[一般論文]

ビスカスカップリングオイルの開発 (第1報)

ジメチルシリコンオイルの粘度増加の問題とその解決

矢野法生^{†1)}*, 増田定司^{†1)}, 寺岡正夫^{†2)}^{†1)} (株)コスモ総合研究所, 340-01 埼玉県幸手市権現堂 1134-2^{†2)} 栃木富士産業(株), 328 栃木市大宮町 2388

(平成5年4月2日受理)

ビスカスカップリングの普及に必要な不可欠である安定性に優れたオイルの開発を目的に検討した。高粘度のジメチルシリコンオイルの安定性をビスカスカップリングを用いた台上試験で調べた結果、比較的低温においても粘度増加さらにはゲル化を起こすことがわかった。このジメチルシリコンオイルのゲル化は、プレートの摩擦や摩耗粉(窒化鉄)が関係するビスカスカップリング特有の挙動であり、ゲル化防止には従来の耐熱向上剤では効果がほとんどなく、特定の極圧剤が有効であることを見出した。これらの知見に基づいて、実用上、極めて安定性に優れたビスカスカップリングオイルを開発した。

1. 緒 言

自動車の操縦安定性、走破性、制動性の向上が近年の大きな課題となっており、その重要な役割を担う駆動系部品としてビスカスカップリングの実用化が1985年に検討された。これは、その構造がシンプルでしかもコンパクトであること、4WD車の軸継手として前後輪へのトルク配分を自動的に行いタイトコーナブレーキ現象の解消や雪道などの低 μ 路における走行を容易にすること、またディファレンシャルの差動制限装置(LSD)として悪路走行に効果を発揮することなどが注目されたことによる¹⁾。

ビスカスカップリングの基本構造はFig. 1の通りで、ハウジング側シャフトとインナーシャフトに回転差が生じたとき、アウタープレートとインナープレートの回転差となり、プレート間のオイルがせん断を受けるが、このときの粘性抵抗がトルクとして伝達される。これをビスカスモードと言い、伝達トルク T は次の式によって表される^{1), 2)}。

$$T = 2n\pi^2\rho\nu\Delta N(r_2^4 - r_1^4)/60S$$

 n : インナープレート枚数 ρ : オイルの密度 ν : オイルの粘度 ΔN : 差動回転数 r_1, r_2 : プレートの内半径, 外半径 S : プレート間のすき間 (0.15 mm 程度)

このようにビスカスカップリングはオイルを通して連結されている軸継手と言える。上記の式からもわかるように、オイルの劣化による粘度変化が起これば、そのまま伝達トルクの変化につながりビスカスカップリングの初期の性能が維持できなくなる。すなわち、ビスカスカップリングオイルとしては劣化に

Fig. 1 Schematic Drawing of Viscous Coupling

よる粘度変化のないことが要求され、安定性に優れたオイルの開発がなければビスカスカップリングの普及は期待できない。

ビスカスカップリング用の流体としては温度による粘度の変化が小さいことが望まれる。Fig. 2に合成オイルや鉱油の粘度温度特性を示すが、オレフィンオリゴマーやポリアルキレングリコールなどの合成オイルや鉱油と比較して粘度温度特性に優れた高粘度のジメチルシリコンオイルが使用される。ジメチルシリコンオイルは耐熱性に優れることはよく知られている。Fig. 3は、ジメチルシリコンオイルを空気中で加熱したときの粘度の変化をみたものである。170°C以下では粘度変化はほとんどなく安定である。通常、ビスカスカップリング内のオイル温度は170°C以下で運転され、ジメチルシリコンオイルの安定性には当初何ら問題がないとされていた。しかし、ビスカスカップリングの中では劣化による粘度増加やゲル化が起こることが懸念され、ビスカスカップリングの普及にあたって、この解決が必要不可欠なものであった。

