

JAERI - M  
90-010

グリースの高温下における放射線劣化の研究

I. 耐熱試験方法

1990年2月

曾田 孝雄<sup>\*</sup>・荒川 和夫・貴家 恒男  
中西 博<sup>\*</sup>・赤田 民生<sup>\*</sup>・廣濱 三男<sup>\*</sup>  
八木 徹也<sup>\*</sup>・萩原 幸・瀬口 忠男

日本原子力研究所  
Japan Atomic Energy Research Institute

JAERI-M レポートは、日本原子力研究所が不定期に公刊している研究報告書です。  
入手の問合わせは、日本原子力研究所技術情報部情報資料課（〒319-11茨城県那珂郡東海村）あて、お申しこしください。なお、このほかに財団法人原子力広済会資料センター（〒319-11 茨城県那珂郡東海村日本原子力研究所内）で複写による実費領布をおこなっております。

JAERI-M reports are issued irregularly.  
Inquiries about availability of the reports should be addressed to Information Division,  
Department of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura,  
Naka-gun, Ibaraki-ken 319-11, Japan.

© Japan Atomic Energy Research Institute, 1990

---

編集兼発行　日本原子力研究所  
印　　刷　　株原子力資料サービス

## グリースの高温下における放射線劣化の研究

### I. 耐熱試験方法

日本原子力研究所高崎研究所開発部

曾田 孝雄<sup>\*</sup>・荒川 和夫<sup>†</sup>・貴家 恒男

中西 博<sup>\*</sup>・赤田 民生<sup>\*</sup>・廣濱 三男<sup>\*</sup>

八木 徹也<sup>\*</sup>・萩原 幸<sup>†</sup>・瀬口 忠男

(1990年1月17日受理)

本報告書は、グリースの高温下における放射線劣化を明らかにするための研究の一環として耐熱試験方法について検討した。即ち、 $\gamma$ 線照射することを前提とした場合の耐熱試験方法を確立することを目的とした。高温下でのグリースの性状（ちょう度、遊離酸、離油度）は、グリースからの基油の蒸発量により影響される。基油の蒸発量は、グリースの厚みと容器の深さに依存した。ガラス容器の形状及びグリースの厚みと基油の蒸発量との関係を検討した結果、ガラス容器の深さを17mm、グリースの厚みを6mmとすることにより、JIS K-2220 B法の蒸発量と良く一致した。同一恒温槽で異種グリースを同時に熱処理するとき、試料容器に蓋をすることが必要であることが明らかとなった。

---

高崎研究所：〒370-12 群馬県高崎市綿貫町1233

<sup>\*</sup> 放射線高度利用研究推進室

<sup>†</sup> 株式会社松村石油研究所

Study on Radiation-Induced Deterioration of  
Grease at High Temperature

I. Test Method on Thermal Aging

Takao SODA<sup>\*</sup>, Kazuo ARAKAWA<sup>+</sup>, Tsuneo SASUGA  
Hiroshi NAKANISHI<sup>\*</sup>, Tamio AKADA<sup>\*</sup>, Mitsuo HIROHAMA<sup>\*</sup>  
Tetsuya YAGI<sup>\*</sup>, Miyuki HAGIWARA<sup>+</sup> and Tadao SEGUCHI

Department of Development  
Takasaki Radiation Chemistry Research Establishment  
Japan Atomic Energy Research Institute  
Watanuki-cho, Takasaki-shi, Gunma-ken

(Received January 17, 1990)

As a series of the studies on radiation-induced deterioration of grease at high temperature, this report presents a test method of thermal aging of greases which can be applied to the test of greases under the  $\gamma$ -irradiation at elevated temperatures. The grease properties (penetration, free acid, oil separation) are affected by an amount of base oil evaporated from the grease at high temperature. The base oil evaporation depends on depth of a vessel and thickness of the greases in the vessel for test. As results of the investigation of the evaporation of oil in relation to the shape the vessel and the thickness of the grease, the amount of evaporated oil when 17 mm deep glass vessel and 6 mm thick grease was equivalent to that observed by a test conducted using a JIS K-2220, B method. It was found that the sample vessel need to be put on the lid when the several kinds of grease samples are heated in the same oven at same time.

Keywords: Test Method, Grease, High Temperature, Radiation-Induced Deterioration, Evaporated Base Oil, Penetration, Thermal Aging

+ Office of Advanced Technology Project

\* Matsumura Oil Research Corp.

## 目 次

1. はじめに .....	1
2. 実験 .....	2
2.1 試料 .....	2
2.2 恒温槽及び試料容器 .....	2
2.3 グリースの性状及び基油の蒸発量の測定法 .....	2
3. 結果と考察 .....	3
3.1 試料の厚さと基油の蒸発量 .....	3
3.2 热処理容器の形状効果 .....	4
3.3 热処理用恒温槽の空気循環量の影響 .....	4
3.4 異種グリースの影響 .....	5
4. 耐熱試験方法 .....	5
4.1 耐熱試験の結果 .....	5
4.2 新規耐熱試験の方法・手順 .....	6
5. 結論 .....	7
6. あとがき .....	7
参考文献 .....	8
付録 .....	21

## Contents

1.	Introduction .....	1
2.	Experimental .....	2
2.1	Sample .....	2
2.2	Oven and sample vessel .....	2
2.3	Measurement method of grease properties and amount of evaporated base oil .....	2
3.	Results and discussion .....	3
3.1	Sample thickness and amount of evaporated base oil .....	3
3.2	Effect of vessel shape .....	4
3.3	Effect on air circulation rate of oven .....	4
3.4	Effect of different kind of greases .....	5
4.	Test Method on Thermal Aging .....	5
4.1	Results of Thermal Aging .....	5
4.2	New Test Method and Procedure for Thermal Aging .....	6
5.	Conclusion .....	7
6.	Postscript .....	7
	References .....	8
	Appendix .....	21

## 1. はじめに

原子力発電所等の各種原子力施設では、プラントの安全性・健全性を確保することが不可欠となっているとともに、使用される機器類の小型化・高性能化ならびにメンテナンスフリー化が指向されている。これにともない、炉周辺で使用されるグリース等各種有機材料についても健全性を評価することが必要となっており、万一、炉の事故に遭遇してもある程度の耐久性を確保するとともに、種々の災害を伝播させないなどの配慮が求められている。

グリースの劣化が各種の機器の故障の原因とならないようにするためにには、予め使用するグリースの性状変化を明らかにし、その寿命を評価しておくことが必要である。また作業員の被曝防止等の観点から機器の保守またはグリースの交換回数の減少などが望まれている。

グリースは放射線環境下でかつ比較的温度の高い部分や場所に使用される。例えば高速増殖炉環境の温度は通常は運転時で 50°C、異常時で最高 425°C (5 分間), 160°C (10 時間) となることが予想されており、かつナトリウムの誘導放射能による強い放射線に曝される<sup>1)</sup>。このような環境下においても一次冷却配管などを支持する防振器（メカニカルスナッパ）にはグリースによる潤滑が要求されている。

最近著者らは耐放射線性に優れた潤滑油<sup>2)</sup>及びグリース<sup>3)</sup>を開発した。しかしながら高温下でかつ放射線環境でグリースの性状変化を調べ、その寿命を評価した報告はほとんど無い。また耐熱・耐放射線性グリースは開発されていない。そこで我々は高温下でのグリースの性状変化を明らかにし、その耐放射線性と寿命を評価すること、さらにここで得られた知見を基にして耐熱・耐放射線性グリースを開発することを目的とした。

グリースを比較的高温で加熱した場合、グリース中に含まれている基油が蒸発し、この蒸発量は基油の分子量と温度により支配される。基油の蒸発により、グリースの基油と増ちょう剤の組成割合の変化にともないちょう度などの性状に影響を与える、さらに加熱による基油の分解や架橋により基油自身が変質し、その結果グリースの性状に影響をもたらすことが知られている。グリースの耐熱試験法には JIS K-2220 に蒸発量試験として A 法と B 法が規定されている<sup>\*4)</sup>。A 法は毎分 5 ~ 6 回転での速さで回転する円盤を備えた 105°C で恒温空気浴中で 8 時間加熱した後の重量減から求める方法であり、B 法は試料を規定温度に保った浴中で、加熱空気を試料表面に 22 時間通じ、試料重量の減少から蒸発量を算出するものである。しかしながら、(1) JIS K-2220 の試験目的は、短時間熱劣化（最大 24 時間）の測定法であり、長期間の熱劣化の測定をしていない。(2) JIS K-2220 の A 法、B 法ともに放射線を照射する場合、試験装置の構造上、線量率を均一にすることが困難である。かつ、(3) グリースの性状変化や寿命評価を検討するためには数多くの試料を高温下で照射することが必要であるが、JIS に規定されている装置を何台も照射室内に並べて試験することは現実的でない、従って、熱・放射線環境下でのグリースの性状変化を調べるためにには多量の試料を同時に熱処理することが可能な加熱装置を用いることが必要

---

\* ) JIS K-2220 蒸発試験法については付録に示す。

であり、この加熱装置を用いて高温下でのグリースの耐熱試験方法について検討しなければならない。そこで本報告では恒温槽を用い、耐熱試験方法の検討の基本を加熱条件と基油の蒸発量との関係を明らかにすることに置き、さらにちょう度、離油度及び遊離酸等の性状変化について述べる。

## 2. 実験

### 2.1 試料

耐熱試験方法の検討に用いたグリースは、APL-700, RG-42-2 及び RG-42-0 であり、試料グリースの性状を表1に示す。APL-700 は鉛油／シリカグリースであり、使用されている基油と増ちょう剤が最も一般的なものでかつ耐放射線性グリースとして広く市販されているものである。RG-42-2 及び RG-42-0 はいずれもベントナイト／ポリフェニルエーテル油グリースで著者らが開発したもので、30MGy 照射しても性状変化は大変少なく耐放射線性に優れたグリースであり、かつ基油の分子量も明らかなものである<sup>3)</sup>。いずれのグリースも市販のものをそのまま使用した。

