

機関番号：13901

研究種目：若手研究(B)

研究期間：2009～2010

課題番号：21760111

研究課題名(和文) 微小すき間における液体潤滑剤の力学特性の解明

研究課題名(英文) Measurement of mechanical properties of liquid lubricants confined in nano gaps

研究代表者：

伊藤 伸太郎 (ITO SHINTARO)

名古屋大学・工学研究科・講師

研究者番号：50377826

研究成果の概要(和文)：ナノメートルオーダーの微小すき間(ナノすき間)に閉じこめられた液体は、バルク状態とは異なる力学特性(粘弾性)をもつことが知られている。この現象の理解は、磁気記録装置の液体潤滑薄膜の設計や、マイクロ化学チップの開発などに重要である。ナノ隙間の粘弾性測定法として、ファイバーウォブリング法(FWM)が開発されている。この測定法により、ナノ隙間で剪断される液体は粘性や弾性が增大することや、剪断率の増加に伴って粘性が減少するシアシニングが起こることなどが明らかにされている。このような現象には、分子の剪断による分子配向が関与すると考えられるが、詳細なメカニズムは未だ解明されていない。そこで本研究では、FWMによる粘弾性測定と分子配向特性の同時計測の実現をした。実験結果より、ナノ隙間では粘弾性が分子配向に大きく依存することが明らかとなった。

研究成果の概要(英文)：Liquids confined in nanometer-sized gap width have characteristic viscoelastic properties. In our previous study, we have developed highly-sensitive shear force measuring method, which we called the “fiber wobbling method (FWM)”, and revealed that liquid polymers exhibit enhanced viscoelasticity when they are sheared. Although mechanisms to explain these phenomena must involve molecular orientation confined in the gap, details are not clarified. In this study, we succeeded in simultaneously measuring viscoelasticity and molecular orientation of confined liquid crystal using FWM combined with birefringence measurement. Our experimental results showed that the relationship between nanometer-sized gap widths and viscoelasticity strongly depends on the molecular orientation.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	2,700,000	810,000	3,510,000
2010年度	800,000	240,000	1,040,000
総計	3,500,000	1,050,000	4,550,000

研究分野：トライボロジー

科研費の分科・細目：機械工学，設計工学・機械機能要素・トライボロジー

キーワード：トライボロジー

## 1. 研究開始当初の背景

ミクロな世界においては重力や慣性力などの体積力に比べ、摩擦力などの表面力が支配的となる。したがって、マイクロマシン・ナノマシンなどの微小機械の実現には、相対運動する機械要素の表面設計、とくに潤滑設計が重要となる。ただし、微小機械の機械要

素間のすき間はナノオーダーまで微小化することが想定され、そのようなすき間では液体の力学特性がマクロな状態のそれと大きく異なることが、近年のナノ計測技術の発展により解明されつつある。バルク状態ではニュートン流体として振る舞う液体潤滑剤についても、分子サイズと同程度の微小すき間に

においては、特有の力学特性を示すことが報告されている。典型的な例としては、粘性係数がバルク状態の数十倍にも増加し、さらにバルク状態では観測されない弾性を発現することが知られている。また、分子形状を反映し、すき間変化に対して不連続な力学特性を示すことが報告されている。したがって、微小すき間に液体潤滑剤を介したしゅう動については、マクロな系で確立されたレイノルズ方程式を基礎式とする流体潤滑の理論を適用することが困難であると考えられる。レイノルズ方程式は、ナビエ・ストークス方程式から「流体の粘性は一定である」ことや「流体は連続体である」などの仮定に基づき導出されるため、微小すき間における液体潤滑剤にそのまま適用することは難しい。すなわち、微小すき間における潤滑設計には、潤滑剤の力学特性のすき間依存性や不連続性を考慮した潤滑理論の構築が必須である。

申請者はこれまでの研究において、しゅう動子として先端を球形状に加工した光ファイバプローブを用いる新規なせん断力測定法を確立し、微小すき間における液体潤滑剤の力学特性（粘弾性特性）の測定を可能とした。その結果、しゅう動すき間の微小化に伴って、粘性係数は数百 nm 以下のすき間から緩やかに増大し、数 nm のすき間においてバルク状態の約 30 倍に達することが明らかとなった。また、バルク状態では観測されない弾性が約 10 nm 以下のすき間において発現することを示した。

