SEM・トライボシステムによる摩耗の微視機構の研究*
(摩耗粒子の数とその予測)橘 内 浩 之*¹, 加 藤 康 司*²
堀 切 川 一 男*³, 井 上 晃*¹The Study of Microscopic Wear Mechanism by a SEM-Tribosystem
(The Number of Wear Particles and Its Estimation)Hiroyuki KITSUNAI, Koji KATO,
Kazuo Hokkirigawa and Hiroshi INOUE

The popular evaluation of wear measures volume loss or weight loss. In this paper, in order to study the wear phenomenon from the view point of the generation of wear particles, the number of wear particles and the size distribution were measured by the SEM-tribosystem. The results of this experiment are summarized in the following two points. The number of wear particles was not only affected by the quantity of wear loss but also by the size of wear particles. The size distribution of wear particles could be well described by exponential and logarithmic distribution. In addition, the theory was introduced to estimate the value of the total number of wear particles. The number of wear particles estimated by the proposed theory agreed well with the experimental value.

Key Words: Tribology, Wear, Friction, Wear Particles, Size Distribution, Repeated Sliding, Microscopic Observation

1. 緒 言

半導体・磁気記憶などを始めとする最先端産業の分野では、微細な摩耗粒子が原因となり、機器の故障や動作不良を引き起こしたり、あるいは直接製品の不良につながるという問題が深刻化している。例えば、半導体生産プロセスにおいては発生する不良製品の40%は装置の摺動部などからの発塵によるとされており^{(1)~(3)}、磁気ディスク装置で深刻な問題となっているヘッドクラッシュもまた微細な摩耗粒子に起因するとされている^{(4)~(6)}。このようにこれらの産業分野ではスーパークリーン環境が要求され、サブミクロンオーダーの摩耗粒子の数でさえ最小限に抑えなければならない必要性に迫られている^{(7)~(12)}。

しかるに、従来から行われている摩耗の研究では、摩耗した体積あるいは摩耗した重量で摩耗の程度を評価することが多く^{(13)~(16)}、摩耗粒子の数の面からは議論されていない。また摩耗粒子に関して、摩耗の微視機構を理解するために形状・組織等について詳しく調べられることはあっても⁽¹⁷⁾⁽¹⁸⁾、摩耗粒子の数そのもの

のを問題として行われた研究は少ない。したがって、従来の摩耗の研究で得られた結果は、摺動部から発生する摩耗粒子の数そのものを問題として、摺動部からの摩耗粒子の抑制や制御を行おうとする場合には非常に不十分であり、摩耗を摩耗粒子の数という観点から評価し直す必要がある。その際、その数はどのような微視的摩耗形態において、どのように形成されたものであるかが、同時に明らかにされなければならない。全く異なる摩耗機構のもとに、見かけ上同数程度の摩耗粒子が形成される場合もあり得るからである。このような観点から、本研究では、前報⁽¹⁹⁾において開発したSEM・トライボシステムにより、単位としてのモデル接触点における摩耗粒子の発生状態を観察し、微視的摩擦条件と摩耗形態が明らかな接触点から発生した摩耗粒子として、その粒径分布と数を観察する。さらに、その結果に基づいて摩耗粒子数を計算するための式を導入する。

2. 実験装置および実験方法

図1に本実験で用いたSEM・トライボシステムの構成図を示す。本装置はSEM(走査電子顕微鏡)の試料室にピン・ディスク形の摩擦試験機を組み込んだものであり、以下に挙げる特徴を有する。

* 原稿受付 平成2年4月16日。

*¹ 正員、(株)日立製作所機械研究所(〒300 土浦市神立町502)。*² 正員、東北大学工学部(〒980 仙台市青葉区荒巻字青葉)。*³ 正員、山形大学工学部(〒992 米沢市城南町4-3-16)。

(1) 微視的な摩耗現象のその場観察を行うことができる。

(2) 観察される摩耗現象は、ビデオテープレコーダ(VTR)により、動的現象として連続記録でき、実験後に詳細な分析を行うことができる。

(3) 摩擦実験中あるいは実験後に、ディスク表面上にある微細な摩耗粒子の数および粒度の測定を、SEMにより正確に行うことができる。

図2に摩擦試験機の詳細を示す。摩擦試験機はピン・ディスク形であり、荷重は負荷用ばねを調整することにより任意の大きさに加えられる。一方、ディスクは2個の玉軸受で支持された軸に固定されており、ACモータにより任意の速度で回転駆動される。摩擦