### 2.2 恒温槽及び試料容器

グリースの熱処理試験に用いた熱風循環式恒温槽を図1に示す。この恒温槽の温度範囲は室温～200°C、温度分布は100°Cのとき±0.5°C、200°Cのとき±1.5°Cである。槽内の風速は槽中央縦断面で平均1m/sであり、槽内の風量はほとんどコントロールすることは出来ないが、この恒温槽にはダンパーが設けられており、ダンパーの角度を調整することにより槽内の空気を循環一排気(0～90°)の関係をある程度調整することが可能である。

試料グリースを入れる容器には内径及び高さの異なったシャーレを用い、熱処理条件を検討した。

### 2.3 グリースの性状及び基油の蒸発量の測定法

グリースの性状測定は以下の方法を用いた。

#### (1) 1/4 ちょう度試験方法 (JIS K-2220 準拠)

ちょう度には不混和ちょう度と混和ちょう度があるが、ここでは混和ちょう度を単にちょう度と呼ぶことにする。

#### (2) 遊離試験方法 (JIS K-2220 準拠)

#### (3) 離油度試験方法 (JIS K-2220 準拠)

#### (4) 蒸発量の測定方法

であり、この加熱装置を用いて高温下でのグリースの耐熱試験方法について検討しなければならない。そこで本報告では恒温槽を用い、耐熱試験方法の検討の基本を加熱条件と基油の蒸発量との関係を明らかにすることに置き、さらにちょう度、離油度及び遊離酸等の性状変化について述べる。

## 2. 実験

### 2.1 試料

耐熱試験方法の検討に用いたグリースは、APL-700, RG-42-2 及び RG-42-0 であり、試料グリースの性状を表1に示す。APL-700 は鉛油／シリカグリースであり、使用されている基油と増ちょう剤が最も一般的なものでかつ耐放射線性グリースとして広く市販されているものである。RG-42-2 及び RG-42-0 はいずれもベントナイト／ポリフェニルエーテル油グリースで著者らが開発したもので、30MGy 照射しても性状変化は大変少なく耐放射線性に優れたグリースであり、かつ基油の分子量も明らかなものである<sup>3)</sup>。いずれのグリースも市販のものをそのまま使用した。

### 2.2 恒温槽及び試料容器

グリースの熱処理試験に用いた熱風循環式恒温槽を図1に示す。この恒温槽の温度範囲は室温～200°C、温度分布は100°Cのとき±0.5°C、200°Cのとき±1.5°Cである。槽内の風速は槽中央縦断面で平均1m/sであり、槽内の風量はほとんどコントロールすることは出来ないが、この恒温槽にはダンパーが設けられており、ダンパーの角度を調整することにより槽内の空気を循環一排気(0～90°)の関係をある程度調整することが可能である。

試料グリースを入れる容器には内径及び高さの異なったシャーレを用い、熱処理条件を検討した。

### 2.3 グリースの性状及び基油の蒸発量の測定法

グリースの性状測定は以下の方法を用いた。

#### (1) 1/4 ちょう度試験方法 (JIS K-2220 準拠)

ちょう度には不混和ちょう度と混和ちょう度があるが、ここでは混和ちょう度を単にちょう度と呼ぶことにする。

#### (2) 遊離試験方法 (JIS K-2220 準拠)

#### (3) 離油度試験方法 (JIS K-2220 準拠)

#### (4) 蒸発量の測定方法

清浄な試料容器の質量を 1 mg 単位まで秤量し、気泡が入らないように注意して試料をとる。容器の縁に沿って表面を平にし、容器の縁に付着した試料を清浄な布でぬぐいとった後、これを秤量して試料の質量 (8g~105g) を 1mg の単位まで求める。

この試料を所定温度に予め設定された恒温槽中に入れ熱処理する。所定時間熱処理後、試料を恒温槽から取り出し、デシケータ中で室温まで放冷する。これを秤量し、試料の質量を 1 mg 単位まで求める。蒸発量 (%) は次式により算出し、小数点以下第 2 位まで求める。

$$W_L = \{(W_s - W) / W_s\} \times 100$$

ここで  $W_L$  は蒸発量 (%),  $W_s$  は試験前の試料の質量 (g),  $W$  は試験後の試料の質量 (g) である。

なお、比較のために JIS K-2220 の B 法による蒸発量についても調べた。

### 3. 結果と考察

#### 3.1 試料の厚さと基油の蒸発量

グリースの熱劣化及び熱・放射線同時劣化の評価を実施する際には基油の蒸発が必然的に伴うため、試料の表面積、厚さ、試料表面での風量などが一定になる試験条件を選定する必要がある。このため、熱劣化試験条件を決めるため、グリース試料の厚みと基油の蒸発量の関係について検討した。

試料 (APL-700 及び RG-42-2 グリース) を表面積一定のシャーレ (内径 8.57cm, 表面積 57.68cm<sup>2</sup>, 深さ 1.7cm) にグリースの厚みを 1, 3, 6 及び 10mm となるように塗布し、150 °C 及び 175°C で 5 日間熱処理した。150 °C 試験結果を表 2, 175°C 試験結果を表 3 及び図 2 に示す。図 2 から明らかなようにグリースの厚みが薄いほど蒸発速度が大きく、また、熱処理温度が高いほど厚みによる蒸発量の差が顕著に現われている。しかしながら、150°C, 175°C いずれの温度においても厚み 6 mm 以上では蒸発量がほぼ一定になっている。一方、5 日間熱処理した試料のちょう度及び遊離酸を調べた結果、APL-700 グリースは 150°C で熱処理したときの試料の厚みの違いがちょう度に及ぼす影響は認められないが、未処理試料の値に比べてちょう度が大きくなっている熱の影響が現われている。RG-42-2 グリースのちょう度はほとんど変化していないが、試料も厚みが薄い程硬化する傾向を示している。175°C の結果では APL-700 グリースの厚み 1 mm の試料の硬化が著しく、油の蒸発によりグリースの性状に大きな影響を与えていることが判る。グリースは熱処理により不混和ちょう度とちょう度の差が大きくなり、特に APL-700 でその差が大きく、グリースの機械的安定度が損われている。

以上の結果から、グリースの厚みと基油の蒸発量には密接な関係があり、試料の厚みが薄いと極端に蒸発量が多く、6 mm 以上ではほぼ一定となることが明らかとなった。以降本実験では試

清浄な試料容器の質量を 1 mg 単位まで秤量し、気泡が入らないように注意して試料をとる。容器の縁に沿って表面を平にし、容器の縁に付着した試料を清浄な布でぬぐいとった後、これを秤量して試料の質量 (8g~105g) を 1mg の単位まで求める。

この試料を所定温度に予め設定された恒温槽中に入れ熱処理する。所定時間熱処理後、試料を恒温槽から取り出し、デシケータ中で室温まで放冷する。これを秤量し、試料の質量を 1 mg 単位まで求める。蒸発量 (%) は次式により算出し、小数点以下第 2 位まで求める。

$$W_L = \{(W_s - W) / W_s\} \times 100$$

ここで  $W_L$  は蒸発量 (%),  $W_s$  は試験前の試料の質量 (g),  $W$  は試験後の試料の質量 (g) である。

なお、比較のために JIS K-2220 の B 法による蒸発量についても調べた。

### 3. 結果と考察

#### 3.1 試料の厚さと基油の蒸発量

グリースの熱劣化及び熱・放射線同時劣化の評価を実施する際には基油の蒸発が必然的に伴うため、試料の表面積、厚さ、試料表面での風量などが一定になる試験条件を選定する必要がある。このため、熱劣化試験条件を決めるため、グリース試料の厚みと基油の蒸発量の関係について検討した。

試料 (APL-700 及び RG-42-2 グリース) を表面積一定のシャーレ (内径 8.57cm, 表面積 57.68cm<sup>2</sup>, 深さ 1.7cm) にグリースの厚みを 1, 3, 6 及び 10mm となるように塗布し、150 °C 及び 175°C で 5 日間熱処理した。150 °C 試験結果を表 2, 175°C 試験結果を表 3 及び図 2 に示す。図 2 から明らかなようにグリースの厚みが薄いほど蒸発速度が大きく、また、熱処理温度が高いほど厚みによる蒸発量の差が顕著に現われている。しかしながら、150°C, 175°C いずれの温度においても厚み 6 mm 以上では蒸発量がほぼ一定になっている。一方、5 日間熱処理した試料のちょう度及び遊離酸を調べた結果、APL-700 グリースは 150°C で熱処理したときの試料の厚みの違いがちょう度に及ぼす影響は認められないが、未処理試料の値に比べてちょう度が大きくなっている。RG-42-2 グリースのちょう度はほとんど変化していないが、試料も厚みが薄い程硬化する傾向を示している。175°C の結果では APL-700 グリースの厚み 1 mm の試料の硬化が著しく、油の蒸発によりグリースの性状に大きな影響を与えていることが判る。グリースは熱処理により不混和ちょう度とちょう度の差が大きくなり、特に APL-700 でその差が大きく、グリースの機械的安定度が損われている。

以上の結果から、グリースの厚みと基油の蒸発量には密接な関係があり、試料の厚みが薄いと極端に蒸発量が多く、6 mm 以上ではほぼ一定となることが明らかとなった。以降本実験では試

