

# 固体間界面で一軸圧縮を受けた潤滑液の光誘起電流による評価

増井孝実\*

## The Evaluation of Liquid Phase which received the Uniaxially Compressed at the Interface between Solids by Photo-induced Current

by Takami MASUI

The silicon was irradiated with the laser beam, and the electron was excited, and contact condition was evaluated by the current value, which flowed in bearing sphere put in the top. The n- decane was used as a lubricating oil. The time variation was measured at a temperature range from 5 to 55 . We observed the phenomena that would happen rupture and combination of the molecular film by lubricating oil. The effect of the addition of fatty acid on the lubricating oil was also investigated.

Key words : photo-induced current , uniaxial compression , alkane hydrocarbon , fatty acid

### 1 . 緒言

固体間界面での潤滑は、摩擦面の接触圧力が高く相対速度が低い場合、そこに形成される境界膜の形態が問題とされる。静摩擦は、固体面と潤滑液の化学系列、および鎖中の炭素数の関数であり、その表面に形成される単分子膜が影響することが予想される。しかし実際には数 g に満たない軽荷重でも下地金属が磨耗し、微小領域で潤滑膜が破断され金属同士の結合がおり凝着摩擦が生じる。したがって潤滑膜には、表面への付着力に加え、貫通させないような炭化水素鎖の横方向の強い結合力が必要とされる。

光誘起電流とは半導体にレーザー光などを照射すると、価電子帯の電子が伝導帯に励起されキャリアが発生し、それが半導体内を移動することによって発生する電流である。半導体にベアリング等の金属導電体を接触させた場合、ナノアンペアのオーダーで光誘起電流が最近接触部を通じて流れることから、その電流値を接触状態の変化の評価に用いることが可能である<sup>1)</sup>。本研究では固体間接触の一軸圧縮を

受けた潤滑油の状態を調べるために、直鎖のアルカン系炭水化物からなる潤滑液(n-デカン)を用い、その接触状態の時間変化について調査を行った。また、鎖の長く良好な境界被膜を形成するとされている脂肪酸(ステアリン酸)を添加剤として用い、その影響についての検討も行った。

### 2 . 実験方法

シリコン基板(n型、厚さ1mm、結晶軸<111>)の上に直径 11 mmの高炭素クロム鋼のベアリング球を載せ、1.2Nの加圧を行った。集光させたレーザー光(波長680nm、出力50mW)をシリコン基板裏側から接触部に当たるように照射し、シリコンとベアリング球との間に流れる光誘起電流をナノアンペアメーターにて測定した。その際、レーザーが真実接触点へ照射されるよう、電流値が最大になる位置へ微調整を行った。

潤滑液にはアルカン炭化水素の n- デカン  $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_8\text{CH}_3$  (M.W.142)を用い、マイクロピペットによりベアリング接触面に0.3 ml 滴下した。装置一式を恒温槽内に設置し 5~55 の温度に保ち、電流測定を行った。測定時間は100ksecとした。

\*機械情報グループ

また、n-デカンにステアリン酸を0.5wt%添加したもののについても同様に測定を行った。図1に実験装置の概略図を示す。

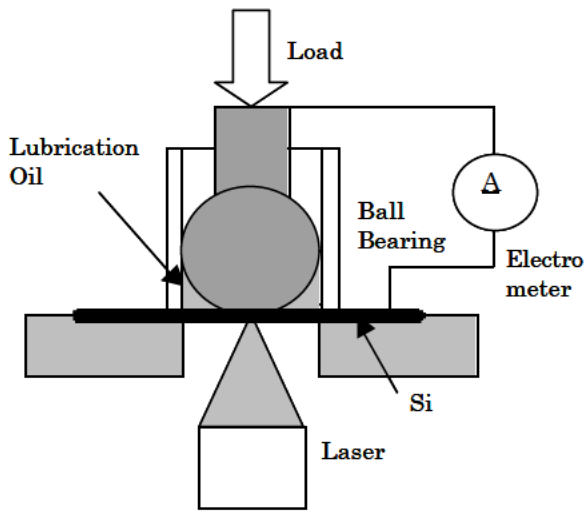


図1 実験装置概略図

### 3. 結果と考察

ベアリング球、シリコン基板との接触面について、ヘルツの古典式により接触面積を計算すると、本研究の荷重1.2Nの条件では、ベアリング球の弾性変形は $0.1\mu\text{m}$ 程で接触する範囲は $\phi 70\mu\text{m}$ 程となる。ベアリング球、シリコン基板の表面粗さはそれぞれ $Ra=0.039\mu\text{m}$ 、 $0.003\mu\text{m}$ であり、1桁以上の差があるため、シリコン基板はベアリング球に比べれば十分に平滑であり、潤滑油は主にベアリング側の凹凸による空間内に一軸圧縮を受けた状態で存在することが想像される。

