(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号
特許第4976795号
(P4976795)
(45)発行日　平成24年7月18日(2012.7.18)　(24)登録日　平成24年4月20日(2012.4.20)

(51)Int.Cl.		F I	
C10M 115/08	(2006.01)	C10M 115/08	
C10N 30/00	(2006.01)	C10N 30:00	Z
C10N 30/06	(2006.01)	C10N 30:06	
C10N 30/08	(2006.01)	C10N 30:08	
C10N 40/02	(2006.01)	C10N 40:02	

請求項の数 10　(全 27 頁)　最終頁に続く

(21)出願番号　特願2006-256330(P2006-256330)
(22)出願日　平成18年9月21日(2006.9.21)
(65)公開番号　特開2008-74978(P2008-74978A)
(43)公開日　平成20年4月3日(2008.4.3)
審査請求日　平成21年5月26日(2009.5.26)

(73)特許権者　000186913
昭和シェル石油株式会社
東京都港区台場二丁目３番２号
(74)代理人　100116481
弁理士　岡本　利郎
(74)代理人　100094466
弁理士　友松　英爾
(72)発明者　田中　啓司
東京都港区台場２丁目３番２号　昭和シェル石油株式会社内
(72)発明者　篠田　憲明
東京都港区台場２丁目３番２号　昭和シェル石油株式会社内

最終頁に続く

(54)【発明の名称】ウレアグリース組成物

(57)【特許請求の範囲】
【請求項１】
下記一般式（Ａ）
$R^{11}NHCONHR^{12}NHCONHR^{13}$・・・（Ａ）
（式中、R^{11}およびR^{13}は炭素数６～２０の炭化水素基よりなる群から選ばれた基であるが、R^{11}およびR^{13}のいずれか１つはドデシル基であり、R^{12}はジフェニルメタン基である）
で示されるジウレア化合物
および、下記一般式（Ｂ）
$R^{21}NHCONHR^{22}NHCONHR^{23}$・・・（Ｂ）
（式中、R^{21}およびR^{23}は炭素数６～２０の炭化水素基よりなる群から選ばれた基であるが、R^{21}およびR^{23}の少なくとも１つはオレイル基であり、R^{22}はジフェニルメタン基である）
で示されるジウレア化合物
とを含有することを特徴とするウレアグリース組成物。
【請求項２】
前記一般式（Ａ）中のR^{11}およびR^{13}におけるドデシル基の占める割合が２～７０モル％および／または前記一般式（Ｂ）中の、R^{21}およびR^{23}におけるオレイル基の占める割合が５～７０モル％、である請求項１記載のウレアグリース組成物。
【請求項３】

前記一般式（Ａ）中のＲ^{11}およびＲ^{13}におけるドデシル基以外の炭素数６～２０の炭化水素基および／または前記一般式（Ｂ）中の、Ｒ^{21}およびＲ^{23}におけるオレイル基以外の炭素数６～２０の炭化水素基がオクチル基である請求項１または２記載のウレアグリース組成物。

【請求項４】

前記一般式（Ａ）中のＲ^{11}およびＲ^{13}におけるドデシル基の占める割合が３～５５モル％、前記一般式（Ｂ）中のＲ^{21}およびＲ^{23}におけるオレイル基の占める割合が５～５５モル％、Ｒ^{11}、Ｒ^{13}、Ｒ^{21}、Ｒ^{23}におけるオクチル基の占める割合が１０～９０モル％である請求項３記載のウレアグリース組成物。

【請求項５】

一般式

（ａ）Ｒ^{1}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{1}

（ｂ）Ｒ^{3}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{3}

で示されるジウレア化合物を含有し、さらに一般式

（ｄ）Ｒ^{1}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{4}

および／または

（ｅ）Ｒ^{3}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{4}

（式中Ｒ^{2}はジフェニルメタン基、Ｒ^{1}はオクチル基を主成分とする炭化水素基、Ｒ^{3}は炭素数１４～２０でオレイル基を２０モル％以上含む炭化水素基、Ｒ^{4}はドデシル基を主成分とする炭化水素基である。）

で示されるジウレア化合物を含有することを特徴とするウレアグリース組成物。

【請求項６】

一般式

（ａ）Ｒ^{1}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{1}

（ｂ）Ｒ^{3}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{3}

（ｃ）Ｒ^{1}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{3}

で示されるジウレア化合物を含有し、さらに一般式

（ｄ）Ｒ^{1}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{4}

および／または

（ｅ）Ｒ^{3}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{4}

（式中Ｒ^{2}はジフェニルメタン基、Ｒ^{1}はオクチル基を主成分とする炭化水素基、Ｒ^{3}は炭素数１４～２０でオレイル基を２０モル％以上含む炭化水素基、Ｒ^{4}はドデシル基を主成分とする炭化水素基である。）

で示されるジウレア化合物を含有することを特徴とするウレアグリース組成物。

【請求項７】

（ｉ）下記一般式（ａ）で示されるジウレア化合物と、

（ii）（１）下記一般式（ｂ）、（ｃ）、（ｄ）および（ｅ）

（２）下記一般式（ｂ）、（ｃ）および（ｄ）

（３）下記一般式（ｂ）、（ｃ）および（ｅ）

よりなる群から選ばれたジウレア化合物

よりなるジウレア化合物を含有し、かつ全ジウレア化合物に対する下記一般式（ａ）で示されるジウレア化合物のモル比が２０～８０モル％であることを特徴とするウレアグリース組成物。

一般式（ａ）Ｒ^{1}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{1}

一般式（ｂ）Ｒ^{3}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{3}

一般式（ｃ）Ｒ^{1}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{3}

一般式（ｄ）Ｒ^{1}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{4}

一般式（ｅ）Ｒ^{3}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{4}

（式中Ｒ^{2}はジフェニルメタン基、Ｒ^{1}はオクチル基を主成分とする炭化水素基、Ｒ^{3}は炭素数１４～２０でオレイル基を２０モル％以上含む炭化水素基、Ｒ^{4}はドデシル基を主

成分とする炭化水素基である。）
【請求項８】
一般式
（ｃ）Ｒ^{1}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{3}
で示されるジウレア化合物を含有し、さらに一般式
（ｄ）Ｒ^{1}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{4}
および／または
（ｅ）Ｒ^{3}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{4}
（式中Ｒ^{2}はジフェニルメタン基、Ｒ^{1}はオクチル基を主成分とする炭化水素基、Ｒ^{3}は炭素数１４～２０でオレイル基を２０モル％以上含む炭化水素基、Ｒ^{4}はドデシル基を主成分とする炭化水素基である。）
で示されるジウレア化合物を含有することを特徴とするウレアグリース組成物。
【請求項９】
一般式
（ｃ）Ｒ^{1}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{3}
（ｂ）Ｒ^{3}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{3}
で示されるジウレア化合物を含有し、さらに一般式
（ｄ）Ｒ^{1}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{4}
および／または
（ｅ）Ｒ^{3}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{4}
（式中Ｒ^{2}はジフェニルメタン基、Ｒ^{1}はオクチル基を主成分とする炭化水素基、Ｒ^{3}は炭素数１４～２０でオレイル基を２０モル％以上含む炭化水素基、Ｒ^{4}はドデシル基を主成分とする炭化水素基である。）
で示されるジウレア化合物を含有することを特徴とするウレアグリース組成物。
【請求項１０】
（イ）下記一般式（ｃ）で示されるジウレア化合物と、
（ロ）（１）下記一般式（ｂ）、（ｄ）および（ｅ）
（２）下記一般式（ｂ）および（ｄ）
（３）下記一般式（ｂ）および（ｅ）
よりなる群から選ばれたジウレア化合物
よりなるジウレア化合物を含有し、かつ全ジウレア化合物に対する下記一般式（ｃ）で示されるジウレア化合物のモル比が２０～８０モル％であることを特徴とするウレアグリース組成物。
一般式（ｂ）Ｒ^{3}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{3}
一般式（ｃ）Ｒ^{1}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{3}
一般式（ｄ）Ｒ^{1}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{4}
一般式（ｅ）Ｒ^{3}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{4}
（式中Ｒ^{2}はジフェニルメタン基、Ｒ^{1}はオクチル基を主成分とする炭化水素基、Ｒ^{3}は炭素数１４～２０でオレイル基を２０モル％以上含む炭化水素基、Ｒ^{4}はドデシル基を主成分とする炭化水素基である。）
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、音響性能に優れ、高温で長寿命を有し、尚且つ、せん断安定性や耐熱性および適度な離油性などのグリースの基礎性能を兼ね備えた新規なウレアグリース組成物に関するものである。
【背景技術】
【０００２】
ウレア化合物を増ちょう剤としたウレアグリースの第一の優れた特徴は耐熱性や酸化安定性にあり、一般的なリチウムグリースよりも高温での潤滑寿命が数倍～十数倍もの長寿

