

学位申請論文

イオン液体を用いた
高真空用非接触回転機構に関する研究

平成 29 年 3 月

岡部 貴雄

目次

第 1 章	序論	1
1.1.	研究背景.....	2
1.1.1.	光学メディア原盤製造装置の技術的課題.....	3
1.1.1.1.	光学メディアの現状と仕組み.....	3
1.1.1.2.	光学メディアの製造方法.....	3
1.1.2.	光学メディア原盤製造装置用の回転機構.....	6
1.1.2.1.	真空用の流体潤滑軸受.....	6
1.1.2.2.	差動排気シール付気体軸受.....	7
1.1.2.3.	真空用静圧気体軸受を用いた回転 EB 描画装置.....	10
1.1.2.4.	イオン液体.....	12
1.1.2.5.	真空環境におけるイオン液体潤滑.....	12
1.2.	本研究の目的.....	15
1.3.	本論文の構成.....	15
第 2 章	イオン液体を潤滑液体に用いた流体潤滑軸受の真空対応性および回転精度	17
2.1.	緒言.....	18
2.2.	イオン液体を潤滑液体に用いた高真空用動圧型回転機構の開発.....	18
2.2.1.	設計と構造.....	18
2.2.2.	イオン液体の選定.....	23
2.3.	試験および試験結果.....	25
2.3.1.	真空対応性試験.....	25
2.3.1.1.	試験装置.....	25
2.3.1.2.	試作した動圧型回転機構が排気過程へ及ぼす影響.....	27
2.3.1.3.	試作した動圧型回転機構の回転が真空度へ及ぼす影響.....	29
2.3.1.4.	アウトガス分析.....	32
2.3.2.	回転精度評価.....	37
2.3.2.1.	試験装置.....	37
2.3.2.2.	試作した動圧型回転機構の回転精度.....	39
2.4.	結言.....	40

第3章	流体潤滑軸受を用いた回転描画装置.....	41
3.1.	緒言.....	42
3.2.	試作した動圧型回転機構を用いた回転 EB 描画装置.....	42
3.3.	回転描画試験および結果.....	45
3.3.1.	回転描画試験.....	45
3.3.2.	加工試験結果.....	49
3.3.2.1.	加工性能の評価.....	49
3.3.2.2.	描画特性の調査.....	54
3.3.2.3.	深さ方向加工.....	56
3.4.	結言.....	59

第4章	イオン液体を基油とする磁性流体を用いた非接触シール	61
4.1.	緒言	62
4.1.1.	イオン液体を用いた非接触回転機構	62
4.1.2.	磁性流体シール	62
4.1.3.	従来の真空用磁性流体シール	63
4.1.4.	従来の磁性イオン液体	63
4.2.	真空用磁性イオン液体の開発	65
4.2.1.	基油となるイオン液体	65
4.2.2.	磁性粒子および分散剤	66
4.3.	開発した磁性イオン液体の磁気的特性	72
4.3.1.	磁性イオン液体の磁界への反応	72
4.3.2.	磁性イオン液体の磁化特性	73
4.4.	磁性イオン液体の真空対応性試験と耐圧試験	75
4.4.1.	磁性イオン液体の真空対応性	75
4.4.1.1.	試験装置および試験手順	75
4.4.1.2.	磁性イオン液体が真空度へ及ぼす影響	78
4.4.1.3.	磁性イオン液体のアウトガス分析	81
4.4.2.	磁性イオン液体のシール性能	86
4.4.2.1.	耐圧試験装置	86
4.4.2.2.	磁性イオン液体のシール耐圧	89
4.5.	結言	90
第5章	結論	91
5.1.	結論	92
5.2.	今後の展望	94

参考文献

研究業績

謝辞

第 1 章

序論

1.1. 研究背景

近年、宇宙分野、精密計測分野、精密加工分野などにおいて、真空環境下で回転駆動を余儀なくされる機構が増えてきている。とりわけ、精密加工分野では、ナノレベルの高い回転精度を有する回転機構が求められている。具体例としては、光学メディア原盤製造装置の回転テーブルがある。光学メディア原盤製造装置は、光や電子線(EB: Electron Beam)の収束ビームを用いて、CD や DVD に代表されるメディアの原盤を高精度に加工する装置である。光学メディア原盤製造装置において高精度な加工を実現するためには、加工用収束ビームが気体分子によって拡散されぬよう、加工雰囲気を高真空状態に維持することが必要となる。

一般に真空環境は、 10^{-1} Pa から 10^{-5} Pa 未満の圧力を高真空、 10^{-5} Pa 以下の圧力を超高真空と分類され、真空圧力が小さい状態ほど真空度が高いと表現される。光学メディア原盤製造装置においては、加工精度のいっそうの向上を図る上で、加工環境の真空度をより高めることが強く求められている。加工環境の真空度を高める上で課題となるのが、軸受やシールからなる回転機構である。軸受部には回転機構をなめらかに回転させるとともに、摩耗を防止して高い回転精度を維持するための潤滑剤が必要となる。しかし、潤滑剤は、軸受部からの流出やアウトガスの放出により、真空度を低下させる原因ともなる。一方、シールには空間を隔離するための充填材料が必要となる。充填材料として流体を用いる場合は、流体からのアウトガスが真空度を低下させる原因となる。そのため、真空環境で回転機構を使用する際には、アウトガスを発生しにくい潤滑剤や充填材料を選定する必要がある。真空用回転機構は、宇宙機器や分析機器などにおいてすでに実用されているが、光学メディア原盤製造装置の場合は使用される回転数が高く、アウトガス発生量も低く抑える必要があるため、従来の技術に十分な性能を発揮することは期待できない。

1.1.1. 光学メディア原盤製造装置の技術的課題

1.1.1.1. 光学メディアの現状と仕組み

情報の大容量化に伴い、これを記録する媒体の大容量化が要求されている。CD, DVD, ブルーレイなどの光学メディアも大容量化が図られてきた。直径 120 mm 片面一層のディスクに換算した容量は、それぞれ 700 MB, 4.7GB, 25GB と急速に増えてきている。今後は、さらに大容量の情報を記録可能な新規格の記録媒体の開発が課題となっている。次世代の光学メディアでは、直径 120 mm 片面一層のディスク換算で、100 GB から 500 GB の容量が求められている[1], [2]。光学メディアには、読み取り専用のもので情報を追加記録できるものがあるが、このどちらにも微細な溝状の構造がある。この溝状の構造は、ディスクと同心円状もしくは渦上に配置され、回転加工によって作製される。記録密度の向上には、この溝の幅とトラックピッチと呼ばれる隣接する溝と溝の間隔を小さくする必要があり、パターンの加工精度も要求される。次世代の光学メディアでは、溝幅が 100 nm 以下、トラックピッチが 160 nm 以下の精密加工が求められている。

1.1.1.2. 光学メディアの製造方法

量産用光学メディアは、射出成形と呼ばれる方法で製造される。射出成形では、微細なパターンが加工された金型(原盤)に対し、熔融した樹脂を押し付けて金型表面のパターンを樹脂に転写する[3]。光学メディアの大容量化には、この原盤のパターンの微細化と高精度化が必須となる。図 1-1 に原盤の製造方法の模式図を示す。回転テーブル上で、レジスト剤を塗布した基板(図 1-1(1))を回転させ、これにビームを照射して微細加工を行う。図 1-1(2)に示す回転加工工程を回転描画と呼ぶ。回転描画後の基板を現像すると、凹凸の溝状パターンが現れる(図 1-1(3))。このパターンの損傷を防ぐため、コーティングを施した後に電鍍と呼ばれるメッキを施し、メッキ部分を基盤から剥離することで原盤を得る(図 1-1(4))。ここで注目すべき点は、図 1-1(2)の工程が光学メディアの記録密度を決定することになる点である。回転描画の模式図を図 1-2 に示す。可視光は、回転描画における光源として一般的に

用いられるが、記録密度を向上するためにブルーレイと同じ 405 nm の波長の半導体レーザーを用い、直径 120 mm で多層式の 150 GB のディスクが試作されている[4], [5]。しかしながら、半導体レーザーを用いる方法では、これ以上の大容量化は難しいとされている[6], [7]。ビーム加工では、ビーム波長が短いほど微細な加工が可能のため、可視光よりも波長の短い波長 300 nm 以下の深紫外線(DUV: Deep Ultraviolet)や波長 120 nm から数十 nm の極端紫外線(EUV: Extreme ultraviolet)の利用が検討されている。近年では、これらよりもさらに短い波長をもつ電子線 (EB) を使用する方法が研究されている[8-17]。EB の波長は、加速電圧により異なるが、およそ 10 nm から数 nm である。このため、EB は DUV や EUV よりも微細な加工を行うことができるとされており、EB を用いた数 nm オーダの構造の加工例がすでに示されている[18-24]。EB を用いて微細な加工を行うためには、これを正確に照射しなければならない。EB 加工では、図 1-3 に示すように収束角(Convergence semi-angle : α) (図 1-3) を小さく絞り、加工対象に照射される EB のスポット径(Electron beam spot diameter : D)を小さくするほど微細な加工が可能となる。EB のスポット径を小さくするには、EB が進行する空間の真空度を高めて電子の拡散を防ぐ必要がある。また、EB を用いて回転描画を行う場合には、真空環境に回転機構を設置する必要がある。Kojima ら[25]は回転 EB 描画装置の設計において真空圧力に対する EB のスポット径を求めており、 10^{-4} Pa 台で約直径 80 nm になると報告している。なお、EB のスポット径は、加速電圧が高くなるほど小さくなり、電流値が低いほど小さくなるという特徴がある[26]。

図 1-4 に回転 EB 描画装置の模式図を示す。前述のように、この装置には真空チャンバ中に設置された回転機構があり、この上に乗せた加工対象を回転させながら EB を照射する機構となっている。真空チャンバ中は、EB 加工に最低限必要とされる 10^{-4} Pa 以下の真空圧力に維持されている。この回転機構には、アウトガスが極めて僅かであり、かつ EB 加工の微細性を十分に生かすための高い回転精度が要求される。

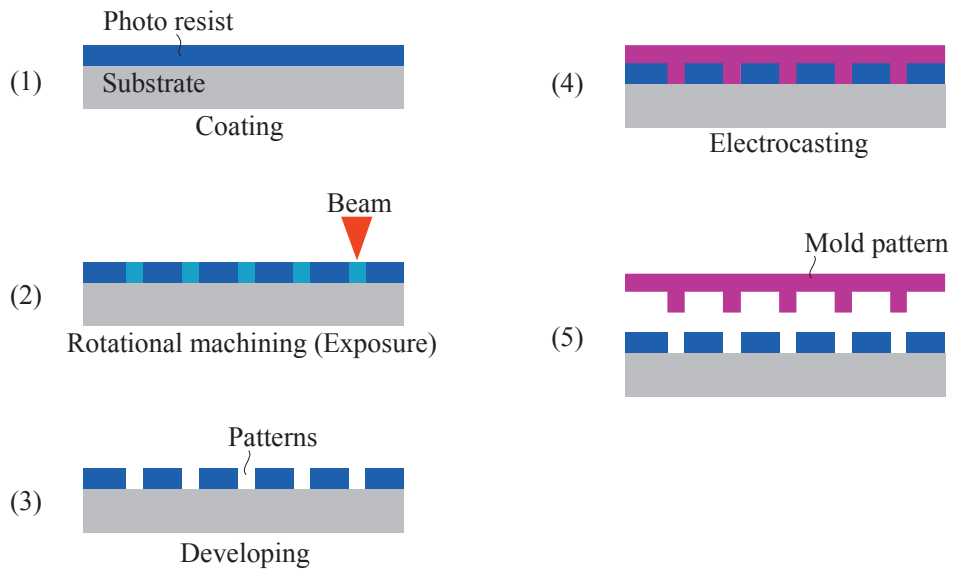


Fig. 1-1 Process of fabrication of mold pattern

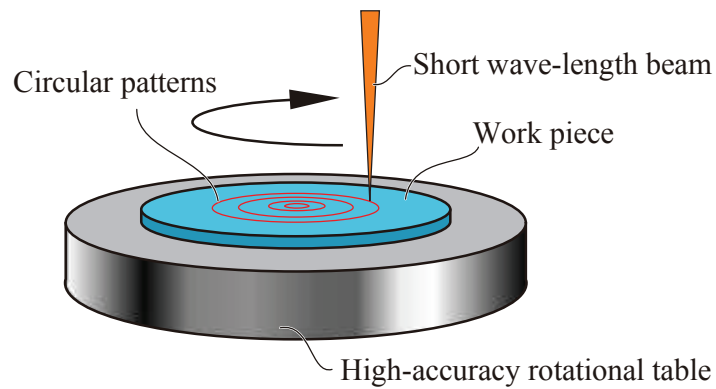


Fig. 1-2 Schematic image of rotational machining

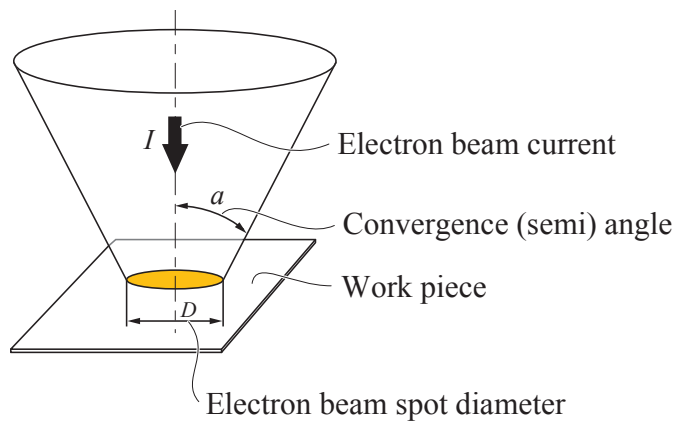


Fig. 1-3 Schematic image of electron beam irradiation

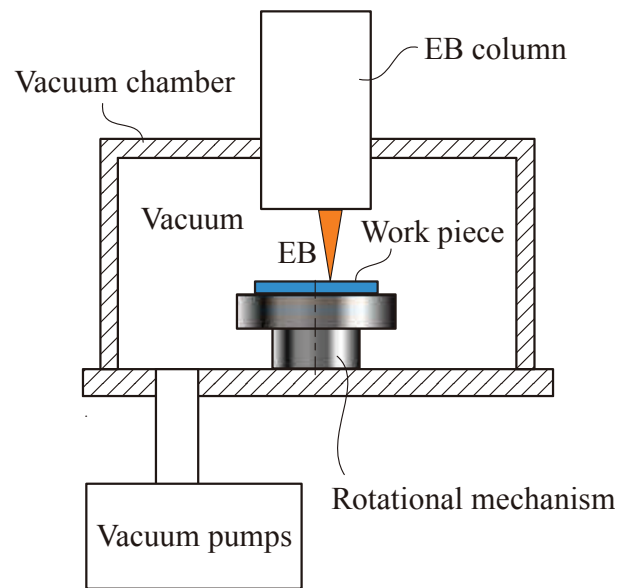


Fig. 1-4 Schematic image of rotational electron beam machining device

1.1.2. 光学メディア原盤製造装置用の回転機構

1.1.2.1. 真空用の流体潤滑軸受

回転 EB 描画においては、回転機構に高い回転精度が要求される。高い回転精度を実現する回転機構としては、流体潤滑軸受を用いたものがある。流体潤滑軸受は、流体の圧力によって回転軸を非接触支持するため、摩擦抵抗や摩擦振動が小さく、摩耗がほとんどおこらないといった特徴をもつ[27-33]。このため、高い加工精度の要求される工作機械の位置決め機構に広く利用されており、光学メディア原盤製造装置への展開も期待されている。Takeda ら[34]は回転深紫外線描画装置に静圧気体軸受の回転機構を用いることにより、溝幅 150 nm、トラックピッチ 300 nm の微細加工を実現した。この実施例は、静圧気体軸受が、次世代の回転 EB 描画装置に要求されるスペック(溝幅 100 nm 以下、トラックピッチ 160 nm 以下)を満たす回転精度を発揮する可能性を示すものと言える。ただし、回転 EB 描画装置に流体潤滑軸受を用いることには問題もある。気体軸受の場合には加圧気体によって回転軸が支持されるが、気体は軸受すきまから外部に放出されるため、通常の構造では真空環境で使用することはできない。静圧気体軸受を真空で使用するためには、非接触でありな

がら気体の放出を防ぐ機構とするか、あるいは液体を作動流体とする必要がある。液体を用いる場合は、真空環境へのアウトガスの少ない液体を選ぶとともに、真空チャンバや加工対象を汚染させない液体の選定が必要である。

1.1.2.2. 差動排気シール付気体軸受

真空チャンバ中に気体軸受を導入するために、軸受部で使用した気体を回収する非接触シール機構を利用する技術がある。Pollock ら[35]は、イオン製膜などの真空環境を必要とする加工装置用として、非接触の真空シール機構をもつ直動型の気体軸受を提案した。この機構は、真空チャンバ外から加圧気体を供給することで円柱軸を非接触支持しており、真空チャンバ中に気体の放出を防ぐための差動排気シールが軸受部に付属している。図 1-5 に、差動排気シール付静圧気体軸受の模式図を示す。差動排気シールは、排気溝と粘性シール部から構成されており、気体は排気溝を通してシール専用の真空ポンプで排気される。この様な仕組みによって、気体が軸受すきまを通して真空チャンバ中に放出することを防ぐことで、真空環境での可動部の非接触支持を可能にしている。その後、同形式の軸受には、様々な改良が行われた。Yokomatsu ら[36]は、多孔質体を用いた静圧気体軸受と差動排気シールからなる気体軸受を提案している。Schenk ら[37]は円形の軸受パッドにおいてオリフィス絞りと多孔質絞りをを用いた場合の気体のリーク量の比較を行っている。Ryding ら[38]は、シール特性を改善するために、粘性シール部のすきまと溝の設計指針を提案している。

差動排気シールを低真空以上の真空度で使用するためには、精密なすきま管理とそれを可能にする高度な設計が必要となる。差動排気シールは、当初は直動型軸受において提案された。Bisschops ら[39], [40]は、軸受の可動範囲を広げるため、軸受数を増やすことでこれを解決する方法を提案している。ただし、差動排気シール付直動軸受は、可動範囲を広げることで実用性は増したものの、精密にシールすきまを管理した軸受を複数用意しなければならず、排気系などの複雑な構造も必要となり、さらに機構の組み立て精度が要求されるものとなった。Devitt [41]は軸受機構の簡素化を図るため、可動部側に差動排気シール

をもつ機構を提案している。可動部側に差動排気シールを設けると、加圧気体供給用の配管や排気管を伸縮させる必要が生じることから、Heidler ら[42]は、これらの配管にさらに差動排気シールを設けることで、配管を非接触に可動部に接続する方法を提案している。Khim ら[43]は、3 段の排気溝からなる直動型の差動排気シール付気体軸受開発し、真空チャンバ中の真空圧力を 10^4 Pa 台に維持できることを確認している。このように、直動型気体軸受の差動排気シールが高真空環境を維持することが示されると、回転機構への適用も試みられるようになった。Booth[44]は、回転型の差動排気シールの構造と組み立て方法を提案している。ただし、回転型の差動排気シールには、直動型と同様に高度な設計と組み立て技術が要求された。差動排気シールをもつ気体軸受を回転 EB 描画装置に適用した場合の模式図を図 1-6 に示す。ジャーナル軸受に供給された気体は、軸受すきまから真空チャンバ中に放出しない様、複数の排気溝から真空ポンプによって排気されている。Yoshimoto ら[45]は、円盤状の記録媒体加工装置用の回転機構として、差動排気シールをもつ回転型静圧気体軸受の排気特性の数値解析を行った。この報告では、排気溝数が真空圧力に及ぼす影響を考慮した設計指針を示している。Khim ら[46]は、差動排気シール付静圧気体軸受の回転が、真空圧力に及ぼす影響について実験的調査を行った。この回転機構は、回転数 300 rpm において、 10^4 Pa 台の高真空環境を維持し、回転中の EB 加工を可能とすることが確認されている。しかしながら、回転に伴う真空度の悪化も同時に確認された。Khim ら[46]の報告では、真空度の悪化は回転数が高いほど大きくなる傾向にあり、無回転時に 7.59×10^4 Pa であった真空圧力は、回転数 100 rpm において 7.62×10^4 Pa, 回転数 300 rpm において 7.68×10^4 Pa となっている。上昇量はわずかであるが、現在の光学メディア原盤の加工で用いられるような 1000 rpm を超える回転数においては、EB 描画に必要な高い真空度を維持できないものと予想される。

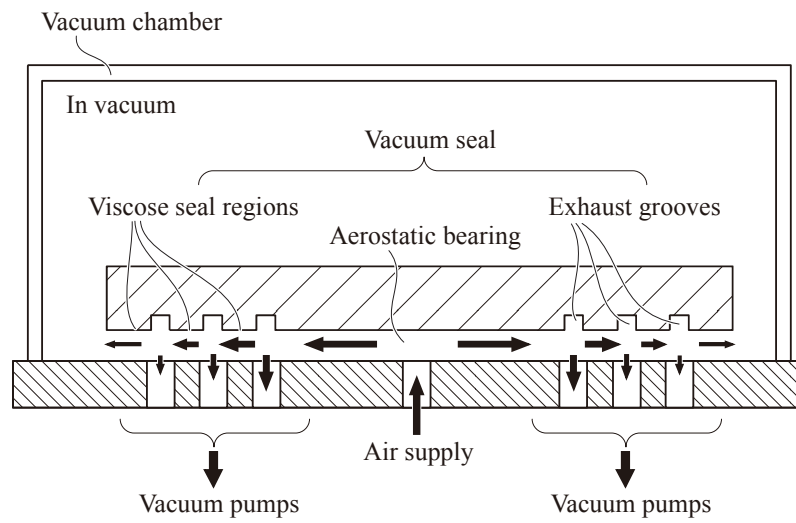


Figure 1-5 Schematic diagram of a vacuum-compatible aerostatic bearing

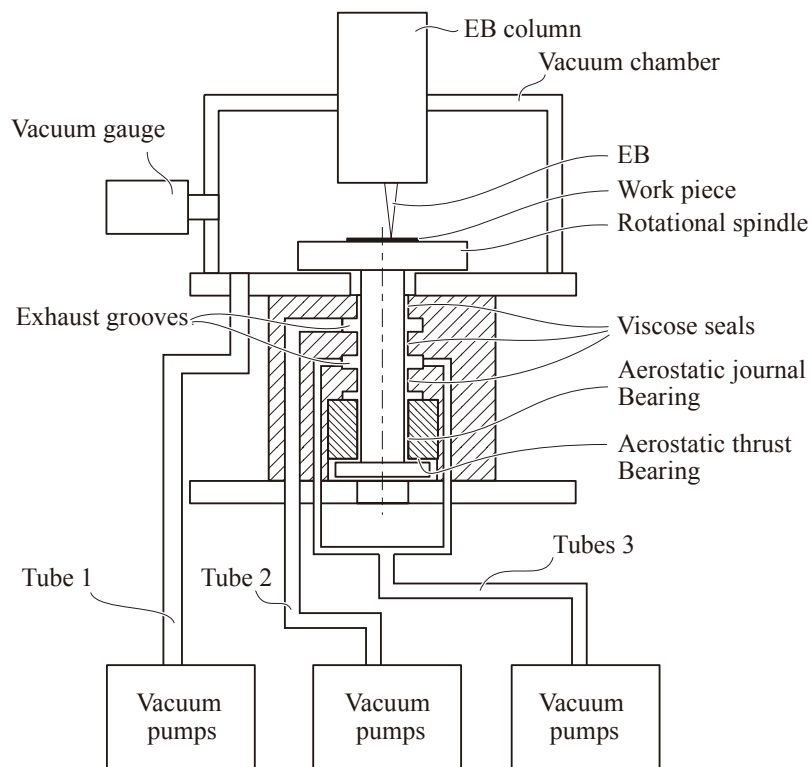


Fig. 1-6 Schematic image of vacuum-compatible aerostatic rotational mechanisms in an EB machining device [45]

1.1.2.3. 真空用静圧気体軸受を用いた回転 EB 描画装置

回転 EB 描画装置は、可視光や紫外線を用いた回転描画装置よりも微細な加工を可能とすることが期待され、複数の試作装置において加工性能に関する報告が行われている。差動排気シールを用いた回転機構は、軸受に供給された気体が真空チャンバ中に放出することを防ぐとともに、回転中においても 10^{-4} Pa 台の高真空を維持することができる。Ogata ら[47]が開発した回転 EB 描画装置は、回転機構に差動排気シール付気体軸受を適用し、光学メディア原盤を試作している。この回転機構の回転振れの繰り返し精度は、300 rpm においては ± 25 nm 以下となり、最大直径 60 mm の加工範囲において、溝幅 100 nm、トラックピッチ 1000 nm であった。この時の EB カラムの加速電圧は 20 kV、電流値は 0.4 nA、ビームスポット径は 100 nm であった。Wada ら[48]、[49]と Kitahara ら[50]は、差動排気シール付静圧気体軸受を用いた回転 EB 描画装置を開発し、 10^{-4} Pa 以下の真空環境において溝幅 12.5 nm、トラックピッチ 35 nm の加工を可能とした。この時の加速電圧は 100 kV、電流値は 30 nA であり、そのビームスポット径は 4 nm であった。Kojima ら[25]は、磁性流体シール付静圧気体軸受を用いた回転 EB 描画装置を開発した。磁性流体シールは、液体を用いる非接触シールであり、差動排気シールとは異なる。真空においてアウトガスの発生が少ない磁性流体を選ぶことにより、 1.3×10^{-4} Pa の真空環境で、溝幅 60 nm、トラックピッチ 200 nm の加工を行っている。この時の加速電圧は 50 kV、電流値は 140 nA から 150 nA、ビームスポット径は 70 nm から 80 nm であった。磁性流体シールを用いることで真空度の改善が期待されたが、真空圧力は差動排気シールを用いたものと同様、 10^{-4} Pa 台に留まっている。これは磁性流体からのアウトガスによるものと考えられる。

以上の例からは、真空圧力はすべての装置で 10^{-4} Pa 台と大きな差はないが、加工される溝が加速電圧の上昇とともに微細になっていることがわかる。加速電圧を上げるためには EB カラムを大型化する必要があるが、これは装置が大型化する原因となる。EB カラムの大型化の他、差動排気シールは真空ポンプや排気管などによって機構が大型化する特徴が

あり、この機構を用いた回転 EB 描画装置は非常に大型なものとなっている。

Furuki ら[51]、と Takeda ら[52]は、回転 EB 描画装置を小型化するために、EB カラムを静圧気体軸受によって回転テーブル上に非接触支持する機構を提案した。図 1-7 にこの機構の模式図を示す。この機構は、非接触支持された EB カラムと加工対象のすきまを差動排気シールによって真空にする構造であり、真空チャンバが不要となる。また、この機構は、回転機構を大気中に置くことを可能とし、回転機構が大型化せず回転 EB 描画装置の小型化に成功している。この機構を用いて試作された装置は、回転数 3600 rpm 以下において溝幅 80 nm、トラックピッチ 180 nm の加工が可能である。このときの加速電圧は 15 kV、電流値は 20 nA、ビームスポット径はおよそ 50 nm となっている。この機構は、回転 EB 描画装置を小型化できることを示すものであるが、回転機構に対して差動排気シールを用いた装置よりも真空度は低く、真空圧力は 10^{-3} Pa 台となっている。

以上のように、差動排気シールは維持できる真空圧力に限界があり、装置の大型化の原因となる。また、差動排気シールは高度な設計と組み立て技術が必要であり、実用面を考えると課題が多い。そこで本研究では、差動排気シールを用いずに、真空環境へのアウトガスの少ない液体を非接触回転機構に用いる方法に着目した。

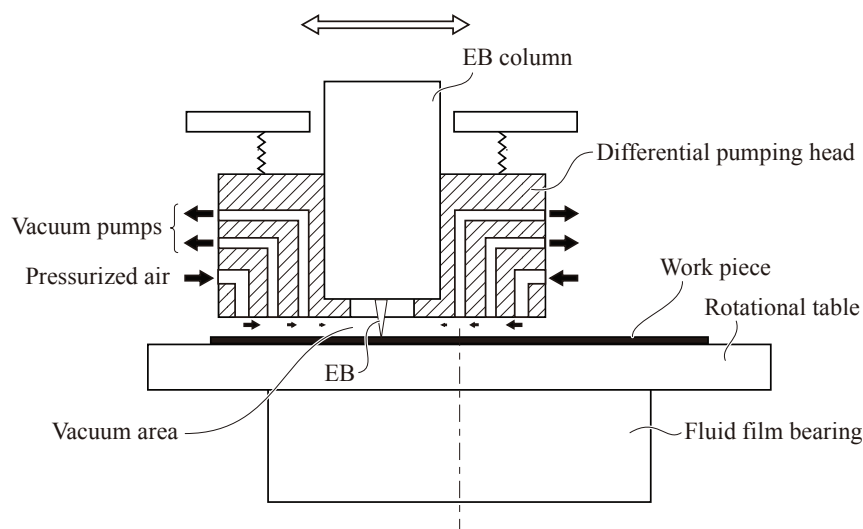


Fig. 1-7 Schematic image of differential pumping head [51], [52]

1.1.2.4. イオン液体

真空環境に非接触回転機構を設置する方法には、軸受部の機構を改良することでアウトガスを少なくする方法の他に、アウトガスの発生が少ない液体を潤滑液体として使用する方法がある。真空用の潤滑液体には、蒸気圧の低いパーフルオロポリアルキルエーテル油(PFPE)やフッ素油などが利用されている[53-57]。これらの潤滑液体は、炭化水素系とフッ素系に大きく分けられる。炭化水素系のはアウトガスによる真空チャンバ内部や加工対象の汚染が、フッ素系のは金属の腐食を起こす危険性があり、回転 EB 描画装置に使用された例はない。そこで本研究では、従来の真空用の潤滑液体とは異なるイオン液体を、潤滑液体として適用することに着目した。イオン液体は、アニオンとカチオンからなる常温熔融塩であり、アニオンとカチオンの組み合わせを変えることで百万通りもの種類が合成可能であるとされる[58]。イオン液体は、化学的安定性が高く不揮発性、難燃性、高熱伝導性、電気伝導性といった特徴を持ち[59]、もつ電池や電気二重層キャパシタなどへの利用が期待されている[60-63]。

1.1.2.5. 真空環境におけるイオン液体潤滑

ユニークな利用例としては、走査型電子顕微鏡観察用イオン液体がある[64]。走査型電子顕微鏡(SEM)を用いて生物の組織を観察する場合には、サンプルは真空環境中で電子ビーム照射を受けるため、乾燥と損傷など問題があった。また、チャージアップを抑制するため、サンプルには導電性コーティングを施す必要があった。イオン液体は真空環境で蒸発せず、導電性も有しているため、サンプルに塗布することにより大気中での構造を失うことなく SEM 観察を可能としたのである。すでに SEM 観察専用のイオン液体も開発されている[65]。この他の利用例には、イオン液体の化学構造を真空環境で分析する新たな手法も報告されている[66]。以上のように、イオン液体は真空環境で利用できる液体として、その応用が注目されている。

トライボロジー分野においては、イオン液体は、蒸気圧の低さから真空環境用の潤滑液

体として期待されている。さらに、イオン液体は、他の分子性物質から構成される潤滑液体とは異なり、難燃性であることや熱伝導性に優れる特徴から、新たな潤滑液体としての利用も期待されている[67-75]。また、イオン液体は、他の潤滑剤や添加剤と比較して、化学構造を設計・制御しやすいため、潤滑メカニズムを調査するための試薬としても用いられようとしている。Street ら[76]や Morales ら[77]は、イオン液体の潤滑特性について宇宙用潤滑剤と比較し、イオン液体が宇宙用潤滑剤の PEPE と比較して優位性をもつことを明らかにしている。イオン液体の構造対称性を利用し、潤滑メカニズム解明のためのモデル液体として活用する試みもなされている[78]。上述のような特徴を踏まえ、イオン液体は真空用非接触機構の潤滑液体として利用できるものと判断した。具体的には、イオン液体は極めて低い蒸気圧をもつため、イオン液体を用いる流体潤滑軸受においてはシール機構が不要となる。Kojima ら[25]は回転 EB 描画装置に磁性流体シールを採用しているが、このような場合にイオン液体を磁性流体の基油として適用すれば、磁性流体シールから発生するアウトガスを減らすことも期待できる。

