

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2016-160356

(P2016-160356A)

(43) 公開日 平成28年9月5日(2016.9.5)

| (51) Int.Cl. | F I | テーマコード (参考) |
|---------------------------------|----------------|-------------|
| C 1 O M 169/02 (2006.01) | C 1 O M 169/02 | 4 H 1 0 4 |
| C 1 O M 133/16 (2006.01) | C 1 O M 133/16 | |
| C 1 O M 133/56 (2006.01) | C 1 O M 133/56 | |
| C 1 O M 135/18 (2006.01) | C 1 O M 135/18 | |
| C 1 O M 147/00 (2006.01) | C 1 O M 147/00 | |

審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 16 頁) 最終頁に続く

| | | | |
|-----------|----------------------------|----------|--|
| (21) 出願番号 | 特願2015-40728 (P2015-40728) | (71) 出願人 | 000004444 J X エネルギー株式会社 東京都千代田区大手町一丁目1番2号 |
| (22) 出願日 | 平成27年3月2日 (2015.3.2) | (74) 代理人 | 110000774 特許業務法人 もえぎ特許事務所 |
| | | (72) 発明者 | 和田 寿之 東京都千代田区大手町二丁目6番3号 J X 日鉱日石エネルギー株式会社内 |
| | | (72) 発明者 | 坂本 清美 東京都千代田区大手町二丁目6番3号 J X 日鉱日石エネルギー株式会社内 |
| | | (72) 発明者 | 荒井 孝 東京都千代田区大手町二丁目6番3号 J X 日鉱日石エネルギー株式会社内 |

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 グリース組成物

(57) 【要約】

【課題】摺動面の荷重が高い場合でも摩擦係数を下げることができるグリース組成物を提供する。

【解決手段】潤滑油基油と、グリース組成物の全量基準で、増ちょう剤を3～20質量%、脂肪族アミド化合物を5～20質量%、および、固体潤滑成分として、モリブデンジチオカーバメートを2～10質量%およびフッ素樹脂を1～5質量%含むグリース組成物。

【選択図】なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

潤滑油基油と、グリース組成物の全量基準で、増ちょう剤を 3 ~ 20 質量%、脂肪族アミド化合物を 5 ~ 20 質量%、および、固体潤滑成分として、モリブデンジチオカーバメートを 2 ~ 10 質量%およびフッ素樹脂を 1 ~ 5 質量%含むグリース組成物。

【請求項 2】

さらに、潤滑油基油に溶解したモリブデンジチオカーバメートまたはジチオリン酸亜鉛の少なくとも一方または両方を、グリース組成物の全量基準で 0.2 ~ 5 質量%含む請求項 1 に記載のグリース組成物。

【請求項 3】

さらに、金属スルフォネートを、グリース組成物の全量基準で 0.5 ~ 10 質量%含む請求項 1 または 2 に記載のグリース組成物。

【請求項 4】

金属スルフォネートとして、グリース組成物の全量基準で、マグネシウムスルフォネートを 0.2 ~ 5 質量%、およびカルシウムスルフォネートを 0.2 ~ 5 質量%含む請求項 3 に記載のグリース組成物。

【請求項 5】

固体潤滑成分としてのモリブデンジチオカーバメートを、グリース組成物の全量基準で 3 ~ 10 質量%含む請求項 4 に記載のグリース組成物。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、高負荷条件下でも潤滑性に優れたグリース組成物に関する。

【背景技術】

【0002】

グリースは、主にすべり軸受けやころがり軸受け（ベアリング）、あるいは接触面が動くために潤滑剤の膜を付着した状態に保つのが難しい摺動面に用いられる。通常、グリースは、潤滑油基油に、増ちょう剤や必要に応じて添加剤を配合して調製されている。

近年、自動車や電気機器等の機械技術の進歩に伴い、各種機器は小型軽量化、高出力化、ロングライフ化の傾向あり、運転条件が過酷になってきている。これに伴い、各種機器に使用されるグリースも潤滑性等の要求性能が高まっている。

【0003】

このグリースの潤滑性の改善のため、基油、増ちょう剤、添加剤の選択が種々提案され、例えば、潤滑油基油、増ちょう剤、固体潤滑剤及び特定のアミド化合物を配合することにより、樹脂材料との摩擦係数を改善できるグリースや高温使用でも耐摩耗性の低下が少ないグリースが提案されている（特許文献 1、2）。

しかしながら、これらのグリースは潤滑する摺動面の荷重が高い場合には、摩擦係数が高いなどにより、いまだ十分な潤滑特性が得られない。このため、高負荷条件で潤滑特性を維持することが困難であった。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【特許文献 1】特開 2013 - 181154 号公報

【特許文献 2】特開 2013 - 181156 号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本発明は上記問題を解決するもので、本発明が解決しようとする課題は、摺動面の荷重が高い場合でも摩擦係数を下げることができるグリース組成物を提供することである。

