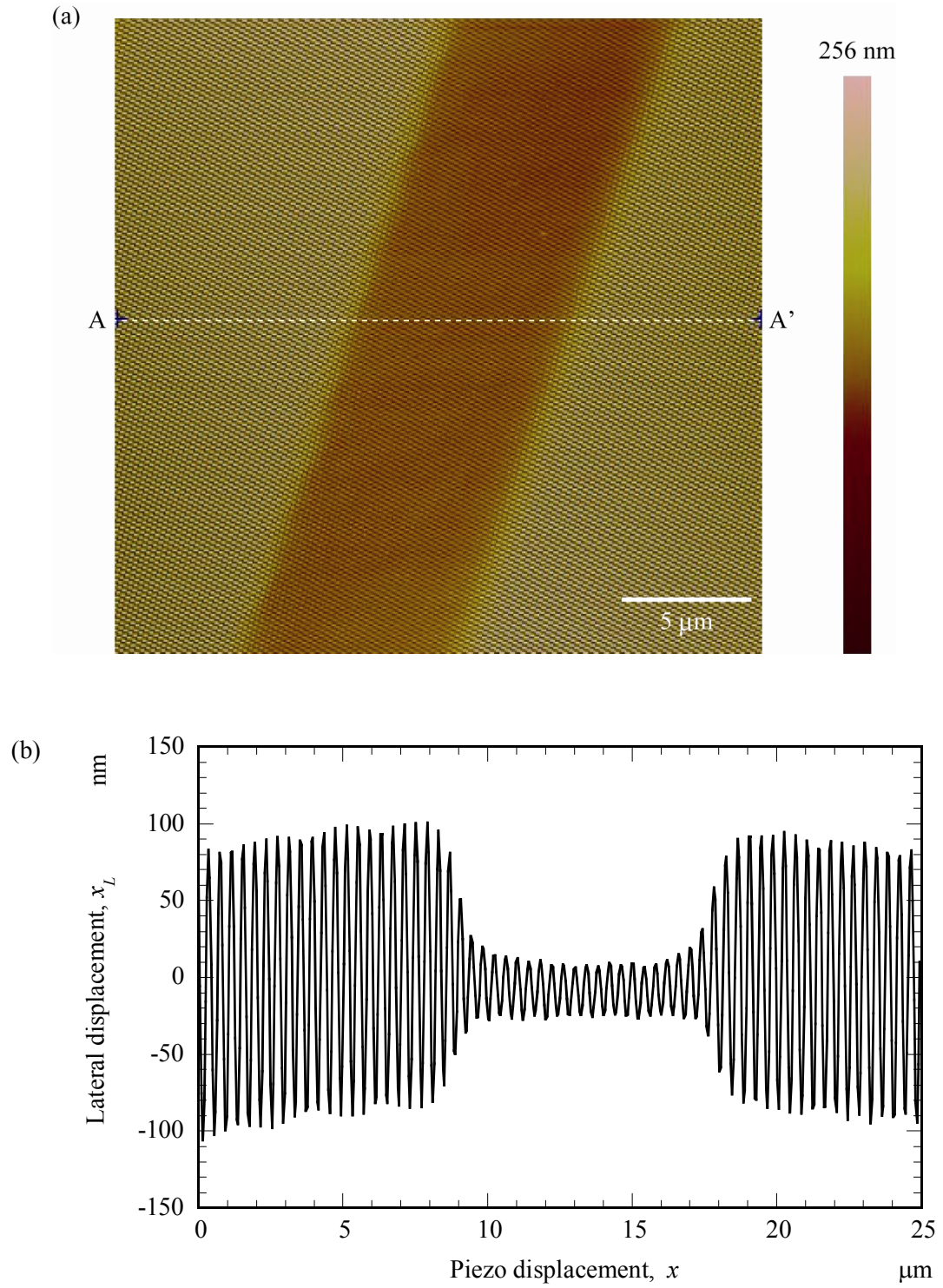


Fig. 3.23 Lateral displacement image of a dynamic FFM measurement. (a) Lateral displacement image. Scan size was $25 \times 25 \mu\text{m}^2$. (b) Cross sectional view on line A-A' in (a).

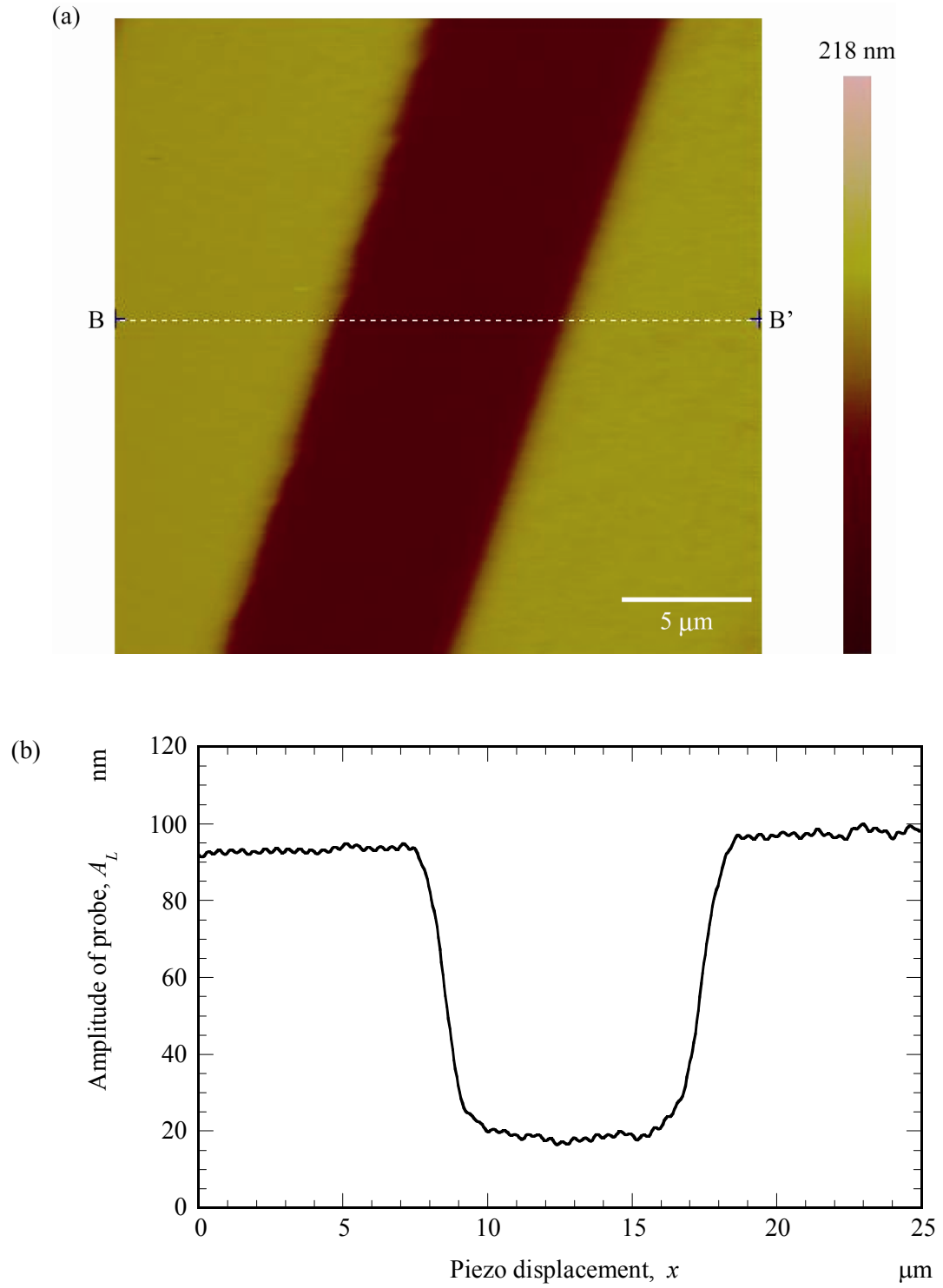


Fig. 3.24 Amplitude image of a dynamic FFM measurement. (a) Amplitude image. Scan size was $25 \times 25 \mu\text{m}^2$. (b) Cross sectional view on line B-B' in (a).

