

リン系／硫黄系添加剤併用系の濃度が摩耗現象に与える影響の AE 測定を用いた解析

Analysis of the effect of phosphorus/sulfur additives' concentration on wear phenomena using AE measurements

東理大（正）*森田 美穂 東理大・工（正）*土屋 拓摩 （正）佐藤 剛久 東理大（正）*佐藤 魁星
東理大（正）*佐々木 信也

Miho Morita*, Takuma Tsuchiya*, Takehisa Sato, Kaisei Sato*, Sinya Sasaki*

* Tokyo University of Science

1. 緒言

近年、低燃費化のために油の低粘度化が進められたことで油膜が薄くなり、しゅう動表面に損傷、特に摩耗、焼付き現象を引き起こすリスクが高まっている。一般的なギヤ油では、耐摩耗性を期待してリン系（P 系）添加剤、耐焼付き性を期待して硫黄系（S 系）添加剤を配合している。さらに、これらを併用することで単体添加剤使用時よりも耐摩耗性が向上することが報告されており、適切なバランスで配合することで最大限の効果を示すことが分かっている。現在、潤滑油の急速な低粘度化によって従来と異なるしゅう動形態になることで、最適配合を再設定する必要性が出てきているが、最適配合の再設定は多くのパラメータを振った試験が必要となり時間も要することから、最適配合の決定の効率化が求められている。

そこで本研究では、摩耗防止効果を最大化する P 系・S 系添加剤の最適配合を効率的に求める評価手法として、添加剤濃度可変システムを用いた摩擦試験による、添加剤濃度の網羅的な検証方法を提案する。添加剤の濃度を能動的かつ連続的に変化させながら摩擦試験を実施し、幅広い濃度配合での摩擦・摩耗特性を一挙に測定することで、潤滑油添加剤濃度の最適化プロセスに対する効率化を図る。また、アコースティックエミッション（acoustic emission, AE）は、固体の変形・破壊の際に生じる弾性波である。摩擦界面の摩擦・摩耗過程で生じる AE 信号の計測により、摩擦界面状態のインプロセスでの診断および評価が可能であると考え²⁾。しゅう動下で計測される AE 信号には摩擦・摩耗現象に密接な情報が多く含まれることが確認されている。本報では、AE を測定し、摩擦・摩耗試験中の摩擦界面での摩擦・摩耗過程の情報をリアルタイムで取得することで、P 系・S 系添加剤の濃度変化が摩擦・摩耗特性に与える影響を考察する。

2. 実験方法

試験部の概要を Fig. 1 に示す。摩擦・摩耗試験として、多機能摩擦試験機（MFT-5000, Rtec-Instruments, US）を用い、ボールオンディスクの試験を行った。試験中に添加剤の濃度を変化させる試験では、供給する潤滑油を制御するために、自作の添加剤濃度可変システムを用いた³⁾。ボール試験片には SUJ2（HRC 62、直径 12.7 mm）、ディスク試験片には SUJ2（HRC 60、直径 50.8 mm）を使用した。試験条件として、荷重 180 N（最大ヘルツ圧 2.2 GPa）、すべり速度 0.40 m/s（回転数 180 rpm）、油温は室温成り行き、試験時間は 30 分間とした。上部に取り付けたロードセル（静電容量式、ARGON 2D ロードセル）から垂直方向の荷重・横方向の摩擦力を検出し、摩擦係数を取得した。また、試験後のディスク試験片について共焦点レーザー顕微鏡（VK-150X, KEYENCE, JP）による表面観察を 8 か所ずつ実施した。表面粗さは、しゅう動痕中心 200 μm \times 200 μm の範囲の算術平均粗さ Sa で評価した。

