

潤滑グリースの流動特性と軸受性能への影響

外尾, 道太

<https://hdl.handle.net/2324/4060165>

出版情報 : Kyushu University, 2019, 博士 (工学), 課程博士
バージョン :
権利関係 :



潤滑グリースの流動特性と軸受性能への影響

九州大学 大学院 工学府
水素エネルギーシステム専攻

外尾 道太

2020. 1

目次

第1章 緒言	1
1.1 はじめに.....	2
1.2 転がり軸受の潤滑と摩擦.....	3
1.2.1 転がり軸受の潤滑.....	3
1.2.2 転がり軸受の摩擦.....	4
1.2.3 転がり軸受に用いられる潤滑剤.....	5
1.2.4 潤滑剤による低トルク化手法.....	6
1.3 軸受性能へのグリースの流動特性の影響.....	7
1.3.1 転がり軸受内のグリースの分布.....	7
1.3.2 接触面への潤滑油の再供給.....	8
1.3.3 接触面へのグリースの再供給.....	9
1.3.4 転がり軸受での潤滑剤の再供給.....	10
1.3.5 グリースの流動特性と軸受性能.....	11
1.4 グリースの流動特性と増ちょう剤繊維による構造の関係.....	11
1.4.1 グリースの粘弾性.....	11
1.4.2 グリースの降伏応力および弾性的挙動.....	12
1.4.3 流動特性の時間依存性.....	13
1.4.4 増ちょう剤繊維の結晶構造.....	14
1.4.5 増ちょう剤繊維による三次元構造.....	15
1.4.6 増ちょう剤構造のグリース性状への影響.....	16
1.4.7 増ちょう剤構造の流動モデル.....	16
1.5 本研究の目的.....	18
1.6 本論文の構成.....	19
 第2章 グリースの流動特性と軸受トルクの関係における課題	40
2.1 本章の狙い.....	41
2.2 試験方法.....	41

2.2.1	試験グリース.....	41
2.2.2	増ちょう剤繊維の観察法.....	42
2.2.3	降伏応力の測定法.....	42
2.2.4	軸受トルクの試験法.....	43
2.3	試験結果.....	43
2.3.1	増ちょう剤繊維の形状.....	43
2.3.2	混和ちょう度.....	44
2.3.3	降伏応力.....	45
2.3.4	軸受トルク.....	45
2.4	考察.....	46
2.4.1	軸受トルクの発生要因.....	46
2.4.2	チャンネリングの指標と降伏応力の関係.....	47
2.4.3	混和ちょう度と降伏応力の関係.....	49
2.4.4	軸受トルクの推定における課題.....	50
2.5	本章のまとめ.....	50
 第3章 グリースの再供給と軸受トルク		69
3.1	本章の狙い.....	70
3.2	試験方法.....	70
3.2.1	試験グリース.....	70
3.2.2	軸受試験法.....	71
3.2.2.1	接触面の可視化法.....	71
3.2.2.2	軸受トルクの試験法.....	72
3.2.3	グリースレオロジーの測定法.....	72
3.2.3.1	降伏応力の測定法.....	72
3.2.3.2	ヒステリシスループの測定法.....	73
3.2.4	増ちょう剤繊維による構造の観察法.....	74
3.3	実験結果.....	74
3.3.1	軸受接触面の可視化.....	74

3.3.1.1	接触面の可視化像.....	74
3.3.1.2	基油動粘度の入口距離への影響.....	74
3.3.1.3	入口距離の時間変化.....	75
3.3.1.4	グリースの封入量による入口距離の変化.....	76
3.3.1.5	回転速度による入口距離の変化.....	77
3.3.2	軸受トルクの時間変化.....	77
3.3.2.1	基油とグリースによる軸受トルクの挙動の比較.....	77
3.3.2.2	封入量による軸受トルクの変化.....	78
3.3.2.3	回転速度による軸受トルクの変化.....	78
3.3.3	試験グリースのレオロジー特性.....	79
3.3.3.1	降伏応力の測定結果.....	79
3.3.3.2	見掛けの粘度とヒステリシスループ面積の測定結果.....	80
3.3.4	増ちょう剤繊維の形状.....	80
3.4	考察.....	80
3.4.1	入口距離と軸受トルクの関係.....	80
3.4.2	基油とグリースによる入口距離の違い.....	82
3.4.3	グリースの再供給メカニズム.....	83
3.4.4	再供給へのグリースの流動特性の影響.....	85
3.4.5	接触面で発生する抵抗とグリースの流動特性の関係.....	86
3.5	本章のまとめ.....	87

第4章 増ちょう剤繊維による三次元構造とグリースの流動特性.....125

4.1	本章の狙い.....	126
4.2	試験方法.....	127
4.2.1	試験グリース.....	127
4.2.2	増ちょう剤構造の観察法.....	127
4.2.2.1	光学顕微鏡による観察法.....	128
4.2.2.2	ラマン分光分析法.....	128
4.2.2.3	SEMによる観察法.....	128

4.2.2.4	AFM による観察法.....	129
4.2.2.5	共焦点レーザー蛍光顕微鏡(CLFM)による観察法.....	129
4.2.2.6	Cryo FIB-SEM による観察法.....	129
4.2.3	基油と増ちょう剤の相互作用の評価法.....	130
4.2.4	グリースレオロジーの測定法.....	131
4.2.4.1	降伏応力の測定法.....	131
4.2.4.2	せん断応力のせん断速度依存性の測定法.....	131
4.2.4.3	流動特性の可逆性の評価法.....	132
4.3	実験結果.....	133
4.3.1	増ちょう剤構造.....	133
4.3.1.1	光学顕微鏡によるマクロ的な構造の像.....	133
4.3.1.2	ラマン分光分析によるマクロ的な構造の分析.....	133
4.3.1.3	SEM による増ちょう剤繊維の像.....	133
4.3.1.3.1	分散法による観察像.....	134
4.3.1.3.2	非分散法による観察像.....	134
4.3.1.4	AFM による増ちょう剤構造の像.....	135
4.3.1.5	CLFM による増ちょう剤構造の像.....	135
4.3.1.6	Cryo FIB-SEM による増ちょう剤構造の像.....	136
4.3.2	基油と増ちょう剤の相互作用.....	136
4.3.3	流動特性.....	136
4.3.3.1	せん断応力の時間変化.....	136
4.3.3.2	せん断の履歴によるせん断応力の変化.....	137
4.3.3.3	静置による流動特性の回復.....	138
4.3.3.4	微小な振動による流動特性の回復.....	139
4.4	考察.....	139
4.4.1	増ちょう剤構造とその変化.....	139
4.4.1.1	増ちょう剤繊維による構造.....	140
4.4.1.2	増ちょう剤構造の形成因子.....	141
4.4.1.2.1	増ちょう剤繊維の形状.....	142

4.4.1.2.2	増ちょう剤繊維の分散状態.....	142
4.4.1.2.3	基油と増ちょう剤の相互作用.....	144
4.4.1.3	せん断による増ちょう剤構造の変化.....	145
4.4.1.4	増ちょう剤構造の変化の可逆性.....	146
4.4.1.5	グリースの流動モデル.....	147
4.4.2	グリースの流動特性の制御.....	147
4.4.2.1	流動特性の相関関係.....	148
4.4.2.2	増ちょう剤構造の形成因子と流動特性の関係.....	149
4.5	本章のまとめ.....	150
 第5章 軸受の低トルク化とグリースの流動特性.....		202
5.1	本章の狙い.....	203
5.2	試験方法.....	203
5.3	試験結果.....	204
5.3.1	軸受トルクの時間変化.....	204
5.3.2	起動トルクと回転トルク.....	204
5.4	考察.....	205
5.4.1	回転による軸受トルクの変化の要因.....	205
5.4.2	チャンネリングの指標の高度化.....	206
5.4.3	チャンネリングの指標とグリース流動特性の関係.....	208
5.4.4	微量潤滑時の軸受トルクと流動特性の関係.....	209
5.4.5	低トルクグリースの設計指針.....	210
5.4.5.1	起動トルク.....	210
5.4.5.2	回転トルク.....	210
5.4.5.3	グリース組成と軸受トルクの関係.....	211
5.5	本章のまとめ.....	212
 第6章 結言.....		236
6.1	総括.....	237

6.1.1	先行研究の検証から得られた課題.....	237
6.1.2	接触面におけるグリースの再供給.....	237
6.1.3	増ちょう剤繊維による三次元構造と流動による変化.....	238
6.1.4	軸受トルクを低減するためのグリースの設計指針.....	239
6.2	今後の課題と展望.....	240

参考文献.....	241
-----------	-----

第 1 章 緒言

1.1 はじめに

近年、持続可能な社会を形成するため、地球温暖化への対応が国際的な喫緊の課題となっており、2015年に国連気候変動枠組条約第21回締結会議（COP21）で採択されたパリ協定では、世界的な平均気温上昇を、産業革命以前に比べて2 Kより十分低く保つことを目標としている¹。温暖化の防止策として温室効果ガスの排出削減が必要であり、化石燃料の使用を抑えるため、自動車などの機械の高効率化や風力発電などの自然エネルギーの活用などが推進されている。

機械の高効率化に着目すると、その手段の一つとして摩擦損失の削減が挙げられる。自動車を例にとると、Holmbergら²⁾は2000年製の乗用車をモデルとして、Fig.1-1に示されるエネルギー消費の内訳を算出し、その33%が摩擦損失によることを示した。更に、摩擦低減に寄与する新技術を採用することにより、長期的には現状の摩擦損失を61%低減できると推定した。中村³⁾も摩擦損失の削減による自動車の燃費向上効果について報告しており、動力伝達要素の損失削減により2020年車の燃費は2010年車と比べて29%燃費削減されることが推定した。

摩擦は、摩耗と同様に相対運動する表面で発生し、潤滑、材料、設計など様々な要素が関連する現象である。摩擦や摩耗が経済に大きく影響することが注目され、これらの現象を取り扱う分野が、1966年にイギリスでトライボロジーと名付けられた⁴⁾。トライボロジーは、物理学、化学、数学、材料学などに基礎をおく学際的な分野であり、摩擦や摩耗の発生メカニズムから実用的な対策技術まで幅広く研究され、機械の高効率化などに貢献している。

トライボロジー技術が活用されている機械部品として、転がり軸受が挙げられる。転がり軸受は、玉やころなどの転動体を用いて、転がり摩擦により機械の回転部を支持する部品である。転がり摩擦とすることで、すべり摩擦よりも摩擦を低くすることができ⁵⁾、更に転がり接触面で潤滑剤による油膜を形成させることで、摩耗や摩擦の低減を図ることができる。このため、回転軸を円滑に、長く回転させることができる。

転がり軸受はすべり軸受と比較して国際的に規格化が進んでいるとともに、軸受周りの構造を簡略化することができるため、実用上のメリットが多い。このため、転がり軸受は冷蔵庫や洗濯機などの家電製品から鉄鋼設備や工作機械などの産業機械、更には宇宙ステーションまで、幅広い機械で用いられており、例えば、自動車には1台あたり100～150個

が使用されている。転がり軸受は私たちの生活の中で機械が円滑に働くために数多く用いられており、転がり軸受の摩擦を低減し、機械部品の高効率化を推し進めることは、社会全体のエネルギー損失を低減することに直接繋がり、持続可能な社会の構築に大きく貢献することができる。

1.2 転がり軸受の潤滑と摩擦

1.2.1 転がり軸受の潤滑

転がり軸受は、主に内輪、外輪、転動体および転動体を等間隔に保持する保持器で構成され、潤滑油やグリースなどの潤滑剤を用いて潤滑される。また、転がり軸受からの潤滑剤の漏洩や、外部から軸受内への異物混入を防ぐため、適宜シールなどを用いて密封される。

転がり軸受の種類は転動体の種類によって玉軸受ところ軸受に大別できる。Fig.1-2 に、玉およびころを用いた転がり軸受である、深溝玉軸受と円筒ころ軸受の概略図を示す⁶⁾。玉軸受ところ軸受では転動体とリングの接触形態が異なり、玉軸受ではいわゆる点接触、ころ軸受では線接触となる。

軸受サイズが同等の場合、線接触の方が広い接触面積を持つため負荷能力が高いが、取り付け誤差による性能低下が起きやすい⁷⁾。軸受の種類は使用用途に応じて選定されるが、高精度に加工しやすく入手性がよい深溝玉軸受が広く使われている。

転がり軸受は転動体とリングの接触面で荷重を支持しており、その接触面では数 GPa もの高い面圧がかかる場合がある。このため材料同士が直接接触する状態で運転されると、過大な摩耗などの表面損傷を発生し、円滑な回転を維持することが困難になる。この状態になることを防止するため、潤滑剤が用いられる。

潤滑剤として、潤滑油やグリースが広く用いられている。潤滑剤は回転条件に応じて接触面で油膜を形成し、相対する二面が直接接触することを防止することができる。油膜厚さは弾性流体潤滑 (Elastohydro dynamic lubrication, EHL) 理論を用いて導かれており、代表的な油膜厚さの計算式である Hamrock-Dowson の式では、潤滑剤に関わるパラメータとして、基油の動粘度と圧力粘度係数が用いられる⁴⁾。

摩擦面の潤滑状態は油膜の形成状態の影響を強く受け、油膜厚さの増加とともに、直接接触となる境界潤滑から、相対する二面が流体膜を介して完全に離れた状態である流体潤滑

滑まで変化し、これに応じて摩擦係数も変化する。ジャーナル軸受を用いた研究を元に、この関係は摩擦面の作動条件を示す軸受特性数（潤滑油粘度×すべり速度／単位幅当たり荷重）と摩擦係数との関係であるストライベック曲線で表されている⁴⁾。ストライベック曲線と軸受特性数の関係を Fig.1-3 に示す。Fig.1-3 に示されるように、摩擦係数が小さくなる最適な粘度、速度もしくは荷重条件があり、この条件から外れると摩擦係数が増大する。

転がり軸受を用いた場合の作動条件と摩擦特性の関係の一例として、深溝玉軸受（呼び番号 608⁸⁾）を微量油、軽荷重条件で回転させた場合の、回転速度と軸受トルクとの関係を Fig.1-4 に示す。本条件では、Fig.1-3 に示されるストライベック曲線と比較して極低速条件での抵抗の増加が少ない傾向であるが、転動体とリングが直接接触する条件では摩耗などの表面損傷が発生するため、軸受トルクが小さくなる最適な条件があり、この条件から外れると軸受トルクが増加する。このため、転動体とリングの間に適切な油膜を形成させることが重要である。

1.2.2 転がり軸受の摩擦

摩擦は相対運動を行う部位で発生し、転がり軸受では転動体とリングとの間での転がり摩擦とすべり摩擦、保持器と転動体および保持器とリングの案内面間でのすべり摩擦、シールとリングとの間でのすべり摩擦、保持器や転動体が潤滑剤や空気から受けるかくはん抵抗、およびころ軸受ではころ端面と軌道輪のつば面との間でのすべり摩擦などが発生する⁵⁾。

転動体と軌道輪の転がり接触面で発生する摩擦を分類すると、転がり摩擦として軸受材料の内部摩擦である弾性ヒステリシス損失、潤滑剤の粘性抵抗、すべり摩擦として軌道輪のみぞを玉が転がる場合の差動すべり摩擦、スラスト荷重を受ける場合に玉がスピン運動する際に生じるスピンすべり摩擦が挙げられる。

転がり軸受が回転する際に発生する摩擦は、多くの場合内輪を回転させ、それにより外輪が連れ回るときに発生する軸受トルクとして測定され、トルクが低いほど摩擦が低いことを示す。軸受トルクは、軸受形式の影響を受けると共に、荷重、回転速度、温度、潤滑法などに応じた摩擦面の状態により変化する。

軸受トルクへの影響度が大きい軸受の構成要素の一つとして潤滑剤が挙げられる。粘度などの物性や摩擦が発生する部位に存在する潤滑剤量は、接触面の油膜形成状態や粘性抵抗

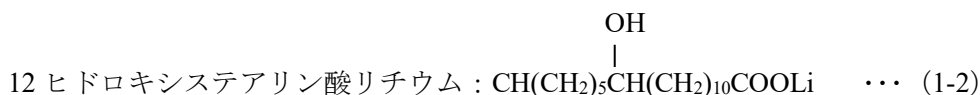
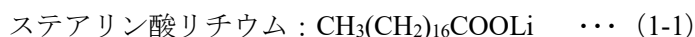
の大きさに強く影響し、転がり摩擦、すべり摩擦およびかっはん抵抗のそれぞれに影響を与える。同一の運転条件であっても潤滑剤の最適な選定によって摩擦を低減することできるため、潤滑剤は転がり軸受の低摩擦化技術の鍵となる構成要素の一つである。

1.2.3 転がり軸受に用いられる潤滑剤

転がり軸受の潤滑剤には、主に潤滑油とグリースが用いられている。潤滑油は基油と添加剤で構成される液状の潤滑剤である。グリースは基油、増ちょう剤および添加剤で構成され、基油がおおよそ全質量の 7 割から 8 割を占め、基油中に固体である増ちょう剤が分散して半固体状となっている潤滑剤である。

グリースの基油には鉱油が広く用いられており、その他に、耐熱性などの高機能化を図るため、合成炭化水素油、エステル油、エーテル油、シリコーン油、フッ素油などの合成潤滑油が用いられている。

増ちょう剤にはリチウムセッケンやカルシウムセッケンなどの金属セッケン、ウレア化合物やナトリウムテレフタラメートなどの固体状の有機化合物、PTFE などの高分子、ベントナイトやシリカなどの無機化合物が用いられる。一般に金属セッケン、ウレア化合物および PTFE が用いられ、特に性能のバランスに優れたリチウムセッケンが広く用いられている。代表的な増ちょう剤であるステアリン酸リチウムおよび 12 ヒドロキシステアリン酸リチウムの化学構造を式(1-1)および式(1-2)に示す。



添加剤は基油と増ちょう剤に不足する機能を補うために用いられ、グリースの基油および増ちょう剤の劣化を抑制するための酸化防止剤、軸受材料へのさびの発生を抑制するための防錆剤、潤滑性を補うための油性剤、混合潤滑や境界潤滑条件など過酷な条件で潤滑性を向上させるための極圧剤などが用いられる⁹⁾。

潤滑油とグリースは流動特性に大きな違いがあり、例えば潤滑油はせん断速度によらず

ほぼ一定の粘度を示すが、グリースはせん断速度の増加により見掛けの粘度が著しく低減し、見掛けの粘度の変化量は 6 桁程度のオーダーに達する。このためグリースの流動状態は、転がり軸受内でせん断速度に応じて大きく変化する。

グリースは潤滑油と同様に接触面で油膜を形成し、滑らかな運動を長く維持する機能を担っている。グリースは半固体状であるため潤滑油と比較して軸受から漏洩しにくく、メンテナンスフリー化が容易であるという大きな利点を有する。このため、転がり軸受用潤滑剤として広く用いられており、玉軸受の約 8 割でグリース潤滑が採用されている¹⁰⁾。しかし、この流動特性が原因となって、粘性抵抗などの増加により摩擦が増大する場合がある。軸受の各部位で発生する摩擦抵抗は、荷重や回転速度などの運転条件や潤滑剤の量および性質によって変化する⁷⁾、運転条件に合わせてグリースを最適設計することにより軸受の摩擦を低減することができるため、グリースの最適設計による低トルク化が取り組まれている。

1.2.4 潤滑剤による低トルク化手法

転がり軸受の低トルク化を図るためには、転がり摩擦、すべり摩擦およびかくはん抵抗を低減する必要がある。これらの抵抗を共通して低減可能な手法として、潤滑剤の低粘度化が挙げられる。

軸受トルクと粘度の関係について、小松崎ら¹¹⁾は円筒ころ軸受を用いて基油およびグリースについて調査した。この結果、油潤滑では軸受温度に対応した基油粘度が低いほど、軸受トルクが低減することを示した。グリース潤滑においても、軸受温度に対応した基油粘度は軸受トルクとよい相関性を示すが、同じ基油粘度であればグリース潤滑の方が油潤滑よりも軸受トルクが高くなる。この原因としてせん断速度の影響を考慮した結果、Fig.1-5 に示すように、高せん断速度におけるグリースの見掛けの粘度が軸受トルクと高い相関性を有することを示した。低粘度化は低トルク化に有効な手段であるが、過度な低粘度化は、油膜厚さの減少によるすべり摩擦の増大を招く恐れがある。

低粘度化によらず、かくはん抵抗や転がり摩擦を低減する手法の一つとして、抵抗の発生部位に存在する潤滑剤量を低減する手法が挙げられる。

深溝玉軸受での軸受トルクの挙動について、星野¹²⁾は油潤滑とグリース潤滑での比較結果を報告している (Fig.1-6)。潤滑油として低せん断速度時のグリースの見掛けの粘度に相

当する、水飴のような状態の高粘度油を用いて低速度域で評価した結果、高粘度油のトルクは速度の増減に従って直線的に上下するのに対し、グリースでは速度を上げたときのトルクの変化が小さく、また、回転速度が速くなるとグリースの方が低トルクとなることを示した。この原因として、軸受内でのグリースの分布状態の影響を指摘している。

後述するように、グリース潤滑では、グリースの物性に応じて軸受内でグリースの分布が大きく変化することが知られている。軸受内でのマクロなグリースの分布状態はチャンネリングやチャーニングと表されており、かくはん抵抗や転がり摩擦を発生させるグリースの量に関係する。従って、グリースの物性を最適化することにより、低粘度化とは異なる手法で低トルク化を図ることができると期待できる。

また、転がり摩擦には、接触面の入口に存在する潤滑剤の量と油膜厚さが影響することが知られており、入口距離の減少、もしくは油膜厚さの低減により、転がり摩擦を低くすることができ、特に入口距離の減少はトルクの低減効果が大きい¹³⁾。一方、過度な油膜厚さの減少は枯渇潤滑の発生による表面損傷の発生と軸受トルクの上昇を招く。従って、接触面の入口の潤滑剤量と油膜厚さを適切に保つことができれば、低トルク化を図ることができる。

1.3 軸受性能へのグリースの流動特性の影響

グリースは、せん断条件によって固体的な弾性や流体的な粘性を示す粘弾性体であり、1.4節で詳述するように、降伏応力、見掛けの粘度のせん断速度依存性および時間依存性など潤滑油には見られない複雑的な流動特性を示す。このため、転がり軸受内ではせん断力の大きさに応じてグリースの流動状態が変化し、グリース自体の流動特性や運転条件に応じて、軸受内でのグリースの分布状態や、接触面へのグリースの供給量が変化する¹⁴⁾¹⁷⁾。このグリースの分布やグリースの供給状態は、軸受内で発生する抵抗や接触面での油膜形成性に関係し、軸受性能に与える影響が大きい。

1.3.1 転がり軸受内のグリースの分布

転がり軸受内でのグリースのマクロな分布状態を定性的に表す表現として、チャンネリングやチャーニングが用いられている。チャンネリングは軸受内でグリースの層にすきまが生じる状態であり (Fig.1-7) , チャーニングは軸受内全体でグリースが流動している状態

を示す¹⁵⁾。

チャンネリング状態では、軸受内で流動するグリースの量が少ないため、グリースによる粘性抵抗の発生量が小さく、かくはん抵抗や転がり摩擦の低減を図ることができる。このため、トルク^{18,19)}や発熱の低減が期待できる^{15,16)}。一方チャーニング状態では、グリースが流動する量が多いため、強い抵抗を生じることがある^{19,20)}。

軸受内部のグリースの分布は直接観察することが困難なため、軸受トルク試験の結果からグリースの分布状態が推測されている。星野¹⁹⁾は軸受トルクの評価より、回転速度やグリースの流動特性が、チャンネリングの発生しやすさに影響することを指摘した。

チャンネリングと相関性を有する流動特性として、降伏応力¹⁷⁻¹⁹⁾、チキソトロピー^{15,19,21)}が指摘されている。例えば星野¹⁹⁾は、深溝玉軸受を用いたトルク測定の結果から、グリースの非ニュートン性が高いほど（降伏応力の高いほど）、もしくはチキソトロピーが強いほどチャンネリングによるすきまが発生しやすいと考察した。

軸受内部でのグリースの流動状態や分布状態を観察する方法として、グリースにトレーサを添加する手法や X-ray computed tomography (CT) を用いた手法が報告されている。

回転中のグリースの動きについて、倉石ら²²⁾は、金属粉をトレーサとして混合したグリースを用いて転がり軸受内でのグリースの分布の時間変化を観察した。この結果、Fig.1-8 に示すように、保持器上に付着したグリースは軸受内を循環するとし、グリースの封入量が少ないほど、またグリースのちょう度が低い（硬い）ほど移動しにくいことを示した。

野田ら²³⁾は特殊な部材で構成した深溝玉軸受を用いて、回転前後の軸受断面のグリースの分布を X-ray CT で評価し、Fig.1-9 に示すように、回転後にグリースがリングおよび転動体と、すきまを介して離れている状態にあることを直接確認した。

チャンネリングやチャーニングは、軸受トルクの発生要因をグリースの分布の観点から定性的に説明することができる概念であるが、定量的な判断基準は明確になっていない。

1.3.2 接触面への潤滑油の再供給

前述のように、転がり軸受の使用にあたっては、適切な油膜が形成されることが重要である。ここで、油膜厚さの計算では接触面に十分な量の潤滑剤が存在することが前提とされるが、現実には、接触面への潤滑剤供給量が不十分になり、狙いの油膜厚さが得られない場合がある。このため、運転条件や潤滑剤物性による接触面への潤滑剤の供給状態への

影響が研究されている。

この接触面の状態は、主にボール／ディスク試験機に顕微鏡を組み合わせで観察されており（Fig.1-10）、接触面の出口でキャビテーションが発生する現象がしばしば認められる^{24,25)}。Fig.1-11 に、キャビテーション発生時の接触面近傍の模式図を示す²⁵⁾。キャビテーションにより、接触面の出口の潤滑剤量が入口よりも大きく減少するため、接触面の入口に十分な量の潤滑剤が存在するためには、入口前方に軌道周囲から潤滑剤が供給される必要があるとなる。

接触面の入口に存在する潤滑剤量は、入口メニスカス距離（以下、入口距離）によって評価することができる（Fig.1-11）。ここで入口距離は、ボールとディスクの接触面から接触面の入口部に形成される潤滑剤と大気の界面までの距離である。

潤滑剤の供給量が減少し、入口距離が過度に短くなると、油膜厚さが低減し潤滑不良を招く恐れがある。従って良好な回転状態を維持するためには、潤滑剤の再供給により入口距離を維持し、直接接触が発生しない程度の油膜が、長期間安定して形成する必要がある。

潤滑剤の再供給メカニズムは、主にボール／ディスク試験を用いた光干渉法による油膜厚さ測定により研究されている²⁵⁻³⁰⁾。

潤滑油が接触面の入口に再供給される駆動力として、Guangteng ら²⁶⁾ は、気／液間の表面張力と固／液間の van der Waals 分散力を挙げており、油潤滑での入口距離は、基油粘度および速度の増加により減少することが報告されている²⁵⁾。また、Cann ら²⁷⁾ は再供給への影響要因をまとめ、油の流動が軌道近傍の油量と表面張力に比例する一方、基油粘度、走行部の幅および速度に反比例するとして、SD (starvation degree) と呼ばれるパラメータを提案した。

1.3.3 接触面へのグリースの再供給

Åström ら²⁵⁾ は枯渇潤滑状態での接触面の周囲のグリースの分布を調査し、グリース潤滑においても接触面の出口にはキャビテーションが形成されること、およびその形状が試験後数日間変化しなかったことより、接触面の出口では再供給の兆候が認められないことを示した。また、再供給が行われないと仮定した場合の中央油膜厚さの理論予測値は、実測の油膜厚さよりも薄いことを示し、これらの結果から接触面の入口で再供給が起きていることを指摘した。

グリースの接触面の入口における再供給を考える場合、グリースは潤滑油と異なり降伏応力を有し、見掛けの粘度が高いため、グリースを接触面に再供給させる駆動力として表面張力は不十分であると推察される。このことは、Åström ら²⁵⁾による接触面の出口の観察や、グリースは潤滑油よりも低速で枯渇潤滑を発生し、油膜厚さが減少すること (Fig.1-12)³¹⁾からも示唆される。

グリースは基油を主成分とし、増ちょう剤により半固体化されており、潤滑油のように成分が一様でない。このため、接触面に再供給される成分について、光干渉法による接触面周囲のその場観察や、赤外分光分析法による成分分析などから研究が行われている。

接触面に供給される成分として Åström ら²⁵⁾は、接触面の両側に近接するグリースがリザーバとなり、表面張力により基油や増ちょう剤濃度の低いグリースが接触面に再供給されると考察した。Cann²⁸⁾は、グリースから離油した基油が接触面に再供給される際、温度条件や回転時のせん断により離油特性が変化することにより、接触面への再供給状態が変化することを指摘し、Fig.1-13 に示すように、回転時間とともに油膜厚さが変化すると推定した。

グリースの物性の影響として Hurley ら²⁹⁾は、増ちょう剤の種類が異なるグリースを用いて枯渇潤滑状態での油膜厚さを評価し、グリースの降伏応力とせん断安定性が再供給に影響すると考察した。更に、熱劣化をさせたグリースを用いた評価より、劣化の程度により再供給状態が変化すること、および再供給において初期に基油が、続いて増ちょう剤を含む高粘性体が流入することを示した³⁰⁾。

1.3.4 転がり軸受での潤滑剤の再供給

転がり軸受における潤滑剤の再供給を考える場合、軸受は複数の転動体を有するため、ボール／ディスク系と比較して、周速が同等の場合でも再供給が速く行われる必要がある。また、遠心力などの運転条件に起因する要因や、保持器³²⁾やボールのスピンなどの軸受構造^{33,34)}が再供給に影響すると指摘されている。

軸受を用いた再供給状態の評価として Åström ら²⁵⁾は、スラスト玉軸受を用いて 150 回転後に接触面の入口に大きなグリースリザーバが形成されていることを確認し、これはボールのスピンによる影響であると考察した。

軸受内の潤滑剤分布を回転中に確認した例として Chennaoui ら³⁵⁾は、サファイア製リン

グを用いた玉軸受で、油潤滑での評価を行った。その結果、Fig.1-14 に示すように、蛍光を活用することにより、回転中の接触面近傍の油の分布を可視化し、枯渇潤滑が回転速度増加および基油粘度増加により発生することを示した。

このように、転がり軸受内のグリースの分布や油膜形成状態には、グリース自体の物性だけでなく、運転条件や軸受の構造に起因する影響因子を考慮する必要がある。

1.3.5 グリースの流動特性と軸受性能

グリースの流動特性の軸受性能への影響として、前述のようにチャンネリングやチャージングで表されるグリースの分布や接触面への再供給性が、軸受トルクや耐久性などに大きな影響を与える。このため、降伏応力、見掛けの粘度、チキソトロピー性およびせん断安定性などのグリースの流動特性が転がり軸受の性能に影響すると考えられる。

軸受トルクは時間と共に変化することが知られており、このトルクの経時変化とグリースの流動特性の関係が研究されている。Oikawa ら¹⁷⁾ は基油の種類が異なるリチウムセッケングリースについて調査を行い、Fig.1-15 に示すように、降伏応力が高いほど、起動トルクと回転トルクの比である、トルク減少率が大きくなることを示し、このトルクの挙動にチャンネリングが関係していることを指摘した。

玉軸受の初期発熱挙動についても流動特性の影響が指摘されており、Hutton¹⁶⁾ は、降伏応力が高いほど、流動弾性が強いほど、また、見掛けの粘度が低いほど軸受内でのせん断発熱量が低くなり、早期に軸受温度が低減することを示した。

1.4 グリースの流動特性と増ちょう剤繊維による構造の関係

前述のように、グリースはせん断条件によって、固体的な弾性挙動や流体的な粘性挙動を示す粘弾性体であり、降伏応力、見掛けの粘度のせん断速度依存性および時間依存性など潤滑油には見られない複雑的な流動特性を示す。このグリースが示す特徴的な流動特性について研究が行われている。

1.4.1 グリースの粘弾性

グリースの粘弾性について、Hutton ら³⁶⁾ はナトリウムセッケングリースとリチウムセッケングリースを用いて調査し、圧縮応力印加前後での変位の時間変化より、弾性的な性質

と粘性的な性質の両方を有する粘弾性体であることを確認した。

せん断条件を変化させた場合の粘弾性特性について、種々の報告が行われている。Forster ら³⁷⁾は、複合セッケングリースの低せん断条件での粘弾性特性についてレオメータを用いて評価し、弾性的な性質を表す貯蔵弾性率や、粘性的な性質を表す損失弾性率の変化は、ひずみや温度に大きく影響することを示した。

グリースの粘弾性は、せん断応力もしくはせん断速度により大きく変化することが知られている。Pavlov ら³⁸⁾はセッケン系グリースについて広範な評価を行い、その流動特性をせん断速度に応じた三領域に分類した。具体的には、クリープのような挙動を示し、高粘性ニュートン液体もしくはわずかに構造を有する液体のように流動を示す領域 ($0 - 10^{-6} \text{ s}^{-1}$)、グリースの特徴的な挙動である粘度低下が起きる領域 ($10^{-6} - 10^4 \text{ s}^{-1}$)、およびほとんどニュートン流体のようになり基油よりも少し高い粘度となる領域 (10^4 s^{-1} 以上) である。

せん断速度とともに見掛けの粘度が低下する現象は *shear thinning* と呼ばれ、Fig.1-16 に示されるように¹⁷⁾、グリースのせん断速度の増加とともに、固体的な状態から基油に近い状態まで流動状態が大きく減少する^{17,39)}。

1.4.2 グリースの降伏応力および弾性的挙動

グリースにせん断応力を加えると弾性的状態から粘性的な状態に変化する。この変化に必要な応力は降伏応力と呼ばれる。降伏応力の測定には、流動状態をどのように捉えるかによって種々の方法が提案されており⁴⁰⁾、せん断速度を低減したときに残存するせん断応力値¹⁶⁾、せん断を終了した後に残存しているせん断応力値⁴¹⁾、レオメータのオシレーション条件で貯蔵弾性係数 G' と損失弾性係数 G'' が一致するときの応力値¹⁷⁾、低ひずみ時の線形領域が保たれなく応力値⁴⁰⁾などで評価されている。 G' と G'' が一致する応力は *Cross over stress* と呼ばれることもある。Fig.1-17 にオシレーション条件での測定例を示す⁴⁰⁾。Fig.1-17 より、レオメータ測定結果は測定時のプレート間のギャップの大きさの影響を受けないことが示されている。ここで図中の LVE は直線的粘弾性 (*Liner viscoelastic*) を表す。Fig.1-18 にひずみによるせん断応力の変化を示す⁴⁰⁾。ひずみが小さい領域では、ひずみと応力の関係は線形に近似することが可能であるが、ひずみが大きくなると非線形性が強くなる。

降伏応力について Forster ら³⁷⁾は2種類の降伏応力、すなわちグリース全体は流動せず増ちょう剤繊維同士の接触が急速に回復する *bulk movement* となる応力と、増ちょう剤の

繊維同士の接触が回復する前に破断し、塑性流動を起こす応力があることを指摘している。

降伏応力は温度やせん断の履歴により変化する。Bauer ら⁴²⁾ はステアリン酸リチウムセッケングリースについて、増ちょう剤濃度、温度、せん断時間およびせん断の履歴について評価を行い、せん断をかけることにより降伏応力が減少することを示した。Yousif⁴³⁾ はアルミニウムセッケングリースとナトリウムセッケングリースの調査より、温度上昇によりグリースの降伏応力が減少することを示した。

降伏応力は、弾性的な状態から粘性的な状態へ遷移する現象を取り扱っているが、粘性的な状態における弾性的な流動特性の評価も行われている。

粘弾性流体は、流動方向に垂直な面の法線応力が、平行な面の法線応力に比べて大きくなる場合があり、この応力は **normal stress** と呼ばれる。Hutton¹⁶⁾ は、この **normal stress** の測定結果を用いてグリースの流動弾性の評価を行った。ここで流動弾性は、流体が変位した部分を元に戻す能力を指す。コーン/プレート型のレオメータを用いてスラスト方向の力を測定し、金属セッケンを増ちょう剤とするグリースが **normal stress** が発生することを示した。この値を基に、流動弾性の指標であるコンプライアンスを算出し、せん断速度 100 s^{-1} におけるコンプライアンスは、降伏応力と相関性が低いことを示した。

1.4.3 流動特性の時間依存性

グリースの流動特性は時間依存性を有することが知られており、Fig.1-19 に示すように、せん断速度が一定条件で時間とともに粘度が一定値まで減少し、静止した後には可逆的に粘度が回復する現象がチキソトロピー⁴⁴⁾ と呼ばれている。

チキソトロピーは分散系の粘弾性体での報告例が多く、一定のせん断速度でのせん断応力の時間変化や、せん断速度を増減させたときのせん断応力のヒステリシスループ⁴⁴⁻⁴⁶⁾ により評価されている。Fig.1-20 にヒステリシスループの測定例を示す⁴⁴⁾。

ヒステリシスループはせん断速度を一定値まで増加した後、連続して初期値まで減少させることにより測定され、せん断速度の増加時と減少時の各せん断応力曲線で囲まれる面積で評価される。従って、せん断速度依存性と時間依存性の両方の影響が現れる。

グリースの流動特性は、グリースに印加されたせん断の履歴が影響すると指摘されており、このせん断の履歴には可逆的な変化であるチキソトロピーと不可逆的な変化が含まれると考えられる。このせん断の履歴の可逆性について調査が行われており、阿久津ら²¹⁾ は、

ちょう度 360 程度のリチウムセッケングリースをせん断した時の見掛けの粘度を評価し、増ちょう剤繊維による構造が、数 10 秒程度の静置で回復することを確認している。しかし、グリースの種類によっては、構造の回復に 10 日以上かかると報告されており⁴⁶⁾。グリースの流動特性の可逆性を識別するためには、長期間に渡る評価が必要となる。

1.4.4 増ちょう剤繊維の結晶構造

グリースは、増ちょう剤繊維が形成する三次元的なネットワーク構造（以下、増ちょう剤構造）により、基油が半固体状により保持されており、上記のような複雑な流動特性は、増ちょう剤構造の変化により現れると考えられている^{44, 45, 47-49)}。このため、グリースの流動特性を理解し、制御するためには、増ちょう剤構造の変化を理解することが重要となる。

増ちょう剤として広く用いられている金属セッケンの分子は、非極性基である炭化水素基、極性基であるカルボキシル基と金属イオンで構成される。グリース中では、少なくとも部分的に結晶化した固体の状態で、繊維状や板状の形状で存在している。セッケン繊維の結晶構造は X 線回折を用いて調査されている⁴⁷⁻⁴⁹⁾。

Forster ら⁴⁹⁾は X 線回折により、ステアリン酸リチウムなどの金属セッケンの結晶構造を分析し、セッケンの分子は、極性基であるカルボキシル基と金属イオンが向かい合った二量体を形成し、この二量体の一つの単位となって結晶構造を作っていると解析した。

Vold⁴⁸⁾は、Fig.1-21 に示すように、ステアリン酸リチウムなどのセッケン繊維の結晶構造を模式化し、セッケン分子の二量体が極性基を中心として直線状につながり、炭化水素鎖で構成される広い面とカルボキシル基を含む面を有すると推定した。

この金属セッケンの分子が形成する結晶構造の形成要因について考察が行われている。Forster ら⁴⁹⁾は、セッケン分子間において、炭化水素基同士には van der Waals 力による引力が働くのに対し、極性基間ではカルボキシル基と金属イオンとの間でイオン結合力による引力が働くため、分子同士の間に働く力に異方性があることを指摘した。また、分子間で力が強く働く方向に結晶が成長し、結果として増ちょう剤の繊維が形成されると考察した。

更に、セッケン分子の周囲に存在する基油は、その誘電率や粘度の効果でセッケン分子の間に働く引力を弱めることにより、繊維の形成に影響すること、また、増ちょう剤の分子間に働く力は、近接する増ちょう剤繊維の間でも作用することを指摘した。

1.4.5 増ちょう剤繊維による三次元構造

増ちょう剤繊維は繊維同士が接触することで三次元的な構造を形成し、基油を保持していると考えられている⁴⁷⁾。このネットワーク構造は不規則に配向した繊維や凝集体⁵⁰⁾で構成され、基油はこの構造の間で毛細管力、van der Waals 力、疎水相互作用力、静電引力などにより保持されていると考えられている。

Forster ら³⁷⁾ は、非晶質の線形高分子の構造と増ちょう剤構造の類似性を指摘し、増ちょう剤繊維のネットワーク構造を保持している力は、ポリマー分子と同様であり、セッケン系グリースでは、増ちょう剤の極性基による引力が追加される点が異なると指摘した。

増ちょう剤構造を形成する因子として、増ちょう剤繊維の大きさ、形状、強さ、量⁴⁷⁾、基油の性状⁴⁹⁾、基油と増ちょう剤の相互作用^{17, 18)}、およびグリース中での増ちょう剤の分散状態⁵¹⁾が挙げられる。ここで、増ちょう剤繊維は多くの場合基油中で形成され、その大きさや形状は増ちょう剤の種類⁵²⁾、基油との相互作用¹⁸⁾、製法⁵²⁻⁵⁴⁾の影響を受ける。

増ちょう剤繊維の形状や増ちょう剤構造の観察が行われており、光学顕微鏡⁴⁷⁾、透過型電子顕微鏡 (Transmittance Electron Microscopy, TEM)^{55, 56)}、走査型電子顕微鏡 (Scanning Electron Microscopy, SEM)^{57, 58)}、原子間力顕微鏡 (Atomic Force Microscopy, AFM)^{51, 58, 59)} および共焦点レーザー蛍光顕微鏡 (Confocal Laser Fluorescence Microscope, CLFM)⁶⁰⁾ による観察例が報告されている。

増ちょう剤繊維の長さは多くの場合 0.1 μm から 1 μm のオーダーであり、光学顕微鏡では分解能が不足するため、個々の増ちょう剤繊維形状の観察は、電子顕微鏡や AFM で行われている。グリース中の増ちょう剤繊維の分布状態を観察するためには、電子顕微鏡観察は脱脂処理を必要とするために不適であり、脱脂処理が不要な光学顕微鏡⁶¹⁾ や AFM が用いられている。同一のグリースを SEM および AFM で観察した例を Fig.1-22 および Fig.1-23 に示す⁵¹⁾。AFM でグリースを観察した場合、脱脂処理が必要な SEM 像よりも各繊維が分散した状態で観察されるとともに、若干短い形で観察されている。

増ちょう剤繊維のグリース中での分散状態は、グリース状態で確認する必要がある。Hokao ら⁵¹⁾ は、AFM による観察結果を基にして、増ちょう剤繊維の分散状態を示す指標である分散度を提案した。

グリース中での増ちょう剤繊維の存在状態を直接観察する手法として、吉原ら⁶⁰⁾ は、CLFM を用いて増ちょう剤量が 4 mass% のウレアグリースを観察し、Fig.1-24 に示すように、

細かい繊維が束になった太い繊維がネットワーク構造を形成していることを示した。しかし、グリース中で個々の増ちょう剤繊維が形成している構造を直接観察した例は認められない。

1.4.6 増ちょう剤構造のグリース性状への影響

増ちょう剤構造がグリースの性状に与える影響について、主に繊維形状に着目した研究が行われている。

Forster ら³⁷⁾ は繊維長さがグリースの機械特性に与える影響を考察し、短繊維グリースは長繊維グリースのような繊維の絡まりが無く、繊維の運動は、繊維の絡まりが解けることよりも繊維同士を保持している力の影響を強く受けると想定した。

増ちょう剤繊維の形状と流動特性の関係として、増ちょう剤繊維が長い方が低いちょう度となる傾向⁵³⁾、比表面積が大きいほどちょう度が低くなること⁴⁷⁾が報告されている。

Leet⁶²⁾ は 13 種類のグリースについて TEM 観察により増ちょう剤繊維の幅に対する長さの比を調査し、せん断を加えることによりこの比が減少し、グリースが軟化することを示した。また、非球形の粒子を含む系は、チキソトロピー性を示しやすいと報告されている⁴⁴⁾。

繊維形状以外のグリースの物性への影響として、増ちょう剤量が多いほどちょう度が低くなること⁵³⁾、増ちょう剤が分散しているほど降伏応力が大きくなる傾向⁵¹⁾が報告されている。

流動特性だけでなく、離油特性への増ちょう剤構造の影響が研究されている。Baart ら⁶³⁾ は繊維の配向状態と離油の関係を、Fig.1-25 に示す構造モデルと実験を用いて検討し、遠心力がかかった際に、繊維配向が力と平行な方向から垂直な方向に傾くことを考慮することで、離油評価結果がうまく説明できることを示した。

1.4.7 増ちょう剤構造の流動モデル

グリースは増ちょう剤構造の変化を伴って流動すると考えられ、その詳細な過程が考察されている。

Hutton ら³⁶⁾ は、個々の増ちょう剤繊維が凝集している凝集体が多く存在し、それぞれの凝集体が弱い二次的な力で相互作用していると想定した。そして、軽微な力では凝集体内

の鎖の伸張によりグリースが弾性変形し、降伏応力より強い応力がかかると、二次的な力による結合が破断し、グリースが流動すると考察した。

Forster ら³⁷⁾ は、オシレーション条件による流動特性測定結果から、系に印加したエネルギーと散逸したエネルギーを算出し、グリースに印加されたエネルギーは結合の伸縮、結合角の変化、分子の凝集体がコイル状になること、もしくはコイルが解ける挙動、分子や分子凝集体が平衡位置から移動することにより保持されると推察した。

Forster ら⁴⁹⁾ は、セッケン繊維のネットワークの強さが流動のしやすさに影響し、ネットワークを形成する力は指向性が高いため、ネットワークの中の弱い連結部は低せん断速度で破断され、高せん断速度ではセッケン繊維が破壊、あるいは繊維をお互いから引き離されると考察した。

Yousif⁴³⁾ は、繊維間の結節もしくは接触点では、van der Waals 力や静電引力により三次元的な性質が付与され、極低濃度で飽和した繊維を含む油が二つ目の連続層を構成していると考察した。

グリースが流動する時の増ちょう剤繊維の構造変化を表す流動モデルが提案されている。Hotten⁴⁷⁾ は Fig.1-26 に示すモデルを提案し、静止時に形成している繊維のネットワークが、流動の程度により分離、配向および破壊され、流動が停止すると分離および配向した繊維は、少なくとも部分的に再結合するとした。この流動の程度には、せん断の速度や印加時間などが影響していると考えられる。また、Barnes⁴⁴⁾ は、チキソトロピー性を示す系として、Fig.1-27 に示すように、せん断および静置により三次元的な構造が、可逆的に変化するモデルを示した。

これらの流動モデルを検証するため、グリースの流動による増ちょう剤構造の変化が観察されている。Hutton ら⁶¹⁾ は、リチウムセッケングリースとナトリウムセッケングリースの光学顕微鏡の偏向像を用いた観察より、増ちょう剤繊維が凝集した粗い texture（いわゆる、きめ）を持つグリースは、texture がなめらかなグリースよりも流動により配向しにくいこと、この粗い texture を持つグリースは早期に軸受温度が低減し、また昇温時に硬化しにくいことを報告した。

Sánchez ら⁶⁴⁾ は、リチウムコンプレックスセッケングリースを用いて、増ちょう剤構造の不可逆的な変化がせん断応力や温度の上昇により加速されることを示し、Fig.1-28 に示すように、高せん断後の増ちょう剤構造は、初期よりも短い繊維が凝集し、繊維間に大きな

空間が出来ていることを AFM 観察から示した。

Zhou ら⁶⁵⁾ は、せん断劣化による流動特性と増ちょう剤構造の関係を調査し、せん断時間が長くなるとともに、増ちょう剤繊維の微細化と見掛けの粘度の低下が認められることを示した。

1.5 本研究の目的

以上に述べたように、グリースは増ちょう剤繊維による構造に起因して、潤滑油にはない特徴的な流動特性を有し、その流動特性に応じて軸受内における流動状態が変化する。この結果、接触面へのグリースの再供給の状態や、チャンネリングやチャーニングで表される軸受内でのマクロなグリースの分布が変化し、軸受トルクや耐久性などの軸受性能に影響を与える。しかし、軸受内でのグリースの再供給やチャンネリングは定量的には明らかになっておらず、軸受内での流動状態と軸受性能の相関関係や、流動状態とグリース自体の流動特性との相関関係は明確にはなっていない。

また、グリースの流動特性は、増ちょう剤繊維が形成する三次元的な構造の変化から発現され则认为られているが、この三次元的な構造の直接的な観察結果は報告されていない。このため、例えば増ちょう剤の繊維同士は絡まり合い³⁷⁾を形成しているのか、といった空間的な位置関係や三次元的な構造の変化と流動特性の関係は明らかになっていない。

本研究は、軸受性能、軸受内でのグリースの流動状態、グリース自体の流動特性および増ちょう剤繊維による構造を形成する因子の相関関係を定量的に明らかにし、グリースの流動特性を制御することにより、軸受性能を向上する技術を確立することを目標とした。

グリース試料には、一般的な軸受用グリースであるリチウムセッケングリースを用い、軸受性能として軸受トルクに着目した。軸受トルクは軸受内の各部位で発生する抵抗の総和として測定される。この抵抗が発生する部位をリングと転動体の接触面と、接触面を除く部位とに分けて、トルクへのグリースの流動統制の影響を調査した。接触面ではグリースの再供給状態がトルクに影響し、接触面を除く部位ではチャンネリングによる軸受内でのグリースの分布状態の変化がトルクに影響する。このため、それぞれを定量的に表す指標を設定し、トルクやグリースの流動特性との関係を定量的に評価した。

また、増ちょう剤繊維による構造がどのように形成されているか明らかにするため、グリース中の増ちょう剤繊維の分布の三次元的に可視化し、増ちょう剤繊維による構造の形

成状態を確認した。この結果を元に、先行研究で提案された分散度⁵¹⁾が三次元的な構造を反映していることを確認するとともに、せん断による構造の変化を観察し、せん断による構造の変化をモデル化した。更に、分散度を始めとした増ちょう剤構造の指標とグリース流動特性の関係、および流動モデルを基に、軸受内でのグリースの流動状態を制御し、軸受トルクを低減するためのグリースの設計指針を考察した。

1.6 本論文の構成

第 1 章では、転がり軸受の潤滑と摩擦、グリースの流動特性と軸受性能の関係、グリースの流動特性と増ちょう剤繊維による構造の関係について従来の知見をまとめ、本研究の目的を示した。

第 2 章では、軸受トルクの発生部位がリングと転動体の接触面と、接触面を除く部位に分けられることを示し、接触面を除く部位でのトルクに大きく影響するチャンネリングとグリースの流動特性の関係について、先行研究の確認を行った。軸受トルク試験結果を元に、チャンネリングの指標とされるトルク減少率と降伏応力との相関関係が、種類の異なるグリースにおいても成り立つか検証を行い、基油と増ちょう剤の組み合わせがトルク減少率と降伏応力の関係に大きく影響することを明らかにした。

第 3 章では、軸受トルクの発生部位としてリングと転動体の接触面に着目し、接触面におけるグリースの再供給状態と軸受性能の関係を明らかにした。モデル軸受を用いて接触面を動的に観察する手法を考案し、再供給の指標として入口距離が実測できることを示した。また、入口距離と軸受トルクの同時計測を行い、入口距離と軸受トルクの相関関係を明らかにした。更に、接触面へのグリースの再供給メカニズムを考察し、再供給におけるグリースの流動特性の影響を考察した。

第 4 章では、グリースの流動特性を制御する方法を検討するため、増ちょう剤繊維による構造を詳細に観察し、グリースの流動特性との関係について調査した。Cryo FIB-SEM を用いることにより増ちょう剤繊維による三次元構造が観察できることを明らかにし、この観察結果を元に、グリース中における増ちょう剤繊維同士の接触状態を考察した。また、AFM による表面観察により、分散度⁵¹⁾が三次元的な構造を反映していることを確認した。更に、せん断による三次元構造の変化を確認し、せん断による増ちょう剤繊維による構造の変化のモデル化を試みた。

また、レオメータによる測定を用いて、せん断による構造の変化の流動特性への影響および構造の変化の可逆性を確認した。これらの検討を基に、グリースの流動特性を制御するための指針を得るため、分散度と増ちょう剤量に着目し、構造に関わる指標とグリースの流動特性の相関関係を示した。

第 5 章では、基油および増ちょう剤の種類が異なる 11 種類のグリースを用いて、実用で用いられる軸受によるトルク評価を実施した。グリース封入量を変えることにより、接触面で発生する抵抗に起因するトルクと、チャンネリングによるトルクを分けて評価し、チャンネリングにグリースの種類が大きく影響することを示した。このグリースの種類による軸受トルクへの影響を明確にするため、チャンネリングの指標を高度化し、チャンネリングとグリースの流動特性、および構造に関わる指標との相関関係を示した。更に、第 3 章および第 4 章の結果を併せて考慮し、軸受内でのグリースの流動状態を制御し、軸受トルクを低減するためのグリースの設計指針を考察した。

第 6 章では、本論文の総括を行い、今後の課題を示した。

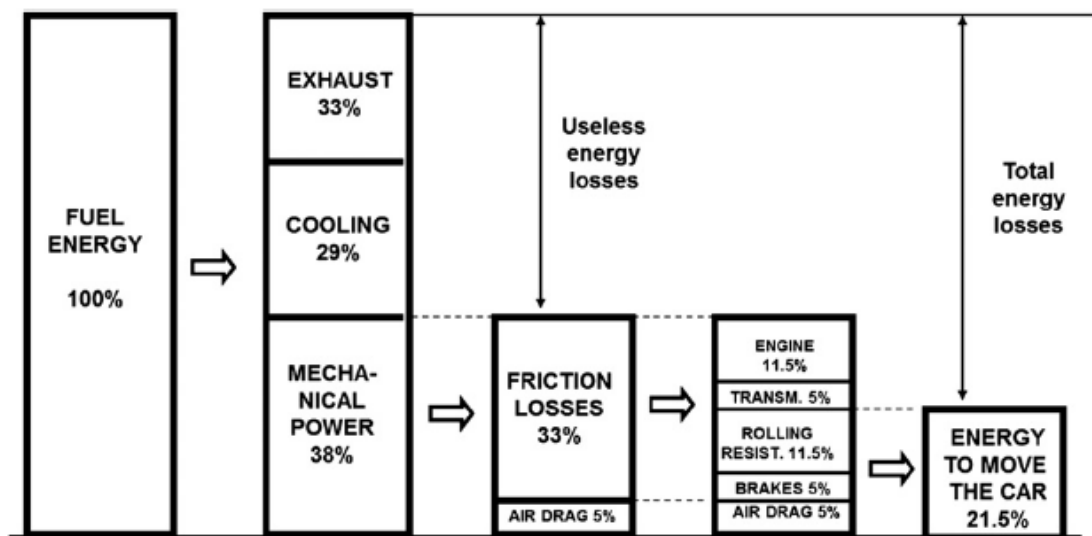
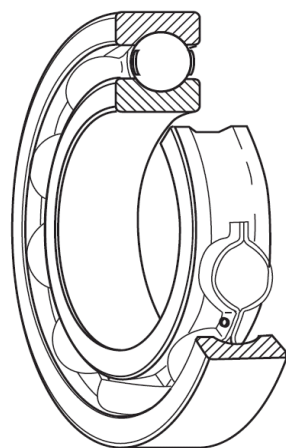
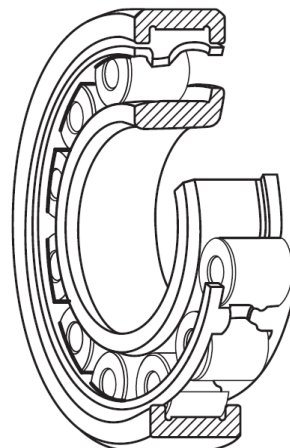


Fig. 1-1 Energy losses of a vehicle²⁾



Deep groove ball bearing



Roller bearing

Fig. 1-2 Images of rolling bearings⁶⁾

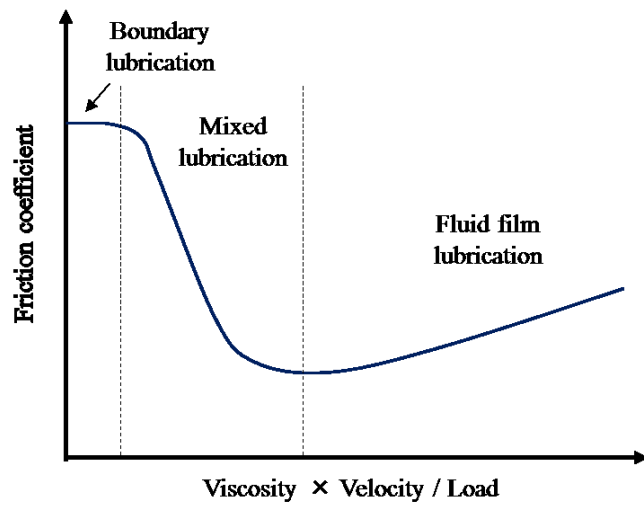


Fig. 1-3 An image of the Stribeck curve

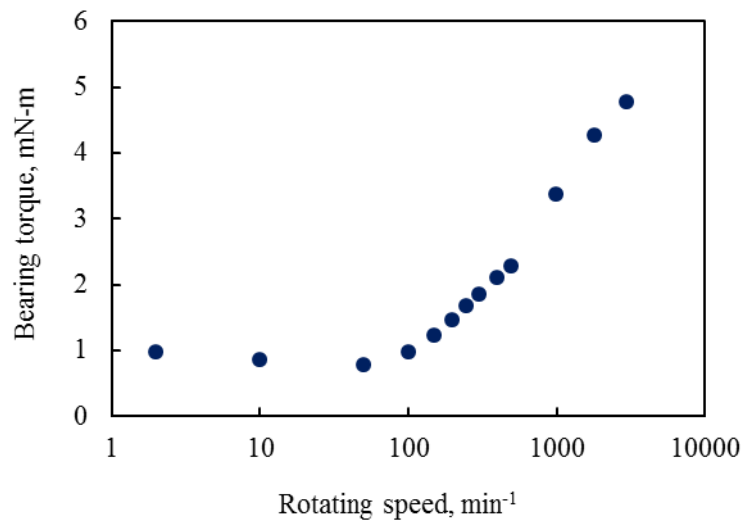


Fig. 1-4 Bearing torque against rotating speed of a ball bearing

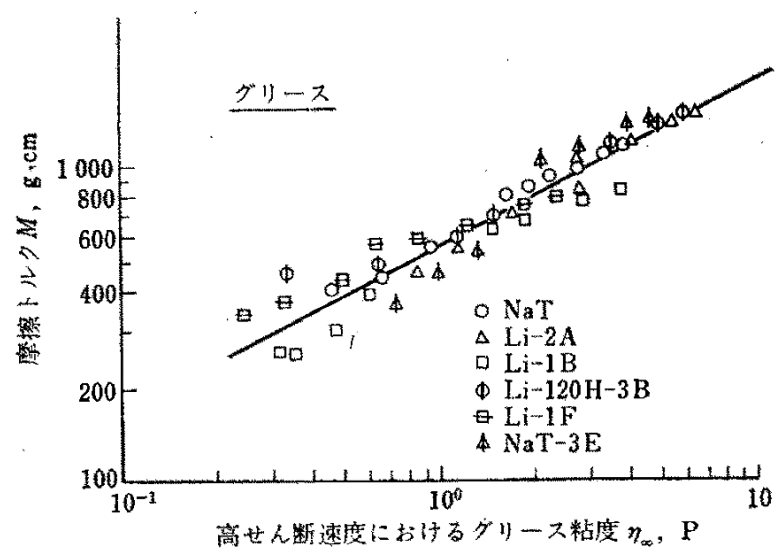


Fig. 1-5 Bearing torque against apparent viscosity of greases at high shear rate ¹¹⁾

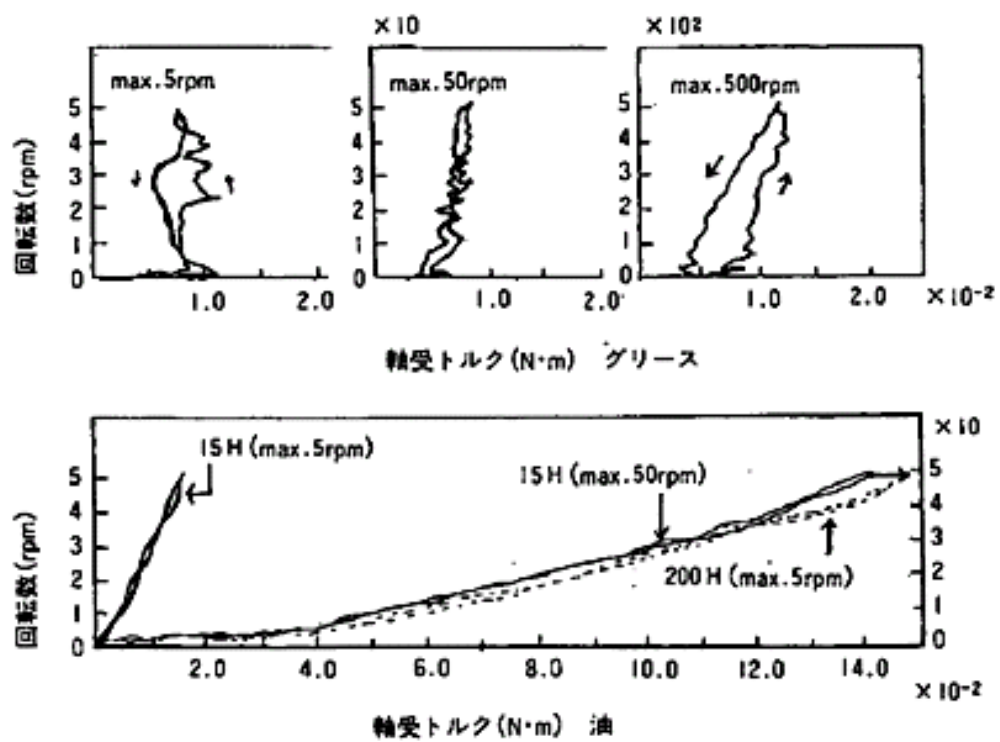


Fig. 1-6 Bearing torques in oil lubrication and grease lubrication ¹²⁾

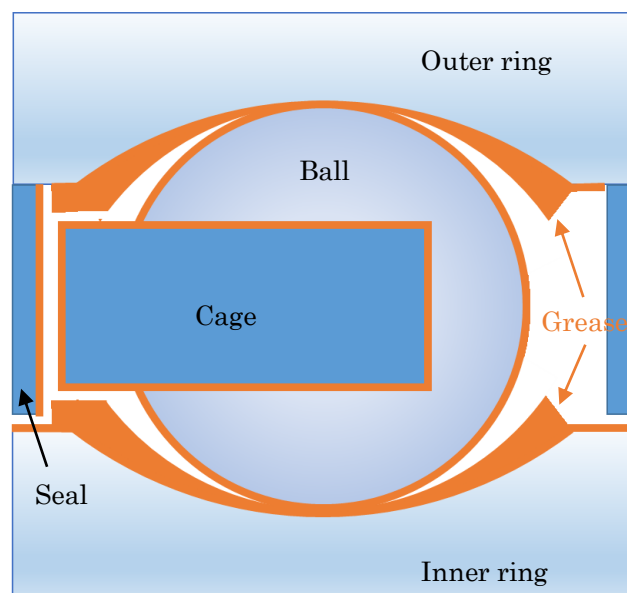


Fig. 1-7 An image of grease distribution after the channeling in a rolling bearing

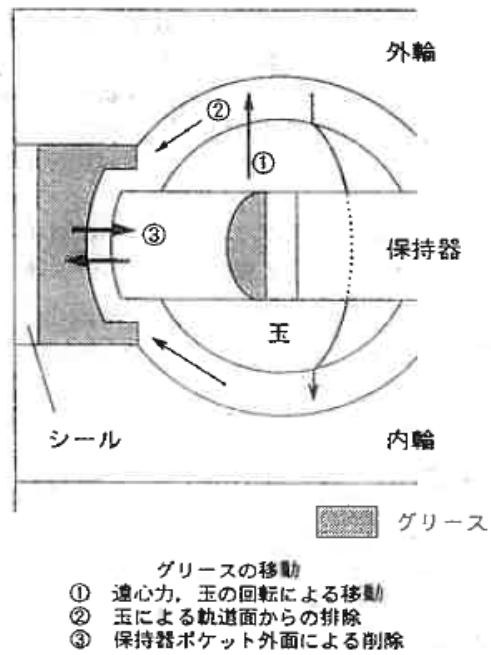


Fig. 1-8 Grease flow in a rolling bearing ²²⁾

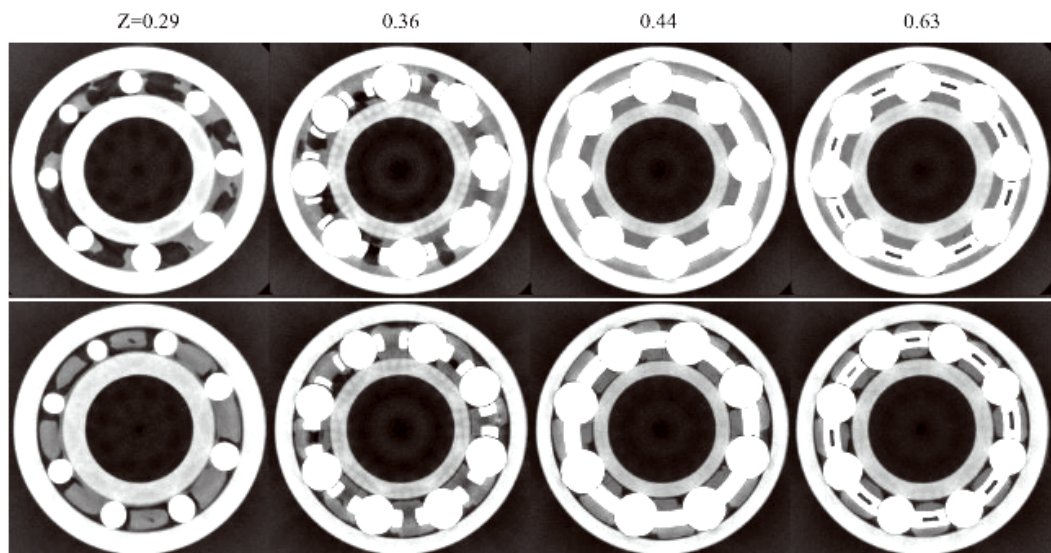


Fig. 1-9 Cross section of a ball bearing with grease using X-ray CT

(Upper : Initial state, Lower : After rotating) ²³⁾

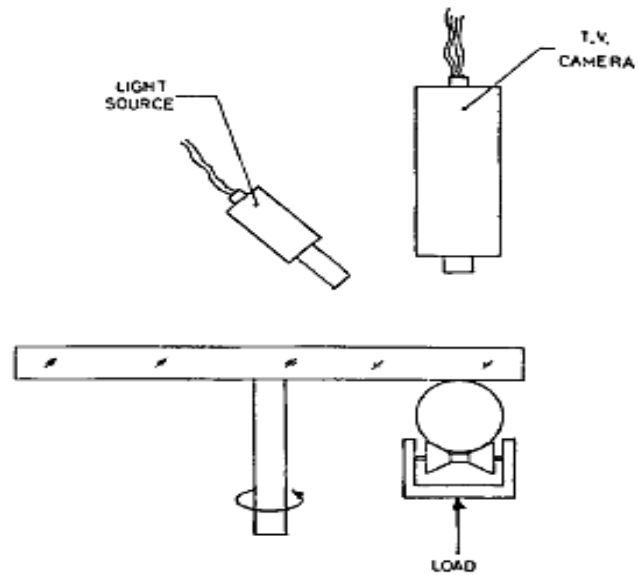


Fig. 1-10 The observation method of a contact area using ball / disk test apparatus ²⁴⁾