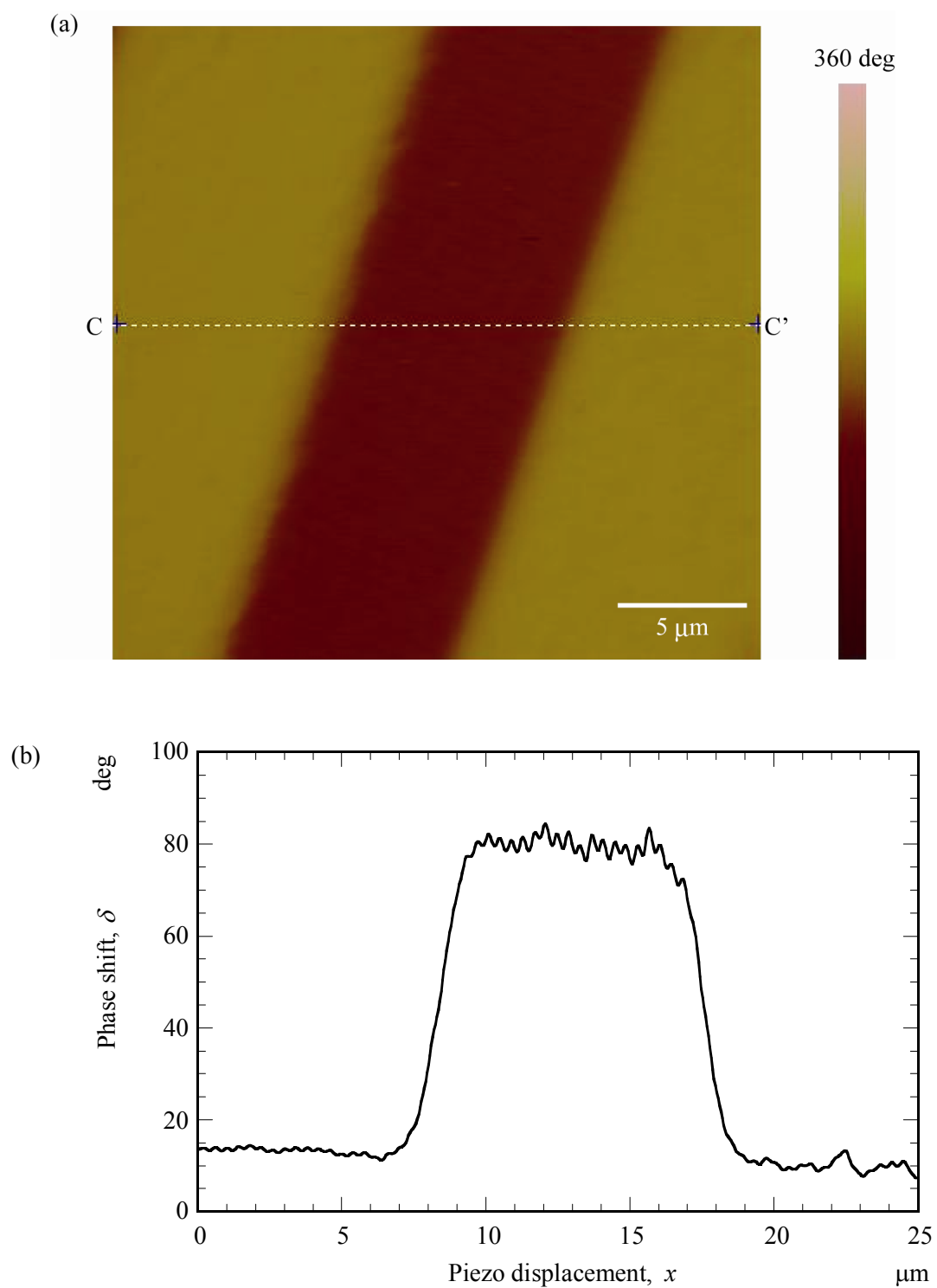


Fig. 3.25 Phase image of a dynamic FFM measurement. (a) Phase image. (b) Cross sectional view on line C-C' in (a).

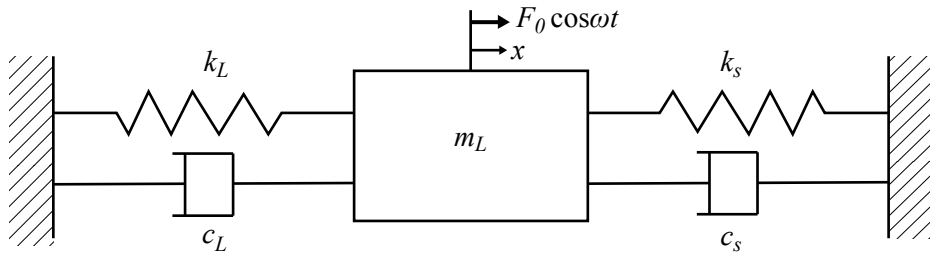


Fig. 3.26 Mechanical model for the dynamic FFM measurement using micro-mechanical probe.

このときの 1 周期の間の入力エネルギー E_p は

$$E_p = \int F_L dx = \int_0^{\omega/2\pi} F_L \frac{dx}{dt} dt = \pi F_0 A_L \sin \delta . \quad (3.9)$$

一方, 1 周期の間に探針・試料間の粘性減衰で消費するエネルギー E_c は

$$E_c = \int c_s \frac{dx}{dt} dx = \int_0^{\omega/2\pi} c_s \left(\frac{dx}{dt} \right)^2 dt = \pi c_s \omega A_L^2 . \quad (3.10)$$

定常状態では入力エネルギー E_p と消費エネルギー E_c は等しくなるので, 探針・試料間の減衰係数 c_s は $E_p = E_c$ から以下で与えられる

$$c_s = \frac{F_0}{\omega A_L} \sin \delta . \quad (3.11)$$

次に外力の振幅 F_0 について考える. プローブが試料に接触していない時に外力 $F_L = F_0 \cos \omega t$ で加振されるとき運動方程式は

$$m_L \frac{d^2 x}{dt^2} + c_L \frac{dx}{dt} + k_L x = F_L = F_0 \cos \omega t \quad (3.12)$$

で表わされる． c_L はプローブの減衰係数を示している．この方程式の定常解は，次式で与えられる [97]．

$$x = A_0 \cos(\omega t - \delta_L) \quad (3.13)$$

ここで δ_L は位相である．振幅 A_0 ，位相 δ_L であり，それぞれ次式で表わされる．

$$A_0 = \frac{F_0/k_L}{\sqrt{\left(1 - \frac{\omega^2}{\omega_n^2}\right)^2 + \left(2\zeta \frac{\omega}{\omega_n}\right)^2}}, \quad (3.14)$$

$$\delta_L = \frac{2\zeta \frac{\omega}{\omega_n}}{1 - \left(\frac{\omega}{\omega_n}\right)^2}, \quad (3.15)$$

$$\zeta = \frac{c_L}{2\sqrt{mk_L}}. \quad (3.16)$$

本プローブの平行板ばねの水平方向の共振周波数 ω_n は 1~2 kHz であるのに対して，本実験での加振周波数 ω は 100 Hz であった．従って，十分に $(\omega/\omega_n)^2 \ll 1$ の関係が成り立ち，式(3.14) は次の様に表される．

$$A_0 = \frac{F_0}{k_L}. \quad (3.17)$$

式(3.17) を式(3.11) に代入すると，探針・試料間の減衰係数 c_s は

$$c_s = \frac{k_L A_0}{\omega A_L} \sin \delta, \quad (3.18)$$

で与えられる．式(3.18) に実験で得られた値を代入することで，減衰係数を見積もった．Figures 3.23～3.25 の実験において，潤滑剤が吸着された領域での振幅 A_L は 95.3 nm，位相遅れ δ は 11.0 deg であった．自由振幅時の振幅 A_0 は 101 nm，角周波数 $\omega = 2\pi \times 100 \text{ Hz} = 628 \text{ Hz}$ ，ばね定数 k_L は 2.1 N/m であったので，式(3.18) から減衰係数 c_s は $6.8 \times 10^{-4} \text{ Ns/m}$ と求められた．この結果は MMP を用いた LM-FFM 測定法が局所的なレオロジー特性の定量化が可能であることを示している．

3.4 結論

本章では，マイクロ・メカニカルプローブの動的計測法について検討した．プローブの摩擦力検出用平行板ばねの側面積が大きいことを利用して，平行板ばねを電極とした静電アクチュエータ機構を提案した．電極間距離として平行板ばねから数十 μm 程度の距離に対向電極を配置する必要があることから，マイクロマシニング技術を用いて対向電極構造を作製した．電極膜形成の難しさから，プローブ部と駆動部とを別々に作製し，後に組み合わせる方法を検討した．組み合わせたプローブを用いて，試料と非接触の状態で電極間に正弦波交流電圧を印加し，プローブを正弦波的に振動させることを試みた．そして，潤滑剤分子を 10 μm 間隔の縞状に分布させた試料を作成し，正弦的に振動させながら試料上を走査することで，局所的な粘弾性特性の測定を試みた．得られた成果を以下にまとめる．

- 1 μN オーダーの静電気力を発生させるために，数 10 μm オーダーのすき間を介して電極を対向させる構造を，プローブ部と駆動部を別々に作製し，後に組み立てることで作製に成功した．
- 電極間に正弦波交流電圧を印加し，プローブを正弦波的に水平振動させ，アクチュエータの性能を確認した．さらに，プローブの振幅は正弦波交流電圧の振幅に

比例し設計通り動作していることを明らかにした．

- さらに，両方の電極に同時に正弦波電圧を同周波数・逆位相で印加することで，片方の電極に電圧を印加したときと比較して大きい振幅を得ることに成功した．
- 第 2 章で確立した変形量の較正法を用いて，プローブの振幅の大きさを較正した．これにより，プローブの振幅の減衰量を定量化でき，粘弾性特性や摩擦特性の定量化が可能となる．
- 1.9 nm 厚さの潤滑剤分子を 10 μm 間隔の縞状に分布させた試料上を，正弦的に水平振動させたプローブで走査し，分布に対応した振幅・位相遅れの分布の検出に成功した．さらに，得られた振幅・位相遅れから潤滑膜上での減衰係数を見積もった．

以上のように，本章では，マイクロ・メカニカルプローブの動的測定法を提案・作製し，実際に動作させてナノメートル厚さの液体薄膜の粘弾性特性の計測に成功した．従来の片持ち梁形プローブでは機械的干渉により困難であったのに対して，MMP を用いることにより，動的測定においても定量化が可能となった．本プローブの動的測定法は，局所的なトライボロジー特性や粘弾性特性を精密に計測する手段として期待できる．

