マイクロ構造における表面間力の測定と表面間力の低減

土谷 茂樹*・鈴木 清光**・嶋田 智**
三木 政之**・松本 昌大**・倉垣 智**

Measurement of the Surface Force in Micro Structures and Its Reduction

Shigeki TSUCHITANI*, Seiko SUZUKI**, Satoshi SHIMADA**
Masayuki MIKI**, Masahiro MATSUMOTO** and Satoru KURAGAKI**

In microstructures such as microsensors and microactuators, a small surface force can occur between two contacting surfaces which affects operations. Therefore, it is very important to clarify the generation mechanism of this surface force and to find a way to decrease it in the devices.

In this study, a microstructure used in evaluating surface force was fabricated by a silicon micromachining technique. This device has a movable plate supported by cantilever beams and two opposing electrodes positioned above and below the movable plate. The surface force acting at the contact area of the movable plate and the opposing electrodes was evaluated as follows: The movable plate made contact with one of the electrodes when an electrostatic force was applied. Then another electrostatic force was applied to remove the movable plate by applying a voltage between it and the other electrode. The surface force was calculated from the voltage needed to separate them. This method was applied to measure the surface force under various conditions in which the amount of water adsorbed on the surface was different.

It was confirmed that the surface force could be lowered by such measures as thermal treatment at about 200°C and hydrophobic treatment of the surface, which decreased the amount of water adsorbed on the surface from the atmosphere. This meant that interaction between the water molecules adsorbed on the surface was one of the main causes of the surface force.

Another way to lower surface force was to make the contact area of the movable plate and the electrodes smaller. For example, pyramid type stoppers, formed on the movable plate, were very effective to decrease the surface force.

Key Words: microstructure, microsensor, microactuator, surface force, sticking force, water adsorption

1. 緒 言

近年、半導体の微細加工技術を用いて微小な構造体を作り、これをセンサやアクチュエータに応用しようという試みが盛んに行われている。

このようなマイクロ構造では、従来のマクロな構造に比べて質量に対する表面積の割合が大きくなるため、マ

クロな構造体では問題にならなかった表面同士の間働く微小な表面間力が重要な役割を演じることが報告されている。たとえば、基板上に形成した微小なモータでは回転子と基板との間の表面間力に起因する摩擦力は回転子の最大回転速度を決定するなどその動作に大きな影響を及ぼす^{1),2)}。また、梁あるいはダイヤフラムを有する微小素子では、製作時あるいは動作時、梁またはダイヤフラムと対向基板とが接触した際表面間力によって両者が付着したまま動作しなくなる場合がある^{3),4)}。そこで、このような表面間力が発生するメカニズムを解明し、表面間力を低減する対策を施すことがこれらのデバイスを実用化する上で重要な課題となっている。

本論文では、表面間力の評価用としてシリコンからな

* (株)日立製作所知的所有権本部 日立市幸町 1-20-2

** (株)日立製作所日立研究所 日立市大みか町 7-1-1

* Intellectual Property Office, Hitachi, Ltd., Hitachi

** Hitachi Research Laboratory, Hitachi, Ltd., Hitachi
(Received March 17, 1993)

(Revised June 3, 1993)

るカンチレバーによって支持された可動部とこれと対向する対向電極とを有するサンプルを作成し、可動部と対向電極とが接触した際に働く表面間力を可動部に静電気力を加えて評価する方法について述べ、この評価方法を各種条件、特に雰囲気中に含まれる水分の素子表面への吸着量が異なるような条件のもとでの表面間力の測定に応用した結果を述べる。さらに、この結果をもとに表面間力発生メカニズムについて議論する。最後に、マイクロ構造の接触領域に働く表面間力を低減する方法とし、接触部分の形状を微小化して接触面積を低減することが非常に有効であることを述べる。

2. 各種表面間力

マイクロセンサやマイクロアクチュエータと同じく微小な物体、たとえば粉体などの微小な粒子同士に働く表面間力としては、つぎの三つの力が最も基本的であるとされている⁹⁾。

