

(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2005-232433  
(P2005-232433A)

(43) 公開日 平成17年9月2日(2005.9.2)

(51) Int. Cl. <sup>7</sup>	F I	テーマコード (参考)
C 1 O M 169/02	C 1 O M 169/02	4 H 1 O 4
C 1 O M 107/38	C 1 O M 107/38	
C 1 O M 107/50	C 1 O M 107/50	
C 1 O M 113/12	C 1 O M 113/12	
C 1 O M 135/06	C 1 O M 135/06	
審査請求 未請求 請求項の数 5 O L (全 14 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号	特願2004-344505 (P2004-344505)	(71) 出願人	000221111
(22) 出願日	平成16年11月29日 (2004.11.29)		ジーイー東芝シリコン株式会社
(31) 優先権主張番号	特願2004-10201 (P2004-10201)		東京都港区六本木6丁目2番31号
(32) 優先日	平成16年1月19日 (2004.1.19)	(74) 代理人	100077849
(33) 優先権主張国	日本国 (JP)		弁理士 須山 佐一
		(72) 発明者	齋藤 健司
			東京都港区六本木六丁目2番31号 ジーイー東芝シリコン株式会社内
		Fターム(参考)	4H104 AA22B BG04C BG11C CD02A CJ02A EA02A EA07B LA05 LA06 PA14 QA18

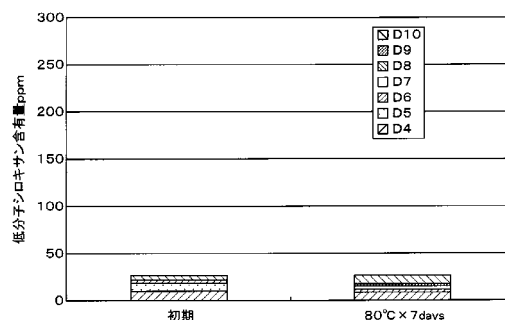
(54) 【発明の名称】 電気接点用グリース

(57) 【要約】

【課題】 接点の耐硫化性および接触抵抗の安定性の改善効果に優れ、さらに熱安定性や保管安定性などが向上された電気接点用グリースを提供する。

【解決手段】 本発明の接点用グリースは、(A) 25における粘度が10~100,000 mPa・sのポリオルガシロキサン100重量部に対して、(B) 増稠剤0.1~30重量部と、(C) オルガノメルカプタン0.01~3重量部、および(D) 微粉末状の活性炭により処理された硫化油脂0.01~3重量部をそれぞれ含有する。(A) 成分としては、一般式： $[R^1_a SiO(4-a)/2]_n$  で表わされるポリオルガシロキサンを使用することができる。

【選択図】 図1



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項1】

(A) 25 における粘度が10～100,000 mPa・sのポリオルガシロキサン100重量部に対して、(B)増稠剤0.1～30重量部と、(C)オルガノメルカプタン0.01～3重量部、および(D)微粉末状の活性炭により処理された硫化油脂0.01～3重量部をそれぞれ含有することを特徴とする電気接点用グリース。

## 【請求項2】

前記(A)成分が、一般式： $[R^1_a SiO_{(4-a)/2}]_n$ （ただし、 $R^1$ は炭素数1～30のアルキル基、ハロゲン化フェニル基、アルケニル基、アリール基およびアラルキル基から成る群から選ばれる1価の基を示す。aは1.9～2.7の数であり、nは正数である。）で表わされるポリオルガシロキサンであることを特徴とする請求項1記載の電気接点用グリース。

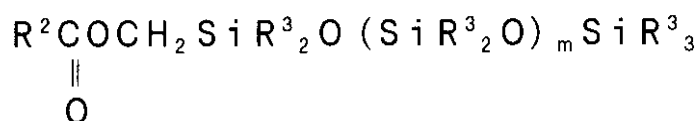
10

## 【請求項3】

前記(A)成分100重量部に対して、

(E)一般式：

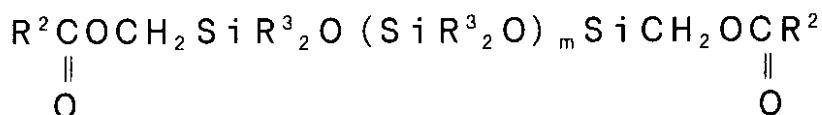
## 【化1】



20

または一般式：

## 【化2】



(ただし、 $R^2$ は炭素数1～18のアルキル基およびアルケニル基から成る群より選ばれる1価の炭化水素基、 $R^3$ は炭素数3以下のアルキル基、フェニル基から成る群より選ばれる1価の炭化水素基をそれぞれ示す。mは正数である。)で表わされる、ポリオルガシロキサンの脂肪酸エステル1.0～50重量部をさらに含有することを特徴とする請求項2記載の電気接点用グリース。