第4章 結論

本論文は、局所的なマイクロ・ナノトライボロジー特性を測定可能な二軸独立型摩擦力顕微鏡用プローブを用いて、動的な摩擦現象の定量化法の確立を図ったものである。機械の微小加工技術の進展に伴い MEMS デバイスや磁気ディスク装置などで実用化されている微小機械において、接触時の相対面間で支配的となる摩擦特性を解析し、制御することが微小機械の安定動作に必要である。微小な接触面では、少ない凸部同士の接触により摩擦力が発生することから、局所的な摩擦特性を明らかにできる測定法が求められている。従来より、局所的な摩擦力の測定が可能な装置として利用されている摩擦力顕微鏡のプローブには、(1) 機械的干渉によって大きな変形が生じる高荷重時の摩擦測定が困難、(2) 機械的干渉を避けるために、水平剛性が高く設計され摩擦力感度の向上が困難、(3) プローブ先端のねじれの測定が難しく、摩擦力の定量化が困難だった。その上、これらの課題は動的測定においても同様で、高精度な動的測定を困難としていた。それらに対して、従来の二軸独立型プローブでは、二本の梁の連結した構造によるプローブ変位検出の精度低下と、水平方向のプローブ先端の変位の検出法が問題となり、高精度な摩擦力定量化の障壁となっている。それに対して、二軸独立型マイクロ・メカニカルプローブは、低反射領域を用いて水平変形量を従来の AFM 装置で使われている光てこ法で検出できる上、二本の梁を連結した構造をしていないため、高精度に変位を検出することが可能である。そのため、機械的干渉を抑制して高精度・高感度で局所的な摩擦特性を定量化できることが期待されたが、3つの課題があったため定量化法が確立されていなかった。課題(1): 摩擦力は、フックの法則よりばね定数とプローブの変形量の積から得られる。プローブ構造が力に対して線形に変形する場合でのみ適用できる。しかし、MMP の二軸独立構造の機械的干渉について、近似的な解析に留まり精密な解析がなされていなかった。課題(2): プローブの水平変形量を光てこパターン像の移動量から検出する方法において、従来の粗面を利用した方法では十分な検出感度が得られなかった。さらに、粗面形成の再現性は高くなかった。課題(3): プローブの水平変形量を定量化するための、変形量と PD の検出信号の間を高精度に較正する方法が確立していなかった。他にも、本プローブも摺動速度が準静的速度に限定されていたため、機械が

動作しているときの摺動速度での摩擦現象を測定することはできなかった。本論文は、局所的な摩擦力分布を高精度に測定可能なマイクロ・メカニカルプローブを用いた摩擦力顕微鏡測定法において、力の定量化法を確立し、さらに動的現象を測定するための機構の開発を行ったものである。

第2章では、マイクロ・メカニカルプローブの摩擦力の定量化法について検討した。まず、課題(1)を明らかにするために、マイクロ・メカニカルプローブと片持ち梁形プローブに水平・垂直力が同時に働いた場合の変形を有限要素法を用いて数値解析した。MMP および、従来の AFM 用プローブとして一本梁形状の I 型、V 字の形状をした V 型プローブに水平・垂直力を同時に 20 μN 印加した際の変形特性を有限要素法で解析し、ばね定数について調べた。垂直力による水平ばね定数の変化は、MMP は 0.001 % 程度と小さかったのに対して、V 型プローブは非変形に変わり、I 型プローブは約 10 % だった。水平力による垂直ばね定数の変化についても、MMP は 0.001 % 程度と小さかったのに対して、V 型は 7 %、I 型は 0.1 % 程度だった。この解析によって、MMP の二軸独立構造が水平・垂直力による変形の機械的干渉を抑制できることを明らかにした。そして、本解析で得られたばね定数と、水平力・垂直力がそれぞれ単独に働いた時の近似解析的に見積ったばね定数を比較したところ、有限要素法解析で得られたばね定数は水平方向 $k_L = 9.2 \text{ N/m}$ 、垂直方向 $k_N = 12.9 \text{ N/m}$ だったのに対して、近似解析で得られたばね定数は水平方向 $k_L = 9.3 \text{ N/m}$ 、垂直方向 $k_N = 15.3 \text{ N/m}$ と、求められたばね定数がほぼ等しいことが明らかになった。本結果により、MMP は二つの力が同時に働いても機械的な干渉が抑制され、水平力は平行板ばねのたわみ、垂直力はねじり梁のねじれで検出できることが明らかになった。

次に、摩擦力定量化の課題(2)を解決するため、プローブの水平変形量を高感度かつ再現良く検出する目的で傾斜面型光てこパターンを提案した。光てこレーザーのスポット径は数十 μm 程度であるため、数 μm 程度のサイズの傾斜面構造を再現良く作製できる方法が求められた。そこで本研究では、傾斜面をシリコンの結晶異方性エッチングでプローブ先端の背面に作製することを検討した。そして傾斜面型光てこパターンを同時に形成可能なプローブの作製工程もあわせて検討した。較正実験によって、傾斜面型光てこパターンは従来の浅溝型に比べて、再現良く作製できるだけでなく、感度を従来

の 1.5 倍向上できることを示した。そして、FFM 測定を行い、10 nN 程度の高分子潤滑膜の摩擦力分布を取得可能であることを示した。

摩擦力定量化の課題(3) を解決するため、プローブの水平変形量と PD の水平差分信号との関係を高精度に再現良く較正可能な、段差構造を用いた較正法を提案した。従来の探針の付着を用いた方法では、探針試料間の付着力で探針先端を固定してピエゾアクチュエータを相対的に動かすことで、プローブの水平変形量をコントロールし較正を行っていた。しかし、試料の摩擦係数が低い場合においては、探針が試料上を滑ってしまい、高精度にプローブの水平変形量をコントロールすることが困難だった。そこで、平行板ばねに対して平行な側面をもつ段差構造をプローブに平行に押し付ける較正法を検討した。探針は段差構造により固定されるので、従来法における探針のすべりによる誤差発生を抑制できる。また、本方法では、段差構造接触時のプローブねじれの発生を避けるために、段差構造である Si 基板片の側面は、化学エッチングにより垂直性の高い {100} 面とし、Si 基板片の厚さは、プローブの平行板ばねの幅 (160 μm) より十分大きい 200 μm とすることで、プローブ側面と段差構造をできるだけ平行に接触させた。較正実験を行い、試料の潤滑状態の違いによる変換係数の誤差と再現性を、従来の探針の付着を用いた方法に比べて 8~10 倍向上できることを明らかにした。

これまでに確立した、プローブ水平変形量の検出のための傾斜面型光てこパターンと、段差構造を用いた変形量較正法を用いて摩擦力測定を行い、摩擦力を定量化した際の摩擦力の最小検出限界が 0.39 nN であることを明らかにした。以上により、MMP は 20 μN 程度の摩擦・垂直力が印加されても機械的干渉が起きず、さらに 1 nN オーダーの微小な摩擦力を定量化可能であることを明らかにした。

第 3 章では、マイクロ・メカニカルプローブの動的計測法について検討した。プローブの摩擦力検出用の平行板ばねの側面積が大きいことに着目して、平行板ばねを電極とした静電アクチュエータ機構を提案した。平行平板間に電圧を印加した際の静電気力として摩擦力と同程度の 1 μN を発生させるために、平行板ばねから数十 μm 程度の距離に対向電極を配置する必要があることから、マイクロマシニング技術を用いて対向電極構造を作製した。電極膜の形成が困難であることから、プローブ部と駆動用電圧を印加する部分とを別々に作製し、後に組み合わせる方法を検討した。駆動部の作製工程は

二回のフォトリソグラフィと結晶異方性エッチングから成る．第一工程で電極用側壁構造と位置合わせ用凸構造を 100 μm エッチングして形成し，第二工程で裏面から貫通するまでエッチングし，駆動部の構造を形成した．プローブ部と駆動部に対して電極となる金属膜を真空蒸着で形成した後，結晶異方性エッチングで作成したプローブの凹構造と駆動部の凸構造をはめあわせ接着固定することで，数十 μm オーダーのすき間を介して電極を対向させることに成功した．

市販の AFM 装置に組み込んで，正弦波駆動電圧に対するプローブの応答を測定し，電極間に印加した正弦波交流電圧に対応して，プローブが正弦波的に水平加振されることを確認した．両方の電極に同時に正弦波電圧を同周波数・逆位相で印加することで，片方の電極に電圧を印加したときと比較して大きな振幅を得ることに成功した．

さらに，第 2 章で確立した変形量の較正法を用いて，プローブの振幅の大きさを較正した．これにより，試料上を走査したときのプローブの振幅の減衰量を定量化でき，粘弾性特性や摩擦特性の定量化が期待できる．実際に，1.9 nm 厚さの潤滑剤分子を 10 μm 間隔の縞状に分布させた試料上を，正弦的に水平振動させたプローブで走査し，潤滑膜の分布に対応した振幅・位相遅れの分布の検出に成功した．さらに，得られた振幅・位相遅れから潤滑膜上での減衰係数を定量化した．

