

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 5月23日現在

機関番号：73905
 研究種目：基盤研究（C）
 研究期間：2010～2012
 課題番号：22560153
 研究課題名（和文）ガスクラスタイオンビームによるナノ潤滑膜評価用超平滑摺動子の開発に関する研究
 研究課題名（英文）Development of Super-Smooth Sliding Pins Processed with Gas Cluster Ion Beam for Pin-on-Disk Tests of Nanometer-Thick Liquid Lubricant Films
 研究代表者
 三矢保永（MITSUYA YASUNAGA）
 公益財団法人名古屋産業科学研究所・その他部局等・研究員
 研究者番号：10200065

研究成果の概要（和文）：

単分子層の液体潤滑膜（分子潤滑膜）を介した相対運動の摩擦特性を評価するために、ガスクラスタイオンビーム（GCIB: gas cluster ion beam）加工を用いて、摺動面の平均粗さを分子潤滑膜厚さ以下（sub-nm）まで超平滑化するとともに、摩擦励起振動の発生を抑圧できる安定性の高い摺動子アセンブリを開発した。さらに、磁気ディスク上に塗布されたナノ潤滑膜の摩擦実験を行い、新開発の摺動子アセンブリの有効性を確認した。

研究成果の概要（英文）：

To evaluate the friction characteristics of monolayer liquid lubricant (molecularly thin lubricant film), the surface of sliding pins were super-smoothed with the gas cluster ion beam (GCIB) processing to have a surface roughness less than the lubricant thickness, and a novel sliding pin assembly comprised of a sliding pin, a suspension and a double-leaf parallel spring (deflection sensor) was developed which had an advantage of suppressed friction-induced vibration. In addition, friction tests were performed for nanometer thick lubricant films coated on the magnetic disk surface, which showed good availability of the newly develop sliding pin assembly for evaluating the friction characteristic of molecularly thin lubricant films.

交付決定額

(金額単位：円)

	直接経費	間接経費	合計
2010年度	1,300,000	390,000	1,690,000
2011年度	1,000,000	300,000	1,300,000
2012年度	1,000,000	300,000	1,300,000
年度			
年度			
総計	3,300,000	990,000	4,290,000

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：トライボロジー，ナノトライボロジー，精密計測，記憶装置

1. 研究開始当初の背景

ナノテクノロジーの発展は、機械技術にも大きな変革をもたらし、nm オーダの精度で運

動する機構（HDI: head disk interface, MEMS: micro-electro-mechanical systems など）や、境界潤滑の限界で使用される機構要素（自動

車関連のピストン、変速機など)が一部は実用され、あるいは実用目前の段階に達している。これらの機構や要素においては、分子潤滑膜を介して相対運動する表面相互間のトライボ特性(分子膜インタフェース)を定量的に評価して、実用に耐える十分な信頼性・耐久性を保証することが必須である。分子膜インタフェースのトライボ特性を評価する装置としては、目的に応じて三種類に大別できる。一つは、走査型プローブ顕微鏡(SPM: scanning probe microscopy)を利用してプローブを走査する方法、二つは、無欠陥の表面として雲母板やグラファイト表面を利用して、いずれかを走査する方法(SFA: surface force analyzer)、三つは従来のピンオンディスク(POD: pin-on-disk)方式の摩耗試験器を流用する方法である。SPMは、分解能が高く微小領域の基礎的な特性評価には適しているが、原理的には点(接触面積が極小)の測定であり、測定された特性は実用条件とはかけ離れている。SFAは、分子レベルの完全平滑面が使用できるため、粗さの先端が分子膜を貫通しない完全な分子膜状態のトライボ特性の測定には有効である。このため基礎研究のツールとして、種々の分野で応用されてきた。しかし、PZTアクチュエータで駆動する構造のため、摺動速度に限界があり、実用性能評価には適さない。一方、PODは、構造が簡単で摺動子の選択の範囲が広く、目的に応じた速度荷重条件を実現することが容易なため、実用性能評価用として汎用されてきた。しかし、この方法を分子膜インタフェースに適用する場合には下記の二つの問題点があった。1)従来の摺動条件を踏襲して、マクロ的な摩擦摩耗の評価に使用されており、分子膜を破壊しないレベルのミクロ的な摺動メカニズムの測定用としての感度や分解能が不十分であった。2)信頼性・耐久性の指標を得ることが主目的であり、過酷な摺動条件が採用されていたため、分子膜の存在形態や層状構造などが保存されず、分子膜インタフェースの特性解析は不可能であった

