

令和 5 年 6 月 19 日現在

機関番号：12605

研究種目：基盤研究(A) (一般)

研究期間：2018～2022

課題番号：18H03750

研究課題名(和文) 表面3次元ナノ構造による自己修復性固体潤滑膜の形成と境界潤滑性能の向上

研究課題名(英文) Enhancing Boundary Lubrication Performance through the Formation of Self-repairing Solid Lubricating Films with Surface 3D Nanostructures

研究代表者

安藤 泰久 (Ando, Yasuhisa)

東京農工大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：00344169

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 33,800,000円

研究成果の概要(和文)：ナノストライプ構造をベースとした表面3次元ナノ構造を作製した。これらを油潤滑条件下で摩擦したときに、境界潤滑領域においては、ナノ溝の密度が高いほど摩擦係数が低くなること、直線パターン面同士を組み合わせた時には、溝の相対的な角度を変化させることで摩擦係数が制御可能であることを明らかにした。またこれらの条件で、摩耗してもナノ溝が再生または維持されることを確認した。一方、真空環境においては、軟質金属薄膜の補修的形成により、低摩擦が維持されること、同種材料を摩擦したときに原子間隔を変化させることで、摩擦力が低下すること等を明らかにした。

研究成果の学術的意義や社会的意義

これまで周期性の高いナノスケールのパターンの作製方法は限られていたが、多種の金属を組み合わせながら、そのようなパターンの作製を可能にしたことは、学術的に大きなインパクトを有する。摩擦面への適用に関しては、摩耗してもナノスケール溝が維持される条件を見出したことにより、広い面積にナノパターンを適用したときの潤滑特性を検討することが可能になり、トライボロジー研究分野への寄与が認められる。また、原子間隔の摩擦への影響については、近年注目されているグラフェンなどへの展開が期待出来る。社会的には、省エネルギーを通じた二酸化炭素排出削減に対して、潤滑性能向上が重要な役割を担っている。

研究成果の概要(英文)：We fabricated three-dimensional surface nanostructures based on a nanostripe structure. When these structures were rubbed under lubricated conditions, we found that in the boundary lubrication regime, the friction coefficient decreased as the density of nanogrooves increased. Additionally, when combining line groove patterns, we demonstrated that the friction coefficient can be controlled by varying the relative angle of the grooves. We also confirmed that under these conditions, the nanogrooves could regenerate or be maintained even after wear. On the other hand, in a vacuum environment, we revealed that low friction could be maintained through the reparative formation of soft metal thin films. We also found that by altering the atomic spacing between the same materials during friction, the friction force decreased.

研究分野：トライボロジー、MEMS

キーワード：トライボロジー MEMS ナノストライプ構造 固体潤滑 境界潤滑 原子間隔 自己再生

1. 研究開始当初の背景

二硫化モリブデン (MoS₂) やダイヤモンドライクカーボン (DLC) などの固体潤滑膜が真空中で繰り返し摩擦された後に、摩擦係数 0.01 以下の超低摩擦を示すことが報告されている。また、潤滑油中の境界潤滑領域でも窒化膜が超低摩擦を示すことが報告されている。これらの固体潤滑膜について、超低摩擦が得られるメカニズムは材料ごとに提案され、超潤滑の理論または強い摩擦異方性による説明も行われている。一方で、Si (111) 面上に Ag を極めて薄く被覆しダイヤモンドで摩擦すると、Ag の膜厚が 1~5nm 程度の時に 0.007 の超低摩擦が得られ、このとき塑性変形によって Ag の (111) 面が摩擦面に平行に現れたと報告されている。研究代表者らは、弾性接触が支配的な条件において、摩擦される 2 面の結晶の格子定数の差が摩擦係数に支配的に作用すること、単結晶の Si 及び Au の間に、5 倍程度の摩擦異方性があることを報告した。この結果は、固体同士が塑性変形をほとんど伴わないで摩擦されるとき、それぞれの固体の結晶構造が摩擦係数に影響していることを示唆している。

超低摩擦の条件が、塑性変形を伴わないことと、摩擦される 2 面の結晶の格子定数の差が大きいことであると仮定すると、固体接触での超低摩擦はこれまで報告されていない材料でも得られる可能性がある。そのためには表面が滑らかに摩耗するか、十分に低い荷重で弾性接触が支配的となる条件を得る必要がある。

