

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 28 年 5 月 23 日現在

機関番号：11301

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2013～2015

課題番号：25390006

研究課題名(和文) 表面力・共振ずり測定法による固体潤滑評価法の確立

研究課題名(英文) Development of resonance shear measurement for studying solid lubrication

研究代表者

水上 雅史 (Mizukami, Masashi)

東北大学・多元物質科学研究所・准教授

研究者番号：60333902

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,900,000円

研究成果の概要(和文)：省資源、低環境負荷における摩擦・潤滑の理解と制御の重要性が高まっている。申請者らは独自開発した共振ずり測定法を用いて、液体を介した摩擦・潤滑の分子レベルでの理解の成果を挙げてきた。本申請では、本手法を固体潤滑の研究に適用するための高度化、および評価を行った。バネ部分の設計の改良、動きの実測により物理モデル解析パラメータ決定精度を向上し、パラメータから摩擦力、せん断振幅・速度を評価する手段を提案した。本手法を高分子ハイドロゲルと石英球間の摩擦評価に適用し、ゲルの摩擦は、従来は評価されていなかった接触部の弾性変形の寄与が主であり、ゲルを用いた潤滑材料の設計に重要な要素であることを明らかにした。

研究成果の概要(英文)：In terms of resource saving and lowering environmental load, understanding and controlling of friction is becoming important. We have been studying the friction across nanometer thick liquid films at the molecular level using a resonance shear measurement (RSM), which we have developed. In this project, we developed RSM to apply solid lubrication. By designing of springs for force detection and the direct measurement of moving parts in the oscillating unit, the accuracy of parameter determination through physical model analysis was improved. We also proposed the procedure to evaluate the friction, sliding amplitude and sliding velocity using obtained parameters. The developed method was applied for friction between polymer hydrogel and silica sphere. It was revealed that the friction of the gel was mainly from the elasticity of the deformed interface, which was not evaluated in previous studies. This knowledge is quite important for designing the gel based lubrication materials.

研究分野：界面科学

キーワード：トライボロジー 表面・界面物性 固体潤滑 共振ずり測定法

1. 研究開始当初の背景

摩擦・潤滑を目的に応じて適切に制御することは、あらゆる機械において要求される技術で、機械の性能、耐久性を左右する重要な要素である。近年では省エネルギー、環境負荷低減の社会的な要望からも、より高度な制御が求められている。特に MEMS (Microelectrical mechanical systems) などの微小デバイスや、ハードディスクドライブでは、より薄い潤滑層、より高い潤滑特性といったより高度な潤滑が求められており、基礎科学的な関心だけでなく産業界からも摩擦・潤滑の分子レベルでの理解が求められている。

申請者は、これまでに二つの表面間の距離を μm から接触まで連続的に制御・測定しながら表面間の液体のトライボロジー・レオロジー特性を評価できる独自手法である“共振ずり測定法”を用いて、実用潤滑油やトラクションオイルを含む様々な液体の特性を分子レベルで評価してきた¹⁻⁵⁾。共振法では、縦バネで吊られた上表面とピエゾからなる上部ユニットを正弦振動させ、共振シグナルを測定する(図1)。AS(粘性~ゼロ)およびMC(滑りなし)ピークを基準として解析することで、表面間の液体の摩擦・潤滑特性の、表面間距離や負荷に対する変化を高感度に定量評価できる(図2)。

ただし、基準である AS と MC ピークは表面の交換や組み直しで変化する場合があり、通常は別の表面を使った測定を基準として使用できない。そのため、異なる表面間の比較が必要となる固体潤滑の定量評価には適さないという課題があった。

