

アコースティック・エミッション法によるリン系・硫黄系添加剤の濃度変化に伴う鋼の摩耗挙動の調査

Investigation of Wear Behavior of Steel with Concentration Changes of Phosphorus and Sulfur Type Additives
by an Acoustic Emission Technique

東理大・工（学）*土屋 拓摩 東理大（正）*森田 美穂 トライボ（正）**佐藤 剛久

東理大（正）*佐藤 魁星 東理大（正）*佐々木 信也

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

* Tokyo University of Science **TriboJapan Co., Ltd.

1. 緒言

近年、自動車の低燃費化のため、攪拌抵抗の低減が求められている。攪拌抵抗の低減には、潤滑油の低粘度化が有効であるとされている。しかしながら、潤滑油の低粘度化は、機械しゅう動部の油膜厚さを減少させることで、固体同士の接触増加をもたらす。結果として、境界潤滑下での運転が余儀なくされる。境界潤滑下では、しゅう動条件が厳しいことで摩耗や焼付きの危険性が高まるため、潤滑油添加剤が使用される。潤滑油添加剤は摩擦によって金属表面に反応膜を作り、表面を保護する作用がある。添加剤には、焼付きを防止する硫黄系（S系）添加剤や、摩耗を抑制するリン系（P系）添加剤などがある。S系・P系添加剤を併用することで焼付きと摩耗の両方を抑制できる。しかしながら、S系・P系添加剤の最適な配合割合を調査するためには、段階的な試験を要し、経済的・時間的なコストが高いのが現状である。また、油中における摩耗挙動を理解するため、任意の時間における摩耗挙動を連続的に観察することが求められる。

金属の摩耗挙動を調べる手法として、アコースティック・エミッション（AE）法が提案されている。AE法とは、AEセンサを用いて機械部品の変形や破壊に伴い発生する弾性波を検出する方法である。AEセンサは、伝播する弾性波を圧電体により電圧信号として検出する。検出されたAE信号を高速フーリエ変換（FFT）することで周波数分布を得ることが出来る。なお、AE信号の周波数スペクトラムは、損傷形態により異なることが知られており¹⁾、各周波数帯におけるAE信号の経時変化より摩耗挙動の推定が可能になると期待される。

本研究では、各添加剤における鋼の摩耗挙動および添加剤の作用メカニズムの解明を目的に、添加剤の濃度一定および連続的に濃度を変化させた摩擦試験を実施し、摩擦・摩耗挙動とAE信号との関連について調査した。

2. 実験方法

2.1 摩擦試験および表面観察

多機能摩擦摩耗試験機（MFT-5000, Rtec-Instruments, US）を用いたボールオンディスク試験を行った。Figure 1に試験機の概略図を示す。またTable 1に試験条件を、Table 2に試験に用いた潤滑油の詳細を示す。試験は、膜厚比 $\Lambda 0.75$ の境界潤滑下で行った。AEセンサ（AE-900M, nf回路設計ブロック, JP）はボール固定用治具に取り付けた。AE信号はアンプにて80dB増幅させ、PCにて出力する。ノイズ除去の目的でハイパスフィルタは100 kHzとした。ボール（HRC 62, $R=12.7$ mm, $Sa=0.01$ μm ）およびディスク試験片（HRC 60, $R=50.8$ mm, $Sa=0.02$ μm ）には、軸受鋼のSUJ2製のものを用いた。試験は添加剤濃度一定試験を4種類、添加剤濃度を連続的に変化させる試験を2種類の計6種類の条件で行った。添加剤濃度を連続的に変化させる試験では、自作の濃度可変装置を用いた。シリンダから24 $\mu\text{L}/\text{min}$ で送り出される添加剤をスタティックミキサーにて攪拌し、潤滑油における添加剤の濃度を増加させた²⁾。試験終了後に、共焦点レーザー顕微鏡（VK-X150, KEYENCE, JP）を用いて、ディスク摩耗痕を8か所ずつ表面観察した。

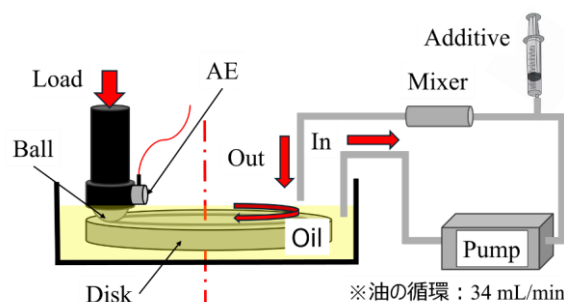


Fig. 1 Schematic diagram of ball-on-disk friction tester

Table 1 Test condition on friction tests

Temperature	Room Temperature
Load	180 N
Velocity	180 rpm
Time	30 min
Peripheral speed	0.395 m/sec
Maximum contact pressure	2.24 GPa

