

平成 22 年 3 月 25 日現在

研究種目：基盤研究（C）

研究期間：2007～2009

課題番号：19560141

研究課題名（和文）油中マイクロ球変形解析による潤滑油の高圧固化レオロジー特性評価

研究課題名（英文）Rheological Evaluations of Solidified Lubricant Oils under Very High Pressure by Analyzing Microsphere Deformations in the Oils

研究代表者

中村 裕一 (NAKAMURA YUICHI)

三重大学・大学院工学研究科・准教授

研究者番号：20164345

研究成果の概要（和文）：

高圧装置圧力室内の潤滑油中に直径  $60\mu\text{m}$  程度のマイクロ金属球を封入して圧力を加え、圧力室内の非静水圧力発生に起因して球が塑性変形する様子を観察し、固化した油の新しい応力状態評価法を確立して固化圧力、粘度、固化油のせん断応力などレオロジー特性を  $6\text{GPa}$ 、 $100^\circ\text{C}$  まで評価した。これらの確立した手法および従来にない潤滑油の超高圧レオロジーデータは、転がり軸受や変速機など機械要素の寿命や摩擦ロスの予測に有用となる。

研究成果の概要（英文）：

The rheological properties of solidified lubricant oils under very high pressure were evaluated by observing plastic deformation of metal microspheres in the oils, occurring due to non-hydrostatic pressure in the pressure chamber and by establishing a new method to evaluate stress state of the solidified oils. Solidification pressures, viscosities and shear stresses of the solidified oils could be estimated up to 6 GPa at 100 C. The established method and oil rheological data at extremely high pressure, which have not been obtained before, are useful for predicting fatigue life and friction loss of the machine elements such as rolling bearings and variable transmissions.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2007年度	2,300,000	690,000	2,990,000
2008年度	700,000	210,000	910,000
2009年度	600,000	180,000	780,000
年度			
年度			
総計	3,600,000	1,080,000	4,680,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：機械工学・設計工学・機械機能要素・トライボロジー

キーワード：トライボロジー、潤滑油、高圧力、固化、レオロジー、トラクション

## 1. 研究開始当初の背景

高荷重下の転がり軸受や車載用トラクション無段変速機では油が固化する数  $\text{GPa}$  の高面圧下で運転される。固化油では固体のようにせん断変形に対しせん断抵抗が発生し、

軸受では摩擦ロスになり、トラクションドライブではその限界値（せん断強さ、限界せん断応力）がトラクション特性の主要因と考えられる。固化油のせん断特性評価は Hoglund ら、Bair ら、大野らにより準静的に金属圧力

容器で行われているが金属容器では圧力上限が 1GPa 付近で十分ではない。またトラクション試験からも例えば Evans ら, 加藤らにより算出されている。一方, 油の固化圧力  $P$  (ガラス転移圧力) は大野らにより粘度-圧力係数  $\alpha$  との積  $\alpha P=13\sim 25$  から近似されているが, 数 GPa までのデータはほとんどない。

当研究室ではこれまでダイヤモンドアンビルセル(DAC)という超小型で特殊な高压装置を用い, 落球法, 固化油の粘弾性応力緩和法, ブリルアン光散乱法, 光散乱光子相関法により高压粘度, 密度 (弾性係数) さらに体積粘性率などのレオロジー特性を評価してきた。また粘弾性測定と弾性係数の異方性評価では固化圧力以上で測定され, これは DAC の圧力発生機構が 1 軸圧縮によるせん断抵抗の発生に起因すると考えられる。すなわち, 油の固化圧力前は静水圧であったものが, 固化圧力以上では圧縮方向とそれに垂直な方向で圧力 (垂直応力) が異なる非静水圧 (偏差応力, 分解せん断応力発生) 状態となる。一方高压粘度測定の予備実験でマイクロサイズの落下金属球が固化圧力以上で塑性変形するのを見出し, 変形ひずみの観測と応力-ひずみ関係などにいくつかの仮定を設け固化油の固化圧力や応力状態などを評価できる可能性が示唆された。

