

科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和 3 年 6 月 9 日現在

機関番号：17501

研究種目：若手研究

研究期間：2018～2020

課題番号：18K13677

研究課題名(和文) 蛍光観察による新規的レオロジー測定技術の開発と潤滑膜その場観察への応用

研究課題名(英文) Development of rheological measurement technique using fluorescence method and application for in-situ observation of 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)：本課題では、弾性流体潤滑膜における油のレオロジー変化を測定する新規的技術の実現を目的に、蛍光物質の発光特性を応用した粘度測定技術の提案を行った。測定では、蛍光物質ピレンの発光特性に及ぼす粘度の影響を調べ、その結果を基に、蛍光強度比と粘度の関係性を明らかにした。また、その特性から、粘度算出方法、および油の固体化の判定法を整理した。さらに、純転がり下での蛍光観察実験より、接触域での粘度変化、および接触域内での油の固体化を明らかにし、それらは従来の潤滑領域図での検討結果に一致することが分かった。併せて、結果を総括し、本測定法の課題についても検討を行った。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究では当該分野で実現されていなかった油膜内のレオロジー測定技術を新規的に構築したものであり、これを潤滑面での観察・測定に応用することにより、接触面で起こる粘度変化や固体化といったレオロジー特性を詳細に理解することが可能となる。このような知見は潤滑現象を理解する上で重要な情報であり、潤滑メカニズムの解明の点で学術的に非常に意義のあるものと考えられる。また、本研究を基に潤滑理論の再検討を行う等、学術的な進展が期待でき、この結果は実用面での潤滑面設計の高度化にも繋がる。従って、機械要素の高精度化・高寿命化に寄与し、社会の安全・安心技術や省エネルギー技術に貢献できると考える。

研究成果の概要(英文)：In this study, the rheological measurement system using fluorescence behavior of pyrene was proposed in order to understand the viscosity rising and the solidification of lubricant occurred in elasto-hydrodynamic lubrication film. It was revealed that the intensity ratio of pyrene excimer emission decreased with increasing viscosity, and that the intensity ratio was almost constant value under the condition for the solid state of lubricant. The relationship between viscosity and intensity ratio was obtained from fundamental results, and also the method for presuming the solidification was proposed. Moreover, the experimental results under the pure rolling condition showed that the viscosity increased at the inlet of contact, and that the state of lubricant changed to the solid in the contact area with high contact pressure. In addition, technical issues of this measuring method were discussed from the results obtained in this study.

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 蛍光観察

1. 研究開始当初の背景

近年、各種機械の高精度・高寿命化に向け、機械システムの基となる機械要素の高性能化が求められている。この点において、転がり、すべり運動を行う接触面では、油膜形成の安定化と直接接触・摩耗の抑制が課題の一つとして挙げられ、この解決には、油膜形成メカニズムの詳細を理解し、油膜破断を抑制するための設計技術を構築することが必要となる。広く機械に使用されている転がり軸受や歯車では、その潤滑状態が弾性流体潤滑域となる。この潤滑域では、高い接触圧力による表面の弾性変形と高圧による油の高粘度化が影響し、接触面での油膜形成が行われている。さらに、運転条件によっては膜内の油が固体化するともいわれている。一方で、膜内の油の状態、特に膜内の粘度上昇や固体化といったレオロジーについては十分な理解が進んでおらず、そのため、現状、油膜形成メカニズムとレオロジー変化の関係性も詳細には理解できていない。このような背景として、これまでに動的条件下での膜内のレオロジーを直接的に測定できる技術が無かったことが大きな理由として挙げられ、現在、レオロジー特性を測定する新規的技術の実現が求められている。この実現は、潤滑機構や油膜形成の安定化に関わる課題の一つである「潤滑膜内の油のレオロジー特性(粘度変化や固体化)」を解決できることに繋がる。

2. 研究の目的

本研究では、弾性流体潤滑膜内のレオロジー特性を直接的に測定する技術を提案し、測定システムを開発することを目的とする。

従来、膜内の油の状態は静的条件で測定された状態図や物性値を基に検討されてきたが、実現象の詳細を理解するためには、動的条件下でのレオロジー測定が望まれ、そのための新規的な測定技術の実現が必要となっていた。本研究で提案する方法では、蛍光物質の発光特性の粘度依存性に着目し、接触面での蛍光スペクトルの変化を調べることで、膜内の粘度を求める。

