

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 15 日現在

機関番号：55401

研究種目：基盤研究（C）

研究期間：2009～2011

課題番号：21560159

研究課題名（和文） 植物油の耐スコーリング性能に及ぼす酸化の影響

研究課題名（英文） Influences of Autoxidation on Scoring-Load Capacities of Vegetable Oils

研究代表者

中迫 正一（NAKASAKO MASAKAZU）

呉工業高等専門学校・機械工学分野・教授

研究者番号：30259923

研究成果の概要（和文）：本研究では、植物油の耐スコーリング性能に及ぼす酸化の影響を明らかにするために、菜種油およびエステル化学合成油（ポリエーテルカルボキシレート）について自動酸化試験を実施した。さらに、曾田式四球試験機による摩耗試験および動力循環式歯車試験機による歯車試験を実施した。摩耗試験より、菜種油の摩耗特性は酸化の段階に依存することが明らかとなった。一方、ポリエーテルカルボキシレートの摩耗特性は酸化の影響が小さいことが明らかとなった。歯車試験では、歯車の耐スコーリング性能は菜種油の酸化に伴い低下した。

研究成果の概要（英文）：In this work, to clarify the influences of autoxidation on the scoring-load capacities of vegetable oils, laboratory autoxidation tests of rapeseed oil and synthetic ester (polyether carboxylates) were examined. Further, a wear test and a gear test were carried out using a Soda-type four-ball machine and a power-circulating gear machine, respectively. From the test results in the wear test, it was found that the wear properties of rapeseed oil depend on oxidation stage. On the other hand, the influences of autoxidation on the wear properties of polyether carboxylates were little. In the gear test, the scoring-load capacities of rapeseed oil decreased by autoxidation.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
2009年度	1,400,000	420,000	1,820,000
2010年度	1,400,000	420,000	1,820,000
2011年度	800,000	240,000	1,040,000
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：機械要素・設計工学・トライボロジー

1. 研究開始当初の背景

近年、潤滑油に対する要求は、単に良好な潤滑性能を有するだけでなく、環境保護の観点より生分解性を有することが求められており、今後さらに生分解性潤滑油の需要が高まるものと考えられる。

これまでの研究成果より、植物系生分解性潤滑油（大豆油、菜種油、コーン油）は耐摩

耗剤を添加することにより、動力伝達用歯車装置に充分適用可能であることを明らかにした。しかしながら、植物系生分解性潤滑油の主成分は脂肪酸であり、経年に伴う酸化が問題となるため、酸化防止剤の添加も避けては通れない課題である。酸化に伴う粘度変化や油脂の変質は接触面の油膜厚さや潤滑性能に大きな影響を及ぼすものと考えられ、潤

滑性能に及ぼす酸化の影響を解明することは急務である。

本研究は、自動車を始めとしてあらゆる産業機械の伝導装置を環境に優しい方向に導くものであり、地球環境の点からも大きな意義を有する。

2. 研究の目的

(1) 代表的な植物油である菜種油およびエステル化学合成油（ポリエーテルカルボキシレート）について、20日間（反応時間480時間）の自動酸化試験を行い、自動酸化反応に伴う過酸化値（POV）、全酸価（TAN）および動粘度の変化を明らかにする。

また、曾田式四球試験機による摩耗試験を行い、新油と酸化油の耐摩耗性能に及ぼす酸化の影響を明らかにする。

(2) 菜種油について、10日間（反応時間240時間）の自動酸化試験を行う。また、動力循環式歯車試験機による歯車試験を行い、植物油の耐スクーリング性能に及ぼす酸化の影響を明らかにする。

3. 研究の方法

(1) 摩耗試験

① 潤滑油および自動酸化試験

潤滑油としては菜種油およびエステル化学合成油（ポリエーテルカルボキシレート）を使用した。表1に潤滑油の諸特性を示す。また、図1にポリエーテルカルボキシレートの化学式を示す。

表1 潤滑油の諸特性

	菜種油	ポリエーテル カルボキシレート
動粘度(40℃)	mm ² /s 36.4	23.7
動粘度(100℃)	mm ² /s 9.0	6.8
密度(20℃)	g/cm ³ 0.917	0.979

