

平成 30 年 6 月 8 日現在

機関番号：12605

研究種目：基盤研究(A) (一般)

研究期間：2013～2017

課題番号：25249011

研究課題名(和文) ナノストライプパターニングによる薄膜流体潤滑技術の高度化に関する研究

研究課題名(英文) Study on sophistication of technology for thin liquid film lubrication using nanostripe patterning

研究代表者

安藤 泰久 (ANDO, Yasuhisa)

東京農工大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：00344169

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 28,800,000円

研究成果の概要(和文)：ナノストライプ構造を利用して、薄膜流体潤滑技術の高度化を進めることを目的として研究を行った。(1)AFMまたはメソスケール摩擦試験装置による摩擦力分布測定、(2)低速摺動特性及びパターン面同士の摩擦特性、(3)回転型摩擦試験装置による摩擦力測定と潤滑油厚さ変化の測定などを行った。(1)では、ナノ溝上で摩擦が低下することや溝の方向によって摩擦の低減効果に差があること、(2)では、パターンを組合せにより摩擦係数の増加が可能であること、(3)ではナノパターン部の面積が広いと摩擦が低下することなどが明らかとなった。研究全体を通じ、ナノパターンの潤滑効果について、新たな知見を得ることができた。

研究成果の概要(英文)：We have studied to sophisticate the technology for thin film fluid lubrication utilizing nanostripe structure. The measurements were made on (1) the friction force distribution by an AFM and the mesoscale friction test apparatus, (2) the friction properties for low sliding speed and for combination of pattern surfaces, (3) the friction force and change in lubricant oil thickness using the rotation friction tester. For (1), it was found that there is a difference in the friction reduction effect depending on the direction of the groove and that the friction force reduced on the nano grooves. For (2), the friction coefficient could be increased by combining the patterns. For (3), it became clear that the friction efficiently reduced for patterns with the higher ratio of the nano-pattern area. Throughout the research, we were able to obtain new findings on the lubricating properties of the nanoscale patterns.

研究分野：マイクロトライボロジー

キーワード：ナノストライプ ナノパターニング 潤滑特性 フォトリソグラフィー 摩擦力分布

1. 研究開始当初の背景

劈開したマイカ表面といった超平滑面に挟まれ、ナノメートルスケールまで薄くなった超薄膜液体では、分子が整列しやすくなるため、みかけ上の粘度が4桁以上高くなることが知られている。超平滑面同士に限らず、実際の機械においても良く馴染んだ滑らかな表面同士が摩擦されるとき、部分的に超平滑面同士の摩擦と近い状態にあり、超薄膜液体の特性が摩擦特性に影響を与えている可能性がある。もし、表面にナノスケールのパターンニングを行うことが出来れば、超薄膜液体の粘度上昇を抑制し、摩擦特性を大幅に改善できる可能性がある。しかし、広い面積に適用可能な実用的なナノスケールのパターンニング技術が無かったために、超薄膜液体とナノパターンニングを組み合わせたとときの潤滑特性の検討には限界があった。

一方で、表面にマイクロメートルスケールのパターンニングを行うことで、2通りの潤滑特性改善効果が期待できる。一つは、高速で摺動されるときに、流体圧力(動圧)を発生させ液体膜厚さを増加させる作用である。液体膜厚さの増加により、液体膜内部の剪断速度が低下し、粘性抵抗も低下する。もう一つは、低速で摺動されるときに、凹んだ部分に潤滑液が溜まり、その近傍に液体が供給されやすくなるために、固体の直接接触が回避される効果である。したがって、このようなパターンをもしナノスケールで形成することが出来れば、特に低速度、高面圧条件で、動圧発生と油だまり効果に加え、ナノ液体膜の粘度上昇の抑制も期待できる。

2. 研究の目的

広範囲にナノパターンを形成する手法としては、ナノインプリント法やレーザ光の干渉によるパターンニングが知られているが、前者は適用可能な材料に、後者はナノパターン形状の自由度に大きな制約があった。それに対して、傾斜面の周期構造上に多層膜をコーティングし、その表面を研磨することで得られるナノストライプ構造には次のような特徴がある。研磨された表面には2種類の材料が交互に露出し、それぞれの材料間に段差が生じるため、周期的ナノ溝構造が形成されている。この表面に対して摩擦を行ったとき、摩擦率の違いなどによってナノ溝構造が維持されたり、一旦消失したナノ溝構造が再生される自己修復性を有している。

