レーザ誘起蛍光法による潤滑油膜厚さと温度の同時計測*

畔 津 昭 彦*¹, 池 田 圭*²Simultaneous Measurement of Thickness and Temperature of Oil Film
by Laser Induced Fluorescence

Akihiko AZETSU and Kei IKEDA

A new simultaneous measurement method of temperature and thickness for lubricating oil film was proposed. In this method, two fluorescent dyes with different fluorescent spectrum and temperature characteristics were dissolved in oil and excited by same laser light. The temperature was obtained by the intensity ratio of fluorescence and the oil film thickness was obtained by the intensity of fluorescence. The 488 nm light of Ar Laser was used as a light source. From the experiments, Coumarin 6 and DCM were selected as appropriate fluorescent dye for this method. The fluorescence from Coumarin 6 in PAO increases with temperature and that from DCM in PAO decreases with temperature, and the intensity ratio of each dye changes greatly with temperature. It was confirmed that, by using the combination of Coumarin 6 and DCM with PAO, this method can be applied to measure the temperature and thickness of oil film in the temperature range from 60°C to 140°C.

Key Words: Tribology, Lubrication, Spectroscopic Measurement, Laser Induced Fluorescence, Oil Film Thickness, Temperature Measurement

1. はじめに

流体潤滑においては油膜圧力、油膜厚さと共に油膜の温度を知ることが、潤滑状態を解析する上で重要である。近年、内燃機関を始めとした機械の高性能化に伴い、潤滑部が高い熱負荷にさらされるようになりつつあるが、潤滑油の温度は粘度を大きく支配するため、その正確な把握と管理が必要と考えられる。

従来、滑り面上の潤滑油の温度は、供給油温、出入口油温あるいは壁表面温度で代用されているのが通常であるが、これは真の潤滑油温度を表しているとは言えない。赤外放射により潤滑油自身の温度を測定した例もあるが、金属壁の存在などにより大きな影響を受けるため、油膜の両面をガラス製とする必要があるなど、実用的な方法とは言えないであろう。

レーザ誘起蛍光法は、非接触であること、分解能が高いことなどにより、油膜厚さの新しい計測手法とし

て注目されている⁽¹⁾⁻⁽⁴⁾。油膜厚さの測定は、蛍光強度が測定部に存在する蛍光色素の量、すなわち油膜厚さに比例することに基づいているが、一般に蛍光強度は温度の影響を受け、これは誤差要因として扱われている。一方、逆に蛍光強度の温度依存性を利用して、参照温度における蛍光強度との比で定義される無次元蛍光強度から温度を求める試みが進められており⁽⁵⁾、さらに温度の2次元画像計測に拡張されている⁽⁶⁾。しかしこの手法では、測定体積が一定であることが前提とされており、潤滑油膜などのようにその厚さが大きく変動するような場への適用は難しいものと思われる。

このような観点から著者の一人は、蛍光波長特性、温度特性が異なる2種類の色素を用い、これを単一波長のレーザ光で励起することにより、潤滑油温度と油膜厚さを同時に測定する手法を提案し、予備的な検討を加えた⁽⁷⁾。しかし、市販のタービン油に含まれる添加剤とローダミンBの組み合わせを採用したために汎用性に乏しかったこと、また温度範囲が30°C~70°Cと狭かったことなどが問題であった。本研究ではこの結果を踏まえ、色素の選定、測定温度・厚さ範囲の拡大などについて検討を進めたので報告する。

* 原稿受付 1997年8月20日。

*¹ 正員、東京大学大学院工学系研究科(〒113-8656 東京都文京区本郷7-3-1)。*² 三菱自動車工業(株)(〒146-0092 東京都大田区下丸子4-21-1)。

2. レーザ誘起蛍光法による温度測定の実理

レーザー誘起蛍光法は、レーザー光を照射して測定部中の分子（色素等）を励起し、それが基底状態に戻る際に放出する光（蛍光）を測定するもので、一般に温度、濃度などの情報を得る手法として注目されている。ここで測定部の潤滑油から発せられる蛍光の中で、検出器に受光される蛍光強度は、測定部の光学的厚さが薄く、入射レーザー光と蛍光の吸収が無視できるものとするれば、一般に次式で示される。

$$I = I_0 A_D A_M \phi \epsilon C h \quad \dots\dots\dots (1)$$

ただし、

- I 検出される蛍光強度
- I_0 入射レーザー光強度
- A_D 受光光学系の装置定数
- A_M しゅう動面の反射率などの補正係数
- ϕ 色素の量子収率
- ϵ 色素の吸光係数
- C 色素濃度
- h 油膜厚さ

