

# 蛍光染色法を用いた微小模擬摩耗粒子の接触面間進入観察

The Observation of Fluorescent Staining Small Wear Imitation Particles Entrainment into Contact

名大・工（正）\*野老山 貴行 名大・工（学）岡下 将大 名大（正）張 鋭雪

名大・工（正）梅原 徳次 JAXA（正）塩見 裕 大同大・工（正）坪井 涼

東北大・工（正）村島 基之 名大・工（正）布施谷 尚哉 名大・工（正）橋詰 直弥

Takayuki Tokoroyama\*, Masahiro Okashita\*, Ruixi Zhang\*, Noritsugu Umehara\*, Hiroshi Shiomi\*\*, Ryo Tsuboi\*\*\*

Motoyuki Murashima\*\*\*\*, Naoya Fusetani\*, Naoya Hashizume\*

\*Nagoya University, \*\*JAXA, \*\*\*Daido University, \*\*\*\*Tohoku University

## 1. はじめに

潤滑油中に発生する摩耗粒子をはじめとするサブマイクロメートルサイズの粒子進入は、進入粒子が接触する二面の材料よりも硬い場合アブレシブ作用を起こし、軸受やすべり面の摩耗を促進する要因と考えられる<sup>1)</sup>。特にダイヤモンドライクカーボン（DLC）膜のような高硬度薄膜のはく離粒子の接触面間への進入や、添加剤由来のトライボ被膜とトライボケミカル反応を起こすような状態は避けなければならない問題である<sup>2~4)</sup>。潤滑油中における接触面間への粒子進入を阻害する要因として、接触面間に働く流体の逆流現象が知られており<sup>5~7)</sup>、潤滑油が十分に存在する場合には接触面間への進入が起りにくいことが示唆されている。上記の研究では数 $\mu\text{m}$ 以上の大きさの粒子について、実験およびシミュレーションが行われているが、粒子直径が $1\mu\text{m}$ 前後での接触面間観察は行われていない。また、接触面間に存在する潤滑油には、接触面内へ引き込まれていく進入流と接触面間に入らない逆流に分かれるものとして扱われているが、進入流内に存在する粒子が逆流に移行する粒子直径については明らかでない。そこで、模擬摩耗粒子としてガラス粒子（直径約 $3\mu\text{m}$ 、 $1.0\mu\text{m}$ および $0.8\mu\text{m}$ ）に対しエポキシ系シランカップリング剤およびローダミン B を用いた蛍光染色法を用い、接触面近傍における粒子挙動を明らかにした。

## 2. 実験方法

蛍光染色粒子を観察する摩擦面その場観察摩擦試験装置として、iFLAT (intelligent fluorescent light assisted tribometer) を用いた<sup>8)</sup>。本装置には $532\text{ nm}$ レーザ発信源から発信されたレーザ光が対物レンズを通して接触面に照射される。入射レーザ光はサファイアガラス円板試験片を通して接触面に入射し、相手表面（SUJ2 球）から反射する光と蛍光染色剤から発光する蛍光がサファイアガラス円板試験片を通してハーフミラーを通過する。その後、WIG フィルタにより $580\text{ nm}$ 以上の波長のみが CCD カメラの CMOS センサに向かって照射される。

模擬摩耗粒子としてガラス粒子（平均粒径約 $3.0\mu\text{m}$ 、 $1.0\mu\text{m}$ および $0.8\mu\text{m}$ ）を用い、エポキシ基及びメトキシシリル基を有するシランカップリング剤、ローダミン B およびエタノールを用い、加水分解反応及び脱水縮合反応を用いて化学結合させた。観察用に用いたサファイアガラス円板試験片（直径約 $50\text{ mm}$ 厚み $1.0\text{ mm}$ ）上にポリアルファオレフィン（PAO8）を滴下し、スピコーターを用いて任意の油膜厚さを形成、上述の蛍光染色した模擬摩耗粒子を含むエタノール溶液 $0.1\mu\text{L}$ （粒子濃度は $1.0\text{ wt.}\%$ としたため、平均粒径から算出すると約 $2\text{ 万個}$ ）を、しゅう動によって SUJ2 球（直径約 $8.0\text{ mm}$ ）とサファイアガラスに挟まれた対物レンズの光軸上を通る位置に予め滴下し、エタノールが蒸発するまで十分に待ってから摩擦実験と撮影を同時に行った。垂直荷重 $0.2\text{ N}$ 、しゅう動速度 $5.0\text{ mm/s}$ 、カメラ撮影は $500\text{ fps}$ にて撮影した。撮影映像の中で Hertz 接触円近傍へと模擬摩耗粒子が最も多く進入する様子が観察された $60\text{ フレーム分}$ の写真を抽出し、進入する粒子個数を計測した。摩擦実験前に決定された油膜厚さ $H_i$  ( $\mu\text{m}$ ) と平均粒径の比 $r$ を用いて評価した。

