

## 特集技術論文

# 落球式高圧粘度計を用いた 新還元添加剤の高圧粘性に及ぼす影響

竹田雄祐\* 里永憲昭\* 大瀬勝弥\* 渡邊孝司\*\* 園田智之\*\*

\*崇城大学 \*\*D1 ケミカル

Effect of New Reducing Additive on High Pressure Viscosity  
Using Falling Ball High Pressure Viscometer

Yusuke TAKEDA\*, Noriaki SATONAGA\*, Masaya OSE\*,  
Takashi WATANABE\*\*, Tomoyuki SONODA\*\*

\*Department of Mechanical Engineering, SOJO University Faculty of Engineering, Japan

\*\*D1 Chemical Co., Ltd., Japan

境界潤滑から流体潤滑への移行と潤滑，摩耗，摩擦を改善するために，ポリオールエステル，ジエステル系と植物油系エステル化合物などを主成分とした独自の還元添加剤の改良品として新還元添加剤(SOD-1PN)を開発した。新還元添加剤は耐摩耗性・潤滑性を高め，せん断の影響を受けにくい高粘度ポリ $\alpha$ オレフィン(PAO)成分を付加して油膜保持性能を向上させ，極圧剤として硫黄，亜鉛の成分を加えることにより潤滑膜再生の効果を高めたものである。著者らは，軸受接触面の弾性流体潤滑条件下における新還元添加剤のトライボロジー性能を評価する上で，これまでの理論的評価手法で用いる粘度圧力係数は一般的な値を適用してきた。しかしながら，EHL評価等において理論値と観測値の乖離が時々確認されていたので，その結果を再検証する必要性が生じてきた。そこで，本報において落球式高圧粘度計を用いて解析試験を行い，潤滑油の高圧粘性について評価を行ったので報告する。

**キーワード:** 内燃機関, 動力伝達装置, エンジンオイル, ギアオイル, 添加剤, EHL, トライボロジー

In order to improve the transition from boundary lubrication to fluid lubrication and to improve lubrication, wear and friction, we have developed a proprietary reducing additive (SOD - 1 Plus) based on polyol ester, diester type and vegetable oil type ester compound. A new reducing additive (SOD - 1 PN) was developed as an improvement on conventional additives. Many new reducing additives add high-viscosity polyalphaolefin (PAO) ingredients, which are resistant to shear, and also add sulfur and zinc as extreme pressure agents to increase wear resistance and lubricity, improve oil film retention performance. This enhances the effect of regenerating the lubricating oil film. The authors, in evaluating the additive (SOD-1PN) tribological performance under the elastohydrodynamic lubrication condition on the contact surface of the bearing, the viscosity pressure coefficient used in the theoretical evaluation method so far has been applied as a general value. However, since cases where the results were deviated from the theory were sometimes confirmed in EHL evaluation etc. it became necessary to re-verify the results. Therefore, in this report, the high pressure physical properties of lubricating oil were verified and evaluated using a falling ball high pressure viscometer.

**KEY WORDS:** internal combustion engine, power train, engine oil, gear oil, ester-based additives, EHL, tribology

## 1. まえがき

近年、地球温暖化対策を始めとし、世界中で環境負荷低減の取り組みが行われている。自動車、産業機械においては省エネルギー化、長寿命化に関する研究開発が続けられている。その中で潤滑油のトライボロジー性能向上に対する要求も増してきている。それは、低粘度化による機械損失の低減と摺動部への適切な油膜保持性能、また温度に影響されにくい安定した性能など、相反する性能を高い次元で同時に実現することが上げられる。そこで著者らは、ポリオールエステルを主成分とした新還元添加剤 SOD-1PN を開発し、その寿命延長効果とメカニズムについて究明してきた。

一般的に潤滑油の粘度は常圧下における物性で規定されるが、機械要素における歯車や、軸受などの接触面では非常に高い圧力を受ける。そこで、高圧下における潤滑油の物性を観測することを考え、設計圧力 300[MPa]の落球式高圧粘度計を製作し、高圧粘性の評価法の検証と、機械要素における高圧条件下の接触面での挙動について観測を開始した。

本報では、基準油として多目的潤滑油 (P-150) を用いて、本粘度計の信頼性を検証し、さらにエンジン油やギア油の性状ならびに各試料油へ新還元添加剤 (SOD-1PN) を添加したことによる粘度圧力係数  $\alpha$  を算定することで、弾性流体潤滑 (EHL) 条件下の接触面流動状態の評価を行う基礎データを報告する。