以上，本論文は，マイクロ・メカニカルプローブを用いた FFM 測定法を，高精度に力を定量化できる動的測定手段とすることができることを示した．本プローブによって，本論文が目的とした MEMS デバイスや HDD に利用されている固体潤滑膜・高分子潤滑膜のトライボロジー特性を定量化し，微小機械の設計指針を得ることが期待できる．さらには，LM-FFM 測定を用いて，潤滑膜の高速摺動時の摩擦係数や粘弾性特性を定量化することができる．本論文では原理確認のため，加振周波数を共振周波数に対して十分に低く設定して加振したため，数十 $\mu\text{m}/\text{sec}$ 程度の摺動速度までしか実現していないが，加振周波数と振幅を調整することで，あるいは共振状態を用いることで更に高速での摺動を行い，摩擦特性の速度依存性や粘弾性特性の測定が可能になると考えられる．

また，現在のハードディスクドライブのヘッド・ディスクインターフェイスにおいて，ヘッドがディスクに衝突する現象はあまりに早く，リアルタイムで観察することは難しいが，衝突した後に基板上とヘッドの衝突面で FFM 測定することにより得た摩擦係数

分布から、どのように衝突してどのような潤滑作用が起こったのかを解明する手掛かりが得られる。そして、次世代のビットパターンメディアでは基板上の数十 nm オーダーの磁性ビットセルが連続的ではなく離散的に分布することで、潤滑膜の摩擦特性がそれに対応して分布する可能性がある。本プローブによる摩擦力測定によって、より精度の高い潤滑システムの設計指針が得られると考えられる。本論文においては、MMP の探針の先端曲率半径は数十 nm であり、それより小さい 10 nm 程度のビットセルの摩擦係数分布を測定することは難しいため、第 1.3.1 項で述べた探針の尖鋭化加工をすることで、ビットパターンメディアの FFM 測定に適用できると考えられる。さらに、本論文で提案した LM-FFM 測定法を用いて、BPM の動的な摩擦特性の定量化を行うことで、ヘッドと BPM の高速衝突時の潤滑作用の設計指針を得ることができると考えられる。ビットセルの分布を測定するためにビットセルの大きさより十分に小さい振幅で加振する必要がある。しかし、本論文では 101 nm と大きい振幅でしか原理確認実験を行っていないため、振幅を数 nm 程度にした原理確認実験を行う必要があると考えられる。

さらには、本論文が目的とした固体潤滑膜・高分子潤滑膜の測定以外の用途に対しても、プローブの力感度や探針先端の物性を最適化することで、従来プローブより高精度な測定が可能であると考えられる。原子スケールの摩擦の測定においては、従来の AFM プローブは水平ばね剛性が高いために、ねじれを起こすために大きな荷重で測定することが求められていたが、MMP は水平ばね定数が小さいために、小さな荷重で測定することが可能になる。0.001 程度の摩擦係数をもつ試料に対して、数十 nN の小さな荷重で測定しようとする、0.01 nN オーダーの摩擦力感度が求められる。本論文で作製した MMP の摩擦力感度は 0.1 nN オーダーと十分な摩擦力感度を持っていないため、さらに小さな摩擦力感度を達成するために、水平ばね定数が小さくなるようなプローブの寸法の最適設計が求められる。また、探針先端の結晶性を制御する必要がある。単結晶シリコンを結晶異方性エッチングで加工した探針を用いたが、本加工法では探針先端の結晶性を制御することは難しい。そのため、原子スケールで結晶性を揃える加工技術が確立しているタングステン針を、MMP の先端に接着固定する方法などを用いて探針先端の結晶性を制御する。これらの原子スケールの摩擦測定のためにプローブを最適設

計することで、原子スケールの摩擦の測定手段に適用できると考えられる。

摩擦力が表面の分子や原子の性質に反映されることを利用した材料の化学組成分布の識別に対しても、MMP の摩擦力感度は従来の AFM プローブに対して高いため、より明瞭な化学組成分布を観察可能であると考えられる。さらに、MMP の LM-FFM 測定を用いれば、表面の粘弾性特性の分布が測定でき、粘弾性の異なる物質の識別が可能になると考えられる。

このようにして、MMP を用いた FFM 測定法は、潤滑膜の局所的な摩擦力を高精度に定量化できる測定手段である上、原子スケールの摩擦の解明や化学組成分布識別においても新たな知見を与える測定法であることが期待できる。今後、微細加工技術のさらなる発展によって、微小機械要素の実用化が一層進むと考えられる。MMP を用いた局所的な摩擦特性の測定法は、微小機械のトライボロジー現象を解明し、潤滑システムの設計指針に対して有用な知見を与えることができると考えられる。

参考論文

- [1] D. Dowson, トライボロジーの歴史, 工業調査会, (1997).
- [2] 山本雄二, 兼田楨宏, トライボロジー, 理工学社, (1998).
- [3] K. Jono, K. Minami, and M. Esashi, An electrostatic servo-type three-axis silicon accelerometer, Measurement Science and Technology, Vol. 6, No. 11, pp. 11-15, (1995).
- [4] T. Murakoshi, Y. Endo, K. Fukatsu, S. Nakamura, and M. Esashi, Electrostatically Levitated Ring-Shaped Rotational-Gyro/Accelerometer, Japanese Journal of Applied Physics, Vol. 42. Part 1, No. 4B, pp. 2468-2472, (2003).
- [5] K. Ikeda, H. Kuwayama, T. Kobayashi, T. Watanabe, T. Nishikawa, T. Yoshida, and K. Harada, Three-dimensional micromachining of silicon pressure sensor integrating resonant strain gauge on diaphragm, Sensors and Actuators A: Physical, Vol. 23, No. 1-3, pp. 1007-1010, (1990).
- [6] デザインウェーブマガジン編集部 編, MEMS 開発&活用スタートアップ, CQ 出版社, (2004).
- [7] Y. Tai and R. S. Muller, IC-processed electrostatic synchronous micromotors, Sensors and Actuators, Vol. 20, No. 1-2, pp.49-55, (1989).
- [8] T. Hirano, T. Furuhashi, and H. Fujita, Dry-Released Nickel Micromotors with Low-Friction Bearing Structure, IEICE Transactions on Electronics, Vol. E78-C, pp.132-138, (1995).
- [9] M. Shikida, T. Hasada, and K. Sato, Fabrication of densely arrayed micro-needles with

flow channels by mechanical dicing and anisotropic wet etching, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, Vol. 16, No. 8, pp. 1740-1747, (2006).

[10] M. Hagiwara, T. Kawahara, Y. Yamanishi, and F. Arai, Driving method of microtool by horizontally arranged permanent magnets for single cell manipulation, *Applied Physics Letters*, Vol. 97, No. 1, pp. 013701 (3 pages), (2010).

[11] M. Baba, T. Sano, N. Iguchi, K. Iida, T. Sakamoto, and H. Kawaura, DNA size separation using artificially nanostructured matrix, *Applied Physics Letters*, Vol. 83, No. 7, pp. 1468-1470, (2003).

[12] 多賀谷 洋一, 米岡 真吾, 馬場 雅和, 福澤 健二, 三矢 保永, フェンス状ナノ構造配列を利用した電気泳動に基づく DNA 分離に及ぼす印加電圧とフェンス形状の影響, *日本機械学会論文集 C 編*, Vol. 73, No. 726, pp. 555-561, (2007).

[13] S. D. Senturia, *Microsystem Design*, Springer, (2000).

[14] 江刺正喜, 藤田博之, 五十嵐伊勢美, 杉山進, *マイクロマシーニングとメカトロニクス*, 培風館, (1992).

[15] K. E. Petersen, Silicon as a mechanical material, *Proceedings of the IEEE*, Vol. 70, No. 5, pp. 420-457, (1982).

[16] M. Elwenspoek, H. V. Jansen 著, 田畑 修, 佐藤 一雄 訳, *シリコンマイクロ加工の基礎*, シュプリンガーフェアラーク東京, (2001).

[17] H. Seidel, L. Csepregi, A. Heuberger, and H. Baumgartel, Anisotropic etching of crystalline silicon in alkaline solutions (I. Orientation dependence and behavior of passivation layers),

Journal of Electrochemical Society, Vol. 137, No. 11, pp. 3612-3626, (1990).

- [18] P. Pal and K. Sato, Various shapes of silicon freestanding microfluidic channels and microstructures in one-step lithography, Journal of Micromechanics and Microengineering, Vol. 19, pp. 055003-1-11, (2009).
- [19] C. R. Barrett, W. D. Nix, A. S. Tetelman 著, 井形直弘, 堂山昌男, 岡村弘之 訳 材料科学 1 -材料の微視的構造-, 培風館, (1979).
- [20] A. J. van Roosmalen, Review: dry etching of silicon oxide, Vacuum, Vol. 34, No. 3-4, pp. 429-436, (1984).
- [21] M. Shikida, N. Inagaki, H. Sasaki, H. Amakawa, K. Fukuzawa, and K. Sato, The mechanism of selective corrugation removal by KOH anisotropic wet etching, Journal of Micromechanics and Microengineering, Vol. 20, pp. 015038-1-9, (2010).
- [22] Z. Rymuza, Control tribological and mechanical properties of MEMS surfaces. Part 1: critical review, Microsystem Technologies, Vol. 5, pp. 173-180, (1999).
- [23] N. Satyanarayana and S. K. Sinha, Tribology of PFPE overcoated self-assembled monolayers deposited on Si surface, Journal of Physics D, Vol. 38, pp. 3512-3522, (2005).
- [24] F. Zhou, K. Adachi, and K. Kato, Comparisons of tribological property of a-C, a-CN_x and BCN coatings sliding against SiC balls in water, Surface and Coatings Technology, Vol. 200, No. 14-15, pp. 4471-4478, (2006).
- [25] 岡村博司, ハード・ディスク装置の構造と応用, CQ 出版社, (2002).

