

令和 6 年 6 月 6 日現在

機関番号：17501

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2021～2023

課題番号：21K03838

研究課題名(和文) 蛍光スペクトル解析による粘度測定法の確立と潤滑膜のレオロジーモデルの探求

研究課題名(英文) Development of viscosity measurement using fluorescence spectrum analysis and study on rheological model in lubrication film

研究代表者

大津 健史(Otsu, Takefumi)

大分大学・理工学部・准教授

研究者番号：10634488

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,200,000円

研究成果の概要(和文)：本研究では、転がり軸受や歯車の接触面で形成される弾性流体潤滑膜のレオロジー特性を理解することを目的に、蛍光スペクトル解析を利用した粘度測定法の確立、および転がり-すべり条件における潤滑面の粘度分布の測定を行った。結果として、各種すべり条件における接触面の粘度分布を明らかにすることができ、すべり率の増加に伴い粘度上昇、および固体化が抑制されることが分かった。この結果について、Eyringモデルでの計算結果と比較を行い、接触面での粘度がせん断の作用により低下していることを考察した。また、本粘度測定法を他の潤滑油に適用するための改良もを行い、ポリアルファオレフィン油への応用が可能であることを示した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究は、潤滑膜内の油の粘度を直接的に測定できる新規的な測定技術を開発したものであり、この測定法の応用により、各種運転条件における潤滑面の粘度分布を明らかとし、当該分野では独自性のある結果となった。特に、すべりが生じる際の油膜厚さの低下について、測定した粘度分布の点から考察することが可能となり、その現象の詳細を理解することに繋がっている。このような結果から、現状の学術的課題となっている油膜内のレオロジーモデルの提案を行うことができ、これらの一連の成果は安全で機能的な潤滑面設計法の構築に貢献し、機械要素の省エネルギー化・長寿命化に寄与するものと考えられる。

研究成果の概要(英文)：In this study, the viscosity measurement technique using fluorescence spectrum analysis was developed and measurements of viscosity profile under rolling-sliding conditions were conducted in order to understand rheological behaviour in elasto hydrodynamic lubrication film. The results showed that the slip ratio affect the viscosity profile, and that under the high slip ratio condition viscosity rising was smaller than that under the rolling condition. In addition, the solidification of lubricant in the contact did not occur due to the high shear action. Moreover, it was indicated by discussion based on Eyring model that even in the high contact pressure the viscosity decreased by the shear action. The measurement technique was improved for applying to various lubricants, such as polyalphaolefin lubricant.

研究分野：トライボロジー

キーワード：トライボロジー 弾性流体潤滑 レオロジー 粘度 蛍光スペクトル 転がり-すべり

1. 研究開始当初の背景

近年、カーボンニュートラル社会の実現に向け、機械システムの省エネルギー化が求められ、その構成部品である機械要素には低摩擦化・長寿命化といった面での技術的進展が必要となっている。低摩擦化技術の一つに低粘度潤滑油の利用が挙げられるが、この場合、接触面に形成される油膜厚さの低下を防ぐことが重要となり、特に油膜挙動の変化が生じるすべり(せん断)時の正確な膜厚予測が必要とされる。この実現には、油膜内の粘度変化といったレオロジー特性を直接的に測定し、その現象を詳細に理解することが求められる。本研究では、申請者によって開発された蛍光スペクトル解析による粘度測定法の技術的発展を目的に、市販の一般的な潤滑油の測定にも応用できる方法へ確立することを目指す。また、実際の油膜観察へ応用し、課題であるせん断による膜厚変化の理解、および油膜内のレオロジーモデルの提案を行う。本研究で実現される粘度測定技術は当該分野では新規的な成果であり、また、研究結果は安全で機能的な潤滑面設計法の構築に貢献し、省エネルギー化・長寿命化に寄与するものとする。