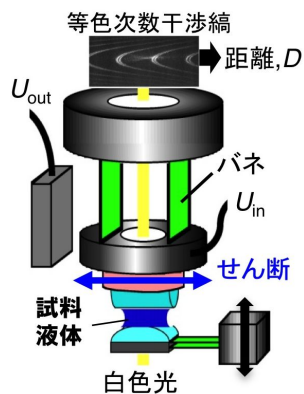


図1 共振ずり測定装置模式図

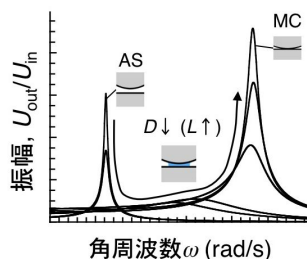


図2 共振カーブ模式図

2. 研究の目的

本申請研究では共振ずり測定法により、過酷な環境や環境負荷低減のために必要性が増している固体潤滑(金属・高分子・無機材料固体な

ど)の評価を可能とするための装置の改良・測定法の確立を目的とした。

3. 研究の方法

本申請研究では、共振ずり測定法により、固体潤滑(高粘度潤滑剤、高分子・無機材料固体など)の評価を可能とするため、以下に示す装置・測定法の高度化を行った。

(1) 定量解析の基準となる空気中分離(AS)および雲母接触(MC)ピークの強度と周波数を常に再現できるように、装置の設計を検討、改良を行った。

(2) 固体の摩擦・潤滑の理解に重要な要素である真実接触面積の観察可能とした。

(3) 固体摩擦・潤滑に重要な影響を与える周囲の温湿度をモニター、制御を可能とした。

(4) 上記のシステムを用いて、初期には装置の安定性、性能確認を行い、その後、優れた潤滑を示すことが知られている固体材料として高分子ハイドロゲルの潤滑評価を行った。

4. 研究成果

(1) 装置の改良・動作確認、各部の変位実測

図2に示した共振カーブの定量解析の基準となる空気中分離(AS)、および雲母接触(MC)ピークの強度と周波数が、表面の交換や装置の組み直しなどの操作をしても再現できるように、設計の改良を行った。これまでの装置では、下表面を固定しているバネが、表面に垂直方向の力を測定するために設計された水平板バネであるため、表面に平行方向に働く摩擦力の測定に適していなかった。そこで、表面力と摩擦力のどちらにも対応できる、水平板バネと垂直板バネを組み合わせた改良型バネの設計と製作を行った。製作した改良型バネの水平、垂直それぞれのバネ定数を実測し、摩擦力を測定するための垂直板バネにはひずみゲージを取り付けて摩擦力を直接測定可能とした(図3)。

製作したバネを用いて、雲母接触状態の共振カーブを測定し、従来のバネと同様の結果が得られることを確認した。

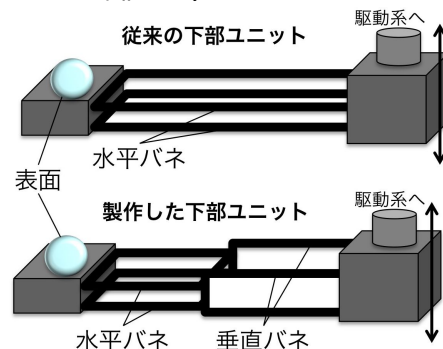


図3 下部ユニットのバネの模式図

(上:従来のバネ, 下:設計・製作したバネ)

新たに設計・製作したバネでは、摩擦力による応答は垂直バネの変位を測定することで得られる。通常の共振ずり測定において測定される

上表面を固定した垂直バネの変位に加えて、上表面の変位、下表面を固定した垂直バネの変位、さらにこれらの位相をレーザー変位計により測定し、ロックインアンプを介してLabVIEWプログラムにより取得した(図4)。