【課題を解決するための手段】

10

20

30

40

50

【0006】

本発明者は、かかる課題を解決するために、鋭意、研究を進めた結果、脂肪族アミド化合物と、固体潤滑成分としてモリブデンジチオカーバメートとフッ素樹脂を配合したグリースにより、高負荷条件でも低い摩擦係数が得られることを見出した。

本発明は、かかる知見に基づきなされたもので、次のものからなる。

【0007】

(1) 潤滑油基油と、グリース組成物全量基準で、増ちょう剤を3～20質量%、脂肪族アミド化合物を5～20質量%、および、固体潤滑成分として、モリブデンジチオカーバメートを2～10質量%およびフッ素樹脂を1～5質量%含むグリース組成物。

(2) さらに、潤滑油基油に溶解したモリブデンジチオカーバメートまたはジチオリン酸亜鉛の少なくとも一方または両方を、グリース組成物全量基準で0.2～5質量%含む上記(1)に記載のグリース組成物。

【0008】

(3) さらに、金属スルフォネートを、グリース組成物全量基準で0.5～10質量%含む上記(1)または(2)に記載のグリース組成物。

(4) 金属スルフォネートとして、グリース組成物全量基準で、マグネシウムスルフォネートを0.2～5質量%、およびカルシウムスルフォネートを0.2～5質量%含む上記(3)に記載のグリース組成物。

(5) 固体潤滑成分としてのモリブデンジチオカーバメートを、グリース組成物全量基準で3～10質量%含む上記(4)に記載のグリース組成物。

【発明の効果】

【0009】

本発明のグリース組成物は、潤滑油基油、増ちょう剤、脂肪族アミド化合物、および、固体潤滑成分としてモリブデンジチオカーバメートとフッ素樹脂を含有することにより、高負荷条件でも摩擦係数が低く抑えられ、優れた潤滑特性が発揮されるという格別の効果を奏する。

【発明を実施するための形態】

【0010】

〔潤滑油基油〕

本発明の潤滑油基油としては、通常のグリースで用いられている潤滑油基油であれば、鉱油系または合成系のいずれも用いることができるが、40における動粘度が1～500 mm^2/s のものが好ましく、5～1000 mm^2/s がより好ましい。40における動粘度が1～500 mm^2/s から外れると、所望のちょう度を有するグリース組成物を簡便に調製でき難くなる。さらに、優れた潤滑性を有するグリースを調製するためには、粘度指数が90以上、特に95～250、流動点が-10以下、特に-15～-70、引火点が150以上の物性を有する潤滑油基油が好ましい。

また、固体潤滑剤を含有する場合には、潤滑油基油の15における密度が、0.75～0.95 g/cm^3 の範囲のものが好ましい。この密度は、特に0.8～0.9 g/cm^3 のものが好ましい。

【0011】

鉱油系潤滑油基油としては、原油を常圧蒸留し、あるいはさらに減圧蒸留して得られる留出油を各種の精製プロセスで精製した潤滑油留分が挙げられる。精製プロセスは、水素化精製、溶剤抽出、溶剤脱ろろ、水素化脱ろろ、硫酸洗浄、白土処理などであり、これらを適宜の順序で組み合わせて処理して本発明の基油を得ることができる。異なる原油あるいは留出油を、異なるプロセスの組合せ、順序により得られた、性状の異なる複数の精製油の混合物も有用である。いずれの方法によっても、得られる基油の性状が、前述した密度を満足するように調整することによって好ましく使用することができる。

【0012】

合成系潤滑油基油としては、加水分解安定性に優れた基材を用いることが好ましく、例えば、ポリオレフィン、ポリブテンや2種以上の各種オレフィンの共重合体などの

10

20

30

40

50

ポリオレフィン、ポリエステル、ポリアルキレングリコール、アルキルベンゼン、アルキルナフタレンなどが挙げられる。なかでも、ポリオレフィンが、入手性、コスト面、粘度特性、酸化安定性、システム部材との適合性の面で好ましい。ポリオレフィンは、1ドデセンや1ドデセンなどの重合物がコスト面でさらに好ましい。

【0013】

潤滑油基油は、例示した合成系を単独で、あるいは2種以上混合して用いることができる。さらに、前記鉱油系と混合しても使用することもできる。

この潤滑油基油の含有量は、グリース組成物全量基準で、50～95質量%が好ましく、60～85質量%とすることが特に好ましい。潤滑油基油の含有量が50～95質量%の範囲とすると、所望のちょう度を有するグリース組成物を簡便に調製できる。

10

【0014】

〔増ちょう剤〕

本発明の増ちょう剤としては、通常のグリースで用いられている増ちょう剤であれば、特に支障なく用いることができるが、金属石けん系増ちょう剤やウレア系増ちょう剤を用いることが好ましい。増ちょう剤は、一種類でも複数の種類を混合して用いてもよい。この増ちょう剤の含有量は、所望のちょう度が得られれば良く、例えば、グリース組成物の全量基準で、好ましくは2～30質量%、さらに好ましくは5～20質量%である。