30

## 【請求項4】

前記(B)増稠剤として、シリカ微粉末を含有することを特徴とする請求項1乃至3のいずれか1項記載の電気接点用グリース。

## 【請求項5】

固体潤滑剤であるフッ素樹脂微粉末をさらに含有することを特徴とする請求項1乃至4のいずれか1項記載の電気接点用グリース。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

40

## 【0001】

本発明は、電子機器などの接点に用いられる電気接点用シリコングリースに関する。

## 【背景技術】

## 【0002】

従来から、電気・電子機器などの電気接点用のグリースとして、鉱油系のグリース、ポリエーテル、ジエステルなどの合成油系のグリースとともに、シリコンオイル(ポリオルガシロキサン)をベースとしたグリースが使用されている。このようなシリコングリースは、良好な電氣的性質と化学的安定性を有しかつ広い温度領域で使用可能であることから、近年使用量が増大している。

## 【0003】

50

そして、銀接点用グリースの耐硫化性と接触安定性を向上させ、軽負荷の接点圧でのスイッチが戻らなくなる「かじり」と呼ばれる現象を防止するとともに、ポリウムなどの接点圧の高い接点の動作寿命も延長することができるグリースとして、シリコンオイルに、イオウ系極圧潤滑剤とメルカプタン系の防錆剤をとともに配合したものが提案されている。(例えば、特許文献1参照)

【0004】

しかし、そのような電気接点用グリースでは、イオウ系極圧潤滑剤に未反応のイオウや硫化水素等の不純物が含まれているため、防錆剤の効果が十分に発揮されず、接点部のリン青銅や洋白銅の素地の上に被覆された銀を腐食してしまうという問題があった。

【0005】

すなわち、防錆剤である脂肪族メルカプタンは反応性に富み、経時的に酸化されて防錆効果の乏しいオルガノジスルフィドに変化するという問題があるが、この経時的劣化が、防錆剤であるオルガノメルカプタンとイオウ系極圧潤滑剤とが共存している場合に短期間で起こるといった問題があった。なお、これは、イオウ系極圧潤滑剤である硫化油脂中の不純物(CuS)が、防錆剤の経時的劣化を促進しているためではないかと考えられる。

【0006】

また、防錆剤である脂肪族メルカプタンが酸化されてジスルフィド化しやすいため、グリースの融点が上昇するばかりでなく、グリース中に固体潤滑剤であるフッ素樹脂微粒子が配合されている場合には、ジスルフィドがフッ素樹脂等の微粒子の周りに白く析出することもあり、製品寿命を短くする原因の1つともなっていた。

【0007】

このような問題を解決するため、硫化油脂中の不純物を除去する種々の方法が提案されている。例えば、硫化油脂を大気圧の下で50～120に加熱して空気または窒素ガスを吹き込み、残存する硫化水素を除去する方法が提案されている。(例えば、特許文献2参照)

【0008】

また、溶酸素を含んだガスの吹き込みと塩基性炭酸銅などの脱硫酸化触媒を併用する方法も提案されている。(例えば、特許文献3参照)

【0009】

しかし、特許文献2に記載された方法では、不純物除去に非常に長時間を要し、効率が悪かった。また、特許文献3に記載された方法では、処理後の触媒をろ過によって取り除いているものの、不純物との反応で生成する硫化銅が微粒子であるため、完全に除去されずに系内に残存し、これが接点用グリースの特性に悪影響を与えるという問題があった。

【0010】

さらに、イオウ系極圧潤滑剤である硫化油脂を配合した従来のグリースでは、熱安定性が十分ではなく、加熱によりベースポリマーであるシリコンオイル(ポリオルガノシロキサン)の分解が進行して、揮発性の高い低分子シロキサン成分(低分子シリコン化合物)の含有量が増大する。そのため、揮発した低分子シロキサンが接点部に付着して接点不良が発生しやすいという問題もあった。

【特許文献1】特開昭57-195198号公報

【特許文献2】特公平2-9640号公報

【特許文献3】特開平9-100486号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0011】

本発明は、これらの問題を解決するためになされたもので、接点の耐硫化性および接触抵抗の安定性の改善効果に優れ、さらに熱安定性や保管安定性などが向上された電気接点用グリースを提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0012】

10

20

30

40

50

本発明者らは、前記した問題を解決するために鋭意研究を重ねた結果、イオウ系極圧潤滑剤である硫化油脂を、予め微粉末状の活性炭により処理してCuSなどの不純物を除去することにより、これをオルガノメルカプタン系の防錆剤と併用しても、接点部の銀を腐食することがなく、また保管中に白い析出物が生じないことを見出し、本発明を完成するに至った。

【0013】

本発明の電気接点用グリースは、(A)25における粘度が10~100,000 mPa・sのポリオルガシロキサン100重量部に対して、(B)増稠剤0.1~30重量部と、(C)オルガノメルカプタン0.01~3重量部、および(D)微粉末状の活性炭により処理された硫化油脂0.01~3重量部をそれぞれ含有することを特徴とする。