本研究では、始めに蛍光観察システムを構築し、蛍光観察から粘度を求める一連の測定方法を構築する。さらには転がり-すべり運動を行う潤滑試験装置の開発も試み、各種運転条件における蛍光観察、および解析結果から接触面の粘度分布(二次元分布)を明らかにする。これらの結果より、各運転条件における油の状態の検討、および潤滑メカニズムの考察を行い、弾性流体潤滑のレオロジーに関する基礎的知見を整理する。また、本研究の総括として、測定方法の課題についても検討し、今後への展望を行う。

3. 研究の方法

(1) 粘度測定法の原理

本研究における粘度測定には、蛍光物質の発光特性を応用する。ここでは、蛍光物質としてピレン(Fig. 1 に分子構造を示す)を使用する。ピレンは紫外光下でモノマ発光(波長 375 nm)を生じ、濃度が高い条件では励起・非励起分子の相互作用により、エキシマ発光(波長 475 nm)が生じる。ここで、エキシマ発光は二量体形成によるものであり、この反応は分子の拡散現象に支配されている。従って、エキシマの反応速度は溶媒である油の粘度に依存し、粘度が高い条件では形成速度が小さくなり、反対に粘度が低い条件ではその速度は高くなる。このエキシマ発光の粘度依存性を応用することにより、油の粘度が求められることとなる。なお、反応速度は温度の関数でもあるが、その速度に及ぼす温度と粘度(粘度は温度、圧力の関数でもある)の影響を調べると、粘度の影響の方が強いことが分かった。従って、本測定法では、接触面の粘度変化を主として測定できるといえる。

Fig. 2 には、本研究で使用した観察システムを示す。蛍光顕微鏡において、水銀光源からの光は励起フィルタにより、波長 300-390 nm の紫外光に変化し、ダイクロイックミラーを介して、油に照射される。油から生じる蛍光は、顕微鏡に接続されたカメラにより撮影されるとともに、蛍光スペクトルは分光器で測定することができる。

