

令和 2 年 9 月 24 日現在

機関番号：12601

研究種目：若手研究(A)

研究期間：2016～2019

課題番号：16H06065

研究課題名(和文) 真実接触面の直接観察による摩擦・磨耗機構の解明および潤滑剤・接着剤の提案

研究課題名(英文) Real-time TEM observation of actual contact area to reveal the mechanisms of friction and wear

研究代表者

佐藤 隆昭 (Takaaki, Sato)

東京大学・生産技術研究所・協力研究員

研究者番号：80624840

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 18,900,000円

研究成果の概要(和文)：2つの面を接触させると、その接触面の全てが接触しているわけではなく、実際に接触している小さな接触点が無数にある。これを真実接触面と呼ぶ。典型的な摩擦の研究では、擦る物質を変えたり、潤滑油を変えたり、温度や真空度を変えるなどした際の摩擦力の変化を計測することで、真実接触面の機械特性を間接的に考察する。しかし本研究では、独自に開発したマイクロマシンを透過型電子顕微鏡の中で動かすことで、単一の真実接触面を直接観察し、同時に摩擦力と垂直抗力を計測できる実験系を構築した。構築した実験系を用いて、Agやシリコンなどの摺動時の単突起の真実接触面や摩擦量をナノスケールで計測した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

2つの面を接触させて水平方向に動かすと、駆動と逆向きに抵抗力が発生する。これが摩擦である。摩擦は幅広いスケールで現れる。小さなスケールではマイクロマシンや分子モーターの駆動部分、大きなスケールではプレート間に働いて地殻変動や地震の原因になる。新たに開発した計測手法は、真実接触面を原子レベルで観察し、摩擦力と垂直抗力の計測が可能であり、従来のマクロスケールの摩擦研究と比較が可能になった。構築した実験系で金属の摩擦を原子レベルで観察し、予想とどう異なるかを説明した。このミクロとマクロとの比較は、最先端の工業で用いる微小な機械の性能向上だけでなく、身の回りの現象の理解に向けた知見の獲得に貢献する

研究成果の概要(英文)：When we bring two objects into contact, the entire area does not make contact, only some specific area makes contact. Friction occurs at those actual contact area. Conventional friction study measures friction force and nominal force with changing the material to be scratched, the lubrication and the environment such as temperature and vacuum level in order to elucidate the mechanics of the actual contact area. On the other hand we combined MEMS technology with TEM, and built up novel experimental setup enabling us to observe the area at the nanoscale while simultaneously measuring the forces.

研究分野：トライボロジー

キーワード：ナノトライボロジー その場観察 透過型電子顕微鏡 真実接触面

1.研究開始当初の背景

摩擦の研究の歴史は古く、古代エジプト時代にまでさかのぼる。ピラミッド建設に必要な重い石を運ぶためにソリを用いていたが、ソリと地面との間に働く摩擦力を抑えるため、油を注ぐ石版画が残されている。17世紀にはレオナルド・ダ・ヴィンチによって学問として認識され始めたが、400年以上も経った今もなお、摩擦と摩耗を正確に記述できる式はまだ無い。摩擦力は垂直抗力に比例する、というアモントンの法則が最も広く用いられている経験則があるが、どのようにしてこの経験則が広く成り立つのかも分かっていない。21世紀になって摩擦・摩耗の研究需要はさらに高まっている。微細加工技術の発展に伴って機械や部品のスケールはナノスケール・マイクロスケールに到達しつつあり、この微小なスケールでは摩擦や凝着の効果が支配的になる。機械損傷のない安定した製品や、よりエネルギー損失の少ない製品開発に必要な設計指針が必要になっている。こうした研究背景のもと、具体的に以下の2点の解決すべき問題がある。

