

## 落球式高圧粘度計を用いた新還元添加剤の合成油の高圧粘性に及ぼす影響

○大瀬勝弥(崇城大院)\*, 里永憲昭\*, 竹田雄祐\*, 渡邊孝司\*\*, 園田智之\*\*

\*崇城大学, \*\*(有) D1 ケミカル

Effect of new reducing additive on high pressure viscosity of synthetic oil  
using falling ball type high pressure viscometer

Masaya OSE\*, Noriaki SATONAGA\*, Yuusuke TAKEDA\*,  
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、軸受接触面の弹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 評価等においてその結果に疑問を持つケースが確認されていたので、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、エンジンオイル、トランスマッショノイル、高圧粘性、粘度圧力係数、トライボロジー

### 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。

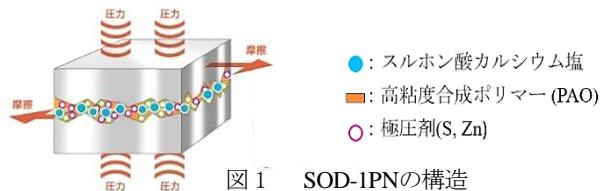
その中で潤滑油のトライボロジー性能向上に対する要求も増してきている。それは、低粘度化による機械損失の低減と摺動部への適切な油膜保持性能、また温度に影響されにくい安定した性能など、相反する性能を高い次元で同時に実現することが上げられる。そこで著者らは、ポリオールエステルを主成分とした新還元添加剤 SOD-1PN を開発し、その寿命延長効果とメカニズムについて究明してきた。

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 300MPa 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 (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、弹性流体潤滑 (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. 新還元添加剤 (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°C、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。そのため長寿命で鉛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。



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發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

|                     |                          |       |
|---------------------|--------------------------|-------|
| Kinematic Viscosity | 40°C mm <sup>2</sup> /s  | 132.3 |
|                     | 100°C mm <sup>2</sup> /s | 19.9  |
| Viscosity Index     |                          | 173   |
| Pour Point          | °C                       | -47.5 |
| Flash Point (PM)    | °C                       | 232.0 |
| Increased Oxidative | mgKOH/g                  | 3.68  |

### 3. 高圧粘度の測定

#### 3.1 高圧粘度の測定原理

試料油の高圧粘度を測定するには、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对設けている。

試験手順は、試験機内部に試料油15mℓ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、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。試料油中を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。

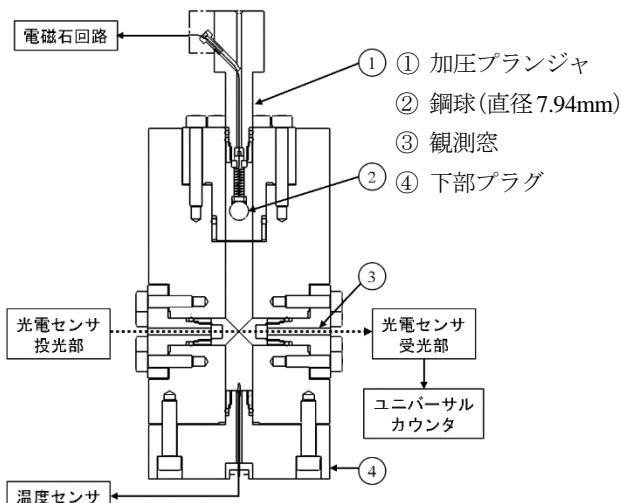


図2 落球式高圧粘度計の概要

#### 3.2 粘度圧力係数 $\alpha$ の算出

高圧試料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>[3],[5],[8]</sup>。

鋼球が受ける粘性抵抗 $f_1$ [N]は

$$f_1 = 3\pi\eta dv \quad \dots \dots \dots \dots \quad (1)$$

$\eta$  : 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、同時に試料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

$$f_2 = \frac{\pi}{6} d^3 \rho_0 g - \frac{\pi}{6} d^3 \rho g \quad \dots \dots \dots \dots \quad (2)$$

$\rho_0$  : 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 $f_1$ と鋼球が重力によって引っ張られる力 $f_2$ は釣り合っており、 $f_1=f_2$ となる。よって、求める流体の粘度 $\eta$ [Pa·s]は式(3)で表される。

$$\eta = \frac{d^2(\rho_0 - \rho)g}{18v} \quad \dots \dots \dots \dots \quad (3)$$

測定した落下時間 $t$ より高圧粘度 $\eta_p$ を算出する。

$$\eta_p = \frac{d(\rho_0 - \rho)g}{18} \cdot f_w \cdot t \quad \dots \dots \dots \dots \quad (4)$$

$\eta_p$  : 加圧下での油の粘度[Pa·s]

$\rho$  : 加圧下での油の密度[kg/m<sup>3</sup>]

$f_w$  : 測定における補正係数[-]

