ナノシートの AFM プローブによる 機械的微細除去加工(第3報)*

—溝生成時のエネルギー散逸を考慮した最適走査速度の解析—

出 村 和 哉** 川 上 嘉 輝*** 井 原 透†

Nanoscope Mechanical Removal Processing of Nano-sheet by AFM Probe (3rd Report)

- Theoretical Formula Based on Energy Dispersion for the Optimal Scanning Speed in the Groove Machining Process -

Kazuya DEMURA, Yoshiteru KAWAKAMI and Tohru IHARA

To be attained a high precision groove machining of nano-sheets with Atomic Force Microscope (AFM), it is necessary to make clear the groove machining mechanism by analytical method. This paper proposes the theoretical formula which takes aim at the groove generation energy of groove machining on nano-sheets. Construction of this formula thinks of stochastic process because edge chippings of a machined groove is suggested brittle mode machining. Besides, the groove generation energy of unit edge length is corresponded to groove width. Accordingly, the existing probabilistic of machined groove width is assumed Boltzmann distribution. The edge chipping generation probability calculated from this formula is tended to be consistent with the evaluation value of groove machined. Furthermore, optimal machining condition of scanning speed is estimated to be around 70 ~ 140 nm/s.

Key words: high precision groove, nano-sheets, AFM, groove machining mechanism, brittle mode machining, optimal machining condition

1. 結 言

近年、走査型プローブ顕微鏡 (SPM) を用いた nm スケールの機械的微細除去加工例が多数報告されている^{1)~4)}。

本研究では、2層から成るバイレイヤ厚さ2 nmで扱うことが可能なナノシート状構造の層状化合物に着目し、原子間力顕微鏡 (AFM) のプローブを用いた高精度溝加工を検討している。既報^{5)~7)}において、バイレイヤ厚さ未満の溝加工ではナノシート表面で顕著に表れる結晶異方性や押付け力に対する加工力振動現象を考慮することによって、最適加工条件を導出することができた。しかしながら、過大な押付け力による高精度な溝加工を高エネルギーで行うためにバイレイヤ厚さ以上で行う複数ナノシートの溝加工については未検討であった。

そこで本報では、複数ナノシートを対象とした溝加工のメカニズムの解明を目的に、溝生成過程のモデル化と最適走査速度を求めるための理論式を提案することを試みた。なお本溝生成過程は衝撃破壊過程で良くない確率的な取り扱い⁸⁾を適用し、その理論式によって走査速度に着目したエッジにチップング (割れ) の少ない高精度な溝となる最適加工条件が導出される。

2. ナノシートへの加工例

2.1 試 料

本研究の試料として使用する層状化合物のニオブ酸カリウム ($\text{K}_4\text{Nb}_6\text{O}_{17} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) は層間に存在するカリウムイオンを有機アンモニウムイオンに交換することが可能である⁹⁾。この交換処理によって層間に水分子も挿入されるため層間が拡張し、2層から成るバイレイヤ厚さ2 nmのナノシートが形成される。

ナノシートは加工痕のエッジ形状から結晶異方性の影響が推測されていた。クーロン力による近似計算から異方性の方向を推定したところ、図1に示すように、ナノシート表面に対してほぼ直角となる $\{1\ 2\ 0\}$ 面と $\{0\ 57\ 37\}$ 面方向に加工異方性のあることが分かった⁵⁾。計算によれば、 $\{0\ 57\ 37\}$ 面は $\{1\ 2\ 0\}$ 面に対して約2.8倍の結合力を持つため、本研究では $\{1\ 2\ 0\}$ 面に着目した能率的な溝加工を行うことで、高精度溝加工を追求している。

2.2 加工方法と加工例

ナノシートの加工は図2に示すように、工具であるAFMプローブ先端をシート表面へ押付け力 W で与え、 $\{1\ 2\ 0\}$ 面に沿って走査速度 V を与えて移動させることによって材料除去を行う。

同ナノシート加工例を図3(a),(b)に示す。同図(a)は押付け力1800 nN、走査速度10 nm/sの場合で加工痕深さ1.2 nmの溝加工痕となっているが、溝エッジにチップングが多数観察される。ナノシートは厚さ2 nm単位であるため塑性域が極めて狭く、脆性モード加工となりやすいことが推測される。しかしながら、同図(b)は押付け力1400 nN、走査速度50 nm/sの場合で加工痕深さ9.7 nmの溝加工痕となっているが、溝を構成する両エッジがシャープとなっている。なお溝がやや斜めに見えるが、これは画像走査線の歪みである。この後者の例のように複数ナノシ