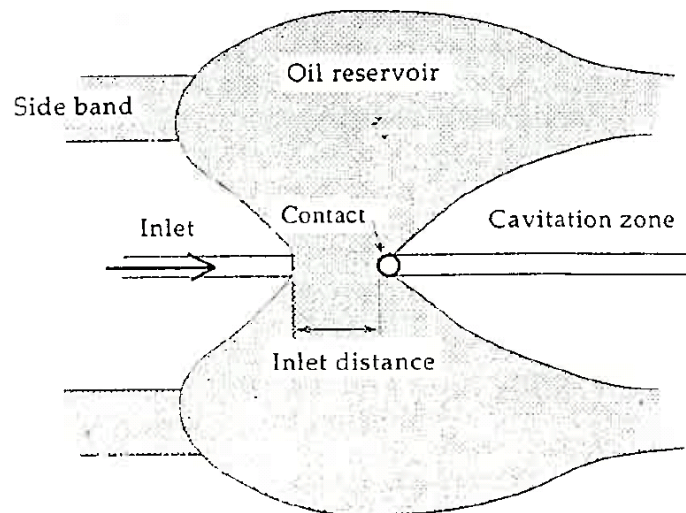


Fig. 1-11 The flow around the oil-lubricated contact area ²⁵⁾

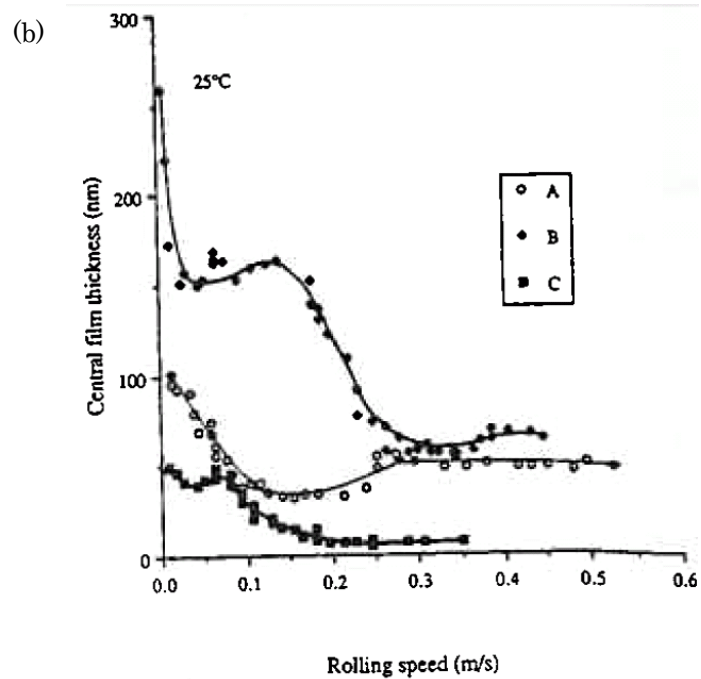
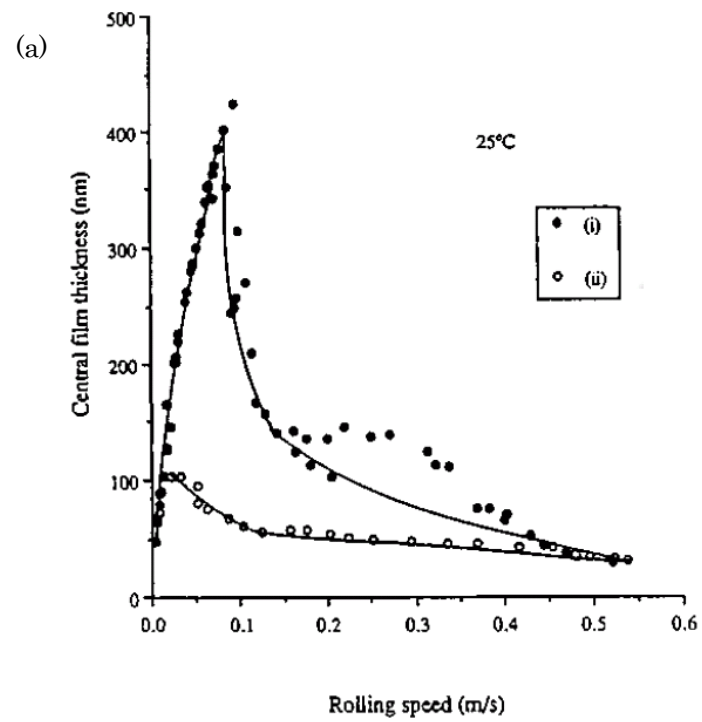


Fig. 1-12 Film thickness decay with increasing rolling speed, (a) lubricating oil, (b) greases ³¹⁾

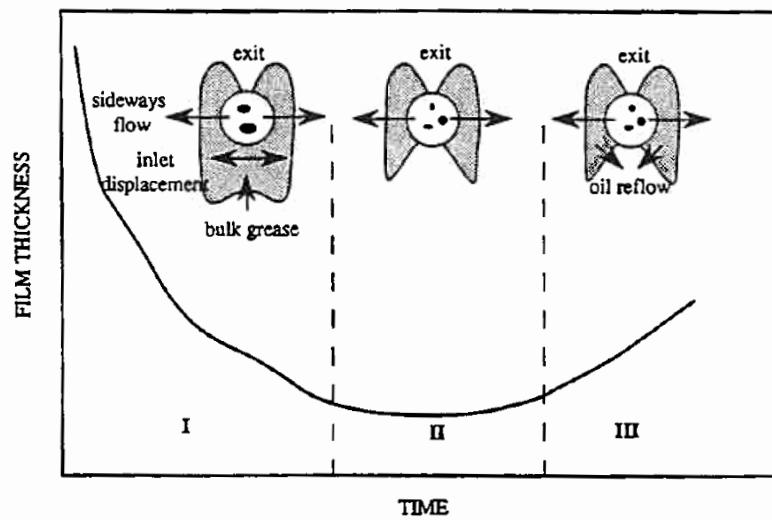


Fig. 1-13 The relationship between flow balance and film thickness in grease lubrication ²⁸⁾

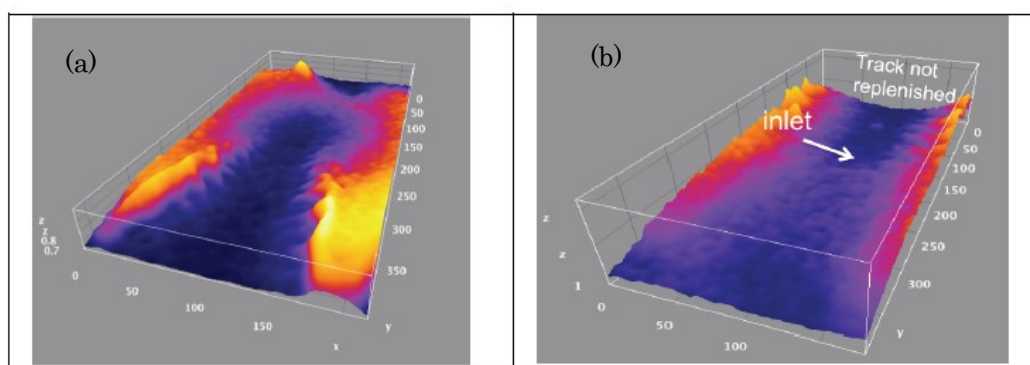


Fig. 1-14 Outside contact film map for flood and starved contact, (a) 1000 min⁻¹, (b) 300 min⁻¹ ³⁵⁾

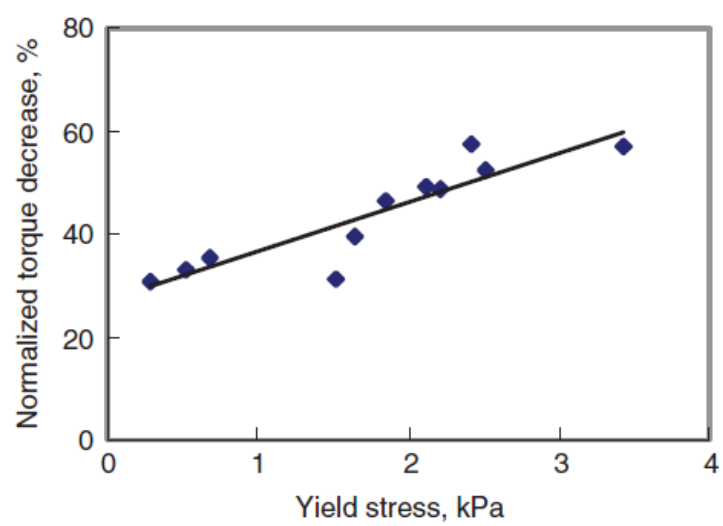


Fig. 1-15 Relationship between yield stress and torque decrease ¹⁷⁾

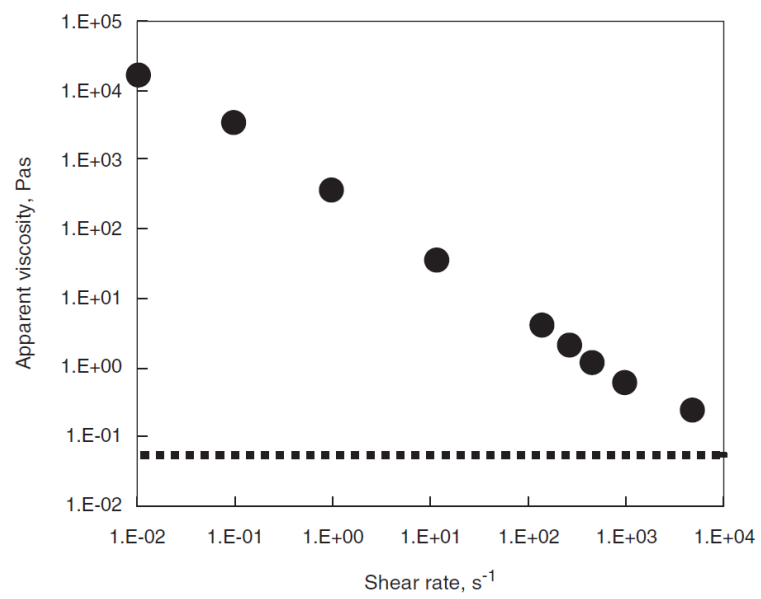


Fig. 1-16 Apparent viscosity against shear rate¹⁷⁾

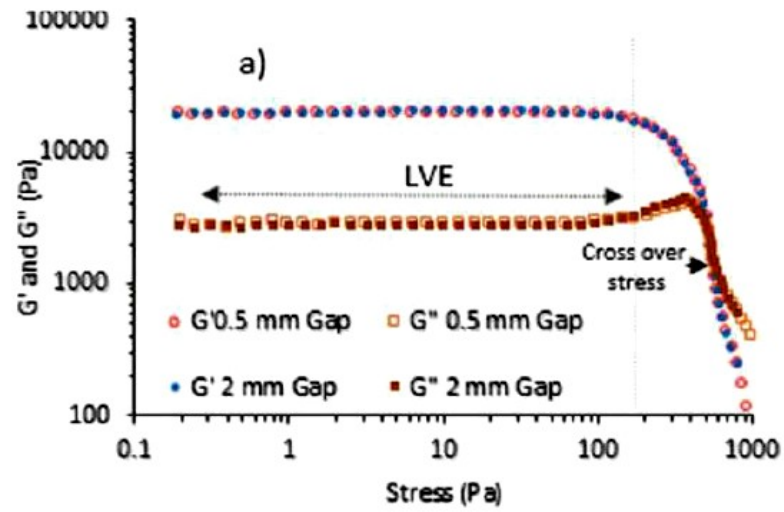


Fig. 1-17 Storage modulus and loss modulus against shear stress ⁴⁰⁾

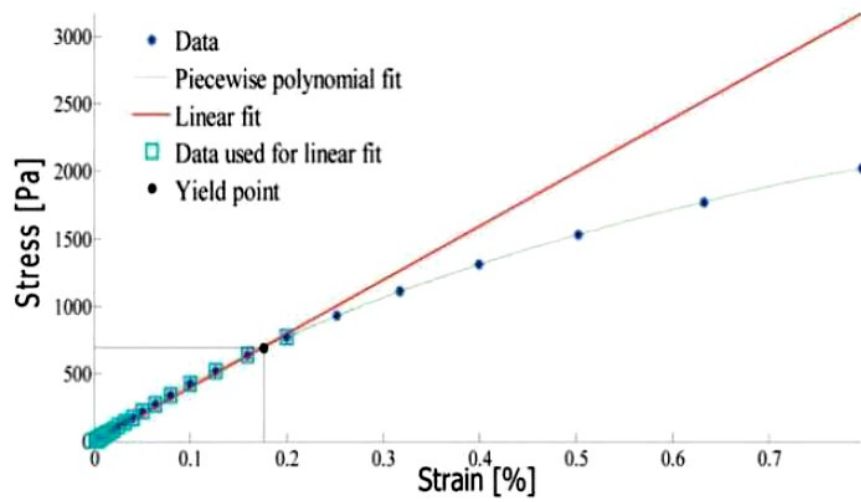


Fig. 1-18 Shear stress against strain ⁴⁰⁾

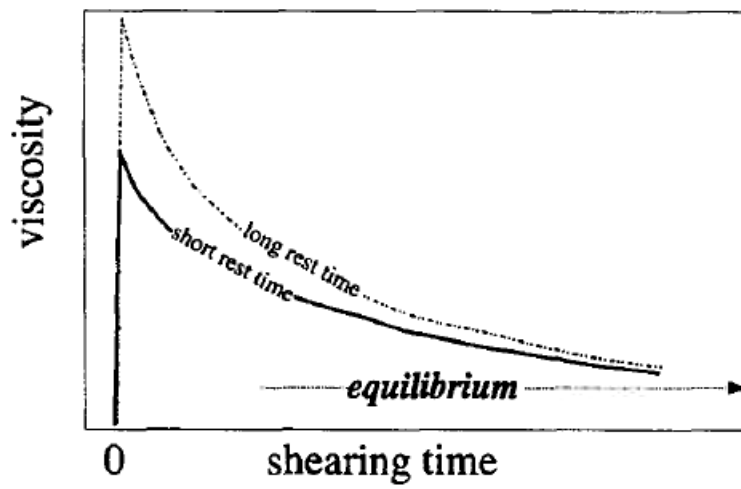


Fig. 1-19 Shearing a thixotropic liquid after short and long rest times ⁴⁴⁾

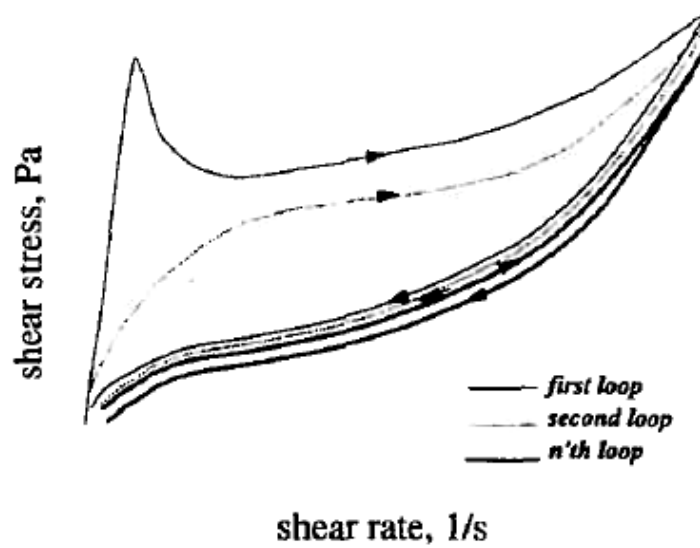


Fig. 1-20 A typical thixotropic-loop test ⁴⁴⁾

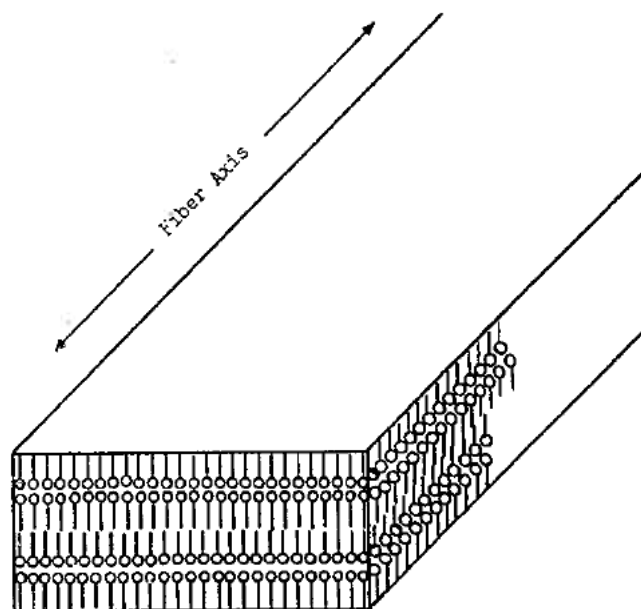


Fig. 1-21 Probable disposition of soap molecules in a soap fiber ⁴⁸⁾

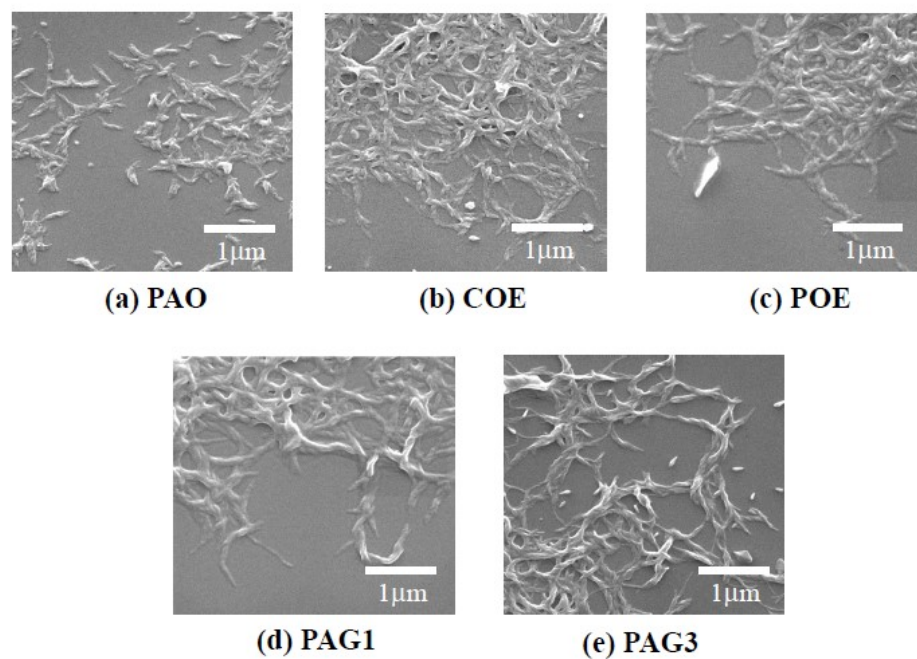


Fig. 1-22 SEM images of thickener fibers of the greases with different type of base oil ⁵¹⁾

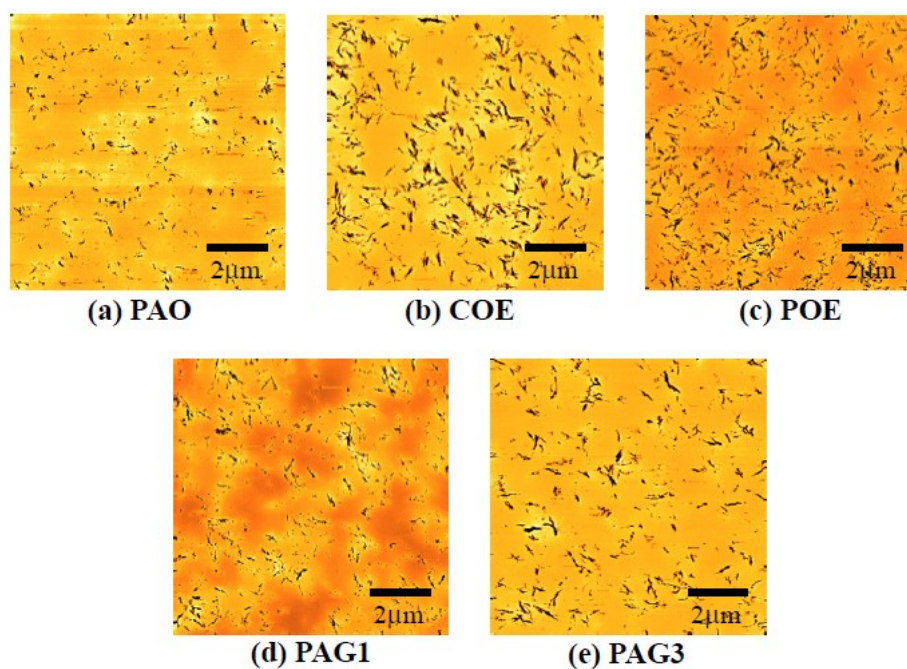


Fig. 1-23 AFM images of the greases with different type of base oil ⁵¹⁾

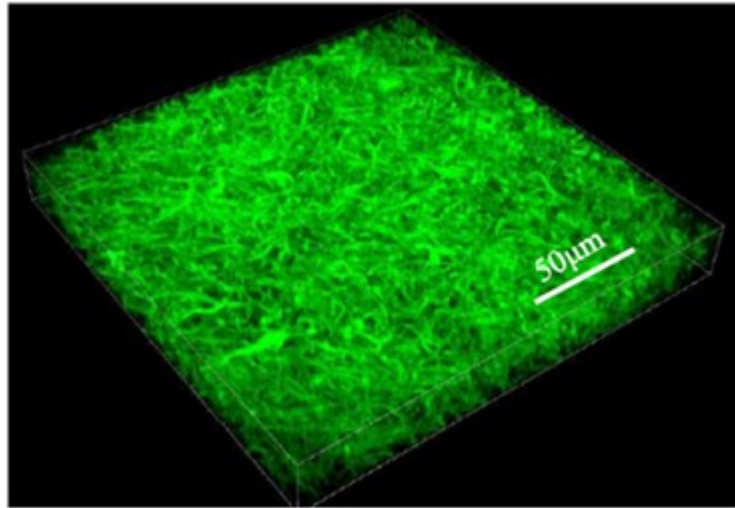


Fig. 1-24 3-dimensional image of a urea grease using CLFM ⁶⁰⁾

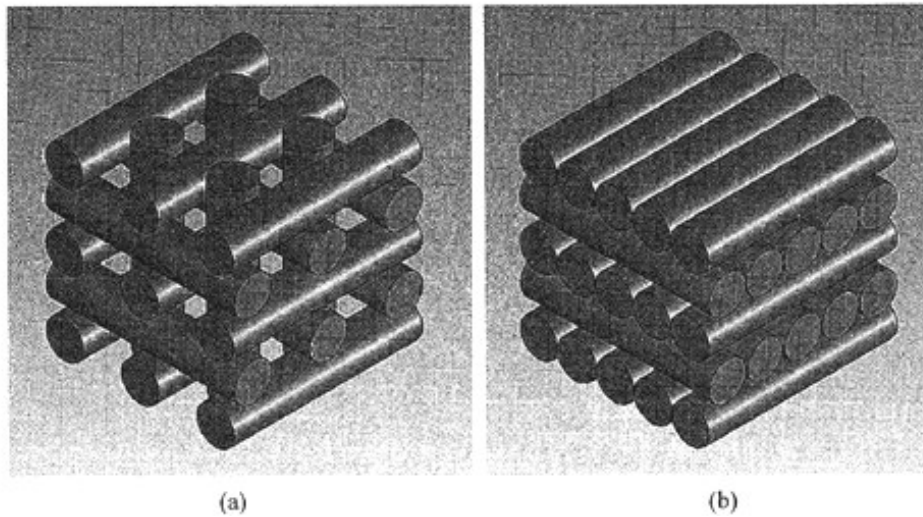


Fig. 1-25 Two fiber arrangements for their maximum fiber-volume fraction,
 (a) the orthogonal arrangement, (b) the perpendicular arrangement ⁶³⁾

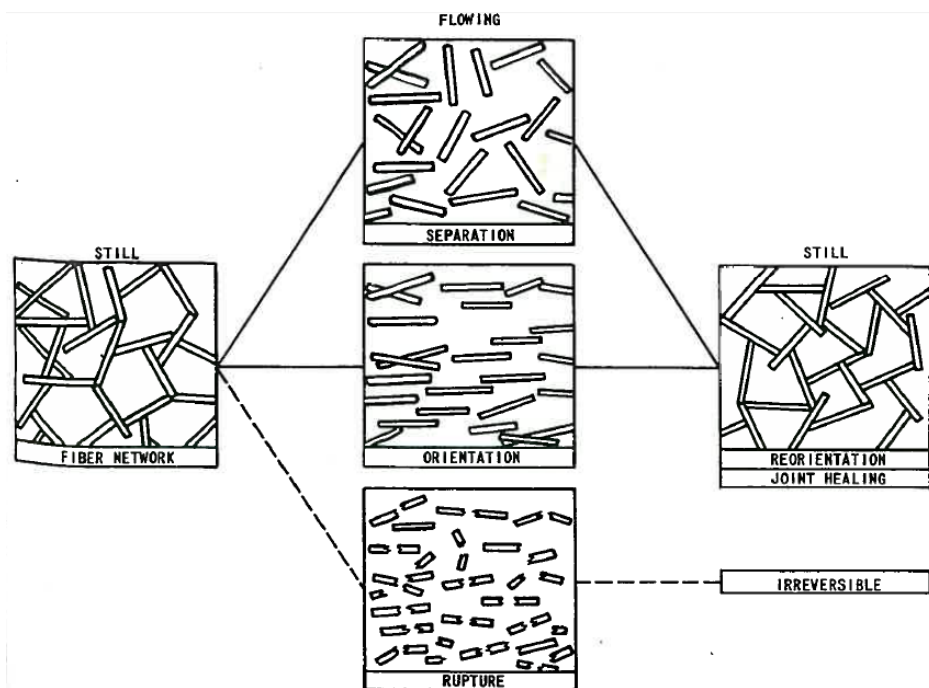


Fig. 1-26 A grease flow model ⁴⁷⁾

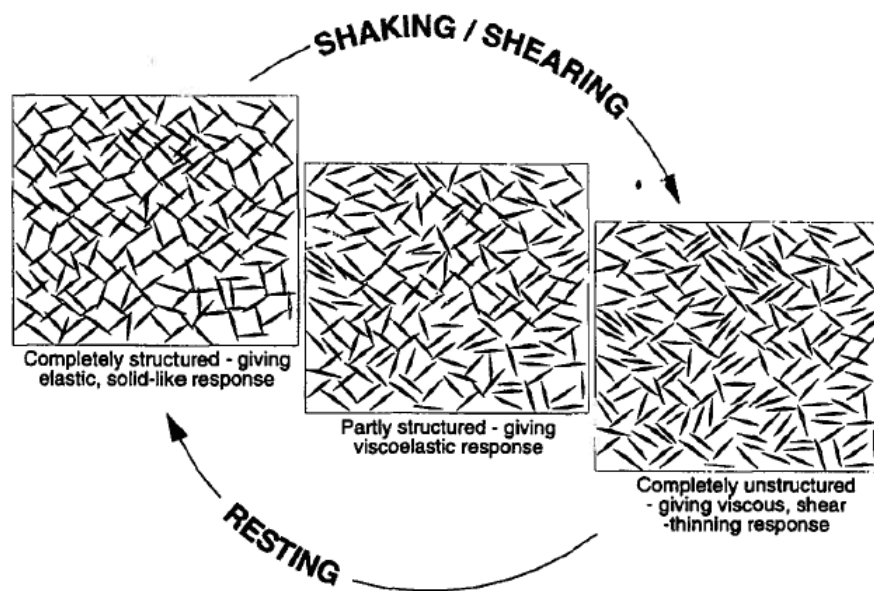


Fig. 1-27 Breakdown of a 3D thixotropic structure ⁴⁴⁾

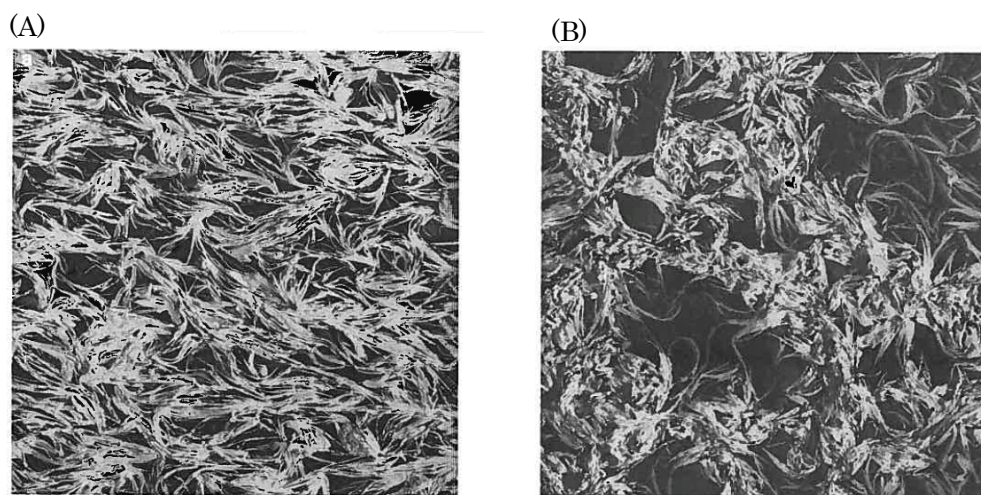


Fig. 1-28 AFM images of the grease, (A) Initial state, (B) After shear ⁶⁴⁾

第 2 章 グリースの流動特性と 軸受トルクの関係における 課題

2.1 本章の狙い

軸受トルクの発生要因は、かくはん抵抗、転がり摩擦およびすべり摩擦に大別することができ、これらの抵抗に影響する因子として、潤滑剤の粘性や抵抗発生部位に存在する潤滑剤の量、および油膜の形成状態が挙げられる。軸受トルクを低減する手法として、潤滑剤の基油動粘度を低減する手法が知られているが、低粘度化は、油膜厚さが減少するため直接接触が発生し、接触面でのすべり摩擦の増加を招く恐れがある。

グリース潤滑の場合、その流動特性に応じて、ミクロな領域では接触面へのグリースの再供給状態、マクロなスケールではチャンネリングなどの形で、軸受内でのグリースの分布状態が変化する。特にチャンネリング状態ではせん断を受けるグリースの量が減少するため、軸受トルクの低減が期待できることが知られている。

軸受トルクとグリースの分布状態、更にグリースの物性との相関関係を明らかにする試みとして、Oikawa ら¹⁷⁾ および横内⁶⁶⁾ は、12 ヒドロキシステアリン酸リチウム（以下、Li(12OH)St）を増ちょう剤としたグリースを用いて、グリースの降伏応力が、起動トルクと回転トルクの差を表す、トルク減少率と相関することを示した（Fig.1-15）。更に、チャンネリングしやすいほどトルク減少率が大きくなると考察している。

本章では、この降伏応力とトルク減少率の関係が種類の異なるグリースでも成り立つか確認するため、Oikawa ら¹⁷⁾ と増ちょう剤の種類が異なる、ステアリン酸リチウム（以下、LiSt）を増ちょう剤とするグリースを用いて評価を行った。

2.2 試験方法

2.2.1 試験グリース

試験用グリースは、増ちょう剤に LiSt、基油に 313 K における基油動粘度が約 30 mm²/s で、比誘電率が異なる 5 種類の潤滑油を用いた。基油の種類は、ポリ- α -オレフィン（以下、PAO）、炭酸エステル（以下、COE）、ポリオールエステル（以下、POE）および 2 種類のポリアルキレングリコール（以下、PAG1 および PAG3）である。ここで、比誘電率が高いほど基油の極性が高いといえ、基油と増ちょう剤の相互作用を見積もるための指標になり得ると考えられる。試験グリースの性状を Table 2-1 に示す。

各グリースは、508 K 以上で LiSt を基油に溶解した後、水冷したバットで冷却することによりグリース状とした。冷却後のグリースは、3 本ロールによりロール処理を行った。基油

および調製方法は Oikawa ら¹⁷⁾ と同等であり、増ちょう剤量は 15 wt% で一定とした。添加剤は配合していない。

グリースの一般性状として混和ちょう度を測定した。混和ちょう度は、JIS K 2220⁶⁷⁾ に従って、混和器を用いてグリースを 1 分間で 60 回混和させた後、Fig. 2-1 に示すように、規定のコーンを 5 秒間グリースに侵入させたときの深さから測定した。測定には、1/4 ちょう度計を用いた。ちょう度測定では、軟らかいグリースほどコーンが深く侵入し、高いちょう度値となる。

2.2.2 増ちょう剤繊維の観察法

増ちょう剤繊維の形成状態を確認するため、繊維形状の SEM 観察を行った。観察試料は、試験グリースを n-ヘキサンおよびアセトン中に分散させた後、脱脂して調製した。増ちょう剤繊維の像を Fig.2-2 に示す。参考として、横内⁶⁶⁾ が用いた Li(12OH)St を増ちょう剤としたグリースの増ちょう剤繊維の像を Fig.2-3 に示す。

2.2.3 降伏応力の測定法

試験グリースの降伏応力をレオメータにより測定した。グリースは弾性状態から粘性状態へ変化する際に明確な遷移点を有さないため、この遷移点の解釈の仕方によって、種々の降伏応力測定法⁴⁰⁾ が提案されている。本研究では、Oikawa ら¹⁷⁾ と同様に、損失正接 $\tan \delta$ ($=G''/G'$) が 1 となるときのせん断応力値を降伏応力とした。ここで G'' は動的損失弾性率であり、グリースの粘性的挙動を表し、 G' は動的貯蔵弾性率であり、グリースの弾性的挙動を表す。従って $\tan \delta > 1$ では粘性が弾性よりも強くなることを示す。

レオメータ測定では、壁面と試料の間でスリップが発生し、低せん断領域で測定結果が実際よりも低くなる場合がある。このスリップによる影響を受けにくい方法として、オシレーションモードで、ひずみ制御法⁴⁰⁾ を用いた測定を行った。ここで、Oikawa ら¹⁷⁾ はオシレーションモードの応力制御法で測定しているため、厳密には今回の測定法と測定条件が異なる。しかし、降伏応力の判定法が同様であるので、今回の結果と Oikawa らの結果の傾向比較は可能であると考ええる。

測定はプレート／プレート系、ギャップ 0.5 mm, 10 Hz, 303 K 条件で、ひずみを 0.01% から 1000% まで増加させて行った。測定は 2 回行い、平均値を算出した。本手法による降

伏応力を τ_{yl} とする．降伏応力 τ_{yl} の測定例として，ESt28 の測定結果を Fig.2-4 に，各グリースの測定結果を Table 2-1 に示す．

2.2.4 軸受トルクの試験法

軸受トルクは，Oikawa ら¹⁷⁾の方法と同様に，Fig.2-5 に示す試験機で軸受内輪を回転させ，外輪が連れまわる力を測定することで評価した．軸受は深溝玉軸受（呼び番号 6305，内径 25 mm，外径 62 mm，幅 17 mm⁸⁾）を用い，回転数 1800 min⁻¹，ラジアル荷重 29.4 N，アキシアル荷重 294 N，室温条件で 10 分間回転させた．グリースの封入量は軸受内空間容積の 35%とし，グリースの封入後は慣らし運転を行わずに，直ちに試験を開始した．トルク試験は各 2 もしくは 3 回行い，その平均値より起動トルク T_s および回転トルク T_r を導出した．起動トルクは回転直後の軸受トルク最大値とした．回転トルクは，試験最後の 20 秒間の平均値を用いた．軸受試験条件を Table 2-2 に示す．また，Oikawa ら¹⁷⁾の方法と同様に，トルク減少率 Td を下記式 (2-1) より算出した．

$$Td = (T_s - T_r) / T_s \times 100 \quad \cdots (2-1)$$

2.3 試験結果

増ちょう剤の種類によるトルク挙動の違いを比較評価するため，本研究の LiSt を増ちょう剤としたデータと，Oikawa らの Li(12OH)St を増ちょう剤としたデータ¹⁷⁾を対比して示す．

2.3.1 増ちょう剤繊維の形状

横内⁶⁶⁾は Li(12OH)St 系グリースの増ちょう剤繊維を観察し，Fig.2-3 に示されるように，基油の比誘電率が高くなるほど長繊維化する傾向があることを指摘している．LiSt 系グリースにおいては，Fig.2-2 に示すように，比誘電率が低い PAO を基油とした PSt25 で微細な繊維となる傾向を示したが，POE 基油の ESt28 と PAG1 基油の G1St30 を比較すると比誘電率が低い ESt28 に長い増ちょう剤繊維が確認され，基油の比誘電率と繊維長さに明確な相関は認められなかった．

LiSt 系グリースの増ちょう剤繊維は直線状のものが多く存在した (Fig.2-2) が，Li(12OH)St

系グリースの増ちょう剤繊維では、らせん形状のものが多く観察されている (Fig.2-3) . これは LiSt と Li(12OH)St の分子構造とその結晶構造の違いに由来すると考えられる.

増ちょう剤繊維の長さや形状は、増ちょう能力や、せん断力が印加された時の流動特性に影響を与えると考えられるが、本観察からは、混和ちょう度や降伏応力との相関性は不明確であった.

2.3.2 混和ちょう度

試作グリースおよび Oikawa ら¹⁷⁾ が用いたグリースについて、基油ごとの混和ちょう度を Fig.2-6 に示す. 本試験の LiSt 系と Oikawara らの Li(12OH)St 系は増ちょう剤量が異なり、LiSt 系では 15 wt%, Li(12OH)St 系では 11 wt%である.

Fig.2-6 に示されるように、LiSt 系および Li(12OH)St 系の混和ちょう度は、それぞれ増ちょう剤量が一定であっても、増ちょう剤と基油の組み合わせにより変化した. LiSt を増ちょう剤とした場合は、PAO 基油の PSt25 で最も低い混和ちょう度、PAG1 基油の G1St30 で最も高い混和ちょう度を示し、その差は 55 であった. ちょう度差 55 は、ちょう度番号⁶⁷⁾で 1 以上の差に相当し、有意な差があるといえる.

Li(12OH)St を増ちょう剤とした場合、POE 基油を用いたときに最も低い混和ちょう度、PAG3 基油品において最も高い混和ちょう度を示し、LiSt 系と基油による混和ちょう度の順列が異なった. LiSt 系と Li(12OH)St 系を比較すると、POE よりも比誘電率が低い PAO、COE を基油とした場合にちょう度の順列の違いが顕著であり、LiSt 系では、PAO 基油および COE 基油の方が POE 基油よりも混和ちょう度が低くなるのに対し、Li(12OH)St 系では逆に、PAO 基油および COE 基油の方が POE 基油よりも混和ちょう度が高くなる傾向を示した.

COE 基油品では、LiSt が 15 wt%, Li(12OH)St が 11 wt%と増ちょう剤量が異なるが、ほぼ同等の混和ちょう度を示した. また、POE 基油、PAG1 基油では、Li(12OH)St の方が低増ちょう剤量であるにも関わらず混和ちょう度が低く、強い増ちょう剤繊維による構造 (以下、増ちょう剤構造) を作る傾向を示した. PAO 基油、PAG3 基油に対しては、LiSt 系の方が低い混和ちょう度となっており、本試験の範囲では LiSt と Li(12OH)St で、増ちょう能力に明確な差は認められなかった.

2.3.3 降伏応力

試験グリースの降伏応力を Fig.2-7 に示す. 比較として Oikawa ら¹⁷⁾ による Li(12OH)St 系の降伏応力を Fig.2-8 に示す. LiSt 系の降伏応力は, 混和ちょう度と同様に基油の種類により異なり, COE 基油の CSt25 で最も高い降伏応力, PAG1 基油の G1St30 で最も低い降伏応力を示し, CSt25 は G1St30 の 2 倍程度高い降伏応力を示した (Fig.2-7). Li(12OH)St 系では POE 基油で最も高い降伏応力を示すのに対して, PAO 基油および PAG3 基油は低い降伏応力を示しており (Fig.2-8), 基油との組み合わせによる降伏応力の順列は LiSt 系と Li(12OH)St 系で異なった.

2.3.4 軸受トルク

グリースによる軸受トルク挙動の違いを確認するため, 深溝玉軸受 6305 を用いて軸受トルクを評価した. 試験結果例として, 降伏応力の差が大きいグリースである CSt25 と G1St30 の軸受トルク時間変化を Fig.2-9 に示す.

Fig.2-9 に示されるように, 軸受トルクは初期に高い値を示した後に時間とともに低減し, その低減の程度は, 時間とともに小さくなっていく傾向を示した. LiSt 系グリースである CSt25 と G1St30 の軸受トルクは, 降伏応力に差があるにも関わらず同様な時間変化を示した.

Oikawa ら¹⁷⁾ による Li(12OH)St 系グリースでの軸受トルク評価結果例を, Fig.2-10 に示す. Fig.2-10 に示されるように, Li(12OH)St 系では降伏応力の差が大きい POE 基油品と PAG3 基油品で, トルクの時間変化挙動が異なることが報告されている. POE 基油品では, 本研究における CSt25 と G1St30 と同様に, 軸受トルクが時間とともに低減する傾向を示すが, PAG3 基油品では 300 sec までわずかにトルクが低減した後, 若干トルクが上昇する傾向が示されている.

Fig.2-9 と Fig.2-10 を比較すると, 回転直後のトルクの減少速度に違いが認められ, LiSt 系の CSt25 と G1St30 は Li(12OH)St 系の POE 基油品よりも回転直後のトルクの減少速度が速い傾向を示した.

試験グリースの起動トルク T_s と回転トルク T_r を Fig.2-11 に示す. LiSt 系グリースの起動トルクは, POE 基油品である ES28 が最も低い傾向を示した. 一方回転トルクは, 誤差範囲を考慮すると各グリースでほとんど差が認められなかった. 比較として, Oikawa ら¹⁷⁾ に

よる Li(12OH)St 系グリースの起動トルクと回転トルクを Fig.2-12 に示す. Li(12OH)St 系では, 基油の種類の違いによりトルク値が大きく変化する傾向があり, POE 基油品は起動トルクが最も高く, かつ回転トルクが最も低い. このように, LiSt 系と Li(12OH)St 系では, Li(12OH)St 系の方が基油の違いによる軸受トルクの時間変化が大きい傾向を示した.

2.4 考察

2.4.1 軸受トルクの発生要因

グリースによって軸受トルクの挙動が異なった要因を考察するため, 軸受内のどの部位の抵抗がトルクの時間変化に大きく影響するか推定を行った.

油膜が十分に形成されている場合, 転がり軸受の全摩擦モーメント M は, 荷重に無関係なモーメント M_0 と, 荷重に依存するモーメント M_I から成り立つと提案されており, 式 (2-2) ~ 式 (2-7) から計算される⁶⁸⁾.

$$M = M_0 + M_I \quad \dots (2-2)$$

$$M_0 = f_0 \cdot 10^{-7} \cdot (\nu \cdot n)^{2/3} \cdot d_m^3 \quad \dots (2-3)$$

$$M_I = f_I \cdot P_I \cdot d_m \quad \dots (2-4)$$

$$f_I = a \cdot (P_0 / C_0)^{0.5}, \quad a = 0.0005 \sim 0.0009 \quad \dots (2-5)$$

$$P_I = F_r, \text{ または } 3.3F_a - 0.1F_r \text{ の大きい値} \quad \dots (2-6)$$

$$d_m = (D + d) / 2 \quad \dots (2-7)$$

ここで, f_0 は, 軸受形式と潤滑方法を考慮した係数で深溝玉軸受の場合, 1.5 から 2 の間をとる. ν は運転時の油またはグリースの粘度, n は回転速度, f_I は荷重の大きさと方向を考慮した係数, P_0 は軸受に負荷する等価荷重, C_0 は静定格荷重, P_I は摩擦モーメントに決定的影響を及ぼす荷重, d_m は転動体のピッチ円径である.

本試験条件での油膜パラメータ Λ は約 5.6 であり, 表面粗さよりも十分厚い油膜を形成しているため, 式 (2-2) が適用できる条件といえる. 横内⁶⁶⁾ は本試験条件における M の計算を行い, f_0 を 1.75, a を 0.007 としたとき, M_I は最大でも M に対して 15% 程度であることを示しており, M_0 の影響が大きいことを指摘した.

M_I は荷重に依存するモーメントであり, 荷重の負荷部, すなわちリングと転動体の接触

面で発生する転がり摩擦が影響する。一方 M_0 は M_I 以外の部分の抵抗を表し、下記の発生要因が挙げられる。

- ・ 保持器や転動体が潤滑剤や空気から受けるかくはん抵抗
- ・ 保持器と転動体間でのすべり摩擦
- ・ 軌道輪とシールの間でのすべり摩擦
- ・ 軌道輪と保持器間でのすべり摩擦
- ・ 転動体もしくは保持器とシールの間でのすべり摩擦

M_0 および M_I が発生する部位の例を Fig.2-13 示す。

M_0 を構成する摩擦の発生要因の中で、回転初期に大きく変化するものとして、かくはん抵抗や保持器とリングなどの空隙に介在するグリースによる抵抗が挙げられ、これらにはグリースの粘性抵抗が影響する。

このグリースによる粘性抵抗に影響する因子として、抵抗となるグリースの量とグリース自体の粘性が挙げられる。このグリースの量と粘性は、軸受内のグリースの分布の影響を受け、チャンネリング状態とチャーニング状態で大きく変わると考えられる。すなわち、チャンネリング状態では、チャーニング状態と比較して抵抗となるグリースの量が少なくなるため、トルクが低くなる。グリースの分布状態は時間により変化し、十分に時間を経ると、チャンネリング状態に落ち着くと考えられ¹⁹⁾、グリースの分布による軸受トルクの変化は、式 (2-3) の係数 f_0 が変化することにあたる⁶⁶⁾。

軸受トルクが回転初期に大きく低減するタイプのグリースは、早期にチャンネリング状態となり、グリースによる粘性抵抗が低減していると考えられる。Oikawa ら¹⁷⁾ は、Fig.2-10 における POE 基油品はチャンネリング型、PAG3 基油品はチャーニング型であると指摘しており、Fig.2-9 に示される G1St30 および CS30 は、POE 基油品と同様な挙動を示すため、POE 基油品と同様にチャンネリング型であると言える。

2.4.2 チャンネリングの指標と降伏応力の関係

チャンネリングやチャーニングは軸受トルク特性に大きく影響するが、軸受内部のグリースの分布を把握することは困難なため、トルクの測定結果や試験後のグリース分布観察結果を基に、定性的に議論されている。

Oikawa ら¹⁷⁾ はグリースのチャンネリング性を定量的に表現することを試み、チャンネ

リング性が強いほど、回転トルクが起動トルクよりも低くなる点に着目して、回転トルクと起動トルクの差を用いて、式 (2-1) で表されるトルク減少率を設定した。ここで、トルク減少率が大きいほどチャンネリング性が強いと考えられる。

チャンネリングやチャーニングのしやすさには、回転速度などの運転条件やグリースの流動特性が影響し、流動特性の中でも降伏応力の影響が指摘されている¹⁹⁾。降伏応力は、グリースが流動し始める応力を表し、その値が高いほど、流動するために強いせん断力を必要とする。このため、降伏応力が高いほど、溝肩などのせん断力が弱い部分に存在するグリースは流動しにくく、軸受内のグリースの分布状態はグリースの層にすきまが形成された状態、すなわちチャンネリング状態になりやすいと考えられる。

Oikawa ら¹⁷⁾ は、チャンネリング性と関連するグリースの物性を見出すため、グリースの降伏応力とトルク減少率の関係を整理した。降伏応力として、損失正接 $\tan \delta (=G''/G')$ が 1 となるときのせん断応力値を用いた結果、Fig.1-15 に示すように、Li(12OH)St 系グリースにおいて、降伏応力が高いほどトルク減少率が大きくなる傾向があることを示した。

Li(12OH)St 系グリースでは、Fig.2-12 に示されるように、増ちょう剤量が一定でも基油の種類によって起動トルクと回転トルクが変化する傾向を示した。しかし、本試験での LiSt 系グリースでは、Fig.2-11 に示されるように、基油の種類が変わっても起動トルクと回転トルクの変化が少ないため、チャンネリングの程度は大きく変わらず、同様なトルク減少率を示すことが予想される。

LiSt 系グリースでの降伏応力とトルク減少率の関係を Fig.2-14 に示す。Fig.2-11 から予想されたように、LiSt 系ではトルク減少率の変化が小さく、本試験の範囲で降伏応力 τ_{y1} とトルク減少率に正の相関は認められなかった。

LiSt 系と Li(12OH)St 系の降伏応力とトルク減少率を、同一のグラフ上にプロットした結果を Fig.2-15 に示す。LiSt 系は Li(12OH)St 系よりもトルク減少率が高く、LiSt 系が Li(12OH)St 系よりもチャンネリングしやすい傾向を示した。星野⁵²⁾ は Li(12OH)St 系の方が LiSt 系よりもチャンネリングしやすいと指摘しており、本研究の結果と逆の傾向となる。

星野は、鉱油を基油としたグリースの評価より、増ちょう剤によって流動性に差が生じる原因として、増ちょう剤のマクロな分散状態およびその三次元的な絡まり合いの程度と結合の強さを指摘しており、せん断により増ちょう剤繊維による構造が、容易に崩れるとともに回復しやすいものが、チャンネリングしやすいと推察した。また、グリース製造時

のロール処理によっても流動特性が変化することを示した。本研究で LiSt 系の方がチャンネルリングしやすい結果が得られた要因として、基油の種類やグリースの製造方法の流動特性への影響の違いが考えられる。

2.2.3 節に述べたように、グリースの降伏応力は種々の方法で測定されている。このため、降伏応力の測定法によるトルク減少率との関係を調査した。

Cyrac ら⁴⁰⁾ は降伏応力の測定法について比較調査を行い、低ひずみ条件での応力の直線性が 0.5 % 外れる応力値を降伏応力とする手法を提案している。この測定法は弾性状態が失われる応力に着目しており、弾性から粘性への遷移に敏感な手法である。この手法による降伏応力を τ_{y2} とした場合、降伏応力 τ_{y2} は本評価での降伏応力 τ_{y1} と比べて値が低くなる。この降伏応力 τ_{y2} とトルク減少率の関係を調査した。

τ_{y1} を導出したデータと同一のレオメータ測定データを用いて、低ひずみ条件での応力の直線性（相関係数）が、 $R^2 > 99.5\%$ となる応力値を、降伏応力 τ_{y2} として導出した。この結果、Fig.2-16 に示すように τ_{y2} は τ_{y1} よりも 1/2 以上低い値を示した。

τ_{y1} と τ_{y2} の関係を Fig.2-17 に示す。PAO 基油品は、他のグリースと比べて、 τ_{y1} に対して τ_{y2} が高くなっており、 τ_{y1} と τ_{y2} の間に明確な関係が認められなかった。この結果は降伏応力の判定基準を反映しており、PAO を基油とした場合、ひずみがかかった場合に弾性状態を維持しやすいことを示している。

τ_{y2} とトルク減少率の関係を Fig.2-18 に示す。 τ_{y1} の場合 (Fig.2-14) と同様に、 τ_{y2} とトルク減少率に正の相関は認められなかった。前述のように、降伏応力が高いほどチャンネルリング状態になりやすく、トルクの時間変化が大きくなると想定した。しかし以上の結果より、チャンネルリングには降伏応力だけでなく、増ちょう剤の種類の影響が認められた。

2.4.3 混和ちょう度と降伏応力の関係

LiSt 系と Li(12OH)St 系では、基油の種類と混和ちょう度 (Fig.2-6) および降伏応力 (Fig.2-7, 2-8) の関係に違いが認められた。このため、基油の物性として比誘電率に着目し、比誘電率と混和ちょう度および降伏応力の関係を Fig.2-19 に整理した。この結果、LiSt 系では比誘電率 5.4 の PAG1 基油で混和ちょう度が最大および降伏応力が最小となったのに対し、Li(12OH)St 系では、比誘電率 2.3 の POE 基油で混和ちょう度が最小および降伏応力が最大となった。

混和ちょう度や降伏応力などのグリースの流動特性には、増ちょう剤繊維による構造が影響し、この構造には増ちょう剤繊維の長さ、形状、量、グリース中での分布状態、基油と増ちょう剤の相性などが関係していると考えられる。基油が異なる場合、Fig.2-2 および Fig.2-3 に示されるように増ちょう剤繊維の形状も変化しており、LiSt 系と Li(12OH)St 系で基油による流動特性が異なった原因には、基油と増ちょう剤の組み合わせによる繊維形状の変化や、グリース内での基油と増ちょう剤の相互作用力の違いなど複数の要因が含まれると考えられる。

LiSt 系と Li(12OH)St 系の混和ちょう度と降伏応力の関係を Fig.2-20 に示す。LiSt 系および Li(12OH)St 系ともに降伏応力と混和ちょう度には相関関係が認められ、降伏応力が高いほど混和ちょう度が低くなる傾向を示した。LiSt 系と Li(12OH)St 系の混和ちょう度と降伏応力を同一のグラフ上にプロットした結果を、Fig.2-21 に示す。LiSt 系と Li(12OH)St 系の降伏応力は厳密には異なる手法で測定したが、 $G''/G' = 1$ となる応力を降伏応力とする点では同様な評価法となっており、両増ちょう剤系の降伏応力と混和ちょう度の相関関係は同様な傾向を示した。

2.4.4 軸受トルクの推定における課題

トルク減少率は、起動トルクと回転トルクの測定値を用いて算出しており、本評価においては 10 分間回転したときのトルクを回転トルクと設定した。しかし、Fig.2-9 に示されるように、軸受トルクは試験終了時も減少傾向にあったため、十分長く試験を行った場合には、グリースによってトルクの減少の程度が変化する可能性がある。従って、チャンネルリングの評価法として、トルク減少率は改善の余地があると考えられる。

また、グリースの種類や流動特性から起動トルクや回転トルクを推定する手法は明確になっておらず、これらのトルクと相関関係を持つグリースの物性を明らかにすることが課題として挙げられる。

2.5 本章のまとめ

本章では、軸受トルクの発生部位が、リングと転動体の接触面と、接触面を除く部位に分けて考えることができることを示し、接触面を除く部位での抵抗に影響するチャンネルリングに着目して、軸受トルク挙動とグリースの流動特性の関係について調査した。チャン

ネリングの指標として、Oikawa ら¹⁷⁾ の報告より、起動トルクと回転トルクの差と起動トルクの比であるトルク減少率を用い、深溝玉軸受を用いてステアリン酸リチウム系グリースの軸受トルク評価を行った。この結果得られたトルク減少率と降伏応力の関係を、Oikawa らによる 12 ヒドロキシステアリン酸リチウムの結果と比較することにより、以下の知見が得られた。

- ・異なる種類の基油を用いた場合、ステアリン酸リチウム系グリースは 12 ヒドロキシステアリン酸リチウム系グリースよりもチャンネリングしやすい傾向を示す。
- ・ステアリン酸リチウムを増ちょう剤とし、基油が異なるグリースにおいて、降伏応力とトルク減少率に相関は認められず、12 ヒドロキシステアリン酸リチウムを用いた先行研究と異なる傾向を有する。
- ・チャンネリングには、降伏応力だけでなく、増ちょう剤の種類が影響する。

本章では、軸受トルクへのリングと転動体の接触面で発生する抵抗の影響については考察していないため、第 3 章において、接触面で発生する抵抗が起因となる軸受トルクへの、グリースの再供給とグリースの流動特性の影響を詳細に評価する。また、グリースの流動特性への増ちょう剤の種類の影響など、増ちょう剤繊維による構造と流動特性の関係を第 4 章で調査し、第 5 章において、軸受トルクへの再供給およびチャンネリングの影響の確認結果を用いて、軸受トルクを低減するためのグリースの設計指針を考察する。

Table 2-1 Properties of test greases

	PSt25	CSt25	ES28	G1St30	G3St29
Base oil	Poly alpha olefin (PAO)	Carbonate ester (COE)	Polyol ester (POE)	Poly alkylene Glycol (PAG1)	Poly alkylene Glycol (PAG3)
Kinematic viscosity of base oil at 313 K, mm ² /s	31.0	31.6	33.0	33.0	29.8
Base oil relative dielectric constant at 1 MHz	2.1	2.2	2.3	5.4	8.1
Thickener	Lithium stearate				
Thickener concentration, wt%	15				
Worked penetration	245	254	279	300	285
Yield stress, Pa	1340	1810	1080	910	1260

Table 2-2 Bearing test condition

Bearing type	6305 (Inner diameter 25 mm, Outer diameter 62 mm, Width 17 mm) ⁸⁾
Grease filling amount	3.4 g
Rotating speed	1800 min ⁻¹
Radial load	29.4 N
Axial load	294 N
Temperature	Room temperature
Duration	10 min

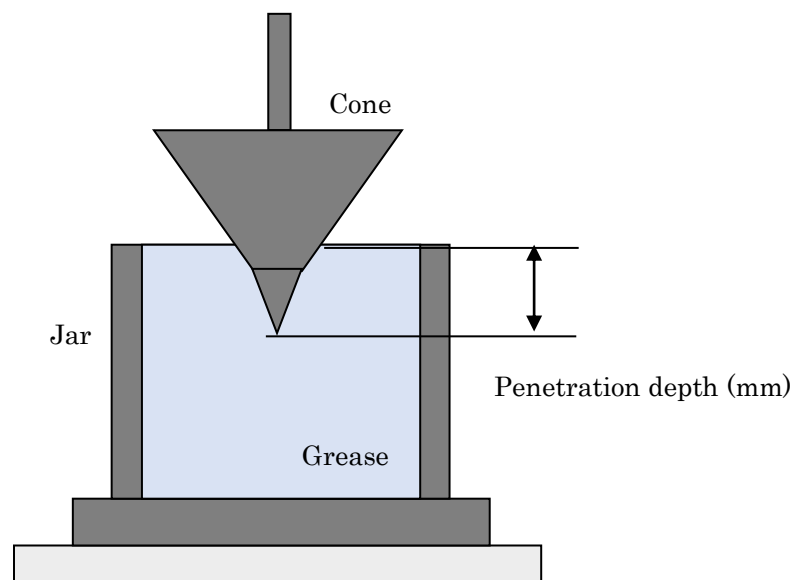
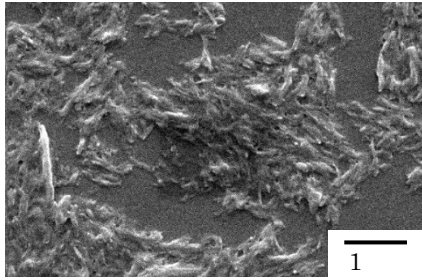
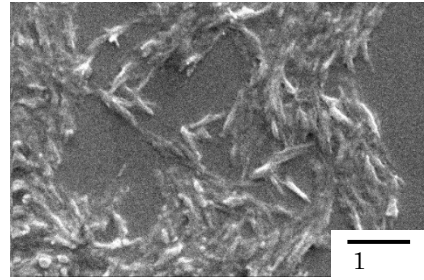


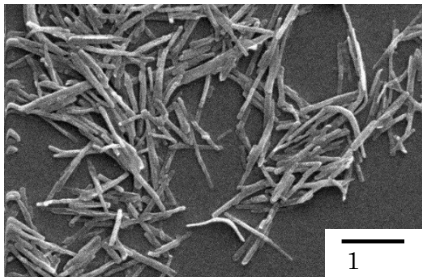
Fig. 2-1 A schematic image of worked penetration measurement



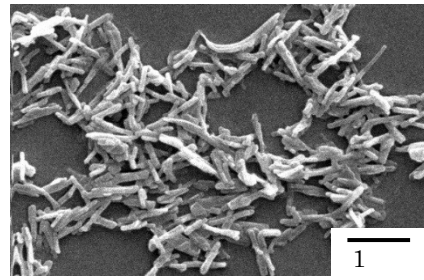
(a) PSt25



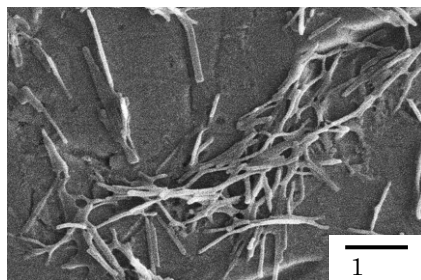
(b) CSt25



(c) ESt28

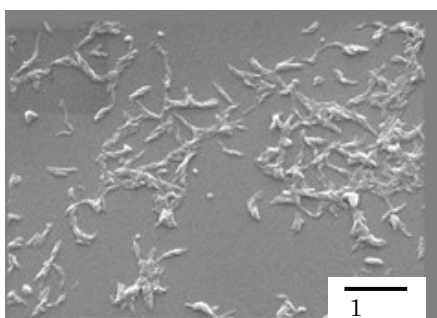


(d) G1St30

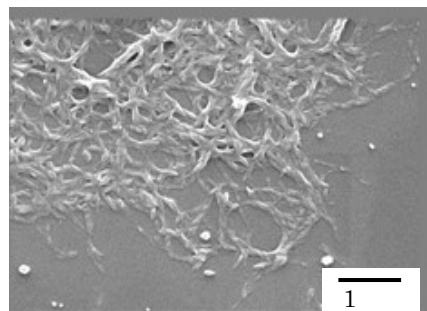


(e) G3St29

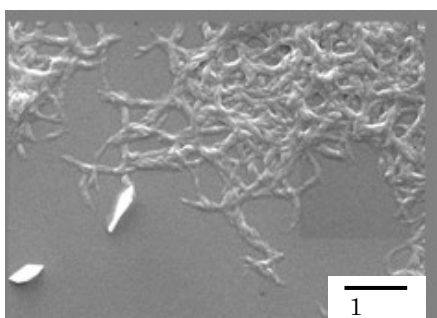
Fig. 2-2 Thickener images of test greases



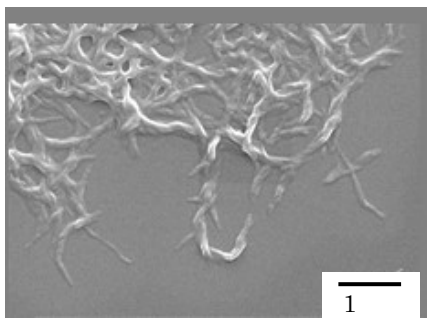
(a) PAO



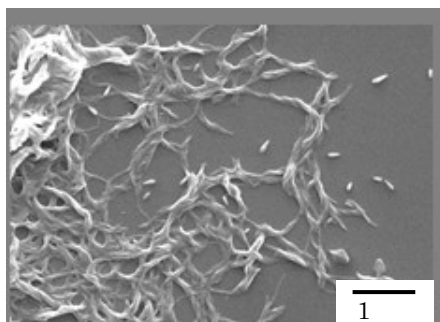
(b) COE



(c) POE



(d) PAG1



(e) PAG3

Fig. 2-3 Thickener images of Li(12OH)St greases ⁶⁶⁾

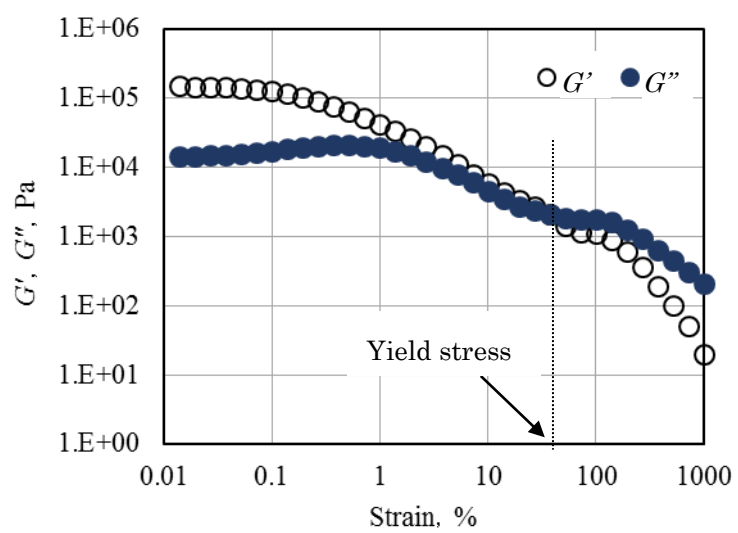


Fig. 2-4 An example of measurement of yield stress (ESt28)

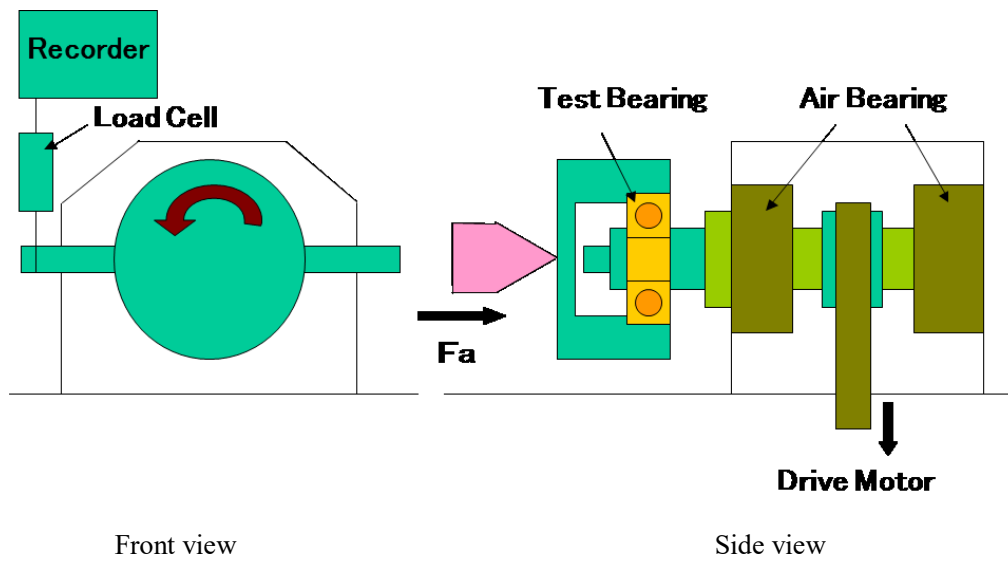


Fig. 2-5 Schematic diagram of the bearing torque test apparatus ¹⁷⁾

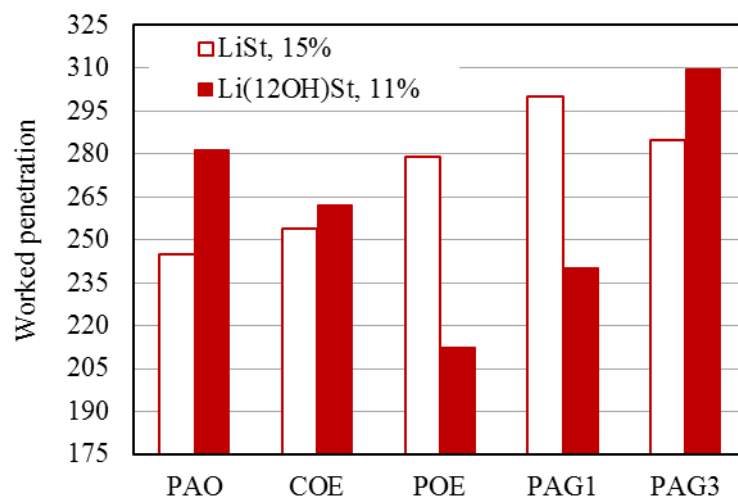


Fig. 2-6 Worked penetration of test greases with different type of base oils

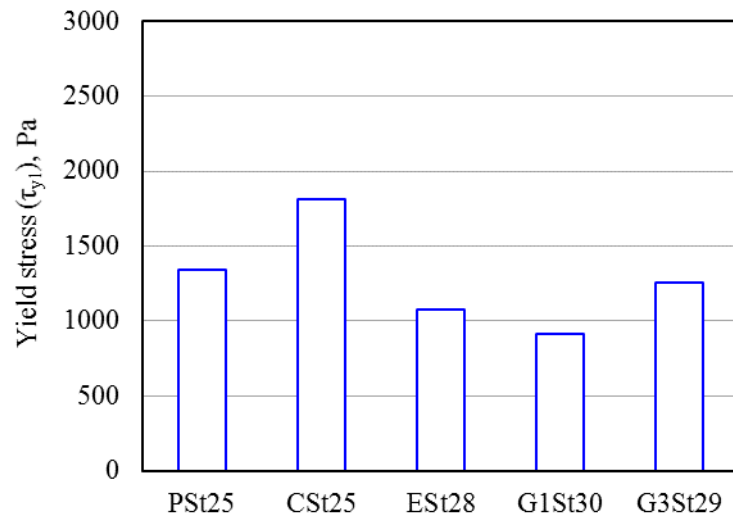


Fig. 2-7 Yield stress ($\tau_{y/l}$) of test greases with different type of base oils