図 1-8 にイオン液体を潤滑液体に用いる静圧軸受の模式図を示す。図 1-5 の真空用気体軸受と比較すると、差動排気シール機構を必要としないため機構を小型で簡素なものにでき、設計や組み立ても簡素化できると考えられる。この機構を回転 EB 描画装置に適用した場合には、図 1-9 に示すように装置の小型化が可能となり、加工空間を高い真空度で維持できるようになるものと期待される。

真空用気体軸受を用いた回転 EB 描画装置では、チャージアップ防止のためにスリップリングによる接点が設けてあり、接点の摩耗や回転精度への影響も懸念される。これに対してイオン液体を用いた場合には、イオン液体に電気伝導性があるため、チャージアップ対策が不要になる。また、磁性流体シールにイオン液体を適用する場合においても、従来の磁性流体シールよりも高い真空度での利用が可能となるとともに、電気伝導性などの優位性の発現が期待される。上記のように、イオン液体を非接触回転機構に適用することにお

いては、多くの利点が挙げられる。しかしながら、イオン液体の真空環境における潤滑特性やアウトガス挙動に関する調査はこれまで境界・混合潤滑領域で行われており、流体潤滑軸受や磁性流体シールのような流体潤滑領域における調査例はない。

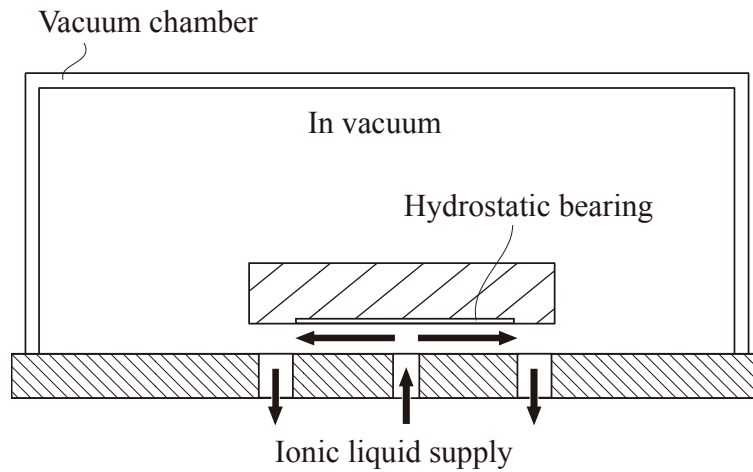


Figure 1-8 Schematic diagram of a vacuum-compatible hydrostatic bearing using an ionic liquid

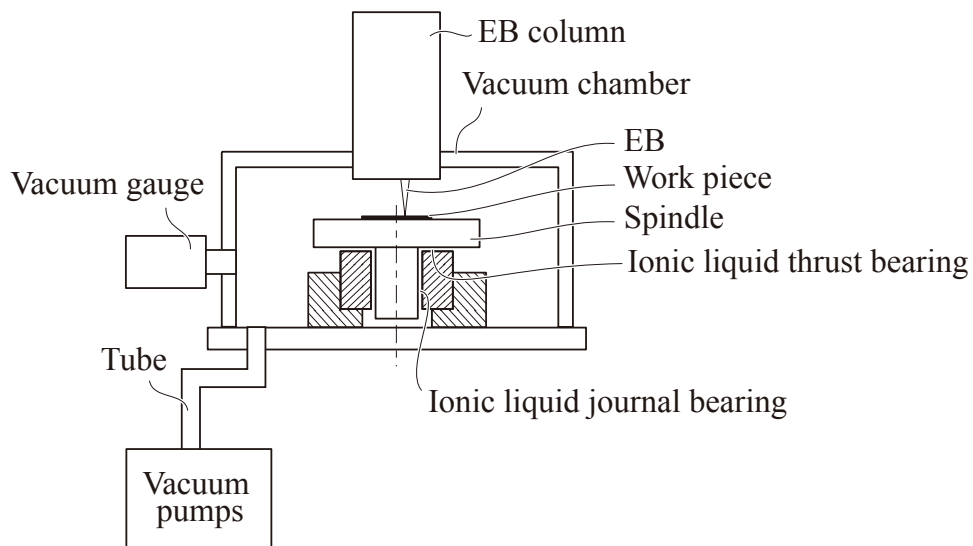


Figure 1-9 Schematic diagram of a rotational EB machining system using an ionic liquid spindle

1.2. 本研究の目的

本研究の目的は、高真空環境で動作可能な非接触回転機構を開発することにある。開発目標とする回転機構には、回転機構の小型簡素化と動作可能な真空度を高めるために、イオン液体を適用することを提案する。本研究では、新たな真空用非接触回転機構として、動圧型回転機構と磁性流体シールを設計試作し、それらの特性や性能に関する調査を踏まえ、提案した非接触回転機構の有用性について考察を行う。

1.3. 本論文の構成

本論文は、以下の5章から構成される。

第1章では、高真空用非接触機構に関する研究開発の経緯を踏まえ、回転EB描画装置の真空度向上と小型簡素化を図るため、新たに開発する真空用非接触回転機構の現状課題を明確にする。

第2章では、イオン液体を潤滑液体に用いた流体潤滑軸受を提案し、試作したイオン液体潤滑の動圧型回転機構を用いて回転に伴う真空度への影響について調査し、提案した動圧型回転機構の有用性を検討する。

第3章では、試作した動圧型回転機構を回転EB描画装置に組み込み、回転EB描画の加工精度を調査し、試作した動圧型回転機構の実用性を確認する。

第4章では、イオン液体を用いる非接触シールを提案し、開発したイオン液体を基油とする磁性流体を用いて回転に伴う真空度への影響とシール性能について調査し、提案した非接触シールの有用性を検討する。

第5章では、一連の研究成果を踏まえ、イオン液体を真空用非接触回転機構に適用することの有用性を総括するとともに、今後の展望について言及する。

第 2 章

イオン液体を潤滑液体に用いた
流体潤滑軸受の真空対応性および回転精度

2.1. 緒言

流体潤滑軸受は、高い運動精度を持つことから次世代、次々世代の光学メディア原盤製造装置用の回転機構として期待されている。本研究では、イオン液体を用いた非接触回転機構としてイオン液体を潤滑液体に用いる流体潤滑軸受を提案する。本章では、イオン液体を潤滑液体に用いる流体潤滑軸受の有用性を機構の回転が真空環境に与える影響と回転精度を調査することで確認する。

2.2. イオン液体を潤滑液体に用いた高真空用動圧型回転機構の開発

動圧軸受は、潤滑流体を供給するポンプ等の機構を用いずに、最も基本的な構成の流体潤滑軸受を構成可能である。したがって、この機構は流体潤滑軸受が真空へ与える影響を調査する機構として適していると考えられる。本章では、イオン液体を潤滑液体に用いる動圧型回転機構を試作し、この回転に伴う真空圧力への影響と、発生するアウトガス、および回転精度を調査する。

2.2.1. 設計と構造

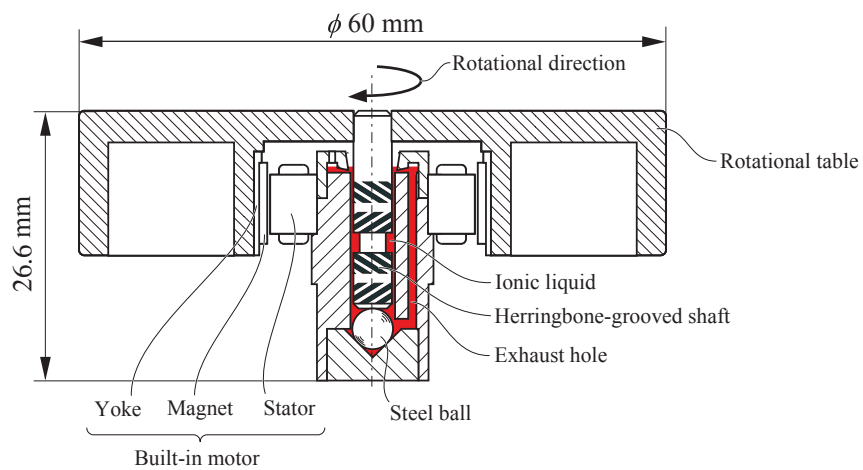
図 2-1 には試作した動圧型回転機構の中央断面図と外観の写真を示す。この動圧型回転機構は、回転軸、軸受およびモータにより構成されており、回転軸には動圧を発生させる溝加工が施されている。回転軸上端には円形のテーブルが圧入されており、回転 EB 描画時には、この上に加工対象を固定し、回転 EB 描画を行うことになる。このテーブルの内部にはダイレクトドライブ式のブラシレス DC モータ(Winbel Co., Nagano, Japan)の磁石を設けている。ブラシレス DC モータには、出力 10W の 4 極 12 スロットからなる、高真空環境に対応できるものを製作した。このモータの回転数は、モータドライバ(HC6250B-PT; Hokuto Co., Nagano Japan)により 410 rpm から 3000 rpm までの回転域において 1 rpm ごとに調整できる。この動圧型回転機構の回転制御方式はセンサレス制御とした。センサレス制御を採用した理由は、軸受部以外からのアウトガスを極力減らすことを優先し、回転センサを搭載しなかったためである。軸受には、イオン液体の循環と、軸受下部のイオン液体の脱泡を目的

とした流路を設けている。ただし、軸受面上には溝等の加工は行わなかった。図 2-1 において赤く塗ったエリアがイオン液体を満たす空間であり、必要なイオン液体の体積は約 100 μL であった。イオン液体は、軸を挿入する前にシリンジを用いて軸受側に注入した。選定したイオン液体の詳細は 2.2.2.において述べる。図 2-1 からわかるように、試作した動圧型回転機構には従来の真空用の気体軸受に必要とされた真空シールやそれに付属する排気装置が不要である。このため試作した動圧型回転機構では、小型で簡素に構成することが可能となった。試作した動圧型回転機構は直径 60 mm、高さ 26.6 mm であった。このテーブルには図 2-2 に示すように、モータの直径が許す最小の直径 26 mm のものも使用することができるが、これからもこの動圧型回転機構が小型である様子がわかる。

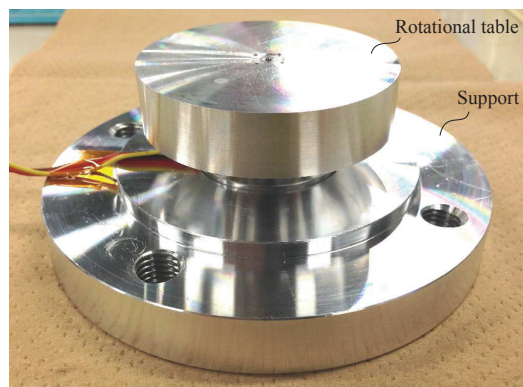
真空環境下において境界・混合潤滑状態でイオン液体をしゅう動すると、イオン液体の分解物がアウトガスとして発生することが報告されている[79]。試作した動圧型回転機構においても、モータ停止時に境界・混合潤滑状態になるため、この時にアウトガスが発生することが懸念された。しかしながら、支持する荷重が小さいことと、しゅう動時間が比較的短時間であることから、この部分からのアウトガスによる真空環境への影響はわずかであると考えられる。

図 2-3 には軸表面にエッチング加工したヘリングボーン型スパイラル溝のパラメータを示し、表 2-1 には寸法を示す。ヘリングボーン式スパイラル溝は回転によってイオン液体を圧縮し、非接触で軸をジャーナル方向に支持することを可能にする。軸受すきまは、Vohrら[80]の無限数溝理論を用い、最低回転数 410 rpm 時にも軸受を支持するために十分な動圧が発生するよう 8 μm 以下にすることを決定した。ただし、各寸法を設定するに際しては、加工や組み立てのしやすさを考慮しており、軸受すきまは 3 μm 、溝幅と溝角度は、それぞれ 0.5 mm と 30°、溝深さは 10 μm とし、溝数は、直径 4 mm の軸に加工できる最大数のものとした。軸径は、使用するモータに合わせたものであり、軸長さは、回転 EB 描画装置への組み込みを考慮して決定している。軸受スパンをこの軸長さで可能な限り長く確保した。

本設計では、潤滑液体として使用するイオン液体(粘度 120 mPas (20°C): 詳細は次節に示す)を用いた場合の剛性は、400 rpm で 5 N/μm である。これは軸とテーブルを合わせた重量を支持するのに十分な剛性であり、流体潤滑として動作するものである。



(a) Cross-section of the spindle



(b) Photo of the proposed spindle

Fig. 2-1 Vacuum-compatible hydrodynamic spindle using ionic liquid

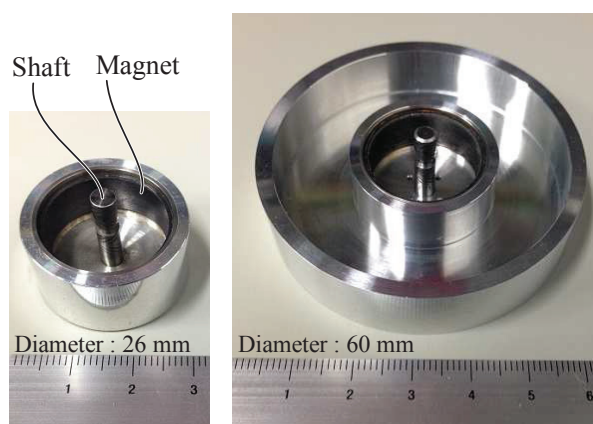
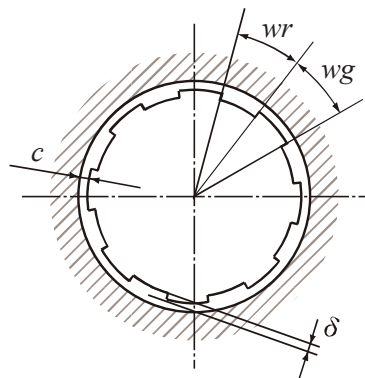
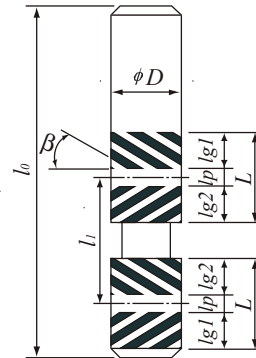


Fig. 2-2 Photos of the rotational table of the spindle



(a) Cross-section of the herringbone-spiral grooves



(b) Side-view of the shaft

Fig. 2-3 Detailed geometrical configurations of herringbone-spiral grooves

Table 2-1 Design parameters of the herringbone-spiral groove

Shaft diameter, D [mm]	4.0
Bearing length, L [mm]	5.0
Shaft length, l_0 [mm]	19.5
Bearing span, l_1 [mm]	6.9
Groove region length $lg1$ [mm]	2.05
Groove region length $lg2$ [mm]	1.95
Plain region length, l_p [mm]	1.0
Bearing clearance, c [μm]	3.0
Number of grooves, n_g	8
Groove angle, β [deg.]	30.0
Groove depth, δ [μm]	10.0
Groove width ratio, α ($=wg/(wg+wr)$)	0.5

2.2.2. イオン液体の選定

試作した動圧型回転機構は、図 2-4 に示すアンモニウム型イオン液体(Cat. No. 11468-35; Kanto Chemical Co., Inc.: Tokyo, Japan) を潤滑液体として使用した。図 2-4 には選定したイオン液体の構造を示し、表 2-2 にはその特性を示している。このイオン液体の選定にあたっては、次の 4 点を考慮した。1 点目は、潤滑特性である。アンモニウム型イオン液体は、カチオンに長い鎖状の構造を持ち、これの柔軟性が高い潤滑特性に寄与するため[84], [85]他のイオン液体に比べ潤滑特性に優れるとの報告がある[81-83]。これ考慮して使用するイオン液体をアンモニウム型とした。2 点目は粘度である。アンモニウム型イオン液体の中から、流体潤滑軸受の潤滑液体として適切な粘度を持つものを選定した。3 点目は腐食性である。このイオン液体は、アニオンにトリフルオロメタンスルホニル塩構造を持ち、ハロゲン原子を有している。ハロゲン原子は、金属に対して腐食を起すことが懸念された。しかしながら、選定したイオン液体は、動圧型回転機構の構造材料である、SUS420j2 に対して外観上確認できるような腐食を示さなかったため、使用可能と判断した。4 点目は電気的特性である。試作した動圧型回転機構は回転 EB 描画装置への適用を目標としている。EB 描画においては、加工対象のチャージアップを防ぐために回転ステージを接地しておく必要がある。静圧気体軸受においては、電気的な接点を設ける必要があるがイオン液体には導電性があるため、これを潤滑液体に用いた流体潤滑の場合には接点は必要ない。ただし、イオン液体の中には電気を流すと分解するものや電極と反応するものもある。ここで選定した 4 級アンモニウムをベースとするイオン液体は高い電気的特性を持ち電気伝導性も優れている[86-90]。以上が、本研究で使用するイオン液体を選定した理由である。

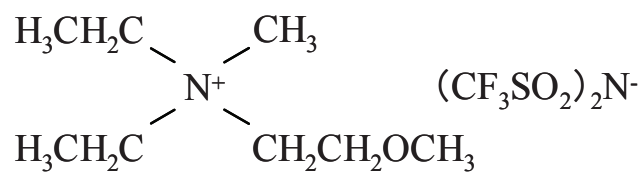


Fig. 2-4 Structural formula of the ionic liquid

Table 2-2 Physical properties of the ionic liquid as a lubricant

Product name	N,N-Diethyl-N-methyl-N-(2-methoxyethyl)Ammonium bis(trifluoromethanesulfonyl)imide
Molecular weight	426.4
Density	1.42 g/mL (24°C)
Viscosity	120 mPas (24°C)
Vapor pressure	Less than 10^{-10} Pa
Characteristic	Hydrophobic, Colorless

2.3. 試験および試験結果

2.3.1. 真空対応性試験

イオン液体を流体潤滑軸受の潤滑液体に用いた場合、その非接触しゅう動に伴い、イオン液体の分解物がアウトガスとして真空環境へ放出されることが予想された。そこで、動圧型回転機構を設置した真空チャンバの真空圧力の推移とアウトガスを測定した。

2.3.1.1. 試験装置

図 2-5 には、試験装置の模式図を示す。図 2-6 に示すように、動圧型回転機構を真空チャンバ内に設置した。本装置を組み立てる際に、動圧型回転機構の軸受にはイオン液体約 100 μL 注入した。動圧型回転機構のモータは、真空チャンバのターミナルポートを介して真空チャンバ外のモータドライバに接続した。動圧型回転機構が回転する様子は、チャンバに設けられたビューポートから確認した。ステンレス(SUS304)製真空チャンバの内部容積は約 0.062 m^3 で、排気量 510 L/s のターボ分子ポンプ (TMU521P; Pfeiffer Vacuum: Germany) (TMP)と、背圧用の排気量 50 L/min のロータリーポンプ (USW-50; Sato Vac. Inc.: Tokyo, Japan) によって内部ガスを排気した。真空チャンバの真空度を上げるため、ガスケットには無酸素銅メタルガスケットを用いた。この真空チャンバの到達真空度は、動圧型回転機構を設置しない状態で、 3.0×10^{-6} Pa であった。真空チャンバの真空圧力の測定は、冷陰極電離真空計 (PKR251; Pfeiffer Vacuum: Germany) とピラニー式真空計を用いて行った。また、表 2-3 に示す四重極質量分析計 (e-vision2; MKS Instruments: USA, Andover) (Q-mass) を用いて、チャンバ内のガス成分分析を行った。

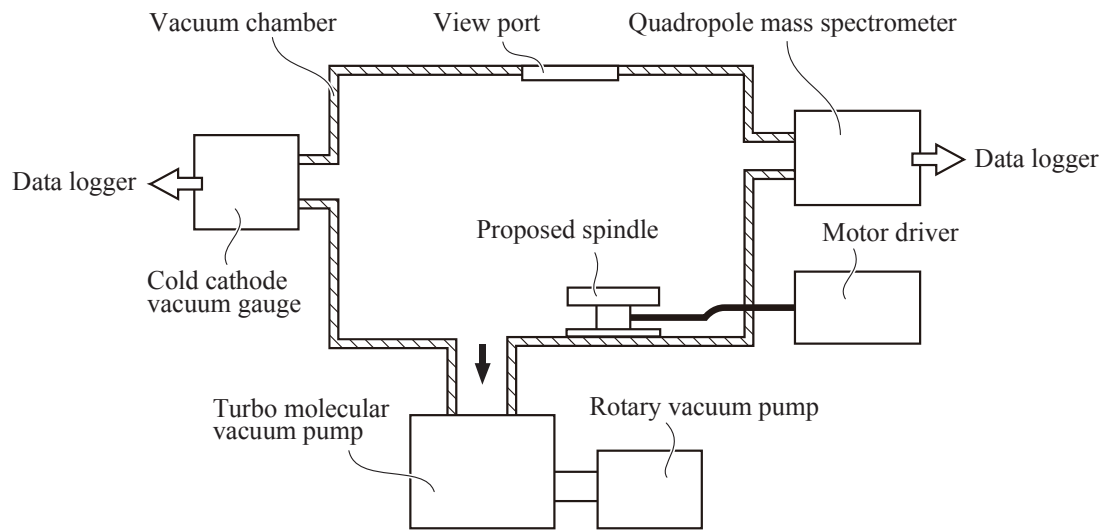


Fig. 2-5 Experimental apparatus for investigates the vacuum compatibility of the proposed spindle

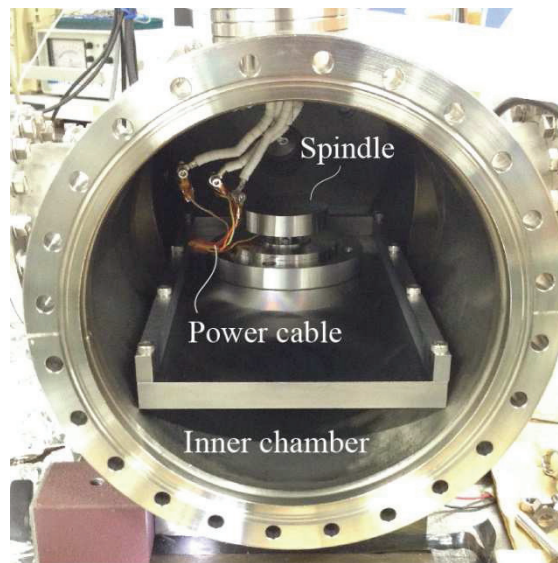


Fig. 2-6 Photos of the proposed spindle set in the vacuum chamber

Table 2-3 Specifications of the Q-mass used in this study

Maker	MKS Instruments
Model	e-Vision 2
Minimum Ditection Partial Pressure	6.7×10^{-14} Pa
Maximum Use Pressure	1.3×10^{-2} Pa
Resolution	10% valley

2.3.1.2. 試作した動圧型回転機構が排気過程へ及ぼす影響

試作した動圧型回転機構からのアウトガスが真空度へ与える影響を調査するため、チャンバの排気過程における真空圧力の推移を以下の3条件で比較した。3条件はそれぞれ、チャンバが空の条件(Condition A)、チャンバ中にイオン液体のみを導入した条件(Condition B)、および動圧型回転機構をチャンバ中に導入した条件(Condition C)である。目標到達真空度は、このチャンバのみの到達真空度である 10^{-6} Pa 台とした。Condition B の場合は、動圧型回転機構に注入する量と同量のイオン液体をガラスシャーレに入れ、チャンバ内に設置した。

図 2-7 には、上記3条件の排気過程における真空圧力の推移を示す。真空チャンバ内の圧力は1 s 毎に1回測定し、TMP 起動から45 h の経過を記録した。真空圧力の変化には、突発的な上昇は見られなかった。Condition C は、他の条件に比べ初期の排気速度が遅かったものの、 10^{-6} Pa 台への到達時間に差は見られなかった。Condition C の場合は、40 h で 10^{-6} Pa 台に到達し、最終的に 5.9×10^{-6} Pa に到達した。図 2-8 に示すように、45 h 後には3条件すべてにおいて 10^{-6} Pa 台の真空圧力に到達した。

以上より、動圧型回転機構からのアウトガスは、排気時間や到達真空度に悪影響を及ぼさないことを確認した。これまでの真空用気体軸受に関する報告において、機構が停止状態であっても真空圧力が 10^{-6} Pa 台に到達したものがないことを考えれば、試作した動圧型回転機構は大きな優位性を有するといえる。

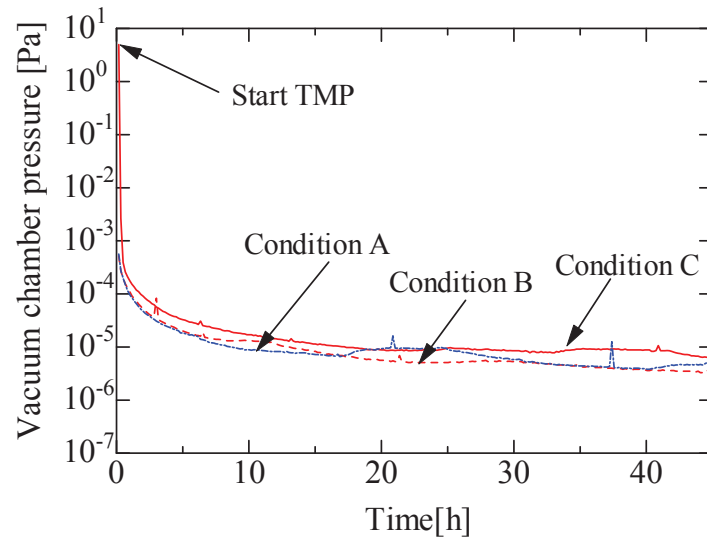


Fig. 2-7 Variations in the vacuum chamber pressure at exhaust process

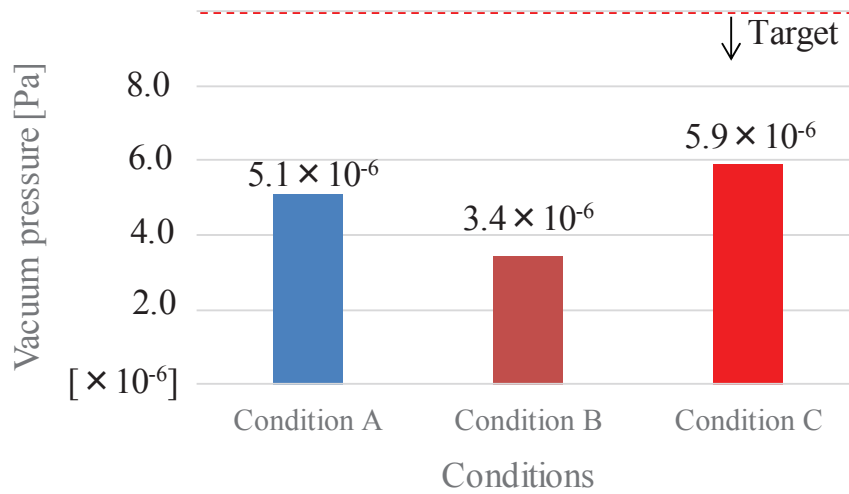


Fig. 2-8 Ultimate vacuum chamber pressure at three conditions

2.3.1.3. 試作した動圧型回転機構の回転が真空度へ及ぼす影響

真空用の気体軸受においては、回転中に真空度が悪化することが報告されている。Khimら[46]は、回転数 300 rpm においておよそ 0.5%の真空度の悪化を報告している。なお、この時の真空圧力は 10^{-4} Pa オーダであることから機構からのアウトガス量も大きいことがわかる。試作した動圧型回転機構の場合、静的条件で 10^{-6} Pa 台の到達真空度となることから、回転に伴うわずかなアウトガスも真空度に与える影響は強く表れる。試作した動圧型回転機構の回転に伴う真空度への影響を調査するため、この時の真空圧力の変化を測定した。動圧型回転機構の回転数は 410 rpm、回転時間は 60 s であった。回転試験は、45 h の排気過程の後に 6 回行った。図 2-9 には 6 回の回転試験の試験手順を示している。図 2-9 には、Q-mass を用いた測定も示されているが、この測定結果は次節で述べる。1 回目の回転試験は、イオン液体を軸受に注入してから最初の回転であった。図 2-10 に 1 回目から 6 回目の回転試験までの合計の経過時間であり、回転試験から次の回転試験までのインターバルを示している。各インターバルは、回転により低下した真空圧力が、回転前の値に戻るまでとしたため、試験毎に差がある。図 2-11 には、1 回目から 6 回目までのそれぞれの真空圧力の推移を示す。1 回目の回転では回転開始時と停止時に真空圧力が急激に上昇し、 10^{-3} Pa 台にまで達した。ただし、上昇した圧力は直ちに下がっている。図 2-10 を見ると回転停止後は、1.5 h で回転前の真空度に回復した。このような真空圧力の回転に伴う上昇は、2 回目および 3 回目にも見られたが、上昇幅は減少しており、4 回目から 6 回目の回転試験では全く見られなかった。図 2-12 に 6 回目の回転時の真空圧力を拡大して示す。この場合は、動圧型回転機構の回転前後において真空圧力の変動は見られず、 5.4×10^{-6} Pa の高真空が安定的に維持された。回転初期に見られる真空圧力の上昇は、軸受の内部構造に取り残された空気の気泡が回転によって軸受外に排出されることで起きたものと考えられる。以上より、動圧型回転機構の回転に伴って発生するアウトガスは、真空度に悪影響を及ぼさないことを確認した。これまでの真空用気体軸受に関する報告において、機構の回転に伴う真空圧力の上

昇が 10^{-4} Pa 台で生じていたことを考えれば，試作した動圧型回転機構は真空圧力を維持する点においても大きな優位性を持つといえる。

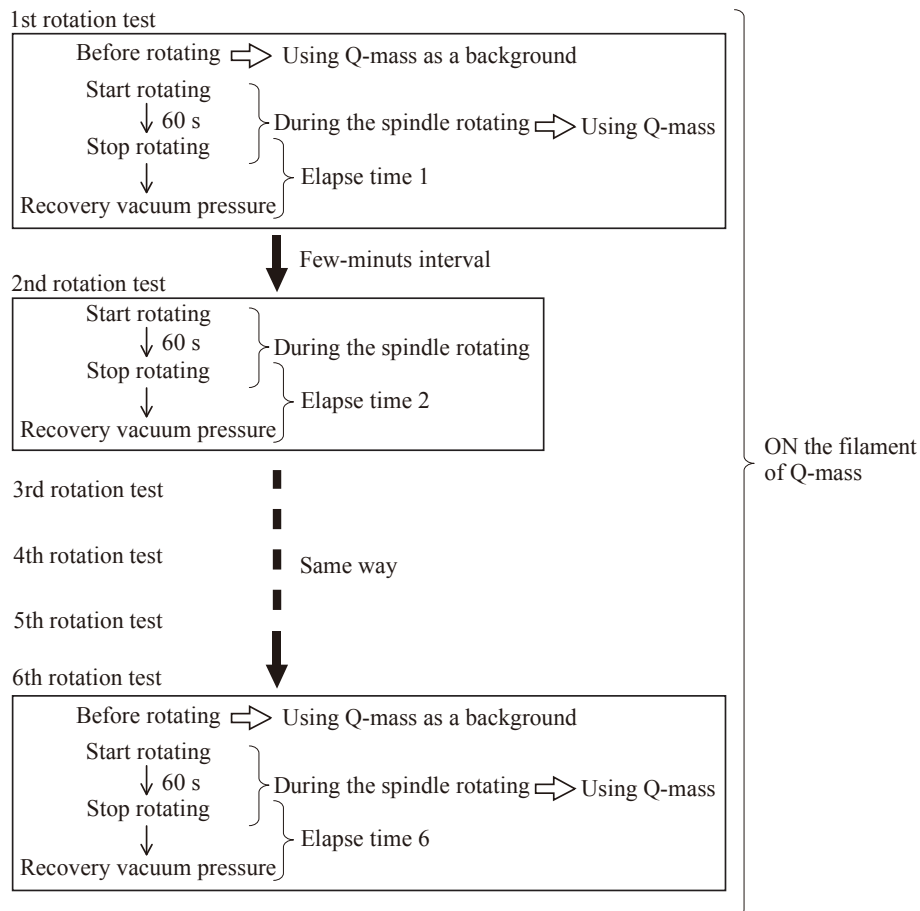


Fig. 2-9 Procedure of the rotation test

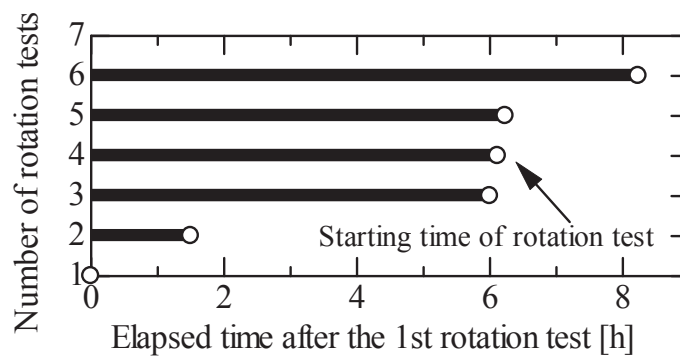


Fig. 2-10 Elapse times from stop rotating to return the vacuum pressure before start rotating

