

2020A1634

BL20XU

## X線 CT 法によるグリース中増ちょう剤の形態、分散状態に関する研究 Study on Shape and Dispersion State of Grease Thickener Using X-ray CT

木村 信治, 酒井 一泉  
Nobuharu Kimura, Kazumi Sakai

ENEOS 株式会社  
ENEOS Corporation

グリースの性能は、油中に分散された増ちょう剤の形態と分散状態の影響を大きく受けると考えられている。本研究では、X線 CT 法を用いて非破壊でグリース中に分散する増ちょう剤を可視化することで、増ちょう剤の形態、分散状態、そして分子構造とグリース性能との関係把握を試みた。その結果、グリースの性能と増ちょう剤の分散状態に相関があることが示唆された。

キーワード： グリース、増ちょう剤、X線 CT

### 背景と研究目的：

地球環境保護および温暖化防止の観点から、自動車や産業機器の更なる省エネルギー化が求められており、特に日本の全消費電力の 40%以上を占める産業用モーターの高効率化は重要視されている[1]。モーターには、軸を正確かつ滑らかに回転させる機能を有する玉軸受が主に使用されており（図 1）、その玉軸受には転動体（玉）と軌道面との金属接触を防ぎ、摩耗を防止するために潤滑剤としてグリースが封入されている。軸の回転に伴い発生するグリースの攪拌抵抗によってモーターの効率が低下する可能性があり、攪拌抵抗に対してはグリースの流動性が大きな影響を与える。グリースはエンジン油などの液体の潤滑油とは異なり、液体としての流動性を抑制して半固体状とするため、図 2 に示す増ちょう剤と呼ばれる親油性の強い固体を油に数～数十%程度分散させたものである。そのため、図 3 のような半固体状の様相を呈するが、使用する増ちょう剤の種類や量などによりグリースの流動性は異なる。このことから、増ちょう剤がグリースの流動性を支配すると考えられ、特にグリース中の増ちょう剤の形態や分散状態が流動性に大きな影響を与えられ、特にグリース中の増ちょう剤の形態および分散状態とグリース性能との関係を把握する必要がある。



図 1 玉軸受の外観[2]

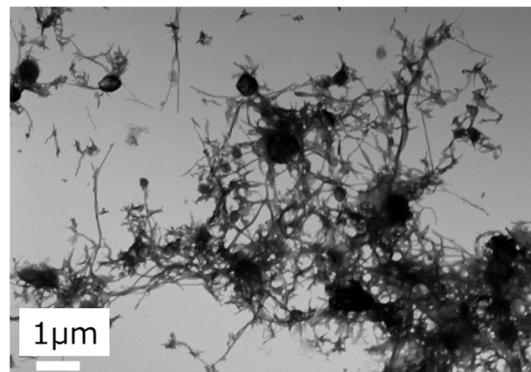


図 2 グリース増ちょう剤の STEM 像

そこで、本研究では X 線 CT 法を用いてグリース中の増ちょう剤を非破壊で可視化し、増ちょう剤の形態、分散状態と増ちょう剤の分子構造、グリース性能との関係の把握を試みた。

**実験：**

試料には、表 1 に示す増ちょう剤の種類が異なる 2 種類のグリースを用いた。グリース A のほうがグリース B よりも省エネ性に優れていることが分かっている。各グリースを充填した玉軸受の回転試験前および 2,000 min<sup>-1</sup> で 1 分、10 分、60 分の回転試験を行った 3 試料を X 線 CT 測定用の試料として試製した。

測定は BL20XU の位相コントラスト X 線ナノ CT を用いて行った[3]。回転試験実施後の玉軸受からグリースを回収し、針先に付着させたのちに実験ハッチ内の試料用回転ステージに設置した。CT 測定の主な条件は次の通りである。測定エネルギー 20keV、投影数 1800 枚/180° (0.1° ステップ)、各投影像の露光時間 500 ms、画素サイズ 42.1 nm。CT の再構成は、convolution back projection 法に基づいたビームライン提供の再構成ソフトを用い、合計 1252 レイヤー分の CT 再構成像を得た。