## 2. 研究の目的

本研究では高压装置の圧力室内油中に直径  $60\mu\text{m}$  程度のマイクロ金属球を封入して圧力を加え, 圧力室内の非静水圧力発生に起因して球が塑性変形する様子を観察し, 固化した油の新しい応力状態評価法を構築して固化圧力, 粘度, 固化油のせん断応力などレオロジー特性を 6GPa,  $100^\circ\text{C}$  まで評価することを目的とする。高压装置にはダイヤモンドアンビルセル (DAC) と呼ばれる小型で特殊な装置を用い, 油種は近年着目されている新型無段変速機用トラクション油, 代表的な鉱油, 植物油, 合成油を中心とする。

## 2. 研究の方法

### (1) 主要な実験装置「DAC」の原理

この研究で用いる主要な装置であるダイヤモンドアンビルセル (Diamond Anvil Cell, 略して DAC) 高压発生装置の構造を右図を用いて説明する。Fig.1 のように先端をカットした 0.2 カラットの宝石のダイヤモンドを 2 つ迎え合わせ, その間にドリル穴の開いた金属板 (圧力漏れ防止ガスケットの役目を果たす) をはさみ, 事前に穴に潤滑油を封入して下のダイヤモンドを前進させ金属板をつぶすことによって圧力を発生させる。DAC は図の 1 対のダイヤモンドと加圧機構を組み込んだ装置である。

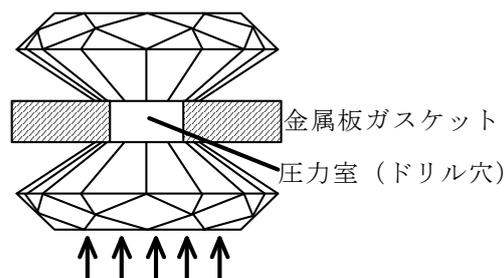


Fig. 1 Diamond Anvil Cell (DAC)

### (2) 実験方法

高压発生には, 上述のダイヤモンドアンビルセル高压装置(DAC)を用いた。圧力室内には圧力マーカーとなるルビー片 2 個, 直径  $60\mu\text{m}$  程度の金属球, 試料油を封入する。金属ガスケット材料は主に銅板(Cu)を用い, りん青銅板(PB), ベリリウム銅板 (BeCu)も用いた, 金属球にアルミ球および銅球を用い, 実験はおもに  $23\sim 25^\circ\text{C}$  の室温で, いくつかの油では  $70^\circ\text{C}$ ,  $100^\circ\text{C}$  で行った。圧力室初期寸法はドリル直径  $\phi 0.5$ , ガスケット板厚  $0.5t$  の公称寸法とした。

試料油は無段変速機トラクション油 (KTF1), サントラック 50(SN50), サントラック 100(SN100), 鉱油, 合成油, 生分解植物油脂などを用いた。

Fig.2 にこの DAC と組み合わせた高压粘度測定装置を示す。DAC を回転ステージに取り付け, それを圧力室の中心軸まわりに瞬時に  $180^\circ$  回転させると圧力室下方の金属球は上方の位置となり, その後重力により落下する。球の落下速度はハードディスクレコーダで録画再生することにより, 精度良く広範囲に測定を行える。得られた落下速度は圧力室壁面の影響を補正し, ストークスの粘性抵抗則を含む球の釣合い関係式に代入して油の粘度を算出した。また, 簡易的な高压粘度測定法を確立した。

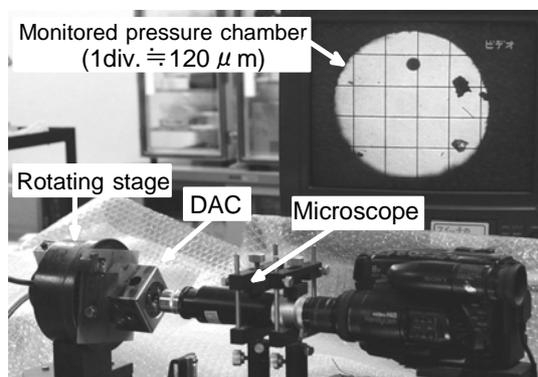


Fig. 2. Photograph of a falling-sphere viscometry with DAC

### (3) 年度ごとの主な計画

- 19年度：金属球の変形しやすい条件の検討，簡易高圧粘度測定法確立
- 20年度： 固化油のせん断応力試算方法確立，高温実験システムの構築，実験
- 21年度： 広範囲の実験，潤滑油レオロジー物性の物理的解釈，総括