試験機は、繰返しすべり摩擦で生ずる微視的な摩耗粒子をSEMで直接観察するために、ミクロンオーダで正確に繰返し摩擦が行えるよう、高精度に設計・製作されている。

表1に実験条件を示す。ピン試験片には先端の曲率半径が $30\text{ }\mu\text{m}$ の球面($R_{\text{max}}=0.1\text{ }\mu\text{m}$ 以下)に加工された超硬合金(WC, $H_v=1300$)を用い、ディスク試験片には表面を鏡面仕上げ($R_{\text{max}}=0.2\text{ }\mu\text{m}$ 以下)した18Cr-8Niステンレス鋼(SUS304)を用いた。両試験片は、摩耗粒子以外の粒子を計測することがないように、アセトン液中で十分に超音波洗浄を行ってから実験に供した。両試験片を摩擦試験機に取付け、所定の荷重を加えたあとSEMに組み込み、SEM観察が可能な圧力(10^{-3} Pa 以下)まで真空排気し、実験を行った。摺動速度はSEM観察が可能な最大速度である $400\text{ }\mu\text{m/s}$ とし、荷重は、 0.07 N 、 0.2 N 、 0.5 N 、摺動回数は、 1000 サイクルとした。

表1 実験条件

Pin specimen	WC ($R=30\text{ }\mu\text{m}$)
Disk specimen	SUS304 ($R_{\text{max}}<0.2\text{ }\mu\text{m}$)
Sliding speed	$400\text{ }\mu\text{m/s}$
Load	0.07 N , 0.2 N , 0.5 N

図1 SEM・トライボシステム構成図

図2 摩擦試験機詳細図

図3 摩耗痕周辺のSEM写真

3. 実験結果

3.1 摩耗粒子の粒径分布と数 図3に各荷重条件下において形成された摩耗痕とその周辺に累積された摩耗粒子を示す。図より、摩耗粒子は摩耗痕の周辺

図4 サンプル面積

図5 摩耗粒子の粒径分布（荷重0.07 N）

図7 摩耗粒子の粒径分布（荷重0.5 N）

図6 摩耗粒子の粒径分布（荷重0.2 N）

図8 摩耗粒子の平均粒径

にほぼ均一に分布していることがわかった。また、前報⁽¹⁹⁾において既に明らかにされているように、1000サイクルの摩耗過程における摩耗形態は、いずれの荷重下においても Ploughing タイプと Shear-tongue タイプが混在した摩耗形態が支配的であった。したがって、以下に述べる摩耗粒子の粒径分布と数の値は Ploughing タイプと Shear-tongue タイプが混在した摩耗形態において形成されたものと考えることができる。

図3のように観察された摩耗粒子の数を求めるために、図4に示すようなディスク面上のサンプル面積 A_i における摩耗粒子の数 N_i 、およびその粒径 X_i を測定した。このようにして観察された3種類の荷重条件下における摩耗粒子の粒径分布を図5, 6, 7に示す。摩耗粒子の粒径 X_i は、粒子の長軸と短軸の長さの平均値、 $X_i = (\text{長軸} + \text{短軸})/2$ 、として求められた。図より、荷重が小さくなるほど小さい粒径の粒子の割合が大きくなることがわかる。また、荷重が大きくなるほど大きい粒径の粒子の割合が大きくなることもわか

る。これらの結果より、荷重と摩耗粒子の平均粒径 $\bar{x}$ ($=\sum x_i/N_i$) の関係を求めれば図8のように表される。この図より、確かに $\bar{x}$ は荷重が大きくなるほど大きくなる。