そこで筆者らは、ビスカスカップリングオイルとしてのジメ

* 連絡先

(社)自動車技術会・学術講演会(昭和63年10月13日),
(社)石油学会・製品討論会(平成4年10月7日)にて口答
発表。

Fig. 2 Viscosity-temperature Characteristics of Typical High-viscosity Fluids

Fig. 3 Heat Stability of Dimethylsilicone Oil (Static Heat Test, Oil-1)

チルシリコンオイルの劣化挙動について検討し、その劣化要因を解決し、長期間の使用に耐えるオイルの開発に成功した^{3),4)}。本報では、この開発において不可欠であった粘度増加やゲル化の要因究明とその解決の過程について詳しく報告する。

2. 実験

2.1. 実機台上試験装置、試験方法

ビスカスカップリングを用いた試験装置を Fig. 4 に示す。ハウジングを固定し、インナーシャフトをモーターで一定回転し、連続運転したときの発生トルクがトルクメーターで測定される。試験に用いたビスカスカップリングの仕様および試験条件を Table 1 に示す。試験に用いたプレートは窒化処理されており、表面層は窒化鉄および酸化鉄で形成されている。なお、ビスカスカップリング内部の温度はオイルのせん断熱により上昇するが、水冷により一定に保たれる。この条件で行った連続差動耐久試験を実機台上試験とした。

2.2. 静的加熱試験方法

内径 22 mm、高さ 120 mm のガラス製試験管に 30 g のシリコンオイルを採り、恒温空気浴の中で加熱した後、粘度の

Fig. 4 Viscous Coupling Test Rig

Table 1 Viscous Coupling Test (V. C. Test) Condition

Test coupling		
Outer diameter of plates	[mm]	102.5
Inner diameter of plates	[mm]	66.0
Number of plates		59
Gap clearance between plates	[mm]	0.15
Speed difference	[rpm]	100
Temperature in housing	[°C]	130, 145
Filling degree	[%]	90

変化を調べた。オイルの粘度はブルックフィールド粘度計 (JPI-5S-26-85) を用いて 25°C で測定した。粘度の測定法については実機台上試験後のオイルについても同様である。

2.3. 供試オイルおよび試験粉末

試験に用いたオイルの性状を Table 2 に示す。Oil-1 は市販のジメチルシリコンオイルで、25°C の粘度が 12,500 cSt の粘度グレードのものである。Oil-2 から Oil-4 は、ゲル化防止を目的として既に開発されている耐熱向上剤を Oil-1 に添加したものである。耐熱向上剤 A はジルコニウム原子含有オルガノポリシロキサン、耐熱向上剤 B はフェニルアミノフェニル基を有するオルガノポリシロキサンである。また、ジルコニウム原子含有オルガノポリシロキサンとフェノール系酸化防止剤を混合したものを耐熱向上剤 C として用いた。一方、Oil-5 から Oil-8 は極圧剤を添加したものである。極圧剤 A、B は硫黄系、極圧剤 C は有機金属系である。なお、Oil-5 と Oil-6 は同じ極圧剤 A で、その添加量が異なるものである。

実機台上試験でオイルに添加分散して用いた窒化鉄および酸化鉄は、添川理科学(株)製の Fe_3N (N 10.36%, 純度 99.9%, 325 メッシュ), Fe_3O_4 (純度 99.9%, 平均粒径 1 μm) の粉末である。

3. 結果と考察

3.1. ジメチルシリコンオイルのビスカスカップリングオイルとしての性能

Fig. 5 は、ビスカスカップリングを用いた実機台上試験においてジメチルシリコンオイル (Oil-1) の安定性を調べたものである。この試験において、発生トルクの変化はオイルの粘度変化に依存する。Run (1) は、内部温度 145°C で 400 時間連続運転したものであるが、試験時間の経過とともにトルクが上昇傾向を示した。また、Run (2) は Run (1) と同じ条件で運転したものであるが、200 時間以後の矢印で示したところでハンブモードを強制的に 3 回行ったものである。ハンブモードとは、脱輪状態からの脱出時において差動が連続すると、オイルがせん断熱による温度の上昇とともに膨張し、ある