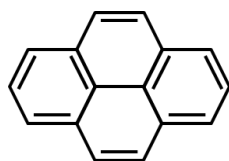


Fig. 1 ピレンの分子構造

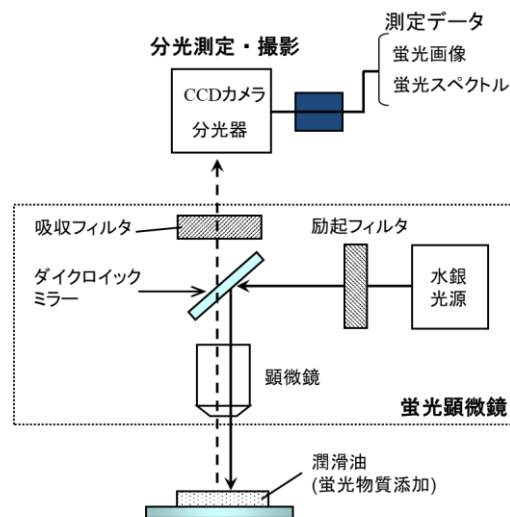


Fig. 2 蛍光観察システム

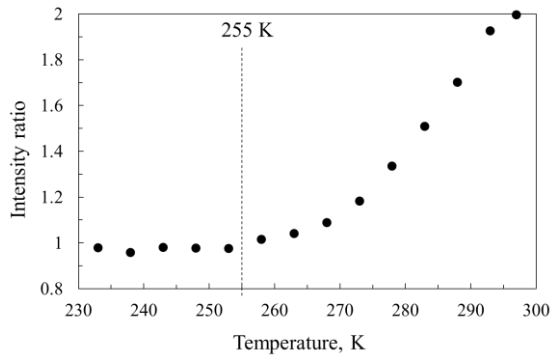


Fig. 3 強度比と温度の関係

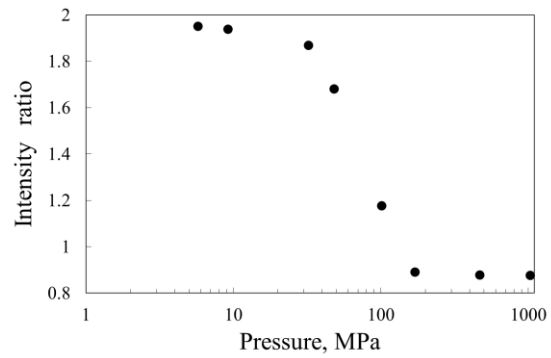


Fig. 4 強度比と圧力の関係

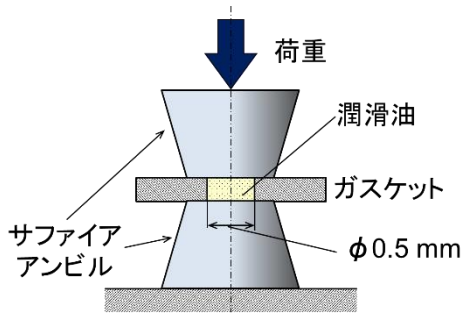


Fig. 5 サファイアアンビルセル

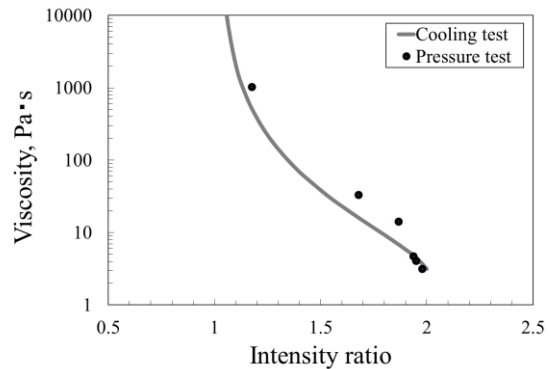


Fig. 6 粘度と強度比の関係性

Fig. 3 には、測定結果から求められたエキシマ発光の強度比と温度の関係を示す。潤滑油にはポリフェニルエーテルを使用し、ピレンを 3 mass% 添加し、完全溶解させている。なお、この条件では、大気圧、常温下でエキシマ発光が観察される。図の縦軸は強度比としており、これはエキシマ発光強度を 5P4E の発光強度 (約 450 nm のピーク強度) で除したものである (本方法では 5P4E のピーク強度を基準ピークとしている)。この強度比を用いることで、膜厚による影響を取り除くことができ、油膜観察への応用が可能となる。

図より、強度比は温度低下とともに大きく低下していくことが分かり、約 263 K 以下ではその変化量が小さくなり、約 253 K 以下からは約 0.96-0.98 の値を示すことが明らかである。これらの結果より、ピレンのエキシマ発光は温度低下とともに小さくなり、約 255 K を境にその発光特性が変化していると考えられ、これは温度低下による粘度の上昇に起因した結果といえる。ここで、5P4E の状態図を基に考察を行うと、大気圧下において、油の状態は約 255 K まで粘性流体、255-245 K までは粘弾性体、245 K 以下では弾塑性体となる。従って、粘性流体の範囲では、温度低下とともに粘度が上昇するために強度比が低下していき、粘弾性体・弾塑性体となる温度ではエキシマ発光が小さくなり、強度比がほぼ一定になると考えられる。

Fig. 4 には、強度比と圧力の関係を示す。Fig. 3 では強度比と粘度の関係性を温度変化の実験から調べたが、粘度は圧力の関数でもあるため、ここでは圧力による変化 (加圧条件での実験) から強度比と粘度の関係を検討する。

本研究では加圧部にサファイアアンビルセル (Fig. 5) を用いた。これにより、約 1 GPa の高圧環境が実現でき、Fig. 2 の観察システムより油の蛍光スペクトルを測定することができる。なお、圧力はガスケットの変形量より算出した。

図より、強度比は圧力とともに低下し、約 170 MPa 以上では 1.0 を下回ることが分かり、エキシマ発光が圧力とともに小さくなっていることが示されている。ここで、上述した温度との関係と同様に、5P4E の状態図を基にした検討を行う。状態図より、297 K での粘弾性体遷移圧力は約 200 MPa であり、大気圧からこの圧力までは油は粘性流体と分かる。従って、粘性流体の範囲では、圧力が高くなるとともに、粘度が上昇し、その結果、エキシマ発光が小さくなるため強度比が低下すると考えられる。さらに、油が粘弾性体となる圧力では、エキシマ発光が小さくなり、強度比がほぼ一定になると推測される。なお、図の結果では約 170 MPa で強度比が 1 を下回っているが、これは算出した圧力の精度による影響 (ガスケットの変形量の違い) と考えられ、圧力値は約 200 MPa と近いので、この段階で固体化しているものと考えられる。

