N₂, Ar, Kr ガス中のダイヤモンドと 水晶のすべり摩擦における気体放電*

三浦 崇^{*1}・榎戸 一樹^{*1}・廣川 紀子^{*1}・荒川 一郎^{*1}

(受理2002年11月27日, 掲載決定2003年3月1日)

Gas Discharge during Sliding Friction between Diamond
and Quartz Single Crystal in N₂, Ar, and Kr

Takashi MIURA^{*1}, Kazuki ENOKIDO^{*1},
Noriko HIROKAWA^{*1} and Ichiro ARAKAWA^{*1}

^{*1}Department of Physics, Gakushuin University, Mejiro 1-5-1 Toshima-ku, 171-8588 Tokyo

(Received November 27, 2002, Accepted March 1, 2003)

Luminescent phenomena during sliding friction between a diamond micro sphere and a flat quartz single-crystal disk under controlled ambient gas pressure of N₂, Ar, and Kr were investigated. Spectra of the luminescence clearly indicated the gas discharge of each gas around the frictional contact. Spatial distributions of the gas-discharge luminescence were measured. The distributions at different sliding speeds were almost identical. The distributions depend strongly on the gas species and the pressure; the area of the discharge becomes larger with decrease of the gas pressure.

1. はじめに

一般的に固体表面間の接触において、真に接触している部分(真実接触面)は、見かけの接触面積に比べて非常に小さく、多くの場合、その接触面の直径はマイクロメートルの大きさである¹⁾。固体表面間の摩擦現象の研究では、マイクロスケールの突起と平面のすべり摩擦で起きている様々な現象の研究が重要である。また、セラミックスやプラスチックのような絶縁性材料の摩擦の研究は実用的な面でも重要である。絶縁体の摩擦では、接触面が帯電することがよく知られている。しかし、絶縁体の帯電機構は未だ解明されたとはいえ難く、摩擦帯電が引き起こす現象についての研究は不十分である。

摩擦と帯電が関与する現象の一つとして、結晶の破壊など、固体に力学的な作用を及ぼしたときに見られる発光(トライボルミネッセンス)がある。発光の原因とし

ては、大気放電と光によって励起された固体からのルミネッセンスが確認されている^{2,3)}。大気放電については、亀裂によって生じた対向する二つの面が圧電効果によってそれぞれ異符号に帯電し、亀裂の空間に高電場が発生して大気の絶縁破壊に至る、という機構が提唱されている²⁾。一方、光ルミネッセンスに関しては、気体放電からの発光によって二次的に誘起されるという研究結果が報告されている⁴⁾。したがって、トライボルミネッセンスでは、表面帯電による大気放電が重要である。しかし、これまでの観測結果をまとめると、トライボルミネッセンスが観察される物質は圧電性の有無やその大きさにあまり関係がないことが指摘されている⁴⁾。現在、我々は、トライボルミネッセンスを引き起こす表面帯電の機構として、結晶の破壊に伴う結晶粒界でのマイクロすべり摩擦による帯電を考え、結晶表面間のすべり摩擦と帯電について研究している。

摩擦帯電した絶縁体表面間の気体放電現象について基礎的な研究をするために、我々は、曲率半径が数百マイクロメートルの絶縁体球面と平坦な結晶表面のすべり摩

* 平成14年10月17日 第43回真空に関する連合講演会で発表(17P-25)

^{*1} 学習院大学理学部(〒171-8588 東京都豊島区目白1-5-1)

Fig. 1 Schematic diagram of experimental apparatus for observing triboluminescence under pure ambient gas and controlled gas pressure. A normal load of the friction was controlled by a tilt stage manipulation with measuring resistance of a strain gauge. A rotational speed of the disk was controlled by a stepping motor.