Fig.1 Crystal anisotropy in the surface of $\text{K}_4\text{Nb}_6\text{O}_{17} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$

* 原稿受付 平成20年3月31日

** 正 会 員 中央大学大学院 (現, キヤノン(株))

*** 学生会員 中央大学大学院 (東京都文京区春日 1-13-27)

† 正 会 員 中央大学理工学部

Fig.2 Schematic of nano-sheet machining principle

(a) Machined groove and edge chipping

(b) High precision machined groove

Fig.3 Example of groove machining on nano-sheet

トを対象とした大規模な加工であっても、{1 2 0}面に沿う方向のみに亀裂が進展することによって溝生成がなされて、溝エッジにチッピングが生まれない高精度なシャープエッジの溝を作製することが可能である。そこで次章では、シャープエッジを得るための加工条件についての検討を加える。

3. 溝生成過程のモデル化と理論式

3.1 溝生成過程のモデル

一般にAFMプローブは図2に示すように、すくい角が極めて大きな負と考えられる工具である。既に芦田ら⁴⁾はこうしたナノスケールでの切り屑を観察しているが、本研究ではまだ切り屑の観察はできていない。そこで溝生成の要因を加工時にプローブによってナノシートに入力されたエネルギーにあると仮定し、入力エネルギーが溝やエッジのチッピングを生成させると単純化する。切削の場合は入力エネルギーが塑性エネルギーと摩擦エネルギーとなるが、本シートでは切り屑が観察されていないので、摩擦エネルギーのみを対象とした。したがって加工時のエネルギーバランスを考えると、散逸する摩擦エネルギーが溝生成時の表面創生エネルギーとなる。なおナノシートの加工は既報の実験結果⁷⁾によれば、散逸する摩擦エネルギーは溝深さ生成より溝幅生成への寄与が支配的になると考えられるので、図4に示すように、溝のエッジを分割した単位エッジ長さ dl の「エッジ部位 i 」に摩擦エネルギーが入力されて溝幅 w_i が生成されるとモデル化する。同図の各エッジ部位での溝幅の出現事象は互いに独立とするが、溝幅の成長事象には異方性があるため、隣接エッジの摩擦エネルギーの影響を受けるとする。したがって溝幅 w_i の生成はプローブ走査の結果「エッジ部位 i 」に入力された摩擦エネルギーが表面創生に寄与するエネルギー E_i (以後、これを簡単のために摩擦エネルギーと定義する) によって、まず図4に示すように溝幅 w_1 が出現し、次いで隣接したエッジ部位($\dots, i-1, i+1, \dots$) で入力された摩擦エネルギーが伝播することによって、「エッジ部位 i 」の溝幅 w_i がさらに溝幅

Fig.4 Generation process of groove width w

($w_2+w_3+\dots$) 成分長すると考える。よって最終的な溝幅 w_i は ($w_1+w_2+w_3+\dots$) となる。ここで溝幅を成長させるエネルギーは走査速度 v_i 及び伝播速度と溝幅成長速度の兼ね合いで決まるため、非常に複雑である。そこで簡単のため平均場近似を用いて、隣接エッジ部位($i+1$)の平均摩擦エネルギー E_{μ} のみが影響するとし、その影響の度合いは走査速度 v_i の平均 V の逆数に比例するとみなし ($E_{\mu}/V \propto E_i$ とおき、これを伝播エネルギーとして定義する。

3.2 理論式の提案

上述の摩擦エネルギー E_i と伝播エネルギー E_{μ} から溝エッジのチッピング生成理論式を導出する。まず、入力されたエネルギーはナノシートの塑性変形ではなく、溝生成時の表面創生エネルギーに費やされるとみなすことから溝成長は確率過程として適用することができ、溝エッジのチッピングも同じ確率過程と考えると、摩擦エネルギーと伝播エネルギーの和 (E_i+E_{μ}) が出現する確率 P_i の確率分布が Boltzmann 分布に従うとしたとき、次式で表現される。なお k_B は Boltzmann 定数、 T は温度である。

$$P_i = \alpha \exp\left(-\frac{E_i}{k_B T}\right) \cdot \exp\left(-\frac{E_{\mu}}{V k_B T}\right) \quad (1)$$