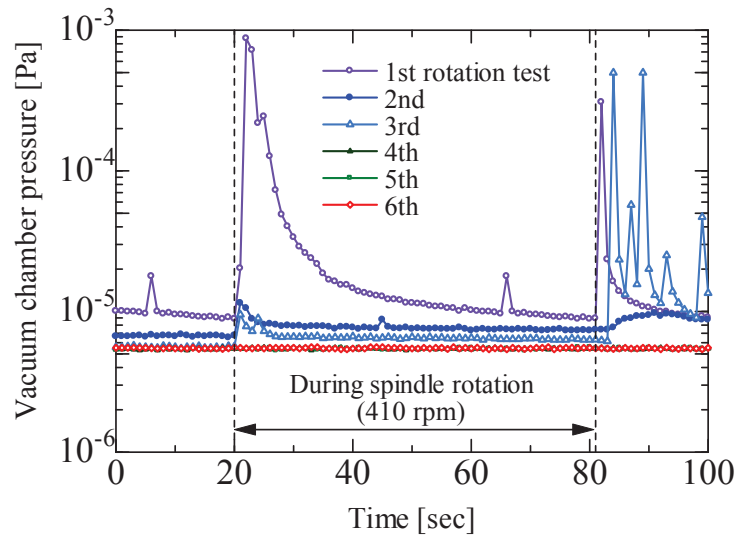


Fig. 2-11 Variation of vacuum chamber pressure during the spindle rotation

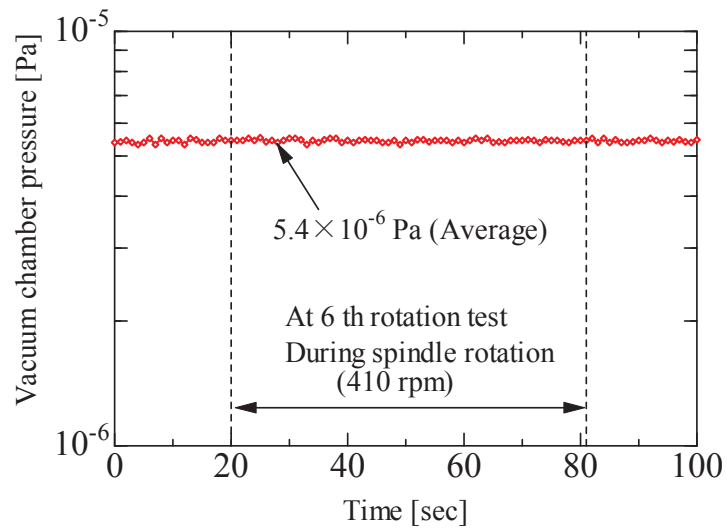


Fig. 2-12 Variation of vacuum chamber pressure at 6th rotation test

2.3.1.4. アウトガス分析

回転 EB 描画の場合、真空圧力の他にチャンバ内部のガスの成分に留意する必要がある。微量であっても加工対象にダメージを与えるようなガス成分には、腐食性のあるガスが挙げられる。このようなガス成分がどの程度動圧型回転機構の回転に伴って放出されるかを Q-mass を用いて測定した。Q-mass を用いた測定においては、Q-mass を起動した際にフィラメントが過熱して真空圧力を上昇させるため、Q-mass の起動から真空圧力が安定するまで時間を設けている。

Q-mass を用いたチャンバ内のガス分析は、図 2-9 に示した試験手順の 1 回目と 6 回目の回転試験中に行った。回転に伴うアウトガスの種類を確認するために、1 回目の回転試験を行う前のチャンバ内の成分分圧をバックグラウンドとして測定した。図 2-13 に、イオン液体の分解によって真空環境にガスとして放出される可能性のある部分を破線でピックアップして示す。図 2-14 に Mass-No. 1 から 70 までのチャンバ内のガス成分の分圧を示す。図 2-14(a) に 1 回目の回転試験における測定結果、図 2-14(b) に 6 回目の回転試験における測定結果を示す。図 2-14(a), (b) の上部に黒色で示した棒グラフは回転開始直前を示しており、下部に赤色で示した棒グラフは回転中を示している。図中には空気由来の成分と、チャンバおよび加工対象にダメージを与えるような懸念のあるものが矢印で示されている。図 2-14 を見ると、真空チャンバ内の成分は空気由来成分を多く含んでいることがわかる。チャンバ内のガス成分は、Mass-No. 18(H₂O)が最大であり、分圧は約 1.0×10^{-7} Pa であった。図 2-14 からは、回転前後におけるガス分圧の変化は見られず、加工対象へのダメージが懸念される H₂S(34), CF₃(69)の分圧は 10^{-9} Pa 以下であった。この分圧は十分に低い値であり、加工対象へのダメージはないと考えられる。

次に、動圧型回転機構回転中のアウトガスの分圧の変化を調査した。図 2-15 に空気由来成分と、図 2-13 でピックアップした破線部分の分圧の時間推移を示す。図 2-15(a)は 1 回目の回転試験の分圧の推移を示しており、図 2-15(b)は 6 回目の回転試験の分圧の推移を示し

ている。図 2-15 (a), (b)それぞれの上のグラフはイオン液体由来成分を示し、下のグラフは空気由来の成分を示している。図 2-15(a)のからは回転開始時と停止時に数種類のイオン液体由来の分圧の上昇が確認できる。これらは、Mass-No. 15, 29, 31 といったイオン液体のカチオンを構成する部分と考えられる。1 回目の回転試験における急激な真空圧力の上昇がこちらでも確認できるが、空気由来成分が上昇している。図 2-11 で見られた真空圧力の突発的な上昇は、動圧型回転機構の内部に含まれた気泡の排出であるとわかる。イオン液体由来の成分にも回転開始時に分圧上昇がみられる。動圧軸受の回転初期と回転停止時に起きる軸と軸受が接触することから、これによってイオン液体が分解されたとも考えることができる。しかし、これは 6 回目の回転には見られないことから液体中に初めから含まれていたイオン液体由来の物質が排出されたと考えられる。図 2-15(b)を見ると、回転中の各分初の変動は見られず、動圧型回転機構の回転に伴ってイオン液体が分解していないことがわかる。

図 2-16 に、チャンバが空の状態の分圧推移と、6 回目の回転試験の際の分圧推移を示す。図 2-16 の上部のグラフはイオン液体由来成分を示し、下部のグラフは空気由来の成分を示している。図 2-16 を見ると、動圧型回転機構から発生するアウトガスの分圧は、チャンバが空の時の内部ガスの分圧と差はみられない。

以上より、試作した動圧型回転機構は、回転中に真空環境に影響を与えないと言える。

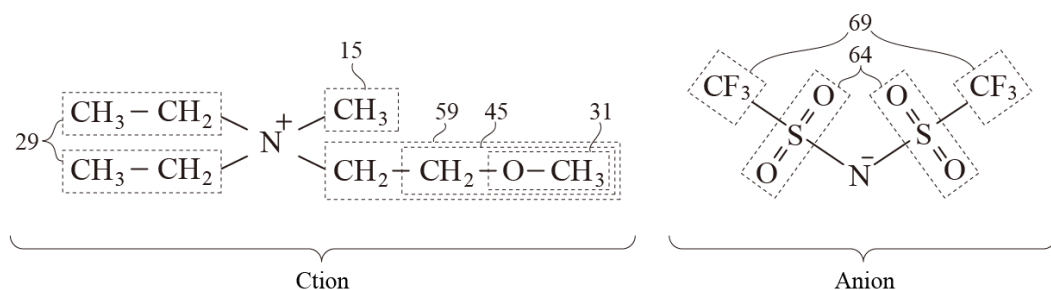
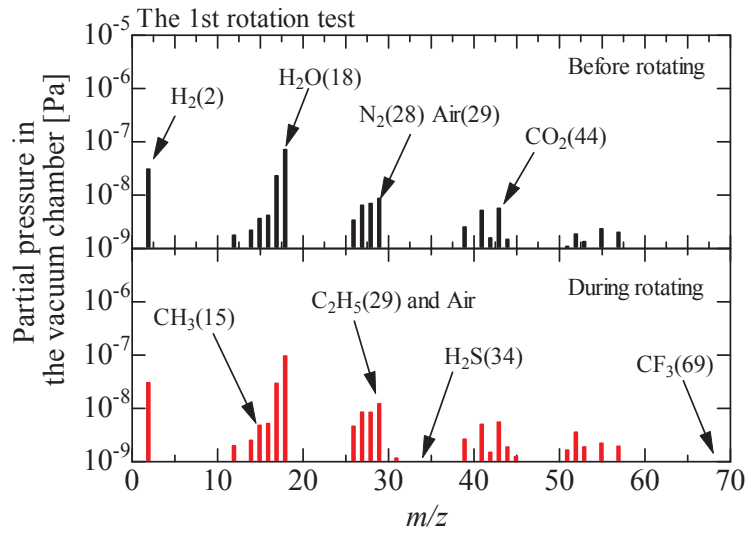
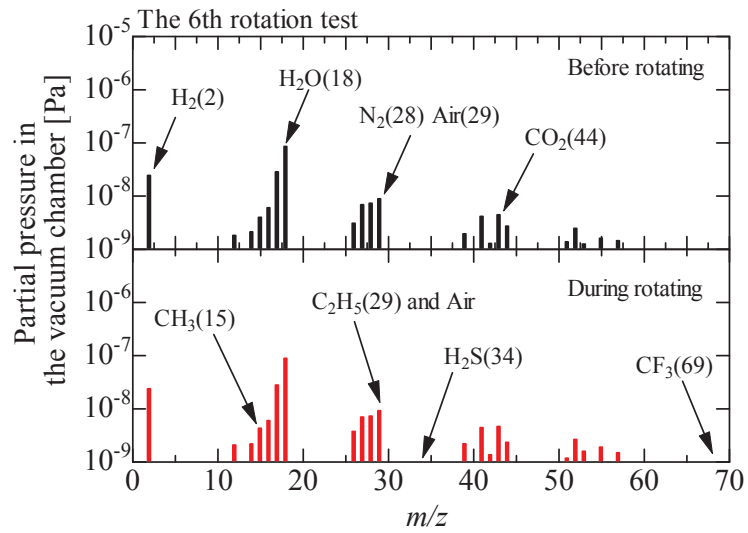


Fig. 2-13 Molecular formula of the ionic liquid

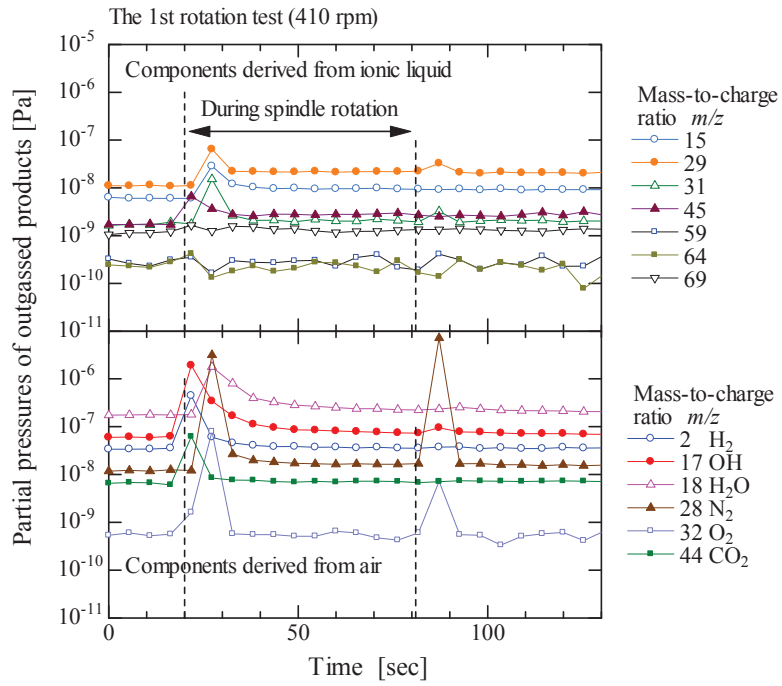


(a) 1st rotation test

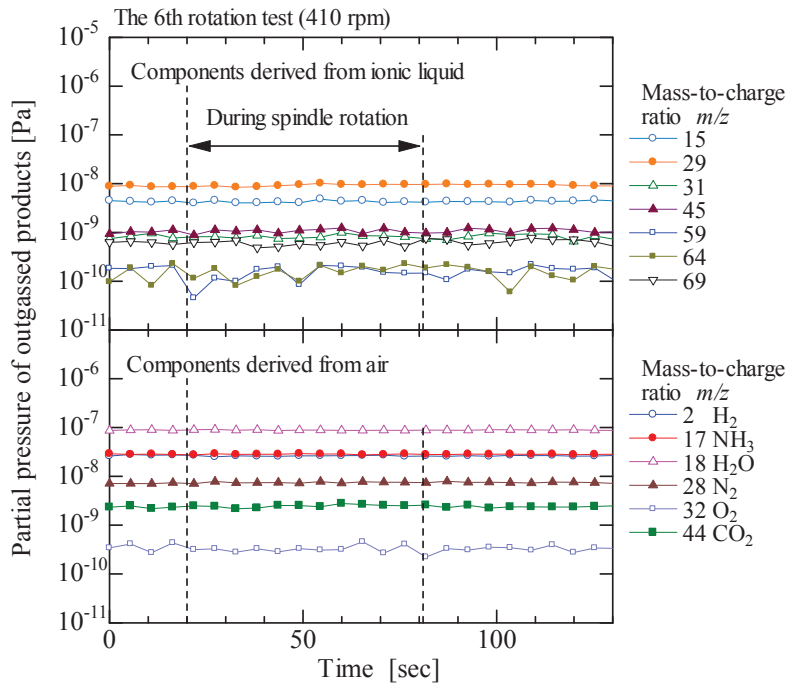


(b) 6th rotation test

Fig. 2-14 Spectrum of partial pressure in the vacuum chamber



(a) 1st rotation test



(b) 6th rotation test

Fig. 2-15 Variations of partial pressures during spindle rotation

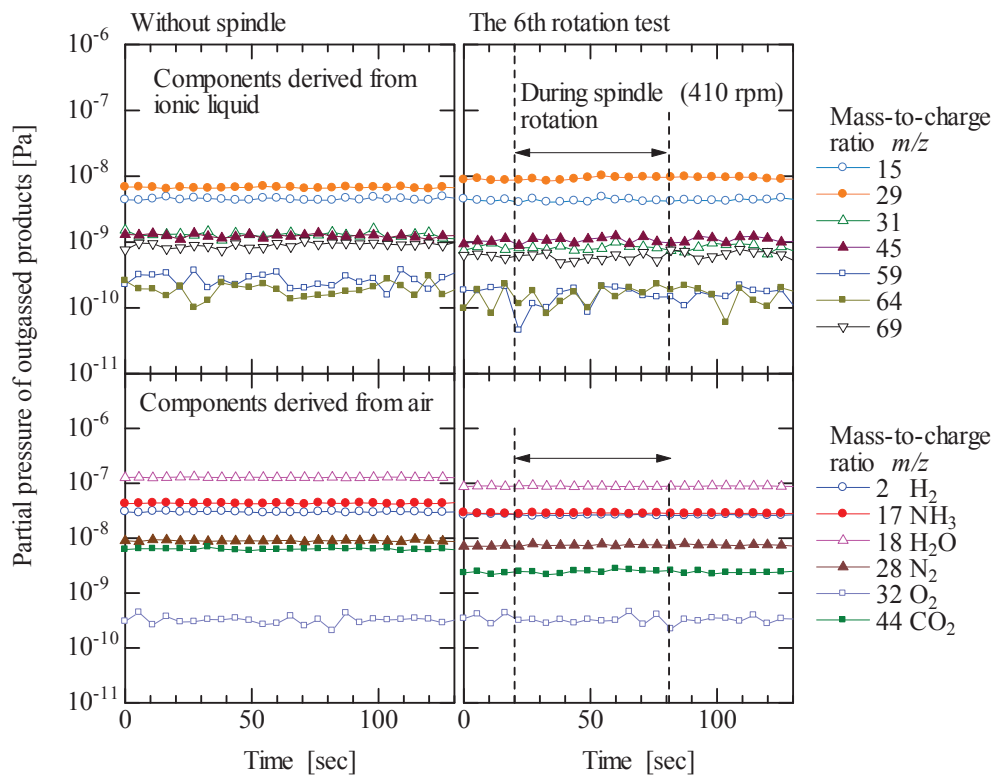


Fig. 2-16 Partial pressures of outgassed products without setting the spindle in the chamber (left) and generated during the 6th rotation test (right)

2.3.2. 回転精度評価

回転 EB 描画においては、回転精度が重要となる。試作した動圧型回転機構のラジアル方向の回転精度を測定した。

2.3.2.1. 試験装置

試作した動圧型回転機構の回転精度は、図 2-17 に示すように、テーブルの外周面を用いて計測した。この非接触センサ(Micro Sense 3401HR; Japan ADE Ltd., Tokyo, Japan)の最小分解能は 3 nm、周波数 100 kHz であった。回転機構の変位情報には、テーブルの形状、軸とテーブルの軸心のずれ、モータの極とスロット数などの回転機構の形状によるものと、軸の振れまわりの軌跡によるものが含まれている。問題となるのは、回転に同期しない不規則な振れまわりである、非同期回転振れ(NRRO : Non-repeatable run-out)である。NRRO は、モータのジッターや軸受の潤滑流体の動き等に起因し、図 2-18 に示したように、変位情報を表す波形の距離 A で表される。回転 EB 描画を行う場合には距離 A が描画した溝幅に一致するため、本研究ではこれを求めた。

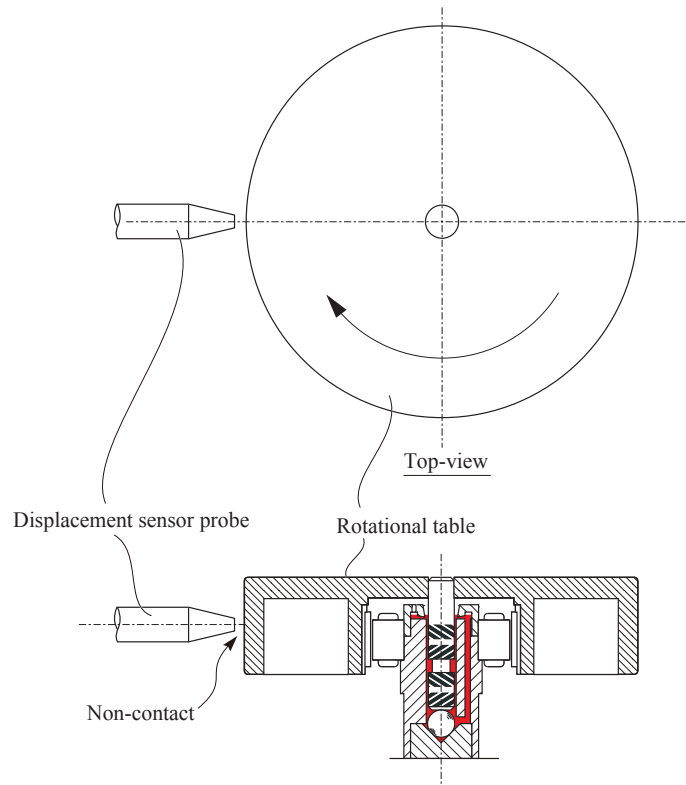


Fig. 2-17 Measurement point

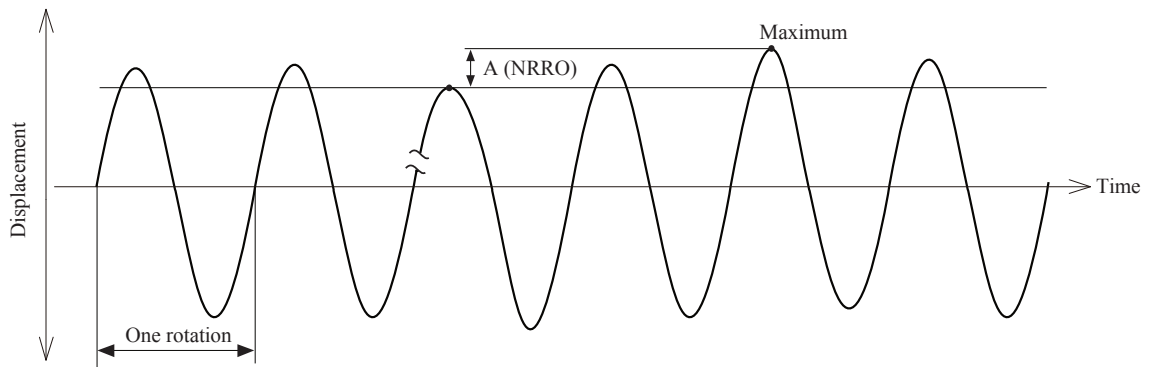


Fig. 2-18 Schematic image of NRRO

2.3.2.2. 試作した動圧型回転機構の回転精度

本研究では、NRRO を回転機構が 14 回転したときの変位波形から求めた。NRRO は、回転数 410 rpm と、500 rpm から 100 rpm 毎に 1000 rpm までにおいて測定した。図 2-20 に各回転数における NRRO を示す。NRRO はすべての回転数において 30 nm 以下であり、平均値は 20 nm 以下であった。この結果は、試作した動圧型回転機構が 410~1000 rpm の回転数において 30 nm 幅の溝加工に対応することを示すもので、次世代、次々世代光学メディア加工装置用の回転機構として十分な回転精度を有していると考えられる。

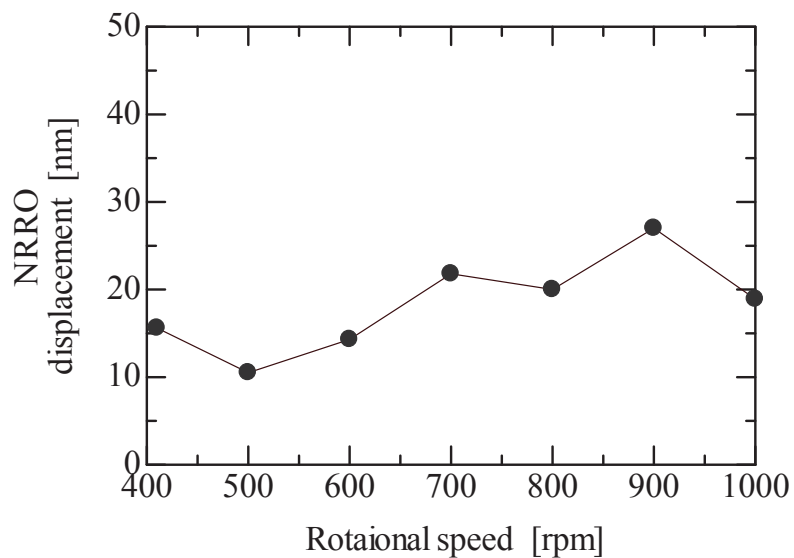


Fig. 2-19 Relationship between rotational speed and NRRO

2.4. 結言

本章では，イオン液体を潤滑液体に用いる流体潤滑軸受を提案し，差動排気シールを用いない小型で簡素な動圧型回転機構の設計と試作を行った．試作した動圧型回転機構について性能評価を行い，以下の結言を得た．

1. 試作した動圧型回転機構を真空チャンバに組み込んだ場合においても，高真空に到達する時間に大きな遅れはなく，真空圧力は 5.9×10^{-6} Pa となり組み込む前と比較して変わらないことを確認した．
2. 試作した動圧型回転機構を真空環境で回転させた場合，最初と 2 回目の回転時のみ突発的な真空度の悪化が見られたが，その後の回転 ON/OFF 時には真空圧力への影響は見られず， 10^{-6} Pa 台の高真空を安定的に維持することが確認された．
3. 試作した動圧型回転機構の回転に伴うアウトガスの成分にはイオン液体由来の成分が測定されたが，いずれの成分も 10^{-8} Pa 以下の分圧であり，EB 描画に影響するものではない．
4. 試作した動圧型回転機構の回転精度は，NRRO が 30 nm 以下であり，次世代，次々世代の光学メディアの加工装置に要求される精度を十分に満たすものだった．

第 3 章

流体潤滑軸受を用いた 回転描画装置

3.1. 緒言

EB を用いた光学メディア製造装置用の回転機構としては、非接触真空シールを持つ静圧気体軸受が研究されてきた。回転機構の主要要素である軸受には、EB の高精度な照射に必要な高真空環境と高い回転精度の両方が求められるため、気体軸受が用いられてきた。気体軸受を用いた回転 EB 描画装置は、溝幅 100 nm 以下、トラックピッチ 160 nm 以下の次世代と次々世代光学メディアの試作に成功している。しかしながら、真空用の気体軸受には、付属の真空シールと専用の真空排気系が必要となり、回転 EB 描画装置の大型複雑化が避けられない。また、軸受すきまからの気体流出を完全に防ぐことが困難なため、到達真空度は 10^{-4} Pa 台にとどまっている。そこで筆者ら[91]は、イオン液体を適用した流体潤滑軸受を提案し、真空用の動圧型回転機構を設計試作した。この動圧型回転機構は、真空シール機構を必要とせず、外部から潤滑液体を供給する必要がないため、小型で簡素な構造とすることができる。第 2 章においては、試作した動圧型回転機構が、 10^{-6} Pa の超高真空環境において、真空度に影響を与えずに動作可能であることを述べたが、本章においては、この動圧型回転機構を組み込んだ回転 EB 描画装置を製作し、その加工精度を調査することで、試作した動圧型回転機構の実用性を確認する。

3.2. 試作した動圧型回転機構を用いた回転 EB 描画装置

図 3-1 に、本研究で製作した回転 EB 描画装置の模式図を示す。この回転 EB 描画装置は、試作した動圧型回転機構、モータドライバ、同期回路、EB カラム、EB 加工コントローラ、真空チャンバおよび排気装置から構成されている。動圧型回転機構、モータドライバ、イオン液体には第 2 章で用いたものと同じものを使用しており、イオン液体の使用量は 100 μ L であった。モータドライバは、410 rpm から 3000 rpm の回転速度域において 1 rpm ごとに調節でき、回転中には 1 回転につき 1 パルスの信号を出力する。この信号を元に、同期回路が回転同期信号を生成し、回転同期信号を EB 加工コントローラへ入力している。この回転 EB 描画装置には、ベースとして SEM(ERA-8800FE; ELIONIX Co., Tokyo, Japan)を用いてお

り、回転同期信号に従ったタイミングで最大 30 kV の EB を出力できるように改造が行われている。図 3-2 に回転 EB 描画装置と、それに組み込まれた状態の動圧型回転機構の外観を示す。この回転 EB 描画装置は、試作した動圧型回転機構を SEM のサンプルステージ上にアタッチメントとして取り付けており、小型で簡素な構成となっている。EB カラムと内部容積が約 27 l (30 mm × 30 mm × 30 mm) の真空チャンバを含む描画装置部分の寸法は、縦 1000 mm, 横 500 mm, 奥行 800 mm 以下であった。真空チャンバは、イオンポンプとロータリーポンプで排気され、約 40 min で EB 描画可能な 5.0×10^{-4} Pa に到達する。

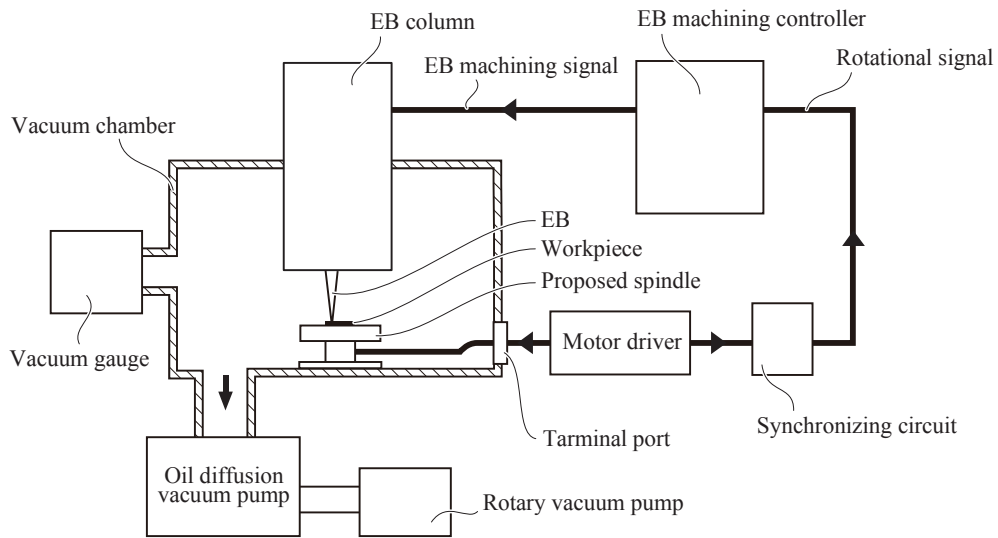


Fig. 3-1 Schematic image of the rotational EB machining system

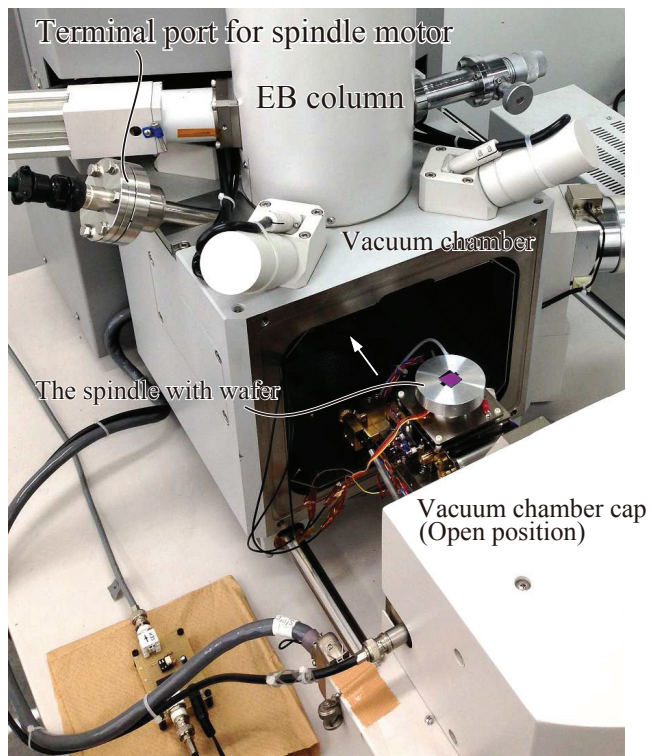


Fig. 3-2 Photo of the rotational EB machining system

3.3. 回転描画試験および結果

3.3.1. 回転描画試験

図 3-3 に、描画試験の試験手順を示す。試験手順は、加工対象の準備を含むセッティング過程、排気過程、回転描画過程および観察過程から成る。

(A)加工対象の準備とセッティング過程

加工対象には、厚み 0.8 mm のシリコンウエハを 10 mm 角に切断した基板(以下試験片)を用いた。製作した装置では、10 mm 角以上の寸法の試験片への描画も可能であるが、本研究においては最小線幅とトラックピッチの調査を行うことが目的であるため、最小限の試験片寸法とした。試験片表面にはポジ型フォトレジスト(ZEP-520A; Zeon Corp., Tokyo, Japan)をスピコーティングにより塗布しており、スピコータの回転数は 3000 rpm であった。ポジ型フォトレジストを用いた場合においては、現像後には EB が照射された部分が凹部となる。フォトレジストの厚みは、コーティングを剥離させた部分の段差を原子間力顕微鏡 (SPA400-AFM; Seiko Instruments Inc., Chiba, Japan)を用いて測定したところ、40 nm であった。この原子間力顕微鏡の二次元分解能は 0.2 nm、高さ方向分解能は 0.01 nm であった。