命を有するグリースも開発されている事から、今日では広い用途において、ウレアグリースが使われてきている。

しかしながら、市販されている殆どのウレアグリースは音響性能が悪く、昨今の静粛性が広く求められている多くの機械装置においては使用が出来ないなどといった状況が度々出てきており、適用範囲が制限されてきているのが現状である。

【０００３】

例えば、身近な家庭電化製品などでは、掃除機、洗濯機、冷蔵庫のコンプレッサー、エアコンのコンプレッサーやファン、扇風機やファンヒーター、ドライヤー、換気扇または空気清浄機などの機器においては、快適で静粛な生活環境を確保するために、騒音対策は不可欠であり、これらの機器の回転部に使用されている軸受のグリースには積極的に音響性能に優れた低騒音グリースが使用されている。

また、これらの、家電機器の要求としては、音響性能に加えて、装置の小型化、高出力化に伴う温度上昇などにより、高温長寿命の要求も製品によっては非常に強くなってきており、長寿命を有する音響性能に優れたウレア化合物を増ちょう剤としたグリースは非常に有効であり、より優れた開発品が期待されている。勿論、軸受グリースの基本的な性能である、せん断安定性（耐漏洩性）や耐高温安定性および適度な離油性などと言った基礎性能は必要不可欠である。

【０００４】

また、自動車産業においても静粛性の要求は年々強くなっており、特に高級乗用車においての騒音は徹底的に研究ならびに対策がされており、個々の部品においての低騒音化の要求は非常に厳しい。ここでも、転動体を支える軸受に使用されるグリースは音響性能に優れた高級なグリースの要求は年々強くなっており、特に、エンジン部品に使用される軸受などでは、高温長寿命の要求も非常に強く、高温で長寿命を有する音響性能に優れたウレア化合物を増ちょう剤としたグリースは非常に効果的であり、より優れた開発品が期待されている。勿論、上述した家電製品用のグリースと同様に軸受グリースとしての基本的な性能である、せん断安定性（耐漏洩性）や耐高温安定性および適度な離油性などと言った基礎性能は必要不可欠である。

【０００５】

従来の音響特性に関するウレアグリースの文献としては、本出願人による特許文献１、特許文献２および特許文献３がある。

特許文献１には、一般式

（イ）$R^{31}NHCONHR^{32}NHCONHR^{33}$

（ロ）$R^{34}NHCONHR^{35}NHCONHR^{36}$

（式中、R^{32}はジフェニルメタン基、R^{31}およびR^{33}はそれぞれ炭素数８の直鎖状または分岐状の飽和アルキル基、R^{35}はトリレン基またはビトリレン基、R^{34}およびR^{36}はそれぞれアルキル置換芳香族基またはハロゲン置換芳香族基を示す。）で表される前記ジウレア化合物（イ）および（ロ）との混合物からなる増ちょう剤が記載されている。

特許文献２には、上記一般式（イ）および（ロ）において、R^{32}はビトリレン基、R^{31}およびR^{33}はそれぞれ炭素数１８の直鎖状または分岐状の飽和アルキル基または不飽和アルキル基、R^{35}はジフェニルメタン基、R^{34}およびR^{36}は炭素数８の直鎖状または分岐状の飽和アルキル基である前記ジウレア化合物（イ）および（ロ）との混合物からなる増ちょう剤が記載されている。

特許文献３には、上記一般式（イ）および（ロ）において、R^{32}はトリレン基、R^{31}およびR^{33}は炭素数１６～１８の直鎖状または分岐状の飽和アルキル基または不飽和アルキル基、R^{35}はジフェニルメタン基、R^{34}およびR^{36}は炭素数８の直鎖状または分岐状の飽和アルキル基である前記ジウレア化合物（イ）および（ロ）との混合物からなる増ちょう剤が開示されている。

【０００６】

他の音響特性に関する文献として、特許文献４があり、これには、アルキルジフェニル

エーテル油を必須成分とする基油に、増ちょう剤として上記一般式（イ）中、R^{32}は炭素数６～１５の芳香族系炭化水素基、R^{31}およびR^{33}は炭素数８および１８の直鎖アルキル基であって、R^{31}およびR^{33}中に占める炭素数８の該アルキル基の割合は、６０ないし１００モル％であるジウレア化合物を配合したグリース組成物が記載されている。

【０００７】

特許文献５には、ウレアグリースに酸化変性ポリオレフィンおよび／または酸変性ポリオレフィンを０．５～５重量％添加混合してなる円すいころ軸受用組成物について記載され、その第２表中に炭素数８のオクチルアミン、炭素数１８のステアリルアミン（オクタデシルアミン）およびＭＤＩ（ジフェニルメタン－４，４′－ジイソシアネート）を原料としたウレア増ちょう剤が示され、機械安定性、含水せん断安定性および圧送性等に優れた効果を奏したことが示されている。

【０００８】

特許文献６には、上記一般式（イ）において、R^{32}は３，３′－ジメチル－４，４′－ビフェニレン基、R^{31}およびR^{33}は炭素数８～１８のアルキル基とオレイル基の混合物からなるジウレア化合物が記載されている。しかしながら、この技術は、ちょう度収率が悪く、増ちょう剤の量を多くしないとちょう度２５０前後のグリースが得られないことや高温下での離油度が多いことなど欠点があった。

【０００９】

特許文献７には、ジウレア系グリースにアルケニルこはく酸イミド、アルキルベンゼンスルホン酸金属塩及び石油スルホン酸金属塩の１種または２種以上を含有せしめてなる改良されたジウレア系グリースについて記載され、ジウレア系グリースとしては、ジイソシアネートとモノアミンを使用することができること、モノアミンとして、ステアリルアミン、オレイルアミン等の如き脂肪族アミンまたはシクロヘキシルアミン等の芳香族アミンを例示できるとし、このグリースは従来のグリースに比較して音響特性が極めて良好なことが開示されている。

【００１０】

更に、ウレアグリースの音響特性を改善するために、製造方法を検討している例も見られる。例えば、特許文献８には、基油にイソシアネートとアミンを加え、６０ないし１２０℃の温度にて反応を行い、生成されたウレア化合物と基油との混合物を、混練装置を用いて分散処理し、その後０．５～２℃／分の昇温速度で１６０から１８０℃に加熱する音響特性を改善するウレアグリースの製造方法が記載されている。

特許文献９には、イソシアネートを溶解又は分散させた基油とアミンを溶解又は分散させた基油を、反応容器内で加圧し、衝突混合させ反応させるか又は、加圧し回転中の撹拌羽に導入して反応させる音響特性に優れたグリースの製造方法について記載されている。