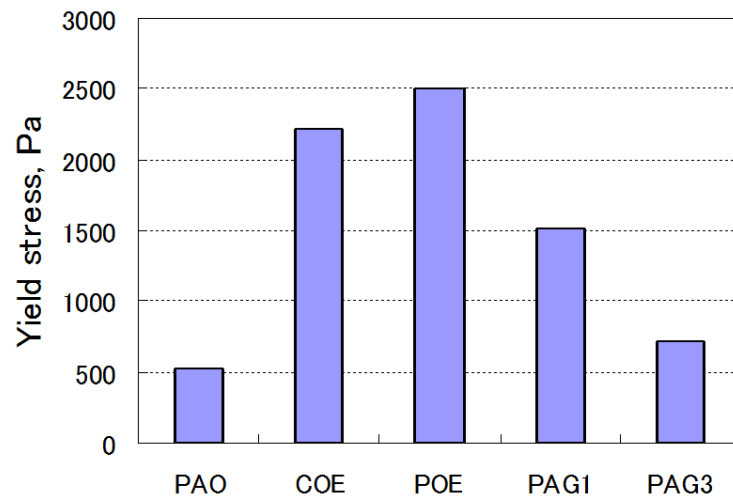


Fig. 2-8 Yield stress of Li(12OH)St greases with different type of base oils ¹⁷⁾

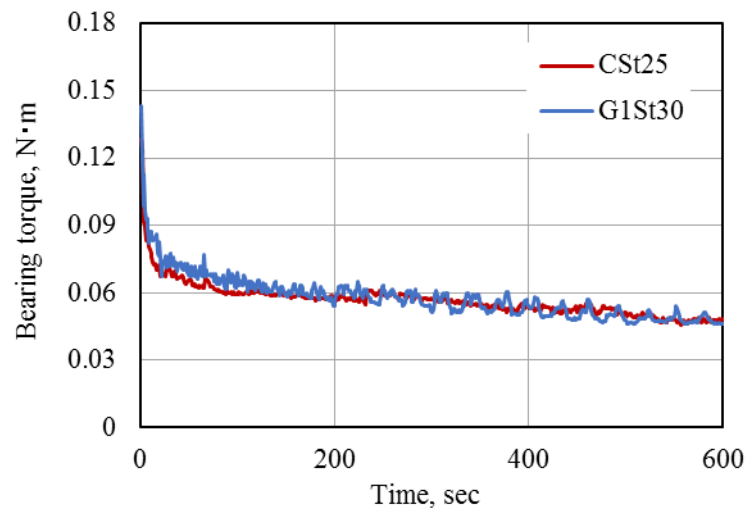


Fig. 2-9 Comparison of bearing torque of CSt25 and G1St30

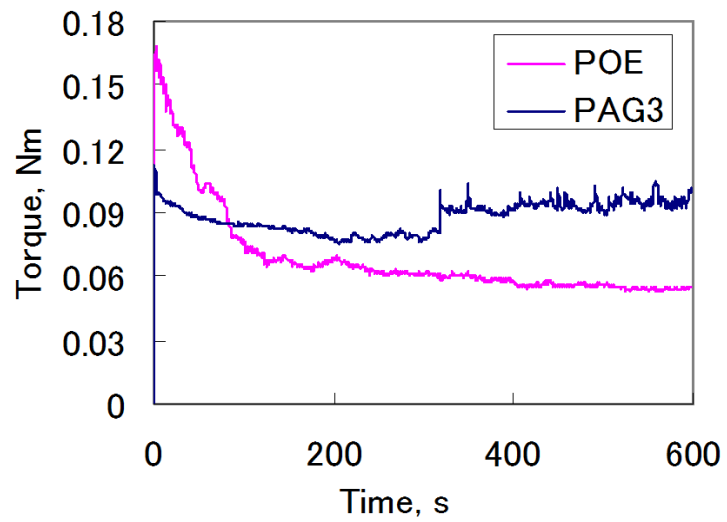


Fig. 2-10 Comparison of bearing torque of POE and PAG-3 greases ¹⁷⁾

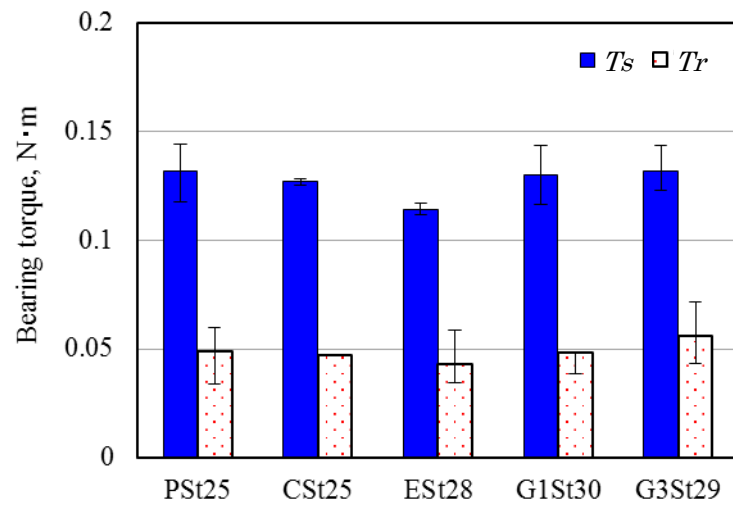


Fig. 2-11 Starting torque and running torque of test greases

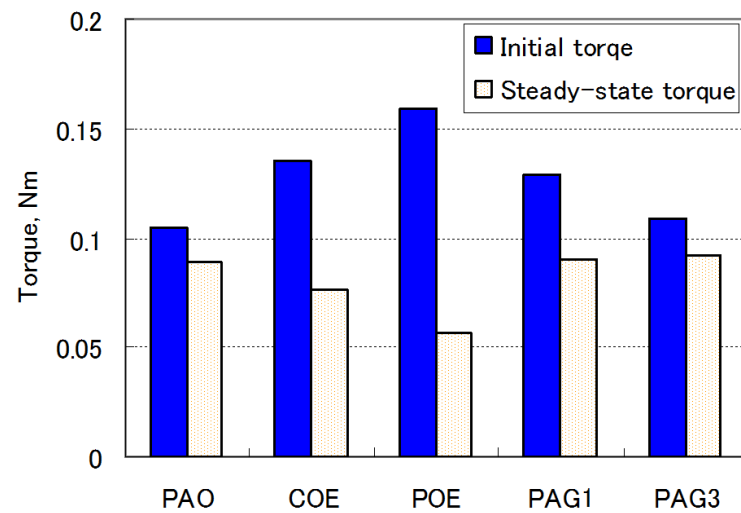


Fig. 2-12 Starting torque and running torque of Li(12OH)St greases ¹⁷⁾

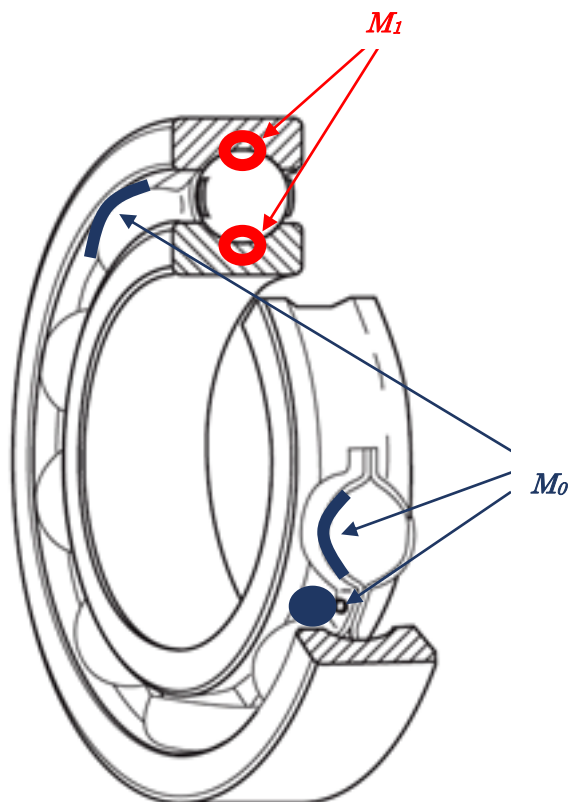


Fig. 2-13 Sites of the generation of M_0 and M_1

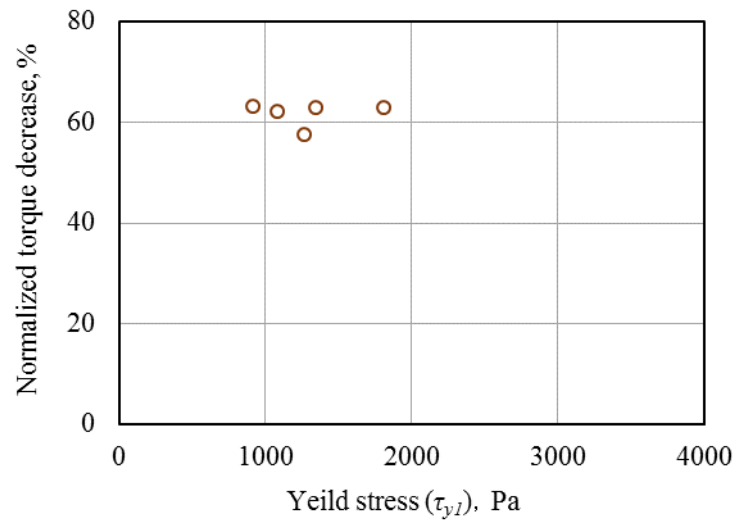


Fig. 2-14 Correlation between yield stress (τ_{yI}) and normalized torque decrease of LiSt greases

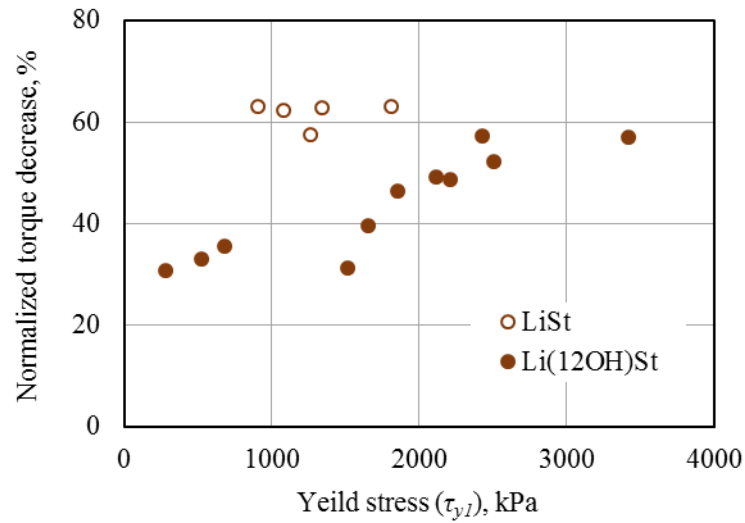


Fig. 2-15 Correlation between yield stress and normalized torque decrease

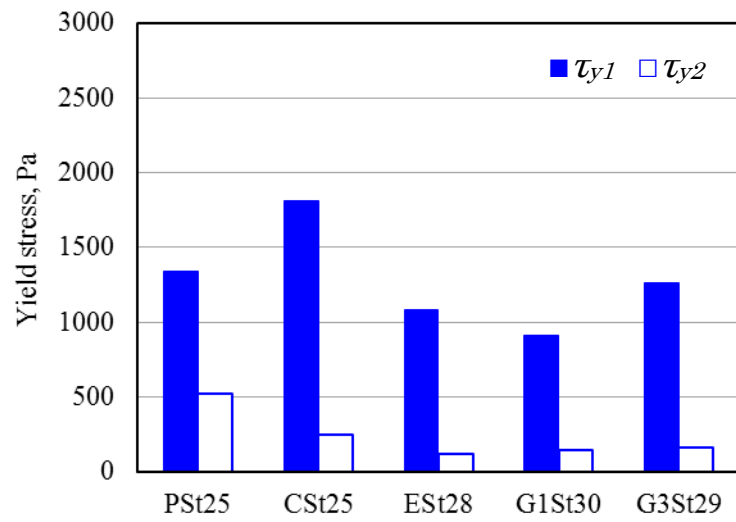


Fig. 2-16 Yield stress τ_{y1} and τ_{y2} of test greases with different type of base oils

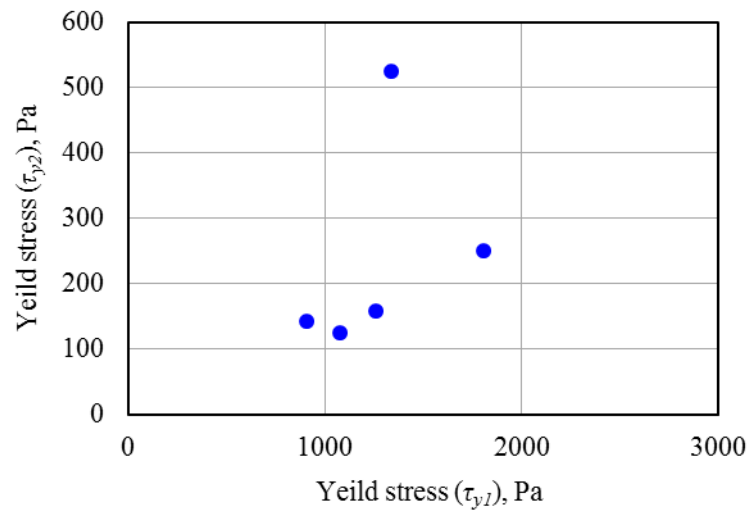


Fig. 2-17 Correlation between yield stress τ_{y1} and τ_{y2}

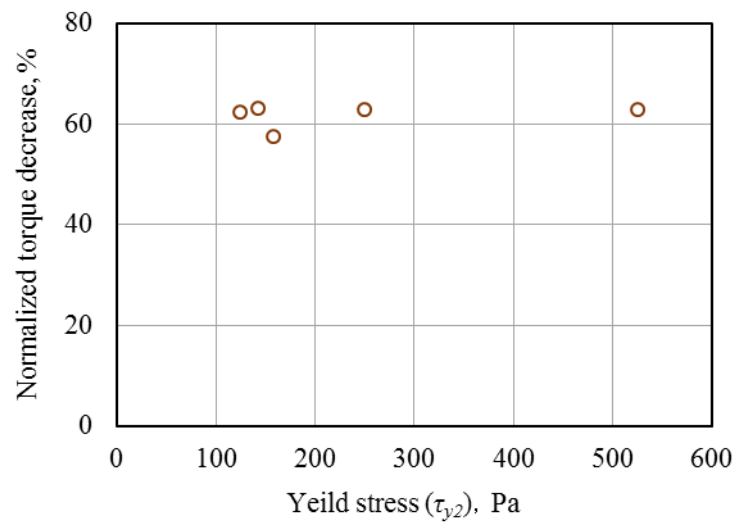
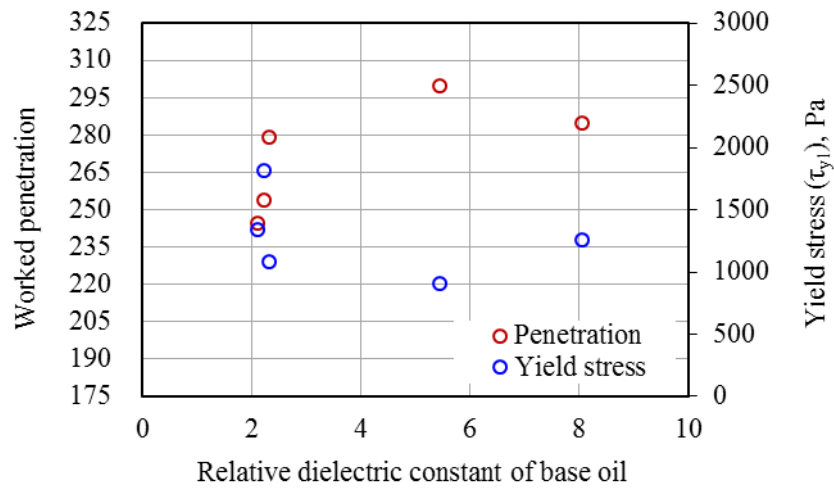
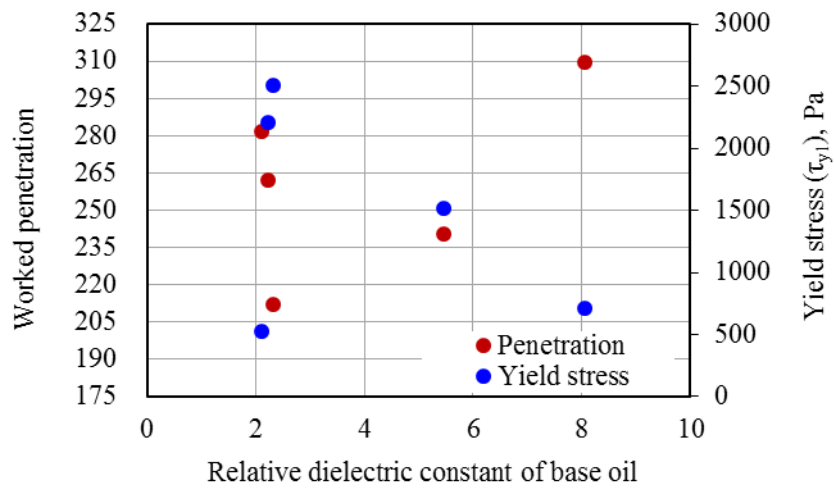


Fig. 2-18 Correlation between yield stress (τ_{y2}) and normalized torque decrease

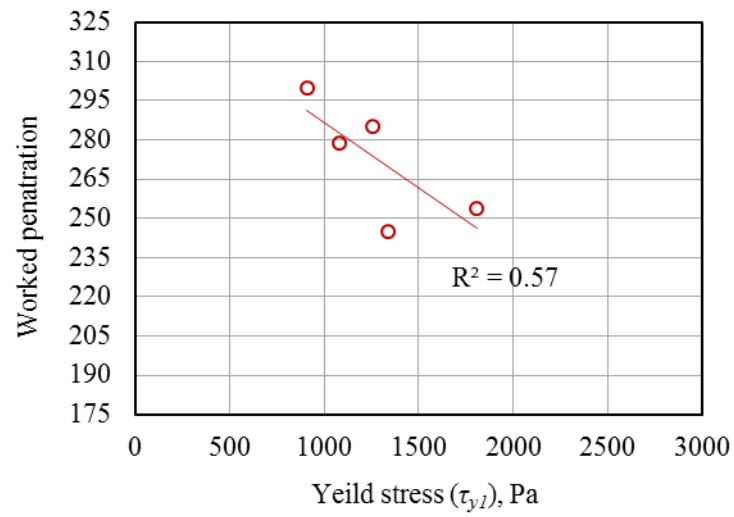


(a) LiSt greases

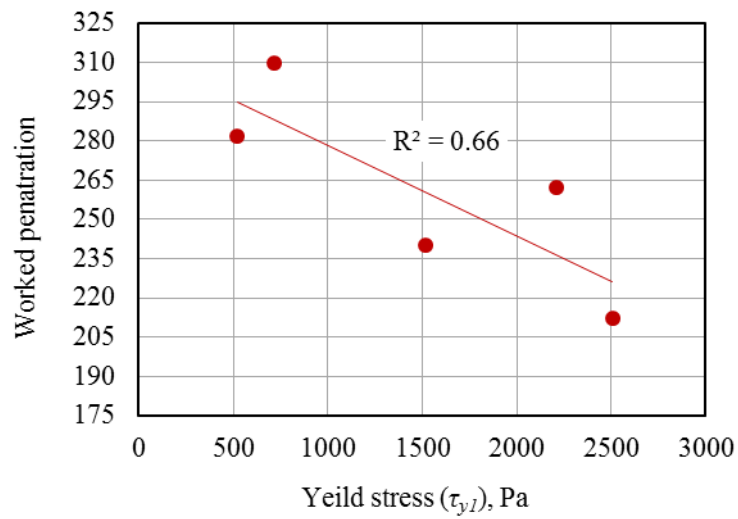


(b) Li(12OH)St greases

Fig. 2-19 Correlation between relative dielectric constant of base oil at 1 MHz against worked penetration and yield stress, (a) LiSt greases, (b) Li(12OH)St greases



(a) LiSt greases



(b) Li(12OH)St greases

Fig. 2-20 Correlation between yield stress and worked penetration,

(a) LiSt greases, (b) Li(12OH)St greases

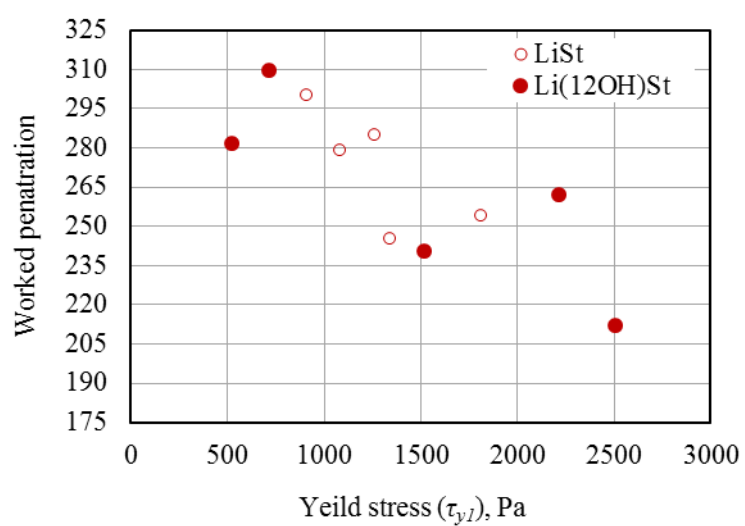


Fig. 2-21 Worked penetration of test greases with different type of base oils

第 3 章 グリースの再供給と 軸受トルク

3.1 本章の狙い

前章では、軸受トルクの発生部位としてリングと転動体の接触面を除く部位に着目し、軸受内でのマクロなグリースの流動によるチャンネリングと降伏応力の関係について、増ちょう剤の種類の影響を調査した。本章では、軸受トルクの発生部位として、リングとボールの接触面に着目し、接触面でのグリースの再供給と軸受トルクおよびグリースの流動特性の関係を評価した。

従来、接触面の潤滑状態が、ボール／ディスク試験機を用いて動的に観察されており、グリース潤滑では油潤滑より低速で枯渇潤滑が発生することが報告されている³¹⁾。また、グリースの再供給には、流動特性や離油特性が影響することが指摘されている。

転がり軸受において接触面での潤滑剤の再供給状態は、潤滑の最大の目的である油膜の維持に大きく関わるだけでなく、軸受トルクにも影響する。すなわち、再供給状態は、接触面で発生する転がり摩擦やすべり摩擦に影響を与え、入口距離の減少によりこの抵抗を小さくできる¹³⁾と考えられる。また、再供給が不十分で枯渇潤滑が発生すると、リングとボールの間のすべり摩擦の増大を招く。

軸受回転時のグリースの分布変化を直接観察した例はわずかであり³⁵⁾、入口距離と軸受トルクの関係や、軸受中でのグリースの再供給とグリースの流動特性の関係は明らかではない。このため、本章では転がり軸受のリングとボールの接触面を動的に観察する手法を構築し、接触面の入口におけるグリースの入口距離を実測するとともに、軸受トルク測定を同時に行い、接触面で発生する抵抗に起因する軸受トルクとグリースの流動特性との関係を定量的に調査した。

本評価では、グリースの封入量を調整することにより、グリースの流動が接触面の周囲でのみ起きる状態とし、入口距離、軸受トルクおよびグリースの流動特性のそれぞれの関係を考察した。グリースの流動特性としては、降伏応力と見掛けの粘度、および時間依存性に関わる特性としてヒステリシスループを評価した。

3.2 試験方法

3.2.1 試験グリース

試験グリースは、増ちょう剤に 12 ヒドロキシステアリン酸リチウム（以下、Li(12OH)St）およびステアリン酸リチウム（以下、LiSt）、基油に 313 K における基油動粘度が 100 mm²/s

のエステル油（以下、E10）を採用した．各グリースは，増ちょう剤原料を溶解後，水冷したバットに流し込んで冷却することによりグリース状とし，冷却後のグリースは，3本ローラーによりロール処理を行った．増ちょう剤量は，混和ちょう度がおおよそ 220 および 280 となる量とした．添加剤は配合していない．混和ちょう度は JIS K 2220⁶⁷⁾ に従って，1/4 ちょう度計を用いて測定した．試験グリースの性状を Table 3-1 に示す．また，軸受試験には比較として本グリースに採用した基油を含む，動粘度の異なるエステル油も用いた．用いたエステル油の 313 K における動粘度は，30，100，417 mm²/s である．

3.2.2 軸受試験法

3.2.2.1 接触面の可視化法

本試験では，軸受内でのリングとボールの接触面を観察するため，外輪をガラス（BK7）製とした深溝玉軸受（呼び番号 6306，内径 30 mm×外径 72 mm×幅 19 mm⁸⁾）を製作し，試験に供した．試験軸受の概略図を Fig.3-1 に示す．保持器には樹脂保持器を用いた．ボールと保持器ポケット底との間のすきまは 0.34 mm である．ボール数は 8 個であり，内外輪と計 16 点の EHD 接触面を有する．ゴムシールを用い，密封状態とした．外輪の内径面には Cr 半透過膜をコーティングし，接触面の周囲の潤滑剤の流動状態と接触面内の干渉縞を観察した．

軸受可視化試験機の概略図を Fig.3-2 に示す．試験は内輪回転条件で，回転数 100～1800 min⁻¹，ラジアル荷重 29.4 N，室温，潤滑剤の封入量は 0.5，3，5g で行った．潤滑剤にはグリースおよびエステル油を用いた．封入量 0.5 g は軸受内の空間容積の 3.5%に相当し，軸受トルクへの，接触面を除く部分による抵抗の影響を抑えることを意図した．封入量 0.5 g のときの軸受のグリースの封入状態を Fig.3-3 に示す．軸受試験条件を Table 3-2 に示す．

接触面の観察位置は，ラジアル荷重が最も負荷される位置である，外輪の上端部での外輪とボールの接触面とし，高速度カメラを用いて観察した．高速度カメラのフレームレートは 8000 fps であり，ボールが通過する際に 85 フレームの接触面像が得られる．ボールが通過する間に潤滑剤の流入状態の変化は殆ど認められなかったため，85 フレームの中から任意の 1 フレームを検討に用いた．

グリースおよびエステル油の種類による再供給への影響を，100 min⁻¹，封入量 0.5 g の条件で評価した．軸受試験は，観察位置を調整するため，10 min⁻¹で 1 分程度なじみ運転を行

った後に実施した。接触面の観察は 3, 900, 1800, 3600, 7200 秒後に行った。この時間はボールの公転回数に換算すると、2, 579, 1158, 2316, 4632 回転に相当する。ここで、ボール公転回数は保持器の公転数と回転時間から求めた。

また、グリースの封入量の影響を確認するため、E10OH29 を用いて、 100 min^{-1} 、封入量 0.5, 3, 5 g 条件で評価した。

更に、回転数による影響を確認するため、 $100 \sim 1800 \text{ min}^{-1}$ まで 180 秒毎に断続的に回転数を上昇させて評価を行った。この評価は、 100 min^{-1} 、ボール公転回数 4632 回 (7200 秒) 回転させた後に行い、回転速度は 100, 500, 1000, 1800 min^{-1} とした。各速度において 3, 60, 120, 180 秒後に観察を行った。

接触面の観察結果より、接触面の入口での潤滑剤の入口距離を計測した。入口距離は、接触楕円の接触面の入口側の端部から潤滑剤と空気の界面までの距離とした。入口距離が 1 枚のフレームからは判断できない場合は、連続するフレームをつなぎ合わせて入口距離を算出した。試験は 1~3 回、潤滑剤を封入し直して行い、平均値を入口距離とした。

なお、本観察は軸受の上端部で行っているため、重力による再供給の影響を受けにくい位置での観察結果である。

3.2.2.2 軸受トルクの試験法

接触面の観察と同時に、軸受トルクの測定を行った。軸受トルクは、回転軸に連結させたトルクメーターを用いて測定した。トルクは 1 秒毎に測定し、10 秒間での平均値を算出した。ここで、例えば試験開始後 3 秒でのトルクは、3 秒から 12 秒の平均値とした。

3.2.3 グリースレオロジーの測定法

試験グリースのレオロジー特性として、レオメータを用いて降伏応力、見掛けの粘度および見掛けの粘度の時間依存性を評価した。見掛けの粘度の時間依存性は、ヒステリシスループ測定により評価した。

3.2.3.1 降伏応力の測定法

降伏応力は 2.2.3 項と同様に、プレート／プレート系、ギャップ 0.5 mm とし、オシレーションモード、10 Hz、303 K 条件で、歪を 0.01% から 1000% まで増加させて行った。測定

は2回行い、損失正接 $\tan \delta$ ($=G''/G'$) が1となるときのせん断応力値の平均値を降伏応力とした。試験グリースの降伏応力を Table 3-1 に示す。

3.2.3.2 ヒステリシスループの測定法

ヒステリシスループの測定は降伏応力と同様にレオメータを用いて行った。測定条件は幅広いせん断速度領域で安定して測定できる条件範囲を確認した後、設定した。

グリースのレオメータ測定では、フラクチャと呼ばれる、グリースの端部の中央で不連続なすきまができる現象が発生する場合がある^{41,46)}。Fig.3-4 にその概念図を示す。フラクチャはせん断速度が速い条件で起きやすく、これが発生するとせん断応力が本来よりも小さく測定され、正確な測定ができない。このため、フラクチャが発生しない上限のせん断速度条件を検討した。

フラクチャ発生部にはすきまが形成されるため、試験後、グリースはコーンの上昇に伴う変形を受けない。このため、フラクチャの発生は、コーン上昇後に試験グリースを目視で観察することにより確認できる。予備試験の結果、短時間の評価であれば、コーン／プレート系でせん断速度 1000 s^{-1} まで、フラクチャが発生しないことを確認した。

予備試験の結果を考慮して、ヒステリシスループの測定は、コーン／プレート系、コーンの傾斜角 0.5° 、定常流モード、 303 K で、せん断速度を 0 から 1000 s^{-1} まで 100 秒で上昇させた後、直ちに 0 s^{-1} まで 100 秒で下降させる条件に設定した。転がり軸受の接触面でのせん断速度は、およそ 10^6 s^{-1} に達すると見積もられる^{15,17)} ため、せん断速度の上限はフラクチャが発生しない範囲で、最も速いせん断速度に設定した。レオメータへのサンプリング時にグリースにせん断力がかかるため、この影響を少なくするため、せん断速度を増加させる前に、予備せん断を 10 s^{-1} で 5 分間行った。ヒステリシスループ試験後に、フラクチャの発生は観察されなかった。

測定結果は、x 軸にせん断速度、y 軸にせん断応力をプロットし、増速時と減速時の流動曲線で囲まれた面積を、ヒステリシスループ面積として算出した。Fig.3-5 にヒステリシスループ面積の概略図を示す。試験はそれぞれ3もしくは4回行い、平均値を算出した。試験グリースのヒステリシスループ面積を Table 3-1 に示す。また、各試験グリースの見掛けの粘度として、せん断速度 100 s^{-1} で 3 分間せん断をかけた後の見掛けの粘度を用いた。

3.2.4 増ちょう剤繊維による構造の観察法

試験グリースの増ちょう剤繊維の形状を確認するため、2.2.2 節と同様の方法で SEM 観察を行った。

3.3 実験結果

3.3.1 軸受接触面の可視化

3.3.1.1 接触面の可視化像

ボールと外輪の接触面の周囲の可視化像を Fig.3-6 に示す。軸受の回転条件は、 100 min^{-1} 、ラジアル荷重 29.4 N 、室温、グリース封入量 0.5 g 、ボール公転回数 193 回転（300 秒）、E10OH22 グリースである。ボールの移動方向は、紙面の左から右であり、接触楕円の右側が入口側である。

本可視化法により、軸受内の接触面の入口に形成された潤滑剤と空気の界面と、接触楕円の油膜像を、軸受回転中に直接観察できることが確認できた。潤滑剤と空気の界面の形状は、グリースおよび基油ともに、軌道面のおおよそ中央部を頂点とした半円状となる傾向を示した。観察像の上部と下部は暗く撮影された。これは、外輪軌道面は溝曲率を持っているため、外輪の断面が厚い部分で、観察光の強度が十分に得られなかったためである。

入口距離のばらつきを確認するため、E10OH22 および E10OH29 を用いて、連続する 7 つのボールについて測定を行った結果を Fig.3-7 に示す。軸受回転条件は 100 min^{-1} 、ボール公転回数 193 回転後であり、E10OH22 は $390 \mu\text{m}$ から $530 \mu\text{m}$ 、E10OH29 は $980 \mu\text{m}$ から $1230 \mu\text{m}$ のばらつきを示した。このため、本観察における入口距離は、少なくとも最大 35% 程度のばらつきが認められた。

なお、本可視化試験には、ガラス製の外輪を用いており、軸受鋼と比較してヤング率が低い。このため、接触楕円の面積は、軸受鋼よりも大きくなる。

3.3.1.2 基油動粘度の入口距離への影響

動粘度の異なるエステル油を用いた場合の、接触面の周囲の可視化像を Fig.3-8 に示す。軸受回転条件は、 100 min^{-1} 、ラジアル荷重 29.4 N 、室温、油封入量 0.5 g である。回転初期にはいずれの油も、馬蹄形を有する油膜像が観察された。ボール公転回数 4632 回転後の油膜像は、 $30 \text{ mm}^2/\text{s}$ 品と $100 \text{ mm}^2/\text{s}$ 品は初期と同様であったが、高粘度である $417 \text{ mm}^2/\text{s}$ 品は

初期と異なり、乱れのある油膜像を示した。また、 $417\text{ mm}^2/\text{s}$ 品では、4632 回転後に入口距離が認められなかった。

入口距離は、油の動粘度および回転時間で異なる傾向が認められたため、Fig.3-9 に各試験油の入口距離のボール公転回数に対する変化をまとめた。いずれの油についても、入口距離は試験直後が最も長く、579 回転時には大きく減少している傾向を示した。 $30\text{ mm}^2/\text{s}$ 品と $100\text{ mm}^2/\text{s}$ 品では 579 回転後には入口距離が安定する傾向を示し、 $417\text{ mm}^2/\text{s}$ 品では 1158 回転後には入口距離が認められなくなった。

動粘度が低い方が入口距離が長い傾向を示し、高粘度の $417\text{ mm}^2/\text{s}$ 品では入口距離がほぼ 0 で安定したのに対し、低粘度の $30\text{ mm}^2/\text{s}$ 品では、 $400\text{ }\mu\text{m}$ 程度の入口距離を保つ傾向を示した。

3.3.1.3 入口距離の時間変化

各グリースおよびグリース基油の接触域の観察像を、Fig.3-10 に示す。グリース基油は、3.3.1.2 節の $100\text{ mm}^2/\text{s}$ 品と同一のエステル油 (E10) である。観察像は、ボール公転回数 2 回転および 4632 回転の場合について示した。

入口距離は、例えば E10OH22 で、試験経過直後に $1690\text{ }\mu\text{m}$ であったのが、4632 回転後では $410\text{ }\mu\text{m}$ まで減少しており、いずれのグリースおよび基油においても、油の場合と同様、時間とともに入口距離の減少が認められた。この入口距離の減少速度は、試料によって異なる傾向を示した。

油膜厚さを油膜の形状から推察すると、同一グリースでは 2 回転後と 4632 回転後で大きな変化は認められなかったが、例えば E10OH22 と E10OH29 を比較すると、同一基油でも若干異なる油膜像を示しており、グリースによって油膜厚さに違いがあることが示唆された。なお、本試験で油膜厚さの計測は行っていない。

各グリースおよび基油の入口距離の、ボール公転回数に対する変化を Fig.3-11 に示す。各潤滑剤の入口距離は回転初期の減少量が大きく、一定時間後は変化量が小さくなる傾向を示した。入口距離の減少傾向は潤滑剤により異なっており、E10OH22 と基油である E10 は、他のグリースよりも回転初期の入口距離の減少が大きい傾向を示した。一方、E10OH29 は入口距離の減少量が最も少ない傾向を示した。

試験開始直後である 2 回転後の入口距離は、E10OH22 が他の試料よりも大きい傾向を示

した。一方、4632 回転後は、E10OH29 が最も長い入口距離を示し、E10 が短い傾向を示した。

同一公転数条件での入口距離のばらつきを比較すると、試験開始直後は、特に E10OH22 において、入口距離が大きくばらつく傾向を示した。2 回転以降のばらつきの程度は測定タイミングによって異なったが、E10 は入口距離のばらつきが殆ど認められなかった。

潤滑剤の種類による入口距離の時間変化を比較するため、2 回転後に対する 4632 回転後の入口距離の減少率 Dd を式 (3-1) より算出した。

$$Dd = (D_2 - D_{4632}) / D_2 \times 100 \quad \cdots (3-1)$$

ここで、 D_2 は 2 回転後の入口距離、 D_{4632} は 4632 回転後の入口距離であり、 Dd が大きいほど入口距離の 4632 回転後の減少の程度が大きいことを示す。

各潤滑剤の Dd を Fig.3-12 に示す。前述のように E10OH22 と E10 が大きな減少率を示し、4632 回転後には 2 回転後よりも 8 割程度、入口距離が減少した。一方、減少率の小さな E10OH29 では 3 割程度の減少に留まっており、潤滑剤によっては 2.5 倍程度の減少率の違いが認められた。

混和ちょう度が低い、いわゆる硬いグリースである E10OH22、E10St22 と基油である E10 の減少率が大きく、混和ちょう度が高い、E10OH29 および E10St28 の減少率が小さい傾向を示した。また、Li(12OH)St 系グリースの方が、LiSt 系グリースよりもちょう度の違いによる減少率の変化が大きい傾向を示した。

3.3.1.4 グリースの封入量による入口距離の変化

グリースの封入量による接触面へのグリースの流入状態への影響を確認するため、E10OH29 を用いて封入量 0.5, 3, 5 g としたときの接触域の観察結果を Fig.3-13 に示す。軸受回転条件は、 100 min^{-1} 、ラジアル荷重 29.4 N、室温である。本評価では白黒の高速度カメラを使用して観察した。封入量を増やした場合初期の入口距離が長く、また、回転時間とともに入口距離が減少する傾向を示した。

E10OH29 を用いたときの入口距離のボール公転回数に対する変化を Fig.3-14 に示す。封入量 3 g 品と 5 g 品は同様な入口距離を示し、0.5 g 品と比較すると、初期の入口距離が明ら

かに長いが、579 回転以降は、ばらつきを考慮すると入口距離に大きな差は認められなかった。また、いずれの封入量においても 579 回転以降は入口距離が安定する傾向を示した。

3.3.1.5 回転速度による入口距離の変化

回転速度によるグリースの流入状態への影響を評価した結果を、Fig.3-15 に示す。軸受回転条件は、100, 500, 1000, 1800 min^{-1} 、ラジアル荷重 29.4 N、室温、E10OH29 グリース、封入量 0.5, 3, 5 g である。100 min^{-1} で 4632 回転した後に、180 秒間ずつ速度を上昇させた。

いずれの回転速度においても、入口距離は 0.5 g 封入品が最も短くなる傾向を示した。入口距離は急激に減少する場合があります。0.5 g 品の 1000 min^{-1} 時では 500 回転前後で約 1/4、5 g 品の 1800 min^{-1} 時には 1000 回転前後で約 1/3 となった。

回転速度による入口距離の変化を比較するため、各試験終了時点での入口距離を Fig.3-16 にまとめた。入口距離は回転速度が速いほど短くなる傾向を示した。3 g 品と 5 g 品は 500 min^{-1} 以上の回転速度で、同様な入口距離を示し、速度の増加と共に入口距離が減少した。0.5 g 品は 500 min^{-1} から 1000 min^{-1} に増加することにより、入口距離の大きな減少が認められた。

3.3.2 軸受トルクの時間変化

3.3.2.1 基油とグリースによる軸受トルクの挙動の比較

軸受トルクのボール公転回数に対する変化の例として、E10OH22、E10OH29 および E10 の試験結果を Fig.3-17 に示す。軸受回転条件は、100 min^{-1} 、ラジアル荷重 29.4 N、室温、封入量 0.5 g である。軸受トルクは、Fig.2-9、Fig.2-10 と同様に、初期に高い値を示した後に時間とともに低減し、その低減の程度が小さくなっていく傾向を示した。この傾向はいずれのグリースおよびエステル油も同様であり、低減の程度が潤滑剤の種類によって異なる傾向を示した。

潤滑剤の種類による軸受トルクの違いを比較するため、一定条件で回転させたときの、粘度の異なるエステル油およびグリースの試験結果を Fig.3-18 および Fig.3-19 に示す。軸受回転条件は 100 min^{-1} 、ラジアル荷重 29.4 N、室温、封入量 0.5 g であり、回転初期の 2 回転後と、4632 回転後のトルク値を比較した。

エステル油では、Fig.3-18 に示すように、動粘度が高いほどトルクが高い傾向が認められ

た. このトルクの差は回転初期で顕著であり, 417 mm²/s 品は回転初期に 30 mm²/s 品よりも 5 倍程度高いトルクを示した. しかし, 4632 回転後では 1.8 倍程度となり, 回転が進むにつれて, 動粘度によるトルクの差が減少した. いずれのエステル油も初期に高いトルクを示し, 2 回転後と 4632 回転後のトルクの差は, 動粘度が高い方が大きい傾向を示した.

グリースは基油よりもトルクが高く, 回転初期でその差が大きい傾向を示した (Fig.3-19). グリースの初期トルクは, 混和ちょう度が高い, すなわち軟らかいグリースである E10OH29 および E10St28 の方が, 混和ちょう度が低い E10OH22 および E10St22 より低いトルクを示した. 一方 4632 回転後にはトルクの傾向が逆転し, Li(12OH)St 系では E10OH22 の方が E10OH29 よりも, LiSt 系では E10St22 の方が E10St28 よりも低いトルクを示した.

潤滑剤によるトルク減少の程度を比較するため, トルク減少率 Td を式 (2-1) を用いて算出した. ここで, 起動トルクは 2 回転後のトルク, 回転トルクは 4632 回転後のトルクとした. 各潤滑剤のトルク減少率を Fig.3-20 に示す.

グリースのトルク減少率は, 入口距離の減少率 (Fig.3-12) と同様, 混和ちょう度が低いグリースの方が, 高ちょう度のグリースよりも大きくなる傾向を示した. 一方, 基油は, 入口距離減少率と比べて, トルク減少率が小さい傾向を示した.

3.3.2.2 封入量による軸受トルクの変化

グリースに E10OH29 を用いた場合の, グリースの封入量の違いによる軸受トルクのボール公転回数に対する変化を Fig.3-21 に示す. 封入量を増加した場合においても, 回転とともにトルクが減少していく傾向を示した. 封入量 3 g 品と 5 g 品は同様なトルクの変化を示し, 0.5 g 品よりも 2 倍以上高いトルクを示した.

回転初期の 2 回転後と, 4632 回転後のトルク値の比較を Fig.3-22 に示す. いずれの封入量においても, 4632 回転後には 2 回転時から 4 割程度のトルクの減少が認められた.

3.3.2.3 回転速度による軸受トルクの変化

回転速度の違いによる, 軸受トルクのボール公転回数に対する変化を Fig.3-23 に示す. 本評価は 100 min⁻¹ で 4632 回転した後に行っており, 各封入量ともに 100 min⁻¹ 条件では公転回数によるトルクの変化が殆ど認められなかった.

回転速度が増加し 500 min⁻¹ 以上となると, 3 g 品および 5 g 品は, 公転回数とともにトル

クが下がる傾向を示し、回転速度が速いほど大きくトルクが減少する傾向を示した。0.5 g 品では、1000 min⁻¹以上で公転回数とともにトルクが下がる傾向が顕著に認められた。1800 min⁻¹条件では、公転回数の増加により、3 g 品において回転初期にトルクの大きな減少が認められた。

回転速度の上昇前後のトルクを比較すると、いずれの条件においても回転速度の上昇後のトルクの方が、速度の上昇前のトルクよりも大きくなる傾向が認められた。この傾向を比較するため、回転速度の上昇前後でのトルク増加率 $\angle T$ を式 (3-2) より算出した。

$$\angle T = (T_{after} - T_{before}) / T_{before} \times 100 \quad \cdots (3-2)$$

ここで、 T_{after} は回転速度の上昇後 3 秒での軸受トルク、 T_{before} は回転速度の上昇前 180 秒での軸受トルクであり、 $\angle T$ が大きいほど回転速度の上昇後のトルクの増加量が大きいことを示す。

トルク増加率を Fig.3-24 に示す。封入量 0.5 g 品は、回転速度が 100 min⁻¹から 500 min⁻¹に上昇するときに大きくトルクが増加したのに対し、1000 min⁻¹および 1800 min⁻¹に増加した際には、トルク上昇の程度が小さい傾向を示した。一方、封入量 3 g 品および 5 g 品は回転速度の増加によりトルク上昇の程度が小さくなるが、0.5 g 品と比べると、1000 min⁻¹および 1800 min⁻¹への上昇時のトルク増加量が大きい傾向を示した。

各回転速度における 3 秒および 180 秒後の軸受トルクを Fig.3-25 に示す。回転直後（3 秒後）のトルクは、回転速度が大きくなるほど、増加する傾向を示した。封入量の違いによる回転直後のトルクを比較すると、0.5 g 品がいずれの回転速度でも最も低い値を示した。封入量 3 g 品と 5 g 品を比べると、回転速度 1000 min⁻¹および 1800 min⁻¹では 3 g 品の方がトルクが高くなる傾向を示した (Fig.3-25 (a))。180 秒後のトルクは、3 秒時と比べると 500 min⁻¹以上の回転速度で、回転速度の上昇によるトルクの増加が少ない傾向を示した。

3.3.3 試験グリースのレオロジー特性

3.3.3.1 降伏応力の測定結果

試験グリースの混和ちょう度と降伏応力を Fig.3-26 と Fig.3-27 に示す。増ちょう剤が同一である E10OH22 と E10OH29 および E10St22 と E10St28 を比較すると、混和ちょう度が高

い方が低い降伏応力を示した。同程度のちょう度のグリースを比較すると、Li(12OH)St 系の方が LiSt 系よりも高い降伏応力を示した。

3.3.3.2 見掛けの粘度とヒステリシスループ面積の測定結果

試験グリースのヒステリシスループ測定結果を Fig.3-28 に示す。せん断速度の増加とともにせん断応力は増加し、せん断応力の増加の割合は、せん断速度の増加とともに小さくなる傾向を示した。せん断速度の減速時は増速時よりもせん断応力が小さくなり、このせん断応力の減少は、混和ちょう度が低いグリースの方が大きい傾向を示した。

試験グリースの見掛けの粘度およびヒステリシスループ面積をそれぞれ Fig.3-29 および Fig.3-30 に示す。この結果、見掛けの粘度とヒステリシスループ面積は同様な傾向を示し、Li(12OH)St 系および LiSt 系ともに、混和ちょう度が低い方が見掛けの粘度およびヒステリシスループ面積が大きくなり、低ちょう度品の方が、高ちょう度品よりも 3 倍程度の見掛けの粘度および 5 倍程度のヒステリシスループ面積を示した。

3.3.4 増ちょう剤繊維の形状

試験グリースの増ちょう剤繊維形状を SEM により観察した結果を Fig.3-31 に示す。いずれのグリースでも、繊維長さは 1 μm に満たないものが大部分を占めた。LiSt 系は、Li(12OH)St 系と比べて直線状の繊維形状を有する傾向が認められた。また、増ちょう剤の種類が同じ場合、増ちょう剤量が少ないグリースの方が、細い繊維が多く観察される傾向を示した。

3.4 考察

3.4.1 入口距離と軸受トルクの関係

潤滑剤の再供給状態は接触面で発生する抵抗と関係し、入口距離が減少することによりこの抵抗を小さくできると指摘されている¹³⁾。従って、入口距離とともに軸受トルクが減少することが想定される。この現象を確認するため、油およびグリースを用いた時の入口距離と軸受トルクの関係を確認した。

動粘度が異なる基油を用いた時の、100 min^{-1} 条件での入口距離と軸受トルク関係を Fig.3-32 に示す。各粘度ともに入口距離とトルクによい相関が認められ、入口距離が短いほ

どトルクが小さくなる傾向が、転がり軸受を用いて確認できた。また、動粘度が高いほどトルクが高く、かつ入口距離の増加によるトルクの増加割合が大きくなる傾向を示し、高粘度油ほど粘性抵抗が大きくなることが確認できた。

各試験グリースおよびその基油を用いた時の、回転初期（2回転後）および定常時（4632回転後）の入口距離と軸受トルクの間関係を Fig.3-33 に示す。回転初期および定常時ともに、基油はグリースより入口距離が短く、かつトルクが低くなる傾向を示した。回転初期は、グリース、基油ともに定常時よりも入口距離が長く、かつ高いトルクを示し、入口距離が同程度であってもグリースの方が基油よりも高トルクとなる傾向を示した。一方、定常時はグリースの入口距離は基油より長い、トルクは基油と大きくは異なる傾向を示した。

接触面の周囲ではグリースによる粘性抵抗が発生し、この粘性抵抗には接触面の周囲に存在する潤滑剤の量と粘度が影響する。このとき、基油の動粘度はせん断速度に関わらず一定であるが、グリースの見掛けの粘度はせん断速度の影響を大きく受け、せん断速度が速くなるほど粘度が低くなる。潤滑剤の量とグリースの見掛けの粘度は入口距離の影響を受け、接触面の入口距離が短くなるほど潤滑剤量が減少するとともに、せん断速度の増加により見掛けの粘度が低減する。従って、入口距離が短くなるほど粘性抵抗は小さくなるとともに、グリースの方が基油よりも粘性抵抗の低減の程度が大きくなると考えられる。

回転初期にグリースが基油よりも高いトルクとなった要因として、グリースは基油より高い見掛けの粘度を示すことが挙げられる。また、定常時にグリースのトルクが基油に近くなった要因として、入口距離が短くなることにより、接触面で発生する粘性抵抗が相対的に小さくなったことが考えられる。

Fig.3-34 に Li(12OH)St 系グリースである E10OH22 および E10OH29 を用いて、 100 min^{-1} 、グリース封入量 0.5 g で評価したときの、全測定データの入口距離と軸受トルクの間関係を示す。ここで、グリース封入量 0.5 g は、接触面を除く部位で発生する摩擦の影響を抑えることを意図して設定した封入量であり、試験後軸受の観察結果からは、グリースが軸受内を継続的に循環した形跡は認められていない。また、各試験において回転総数による油膜形状の変化は認められなかったため、リングとボールの接触面におけるすべり摩擦はほぼ一定であったといえる。

Fig.3-34 より、E10OH22 を用いた場合、入口距離が短いほどトルクが低くなる傾向が確認

できた。一方、E10OH29では入口距離によるトルク値の変化が小さく、入口距離とトルクの間には弱い相関性が認められた。このため、Li(12OH)St系グリースでは、混和ちょう度が低いグリースで入口距離とトルクの相関性が確認されたが、混和ちょう度が高いグリースでは明確な相関性は確認できなかった。

LiSt系グリースもLi(12OH)St系グリースと同様の傾向を示し、混和ちょう度が低いE10St22では、入口距離の減少とともにトルクが低くなる関係が確認できた一方、E10St28では、E10St22ほど明確な相関性は確認されなかった。

混和ちょう度が高いグリースで入口距離とトルクの関係が明確に示されなかった原因として、ちょう度が高い方が見掛けの粘度が低いため（Fig.3-29）、粘性抵抗の影響が出にくかったこと、および入口距離のばらつき（Fig.3-7）による影響が考えられる。

各グリースおよび基油の回転数 100 min^{-1} 、グリース封入量 0.5 g 条件での入口距離とトルク関係を Fig.3-35 に示す。前述したように、グリースの種類によって相関の程度に差があるものの、概ね入口距離が短いほどトルクが低くなる傾向を示した。トルク値を比較すると、各グリースのトルクは基油と同等か、それよりも高い値を示した。

封入量が異なる場合の、E10OH29、 100 min^{-1} 条件での入口距離とトルク関係を Fig.3-36 に示す。封入量 3 g 品および 5 g 品は同様のトルクを示し、入口距離の減少とともにトルクが増加する傾向を示した。また、入口距離が同等の場合、 0.5 g 品よりも高いトルクを示した。基油を 0.5 g 封入した場合のトルクと比較すると、封入量 3 g 品および 5 g 品は3倍以上の高いトルク値を示した。

試験後軸受の観察より、封入量 3 g 品および 5 g 品は保持器などへの付着量が多く、また、シールへのグリースの付着も認められた。このため、保持器と内外輪間やシールと保持器間などで発生する粘性抵抗の影響により 0.5 g 品よりも高いトルクを示したと考えられる。

3.4.2 基油とグリースによる入口距離の違い

基油とグリースの入口距離を比較すると、Fig.3-11 に示されるように、回転数 100 min^{-1} 、封入量 0.5 g 条件で、基油はグリースよりも入口距離が初期に大きく減少し、安定時には短くなる傾向を示した。また、基油の方が、入口距離のばらつきが小さい傾向を示した。動粘度が異なる基油を用いた場合は、Fig.3-9 に示されるように、動粘度が低い方が、入口距離が長くなる傾向を示した。

本観察は軸受の上端部で行っており、外輪などに付着した潤滑油は重力により軸受下部に移動しやすいと考えられる。このため、ある程度試験が進むと、初期に封入した油の多くが軸受下端に移動し、本観察部で入口距離を形成する油は、回転中に軸受下端で供給された油などが、メニスカス力により保持されたものが大部分になると考えられる。このため、動粘度が低い油ほど、メニスカス力により接触部に油が保持されやすかったと推定される。一方、 $417 \text{ mm}^2/\text{s}$ 品では動粘度が高いためにメニスカス力に追従できず、入口距離が形成されなくなったと考えられる。

本条件で、グリースの方が基油よりも長い入口距離を示した。グリースは半固体状であるため、高粘度油で見られたように、メニスカス力による接触面の入口でのグリースの保持は難しいと考えられる。このため、試験後軸受の観察を行い、グリース潤滑における再供給メカニズムを考察した。

E10OH22 および E10OH29 を 0.5 g 封入したときの、試験後の軸受の外観と保持器の観察結果を、Fig.3-37 に示す。いずれのグリースでも、試験後の軸受の内外輪軌道面の脇や、保持器のポケットの入口とポケットの内部、およびボールにグリースの付着が認められた。ボールへのグリースの付着量は、E10OH29 の方が E10OH22 よりも若干多い傾向を示した。また、シールへのグリースの付着は殆ど認められなかった。この傾向は他のグリースでも同様に認められた。一方、基油を用いた場合は、軌道面の脇や保持器への油の付着は殆ど認められなかった。

軌道面や保持器の周囲で観察された付着グリースや、そのグリースに含まれる基油は、接触面の入口への潤滑剤の再供給源となることが期待できる。

3.4.3 グリースの再供給メカニズム

接触面の入口へのグリースの供給源として、Fig.3-37 に示されるように、内外輪軌道面の脇、保持器のポケットの入口とポケットの内部およびボールに付着したグリースおよびグリースから離油した基油が考えられる。E10OH29 で封入量を変えた場合、Fig.3-14 に示されるように定常時の入口距離に大きな差は認められず、また、193 回転以降で入口距離に大きな変化は認められなかった。従って、 100 min^{-1} 条件では封入量 $0.5, 3, 5 \text{ g}$ で同様なメカニズムで、持続的に潤滑剤が再供給されたと考えられる。このため、Fig.3-38 に示すように、封入量 3 g および 5 g 時の試験後の軸受の外観観察を行い、グリースの付着状態を比較するこ

とにより、接触面の入口へのグリースの供給過程を考察した。

Fig.3-37 および Fig.3-38 より、封入量 3 g 品および 5 g 品は、0.5 g 品よりもボールおよび保持器へのグリースの付着量が多く、特に保持器への付着量は、封入量とともに多くなる傾向を示した。また、軌道面の脇やシールに付着したグリース量も、封入量とともに多くなる傾向が認められた。このため、各部位へのグリースの付着量は、封入量とともに多くなる傾向があったにも関わらず、定常回転時の入口距離には、封入量による影響が殆ど認められなかった。

グリースや基油がリングとボールの接触面に流入する経路として、ボールおよび保持器に付着した潤滑剤の流入、軌道面の脇に付着した潤滑剤の流入、およびシールに付着した潤滑剤の流入が考えられる。このうち、シールに付着した潤滑剤はボールや軌道輪に移動した後に、接触面に流入すると考えられる。このため、接触面への再供給の経路としてボールおよび保持器から流入する場合と、軌道面の脇から流入する場合を考察する。

ボールおよび保持器から潤滑剤が流入する場合、潤滑剤は保持器のポケットを通過して流入する場合と、保持器のポケットを通過せずに遠心力などにより軌道面に供給される場合が考えられる。

ここで、保持器によるリングとボールの接触面での潤滑状態への影響として、Damien^s ら³²⁾ はボールオンディスク試験機を用い、保持器のクリアランスが油膜厚さに与える影響を調査し、グリース潤滑ではクリアランスが狭い方が枯渇潤滑になりにくいことを示した。この理由として、ボールの転動面上のグリースが保持器により局所的に再分布する効果と、ボールと保持器の接触面でせん断され、低粘性な潤滑剤が生成される効果が考えられることを指摘した。

接触面への潤滑剤の供給経路の中で、保持器のポケットを通過する経路では、Damien^s らの指摘のようにボールの転動面上のグリースが再分布するとともに、保持器のポケットとボールが形成する隙間を通過できるグリースの量は制限される。このため、保持器のポケット内でボールとの接触部の入口にグリースが一定量以上存在すれば、比較的安定した量のグリースがリングとボールの接触面に供給されると考えられる。

一方、遠心力により接触面に供給される経路では、遠心力に応じたグリースの移動が生じると考えられ、付着量の影響を受けやすいと推定される。従って、付着量によらず入口距離が一定であることを考慮すると、本評価における供給経路としては考えにくい。

軌道面の脇に付着した潤滑剤が流入する場合、表面張力が駆動力となって流入する場合と、ボールと軌道面の接触角が変動し、軌道面の脇に付着したグリースを巻き込む場合が考えられる。ここで、本試験ではラジアル荷重のみを負荷しており、ボールの観察位置が変化しなかったことから、ボールと軌道輪の接触角は一定であり、軌道面の脇のグリースの巻き込みの影響は殆どなかったと言える。

接触面に流入する潤滑剤には、グリースとグリースから離油した油分が挙げられる。ここで、Fig.3-9 に示されるように粘度が高い基油ほど入口距離が短くなっており、313 K で $417 \text{ mm}^2/\text{s}$ の基油では 1000 回転後に殆ど再供給が認められていない。表面張力による流動には粘性の影響を大きく受けると言え、表面張力が駆動力となってグリース自体が流入することは考えにくい。このため、グリースに含まれる基油分が軌道面の脇から接触面に流入するか確認するため、試験後の入口距離の観察を行い、表面張力の流入への影響を推定した。

E10OH22 を 0.5 g 封入し、 100 min^{-1} 、4632 回転した直後と、その後 1hr 静置した後の静止状態での接触面の周囲の観察結果を Fig.3-39 に示す。表面張力が駆動力となって基油が流入する場合、接触面の近傍でのボールの形状を反映した、半円状の界面の形状を形成すると考えられる。しかし、Fig.3-39 に示されるように、界面の形状は屈曲した部分を有しており、また、この界面の形状は、回転直後と 1hr 後で殆ど変化が認められなかった。従って、表面張力は潤滑剤の再供給の主な駆動力にはなっていなかったと考えられる。

以上の考察より、接触面へのグリースの再供給は、主に保持器のポケットを通過したボール付着グリースによって行われたと推定され、十分な量のグリースが保持器とボールの接触面の入口に存在すれば、グリースがリングとボールの接触面の入口に供給され、良好な潤滑状態が維持できると考えられる。

3.4.4 再供給へのグリースの流動特性の影響

接触面への再供給において増ちょう剤の種類が同じ場合、混和ちょう度が低い、硬いグリースの入口距離は、初期に大きく減少し安定時には短くなる傾向を示した。このように、グリースの種類によって入口距離が変化した原因を考察するため、初期および一定回転後の入口距離とグリースの流動特性の関係を調査した。流動特性として、降伏応力、見掛けの粘度およびヒステリシスループ面積に着目した。

入口距離と降伏応力の関係を Fig.3-40 に示す。回転初期である 2 回転後の入口距離と降伏応力は相関性が高く、降伏応力が高いほど入口距離が長くなる傾向を示した。一方、4632 回転後の入口距離と降伏応力の相関性は低い傾向を示した。

入口距離と 100 s^{-1} での見掛けの粘度の関係を Fig.3-41 に示す。見掛けの粘度は、降伏応力の場合とは逆に 2 回転後の入口距離との相関性が低い一方、4632 回転後の入口距離に対しては、見掛けの粘度が低い方が、入口距離の減少が小さい傾向を示した。

入口距離とヒステリシスループ面積の関係を Fig.3-42 に示す。ヒステリシスループ面積は見掛けの粘度の場合と同様に 2 回転後の入口距離との相関性が低い一方、4632 回転後の入口距離に対しては、ヒステリシスループ面積が小さい方が、入口距離の減少が小さい傾向が得られた。ヒステリシスループ面積は見掛けの粘度とともに大きくなる傾向が認められたため、入口距離との関係が見掛けの粘度での場合と同様になったといえる。

以上の結果より、入口距離と相関するグリースの流動特性は、本評価において軸受の回転状況によって異なる傾向を示した。すなわち、回転初期には降伏応力とのよい相関性を示す一方、ある程度回転が進み安定した入口距離を示す段階では、見掛けの粘度やヒステリシスループ面積と相関性する傾向を示した。

3.4.3 節において、接触面への再供給は、主に保持器ポケットを通過した潤滑剤によって行われ、保持器のポケット内でのボールの接触面の入口にグリースが十分存在すれば、ボールの転動面にグリースが付着し、リングとボールの接触面に一定量のグリースが再供給されると考察した。このため、見掛けの粘度が低いほど、もしくはヒステリシスループ面積が小さいほど、保持器のポケット内でグリースが流動することにより、ボールの転動面にグリースが再供給されるため、定常時の入口距離が減少しにくくなると考えられる。

3.4.5 接触面で発生する抵抗とグリースの流動特性の関係

リングとボールの接触面の周囲で発生する軸受トルクへの、グリースの流動特性の影響を確認するため、封入量 0.5 g 品における軸受トルクと降伏応力、見掛けの粘度およびヒステリシスループ面積の関係を、それぞれ Fig.3-43、Fig.3-44 および Fig.3-45 にまとめた。

回転初期の 2 回転後と定常状態である 4632 回転後のトルクと流動特性の関係は、Fig.3-40、Fig.3-41 および Fig.3-42 に示される入口距離と流動特性の関係と多少異なる傾向を示し、回転初期の軸受トルクは見掛けの粘度 (Fig.3-44) およびヒステリシスループ面積

(Fig.3-45) の低下とともに低くなる傾向を示した。また、定常状態の軸受トルクへのグリースの流動特性の影響は小さかった。

3.4.3 節で考察したように、回転初期は入口距離が長く、グリースの粘性抵抗の影響が大きくなると考えられるため、軸受トルクへの見掛けの粘度の影響が大きく現れたと考えられる。また、本条件の定常状態では入口距離が短いため、粘性抵抗の影響が小さく、再供給による抵抗へのグリースの流動特性の明確な影響が認められなかったと考えられる。

3.5 本章のまとめ

外輪をガラス製としたモデル軸受を用いてリングとボールの接触面を動的に直接観察し、接触面の入口におけるグリースの入口距離を指標として、軸受トルクおよびグリースの物性との相関性を、グリース封入量を少なくした条件で調査した。この結果、以下の知見が得られた。

- ・ 接触面の周囲で発生する軸受トルクは入口距離の影響を受け、混和ちょう度が低く、降伏応力や見掛けの粘度が高いグリースは、入口距離の減少とともに低くなる傾向が強い。
- ・ 入口距離は回転初期に大きく減少し、その後、安定する傾向を有する。
- ・ 回転初期は入口距離が長く、接触面の周囲で発生する起動トルクは、見掛けの粘度およびヒステリシスループ面積の増大とともに大きくなる影響を示す。
- ・ 定常状態では入口距離が短くなり、接触面の周囲で発生する回転トルクへのグリースの流動特性の影響は小さい。
- ・ 潤滑油の動粘度が低い方が入口距離が長く、また軸受トルクが低くなる傾向を有する。
- ・ 入口距離はグリースの見掛けの粘度が低いほど、もしくはヒステリシスループ面積が小さいほど、回転による、減少の程度が小さい。
- ・ 接触面へのグリースの再供給は、主に保持器ポケット部を通過した、ボールの転動面に付着したグリースによって行われると推定される。
- ・ 定常状態での入口距離へのグリースの封入量の影響は軽微である。

本章ではモデル軸受を用い、再供給により接触面の周囲で発生する軸受トルクを評価した。実用を想定した条件での軸受トルクの評価は第5章において行う。

Table 3-1 Properties of test greases

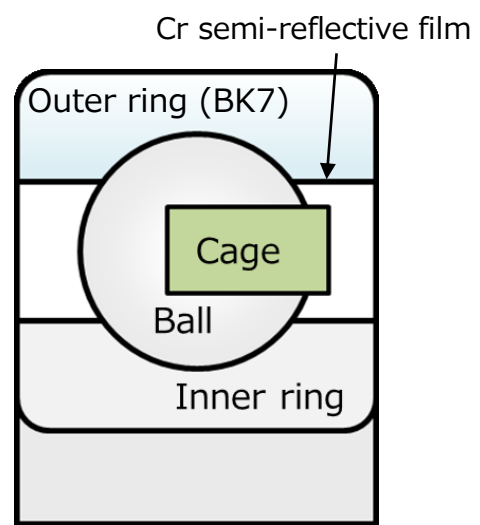
Grease	E10OH22	E10OH29	E10St22	E10St28
Base oil	Ester oil			
Kinematic viscosity of base oil at 313 K, mm ² /s	100			
Thickener	Lithium 12-hydroxystearate		Lithium stearate	
Thickener concentration, wt%	10	8	22	17
Worked penetration	219	290	220	284
Yield stress, Pa	2990	970	1020	440
Hysteresis loop area, kPa/s	682	114	776	141

Table 3-2 Bearing test condition

Bearing type	6306 (Inner diameter 30 mm, Outer diameter 72 mm, Width 19 mm) ⁸⁾
Rotating speed	100 - 1800 min ⁻¹
Axial load	29.4 N
Temperature	Room temperature
Amount of lubricant	0.5, 3, 5 g
Flame rate	8000 fps (85 frames per a ball passage)



