

1. 研究目標及び研究成果の概要

課題名：液体超薄膜を用いた摩擦コントロールに関する研究

研究機関名：産業技術総合研究所

任期付研究員氏名：加藤孝久

【研究目標】

厚さ数ナノメータ以下の液体超薄膜はバルクの液体とは異なった特性を示す。例えば液体超薄膜の粘性係数はバルクの粘性係数の数千倍に達するのに加えて、粘性のせん断率依存性、粘弾性効果あるいは液体分子の量子的層状化効果などを示す。これらは液体分子が固体分子のポテンシャルに把握されるためであるが、このように分子的量子的効果を考えてしゅう動設計をしなくてはならない。本研究では液体超薄膜のナノレオロジー、ナノメニスカスに関する基礎的研究、固体表面と液体超薄膜との吸着性に関する基礎的研究を主体として研究を開始し、3年間でこれらを集中的に研究して液体超薄膜の各種物性を明らかにすることが目標である。さらに、それらの結果を総合して、液体超薄膜による摩擦コントロール手法を確立することが第二の目標である。

【研究成果】

本研究ではナノメータ厚さの液体超薄膜を固体表面に固定して摩擦コントロールする方法を研究した。そのために、(1)液体超薄膜の固体表面への吸着性に関して研究するとともに、液体超薄膜のダイナミックな特性である(2)ナノレオロジー特性、(3)ナノ流動特性を個別の研究テーマに設定して研究を行った。こうして、それぞれの研究から、(1)環境制御型表面力計を設計製作して、液体分子の静電気特性、分子形状、分子量が吸着特性に大きく影響を与えることを明らかにし、(2)ナノオーダーを設計製作して、ナノメニスカスのモデル化に成功し、また(3)モンテカルロシミュレータを開発して、高分子潤滑超薄膜の挙動を明らかにした。統いてこれらの結果を受け、(4) 液体超薄膜を用いた摩擦コントロール手法を総合的に考えた。そしてより薄い潤滑膜の可能性を追求して、固体表面固定単分子層+その上の流動単分子層からなる究極とも言える潤滑システムを考案するにいたった。現在は、この究極の潤滑システム(Ultimate lubrication System)の実現に向かって研究を継続している。

2. 研究実施計画

課題名：液体超薄膜を用いた摩擦コントロールに関する研究

研究機関名：産業技術総合研究所

任期付研究員氏名：加藤孝久

①研究の意義・目的・必要性

21世紀にはナノテクノロジーの発展が期待されており、そのためにマイクロマシンをはじめとした微小機械の開発がキーテクノロジーのひとつであると言われている。それらを設計通り稼動させるためにはしゅう動部での摩擦を制御することが必要不可欠であるが、しゅう動部は機械要素自身のスケールのさらに1/1000以下であり、したがって分子、原子の視点からの摩擦制御が必要である。本研究ではナノメタスケールの液体超薄膜を潤滑剤として用いた摩擦制御を提案するが、これは高精度加工技術、高精度液体塗布技術、高精度計測技術など最先端技術を総合的に必要とする。このような、これまでの先進技術の集大成とも言うべき技術開発、そして中長期的に見て今後の日本の技術開発をリードすべき研究こそは国研が担うべきものである。

②研究計画・内容(方法も含む)

本研究は次の4つの部分的研究よりなる。

(1) 液体超薄膜のナノレオロジー

二つの直径20ミクロンのガラス球間に介在させた液体超薄膜に周期的引っ張り/圧縮あるいは周期的せん断を加えられるナノレオメータを製作。このレオメータの変位感度は1Å、力感度は0.1nNである。これを用いて、液体超薄膜のナノレオロジー特性を明らかにし、また力学モデルを検討する。

(2) 固体表面上の液体超薄膜の流動、回復特性

固体表面上の自由界面を持つ液体超薄膜は固体分子のポテンシャルに束縛されてその流動および変形後の回復が特異的である。ここではマイクロエリプソメータを用いて液体超薄膜の流動特性を明らかにする。流動特性は、液体／固体の表面エネルギー相互作用特性や液体分子の官能基など化学的性質に依存しており、これらを考慮した、液体超薄膜の流動の法則を検討する。

(3) 固体表面への液体超薄膜の吸着性

固体／固体間の接着強度がインターフェースのジオメトリに依存するように、液体超薄膜の固体表面への吸着性は固体表面のトポロジー(表面粗さ、パターン)に依存する。ここでは固体表面にナノパターンを設けて液体超薄膜の吸着性を制御する手法を研究する。