2. 研究の目的

本研究の目的は、蛍光スペクトル解析を利用した粘度測定法の確立、および転がり-すべり条件での測定へ応用することであり、最終的にせん断を受ける潤滑膜内での油のレオロジーモデルの提案を行う。各種転がり-すべり条件での潤滑試験では、油膜厚さの測定および蛍光観察を行い、蛍光スペクトルを解析することにより各条件での潤滑膜内の油の粘度を求める。これらの結果から、潤滑膜内での油のレオロジー特性とすべりの関係を整理する。また、本粘度測定法の技術的課題の解決にも取り組む。課題として、本測定法は特定の潤滑油のみに利用でき、市販の様々な潤滑油に適用できなかったことが挙げられる。本研究では測定法の改良を行い、多種の潤滑油への応用を目指す。この研究の完成により、本方法が一般的な測定技術として確立されるとともに、各種条件での潤滑膜のレオロジー変化を詳細に理解でき、その点から潤滑膜形成の現象解明が進展する。また、得られた結果は、せん断を受ける油膜内の油のレオロジーモデルの再検討へも展開でき、その検討は潤滑理論の再構築に繋がると考える。

3. 研究の方法

(1) 本研究における粘度測定法

本粘度測定法では、蛍光物質ピレンの蛍光スペクトルにおける潤滑油粘度依存性を基本原理としている。ピレンを特定の濃度で潤滑油に添加すると、蛍光波長 475 nm のエキシマ発光が生じる。このエキシマ発光の強度は溶媒である潤滑油の粘度の影響を受け、粘度が高くなると発光強度が低下する。また、潤滑油が固体化すると、その強度はほぼ変化しなくなる。

図1には、蛍光強度比と粘度の関係を示す(基油 5P4E にピレンを 3.0 mass% 添加した条件)。図中の強度比は、エキシマ発光強度を 5P4E (ポリフェニルエーテル) の蛍光強度(蛍光波長 450 nm) で除した値であり、強度比が低いほどエキシマ発光強度が低くなる。図より、強度比が低下するとともに粘度は上昇していき、特に、強度比が約 1.2 以下の範囲では粘度が急激に上昇することが分かる。図中には、固液転換点での粘度 (3.2×10^6 Pa s) も示し、この結果より、強度比が 1 以下になると潤滑油は液体から固体に変化すると言える。本測定では、潤滑面の蛍光観察から蛍光スペクトルを測定し、それを解析することで強度比を求める。その後、図1の粘度-強度比の関係を用いて、粘度を求める。

なお、この方法では強度比を求める際に基油 5P4E の蛍光強度を用いた。これにより、蛍光強度が正規化され、強度における膜厚の影響を取り除くことができる。一方で、他の潤滑油にこの方法を用いる場合、蛍光を発する油が適用条件となる。従って、蛍光を発しないような一般的な潤滑油への応用する際には、本方法の改良が必要となる。

