

脂肪酸潤滑添加剤が形成する金属石鹼膜のナノトライボロジー

京都工芸繊維大学 機械工学系 助教 山下 直輝

1. 緒言

機械の省エネルギー化や金属加工の高効率化実現のため、摺動部における摩擦ロスを抑制する必要がある。摺動部における摩擦や摩耗を抑制するためには、潤滑油に含まれる添加剤の効果を正確に理解することが重要である。潤滑添加剤の代表的なものとして、ジアルキルジチオリン酸亜鉛 (ZnDTP) やモリブデンジチオカーバメート (MoDTC) が挙げられる。ZnDTP や MoDTC はそれぞれ摩耗防止剤、摩擦調整剤として古くから研究されてきたが、近年では、さらに有機系添加剤と併用した場合の摩擦・摩耗特性に関する研究も進められている。研究者のグループは、適切な有機系添加剤との併用によって、ZnDTP や MoDTC による膜形成が抑制される一方で、摩擦・摩耗特性が劇的に向上可能であることを示した[1]。この結果は、MoDTC が摩擦界面に MoS_2 を生成して低摩擦を発現するという従来のものとは全く異なる機構で低摩擦が実現可能であることを示している。また、環境負荷やメンテナンス性の観点から、硫黄やリン、金属を含む ZnDTP や MoDTC の添加量を削減していく傾向があり、有機系添加剤を巧みに使用しながらトライボロジー特性の向上を目指す必要がある。

潤滑油に加える添加剤のうち脂肪酸は一般的に使用される有機系添加剤であり、長鎖アルキル基とカルボキシル基で構成される。脂肪酸は、金属表面に厚い「金属石鹼膜」を形成することによって、通常の「吸着分子膜」の状態と比較して優れた摩擦低減効果を発揮すると考えられている。金属石鹼膜の摩擦特性評価は、1950年代頃までに盛んに行われていたが、最近では報告例が極めて少なくなっており、その摩擦メカニズムに関しては未だ不明な点が多い。これまで、金属石鹼の性能は摩擦係数の変化から把握するのが一般的であり、実際に金属石鹼がどのような構造をとり、低摩擦化に貢献しているかを関連付けた研究例は少ない。

本研究では、脂肪酸が形成する金属石鹼膜の構造とトライボロジー特性を詳細に関連付けることを目的とした。本報告書では、特に金属石鹼が形成されやすかった銅を基材とした場合における、原子間力顕微鏡 (AFM) での評価結果を中心に報告する。

2. 実験試料および潤滑油

2.1 潤滑油

基油には、ヘキサデカンを使用した。ヘキサデカンは使用前に、アルミナとシリカゲルの粉体と混合し、1週間程度経過した後に孔径 200 nm のメンブレンフィルターを通して精製した。添加剤として、一般的な脂肪酸であるステアリン酸、パルミチン酸、オレイン酸に加え、分岐構造を持つイソステアリン酸、カルボキシル基がメチル基で終端されたス

ステアリン酸メチルのいずれかをヘキサデカンに 2.5 mM の濃度で添加した。両端にカルボキシル基を持つオクタデカン二酸は常温で溶解しなかったため、濃度は 0.25 mM とした。

ラインパターン付き試験片（後述）と AFM を使った実験では、ステアリン酸 ($C_{17}H_{35}COOH$) または重水素化ステアリルアルコール ($C_{18}H_{37}OH$) を 3 mM 濃度で Poly-Alpha-Olefin (PAO, 30 mm²/s@40°C) に添加して使用した。3 mM の濃度はおよそ 0.1 wt% 程度に対応する。

また、中性子反射率測定を使った吸着分子膜の構造評価には、アルキル鎖の水素原子を重水素に置き換えた重水素化ステアリン酸 ($C_{17}D_{35}COOH$) または重水素化ステアリルアルコール ($C_{18}D_{37}OH$) を 3 mM の濃度で PAO に添加して使用した。中性子反射率測定では、水素と重水素が明確に区別できるため、添加剤中の水素原子を重水素原子に変換（重水素化）することによって、吸着分子膜の厚さと膜密度の評価が可能である[2]。

2.2 銅薄膜を有する試験片

AFM を用いた実験では、表面粗さの小さい銅試験片を用意するために、スパッタリング成膜装置 (EB1100, キヤノンアネルバ製) を使用した。Ar 流量を 150 sccm, RF パワーを 200 W に設定し、4 インチシリコンウエハ表面に 50 nm の銅を成膜した。成膜直後の段階における銅の表面粗さは、概ね Ra 0.5nm 程度であった。成膜した基板は、実験に使用するまで真空デシケータ内にて保管し、実験直前に 10 mm × 10 mm 程度カットして使用した。また、長期間の保管によって表面の酸化が進んだ状態の基板も用意した。