### 4. 研究成果（年度ごとに記述）

(1) 19年度：金属球の変形しやすい条件の検討，簡易高圧粘度測定法確立

① ガasket材料については，銅，アルミ，りん青銅，ベリリウム銅で実験を行ったが，それらを組み合わせれば，全圧力域で大きな相当ひずみを得られることがわかった．金属球の材料についてはアルミ球が固化圧力評価に適切，銅球，りん青銅球が超高圧せん断応力試算に適切であることがわかった．金属球の位置については，圧力室厚さ方向中央付近，圧力室半径方向中心付近が最も変形しやすいことがわかった．また，圧力室（固化油）の変形と球変形とは固化圧以上，中心位置の球で相関があり，アルミ球は圧力室より大きく変形し，固化油と金属円板のすえ込み塑性変形との相似性をみいだした．

② 予測固化圧力の妥当性を検討するため，DACの加圧ねじ回転角-圧力関係を圧力校正図とした簡易的な高圧粘度測定法を確立した．(Fig.7)

(2) 20年度： 固化油のせん断応力試算方法確立，高温実験システムの構築，実験

① 金属球の塑性変形ひずみからの固化油のせん断応力試算法を検討し，それに必要な，銅，アルミ，りん青銅の応力-ひずみ関係を調査した結果，引っ張り試験，圧延試験のデータを見つけ出し，簡単な圧縮実験結果とともに加工硬化式を導出した．そして，金属球材料の塑性硬化式と変形球近傍固化油の応力ひずみ変形球と同じなどの仮定による試算方法を確立した．

② 100℃で実験ができるように温度調節装置などを用いた高温実験システムを構築しトラクション油で予備実験を行った．

③ 車載CVT油など最新のトラクション油およびその基油，省エネエンジン油基油などについて実験を行い，固化圧力およびせん断応力をいくつか試算できた．

(3) 21年度： 広範囲の実験結果，潤滑油レオロジー物性の物理的解釈，総括

① 20種類程度の油のデータが得られ，アルミ球の変形開始圧力を固化圧力と考え，その圧力は概して，トラクション油で0.5GPa，鈹油基油，植物油のもので1.2GPa，静水圧媒体油，DOS（エステル油）などの合成油系の

もので1.2GPa～1.8GPaであった．これらの大小関係は，高圧粘度式である粘度-圧力係数の特性と一致した．(Fig.3,4,6)

② 昇温実験では，100℃のトラクション油の固化圧力が室温のものより20%程度（室温，PB ガasket-昇温，PB ガasket），90%程度（室温，Cu ガasket-昇温，PB ガasket）上昇し，70℃のパラフィン系鈹油の固化圧力は室温と比較すると60%程度（室温，PB ガasket-昇温，PB ガasket）上昇した．(Fig.9,11)

③ Barusの式による固化圧力までの外挿高圧粘度は，いずれの油も昇温実験結果を含め， $10^6 \sim 10^8 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ の範囲にあり大野らの固化条件（粘弾性域）の $\alpha P=13 \sim 25$ からの固化粘度範囲（ $10^5 \sim 10^{10} \text{ Pa}\cdot\text{s}$ ）とほぼ一致した．これらの結果から，逆に固化圧力から粘度-圧力係数が求まる可能性も示唆できた．(Fig.8)