図 3 グリースの外観

表 1 グリース性状

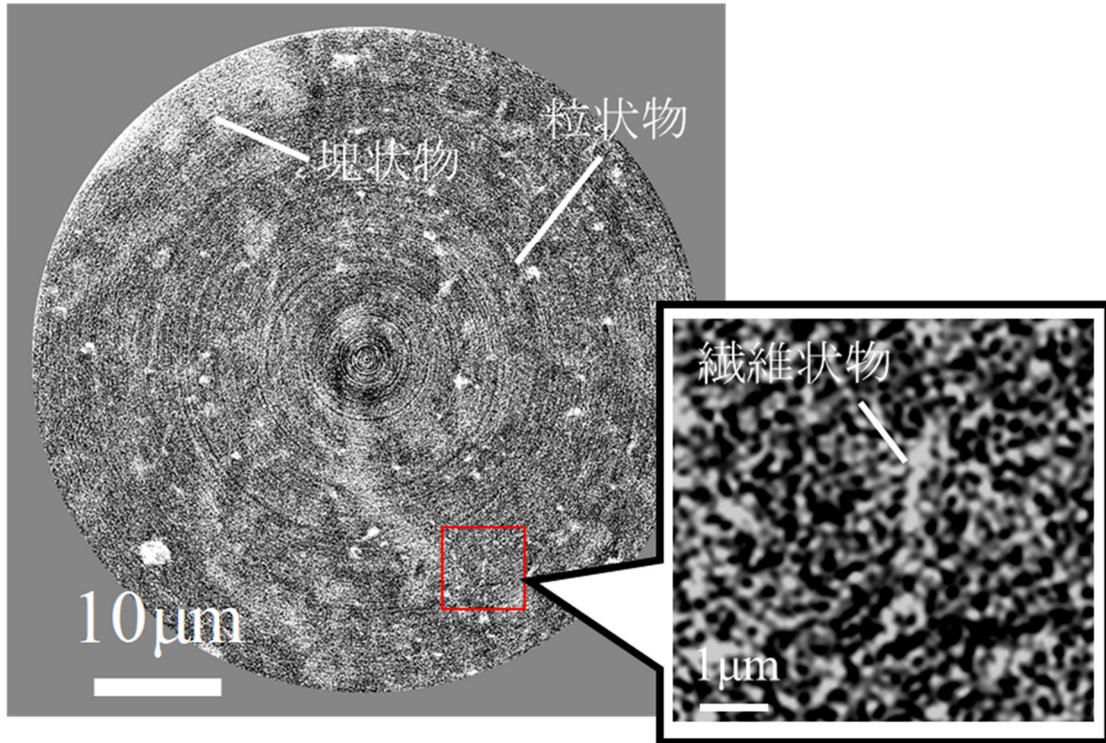
グリース		A	B
増ちょう剤	Li コンプレックス, %	12	-
	Li 石けん, %	-	14
混和ちょう度 (ISO 2137)		265	270
基油	鉱油 (API Group I)		
	動粘度, mm <sup>2</sup> /s	40℃	33.2
		100℃	5.6
	粘度指数		107

**結果および考察：**

まず、2 種類の回転試験前のグリースに対してナノ CT 測定を行った。得られたグリースの断層像を図 4 に示す。省エネ性の高いグリース A の増ちょう剤（白色部）は太さが数 100 nm、長さが 1~数 μm の繊維状物があり、加えて大きさが数~10 数 μm の塊状物および 1~数 μm の粒状物が多数認められた。一方、省エネ性が低いグリース B はグリース A と同様に太さが数 100 nm、長さが数 μm の繊維状物が認められ、また繊維状物が凝集したと推定される大きさが数 10 μm の凝集物も確認された。

次に、回転試験後のグリースに対してナノ CT 測定を行った。グリース A の結果を図 5 に示す。試験時間が 1 分、10 分、60 分の回転試験後、グリースは回転試験前と同様の大きさの繊維状物と塊状物が確認された。したがって、グリース A は回転試験後も増ちょう剤の形態や分散状態に変化がないことから、そのグリースの特性を維持していると推定される。一方、回転試験後のグリース B についてナノ CT 測定を行ったところ、図 6 に示すように試験時間 1 分、10 分、60 分の全ての試料において CT 測定中に気泡が発生したため、再構成画像を得ることができなかった。このことから、グリース B は機械的安定性が低いために回転試験後に X 線照射によりラジカルが発生しやすい状態（構造）に変化したと推定されるが、詳細な現象の解析までには至っていない。