- (a) 静電引力
- (b) ファン・デル・ワールス力
- (c) 液架橋力

静電引力は、二つの異なる物質が接近したとき、互いの仕事関数の違いによって電子の移動が起こることによって生じる。絶縁体同士の場合には十分な電子の移動が期待できず、表面から内部へかけて相当程度の電子の蓄積が起こり、これが空間電荷層を形成すると同時に、表面に過剰電荷を帯びさせることになり、この過剰電荷によるクーロン力によって付着力が働く。

ファン・デル・ワールス力は、もともと分子(または原子)間に作用する力であるが、粒子と粒子、粒子と壁などマクロな二物体がごく接近したときにも生じる電磁気的力で、主に二物体の電子の運動に依存する。ファン・デル・ワールス力は雰囲気や環境条件の影響をほとんど受けないといわれている。

また、液架橋力は、二物体の近接部に液体が付着し、面と面との間に架橋現象を生じたとき、表面張力および毛管負圧によって発生するものである。大気中では液架橋は主として大気中に多量に含まれる水分の吸着によって形成される。しかし、最近の研究では、雰囲気中の湿度の増加による表面への水分の吸着はほとんど無視しうる量であって、たとえば2個の球体同士の場合、近接部への凹レンズ状の架橋状態は考えられないにもかかわらず、付着力が大幅に増大する傾向が示されている。したがって、実際には吸着層の作用として考えていかなければならないとされている。

Sheeper ら⁹⁾は Si_3N_4 からなるカンチレバーを用いた実験により、微小構造体において付着を引き起こす原因

となる表面間力は表面に吸着した水分子同士に働く引力によるとした。 SiO_2 または Si_3N_4 を水蒸気を含む通常の大気中に放置すると表面に水分子が吸着される。最表面には化学吸着された水によって水酸基($-\text{OH}$)が形成され、さらにその上に別の水分子が水素結合によって物理吸着される。表面に水分子の吸着層を有する二つ構造体が互いに接触すると、水分子同士の間に働く水素結合力によって表面間力が発生するとしている。

一般に、通常の金属を大気中に放置するとその表面には酸化層が形成され、さらにそこに水分子が化学吸着されて表面に水酸基が形成されるため、表面は親水性となる。

物質表面への水の吸着は BET の吸着理論によって記述され、全表面のうち単分子層によって覆われる表面の割合 R_c は次式で表わされる。

$$R_c = \frac{Ch}{1 + (C-1)h} \quad (1)$$

ここで、 h は相対湿度、 C は無次元の定数である。したがって、相対湿度 h を低減することにより水分子の吸着量を低下させることができる。

3. 表面間力の評価方法

3.1 サンプルの作成

Fig. 1 に表面間力の評価に使用したサンプルの断面構造を示す。単結晶シリコン基板の異方性エッチングを行い、カンチレバーとその先端に設けた四角い平板状の可動部(長さ 1.3 mm、幅 1.8 mm、厚さ 0.2 mm)を形成した。一方、可動部の上下には微小な空隙(約 3 μm)を隔てて絶縁基板上にモリブデン薄膜の対向電極を形成した。図示していないが、サンプルの内部は外部と通じており、通常可動部および対向電極はサンプル外部と同じ雰囲気置かれる。

可動部の過大変位時に対向電極と直接電氣的に接触することがないように、可動部の対向電極と対向した面の四隅には SiO_2 からなるストッパを形成した。したがって、可動部と対向電極とはストッパを介して接触することになる。平面形状が 150 μm 角、20 μm 角、10 μm 角および

Fig. 1 Microstructure to evaluate surface force

5 μm 角, 高さがそれぞれ 0.4 μm の 4 種類のストッパを有するサンプルについて評価を行った. Fig. 2~Fig. 4 に (a) 20 μm 角, (b) 10 μm 角および (c) 5 μm 角の

Fig. 2 SME photograph of a stopper (a) formed on the movable plate

Fig. 3 SME photograph of a stopper (b) formed on the movable plate

Fig. 4 SME photograph of a stopper (c) formed on the movable plate

3 種類ストッパの SEM 写真を示す. ストッパ (a) および (b) の上部には平坦な部分が存在し, 台形状となっている. またストッパ (c) の上部には平坦な部分はなくピラミッド状となっており, ストッパ (a), (b) に比べて頂上部の面積は十分小さい.

