

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 5 月 22 日現在

機関番号：14101

研究種目：基盤研究(C)

研究期間：2011～2013

課題番号：23560160

研究課題名(和文) 新型打撃高圧装置の開発と動的圧縮下における潤滑油の高圧レオロジー評価

研究課題名(英文) Development of a New Impact High Pressure Apparatus and Rheological Evaluations of Lubricating Oils under Dynamic Compression

研究代表者

中村 裕一 (NAKAMURA, Yuichi)

三重大学・工学(系)研究科(研究院)・准教授

研究者番号：20164345

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 4,100,000円、(間接経費) 1,230,000円

研究成果の概要(和文)：ダイヤモンドアンビルセル型高圧発生装置と打撃圧縮法を組み合わせたこれまでにない打撃高圧装置を開発した。この装置と球変形解析法により転がり軸受などと同条件の3GPa、ミリ秒オーダーの瞬間的動的圧縮、せん断下で得られた潤滑油の固化圧力、ガラス固化後のトラクション係数の目安は、ほとんどの油で準静的値より若干低いが概してほぼ同程度となった。したがって、潤滑油中変形球の相当ひずみおよび平均直径の増加は準静的の値に比べ半分以下であったが、潤滑油のレオロジー・力学特性面からの動的な高圧固化摩擦特性はほぼ準静的のもので近似できると総括した。

研究成果の概要(英文)：A new impact high pressure apparatus was developed with a diamond-anvil pressure cell. Employing this apparatus and sphere deformation analysis method, solidification pressures and estimated traction coefficients of lubricating oils were obtained under milliseconds order impact dynamic compression up to 3 GPa. (Similar pressure in roller bearings) They were a little lower than those under the quasi-static compression condition, but were roughly the same as those. Consequently, although increments of equivalent strain and mean diameter of deformed metal spheres were at most a half smaller than those under the quasi-static compression condition, dynamic high pressure friction properties of solidified lubricating oils in rheological and mechanical viewpoints can be approximated by those under the quasi-static compression condition.

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 機械要素 物性実験 潤滑油 高圧力

## 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ガラス状態で固化する数 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固化油の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。固化油の準静的せん断特性評価の国内外の論文報告では金属压力容器を用いているので圧力上限が 1GPa 付近で十分ではない。ミリ秒オーダーの瞬間的動的圧縮実験として Ramesh らは飛翔体を用い、また Safa ら、今戸ら、大野らは先端球面ハンマーを油塗布金属面に打撃し、スクイズ油膜を介した圧痕形状解析により潤滑油の高圧固化挙動を評価したが、いずれも油が固化した実験的証拠は明確でなく、高圧固化油のレオロジーは学術的に十分解明されていない。

当研究室ではこれまでダイヤモンドアンビルセル(DAC)という小型高圧発生装置を用い、落球法、固化油の粘弾性応力緩和法、レーザー光散乱法により高圧粘度、密度、体積粘性率などのレオロジー特性を評価し、それらの時間依存性も予測した。

申請者の前回の科研費(基盤 C, 2007~2009)では DAC 圧力室内で高圧固化油内の非静水圧発生(分解せん断応力発生)に起因した球の塑性変形を観測して、油が固化した明確な実験的証拠を得て、潤滑油の固化圧力、固化油のせん断応力など準静的レオロジー特性を評価した。

しかしながらこれらのデータは準静的条件のもので、機械要素での潤滑油のミリ秒オーダーの瞬間的動的に圧縮、せん断下のデータを得る独自の方法を文献調査、試行錯誤して、今戸らの打撃圧縮法を DAC に応用することをひらめいて着想するに至った。

## 2. 研究の目的

研究目的はダイヤモンドアンビルセル型高圧発生装置(DAC)と打撃圧縮法を組み合わせたこれまでにない打撃高圧装置を開発して、転がり軸受などでミリ秒オーダーの瞬間的動的に圧縮、せん断される潤滑油の固化圧力、ガラス固化後のせん断応力、トラクション係数の目安など動的な高圧レオロジーを機械要素で必要十分な 3GPa まで評価することである。

## 3. 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)高圧発生装置の構造を説明する。Fig.3-1 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。

