

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 5 月 13 日現在

機関番号：13901

研究種目：基盤研究(A)

研究期間：2011～2013

課題番号：23246031

研究課題名(和文) ナノメートル厚さの潤滑膜を用いた薄膜潤滑現象の多角的計測

研究課題名(英文) Multilateral measurement of phenomena of thin lubrication with a nm-thick lubricant film

研究代表者

福澤 健二 (FUKUZAWA, Kenji)

名古屋大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：60324448

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 32,900,000円、(間接経費) 9,870,000円

研究成果の概要(和文)：ハードディスクドライブなどの微小機械の潤滑技術として、摺動面にのみ液体潤滑膜を塗布するタイプの潤滑(薄膜潤滑)が期待されている。しかし、計測の困難さゆえ現象の定量化は十分進んでいない。本研究では、潤滑膜の発生する水平力・鉛直力および膜変形を同時計測する方法を構築し、薄膜潤滑の理論構築のための基盤的知見を得ることを目的とした。水平力・鉛直力計測のために、それぞれ、光ファイバプローブおよび水晶振動子を用いた音叉型センサを用いる方法を構築した。また、膜変形計測のために二段結像型エリプソメトリー顕微鏡を開発した。計測により従来の浸漬型潤滑とは異なる薄膜潤滑の理論基盤構築に重要な現象を明らかにした。

研究成果の概要(英文)：Thin film lubrication, where lubricant film is applied only to the sliding point, is expected to be lubrication technology for micro machines such as hard disk drives. However, the lubrication phenomenon has not been fully quantified due to the difficulty of measurement. In this study, we aimed at building a method that simultaneously measures the lateral and normal forces generated by lubricant and deformation of lubricant films and obtaining fundamental knowledge for construction of theory of the thin film lubrication. For measurements of lateral and normal forces, we developed optical-fiber-probe based and quartz-tuning-fork based methods, respectively. Moreover, two stage imaging ellipsometric microscopy was developed for visualization of the film deformation. These measurement method revealed important phenomena for construction of thin film lubrication theory, which are different from those in conventional lubrication.

研究分野：工学

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：潤滑 マイクロ・ナノトライボロジー 粘弾性計測 極微量潤滑 水晶振動子 エリプソメトリー顕微鏡 ハードディスク マイクロマシン

1. 研究開始当初の背景

これまでの潤滑技術においては、相対運動する機械要素を液体潤滑剤に浸漬する潤滑（浸漬潤滑と呼ぶ）が主だった。一方、摺動面にのみ液体潤滑膜を塗布するタイプの潤滑（薄膜潤滑）が最近注目を集めている。特に、微小機械に対しては、従来の浸漬潤滑では、粘性抵抗が動作を阻害するため薄膜潤滑が必須と考えられている。例えば、ハードディスクドライブにおいては、記録密度向上のため微小ヘッドとディスク間のすきまは数 nm 以下が要求され、ヘッド走行方式としては従来の空気膜浮上からディスクとの接触摺動への移行が求められている。これに対して、ディスク上の nm 厚さの液体潤滑膜による薄膜潤滑が有望と考えられている。

一般に、潤滑効果はくさび作用により得られる。すなわち、進行方向に狭くなるくさび状すきまに、潤滑剤がせん断流動されることで、摺動面を分離する圧力（動圧力）が潤滑剤中に発生し、摺動面の接触が避けられる。しかし、薄膜潤滑は、摺動部で動的に形成される液架橋中の現象であり、くさび作用発生の有無も明らかではない。さらに、微小摺動すきまの潤滑剤を、マクロすきまと同様の連続流体として取り扱うことが困難な場合も多い。このように、従来の浸漬潤滑と大きく異なる薄膜潤滑だが、計測の困難さゆえ現象の定量化さえ進んでいない。そこで、我々は現象解明に向けた計測法を開発してきた。微小すきまの現象なので、高精度にすきま制御した条件で潤滑膜の発生する水平方向の力（粘弾性力）と鉛直方向の力（動圧力、凝着力）の計測が必須である。水平力は、先端を球状に加工した光ファイバを摺動プローブとする計測法、鉛直力は、水平方向に電磁石で加振したステンレス製音叉型センサを用い、鉛直力による固有振動数の変化から得る方法を開発してきた。薄膜潤滑においては、力学計測に加えて潤滑膜の変形をリアルタイムに把握することが必須である。エリプソメトリー（偏光解析法）の原理にもとづき、光検出器を撮像素子（CCD カメラ等）とすることにより、膜厚分布を明暗像に変換するエリプソメトリー顕微鏡を開発し、nm 厚さの潤滑膜の膜厚分布をリアルタイム可視化できることを示した。