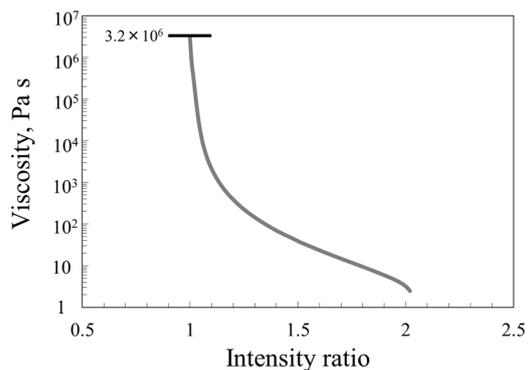


図1 強度比と粘度の関係

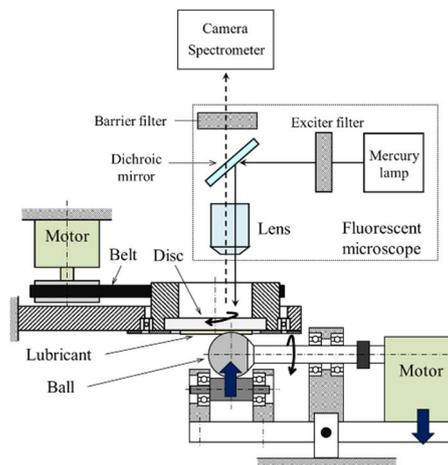


図2 転がり-すべり潤滑試験装置

(2) 転がり-すべり潤滑試験装置

本研究で使用した転がり-すべり潤滑試験装置を図 2 に示す。鋼球試験片とガラスディスク試験片を点接触させた状態で、各種転がり-すべり条件での実験を可能としている。

鋼球試験片(軸受鋼球, SUJ2)は、てこ部に取り付けられた回転軸と接続しており、モータにより回転させることが可能である。ディスク試験片(光学ガラス BK7)の方はプリー部の下面に固定され、ベルトを介してモータで回転させる。てこ部の負荷位置に錘を載せることにより、球とディスク間の接触部に荷重を加える。なお、潤滑油は予め接触部に供給しておく。

接触面の観察は、上方より蛍光顕微鏡を用いて行う。蛍光顕微鏡の光源には水銀光源を用い、紫外光(波長 300-390 nm)をダイクロイックミラーを介して接触部へ照射し、接触部から発する蛍光は顕微鏡に接続した CMOS カメラで観察する。また、蛍光スペクトルは分光器で測定する。

4. 研究成果

(1) 転がり-すべり条件での接触域における粘度分布

図 3 には、すべり率 $S=0, -0.5, -0.75, -2.0$ の各条件における接触部の観察結果を示す。ここで、すべり率 S は鋼球とディスクの回転速度の差を平均速度で除した値であり、 $S=0$ では純転がり、 -2.0 ではディスクが鋼球表面を純すべりする条件となる。実験条件としては、荷重 10.1 N(最大ヘルツ接触圧 0.42 GPa)、平均速度 70 mm/s、温度 296-297 K である。実験では、5P4E を基油とし、ピレンを 3.0 mass% 添加し完全溶解させている。

この結果より、 $S=0$ (純転がり)では弾性流体潤滑の典型的な馬蹄形の油膜形状となっており、接触域の入口から中心部にかけて平坦な膜厚となっていることが分かる。一方で、 $S=-0.5, -0.75$ では接触域入口部で干渉縞の変化があることから、入口部から接触域中心にかけて膜厚が低下し、すべり率が高くなるにつれて、その変化が大きくなっている。 $S=-2.0$ (純すべり)では、干渉縞の次数変化が多くなっており、入口部から膜厚が低下する傾斜膜となっている(図 5 に油膜形状を示す)。従って、すべり率が高くなると、接触域内での平坦な膜厚領域が維持されなくなり、接触域内での油膜低下が引き起こされる。

図 4 には、各すべり率での粘度測定結果を示す。測定は接触域の中央部で行い、図中の横軸は流れ方向を示す。また、図中には固液転換点の粘度も示している。

図より、 $S=0$ では、粘度が入口側から大きく上昇し、接触域中心付近で固液転換点に達し、固体化していることが分かる。 $S=-0.5$ においても、入口部での粘度上昇は $S=0$ と同様に確認でき、中心付近での固体化も見られるがその領域は $S=0$ と比べると狭くなっている。一方、 $S=-0.75$ では、入口部での粘度上昇は $S=0, -0.5$ と同様であるが、接触域中心部での固体化は明確に確認できなくなっており、 $S=-2.0$ では接触域内での粘度上昇が小さく、最大粘度は約 10^4 - 10^5 Pa s となる。これらの結果より、入口部での粘度上昇においてはすべり率の影響はほぼ無いと見れるが、接触域内での粘度上昇はすべり率とともに小さくなると整理できる。また、その結果、すべり率が高い条件では、接触域内での潤滑油の固体化も見られなくなる。