## 2. 研究の目的

微小すき間での流体潤滑には、従来の理論の修正もしくは新たな理論の構築が必須である。しかし、微小すき間に特有の力学特性について、そのメカニズムは未だ十分に解明されておらず、体系的な理論を構築するには学術的基盤を欠いている。そこで本研究では微小すき間の液体潤滑剤の力学特性について、メカニズムの解明を目的とする。特有の力学特性を引き起こす要因として、微小すき間における潤滑剤分子の分子運動性の抑制が考えられる。分子運動性が抑制されると、粘性・弾性の増大の原因となり、さらに緩和時間が増大するためシアニング現象が引き起こされる可能性がある。そこで、本研究では、微小すき間における潤滑剤分子の分子運動性に着目し、力学特性のメカニズムの解明を試みる。分子運動性を低下させる要因としては、潤滑剤分子と基板との相互作用および潤滑剤分子の構造化の二つの可能性が考えられる。しかし、これまでの研究結果から、粘性係数の増大が数百 nm 以下という潤滑剤分子のサイズ(数 nm 程度)に対して十分に広いすき間から発生したことから、潤滑剤分子

と基板との相互作用は考え難い。したがって、特有の力学特性は分子の構造化に起因すると予想される。バルクの状態では一般的な液体と同様にランダムな形状と配置をとる潤滑剤分子が、微小すき間においては分子配列・分子配向などの秩序構造を形成し、分子運動性を低下させる可能性がある。そこで、本研究では申請者がこれまでに開発したせん断力測定法をさらに発展させ、力学特性の測定と同時に分子配向を測定可能とし、力学特性と秩序構造の相関からメカニズムの解明を試みる。

## 3. 研究の方法

これまでの研究において確立したせん断力測定法の概略を図 1 に示す。本法では、分解能 0.1 nm オーダのすき間制御、感度 0.1 nN オーダのせん断力測定を実現した。また、しゅう動すき間は数  $\mu\text{m}$  から数 nm の範囲で任意に設定することが可能である。具体的には、図 1 に示すように、基板上に塗布された液体潤滑剤を、基板に対して垂直に配置した光ファイバプローブの先端の球(先端球)によりしゅう動する。先端球の直径は約 200  $\mu\text{m}$  と微小である。液体潤滑剤は基板表面と先端球表面のすき間に挟まれた状態でせん断される。先端球にはたらくせん断力、すなわち微小すき間の液体の流動・変形に必要な力は、プローブのたわみを検出することにより測定する。高感度な力検出には、高感度なたわみ検出が必須である。そこで、申請者は先端球をマイクロ球レンズとして用いる新規な測定法を考案した。先端球をレンズとして使用し、レーザービームを集光して光位置センサ上にレーザースポットを形成する。ファイバーのたわみは、光位置センサ上のレーザースポットの位置を検出することにより測定可能となる。この測定法により、10 pm オーダのたわみ測定を実現した。これは、力感度に換算すると 0.1 nN オーダに相当する。

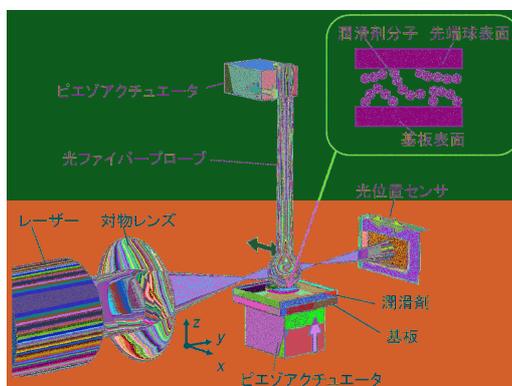


図 1 先端を球形状に加工した光ファイバプローブによる超高感度粘弾性測定法の概略図

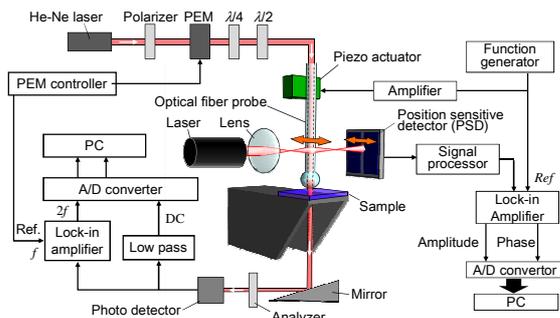


図 2 粘弾性特性と分子配向の同時計測を実現する装置構成の概略図

本研究では、力学特性の測定と同時に潤滑剤分子の分子配向を観察可能とした。しゅう動子として用いる光ファイバプローブにレーザー光を導入し、先端球から出射してしゅう動下にある潤滑剤を通過した光の偏光状態を解析し試料の複屈折率を得る。複屈折率から、しゅう動される潤滑剤分子が分子配向を同定することとした。具体的な測定装置の概略を図 2 に示す。