また、特許文献１０には、上記一般式（イ）中、R^{31}およびR^{33}は炭素数８～１８の飽和アルキル基を、R^{32}はトリレン基、ジフェニルメタン基またはジメチルビフェニレン基であるウレア化合物２～３０重量％と基油９８～７０重量％からなる混合物を１７０～２３０℃に加熱しウレア化合物を基油中に完全に溶解させる第１工程と、第１工程の後、毎秒５℃以上の速度で冷却する第２工程とからなる低騒音ウレアグリースの製法について記載されている。そして、上記特許文献１～１０には、本発明のウレアグリース組成物を具体的に示唆する記載はない。

【００１１】

上記特許文献記載のように音響特性の優れたウレアグリースを提供するために、組成としては原料であるイソシアネートにはトリレンジイソシアネート（ＴＤＩ）や３，３′－ジメチル－４，４′－ビフェニレンジイソシアネート（ＴＯＤＩ）を用いた例が多い。また、製法としてはウレア化合物の凝集をなくすために混練装置の使用や高圧釜による反応工程、さらにグリースを加熱溶解した後、２種類以上の異種グリースを混合するなどが例として挙げられている。

ウレアグリースの生産量が多くなり、市場で音響特性に優れたグリースの要求が強まる

につれて、グリースの製造にはクリーンな作業環境と最終的な商品には優れた音響特性が求められる。

多くのユーザーは安価で高性能なグリースを求めており、製造工程が煩雑で、原料原価の高いＴＯＤＩを使用したウレアグリースでは、市場の競争力に勝てない。

グリース製造についてもその生産量の増加によって原料であるＴＤＩ（労働安全衛生法の特定化学物質等第２類に分類される。）の取り扱いにはより一層注意が必要となり、音響特性の品質向上のために設備補強や製造工程時間の延長も考慮しなければならない。

【００１２】

【特許文献１】特開平１－１３９６９６号公報
【特許文献２】特開平２－７７４９４号公報
【特許文献３】特開平６－１７０８０号公報
【特許文献４】特開平３－２８２９９号公報
【特許文献５】特開平２－８０４９３号公報（第６頁、第２表）
【特許文献６】特開平３－２４３６９６号公報
【特許文献７】特開昭５８－１８５６９３号公報
【特許文献８】特開平２－４８９５号公報
【特許文献９】特開平３－１９０９９６号公報
【特許文献１０】特開平３－２３１９９３号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【００１３】

本発明は、音響性能に優れ、高温で長寿命を有し、尚且つ、せん断安定性や耐高温安定性および適度な離油性などのグリースの基礎性能を兼ね備えたウレアグリース組成物に関するものである。

【課題を解決するための手段】

【００１４】

本発明者らは、市場での課題および要求を的確に把握し、ウレアグリース組成物におけるウレア増ちょう剤の構成成分を徹底的に調査分析し鋭意研究を行った結果、ウレアの構成成分の内、ある特定のウレア増ちょう剤を組み合わせたウレアグリース組成物に限って、音響性能に優れ、高温で長寿命を有し、尚且つ、せん断安定性や耐高温安定性および適度な離油性などのグリースの基礎性能を兼ね備えた優秀なウレアグリース組成物となることを見出し本発明に至ったものである。

【００１５】

即ち、本発明の第１は、下記一般式（Ａ）

$R^{11}NHCONHR^{12}NHCONHR^{13}$・・・（Ａ）

（式中、R^{11}およびR^{13}は炭素数６～２０の炭化水素基よりなる群から選ばれた基であるが、R^{11}およびR^{13}のいずれか１つはドデシル基であり、R^{12}はジフェニルメタン基である）

で示されるジウレア化合物

および、下記一般式（Ｂ）

$R^{21}NHCONHR^{22}NHCONHR^{23}$・・・（Ｂ）

（式中、R^{21}およびR^{23}は炭素数６～２０の炭化水素基よりなる群から選ばれた基であるが、R^{21}およびR^{23}の少なくとも１つはオレイル基であり、R^{22}はジフェニルメタン基である）

で示されるジウレア化合物

とを含有することを特徴とするウレアグリース組成物に関する。

本発明の第２は、前記一般式（Ａ）中のR^{11}およびR^{13}におけるドデシル基の占める割合が２～７０モル％および／または前記一般式（Ｂ）中の、R^{21}およびR^{23}におけるオレイル基の占める割合が５～７０モル％、である請求項１記載のウレアグリース組成物に関する。

本発明の第３は、前記一般式（Ａ）中のＲ^{11}およびＲ^{13}におけるドデシル基以外の炭素数６～２０の炭化水素基および／または前記一般式（Ｂ）中の、Ｒ^{21}およびＲ^{23}におけるオレイル基以外の炭素数６～２０の炭化水素基がオクチル基である請求項１または２記載のウレアグリース組成物に関する。

本発明の第４は、前記一般式（Ａ）中のＲ^{11}およびＲ^{13}におけるドデシル基の占める割合が３～５５モル％、前記一般式（Ｂ）中のＲ^{21}およびＲ^{23}におけるオレイル基の占める割合が５～５５モル％、Ｒ^{11}、Ｒ^{13}、Ｒ^{21}、Ｒ^{23}におけるオクチル基の占める割合が１０～９０モル％である請求項３記載のウレアグリース組成物に関する。

本発明の第５は、

一般式

（ａ）Ｒ^{1}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{1}

（ｂ）Ｒ^{3}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{3}

で示されるジウレア化合物を含有し、さらに一般式

（ｄ）Ｒ^{1}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{4}

および／または

（ｅ）Ｒ^{3}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{4}

（式中Ｒ^{2}はジフェニルメタン基、Ｒ^{1}はオクチル基を主成分とする炭化水素基、Ｒ^{3}は炭素数１４～２０でオレイル基を２０モル％以上含む炭化水素基、Ｒ^{4}はドデシル基を主成分とする炭化水素基である。）

で示されるジウレア化合物を含有することを特徴とするウレアグリース組成物に関する。

本発明の第６は、

一般式

（ａ）Ｒ^{1}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{1}

（ｂ）Ｒ^{3}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{3}

（ｃ）Ｒ^{1}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{3}

で示されるジウレア化合物を含有し、さらに一般式

（ｄ）Ｒ^{1}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{4}

および／または

（ｅ）Ｒ^{3}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{4}

（式中Ｒ^{2}はジフェニルメタン基、Ｒ^{1}はオクチル基を主成分とする炭化水素基、Ｒ^{3}は炭素数１４～２０でオレイル基を２０モル％以上含む炭化水素基、Ｒ^{4}はドデシル基を主成分とする炭化水素基である。）

で示されるジウレア化合物を含有することを特徴とするウレアグリース組成物に関する。

本発明の第７は、

（ｉ）下記一般式（ａ）で示されるジウレア化合物と、

（ii）（１）下記一般式（ｂ）、（ｃ）、（ｄ）および（ｅ）

（２）下記一般式（ｂ）、（ｃ）および（ｄ）

（３）下記一般式（ｂ）、（ｃ）および（ｅ）

よりなる群から選ばれたジウレア化合物

よりなるジウレア化合物を含有し、かつ全ジウレア化合物に対する下記一般式（ａ）で示されるジウレア化合物のモル比が２０～８０モル％であることを特徴とするウレアグリース組成物に関する。

一般式（ａ）Ｒ^{1}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{1}

一般式（ｂ）Ｒ^{3}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{3}

一般式（ｃ）Ｒ^{1}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{3}

一般式（ｄ）Ｒ^{1}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{4}

一般式（ｅ）Ｒ^{3}ＮＨＣＯＮＨＲ^{2}ＮＨＣＯＮＨＲ^{4}

（式中Ｒ^{2}はジフェニルメタン基、Ｒ^{1}はオクチル基を主成分とする炭化水素基、Ｒ^{3}は炭素数１４～２０でオレイル基を２０モル％以上含む炭化水素基、Ｒ^{4}はドデシル基を主成分とする炭化水素基である。）

