

令和 6 年 6 月 21 日現在

機関番号：13401

研究種目：研究活動スタート支援

研究期間：2022～2023

課題番号：22K20405

研究課題名（和文）潤滑油酸化物単体の潤滑特性の測定を通じた潤滑劣化メカニズムの解明

研究課題名（英文）Elucidation of degradation mechanism of lubricating properties through the measurement of lubrication properties of oxidation products

研究代表者

今 智彦（Tomohiko, Kon）

福井大学・学術研究院工学系部門・助教

研究者番号：50964433

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 2,200,000 円

研究成果の概要（和文）：本研究では、潤滑油の酸化に起因する潤滑特性の劣化メカニズムを提示することを目的とし、潤滑油中の酸化物を抽出しその潤滑特性を評価する手法を提案し、検証した。潤滑油中の酸化物の抽出にはシリカゲルカラムと溶剤抽出を組み合わせて分離する手法を用い、DARTTM-MSを用いて分析を行い、酸化物成分が抽出されていることを確認した。抽出した酸化物を新たに作成した試験機を用いて油膜厚さの変化を調べた結果、より劣化した油から抽出した酸化物の油膜厚さが大きくなる傾向を示した。このことから、潤滑油の酸化劣化によって生じた酸化物の生成段階が潤滑特性に影響を与える可能性が示唆された。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究の特徴として、潤滑油の酸化によって生じた酸化物単体に着目し、それらを抽出しその潤滑特性を評価する手法を提案することにある。これまでのトライボロジー分野の研究は潤滑油の酸化によって潤滑油の物理・化学的特性が変化することを前提とし、それらと潤滑特性の関係を調べたものがほとんどである。本研究は潤滑油酸化物がどのような形態で存在し、どのようなメカニズムで潤滑特性に作用するのか等の解明に繋がると考えており、学術的にも意義深い。また、世界的なSDG'sの潮流の中、機械にはさらなる長寿命化が求められており、本研究は潤滑油の酸化が機械の寿命に与える影響の根本に迫ることから、社会的にも意義深い。

研究成果の概要（英文）：In this study, we aim to present the degradation mechanism of lubricating properties due to the oxidation of lubricating oil. We propose and verify a method to extract oxidation products from the lubricating oil and evaluate their lubricating properties. The extraction of oxidation products from the lubricating oil was achieved using a separation method that combines silica gel column chromatography and solvent extraction. The extracted oxidation products were analyzed using DARTTM-MS, confirming the presence of oxidized components. By examining the changes in oil film thickness using a newly developed EHD tester, we found that oxidation products extracted from more degraded oils tended to increase the oil film thickness. This suggests that the stage of oxidation product formation resulting from the oxidative degradation of lubricating oil may influence the lubricating properties.

研究分野：トライボロジー

キーワード：潤滑油酸化物 EHL 油膜厚さ

## 1. 研究開始当初の背景

日本プラントメンテナンス協会によると、回転機械の劣化モードとして摩耗による劣化発生頻度が最も高いことが報告されており、機械の損傷には摩耗が大きく関与している。實際上、摩耗を完全に防止することは不可能であるが、機械要素は潤滑環境下で使用されることがほとんどであり、潤滑油を正常に保ち良好な潤滑状態を維持することで摩耗を大幅に抑制することができる。したがって、機械に使用される潤滑油の劣化を診断し適切に管理することが機械の寿命を決定するといっても過言ではない。そのため、機械要素の高度な寿命予測には潤滑油の劣化によって潤滑特性（摩擦摩耗特性、潤滑状態など）がどのように劣化していくか、その劣化メカニズム（潤滑劣化メカニズム）を明らかにすることが鍵となる。

潤滑油の劣化は、基油や添加剤の酸化と摩耗粉などの異物の混入による汚損の二つに大別される。異物の混入による汚損はタンクなどの開口部からの侵入を防ぐなどして防止できる一方、酸化は潤滑油を使用するうえで防ぐことが困難であるため、潤滑油の酸化が固体二面間の潤滑特性に及ぼす影響を明らかにすることが重要となる。これらの影響について、これまでのトライボロジー分野の研究は潤滑油の酸化によって潤滑油の物理・化学的特性（粘度、全酸価等）が変化することを前提とし、それらと潤滑特性の関係を調べたものがほとんどであり、潤滑油の酸化によってどのような酸化物が生成され、その酸化物単体が潤滑特性にどのような影響を及ぼすか全く明らかにされてこなかった。近年、基油の精製技術や添加剤技術の進捗により長期間の運用でも潤滑油の物理・化学的特性が変化しない潤滑油が市場に投入されてきていることから、物理・化学的特性ではなく潤滑油の酸化物単体の潤滑特性に着目しそれらを明らかにすることが、潤滑油診断による機械要素の寿命予測技術の開発に必要不可欠である。