Test bearing



Cross section of a test bearing

Fig. 3-1 A schematic image of a test bearing

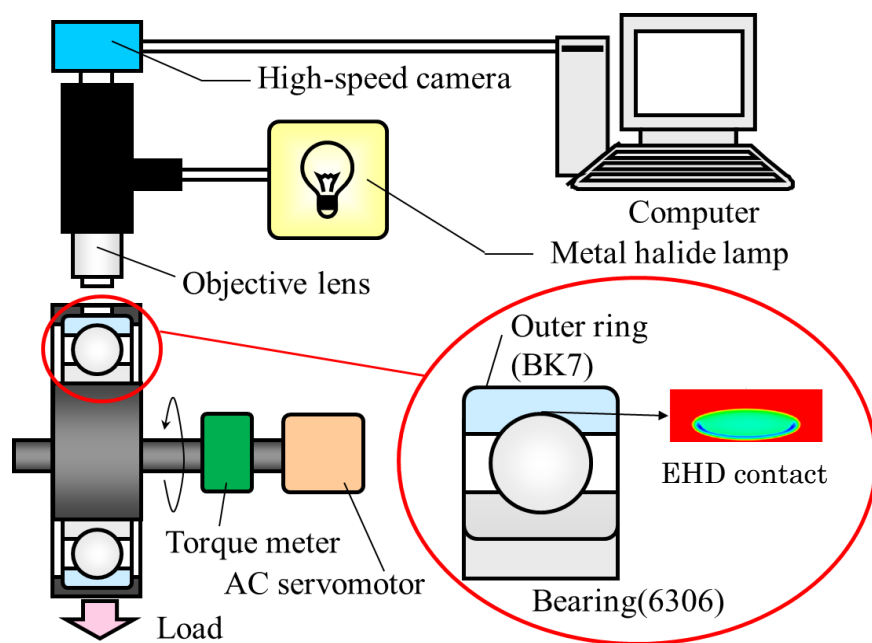


Fig. 3-2 A schematic image of a bearing test apparatus



Fig. 3-3 The position of filled grease in a test bearing

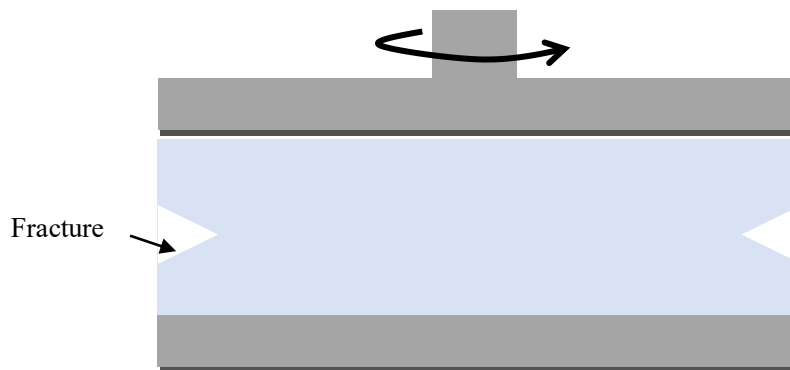


Fig. 3-4 An image of fracture

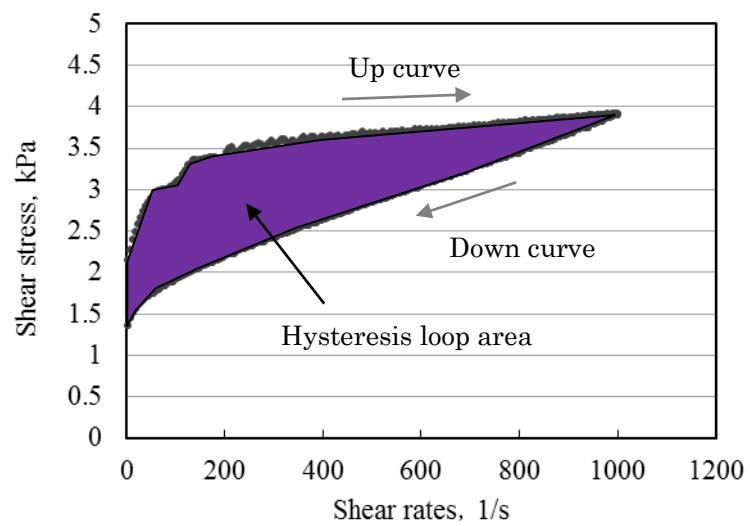


Fig. 3-5 An image of hysteresis loop area

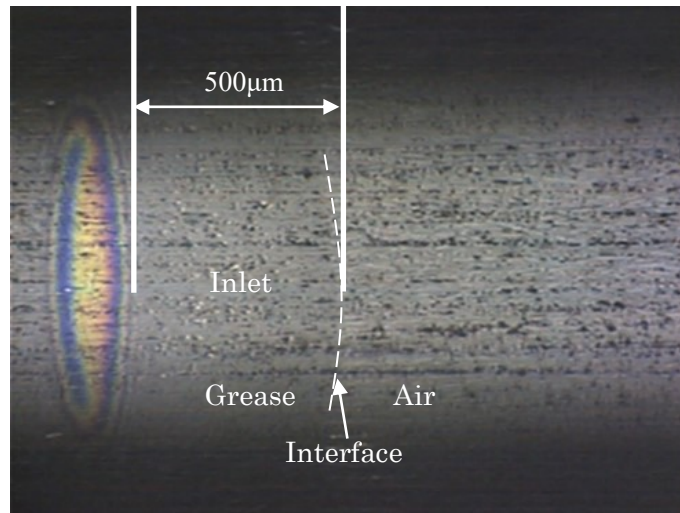


Fig. 3-6 A contact area image of a ball and an outer ring using E10OH22

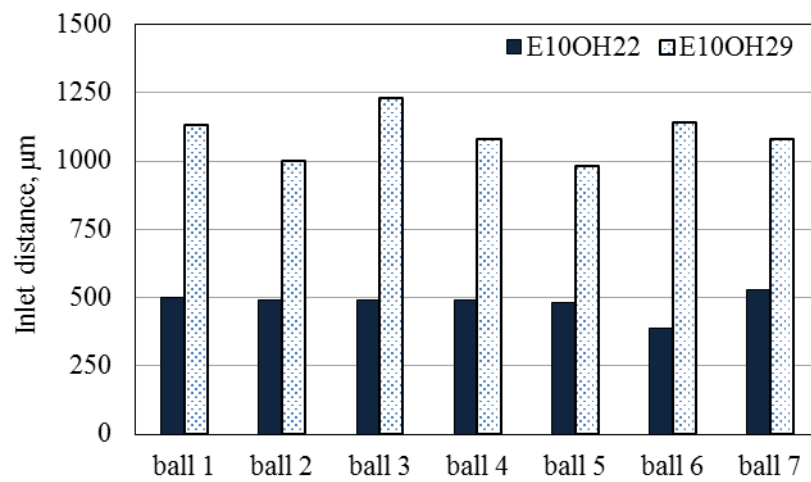


Fig. 3-7 Fluctuation of inlet distance of continuous balls

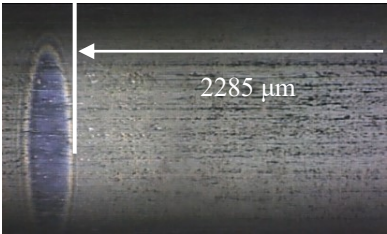
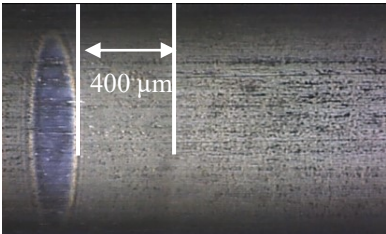
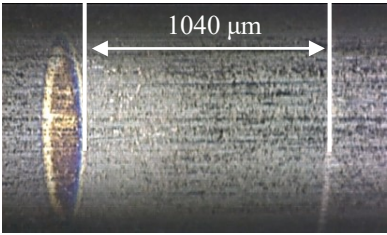
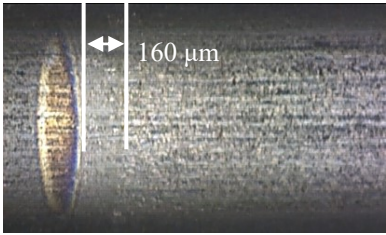
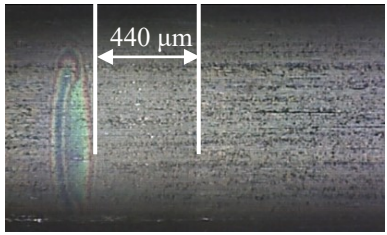
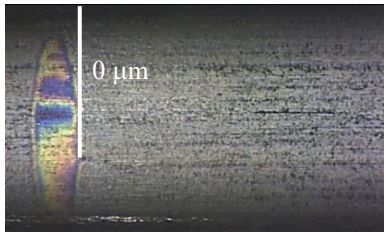
Kinematic viscosity of oil	2 revolutions of a ball	4632 revolutions of a ball
30 mm ² /s		
100 mm ² /s		
417 mm ² /s		

Fig. 3-8 Contact area images of oils at different times

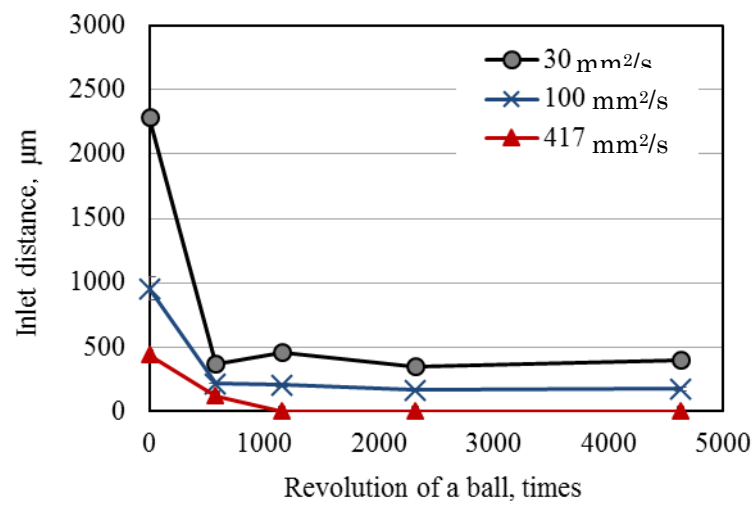


Fig. 3-9 Changes in the inlet distance of oils with revolution times

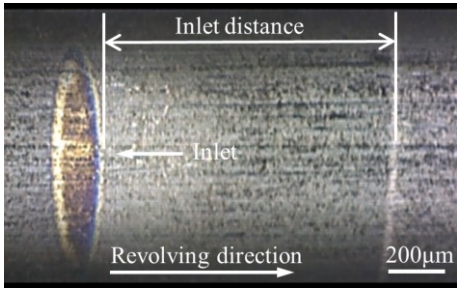
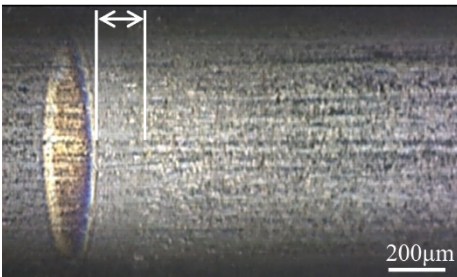
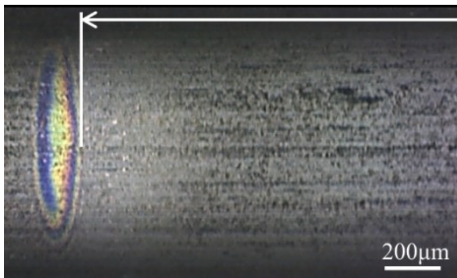
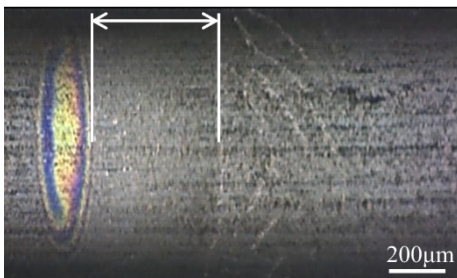
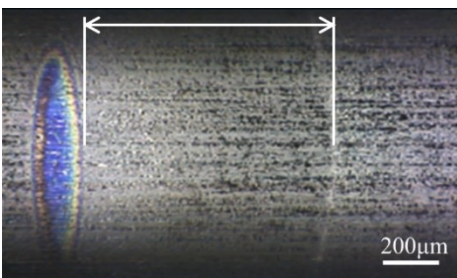
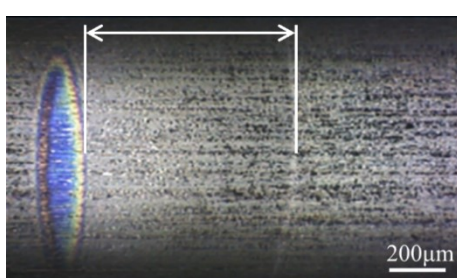
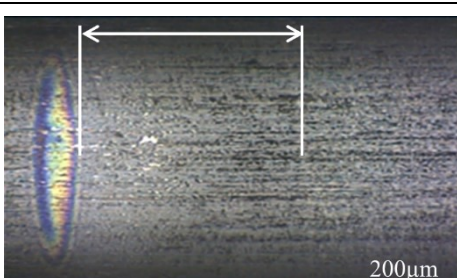
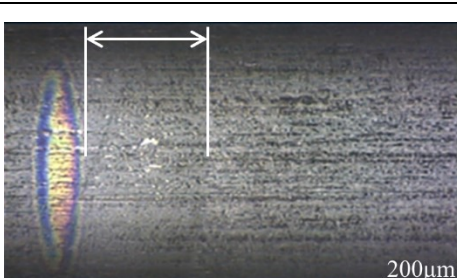
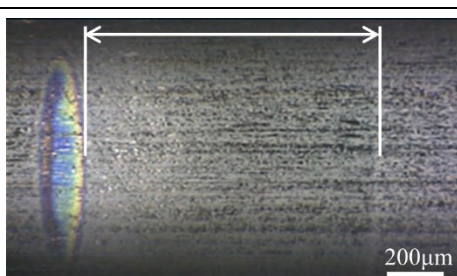
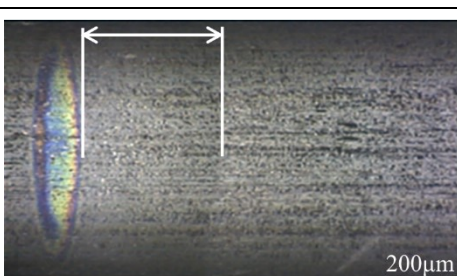
Lubricants	2 revolutions of a ball	4632 revolutions of a ball
E10 (base oil)		
E10OH22		
E10OH29		
E10St22		
E10St28		

Fig. 3-10 The inlet distance of the greases at different times

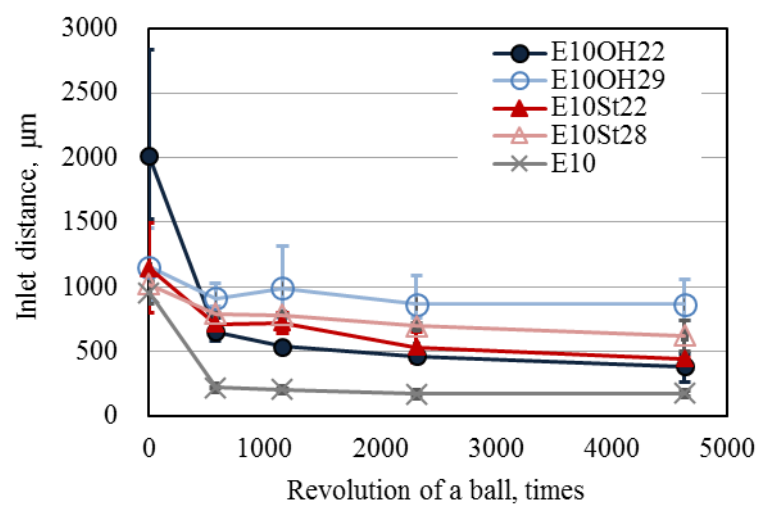


Fig. 3-11 Changes in the inlet distance of greases and base oil with revolution times

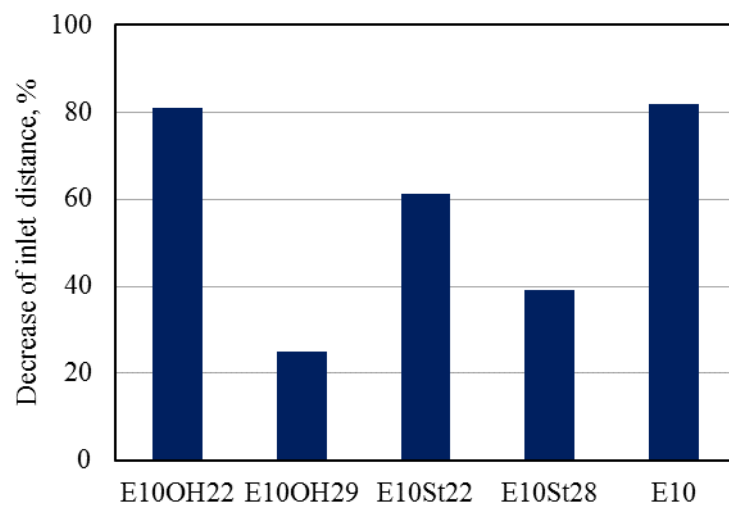


Fig. 3-12 Decrease of inlet distance of greases and base oil

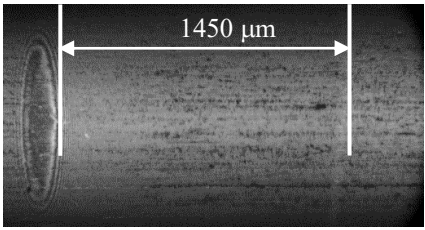
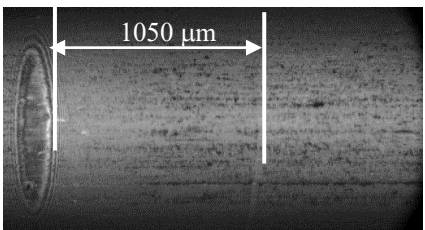
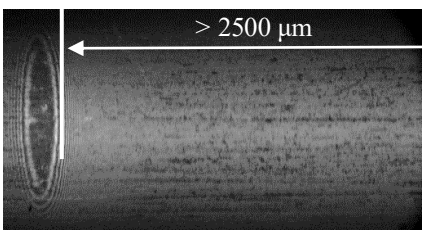
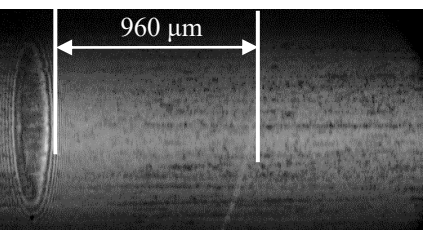
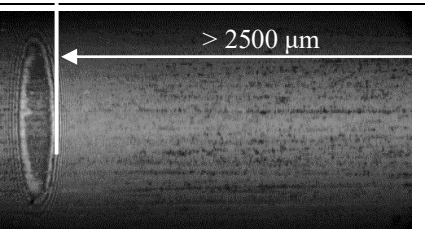
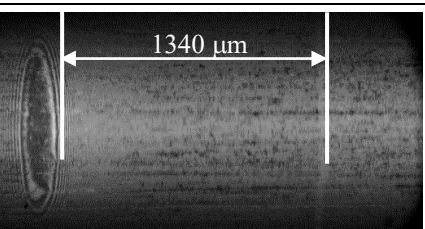
	2 revolutions of a ball	4632 revolutions of a ball
0.5 g		
3 g		
5 g		

Fig. 3-13 Contact area images of E10OH29 with different grease filled volume

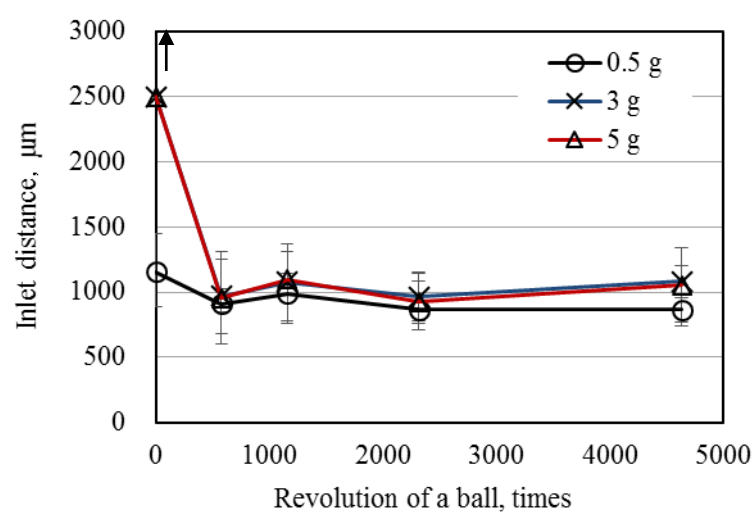
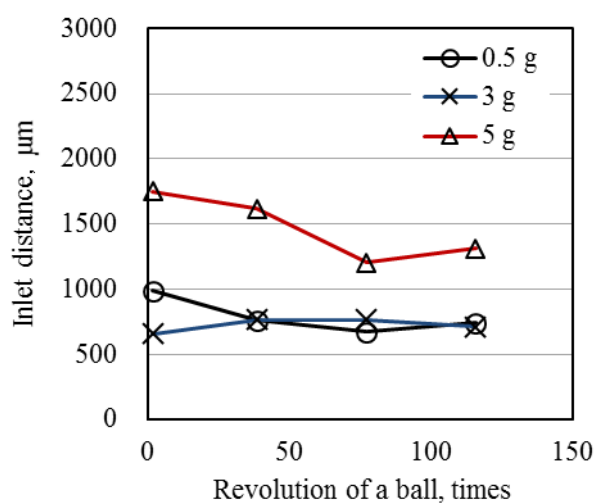
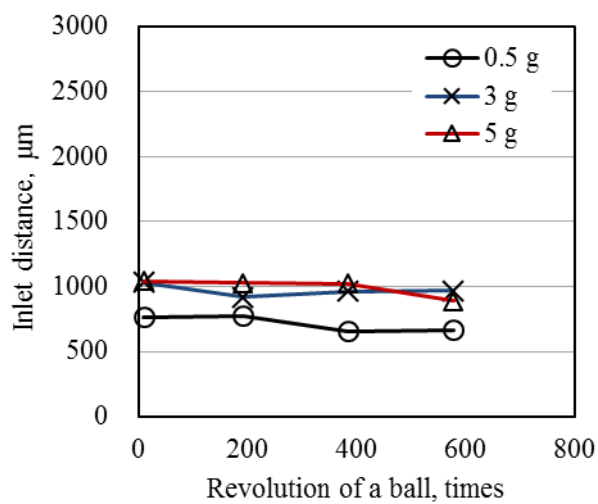


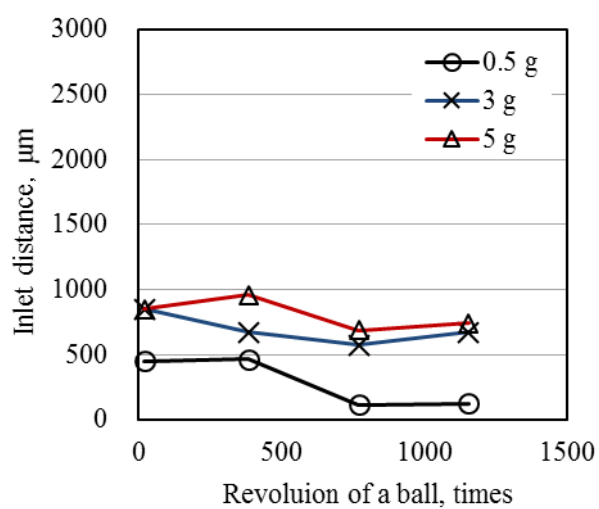
Fig. 3-14 Change in the inlet distance of E10OH29 with grease filled volume and revolution times



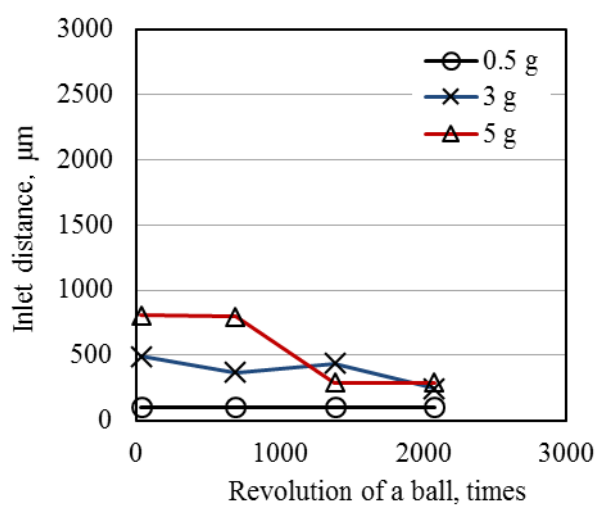
(a) 100 min⁻¹



(b) 500 min⁻¹



(c) 1000 min⁻¹



(d) 1800 min⁻¹

Fig. 3-15 Change in the inlet distance of E10OH29 with rotating speed, grease filled volume and revolution times, (a) 100 min⁻¹, (b) 500 min⁻¹, (c) 1000 min⁻¹, (d) 1800 min⁻¹

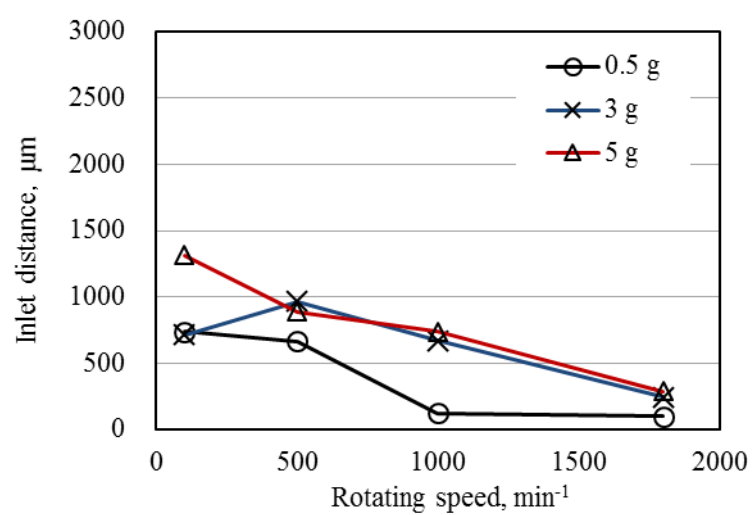


Fig. 3-16 Change of the inlet distance at 180 sec of E10OH29 with grease filled volume and rotating speed

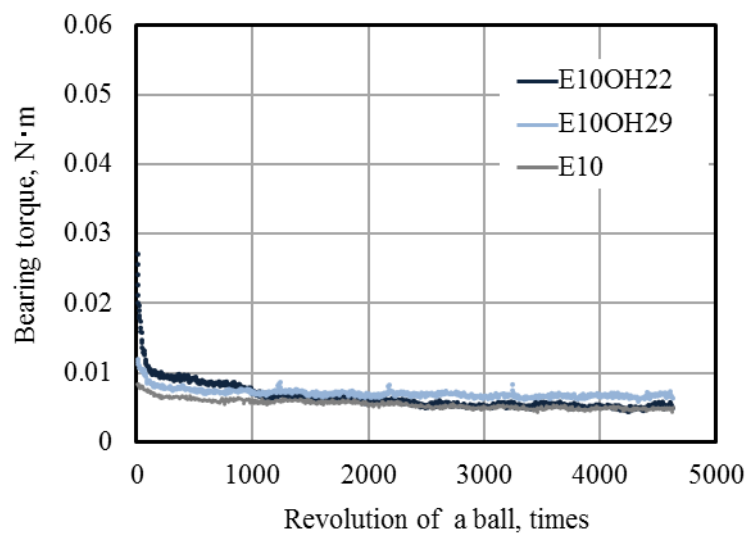


Fig. 3-17 Changes in bearing torque with revolution times

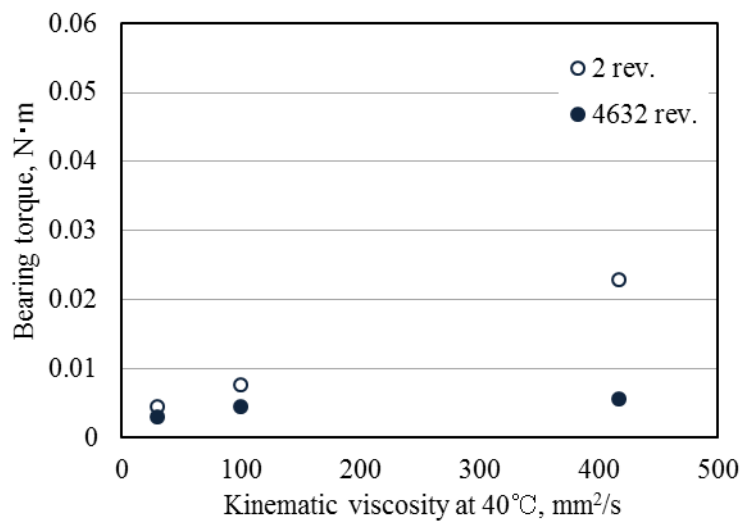


Fig. 3-18 Variation in bearing torque of oils with revolution times

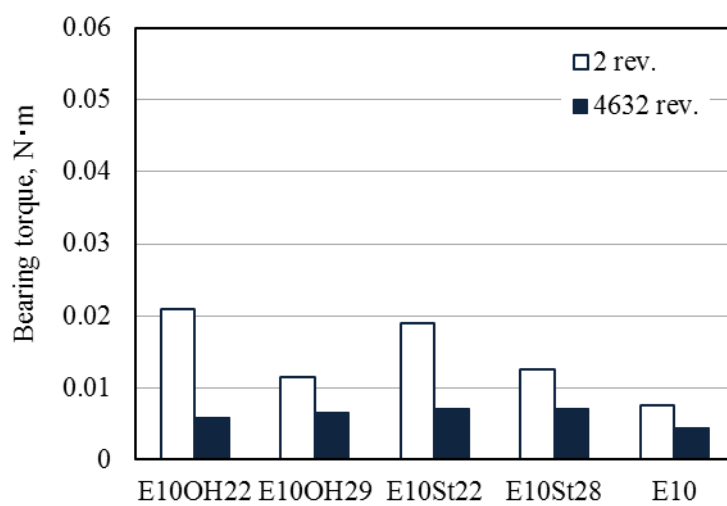


Fig. 3-19 Starting torque and running torque of bearing torque of greases and base oil

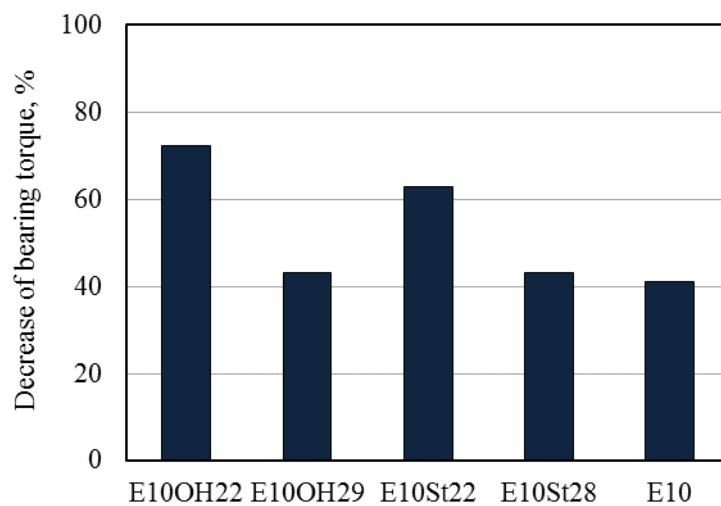


Fig. 3-20 Decrease of bearing torque of greases and base oil

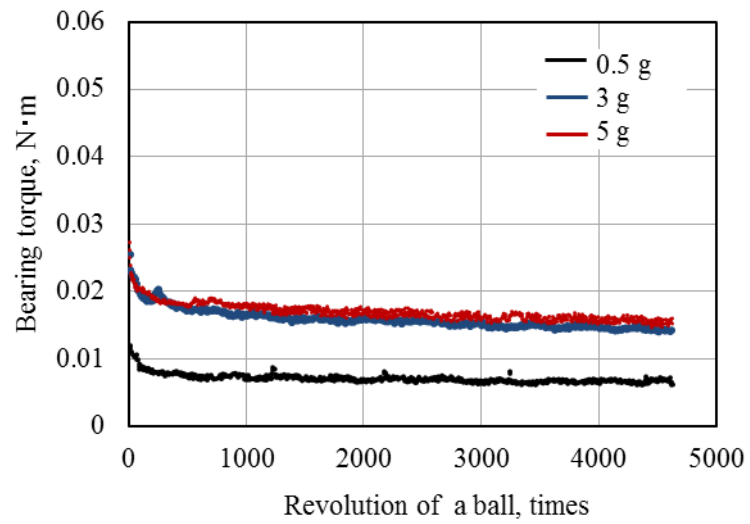


Fig. 3-21 Changes in bearing torque of E10OH29 with grease filled volume and revolution times

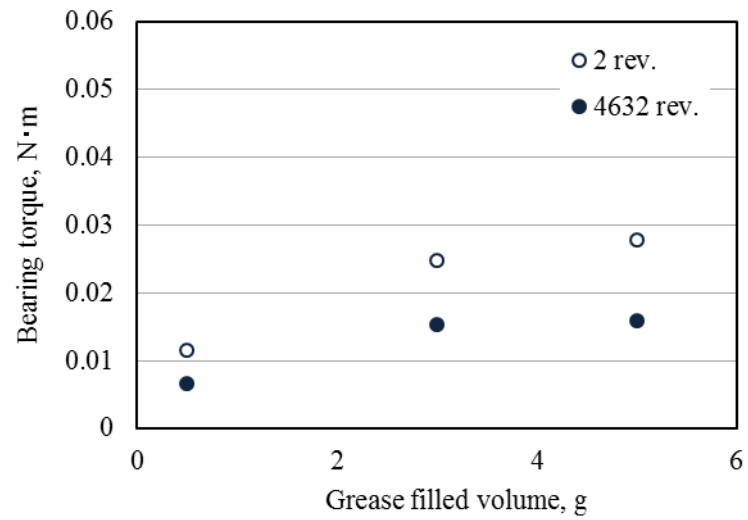
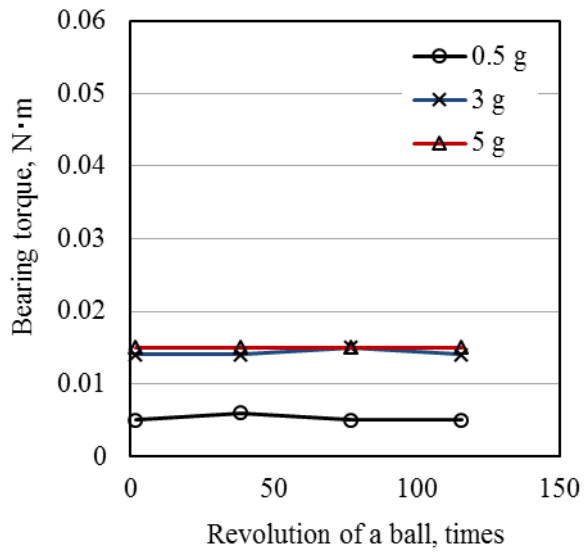
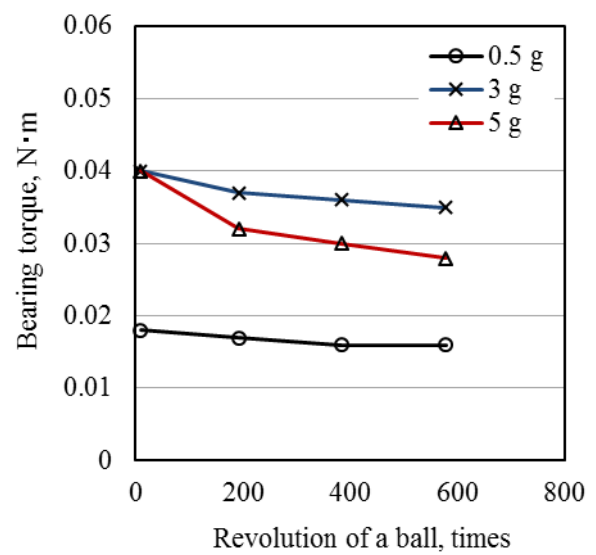


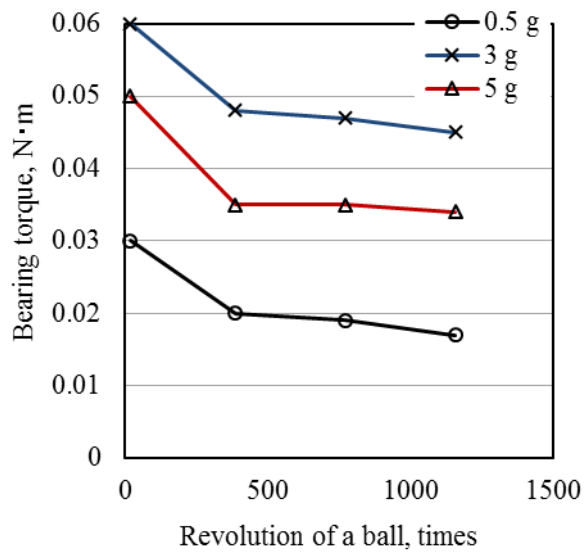
Fig. 3-22 Variation in bearing torque of E10OH29 with grease filled volume and revolution times



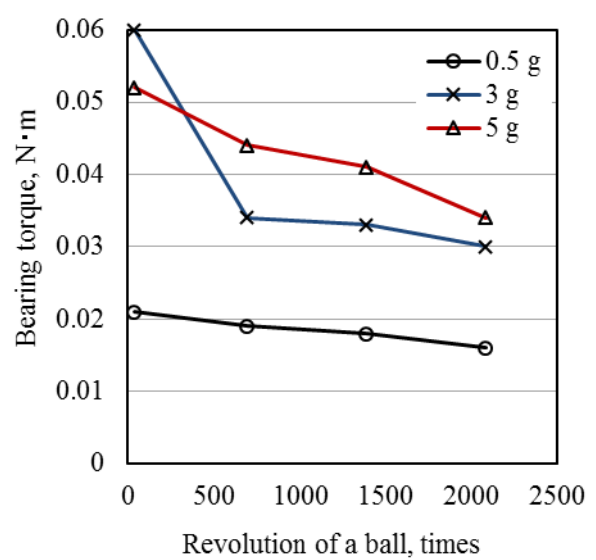
(a) 100 min⁻¹



(b) 500 min⁻¹



(c) 1000 min⁻¹



(d) 1800 min⁻¹

Fig. 3-23 Change in bearing torque of E10OH29 with rotating speed, grease filled volume and revolution times, (a) 100 min⁻¹, (b) 500 min⁻¹, (c) 1000 min⁻¹, (d) 1800 min⁻¹

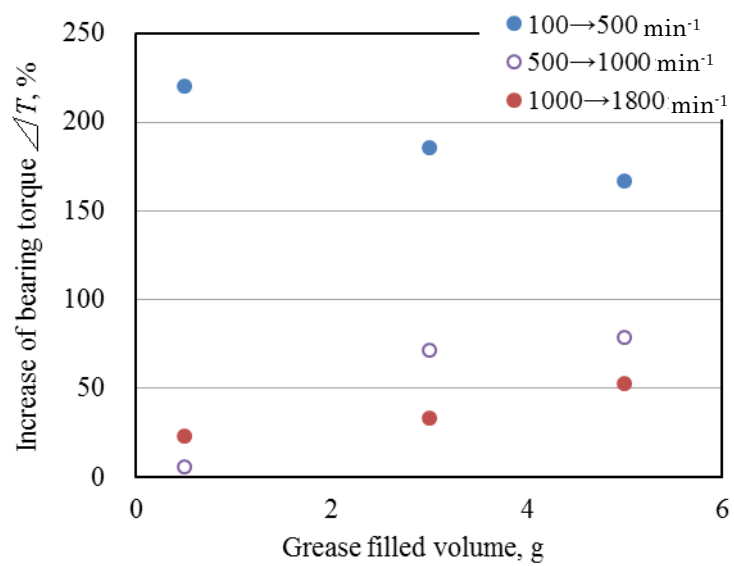
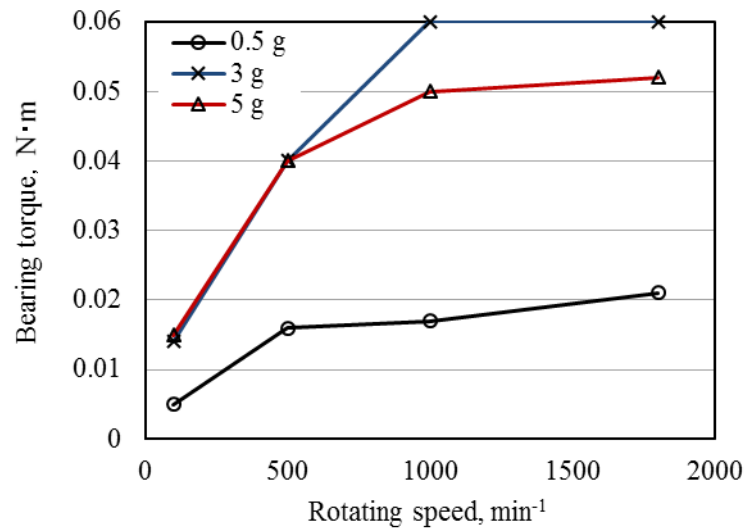
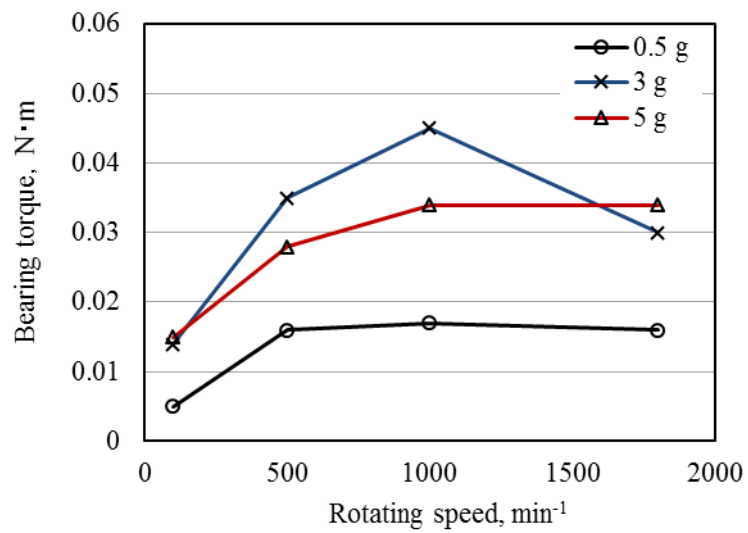


Fig. 3-24 Increase of bearing torque with rotating speed of E100H29



(a) 3 s



(b) 180 s

Fig. 3-25 Variation in bearing torque at 3 s and 180 s of E10OH29 with grease filled volume and rotating speed

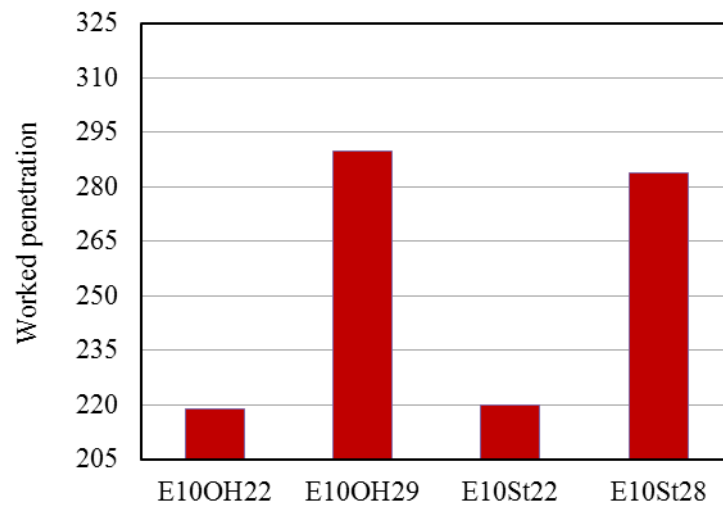


Fig. 3-26 Worked penetration of test greases

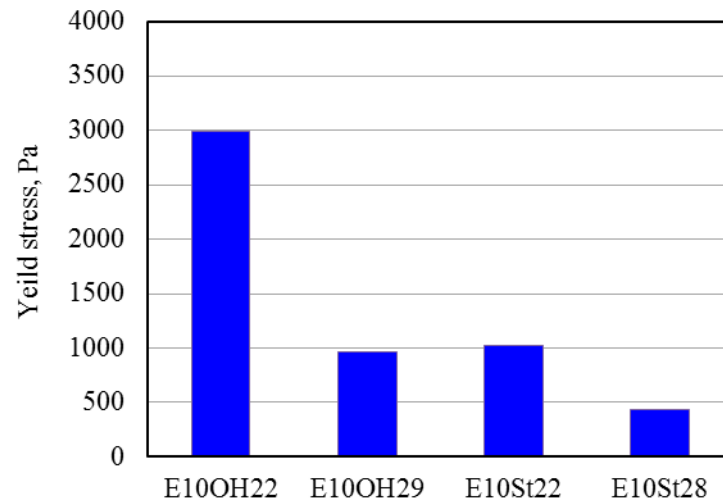
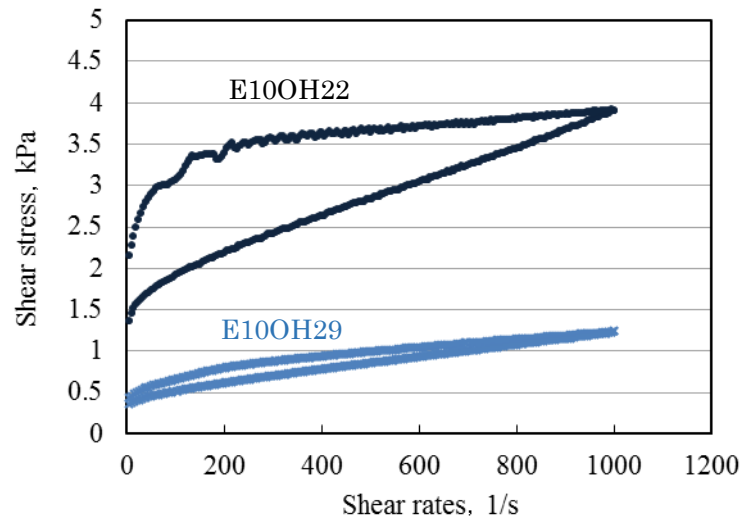
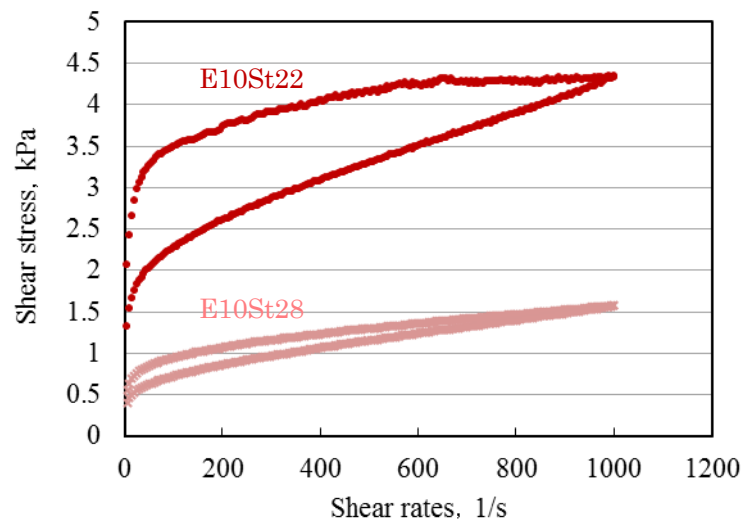


Fig. 3-27 Yield stress of test greases



(a) Li(12OH)St thickener



(b) LiSt thickener

Fig. 3-28 Hysteresis loop test results of test greases, (a) Li(12OH)St thickener, (b) LiSt thickener

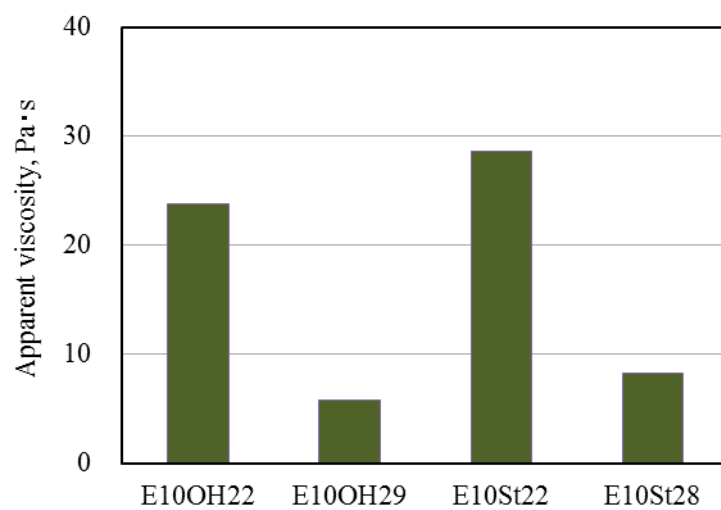


Fig. 3-29 Apparent viscosity at 100 s^{-1} of test greases

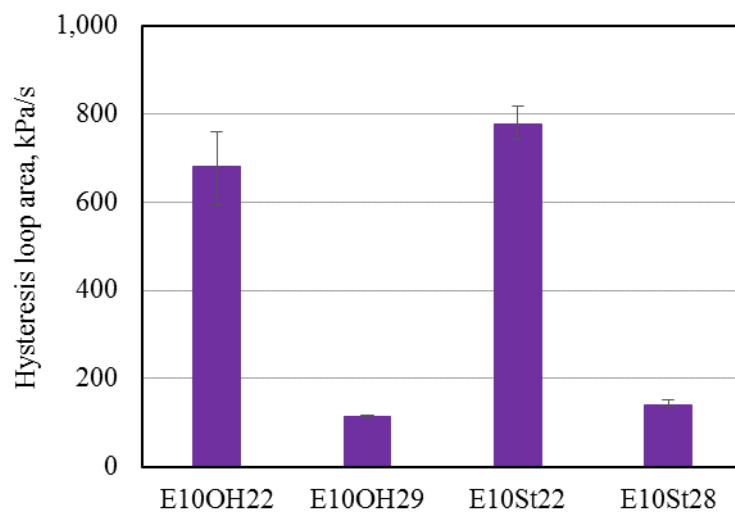
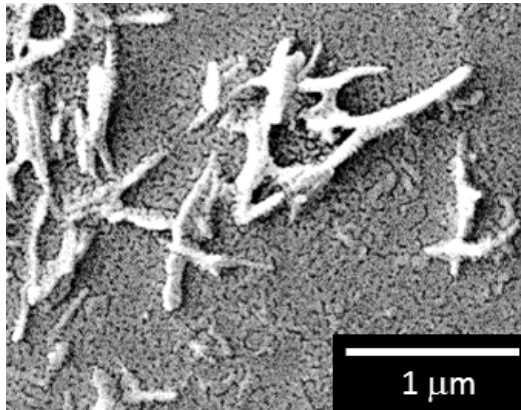
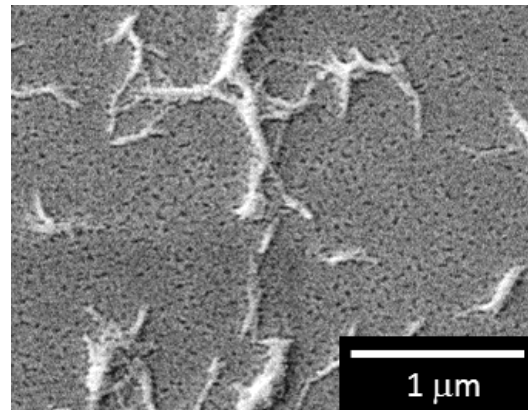


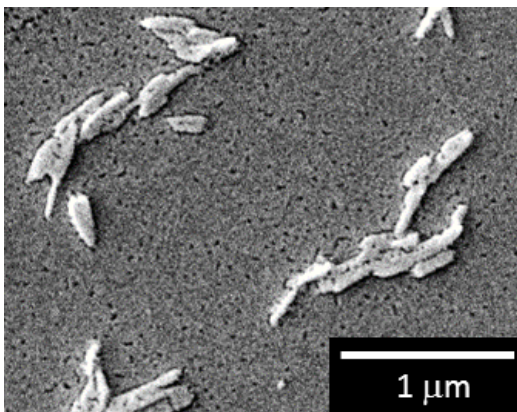
Fig. 3-30 Hysteresis loop area test results of test greases



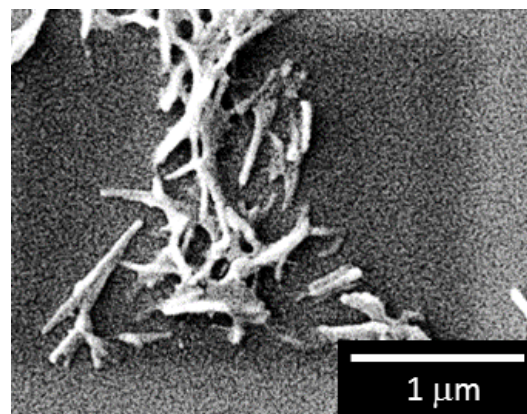
(a) E10OH22



(b) E10OH29



(c) E10St22



(d) E10St28

Fig. 3-31 SEM images of test greases

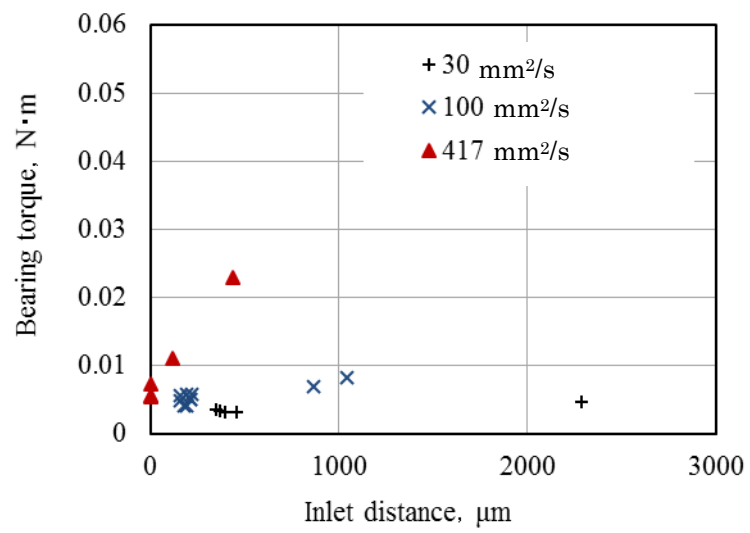
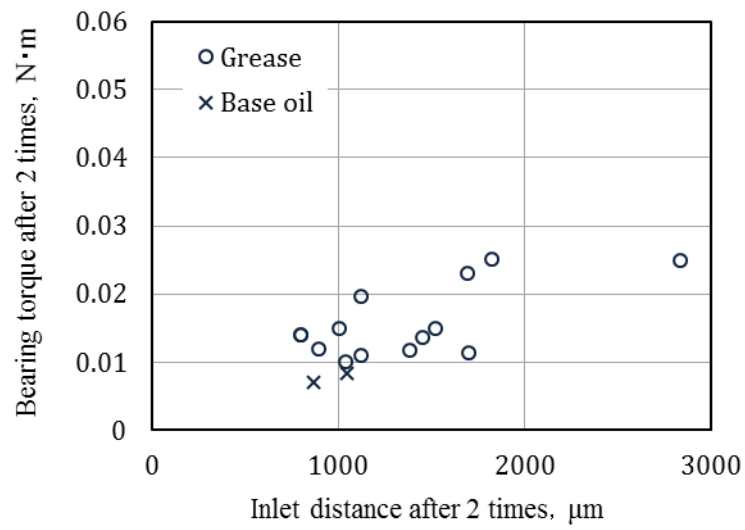
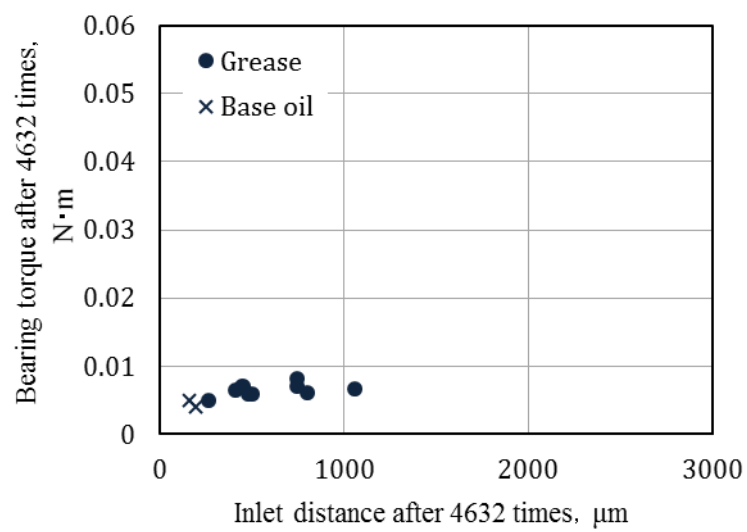


Fig. 3-32 Correlation between the inlet distance and bearing torque of test oils



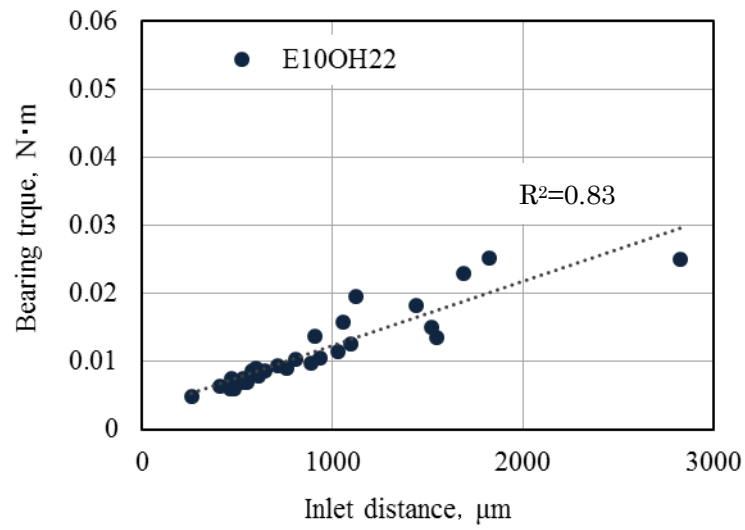
(a) 2 times



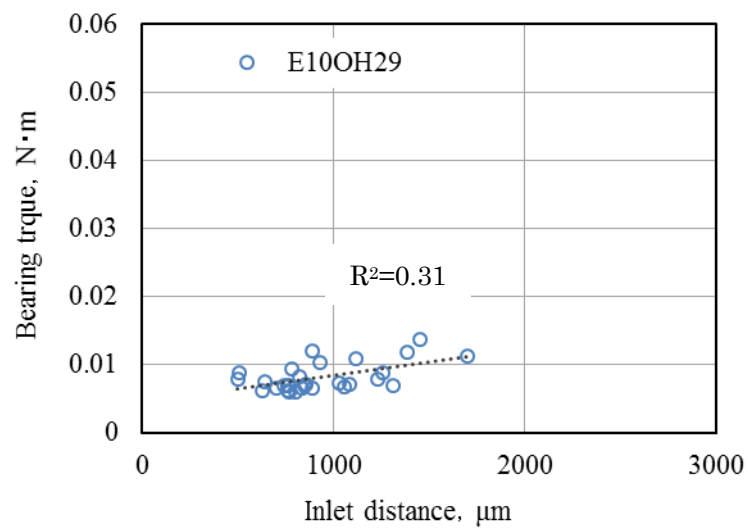
(b) 4632 times

Fig. 3-33 Correlation between the inlet distance and bearing torque with grease filled volume of 0.5 g,

(a) at 2 times, (b) at 4632 times



(a) E10OH22



(b) E10OH29

Fig. 3-34 Correlation between the inlet distance and bearing torque with grease filled volume of 0.5 g,

(a) E10OH22, (b) E10OH29

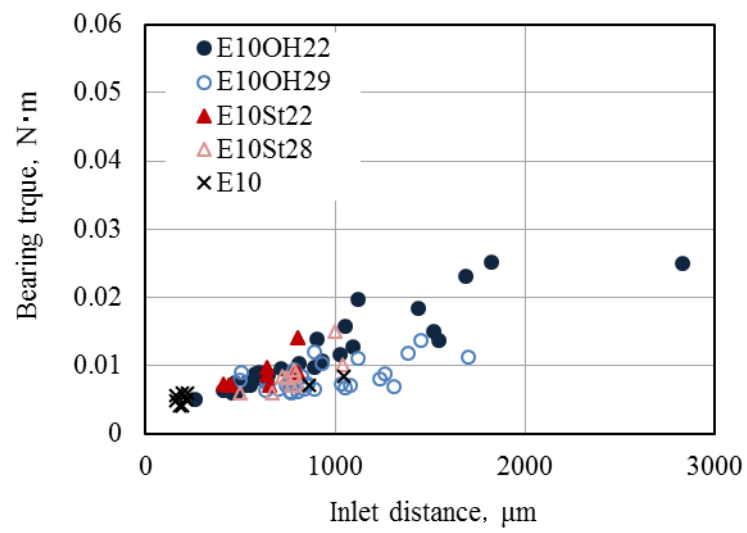


Fig. 3-35 Correlation between the inlet distance and bearing torque with grease filled volume of 0.5 g

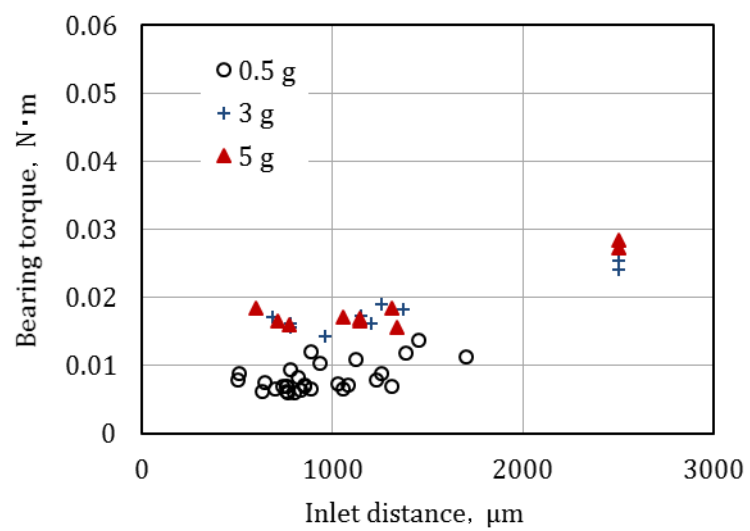
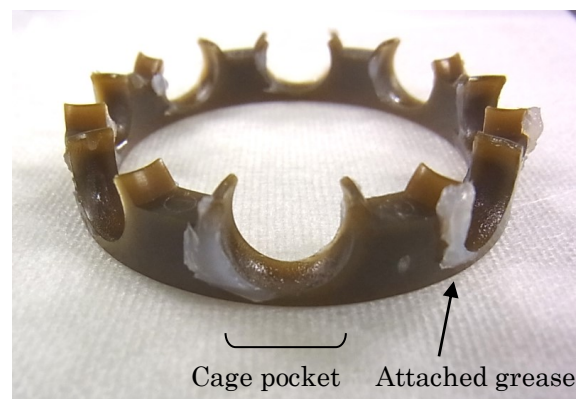
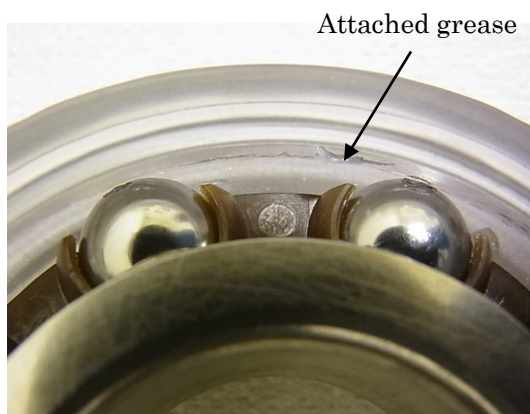
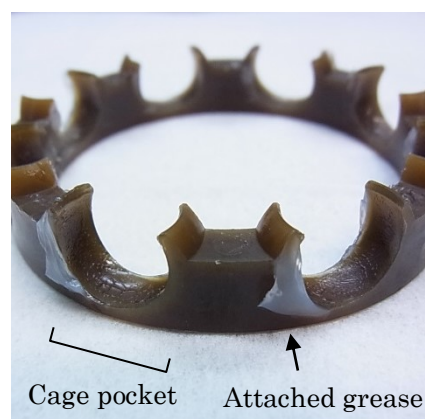
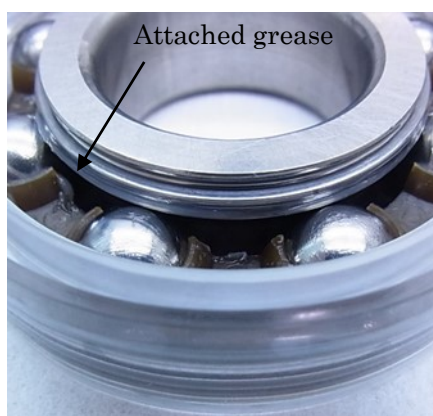


Fig. 3-36 Correlation between the inlet distance and bearing torque of E10OH29 with different grease filled volume at 100 min^{-1}



(a) E10OH22



(b) E10OH29

Fig. 3-37 Images of a tested bearing at 100 min^{-1} and 0.5 g

(a) E10OH22, (b) E10OH29



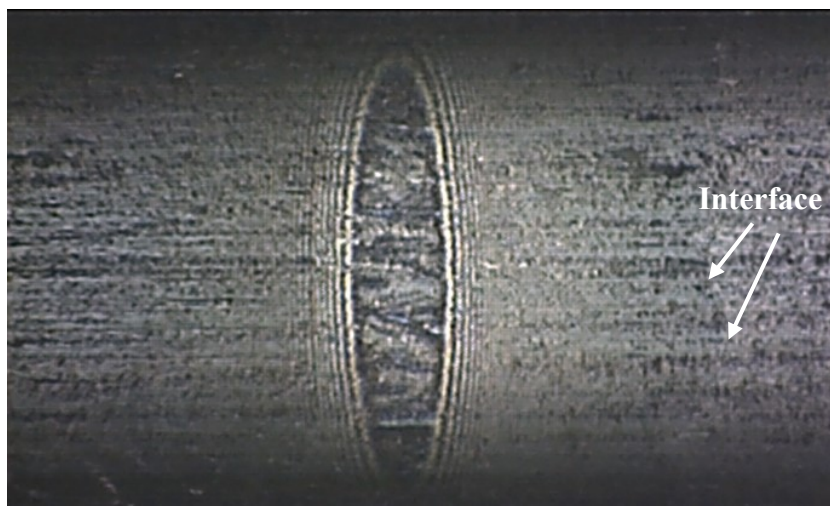
(a) Grease volume of 3 g



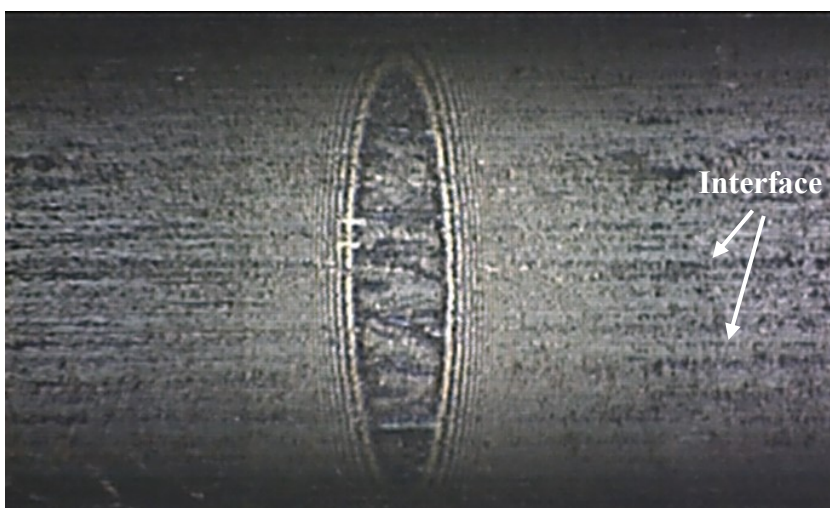
(b) Grease volume of 5 g

Fig. 3-38 Images of a tested bearing with E10OH29 at 100 min^{-1}

(a) grease filled volume of 3 g, (b) grease filled volume of 5 g



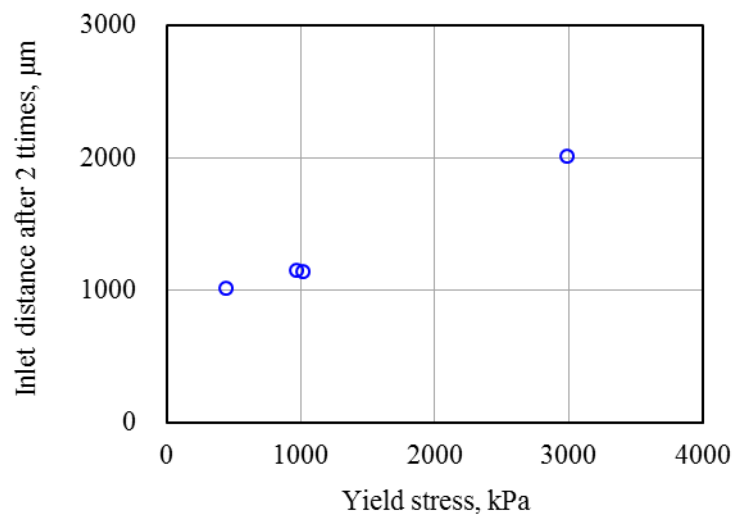
(a) Soon after the test



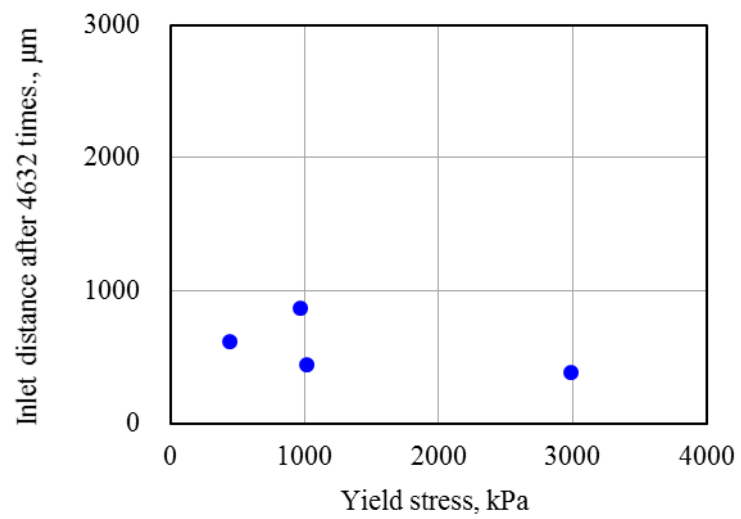
(b) 1 hr after the test

Fig. 3-39 Static images of contact area with E10OH22 after 4632 times at 100 min^{-1}