同式は全表面エネルギー ($w_i dl$) の出現確率に相当するので、 $w_i \gg dl$ より溝幅 $w_i (=w_1+w_2)$ の出現確率として近似することが可能である。そこで、式(1)の右边を溝幅の項が含まれる形に展開する。

まず、溝幅 w_1 を出現させる摩擦エネルギー E_i を次式のようにおく。

$$E_i \propto \mu \sigma_i w_i dl \quad (2)$$

ただし μ は摩擦係数、 σ_i は式(7)で後述する押付け応力である。なお摩擦係数 μ は対数的速度依存性¹⁰⁾を考慮して次式とする。

$$\mu = \gamma \log v_i \quad (3)$$

ただし γ は摩擦係数 μ の速度依存性のない項で、 v_i は前出の平均値 V に局所的揺らぎを加味した走査速度である。式(2),(3)より摩擦エネルギー E_i は走査速度 v_i と比例関係にあるので、式(1)より走査速度が溝幅の出現確率 P_i に影響を及ぼすことが分かる。

さて、溝幅 w_2 を成長させる隣接エッジ部位($i+1$)からの伝播エネルギー E_{μ} は次式となる。

$$E_{\mu} \propto \frac{\gamma \log v_{i+1}}{V} \sigma_{i+1} w_{i+1} dl \quad (4)$$

ただし v_{i+1} , σ_{i+1} , $w_{l(i+1)}$ はそれぞれエッジ部位 ($i+1$) の走査速度, 押付け応力, 溝幅である. ここで簡単のため走査速度は $v_{i+1} = v_i = V$ とおく. また同一溝加工時では一定の押付け応力として $\sigma_{i+1} = \sigma_i$ とおき, エッジ部位 ($i+1$) の溝幅出現過程による隣接エッジへの影響は図 4 の実線矢印方向の伝播エネルギーのみであり, 非常にわずかであると考えて無視すると, 式 (4) は次式に変形される.

$$E_i \propto \frac{\gamma \log V}{V} \sigma_i dl \quad (5)$$

同式は E_μ を平均摩擦エネルギーで一定と考え, 走査速度が高くなると伝播エネルギー E_i が小さくなることを示している.

ここで, 式 (1) の温度 T は走査速度 v_i による変化は無視できるとし, さらに摩擦エネルギー E_i は溝幅 w_i のほとんどを占めるので $w_i \approx w_1$ と近似して式 (1) に式 (2), (3), (5) を代入すると, 溝エッジのチップング生成を支配する次式が得られる.

$$P_i = \alpha \exp(-c \gamma \log V \sigma_i w_i) \cdot \exp\left(-\frac{c \gamma \log V \sigma_i}{V}\right) \quad (6)$$

ただし c は $dl/k_B T$ に比例する定数で, γ は複数ナノシートの加工実験により求めるバイレイヤ間の影響が加味されたパラメータとなる.

さて, 同式中の押付け応力 σ_i は次式で与えられる.

$$\sigma_i = \frac{kW}{w_0 dl} \quad (7)$$

ただし k は定数, W は押付け力, w_0 は各押付け力における理論溝幅である. ここで加工時においてプローブとナノシートの接触面積は表面創生時に創生される面積と同様, 溝幅に依存するため, 接触は Hertz 接触に従うと仮定でき, w_0 を次式で求めることができる.

$$w_0 = \left(\frac{W}{W_0}\right)^{2/3} w'_0 \quad (8)$$

ただし W_0 は理論溝幅の下限 w'_0 となるときの押付け力である. 以後, w'_0 を下限溝幅と記述する. 上式を用いて式 (6) の溝幅 w_i を次式のように無次元化する.

$$w = \frac{w_i - w_0}{w_{\max} - w_0} = \frac{w_i - (W/W_0)^{2/3} w'_0}{w_{\max} - (W/W_0)^{2/3} w'_0} \quad (9)$$

ただし w_i は溝加工実験によって得られる実験パラメータであり, $w_{\max}$ は同実験で得られる最大溝幅である.

以上より, 溝生成過程の溝幅出現確率分布 P_i が得られるので, エッジチップング発生率 P は次式から求められる.

$$P = \int_{w_{\min}}^{w_{\max}} P_i dw \quad (10)$$

ただし $w_{\max}$, $w_{\min}$ はそれぞれ実験パラメータである溝幅 w_i の最大溝幅, 最小溝幅である. 式 (10) から求めた値と実験値を比較して, 理論式 (6) の有用性を検証することができる. 次章では, 実験パラメータである w_i と式 (3) の γ を計測し, 次いで理論式の有用性を検証する.

