

プローブ型表面力測定法の基礎特性に関する研究

首都大学東京 ○長橋和人, ©金子 新

要旨

プローブ型表面力測定装置を用いて、任意の 2 表面間の表面力評価を試みている。本報告では同装置の基礎特性を明らかにするため、試料角度および表面粗さが表面力に及ぼす影響を調査した。ガラスプローブを用いた Pt 薄膜試料を測定すると、試料角度 1mrad では表面力 200 μN だが、試料角度にともなって表面力は低下し、2mrad では 174 μN となった。また、表面粗さの増加にともなう表面力低下傾向も確認した。

1. 緒言

表面力とは固体表面間に作用する物理的な引力または斥力であり、金型の離型性や電子写真の画像形成材料であるトナーの吸着において重要な評価指標である。しかし、テープ剥がし試験 (JIS Z0237) などの一部を除き、従来は濡れ性を用いた間接的評価が主体であるため、実際の機能と評価結果が必ずしも一致しない。

そこで本研究では、表面力測定装置 (ESF-5000, ELIONIX) を用いた表面力評価手法の確立を試みている。表面力測定装置の測定原理を図 1 に示す。Z ステージを用いて試料を上昇させることで、プローブ-試料間に引力が作用しプローブが試料表面に接触・吸着する。その後、プローブに対して電磁力により上向きの荷重をかけ、プローブが試料表面から離れた際の印加荷重を表面力として測定している。測定される表面力は van der Waals 力が支配的である。同装置の測定分解能と再現性は高いが、その測定値の物理的意味を含む基礎特性については十分に明らかでない。本報告では、試料表面の傾斜角度と粗さに着目し、それらが表面力に及ぼす影響を実験的に明らかにする。

2. 表面の傾斜角度が表面力に及ぼす影響

平面度の高いガラス基板上に Pt 膜を成膜した試料を準備し、その傾斜角度を変化させ表面力測定を行った。プローブには ϕ 1mm のガラスを用いる。

図 2 に表面力と試料角度の測定結果を示す。表面力は試料角度が 0~2mrad では低下の傾向を示し、2mrad 以上ではほぼ変化はなかった。すなわち、同一表面にもかかわらずその傾斜角度によって測定値が最大 40 μN も低下する。測定値を試料の典型的な表面力とするためには、1mrad 以下にして測定を行うことが必要であることがわかった。

3. 表面粗さが表面力に及ぼす影響

3.1 試料作製

作製する表面粗さの仕様は、算術平均粗さと 2 乗平均平方根粗さを 50nm 以下、空間波長は 500nm 以下とした。微粒子列をマスクとして Si をエッチングし、表面粗さを変えた試料を準備した²⁾。図 3(a) に示すように、親水化処理を施した Si 基板を懸濁液から引き上げ、六方最密充填した単層の微粒子列を作製する。作製した微粒子列を CF_4 エッチングのマスクとすることで表面を規則的に粗面化できる。エッチングは図 3(b) に示すように微粒子間の隙間からはじまり、時間経過とともに微粒子が縮小することで領

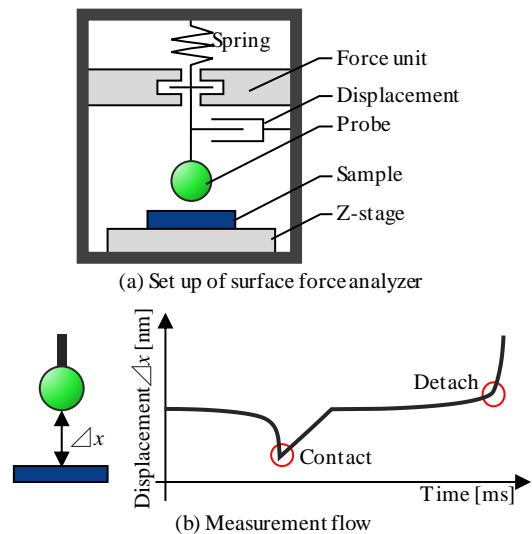


Fig. 1 Process of measuring surface force.