3.2 表面間力の評価方法

Fig. 5 は, 上述のサンプルを使用し, 可動部と対向電極とがストッパを介して接触した場合のストッパと対向電極との表面間力を評価した評価回路のブロック図を示す. そして表面間力をつぎの方法で求めた.

- 1) 中央の可動部と下側対向電極との間に電圧を印加 (たとえば, 5 V, 5 s) し, 静電気力によってストッパと下側対向電極とを強制的に接触させる. 電圧を解除すると, カンチレバーの復元力に比べて表面間力のほうが大きければ接触状態は維持され, 付着する.
- 2) 付着した場合, 可動部と上側対向電極との間に 0 V から増加するランプ状の電圧を印加し, 可動部と下側対向電極との付着状態を解除させようとする静電気力を可動部に印加する. ただし, 可動部に働く重力の対向電極と直角方向の成分がゼロとなるようサンプルを垂直に立てた状態で評価した. そして付着が解除する瞬間の電圧 V_r から以下に述べる計算によって表面間力を求める. 付着が解除したか否かは可動部と上側対向電極との間の静電容量の変化から判断する. すなわち, 付着が解除した瞬間, 静電気力およびカンチレバーの復元力によって可動部が下側対向電極から急に離れるため, 両者の距離に依存する静電容量が電圧に対してステップ状に増加する.

以上のように, 可動部をいったん対向電極に付着させて表面間力の測定を行うので, 特にカンチレバーの復元力 (1.6×10^{-5} N) に比べて表面間力のほうが大きなサンプルを用いて測定を行った.

つぎに, 付着が解除する電圧 V_r から表面間力 F を求める方法を Fig. 6 を用いて説明する.

表面間力が比較的小さい場合, 可動部と対向電極との付着は Fig. 6 に示すように可動部の先端のストッパでのみ発生する. 可動部の四隅に設けたストッパの全てを対向電極と接触させるには, 先端部のみを接触させた場

Fig. 5 Block diagram of the circuit to evaluate surface force

Fig. 6 Schematic for the calculation method of surface force

合に比べてより大きなカンチレバーの復元力に打ち勝つだけの表面間力が必要となる。Fig. 6 に示すように、可動部の中央に上向きに f_e 以上の力を加えた時付着が解除するとすると、材料力学における梁のたわみの計算から、可動部先端のストッパと対向電極との表面間力 F は次式で与えられる。

$$F = \frac{Ebh^3y_1 + l(4l^2 + 9lL + 6L^2)f_e}{4l(l^2 + 3lL + 3L^2)} \quad (2)$$

ただし、可動部やカンチレバーに働く重力の影響を無視した。ここで、 E は単結晶シリコンのヤング率 (1.1×10^{11} N/m²)、 b, h, l はそれぞれカンチレバー幅、厚み、長さ、 y_1 は可動部先端のストッパの変位量、 L は可動部の長さである。また付着解除時におけるカンチレバー側ストッパの変位量 y_2 は次式で表わされる。

$$y_2 = \frac{\{4(F - f_e)l + 3(2F - f_e)L\}l^2}{Ebh^3} \quad (3)$$

一方、可動部に印加される外力 f_e は可動部と上側対向電極との間に電圧を印加して静電気力によって与えられる。電圧 V_r で付着が解除したとすると、このときの可動部と上側対向電極との静電気力 f_e は簡単な電磁気学の計算から次式で与えられる。

$$f_e = -\frac{\epsilon_0 SV_r^2}{2d_1 d_2} = -\frac{\epsilon_0 SV_r^2}{2\{d_0^2 + (y_1 + y_2)d_0 + y_1 y_2\}} \quad (4)$$

ここで、 S は可動部と対向電極との対向部の面積、 d_0 は可動部の変位がない状態での可動部と上下の対向電極との間の空隙の大きさ、 d_1, d_2 はそれぞれ可動部の付着解除時における可動部の先端部分およびカンチレバー側の部分と上側対向電極との間の距離、 ϵ_0 は真空の誘電率である。静電気力 f_e が Fig. 6 に示すように可動部の中央に働くものと近似すると、(2)式～(4)式は F, f_e, y_2 を未知数とする連立方程式となり、これを解くことによって表面間力 F を求めることができる。