2. 研究の目的

表面を滑らかに摩耗させるために、ナノストライプ構造を利用する。ナノストライプ構造とは、図 1 に示すように、傾斜面の周期構造上に多層膜コーティングし、その表面を研磨することで多層膜の断面が帯状に現れる表面 3 次元ナノ構造である。この構造を真空中で摩耗させ、硬質金属上に軟質金属の固体潤滑膜を形成させ、その摩擦特性を明らかにする。一方、ナノストライプ構造は、潤滑油中で摩擦したときに、2 種類の金属の摩耗率や潤滑油に対する化学的反応性の違いから、ナノスケールの溝が形成されるという特徴を有する。そこで、潤滑条件下の摩擦を行うことで、この溝により潤滑特性を制御する条件を明らかにする。

十分に低い荷重による摩擦を実現するためには、原子間力顕微鏡 (AFM) を利用し、結晶構造が摩擦に与える影響を調査する。結晶構造の制御を実現するために、具体的には原子間隔を摩擦中に変化させるために、MEMS (microelectromechanical systems) 技術により AFM に組み込み可能な静電アクチュエータ駆動のマイクロデバイスを作製する。静電アクチュエータに駆動電圧を加えることで、AFM で摩擦を行う部分の原子間隔を変化させ、それが摩擦力に与える影響を明らかにする。

3. 研究の方法

(1) ナノストライプ構造を利用した摩擦特性向上

ナノストライプ構造の概要を図 1 に示す。最初に、マイクロスケールの周期的傾斜構造を基板上に作製する。次に、PVD (physical vapor deposition) によって多層膜形成する。最後に、基板表面を研磨すると多層膜の材料が縞状に表面に現れる。周期的傾斜構造をフォトリソグラフィで形成すれば、Si ウェーハ全面に周期的な傾斜構造を得ることが出来る。本研究においては、この基本的な作製方法を展開して、例えば図 2 のような構造のパターンも準備した。摩擦試験装置については、測定荷重や接触条件、潤滑条件に応じて複数の摩擦試験装置を利用した。ナノストライプ構造の摩擦測定実験に用いた実験装置の概要を図 3 に示す。

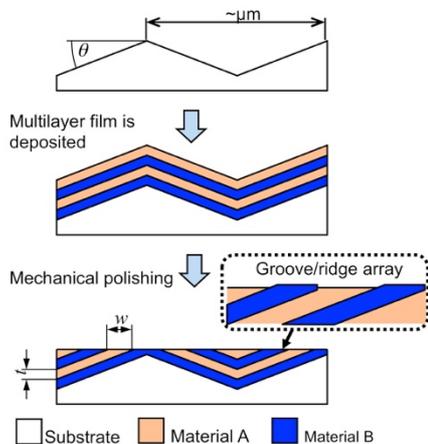


図 1 ナノストライプ構造作製方法の概要

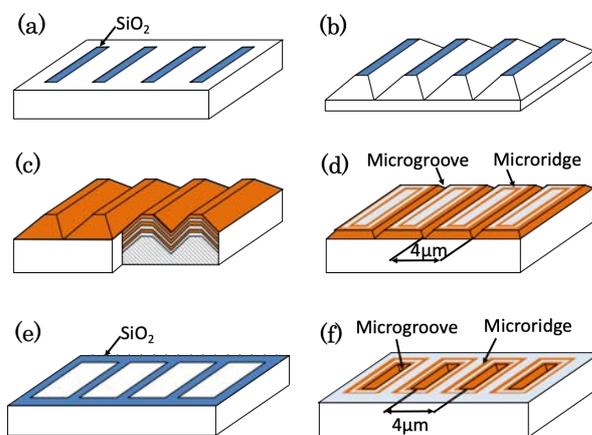
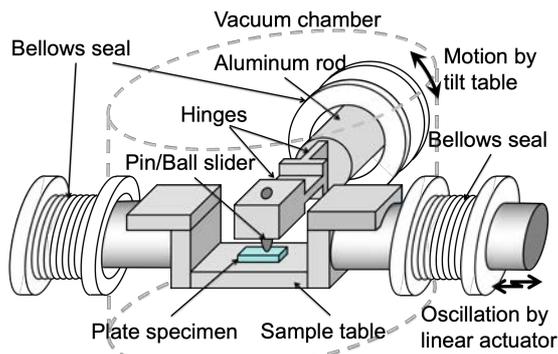
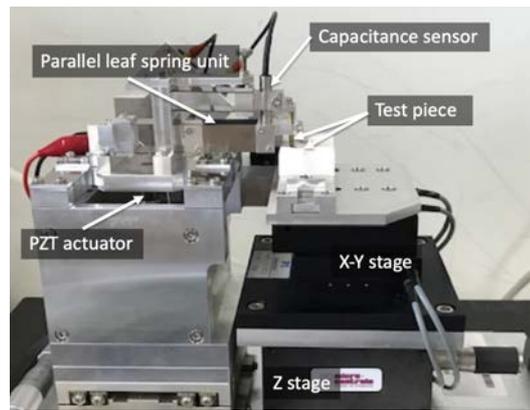