本発明の第８は、
一般式
（ｃ）$R^1NHCONHR^2NHCONHR^3$
で示されるジウレア化合物を含有し、さらに一般式
（ｄ）$R^1NHCONHR^2NHCONHR^4$
および／または
（ｅ）$R^3NHCONHR^2NHCONHR^4$
（式中R^2はジフェニルメタン基、R^1はオクチル基を主成分とする炭化水素基、R^3は炭素数１４～２０でオレイル基を２０モル％以上含む炭化水素基、R^4はドデシル基を主成分とする炭化水素基である。）
で示されるジウレア化合物を含有することを特徴とするウレアグリース組成物に関する。
本発明の第９は、
一般式
（ｃ）$R^1NHCONHR^2NHCONHR^3$
（ｂ）$R^3NHCONHR^2NHCONHR^3$
で示されるジウレア化合物を含有し、さらに一般式
（ｄ）$R^1NHCONHR^2NHCONHR^4$
および／または
（ｅ）$R^3NHCONHR^2NHCONHR^4$
（式中R^2はジフェニルメタン基、R^1はオクチル基を主成分とする炭化水素基、R^3は炭素数１４～２０でオレイル基を２０モル％以上含む炭化水素基、R^4はドデシル基を主成分とする炭化水素基である。）
で示されるジウレア化合物を含有することを特徴とするウレアグリース組成物に関する。
本発明の第１０は、
（イ）下記一般式（ｃ）で示されるジウレア化合物と、
（ロ）（１）下記一般式（ｂ）、（ｄ）および（ｅ）
（２）下記一般式（ｂ）および（ｄ）
（３）下記一般式（ｂ）および（ｅ）
よりなる群から選ばれたジウレア化合物
よりなるジウレア化合物を含有し、かつ全ジウレア化合物に対する下記一般式（ｃ）で示されるジウレア化合物のモル比が２０～８０モル％であることを特徴とするウレアグリース組成物に関する。
一般式（ｂ）$R^3NHCONHR^2NHCONHR^3$
一般式（ｃ）$R^1NHCONHR^2NHCONHR^3$
一般式（ｄ）$R^1NHCONHR^2NHCONHR^4$
一般式（ｅ）$R^3NHCONHR^2NHCONHR^4$
（式中R^2はジフェニルメタン基、R^1はオクチル基を主成分とする炭化水素基、R^3は炭素数１４～２０でオレイル基を２０モル％以上含む炭化水素基、R^4はドデシル基を主成分とする炭化水素基である。）

【００１６】
前記一般式（Ａ）で示される化合物は普通下記の反応式により製造することができる。
【化１】

$$OCN-R^{12}-NCO+R^{11}NH_2+R^{13}NH_2 \longrightarrow R^{11}NHCONHR^{12}NHCONHR^{13}+R^{11}NHCONHR^{12}NHCONHR^{11}+R^{13}NHCONHR^{12}NHCONHR^{13}$$

（R^{11}、R^{12}、R^{13}は前記のとおりである。）
また、一般式（Ｂ）で示される化合物も一般式（Ａ）で示される化合物と同様にして下

記の反応式により製造することができる。
【化２】

$$OCN-R^{22}-NCO+R^{21}NH_2+R^{23}NH_2 \longrightarrow$$
$$R^{21}NHCONHR^{22}NHCONHR^{23}+R^{21}NHCONHR^{22}NHCONHR^{21}+R^{23}NHCONHR^{22}NHCONHR^{23}$$

（R^{21}、R^{22}、R^{23}は前記のとおりである。）
【００１７】
前記ＯＣＮ－Ｒ^{12}－ＮＣＯやＯＣＮ－Ｒ^{22}－ＮＣＯに対応するのは、いずれもジフェニルメタン－４，４′－ジイソシアネートである。
【００１８】
前記一般式（Ａ）の化合物におけるＲ^{11}やＲ^{13}を導入するためにはＲ^{11}ＮＨ$_2$やＲ^{13}ＮＨ$_2$を用い、前記一般式（Ｂ）の化合物におけるＲ^{21}やＲ^{23}を導入するためにはＲ^{21}ＮＨ$_2$やＲ^{23}ＮＨ$_2$を用いる。
【００１９】
以下に一般式（Ａ）や（Ｂ）および一般式（ａ）～（ｅ）の化合物に関連して本発明を詳述する。
【００２０】
前記Ｒ^{11}およびＲ^{13}のいずれか１つにおけるドデシル基とくにｎ－ドデシル基は、ウレアグリースの耐熱性に寄与し、この存在により、高温でのウレアグリースの寿命を延長することができ、しかし、Ｒ^{11}とＲ^{13}のいずれもがドデシル基であると、耐熱性はよいものの、音響性能が悪い。そこで、Ｒ^{11}かＲ^{13}のいずれか１つをドデシル基とし、他の１つは炭素数６～２０の炭化水素基、好ましくはオレイル基またはオクチル基である。ドデシル基を供給する具体的な原料としては、好ましくは直鎖状１級ドデシルアミンである。ドデシルアミンとオレイルアミンまたはオクチルアミンとの混合物とジフェニルメタン－４，４′－ジイソシアネートとで合成されるジウレア増ちょう剤は熱安定性に優れ、これを用いたグリース組成物は高温で変化し難く、寿命の延長に非常に効果が大きい。ドデシル基は、前記一般式（Ａ）中のＲ^{11}およびＲ^{13}の全モル数に対して、２～７０モル％、好ましくは４～５０モル％を占めるものである。
【００２１】
前記Ｒ^{21}およびＲ^{23}の少なくとも１つはオレイル基とくにｎ－オレイル基である。オレイル基の存在により、ウレアグリース組成物に優れた音響性能を与えると共に、ウレアグリース組成物の機械部品の摺動部である金属界面に対する吸着性が良好になり、より潤滑性が向上する。オレイル基は、前記一般式（Ｂ）中のＲ^{21}およびＲ^{23}中において、５～７０モル％、好ましくは８～５５モル％を占めるものである。
【００２２】
本発明においては、ジウレア化合物中に少なくともオレイル基とドデシル基とくにｎ－ドデシル基が含まれていることが不可欠であるが、好ましくはさらにオクチル基、とくにｎ－オクチル基が含まれていることである。
オレイル基とドデシル基に加えてさらにオクチル基とくにｎ－オクチル基を含む場合には、前記一般式（Ａ）中のＲ^{11}およびＲ^{13}におけるドデシル基の占める割合が３～５５モル％であり、さらに前記一般式（Ｂ）中の、Ｒ^{21}およびＲ^{23}におけるオレイル基の占める割合が５～５５モル％、Ｒ^{11}、Ｒ^{13}、Ｒ^{21}、Ｒ^{23}におけるオクチル基の占める割合が１０～９０モル％であることが適当である。
【００２３】
本発明の特徴的なジウレア化合物である一般式（Ａ）および（Ｂ）に含まれるウレア増ちょう剤は全増ちょう剤中２０～１００モル％を占める割合で使用することができる。
【００２４】

前記一般式（Ａ）、（Ｂ）、（ａ）～（ｅ）で示されるジウレア化合物よりなる増ちょう剤は、潤滑基油である鉱油や合成油あるいはその混合油に対して、２～３０重量％含有させることが好ましい。増ちょう剤であるジウレア化合物が、基油である鉱油または合成油もしくはそれらの混合油に対して、２重量％を下廻る場合には、増ちょう効果が少なく、グリースは軟らかくなりすぎて漏洩などの心配があり、３０重量％を上廻る場合には、グリースは硬くなりすぎて流動抵抗が増し、摩擦トルクが上昇したり、介入性も低下することから十分な潤滑効果が得られない。また、価格も嵩むことになる。