4. 実験結果とその検討

今回の実験では、特に雰囲気湿度や水分の吸着によ

Fig. 7 Surface force vs. relative humidity

る表面間力への影響を評価した。

まず最初に表面間力に及ぼす湿度の影響を調べた。Fig. 7 は、上述のサンプルを室内雰囲気および低湿状態で放置したときの表面間力を比較した結果である。サンプルをステムに装着してパイプ付きのキャップを接着し、パイプを真空ポンプにつないでステム内部を減圧しながら Fig. 5 に示した方法で表面間力を測定した。サンプル内部の可動部および対向電極はステム内部と同じ湿度状態に保たれる。最初に室内雰囲気(相対湿度約 50% RH)で表面間力の測定を行い、つぎに減圧雰囲気 (6.7×10^3 Pa, 相対湿度約 3% RH) に約 1 時間放置した後測定を行い、さらに再び室内雰囲気に戻して測定を行った。この実験では 150 μ m 角のストッパ付きサンプルを使用した。

50%RH で最も表面間力が大きいサンプル A では 3% RH で力は約 1/4 に減少し、さらに 50%RH に戻すと表面間力はほぼ元の値に復帰している。一方、ほかの 4 個のサンプル B, C, D, E では 50%RH と 3%RH での表面間力の変化はサンプル A の場合に比べてずっと小さい。

ところで SiO₂ 表面に化学吸着した水は約 200°C まで脱離されないが、その上に吸着した物理吸着水は 200°C 以下の温度で加熱することによって除去することができるといわれている。そこで、サンプルの加熱処理による表面間力への影響を調べた。まず実験室雰囲気での表面間力の測定を行った後、サンプルを 180°C で 90 時間加熱し、その後サンプルを外界の雰囲気から遮断して水蒸気が侵入しないようにし、室温まで冷却して再び表面間力の測定を行った。この実験でも 150 μ m 角のストッパ付きサンプルを使用した。

実験結果を Fig. 8 に示す。ただし、表面間力がカンチレバーの復元力より小さいサンプルについては表面間力の大きさの範囲を棒線で示した。加熱処理を実施した後

Fig. 8 Surface force before and after thermal treatment (180°C, 90 h)

では全てのサンプルで表面間力が減少しており、付着が発生しなくなったサンプルも 1 個ある。特に、加熱処理前の表面間力が 10^{-4} N 以上の比較的大きなサンプルのほうが表面間力がより小さなサンプルに比べて力の減少率が大きい傾向がみられる。そして加熱処理後には全てのサンプルで表面間力が 4×10^{-5} N 以下となっている。

つぎに、サンプルの表面に化学的な疎水化処理を行い、表面間力への影響を評価した。疎水化処理によって表面への水分子の吸着を防止することができる。表面処理には半導体素子の製作時によく使用される HMDS (hexamethyldisilazane) を使用した。この化学処理により、 SiO_2 ストップ表面または対向電極表面に水分子が化学吸着することによって形成される親水性の $-\text{OH}$ 基は疎水性の $-\text{O}-\text{Si}(\text{CH}_3)_3$ 基によって置換される。温度 150°C に加熱したサンプルを HMDS の蒸気を充満させた雰囲気中に放置し、HMDS 処理を行った。実験には $150\ \mu\text{m}$ 角のストップを有するサンプルを使用した。

Fig. 9 は、HMDS による疎水化処理を行う前後での表面間力および処理後 5 日間大気中に放置した後の表面間力の測定結果を示す。処理直後、10 個のサンプルのうち 9 個のサンプルで表面間力が減少し、うち 3 個で付着が発生しなくなっている。処理後さらに大気中に 5 日間放置すると 4 個のサンプルで表面間力が再び増加している。これは、新たな水分子の化学吸着によって $-\text{OH}$ 基が形成され、ここに水分子の物理吸着が起こったためではないかと考えられる。

