

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2022年4月7日(07.04.2022)



(10) 国際公開番号

WO 2022/071491 A1

(51) 国際特許分類:

C10M 171/00 (2006.01) C10M 107/38 (2006.01)
C10N 20/06 (2006.01) C10M 107/50 (2006.01)
C10N 30/00 (2006.01) C10M 113/10 (2006.01)
C10N 40/02 (2006.01) C10M 113/12 (2006.01)
C10N 40/04 (2006.01) C10M 113/16 (2006.01)
C10N 50/10 (2006.01) C10M 115/08 (2006.01)
F16C 33/66 (2006.01) C10M 117/02 (2006.01)
C10M 101/02 (2006.01) C10M 119/20 (2006.01)
C10M 105/06 (2006.01) C10M 119/22 (2006.01)
C10M 105/18 (2006.01) C10M 119/24 (2006.01)
C10M 105/32 (2006.01) C10M 125/02 (2006.01)
C10M 107/34 (2006.01)

(72) 発明者: 市村 亮輔 (ICHIMURA Ryosuke);
〒2518588 神奈川県藤沢市辻堂神台二丁目2
番30号 協同油脂株式会社内 Kanagawa (JP).
納山 慧之 (NOUYAMA Satoshi); 〒2518588 神
奈川県藤沢市辻堂神台二丁目2番30
号 協同油脂株式会社内 Kanagawa (JP). 小
森谷 智延 (KOMORIYA Tomonobu); 〒2518588
神奈川県藤沢市辻堂神台二丁目2番30
号 協同油脂株式会社内 Kanagawa (JP). 羽
山 誠 (HAYAMA Makoto); 〒2518588 神奈川
県藤沢市辻堂神台二丁目2番30号 協同
油脂株式会社内 Kanagawa (JP).

(21) 国際出願番号: PCT/JP2021/036146

(22) 国際出願日: 2021年9月30日(30.09.2021)

(25) 国際出願の言語: 日本語

(26) 国際公開の言語: 日本語

(30) 優先権データ:
特願 2020-165157 2020年9月30日(30.09.2020) JP

(71) 出願人: 協同油脂株式会社 (KYODO YUSHI CO.,
LTD.) [JP/JP]; 〒2518588 神奈川県藤沢市辻堂
神台二丁目2番30号 Kanagawa (JP).

(74) 代理人: 田中 伸一郎, 外 (TANAKA Shinichiro
et al.); 〒1008355 東京都千代田区丸の内3
丁目3番1号 新東京ビル 中村合同特
許法律事務所 Tokyo (JP).

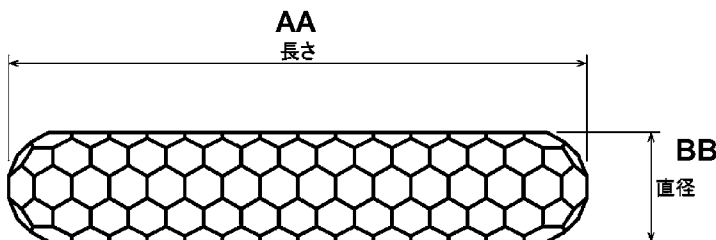
(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保
護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ,
BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH,
CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ,
EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN,
HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, IT, JO, JP, KE, KG, KH,
KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY,
MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ,

(54) Title: LUBRICANT COMPOSITION INCLUDING CARBON NANOTUBES

(54) 発明の名称: カーボンナノチューブを含む潤滑剤組成物

【図1】

FIG.1



AA Length
BB Diameter

(57) Abstract: A lubricant composition including 0.001-0.08 mass% relative to the total mass of the composition of at least one variety of 0.4-9.0 nm diameter carbon nanotubes, and a base oil, said lubricant composition having a consistency of 200-440.

(57) 要約: 基油、および直径が0.4~9.0 nmのカーボンナノチューブの少なくとも1種を組成物の全質量に対して0.001~0.08質量%含み、稠度が200~440である、潤滑剤組成物。

[続葉有]



NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT,
QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL,
ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG,
US, UZ, VC, VN, WS, ZA, ZM, ZW.

- (84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類：

- 一 国際調査報告 (条約第21条(3))

明 細 書

発明の名称：カーボンナノチューブを含む潤滑剤組成物

技術分野

[0001] 本発明は、転がり軸受、特にモーター用転がり軸受に好適に用いることができる潤滑剤組成物に関する。

背景技術

[0002] 鋼と鋼の潤滑面において、電気に起因する損傷が知られている。例えば軸受では、電食と呼ばれる、回転軸と軸受との間に電圧が印加され、放電を起こすことにより生じる損傷がある。電食は、軸受であれば、軸受の内輪と外輪との間に電位差があること、又はコモンモード電流が流れることで発生する。詳しくは、球と軸受の軌道面との間に介在する潤滑膜において継続して放電する事によって電食へと進展する。

特許文献1は、優れた導電性を有するとともに導電性の経時的な低下が生じにくい導電性グリースを提供すること、及び電気抵抗値が小さく長期間にわたって帯電しにくい転動装置を提供することを課題とし、カーボンナノチューブを導電性付与添加剤として備えた導電性グリースを提供する。このグリースを使用することにより、軸受の電気抵抗値を下げています。

先行技術文献

特許文献

[0003] 特許文献1：特開2002-332490号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] 本発明は、放電を防止することにより電食を防止することのできる潤滑剤組成物を提供することを課題とする。

課題を解決するための手段

[0005] 本発明により以下の潤滑剤組成物を提供する。

1. 基油、および

直径が0.4～9.0 nmのカーボンナノチューブの少なくとも1種を組成物の全質量に対して0.001～0.08質量%含み、

ちょう度が200～440である、
潤滑剤組成物。

2. 基油、

直径が0.4～9.0 nmのカーボンナノチューブの少なくとも1種を組成物の全質量に対して0.001～3質量%、及び

分散剤を組成物の全質量に対して0質量%超であって10質量%以下含み、

ちょう度が200～440である、
潤滑剤組成物。

3. 分散剤が油性分散剤である、前記2に記載の潤滑剤組成物。

4. 分散剤が、リン酸エステル又はその塩、ポリエーテルエステル酸又はその塩、スルホン酸又はその塩、コハク酸イミド、ソルビタンエステル、及びポリアルキレングリコールからなる群から選ばれる少なくとも1種である、前記3に記載の潤滑剤組成物。

5. 前記カーボンナノチューブが単層または二層である前記1～4のいずれかに記載の潤滑剤組成物。

6. 前記基油が、鉱油、合成炭化水素油、フェニルエーテル油、アルキルベンゼン油、エステル油、ポリグリコール油、シリコーン油、フッ素油、及びイオン液体からなる群から選ばれる少なくとも1種を含む、前記1～5のいずれかに記載の潤滑剤組成物。

7. さらに、増ちょう剤を含む、前記1～6のいずれかに記載の潤滑剤組成物。

8. 前記増ちょう剤が、石けん系増ちょう剤、複合石けん系増ちょう剤；ウレア系増ちょう剤；ウレタン系増ちょう剤；Naテレフタラメート；有機化ベントナイト；シリカゲル；フッ素系粉体；繊維状セルロース；及びアラミド繊維からなる群から選ばれる少なくとも1種を含む、前記7に記載の潤滑剤

組成物。

9. 増ちょう剤を含まない、前記1～6のいずれかに記載の潤滑剤組成物。

10. 前記組成物が、自動車部品、産業機械、又は軸受に用いられる、前記1～9のいずれか1項記載の潤滑剤組成物。

11. 前記1～10のいずれか1項記載の組成物を封入した、自動車部品、産業機械部品、又は軸受。

発明の効果

[0006] 本発明の組成物によれば、放電抑制効果を持つカーボンナノチューブを潤滑剤組成物に含ませることにより、前記潤滑剤組成物の放電を抑制することによって、潤滑面における電食を防ぐことができる。本発明の組成物はまた、音響性能にも優れ、放電抑制効果と音響性能とがバランスがよく発揮される。分散剤を含む本発明の組成物は、カーボンナノチューブの放電抑制効果をより長い時間維持することができる。

図面の簡単な説明

[0007] [図1]カーボンナノチューブの全体構造を示す模式図である。

[図2]実施例で用いた、放電試験装置の概略図である。

発明を実施するための形態

[0008] (潤滑剤組成物)

本発明の第一の態様の潤滑剤組成物は、基油と、直径が0.4～9.0 nmのカーボンナノチューブの少なくとも1種を組成物の全質量に対して0.001～0.08質量%含み、ちょう度が200～440である。動粘度が大きい基油を用いれば、基油と所定大きさのカーボンナノチューブの2種類のみから、ちょう度が200～440の組成物とすることができる。あるいは、慣用の増ちょう剤及び／又は慣用の固体潤滑剤を含ませることにより、動粘度が小さい基油を用いて、ちょう度が200～440の組成物とすることもできる。いずれの場合も、添加剤を含んでもよい。

[0009] 本発明の第二の態様の潤滑剤組成物は、基油と、直径が0.4～9.0 nmのカーボンナノチューブの少なくとも1種を組成物の全質量に対して0.