AE センサはボール固定用治具に取り付け、しゅう動部での摩擦・摩耗により生じる AE 信号を検出した。AE センサからの出力信号は、プリアンプおよびメインアンプによって総合利得で 80 dB の増幅を行った。また、ノイズ除去の目的で 100 kHz のハイパスフィルタ処理を行っている。AE 信号は、AE 信号原波形の周波数解析から各周波数スペクトルの経時変化をあらわすパワースペクトル密度分布で整理した。

試験に用いた試料油を Table 1 に示す。基油としては PAO4 を用い、P 系添加剤は酸性リン酸エステルアミン塩、S 系

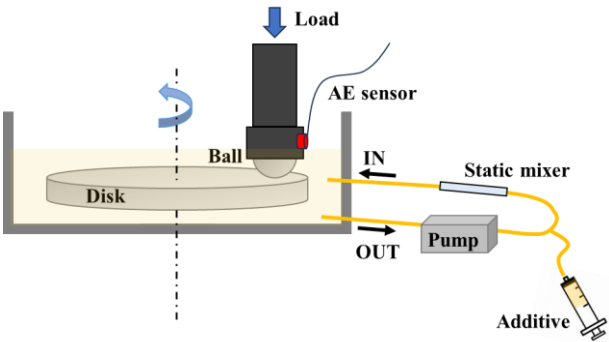


Fig. 1 Experimental setup

Table 1 Sample formulations

| | | |
|----------------|--|----------------------|
| Sample S | Sulfurized olefin (S:1700ppm) | |
| Sample P | Alkyl acid phosphate (P:200ppm) | |
| Sample SP | Sulfurized olefin (S:1700ppm) + Alkyl acid phosphate (P:200ppm) | |
| Sample S add P | 0-10 min | Sample S |
| | 10-30 min | Add P (P:0->459ppm) |
| Sample P add S | 0-10 min | Sample P |
| | 10-30 min | Add P (S:0->3131ppm) |

添加剤は硫化オレフィンを用いた。予備実験として、試験中の添加剤濃度が一定の試験を実施し、油量はすべて 30 mL とした。試験中に添加剤の濃度を变化させる試験では、サンプル S (S:1700 ppm) で 10 分間摩擦試験実施・試験開始 10 分後から 30 分後の試験終了時まで 24 $\mu\text{L}/\text{min}$ で P 系添加剤を追添する試験 (P:0→459ppm), サンプル P (P:200 ppm) で 10 分間摩擦試験実施・試験開始 10 分後から 30 分後の試験終了時まで 24 $\mu\text{L}/\text{min}$ で S 系添加剤を追添する試験(S:0→3131ppm)の 2 種類の試験を行った。試験開始時の油量は 60mL, 試料油の循環速度は 34 mL/min とした。

3. 実験結果および考察

3.1 しゅう動試験

各試料油における摩擦係数の推移を Fig.2, 3 に示す。また、各試験後のディスク試験片の算術平均粗さ Sa と摩耗痕幅の結果を Fig. 4 に示す。

サンプル S は、試験全体を通して摩擦係数が高く不安定な挙動を示し、試験後の表面粗さが最も大きく、摩耗痕幅も大きい結果となった。サンプル P は試験全体を通して摩擦係数が低く、安定した挙動を示し、試験後の表面粗さ・摩耗痕幅ともに小さい結果となった。摩耗痕幅外の表面粗さと比較して、ほとんど摩耗していないことが分かる。サンプル SP の摩擦係数は試験開始から約 6 分後まで徐々に増加した後、緩やかに減少した。試験後の表面粗さはサンプル S 同等に大きく、摩耗痕幅はサンプル P 同等に小さい結果となった。

サンプル S に P 系添加剤を追添する試験において、初期はサンプル S と同様の摩擦係数の挙動を示した、試験開始 10 分後に P 系添加剤を追添し、試験開始 18 分後までは摩擦係数が減少・上昇する不安定な挙動を示し、その後は徐々に減少した。試験後の表面粗さはサンプル S・SP 同等に大きく、摩耗痕幅はサンプル P・SP よりも大きくサンプル S より小さくなった。サンプル P に S 系添加剤を追添する試験において、初期はサンプル P と同様の摩擦係数の挙動を示し、試験開始 10 分後に S 系添加剤を追添した後も、サンプル P と同様に摩擦係数が低く、安定した挙動を示した。試験後の表面粗さ・摩耗痕幅ともに、サンプル P と同様に小さい結果となった。