(a) soon after the test, (b) 1 hr after the test



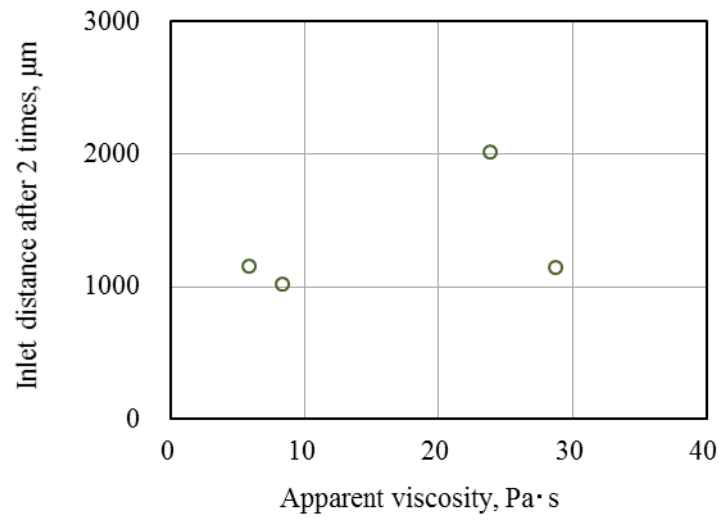
(a) Inlet distance after 2 times



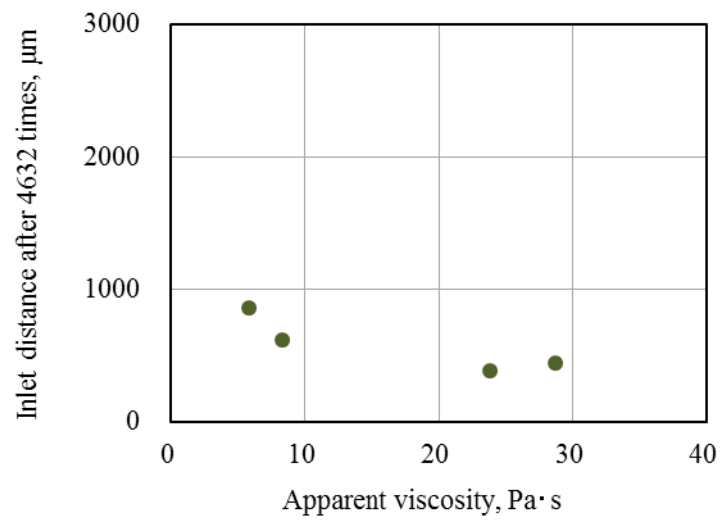
(b) Inlet distance after 4632 times

Fig. 3-40 Correlation between yield stress and the inlet distance

(a) inlet distance after 2 times, (b) inlet distance after 4632 times



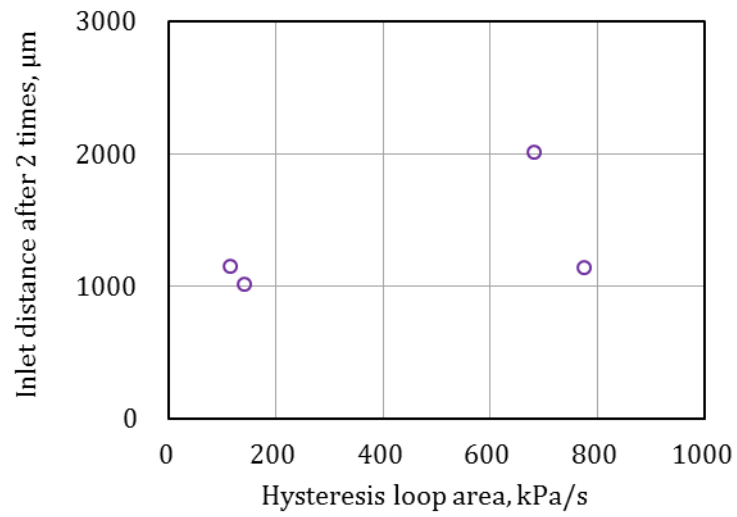
(a) Inlet distance after 2 times



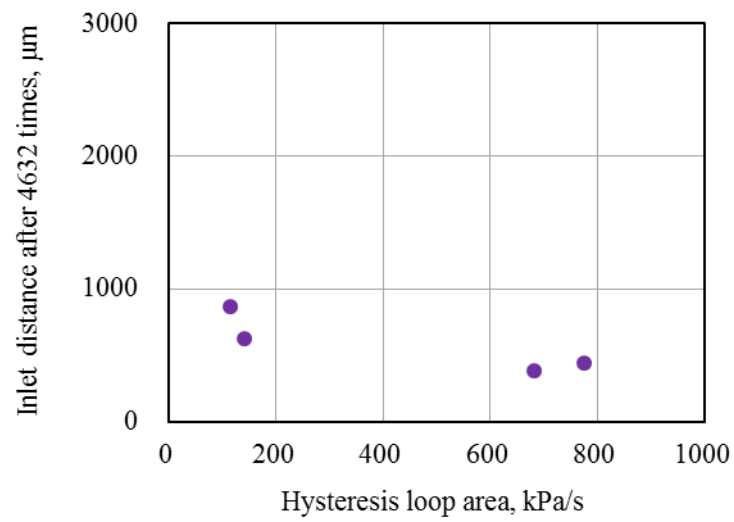
(b) Inlet distance after 4632 times

Fig. 3-41 Correlation between apparent viscosity at 100 s^{-1} and the inlet distance

(a) inlet distance after 2 times, (b) inlet distance after 4632 times



(a) Inlet distance after 2 times



(b) Inlet distance after 4632 times

Fig. 3-42 Correlation between hysteresis loop area and the inlet distance

(a) inlet distance after 2 times, (b) inlet distance after 4632 times

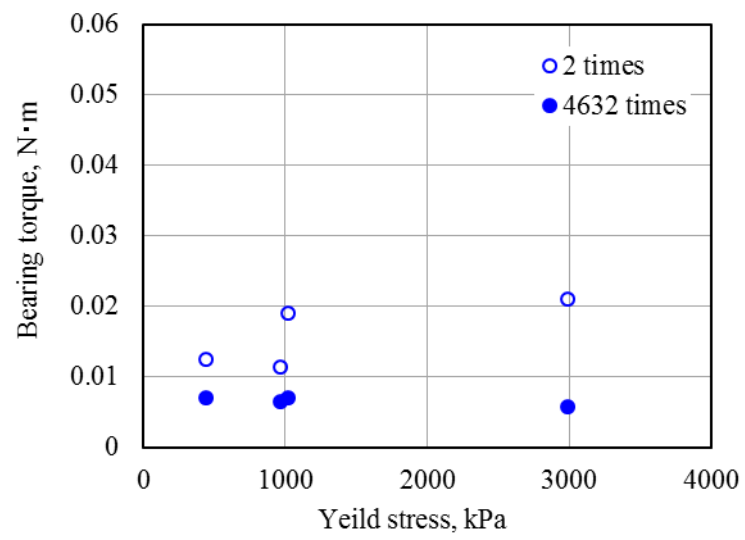


Fig. 3-43 Correlation between yield stress and bearing torque

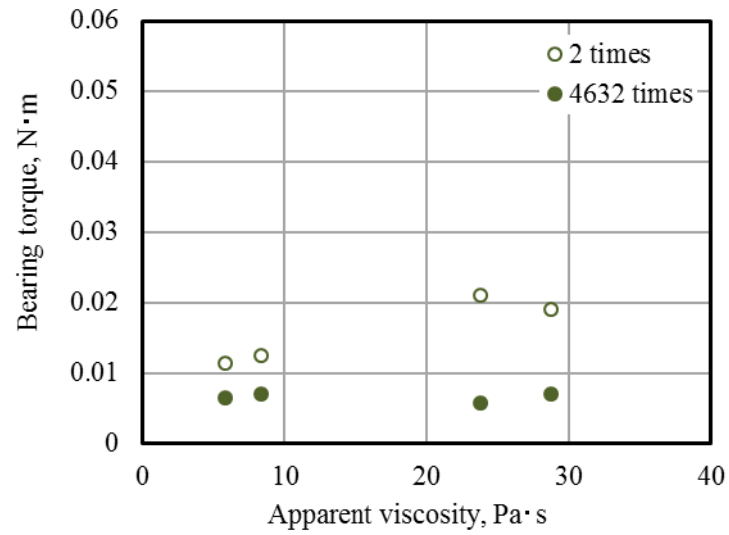


Fig. 3-44 Correlation between apparent viscosity and bearing torque

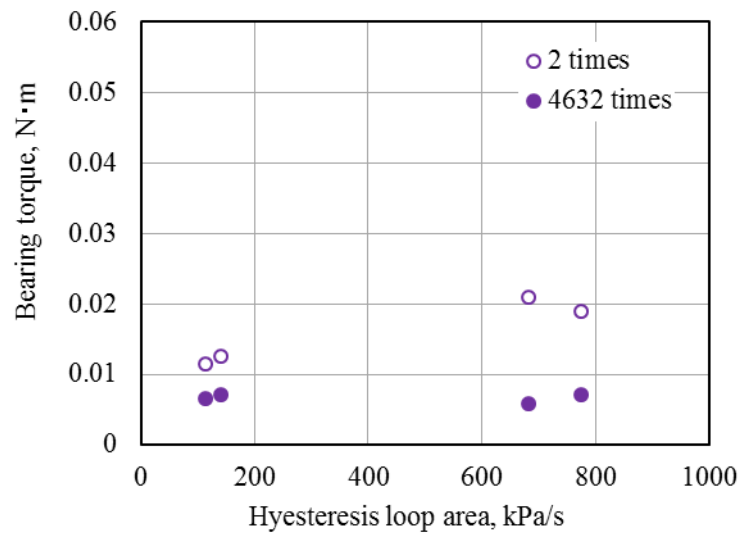


Fig. 3-45 Correlation between hysteresis loop area and bearing torque

第4章 増ちょう剤繊維による 三次元構造と グリースの流動特性

4.1 本章の狙い

第3章では、転がり軸受のボールとリングの接触部の周囲で発生する軸受トルクは、入口距離の減少と共に低くなる傾向があることを示した。また、入口距離には見掛けの粘度やヒステリシスループ面積が相関する傾向が確認された。このため流動特性を制御することにより、軸受性能を向上することができると期待される。

また、第3章ではグリースの流動特性として、降伏応力と見掛けの粘度、および時間依存性に関わる特性としてヒステリシスループを評価した。ここでヒステリシスループは、せん断速度の上昇と下降を連続して行ったときのせん断応力の差を評価する手法であり、せん断速度依存性と時間依存性の影響を共に含むと考えられる。

グリースの流動状態はせん断速度の影響を受けるだけでなく、せん断の履歴による影響を受けることが知られている。この流動特性は増ちょう剤繊維による三次元的な構造（以下、増ちょう剤構造）の変化に基づくと考えられる。このため、グリースの流動特性を制御するためには、増ちょう剤構造を評価し、構造の形成因子とその変化過程を明確にする必要がある。しかし、グリース中の増ちょう剤構造を観察する手法は確立されているとは言い難い。

本章では、グリース状態での増ちょう剤構造の観察を試みるとともに、増ちょう剤構造を形成する因子として、増ちょう剤の種類、量、分散状態、基油と増ちょう剤の相互作用、製法に着目し、増ちょう剤構造の形成因子を考察した。

更に、せん断の履歴による流動特性と増ちょう剤構造への影響を考察するため、異なる大きさの初期せん断を与えた後の流動特性とその可逆性を、レオメータにより評価するとともに、せん断による増ちょう剤構造の変化を観察した。これらの評価より、増ちょう剤構造と流動特性の関係を考察し、増ちょう剤構造の変化のモデル化を試みた。

流動特性は降伏応力、一定せん断条件での見掛けの粘度の変化およびせん断応力のせん断速度依存性を評価した。また、ヒステリシスループ測定で内包していたせん断速度依存性と時間依存性の影響は、分離して評価した。得られた流動特性について増ちょう剤構造の形成因子との相関性を確認した。更に、基油と増ちょう剤の組み合わせの流動特性への影響を考察した。

4.2 試験方法

4.2.1 試験グリース

試験グリースは、Table 4-1 に示す 11 種類のリチウムセッケン系グリースを用いた。この中で、E10OH22, E10OH29, E10St22 および E10St28 は、第 3 章で用いたものと同一である。基油は、動粘度が 313 K で 100 mm²/s のエステルおよびポリ- α -オレフィン（以下、PAO），増ちょう剤は、12 ヒドロキシステアリン酸リチウム（以下、Li(12OH)St）およびステアリン酸リチウム（以下、LiSt）であり、添加剤は配合していない。

グリースの調製は、粉体の増ちょう剤を基油中に 513 K 以上で溶解した後、P10OH21 のみ徐冷、他の 10 種類は急冷し、三本ロールによるロール処理を行った。徐冷は増ちょう剤を長繊維化⁵³⁾する目的で、冷却過程で恒温槽中に 463 K, 443 K および 423 K で各 1 時間静置した後、室温まで放冷した。急冷は、増ちょう剤溶液を水冷したステンレスバットに流し込むことにより行った。

試験グリースは混和ちょう度が 220 程度および 280 程度のものと、増ちょう剤量 10 wt% で組成および製法が異なるものを用意した。混和ちょう度は JIS K 2220⁶⁷⁾に従って、1/4 ちょう度計を用いて測定した。Table 4-1 に示すように、増ちょう剤量が一定でも、基油と増ちょう剤の組み合わせ、および製法により混和ちょう度は大きく異なった。

また、後述する Cryo FIB-SEM 観察では、バリウムコンプレックス石けんを増ちょう剤とした市販グリースを用いた。Table 4-2 にその性状を示す。

4.2.2 増ちょう剤構造の観察法

増ちょう剤分子はグリース中で繊維状の結晶を形成し、この繊維が三次元的に構造を形成していると考えられる。また、増ちょう剤繊維はグリース中で不均一に存在すると考えられる。

この増ちょう剤構造を観察するため、増ちょう剤のマクロな分散状態を光学顕微鏡およびラマン分光分析で、ミクロな繊維構造を SEM および AFM で観察した。更に、増ちょう剤構造をグリース状態で直接観察するため、共焦点レーザー蛍光顕微鏡（Confocal Laser Fluorescence Microscope, CLFM）および Cryo FIB-SEM での観察を試みた。ここで、SEM 観察を除く各観察はグリース状態で実施し、SEM 観察はグリースを脱脂した状態で行った。

4.2.2.1 光学顕微鏡による観察法

マクロな増ちょう剤構造を光学顕微鏡で観察した。増ちょう剤構造はせん断により変化すると考えられるため、グリースを一定のせん断速度でせん断した面を作製した。観察面の作製は、試験グリースを2枚のカバーガラスの間に厚さ1 mmではさみ、上方のカバーガラスを卓上塗工機により、せん断速度 5 s^{-1} で1回掃引することにより行った。カバーガラスの掃引は100 gの分銅を載せた状態で行い、カバーガラスに付着したグリースを観察した。

光学顕微鏡観察は、落射照明を行ったときの表面観察を200倍で行った。

4.2.2.2 ラマン分光分析法

光学顕微鏡観察では増ちょう剤の同定が困難であるため、ラマン分光分析法でのマッピング測定により、マクロな増ちょう剤分布を評価した。分析条件は、レーザー波長 455 nm, レーザー出力 2 mW, ビーム径 約 $0.6 \mu\text{m}$ とした。

予備試験として増ちょう剤粉末、基油およびグリースの測定を行った結果、増ちょう剤に特徴的なラマンピークが得られ、グリース状態で増ちょう剤の同定ができることを確認した。グリース表面の増ちょう剤分布をマッピングし、同一観察場所の光学顕微鏡像と比較を行った。

分析に用いたグリースサンプルの調製は、スライドガラスにグリースを塗布した後、表面が平滑になるようにカバーガラスで1回伸ばした。この際、せん断速度の制御は行っていない。

4.2.2.3 SEM による観察法

増ちょう剤繊維の形状および凝集状態を観察するため、SEM 観察を行った。SEM 観察用の試料は、カバーガラスに塗布したグリースを、n-ヘキサンおよびアセトン中に静置することにより基油を脱脂した後、白金蒸着して調製した。塗布に際して、せん断速度の制御は行っていない。

脱脂の前にグリースを基油で薄めて、増ちょう剤繊維を意図的に分散させた試料（以下分散法とする）と、基油で薄めず、意図的な分散を行わない試料⁵⁸⁾（以下未分散法とする）の2種類を2万倍で観察した。

4.2.2.4 AFM による観察法

光学顕微鏡観察に用いたグリース試料と同様、せん断速度 5 s^{-1} で調製した観察試料を用いて、AFM により表面のミクロな増ちょう剤構造を観察した。

AFM 測定は窒化ケイ素製カンチレバーを用い、ノンコンタクトモード、周波数 1Hz および室温で行い、位相像および形状像を、 $10 \mu\text{m}$ 四方および $1 \mu\text{m}$ 四方のスケールで取得した。AFM 測定の概略図を Fig.4-1 に示す。

位相像は、加振波形と応答波形の位相差を画像化したものであり、主に観察部の粘弾性を反映するが、局所的な表面の高低差の影響も受けていると考えられる。形状像は、表面の傾斜等を含めた実測像であり、傾き補正は行っていない。

4.2.2.5 共焦点レーザー蛍光顕微鏡(CLFM)による観察法

増ちょう剤構造をグリース状態で観察するため、CLFM によるグリースの観察を試みた。本手法では、レーザー光の焦点を試料中の狭い領域に合わせ、その部分の蛍光像を三次元で取得することにより、蛍光物質の三次元像を得ることができる。

試料は E10OH29 を用い、(株)ニコン製 A1+&N-SIM を用いて観察した。予備試験よりグリースから蛍光が得られなかったため、蛍光剤として、ローダミン B およびクマリン 6 をそれぞれ、0.1 ppm および 1 ppm 添加したグリースを観察した。入射光の波長は 561 nm であり、ローダミン B では $590 \pm 25 \text{ nm}$ 、クマリン 6 では $525 \pm 25 \text{ nm}$ の蛍光を観察した。観察像の分解能は、 $1 \mu\text{m}$ 程度である。

4.2.2.6 Cryo FIB-SEM による観察法

増ちょう剤構造を高空間分解能で観察するため、グリースの Cryo FIB-SEM 観察を試みた。観察には(株)日立ハイテクノロジーズ社製 NB5000 を用いた。グリースは室温状態では FIB 加工が出来ない為、供試グリースを -120°C で冷却し、Cryo FIB 加工を行った。FIB 加工条件を Table 4-3 に示す。加工断面の SEM 観察は加速電圧 2 kV、観測倍率 8000 倍で行い、反射電子像を取得した。Cryo FIB-SEM による観察法のイメージを Fig.4-2 に示す。

グリース中の増ちょう剤を SEM 観察するためには、増ちょう剤と基油を識別する必要がある。予備調査として、E10OH29 を凍結し、グリースのへき開面と FIB 加工面を SEM 観察した結果、リチウムセッケンを増ちょう剤としたグリースでは、基油と増ちょう剤のコン

トラストが弱く、基油と増ちょう剤を判別できなかった。このため、増ちょう剤と基油の強いコントラストを得るため、供試グリースには、増ちょう剤に原子番号の大きいバリウムを含む、バリウムコンプレックスセッケンを増ちょう剤としたグリース (Table 4-2) を用いた。

4.2.3 基油と増ちょう剤の相互作用の評価法

増ちょう剤構造を形成する因子の一つとして、基油と増ちょう剤の相互作用力が挙げられる。基油と増ちょう剤の相互作用は、従来 SP (Solubility Parameter) 値などにより推定されている¹⁸⁾が、本研究では相互作用を直接的に測定することを試みた。

一般に固体に液体が接触するとき、固体表面のエンタルピーと固液界面のエンタルピーの差である浸漬熱が発生する。従って、基油と増ちょう剤が強く相互作用する場合、増ちょう剤表面に基油が濡れたときに、高い熱量が発生すると考えられる。このため、本研究では基油がリチウムセッケンに接触したときに発生する熱量を測定し、相互作用の程度を比較評価した。

熱量測定はマイクロカロリーメータで行い、ガラス管中でリチウムセッケン 200 mg に基油 2 ml を雰囲気温度 30°C で滴下した。リチウムセッケン試料は、グリースの原料粉末を乳鉢ですりつぶした後、n-ヘキサンで洗浄したものを用いた。ここで、粉末状態のリチウムセッケンの結晶構造はグリース中と同様であると推定されている⁶⁹⁾ため、グリース中の増ちょう剤繊維と原料粉末の、基油に濡れる面の結晶構造は、同様であると考えられる。また、グリースから抽出した増ちょう剤をサンプルとした場合、基油がわずかに残存する可能性があるとともに、繊維形状の違いによる表面積のばらつきの影響が大きくなると考えられる。このためグリースから抽出した増ちょう剤よりも原料粉末をサンプルに用いる方が、本評価の目的に適していると判断した。

リチウムセッケン試料には Li(12OH)St および LiSt、基油として 313 K における動粘度が 100 mm²/s のエステルおよび PAO を用いた。基油の滴下は攪拌しながら行い、試験後にリチウムセッケンが基油に十分に濡れていたことを確認した。測定はそれぞれ 2 回行った。予備試験でガラス管に基油のみを滴下した場合、エステルは PAO に比べて高い熱量が発生することが確認された。このため、測定した熱量からガラス管と基油の接触による熱量を除いた値をリチウムセッケンと基油の濡れによる熱量とした。

発生する熱量は、粉末の表面積の影響を受けると考えられる。このため、測定した全発生熱量を試料重量および試料粉末の比表面積で割り、単位表面積あたりの発熱量を算出した。比表面積の測定は、試料粉末を 333 K で約 15 時間減圧脱気処理を行った後、窒素ガス吸着法で行った。

4.2.4 グリースレオロジーの測定法

流動特性として降伏応力、一定せん断条件での見掛けの粘度の変化およびせん断応力のせん断速度依存性を評価した。せん断速度依存性の評価では、せん断の履歴が流動特性に及ぼす影響を評価するため、2 条件の初期せん断を印加したのちに測定を行った。また、流動特性の可逆性を調査するため、初期せん断を与えたサンプルを一定時間静置し、静置前後の流動特性の変化を確認した。

4.2.4.1 降伏応力の測定法

降伏応力は 2.2.3 項と同様に、プレート／プレート系、ギャップ 0.5 mm とし、オシレーションモード、10 Hz、303 K 条件で、ひずみを 0.01 から 1000%まで増加させて行った。測定は 2 回行い、損失正接 $\tan \delta$ ($=G''/G'$) が 1 となるときのせん断応力値の平均値を降伏応力とした。試験グリースの降伏応力を Table 4-1 に示す。

4.2.4.2 せん断応力のせん断速度依存性の測定法

流動特性は、回転型レオメータを用いて評価した。転がり軸受内でグリースが受けるせん断速度範囲は、0 から 10^6 s^{-1} 程度^{15,17)}と見積もられる。このため、軸受内での流動条件を想定して、せん断速度を変化させたときの流動特性を、せん断応力により評価した。測定はコーンプレート系（コーン直径 25mm、傾斜角 0.5° ）を使用し、定常流モード、303 K で行った。レオメータの測定条件を Table 4-4 に示す。レオメータ測定では壁面でのスリップ^{40,70)}や、Fig.3-4 に示されるグリースの端部にすきまができる現象（フラクチャ）^{41,46)}が発生し、測定結果に悪影響を与える場合がある。これらの影響を抑制するため予備試験を行った。

フラクチャ発生部にはすきまが形成されるため、グリースは試験後にコーン上昇に伴う変形を受けない。このため、フラクチャの発生はコーン上昇後のグリースの目視観察によ

り確認できる。予備試験の結果、短時間の評価であれば、せん断速度 1000 s^{-1} までフラクチャが発生しないことを確認した。

壁面でのスリップは低せん断速度で発生しやすく、スリップによりせん断応力が小さく検出される。スリップの発生条件を確認するため、プレートの表面状態の違いによるせん断応力の変化を、サンドペーパーを用いてプレート-プレート系で調査した。この結果、 1 s^{-1} 程度以下のせん断速度でスリップが発生しやすいことが推定された。このため評価におけるせん断速度の範囲を 1 s^{-1} から 1000 s^{-1} と設定した。

初期せん断条件は、フラクチャが発生しない条件として、 1 s^{-1} および 100 s^{-1} でそれぞれ 3 分間と設定した。初期せん断は、グリースを設置して 30°C で 3 分間静置した後に行い、その直後にせん断速度を増加させ、流動特性を評価した。

流動特性は、せん断速度を 1 s^{-1} から 1000 s^{-1} まで上昇させたときのせん断応力により評価した。グリースは一定のせん断速度を加えた際に、せん断応力が一定値に落ち着くまでに大きく初期変化する場合があり、その程度はグリースの種類やせん断条件によって異なる。このため、せん断応力の定常値を得るためには、十分に長時間せん断を加えるべきであるが、フラクチャが懸念されるため各せん断速度での 30 秒後のせん断応力値を測定値とした。このため、せん断速度の上昇は 30 秒間ずつ段階的に行った。評価はグリースごとに 2~3 回行い、平均値をプロットした。

4.2.4.3 流動特性の可逆性の評価法

せん断による流動特性変化の可逆性を調査するため、せん断後に静置もしくは微小な振動を加えたときの流動特性を評価した。静置による調査は、レオメータでせん断速度 100 s^{-1} 、3 分間の初期せん断を加えた後、そのまま 1 時間静置した条件と、より長時間静置するため、攪拌脱泡器でせん断をかけた試料を室温で規定時間静置した条件の二条件で行った。攪拌脱泡器を用いたせん断は、公転速度 1058 min^{-1} 、自転速度 698 min^{-1} 条件、40 秒の処理をそれぞれ 1, 3, 10 回行った。これらの条件をそれぞれ Shear*1, Shear*3, Shear*10 とする。

振動条件は、グリースが降伏せず弾性的な挙動を示す領域を調査し、コーンプレート系（コーン直径 25mm 、傾斜角 0.5° ）、オシレーションモード、 10 Hz 、ひずみ 0.05% 、 303 K とした。このオシレーション条件を Table 4-5 に示す。流動特性としてせん断応力のせん断速度依存性（Table 4-4）を評価した。

4.3 実験結果

4.3.1 増ちょう剤構造

4.3.1.1 光学顕微鏡によるマクロ的な構造の像

マクロなグリースの構造を光学顕微鏡で観察した結果を Fig.4-3 に示す。図示した像は、せん断速度 5 s^{-1} で露出させたときの下面であり、上面からも同様な像が得られた。試料のせん断方向は紙面の左から右である。光学顕微鏡観察より、E10OH22 および P10OH21 のせん断面で凹凸が多く認められた。一方、ちょう度が同等の E10St22 は滑らかな表面形態を示した。これらよりちょう度が高い、E10OH29、E10St28、E10St40、P10OH38 は、E10St22 と同様な滑らかな表面像を示した。

4.3.1.2 ラマン分光分析によるマクロ的な構造の分析

光学顕微鏡観察で認められた凹凸の形成要因を調査するため、ラマン分光分析による組成分析を行った。予備試験として、増ちょう剤原料および基油原料のラマン分析を行った結果を Fig.4-4 および Fig.4-5 に示す。この結果、Li(12OH)St および LiSt は 2885 cm^{-1} のピークが基油よりも強く出ることが確認された。本評価に用いたグリースは増ちょう剤の原料粉末を基油中に溶解、析出させたものであり、調製時に化学反応は起きない。このため、ラマン分光分析により増ちょう剤と基油を識別できる。グリースの表面上の凸部と平坦部の増ちょう剤濃度を比較するため、エステル系グリースは 2885 cm^{-1} と 2936 cm^{-1} の強度比、PAO 系グリースは 2885 cm^{-1} と 2853 cm^{-1} の強度比をマッピングした。

E10OH22 の凹凸部をラマン分析した結果を Fig.4-6 に示す。Fig.4-6 (a) は分析位置の光学顕微鏡像であり、赤い四角はラマン分析位置を示す。A 部は凸部であり、ラマンスペクトル (Fig.4-6 (c)) に示されるように、平坦部の B 部よりも、増ちょう剤に特徴的な 2885 cm^{-1} のピークが強く認められた。マッピング結果 (Fig.4-6 (b)) に示されるように、凸部は平坦部よりも増ちょう剤濃度が高く、増ちょう剤が凝集していることが分かった。

凸部で増ちょう剤濃度が高くなる傾向は、P10OH21 でも同様に認められた。

4.3.1.3 SEM による増ちょう剤繊維の像

増ちょう剤繊維の構造を SEM で観察した結果を、Fig.4-7 および Fig.4-8 に示す。Fig.4-7 は分散法、Fig.4-8 は未分散法で試料調整したものである。分散法では個々の繊維形状が観

察され、未分散法では三次元的な繊維の繋がりが観察される傾向を示した。

4.3.1.3.1 分散法による観察像

Fig.4-7 より、繊維形状には増ちょう剤の種類、増ちょう剤量、基油の種類、製法の影響が認められた。増ちょう剤種類の影響として、Li(12OH)St 系は、LiSt 系よりも屈曲した形状を示し、特に P10OH21 は、らせん状の形状を示した。増ちょう剤量の影響として、LiSt 系で増ちょう剤量が少ない E10St40 は、繊維が束状に凝集した状態が観察された。基油の種類の影響として、Li(12OH)St 系で PAO 基油の P10OH38 および P10OH21 は、エステル基油の E10OH22 および E10OH29 よりも、細い繊維が多く認められた。LiSt 系においても同様に、PAO 基油のグリースの方がエステル基油のものよりも繊維形状が細くなっていることが確認された。また、製法の影響として、徐冷で調製した P10OH21 は、長径が 1 μm 以上の繊維が認められ、急冷の P10OH38 よりも長繊維となっていることが確認された。

4.3.1.3.2 未分散法による観察像

未分散法の試料は、E10OH22 を除く各グリースで、繊維間に空孔が存在し、繊維が三次元的に絡まり合っているように見える、いわゆる網目状の構造が認められた (Fig.4-8)。繊維の長さは分散法 (Fig.4-7) よりも長く観察される傾向を示し、繊維の幅は Li(12OH)St 系の方が LiSt 系よりも細い傾向を示した。

増ちょう剤量や製法の違いにより、増ちょう剤繊維の凝集状態に違いが認められた。すなわち、E10OH22、E10St40 および P10OH21 は、基油と増ちょう剤の種類が同じグリースと比べて、増ちょう剤繊維が凝集した部分が認められた。特に E10OH22 は、SEM 像では繊維間の空孔が不明確であったが、グリース中においては細かい空孔が形成されていると推測される。

同程度のちょう度のグリースを比べた場合、E10OH22 および P10OH21 に対して、E10St22 は均一な増ちょう剤構造を示した。このため、グリース中での増ちょう剤の分布状態は、ちょう度が同等でも、グリースにより異なることが示唆された。

未分散法により三次元的な構造が観察されたが、実際のグリース中での増ちょう剤構造は、基油を含めた状態で判断する必要がある。

4.3.1.4 AFM による増ちょう剤構造の像

AFM によるグリースの表面の観察結果を Fig.4-9 に示す。観察試料は、紙面の左から右にせん断速度 5 s^{-1} で調製したものである。AFM 像は、異なる倍率の位相像と、高倍率の位相像と同一視野で取得した形状像を、二次元および三次元で表記した像を示した。位相像は色が濃いほど弾力的であることを示し、濃色部が増ちょう剤である。増ちょう剤の周囲や、繊維状の形状に淡色化している部分は、局所的に大きな高低差があったため、カンチレバーが十分追従できなかった部分であると考えられる。形状像は濃色部が低く、淡色部が高いことを示す。

混和ちょう度が同等で増ちょう剤の種類が異なる Fig.4-9 (b) と Fig.4-9 (d) の位相像より、Li(12OH)St 系である E10OH29 は Fig.4-9 (b) 矢印 B に示させるように増ちょう剤が殆ど認められない領域が存在し、LiSt 系である E10St28 よりも増ちょう剤の分布が不均一な傾向が認められた。また、E10OH29 において、繊維が垂直方向に突き出たような形状を示している部分が認められた (例えば Fig.4-9 (b) 矢印 β)。同様な形状は LiSt 系グリースでも確認され、増ちょう剤がせん断面で、ランダムな向きに配向していることを示しているといえる。

E10OH22 の AFM 像において、増ちょう剤繊維が観察された部分 (Fig.4-9 (a) 線 α) の断面形状を、Fig.4-10 に示す。断面部分の表面を位相像と対応させると、表面は大部分が基油で覆われ、増ちょう剤繊維が存在している部分は、10 nm 程度の深さの凹部となっており、増ちょう剤が基油中に埋もれた状態で観察された。同様な状態は他のグリースにおいても認められた。

4.3.1.5 CLFM による増ちょう剤構造の像

CLFM を用いて、グリースの状態での増ちょう剤構造の観察を試みた結果を Fig.4-11 に示す。グリース試料は E10OH29 とし、蛍光剤としてローダミン B (Fig.4-11 (a)) およびクマリン 6 (Fig.4-11 (b)) をグリースに添加した。

Fig.4-11 に示されるように、蛍光剤がグリース中に分布した状態が観察された。リチウムセッケンを増ちょう剤とする場合、リチウムセッケンへの蛍光剤の吸着を確認することにより、本手法で増ちょう剤の凝集状態の観察が可能である。

4.3.1.6 Cryo FIB-SEM による増ちょう剤構造の像

E100H29 の Cryo FIB-SEM 観察結果を Fig.4-12 に示す。観察試料は凍結後、左側は切断、右側は FIB 処理を行うことにより観察面を作製した。切断面は表面の凹凸状態が観察されたが、FIB 処理面では明確な像が観察されなかった。これは増ちょう剤であるリチウムセッケンと基油のエステル油は構成元素が類似しており、SEM 像のコントラストがつかないためである。

三次元的に観察するためには FIB により作製した面を連続的に観察する必要がある。FIB 処理面で基油と増ちょう剤を識別して観察するため、増ちょう剤にバリウムを含むバリウムコンプレックスグリースを用いて Cryo FIB-SEM 観察を行った。この結果を Fig.4-13 に示す。ここで、白色で示された部分が増ちょう剤粒子、黒い部分が基油であり、Fig.4-13 (a) は断面像、Fig.4-13 (b) は取得した複数の断面像から構築した三次元像である。

Fig.4-13 に示すように、バリウムを含む増ちょう剤を用いることで、基油と増ちょう剤が識別可能な SEM 像を得ることができた。増ちょう剤粒子の大きさは数 100 nm のものから 1 μm を超えるものが観察され、大きさにばらつきが認められた。また、粒子形状は繊維状、もしくは棒状に見えるが、断面を観察している為、三次元的な形状を判断することは困難である。

Fig.4-13 (b) に示すように、三次元像を構成することにより、薄片状の粒子が多く存在することが確認できた。Cryo FIB-SEM 観察では、グリースの状態ですら数 100 nm 程度の増ちょう剤繊維の形状が確認できており、基油中に増ちょう剤粒子が三次元的に分散している様子を観察することができた。

4.3.2 基油と増ちょう剤の相互作用

基油と増ちょう剤の相互作用力を調査するため、増ちょう剤に基油が濡れたときの発熱量を測定した結果を Fig.4-14 に示す。値のばらつきが大きい傾向があるものの、Li(12OH)St および LiSt とともに PAO との発熱量は高く、エステルとの発熱量は非常に低い傾向を示した。

4.3.3 流動特性

4.3.3.1 セン断応力の時間変化

せん断速度 1 s^{-1} および 100 s^{-1} で初期せん断を加えたときのせん断応力の時間変化を、

Fig.4-15 に示す. Fig.4-15 (a) に示すように, 1 s^{-1} 条件において E10OH22 および E10St22 は初期にせん断応力が増加し, 0.5 分程度でせん断応力がほぼ一定になる傾向を示した. この傾向は P10St22 でも同様であった. 他のグリースは, せん断応力が時間とともにわずかに減少するか, 時間によらずほぼ一定値となる傾向を示した.

100 s^{-1} 条件では, 各グリースともにせん断応力が時間とともに減少する傾向を示し, せん断応力の時間依存性が認められた (Fig.4-15 (b)). ちょう度が 220 程度の低ちょう度グリースの方が, せん断応力が大きく減少する傾向を示し, なかでも E10OH22 で顕著な減少が認められた.

せん断速度一定時のせん断応力は, せん断速度が速い方が, 時間とともに大きく変化した. 変化の程度はグリースにより異なり, 低ちょう度グリースの方が大きく変化する傾向を示した.

4.3.3.2 せん断の履歴によるせん断応力の変化

初期せん断後の, E10OH22, E10OH29, E10St22 および P10OH21 のせん断応力のせん断速度依存性を, Fig.4-16 にそれぞれ示す. 各グリースとも, 初期せん断速度が 1 s^{-1} の場合, 100 s^{-1} と比較して, 低せん断速度領域で, せん断応力が高くなることが認められた. この傾向は他のグリースでも同様であったが, ちょう度が 400 近い E10St40 および P10OH38 では初期せん断速度によるせん断応力の違いは殆ど認められなかった.

このせん断応力の差は, 初期せん断をかけた後の増ちょう剤構造が 1 s^{-1} と 100 s^{-1} で異なるために発生し, 100 s^{-1} の方が 1 s^{-1} よりも低せん断速度領域に対応する増ちょう剤構造の変化が大きいことを示すと考えられる.

この差はちょう度 220 程度の低ちょう度で大きく認められ, 特に E10OH22 は顕著であった. また, E10OH22 は初期せん断速度 1 s^{-1} 条件で, せん断速度 10 s^{-1} 付近にせん断応力のピークを示した. 他のグリースは E10OH29 と同様の挙動を示し, 低ちょう度品と比較してせん断応力の差は小さかった. 各グリースともに, せん断速度が 1000 s^{-1} に近づくと, 各初期せん断条件でのせん断応力が漸近する傾向を示した.

初期せん断速度を変化させたときの, せん断応力の差を定量的に比較するため, 1 s^{-1} から 100 s^{-1} のせん断速度領域のせん断応力の差を積分した結果を, せん断応力差面積として算出した. Fig.4-17 に, Fig.4-16 (a) を一例とした概念図, Table 4-1 に算出結果を示す. この面

積は、ヒステリシスループ面積を算出する手法と同様の算出法であり、せん断による構造の変化の程度を相対比較できる方法といえる。この値は混和ちょう度が 220 程度の低ちょう度グリースが大きくなる傾向を示し、E10OH22 が最も高い値を示した。

4.3.3.3 静置による流動特性の回復

初期せん断の大きさによる増ちょう剤構造の変化が示唆されたため、その構造が時間によって変化するか調査した。

レオメータでせん断速度 100 s^{-1} で初期せん断を与えた後、1 時間の静置の前後でのせん断応力のせん断速度依存性の変化を、E10OH22 および E10St22 について評価した結果を Fig.4-18 に示す。この結果、1 時間の静置後にせん断応力が上昇することはなく、1 時間の静置では増ちょう剤構造が回復した兆候は認められなかった。

より長時間静置したときの挙動を調査するため、攪拌脱泡機で自公転をかけてせん断した後のせん断応力のせん断速度依存性を、E10OH29 および E10St28 について調査した。Shear*1, Shear*3 および Shear*10 条件でせん断をかけた後、2 時間以内にせん断速度依存性を測定した結果を Fig.4-19 に示す。

E10OH29, E10St28 とともに、遠心せん断処理の回数が増えるとせん断応力が低下する傾向を示し、Shear*10 条件では、全てのせん断速度領域でせん断応力の低下が認められた。Shear*1 条件では E10OH29 はおよそ 100 s^{-1} より低いせん断速度領域でせん断応力が低下する傾向を示したが、E10St28 はせん断前後でせん断応力の低下は認められなかった。

E10OH29 を遠心せん断処理後に、室温環境で一定時間静置した後のせん断速度依存性を Fig.4-20 に示す。静置時間は 24 時間、1000 時間であり、Shear*1 条件、Shear*3 条件および Shear*10 条件における結果をそれぞれ Fig.4-20 (a), (b)および(c)に示す。Shear*1 条件では 5 s^{-1} より低いせん断速度領域で、静置することによりせん断応力が初期状態に回復していく傾向が認められた。一方、Shear*3 条件および Shear*10 条件では、1000 時間までの静置でせん断応力が回復する傾向は認められず、せん断の大きさによって構造の回復の程度が異なることが示された。

E10St28 においても同様の傾向が認められ、Shear*3 条件および Shear*10 条件で、168 時間までの静置でせん断応力が回復する傾向は認められなかった。

4.3.3.4 微小な振動による流動特性の回復

増ちょう剤構造には増ちょう剤同士の接触が関係すると考えられるため、微小な振動を加えることにより構造の回復が促進されるか調査を行った。

増ちょう剤構造は、粘性領域に相当するせん断力により大きく変化する可能性がある。このため、オシレーション条件により弾性領域の範囲を E10OH29 について調査した結果を Fig.4-21 に示す。この結果、周波数 10Hz でひずみが 0.1 を超える領域まで弾性が保たれていることが分かった。

弾性領域であるひずみ 0.05 を規定時間新品グリースに印加した後の、貯蔵弾性率 G' のひずみ依存性を調査した結果を Fig.4-22 に示す。この結果、ひずみ 0.05 を 10 分間印加した後には、極低ひずみ領域での G' の増加が認められたが、60 分間印加すると逆に初期より G' が低下する傾向が得られた。このため、60 分間の印加条件では増ちょう剤構造を大きく変化させる可能性があると判断した。

攪拌脱泡機を用いて Shear*3 条件でせん断を加えた E10OH29 および E10St28 について、ひずみ 0.05 を 10 分間印加し、構造の回復状態を観察した結果を Fig.4-23 に示す。この結果、ひずみが 0.3 を超える領域では G' は殆ど変わらないが、ひずみが 0.3 より小さい領域では G' が高くなり、E10St28 では新品と同等の状態になる傾向が認められた。このため、弾性領域での弱い振動により、弾性領域に影響する増ちょう剤構造が回復し得ることが示唆された。

4.4 考察

4.4.1 増ちょう剤構造とその変化

グリースは、増ちょう剤繊維同士が接触し⁴⁷⁾、油を保持するネットワークを形成⁴⁸⁾することにより半固体状に保たれていると考えられている。このため、グリースが示す複雑な流動特性を理解するためには、流動時の増ちょう剤構造の変化を考慮する必要がある。しかし、グリースの状態で増ちょう剤繊維が形成する三次元構造を直接観察した例は認められない。

この増ちょう剤繊維による三次元構造を Cryo FIB-SEM などの観察手法を用いて明らかにし、増ちょう剤構造の形成因子と、流動時の増ちょう剤構造の変化を考察した。

4.4.1.1 増ちょう剤繊維による構造

凍結したバリウムコンプレックスグリースの Cryo FIB-SEM 観察により、Fig.4-13 に示すように、増ちょう剤構造が観察できた。この Cryo FIB-SEM 像の確からしさを確認するため、Cryo FIB-SEM の断面像を従来法の SEM 像および AFM 像と比較した結果を Fig.4-24 に示す。ここで、SEM の試料調製は未分散法で行った。また、AFM の試料調製はグリースが平滑な薄膜状になるようにカバーガラスに塗布し、せん断速度の制御は行っていない。

本観察に用いたバリウムコンプレックスグリースの SEM 像では、長辺が $1\text{ }\mu\text{m}$ を超える薄片状のものと、長さが $1\text{ }\mu\text{m}$ に満たない棒状のものの、異なる形状の増ちょう剤が認められたが、Li(12OH)St で認められるような、ねじれのある繊維状の増ちょう剤は認められなかった。

AFM 像と Cryo FIB-SEM 断面像は類似しており、部分的に長方形に近い形状や線状の形状の増ちょう剤が不規則的に観察され、SEM 像に比べると細かい増ちょう剤が散見された。これは、AFM 像、Cryo FIB-SEM 像ともグリースの断面を観察しているため、SEM 像と異なり、増ちょう剤の一部を見ている場合が多いためと考えられる。

Cryo FIB-SEM 断面像を重ね合わせて三次元像とすると、Fig.4-13 に示すように、数 μm 程度の薄片状の増ちょう剤と $1\text{ }\mu\text{m}$ に満たない棒状の増ちょう剤の異なる二つの形態が認められた。三次元像の増ちょう剤粒子形状は SEM 像と類似しており、また、グリースの状態を観察している分、個々の増ちょう剤形状が SEM よりも明確に観察された。

増ちょう剤の Cryo FIB-SEM 像は、断面像が AFM 像と、三次元像が SEM 像と類似しており、グリース中での増ちょう剤構造を、ひとつひとつの粒子が識別できる解像度で観察できることが確認された。

増ちょう剤構造を詳細に検討するため、粒子同士の接触状態に着目して、Cryo FIB-SEM による三次元像を解析した。一つの薄片状の増ちょう剤粒子に着目して、その粒子に接触している増ちょう剤粒子を抽出した結果を Fig.4-25 に示す。ここで、着目した粒子を赤、接触している粒子を緑で示す。この結果、Hotten⁴⁷⁾ が推察したように、増ちょう剤同士が接触している状態が観察され、着目した増ちょう剤粒子に複数の増ちょう剤粒子が接触していることが確認された。一方、他の増ちょう剤と接触していない増ちょう剤粒子も認められ、グリースの状態での三次元構造観察より、増ちょう剤粒子同士が接触しているものと接触していないものが混在していることが分かった。

本観察で用いた増ちょう剤の形状は薄片状のものと短い棒状のものが混在したものであり、本グリースにおいて増ちょう剤繊維による三次元的な絡まり合いは認められなかった。増ちょう剤繊維の形状は増ちょう剤の種類や製法によって変わるため、例えば長繊維の増ちょう剤では、絡まり合いのような本観察とは異なる形態の三次元構造が確認される可能性がある。

リチウムセッケン系グリースの増ちょう剤構造を、AFM 像および SEM 像を用いて考察した。E10St28 の AFM 像において、増ちょう剤が数珠つなぎ状に長径方向に配列し、増ちょう剤同士が必ずしも接触していない様子が認められた (Fig.4-9 (d))。一方、同じ E10St28 の SEM 像 (Fig.4-8) では、繊維が長く繋がったように観察された。このため、増ちょう剤構造には、繊維同士が基油を介して数珠つなぎになり見かけ上長い繊維のようになった、網目状の構造が含まれると考えられる。この構造は、SEM 試料作製時に、繊維端間に存在する基油が脱脂されることにより、繊維が長く繋がった形で観察されたものと推測される。

Li(12OH)St 系の E10OH22 および P10OH21 は、増ちょう剤が高濃度で存在する部分が観察されたが、LiSt 系の E10St22 は、ちょう度が同程度であるにも関わらず、比較的均一な増ちょう剤構造を示した (Fig.4-3, Fig.4-8)。この要因として、増ちょう剤同士の相互作用と増ちょう剤と基油の相互作用の影響が考えられる。LiSt は炭化水素基中に OH 基を有さないため、隣接する分子間において、炭化水素基間で働く相互作用力と極性基間で働く相互作用力の差が大きく、Li(12OH)St よりも分子間に働く力の異方性⁴⁹⁾が強いと推測される。この結果、増ちょう剤繊維同士の間で極性基を有する端部同士が強く引き合い、繊維間に空孔がある、三次元的な構造を作りやすいと推察される。しかしながら、類似組成で低増ちょう剤量の E10St40 では、SEM で増ちょう剤繊維の凝集が観察された (Fig.4-8)。E10St40 の増ちょう剤繊維形状は、E10St22 と比べて不均一であり、増ちょう剤繊維の形成条件が増ちょう剤構造に大きく影響したと考えられる。増ちょう剤と基油の相互作用の影響については、4.4.1.2.3 節で考察する。

4.4.1.2 増ちょう剤構造の形成因子

増ちょう剤構造を形成する因子として、増ちょう剤繊維の大きさ、形状、強さ、量⁴⁷⁾、比表面積⁴⁷⁾、かさ密度、基油の性状⁴⁹⁾、基油と増ちょう剤の相互作用^{17,18)}、およびグリース中での増ちょう剤の分散状態^{51,66)}が挙げられる。ここで、増ちょう剤繊維の大きさや形

状は、増ちょう剤の種類⁵²⁾、基油との相互作用¹⁷⁾、製法⁵²⁻⁵⁴⁾の影響を受ける。これらの因子と増ちょう剤構造の関係を、増ちょう剤構造の観察結果から考察した。

4.4.1.2.1 増ちょう剤繊維の形状

P10OH38 と P10OH21 は、基油と増ちょう剤の種類および増ちょう剤量が同一で、反応時の冷却速度のみが異なるにも関わらず、P10OH21 は P10OH38 の 25 倍の降伏応力を示し、強い増ちょう剤構造を有した。これらの増ちょう剤は、Fig.4-7 から判断すると P10OH38 は長さ 0.2 μm 程度、P10OH21 は長さ 1 μm を超える長い繊維形状を有し、P10OH38 は P10OH21 よりも細く短い増ちょう剤形状であった。また、未分散法による SEM 像 (Fig.4-8) より、P10OH38 は P10OH21 よりも細かい増ちょう剤構造の形成が認められた。

4.4.1.1 における観察より、増ちょう剤構造の形態の一つとして、繊維同士が接触することにより三次元的な構造を形成する形態が挙げられる。この場合、繊維が短い方が繊維の数が多くなるため、繊維同士の接触点が多くなり、微細で脆弱な構造になると考えられる。また、長繊維の増ちょう剤では、繊維同士が三次元的に絡み合うような構造を有する可能性があり、短繊維の増ちょう剤と比べて、より強固な構造を形成すると考えられる。

E10St22 は E10OH29 と降伏応力が同程度であるが増ちょう剤量が 2.5 倍以上多いため、E10OH29 と比較して、単位増ちょう剤量あたりの構造強度が弱い。また、E10St28 は E10OH29 と混和ちょう度が同程度であるが、増ちょう剤量が 2 倍以上多い。各グリースの増ちょう剤繊維形状を比較すると、Fig.4-7 に示されるように、LiSt 系の E10St22 と E10St28 は、Li(12OH)St よりも繊維の長さが同等以下および幅が太く、直線状であった。繊維形状が太く、直線状である場合、比表面積が小さくなるため、増ちょう剤の比表面積が大きいほど構造が強くなるとの報告⁴⁷⁾と、本評価における LiSt 系が Li(12OH)St 系よりも増ちょう剤構造が弱くなる傾向は一致した。増ちょう剤構造の強さには繊維の形状だけでなく基油と増ちょう剤の相互作用などが影響すると考えられる。この相互作用の構造強度への影響については後述する。

4.4.1.2.2 増ちょう剤繊維の分散状態

増ちょう剤構造の形成因子の一つとしてグリース中での増ちょう剤の分散状態が挙げられており、Hokao ら⁵¹⁾は AFM 像を用いて分散度と呼ばれる指標を設定し、分散度が降伏

応力と相関することを報告している．このため，本研究においても Hokao らと同じ手法と増ちょう剤構造の強さとの関係を考察した．

分散度は，粒子の重心の分布が理想的に分散した状態からどれだけ外れているかを指標化したものであり，式 (4-1) から (4-4) により表される．分散度の考え方を示すイメージ図を Fig.4-26 に示す．分散度は，AFM 観察で得られた二次元像を二値化し，増ちょう剤の面積率 c ，増ちょう剤の数 n および増ちょう剤繊維間の重心間距離 L_i の測定値を用いて算出した．理想的な分散状態を導出するため，二値化した像より増ちょう剤粒子の全面積を求め，大きさが均一な，平均半径 r の円形をした粒子が，各重心位置に分布すると仮定した．分散度は 0 から 1 の値をとり，1 は完全に均一な状態を表す^{51,66)}．

$$UF = \frac{\sum_{i=1}^n L_i}{n \cdot L_{ideal}} \quad \dots (4-1)$$

$$\left(\begin{array}{l} L_{ideal} = 2R = 2r \sqrt{\frac{\phi}{c}} \quad \dots (4-2) \\ \phi \times \frac{S}{n} = \pi R^2 \quad \dots (4-3) \\ n = \frac{S \cdot c}{\pi r^2} \quad \dots (4-4) \end{array} \right.$$

ここで，

UF : 分散度

L_i : i 番目の粒子に隣接する粒子までの重心間距離

L_{ideal} : 球状の粒子が細密構造を取っているときの粒子重心間距離

R : 細密構造を取っている各粒子を隣接粒子まで膨張させたときの半径

ϕ : 細密構造を取るときの充填率

S : 測定視野面積

r : 粒子の半径

n : 粒子数

c : 粒子が測定視野に占める面積の百分率

分散度の算出は、増ちょう剤構造を表出させるため、グリースを薄膜状に塗布して取得した AFM 像を用いて行った。このため、せん断速度 5 s^{-1} で調製したもの (Fig.4-9) よりも、速いせん断速度で調整した場合の像となる。各グリースの分散度と降伏応力の関係を Fig.4-27 に示す。この結果、Hokao ら⁵¹⁾ の報告と比べて分散度と降伏応力の相関性は低かったものの、分散度とともに降伏応力が高くなる傾向が認められ、増ちょう剤繊維が均一に分布しているほど増ちょう剤構造が強くなる傾向を示した。分散度と流動特性の関係については、4.4.2 節で詳述する。

4.4.1.2.3 基油と増ちょう剤の相互作用

基油と増ちょう剤の相互作用力が高いほど基油が増ちょう剤に濡れやすいと考えられ、この濡れの状態は増ちょう剤構造の強さに影響すると考えられる。このため、グリースの状態での増ちょう剤と基油の濡れの状態を AFM 観察像より確認した。

エステル油を基油とするグリースの AFM 像を比較すると、LiSt を増ちょう剤とする E10St22 は、グリースの最表面で増ちょう剤繊維の周囲が窪んでいる形状が得られた (Fig.4-9 (c) 矢印 χ 部)。同様の窪みは Li(12OH)St を増ちょう剤とする E10OH29 (Fig.4-9 (b) 矢印 β 部) にも存在し、E10St22 の方がその程度が大きい傾向が認められた。この窪みは、基油が増ちょう剤に濡れにくいため形成されたと考えられる。

また、E10OH22 (Fig.4-9(a)) では、増ちょう剤繊維が表面でほとんど観察されなかったため、増ちょう剤である Li(12OH)St がエステル油に強く濡れていると考えられる。このため、LiSt の方が Li(12OH)St よりもエステル油との相互作用力が弱いことが示唆された。

PAO を基油とするグリースの AFM 像を比較すると、LiSt を増ちょう剤とする P10St22 (Fig.4-9(g)) は、増ちょう剤繊維が表面で観察された一方、P10OH22 (Fig.4-9(e)) では、E10OH22 の場合と同様に、増ちょう剤繊維はわずかしき表面で観察されなかった。このため、エステル油の場合と同様に、LiSt の方が Li(12OH)St よりも PAO との相互作用力が弱いことが示唆された。

LiSt/エステル系は、Li(12OH)St/エステル系と比べて、同程度の混和ちょう度を得るために、増ちょう剤濃度を高くする必要があった (Table 4-1)。この一因として、増ちょう剤繊維の大きさや形状、および増ちょう剤同士の相互作用の影響とともに、基油と増ちょう剤の相互作用が低いことによる影響が考えられる。

基油と増ちょう剤の相互作用を表す指標として、発熱量が考えられる。このため、AFM 観察による考察結果と発熱量の測定結果 (Fig.4-14) を比較した。AFM では LiSt 系の方が Li(12OH)St 系よりも基油に濡れにくく、増ちょう剤の種類が強く影響することが示された。

一方発熱量測定においては、エステル系の方が PAO 系よりも発熱量が低く、基油の種類による影響が強く表れ、基油と増ちょう剤の相互作用は、本評価の AFM と発熱量で異なる傾向を示した。この原因として、発熱量測定では増ちょう剤試料として原料粉末を用いており、グリースの状態での繊維形状の違いが測定結果に影響したことが考えられる。また、発熱量測定では測定のばらつきが大きい。このため、基油と増ちょう剤の相互作用力を定量的に評価するためには、測定方法の高精度化が必要であるといえる。

基油と増ちょう剤の相互作用には、分子構造の違いが影響すると考えられる。Li(12OH)St は LiSt と異なり炭化水素基中に OH 基を含むため、この OH 基と基油分子間での水素結合などの相互作用が発生すると、基油と増ちょう剤の相互作用力が大きくなると考えられる。しかし、発熱量はエステルよりも PAO の方が高くなる傾向を示しており、相互作用力の発生原因を明らかにすることは、今後の検討課題である。

4.4.1.3 セン断による増ちょう剤構造の変化

グリースの流動特性には、外力に対する増ちょう剤構造の変化が密接に関わっていると考えられる。この外力による構造の変化を確認するため、E10OH22 および E10St22 を用いて、レオメータ測定時にせん断によりフラクチャが発生した表面の増ちょう剤構造を AFM で観察した (Fig.4-28)。フラクチャは、レオメータを用いてプレート-プレート系でギャップ 0.05 mm, 100 s⁻¹ 条件で長時間回転させて発生させた。フラクチャ面の AFM 観察は、相対する二つの表面双方について行い、それぞれ同様な像が得られた。

E10OH22 および E10St22 とともに、フラクチャ表面では、低せん断条件での AFM 像 (Fig. 4-9) よりも、増ちょう剤繊維が長く観察された。また、観察される繊維の量が多い傾向を示した。これは、強いせん断がかかることにより、多くの繊維がせん断面と平行な方向に配向したことを示すといえ、せん断による増ちょう剤繊維の配向を確認することができた。

E10St22 のフラクチャ面では、E10OH22 よりも多くの増ちょう剤繊維がせん断面と平行に配向し、表面に露出した状態が観察された。これは、LiSt の方が Li(12OH)St よりも繊維形状が直線状で、かつ基油に濡れにくいため、せん断により配向しやすいためと考えられ

る.

フラクチャ面は、せん断により増ちょう剤構造が破断することにより生成する. フラクチャ面では、せん断の向きと平行に配向した増ちょう剤繊維が多く認められたため、せん断により増ちょう剤繊維が平行に配向することにより増ちょう剤構造が崩れ、配向した部分の構造強度が弱くなったと考えられる.

4.4.1.4 増ちょう剤構造の変化の可逆性

Table 4-1 に示されるように、せん断応力差面積は混和ちょう度が低いほど大きくなる傾向を示した. せん断応力差面積は、初期せん断 100 s^{-1} 条件と 1 s^{-1} 条件での増ちょう剤構造の変化の程度を表し、この面積が大きいほど 100 s^{-1} 条件での構造の変化が大きいことを示す. この構造の変化には、可逆的なチキソトロピー⁴⁴⁾ と、不可逆な変化が含まれると考えられる.

増ちょう剤構造の可逆性について、阿久津らは、ちょう度 360 程度のリチウムセッケングリースをせん断した時、構造が数 10 秒程度の静置で回復することを確認している²¹⁾ が、グリースの種類によって、構造の回復に 10 日以上かかる⁴⁶⁾ と報告されている.

本研究では、Fig.4-18 に示すように E10OH22 および E10St22 は 1 時間程度の静置では増ちょう剤構造の回復がほとんど認められなかった. 更に長期間での評価を行った結果 (Fig.4-20) , E10OH29 は 1000 時間の静置で流動特性は回復せず、初期せん断により増ちょう剤構造が不可逆的に変化したことが示唆された. この傾向は E10St28 での 168 時間での評価でも同様であった.

増ちょう剤構造には増ちょう剤同士の接触が関係すると考えられるため、微小な振動を加えることにより構造の回復が促進されるか調査を行った. この結果、Fig.4-23 に示すように弾性領域での弱い振動を加えることにより、弾性領域に影響する増ちょう剤構造が回復し得ることが示唆された.

E10OH22 は、低せん断速度条件においてせん断応力のピークが認められたとともに (Fig.4-16 (a)) , 最も高いせん断応力差面積値を示した. E10OH22 は増ちょう剤の凝集物が認められたため、この高いせん断応力差面積は、増ちょう剤濃度が高い部分の繊維が不可逆的に配向するために、大きなエネルギーが必要とされたことを反映していると考えられる.