グリースA



グリースB

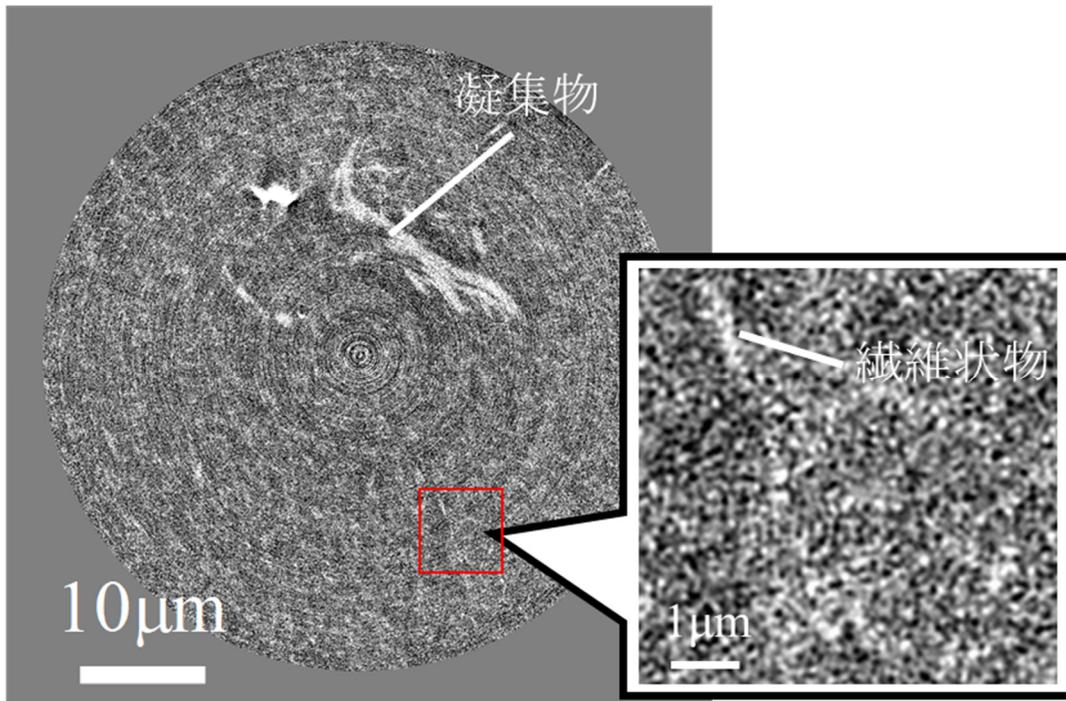


図4 回転試験前グリースのナノCT像

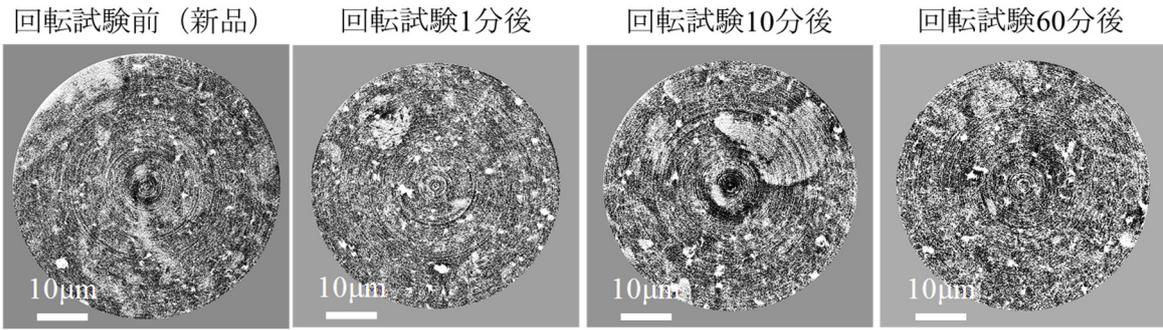


図5 回転試験前後のナノ CT 断層像 (グリース A)

