

MEMS を応用した理想ナノすきまにおけるポリマー型添加剤の摩擦特性

Friction Properties of Polymer Additives in Ideal Nanoscale Gap Using MEMS

京都大・院（学）*八木 渉 京都大・工（正）平山 朋子 京都大・院（非）夏 园林
京都大・工（非）土屋 智由

Wataru Yagi, Tomoko Hirayama, Yuanlin Xia, Toshiyuki Tsuchiya

Kyoto University

1. 緒 言

本研究ではこれまで、吸着した添加剤分子の境界潤滑下におけるすべり特性を顕著に取得するために Fig. 1 のような、接触面積が 1 mm^2 程度の面接触摩擦が可能な二面対向摩擦試験装置を作製してきた。この試験装置は MEMS 微細加工技術を利用して作製した厚さ約 $5 \mu\text{m}$ のシリコン製のフィルム状試験片を用い、静電気力によって試験片間に荷重を付加することによって二面がナノオーダーで平行に倣ったうり試験を可能にすることをコンセプトに作製された。基油の分子構造が直鎖および環状のように異なる 2 種類の潤滑剤を用いて本試験装置で試験を行った結果、分子構造によって異なる摩擦挙動を取得したことから、本試験装置がしゅう動二面間の分子挙動が反映された摩擦挙動を取得可能であることが示された⁽¹⁾。

ポリマー型添加剤は粘度指数向上効果だけでなく、境界潤滑下の摩擦を低減することが報告されている^(2,3)。この摩擦低減メカニズムを明らかにするうえで、境界潤滑下での摩擦現象を取り出してパッキングされた状態のポリマー型添加剤の摩擦挙動を評価することは課題解決の一助となると考えられる。本報告では同様のポリマー添加油を用いて、作製した摩擦試験装置によって理想ナノすきまにおける境界潤滑下における摩擦特性を評価することを目的とする。

2. 試料油および試験装置

試料油には Group III の鉱油に 3.2wt% ポリメタクリレート (PMA) 系添加剤を添加した油を用いた。添加した PMA の分子量は 3×10^4 である。鉱油の粘度は $20.6 \text{ mm}^2/\text{s}$ @ 40°C 、試料油の粘度は $20.9 \text{ mm}^2/\text{s}$ @ 40°C である。 SiO_2 表面にポリマー添加剤が吸着していることを明らかにするために、エネルギー散逸測定機能を付与した水晶振動子マイクロバランス (QCM-D, Biolin Scientific 社製) 測定を行った。基板には QCM-D 測定用の SiO_2 センサ (QSX303) を用いた。 SiO_2 センサは、無リン洗浄濃縮液 5% 水溶液に浸漬して 5 分間の超音波洗浄を行った後、エタノールで約 10 秒間リノスして窒素ガスによって乾燥させ、10 分間の UV オゾン洗浄を行ってから使用した。QCM-D 測定系を Fig. 2 に示す。測定温度はモジュール内を 40°C で一定に制御し、試料油供給部はホットプレート上に置かれたアルミブロックの恒温バス内で加温して $43\text{--}45^\circ\text{C}$ で一定であることを確認しながら測定を行った。

Fig. 1 の当該摩擦試験装置のステージ上には Fig. 3 に示すような厚さ $5 \mu\text{m}$ の片持ち梁状の試験片 (フィルム状試験片) が置かれている。AFM で測定された試験片しゅう動部の粗さは $\text{Ra}: 0.3 \text{ nm}$ および $\text{Rq}: 0.4 \text{ nm}$ であった。



