

科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成25年 6月 5日現在

機関番号：13901

研究種目：若手研究(A)

研究期間：2011 ~ 2012

課題番号：23686028

研究課題名（和文）

ナノ液体薄膜による潤滑技術確立に向けた力学モデルの構築に関する研究

研究課題名（英文）

Determination of mechanical properties of nanometer-thick liquid lubricant films for thin film lubrication technology

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）：

ナノ厚さ潤滑薄膜の力学モデル構築に向けて、摺動時における液架橋形状と力学応答との同時計測を実現することを目的とした。力学応答の測定には従来研究で開発したファイバーウォブリング法(FWM)を用いることとした。FWMでは先端を球形に加工した光ファイバーを摺動子として用いる。FWMで測定された力学応答から力学モデルの構築に必要な物性値(粘性係数や弾性係数)を得るには、摺動子先端と潤滑膜との接触面積を精確に同定する必要がある。そのために試料下側より摺動子先端表面を顕微鏡観察することとした。微分干渉法を用いることによりバックグラウンドノイズを低減する方法を着想し、数 μm オーダの接触面積の観察に成功した。構築した測定法を用い、ナノ厚さ液体潤滑膜の粘性係数を定量評価することに成功した。

研究成果の概要（英文）：

To establish mechanical model of nanometer-thick liquid lubricant films, we aimed to achieve simultaneous measurements of mechanical responses and contact areas during the shearing of the film. Highly sensitive shear force measurement method developed in our previous study, which we called the fiber wobbling method (FWM), was used to detect the mechanical responses. In the FWM, we used the ball-ended optical fiber as a shearing probe. To construct the mechanical model, we have to determine the physical properties of the films, such as viscosity and elasticity, from the mechanical responses obtained by the FWM measurements. This requires precise measurements of the contact area between the probe tip and lubricant film. For this purpose, we integrated the FWM setup on to the inverted microscope and observe the contact area from the backside of the sample substrate. We found that the differential interference contrast microscopy was effective to reduce the background noise and succeeded the measurement of contact area during the FWM measurements. From the experimental results we quantitatively obtained the thin film's viscosity.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2011年度	9,800,000	2,940,000	12,740,000
2012年度	10,500,000	3,150,000	13,650,000
総計	20,300,000	6,090,000	26,390,000

研究分野：ナノ計測工学

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：ナノトライボロジー、薄膜潤滑

1. 研究開始当初の背景

MEMS (Micro electromechanical systems) やハードディスクドライブに代表される微小機械では、機械要素間の隙間がナノメートルサイズまで狭小化している。このような微小隙間において十分な潤滑を達成するには、ナノメートル厚さまで薄膜化した液体潤滑膜 (ナノ厚さ液体潤滑膜) による潤滑技術の確立が必要とされている。潤滑設計には、摺動時の力学特性を予測するモデルの構築が必須となるが、ナノ厚さの液体はバルク状態とは異なる力学特性 (粘弾性) を示すことが知られており、その現象は未だ十分に解明されていない。

2. 研究の目的

著者らは先端が球形状の光ファイバーを摺動プローブとして使用する高感度なせん断力測定法を開発し、ナノ厚さ液体潤滑膜の力学応答を計測することに成功した。本法をファイバーウォブリング法 (Fiber wobbling method: FWM) とよぶ。ただし、従来研究においては潤滑膜の物性である粘弾性を定量的に評価することが困難であった。その原因は、摺動プローブ先端と潤滑膜との接触面積を定量測定することが出来なかったためである。例えば、二つの平板間に存在する液体を速度 v でせん断したときの粘性抵抗力 F は以下のように表される。

$$F = \frac{\eta^* S v}{h} \quad (1)$$

ここで、 η^* は潤滑膜の粘弾性を表す複素粘性係数、 h はせん断隙間、 S は潤滑膜と平板の接触面積である。式(1)から η^* は h 、 v 、 F 、 S が既知であれば同定することが出来る。FWM による粘弾性測定において、せん断隙間 h とせん断速度 v は任意に設定可能であり、 F はせん断力として検出される。つまり粘弾性を定量的に測定するためには潤滑膜とプローブとの接触面積 S を測定する必要がある。本研究では、ナノ厚さ潤滑膜の力学モデルを構築に向けて、FWM による粘弾性測定において、せん断力 F と接触面積 S の同時計測を実現することを目標とした。