0.01～3質量%と、分散剤を組成物の全質量に対して0質量%超であって10質量%以下含み、ちょう度が200～440である。一般的に、機械部品において潤滑剤組成物が長期間使用される場合、潤滑剤組成物にかかるせん断により、潤滑剤組成物中のカーボンナノチューブの分散状態が変化する。その結果、放電抑制効果も変化する。第二の態様の潤滑剤組成物は、所定量の分散剤を第一の態様の潤滑剤組成物に含ませることにより、カーボンナノチューブの量が第一の態様よりも多いときであっても、カーボンナノチューブの放電抑制効果をより長い時間維持することができる。

なお、以下において単に「組成物」、「潤滑剤組成物」と称する場合、第一の態様の潤滑剤組成物及び第二の態様の潤滑剤組成物の両方を指す。

[0010] <基油>

本発明の組成物に使用出来る基油は特に限定されず、鉱油及び／又は合成油を使用することができる。基油は、例えば、鉱油、合成炭化水素油；ペンタフェニルエーテル、テトラフェニルエーテル、モノアルキルテトラフェニルエーテル、ジアルキルテトラフェニルエーテル及びアルキルジフェニルエーテル油等のフェニルエーテル油；アルキルベンゼン油；モノエステル油、ジエステル油、ポリオールエステル油及び芳香族エステル油等のエステル油；ポリグリコール油；シリコン油；フッ素油；イオン液体の少なくとも1種を含む。

[0011] 基油としては、低温流動性の観点から、合成油を含むのが好ましく、合成炭化水素油、アルキルジフェニルエーテル油、ジエステル油、ポリオールエステル油を含むのがより好ましく、合成炭化水素油及び／又はアルキルジフェニルエーテル油を含むのがさらに好ましく、ポリ α オレフィン及び／又はアルキルジフェニルエーテル油を含むのが特に好ましい。他の基油を含むとき、耐熱性の観点から、基油の全質量に対し、ポリ α オレフィンとアルキルジフェニルエーテル油とが、35質量%以上であるのが好ましい。基油が、ポリ α オレフィンとアルキルジフェニルエーテル油との混合油であるのがさらに特に好ましい。このとき、ポリ α オレフィンとアルキルジフェニルエー

テル油とが、質量比にして、ポリ α オレフィン：アルキルジフェニルエーテル油＝20：80～70：30であるのが、低温流動性と耐熱性とのバランスの観点からとりわけ好ましい。

[0012] 本発明のちょう度は、本発明の組成物が増ちょう剤及び／又は固体潤滑剤を含まないとき、第一の態様の場合、おおよそ、基油の動粘度とカーボンナノチューブの含有量とによって、第二の態様の場合、おおよそ、基油の動粘度とカーボンナノチューブの含有量と分散剤の含有量とによってちょう度が定まる。第一の態様の場合、例えば、40℃における動粘度が3,000,000 mm²/sの基油に、カーボンナノチューブを0.001質量%含ませると、ちょう度が200になり、40℃における動粘度が15,000 mm²/sの基油に、カーボンナノチューブを0.001質量%含ませると、ちょう度が440になる。第二の態様の場合、例えば、40℃における動粘度が3,000,000 mm²/sの基油に、カーボンナノチューブを0.001質量%及び分散剤を0.001質量%含ませると、ちょう度が200になり、40℃における動粘度が15,000 mm²/sの基油に、カーボンナノチューブを0.001質量%及び分散剤を0.001質量%含ませると、ちょう度が440になる。本発明の組成物が増ちょう剤及び／又は固体潤滑剤を含まないときの本発明の基油の40℃における動粘度は、例えば軸受用途では200,000～3,000,000 mm²/sであるのが好ましく、350,000～3,000,000 mm²/sがより好ましく、500,000～1,900,000 mm²/sがさらに好ましい。また圧延用ロール用途では、55,000～500,000 mm²/sが好ましく、90,000～350,000 mm²/sがより好ましく、140,000～200,000 mm²/sがさらに好ましい。また減速機用途では15,000～200,000 mm²/sが好ましく、18,000～110,000 mm²/sがより好ましく、23,000～55,000 mm²/sがさらに好ましい。

[0013] 本発明の基油の40℃における動粘度は、本発明の組成物が増ちょう剤及び／又は固体潤滑剤を含む場合、20～220 mm²/sであるのが好ましい

。基油の40℃における動粘度が $20\text{ mm}^2/\text{s}$ 以上であって、 $220\text{ mm}^2/\text{s}$ 以下であると、低トルク性と耐蒸発性（耐熱性）を両立できるので好ましい。同様の理由で、 $20\sim200\text{ mm}^2/\text{s}$ がより好ましく、 $20\sim180\text{ mm}^2/\text{s}$ がさらに好ましく、 $20\sim140\text{ mm}^2/\text{s}$ が最も好ましい。

なお、基油の動粘度は、JIS K2283に基づいて測定することができる。

[0014] 基油の含有量は、本発明の組成物が増ちょう剤及び／又は固体潤滑剤を含まない場合、残部である。

基油の含有量は、本発明の第一の態様の組成物が増ちょう剤を含む場合、潤滑性の観点から、組成物の全質量を基準として、70～95質量%であるのが好ましく、75～92質量%であるのがより好ましく、78～90質量%であるのがさらに好ましく、79.92～87.95質量%（例えば80～87質量%）であるのが特に好ましい。

基油の含有量は、本発明の第二の態様の組成物が増ちょう剤を含む場合、潤滑性の観点から、組成物の全質量を基準として、70～95質量%であるのが好ましく、75～92質量%であるのがより好ましく、78～90質量%であるのがさらに好ましい。

[0015] 基油の含有量は、本発明の第一の態様の組成物が固体潤滑剤を含む場合、潤滑性の観点から、組成物の全質量を基準として、69.92～99.899質量%（例えば70～99質量%）であるのが好ましく、79.92～99.495質量%（例えば80～98質量%）であるのがより好ましく、84.92～98.99質量%（例えば85～97質量%）であるのがさらに好ましく、89.92～94.95質量%（例えば90～94質量%）であるのが特に好ましい。

基油の含有量は、本発明の第二の態様の組成物が固体潤滑剤を含む場合、潤滑性の観点から、組成物の全質量を基準として、70～99質量%であるのが好ましく、80～98質量%であるのがより好ましく、85～97質量%であるのがさらに好ましく、90～94質量%であるのが特に好ましい。

[0016] <カーボンナノチューブ>

カーボンナノチューブは、グラファイト状の炭素が積み重なってできたチューブであり、各層の両端がフラーレンのように閉じた構造をしている。その全体構造は大略図1に示すとおりである。

これまでに報告されているカーボンナノチューブの直径（「D」）の最小値は、0.4 nmである（Lu-Chang Qin et al., "The smallest carbon nanotube", Nature, 408, 50 (2000)）。本発明では、直径0.4 nm以上のカーボンナノチューブであれば使用することができる。他方、組成物中のカーボンナノチューブの含有量が多くなるとトルクが高くなるため、組成物中のカーボンナノチューブの含有量は少ない方が好ましい。直径が9.0 nm以下のカーボンナノチューブを含むことにより、少量でも十分な放電抑制効果を発揮することができるため、効果的に電食を抑制できる。本発明の組成物は、直径が0.7～5.0 nmのカーボンナノチューブを含むのが好ましい。本発明の組成物は、直径が0.4～9.0 nmのカーボンナノチューブの少なくとも1種を0.001～0.08質量%含めば、直径が9.0 nmを超えるカーボンナノチューブを含んでもよい。しかし、直径が9.0 nmを超えると、三層以上の多層カーボンナノチューブが多割合を占めることになり、放電し易くなるので、電食抑制の観点から、本発明の潤滑剤組成物は、直径9.0 nm以上のカーボンナノチューブを含まないのが好ましい。

[0017] カーボンナノチューブの長さは特に限定されない。例えば、5 μ m以上、600 μ m以下のカーボンナノチューブを使用することができる。

図1に示したとおり、カーボンナノチューブの直径は平面図における短辺を指し、カーボンナノチューブの長さは平面図における長辺を指す。カーボンナノチューブの直径及び長さは、透過型電子顕微鏡を用いて測定することができる。

なお、先行技術において用いられているカーボンブラックの直径は、最小でも10 nmであり、カーボンナノチューブと同程度の直径のカーボンブラックは、今のところ存在しない。CBを使用した場合に放電を抑制するには

、ストラクチャーと呼ばれる、カーボンブラックの粒子同士が連続的に繋がっている構造体を形成する必要があると考えられる。ストラクチャーを形成するには、カーボンブラック同士が物理的に接触している必要があるため、多量に（例えば10質量%）含ませる必要がある。しかし、多量に含ませると音響性能が低下してしまう。

[0018] 一般に、カーボンナノチューブには、単層、二層、及び三層以上の多層が存在するが、本発明の潤滑剤組成物に使用するカーボンナノチューブとしては、放電抑制効果の観点から、単層又は二層が好ましい。本発明の潤滑剤組成物は、放電抑制効果の観点から、三層以上の多層カーボンナノチューブを実質的に含まないのが好ましい。例えば、組成物の全質量を基準にして、3質量%以下が好ましく、2質量%以下がより好ましく、1質量%以下が更に好ましい。

カーボンナノチューブは、表面に活性点を有し、その少なくとも一部が、OH、CH、CHO等により修飾されていてもよい。しかし、本発明で用いるカーボンナノチューブとしては、修飾されていないものの方が、基油との親和性が高いので好ましい。