作製した試験片は、動圧型回転機構のテーブル上に導電性両面テープを用いて固定した。回転機構を試験片が固定された状態で回転させると、回転精度が試験片の影響を受ける懸念があるため、試験片を固定した状態の回転精度を測定した。回転精度は、第 2 章と同様の方法を用い、500 rpm から 3000 rpm の回転数において 500 rpm ごとに測定した。図 3-4 に示すように、NRRO は回転数の上昇に伴って上昇しているが、1000 rpm までは第 2 章の結果と比較して差は見られず、1500 rpm までは 30 nm 以下であった。2000rpm から 3000 rpm の回転速度域における NRRO は最大で 60 nm となっているが、溝幅 100 nm 以下、トラックピッチ 160 nm 以下のパターンを加工するには十分な回転精度を持っており、試験片を固定したことによる回転精度の悪化は見られないと結論付けた。

(B)排気過程

この過程では、試験片を固定した動圧型回転機構を EB カラム直下にセットし、チャンバ内部の排気を開始する。第 2 章においては、大気中で組み立てられた動圧型回転機構の軸受内部には気泡が含まれており、この気泡が最初の回転から 3 回目の回転まで排出されることが確認された。気泡が排出された際には真空圧力が 10^{-3} Pa 台に悪化することから、排気過程において回転の ON/OFF を数回繰り返して、気泡を排出した。

(C)回転描画過程

この過程では、試験片に EB を照射するが、回転加工するパターンの条件は、EB 加工コントローラに(図 3-1 参照)にあらかじめ入力する。本研究では溝の幅とトラックピッチを調査するため、同心円状の溝を複数本加工することとした。図 3-5 に加工するパターンの模式図を示す。同心円溝は、バンドと呼ばれる集合を構成することで、加工後の観察における視認性を上げている。1 つのバンドには 3 つのバンドトラックと呼ばれる集合を構成し、1 つのバンドトラックは 5 本の溝で構成することとした。バンドトラックを構成する 5 本の溝の間隔がトラックピッチとなる。1 つの円を描画するためには複数回転を要するが、この回転回数を調整することで EB の照射量を調整する。

(D)観察過程

回転 EB 描画後、試験片を現像し、加工したパターンの全体の外観をレーザ顕微鏡 (OPTELICS S130; Lasertec Co., Kanagawa, Japan)および SEM を用いて観察・計測した。現像時間は 20 s 間であった。

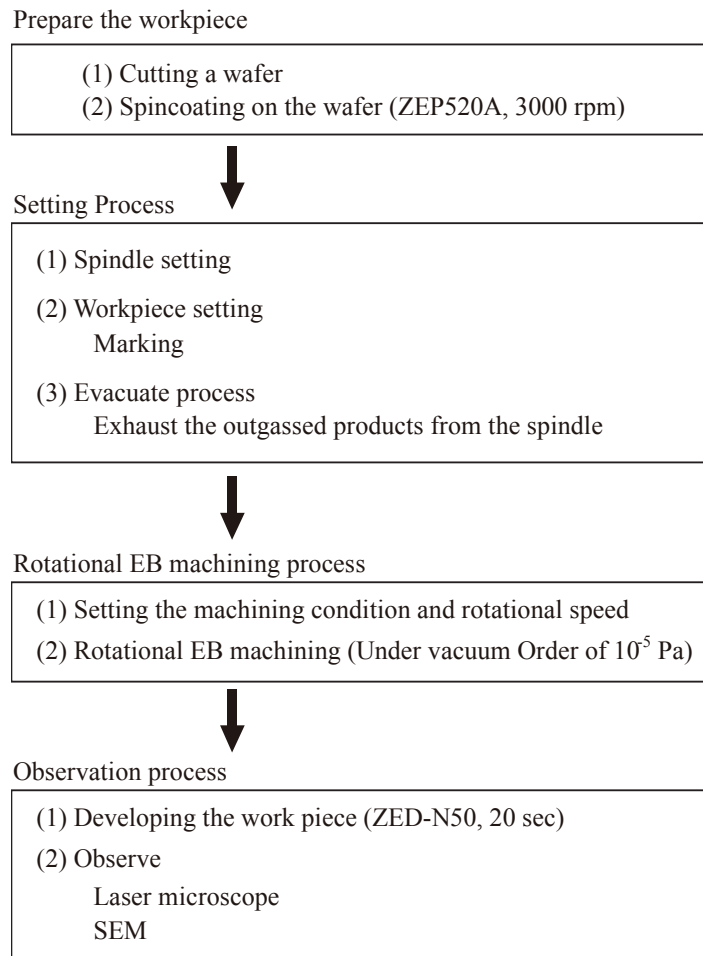


Fig. 3-3 Experimental procedures of once of rotational EB machining

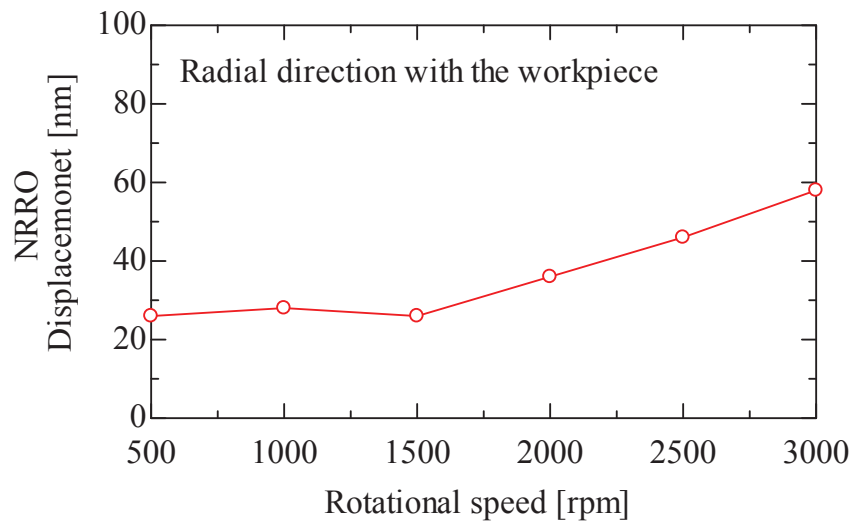


Fig. 3-4 Relationship between rotational speed and NRRO

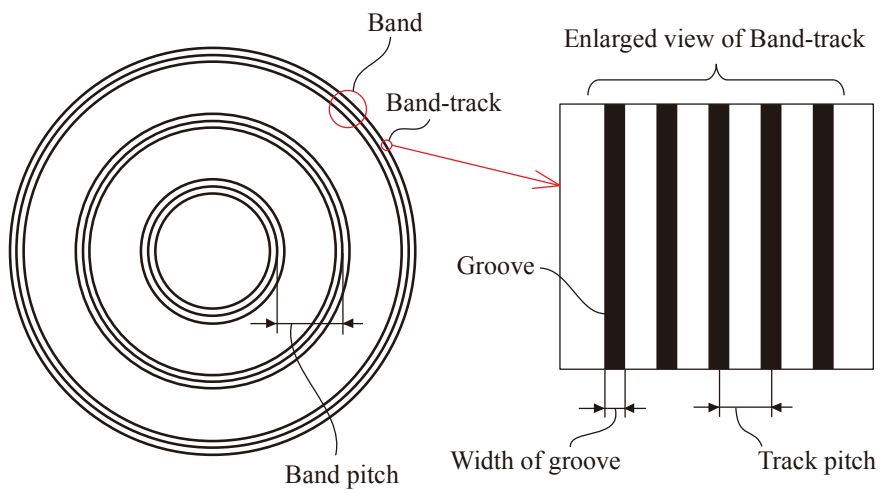


Fig. 3-5 Schematic image of patterns

3.3.2. 加工試験結果

3.3.2.1. 加工性能の評価

本研究では、加工した溝の最小幅と最小トラックピッチから回転 EB 描画装置の加工性能を評価した。表 3-1 は、加工条件のパラメータを示している。この評価試験は、回転数 1000 rpm, 2000 rpm , 3000 rpm において行い、1 本の溝は 20 回転で加工した。バンド数は 6 本とし、バンドピッチは 100 μm とした。バンドトラック数は 3 本、バンドトラック間距離は 4 μm とし、バンドトラックを構成する溝数は 5 本とした。加工を行う際の真空圧力は 10^{-5} Pa 台であった。加速電圧は 10 kV、電流値は 100 pA であり、この時の EB のスポット径は 10 nm である。トラックピッチは、この条件下において、可能な限り小さな値となるような 160 nm 以下の値を実験的に求めた。

図 3-6 に回転数 1000 rpm で加工した試験片の外観の一例を示す。図 3-6 からは、直径 200 μm から 1200 μm までの 6 本のバンドが等間隔に加工されている様子が確認できる。各バンドは 15 本の溝から構成されているので、このパターンには 90 本の溝が加工されている。

図 3-7 に加工した試験片の SEM による観察画像を示す。図 3-7 より、この回転 EB 描画装置は、非接触状態においてもチャージアップを起こさずに加工が可能であることが示されている。図 3-7(a), (b), (c) はそれぞれ、1000 rpm, 2000 rpm, 3000 rpm で加工を行ったものであり、溝幅は、最大部分と最小部分を計測している。図 3-7(a) より、回転数 1000 rpm においては、溝幅約 60 nm (最大部分 63 nm, 最小部分 50 nm)、トラックピッチ約 130 nm で加工されている様子が確認できる。図 3-7(b) より、回転数 2000 rpm においては、溝幅約 40 nm (最大部分 47 nm, 最小部分 30 nm)、トラックピッチ約 140 nm で加工されている様子が確認できる。図 3-7(c) より、回転数 3000 rpm においては、溝幅約 60 nm (最大部分 63 nm, 最小部分 50 nm)、トラックピッチ約 130 nm で加工されている様子が確認できる。回転数 2000 rpm と 3000 rpm で加工されたパターンには溝幅に差は見られない。以上より、試作した動圧型回転機構を組み込んだ回転 EB 描画装置は、最小溝幅約 40 nm、トラックピッチ約 140 nm

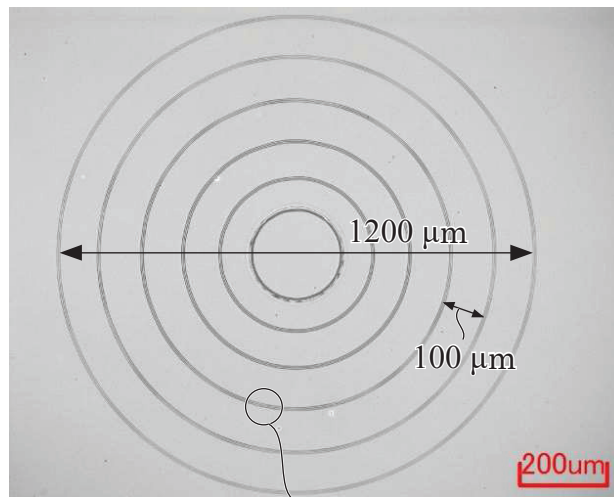
の加工が可能であることが確認され、次世代・次々世代の光学メディアに必要とされる溝幅 100 nm 以下，トラックピッチ 160 nm 以下の加工条件を満たすことが明らかになった。

この回転 EB 描画装置は，直径 120 mm，片面一層のディスクに換算しておよそ 150 GB から 200 GB の記録密度で加工できると考えられる。

図 3-8 に，試作した動圧型回転機構を用いた回転 EB 描画装置と，従来の回転 EB 描画装置の真空圧力を示す。図 3-8 の”Developed”は本研究の回転 EB 描画装置を示しており，A，B，C，D はそれぞれ参考文献[47]，[25]，[48-50]，[51-52]に対応している。図 3-8 からは，試作した動圧型回転機構を用いた回転 EB 描画装置の真空圧力が，これまでの報告と比較して 10^{-1} Pa から 10^{-2} Pa 低いことがわかる。図 3-9 に，試作した動圧型回転機構を用いた回転 EB 描画装置と，A，B，C，D の EB のスポット径および最小溝幅を示す。また，それぞれの加速電圧と最小溝幅の関係を図 3-10 に示す。図 3-9 からは，C の EB のスポット径および最小溝幅が最小であるが，図 3-10 を見ると，C の加速電圧は，本研究で使用した加速電圧 10 kV と比較して 10 倍となっている。本研究の回転 EB 描画装置においては，他の比較対象の 1/2 から 1/10 程の加速電圧であっても，同スケールの加工精度を持っていることが確認できる。これは，本研究の回転 EB 描画装置の回転機構が，高い真空度を維持可能なためであると言える。したがって，イオン液体を用いた真空用の流体潤滑軸受は，真空用の気体軸受と比較して優位性があると考えられる。

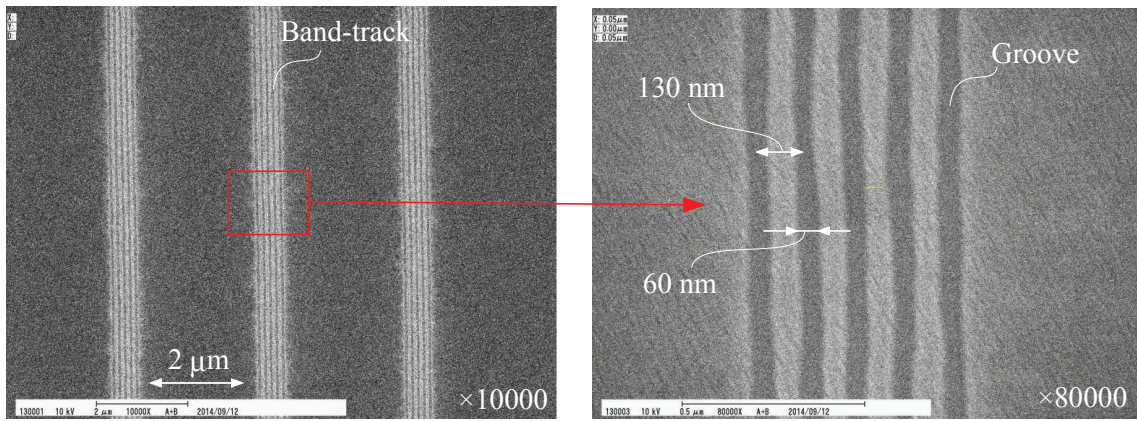
Table 3-1 Machining conditions

Acceleration voltage	10 kV
Electron beam current	100 pA
Beam spot diameter	10 nm
Thin of photo resist	40 nm
Developping time	20 sec
Rotational speed	1000, 2000, 3000 rpm
Number of rotation per a groove	20 times
Number of band	6
Number of Band-tarack	3
Number of grooves in a Band-track	5
Band pitch	100 μm
Band-tarack pitch	4 μm

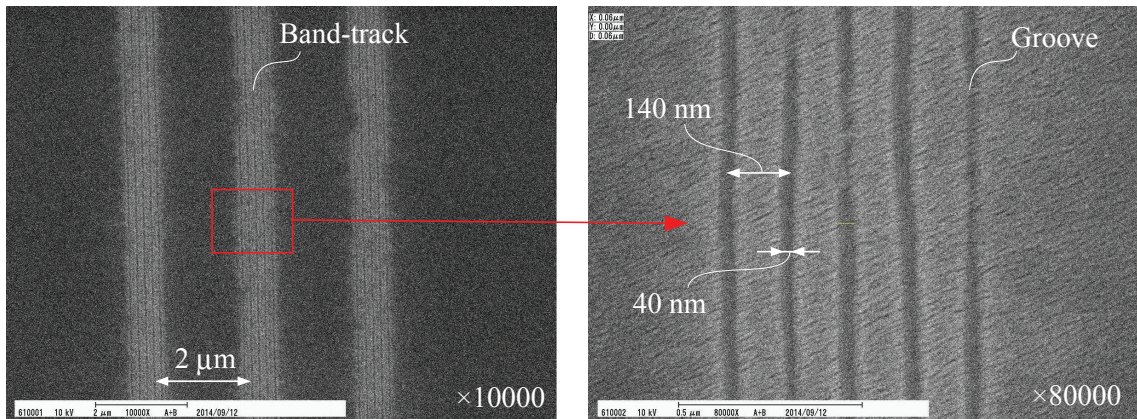


A band contains 15 grooves

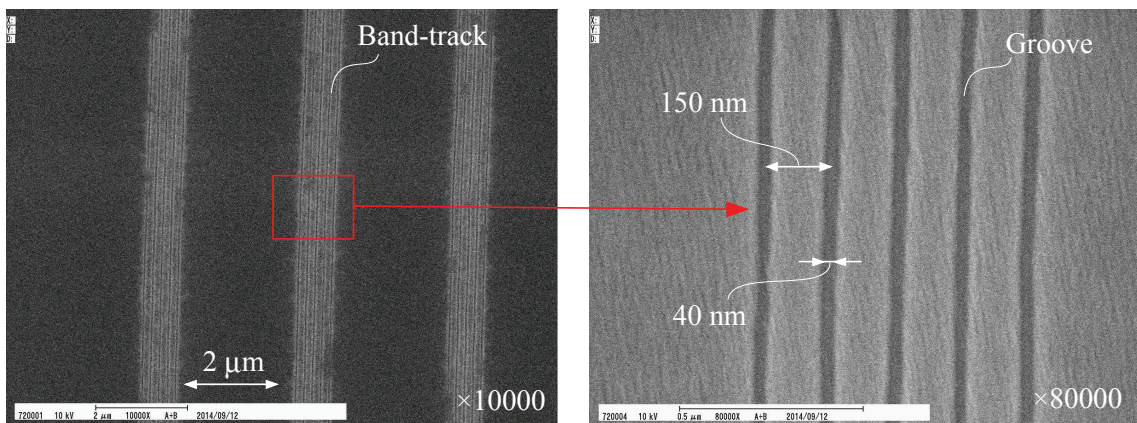
Fig. 3-6 Photo of machined pattern



(a) Rotational speed of 1000 rpm



(b) Rotational speed of 2000 rpm



(c) Rotational speed of 3000 rpm

Fig. 3-7 Enlarged view of machined patterns in each rotational speed

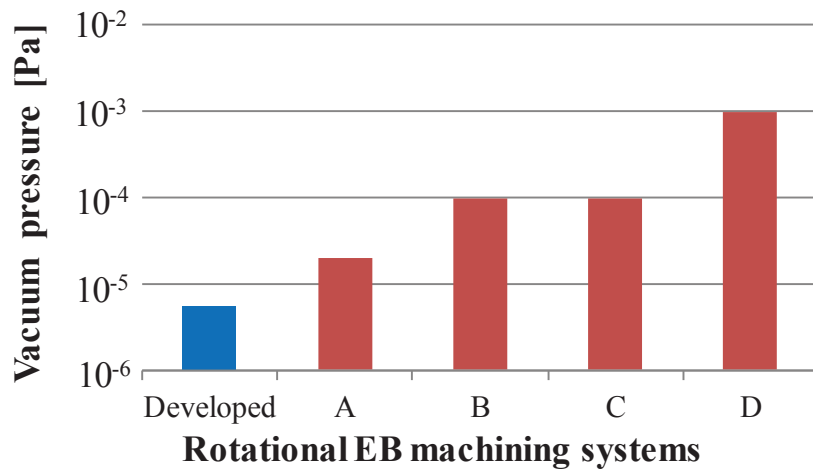


Fig. 3-8 Comparison of vacuum pressure

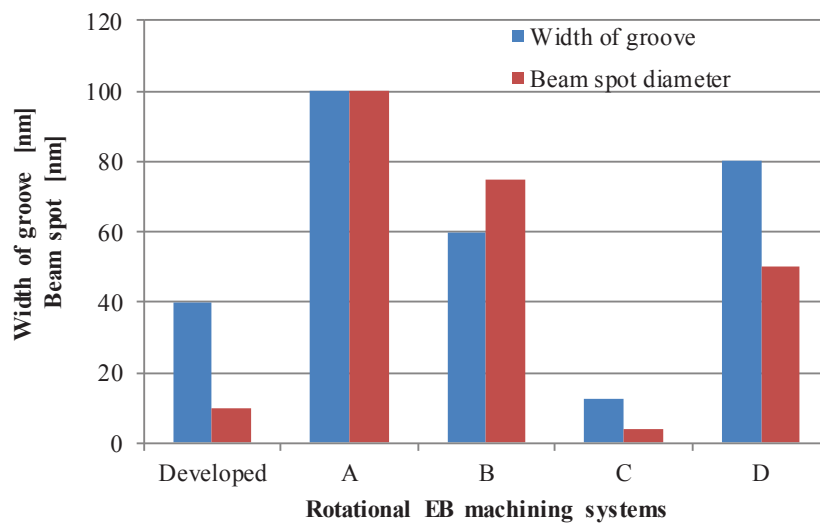


Fig. 3-9 Comparison of width of groove and beam spot diameter

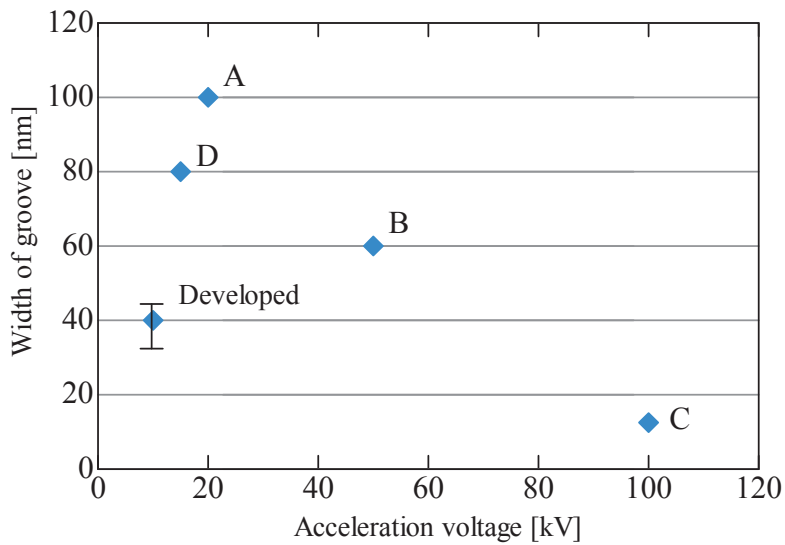


Fig. 3-10 Relationship between acceleration voltage and width of grooves

3.3.2.2. 描画特性の調査

試作した動圧型回転機構を用いた回転 EB 描画装置の描画特性の調査を行った。描画特性としては、ドーズ量と回転 EB 描画による溝幅の関係を求めることとした。ドーズ量とは、単位面積当たりに照射された電子の総量であり、本研究の回転 EB 描画装置においては、以下の式で表される。

$$\text{Dose } [\mu\text{C}/\text{cm}^2] = (\text{EB current } [\text{pA}] \times \text{Number of rotations}) /$$

$$(\text{Beam spot diameter } [\text{nm}] \times \text{Diameter of groove } [\text{nm}] \times \pi \times \text{Frequency } [\text{Hz}]) \times 10^8$$

$$\text{Frequency } [\text{Hz}] = \text{Rotational speed } [\text{rpm}] / 60$$

表 3-2 にはこの調査における加工条件を示す。加工は、回転数 500 rpm, 1000 rpm, 2000 rpm, 3000 rpm において行い、ドーズ量は、1 本の溝加工に対して回転する回数を変化させることで調整した。図 3-11 は、ドーズ量と溝幅の関係をしており、回転数ごとにプロットパターン

ンを統一している．図 3-11 からは，各回転数においてドーズ量の増加とともに溝幅が広くなる様子が確認できる．この特徴は，回転を行わない EB 描画にも見られる特徴であり，このことは，この回転 EB 描画装置がドーズ量を調整することで溝幅を制御できることを示している．したがって，試作した動圧型回転機構は，回転 EB 描画装置の回転機構として有用であると言える．

Table 3-2 Machining conditions

Acceleration voltage	10 kV
Electron beam current	100 pA
Beam spot diameter	10 nm
Thin of photo resist	40 nm
Developing time	20 sec
Rotational speed	500, 1000, 2000, 3000 rpm
Number of rotation per a groove	20 times
Number of band	3
Number of Band-track	5
Number of grooves in a Band-track	5
Band to Band distance	4000 nm
Band-track to Band-track distance	500 nm

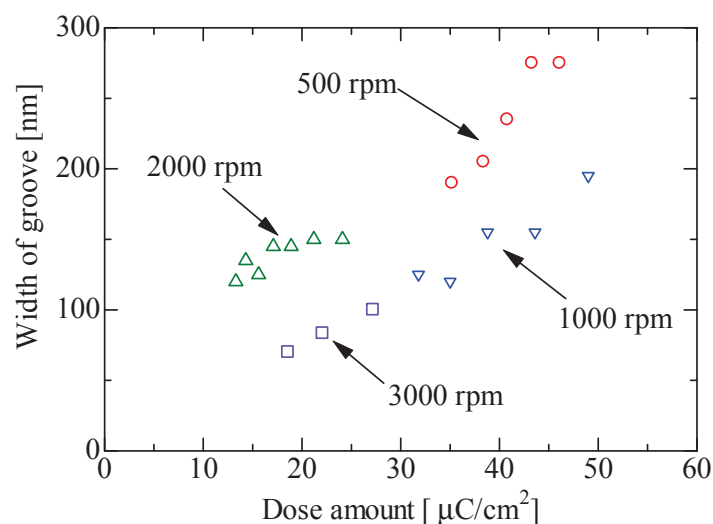


Fig. 3-11 Relationship between dose amount and width of grooves

3.3.2.3. 深さ方向加工

回転 EB 描画に用いられる回転機構のアキシアル方向の回転精度は、ラジアル方向の回転精度と比較して光学メディアの記録密度への影響は小さい。しかしながら、ホログラフィックメモリのように溝の深さ方向にも情報を記録する方法では、ドーズ量の調整によって、深さ諧調が作製できなければならない。本研究ではドーズ量の調整による深さ諧調の作製を試みた。図 3-12 に、試験手順を示す。試験片には、10 mm 角に切断した厚み 0.8 mm のシリコンウエハにポジ型フォトリソを 3 重にスピコートしたものを使用した。フォトリソの厚みは 2 μm であった。回転描画後の試験片には 40 s の現像後、加工面にプラチナコーティング処理を行い、裏面から割ることで露出させた溝断面を、斜め方向から SEM を用いて観察した。図 3-13 に、試験片の断面の観察画像を示す。図 3-13(a)には切断された同心円溝の全体の外観を、図 3-13(b)には、図 3-13(a)の赤丸内側部分を拡大したものを示す。図 3-13(b)からは、厚み 2 μm のレジスト上に約 7 μm おきに溝が加工されている様子が確認できる。図 3-13(b)の溝を、左側から順に溝(c), (d), (e)とし、これを拡大したものを図 3-13(c), (d), (e)に示す。それぞれの溝幅は、順に 280 nm, 310 nm, 310 nm となっており、溝深さはそれぞれ 1030 nm, 650 nm, 293 nm となっている。図 3-13(c), (d), (e)からは、溝幅に大きな差はないが、溝深さは諧調になっている様子が確認できる。この結果は、溝深さがドーズ量によって調整されていることを示し、試作した動圧型回転機構が深さ諧調を持つ回転 EB 描画を行う場合においても有用であることを示している。

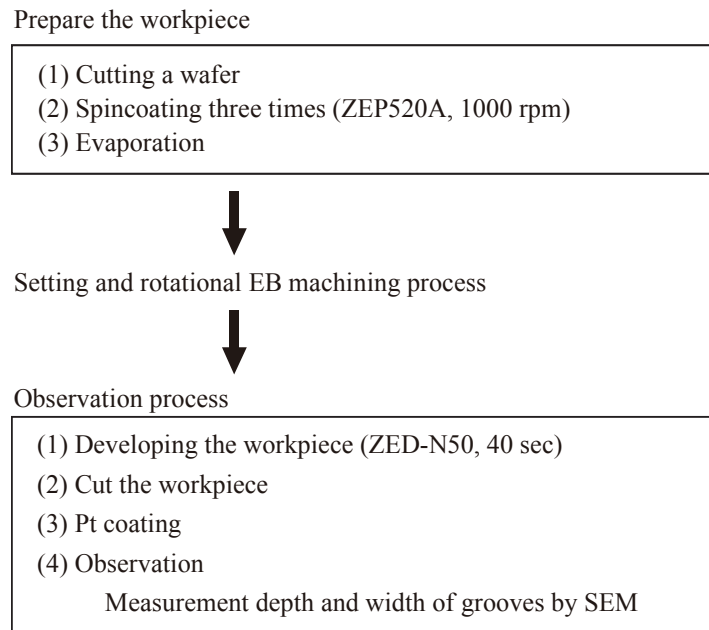


Fig. 3-12 Experimental procedures of depth controlled rotational EB machining

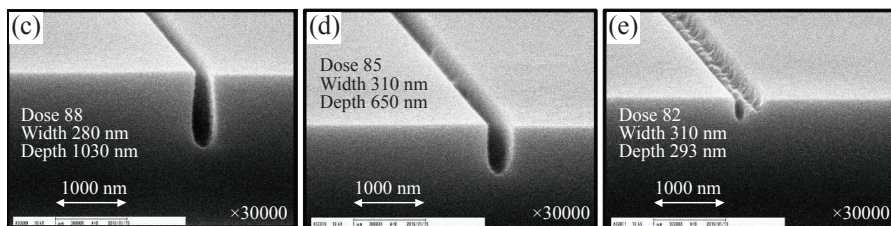
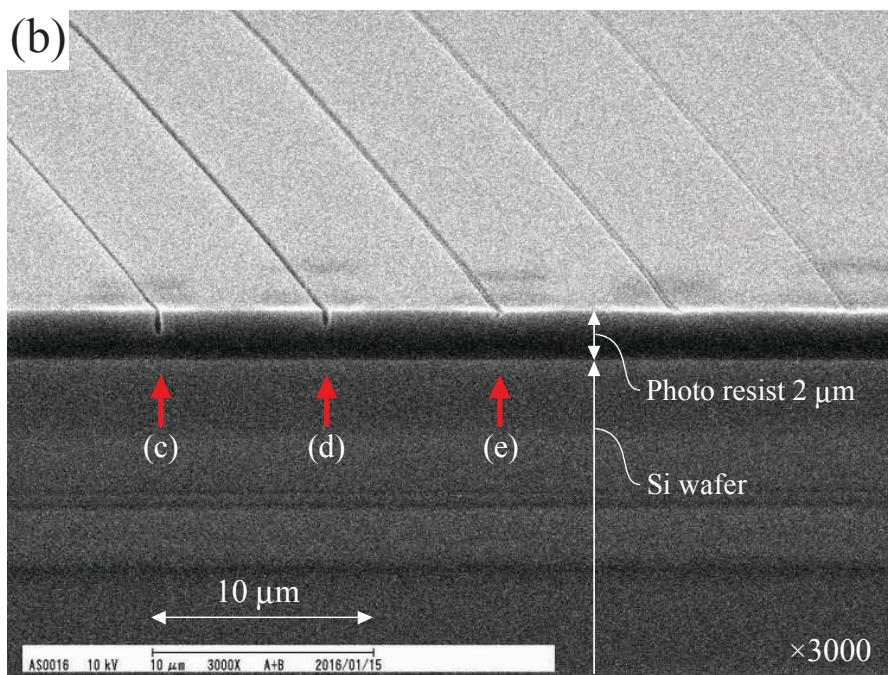
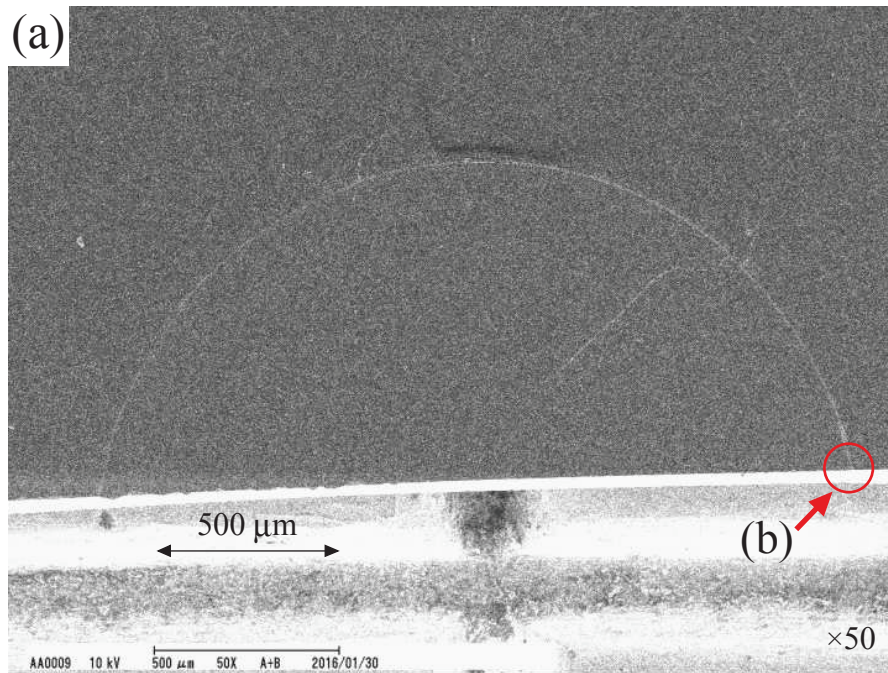


Fig. 3-13 SEM photos of depth controlled grooves

3.4. 結言

本章では、イオン液体を潤滑液体に適用した動圧型回転機構を組み込んだ回転 EB 描画装置を製作し、この描画特性の評価を行うことで、以下の結言を得た。

1. 提案の方法は、差動排気シールを必要としないため、回転 EB 描画装置の大幅な小型化簡素化が可能である。
2. 製作した回転 EB 描画装置は、駆動中に真空環境を安定的に維持し、使用した EB カラムの描画性能に悪影響を与えない。提案の方法は真空用静圧気体軸受を用いた回転 EB 描画装置と比較して、低い加速電圧で同程度の精度で回転描画が可能である。
3. 製作した回転 EB 描画装置は、溝幅と深さを EB の照射量でコントロールできる。これは、動圧型回転機構の回転精度が使用するカラムの加工精度に悪影響をあたえていないことを示している。
4. 製作した回転 EB 描画装置は、加速電圧 10 kV, 電流値 100 pA の条件において、溝幅 40 nm, トラックピッチ約 140 nm で加工が可能である。この加工結果は、DVD 記録換算、一層、直径 120 mm のディスクでおおよそ 150~200 GB のディスクに相当する。提案の方法が、次世代、次々世代の光学メディア製造装置の回転機構として有用であることを明らかにした。

第4章

イオン液体を基油とする 磁性流体を用いた非接触シール

4.1. 緒言

4.1.1. イオン液体を用いた非接触回転機構

第2章と第3章においては、イオン液体を潤滑液体に用いる真空用流体潤滑軸受の有用性と実用性を確認した[91], [92]. イオン液体は、真空用流体潤滑軸受への適用に加え磁性流体の基油に適用すれば、磁性流体シールから発生するアウトガスを減らすことが期待できる. そこで本章においては、イオン液体を用いた非接触シールを提案する. 本研究では、このシールを実現するためにイオン液体を基油に用いた磁性流体を開発し、これが非接触しゅう動条件下において真空に及ぼす影響を調査し、実際にシールに用いた際のシール性能を調査した.