2. 研究の目的

磁気記録におけるヘッドディスクインタフェース(HDI)、微細加工によって形成する微小機械(MEMS)、境界潤滑領域の極限環境で使用されるエネルギー伝達機構などの分野において、単分子層の液体潤滑膜(分子潤滑膜)を介した相対運動のトライボ特性を評価するために、ガスクラスターイオンビーム(GCIB: gas cluster ion beam)を用いた平滑化技術を適用して、面粗さがsub-nm以下(単分子膜を貫通しない)のスライディングピン(摺動子)、およびこれを組み込んだ摺動子アセンブリを開発して、分子膜を介した相対運動とこれに関わるトライボロジー現

象(分子膜インタフェース)の解明に資する。

3. 研究の方法

本研究は、下記の三つの分野において展開した。

1) GCIB加工によるガラスボールの平滑化およびGCIB加工後の表面エネルギーの変化の測定、2) ガラスボールと支持ばねによって構成した摺動子アセンブリの振動特性の解明と摺動特性の安定化、3) 摺動特性を安定化した摺動子アセンブリを用いた分子潤滑膜の摩擦力の測定および新開発の摺動子アセンブリの有効性の確認。それぞれについて、下記に詳細に説明する。

1) GCIB加工によるガラスボールの平滑化およびGCIB加工後の表面エネルギーの変化の測定

まず、摺動子として使用するガラス表面をナノレベルまで平滑化するため、ボールレンズの材料に対応して、二つのガラス材料を選定し(クラウンガラス系[BK7]と重フリントガラス系[LaSFN9])、GCIB加工条件として、主イオンとしてアルゴン(Ar-GCIB)を、また仕上げ用イオンとして窒素(N₂-GCIB)を用い、さらにGCIB支援DLC膜(タフカーボン膜)形成の有無の条件を加えて、5水準を設定した。ついで、GCIB加工による表面エネルギーの変化を定量化するために、平面ガラス基板を対象にして、GCIB加工後からの表面エネルギーの時間変化を測定するとともに、加工前後の表面粗さを比較した。この結果、1)短波長粗さの平滑化効果は顕著であるが、長波長粗さには限界があること、2)表面エネルギーについては、Ar-GCIBのみの場合は、加工前より減少すること、Ar-GCIB後にN₂-GCIBした場合は、加工直後には大幅に増大するが、おおむね48時間経過後には加工前まで戻ること、タフカーボン成膜した場合は基板材質に影響されず固有の値をもつこと、などを確認した。

ついで、市販ガラスボールのなかでもっとも精度の高い光学用ガラスボール(重フリント系)にGCIB平滑化加工を適用するために、Ar-GCIBに重点化して、Arのドーピング密度を 1.0×10^{16} cluster/cm²を基準にして、その4, 6, 8倍の4段階に変えて、ドーピング量に依存した表面粗さの変化を、AFM三次元測定により観測した。ドーピング量とともに粗さは単調に低減し、GCIB加工処理なしの場合に比較して、R_{max}は16 nm→2 nm、R_aは2 nm→0.3 nmに向上した。この範囲では、ドーピング量が多いほど平滑化効果が高いことから、粗さが再び増加し始める閾値ドーピング量が存在しないことを確認した。この段階で、単分子膜の測定には十分な平滑化のレベルに達した。