図 2 2 種類 (L タイプ : a~d、及び H タイプ : e~f) のマイクロナノパターンの作製方法の概要



(a) 真空条件下での摩擦測定試験



(b) 球面による摩擦測定試験

図3 ナノストライプを利用した摩擦測定に用いた試験装置

(2) 原子間隔が摩擦力に与える影響の検討

測定に用いたマイクロデバイスの走査型電子顕微鏡 (SEM) 像を図4に示す。移動側櫛歯のトータルの本数は1000本で、計算上は230Vの印可電圧を加えたときに、約8mNの発生力が得られる。この力をConnecting bridgeに集中させ、そのエリア内でFFM像を取得する。AFM装置への組み込み方法と電圧印加方法を図5に示す。走査中にプローブの表面が常に変化し続けると、原子間隔の変化が摩擦力に与える影響を正確に評価することが難しい、そこで走査信号に応じて1ラインおきに櫛歯アクチュエータに加える電圧を変化させる。このようにして得られた摩擦力分布像には、電圧のONとOFFの走査ラインが交互に並んでいる。そこから、電圧OFFのラインを基準にして、電圧ONの摩擦力から差を取ることで、歪みを与えられた時の摩擦力変化を抽出することができる。

4. 研究成果

(1) 真空中のナノストライプ構造の固体潤滑特性

図6は、CrとAgの組み合わせからなるナノストライプ構造を真空中で往復摩擦したとき、800回から1000回の間測定された平均摩擦係数を示している。エラーバーは標準偏差を示す。NIS11、NIS31、NIS91はそれぞれ、Cr層とAg層の厚さの比が、1:1、3:1、9:1のサンプルの摩

