

氏 名	こまつざき しげき 小松崎 茂 樹
授 与 学 位	工 学 博 士
学位授与年月日	昭和50年12月3日
学位授与の根拠法規	学位規則第5条第2項
最 終 学 歴	昭和43年3月 東北大学大学院工学研究科化学工学専攻修士課程修了
学 位 論 文 題 目	潤滑グリースの流動性に関する研究
論 文 審 査 委 員	東北大学教授 玉井 康勝 東北大学教授 横堀 武夫 東北大学教授 梅屋 薫

論 文 内 容 要 旨

最近、機器の潤滑に対するメンテナンスフリーの立場から、高速、高荷重あるいは高温の条件下においても従来の油潤滑に代わってグリース潤滑が広く採用される傾向にある。

しかしながら、これらの動向に対処するためには、ASTMあるいはJISで規定された従来の種々の試験法に準拠して潤滑グリースの検討を行なうだけでは充分ではない。すなわち、潤滑油とちがって、潤滑グリース（以下グリースと略す）の場合、これらの試験結果が実際に軸受にグリースを封入して回転させた時の運転性能と一致しないことが多く、より適切な検討法を確立することが必要である。

ASTMなどの試験結果が実際の使用結果と一致しない主な理由は、従来グリースの品質や性質は専ら静的状態で調べられているのに対し、実際に使用される場合は必ず流動をとめない、流動している時のグリースの性質は静的状態の時とは著しく異なるためである。

したがって、グリースの種々の潤滑特性は、動的状態（流動状態）と関連させて検討すべきである。

そこで、本研究ではこの点に着目し、グリースの流動性、および実際的な潤滑の問題との関連について考察した。

従来、流動性は専らパイプ中の圧力損失の問題解決の手段として利用されてきた。これに対して本研究は、グリース潤滑の問題解決の手段として利用すべく検討した。この方針に沿うよう、まず流動性の詳細な検討を行なった後、この結果得られた知見をもとにグリース潤滑における不明な点を流動性より解明した。得られた結果を要約すると次のようである。

1. グリースの流動性に関する新しい知見

グリースの流動性は、増稠剤の含有量、基油粘度のほか、油中で造稠剤が形成する凝集組織によって決定されることは広く認められている。しかし、流動する際の凝集組織の挙動、すなわち流動機構については不明な点が多い。それにもかかわらず、流動性と実際的な問題との関係を詳細に検討した例は非常に少ない。そこで、本研究は、上述の流動性と実際的な問題との関連について検討することを最終の目的としたが、まず流動時における油中での増稠剤の挙動を詳細に検討し、以下の結果を得た。

グリースが流動する場合には、増稠剤ミセルは単独に流れることはなく、必ずかなりの油をともなって流動単位を形成する。すなわち、かなりの油は増稠剤に包蔵されている。この際、増稠剤の油包蔵の程度は、増稠剤の含有量のほか、温度、増稠剤の種類、および増稠剤と基油の物理化学的相互作用で定まる。

たとえば、温度が低いほど、また増稠剤として1,2-ヒドロキシステアリン酸リチウムを用いると、あるいは基油としてシリコン油を用いると、包蔵する油の割合が少なくなる傾向を示した。

剪断を加えると増稠剤の凝集組織が部分的に破壊され、包蔵されていた油が一部自由になるため見掛け粘度が減少する。しかしさらに高剪断になって増稠剤の凝集体がひどく破壊されても、なおかなりの油分が包蔵されていると考えられる。窮極的にはグリースの流動性は、基油粘度と増稠剤の流動単位の有効体積分率（Volume Fraction）で決定されると考えられる。

また、グリースの流動性に関して成立することが広く認められている見掛け粘度 η_a と剪断速度 \dot{S} の関係、すなわち Sisko の式 $\eta_a = \eta_\infty + b\dot{S}^{-m}$ (b, m は定数、 η_∞ 高剪断速度における η_a である) は、剪断による結合点の破壊と分子熱運動による回復を考慮することにより、反応速度論的に導かれることが明らかになった。

2. 流動性と実際のな諸問題との関連

前節で述べた知見をもとに、グリースに関する実際のな諸問題を考察すると次のようである。

(1) 増稠剤の網目構造の熱安定性

増稠剤の役目は基油を流れ出さないように保持することにある。とくに高温で利用される場合は基油粘度が著しく低下するので流失しやすくなる。このため、高温での保持力を維持できる増稠剤が一層要求される。

油を保持するためには、増稠剤が油を包蔵する必要があるから増稠剤の有効体積分率が大きくなると考えられる。

そこで、増稠剤の網目構造の熱安定性に対して、増稠剤の有効体積分率の温度変化を考慮して考察を試みた。その結果リチウムせっけんグリースは約110～140℃付近までは温度の上昇とともに増稠剤は油をより多く包蔵する傾向をみせ増稠力を保持している。しかしこの温度以上になると、逆に増稠剤の有効体積分率は減少する傾向を示すが、これはこの温度以上で増稠剤の網目構造が破壊されるためである。このため、この温度以上で剪断を与えると、剪断破壊した網目構造の復元性が著しく失われた。