2.2 AE 信号の測定

AE の評価指標として、AE 強度指数 I_{AE} を用いた。AE 強度指数 I_{AE} とは、AE 信号振幅 V の単位時間あたりの二乗積分値であり、式(1)で算出される。本研究では、各試験において試験開始から試験終了時までの AE 強度指数 I_{AE} の時間変化を算出し、摩擦係数や摩耗量との比較を行う。

$$I_{AE} = \int_{t-1}^t V(t)^2 dt \quad [V^2] \quad (1)$$

3. 実験結果および考察

3.1 摩擦係数

Fig. 2, 3 に各試験の摩擦係数の時間変化を示す。Fig. 2 より、P 系添加油において最も摩擦係数が小さく安定する傾向を示し、次に SP 併用系添加油、S 系添加油、基油の順で摩擦係数が増加することがわかった。また、Fig. 3 より、S 系添加油に P 系添加剤を徐々に追加する試験（S-P 系追加試験）では、P 系添加剤を 600 秒から追加しており、試験開始 750 秒付近から摩擦係数がわずかに低下することが確認された。P 系添加油に S 系添加剤を徐々に追加する試験（P-S 系追加試験）では、S 系添加剤の濃度を上昇させても摩擦係数に大きな変化は見られなかった。

3.2 AE 強度指数

Fig. 4~7 には濃度一定試験における試験時間 25 分後の周波数分布を示す。AE 信号の周波数解析の結果、すべての潤滑油で 0.209-0.219 MHz に大きなピークが確認された。本研究では、このピークに着目し AE 強度指数を算出する。Fig. 8 に濃度一定試験の 0.209-0.219 MHz の周波数領域における AE 強度指数を、Fig. 9 に S-P 系追加試験ならびに P-S 系追加試験の 0.209-0.219 MHz の周波数領域における AE 強度指数を示す。Fig. 8 より、摩擦係数同様に P 系添加油において最も AE 強度指数が小さく安定する傾向を示し、次に SP 併用系添加油、S 系添加油、基油の順で AE 強度指数が増加することがわかった。先行研究では、SP 併用系添加油において初期に S 系添加剤由来の反応膜が生成され摩耗が進行し、その後 P 系添加剤由来の反応膜が生成され摩耗が抑制される³⁾と報告されている。本研究の SP 併用系添加油試験では、初期に S 系添加油と類似し AE 強度指数が増加する傾向を示し、その後 P 系添加油と類似した安定する挙動を示した。この結果から、AE 強度指数が添加剤による摩耗挙動を反映していると考えられる。

Fig. 9 より、S-P 系追加試験では摩擦係数では現れなかった変化を示した。P 系添加剤追加後の試験開始 1200 秒付近から AE 強度指数が減少した。これは、P 系添加剤由来の反応膜による摩耗抑制を反映したためと考えられる。また、Fig. 3, 9, 10 より、P-S 系追加試験では試験終了まで P 系添加油と同等の摩擦係数・AE 強度指数・摩耗量を示した。これは、S 系添加剤追加後も P 系添加剤由来の反応膜による耐摩耗効果が維持されたためと考えられる。以上より、AE 信号は微小な摩擦現象を捉えることが可能であり、耐摩耗性などの添加剤作用の解明に寄与すると考えられる。また、AE 強度指数と摩擦係数を同時に測定することで、摩耗挙動をより詳細に評価できると考えられる。

Table 2 Details of lubricant oil

Lubricant	Formulation	
Base oil	Poly- α -olefin 4 (PAO4)	
S-based Lubricant	PAO4 + Sulfurized olefin (1700 ppm)	
P-based Lubricant	PAO4 + Alkyl acid phosphate (200 ppm)	
SP-based combined Lubricant	PAO4 + Sulfurized olefin (1700 ppm) + Alkyl acid phosphate (200 ppm)	
S-based increased concentration of Phosphorus	0 ~ 10 min	PAO4 + Sulfurized olefin (1700 ppm)
	10 ~ 30 min	Alkyl acid phosphate (200 ppm)
P-based increased concentration of Sulfur	0 ~ 10 min	PAO4 + Alkyl acid phosphate (200 ppm)
	10 ~ 30 min	Sulfurized olefin (1700 ppm)