- [26] 三矢保永, 磁気ディスクの五十年と今後の展望, 日本機械学会 IIP2007 情報・知能・精密機器部門講演会講演論文集, pp. 214-215, (2007).
- [27] R. R. Katta, A. A. Polycarpou, J. V. Hanchi, and M. Roy, Analytical and Experimental Elastic-Plastic Impact Analysis of a Magnetic Storage Head-Disk Interface, *Journal of Tribology*, Vol. 131, pp. 011902 (10 pages), (2009).
- [28] 徐鈞国, 更なる高密度化に向けての HDI のチャレンジ, 日本トライボロジー学会 トライボロジー会議 2006 秋予稿集, pp. 119-120, (2006).
- [29] A. I. Vakis and A. A. Polycarpou, Head-disk interface nanotribology for Tbit/inch² recording densities: near-contact and contact recording, *Journal of Physics D*, Vol. 43, pp. 225301 (13 pages), (2010).
- [30] T. Ouchi, Y. Arikawa, T. Kuno, J. Mizuno, S. Shoji, and T. Homma, Electrochemical Fabrication and Characterization of CoPt Bit Patterned Media: Towards a Wetchemical, Large-Scale Fabrication, *IEEE Transactions on Magnetics*, Vol. 46, No. 6, pp. 2224-2227, (2010).
- [31] K. Fukuzawa, T. Muramatsu, H. Amakawa, S. Itoh, and H. Zhang, Nonuniform Distribution of Molecularly Thin Lubricant Caused by Inhomogeneous Buried Layers of Discrete Track Media, *IEEE Transactions on Magnetics*, Vol. 44, No. 11, pp. 3663-3666, (2008)
- [32] S. J. Greaves, Y. Kanai, and H. Muraoka, Magnetic Recording in Patterned Media at 5-10 Tb/in², *IEEE Transactions on Magnetics*, Vol. 44, No. 11, pp. 3430-3433, (2008).
- [33] H. Zhang, Y. Mitsuya, Y. Fujikawa, A. Fuwa, Y. He, and K. Fukuzawa, Changes in Friction

Properties of Monolayer Lubricant Films Induced by Development of Molecules' Bonding, Tribology Letters, Vol. 28, pp. 163-170, (2007).

- [34] H. Zhang, Y. Mitsuya, A. Fuwa, Y. Fujikawa, and K. Fukuzawa, Effect of Thermal Bonding on Frictional Properties of Monolayer Lubricant Films Coated on Magnetic Disk Surfaces, IEEE Transactions on Magnetics, Vol. 44, No. 11, pp. 3637-3640, (2008).
- [35] J. N. Israelachvili and S. J. Kott, Liquid structuring at solid interfaces as probed by direct force measurements: The transition from simple to complex liquids and polymer fluids, The Journal of Chemical Physics, Vol. 88, No. 11, pp. 7162-7166, (1988).
- [36] G. Luengo, F.-J. Schmitt, R. Hill, and J. N. Israelachvili, Thin Film Rheology and Tribology of Confined Polymer Melts: Contrasts with Bulk Properties, Macromolecules, Vol. 30, No. 8, pp. 2482-2494, (1997).
- [37] C. M. Mate, G. M. McClelland, R. Erlandsson, and S. Chiang, Atomic-scale friction of a tungsten tip on a graphite surface, Physical Review Letters, Vol. 59, No. 17, pp. 1942-1946, (1987).
- [38] G. Meyer and N. M. Amer, Simultaneous measurement of lateral and normal forces with an optical-beam-deflection atomic force microscope, Applied Physics Letters, Vol. 57, No. 20, pp. 2089-2091, (1990).
- [39] G. Binnig and C. F. Quate, Atomic force microscope, Physical Review Letters, Vol. 56, No. 9, pp. 930-933, (1986).
- [40] R. B. Marcus, T. S. Ravi, T. Gmitter, K. Chin, D. Liu, W. J. Orvis, D. R. Ciarlo, C. E. Hunt, and J. Trujillo, Formation of silicon tips with < 1 nm radius, Applied Physics Letters, Vol.

56, No. 3, pp. 236-238, (1990).

- [41] H. Nishijima, S. Kamo, S. Akita, Y. Nakayama, K. I. Hohmura, S. H. Yoshimura, and K. Takeyasu, Carbon-nanotube tips for scanning probe microscopy: Preparation by a controlled process and observation of deoxyribonucleic acid, *Applied Physics Letters*, Vol. 74, No. 26, pp. 4061-4063, (1999).
- [42] T. R. Albrecht, S. Akamine, T. E. Craver, and C. F. Quate, Microfabrication cantilever styli for the atomic force microscope, *Journal of Vacuum Science & Technology A*, Vol. 8, No. 4, pp. 3386-3396, (1990).
- [43] S. Akamine, R. C. Barrett, and C. F. Quate, Improved atomic force microscope images using microcantilevers with sharp tips, *Applied Physics Letters*, Vol. 57, No. 3, pp. 316-318, (1990).
- [44] D. Rugar, H. J. Mamin, and P. Guethner, Improved fiber-optic interferometer for atomic force microscopy, *Applied Physics Letters*, Vol. 55, No. 25, pp. 2588-2590, (1989).
- [45] A. Shimamoto and K. Tanaka, Optical fiber bundle displacement sensor using an ac-modulated light source with subnanometer resolution and low thermal drift, *Applied Optics*, Vol. 34, No. 25, pp. 5854-5860, (1995).
- [46] B. W. Chui, T. W. Kenny, H. J. Mamin, B. D. Terris, and D. Rugar, Independent detection of vertical and lateral forces with a sidewall-implanted dual-axis piezoresistive cantilever, *Applied Physics Letters*, Vol. 72, No. 11, pp. 1388-1390, (1998).
- [47] B. Bhushan and C. Dandavate, Thin-film friction and adhesion studies using atomic force microscopy, *Journal of Applied Physics*, Vol. 87, No. 3, pp.1201-1210, (2000).

- [48] H. Liu and B. Bhushan, Nanotribological characterization of molecularly thick lubricant films for applications to MEMS/NEMS by AFM, *Ultramicroscopy*, Vol. 97, No. 1-4, pp. 321-340, (2003).
- [49] T. Kasai, B. Bhushan, G. Kulik, L. Barbieri, and P. Hoffmann, Micro/nanotribological study of perfluorosilane SAMs for antistiction and low wear, *Journal of Vacuum Science & Technology B*, Vol. 23, No. 3, pp. 995-1003, (2005).
- [50] G. Xie, B. Zheng, W. Lie, and W. Xue, Tribological behavior of diamond-like carbon film with different tribo-pairs: A size effect study, *Applied Surface Science*, Vol. 254, pp. 7022-7028, (2008).
- [51] Y. Ando, Relation Between Friction and Plastic Deformation Examined by Using Periodic Asperity Arrays Fabricated on an AFM Multipurpose Cantilever, *Tribology Letters*, Vol. 15, pp. 115-125, (2003).
- [52] B. K. Gupta, and A. K. Menon, Characterization of the head-disk interface at nanometer dimensions, *IEEE Transactions on Magnetics*, Vol. 35, No. 2, pp. 764-769, (1999).
- [53] V. N. Koinkar and B. Bhushan, Microtribological studies of Al_2O_3 , Al_2O_3 -TiC, polycrystalline and single-crystal Mn-Zn ferrite, and SiC head slider materials, *Wear*, Vol. 202, pp. 110-122, (1996).
- [54] R. Erlandsson, G. Hadziioannou, C. M. Mate, G. M. McClelland, and S. Chiang, Atomic scale friction between the muscovite mica cleavage plane and a tungsten tip, *The Journal of Chemical Physics*, Vol. 89, No. 8, pp. 5190-5193, (1988).
- [55] K. Miura, N. Sasaki, and S. Kamiya, Friction mechanisms of graphite from a single-atomic

tip to a large-area flake tip, *Physical Review B*, Vol. 69, pp. 075420 (9 pages), (2004).

- [56] H. Takano and M. Fujihira, Study of molecular scale friction on stearic acid crystals by friction force microscopy, *Journal of Vacuum Science and Technology B*, Vol. 14, No. 2, pp.1272-1275, (1996).
- [57] M. Hirano, K. Shinjo, R. Kaneko, Y. Murata, Observation of Superlubricity by Scanning Tunneling Microscopy, *Physical Review Letters*, Vol. 78, No. 8, pp. 1448-1451, (1997).
- [58] R. M. Overney, E. Meyer, J. Frommer, D. Brodbeck, R. Lüthi, L. Howald, H.-J. Güntherodt, M. Fujihira, H. Takano, and Y. Gotoh, Friction measurements on phase-separated thin films with a modified atomic force microscope, *Nature*, Vol. 359, pp. 133-135, (1992).
- [59] E. Meyer, R. Overney, R. Lhi, D. Brodbeck, L. Howald, J. Frommer, H.-J. Gtherodt, O. Wolter, M. Fujihira, H. Takano, and Y. Gotoh, Friction force microscopy of mixed Langmuir-Blodgett films, *Thin Solid Films*, Vol. 220, No. 1-2, pp. 132-137, (1992).
- [60] J. E. Houston, C. M. Doelling, T. K. Vanderlick, Y. Hu, G. Scoles, I. Wenzl, and T. R. Lee, Comparative Study of the Adhesion, Friction, and Mechanical Properties of CF₃- and CH₃-Terminated Alkanethiol Monolayers, *Langmuir*, Vol. 21, No. 9, pp. 3926-3932, (2005).
- [61] S. Lee, A. Puck, M. Graupe, R. Colorado Jr., Y.-S. Shon, T. R. Lee, and S. S. Perry, Structure, Wettability, and Frictional Properties of Phenyl-Terminated Self-Assembled Monolayers on Gold, *Langmuir*, Vol. 17, No. 23, pp. 7364-7370, (2001).
- [62] B. Bhushan, H. Liu, Nanotribological properties and mechanisms of alkylthiol and biphenyl thiol self-assembled monolayers studied by AFM, *Physical Review B*, Vol. 63, No.