3. 研究の方法

FWM の装置構成を図1に示す。FWM では先端が球形状の光ファイバーを摺動プローブとして利用する。プローブは試料に対して垂直に配置し、ピエゾアクチュエータにより加振して、その先端で潤滑膜をせん断する。プローブのたわみによってプローブ先端に作用するせん断力を検出する。プローブのたわみ測定のために、ファイバー先端を球状レンズとして利用し、レーザー光

を光位置センサ (Position sensitive detector: PSD) 上に集光する。ファイバーがたわむと PSD 上に集光されたレーザースポットの位置も変化する。これにより、ファイバーのたわみ量を測定することができる。

FWM による潤滑膜の粘弾性測定においては、プローブを正弦加振する。図1に示されている2つのロックインアンプのうち、片方のロックインアンプは参照信号として加振信号を用い、潤滑膜をせん断したときのプローブ先端の振幅と位相変化を測定する。もう片方のロックインアンプは、プローブ先端と基板の固体接触点の検出に使用する。FWM ではナノメートルオーダの摺動隙間を直接測定することはできないため、プローブと基板が固体接触した位置を隙間の原点と定義し、サンプルを載せたピエゾステージの変位から摺動隙間を同定する。固体接触の開始時には、表面の突起接触が起こり、プローブにはインパルス状の加振力がはたらく。これによりプローブに共振周波数成分の振動が励起される。その共振周波数成分をロックインアンプで同期検波し、固体接触点を同定する。この方法により 0.1 nm オーダの精度でせん断隙間を同定することができる。

せん断力と接触面積の同時計測のために、FWM によるせん断力測定系を倒立顕微鏡上に構築した。基板の背面から微分干渉 (Differential interference contrast: DIC) 法によってプローブと潤滑膜の接触面積の観察することとした (図2)。プローブの先端の材質はガラスであり、潤滑膜との界面では、空気との界面より反射率が 65% 程度低下する。従って、プローブ先端と潤滑膜との接触面積は、輝度の低下した暗部として観察される。明視野顕微鏡においても、輝度の

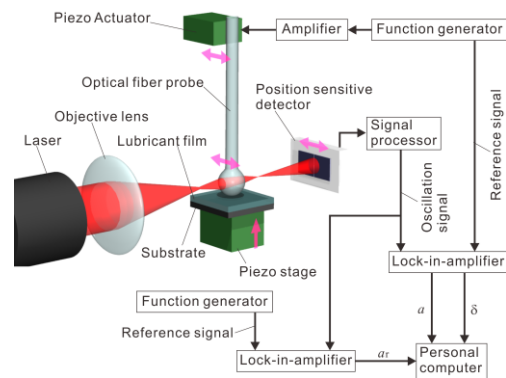


図1. Fiber wobbling method の概略と装置構成

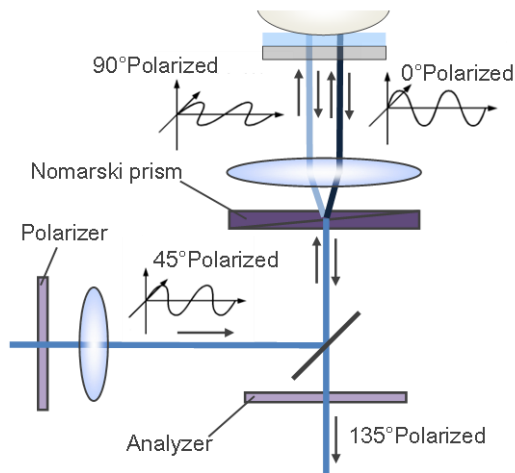


図2 微分干渉顕微鏡観察のための光学系

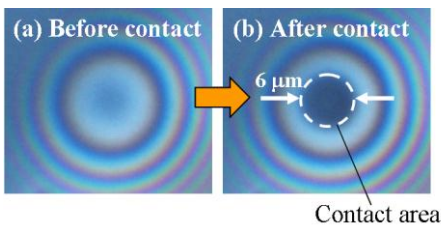


図3 接触面積の微分顕微鏡観察像。(a)接触前にはプローブ先端の球面形状を反映した干渉縞が観察されるが、(b)接触後には潤滑膜とプローブとの接触領域が暗部として観察される。