光源には He-Ne レーザーを用い、クロスニコル光学系を構築した。ファイバー内部での応力複屈折を補正し、かつ偏光方向を調整するために  $\lambda/4$  板と  $\lambda/2$  板を用いた。さらに、ナノメートルオーダーと薄い試料を透過した光の微小な偏光状態の変化を検出するために、光弾性変調器 (PEM) を導入し、レーザー光に位相変調をかけ、同期検波することとした。これにより、多重干渉や環境ノイズなどによる影響を低減でき、高精度な複屈折測定が可能となる。PEM を用いたときの位相変調の周波数を  $\omega$ 、振幅を  $B$  とすると、複屈折性物質を通過した常光と異常光の光路差である、リタデーション  $R$  には次式により得られる。

$$R = \cos^{-1} \left( \frac{I_{2\omega}}{2I_{DC}J_2(B)} \right) \quad (1)$$

ここで  $I_{2\omega}$ 、 $I_{DC}$  はそれぞれ、光強度の二倍周波数成分と直流成分を表す。また、 $J_2$  はベッセル関数を表す。構築した光学系において、 $R$  の最小検出限界を評価したところ  $0.31\text{nm}$  を達成した。リタデーション  $R$  と屈折率異方性  $\Delta n$  および試料厚さ  $d$  の関係は次式で表される。

$$R = \Delta n \cdot d \quad (2)$$

FWM において、試料厚さ  $d$  は液体試料が閉じこめられるプローブ先端と基板間の摺動隙間に相当し、従来法によりナノメートルオーダーの精度で同定可能である。式(2)により、測定された  $R$  と隙間  $d$  から折率異方性  $\Delta n$  を算出し、分子配向を評価した。分子配向が起こると屈折率に異方性が生じ  $\Delta n$  が増加する。

構成した装置の検証のために、液体試料には分子配向の起こりやすい液晶性高分子である、4'-Pentyl-4- biphenylcarbonitrile (5CB)

を用いた。基板には配向膜を成膜した石英ガラス基板を用いた。配向膜には Poly(vinyl cinnamate) に偏光紫外線を照射したものを用いた。配向膜の効果により、基板近傍の液晶性高分子は一定方向に配向する。粘弾性計測においては、まず 5CB を基板上に滴下し、プローブ先端を液滴に浸漬した。プローブ先端と基板表面が十分に離れた状態でプローブの加振を開始した。加振の周波数は 1kHz、振幅は 100 nm とした。ピエゾアクチュエータによる加振を継続したまま、プローブ先端と基板間の摺動隙間を 6 nm/s で狭小させた。この過程におけるプローブ先端の振動について、振幅および位相を測定した。同時にリタデーション  $R$  も測定した。これらの結果から、粘性係数  $\eta'$ 、弾性係数  $\eta''$ 、屈折率異方性  $\Delta n$  を算出した。プローブによる摺動方向は、配向膜による配向方向と直交する方向もしくは平行する方向とし、それぞれについて粘弾性と分子配向の同時計測を行った。

#### 4. 研究成果

配向膜による配向方向と直交する方向に摺動したときの測定結果を図 3 に、平行する方向に摺動した結果を図 4 に示す。直交する場合、屈折率異方性  $\Delta n$  は約 100 nm 以下の隙間から急激に減少した。これは、剪断によってプローブ先端表面でおこる分子配向と、基板上の配向膜による分子配向の効果が競合