【００２５】

本発明における潤滑基油としては、一般的に潤滑油やグリースの基油として使用されるものが使用できる。その材質は、特に限定されるものではないが、例えば、鉱物油又は／及び合成油や植物油等が挙げられる。合成油の具体例としては、α－オレフィンオリゴマーやポリブテン等のポリオレフィン、ポリエチレングリコールやポリプロピレングリコール等のポリアルキレングリコール、ジ－２－エチルヘキシルセバケートやジ－２－エチルヘキシルアジペート等のジエステル、トリメチロールプロパンエステルやペンタエリスリトールエステル等のポリオールエステル、パーフルオロアルキルエーテル、シリコーン油、ポリフェニルエーテル等で植物油の代表例としては、ひまし油や菜種油等があげられる。これらの基油を単独または混合で使用することも挙げられるが、これらは発明を限定するものではない。

【００２６】

また、本発明の組成物には、さらに酸化防止剤や防錆剤、油性剤や極圧剤並びに耐摩耗剤や固体潤滑剤または金属不活性剤、ポリマー等の添加剤を加えることができる。

例えば、酸化防止剤としては、２，６－ジ－ターシャリブチル－４－メチルフェノール、２，６－ジ－ターシャリブチルパラクレゾール、Ｐ，Ｐ′－ジオクチルジフェニルアミン、Ｎ－フェニル－α－ナフチルアミン、フェノチアジンなどがある。防錆剤としては、酸化パラフィン、カルボン酸金属塩、スルフォン酸金属塩、カルボン酸エステル、スルフォン酸エステル、サリチル酸エステル、コハク酸エステル、ソルビタンエステルや各種アミン塩などがある。油性剤や極圧剤並びに耐摩耗剤としては、硫化ジアルキルジチオリン酸亜鉛、硫化ジアリルジチオリン酸亜鉛、硫化ジアルキルジチオカルバミン酸亜鉛、硫化ジアリルジチオカルバミン酸亜鉛、硫化ジアルキルジチオリン酸モリブテン、硫化ジアリルジチオリン酸モリブテン、硫化ジアルキルジチオカルバミン酸モリブテン、硫化ジアリルジチオカルバミン酸モリブテン、有機モリブテン錯体、硫化オレフィン、トリフェニルフォスフェート、トリフェニルフォスフォロチオネート、トリクレジンフォスフェート、その他リン酸エステル類、硫化油脂類などがある。固体潤滑剤としては、二硫化モリブテン、グラファイト、窒化ホウ素、メラミンシアヌレート、ＰＴＦＥ（ポリテトラフルオロエチレン）、二硫化タングステン、フッ化黒鉛などがある。金属不活性剤としては、Ｎ，Ｎ′－ジサリチリデン－１，２－ジアミノプロパン、ベンゾトリアゾール、ベンゾイミダゾール、ベンゾチアゾール、チアジアゾールなどがある。ポリマーとしては、ポリブテン、ポリイソブテン、ポリイソブチレン、ポリイソプレン、ポリメタクリレートなどが挙げられる。

【発明の効果】

【００２７】

本発明により、音響性能に優れ、高滴点で高温長寿命を有し、尚且つ、せん断安定性や耐熱性および適度な離油性などのグリースの基礎性能を兼ね備えた新規なウレアグリース組成物を提供することができた。

【実施例】

【００２８】

以下、実施例及び比較例により本発明を詳細に説明するが、本発明はこれらの実施例によって何ら限定されるものではない。

【００２９】

以下の表１～表５、実施例および比較例において用いた、増ちょう剤の原料成分および

潤滑基油に関する略称は、下記のとおりである。
イソシアネートＡはジフェニルメタン－４，４′－ジイソシアネートで、分子量２５０．２６である。
イソシアネートＢはトリレンジイソシアネートで、分子量１７４．１６である。
また、アミンの原料として、
アミンＡは、炭素数８の飽和アルキル基を主体（９０％以上）とする平均分子量１２８．７の直鎖状一級アミン（工業用オクチルアミン）。
アミンＢは、炭素数１８の不飽和アルキル基を主体（７０％以上）とする平均分子量２５５．０の直鎖状一級アミン（工業用オレイルアミン）。
アミンＣは、炭素数１２の飽和アルキル基を主体（９０％以上）とする平均分子量１８４．６の直鎖状一級アミン（工業用ドデシルアミン）。
また、実施例及び比較例に示す鉱油の１００℃の動粘度は、１０．１２mm^2／ｓで、合成油Ａとは、ポリα－オレフィン油で、動粘度は１００℃で１２．７０mm^2／ｓ、合成油Ｂとは、アルキルジフェニルエーテル油で、動粘度は１００℃で１２．６９mm^2／ｓ、である。
なお、表１～表４の実施例に記載の増ちょう剤のモル％の欄におけるａ、ｂ、ｃ、ｄ、ｅはそれぞれ、

（ａ）$R^1NHCONHR^2NHCONHR^1$
（ｂ）$R^3NHCONHR^2NHCONHR^3$
（ｃ）$R^1NHCONHR^2NHCONHR^3$
（ｄ）$R^1NHCONHR^2NHCONHR^4$
（ｅ）$R^3NHCONHR^2NHCONHR^4$

（式中、R^2はジフェニルメタン基、R^1はオクチル基を主成分とする炭素数６～１０の炭化水素基、R^3は炭素数１４～２０でオレイル基を２０モル％以上含む炭化水素基、R^4はｎ－ドデシル基を主成分とする炭化水素基である。）
で表わされるウレア化合物を示す。
更に、表５の比較例に記載の増ちょう剤のモル％の欄におけるａ、ｂは表１～表４の実施例に記載の上記化合物を示し、ｆ、ｇ、ｈ、ｉ、ｊはそれぞれ、

（ｆ）$R^4NHCONHR^2NHCONHR^4$
（ｇ）$R^1NHCONHR^5NHCONHR^1$
（ｈ）$R^3NHCONHR^5NHCONHR^3$
（ｉ）$R^4NHCONHR^5NHCONHR^4$
（ｊ）$R^1NHCONHR^5NHCONHR^4$

（式中、R^5はトリレン基、R^1はオクチル基を主成分とする炭素数６～１０の炭化水素基、R^3は炭素数１４～２０でオレイル基を２０モル％以上含む炭化水素基、R^4はｎ－ドデシル基を主成分とする炭化水素基である。）
で表わされるウレア化合物を示す。

【００３０】
各表の実施例と比較例の性状は、次の試験方法に従って行った。
１．ちょう度：ＪＩＳ　Ｋ２２２０
２．滴点　　：ＪＩＳ　Ｋ２２２０
３．離油度　：ＪＩＳ　Ｋ２２２０Ｂ法で、条件は１００℃、２４時間である。
４．音響試験：特公昭５３－２３５７号の記載の方法により測定。
５．シェルロール：ＡＳＴＭ　Ｄ１８３１
６．軸受寿命試験：ＡＳＴＭ　Ｄ３３３６