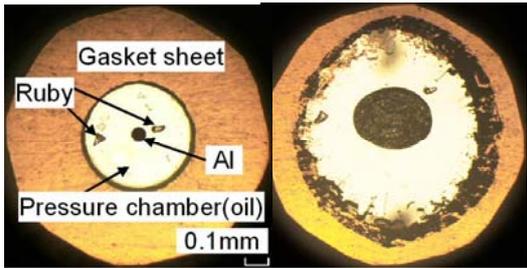
④ せん断応力評価では，アルミ球よりも高強度の銅球のほうがより大きなせん断応力が得られ，油種間では，高粘度トラクション油のみ低圧から高い値となったが，高圧においては油種間で差異はあまりなかった．銅球では，1GPa～1.7GPa付近でトラクション試験からの平均せん断応力 $\tau_t$ とほぼ一致した．より高強度のりん青銅球では，2GPa以上でさらに大きなせん断応力が得られた．球の材質により得られたせん断応力が異なったが，各球のせん断応力/圧力の最大値だけを結んだ曲線は0.5～3GPaの全圧力範囲で $\mu_t$ とほぼ一致し，トラクション係数の予測に有用と考えられる．(Fig.9,10)

⑤ 銅球の変形観察からの100℃のトラクション油のせん断応力は，新開発のCVTトラクション試作油も含め室温のものより平均16%程度（室温，PB ガasket-昇温，PB ガasket），平均20%程度（室温，Cu ガasket-昇温，PB ガasket）低下し，トラクション試験からの $\tau_t$ の低下割合12%より大きかった．(Fig.9,11)

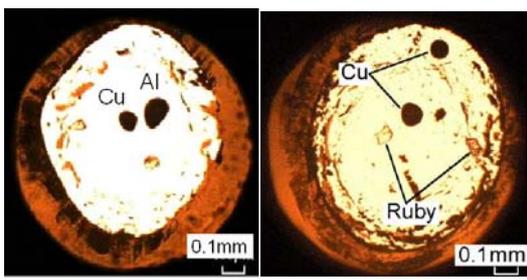
⑥ 圧力室の上下に偏光板を直交させて暗視野を観察したが，固化圧力以上でトラクション油では十字状の暗線が現れた．鈹油，合成油ではまだらな模様があらわれ，それぞれ固化油の塑性変形状態が異なると考えられる．(Fig.5)

⑦ 潤滑油固化の物理的解釈については，ガラス転移では静水圧下，理想的静的条件で粘度が $10^{12} \text{ Pas}$ ，自由体積が2%程度となるのに対し，本法による固化圧力では粘度が平均値で $10^7 \text{ Pas}$ ，自由体積が4%程度とそれぞれ低め，多めの値となり，これはDACでは高い非静水圧性（分解せん断応力）が発生しているためと考えられる． $10^7 \text{ Pas}$ で固化する理由は準静的加圧でも加圧時間と緩和時間の比（デボラ数）を考えると，固化域（弾塑性

図中の試料油記号および実験番号  
 トラクション油・・・KTF1, SN50, SN100  
 鉱油基油・・・HC4, SR4, ATF  
 合成油・・・PAO4, DOS, DOP,  
 S-ATF, POE, MIL23699  
 生分解性植物油・・・CA (ひまし油),  
 RS (菜種油)  
 実験番号：油種(実験番号-ガスケット材  
 料) 例 KTF1(19PB)



(a) 0.1MPa (b) 3.03GPa  
 Fig. 3. Photographs of deformed Al sphere inside the chamber under pressure  $P_s$  for KTF1(14Cu)