(4) 液体超薄膜による摩擦コントロールの方法論

上記(1)～(3)の基礎的研究を総合して、微小機械の摩擦コントロールの方法論を研究する。

③研究の目標

(1) 液体超薄膜のナノレオロジー

- ・ナノレオメータの製作(設計は完了している)。
- ・液体超薄膜の粘性係数の膜厚依存性、せん断速度依存性を明らかにする。
- ・液体超薄膜の応力／変位に関する粘弾性力学モデルを構築する。
- ・ナノメニスカスのpull-off力(架橋切断力)の引き離し速度依存性を明らかにする。

(2) 固体表面上の液体超薄膜の流動、回復特性

- ・マイクロエリプソメータを改良して、スクラッチ試験と膜厚分布の計測が継続的に行える実験装置の製作(設計は完了している)。
- ・液体分子の官能基を変え流動特性に関する実験を行う。

- ・固体表面への吸着性(表面エネルギー)をパラメータとして、液体表面の流動特性を明らかにする。
- ・拡散方程式をベースとして、液体超薄膜の流動に関する力学モデルを構築する。

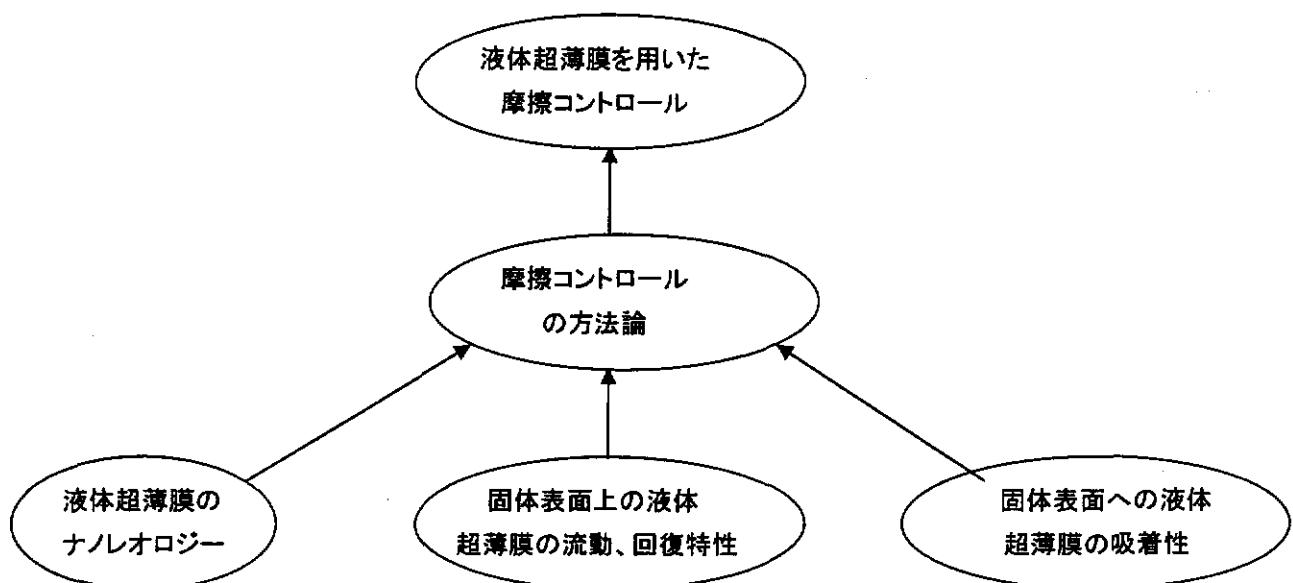
(3) 固体表面への液体超薄膜の吸着性

- ・表面力測定装置を用いて以下の液体超薄膜の吸着特性を明らかにする。
- ・固体表面の粗さをパラメータにして液体超薄膜の吸着性を評価する方法を明らかにする。
- ・固体表面にさまざまなパターンを形成し、液体超薄膜の吸着性に関して評価する方法を明らかにする。

(4) 液体超薄膜による摩擦コントロールの方法論

- ・上記(1)～(3)の基礎的研究の結果を総合的に検討する。
- ・摩擦コントロールにふさわしい液体超薄膜の化学的特性、表面エネルギー、固体表面のトポロジカルな特性を提案する。

④ポンチ絵(研究概要)



3. 所要経費の推移

課題名 : 液体超薄膜を用いた摩擦コントロールに関する研究

研究機関名 : 産業技術総合研究所

任期付研究員氏名 : 加藤孝久

(単位:百万円)