## 2. 還元添加剤 (SOD-1PN)

新還元添加剤は有機酸とアルコールを原料とするポリオールエステル (POE)、二塩基酸エステルのジエステル (DST) や植物油系エステル化合物 (VOE) などを主成分としている<sup>[1]</sup>。これらは粘度指数が 230 以上、低温性能は -45~-20℃、揮発性は同粘度の潤滑油と比較してかなり低く、低粘度と低揮発性により摩擦損失を低減させ、熱安定性と酸化安定性が高い。そのため長寿命で鉱油及び合成油との相溶性が良く、添加剤との溶解性と生分解性に優れている。新還元添加剤は耐摩耗性・潤滑性を高めるためスルホン酸カルシウム塩に含まれる炭酸カルシウムの構造を変更している。また、油膜保持力向上に重要な粘度指数を継続維持させるため剪断の影響を受けにくい高粘度 PAO 成分を加え、さらに、焼付防止と潤滑膜再生を考慮して、常温から高温まで広範囲の温度領域で再生効果を発揮できるよう極圧剤 (硫黄, 亜鉛) を加えている。図 1 に新還元添加剤の仮説図を示す。

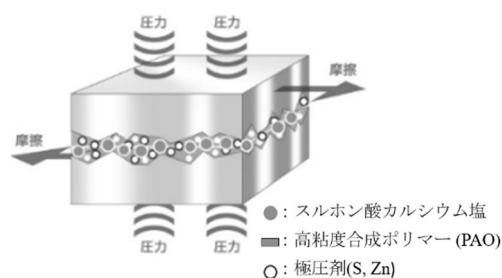


図 1 新添加剤のメカニズム仮説図

産業機械の始動時には摺動部の油膜が欠損し境界潤滑となり、高摩擦・摩耗が生じやすい。上述した油膜保持力向上、潤滑膜再生効果によって境界潤滑から流体潤滑に移行し、摩擦・摩耗を低減させる作用を発揮すると想定している。新還元添加剤の物性を表 1 に示す。

表 1 新還元添加剤 (SOD-1PN) の性状

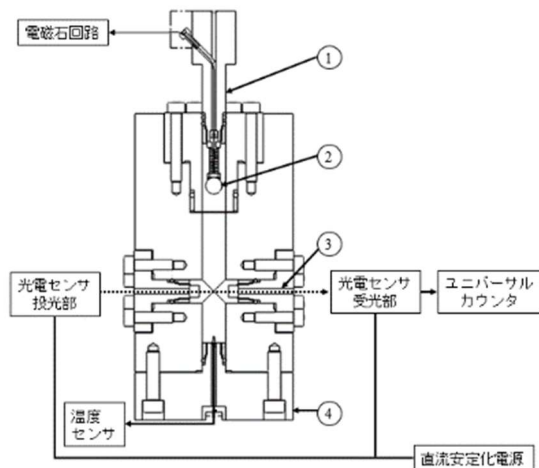
動粘度	(40℃) mm <sup>2</sup> /s	132.3
	(100℃) mm <sup>2</sup> /s	19.9
粘度指数		173
流動点	℃	-47.5
発火点	℃	232.0
酸価	mgKOH/g	3.68

## 3. 高圧粘度の測定

### 3.1 高圧粘度の測定原理

試料油の高圧粘性を測定するには、一般的に落球式高圧粘度計を用いることが多い<sup>[3],[5],[7],[8]</sup>。測定原理は加圧した試料油中に鋼球を落下させ、その落下速度からストークスの粘性抵抗を用いて粘度を測定するものである。図 2 に試験機の概要を示す。

試験機本体は外形 80mm の円筒体であり、内部に 12mm の試験路と、その側面に観測窓を一對設けている。試験手順は、試験機内部に試験温度まで温めた試料油 15 ml を充填し、プランジャを万能引張圧縮試験機にて加圧し試料油圧力を上昇させる。その後、資料油の温度が試験温度±0.5℃以内であることを確認し、プランジャの先端に電磁石で保持されている直径 7.94mm の鋼球を落下させる。試験機側面の観測窓には赤外 LED を光源とし応答時間 1ms 以下の投受光型光電センサを設けユニバーサルカウンタに接続している。試料油中に鋼球が落下することにより、光電センサの光軸が遮光される。この遮光時間と鋼球の直径から落下速度を算出する。