[0019] 本発明の第一の態様の潤滑剤組成物中のカーボンナノチューブの含有量は、組成物の全質量を基準にして、0.001～0.08質量%である。好ましくは0.005～0.08質量%、より好ましくは0.01～0.08質量%、さらに好ましくは0.05～0.08質量%である。カーボンナノチューブの含有量がこのような範囲にあると、放電抑制効果と音響性能とがバランスがよく発揮されるので好ましい。本発明の第一の態様の潤滑剤組成物を、モーター用軸受用グリース組成物とすると、カーボンナノチューブの含有量を0.08質量%以下にすると、適切なちょう度が得られるので好ましい。

本発明の第二の態様の潤滑剤組成物中のカーボンナノチューブの含有量は、組成物の全質量を基準にして、0.001～3質量%である。好ましくは0.01～2質量%、より好ましくは0.05～1質量%、さらに好ましく

は0.08～1質量%である。カーボンナノチューブの含有量がこのような範囲にあると、放電抑制効果と音響性能とがバランスがよく発揮されるので好ましい。本発明の第二の態様の潤滑剤組成物を、モーター用軸受用グリース組成物とすると、カーボンナノチューブの含有量を0.08～1質量%にすると、適切なちょう度が得られるので好ましい。

[0020] <分散剤>

本発明の第二の態様の潤滑剤組成物が含むことができる分散剤は、カーボンナノチューブを潤滑剤組成物中に分散させる役割を果たす。既述のとおり、一般的に、機械部品において潤滑剤組成物が長期間使用される場合、潤滑剤組成物にかかるせん断により、潤滑剤組成物中のカーボンナノチューブの分散状態が変化し、カーボンナノチューブによる放電抑制効果も変化する。第二の態様の潤滑剤組成物は、所定量の分散剤を含ませることにより、カーボンナノチューブの量が第一の態様よりも多いときであっても、カーボンナノチューブの放電抑制効果をより長い時間維持することができる。

本発明において用いることができる分散剤は、油性であるのが好ましい。油性分散剤の具体例としては、リン酸エステル又はその塩、ポリエーテルエステル酸又はその塩、スルホン酸又はその塩、アルケニルコハク酸イミド、ソルビタンエステル、及びポリアルキレングリコール誘導体があげられる。

[0021] リン酸エステル又はその塩としては、リン酸エステル又はそのナトリウム塩等があげられる。リン酸エステルはアミノ基等の官能基を有していてもよい。リン酸エステルが好ましい。

ポリエーテルエステル酸又はその塩としては、ポリエーテルエステル酸又はそのアミン塩等があげられる。ポリエーテルエステル酸アミン塩が好ましい。

スルホン酸又はその塩としては、アルキル芳香族スルホン酸、アルキル芳香族スルホン酸リチウム、アルキル芳香族スルホン酸ナトリウム、アルキル芳香族スルホン酸カルシウム、アルキル芳香族スルホン酸亜鉛、アルキル芳香族スルホン酸バリウム、アルキル芳香族スルホン酸アミン塩、石油スルホ

ン酸、石油スルホン酸リチウム、石油スルホン酸ナトリウム、石油スルホン酸カルシウム、石油スルホン酸亜鉛、石油スルホン酸バリウム、石油スルホン酸アミン塩等があげられる。このうち、アルキル芳香族スルホン酸カルシウム、アルキル芳香族スルホン酸亜鉛、石油スルホン酸カルシウム、石油スルホン酸亜鉛が好ましく、アルキル芳香族スルホン酸カルシウム、アルキル芳香族スルホン酸亜鉛がより好ましく、ジノニルナフタレンスルホン酸カルシウム、ジノニルナフタレンスルホン酸亜鉛がさらに好ましい。

[0022] コハク酸イミドとしては、アルケニルコハク酸イミド、コハク酸ポリアルキレンイミド、ホウ素変性コハク酸イミド等があげられる。このうち、アルケニルコハク酸イミド又はコハク酸ポリアルキレンイミドが好ましい。

ソルビタンエステルとしては、ソルビタンモノオレエート、ソルビタントリオレート、ソルビタントリステアレート、ソルビタンジステアレート、ソルビタンモノステアレート、ソルビタントリイソステアレート、ソルビタンジイソステアレート、ソルビタンモノイソステアレート、ソルビタントリラウレート、ソルビタンジラウレート、ソルビタンモノラウレート等があげられる。このうち、ソルビタンモノオレエート、ソルビタントリオレートが好ましく、ソルビタントリオレートがより好ましい。

[0023] ポリアルキレングリコールとしては、ポリプロピレングリコール、ポリプロピレングリコールーポリエチレングリコールの共重合物等のポリアルキレングリコール、ポリアルキレングリコールモノメチルエーテル、ポリアルキレングリコールモノブチルエーテル等のポリアルキレングリコールモノアルキルエーテル、ポリアルキレングリコールジメチルエーテル、ポリアルキレングリコールジブチルエーテル等のポリアルキレングリコールジアルキルエーテル、アミノ基含有ポリアルキレングリコール、スクシンイミジル基含有ポリアルキレングリコール、カルボキシ基含有ポリアルキレングリコール、ホスフィン基含有ポリアルキレングリコール、チオール基含有ポリアルキレングリコール、スルホニル基含有ポリアルキレングリコール、アミノ基含有ポリアルキレングリコール、スクシンイミジル基含有ポリアルキレングリコ

ール、マレイミジル基含有ポリアルキレングリコール等があげられる。このうち、アミノ基含有ポリアルキレングリコール、スクシンイミジル基含有ポリアルキレングリコール、マレイミジル基含有ポリアルキレングリコールが好ましく、アミノ基含有ポリアルキレングリコールがより好ましい。

[0024] 本発明の第二の態様の潤滑剤組成物に用いる分散剤としては、リン酸エステル、ポリエーテルエステル酸アミン塩、コハク酸イミド、アミノ基含有ポリアルキレングリコールが好ましい。リン酸エステルがより好ましい。とりわけ、カーボンナノチューブの放電抑制効果をより長い時間維持する能力が高いリン酸エステル、ポリエーテルエステル酸アミン塩が好ましい。

[0025] 本発明の第二の態様の潤滑剤組成物における分散剤の含有量は、組成物の全質量を基準として、0質量%超であって、10質量%以下である。このような量で分散剤を含ませることにより、カーボンナノチューブによる放電抑制効果をより長い時間維持することができるとともに、適切なちょう度が得られるので好ましい。0.05～5質量%が好ましく、0.08～1質量%がより好ましい。カーボンナノチューブの分散性を十分に維持するには、分散剤を、カーボンナノチューブの全質量に対して30～9900質量%となる量で含ませるのが良い。50～3000質量%がより好ましい。80～1250質量%が更に好ましい。

[0026] 本発明の組成物の状態は、増ちょう剤を含まない場合（すなわち、増ちょう剤も固体潤滑剤も含まないか、又は増ちょう剤は含まないが固体潤滑剤を含む場合）、ペースト状であり、増ちょう剤を含む場合（すなわち、増ちょう剤も固体潤滑剤も含むか、又は固体潤滑剤は含まないが増ちょう剤を含む場合）、ペースト状であるか、又は半固体又は固体（すなわち、グリース状）である。

[0027] 用語「ちょう度」は、通常、グリースの見かけの硬さで、規定円錐が試料に貫入した深さをmmの10倍で表わした数値をいうが（社団法人日本トライボロジー学会編、「トライボロジー辞典」、養賢堂、2007年3月1日）、本明細書においては、グリース（すなわち、基油と、増ちょう剤とを含

み、必要により添加剤を含んでもよい潤滑剤）に限らず、増ちょう剤を含まない、ペースト状の潤滑剤についても当てはまる数値である。本明細書において、ちょう度は、J I S K 2 2 2 0に従って測定することができる60回混和ちょう度を指す。例えば軸受用途には、ちょう度は320以下であるのが好ましく、200～320であるのがより好ましく、200～300であるのがさらに好ましい。特に、本発明の潤滑剤組成物を、モーター用軸受にグリース組成物として用いるとき、ちょう度は220～280であるのが好ましい。また圧延機ロールには、ちょう度は280～380であるのが好ましく、300～360であるのがより好ましく、320～340であるのがさらに好ましい。また減速機には、ちょう度は320～440であるのが好ましく、350～430であるのがより好ましく、380～420であるのがさらに好ましい。

[0028] (グリース組成物)

<増ちょう剤>

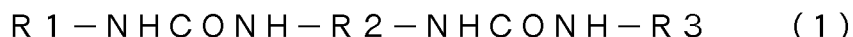
本発明の潤滑剤組成物を軸受に使用する場合、油分の保持性と耐熱性の観点から、増ちょう剤を含ませることによりグリース組成物にするのが良い。

本発明に使用出来る増ちょう剤は、例えば、L i 石けん及びC a 石けん等の石けん系増ちょう剤；L i コンプレックス石けん、C a コンプレックス石けん、C a スルホネートコンプレックス石けん、A l コンプレックス石けん等の複合石けん系増ちょう剤；ジウレア、トリウレア、テトラウレア等のウレア系増ちょう剤；ウレタン等のウレタン系増ちょう剤；N a テレフタラメート；有機化ベントナイト；P T F E（ポリテトラフルオロエチレン）に代表されるフッ素系粉体；繊維状セルロース；及びアラミド繊維からなる群から選ばれる少なくとも1種である。