Fig. 2 Setup of QCM-D system

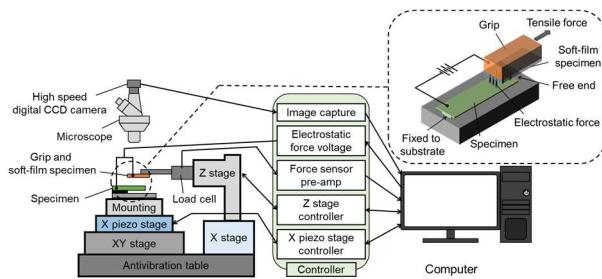


Fig. 1 Schematic diagram of test device and enlarged view on stage

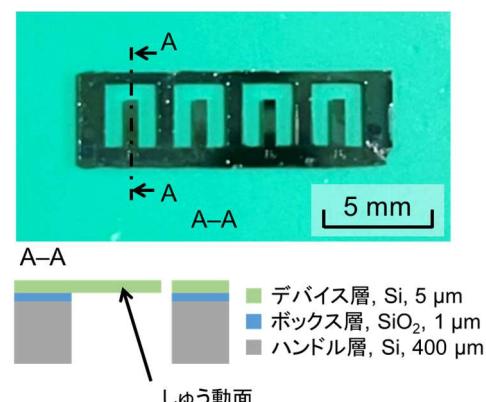


Fig. 3 Film-like specimen fabricated by MEMS

3. 測定結果

3.1 QCM-D 測定

QCM-D 測定結果を Fig. 4 に示す。この測定では初めに基油を QCM-D のモジュールへ 600 秒送液し（段階 1），次に試料油を 1200 秒送液して SiO_2 センサ表面に吸着を促し（段階 2），その後，再度基油をモジュールへ 1200 秒送液する（段階 3）ことで，段階 1 と段階 3 の振動数を比較する。QCM-D において振動数の減少は $\Delta m = -C \Delta f_n / n$ なる Sauerbrey の式に従って物質の吸着を表す。ここで， Δm は吸着質量， C は基板定数， Δf_n は振動数変化， n はオーバートーン数（ $n=3$ ）である。段階 1 と比較して段階 3 の振動数が小さいという結果は，段階 3 に至っても SiO_2 センサ表面に残存していると考えられる。

3.2 ミクロ面接触摩擦特性評価

SiO_2 センサと同様の洗浄処理を行ったフィルム状試験片を用いて摩擦試験を実施した（超音波洗浄の工程は行わず，水溶液に浸漬するのみとした）。測定結果を Fig. 5 に示す。横軸はしゅう動時間，縦軸は摩擦力を示す。摩擦試験は $0.05, 0.10, 0.20, 0.30, 0.40$ および $0.80 \mu\text{m/s}$ の 6 通りのしゅう動速度で行った。 $0.05, 0.10, 0.20 \mu\text{m/s}$ ではいずれも動摩擦領域においてスティックスリップ挙動を示した。その摩擦力はおよそ $14 \pm 2 \text{ mN}$ を推移した。また， $0.30 \mu\text{m/s}$ では 10–35 秒の区間でスティックスリップ挙動を示し，その後は比較的一定な動摩擦力を示した。その動摩擦力もおよそ 15 mN と前述した低しゅう動速度の場合と同等である。一方で， 0.40 および $0.80 \mu\text{m/s}$ では速度増加に伴う高い動摩擦力を示した。このようにポリマー添加油は速度変化に伴って摩擦特性が変化することが示された。

4. 考 察

UV 活性されて親水化された SiO_2 表面に対して吸着したポリマー分子が原因でしゅう動速度に伴う摩擦特性に変化が現れたと考えられる。また，その摩擦特性はしゅう動速度が $0.30 \mu\text{m/s}$ 付近を臨界速度にして変化を示していると考えられる。臨界速度よりも高速度域では，ポリマー分子層の粘度増加に伴うせん断応力の増加を捉えている可能性がある。一方，臨界速度より低速域では，ポリマー分子層上部に存在する柔らかく吸着力の弱い部分のポリマー分子が，あるせん断応力を超えたところですべりを発生し，それを繰り返すことで高速度域の動摩擦よりも小さい摩擦域（本試験では $14 \pm 2 \text{ mN}$ 付近）を維持しながらスティックスリップ挙動を示していると推察した。

5. 結 言

本報告で明らかになった点は以下の 3 点が挙げられる。

1. UV 活性された SiO_2 表面に対して PMA 系添加剤は表面吸着性が高いことが示唆される。
2. しゅう動速度がおよそ $0.30 \mu\text{m/s}$ 以上では，スティックスリップ挙動は発生せずに高い動摩擦力を発現する。
3. しゅう動速度がおよそ $0.30 \mu\text{m/s}$ 未満では，スティックスリップ挙動が発生して低い動摩擦力を維持する。