中性子反射率測定用の試験片には、鏡面研磨したシリコンブロック (サイズ 50 × 50 mm、厚さ 10 mm) を用意し、その表面にイオンビームスパッタリング装置 KUR-IBS を用いて、膜厚 30 nm となるように銅を成膜した[3]。

2.3 モデル試験片（純金属石鹸膜および Langmuir-Blodgett (LB) 膜）

銅表面に形成される金属石鹸膜との摩擦特性を比較する目的で、純金属石鹸膜のモデルを用意した。ステアリン酸銅(II)の試薬をエタノールに溶解し、これをシリコンチップ上に滴下した後、エタノールを乾燥させることによって、ステアリン酸銅の堆積物を残存させた。また、銅表面に通常形成される分子膜の摩擦特性と比較するため、ステアリン酸の LB 膜をシリコンチップ上に形成した。ステアリン酸の膜密度はおよそ 5.0 chains/nm² であり、精密充填した場合の膜密度に対応する。これらの基板は、基油であるヘキサデカンを滴下して摩擦測定を実施した。

2.4 ライン&スペースパターン付試験片の作製[4]

試験片作製プロセスを図 1 に模式的に示す。まず、4 インチ Si(100)ウエハを洗浄装置 (KSC-150CBU, カナメックス社製) で硫酸一過酸化水素混合液と超音波ジェット水により洗浄した。その後、フッ化水素水溶液でウエハ表面のシリコン自然酸化膜を除去した。

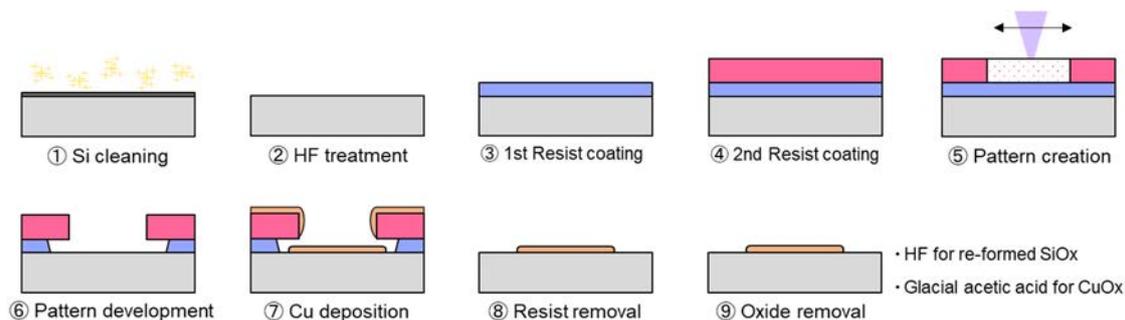


図1 ライン&スペースパターンの形成プロセス

その後、スピンコータを用いて第1層目のレジストとして膜厚 240 nm のフォトレジストを塗布し、180°Cのホットプレート上で 5 分間ベークした。次に、スピンコータを用いて膜厚 0.95 μm の第2層目のレジストを塗布し、90°Cで 90 秒間ベークした。レーザ直接描画装置 (DWL2000, ハイダーベルグ・インスツルメンツ社製) を用いてレジスト層に線幅 3 μm の間隔で UV レーザを照射した後、110°Cのホットプレート上で 90 秒間ベークした。このシリコンウエハを 2.38% テトラメチルアンモニウム=ヒドロキシド (TMAH) 水溶液に 70 秒間浸漬してパターンを現像した。最後に、シリコンウエハを純水で 60 秒間リンスし、窒素を吹き付けて乾燥させた。以上の工程はすべてイエロールーム内で行った。

次に、真空蒸着装置 (RD-1400, SANVAC 社製) を用いて、密着層としてクロムを 5 nm, その上に銅を 12 nm 蒸着した。両金属の蒸着速度はおよそ 0.03 nm/sec になるように調整した。銅の過度の酸化を防ぐため、シリコンウエハは実験に使用するまで真空デシケータ内で保管した。摩擦測定の実施前に、シリコンウエハを 7 \times 7 mm 程度のチップ状にカットし、リフトオフプロセスとして室温の N-メチル-2-ピロリジノン (NMP) に 60 分間浸漬した後、レジストをより強力に洗浄するために 60°Cの NMP に 60 分間浸漬した。最後に、チップを NMP, イソプロパノール, 超純水中で 10 秒間超音波洗浄した後、窒素を吹き付けて乾燥させた。