本発明のグリース組成物を、軸受、特にモーター用軸受に使用する場合、低トルクの観点から、増ちょう剤は、L i 石けん又はウレア化合物を含むのが好ましく、ウレア化合物であるのがより好ましい。

[0029] ウレア化合物としては、耐熱性の観点から、ジウレア化合物が好ましい。

ジウレア化合物としては、下記式（１）で表わされるジウレア化合物が好ましい。



式中、R 2は炭素数6～15の2価の芳香族炭化水素基であり、R 1及びR 3は、互いに同一でも異なってもよく、炭素数6～30の飽和又は不飽和アルキル基、炭素数6又は7のアリール基、又はシクロヘキシル基である。

式（１）のジウレア化合物としては、R 1及びR 3のいずれもが、炭素数6～30のアルキル基である脂肪族ジウレア化合物が好ましい。脂肪族ジウレア化合物は、ジイソシアネートと脂肪族モノアミンとを反応させることにより得ることができる。

式（１）のジウレア化合物としてはまた、R 1及びR 3のいずれもが、シクロヘキシル基である脂環式ジウレア化合物が好ましい。脂環式ジウレア化合物は、ジイソシアネートとシクロヘキシルアミンとを反応させることにより得ることができる。

[0030] 式（１）のジウレア化合物としてはまた、R 1及びR 3のいずれか一方が、炭素数6～30のアルキル基であり、他方がシクロヘキシル基である脂環式脂肪族ジウレア化合物が好ましい。脂環式脂肪族ジウレア化合物は、ジイソシアネートと脂環式モノアミン及び脂肪族モノアミンとを反応させることにより得られるため、実際は、脂環式脂肪族ジウレア化合物に加え、脂肪族ジウレア化合物と、脂環式ジウレア化合物を含む混合物である。

式（１）のジウレア化合物のうち、低トルクの観点から、脂環式脂肪族ジウレア化合物が好ましい。

R 1及びR 3のいずれかがシクロヘキシル基の場合、もう一方は炭素数8又は18の飽和直鎖アルキル基であるのが好ましい。このとき、シクロヘキシル基とアルキル基の合計に占めるシクロヘキシル基の比率は、グリースの付着性の観点から、10～90モル%であるのが好ましく、30～90モル%であるのがより好ましく、30～88モル%であるのが特に好ましい。

[0031] R²としては、トリレンジイソシアネート又はジフェニルメタンジイソシアネートが好ましく、ジフェニルメタンジイソシアネートがより好ましい。

とりわけ、式(1)中、R¹及びR³のいずれかがシクロヘキシル基であり、もう一方が炭素数8又は18の飽和直鎖アルキル基であり、R²がジフェニルメタンジイソシアネートであり、シクロヘキシル基とアルキル基の合計に占めるシクロヘキシル基の比率が、10～90モル%であるジウレア化合物が好ましく、30～88モル%であるジウレア化合物がより好ましい。

増ちょう剤の含有量は、本発明の第一の態様の組成物が固体潤滑剤を含まない場合、本発明の組成物のちょう度を200～440に設定できるよう、組成物の全質量を基準として、3～40質量%であるのが好ましい。5～30質量%であるのがより好ましく、8～20質量%であるのがさらに好ましく、12～20質量%であるのが特に好ましい。

増ちょう剤の含有量は、本発明の第二の態様の組成物が固体潤滑剤を含まない場合、本発明の組成物のちょう度を200～440に設定できるよう、組成物の全質量を基準として、3～40質量%であるのが好ましい。5～30質量%であるのがより好ましく、8～20質量%であるのがさらに好ましい。

[0032] なお、本発明の潤滑剤組成物がグリース組成物の形態をとるとき、本発明の組成物は、所謂放熱グリースでも、シリカ樹脂粉末や金属酸化物などのフィラーを配合してなる所謂オイルコンパウンドでもない。

[0033] <固体潤滑剤>

本発明に用いることのできる固体潤滑剤としては、メラミンシアヌレート、グラファイト、オニオンライクカーボン、ナノダイヤモンド、フッ化黒鉛、ブラックシリカ、粒状ポリエチレン、粒状ポリプロピレン、ポリエチレンワックス、ポリプロピレンワックス、酸化ポリエチレンワックス、エステルワックス、モンタン酸ワックス、アマイドワックス、球状アルミナ、酸化亜鉛、マイカ、二硫化モリブデン、二硫化タングステン、炭酸カルシウム、窒化ホウ素、銅やニッケルなどの金属粉末等があげられる。

このうち、メラミンシアヌレート、ポリエチレンワックス、ポリプロピレンワックス、酸化ポリエチレンワックス、エステルワックス、モンタン酸ワックス、アマイドワックスが好ましく、メラミンシアヌレート、ポリエチレンワックス、ポリプロピレンワックス、酸化ポリエチレンワックス、エステルワックスがより好ましく、メラミンシアヌレート、ポリエチレンワックス、ポリプロピレンワックスがさらに好ましい。

[0034] 固体潤滑剤の含有量は、本発明の第一の態様の組成物が増ちょう剤を含まない場合、本発明の組成物のちょう度を200～440に設定できるよう、組成物の全質量を基準として、0.1～30質量%であるのが好ましい。0.5～20質量%であるのがより好ましく、1～15質量%であるのがさらに好ましく、5～10質量%であるのが特に好ましい。

固体潤滑剤の含有量は、本発明の第二の態様の組成物が増ちょう剤を含まない場合、本発明の組成物のちょう度を200～440に設定できるよう、組成物の全質量を基準として、0.1～30質量%であるのが好ましい。0.5～20質量%であるのがより好ましく、1～15質量%であるのがさらに好ましく、5～10質量%であるのが特に好ましい。

固体潤滑剤を、増ちょう目的ではなく、添加剤として用いることもできる。この場合、本発明の組成物における含有量は、後述する任意成分の含有量と同じである。

[0035] <任意成分>

本発明の潤滑剤組成物は、更に、油性剤、摩耗防止剤、極圧添加剤、錆止め剤、非鉄金属防食剤、酸化防止剤などの添加剤を含んでも良い。しかし、水及び／又は水溶性有機溶媒等の、基油以外の分散媒を含まないのが好ましい。オイルコンパウンドのフィラーとして用いられるシリカ樹脂粉末やエポキシ樹脂粉末を含まないのもまた好ましい。

前記添加剤の含有量は、潤滑剤組成物の全質量を基準にして、通常、0.01～15質量%、好ましくは0.05～12質量%、より好ましくは0.1～10質量%である。

油性剤としては、ラノリン、オレイン酸メチル、モノオレイン酸ポリエチレングリコールのモノエステル、アジピン酸ビス（２－エチルヘキシル）、セバシン酸ビス（２－エチルヘキシル）のジエステル等があげられる。

摩耗防止剤としては、トリフェニルホスファイト、トリエチルホスファイトの亜リン酸エステル、モノカプリン酸グリセロール、モノステアリン酸グリセロールのグリセリン脂肪酸エステル等があげられる。

極圧添加剤としては、硫化油脂、硫化オレフィン、ポリサルファイド、無灰ジチオカーバメート、トリオクチルホスフェート、トリクレジルホスフェート、トリフェニルホスホロチオネート、ジアルキルジチオカルバミン酸亜鉛、ジアルキルジチオカルバミン酸モリブデンのジアルキルジチオカルバミン酸塩、ジアルキルジチオリン酸亜鉛、ジアルキルジチオリン酸モリブデンのジアルキルジチオリン酸塩等があげられる。

[0036] 錆止め剤としては、無機系錆止め剤と有機系錆止め剤が挙げられる。無機系錆止め剤としては、ケイ酸Na、炭酸Li、炭酸K、酸化Zn等の無機金属塩が挙げられる。有機系錆止め剤としては、安息香酸Na、安息香酸Liの安息香酸塩、ナフテン酸Zn、セバシン酸Naのカルボン酸塩、コハク酸、コハク酸無水物、コハク酸ハーフエステルのコハク酸誘導体、脂肪酸アミン塩が挙げられる。

非鉄金属防食剤としては、ベンゾトリアゾール又はその誘導体、ベンゾチアゾール又はその誘導体、チアジアゾール又はその誘導体等があげられる。

[0037] 酸化防止剤は、グリースの酸化劣化抑制として知られており、フェノール系酸化防止剤、アミン系酸化防止剤が挙げられる。

フェノール系酸化防止剤としては、2,6-ジ-*tert*-ブチル-*p*-クレゾール（BHT）、2,2'-メチレンビス(4-メチル-6-*tert*-ブチルフェノール)、4,4'-ブチリデンビス(3-メチル-6-*tert*-ブチルフェノール)、2,6-ジ-*tert*-ブチル-フェノール、2,4-ジメチル-6-*tert*-ブチルフェノール、*tert*-ブチルヒドロキシアニソール（BHA）、4,4'-ブチリデンビス(3-メチル-6-*tert*-ブチルフェノール)、4,4'-