問題1 (真実接触面を直接観察できない): 2つの面を接触させて滑らすと摩擦が発生するが、2つの面は全てが接している訳ではなく、無数の接触点によって構成されている。2つの面を接触させた摩擦実験の実験結果は無数の接点の統計的結果であって、接点の機械特性と摩擦特性を直接関係づけられない。そこで近年発明された原子間力顕微鏡を用いて、ナノスケールで鋭く尖らせた探針と平面との相互作用を計測できるようになった。ただ、この実験系は単突起と平面との相互作用であるため、面と面との接触より系は単純化できたものの真実接触面を直接観察できないため、真実接触面積・摩耗量・せん断応力・圧縮応力など接点の機械特性を考察するために必要な物理量を計測できない問題がある。

問題2 (実験系の拡張性がない): ナノスケールの接点を観察しながら、摩擦力と垂直抗力を計測できる実験系を構築するためには、ナノスケールの分解能を持つ透過型電子顕微鏡が考えられる。しかし、透過型電子顕微鏡の内部に原子感力顕微鏡を挿入できない。なぜなら透過型電子顕微鏡はポールピースと呼ばれる2つの磁気レンズの間に試料を挿入するが、ポールピースの間隔は1~4mm程度しかないからである。厳密に言えば、5000万円ほどで1~4mmの間隔に入れられる圧電素子を組み込んだ試料ホルダーを購入できる。しかし圧電素子や力を計測する機構が大きくなってしまいうため、1~4mmの間隔の内部で試料を傾斜できないので、試料の原子構造を観察できない問題と、研究内容を変えるたびに試料ホルダーを買い替えなくてはならない問題がある。

2.研究の目的

目的1 (摩擦の起源の解明): 摩擦の起源に迫るとは、真実接触面の観察によって摩擦係数 μ がどのようにして決まるのか、その起源に迫ることである。摩擦力を F 、摩擦係数を μ 、垂直抗力を N としたとき、アモントンの法則は $F = \mu N$ として表される。このアモントンの法則は真実接触面積 A とし、 α 、 β をそれぞれ比例定数としたとき、 $F = \alpha A$ と $A = \beta N$ に分けることができ、 $\mu = \alpha\beta$ であることが分かる。このため、真実接触面を計測しながら、摩擦力と垂直抗力を測ることができれば、摩擦係数 μ だけでなく μ を構成するパラメータである α, β が計測可能になる。すなわち、摩擦係数 μ を構成するパラメータである α と β を計測することで、どのようにして μ が決まるのか微視的アプローチからその機構を解明することが目的である。

目的2 (磨耗の原因の解明): 磨耗の原因を解明するとは、接触箇所の応力をリアルタイムで計測することで、磨耗係数 k が決まる機構を解明することである。アーチャードの法則より、磨耗係数 k は、磨耗量 w 、駆動距離 L 、荷重 N 、接点にかかる応力 P で計測できる。本実験系を用いれば、見た目の接触面積にかかる見かけの応力でなく、真実接触面に実際にかかる真応力 P が計測可能であるので、ナノスケールでの k をリアルタイムで計測できるようになる。さらに、接触部分をナノスケールでリアルタイム観察することで亀裂の伝播、移着の過程、材料の疲れ、真実接触面積に対する磨耗粉の体積、などを接触箇所の変形の様子を定性的に考察できる。すなわち磨耗定数 k の定量的な計測と、観察から得られた定性的な考察を合わせて議論することで、 k が決まる機構を解明することが目的である。

目的3(マイクロマシンで動かす試料ホルダーを作成): 摩擦力と垂直抗力を計測するための2つのカンチレバーと、探針を駆動するための静電アクチュエータを集積したマイクロマシンを作成することと、マイクロマシンを試料として透過型電子顕微鏡に入れられる試料ホルダーを作成する。さらに試料ホルダーに試料を透過型電子顕微鏡の内部で傾斜できる機構を組み込むことで、試料の結晶構造を観察できる実験系を構築することを目的である。