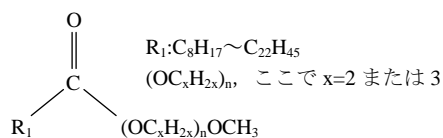


図1 ポリエーテルカルボキシレートの化学式

図2に自動酸化試験装置の外観写真を示す。自動酸化試験は、セパラブルフラスコに潤滑油を約800mL入れ、マンテルヒータにより加熱した。潤滑油の温度は、セパラブルフラスコの上部より熱電対を挿入し温度調節器により80℃に制御した。

セパラブルフラスコの上部からは、乾燥空気を流入させた。乾燥空気はポンペから供給

し、圧力制御バルブと流量計により、流量200mL/minに制御した。



図2 自動酸化試験装置の外観写真

自動酸化試験は、20日間(480h)実施した。酸化に伴う過酸化値（POV）および全酸価（TAN）の変化を測定するため、1日毎（24h毎）に約80mLの試料を採取し、同量の新油を加えて自動酸化試験を継続した。

② 試験球

試験球としては、直径が19.05mmの市販の軸受鋼SUJ2鋼球を使用した。試験球のマイクロビッカース硬さは、約800HV（ロックウェル硬さHRC≒64）である。また、試験球表面の算術平均粗さは $R_a \approx 0.04\mu\text{m}$ であった。

③ 試験機および試験条件

図3に摩耗試験に使用した曾田式四球試験機の外観写真を示す。潤滑油の温度は、容器の下部の3個の固定球に囲まれた空間の中央に設置した熱電対で測定し、環状ヒータにより加熱した。また、潤滑油の温度は温度調節器により制御した。



図3 曾田式四球試験機の外観写真

表2に摩耗試験条件を示す。摩耗試験は潤滑油の温度75℃、回転球の回転数800rpm、垂直荷重883N（90kgf）一定とし、60min運転した。潤滑油の潤滑性能に関しては、試験終了後の固定球に生じた摩耗径の測定により評価した。試験は回転球の約1/3がつかる油浴潤滑の状態で行い、この場合の油量は約35mLであった。

なお、シェル式四球試験機（試験球の直径 12.7mm）による摩耗試験方法は ASTM D4172 により定められているが、本実験では曾田式四球試験機（試験球の直径 19.05mm）を使用しており、ヘルツ接触応力およびすべり速度が同一となるように試験条件を設定した。

表 2 摩耗試験条件

		曾田式	ASTM D4172
試験球の直径	d_0 mm	19.05	12.7
垂直荷重	P N	883	392
ヘルツ接触応力	σ GPa	3.4	3.4
ヘルツ接触円の直径	d mm	0.45	0.3
回転数	n rpm	800	1200
すべり速度	V m/s	0.46	0.46
潤滑油温度	θ °C	75	75
運転時間	t min	60	60

(2) 歯車試験

① 潤滑油および自動酸化試験

潤滑油としては菜種油を使用した。前述した摩耗試験の場合と同様の自動酸化試験装置（図 2）を使用し、セパラブルフラスコに潤滑油を約 3L（摩耗試験の場合は約 800mL）入れ、試験を行った。なお、自動酸化試験は、10 日間（240h）実施した。

② 試験歯車

試験歯車の諸元を表 3 に示す。歯車の材質としてはクロムモリブデン鋼（SCM415H）を用いた。試験歯車は 900°C で 2.5h ガス浸炭を行い、1.5h 拡散した。その後、800°C で油焼入れし、180°C で 2h 焼戻した。歯面の仕上げは、熱処理後、ライスハウア研削を施しており、歯形精度は JIS1 級である。表面のマイクロビッカース硬さは約 850HV であり、大・小歯車の歯形方向に沿った表面粗さは約 2.5 μ m R_a であった。

表 3 試験歯車の緒元

		小歯車	大歯車
歯数	z	18	40
中心距離	a mm	116	
モジュール	m mm	4	
圧力角	α_0 deg	20	
歯幅	B mm	10	
有効歯幅	B_f mm	4	
バックラッシュ	S_n mm	0.25	
ピッチ円直径	d_0 mm	72	160
歯先円直径	d_1 mm	80	168
かみ合い長さ	l mm	19.15	
かみ合い率	ε	1.62	