料の厚みを 6 mm とした。

### 3. 2 热処理用容器の形状効果

グリースの厚みを 6 mm にするために深さ 6 mm のシャーレを用いることが可能であれば厚みの調整が容易である。そこで内径 8.57cm, 表面積 57.68cm<sup>2</sup>, 深さ 6 mm のシャーレを用いて蒸発量を調べた。試料グリースは APL-700 及び RG-42-0 であり、各グリースとも 4 個づつ 150°C で 90 日間試験した。その結果を表 4 に示す。表 4 から明らかなように試験した 4 個の試料の蒸発量が一致せず、値のバラツキが大きくまた再現性も乏しいことが分かった。そこでシャーレの深さの影響について調べるため表面積及び内径が同一で、深さが 6 mm 及び 17mm のシャーレを用いて 150°C で 30 日間試験した。その結果、表 5 に示したように深さ 6 mm のシャーレを用いた場合の方が深さ 17mm のシャーレを用いた場合より蒸発量が多いことが明らかとなった。この原因は深さ 6 mm のシャーレに 6 mm の厚みでグリースを調整すると、上端から油分の蒸発が促進される（いわゆる灯しん作用）ためと考えられる。深さ 6 mm シャーレを用いた場合の蒸発量にバラツキが大きいのは、恒温槽内の風量の不均一さが原因の一つと考えられる。即ち蒸発量が多い分だけ、その影響が明確に現われたものと考えられる。以上の結果から、深さ 6 mm のシャーレを用いた場合、基油の蒸発が促進されかつ誤差も大きいことから、試料の厚みより深い形状の容器を用いるべきであることが明らかとなり、シャーレの深さは 17mm ものの方が良いことが分かった。

次に、基油の蒸発量に影響を与える他の要因として表面積が考えられる。試料の表面積と蒸発量の関係を明らかにするため、表面積が異なった深さ 17mm のシャーレにグリースの厚みを 6 mm に調整し、175°C で 5 日間試験した。その結果を表 6 及び図 3 に示す。単位面積当たりの蒸発量及び蒸発率（蒸発量／試料重量）は、表面積を変えても試料の厚みが一定であれば一定の値を示すことが明らかとなった。

### 3. 3 热処理用恒温槽の空気循環量の影響

#### 3.3.1 容器の蓋の効果

グリースの基油の蒸発量を正確に測定するためには、試料グリースの表面に直接風が当らず、しかも蒸発物が試料に再び還流しないような工夫が必要である。その方法として(1)蒸発物を上部から排出できるようにフルイを逆にして試料容器にかぶせる方法、(2)試料容器より大きいシャーレをかぶせる方法を検討した。

蓋に用いたフルイは表面積 100cm<sup>2</sup>, 高さ 43mm であり、一方シャーレは内径 116mm, 深さ 23mm のものである。

試料には RG-42-2 グリースの同一試料を 10 個用意し、それぞれ 5 個ずつ蓋してフルイとシャーレをかぶせ 150°C で熱処理試験した。その結果を表 7 に示す。本実験結果では、蓋の違いによる有意差は認められなかった。

### 3.3.2 恒温槽内の風量

グリースの耐熱試験後の性状は基油の蒸発量にかなり影響を受けている。例えば APL-700 グリースは蒸発量は多くなると硬化している。従って、単位質量当りの、かつ単位時間当りの蒸発量が異なるならば、グリースの性状変化の比較検討からその寿命を評価することは困難である。このため試験に先立ち、単位時間・単位質量当りの蒸発量の基準値を決めておくことが必要不可欠である。そこで本実験では JIS K-2220 蒸発量試験 B 法による蒸発量を基準値とすることとした。JIS K-2220 蒸発量試験 B 法を用いて測定した APL-700 及び RG-42-2 グリースの蒸発量と試験時間の関係を表 8 に示す。既に述べたように、本実験に用いた恒温槽には槽内の空気を排気・循環の切換え用ダンバーがあり、このダンバーの角度を調節することにより風量をあるていど調整することが可能である。試料に APL-700 グリースを用い 150°C で 8 日間の試験を行った。ダンバー角度をそれぞれ 0°, 15°, 30°, 45°, 60° に変えるとともに蓋の影響についても調べた。その結果を表 9 及び図 4 に示す。ダンバー角 60° の場合、熱風空気の排気量が多すぎて恒温槽の温度が 140~144°C までしか昇温しかなかった。ダンバー角が大きくなるに従い単位時間当りの蒸発量が多くなり、ダンバー角 0° の条件が JIS K-2220 の蒸発量に最も近い値を示すことが明らかとなった。また、本実験においても蓋の違いによる有意差は認められないが、蓋のない試料は蒸発量が多い。

以上からダンバー角は 0° が良く、かつ試料には蓋をすることが良いことが明らかとなった。

### 3.4 異種グリースの影響

耐熱・耐放射線性試験を行いグリースの性状変化を明らかにし、その寿命を評価するためには、数多くの試料についてあらゆる観点から検討することが必要である。このためには数多くのグリースを同時に耐熱試験できることが必要であろう。このような観点から、一つ恒温槽に種類の異なったグリースが同時に加熱されたときの影響について検討した。本試験は(1)試料に蓋をせず異種グリースと一緒に加熱した場合、(2)試料にシャーレで蓋をして異種グリースと一緒に加熱した場合について調べた、(1)の条件では 150°C で 3 日間試験し、(2)の条件では 200°C で 200 時間まで試験した。その結果を表 10,11 及び図 5 に示す。試料に蓋をしない場合、異種のグリースと一緒に加熱することにより基油の蒸発が促進されている。一方、試料に蓋をした場合、異種グリースと一緒に耐熱試験を実施してもその影響は現われなかった。

## 4. 耐熱試験方法

### 4.1 耐熱試験の結果

グリースの熱・放射線同時劣化環境下での寿命評価あるいは熱・放射線同時劣化環境下での性状変化の挙動を明らかにするためには、<sup>60</sup>Co-γ 線照射しながら耐熱試験を実施することが必要

### 3.3.2 恒温槽内の風量

グリースの耐熱試験後の性状は基油の蒸発量にかなり影響を受けている。例えば APL-700 グリースは蒸発量は多くなると硬化している。従って、単位質量当りの、かつ単位時間当りの蒸発量が異なるならば、グリースの性状変化の比較検討からその寿命を評価することは困難である。このため試験に先立ち、単位時間・単位質量当りの蒸発量の基準値を決めておくことが必要不可欠である。そこで本実験では JIS K-2220 蒸発量試験 B 法による蒸発量を基準値としたこととした。JIS K-2220 蒸発量試験 B 法を用いて測定した APL-700 及び RG-42-2 グリースの蒸発量と試験時間の関係を表 8 に示す。既に述べたように、本実験に用いた恒温槽には槽内の空気を排気・循環の切換え用ダンバーがあり、このダンバーの角度を調節することにより風量をあるていど調整することが可能である。試料に APL-700 グリースを用い 150°C で 8 日間の試験を行った。ダンバー角度をそれぞれ 0°, 15°, 30°, 45°, 60° に変えるとともに蓋の影響についても調べた。その結果を表 9 及び図 4 に示す。ダンバー角 60° の場合、熱風空気の排気量が多すぎて恒温槽の温度が 140~144°C までしか昇温しかなかった。ダンバー角が大きくなるに従い単位時間当りの蒸発量が多くなり、ダンバー角 0° の条件が JIS K-2220 の蒸発量に最も近い値を示すことが明らかとなった。また、本実験においても蓋の違いによる有意差は認められないが、蓋のない試料は蒸発量が多い。

以上からダンバー角は 0° が良く、かつ試料には蓋をすることが良いことが明らかとなった。

### 3.4 異種グリースの影響

耐熱・耐放射線性試験を行いグリースの性状変化を明らかにし、その寿命を評価するためには、数多くの試料についてあらゆる観点から検討することが必要である。このためには数多くのグリースを同時に耐熱試験できることが必要であろう。このような観点から、一つ恒温槽に種類の異なったグリースが同時に加熱されたときの影響について検討した。本試験は(1)試料に蓋をせず異種グリースと一緒に加熱した場合、(2)試料にシャーレで蓋をして異種グリースと一緒に加熱した場合について調べた、(1)の条件では 150°C で 3 日間試験し、(2)の条件では 200°C で 200 時間まで試験した。その結果を表 10,11 及び図 5 に示す。試料に蓋をしない場合、異種のグリースと一緒に加熱することにより基油の蒸発が促進されている。一方、試料に蓋をした場合、異種グリースと一緒に耐熱試験を実施してもその影響は現われなかった。

## 4. 耐熱試験方法

### 4.1 耐熱試験の結果

グリースの熱・放射線同時劣化環境下での寿命評価あるいは熱・放射線同時劣化環境下での性状変化の挙動を明らかにするためには、<sup>60</sup>Co-γ 線照射しながら耐熱試験を実施することが必要

である。このために JIS K-2220 蒸発試験方法をそのまま適用することは困難である。そこで熱・放射線同時劣化環境下の試験条件を設定するため、加熱装置に熱風循環式恒温槽を用い試料容器にシャーレを用いてたくさんの試料を同時に熱処理する方法を検討した。その結果をまとめると以下の通りである。