10

【発明の効果】

【0014】

本発明の電気接点用グリースによれば、接点の耐硫化性、接触抵抗の安定性が向上される。また、このグリースは熱安定性に優れており、加熱により、揮発性の高い低分子シロキサン成分が生成することが少ない。したがって、低分子シロキサンに起因する接点不良の発生が防止される。さらに、保管安定性が良好であり、長期間保管しても析出物の発生がなく、接点の動作性を安定して向上させることができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0015】

以下、本発明の実施の形態について説明する。

20

【0016】

本発明の電気接点用グリースの実施形態は、(A)25における粘度が10~100,000 mPa・sのポリオルガシロキサン100重量部に対して、(B)増稠剤0.1~30重量部と、(C)オルガノメルカプタン0.01~3重量部、および(D)微粉末状の活性炭により精製処理がなされた硫化油脂0.01~3重量部をそれぞれ含有する。

【0017】

本発明の実施形態において、(A)成分は、25における粘度が10~100,000 mPa・s、より好ましくは20~10,000 mPa・sのポリオルガシロキサンであり、グリースの主成分を成す。

【0018】

(A)成分のポリオルガシロキサンの粘度が10 mPa・s未満の場合は、揮発性が大きすぎるばかりでなく、得られるグリースが流れやすくなり、接点の摩耗等による事故の原因になるので好ましくない。また、粘度が100,000 mPa・sを超えると、グリースの粘性抵抗が大きくなりすぎるため、接点の潤滑性に悪影響を及ぼしやすい。

30

【0019】

また、ポリオルガシロキサンに含まれる揮発性の高い低分子シロキサン成分は、塗布された接点部品から揮発して、周囲にある他のリレーやモータ接点部で生じるスパーク等により燃焼し、それにより生成した絶縁性無機質シリカが接点部分の端子表面を覆いやすい。このような要因による接点不良の発生を防止するため、(A)成分のポリオルガシロキサンとしては、含まれる揮発性低分子シロキサン成分を予め除去したものをを用いることが望ましい。より具体的には、揮発性の高い低分子シロキサンである環状のシリコーン成分(D<sub>4</sub>, D<sub>5</sub>, D<sub>6</sub>, D<sub>7</sub>, D<sub>8</sub>, D<sub>9</sub>, およびD<sub>10</sub>成分)の含有量の合計が、1000 ppm以下より好ましくは300 ppm以下であることが望ましい。なお、Dは、一般式： $(CH_3)_2SiO$ で表される2官能型シロキシ単位を表す。

40

【0020】

(A)成分としては、一般式： $[R^1_aSiO_{(4-a)/2}]_n$ で表されるシリコーンオイルを用いることができる。

【0021】

ここで、ケイ素原子に結合する有機基R<sup>1</sup>は、炭素数1~30のアルキル基、ハロゲン化フェニル基、アルケニル基、アリール基、アラルキル基から成る群から選ばれる1価の

50

基である。アルキル基の炭素数が30を越えると、粘度が高くなり扱いに不便が生じる。具体的には、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、オクチル基、ノニル機、デシル基、ドデシル基のようなアルキル基、アリル基のようなアルケニル基、フェニル基のようなアリール基、塩素化フェニル基、臭素化フェニル基、ヨウ素化フェニル基のようなハロゲン化フェニル基、2-フェニルエチル、2-フェニルプロピルのようなアラルキル基などが例示される。これらは互いに同一でも相異なっているもよい。

【0022】

式中のaは1.9~2.7の範囲の数である。aの値が1.9より小さいと、グリースが硬くなりすぎるので使用できず、2.7より大きいと最適な粘度範囲が得られない。さらに、式中のnは正数であり、(A)成分として所望の粘度(10~100, 000 mPa·s)を満足させる数である。また、(A)成分は異なるnを有するポリオルガノシロキサンの混合物であっても差し支えない。

10

【0023】

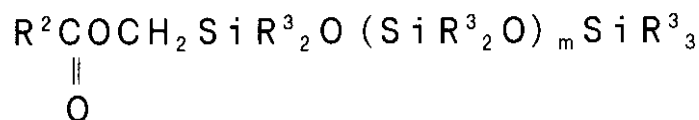
分子構造としては、その主体となるものはジオルガノシロキサン単位であり、その他、モノオルガノシロキサン単位およびシリケート(SiO<sub>2</sub>)単位を含んでいてもよく、分子末端がトリオルガノシリル基で封鎖されたものである。

【0024】

(A)成分として、前記一般式で表されるシリコーンオイルを使用した場合には、(E)一般式：

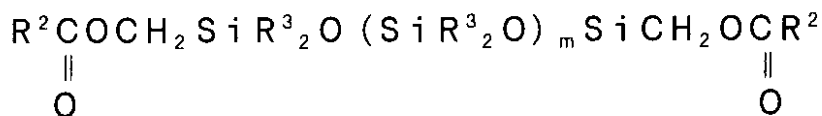
20

【化3】



または一般式：

【化4】



30

(ただし、R<sup>2</sup>は炭素数1~18のアルキル基およびアルケニル基から成る群より選ばれる1価の炭化水素基、R<sup>3</sup>は炭素数3以下のアルキル基、フェニル基から成る群より選ばれる1価の炭化水素基をそれぞれ示す。mは正数である。)で表わされるポリオルガノシロキサンの脂肪酸エステルを配合することができる。