本研究では、ナノストライプ構造を利用して、表面ナノパターンニングによる薄膜流体潤滑技術の高度化を進める。液体で潤滑される表面にナノ溝周期構造を付与することで、流体圧力の発生による液体膜厚の増加、接触面への液体供給能力(油だまり効果)向上、ナノ流体膜の粘度上昇の抑制効果等による低摩擦化が期待できる。そこで、ナノストライプ構造を利用することで、実用的なナノパターン(表面ナノ溝周期構造)を大面積に形成

し、その摩擦特性を広範囲な実験条件で明らかにすることを目的とする。

3. 研究の方法

3.1 ナノストライプ構造の概要

ナノストライプ構造の概要を図1に示す。最初に、マイクロスケールの周期的傾斜構造を基板の上に作製する。次に、PVD (physical vapor deposition) によって多層膜を形成する。最後に、基板表面を研磨すると多層膜の材料が縞状に表面に現れる。周期的傾斜構造をフォトリソグラフィで形成すれば、Si ウェーハ全面に周期的な傾斜構造を得ることが出来る。また、周期的傾斜構造の形成に機械加工を利用する場合、周期を細かくする程加工時間は長くなるが、金属を含め多様な材料に適用することが可能になる。研磨条件によって、あるいは多層膜の材料の組合せによっては、研磨したときに一方の材料が他方よりも低く削れ、研磨面全面にわたってナノスケールの凹凸構造が得られる。このとき得られる凹凸の総数は、マイクロスケール傾斜構造の数と多層膜の膜数の積に比例する。

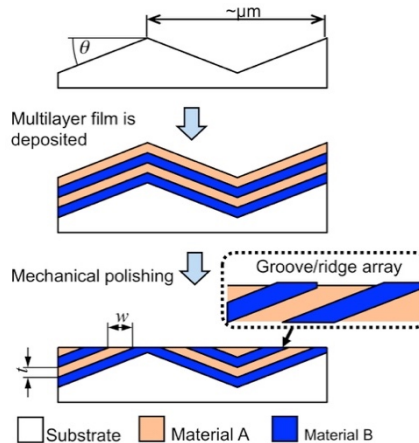


図1 ナノストライプ構造の概要

3.2 ナノストライプ構造の作製方法

マイクロスケールの周期的傾斜構造は、単結晶 Si 基板に対してフォトリソグラフィを用いて、異方性エッチングにより作製した。Si (100) 表面に熱酸化膜を予め形成し、フォトレジストの塗布、露光、現像を行い、バッファードフッ酸 (BHF) で酸化膜を部分的に除去する。残った酸化膜をマスクとて、TMAH (tetramethyl ammonium hydroxide) によって Si の結晶異方性エッチングを行う。残った酸化膜を再び BHF を用いて除去すると、図2のような構造が得られる。得られた傾斜面の角度は 30°, ピッチは 4μm である。

図2に示したようなマイクロスケールの周期的傾斜構造上にスパッタリング蒸着により多層膜の形成を行った。用いた金属は主に Ag と Cu であり、それぞれの1層当たりの厚さ 200 nm から 300 nm である。層数はそれぞれ5層から7層(トータル10層から14層)

を成膜した．多層膜の蒸着後に研磨を行い，得られたナノストライプ表面のAFM像を図3に示す．図3はマイクロ溝を有するパターンで，それぞれの溝が直線状に配置されている．図4は，摩擦試験に供した後に測定された，溝がV字型に折れ曲がっている表面のAFM像である．摩擦によって平滑化している部分にもナノ溝が残っており，このナノ溝が再生される特性によって，ナノパターンの潤滑特性を広範な条件で検討することが可能になった．