(a) DOS (5PB) 4.15GPa (b) RS (2PB) 4.75GPa  
 Fig. 4. Photographs of other oils

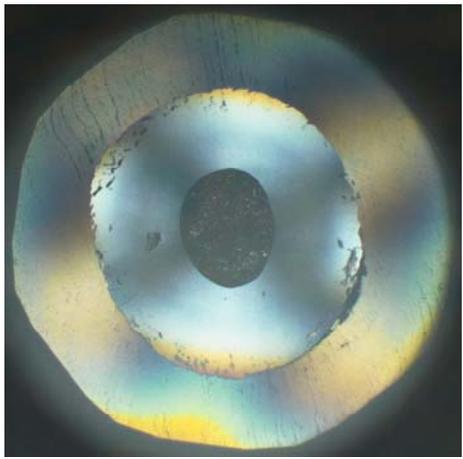


Fig. 5. Polarized photograph of KTF1(19PB), 3.91GPa, Al sphere

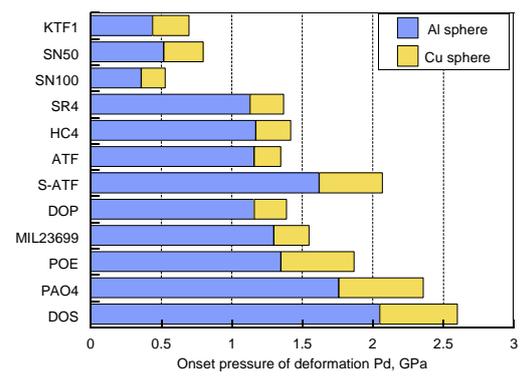


Fig. 6. Onset pressures  $P_d$  of microsphere deformation.

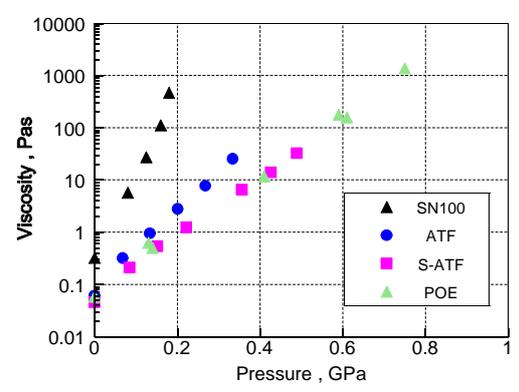


Fig. 7. Some results of high-pressure viscosity measurements obtained by falling-sphere method with a DAC

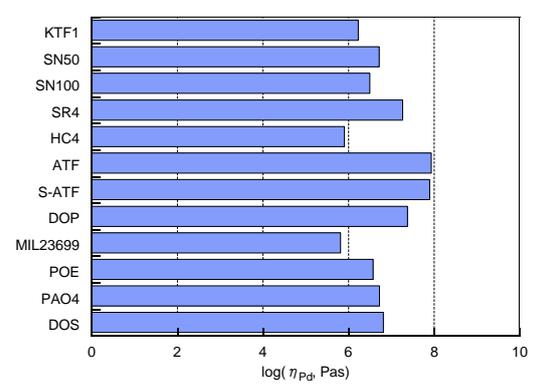


Fig. 8. Extrapolated viscosity ( $\eta_{Pd}$ ) to  $P_d(\text{Al})$  by pressure-viscosity coefficients and Barus equation

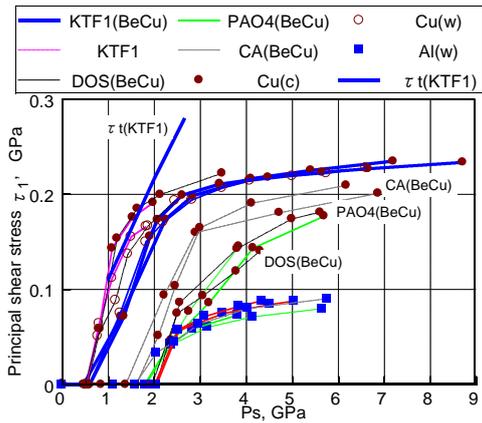


Fig. 9. Principal shear stress  $\tau_1$  of plastically deformed solidified oils in immediate vicinity of deformed sphere and  $\tau_1$  from traction test

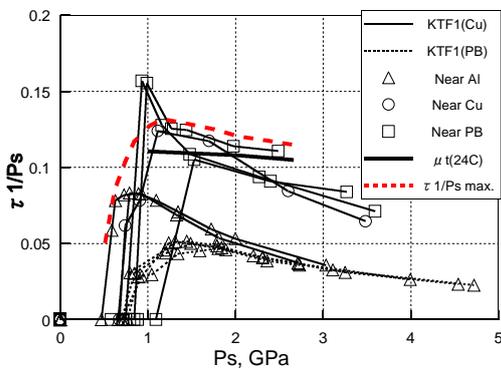


Fig. 10.  $\tau_1 / Ps$  for three sphere materials and a maximum curve ( $\mu t$ : traction coefficient)