Table 2 Test Oils

Oil No.	Test oil		Density at 25°C [g/cm ³]	Viscosity at 25°C [Pa·s]	V. T. C. ^{a)}
	Base oil	Additive			
Oil-1	Dimethylsilicone oil	None	0.972	11.75	0.58
Oil-2	〃	Heat stabilizer A ^{b)}	〃	11.56	〃
Oil-3	〃	Heat stabilizer B	〃	11.67	〃
Oil-4	〃	Heat stabilizer C	〃	11.66	〃
Oil-5	〃	EP-Agent A	〃	11.72	〃
Oil-6	〃	EP-Agent A ^{c)}	〃	11.67	〃
Oil-7	〃	EP-Agent B	〃	11.72	〃
Oil-8	〃	EP-Agent C	〃	11.51	〃

a) V. T. C. (Viscosity Temperature Coefficient) = $1 - \text{Viscosity at } 100^\circ\text{C} / \text{Viscosity at } 40^\circ\text{C}$.

b) Heat stabilizer : Conventional additives to inhibit gelling of silicone oil.

c) EP-Agent A and A' differ in the additive dosage.

Speed difference : 100 rpm, Temperature : 145°C,
Filling degree : 90%.

Fig. 5 Stability of Dimethylsilicone Oil (Oil-1) in V. C. Test

時点（もともとオイルの充てん率は 80 から 90% であるがこれが熱膨張により 100% になる近辺）で内部圧力が急激に上昇し、プレートの直接接触により大きな伝達トルクを発生する現象である。ここでのハンプモードは、冷却を止め温度が約 160 から 210°C に上昇の間、回転数を 100 から 80 rpm に調整しながら一定の高トルク（157 N・m、事前トルクによっても変わるが通常トルク 2~3 倍に相当）で 3 分間運転したものである。Run (1) との比較から、Run (2) においてハンプモードの後でトルク上昇傾向がさらに加速したことがわかる。

試験後のオイルの性状を Table 3 に示すが、Run (1) では粘度が約 2.4 倍に、Run (2) では半固体状のゲルに変化しており、トルク上昇はオイルの粘度増加に起因していることがわかる。なお、高粘度のジメチルシリコンオイルは非ニュートン流体であり¹⁾、また劣化オイルはせん断速度-見かけ粘度の特性も変化しているものと考えられる。ここでの粘度測定は、ブルックフィールド粘度計による極低せん断速度における粘度で、試験条件下の実際の見かけ粘度とは異なる。緒言で示した伝達トルクと粘度の関係式における粘度はプレート間のオイルの実効粘度で、トルク変化は局所的な温度上昇などの点も考慮した見かけ粘度の変化で議論する必要がある⁵⁾。ただ、Fig. 5 のトルク上昇はこの実効粘度（見かけ粘度）も増加しているこ

Table 3 Data of Viscosity Change and Wear Debris in V. C. Test
(speed difference : 100 rpm, temperature : 145°C)

		Run (1)	Run (2)
Test time	[h]	400	640
Viscosity change at 25°C	[%]	+136	gel
Wear debris (as Fe in oil)	[wt%]	0.49	0.88

とを意味しており、本報告の範囲内ではブルックフィールド粘度計での粘度で粘度変化の傾向をとどめた。本報告以外の試験において、測定粘度の変化と見かけ粘度の変化の傾向が逆になる可能性もあると思われるが、この点については今後検討していきたい。