【0015】

このうち、金属石けん系増ちょう剤はカルボン酸金属塩からなる増ちょう剤であるが、カルボン酸はヒドロキシ基などを有するカルボン酸誘導体であってもよい。

20

カルボン酸は、ステアリン酸、アゼライン酸などの脂肪族カルボン酸でも、テレフタル酸などの芳香族カルボン酸でもよいが、1価または2価の脂肪族カルボン酸、特に炭素数6～20の脂肪族カルボン酸が用いられる。特に、炭素数12～20の1価脂肪族カルボン酸や炭素数6～14の2価脂肪族カルボン酸が好ましく用いられる。1個のヒドロキシル基を含む1価脂肪族カルボン酸が好ましい。

金属としては、リチウム、ナトリウムなどのアルカリ金属、カルシウムなどのアルカリ土類金属、アルミニウムのような両性金属でもよいが、アルカリ金属、特にリチウムが好ましく用いられる。

【0016】

なお、この増ちょう剤は、金属石けんの形で配合してもよいが、カルボン酸と金属源（金属塩、金属塩水酸化物等）を別々に配合して、グリース作製時に反応させて、金属石けん増ちょう剤としてもよい。

30

このようなカルボン酸金属塩は、一種類でも複数の種類を混合して用いてもよい。例えば、12ヒドロキシステアリン酸リチウムとアゼライン酸リチウムの混合物は特に好ましい。

【0017】

一方、ウレア系増ちょう剤としては、例えば、ジイソシアネートとモノアミンとの反応で得られるジウレア化合物やジイソシアネートとモノアミン、ジアミンとの反応で得られるポリウレア化合物等を用いることができる。

ジイソシアネートとは、炭化水素の2つの水素がイソシアネート基で置換された化合物であり、フェニレンジイソシアネート、トリレンジイソシアネート、ジフェニルジイソシアネート、ジフェニルメタンジイソシアネート、オクタデカンジイソシアネート、デカンジイソシアネート、ヘキサレンジイソシアネートなどが好ましく、炭化水素が、非環状炭化水素でも環状炭化水素でもよく、芳香族炭化水素でも脂環族炭化水素、脂肪族炭化水素でもよい。その炭素数は、4～20、特に8～18が好ましい。

40

【0018】

また、モノアミンとは、アンモニアの1つの水素が炭化水素基で置換された化合物であり、オクチルアミン、ドデシルアミン、ヘキサデシルアミン、ステアリルアミン、オレイルアミン、アニリン、pトルイジン、シクロヘキシルアミン等が好ましい。ジアミンとは、アンモニアの2つの水素が炭化水素基で置換された化合物であり、エチレンジアミン

50

、プロパンジアミン、ブタンジアミン、ヘキサンジアミン、オクタンジアミン、フェニレンジアミン、トリレンジアミン、キシレンジアミン、ジアミノジフェニルメタン等が好ましい。モノアミン、ジアミンの炭化水素基は、非環状炭化水素基でも環状炭化水素基でもよく、芳香族炭化水素基でも脂環族炭化水素基、脂肪族炭化水素基でもよい。その炭素数は、2～20、特に4～18が好ましい。

【0019】

〔脂肪族アミド化合物〕

本発明の脂肪族アミド化合物は、脂肪族炭化水素の少なくとも1つの水素がアミド基（NH CO）で置換された化合物であり、アミド基を1つ含む化合物（モノアミド）、アミド基を2つ含む化合物（ビスアミド）またはアミド基を3つ含む化合物（トリアミド）のいずれをも用いることができる。

10

【0020】

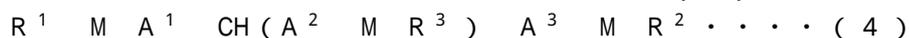
モノアミドとしては、モノアミンの酸アミドでも、モノ酸の酸アミドのいずれでも良く、ビスアミドも、ジアミンの酸アミドでも、ジ酸の酸アミドのいずれでも良い。

好ましく用いられるアミド化合物は、融点が40～180、より好ましくは80～180、更に好ましくは100～170、分子量が242～932、より好ましくは298～876のものである。

脂肪族のモノアミド、ビスアミド、及びトリアミドは、下記の一般式（1）、一般式（2）及び（3）、及び一般式（4）でそれぞれ表される。

20

【0021】



【0022】

上記各式において、 R^1 、 R^2 、 R^3 は、それぞれ独立して、炭素数5～25の脂肪族炭化水素基である。また、一般式（1）の場合には R^2 が水素の場合も含む。 A^1 、 A^2 、 A^3 は、それぞれ独立して、炭素数1～10の脂肪族炭化水素基で、Mはアミド基である。

