

せん断下における潤滑剤分子の配向評価のための多角分解赤外分光装置の製作

Development of a Multi-angle Resolved Infrared Spectrometer for Evaluation of Lubricant Molecular Orientation under Shear.

小松大（学）*高井銀次 小松大（非）長江航佑 小松大（正）粕谷素洋

Ginji Takai, Kousuke Nagae, Motohiro Kasuya

Komatsu University

1. 緒言

潤滑油は摩擦部の発熱や摩耗を防ぐ目的や摩擦ロスの低下のために使用される。使用に伴って引き起こされる熱や酸化などが原因で劣化が生じ、潤滑効果が低下する。潤滑油の劣化は機械部品の摩耗や故障を引き起こすことがある。したがって、潤滑油設計の改良は機械のエネルギー効率の向上や長寿命化に関する重要な技術である。潤滑油は基本的に基油と添加剤から設計される。そして基油と添加剤の種類や割合などから潤滑油としての特性が決まる。実際に潤滑油が使用される場面では摺動している状況があるためその環境下での特性を明らかにすることが重要である。

潤滑油の摺動に伴う特性変化を明らかにするには潤滑油の摩擦接触部のその場観察(in-situ測定)が必要である。本研究では、潤滑油各成分の化学構造の評価に加えて、せん断に伴って接触点近傍で変化することが予測される分子配向が評価できるフーリエ変換赤外分光法(FT-IR)を用いた多角分解赤外線(MAIRS)測定と摩擦試験を同時に行うことができる in-situ MAIRS 測定装置を開発し、潤滑油の分析方法として検討することを目的とした。

2. 試料・実験装置・実験方法

2.1. MAIRS 法の原理

MAIRS 法は分子の配向が面内及び面外にどの程度偏っているかを解析する手法(Fig.1)である。MAIRS 法には偏光子を p 偏光に固定して、試料の向きを変化させて測定する pMAIRS 法とここで説明した MAIRS2 法があり、本研究では摩擦試験機本体の向きを変えながら測定することは現実的ではないと考え、MAIRS2 法を採用した。模式図のように基板を赤外光に対して垂直方向から 45°傾け、偏光子を用いて赤外光の電場の振動方向を一定方向に制御し 0~90°まで偏光角度を変えながら吸収スペクトル測定を行う。制御した光の振動方向にあった分子が振動するため分子の振動が面内および面外にどの程度偏っているかを解析することができる。

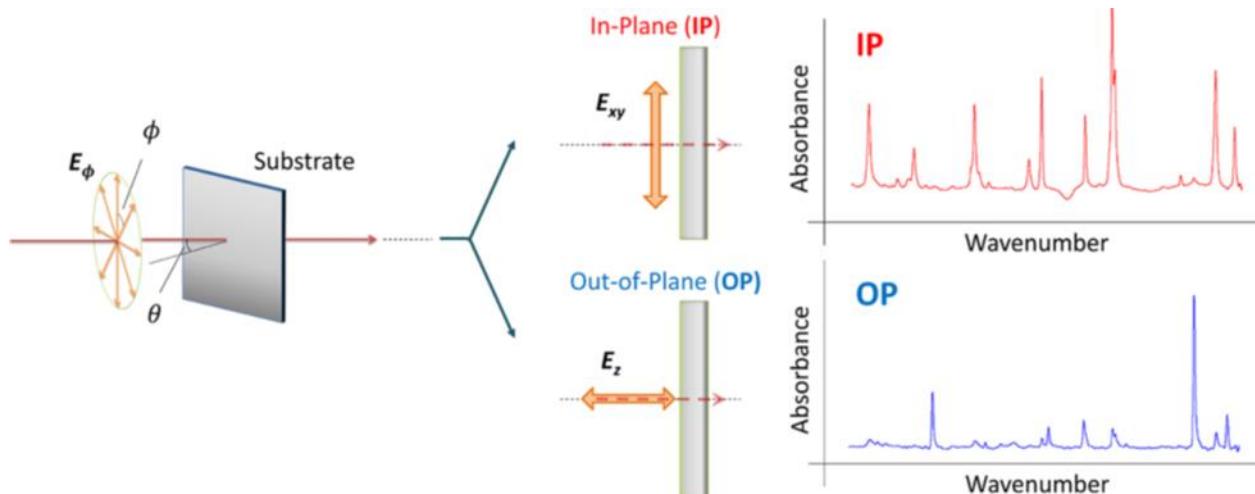


Fig.1 MAIRS2 法の原理

2.2. 潤滑 in-situ MIARS 装置の開発

FT-IR 測定の赤外透過領域内にて MAIRS 測定と摩擦試験を可能にするため、FT-IR 赤外分光光度計(Nicolet iS50, サーモフィッシュサイエンティフィック社製)の試料室内に設置ができる摩擦試験機を作製した。(Fig.2.3)

具体的には、FT-IR を用いて分子の配向を解析する MAIRS 測定を可能にするため、加点部(シリコンウエハ)と試料押し付け部(シリコンレンズ)を赤外光に対して垂直方向から 45°傾けた状態で設置、実験ができるように設計した。シリコンレンズ(曲率半径 604 mm)はレンズホルダーに固定され、それが 2 枚の板バネによって 3 軸ステージに固定されている。また板バネには試料室内でシリコンレンズとシリコンウエハが接触したことの確認、および印加されている負荷の測定のために歪みゲージを取り付けた。シリコンウエハは中空モータに固定し、回転するシリコンウエハにシリコンレンズを押し付けることで摩擦を生じさせる機構を組み込んだ。また、測定時にはウエハとレンズ間に測定試料である潤滑油を滴下した。