【0025】

式中のR<sup>2</sup>としては、ステアリル基等の炭素数1~18のアルキル基、ビニル基、アリル基などのアルケニル基が例示され、R<sup>3</sup>としては前記(A)成分を表す平均式中のR<sup>1</sup>と同様の基が例示される。

40

【0026】

このような(E)脂肪酸エステルは、シリコーングリースの接触抵抗の安定化、潤滑性の向上および接点の復活性に役立つばかりでなく、グリースの流れを防止する働きを持っており、グリースの安定的な保持にも寄与する。

【0027】

(E)成分の添加量は、(A)成分100重量部に対して1.0~50重量部の範囲とすることが望ましく、より好ましくは5~20重量部の範囲とする。添加量が1.0重量部未満では添加の効果が認められず、反対に50重量部を超える場合には、それ以上添加しても効果が上がることがなく、また接点の変色性を改善する観点からもそれ以上の好結果は得られない。

50

## 【0028】

本発明の実施形態において使用される(B)成分の増稠剤は、(A)成分であるシリコンオイルに適度な稠度を付与するものであり、シリカ微粒子、金属石鹸、ジウレア化合物などが例示される。

## 【0029】

金属石鹸としては、アルミニウム、亜鉛、マンガン、リチウム、カリウムなどのラウリル酸塩、ミリスチン酸塩、パルミチン酸塩、ステアリン酸塩、オレイン酸塩などが挙げられる。これらは単独で用いても併用してもよい。

## 【0030】

ジウレア化合物は、分子中にウレア基( $\text{NHCONH-}$ )を2個有する化合物であり、ジイソシアネートとアミンとの反応で得られる。ジイソシアネートとしては、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、ヘキサレンジイソシアネート、デカンジイソシアネート等が挙げられる。アミンとしては、ステアリルアミン、オクチルアミン、ドデシルアミン、ヘキサデシルアミン、アニリン、シクロヘキシルアミン、ジフェニルアミン等が挙げられる。

10

## 【0031】

シリカ微粉末は、液の粘稠度を増大させる働きを有するうえに、接触部の表面が酸化・硫化されて生成した絶縁物を研磨して清浄にする効果を有し、比表面積 $50\text{ m}^2/\text{g}$ 以上のものが用いられる。比表面積がこれより小さいと接点の摩耗が生じやすい。このようなシリカ微粉末としては、煙霧質シリカ、シリカエアロゲル、沈澱シリカなどが挙げられる。

20

## 【0032】

シリカ微粉末は、(A)成分100重量部に対して0.1~10重量部の範囲で添加することが望ましい。シリカ微粉末の添加量が0.1重量部より少ないと、接点接触部の表面を研磨して清浄にする効果がないため、接点不良をもたらす。反対に10重量部より多いと、見掛粘度が大きくなり、接点の動作に追従できないだけでなく、潤滑性の低下を招き潤滑寿命を損なう。適度な添加量を選ぶことにより、接点圧の低い接点でも安定した接触抵抗を与えることができる。

## 【0033】

また、このようなシリカ微粉末を含めた(B)成分である増稠剤全体の配合量は、(A)成分100重量部に対して0.1~30重量部とし、より好ましくは1~15重量部とする。(B)増稠剤の配合量が0.1重量部未満では、適度な稠度が得られず、グリースが流動しやすく、長期に亘って接点部にグリースを保持することが難しい。配合量が30重量部を超えると、稠度が大きくなりすぎるため接点部へのグリースの塗布が困難になる。また、潤滑性も低下し、接点の表面を必要以上に研磨するため、接点不良を起こす原因にもなるので好ましくない。

30

## 【0034】

本発明の実施形態において使用される(C)成分であるオルガノメルカプタンは、接点の構成材料である銀表面の酸化・硫化を防止する防錆剤であり、炭素数10~24、より好ましくは18~22の範囲の飽和または不飽和の脂肪族メルカプタンが選ばれる。

40

## 【0035】

そのようなオルガノメルカプタンとしては、デキシルメルカプタン、ドデシルメルカプタン、セチルメルカプタン、ラウリルメルカプタン、ステアリルメルカプタン、イソステアリルメルカプタン、オレイルメルカプタン、エイコシルメルカプタン、ドコシルメルカプタンなどが例示される。1種を単独で使用しても、2種以上を併用してもよい。