①加圧プランジャ      ②鋼球（直径 7.94mm）  
③観測窓                ④下部プラグ

図2 落球式高圧粘度計の概要

### 3.2 粘度圧力係数 $\alpha$ の算出

粘度圧力係数  $\alpha$  は、落球式高圧粘度計にて測定した落下速度時間から下記の式より算出する。

高圧試験油中における鋼球の落下速度は小さく一定であるため、ストークスの粘性抵抗法則より近似的に絶対粘度を求めることができる<sup>[5],[8]</sup>。

鋼球が受ける粘性抵抗  $f_1$ [N]は式(3)から

$$f_1 = 3\pi\eta dv \quad \dots\dots\dots (3)$$

$\eta$  : 流体の粘度[Pa・s]

$d$  : 鋼球の直径[m]

$v$  : 鋼球の落下速度[m/s]

鋼球は重力によって自由落下しているが、同時に試験油中を落下する際に浮力の影響を受ける。浮力の補正を行い鋼球が重力によって引っ張られる力  $f_2$ [N]は式(4)から

$$f_2 = \frac{\pi}{6} d^3 g (\rho_0 - \rho) \quad \dots\dots\dots (4)$$

$\rho_0$  : 鋼球の密度[kg/m<sup>3</sup>]

$\rho$  : 流体の密度[kg/m<sup>3</sup>]

$g$  : 重力加速度[m/s<sup>2</sup>]

鋼球が一定速度で落下していると考えると、粘性抵抗  $f_1$  と重力により引っ張られる力  $f_2$  はつり合っており、

$f_1 = f_2$  である。よって流体の粘度  $\eta$ [Pa・s]は式(5)から

$$\eta = \frac{d^2(-\rho + \rho_0)g}{18v} \quad \dots\dots\dots (5)$$

測定した落下時間  $t$ [sec]より高圧粘度  $\eta_p$  を式(6)で求める。

$$\eta_p = \frac{d(\rho_0 - \rho_p)g}{18} \cdot f_w \cdot t \quad \dots\dots\dots (6)$$

$\eta_p$  : 加圧下における粘度[Pa・s]

$\rho_p$  : 加圧下における油の密度[kg/m<sup>3</sup>],

$f_w$  : 測定における補正係数[-]

油温一定の下、各圧力の高圧粘度から Barus の式(7)を用い最小二乗法で粘度圧力係数  $\alpha$  を算出する。

$$\eta_p = \eta_0 e^{\alpha p} \quad \dots\dots\dots (7)$$

$\eta_0$  : 大気圧下における粘度[Pa・s]

$\alpha$  : 粘度圧力係数[GPa<sup>-1</sup>]

$p$  : 圧力[GPa]

### 4. 機器定数の算出

高圧粘度試験において落球式高圧粘度計の試験路内に満たした試料油中を鋼球が落下するとき、管壁の抵抗の影響を受ける。すなわち試験機の鋼球の直径と試験路の内径の影響を受けるため、試験機の個体値を確認し校正を行う必要がある。機器の個体値を機器定数  $K$  と置くと、式(6)から機器定数  $K$  は次のように表すことができる。

$$K = \frac{dg}{18} \cdot f_w \quad \dots\dots\dots (8)$$

式(8)より機器定数  $K$  を算出するためには補正係数  $f_w$  を求める必要がある。そこで、圧力と粘度の関係が既知である試料油を用いて高圧粘度の測定を行い、補正係数  $f_w$  を求める。

今回用いた試料油は多目的潤滑油 (P-150) であり、その性状を表2に示す。

表2 多目的潤滑油 (P-150) の性状

動粘度	(40°C) mm <sup>2</sup> /s	152.1
	(100°C) mm <sup>2</sup> /s	14.9
密度	g/cm <sup>3</sup>	0.8879
粘度圧力係数	(40°C) GPa <sup>-1</sup>	17.0

補正係数 $f_w$ の算出法は、試料油 P-150 を用いて 40°Cにおける高圧粘度試験を行い、その測定値を試料油の理論値に対して補正をかけた。図 3 に示すのが、補正係数 $f_w$ の値を 1 としたときの測定粘度とその近似曲線のグラフである。切片は大気圧下における粘度 $\eta_0$ のため既知の値であり、P-150 の 40°Cにおける粘度 $\eta_0 = 0.1331[\text{Pa} \cdot \text{s}]$ で固定し、最小二乗法を用いて近似曲線を求めている。理論線と乖離しており、 $\alpha$  値も既知の値 $\alpha = 17.0$ と異なる。