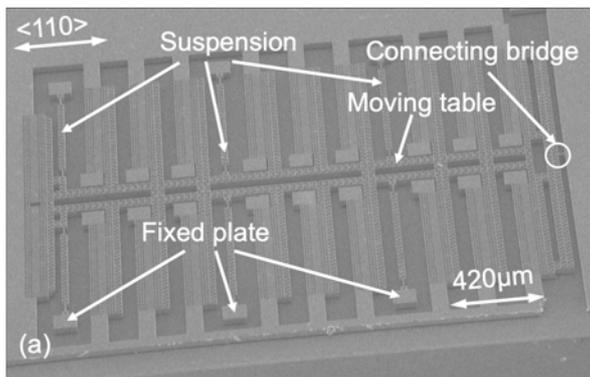


図4 マイクロデバイスのSEM像

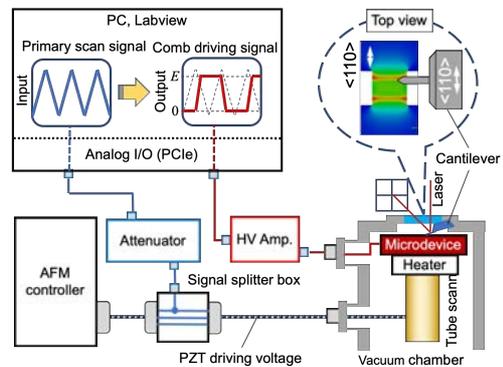


図5 測定方法の概要

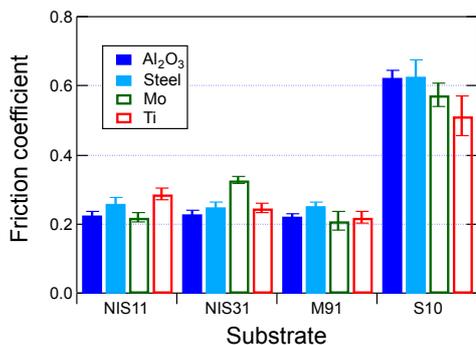


図6 ナノストライプ構造の真空中の摩擦係数

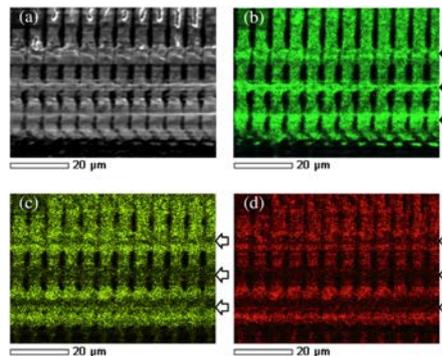


図7 摩擦後の表面 (a) SEM像 (b) Agの分布, (c) Crの分布, (d) Oの分布

摩擦係数である。Cr 単層膜からなる S10 の場合、平均摩擦係数は NIS11、NIS31、NIS91 に比べて約 2 倍となり、ばらつきも大きかった。図 7 は、NIS11 のサンプルで測定された摩擦後の表面の観察結果である。EDX 分析 (energy dispersive X-ray spectroscopy) の結果、軟質金属が硬質金属の Cr の上に乗り上げている様子が確認され、これによりナノストライプ構造の真空中での摩擦低減が、軟質金属薄膜によって生じていることが確認された。

(2) 油潤滑でのナノストライプ構造の潤滑特性
 図 2(d) 及び図 2(f) に示すナノストライプ構造の摩擦特性の比較を図 3(b) の試験器を用いて行った。2 つの構造の大きな違いは、ナノ溝配列を隔てているマイクロスケールの溝の端部の形状である。図 2d の L タイプでは、マイクロ溝の端部が溝と直交する方向の溝に接続されており、図 2(f) の H タイプではマイクロ溝の端部が閉じている。このようなサンプルを用いて摩擦試験を行った結果を図 8 に示す。対向するスライダ試験片には、曲率半径が約 3mm のガラスを用いている。潤滑油には、ポリ α オレフィン (VG68) を用いた。摩擦時の荷重は 66mN (L タイプ) または 95mN (H タイプ) であった。

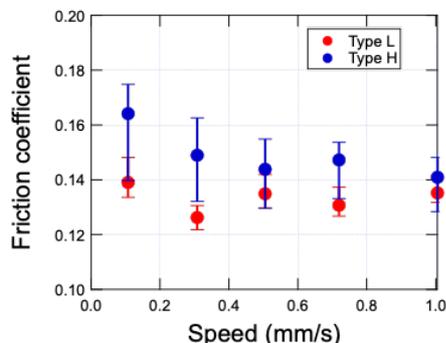


図 8 摩擦速度と摩擦係数の関係

L タイプでは、速度に因らず摩擦係数がほぼ一定であるのに対し、H タイプでは速度の増加と共に摩擦係数が低下している。そこでまず、流体潤滑の効果、即ち動圧発生がそれぞれの構造で差があるかを確認するために、数値解析による検討を行った。解析には、トラ研社の TED/CPA を用いた。このシミュレーションソフトウェアは、まず与えられた荷重条件で弾性解析を行い、次に弾性変形した形状を利用して流体動圧を計算することができる。解析に用いたモデルは図 2 に示したモデルと同様である。ただし、数値計算の制限のために、ナノ溝は含まれておらず、マイクロ溝が動圧発生に与える影響のみを検討している。数値解析結果を図 9 に示す。摩擦方向は右から左で、その向きにスライダ試験片が滑っている。図 9(a) の L タイプの圧力分布では、最大の圧力は 1000MPa を超えているが、高い圧力を示す範囲は狭い。図 9(a) の H タイプの圧力分布では、最大圧力は、L タイプの半分程度であるが、スライダの進行方向全体で広く 100MPa 程度の圧力が発生している。図 9(a) では、摩擦方向に平行なマイクロ溝の部分では、ほとんど圧力が発生していないことから、この溝があることにより流体潤滑になりにくい状況になっていると推察された。したがって、図 8 で摩擦係数が速度とともに変化しているのは、流体動圧の発生の影響を受けて、摺動速度が高い時に、混合潤滑領域にあるために、摩擦係数が低下している事が明らかになった。