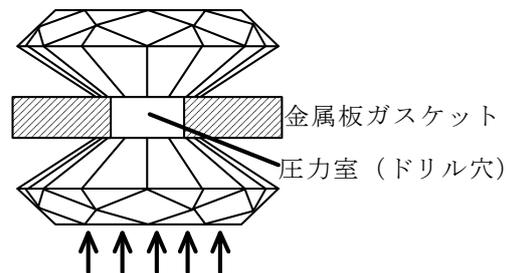


Fig. 3-1 Diamond Anvil Cell (DAC)

### (2) 実験方法

DAC 高圧装置の圧力室(直径 0.5mm)内油中に直径 60 $\mu$ m 程度のマイクロ金属球を封入して従来ねじで準静的に加圧圧縮していたが、ねじを取り外し、金属落体を重力で落下させて DAC を打撃して瞬間的に圧縮する。落下高さ、質量を変えて圧力、圧縮時間を制御し、各条件での瞬間圧縮後の球の変形を観測して、固化圧力、固化油のせん断応力、トラクション係数の目安などレオロジー特性を評価する。

### (3) 年度ごとの主な計画

平成 23 年度: DAC と打撃圧縮法を組み合わせた打撃高圧装置を開発し、潤滑油の動的な高圧レオロジー評価法を確立。

平成 24 年度: 打撃専用 DAC 装置の製作、3.5GPa までの広範囲実験

平成 25 年度: データを蓄積、整理、準静的データと比較、潤滑油の高圧レオロジー特性の圧縮時間依存性評価および総括

## 4. 研究成果

(1) 平成 23 年度: DAC と打撃圧縮法を組み合わせた打撃高圧装置を開発し、潤滑油の動的な高圧レオロジー評価法を確立。

① 打撃方式は円筒パイプガイド内を金属落体を重力で落下させる方式が広範囲に実験条件を設定できるので適切と判断して開発した。落下高さ、質量を変えて約 300mm, 260g の条件で固化トラクショングリース中のアルミ球の大きな塑性変形を観測でき、打撃圧力発生性能を有することがわかった。(Fig.4-1, Fig.4-2)

② 圧電衝撃センサーによる打撃高圧装置のピーク力までの衝撃時間は約 130 $\mu$ 秒であったが DAC 装置なしで直接センサーを衝撃した時間約 40 $\mu$ 秒の約 3 倍となった。衝撃時間と圧力室のせん断ひずみからのせん断速度は 1000/秒程度となった。衝撃力は約 1.5kN となったが直接打撃した力 11kN の約 1/8 と小さくなった。これは打撃高圧装置内でいくつもの部品が直列に配置され、部品界面での力の吸収、弾性バネ効果などが考えら

れる。(Fig.4-3)

③打撃衝撃圧力を推定するため、衝撃実験と同じグリースで、従来の DAC とルビー蛍光法による準静的実験を行い、圧力室厚さ減少量で圧力を推定する圧力校正図を構築した。比較のため準静的条件でのマイクロ金属球変形実験も行った。(Figs.4-4, Fig.4-5)

④トラクションリチウムグリース基油と転がり軸受用グリース基油(合成油)の高圧粘度を測定した。(Fig.4-6)

(2)平成24年度：打撃専用 DAC 装置の製作。3.5GPa までの広範囲実験

①打撃装置の落下高さを 100 から 300mm まで変えて、圧力を 1.7GPa から 3.5GPa まで広範囲に実験できた。圧力室にはりん青銅ガスケット、レオロジー評価用微小球はアルミ球と強度の高い銅球を用い、準静的実験と同様、限界せん断応力に近い値を評価できた。(Fig.4-7)

②基本的なグリースおよび最近のグリースで広範囲に実験した結果、固化後のトラクション係数の目安は、トラクショングリースでは動的圧縮下で準静的値と同程度、転がり軸受用グリース、宇宙用グリース、合成炭化水素基油グリースなど通常のグリースでは若干低くなるのが新たに確認できた。(Fig.4-7, Fig.4-8)

③宇宙用グリース基油や次世代潤滑剤と期待されるイオン液体の高圧粘度を測定した。

④打撃専用 DAC 装置を新たに考案、製作し、基油で容易に実験できることを確認し、得られた基油のトラクション係数の目安は、トラクション油、転がり軸受油ともに、銅球、アルミ球ともグリースのものより若干小さい値となった。(Fig.4-9, Fig.4-10)