3.2 AE 測定

AE 信号によって得られた時間に対する周波数の強度を色で示したパワースペクトル密度分布を Fig. 5 に示す。サンプル S の AE 周波数解析結果 Fig.6 に、サンプル P の AE 周波数解析結果 Fig. 7 に示す。

サンプル S は、210kHz 付近の周波数ピークの強度が試験開始後徐々に大きくなり、試験開始 15 分後からは全周波数領域の強度が大きくなる傾向を示した。

サンプル P は、試験全体を通して強度が低く、突発的に全周波数領域の強度が大きくなることがあった。210kHz 付近の周波数ピークは観察されなかった。

サンプル SP は、試験開始 3 分後から 210kHz 付近の周波数ピークが現れて強度が強くなっていき、約 15 分後から徐々に強度が小さくなっていった。

サンプル S に P 系添加剤を追添する試験においては、サンプル S と同様に試験開始 5 分後までは 210kHz 付近の周波数ピークの強度が徐々に大きくなっていき、試験開始 10 分後に P 系添加剤を追添し、試験開始 28 分後

サンプル P に S 系添加剤を追添する試験においては、試験全体を通してサンプル P と同様の傾向を示し、試験全体を通して強度が低く、突発的に全周波数領域の強度が大きくなることがあった。サンプル P と同様に、210kHz 付近の周波数ピークは観察されなかった。

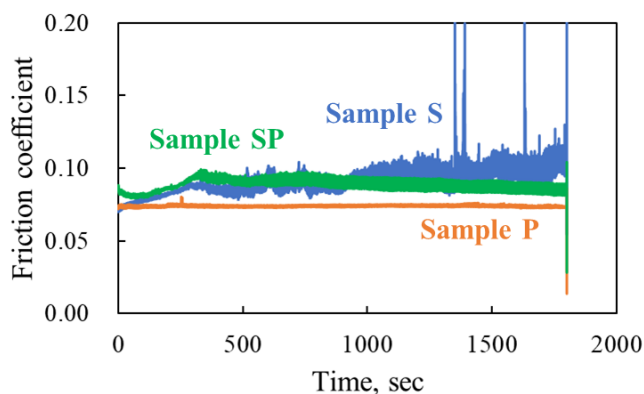


Fig. 2 Friction coefficient during the test (Sample S, P and SP)

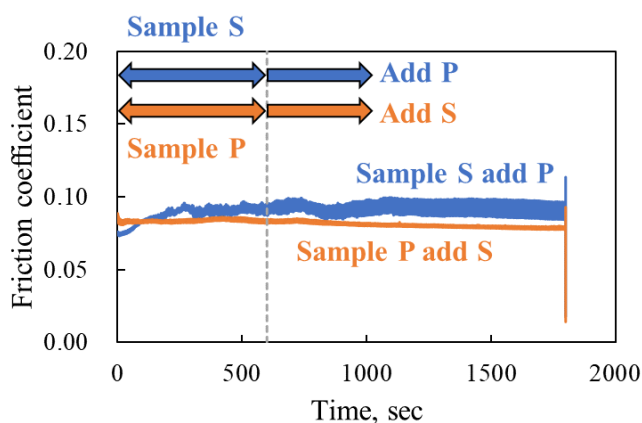


Fig. 3 Friction coefficient during the test (Sample S add P, and Sample P add S)