L タイプの場合には、摩擦方向に平行なマイクロ溝により流体動圧の発生が抑制され、境界潤滑領域にあると推察される。しかし、摩擦係数は特に低速で H タイプよりも低くなっている。この理由としては、ナノ溝による動圧発生あるいは油溜まり効果がまず考えられる。もう一つの可能性としては、ナノストライプを構成する Cu と Ag の硬さに差があることから、4. (1) と同様に固体潤滑効果が影響していることも考えられる。ナノ溝の潤滑効果については、接触面内に存在する溝の本数が多いことから、流体数値計算で検討する事は難しく、実験で明らかにしていく必要がある今後の課題となっている。

(3) パターン面を組み合わせた時の摩擦特性

パターン面同士を組み合わせたときの摩擦特性を検討した。測定に用いたナノストライプ試験片は、一方が Cr と Cu の組み合わせ、もう一方が Ag と Cu の組み合わせであり、どちらも正確に等しいマイクロ溝間隔を有している。

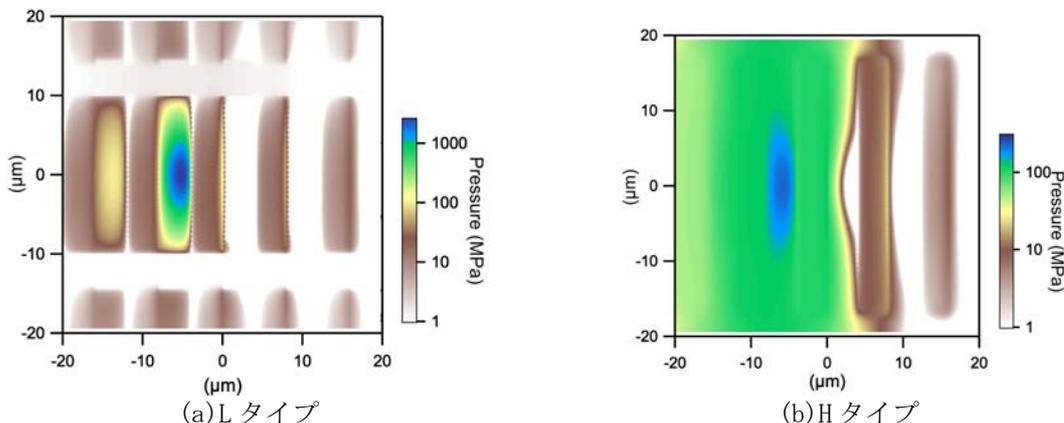


図 9 圧力発生の計算結果

ナノストライプ試験片のそれぞれの溝が平行になるように接触させ、溝に対して直交方向に摩擦を行った時に測定された摩擦力変動の周波数と摩擦速度の関係を図 10 に示す。摩擦速度の増加に伴い、摩擦変動のピーク周波数が増加している。これは、溝同士が咬み合った状態から抜け出すときに、斜面を乗り越える瞬間に作用する力によって摩擦力変動が生じているからである。この時に測定された摩擦係数は、100 $\mu\text{m/s}$ 以下では、摩擦速度によらずほぼ一定となっており、斜面の角度だけで摩擦係数が決定されていることが示された。

それぞれのパターンの溝が直交する向きに接触させて滑らせた時に測定された摩擦係数と摩擦速度の関係を図 11 に示す。この組み合わせにおいては、図 10 の測定を行ったときに測定された摩擦係数と同様に高い摩擦係数が測定された。摩擦速度に対して一定の摩擦係数を示す様子は見られないが、全ての速度領域において、摩擦係数は安定していた。この組み合わせで高い摩擦係数が得られた理由は、潤滑油が排除されやすかったためと推察された。図 11 の測定の後、摩擦面を観察したところ、摩耗痕を発見することは出来ず、境界潤滑ながら確実に潤滑油で潤滑されていることが示された。

低い摩擦係数を得ることは、潤滑面に適用したときに摩擦によるエネルギー損失を軽減する上で重要であるが、高い摩擦を得ることも、摩擦による動力伝達の効率を上げる上で重要な技術である。境界潤滑領域で摩耗を抑制しながら、高い摩擦係数が得られたことは、油で潤滑された接触面での摩擦制御技術開発の上で有益な知見である。

