

京都大学	博士 ( 工 学 )	氏名	山田 祐也
論文題目	Development of Vertical-Lateral Bimodal Atomic Force Microscopy Utilizing qPlus Sensors for Analysis of Lubricant/Solid Interfaces (潤滑油/固体界面分析のための qPlus センサを用いた垂直水平力検出バイモーダル原子間力顕微鏡の開発)		
<p>(論文内容の要旨)</p> <p>本論文は、潤滑油/固体界面分析のための、垂直・水平力同時検出可能なバイモーダル原子間力顕微鏡 (Atomic force microscopy; AFM) 開発についての一連の研究成果をまとめたものであり、全8章からなる。</p> <p>第1章は序論であり、まず初めに摩擦や潤滑に関する学問系であるトライボロジーについて、これまでの歴史的背景と現状がまとめられている。さらに、その中でもナノトライボロジー研究の重要性について述べるとともに、ナノトライボロジー研究に重要な手法の一つである走査プローブ顕微鏡 (Scanning Probe Microscopy; SPM) について概説している。特に、SPMの中でもAFMやそのフォースセンサの一つである qPlus センサについて述べるとともに、ナノトライボロジー研究において、垂直・水平方向の相互作用力双方を qPlus センサで同時検出可能なバイモーダル AFM を開発する意義がまとめられている。</p> <p>第2章では、AFM の原理と本論文におけるバイモーダル AFM の装置構成について詳細にまとめられている。まず、垂直方向の力を検出する AFM および水平方向の力を検出する Lateral force microscopy (LFM)、さらにそれらを同時に検出可能なバイモーダル AFM について歴史的背景と原理を述べるとともに、液中 AFM や qPlus センサについて原理が述べられている。さらに、原理に続いて本論文で用いた装置構成についても詳細に述べられている。</p> <p>第3章では、ポリジメチルシロキサン (PDMS) 溶融体中において、マイカ表面およびマイカ表面近傍の PDMS 分子の AFM 分析を行った結果について述べられている。その結果、qPlus センサを用いた AFM が粘度 970 mPa·s (水の約 1000 倍) という高粘度な PDMS 中においても原子スケールの空間分解能を有することが実証され、さらに固液界面で PDMS 高分子液体が分子直径を周期とする、周期的な密度分布をとることが示されている。すなわち、高粘度な潤滑油中において、qPlus センサを用いた AFM が高空間分解能分析に有用であることを実験的に示している。</p> <p>第4章では、長い探針 (1 mm 以上) を取り付けた qPlus センサの高次共振モードにおいて、探針先端が水平方向に振動することを示した結果について述べられている。まず、音叉型水晶振動子 (QTF) に取り付けた探針を剛体として扱う従来の理論では、高次共振モードの共振周波数を十分に説明できないことが示され、それに対し、有限要素法 (FEM) による解析の結果、高次共振モードで探針が水平方向に振動することが示された。さらに、KBr(100)面の原子分解能観察により、1次共振周波数に加え、高次共振周波数で加振することにより、探針の振動方向に原子が見かけ状つながること示した。つまり、高次</p>			

