

# 主論文の要約

論文題目 垂直観測型エリプソメトリー顕微鏡による  
ナノしゅう動すきまの高精度計測に関する  
研究  
(Study on high-accuracy measurement of  
nanometer sliding gap by  
vertical-objective-type ellipsometric  
microscopy)

氏名 難波 克也

## 論文内容の要約

本論文は、潤滑油を介して相対運動する固体二面間のナノメートルオーダーのすきま（ナノすきま）における潤滑現象の解明を目的として、垂直観測型エリプソメトリー顕微鏡（vertical-objective-type ellipsometric microscopy; VEM）によるすきま形状計測の高精度化と測定範囲の拡大を行い、0 ~ 200 nm のすきま範囲において 1 nm オーダーの測定精度を達成した。しゅう動速度が連続的に変化する往復しゅう動過程において、スクイーズ効果により一定厚さの潤滑油膜が形成されることを示し、VEMによりナノしゅう動すきまに特有の潤滑現象を観測した。そして、往復しゅう動時のすきま形状計測と、しゅう動面に働く摩擦力の同時測定系を構築し、2 nm のナノしゅう動すきまにおいて潤滑油が流体的に挙動することを示した。

持続可能社会の実現に向けた機械システムの省エネルギー化の要請にともない、しゅう動部の低摩擦化が求められている。そのため、潤滑油の低粘度化が進められており、しゅう動面間のすきまはナノメートルオーダーに狭小化している。ここで、ナノすきまに閉じ込められた潤滑油はバルク状態とは異なる特性を示すことが報告されている。これらのナノトライボロジー現象の解明には、しゅう動時のすきまの二次元分布（すきま形状）の計測が必須である。また、ストライベック曲線に基づきナノすきまにおける潤滑状態を推定するためには、しゅう動面に働く摩擦力の測定が必要である。本論文では、往復しゅう

動時のすきま形状と摩擦力の同時計測により、ナノしゅう動すきまにおける潤滑現象を解明することを目的とする。

従来のすきま形状の計測法として、表面にスペーサー層などの多層膜構造を有する固体試料を用いた光干渉法が報告されたが、しゅう動面の材質が制限され、かつ多層膜構造の正確な設計が必要という問題があった。そこで本論文では、材質に依存することなくナノすきま計測が可能であるエリプソメトリーの原理により、VEMを用いた試料面の多層膜構造が不要なすきま形状計測を行った。

VEMでは、試料と垂直に配置した顕微鏡対物レンズにより、 $0.1\ \mu\text{m}$  オーダーの高面内分解能と  $100\ \mu\text{m}$  オーダーの広い観測領域を両立したすきまの顕微観測が可能である。そして、対物レンズの後側焦点面の光軸外の位置に光を集光することで、平行光を試料面に斜めに入射するエリプソメトリー光学系を構築した。VEMは複数の偏光素子を有し、その光学系は、光源、偏光子、補償子、すきま試料、検光子、CCDカメラで構成される。本論文ではVEMを用いて、回転補償子 (rotating compensator ellipsometry; RCE) 法と輝度変換法の二種類のエリプソメトリー計測法により、表面をステンレスでコーティングしたしゅう動子球面とガラス基板間のナノすきま形状を計測した。RCE法は、回転補償子型エリプソメトリーの測定原理に基づき、補償子が連続回転する間のカメラ画像の輝度値の変化から、試料の光反射による p, s 偏光の変化 (振幅比  $\psi$  と位相差  $\Delta$ ) が得られる。そして、試料のすきまと偏光状態の変化 ( $\psi, \Delta$ ) の理論式からすきまを決定する。これにより、光源強度やカメラ感度の時間変化に影響されることなく、すきま計測が可能である。また、輝度変換法では補償子を固定し、すきまと輝度の関係曲線を用いてカメラ撮像した輝度画像をすきま形状に変換する。これによりカメラの撮像速度による、すきま形状の高時間分解能計測が可能である。

VEMを用いたすきま形状計測の従来研究では、VEMの顕微鏡光学系によりすきま測定精度が低下し、すきま測定範囲が制限された。RCE法では  $20\ \text{nm}$  以上のすきま測定、輝度変換法では  $50\ \text{nm}$  以上のすきま測定は困難であった。そこで本論文では、VEMの高精度化とすきま測定範囲の拡大を行い、しゅう動時のすきまが  $1\ \text{nm}$  オーダーの境界潤滑から  $100\ \text{nm}$  オーダーの弾性流体潤滑 (elasto-hydrodynamic lubrication; EHL) までの幅広い潤滑状態を、 $1\ \text{nm}$  オーダーの精度でシームレスに観測可能なすきま形状計測法の開発を行った。

エリプソメトリーでは、試料に斜めに入射する照明光の入射角によって測定感度が変化する。そこで、RCE法によるすきま測定の高精度化のため、対物レンズの評価を行い、最大の入射角と  $0.1\ \mu\text{m}$  オーダーの面内分解能が得られるレンズを選定した。また、VEMでは顕微鏡光学素子における偏光状態の変化により、すきまの測定誤差が生じた。そこで、ステンレスとガラスの界面がすきまゼロで均一な、ステンレスコーティングしたガラス基板を測定し、光学素子による偏光状態の変化を補正した。さらに、ピエゾステージを用いたすきま変化に対する位相差  $\Delta$  の変化を測定し、VEM光学系の調整誤差による観察面内の入射角分布を補正した。以上の補正を行ったRCE法により、空气中または合成潤滑油が