いずれにしても、ジメチルシリコンオイルは熱酸化安定性に優れる合成オイルの一つであり、Fig. 3 に示したように空気浴中で加熱しても 170°C 以下の温度では粘度変化をほとんど起こさないが、ビスカスカップリングの中では内部温度 145°C という比較的低温で粘度増加を起こし、最終的にはゲルになることがわかった。このことは、ジメチルシリコンオイルを粘度増加させるビスカスカップリング特有の要因があることを示唆している。この要因の一つとして、Table 3 に示すように試験後オイルから鉄分が検出されており、また Run (1) 後のオイルの顕微鏡での観察で摩耗粉を含む微小のゲルが観察されたことなどから (Fig. 6)、プレートの摩擦摩耗や摩耗粉が関係しているものと推定した。特に、Run (2) でのハンプモード後の急激なトルク上昇はハンプ時の摩耗粉の生成に起因していることを示唆している。通常、ビスカスモードではインナープレートとアウトタープレート間のオイルの粘性抵抗によりトルクを発生するモードであるが、ビスカスモードと言ってもインナープレートの移動によるプレート間の直接接触をある程度起こしているものと考えられる。

なお、粘度増加しているものに微小ゲルが観察されるなど (Fig. 6)、粘度増加はジメチルシリコンオイルのゲル化現象である。ゲル化現象の程度が小さいか、部分的な場合に粘度の増加にとどまり、ゲル化現象が進むと半固体状のゲルになると考える。以後、粘度増加からゲルに至るまでの現象をゲル化と

Fig. 6 Example of Micrograph of Tested Oil (V. C. Test)

Speed difference : 100 rpm, Temperature : 130°C, Filling degree : 90%.

Fig. 7 Influence of Fe_xN and Fe_3O_4 on the Stability of Dimethylsilicone Oil (Oil-1) in V. C. Test

表現することがある。

3. 2. ビスカスカップリングの中でのジメチルシリコンオイルの劣化の要因

ビスカスモードやハンプモードで発生する摩耗粉の影響を調べるため、プレートの摩耗粉と考えられる窒化鉄や酸化鉄の粉末を Oil-1 にあらかじめ加えて実機台上試験を行った。試験結果を Fig. 7 に示すように、 Fe_xN 粉末の存在により粘度増加が促進され急激なトルク上昇を示す。一方、 Fe_3O_4 粉末は単独ではほとんどトルク上昇に対して影響を及ぼさないが、 Fe_xN と共存するとトルク上昇を促進する。なお、 Fe_xN および Fe_xN と Fe_3O_4 の両方を加えて試験した後のオイルはいずれもゲルに変化していた。したがって、急激なトルク上昇はオイルのゲル化に基づくものであり、主に窒化鉄がジメチルシリコンオイルのゲル化を促進することがわかった。このことから、Fig. 5 における 300 時間以後のトルク上昇は、プレートの摩耗により生成した窒化鉄を主体とする摩耗粉が関与してジメチルシリコンオイルのゲル化を加速したものと考えられる。

Fig. 8 Effect of Heat Stabilizers on the Stability of Dimethylsilicone Oil in Static Heat Test (temp. : 230°C)

Speed difference : 100 rpm, Temperature : 130°C, Filling degree : 90%, Fe_xN : 5 wt%.

Fig. 9 Effect of Heat Stabilizers on the Stability of Dimethylsilicone Oil in Accelerated V. C. Test

ここで、ビスカスカップリングの中でのジメチルシリコンオイルのゲル化は窒化鉄の存在により加速されることが示唆され、この要因の対策が安定性に優れたオイルの開発につながる。そこで、窒化鉄により加速されるジメチルシリコンオイルのゲル化挙動および添加剤の添加などによるゲル化防止効果を調べるため、 Fe_xN 粉末をオイルにあらかじめ加えて連続差動耐久試験を行うこととし、この条件を実機台上加速試験とした。特に、この実機台上加速試験は一定量の窒化鉄を加えることでその影響を一定にでき、ビスカスカップリングオイルの開発の手段として有用である。

3. 3. ジメチルシリコンオイルのゲル化防止のための添加剤

実機台上加速試験および静的加熱試験により、ジメチルシリコンオイルの高温でのゲル化を防止するための添加剤の効果について検討した。従来よりシリコンオイルのゲル化防止剤として酸化防止剤などの耐熱向上剤が開発されている。Fig. 8 および Fig. 9 は耐熱向上剤を添加してその効果をみたもので

Fig. 10 Effect of EP-Agents on the Stability of Dimethylsilicone Oil in Static Heat Test (temp.: 230°C)

Speed difference : 100 rpm, Temperature : 130°C, Filling degree : 90%, Fe_xN : 5 wt%.