レジストを完全に除去するため、チップを 1% TMAH 水溶液に 1 分間浸漬した後、超純水で 1 分間リンスした。チップ上に再形成されたシリコン自然酸化膜は、銅薄膜に影響を及ぼさない特殊なフッ化水素水溶液で 1 分間リンスし、超純水とイソプロパノールでリンスした後、窒素を吹き付けて乾燥させた。銅への潤滑油添加剤の吸着は表面の酸化度合いによって変化するため、実験の再現性を向上させる目的で、酢酸にチップを 1 分間浸漬して銅の自然酸化膜をエッチングした後、リンス工程を経ずに窒素を吹き付けて乾燥させた[5]。

3. 脂肪酸が形成する吸着分子膜の評価

3.1 中性子反射率測定による吸着分子膜の構造評価

静止状態において銅表面に形成された吸着添加剤膜の構造を中性子反射率測定によって

評価した。中性子反射率測定は、大強度陽子加速器施設 (J-PARC) 物質・生命科学実験施設 (MLF) のビームラインに設置された飛行時間型中性子反射率計 (SOFIA) を用いて行った[6]。図 2 は、中性子反射率測定を模式的に示している。また、図中には、散乱長密度 (SLD) の理論値も示されている。まず、シリコンブロックに銅を成膜した試験片をホルダーに設置し、銅表面を基油である PAO 中に浸漬した状態で中性子反射率測定を行った。

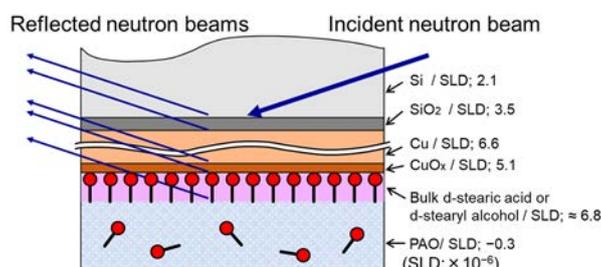


図 2 中性子反射率測定モデル図

次に、基油を重水素化ステアリン酸あるいは重水素化ステアリルアルコールを含有した PAO に置換した。室温で 12 時間経過後に反射率を再度測定した。各測定から得られた反射率プロファイルに解析ソフト Motofit を用いてフィッティング解析することによって、銅薄膜の厚さ、および各添加剤によって形成された吸着分子膜の厚さおよび膜密度を評価した。

中性子反射率測定により得られた反射率プロファイルを図 3 に示す。散乱ベクトル Q_z (X 軸) は、以下の式(1)で表される。

$$Q_z = 4\pi/\lambda \sin\theta \quad (1)$$

λ は中性子ビームの波長、 θ は中性子の入射角である。各反射率プロファイルにフィッティング解析を適用して得られた SLD プロファイルを図 4 に示す。SLD は物質固有のパラメータであるため、SLD の深さ分布から膜構造を評価することができる。シリコンブロック上に形成された銅薄膜の厚さはどちらも約 30 nm であり、狙い通りの厚さで成膜されていることを確認した。また、解析の結果、重水素化ステアリン酸が銅表面に形成した吸着膜の厚さは 1.9 nm、膜密度は 41%であった。これに対し、重水素化ステアリルアルコールが形成した分子膜の厚さは 2.2 nm、膜密度は 14%であった。ステアリン酸とステアリルアルコールはどちらも炭素数 18 の直鎖状であり、分子の長さは約 2 nm であるため、どちらの分子も単分子層の状態では膜を形成しているものと考えられる。