境界潤滑を考えるとHardyの観念図<sup>2)</sup>(図2(a))においては、固体界面間の炭化水素、脂肪酸等の物理吸着を予想すると単分子吸着層の外同士での相互作用で接触は起こらないとされるが、これは両平面が理想的に平滑である場合で、実際はその表面形状からBowden-Taborの観念図<sup>3)</sup>(図2(b))のように極小部で潤滑膜が破断して接触している。

本実験の場合においては、ベアリング球とシリコンウェハ間に真実接触点が複数点存在し、そこを通じて流れる光誘起電流を計測し接触状態の評価を行った。n-デカンの光誘起電流値の測定結果を図3に示す。グラフにおける電流値の階段形状の変化(代表的な部分は点線で表示)は、潤滑油分子の分離結合により生じる、面間隔の変化から生じる接触面積の増加減少を示している。

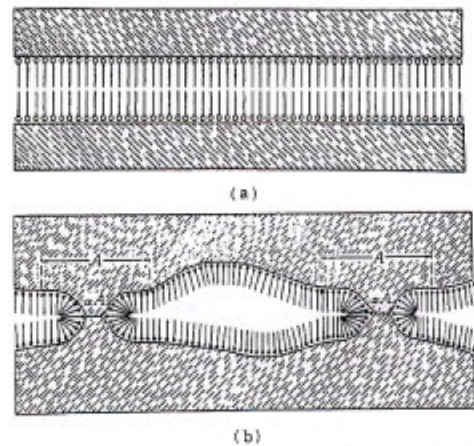


図2 境界膜の単分子モデル

この階段形状の上下の変動は、 $5^{\circ}\text{C}$ 、 $15^{\circ}\text{C}$ 、 $25^{\circ}\text{C}$ においては生じる回数が少なく100ksecの間で5回程であるが、 $35^{\circ}\text{C}$ 、 $45^{\circ}\text{C}$ 、 $55^{\circ}\text{C}$ では急激に増え20~30回と頻繁に観られた。潤滑油の温度が上がり粘度が低下するに従い、分子同士の横方向の凝着力が減じ表面皮膜の破断形成が起りやすくなると考えられる。

個々に観察すると、 $5^{\circ}\text{C}$ では最初の上昇部分はベアリング球の潤滑油内の沈み込みを表しており、大きな変化は25ksec付近にて生じ、段差を持って下がりこれは分子膜の形成を示すと考えられる。その後また安定な状態が60ksecほど続き、90ksec付近にて少し上昇し変動が観られるが、全体的には分子膜は長時間保たれ変動が少ない。 $15^{\circ}\text{C}$ についても同様に最初緩やかに上昇し、分子膜の形成破断とみられる変動は50~60ksecの間、また80ksecを越えたところで生じるが、全体的には変化は少ない。 $25^{\circ}\text{C}$ でも最初、緩やかな電流値の山が観られるが大きな変化はなく、20~30ksecの間で比較的大きな分子膜の動きが観られるが、それ以外では変動は無い。

$35^{\circ}\text{C}$ および $45^{\circ}\text{C}$ では様相が変わり大きな変動が全体的に生じており、分子膜の分離形成が頻繁に繰り返されることを示している。 $55^{\circ}\text{C}$ においてもそれらが多く観られ、70ksec以降ではさらに大きな変動が観察され、n-デカンは $25^{\circ}\text{C}$ と $35^{\circ}\text{C}$ の間を境にして分子膜の保持性に変化が観られた。

一般に脂肪酸は潤滑油に添加すると、活性の高いカルボリル基が金属表面上に化学吸着して単分子層を形成し直接接触を防ぐとされている<sup>3)</sup>。そこでn-デカンにステアリン酸を0.5wt%添加したものを

