

2025 年度卒業論文

グリースのちょう度および降伏応力の温度依存性に関する研究

2026 年 2 月

東京理科大学 創域理工学部 機械航空宇宙工学科

機素潤滑研究室

学籍番号 7522022 枝 七旺

目次

第 1 章 緒言	1
1.1 研究背景	1
1.2 目的	1
第 2 章 原理	2
2.1 潤滑	2
2.2 潤滑油	3
2.3 グリース	9
2.4 添加剤	11
2.5 グリースの試験法	11
2.6 重回帰分析の基本原理	11
第 3 章 実験装置	13
3.1 実験に使用したグリース	13
3.2 1/2 円錐を用いたちゅう度測定試験	13
3.3 グリースの密着強度測定試験	18
第 4 章 実験方法	22
第 5 章 結果	23
5.1 1/2 円錐を用いた不混和ちゅう度試験の結果	23
5.2 グリースとナイロン 66 の密着強度測定試験の結果	23
第 6 章 考察	24
謝辞	25
参考文献	26

第1章 緒言

本研究の背景と目的について述べる。

1.1 研究背景

ここに背景を書く。

1.2 目的

ここに目的を書く。

第2章 原理

2.1 潤滑

潤滑 (lubrication) の目的は、荷重を支えている 2 つの面の間に潤滑剤 (lubricant) を供給することで、摩擦の減少や摩耗、焼付きなどの表面損傷を軽減・防止することである。潤滑の種類は、流体潤滑 (fluid film lubrication)，境界潤滑 (boundary lubrication)，固体潤滑 (solid film lubrication) がある。潤滑油、グリースを用いた潤滑は、流体潤滑、境界潤滑にあたる。

2.1.1 流体潤滑

流体潤滑は、摩擦面の表面粗さよりも十分に厚い流体膜を作り、摩擦面同士の接触を完全に断つ潤滑方法である。流体潤滑の特性や理論は、Reynolds の潤滑理論^[1]によって求められる。Reynolds の潤滑理論は、Navier-Stokes 方程式を基に構成され、

- 非圧縮性ニュートン流体。
- すき間内流れは層流で、粘度一定。
- 流体の慣性力は、粘性力に比べて小さく、無視できる。
- 潤滑幕は薄く、膜厚方向の圧力は無視できる。
- 壁面と流体に滑りが生じない^[2]。
- 潤滑面の曲率の影響を無視する^[3]。
- 粘度・密度・圧力は膜厚方向に一定^[4]。

という仮定を置くことで、表現される。図 2.1 に示すような速度境界条件で

$$\begin{aligned} \frac{\partial}{\partial x} \left(\frac{\rho h^3}{12\eta} \frac{\partial p}{\partial x} \right) + \frac{\partial}{\partial y} \left(\frac{\rho h^3}{12\eta} \frac{\partial p}{\partial y} \right) &= \frac{u_1 + u_2}{2} \frac{\partial(\rho h)}{\partial x} + \frac{v_1 + v_2}{2} \frac{\partial(\rho h)}{\partial y} \\ &\quad + \frac{\rho h}{2} \frac{\partial(u_1 + u_2)}{\partial x} + \frac{\rho h}{2} \frac{\partial(v_1 + v_2)}{\partial y} + \frac{\partial(\rho h)}{\partial t} \end{aligned} \quad (2.1)$$

と表される^[1]。ここで、 ρ は密度を、 η は絶対粘度を p は圧力をそれぞれ表す。

しかし、20世紀に入り、歯車や転がり軸受などの機械要素では、Reynolds の潤滑理論では実際の潤滑挙動を表現できないことが分かった。Dowson らは、接触面を剛体として仮定するのではなく、弾性変形と潤滑油粘度の圧力による増加を考慮した^[5] 弾性流体潤滑理論 (elastohydrodynamics lubrication, EHL)^[6] を確立した。この弾性流体潤滑理論は、接触面の弾性方程式と Reynolds 方程式を連立することで、油膜形状や油膜圧力分布を計算することが可能である。

また、潤滑油の粘性抵抗による発熱や、熱伝導・熱伝達による油膜内の温度・粘度分布を考慮

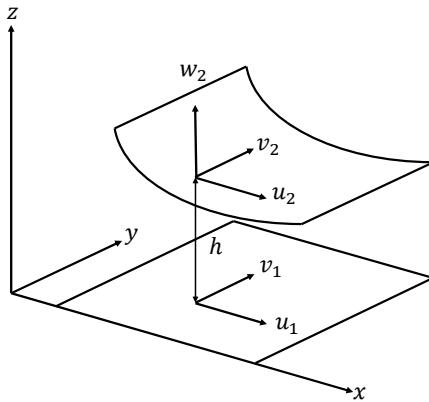


Fig.2.1. Velocity boundary condition.

した熱流体潤滑理論 (thermohydrodynamics lubrication, THL) も考案された。この理論では、一般化された Reynolds 方程式、熱伝導方程式、エネルギー方程式を連立することで求めることが可能である。

2.1.2 境界潤滑

初期に流体潤滑条件で運転を開始しても、運転状況が苛酷になると、徐々に流体膜が薄くなり、摩擦面同士が直接接触するようになる。摩擦面間に吸着した単分子～数分子程度の膜厚の潤滑を境界潤滑という。これらの薄膜は、ある温度（転移温度）以上になると、軟化し潤滑能力を失う。この場合には、硫黄、リン、塩素などを含む極圧剤を潤滑油に転嫁し、摩擦面に添加剤との化学反応膜を形成させる必要がある。

2.2 潤滑油

グリースの基油 (base oil) は、潤滑油であり、鉱油と呼ばれる石油系潤滑油や非石油系潤滑油が存在する。非石油系潤滑油は、合成油よ動植物油脂が存在する。基油に求められる性能は、

- 使用条件に見合った適切な粘度を持つ。
- 粘度指数が高く、温度変化に対する粘度変化が少ない。
- 熱・酸化安定性が高い。
- 蒸発しにくい。
- 引火点が低く、流動点が低い。
- 添加剤の溶解性が高く、その添加効果を妨げない。

などがある。基油は大まかに燃料との親和性の良い石油系潤滑油や製造時に CO_2 が増加しない動植物油や、化学合成で生成され、鉱油の弱点を補う合成潤滑油、エマルションなどの水溶性潤

滑剤に大別される。

基油の化学構造は、これらの流動特性に直接的な影響を与えるため、次節では潤滑油の基本的なレオロジー特性について述べ、その後に鉱油、合成油、動植物油の構造的特徴と流動特性の関係を整理する。

2.2.1 潤滑油の流動特性

流体は、せん断応力 τ とせん断ひずみ速度 $\dot{\gamma}$ との関係に基づき、ニュートン流体 (newtonian fluid) と非ニュートン流体 (non-newtonian fluid) に分類される。ニュートン流体は、

$$\tau = \eta \cdot \dot{\gamma} \quad (2.2)$$

の線形関係を満たし、比例定数 η を絶対粘度 (absolute viscosity, dynamic viscosity) または粘性係数 (coefficient viscosity) という^[9]。

一方、非ニュートン流体は、絶対粘度 η が $\dot{\gamma}$ 依存性を持ち、

- せん断薄化 (shear-thinning)^[10]
- せん断肥厚 (shear-thickening)^[11]
- Bingham 塑性
- チキソトロピ