ここで、理論式と近似線の式が等しくなると考え、 $\alpha$  値が既知の値となるように $f_w$ を算出した結果、測定における補正係数 $f_w = 0.12578$ となった。その場合における最小二乗法により求めた近似曲線を図 4 に示す。このとき近似曲線の決定係数は $R^2 = 0.9920$ となり、相関係数は $r = 0.9133$ であった。

従って、落球式高圧粘度計において機器定数は一定値と考えると、本研究室が製作した落球式高圧粘度計の機器定数は $K = 0.5437$ と求められた。

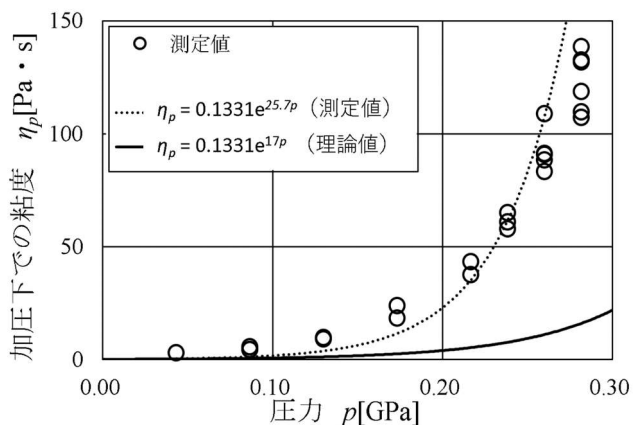


図 3 校正前の測定粘度 (P-150 : 40°C)

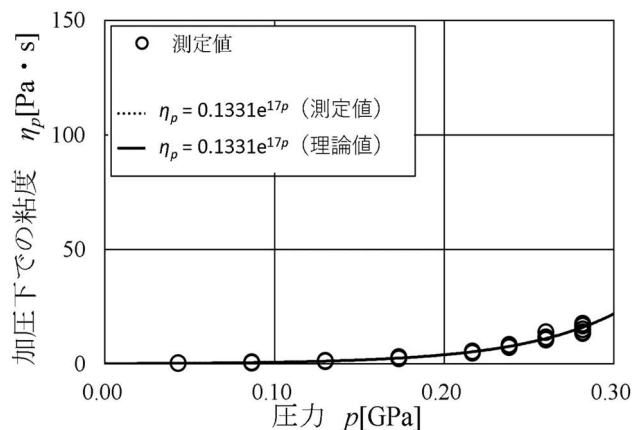


図 4 校正後の測定粘度 (P-150 : 40°C)

## 5. 測定結果

多目的潤滑油 (P-150) を用いて落球式高圧粘度計の校正を行い、機器定数 $K$ を用いて、試料油の高圧粘度 $\eta_p$ を算出する。

ここで、高圧粘度 $\eta_p$ は式(6)と式(8)から次のように表すことができる。

$$\eta_p = K(\rho_0 - \rho) \cdot t \quad \dots \dots \dots (9)$$

今回の実験では試料油としてエンジン油 (5W-30)、ギア油 (VG320)と、各々を基準油として新還元添加剤 (SOD-1PN) を 10vol%添加した合成油を使用した。

実験条件は試料油の温度 40°C、圧力範囲は 0.043 ~ 0.281[GPa]で行い、各圧力において 3 点ずつ測定を行った。

エンジン油 (5W-30)、ギア油 (VG320)の測定結果を図 5 と図 6 に示す。

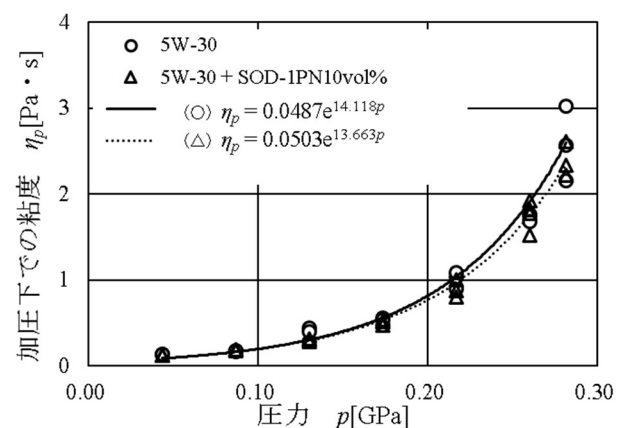


図 5 エンジン油 (5W-30) の測定結果 (40°C)