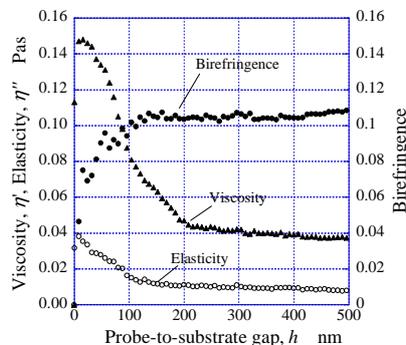


図 3 分子配向と直交方向にしゅう動した場合の粘弾性と屈折率異方性

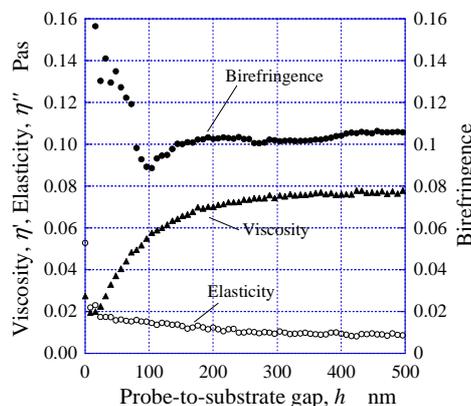


図 4 分子配向と平行方向にしゅう動した場合の粘弾性と屈折率異方性

し、配向度が低下したためと考えられる。 $\Delta n$ の減少と同時に、粘性および弾性が增大することが明らかとなった。液晶性高分子は配向した方がエネルギー的に安定であるため、分子配向が乱れることにより分子間相互作用が増大し、粘性・弾性が增大したと考えられる。これとは反対に、図4に示すように、配向膜による配向方向と摺動方向を一致させた場合、約100 nm以下の隙間から屈折率異方性 $\Delta n$ が増大し、それとともに粘性が低下する結果が得られた。これは、100 nm以下の隙間で剪断と配向膜の両方の効果により分子の配向度が増加し、分子間相互作用が低下したために粘性が低下する結果となったと推察される。直交する場合と平行する場合ともに、 $\Delta n$ の変化が隙間100 nm以下から起こった。これは、配向膜による分子配向の効果が、配向膜表面から100 nm程度の距離まで影響することを示唆している。

## 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計7件)

- ① S. Itoh, K. Fukuzawa, Y. Hamamoto, H. Zhang, Opposing effects of confinement and confinement-induced shear-thinning on viscoelastic properties of liquid lubricant in nanometer-scale gaps, Tribology International, 査読有り, 2011, in press
- ② Y. Hamamoto, S. Itoh, K. Fukuzawa, H. Zhang, Viscoelastic properties of monolayer lubricant films during touch-down and take-off behavior measured by fiber wobbling method, Tribology Online, 査読有り, Vol. 6, No.1, 2011.1, pp. 83-95
- ③ Y. Hamamoto, S. Itoh, K. Fukuzawa, H. Zhang, Shear thinning behavior of monolayer liquid lubricant films measured by fiber wobbling method, Journal of Physics: Conference Series, 査読有り, 258, 012010, 2010.12, pp. 1-10
- ④ S. Itoh, K. Fukuzawa, Y. Hamamoto, H. Zhang, Temperature Dependence of the Viscoelastic Properties of a Confined Liquid Polymer Measured by Using an Oscillating Optical Fiber Probe, Japanese Journal of Applied Physics, 査読有り, 49, 2010.12, pp. 08LB13-1-08LB13-5
- ⑤ 浜本祐也, 伊藤伸太郎, 福澤健二, 張賀東, 光ファイバプローブを用いた単分子厚さの液体潤滑薄膜の動的粘弾性計測, 日本機械学会論文集(C編), 査読有り, 第76巻, 767号, 2010.7, pp. 1716-1727
- ⑥ S. Itoh, K. Imai, K. Fukuzawa, Y.

Hamamoto, Z. Hedong, Displacement measurement for high speed tribological measurement using oscillating optical fiber probe, Journal of Advanced Mechanical Design, Systems, and Manufacturing, 査読有り, Vol.4, No.1, 2010.2, pp. 2-14

- ⑦ S. Itoh, K. Takahashi, K. Fukuzawa, H. Amakawa, H. Zhang, Spreading Properties of Monolayer Lubricant Films: Effect of Bonded Molecules, IEEE Transactions on Magnetics, 査読有り, Vol. 45, No. 11, 2009.11, pp. 5055-5060

[学会発表] (計13件)