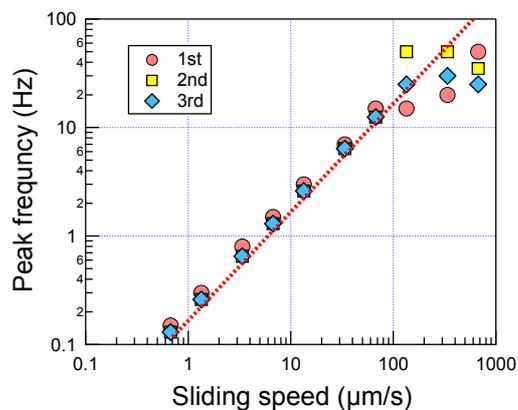


図 10 摩擦速度と摩擦変動周波数の関係

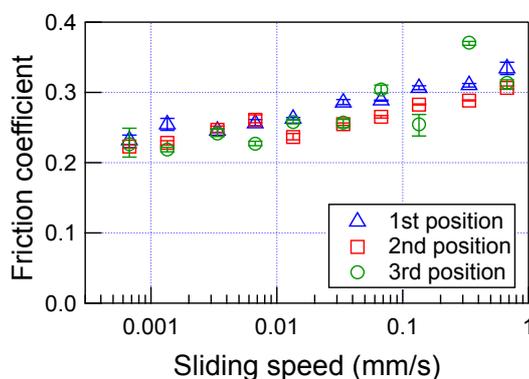


図 11 溝を直交させたときの摩擦係数

(4) 原子間隔が摩擦力に与える影響の検討

図 12 に、引っ張りにより応力集中が生じている表面で測定された摩擦力変化の分布を示す。測定は真空中で、事前にマイクロデバイスを加熱して吸着している水を除去してから、AFM で摩擦を測定した。図 5 に示す通り、走査ライン毎に測定面に加える引っ張り力の ON/OFF を変化させ、ON の状態の摩擦力から OFF の状態の摩擦力を引き算したところ、このような分布が得られた。この分布は、有限要素法解析 (FEM) で得られた摩擦方向の歪み分布 (図 13 の点線枠内) と同様な形をしていることから、原子間隔変化が摩擦力に与える影響を直接確認できた。FEM の解析による結晶歪みの最大値は約 1.3% で、それに対する摩擦力の低下率は約 10% となり、予想よりも大きくなった。

原子間隔変化が摩擦力に与える影響を直接調べる方法を確立出来たことは大きな成果である。今後は、原子間隔を変化させる方向の変更、歪みを生じさせる力の正確評価を通じて、研究を開発していく予定である。

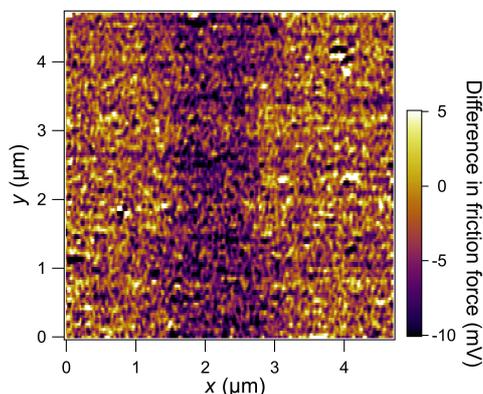


図 12 結晶歪みによる摩擦力の低下

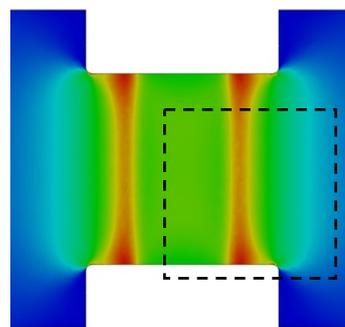


図 13 摩擦方向の歪み分布

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計6件（うち査読付論文 5件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 3件）