なお、モノアミドの場合、 R^2 が水素又は炭素数10～20の飽和又は不飽和の鎖状炭化水素基であることが好ましい。

30

また、ジアミンの酸アミドの場合は、 A^1 が炭素数1～4の2価の飽和鎖状炭化水素基のものが好ましい。

さらに、式（2）及び（3）において、 R^1 、 R^2 、または A^1 で表される炭化水素基は、一部の水素が水酸基（OH）で置換されていてもよい。

【0023】

上記一般式（1）で表されるモノアミドとしては、具体的には、ラウリン酸アミド、パルミチン酸アミド、ステアリン酸アミド、ベヘン酸アミド、ヒドロキシステアリン酸アミド等の飽和脂肪酸アミド、オレイン酸アミド、エルカ酸アミドなどの不飽和脂肪酸アミド、及びステアリルステアリン酸アミド、オレイルオレイン酸アミド、オレイルステアリン酸アミド、ステアリルオレイン酸アミド等の飽和又は不飽和の長鎖脂肪酸と長鎖アミンによる置換アミド類などが挙げられる。

40

【0024】

上記一般式（2）で表されるジアミンの酸アミドとしては、具体的には、エチレンビスステアリン酸アミド、エチレンビスイソステアリン酸アミド、エチレンビスオレイン酸アミド、メチレンビスラウリン酸アミド、ヘキサメチレンビスオレイン酸アミド、ヘキサメチレンビスヒドロキシステアリン酸アミド等が挙げられる。

一般式（3）で表されるジ酸のビスアミドとしては、具体的には、N,N' ビスステアリルセバシン酸アミド等が挙げられる。

これらビスアミドの中でも、一般式（2）及び一般式（3）の R^1 と R^2 がそれぞれ独立して炭素数12～20の飽和鎖状炭化水素基又は不飽和鎖状炭化水素基のアミド化合物で

50

あることが好ましい。

【0025】

上記一般式(4)で表されるトリアミドは多数あるが、本発明に好適に用いることができる化合物として具体的にはN-アシルアミノ酸ジアミド化合物が挙げられる。この化合物のN-アシル基は、炭素数1~30の直鎖又は分枝の飽和又は不飽和の脂肪族アシル基又は芳香族アシル基、特にカプロイル基、カプリロイル基、ラウロイル基、ミリストイル基、ステアロイル基からなるものが好ましく、またアミノ酸としてはアスパラギン酸、グルタミン酸からなるものが好ましく、また、アミド基のアミンは炭素数1~30の直鎖又は分枝の飽和又は不飽和の脂肪族アミン、特にブチルアミン、オクチルアミン、ラウリルアミン、イソステアリルアミン、ステアリルアミン等が好ましい。特に、具体的な化合物としてN-ラウロイル-L-グルタミン酸、ジ-n-ブチルアミドが好ましい。

10

【0026】

上記アミド化合物はそれぞれ単独で用いても、2種以上を任意の割合で組み合わせて用いてもよい。このアミド化合物の含有量は、グリース組成物全量基準で、5~20質量%であり、7~15質量%とすることが好ましい。

【0027】

〔固体潤滑成分〕

本発明は、固体潤滑成分として、少なくともモリブデンジチオカーバメートとフッ素樹脂を含むものであり、モリブデンジチオカーバメートの含有量はグリース組成物全量基準で、2~10質量%であり、3~10質量%、さらには5~10質量%とすることが好ましい。フッ素樹脂の含有量はグリース組成物全量基準で、1~5質量%であり、1.5~5質量%とすることが好ましい。

20

【0028】

〔固体潤滑成分としてのモリブデンジチオカーバメート〕

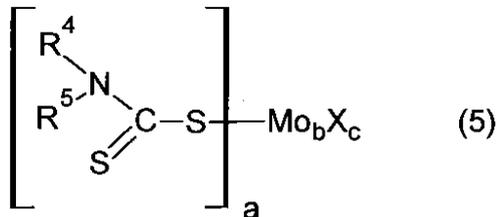
本発明における固体潤滑成分としてのMoDTCとは、潤滑油基油に溶解していない固体粒子状のモリブデンジチオカーバメート(以下、「MoDTC」ともいう)のことである。

本発明のMoDTCとしては、下記一般式(5)で表される化合物を用いることができる。

30

【0029】

【化1】



40

【0030】

上記一般式(5)において、R⁴およびR⁵は同一でも異なっていてもよく、それぞれ炭素数1以上の炭化水素基を表し、Xは同一でも異なっていてもよく、それぞれ酸素原子または硫黄原子を表し、a、b、cはそれぞれ1~6の整数を表す。

なお、一般式(5)中のR⁴およびR⁵で表される炭化水素基としては、例えば、炭素数1~5のアルキル基、シクロアルキル基が好適なものとして挙げられる。また、aは1~3、bは1~3、cは2~6が好ましく、酸素原子と硫黄原子の比率は1:0.5~1:4が好ましい。これらのMoDTCは、一般に潤滑油基油に対する溶解度が低いため、基油の溶解量以上をグリース組成物に含有させることにより、潤滑油基油に溶解していない固体潤滑成分とすることができ。なお、R⁴、R⁵が炭素数2~4のアルキル基からな