24, pp. 245412 (11 pages), (2001).

- [63] T. Nakagawa, K. Ogawa, T. Kurumizawa, and S. Ozaki, Discriminating Molecular Length of Chemically Adsorbed Molecules Using an Atomic Force Microscope Having a Tip Covered with Sensor Molecules (An Atomic Force Microscope Having Chemical Sensing Function), Japanese Journal of Applied Physics, Vol. 32, Part 2, No. 2B, pp. L294-L296, (1993).
- [64] C. D. Frisbie, L. F. Rozsnyai, A. Noy, M. S. Wrighton, and C. M. Lieber, Functional Group Imaging by Chemical Force Microscopy, Science, Vol. 265, pp. 2071-2074, (1994).
- [65] J. E. Sader and L. White, Theoretical analysis of the static deflection of plates for atomic force microscope applications, Journal of Applied Physics, Vol. 74, No. 1, pp. 1-9, (1993).
- [66] Y. Mitsuya, Y. Ohshima, and T. Nonogaki, Coupling and nonlinear effects of cantilever deflection and torsion encountered when simultaneously measuring vertical and lateral forces using the scanning probe method, Wear, Vol. 211, No. 2, pp. 198 - 202, (1997).
- [67] M. Müller, T. Schimmel, P. Häußler, H. Fetting, O. Müller, and A. Albers, Finite element analysis of V-shaped cantilevers for atomic force microscopy under normal and lateral force loads, Surface and Interface Analysis, Vol. 38, pp. 1090-1095, (2006).
- [68] J. M. Neumeister and W. A. Ducker, Lateral, normal, and longitudinal spring constants of atomic force microscopy cantilevers, Review of Scientific Instruments, Vol. 65, No. 8, pp. 2527-2531, (1994).
- [69] M. Munz, Force calibration in lateral force microscopy: a review of the experimental methods, Journal of Physics D, Vol. 43, No. 6, pp. 063001 (34 pages), (2010).

- [70] D. F. Ogletree, R. W. Carpick, and M. Salmeron, Calibration of frictional forces in atomic force microscopy, *Review of Scientific Instruments*, Vol. 67, No. 9, pp. 3298-3306, (1996).
- [71] M. Varenberg, I. Etsion, and G. Halperin, An improved wedge calibration method for lateral force in atomic force microscopy, *Review of Scientific Instruments*, Vol. 74, No. 7, pp. 3362-3367, (2003).
- [72] R. J. Cannara, M. Eglin, and R. W. Carpick, Lateral force calibration in atomic force microscopy: A new lateral force calibration method and general guidelines for optimization, *Review of Scientific Instruments*, Vol. 77, pp. 053701-1-11, (2006).
- [73] D. F. Arias, D. M. Marulanda, A. M. Baena, and A. Devia, Determination of friction coefficient on ZrN and TiN using lateral force microscopy (LFM), *Wear*, Vol. 261, No. 11-12, pp. 1232 – 1236, (2006).
- [74] J. Choi, T. Ishida, T. Kato, and S. Fujisawa, Self-assembled monolayer on diamond-like carbon surface: formation and friction measurements, *Tribology International*, Vol. 36, No. 4-6, pp. 285-290, (2003).
- [75] I.-H. Sung and D.-E. Kim, Surface Damage Characteristics of Self-Assembled Monolayers of Alkanethiols on Metal Surfaces, *Tribology Letters*, Vol. 17, No. 4, pp. 835-844, (2004).
- [76] 田中敬二, 高原淳, 梶山千里, 水平力顕微鏡測定に基づく高分子表面ダイナミクスの解析, *表面科学*, Vol. 24, No. 6, pp. 359-366, (2003).
- [77] M. Reinstädter, T. Kasai, U. Rabe, B. Bhushan, and W. Arnold, Imaging and measurement of elasticity and friction using the TRmode, *Journal of Physics D: Applied Physics*, Vol. 38, pp. R269-R282, (2005).

- [78] Y. Song and B. Bhushan, Coupling of cantilever lateral bending and torsion in torsional resonance and lateral excitation modes of atomic force microscopy, *Journal of Applied Physics*, Vol. 99, No. 9, pp. 094911 (12 pages), (2006).
- [79] Y. Song and B. Bhushan, Atomic force microscopy dynamic modes: modeling and applications, *Journal of Physics: Condensed Matter*, Vol. 20, No. 22, pp. 225012 (29 pages), (2008).
- [80] K. Yamanaka and E. Tomita, Lateral Force Modulation Atomic Force Microscope for Selective Imaging of Friction Forces, *Japanese Journal of Applied Physics*, Vol. 34, Part. 1, No. 5B, pp. 2879-2882, (1995).
- [81] E. Tocha, T. Stefański, H. Schönherr, G. J. Vancso, Development of a high velocity accessory for atomic force microscopy-based friction measurements, *Review of Scientific Instruments*, Vol. 76, pp. 083704-1-7, (2005).
- [82] J. F. Lübben and D. Johannsmann, Nanoscale High-Frequency Contact Mechanics Using an AFM Tip and a Quartz Crystal Resonator, *Langmuir*, Vol. 20, No. 9, pp. 3698-3703, (2004).
- [83] N. Chen and B. Bhushan, Morphological, nanomechanical and cellular structural characterization of human hair and conditioner distribution using torsional resonance mode with an atomic force microscope, *Journal of Microscopy*, Vol. 220, No. 2, pp. 96-112, (2005).
- [84] Y. Ando, T. Nagashima, and K. Kakuta, Using FIB-processed AFM cantilevers to determine microtribology characteristics, *Tribology Letters*, Vol. 9, pp. 15-23, (2000).

- [85] T. Zijlstra, J.A.Heimberg, E.van der Drift, D. Glastra van Loonb, M. Dienwiebel, L.E.M.de Groot and J.W.M.Frenken, Fabrication of a novel scanning probe device for quantitative nanotribology, *Sensors and Actuators A: Physical*, Vol. 84, pp. 18-24, (2000).
- [86] M. Dienwiebel, E. de Kuyper, L. Crama, J. W. M. Frenken, J. A. Heimberg, D.-J. Spaanderman, D. Glastra van Loon, T. Zijlstra and E. van der Drift, Design and performance of a high-resolution frictional force microscope with quantitative three-dimensional force sensitivity, *Review of Scientific Instruments*, Vol. 76, pp. 043704-1-7, (2005).
- [87] M. Dienwiebel, Atomic-scale Friction and Super-Lubricity, 博士学位論文, Leiden University, (2003).
- [88] K. Fukuzawa, S. Terada, M. Shikida, H. Amakawa, H. Zhang, Y. Mitsuya, Dual-Axis Micro-Mechanical Probe for Independent Detection of Lateral and Vertical Forces, *Applied Physics Letters*, Vol. 89, pp. 173120 (3 pages), (2006).
- [89] 福澤健二, 寺田諭, 式田光宏, 雨川洋章, 張 賀東, 三矢保永, 摩擦力・荷重の独立測定可能な摩擦力顕微鏡用マイクロプローブ, *日本機械学会論文集(C編)*, Vol. 72-723, pp. 3655-3664, (2006).
- [90] K. Fukuzawa, S. Terada, M. Shikida, H. Amakawa, H. Zhang, Y. Mitsuya, Mechanical design and force calibration of dual-axis micro-mechanical probe for friction force microscopy, *Journal of Applied Physics*, Vol. 101, No. 3, pp. 034308 (6 pages), (2007).
- [91] K. Asaumi, Y. Irie, and K. Sato, Anisotropic-etching process simulation system MICROCAD analyzing complete 3D etching profiles of single crystal silicon, *Proc. IEEE MEMS '97*, Nagoya, pp. 412-417, (1997).

- [92] 佐藤一雄, 浅海和雄, 小林元, 入江康郎, 式田光宏, 結晶異方性エッチング解析システム MICROCAD の開発, 電子情報通信学会論文誌, J82-C-II, 3, pp. 84-91, (1999).
- [93] S. Itoh, K. Takahashi, K. Fukuzawa, H. Amakawa, and Z. Hedong, Spreading Properties of Monolayer Lubricant Films: Effect of Bonded Molecules, IEEE Transactions on Magnetics, Vol. 45, No. 11, pp. 5055-5060, (2009).
- [94] H. Tani, Observation of PFPE lubricant film on magnetic disk surface by atomic force microscopy, IEEE Transactions on Magnetics, Vol. 35, No. 5, pp. 2397-2399, (1999).
- [95] 麻薪立男, 薄膜作成の基礎 (第4版), 日刊工業新聞社, (2005)
- [96] H. Zhang, Y. Mitsuya, N. Fukuoka, M. Imamura, and K. Fukuzawa, Self-organized patterning of molecularly thin liquid polymer films utilizing molecular flow induced by ultraviolet irradiation, Applied Physics Letters, Vol. 90, pp. 123119 (3 pages), (2007).
- [97] 佐藤秀紀, 岡部佐規一, 岩田佳雄, 演習 機械振動学, サイエンス社, (1996).