4. 実験パラメータの決定

4.1 溝幅の計測実験

溝幅 w_i を計測するための加工実験及び評価には AFM (島津製作所 SPM-9600) のコンタクトモードを用いて行った. 実験条件を表 1 に示す. プローブは単結晶 Si プローブ (Nanoworld 社製 FMR) であり, 同表に示されるプローブ先端半径, カンチレ

バのバネ乗数はメーカ解析値である. 実験時の走査速度は 10, 50, 200 nm/s の 3 通りを検討した. 前述したように, 得られた溝加工痕から図 5 に示すように最大溝幅 $w_{\max}$ と最小溝幅 $w_{\min}$ を 1 μm 以上の溝長さ内に計測した. なお, 計測は溝加工の開始直後と終端付近を避けた. これはプローブ先端をナノシート表面に, 押付ける - 離すといった動作によってエッジ損傷が生じることがあるためである.

図 6 に実験結果として得られた押付け力 W と各走査速度の最大溝幅 $w_{\max}$ と最小溝幅 $w_{\min}$ の関係を示す. 各走査速度におけるプロット点は計測した値を押付け力約 100 ~ 1000 nN の範囲で平均したものである. 最小二乗法による近似直線は計測したすべての点を用いて直接導出している. ただし, エラーバーの表記は図が煩雑となるため, 10 nm/s のプロット点のみとした. ここで最大溝幅 $w_{\max}$ と最小溝幅 $w_{\min}$ の差を溝加工痕粗さ Δw と定義する. 各走査速度における Δw を同図から評価すると, 10 nm/s の Δw は他の走査速度に比較して押付け力のほぼ全域で最も大きくなるのが分かる. また, 200 nm/s の Δw は 2500 nN までは小さいが, 押付け力に対する増加が大きいので, 3000 nN 辺りで 50 nm/s の Δw 値を超える. 面白いことに 50 nm/s の Δw は押付け力によらずほぼ一定であることが分かる.

4.2 摩擦係数の評価

次に AFM の加工力測定が可能な LFM モードを用いた加速実験から式 (3) の γ を評価する. なお, LFM モードの加工は測定の制約上, 面走査のポケット加工となるため溝加工とは加工様式が異なる. しかしながら得られる摩擦係数は同一と考えられるため使用した. 実験条件を表 2 に示す. 用いたプローブは前節と同一プローブ (FMR) であるが,

Table 1 Groove machining conditions

Probe material	Single crystal silicon
Tip radius	< 15 nm
Stiffness	1.9 ~ 3.7 N/m
Scanning speed V	10, 50, 200 nm/s
Machining load W	800 ~ 4000 nN

Fig.5 Evaluation of $w_{\min}$ and $w_{\max}$ on machined groove

Fig.6 Effect of scanning speeds on machined groove width w_i

Table 2 Machining conditions on LFM mode

Probe material	Single crystal silicon
Tip radius	< 15 nm
Stiffness	1.2 N/m
Scanning area	500 × 500 nm ²
Scanning speed V	1000 nm/s
Machining load W	300 ~ 1200 nN

Fig.7 Machining force on LFM mode

モードの制約上、同表に示すようにバネ乗数の低いものを用いた。さて、前述したようにポケット加工であるため 500 × 500 nm² の範囲を 512 往復で面走査している。その結果 512 回の往路と復路との間で加工力差が生じるので平均をとる必要がある。その平均を F_l とし、これを次式の加工痕深さ h で補正した F_μ から式(3)の γ を算出した。

$$F_\mu = \frac{F_l}{h} \quad (11)$$

なお h はポケット加工痕の 4 エッジから測定した深さの平均を用いた。

図 7 に押付け力 W と式(11)で導出された加工力 F_μ との関係を示す。同図の傾きより摩擦係数 μ が 0.193 と得られる。一方、加工実験では走査速度を 1000 nm/s としているので、式(3)より γ は約 0.03 と求めることができ、次章以降の解析では $\gamma = 0.03$ を用いた。