(3)平成25年度：データを蓄積、整理、準静的データと比較、潤滑油の高圧レオロジー特性の圧縮時間依存性評価および総括

①変形球の平均直径の圧力変化から得た固化圧力はいずれの試料油においても準静的の値とほぼ一致し、固化圧力時間依存性はない。潤滑油の動的圧縮固化圧力が低下し、圧縮率は準静的なものより小さくなるとの予想と異なった。(Fig.4-11)

②動的圧縮下で固化後のトラクション係数の目安は、変形球のひずみ、応力の偏差成分から得られた。ほとんどの油で準静的値および文献の摩擦特性より若干低いが概してほぼ同程度となった、①で固化圧力は差がないため粘度圧力係数にも差がなく油膜厚さも同じとなり、摩擦特性も同程度と推察される。ある種のウレアグリースで文献の摩擦特性と同じ傾向となった。(Fig.4-7, Fig.4-8)

③物理的理論的に圧縮時間依存挙動は粘弾性モデルで緩和時間  $\tau$  ( $=\eta/G$ ,  $\eta$ :粘度,  $G$ :横弾性係数) = 1 程度で固化すると考えられ、 $G \approx 10^9 \text{Pa}$ ,  $\eta \approx 10^7 \text{Pas}$  を代入して  $\tau$

図中の試料記号および凡例の説明

TD2Li : トラクションリチウムグリース  
(基油 TD2)

ADELi : アルキルジフェニルエーテル (ADE)  
基油リチウムグリース

ADEU : ADE 基油ウレアグリース

凡例 = 実験番号 + 試料記号 + 実験日ほか

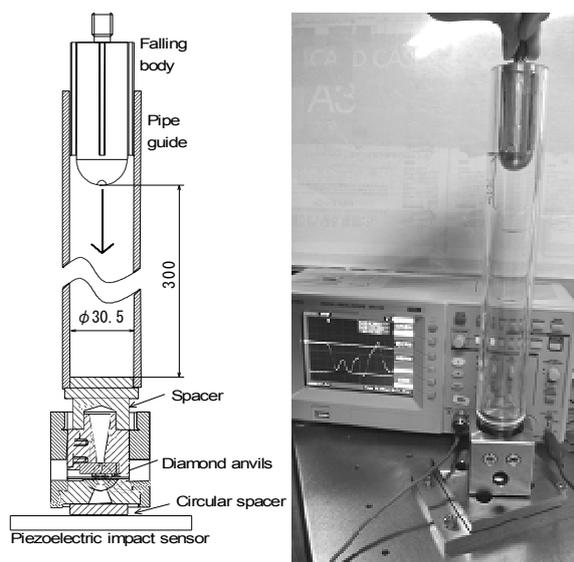
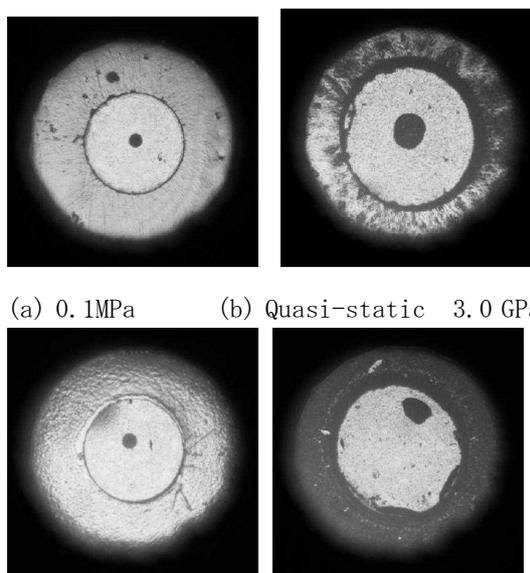


Fig.4-1 Schematic diagram and photograph of a newly developed impact high pressure apparatus using diamond-anvil cell (DAC)



(c) Impact 1.5 GPa (d) Impact 2.8 GPa  
Fig.4-2 Comparison of deformed pressure chamber and Al sphere in TD2Li grease between quasi-static loading and impact loading — : 0.1 mm