謝辞

本論文は、名古屋大学大学院工学研究科機械理工学専攻知能計測工学講座において、同マイクロ・ナノシステム工学専攻（機械理工学専攻併担）福澤健二教授の御指導のもとに行った研究をまとめたものです。研究全般において、終始懇切丁寧な御指導と御鞭撻を賜りました福澤健二教授に深甚なる感謝の意を表します。

本論文をまとめるにあたり、御多忙な中、御指導を賜りました名古屋大学大学院工学研究科機械理工学専攻 宇野洋二教授、同マイクロ・ナノシステム工学専攻 佐藤一雄教授、岐阜大学工学部数理デザイン工学科 平野元久教授、ならびに名古屋大学大学院工学研究科マイクロ・ナノシステム工学専攻 伊藤伸太郎講師に深謝の意を表します。

マイクロマシニング加工の実施にあたりまして、名古屋大学大学院工学研究科附属マイクロナノメカトロニクス研究センター 式田光宏准教授、同マイクロ・ナノシステム工学専攻 肥田博隆助教をはじめとするマイクロ・ナノシステム工学専攻佐藤研究室の皆様深く御礼申し上げます。

研究室配属当初から、本研究における有益な討論、様々な御助言を賜りました名古屋大学大学院情報科学研究科複雑系科学専攻 張賀東准教授に心より感謝いたします。

また、名古屋大学大学院工学研究科 三矢保永名誉教授、名古屋大学大学院情報科学研究科複雑系科学専攻 大岡昌博教授、ならびに愛知江南短期大学現代キャリアコース 大島康司准教授には普段より有益な御指導をいただきましたことを心より感謝いたします。

本研究を遂行にあたり、多くの方々からご協力をいただきました。プローブの設計・作製に際しまして、本研究室卒業生 寺田諭氏、本研究室学生 辻弘朗氏からご指導、ご協力をいただきました。マイクロマシニング加工、ワイヤーボンディングに際しまして、佐藤研究室卒業生 中尾茂樹氏、長谷川義大氏からご助言をいただきました。また、AFM測定に際しまして、本研究室卒業生 村松拓郎氏から御指導をいただきました。また、供試試料の作成に際しまして、本研究室卒業生 高橋健一郎氏、本研究室学生 板倉誠史氏からご協力をいただきました。厚く御礼申し上げます。

また、本研究室学生 浜本祐也氏には、博士課程の同期として互いに刺激しあいなが

ら研究生生活を送ることができたことを心より感謝いたします。

最後になりましたが、本研究を実施するにあたり、マイクロ・ナノシステム工学専攻 福澤研究室、情報科学研究科複雑系科学専攻 大岡研究室、および同張研究室の諸氏には、日頃から有益な御協力をいただきました。厚く御礼申し上げます。

付録

付録1 プローブのマイクロマシニングプロセス

第零工程 (ウェハ厚を 192 μm にあわせる)

1. プラズマアッシング(両面) 100 cc/min, 10 min, O_2
2. ライトエッチング 5%HF 30sec→水 5min→流水 5min
3. プリエッチング 192 μm にあわせこむ.
TMAH 20% 60 deg (0.2 $\mu\text{m}/\text{min}$)

第一工程(ねじりはり・光てこパターン)

4. 熱酸化 酸化時間 1 h (厚さ 0.6 μm 程度)
5. プラズマアッシング 100 cc/min, 10min, O_2
6. ベーク 200 deg, 30 min (ベーク炉)
7. スピンコート OAP2-72, OFPR-800 (34cP), 500rpm 5sec→3000rpm
20sec
8. プリベーク 90 deg, 30 min (ベーク炉)
9. 露光 露光時間 7 sec, Align gap 100 μm , Print gap 0 μm
10. 現像 NMD-3 30sec→NMD-3 10 sec→水 15 sec
11. ポストベーク 120 deg, 30 min (ベーク炉)
12. 光顕観察 [チェック事項]1. 露光部にフォトレジストが残っていないか, 2. フォトレジストパターンのサイズ
13. 耐酸テープ貼付
14. 酸化膜エッチング BHF → 水 5min → 流水 5min
15. フォトレジスト剥離 アセトン超音波洗浄 5 min → アセトン超音波洗浄 5 min →流水 5 min
16. ライトエッチング 5% HF 30sec→ 水 5min→ 流水 5min
17. 光顕観察 [チェック事項] 1. エッチングマスクパターンの

- サイズ
18. Si エッチング KOH 40% 60deg 20 μm エッチング
 コマメにエッチャントから出して光顕で観察し、
 パターンのサイズをチェックする.
- 第二工程(探針)
19. 熱酸化 酸化時間 1 h (厚さ 0.6 μm 程度)
20. プラズマアッシング 100 cc/min, 10 min, O_2
21. スピンコート OAP2-72, OFPR-800 (34cP), 500rpm 5sec→3000rpm
 20sec
22. プリベーク 90 deg, 30 min (ベーク炉)
23. 露光 露光時間 7 sec, Align gap 100 μm , Print gap 0 μm
24. 現像 NMD-3 30sec→NMD-3 10 sec→水 15 sec
25. ポストベーク 120 deg, 30 min (ベーク炉)
26. 光顕観察 [チェック事項] 1. 露光部にフォトレジストが残っていないか, 2. フォトレジストパターンのサイズ
27. 耐酸テープ貼付
28. 酸化膜エッチング BHF, 水 5min 流水 5min
29. 超音波洗浄 アセトン超音波洗浄 5min → アセトン超音波洗浄 5min →流水 5 min
30. ライトエッチング 5%HF 30sec→ 水 5min→ 流水 5min
31. 光顕観察 [チェック事項] 1. エッチングマスクパターンのサイズ
32. Si エッチング KOH 40% 60 度 12 μm エッチング
33. 酸化膜エッチング 探針上の酸化膜マスクを除去
34. 熱酸化 酸化時間 5 h
- PMER P-LA900PM 膜厚の条件出し (ダミーウェハを使用)
35. プラズマアッシング 100 cc/min, 10min, O_2
36. ベーク 200 deg, 30 min (ベーク炉)

37. コーティング OAP2-72, PMER P-LA900PM, 500rpm10sec, x rpm
30sec (回転速度は 1000, 1250, 1500, 1750 rpm 程度で測る)
38. プリベーク 110 deg, ホットプレート, 時間は膜厚に対して適宜変更
39. フォトレジスト一部剥離 綿棒かベンコットにアセトンを染み込ませ, 拭いて除去.
40. ベーク 110 deg, 2 min 程度
41. 段差計 段差計で段差測定
- 第三工程
42. プラズマアッシング 100 cc/min, 10min, O₂
43. コーティング OAP2-72, PMER P-LA900PM, 500rpm10sec, x rpm
30sec (回転速度は, 膜厚が 14-15 μm 程度となる条件で行う).
44. プリベーク 110 deg, 4.5 min (ホットプレート)
45. 露光 50 sec Align gap 100 μm , Print gap 0 μm
46. 現像 P-7G 3m30sec → P-7G 1 min → 水 15 sec
47. 光顕観察 [チェック事項] 1. 露光部にフォトレジストが残っていないか, 2. フォトレジストパターンのサイズ, 3. 探針がフォトレジストにカバーされているか, 4. 探針-プローブ先端間の距離 (220 μm で設計)
48. 耐酸テープ
49. 酸化膜エッチング BHF, 水 5min 流水 5min
50. 超音波洗浄 アセトン超音波洗浄 5min → アセトン超音波洗浄 5min → 流水 5 min
51. ライトエッチング 5%HF 30sec → 水 5min → 流水 5min
52. Si エッチング 貫通するまでエッチング, 貫通してもしばらくエッチングしてバリをなくす. 光顕でコマメに観察

して， 1．バリの様子， 2．探針探針-プローブ
先端間の距離（探針の有無）， 3．平行板ばねの
厚さをチェックする．

53. 酸化膜エッチング

BHF → 水 5min → 流水 5min

付録2 駆動部のマイクロマシニングプロセス

第零工程

1. プラズマアッシング(両面) 100 cc/min, 10min, O₂
2. ライトエッチング 5%HF 30sec 水 5min 流水 5min
3. プリエッチング 190 μm にあわせこむ
TMAH 20% 60 deg (0.2 μm/min)

第一工程

4. 熱酸化 酸化時間 3 h
5. (時間があいてしまったら, プラズマアッシング 100 cc/min, 10min, O₂)
6. ベーク 200 deg, 30 min (ベーク炉)
7. コーティング OAP2-72, OFPR-800 (34cP) 500rpm 5sec→3000rpm
20sec
8. プリベーク 90 deg, 30 min (ベーク炉)
9. 露光 露光時間 7 sec, Align gap 100 um, Print gap 0 um
10. 現像 NMD-3 30sec→NMD-3 10 sec→水 15 sec
11. ポストベーク 120 deg, 30 min (ベーク炉)
12. 耐酸テープ貼付
13. 酸化膜エッチング BHF → 水 5min → 流水 5min
14. フォトレジスト剥離 アセトン超音波洗浄 5min → アセトン超音波洗浄 5min →流水 5 min
15. プラズマアッシング 100 cc/min, 10min, O₂
16. ライトエッチング 5%HF 30sec→ 水 5min→ 流水 5min
17. Si エッチング KOH 40% 80 度 100 μm エッチング
18. プラズマアッシング 100 cc/min, 10min, O₂