## 【0036】

炭素数が10未満の脂肪族メルカプタンでは、耐硫化性が不十分であるばかりでなく、蒸気圧が低いため、室内において揮発しやすいので不適當である。また、炭素数が24を超える飽和または不飽和の脂肪族メルカプタンは、(A)成分であるポリオルガノシロキ

50

サンとの溶解性が著しく悪く、シリコングリース中に均一に分散させることが困難である。さらに、炭素数が24を超える数の高級脂肪族メルカプタンを配合したシリコングリースは、接触抵抗が著しく不安定となる傾向がある。また、炭素数が奇数のアルキルメルカプタンは、工業的に得にくいことから、取り扱いが容易である点も鑑みて、特にステアрилメルカプタンの使用が好ましい。

【0037】

(C) オルガノメルカプタンの添加量は、(A) 成分100重量部に対して0.01~3重量部、より好ましくは0.03~0.5重量部の範囲とする。(C) オルガノメルカプタンの添加量が0.01重量部未満では、添加による防錆効果が十分に得られない。また、3重量部を超える添加量では、グリースの接触抵抗が0以下の温度で著しく不安定になるばかりでなく、導電不良となるおそれがある。

【0038】

本発明の実施形態における(D)成分は、イオウ系極圧潤滑剤として、接点の潤滑寿命を長くするために必須の成分であり、微粉末状の活性炭により不純物を除去され精製された硫化油脂が使用される。硫化油脂は、動物性油脂、植物性油脂、またはオレフィン系イオウと反応させて得られる硫化物である。

【0039】

このような硫化油脂を精製処理し、油脂中の不純物を除去するための活性炭としては、平均粒径が105 $\mu$ m以下(150メッシュ以下)の微粉末状のものが用いられる。市販品としては、例えば(株)ツルミコール製活性炭(浄水用粉末炭)などがある。活性炭の粒径の大きい破碎タイプのもの(例えば32メッシュ以下、平均粒径500 $\mu$ m)では、不純物を除去する効果を十分に上げることができない。

【0040】

処理方法としては、微粉末状の活性炭を加え、必要に応じて加熱しながら攪拌混合した後、ろ過して活性炭を除去するなど、不純物を活性炭により吸着させて除去する公知の方法を採用することができる。

【0041】

活性炭による精製処理の度合は、例えば硫化油脂中のCu量をICP(高周波誘導結合プラズマ)分析法により測定し、不純物であるCuS量を算出することにより知ることができる。処理後の硫化油脂中のCuS量は、ICP分析法による測定感度以下とすることが好ましい。

【0042】

(D)成分である活性炭により処理済みの硫化油脂の添加量は、(A)成分100重量部に対して0.01~3重量部、より好ましくは0.1~2重量部の範囲とする。(D)成分の添加量が0.01重量部未満では、添加の効果が認められない。すなわち、高温時に潤滑性が得られず、スイッチを押したときにスイッチが戻らなくなる「かじり」と呼ばれる現象が生じやすい。添加量が3重量部を超える場合には、高温時に非常に良い動作性が得られるが、銀接点部が腐食しやすく、接触抵抗が不安定になるので好ましくない。また、シリコングリースの特徴である広範囲の温度下での使用が著しく損なわれることから、好ましくない。

【0043】

本発明の実施形態においては、これらの成分の他に、さらにフッ素樹脂微粉末を配合することができる。フッ素樹脂微粉末は、固体潤滑剤としての機能を有し、初期摺動性を向上させる働きをする。フッ素樹脂微粉末としては、平均粒径が0.05~50 $\mu$ mのものが好ましく使用される。平均粒径が0.05 $\mu$ mのものは工業的に得にくく、反対に平均粒径が20 $\mu$ mを超えると、接点の接触抵抗が悪くなり好ましくない。

【0044】

フッ素樹脂微粉末の添加量は、(A)成分100重量部に対して0.01~30重量部、より好ましくは0.1~10重量部の範囲が適している。フッ素樹脂微粉末の添加量が0.01重量部未満では、潤滑性向上の効果が十分に得られない。また30重量部を超え

10

20

30

40

50

ると、接点の接触抵抗が悪くなり好ましくない。

【0045】

本発明の実施形態の電気接点用グリースは、接点の耐硫化性、接触抵抗の安定性を改善することができる。また、熱安定性に優れており、加熱による低分子シロキサン成分の発生がほとんどない。さらに、保管安定性が良好であり、長期間保管しても析出物が見られず、接点の動作性向上の効果も低下することがない。

【実施例】

【0046】

以下、実施例を挙げて本発明を具体的に説明するが、本発明は以下の実施例に限定されるものではない。なお、実施例中、部とあるのはいずれも重量部を表し、粘度は全て25

10

における値を示す。

【0047】

実施例1～6

イオウ系極圧潤滑剤である硫化油脂として、ミリスチン酸、パルミチン酸、ステアリン酸、オレイン酸およびリノール酸から成る動物性油脂に、イオウを120～180の高温で反応させて得られた油脂を、塩基性炭酸銅を用いて処理することにより未反応のイオウを硫化銅として沈殿させ、これをろ過して除去したものを用意した。この硫化油脂(S-1)は、粘度3200 mPa・sの黒色液体であった。

