

## 科学研究費助成事業（科学研究費補助金）研究成果報告書

平成24年 5月18日現在

機関番号：12608

研究種目：基盤研究（C）

研究期間：2009～2011

課題番号：21560144

研究課題名（和文） 誘電緩和測定による潤滑グリースのダイナミクスの評価

研究課題名（英文） Evaluation of the dynamics of lubricating greases by dielectric relaxation measurements

研究代表者

鈴木 章仁（SUZUKI AKIHITO）

東京工業大学・大学院理工学研究科・助教

研究者番号：30235931

研究成果の概要（和文）：誘電分光法により潤滑グリースを構成する基油と増ちょう剤のダイナミクスを評価した。基油と増ちょう剤の誘電緩和はそれぞれが独立して現れることが明らかとなった。誘電緩和挙動とレオロジー特性との比較により、潤滑グリース中に存在する基油の誘電緩和時間の温度依存性は、潤滑グリースの動的粘弾性やクリープ特性の温度依存性と非常に類似していることが明らかとなった。増ちょう剤の誘電緩和とレオロジー特性との間には明らかな相関は認められなかった。

研究成果の概要（英文）：Molecular dynamics of base oil and thickeners in the lubricating greases had been investigated with dielectric spectroscopy. Dielectric relaxations of base oil and thickener were observed independently. From the comparison of dielectric relaxation behavior and rheological properties of lubricating greases, it was found that temperature dependence of dielectric relaxation time of the base oil in lubricating grease is very similar with that of dynamic viscoelasticity and creep characteristics of lubricating grease. No clear correlation was found between dielectric relaxation of thickener and rheological properties of lubricating greases.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	2,100,000	630,000	2,730,000
2010年度	700,000	210,000	910,000
2011年度	800,000	240,000	1,040,000
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，潤滑グリース，誘電緩和，増ちょう剤，基油，レオロジー

## 1. 研究開始当初の背景

転がり軸受や歯車などの機械要素には、摩擦低減による省エネルギーの促進、摩耗損傷によるトラブルの防止、機械要素の寿命の増加、異物混入の防止などの理由から、潤滑剤が使用されている。潤滑剤としては、液体である潤滑油のほかに半固体状である潤滑グ

リースも広く使用されている。潤滑システムを考えた場合、潤滑グリースの使用は給油装置や密封装置の小型化とコストの削減ができ、また運転中の給油の手間も少ないため、液体の潤滑油による潤滑に比べて非常に効率的である。潤滑グリースは、液体の潤滑油に金属石けんなどの増ちょう剤と呼ばれる

物質を加えることにより作られる。潤滑グリースは、増ちょう剤の形成する三次元の網目構造内に潤滑油が保持され、静置した状態では半固体状を呈するが、機械的な変形・せん断を受けることにより増ちょう剤の網目構造が部分的に破壊され、潤滑油が網目構造の内部から放出されることにより潤滑が行われる。

潤滑グリースの流動特性は、増ちょう剤の形成する網目構造の強度とその破壊の程度に影響を受け、極めて複雑な挙動を示すことになる。例えば網目構造の破壊が進むと潤滑グリース全体としての流動性が増し、見かけ粘度が低下するが、構造の破壊は時間とともに進行するので、見かけ粘度が時間依存性を示すことになる。潤滑グリースのこのような性質はチキソトロピー性と呼ばれている。このように潤滑グリースの特異な流動特性は、増ちょう剤の形成する網目構造と密接な関係がある。潤滑グリースの研究は、そのほとんどが軸受寿命への影響などといった実用研究であり、流動特性などの基礎的な研究に関するものは少ない。このため増ちょう剤の網目構造と潤滑グリースの流動特性との関係については不明な点が多い。現在、潤滑グリースの力学特性に関する指標としては、硬さや軟らかさを表すちよう度と流動に対する抵抗の大きさを表す見かけ粘度が用いられているが、潤滑グリースの複雑な流動特性を詳細に示すには不十分であり、新たな指標の必要性も認識されている。また流動特性は潤滑特性にも大きく影響を及ぼすため、増ちょう剤の形成する網目構造の変化と潤滑グリースの流動特性との関係を明らかにすることは重要な課題である。