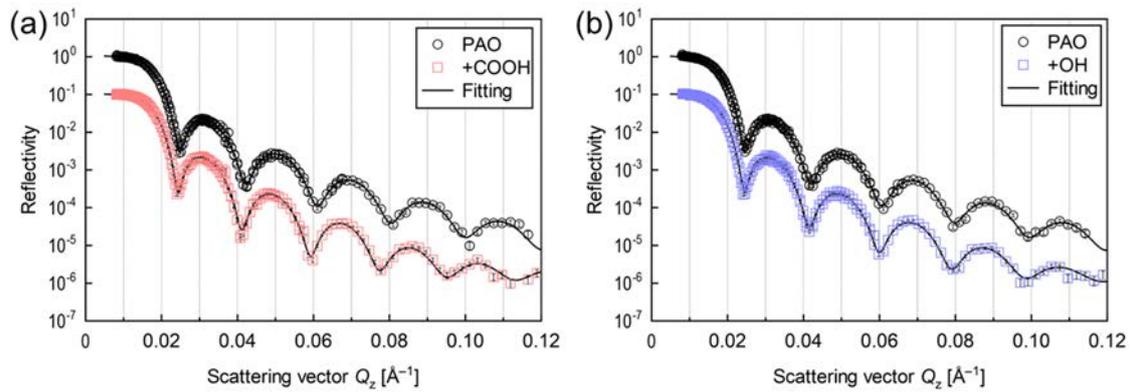


図3 (a)ステアリン酸 (+COOH) および(b)ステアリルアルコール(+OH)を含む潤滑油中における中性子反射率プロファイル

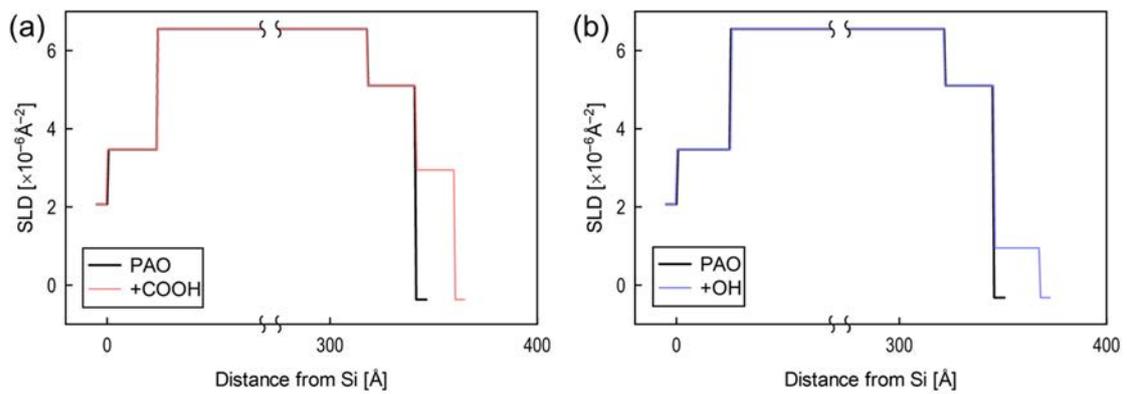


図4 (a)ステアリン酸 (+COOH) および(b)ステアリルアルコール(+OH)を含む潤滑油中における SLD プロファイル

3.2 ライン&スペースパターン付き試験片を使った評価

実験に使用した試験片の一例を図5に示す. 試験片の表面にはフォトレジストや金属残

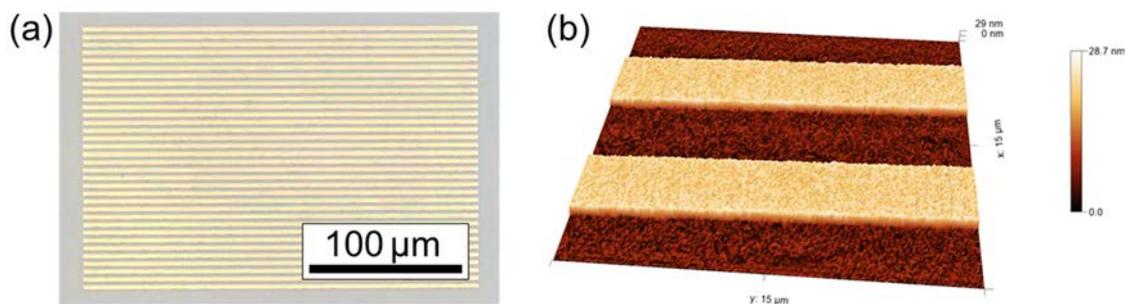


図5 (a) 光学顕微鏡および (b) ダイナミックモード AFM (空气中) で観察されたライン&スペースパターン

渣がなく、目的のラインアンドスペースパターンが正常に形成されていることが確認できた。ライン&スペースパターン付き試験片を用いた、銅薄膜とカンチレバー探針直下のギャップ計測の模式図を図6に示す。本計測には、コンタクトモードAFM (SPM-9700HT, 島津製作所製) を使用した。また、 $2\ \mu\text{m}$ の先端曲率半径を持つシリコン製のカンチレバー

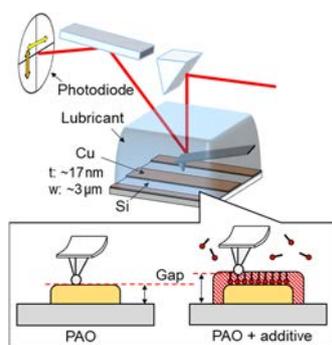


図6 銅薄膜とカンチレバー探針直下のすきま計測

を用いた。実験前には、カンチレバーもフッ化水素水溶液に1分間浸漬し、カンチレバーの表面を不活性化した。 $7.5\ \mu\text{m}$ の観察領域の中央に幅 $3\ \mu\text{m}$ の銅ラインを形成し、 $50\ \mu\text{L}$ のPAO基油中で観察を行った。負荷荷重は25, 75, 125 nNとし、ヘルツの最大接触面圧はそれぞれ200, 280, 330 MPaに相当する。次に、ステアリン酸またはステアリルアルコールを0.2 wt%含む $50\ \mu\text{L}$ の潤滑油を同じ試験片上に追加した。潤滑油をピペットで静かに攪拌して基板上的潤滑油中の添加剤濃度を0.1wt%に調整した後、PAO中と同様の測定を行った。画像解析ソフトGwyddionを使用して、各画像における高さ分布を算出し、ガウスフィッティングによって、シリコンから銅薄膜までの平均段差を求めた。