【0048】

次に、この硫化油脂(S-1)を活性炭により精製処理した。すなわち、冷却管と攪拌装置を装着した1Lのフラスコに前記した硫化油脂(S-1)100gを計り取り、300gのトルエンで希釈した後、微粉末状の活性炭((株)ツルミコール製浄水用グレードPA)100gを添加し、80で24時間加熱しながら攪拌混合した。攪拌後、ろ紙による吸引ろ過を行って活性炭を除去した。さらに、ろ過後のトルエン溶液をフラスコに移し換え、ロータリーエバポレーターで60に加温してトルエンを除去し、硫化油脂を精製した。こうして得られた硫化油脂(S-2)は、粘度5600 mPa・sの褐色の液体であった。

20

【0049】

また、活性炭による精製処理を行なった硫化油脂(S-2)中のCu量をICP分析で測定し、不純物であるCuS量を算出したところ、測定感度以下であった。

30

【0050】

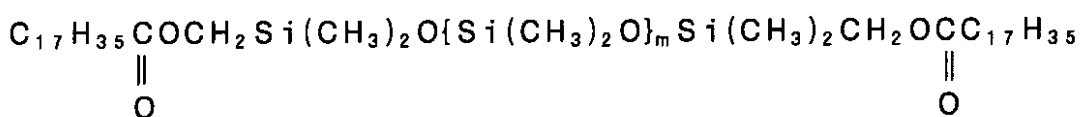
次いで、ベースオイルとして、表1に示すポリオルガノシロキサン(F-1)から(F-5)をそれぞれ用意した。これらのベースオイルとポリオルガノシロキサンの脂肪酸エステル(F-6)、増稠剤であるシリカ微粒子、フッ素樹脂微粒子(平均粒径0.3 μm)、防錆剤(ステアリルメルカプタン)および前記精製された硫化油脂の各成分を、それぞれ表2に示す組成で混練機に仕込み、グリースを調製した。得られたグリースの粘度は、表2に示す通りであった。

【0051】

なお、(F-6)は、化学式：

【化5】

40



で表されるポリオルガノシロキサンの脂肪酸エステルであり、30 mPa・sの粘度(25)を有する。また、シリカ微粒子としては、オクタメチルシクロテトラシロキサンで表面処理をした、比表面積200 m<sup>2</sup>/gの煙霧質シリカを用いた。

【0052】



【表 1】

ベースオイル	シロキサン	末端基	粘度 (25°C)
F-1	ポリジメチルシロキサン 100%	トリメチルシリル基	10000mPa・s
F-2	ポリジメチルシロキサン 100%	トリメチルシリル基	1000mPa・s
F-3	テトラクロロフェニルシロキサン 5% ポリジメチルシロキサン 95%	トリメチルシリル基	100mPa・s
F-4	メチルデシルシロキサン 100%	トリメチルシリル基	600mPa・s
F-5	メチル-2-フェニルプロピルシロキサン 50% メチルヘキシルシロキサン 50%	トリメチルシリル基	1500mPa・s

10

## 【0053】

## 比較例 1

活性炭による精製処理を行っていない硫化油脂 (S-1) を用い、表 2 に示す組成でグリースを調製した。得られたグリースの粘度は、6000 mPa・s であった。なお、ICP 分析で Cu 量を測定することにより、活性炭による精製処理を行っていない硫化油脂 (S-1) 中の不純物である CuS 量を算出したところ、2300 ppm 含まれていた。

## 【0054】

## 比較例 2

冷却管と攪拌装置を装着した 2 L のフラスコに、活性炭処理を行っていない硫化油脂 (S-1) 100 g を計り取り、300 g のトルエンで希釈した後、ハイドロタルサイト化合物 ( $Mg_{0.7}Al_{0.3}O_{1.15}$ ) (協和化学工業 (株) 製、KW-2000) の粉末 15 g を加え、60 で 24 時間加熱混合した。所定時間攪拌後、ろ紙による吸引ろ過を行い、ハイドロタルサイト化合物の粉末を除去した。次いで、ろ過後のトルエン溶液をフラスコに移し替え、ロータリーエバポレーターで 60 に加温してトルエンを除去し、硫化油脂を精製した。得られた硫化油脂 (S-3) は、粘度 3300 mPa・s の褐色の液体であった。

20

## 【0055】

こうして得られた硫化油脂 (S-3) を用い、表 2 に示す組成でグリースを調製した。得られたグリースの粘度は、6000 mPa・s であった。

30

## 【0056】

## 比較例 3

冷却管と攪拌装置を装着した 1 L のフラスコに、活性炭処理を行っていない硫化油脂 (S-1) 100 g を計り取り、300 g のトルエンで希釈した後、キレート繊維 (キレスト (株) 製、キレストファイバー IRY) 20 g を加え、40 で 24 時間加熱混合した。所定時間攪拌後、ろ紙による吸引ろ過を行い、キレート繊維を除去した。次いで、ろ過後のトルエン溶液をフラスコに移し替え、ロータリーエバポレーターで 60 に加温してトルエンを除去し、硫化油脂を精製した。得られた硫化油脂 (S-4) は、粘度 4000 mPa・s の褐色の液体であった。