50

る M o D T C は潤滑油基油に対する溶解度が非常に低いため、この種の M o D T C を用いることがより好ましい。

本発明で用いるモリブデンジチオカーバメートは、粒子直径が 0.2 ~ 50 μm のものが好ましく、1 ~ 10 μm のものがより好ましい。

【0031】

上記モリブデンジチオカーバメート中のモリブデン元素含有量は、モリブデンジチオカーバメート基準で、10 ~ 40 質量% が好ましく、20 ~ 35 質量% がより好ましく、また、硫黄元素含有量は、モリブデンジチオカーバメート基準で 10 ~ 40 質量% が好ましく、20 ~ 35 質量% がより好ましい。

【0032】

[ふっ素樹脂]

本発明では、固体潤滑成分として、モリブデンジチオカーバメートとともに、ふっ素樹脂を用いる。このようなふっ素樹脂としては、ポリテトラフルオロエチレン (P T F E)、テトラフルオロエチレン・パーフルオロアルキルビニルエーテル共重合体 (P F A)、テトラフルオロエチレン・ヘキサフルオロプロピレン共重合体 (F E P)、テトラフルオロエチレン・エチレン共重合体 (E T F E)、ポリビニリデンフルオライド (P V D F)、ポリクロロトリフルオロエチレン (P C T F E) 等などが好適である。

このフッ素樹脂は、粒子直径が 0.2 ~ 50 μm のものが好ましく、1 ~ 10 μm のものがより好ましい。

【0033】

他の固体潤滑成分として、一般に潤滑剤に使用されているメラミンシアヌレート、二硫化モリブデン、窒化ホウ素、黒鉛、雲母、フッ化黒鉛などをさらに含有してもよいが、通常は、その必要はない。

【0034】

[潤滑油基油に溶解させるモリブデンジチオカーバメート、ジチオリン酸亜鉛]

本発明では、潤滑油基油に油溶状態で存在するモリブデンジチオカーバメートとジチオリン酸亜鉛の少なくとも一方を含むことが好ましく、特に両者を含むことがより好ましい。

両者の合計の含有量は、グリース組成物全量基準で、1 ~ 5 質量%、さらには 3 ~ 5 質量% とすることが好ましい。潤滑油基油に溶解させるモリブデンジチオカーバメートの含有量は、グリース組成物全量基準で 0.5 ~ 5 質量% が好ましく、さらには 1 ~ 4 質量% とすることがより好ましい。ジチオリン酸亜鉛の含有量は、グリース組成物全量基準で 0.5 ~ 5 質量%、さらには 1 ~ 5 質量% とすることが好ましい。

【0035】

潤滑油基油に溶解させるモリブデンジチオカーバメートは、前述の一般式 (5) で表される化合物を用いることができる。

この場合、一般式 (5) 中の R^4 および R^5 で表される炭化水素基としては、例えば、炭素数 5 ~ 24 のアルキル基、炭素数 5 ~ 7 のシクロアルキル基、炭素数 6 ~ 11 のアルキルシクロアルキル基、炭素数 6 ~ 18 のアリール基、炭素数 7 ~ 24 のアルキルアリール基および炭素数 7 ~ 12 のアリールアルキル基が好適なものとして挙げられる。さらに、 R^4 、 R^5 が炭素数 8 以上のアルキル基、シクロアルキル基、アルキルシクロアルキル基、アリール基、アルキルアリール基およびアリールアルキル基からなる M o D T C は潤滑油基油に対する溶解度が比較的大きいため、この種の M o D T C を用いることがより好ましい。

【0036】

上記モリブデンジチオカーバメート中のモリブデン元素含有量は、モリブデンジチオカーバメート基準で 10 ~ 40 質量% が好ましく、20 ~ 35 質量% がより好ましく、また、硫黄元素含有量は、モリブデンジチオカーバメート基準で 10 ~ 40 質量% が好ましく、20 ~ 35 質量% が特に好ましい。

【0037】

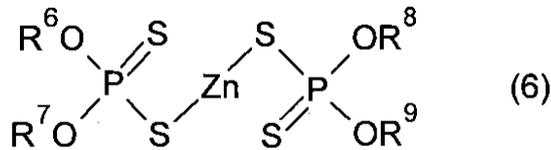
なお、本発明のグリース組成物中のモリブデンの含有量は、固体潤滑成分および潤滑油基油溶解分の合計量がモリブデン元素換算量として、グリース組成物全量基準で0.1～10質量%、特に0.2～5質量%、さらには0.5～5質量ppmが好ましい。