以上のように素子表面への水分子の吸着を抑える各種処理を施すことによって表面間力を低減できることを定量的に確認でき、表面への吸着水が表面間力に大きな寄与をしていることがわかった。吸着水による表面間力の発生はおそらく Scheeper⁴⁾ がいうように物理吸着水同士の間(働く力(水素結合))によるものと考えられる。特にもともと表面間力が大きいサンプルでは湿度の

Fig. 9 Surface force before and after HMDS treatment

低減や加熱処理による表面間力の低下が大きく、吸着水に起因する力が静電気力やファン・デル・ワールス力などほかのメカニズムによる力と比べて寄与が大きいものと推定される。

Fig. 7 に示す減湿による表面間力の変化では、5 個のサンプルのうち 4 個で表面間力の変化は小さかった。このことから、単に湿度を数%RH 程度まで減少させるだけでは表面間力の低減効果は不十分で、サンプルを長時間高温加熱するなど表面の物理吸着水を十分除去するか、あるいは表面の疎水化処理などによって水分子の物理吸着を防止しなければ十分な表面間力の低減は起こり得ないものと考えられる。

ただし、上述の加熱処理や疎水化処理によっても全てのサンプルで表面間力を十分に低減(カンチレバーの復元力より小さく)することはできなかった。これは、これらの処理がまだ不十分であったか、あるいはほかのメカニズムによる力が寄与しているためではないかと考えられる。

以上の実験結果ではサンプルによって表面間力に大きなばらつきが見られる。これは、後述のように表面間力には接触部表面のミクロな形状や粗度などが大きな影響を及ぼし、これらが各サンプルで異なっているためであると考えられる。

5. 表面間力の低減

本章では、マイクロ構造における表面間力の低減方法について述べる。

粉体工学の分野では、粒子間の表面間力に関して得られている重要な知見の一つは、「一般に物質の種類による表面間力の差よりも粒子の形状や表面の粗度などの影響のほうが大きい⁹⁾」ということである。全表面間力 F は単位面積当りの表面間力 f と接触面積 S との積に等しく、粒子の形状や表面の粗度は接触面積 S に影響を及ぼす

Fig. 10 Stopper size dependence of sticking rate

ものであるということがいえる。

したがって、マイクロ構造における表面間力を低減する方法を大きく分けるとつぎの二つが考えられる。

- (a) 表面間力発生のおおきな原因と考えられる物理吸着水を十分低減する構造とすること,あるいは材料を用いること。
- (b) 接触面積を十分低減できるような接触部の形状,あるいは表面粗さとすること。

今回,上記(b)の方法に関連し,接触部すなわち SiO_2 ストップパの形状,特にストップパの大きさが表面間力に与える影響を調べた。

第2章で述べた平面形状が $20\text{ }\mu\text{m}$ 角, $10\text{ }\mu\text{m}$ 角および $5\text{ }\mu\text{m}$ の3種類のストップパを設けたサンプルについて評価,比較を行った。全評価サンプルのうちカンチレバーの復元力より大きな表面間力を有するサンプルの割合を付着率(Sticking Rate)と定義し,ストップパの寸法(1辺の長さ)との関係をまとめた結果を Fig. 10 に示す。 $20\text{ }\mu\text{m}$ 角のストップパ付きサンプルの付着率を1とし,ほかのサンプルの付着率をこれに対する相対値で表わした。評価サンプル数は各30個である。 $5\text{ }\mu\text{m}$ 角のストップパ付きサンプルでは付着率はゼロであり, $20\text{ }\mu\text{m}$ 角および $10\text{ }\mu\text{m}$ 角のストップパ付きサンプルに比べて表面間力は十分小さい。これは, Fig. 2~Fig. 4 からわかるように $20\text{ }\mu\text{m}$ 角および $10\text{ }\mu\text{m}$ 角のストップパは上面に平坦な部分があつて台形状であるのに対し, $5\text{ }\mu\text{m}$ 角のストップパはピラミッド状であるという大きな形状の相違に関係しているものと考えられる。すなわち,前者ではストップパと電極との接触はストップパの最前部で起こり,線接触であるのに対し,後者ではピラミッドの頂上部で接触が起こるため前者に比べて接触面積 S が著しく小さく,その結果全表面間力 F が非常に小さくなるものと考えられる。以上のように,接触部の形状はマイクロ構造における表面間力の大きさに著しい影響を与えることがわかつた。