3.研究の方法

方法1 (マイクロマシンを開発): ナノスケールの接点にかかる力はサブnNオーダーの微小な力なので、カンチレバーの剛性バネ定数はできるだけ小さくできると良い。しかし、作成時にマイクロマシンを液体で洗浄する手順がどうしても省略できない。このため、剛性バネ定数が小さすぎると、洗浄時にカンチレバーが洗浄液の表面張力によって引きつけられ、静電アクチュエータに張り付いてしまう。このため梁の太さと長さを調節して、洗浄時に壊れない限界の梁の寸法を見つける。

方法2 (試料ホルダーと制御系の作成): マイクロマシンに電圧を印加できる機構だけでなく、ステッピングモーターとポテンシオメータを透過型顕微鏡の試料ホルダーに組み込む。試料を傾斜するための駆動源として、ステッピングモーターを用いる。また、試料の傾斜角度を計測するためにポテンシオメータを用いる。これらをArduinoというマイクロコンピュータで制御できるように回路系を自作する。

方法3 (透過型電子顕微鏡の内部にて探針同士を接触させて擦り付ける): ナノスケールで鋭く尖らせた探針を同士を近づけ、水平方向から接触させて擦り付ける。このとき接点にかかる摩擦力と垂直抗力をリアルタイムで計測しながら、接点の形状変化をリアルタイムで観察する。力の変化と形状の変化を同時に観測する。

4.研究成果

(1) マイクロマシンを作成: 剛性バネ定数3[N/m]のカンチレバーを設計し、マイクロマシンに集積した。さらに、MEMSデバイス作成時に洗浄液に浸しても、破壊されないようなプロセスレシピを開発した。作成したマイクロマシンを透過型電子顕微鏡に入れ、サブnNの精度で摩擦力が計測できることを実証した。これらの結果を査読つき学術論文誌に投稿し採択された

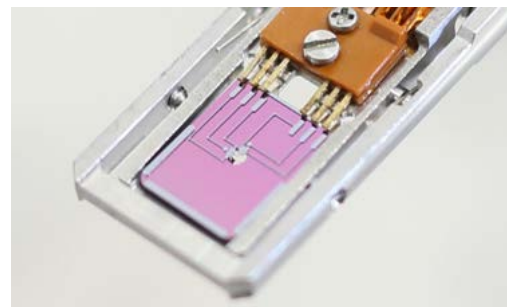


図.1 作成したマイクロマシン: カンチレバーの幅は5 μ mであり、髪の毛の直径の1/20程度

(2) 回路系の構築: 試料ホルダーの内部にステッピングモーターとポテンシオメーターを入れた試料ホルダーを作成した。Arduinoでパルス信号を発生し、ステッピングモーターがパルスを受けると回転する。ギアを介して直線方向に運動を変換する機構を作った。また、ステッピングモーターの回転はポテンシオメーターにギアを介して接続されており、回転角をポテンシオメーターが計測する。Arduinoはポテンシオメーターの抵抗値を計測し、Arduinoで制御したLEDディスプレイを表示する機構を作成した。