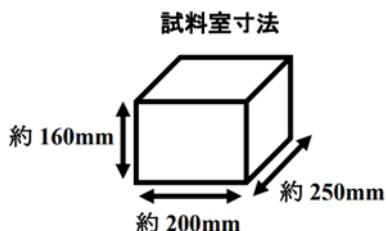


Fig.2 FT-IR 赤外分光光度計
(Nicoket is50,Tfermo Fisher
Scientific 社製)の外観

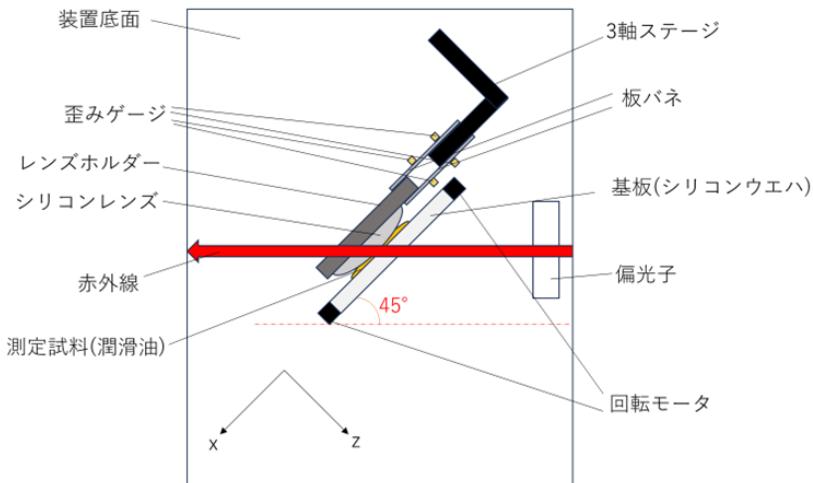


Fig.3 開発した装置の試料室内-装置設置角度の概略図
(試料室を上から見た図)

2.3. 実験方法

直径 200 mm のシリコンウエハを対角線の距離が約 75 mm の八角形になるようカットし装置に取り付け、シリコンウエハとシリコンレンズの間に潤滑油モデル物質である n-ヘキサデカンを 20 μL 滴下した。シリコンウエハ-シリコンレンズ間を 3 軸ステージの z 方向により調節して、ほぼ接触の距離まで近接させた。その後、ステージの xy 軸を調節し、シリコンレンズの中心を赤外光が通るように移動させて赤外分光測定を行った。さらに摺動中のスペクトル測定を行うため、回転部を 60 deg/s で回転させながら MAIRS 測定を行った。MAIRS 測定を行う際にはスキャン回数 64 回、分解能 4 cm^{-1} に設定し実験を行った。

3. 実験結果および考察

Fig.4 に測定試料をヘキサデカンとしたときの回転部が回転前の測定結果を示す。OP は基板に対して垂直歩行の振動を IP は基板に対して平行方向の振動を表している。横軸の波数から 2850 cm^{-1} 付近にヘキサデカンの CH_2 のピーク、2920 cm^{-1} 付近にヘキサデカンの CH_3 のピーク、2960 cm^{-1} 付近にヘキサデカンの CH_2 のピークが現れていることが分かった。また Table に示した IP と OP の割合からピークが現れている潤滑油成分の配向を見ることができる。当日はこれらについて、回転中とのデータの比較等を報告する予定である。

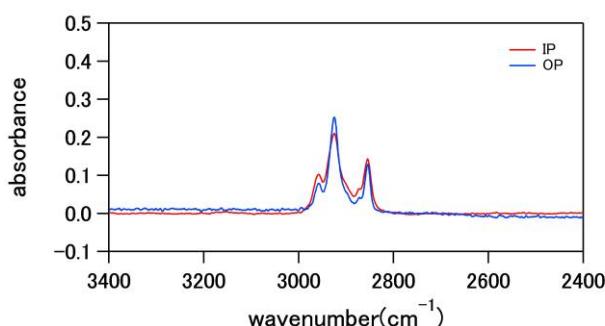


Fig.4 モータ回転前の IP と OP

Table ヘキサデカンの各赤外ピークの IP と OP の比率

2850 cm^{-1} 付近	2920 cm^{-1} 付近	2960 cm^{-1} 付近
CH_2	CH_3	CH_2
1.108	0.831	1.301

4. 結言

FT-IR 赤外分光光度計の MAIRS 用試料室内に回転機構を組み込んだ実験装置を開発し、試料を滴下して摩擦前、摩擦中、摩擦後で特性の変化を評価する実験を行った。現段階では装置の開発を行い、装置が正常に動作するところまで確認できた。今後の予定としては学会までにモータ回転前、回転中のデータを取得し、それから潤滑油の特性の変化を明らかにしていきたい。

文献

- Nobutaka Shioya, and Takeshi Hasegawa *Bull. Chem. Soc. Jpn.* 2020, 93, 1127-1138
- Nobutaka Shioya, Kazutaka Tomita, Takafumi Shimoaka, and Takeshi Hasegawa *J. Phys. Chem. A* 2019, 123, 7177-7183