4.4.1.5 グリースの流動モデル

グリースの流動と増ちょう剤構造の関係について、増ちょう剤繊維による三次元構造が、流動の程度により分離、配向および破壊されるモデル (Fig.1-26) が提案されている⁴⁷⁾。このモデルを参考にして、AFM 観察などから考察された流動時の増ちょう剤構造の変化を、モデル化した。

グリースの流動を増ちょう剤構造の変化と対応して考えると、せん断時には構造が弱い部分から流動すると考えられ⁴⁸⁾、また、フラクチャ部ではせん断方向と平行に配向した増ちょう剤繊維が多く認められた。また、Li(12OH)St 系グリースを 5 s^{-1} でせん断した場合、最表面に存在する増ちょう剤が非常に少なく、増ちょう剤は 10 nm 程度の深さで基油中に埋もれた状態で観察された (Fig.4-10)。

このためグリースのせん断時には、基油の割合が多く、三次元的な構造が弱い面が、増ちょう剤繊維の分離と配向を伴って流動し、更に、基油の増ちょう剤への濡れ性が強い場合には、最表面が基油で覆われたと推定される。この推定に基づく、ミクロな増ちょう剤構造における、低せん断時の増ちょう剤繊維の流動モデルを Fig.4-29 に示す。

この流動モデルは、グリースのマクロな動きとミクロな動きが異なる場合があることを示しており、増ちょう剤繊維によるミクロ構造が弱い場所で、グリースが局部的に流動することを示す。

レオメータを用いた評価では、グリース全体で平均化された流動特性が得られると考えられるため、局部的な流動は検知しにくいと考えられる。このため、レオメータでは軸受内のグリースの動きを模擬する点で限界があると考えられる。

光学顕微鏡によるマクロな表面観察像 (Fig.4-3) では、Li(12OH)St 系の E10OH22 および P10OH21 で、増ちょう剤が高濃度となっている部分が観察された。この部分は周囲よりも増ちょう剤構造が強いと考えられるため、せん断時には、この高濃度部分は流動の抵抗となり、周囲に存在する増ちょう剤構造が弱い部分が流動すると推定される。

4.4.2 グリースの流動特性の制御

グリースの流動特性を流動モデルと関連付けると、降伏応力は増ちょう剤繊維の分離、配向を引き起こすために必要な外力、見掛けの粘度のせん断速度依存性は外力の強度に応じた分離、配向や破壊の程度、せん断応力の時間依存性は、外力が印加された時間による

分離、配向や破壊の程度の変化を反映していると考えられる。

グリースの流動特性を表す指標には、測定手法に応じて混和ちょう度や降伏応力など種々のものが存在するが、これらの流動特性が発現するための根本となる増ちょう剤構造の変化には、共通した部分があると考えられる。このため、異なる流動特性の相関関係を確認するとともに、増ちょう剤構造の形成因子と流動特性の関係について考察した。

4.4.2.1 流動特性の相関関係

グリースの流動特性を表す指標として、一般的に混和ちょう度が用いられる。ちょう度は規定のコーンがグリース中に侵入する深さとして定義され、降伏とせん断による流動現象を含む測定法と考えられる。このため、混和ちょう度と、降伏応力、せん断応力差面積および見掛けの粘度との相関関係を Fig.4-30, Fig.4-31 および Fig.4-32 にまとめ、混和ちょう度への影響度の大きい流動要素を調査した。

この結果、混和ちょう度は、降伏応力が高いほど、せん断応力差面積が大きいほど、また見掛けの粘度が高いほど小さくなる傾向を示した。しかし、混和ちょう度が 220 程度の低ちょう度領域では、各指標の変化に対する混和ちょう度の変化が小さい傾向を示した。混和ちょう度と各指標の相関性に大きな違いはなく、その中では見掛けの粘度とよく相関する傾向を示した。見掛けの粘度は流動のしやすさを反映するため、混和ちょう度は粘性状態での流動特性の影響を受けやすいと考えられる。

グリースの弾性的な状態から粘性的な状態への遷移を示す降伏応力と、粘性的な状態における流動特性であるせん断応力差面積および見掛けの粘度との関係を Fig.4-33 および Fig.4-34 に示す。この結果、降伏応力が高いほどせん断応力差面積および見掛けの粘度が大きくなる傾向が認められた。また、せん断応力差面積の方が、見掛けの粘度よりも降伏応力との相関性が高い傾向を示した。Fig.4-33 および Fig.4-34 とともに線形近似曲線から y 軸方向の値の大きい側に外れているプロットは E10St22 であり、E10St22 は降伏応力が同等なグリースと比べて、せん断応力差面積や見掛けの粘度が大きくなる傾向を示した。

せん断応力差面積と見掛けの粘度の関係を Fig.4-35 に示す。せん断応力差面積と見掛けの粘度はよく相関し、せん断応力差面積とともに見掛けの粘度が高くなる傾向を示した。ここでも E10St22 は線形近似曲線から見掛けの粘度が高い側にプロットされ、せん断応力差面積が同等なグリースと比べて見掛けの粘度が高い傾向を示した。この原因として、E10St22

は増ちょう剤量が多いため、増ちょう剤による流動抵抗が降伏応力やせん断応力差面積よりも見掛けの粘度に影響しやすいことが考えられる。

4.4.2.2 増ちょう剤構造の形成因子と流動特性の関係

前述したように、増ちょう剤構造を形成する因子として増ちょう剤繊維の大きさ、形状、強さ、量⁴⁷⁾、比表面積⁴⁷⁾、かさ密度、基油の性状⁴⁹⁾、基油と増ちょう剤の相互作用^{17, 18)}、およびグリース中での増ちょう剤の分散状態^{51, 66)}が挙げられる。この中で増ちょう剤量と分散度を指標として、混和ちょう度、降伏応力、せん断応力差面積および見掛けの粘度との関係を整理した。

増ちょう剤量と各流動指標との関係を Fig.4-36 に示す。この結果、基油と増ちょう剤の組み合わせが同じ場合は、増ちょう剤量が多いほど混和ちょう度は低く、降伏応力、せん断応力差面積および見掛けの粘度は大きくなる傾向を示した。また、基油と増ちょう剤の種類、および増ちょう剤量が同じ場合でも、長繊維品の P10OH21 は、短繊維品の P10OH38 と比べて混和ちょう度が低く、大きな降伏応力とせん断応力差面積を示した。このため、増ちょう剤繊維の長さも、流動特性に大きく影響すると考えられる⁵³⁾。増ちょう剤量が同じ場合、Li(12OH)St/エステル系は他の組み合わせよりも混和ちょう度が低くなる傾向を示した一方、LiSt/エステル系は混和ちょう度が大きくなる傾向を示した。

分散度と各流動指標との関係を Fig.4-37 に示す。増ちょう剤量との関係と同様に、基油と増ちょう剤の組み合わせが同じ場合は、分散度が大きいほど混和ちょう度は低く、降伏応力、せん断応力差面積および見掛けの粘度は大きくなる傾向を示した。また、基油と増ちょう剤の種類、および増ちょう剤量が同じ場合でも、長繊維品の P10OH21 は短繊維品の P10OH38 と比べてちょう度が低く、また大きな降伏応力とせん断応力差面積を示した。

分散度を指標に取った場合、各流動特性ともに増ちょう剤量の場合よりも組み合わせの影響が小さい傾向を示した。このため、分散度は増ちょう剤量よりも基油と増ちょう剤の組み合わせの影響を受けにくいといえる。

LiSt/エステル系は分散度が同程度の場合、他の系よりも混和ちょう度が高く、降伏応力、せん断応力差面積および見掛けの粘度が低くなる傾向を示した。一方、基油が異なる LiSt/PAO 系はこれとは逆の傾向を示し、混和ちょう度が低く、降伏応力、せん断応力差面積および見掛けの粘度が高くなる傾向を示した。Li(12OH)St/エステル系と Li(12OH)St/PAO

系を比較した場合も同様に、分散度が同等の場合、PAO 系の方がエステル系よりも、混和ちょう度が低く、降伏応力、せん断応力差面積および見掛けの粘度が高くなる傾向を示した。

分散法による SEM 観察より、PAO 系のグリースはエステル系よりも増ちょう剤繊維が細かい形状を有していることが確認されている (Fig.4-7) 。また、Fig.4-8 より、グリース内では個々の増ちょう剤繊維が繋がり、細い網目状の構造を形成していると考えられる。このため PAO 系グリースでは、網目状の増ちょう剤構造による毛細管力や、細かい増ちょう剤繊維による表面積が広くなる効果により、増ちょう剤構造が基油を強く保持しやすくなると考えられる。このため、分散度が同程度の場合、増ちょう剤繊維が細かい PAO 系の方が、混和ちょう度が低く、降伏応力、せん断応力差面積および見掛けの粘度が高くなったと考えられる。

Li(12OH)St/エステル系は、増ちょう剤量を指標とした場合、他の増ちょう剤と基油の組み合わせと異なる流動特性を示したのに対し、分散度を指標とした場合では、他の組み合わせと類似した傾向を示す場合があった。この原因を考察するため、増ちょう剤量と分散度の関係を Fig.4-38 にまとめた。この結果、Li(12OH)St/エステル系は他の組み合わせに比べて、増ちょう剤量が同じ場合に、分散度が高くなる傾向が認められた。Li(12OH)St/エステル系の分散度が高くなる一因として、4.4.1.2.3 節で考察したように、Li(12OH)St/エステル系では基油が増ちょう剤に濡れやすいことによる効果が考えられる。

以上の結果より、降伏応力、せん断応力差面積および見掛けの粘度を大きくするためには、分散度および増ちょう剤量を高くすること、および細かな増ちょう剤繊維とすることが有効といえる。また、増ちょう剤繊維が基油を保持する機構として、網目状の構造による毛細管力の効果と、基油の増ちょう剤への濡れ性が高いことによる効果の二つが挙げられる。この効果の違いには、基油と増ちょう剤の組み合わせや製造条件による、増ちょう剤繊維の形状やグリース中での増ちょう剤繊維の分布状態の違いが関係していると考えられる。

4.5 本章のまとめ

本章では、増ちょう剤繊維による三次元構造と、せん断によるその変化を観察し、せん断による構造の変化をモデル化した。また、増ちょう剤構造を形成する因子として、増ち

よう剤の種類，量および分散状態，基油と増ちょう剤の相互作用，グリースの製法に着目し，構造の形成因子と流動特性の関係をリチウムセッケングリースを用いて考察した．この結果，以下の知見が得られた．

- ・ Cryo FIB-SEM により，グリースの状態での増ちょう剤繊維による三次元構造の可視化が可能であり，増ちょう剤構造には増ちょう剤繊維同士が接触した部分が含まれることを明らかにした．
- ・ 増ちょう剤繊維による三次元的な構造には，増ちょう剤繊維が数珠つなぎのようになり，見かけ上長い繊維のようになった構造を含む．
- ・ 12 ヒドロキシステアリン酸リチウムはステアリン酸リチウムよりもエステル油および PAO に濡れやすく，低せん断速度で露出させたグリースの表面は基油で大部分が覆われ，増ちょう剤が基油中に埋もれた状態となっていることを明らかにした．
- ・ 増ちょう剤繊維が基油を保持する機構として，増ちょう剤繊維による網目状の構造による毛細管力の効果と，基油の増ちょう剤への濡れ性の効果の二つが挙げられ，この効果には基油と増ちょう剤の組み合わせや製造条件が影響する．
- ・ せん断により，増ちょう剤繊維はせん断方向と平行な向きに配向することを観察により示した．
- ・ 低せん断時のグリースの流動について，増ちょう剤繊維による構造が弱い部分で，グリースが局部的に流動するモデルを提案した．
- ・ レオメータを用いて，せん断の印加履歴による流動特性の変化を調査する手法を設定し，せん断応力差面積として定義した．混和ちょう度が低いグリースは，せん断応力差面積が大きく，増ちょう剤による構造が不可逆的に変化し，その変化した構造は容易には回復しないことが明らかになった．
- ・ 降伏応力，せん断応力差面積および見掛けの粘度は，分散度および増ちょう剤量を高くすることにより大きくできる．
- ・ PAO 系はエステル系と比較して増ちょう剤繊維が細かく，微細な網目状の構造を形成するため，分散度が同等の場合において，混和ちょう度が低く，降伏応力，せん断応力差面積および見掛けの粘度が高くなる傾向を示すと考えられる．

- ・増ちょう剤繊維が長い方が混和ちょう度が低く、降伏応力やせん断応力差面積および見掛けの粘度が大きくなりやすい。
- ・分散度は増ちょう剤量と比較して、流動特性のと相関関係において、基油と増ちょう剤の組み合わせの影響を受けにくい。
- ・弾性領域での弱い振動を加えることにより、弾性領域に影響する増ちょう剤構造が回復し得る。
- ・粘性領域の流動特性に影響する増ちょう剤構造の変化は、100 時間程度の静置では回復しにくく、不可逆的に変化しやすい。
- ・混和ちょう度が低いグリースは、せん断の履歴の大きさの違いによる流動特性の変化が大きい。
- ・混和ちょう度、降伏応力、せん断応力差面積および見掛けの粘度は、それぞれ相関性を有する。

Table 4-1 Properties of test greases

Grease	E10OH22	E10OH29	E10St22	E10St28	E10St40
Base oil	Ester oil				
Base oil viscosity at 313K, mm ² /s	100				
Thickener	Lithium 12-hydroxystearate		Lithium stearate		
Thickener concentration, wt%	10	8	22	17	10
Cooling method in grease prototyping	Rapid cooling				
Worked penetration	219	290	220	284	>400
Yield stress, Pa	2990	970	1020	440	9
Shear stress difference area, kW/m ³	60	12	45	12	0.4
Apparent viscosity at 100 s ⁻¹ , Pa s	23.8	5.8	28.7	8.3	1.3

Grease	P10OH22	P10OH27	P10OH38	P10OH21	P10St22	P10St29
Base oil	Poly- α -olefin					
Base oil viscosity at 313K, mm ² /s	100					
Thickener	Lithium 12-hydroxystearate				Lithium stearate	
Thickener concentration, wt%	15	11	10	10	16.6	12.6
Cooling method in grease prototyping	Rapid cooling			Slow cooling	Rapid cooling	
Worked penetration	217	269	378	206	220	290
Yield stress, Pa	1210	800	90	2320	1360	660
Shear stress difference area, kW/m ³	18.2	5.1	1.5	49	28.5	5.5
Apparent viscosity at 100 s ⁻¹ , Pa s	12.4	6.1	1.1	19.7	13.6	7.0

Table 4-2 Properties of a test grease for Cryo FIB-SEM

Grease	Barium complex grease
Base oil	Synthetic oil + Mineral oil
Base oil viscosity at 313K, mm ² /s	23
Thickener	Barium complex soap
Worked penetration	280

Table 4-3 Processing conditions of FIB

Accelerating voltage, kV	40
Probe current, pA	540
Slice pitch, nm	50
Slice size, μm	30×20
Number of slices	123
Machining time, s/slice	10

Table 4-4 Test condition of the dependency of shear stress on shear rate

Mode		Continuous flow
Cone type		$\phi 25\text{mm}$, 0.5°
Pre-shear	s^{-1}	1, 100
	min	3
Shear condition	s^{-1}	1 to 1,000
	min	0.5 (stepwise)
Temperature, K		303

Table 4-5 Test condition of oscillation mode

Mode		Oscillation
Cone type		$\phi 25\text{mm}$, 0.5°
Pre-shear	s^{-1}	1
	min	3
Strain	%	0.01 to 100
Frequency	Hz	10
Temperature, K		303

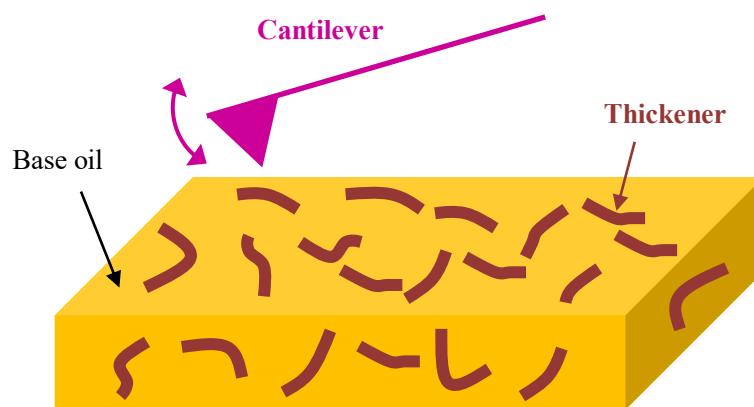


Fig. 4-1 A schematic image of AFM measurement

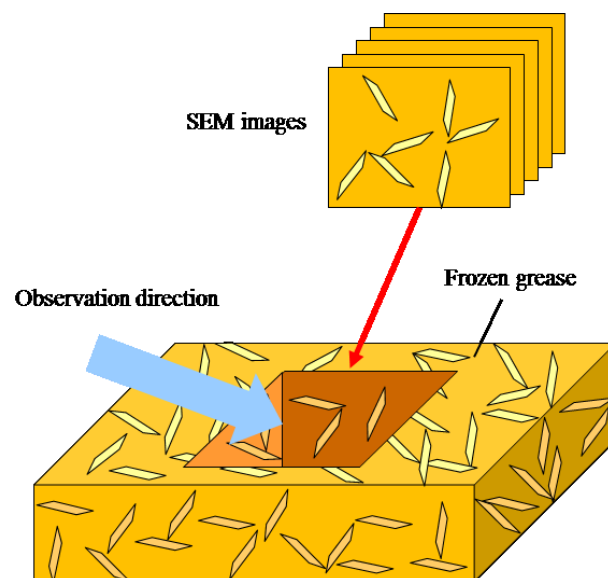


Fig. 4-2 A schematic image of Cryo-FIB-SEM observation

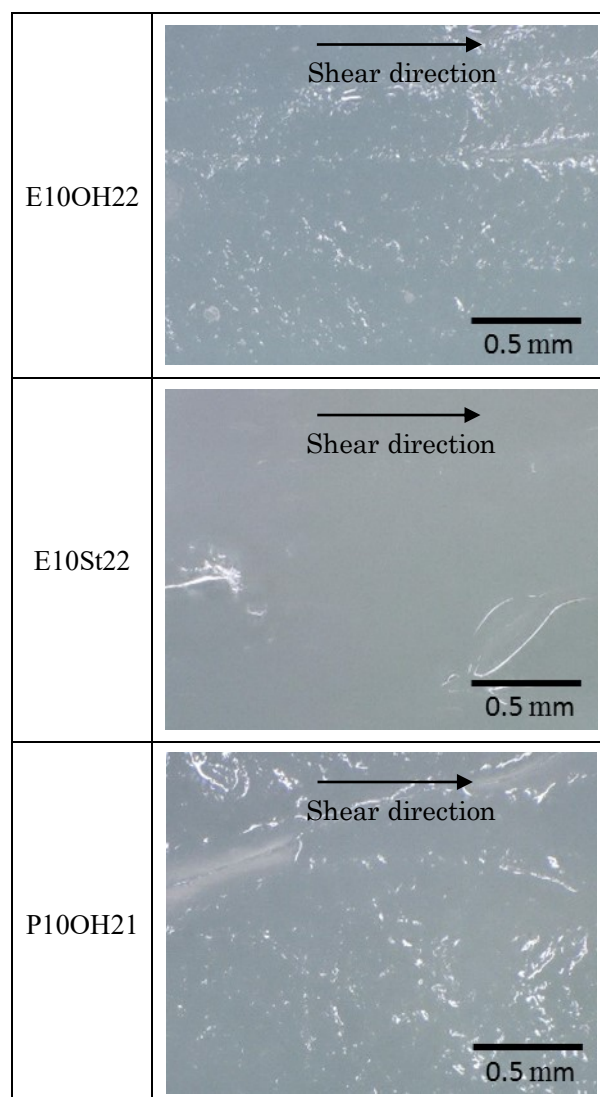
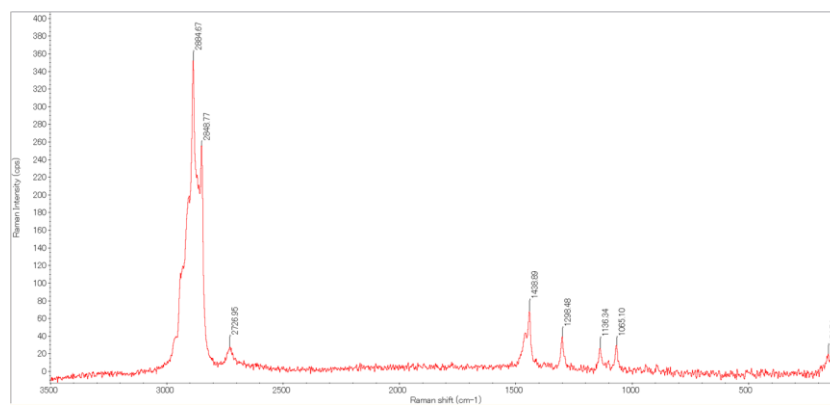
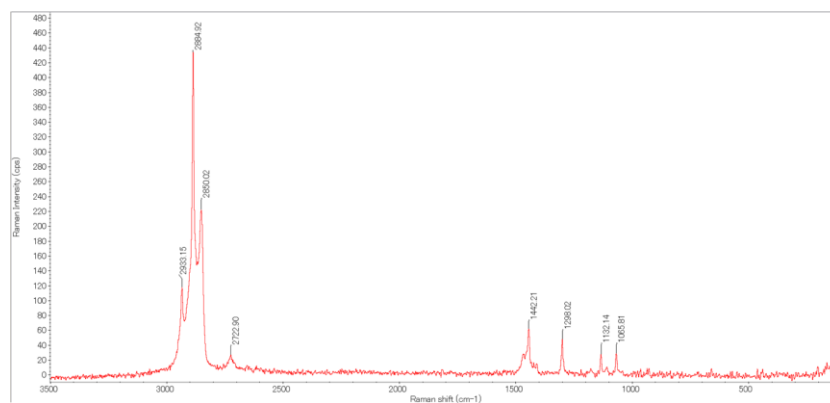


Fig. 4-3 Optical microscope images of the grease surface sheared at 5 s^{-1}

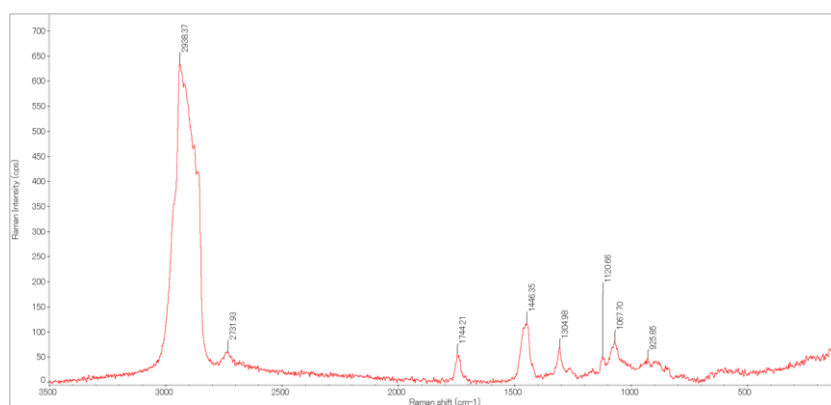


(a) Lithium 12-hydroxystearate

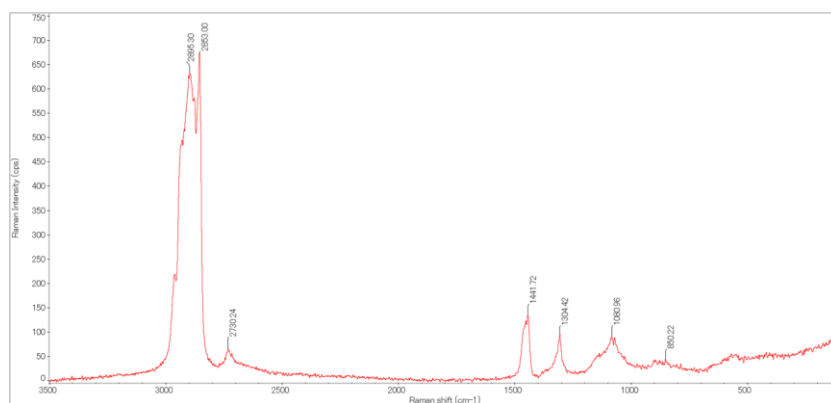


(b) Lithium stearate

Fig. 4-4 Raman spectrum of thickeners

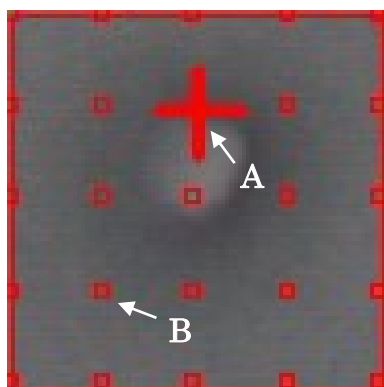


(a) Ester oil

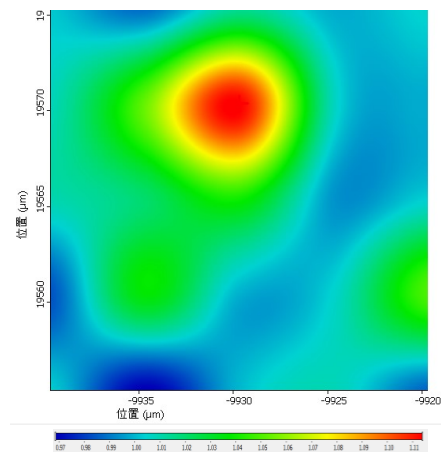


(b) Poly-α-olefin

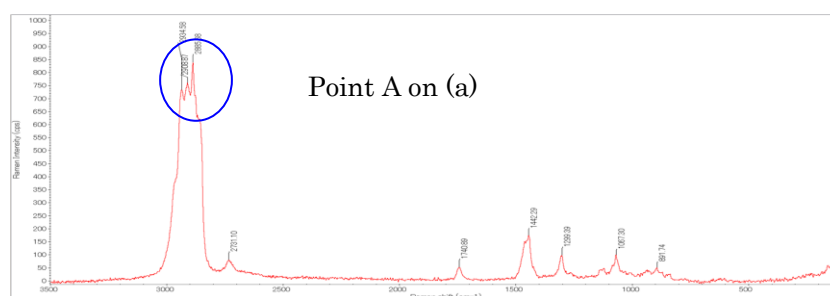
Fig. 4-5 Raman spectrum of base oils



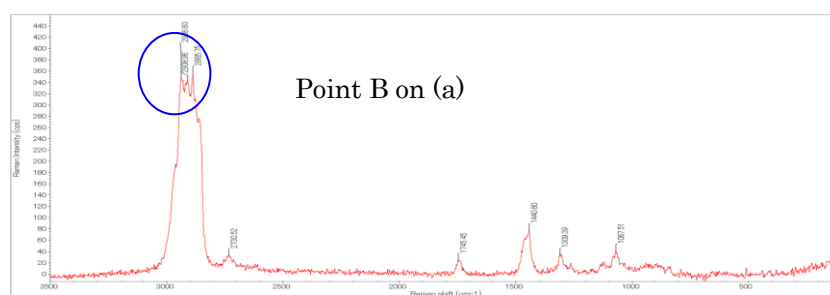
(a) Optical microscope image



(b) Raman mapping image



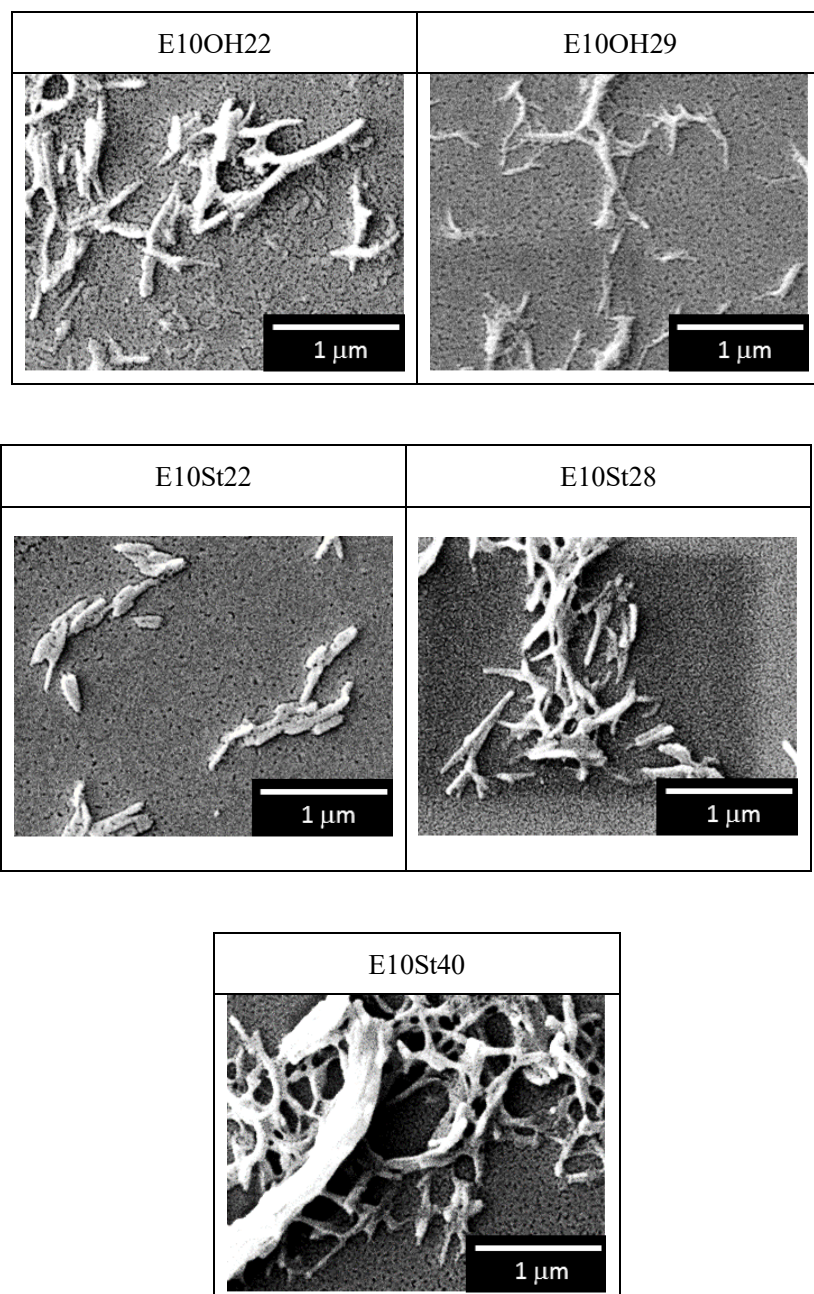
Point A on (a)



Point B on (a)

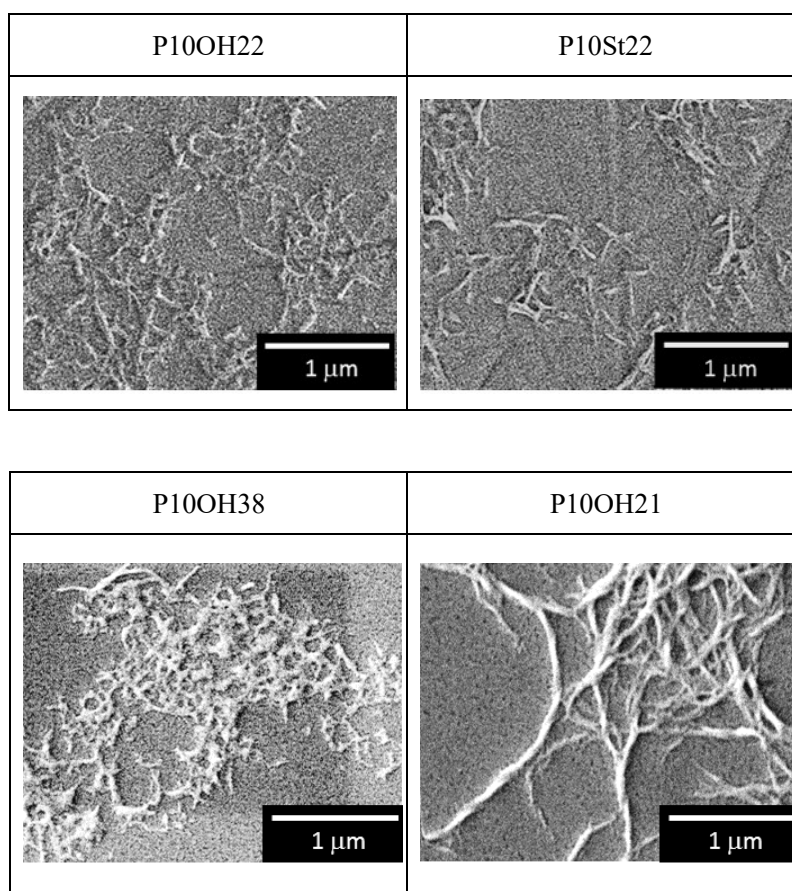
(c) Raman spectrum of point A and B on (a)

Fig. 4-6 Raman analysis of E10OH22



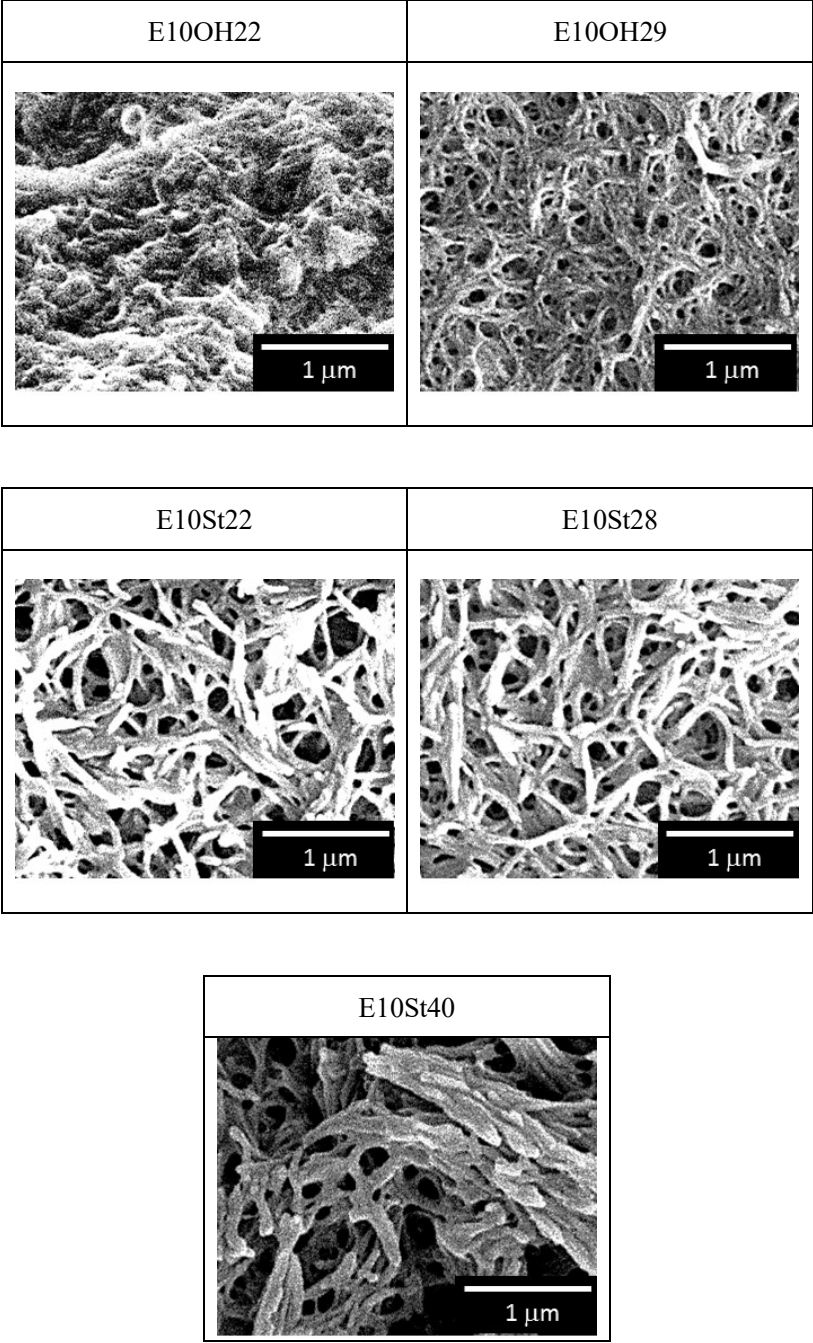
(a) Ester oil greases

Fig. 4-7 SEM images of thickeners with the dispersion



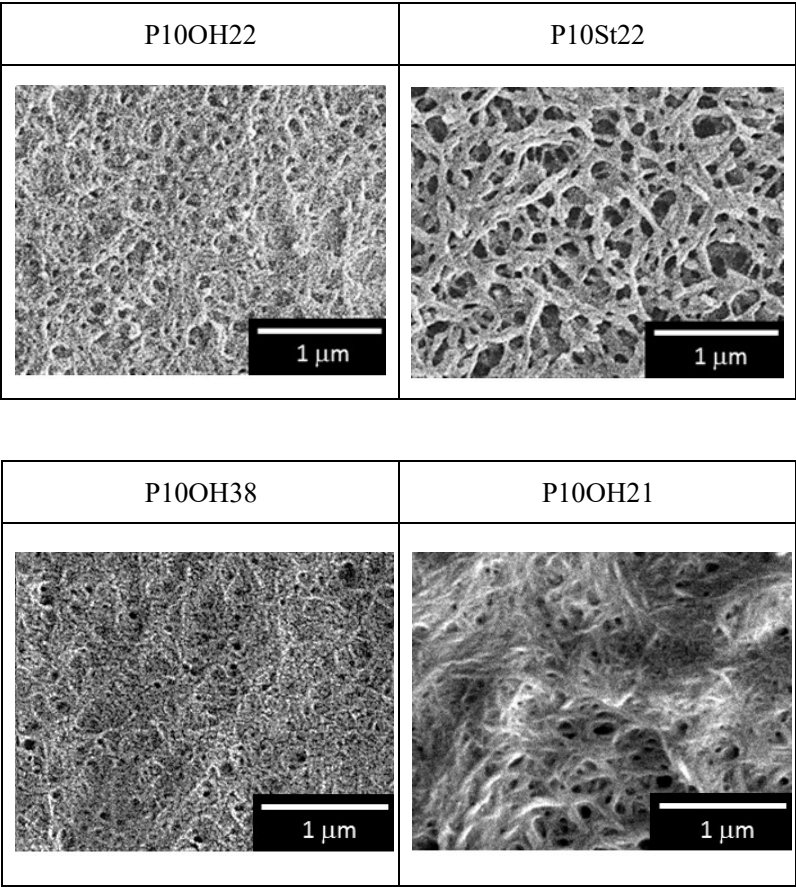
(b) PAO oil greases

Fig. 4-7 SEM images of thickeners with the dispersion



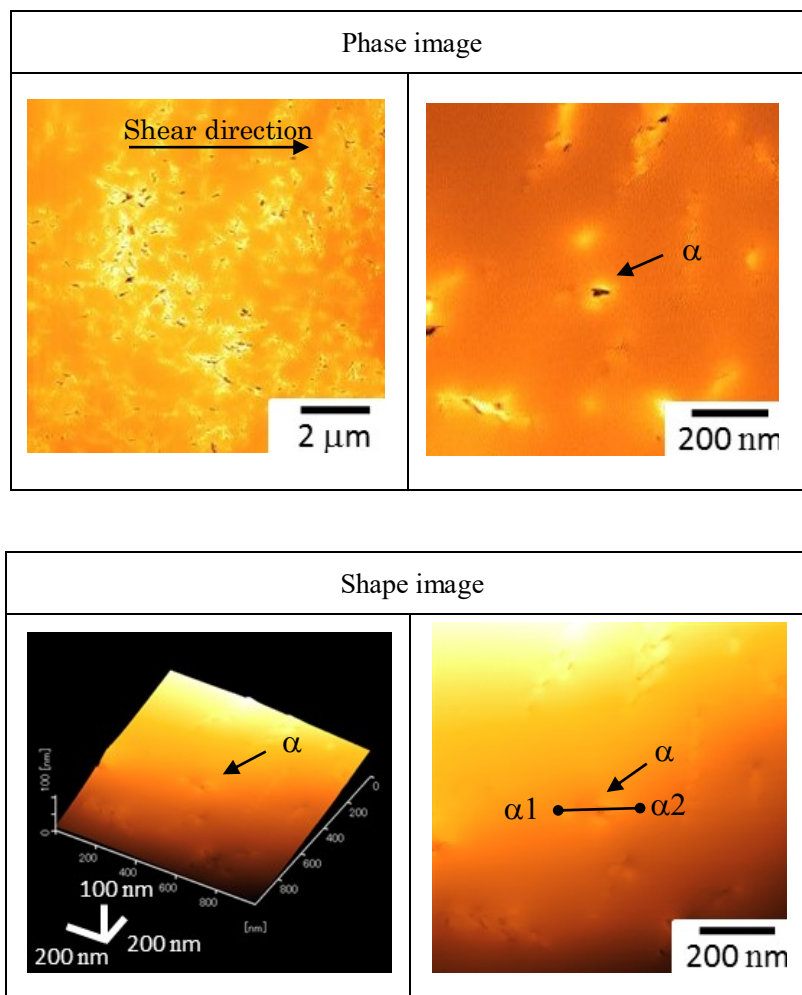
(a) Ester oil greases

Fig. 4-8 SEM images of thickeners without the dispersion



(b) PAO oil greases

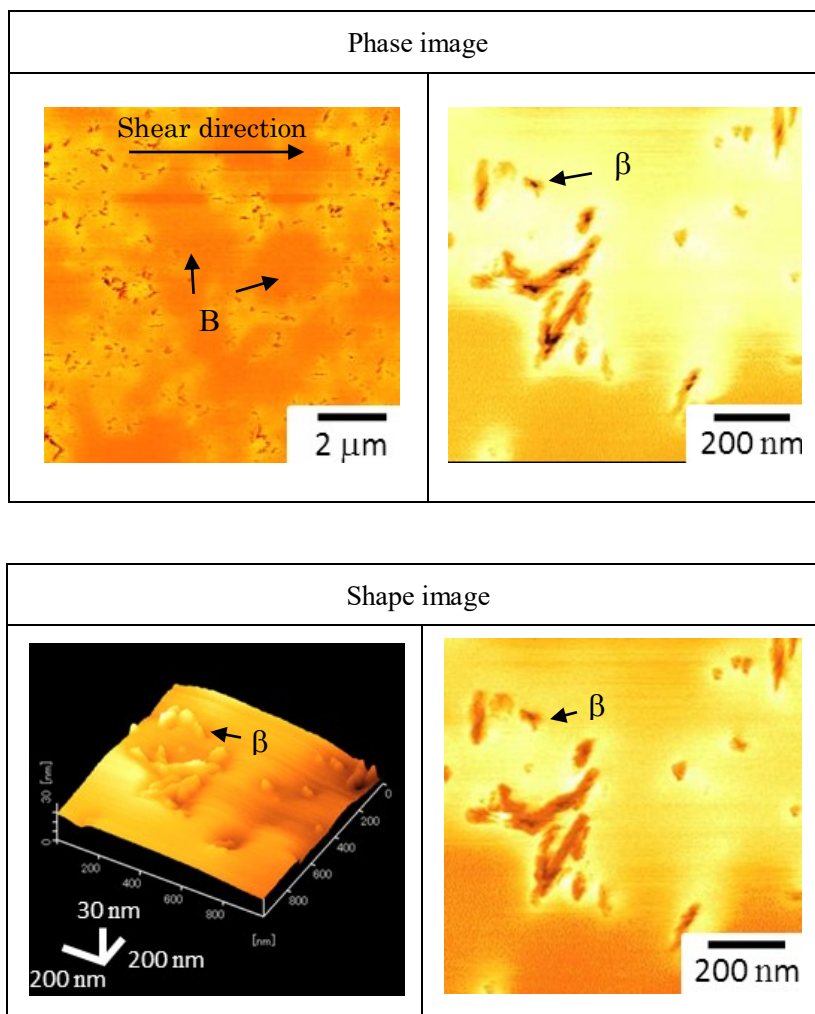
Fig. 4-8 SEM images of thickeners without the dispersion



(a) E10OH22

Fig. 4-9 AFM images of the grease surface sheared at 5 s^{-1} ;

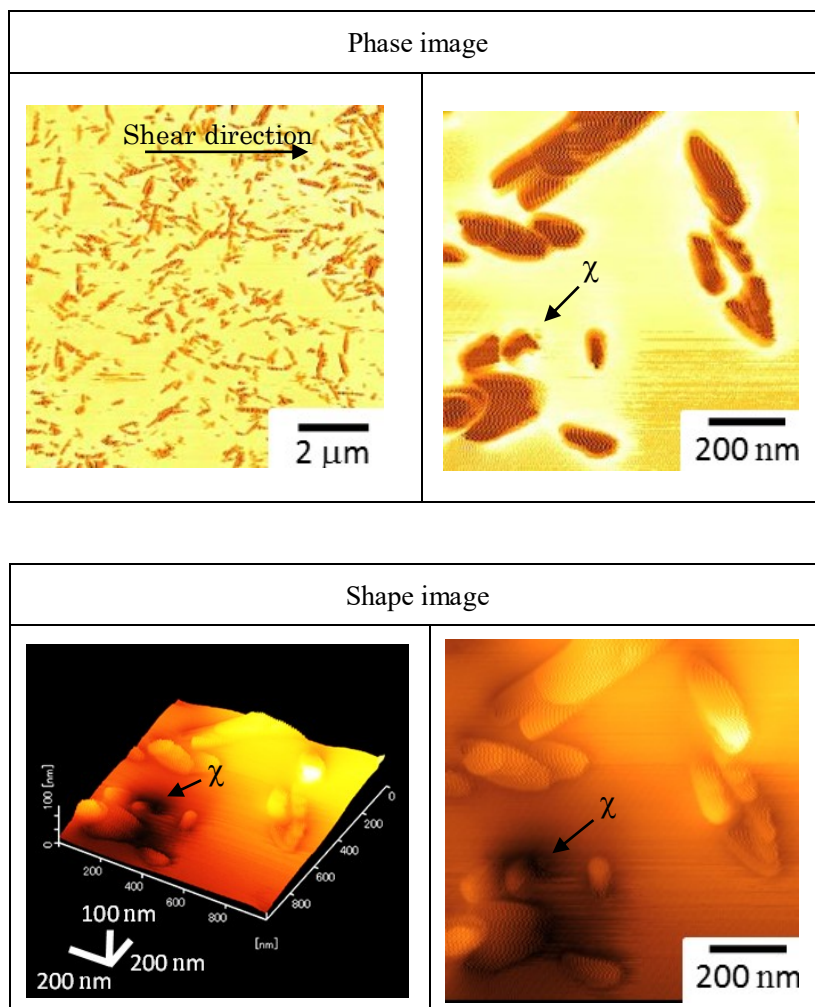
dark area on the phase image represents the elastic part which is a thickener, dark area on the shape image represents low position.



(b) E10OH29

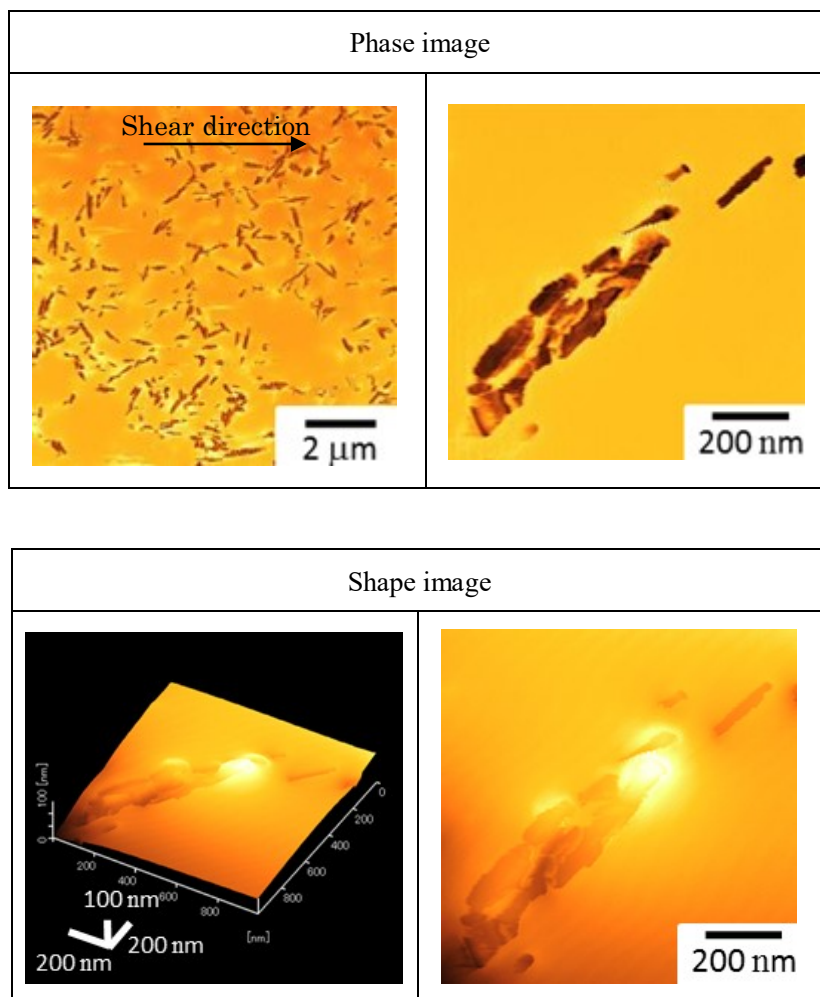
Fig. 4-9 AFM images of the grease surface sheared at 5 s^{-1} ;

dark area on the phase image represents the elastic part which is a thickener, dark area on the shape image represents low position.



(c) E10St22

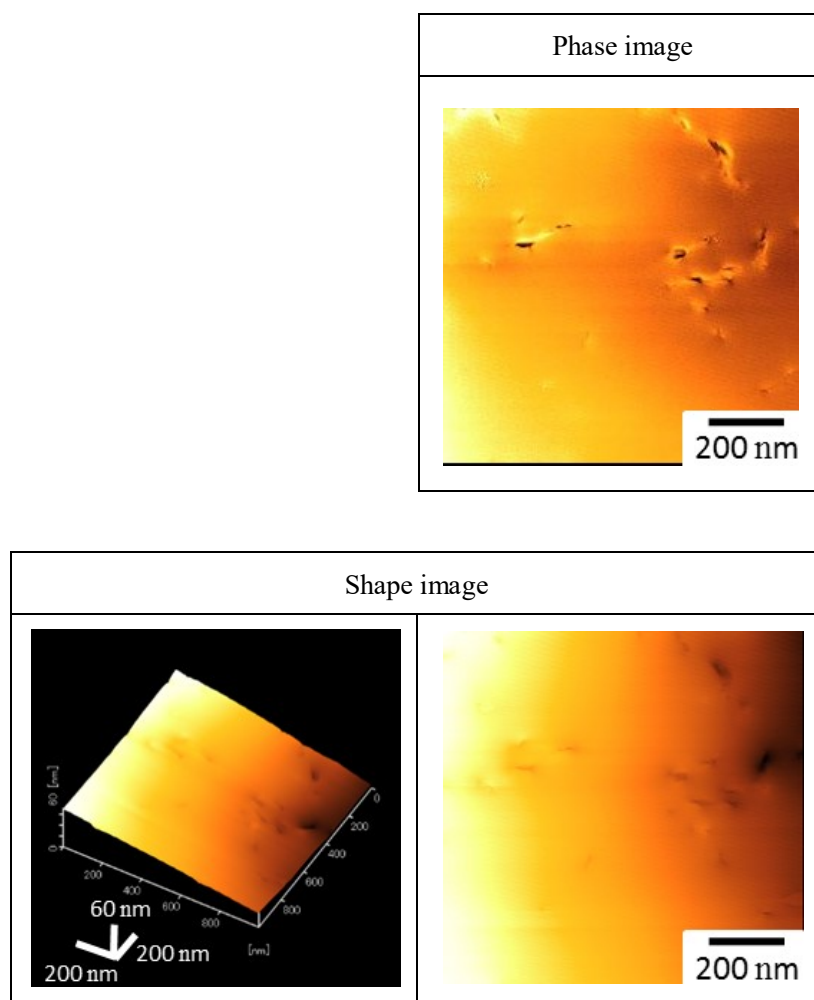
Fig. 4-9 AFM images of the grease surface sheared at 5 s^{-1} ;
 dark area on the phase image represents the elastic part which is a thickener, dark area on the shape
 image represents low position.



(d) E10St28

Fig. 4-9 AFM images of the grease surface sheared at 5 s^{-1} ;

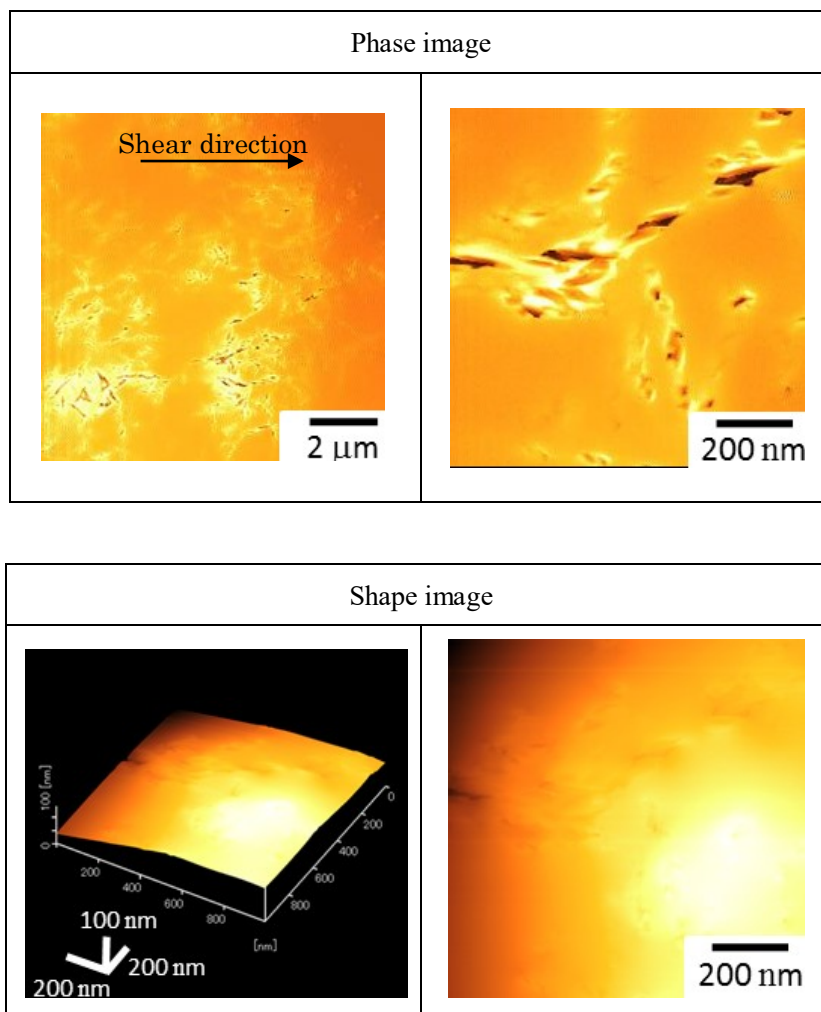
dark area on the phase image represents the elastic part which is a thickener, dark area on the shape image represents low position.



(e) P10OH22

Fig. 4-9 AFM images of the grease surface sheared at 5 s^{-1} ;

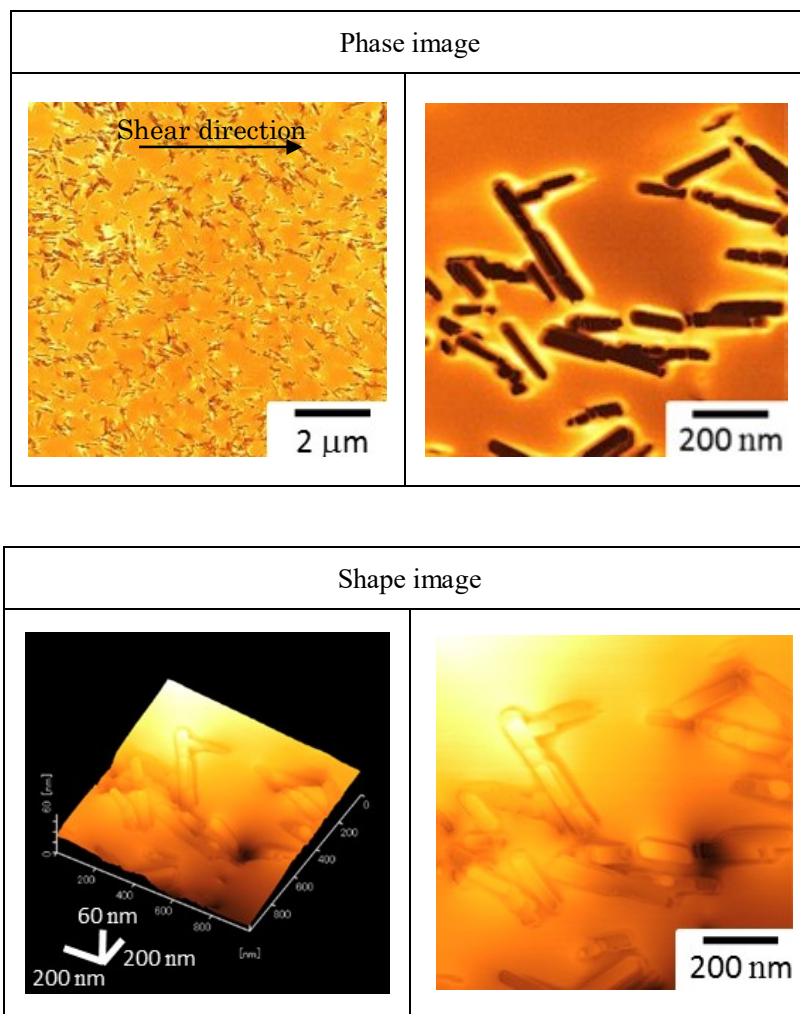
dark area on the phase image represents the elastic part which is a thickener, dark area on the shape image represents low position.



(f) P10OH21

Fig. 4-9 AFM images of the grease surface sheared at 5 s^{-1} ;

dark area on the phase image represents the elastic part which is a thickener, dark area on the shape image represents low position.



(g) P10St22

Fig. 4-9 AFM images of the grease surface sheared at 5 s^{-1} ;
 dark area on the phase image represents the elastic part which is a thickener, dark area on the shape
 image represents low position.

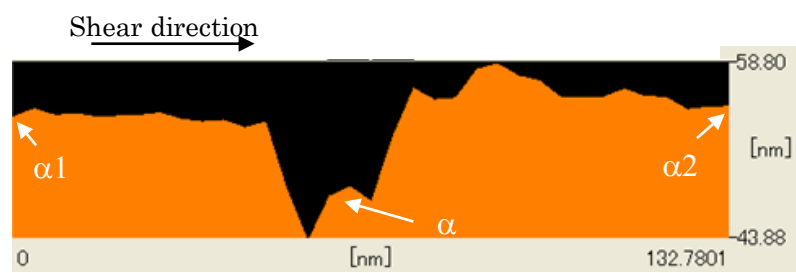
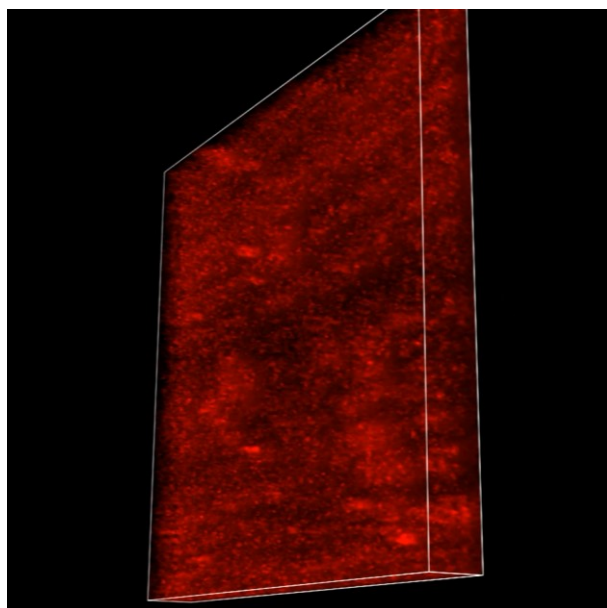
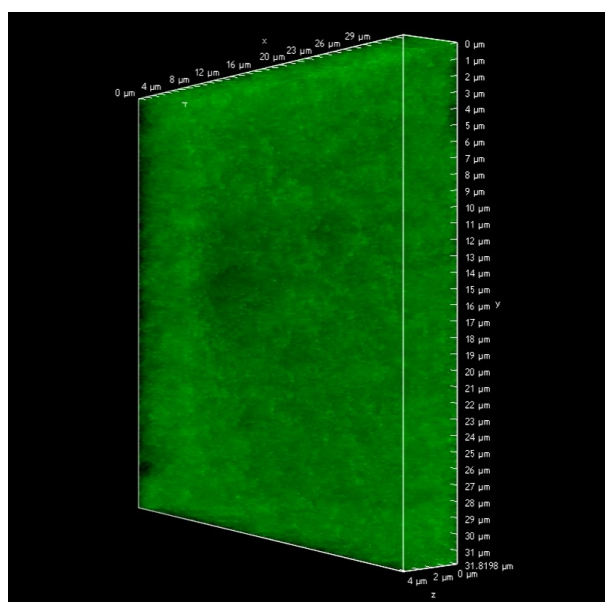


Fig. 4-10 Cross section of line $\alpha 1$ - $\alpha 2$ of E10OH22 at Fig. 4-9 (a)



(a) E10OH29 with 0.1 ppm of rhodamine B



(b) E10OH29 with 1 ppm of coumarin 6

Fig. 4-11 Three dimensional grease images using CLFM

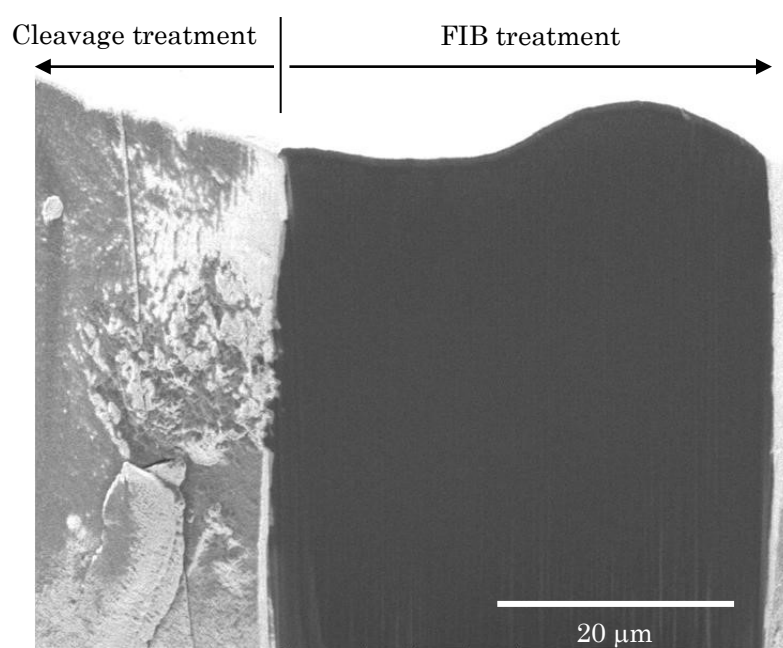
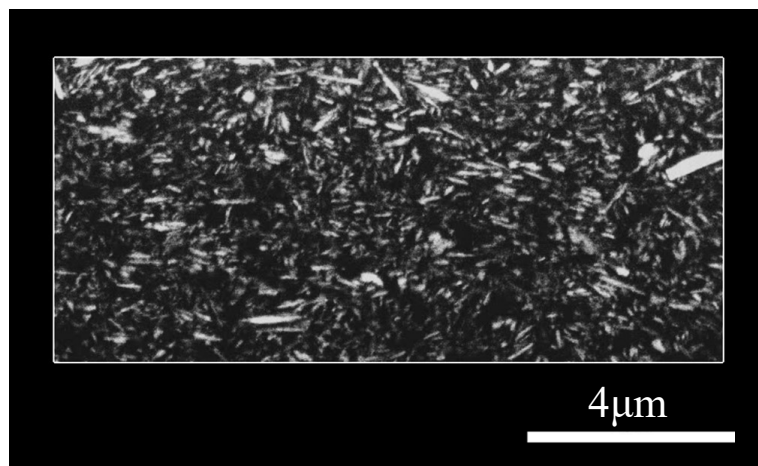
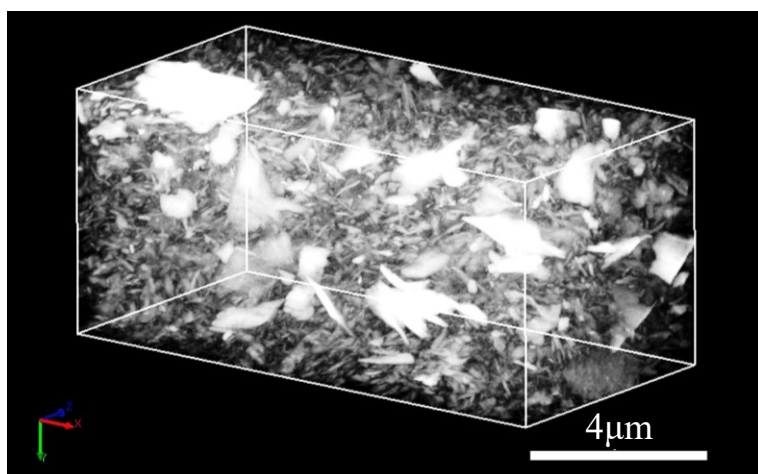


Fig. 4-12 Cryo-FIB-SEM image of E10OH29



(a) Cross-sectional BSE image



(b) Volume rendering image

Fig. 4-13 Cryo-FIB-SEM images of the barium complex grease

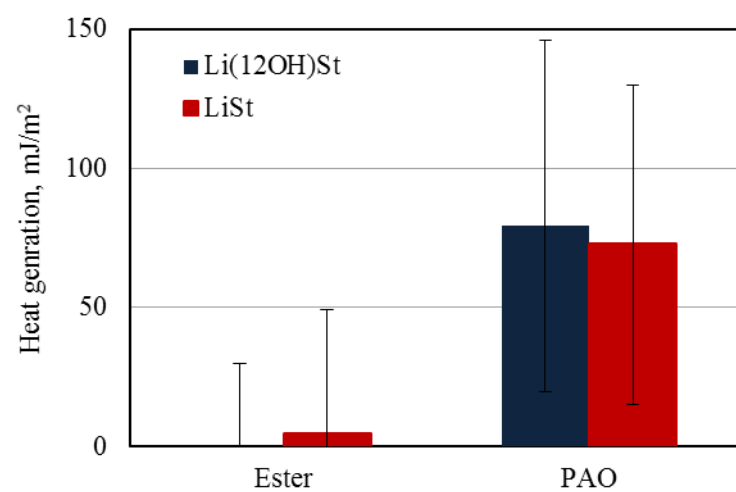
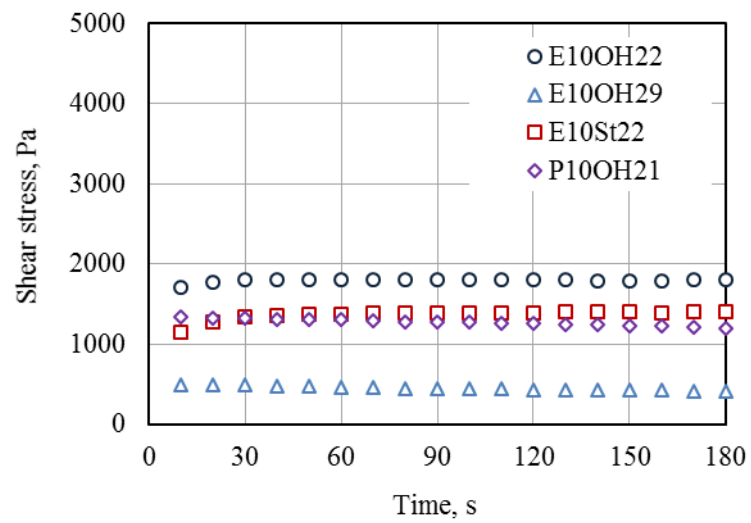
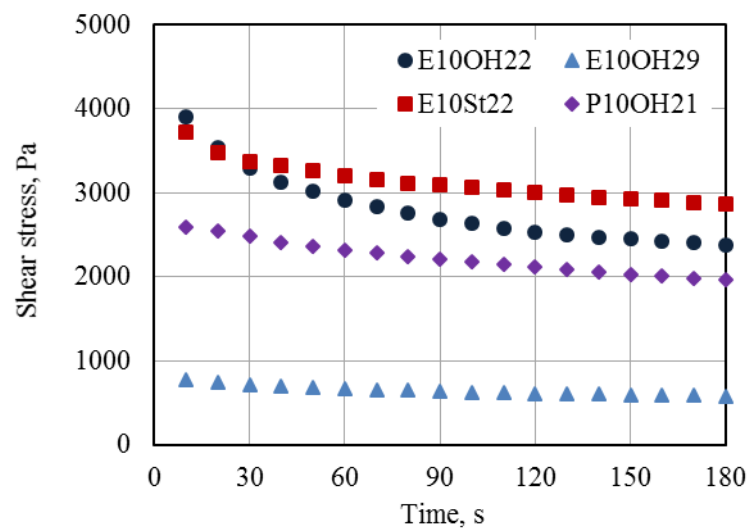


Fig. 4-14 Heat generation of the mixture of lithium soap powder and base oil

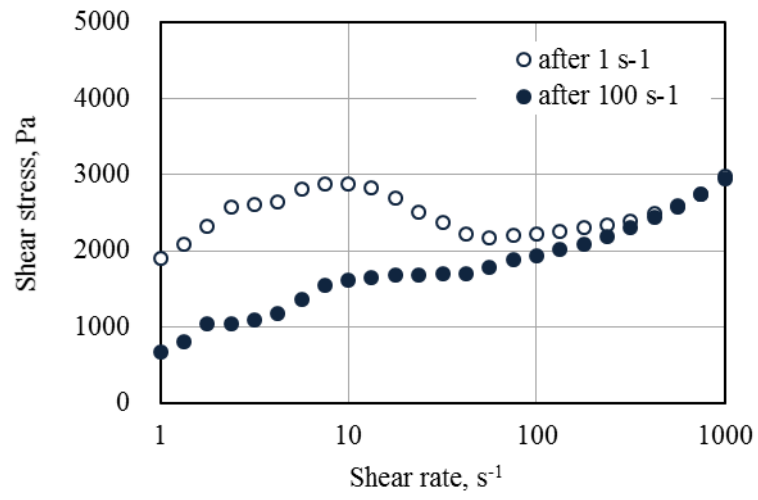


(a) 1 s⁻¹

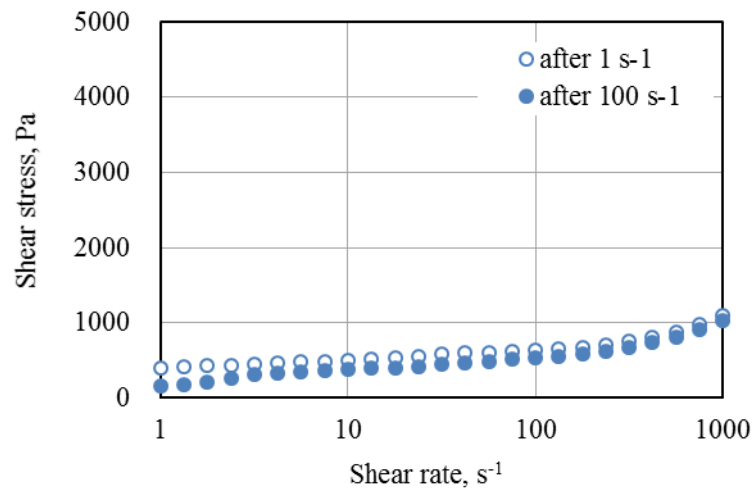


(b) 100 s⁻¹

Fig. 4-15 Changes in shear stress against time

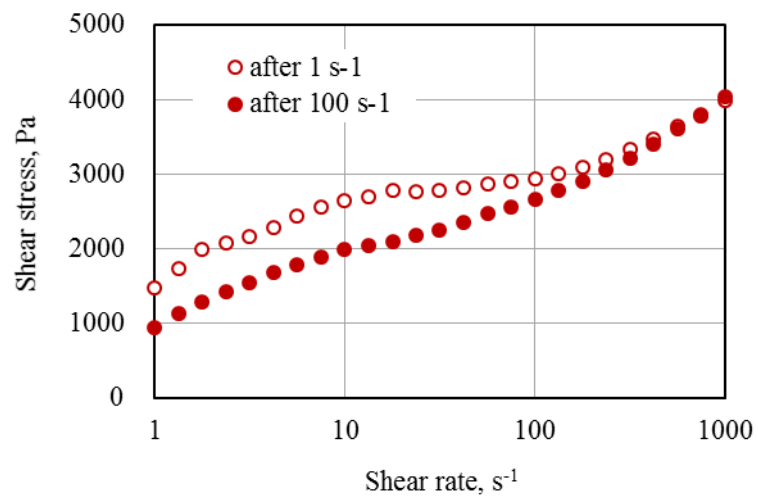


(a) E10OH22

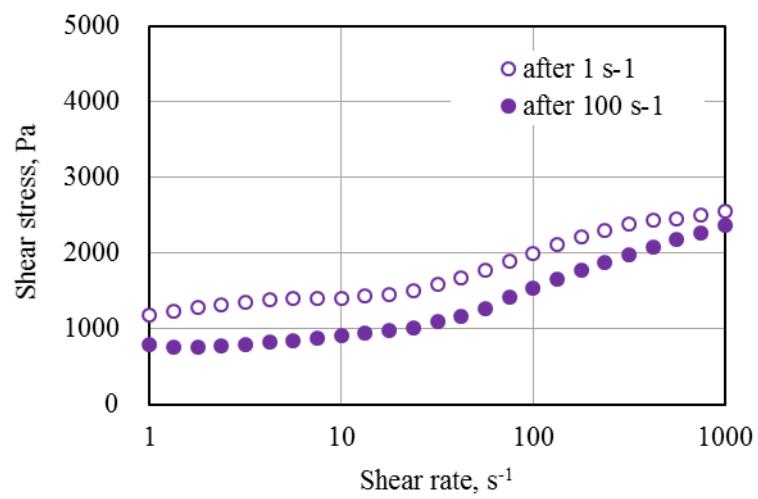


(b) E10OH29

Fig. 4-16 Shear stress against shear rate of test greases



(c) E10St22



(c) P10OH21

Fig. 4-16 Shear stress against shear rate of test greases

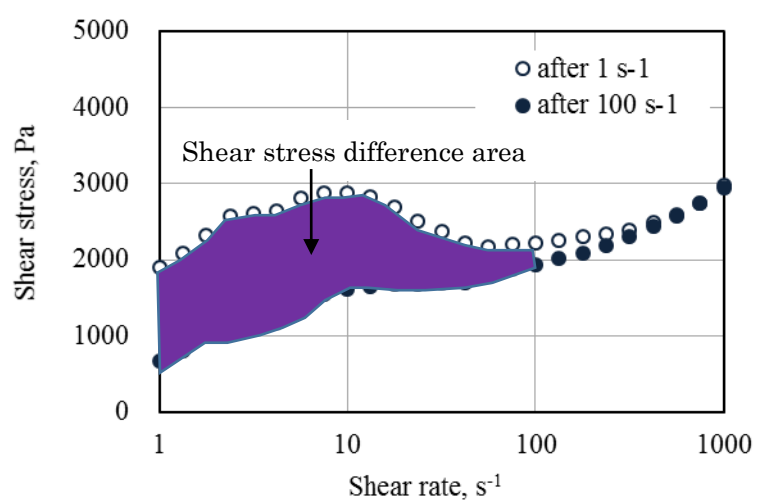
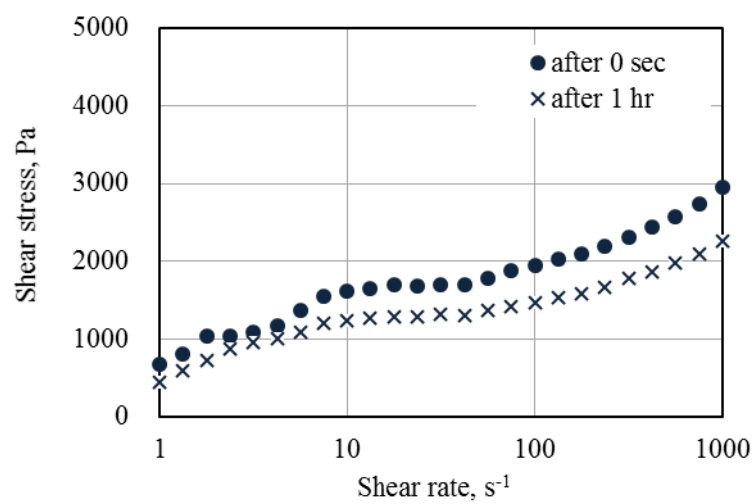
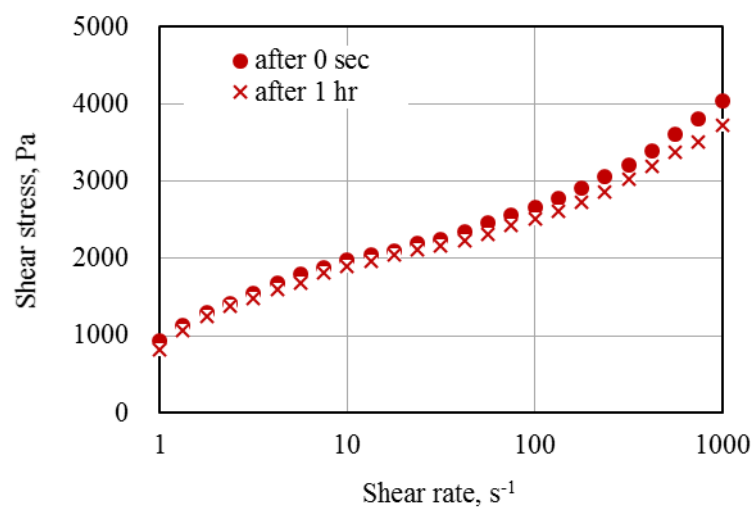