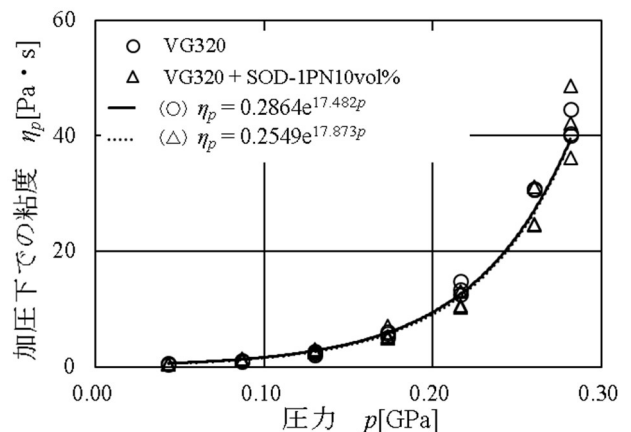


図 6 ギア油 (VG320) の測定結果 (40°C)

また、以前に 20℃において測定した粘度と今回 40℃において測定した粘度を比較したものをエンジン油 (5W-30), ギア油 (VG320), 各試料油について図 7, 図 8 に示す。グラフより粘度は圧力に指数比例し、温度上昇に対して減少していることがわかる。

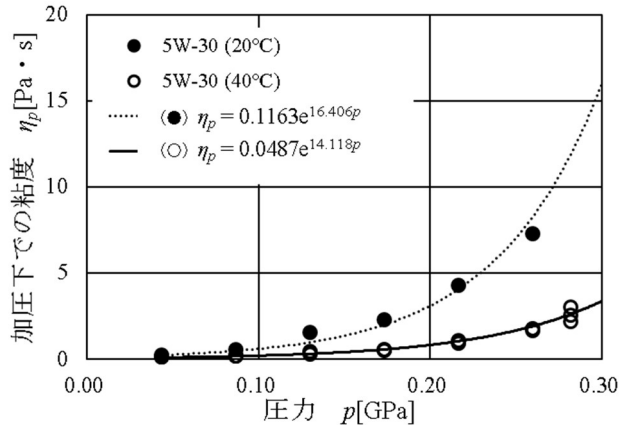


図 7 エンジン油 (5W-30) 20℃と 40℃における測定粘度

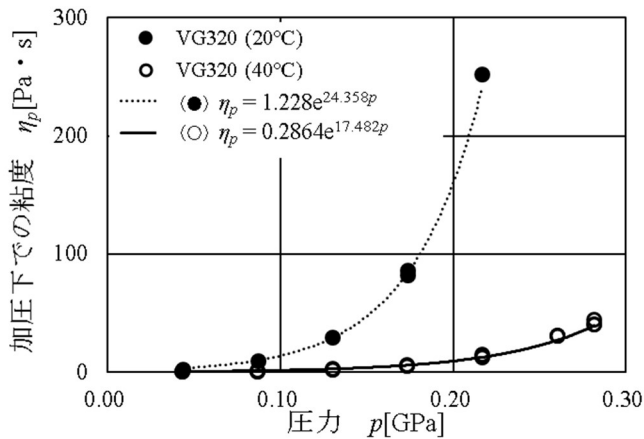


図 8 ギア油 (VG320) 20℃と 40℃における測定粘度

各試料油にて測定した高圧粘度  $\eta_p$  より最小二乗法により算出した粘度圧力係数  $\alpha$  の値を表 3 に示す。

表 3 各試料油の算出した粘度圧力係数  $\alpha$

		エンジン油 (5W-30)		ギア油 (VG320)	
		基油	+SOD-1PN	基油	+SOD-1PN
$\alpha$	20℃	16.4	—	24.3	—
	40℃	14.1	13.6	17.4	17.8

## 6. 結 論

- 1) 多目的潤滑油 (P-150) を用いて落球式高圧粘度計の校正を行った。補正係数  $f_w$  は 0.12578 であり、落球式高圧粘度計の機器定数  $K$  は 0.5437 と求められた。
- 2) 20℃と 40℃におけるエンジン油 (5W-30), ギア油 (VG320) の  $\alpha$  値は, 5W-30 において  $\alpha$  (20℃) = 16.4,  $\alpha$  (40℃) = 14.1 となり, VG320 においては  $\alpha$  (20℃) = 24.3,  $\alpha$  (40℃) = 17.4 であった。ともに温度上昇につれ  $\alpha$  値は減少した。
- 3) エンジン油 (5W-30) において, 大気圧下における粘度は SOD-1PN 添加有りの方が高かった。加圧下における粘度は SOD-1PN 添加有無で比較したところ SOD-1PN 添加有りの方が僅かに低くなる傾向が見られた。
- 4) エンジン油 (5W-30), ギア油 (VG320) 各々において, 20℃と 40℃における測定粘度を比較すると, 圧力の増加とともに粘度も指数関数的に増加したが, その増加量は温度が高くなると小さくなった。よって, 潤滑油の高圧下における粘度は圧力・温度に依存することが分かった。