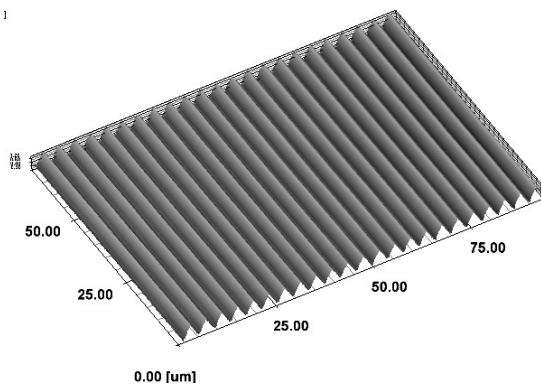


図2 マイクロスケールの周期的傾斜構造

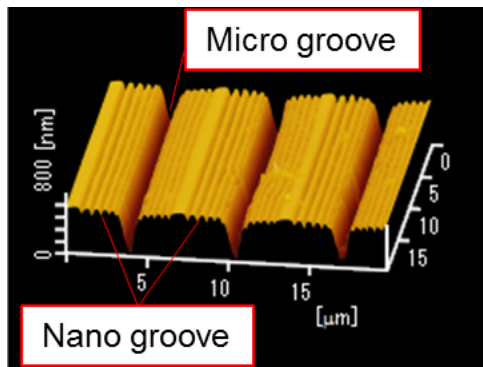


図3 直線的なマイクロナノ溝パターン

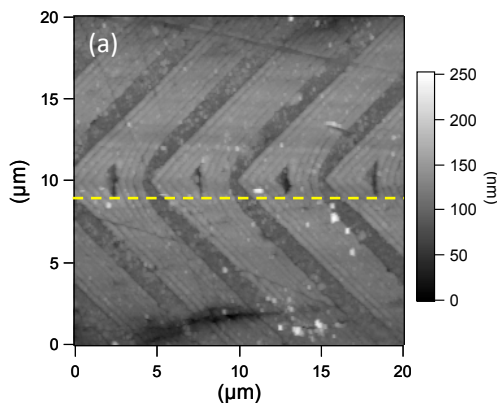


図4 V字型ナノ溝パターン

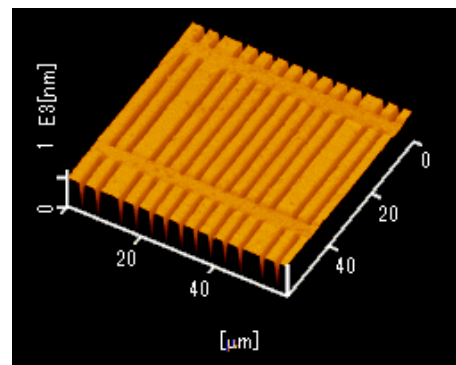
4. 研究成果

4. 1 パターン上の摩擦係数分布

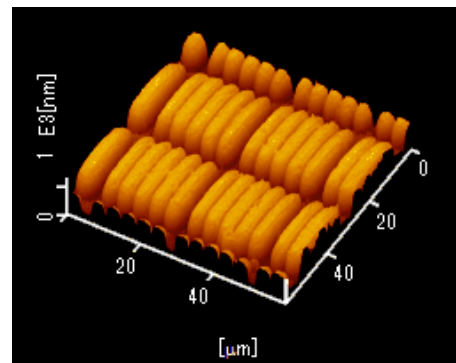
表面に2種類のナノストライプ構造を有する基板を用いた．ピン試験片としては，硼珪酸クラウンガラスの平凸レンズを用いた．用

いた試験片を図5に示す．潤滑油にはポリ α -オレフィン(PAO ISO VG68)を用いた．プレート試験片上に潤滑油を滴下し，12 mm×12 mmの基板全面が潤滑油に覆われている状態で，レンズをプレート試験片に接触させ摩擦力分布の測定を行った．ラスタースキンの主走査方向はマイクロ及びナノ溝に対して垂直方向である．走査範囲は，Plate SHは $500 \times 884 \mu\text{m}^2$ ，Plate SLは $500 \times 930 \mu\text{m}^2$ で，主走査方向の長さが500 μm である．

Type Hをマイクロナノ溝に対して直交方向に摺動した時の摩擦係数分布の例を図6に示す．一本の走査線に着目すると，摺動方向に沿って明るさが周期的に変化している．すなわち，摩擦係数分布が周期的に変動している．Type Lにおいては，全ての摩擦速度において，ほぼ全面にわたって摩擦係数分布が変動していた．それに対してType Hでは，速度が増加したときに一部で，摩擦係数分布の変動が明瞭に現れた．変動の周期は，Type LとType Hのいずれも，それぞれパターンの摩擦方向のユニットサイズの22 μm と38 μm にほぼ一致している．このことから，境界部とパターン種類の違いが摩擦力に影響を与えていることを確認した．また，Type Hでは，図中で↓(下向き矢印)を付けた部分のコントラスト変化の位相がずれている．これは，溝に沿った潤滑油の流れが生じており，パターン上を通過するレンズの位置によって，溝の中の潤滑油の流れが影響を受けることで，潤滑油膜の厚さが変化したためであると推察された．