## 2. 研究の目的

潤滑グリースの流動特性に関する従来の研究は、潤滑グリースの力学的応答から増ちょう剤の構造変化を類推するものがほとんどである。しかし他の手法により直接増ちょう剤分子の動きを捉えることができれば、網目構造の変化をより詳細に検討できると考えられる。本研究ではこの手法として誘電緩和測定を採用することにより、潤滑グリース中の増ちょう剤分子の運動性を評価し、流動特性との関連について検討を行うことが目的である。誘電緩和現象とは、永久電気双極子モーメントすなわち極性をもった分子が、外部電場にある有限の時間を要して配向する現象であり、交流電場を使用すれば誘電率の周波数依存性として結果が得られる。分子の動きやすさにより誘電緩和が観測される周波数域が変化するため、この手法を潤滑グリースに適用すれば増ちょう剤分子の運動性を評価することができ、せん断による網目構造の変化を評価することが可能とな

ると考えられる。測定温度や潤滑グリースに与えるせん断の違いによる誘電緩和時間の変化から、増ちょう剤や基油分子の運動性を評価し、潤滑グリースのレオロジー特性（見かけ粘度、動的粘弾性、クリープ）との関係を明らかにすることを目的とする。

## 3. 研究の方法

### (1) 測定用潤滑グリースの作製

数種類の基油と増ちょう剤の組合せにより測定用の潤滑グリースを作製した。基油には無極性の合成炭化水素系潤滑油ポリアルファオレフィン (PAO) ならびに有極性のエステル系合成潤滑油数種を用いた。増ちょう剤にはステアリン酸リチウム、12-ヒドロキシステアリン酸リチウムならびにジウレアの3種類を使用した。

### (2) せん断印加試料の作製

潤滑グリースの誘電緩和特性へのせん断履歴の影響を調査するため、円すいころ軸受 (HR32304J) に試料グリースを充填し、室温で回転数約 1000 rpm、軸荷重 1 kN の条件で 154 h 運転後の試料を作製した。また ASTM D 1831 に準拠したロール安定度試験機により 80 °C で 48 h せん断を加えた与えた試料も作製し、潤滑グリースのせん断による構造変化が誘電緩和挙動に与える影響を調べた。

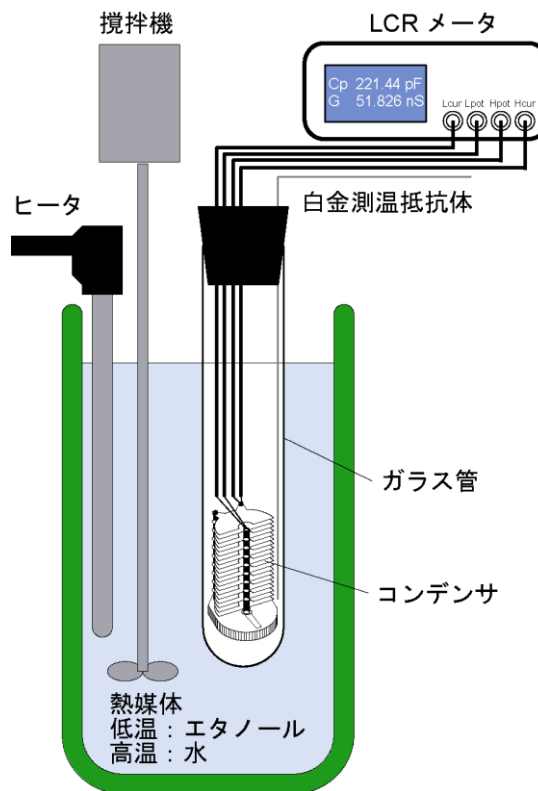


図1 測定装置概略図

### (3) 誘電緩和測定

真空容量 75 pF の多層コンデンサの極板間に測定試料を充填し、LCR メータを用いて周波数 20 Hz から 2 MHz の範囲で並列等価キャパシタンスとコンダクタンスを測定し、比誘電率と比誘電損率を算出した。測定装置の概略図を図 1 に示す。測定は -80 °C から +70 °C の範囲で温度を変化させて実施し、増ちょう剤と基油の誘電緩和時間の温度依存性を調べた。