40

## 【0057】

こうして得られた硫化油脂 (S-4) を用い、表 2 に示す組成でグリースを調製した。得られたグリースの粘度は、6000 mPa・s であった。

## 【0058】

## 比較例 4

冷却管と攪拌装置を装着した 1 L のフラスコに、活性炭処理を行っていない硫化油脂 (S-1) 100 g を計り取り、300 g のトルエンで希釈した後、粒状のシリカアルミナゲル (品川化成 (株) セカード K-3) 50 g を加え、50 で 24 時間加熱混合した。所定時間攪拌後、ろ紙による吸引ろ過を行い、シリカアルミナゲルを除去した。次いで、ろ過後のトルエン溶液をフラスコに移し替え、ロータリーエバポレーターで 60 に加温してトルエンを除去し、硫化油脂を精製した。得られた硫化油脂 (S-5) は、粘度 3400

50

mPa・sの褐色の液体であった。

【0059】

こうして得られた硫化油脂(S-5)を用い、表2に示す組成でグリースを調製した。得られたグリースの粘度は、6000mPa・sであった。

【0060】

比較例5

防錆剤および硫化油脂を配合せず、表2に示す組成でグリースを調製した。得られたグリースの粘度は、6000mPa・sであった。

【0061】

比較例6

硫化油脂を配合せず、表2に示す組成でグリースを調製した。得られたグリースの粘度は、5500mPa・sであった。

【0062】

次に、実施例1～6および比較例1～6でそれぞれ得られたシリコングリースを用い、りん青銅に銀を約3μmの厚さにメッキした接点荷重10gのスイッチ接点の動作力変化を測定した。また、銀板腐食試験を行った。すなわち、りん青銅に銀を約3μmの厚さにメッキした板を2cm×5cmの大きさに切り出し、これをグリース中に85℃で24時間浸漬し、表面の変色の度合を調べた。

【0063】

さらに、グリースの保管安定性を調べた。すなわち、実施例1～6および比較例1～6で得られたシリコングリースから500gを1Lのポリ容器に測り取り、室温、冷暗所で所定時間静置したものについて、外観目視により析出物等の有無を観察した。またさらに、こうして1年間放置したグリースについて、スイッチ接点の動作力変化を前記と同様にして測定した。これらの測定結果を、表2に示す。

【0064】

10

20

【 表 2 】

成分 (重量部)	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5	実施例 6	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4	比較例 5	比較例 6
	ベースオイル他	50	50	100				50	50	50	50	50
増稠剤他	F-1											
	F-2			100								
	F-3	50	50				50	50	50	50	50	50
	F-4				100							
	F-5					100	100					
	F-6	5	10	10			5	5	5	5.5	5	5
防錆剤	シリカ微粉末	5	5	5	4	7	5	5	5	5	5	5
	ステアрилアルコールニウム					10						
イオウ系極圧潤滑剤	フッ素樹脂微粒子	0.5	0.5	0.5	2	3	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
	ステアрилメルカプタン	0.1	0.05	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
	硫化油脂 S-1						0.5					
	硫化油脂 S-2	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5						
	硫化油脂 S-3							0.5				
硫化油脂 S-4									0.5			
硫化油脂 S-5										0.5		
グリース粘度 (mPa・s)	6300	6000	11000	5800	7000	6300	6000	6000	6000	6000	6000	5500
銀板腐食性	変化なし	変化なし	変化なし	変化なし	変化なし	変化なし	褐色	褐色	褐色	褐色	褐色	変化なし
	変化なし	変化なし	変化なし	変化なし	変化なし	変化なし	変化なし	変化なし	変化なし	変化なし	変化なし	変化なし
	変化なし	変化なし	変化なし	変化なし	変化なし	変化なし	変化なし	変化なし	変化なし	変化なし	変化なし	変化なし
保管安定性	1ヶ月						白色物析出	白色物析出	白色物析出	白色物析出	白色物析出	白色物析出
	6ヶ月						白色物析出	白色物析出	白色物析出	白色物析出	白色物析出	白色物析出
	12ヶ月						白色物析出	白色物析出	白色物析出	白色物析出	白色物析出	白色物析出
動作力 (g)	初期	54	52	55	50	50	51	52	53	52	52	67
	80°C×4hr	59	56	59	70	67	63	65	74	66	200以上	200以上
1年放置後の動作力 (g)	1年放置後初期	57	56	54	53	51	160	180	170	180	170	75
	80°C×4hr	61	58	62	69	69	200以上	200以上	200以上	200以上	200以上	200以上