不活性化されたシリコン表面には添加剤の吸着分子膜が形成されにくく、AFM摩擦測定は摺動面間に油膜がほとんど存在しない境界潤滑条件下であることを考慮すると、添加剤の有無による段差の変化は、銅薄膜上に添加剤吸着膜が形成された影響であるといえる。各荷重における段差の変化量を図7に示す。段差の変化は、ステアリン酸を使用した場合に明確に確認でき、低荷重でより大きくなる傾向が得られた。接触面圧が200 MPaの場合の段差の変化量は、中性子反射率測定で観察された吸着ステアリン酸膜の厚さとほぼ同じであったが、面圧が330 MPaの場合は約半分まで減少した。一方、ステアリルアルコールを使用した場合には、段差変化は確認できなかった。変化量がわずかながらも負の値を示したことは、ステアリルアルコールが銅ではなくシリコンにより多く吸着した可能性を示唆している。

中性子反射率測定において、静止条件下ではステアリン酸とステアリルアルコールの両方が約2 nmの厚さの吸着分子膜を形成することを示したのに対し、AFM測定では、ステアリン酸を使用した場合のみで段差の変化が確認された。中性子反射率測定の結果、ステアリン酸が形成する分子膜密度はステアリルアルコールよりも顕著に大きかった。一般的

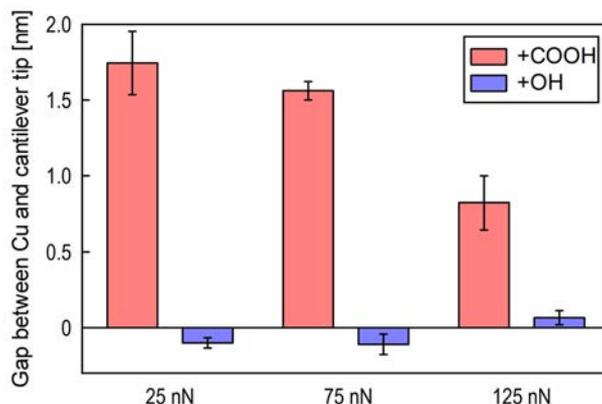


図7 ステアリン酸 (+COOH) またはステアリルアルコール (+OH) を添加した潤滑油中での各荷重における銅-探針間の平均すきま

に、吸着分子膜を形成する添加剤のアルキル鎖間の相互作用は、膜密度が高いほど強くなる[7, 8]. さらに、脂肪酸は銅に対する吸着能力が高く、化学結合を伴い高密度の分子膜を形成する[9]. これらの観点から、ステアリン酸によって形成された分子膜は耐荷重性が高く、AFM カンチレバーの探針直下における厳しい摩擦条件下でも銅表面から除去されなかったものと考えられる。

4. 脂肪酸が形成する金属石鹸膜の評価

4.1 金属石鹸を形成する脂肪酸分子構造の評価

金属石鹸膜の評価をするにあたり、スパッタリング成膜後に長期保管することによって表面酸化が進行した銅基板を使用した。なお、酸化の進行に伴い、銅の表面粗さが大きくなっていることを確認している。まず初めに、銅基板上に各種潤滑油を滴下して、AFM による摩擦測定を行った。実験には直径 8 μm のシリカを接着したコロイドプローブカンチレバーを使用した。2 μm \times 2 μm 領域を 128px \times 128px、接触面圧 250 MPa で 5 Hz の速度で往復スキャンした。2 μm \times 2 μm 領域の観察回数を摺動回数としてカウントし、30 回の摩擦測定を行った。摩擦係数は、カンチレバーのねじれから機械的に算出した摩擦力を、フォースカーブ測定においてカンチレバーのたわみから算出した押し付け力と凝着力の合計荷重で割ることで求めた。各潤滑油中での AFM による摩擦試験の結果の一例を図 8 に示す。直鎖の飽和脂肪酸であるパルミチン酸およびステアリン酸を使用したときの摩擦係数は、添加剤を含まないヘキサデカンを使用した場合と比較して低摩擦を示した。一方で、不飽和脂肪酸のオレイン酸やその他の添加剤を使用した場合には明確な摩擦低減効果はみられなかった。