- (1) グリースからの基油の蒸発量は試料容器の深さと試料の厚みに依存するため、試料厚みより深い容器を用いることが必要である。本実験結果では試料容器として深さ 17mm シャーレを用い、グリースの厚みを 6 mm に調整した。
- (2) 試料グリースの厚みが 6 mm ~ 10mm 程度であるとき、試料の表面積による蒸発量への影響は小さい。
- (3) 热処理中の試料表面には風を直接触れさせず、かつ蒸発物が試料に還流させないよう配慮することが必要である。このため、試料に蓋をすることが有用である。(この蓋は基油の蒸発を妨げるものではなく、試料表面に直接風が当らないようにし、さらに周りのグリースの基油の蒸発による影響を防ぐものであることが必要である。)
- (4) 異種グリースと一緒に熱処理すると、基油の蒸発が促進される。しかしながら試料容器に蓋をすることにより異種のグリースと一緒に熱処理することが可能となる。
- (5) 以上のような条件により求められたグリースの蒸発量の経時変化と JIS K-2220 B 法をもとにした蒸発量の経時変化を図 6 に示す。図から明らかなように両方法による蒸発量の結果は良く一致している。JIS 試験法に規定されているのは 22 時間試験であって、グリースの貯蔵中の基油の蒸発量を調べることが目的とされている。貯蔵中の基油の蒸発量という観点からは、熱処理時間を 22 時間以上に延長して測定した値は意味を持たないものであろう。しかし高温でかつ長時間の劣化に対する試験方法が規定されていないことから、試料グリースの単位質量・単位時間当たりの蒸発量の基準を設定しなければ試験法としては意味を持たない。したがって、JIS B 法の 22 時間試験の値をあくまで基準として用い、B 法で時間のみを延長させたときの蒸発量を試験条件設定の標準とすることにより一応の基準としうるものと考えられる。

#### 4. 2 新規耐熱試験の方法・手順

##### (1) 恒温槽

グリースを熱処理するための装置として、熱風循環式恒温槽を用いる。この恒温槽内の温度分布は 100°C のとき ±0.5°C、200°C のとき ±1.5°C のものを使用する。槽内の温度は温度計を用いるが、この温度計を用いるが、この温度計の細分目盛りは 0.5°C のものとする。なお、放射線照射する場合の恒温槽の放射線損傷を考慮し、温度制御部分を恒温槽から分離し、照射室の外に設置する。また、この時の温度計は熱電対を使用する。

##### (2) 容器

グリース試料を入れる容器は、清浄なガラス製または金属容器で平底なもので、蓋を用意する。この容器は深さ 17mm、内径 85.7mm の市販のガラス製シャーレを用いると便利である。容器の蓋は熱処理中の試料表面に風を直接触れさせず、かつ蒸発物が試料に還流させないよう

配慮する。上記市販のシャーレを使用するときは、内径 116.4mm、深さ 23mm のシャーレを蓋に用いると良い。

#### (3) 試料の作成

清浄な容器を 1 mg 単位まで秤量し、気泡が入らないように注意して試料を探る。容器内の試料の表面を平にし、縁に付着した試料を清浄な布等でぬぐいとる。これを秤量して試料の質量を 1 mg の単位まで求める。

#### (4) 热処理

試料を入れた容器に蓋をして、予め試験温度に調節された恒温槽内に入れる。試験時間後、蓋をつけたまま容器を取り出し、デシケーター中で室温まで放冷する。放冷後、秤量し、試料の質量を 1 mg 単位まで求める。

#### (5) 蒸発量の計算

蒸発量 (%) は次式により算出し、小数点以下第 2 位まで求める。

$$W_L = \{(W_s - W) / W_s\} \times 100$$

ここで  $W_L$  は蒸発量 (%),  $W_s$  は試験前の試料の質量 (g) 及び  $W$  は試験後の試料の質量 (g) である。

## 5. 結論

グリースの高温下における放射線劣化を明らかにするための研究の一環として耐熱試験法について検討した。即ち、放射線照射することを前提とした耐熱試験方法を確立することを目的とした。高温下でのグリースの性状（ちょう度、遊離酸、離油度）はグリースからの基油の蒸発量により影響を受ける。一方、基油の蒸発量はグリース試料の厚みと容器の深さに依存する。熱風循環式恒温槽を用いてグリースの耐熱試験を行うためにはグリースを入れる容器の深さを 17mm、グリース試料の厚みを 6 mm とし、試料容器に蓋をすることが必要である。この様な条件によりグリースを熱処理したとき JIS K-2220 B 法を適用したときの基油の蒸発量と良く一致し、同時にたくさんの試料を同一恒温槽内で熱処理することが可能である。

## 6. あとがき

グリースの高温下での耐放射線性を評価すること、及び耐熱耐放射線性グリースを開発することは各種原子力プラントの健全性の確保と作業員の被曝を軽減する意味で大変重要である。グリースの健全性を評価するためには熱・放射線同時環境においてグリースの性状変化の挙動を明らか

配慮する。上記市販のシャーレを使用するときは、内径 116.4mm、深さ 23mm のシャーレを蓋に用いると良い。

#### (3) 試料の作成

清浄な容器を 1 mg 単位まで秤量し、気泡が入らないように注意して試料を探る。容器内の試料の表面を平にし、縁に付着した試料を清浄な布等でぬぐいとる。これを秤量して試料の質量を 1 mg の単位まで求める。

#### (4) 热処理

試料を入れた容器に蓋をして、予め試験温度に調節された恒温槽内に入れる。試験時間後、蓋をつけたまま容器を取り出し、デシケーター中で室温まで放冷する。放冷後、秤量し、試料の質量を 1 mg 単位まで求める。

#### (5) 蒸発量の計算

蒸発量 (%) は次式により算出し、小数点以下第 2 位まで求める。

$$W_L = \{(W_s - W) / W_s\} \times 100$$

ここで  $W_L$  は蒸発量 (%),  $W_s$  は試験前の試料の質量 (g) 及び  $W$  は試験後の試料の質量 (g) である。

## 5. 結論

グリースの高温下における放射線劣化を明らかにするための研究の一環として耐熱試験法について検討した。即ち、放射線照射することを前提とした耐熱試験方法を確立することを目的とした。高温下でのグリースの性状（ちょう度、遊離酸、離油度）はグリースからの基油の蒸発量により影響を受ける。一方、基油の蒸発量はグリース試料の厚みと容器の深さに依存する。熱風循環式恒温槽を用いてグリースの耐熱試験を行うためにはグリースを入れる容器の深さを 17mm、グリース試料の厚みを 6 mm とし、試料容器に蓋をすることが必要である。この様な条件によりグリースを熱処理したとき JIS K-2220 B 法を適用したときの基油の蒸発量と良く一致し、同時にたくさんの試料を同一恒温槽内で熱処理することが可能である。

## 6. あとがき

グリースの高温下での耐放射線性を評価すること、及び耐熱耐放射線性グリースを開発することは各種原子力プラントの健全性の確保と作業員の被曝を軽減する意味で大変重要である。グリースの健全性を評価するためには熱・放射線同時環境においてグリースの性状変化の挙動を明らか

配慮する。上記市販のシャーレを使用するときは、内径 116.4mm、深さ 23mm のシャーレを蓋に用いると良い。

#### (3) 試料の作成

清浄な容器を 1 mg 単位まで秤量し、気泡が入らないように注意して試料を採る。容器内の試料の表面を平にし、縁に付着した試料を清浄な布等でぬぐいとる。これを秤量して試料の質量を 1 mg の単位まで求める。

#### (4) 热処理

試料を入れた容器に蓋をして、予め試験温度に調節された恒温槽内に入れる。試験時間後、蓋をつけたまま容器を取り出し、デシケーター中で室温まで放冷する。放冷後、秤量し、試料の質量を 1 mg 単位まで求める。

#### (5) 蒸発量の計算

蒸発量 (%) は次式により算出し、小数点以下第 2 位まで求める。

$$W_L = \{(W_s - W) / W_s\} \times 100$$

ここで  $W_L$  は蒸発量 (%),  $W_s$  は試験前の試料の質量 (g) 及び  $W$  は試験後の試料の質量 (g) である。

## 5. 結論

グリースの高温下における放射線劣化を明らかにするための研究の一環として耐熱試験法について検討した。即ち、放射線照射することを前提とした耐熱試験方法を確立することを目的とした。高温下でのグリースの性状（ちょう度、遊離酸、離油度）はグリースからの基油の蒸発量により影響を受ける。一方、基油の蒸発量はグリース試料の厚みと容器の深さに依存する。熱風循環式恒温槽を用いてグリースの耐熱試験を行うためにはグリースを入れる容器の深さを 17mm、グリース試料の厚みを 6 mm とし、試料容器に蓋をすることが必要である。この様な条件によりグリースを熱処理したとき JIS K-2220 B 法を適用したときの基油の蒸発量と良く一致し、同時にたくさんの試料を同一恒温槽内で熱処理することが可能である。

## 6. あとがき

グリースの高温下での耐放射線性を評価すること、及び耐熱耐放射線性グリースを開発することは各種原子力プラントの健全性の確保と作業員の被曝を軽減する意味で大変重要である。グリースの健全性を評価するためには熱・放射線同時環境においてグリースの性状変化の挙動を明らか

にすることが必要である。一方、耐熱耐放射線性グリースを開発するためには、高温下での耐放射線性試験結果から得られる知見が必要であり、かつ開発されたグリースの妥当な試験方法に基づいた評価が必要である。しかしながら高温下でのグリースの劣化の試験方法あるいは寿命評価方法は未だ定められていない。そこで著者らは熱・放射線同時劣化環境においてグリースの性状変化を明らかにすることを前提とした耐熱試験法を検討した。今後、より高温でより強い放射線環境下でのグリースによる潤滑が要求されることは間違いないと考えられる。このような観点から、本報告が高温下での性状変化の挙動の解明あるいは寿命評価のための耐熱試験法についての問題提起となれば幸いである。

### 参考文献

- 1) 三木良平, 高速増殖炉, 日刊工業新聞社 (1975)
- 2) 荒川和夫, 中西 博, 早川直宏, JAERI-M 83-060 (1983)
- 3) 荒川和夫, 中西 博, 曽田孝雄, 早川直宏, 八木徹也, 吉田健三, JAERI-M 86-141 (1983)
- 4) JIS ハンドブック石油, 財団法人日本規格協会, 頁 109 (1984)