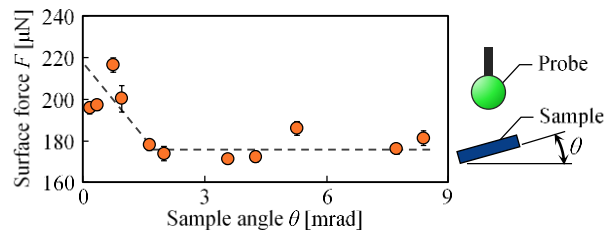


Fig. 2 Relationship between sample angle and surface force.

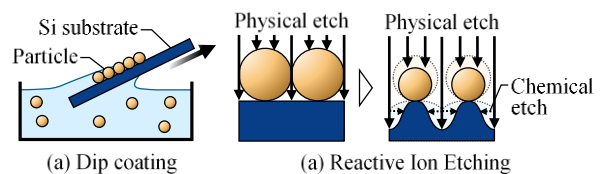


Fig. 3 Fabrication process of roughened Si wafer.

域が拡大していく。作製される表面の形状はエッチング時間を変化させることで制御することが可能である。本研究では、 ϕ 500nm のシリカ微粒子を用いて、平滑な試料表面を含め、5 種類の Si 基板を作製した。試料表面の AFM 像のうち代表的なものを図 4 に、作製した試料の表面粗さをまとめたものを表 1 に示す。試料表面の凸部は微粒子の粒径に等しい 500nm 間隔で規則的に配列している。ほぼ所望の表面粗さが得られた。

3.2 実験結果および考察

作製した試料の表面力を $\phi 1\text{mm}$ のガラスプローブを用いて測定した結果を図5に示す. 各表面粗さのうち図5(a)は横軸を算術平均粗さ, 図5(b)は横軸を2乗平均平方根粗さとしてまとめたものを示している. 算術平均粗さの増加にともない表面力が低下した. 表面粗さが表面力に及ぼす影響は, 次式に従い2乗平均平方根粗さ σ とともに指数関数的に減衰することが示唆されている³⁾.

$$F(\sigma) = F(0)e^{-\sigma/\sigma_0} \quad (1)$$

ここで, σ_0 は定数で, $F(0)$ は滑らかな表面 ($\sigma=0$) に対する表面力である. 本実験においても (1)式と同様の傾向が確認されたが, 2乗平均平方根粗さ $\sigma=24.8\text{nm}$ では表面力が低下した. これは同一の2乗平均平方根粗さでも凸部の曲率により, 表面形状が異なることで接触状態が変化したためだと考えられる.

3.3 JKR 理論を用いたモデルとの比較

前節の結果に対して, JKR 理論を基本とする以下の考察を行った. 図8にプローブと試料表面の接触状態を示す. 以下の仮定のもと理論式を作成した.

- プローブ-試料表面間の接着仕事は一定 ($W_{PC}=W_{PA}$)
- プローブ変形による接触半径は一定 ($a_{PA}=a_{PB}$)
- 各凸部の面積は六角形で近似する

よって, プローブ-粗面化試料間の表面力 F_{PB} は次式で表せる.

$$F_{PB} = F_{PC} \frac{A_{PA}}{A_C} = \frac{\sqrt{3}R_C W_{PA} a_{PA}^2 \pi^2}{d^2} \quad (2)$$

3.1 節で作製した Surface b~e の試料について, 横軸を凸部の曲率半径 R_C として理論値と測定値を比較したものを図7に示す. 理論値, 測定値ともに曲率半径の大きさにともない表面力が増加する傾向を示している. 理論値が低い要因としては, JKR 理論では接触箇所のみ表面力が作用すると考えているが, 実表面では接触箇所以外にも van der Waals 力に起因する長距離力も作用しており, 表面力は理論値よりも広範囲に作用していると考えられる.