Fig. 3, Fig. 4 の結果より、強度比の変化は油の状態と関係しており、この関係性を利用することにより、油の粘度、および固体化を求めることができる。Fig. 6 には、粘性流体域における粘度と強度比の関係図を示す。図中の粘度は、各温度、圧力で Yasutomi らの式により求めた値である。この図より、強度比の低下とともに粘度が増加する関係性が明確に分かり、強度比が約 1.0 付近での粘度の増加率が大きくなることも示されている。この関係を用いることにより (測定時には粘度-強度比の関係式を利用する)、蛍光スペクトルから求めた強度比から粘度を算出することが可能となる。さらには、強度比が約 1.0 を下回った場合には、油が粘弾性

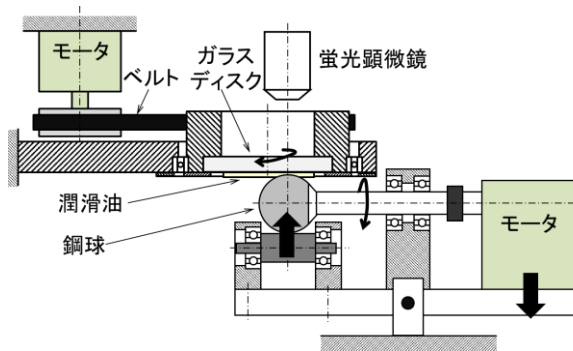


Fig. 7 転がり-すべり実験装置

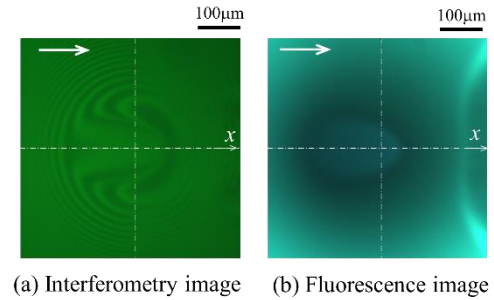


Fig. 8 接触面の観察結果

体・弾塑性体へ変化したと判断でき、油の固体化についても理解することができる。なお、図より、温度変化、圧力変化の各実験結果ではほぼ同様の結果を示すことも明らかである。

(2) 転がり-すべり実験装置

Fig. 7 には、転がり-すべり型潤滑試験機の概略図を示す。この装置ではディスクとボールの点接触型の構造で、両試験片の回転速度を制御することにより、純転がり、転がり-すべり、純すべりの条件が実現できる。

ディスクは上部のプーリ部に取り付け、ベルト駆動により回転できる構造となっており、ボールは回転軸に固定され、接続されたモータにより回転させる。また、ボール固定部はこの構造となっており、ここに錘を載せることで接触面に任意の荷重を加える。潤滑油は実験前に試験片に塗布しておくことで供給する。なお、本研究では、ディスクに光学ガラス(BK7製)、ボールに軸受鋼球(SUJ2製)を使用する。

接触域の観察は、Fig. 2 の観察システムを用いて行い、蛍光像の撮影、および蛍光スペクトルの測定を行う。なお、光干渉像の測定の際には緑色光を用い、ガラスディスクには片面にクロムの半透過膜と SiO₂ のスペーサレイヤを施したものを使用する。これにより、光干渉法を用いて油膜厚さの測定が可能となる。

4. 研究成果

(1) 転がり接触面での粘度分布

Fig. 8 には、荷重 10.1 N(平均ヘルツ圧 280 MPa)、転がり速度 70 mm/s での接触面の観察結果(干渉像、蛍光像)を示す。実験時の温度は 296.5 K であった。なお、図中の矢印は流れ方向を示す。