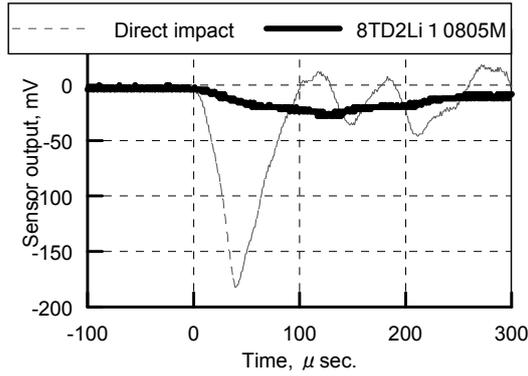


Fig.4-3 Signals from impact sensor for impact time and load (output calibration factor: 0.062 kN/mV, peak load of direct impact without DAC=11kN, that of 8TD2Li-10805M =1.5kN)

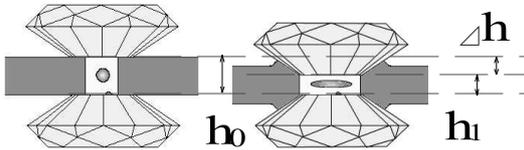


Fig.4-4 Thickness reduction  $\Delta h$  of DAC pressure chamber

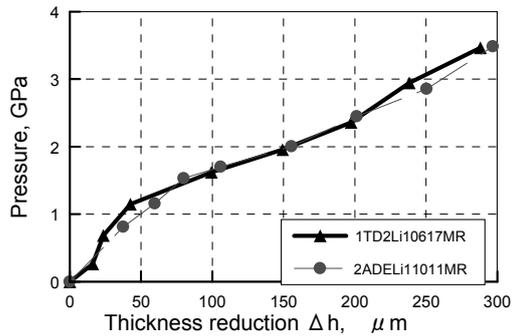


Fig.4-5 Pressure calibration diagram with thickness reduction  $\Delta h$  constructed by quasi-static DAC experiments

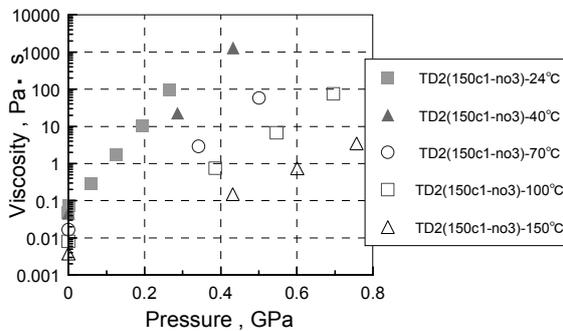


Fig.4-6 High-pressure viscosity of TD2

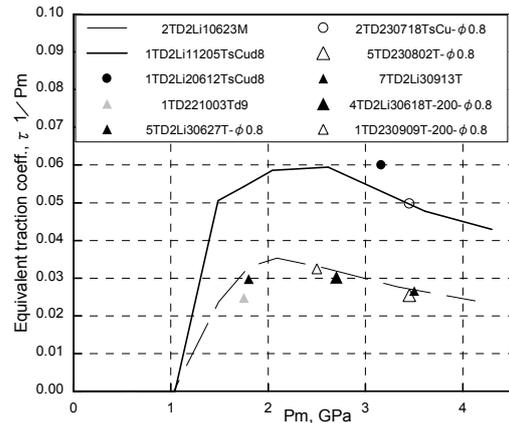


Fig.4-7 Equivalent traction coefficient  $\tau 1/P_m$  in between plastically deformed TD2Li grease and base oil TD2 near Al( $\blacktriangle$   $\triangle$ ) or Cu( $\bullet$   $\circ$ ) sphere with quasi-static loading (curves).

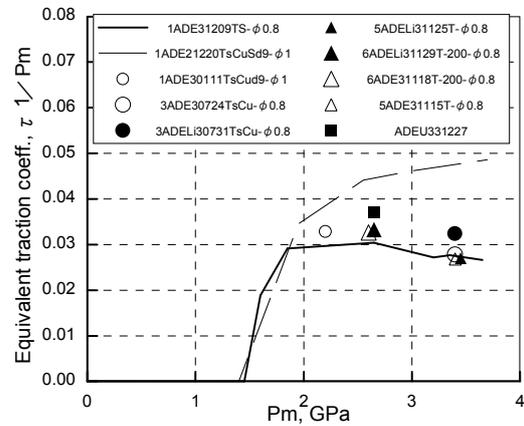


Fig.4-8 Equivalent traction coefficient  $\tau 1/P_m$  in between plastically deformed ADE grease and base oil near Al( $\blacktriangle$   $\triangle$ ) or Cu( $\bullet$   $\circ$ ) sphere with quasi-static loading (curves).