ここで、式(4)における加圧下での油の密度 $\rho$ はDowsonの式より求める。

$$\frac{\rho}{\rho_a} = 1 + \frac{0.58 \times p}{1 + 1.68 \times p} \quad \dots \dots \dots \quad (5)$$

$p$ : 壓力[GPa],  $\rho_a$  : 大気圧下での油の密度[kg/m<sup>3</sup>]

油温一定の下、各圧力の高圧粘度 $\eta_p$ からBarusの式を用い最小二乗法で算出すると

$$\eta_p = \eta_0 e^{\alpha p} \quad \dots \dots \dots \dots \quad (6)$$

$\alpha$  : 粘度圧力係数[GPa<sup>-1</sup>]

$\eta_0$  : 大気圧下における油の粘度[Pa·s]

となり、式(6)から粘度圧力係数 $\alpha$ を求めた。

#### 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。そのため、機器の個体差を確認し、校正を行う必要がある。機器の個体値を示すのが機器定数  $K$  であり、式(4)において機器定数  $K$  を次のように表すことができる。

$$\frac{dg}{18} \cdot f_w = K \quad \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots \quad (7)$$

式(7)において、鋼球の直径  $d$  は決まっているため、測定における補正係数  $f_w$  が分かれれば、機器定数  $K$  を求められる。

よって、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。ここで、試料油は P-150 を用いた。表 2 にその性状を示す。

表 2 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 (15°C)     |       | 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、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。

結果、測定における補正係数  $f_w = 0.12578$  となった。

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、本研究室における落球式高圧粘度計の機器定数は  $K = 0.5437$  と求められた。

よって、高圧粘度  $\eta_p$  は式(8)を用いて求められる。

$$\eta_p = K(\rho_0 - \rho) \cdot t \quad \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots \quad (8)$$

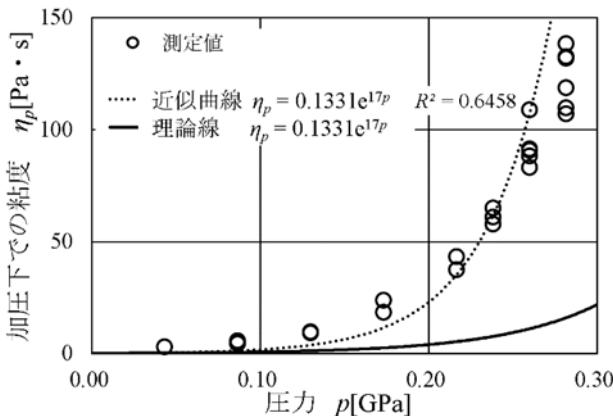


図 3 校正前の測定粘度 (40°C)

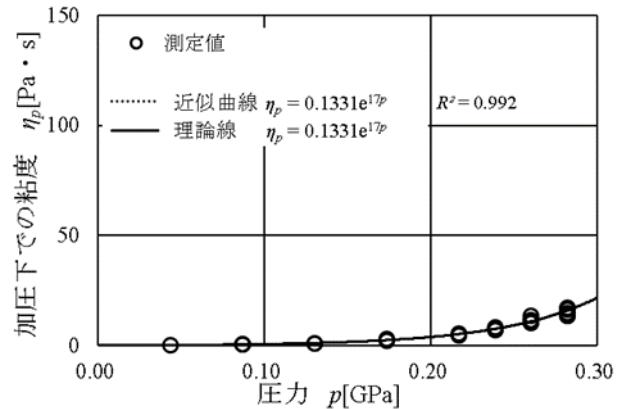


図 4 校正後の測定粘度 (40°C)

#### 5. 測定結果

P-150 を用いて落球式高圧粘度計の校正を行い、求めた機器定数  $K$  より、試料油の高圧粘度  $\eta_p$  を測定した。

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。実験条件は試験温度 40°C、圧力範囲は 0.043~0.281GPa 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。

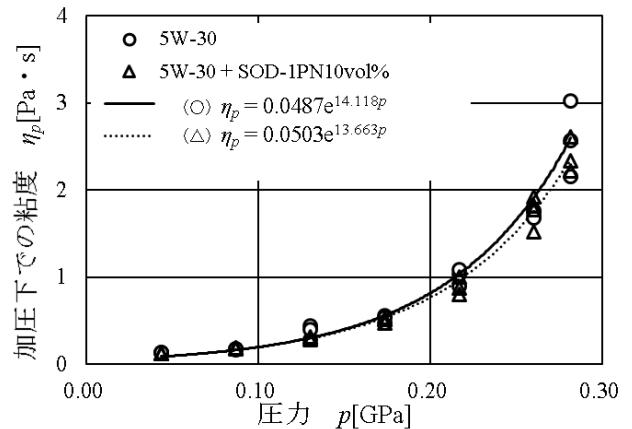


図 5 エンジン油(5W-30)系の測定結果 (40°C)