2) ガラスボールと支持ばねによって構成し

た摺動子アセンブリの振動特性の解明と摺動特性の安定化

摺動によって励起される振動によって、摺動子が跳躍したり、スティック・スリップが発生したりすれば、摩擦を精確に測定することができない。測定の障害となるこれらの現象の発生の原因を特定するためには、振動モードを解明することが必須である。そこで試作した高剛性型の支持ばねに有限要素法を適用して、摺動状態における各共振周波数におけるモード解析を行った。この結果、共振周波数は実験結果とよい一致を示すことを確認し、また摺動子が跳躍しやすい共振点を同定した。摺動子が跳躍したり、スティック・スリップしたりする現象は、とくに軽荷重・高速度において顕著になるため、加振源を特定し、それらを最小化することが有効である。加振源となる一つの主要因が、摺動子がばねから突き出ているため、摩擦点に作用する摩擦力の方向と摺動子を支持するばねに作用する反力の方向の不一致に起因する摩擦モーメントであることを着想し、摩擦モーメントの発生を抑圧するために、支持ばねの一端にボールが通り抜けないような貫通穴を開けて、支持ばねの裏側から、ボールをこの貫通穴に押し当てて、ボールの一部が支持体の表側に突き出るように構成した摺動子アセンブリを考案して設計試作した

(特許出願)。摺動子の突き出し量をパラメータ (0.81, 0.41 mm) としたもので、および従来構造のもの (突き出し量 1.5 mm に相当) を用いて、摺動実験により支持ばねおよび起歪体 (摩擦力によって歪みを発生させる構造体) の摩擦励起振動のスペクトラムを比較評価した。さらに、ディスクの面ぶれ振動と比較して、跳躍発生の有無を直接確認する測定法を導入して、新構造の摺動子アセンブリは、跳躍やスティック・スリップの発生が十分に小さく、微小荷重下における摩擦測定が可能であることを確認した。これによって、開発した摺動子によって、ナノ分子膜の摩擦現象を高精度に測定できる見通しを得た。突き出し量は小さいほど、安定化の効果は大きい。実験時の設定作業・操作性はより難しくなる。このため、標準的な摺動子アセンブリの突き出し量を 0.5 mm に設定した。

3) 摺動特性を安定化した摺動子アセンブリを用いた分子潤滑膜の摩擦力の測定および新開発の摺動子アセンブリの有効性の確認

摩擦実験用の摺動子アセンブリとして、重フリンツ系ガラスボール (直径 2 mm) の先端を 0.5 mm 突き出した摺動子アセンブリを作成した。このガラスボールの先端部に、Ar ドーズ量をパラメータとして GCIB 加工を行った (4 水準)。また走行面として、2.5 インチの磁気ディスクを用い、分子膜厚さの無極性 PFPE Z03 (分子量 4000 g/mol) を表面に

塗布した。これらの試料を実験装置に組み込んで、摩擦摺動実験を行った。本実験の特長は、摩擦力の作用点と摺動子の支持点との不一致量 (摺動子の突出量) を減らすことによって、摩擦励起による振動抑圧に成功して、速度効果の測定を可能にしたことである。

4. 研究成果

研究成果は、下記の三つに大別できる。1) ガスクラストイオンビーム (GCIB) 加工によって、摺動子として用いるガラスボールの表面の超平滑化するとともに、ガラスボールと同質のガラス基板を用いて、GCIB 加工にともなう表面エネルギーの変化およびその経時特性を定量化した。2) また、摺動子を支持ばねに固定する方法として、摺動子を支持ばねの裏側から表側に突き出す方法によって、摺動子先端に作用する摩擦モーメントを抑圧する方法を考案して、この摺動子アセンブリを用いて、ナノ分子潤滑膜の摩擦特性の測定を可能とした。3) さらに、開発した摺動子アセンブリを用いて、ナノ分子潤滑膜の摩擦実験を実行して、分子潤滑膜の摩擦特性に及ぼすナノ面粗さの影響、速度効果の影響を明らかにした。それぞれについて以下に詳細に説明する。