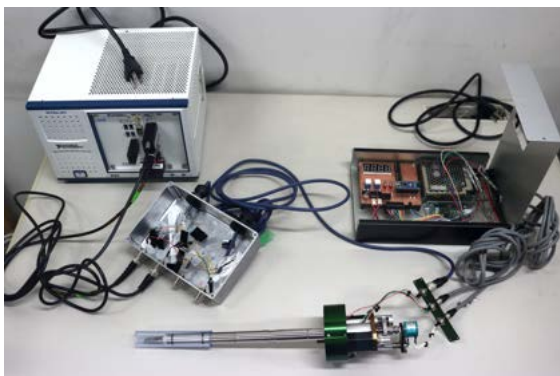


図.2 作成した回路系: Arduinoでステッピングモーターとポテンシオメーターを制御する。

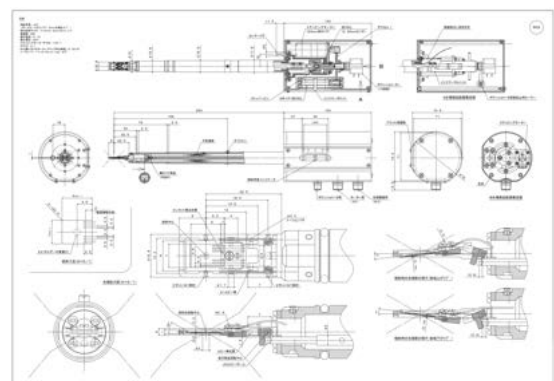


図.3 作成した試料ホルダーの設計図: マイクロマシンに電圧を印加でき、TEMに挿入できる設計

(3) DLCの摺動試験: 固体潤滑剤として広く用いられているDLC(Diamond Like Carbon)を探針先端に成膜し、探針を擦り付けることで何が起こるかナノスケールで観察した。摺動によってDLC表面に摩耗粉が出現し、その摩耗粉が滑ったり転がる様子を観察した。同時に摩擦力を計測し、力の変化と表面構造の変化の関係も明らかにした。さらに、接触箇所を直接観察できる利点をいかして、接触箇所にかかる応力を計算した。すると応力はGPaになる分かった。接触箇所の従来の摩擦の研究では摩擦力の計測結果だけで何が起

こっているのかを議論する内容が多かったが、ナノスケールの摩擦を理解する上で表面の状況をリアルタイムで観測でき、応力も測れる本実験系の手法は摩擦や潤滑の機構解明のために強力な手法であることを実証した。

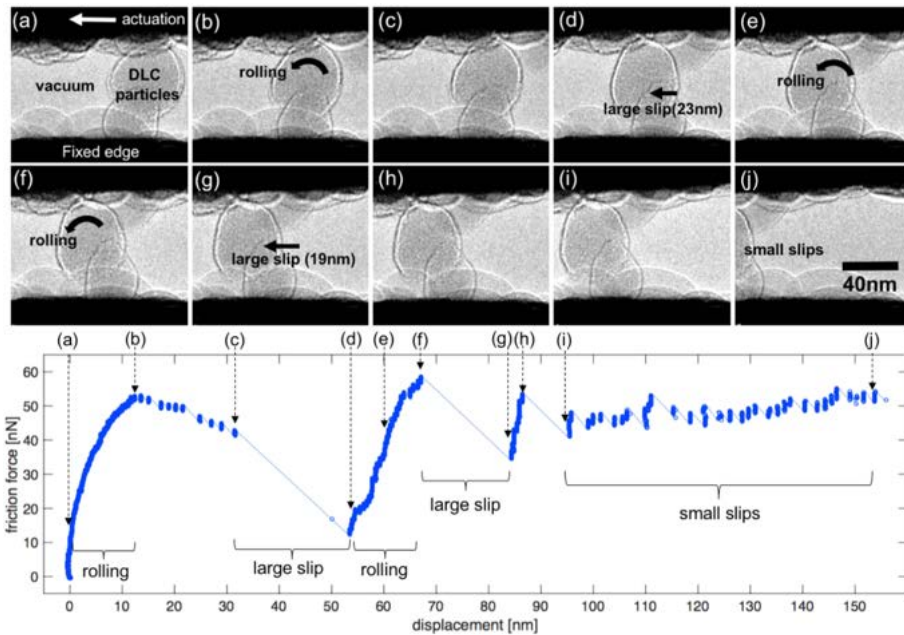


図.4 摺動によってDLC表面に摩耗分が発生し、摩耗分が滑ったり転がったりしている様子を透過型電子顕微鏡で観察した。さらに、摩擦力の変化と直接関係づけた

(4) Agの摩擦: 探針先端にAgを成膜し、探針同士を摺動させた。観察の結果、(1)接点の形状が液体同士を接触させたような形状で張り付いたこと、(2)接点にかかる応力(Von-Mises応力)がGPaオーダーであったこと、(3)擦り付けた後の表面に形状変化があったこと、以上の3つの理由から、接触箇所は原子間の力によって溶接されている(cold welding)ことが分かった。今回の実験によって摩擦の起源は、原子間相互作用力による溶接に起因しているという結論に至った。