色素の量子収率および吸光係数は温度により変化する。これらの温度依存性をまとめて関数 $F(T, \lambda)$ で表し、また装置定数、補正係数のように波長のみに依存する項をまとめて $K(\lambda)$ で表すと、蛍光の特定波長 λ における光強度は次式のように整理できる。

$$I(\lambda) = I_0 K(\lambda) F(T, \lambda) C h \quad \dots\dots\dots (2)$$

ここで、 I_0 、 C 、 $K(\lambda)$ は、既知あるいは事前に検定することが可能であるので、蛍光強度は油膜厚さと温度のみの関数になる。

潤滑油膜のように温度と共に測定部の長さ（油膜厚さ）が変化する測定対象の場合は、式(2)より温度を求めるためには h の影響を消去する必要がある。ここで、蛍光波長と温度依存性が異なる2種類の色素を潤滑油中に混合し、同時に単一波長のレーザー光で励起することを考える。両色素を A、B で表し、それぞれの蛍光の代表波長を λ_1 、 λ_2 とし、また単純化のために両色素の発光波長帯に重複がないものとする、温度 T における波長 λ_1 、 λ_2 の蛍光強度比は次式で表される。

$$\frac{I(\lambda_2)}{I(\lambda_1)} = \frac{K(\lambda_2) C_B F_B(T, \lambda_2)}{K(\lambda_1) C_A F_A(T, \lambda_1)} \quad \dots\dots\dots (3)$$

なお添字 A、B は、それぞれ各色素に対する値を示す。すなわち2波長の蛍光強度比は温度のみの関数になり、事前に校正実験を行えば、強度比から温度を求めることが可能である。

一般には2色素の蛍光波長帯に重なりがあるため、式(4)のようにやや複雑な形になるが、蛍光強度比が温

度のみ関数になることは同様である。

$$\frac{I(\lambda_2)}{I(\lambda_1)} = \frac{K(\lambda_2) C_B \{ F_B(T, \lambda_2) + F_A(T, \lambda_2) C_A / C_B \}}{K(\lambda_1) C_A \{ F_A(T, \lambda_1) + F_B(T, \lambda_1) C_B / C_A \}} \quad \dots\dots\dots (4)$$

一方油膜厚さは、蛍光強度の絶対値から式(2)を基に求めることになるが、温度の影響を補正することが出来るので、従来よりも測定精度を向上させることが可能と考えられる。

3. 色素の選定

3・1 実験装置と方法 既知の厚さ、温度の油膜に対してレーザー光を照射し、色素の蛍光の温度特性を調査した。実験装置の概要を図1に示す。

光源には Ar レーザの 488nm の光を使用し、光強度は 0.2W で一定とした。レーザー光は測定部に斜めに入射させ、潤滑油から発せられる蛍光を凸レンズ ($f=30\text{mm}$) で集光し、光ファイバローブを介して、CCD マルチチャネル測光素子付の分光器に導いた。測定部はガラスと金属板でスペーサをはさんで構成した、厚さ $150 \mu\text{m}$ のすきま状流路であり、電気ヒータで加熱した供試油をポンプにて循環させた。

潤滑油としては、添加剤の入っていないポリ- α -オレフィン (PAO, 100°C における動粘度 $10\text{mm}^2/\text{s}$ 、粘度指数 150) を使用し、これに各種の色素を 5mg/l の濃度で混ぜ、実験を行った。色素としては、手元に入手しやすかったものとして、ロードミン B、ロードミン 640、フェノキサゾン 9、クマリン 6、DCM などを検討の対象とした。

3・2 蛍光の温度特性 色素が発する蛍光の温度特性を調査している過程で、予備的検討⁽⁷⁾ で使用していたロードミン B は、PAO に溶かした場合、温度の下降時と上昇時の間には蛍光強度に大きなヒステリシスが存在することが判明した。ロードミン B の蛍光スペ

Fig.1 Schematic of experimental apparatus for selection of fluorescent dye

クトルの温度変化を図2に、また波長 $565 \pm 5 \text{ nm}$ における蛍光強度の温度依存性を図3に示す。従来は温度範囲が狭かった ($30 \sim 70^\circ \text{C}$) ために、実験誤差の範囲に隠れて見えなかったものと推定される。この他にローダミン 640、フェノキサゾン 9 等も、温度変化に対して同様のヒステリシスを示した。いずれの色素を溶かした供試油も、温度下降時に設定温度で一時間程度