歯形 | 標準

③ 試験機およびスコアリング試験条件

表 4 にスコアリング試験条件を示す。試験は図 4 に示す動力循環式歯車試験機を用いて、小歯車の回転数 n を 6000rpm 一定として、単位歯幅当たりの垂直荷重 P_n を、スコアリングが発生するまで段階的に増加させた。この場合、歯面の瞬間温度上昇 θ_f （最高値）の計算値が、20~500°C まで 20°C ずつ上昇するように、各試験段階（P1~P25）の歯面荷重 P_n を設定した。瞬間温度上昇の計算には、三次元熱流の場合の放物線状移動熱源による温度上昇式を用いた。

給油方法としては、大歯車の最下位の歯たけの約 2 倍がつかれる油さら法とした。この場合の油量は約 1.7L であった。

各潤滑油とも試験開始時の油温が 40 \pm 3°C になるよう、歯車箱に設置したヒータを自動温度調節器により加熱・制御した。

大歯車の本体温度に関しては、歯の側面のピッチ円上の中央に直径 2mm、深さ 2.5mm の穴をあけて熱電対を埋込み、スリップリングにより熱起電力を取り出して測定した。飛散潤滑油温度に関しては、小歯車中心に対するかみ合い位置の 180° 反対側の歯先面より約 1 mm 離れた位置に熱電対を設置して、潤滑油の温度を測定した。歯車騒音に関しては、試験歯車箱の正面中央から約 20cm 離れた位置にコンデンサマイクロホンを設置して、精密騒音計（F 特性）を用いて歯車騒音を測定し、FFT アナライザにより周波数分析を行なった。歯車箱の振動加速度に関しては、試験歯車箱

表 4 スコアリング試験条件

	小歯車	大歯車
回転数	n rpm	6000 2700
ピッチ円の周速度	V m/s	22.6
試験段階		P1~P25
瞬間温度上昇	θ_f °C	20~500
歯面荷重	P_n N/mm	18~1333
ヘルツ接触応力	σ GPa	0.28~2.38
運転時間	t min	10
潤滑油温度	θ_{oil} °C	40 \pm 3



図4 動力循環式歯車試験機の外観写真の側面に取り付けたプリアンプ内蔵型加速度検出器により検出し、歯車騒音と同様に、FFTアナライザにより周波数分析を行なった。

4. 研究成果

(1) 摩耗試験

①自動酸化試験による実験結果

図5に自動酸化試験の反応時間に伴う過酸化価(POV)の変化を示す。ポリエーテルカルボキシレートの場合、反応時間に伴って過酸化価(POV)は上昇し、8日目(反応時間192時間)には、約222meq/kgの最大値を示した。その後、9日目を以降は徐々に減少し、20日目(反応時間480時間)には、約181meq/kgに減少した。

一方、菜種油の場合、過酸化価(POV)は17日目(反応時間408時間)に最大値である約214meq/kgを示し、その後、僅かに減少した。

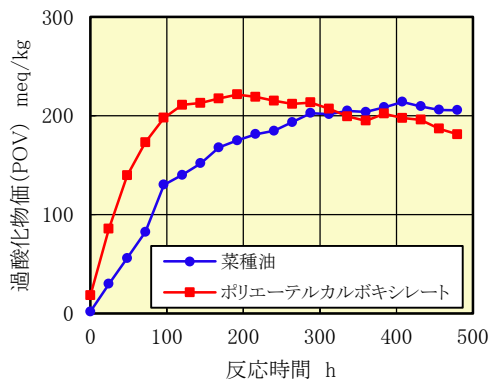


図5 過酸化価(POV)の変化

図6に自動酸化試験の反応時間に伴う全酸価(TAN)の変化を示す。ポリエーテルカルボキシレートの場合、反応時間に伴って全酸価(TAN)は上昇し、10日目(反応時間240時間)には、最大値である約15.8mg KOH/gに達した。その後の変化は極めて少なく、20日目(反応時間480時間)まで、ほぼ一定値を示した。