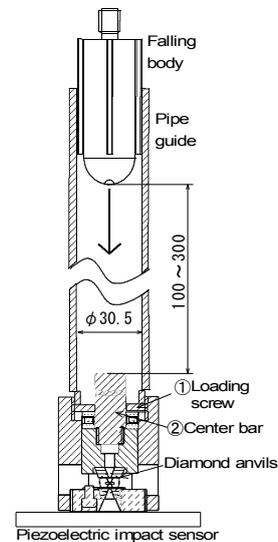
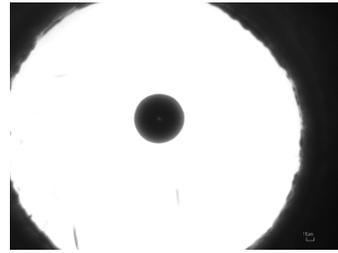
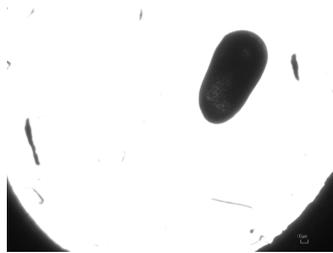


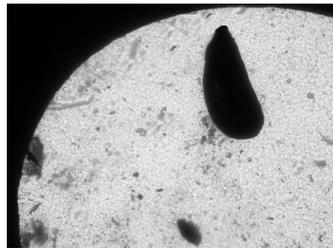
Fig.4-9 Impact high pressure apparatus using a newly developed DAC



(a) 0.1MPa



(b) 5TD230803T (3.45GPa)



(c) 5TD2Li30627T (3.5GPa)

Fig. 4-10 Comparison of deformed Al sphere in between grease and base oil after impact loading — : 0.1 mm

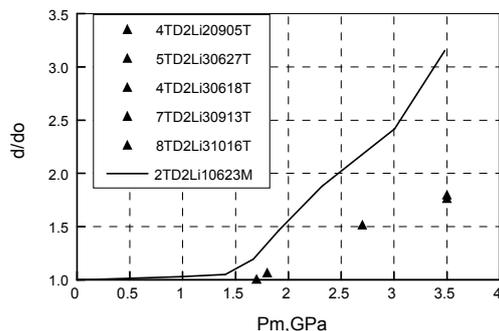


Fig. 4-11 Variation of mean diameter ( $d/d_0$ ) of plastically deformed Al sphere for TD2Li grease with quasi-static loading (curves).

= $10^{-2}$  秒となり、観測された動的圧縮時間の  $10^{-4}$  秒では準静的加圧より低い固化圧力と予想されたが、準静的と同じであった。したがって、変形球の相当ひずみおよび平均直径の増加は準静的の値に比べ半分以下であったが、潤滑油のレオロジー・力学特性面からの動的圧縮硬化摩擦特性はほぼ準静的のもので近似できると総括できる。