4.1.2. 磁性流体シール

磁性流体シールは、磁性流体を用いて非接触シールを構成する方法であり、Rosensweigら[93], [94]によって回転機構の軸受部分の潤滑液体の流出を防ぐ方法として提案された. 磁性流体シールは、永久磁石とポールピースから構成され、簡素な構造である点や、回転機構の回転精度に悪影響を与えにくい点から、回転EB描画装置の真空シールとしても検討されたことがある[25]. 磁性流体は、媒質となる基油とその中に分散した磁性粒子で構成されており、基油にはオイルや水が、磁性粒子には強磁性体のマグネタイトやマンガン亜鉛フェライトなどが用いられる. 磁性粒子は直径がナノレベルの微粒子であり、基油中に安定分散すると磁性流体全体が磁界に引き寄せられる様な、磁性流体特有の動きを見せるようになる. 基油中に磁性粒子を安定分散させるためには、磁性粒子表面に分散剤と呼ばれる化学物質を吸着させておく必要がある. 分散剤を吸着させていない粒子を基油に混合したとしても、重力や磁界によって磁性粒子が基油から分離沈殿してしまうことになる. 分散剤は基油に対して適切に選定する必要がある. 適切に選定されなかった場合においても磁性粒子は基油から分離沈殿してしまうことになる. 分散剤としては、長い鎖状の構造を持ち、基油に化学構造の似たものが用いられることが多い.

4.1.3. 従来の真空用磁性流体シール

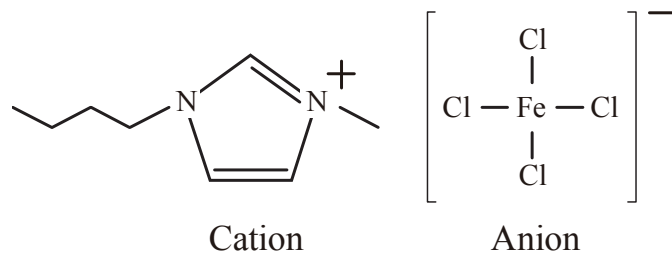
真空シール用の磁性流体の基油としては、蒸気圧の低いオイルが用いられる。Kanno ら[95]は、ヘキサフルオロプロピレンオキサイドポリマーオイルを基油とする真空用磁性流体を提案している。この他にも多くのオイルを基油とする真空用磁性流体が提案されており、先述のように回転 EB 描画装置の真空シールとしても検討された[25]。しかしながら、回転 EB 描画で必要とされるような高真空環境においてオイルを基油とする磁性流体を使用することは、アウトガスによる真空度への影響と真空チャンバ内部や加工対象の汚染が懸念された。

4.1.4. 従来の磁性イオン液体

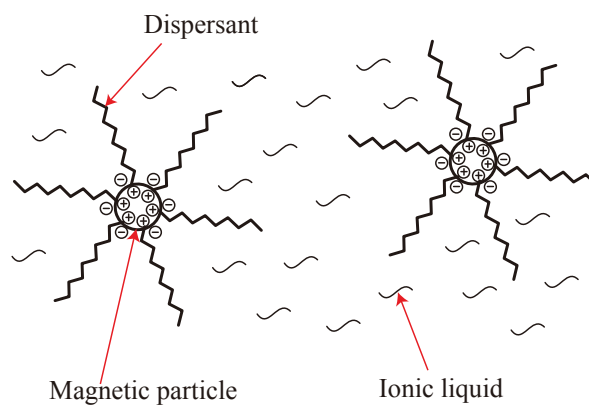
磁性イオン液体を指すものには、構造の異なるものが 2 種類存在する。一つ目はイオン液体そのものが磁性を持つものであり、二つ目は、イオン液体を基油として磁性粒子を分散させているものである。前者は Hayashi ら[96], [97]によって開発され、図 4-2(a)に示すように、アニオンに含まれる鉄原子によって液体そのものが磁性を持っている。このタイプのイオン液体では、イオン液体の化学構造が磁界中で整列することで、磁界に引き寄せられるような動きを見せるようになっている。このタイプのイオン液体は、様々な分野での利用が期待されるものの、磁性粒子を分散させた磁性流体と比較すると磁性は小さく、磁性流体シールには用いることができない。また、このイオン液体は、機械要素に用いられるような金属材料を腐食するため、機械要素への使用は適していない。

これに対して、図 4-1(b)に示すような、イオン液体を基油として磁性粒子を分散させた磁性イオン液体には以下のようなものがある。Oliveira ら[98]は、BMIm BF₄を基油として分散剤コーティングなしの磁性粒子を混合し、イオン液体への磁性粒子の分散状況の調査を行った。この調査においては、静的な状態ではある程度分散が維持されるものの、これだけでは不安定であり、分離沈殿が起きることを確認している。Laura ら[99]は、イミダゾリウム型イオン液体を基油として、オレイン酸塩由来の界面活性剤でコーティングしたマグネ

タイトを分散させた磁性イオン液体を製作した。この報告では、製作した磁性イオン液体が、永久磁石に引き寄せられる様子が示されている。Narita ら[100]はイミダゾリウム型イオン液体を基油として、イミダゾリウムに似た化学構造をマグネタイトにシランカップリングで吸着させた磁性粒子を分散させた磁性イオン液体を製作している。Medeiros ら[101]は、BMIm NTf2 に対して、このイオン液体と化学構造の似ている分散剤を酸化鉄粒子に吸着させ、磁性イオン液体を製作している。以上の報告は、磁性流体シール用の磁性イオン液体の実現を期待させるものである。しかしながら、これらの磁性イオン液体には明確な用途が想定されていないため、このまま非接触しゅう動条件下に適応し、その分散安定性に期待することはできない。また、回転 EB 描画装置で必要とされるような高真空環境において発生するアウトガスの調査は行われていない。そこで本研究では、高真空環境用磁性流体シールに用いるための磁性イオン液体を新たに開発することとした。



(a) Structure of the magnetic ionic liquid proposed by Hayashi et al. [102], [103]



(b) Magnetic ionic liquid using magnetic particles

Fig. 4-1 Magnetic ionic liquid

4.2. 真空用磁性イオン液体の開発

4.2.1. 基油となるイオン液体

本研究の磁性イオン液体の基油となるイオン液体には、ピリジニウム型のものを選定した。図 4-2 に、選定したピリジニウム型イオン液体 Py6 FSI の構造を示し、表 4-1 に、正式名称と物性を示す。イオン液体 Py6 FSI は、適機械要素に一般的に用いられるような金属に対して強い腐食性をもたないこと、毒性のないことを考慮して選定した。イオン液体 Py6 FSI は、大気中で吸湿した場合においても、腐食性が増す様子は確認できなかった。さらに、イオン液体 Py6 FSI は、人体に対する毒性はなく、入手性も良いものである。

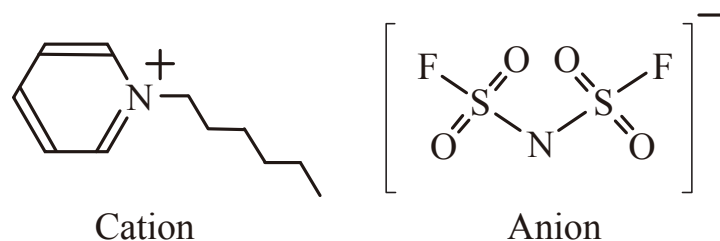


Fig. 4-2 Pyridinium-based ionic liquid (Py6FSI) as a base liquid

Table 4-1 Principal features of the ionic liquid

Product name	1-Hexylpyridinium bis (fluorosulfonyl) imide
Formula weight	344.4
Density	1.32 g/mL (24°C)
Kinematic viscosity	59 mPas (24°C)
Vapor pressure	Less than 10^{-10} Pa
Characteristic	Hydrophobicity, Colorless, Transparent

4.2.2. 磁性粒子および分散剤

(A)磁性粒子

本研究の磁性イオン液体の磁性粒子としては、マグネタイト(Fe_3O_4)を選定した。マグネタイトは、オイルベースの磁性流体にも一般的に広く用いられ、実用の磁性流体にも使用されている。マグネタイトよりも磁化特性に優れる磁性粒子もあるが、本研究においては、マグネタイトの入手性の良さと、マグネタイトが新たな磁性流体を試作する際によく用いられる点を考慮し、これを選定した。

(B)分散剤

磁性粒子をイオン液体中に安定分散させるためには、基油となるイオン液体 Py6 FSI に適合する分散剤を選定する必要がある。本研究では、磁性イオン液体用の分散剤を新たに製作するが、既存の分散剤を用いた磁性粒子のイオン液体 Py6 FSI に対する分散性も調査した。この調査においては、4 種類のサンプル A, B, C, D の分散安定性を比較した。サンプル A は、分散剤を使用しないマグネタイトをイオン液体 Py6 FSI に混合したものである。サンプル B は、疎水性のある基油に対応できる分散剤をコーティングしたマグネタイトをイオン

液体 Py6 FSI に混合したものであり、サンプル C は極性のある基油に対応できる分散剤をコーティングしたマグネタイトをイオン液体 Py6 FSI に混合したものである。サンプル D は、本研究で新たに製作した分散剤をコーティングしたマグネタイトをイオン液体 Py6 FSI に分散させた磁性イオン液体である。サンプル D の分散剤は、高真空用の磁性流体シールを開発するために、イオン液体 Py6 FSI 専用に筆者らが新たに合成した分散剤である[102]。この合成した分散剤は、(PBBA: ポリ(1,4-ブタジオール)ビス(4-アミノベンゾネート))をベースとして用いており、官能基として末端にカルボキシ基を持ち、これがマグネタイト表面に吸着するようになっている。PBBA はイオン液体 Py6 FSI に可溶であり、PBBA と磁性粒子をイオン液体 Py6 FSI に混合したものを静置した場合には、比較的長時間分散を維持する様子が観察できる。また、PBBA 単体を高真空中に置いた場合には、アウトガスの発生は確認されなかった。分散剤の合成においては、PBBA の末端にアジピン酸由来のカルボキシ基を結合する操作を行っている。図 4-3 に合成した分散剤の構造を示し、表 4-2 にはこの分散剤の詳細を示す。合成した分散剤をトルエン、クロロホルム、マグネタイトと混合すると、分散剤はマグネタイトに吸着し、トルエンとクロロホルムを基油とする磁性流体となる。図 4-4 に、磁性粒子の SEM 観察画像を示す。図 4-4(a)は、分散剤吸着前のマグネタイトを示しており、図 4-4(b)には合成した分散剤をトルエン、クロロホルム、マグネタイトと混合した際の磁性粒子を示している。図 4-4(a)からは、粒子径が約 50 nm である様子が観察できる。図 4-4(b)からは、分散剤吸着後の磁性粒子の直径はおよそ 100 nm から数 μm のものが混在している様子が観察でき、分散剤吸着前よりも粒子径が大きくなっていることがわかる。図 4-4(b)の粒子は、図 4-5 に示す模式図のような構造になっているものと考えられる。その後、トルエンとクロロホルムを基油とする磁性流体にイオン液体 Py6 FSI を投入し、溶媒置換を行うと、イオン液体 Py6 FSI を基油とする磁性流体が得られる。

本研究では、調査に使用する磁性イオン液体の濃度は、質量濃度 5 wt%とした。質量濃度では、磁性イオン液体の質量に対する分散剤吸着後の磁性粒子の質量で定義しており、下記の式で表される。5 wt%で製作したサンプル D の粘度は、27°Cにおいて 78.8 mPas であった。

$$(\text{Magnetite [g]} + \text{Dispersant [g]}) / (\text{Magnetite [g]} + \text{Dispersant [g]} + \text{Ionic liquid [g]}) \times 100 \text{ [wt\%]}$$

図 4-6 に、磁性粒子を混合する前の単体のイオン液体 Py6 FSI と、サンプル A, B, C, D の静置観察写真を示す。図 4-6 より、イオン液体 Py6 FSI に磁性粒子を混合すると、不透明の黒色液体となり、外観は一般的な磁性流体と同様である。サンプル A, B, C, D は、すべて 5 wt%で調製しているが、液体の体積がわずかに異なっているのは、使用している分散剤が異なるため、磁性粒子の体積がそれぞれ異なっているためである。図 4-6(a)は混合直後、図 4-6(b)は混合から 5 h 後、図 4-6(c)は混合から 24 h 後を示している。図 4-6(a)に示すように、混合直後にはそれぞれのサンプルに外観上の大きな差は見られなかった。図 4-6(b)からは、サンプル A, B, C においては、磁性粒子が沈殿する様子が観察できる。図 4-6(c)の 24 h 後のサンプル A, B, C では、磁性粒子がイオン液体と完全に分離・沈殿している様子が観察でき、図 4-6(b)と(c)のサンプル D においては、磁性粒子の分離・沈殿は観察されなかった。サンプル D においては、この後 3 か月の静置を行った際にも分離・沈殿は観察されなかった。以上より、合成した分散剤は、イオン液体 Py6 FSI に対して適合していると言え、製作した磁性イオン液体は安定分散している状態と言える。

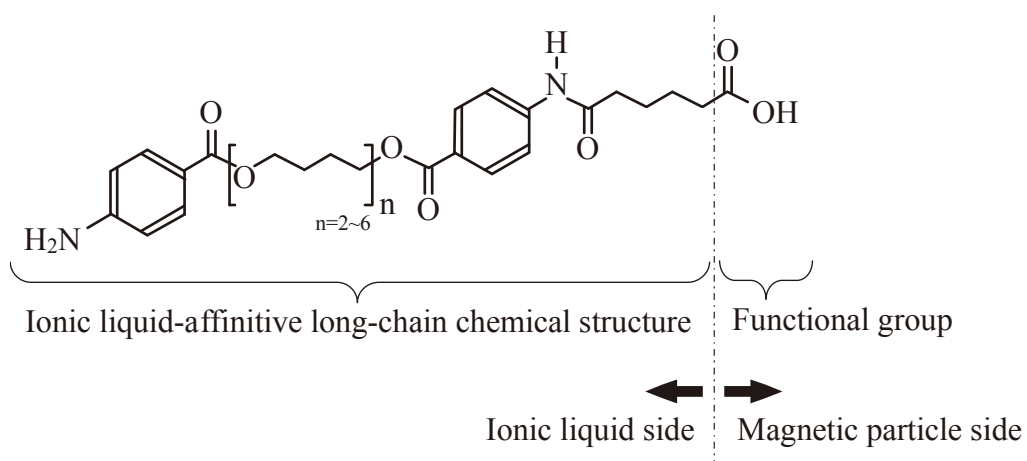
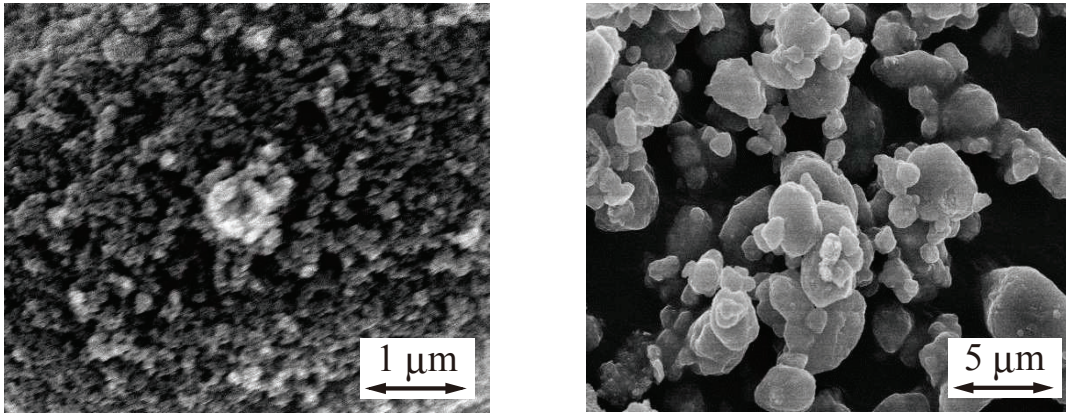


Fig. 4-3 Structure of the dispersant developed in this study

Table 4-2 Principal features of the dispersant

Product name	6-((4-((4-((4-aminobenzoyl)oxy)butoxy)carbonyl)phenyl)amino)-6-oxohexanoic acid
Formula weight	n=2: 528.25, n=3: 600.30, n=4: 672.35, n=5: 742.44, n=6: 816.48
Color	Yellowish-White,
Characteristic	Soft-solid



(a) Magnetite

(b) Dispersant-coated magnetite

Fig. 4-4 SEM photos of magnetic particles

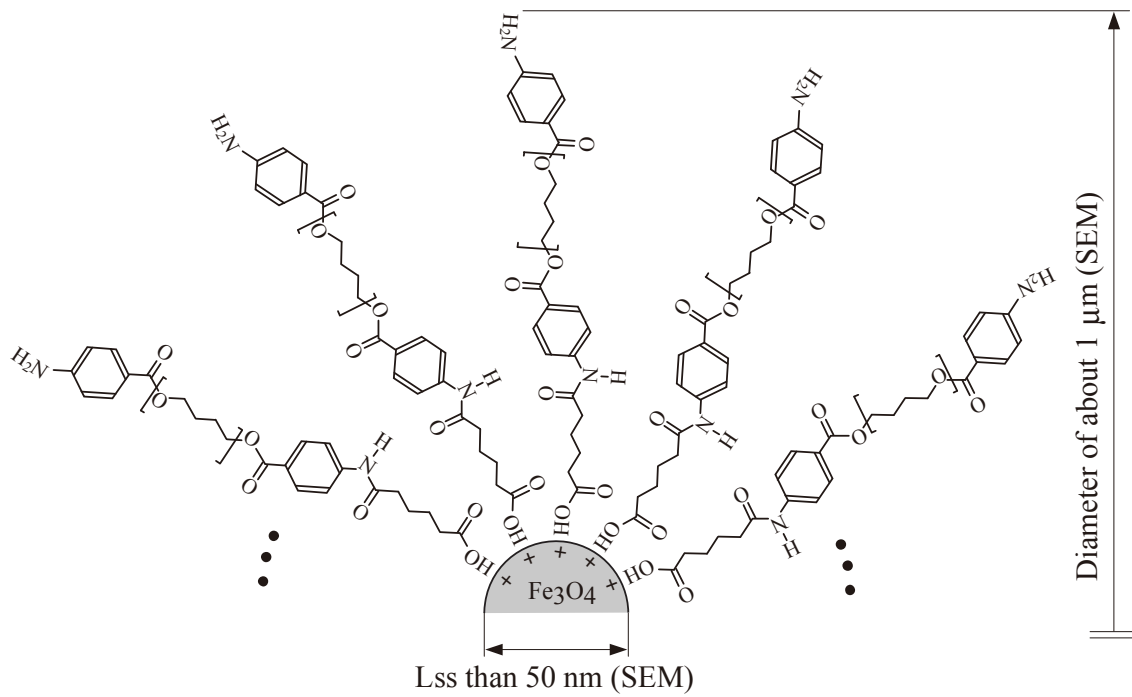
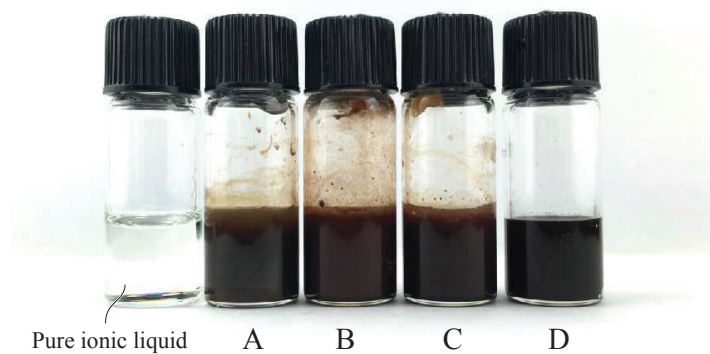
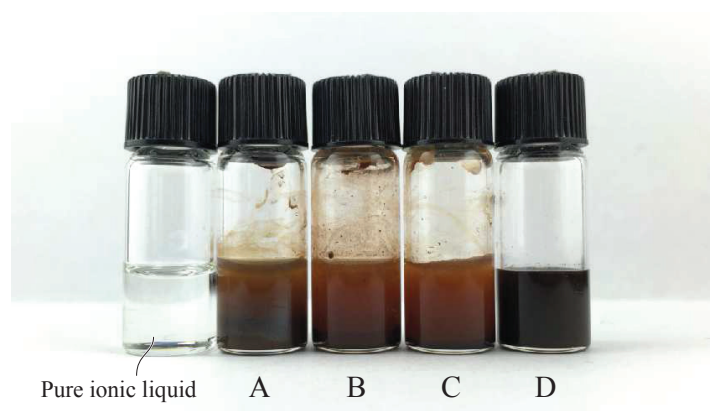


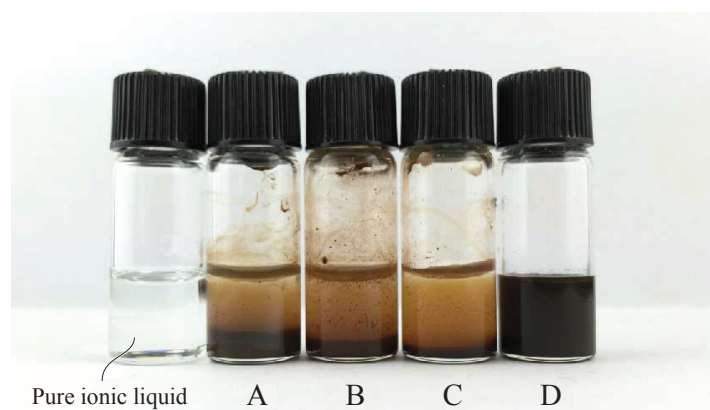
Fig. 4-5 Schematic image of the dispersant on magnetite particle



(a) Just after mixture



(b) 5 h later from mixture



(c) 24 h later from mixture

Fig. 4-6 Mixing states of four samples

4.3. 開発した磁性イオン液体の磁気的特性

磁性イオン液体(以降, "磁性イオン液体"とは, 著者らが開発・製作したイオン液体 Py6 FSI を基油とする磁性流体のことを指す.) の磁気的特性を調査した. 磁気的特性の調査としては, 磁性イオン液体の付近に強い磁界がある場合の磁性イオン液体の動きの観察と, 磁化特性の測定を行った.

4.3.1. 磁性イオン液体の磁界への反応

図 4-7 に, 磁性イオン液体が, 磁束密度約 3.2×10^5 A/m (0.4 T) のネオジウム永久磁石に引き寄せられる様子を示す. 図 4-7 に示すように, 磁性イオン液体は, 永久磁石が近づけられた方向の容器内側に自重を支えるように集まっているが, この様なふるまいは既存の磁性流体と同じものである. 粒子濃度が既存の磁性流体と比較して 5 wt% と低いため, 磁性流体が磁界の方向に沿った針状の形状となる, スパイク現象は見られなかった. 磁性イオン液体は, 永久磁石を近づけた際にも磁性粒子は分離しなかったため, 磁界中においても安定分散していると言える.

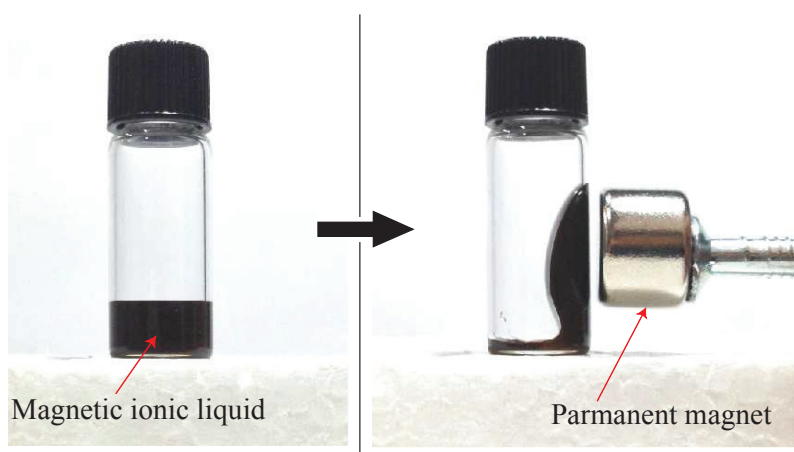


Fig. 4-7 Behavior of the magnetic ionic liquids to a permanent magnet

4.3.2. 磁性イオン液体の磁化特性

磁性イオン液体の磁気的特性を明らかにするために、磁化特性を測定した。磁化特性は、磁性イオン液体に与えた磁界に対する質量磁気モーメントとした。この測定で使用した磁性イオン液体は、質量 8.82×10^{-5} kg, 体積 7.07×10^{-8} mm³ であった。磁性材料においてこの測定を行うと、磁性材料に与えた磁界を取り除いても磁化が 0 に戻らずに残り、ヒステリシスが現れる。これに対して、粒子状の磁性材料においては、磁性材料に与えた磁界を取り除くと磁化は残らず、超常磁性がみられる。磁性流体においては、磁性粒子が分離・凝集を起こしていない場合は超常磁性の特徴を示す。図 4-8 に示すように、磁性イオン液体においてはわずかなヒステリシスが見られるが、おおむね超常磁性の特徴を示しており粒子がおおきな凝集を起こしていないことがわかる。このわずかなヒステリシスは、磁性粒子の粒径が大きいことが原因と考えられ、これは粒径のより小さいマグネタイトを使用するか、分散剤を吸着させた後の粒子を粉砕する操作を行うことで改善可能である。

磁性イオン液体の飽和磁化は、 2.9×10^3 A/m であり、体積分率は、0.0058 であった。飽和磁化は、図 4-8 から読み取った値を換算したものである。磁性イオン液体の体積分率が既存の磁性流体が持つ体積分立よりもおおよそ一桁小さい理由は、質量濃度が低いためと考えられる。

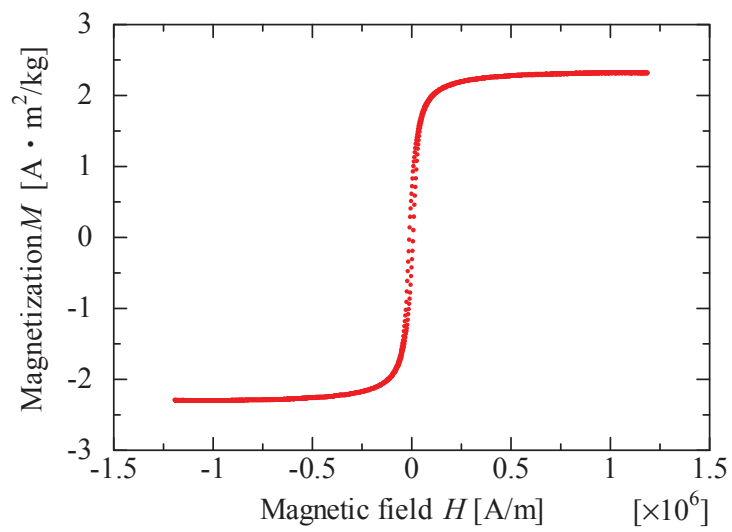


Fig. 4-8 Magnetization characteristics of the developed magnetic ionic liquid

4.4. 磁性イオン液体の真空対応性試験と耐圧試験

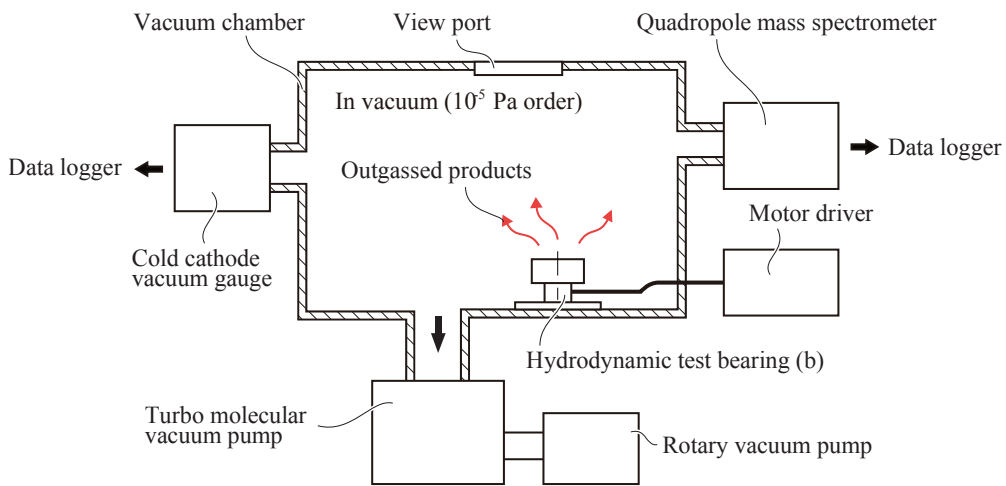
本研究では、高真空で使用可能な磁性流体シールを実現するために、イオン液体を基油とする新たな磁性イオン液体を開発した。ここでは、磁性イオン液体が高真空環境下における非接触しゅう動に伴って発生するアウトガス調査を行った。また、磁性イオン液体を用いた磁性流体シールを試作し、シール耐圧の調査を行った。