## 3. 実験結果

接触する球試験片とサファイアガラス基板試験片のヘルツ接触よりも外側の油膜厚さ $H_i$ と、用いた異なる直径のガラス粒子の進入個数の変化を Fig. 1 に示す。粒子直径が最も大きい約 $3.0\mu\text{m}$ では、外側油膜厚さがほとんど存在しない $0\text{ mm}$ 付近から粒子進入が起こり、外側油膜厚さや粒子直径よりもやや小さい $2.4\mu\text{m}$ 付近で一度進入数が減少する傾向を示した。その後、外側油膜厚さが $4.0\mu\text{m}$ 付近で進入数は極大値となり、さらに油膜厚さが増加すると粒子の進入数が減少した。粒子直径が $1.0\mu\text{m}$ 、 $0.8\mu\text{m}$ の場合も、外側油膜厚さは異なるものの、粒子の進入する個数変動の傾向は同様であり、粒子が一度入らない油膜厚さを超えると粒子の進入数が最大値を示し、その後粒子進入個数が減少した。

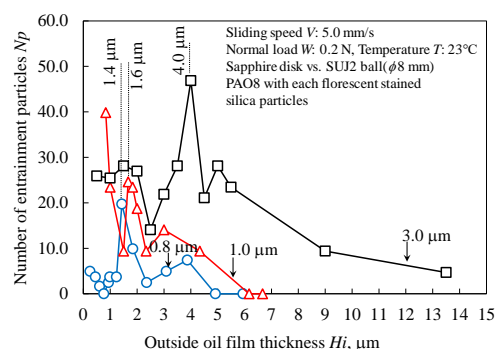


Fig. 1 The effect of outside oil film thickness on number of entrainment particles

このような粒子の進入個数の極大値が粒子直径ごとに外側油膜厚さに伴って変化するのは、粒子直径と外側油膜厚さの比によって整理されると考え、外側油膜厚さを粒子直径で除した無次元パラメータ  $r$  によって進入粒子数を整理した結果を Fig. 2 に示す。粒子直径と外側油膜厚さの比  $r$  が  $r \leq 1$  において、粒子の進入数は一度減少する傾向があり、 $1 \leq r \leq 2$  において粒子の進入数が極大値を示すことが明らかとなった。 $2 \leq r$  の領域では粒子の進入数が徐々に減少傾向にあり、外側油膜厚さが大きくなると粒子は進入しない。

以上の粒子挙動を油膜厚さと粒子直径を接触点近傍の断面模式図として Fig. 3 に示す。粒子直径が外側油膜厚さ  $H_i$  よりも大きい場合 (Fig. 3(i)), 粒子はサファイアガラス基板表面と接触しており、潤滑油は接触面間に流入する際に図中に示す渦流れを形成するものと考えられるが、粒子直径よりも小さな渦直径となることから粒子を接触面外へ運び出すことはできないものと推測される。次に、粒子直径に対し外側油膜厚さが  $1 \sim 2$  倍の状況では (Fig. 3(ii)), 断面内に形成される渦の直径が粒子直径を超え、粒子はサファイア基板から引き離される可能性があるものの、渦流れによって粒子はサファイア基板側へ押し付けられる可能性があるため、粒子は接触面内へ進入してしまうものと考えられる。最後に粒子直径に比べ外側油膜厚さが十分に大きくなる領域では (Fig. 3(iii)), 油膜内に発生する渦流れによって粒子はサファイアガラス基板から離れ、接触点近傍にとどまることができず、接触点へ進入しなくなるものと推測される<sup>9)</sup>。

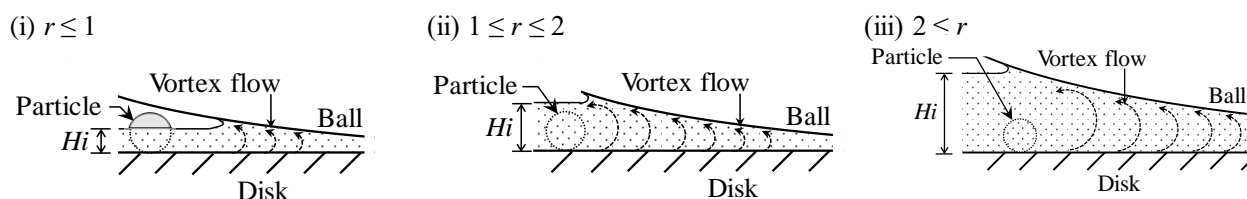


Fig. 3 Schematics of particle with varying outside oil film thickness (i)  $r \leq 1$ , (ii)  $1 \leq r \leq 2$ , and (iii)  $2 \leq r$