にすることが必要である。一方、耐熱耐放射線性グリースを開発するためには、高温下での耐放射線性試験結果から得られる知見が必要であり、かつ開発されたグリースの妥当な試験方法に基づいた評価が必要である。しかしながら高温下でのグリースの劣化の試験方法あるいは寿命評価方法は未だ定められていない。そこで著者らは熱・放射線同時劣化環境においてグリースの性状変化を明らかにすることを前提とした耐熱試験法を検討した。今後、より高温でより強い放射線環境下でのグリースによる潤滑が要求されることは間違いないと考えられる。このような観点から、本報告が高温下での性状変化の挙動の解明あるいは寿命評価のための耐熱試験法についての問題提起となれば幸いである。

### 参考文献

- 1) 三木良平, 高速増殖炉, 日刊工業新聞社 (1975)
- 2) 荒川和夫, 中西 博, 早川直宏, JAERI-M 83-060 (1983)
- 3) 荒川和夫, 中西 博, 曽田孝雄, 早川直宏, 八木徹也, 吉田健三, JAERI-M 86-141 (1983)
- 4) JIS ハンドブック石油, 財団法人日本規格協会, 頁 109 (1984)

表1 グリースの性状

グリース名 性 状	RG-42-2	APL-700	RG-42-0
増ちょう剤	ベントナイト	シリカゲル	ベントナイト
基 油	テトラフェニルエーテル	鉱油	テトラフェニルエーテル
基油粘度 40°C, cSt	120	100	120
ち ょ う 度 (不混和)	240	257	354
(混 和)	256	262	357
滴 点 °C	300 以上	300 以上	300 以上
離油度 100 °C, 24h %	0.0	0.3	7.1
遊離酸 %	0.0	0.3	0.0

表2 グリースの耐熱試験結果 (150°C, 内径 8.57cm, 表面積57.68cm<sup>2</sup>)

試料	膜厚 (mm)	蒸発量 (%)			ち ょ う 度 (オリジナル)		遊離酸 (オリジナル) (%)
		1d	2d	5d	不混和	混和	
APL-700	1	4.1	5.2	7.9	264(257)	358(262)	0.7(0.2)
	3	1.9	2.5	4.4	251(257)	378(262)	0.3(0.2)
	6	1.8	2.5	2.5	255(257)	381(262)	0.3(0.2)
	10	1.4	1.9	2.9	249(257)	369(262)	0.3(0.2)
RG-42-2	1	3.4	4.5	9.3	201(240)	224(256)	0.2(0.0)
	3	1.9	2.3	4.9	219(240)	250(256)	0.1(0.0)
	6	1.5	2.1	3.1	226(240)	254(256)	0.2(0.0)
	10	1.2	1.6	2.3	221(240)	265(256)	0.1(0.0)

表3 グリースの耐熱試験結果 (175°C, 内径8.57cm, 表面積57.68cm<sup>2</sup>)

試料	膜厚 (mm)	蒸発量 (%)			ちょう度 (オリジナル)		遊離酸 (オリジナル) (%)
		1d	2d	5d	不混和	混和	
APL-700	1	5.3	10.7	26.7	103(257)	197(262)	1.8(0.2)
	3	3.4	5.9	12.6	180(257)	357(262)	1.9(0.2)
	6	3.6	4.6	8.9	212(257)	373(262)	0.5(0.2)
	10	2.0	3.2	7.3	214(257)	377(262)	0.3(0.2)
RG-42-2	1	6.4	12.2	54.2	- (240)	- (256)	0.5(0.0)
	3	4.1	7.0	19.4	181(240)	204(256)	0.5(0.0)
	6	3.2	4.4	9.7	188(240)	230(256)	0.5(0.0)
	10	2.1	3.3	8.7	200(240)	235(256)	0.4(0.0)

表4 グリースの耐熱試験結果 (150°C, 厚み 6 mm 内径8.57cm 表面積57.68cm<sup>2</sup>)

試料	蒸発量 (%)					ちょう度 (オリジナル)		遊離酸 (オリジナル) (%)
	5d	15d	30d	60d	90d	不混和	不混和	
APL-700	5.37	8.68	13.40	-	-	134(257)	326(262)	2.1(0.2)
	3.93	7.06	11.85	23.31	-	固化 (乾燥)	固化	3.5(0.2)
	7.83	11.32	17.95	24.36	29.02	固化 (乾燥)	固化	3.0(0.2)
	平均値	5.71	9.02	14.40	23.84			
RG-42-2	4.72	10.38	17.55	-	-	329(354)	347(357)	0.3(0.0)
	4.93	11.38	19.81	47.06	-	198(354)	248(357)	0.9(0.0)
	8.10	14.85	28.20	42.50	52.05	126(354)	191(357)	1.6(0.0)
	平均値	5.92	12.20	21.85	44.78			

表5 150°Cでの耐熱試験

恒温槽 循環式恒温槽 容器 内径 85.7 mm シャーレ  
 試験方法 試料を容器に厚さ 6 mm になるように表面をならして採り、恒温槽中に静置した。

試料	試験条件	容器高さ (mm)	試料量 (g)	蒸発重量 (g)						蒸発量 (%)		
				1D	2D	3D	4D	10D	30D	1D	2D	3D
R	-	6	31.0	0.4	0.6	0.7	0.9	1.5	4.3	1.4	1.9	2.2
G	-	6	30.5	0.4	0.5	0.6	0.8	1.6	5.3	1.3	1.8	2.1
4	-	17	39.4	0.5	0.6	0.7	0.8	1.2	3.2	1.2	1.5	1.7
2	-	17	42.3	0.5	0.6	0.7	0.8	1.0	3.4	1.1	1.5	1.6
0	-	6	32.0	0.4	0.6	0.8	0.9	1.6	2.9	1.1	1.8	2.0
A	-	6	29.9	0.4	0.6	0.7	0.8	1.8	3.1	1.5	1.9	2.5
P	-	17	34.1	0.1	0.3	0.4	0.5	1.3	2.5	0.4	0.9	2.4
L	-	17	35.0	0.4	0.6	0.7	0.8	1.5	2.8	1.1	1.6	2.1
7	-	17	35.0	0.4	0.6	0.7	0.8	1.5	2.8	1.1	1.6	2.3
0	-	17	35.0	0.4	0.6	0.7	0.8	1.5	2.8	1.1	1.6	2.3
0	-	17	35.0	0.4	0.6	0.7	0.8	1.5	2.8	1.1	1.6	2.3

表 6(1) APL-700 の蒸発量試験結果 (175°C, 厚さ 6 mm)

容器の内径 (cm)	表面積 (cm <sup>2</sup> )	試料の重量 (g)	蒸発重量 (g)					単位表面積当たりの蒸発重量 (×10 <sup>-2</sup> g/cm <sup>2</sup> )					蒸発量 (%)
			1 日	2 日	3 日	4 日	5 日	1 日	2 日	3 日	4 日	5 日	
4.14	13.46	8.271	0.300	0.514	0.609	0.700	0.959	2.23	3.82	4.52	5.20	7.12	3.62
5.85	26.88	17.155	0.721	1.104	1.360	1.555	2.016	2.68	4.11	5.06	5.78	7.50	4.20
6.97	38.16	24.495	0.963	1.208	1.865	2.093	2.074	2.52	4.15	4.89	5.48	7.17	3.93
11.86	110.47	68.611	2.838	4.239	5.262	6.146	7.795	2.57	3.84	4.76	5.56	7.06	4.14
14.59	167.19	105.18	4.02	6.61	7.75	8.79	11.06	2.40	3.95	4.64	5.26	6.62	3.82

表 6(2) APL-700 の蒸発量試験結果 (175°C × 5 日, 厚さ 6 mm)

内容の内径 (cm)	表面積 (cm <sup>2</sup> )	ちよう度 (オリジナル)	遊離酸 (オリジナル)
4.14	13.46	197 (257)	344 (262) 0.9 (0.2)
5.85	26.88	206 (257)	343 (262) 2.2 (0.2)
6.97	38.16	215 (257)	345 (262) 1.5 (0.2)
11.86	110.47	204 (257)	345 (262) - (0.2)
14.59	167.19	225 (257)	356 (262) 1.1 (0.2)

表7 150°Cでの耐熱試験

恒温槽 循環式恒温槽 容器 内径85.7mm, 高さ17mmシャーレ  
 試験方法 試料を容器に厚さ6mmになるように表面をならして採り、個々のシャーレにフタをして恒温槽中に静置。  
 恒温槽から取り出した後、室温で1h放置後に測定。

フタの種類	試料No.	試料量(g)	蒸発重量(g)						蒸発量(%)	
			1D	2D	3D	4D	10D	1D		
フルイ	1	38.4	0.6	0.8	0.9	1.1	2.0	1.5	2.0	2.5
	2	38.3	0.5	0.7	0.8	1.2	1.9	1.2	1.7	2.1
	3	38.4	0.7	0.9	1.1	1.2	2.4	1.8	2.3	2.8
	4	38.4	0.5	0.7	0.8	1.0	2.1	1.2	1.8	2.3
	5	38.4	0.9	1.1	1.3	1.7	2.5	2.4	2.9	3.3
シャーレ	6	38.3	0.6	0.9	1.1	1.2	3.1	1.5	2.3	2.9
	7	38.5	0.4	0.6	1.0	1.2	2.1	1.0	1.5	2.7
	8	38.3	0.4	0.9	1.1	1.2	2.1	1.0	2.4	2.8
	9	38.4	0.4	0.6	0.9	1.0	3.1	1.1	1.6	2.2
	10	38.4	0.4	0.7	1.2	1.3	2.7	1.1	1.8	3.2