などの現象を示す。

研究対象である潤滑油は、凝固点付近の低音域や高圧、高滑り速度の場合を除き、ニュートン流体として取り扱うことができる^[7]。

流体潤滑で大事なのは、潤滑油の粘度である。粘度の代表的な単位として、SI 単位の Pa·s があり、CGS 単位の P[g/(s·cm)](poise) やその 1/100 の cP (centipoise) も広く用いられている。また、絶対粘度 η と密度 ρ の比を動粘度 (kinematic viscosity) といい、

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} \quad (2.3)$$

と定義する。動粘度も潤滑油の流動特性を表す指標として広く用いられている。動粘度の単位は、m²/s であるが、潤滑業界では cm²/s を St (stokes) と表記し、その 1/100 の単位である cSt (centistokes) と共に広く使用されている。

工業用潤滑油の粘度・動粘度は表 2.1 に示すとおり規格化されており、40°C における動粘度に基づく ISO 粘度分類 (ISO 3448)^[12] が存在する。この分類と同じ規格が JIS にも規定されている^[20]。

流体の粘性は、分子間力と運動量移動に起因するが、液体では分子間力が粘性特性を支配す

Table2.1. ISO viscosity classification^[12].

ISO viscosity grade	Mid-point kinematic viscosity [mm ² /s at 40°C]	Kinematic viscosity limits	
		min.	max.
ISO VG 2	2.2	1.98	2.42
ISO VG 3	3.2	2.88	3.52
ISO VG 5	4.6	4.14	5.06
ISO VG 7	6.8	6.12	7.48
ISO VG 10	10	9.00	11.0
ISO VG 15	15	13.5	16.5
ISO VG 22	22	19.8	24.2
ISO VG 32	32	28.8	35.2
ISO VG 46	46	41.4	50.2
ISO VG 68	68	61.2	74.8
ISO VG 100	100	90.0	110
ISO VG 150	150	135	165
ISO VG 220	220	198	242
ISO VG 320	320	288	352
ISO VG 460	460	414	506
ISO VG 680	680	612	748
ISO VG 1000	1000	900	1100
ISO VG 1500	1500	1350	1650

る^[7]. これが原因で、液体の粘度は温度上昇とともに低下する。潤滑油の粘度と温度の間には、

$$\log \log(\nu + \lambda) = A + B \cdot \log T \quad (2.4)$$

の関係式が経験的に成立することが知られている^[7]. ただし、 A, B, λ は各潤滑油由来の定数で、 T は温度 [K] を表す。実務上は $\lambda = 0.7$ として、ASTM D341^[13]を中心広く使用されている。また、40°C と 100°C の粘度（動粘度）は液体潤滑油において国際的に標準測定点に設定されており、これらの値を用いて式 (2.4) の A, B の値を推定することができる。

粘度の温度による変化率は、粘度指数 (viscosity index, VI) が用いられており、JIS では A 法、B 法の 2 種類の計算方法が設定されている^[14].

A 法は、粘度指数が 100 以下の潤滑油に用いられる算出方法であり、

$$VI = \frac{L - U}{L - H} \cdot 100 \quad (2.5)$$

のように定義される^[14]。3 つの変数はそれぞれ

- H : 100°C で試料と同じ動粘度をもち、なおかつ粘度指数が 100 の潤滑油が 40°C で示す動粘度
- L : 100°C で試料と同じ動粘度をもち、なおかつ粘度指数が 0 の潤滑油が 40°C で示す動粘度
- U : 試料の 40°C における動粘度

を表す。 H, L は、100°C の動粘度を基に導出され、100°C の動粘度が、2~70mm²/s の場合、JIS K 2283 の付表 1^[14] から導出する。一方で 70mm²/s 以上の場合は、100°C の動粘度を Y として、

$$L = 0.8353Y^2 + 14.67Y - 216 \quad (2.6)$$

$$H = 0.1684Y^2 + 11.85Y - 97 \quad (2.7)$$

定義される。これらの計算結果は、JIS Z 8401^[28] により丸め幅を 1 にする。

B 法は、粘度指数が 100 を超える潤滑油に用いられる算出方法で、

$$\begin{aligned} VI &= \frac{10^N - 1}{0.00715} + 100 \\ N &= \frac{\log H - \log U}{\log Y} \end{aligned} \quad (2.8)$$

と定義される。4 つの変数はそれぞれ

- N : Y を H と U の比に一致させるために必要なべき数
- H : 100°C で試料と同じ動粘度をもち、なおかつ粘度指数が 100 の潤滑油が 40°C で示す動粘度
- U : 試料の 40°C における動粘度
- Y : 試料の 100°C における動粘度

を示し、 H は、A 法と同様の計算方法により算出される。

式 (2.5), (2.8) より、粘度指数 VI が大きいほど温度による粘度変化が少ないことが分かる。

潤滑油の粘度は圧力によっても変化し、圧力の増加に伴い指数関数的に増加することも知られている。圧力 p の粘度 η_p 、大気圧下の粘度 η_0 として、

$$\eta_p = \eta_0 \cdot \exp(\alpha p) \quad (2.9)$$

の関係が成立する (Barus の式)^[15]. α を潤滑油の粘度の圧力係数という. しかし, 高圧域では Barus 式の適用限界が指摘されており^[16], EHL 解析では Roelands 式^[17] や Yasutomi^[18] 式が一般に用いられる.

2.2.2 鉱油の性質と流動特性

鉱油は, 原油の重質分を減圧蒸留し, 脱ろう処理などの精製工程を経て得られる石油系潤滑油であり, 主成分は炭化水素 (hydrocarbons) である. 炭化水素以外の非炭化水素成分 (硫黄化合物, 窒素化合物など) は精製により大部分が除去される. 鉱油に含まれる炭化水素は炭素数 15~70, 分子量約 250~700 と比較的大きく, 異性体の種類が極めて多いことから, 個々の化合物を完全に同定することは事実上困難である. 鉱油中の炭化水素は, 飽和鎖状のパラフィン炭化水素 (paraffin), 二重結合を有するオレフィン (olefin), 飽和環を含むナフテン (naphthenic), および芳香族環をもつ芳香族炭化水素 (aromatic) に大別され, これらの含有比率に基づきパラフィン系, ナフテン系, 芳香族系に分類される.

鉱油の流動特性は, これら炭化水素の分子構造に強く依存する.

直鎖アルカン (n-paraffin) は分子量の割に粘度・密度が低く, 温度変化に対する粘度変化が小さいため高い VI を示すが, 融点が高く結晶化しやすく, 低温流動性を悪化させる.

分岐アルカン (isoparaffin) は分岐により融点が低下し, ワックス析出が抑制されることで低温流動性が改善される一方, VI は直鎖よりやや低下する. ナフテン炭化水素は同分子量のアルカンより密度・粘度が高く融点が低いため, ワックスの原因になりにくいが, 粘度 - 温度特性 (VI) はパラフィン系より劣る. ただし長鎖アルキル側鎖を有する单環ナフテンは, 分岐パラフィンに近い VI と良好な低温特性を両立するため, ベースオイル成分として好ましいとされる.