6. 結 言

本論文の特徴を要約するとつぎのようである。

- (1) 単結晶シリコンを加工して作つたカンチレバーによって支持された可動部と,これと微小な空隙を隔てて形成した対向電極を有する表面間力測定用のマイクロ構造を作成し,可動部と対向電極との間に電圧を加えて静電気力によって表面間力を評価する方法を考案した。
- (2) 上記の評価方法によって各種条件での表面間力を測定し,素子表面に物理吸着した水分子同士の間にく引力が表面間力に大きな寄与をすることを確認した。
- (3) 素子の高温加熱処理(約 180°C)や素子表面の疎水化処理などによって表面への物理吸着水の量を低減することにより表面間力を低減できることがわかつた。
- (4) 接触部表面の形状,特に接触面積の大きさが表面間力に大きな影響を及ぼすことが確認できた。たとえば,接触面積を非常に小さくできるピラミッド状のストップパを設けることにより表面間力を大きく低減できた。

参 考 文 献

- 1) Y. Tai and R. S. Muller: Frictional Study of IC-processed Micromotors, Sensors and Actuators, **A21-A23**, 180/183 (1990)
- 2) M. Mehregany, S. M. Phillips, E. T. Hsu and J. H. Lang: Operation of Harmonic Side-Drive Micromotors Studied through Gear Ratio Measurements, Technical Digest, 6th Int. Conf. Solid-State Sensors and Actuators, 59/62 (San Francisco, CA, June 1991)
- 3) H. Guckel, J. J. Sniegowski, T. R. Christenson, S. Mohny and T. F. Kelly: Fabrication of Micromechanical Devices from Polysilicon Film with Smooth Surfaces, Sensors and Actuators, **20**, 117/122 (1989)
- 4) P. R. Scheeper, J. A. Voorthuyzen and P. Bergveld: Surface Forces in Micromachined Structures, Proc. Micromechanics Europe '90, 47/52 (Berlin, November 1990)
- 5) 奥山, 増田, 東谷, 近沢, 金澤: 2 粒子間相互作用, 粉体工学会誌, **22**, 7, 451/475 (1985)
- 6) 神保元二: 1 個の粒子としての粉体の付着力測定法の比較検討, 材料, **16**, 164, 9/15 (1967)

[著 者 紹 介]

土 谷 茂 樹 (正会員)

1979 年, 大阪大学大学院基礎工学研究科物性学分野修士課程修了。同年(株)日立製作所日立研究所入社。湿度センサ, 速度, 加速度センサなどの研究に従事。92 年より(株)日立製作所知的所有権本部勤務, 現在に至る。応用物理学会の会員。

鈴 木 清 光 (正会員)

1965 年, 近畿大学理工学部機械工学科卒業。同年(株)日立製作所日立研究所入社, 現在に至る。エアフローセンサ, 圧力センサ, 加速度センサなど自動車用センサの研究に従事。SAE, 自動車技術会, 日本機械学会などの会員。

嶋 田 智 (正会員)

1969 年, 茨城大学工学短期大学部電気科卒業, (株)日立製作所に入社, 日立研究所において工業計器, 自動車用センサの研究に従事, 現在に至る。精密機械学会の会員。

三 木 政 之

1971 年, 茨城県立勝田工業高等学校卒業。同年(株)日立製作所日立研究所入社, 現在に至る。エアフローセンサ, 空燃比センサ, 加速度センサなどの自動車用センサの研究に従事。

松 本 昌 大

1983 年, 愛媛県立松山工業高等学校卒業。同年(株)日立製作所日立研究所入社, 現在に至る。角速度, 速度, 加速度など物理量センサの研究に従事。

倉 垣 智

1991 年, 豊橋技術科学大学大学院修士課程修了。同年(株)日立製作所日立研究所入社, 現在に至る。加速度など物理量センサの研究に従事。