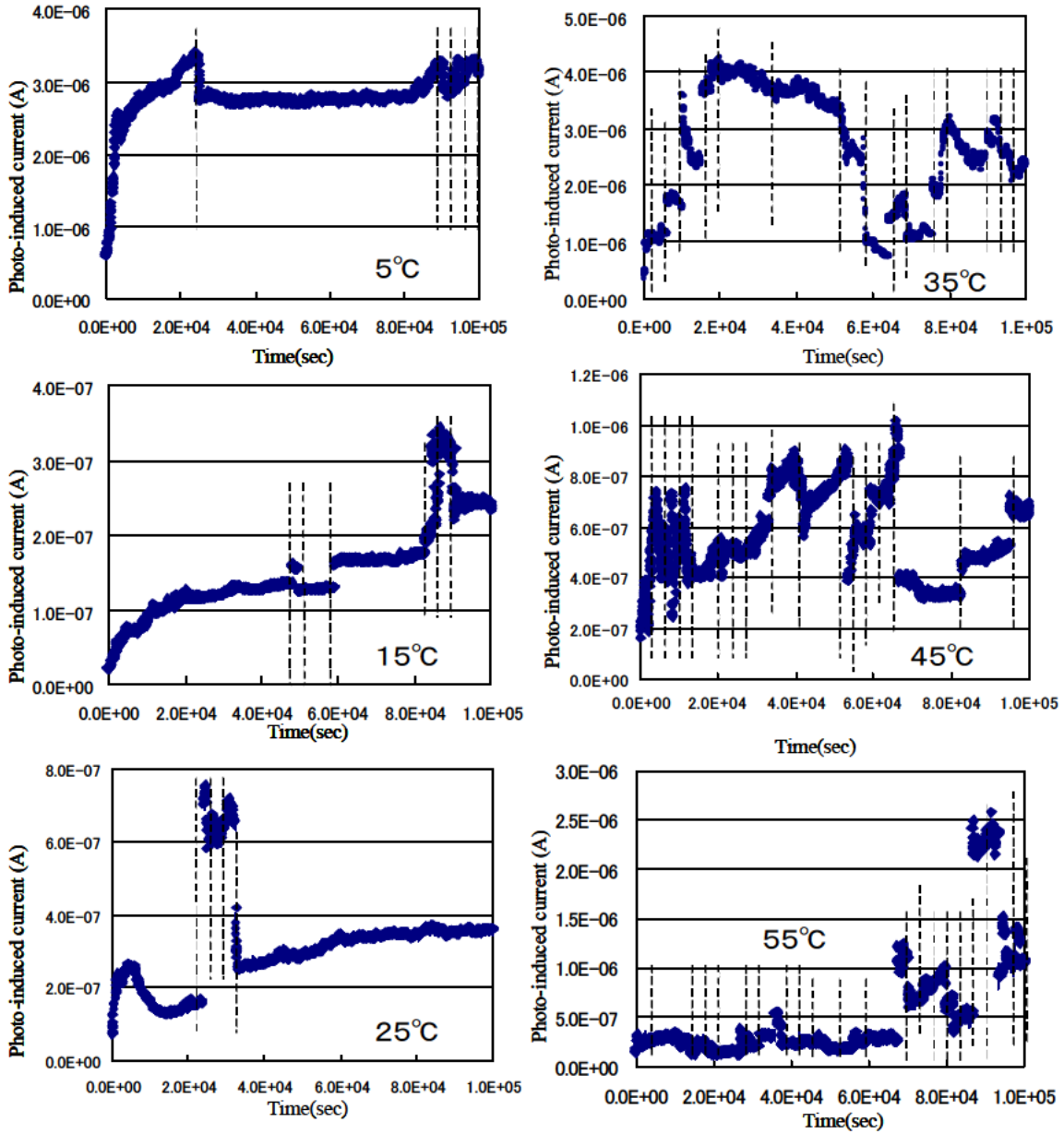


図3 n-デカンを潤滑液に用いたときの光誘起電流の時間変化

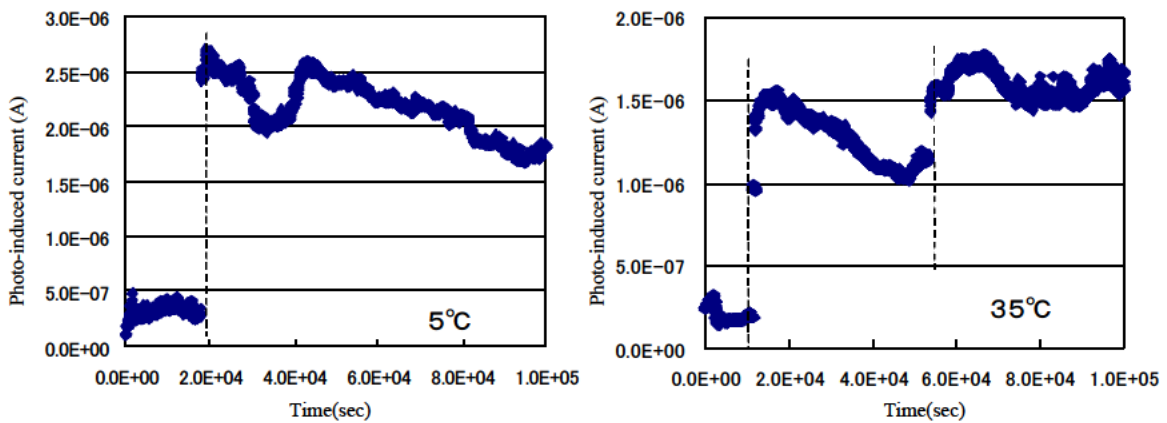


図4 n-デカンに脂肪酸を添加したときの光誘起電流の時間変化

い、5、35にて光誘起電流の時間変化の測定を行った。その結果を図4に示す。

ステアリン酸を添加することで、最初の20ksecまたは10ksecの間、電流が低い値で安定し、その後、急激に1桁程度上昇しその後緩やかな増減を繰り返す現象が両方の温度で観察された。このことはステアリン酸の分子膜が複数層で強固に存在し、ある一定時間破断されずに接触面の間隔を保つことを示している。この状態 Allen-Drauglis の境界膜のモデル<sup>4)</sup>(Ordered Liquid Model:図5)に示されるように脂肪酸分子が配向して複数層存在し、膜厚方向の荷重を支えているものと考えられる。また一定時間後、荷重に耐えきれず分子膜が破断され間隔が縮まり電流値は大きくなるものの、その後穏やかな変化が持続するのはステアリン酸の分子膜が単分子層以上で残されており、その効果によるものと考えられる。

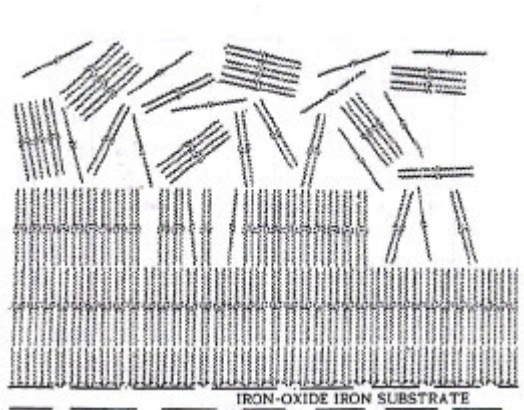


図5 境界膜の多分子モデル

#### 4. 結言

固体間界面での一軸圧力を受けたアルカン炭化水素系のn-デカンについて、光誘起電流を用い、境界面での分子膜のふるまいの評価を行ったところ、分子膜の形成と破断の様子に相当する変化の観察が出来た。また、ステアリン酸を0.5wt%添加することにより、最初接触してから一定時間、強固な脂肪酸による分子の膜が形成されることがわかった。当研究の条件の場合、10~20ksecの間保持され、脂肪酸添加の有効性が確認できた。

#### 5. 参考文献

- 1) 中間啓史: "光誘起電流によるヘルツ接触に与える潤滑油の影響の評価". 三重大工学部修士論文 (2000)
- 2) W.B.Hardy: "Collected Works". Cambridge University Press (1936)
- 3) F.B.Bouden et al: "The Friction and Lubrication of Solids" Oxford University Press, 223(1950)
- 4) G.I.Fuks: "Reserch in Surface Forces, Vol.1". Translation By Consultants Bureau, (1964)
- 5) Allen, C.M et al: "Boundary Layer Lubrication: Monolayer or Multilayer," Wear, 14, 363-384, (1969)