芳香族炭化水素は高密度・高粘度で VI が最も低いが, 融点は低く, 極性が高いため添加剤溶解性 (ソルベンシー) に優れる. ただし酸化安定性が低いため, その含有量は最小限に制御される.

このように鉱油の流動特性は, 「直鎖か分岐か」「環構造の有無」「芳香族環の割合」といった分子構造的要因で体系的に整理できる. 近年の高度水素化精製・異性化精製に基づく Group II / III ベースオイルは, 直鎖ワックスを適度に分岐化しつつ, 芳香族および不安定成分を大幅に低減することで, 高 VI と低流動点を両立した高品位鉱油として位置づけられている.

本節の内容は文献^[7] と文献^[19] の第 2 章を参考に構成した.

2.2.3 合成油の性質と流動特性

合成潤滑油 (synthetic lubricant) は, 特定の性能を向上させる目的で化学合成されたベースオイルであり, 鉱油や動植物油では得られない特性 (耐熱性, 酸化安定性, 低温流動性, 難燃性, 耐放射線性など) が要求される用途に広く用いられる. 合成油は化学構造に基づき, ポリグリコ-

ル, リン酸エステル, フッ素系油, シリコーン油, および工業的に最も使用量の多いポリアルファオレフィン (PAO) などに分類される。

PAO (polyalphaolefin) は, α -オレフィンの重合により得られる飽和炭化水素であり, 分子量分布が狭くワックス成分を含まないため, 高い粘度指数 (VI), 優れた低温流動性, 低揮発性を示す。等粘度の鉱油と比較すると, PAO は VI が高く, 酸化安定性や揮発性にも優れることから, 自動車用エンジン油や工業用潤滑油の主要基油として広く利用されている。また, GTL(Gas to Liquid) 由来の Group III + 油も, PAO と同等の高 VI・低揮発性・良好な酸化安定性を示し, 近年では合成油に準ずる高性能基油として用いられている。

エステル系合成油(脂肪族ジエステル, ポリオールエステルなど)は, 極性基 (- COO -) を有するため金属表面への濡れ性が良く, 高温安定性や清浄性にも優れる。特にポリオールエステルは低温流動性が良好で, 航空エンジン油や冷凍機油など幅広い温度範囲での安定作動が求められる用途で多用される。一方で, 吸湿性や加水分解反応に起因する酸生成の問題があり, 水分管理が重要となる。

ポリグリコール (PAG) はエーテル結合を含む高極性流体であり, 非常に高い潤滑性と低摩擦係数を示す。一部の鉱油や PAO と非相溶であるため, 使用時には相溶性の確認が必要であるが, 水溶性タイプは金属加工油, 高温ギヤ油, 消防設備用作動油などに適用されている。粘度指数は比較的高く, 温度変化に対する粘度の安定性も良い。

リン酸エステル (phosphate ester) は, 高い難燃性と優れた熱安定性を持ち, 火災リスクの高い航空機油圧系や高温環境下の油圧作動油として利用される。ただし, 加水分解しやすく, 腐食やゴムシール材との適合性に注意が必要であるため, 用途は限定される。

フッ素系油 (PFPE) およびシリコーン油は, 極めて高い熱・酸化安定性と化学的安定性を有し, 真空機器, 高温雰囲気, 放射線環境など特殊用途に適用される。PFPE は完全フッ素化構造をもち, 広い温度範囲で粘度変化が小さく, 蒸発損失が極めて低い。シリコーン油もまた高い熱安定性を示すが, 潤滑性は PAO やエステルに劣るため, 特性に応じて使い分けられている。

このように, 合成油の流動特性は, 分子構造(分岐構造, 飽和度, 極性, 官能基の種類)に強く依存する。飽和度が高く非極性の PAO は高 VI と優れた低温流動性を示し, 極性を持つエステルやポリグリコールは濡れ性・潤滑性に優位性を持つ一方で, 粘度-温度特性や加水分解特性が異なる。用途ごとにこれらの特性を組み合わせることで, 要求性能に応じた合成潤滑油が設計されている。

本節の内容は文献^[7]と文献^[19]の第 2 章を参考に構成した。

2.2.4 動植物油の性質と流動特性

動植物油は, 牛脂や豚脂に代表される動物油脂, および菜種油, ひまし油, パーム油などの植物油脂に大別される。これらは鉱油に比べて潤滑性が高く, 境界潤滑域で優れた膜形成能を示す

一方、分子内に存在する不飽和結合が熱・酸化に対して不安定であるため、高温用途には適さない。

動植物油の主要成分は、脂肪酸とグリセロールからなるトリグリセリド (triacylglycerol) であり、炭素数 8~22 の直鎖脂肪酸がエステル結合した構造を持つ。脂肪酸は飽和、一価不飽和、多価不飽和に分類され、その組成比が油脂の流動特性を支配する。

流動特性として、植物油は一般に鉱油よりも粘度指数 (VI) が高く、温度変化による粘度低下が小さいという利点を有する。一方で、飽和脂肪酸を多く含む油脂は直鎖構造が整列・結晶化しやすいため、低温で固化しやすい。これに対し、不飽和脂肪酸を多く含む油脂は cis 二重結合による屈曲構造を有し、分子が整列しないため固化しにくく、低温流動性に優れる。しかし、これらの二重結合は酸化反応を受けやすく、高温酸化安定性は低下する。

以上より、動植物油の流動特性はトリグリセリド構造と脂肪酸組成に強く依存し、

- 飽和脂肪酸が多い油：高粘度で低温固化しやすいが、酸化には比較的安定。
- 不飽和脂肪酸が多い油：低温流動性に優れるが、酸化に弱い。

という一般傾向が存在する。

本節の内容は文献^[7] および文献^[19] の第 6 章を参考に構成した。

2.3 グリース

潤滑剤は、摩擦面間の摩擦・摩耗の低下、焼付き・摩耗・転がり疲れなどの表面損傷の防止、異物混入防止、潤滑面の冷却、腐食・錆の防止などの目的で使用される^[7]。潤滑剤は、液体状の潤滑油、半固体状のグリース、固体潤滑剤に分けられる。グリース (grease) は、潤滑油を基油として、増ちょう剤とよばれる微細な固体を基油中に分散させ、半固体状にした潤滑剤である。グリースの約 80% は基油（潤滑油）で、残りの 20% ほどが、増ちょう剤と必要に応じて添加剤である^[8]。

2.3.1 増ちょう剤の性質と役割

グリースに用いられる増ちょう剤は、基油に三次元ネットワーク構造を与えて半固体状態を保持させる重要な構成要素である。増ちょう剤は大きく石けん系 (soap thickeners) と非石けん系 (non-soap thickeners) に分類される。

石けん系増ちょう剤は、リチウム石けん系 (lithium soap), カルシウム石けん系 (calcium soap), 複合石けん系 (complex soaps) に大別される。

一方、非石けん系増ちょう剤は、粘土系 (clay/bentonite), シリカ系 (silica gel), 固体潤滑系 (graphite), フッ素樹脂系 (PTFE), 高分子系 (polyurea) など、多様な材料に基づく複数のカテゴ