2. 研究の目的

これまでの研究により計測法の基盤は確立したが、薄膜潤滑現象の定量化は困難であった。力学応答計測では、浸漬潤滑に比べ摺動部が微小化し発生力が減小するのに対応して、高感度化が必要である。膜観測では、摺動部微小化に対応して面内分解能を向上する必要がある。本研究では、課題を克服する新規な計測法を提案し、潤滑膜の発生する水平力・鉛直力および膜変形を同時計測し、薄膜潤滑の理論構築のための基盤的知見を得ることを目的とした。

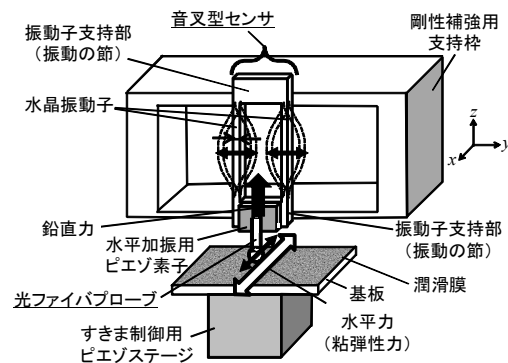


図1. 開発した水平・鉛直力測定系の概略図。鉛直力検出用の二個の水晶振動子から成る音叉型センサと水平力検出用の光ファイバプローブ。

3. 研究の方法

薄膜潤滑現象の定量化に向けて、力学応答計測については高感度計測系、膜観測法については高分解能リアルタイム可視化系を構築し、それらの統合を図った。以下に、各項目の詳細を述べる。

(1) 水平力・鉛直力計測系の構築

本研究で開発した水平・鉛直力計測系の概略図を図1に示す。水平力検出には、先端を球状に加工した光ファイバ（直径 125 μm ）を摺動子として用いた。水平方向に加振した光ファイバプローブを潤滑膜に接触させ、その際の水平方向の振幅・位相応答により、潤滑膜の粘弾性力を得た。本プローブは鉛直方向には剛で、水平方向には柔であるので、高いすきま制御と高感度力検出を両立できる。また、鉛直力（動圧力・凝着力など）は、音叉型センサの固有振動数変化から得た。音叉型センサは、水平方向に振動する両端固定型の二本の水晶振動子を組み合わせたものである。水晶振動子に鉛直力が加わると固有振動数が変化する。これを測定周波数における位相変化として検出した。この位相変化が鉛直力と比例するため、鉛直力を定量化できる。本センサも、鉛直方向には剛なので、高精度なすきま制御が達成できる。水晶振動子の振動方向は水平でかつ共振を利用した方法なので、高感度な力検出も実現できる。さらに二つの水晶振動子を逆位相で振動させ、振動子の支持部を振動の節とすることで、水晶振動子の水平方向の振動による上下方向の微小な振動によるすきま変動を抑制できる。これは、水晶振動子の支持部にプローブやピエゾ素子を張り付けても水晶振動子の振動性能に影響を与えないという利点ももたらす。この利点に着目し、水平力検出用のプローブをピエゾ素子に貼り付けたものを鉛直力センサの水晶振動子の支持部に貼り付け、水平力・鉛直力を統合した同時計測可能な系を構成した。