10

20

30

40

【 0 0 6 5 】

また、実施例 1 および比較例 1 で得られたシリコーングリースに対して加熱促進試験を

50

行い、熱安定性を調べた。加熱促進試験では、実施例1および比較例1のシリコングリースをそれぞれ密閉系で80 × 7日間加熱し、揮発性の低分子シロキサンであるD<sub>4</sub>, D<sub>5</sub>, D<sub>6</sub>, D<sub>7</sub>, D<sub>8</sub>, D<sub>9</sub>およびD<sub>10</sub>の各成分の含有量と、これらの含有量の合計をそれぞれ測定した。比較例1のシリコングリースについては、80 × 1日間加熱後の低分子シロキサンの含有量も測定した。実施例1のシリコングリースについての測定結果を図1に、比較例1のシリコングリースについての測定結果を図2にそれぞれ示す。

#### 【0066】

これらの測定結果から、比較例1のシリコングリースにおいては、加熱によりベースオイル（ポリオルガノシロキサン）の分解が進行し、揮発性の高い低分子シロキサンである環状のシリコン成分（D<sub>4</sub>, D<sub>5</sub>, D<sub>6</sub>, D<sub>7</sub>, D<sub>8</sub>, D<sub>9</sub>およびD<sub>10</sub>成分）の含有量が顕著に増大していることがわかる。これら環状シリコンの発生は、ベースオイルであるポリオルガノシロキサンの主鎖が切断されていることを意味する。

10

#### 【0067】

これに対して、実施例1のシリコングリースでは、加熱による低分子シロキサンの発生がほとんど見られない。これは、実施例1のシリコングリースでは、活性炭により精製処理された硫化油脂（S-2）が配合されており、硫化油脂中の不純物であるCuSがほぼ完全に除去されているので、ベースオイルの加熱による分解が抑制されるためであると考えられる。

#### 【産業上の利用可能性】

20

#### 【0068】

本発明の電気接点用グリースによれば、接点の耐硫化性、接触抵抗の安定性が改善され、接点の動作性が安定して向上される。また、熱安定性に優れており、加熱により揮発性の高い低分子シロキサン成分の生成が少ない。さらに、保管安定性に優れ、長期間保管しても析出物などが生じることがなく、接点の動作性の向上効果が低下しない。したがって、電気・電子機器などの銀接点の潤滑用グリースとして好適している。

#### 【図面の簡単な説明】

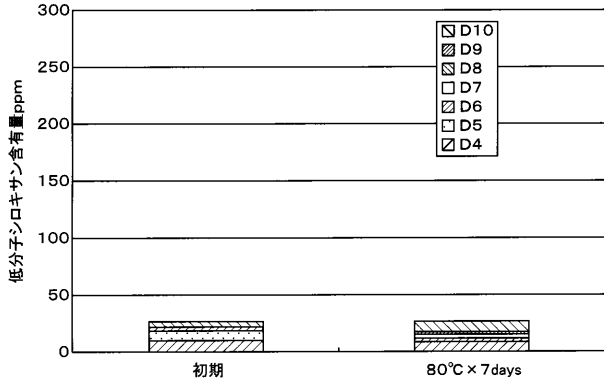
#### 【0069】

【図1】本発明の実施例1で得られたシリコングリースを加熱した場合の低分子シロキサン成分の含有量の変化を示すグラフである。

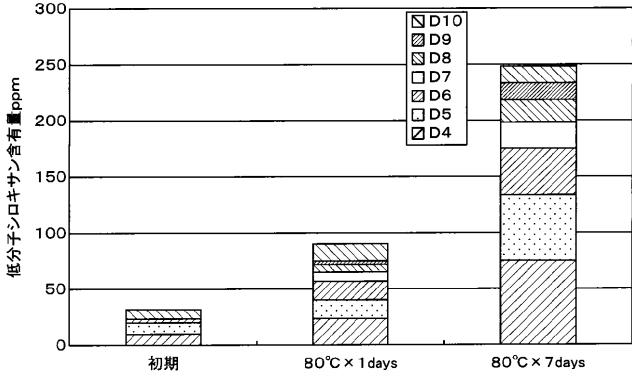
30

【図2】比較例1で得られたシリコングリースを加熱した場合の低分子シロキサン成分の含有量の変化を示すグラフである。

【 図 1 】



【 図 2 】



## フロントページの続き

(51)Int.Cl. <sup>7</sup>	F I	テーマコード(参考)
C 1 0 M 135/20	C 1 0 M 135/20	
// C 1 0 N 20:02	C 1 0 N 20:02	
C 1 0 N 20:06	C 1 0 N 20:06	Z
C 1 0 N 30:10	C 1 0 N 30:10	
C 1 0 N 30:12	C 1 0 N 30:12	
C 1 0 N 40:14	C 1 0 N 40:14	
C 1 0 N 50:10	C 1 0 N 50:10	