## 2. 研究の目的

本研究では、段階的に酸化させた潤滑油について溶剤抽出により抽出した酸化物単体について、その潤滑特性と成分を実験と化学分析により明らかにし、潤滑油の酸化に起因する潤滑特性の劣化メカニズムを提示することを目的とする。

## 3. 研究の方法

本研究では、潤滑油の酸化に起因する潤滑特性の劣化メカニズムを提示することを目的とし、潤滑油中の酸化物を抽出しその潤滑特性を評価する手法を提案し、検証した。具体的な研究プロセスを下記に示す。

### (1) 溶剤抽出による潤滑油酸化物の分離法の確立

- 酸化劣化加速試験を用いて酸化劣化油を作製する。
- 作製した酸化劣化油について各種溶剤を用いて分離し、各種分析装置を用いて分離成分の分析を行う

### (2) 分離した潤滑油酸化物の潤滑特性の評価

- 分離した酸化物を構築した試験機を用いて潤滑特性として油膜厚さを評価する。
- 段階的に酸化させた潤滑油酸化物に対して a を実施し、分離成分の分析結果と比較し、潤滑油酸化物の生成段階と潤滑特性の関係を明らかにする。

## 4. 研究成果

### (1) 溶剤抽出による潤滑油酸化物の分離法の確立

溶剤抽出による潤滑油酸化物の分離法の確立を目的とし、模擬的に酸化させた酸化劣化油について、酸化物の抽出と分析に取り組んだ。酸化劣化油は酸化劣化加速試験機である回転圧力容器式酸化安定度試験器（RPVOT）を用いて圧力変化量を任意に変更することによって段階的に酸化した酸化劣化油を作製した。試料油としてポリ  $\alpha$  オレフィン（粘度グレード：VG32）を使用し、新油と圧力変化量が 5, 10, 20 PSI である模擬酸化油の計 4 種類について潤滑油酸化物の分離を試みた。酸化物の抽出にはシリカゲルカラムを用い、シリカゲルカラムに酸化劣化油とヘキサンを混ぜた混合溶媒を通し、その後ヘキサン・アセトン混合溶媒（混合比 9:1）を通して酸化物の抽出を行った。この抽出した酸化物について DART<sup>TM</sup>-MS を用いて分析を行った結果を図 1 に示す。新油ではポリ  $\alpha$  オレフィン由来

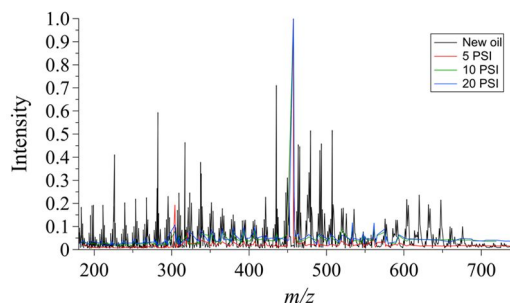


図 1 各サンプルのマススペクトル

について DART<sup>TM</sup>-MS を用いて分析を行った結果を図 1 に示す。新油ではポリ  $\alpha$  オレフィン由来

のピークが 700 m/z まで幅広く検出されているが、各模擬酸化油から抽出した成分ではポリ  $\alpha$  オレフィン由来のピークが見られなかった。そのため、シリカゲルカラムと溶剤抽出によって酸化物成分が抽出されたと考えた。さらに作製した酸化劣化油そこから抽出した酸化物の重量を測定した。酸化物重量は、ヘキサン・アセトン混合溶媒を重さが既知の容器に移し、溶媒を揮発させた後に残った残渣の重量を測定することで評価した。前述の抽出方法で抽出した酸化物の重量を表 1 に示す。表 1 から酸化物の重量は圧力変化量とともに増加し、最も酸化した酸化劣化油では 10 % 程度が酸化物であることが明らかとなった。