【0038】

本発明で用いるジチオリン酸亜鉛としては、潤滑油添加剤として市販されているものを用いることができ、下記一般式(6)で表される化合物を用いることができる。

【0039】

【化2】



10

一般式(6)中、 $\text{R}^6 \sim \text{R}^9$ は同一でも異なっていてもよく、それぞれ炭化水素基を表す。また、一般式(6)において、 $\text{R}^6 \sim \text{R}^9$ で表される炭化水素基としては、例えば、炭素数1～24のアルキル基、炭素数5～7のシクロアルキル基、炭素数6～11のアルキルシクロアルキル基、炭素数6～18のアリール基、炭素数7～24のアルカリール基または炭素数7～12のアラルキル基が挙げられ、炭素数8～12のアルキル基がより好ましい。

20

【0040】

〔金属スルフォネート〕

本発明のグリース組成物においては、さらに金属スルフォネートを含有することが好ましい。金属スルフォネートの含有量は、グリース組成物全量基準で0.5～10質量%とすることが好ましく、1～5質量%がより好ましい。金属スルフォネートとしては、アルカリ土類金属の塩、すなわち、アルカリ土類金属スルフォネートを用いることが好ましい。この場合、マグネシウムスルフォネートは、グリース組成物全量基準で0.2～5質量%含有させることが好ましく、0.5～3質量%より好ましく、一方、カルシウムスルフォネートについては、同様に0.2～5質量%が好ましく、0.5～3質量%が好ましい。

30

【0041】

上記金属スルフォネートは、金属系清浄剤として市販されている潤滑油添加剤を用いることができる。例えば、重量平均分子量100～1500、より好ましくは200～700のアルキル芳香族化合物をスルフォン化することによって得られるアルキル芳香族スルフォン酸の金属塩が挙げられる。この場合、アルキル芳香族スルフォン酸としては、例えば、石油スルフォン酸、合成スルフォン酸などが挙げられる。

【0042】

石油スルフォン酸としては、一般に、鉱油の潤滑油留分のアルキル芳香族化合物をスルフォン化したものやホワイトオイル製造時に副生する、いわゆるマホガニー酸等が用いられる。

40

また、前記合成スルフォン酸としては、例えば、洗剤の原料となるアルキルベンゼン製造プラントから副生したり、ポリオレフィンベンゼンにアルキル化することにより得られる、直鎖状又は分枝状のアルキル基を有するアルキルベンゼンを原料とし、これをスルフォン化したもの、あるいはジニルナフタレン等のアルキルナフタレンをスルフォン化したもの等が挙げられる。またこれらアルキル芳香族化合物をスルフォン化の際のスルフォン化剤としては特に限定されず、通常、発煙硫酸又は無水硫酸等が用いられる。

【0043】

さらに、石油スルフォン酸、合成スルフォン酸は、中性の正塩として用いることも、過塩基性の金属スルフォネートを用いることもできる。過塩基性金属スルフォネートの製造法は特に限定されないが、例えば、中性(正塩)の金属スルフォネートに金属塩基塩基(

50

マグネシウムの酸化物や水酸化物等)を分散させ、更に炭酸ガスを吹き込んで、炭酸ガスとマグネシウム塩基とを反応させ、系中に炭酸マグネシウム分散体を生成させる方法等により製造できる。

【0044】

マグネシウムスルフォネートは、全塩基価が200～600mg KOH/g、特に300～500mg KOH/gが好ましい。また、カルシウムスルフォネートは、全塩基価が200～600mg KOH/g、特に300～500mg KOH/gが好ましい。なお、本発明において全塩基価とは、JIS K 2501「石油製品及び潤滑油 - 中和価試験方法」に準拠して測定される過塩素酸法による全塩基価を意味する。

【0045】

〔その他の添加剤〕

本発明のグリース組成物には、上記成分以外に、必要に応じて、一般に潤滑油やグリースに用いられている、清浄剤、分散剤、摩耗防止剤、粘度指数向上剤、酸化防止剤、極圧剤、防錆剤、腐食防止剤などを適宜添加することができる。

【0046】

〔調製方法〕

本発明のグリース組成物は、一般的なグリースの製造方法で作製できるが、脂肪族アミド化合物を混合後に、その融点以上に一度加熱することが好ましい。

すなわち、まず、潤滑油基油にその溶解量のMODTCを添加、溶解させた後に、脂肪族アミド化合物とその潤滑油基油をそのアミド化合物の融点以上に加熱して冷却後、増ちょう剤と固体潤滑成分としてのMODTC及びフッ素樹脂などを物理的に混合する方法でもよく、また、増ちょう剤を含む全ての成分を所定量(MODTCについては、基油溶解分+固体潤滑剤分)混合した後に、アミド化合物の融点以上に加熱して冷却することでもよい。