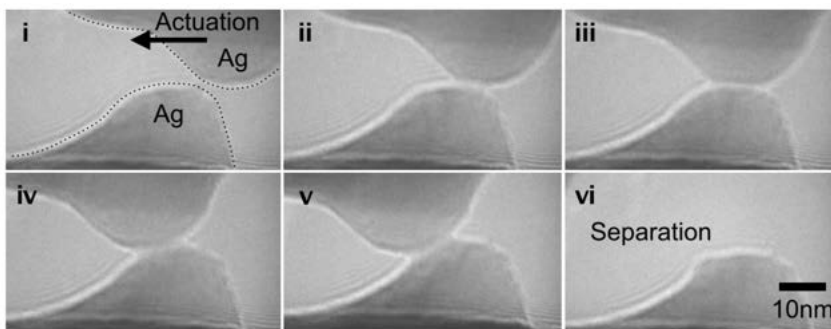


図.5 Agの単突起摩擦を観察した: 真実接触面積を観測し、さらに摩擦係数と垂直抗力の計測結果から摩擦係数やvon-Mises応力を計算

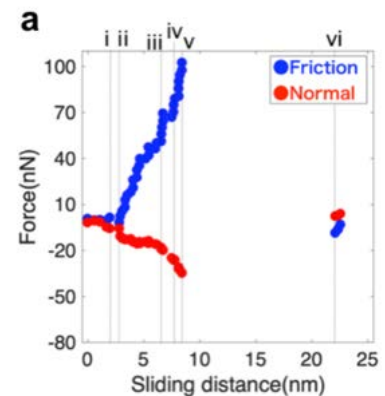


図.6 摩擦力と垂直抗力の計測結果

(5) Siの摩耗: Si探針同士を擦り付け、探針先端の摩耗をナノスケールでリアルタイム観察した。画像解析技術を用いて摩耗量を透過型電子顕微鏡の像から計算できるようにプログラムを作成した。摩耗量だけでなく、真実接触面や、接点にかかる応力を計算することで摩耗定数を計算した。ナノスケールの接触は荷重より凝着力の方が支配的であるため、探針を近づけて接触させた際の垂直抗は-1.5nNと負の値になった。摩耗量は475.5[nm³]と正の値であり、垂直抗力は負であるため、摩耗定数は-1.9と負の値になってしまった。この結果は、今までの研究結果と整合せず、ナノスケールの摩耗を定式化できるモデルを新たに提案する必要があることが分かった。