4.4.1. 磁性イオン液体の真空対応性

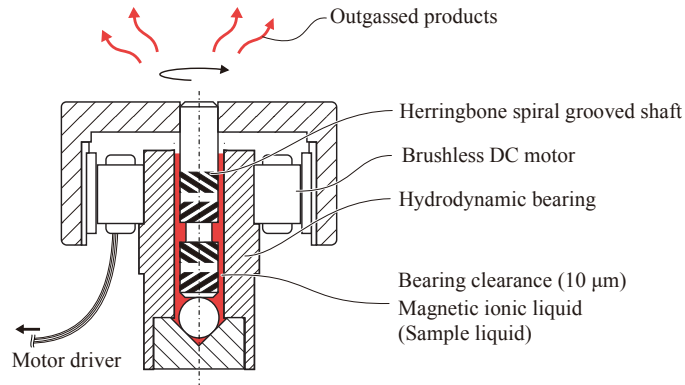
4.4.1.1. 試験装置および試験手順

磁性イオン液体のアウトガス調査においては、非接触しゅう動中の真空圧力の推移の測定と、アウトガスの成分分析を行うこととした。磁性イオン液体に対して非接触しゅう動試験を行う手段としては、動圧型の流体潤滑軸受を用いて磁性イオン液体にせん断力を与える方法を用いた。この方法は、動圧型の流体潤滑軸受の軸受すきまに充填された磁性イオン液体に対してせん断力が作用することで非接触シールを模擬している。流体潤滑軸受を用いて非接触シールを模擬することとした理由は、非接触シールは軸受部なしで回転駆動することができないため、この軸受部からアウトガスが発生することを避けたためである。図 4-9(a)に試験装置全体の構成を示す。図 4-19(b)模式図を示した動圧型の回転機構は、図 4-9(a)に示した内部容積が 0.026 m^3 の真空チャンバの内部に設定されている。真空チャンバは、排気量 510 L/s の TMP と排気量 50 L/min のロータリーポンプで排気され、チャンバ内部が空の状態においては真空圧力 $3.0 \times 10^{-6} \text{ Pa}$ に到達できる。測定対象の磁性流体は、図 4-9(b), (c)の赤色に塗った領域に体積 $100 \text{ }\mu\text{L}$ が充填され、軸受すきまは $10 \text{ }\mu\text{m}$ であった。図 4-9(b)からわかるように、動圧型の回転機構の構造は、第 2 章と第 3 章で用いた動圧型の回転機構と同様のものである。この動圧型の回転機構は、チャンバ外部に設置されたモータドライバによって回転させることができ、回転に伴って発生するアウトガスは、真空計および Q-mass で測定することができる。使用した Q-mass は、第 2 章に仕様を示したものと同様のものである。

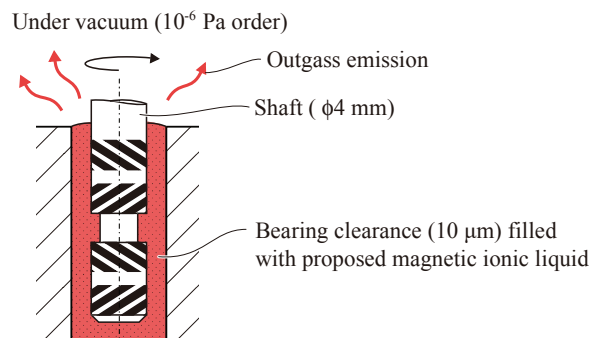
図 4-10 に試験手順を示す。図 4-10 に示すように、本試験は真空圧力の測定とアウトガス測定から成る。真空圧力の測定においては、排気過程における真空圧力の推移と、動圧型の回転機構の回転に伴う真空圧力の変動を測定することとした。アウトガス測定においては、動圧型の回転機構の回転に伴って発生するアウトガスの分圧と分圧の推移を測定した。ただし、アウトガス分析の際にはバックグラウンドとして動圧型の回転機構が停止しているときのアウトガス分圧を使用することとした。これらの測定においては、磁性イオン液体と既存の磁性流体との真空対応性を比較するため、オイルを基油とする磁性流体にも同様の測定を行った。オイルを基油とする磁性流体としては、アルキルナフタレンオイルを基油とする真空用磁性流体を選定した。この磁性流体の磁性粒子には、界面活性剤とマンガニ亜鉛フェライトが用いられている。



(a) Experimental apparatus using a hydrodynamic spindle for measuring the outgassed products



(b) Hydrodynamic spindle for applying shear stress to the sample liquid



(c) Schematic image of the clearance with magnetic ionic liquid

Fig. 4-9 Experimental apparatus for measuring the outgassed emissions from the developed magnetic ionic liquid

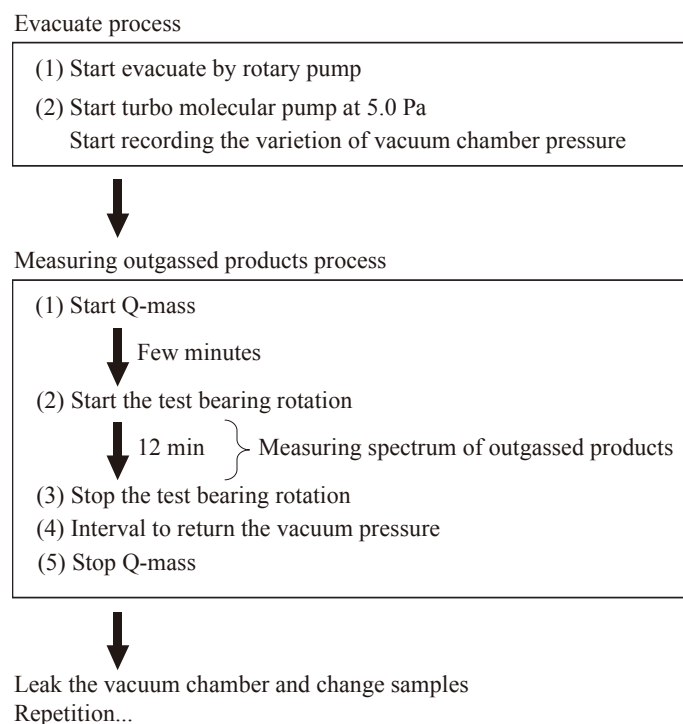


Fig. 4-10 Procedures of investigation of vacuum compatibility

4.4.1.2. 磁性イオン液体が真空度へ及ぼす影響

図 4-12 に、排気過程の真空圧力の推移を示す。図 4-12 の黒線は、アルキルナフタレンオイルを基油とする磁性流体の際の真空圧力の推移を示しており、赤線は、磁性イオン液体の際の真空圧力の推移を示している。図 4-12 からは、TMP 起動から 100 h でどちらの場合も 10^{-6} Pa 台に到達している様子がわかる。この時の真空圧力は、図 4-13 に示すように、アルキルナフタレンオイルを基油とする磁性流体では 9.7×10^{-6} Pa, 磁性イオン液体では 7.5×10^{-6} Pa であった。アルキルナフタレンオイルを基油とする磁性流体の排気過程と磁性イオン液体の排気過程に大きな差は見られない。

図 4-14 に 1000 rpm で回転試験を行った際の真空圧力の変動を示す。図 4-12 と同様に、図 4-14 の黒線は、アルキルナフタレンオイルを基油とする磁性流体の際の真空圧力の推移を示しており、赤線は、磁性イオン液体の際の真空圧力の推移を示している。この回転試験は、図 4-12 に示す 100 h の排気過程の直後に行っており、回転時間は 12 min であった。

図 4-14 からは、アルキルナフタレンオイルを基油とする磁性流体においては、回転試験開始の真空圧力は 10^{-6} Pa 台であったが、回転開始と同時に真空圧力は悪化し回転開始から 12 min 後には 4.0×10^{-5} Pa となる様子が確認できる。真空圧力は、回転を停止すると回復を始めるが元の真空圧力への回復は 1 h 以上を要した。真空圧力の劣化は、せん断力によって、基油や界面活性剤が分解したことが原因であると考えられる。回転中に真空圧力が上昇し続けていることを考慮すると、1000 rpm 以上かつ長時間の回転においては、ナノレベルの EB 描画を行えない真空度まで悪化することが懸念された。

これに対して磁性イオン液体の回転試験においては、回転試験中においても真空圧力は 6.5×10^{-6} Pa に維持されている。磁性イオン液体の回転試験開始時においては、わずかに真空圧力の上昇がみられるが、回転停止とともに直ちに元の真空圧力に回復している。回転中においては、真空圧力の大きな変動は見られず、真空度が安定していることが確認できる。以上より、磁性イオン液体の非接触しゅう動条件下にけるアウトガスの発生量は、アルキルナフタレンオイルを基油とする真空用の磁性流体よりも少ないことが確認された。

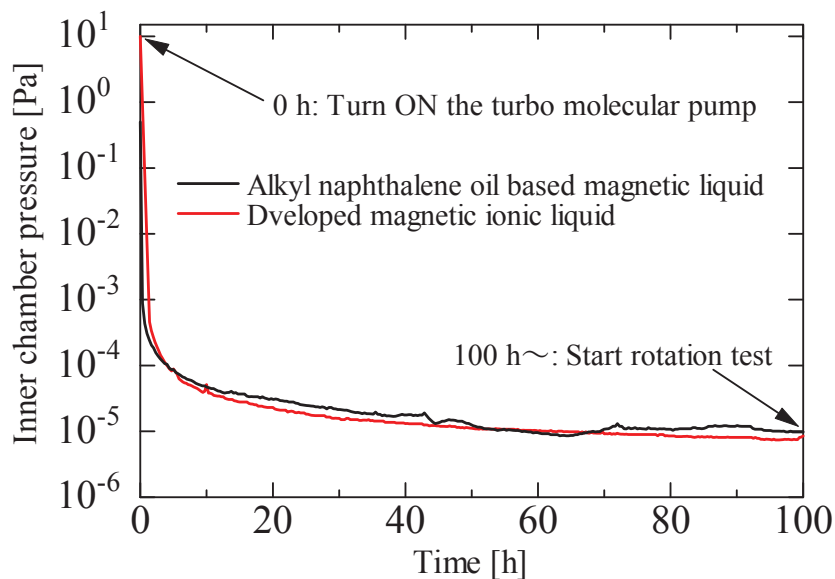


Fig. 4-12 Variations of vacuum chamber pressure at evacuate process

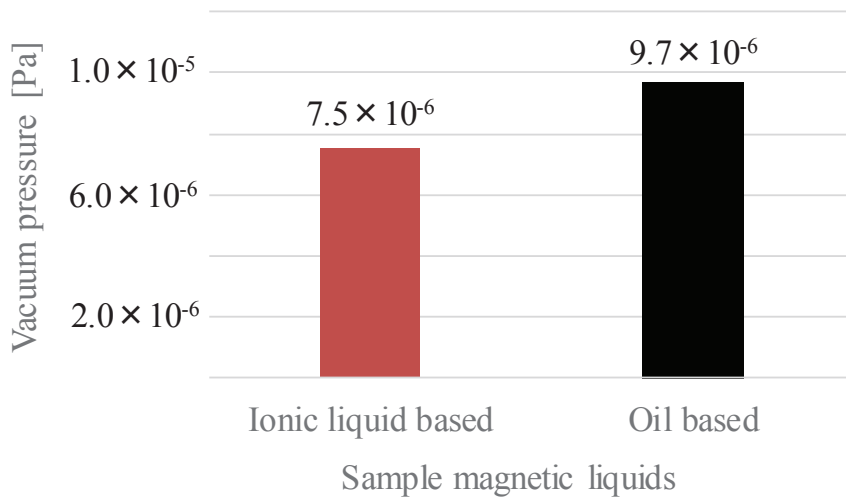


Fig. 4-13 Ultimate vacuum chamber pressure

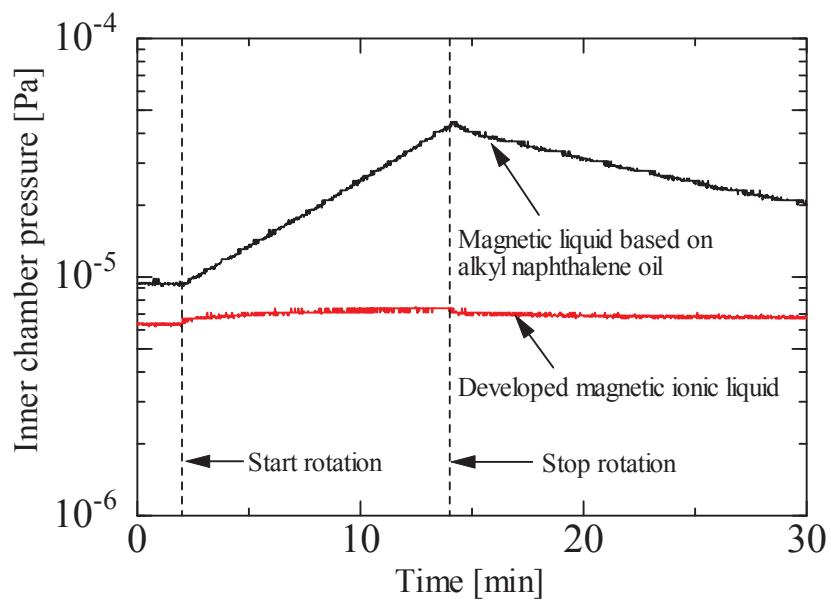


Fig. 4-14 Variation of vacuum chamber pressure during rotational tests

4.4.1.3. 磁性イオン液体のアウトガス分析

チャンバ内部や加工対象を汚染・腐食する可能性のあるアウトガス分圧が影響のないレベルであることを確認するために、非接触しゅう動に伴って磁性イオン液体から発生するアウトガスを Q-mass を用いて分析した。磁性イオン液体から発生するアウトガスには、イオン液体由来のもの、分散剤由来のもの、磁性イオン液体製作時に使用した溶媒由来のもの、空気由来のもの4種類が検出される可能性がある。

図 4-15(a)にイオン液体 Py6 FSI の構造を示し、図 4-15(b)に分散剤の構造を示す。図 4-15 には、摺動試験によって分解する可能性のある部分を点線で囲い、点線内の Mass-No.を示している。図 4-16 に、回転に伴って発生した Mass-No.1 から No.100 までのアウトガスの分圧を示す。回転に伴って発生したアウトガス分圧は、回転中のアウトガス分圧からバックグラウンドを差し引いくことで得られる。図 4-16(a)は比較対象としたアルキルナフタレンオイルを基油とする真空用磁性流体の結果を、図 4-16(b)はイオン液体 Py6 FSI 単体を試験した際の結果を、図 4-16(c)は磁性イオン液体の結果をそれぞれ示している。図 4-16(b), (c) 中には、図 4-15 において破線でピックアップしたものを矢印で指し示している。図 4-16(a)からは、アルキルナフタレンオイルを基油とする磁性流体のアウトガス分圧が、Mass-No.1 から No.100 まで広く発生しているが、図 4-16(b), (c)と比較すると、特に Mass-No.67 から No.85 が多く検出されている様子が見られる。図 4-16(b), (c)からは、分散剤由来とイオン液体 Py6 FSI のカチオン由来と思われるスペクトルが確認できる。特に Mass-No.45 は、分散剤の磁性粒子と未反応の官能基が検出されているものであり、Mass-No.79 や Mass-No.80 は、イオン液体 Py6 FSI のピリジニウム由来のものと考えられる。また、図 4-16(b), (c)においては、発生すると真空チャンバや加工対象に悪影響を及ぼすことが懸念される Mass-No.34(H₂S)や Mass-No.64(SO₂)付近のアウトガスは 10⁻¹⁰ Pa 以上の分圧のレベルにおいては検出されていないことがわかる。図 4-16(b), (c)からは、イオン液体 Py6 FSI 由来のアウトガスと分散剤由来のアウトガスが検出されている様子が確認できるが、すべて 10⁻⁸ Pa

以下の分圧であり、EB 描画に影響を及ぼすレベルではない。図 4-16(b)と(c)のアウトガス分圧を比較すると、磁性イオン液体のアウトガス分圧は、分散剤を含んでいるにもかかわらず基油として用いたイオン液体 Py6 FSI 単体から発生するアウトガス分圧よりも低くなっていることが確認できる。磁性イオン液体には磁性粒子が含まれており表面積が大きいことから、せん断力によって発生した分解物や、未反応の分散剤が粒子表面に吸着したため、アウトガスとして検出されなかったと考えられる。

次に、回転に伴って磁性イオン液体から発生するアウトガスの分圧の時間変動を調査した。この調査においては、回転中に単体のイオン液体 Py6 FSI から発生するアウトガスの分圧も比較のため測定した。この調査においても回転数は 1000 rpm、回転時間は 12 min であった。

図 4-17 に、単体のイオン液体 Py6 FSI と磁性イオン液体の分圧の推移を示す。図 4-17 の左側のグラフは、単体のイオン液体の回転試験中の分圧変化を示しており、右側のグラフは磁性イオン液体の回転試験中の分圧変化を示している。図 4-17 の上側のグラフは分散剤から発生する可能性のある分解物を示しており、下側のグラフはイオン液体 Py6 FSI から発生する可能性のある分解物を示している。検出される可能性のある分解物は、図 4-15 に示したものに加えて、発生すると真空チャンバや加工対象に悪影響を及ぼすことが懸念される Mass-No.20(HF), Mass-No.34(H₂S), Mass-No.64(SO₂), Mass-No.83(SO₂F), 磁性イオン液体の製作過程で使用した有機溶媒であるトルエンおよび同じく磁性イオン液体の製作過程で使用した Mass-No.18(水)を測定している。単体のイオン液体 Py6 FSI の Mass-No.18(水)の分圧は、空気由来のものである。図 4-17 を見ると、それぞれの分圧に急激な変動は見られないため、図 4-16 の結果は、回転中のどの時点で測定してもほぼ同様の結果になることが予測される。図 4-17 のイオン液体 Py6 FSI の分圧の推移からは、イオン液体 Py6 FSI が回転に伴って分圧をほとんど発生しないことがわかる。磁性イオン液体の分圧の推移においては、分散剤由来である Mass. No.45 の分圧が、回転と同時に上昇し回転停止とともに下がっ

ている様子が確認できる。また、Mass-No. 15 の分圧上昇も確認できる。Mass-No. 15 は単体のイオン液体にも含まれているにもかかわらず、これからの発生は確認できない。磁性イオン液体 Py6 FSI における Mass-No. 15 と Mass-No. 45 の変動は、未反応の分散剤の官能基周辺が検出された可能性があると考えられるが、磁性粒子の影響を受けてイオン液体 Py6 FSI が分解した可能性も考えられる。しかしながら、これらの分圧上昇量は 10^{-8} Pa 台であり、急激な変動を生じていない点や、回転停止後に直ち回復する点を考慮すると、EB 加工への影響はないと言える。また、トルエンを含め、 10^{-10} Pa 以下のレベルの分圧のアウトガスは、EB 描画に関しては検出されていないと見なしてもよい。

以上の結果より、磁性イオン液体は、従来の真空用の磁性流体と比較して、非接触しゅう動に伴って発生するアウトガスが少ないことから、高真空用の磁性流体シールに対して有用性が高いと言える。

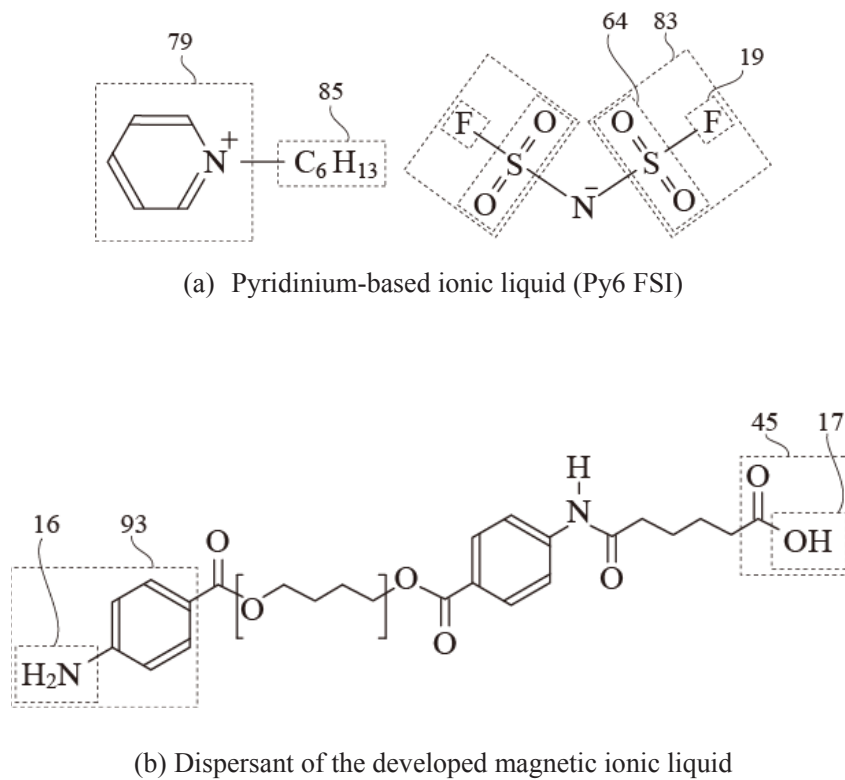
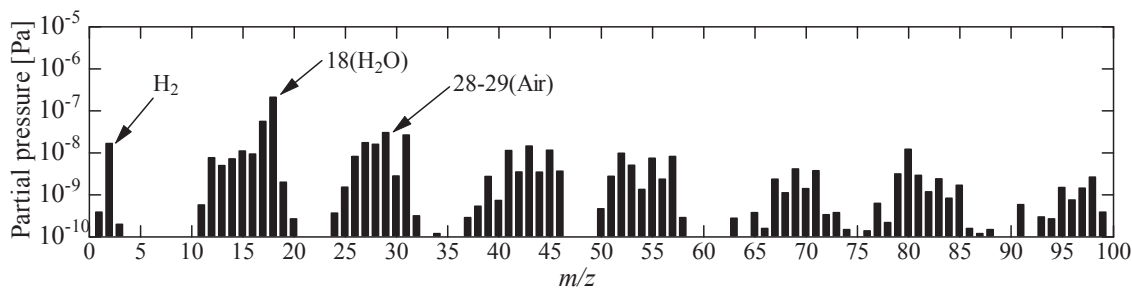
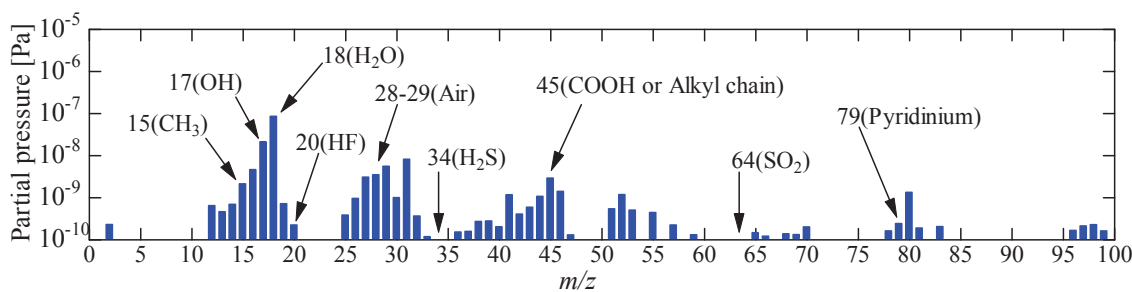


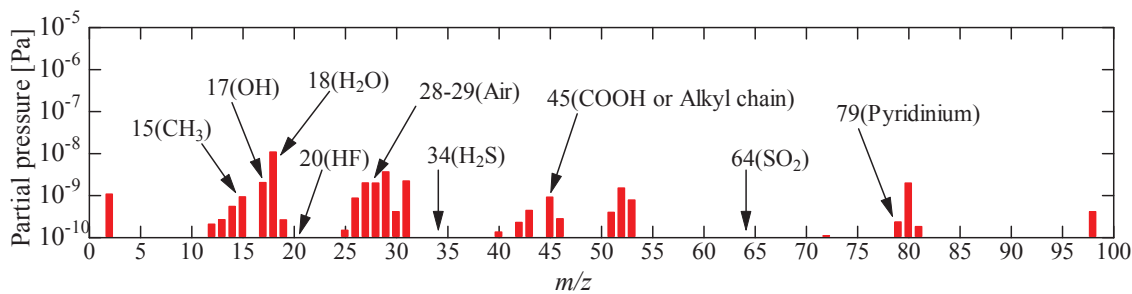
Fig.4-15 Molecular formulae and mass-to-charge ratios of functional groups (m/z)



(a) From the alkyl naphthalene oil-based magnetic liquid



(b) From the pyridinium-based ionic liquid



(c) From the developed magnetic ionic liquid

Fig. 4-16 Mass spectrum of outgassed products

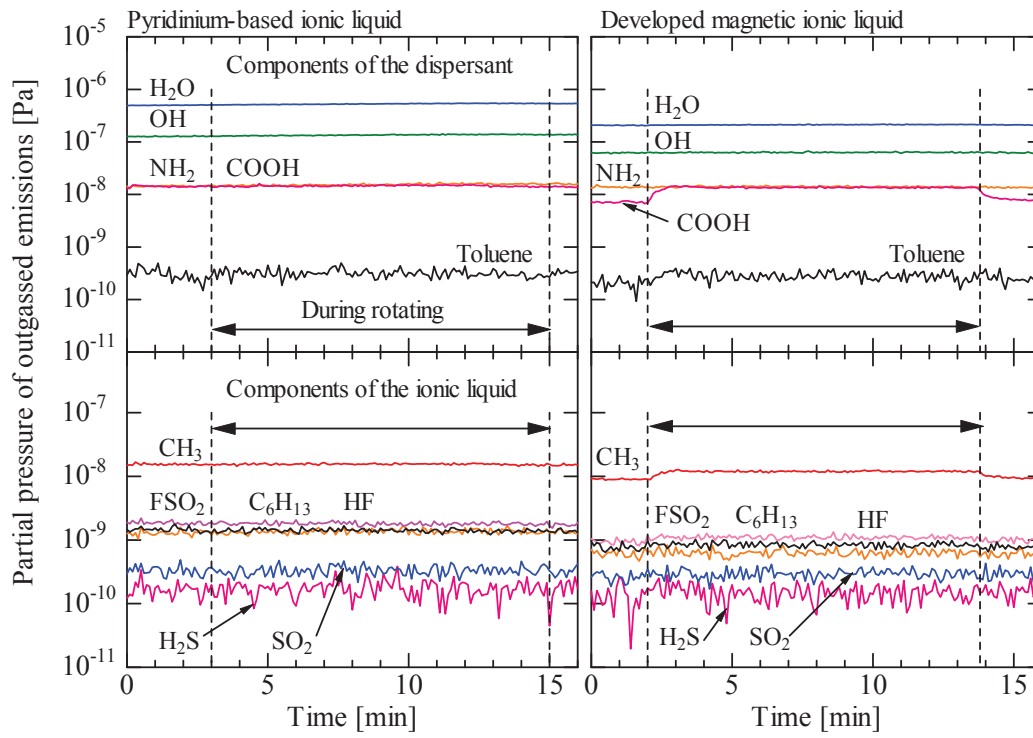


Fig. 4-17 Variations of partial pressure during the test bearing rotation

4.4.2. 磁性イオン液体のシール性能

高真空環境下の非接触しゅう動条件においては、磁性イオン液体はオイルを基油とする磁性流体よりも有用性が高いことが示された。ここでは磁性イオン液体の機械的な特性として、シール性能を調査した。

4.4.2.1. 耐圧試験装置

シール性能の調査においては、基本的な形状の磁性流体シールを試作し、これに磁性イオン液体を用いた際の耐圧を測定した。図 4-18 に試作した磁性流体シールの形状と寸法を示す。試作した磁性流体シールのシールすきまは 0.2 mm とし、厚さ 3.0 mm のネオジウム磁石を用いている。磁性流体シールは通常、ヨーク先端部分の形状を工夫することでシール耐圧の改善を図るが、本試験では、図 4-18 に示したような最も基本的な形状としている。このときのヨーク先端部分の磁界は、約 8×10^5 A/m であり、磁性流体表層部分の磁界は、約 4×10^5 A/m であった。図 4-19 に示すように、磁性流体シールは圧力の異なる空間に非接触に回転軸を導入することができ、本試験においては、大気中において磁性流体シールの一方の空間を加圧してシールが破れる直前の圧力を耐圧とした。図 4-20 にシール耐圧試験装置を示す。図 4-20 に示すように、磁性流体シールが、大気中と青色に塗った領域を分割している。図 4-20 の青色に塗った領域は圧縮空気によって加圧され、この空間の圧力をひずみゲージ式圧力計(PGM-10KE; Kyowa Electronic Instruments Co., Ltd., Tokyo, Japan)を用いて測定した。回転軸はモータで 3000 rpm の回転数まで回転することができる。

本試験においては、磁性イオン液体と比較するため、アルキルナフタレンオイルを基油とする磁性流体の耐圧も測定した。このアルキルナフタレンオイルを基油とする磁性流体は、前節での比較で使用したものと同一のものである。比較に使用したアルキルナフタレンオイルを基油とする磁性流体の粘度は、27°C において 184 mPas であり、磁性イオン液体の粘度よりも高い。また、磁性粒子にはマンガン亜鉛フェライトが用いられているため、図 4-20 に示すように、磁化特性にも大きな差がある。このためシール耐圧の単純な比較はで