また、音叉型鉛直力センサは、図1の x 方向の剛性が低く、たわむ可能性があるため、剛性補強用の支持枠に接着した。センサとの接合部のうち下側の接合部の形状を、 z 方向の剛性が音叉の剛性より十分小さくなるように設定した。一方、 x 方向の支持枠の剛性は音叉の剛性より十分大きく設定し、鉛直方向の力検出に影響を与えないように x 方向の剛性を補強した。

そして、鉛直力センサについて力感度の向上も試みた。これまでのステンレス製センサの力感度は $1\ \mu\text{N}$ 前後であった。理論的考察から、音叉型センサの力の最小検出限界（検出感度）の向上には、幅を狭くするのが効果的であることを明らかにした。本研究では、マイクロマシン技術を用い、幅の狭い水晶振動子を試作した。なお、研究の効率化のために、設計した音叉型センサの製作は水晶振動子メーカーに委託した。

(2) 潤滑膜観測系の構築

図2に従来のエリプソメトリー顕微鏡の概略図を示す。エリプソメトリー顕微鏡は、 $0.01\ \text{nm}$ 程度の高い膜厚分解能を実現できるエリプソメトリー（偏光解析法）の原理を用いる。潤滑膜表面からの反射光の偏光状態は、膜の屈折率すなわち膜厚に依存するので、膜厚分布を反映した偏光分布を偏光子を用いて明暗分布に変換すれば、膜厚分布が明暗像として得られる。本顕微鏡では像のコントラストを得るため、斜め照明する必要がある（入射角 60° 程度）。これに対応して、従来のエリプソメトリー顕微鏡では、図2のように対物レンズを斜めに配置する。この斜め観測は、摺動プローブ等を配置する空間が確保できるという利点を有するが、レンズの焦点面はその光軸に対して垂直であるため、斜め観測すると視野領域（ $=\lambda/2NA^2\sin\theta$ ）が狭くなるという課題を有する。ここで、開口数 NA はレンズの解像力の指標で、値が1に近いほど高分解能なレンズである。例えば、入射角 $\theta=60\ \text{deg}$ 、波長 $\lambda=680\ \text{nm}$ 、開口数 $NA=0.95$ とすると、視野は $0.4\ \mu\text{m}$ 程度となってしまう、原理的に高分解能観測が困難である。このため、従来のエリプソメトリー顕微鏡での面内分解能は $10\ \mu\text{m}$ 前後が限界である。力学応答計測で、光ファイバプローブと基板間に形成される潤滑剤液架橋の大きさは数 μm 程度と想定されるので、面内分解能は $1\ \mu\text{m}$ 以下が必要で、従来のエリプソメトリー顕微鏡では達成困難である。そこで、本研究では、図3に示す、膜像を二段階で結像させる新規なエリプソメトリー顕微鏡（二段階結像法）を考案し、設計・試作した。本法では、膜像（物体像）を1次結像系で一旦空間に結像させ、2次結像系で撮像素子上に結像させる。1次結像系では、従来型（図2）と同様に物体面が光軸に対して斜めとなるが、2次結像系では、物体面（1次結像面）が光軸に対して垂直となり、視野の狭小化なしに通常