Fig. 4-17 Image of shear stress difference area

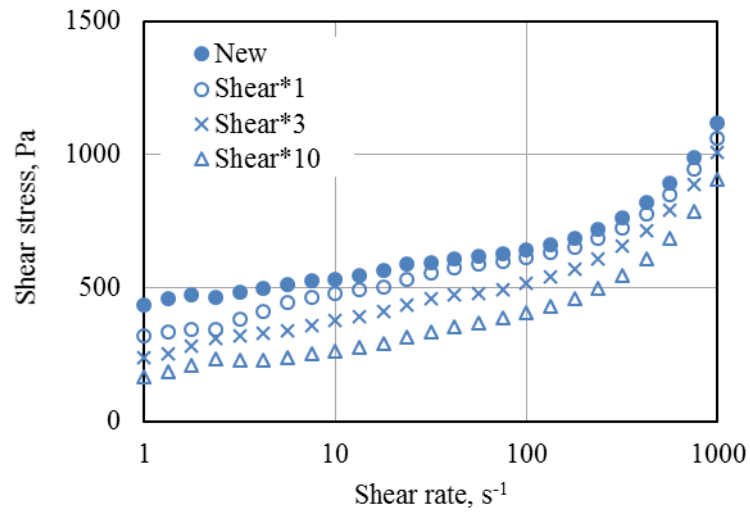


(a) E10OH22

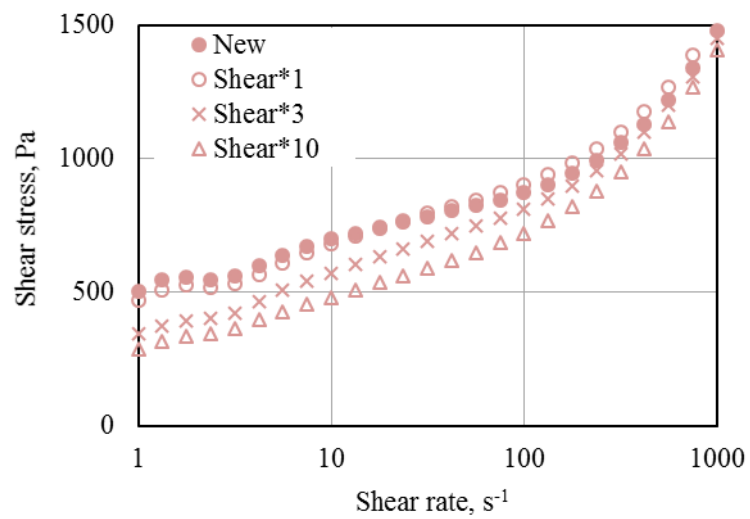


(b) E10St22

Fig. 4-18 Shear stress against shear rate at 1 hr after pre-shear of $100 s^{-1}$

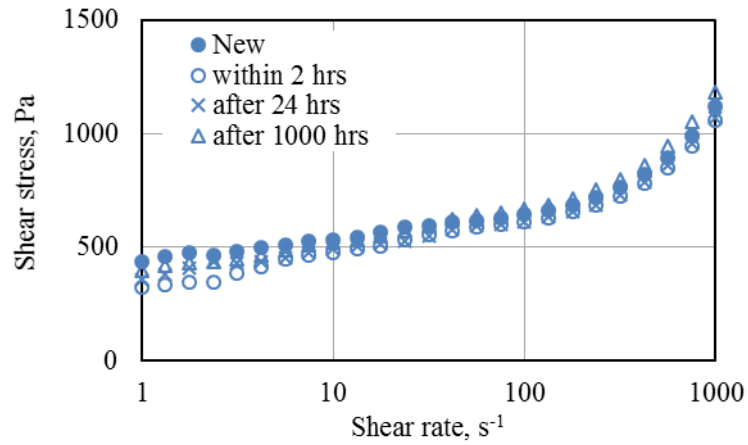


(a) E10OH29

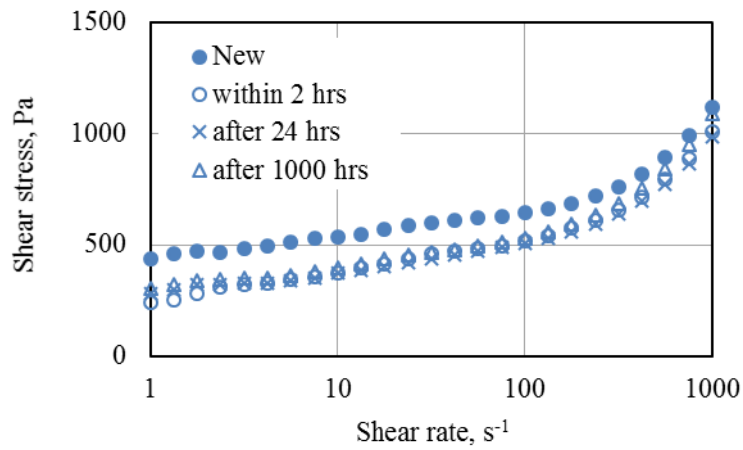


(b) E10St28

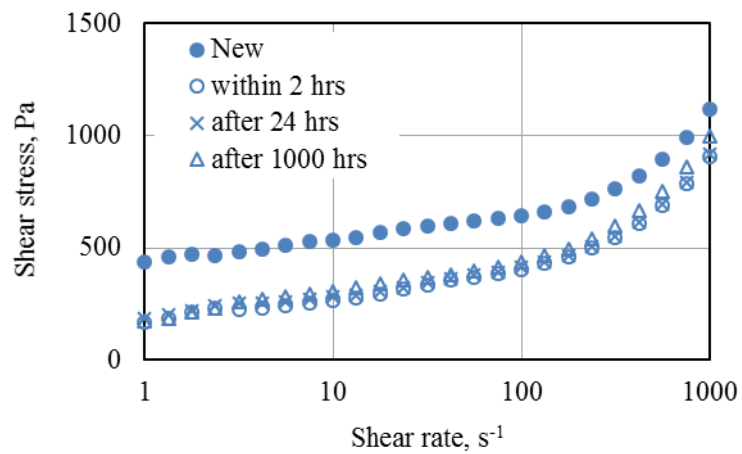
Fig. 4-19 Shear stress against shear rate after the shear treatments using centrifugal force



(a) Shear*1



(b) Shear*3



(c) Shear*10

Fig. 4-20 Variation in shear stress against shear rate after resting at room temperature of E10OH29

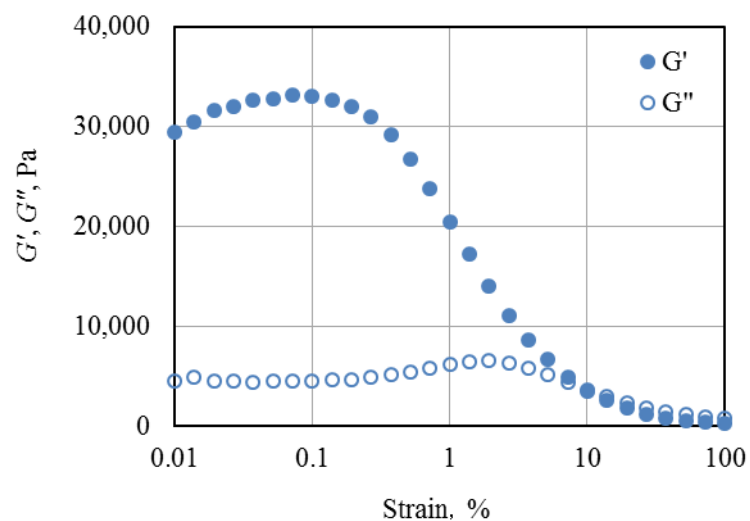


Fig. 4-21 Elastic modulus G' and loss modulus G'' against strain of E10OH29

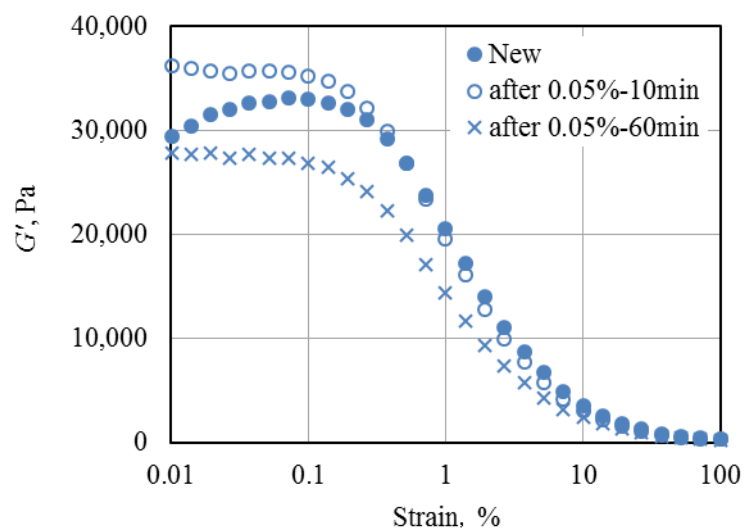
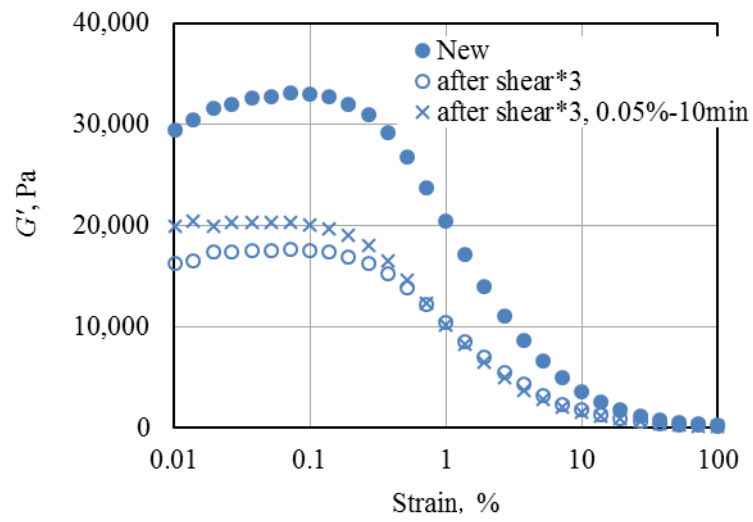
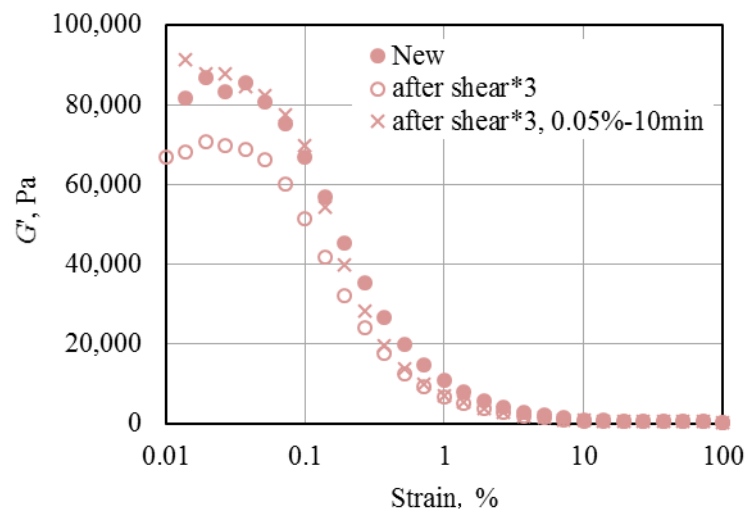


Fig. 4-22 Variation in G' against strain after oscillation in elastic region of E10OH29



(a) E10OH29



(b) E10St28

Fig. 4-23 Variation in G' against strain after oscillation in elastic region of the greases with shear*3

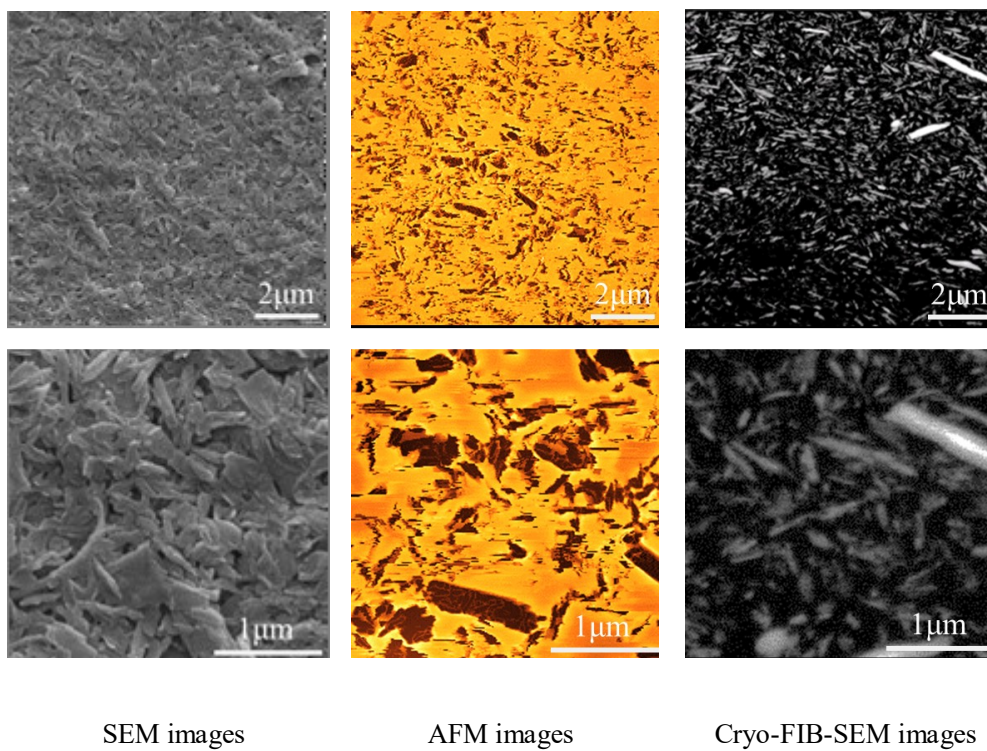


Fig. 4-24 Comparison of observation images of the barium complex grease

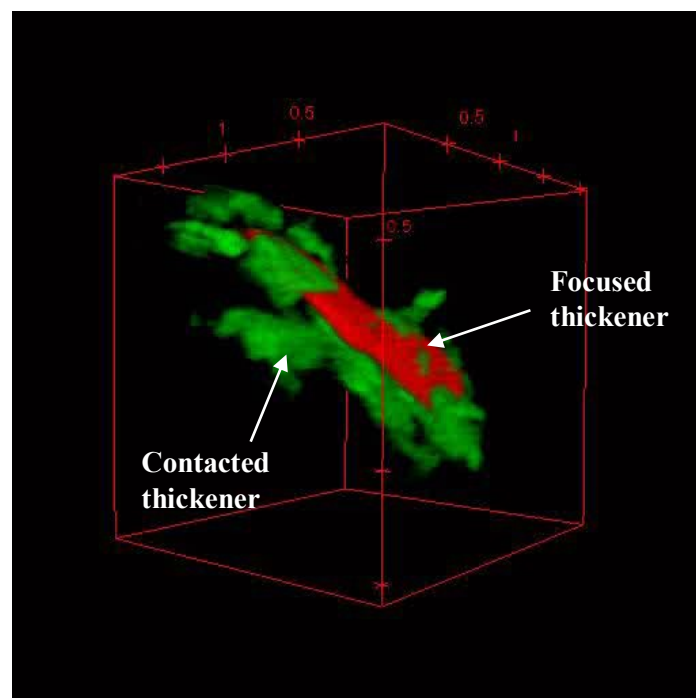


Fig. 4-25 Contacts between thickeners in the barium complex grease

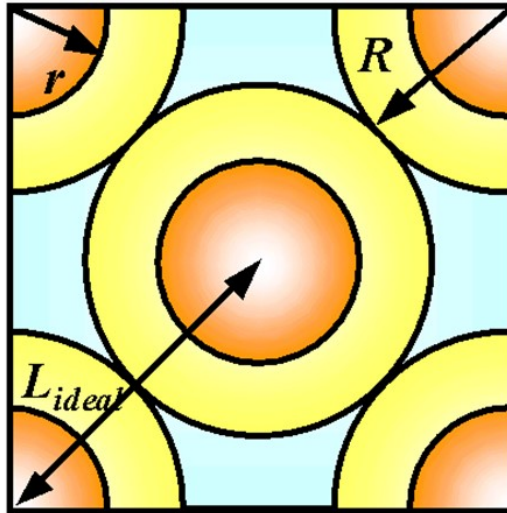


Fig. 4-26 Illustration to explain the degree of dispersion ⁵¹⁾

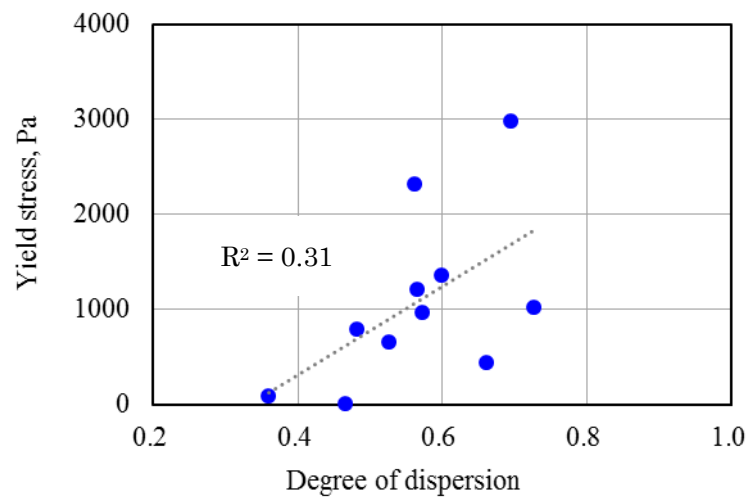
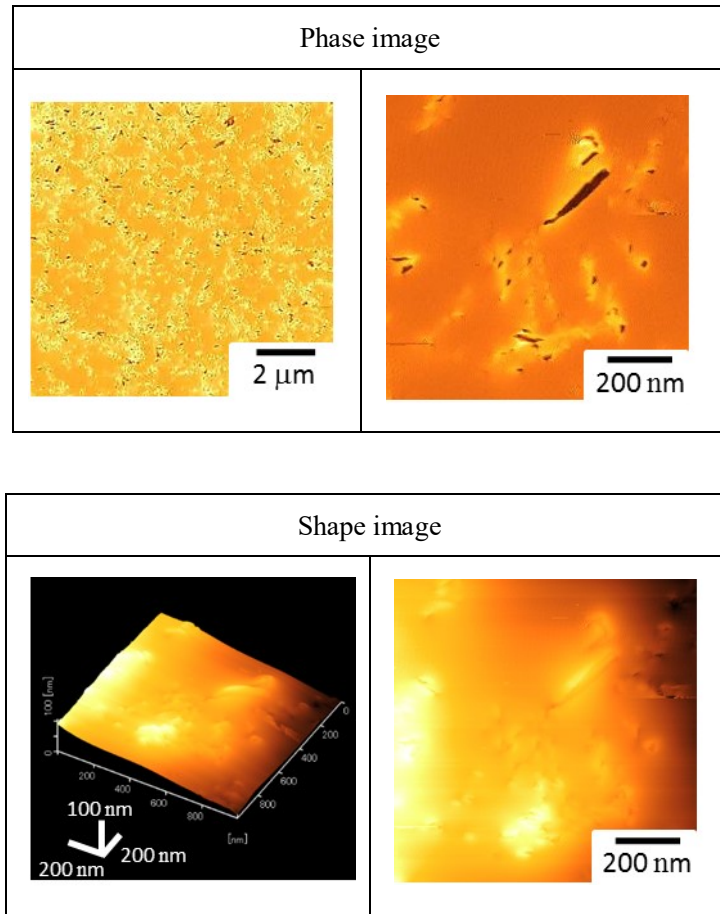
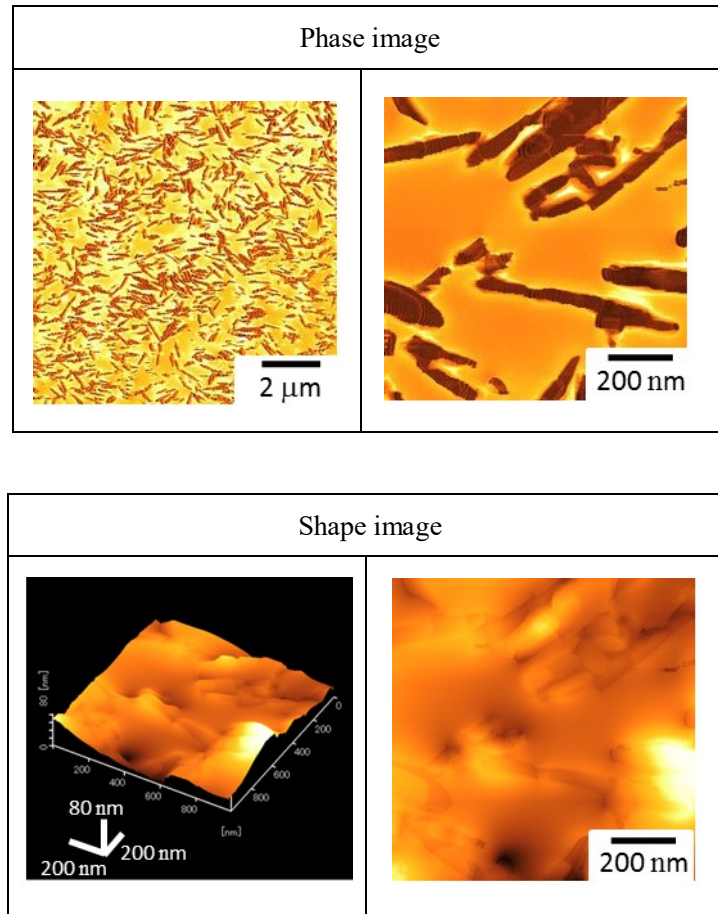


Fig. 4-27 Correlation between degree of dispersion and yield stress



(a) E10OH22

Fig. 4-28 AFM images of the fracture surface sheared at 100 s^{-1} of test greases



(b) E10St22

Fig. 4-28 AFM images of the fracture surface sheared at 100 s^{-1} of test greases

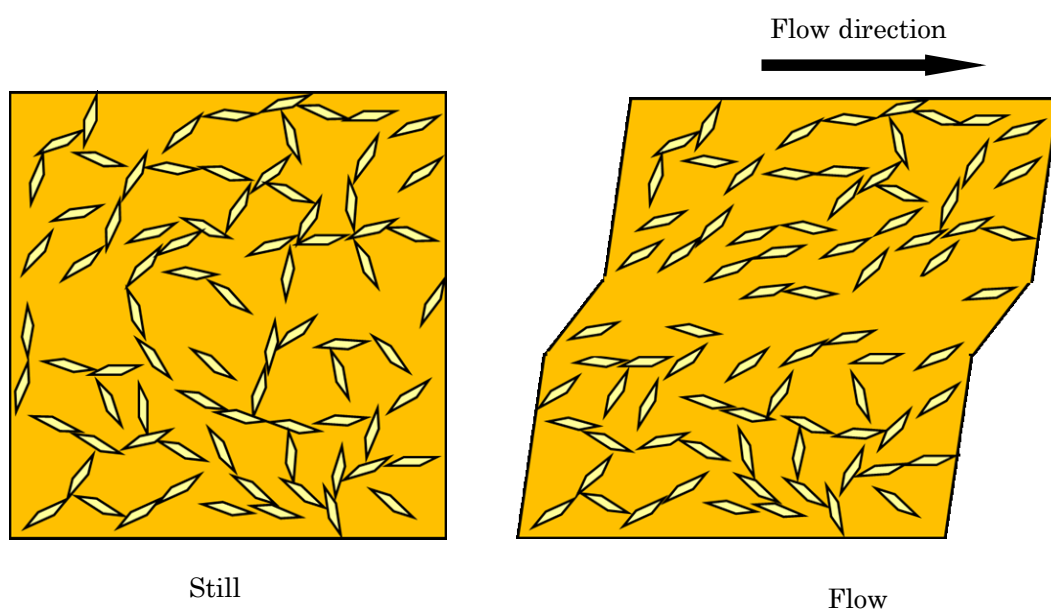


Fig. 4-29 A model of structural change of thickeners induced by weak shear

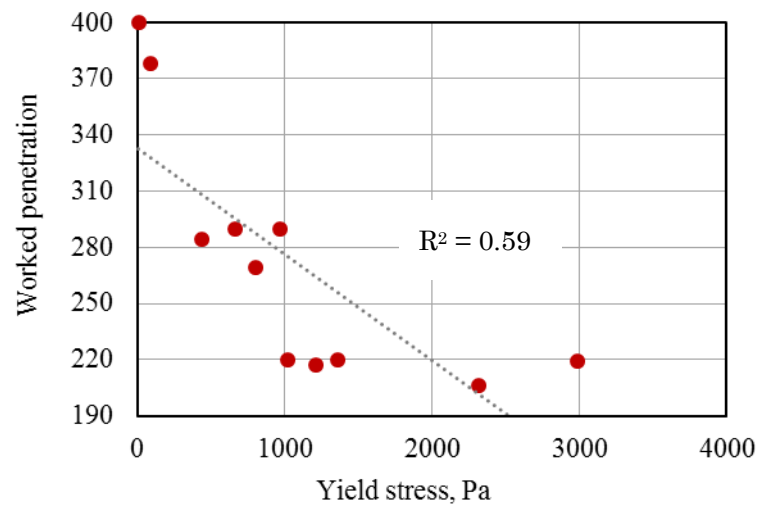


Fig. 4-30 Correlation between yield stress and worked penetration of test greases

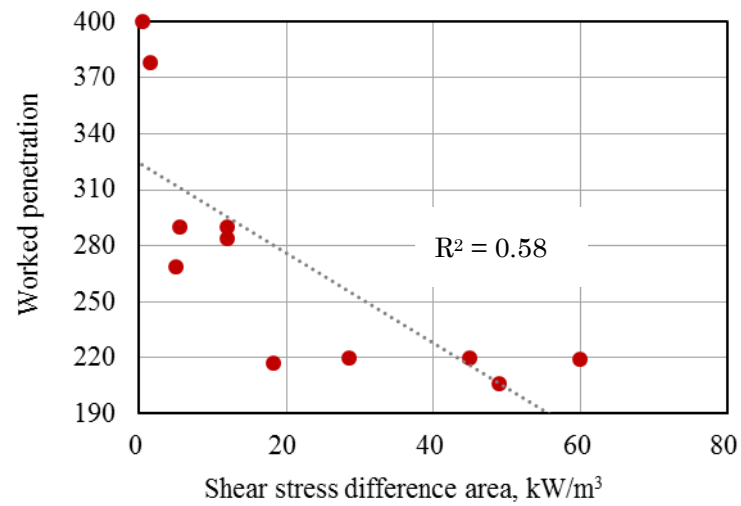


Fig. 4-31 Correlation between shear stress difference area and worked penetration of test greases

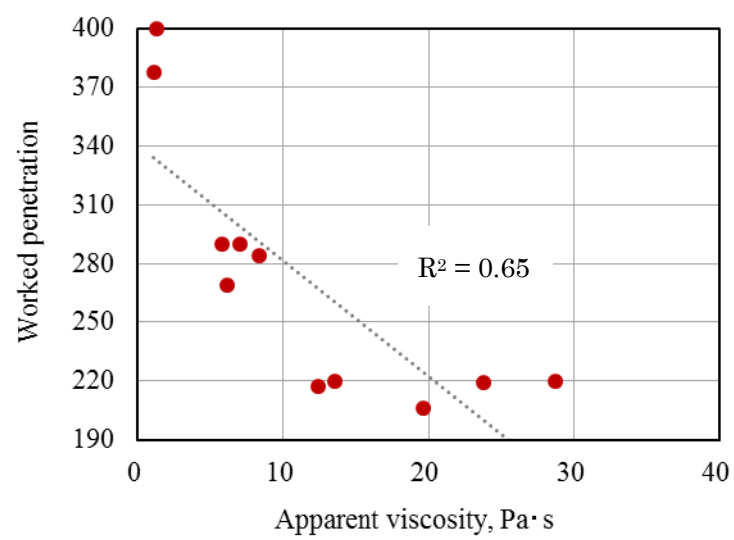


Fig. 4-32 Correlation between apparent viscosity and worked penetration of test greases

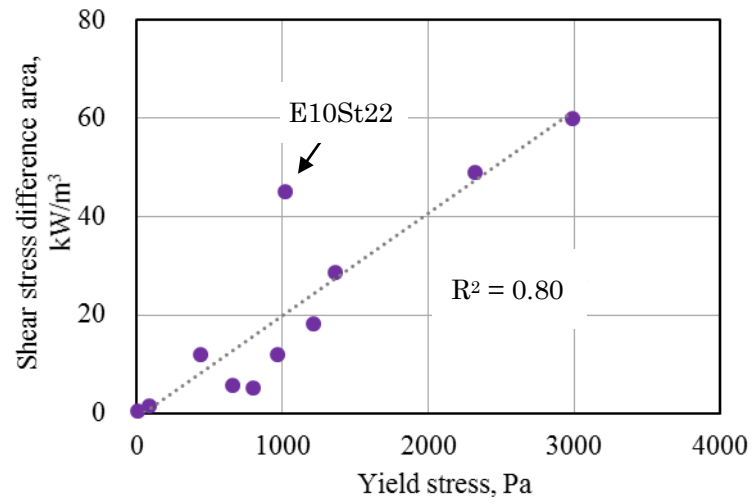


Fig. 4-33 Correlation between yield stress and shear stress difference area of test greases

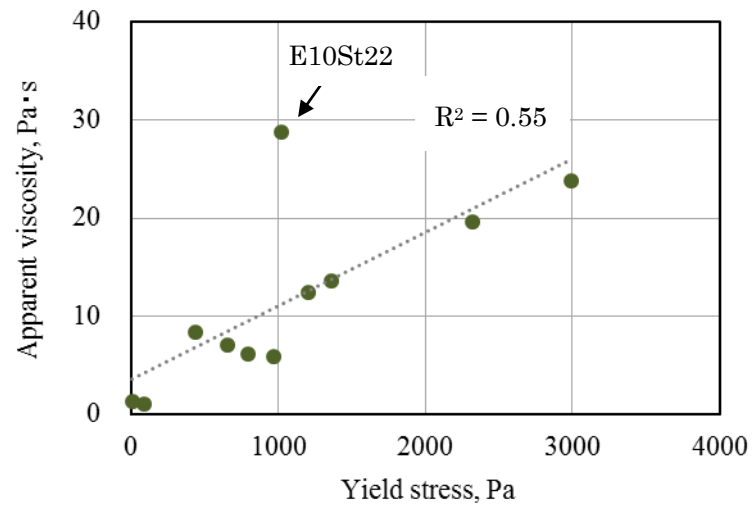


Fig. 4-34 Correlation between yield stress and apparent viscosity of test greases

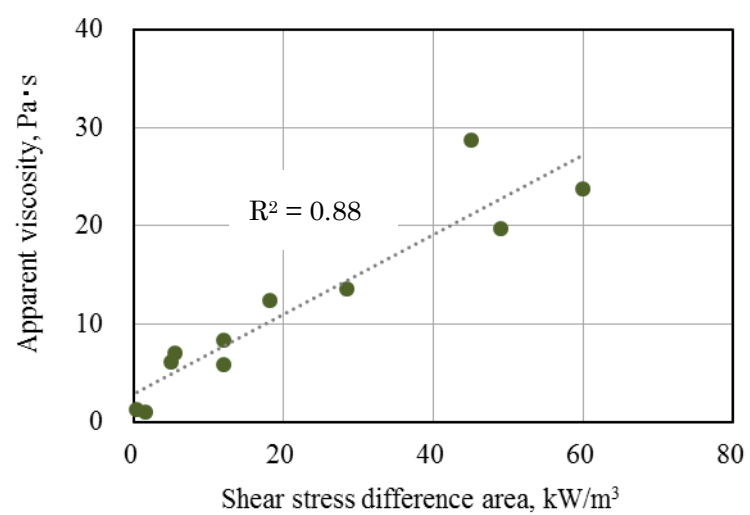
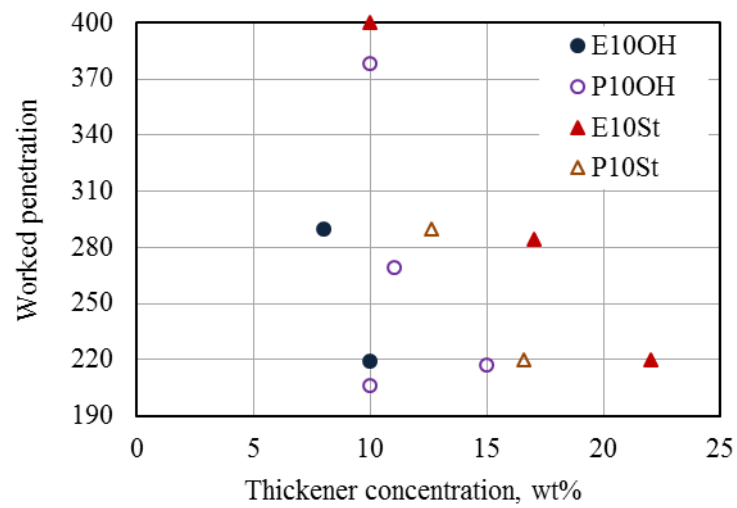
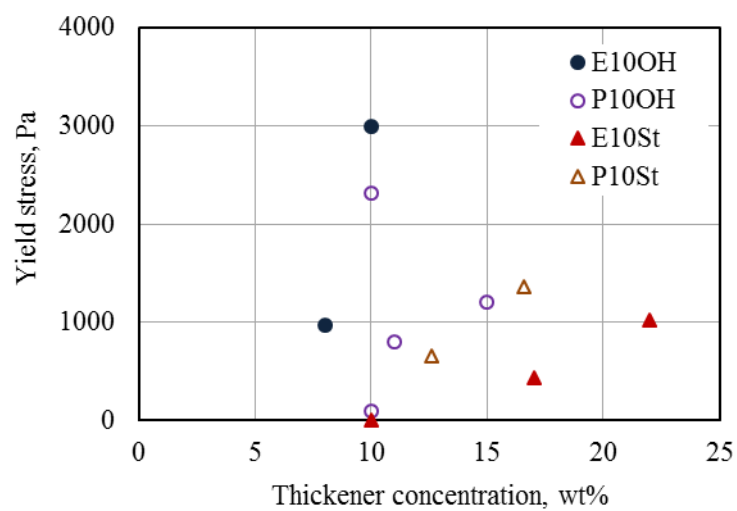


Fig. 4-35 Correlation between shear stress difference area and apparent viscosity of test greases

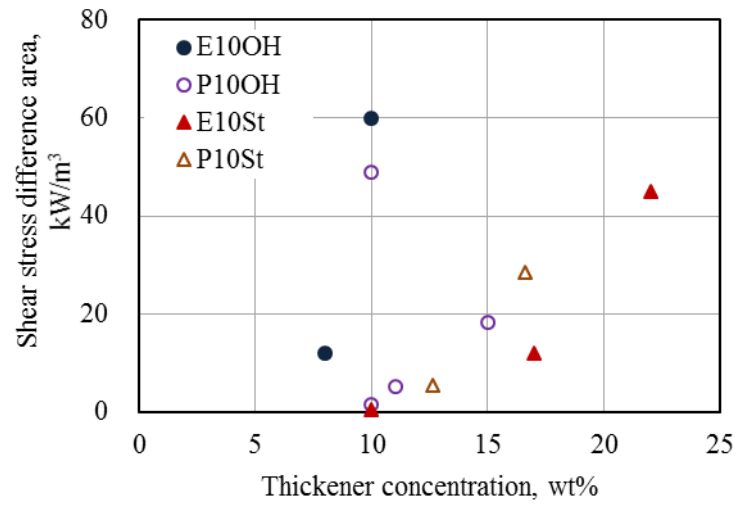


(a) Worked penetration

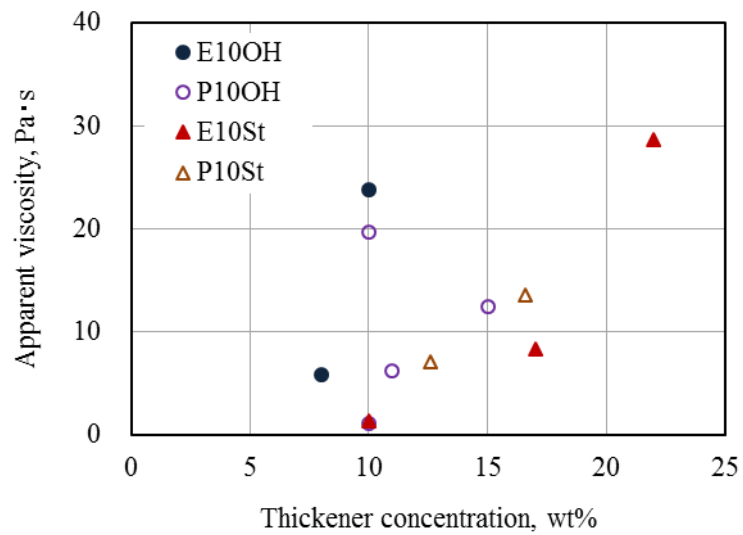


(b) Yield stress

Fig. 4-36 Correlation between thickener concentration and rheological properties of test greases

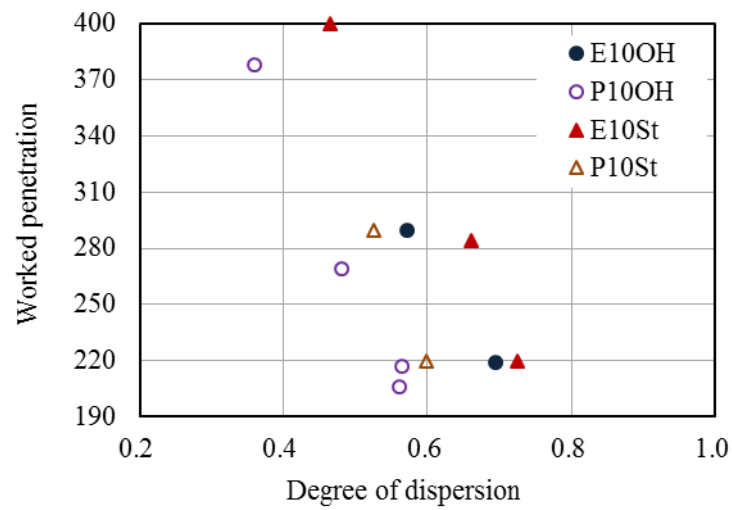


(c) Shear stress difference area

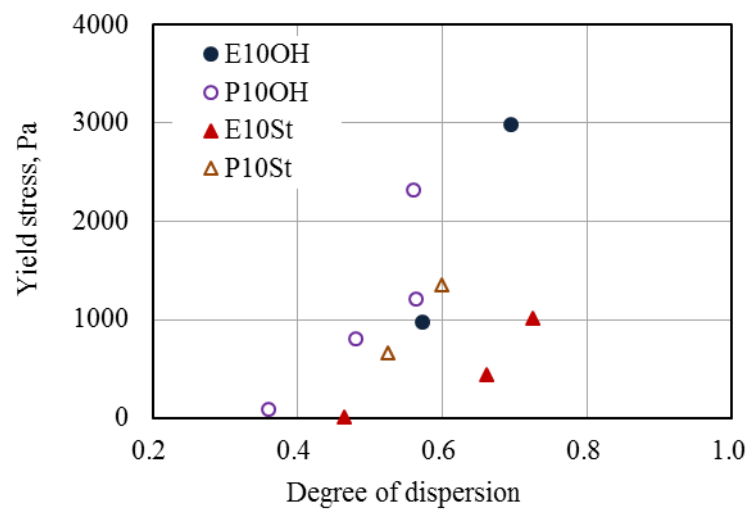


(d) Apparent viscosity

Fig. 4-36 Correlation between thickener concentration and rheological properties of test greases

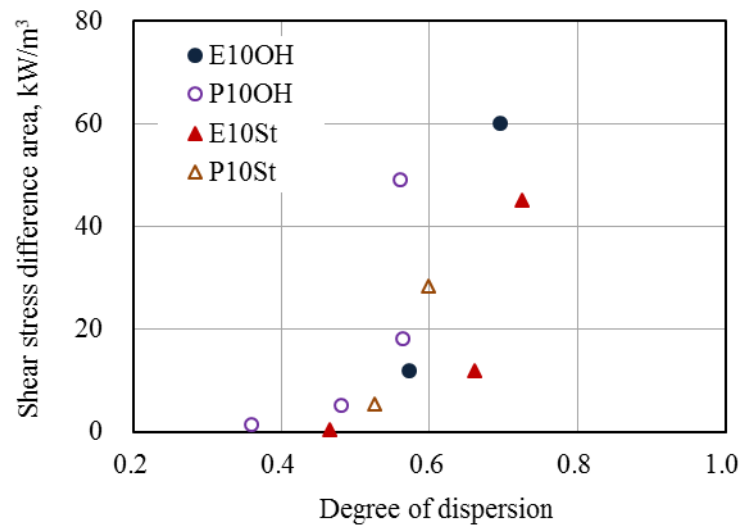


(a) Worked penetration

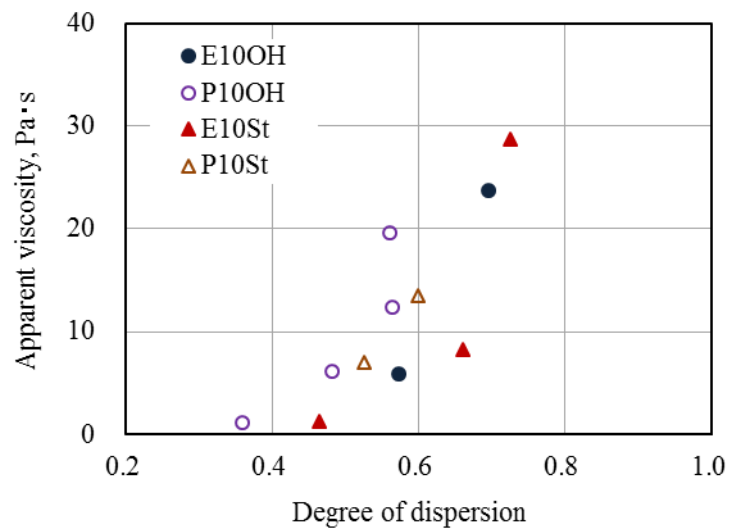


(b) Yield stress

Fig. 4-37 Correlation between degree of dispersion and rheological properties of test greases



(c) Shear stress difference area



(d) Apparent viscosity

Fig. 4-37 Correlation between degree of dispersion and rheological properties of test greases

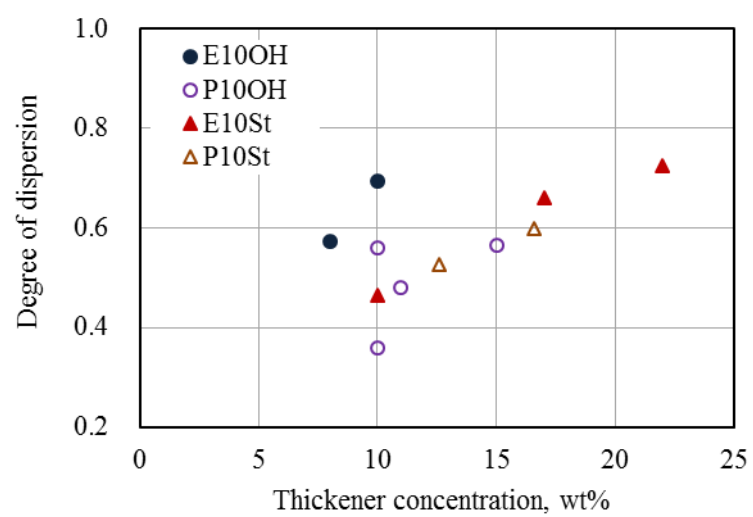


Fig. 4-38 Correlation between thickener concentration and degree of dispersion of test greases

第 5 章 軸受の低トルク化と グリースの流動特性

5.1 本章の狙い

軸受性能に影響を与えるグリースの流動状態として、第2章において、チャンネリングに着目し、降伏応力に加えて、増ちょう剤の種類がチャンネリングに影響することを示した。また、第3章では再供給に着目し、グリースの見かけの粘度やヒステリシスループ面積が、微量封入時の起動トルクや入口距離に影響することを示した。

このようなグリースの流動特性が発現する要因として、第4章において増ちょう剤繊維による構造と流動特性の関係を調査し、増ちょう剤繊維による構造がグリースのマクロ的およびミクロ的な流動に影響すること、およびグリースの流動特性や増ちょう剤繊維の分散状態には、基油と増ちょう剤の相互作用や製造条件が影響していることを示した。

第3章で用いた転がり軸受は、軸受内部挙動を観察するためにガラス製の外輪を用いたモデル軸受であり、また、主にグリース封入量を意図的に少なくした条件で評価を行った。このため、本章では実際の機械での使用を想定した条件で軸受トルク評価を行い、グリース封入量を変えることにより、接触面の周囲で発生する抵抗に起因するトルクと、チャンネリングによるトルクへの影響をそれぞれ評価し、軸受内でのグリースの流動状態を制御し、軸受トルクを低減するためのグリースの設計指針を考察した。

5.2 試験方法

試験用グリースは第3章および第4章で調製したリチウムセッケン系グリースを用いた。グリースの種類と性状を改めて Table 5-1 に示す。降伏応力は 2.2.3 節と同様の方法で測定した。また、軸受トルク試験を第2章と同様に、深溝玉軸受 6305 を用い、回転数 1800 min^{-1} 、ラジアル荷重 29.4 N 、アキシアル荷重 294 N 、室温条件で行った。但し、グリース封入量は、チャンネリングと接触面の周囲で発生する抵抗によるトルクへの影響を分けて評価するため、軸受内の空間容積の 35%に相当する 3.4 g および、その $1/10$ の量である 0.34 g の2条件で行った。ここで、微量な封入量である 0.34 g とすることにより、第2章と同様に、軸受内全体でのグリースの循環を抑え、接触面の周囲でのみ抵抗を発生させることを狙った。軸受試験は 120 分間とした。試験条件を Table 5-2 に示す。起動トルク T_s は試験の開始直後の最大トルク、回転トルク T_r は最後の 10 分間の平均値を用いた。また、第2章の測定結果と比較するため、10 分後の最後の 20 秒間の平均トルク T_{10min} を求めた。

5.3 試験結果

5.3.1 軸受トルクの時間変化

グリースの成分の違いによるトルクの変化を比較するため、混和ちょう度と調製方法が同様に増ちょう剤と基油の種類が異なる、E10OH22、E10St22、P10OH22 および P10St22 の軸受トルクの時間による変化を Fig.5-1 (a), (b), (c)および(d)にそれぞれ示す。各図には封入量 3.4 g および 0.34 g での結果を合わせて示す。

軸受トルクはいずれの条件においても Fig.2-9 と同様、回転初期に大きな減少を示した。初期減少後のトルクは、封入量が少ない 0.34 g では各グリースともにほぼ一定の値を示したが、封入量 3.4 g においては不安定なトルク挙動を示した。エステル基油の E10OH22 および E10St22 では瞬間的にトルクが上昇するような挙動が見られたのに対し、PAO 基油の P10OH22 および P10St22 ではトルクのばらつきが大きく、またその平均的なレベルが時間によって変動するような挙動を示した。

基油と増ちょう剤の種類が同じで、ちょう度が異なる場合のトルク挙動を Fig.5-2 に示す。Fig.5-2 (a) に示されるように、E10St22 と E10St40 を比較すると、ちょう度が高い E10St40の方が回転トルクとなるまでの時間が長い傾向を示し、定常状態となるまでに 1 時間程度を要した。また、Fig.5-2 (b) に示されるように、P10OH22 と P10OH38 を比較すると、ちょう度が高い P10OH38 は、120 分後においても徐々にトルクが低減していく傾向を示した。Fig.5-2(b) に示されるように、P10OH 系ではちょう度によってトルクの時間変化挙動が大きく異なる傾向が認められ、ちょう度や製法が異なる P10OH27、P10OH21 は、P10OH22 と同様に定常状態に至るまでの間にトルクが大きくばらつく傾向を示した。

5.3.2 起動トルクと回転トルク

各グリースの封入量 0.34 g および 3.4 g 条件における起動トルク T_s と回転トルク T_r 、および 10 分後のトルク T_{10min} を、Fig.5-3 (a) および Fig.5-3 (b) にそれぞれ示す。図中 T_{10min} のばらつきは、試験 10 分後の最後の 20 秒間におけるトルクの最大値と最小値、 T_r のばらつきは、試験最後の 10 分間におけるトルクの最大値と最小値を示す。

全ての条件において回転トルクは起動トルクよりも低くなり、その変化の程度はグリースによって異なる傾向を示した。また、Fig.5-3 (a) と Fig.5-3 (b) を比較すると、封入量 0.34 g における起動トルクおよび回転トルクは、殆どのグリースにおいて封入量 3.4 g の場合よ

りも小さな値を示した。

Fig.5-3 (a) に示されるように、封入量 0.34 g における軸受トルクは、10 分後にはほぼ回転トルクと同じ程度まで減少し、回転トルクは各グリースで大きな差は認められなかった。

Fig.5-3 (b) に示されるように、封入量 3.4 g における起動トルクは、PAO を基油とするグリースの方がエステル基油のものよりも低い傾向を示した。10 分後のトルクは回転トルクよりもわずかに高い値となる傾向を示した。また、回転トルクは、PAO を基油とするグリースの方が、エステル基油のものよりも低トルクになる傾向を示した。エステル系ではグリース間での回転トルクの差が小さいが、PAO 系ではグリース間で値の差が認められ、P10OH21、P10OH22 および P10St22 は他のグリースよりも低い回転トルクを示した。

5.4 考察

5.4.1 回転による軸受トルクの変化の要因

封入量 0.34 g 条件ではグリースの封入量が十分少ないため、定常状態における軸受トルクは接触面の周囲で発生する抵抗が主体となる。このため、2.4.1 節に示したように、転がり軸受の全摩擦モーメント M (式(2-2)) のうち、微量封入時の回転トルクは荷重に依存するモーメント M_l (式(2-4)) に相当すると考えられる。従って、各トルク試験における、封入量 0.34 g での回転トルクに対するトルク値の増加分は、荷重に無関係なモーメント M_0 (式(2-3)) に相当すると考えられ、主にかくはん抵抗や保持器とリングの間に介在するグリースによる抵抗などの、グリースによる粘性抵抗に起因した軸受トルクであると考えられる。

各トルク試験において、グリースの種類、および回転時間によって軸受トルクの変化が認められた。この変化は、式 (2-3) の係数 f_0 が変化することにあたる。このトルク変化に軸受内のどの部位における抵抗が影響しているか確認するため、試験後の軸受内部におけるグリース分布を観察した。

軸受トルクが大きく低下した P10St22 を 3.4 g 封入した軸受を観察した結果、Fig.5-4 に示すように、シールには殆どグリースが付着しておらず、保持器上のグリースとリングの間に、すきまが形成されていることが確認された。また、保持器上のグリースは不均一に分布しており、グリース全体がかくはんされたような様子は観察されなかった。このため、ちょう度が小さい P10St22 では、シールと保持器の空隙での抵抗は殆ど発生しておらず、保持器もしくはボールとリングの間で発生する粘性抵抗が、チャンネリングにより低減した

と考えられる。

一方、軸受トルクの低減の程度が小さかった P10OH38 を 3.4 g 封入した軸受を観察した結果、Fig.5-5 に示すように、シールへのグリースの付着が顕著に認められ、また、保持器とリングの間にもグリースが存在している様子が観察された。このため、ちょう度が大きい P10OH38 では、シールと保持器の空隙や保持器とリングの空隙に存在するグリースが回転によりせん断され、粘性抵抗が発生するために軸受トルクが高かったと考えられる。

上記観察より、係数 f_0 の構成要因にはシールと保持器の空隙や、保持器とリングの空隙などのそれぞれのトルク発生部位が含まれており、回転条件やグリースの種類などによって、各要因の影響度が変わると考えられる。

封入量 3.4 g 条件において混和ちょう度が高いグリースは、時間によるトルクのばらつきが小さい傾向を示した (Fig.5-2)。この理由として、軟らかいグリースは上記のようにチャネリング状態となっており、グリースによる粘性抵抗の大きさが変化しにくかったことが考えられる。一方、P10OH22 や P10St22 (Fig.5-1) のように、時間によってトルクが大きく変動したグリースでは、軸受内でのグリースの分布の変化が大きく、チャネリング状態に遷移する過程で、トルクが低くなっている状態と、トルクが高くなっている状態が交互に発生していたと考えられる。

5.4.2 チャネリングの指標の高度化

第 2 章で述べたように、チャネリングと相関するグリースの流動特性を定量的に評価する試みとして、Oikawa ら¹⁷⁾ はチャネリングをトルク減少率 (Td , 式(2-1)) で指標化し、トルク減少率と降伏応力との間に相関関係が認められることを指摘している。しかし、第 2 章において、基油が異なる LiSt 系グリースは、Oikawa ら¹⁷⁾ による Li(12OH)St 系グリースにおける結果と異なり、降伏応力とトルク減少率に相関が認められていない。この傾向が本評価においても認められるか確認するため、封入量 3.4 g 条件での降伏応力とトルク減少率の関係を Fig.5-6 に示した。ここで、回転トルク Tr は 120 分間の最後の 10 分間の平均値を用いている。

この結果、Fig.5-6 に示すように、エステル/LiSt である E10St 系グリースは Fig.2-17 と同様に 60%前後のトルク減少率を示すとともに、降伏応力とトルク減少率との間に明確な相関性は認められず、E10OH 系と E10St 系では、降伏応力に対するトルク減少率の関係が

異なる傾向を示した。一方、PAO系のP10OH系およびP10St系グリースは、エステル系と異なり、降伏応力とトルク減少率は相関する傾向を示した。このため、PAO系とエステル系では、トルク減少率に対する増ちょう剤種類の影響の仕方が異なると考えられる。また、降伏応力が同じ場合、E10OH系はE10St系およびPAO系グリースよりもトルク減少率が小さく、チャンネリングしにくい傾向を示した。

トルク減少率は、チャンネリングの程度を推定するために設定した指標であり、起動トルクと回転トルクの差の起動トルクとの比である。ここでチャンネリングは、軸受内でグリースのすきまが形成され、軸受トルクへのグリースによる粘性抵抗の影響が低減された状態といえる。このため、チャンネリングが限界まで進行したときの軸受トルクは、グリースによる粘性抵抗が殆ど発生しない、極微量のグリースで潤滑されている状態での軸受トルクに相当すると考えられる。そこで、通常条件の1/10量である封入量0.34 gでの回転トルクを用いて、限界トルク減少率 Td_p を下記の式(5-1)より算出した。

$$Td_p = (Ts_{3.4} - Tr_{0.34}) / Ts_{3.4} \times 100 \quad \dots(5-1)$$

ここで、 $Ts_{3.4}$ は封入量 3.4 g 時の起動トルク、 $Tr_{0.34}$ は封入量 0.34 g 時の回転トルクである。

降伏応力と限界トルク減少率の関係を Fig.5-7 に示す。限界トルク減少率は各グリースとも 80%を超える高い値を示した。

封入量 3.4 g におけるトルク減少率 (Fig.5-6) と限界トルク減少率 (Fig.5-7) を比較することにより、封入量 3.4 g 条件における、各グリースの限界状態に対するチャンネリングの進行度を、推定することができる。このため、限界トルク減少率 (Td_p) とトルク減少率 (Td) の差を、トルク減少率差 ($Td_p - Td$) として設定した。トルク減少率差は、下記のように、通常封入量時の回転トルクと微量封入時の回転トルクの差を、通常封入量時の起動トルクで除した値となる。

$$\begin{aligned} Td_p - Td &= (Ts_{3.4} - Tr_{0.34}) / Ts_{3.4} \times 100 - (Ts_{3.4} - Tr_{3.4}) / Ts_{3.4} \times 100 \\ &= (Tr_{3.4} - Tr_{0.34}) / Ts_{3.4} \times 100 \quad \dots(5-2) \end{aligned}$$

トルク減少率差と封入量 3.4 g 時の回転トルクの関係を Fig.5-8 に示す。この結果、トルク

減少率差が小さいほど、低い回転トルクを示した。トルク減少率差が小さいほど、チャンネルリングの進行状態が限界に近いと考えられ、チャンネルリングが進むほど回転トルクが低くなることが示された。

5.4.3 チャンネルリングの指標とグリース流動特性の関係

トルク減少率差とグリースの流動特性の関係を調べるため、トルク減少率差と混和ちょう度、降伏応力、せん断応力差面積および見掛けの粘度 (100 s^{-1} における値) の関係を、Fig.5-9, Fig.5-10, Fig.5-11 および Fig.5-12 に示した。

この結果、いずれの流動特性もトルク減少率差と相関関係を有する傾向が認められた。すなわち、混和ちょう度が低いほど (Fig.5-9)、降伏応力が高いほど (Fig.5-10)、せん断応力差面積が大きいほど (Fig.5-11)、見掛けの粘度が高いほど (Fig.5-12) トルク減少率差が小さくなり、チャンネルリングが進行しやすい傾向を示した。

各流動特性とトルク減少率差の関係には、基油と増ちょう剤の組み合わせの影響が認められた。降伏応力とトルク減少率差の関係では、E10OH 系グリースは他の組み合わせよりもトルク減少率差が大きく、降伏応力が同等の場合にチャンネルリングしにくい傾向を示した。混和ちょう度、せん断応力差面積および見掛けの粘度とトルク減少率差の関係では、PAO 系グリースの方がエステル系グリースよりもトルク減少率差が小さくなり、チャンネルリングが進行しやすい傾向を示した。

トルク減少率 (Fig.5-6) とトルク減少率差 (Fig.5-10) を比べると、トルク減少率差の方が降伏応力と相関性が若干よい傾向が認められた。

第2章において、基油動粘度が同等で種類が異なる基油を用いた LiSt 系グリースでは、降伏応力とトルク減少率に相関は認められなかった (Fig.2-17)。この第2章における LiSt 系の評価と Oikawa らによる Li(12OH)St 系の評価、および本章での評価による結果を Fig.5-13 にまとめた。ここでトルク減少率は試験開始 10 分後のトルク値を用いて算出した。この結果、降伏応力が同等の場合、第2章での結果と同様に、Li(12OH)St 系は LiSt 系よりもトルク減少率が小さくなる傾向を示した。

本章においても、増ちょう剤と基油の組み合わせが、降伏応力とトルク減少率の关系到影響する傾向が確認された。第4章において、PAO 系グリースは、微細な増ちょう剤繊維による網目状の構造を形成しやすいため、基油を保持しやすく、E10OH 系グリースは基油

の増ちょう剤への濡れ性が高いことにより、基油を保持しやすいと推定した。

チャンネリングは、グリースに不連続なすき間ができる現象であるため、せん断を受けた際に破断されやすいグリースが、チャンネリングしやすいと考えられる。この破断は、マクロ的には、増ちょう剤繊維による構造が強く、ミクロ的には、Fig.4-29 でモデル化したように、増ちょう剤繊維による構造が密な部分と疎な部分を有し、三次元的な構造が弱い面を有するグリースにおいて、起きやすいと考えられる。このため、PAO 系グリースのように網目状の構造を形成しやすいグリースは、E10OH 系のように基油の増ちょう剤への濡れ性が高いグリースと比較して、バルクとしての構造の強さが同等であっても、構造が弱い面で局部的に流動しやすいため、チャンネリングしやすく、トルク減少率差が小さくなりやすいと考えられる。

5.4.4 微量潤滑時の軸受トルクと流動特性の関係

第3章において、定常状態では入口距離へのグリース封入量の影響は軽微であり、微量封入時と入口距離が同等となる傾向が認められた。このため、封入量が多い条件においても、軸受トルクにおける接触面の周囲の抵抗の影響は、微量封入条件での軸受トルクから推測できると考えられる。

接触面の周囲の抵抗の軸受トルクへの影響を評価するため、第3章で確認された軸受トルクとグリースの物性の関係が、本評価でも認められるか確認した。封入量 0.34 g の条件での、起動トルクと見掛けの粘度の関係を Fig.5-14 に示す。ここで見掛けの粘度は、せん断速度が 100 s^{-1} における値である。この結果、E10St 系では第3章と同様に、見掛けの粘度とともに起動トルクが増加する傾向を示したが、他のグリースでは明確な傾向は認められなかった。この傾向は、グリースの流動特性として降伏応力およびせん断応力差面積を用いた場合も同様であった。

本評価と第3章でのモデル軸受を用いた評価で、流動特性の関係に一致しない点が出た原因として、グリースの流動特性の影響だけでなく、転がり軸受のすきまなどの諸元の違いや、モデル軸受試験時の慣らし運転の影響が出たことが考えられる。

第4章において、増ちょう剤構造の指標として、分散度がグリースの流動特性と関連することを示した。この分散度と 0.34 g 条件での起動トルクを Fig.5-15 に整理した。この結果、ばらつきはあるものの、分散度が大きいほど起動トルクが高くなる傾向が認めら

れ、増ちょう剤繊維が分散しているほど、起動トルクが高くなる傾向が得られた。

微量封入条件での回転トルクと降伏応力の関係を Fig.5-16 に示す。微量封入条件での回転トルクは各グリースで大きな差がなく、降伏応力と回転トルクに明確な傾向は認められなかった。せん断応力差面積、見掛けの粘度および分散度に対する回転トルクの関係も同様に明確な傾向は認められなかった。

各試験グリースの微量封入条件での回転トルクが同等であったため、接触面の周囲で発生するトルクには、基油と増ちょう剤の組み合わせの影響は少なく、Fig.3-32 に示されるように基油動粘度の影響が大きいと考えられる。

5.4.5 低トルクグリースの設計指針

5.4.5.1 起動トルク

標準的な封入量である、3.4 g 封入時の起動トルクと相関するグリースの物性を調査するため、起動トルクと混和ちょう度、降伏応力、せん断応力差面積および見掛けの粘度の関係を Fig.5-17, Fig.5-18, Fig.5-19 および Fig.5-20 にまとめた。起動トルクは混和ちょう度、降伏応力、せん断応力差面積と明確な相関関係は認められなかったが、見掛けの粘度が小さくなるほど、起動トルクが低減する傾向を示した。これは、グリース封入直後は、グリースの分布状態が各グリースで同様のため、見掛けの粘度が小さく、粘性抵抗が小さいグリースの方が、トルクが低くなったためと考えられる。

起動トルクと分散度の関係を Fig.5-21 に示す。この結果、微量封入条件の場合 (Fig.5-15) と同様に、分散度が小さいほど起動トルクが低くなる傾向が認められた。これは、分散度が小さいほど、増ちょう剤による構造が不均一であり、弱いせん断力で流動しやすいためであると考えられる。

PAO 系グリースは、混和ちょう度が同等のときの分散度が、エステル系よりも小さくなる (Fig.4-37 (a)) ため、増ちょう剤にリチウムセッケンを用いる場合、基油を PAO 系とすることにより、ちょう度が同等であっても起動トルクを抑えることが可能であるといえる。

5.4.5.2 回転トルク

一般に軸受トルクは、基油動粘度を低くすることにより低減できることが知られており、本研究においても Fig.3-32 に示すように、入口距離が同等であれば、基油動粘度が低いほど

低トルクとなる傾向が得られている。この基油動粘度の低減による低トルク化とは別に、グリースの物性の最適化による回転トルクの低減手法を考察した。

3.4 g 封入時の回転トルクと相関するグリースの物性を調査するため、回転トルクと混和ちょう度、降伏応力、せん断応力差面積および見掛けの粘度の関係を Fig.5-22, Fig.5-23, Fig.5-24 および Fig.5-25 にまとめた。この結果、基油の種類により回転トルクと流動特性の関係が変化し、エステル系は回転トルクの大きな変化が認められなかった一方、PAO 系では混和ちょう度が低いほど、また降伏応力、せん断応力差面積および見掛けの粘度が大きいほど回転トルクが低減する傾向を示した。

回転トルクと分散度の関係を Fig.5-26 に示す。グリースの物性との関係の場合と同様に、エステル系は回転トルクの大きな変化が認められなかったが、PAO 系は分散度が増加した場合に顕著に回転トルクの低減が認められた。以上より、PAO 系で低ちょう度のグリースとすることにより、回転トルクを低減しやすいといえる。

この理由として、5.4.3 節で考察したように、PAO 系は、微細な増ちょう剤繊維による網目状の構造を形成し、E100H 系のように基油の増ちょう剤への濡れ性が高いグリースと比較して、バルクとしての構造の強さが同等であっても、構造的に弱い面を持つと考えられる。このため、局部的に流動しやすいために、軸受内でグリースのすきまができ、チャンネルリングしやすいと考えられる。従って、微細な増ちょう剤繊維による三次元的な網目状の構造を形成するグリースが、回転トルクを低減しやすいと考えられる。

PAO 系は、Fig.5-1 (c) および Fig.5-1 (d) に示されるように、定常状態に至るまでのトルクの変動が大きい傾向を示した。これは、チャンネルリング状態が安定するまでの過程において、不連続的にグリースが流動したためと考えられる。

5.4.5.3 グリース組成と軸受トルクの関係

本研究により得られた結果を元に、グリースの流動に着目した、グリース組成から軸受トルクにつながる因果関係を Fig.5-27 にまとめた。

軸受トルクには、軸受内でのグリースの挙動である、チャンネルリングや接触面への再供給が影響し、グリースの挙動にはその流動特性が影響することを示してきた。この流動特性は、増ちょう剤繊維による三次元構造の変化が現れたものであり、見掛けの粘度などのマクロ的に計測される特性だけでなく、局所的な流動の影響が考えられることを指摘した。

この三次元構造には基油と増ちょう剤の相互作用が関わっており、増ちょう剤繊維が形成する網目状の構造に起因した毛細管力により、基油を保持する効果と、濡れ性が高いため基油を保持する効果が表れると考察した。この相互作用には基油と増ちょう剤の種類が影響する。

例えば、PAO を基油とするグリースは、エステル油を基油とするグリースと比べて、微細な増ちょう剤繊維による網目状の構造が形成され、局部的に弱い部分で流動しやすいため、チャンネリングによる低トルク化が期待できると考えられる。

また、グリース封入直後は、グリースの種類によらずグリースの分布状態が大きく変わらないため、増ちょう剤の量が少なく、増ちょう剤繊維の分布が不均一なグリースが、見掛けの粘度が低く、粘性抵抗が小さくなるため、起動トルクが低くなることが期待できる。

5.5 本章のまとめ

本章では実際の機械での使用を想定した条件系で軸受トルク評価を行い、低トルクグリースを設計するための設計指針を考察した。この結果、以下の知見が得られた。

- ・チャンネリングにより、定常状態の軸受トルクを低減することができる。
- ・微細な増ちょう剤繊維による網目状の構造を形成するグリースは、局部的に流動しやすいため、チャンネリングを起こしやすく、回転トルクを低減させやすい。
- ・混和ちょう度が低いほど、降伏応力、せん断応力差面積および見掛けの粘度が大きいほど、チャンネリングは進行しやすい。
- ・通常封入量時の起動トルクは、見掛けの粘度が小さくなるほど低減する傾向がある。また、分散度が小さいほど低減しやすい。
- ・微量封入時の回転トルクを用いた限界トルク減少率を用いることにより、チャンネリングの程度は、限界トルク減少率とトルク減少率との差であるトルク減少率差で指標化でき、トルク減少率差が小さいほど、回転トルクは低くなる。
- ・接触面の周囲の抵抗により発生するトルクは、グリースの流動特性や、基油と増ちょう剤の組み合わせの影響を受けにくい。
- ・PAO 系グリースの方が、エステル系グリースよりも微細な増ちょう剤繊維による網目状の構造を形成するため、チャンネリングしやすく、回転トルクを低減しやすい。