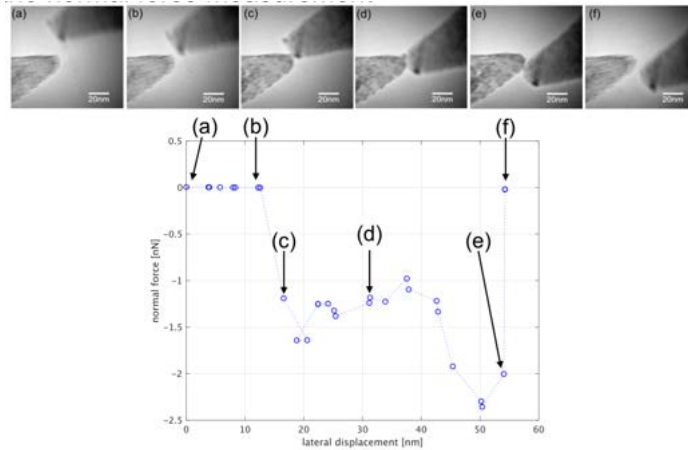


図.7 Si探針の摺動に伴う摩耗の様子を実時間観察した。さらに垂直抗力を同時に計測することで摩耗係数の観測に成功した

以上のように、剛性バネ定数の小さいカンチレバーを集積したマイクロマシンを新たに設計し、カンチレバーが壊れないように製造手法を工夫することで、摩擦力と垂直抗力を計測しながら真実接触面を透過型電子顕微鏡で観察できる実験系を開発した。さらに、試料の結晶構造を観察するために、2軸傾斜機構を組み込んだ透過型電子顕微鏡の試料ホルダーを作成した。構築した実験系を用いて、DLCやAgやSiの摺動試験に成功した。しかし、今回得られたミクروسケールの実験結果と、過去に発表されてきたマクروسケールの実験結果とをうまく整合させるモデルを構築できなかった。今後はナノスケールの単突起の物理と、無数の接点が集まったマクروسケールの実験結果にどのように寄与するか説明できるモデルを立てる必要があること結論付けた。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計7件（うち査読付論文 7件/うち国際共著 3件/うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 T. Sato, S. Nabeya, V. Menon, T. Ishida, R. Kometani, H. Fujita	4. 巻 29
2. 論文標題 Real-time observation of slipping and rolling events in DLC wear nanoparticles	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 Nanotechnology	6. 最初と最後の頁 325707
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -
1. 著者名 M. Denoual, V. Menon, T. Sato, O. de Sagazan, A. W. Coleman, and H Fujita	4. 巻 30
2. 論文標題 Liquid cell with temperature control for in-situ TEM chemical studies	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 Measurement Science and Technology	6. 最初と最後の頁 17001
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する
1. 著者名 N. L. Dautzier, M. Denoual, T. Sato, S. Tachikawa, L. Jalabert, H. iFujita	4. 巻 197
2. 論文標題 Current driven magnetic actuation of a MEMS silicon beam in a transmission electron microscope	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Ultramicroscopy	6. 最初と最後の頁 100-114
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する
1. 著者名 S. Yamada, T. Sato, H. Toshiyoshi	4. 巻 110
2. 論文標題 A pressure sensitive ionic gel FET for tactile sensing	5. 発行年 2017年
3. 雑誌名 Applied Physics Letters	6. 最初と最後の頁 253501
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 T. Sato, E. Tochigi, T. Mizoguchi, Y. Ikuhara, H. Fujita	4. 巻 164
2. 論文標題 An experimental system combined with a micromachine and double-tilt TEM holder	5. 発行年 2016年
3. 雑誌名 Microelectronic Engineering	6. 最初と最後の頁 43-47
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) なし	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 該当する

1. 著者名 佐藤 隆昭、藤田 博之	4. 巻 1
2. 論文標題 真実接触点のその場観察について	5. 発行年 2017年
3. 雑誌名 表面科学会	6. 最初と最後の頁 105-110
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) なし	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 佐藤 隆昭、藤田 博之	4. 巻 8
2. 論文標題 銀摩擦界面におけるステックスリップ現象のリアルタイムTEM観察	5. 発行年 2016年
3. 雑誌名 トライボロジスト	6. 最初と最後の頁 519-524
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) なし	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計2件 (うち招待講演 0件 / うち国際学会 1件)

1. 発表者名 T. Sato, M. Vivek, H. Fujita
2. 発表標題 Real time TEM observation of metallic nano-asperity friction
3. 学会等名 WTC2017 (国際学会)
4. 発表年 2017年

1. 発表者名 立川 冴子、佐藤隆昭、藤田 博之
2. 発表標題 個体潤滑の機構解明に迫るためのナノ接点の実時間TEM観察
3. 学会等名 トライボロジー会議 2016
4. 発表年 2016年

〔図書〕 計0件

〔出願〕 計0件

〔取得〕 計1件

産業財産権の名称 圧力センサ及び圧力センサアレイ	発明者 年吉洋, 佐藤隆昭, 山田駿介	権利者 同左
産業財産権の種類、番号 特許、2017-T0529AIP17	取得年 2017年	国内・外国の別 国内

〔その他〕

-

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
---------------------------	-----------------------	----