リーに分けられる。本節では、これらの代表的な増ちょう剤について、特徴と使用用途を比較しながら整理する。

リチウム石けんは、12-ヒドロキシステアリン酸(12-HSA)を用いた系が標準であり、機械的安定性、耐水性、耐熱性のバランスが良い。実用温度は約120°Cまで安定しており、低温では硬化しポンプ性が低下するものの、総合性能に優れるため最も普及している。

カルシウム石けんは、従来の含水型は低温に弱かったが、無水カルシウム石けんの普及により、耐水性が非常に高く110°C級の耐熱性も確保される。粘着性が強く、海洋機械、農業機械、建設機械などの水環境で広く使われる。

複合石けんは、高温用途を意識して発展した増ちょう剤である。リチウム複合石けんは滴点(dropping point)が200°C級と高く、機械安定性と荷重支持能力に優れるため、自動車・鉄鋼設備の高温軸受で用いられる。アルミニウム複合石けんは滴点が240°C以上と非常に高く、耐水性も極めて良好で、低濃度でも十分なちょう度が得られるためポンプ送給性に優れる。カルシウム複合石けんは極圧性能が突出しており、250°C級のdropping pointを示し、重荷重軸受や建設機械で使用される。

非石けん系増ちょう剤としてまず挙げられる粘土系(ベントナイト／クレー)は、無機フィラーで滴点を持たず、理論上は高温まで構造が残る。ただし油分離が大きく、給脂配管で詰まりが生じやすいため、現在は限定用途にとどまる。シリカゲルは弾性が小さくポンプ送給性に優れるが、同様に油離れが大きく中央給脂には適さない。

固体潤滑型のグラファイトグリースは、キャリア油が揮発した後もグラファイトの層状構造が高温潤滑を維持し、製鉄設備などの極限高温環境で使用される。PTFE系増ちょう剤は、基油にPFPEを用いた極めて化学安定な系で、酸・アルカリ・溶剤・酸素などの特殊環境、さらには真空用途に対応する。

高分子系のポリウレアは、イソシアネートとアミンからなる有機ポリマーによるネットワークで、高温安定性・酸化安定性・寿命特性に優れ、密閉軸受の長寿命グリースとして広く使用される。機械安定性も良好だが、低温で硬化しやすい点は注意点である。

本節の内容は文献^[19]を参考に構成した。

2.3.2 グリースの性質と流動特性

2.4 添加剤

2.4.1 油性向上剤

2.4.2 極圧剤

2.4.3 粘度指数向上剤

2.4.4 酸化防止剤

2.4.5 流動点降下剤

2.5 グリースの試験法

2.5.1 ちよう度試験

2.5.2 滴点

2.5.3 離油度

2.6 重回帰分析の基本原理

重回帰分析は、原因となる複数の説明変数 x_j ($j = 1, 2, \dots, p$) が、結果となる n 組の目的変数（被説明変数） y_i ($i = 1, 2, \dots, n$) に対してどのような影響を与えていているのかを明らかにする手法である^[21]。線形重回帰モデルは、一般に、

$$y_i = \beta_0 + \sum_{j=1}^p \beta_j x_{ij} + \varepsilon_i \quad (i = 1, 2, \dots, n) \quad (2.10)$$

で表される。 β_j は回帰係数、 ε_i は誤差項を表す。この式をベクトルと行列を用いて表すと、

$$\mathbf{y} = \mathbf{X}\boldsymbol{\beta} + \boldsymbol{\varepsilon} \quad (2.11)$$

となる。ここで、 \mathbf{y} は目的変数に関する n 個のデータからなる n 次元観測値ベクトル、 \mathbf{X} は p 個の説明変数に関するデータに、切片に対応する 1 を加えた $n \times (p + 1)$ 行列で計画行列と呼ばれる。また、 $\boldsymbol{\beta}$ は $(p + 1)$ 次元回帰係数ベクトル、 $\boldsymbol{\varepsilon}$ は n 次元誤差ベクトルである。

2.6.1 最小二乗推定

最小二乗法は、誤差の 2 乗和を最小にするような回帰式を、観測データに最もよく適合するモデルとみなす方法である。この最小二乗法は、誤差項や計画行列に以下の仮定をおく^[22]。

仮定 1 : $E(\varepsilon_i \varepsilon_j) = 0$ ($i \neq j$)

仮定 2 : $E(\varepsilon_i) = 0$

仮定 3 : $E(\varepsilon_i^2) = \sigma^2$

仮定 1 は誤差項が互いに無相関であることを表す（無相関であるが、必ずしも独立なわけではない）。仮定 2 は、誤差の平均がゼロになることを示している。

線形回帰モデルの誤差ベクトルは、回帰係数ベクトル $\beta = (\beta_0, \beta_1, \dots, \beta_p)^T$ によって決まる。ここで、誤差の二乗和（残差平方和、Residual Sum of Squares, RSS） $\mathbf{S}(\beta)$ は、

$$\mathbf{S}(\beta) = \sum_{i=1}^n \varepsilon_i^2 = \boldsymbol{\varepsilon}^T \boldsymbol{\varepsilon} = (\mathbf{y} - \mathbf{X}\beta)^T (\mathbf{y} - \mathbf{X}\beta) \quad (2.12)$$

と表され、この残差平方和を最小にする $\hat{\beta} = (\hat{\beta}_0, \hat{\beta}_1, \dots, \hat{\beta}_p)^T$ を求める。式 (2.12) は、

$$\mathbf{S}(\beta) = (\mathbf{y} - \mathbf{X}\beta)^T (\mathbf{y} - \mathbf{X}\beta) = \mathbf{y}^T \mathbf{y} - 2\mathbf{y}^T \mathbf{X}\beta + \beta^T \mathbf{X}^T \mathbf{X}\beta \quad (2.13)$$

より、 β で偏微分を行い、それがゼロになればよい。よって式 (2.13) は、

$$\frac{\partial \mathbf{S}(\beta)}{\partial \beta} = \frac{\partial}{\partial \beta} (\mathbf{y}^T \mathbf{y} - 2\mathbf{y}^T \mathbf{X}\beta + \beta^T \mathbf{X}^T \mathbf{X}\beta) = -2\mathbf{X}^T \mathbf{y} + 2\mathbf{X}^T \mathbf{X}\beta = \mathbf{0} \quad (2.14)$$

の解 $\hat{\beta}$ として与えられる。式 (2.14) は正規方程式と呼ばれ、もし $\mathbf{X}^T \mathbf{X}$ に逆行列が存在すれば、最小二乗推定値 $\hat{\beta}$ は

$$\hat{\beta} = (\mathbf{X}^T \mathbf{X})^{-1} \mathbf{X}^T \mathbf{y} \quad (2.15)$$

で与えられる。この最小二乗推定値を係数を持つ式

$$y = \hat{\beta}_0 + \hat{\beta}_1 x_1 + \dots + \hat{\beta}_p x_p = \hat{\beta}^T \mathbf{x} \quad (2.16)$$

が線形回帰式である。ただし、 \mathbf{x} は、 p 個の説明変数 x_1, x_2, \dots, x_p に対して、切片 β_0 に対応する 1 を加えた $\mathbf{x} = (x_1, x_2, \dots, x_p)^T$ とする。