Fig. 11 Effect of EP-Agents on the Stability of Dimethylsilicone Oil in Accelerated V. C. Test

ある。耐熱向上剤 A, B, C を添加した Oil-2, 3, 4 はいずれも無添加の Oil-1 と比較して静的加熱試験でゲルに至る時間が延長しており、実機台上加速試験においてもトルク上昇がやや遅れる傾向にある。しかし、Fig. 9 は耐熱向上剤の添加では実機台上加速試験でのトルク上昇を完全に抑えることはできないことを示している。次に、Fig. 10 および Fig. 11 は、ジメチルシリコンオイルのゲル化がプレートの摩擦摩耗に起因するとすれば、その要因に関係すると考えられる極圧剤を添加したときの結果である。極圧剤 A, B, C を添加した Oil-5, 7, 8 はいずれも静的加熱試験では Oil-1 と同等以下のゲル化時間であるが、実機台上加速試験では大きなトルク変化を示さない。なお、Fig. 11 における Oil-5 と Oil-6 の比較から、同じ

Speed difference : 100 rpm, Temperature : 130°C, Filling degree : 90%, Fe_xN : 5 wt%.

Fig. 12 Performance of Newly Developed Oil in Accelerated V. C. Test

極圧剤でもその添加量によってトルク変化の程度が影響されることがわかる。Table 4 に実機台上加速試験後オイルの性状を示す通り、Oil-2, 3, 4 の試験後オイルはゲルに変化しており、Oil-5, 6, 7, 8 の試験後オイルは若干の粘度低下や増加があるもののゲルには至っておらず、極圧剤の添加効果が明確である。

これらのことから、耐熱向上剤は静的加熱条件下でのゲル化防止に効果があるが、ビスカスカップリングオイルの中でのゲル化を防止することはできないことがわかる。また、ここで用いた特定の極圧剤は静的加熱条件下では特にゲル化を防止しないが、ビスカスカップリングオイルとしてのシリコンオイルのゲル化防止に極めて有効であることがわかった。なお、極圧剤の作用機構については摩擦摩耗あるいは摩耗粉のゲル化促進作用と関係するものと推定できるが、単に摩擦面の温度上昇の抑制だけとは考えにくく、その詳細については今後の課題である。

3. 4. 開発オイルの性能

ジメチルシリコンオイルを基材とし、そのゲル化防止に特定の極圧剤の添加が有効であるという知見に基づき、新たにビスカスカップリングオイルを開発した。Fig. 12 に、従来の耐熱向上剤のみの技術からなるオイルと比較して、新開発オイルの性能を評価した結果の一例を示す。新開発オイルは、窒化鉄粉末を添加した加速条件下にあってもトルク変化がほとんどなく、250 時間の試験後オイルも -6% の粘度変化しか示さない。このほか、新開発オイルはビスカスカップリングオイルとして安定性に優れ長期間の使用に耐えることが各種の実機台上

Table 4 Data of Viscosity Changes after Accelerated V. C. Test
(speed difference : 100 rpm, temperature : 130°C, Fe_xN : 5 wt%)

		Oil-1	Oil-2	Oil-3	Oil-4	Oil-5	Oil-6	Oil-7	Oil-8
Test time	[h]	92	185	130	165	208	214	200	115
Viscosity changes at 25°C	[%]	gel	gel	gel	gel	+119	-11	+56	-24