### (4) レオロジー測定

応力制御型レオメータを使用して試料グリースの見かけ粘度、動的粘弾性およびクリープ特性を温度を変化させて測定し、これらの温度特性を誘電緩和時間の温度特性と比較した。

## 4. 研究成果

### (1) 増ちょう剤による誘電緩和

無極性基油 PAO と 3 種類の増ちょう剤との組合せにより作製した試料グリースの誘電緩和測定を行ったところ、12-ヒドロキシステアリン酸リチウムを増ちょう剤とする潤滑グリース (PAO-LHS) のみに明確な誘電緩和挙動が確認された。測定結果の一例を図 2 に示す。基油が無極性であること、ならびにステアリン酸リチウムもジウレアもともに分子内に極性基を有することから、12-ヒドロキシステアリン酸リチウムグリースで観測された誘電緩和は、分子内に存在する極性の大きなヒドロキシル基に起因する緩和であることが分かった。ステアリン酸リチウムやジウレアを増ちょう剤とする潤滑グリースでは、緩和強度が小さく誘電緩和挙動が検出できなかったと考えられた。

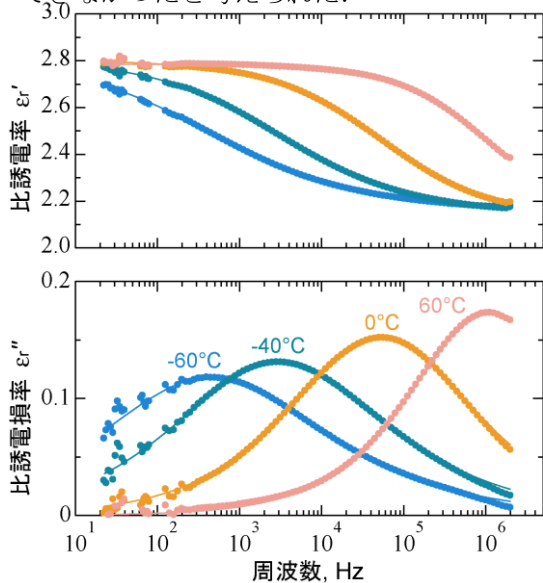


図 2 ポリアルファオレフィンを基油に用いた 12-ヒドロキシステアリン酸リチウムグリースの誘電緩和曲線

### (2) 基油による誘電緩和

基油に有極性のポリオールエステル、増ちょう剤に 12-ヒドロキシステアリン酸リチウムを使用した潤滑グリース (POE-LHS) では、図 3 に示すように基油と増ちょう剤の誘電緩和が独立に観測されることが明らかとなった。低周波数域に増ちょう剤、高周波数域に基油による誘電緩和が観測される。

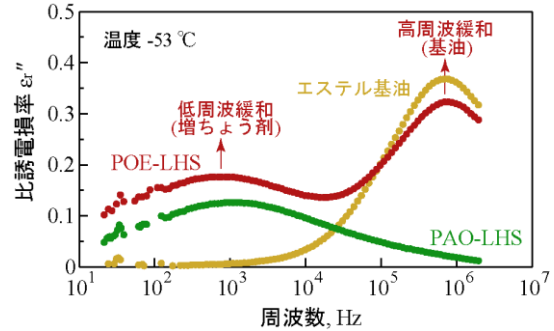


図 3 ポリオールエステルを基油に用いた 12-ヒドロキシステアリン酸リチウムグリースの誘電吸収曲線

### (3) 誘電緩和時間と各種レオロジー特性の温度依存性の比較

極性のポリオールエステルを基油に用いた 12-ヒドロキシステアリン酸リチウムグリースについて、誘電緩和時間の温度依存性と各種レオロジー特性の温度依存性の比較を行った結果を図 4 に示す。