これにより、表面が離れている状態、表面が接触した状態、それぞれにおいて、上と下表面のそれぞれの振幅、位相差の標準的な値を実験的に決定することができた。

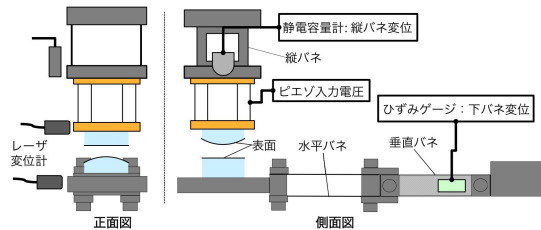


図4 上表面を固定した縦バネ、上表面、下表面の各部の変位測定も模式図

光学顕微鏡による接触面観察を行うための機器を整備し、接触面の顕微鏡像の観察、静止画、動画の記録を可能とした。

固体摩擦・潤滑は周囲の環境の影響も重要な要素である。そこで、試料を設置するチャンバー内に水蒸気や不活性ガスを導入し、小型湿度センサ、熱電対を設置し、温湿度のモニターと制御を可能とした。

(2) 物理モデル解析による摩擦力の評価

(1)の実施内容の結果、共振カーブ解析による物理モデルパラメータ、および上下表面それぞれの変位 ($x_1 = X_1 \exp(i\omega t + \phi_1)$, $x_2 = X_2 \exp(i\omega t + \phi_2)$) の決定精度が向上した(図5)。

これより得られる、上下表面の相対滑り振幅・滑り速度を決定し、さらに摩擦力を評価する方法を提案した。

せん断振幅: $\max |x_1 - x_2|$

せん断速度: $\max |v_1 - v_2|$

摩擦力: $\max |-k_2(x_1 - x_2) - b_2(v_1 - v_2)|$

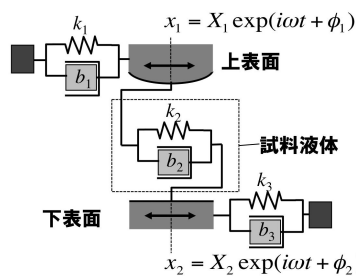


図5 共振カーブ解析の物理モデル

(3) 高分子ハイドロゲルの摩擦機構の研究⁶⁾

高分子ハイドロゲルは、高分子が架橋した網目構造の中に水を保持し、柔らかく、外力により大変形できるという特徴をもつ。ゲルの一つの優れた性質の一つに潤滑性が挙げられ、摩擦係数が 10^{-3} 以下の値を示すものも報告されている。さらに、ゲルの材料としての課題であった力学強度を改善した Double-network ゲル(DN ゲル)、ナノコンポジットゲル (NC ゲル) などが報告され、潤滑材料としての応用の期待が高まっている。

ただし、従来のほとんどのゲルの摩擦の研究は、ゲルの力学強度の低さのために平面同士の等速滑りに対する摩擦測定に限られており、摩擦に対する接触部の変形の効果の理解がなされていなかった。実際に、潤滑材料として応用する場合、用途に応じて様々な形状に対応する必要があり、摩擦接触部の局所的な変形の効果の検討が必要と考えられる。

そこで、DN ゲル(PAMPS/PDMAAm)と球面石英間の摩擦特性を、我々が開発してきた共振ずり測定法により評価した。図6に石英球(曲率半径 $R=18.4$ mm)とDNゲル間で測定された共振カーブの荷重依存性を示す。この共振カーブを物理モデル解析することで、摩擦力の荷重依存性(図7)、および摩擦力に対する粘性項と弾性項の寄与をそれぞれ評価した。

その結果、球面石英とゲルとの摩擦力は主に接触部の弾性変形により生じる力に起因することが分かった。ゲルの摩擦を理解するためには弾性変形の効果を考える必要があり、潤滑材料の設計において重要な要素と考えられる。