図 5 には、 $S=0, -2.0$ の粘度分布と油膜形状を示す。この結果より、 $S=0$ では接触域内の膜厚一定領域で粘度上昇と固体化が生じており、入口部でのくさび作用による圧力上昇とともに粘度も増加し、接触域内では高い接触圧力により表面が弾性変形するとともに潤滑油の高粘度化と固体化が起こると考えられる。一方で、 $S=-2.0$ では入口部での粘度上昇は生じているが、接触域内で高粘度化が抑えられており、それとともに油膜厚さが流れ方向に低下している。従って、接触域内での粘度上昇が抑えられたため、 $S=0$ の時のように厚膜の形成ができなかったと考えられる。

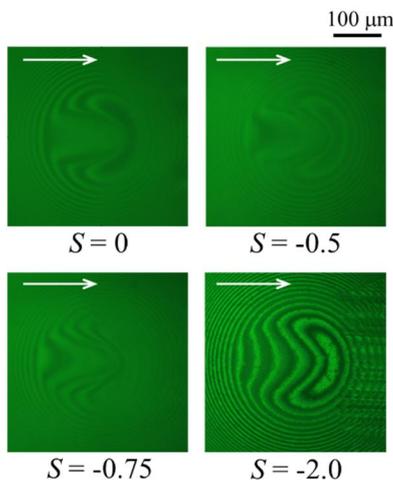


図 3 接触部の観察結果

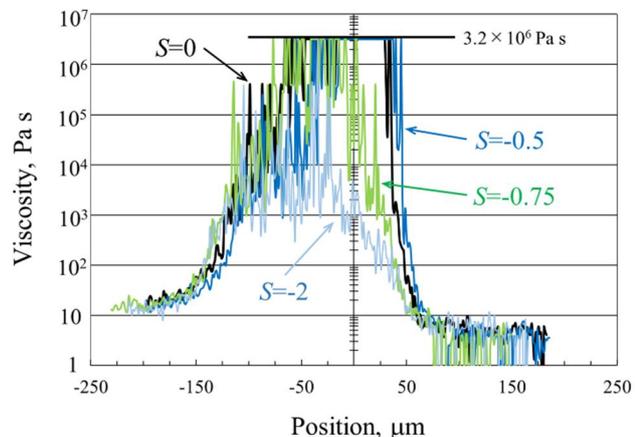


図 4 粘度分布の測定結果

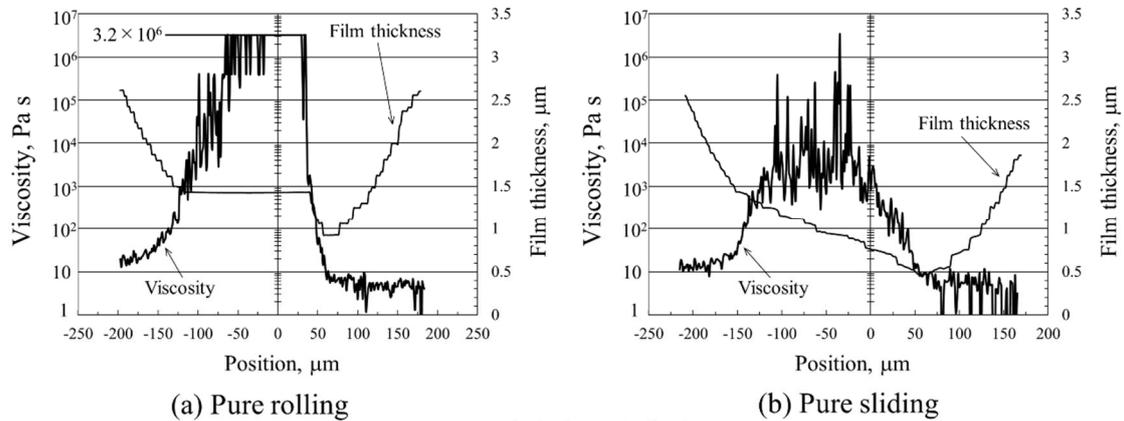


図5 粘度分布と油膜形状

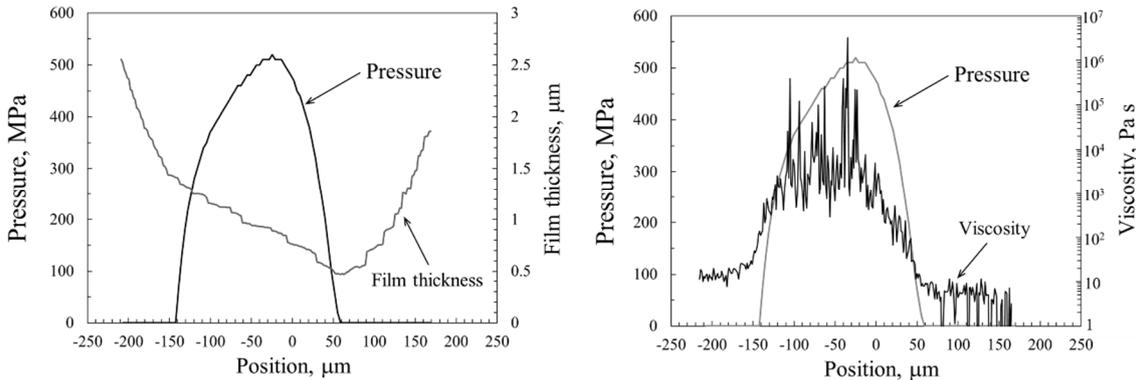


図6 圧力分布と油膜形状

図7 圧力分布と粘度分布

接触域内での粘度分布はすべり率によって異なることが分かったが、この違いを考察するために、接触域内での圧力分布を求めた。図6、7には、 $S=-2.0$ における接触域の圧力分布と油膜形状、圧力と粘度分布をそれぞれ示す。圧力は、油膜厚さの測定結果より表面の弾性変形量を求め、弾性方程式より算出した。