メチレンビス(2,3-ジ-*tert*-ブチルフェノール)、4,4'-チオビス(3-メチル-6-*tert*-ブチルフェノール)、オクタデシル-3-(3,5-ジ-*tert*-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート等があげられる。このうち、オクタデシル-3-(3,5-ジ-*tert*-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネートが好ましい。

アミン系酸化防止剤としては、N-*n*-ブチル-*p*-アミノフェノール、4,4'-テトラメチル-ジ-アミノジフェニルメタン、 α -ナフチルアミン、N-フェニル- α -ナフチルアミン、フェノチアジン、アルキルジフェニルアミン等が挙げられる。このうち、アルキルジフェニルアミンが好ましい。

このうち、N-フェニル- α -ナフチルアミン、アルキルジフェニルアミン、オクタデシル-3-(3,5-ジ-*tert*-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネートを含むと、軸受の焼付寿命を長くできるので好ましい。なかでも、アルキルジフェニルアミン及び／またはオクタデシル-3-(3,5-ジ-*tert*-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネートを含むのが好ましい。さらに特に、アルキルジフェニルアミン及びオクタデシル-3-(3,5-ジ-*tert*-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネートを、組成物の全質量を基準にして、0.1～6質量%含むのがとりわけ好ましい。

[0038] 特に、本発明の第一の態様の組成物が、40℃における動粘度が15,000～3,000,000 mm²/sの基油と、

直径が0.4～9.0 nmのカーボンナノチューブ（例えば、単層又は二層のカーボンナノチューブ、特に単層のカーボンナノチューブ）の少なくとも1種を組成物の全質量に対して0.001～0.08質量%を含み、

添加剤をさらに含んでもよいが、増ちょう剤も固体潤滑剤も含まず、ちょう度が200～440である組成物であるのが好ましい。

このとき、基油の含有量が89.2～99.999質量%（例えば90～99質量%）であり、添加剤の含有量が0～10質量%であると好ましい。

更に特に、ちょう度が220～280であるモーター用軸受用潤滑剤組成物であるのが好ましい。

[0039] 本発明の第一の態様の組成物が、 40°C における動粘度が $20\sim 140\text{ mm}^2/\text{s}$ の基油と、

直径が $0.4\sim 9.0\text{ nm}$ のカーボンナノチューブ（例えば、単層又は二層のカーボンナノチューブ、特に単層のカーボンナノチューブ）の少なくとも1種を組成物の全質量に対して $0.001\sim 0.08$ 質量%と、

増ちょう剤として、式（1）中、 R_1 及び R_3 のいずれかがシクロヘキシル基であり、もう一方が炭素数8又は18の飽和直鎖アルキル基であり、 R_2 がジフェニルメタンジイソシアネートであり、シクロヘキシル基とアルキル基の合計に占めるシクロヘキシル基の比率が、 $30\sim 88$ モル%であるジウレア化合物を含み、

添加剤をさらに含んでもよい、

ちょう度が $200\sim 440$ である組成物であるのもまた好ましい。

このとき、基油の含有量が $70\sim 94.92$ 質量%（例えば $70\sim 94$ 質量%）であり、増ちょう剤の含有量が $5\sim 20\%$ であり、添加剤の含有量が $0\sim 10$ 質量%であると好ましい。

更に特に、ちょう度が $220\sim 280$ であるモーター用軸受用潤滑剤組成物であるのが好ましい。

添加剤として、酸化防止剤を、特にアミン系酸化防止剤を含めると、焼付寿命が延びるため好ましい。

[0040] 特に、本発明の第一の態様の組成物が、 40°C における動粘度が $20\sim 140\text{ mm}^2/\text{s}$ の基油と、

直径が $0.4\sim 9.0\text{ nm}$ のカーボンナノチューブ（例えば、単層又は二層のカーボンナノチューブ、特に単層のカーボンナノチューブ）の少なくとも1種を組成物の全質量に対して $0.001\sim 0.08$ 質量%と、

固体潤滑剤として、メラミンシアヌレート、ポリエチレンワックス、及びポリプロピレンワックスからなる群から選ばれる少なくとも1種を含み、

添加剤をさらに含んでもよい、

ちょう度が $200\sim 440$ である組成物であるのもまた好ましい。

このとき、基油の含有量が60～89.92質量%（例えば60～90質量%）であり、固体潤滑剤の含有量が10～30%であり、添加剤の含有量が0～10質量%であると好ましい。

更に特に、ちょう度が220～280であるモーター用軸受用潤滑剤組成物であるのが好ましい。

[0041] 特に、本発明の第二の態様の組成物が、40℃における動粘度が15,000～3,000,000 mm²/sの基油と、

直径が0.4～9.0 nmのカーボンナノチューブ（例えば、単層又は二層のカーボンナノチューブ、特に単層のカーボンナノチューブ）の少なくとも1種を組成物の全質量に対して0.001～3質量%と、

リン酸エステル及びポリエーテルエステル酸アミン塩からなる群から選ばれる少なくとも1種の分散剤を組成物の全質量に対して0.08～1質量%と、

増ちょう剤を含み、

添加剤をさらに含んでもよく、

ちょう度が200～440であるグリース組成物であるのが好ましい。

このとき、基油の含有量が70～95質量%であり、添加剤の含有量が0～10質量%であると好ましい。

更に特に、ちょう度が220～280であるモーター用軸受用潤滑剤組成物であるのが好ましい。

[0042] 本発明の第二の態様の組成物が、40℃における動粘度が20～140 mm²/sの基油と、

直径が0.4～9.0 nmのカーボンナノチューブ（例えば、単層又は二層のカーボンナノチューブ、特に単層のカーボンナノチューブ）の少なくとも1種を組成物の全質量に対して0.001～3質量%と、

リン酸エステル及びポリエーテルエステル酸アミン塩からなる群から選ばれる少なくとも1種の分散剤を組成物の全質量に対して0.08～1質量%と、

増ちょう剤として、式（１）中、 R_1 及び R_3 のいずれかがシクロヘキシル基であり、もう一方が炭素数 8 又は 18 の飽和直鎖アルキル基であり、 R_2 がジフェニルメタンジイソシアネートであり、シクロヘキシル基とアルキル基の合計に占めるシクロヘキシル基の比率が、30～88 モル％であるジウレア化合物を含み、

添加剤をさらに含んでもよく、

ちょう度が 200～440 であるグリース組成物であるのもまた好ましい。

このとき、基油の含有量が 70～95 質量％であり、増ちょう剤の含有量が 5～20％であり、添加剤の含有量が 0～10 質量％であると好ましい。

更に特に、ちょう度が 220～280 であるモーター用軸受用潤滑剤組成物であるのが好ましい。

添加剤として、酸化防止剤を、特にアミン系酸化防止剤を含めると、焼付寿命が延びるため好ましい。

[0043] 特に、本発明の第二の態様の組成物が、40℃における動粘度が 20～140 mm²/s の基油と、

直径が 0.4～9.0 nm のカーボンナノチューブ（例えば、単層又は二層のカーボンナノチューブ、特に単層のカーボンナノチューブ）の少なくとも 1 種を組成物の全質量に対して 0.001～3 質量％と、

リン酸エステル及びポリエーテルエステル酸アミン塩からなる群から選ばれる少なくとも 1 種の分散剤を組成物の全質量に対して 0.08～1 質量％と、

固体潤滑剤として、メラミンシアヌレート、ポリエチレンワックス、及びポリプロピレンワックスからなる群から選ばれる少なくとも 1 種を含み、

添加剤をさらに含んでもよく、

ちょう度が 200～440 である組成物であるのもまた好ましい。

このとき、基油の含有量が 60～90 質量％であり、固体潤滑剤の含有量が 10～30％であり、添加剤の含有量が 0～10 質量％であると好ましい

。

更に特に、ちょう度が220～280であるモーター用軸受用潤滑剤組成物であるのが好ましい。

[0044] <用途>

本発明の潤滑剤組成物は、自動車部品、産業機械、及び軸受からなる群から選ばれる少なくとも1つに用いることができる。

自動車部品としては、等速ジョイント、ハブユニット、電動パワーステアリング、クラッチ等があげられる。

産業機械としては、減速機、発電機、圧延機ロール、産業用ロボット等があげられる。

軸受としては、モーター用軸受、プーリ用軸受、オルタネータ用軸受等があげられる。

実施例

[0045] 1. 測定サンプルの調製

(1) 実施例1～9及び比較例1～5の潤滑剤組成物の調製

ポリ α オレフィン (PAO) とアルキルジフェニルエーテル油の混合油 (、40℃における動粘度: 51.3 mm²/s、JIS K2283に従って測定) 中で、4',4-ジフェニルメタンジイソシアネート1モルと、シクロヘキシルアミン及びステアリルアミン計2モル (シクロヘキシルアミン: ステアリルアミン=7:1、モル比) とを反応させ、昇温、冷却した。そこに、上記の混合油と表1に記載のカーボンナノチューブ又はカーボンブラックを、表1に示す割合で添加し、3本ロールミルで混練し、実施例1～9及び比較例1～5のグリース組成物を得た。