1) GCIB 加工によるガラス表面の超平滑化とガラス表面エネルギーの変化の測定

a) 平滑化の効果 クラウン系ガラス基板とガラスボール、および重フリンツ系ガラスボールに GCIB 加工を実施した。クラウン系ガラス基板の表面粗さについては、最大山高さ R_p および最大高さ R_z が、GCIB 加工によりおおむね半減し、 R_p が 2 nm 以下の表面精度を達成した。これにより、ナノ潤滑膜用の摺動ピンの実現見通しが得られた。また、 N_2 -GCIB 加工ありの場合の表面粗さが小さいため、最終段階での N_2 -GCIB 加工が表面平滑化には有利といえる。一方、Ar-GCIB 支援でタフカーボン膜を形成した場合には、梨地状粗さが発生したため、粗さの最大高さが 0.5 ~ 1 nm 程度悪化した。タフカーボンを成膜する場合には、梨地状粗さの形成を抑圧する条件を見出すことが、今後の課題である。重フリンツ系ガラスボールについては、Ar ドーズ量の増大 (0→1→4→8) × 10¹⁶ ions/cm² とともに、十点平均粗さ R_z は、6.2→2.3→2.1→0.38 nm、平均粗さ R_a は、1.71→0.87→0.62→0.19 nm と平滑性が向上し、このドーズ量の範囲では、粗さが反転して大きくなり始めるという閾値が存在しないことを確認した。GCIB 加工の最終工程に N_2 を使用した場合、およびタフカーボン膜形成後の最終工程に N_2 を使用した場合にも、平滑化の効果があるため、更なる平滑化には、Ar-GCIB 工程を最長にしてから、タフカーボン膜形成や N_2 -GCIB 工程を使用する方法が望ましい。

b) 表面エネルギーの変化の測定 GCIB 加工直後には、Ar-GCIB と N_2 -GCIB の 2 段階で加工したものが最も大きく、また Ar-GCIB の 1 段階のみで加工したものが最も小さく、タフカーボンを成膜したものが両者の中間であった。Ar-GCIB と N_2 -GCIB の 2 段階で加工したものは、初期には経時変化が大きく、48 時間後には未加工試料と同じ値に戻って、その後おおむね飽和した。タフカーボンを成膜した場合には、表面エネルギーの経時変化が小さく、また基板材質にほぼ影響されず、タフカーボン膜に固有の値を呈した。 N_2 -GCIB 加工する場合には、十分に時間経過すれば、GCIB 加工が表面エネルギーに与える影響はほぼ消滅すると見なしてよいことになり、もとの材料の特性がそのまま使用可能である点で有利な特性といえる。一方、タフカーボンを成膜する場合には、タフカーボンに固有の表面エネルギーがそのまま使用可能である点に特長がある。

2) 新開発の摺動子アセンブリの振動抑圧効果の確認 摺動子の接触点に発生する摩擦力によって、摩擦モーメントが発生することを最小化するために、支持ばねの一端にボールが通り抜けないような貫通穴を開けて、支持ばねの裏側から、ボールをこの貫通穴に押し当てて、ボールの一部が支持体の表側に突き出るように構成した摺動子アセンブリを開発した。この摺動子アセンブリの摺動子の突き出し量をパラメータにして、摺動実験を行い、従来構造のものと比較して、新開発の摺動子の有効性を確認した。新型の摺動子アセンブリでは、支持ばねおよび起歪体の振動が大幅に抑制され、最小荷重 0.2 mN と最高速度 210 mm/s の条件で安定な接触摺動を実現した。

3) 分子潤滑膜の摩擦特性に及ぼすナノ面粗さおよび速度効果の影響の解明 重フリント系のガラスボールについて、GCIB 加工によって得られた粗さの異なる 4 水準の試料 ($R_z=6.16\sim 0.38$ nm, $R_a=1.7\sim 0.19$ nm) を用いて、ナノ潤滑膜 (PFPE Fomblin Z03) の厚さをパラメータにして、摩擦実験を実施した。この結果、膜厚が薄い (3.6 nm \rightarrow 0.88 nm)、周速が速い (0.002 m/s \rightarrow 0.2 m/s) ほど、粗さの減少とともに摩擦が増大する効果が顕著になることを明らかにした。また、潤滑膜を塗布した後に UV 照射を行い、その照射時間によってディスク表面に固定される潤滑膜 (固定膜) の厚さを変え、また全体の膜厚さが 1.3 \sim 1.4 nm となるように流動膜厚さを調整して、速度効果を測定した。流動膜が厚い場合 (固定膜がないか、あるいは極めて薄い場合) には、摩擦係数が速度に対して単調に増加した (指数関数的増加)。一方、固定膜が厚い場合 (流動膜が薄い場合) には、低速の場合には摩擦係数は大きい、速度と