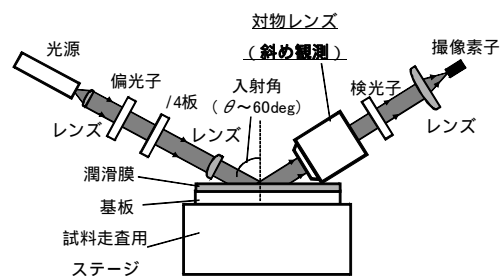


図2. 従来型のエリプソメトリー顕微鏡。

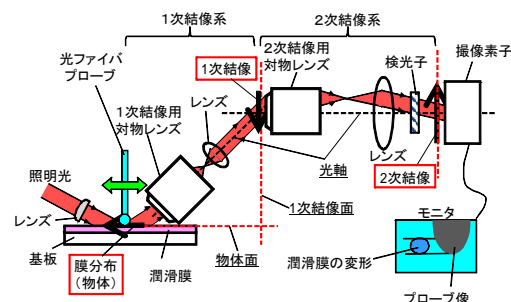


図3. 開発した二段階結像型エリプソメトリー顕微鏡。照明系は図2に示したものと同様で、図では省略した。

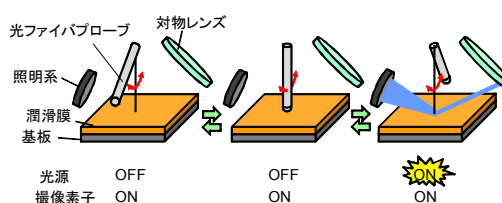


図4. ストロボ照明による摺動時の潤滑膜の可視化。

の光学顕微鏡と同様の高分解能が実現できる。

また、図3のように斜め観測を用いているので、摺動子のためのスペースを確保できるので、本研究では、摺動子として図1に示した光ファイバプローブを用い、水平力検出法との統合を試みた。加振した光ファイバプローブを潤滑膜に接触摺動させ、その際の膜変形を、二段階結像型エリプソメトリー顕微鏡を用いて観測した。しかし、この配置では、プローブが摺動部に位置する時は、摺動部がプローブにより覆われるため観測できない。そこで、図4に示すように、光ファイバプローブの水平加振振幅を大きく設定し、潤滑膜との接触・離脱を繰り返す間欠接触摺動となるようにした。そして、振幅が大きくなった時にのみ光源を発光させるストロボ観測することにより、摺動直後の膜を可視化し、摺動による潤滑膜の変形を観測した。ストロボ光源として、LED光源を用いた。エリプソメトリー顕微鏡は試料の反射率を測定するが、反射率は波長に依存するため、単色光源が必要である。しかし、レーザーなど光源の可干渉性が高すぎると光干渉による干渉縞の様な雑音

像が発生し、像の信号対雑音比を下げるため、光干渉による雑音像を発生しない高輝度の単色光源の選定が重要であった。さらに、照明光の照射時間を 0.1 ms 以下に設定し、摺動と発光時間をずらすことにより、摺動痕が自発的に回復していく過程を高い時間分解能で観測することを試みた。

4. 研究成果

構築した計測法および計測法により得られた成果を以下に述べる。

(1) 水平力・鉛直力計測系の構築

鉛直力測定用の音叉型センサとして、幅が 226 μm と 90 μm の水晶振動子から成るセンサを作製した。ここでは、それぞれセンサ A と B とよぶ。図 5 に作製したセンサを示す。長さとは厚さはいずれも同程度とした。幅の狭いセンサ B は、センサ A より高い力感度を可能とし、検出回路の改良とあわせて力検出感度の向上に成功し、当初目標としていた力感度 0.1 μN を達成できた。図 6 に、図 5 のセンサ B で測定した鉛直力の結果の例を示す。加振した光ファイバプローブと基板の間に潤滑剤を挟み、摺動すきまを変えながら鉛直力を測定した。すきまが数 nm から 10 nm 以下で鉛直力が増加した。動圧力の発生する領域は nm オーダ厚さの極薄の潤滑膜であると考えられ、このような薄膜においても動圧力が発生することを示唆している。また、振動子の駆動電流を検出する方法に加え、レーザードップラー振動計で水晶振動子の振動を計測する方法を試みた。力感度は向上するが、雑音も大きくなるため、改良の余地があることが分かった。

図 7 に、センサ B を用いて鉛直力測定（図 6）と同時計測した水平力測定の結果を示す。水平加振力に対する振幅・位相応答から粘性・弾性を求めた。摺動すきまが小さく、すなわち潤滑膜が薄くなると、粘度が増加し、液体であるにもかかわらず弾性を示した。

さらに、図 6 に見られる比較的大きな周期の雑音は、水平加振用のピエゾにより誘起されるものである可能性があることを明らかにした。nm オーダ厚さの薄膜を測定するにはこのノイズの低減が重要であるので、水平力測定用プローブと鉛直力センサを分離した構造など新しい構造の検討に着手した。