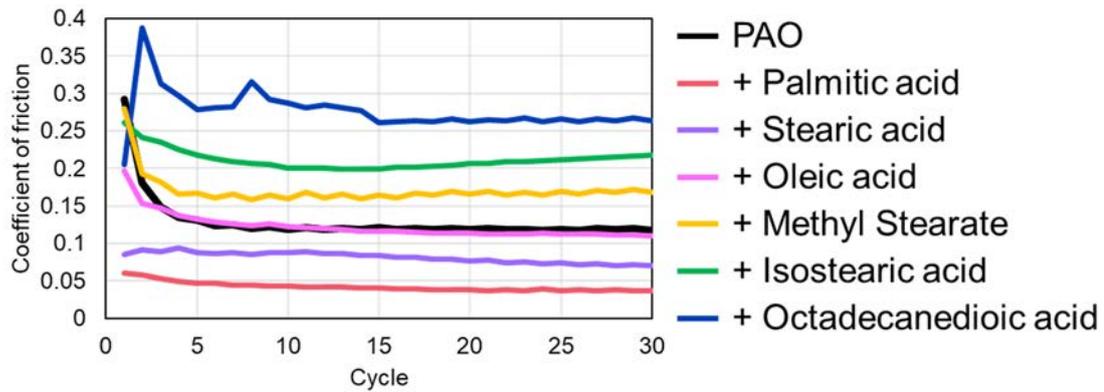


図 8 各種潤滑油を使用した摩擦試験結果

次に、先端曲率半径が 150 nm 程度であるシリコン製のカンチレバーを使用し、できるだけ弱い荷重に設定してコンタクトモードで表面を走査することによって、各種潤滑油中における表面観察を行った。その結果、摩擦低減効果の有無に対応して表面状態は 2 通りに分類できることが明らかとなった。明確な摩擦低減効果を示したパルミチン酸とステアリン酸の場合、銅表面に厚い膜が形成されている様子が観察され、これが金属石鹸膜であると考えられる。一方で、オレイン酸やその他の添加剤の場合は厚い金属石鹸膜の形成は確認できず、基油であるヘキサデカンを使用した場合の表面状態と類似していた。しかしながら、本実験のようにコンタクトモードで金属石鹸膜を観察した場合、カンチレバー走査時に働く摩擦力で金属石鹸膜の部分的な除去が生じることによって観察画像が鮮明ではなく、より高精密な観察モードを用いる必要が生じた。

摩擦低減効果を示したステアリン酸およびパルミチン酸が形成する金属石鹸膜の構造を詳細に把握するために、AFM (Dimension XR Icon NanoElectrical, Bruker 社製) に曲率半径 20 nm のシリコン製ポイントプローブカンチレバーを取り付けて表面観察を行った。2 μm \times 2 μm 領域内で 256 px \times 256 px の解像度で連続してフォースカーブ測定を行い、最大押しつけ荷重が 10 nN となるように制御した。この観察モードでは、観察時に横方向に作用する力が微弱であるため、柔らかい構造物を破壊することなく観察できる。ステアリン酸とパルミチン酸、およびオレイン酸を含む潤滑油を銅基板に滴下して 1 日後の観察例を図 9 に示す。直鎖脂肪酸のステアリン酸とパルミチン酸を用いた観察において、上述のラウンドプローブを用いたコンタクトモードでも見られていた金属石鹸膜をより鮮明に捉えることに成功した。ステアリン酸とパルミチン酸が自己組織的に銅表面に形成した金属石鹸膜の構造には明確な差はなく、銅イオンをカチオンとする金属石鹸の構造は、アルキル鎖の炭素数が 2 つ違う程度では変化がないことがわかった。一方で、オレイン酸を用いた観察においては、金属石鹸膜の形成は確認できず、酸化が進行した銅の表面粗さに対応する画像が取得された。

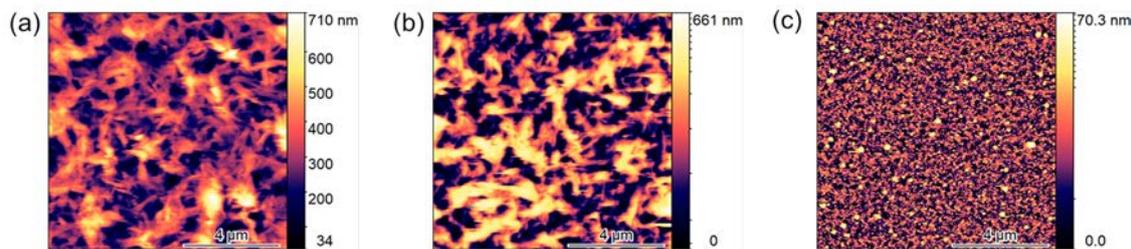


図9 (a)ステアリン酸, (b)パルミチン酸,
(c)オレイン酸含有潤滑油中での AFM 観察像

ステアリン酸やパルミチン酸は銅表面に化学吸着した後、基板上から銅原子を伴って脱離するが、溶解性が低いために銅表面に堆積する。堆積した直鎖飽和脂肪酸銅は、銅表面上において結晶状の構造体を形成しており、これが低摩擦に寄与していることが明らかとなった。