- ① 伊村優一, 伊藤伸太郎, 福澤健二, 張賀東, ナノ隙間における液体の粘弾性と剪断配向特性の同時計測法に関する研究, 日本機械学会 IIP2011 情報・知能・精密機器部門講演会, 2011.3.23, 要旨集
- ② 今井晃基, 伊藤伸太郎, 福澤健二, 張賀東, プローブ共振を用いた高速摺動下におけるナノ厚さ潤滑膜の粘弾性計測に関する研究, 日本機械学会 IIP2011 情報・知能・精密機器部門講演会, 2011.3.23, 要旨集
- ③ Shintaro Itoh, Kenji Fukuzawa, Yuya Hamamoto, Hedong Zhang, Viscoelasticity of PFPE Lubricant Films on Magnetic Disk Surface Measured by Optical-Fiber-Based Nanorheometry, The Asia-Pacific Magnetic Recording Conference 2010 (APMRC2010), 2010.11.10, Singapore
- ④ 伊藤伸太郎, 福澤健二, 浜本祐也, 張賀東, レーザー加熱下においてせん断されるナノ厚さ液体潤滑剤の粘弾性特性, 第2回マイクロ・ナノ工学シンポジウム, 2010.10.14, くにびきメッセ (松江市)
- ⑤ Yuya Hamamoto, Shintaro Itoh, Kenji Fukuzawa, Hedong Zhang, Shear thinning behavior of monolayer liquid lubricant films measured by fiber wobbling method, International Conference on Science of Friction (ICSF2010), 2010.9.15, Mie, Japan
- ⑥ 水野拓海, 伊藤伸太郎, 今井晃基, 福澤健二, 張賀東, 光ファイバプローブの共振振動を利用した液体潤滑薄膜の摩擦特性測定, 日本トライボロジー学会, 2010.5.18, 国立オリンピックセンター記念青少年総合センター (東京)
- ⑦ 浜本祐也, 伊藤伸太郎, 福澤健二, 張賀東, 単分子液体潤滑膜のタッチダウン・テイクオフ過程における粘弾性特性計測, 日本機械学会 IIP2010 情報・知能・精密機器部門講演会, 2010.3.17, 東京電機大学神田キャンパス
- ⑧ 浜本祐也, 伊藤伸太郎, 福澤健二, 張賀東, ファイバウォブリング法における

高精度な隙間制御のための超高感度固定接触検出法, 日本機械学会東海支部第 59 期総会講演会, 2010.3.10, 名城大学

- ⑨ Shintaro Itoh, Kenji Fukuzawa, Yuya Hamamoto, Hedong Zhang, Temperature Dependence of Viscoelastic Properties of Confined Liquid Polymer Measured by Oscillating Optical Fiber Probe, The 17th International Colloquium on Scanning Probe Microscope, 2009.12.10, Shizuoka, Japan
- ⑩ 伊藤伸太郎, 福澤健二, 浜本祐也, 張賀東, ナノメートルスケールの微小隙間に介在する液体高分子の動的粘弾性測定, 日本機械学会 2009 年度年次大会, 2009.9.15, 岩手大学
- ⑪ Yuya Hamamoto, Shintaro Itoh, Kenji Fukuzawa, Hedong Zhang, Dynamic Rheological Properties of Molecularly Thin Lubricant Film Measured by Fiber Wobbling Method, World Tribology Congress 2009 (WTC2009), 2009.9.11, Kyoto Japan
- ⑫ Shintaro Itoh, Kenji Fukuzawa, Yuya Hamamoto, Hedong Zhang, Shear-Thinning Behavior of Confined Lubricants Measured by Fiber Wobbling Method, World Tribology Congress 2009 (WTC2009), 2009.9.11, Kyoto, Japan
- ⑬ Koki Imai, Shintaro Itoh, Kenji Fukuzawa, Yuya Hamamoto, Hedong Zhang, High-Speed Tribological Measurement by Using Oscillating Optical Fiber Probe, JSME-IIP/ASME-ISPS Joint Conference on Micromechatronics for Information and Precision Equipment (MIPE 2009), 2009.6.19, Tsukuba, Japan

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

伊藤 伸太郎 (ITOH SHINTARO)  
名古屋大学・大学院工学研究科・講師  
研究者番号: 50377826

### (2) 研究分担者 なし

### (3) 連携研究者 なし