#### 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 13 件)

- ① 中村裕一, 高圧力下における潤滑油物性の可視化技術 (解説), トライボロジスト 59, 5 査読有, 2014, 掲載確定
- ② Yuichi Nakamura, Takashi Yukawa, Sachiko Kubo, Masahito Matsui, Rheological Evaluations of Solidified Lubricating Greases and Their Base Oils under Very High Pressure, Tribology Online 8, 5 査読有, 2013, 303-307, DOI 10.2474/trol.8.303
- ③ 中村裕一, 三嶋将太, 土田悠生, 松井正仁, 今戸啓二, 新型打撃高圧装置によるグリースおよび基油の動的圧縮レオロジー評価, トライボロジー会議予稿集, 福岡, 査読無, 2013, 1-2 (USB)
- ④ 中村裕一, 鈴木史明, 富士嵩浩, 松井正仁, 宇宙用潤滑剤およびイオン液体の高圧粘度測定, トライボロジー会議予稿集, 東京 査読無, 2013, 1-2 (USB)
- ⑤ 湯川嵩士, 中村裕一, 松井正仁, 宇宙用潤滑グリースおよびイオン液体の超高压レオロジー特性評価, 日本機械学会東海支部第 62 期総会・講演会講演論文集, 510, 査読無, 2013, 419-420
- ⑥ 土田悠生, 中村裕一, 松井正仁, 今戸啓二, DAC を用いた新型衝撃圧発生装置の開発と潤滑グリースの動的圧縮レオロジー評価, 第 53 回高圧討論会 11 月 9 日 講演要旨集査読無, 2012, 337
- ⑦ Katsuhito Nishimura, Yuichi Nakamura, and Masahito Matsui "Simple Rheological Evaluations of Solidified Lubricant Greases and Their Thickeners under High Pressure", Proceedings of The 2nd International Symposium for Sustainability by Engineering at MIU, p. (2012). 査読無, 2012, 638-639
- ⑧ Yuichi Nakamura, Hideki Tachi, Sachiko Kubo and Masahito Matsui, Static Rheological Evaluations of Solidified Lubricant Greases and Their Base Oils under Very High Pressure, Extended abstracts of International Tribology Conference, Hiroshima 2011, Japan, 査読無, 2011,

H4-04(USB)

- ⑨ 中村裕一・三嶋 将太・土田 悠生・松井正仁 今戸啓二, 新型打撃高压装置の開発と動的圧縮下におけるグリースの高圧固化レオロジー評価, トライボロジー会議予稿集 東京, 査読無, 2011, 379-380

[学会発表] (計 12 件)

- ① 中村裕一, 新型打撃高压装置によるグリースおよび基油の動的圧縮下におけるレオロジー評価, トライボロジー会議, 2013 年 10 月 25 日, 福岡
- ② 中村裕一, 宇宙用潤滑剤およびイオン液体の高圧粘度測定, トライボロジー会議, 2013 年 5 月 20 日, 東京
- ③ 中村裕一, 宇宙用潤滑グリースおよびイオン液体の超高压レオロジー特性評価, 日本機械学会東海支部第 62 期総会・講演会 2013 年 3 月 18 日, 三重大学, 津市
- ④ 中村裕一, 潤滑グリースおよび基油の超高压固化レオロジー特性評価, 東海トライボロジー研究会 (第 92 回), 固体潤滑研究会合同 研究会, 2013 年 1 月 28 日, 鈴鹿市
- ⑤ Katsuhito Nishimura, Simple Rheological Evaluations of Solidified Lubricant Greases and Their Thickeners under High Pressure”, The 2nd International Symposium for Sustainability by Engineering at MIU, , 2012 年 12 月 2 日, 三重大学, 津市
- ⑥ 土田悠生, DAC を用いた新型衝撃圧発生装置の開発と潤滑グリースの動的圧縮下におけるレオロジー評価, 第 53 回高压討論会, 2012 年 11 月 9 日 大阪
- ⑦ 中村裕一, 新型打撃高压装置の開発と動的圧縮下におけるグリースの高圧固化レオロジー評価, トライボロジー会議予稿集, 2012 年 5 月 16 日, 東京
- ⑧ Takahiro Fuji, Sphere Adhesion Prevention Methods and High-Pressure Viscosity Measurement of Next-Generation Lubricating Oils, International Symposium for Sustainability by Engineering at MIU (IS2EMU) 2011 年 12 月 1 日, 三重大学, 津市
- ⑨ Yuichi Nakamura, Static Rheological Evaluations of Solidified Lubricant Greases and Their Base Oils under Very High Pressure, International Tribology Conference, Hiroshima 2011, 2011 年 11 月 3 日, Hiroshima,
- ⑩ 久保祥子, 潤滑グリースおよび基油の超高压固化レオロジー特性評価, トライボロジー会議, 2011 年 5 月 23 日, 東京
- ⑪ Yuichi Nakamura, Evaluations of Viscosity and Solidification Property of Lubricant Oils and Traction Fluids

under Very High Pressure up to 5 GPa, The Second Advanced Forum on Tribology, 2011 Luoyang, China, 中国機械工程学会摩擦学分会 (CTI)、日本トライボロジー学会 (JAST) 2011 年 4 月 16 日 洛陽, 中国

[図書] (計 0 件)

[産業財産権]

○出願状況 (計 0 件)

○取得状況 (計 0 件)

[その他]

なし

## 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