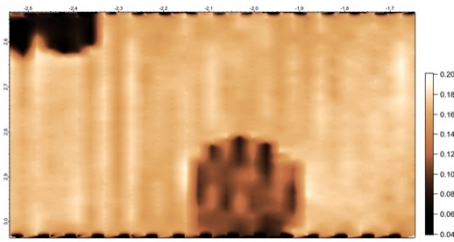


(a) Plate SH

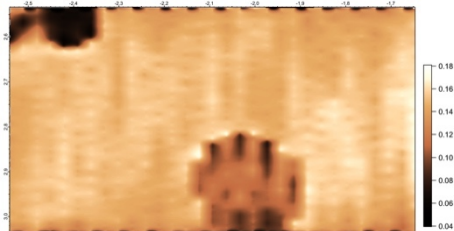


(b) Plate SL

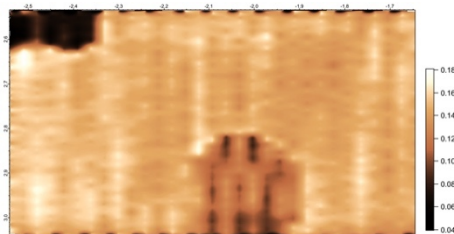
図5 境界の異なる2種類のパターン



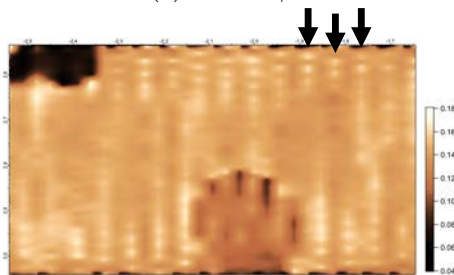
(a) 0.1 mm/s



(b) 0.3 mm/s



(c) 0.5 mm/s



(d) 1.0 mm/s

図6 Type Hパターン上での摩擦係数分布

4. 2 パターン同士の摩擦力

図7に示す超低速摩擦試験装置を用いてナノストライプパターンを組み合わせたときの摩擦特性を調査した。試験片の配置は、図8に示す通りであり、比較のために平面の試験片も摩擦試験に用いた。点接触を実現するために、ナノストライプ基板を薄膜Siウエハ上に作製し、2つの円筒面に貼り付けた。それぞれの円筒の中心線が直交するようにして接触させることで、ナノパターン同士が接触するようにした。試験片の研磨状態の影響を排除するために予備摺動を行った後、同じ位置で摩擦試験した。潤滑油としてりん酸エステル(APE)を添加したPAO VG68を用いた。摩擦速度は、約 $1 \mu\text{m/s}$ ~ 1mm/s の間で変化させ、それぞれの配置で摩擦係数を測定した。摩擦速度と摩擦係数の関係の一例を図9に示す。図8に示したそれぞれの配置で、図9のような測定を行い、低速域及び高速域での摩擦係数を平均してまとめた結果を図10に示す。

す。平面同士の摩擦を除き、高速域ほど摩擦係数が増加している。また平面とナノストライプパターンを組み合わせたとき(F-O, F-P)と比較して、ナノ溝を直交させて摩擦したとき(O-P)、及びナノ溝がかみ合う向きに配置してナノ溝同士が乗り越える向きに摩擦したとき(O-O)の摩擦係数が高くなっている。これは潤滑油膜厚さ増加を抑える効果、及び溝同士がお互いを乗り越えるのに必要な力がそれぞれ影響していたためと推察した。