なお、図 7 を得るために行われた加工はバイレイヤ厚さ以上の厚さに渡る複数ナノシートの加工である。既報のバイレイヤ厚さ未満の加工⁷⁾と比べると、本報での摩擦係数は小さい。これはバイレイヤ間に挿入された水分子がプローブ先端とナノシート間で潤滑効果を及ぼした影響と考えられる。

5. 解析結果と実験結果との比較

5.1 数値解析手順

前章で決定した実験パラメータ w_i , γ を用いてエッジチップ発生率 P を計算する。まず式(6)の未定係数 σ_i , α を決定する。

σ_i の決定には、式(8)より基準となる下限溝幅 w_0^* と下限溝幅における押付け力 W_0 が求めることが必要となる。本報では、式(5)より加工時の走査速度が高速になると伝播エネルギーが小さくなるので、下限溝幅が得やすくなるとしている。しかしながら、高速になるにつれ式(3)より摩擦が大きくなるため、プローブが振動して溝生成が不安定となる。そこで、ここでは走査速度中、最も速い 200 nm/s を安定な溝生成が可能となる上限の速度として用いた。さて、同速度の実験結果はバイレイヤ未満の場合において既に報告している⁷⁾。既報によれば、押付け力 650 nN で $w_0^* = 25$ nm が得ら

Fig.8 Evaluation of edge chipping along machined groove

れている。しかしながら、複数ナノシートを加工する場合は押付け力 1000 nN 以上を必要とする⁷⁾ので、本報では $W_0 = 1000$ nN, $w_0^* = 25$ nm とし式(7),(8)より σ_i を決定する。なお $w_0^* = 25$ nm と押付け力 650 nN を用いて、式(8)から 1000 nN の理論溝幅 w_0 を算出すると約 30 nm になり、差が 5 nm ほど生じるが、その差は無視した。

式(6)の α は、同式を $w_0 \leq w_i \leq w_{\max}$ の区間で積分して確率が 95 % となるよう決定した。ただし積分区間の上端の最大溝幅 $w_{\max}$ は図 6 の近似直線で与える。

以上より未定係数 σ_i , α が決定されるので、定数 c , k が決まれば、式(10)を用いてエッジチップ発生率 P が計算可能となる。 P を求める場合、積分区間の下端となる最小溝幅 $w_{\min}$ が必要となるが、前述した $w_{\max}$ と同様、図 6 に示した近似直線で与えることができる。

5.2 実験結果からの導出

エッジチップ発生率 p を実験で得られた溝加工痕から評価する。評価方法は図 8 に示すようにエッジ長手方向（走査方向）のチップ長さ L_n^{chipping} を 1 μm 以上の溝長さ内にて計測し、溝長さ L^{total} を用いて次式¹¹⁾から求めた。

$$p = \frac{\sum_{n=1}^{\text{all}} L_n^{\text{chipping}}}{L^{\text{total}}} \quad (12)$$

ただし同式は両エッジのうち、エネルギー散逸の影響が大きい、エッジチップの多く発生した品質の悪い方を用いて評価した。

5.3 解析結果と実験結果の比較

図 9(a)~(c)は各走査速度で解析結果のエッジチップ発生率 P と、実験結果から求めたエッジチップ発生率 p の比較である。同図において、黒丸で示す実験結果 p のプロット点は評価した値を押付け力約 100 ~ 1000 nN 範囲で平均した値であり、エラーバー内に評価した値が存在する。一方、数値解析のために図 9 の各走査速度において破線で示す 1000 nN 近傍の実験結果と一致するように、式(6),(7)の定数 c , k を決定した。その結果 $c = 5$, $k = 0.4$ となったので、同値を用いて 1000 ~ 4000 nN の解析結果 P を求めた。これを白丸のプロット点で示す。図中の白丸のプロット点は 1000 nN 以降も実験結果 p のプロット点のエラーバー内に収まることから、 p と良く一致していることが分かる。以上から第 3.2 節で提案した理論式(6)は有用であると判断された。

6. 高精度溝となる最適走査速度の導出

前章にて有用であると判断された式(6),(10)を用いて、エッジチップ発生率 P が低い、高精度溝となる最適走査速度を導出する。走査速度の検討範囲は 10 ~ 200 nm/s とした。また、この速度間の最小溝幅 $w_{\min}$ と最大溝幅 $w_{\max}$ は