試験および実車走行試験で確認されている。

4. 結 論

ビスカスカップリングオイルの開発を目的としてのジメチルシリコンオイルの安定性を調べ、次の結果を得た。

- 1) ジメチルシリコンオイルは、熱酸化安定性に優れる合成オイルの一つであるが、ビスカスカップリングの流体として用いた場合、粘度増加（ゲル化）を起こすことがある。
- 2) このゲル化はプレートの摩擦が関係し窒化鉄の存在により促進される。
- 3) オイルに窒化鉄粉末をあらかじめ加えて連続差動試験を行うことにより、短時間でオイルの評価が可能な試験法を設定した。
- 4) ビスカスカップリングオイルとしてのジメチルシリコンオイルのゲル化防止には、耐熱向上剤はほとんど効果がなく、

特定の極圧剤が極めて有効である。

- 5) 実用上、優れた安定性を有するビスカスカップリングオイルを開発した。

最後に本研究の実施に際し、実験方法に関する貴重なご意見をいただいたビスコドライブジャパン(株)の湯橋行男氏ならびにダウコーニング(株)の池澤淳氏に厚く感謝します。

References

- 1) Ushijima, T., Yuhashi, Y., *Journal of the Society of Automotive Engineers of Japan*, **41**, (10), 1162 (1987).
- 2) Kikuchi, H., Kurachi, T., *Junkatsu*, **33**, (11), 816 (1988).
- 3) Yano, N., Teraoka, M., Ikezawa, A., Masuda, T., JSAE Paper 882122, (1988).
- 4) Yano, N., Preprint of Products Div. Conf. of Jpn. Petrol. Inst., Tokyo, 1992.
- 5) Takemura, T., Niikura, Y., SAE Paper 900558, (1990).

Summary

Development of Viscous Coupling Oil (Part 1) Problem of Viscosity Increases in Dimethylsilicone Oils and Its Solution

Norio YANO^{†1)}, Teiji MASUDA^{†1)}, and Masao TERAOKA^{†2)}

^{†1)} COSMO Research Institute, 1134-2 Gongendo, Sate, Saitama 340-01

^{†2)} Tochigi Fuji Sangyo K. K., 2388 Ohmiya-cho, Tochigi 328

Viscous couplings were first introduced as a component of passenger car drivetrain, in Japan in 1985. They have rapidly spread into the market because of their advantages in attaining ease of driving. Torque is transmitted by the viscous coupling, which utilizes the viscosity of silicone fluid. The stability of fluid is the key point for the durability and reliability of the coupling. High-viscosity dimethylsilicone oils are usually adopted as the basic fluid for the viscous coupling. As the viscous couplings became popular, it was feared that oils might develop viscosity increases or gelling under extremely severe service conditions. The purpose of this paper is to investigate the stability of dimethylsilicone oils as applied to the viscous coupling and to develop stable torque transmission oils.

The stability of dimethylsilicone oils without and with additives has been examined under constant revolving speed in bench test, using viscous couplings. In this durability test (V. C. Test), torque changes as viscosity changes. The results may be summarized as follows:

(1) Dimethylsilicone oils are thermostable, showing only minor viscosity changes caused by simple oxidation

and pyrolysis up to about 170°C. Nevertheless, in case of testing silicone oils in the viscous coupling, viscosity increases and gelling occurs, even in comparatively low temperature conditions of less than 170°C.

(2) Viscosity increases in the viscous coupling are accelerated remarkably in the presence of wear debris, such as Fe_xN.

(3) A simple test procedure to evaluate the stability of oil, within a short time, with high accuracy, has been established by admixing Fe_xN powder to the oil beforehand (This test was named "Accelerated V. C. Test", by the authors).

(4) Heat stabilizers are ineffective for the prevention of gelling in the viscous coupling.

(5) Particular EP-agents are highly effective in preventing viscosity increases and gelling of dimethylsilicone oil in the viscous coupling.

The new oils, which were developed in accordance with the principles mentioned above, have good stability and less tendency to gel, even under severe conditions, thereby contributing to improved the performance and reliability of the viscous coupling.

Keywords

Viscous coupling, Dimethylsilicone oil, Stability, Gel, Extreme pressure additive