擦で起こる放電発光を研究してきた^{5,6)}。これは、固体間の摩擦における真実接触部分のモデルとしても重要である。今回の研究では、雰囲気気の種類と圧力を制御して、ダイヤモンド球面と水晶単結晶平面の表面破壊を伴わない低速・低荷重のすべり摩擦における気体放電の発光を観測し、気体圧力が放電発光分布に及ぼす影響について研究した。

2. 実験

実験装置の概略を **Fig. 1** に示す。すべり摩擦は、回転する平坦な水晶円板にダイヤモンドの球面を一定荷重で押し付けて行った。ピンには、ダイヤモンドの〈001〉方向を軸として、先端を曲率半径 $300\ \mu\text{m}$ (精度 $\pm 0.1\%$) に球面加工したもの⁷⁾を用いた。ディスクには z 軸に垂直な面を切り出した厚さ $1\ \text{mm}$ の水晶単結晶を用いた。摩擦部分は真空槽内に設置した。

ディスクの回転数やダイヤモンドの荷重の調整は真空槽の外で行える。回転数はステップ角が可変 ($0.000288 \sim 0.072^\circ$) のステッピングモーターにより、ダイヤモンドと水晶のすべり速度を $1.5 \sim 150\ \text{mm/s}$ (パルス周波数 $= 5\ \text{kHz}$) の範囲で制御した。荷重を制御するために、らせんバネ、板バネ (焼入れした鉄鋼)、ひずみゲージによる荷重調節機構を製作した。真空槽外のチルト機構によって真空槽内のピンをディスクに押し付けると、板バネの曲りによってひずみゲージの抵抗値が変化する。荷重と抵抗値の変化量の関係は分銅を使って校正した。この機構により、真空を破らずにピン-ディスクの引離しと摩擦荷重の調節が可能となった。以下の実験では、

Fig. 2 A CCD image of the contact point of the diamond sphere and the quartz disk under the light. The contact point is fixed at the center of the image during sliding of the disk. A black spot indicates the contact area under normal load of $100\ \text{mN}$. The contact area has a diameter of $\sim 12\ \mu\text{m}$, which is consistent with a calculation using Hertz contact model.

荷重を $100\ \text{mN}$ に設定した。

真空槽内の圧力は隔膜真空計で計測した。気体を導入する前に、ターボ分子ポンプにより槽内を排気して $10^{-2}\ \text{Pa}$ 以下にし、バルブで遮断した後に微量リークバルブで圧力を調節しながらガスを導入した。気体は高純度 (99.999%) の N_2 , Ar , Kr ガスを使用した。

摩擦中の発光分布は、ディスクの摩擦面の背面より光学顕微鏡と CCD カメラにより測定した。実験に用いた水晶ディスクの表面は高精度に研磨され (算術平均粗さ $R_a = 20\ \text{\AA}$), $250 \sim 2000\ \text{nm}$ の光に対し 90% 程度の透過率をもつので、背面からでも放電発光を観測することができる。真空槽の窓材にも同様の範囲に高い光透過率をもつサファイヤを用いた。顕微鏡の対物レンズは、倍率が 10 倍以上で波長 $350\ \text{nm}$ 以上の光を透過するものを用いた。CCD は、背面照射型で、波長 $200 \sim 1200\ \text{nm}$ の光に感度があり、画素サイズは $24\ \mu\text{m} \times 24\ \mu\text{m}$ 、画素数は 512×512 であり、有効素子サイズは $12.29\ \text{mm} \times 12.29\ \text{mm}$ である。

ダイヤモンドとディスクの接触部を照明下で撮影した画像を **Fig. 2** に示す。ディスクが右方向にスライド (回転) することですべり摩擦しているため、ダイヤモンドの位置は変化しない。Fig. 2 の画像中央部に見られる直径約 $12\ \mu\text{m}$ の円形 (黒い部分) が、 $100\ \text{mN}$ の荷重のときの球面と平面の接触部である。この接触面積は Hertz の式⁸⁾による計算値 ($13.7\ \mu\text{m}$) とおよそ一致する。

Fig. 3 Spectra of luminescence during sliding friction between a diamond sphere and a flat quartz surface under ambient gas of a) N_2 , b) Ar , and c) Kr . The spectrum at 1.3×10^2 Pa and 4.7×10^4 Pa are indicated in each graph; an asterisk (*) marks a peak used to normalize two spectra.