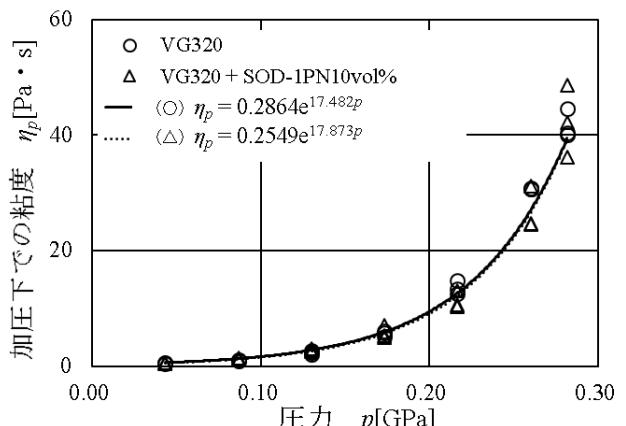


図 6 ギア油(VG320)系の測定結果 (40°C)

また、以前に20°Cにおいて測定した粘度と今回40°C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。

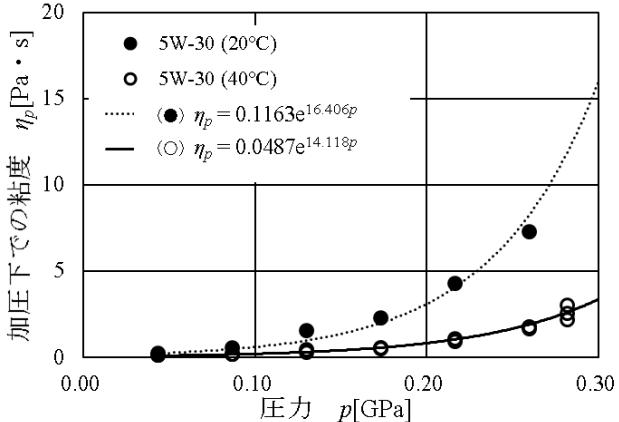


図7 エンジン油(5W-30)の20°Cと40°Cにおける測定粘度

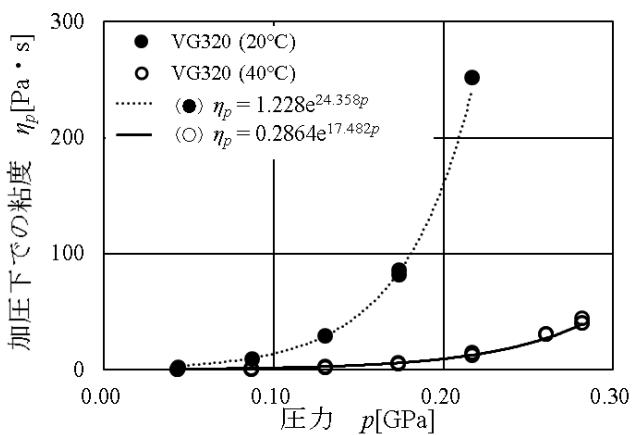


図8 ギア油(VG320)の20°Cと40°Cにおける測定粘度

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) |          |      |
|------------|---------------|----------|-------------|----------|------|
|            | 基油のみ          | +SOD-1PN | 基油のみ        | +SOD-1PN |      |
| $\alpha$ 値 | 20°C          | 16.4     | -           | 24.3     | -    |
|            | 40°C          | 14.1     | 13.6        | 17.4     | 17.8 |

## 6. 結 論

- 1) P-150を用いて落球式高圧粘度計の校正を行い測定における補正係数  $f_w$  を算出したところ、0.12578となった。よって、落球式高圧粘度計の機器定数  $K$  は0.5437と求められた。
- 2) 40°Cにおける粘度圧力係数  $\alpha$  は、エンジン油(5W-30)が

$\alpha=14.1$ 、ギア油(VG320)が  $\alpha=17.4$  となった。また、各々にSOD-1PNを10vol%添加した場合、エンジン油(5W-30)が  $\alpha=13.6$ 、ギア油(VG320)が  $\alpha=17.8$  であった。

- 3) エンジン油(5W-30)において、大気圧下での粘度はSOD-1PN添加有りの方が高いのに対して、加圧下での測定粘度はSOD-1PN添加無しと有りで比較したところSOD-1PN添加有りの方が僅かに低くなる傾向が見られた。
- 4) 20°Cと40°C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  $\alpha(20°C)=16.4$ ,  $\alpha(40°C)=14.1$  となり、VG320においては  $\alpha(20°C)=24.3$ ,  $\alpha(40°C)=17.4$  であった。ともに温度上昇につれ  $\alpha$  値は減少した。
- 5) エンジン油(5W-30), ギア油(VG320)各々において、20°Cと40°C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つた。よつて、潤滑油の粘度は圧力・温度に依存することが分かつた。

## 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:弹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する考察, 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, pp.75-80(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, pp.337-340(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, pp.561-571, 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, pp.112-113(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, pp.1023-1028(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, pp.654-666(2017)