(2) 実施例10～及び比較例6～9の潤滑剤組成物の調製

カーボンナノチューブとともに分散剤を添加したこと以外は前記(1)に記載の方法と同じ方法で、実施例10～及び比較例6～9のグリース組成物を得た。

(3) 実施例及び比較例で用いたカーボン材料は以下のとおりである。

	直径	長さ	製品名	メーカー
カーボンナノチューブ	D=1.2~2.0nm	L=5 μ m以上	TUBALL	OCSiAL
	D=1.5~2.5nm	L=10 μ m以下	EC1.5	名城ナノカーボン
	D=2.0~3.0nm	L=10 μ m以下	EC2.0	名城ナノカーボン
	D=3.0~5.0nm	L=100~600 μ m	SG101	日本ゼオン
	D=9.5nm	L=1.5 μ m	NC-3100	Nanocyl
	D=110-170nm	L=5~9 μ m	Carbon nanotube, multi-walled >90% carbon basis, D $\times$ L 110-170 nm $\times$ 5-9 μ m	Sigma-Aldrich
カーボンブラック	D=55nm		#3030B	三菱ケミカル
	D=40nm		ケッチェンブラック EC300J	ライオン

[0046] (4) 実施例及び比較例で用いた分散剤は以下のとおりである。

リン酸エステル：ディスパロンD-375、楠本化成株式会社

アミノ基含有リン酸エステル：ディスパロンD-325、楠本化成株式会社

ポリエーテルエステル酸アミン塩：ディスパロンD-234、楠本化成株式会社

スルホン酸カルシウム：NA-SUL 729、KING INDUSTRIES

スルホン酸亜鉛：NA-SUL ZS、KING INDUSTRIES

コハク酸イミド：INFINEUM C9231、Infineum International Limited

ソルビタントリオレート：ノニオンOP-85R、日油株式会社

アミノ基含有ポリアルキレングリコール：エスリームAD-508、日油株式会社

なお、表1及び表2中の、基油、増ちょう剤、カーボン材料、及び分散剤の欄に記載の数字は、組成物の全質量を基準とした質量%を示す。

[0047] 2. 評価項目および試験方法

(1) ちょう度

得られた潤滑剤組成物の60回混和ちょう度を、JIS K2220 7.に従って測定した。ちょう度が200~440であれば合格(○)、200未満又は440超であれば不合格(×)と判断する。結果を表1および表2

に示す。

[0048] (2) 放電試験による電食防止能の評価

針／平板電極間に電圧を印加して放電の有無を確認する。放電試験の概略は図2のとおりである。針が陰極であり、平板が陽極である。針の材質はSCM435鋼、針の頂角は 120° である。針は、陽極平板に対して垂直に配置され、針の先端に設けられた球電極と陽極上面との最短距離が $100\mu\text{m}$ となる位置で固定されている。針と平板電極との距離はマイクロメーターにて制御した。陽極平板の材質はSPCC鋼である。陽極平板上に測定サンプルを厚さ $10\sim 15\text{mm}$ で塗布し、針を測定サンプルに挿入する。陽極平板と陰極針とは、高圧電源で連結されている。電圧を 5kV 印加した状態で30秒間置き、放電が生じなければ合格(○)、放電が生じれば不合格(×)と判断する。結果を表1および表2に示す。

(3) せん断付与後の放電試験による電食防止能の維持能の評価

ASTM D1831に規定されているロール安定度試験(Standard Test Method for Roll Stability of Lubricating Grease)に準拠し、測定サンプル50gをシリンダー内に塗布し、ロールをシリンダー内に入れて、 80°C 、 165rpm 、100時間の条件で混練し、前記測定サンプルにせん断を付与した。

針と平板電極との最短距離を $2000\mu\text{m}$ となる位置に固定した以外は前記(2)放電試験に記載の方法と同じ方法で、測定サンプルに電圧を 5kV 30秒間印加した。印加後5秒から30秒までの平均電圧が 1.0kV 未満であれば合格(○)、平均電圧が 1.0kV 以上または放電が生じれば不合格(×)と判断する。結果を表2に示す。

[0049] (4) アンデロン試験方法による音響性能の評価

深溝玉軸受6202に、上で調製した測定サンプルを 0.8g 封入し、アンデロンメータに軸受を取り付ける。アキシアル荷重を 29.4N 負荷し、回転速度 $1,800\text{rpm}$ で60秒間回転させる。この時の外輪に伝わる振

動をアンデロンメータによってアンデロン値を測定する。60秒間の試験時間のうち、アンデロン値が3.5以上の秒数が10秒以下であれば合格（○）、10秒超であれば不合格（×）と判断する。結果を表1および表2に示す。

[0050] （5）体積抵抗率測定による電気物性の評価

体積抵抗率は、25℃において、試料に加えた直流電界（V/m）とそのときに試料に加わる単位断面積当たりの電流との比を表し、試料の1辺が1cmの立方体の相対する面間の抵抗に等しい。体積固有抵抗率は、JIS C2101に規定する電気絶縁油試験方法に基づいて測定した。結果を表1及び表2に示す。

[0051]

請求の範囲

[請求項1] 基油、および

直径が0.4～9.0nmのカーボンナノチューブの少なくとも1種を組成物の全質量に対して0.001～0.08質量%含み、
ちょう度が200～440である、
潤滑剤組成物。

[請求項2] 基油、

直径が0.4～9.0nmのカーボンナノチューブの少なくとも1種を組成物の全質量に対して0.001～3質量%、及び
分散剤を組成物の全質量に対して0質量%超であって10質量%以下含み、
ちょう度が200～440である、
潤滑剤組成物。

[請求項3] 分散剤が油性分散剤である、請求項2に記載の潤滑剤組成物。

[請求項4] 分散剤が、リン酸エステル又はその塩、ポリエーテルエステル酸又はその塩、スルホン酸又はその塩、コハク酸イミド、ソルビタンエステル、及びポリアルキレングリコールからなる群から選ばれる少なくとも1種である、請求項3に記載の潤滑剤組成物。

[請求項5] 前記カーボンナノチューブが単層または二層である請求項1～4のいずれか1項記載の潤滑剤組成物。

[請求項6] 前記基油が、鉱油、合成炭化水素油、フェニルエーテル油、アルキルベンゼン油、エステル油、ポリグリコール油、シリコン油、フッ素油、及びイオン液体からなる群から選ばれる少なくとも1種を含む、請求項1～5のいずれか1項記載の潤滑剤組成物。

[請求項7] さらに、増ちょう剤を含む、請求項1～6のいずれか1項記載の潤滑剤組成物。

[請求項8] 前記増ちょう剤が、石けん系増ちょう剤、複合石けん系増ちょう剤；ウレア系増ちょう剤；ウレタン系増ちょう剤；Naテレフタラメー

ト；有機化ベントナイト；シリカゲル；フッ素系粉体；繊維状セルロース；及びアラミド繊維からなる群から選ばれる少なくとも１種を含む、請求項７記載の潤滑剤組成物。

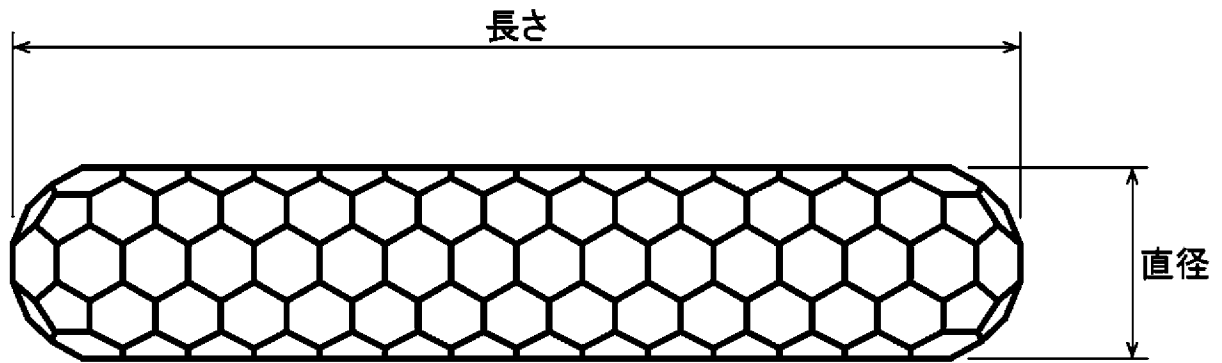
[請求項９] 増ちょう剤を含まない、請求項１～６のいずれか１項記載の潤滑剤組成物。

