

科学研究費助成事業（学術研究助成基金助成金）研究成果報告書

平成25年5月30日現在

機関番号：12608
 研究種目：若手研究(B)
 研究期間：2011～2012
 課題番号：23760126
 研究課題名（和文） グラファイト-フラーレン超潤滑機構の極微観察によるメカニズムの
 解明
 研究課題名（英文） Understanding Mechanism of Super-Lubrication Driven by
 Graphite/Fullerene Composite using *in-situ* TEM
 研究代表者
 石田 忠 (ISHIDA TADASHI)
 東京工業大学・大学院総合理工学研究科・助教
 研究者番号：80517607

研究成果の概要（和文）：

ダイヤモンドライクカーボン(DLC)の超潤滑機構を明らかにした。従来研究により 50 nm オーダーで荒れた表面の摺動において、ナノベアリングが形成し潤滑するということがわかっていた。本研究費では、数 nm レベルで平坦な表面における摺動実験を行い、平坦な表面においてもナノベアリングが形成され潤滑効果を向上していることを明らかにした。当初予定していたグラファイト-フラーレンは、使用していた透過型電子顕微鏡(TEM)では観察することができなかった。

研究成果の概要（英文）：

We revealed a mechanism of super-lubrication of diamond-like carbon (DLC) using *in-situ* transmission electron microscopy (TEM). In our previous work, nano-scaled bearings formed at a DLC-DLC interface with 50 nm asperities during a cyclic friction test. The nano-scaled bearings also formed at a DLC-DLC interface just with a few nm asperities. With this, the mechanism of DLC super-lubrication could be driven by the rotation of DLC nanoballs at the interface. However, we could not visualize a graphite/fullerene composite, which we supposed to understand its mechanism in the initial proposal, using our TEM setup

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2011年度	1,500,000	450,000	1,950,000
2012年度	700,000	210,000	910,000
総計	2,200,000	660,000	2,860,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：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・超潤滑

1. 研究開始当初の背景
 エネルギーの枯渇が問題視されている社
- 会において、エネルギーロスの少ない工学システムを構築することは急務である。中でも、

摩擦によるエネルギーロスは年間 13 兆円とも言われており、摩擦の少ないシステムを構築することは世界規模で社会的に焦眉の課題である。従来は潤滑油やベアリングにより低摩擦環境が実現されてきたが、近年になり摩擦がほぼゼロである超潤滑システムが提唱されている。超潤滑はグラファイトによりフラーレンを挟み込んだ系において低い摩擦が実現されることが発見された。しかし、グラファイト-フラーレンからなる超潤滑システムにおいて、フラーレンやグラファイトがどのように振舞うかは計算上でしか確認されていない。そこで、グラファイト-フラーレン系において摩擦実験中の単一分子レベルの振る舞いを、実験的に検証することは非常に興味深い。

2. 研究の目的

超潤滑である材料の組合せを対象として、摩擦実験時にそれらの材料の組合せがナノスケールでどのように振る舞い、結果として超潤滑を発現しているのかを明らかにすることが目的である。ただし、当初の対象材料はグラファイト-フラーレン-グラファイト系であったが、実験を進めるに当たり本材料系の観察ができないことがわかったため、DLC-DLC の超潤滑を観察対象として研究を行うこととした。

3. 研究の方法

ナノレベルで鋭い 1 対の針を TEM 内部で摺動し、摩擦界面のその場観察する。ナノスケールの挙動と超潤滑を結びつけ、そのメカニズムを実験的に解明する。そのためには TEM 内部で摺動実験を行うことのできる 1 対の針 (MEMS デバイス) の開発とそれを用いた摺動実験のその場観察を行うことが重要となる。

(1) MEMS デバイスの開発

ナノレベルで鋭い一対の針は MEMS 技術を用いて作成しており、それぞれの針に接近用と摩擦用の静電アクチュエータを備えている。この一対の針の先端に DLC を集束イオンビーム化学気相成長 (FIB-CVD) 法により成膜し、DLC の対向針を作成することが可能である。これにより DLC-DLC の超潤滑系を実現することが可能である。