一方、菜種油の場合、全酸価(TAN)は、

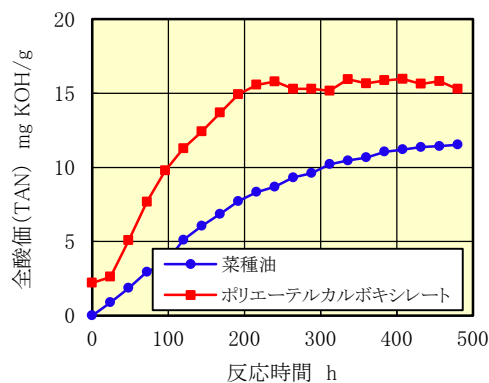


図6 全酸価(TAN)の変化

反応時間に伴って徐々に上昇した。試験終了時の20日目(反応時間480時間)における全酸価(TAN)は、約11.5mg KOH/gであった。

動粘度については、いずれの潤滑油の場合も、自動酸化試験により上昇した、例えば40℃における動粘度は、ポリエーテルカルボキシレートの場合、新油:23.7mm²/s、酸化油(240時間後):28.9mm²/s、酸化油(480時間後):33.9mm²/sとなった。

一方、菜種油の場合、新油:36.4mm²/s、酸化油(240時間後):52.1mm²/s、酸化油(480時間後):58.8mm²/sであり、ポリエーテルカルボキシレートの場合と比較して、動粘度の上昇傾向が大きいことが見受けられる。また、いずれの潤滑油の場合も、最初の10日間(反応時間240時間)までの動粘度の上昇が大きい。

②摩耗試験による実験結果

図7に、摩耗試験終了後における摩耗こんの光学顕微鏡写真を示す。

菜種油の場合、酸化油(反応時間240時間)の摩耗こん直径は、新油と比べて増加しており、酸化により潤滑性能が低下した。しかしながら、さらに自動酸化が進んだ酸化油(反応時間480時間)の摩耗こん直径は、最も小さい値を示しており、反応時間が耐摩耗性能に与える影響が大きいことが明らかとなった。

一方、ポリエーテルカルボキシレートの場合

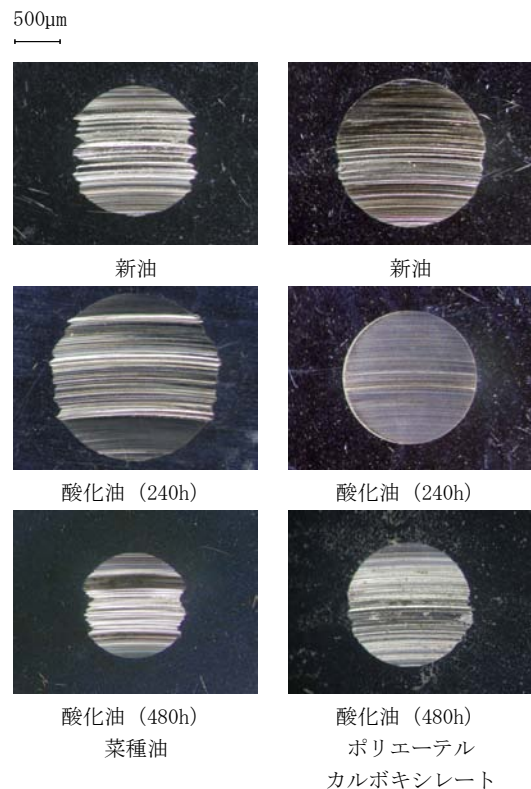


図7 摩耗こんの光学顕微鏡写真

合、酸化油（反応時間 240 時間及び 480 時間）の過酸化物価（POV）、全酸価（TAN）および動粘度は、新油に比べて増加するものの、酸化油（反応時間 240 時間及び 480 時間）の摩耗こん直径は、新油の場合とほぼ等しい結果が得られた。したがって、酸化に伴う潤滑性能の変化は小さく、環境調和型潤滑油の基油として有望であることが明らかとなった。