[請求項１０] 前記組成物が、自動車部品、産業機械、又は軸受に用いられる、請求項１～９のいずれか１項記載の潤滑剤組成物。

[請求項１１] 請求項１～１０のいずれか１項記載の組成物を封入した、自動車部品、産業機械部品、又は軸受。

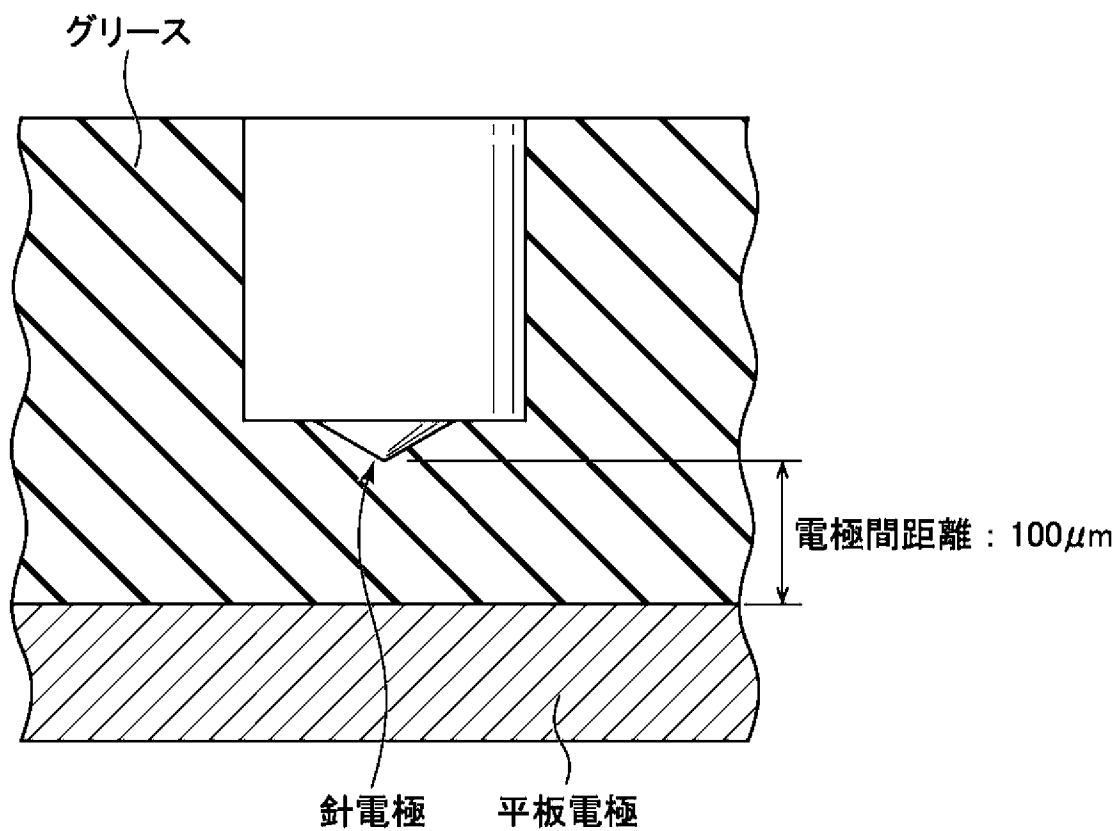
[図1]

FIG.1



[図2]

FIG.2



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2021/036146

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C10M 171/00(2006.01)i; *C10N 20/06*(2006.01)n; *C10N 30/00*(2006.01)n; *C10N 40/02*(2006.01)n; *C10N 40/04*(2006.01)n; *C10N 50/10*(2006.01)n; *F16C 33/66*(2006.01)i; *C10M 101/02*(2006.01)i; *C10M 105/06*(2006.01)i; *C10M 105/18*(2006.01)i; *C10M 105/32*(2006.01)i; *C10M 107/34*(2006.01)i; *C10M 107/38*(2006.01)i; *C10M 107/50*(2006.01)i; *C10M 113/10*(2006.01)i; *C10M 113/12*(2006.01)i; *C10M 113/16*(2006.01)i; *C10M 115/08*(2006.01)i; *C10M 117/02*(2006.01)i; *C10M 119/20*(2006.01)i; *C10M 119/22*(2006.01)i; *C10M 119/24*(2006.01)i; *C10M 125/02*(2006.01)i

FI: C10M125/02; C10M171/00; C10M105/06; C10M101/02; C10M105/18; C10M105/32; C10M107/34; C10M107/50; C10M107/38; C10M117/02; C10M115/08; C10M113/10; C10M113/12; C10M113/16; C10M119/22; C10M119/20; C10M119/24; F16C33/66; C10N20/06; C10N40/02; C10N30/00; C10N50/10; C10N40/04

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C10M171/00; C10N20/06; C10N30/00; C10N40/02; C10N40/04; C10N50/10; F16C33/66; C10M101/02; C10M105/06; C10M105/18; C10M105/32; C10M107/34; C10M107/38; C10M107/50; C10M113/10; C10M113/12; C10M113/16; C10M115/08; C10M117/02; C10M119/20; C10M119/22; C10M119/24; C10M125/02

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan 1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2021
Registered utility model specifications of Japan 1996-2021
Published registered utility model applications of Japan 1994-2021

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

JSTPlus/JMEDPlus/JST7580 (JDreamIII); CAlus/REGISTRY (STN); Science Direct

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2018-104651 A (ZEON CORP.) 05 July 2018 (2018-07-05) claims, paragraph [0005], examples 3, 4	1-3, 5-7, 10-11
Y		4, 6, 8-9
X	JP 2005-325310 A (NSK LTD) 24 November 2005 (2005-11-24) claims, paragraphs [0001], [0002], [0035], [0043], [0044], [0057], [0058], fig. 6, 7, 9, 10	1, 6-8, 10-11
Y		1-6, 8-11
Y	US 2007/0158609 A1 (HONG, Haiping) 12 July 2007 (2007-07-12) claims, paragraphs [0045]-[0063]	2-4, 6, 8

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date

“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

06 December 2021

Date of mailing of the international search report

21 December 2021

Name and mailing address of the ISA/JP

**Japan Patent Office (ISA/JP)
3-4-3 Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915
Japan**

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2021/036146

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 2018-90717 A (TAISEI KAKEN KK) 14 June 2018 (2018-06-14) paragraph [0029]	2-4, 6, 8
Y	JP 2008-223902 A (NSK LTD.) 25 September 2008 (2008-09-25) paragraphs [0014]-[0025], [0034]	2-4, 6, 8
Y	JP 2013-538914 A (TOTAL MARKETING SERVICES) 17 October 2013 (2013-10-17) paragraphs [0055], [0062], [0067]	2-4, 6, 8
Y	VAKILI-NEZHAAD, Gholamreza et al. Effect of Single-Walled Carbon Nanotube on the Viscosity of Lubricants. Energy Procedia, 2012, vol. 14, pp. 512-517 in particular, abstract, 2.2	1, 5, 10-11
Y	PENA-PARAS, Laura et al. Antiwear and Extreme Pressure Properties of Nanofluids for Industrial Applications. TRIBOLOGY & LUBRICATION TECHNOLOGY, 09 June 2014, vol. 70, no. 12, pp. 74-76, 78, 79 in particular, abstract, MATERIALS AND METHODS, fig. 2-4	1, 5, 10-11
Y	WO 2007/116642 A1 (JAPAN ENERGY CORP.) 18 October 2007 (2007-10-18) claims, paragraphs [0001], [0002], examples 1, 4-6, comparative examples 1, 2	1, 5, 9-11
Y	WO 2017/047551 A1 (NSK LTD.) 23 March 2017 (2017-03-23) claims, paragraph [0009]	9
Y	WO 2016/068219 A1 (NSK LTD.) 06 May 2016 (2016-05-06) claims, paragraphs [0007], [0016]	9
Y	WO 2014/115603 A1 (CITIZEN HOLDINGS CO., LTD.) 31 July 2014 (2014-07-31) paragraphs [0023], [0024]	9
A	US 2011/0046027 A1 (ZHAMU ARUNA) 24 February 2011 (2011-02-24) claims, tables 1-3	1-11

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/JP2021/036146

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)	Publication date (day/month/year)
JP	2018-104651	A	05 July 2018	(Family: none)	
JP	2005-325310	A	24 November 2005	(Family: none)	
US	2007/0158609	A1	12 July 2007	US 2011/0003721 A1 claims, paragraphs [0065]-[0083]	
JP	2018-90717	A	14 June 2018	(Family: none)	
JP	2008-223902	A	25 September 2008	(Family: none)	
JP	2013-538914	A	17 October 2013	US 2013/0178402 A1 paragraphs [0037], [0043], [0045] WO 2012/042406 A1 EP 2622049 A1 CN 103154215 A	
WO	2007/116642	A1	18 October 2007	US 2009/0176668 A1 claims, paragraph [0002], examples 1, 4-6, comparative examples 1, 2 EP 2000524 A2 KR 10-2009-0009207 A CN 101405375 A	
WO	2017/047551	A1	23 March 2017	EP 3351325 A1 claims, paragraph [0010] KR 10-2018-0034597 A CN 108025370 A	
WO	2016/068219	A1	06 May 2016	EP 3214160 A1 claims, paragraphs [0007], [0017] KR 10-2017-0094130 A CN 107207990 A	
WO	2014/115603	A1	31 July 2014	US 2016/0002562 A1 paragraphs [0023], [0024] EP 2949739 A1 CN 104937084 A	
US	2011/0046027	A1	24 February 2011	(Family: none)	