【００３１】
表１から表２に示す配合割合により潤滑基油中において増ちょう剤であるウレア化合物の合成を行うと共に、添加剤をブレンドして本発明のグリースを得た。

【００３２】
実施例１

密閉式グリース試作釜装置に潤滑基油と成分Ａのイソシアネート Ａ（ジフェニルメタン－４，４′－ジイソシアネート）を張り込み、攪拌しながら６０℃まで加熱した。潤滑基油に混合した成分Ｂ1のアミンＡ（工業用オクチルアミン）を加え成分Ａと反応させ、
式、
（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オクチル）
で示されるウレア化合物ａを得た。反応熱で内容物は約８０℃まで上昇するが、その温度で１０分間保持し、次に、予め潤滑基油に混合溶解させた成分Ｂ２のアミンＢ（工業用オレイルアミン）を釜内に張り込み、残存している成分Ａのイソシアネート Ａと反応させ、
式、
（オレイル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オレイル）
で示されるウレア化合物ｂを得た。５分間攪拌後、予め潤滑基油に混合溶解させた成分Ｂ３のアミンＡ（工業用のオクチルアミン）とアミンＢ（工業用オレイルアミン）を釜内に張り込み、残存している成分Ａのイソシアネート Ａと反応させ、
式、
（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オレイル）
で示されるウレア化合物ｃを得た。次に５分間攪拌後、予め潤滑基油に混合溶解させた成分Ｂ４のアミンＡ（工業用オクチルアミン）とアミンＣ（工業用ドデシルアミン）を釜内に張り込み、残存している成分Ａのイソシアネート Ａと反応させ、
式、
（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（ドデシル）
で示されるウレア化合物ｄを得た。再び５分間攪拌後、予め潤滑基油に混合溶解させた成分Ｂ５のアミンＢ（工業用オレイルアミン）とアミンＣ（工業用ドデシルアミン）を釜内に張り込み、残存している成分Ａのイソシアネート Ａと反応させ、
式、
（オレイル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（ドデシル）
で示されるウレア化合物ｅを得た。その後速やかに加熱を再開し、１７０℃まで昇温させ、その温度で約３０分間保持し反応を完結させた。３０分間保持後、冷却を開始し、冷却工程中の１２５℃にて、酸化防止剤である、オクチルジフェニルアミンを１．０質量％外割にて、グリースに添加し、更に８０℃まで放冷後、三本ロールミルにてグリースを処理し、実施例1のグリースを得た。

【００３３】
実施例２
密閉式グリース試作釜装置に潤滑基油と成分Ａのイソシアネート Ａ（ジフェニルメタン－４，４′－ジイソシアネート）を張り込み、攪拌しながら６０℃まで加熱した。潤滑基油に混合した成分Ｂ1のアミンＡ（工業用オクチルアミン）を加え成分Ａと反応させ、
式、
（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オクチル）
で示されるウレア化合物ａを得た。反応熱で内容物は約８０℃まで上昇するが、その温度で１０分間保持し、次に、予め潤滑基油に混合溶解させた成分Ｂ２のアミンＢ（工業用オレイルアミン）を釜内に張り込み、残存している成分Ａのイソシアネート Ａと反応させ、
式、
（オレイル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オレイル）
で示されるウレア化合物ｂを得た。５分間攪拌後、予め潤滑基油に混合溶解させた成分Ｂ３のアミンＡ（工業用のオクチルアミン）とアミンＢ（工業用オレイルアミン）を釜内に張り込み、残存している成分Ａのイソシアネート Ａと反応させ、
式、
（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オレイル）
で示されるウレア化合物ｃを得た。次に５分間攪拌後、予め潤滑基油に混合溶解させた成分Ｂ４のアミンＡ（工業用オクチルアミン）とアミンＣ（工業用ドデシルアミン）を釜内に張り込み、残存している成分Ａのイソシアネート Ａと反応させ、

式、
（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（ドデシル）
で示されるウレア化合物ｄを得た。その後速やかに加熱を再開し、１７０℃まで昇温させ、その温度で約３０分間保持し反応を完結させた。３０分間保持後、冷却を開始し、冷却工程中の１２５℃にて、酸化防止剤である、オクチルジフェニルアミンを１．０質量％外割にて、グリースに添加し、更に８０℃まで放冷後、三本ロールミルにてグリースを処理し、実施例２のグリースを得た。

【００３４】

実施例３

密閉式グリース試作釜装置に潤滑基油と成分Ａのイソシアネート Ａ（ジフェニルメタン－４，４′－ジイソシアネート）を張り込み、攪拌しながら６０℃まで加熱した。潤滑基油に混合した成分Ｂ1のアミンＡ（工業用オクチルアミン）を加え成分Ａと反応させ、
式、
（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オクチル）
で示されるウレア化合物ａを得た。反応熱で内容物は約８０℃まで上昇するが、その温度で１０分間保持し、次に、予め潤滑基油に混合溶解させた成分Ｂ２のアミンＢ（工業用オレイルアミン）を釜内に張り込み、残存している成分Ａのイソシアネート Ａと反応させ、
式、
（オレイル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オレイル）
で示されるウレア化合物ｂを得た。５分間攪拌後、予め潤滑基油に混合溶解させた成分Ｂ３のアミンＡ（工業用のオクチルアミン）とアミンＢ（工業用オレイルアミン）を釜内に張り込み、残存している成分Ａのイソシアネート Ａと反応させ、
式、
（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オレイル）
で示されるウレア化合物ｃを得た。次に５分間攪拌後、予め潤滑基油に混合溶解させた成分Ｂ５のアミンＢ（工業用オレイルアミン）とアミンＣ（工業用ドデシルアミン）を釜内に張り込み、残存している成分Ａのイソシアネート Ａと反応させ、
式、
（オレイル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（ドデシル）
で示されるウレア化合物ｅを得た。その後速やかに加熱を再開し、１７０℃まで昇温させ、その温度で約３０分間保持し反応を完結させた。３０分間保持後、冷却を開始し、冷却工程中の１２５℃にて、酸化防止剤である、オクチルジフェニルアミンを１．０質量％外割にて、グリースに添加し、更に８０℃まで放冷後、三本ロールミルにてグリースを処理し、実施例３のグリースを得た。

【００３５】

実施例４

密閉式グリース試作釜装置に潤滑基油と成分Ａのイソシアネート Ａ（ジフェニルメタン－４，４′－ジイソシアネート）を張り込み、攪拌しながら６０℃まで加熱した。潤滑基油に混合した成分Ｂ1のアミンＡ（工業用オクチルアミン）を加え成分Ａと反応させ、
式、
（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オクチル）
で示されるウレア化合物ａを得た。反応熱で内容物は約８０℃まで上昇するが、その温度で１０分間保持し、次に、予め潤滑基油に混合溶解させた成分Ｂ２のアミンＢ（工業用オレイルアミン）を釜内に張り込み、残存している成分Ａのイソシアネート Ａと反応させ、
式、
（オレイル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オレイル）
で示されるウレア化合物ｂを得た。次に５分間攪拌後、予め潤滑基油に混合溶解させた成分Ｂ４のアミンＡ（工業用オクチルアミン）とアミンＣ（工業用ドデシルアミン）を釜内に張り込み、残存している成分Ａのイソシアネート Ａと反応させ、
式、

（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（ドデシル）
で示されるウレア化合物ｄを得た。再び５分間攪拌後、予め潤滑基油に混合溶解させた成分Ｂ５のアミンＢ（工業用オレイルアミン）とアミンＣ（工業用ドデシルアミン）を釜内に張り込み、残存している成分Ａのイソシアネート Ａと反応させ、
式、
（オレイル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（ドデシル）
で示されるウレア化合物ｅを得た。その後速やかに加熱を再開し、１７０℃まで昇温させ、その温度で約３０分間保持し反応を完結させた。３０分間保持後、冷却を開始し、冷却工程中の１２５℃にて、酸化防止剤である、オクチルジフェニルアミンを１．０質量％外割にて、グリースに添加し、更に８０℃まで放冷後、三本ロールミルにてグリースを処理し、実施例４のグリースを得た。