以上の結果から，ポリマー型添加剤の分子量および極性基の有無などを変化させることによって，臨界速度および動摩擦力やスティックスリップ挙動の有無がどのように変化するかを明らかにすることが今後の課題であると考えられる。

文献

- 1) 八木・平山・安達・Xia・土屋：MEMS を応用した理想ナノすきまにおける原理的摩擦特性の解明(第 1 報)，トライボロジー会議 2021 秋 松江 予稿集, D8 (2021) 275.
- 2) 村木・中村・鈴木・瀬上・山本：ヒドロキシエチル基導入型ポリラウリルアクリレート添加油のトライボロジー特性，トライボロジスト, 59, 8 (2014) 507.
- 3) R. Goto, K. Onodera, T. Sato, Y. Hoshi, H. Nanao & S. Mori: In Situ FTIR Observation of the Polymer FM Enrichment at the EHL Contact, Tribology Online, 15, 3 (2020) 136.

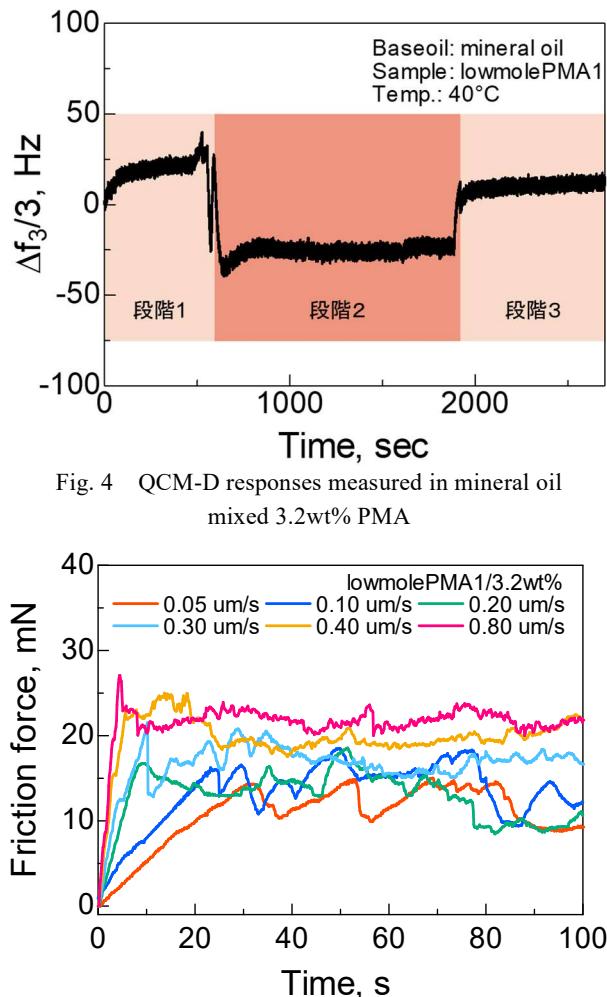


Fig. 4 QCM-D responses measured in mineral oil mixed 3.2wt% PMA

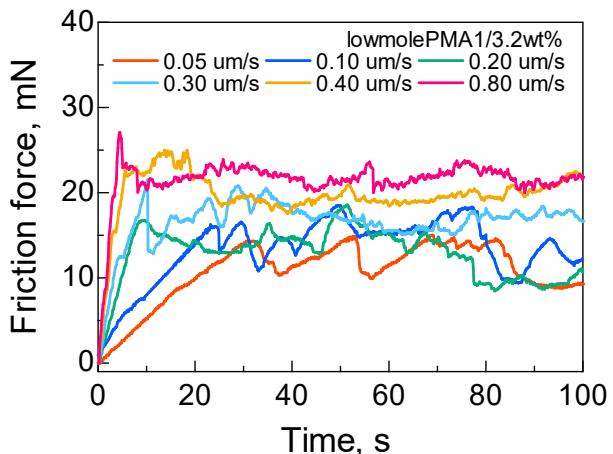


Fig. 5 Friction forces at changing sliding velocities traced as a time in mineral oil mixed 3.2wt% PMA