

報 文 2

# グリースの潤滑挙動に関する研究

潤滑油カンパニー 潤滑油研究開発部 グリース・冷凍機油グループ

 したら  
 設楽  
 ゆうじ  
 裕治


## 1. はじめに

グリースは、液状の基油中に増ちょう剤と呼ばれる固体を均一に分散させた半固体状油剤である<sup>1)</sup>。液状潤滑油に比べて流出しにくく、潤滑システムを簡素化できる利点があり、各種軸受(ベアリング)に封入されて使用されることが多い<sup>2)</sup>。自動車や産業機械の重要な機械要素である軸受に対しても省エネルギー、省燃費化への要求がますます高まっている。特に、軸受の低トルク化への要望が高く、グリースの最適処方開発とともに、メカニズム解明も欠かされてきている。

液状潤滑油とグリースとでは基本特性で異なる点が多い。特に、レオロジー特性に関して、ニュートン流体である液状潤滑油に対し、グリースはせん断速度に応じて粘性が変化するいわゆるチキソトロピー性を有している。つまり、低せん断速度域では粘性が高く(流出しにくい)、高せん断速度域では粘性が低下する(液状基油に近い粘度となり、摺動抵抗を軽減する)。このようなグリースの特異な挙動は、増ちょう剤の存在が大きく関与している。増ちょう剤は、金属石けん系、ウレア系などがあるが、金属種、有機分子構造の組み合わせはもとより、繊維形状(サイズ、形態、分布など)もグリース特性に影響を与える。

グリースの歴史は古いものの、半固体状油剤であるが故に、レオロジー特性、潤滑性能などの挙動が複雑であり、解析が難しい。そのため、基礎的な研究はいまだに活発に行われており、国内外のトライボロジー関連の学会などではグリースに関わる研究報告も多く見受けられる。特に軸受のグリース潤滑における低トルク化、長寿命化、耐熱性に関する研究や製品開発<sup>3)</sup>が今なお盛んである。

これまでグリース潤滑に関しては、多くの研究者が多様な実験手法と解析を報告している。玉軸受摺動部をモデル化したボールオンディスク潤滑試験機では、鋼球とディスク(ガラスやサファイア)の接触域に形成される弾性流体潤滑(Elastohydrodynamic lubrication: EHL)の油膜厚さを干渉法で測定する手法が確立されている。油膜厚さは液状潤滑油の場合は理論的な解釈も十分成り立つが、グリースの場合は、基油と増ちょう剤繊維の混合物であるため油膜挙動が複雑である。グリースによっては、増ちょう剤繊維がEHL入口部で堆積し、EHL接触域の油膜

が薄くなることが知られている。そこで、グリースの基油、増ちょう剤成分の存在割合を化学的に解析する手法として、顕微FT-IR(フーリエ変換赤外分光光度計)を検出器とした実験手法が確立され、多くの研究成果が報告されている<sup>4-7)</sup>。星、森らは、ウレアグリースの増ちょう剤タイプによってEHL油膜挙動が異なり、接触域における増ちょう剤濃度変化、トラクション特性の違いを明らかにしている<sup>8)</sup>。

グリースによる軸受潤滑の摺動特性は、軸受仕様(型式、シール有無など)、摺動条件(回転数、温度、荷重など)に加え、グリースの種類や充填量に影響を受ける。一例として、6204型玉軸受にリチウムグリースを充填した際の回転数と軸受トルクとの関係を図1に示す<sup>9)</sup>。同じ基油(ポリ- $\alpha$ -オレフィン;VG32)を用い、硬さ(ちょう度)を同じにしても、増ちょう剤の種類によって摺動トルクが大きく異なることが分かる。グリースそのものが関与する因子として「グリースのバルク物性」と「接触域の諸特性」が挙げられる(図2)。これまで低トルク化に関して、及川ら<sup>10)</sup>は降伏応力、新田ら<sup>11)</sup>は粘性移行応力など、グリースの物性との関連性を明らかにしている。

本稿では、グリースによる軸受低トルク化の基礎検討として、ピレンを用いた蛍光法によるEHL周辺のグリース流動性の観察、増ちょう剤のトラクション特性など九州大学(杉村教授)、三重大学(中村准教授)との共同研究を通じて得られた知見を報告する。