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（IPC）） C10M 171/00(2006.01)i; C10N 20/06(2006.01)n; C10N 30/00(2006.01)n; C10N 40/02(2006.01)n; C10N 40/04(2006.01)n; C10N 50/10(2006.01)n; F16C 33/66(2006.01)i; C10M 101/02(2006.01)i; C10M 105/06(2006.01)i; C10M 105/18(2006.01)i; C10M 105/32(2006.01)i; C10M 107/34(2006.01)i; C10M 107/38(2006.01)i; C10M 107/50(2006.01)i; C10M 113/10(2006.01)i; C10M 113/12(2006.01)i; C10M 113/16(2006.01)i; C10M 115/08(2006.01)i; C10M 117/02(2006.01)i; C10M 119/20(2006.01)i; C10M 119/22(2006.01)i; C10M 119/24(2006.01)i; C10M 125/02(2006.01)i FI: C10M125/02; C10M171/00; C10M105/06; C10M101/02; C10M105/18; C10M105/32; C10M107/34; C10M107/50; C10M107/38; C10M117/02; C10M115/08; C10M113/10; C10M113/12; C10M113/16; C10M119/22; C10M119/20; C10M119/24; F16C33/66; C10N20/06; C10N40/02; C10N30/00; C10N50/10; C10N40/04																				
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料（国際特許分類（IPC）） C10M171/00; C10N20/06; C10N30/00; C10N40/02; C10N40/04; C10N50/10; F16C33/66; C10M101/02; C10M105/06; C10M105/18; C10M105/32; C10M107/34; C10M107/38; C10M107/50; C10M113/10; C10M113/12; C10M113/16; C10M115/08; C10M117/02; C10M119/20; C10M119/22; C10M119/24; C10M125/02 最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの <table border="0"> <tr> <td>日本国実用新案公報</td> <td>1922-1996年</td> </tr> <tr> <td>日本国公開実用新案公報</td> <td>1971-2021年</td> </tr> <tr> <td>日本国実用新案登録公報</td> <td>1996-2021年</td> </tr> <tr> <td>日本国登録実用新案公報</td> <td>1994-2021年</td> </tr> </table> 国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語） JSTPlus/JMEDPlus/JST7580 (JDreamIII); Cplus/REGISTRY (STN); Science Direct			日本国実用新案公報	1922-1996年	日本国公開実用新案公報	1971-2021年	日本国実用新案登録公報	1996-2021年	日本国登録実用新案公報	1994-2021年										
日本国実用新案公報	1922-1996年																			
日本国公開実用新案公報	1971-2021年																			
日本国実用新案登録公報	1996-2021年																			
日本国登録実用新案公報	1994-2021年																			
C. 関連すると認められる文献 <table border="1"> <thead> <tr> <th>引用文献の カテゴリ*</th> <th>引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示</th> <th>関連する 請求項の番号</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>X</td> <td>JP 2018-104651 A (日本ゼオン株式会社) 05.07.2018 (2018-07-05) [特許請求の範囲]、[0005]、実施例3-4</td> <td>1-3, 5-7, 10-11</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td></td> <td>4, 6, 8-9</td> </tr> <tr> <td>X</td> <td>JP 2005-325310 A (日本精工株式会社) 24.11.2005 (2005-11-24) [特許請求の範囲]、[0001] - [0002]、[0035]、[0043] - [0044]、[0057] - [0058]、実施例6-7, 9-10</td> <td>1, 6-8, 10-11</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td></td> <td>1-6, 8-11</td> </tr> <tr> <td>Y</td> <td>US 2007/0158609 A1 (HONG HAIPING) 12.07.2007 (2007-07-12) Claims, [0045]-[0063]</td> <td>2-4, 6, 8</td> </tr> </tbody> </table>			引用文献の カテゴリ*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号	X	JP 2018-104651 A (日本ゼオン株式会社) 05.07.2018 (2018-07-05) [特許請求の範囲]、[0005]、実施例3-4	1-3, 5-7, 10-11	Y		4, 6, 8-9	X	JP 2005-325310 A (日本精工株式会社) 24.11.2005 (2005-11-24) [特許請求の範囲]、[0001] - [0002]、[0035]、[0043] - [0044]、[0057] - [0058]、実施例6-7, 9-10	1, 6-8, 10-11	Y		1-6, 8-11	Y	US 2007/0158609 A1 (HONG HAIPING) 12.07.2007 (2007-07-12) Claims, [0045]-[0063]	2-4, 6, 8
引用文献の カテゴリ*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号																		
X	JP 2018-104651 A (日本ゼオン株式会社) 05.07.2018 (2018-07-05) [特許請求の範囲]、[0005]、実施例3-4	1-3, 5-7, 10-11																		
Y		4, 6, 8-9																		
X	JP 2005-325310 A (日本精工株式会社) 24.11.2005 (2005-11-24) [特許請求の範囲]、[0001] - [0002]、[0035]、[0043] - [0044]、[0057] - [0058]、実施例6-7, 9-10	1, 6-8, 10-11																		
Y		1-6, 8-11																		
Y	US 2007/0158609 A1 (HONG HAIPING) 12.07.2007 (2007-07-12) Claims, [0045]-[0063]	2-4, 6, 8																		
☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。 ☒ パテントファミリーに関する別紙を参照。 <table border="0"> <tr> <td> * 引用文献のカテゴリ “A” 特に関連のある文献ではなく、一般的な技術水準を示すもの “E” 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの “L” 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す） “O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 “P” 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献 </td> <td> “T” 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの “X” 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの “Y” 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの “&” 同一パテントファミリー文献 </td> </tr> </table>			* 引用文献のカテゴリ “A” 特に関連のある文献ではなく、一般的な技術水準を示すもの “E” 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの “L” 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す） “O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 “P” 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献	“T” 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの “X” 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの “Y” 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの “&” 同一パテントファミリー文献																
* 引用文献のカテゴリ “A” 特に関連のある文献ではなく、一般的な技術水準を示すもの “E” 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの “L” 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す） “O” 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 “P” 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献	“T” 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と抵触するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの “X” 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの “Y” 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの “&” 同一パテントファミリー文献																			
国際調査を完了した日 06.12.2021		国際調査報告の発送日 21.12.2021																		
名称及びあて先 日本国特許庁(ISA/JP) 〒100-8915 日本国 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		権限のある職員（特許庁審査官） 厚田 一拓 4V 2566 電話番号 03-3581-1101 内線 3483																		

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	JP 2018-90717 A (株式会社大成化研) 14.06.2018 (2018 - 06 - 14) [0029]	2-4, 6, 8
Y	JP 2008-223902 A (日本精工株式会社) 25.09.2008 (2008 - 09 - 25) [0014] - [0025]、[0034]	2-4, 6, 8
Y	JP 2013-538914 A (トータル・マーケティング・サービスズ) 17.10.2013 (2013 - 10 - 17) [0055]、[0062]、[0067]	2-4, 6, 8
Y	VAKILI-NEZHAAD, Gholamreza et al. Effect of Single-Walled Carbon Nanotube on the Viscosity of Lubricants, Energy Procedia, 2012, vol. 14, pp. 512-517 特にAbstract, 2.2	1, 5, 10-11
Y	PENA-PARAS, Laura et al. Antiwear and Extreme Pressure Properties of Nanofluids for Industrial Applications, TRIBOLOGY & LUBRICATION TECHNOLOGY, 2014.06.09, Vol. 70, No. 12, pp. 74-76, 78-79 特にABSTRACT, MATERIALS AND MRTHODS, 図2-4	1, 5, 10-11
Y	WO 2007/116642 A1 (株式会社ジャパンエナジー) 18.10.2007 (2007 - 10 - 18) [特許請求の範囲]、[0001] - [0002]、実施例1, 4 - 6、比較例1 - 2	1, 5, 9-11
Y	WO 2017/047551 A1 (日本精工株式会社) 23.03.2017 (2017 - 03 - 23) [特許請求の範囲]、[0009]	9
Y	WO 2016/068219 A1 (日本精工株式会社) 06.05.2016 (2016 - 05 - 06) [請求の範囲]、[0007]、[0016]	9
Y	WO 2014/115603 A1 (シチズンホールディングス株式会社) 31.07.2014 (2014 - 07 - 31) [0023] - [0024]	9
A	US 2011/0046027 A1 (ZHAMU ARUNA) 24.02.2011 (2011 - 02 - 24) Claims, Table1-3	1-11

国際調査報告
 パテントファミリーに関する情報

国際出願番号

PCT/JP2021/036146

引用文献			公表日	パテントファミリー文献	公表日
JP	2018-104651	A	05.07.2018	(ファミリーなし)	
JP	2005-325310	A	24.11.2005	(ファミリーなし)	
US	2007/0158609	A1	12.07.2007	US 2011/0003721 A1	
				Claims, [0065]-[0083]	
JP	2018-90717	A	14.06.2018	(ファミリーなし)	
JP	2008-223902	A	25.09.2008	(ファミリーなし)	
JP	2013-538914	A	17.10.2013	US 2013/0178402 A1	
				[0037]、[0043]、[0045]	
				WO 2012/042406 A1	
				EP 2622049 A1	
				CN 103154215 A	
WO	2007/116642	A1	18.10.2007	US 2009/0176668 A1	
				Claims, [0002]、実施例1、4-6、比較例1-2	
				EP 2000524 A2	
				KR 10-2009-0009207 A	
				CN 101405375 A	
WO	2017/047551	A1	23.03.2017	EP 3351325 A1	
				Claims, [0010]	
				KR 10-2018-0034597 A	
				CN 108025370 A	
WO	2016/068219	A1	06.05.2016	EP 3214160 A1	
				Claims, [0007], [0017]	
				KR 10-2017-0094130 A	
				CN 107207990 A	
WO	2014/115603	A1	31.07.2014	US 2016/0002562 A1	
				[0023]-[0024]	
				EP 2949739 A1	
				CN 104937084 A	
US	2011/0046027	A1	24.02.2011	(ファミリーなし)	