「フタの形状」 フルイ (内径100mm, 高さ43mm+15mm) シャーレ (内径116.4mm, 高さ23mm)

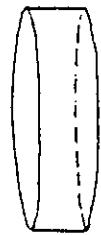
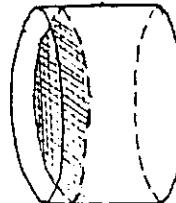


表8 蒸発量試験結果 (JIS K 2220 B法, 150°C, %)

試料	時間 (h)	22	50	72	100	200	300	400	500
APL-700	—	2.19	2.66	3.15	4.32	5.06	5.91	6.73	
RG-42-0	—	2.01	2.31	2.71	3.84	4.56	5.49	6.45	

表9 150°Cでの耐熱試験（恒温槽の循環・排気ダンパーの角度と蒸発量の関係）

恒温槽 循环式恒温槽 容器 内径85.7mm, 高さ17mmシャーレ  
試験方法 試料を容器に厚さ6mmになるように表面をならして挿り、恒温槽中にフタをして静置した。

試料	フタの種類	ダンパー角	試料量(g)	蒸発量(%)							単位時間当りの蒸発重量(g)			
				1D	2D	3D	4D	6D	7D	8D	0~1D	1~2D	2~3D	3~4D
A P L 7 0 0	シャーレ	0°	38.3	1.26	1.84	2.24	2.52	3.09	—	—	0.48	0.23	0.15	0.11
		15°	38.4	1.55	2.09	2.53	2.96	3.71	—	—	0.59	0.21	0.17	0.17
		45°	38.3	1.15	1.57	2.20	2.44	2.71	—	4.90	0.62	0.23	0.09	0.10
		60°	38.3	1.46	1.80	2.10	2.69	—	—	3.50	0.44	0.16	0.24	0.17
		75°	38.3	1.10	1.64	1.90	2.24	—	3.05	—	0.56	0.13	0.11	0.06
		90°	38.4	0.99	1.22	1.28	2.28	—	2.76	—	0.42	0.21	0.10	0.15
B P L 7 0 0	フルイ	0°	38.4	1.01	1.23	1.31	1.47	—	1.90	—	0.38	0.09	0.02	0.08
		15°	38.4	1.18	1.79	2.25	2.64	3.26	—	—	0.45	0.24	0.17	0.16
		45°	38.4	1.45	1.95	2.41	2.88	3.47	—	—	0.56	0.19	0.17	0.18
		60°	38.3	1.47	1.83	2.16	2.42	—	—	3.57	0.56	0.14	0.13	0.10
		75°	38.4	1.32	1.83	2.09	2.42	—	—	3.32	0.51	0.19	0.10	0.13
		90°	38.3	1.19	1.70	2.08	2.44	—	3.34	—	0.46	0.19	0.15	0.14

(注) 循環・排気ダンバー角度 60°Cの場合、温度が150°Cまであがらず140~144°Cであったが参考のため記入した。

表9 (続き)

試料	フタの種類	ダンパー角	試料量 (g)	蒸発量 (%)						単位時間当りの蒸発重量 (g)				
				1D	2D	3D	4D	6D	7D	8D	0~1D	1~2D	2~3D	3~4D
A P L 7 0 0	フタなし	0°	38.4	2.13	2.99	3.81	4.32	5.34	—	—	0.82	0.33	0.31	0.20
		15°	38.4	1.79	2.79	3.40	4.16	5.28	—	—	0.68	0.39	0.23	0.30
		45°	38.3	2.01	2.94	3.47	4.12	—	—	5.75	0.77	0.36	0.20	0.25
		60°	38.4	2.10	2.81	3.51	3.99	—	—	6.23	0.81	0.27	0.27	0.18
		0°	38.3	1.93	2.88	3.57	4.11	—	—	5.55	—	0.74	0.37	0.26
		15°	38.4	2.00	2.80	3.56	4.21	—	—	5.85	—	0.77	0.30	0.29
	シャーレ	30°	38.3	1.41	1.80	1.92	2.43	—	—	3.85	—	0.54	0.15	0.04
		45°	38.4	1.44	1.94	2.06	2.39	—	—	3.48	—	0.55	0.20	0.04
		60°	38.4	1.90	2.35	2.80	3.19	4.01	—	—	—	0.72	0.18	0.17
		0°	38.3	1.38	1.89	2.14	2.63	—	—	—	4.59	0.53	0.19	0.10
		15°	38.3	1.47	2.33	2.87	3.21	—	—	—	—	0.56	0.33	0.21
		30°	38.4	1.57	2.14	2.52	3.09	—	—	4.27	—	0.60	0.22	0.15
R G 1 4 2	フルイ	45°	38.3	2.36	2.45	2.61	—	—	3.30	—	—	0.91	0.03	0.06
		60°	38.4	0°	38.3	1.68	2.43	3.07	3.77	4.80	—	—	0.64	0.29
		15°	38.3	1.43	1.76	2.18	2.71	—	—	—	3.77	0.55	0.12	0.17
		30°	38.4	1.44	2.00	2.45	2.90	—	—	—	—	0.57	0.20	0.17
		45°	38.4	1.91	2.81	3.55	4.29	—	—	5.86	—	0.73	0.35	0.28
		60°	38.4	1.48	1.58	1.77	—	2.29	—	—	—	0.57	0.03	0.08

表10 異種グリースの影響

試料	試験条件	容器高さ (mm)	試料量 (g)	蒸発重量 (g)								蒸発量 (%)	
				1D	2D	3D	4D	10D	30D	1D	2D	3D	
R G 4 2 0	試料取出後 デシケータで静置	17	40.1	0.5	0.6	0.7	0.7	1.0	2.9	1.1	1.4	1.6	2.6
R G 4 2 0	異種グリースと 一緒に加熱	17	40.5	0.4	0.6	0.6	0.7	0.9	3.5	1.0	1.4	1.6	2.3
A P L 7 0 0	試料取出後 デシケータで静置	17	42.8	0.6	0.8	1.1	1.3	2.3	6.3	1.5	1.9	2.5	5.3
A P L 7 0 0	異種グリースと 一緒に加熱	17	41.1	0.6	0.9	1.0	1.2	2.8	6.3	1.5	2.2	2.5	6.9

150°Cで耐熱試験

表11 200°Cにおける耐熱試験

試験方法 高さ17mm、内径86mmのシャーレにグリース厚6mmになるように試料を採り、それぞれのシャーレに  
高さ23mm、内径116mmのシャーレでフタをし、200°Cに保った恒温槽中に静置した。

試 料	No.	蒸 発 量 (%)				試験後ちよう度 不混和(混和)	試験後遊離酸 (%)
		24H	50H	100H	150H		
APL-700	1	6.2	9.7	15.0	—	—	196 (377)
ちよう度 257 (262)	2	5.5	8.7	15.3	—	—	185 (394) 1.1
	3	6.0	—	—	28.1	—	—
	4	7.7	—	—	29.5	—	—
	5	8.4	14.4	22.1	—	47.7	固化
	6	5.7	9.3	16.3	—	33.9	固化

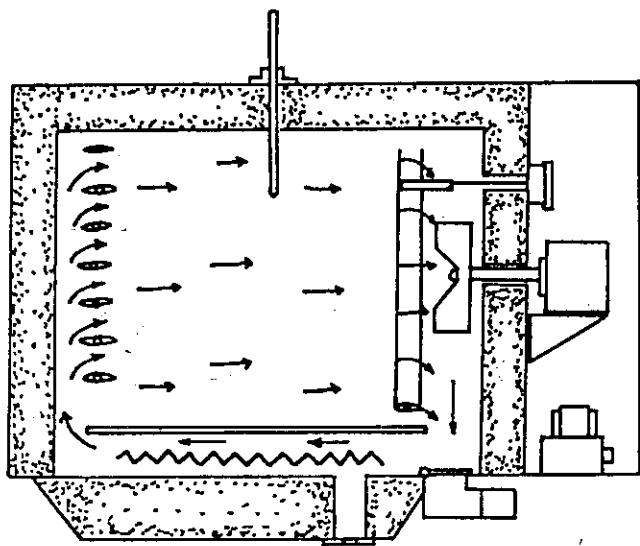


図1 热風循環式恒温槽

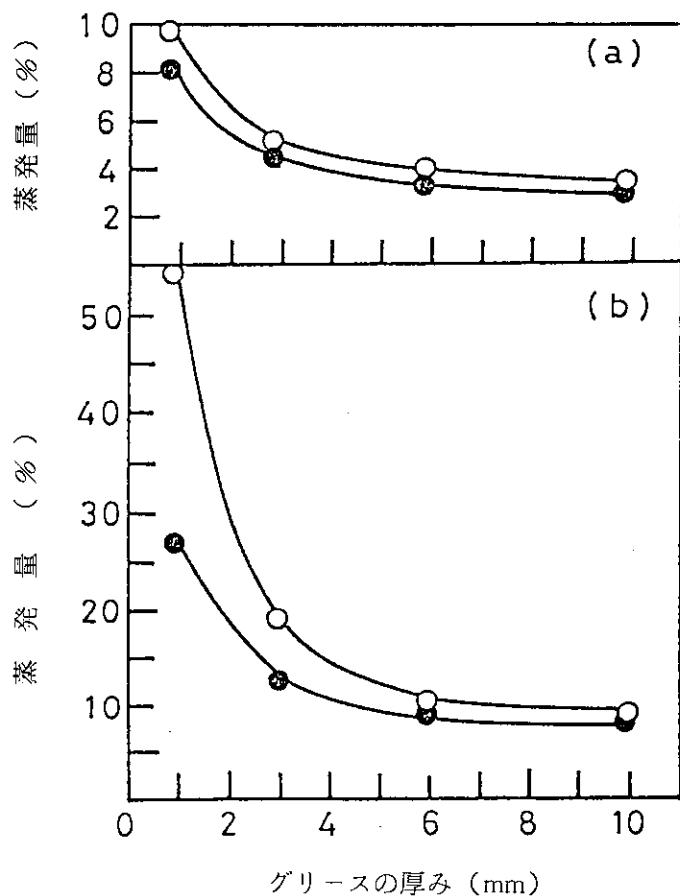


図2 グリースの厚みと蒸発量の関係

○ RG-42-2, ● APL-700.