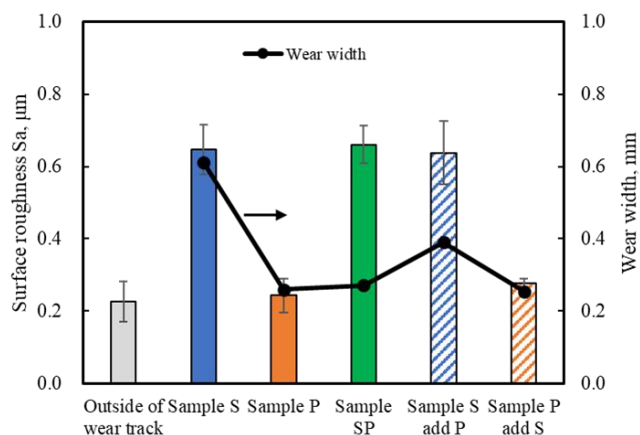


Fig. 4 Surface roughness and wear width after the test

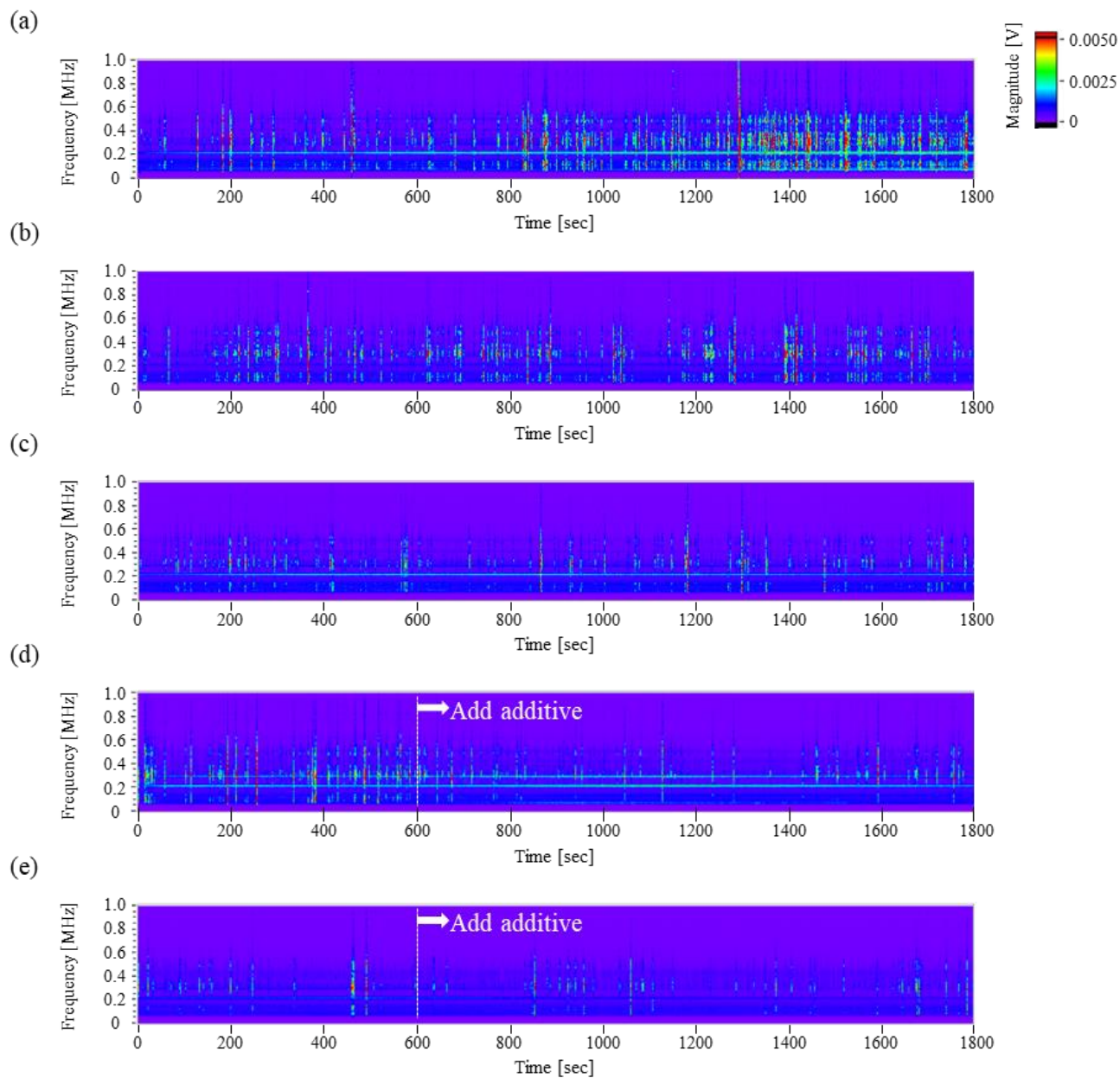


Fig. 5 Power spectral density of AE;
 (a) Sample S, (b) Sample P, (c) Sample SP, (d) Sample S add P, (e) Sample P add S

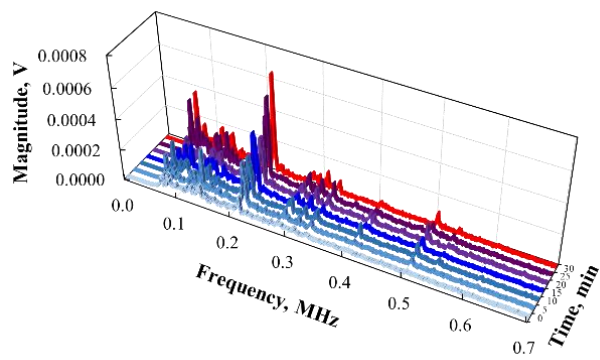


Fig. 6 AE frequency spectrum of Sample S

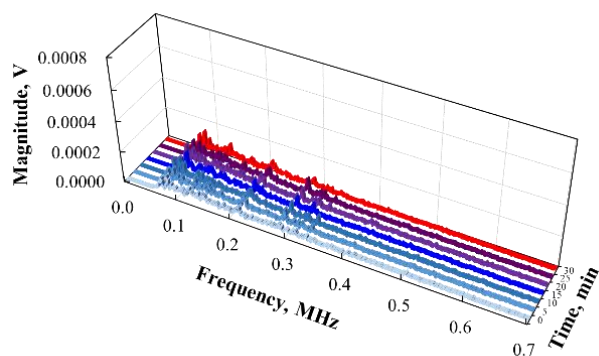


Fig. 7 AE frequency spectrum of Sample P

4. 結言

S系添加剤使用時は摩耗が進行する際に、特徴的な周波数（210 kHz 付近）が現れた。サンプル S に P 系添加剤を追添する試験では、210 kHz 付近のピークが観察されず、摩擦係数・表面粗さ・摩耗痕幅はサンプル P と同様の傾向を示した。今後は、AE 信号と摩耗との関係を詳細に調査し、AE 測定を含めたその場観察を実施して摩耗現象メカニズムを解明することで、効率的な添加剤の最適配合の検討を行う予定である。

謝辞

本研究で使用した S 系添加剤は DIC 株式会社よりご提供いただいた。また、P 系添加剤は大崎工業株式会社よりご提供いただいた。ここに記し、感謝の意を表する。

文献

- 1) Morita M, et al. Study on Reaction Mechanism of Sulfur and Phosphorus Type Additives Using an Acoustic Emission Technique. Tribology Online 78-85, 2022, Vol. 17
- 2) A. Hase, et al.: Correlation between features of acoustic emission signals and mechanical wear mechanisms, Wear, 292-293 (2012) 144-150.
- 3) 佐藤・丸尾・佐藤・佐々木：ラインブレンドにより添加剤成分を連続変化可能な新規摩擦試験機，トライボロジー会議 2022 秋 福井，(2022)．C1