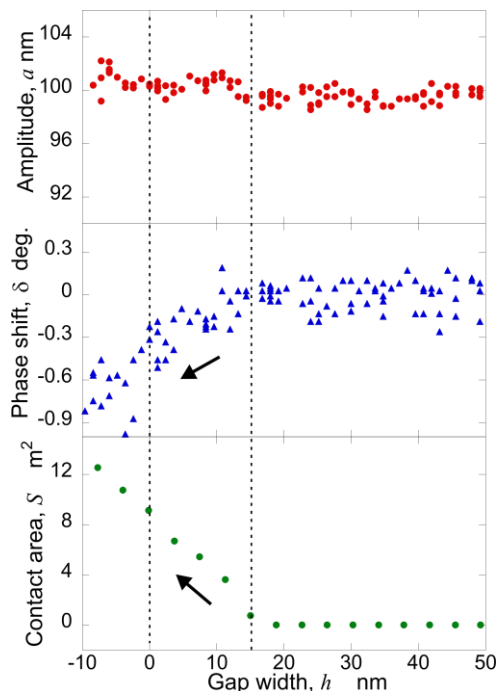


図4 力学応答と接触面積の同時測定結果。縦軸は上からそれぞれ、振幅、位相、接触面積を表す。

変化は観察できるが、基板背面での反射光がバックグラウンドノイズとなり、観察像のコントラストを低下させる。DIC法を使用する利点は、この基板背面での反射光を、

偏光子と検光子で構成されるクロスニコルを通すことによって排除することができる点にある。

潤滑膜にはフッ素系潤滑剤 Fomblin Z03 (Solvey Solexis Inc.)を用いた。基板には背面からの顕微鏡観察を可能とするため、石英ガラス基板を使用した。光ファイバプローブの長さは約2 mm、先端直径は約200 μmであった。AFMを用いて測定した石英ガラス基板と光ファイバプローブ先端の二乗平均粗さはそれぞれ0.7 nm、0.2 nmであった。プローブの加振振幅は100 nm、周波数は1 kHzとした。プローブの加振はプローブ先端が潤滑膜から100 nm以上離れた位置で開始し、一定振幅と一定周波数の加振を維持したまま、隙間をピエゾステージにより6 nm/sの一定の速度で狭小化させた。ロックインアンプによりプローブ先端の振幅と位相の変化を固体接触が検出されるまで測定した。同時にDIC法により観察される接触面積の顕微鏡像をCCDカメラにより撮影しパソコンに記録した。

4. 研究成果

DIC法で接触面積を観察した代表的な結果を図3に示す。潤滑膜の厚さは5.4 nm、プローブ先端の直径は200 μmであった。同心円状の縞模様はプローブ先端の曲率に起因する干渉縞であり、これとは異なる円形の暗部がプローブ中心部に形成された。この円形の直径は約6 μmであった。これがプローブ先端と潤滑膜との接触面積であり、プローブ先端の曲率半径と膜厚の関係から、観測された接触面積の妥当性を確認した。以上により接触面積測定の実理確認に成功した。

実験結果を図4に示す。縦軸は上からそれぞれ、振幅、位相、接触面積を表す。横軸はプローブ先端と基板との隙間である。接触面積は隙間4 nmごとに測定した。隙間が10 nm以上では振幅と位相は一定で変化が見られず、接触面積も観察されなかった。すなわち、プローブと潤滑膜が接触していないことを意味する。隙間が10 nm以下において、位相が隙間の減少に伴い減少し、接触面積は増加した。位相の減少は潤滑膜をせん断したことによる粘性抵抗に起因するものである。この結果から摩擦力と接触面積の同時計測について原理確認に成功したといえる。振幅については、変化が小さく検出することができなかった。また、プローブ先端と潤滑膜の接触が確認された隙間10 nmは、潤滑膜厚さ5.4 nmのおよそ2倍であることに注意されたい。これは分子間相互作用により潤滑膜からプローブ先端への飛びつきが起り、液架橋が形成されたためだと考えられる。