11年度	12年度	13年度	合計
16	15	14	45

4. 研究成果

課題名：液体超薄膜を用いた摩擦コントロールに関する研究
研究機関名：産業技術総合研究所
任期付研究員氏名：加藤孝久

①研究成果

(1) 液体超薄膜の固体表面への吸着性：図1に示す環境制御型表面力計を設計製作した。図中の Chamber 内を一旦真空排気した後、外部より試料液体の飽和蒸気を導入し、さらに Chamber 内温度を上昇させることによって蒸気圧制御を行った。Chamber 内に 2 個の円筒レンズを相対して直交させて配置し、その一方を弹性 PZT ステージによってもう一方に接近・離反させる。雲母試料は平行ばねに支持されており、その変位を非接触変位計（感度 5 Å）にて計測することによって、離反時の Pull-off Force を測定した。なお、真空排気後に雲母試料間にヒーターを非接触のまま挿入して雲母表面を 200°C まで上昇させて表面の異物を取り除いた。実験には 5 種類の直鎖状炭化水素、3 種類の環状炭化水素、エタノールおよび水を用いた。図2より、漸近の速さは、シクロアルカン > ノルマルアルカン > エタノール・水 となっていること、すなわち、メニスカス架橋の形成の速さは分子の易動性と一致していることがよくわかる。

(2) ナノレオロジー特性：図3に示すナノレオメータを設計製作した。直径 20 μm の 2 つのガラス球間に潤滑剤を数ナノメータ～数十ナノメータ維持し、これに振幅 1 nm 程度、周波数 0～1 kHz で加振し、その応答からナノ潤滑剤のレオロジー特性を計測する仕組みである。実験結果からメニスカスのばね成分／ダンパー成分の寄与の周波数依存性、メニスカス長さ依存性が計測できる。また、貯蔵 modulus および損失 modulus の周波数依存性を検討し、さらに長さ 10 nm 程度のナノメニスカスの遅延時間は 0.1 s 程度であり、バルク (10^{-8} s～ 10^{-11} s) に比べて反応応答性が極端に鈍くなることがわかった。この様子を図4に示す。

(3) 液体超薄膜のモンテカルロシミュレーション：フッ素系高分子潤滑剤の挙動を予測し、新しい潤滑剤を設計するにはシミュレーションソフトウェアは欠かせない。本研究ではモンテカルロ法によるシミュレータを開発した。図5に示すような、一つのビーズでいくつかの原子群を表すような、ビーズモデルを用いた。すべてのビーズ間、ビーズ・表面間にはレナードジョーンズポテンシャルを、さらに隣り合うビーズ間にはハーモニックポテンシャルを仮定した。こうして、本ソフトウェアにて、①薄膜内密度分布、②薄膜内での高分子のコンフォメーション、③薄膜に形成された微小溝の回復、④ナノメニスカスの破断過程、⑤高分子潤滑剤表面のナノ粗さ、などの予測を行った。また、モンテカルロシミュレーションにおける計算ステップを実時間と対応させることに成功し、モンテカルロ法の実用化（潤滑剤設計）に一步前進した。図6はこれらの結果のうち、高分子のコンフォメーションを示す。潤滑膜が 11 nm 程度の時には球形の分子も、膜が薄くなるにつれて変形し、膜厚 2 nm では長軸短軸比が 2 の扁平な橢円体となっていることが予測される。

(4) 究極の潤滑システムの開発（液体超薄膜による摩擦コントロールの方法論）：以上的研究結果から、液体超薄膜の静・動特性に関してある程度深い知見を得た。そして、より薄い潤滑膜を実現させる方法論を考えた。従来、潤滑膜は固体表面への吸着性と摩擦を下げるための流動性の相反する特性が要求される。吸着性を示す層を固定層とし、流動性を示す層を流動層とした場合（図7）、それぞれが単分子層で構成されればこれこそ究極ともいえる潤滑システムが実現できる。ここで、単に 2 層構造の潤滑膜を形成するのであれば、LB 膜の上に適当な炭化水素分子を付与すれば事足りるが、潤滑膜に求められる、①低摩擦、②高耐久性、および③高安定性を満たさなくてはならない。本研究では、研究をさらに発展させて、究極の潤滑システム開発に取り組んでいる。