(2) 潤滑膜観測系の構築

図 8 に段差パターンを用いて求めた二段結像型エリプソメトリー顕微鏡の結像特性を示す。空間周波数は、試料の構造の細かさを表わし、Modulation transfer function (MTF) は試料の細かな構造を像にどこまで正確に伝えられるかの指標である。図 8 は試料の構造が細かくなり空間周波数が高くなると、構造が弁別しにくくなることを示している。MTF = 0.1 のときの空間周波数を解像の限界とすると、水平・垂直方向ともに約 1 μm となった。従来のエリプソメトリー顕微鏡の面内分

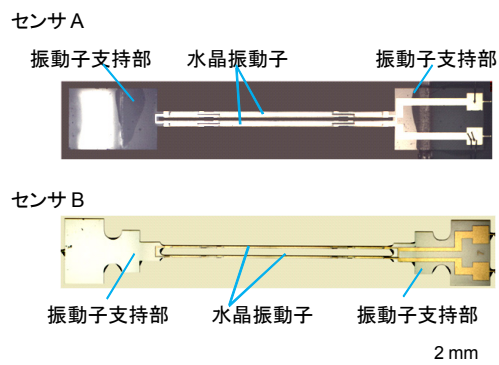


図 5. 作製した音叉型鉛直力センサ。センサ A, B の幅はそれぞれ 226 μm と 90 μm とした。

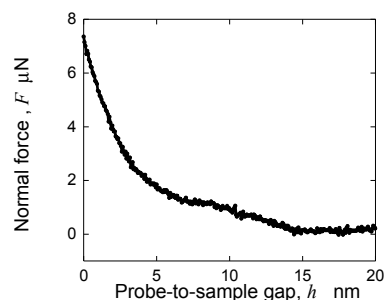


図 6. 作製した音叉型鉛直力センサ B (幅 90 μm) による鉛直力測定結果の例。

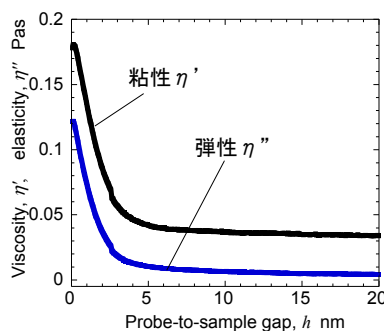


図 7. 水平力測定から求めた潤滑膜の粘性・弾性。センサ B による図 6 の鉛直力測定との同時計測の結果である。

解能は 10 μm 前後であり、高分解能化を達成することができた。また、照明光学系の改良による照明光強度の増強と画像処理により、膜厚分解能 0.1 nm オーダと nm 厚さの薄膜の可視化に必要な分解能を達成した。図 9 に、厚さ 1.6 nm の潤滑薄膜に形成した摺動痕を可視化した結果を示す。これは、単分子厚さの潤滑膜の変形の可視化も可能であることを示している。

図 10 は、厚さ 6.4 nm の潤滑膜の摺動痕について、照明パルス光の照射タイミングを変えて、摺動痕形成からの経過時間を変えた観測の結果である。図 8~10 は、二段結像型エリプソメトリー顕微鏡と摺動に同期したストロボ撮像法とを組み合わせることにより、

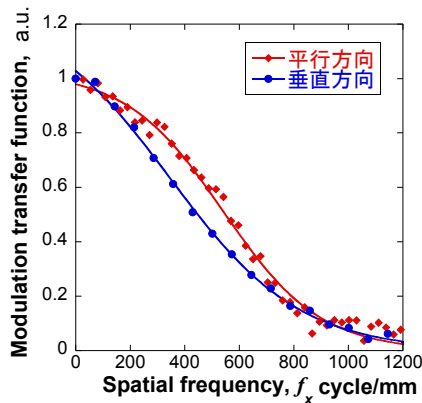


図 8 . 段差パターンにより求めた二段結像型エリプソメトリー顕微鏡の結像特性 . 平行・垂直は光の入射方向に対して平行あるいは垂直な方向の空間周波数を表わす .