第二工程

19. 熱酸化 酸化時間 8 h

20. (時間があいてしまったら, プラズマアッシング 100 cc/min, 10min, O₂)
21. ベーク 200 deg, 30 min (ベーク炉)
22. コーティング OAP2-72, OFPR-800 (34cP) 500rpm 5sec→3000rpm
20sec
23. プリベーク 90 deg, 30 min (ベーク炉)
24. 露光 露光時間 7 sec Align gap 100 um, Print gap 0 um
25. 現像 NMD-3 30sec→NMD-3 10 sec→水 15 sec
26. ポストベーク 120 deg, 30 min (ベーク炉)
27. 耐酸テープ貼付
28. 酸化膜エッチング BHF → 水 5 min → 流水 5 min
29. フォトレジスト剥離 アセトン超音波洗浄 5min → アセトン超音波洗
浄 5min →流水 5 min
30. プラズマアッシング 100 cc/min, 10 min, O₂
31. ライトエッチング 5%HF 30sec→ 水 5 min→ 流水 5 min
32. Si エッチング KOH 40% 80 度 100 μm エッチング
33. 酸化膜エッチング BHF, 水 5min 流水 5min
34. 残った SiO₂ の膜をエッチング. プローブと接触する面には絶縁用に酸化膜を残し
ておきたいため, 完全にエッチングしない.

発表論文目録

本論文に関係のある論文提出者の発表論文

学術雑誌論文

- (1) H. Amakawa, K. Fukuzawa, M. Shikida, H. Zhang and S. Itoh, Improved Sensitivity of Dual-Axis Micro-Mechanical Probe for Friction Force Microscope, Tribology Online, Vol. 3, No. 7, pp. 356-360, (2008).
- (2) H. Amakawa, K. Fukuzawa, M. Shikida, H. Zhang and S. Itoh, Quantification of Friction Force on Dual-Axis Micro-Mechanical Probe for Friction Force Microscopy, Tribology Online, Vol. 5, No. 3, pp. 144-149, (2010).

国際学会発表

- (1) H. Amakawa, K. Fukuzawa, M. Shikida, H. Zhang and S. Itoh, Dual-axis micro-mechanical probe for highly sensitive friction force microscope, Proceedings of World Tribology Congress 2009, Kyoto, Japan, p. 261, (2009).
- (2) H. Amakawa, K. Fukuzawa, M. Shikida, H. Zhang and S. Itoh, Quantification of Friction Force for Dual-Axis Probe Friction Force Microscope, Proceedings of the ASME/STLE International Joint Tribology Conference, Memphis, U.S.A, Paper No. IJTC2009-15241 (3 pages), (2009).
- (3) H. Amakawa, K. Fukuzawa, M. Shikida, H. Zhang and S. Itoh, Finite Element Analysis on Crosstalk Effect of Dual-Axis Micro-Mechanical Probe for Friction Force Microscope,

Proceedings of MHS2010 (International Symposium on Micro-NanoMechatronics and Human Science 2010), pp. 439-442, (2010).

国内学会発表

- (1) 雨川洋章, 福澤健二, 張賀東, 伊藤伸太郎, 式田光宏, 二軸独立検出型摩擦力顕微鏡用マイクロ・メカニカルプローブの高精度化, IIP2008 情報・知能・精密機器部門講演会 講演論文集, 東京, pp.339-340, (2008).
- (2) 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開発, 日本機械学会 2008 年度年次大会 講演論文集, Vol. 8, 横浜, pp. 3-4, (2008).
- (3) H. Amakawa, K. Fukuzawa, M. Shikida, H. Zhang and S. Itoh, Improved sensitivity of dual-axis micro-mechanical probe for friction force microscope, Proceedings of JAST Tribology Conference 2008, 名古屋, pp. 493-494, (2008).
- (4) 雨川洋章, 福澤健二, 式田光宏, 張賀東, 伊藤伸太郎, 摩擦力顕微鏡用二軸独立型プローブの摩擦力・鉛直力の検出におけるクロストーク効果, IIP2010 情報・知能・精密機器部門講演会 講演論文集, 東京, pp. 40-41, (2010).
- (5) H. Amakawa, K. Fukuzawa, M. Shikida, H. Tsuji, H. Zhang and S. Itoh, Development of driving structure with dual-axis micro-mechanical probe for friction force microscope, Proceedings of JAST Tribology Conference 2010, 福井, pp.495-496, (2010).

本論文に直接関係のない論文提出者の発表論文

学術雑誌論文

- (1) K. Fukuzawa, S. Terada, M. Shikida, H. Amakawa, H. Zhang, Y. Mitsuya, Dual-Axis Micro-Mechanical Probe for Independent Detection of Lateral and Vertical Forces, *Applied Physics Letters*, Vol. 89, p. 173120 (3 pages), (2006).
- (2) 福澤健二, 寺田諭, 式田光宏, 雨川洋章, 張 賀東, 三矢保永, 摩擦力・荷重の独立測定可能な摩擦力顕微鏡用マイクロプローブ, *日本機械学会論文集(C編)*, Vol. 72-723, pp. 3655-3664, (2006).
- (3) K. Fukuzawa, S. Terada, M. Shikida, H. Amakawa, H. Zhang, Y. Mitsuya, Mechanical design and force calibration of dual-axis micro-mechanical probe for friction force microscopy, *Journal of Applied Physics*, Vol. 101, No.3, p. 034308 (6 pages), (2007).
- (4) K. Fukuzawa, T. Muramatsu, H. Amakawa, S. Itoh and H. Zhang, Nonuniform Distribution of Molecularly Thin Lubricant Caused by Inhomogeneous Buried Layers of Discrete Track Media, *IEEE Transaction on Magnetics*, Vol. 44, No. 11, pp.3663-3666, (2008).
- (5) B. Tang, P. Pal, M.A. Gosalvez, M. Shikida, K. Sato, H. Amakawa and S. Itoh, Ellipsometry study of the adsorbed surfactant thickness on $\text{Si}\{1\ 1\ 0\}$ and $\text{Si}\{1\ 0\ 0\}$ and the effect of pre-adsorbed surfactant layer on etching characteristics in TMAH, *Sensors and Actuators A: Physical*, Vol. 156, pp. 334-341, (2009).
- (6) S. Itoh, K. Takahashi, K. Fukuzawa, H. Amakawa and Z. Hedong, Spreading Properties of Monolayer Lubricant Films: Effect of Bonded Molecules, *IEEE Transactions on Magnetics*, Vol. 45, No. 11, pp.5055-5060, (2009).
- (7) M. Shikida, N. Inagaki, H. Sasaki, H. Amakawa, K. Fukuzawa and K. Sato, The mechanism of selective corrugation removal by KOH anisotropic wet etching, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, Vol. 20, No. 1, p. 015038 (9 pages), (2010).

- (8) B. Tang, M. Shikida, K. Sato, P. Pal, H. Amakawa, H. Hida and K. Fukuzawa, Study of surfactant-added TMAH for applications in DRIE and wet etching-based micromachining, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, Vol. 20, p.065008 (9 pages), (2010).

国際学会発表

- (1) K. Fukuzawa, T. Muramatsu, H. Amakawa, S. Itoh, H. Zhang, Nonuniform Distribution of Molecularly Thin Lubricant Caused by Inhomogeneous Buried Layers of Discrete Track Media, *IEEE International Magnetism Conference*, Madrid, Spain, GF-02 (4 pages), (2008).
- (2) B. Tang, H. Amakawa, M. Shikida, H. Hida, N. Inagaki, P. Pal, and K. Sato, Characterization of Etching Anisotropy in a Surfactant-Added TMAH Solution, and its Application to Scalping Reduction, *The 5th Asia-Pacific Conference on Transducers and Micro-Nano Technology*, Perth, Australia, p.220, (2010).

国内学会発表

- (1) 寺田諭, 福澤健二, 式田光宏, 雨川洋章, 張賀東, 三矢保永, 二軸独立検出可能な摩擦力顕微鏡用マイクロ・メカニカルプローブ, 第 53 回応用物理学関係連合講演会, 講演予稿集, No. 2, 東京, p. 718, (2006).
- (2) 雨川洋章, 福澤健二, 寺田諭, 式田光宏, 張賀東, 三矢保永, 二軸独立検出型摩擦力顕微鏡用マイクロ・メカニカルプローブの開発, 日本機械学会 2006 年度年次大会講演論文集, Vol. 7, 熊本, pp. 355-356, (2006).
- (3) 福澤健二, 雨川洋章, 式田光宏, 張賀東, 三矢保永, 摩擦力顕微鏡のための二軸独立検出型マイクロ・メカニカルプローブ, トライボロジー会議 2007 春 予稿集, 東京, pp.311-312, (2007).

- (4) 福澤健二, 村松拓郎, 雨川洋章, 伊藤伸太郎, 張賀東, 局所的に異なる表面構造のナノ厚さ潤滑膜の分布, 日本機械学会 2008 年度年次大会 講演論文集, Vol. 8, 横浜, pp. 420-421, (2008).
- (5) 雨川洋章, 板倉誠史, 張賀東, 福澤健二, 式田光宏, 伊藤伸太郎, 摩擦力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, 名古屋, pp.227-228, (2010).