各測定点での回帰式を用いた予測点 \hat{y}_i は、測定点（観測点） y_i と残差 e_i を用いて、

$$\hat{y}_i = \hat{\beta}_0 + \hat{\beta}_1 x_{i1} + \dots + \hat{\beta}_p x_{ip} = \hat{\beta}^T \mathbf{x}_i, \quad e_i = y_i - \hat{y}_i, \quad (i = 1, 2, \dots, n) \quad (2.17)$$

と与えられる。ただし、 $\mathbf{x}_i = (1, x_{i1}, \dots, x_{ip})^T$ とする。さらに、これらを第 i 成分にもつ n 次元予測値ベクトル \mathbf{y} 、残差ベクトル \mathbf{e} を

第3章 実験装置

本研究では、グリースの温度依存性を評価するために、密着強度およびちょう度の測定を各温度条件下で実施した。具体的には、-20 °C から 180 °C の範囲において、以下の 2 種類の実験を行った。まず、JIS K 2220 に規定された 1/2 円錐を用いた不混和ちょう度試験により、温度によるちょう度の変化を測定した。次に、グリースとナイロン 66 との密着強度の温度依存性を評価する実験を実施した。以下に、各試験方法について詳細に述べる。

3.1 実験に使用したグリース

本研究では、4 種類のグリースを試料として使用した。各グリースは、基油の種類や増ちょう剤が異なる代表的な市販製品であり、それぞれ Grease A ~Grease D として記載する。表 3.1 に、各グリースの一般的な物性を示す。なお、一部の項目はメーカー公表値を引用した。表に示した代表物性は参考値であり、本研究で使用した実験条件下での特性は後述の実験結果に示す。

Table 3.1. General properties of greases used in this study.

Grease	Base oil	Thickener	Worked pen. ^(a) [dmm]	Temp. range [°C]
A	Mineral oil	Li soap	250 (No.3)	-50~150
B	Synthetic hydrocarbon oil	Li soap	220~250 (No.3)	-50~150
C	Mineral oil	Urea	325 (No.1)	-20~200
D	Synthetic hydrocarbon oil	Li+Na soap	272 (No.2)	-49~150

^(a) Worked penetration (pen.) measured with a standard cone at 25 °C after 60 strokes (JIS K 2220)^[27].

Representative physical properties of each grease are based on manufacturers' technical data sheets (1) – (4).

3.2 1/2 円錐を用いたちょう度測定試験

本試験では、グリースのちょう度を評価するため、JIS K 2220 に準拠した 1/2 円錐を用いた不混和ちょう度試験を実施した。規格では 25 °C における測定方法が定められているが、本研究では温度によるちょう度の変化を確認するため、25 °C を基準として、それ以上の複数の温度条件下でも同一の手法により測定を行った。

3.2.1 JIS K 2220 に準拠した 1/2 円錐を用いた不混和ちょう度試験の原理

本試験は、規定温度（25 °C）において、JIS K 2220 に準拠した 1/2 円錐を用いて、グリースの不混和ちょう度を測定するものである。円錐を試料が充填された金属容器内に自由落下させ、5 秒間静置後の進入深さを 0.1 mm 単位で測定し、その値を 10 倍したものをちょう度とする^[27]。測定値は、JIS Z 8401 に定められた丸め規則 B に従い、丸め幅 1 で表記した^[27,28]。

なお、1/2 円錐を用いたちょう度試験は、標準円錐を用いたちょう度試験の代替を目的としたものではなく、異なる条件下での測定手法として位置付けられている点に留意する必要がある^[27]。また、不混和ちょう度は、使用中のグリースの硬さを混和ちょう度ほど明確に反映しないことが知られている^[27]。

3.2.2 1/2 円錐を用いたちょう度測定の試験装置および器具

図 3.1 に、本実験で使用した 1/2 円錐を用いたちょう度測定試験装置の外観を示す。装置は、円錐保持機構、静圧軸受、デジタルカメラ、および自作の支持構造から構成される。円錐およびその保持軸には、離合社製（型式 872）の 1/2 円錐試験器を用いた。保持軸の滑らかな自由落下を実現するため、静圧軸受には東海カーボン製のグラファイトを採用した。円錐の進入深さの記録には、Sony 製デジタルカメラ ZV-1F で図 3.1 に示す通り、真横から持ち上げた 1/2 円錐を撮影し、画像解析ソフト ImageJ により解析を行った。

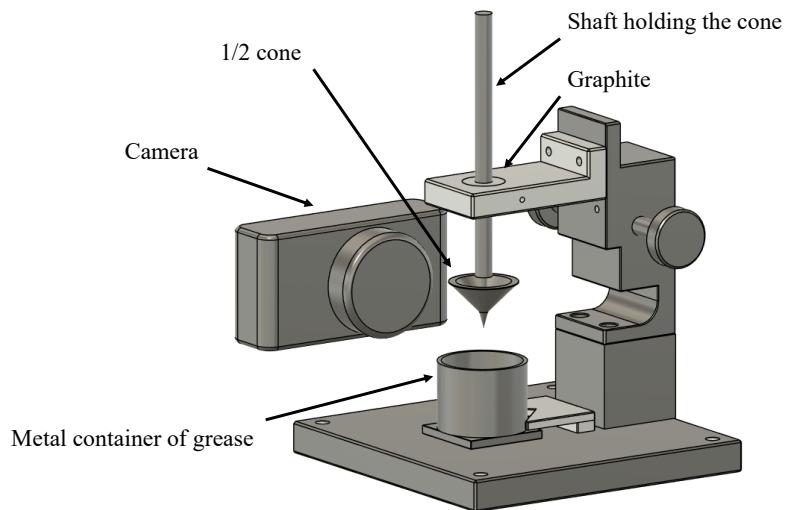


Fig.3.1. External view of the penetration measurement test device.

1/2 円錐

本試験で使用した 1/2 円錐は、離合社製（型式 872）のものであり、JIS K 2220 に基づいて設計・校正されており、質量は 22.50 g である。図 3.2 に 1/2 円錐の寸法を示す。

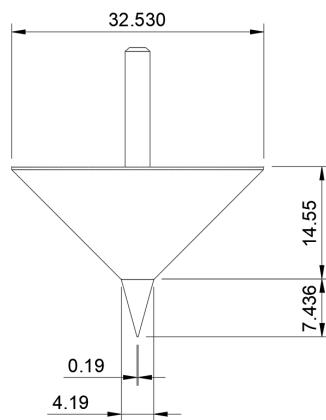


Fig.3.2. Dimensions of the 1/2 cone used in the experiment. All dimensions in the diagram are in mm.