保持すると、温度上昇時の蛍光強度に漸近していったが、この原因はまだ不明であり、今後の課題としたい。

図4、図5にクマリン6とDCMの蛍光スペクトルの温度変化を、また図6と図7にそれぞれの代表波長(クマリン6: $515 \pm 5 \text{ nm}$, DCM: $590 \pm 5 \text{ nm}$)における蛍光強度の温度依存性を示す。590nmはDCMの蛍光スペクトルのピークからずれているが、クマリン6

Fig.2 Fluorescence spectrum of Rhodamine B in PAO

Fig.5 Fluorescence spectrum of DCM in PAO

Fig.3 Temperature dependence of relative intensity of Rhodamine B in PAO ($565 \pm 5 \text{ nm}$)

Fig.6 Temperature dependence of relative intensity of Coumarin 6 in PAO ($515 \pm 5 \text{ nm}$)

Fig.4 Fluorescence spectrum of Coumarin 6 in PAO

Fig.7 Temperature dependence of relative intensity of DCM in PAO ($590 \pm 5 \text{ nm}$)

の蛍光帯域の影響を極力はずすために選定した。いずれの色素の場合も、温度上昇時、下降時共に同じグラフ上にプロットしてあるが、ほとんど差が見あたらな。DCM の蛍光はクマリン 6 の蛍光帯域まで幅広く広がっているが、本研究で検討した範囲内では他にヒステリシスが存在しない色素が無かったため、クマリン 6 と DCM を 2 色素として選定した。

通常、色素は高温になるとクエンチが起こり、量子収率が低くなるために蛍光強度が小さくなると考えられる⁽⁸⁾が、クマリン 6 は逆に高温になるにつれて蛍光強度が大きくなっている。この原因を検討するために励起光の 488nm に対するクマリン 6 及び DCM の吸光係数を測定した結果を図 8 に示す。クマリン 6 では吸光係数が温度の上昇に伴って増加しており、その増加率は図 6 の蛍光強度の温度特性に対応している。従ってクマリン 6 で蛍光強度が温度の上昇に伴って増加するのは、488nm における吸光係数の増加に起因するものと考えられる。一方、DCM の吸光係数は温度の上昇に伴って低下するが、蛍光強度の低下の 1/3 程度である。従って DCM の蛍光強度の温度依存性は、吸光係数と共に量子収率の影響が大きいことが分る。

3・3 2 色素混合潤滑油の温度特性 油膜厚さ 150 μm における 2 色素混合潤滑油の各温度における蛍光スペクトルを図 9 に示す。混合潤滑油では、色素濃度をクマリン 10mg/l、DCM 5mg/l とした。温度上昇に伴うクマリン 6 の蛍光強度増加と DCM の蛍光強度低下の重ね合わせの結果、特に 520nm~560nm にかけてデータが交差するなどの複雑な様相を示している。しかし図 10 に示すように、各色素の代表波長域(クマリン 6:515 $\pm$ 5nm, DCM:590 $\pm$ 5nm) の蛍光強度比の温度依存性は、温度に関する 1 価の関数になっていることが分かる。高温になるほど DCM の蛍光強度の変化率が小さくなるため、強度比の上昇率が落ちていくが、少なくとも 60℃ から 140℃ までの範囲では十分に温度計測が可能なもの判断される。なお、図 10 にはクマリン 6 及び DCM それぞれの蛍光強度の温度依存性の実験データから、計算によって求めた 2 色素混合潤滑油の蛍光強度比も示しているが、実験値と良く一致しており、PAO とクマリン 6 及び DCM の組み合わせは加成則が成立する、すなわち色素間の相互作用が無い組み合わせであることが分かる。

4. 油膜厚さと温度の同時計測

4・1 実験装置と方法 図 11 に示すように、マイクロメータで任意厚さの油膜を設定できる装置を製作し、厚さ・温度同時測定の検証実験を行った。供試

Fig.8 Temperature dependence of absorption coefficient of Coumarin 6 and DCM in PAO

Fig.9 Fluorescence spectrum of two dye in PAO

Fig.10 Temperature dependence of intensity ratio of Coumarin 6 and DCM

油は金属製の試験片の中央より流入し、ガラス平板と試験片表面の間に形成されるすきま状流路を通して周囲へ流出する。

図 12 に装置全体の概要を示す。レーザ光(488nm, 0.1W)を多成分ガラス製光ファイバの一端より入射させて測定部付近へ導き、カメラレンズで測定部へ集光・照射した。測定部での蛍光は、再びカメラレンズ