4.2 AFM 摩擦測定

銅基板および銅をスパッタ成膜していないシリコンチップ上にステアリン酸の LB 膜を形成した基板と金属石鹸膜を堆積した基板にヘキサデカンを滴下してコロイドプローブカンチレバーを使って 50, 100, 200, 300 nN の荷重を負荷して 20 回の摩擦測定を行った。また、通常空気中において酸化が進行した銅基板上にステアリン酸を含む潤滑油を滴下して 1 日経過した基板についても同様の測定を行った。加えて、潤滑油および周辺雰囲気中の水分量の影響を調査するため、乾燥空気中で潤滑油を使用した場合の評価も行った。乾燥空気中の実験では、潤滑油中に溶存する水分量を減少させて雰囲気中の湿度と状態をそろえることを目的として、潤滑油に 1 L/min で乾燥空気を 1 時間吹き込むバブリング処理を施した。乾燥空気中での観察時および金属石鹸膜の形成待機時は、潤滑油周辺の雰囲気を制御するために AFM をチャンバで覆い、チャンバ内に乾燥空気を 2 L/min 導入し続けた。乾燥空気中の場合、湿度は 10% 以下、潤滑油中の水分量は 1 ppm であった。これに対し、通常空気中の場合、湿度は 30-40% であり、潤滑油中の水分量は 18 ppm であった。

摩擦測定結果を図 10 に示す。ステアリン酸 LB 膜の膜密度はおよそ 5 chains/nm であり、ヘキサデカン中における銅基板表面と比較して摩擦係数が明らかに低下した。また、ステアリン酸銅の試薬を堆積させた基板上での摩擦係数は 0.08 程度であり、分子膜よりも石鹸膜を形成した方が更に優れた摩擦低減効果を発揮することが明らかになった。また、ステアリン酸を含む潤滑油中で測定した摩擦係数において、摺動初期に摩擦係数の減少挙動がみられるのは、銅基板上に自然形成された金属石鹸膜の構造が荷重や摩擦の影響で高密度化や再配列された可能性が考えられる。数回摺動した後の安定した摩擦係数は、ステアリン酸銅の試薬を堆積させたものと同程度の摩擦係数を示しており、潤滑油中で自己組織的に形成される金属石鹸膜が、純粋な金属石鹸のモデルと同等である可能性を示している。

また、乾燥空气中で潤滑油を使用した場合には、高荷重での摩擦時には金属石鹸膜が除去されて摩擦係数が上昇する挙動が見られた。潤滑油中に水分を多く含む通常空気中の方が金属石鹸膜は迅速に形成され、より高荷重の観察でも銅表面から除去されることなく残存した。金属石鹸膜が成長して厚膜化および大面積化すると、銅表面への吸着力が強くなるとともに、プローブ先端が銅基板表面に到達しにくくなるので、基板表面に残存しやすくなる。以上の結果から、銅表面で自己組織的に形成される金属石鹸膜は、純粋な金属石鹸を堆積させたものに匹敵する低摩擦を発揮可能であるが、銅に酸化膜が必要であるとともに、潤滑油中の溶存水分量も重要な役割を果たしていることが明らかとなった。