ともに緩やかに増加し、飽和する傾向を示した (対数関数的増加)。この特性は、固定層の上に存在する流動層の厚さに依存して、摩擦のメカニズムが変化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 3 件)

1. 張賀東, 三矢保永, 難波克也, 榊原寛幸, 福澤健二, 伊藤伸太郎, ガスクラスティオンビーム加工によるガラス面の表面粗さおよび表面エネルギーの変化, トライボロジスト, Vol.57, No.2, 2012, pp. 116-122
2. H. Tani, Y. Mitsuya, T. Kitagawa, and N. Tagawa, Dependence of Pin Surface Roughness for Friction Forces of Ultrathin Perfluoropolyether Lubricant Film on Magnetic Disks by Pin-on-Disk Test, Advances in Tribology, Vol. 2012 (2012) doi:10.1155/2012/923818.
3. R. Lu, H. Zhang, Y. Mitsuya, K. Fukuzawa, S. Itoh, Friction Measurements of Nanometer-thick Lubricant Films Using Ultra-smooth Sliding Pins Treated with Gas Cluster Ion Beam Applied Surface Science, Applied Surface Science, to be published.

[学会発表] (計 5 件)

1. H. Tani, Y. Mitsuya, T. Kitagawa, and N. Tagawa, Development and Evaluation of Super Smooth Probes Applicable to Pin-On-Disk Tests for Measuring Surface Forces (Invited talk), Asia-Pacific Magnetic Recording Conference 2010, 2010.11.12, Singapore.
2. 難波克也, 榊原寛幸, 張賀東, 三矢保永, 福澤健二, 伊藤伸太郎, ガスクラスティオンビーム加工によるガラス面の表面粗さおよび表面エネルギーの変化, 日本機械学会 2011 年度年次大会, 2011.9.11, 東京.
3. 難波克也, 飯田勘, 張賀東, 三矢保永, 福澤健二, 伊藤伸太郎, ナノ厚さ潤滑膜特性評価用のピンオンディスク摩擦測定機の性能向上, 日本機械学会 2012 年度 年次大会, 2012.9.10, 金沢.
4. 呂仁国, 張賀東, 三矢保永, 福澤健二, 伊藤伸太郎, ガスクラスティオンビーム加工による超平滑化摺動子を用いたナノ潤滑膜の摩擦測定, トライボロジー会議 2012 秋, 2012.9.17, 室蘭.
5. 呂仁国, 張賀東, 三矢保永, 福澤健二, 伊藤伸太郎, 磁気ディスク表面におけるナノ厚さ液体潤滑膜の動的摩擦特性, 日本機械学会情報・知能・精密機器部門講演会, 2013.3.22, 東京.

〔図書〕（計0件）

〔産業財産権〕

○出願状況（計2件）

名称：2 面間相互作用力あるいは摩擦力測定層の摺動子アセンブリ，摺動子アセンブリの製造方法および測定装置

発明者：谷弘詞，三矢保永

権利者：関西大学，名古屋産業科学研究所

種類：特願

番号：特願 2010-236470

出願年月日：2010. 10. 21

国内外の別：国内

名称：2 面間相互作用力あるいは摩擦力測定層の摺動子アセンブリ，摺動子アセンブリの製造方法および測定装置

発明者：張賀東，三矢保永

権利者：名古屋大学

種類：特願

番号：特願 2012-196243

出願年月日：2012. 9. 6

国内外の別：国内

○取得状況（計0件）

名称：

発明者：

権利者：

種類：

番号：

取得年月日：

国内外の別：

〔その他〕

ホームページ等

<http://www.nisri.jp/dor/report/index.html>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

三矢保永 (Yasunaga Mitsuya)

公益財団法人名古屋産業科学研究所・その他部局等・研究員

研究者番号：10200065

(2) 研究分担者

張賀東 (Hedong Zhang) 2010 年度

名古屋大学・情報科学研究科・准教授

研究者番号：80345925

(3) 連携研究者

張賀東 (Hedong Zhang) 2011～2012 年度

名古屋大学・情報科学研究科・准教授

研究者番号：80345925