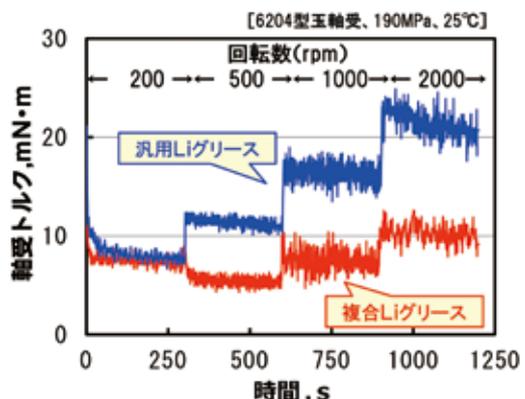


図1 玉軸受の摺動トルクに対するグリースの影響

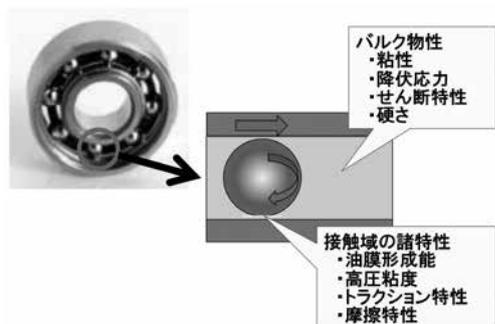


図2 軸受トルクに関わるグリースの影響因子

2. グリース潤滑のその場観察

軸受摺動特性を理解するには、転がり接触部の観察が重要である。前述のとおり、EHL 接触域における油膜形成能は、ボールオンディスク型潤滑試験機を用いて観察するのが有効である。九州大学(杉村研修室)の森らは、グリースに蛍光剤を配合し、蛍光強度の分析により、EHL 接触域周辺のマクロな流動特性の観察を試みている<sup>12, 13)</sup>。図3に示すボールオンディスク試験機は、水銀灯光源による紫外光をボールとディスクの接触点に照射させ、潤滑膜から発せられる蛍光を試験機上部に取り付けられた分光器、モノクロ CCD カメラで観察できるようになっている。また、接眼レンズに直接カラー CCD カメラを取り付けることで、接触域におけるカラー蛍光像も取得できるように工夫されている。観察は、室温、大気中で実施されている。実験サンプルは、予め蛍光剤としてピレンを所定量配合した基油を用い、増ちょう剤タイプ、硬さの異なるグリースを検討した。本稿では、観察された興味深い点をいくつか紹介する。

図4は、一定条件で潤滑した後の球転がり軌道部位(トラック)に観察された蛍光画像である。汎用リチウムグリースに比べ、複合リチウムグリースでは、軌道面に明確なブランチパターンが形成されているのが分かる。蛍光発光している白色部位は油が多く存在していることを示しており、転がり軌道部位に効果的に油分が供給されていることを示唆している。このようなブランチパターン形成は、半固体状グリースであるがための現象であるが、グリース組成に由来することから、詳細な解析が必要である。

