1116 接触部形状と液架橋力の関係

Relation between contact geometry and capillary force

○正 安藤 泰久 (産総研)

Yasuhisa ANDO, National Institute of Advanced Industrial Science and Technology, Namiki 1-2-1, Tsukuba, Ibaraki

The effect of condensed water on pull-off forces under high vacuum (HV) and 0 to 83 % relative humidity (RH) N_2 atmospheric conditions was evaluated using atomic force microscopy (AFM). The pull-off force was measured between a flat silicon substrate and a flat nickel probe on an AFM cantilever. The flat nickel probe was fabricated by friction-induced wear. Measurement results showed that, with increasing contact time, the pull-off force increased in HV, but decreased in humid 62 and 83 %RH N_2 . The pull-off force in HV was lower than that in humid N_2 when the contact time was less than 10 s, but was higher when the contact time was longer than 30 s. Estimated adhesion force based on the Laplace pressure from the contact geometry agreed reasonably well with the measured pull-off force.

Keywords: pull-off force, atomic force microscopy, contact time, relative humidity, focused ion beam

1. はじめに

垂直荷重が低くなると、表面間に作用する凝着力が摩擦に影響を与えるようになる。そのような凝着力の原因として、ファンデルワールス力や水の表面張力を挙げることができる。前者は、ナノメートルスケールの表面粗さによって大きく減少するのにに対し、後者は水の架橋の高さよりも小さな表面粗さの影響を受けない。したがって、金属などの親水性の表面を有する材料が大気中で摩擦されるとき、そこに作用する凝着力は、主に凝縮した水の表面張力によって生じると考えられる。

凝縮水のように架橋周囲のメニスカス半径が小さい場合、凝着力に対する表面張力の作用は、(表面張力/メニスカスの曲率半径)で求められるラプラス圧力¹⁾が支配的となる。球面と平面が接触する場合は、湿度が増加して、水の架橋のサイズが大きくなっても、メニスカスの曲率半径の増加にともないラプラス圧力が低下するために、両者が打ち消し合って凝着力は増加しない。しかし、例えば表面粗さの突起の先端がつぶれて接触しているときには、相対湿度が増加したときに、水の架橋の面積の増加よりも、ラプラス圧力低下の影響が大きくなり、凝着力が低下することが予想される。

そこで、本研究では、シリコンに対して、AFM(atomic force microscope)に取り付けたニッケルプローブを接触させ、ニッケルプローブの接触部が平坦形状のとき、接触面に作用する凝着力について検討を行った。雰囲気、接触時間を変えて引離し力を測定した結果を報告する。

2. 実験方法

2.1 ニッケルプローブカンチレバーの作製

先端にニッケル製のプローブを取り付けた AFM カンチレバーは、以下に述べる手順で準備した。まず、市販のシリコン製カンチレバー (長さ $450\mu\text{m}$ 、バネ定数 1.9N/m) から、その先端にあるシリコンプローブを FIB によって切断した。次に、シリコンプローブが有った位置に、直

径 $10\mu\text{m}$ のニッケル球を接着剤で固定した。最後に、接触部を特定してその形状が調べられるように、FIB を用いて、ニッケル球の一部をピラミッド状に加工した。測定に用いたカンチレバーの SEM (scanning electron microscopy) を Fig.1 に示す。

Fig.1 SEM image of silicon cantilever with nickel probe

Fig.2 AFM images of flat part on the nickel probe.

ニッケルプローブカンチレバーは、引離し力測定に先だって、シリコン基板に対して約100nNの荷重で押しつけて、面走査を行った。その結果、ピラミッド状に加工したニッケルプローブの先端に、Fig.2aに示すような平坦面が形成された。平坦面の二乗平方根粗さ (R_q) は、0.15nmである。

2.2 引離し力の測定方法

環境制御型 AFM (SII ナノテクノロジー社 SPA-300HV) を用いて、引離し力の測定を行った。この AFM は、ターボ分子ポンプとロータリースクロールポンプを組み合わせ、測定試料室の真空排気を行い、約 1×10^{-5} Pa の最高到達真空度が得られる。プレート型のサンプルをピエゾチュウブスキャナ上に固定するようになっており、サンプル台はヒーターが組み込まれている。カンチレバーの変位は光てこによって検出される。変位検出のためのレーザ光学系は、真空容器の外に設置されている。

引離し力の測定は、シリコンウェーハ (111) 上で行った。シリコンウェーハは、AFM のサンプル台の中心からややずらした位置に取り付け、その横にはプローブ形状校正用のグレーティング (μ masch TGT01) を配置した。2.1で述べた方法で、ニッケルプローブに平坦面を形成した後、グレーティングで形状を確認して、そのまま引離し力測定を行った。測定パラメータは接触時間、および、真空中、乾燥/湿潤窒素中で雰囲気の影響も調べた。真空中では、基板の温度を100℃にして測定も行った。

3. 実験結果および考察

Fig.3 に接触時間と引離し力の関係を示す。真空中の測定では、接触時間の増加とともに引離し力は単調に増加している。Si 基板温度が 100℃ のときは、室温と比較して2~4割ほど引離し力が低くなっている。湿度雰囲気中の引離し力を見ると、最も湿度が高い 83% のときには、接触時間の増加とともに引離し力は単調に減少している。相対湿度が 62% の時には、わずかながら増加し、接触時間が 0.2s を過ぎると減少している。また、接触時間が 100s を超えると、真空中の方が 62% または 83% の湿度雰囲気中より高い引離し力を示している。

一連の引離し力測定を行った後に、ニッケルプローブの先端を AFM で再び観察して、引離し力測定前と形状がほぼ同じであることを確認した。引離し力測定中は、面走査を行っていないが、ニッケルプローブを Si 基板に押しつけるときに、わずかな滑りが発生する。しかし、この程度の滑りであれば、ニッケルプローブが摩耗したり、さらに塑性変形をしたりすることは無かったようである。したがって、常に同一の接触部形状によって、引離し力の測定を行っていたことになる。

Fig.4 に示す点線は、水の架橋が形成されているときに、架橋に覆われている部分の面積 A_c が、架橋の成長 (メニスカスの高さ h_m) とともにどのような大きさになるかを、ニッケルプローブの形状 (AFM 像) から計算した結果を示している。また、同図には A_c とラプラス圧力から計算した凝着力 F_w も併せて示している。凝着力の計算結果は、水の接触角 (θ_1 と θ_2) によっても変化する。この実験では、接触角が未知なため、3通りの接触角を仮定して凝着力を計算している。絶対値としては、75° の接触角を仮定したときに、実験結果と比較的良好に一致している。 h_m が 1nm

のときと 6nm のときを比較すると、1nm のときの方が、 F_w が大きく、真空中で湿度が高い時よりも大きな引離し力が測定された結果を説明できる。

Fig.3 Relation between pull-off force and contact time

Fig.4 Adhesion force calculated from contact geometry

6. まとめ

ニッケルプローブをシリコンに押しつけ摩耗させることで、平面同士の接触形状を実現し、真空中、湿度雰囲気中で引離し力を測定した。その結果、相対湿度 (真空雰囲気) により、引離し力と接触時間の関係が異なることが明らかになった。また、平面が接触するときには、ラプラス圧力が相対湿度の低下とともに大きくなるため、水の架橋の大きさが小さくともラプラス圧力の増加がそれを上回り、引離し力が大きくなることを確認した。

参考文献

- 1) Orr, F. M, et al. : J. Fluid Mech. 67, (1975) p.723.