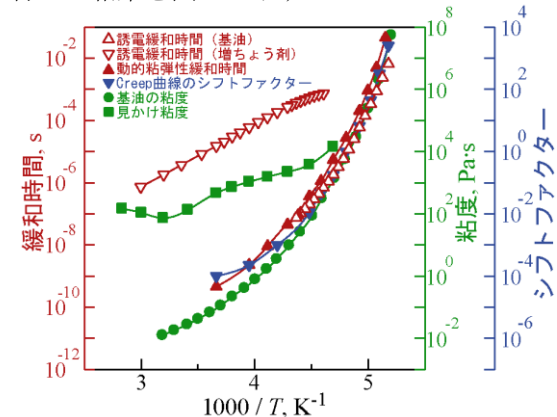


図 4 ポリオールエステルを基油に用いた 12-ヒドロキシステアリン酸リチウムグリースの誘電緩和時間とレオロジー特性の温度依存性の比較

試料グリースの動的粘弾性の緩和時間およびクリープ曲線のシフトファクターの温度依存性は、グリース中に存在する基油の誘電緩和時間の温度依存性と非常に類似している。またこれは基油粘度の温度に対する変化に非常に類似した変化を示すことから、潤滑グリースの動的粘弾性やクリープといった大変形をともしないレオロジー特性は、グリース中の基油の粘性に支配されること

が明らかとなった。これに対して潤滑グリースの見かけ粘度の温度依存性は、グリース中の基油や増ちょう剤が示す誘電緩和時間の温度依存性とは異なっていることから、見かけ粘度のような大変形をともなうグリースのレオロジー特性は、誘電緩和測定からは推定できないことがわかった。

(4) 増ちょう剤の違いが潤滑グリース中の基油の誘電緩和挙動に及ぼす影響

有極性のポリオールエステルを基油に用い、異なる増ちょう剤を使用して作製した潤滑グリースの基油が示す誘電緩和測定を行った結果、誘電緩和時間の温度依存性は測定誤差範囲内で一致し、増ちょう剤の違いはグリース中の基油の誘電緩和挙動にほとんど影響を及ぼさないことが明らかとなった。

(5) せん断が潤滑グリースの誘電緩和挙動に及ぼす影響

潤滑グリースへのせん断印加の有無は、潤滑グリース中の増ちょう剤および基油に起因する誘電緩和挙動には影響を与えないことがわかった。

## 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)

[学会発表] (計6件)

- ① Akihito Suzuki, Shinichi Kotake, Masabumi Masuko, Yukitoshi Fujinami, “Relation between Dielectric relaxation and Rheological Properties of Lubricating Greases”, Hiroshima, JAPAN (2011. 11. 2).
- ② 鈴木章仁, 小竹伸一, 益子正文, 藤浪行敏, “12-ヒドロキシステアリン酸リチウムを増ちょう剤に用いたグリースの誘電緩和と力学緩和”, 日本トライボロジー学会トライボロジー会議 東京, 国立オリンピック記念青少年総合センター (2011. 5. 24).
- ③ Akihito Suzuki, Shinichi Kotake, Masabumi Masuko, Yukitoshi Fujinami, “Dielectric relaxation behavior of polyolester oil based greases with lithium 12-hydroxy stearate thickener”, ASIATRIB 2010, Perth, AUSTRALIA (2010. 12. 6).
- ④ 小竹伸一, 鈴木章仁, 益子正文, 藤浪行敏, “12-ヒドロキシステアリン酸リチウムを増ちょう剤に用いたポリオールエステルグリースの誘電緩和挙動”, 日本トライボロジー学会トライボロジー会議 福井, 福井大学 文京キャンパス (2010. 9. 15).

⑤ 小竹伸一, 鈴木章仁, 益子正文, 藤浪行敏, “12-ヒドロキシステアリン酸リチウムを増ちょう剤に用いた PAO グリースの誘電緩和挙動”, 日本トライボロジー学会トライボロジー会議 東京, 国立オリンピック記念青少年総合センター (2010. 5. 18).

⑥ Akihito Suzuki, Shinichi Kotake, Masabumi Masuko, Yukitoshi Fujinami, “Dielectric Relaxation Behavior of Lithium 12-Hydroxy Stearate Grease”, Proceedings of World Tribology Congress2009, Kyoto, JAPAN (2009. 9. 10).

## 6. 研究組織

### (1) 研究代表者

鈴木 章仁 (SUZUKI AKIHITO)

東京工業大学・大学院理工学研究科・助教  
研究者番号：30235931