表 1 酸化劣化油から抽出した酸化物の重量

RPVOT の圧力変化量, PSI	5	10	15
抽出した酸化物量, g	0.089	0.178	0.226
酸化劣化油中における濃度, %	4.5	8.9	11.3

## (2) 抽出した潤滑油酸化物の潤滑特性の評価

抽出した潤滑油酸化物の潤滑特性の評価を目的とし、少量の潤滑油で潤滑特性を評価可能な試験機の構築し、抽出した酸化物の油膜厚さを測定した。試験機の概略図を図 2 に示す。試験機はガラスディスクの下部からボールを接触させる方式を採用し、ガラスディスクにはクロム層の上にスペーサ層として  $\text{SiO}_2$  をコーティングしたものを使用した。油膜厚さは、まず静的な接触状態におけるガラスディスクとボール間の距離と色相 (Hue) との関係をあらかじめ求めておき、試験中における Hue 値から推定した。上記の手法を用いて新油及び酸化劣化油から抽出した酸化物の油膜厚さの測定結果を図 3 に示す。図 3 から、抽出した酸化物は新油と比較して油膜厚さが大きくなる傾向を示した。また、劣化段階が異なる酸化劣化油から抽出した酸化物の傾向を比較すると、わずかではあるがより劣化した油から抽出した酸化物の油膜厚さが大きくなる傾向を示した。このことから、潤滑油の酸化劣化によって生じた酸化物の生成段階が潤滑特性に影響を与える可能性が示唆された。また、今回 RPVOT を用いた作製した酸化劣化油は酸化度の増加に伴い動粘度が増加し、それに伴い油中に含まれる酸化物量も増加していることから、酸化物の生成段階だけではなく酸化物の量も潤滑特性に影響を与える。そのため、潤滑油の酸化に起因する潤滑劣化メカニズムの解明には潤滑油中の酸化物の生成段階とその量の両面から摩擦摩耗特性に与える影響を明らかにする必要がある。今回提案した潤滑油中の酸化物を抽出し、その特性を調べる手法は潤滑油中の酸化物の生成段階が摩擦摩耗特性に与える影響の解明への一助になると考える。

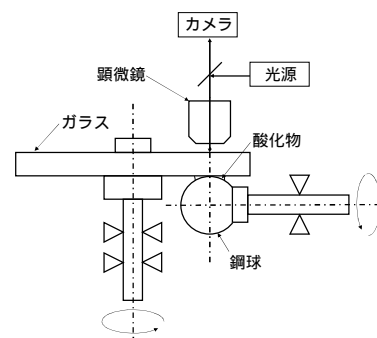


図 2 油膜厚さ試験機

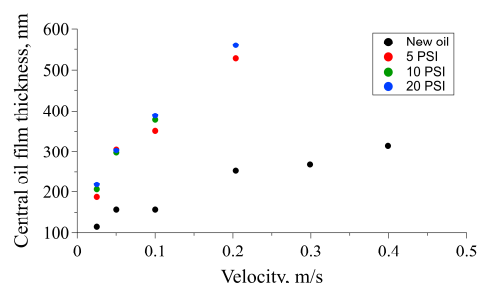


図 3 各試料油の油膜厚さの変化

## 5. 今後の展望

本研究期間において、当初予定していた摩擦特性と酸化物との関連性まで明らかにできなかったため、今後は試験機にトルクメータ等を導入し、抽出した酸化物とその摩擦特性との関係を調べていく必要があると考える。また、本研究成果の中で潤滑油の酸化劣化によって生じた酸化物の生成段階が潤滑特性に影響を与える可能性が示唆されたことから、潤滑油中の酸化物の生成段階とその量の両面から摩擦摩耗特性に与える影響を明らかにする必要がある。そのための方策として、本研究において確立した酸化物の抽出法を用いて抽出した潤滑油酸化物を新油に添加し、潤滑油酸化物の質 (= 粒子径分布) と量を意図的に変えた模擬劣化油を作製し、その潤滑特性を評価することが有効だと考えている。

5 . 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計0件

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6 . 研究組織

	氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
--	---------------------------	-----------------------	----

7 . 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8 . 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------