各接触面のすべり方向に対して直角方向に沿った表面粗さ（算術平均粗さ R_a ）は、菜種油（新油）：3.46 μm 、菜種油（反応時間 240 時間）：2.27 μm 、菜種油（反応時間 480 時間）：2.46 μm 、ポリエーテルカルボキシレート（新油）：1.47 μm 、ポリエーテルカルボキシレート（反応時間 240 時間）：0.99 μm 、ポリエーテルカルボキシレート（反応時間 480 時間）：1.48 μm であり、特に、ポリエーテルカルボキシレートの酸化油（反応時間 240 時間）の場合における接触面は、他の接触面と比べて最も平滑となり、ポリエーテルカルボキシレートの酸化物が摩耗特性に関与していることが推察される。

(2) 歯車試験

①自動酸化試験による実験結果

菜種油の過酸化物価（POV）は、反応時間に伴って徐々に上昇し、10 日目（反応時間 240 時間）には、約 146meq/kg の最大値を示した。また、全酸価（TAN）についても、反応時間に伴って徐々に上昇し、10 日目における全酸価（TAN）は、約 7.3 mg KOH/g に達した。

動粘度については、自動酸化反応により上昇し、例えば 40℃における動粘度は 36.4 mm^2/s （新油）から 43.8 mm^2/s （酸化油）に上昇した。

②歯車試験による実験結果

図8に、歯面荷重 P_n の増加に伴う歯車騒音の変化を示す。試験段階 P-1（歯面荷重 $P_n=18\text{N/mm}$ ）～試験段階 P-21（歯面荷重 $P_n=1056\text{N/mm}$ ）の範囲において、酸化油の場合の歯車騒音は、新油の場合に比べて約 3～8dB 高い値を示しており、菜種油の酸化に伴って

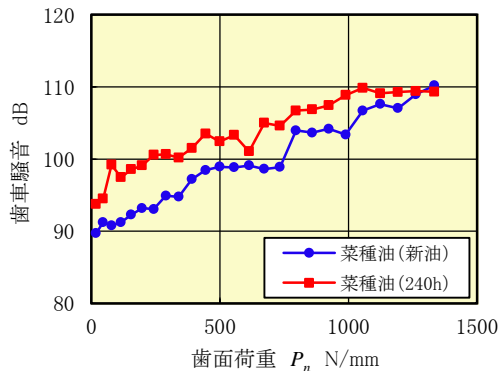


図8 歯車騒音の変化

騒音特性が悪化する傾向にあることが明らかとなった。

図9に、歯車荷重 P_n の増加に伴う歯車箱の振動加速度 α の変化を示す。酸化油の場合の振動加速度 α は、新油の場合に比べて極めて大きい。特に、最終試験段階 P-25（歯面荷重 $P_n=1333\text{N/mm}$ ）における、酸化油の振動加速度 α は約 129 m/s^2 となり、新油の場合と比べて約 2.5 倍高い。

図10に、試験終了後の歯面の光学顕微鏡写真を示す。前述したように、酸化油の場合の歯車騒音および歯車箱の振動加速度 α は、新油の場合と比べて高い値を示した。しかしながら、運転の継続は可能と判断し、最終試験段階まで運転を継続した。

新油の場合の歯面は、大歯車歯元部分に軽微なスコアリング損傷が認められる。しかしながら、小歯車歯面の損傷は小さい。

一方、酸化油の場合の歯面は、大歯車歯元部分に加えて歯先部分にもスコアリング損

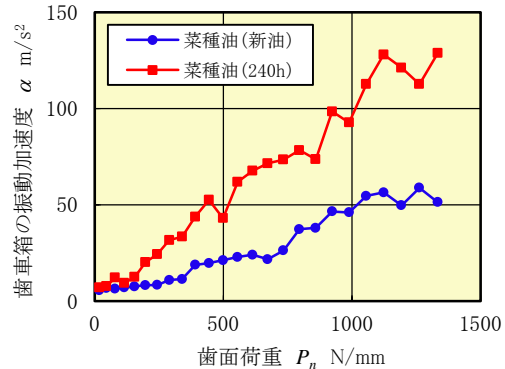
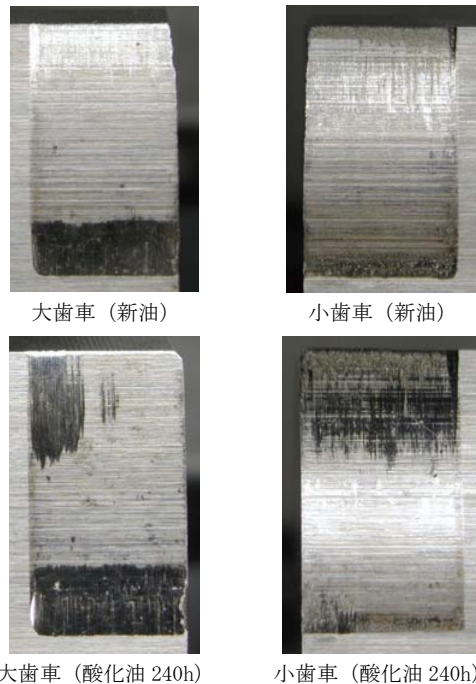