きないが、シールに充填された状態の磁性イオン液体の耐圧が著しく低いことがないことを確認するために比較を行うこととした。

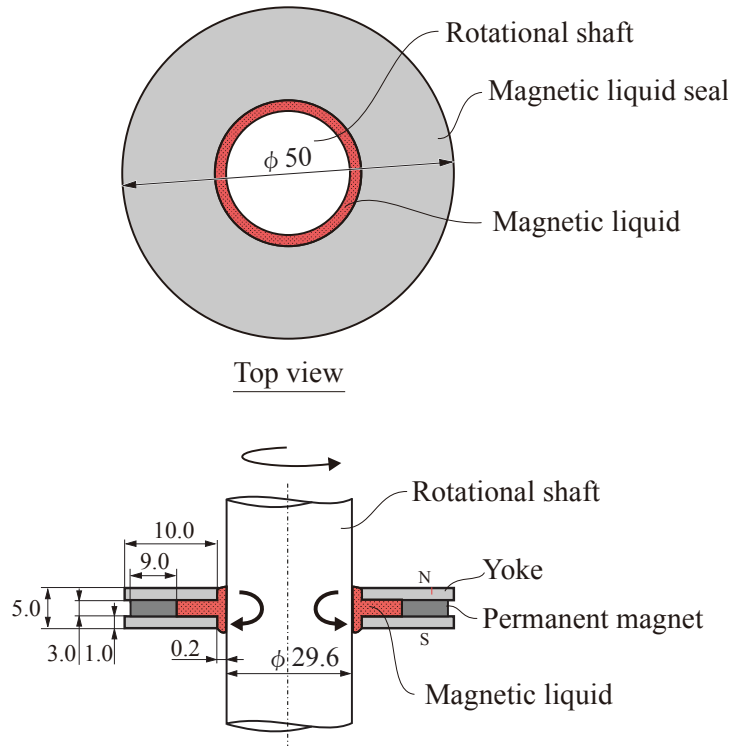


Fig. 4-18 Detailed design parameters of the magnetic liquid seal

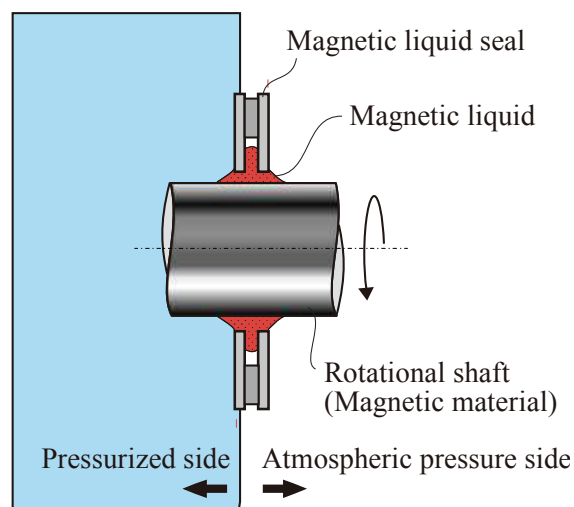


Fig. 4-19 Schematic image of the magnetic liquid seal

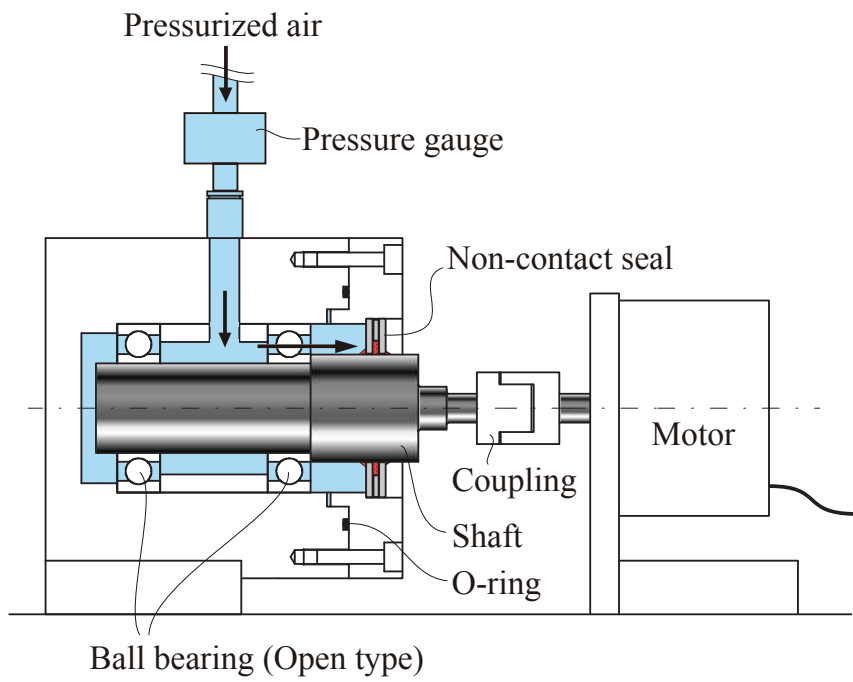


Fig. 4-20 Geometric configuration of the magnetic liquid seal

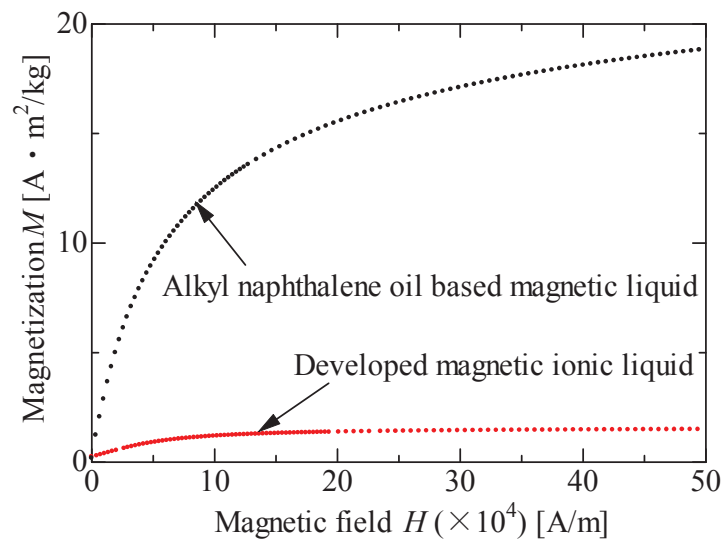


Fig. 4-21 Magnetization characteristics of the alkyl naphthalene oil based magnetic liquid and the proposed magnetic ionic liquid

4.4.2.2. 磁性イオン液体のシール耐圧

図 4-21 に回転数とシール耐圧の関係を示す。黒プロットがアルキルナフタレンオイルを基油とする磁性流体であり，赤プロットが磁性イオン液体を示している。耐圧の測定は，回転数 0 rpm, 500 rpm, 1000 rpm, 2000 rpm, 3000 rpm においておこなった。図 4-21 から，回転数 1000 rpm までは両サンプルの耐圧は約 17 kPa であることが確認できる。回転数 2000 rpm と 3000 rpm においては，アルキルナフタレンオイルベースの磁性流体の耐圧が高くなっており，磁性イオン液体は，回転数の上昇とともに遠心力の影響を受けて耐圧が下がっている。この理由には磁性イオン液体の磁性粒子には粒径の大きなものが含まれるため遠心力の影響を受けやすくなっていることが挙げられるが，これは磁性粒子の粒径がより小さいものを使用することで改善が可能である。

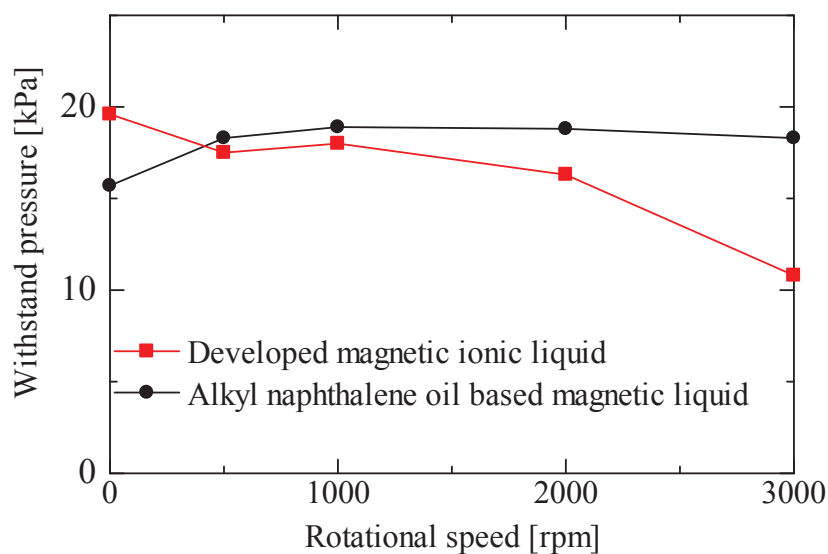


Fig. 4-21 Relationship between rotational speed and burst pressure

4.5. 結言

本章では、イオン液体を用いた非接触シールを提案し、イオン液体 Py6FSI を基油に用いた磁性流体を開発した。開発したイオン液体 Py6FSI を基油とする磁性流体を用いて回転に伴う真空度への影響とシール性能について調査し、提案した非接触シールの有用性を検討した結果、以下の結言を得た。

1. 磁性イオン液体は、磁界に対して強く反応し、分離を起こさずに超常磁性を示すことから、安定的に分散を維持していることを確認した。
1. 磁性イオン液体は、アルキルナフタレンオイルを基油とする真空用磁性流体と比較して、高真空に到達する時間に大きな遅れはないことを確認した。
2. 開発の磁性イオン液体は、非接触摺動条件において 10^{-6} Pa 台の高真空環境を安定的に維持し、アルキルナフタレンオイルを基油とする真空用磁性流体と比較して優れることを確認した。
3. 磁性イオン液体を用いた非接触シールとアルキルナフタレンオイルを基油とする真空用磁性流体を用いた非接触シールを比較し、回転数が 1000 rpm までは同等の耐圧性能を示すことを示した。

第 5 章

結論

5.1. 結論

本研究では、非接触回転機構をより真空度の高い環境下で利用できるようにすることと、機構の小型簡素化を実現するため、イオン液体を用いた非接触回転機構を新たに提案した。提案した非接触回転機構の有用性を示すため、特に低アウトガスが求められる回転 EB 描画装置用非接触回転機構として、イオン液体を用いた動圧型回転機構と磁性流体シールを設計試作した。これらの性能評価を踏まえ、有用性について考察を行った。

1. 第 2 章においては、イオン液体を潤滑液体に用いる流体潤滑軸受を提案し、差動排気シールを用いない小型で簡素な動圧型回転機構の設計と試作を行った。試作した動圧型回転機構は、 10^{-6} Pa 台の超高真空環境下で、真空圧力を安定的に維持した状態で回転できることを確認し、回転 EB 描画への影響が懸念されるようなアウトガスを発生しないことを確認した。また、試作した動圧型回転機構の回転精度は、次世代、次々世代の光学メディアの加工装置に要求される精度を十分に満たすものであることを実証した。
2. 第 3 章においては、試作した動圧型回転機構を組み込んだ回転 EB 描画装置を製作し、描画性能の評価を行った。試作した動圧型回転機構を用いることで、回転 EB 描画装置を既存の研究の装置と比較して大幅に小型簡素化できることを示した。また、製作した回転 EB 描画装置は、到達真空度が高いため、低加速電圧を用いても既存の回転 EB 描画装置と同レベルの微細加工が可能であり、約 40 nm 線幅の溝加工を行えることを実証した。
3. 第 4 章においては、イオン液体を用いた非接触シールを提案し、イオン液体 Py6 FSI を基油に用いた磁性イオン液体を開発した。開発した磁性イオン液体は、安定的に 10^{-6} Pa 台の超高真空環境を維持し、オイルベースの真空用磁性流体と比較して優れること

を確認した。また、磁性イオン液体を用いた非接触シールとオイルベースの真空用磁性流体を比較し、同等の耐圧性能を示すことを明らかにした。

以上より、イオン液体を潤滑液体に使用した真空用非接触回転機構は、回転 EB 描画装置に代表される高真空環境を必要とする精密加工装置への展開において、高い優位性と有用性を持つものと結論付けた。

5.2. 今後の展望

本研究では、イオン液体を潤滑液体に使用した真空用非接触回転機構を提案し、その有用性を示した。提案の方法は、より高精度な回転 EB 描画装置にも適応できるものと考えられる。本研究では、イオン液体が流体潤滑軸受の潤滑液体として、低アウトガス性に優れることを確認したが、この特徴はキャビテーションの起こしにくさもでもある。キャビテーションは軸受の運動精度に影響することから、提案の方法は、光学メディア原盤製造装置の回転機構に限らず、精密な圧力制御の必要とされる静圧軸受へも応用できると考えられる。

次世代以降の光学メディアでは、ホログラフィックメモリと呼ばれる、溝の深さ方向にも情報を記録する方法の利用が検討されている[103-106]。ホログラフィックメモリの加工においても EB の利用が検討されているが[107], [108], この場合には深さ諧調を作製するために、これまでよりも EB の照射量を多くする必要がある。したがって、ホログラフィックメモリを回転 EB 描画によって製作する場合においては、低速回転による加工が適している。しかしながら、動圧型回転機構は、数 rpm から数十 rpm の低速回転には不向きであるため、この回転域においては、静圧型回転機構が適している。高真空用の静圧型回転機構の潤滑液体にイオン液体を用いた場合においては、差動排気シールを用いずに、真空用の気体軸受よりも小型で簡素なものにできると考えられる。図 5-1 に、イオン液体を用いた静圧型の回転 EB 描画装置の構成例を示す。図 5-1 に示すように、静圧軸受は、軸受外部から加圧流体の供給を受ける必要があるが、真空環境においては、ポンプ室を減圧することで流体を移動させるピストンポンプやダイヤフラムポンプなどの使用は適さない。このため、粘性を利用して液体を移動させるポンプが必要となる。粘性を利用するポンプの模式図を図 5-2 に示す。このポンプはスパイラル溝を有し、ポンプ室の密閉が可能となるようにキャンド型となっている。ポンプ室が真空チャンバに接続され負圧が利用できないため、イオン液体は重力によってポンプ室に回収されるようポンプを縦向きとすることが適している

と考えられる。本研究では、図 5-1 に示す静圧型回転機構の試作を行っている。試作した装置にはスパイラル溝を有するイオン液体循環用の粘性ポンプを製作し、組み込んだ。参考として、製作した粘性ポンプの模式図を図 5-2 に示し、そのスパイラル溝構造と寸法を図 5-3 と表 5-1 にそれぞれ示す。このポンプを用いて図 5-1 の静圧型回転機構を構成した試験装置を図 5-4 に示す。この装置には、第 2 章と同様に、静圧型回転機構および粘性ポンプの動作に伴って発生するアウトガスを測定するために Q-mass と真空計が真空チャンバに接続されている。Q-mass と真空計は第 2 章で用いたものと同様であり、約 0.9 L の真空チャンバは排気量 510 L/s のターボ分子ポンプと排気量 50 L/min のロータリーポンプで排気される。真空チャンバ中には静圧型回転機構が設置されており、この潤滑液には第 2 章と第 3 章の動圧型回転機構に用いたものと同様のイオン液体が用いられている。参考として、試作した静圧型回転機構の構造を図 5-5 に示し、その軸受構造と寸法をそれぞれ図 5-6 と表 5-2 に示す。試作した静圧型回転機構には、第 4 章に述べた磁性イオン液体シールを、潤滑用イオン液体の流出防止を目的として用いている。

図 5-7 に、この装置の排気過程における真空度の推移を示す。真空圧力は、20 h の排気で 1.18×10^{-4} Pa となっている。図 5-8 に、粘性ポンプおよび静圧型回転機構の動作中の真空圧力とイオン液体の供給圧力の推移を示す。図 5-8 下側のグラフからは、4 s の時点において粘性ポンプが回転を開始し、7.5 s の時点で静圧型回転機構が回転を開始する様子が、真空圧力の変動から見て取れる。静圧型回転機構が回転している際の真空圧力は 4.11×10^{-4} Pa であった。図 5-8 上側のグラフはイオン液体の供給圧力を示しており、 4.11×10^{-4} Pa の真空環境において約 0.03 MPa でイオン液体を静圧軸受へ供給していることがわかる。さらに図 5-8 においては、27 s の時点で静圧型回転機構が停止し、34 s の時点で粘性ポンプが停止すると、真空圧力は装置の動作前のレベルに回復する様子が見られる。図 5-9 にアウトガス分圧の推移を示す。図 5-9 上側は空気由来の成分を示しており、下側はイオン液体由来の成分を示している。図 5-9 からは、装置の駆動に伴って発生するアウトガスの成分には、高い

割合で空気が含まれている様子がわかる。また、第 2 章の動圧軸受と比較すると、多くのイオン液体が分解している様子も見られる。これは使用するイオン液体の体積が増えたことと、粘性ポンプの回転軸を支持する転がり軸受の影響と考えられるが、高密度な回転 EB 描画を行うためにはこれをさらに削減する必要がある。

今後は、この機構の駆動に伴って発生するアウトガスを削減する方法や、アウトガスの発生源を詳細に調査する必要がある。

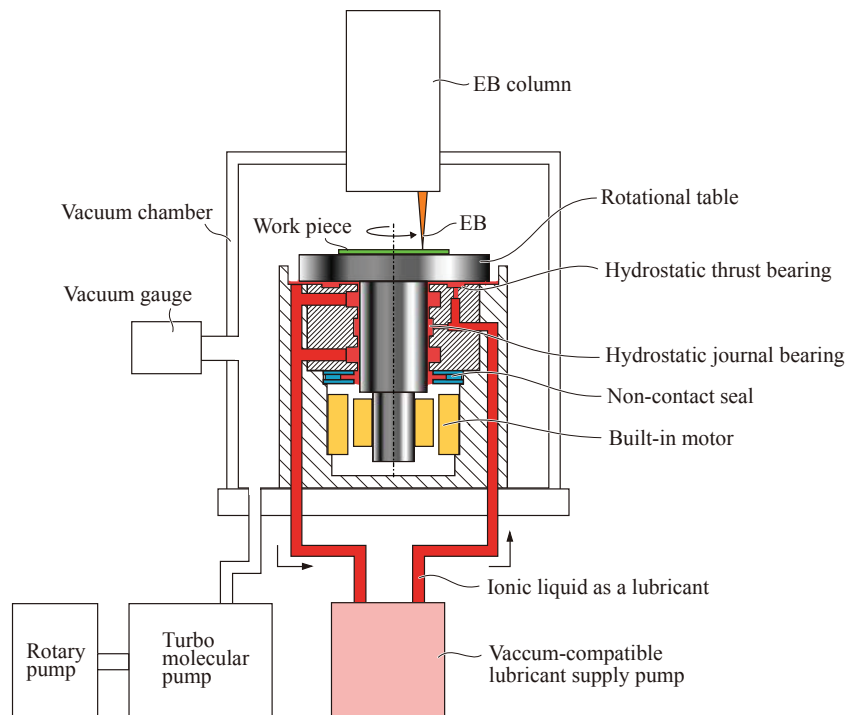


Fig. 5-1 Rotational EB machining system
using ionic liquid lubricated hydrostatic spindle

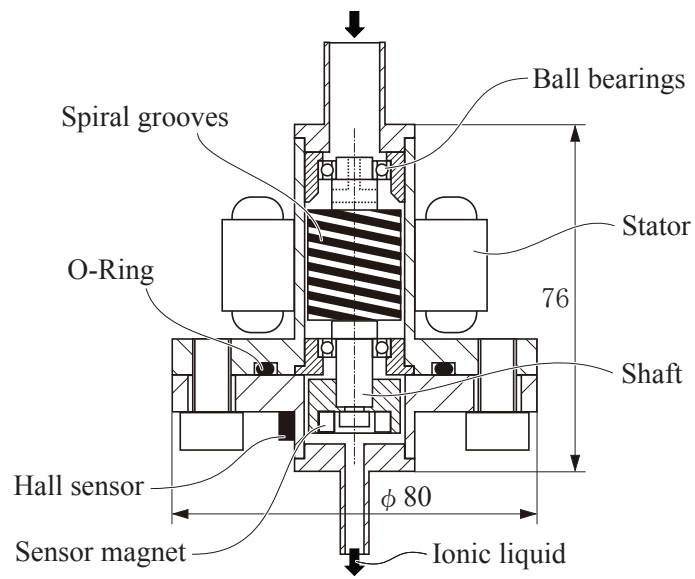
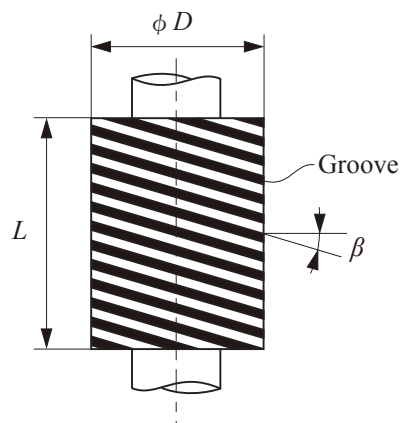
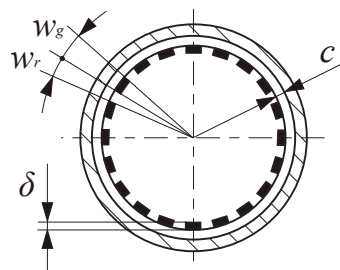


Fig. 5-2 Viscose pump for lubricant in high-vacuum chamber



(a) Spiral groove



(b) Cross section of pump housing and spiral groove

Fig. 5-3 Geometrical configuration and design parameters of the spiral grooves

Table 5-1 Principal design parameters of the spiral groove

Length of pumping sleeve: L [mm]	24.5
Diameter of pumping sleeve: D [mm]	22.94
Angle of groove: β [°]	25
Clearance: c [μm]	30
Groove depth: δ [μm]	220
Number of grooves: n	20
Groove-ridge ratio: α ($=w_g/(w_g+w_r)$)	0.5

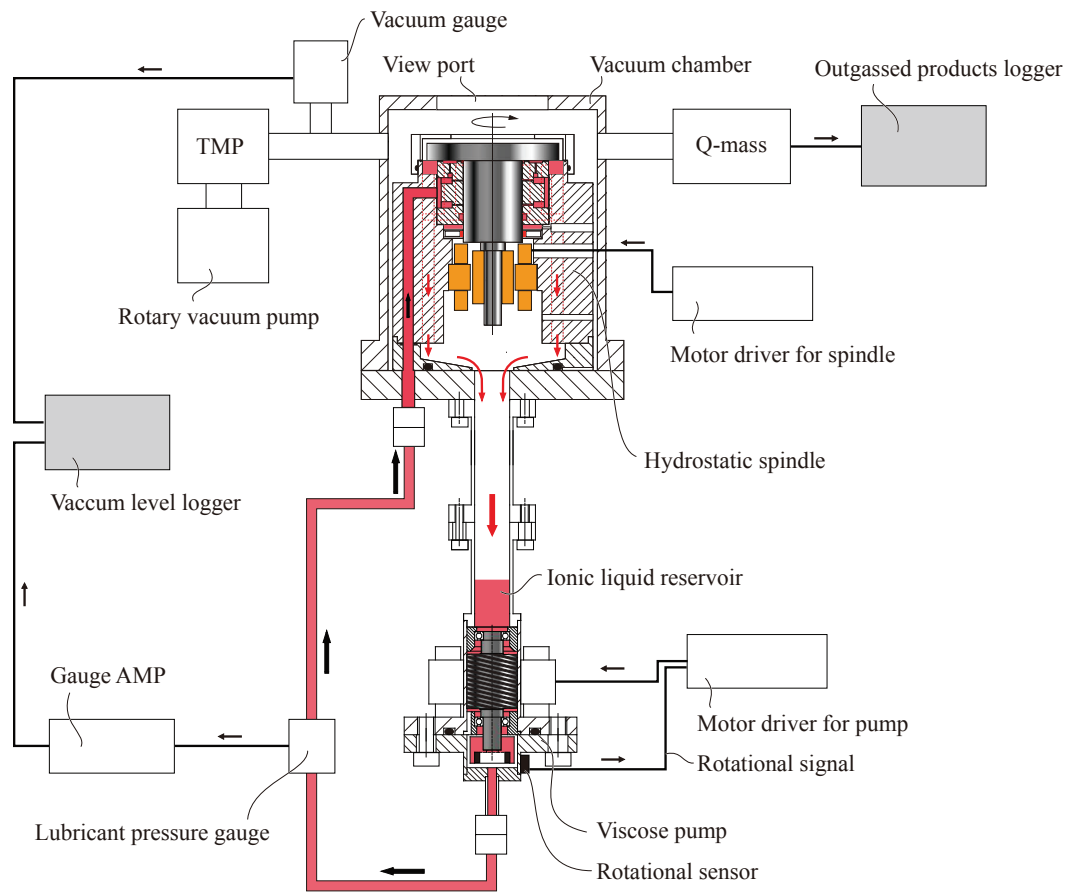


Fig. 5-4 Geometric configuration of principal experimental apparatus

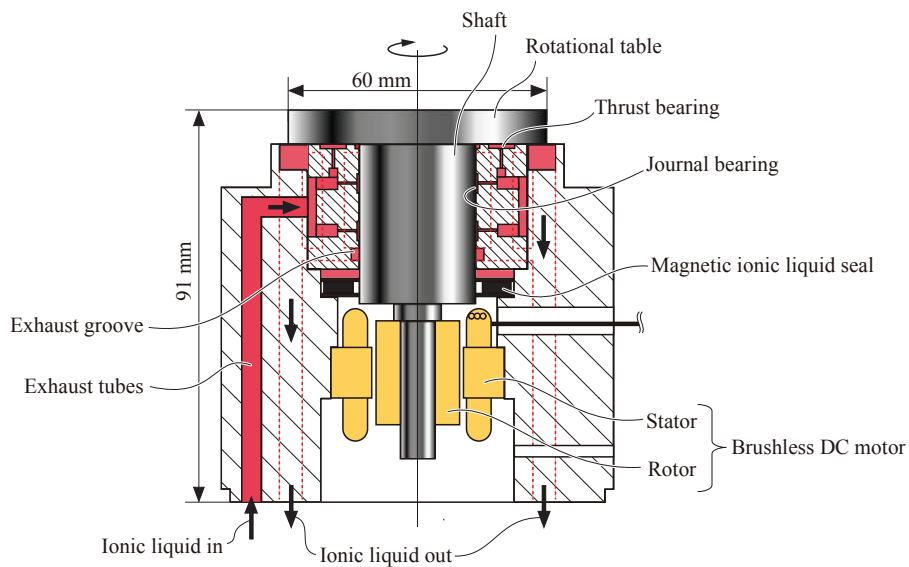


Fig. 5-5 Structure of developed hydrostatic spindle using an ionic liquid as a lubricant

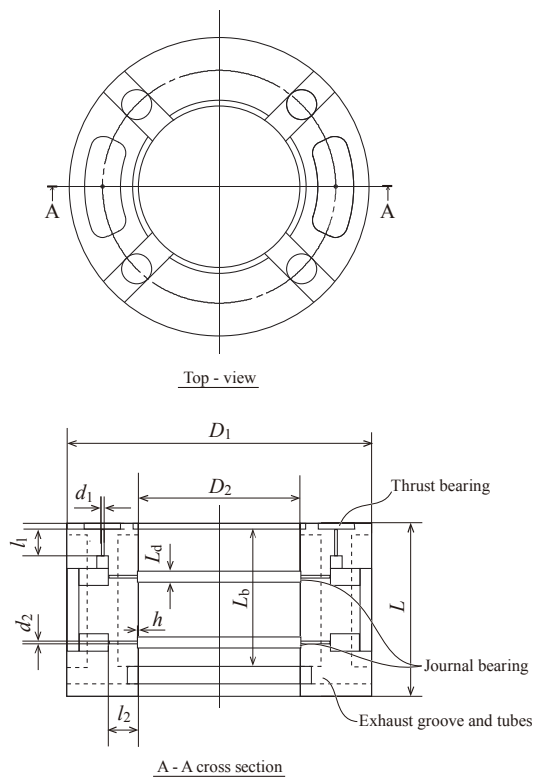


Fig. 5-6 Geometrical configurations of hydrostatic bearing with a noncontact seal

Table 5-2 Principal dimensions of the hydrostatic spindle

Names of parts	Symbols in Fig. 6	Dimensions
Bearing outside diameter	D_1	50 mm
Bearing inside diameter	D_2	27 mm
Bearing clearance	c	21 μm
Bearing length	L	29 mm
Bearing width	L_b	23 mm
Thrust capillary diameter	d_1	0.5 mm
Thrust capillary length	l_1	4.5 mm
Number of capillary of thrust	n_1	2
Journal capillary diameter	d_2	0.5 mm
Journal capillary length	l_2	5 mm
Number of capillary of journal	n_2	8
Width of bearing ditch	L_d	2 mm
Bearing ditch	h	20 μm

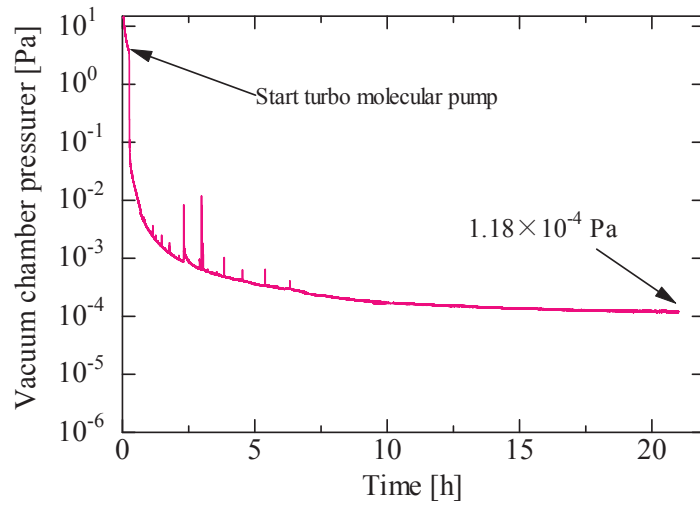


Fig. 5-7 Variations of vacuum chamber pressure at evacuate process

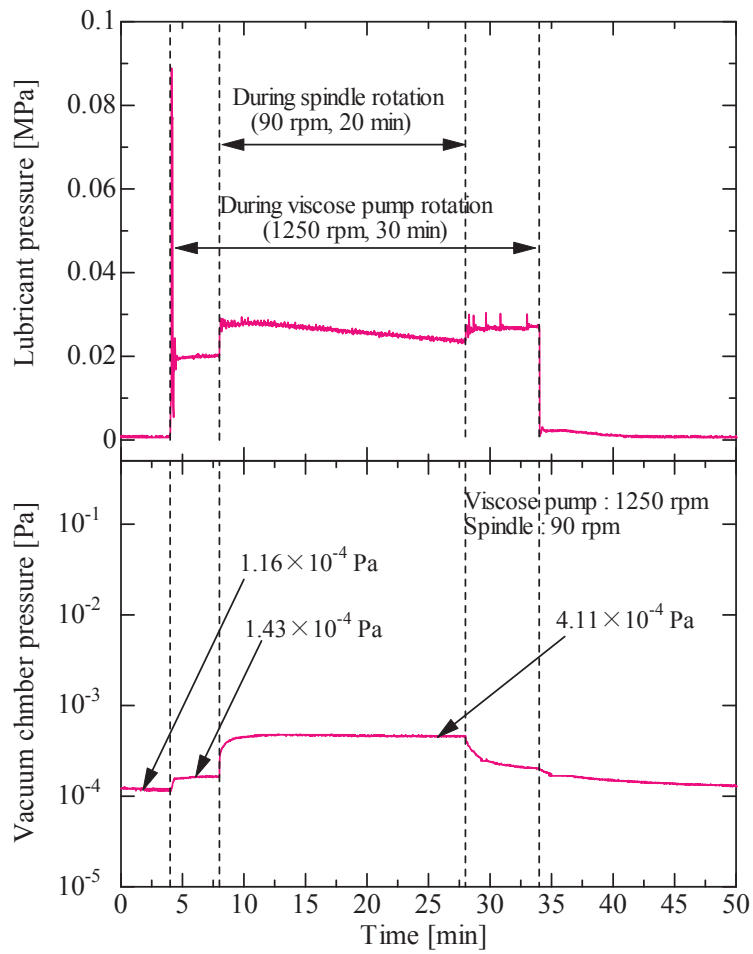


Fig. 5-8 Variations of lubricant pressure and vacuum chamber pressure during rotation

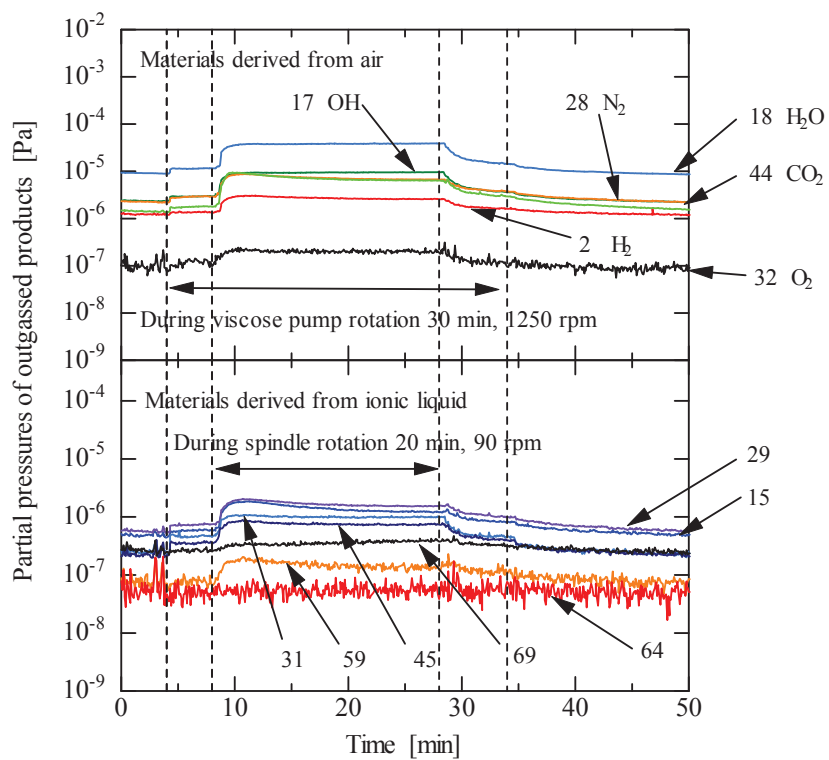


Fig. 5-9 Partial pressures of outgassed products

参考文献

第 1 章

- [1] 徳丸春樹, 横川文彦, 入江満, 図解 DVD 読本, オーム社, 2004.
- [2] Watabe K., 次世代光ディスク技術, 東芝レビュー, 2011, 66–8, 47–50.
- [3] 勝浦寛治, DVD 技術の基本と仕組み, 秀和システム, 2005.
- [4] Shinoda M., Saito K., Ishimoto T., Kondo T., Nakaoki A., Ide N., Furuki M., Takeda M., Akiyama Y., Shimouma T., Yamamoto M., High-density near-field optical disc recording, *Japanese Journal of Applied Physics*, 2005, 44–5B, 3537–3541.
- [5] A. Nakaoki, O. Kawakubo, T. Ohkubo, T. Watanabe, T. Yamagami, 109 Gbit/in² recording on a near-field optical disc using the PR (12221)/17PP code and LDPC decoding, *Japanese Journal of Applied Physics*, March 2009.
- [6] Tokumaru H., 次世代光メモリー技術の動向, 光学, 2011, 40–11, 560–567.
- [7] Kim J., Hwang I., Kim H., Park I., Tominaga J., Signal characteristics of super-resolution near-field structure disks with 100 GB capacity, *Japanese Journal of Applied Physics*, 2005, 44–5B, 3609–3611.
- [8] Esashi M., MEMS パッケージングの設計製造, 精密工学会誌, 2004, 70–9, 1137–1141.
- [9] Yabuuchi Y., Inazato S., Kouzaki T., 低加速電圧走査電子顕微鏡による電子材料の評価技術, *Journal of Vacuum Soc. Jpn.*, 2005, 48–2, 72–76.
- [10] Yamada K., Mori T., Kasa H., Nishi J., ガラスインプリント法による微細構造形成技術, 精密工学会誌, 2008, 74–8, 785–788.
- [11] Hoga M., 電子線リソグラフィによる超精密微細加工技術とその応用分野, 2012 年度精密工学会春季大会学術講演会講演論文集, 805–806.
- [12] Broers A. N., Molzen W. W., Cuomo J. J., Wittels, N. D., Electron-beam fabrication of 80-Å metal structures, *Applied Physics Letters*, 1976, 29–9, 596–598.