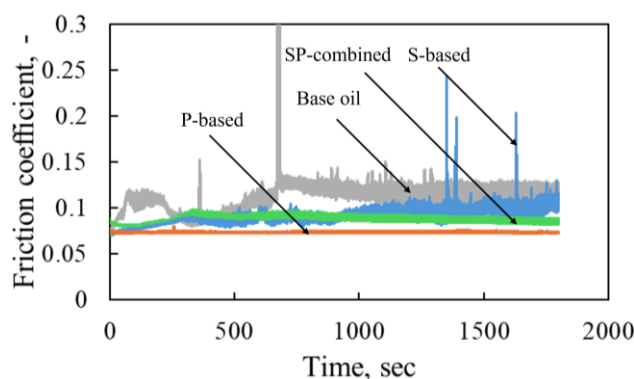


Fig. 2 Friction coefficient of the constant concentration tests

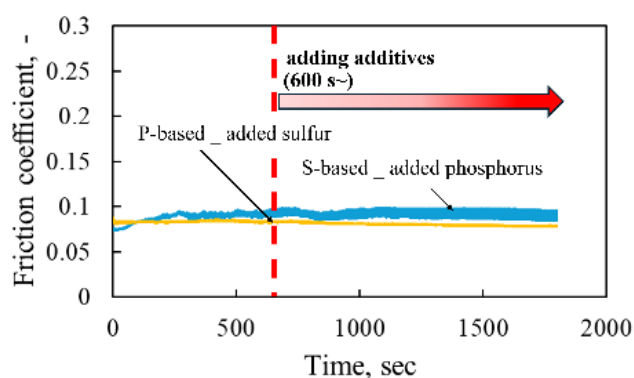


Fig. 3 Friction coefficient of the increasing concentration test

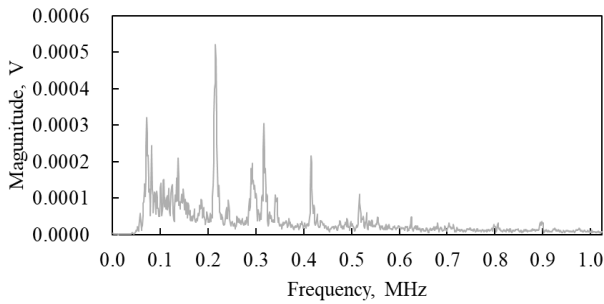


Fig. 4 Frequency spectrum at 25 minutes in the constant concentration tests (Base oil)

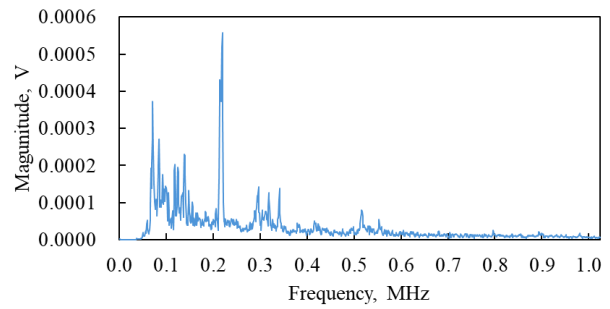


Fig. 5 Frequency spectrum at 25 minutes in the constant concentration tests (S-based)

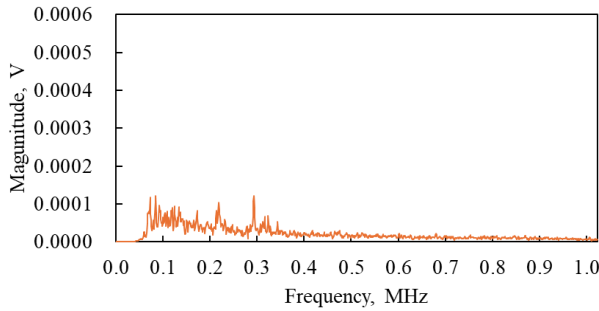


Fig. 6 Frequency spectrum at 25 minutes in the constant concentration tests (P-based)

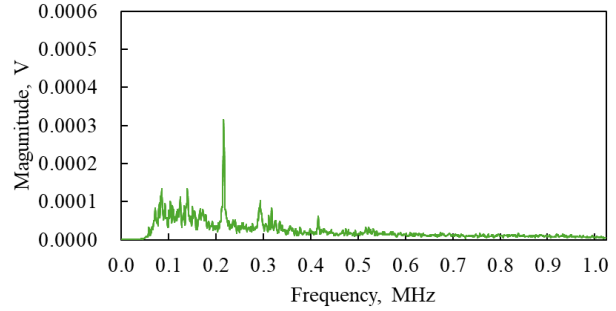


Fig. 7 Frequency spectrum at 25 minutes in the constant concentration tests (SP-combined based)