また、この DLC の対向針を真空中で加熱することで、DLC 表面に積層したグラファイトを形成する。その後フラーレンを対向針間に散布・蒸着し、グラファイト表面にフラーレンを配置する。これにより MEMS デバイスの持つ一対の針の間に、グラファイト-フラーレン-グラファイトの超潤滑系を実現することができる。

(2) TEM 観察下における DLC 摺動実験

(1) で作成した MEMS デバイスを用いた TEM 内における摩擦実験を行う。まず、TEM 内部での駆動実験を行い、本デバイスで超潤滑材料系の摺動実験が可能であることを示す。さらに、対向針先端を TEM を用いて超高分解能観察し、先端に DLC やグラファイト、フラーレンが付着していることを確認する。最後に、それらを用いて、TEM 観察下において摺動実験を行い、上記超潤滑材料系がナノスケールでどのような挙動を示すことで、結果として超潤滑特性をどのようにして発現しているのかを調べる。

4. 研究成果

(1) MEMS デバイスの開発

MEMS 技術を用いて作成した静電アクチュエータ付の MEMS デバイスを作製した。従来のデバイスは超潤滑における微小力を測定するのに十分な力の測定分解能をもたなかったため、新たにばね定数の小さな梁構造を持つアクチュエータを設計した。そのデバイスを用いて TEM 内駆動実験を行ったところ、図 1 のような駆動特性を得た。さらにそうして得られた MEMS デバイスの対向針構造に FIB-CVD 法により、対向針先端部に DLC を成膜した。対向針の接触面に垂直に近い入射角でイオンビームを照射することで、nm オーダーで平坦な DLC 表面を得ることができた (図 2)。

さらに、そのデバイスを真空環境下において 400°C から 600°C に加熱・冷却することで、DLC 表面にグラファイトのような層状構造を得た (図 3)。しかし、こうして得られたグラファイトは膜質が悪く、表面のごく一部にし

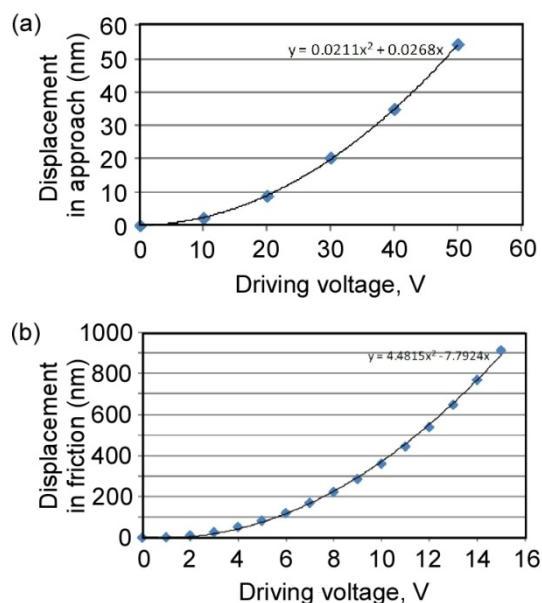


図 1 MEMS デバイスの TEM 内駆動特性。(a) 接近方向駆動特性。(b) 摩擦方向駆動特性。

か確認できなかった。電子線エネルギー損分光法を用いてその存在の確認を行ったものの、有意なグラファイトのピークを得ることはできなかった。また、本デバイスにフラーレンを散布、もしくは蒸着してみたが、先端においてフラーレンを観察により確認することはできなかった。そこで、TEM グリッドにフラーレンを蒸着して観察したところ、フラーレンの結晶構造を確認することができたが、しばらくするとその結晶構造は確認できなくなったことから、電子線により結晶構造を破壊されたものと考えている。金属内包フラーレンにおいても同様の結果が得られており、こちらは内包する金属量が十分でなく、観察可能なほどのコントラストを得