nm 厚さ潤滑膜の変形を高分解能 (空間分解能: $1\mu\text{m}$, 時間分解能: $10\mu\text{s}$ オーダ) に可視化可能であることを示している . なお, 図 10 の結果から, 摺動痕は 100 から $200\mu\text{s}$ の時間で修復されるように見える . 本実験では潤滑膜像は複数回の摺動の積分値となっており, その間にプローブと潤滑膜の間で潤滑剤が移着・再付着する可能性があり, 現象が複雑である . プローブを潤滑膜から速やかに引き離す方法だと修復時間のオーダはもっと大きくなり, 潤滑剤分子の拡散で説明できるオーダとなった . 図 10 に示した繰り返し摺動による修復過程はこれと異なる過程と考えられ, 今後の検討が必要である .

さらに, 光ファイバプローブを用いた水平力測定法との同時計測を試みた . この測定では, 摺動部の観測が可能な程度大きな振幅 ($100\mu\text{m}$ 程度) でプローブを振動させる必要がある . そのため, プローブと潤滑膜は間欠的に接触することになる . また, 振幅が大きいため, 摺動速度は 1m/s 程度と大きい . 実験の結果, 振幅変化は検出限界以下であった . プローブの振幅変化から潤滑膜の粘度を推定すると, バルクの粘度より大きく減少していることが示唆された . すなわち, せん断率が大きくなると, 界面あるいは分子間のすべりによる粘度低下が生ずることを示唆している .

以上, 本研究では, 薄膜潤滑の現象解明を目的として, 水平・鉛直力計測と膜観測に関する新規な計測を確立した . 開発した計測によりナノすきま摺動においても動圧力が発生する可能性があること, 閉じ込め効果により粘度が増加すること, およびせん断率が大きいことにより界面あるいは分子間すべりが発生することなど, 従来の浸漬型潤滑とは異なる, 薄膜潤滑の理論基盤構築に重要な現象を明らかにした . 本研究で開発した方法と得られた知見は, 薄膜潤滑の現象解明に有効な方法と知見となることが期待できる .

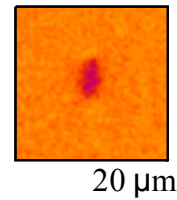


図 9 . 二段結像型エリプソメトリー顕微鏡により可視化した厚さ 1.6nm の潤滑膜に形成した摺動痕 .

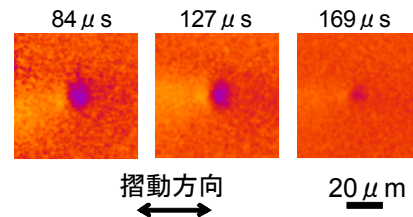


図 10 . 二段結像型エリプソメトリー顕微鏡により可視化した摺動痕の修復過程の可視化結果 . 潤滑膜の膜厚は 6.4nm . また, 図の上の数字は摺動時からの経過時間を示す .

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 6 件)

Kenji Fukuzawa, Qingqing Liu, Takumi Tarukado, Yosuke Kajihara, Ryota Watanabe, Shintaro Itoh, Hedong Zhang, Novel Methods for Real-time Observation of Molecularly Thin Lubricant Films by Ellipsometric Microscopy: Application to Dewetting Observation, IEEE Transactions on Magnetics, 査読有, Vol. 49, No. 6, 2013, 2530-2534

Yosuke Kajihara, Kenji Fukuzawa, Shintaro Itoh, Ryota Watanabe, Hedong Zhang, Theoretical and Experimental Study on Two-stage-imaging Microscopy Using Ellipsometric Contrast for Real-time Visualization of Molecularly Thin Films, Review of Scientific Instruments, 査読有, Vol. 84, 2013, 053704 (9 pages)

Yosuke Kajihara, Kenji Fukuzawa, Shintaro Itoh, Ryota Watanabe, Hedong Zhang, Simultaneous Measurement of Film Deformation and Friction Force during Shearing nm-thick Lubricants, IEEE Transactions on Magnetics, 査読有, 2012, Vol. 48, No. 11, 4455-4458