- [13] Tanenbaum D. M., Lo C. W., Isaacson M., Craighead H. G., Rooks M. J., Lee K. Y., Huang W. S., Chang T. H. P., High resolution electron beam lithography using ZEP-520 and KRS resists at low voltage, *Journal of Vacuum Science & Technology*, 1996, B-14-6, 3829-3833.
- [14] Carr D. W., Craighead H. G., Fabrication of nanoelectromechanical systems in single crystal silicon using silicon on insulator substrates and electron beam lithography, *Journal of Vacuum Science & Technology*, 1997, B-15-6, 2760-2763.
- [15] Vieu C., F. Carcenac, Pepin A., Chen Y., Mejias M., Lebib A., Manin-Ferlazzo L., Couraud L., Launois H., Electron beam lithography: resolution limits and applications, *Applied Surface Science*, 2000, 164, 111-117.
- [16] Taniguchi J., Tokano Y., Miyamoto I., Komuro M., Hiroshima H., Diamond nanoimprint lithography, *Nanotechnology*, 2002, 13, 592-596.
- [17] Hirayama T., Shiono D., Matsumaru S., Ogata T., Hada H., Onodera J., Arai T., Sakamizu T., Yamaguchi A., Shiraish H., Fukuda H., Ueda M., Depth profile and line-edge roughness of low-molecular-weight amorphous electron beam resists, *Japanese Journal of Applied Physics*, 2005, 44-7B, 5484-5488.
- [18] Chen W., Ahmed H., Fabrication of 5-7 nm wide etched lines in silicon using 100 keV electron-beam lithography and polymethylmethacrylate resist, *Applied Physics Letters*, 1993, 62-13, 1499-1501.
- [19] Fischer P. B., Chou S. Y., 10 nm electron beam lithography and sub-50 nm overlay using a modified scanning electron microscope, *Applied Physics Letters*, 1993, 62-23, 2989-2991.
- [20] Krauss P. R., Chou S. Y., Nano-compact disks with 400 Gbit/in² storage density fabricated using nanoimprint lithography and read with proximal probe, *Applied Physics Letters*, 1997, 71-21, 3174-3176.
- [21] Liu K., Avouris Ph., Bucchignano J., Martel R., Sun S., Michl J., Simple fabrication scheme for sub-10 nm electrode gaps using electron-beam lithography, *Applied Physics Letters*, 2002, 80-5, 865-867.
- [22] Word M. J., Adesida I., Nanometer-period gratings in hydrogen silsesquioxane fabricated by electron beam lithography, *Vacuum Science & Technology*, 2003, B-21-6, L12-L15.

- [23] Baek I. B., Yang J. H., Cho W. J., Ahn C. G., Im K., Lee S., Electron beam lithography patterning of sub- 10 nm line using hydrogen silsesquioxane for nanoscale device applications, *Vacuum Science & Technology*, 2003, B-23-6, 3120-3123.
- [24] Grigorescu A. E., Hagen C. W., Resists for sub-20-nm electron beam lithography with a focus on HSQ: state of the art, *Nanotechnology*, 2009, 20, 1-31.
- [25] Kojima Y., Kitahara H., Kasono O., Katsumura M., Wada Y., High density mastering using electron beam, *Japanese Journal of Applied Physics*, 1998, April, 37, 2137-2143.
- [26] Spinney P S, Howitt D G, Smith R L, Collins S D, Nanopore formation by low-energy focused electron beam machining, *Nanotechnology*, 2010, 21-375301, 1-7.
- [27] Yoshimoto S., Anno Y., Kawashima S., 浮動円盤を用いた可変絞り形静圧スラスト軸受, 日本機械学会論文集 C 編, 1989, 55-512, 1084-1090.
- [28] Watanabe I., Aoyama H., Shimokohbe A., 能動空気軸受: 浮上方向の位置と振動の超精密制御, 精密工学会, 1988, 54-2, 329-334.
- [29] Noguchi S., Tsukada T., Sakamoto A., 超精密静圧エアスピンドルのラジアル方向回転精度の評価法, 精密工学会誌, 1992, 58-6, 1053-1058.
- [30] Miyake S., クリーン環境用軸受, 精密工学会誌, 1991, 57-4, 599-604.
- [31] Jang J., Kagawa T., Fujita T., Ohsumi Y., 静圧軸受機構を利用した高速・精密位置決め用エアサーボテーブルの開発, 日本フルードパワーシステム学会誌, 1997, 28-4, 451-457.
- [32] Otsuka J., Hayama S., Ohashi Y., 精密・超精密位置決め の現状と将来予想, 精密工学会誌, 2001, 67-2, 173-178.
- [33] Ono K., 高回転精度の必要性と現状, 精密工学会誌, 2001, 67-7, 1051-1054.
- [34] Takeda M., Furuki M., Ishimoto T., Kondo K., Yamamoto M., Kubota S., Deep UV mastering with a write compensation technique realizing over 20 GB/layer capacity disc, *Japanese Journal of Applied Physics*, 2000, 39, 1-2B, 797-799.
- [35] Pollock J. D., Linear Gas Bearing With integral vacuum seal for use in serial process ion implantation equipment, 1988, *US Patent* No. US 4,726,689.

- [36] Yokomatsu T., Furukawa M., Static pressure bearing, 1988, *US Patent* No. US 4,749,283.
- [37] Schenk C., Buschmann S., Risse S., Eberhardt R., Tünnermann A., Comparison between flat aerostatic gas-bearing pads with orifice and porous feedings at high-vacuum conditions, *Journal of Precision Engineering*, 2008, 32, 319–328.
- [38] Ryding G., Smick H. T., Farley M., Sakase T., Vacuum bearing structure and a method of supporting a movable member, 2003, *US Patent* No. US 6,515,288 B1.
- [39] Bisschops T. H. J., Soemers H. M. J. R., Vijfvinkel J., Driessen J. C., Renkens M. M. J., Bouwer A. G., Movable support in a vacuum chamber and its application in lithographic projection apparatus, 2002, *US Patent* No. US 6,421,112 B1.
- [40] Bisschops T. H. J., Vijfvinkel J., Soemers H. M. J. R., Driessen J. C., Renkens M. M. J., Bouwer A. G., Gas bearing for use with vacuum chambers and their application in lithographic projection apparatuses, 2003, *US Patent* No. US 6,603,130 B1.
- [41] Devitt J. A., Moving vacuum chamber stage with air bearing and differentially pumped grooves, 2008, *US Patent* No. US 7,394,076 B1.
- [42] Heidler N., Schenk C., Harnisch G., Risse S., Schubert G., Eberhardt R., Tunnermann A., Contact-free exhaust system for vacuum compatible gas bearing guides, *Journal of Precision Engineering*, 2012, 36–1, 37–43.
- [43] Khim G., Park C-H., Lee H., Kim S-W., Analysis of additional leakage resulting from the feeding motion of a vacuum-compatible air bearing stage, *Vacuum*, 2006, 81, 4, 466–474.
- [44] Booth R., Air bearing vacuum seal assembly, 1978, *US Patent* No. 4,118,042.
- [45] Yoshimoto S., Yoshida Y., Yagi K., The seal system in aerostatic journal bearings for high vacuum chambers, *Journal of Tribology*, 2004, 126, 310–315.
- [46] Khim G., Park C-H., A rotary stage in a vacuum using an air bearing, *Vacuum*, 2014, 105, 39–45.
- [47] Ogata S., Tada M., Yoneda M., Electron-beam writing system and its application to large and high-density diffractive optic elements, *Applied Optics*, 1994, April, 33, No. 10, 2032–2038.

- [48] Wada Y., Katsumura M., Kojima Y., Kitahara H., Iida T., High-density recording using an electron beam recorder, *Japanese Journal of Applied Physics*, 2001, 40, Part 1, No. 3B, 1653–1660.
- [49] Wada Y., Tanaka H., Kitahara H., Ozawa Y., Kokari M., Nishida T., Suzuki T., Yamaoka M., Sugita S., Improvement of electron beam recorder for mastering of future storage media, *Japanese Journal of Applied Physics*, 2008, 47, No. 7, 6007–6012.
- [50] Kitahara H., Uno Y., Suzuki H., Kobayashi T., Tanaka H., Kojima Y., Kobayashi M., Katsumura M., Wada Y., Iida T., Electron beam recorder for patterned media mastering, *Japanese Journal of Applied Physics*, 2010, 49, 06GE02.
- [51] Furuki M., Takeda M., Yamamoto M., Aki Y., Kawase H., Koizumi M., Takashima S., Miyokawa T., Date N., Electron beam recording with a novel differential pumping head realizing more than 50 GB/Layer capacity disc, *Japanese Journal of Applied Physics*, 2003, 42, Part 1, No. 2B, 759–763.
- [52] Takeda M., Furuki M., Yamamoto M., Shinoda M., Saito K., Aki Y., Kawase H., Koizumi M., Miyokawa T., Progress in electron beam mastering of 100 Gbit/inch² density disc, *Japanese Journal of Applied Physics*, 2004, 43, No. 7B, 5044–5046.
- [53] 特殊環境用潤滑グリースの選定と応用, *Engineering Journal*, 1994, 145, 58–66.
- [54] Jones Jr. W. R., Poslowski A. K., Shogrin B. A., Herrera-Fierro P., Jansen M. J., Evaluation of several space lubricants using a vacuum four-ball tribometer, *Tribology Transactions*, 1999, 2, 317–323.
- [55] Yuan C. C., Bogy D.B., Cheng T., Singh B. C. Effect of the additive X-1P on the tribological performance and migration behavior of PFPE lubricant at the head-disk interface, *Transactions on Magnetics*, 2000, 36–5, 2708–2710.
- [56] Dube M. J., Bollea D., Jones Jr. W. R., Marchetti M., Jansen M. J., A new synthetic hydrocarbon liquid lubricant for space applications, *Tribology Letters*, 2003, 15–1, 3–8.
- [57] Suzuki M., 真空中における潤滑技術の現状と課題, *Vacuum Society of Japan*, 2008, 51–7, 472–475.
- [58] Reich R.A. Stewart P.A., Bohaychick J., Urbanski J.A., Base oil properties of ionic liquids, *Lubrication Engineering*, 2003, 59–7, 16–22.

- [59] Minami I., Mori S., イオン液体のトライボロジー特性と添加剤による改善, *Journal of the Vacuum Society of Japan*, 2008, 51–7, 476–480.
- [60] Sato T., Masuda G., Takagi K., Electrochemical properties of novel ionic liquids for electric double layer capacitor applications, *Electrochimica Acta*, 2004, 49–21, 3603–3611.
- [61] Zhu Q., Song Y., Zhu X., Wang X., Ionic liquid-based electrolytes for capacitor applications, *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 2007, 601, 1–2, 229–236.
- [62] Francis K. A., Liew C, W, Ramesh S., Ramesh K., Ramesh S., Ionic liquid enhanced magnesium-based polymer electrolytes for electrical double-layer capacitors, *International journal of Ionics*, 2016, 22–6, 919–925.
- [63] Anderson J., Armstrong D. W., Wei G. T., Ionic liquids in analytical chemistry, *Analytical Chemistry*, 2006, 2893–2902.
- [64] Kuwabata S., Kongkanand A., Oyamatsu D., Torimoto T., Observation of ionic liquid by scanning electron microscope, *Chemistry Letters*, 2006, 35–6, 600–601.
- [65] Shima F., Kawakami K., Akagi T., Mochizuki E., Tsuda T., Kuwabata S., Akashi M., Simple observation of the interaction between nanoparticles and cells by scanning electron microscopy employing ionic liquid, *The Chemical Society of Japan*, 2013, 86–1, 153–158.
- [66] Smith E. F., Rutten F. J. M., Villar-Garcia I. J., Briggs D., Licence P., Ionic liquids in vacuo: analysis of liquid surfaces using ultra-high-vacuum techniques, *Langmuir*, 2006, 22, 9386–9392.
- [67] Liu W, Ye C., Gong Q., Wang H., Wang P. Tribological performance of room-temperature ionic liquids as lubricant. *Tribology Letters* 2002; 13–2: 81–85.
- [68] Mua Z., Zhou F., Zhang S., Liang Y., Liu W., Effect of the functional groups in ionic liquid molecules on the friction and wear behavior of aluminum alloy in lubricated aluminum-on-steel contact, *Tribology International*, 2005, 38, 725–731.
- [69] Jimenez A. E., Bermudez M. D., Carrion F. J., Martinez-Nicolas G., Room temperature ionic liquids as lubricant additives in steel–aluminium contacts: Influence of sliding velocity, normal load and temperature, *Wear*, 2006, 261, 347–359.

[70] Liu X., Zhou F., Liang Y., Liu W., Benzotriazole as the additive for ionic liquid lubricant: one pathway towards actual application of ionic liquids, *Tribology Letters*, 2006, 23–3, 191–196.

[71] Suzuki A., Shinka Y., Masuko M., Tribological characteristics of imidazolium-based room temperature ionic liquids under high vacuum. *Tribology Letters*, 2007, 27, 307–313.

[72] Zhou F., Liang Y., Liu W., Ionic liquid lubricants: designed chemistry for engineering applications, *The Royal Society of Chemistry*, 2009, 38, 2590–2599.

[73] Kondo Y., Koyama T., Tuboi R., Nakano M., Miyake K., Sasaki S., Tribological performance of halogen-free ionic liquids as lubricants of hard coatings and ceramics, *Tribology Letters*, 2013, 51, 243–249.

[74] Zhang S., Hu L., Qiao D., Feng D., Wang H., Vacuum tribological performance of phosphonium-based ionic liquids as lubricants and lubricant additives of multialkylated cyclopentanes. *Tribology International*, 2013, 66, 289–295.

[75] Kobayashi K., Suzuki A., Fujinami Y., Nogi T., Obara S., Masuko M., Lubrication performance of ionic liquid as lubricant for space mechanisms under high vacuum and low temperature. *Tribology Online*, 2015, 10, 138–146.

[76] Street Jr. K. W., Morales W., Koch V.R., Valco D.J., Richard A.R.M., Hanks N., Evaluation of vapor pressure and ultra-high vacuum tribological properties of ionic liquids, *Tribology Transaction*, 2011, 54, 911–919.

[77] Morales W., Street, K.W. Jr., Richard, R.M., Valco, D.J., Tribological testing and thermal analysis of an alkyl sulfate series of ionic liquids for use as aerospace lubricants, *Tribology Transaction*, 2012, 55, 815–821.

[78] Watanabe S., Nakano M., Miyake K., Tsuboi R., Sasaki S., 分光学的手法を用いたイオン液体による腐食摩耗および潤滑メカニズム解明に関する研究, *表面化学*, 2014, 35–8, 443–448.

第2章

[79] Yagi T., Sasaki S., Mano H., Miyake K., Nakano M., Ishida T., Lubricity and chemical reactivity of ionic liquid used for sliding metals under high-vacuum conditions, *Engineering Tribology*, 2009, 223, 1083–1090.

- [80] Vohr J. H., Chow C. Y., Characteristics of herringbone grooved gas lubricated journal bearings, *Trans. ASME, Journal of Basic Engineering*, 1965, 87–3, 568–576.
- [81] Minami I., Ionic liquids in tribology, *Molecules*, 2009, 14, 2286–2305.
- [82] María-Dolores Bermúdez, Ana-Eva Jiménez, José Sanes, Francisco-José Carrión, Ionic liquids as advanced lubricant fluids, *Molecules*, 2009, 14, 2288–2908.
- [83] Ana Eva Jimé'nez, Mari'a-Dolores Bermu'dez, Ionic liquids as lubricants of titanium–steel contact, *Tribology Letters*, 2009, 33, 111–126.
- [84] Qu J., Truhan J. J., Dai S., Luo H., Blau P. J., Ionic liquids with ammonium cations as lubricants or additives, *Tribology Letters*, 2006, 22–3, 207–214.
- [85] Qu J., Blau P. J., Dai S., Luo H., Mayer H. M., Truhan J. J., Tribological characteristics of aluminum alloys sliding against steel lubricated by ammonium and imidazolium ionic liquids, *Wear*, 2009, 267, 1226–1231.
- [86] Matsumoto H., Yanagida M., Tanimoto K., Nomura M., Kitagawa Y., Highly conductive room temperature molten salts based on small trimethylalkylammonium cations and bis(trifluoromethylsulfonyl)imide, *Chemistry Letters*, 2000, 922–923.
- [87] Seki S., Kobayashi Y., Miyashiro H., Ohno Y., Mita Y., Usami A., Terada N., Watanabe M., Reversibility of lithium secondary batteries using a room-temperature ionic liquid mixture and lithium metal, *Electrochemical and Solid-State Letters*, 2005, 8–11, A577–A578.
- [88] Zheng H., Jiang K., Abe T., Ogumi Z., Electrochemical intercalation of lithium into a natural graphite anode in quaternary ammonium-based ionic liquid electrolytes, *Carbon*, 2006, 44–2, 203–210.
- [89] Kobayashi Y., Mita Y., Seki S., Ohno Y., Miyashiro H., Terada N., Comparative study of lithium secondary batteries using nonvolatile safety electrolytes, *Electrochemical Society*, 2007, 154–7, A677–A681.
- [90] Seki S., Ohno Y., Miyashiro H., Kobayashi Y., Usami A., Mita Y., Terada N., Hayamizu K., Tsuzuki S., Watanabe M., Quaternary ammonium room-temperature ionic liquid/lithium salt binary electrolytes: Electrochemical study, *Electrochemical Society*, 2008, 155–6, A421–A427.

第3章

[91] Okabe T., Utsumi K., Somaya K., Miyatake M., Yoshimoto S., Taniguchi J. Sasaki S., Development of a vacuum-compatible hydrodynamic spindle using an ionic liquid as a lubricant, *Journal of Precision Engineering*, 2015, 40, 124–130.

第4章

[92] Okabe T., Utsumi K., Ogino K., Shinonaga Y., Miyatake M., Yoshimoto S., Taniguchi J., Sasaki S., Electron beam mastering system using a vacuum-compatible hydrodynamic spindle, *Journal of Microelectronic Engineering*, 2015, 142, 64–69.

[93] Rosensweig R. E., Magnetic fluid seals, 1971, *US patent* No. 3,620,584.

[94] Rosensweig R. E., Magnetic fluids. *Annual Review of Fluid Mechanics*, 1987, 19, 437–461.

[95] Kanno T., Kouda Y., Takeishi Y., Minagawa T., Yamamoto Y. Preparation of magnetic fluid having active-gas resistance and ultra-low vapor pressure for magnetic fluid vacuum seals. *Tribology International*, 1997, 30–9, 701–705.

[96] Hayashi S., Hamaguchi H. Discovery of a magnetic ionic liquid [bmim] FeCl, *Chemistry Letters*, 2004, 33–12, 1590–1591.

[97] Hayashi S., Saha S., Hamaguchi H. A new class of magnetic fluids: bmim [FeCl₄] and nbmim [FeCl₄] ionic liquids, *IEEE Transactions on Magnetics*, 2006, 42–1, 12–14.

[98] Oliveira F. C. C., Rossi L. M., Jardim R. F., Rubim J. C., Magnetic fluids based on γ -Fe₂O₃ and CoFe₂O₄ nanoparticles dispersed in ionic liquids, *Phys. Chem.*, 2009, C, 113, 8566–8572

[99] Laura Rodríguez-Arco, Modesto T. López-López, Fernando González-Caballero, Juan D.G. Durán, Steric repulsion as a way to achieve the required stability for the preparation of ionic liquid-based ferrofluids, *Journal of Colloid and Interface Science*, 2011, 357, 252–254.

[100] Narita A., Miyake J., Naka K., Chujyo Y., ナノ粒子分散媒体としてのイオン液体, 2007.

[101] Medeiros A. M. M. S., Parize L. A., Oliveira M. V., Neto B. A. D., Bakuzis A. F., Sousa M. H., Rossi M. L., Rubim C. J., Magnetic ionic liquids produced by the dispersion of magnetic nanoparticles in 1-n-butyl-3-methylimidazolium bis(trifluoromethanesulfonyl)imide (BMI.NTf₂), *Applied Materials & Interfaces*, 2012, 4, 5458–5465.

[102] Yoshimoto S., Kondo Y., Okabe T., Moritaka D., 化合物及びその製造方法, 磁性流体組成物及びその製造方法並びに磁性流体シール, 2016, *Japanese Patent*, JP 2016-88904 A.

第 5 章

[103] Kashiwagi K., Okamoto K., Lim B. P., Imura T., Inoue M., ホログラム情報記録における多重方式の評価と高密度化の検討, *IEEJ Trans. EIS*, 2005, 125–12.

[104] Fukuda T., ホログラム記録の現状と実用化への道–記録メディア, 映像情報メディア学会誌, 2007, 61–6, 741–743.

[105] Kodae K., Watanabe E., ホログラフィックメモリを用いた全光型相関システム, レーザ一研究特集号, 2010, 369–374.

[106] Muroi T., 記録技術の新展開–ホログラフィックメモリー, 映像情報メディア学会誌, 2014, 68–1, 42–45.

[107] Ogino K., Unno N., Yoshida S., Yamamoto M., Taniguchi J. Computer generated hologram-ROM fabrication and duplication by EBL and UV-NIL, *Journal of Microelectronic Engineering*, 2014, 123, 163–166.

[108] Shinonaga Y., Ogino K., Unno N., Yoshida S., Yamamoto M., Taniguchi J. Fabrication of eight-step diffractive optical element for hologram-ROM, *Journal of Microelectronic Engineering*, 2015, 141, 102–106.

研究業績一覧

査読付学術誌論文 (計 3 本)

(著者名, 研究論文題目, 発表誌・巻・号・頁・年)

第 2 章

Takao Okabe, Keita Utsumi, Kei Somaya, Masaaki Miyatake, Shigeka Yoshimoto, Jun Taniguchi and Shinya Sasaki, “Development of a vacuum-compatible hydrodynamic spindle using an ionic liquid as a lubricant”, Journal of Precision Engineering, 40, 124-130, 2015.

第 3 章

Takao Okabe, Keita Utsumi, Keito Ogino, Yuta Shinonaga, Masaaki Miyatake, Shigeka Yoshimoto, Jun Taniguchi, Shinya Sasaki, “Electron beam mastering system using a vacuum-compatible hydrodynamic spindle”, Journal of Microelectronic Engineering, 142, 64-69, 2015.

第 4 章

Takao Okabe, Daichi Moritaka, Masaaki Miyatake, Yukishige Kondo, Shinya Sasaki and Shigeka Yoshimoto, “Development and performance of a magnetic ionic liquid for use in vacuum-compatible non-contact seals”, Journal of Precision Engineering, 47, 97-103, 2017.

査読付きプロシーディングス (計 2 本)

(著者名, 研究論文題目, 会議名・巻・号・頁・年月)

1. Takao Okabe, Keita Utsumi, Keito Ogino, Yuta Shinonaga, Masaaki Miyatake, Shigeka Yoshimoto, Jun Taniguchi, Shinya Sasaki, “Development of electron beam nano-mastering equipment using a vacuum-compatible hydrodynamic spindle”, Micro and Nano Engineering 2014 (MNE2014), Sep. 2014.
2. Takao Okabe, Kai Ojima, Yuta Shinonaga, Noriyuki Unno, Masaaki Miyatake, Jun Taniguchi, Shigeka Yoshimoto and Shinya Sasaki, “The depth control of circular grooves fabricated by rotational electron beam machining”, The 8th International Conference on Leading Edge Manufacturing in 21st Century (LEM21), Oct. 2015.

国際発表 (計 8 件)

(口頭発表 2 件)

1. Takao Okabe, Kai Ojima, Yuta Shinonaga, Noriyuki Unno, Masaaki Miyatake, Jun Taniguchi, Shigeka Yoshimoto and Shinya Sasaki, “The depth control of circular grooves fabricated by rotational electron beam machining”, The 8th International Conference on Leading Edge Manufacturing in 21st Century (LEM21), Kyoto Research Park, Kyoto, Japan, 21 Oct. 2015.
2. Takao Okabe, Yuta Shinonaga, Kai Ojima, Noriyuki Unno, Masaaki Miyatake, Jun Taniguchi, Shinya Sasaki and Shigeka Yoshimoto, “Rotational electron beam machining system using a vacuum compatible hydrodynamic spindle”, International Symposium on Leading-Edge Holography Technologies, Tokyo University of Science, Katsushika-ku, Tokyo, Japan, 30 Oct. 2015.

(ポスター発表 6 件)

1. Takao Okabe, Shigeka Yoshimoto, and Kei Somaya, “Development of nonpulsatile diaphragm pump for hydrostatic bearings used in a vacuum chamber”, 2011 Japan-Taiwan Symposium on Polyscale Technologies for Biomedical Engineering and Environmental Sciences, Tokyo University of Science, Noda, Chiba, Japan, 8 Mar. 2011.
2. Takao Okabe, Keita Utsumi, Kei Somaya, Masaaki Miyatake, Shigeka Yoshimoto, Yuta Shinonaga, Keito Ogino, Jun Taniguchi and Shinya Sasaki, “Development of electron beam nano-mastering equipment using a vacuum-compatible hydrodynamic spindle”, Micro and Nano engineering 2014 (MNE2014), EPFL Swiss Tech Convention Center, Lausanne, Swiss, 24 Sep. 2014.
3. Takao Okabe, Daichi Moritaka, Kei Somaya, Masaaki Miyatake, Jun Taniguchi, Yukishige Kondo, Shigeka Yoshimoto and Shinya Sasaki, “Magnetic ionic liquid for vacuum-compatible non-contact seal”, The 6th International Conference on Manufacturing, Machine Design and Tribology (ICMDT2015), Okinawa Convention Center, Okinawa, Japan, 23 Apr. 2015.
4. Takao Okabe, Daichi Moritaka, Shohei Kawada, Masaaki Miyatake, Jun Taniguchi, Yukishige Kondo, Shigeka Yoshimoto and Shinya Sasaki, “High vacuum-compatible ferrofluid using ionic liquid”, International Tribology Conference (ITC2015), Tokyo University of Science, Katsushika-ku, Tokyo, Japan, 17 Sep. 2015.

5. Takao Okabe, Yuta Shinonaga, Kai Ojima, Noriyuki Unno, Masaaki Miyatake, Jun Taniguchi, Shinya Sasaki and Shigeka Yoshimoto, “Rotational electron beam machining system using a vacuum compatible hydrodynamic spindle”, International Symposium on Leading-Edge Holography Technologies, Tokyo University of Science, Katsushika-ku, Tokyo, Japan, 30 Oct. 2015.
6. Takao Okabe, Keita Utsumi, Masaaki Miyatake, Jun Taniguchi, Shinya Sasaki and Shigeka Yoshimoto, “Study on vacuum-compatible hydrodynamic spindle lubricated by ionic liquid”, International Symposium on Leading-Edge Holography Technologies, Tokyo University of Science, Katsushika-ku, Tokyo, Japan, 30 Oct. 2015.

国内発表 (計 2 件)

(口頭発表 2 件)

1. 岡部貴雄, 柚谷啓, 吉本成香, “超磁歪素子を用いた無脈動ポンプに関する研究”, 2011年度精密工学会春季大会学術講演会 (JSPE), 東洋大学 白山キャンパス, 2011年3月16日.
2. 岡部貴雄, 吉本成香, 柚谷啓, “超磁歪素子を用いた流体潤滑軸受用ピストンポンプの開発”, 2012年度精密工学会春季大会学術講演会 (JSPE), 首都大学東京 南大沢キャンパス, 2012年3月16日.

特許 (計 1 件)

(国内特許 1 件)

吉本成香, 近藤行成, 岡部貴雄, 森高大地, “化合物及びその製造方法, 磁性流体組成物及びその製造方法並びに磁性流体シール”, 2016-88904, 2016年5月23日公開.

以上.

謝辞

本研究をまとめるにあたり、多くの方々にご指導とご支援を賜りました。ここに感謝の意を込めまして謝辞を述べさせていただきます。

学位論文をまとめるにあたり、日ごろから多くのご指導とご助言を賜りました、東京理科大学工学部機械工学科の佐々木信也教授に心より感謝申し上げます。

学位審査にあたり荒井正行教授、石川仁教授、近藤行成教授、谷口淳教授、宮武正明准教授にはご助言とご支援を賜りましたことを厚く御礼申し上げます。

東京理科大学工学部工業化学科の近藤行成教授には、研究の遂行にあたり多大なるご支援をいただきましたこと、心より感謝申し上げます。

東京理科大学基礎工学部電子応用工学科の谷口淳教授には、多くのご指導をいただきましたこと、心より感謝申し上げます。

本研究の機会を与えてくださり、多くのご指導ご鞭撻を賜りました東京理科大学工学部機械工学科の吉本成香教授に心より感謝申し上げます。

本研究の機会を与えてくださり、多くのご指導を賜りました東京理科大学工学部機械工学科の宮武正明准教授に心より感謝申し上げます。

研究の遂行にあたり、多くの試験装置を極めて高い精度で加工していただいた工作室の皆様心より感謝申し上げます。

海上保安大学の柚谷啓講師には、多くのアドバイスをいただきましたこと御礼申し上げます。

佐々木研究室、近藤研究室、谷口研究室ならびに宮武研究室に所属する皆様には大変お世話になりましたこと、感謝申し上げます。

日ごろから応援していただいた祖父と祖母に、感謝申し上げます。

最後になりましたが、これまで温かく見守り続け、応援していただいた母に深く感謝と御礼を申し上げます。