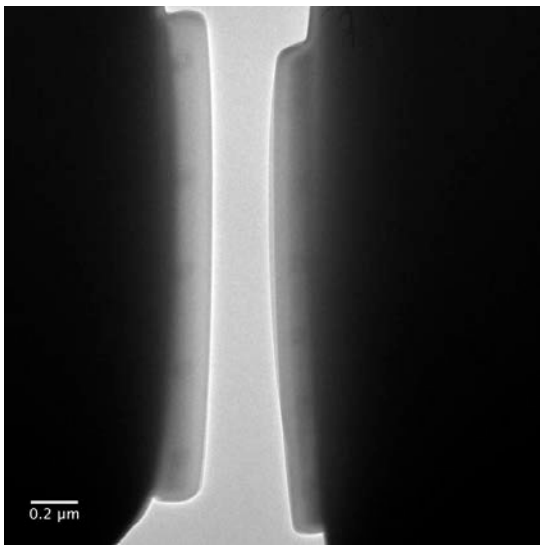


図2 FIB-CVD法により堆積した平坦なDLC表面

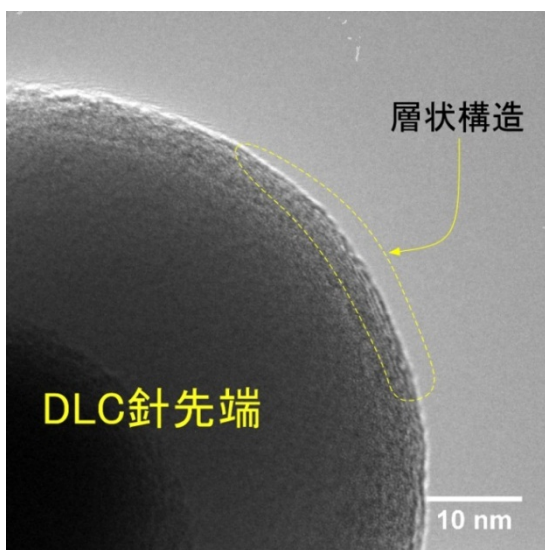


図3 MEMS デバイスにある針先端に形成したグラファイトのような層状構造

られなかったものと考えている。このような問題からグラファイト-フラーレン-グラファイトの超潤滑材料系のナノスケールメカニズムの解明にはより低加速電圧で高分解能を実現する透過電子顕微鏡の導入が不可欠であり、本研究費の範疇を超えると判断し断念した。

(2) 超潤滑材料のナノスケールメカニズムの解明

別の超潤滑材料系である DLC の超潤滑機構を明らかにした。従来研究により 50 nm オーダーで多数の表面突起構造で覆われている表面で摺動実験を行うと、摩耗粉が凝集し直径 50 nm 程度のナノベアリングが形成し潤滑に寄与するということがわかってきた。今回は数 nm レベルで平坦な表面において摺動実験を行ったところ、摺動に伴い平坦な表面においてもナノベアリン