【００３６】

実施例５

密閉式グリース試作釜装置に潤滑基油と成分Ａのイソシアネート Ａ（ジフェニルメタン－４，４′－ジイソシアネート）を張り込み、攪拌しながら６０℃まで加熱した。潤滑基油に混合した成分Ｂ1のアミンＡ（工業用オクチルアミン）を加え成分Ａと反応させ、
式、
（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オクチル）
で示されるウレア化合物ａを得た。反応熱で内容物は約８０℃まで上昇するが、その温度で１０分間保持し、次に、予め潤滑基油に混合溶解させた成分Ｂ２のアミンＢ（工業用オレイルアミン）を釜内に張り込み、残存している成分Ａのイソシアネート Ａと反応させ、
式、
（オレイル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オレイル）
で示されるウレア化合物ｂを得た。次に５分間攪拌後、予め潤滑基油に混合溶解させた成分Ｂ４のアミンＡ（工業用オクチルアミン）とアミンＣ（工業用ドデシルアミン）を釜内に張り込み、残存している成分Ａのイソシアネート Ａと反応させ、
式、
（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（ドデシル）
で示されるウレア化合物ｄを得た。その後速やかに加熱を再開し、１７０℃まで昇温させ、その温度で約３０分間保持し反応を完結させた。３０分間保持後、冷却を開始し、冷却工程中の１２５℃にて、酸化防止剤である、オクチルジフェニルアミンを１．０質量％外割にて、グリースに添加し、更に８０℃まで放冷後、三本ロールミルにてグリースを処理し、実施例５のグリースを得た。

【００３７】

実施例６および７

表２に示す配合割合にて、密閉式グリース試作釜装置に潤滑基油と成分Ａのイソシアネート Ａ（ジフェニルメタン－４，４′－ジイソシアネート）を張り込み、攪拌しながら６０℃まで加熱した。潤滑基油に混合した成分Ｂ1のアミンＡ（工業用オクチルアミン）を加え成分Ａと反応させ、
式、
（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オクチル）
で示されるウレア化合物ａを得た。反応熱で内容物は約８０℃まで上昇するが、その温度で１０分間保持し、次に、予め潤滑基油に混合溶解させた成分Ｂ２のアミンＢ（工業用オレイルアミン）を釜内に張り込み、残存している成分Ａのイソシアネート Ａと反応させ、
式、
（オレイル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オレイル）
で示されるウレア化合物ｂを得た。次に５分間攪拌後、予め潤滑基油に混合溶解させたアミンＢ（工業用オレイルアミン）とアミンＣ（工業用ドデシルアミン）を釜内に張り込み、残存している成分Ａのイソシアネート Ａと反応させ、
式、

（オレイル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（ドデシル）
で示されるウレア化合物ｅを得た。その後速やかに加熱を再開し、１７０℃まで昇温させ、その温度で約３０分間保持し反応を完結させた。３０分間保持後、冷却を開始し、冷却工程中の１２５℃にて、酸化防止剤である、オクチルジフェニルアミンを１．０質量％外割にて、グリースに添加し、更に８０℃まで放冷後、三本ロールミルにてグリースを処理し、実施例６～７のグリースを得た。

【００３８】

実施例８

密閉式グリース試作釜装置に潤滑基油と成分Ａのイソシアネート Ａ（ジフェニルメタン－４，４′－ジイソシアネート）を張り込み、攪拌しながら６０℃まで加熱した。潤滑基油に混合した成分Ｂ1のアミンＡ（工業用オクチルアミン）を加え成分Ａと反応させ、
式、
（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オクチル）
で示されるウレア化合物ａを得た。反応熱で内容物は約８０℃まで上昇するが、その温度で１０分間保持し、次に、予め潤滑基油に混合溶解させた成分Ｂ２のアミンＢ（工業用オレイルアミン）を釜内に張り込み、残存している成分Ａのイソシアネート Ａと反応させ、
式、
（オレイル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オレイル）
で示されるウレア化合物ｂを得た。次に５分間攪拌後、予め潤滑基油に混合溶解させたアミンＡ（工業用オクチルアミン）とアミンＣ（工業用ドデシルアミン）を釜内に張り込み、残存している成分Ａのイソシアネート Ａと反応させ、
式、
（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（ドデシル）
で示されるウレア化合物ｄを得た。その後速やかに加熱を再開し、１７０℃まで昇温させ、その温度で約３０分間保持し反応を完結させた。３０分間保持後、冷却を開始し、冷却工程中の１２５℃にて、酸化防止剤である、オクチルジフェニルアミンを１．０質量％外割にて、グリースに添加し、更に８０℃まで放冷後、三本ロールミルにてグリースを処理し、実施例８のグリースを得た。

【００３９】

実施例９

密閉式グリース試作釜装置に潤滑基油とイソシアネート Ａ（ジフェニルメタン－４，４′－ジイソシアネート）とを張り込み、攪拌しながら６０℃まで加熱し、潤滑基油に混合溶解したアミンＡ（工業用オクチルアミン）とアミンＢ（工業用オレイルアミン）をホッパーより加えイソシアネート Ａと反応させ、
式、
（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オレイル）
で示されるウレア化合物ｃを得た。反応熱で内容物は約８０℃まで上昇するが、その温度で１０分間保持し、次に、予め潤滑基油に混合溶解させたアミンＢ（工業用オレイルアミン）をホッパーより釜内に張り込み残存しているイソシアネート Ａと反応させ、
式、
（オレイル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オレイル）
で示されるウレア化合物ｂを得た。更に５分間攪拌後、予め潤滑基油に混合溶解させたアミンＡ（工業用オクチルアミン）とアミンＣ（工業用ドデシルアミン）をホッパーより釜内に張り込み残存しているイソシアネート Ａと反応させ、
式、
（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（ドデシル）
で示されるウレア化合物ｄを得た。再び５分間攪拌後、予め潤滑基油に混合溶解させたアミンＢ（工業用オレイルアミン）とアミンＣ（工業用ドデシルアミン）をホッパーより釜内に張り込み残存しているイソシアネート Ａと反応させ、
式、

（オレイル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（ドデシル）
で示されるウレア化合物ｅを得た。その後速やかに加熱を再開し、１７０℃まで昇温させ、その温度で約３０分間保持し反応を完結させた。３０分間保持後、冷却を開始し、冷却工程中の１２５℃にて、酸化防止剤である、オクチルジフェニルアミンを１．０質量％外割にて、グリースに添加し、更に８０℃まで放冷後、三本ロールミルにてグリースを処理し、実施例９のグリースを得た。

【００４０】

実施例１０

密閉式グリース試作釜装置に潤滑基油とイソシアネートＡ（ジフェニルメタン－４，４'－ジイソシアネート）とを張り込み、攪拌しながら６０℃まで加熱し、潤滑基油に混合溶解したアミンＡ（工業用オクチルアミン）とアミンＢ（工業用オレイルアミン）をホッパーより加えイソシアネートＡと反応させ、

式、

（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オレイル）
で示されるウレア化合物ｃを得た。反応熱で内容物は約８０℃まで上昇するが、その温度で１０分間保持し、次に、予め潤滑基油に混合溶解させたアミンＢ（工業用オレイルアミン）をホッパーより釜内に張り込み残存しているイソシアネートＡと反応させ、

式、

（オレイル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オレイル）
で示されるウレア化合物ｂを得た。更に５分間攪拌後、予め潤滑基油に混合溶解させたアミンＡ（工業用オクチルアミン）とアミンＣ（工業用ドデシルアミン）をホッパーより釜内に張り込み残存しているイソシアネートＡと反応させ、

式、

（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（ドデシル）
で示されるウレア化合物ｄを得た。その後速やかに加熱を再開し、１７０℃まで昇温させ、その温度で約３０分間保持し反応を完結させた。３０分間保持後、冷却を開始し、冷却工程中の１２５℃にて、酸化防止剤である、オクチルジフェニルアミンを１．０質量％外割にて、グリースに添加し、更に８０℃まで放冷後、三本ロールミルにてグリースを処理し、実施例１０のグリースを得た。