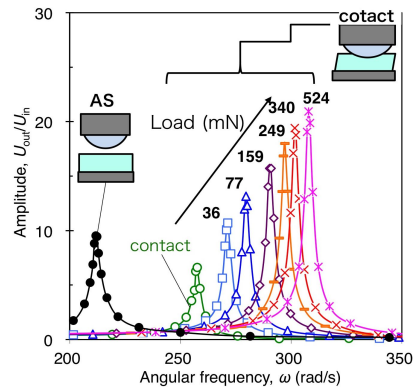


図6 石英球 ($R=18.4$ mm) とDNゲル間で測定された共振カーブ

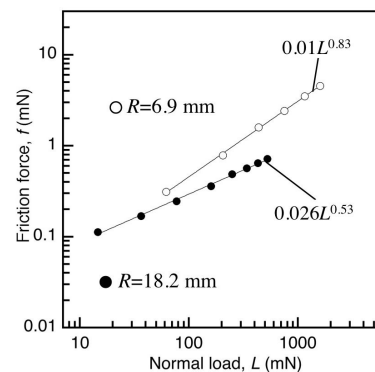


図7 石英球 ($R=18.4, 6.9$ mm) -DNゲル間の摩擦力の荷重依存性

< 引用文献 >

C. D. Dushkin and K. Kurihara, Nanotribology of Thin Liquid-Crystal Films Studied by the Shear Force Resonance Method, *Colloid and Surf. A* **129-130**, 1997, 131-139.

C. D. Dushkin and K. Kurihara, A Resonance Shear Force Rheometer Modeled as Simple Oscillating Circuit, *Rev.*

Sci. Instrum. **69**, 1998, 2095-2104.
M. Mizukami, K. Kurihara, A New Physical Model for Resonance Shear Measurement of Confined Liquids between Solid Surfaces, *Rev. Sci. Instrum.* **79**, 2008, 113705.
H. Mizuno, T. Haraszti, M. Mizukami, K. Kurihara, Nanorheology and Nanotribology of Two-Component Liquid Crystal, *SAE Int. J. Fuels Lubr.* **1**, 2009, 1517-1523.
K. Ueno, M. Kasuya, M. Watanabe, M. Mizukami, K. Kurihara, "Resonance Shear Measurement of Nanoconfined Ionic Liquids", *Phys. Chem. Chem. Phys.* **12**, 2010, 4066-4071.
H.-Y. Ren, M. Mizukami, T. Tanabe, H. Furukawa and K. Kurihara, Friction of Polymer Hydrogels Studied by Resonance Shear Measurements, *Soft Matter* **11**, 2015, 6192-6200.

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5件)

水上雅史, 粕谷素洋, 栗原和枝, 液体の潤滑性と分子レベルでの機構解明, オレオサイエンス, 15巻, 205~211 (2015). 査読無

T. Kamijo, H. Arafune, T. Morinaga, S. Honma, T. Sato, M. Hino, M. Mizukami, and K. Kurihara, Lubrication Properties of Ammonium-Based Ionic Liquids Confined between Silica Surfaces Using Resonance Shear Measurements, *Langmuir* **31**, 2015, 13265-13270. 査読有 DOI: 10.1021/acs.langmuir.5b03354

H.-Y. Ren, M. Mizukami, T. Tanabe, H. Furukawa, and K. Kurihara, Friction of Polymer Hydrogels Studied by Resonance Shear Measurements, *Soft Matter* **11**, 2015, 6192. 査読有 DOI: 10.1039/C5SM01087J

S. Nakano, M. Mizukami, and K. Kurihara, Effect of Confinement on Electric Field Induced Orientation of a Nematic Liquid Crystal, *Soft Matter* **10**, 2014, 2110-2115. 査読有 DOI: 10.1039/C3SM52744A

J. Watanabe, M. Mizukami, and K. Kurihara, Resonance Shear Measurement of Confined Alkylphenyl Ether Lubricants, *Tribol. Lett.* **56**, 2014, 501-508. 査読有 DOI 10.1007/s11249-014-0427-8

[学会発表](計17件)

玄大雄, 水上雅史, 加藤和明, 伊藤耕三, 栗原和枝, 共振ずり測定による環動ゲルの摩擦特性の評価, 日本化学会第96春

季年会, 同志社大学, 京都 (2016.3.24-27).

水上雅史, 栗原和枝, 表面力・共振ずり測定法による微粒子分散系の評価, 化学工学会第81年会 (2016), 関西大学, 大阪 (2016.3.13-15).