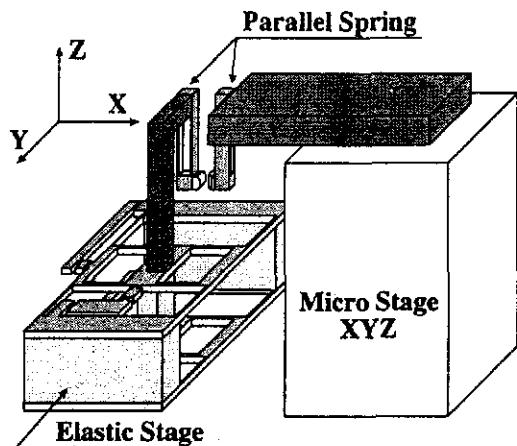


図1 環境制御型表面力計

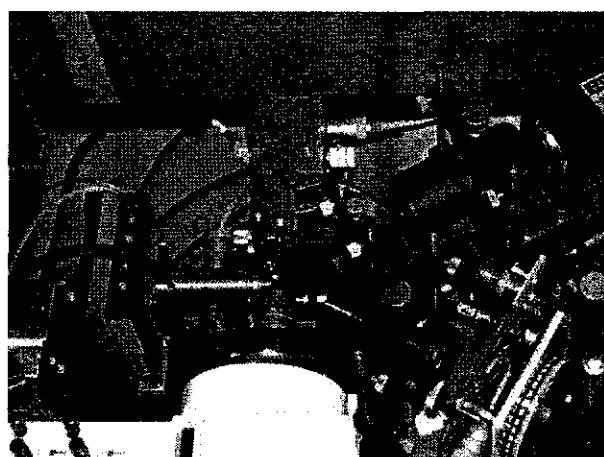


図3 ナノレオメータ外観

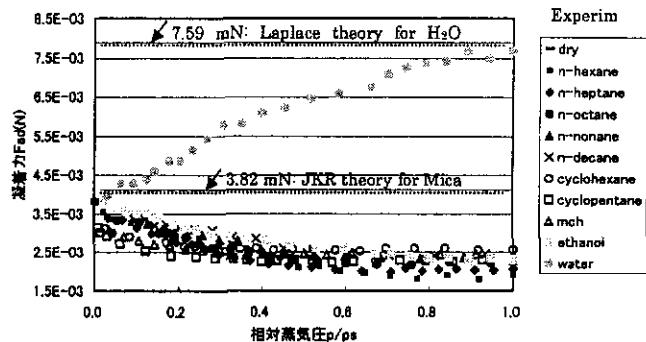


図2 各種炭化水素のメニスカス形成

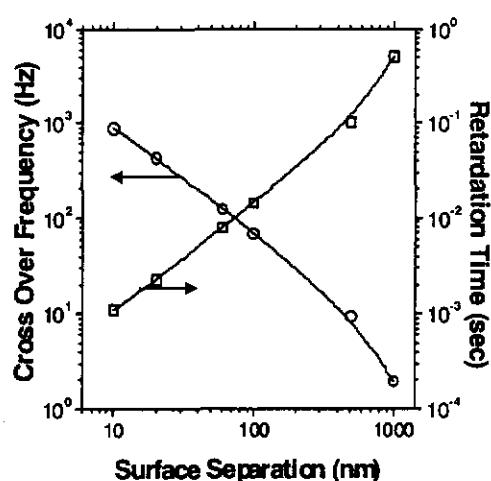


図4 フッ素系潤滑剤の遅延時間(右軸)