1. 著者名 Miyake Koji, Ueki Takamasa, Ikeda Koji, Ando Yasuhisa	4. 巻 58
2. 論文標題 Effect of adhesion on frictional properties of nanostripe surface structures composed of Au and Fe	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Japanese Journal of Applied Physics	6. 最初と最後の頁 SIIC06 ~ SIIC06
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.7567/1347-4065/ab19b2	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -
1. 著者名 Hayashi Motoki, Ando Yasuhisa	4. 巻 136
2. 論文標題 Friction characteristics between two nanostripe surfaces	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Tribology International	6. 最初と最後の頁 165 ~ 172
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.triboint.2019.03.046	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -
1. 著者名 安藤 泰久	4. 巻 64
2. 論文標題 マイクロトライボロジーからの摩耗現象へのアプローチ	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 トライボロジスト	6. 最初と最後の頁 302 ~ 307
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.18914/tribologist.64.05_302	査読の有無 無
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 Ando Y., Abe S.	4. 巻 424-425
2. 論文標題 Friction and wear properties of nanostripe-inducing structures in vacuum environment	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Wear	6. 最初と最後の頁 62 ~ 69
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.wear.2018.11.008	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 Ando Yasuhisa, Sumiya Takuro	4. 巻 151
2. 論文標題 Friction properties of micro/nanogroove patterns in lubricating conditions	5. 発行年 2020年
3. 雑誌名 Tribology International	6. 最初と最後の頁 106428 ~ 106428
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1016/j.triboint.2020.106428	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 SHIOJIMA Reina, ANDO Yasuhisa, MIYAKE Koji, NAKANO Miki	4. 巻 16
2. 論文標題 Determining lubrication properties of hierarchical groove patterns using mesoscale raster-scanning measurements	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 Journal of Advanced Mechanical Design, Systems, and Manufacturing	6. 最初と最後の頁 JAMDSM0030
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) 10.1299/jamdsm.2022jamdsm0030	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている (また、その予定である)	国際共著 -

〔学会発表〕 計32件 (うち招待講演 0件 / うち国際学会 10件)

1. 発表者名 Shion SAITO, Yasuhisa ANDO and Tsuguyori OHANA
2. 発表標題 Friction characteristics of micro-textured surfaces with diamond-like carbon coating
3. 学会等名 The 9th International Conference on Manufacturing, Machine Design and Tribology (ICMDT 2019) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Takumi Shimakura, Yasuhisa Ando, Shu Kimura
2. 発表標題 Molecular dynamics simulations of effects of inter-atomic distance on friction force
3. 学会等名 The 9th International Conference on Manufacturing, Machine Design and Tribology (ICMDT 2019) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Motoi Miyazawa, Yasuhisa Ando, Yasutaka Takeuchi
2. 発表標題 Measurement of temperature dependences of micro scale lubrication properties using AFM
3. 学会等名 The 9th International Conference on Manufacturing, Machine Design and Tribology (ICMDT 2019) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 Yasuhisa Ando, Motoki Hayashi, Takumi Shimakura
2. 発表標題 Friction Characteristics between Two Nanostripe Surfaces
3. 学会等名 International Nanotribology Forum (国際学会)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 Takumi Shimakura, Shu Kimura, Yasuhisa Ando
2. 発表標題 Effect of inter-atomic distance on friction force
3. 学会等名 International Nanotribology Forum (国際学会)
4. 発表年 2020年

1. 発表者名 Yasuhisa ANDO, Yuto SHIINA
2. 発表標題 Friction force reduction by solid surface strain
3. 学会等名 Tribochemistry2022 (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Yasuhisa Ando, Akimasa Kumada
2. 発表標題 Friction Characteristics of Nanostripe Surfaces under “Wide” Point Contact
3. 学会等名 The 7th World Tribology Congress (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Motoi Miyazawa, Ryohei GENDA, Yasuhisa Ando
2. 発表標題 Study of temperature dependences of micro scale lubrication properties using AFM
3. 学会等名 The 7th World Tribology Congress (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Yasuhisa ANDO, Yuto SHINA, Miki NAKANO
2. 発表標題 Friction Force Distribution Measurements on Strained Surfaces
3. 学会等名 2022 JSME-IIP/ASME-ISPS Joint International Conference on Micromechatronics for Information and Precision Equipment (国際学会)
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Yasuhisa Ando, Yuto Shiina, Shu Kimura, Miki Nakano
2. 発表標題 Friction Force Measurement on Strained Surface
3. 学会等名 9th International Conference on Manufacturing, Machine Design and Tribology (国際学会)
4. 発表年 2023年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔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
研究分担者	中野 美紀 (Miki NAKANO) (20415722)	国立研究開発法人産業技術総合研究所・エレクトロニクス・製造領域・主任研究員 (82626)	
研究分担者	三宅 晃司 (Koji MIYAKE) (30302392)	国立研究開発法人産業技術総合研究所・エレクトロニクス・製造領域・研究グループ長 (82626)	
研究分担者	大花 継頼 (Tsuguyori OHANA) (10356660)	国立研究開発法人産業技術総合研究所・エレクトロニクス・製造領域・研究グループ長 (82626)	

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------