M. Mizukami and K. Kurihara, Physical Model Analysis of Resonance Shear Measurement for Tribology, The Western Pacific Colloids Meeting 2015 (WPC2015), Siem Reap, Cambodia (2015.11.15-19).

Plenary lecture

J. Watanabe, M. Mizukami and K. Kurihara, Resonance Shear Measurement of Confined Alkylphenyl Ether Lubricants, International Tribology Conference, Tokyo 2015, Tokyo University of Science, Tokyo, Japan (2015.9.16-20).

H.-Y. Ren, M. Mizukami, T. Tanabe, H. Furukawa and K. Kurihara, Friction of polymer hydrogel studied by resonance shear measurements: Effect of viscoelasticity of the interface, 第64回高分子討論会, 東北大学, 仙台 (2015.9.15).

水上雅史, Resonance Shear Measurement on Confined Liquids and Its Application for Tribology, 化学系学協会東北大会, 弘前大学, 弘前 (2015.9.12-13). 招待講演

J. Watanabe, M. Mizukami and K. Kurihara, Properties of Confined Alkylphenyl Ether Lubricants Studied by Resonance Shear Measurement, 29th Conference of The European Colloid and Interface Society, Bordeaux, France (2015.9.6-11).

J. Watanabe, M. Mizukami and K. Kurihara, Resonance Shear Measurement Study on Confined Lubricants, 15th Conference of the International Association of Colloid and Interface Scientists (IACIS2015), Mainz, Germany (2015.5.24-29).

任 懐銀, 水上雅史, 古川英光, 田邊匡生, 栗原和枝, 共振ずり測定によるゲル-球面石英間の摩擦機構の研究, 第64回高分子年次大会, 札幌コンベンションセンター, 札幌 (2015.5.27-29).

任 懐銀, 水上雅史, 古川英光, 田邊匡生, 栗原和枝, 弾性変形による平板ゲル-球面石英間の摩擦の評価, ナノ学会第13回大会, 東北大学, 仙台 (2015.5.11-13). 栗原和枝, 水上雅史, 粕谷素洋, 共振ずり測定(RSM)による潤滑膜評価, トライボロジー会議 2015 春, 姫路商工会議所, 姫路 (2015.5.27). 招待講演

任懐銀, 水上雅史, 田邊匡生, 古川英光, 栗原和枝, 共振ずり測定による DN ゲル-球面石英の摩擦力評価, 日本化学会第95春季年会, 日本大学, 船橋 (2015.3.26-29).

水上雅史, 日野正也, 栗原和枝, 共振ずり測定法を用いた摩擦の解析 2, トライボロジー会議 2014 秋, グリーントライボロジーシンポジウム, アイーナいわて, 盛岡 (2014.11.5). 招待講演

水上雅史, 日野正也, 栗原和枝, ナトライボロジーのための共振ずり測定法による摩擦力解析2, 第 65 回コロイドおよび界面化学討論会, 東京理科大学, 東京 (2014.9.3-5).

M. Mizukami, S. Tsuru, K.-A Inomata, K. Kurihara, Adhesion between Aluminum and Isocyanate-Modified Surfaces Studied by Surface Forces Apparatus, 第 63 回高分子学会年次大会, 名古屋国際会議場, 名古屋 (2014.5.28-30).

水上雅史, 栗原和枝, 共振ずり測定法を用いた摩擦力の解析, トライボロジー会議 2013 秋, アクロス福岡, 福岡 (2013.10.24-26).

水上雅史, 栗原和枝, ナトライボロジーのための共振ずり測定法による摩擦力解析, 第 64 回コロイドおよび界面化学討論会, 名古屋工業大学, 名古屋 (2013.9.18-20).

〔その他〕

ホームページ等

<http://www.tagen.tohoku.ac.jp/labo/kurihara/index.html>

6. 研究組織

(1) 研究代表者

水上 雅史 (MIZUKAMI Masashi)
東北大学・多元物質科学研究所・准教授
研究者番号：60333902