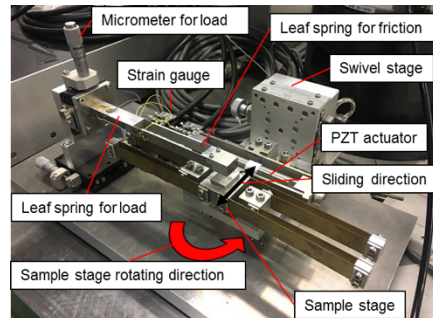


図7 超低速摩擦試験装置の外観

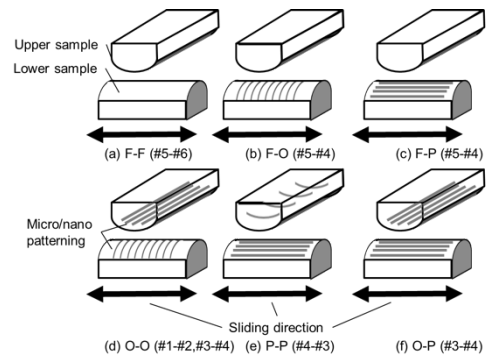


図8 試験片の配置と溝の方向

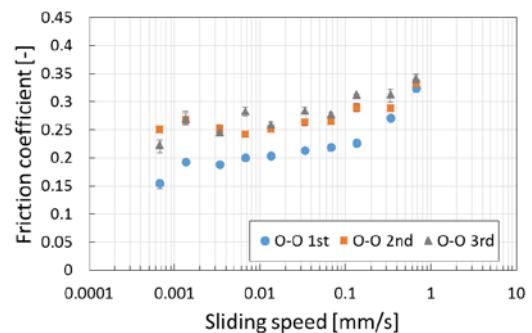


図9 速度と摩擦係数の関係 (O-P)

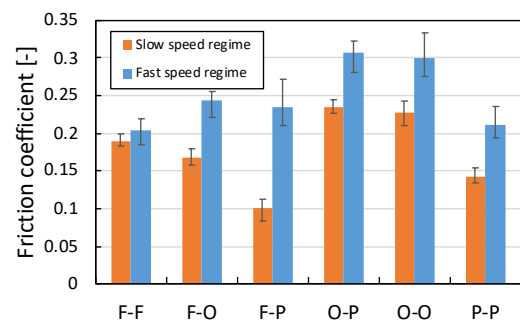


図10 各配置での摩擦係数のまとめ

4. 3 パターン配置と摩擦特性

ナノストライプ構造を正面から見たとき、パターン配置（2次元パターン）が異なる試験片を用意し、回転型摩擦試験機を用いて摩擦係数を測定した。パターンの形状は図11に示す通りで、直線の溝を断続的に配置したパターン（タイプI）（図11(a))及びV字型の溝を配置したパターンである。V字型パターンは隣り合うV字の溝同士を連結させたタイプII（図11(b))、隣り合うV字同士の間隔を空け、V字を隔てる領域が対向面に接触するタイプIII（図11(c))と隔てる部分を溝にしたタイプIV（図11(d))の3種類である。ナノ溝を隔てるマイクロ溝のピッチは、4 μm と6 μm の2種類で、ピッチ4 μm のパターンではマイクロ溝を浅くし、0.15 μm 以下になるまで研磨し、主にナノ溝のみにした。ピッチ6 μm のパターンでは、マイクロパターンが深いので、研磨後の表面はナノ溝と深さ0.5 μm 程度のマイクロ溝が混在するものにした。