【実施例】

【0047】

1. 潤滑油基油

・実施例2及び3以外の実施例、比較例の鉱物油：常圧蒸留残渣を減圧蒸留して得られた留出油を溶剤精製した次に示す性状を有する潤滑油基油

40 における動粘度；175mm²/s

15 における密度；0.89g/cm³

粘度指数；96

流動点；-12.5

引火点；290

・実施例2の鉱物油：上記と同様の方法で精製した次の性状を有する潤滑油基油

40 における動粘度；93mm²/s

15 における密度；0.89g/cm³

粘度指数；98

流動点；-12.5

引火点；280

・実施例3の鉱物油：上記と同様の方法で精製した次の性状を有する潤滑油基油

40 における動粘度；523mm²/s

15 における密度；0.90g/cm³

粘度指数；97

流動点；-12.5

引火点；320

【0048】

・次の性状を有する合成油（ポリ オレフィン（INEOS社製Durasyn170））

40 における動粘度；68mm²/s

15 における密度；0.83g/cm³

10

20

30

40

50

粘度指数； 133

流動点； -45

引火点； 250

なお、このポリ オレフィンにはアミン系酸化防止剤を添加。

【0049】

2. 増ちょう剤

・Liコンプレックス：2 ヒドロキシステアリン酸リチウムとアゼライン酸リチウムの複合体（混合割合は2：1）

・ウレア：シクロヘキシルアミンとメチレンジフェルニルジイソシアネートからなる脂環族ジウレア

【0050】

3. 脂肪族アミド化合物

・エチレンビスステアリルアミド（特級試薬）

【0051】

4. 金属スルフォネート

・Mgスルフォネート：全塩基価が400mg KOH/g、マグネシウム元素含有量が9質量%、硫黄元素含有量が2質量%

・Caスルフォネート：全塩基価が410mg KOH/g、カルシウム元素含有量が16質量%、硫黄元素含有量が1質量%

【0052】

5. ジチオリン酸亜鉛：一般式(6)において、 $R^6 \sim R^9$ が炭素数8～12のアルキル基

【0053】

6. モリブデンジチオカーバメート

・油溶状態のMODTC：一般式(5)において、 $R^4 \sim R^5$ が炭素数8～12のアルキル基、 $a = 2$ 、 $b = 2$ 、 $c = 4$ であり、酸素原子と硫黄原子の比率は1：1

・MODTC（固体）：一般式(5)において、 $R^4 \sim R^5$ が炭素数4のアルキル基、 $a = 2$ 、 $b = 2$ 、 $c = 4$ であり、酸素原子と硫黄原子の比率は3：1

【0054】

7. フッ素樹脂：ポリテトラフルオロエチレン（PTFE、平均粒子径；4 μ m）

【0055】

〔調製方法〕

各成分を表1に示す配合量（質量%で示す）で容器に入れ、150（アミド化合物の融点以上）に加熱して、マグネチックスターラーで攪拌したのち、室温に冷却した。これをローラ（3本ロール）で加圧分散処理を行い、グリース組成物を調製した。

【0056】

〔評価方法〕

グリースの性状・性能評価方法は、次の通りである。なお、グリースの硬さを示す混和ちょう度及び耐熱性を示す滴点についてはいずれもJIS K2220に従って測定した。

グリースの摩擦特性の評価はシリンダまたはリングとディスクの往復動摩擦試験機で評価試験を行った。ディスクにグリースを塗布し、摺動させたときの摩擦係数を評価した。摩擦係数が低いものが伝達効率を高めることができる。

【0057】

高負荷条件は、SUJ-2の直径15mm×長さ22mmのシリンダと、SUJ-2のプレート状のディスク（直径24mm×長さ7.9mm）を用い、試験温度70、試験荷重は200MPa、摺動周波数は30Hz、滑り速度120mm/s、振幅2mmとした。

低負荷条件は、SUJ-2の外径20mm×内径17mmの円筒リングと、SUJ-2のプレート状のディスク（直径24mm×長さ7.9mm）を用い、試験温度40、試験荷重は3MPa、摺動周波数は1Hz、滑り速度4mm/s、振幅2mmとした。

10

20

30

40

50

これらの評価結果を表 1 ~ 表 3 に示した。

【 0 0 5 8 】

〔 評価結果 〕

脂肪族アミド化合物を配合しない場合（比較例 6）や、固体潤滑成分としての M o D T C を含有しない場合（比較例 1 ~ 6）では、高負荷条件での摩擦特性が高い。一方、脂肪族アミド化合物と固体潤滑成分としての M o D T C とフッ素樹脂を含有する場合（実施例 1 ~ 1 2）は高負荷条件での摩擦特性を低くできる。加えて、金属スルフォネートを含有する場合（実施例 8 ~ 1 0）には高負荷条件での摩擦特性をさらに低くできる。特に、金属スルフォネートとして、マグネシウムスルフォネートとカルシウムスルフォネートとの両者を含有する場合（実施例 1 ~ 7）には、低負荷条件での摩擦特性も低くすることができる。