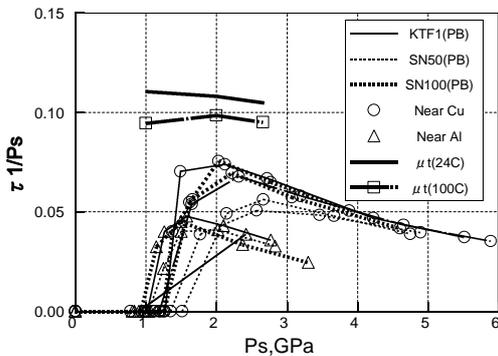


Fig. 11.  $\tau_1 / Ps$  at 100 C

域)であることなどがあげられる。従って高い非静水圧下ではガラス転移点に達していても固化特性の1つである塑性特性が発現し、多めの自由体積により金属のような分子間の不均一すべりが発生しやすいと解釈した。ただし金属のように転位による塑性変形は考えにくく、凝集分子の大規模クラスター間のすべりなどが考えられるが固化油の塑性変形は観察すらほとんどなく

明確な物理的解明は難しい。

⑧ 以上の実験手法の確立、実験結果、文献値との比較考察などから、本研究の目的をほぼ達成できたと総括できる。

(4) 成果の位置づけとインパクト、展望  
 高压下の固化圧力、固化油の応力状態およびせん断応力評価にマイクロ金属球をひずみ(応力)センサとして用いた本法および得られた結果は国内外で当研究が初めてであり、2件の国際誌への投稿も掲載決定された。(論文①, ②)

簡易的な高压粘度測定法を確立に関する論文は日本トライボロジー学会論文賞が内定した。(論文④)(2010年5月授与予定)

また、従来の固化油のせん断応力評価の金属製の圧力容器ではプランジャーなどの可動力から求めていたが装置の摩擦の評価が困難なのに対し、本法ではその影響はない。

本研究で得られた 6GPa、100 °Cまでの油の高压レオロジーデータは、転がり軸受の摩擦ロス評価、車載用トラクション無段変速機開発、トラクション曲線予測に対し、十分な圧力範囲である。

今後、これらの手法の高精度化、簡易粘度予測法確立およびこの手法による次世代新開発試作油の高压レオロジー評価が期待される。

### 5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 17 件)

- ① Y. Nakamura, A. Takimoto and M. Matsui, Rheology and Nonhydrostatic Pressure Evaluation of Solidified Oils Including Daphne Oils by Observing Microsphere Deformation, Journal of Physics: Conference Series, AIRAPT-22 & HPCJ-50 Int. Conf. on High Pressure Science and Technology, 査読有, 2010, 掲載決定,
- ② Y. Nakamura, A. Takimoto and M. Matsui, Rheological Study of Solidified Lubricant Oils under Very High Pressure by Observing Microsphere Deformation and Viscosity Prediction Lubrication Science, 査読有, 2010, 掲載決定
- ③ 中村裕一・瀧本明・松井正仁, マイクロ微粒子変形観察による潤滑油の超高压固化レオロジー評価と粘度予測, トライボロジー会議予稿集, 東京, 査読無, 2009, 85-86
- ④ 中村裕一・伊藤貴司・松井正仁, ダイヤモンドアンビルセル高压装置の簡易圧力評価法確立と潤滑油の高压粘度測