図より、接触域入口部にかけて蛍光強度が低下し、接触域内では膜厚低下部(くびれ部)までの平坦な油膜厚さの領域において蛍光強度が高くなっていることが分かる。Fig. 9 には、この条件における粘度分布の算出結果を示す。図中には油膜形状も示す。この結果より、粘度は接触域入口付近で大きく上昇し、約-100 µm で約 10³ Pa・s を超えていることが分かる。さらに、接触域内で最大粘度(固液転換点での粘度)の 3.2×10⁶ Pa・s に達しており、接触域の中心位置にかけて、最大粘度に到達した固体化領域が確認できる。接触域後方では、膜厚低下部(くびれ部)以降で粘度が大きく低下し、約 4 Pa・s の大気圧粘度に近い値に戻っていることが分かる。これらの結果より、油膜形成メカニズムを以下の通り、考察することが可能である。接触域入口ではくさび作用により圧力が発生し、それとともに油の粘度も上昇する。この圧力発生に伴い、接触面に油膜が形成され、油が接触部に導入されることとなる。導入された油は高い圧力の作用により固体化し、接触面を通過していく。出口部では圧力が低下するため、大気圧粘度に戻ると考えられる。

(2) 各荷重における粘度分布

Fig. 10 には、0.7, 4.6, 10.1, 24.2 N(平均ヘルツ圧 115, 215, 280, 374 MPa)の各荷重における粘度分布を示す。この図より、各荷重において、接触域内での粘度変化が異なっていることが分かる。0.7 N では接触部入口でやや粘度が上昇するが、他の荷重条件と比較すると、その上昇は大きくない。4.6 N では接触域中心にかけて粘度が大きく上昇し、約-25 µm で約 10⁶ Pa・s を示す。中心付近では最大粘度に到達しているように見えるが、ノイズの影響も考慮した平均値は最大粘度に達しておらず、接触域内での固体化は生じていないといえる。10.1, 24.2 N では 4.6 N と同様に、入口部から大きな粘度上昇が見られ、それぞれ約-60, -100 µm の位置で最大粘度に到達しており、接触域内での固体化が確認できる。また、24.2 N では接触圧力の増加に伴い、接触面積も増大するため、最大粘度に到達する領域が拡大していると考えられる。

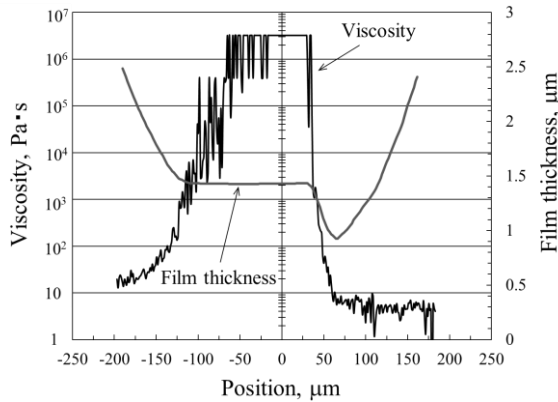


Fig. 9 粘度分布と油膜形状

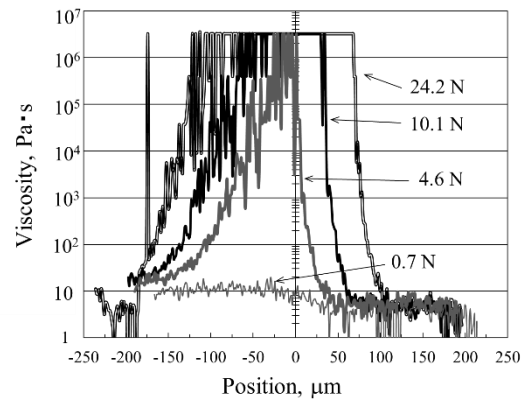


Fig. 10 各荷重における粘度分布

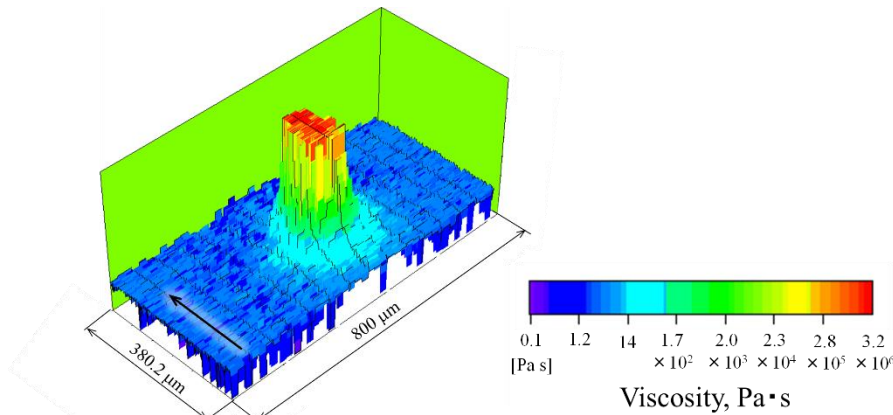


Fig. 11 二次元粘度分布(10.1 N)