3. 結果と考察

様々なガス中での摩擦発光のスペクトルを **Fig. 3** に示す。鋭い発光ピークが現れる波長は、それぞれの気体の放電で観測されている発光の波長と一致した^{9,10)}。Fig. 3a)に示した N_2 の実験で観測された波長300~400 nmの多数のピークは2nd positive bandsに属する輝線⁹⁾であり、大気中の放電でも観測される。 N_2 の圧力が低いときは波長391 nmの輝線が見られるが、これは1st negative bandsに属する輝線である。すべての実験結果において、圧力の変化に対して、ピークの強度に相対的な変化が見られた。これは、主に電子衝突励起に関連するプラズマ中の電子のエネルギーが異なるためと考えられる¹¹⁾。 N_2 の2nd positive bandsは基底状態より約11 eV高い状態からの発光であり、一方波長391 nmは約19 eV高い励起からの発光である⁹⁾。したがって、気体圧力の減少に伴う波長391 nmのピークの相対的な増加は、衝突電子の平均エネルギーの上昇を示唆している。

様々な気体圧力の下で摩擦による発光の分布測定を行った。以前の研究⁵⁾により、単位時間あたりの発光量は摩擦のすべり速度に比例することと、放電の空間分布はすべり速度に依存しないことが示されたが、今回は、摩擦速度をより低速でより広い範囲に変えたときの比較を行った。測定結果を **Fig. 4** に示す。3つの発光像は、すべり速度がそれぞれ異なるが、どれもディスクが1回転する間の総発光量を測定したものである。また、光の強度を表す濃淡の階調は、3つとも同じスケールで示している。

摩擦速度を大きく変えたにもかかわらず、発光の分布

Fig. 4 Dependence of spatial distribution on sliding speed. The ambient gas is N_2 at 1.3×10^4 Pa. The gradations of the image, which indicates luminescence intensity, are same scale for all the pictures.

Fig. 5 Spatial distributions of gas discharge during friction under a) N_2 , b) Ar , and c) Kr gas conditions. The gas pressures of the results of -1), -2), -3), and -4) for each gas are $< 10^{-2}$ Pa, 1.3×10^2 Pa, 1.3×10^3 Pa, 1.3×10^4 Pa, respectively.

は3つともほとんど同じになった。このことは、放電の空間分布は球面と平面による空間の形状で決まり、ディスクの動きには依存しないことを示している。また、3つの発光像の時間積分強度はほとんど同じである。つまり、全体の発光強度はすべり速度に比例しており、これまでの結果⁵⁾と一致した。これらの結果は、摩擦による放電量はすべりの距離に一意的に依存していることを示している。また、ディスクがすべり始めてから1周する間での発光測定であるから、放電は、ダイヤモンドと水晶の接触による帯電の直後に起きている、すなわち、帯電した表面はすぐに気体放電に寄与していると考えられる。

気体種と圧力を変えたときの発光分布を **Fig. 5** に示す。高真空中 (10^{-2} Pa 以下) では **Fig. 5a-1)**, **5b-1)**, **5c-1)** が示すように、接触部分の発光が観測された。この発光は摩擦熱によるもの^{12,13)}か格子欠陥の緩和によるもの¹⁴⁾と考えられる。Fig. 5a-2), 5b-2), 5c-2)は 1.3×10^2 Paの N_2 , Ar , Kr での測定結果であり、Fig. 3のスペクトルで観測された放電発光の分布を示している。 Ar

と Kr では、放電発光が接触面積に比べて非常に広範囲に広がることが分った。N₂ では、接点以外の放電発光が極めて微弱であったために Fig. 5a-2) ではよく判別できないが、希ガスの場合と同様に放電は広範囲に分布していた。Fig. 5a-3), 5b-3), 5c-3) (1.3×10^3 Pa) および Fig. 5a-4), 5b-4), 5c-4) (1.3×10^4 Pa) に見られるように、どの気体種の場合でも、圧力が高くなるにつれて放電分布が小さくなった。

気体の圧力が高いときに顕著に見られる、すべり摩擦の直後、すなわち、接点のすぐ右側の発光は、これまでの研究により、ディスクとピンの表面間の放電が原因であると考えられている⁶⁾。しかし、圧力が低くなると、この表面間の放電に加えて、摩擦していない部分にも発光が見られ、さらに、ダイヤモンドの接触点のごく近傍でも発光している。以前の研究⁶⁾でも、このリング状の発光は観測されていたが、その正体は明らかでなかった。今回の結果から、次のように考えることができる。