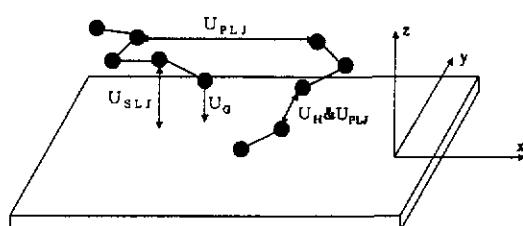


図5 ビーズモデル

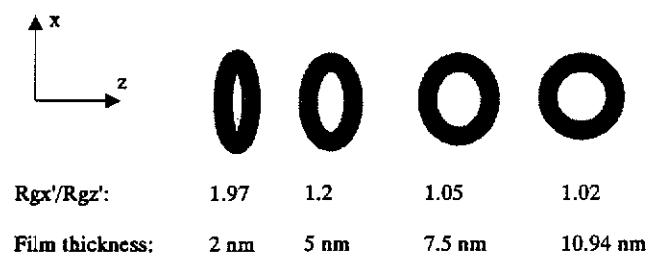


図6 薄膜内高分子のコンフォメーション

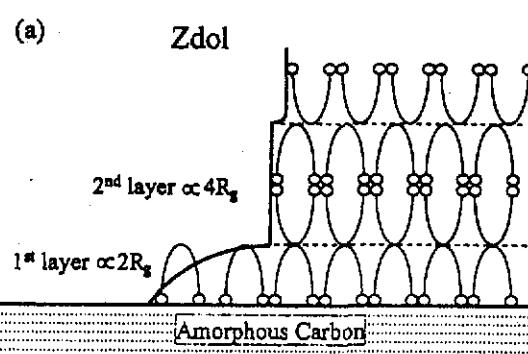


図7 流動層と固定層

②波及効果、発展方向、改善点等

(1)から(3)の研究成果により、固定層および流動層各1層からなる潤滑システム（究極の潤滑システム：Ultimate Lubrication System）の可能性を確信した。そこで、現在はその研究に取り組んでいる。その成果も得られつつあり、現在特許申請準備中（二分子層潤滑膜およびその製造方法）である。

5. 研究成果公表等の状況

課題名：液体超薄膜を用いた摩擦コントロールに関する研究

研究機関名：産業技術総合研究所

任期付研究員氏名：加藤孝久

1. 研究発表等

(1) 研究発表件数

	原著論文による発表	左記以外の誌上発表	口頭発表	合計
国内	2	1	25	28
国外	24	1	6	31
合計	26	2	31	59

注) 件数は既発表分及び投稿中のものを合計した数を記入

(2) 原著論文による発表の内訳

1) 国内[発表題名、発表者名、発表誌名等(雑誌名、巻、号、頁、年等)]

(計 1 件)

- マクロメニスカスの振動伝達特性に関する研究－動的バネ特性および減衰係数の周波数依存性－, トライボロジスト, 45, 10, 2000, pp.757-768. (松岡広成、福井茂寿、加藤孝久)

2) 国外[発表題名、発表者名、発表誌名等(雑誌名、巻、号、頁、年等)]

(計 6 件)

- Static and Dynamic Behavior of Liquid Nano-meniscus Bridge, STLE Tribology Trans. 44, 1, 2001 pp. 19-26 (J H Choi and T Kato).
- Surface Forces Between Mica Surfaces in Undersaturated Vapor of Hydrocarbon Liquids, Proc. of the International Tribology Conference Nagasaki 2000, 2001pp.733-737 (H Matsuoka, T Kato and S Fukui)
- Dynamic Characteristics of an In-Contact Headslider Considering Meniscus Force, Part 2: Application to the Disk with Random Undulation and Design Condition, ASME J. of Tribology, 123, 1, 2001, pp. 168-174. (T Kato, S Watanabe and H Matsuoka).
- Density Variation in the Ultrathin Liquid Perfluoropolyether Films on Solid Surfaces, Tribology Trans, 44, 3 2001, pp.444-450 (M. S. Mayeed and T Kato)
- Self Assembled Monolayer Formation on the Magnetic Hard Disk Surface and Friction Measurement, J. Appl. Phys. 91, 10, 2002, pp. 7574-7576, (J H Choi, M Kawaguchi and T Kato).
- Experimental Study of the Replenishment of Ultrathin Liquid Perfluoropolyether Films on Carbon Surfaces, J. Appl. Phys. 91, 10, 2002, pp.7580-7582. (M S Mayeed and T Kato)

(3) 原著論文以外による発表の内訳

1) 国内[発表題名、発表者名、発表誌名等(雑誌名、巻、号、頁、年等)]

(計 1 件)

- 分子液体薄膜の不思議、日本機械学会講演論文集, No. 02-13, 2002, pp. 15- 18.

2) 国外[発表題名、発表者名、発表誌名等(雑誌名、巻、号、頁、年等)]

(計 1 件)

- Friction Control and Nanotribology. Proc. of KSTLE Annual Meeting 2001, pp. 3- 10.

2. 特許出願等[件名、出願者氏名、出願年月日、特許番号 等]

(計 2 件)

- 高分子溶融体膜のシミュレーション方法、加藤孝久、モハメド サジャド マイード、H12 年 10 月 20 日、特願 2000-320220
- 超微小硬さ用圧子押込み安定剤および該安定剤を利用した超微小硬さ試験を行う方法、加藤孝久、チェジュンホ、H13 年 8 月 28 日、特願 2001-258590

3. 受賞等[件名、受賞者氏名、受賞年月日 等]

(計 2 件)

日本トライボロジー学会最優秀論文賞、加藤孝久、H14 年 5 月 14 日

文部科学大臣賞(研究功績賞)、加藤孝久、H14 年 4 月 17 日