各荷重における粘度変化の結果を考察するため、潤滑領域図を基にした検討を行う。潤滑領域図では、横軸に粘度-圧力係数 α と平均ヘルツ圧の積、縦軸に Hamrock-Dowson の EHL 膜厚計算式における荷重パラメータ G と速度パラメータ U の $1/4$ 乗の積を示す。この領域図より、各運転条件における潤滑領域、および油の状態を検討することが可能である。

潤滑領域図より各荷重の潤滑領域・油の状態は、0.7 N で IR 領域(等粘度-剛体領域)・L(液体)、4.6 N で PR 領域(高压粘度-剛体領域)・L(液体)、10.1, 24.2 N で PE 領域(高压粘度-弾性体領域)・VE(粘弾性体)であることが分かった。これらの結果と Fig. 10 を比較すると、両結果はほぼ同じ傾向であり、0.7 N では等粘度領域であるため、測定結果でも粘度上昇が大きくは見られず、4.6 N では高压粘度領域であるため、接触域内で大きな粘度上昇が見られたと考えられる。さらに、10.1, 24.2 N では、高压粘度領域・粘弾性体となるため、接触域内で固体化が確認されたと推測される。従って、得られた結果は潤滑領域図とほぼ同様の検討結果となっており、このことから本測定結果の妥当性も確認できる。

(3) 粘度の二次元分布の測定結果

Fig. 11 には、10.1 N における接触域内の二次元粘度分布を示す。図中の矢印は流れ方向であり、分光器のスリット幅を 20 μm とした条件での測定結果である。この結果より、接触域の入口部で粘度上昇が生じており、接触域内で最大粘度への到達し、固体化していることが分かる。この領域は接触域内の弾性変形が生じ、平坦な膜厚を示す領域と一致している。また、後方の領域では圧力が低下することから、大気圧粘度に戻っていることも明らかである。このような二次元粘度分布を求めることにより、接触域内での油のレオロジー変化の現象が明確に理解できるといえる。一方で、この測定では流れと垂直方向の分解能がスリット幅に依存するため、比較的、分解能が低くなる。さらに、分光器に導入される蛍光強度はスリット幅に影響し、その幅が小さいと蛍光測定自体が難しくなる。従って、分解能を高くするためにスリット幅を小さくすると、測定不可になってしまう。そのため、本測定では蛍光測定時のゲインを大きくし、スペクトルの測定を行ったが、その影響により測定結果のノイズが大きくなり、測定精度が低下してしまうこととなった。今後の課題として、十分な測定精度が確保できるように測定システムを改良することが望まれる(特に、光源やカメラ等の変更が必要と考えられる)。

本研究で実現した油膜内の粘度測定法は独自に開発した技術であり、潤滑面観察への応用、および得られた粘度分布についても新規的な結果が得られている。今後、現状の課題点を解決し、測定法として確立させていくことにより、潤滑面でのレオロジーに関する課題が解決でき、これらの一連の結果は潤滑技術の大きな進展に繋がるものと期待できる。

5. 主な発表論文等

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

1. 著者名 大津 健史	4. 巻 66
2. 論文標題 蛍光法を利用した弾性流体潤滑膜のレオロジー測定技術	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 トライボロジスト	6. 最初と最後の頁 116-123
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.18914/tribologist.66.02_116	査読の有無 無
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計3件（うち招待講演 1件 / うち国際学会 1件）

1. 発表者名 Takefumi Otsu
2. 発表標題 Viscosity measurement under high pressure condition by fluorescence spectrum analysis
3. 学会等名 International Tribology Conference Sendai 2019 (ITC Sendai 2019) (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 大津 健史, 今戸 啓二
2. 発表標題 転がり-すべり条件におけるEHL膜の蛍光観察とスペクトルの測定
3. 学会等名 トライボロジー会議2018春東京
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 森田 拓海, 大津 健史, 三浦 篤義, 今戸 啓二
2. 発表標題 蛍光スペクトル解析による潤滑油の高圧粘度の検討
3. 学会等名 トライボロジー会議2018秋伊勢
4. 発表年 2018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
---------	---------