一般にグリースの構造安定性はASTMで規定された方法で測定される。これは静的（剪断を与えない）状態で構造が破壊されるときの温度、すなわち滴点（dropping point）を求めるものである。この結果によると、リチウムせっけんグリースの滴点は大体180～200℃である。しかし、グリースが軸受に封入されて剪断をうける状態においては、滴点よりかなり低い温度（110～140℃）で網目構造の破壊が始まるものと思われる。実際の使用例を調べてみると、リチウムせっけんグリースは150℃以上では潤滑寿命が短くなるので使用されることは非常にまれである。酸化劣化や蒸発のほか、軸受中では絶えず剪断を受けているので網目構造破壊による基油の流失が増加することも、150℃以上でリチウムせっけんグリースが使用されない理由の一つと考えられる。

網目構造の熱安定性は、滴点測定のほか、示差熱分析、電顕観測などにより検討されている。しかし、いずれも静的状態で検討されるため、実際問題との関連が乏しい。これに対して流動性による熱安定性の検討は実際の使用条件に近くなり、有効である。

(2) 熱劣化グリースの内部組織

グリースは、摩擦熱による軸受の温度上昇により、あるいは高温雰囲気で使用された時、使用時間の経過とともに徐々に内部組織が変化する。

従来、グリースの長期安定性としてはASTMあるいはJISで規定した酸化安定度が検討されている。確かに軸受の焼付きに至るまでの時間、すなわちグリースの潤滑寿命は、酸化安定度と密接に関係することが確かめられた。しかし、酸化安定度が同じグリースでも、潤滑寿命に大

きな差があることが多い。この原因につき、熱劣化グリースの内部構造と流動性より考察した結果、劣化によって増稠剤の油の保持力が低下し、油の流失が関係するものと思われた。

(3) ころがり軸受中でのグリースの潤滑のメカニズム

軸受の回転が始まると、大部分のグリースは転動部からカバー面に押し除けられ、この押し除けられたグリースから転動面に油が少しずつ流れ出して潤滑が営まれている。すなわち、グリース潤滑はグリース中の基油によってのみ行なわれているとされている場合が多い。しかし、詳細に観察してみると、グリースの摩擦トルク、および軸受の温度上昇は、基油のみを軸受に滴下した場合より明らかに高くなる。これらの事実は増稠剤の影響を無視できないことを示している。

一方、軸受中でのグリースは回転中高剪断速度をうけているので、グリースの凝集組織は極度に破壊していると思われるが、この状態においても増稠剤はかなりの油分を包蔵して油中に分散している。このため軸受中のグリース粘度は基油粘度 η_0 より大きい η_∞ になっていると考えられる。そこで実際に軸受の摩擦トルクと粘度の関係について詳細に考察した結果、グリース潤滑においてはグリース粘度として η_∞ を採用すると、グリースを封入した場合と基油を滴下した時の軸受の摩擦トルクの差が明瞭に説明できた。したがって、軸受中でのグリース粘度は、基油粘度 η_0 ではなく、むしろ η_∞ になっていると考えた方が妥当と思われた。

以上のことより、流動性の面からの検討は、グリース潤滑における諸問題を解決するための有力な手段であることが明らかになった。

審査結果の要旨

近年機械の軸受や歯車の使用が高荷重・高温の下に行われる場合が多くなり、潤滑油ことに潤滑グリースの性能に対する高度の要求が出されるようになった。本研究はそのような情勢のもとにグリースのより適確な性能試験方法を求め、グリースの化学的構造と性能の相関について研究し、その流動性の重要性を明らかにしたもので、全文10章よりなる。

第1章は緒論で本研究の目的と意義について述べている。

第2章では、本研究で使用した加圧型毛細管粘度計および二重円筒式回転粘度計の特色を述べている。グリースの流動性は一般に加圧型毛細管粘度計により測定されるが、二重円筒式回転粘度計でも測定できるように内筒と外筒の構造を改良している。

第3章では、グリースの増稠剤が形成する網目構造のずりによる変化に関する考察を行っている。さらにこの結果をもとに網目構造のモデルを仮定し、従来から広く用いられているずり速度と見掛け粘度の間の経験式を反応速度論的に導いている。

第4章では、温度あるいは増稠剤や基油の種類による増稠剤分散状態について、増稠剤と基油の物理化学的相互作用から考察している。

第5章では、時間-温度換算則よりグリースの流動性に対してレオロジー的解析を試みている。この結果温度が上昇すると増稠剤は油中に分散されやすくなり、見掛上体積分率が増し、これが流動抵抗を増加させることを結論している。

第6章では高温における見掛け粘度ならびに相対粘度を求め、増稠剤の網目構造の熱安定性は静的な滴点測定によるよりも流動性から検討する方が実際の使用条件に近く有効であることを明らかにしている。

第7章は熱劣化グリースの網目構造を見掛け粘度、相対粘度の測定により検討し、高温におけるグリースの潤滑寿命は網目構造破壊による油保持力の低下に大きく左右されることを明らかにしている。

第8章では高温でせん断をうけたとき、および高温に長時間保持されたときの増稠剤の網目構造の変化の有様を電子顕微鏡により詳細に観察し、第6章、第7章で述べた網目構造の破壊状態を実験的に証している。

第9章では玉軸受の摩擦トルクとグリースの粘度との関係を考察し、グリース潤滑では増稠剤も油中に分散した状態で潤滑油膜形成に寄与していることを明らかにしている。

第10章は結論である。

以上要するに本論文はグリースの流動性を研究し、グリースの化学的構造との相関、およびグリース潤滑における流動性の重要性を明らかにしたもので、応用化学、機械工学に寄与するところが少なくない。

よって、本論文は工学博士の学位論文として合格と認める。