(a) 150°C, 120 h. (b) 175°C, 120 h.

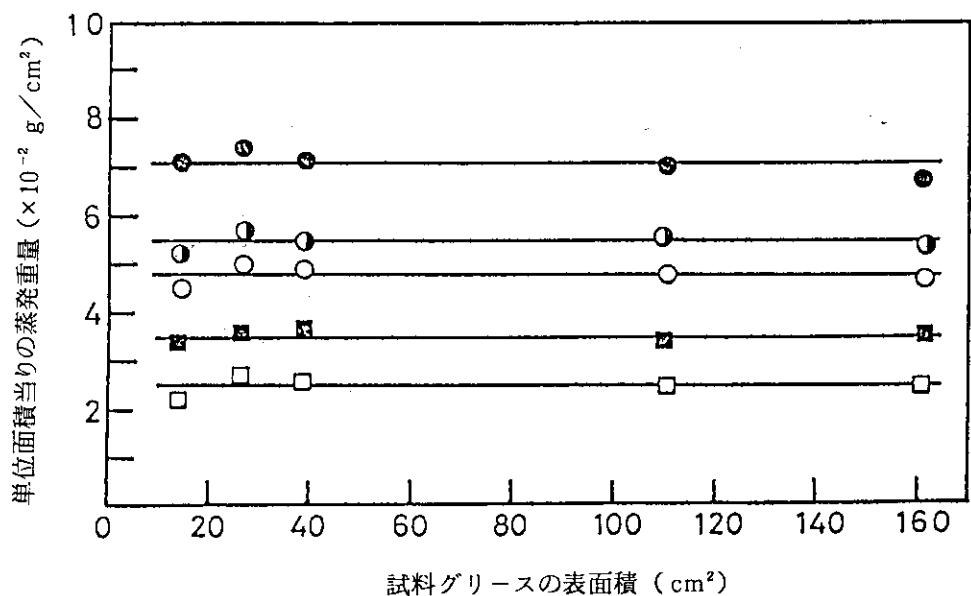


図3 グリースの表面積と単位面積当たりの蒸発重量の関係  
 (試料: APL-700, 温度: 175°C, 試料厚み: 6 mm)  
 热処理時間: ● 120 h, ◐ 96 h, ○ 72 h, ■ 48 h, □ 24 h.

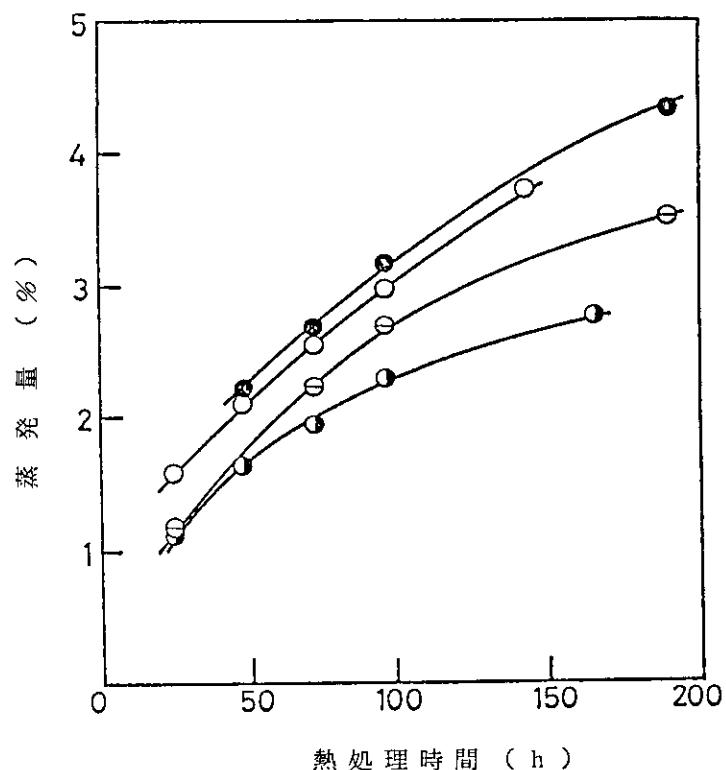


図4 恒温槽のダンパー角を変えたときの蒸発量の経時変化  
 (試料: APL-700, 試験温度: 150°C, 蓋の種類: シャーレ)  
 ● JIS法蒸発量試験, ○ ダンパー角 0°  
 □ ダンパー角 15°, ● ダンパー角 45°

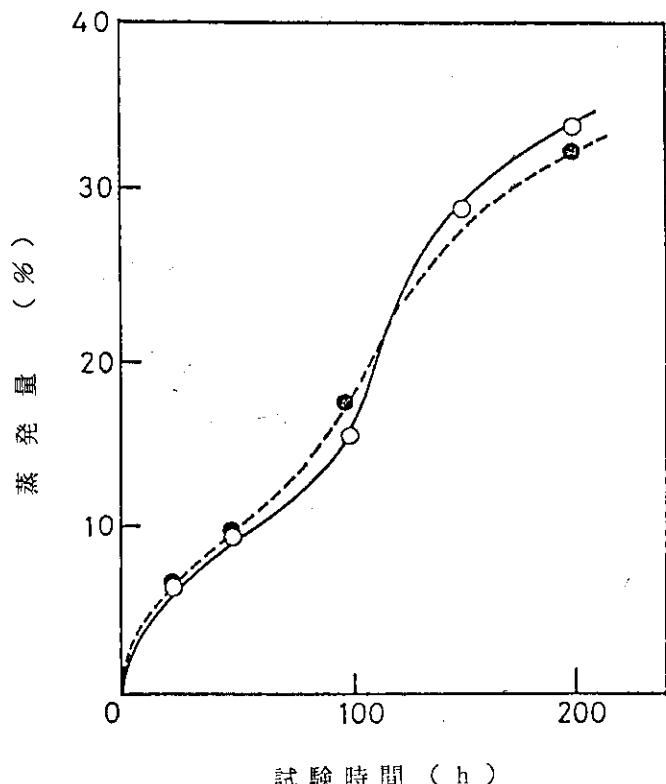


図5 APL-700の200°Cにおける耐熱試験

○ 異種グリースが存在したとき,

● 同一グリースのみのとき

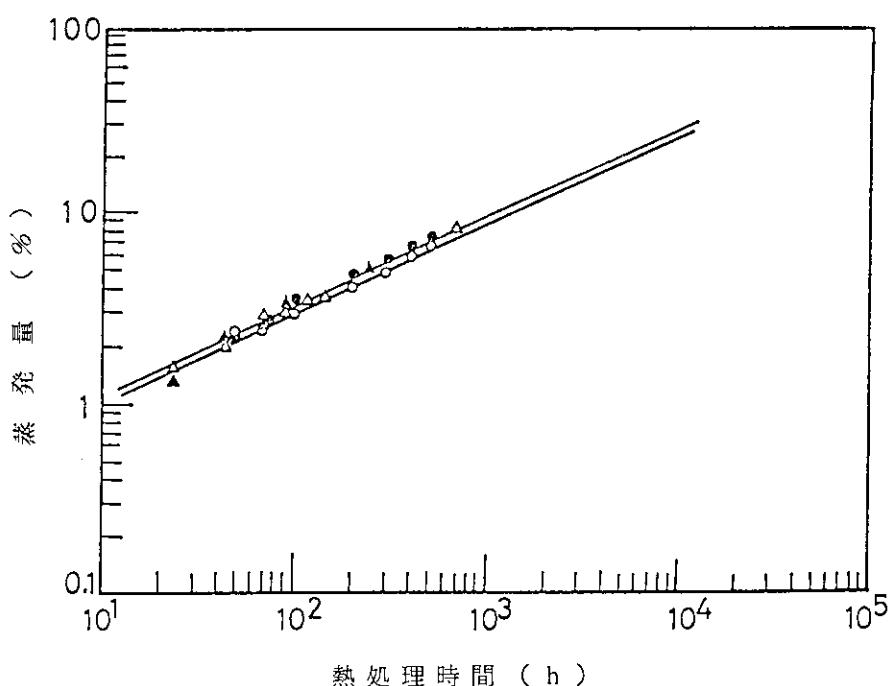


図6 150°CにおけるJIS B準拠法と本実験方法を用いたときの蒸発量の比較

RG-42-2 : ○ JIS B 準拠, △ 本実験法,

APL-700 : ● JIS B 準拠, ▲ 本実験法

## 付録

JIS K-2220 蒸発試験法<sup>4)</sup>

## 5.6 蒸発量試験方法

## 5.6.1 試験方法の概要

- (1) A 法 每分 5 ~ 6 回転での速さで回転する円盤を備えた 105°C の恒温空気浴中で試料を 8 時間加熱し、試料の減量から蒸発量を算出する。
- (2) B 法 試料を規定温度に保った浴中で、加熱空気を試料表面に 22 時間通じ、試料の減量から蒸発量を算出する。