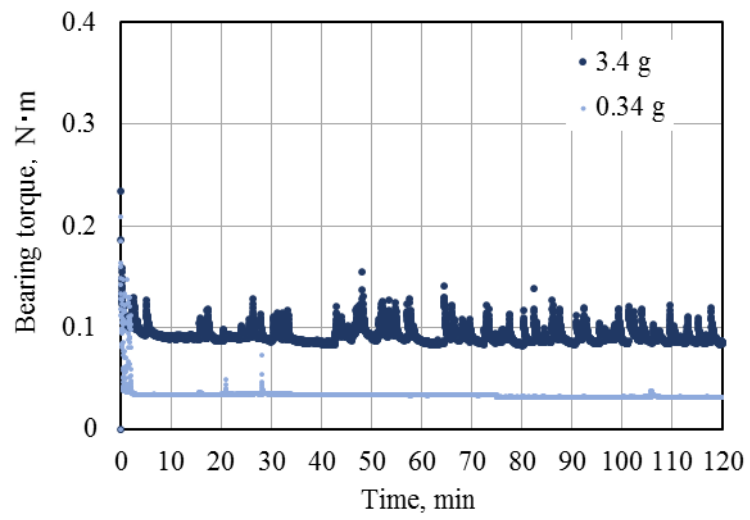
Table 5-1 Properties of test greases

Grease	E10OH22	E10OH29	E10St22	E10St28	E10St40
Base oil	Ester oil				
Base oil viscosity at 313K, mm ² /s	100				
Thickener	Lithium 12-hydroxystearate		Lithium stearate		
Thickener concentration, wt%	10	8	22	17	10
Cooling method in grease prototyping	Rapid cooling				
Worked penetration	219	290	220	284	>400
Yield stress, Pa	2990	970	1020	440	9

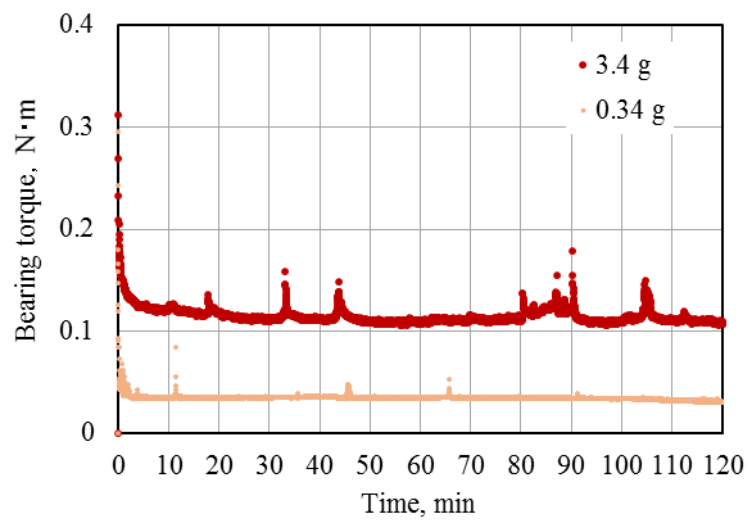
Grease	P10OH22	P10OH27	P10OH38	P10OH21	P10St22	P10St29
Base oil	Poly- α -oleffin					
Base oil viscosity at 313K, mm ² /s	100					
Thickener	Lithium 12-hydroxystearate				Lithium stearate	
Thickener concentration, wt%	15	11	10	10	16.6	12.6
Cooling method in grease prototyping	Rapid cooling			Slow cooling	Rapid cooling	
Worked penetration	217	269	378	206	220	290
Yield stress, Pa	1210	800	90	2320	1360	660

Table 5-2 Bearing test condition

Bearing type	6305 (Inner diameter 25mm, Outer diameter 62mm, Width 17mm) ⁸⁾
Grease filling amount	3.4, 0.34 g
Rotating speed	1800 min ⁻¹
Radial load	29.4 N
Axial load	294 N
Temperature	Room temperature
Duration	120 min

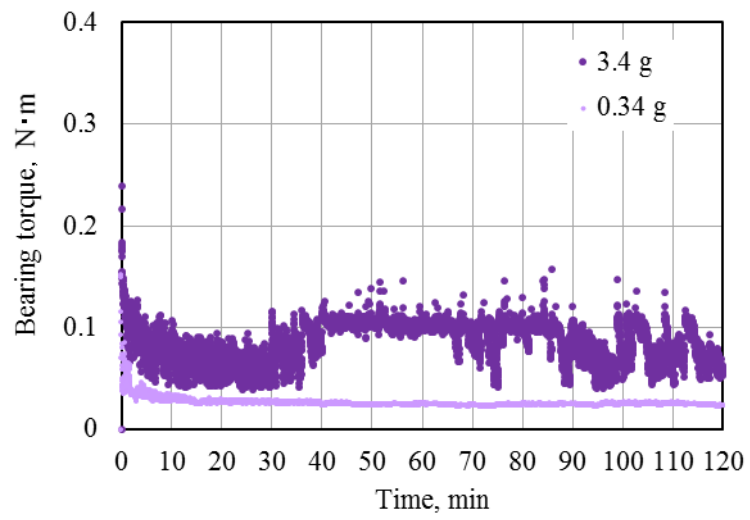


(a) E10OH22

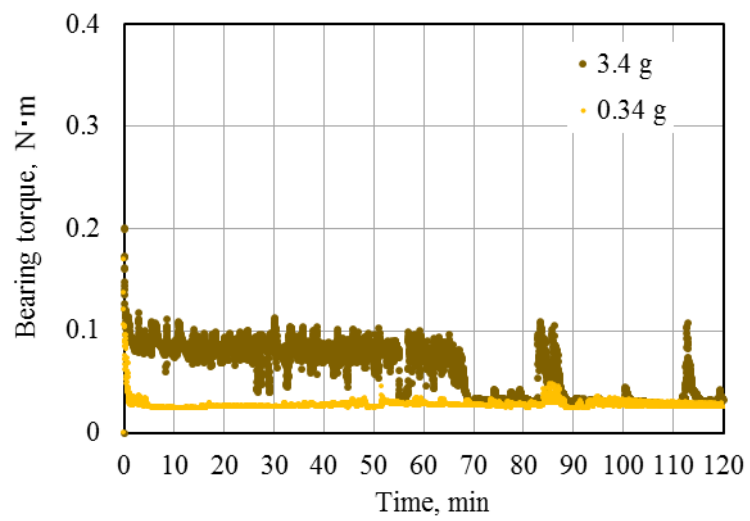


(b) E10St22

Fig. 5-1 Changes in bearing torque with time at 3.4 g and 0.34 g

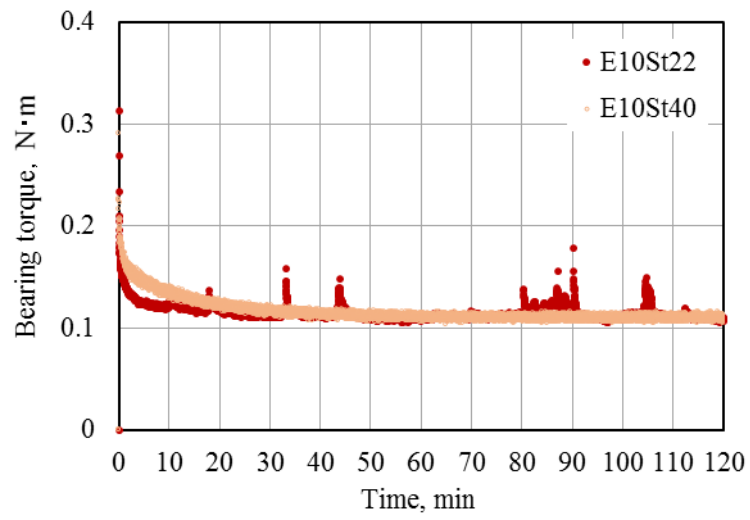


(c) P10OH22

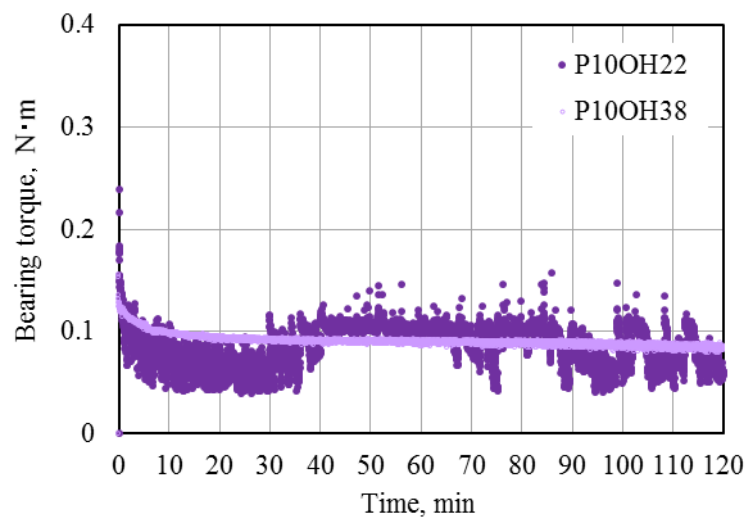


(d) P10St22

Fig. 5-1 Changes in bearing torque with time at 3.4 g and 0.34 g

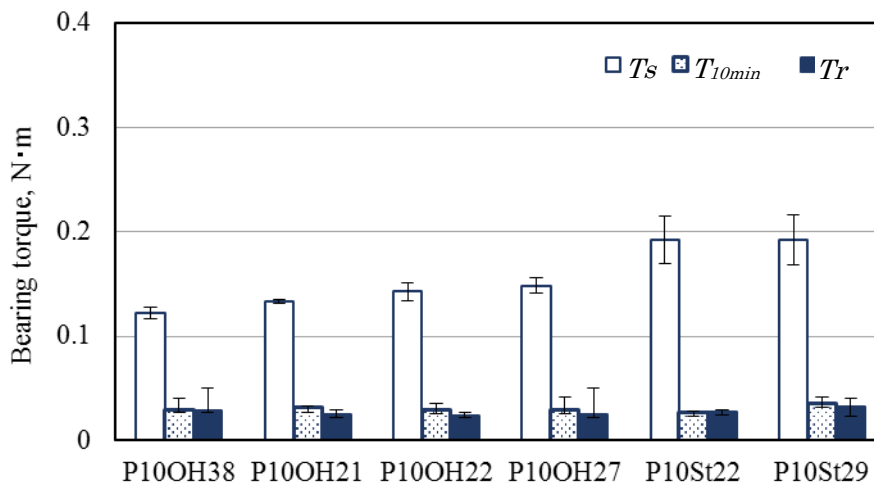
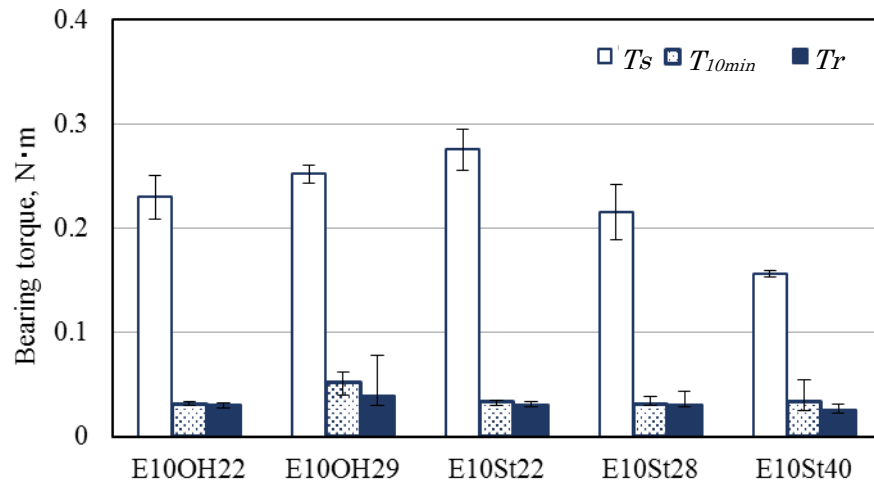


(a) E10St greases



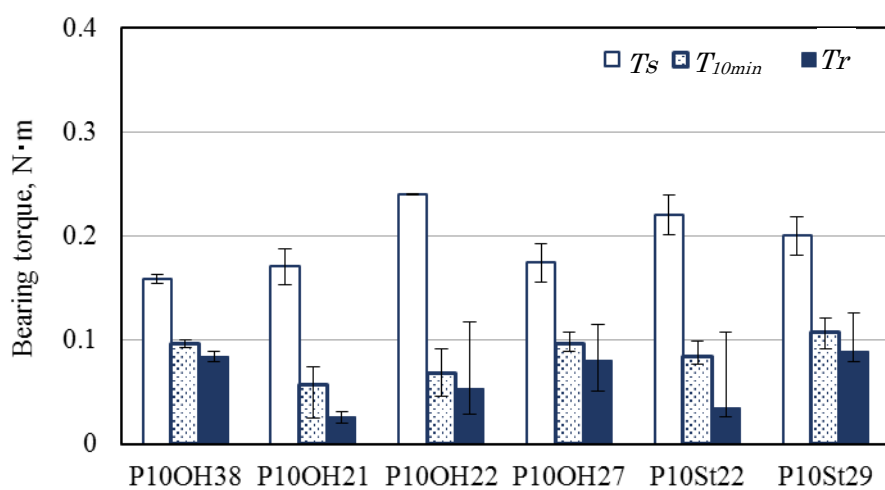
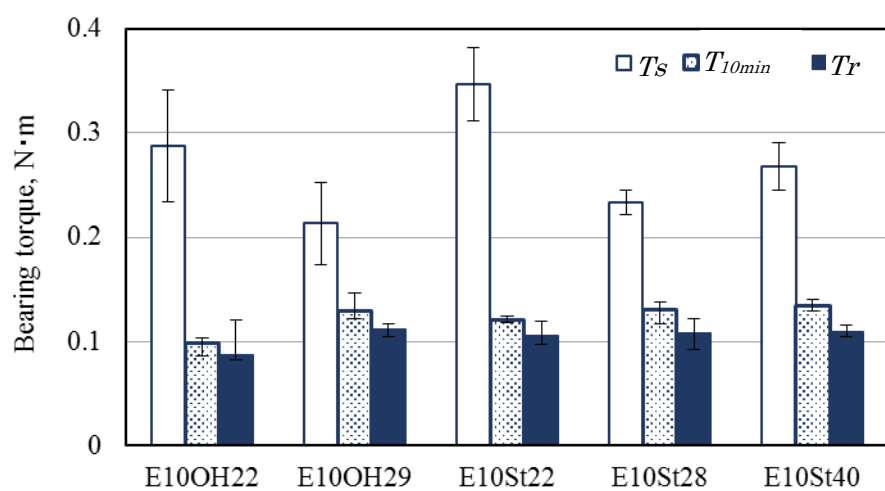
(b) P10OH greases

Fig. 5-2 Changes in bearing torque with time at 3.4 g



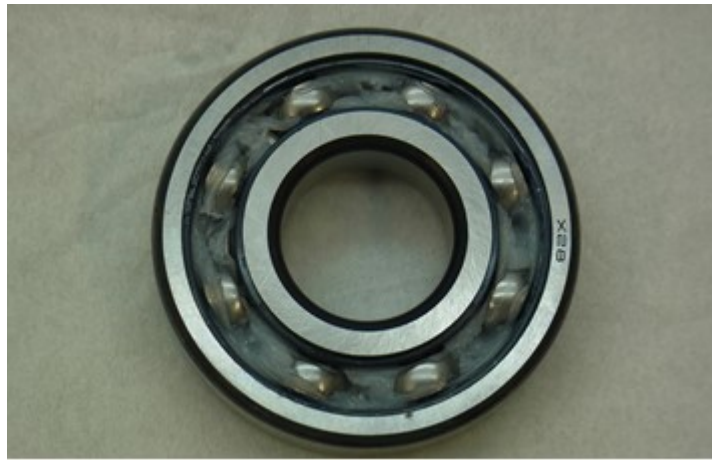
(a) Grease filled volume 0.34 g

Fig. 5-3 Starting torque and running torque of test greases

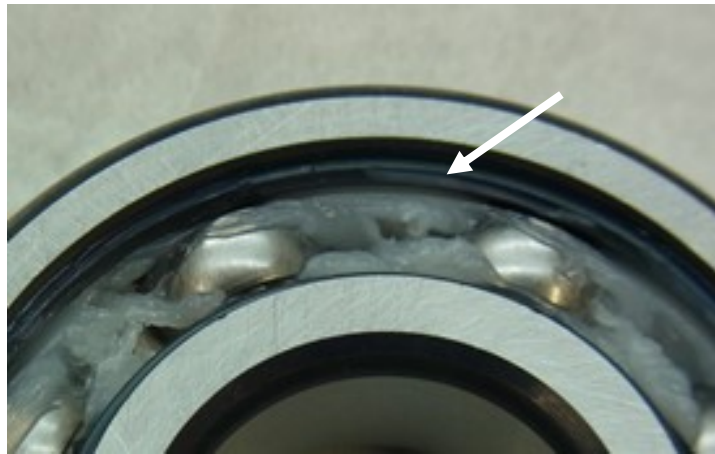


(b) Grease filled volume 3.4 g

Fig. 5-3 Starting torque and running torque of test greases



(a) Inside the bearing



(b) Magnified image inside the bearing

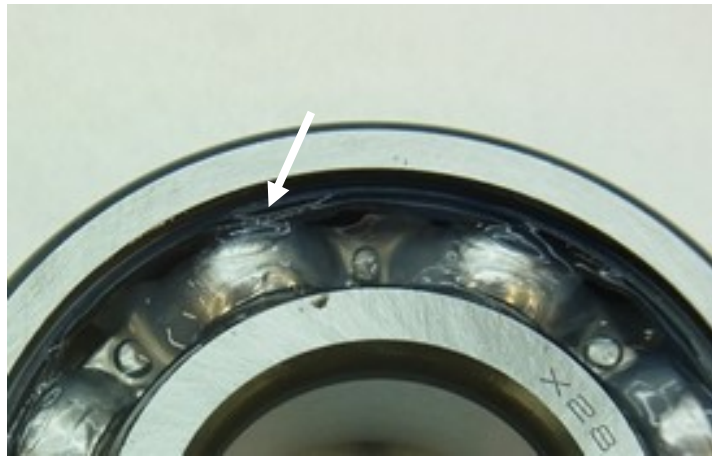


(c) Seals

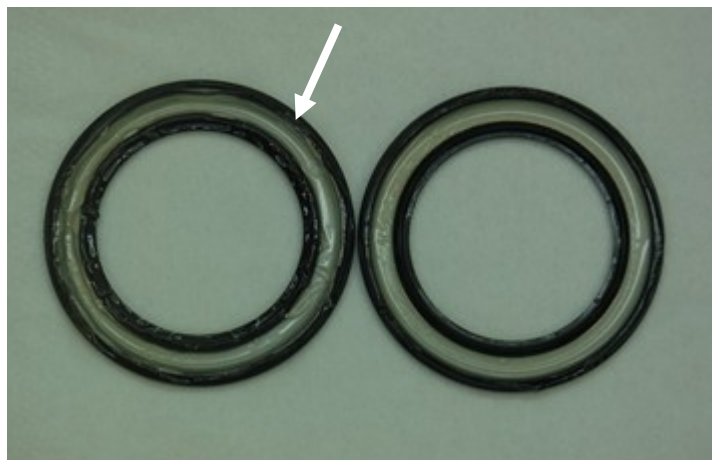
Fig. 5-4 Grease distribution inside the tested bearing with P10St22



(a) Inside the bearing



(b) Expanded image inside the bearing



(c) Seals

Fig. 5-5 Grease distribution inside the tested bearing with P10OH38

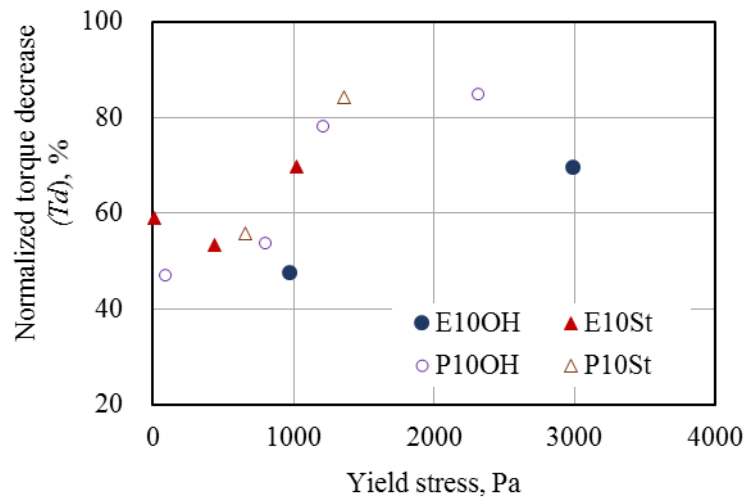


Fig. 5-6 Correlation between yield stress and normalized torque decrease at 3.4 g

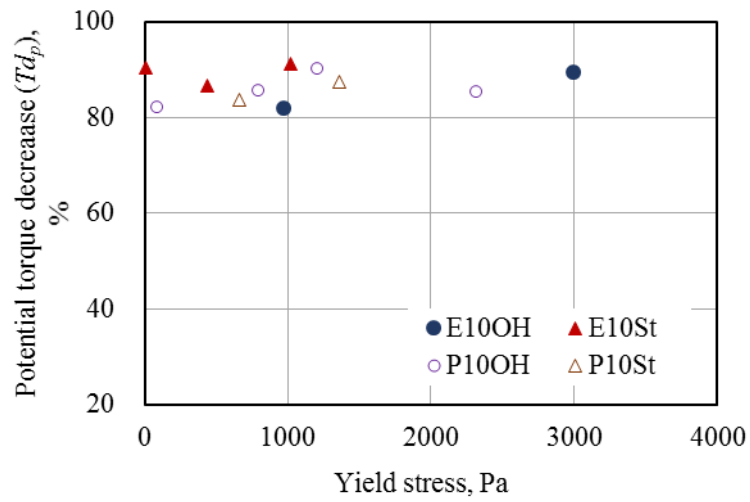


Fig. 5-7 Correlation between yield stress and potential torque decrease

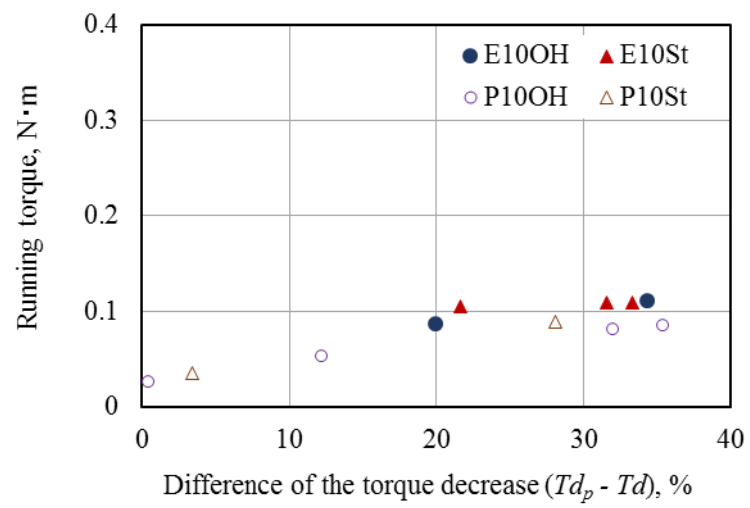


Fig. 5-8 Correlation between difference of the torque decreases and steady state torque

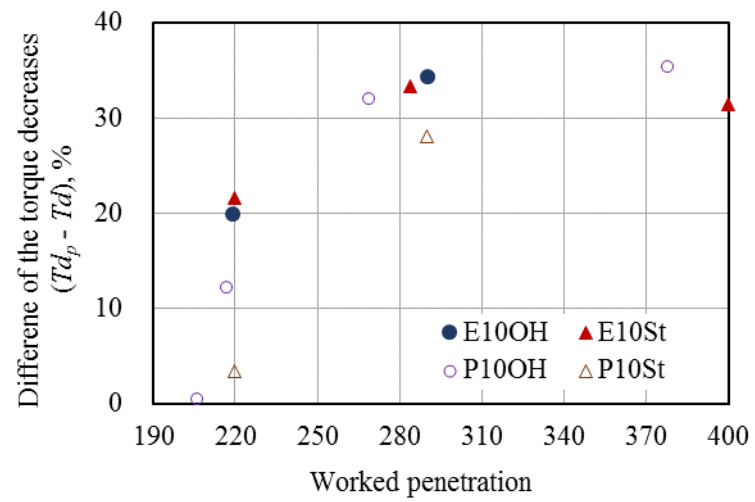


Fig. 5-9 Correlation between worked penetration and difference of the torque decreases

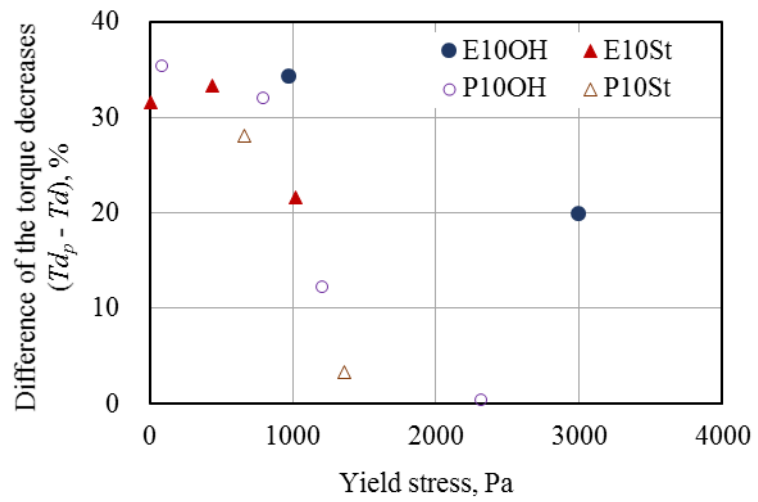


Fig. 5-10 Correlation between yield stress and difference of the torque decreases

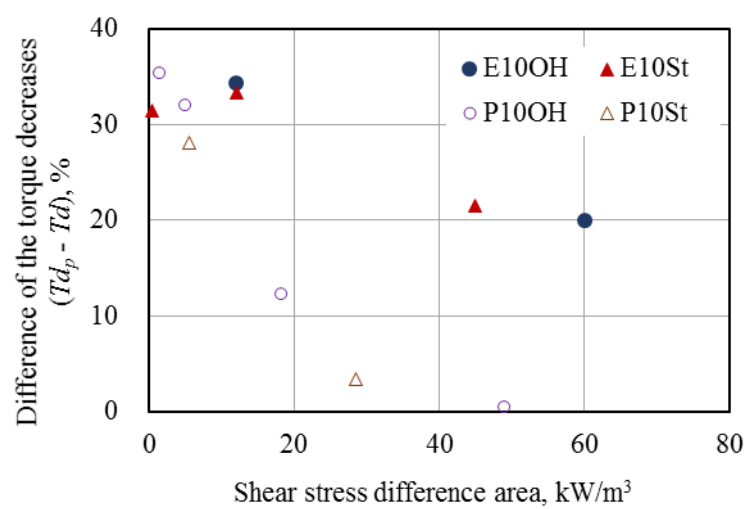


Fig. 5-11 The correlation between shear stress difference area and difference of the torque decreases

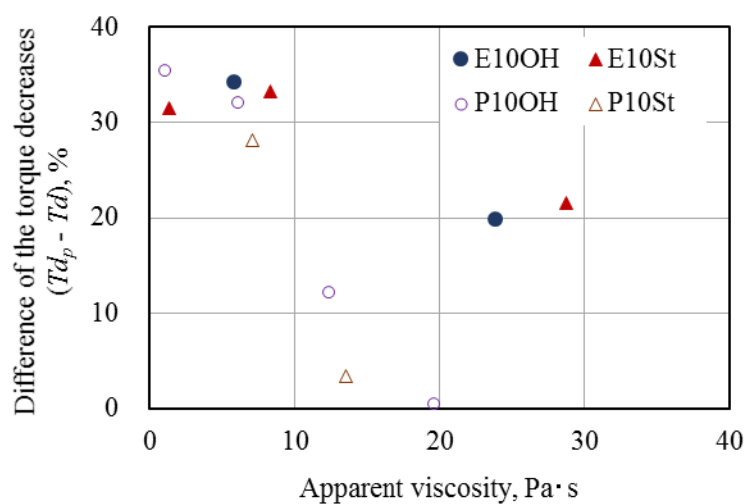


Fig. 5-12 The correlation between apparent viscosity and difference of the torque decreases

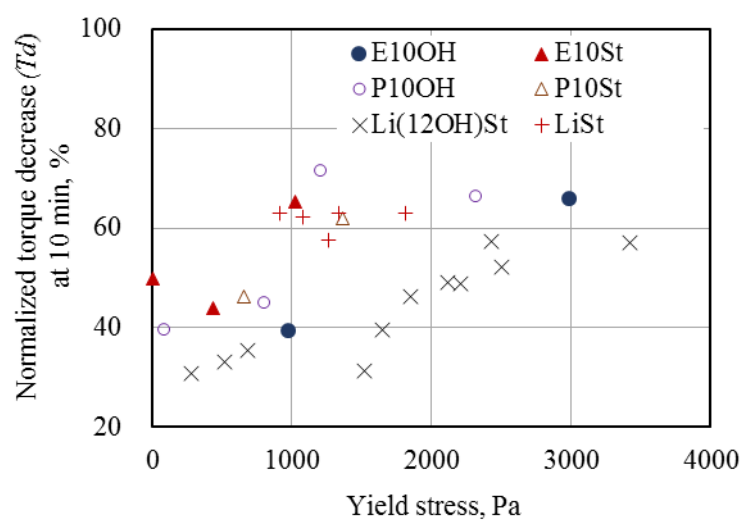


Fig. 5-13 Correlation between yield stress and normalized torque decrease at 10 min at 3.4 g

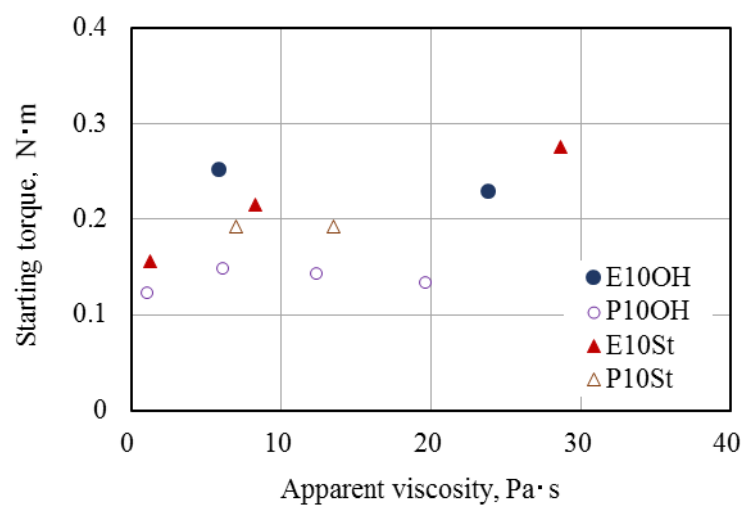


Fig. 5-14 Correlation between apparent viscosity and starting torque at 0.34 g

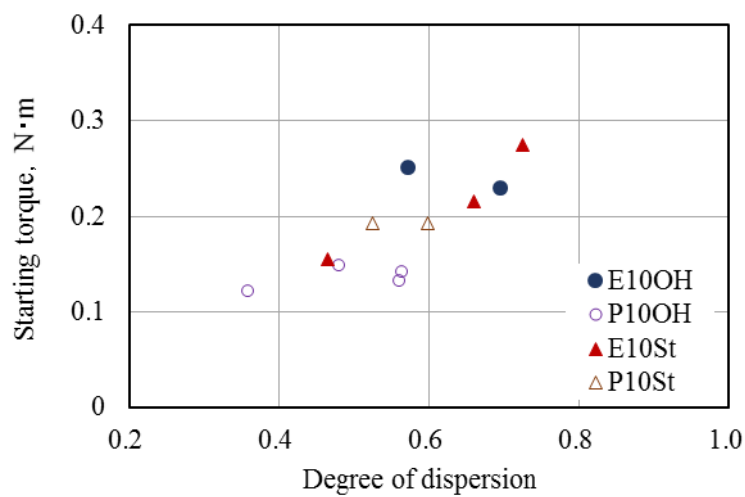


Fig. 5-15 Correlation between degree of dispersion area and starting torque at 0.34 g

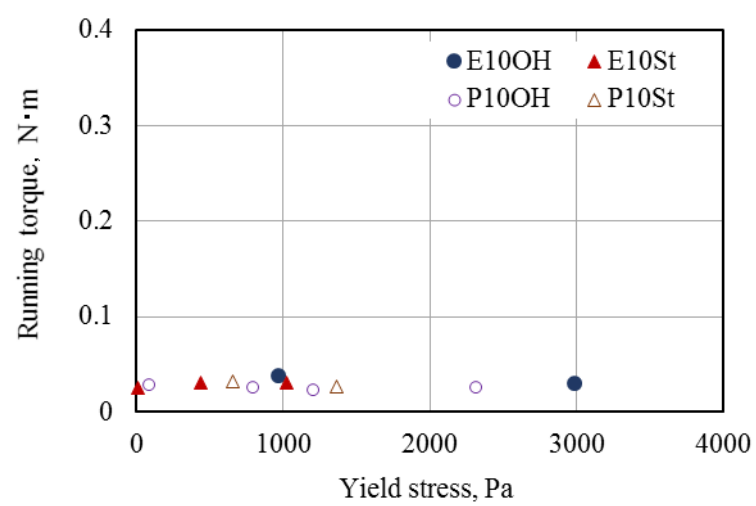


Fig. 5-16 Correlation between yield stress and running torque at 0.34 g

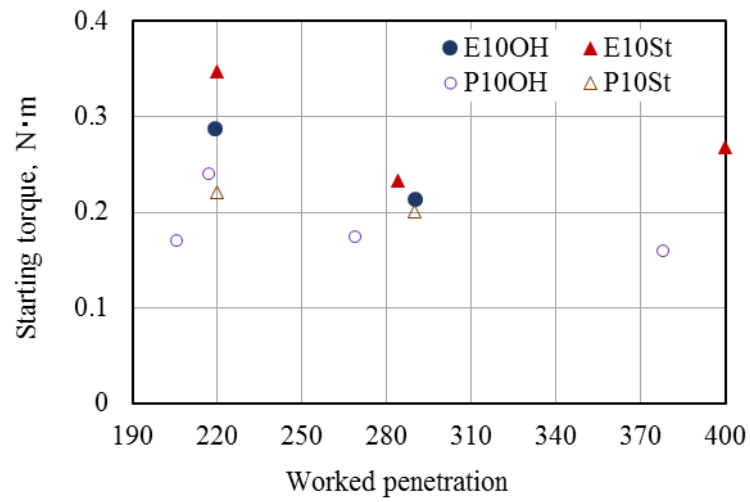


Fig. 5-17 Correlation between worked penetration and starting torque at 3.4 g

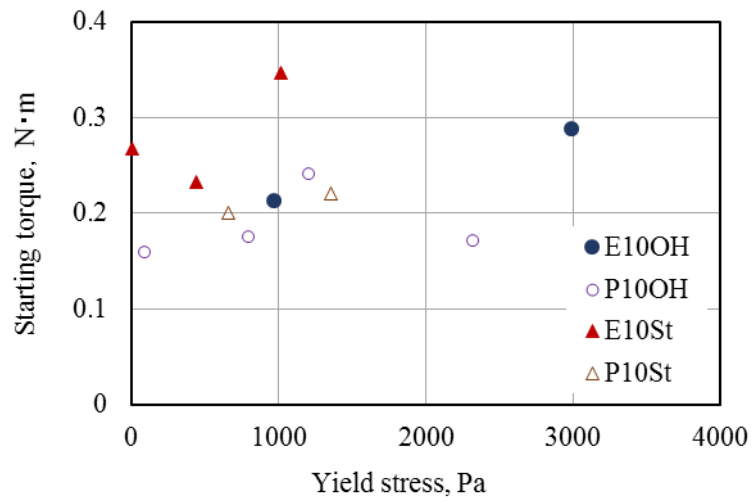


Fig. 5-18 Correlation between yield stress and starting torque at 3.4 g

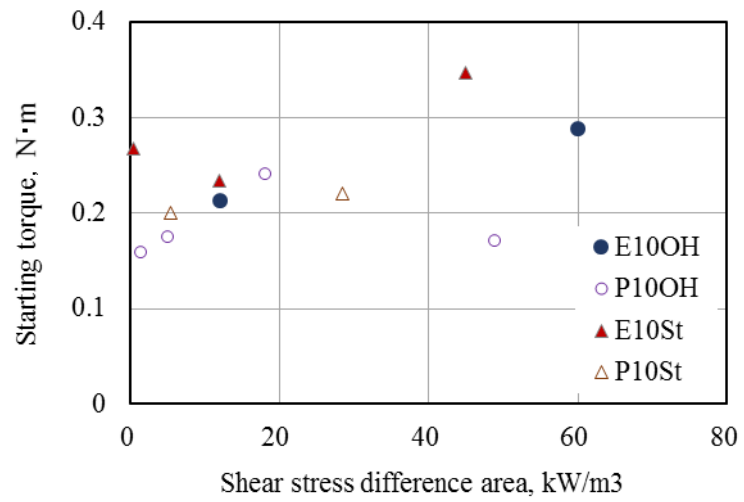


Fig. 5-19 Correlation between shear stress difference area and starting torque at 3.4 g

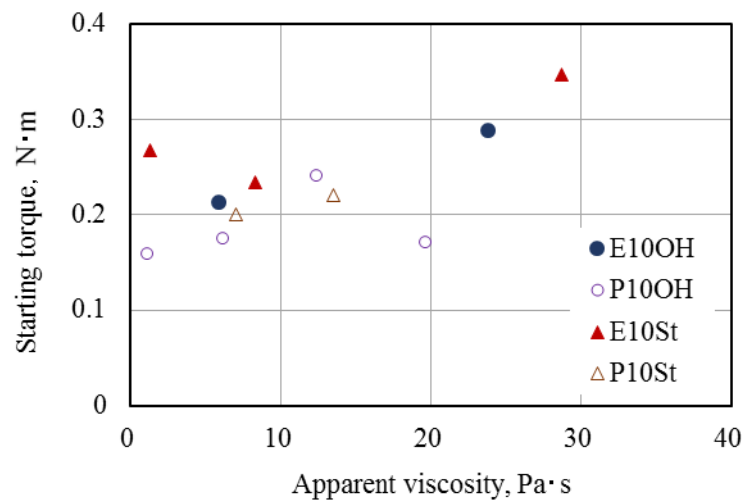


Fig. 5-20 Correlation between apparent viscosity and starting torque at 3.4 g

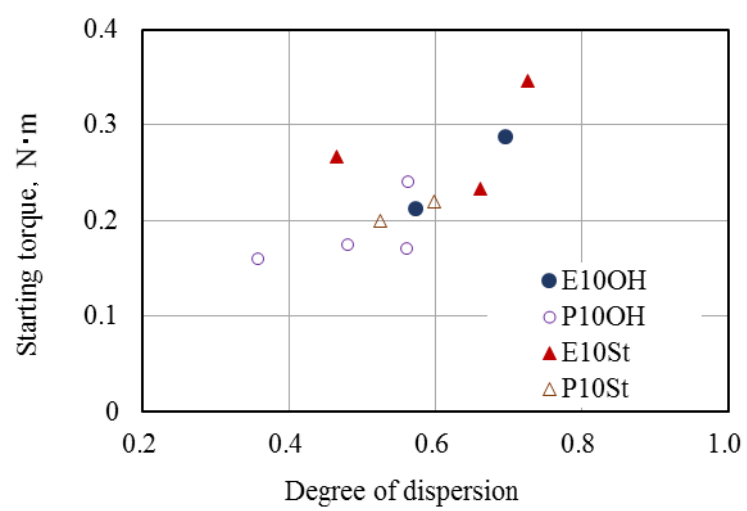


Fig. 5-21 Correlation between degree of dispersion and starting torque at 3.4 g

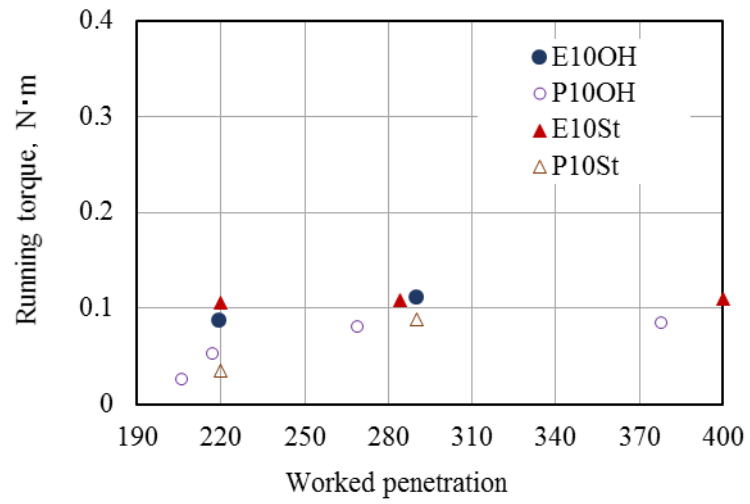


Fig. 5-22 Correlation between worked penetration and running torque at 3.4 g

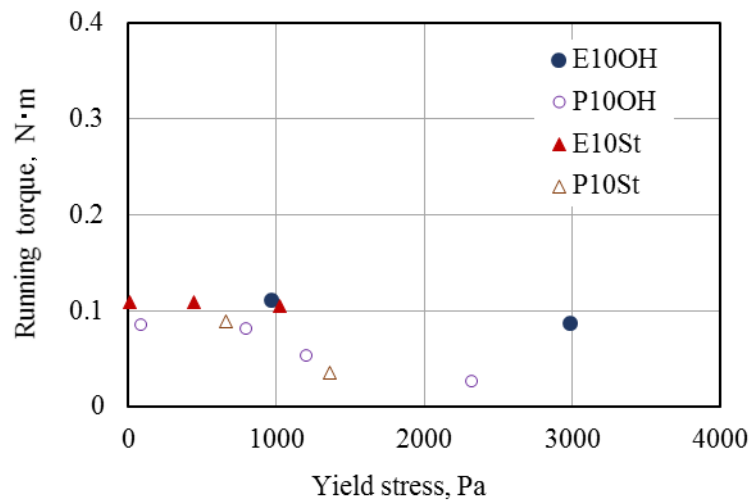


Fig. 5-23 Correlation between yield stress and running torque at 3.4 g

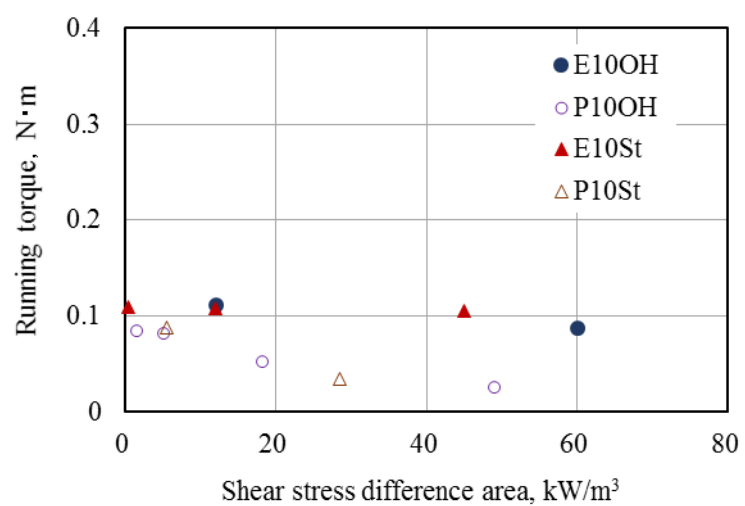


Fig. 5-24 Correlation between shear stress difference area and running torque at 3.4 g

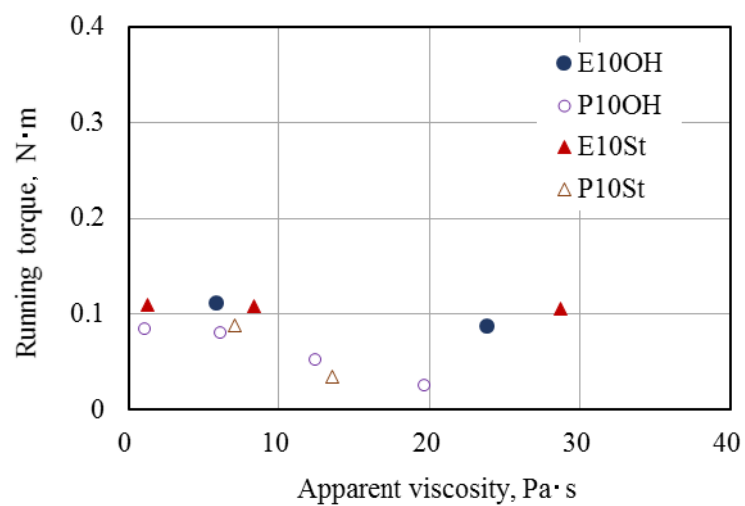


Fig. 5-25 Correlation between apparent viscosity and running torque at 3.4 g

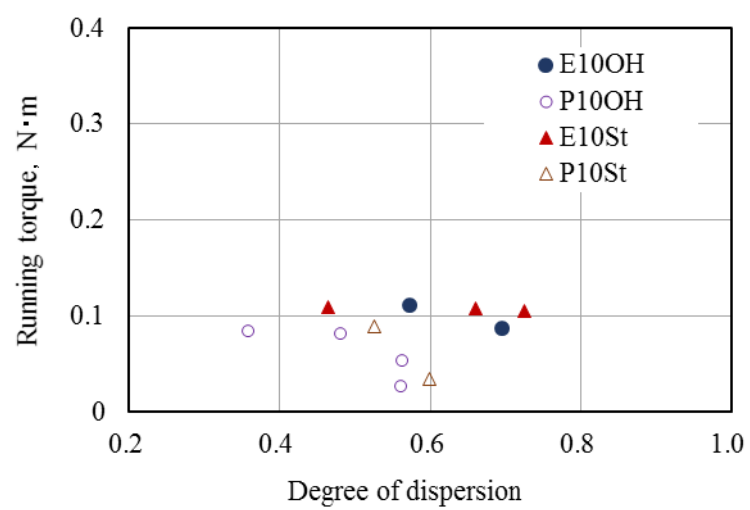


Fig. 5-26 Correlation between degree of dispersion area and running torque at 3.4 g

Grease composition



Base oil type,
Base oil viscosity
Thickener type
Thickener concentration

Interaction between base oil and thickeners



Shape of thickener fibers
Contact state among thickener fibers in grease
Wettability
The degree of dispersion

Network structure of thickener fibers



Homogeneous structure
Sparse or dense structure

Flow properties of grease



Bulk properties
Apparent viscosity
Yield stress
Penetration
Shear history
Thixotropy
Local flow

Grease behavior in a bearing



Channeling
Replenishment

Bearing torque

M_0 (Except for contact area of a ball and a ring)
 M_l (Contact area of a ball and a ring)
Starting torque
Running torque

Fig. 5-27 Correlation between grease composition and bearing torque

第 6 章 結言

6.1 総括

本研究は、軸受性能に関わるグリースの流動状態として、チャンネリングと接触面への再供給に着目し、軸受トルクとグリースの流動特性、および増ちょう剤による形成される構造の形成因子との相関関係を、定量的に調査した。また、グリースの流動メカニズムを理解するため、増ちょう剤繊維により形成される構造の可視化と、流動のモデル化を試み、軸受トルクを低減するためのグリースの設計指針を考察した。以下に得られた知見をまとめる。

6.1.1 先行研究の検証から得られた課題

第2章において、軸受トルクの発生部位が、リングと転動体の接触面と、接触面を除く部位に分けられることを示した。接触面を除く部位でのトルクへはチャンネリングの影響が大きく、チャンネリングとグリースの流動特性の関係について、Oikawa ら¹⁷⁾ および横内⁶⁰⁾ が示した、チャンネリングの指標であるトルク減少率と降伏応力との相関関係について確認を行った。この結果、降伏応力だけでなく、増ちょう剤の種類がトルク減少率に影響し、ステアリン酸リチウム系グリースは12ヒドロキシステアリン酸リチウム系グリースよりもチャンネリングしやすい傾向を得た。

6.1.2 接触面におけるグリースの再供給

第3章において、軸受トルクの発生部位として、リングと転動体の接触面に着目し、接触面におけるグリースの再供給状態と軸受性能の関係を明らかにするため、モデル軸受を用いて接触面を動的に観察する手法を考案し、再供給の指標として入口距離が実測できることを示した。また、入口距離と軸受トルクの同時計測を行い、トルクは入口距離と相関する傾向があり、混和ちょう度が低く、降伏応力や見掛けの粘度が高いグリースは、接触面の周囲で発生する軸受トルクが、入口距離の減少とともに低くなりやすいことを明らかにした。

再供給により発生する起動トルクには、見掛けの粘度およびヒステリシスループ面積が相関性し、その低減とともにトルクが低くなること、および、回転トルクにはグリースの流動特性の影響は小さいことが分かった。

グリースの入口距離は、その流動特性の影響を受け、回転初期は降伏応力が高いほど増

加し、定常時には見掛けの粘度やヒステリシスループ面積が小さいほど、低減しにくいことが明らかになった。定常時の入口距離へのグリース封入量の影響は軽微であり、接触面へのグリースの再供給は、主に保持器のポケット部を通過した、ボールの転動面に付着したグリースによって行われることが推定された。

油潤滑とグリース潤滑を比較すると、油潤滑の方が入口距離は短く、潤滑油の入口距離は、動粘度が低い方が長い傾向を有することが明らかになった。また、入口距離が同等の場合、動粘度が低い方がトルクが低いことを示した。

6.1.3 増ちょう剤繊維による三次元構造と流動による変化

第4章において、グリースの流動特性を制御する方法を検討するため、増ちょう剤繊維による構造を詳細に観察し、グリースの流動特性との関係について考察した。グリースの増ちょう剤繊維による三次元構造は、Cryo FIB-SEMにより可視化できることを示し、バリウムセッケン系グリースを用いた構造の調査より、増ちょう剤構造には、増ちょう剤繊維同士が接触した部分が含まれることが確認できた。このCryo FIB-SEMによる像と、AFMによる表面の像を比較した結果、AFMによりグリース内部の構造を反映した像が得られることが確認された。

SEMおよびAFMによる観察により、増ちょう剤繊維による構造には、増ちょう剤繊維が数珠つなぎのようになり、見かけ上長い繊維のようになった構造が含まれることが推定できた。増ちょう剤繊維が基油を保持する機構として、網目状の構造に起因する毛細管力の効果と、基油の増ちょう剤への濡れ性が高くことによる効果の二つを挙げた。

せん断を加えた後の増ちょう剤の構造の観察より、増ちょう剤繊維はせん断方向と平行な向きに配向することが確認できた。弱いせん断により生成した表面より、基油で広く覆われた面が観察され、増ちょう剤の構造が弱い部分が局部的に流動する流動モデルを提案した。

基油、増ちょう剤の種類、混和ちょう度、製法が異なるリチウムセッケングリースの流動特性を調査し、降伏応力、せん断応力差面積および見掛けの粘度は、分散度および増ちょう剤量を高くすることにより大きくできること、基油と増ちょう剤の組み合わせが流動特性に影響することを示した。

12 ヒドロキシステアリン酸リチウム／エステル系グリースは、基油の増ちょう剤への濡

れ性が高く、均一性が高い増ちょう剤構造を形成しやすいと推定できた。一方、PAO系はエステル系と比較して増ちょう剤繊維が細かく、微細な網目状の構造を形成するため、分散度が同等の場合において、混和ちょう度が低く、降伏応力、せん断応力差面積および見掛けの粘度が高くなる傾向を示すと推定できた。

6.1.4 軸受トルクを低減するためのグリースの設計指針

第5章において、実際の機械での使用を想定した条件系で軸受トルク評価を行い、グリース封入量を変えることにより、接触面で発生する抵抗に起因するトルクと、チャンネリングによるトルクへの影響を分けて評価し、軸受トルクを低減するためのグリースの設計指針を考察した。

この結果、チャンネリングにより定常状態のトルクを低減することができ、微細な増ちょう剤繊維による網目状の構造を形成するグリースが、局部的に流動しやすいためチャンネリングを起こしやすく、回転トルクを低減させやすいことが推定できた。

このチャンネリングを定量化する指標として、微量封入時の回転トルクを用いたトルク減少率差を設定し、トルク減少率差が小さいほどチャンネリングが進行していることを表した、また、混和ちょう度が低いほど、降伏応力、せん断応力差面積および見掛けの粘度が大きいほど、チャンネリングは進行しやすいことを示すとともに、PAO系グリースの方が、エステル系グリースよりも微細な増ちょう剤繊維による網目構造を形成するため、チャンネリングにより、回転トルクを低減しやすいと推定できた。

通常封入量時の起動トルクは、見掛けの粘度が小さいほど、また、分散度が小さいほど低減しやすいことが分かった。

接触面の周囲で発生する抵抗による軸受トルクには、定常状態では、グリースの流動特性や、基油と増ちょう剤の組み合わせの影響が小さいことを確認した。

6.2 今後の課題と展望

本研究により、増ちょう剤繊維による三次元的な構造の形成状態や、基油と増ちょう剤の相互作用が、転がり軸受内部でのグリース流動挙動に大きく影響していると考察できた。しかし、本研究で用いた Cryo FIB-SEM では、観察できるグリースの種類は限られているため、今後、更なる構造観察手法の開発により、リチウムセッケン系グリースの三次元観察を実現し、長繊維な増ちょう剤で構成されるグリースの構造など、多様な増ちょう剤繊維による構造が可視化され、モデル化されることが期待される。

グリースの流動特性は、増ちょう剤の構造の変化により発現すると考えられ、本研究における流動モデルより、局部的に構造が弱い部分で流動が起きることを提案したが、この局部的な流動を考慮した流動特性の評価法は、確立されていない。今後の評価技術の発展により、グリースの流動メカニズムが詳細に解明されることが期待される。

また、本研究において、基油と増ちょう剤の組み合わせによる、増ちょう剤繊維による構造やグリースの流動特性、および軸受性能への影響が確認された。しかし、基油と増ちょう剤の相互作用を、直接的に定量評価する手法は確立されていない。この相互作用の定量化により、流動特性との相関関係が明らかになることが期待される。

市場ではリチウムセッケン系グリースだけでなく、ウレア系グリースなど多様なグリースが様々な用途で用いられている。この多様な軸受回転条件におけるグリースの種類と軸受性能の関係を、グリースの流動メカニズムから理解することにより、更なるグリース潤滑技術の発展が期待される。

参考文献

- 1) 環境省ホームページ, <http://www.env.go.jp/earth/cop/cop21>.
- 2) K. HOLMBERG, P. ANDERSSON & A. ERDEMIR : Global Energy Consumption Due to Friction in Passenger Cars, *Tribology International*, 47 (2012) 221-234.
- 3) 中村隆 : トライボロジー技術の進展による自動車の省エネ, *トライボロジスト*, 61, 2 (2016) 65-70.
- 4) 山本雄二・兼田楨宏 : トライボロジー, 理工学社 (1998).
- 5) 日本精工(株) 転がり軸受工学編集委員会編 : 転がり軸受工学, 養賢堂 (1975).
- 6) NSK カタログ 転がり軸受, 1102q.
- 7) 桜井俊男監修, 岡本純三・角田和雄共著 : トライボロジー叢書 4 転がり軸受—その特性と実用設計— 第二版, 幸書房 (1992).
- 8) 日本規格協会 : 日本工業規格 JIS B 1521 転がり軸受—深溝玉軸受.
- 9) 社団法人日本トライボロジー学会 グリース研究会編 : 潤滑グリースの基礎と応用, 養賢堂(2007).
- 10) 桜井俊男 : グリース潤滑の基本的問題, *潤滑*, 25, 8 (1980) 489-497.
- 11) 小松崎・上松・伊藤 : グリースの流動性と軸受の摩擦トルク, *潤滑*, 19, 4 (1974) 285-291.
- 12) 星野道男 : これからのグリース・グリース研究への提言—グリースとともに 40 年(7) —ころがり軸受トルク, *月刊トライボロジ*, 7 (1998) 70.
- 13) 野木 : 転がり軸受の油膜厚さと転がり抵抗の高精度予測, *トライボロジスト*, 60, 9 (2015) 582-587.
- 14) P. M. LUGT : A Review on Grease Lubrication in Rolling Bearings, *Tribol. Trans.*, 52 (2009) 470-480.
- 15) 星野道男 : グリース潤滑の理論, *トライボロジスト*, 47, 1 (2002) 8-14.
- 16) J. F. HUTTON : The Influence of Flow Elasticity on the Bearing Performance of Lubricating Greases, *Proc. JSLE-ASLE Int. Lubricating Conference*, Tokyo, Japan (1975) 707-714.
- 17) E. OIKAWA, N. INAMI, M. HOKAO, A. YOKOUCHI & J. SUGIMURA : Bearing Torque Characteristics of Lithium Soap Grease with Some Synthetic Base Oils, *Proc. IMechE Part J: J. Engineering Tribol.*, 226, 6 (2012) 575-583.

- 18) 新田真理子・津田武志・新井大和・坂本清美・酒井一泉：転がり軸受のトルクにおけるジウレアグリースの粘性移行応力と増ちょう剤分子構造の影響－脂肪族ジウレアの末端アルキル鎖長の影響－，トライボロジスト, 61, 10 (2016) 699-708.
- 19) 星野道男：グリースの流動特性と転がり軸受におけるトルク（第1報），潤滑, 25, 8 (1980) 547-554.
- 20) 社団法人日本トライボロジ学会編：トライボロジ辞典，養賢堂 (1995).
- 21) 阿久津智宗・益子正文・鈴木章仁：回転式レオメータを用いたリチウムセッケングリースの粘性回復の研究，トライボロジスト, 52, 2 (2007) 156-164.
- 22) 倉石淳・伊藤裕之・中道治：内輪回転玉軸受中のウレアグリースの挙動，トライボロジー会議予稿集, 1994-10, 金沢, 13-16.
- 23) 野田隆史・柴崎健一・宮田慎司・谷口雅人：玉軸受におけるグリース挙動の X 線観察および多相流解析の妥当性確認，トライボロジスト, 61, 4 (2016) 275.
- 24) J. PEMBERTON & A. CAMERON : A Mechanism of Fluid Replenishment in Elastohydrodynamic Contacts, wear, 37 (1976) 185-190.
- 25) H. ÅSTRÖM, J. O. OSTENSEN & E. HOGLUND : Lubricating Grease Replenishment in an Elastohydrodynamic Point Contact, J. of Tribology, 115 (1993) 501-506.
- 26) G. GUANGTENG & H. A. SPIKES : The Role of Surface Tension and Disjoining Pressure in Starved and Parched Lubrication, Proc. IMechE Part J: J. Engineering Tribology, 210 (1996) 113-124.
- 27) P. M. E. CANN, B. DAMIENS & A. A. LUBRECHT : The Transition between Fully Flood and Starved Regimes in EHL, Tribology International, 37 (2004) 859-864.
- 28) P. M. CANN : Starvation and Reflow in a Grease-Lubricated Elastohydrodynamic Contact, Tribology Transactions, 39 (1996) 698-704.
- 29) S. HURLEY & P. M. CANN : Starved Lubrication of EHL Contacts- Relationship to Bulk Grease Properties, NLGI Spokesman, 64, 2 (2000) 15-23.
- 30) S. HURLEY, P. M. CANN & H. A. SPIKES : Lubrication and Reflow Properties of Thermally Aged Greases, Tribology Transactions, 43, 1 (2000) 9-14.
- 31) P. M. CANN & H. A. SPIKES : Film Thickness Measurements of Lubricating Greases Under Normally Starved Conditions, NLGI Spokesman, 56, 2 (1992) 61-67.

- 32) B. DAMIENS, A. A. LUBRECHT & P. M. CANN : Influence of Cage Clearance on Bearing Lubrication, Tribology Transactions, 47 (2004) 2-6.
- 33) P. CANN & A. A. LUBRECHT : An Analysis of the Mechanisms of Grease Lubrication in Rolling Element Bearings, Lubrication Science, 11 (1999) 227-245.
- 34) P. M. CANN, A. A. LUBRECHT : Bearing Performance Limits with Grease Lubrication: The Interaction of Bearing Design, Operating Conditions and Grease Properties, J. Physics D: Applied Physics, 40 (2007) 5446-5451.
- 35) M. CHENNAOUI, M. FOWELL & A. KADIRIC : In-situ Measurement of Oil Films in a Model Rolling Bearing, International Tribology Conference, Tokyo (2015) 457-458.
- 36) J. F. HUTTON & J. B. MATHEWS : Viscoelastic Behaviour of Lubricating Greases, Proc. 2nd Int. Congr. On Rheology (1954) 408-413.
- 37) E. O. FORSTER & J. J. KOLFENBACH : Viscoelastic Behaviour of Greases, ASLE Trans. (October 1958) 13-24.
- 38) V. P. PAVLOV & G. V. VINOGRADOV, Generalized Characteristics of Rheological Properties of Greases, ASLE Trans. (May 1965) 479.
- 39) 小口敏太郎 : グリース見掛け粘度について, 潤滑, 3, 3 (1958) 135-138.
- 40) E. CYRIAC, P. M. LUGT & R. BOSMAN : On a New Method to Determine the Yield Stress in Lubricating Grease, Trib. Trans., 58 (2015) 1021-1030.
- 41) J. F. HUTTON : On Using the Weissenberg Rheogoniometer to Measure Normal Stresses in Lubricating Greases as Examples of Materials Which Have a Yield Stress, Rheol. Acta 14 (1975) 979-992.
- 42) W. H. BAUER, A. P. FINKELSTEIN & S. E. WIBERLEY : Flow Properties of Lithium Stearate Oil Model Greases as Functions of Soap Concentration and Temperature, ASLE Trans. (April 1959) 215-224.
- 43) A. E. YOUSIF : Rheological Properties of Lubricating Greases, Wear, 82 (1982) 13-25.
- 44) H. A. BARNES : Thixotropy – A Review, J. Non-Newtonian Fluid Mech., 70 (1997) 1-33.
- 45) 阿久津智宗・益子正文・鈴木章仁 : せん断による粘性低下から考察する潤滑グリースの網目構造変化, トライボロジスト, 52, 6 (2007) 445-452.

- 46) R. MAS & A. MAGNIN : Rheology of Colloidal Suspensions: Case of Lubricating Greases, J. Rheology, 38, 4 (1994) 889-908.
- 47) B. W. HOTTEN : Optical Studies of Lubricating Grease Structure, NLGI Spokesman, 19, 1 (1955) 14-19.
- 48) M. J. VOLD : Forces Responsible for Lubricating Grease Structure, NLGI Spokesman, 19, 1 (1955) 24-31.
- 49) E. O. FORSTER : J. J. KOLFENBACH & H. H. LELAND, Fibres, Forces and Flow, NLGI Spokesman, 20, 3 (1956) 16-22.
- 50) M. J. VOLD : Colloidal Structure in Lithium Stearate Greases : J. Phys. Chem., 60 (1956) 439-442.
- 51) M. HOKAO, N. INAMI, E. WATABE, A. YOKOUCHI & J. SUGIMURA : A Study of the Structure Formed by Thickeners of Greases Using Atomic Force Microscope, Tribol. Online, 8, 1 (2013) 76-82.
- 52) 星野道男 : リチウムせっけんグリースの組成および仕上処理の流動性への影響, 潤滑, 19, 4 (1974) 292-298.
- 53) H. KIMURA & Y. IMAI : Study on Fiber Length Control for Ester-Based Lithium Soap Grease, Trib. Trans., 44, 3 (2001) 405-410.
- 54) 喜多武勝・山本雄二 : 12-ヒドロキシステアリン酸リチウム石けんグリースの製造条件と石けん構造, トライボロジスト, 40, 2 (1995) 161-168.
- 55) 遠藤敏明・木村浩・森内勉・八瀬清志・岡田正和 : ウレア系グリース増ちょう剤 OUDM の構造解析, トライボロジスト, 35, 5 (1990) 343-348.
- 56) I. COURONNE, G. BLETNER & P. VERGNE : Rheological Behavior of Greases: Part 1 – Effects of Composition and Structure, Tribol. Trans., 43, 4 (2000) 619-626.
- 57) M. A. DELGADO, C. VALENCIA, M. C. SÁNCHEZ, J. M. FRANCO & C. GALLEGOS, Influence of Soap Concentration and Oil Viscosity on the Rheology and Microstructure of Lubricating Greases, Ind. Eng. Chem. Res., 45, 6 (2006) 1902-1910.
- 58) S. HURLEY & P. M. CANN : Examination of Grease Structure by SEM and AFM Techniques, NLGI Spokesman, 65, 5 (2001) 17-26.

- 59) M. A. DELGADO, J. M. FRANCO, C. VALENCIA, E. KUHN & C. GALLEGOS : Transient Shear Flow of Model Lithium Lubricating Greases, *Mech. Time-Depend Mater*, 13, 1 (2009) 63-80.
- 60) 吉原径孝・森内勉：グリース中の増ちょう剤の直接観察，トライボロジー会議予稿集 2016 春 東京 (2016) 250-251.
- 61) J. F. HUTTON, J. B. MATHEWS & N. A. SCARLETT : The Structure of Lubricating Greases Under the Light Microscope in Relation to Their Performance, *J. Inst. Pet* (1954) 408-413.
- 62) R. H. LEET : Thickener Particle Dimensions and Lubricating Consistency Grease, *NLGI Spokesman*, 19, 1 (1955) 20-23.
- 63) P. BAART, B. V. D. VORST, P. M. LUGT & R. A. J. V. OSTAYEN : Oil-Bleeding Model for Lubricating Grease Based on Viscous Flow Through a Porous Microstructure, *Tribology Transactions*, 53 (2010) 340-348.
- 64) M. C. SÁNCHEZ, J. M. FRANCO, C. VALENCIA, C. GALLEGOS, F. URQUIOLA & R. URCHUGUI, Atomic Force Microscopy and Thermo-Rheological Characterisation of Lubricating Greases, *Tribology Letters*, 41 (2011) 463-470.
- 65) Y. ZHOU, R. BOSMAN & P. M. LUGT : A Model for Shear Degradation of Lithium Soap Grease at Ambient Temperature, *Tribology Transactions*, 61, 1 (2018) 61-70.
- 66) 横内敦：転がり軸受用グリースの潤滑性能に関する研究，博士論文 (2013).
- 67) 日本規格協会：日本工業規格 JIS K 2220 グリース.
- 68) J. BRÄNDLEIN, 吉武立雄 訳：ころがり軸受実用ハンドブック，工業調査会 (1996).
- 69) M. J. VOLD, G. S. HATTIANGDI & R. D. VOLD : Phase State and Thermal Transitions of Greases, *Ind. Eng. Chem.*, 41 (1949) 2539-2546.
- 70) A. D. BRAMHALL & J. F. HUTTON : Wall Effect in the Flow of Lubricating Greases in Plunger Viscometers, *Br. J. Appl. Phys.*, 11 (1960) 363-371.

謝辞

本論文は九州大学大学院工学府水素エネルギーシステム専攻教授 杉村丈一先生のご指導の下で研究を行い、その成果をまとめたものです。杉村先生には鋭いご指摘や丁寧なご助言と、多大なるご尽力を賜りました。思うように進まなかった研究活動にあたって、たえず励まし、道筋を指し示していただいたので、ようやく論文を完成させることができました。心より御礼申し上げます。

本論文をまとめるにあたり、大変貴重なご助言を賜りました、九州大学 西村伸教授、澤江義則教授、八木和行准教授に心から感謝いたします。論点がぼやけていたところをご指摘いただき、整理させていただくことができました。また、田中宏昌助教、鬼塚修吾テクニカルスタッフにはラマン分光分析などにおいて、多大なご助力をいただきましたこと、心から感謝いたします。

日本精工株式会社 三田村宣晶執行役常務、棗田伸一前基盤技術研究所長、横内敦前エグゼクティブチーフエンジニアには、さまざまな角度からご指導ご助言をいただき、さらに博士課程進学や論文投稿、学会発表をご許可いただきました。本研究を遂行するために賜りました多大なるご支援に心より御礼申し上げます。

本研究は、日本精工株式会社コア技術研究開発センター 園田健太郎、倉石淳、丸山泰右、中川和則、上村英弘、住谷寿夫、甲田敦美、増井友美の各氏から、実験における多大なご助力をいただくとともに、多くのメンバーの方々のご協力をいただいて成し遂げることができたものです。誠にありがとうございました。

また、いつもそばで支えてくれた、妻の宣子と子供たちをはじめ、関係していただいた皆様に深く感謝いたします。

2020年1月