一方、各荷重における摩耗粒子総数 N を式(1)により求めれば、図9のようになる。

$$N = N_i \times A/A_i \quad \dots\dots\dots (1)$$

ここで、

$$A: \text{ディスク表面積} = 1206 \text{ mm}^2$$

$$A_i: \text{サンプル面積} = 8.06 \text{ mm}^2$$

すなわち N は、0.2 N 近傍の荷重で最大になる。

3・2 摩耗体積と荷重の関係 摩耗粒子の粒度分布(図5, 6, 7)と平均粒径(図8)は、荷重の大きさによって変化した。このような変化を摩耗量に結びつけて考えるために、各荷重下における摩耗体積 V を求めておく。図10の摩耗痕断面モデルにおいて、正味の摩耗に対応する摩耗面積 A は $A = A' - A''$ となる。 A' は見かけの摩耗断面面積、 A'' は両側への盛り上がり面積である。ディスクの回転中心から摩耗痕中心までの距離を r とすると正味の摩耗体積 V は、

$$V = 2\pi r A \quad \dots\dots\dots (2)$$

で表される。このようにして求めた摩耗体積 V と荷重の関係を図11に示す。図より明らかなように、摩耗体積 V は荷重に比例して増加しており、巨視的な摩耗特性と同じである。

図9 摩耗粒子の総数

4. 考 察

4・1 摩耗粒子の発生個数、平均粒径、および摩耗体積の関係 以上の結果より各荷重における摩耗体積 V (図11)、摩耗粒子の総数 N (図9)、および摩耗粒子の平均粒径 $\bar{x}$ (図8) の関係について考察する。

荷重が0.5 Nの場合、0.07 Nの場合に比べて摩耗体積は約8倍大きいにもかかわらず、摩耗粒子の数はほぼ同じ値となっている。一方、荷重が0.2 Nの場合、0.5 Nの場合に比べて摩耗体積は約1/2小さいにもかかわらず、摩耗粒子の数は約2.3倍多い値を示している。これは、荷重0.5 Nの場合、0.07 Nの場合に比べて、摩耗体積は大きいものの、摩耗粒子の平均粒径が0.07 Nの場合に比べて大きいために摩耗粒子の数は、結果的に0.07 Nの場合とほぼ同じオーダーになったものと考えられる。一方、荷重が0.2 Nの場合、摩耗体積は0.5 Nの場合に比べて少ないものの、摩耗粒子の平均粒径が若干小さかったために摩耗粒子の数は大きい値になったものと考えられる。

従来から一般的に行われているように摩耗体積を摩耗の評価基準とすれば、0.5 Nの場合より0.2 Nのほうが摩耗は少なく優れた摺動条件であるとの評価を受

図10 摩耗痕断面モデル

図11 摩耗体積と荷重の関係

ける。しかし、摩耗を摩耗粒子の数、すなわち発塵として考えれば、その逆の評価を受ける場合があり得ることが本研究によりわかった。したがって、摩耗を摩耗粒子の数、すなわち発塵として考えた場合、従来のように摩耗体積だけで摩耗の評価をするのは不十分であり、摩耗粒子の粒径分布という点も重要な要素として考慮しなければならない。

4.2 摩耗粒子数の表示式 摩耗を定量的に解析するのに当たって、従来から一般的に扱われてきたのは、一定の条件下における一定すべり距離当たりの摩耗体積である。これまで摩耗を評価する上で摩耗粒子の数があまり取り上げられなかった理由の一つは、その測定が困難であることが考えられる。摩耗実験で得られる摩耗粒子は粒径が微細であるものが多く、さらに粒径が微細であるために摩耗体積がわずかであってもその数はかなり大となることから、計測を極めて困難にしていたのである。しかしながら、摩耗を発塵現象として考えた場合、摩耗の程度は摩耗粒子の数として扱われなければならない。

本節においては、まず発生する摩耗粒子の粒径分布に注目し、3.1節に示した実験結果を良く表し得る分布関数を求め、次いで求められた分布関数を用いて、ある摩擦条件下において発生する摩耗粒子の総数を与える式を導く。さらに、計算結果と実験結果との比較により、導かれた摩耗粒子数の表示式の有効性を確認する。

4.2.1 粒径分布関数 もし、観察された摩耗粒子の総数が N でその粒径 x が、 $x_{\min} \leq x \leq x_{\max}$ の間に分布するとき、粒径分布関数は摩耗粒子の x の存在の確率密度関数 $\phi(x)$ によって与えられる。ここに $\phi(x)$ は、次式を満たさなければならない。

$$\int_{x_{\min}}^{x_{\max}} \phi(x) dx = 1 \quad \dots\dots\dots (3)$$

ここで、確率密度関数 $\phi(x)$ として、代表的な分布関数である直線分布、指数分布、対数分布の三分布を仮定すれば、分布関数はそれぞれ次のように与えられる。