- 定トライボロジスト, 査読有, 53, 5, 2008, 332-338. 日本トライボロジー学会論文賞内定 (2010年5月授与予定)
- ⑤ Yuichi Nakamura, Sho Ito and Masahito Matsui, Rheological Study of Solidified Traction Oils under High Pressure by Observation of Deformed Microspheres, "Tribology Online" electronic online journal, 査読有, 3,2, 2008, 36-39
  - ⑥ 中村裕一・松保英紀・松井正仁, 潤滑油およびトラクション油の高圧粘度測定, 第8回機素潤滑設計部門講演論文集, 日本機械学会, 査読無, 08-12, 2008, 59-62
  - ⑦ 中村裕一・伊藤翔・松井正仁, 潤滑油およびトラクション油の超高圧固化レオロジー特性評価, 第8回機素潤滑設計部門講演論文集, 日本機械学会, 無, 08-12, 2008, 63-66
  - ⑧ 中村裕一・中澤 敦・松井正仁, 簡易圧力評価による低粘度油の高温高圧粘度測定, トライボロジー会議予稿集, 名古屋, 日本トライボロジー学会, 査読無2008, 255-256
  - ⑨ 中村裕一・瀧本明・松井正仁, DAC内アルミ球変形観察による潤滑油の固化圧力と高圧粘度, 第49回高圧討論会要旨集, 査読無, 18, 2008, 292
  - ⑩ 中村裕一・瀧本明・青木智章・松井正仁, DAC内金属球変形観察による潤滑油の非静水圧せん断特性と偏光特性, 第49回高圧討論会要旨集, 査読無, 18, 2008, 293
  - ⑪ 中村裕一・伊藤貴司・松井正仁, DAC高圧装置の高温時簡易圧力評価と潤滑油の高圧粘度測定, トライボロジー会議予稿集, 東京, 査読無, 2007, 233-234
  - ⑫ 田中祐介・中村裕一, 2GPaまでの潤滑油高圧粘度簡易測定のための基礎実験, 日本機械学会2007年度年次大会講演論文集, 査読無, 4, 2007, 87-88

[学会発表] (計13件)

- ① 中村裕一, マイクロ微粒子変形観察による潤滑油の超高圧固化レオロジー評価と粘度予測, トライボロジー会議, 東京2009年5月19日, 東京
- ② 中村裕一, Rheology and Nonhydrostatic Pressure Evaluation of Solidified Oils Including Daphne Oils by Observing Microsphere Deformation, AIRAPT-22 & HPCJ-50 Int. Conf. on High Pressure Science and Technology, 2009年7月27日, 東京
- ③ 中村裕一, Rheological Study of Solidified Lubricant Oils under Very High Pressure by Observing Microsphere Deformation and Viscosity Prediction,

- World Tribology Congress 2009 (WTC IV), Kyoto, 2009年9月11日, 京都
- ④ 中村裕一, 潤滑油およびトラクション油の高圧粘度測定, 日本機械学会第8回機素潤滑設計部門講演会, 2008年4月21日, 倉敷
  - ⑤ 中村裕一, 潤滑油およびトラクション油の超高圧固化レオロジー特性評価, 日本機械学会第8回機素潤滑設計部門講演会, 2008年4月21日, 倉敷
  - ⑥ 瀧本明, トラクションCVT油の超高圧固化レオロジー特性評価, 日本機械学会2008年度年次大会, 2008年9月4日, 横浜
  - ⑦ 中澤敦, 簡易圧力評価による低粘度油の高温高圧粘度測定, トライボロジー会議, 名古屋, 2008年9月16日, 名古屋
  - ⑧ 中村裕一, DAC内アルミ球変形観察による潤滑油の固化圧力と高圧粘度, 第49回高圧討論会, 2008年11月14日, 姫路
  - ⑨ 中村裕一, DAC内金属球変形観察による潤滑油の非静水圧せん断特性と偏光特性第49回高圧討論会, 2008年11月14日, 姫路
  - ⑩ 中村裕一, DAC高圧装置の高温時簡易圧力評価と潤滑油の高圧粘度測定, トライボロジー会議, 東京, 2007年5月29日, 東京
  - ⑪ 田中祐介, 2GPaまでの潤滑油高圧粘度簡易測定のための基礎実験, 日本機械学会2007年度年次大会, 2007年9月10日, 大阪関西大学
  - ⑫ 中村裕一, スピン成分を伴う油固化高面圧トラクション試験と粘着理論による近似, 日本機械学会, 2007年度年次大会2007年9月12日, 大阪関西大学
  - ⑬ 伊藤翔, 油中マイクロ球変形観察によるトラクション油の高圧固化レオロジー特性評価, トライボロジー会議, 佐賀2007年9月29日, 佐賀大学

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

中村 裕一 (NAKAMURA YUICHI)  
三重大学・大学院工学研究科・准教授  
研究者番号: 20164345

(2) 研究協力者 : 三重大学大学院工学研究科物理工学専攻ナノプロセッシング研究室教職員, 大学院生ならびに論文, 研究発表共著者