京都大学	博士 ( 工 学)	氏名	山田 祐也
<p>共振モードにおける探針の水平振動を実験的に示した。加えて、高次共振モードを用いてグラファイトと酸化グラフェンの表面物性の違いを検出可能であることも示されている。</p> <p>第5章では、長い探針を取り付けた qPlus センサの運動についての理論的解析について述べられている。探針の変形を考慮した qPlus センサの運動方程式を確立し、これを解析することで、1~3 次共振の共振周波数、振動モード形状、探針先端の振動角度、有効ばね定数、圧電感度を求めた。その理論的検討から、垂直・水平力の検出にはそれぞれ 1 次共振と 3 次共振の使用が適する事が示された。さらに、水平力の検出に対し、力検出感度と垂直・水平力のクロストークとの低減を両立する最適なセンサ構造が提案された。また、その理論的解析が実験結果とよく一致することも示されている。</p> <p>第6章では、長い探針を取り付けた qPlus センサにより、水平方向の力を検出できることを実験的に示した結果について報告されている。Poly(vinylidene fluoride-trifluoroethylene) (P(VDF-TrFE) 結晶膜を AFM により分析し、1 次共振モードでは検出できない摩擦異方性を、3 次共振モードにより検出可能であることが示された。すなわち、第5章では 3 次共振モードにおいて探針が水平に振動することが示されたが、本章では水平方向の相互作用力を検出可能であることが実験的に示されたことが述べられている。</p> <p>第7章では、固体-液体間相互作用が固体表面近傍の高分子液体に及ぼす影響をバイモーダル AFM により分析した結果について述べられている。マイカ基板状にグラファイト片を担持する技術を確立し、同一探針によりマイカおよびグラファイトと PDMS との界面分析を実現した。その結果、PDMS とそれぞれの物質との界面近傍で、垂直方向/水平方向いずれでも粘性が上昇するが、特にマイカとの界面近傍においてより粘性が高いことが実証され、固体との分子間相互作用が界面近傍の液体の剪断特性に与える影響が示されている。</p> <p>第8章は結論であり、本論文で得られた成果について要約するとともに、本論文で得られた成果をもとにした将来展望について述べられている。</p>			

氏名	山田 祐也
----	-------

(論文審査の結果の要旨)

本論文は、潤滑油/固体界面分析のための、垂直・水平力同時検出可能なバイモーダル原子間力顕微鏡 (Atomic force microscopy; AFM) 開発についての一連の研究成果をまとめたものである。本論文の主な研究成果を以下に示す。

1. AFM フォースセンサとして音叉型水晶振動子 (QTF) からなる qPlus センサを用いることで、ポリジメチルシロキサン (PDMS) 溶融体中においてマイカ表面、およびマイカ表面近傍の PDMS 分子の AFM 分析を行った。その結果、粘度 970 mPa·s (水の約 1000 倍) という高粘度な PDMS 中においても原子スケールの空間分解能を有すること、さらに固液界面で PDMS 高分子液体が分子直径を周期とする周期的な密度分布をとることが実証された。

2. qPlus センサによる垂直水平力の同時検出を実現するため、長い探針 (1 mm 以上) を取り付けた qPlus センサの高次共振モードに関する解析を行なった。その結果、以下の学術的知見を得た。

2a) 有限要素法 (FEM) による解析の結果、3 次共振モードにおいて探針の変形が発生し、QTF と探針の練成振動が発生し、探針先端が水平方向に振動することを見出した。さらに、KBr(100)面の原子分解能観察により、3 次共振での探針の水平振動を実証した。

2b) 探針の変形を考慮した qPlus センサの運動方程式を確立し、これを解析することで、1~3 次共振の共振周波数、振動モード形状、探針先端の振動角度、有効ばね定数、圧電感度を求めた。その理論的検討から、垂直・水平力の検出にはそれぞれ 1 次共振と 3 次共振の使用が適する事が示された。また、その理論的結果が実験結果とよく一致することを示した。

2c) 高分子材料 (P(VDF-TrFE)) 薄膜をバイモーダル AFM により分析し、1 次共振により表面形状を、3 次共振により摩擦異方性を得られることを実証した。

3. これらの成果をもとに、固体-液体間相互作用が固体表面近傍の高分子液体に及ぼす影響をバイモーダル AFM により分析した。マイカおよびグラファイトとの表面近傍において、PDMS は垂直方向/水平方向いずれも粘性が上昇するが、マイカとの表面近傍においてより粘度が高いことを実証し、固体との分子間相互作用が界面近傍の液体の剪断特性に与える影響を示した。

以上のように、本論文では、潤滑油/固体界面分析のための AFM について著しい成果を成し遂げ、多くの材料工学的知見を得た。よって本論文は博士 (工学) の学位論文として価値あるものと認める。また、令和 5 年 1 月 20 日、論文内容とそれに関連した事項について試問を行って、申請者が博士後期課程学位取得基準を満たしていることを確認し、合格と認めた。