試料を入れる金属容器

試料（グリース）を充填する金属容器は、円筒と底板を瞬間接着剤で隙間なく接合して作製した。図 3.3 に示すように、内径 38.1 mm、高さ 31.8 mm の円筒と底板を瞬間接着剤で接合して作製した。底板は、隙間からの漏れを防ぐために丁寧に接着した。測定後はハンマーで容器を分解し、各部品を洗浄・乾燥のうえ、再接着して再使用した。

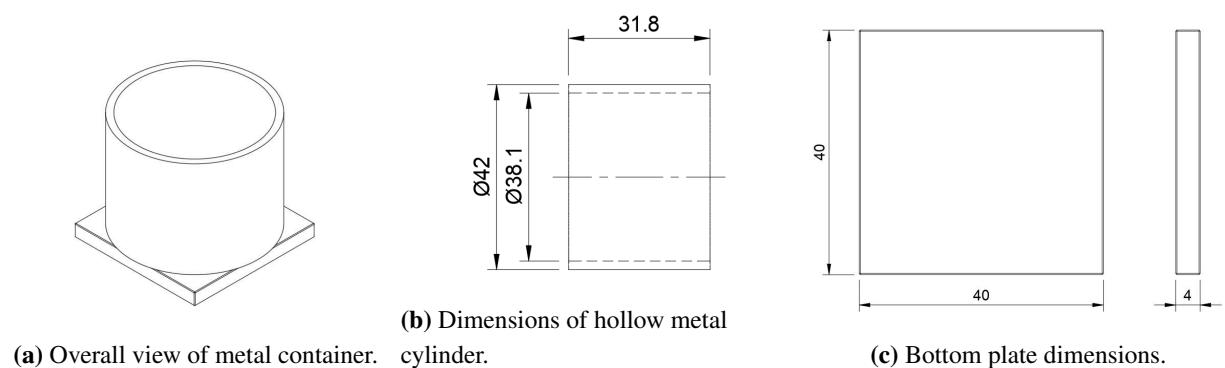


Fig.3.3. Overview of metal containers based on JIS K 2220. All dimensions in the diagram are in mm.

恒温槽

試料の加熱および低温保持には、恒温槽を用いた。高温域（20～180°C）の試験には恒温乾燥器 ONW-300（アズワン株式会社製）を2台使用し、異なる温度条件下で同時に試験を実施した。本装置の槽内温度範囲は20～300°Cであり、温度制御にはマイコン式PID制御が用いられている。設定温度に対する精度は、300°C設定時において庫内無負荷時の温度分布幅が12°Cである。測定前には、設定温度に達してから40分間以上温度を安定させた後に試料を投入した。試料は槽内中央に設置し、扉の開閉による温度変動を避けるため、観察および操作は最小限に留めた。

一方、低温域（-20～20°C）の試験には、プログラム温湿度調整器 HP-103（いすゞ製作所製）を使用した。この装置は湿度制御機能も備えているが、本研究では温度制御のみを利用した。

K型熱電対およびデータロガー

恒温槽内で加熱している試料の内部温度および槽内温度を測定するために、K型熱電対とGRAPHTEC製データロガーGL240を使用した。温度は20秒間隔で記録し、フィルタ値は5に設定した。本実験ではK型熱電対を4本使用した。2台の恒温槽を用いたため、Ch1を1台目の恒温槽内の温度測定に、Ch2を1台目の恒温槽内に静置した試料の内部温度測定に用いた。同様に、Ch3を2台目の恒温槽内の温度測定に、Ch4を2台目の恒温槽内に静置した試料の内部温度測定に使用した。なお、試料内部温度を測定する熱電対は、試料の中心からわずかにずれた位置に挿入した。K型熱電対を試料に挿入した様子を図3.4に示す。



Fig.3.4. A K-type thermocouple was inserted into a metal container filled with grease. The thermocouple was inserted near the center of the grease but slightly shifted from the central axis of the container. The photograph was taken inside a thermostatic chamber.

3.2.3 1/2円錐を用いる不混和ちよう度試験の手順

本試験で行った具体的なちよう度試験の手順を示す。

試料の準備

本試験では、同一試料に対して4つの金属容器を用意した。

試料を容器に半分程度充填した後、金属容器を机に叩きつけるように落とし、試料中に混入した気泡を除去した。その後、容器に再度試料を追加して満杯とし、再充填と気泡除去操作を複数回繰り返すことで、試料を密実に充填した。この際、試料をかき混ぜたり攪拌したりしないよう注意を払った。

試料表面の整形には、へらを試料面に対して約45°の角度で傾け、金属容器の上縁に沿って滑らせながら余分な試料を除去し、表面を平滑に整えた。整形後は、測定までの間、試料表面にへら等で触れないように取り扱った。

以上の手順で準備した4つの試料のうち、1つにはK型熱電対を挿入し、内部温度が目標値に達しているかを確認するために使用した。残りの3つの容器をちょうど度測定に用いた。

測定前の恒温処理手順

準備した4つの金属容器を恒温槽に静置し、運転を開始した。

24時間後、熱電対により試料内部の温度が目標値に達したことを確認し、ちょうど度測定を実施した。本試験では、JIS K 2220に規定されている25°Cに加え、40°Cから160°Cまで、20°C刻みで温度条件を設定し、測定を行った。

ちょうど度測定手順

恒温槽内の試料が目標温度に達していることをデータロガーで確認後、試料を素早く取り出し、図3.1に示すV字型の位置固定具に金属容器を設置した。

ちょうど度が97を超える試料では、1/2円錐を金属容器の中心に1回だけ落下させ、1容器あたり1回のみ測定を行った^[27]。一方で、ちょうど度が97以下の試料については、1つの容器内で3回の測定を実施した^[27]。この場合、測定位置は金属容器の中心から外側に向かって等間隔に3点を選び、互いに約120°間隔となるよう配置した。また、円錐が容器の縁や前回の測定跡に干渉しないよう十分に注意して測定を行った^[27]。測定位置の例を図3.5に示す。

位置決め完了後、図3.1に示す円錐につながる保持軸を手で支えて、円錐の先端が試料表面に触れる直前の高さに静止させた。その後、手を離して円錐を自由落下させ、落下開始から5±0.5秒後に保持軸を持ち上げて円錐を回収し、円錐の真横からデジタルカメラで撮影を行った。

この手順を、残り2つの試料を充填した金属容器についても同様に実施した。

洗浄および再使用

試験終了後、金属容器から試料を取り出し、ハンマーを用いて容器を円筒部と底板に分離した。その後、円錐・円筒部・底板・金属へらをアセトンに一定時間浸漬し、油分がある程度除去

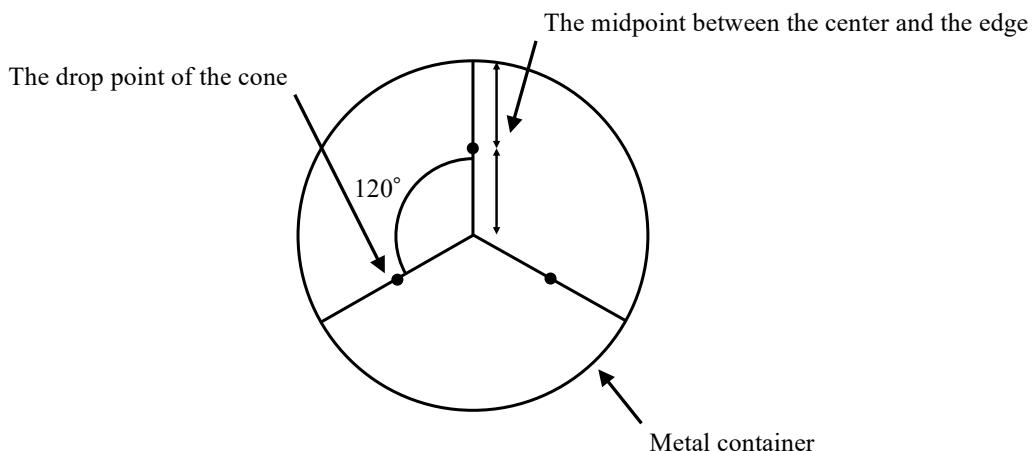


Fig.3.5. Measurement position for samples with a penetration of 97 or less.