1.3×10^2 Pa の Ar ガス中での電子の気体分子に対する平均自由行程は $300 \mu\text{m}$ 程度である。これは、接触点近傍の2面間距離に比べて桁違いに大きい。すなわち、リング状に見られる放電は、2面間の最短距離を放電経路とした放電ではなく、面に平行した経路での放電ではないかと推測できる。

4. ま と め

気体種 (N₂, Ar, Kr) と圧力 (高真空～大気圧) を制御した中で、pin-on-disk 法によるダイヤモンド球面と水晶単結晶平面間のすべり摩擦で発生する気体放電を研究した。放電スペクトルの強度分布は圧力に依存し、N₂ での結果から、気体圧力が低くなるにつれて、放電中の衝突電子の平均エネルギーが高くなることを明らかにした。

すべり速度の変化に対し、放電の空間分布はほとんど変化しない。低速のすべり摩擦の実験から、ピンオンディスク法により同じ場所を何回も摩擦することが放電発光現象の本質ではなく、すべり始めてからすぐに放電現象が起ることが確認された。放電発光量はすべり距離に一意的に依存しており、接触により帯電した表面が移動した直後に放電が起ることと考えられる。

放電の分布はガス種と圧力に大きく依存する。圧力が低くなると、放電分布は接触面積よりもはるかに大きく、ディスクの摩擦していない範囲にまで広がる。この

ときに観測されたリング状の放電は、電子の気体分子に対する平均自由行程の考察から、面に平行な経路での放電と考えられる。

球面と平面という単純な形状にもかかわらず、特に気体圧力が低い時のすべり摩擦の放電は複雑な分布を示した。今回の研究結果を受けて、放電現象のすべり摩擦に対する高時間分解測定、放電分布の局所的なスペクトル測定、高真空中での接点の発光の原因究明などが今後の課題として挙げられる。

謝辞

本研究の一部は、財団法人日本板硝子材料工学助成会、財団法人旭硝子財団の援助、および、文部科学省ハイテクリサーチセンター整備事業の援助を受けて行われた。

〔文 献〕

- 1) B. N. J. Persson: *Sliding Friction*, (Springer, Berlin, 2000) 45.
- 2) A. J. Walton: *Adv. Phys.*, **26** (1977) 887.
- 3) J. I. Zink, G. E. Hardy and J. E. Sutton: *J. Phys. Chem.*, **80** (1976) 248.
- 4) L. M. Sweeting: In *Spectroscopic Characterization of Mineral and their Surfaces*, No. **415** in ACS symposium series, (1990) 245.
- 5) 三浦 崇: *Reports on Topical Meeting of the Vacuum Society of Japan*, 真空と摩擦の研究の展望 予稿集, **2** (2002) 7; T. Miura and K. Nakayama: *J. Appl. Phys.*, **88** (2000) 5444; T. Miura and K. Nakayama: *Appl. Phys. Lett.*, **78** (2001) 2979; 三浦 崇, 塩田 忠, 中山景次: *物性研究*, **76** (2001) 168.
- 6) 三浦 崇, 荒川一郎: *真空*, **45** (2002) 428.
- 7) 竹内貞雄, 村川正夫, 黛 政男, 熊谷 泰: *精密工学会誌*, **61** (1995) 142.
- 8) L. D. Landau and E. M. Lifshitz: *Theory of Elasticity*, (Pergamon, New York, 1975); 邦訳: ランダウ-リフシッツ理論物理学教程第7巻, 弾性理論 (東京図書株式会社).
- 9) R. W. B. Pearse and A. G. Gaydon: *The Identification of Molecular Spectra*, (Chapman & Hall, London, 1976).
- 10) M. I. T. *Wave Length Tables*, (The MIT Press, 1969).
- 11) 堤井信力, 小野 茂: *プラズマ気相反応工学* (内田老鶴圃, 東京, 2000).
- 12) G. N. Chapman and A. J. Walton: *J. Appl. Phys.*, **54** (1983) 5961.
- 13) T. Yamashita, K. Imasato, N. Haraguchi and M. Nagashima: *Jpn. J. Appl. Phys.*, **34** (1995) L1632.
- 14) Y. Kawaguchi: *Jpn. J. Appl. Phys.*, **37** (1998) 1892.