## 5.6.2 A 法

## (1) 装置及び器具

- (a) 試料容器 JIS K 2839 (石油類試験用ガラス器具) の図 153 に規定する寸法のガラス製又は金属製平底のもの。
- (b) 恒温空気浴 二重壁角型の電熱式恒温空気浴内部の寸法は、加熱部分を除いて高さは 290 mm 以上、幅・奥行ともに 300 mm 以上で、ちょうつかい式とびらを備え、とびらには温度及び内部の状況を見るために、1 辺約 100 mm の角型二重ガラス窓を備えたもの。恒温空気浴は換気が適当にできるように、1 個以上の空気入口及び 1 個以上の熱気と蒸気との出口を備える。空気を加熱コイルの周りに循環させるために、空気入口は底部又は底部側壁に対称の位置に設け、その全面積は、130 mm<sup>2</sup> 以上とする。熱気と蒸気との出口は、頂部又は近くの側壁の対称の位置に設け、その全面積は、130 ~ 1290 mm<sup>2</sup> 以上とする。恒温空気浴内部の中央に図 14 に示す形状の、直径 約 250 mm のアルミニウム製回転円盤をつるし、電動機により毎分 5 ~ 6 回転させる。

図 153

規格番号	規格名稱及び試験項目	ガラス器具名稱	単位 mm
K 2220	グリース 蒸発試験	試料容器	品質 硬質ガラス
K 2839	潤滑油熱安定度試験方法 熱安定度試験	試料容器	

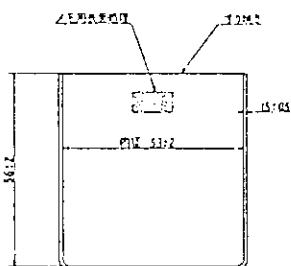
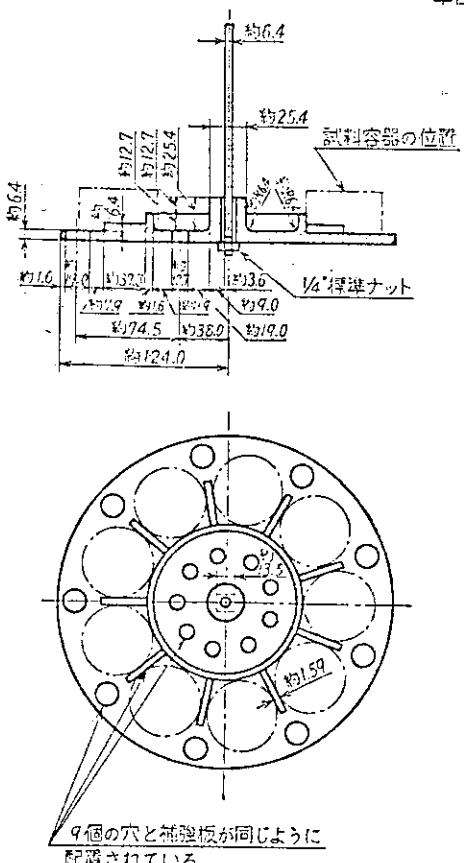


図 14 アルミニウム製回転円盤

単位 mm



(c) 溫度計 全長約150 mm, 目盛範囲100~110°C, 細分目盛0.5°Cの温度計。

#### (2) 試験の手順

- 試料容器を清浄にして質量をはかり, それに均質な試料20 gをとり, 0.01 gの単位まではかる。
- あらかじめ恒温空気浴を105±1°Cに保ち, 温度計を円盤の軸に取り付けた横腕に, 円盤の周辺から約20 mm内側に, 水銀球下端が円盤上面から6 mm上有るように垂直にかける。
- 試料を入れた試料容器を恒温空気浴の円盤上にのせた後, とびらを閉じ, 円盤を毎分5~6回転させ, 105±1°Cで8時間放置する。次に試料容器を取り出し, デシケーター中で室温に放冷した後, 質量をはかる。

(3) 計算及び結果 蒸発量は次式により計算し, 2個の試験結果の平均値を小数点以下第1位まで求める。

$$W_t = \frac{W_s - W}{W_s} \times 100$$

ここに  $W_t$ : 蒸発量(%)

$W_s$ : 試験前の試料の質量(g)

$W$ : 試験後の試料の質量(g)

#### 5.6.3 B 法

##### (1) 装置及び器具

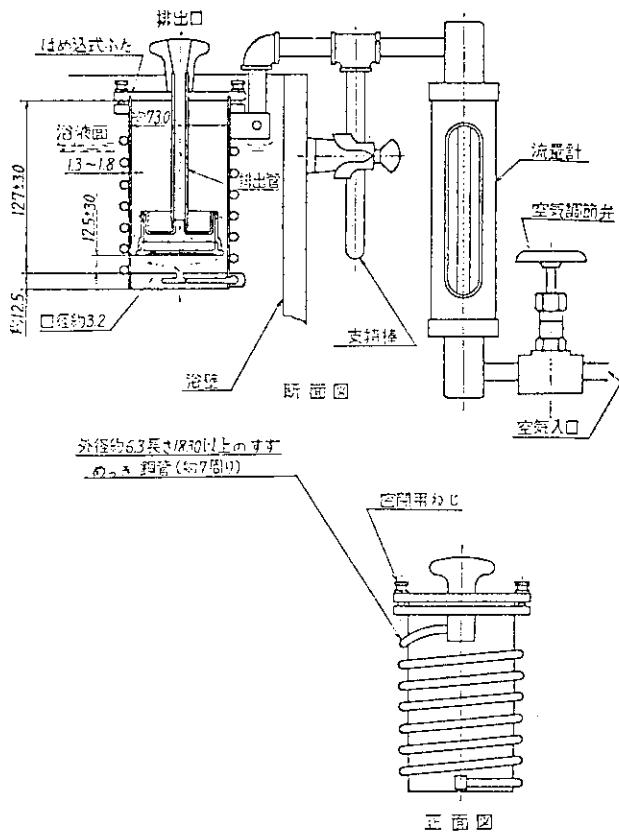
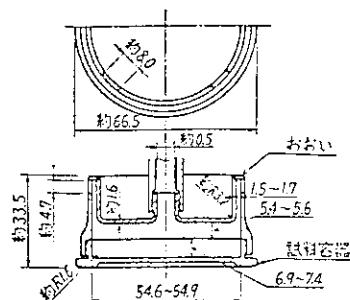
- 蒸発器 図15に示す形状・寸法のもので, 外筒, ふた, 排出管及び排出口はステンレス鋼製(SUS 304)で, 空気予熱管はめっき銅管とする。
- 試料容器 図16に示す形状・寸法のステンレス鋼製(SUS 304)のさらとおおいからなり, さらの質量は200 g以下とする。試料のそう入やひょう量のとき容器を外しやすいように, 容器, おおい及び

排出管は、全部ねじ込み式とする。

- (c) 空気供給装置 ろ過装置を通じ、規定流量の空気を蒸発器に供給できるもの。ろ過装置は直径約25 mm、長さ約400 mmの管にガラス綿を詰めたものとする。
- (d) 恒温浴 蒸発器を適当な高さまで浸し得る深さのもので、規定温度 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ の範囲内に保ち、かつ浴内の温度を $0.5^{\circ}\text{C}$ 以内で調整できる装置を備えたもの。加熱装置は規定温度に保った浴中に蒸発器を浸した場合、浴温を60分以内で元の温度に復することができるもの。
- (e) 温度計 JIS B 7410(石油類試験用ガラス製温度計)に規定する次の温度計を用いる。
  - 99°Cで試験する場合 温度計番号 6
  - 99°C以上で試験する場合 温度計番号 26
- (f) 流量計 15~29°Cで $2.58 \pm 0.02 \text{ g/min}$ (標準状態で $2 \text{ l/min}$ )の通気量をはかることのできるもの(ローターメーターなど)で、空気調整弁を備え、図15のように取り付けたもの。

図15 蒸発器及び流量計

単位 mm

図16 試料容器及びおおい  
単位 mm

## (2) 試験の手順

- (a) 清浄な試料容器及びおおいを1 mg の単位までひょう量し、空気が入らないように注意して試料をとる。刃のまっすぐなへらで容器の縁に沿って表面を平らにし、縁やねじに付着した試料を清浄な布でぬぐいとる。この平らな表面を損傷しないようにして、容器におおいをねじ込み、これをひょう量して試料の質量を1 mg の単位まで求める。
- (b) 蒸発器にふたをして試験温度±0.5°C に調節された油浴中に没し、少なくとも30分間放置する。この間、蒸発器に2.58±0.02 g/min(標準状態で2 l/min)の割合で清浄な空気を送る。次にふたを外し、その排出管にひょう量済みの試料容器とおいとを取り付けて再びふたをし、ふたの下から空気が漏れないように、3個の締付けねじを固く締める。空気は22時間±5分、蒸発器中に送る。
- (c) 22時間後、おいを付けたまま容器を取り出し、デシケーター中で室温まで放冷する。これをひょう量し、試料の質量を1 mg の単位まで求める。
- (3) 計算及び結果 蒸発量(%)は、次式により算出し、2個の試験結果の平均値を小数点以下第2位まで求める。

$$W_L = \frac{W_s - W}{W_s} \times 100$$

ここに  $W_L$ : 蒸発量(%)

$W_s$ : 試験前の試料の質量(g)

$W$ : 試験後の試料の質量(g)

## (4) 精度

- (a) 繰り返し精度 同一試験室において、同一人が同一装置で日又は時間を使って同一試料を2回試験したとき、試験結果の差は、次の許容差を超えてはならない。
- 許容差 平均値の2.5%
- (b) 再現精度 異なる2試験室において、同一試料を別人が別装置でそれぞれ1回ずつ試験して求めた2個の試験結果の差は、次の許容差を超えてはならない。
- 許容差 平均値の10%