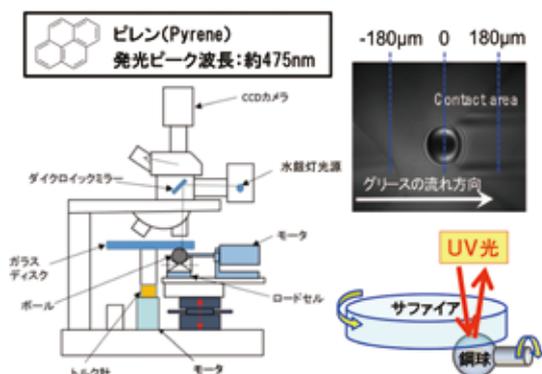


図3 蛍光法による EHL その場観察装置

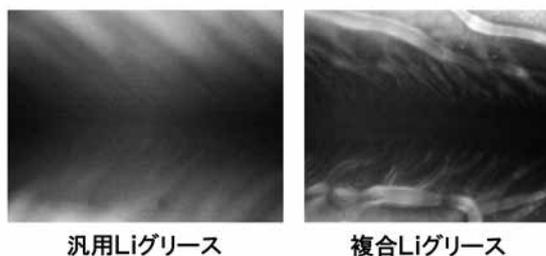


図4 潤滑面に形成したフィンガーパターン

そこで、ブランチパターン形成までのプロセスを高速度カメラで観察した結果を図5に示す。実験は、回転速度1mm/s、荷重5Nの純転がり潤滑条件とし、露光時間を20msとし、100枚の画像を連続的に撮影した。各画像の左端が球接触域であり、転がり方向に対し、後方流れを観察していることになる。画像1が開始前であり、後方部は一樣に蛍光発光(画像上は白色)が観察され、グリースで満たされているのが分かる。時間経過とともに接触域に向けて黒色の空白部が広がっていき、試験2秒後(画像9)には枝形状が形成された。短時間での形成過程を詳細に画像解析したところ、図6に示すように、まず接触域の直ぐ後方にクローズドキャビテーションと呼ぶ空気だまりが発生し、転がり方向に向かって伸び、やがて大気と連結し、枝状の流れ挙動(フィンガーキャビテーション)を示すことが分かった。グリースの種類、ちょう度によってフィンガーキャビテーションのできやすさ、形状が異なることが確認されており、形状の詳細解析によるグリース成分との関連を考察する試みも行われている。

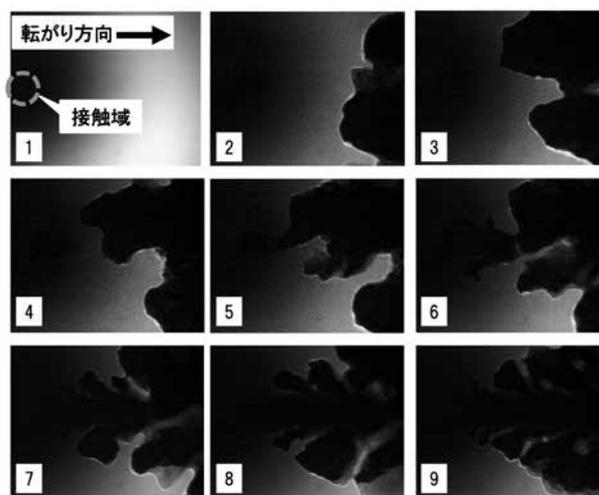


図5 ウレアグリースの後方流れ観察画像

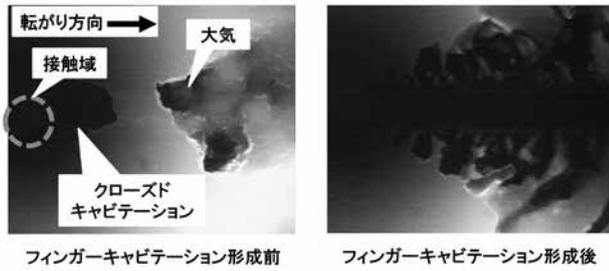


図6 フィンガーキャピテーション形成過程

図7に接触域周辺のカラー蛍光像を示す。汎用リチウムグリースに対し、ウレアグリースでは接触中心に特異な発光が確認された。これまでもウレアグリースにおいては、増ちょう剤が接触界面に堆積し、トライボロジー特性に影響を与えることが知られている<sup>8)</sup>。

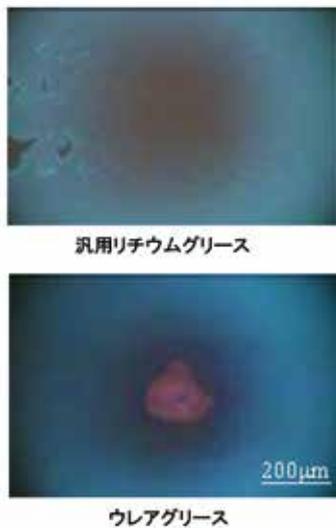


図7 潤滑試験後の接触域蛍光画像

そこで、接触域におけるグリースの基油、増ちょう剤の存在量を把握するため、図8に示す蛍光分光観察を行った。分光は、380nm から740nmの範囲で、接触域前方から後方を線上に測定した。蛍光剤として配合しているピレンの発光波長は475nmである。複合リチウムグリースの分光結果である図8には、接触域前方から後方に掛けて一様に475nm 付近の発光が観察されており、グリース（油分）が存在していることを示している。発光波長のデータ強度を数値解析することで、EHL 周辺部のグリース成分存在量の位置依存性を把握することができる。図7で観察されたウレアグリースの場合、分光解析の結果、570nm にリチウムグリースでは認められなかった新たな発光が確認された。図9に接触域前方(-250µm)から後方(250µm)における発光強度(570nm)の推移を示す。試験前に対し、試験後では接触域中心部で強度が明らかに高まっており、発光波長からウレア増ちょう剤が高濃度化、堆積したものと推察される。