## 謝 辞

球式高圧粘度計を用いた実験において、数々の助言を頂いた佐賀大学馬渡俊文准教授、製作指導頂いた崇城大学ものづくり創造センター職員の方々と、実験に協力いただいた崇城大学工学部機械工学科生産システム工学研究室の学生諸君に感謝の意を表します。

## 参考文献

- [1] 城戸祥成, 里永憲昭, 竹田雄祐, 渡邊孝司, 園田智之: 弾性流体潤滑条件下における新還元添加剤 (SOD-1PN) の挙動と高圧粘性に関わる考察, 平成 30 年度日本設備管理学会秋季研究発表大会, 論文集, B2.3, Paper, pp.95-100 (2018)
- [2] 竹田雄祐, 里永憲昭, 渡邊孝司, 園田智之: 転がり軸受の損傷に与える自動車と産業機械における潤滑油新還元添加剤 (SOD-1PN) の寿命効果に対する考察, 第 17 回評価・診断に関するシンポジウム, 講演論文集, 116, Paper, pp75-80 (2018)
- [3] 大野信義: 実験装置開発 - 悪戦苦闘の日々 -, “トライボロジスト” 第 58 巻 第 5 号, pp337-340 (2013)
- [4] 佐々木信也ほか: 数値解析と表面分析によるトライボロジーの解明と制御, テクノシステム, pp.81-92 (2018)
- [5] T. Mawatari, T. Harada, M. Yano, H. Shiomi, S. Obara, N. Ohno: Rolling Bearing Performance and Film Formation Behavior of Four Multiply-Alkylated Cyclopentane(MAC)Base Greases for Space, Applications Tribology Transactions, pp561-571, 56, 4 (2013)
- [6] T. Mawatari, N. Ohno, B. Zhang, M. Kaneta, P. Sperka, I. Krupka, M. Hartl: EHL Traction Analysis of Perfluoropolyether Fluids Based on Bulk Modulus, “TRIBOLOGIA” -Finnish Journal of Tribology 2 vol 32/2014
- [7] 村木正芳: 「図解トライボロジー摩擦の化学と潤滑技術」, 日刊工業新聞社, pp112-113(2007)
- [8] 倉野恭充, 吉田清: 落球式高圧粘度計の試作と性能評価 計測自動制御学会論文集, Vol.28, No.9, pp1023-1028 (1992)
- [9] 金子正人: 潤滑油の高圧物性(第 1 報)-粘度の圧力, 温度, 密度関係式の導出-, “トライボロジスト” 第 62 巻 第 10 号, pp654-666 (2017)

## 著者紹介



竹田 雄祐 (たけだ ゆうすけ)

崇城大学 (旧熊本工業大学) 工学部機械工学科助教。2008 年久留米工業大学大学院工学研究科修士課程修了。2008 年平田機工(株)入社。2018 年より現職。



里永 憲昭 (さとなが のりあき)

崇城大学工学部機械工学科教授。2009 年三重大学大学院生物資源学研究科博士後期課程修了。1990 年昭和電工(株)入社。2014 年より准教授, 教授。現在に至る。博士 (学術)



大瀬 勝弥 (おおせ まさや)

2019 年崇城大学大学院工学研究科機械工学専攻修士課程 2 年生。



渡邊 孝司 (わたなべ たかし)

有限会社 D1 ケミカル (最高顧問)

1969 年関東学院大学工学部 2 部機械工学科卒。久留米工業大学名誉教授。瀋陽大学客員教授。自動車技術会フェロー。2014 年より現職。博士 (工学)



園田 智之 (そのだ ともゆき)

有限会社 D1 ケミカル 代表取締役

(〒812-0897 福岡県福岡市博多区半道橋 1-3-45) (TEL 092-292-4439)

1998 年に福岡県自動車整備振興会教育部の協力のもと「SOD-1」を開発。