図6、7より、接触域内の圧力は約 $-25 \mu\text{m}$ の位置で最大 520 MPa と高くなっており、ヘルツ接触の最大値 420 MPa を超えた値であることが分かる。一方で、粘度の上昇は圧力が高くなる領域で生じていないことも明らかである。 $S=0$ の条件で固体化することを考えると(最大ヘルツ接触圧 420 MPa で固体化すること)、この圧力条件でも十分に固体化してもよいと推測されるが、実際には固体化しない。考察の一つとして、接触面での油膜温度の上昇が考えられ、すべりが生じるとせん断発熱により油膜温度が上昇する。本条件での油膜温度を推定すると、約 6°C 上昇することが分かり、状態図を基に温度上昇が生じた場合の油の状態を検討すると、弾塑性体と固体であることが示された。従って、せん断発熱による温度上昇があったとしても、接触域では固体化が起こるはずであるが、実験では確認されない。

(2) すべり条件でのレオロジー特性

以上の検討結果より、 $S=-2.0$ において接触域内では固体化が生じず、液体状態を維持しており、高接触圧力下でせん断の作用が影響を及ぼしていると考えられる。この点を考察するため、接触域内での shear thinning 現象の検討を行った。

せん断を受けた際の粘度は Eyring モデルにより計算し、Eyring 応力は過去の研究結果で示された式を使用する。せん断率は油膜厚さの測定結果を基に求めた。

図8には、流れ方向の位置とせん断率、および粘度の測定結果を示す。図中には Eyring モデルによる計算結果、Barus の式における粘度の計算結果を示しており、圧力は図6、7の接触域内の分布で与えている。また、固液転換点の粘度を最大値として示す。