このように蛍光剤を配合したグリースの転がり接触のそ

の場合観察により、軸受摺動部におけるグリースのマクロな流動性や増ちょう剤存在量に関する情報を把握することができることが分かった。リアルタイムな現象解析として有用と考えている。

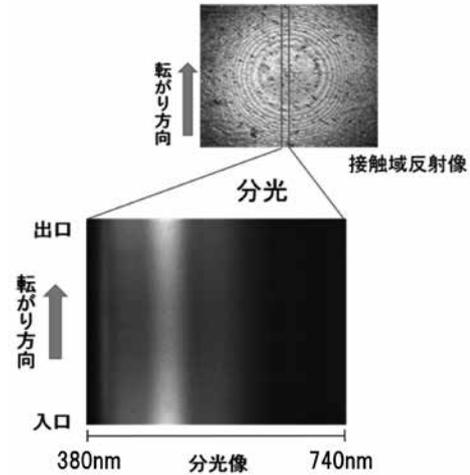


図8 蛍光分光観察

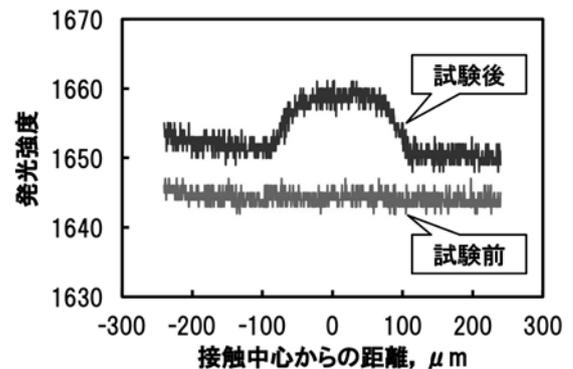


図9 ウレアグリースの分光解析(570nm)

### 3. 増ちょう剤のトラクション特性

前述したとおり、グリース潤滑では摺動部に増ちょう剤成分が高濃度化、堆積するなどの挙動があり、少なからずトライボロジー特性への影響が予想される。特に高荷重下の転がり軸受では、数 GPa の高圧圧下で運転されることもあり、高圧場で潤滑油剤が固化すると、せん断変形に対しせん断抵抗が発生し、軸受では摩擦ロスとなってしまう。

三重大学の中村らは、ダイヤモンドアンビルセル (DAC) を用いた超高压レオロジー特性評価法を確立し、様々な潤滑油の高圧物性 (高圧粘度、高圧相転移、ガラス固化レオロジー特性) を報告している<sup>14)</sup>。DAC とは、平滑面をもつダイヤモンド同士を押し当て、高圧場を発生するもので、もともとは地球物理学、固体物性の理学分野における研究手法として用いられてきた。比較的容易に超高压が得られ、ダイヤモンドが光や X 線を透過するため観察できるこ

とが多い。滝渡ら<sup>15)</sup>は、DACによる高圧場における潤滑油の顕微FT-IRスペクトルを測定し、特徴ピークの化学シフトから水素結合の圧力依存性などを見出している。

三重大学の木之内ら<sup>16)</sup>は、DAC高圧装置と球変形解析法を用い、グリースおよびグリース増ちょう剤そのものの高圧物性として、トラクション係数(の目安)の測定を試みている。測定は、2つのダイヤモンド平滑面と銅系ガasketを介して設けたDAC圧力室内に金属球(アルミニウム、直径60 $\mu$ m)と試料を封入、加圧し、金属球の変形を解析して行われた。図10に示すとおり、圧力を上げていくと、封入した金属球は真円に近い形から楕円状に変形した。金属球の塑性変形は近傍の固化油において発生するせん断力によるものと考え、球はどの部分も一様均質に塑性変形するなどいくつかの仮定のもとで偏差応力、主せん断分解応力( $\tau_1$ )を算出し、球近傍圧力(Ps)で割ることでトラクション係数の目安( $\mu \approx \tau_1 / Ps$ )を算出した(詳細な解析方法は文献14を参照)。図11に示すとおり、圧力0.3GPa時の最大トラクション係数(の目安)は、リチウム石けん系増ちょう剤に比べウレア系増ちょう剤が低く、増ちょう剤の分子構造依存性が認められている。摺動部において増ちょう剤成分の存在量が無視できない場合にはこのような解析が有効と考えられる。