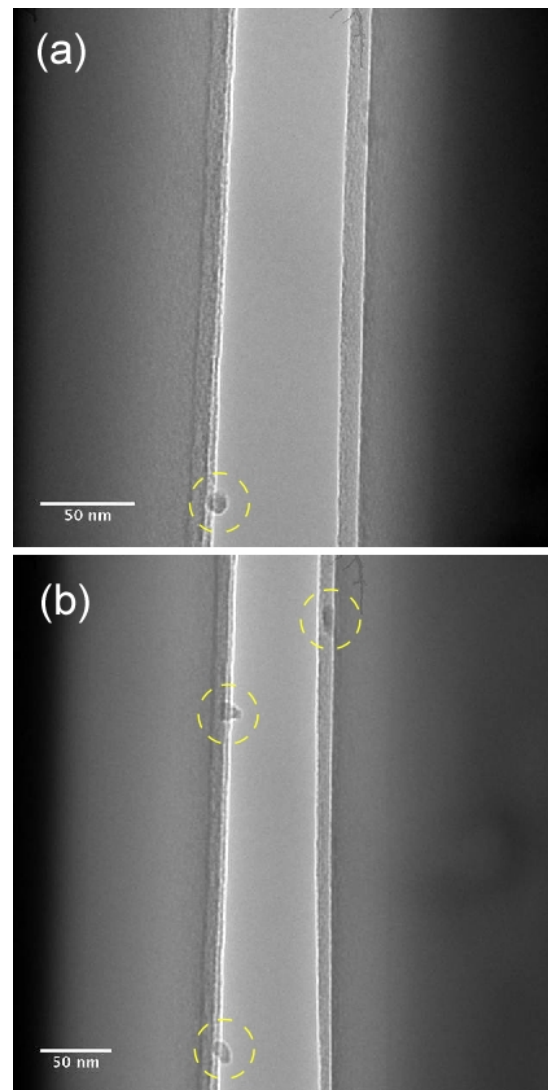


図4 平坦なDLCの摺動面におけるナノベアリングの形成。(a)1回の摺動実験後の対向針表面。(b)5回の摺動実験後の対向針表面。

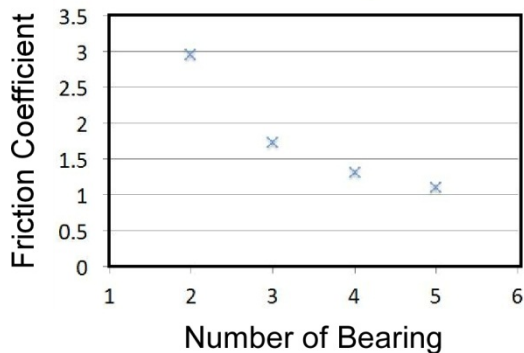


図 5 ナノベアリングの個数と摩擦係数の関係

グが形成された(図 4)。摺動回数と共にナノベアリングの個数が増加した。ナノベアリングを挟み込んだ DLC 界面における摩擦特性を測定してみたところ、ナノベアリングの個数が増加するに伴い、対向針間の摩擦係数が減少することを発見した(図 5)。以上の結果から、表面の粗さにかかわらず、DLC においてはナノベアリングがその潤滑効果を高める役割を担っていることが明らかになった。

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 2 件)

- ① T. Sato, T. Ishida, L. Jalabert and H. Fujita, "Real-time transmission electron microscope observation of nanofriction at a single Ag asperity," *Nanotechnology*, **23**, 505701 (2012) 査読有.
<http://iopscience.iop.org/0957-4484/23/50/505701>
- ② T. Ishida, T. Sato, S. Nabeya, K. Kakushima and H. Fujita, "Highly Stable Spatio-Temporal Mechanical Characterization of Nanocontact between Sharp Tips Using Electrostatic Microactuator Inside Transmission Electron Microscope," *Japanese Journal of Applied Physics*, **50**, 077201 (2011) 査読有.
DOI: 10.1143/JJAP.50.077201

[学会発表] (計 2 件、うち招待講演 1 件)

- ① S. Nabeya, T. Sato, T. Ishida, R. Kometani and H. Fujita, "In-situ TEM Observation and Force Measurement of Stick-slip Motion between DLC frictional surface," 6th International Symposium on Surface Science, pp. 55, Tokyo, Japan, Dec. 12th, 2011.

- ② 石田忠、「MEMSを用いたナノ摩擦試験のリアルタイム界面観察と特性評価」、第 31 回表面科学会学術講演会、タワー船堀、東京都、2011 年 12 月 15 日。(招待講演)

[図書] (計 0 件)
特になし

[産業財産権]
○出願状況 (計 0 件)
特になし

○取得状況 (計 0 件)
特になし

[その他]

国民への発信として様々な会合において、積極的に講演活動を行った(計 3 件)。さらに中高生向けの小冊子「ナノの世界」を作成し、その一部に本研究成果に関する記載を行った。小冊子は関東圏内の中高生に配布したり、国民への発信の時に様々な業種の人たちに配布した。

- ① 石田忠、「ナノの視点で見た環境問題」、日本環境教育機構セミナー、東京ウイメンズプラザ、東京都、2012 年 9 月 13 日。
(<http://www.jp-eco.org/event.html>)
- ② 石田忠、「ナノの世界」、第 12 回融合・創造プラットフォーム、東京大学、東京都、2012 年 6 月 10 日。
- ③ 石田忠、「電子顕微鏡を用いたナノ科学の探求 -産業基盤の発展に向けて-」、東葛ビジネス協議会、ちば興業銀行ビル、柏、千葉県、2012 年 3 月 21 日。

6. 研究組織

(1)研究代表者

石田 忠 (ISHIDA TADASHI)
東京工業大学・大学院総合理工学研究科・助教
研究者番号：80517607

(2)研究分担者

なし

(3)連携研究者

米谷 玲皇 (KOMETANI REO)
東京大学・工学系研究科
講師
研究者番号：90466780

板村 賢明 (ITAMURA NORIAKI)
成蹊大学 理工学部
助教
研究者番号：90433854