された時点で、ブラシを用いて洗浄した。洗浄後は各部品を乾燥させ、円筒部と底板を瞬間接着剤で再接着し、次の実験に金属容器として再使用した。接着の際には、円筒と底板の間に隙間が生じないよう十分に注意した。

円錐の進入深さの計測

実験終了後、デジタルカメラで撮影した画像を ImageJ に取り込み、1 画像あたり 3 回、1 条件につき計 9 回の進入深さを測定した。計測精度は、0.1 mm 単位とした^[27]。

不混和ちょう度の計算方法

円錐の進入深さのデータを 10 倍して得られた値の平均を、ちょう度とした^[27]。得られたちょう度は、JIS Z 8401 規則 B^[28] に従い、丸め幅 1 で丸めた。

3.3 グリースの密着強度測定試験

本試験では、転がり軸受用グリースとナイロン 66 との密着強度を評価するため、グリース内に埋め込まれたナイロン 66 製円筒を引き上げる引張試験を実施した。

3.3.1 グリースの密着強度試験の原理

本試験では、試料で満たした金属容器の中心にナイロン 66 製円筒を垂直に静置し、その後、電動スライダを用いて円筒を一定速度で鉛直方向に引き上げた。円筒が静止状態から移動を開始した時点以降の引き上げ力をロードセルにより計測し、この荷重をグリースと円筒表面との密着強度評価に用いた。

さらに、円筒を容器外まで引き上げた後も、グリースの粘性により円筒下端と容器内のグリー

スが糸を引くように連結する現象が観察された。この連結が完全に切断される瞬間の荷重も計測対象とした。なお、米国の大学における先行研究では、この切断時の荷重を密着強度として定義しており、本研究でも同様の観点から評価を行った。

得られた密着強度は、それぞれの荷重を円筒表面のグリース付着面積で除した応力として算出した。

3.3.2 密着強度測定の試験装置および器具

図 3.6 にグリースとナイロン 66 の密着強度試験装置の外観を示す。装置は、ナイロン 66 製円筒の引上げ機構と荷重計測器で構成される。円筒の引上げは、プーリーを介して電動スライダを用い、定速で引上げを行った。荷重の測定は、微荷重ロードセルを電動スライダに取付けて使用した。

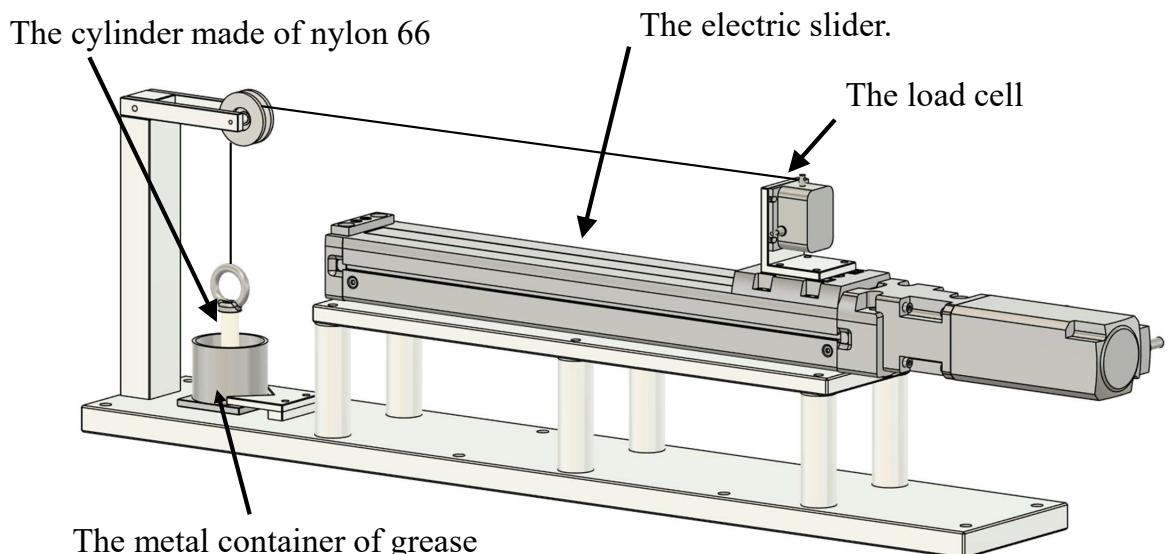


Fig.3.6. External view of the Adhesion strength testing device.

ナイロン 66 製円筒

グリースとナイロン 66 との密着強度を測定するための円筒は、図 3.7 に示す形状とした。引上げに使用する糸を付けるために、円筒上部には、アイボルトを取付けた。円筒とアイボルトを含めた全体の質量は、20.30 g で、外観図を図 3.8 に示す。

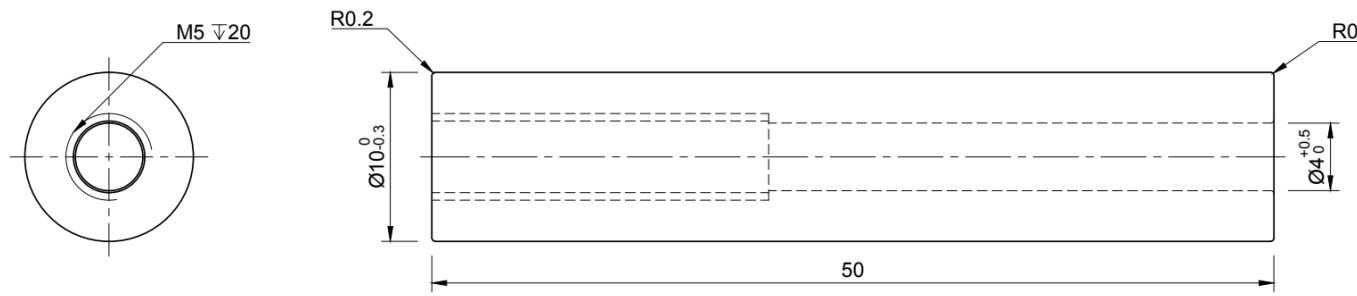


Fig.3.7. Shape of the nylon cylinder.



Fig.3.8. Shape of the nylon cylinder. The blue part is made of nylon 66, and a stainless steel eye bolt is fastened with a screw.