(a) 直線分布

$$\phi(x) = \begin{cases} 0, & x > x_{\max} \\ \frac{2}{x_{\max} - x_{\min}} \left(1 - \frac{x - x_{\min}}{x_{\max} - x_{\min}} \right), & x_{\min} \leq x \leq x_{\max} \\ 0, & x < x_{\min} \end{cases} \quad \dots\dots\dots (4)$$

(b) 指数分布

$$\phi(x) = \begin{cases} \frac{1}{\bar{x} - x_{\min}} e^{-(x - x_{\min})/(\bar{x} - x_{\min})}, & x_{\min} \leq x \leq x_{\max} \\ 0, & x < x_{\min} \end{cases} \quad \dots\dots\dots (5)$$

(c) 対数分布

$$\phi(x) = \begin{cases} 0, & x > x_{\max} \\ \frac{2}{x_{\max} - x_{\min}} \ln \left(\frac{x - x_{\min}}{x_{\max} - x_{\min}} \right), & x_{\min} \leq x \leq x_{\max} \\ 0, & x < x_{\min} \end{cases} \quad \dots\dots\dots (6)$$

ここで、 $\bar{x}$ は平均値であり次式で与えられる。

$$\bar{x} = \int_{-\infty}^{\infty} x \phi(x) dx \quad \dots\dots\dots (7)$$

式(4)～(6)により得られる確率密度関数 $\phi(x)$ と図5, 6, 7より求めた確率密度の分布を比較して図12～図14に示す。図中、実線は式(4)～(6)により得られる $\phi(x)$ の計算値であり、プロット点は実験点である。図より明らかなように粒径分布を指数分布と対数分布に近似した場合、実験結果と計算結果は良く一致しており、摩耗粒子の粒径分布として指数分布と対

図 12 摩耗粒子の確率密度 (荷重 0.07 N)

図 13 摩耗粒子の確率密度 (荷重 0.2 N)

数分布が有効であると考えられる。

4・2・2 摩耗粒子の数の表示式 これまでの研究結果によれば、無潤滑または潤滑下のすべり摩擦における金属の摩耗粒子の形は、矩形板、だ円板または半だ円板などで近似される^{(20)~(25)}。図15に示すように、摩耗粒子の代表寸法を x とすると、摩耗粒子の体積 $v(x)$ は次式で与えられる。

$$v(x) = cx^l \dots\dots\dots (8)$$

$$l=3 \text{ のとき } c=a\beta$$

$$l=2 \text{ のとき } c=ah$$

ここで、摩耗粒子の総数が N 、総摩耗体積が V であるとすれば、次の関係が成り立つ。

$$V = N \int_{x_{\min}}^{x_{\max}} v(x) \phi(x) dx \dots\dots\dots (9)$$

したがって、上式より摩耗粒子の数 N は次式で与えられる。

$$N = \frac{V}{\int_{x_{\min}}^{x_{\max}} v(x) \phi(x) dx} \dots\dots\dots (10)$$

もし、任意の範囲内の粒径($x_1 \leq x \leq x_2$)を持つ摩耗粒子の数 N_x を求める場合には、次式で求めることができる。

$$N_x = N \int_{x_1}^{x_2} \phi(x) dx \dots\dots\dots (11)$$

4・2・3 実験結果と計算結果の比較 本項においては、前項で示された計算式を用いて求めた計算結果と、本実験から得られた結果を比較し、摩耗粒子の数の表示式の有効性について検討する。

ここで、摩耗粒子の形状を直径 x 、厚さ β の円板であると近似すれば、摩耗粒子の体積は式(8)より次式で与えられる。

$$v(x) = \pi(\bar{x}/2)^2 \beta \dots\dots\dots (12)$$

一方、Akagaki, Kato ら⁽²⁴⁾⁽²⁵⁾は、すべり摩擦における

図14 摩耗粒子の確率密度 (荷重 0.5 N)

金属の摩耗粒子の形状に関する詳しい研究により、摩耗粒子の粒径と厚さの比は約1/14であるという結果を得ている。そこで、ここでは $\beta = x/14$ と仮定して計算を進める。