測定した力学応答と接触面積からナノ厚

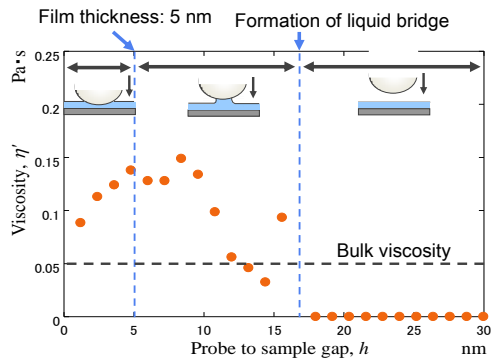


図 5 実験結果から試算したナノ厚さ潤滑膜の粘性係数

さ液体潤滑膜の粘性係数を試算した。図 5 にその結果を示す。隙間 15 nm 以下から 5 nm までは隙間の狭小化とともに粘性が増大した。これは、基板との相互作用や微小隙間に閉じ込められることにより、潤滑剤の分子運動性が低下したことが原因と考えられる。また隙間 5 nm 以下では粘性が減少傾向を示した。この原因は明らかとなっていないが、高せん断率での摺動において界面すべりが発生し、見かけの粘性が低下した可能性が考えられる。

以上のとおり、本研究課題で構築した測定法は、ナノ厚さ液体潤滑膜の力学特性の解明に有力な手段となると考えられる。また、本研究で得られた知見は潤滑設計に向けた力学モデルの構築に基盤的な知見となるものである。

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 3 件)

① Shintaro Itoh, Yuya Hamamoto, Koki Ishii, Kenji Fukuzawa, and Hedong Zhang, Nanorheometry of molecularly thin liquid lubricant films coated on magnetic disks, *Advances in Tribology*, 査読有り, 掲載決定, 巻号未定.

② Shintaro Itoh, Yuya Hamamoto, Koki Ishii, Kenji Fukuzawa, and Hedong Zhang, Detection of Asperity Contact for Precise Gap Determination in Thin-Film Nanorheometry, *Tribology Letters*, 査読有り, Vol. 49, 2012, pp. 1-10.

③ Shintaro Itoh, Kenji Fukuzawa, Koki Imai, Koki Ishii, Hedong Zhang, High-Speed Friction Measurement for a Molecularly Thin Lubricant Film Using a Fiber Wobbling Method, *IEEE Transactions on Magnetics*, 査読有り, Vol. 48, No. 11, 2012, pp. 4467-4470.

[学会発表] (計 5 件)

① Shintaro Itoh, Takumi Mizuno, Yusuke Norizuki, Hedong Zhang, Kenji Fukuzawa, Simultaneous Measurements of Friction Forces and Contact Areas during Shearing of Nanometer-thick Liquid Lubricant Films, 2012 International Joint Tribology Conference (2012 IJTC Conference), pp. 42-43, 2012.10.9, Denver, Colorado, USA.

② 法月 悠輔, 伊藤 伸太郎, 水野 拓海, 福澤 健二, 張 賀東, 摺動時におけるナノ厚さ液体潤滑膜の液架橋形成と粘弾性応答の同時計測, トライボロジー会議 2012 秋, pp.255-256, 2012.9.16, 北海道 室蘭

③ 石井 公貴, 伊藤 伸太郎, 今井 晃基, 福澤 健二, 張 賀東, ナノ厚さ液体潤滑膜の高せん断速度下における摩擦特性計測, トライボロジー会議 2012 秋, pp.253-254, 2012.9.16, 北海道 室蘭

④ Shintaro Itoh, Kenji Fukuzawa, Koki Imai, Koki Ishii, Hedong Zhang, High-speed Friction Measurements for a Molecularly Thin Lubricant Film Using a Fiber Wobbling Method, 2012 IEEE International Magnetics Conference (INTERMAG 2012), HH-06, 2012.5.11, Vancouver, Canada

⑤ 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, pp. 37-38, 2011. 9. 27, 東京

[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://www.mitsuya.nuem.nagoya-u.ac.jp/>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

伊藤 伸太郎 (ITO 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