Fig.9 Comparison of experimental data and calculation on various speeds

前述したように図 6 の実験値の近似直線から求めた。

図 10 に各走査速度で計算したエッジチップング発生率 P のダイアグラムを示す。最適条件は P の最低値である。ところが、同図の走査速度 $70 \sim 140 \text{ nm/s}$ で押付け力 3300 nN 以上の領域は P が極めて低くなるが、実際の実験ではプローブ先端損傷が起きやすくなり高精度溝加工とならない。この点は本解析では考慮していない点であるが、実加工を対象としたいので押付け力 2000 nN 以下で検討する。このとき、上述した $70 \sim 140 \text{ nm/s}$ の速度範囲で 2000 nN 以下の領域で P が低い、高精度溝加工となる最適な走査速度範囲が存在する。これは第 2.2 節で述べた図 3(b) の走査速度 50 nm/s で得られたシャープな高精度溝加工結果を良く説明する。また同図(a)の走査速度 10 nm/s ではエッジチップングが多い溝となっていたことも図 10 のダイアグラムから読みとれる。以上のことから、本論文で提案した理論式及びダイアグラムの有用性が示される。

Fig.10 Diagram of edge generation probability P between scanning speed V and machining load W

7. 結 言

- (1) 溝加工のメカニズムについて、加工時のエネルギーバランスから溝生成過程の溝幅出現確率を Boltzmann 分布でおき理論式を提案した。これに基づく解析から、エッジチップング発生率を求めた。
- (2) 同解析結果はパイレイヤ厚さ以上の溝加工の実験結果と良く一致したので、上述の理論式は有用であると判断された。
- (3) 理論式を用いて、エッジチップング発生率の低くなる、高精度溝加工の最適加工条件は走査速度 $70 \sim 140 \text{ nm/s}$ であることが分かった。
- (4) 事実、最適加工条件近傍である走査速度 50 nm/s で、高精度なパイレイヤ厚さ以上の溝加工が達成された。

謝 辞

本研究の加工実験で用いたニオブ酸カリウムをご提供していただきました東京大学 堂免一成教授に深く感謝いたします。

参 考 文 献

- 1) 左光大和: AFM による原子スケール加工法の研究, 精密工学会誌, **61**, 8 (1995) 1121.
- 2) 三宅正二郎, 大竹利明, 浅野正志: 原子間力顕微鏡によるマイカの 1 nm 深さの標準スケールの形成, 精密工学会誌, **65**, 4 (1999) 570.
- 3) 芦田極, 森田昇, 吉田嘉太郎: 摩擦力顕微鏡を用いた極微小な機械加工の研究(第 1 報, FFM 一体加工評価装置の試作), 日本機械学会論文集, **64**, 626, C (1998) 4072.
- 4) 芦田極, 高野登, 森田昇, 岡崎祐一: 走査型電子顕微鏡によるナノスケール切削加工のリアルタイム観察, 2006 年度精密工学会秋季学術講演会講演論文集, (2006) 919.
- 5) 坂井高雅, 出村和哉, 新藤斎, 井原透: ナノシートの AFM プローブによる機械的微細除去加工—ナノ除去加工における高精度化—, 精密工学会誌, **73**, 7 (2007) 800.
- 6) 出村和哉, 坂井高雅, 新藤斎, 井原透: $\text{K}_4\text{Nb}_6\text{O}_{17} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ ナノ機械加工における加工屑生成機構の解析, 2006 年度精密工学会秋季学術講演会講演論文集, (2006) 913.
- 7) 坂井高雅, 川上嘉輝, 出村和哉, 井原透: ナノシートの AFM プローブによる機械的微細除去加工(第 2 報)—高精度溝加工機構と最適加工条件の検討—, 精密工学会誌, **74**, 6 (2008) 611.
- 8) たとえば, 早川美徳: 衝撃破壊の統計則, 科学, **66**, 12 (1996) 845.
- 9) N. Miyamoto, H. Yamamoto, R. Kaito, K. Kuroda: Formation of extraordinarily large nanosheets from $\text{K}_4\text{Nb}_6\text{O}_{17}$ crystals, Chem. Comm., **14**, 18 (2002) 2378.
- 10) F. Heslot, T. Baumberger, B. Perrin: Creep, stick-slip, and dry friction dynamics, Phys. Rev. **E49** (1994) 4973.
- 11) 吉野雅彦, 青木隆幸, 杉島泰介, 白樫高洋: 高静水圧環境下における高ぜい材料の引っかかり加工試験, 精密工学会誌, **65**, 10 (1999) 1480.