前項までの結果より、粒径分布関数 $\phi(x)$ として指数分布〔式(5)〕、および対数分布〔式(6)〕を仮定し、さらに摩耗粒子の体積 $v(x)$ を式(12)で与えれば、式(10)に示した摩耗粒子の数の表示式は、次式のように表される。発生する摩耗粒子の総数は総摩耗体積に比例し摩耗粒子の平均粒径の三乗に逆比例することがわかる。

(1) 指数分布

$$N = \frac{V}{0.366 \bar{x}^3} \dots\dots\dots (13)$$

(2) 対数分布

$$N = \frac{V}{0.244 \bar{x}^3} \dots\dots\dots (14)$$

式(13)、(14)から求めた計算結果と図9に示した実験結果を比較して図16に示す。いずれの式による計算結果も、実験結果とほぼ一致しており、本報で導いた摩耗粒子の数の予測式は摩耗粒子の数の見積りに有効であると考えられる。本実験の場合は、特に指数分布の場合の式(13)による値が、実験値を良く説明する。

(a) 矩形板

(b) だ円板

(c) 半だ円板

図15 摩耗粒子の形状モデル

図 16 測定値と実験値の比較

5. 結 言

SEM・トライボシステムを用いて、1000 サイクルまでの繰返し摩擦実験を行い、発生する摩耗粒子の数、およびその粒径分布を求め、摩耗粒子の数の予測の可能性について検討を行った。得られた結論を要約すると以下ようになる。

(1) 金属のすべり摩擦において発生する摩耗粒子の粒径分布は、指数分布、あるいは対数分布で良く近似できる。

(2) 指数分布、および対数分布に対する摩耗粒子の総数を表す式を導いた。さらに、その式による摩耗

粒子総数の計算結果は、実験結果と良く一致した。

終わりに、実験の遂行に協力いただいた東北大学大学院生、大村真史君に謝意を表す。

文 献

- (1) 田村, 月刊トライボロジ, 11 (1988), 7.
- (2) 井上, Semicon News, 11 (1988), 31.
- (3) 精密工学会清浄気体中の駆動分科会編, 清浄気体中の駆動技術, (1986), 理工企画.
- (4) 金子, 日本潤滑学会第20回夏期セミナー講義録, (1986), 1.
- (5) 金子, トライボロジスト, 34-1 (1989), 19.
- (6) 北, トライボロジスト, 34-5 (1989), 381.
- (7) 大見, サブミクロン USLI プロセス技術II, (1989), 293.
- (8) Ohmi, T., MICROCONTAMINATION, (1989), 25.
- (9) 大見, NIKKEI MICRODEVICES, 5 (1988), 98.
- (10) Ohmi, T., Proc. of 1986 SEMI Technology Symposium, (1986), A-1-1.
- (11) 三宅・平野・大幡・加藤, 潤滑, 33-1 (1988), 1.
- (12) 岡田, 文献(6)の79ページ.
- (13) Peterson M. B. and Winer, W. O., Wear Control Handbook, ASME, (1980).
- (14) Rabinowicz, E., Friction and Wear, John Wiley, (1964), 168.
- (15) Kragelsky, I. V., Dobychin, M. N. and Kramalov, V. S., Friction and Wear, (1982)237, Pergamon Press.
- (16) 日本潤滑学会編, 潤滑ハンドブック, (1987), 72.
- (17) Kayaba, T. and Kato, K., Int. Conf. on Wear of Materials-1979, Derborn, ASME, (1979), 45.
- (18) Kato, K., Kayaba, T. and Ono, Y., Int. Conf. on Wear of Materials-1985, Vancouver, ASME (1985), 463.
- (19) 橋内・加藤・堀切川・井上, 機論, 57-535, C (1991), 965.
- (20) Salesky, W. J., Fisher, R. M., Rit, R. O. and Thomas, G., Int. Conf. on Wear of Materials-1983, Reston, ASME, (1983), 434.
- (21) Rigney D. A. and Graeser, W. A., Int. Conf. on Wear of Materials-1977, ASME, (1977), 41.
- (22) Finkin, F., ASLE Trans., 7 (1964), 337.
- (23) Kimura, K. and Sugimura J., Wear, 100 (1984), 33.
- (24) Akagaki, T., Kato, K. and Kayaba, T., Proc. of Int. Conf., JSLE, (1985), 891.
- (25) Kayaba, T., Kato, K. and Akagaki, T., J. JSLE Int., Ed. 6 (1985), 507.