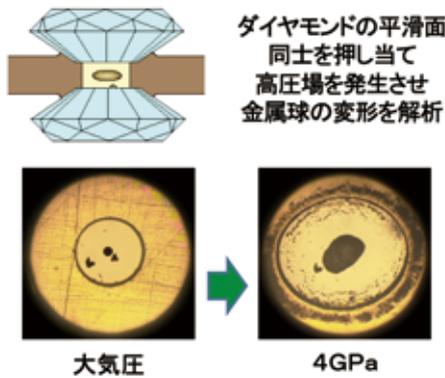


図10 ダイヤモンドアンビルセルを用いた超高压固化レオロジー評価法

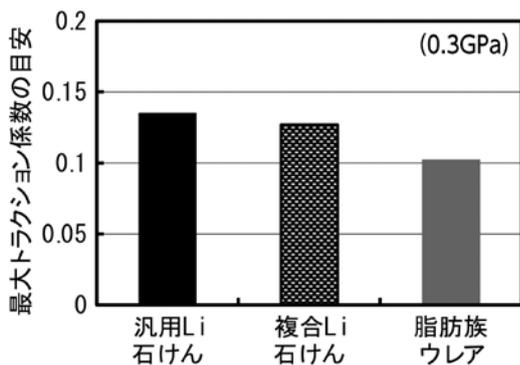


図11 各種増ちょう剤の最大トラクション係数(目安)

#### 4. 増ちょう剤の弾性率

このように増ちょう剤そのものが摺動特性に影響を与える可能性があることから、増ちょう剤の物性把握が重要と考えられる。ここでは物性の一つとして、原子間力顕微鏡(Atomic Force Microscope: AFM)を用いた増ちょう剤繊維の粘弾性測定結果を紹介する。AFMは、カンチレバーの先端に取り付けた鋭い探針で試料表面をなぞり、カンチレバーの上下方向の変位を計測し、表面の凹凸をナノレベルで測定する手法である。AFMによる表面形状以外の活用方法も提案されており、東京工業大学の中嶋ら<sup>17)</sup>は、AFMで高分子ポリマーの一本鎖を伸長し、力と伸長距離の関係をナノスケールで測定する手法を確立し、高分子のマクロ物性を解析している。

グリースの増ちょう剤そのものの物性を把握するため、雲母基板に粉末状の増ちょう剤繊維を希釈液のヘキサンとともに塗布し、ヘキサンを蒸発乾燥させた後に、AFMにより1 $\mu$ m四方の高さ像と弾性率像を二次元測定した。図12に示すように、高さ像から太さ0.05~0.1 $\mu$ mの棒状繊維が基板上に複数存在しているのが分かる。弾性率像は、高さ像とはほぼ同等の画像分布を示しており、増ちょう剤繊維が一様の弾性率を有していることが示唆された。画像解析の結果、増ちょう剤繊維に該当する箇所(の)の弾性率は概ね200~400MPaであり(図13)、軟質なエチレン樹脂と同レベルであることが分かった。このように増ちょう剤繊維そのものが弾性率を有する成分としてグリースに分散しており、摺動特性を議論する際には考慮する必要がある。