リ- $\alpha$ -オレフィン 8 cSt (PAO8) で満たされたすきまを測定した結果、すきま形状の測定値は Hertz の接触理論による理論値とよく一致した。これにより、RCE 法によるすきまの測定範囲を 0 ~ 60 nm に拡大し、0 ~ 20 nm のすきま範囲において空気中で 0.7 nm, PAO8 中で 1.0 nm のすきま測定精度を達成した。そして、平均表面粗さが 0.1 nm オーダーでわずかに異なる二種類のしゅう動子を用いて、ガラス基板との接触面を測定した結果、しゅう動子の粗さ形状に対応したすきま形状が得られた。VEM によるナノスケールの表面粗さの可視化を実現した。また、PAO8 中でしゅう動子とガラス基板が接触状態のすきま測定から、潤滑油の閉じ込めにより固体二面間に厚さ 1 nm 以下の油膜が形成されることを示した。

輝度変換法によるすきま計測では、すきまの測定感度は補償子の回転角に応じて変化する。そこで、すきま測定感度の理論検討により、ナノすきま領域で最大の測定感度が得られる回転角 60° に VEM の補償子を設定した。これにより、潤滑油 PAO8 中の 0 ~ 40 nm のすきま範囲において、2.5 nm のすきま測定精度が得られた。そして、VEM 上に構築したしゅう動装置とストロボ撮像系により、往復しゅう動時のすきま形状計測において 1 ms オーダーの時間分解能を達成した。潤滑油 PAO8 中のしゅう動すきまを測定した結果、往復しゅう動の最大しゅう動速度に応じてすきまが増加する流体潤滑挙動を観測した。また、すきま形状にくさび形状の変形が生じ、その最小すきま  $h_{\min}$  は往復しゅう動過程で一定であった。 $h_{\min}$  は最大しゅう動速度に依存したが、往復しゅう動過程におけるしゅう動速度の変化には依存しなかった。そこで、しゅう動停止後のすきま形状の変化を測定した結果、往復しゅう動の有無および加振周波数によるしゅう動子に働くスクイーズ力の変化は確認されず、往復しゅう動による潤滑油の粘度上昇や固体化は発生していないことが示唆された。 $h_{\min} = 4 \sim 8$  nm のナノすきまにおいて、スクイーズ効果により往復しゅう動過程で一定の最小すきまが維持されることを示した。

さらに、垂直・水平方向に変位する二軸板ばねを用いて、しゅう動面に生じる摩擦力が板ばねの水平変位として得られる摩擦力測定系を VEM 上に構築し、往復しゅう動時のすきま形状と摩擦力の同時測定を行った。往復しゅう動による正弦波状のしゅう動速度の変化に対し、しゅう動速度に比例した正弦波状の摩擦力波形が生じる場合は流体潤滑、しゅう動速度に依存しないステップ状の波形が生じる場合は境界潤滑状態と推定される。粘度および分子構造の異なる種々の潤滑油の測定の結果、最小すきまに応じて潤滑状態は境界潤滑から流体潤滑に変化し、従来の潤滑理論における膜厚比 (= すきま/表面粗さ) に応じた潤滑状態の遷移と傾向的に一致した。また、膜厚比  $\lambda = 1 \sim 3$  の混合潤滑領域において、 $h_{\min} \approx 2$  nm のナノしゅう動すきまで潤滑油が流体的に挙動することを示した。さらに、各潤滑油における流体潤滑時の摩擦力が、しゅう動速度とバルク粘度に比例し、かつ最小すきまに反比例したことから、 $h_{\min} = 2 \sim 14$  nm のしゅう動すきまにおいて全ての潤滑油がニュートン流体として挙動することを示唆した。ナノしゅう動すきまにおいて、潤滑油の分子構造による潤滑状態への影響は確認されなかった。

輝度変換法において、すきま 50 nm 付近の低感度領域を補い、すきま測定範囲を 50 nm

以上に拡大するため、補償子二角度によるすきま計測法を提案した。測定感度が異なる二つの補償子回転角 ( $60, 150^\circ$ ) ですきま測定を行い、各測定画像の測定精度が高い領域を組み合わせることで、すきま測定範囲を  $0 \sim 200 \text{ nm}$  に拡大し、潤滑油 PAO8 中において  $3.4 \text{ nm}$  の測定精度を達成した。さらに、補償子を連続回転し、回転角  $60$  および  $150^\circ$  のタイミングでストロボ撮像することで、往復しゅう動時のすきま形状を  $12.5 \text{ ms}$  の高時間分解能で計測した。シリコンオイルを用いた往復しゅう動時のすきま測定の結果、すきま形状にくさび形状の変形を確認し、その最小すきまはしゅう動速度の  $0.70$  乗に比例する関係が得られた。これらの結果は、等粘度-弾性体領域 (ソフト EHL) の潤滑状態と合致したが、Hamrock and Dowson の潤滑領域図から推定される等粘度-剛体領域とは一致せず、従来の潤滑理論には従わなかった。潤滑油の閉じ込めにより粘度が増大した EHL 状態などが考えられる。

以上の結果から、固体二面間への潤滑油の閉じ込めによる厚さ  $1 \text{ nm}$  以下の油膜形成を確認し、さらに往復しゅう動時の約  $2 \text{ nm}$  のすきまにおいて、潤滑油が流体的に挙動することを示した。これらのナノ厚さ潤滑膜の形成により、境界潤滑から混合潤滑領域におけるしゅう動面の摩擦・摩耗を低減し、機械システムのエネルギー効率を向上することが期待される。ナノトライボロジー現象における、VEM によるしゅう動時のすきま形状の高精度計測と、摩擦力の同時測定法の有効性を示した。