【 0 0 5 9 】

【 表 1 】

| | 実施例 1 | 実施例 2 | 実施例 3 | 実施例 4 | 実施例 5 | 実施例 6 |
|------------|-----------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 潤滑油基油 | 鉱物油 | 残り | 残り | 残り | 残り | 残り |
| | 合成油 | — | — | — | — | — |
| 増ちょう剤 | Liコンプレックス | 7 | 7 | 7 | 7 | — |
| | ウレア | — | — | — | — | 7 |
| 脂肪族アミド | エチレンビスステアリアルアミド | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 |
| | Mgスルフォネート | 1.2 | 1.2 | 1.2 | 1.2 | 1.2 |
| スルフォネート | Caスルフォネート | 0.8 | 0.8 | 0.8 | 0.8 | 0.8 |
| | ZnDTP | 1.7 | 1.7 | 1.7 | 1.7 | 1.7 |
| 油溶状態のMoDTC | MoDTC (固体) | 2.7 | 2.7 | 2.7 | 2.7 | 2.7 |
| | PTFE | 5 | 5 | 5 | 4 | 5 |
| 混和ちよう度 | 高荷重条件 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 |
| | 低荷重条件 | 320 | 315 | 325 | 321 | 315 |
| 摩擦特性 | 高荷重条件 | 0.06 | 0.06 | 0.06 | 0.07 | 0.06 |
| | 低荷重条件 | 0.08 | 0.07 | 0.06 | 0.10 | 0.11 |

【 0 0 6 0 】

10

20

30

40

50

【 表 3 】

| | | 比較例 1 | 比較例 2 | 比較例 3 | 比較例 4 | 比較例 5 | 比較例 6 |
|------------|----------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 潤滑油基油 | 鉱物油 | 残り | 残り | 残り | 残り | 残り | 残り |
| | 合成油 | — | — | — | — | — | — |
| 増ちょう剤 | Liコンプレックス | 12 | 12 | 12 | 12 | 12 | 10 |
| | ウレア | — | — | — | — | — | — |
| 脂防族アミド | エチレンビスステアリルアミド | 10 | 10 | 10 | 10 | 10 | — |
| スルフォネート | Mgスルフォネート | 1.2 | 1.2 | 1.2 | — | — | — |
| | Caスルフォネート | 1.7 | 0.8 | 0.8 | — | — | — |
| ZnDTP | | 1.7 | 0.8 | 1.7 | 1.7 | — | — |
| 油溶状態のMoDTC | | 2.7 | 2.7 | 0.3 | — | 2.7 | 2.7 |
| 固体潤滑成分 | MoDTC (固体) | — | — | — | — | — | — |
| | PTFE | 2 | — | — | — | — | — |
| 混和ちよう度 | | 323 | 299 | 302 | 274 | 302 | 317 |
| 摩擦特性 | 高荷重条件 | — | 0.14 | 0.14 | (焼付) | 0.16 | 0.14 |
| | 低荷重条件 | 0.14 | — | — | 0.13 | 0.14 | 0.15 |

【 産業上の利用可能性 】

【 0 0 6 2 】

10

20

30

40

50

本発明のグリース組成物は、高負荷の摺動面での摩擦係数を低減することができるため、軸受けなどの機械要素の伝達係数を下げることが可能となる。このため、本発明のグリース組成物は、等速ギヤ、変速ギヤ、玉軸受、ころ軸受等の機械部品などの潤滑に用いることができ、機械要素の伝達効率の向上や、信頼性の向上に大きく貢献するものである。

 フロントページの続き

| (51) Int.Cl. | | F I | | テーマコード(参考) |
|-----------------------|------------------|---------|--------|------------|
| <i>C 1 0 M 137/10</i> | <i>(2006.01)</i> | C 1 0 M | 137/10 | A |
| <i>C 1 0 M 135/10</i> | <i>(2006.01)</i> | C 1 0 M | 135/10 | |
| <i>C 1 0 M 159/24</i> | <i>(2006.01)</i> | C 1 0 M | 159/24 | |
| <i>C 1 0 M 101/02</i> | <i>(2006.01)</i> | C 1 0 M | 101/02 | |
| <i>C 1 0 M 107/02</i> | <i>(2006.01)</i> | C 1 0 M | 107/02 | |
| <i>C 1 0 N 10/04</i> | <i>(2006.01)</i> | C 1 0 N | 10:04 | |
| <i>C 1 0 N 10/12</i> | <i>(2006.01)</i> | C 1 0 N | 10:12 | |
| <i>C 1 0 N 30/06</i> | <i>(2006.01)</i> | C 1 0 N | 30:06 | |
| <i>C 1 0 N 40/02</i> | <i>(2006.01)</i> | C 1 0 N | 40:02 | |
| <i>C 1 0 N 50/10</i> | <i>(2006.01)</i> | C 1 0 N | 50:10 | |

Fターム(参考) 4H104 BA04A BA07A BB33A BB41A BE11C BF03C BG06C BG10C BH07C CB14A
 CD01C CD04C DA02A DB07C FA02 FA06 LA03 PA01 QA18