試料を入れる金属容器

試料(グリース)を充填する金属容器は、図3.3に示す円筒と、一部を加工した底板を瞬間接着剤で隙間なく接合して作製した。底板中央には、ナイロン66製円筒を垂直に設置できるよう、図3.9に示すような深さ1mmの溝を加工した。

円筒引上げ機構

ナイロン製円筒を糸で引き上げる機構である。引上げにはオリエンタルモータ製電動スライダEZSM3E025AZMCを用いた。図3.8に示すように、プーリを介して垂直方向の引上げ動作を水平方向の運動に変換した。

ロードセル

本実験に用いるロードセルの選定にあたり、イマダ製プッシュプラスケールPS-500Nを用いて、グリースとナイロンの密着強度を簡易的に評価する引張試験を行った。図3.10に示すよう

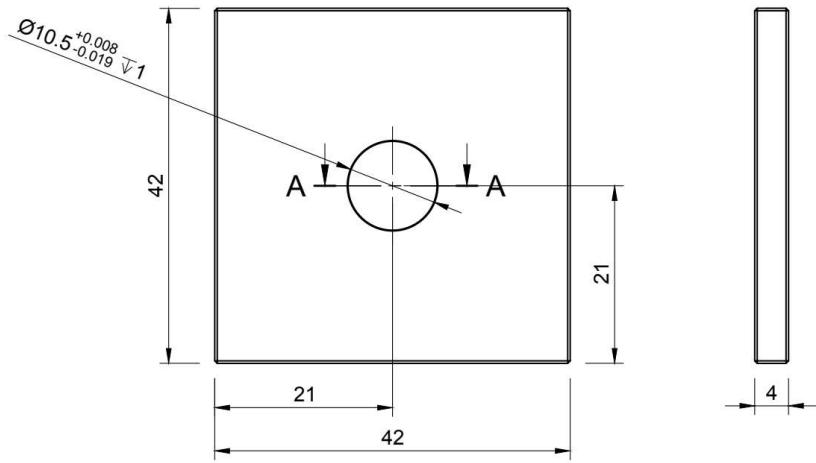


Fig.3.9. Bottom plate of the metal container used for adhesion strength test. The cylindrical part is the same as that shown in Fig.3.3, and a 1 mm groove was machined at the center to vertically position the nylon 66 cylinder.

に、図3.8の円筒とプッシュプラスケールを黄色い糸で結び、予備引上げ試験を実施した。

includegraphics[width=60mm]images/密着強度予備試験.pdf

Fig.3.10. Preliminary adhesion strength test.

その結果、最大引張荷重は約3Nであった。この結果に基づき、図3.6に示す密着強度測定器には、10Nまで測定可能なオリエンタルモータ製微荷重ロードセルLVS-1KAを採用した。

3.3.3 グリースの密着強度試験の手順

つまり、図??により、

$$N = \frac{1}{2} \rho V_a^2 C_N \alpha \cdot \alpha S \quad (3.1)$$

第4章 実験方法

第5章 結果

5.1 1/2 円錐を用いた不混和ちよう度試験の結果

5.2 グリースとナイロン66の密着強度測定試験の結果

第6章 考察

謝辞

本研究にあたり多大なご指導を賜りました野口教授に深く感謝申し上げます。また、日頃よりご助言いただいた研究室の皆様にも厚く御礼申し上げます。

参考文献

- [1] Osborne Reynolds, "IV. On the theory of lubrication and its application to Mr. Beauchamp tower's experiments, including an experimental determination of the viscosity of olive oil." , (1886).
- [2] Goldstein, "Modern developments in fluid dynamics" , Dover Publications, Vol.2 (1965), p.676.
- [3] Elrod, Harold G., Jr., "A derivation of the basic equations for hydrodynamic lubrication with a fluid having constant properties" , Quart. Appl. Math. 17 (1960), pp.349-359.
- [4] D. Dowson, "A generalized Reynolds equation for fluid-film lubrication" , International Journal of Mechanical Sciences, Vol.4 (1962), pp.159-170.
- [5] Dowson, D. and Higginson, G. R., "Elastohydrodynamic Lubrication" , Pergamon, (1966).
- [6] D. Dowson, G. R. Higginson, "A Numerical Solution to the Elasto-Hydrodynamic Problem", Journal of Mechanical Engineering Science, (1959).
- [7] 山本雄二, 兼田楨宏, "トライボロジー (第2版)" , 第2版第1刷, 理工学社 (2010), pp.215-227.
- [8] 村木正芳, "図解トライボロジー 摩擦の科学と潤滑技術", 初版第1刷, 日刊工業新聞社 (2007), pp.125-145.
- [9] 一般社団法人日本機械学会, "JSME テキストシリーズ流体力学", 初版第15刷, 丸善出版 (2022), pp.3-7.
- [10] D. Lootens, P. Hebraud, E. Lecolier and H. Van Damme, Gelation, "shear-thinning and shear-thickening in cement slurries.", Oil Gas Sci Technol. 59:1 (2004), pp.31-40.
- [11] H. A. Barnes, "Shear-thickening (dilatancy) in suspensions of nonaggregating solid particles dispersed in Newtonian liquids.", J Rheol. 33:2 (1989), pp.329-366.
- [12] International Organization for Standardization, "ISO 3448 Industrial liquid lubricants- ISO viscosity classification", second edition, 1992.
- [13] ASTM International, ASTM D341, "Standard Practice for Viscosity-Temperature Charts for Liquid Petroleum Products" , 1993.
- [14] 日本産業規格, "JIS K 2283 原油及び石油製品 - 動粘度試験方法及び粘度指数算出方法", 2000.
- [15] Barus, C., "Isotherms, isopiestic and isometrics relative to viscosity" , American Journal of Science, Vol. 45, pp. 87 – 96, 1893.
- [16] Yasutomi, S., Bair, S., and Winer, W.O., "Modeling the Pressure and Temperature Dependence of Viscosity and Volume for Hydraulic Fluids," ASME Journal of Tribology, Vol. 106, No. 2 (1984), pp. 303 – 313.
- [17] Roelandts, C.J.A. , Correlational Aspects of the Viscosity – Temperature – Pressure Relationship of Lubricating Oils, Ph.D. Thesis, Delft University of Technology (1966).
- [18] Yasutomi, S. , Bair, S. , and Winer, W.O. , "An Application of a Free Volume Model to Lubricant Rheology I—Dependence of Viscosity on Temperature and Pressure," ASME Journal of Tribology, Vol. 106, No. 2 (1984), pp. 291 – 302.
- [19] Mortier, R.M., Fox, M.F., and Orszulik, S.T., Chemistry and Technology of Lubricants, 3rd ed. , Springer, London (2010).
- [20] 日本産業規格, "JIS K 2001 工業用潤滑油- ISO 粘度分類", 1993.
- [21] 小西貞則, "多変量解析入門 - 線形から非線形へ -", 初版第12刷, 岩波書店 (2010), pp.20-37.
- [22] 佐和隆光, "統計ライブラリー 回帰分析 (新装版)", 新装版第4刷, 朝倉書店 (2020), pp.55-85.

- [23] 協同油脂株式会社, ”低騒音性に優れ、使用温度範囲が広い-マルテンプ SRL 広温度範囲用ベアリンググリース”.
- [24] 協同油脂株式会社, ”安全データシート”, [マルテンプ LRL No.3][協同油脂株式会社][07-082], (2024).
- [25] 協同油脂株式会社, ”KYODO YUSHI GREASES”.
- [26] ENEOS 株式会社, ”マルティノック SDX 長寿命型高速回転軸受用グリース”, 商品紹介, (2024).
- [27] 日本産業規格, ”JIS K 2220 (ちょう度試験方法) ”, 2023.
- [28] 日本産業規格, ”JIS Z 8401 (数値の丸め方) ”, 2019.