で集光され、ファイバーを通してもう一端へ導かれる。レーザの反射光を除去するために、488nm 付近のみを除去するフィルタを通した後に分光器へ入力した。測定部へは供試潤滑油を設定温度に温めてから流した。前節の装置に比べて、光学系の受光効率が悪くなったため、色素濃度はクマリン 6, 30mg/l, DCM, 15mg/l とした。

4・2 結果と考察 図 13 に各温度における蛍光強度の油膜厚さ依存性を示す。蛍光強度はクマリン 6 の代表波長域 ($515 \pm 5\text{nm}$) および DCM の代表波長

Fig.11 Test section

Fig.12 Schematic of experimental apparatus for oil film

Fig.13 Fluorescence intensity vs. oil film thickness

域 ($590 \pm 5\text{nm}$) のものである。図 13 から分かるように油膜厚さと蛍光強度は比例関係にある。しかし油膜厚さが $0 \mu\text{m}$ の時にも出力が出ており、これは潤滑油以外のものが蛍光を発して迷光となっているものと推定される。

図 14 に蛍光及び迷光のスペクトルを示すが、温度測定のために強度比をとる場合には、迷光分を差し引いて計算する必要がある。種々の検討の結果、迷光の主な原因はレーザ光を測定部へ照射するためのガラスファイバー内で、ガラス自身が蛍光を発していたこと、及び測定部のガラス窓材からの蛍光であるものと判断された。これは材質をそれぞれ石英製にすれば低減できるものと考えられ、今後の課題である。

迷光分を差し引いた後、前節で述べたようにクマリン 6 と DCM の代表波長域の蛍光強度比をとったものを図 15 に示す。油膜厚さが薄い場合には、迷光を差し引いたときの蛍光強度の値が著しく小さくなり、ややばらつきが大きくなるものの、蛍光強度比は油膜厚さによらずほぼ一定となっており、温度及び厚さの同時測定が可能と判断される。

Fig.14 Spectrum of fluorescence at $150 \mu\text{m}$, 120°C and stray light

Fig.15 Intensity ratio vs. oil film thickness

5. 結 論

筆者らが提案している、潤滑油中に2種類の色素を混入して単一のレーザ光で励起し、両者の蛍光の強度比を用いて温度を、また蛍光強度の絶対値から油膜厚さを同時に測定する手法の開発を進め、以下のことを明らかにした。

(1) 本手法に適用する色素の検討を進めた結果、Ar レーザ(488nm)を光源とし、また潤滑油膜に適用する場合には、クマリン6、DCMの2色素が適切であることを明らかにした。また実験から本手法により油膜厚さと温度の同時計測が可能であることを確認した。

(2) 488nm のレーザ光で励起する場合、温度と共にクマリン6の蛍光強度は増大し、DCMの蛍光強度は低下する。クマリン6の蛍光強度増大は吸光係数の増加に、またDCMの蛍光強度の低下は、量子収率と吸光係数の減少に起因する。

(3) PAOとクマリン6、DCMの組み合わせの場合、少なくとも60℃～140℃の範囲で温度測定が可能である。迷光除去などの測定系のS/N比の改善により、よ

り薄い油膜についても適用可能になると考えられる。

終わりに臨み、本研究の一部は、文部省科学研究費補助金一般研究(C)、(財)メカトロニクス技術高度化財団研究助成金および日本機械学会研究協力部会RC136の活動によったことを付記し、また潤滑油の供給にご援助いただいた日本石油(株)および実験に協力いただいた本学学生(当時)谷口展郎君、志田充央君、磯貝信男君に謝意を表します。

文 献

- (1)Hoult,D.P., et.al., *SAE Paper*, 881587(1988).
- (2)Richardson,D.E., et.al., *SAE Paper*,912388(1991).
- (3)三田修三・ほか5名, 自技論, 24-3(1993),128-133.
- (4)曾我博昭・ほか4名, 自動車技術会学術講演会前刷集, 933(1993),137-140.
- (5)中島健・ほか2名, 機論, 58-546, B(1992),554-560.
- (6)Sakakibara,J. et.al., *Exp. in Fluids*, 16(1993),82-96.
- (7)畔津昭彦・谷口展郎, 機講論, 940-30 III(1994),518-520.
- (8)西川泰治・平木敬三, 蛍光・りん光分析法, (1984),39, 共立出版.