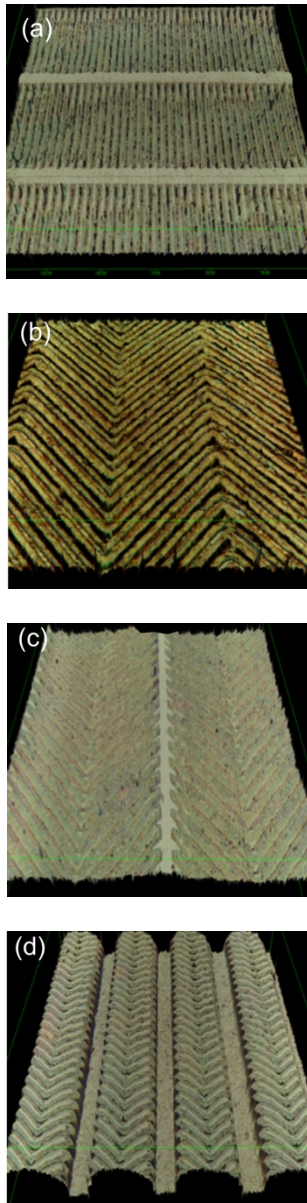
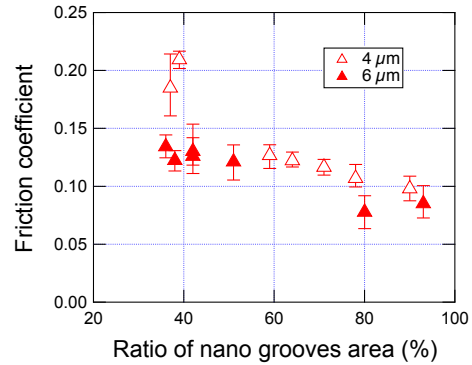
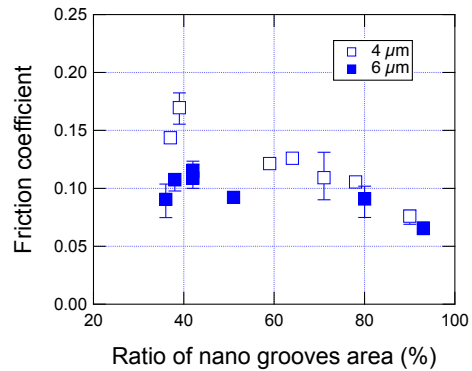


図11 4種類の溝配置 (a) I4-50, (b) II6-50, (c) III4-50, (d) IV4-20

図11に示したようなパターンを用いて摩擦速度と摩擦係数の関係について測定を行い、それぞれの測定結果から低速域、高速域の摩擦係数の平均を求めた。それらの摩擦係数の平均値と、ナノ溝の面積率との関係を図12に示す。低速域（図12(a))では、接触部を覆うナノ溝の比率が高くなるほど摩擦係数が低下する傾向が明らかになった。速度が増加したときには（図12(b))、ナノ溝の比率の増加とともに摩擦係数が低下する傾向に加えて、マイクロ溝を有するパターン（6 μm ）が低い摩擦係数を示すことが示されている。



(a) 低速摺動時



(b) 高速摺動時

図12 ナノ溝面積率と摩擦係数の関係

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕（計2件）

- ① Y. Ando, H. Imai, H. Ito, Fabrication and Lubrication Properties of Contoured Nanostripe Surfaces, Tribology Letters, 査読有, Vol. 63, No. 13, 2016, doi.org/10.1007/s11249-016-0703-x.
- ② 阿部俊介, 安藤泰久, 硬質金属と軟質金属を組み合わせたナノストライプ構造の乾燥摩擦特性, トライボロジスト, 査読有, Vol. 61, No. 1, 2016, 55-58.

〔学会発表〕（計30件）

- ① 林元樹, 安藤泰久, マイクロナノパターンどうしの摩擦特性, トライボロジー会議2018春東京, 東京, 2018年5月23日.

- ② 鈴木那孟, 安藤泰久, マイクロ／ナノパターン配置が流体潤滑特性に与える影響, トライボロジー会議 2018 春東京, 東京, 2018 年.
- ③ 溜愛奈, 安藤泰久, AFM 測定によるナノストライプ表面の潤滑特性の検討, トライボロジー会議 2018 春東京, 東京, 2018 年.
- ④ Reina Shiojima, Yasuhisa Ando, Koji Miyake, Miki Nakano, Mesoscale Friction Measurement of Hierarchical Patterns by Raster Scanning, International Nanotribology Forum, Goa, India, 2016 年.

[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

6. 研究組織

(1) 研究代表者

安藤 泰久 (ANDO, Yasuhisa)
東京農工大学・大学院工学研究院・教授
研究者番号： 00344169

(2) 研究分担者

福田 めぐみ (FUKUTA, Megumi)
日本工業大学・基幹工学部・准教授
研究者番号： 00589765

三宅 晃司 (MIYAKE, Koji)
国立研究開発法人産業技術総合研究所・エレクトロニクス・製造領域・研究グループ長
研究者番号： 30302392

中野 美紀 (NAKANO, Miki)
国立研究開発法人産業技術総合研究所・エレクトロニクス・製造領域・主任研究員
研究者番号： 20415722

(3) 連携研究者

()

研究者番号：