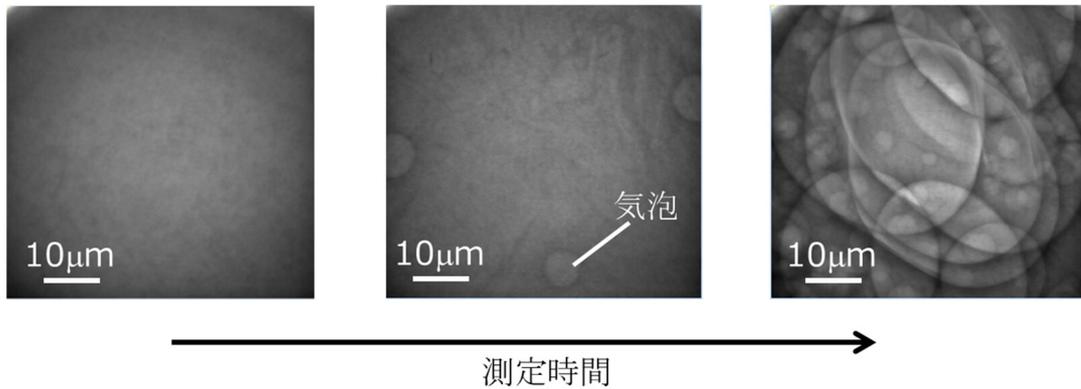


図6 回転試験 10 分後 (グリース B) を測定した際の透過像の経時変化

図7に回転試験前のグリース増ちょう剤の3次元における分散状態を把握するため、画像解析ソフト AVIZO (Thermo Fisher Scientific 製) を使用して増ちょう剤部分のみを抽出した結果を示す。グリース A は数  $\mu\text{m}$  程度の増ちょう剤が高分散しており、断層像で確認された塊状の部分もコントラスト差が小さいことから、増ちょう剤の凝集によるものではなくより微小な繊維が分散している可能性が考えられる。一方で、グリース B は微小な繊維状物の分散は確認できているものの数  $\mu\text{m}$  ~ 数十  $\mu\text{m}$  の増ちょう剤の凝集物が多く確認された。グリース中に含まれる増ちょう剤の凝集物は玉軸受回転時の抵抗や異音につながる可能性があり、増ちょう剤は細かく高分散してい

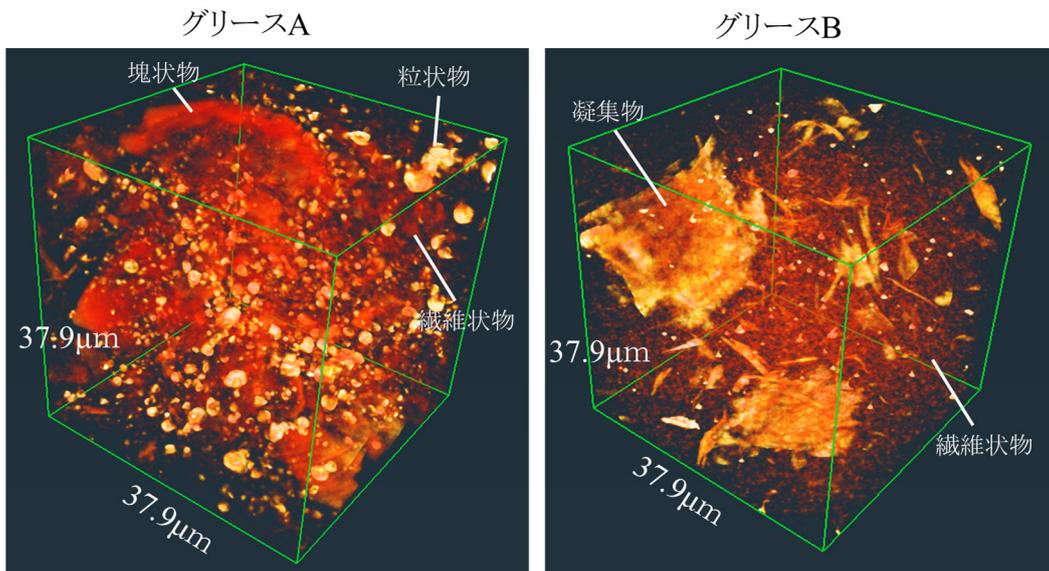


図7 グリース中の増ちょう剤のみを3次元で可視化

ることが望ましい。親油性の高い増ちょう剤が高分散することでグリース中の油分の保持能力高くなり油分が抜けることで発生するグリースの硬化も抑制される。凝集物が少なくより微小な繊維が分散したグリース A は機械的安定性が高く、油分を保持する能力も高いことから、増ちょう剤の分散性や凝集状態がグリース性能に影響することが示唆された。

**まとめ：**

本研究では、グリースの性能において重要な要素である増ちょう剤の形態と分散状態に焦点を当て、X線CT法を使用することによりグリース中の増ちょう剤を非破壊で可視化できることが確認された。3次元による形状および分散状態の解析から、増ちょう剤の大きさや分散性がグリース性能に影響することが示唆され、今後の高性能グリースの開発に向け有益な指針を得ることができた。

**参考文献：**

- [1] 財団法人エネルギー総合工学研究所、平成 21 年度省エネルギー設備導入促進指導事業報告書 IAE-0919107, (2010).
- [2] 木村信治 ら、日本中性子科学会誌、波紋, **31**(4), 162 (2021).
- [3] A. Takeuchi *et al.*, *Rev. Sci. Instrum.*, **92**, 023701 (2021).

---

(Received: January 11, 2024; Accepted: April 13, 2024; Published: June 28, 2024)