この結果より、せん断率は流れ方向に沿って増加し、接触域内では $1-3 \times 10^5 \text{ 1/s}$ の値を示していると分かる。粘度分布において、Barus の式による粘度は入口部で大きく上昇し、固液転換点の粘度に達し、固体化を示す。一方、Eyring モデルにおける粘度は入口部で上昇し、約 600 Pa s に達しているが、Barus の式の場合のように接触域内で上昇することは見られず、最大圧力となる $-25 \mu\text{m}$ の位置においても粘度は約 650 Pa s である。この結果は、油膜内に作用するせん断により粘度が低下するためである。図9には、Eyring モデル、Barus の式の結果と本研究における測定結果を比較したものである。この図より、測定結果は Eyring モデルよりも高い値を示しているが、その傾向は一致していると分かる。この結果より、 $S=-2.0$ での粘度上昇の抑制はせん断による粘度低下によるものと検討され、十分に高い圧力条件ではあるが、高いせん断率により粘度が低下し、その結果、接触域内で粘度上昇、および固体化が生じなかったと考えられる。また、粘度上昇、固体化が起こらなかったため、接触域内での油膜形成もできなくなり、膜厚が

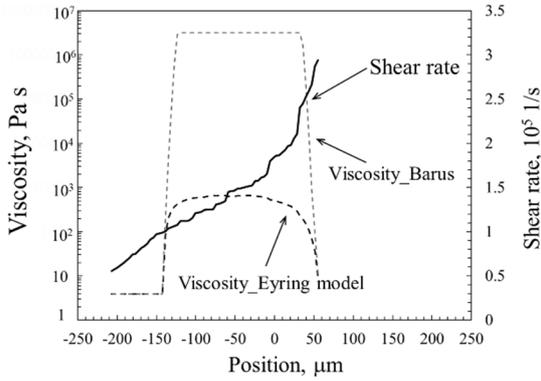


図8 せん断率と粘度の関係

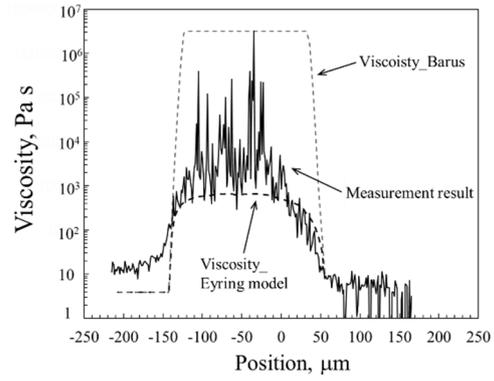


図9 測定粘度と計算結果の比較

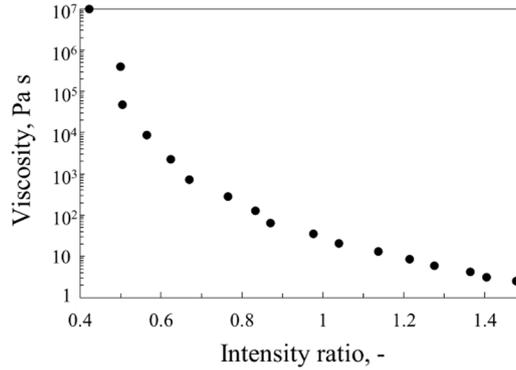


図10 強度比と粘度の関係 (PAO 油での結果)

低下したと推測される。本研究方法を利用することにより、すべり条件でのレオロジー特性が明らかとなり、理論的な考察も可能となった。

(3) 粘度測定法の合成潤滑油 PAO への展開

本粘度測定法の技術的課題として、本方法を市販の合成潤滑油等の様々な潤滑油へ適用できるように改良することが挙げられる。この点において、本測定法では蛍光強度の正規化のため蛍光強度比を導入したが、その際、基油 5P4E の蛍光強度を基準強度とした。従って、基油が蛍光を発しない場合には本方法を使用できないこととなる。この課題を解決するため、本研究では測定法の改良を行った。改良として、基油に基準の蛍光強度となる新たな蛍光物質を添加し、この強度を強度比を求める際に使用することを試みた。基準蛍光となる蛍光物質には一般的な酸化劣化防止剤である 1-(N-フェニルアミノ)-ナフタレン (PAN)、基油には市販の合成潤滑油ポリアルファオレフィン (PAO) を用いた。併せて、これまでと同様に粘度測定用の蛍光物質ピレンを添加することで、PAO 油でも粘度測定が可能になると考えられる。