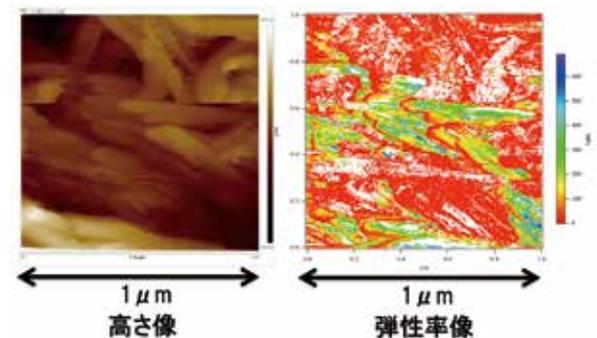


図12 AFMを用いた増ちょう剤繊維の観察

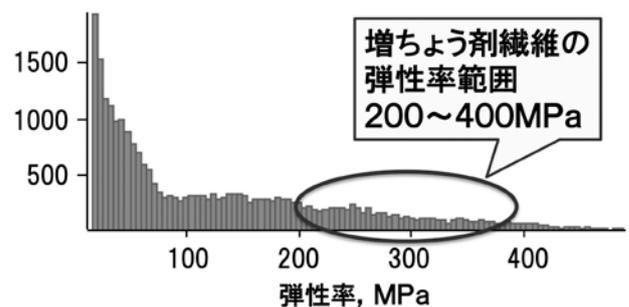


図13 ウレア増ちょう剤繊維の弾性率解析

## 5. おわりに

低トルク化以外にも、電動化対応や静粛性など、グリースに対するニーズは多様化し、要求性能も年々高まってきている。基油、増ちょう剤、添加剤の最適設計を効率よく行うためにも、様々な基礎的挙動を系統的に把握し、モデル化していく必要がある。そのためにも、新たな観察手法や解析法も取り入れ、データベースを蓄積していくことが重要と思われる。本稿がその一助となれば幸いである。

## － 参考文献 －

- 1) 日本トライボロジー学会グリース研究会編；潤滑グリースの基礎と応用，養賢堂，3 (2007)。
- 2) 日本トライボロジー学会編；トライボロジーハンドブック，養賢堂，173 (2001)。
- 3) 菖蒲；省エネ万能極圧グリースの開発，ENEOS Technical Review, 57, 2, 64 (2015)。
- 4) Cann and Spikes；In Lubro Studies of Lubricants in EHD Contacts Using FTIR Absorption Spectroscopy, Tribol. Trans, 34, 2, 248 (1991)。
- 5) 星，滝渡，七尾，八代，森；顕微赤外分光法によるグリース EHL 膜のその場観察，トライボロジスト，60, 2, 153 (2015)。
- 6) 星，滝渡，七尾，森；グリース潤滑における過渡応答の顕微赤外分光法によるその場観察，トライボロジスト，61, 11, 784 (2016)。
- 7) 星，滝渡，七尾，森；顕微赤外分光法を用いた潤滑膜のその場観察，トライボロジスト，62, 2, 73 (2017)。
- 8) 七尾，星，滝渡，森；すべり条件下におけるグリース潤滑膜の顕微赤外分光法によるその場観察，トライボロジスト，62, 4, 296 (2017)。
- 9) Sakai, Tokumo, Ayame, Shitara, Tanaka and Sugimura；Effect of Formulation of Li Greases on Their Flow and Ball Bearing Torque, Tribology Online, 11, 2, 168 (2016)。
- 10) Oikawa, Inami, Hokao, Yokouchi and Sugimura；Bearing Torque Characteristics of Lithium Soap Greases with Some Synthetic Base Oils, J.Engineering Tribology, 226, 6, 575 (2012)。
- 11) 新田，津田，新井，坂本，酒井；転がり軸受のトルクにおけるジウレアグリースの粘性移行応力と増ちょう剤分子構造の影響，トライボロジスト，61, 10, 699(2016)。
- 12) 森，田中，設楽，杉村；蛍光グリースを用いた潤滑挙動のその場観察，トライボロジー会議 2017 春東京 予稿集，396 (2017)。
- 13) Mori, Tanaka, Shitara and Sugimura；In situ observation of lubrication behavior with fluorescent dye, World Tribology Congress 2017.
- 14) 中村，伊藤，松井；ダイヤモンドアンビルセル高圧装置の簡易圧力評価法の確立と潤滑油の高圧粘度測定，トライボロジスト，53, 5, 332 (2008)。
- 15) 滝渡，七尾，森，設楽；EHL 条件下における潤滑油の構造変化（第 2 報），トライボロジー会議 2008 秋名古屋 予稿集，251 (2008)。
- 16) 木之内，中村，松井，設楽；高圧固化グリース及び増ちょう剤の高圧レオロジー評価，トライボロジー会議 2016 秋新潟予稿集，147 (2016)。
- 17) 中嶋，西；高分子鎖 1 本の粘弾性，Netsu Sokutei, 33, 4, 183 (2006)。