図9 歯車箱の振動加速度の変化



大歯車（新油）

小歯車（新油）

大歯車（酸化油 240h）

小歯車（酸化油 240h）

図 10 試験終了後の歯面の光学顕微鏡写真傷が認められる。さらに、小歯車歯先部分にもスコアリング損傷が生じており、菜種油の酸化に伴って、スコアリング性能は低下することが明らかとなった。

(3) 研究総括

本研究では、代表的な植物油である菜種油およびエステル化学合成油（ポリエーテルカルボキシレート）について、自動酸化試験を行い、自動酸化反応に伴う過酸化価（POV）、全酸価（TAN）および動粘度の変化を検討した。さらに、曾田式四球試験機による摩耗試験および動力循環式歯車試験機による歯車試験を行った結果、以下のことが明らかとなった。

摩耗試験における菜種油の摩耗特性は、酸化の段階（反応時間）に依存することが明らかとなった。一方、ポリエーテルカルボキシレートの摩耗特性は酸化の影響が小さく、環境調和型潤滑油の基油として有望である。

歯車試験では、酸化油で潤滑した場合の歯車騒音および歯車箱の振動加速度は、新油の場合と比べて高く、菜種油の酸化に伴い歯車の運転性能は低下した。また、試験終了後の歯面観察結果より、試験歯車の耐スコアリング性能は菜種油の酸化に伴い低下することが明らかとなった。

おわりに、植物系生分解性潤滑油の開発はその歴史が浅く、最適な摩耗剤および酸化防止剤に関する知見が極めて乏しい。引き続き、高速・高荷重条件下で運転される動力伝達用歯車装置に適用可能である植物系生分解性潤滑油の開発ならびに動力伝達性能の解明を追究する予定である。

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 2 件）

- ① 河野正来、中迫正一、歯車歯面の瞬間温度上昇の計算について、設計工学、査読無、47 巻、1 号、2012、pp.28-33、<http://jglobal.jst.go.jp/public/20090422/201202243194041354>
- ② 中迫正一、南一郎、原垣内慎太郎、河野正来、植物油の摩耗特性に及ぼす酸化の影響、日本機械学会中国四国支部・九州支部合同企画徳島講演会講演論文集、査読無、105-2、2010、pp.111-112、<http://jglobal.jst.go.jp/public/20090422/201002286248608254>

〔学会発表〕（計 3 件）

- ① 中迫正一、南一郎、川中聡、河野正来、Influences of Autoxidation on Wear

Properties of Vegetable Oils、International Tribology Conference Hiroshima 2011、2011 年 11 月 3 日、広島国際会議場

- ② 南一郎、中迫正一、Influence of Chemical Structure of Vegetable Oil on Wear Properties of Disulfide Additives、66th STLE Annual Meeting & Exhibition、2011 年 5 月 19 日、ヒルトンアトランタホテル（アメリカ合衆国）
- ③ 中迫正一、南一郎、Influences of Autoxidation on the Tribological Properties of Vegetables Oils、65th STLE Annual Meeting & Exhibition、2010 年 5 月 18 日、パリーズラスベガスホテル（アメリカ合衆国）

6. 研究組織

(1) 研究代表者

中迫 正一 (NAKASAKO MASAKAZU)

呉工業高等専門学校・機械工学分野・教授

研究者番号：30259923