PAN を添加した条件、およびピレン、PAN を併用した条件の各温度での蛍光スペクトルを調べると、PAN の蛍光強度は温度低下とともに変化しないことが分かり、粘度上昇の蛍光強度への影響は無いことが確認できた。従って、基準の蛍光強度として利用できる。また、併用条件では、ピレンのエキシマ発光強度は温度とともに低下しており、これまでと同様に、この強度を解析することにより粘度を求めることが可能と分かった。これらの測定結果を基に、ピレンのエキシマ発光の強度を PAN の蛍光強度で除した値を強度比として定義する。

図 10 には、強度比と粘度の関係を整理したものである。粘度の計算には Yasutomi の式を使用し、各温度での粘度を求めた。ここで、ガラス転移点の最大粘度は 10^7 Pa·s としている。この結果より、蛍光スペクトルから強度比を求め、この関係を用いることにより潤滑面の粘度を算出することが可能となった。

実験では、基礎的測定として、潤滑面に形成される閉じ込め膜の蛍光観察を行った。ディスクに鋼球を衝突させ荷重を加えると、接触面で発生する圧力により接触域中心付近の油は高粘度化し、接触域内に閉じ込められる。その結果、厚膜を形成する。この膜の中心位置での粘度を測定すると、実験後 10 s では約 1.09×10^4 Pa·s と高粘度状態になっていることが確認された。一方、開始後 60 s での中心位置での粘度は約 164 Pa·s まで低下した。閉じ込め膜内の油が時間とともに排出される。その結果、接触域の圧力が低下し、油の粘度も低くなると考えられる。これらの結果より、改良された本測定法を使用することにより、合成潤滑油 PAO においても粘度測定が可能であることが確認された。併せて、基礎的実験より、本測定法の問題点についても検討することができた。今後の展開として、転がり-すべり潤滑試験に適用することにより、PAO 油での油膜形成におけるレオロジー特性、および油膜形成に及ぼすせん断の作用について、詳細に理解できると考えられる。

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計1件（うち査読付論文 1件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 1件）

1. 著者名 大津健史	4. 巻 88
2. 論文標題 各種圧力条件での蛍光法を応用した弾性流体潤滑膜の粘度分布の測定	5. 発行年 2022年
3. 雑誌名 日本機械学会論文集	6. 最初と最後の頁 1, 10
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1299/transjsme.22-00122	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -

〔学会発表〕 計4件（うち招待講演 2件/うち国際学会 1件）

1. 発表者名 Takefumi Otsu
2. 発表標題 Measurements of viscosity profile in EHL film under sliding conditions
3. 学会等名 9th International Tribology Conference, Fukuoka 2023 (ITC Fukuoka 2023) (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 大津健史
2. 発表標題 蛍光法を応用したEHL膜の粘度測定
3. 学会等名 第30回テクスチャリング表面のトライボロジー研究会 (招待講演)
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 吉田 侑矢, 大津 健史, 三浦 篤義
2. 発表標題 蛍光スペクトル解析によるEHL 膜の粘度分布の測定
3. 学会等名 トライボロジー会議2021春東京
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 吉田 侑矢, 大津 健史, 三浦 篤義
2. 発表標題 転がり-すべり条件におけるEHL膜の粘度分布の測定
3. 学会等名 トライボロジー会議2021秋松江
4. 発表年 2021年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------