Qingqing Liu, Kenji Fukuzawa, Yosuke Kajihara, Hedong Zhang, Shintaro Itoh, Vertical-Objective-Based Ellipsometric Microscope for Real-time Observation of nm-Thick Lubricant Films, Tribology Online, 査読有, Vol. 7, No.3, 2012, 139-146

Kenji Fukuzawa, Yuki Yamauchi, Yosuke Naito, Shintaro Itoh, Hedong Zhang, A New

Method for Measuring Normal Forces with Accurate Gap Control Using a Microfabricated Quartz Resonator for Lubrication at Nanometer Gaps, Tribology Letters, 査読有, Vol. 43, No. 2, 2011, 121-128

Yosuke Kajihara, Kenji Fukuzawa, Shintaro Itoh, Hedong Zhang, Real-time Visualization of a Shearing Nanometer-thick Lubricant Film by Two-stage Imaging Ellipsometric Microscopy, IEEE Transactions on Magnetics, 査読有, Vol. 47, No. 10, 2011, 3441-3444

〔学会発表〕(計7件)

渡辺亮太, 福澤健二, 伊藤伸太郎, 張賀東, エリプソメトリー顕微鏡を用いたナノ厚さ潤滑膜の修復過程のリアルタイム可視化, 日本機械学会情報・知能・精密機器部門(IIP部門)講演会 (IIP2014), 2014.3.18, 東洋大学(東京都)

Kenji Fukuzawa, Tomoya Takaba, Shintaro Itoh, Hedong Zhang, Highly Sensitive Normal Force Measurement with Accurate Sliding Gap Control for Evaluation of Boundary and Thin-film Lubrication Phenomena, 5th World Tribology Congress (WTC2013), 2013.9.11, Palaolimpico (Torino, Italy)

Kenji Fukuzawa, Yosuke Kajihara, Qingqing Liu, Takumi Tarukado, Ryota Watanabe, Shintaro Itoh, Hedong Zhang, Novel Methods for Real-time Observation of Molecularly Thin Lubricant Films by Ellipsometric Microscopy, The Asia-Pacific Magnetic Recording Conference (APMRC 2012), 2012.11.1, Equarius Hotel (Singapore)

Yosuke Kajihara, Kenji Fukuzawa, Shintaro Itoh, Ryota Watanabe and Hedong Zhang, Improvement of Thickness Resolution on Two-Stage Imaging Ellipsometric Microscope, 2012 ASME-ISPS/JSME-IIP Joint International Conference on Micromechatronics for Information and Precision Equipment (MIPE2012), 2012.6.19, Santa Clara University (Santa Clara, USA)

Yosuke Kajihara, Kenji Fukuzawa, Shintaro Itoh, Ryota Watanabe, Hedong Zhang, Simultaneous Measurement of Film Deformation And Friction Force During Shearing nm-Thick Lubricants, IEEE International Magnetics Conference (INTERMAG 2012), 2012.5.11, Vancouver Convention Centre (Vancouver, Canada)

Qingqing Liu, Kenji Fukuzawa, Yosuke Kajihara, Hedong Zhang, Shintaro Itoh, Vertical-Objective-Based Ellipsometric Microscope for Real-time Observation of nm-Thick Lubricant Films, International Tribology Conference Hiroshima 2011(ITC

HIROSHIMA 2011), 2011.10.31, International Conference Center Hiroshima (広島県)

伊藤伸太郎, 福澤健二, 張賀東, ナノ隙間に閉じこめられた液体の粘弾性計測, 第3回マイクロ・ナノ工学シンポジウム, 2011.9.27, タワーホール船堀(東京都)

〔図書〕(計0件)

〔産業財産権〕
出願状況(計0件)

取得状況(計0件)

〔その他〕
ホームページ等
<http://ayame.fukuzawa.nuem.nagoya-u.ac.jp>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

福澤 健二 (FUKUZAWA Kenji)
名古屋大学・大学院工学研究科・教授
研究者番号: 60324448

(2) 研究分担者

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

(3) 連携研究者

該当なし