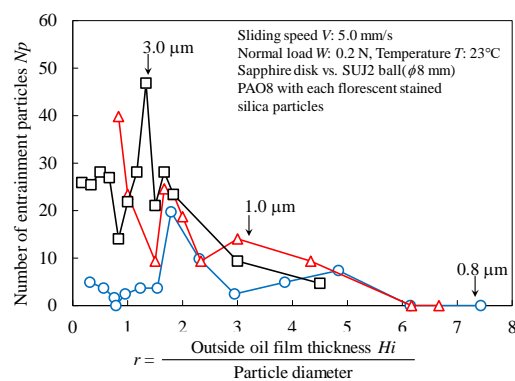


Fig. 2 The relation between number of entrainment particles along with parameter  $r$

#### 4. おわりに

潤滑油の使用量削減により接触点近傍に形成される油膜が薄くなることが考えられることから、接触点への潤滑油供給方法 (ノズルの向きや流量)、摩耗粒子除去のためのフィルタのメッシュサイズ、交換頻度などが部材の寿命に対して顕著に影響を及ぼし始めるものと推測される。そのため、接触点内への粒子進入は摩耗促進の観点から排除すべきであり、接触点内への流入機構の解明は重要な課題と考えられる。一方、近年ではナノ粒子分散溶液による潤滑性の向上 (摩擦係数の低下、比摩耗量の減少) も報告されており、ナノメートルサイズの固体粒子が接触面内へどのように進入してトライボロジー特性に寄与するか、接触点へ向かって移動する基板材料の表面への吸着能によって進入特性が変化するか否かなどが興味深く、今後のその場観察手法の進展が期待される。

#### 文献

- 1) 朝鍋・佐木：日本機械学会九州支部特別講演資料集，(1982) 35.
- 2) 野老山・金子・月山・梅原・佐藤・鈴木：模擬摩耗粒子混入油潤滑下における CNx 膜の摩擦に及ぼすテクスチャリングの影響，日本機械学会論文集 (C 編)，79，806 (2013) 3895.
- 3) K.A.M. Kassim, T. Tokoroyama, M. Murashima & N. Umehara: The Wear Classification of Molybdenum-derived Particles on Silicon and Hydrogenated Diamond-Like Carbon at Room Temperature, Tribology International, 147 (2020) 106176.
- 4) K.A.M. Kassim, T. Tokoroyama, M. Murashima, W.-Y. Lee, N. Umehara & M.M.B. Mustafa: Wear acceleration of a-C:H coatings by Molybdenum-derived particles: Mixing and temperature effects, Tribology International, 159 (2021) 106944.
- 5) V. Strubel, N. Fillot, F. Ville, J. Cavoret, P. Vergne, A. Mondelin & Y. Maheo: Particle entrapment in rolling element bearings: The effect of ellipticity, nature of materials, and sliding, Tribology Transactions, 60, 2 (2017) 373.
- 6) V. Strubel, S. Simoens, P. Vergne, N. Fillot, F. Ville, M.El. Hajem, N. Devaux, A. Mondelin & Y. Maheo: Fluorescence tracking and  $\mu$ -PIV of individual particles and lubricant flow in and around lubricated point contacts. Tribology Letters, 65, 75 (2017) s11249-017-0859-z.
- 7) T. Tokoroyama, T. Watanabe, N. Umehara, T. Sato, T. Muramatsu & Y. Asada: Proc. ITC Sendai 2019 (JAST & STLE young tribologist symposium(II)), Sep. 17, 2019.
- 8) 千葉・伊神・野老山：境界潤滑条件における模擬摩耗粒子の摩擦面その場観察，材料試験技術協会論文集，63, 1 (2018) 17.
- 9) T. Tokoroyama, M. Okashita, N. Fusetani, M. Murashima, N. Hashizume, R. Tsuboi, H. Shiomi & N. Umehara: The 1 mm wear particles entrainment in situ observation via fluorescent staining silica particles by silane coupling with Rhodamine B, Frontiers in Mechanical Engineering, printed (2024). DOI 10.3389/fmech.2024.1371948.