3.3 摩耗量

Fig. 10 に試験開始から試験終了時 1800 秒間の AE 強度指数の累積値と摩耗量の関係を示す。ここで、AE 強度指数の累積値 I_{sum} は、式(2)で表せる。Fig. 10 より、0.209-0.219MHz における AE 強度指数の累積値 I_{sum} と摩耗量には高い相関があることがわかる。このことから 0.209-0.219 MHz 付近の周波数帯は、摩耗により発生したものと推測される。以上より、AE 強度指数より任意の時間における摩耗量の推定が可能であると考えられる。

$$I_{sum} = \sum_{t=1}^{1800} I_{AE}(t) \quad [V^2] \quad (2)$$

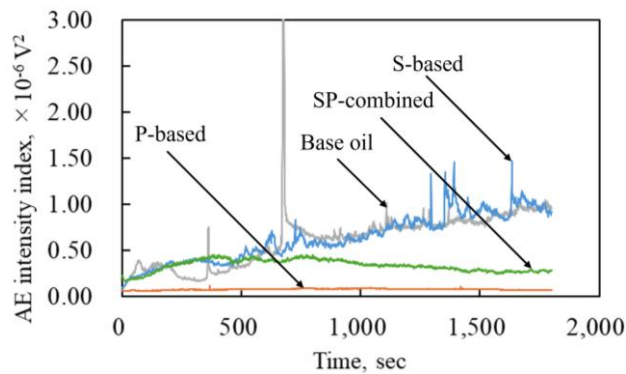


Fig. 8 AE intensity index of the constant concentration tests (0.209~0.219 MHz)

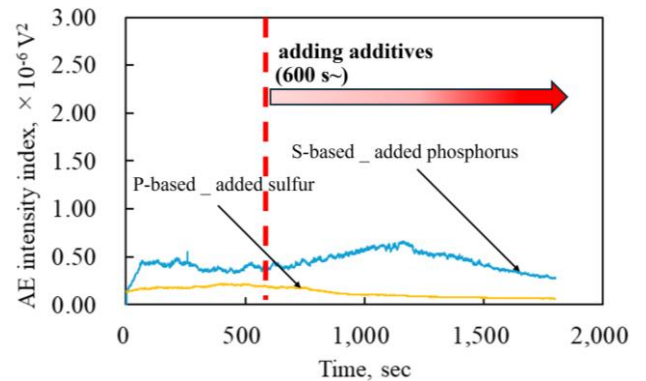


Fig. 9 AE intensity index of the increasing concentration test (0.209~0.219 MHz)

4. 結言

各添加剤における鋼の摩耗挙動および添加剤の作用メカニズムの解明を目的に、添加剤濃度を一定および連続的に変化させた摩擦試験を実施し、摩擦・摩耗特性と AE 信号との関連について調査した結果、以下の知見を得た。

- (1) AE 強度指数・摩擦係数ともに基油、S 系添加油は高く不安定、P 系添加油は低く安定、SP 併用系添加油はその中間の傾向を示した。一方、AE 強度指数では摩擦係数に現れない摩耗挙動の変化を検出したことから両者の同時測定より、摩耗挙動をより詳細に評価できると考えられる。
- (2) 添加剤濃度を一定および連続的に変化させた摩擦試験より、AE 信号は微小な摩耗現象の変化を捉えることが可能であり、耐摩耗性などの添加剤作用の解明に寄与すると考えられる。

- (3) 0.209~0.219 MHz における AE 強度指数と摩耗量には高い相関が得られたことから、当周波数帯における AE 強度指数を用いることで、任意の時間における摩耗量の推定が可能であると考えられる。

文献

- 1) 長谷亜蘭, アコースティックエミッション計測の基礎, 精密工学会誌, Vol. 70, No.10, 2012, pp.856, 857.
- 2) 佐藤剛久ほか, 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, JAST2022 秋.
- 3) Morita, M.et al., Study on Reaction Mechanism of Sulfur and Phosphorus Type Additives Using an Acoustic Emission Technique, Tribology Online, 17(2), (2022), pp. 78-85.

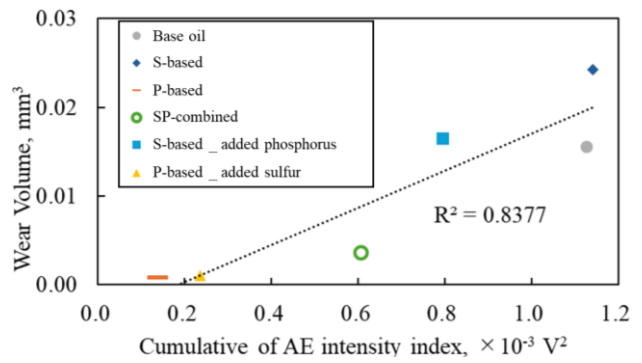


Fig. 10 The relationship between wear volume and cumulative of AE strength index (0.209-0.219 MHz)