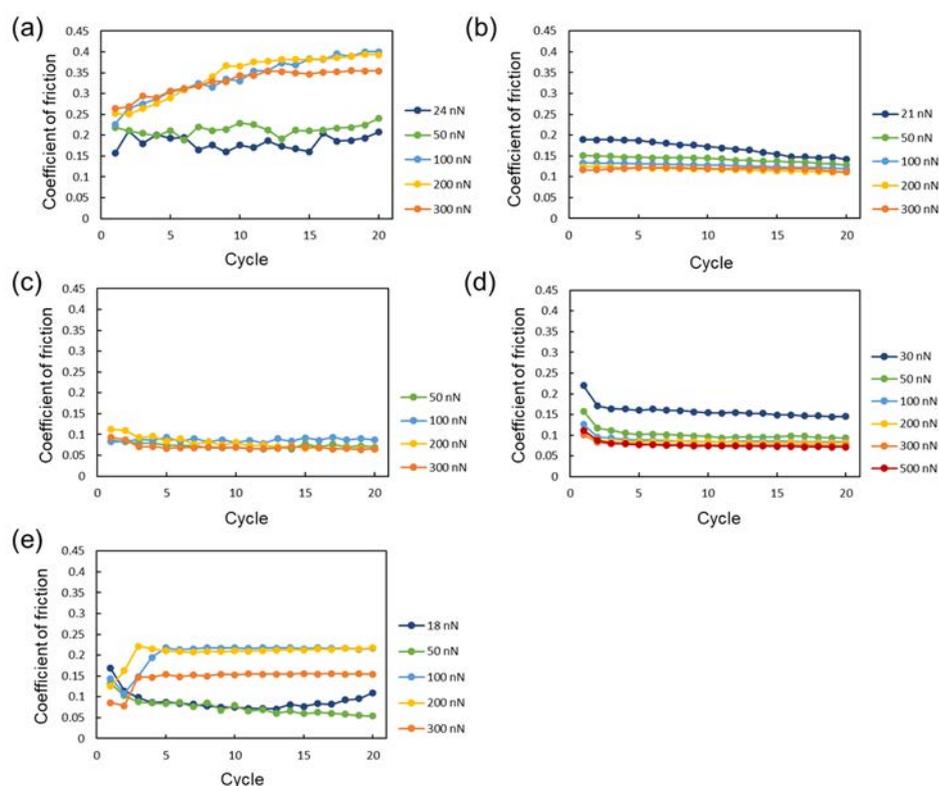


図 10 (a)銅+ヘキサデカン, (b)LB 膜+ヘキサデカン, (c)金属石鹸膜+ヘキサデカン, (d)銅+ステアリン酸含有ヘキサデカン (通常空気中), (e)銅+ステアリン酸含有ヘキサデカン (乾燥空気中) 中で取得した摩擦係数の荷重依存性

5. 結論

本研究では、有機系の潤滑添加剤の代表である脂肪酸に注目し、脂肪酸が形成する金属石鹸膜の構造とトライボロジー特性を関連付けるために、特に金属石鹸膜が形成されやすかった銅を基材として用いた原子間力顕微鏡 (AFM) での評価を行った。得られた結論を以下にまとめる。

- ・ 中性子反射率測定の結果、ステアリン酸およびステアリルアルコールを添加剤として用いた場合、いずれも厚さ 2 nm 程度の吸着分子膜が形成されることがわかった。しかしながら、AFM を用いた銅-探針間の平均すきま測定の結果、銅膜上の吸着分子膜はステアリン酸のみで維持されることが確認された。これは、ステアリン酸が化学結合を伴い高密度の分子膜を形成したために耐荷重性が高く、AFM カンチレバーの探針直下における厳しい摩擦条件下でも銅表面から除去されなかったためと考えられる。
- ・ 酸化が進行した銅基板を使用した場合、湿度を低下させない通常空気中において直鎖の飽和脂肪酸は厚い金属石鹸膜を形成しやすいことが確認され、厚い金属石鹸膜の形成には、潤滑油中の水分と酸化膜が必要であることがわかった。金属石鹸膜が広範囲に形成された後には、摩擦時に基板表面から除去されにくく、低摩擦効果を維持できることが明らかとなった。潤滑油中で自己組織的に形成された金属石鹸膜は、ステアリン酸 LB 膜よりも低い摩擦係数を示し、基板上に意図的に堆積したステアリン酸銅と同等な性能を示した。

謝辞

本研究は「公益財団法人 JFE21 世紀財団」2023 年度研究助成の支援のもと実施された。ここに深く感謝の意を記す。

参考文献

- [1] Shen, Weiqi, et al. "Relationship between interfacial adsorption of additive molecules and reduction of friction coefficient in the organic friction modifiers-ZDDP combinations." *Tribology International* 167 (2022): 107365.
- [2] Hirayama, Tomoko, et al. "Thickness and density of adsorbed additive layer on metal surface in lubricant by neutron reflectometry." *Tribology international* 54 (2012): 100-105.
- [3] Hino, Masahiro, et al. "The ion beam sputtering facility at KURRI: Coatings for advanced neutron optical devices." *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* 797 (2015): 265-270.
- [4] Yamashita, Naoki, and Tomoko Hirayama. "A method for simultaneously measuring friction and gap at metal-lubricant interface by combined use of atomic force microscopy and line-and-space patterned metal films." *Frontiers in Mechanical Engineering* 10 (2024): 1470775.
- [5] Chavez, K. L., and D. W. Hess. "A novel method of etching copper oxide using acetic acid." *Journal of The Electrochemical Society* 148.11 (2001): G640.
- [6] Yamada, N. L., et al. "Design and performance of horizontal-type neutron

reflectometer SOFIA at J-PARC/MLF." *The European Physical Journal Plus* 126.11 (2011): 108.

- [7] Studt, Peter. "The influence of the structure of isomeric octadecanols on their adsorption from solution on iron and their lubricating properties." *Wear* 70.3 (1981): 329-334.
- [8] Hironaka, Seiichiro. "Friction properties of C18-fatty acids." *Journal of The Japan Petroleum Institute* 31.3 (1988): 216-220.
- [9] Greenhill, E. B. "The adsorption of long chain polar compounds from solution on metal surfaces." *Transactions of the Faraday Society* 45 (1949): 625-631.