このことから, 同一の2乗平均平方根粗さであっても, 曲率半径の大きさと表面力は異なり, 粗さを有する表面力の評価法としては, (1)式に表面形状の特徴を評価する粗さパラメータを加えた拡張式の確立が必要であるといえる.

4. 結言

本研究では, 表面力測定装置における試料角度の影響を実験的に明らかにした. また, 表面粗さの異なる試料の表面力を比較することで, 粗さを持つ表面において, 表面力は表面形状の特徴を評価する必要があることが確認された.

謝辞

実験にご協力いただいた, 株式会社エリオニクスの岡林氏, 島氏, 小林氏, 長谷川氏に感謝申し上げます.

参考文献

- 1) T. Kato et al., P. I. Mech. Eng. J-J-Eng., **230**, 11, (2016), 1336-1344.
- 2) I. Takeda et al, Jour. Jpn. Soc. Mech. Eng., **3**, 1, (2016), 15-00521.
- 3) M. Benz et al, J. Phys. Chem. B., **110**, 24, (2006), 11884-11893.

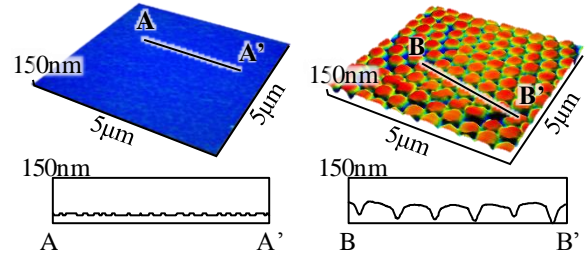


Fig. 4 AFM images of surface.

Table 1 Roughness parameter of surface.

Surface	R_a [nm]	R_q [nm]
a	0.2	0.2
b	13.6	17.5
c	13.3	16.1
d	38.2	46.6
e	21.3	24.8

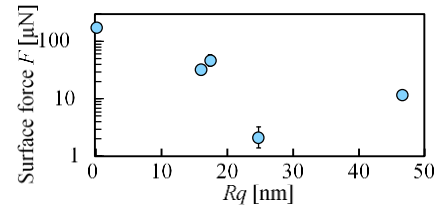


Fig. 5 Effects of surface roughness on surface force.

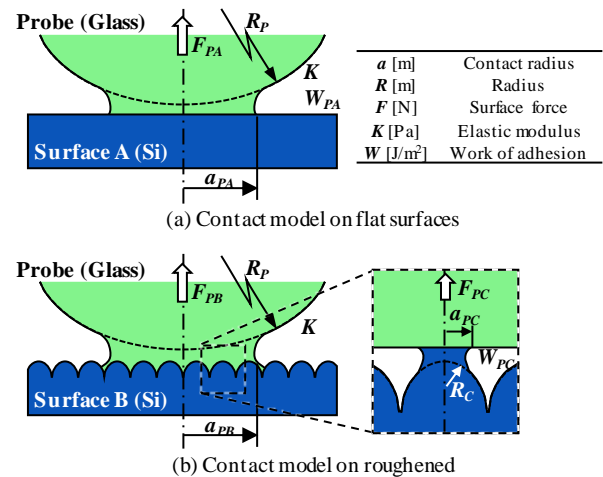


Fig. 6 Contact model based on JKR theory.

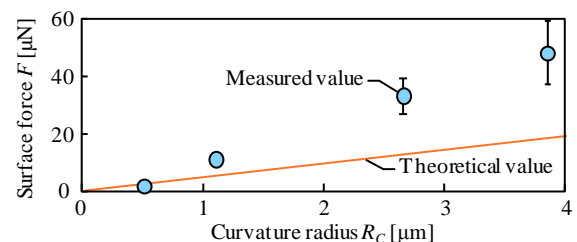


Fig. 7 Surface force plotted against curvature radius.