【００４１】

実施例１１

表３に示す配合割合にて、密閉式グリース試作釜装置に潤滑基油とイソシアネートＡ（ジフェニルメタン－４，４'－ジイソシアネート）とを張り込み、攪拌しながら６０℃まで加熱し、潤滑基油に混合溶解したアミンＡ（工業用オクチルアミン）とアミンＢ（工業用オレイルアミン）をホッパーより加えイソシアネートＡと反応させ、

式、

（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オレイル）
で示されるウレア化合物ｃを得た。反応熱で内容物は約８０℃まで上昇するが、その温度で１０分間保持し、次に、予め潤滑基油に混合溶解させたアミンＢ（工業用オレイルアミン）をホッパーより釜内に張り込み残存しているイソシアネートＡと反応させ、

式、

（オレイル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オレイル）
で示されるウレア化合物ｂを得た。更に５分間攪拌後、予め潤滑基油に混合溶解させたアミンＢ（工業用オレイルアミン）とアミンＣ（工業用ドデシルアミン）をホッパーより釜内に張り込み残存しているイソシアネートＡと反応させ、

式、

（オレイル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（ドデシル）
で示されるウレア化合物ｅを得た。その後速やかに加熱を再開し、１７０℃まで昇温させ、その温度で約３０分間保持し反応を完結させた。３０分間保持後、冷却を開始し、冷却工程中の１２５℃にて、酸化防止剤である、オクチルジフェニルアミンを１．０質量％外

割にて、グリースに添加し、更に８０℃まで放冷後、三本ロールミルにてグリースを処理し、実施例１１のグリースを得た。

【００４２】

実施例１２

密閉式グリース試作釜装置に潤滑基油とイソシアネートＡ（ジフェニルメタン－４，４′－ジイソシアネート）とを張り込み、攪拌しながら６０℃まで加熱し、潤滑基油に混合溶解したアミンＡ（工業用オクチルアミン）とアミンＢ（工業用オレイルアミン）をホッパーより加えイソシアネートＡと反応させ、

式、

（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オレイル）

で示されるウレア化合物ｃを得た。反応熱で内容物は約８０℃まで上昇するが、その温度で１０分間保持し、次に、予め潤滑基油に混合溶解させたアミンＡ（工業用オクチルアミン）とアミンＣ（工業用ドデシルアミン）をホッパーより釜内に張り込み、残存しているイソシアネートＡと反応させ、

式、

（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（ドデシル）

で示されるウレア化合物ｄを得た。更に５分間攪拌後、予め潤滑基油に混合溶解させたアミンＢ（工業用オレイルアミン）とアミンＣ（工業用ドデシルアミン）をホッパーより釜内に張り込み残存しているイソシアネートＡと反応させ、

式、

（オレイル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（ドデシル）

で示されるウレア化合物ｅを得た。その後速やかに加熱を再開し、１７０℃まで昇温させ、その温度で約３０分間保持し反応を完結させた。３０分間保持後、冷却を開始し、冷却工程中の１２５℃にて、酸化防止剤である、オクチルジフェニルアミンを１．０質量％外割にて、グリースに添加し、更に８０℃まで放冷後、三本ロールミルにてグリースを処理し、実施例１２のグリースを得た。

【００４３】

実施例１３

密閉式グリース試作釜装置に潤滑基油とイソシアネートＡ（ジフェニルメタン－４，４′－ジイソシアネート）とを張り込み、攪拌しながら６０℃まで加熱し、潤滑基油に混合溶解したアミンＡ（工業用オクチルアミン）とアミンＢ（工業用オレイルアミン）をホッパーより加えイソシアネートＡと反応させ、

式、

（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オレイル）

で示されるウレア化合物ｃを得た。反応熱で内容物は約８０℃まで上昇するが、その温度で１０分間保持し、次に、予め潤滑基油に混合溶解させたアミンＡ（工業用オクチルアミン）とアミンＣ（工業用ドデシルアミン）をホッパーより釜内に張り込み残存しているイソシアネートＡと反応させ、

式、

（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（ドデシル）

で示されるウレア化合物ｄを得た。その後速やかに加熱を再開し、１７０℃まで昇温させ、その温度で約３０分間保持し反応を完結させた。３０分間保持後、冷却を開始し、冷却工程中の１２５℃にて、酸化防止剤である、オクチルジフェニルアミンを１．０質量％外割にて、グリースに添加し、更に８０℃まで放冷後、三本ロールミルにてグリースを処理し、実施例１３のグリースを得た。

【００４４】

実施例１４

密閉式グリース試作釜装置に潤滑基油とイソシアネートＡ（ジフェニルメタン－４，４′－ジイソシアネート）とを張り込み、攪拌しながら６０℃まで加熱し、潤滑基油に混合溶解したアミンＡ（工業用オクチルアミン）とアミンＢ（工業用オレイルアミン）をホッ

パーより加えイソシアネートＡと反応させ、
式、
（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オレイル）
で示されるウレア化合物ｃを得た。反応熱で内容物は約８０℃まで上昇するが、その温度で１０分間保持し、次に、予め潤滑基油に混合溶解させたアミンＢ（工業用オレイルアミン）とアミンＣ（工業用ドデシルアミン）をホッパーより釜内に張り込み、残存しているイソシアネートＡと反応させ、
式、
（オレイル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（ドデシル）
で示されるウレア化合物ｅを得た。その後速やかに加熱を再開し、１７０℃まで昇温させ、その温度で約３０分間保持し反応を完結させた。３０分間保持後、冷却を開始し、冷却工程中の１２５℃にて、酸化防止剤である、オクチルジフェニルアミンを１．０質量％外割にて、グリースに添加し、更に８０℃まで放冷後、三本ロールミルにてグリースを処理し、実施例１４のグリースを得た。

【００４５】

実施例１５

密閉式グリース試作釜装置に潤滑基油と成分Ａのイソシアネート（ジフェニルメタン－４，４′－ジイソシアネート）を張り込み、攪拌しながら６０℃まで加熱した。潤滑基油に混合したアミンＡ（工業用オクチルアミン）を加えイソシアネートＡと反応させ、
式、
（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オクチル）
で示されるウレア化合物ａを得た。反応熱で内容物は約８０℃まで上昇するが、その温度で１０分間保持し、次に、予め潤滑基油に混合溶解させたアミンＢ（工業用オレイルアミン）を釜内に張り込み、残存しているイソシアネートＡと反応させ、
式、
（オレイル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オレイル）
で示されるウレア化合物ｂを得た。次に５分間攪拌後、予め潤滑基油に混合溶解させたアミンＡ（工業用オクチルアミン）とアミンＣ（工業用ドデシルアミン）を釜内に張り込み、残存しているイソシアネートＡと反応させ、
式、
（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（ドデシル）
で示されるウレア化合物ｄを得た。その後速やかに加熱を再開し、１７０℃まで昇温させ、その温度で約３０分間保持し反応を完結させた。３０分間保持後、冷却を開始し、冷却工程中の１２５℃にて、酸化防止剤である、オクチルジフェニルアミンを１．０質量％外割にて、グリースに添加し、更に８０℃まで放冷後、三本ロールミルにてグリースを処理し、実施例１５のグリースを得た。

【００４６】

実施例１６

表４に示す配合割合にて、密閉式グリース試作釜装置に潤滑基油と成分Ａのイソシアネート（ジフェニルメタン－４，４′－ジイソシアネート）を張り込み、攪拌しながら６０℃まで加熱した。潤滑基油に混合したアミンＡ（工業用オクチルアミン）を加えイソシアネートＡと反応させ、
式、
（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オクチル）
で示されるウレア化合物ａを得た。反応熱で内容物は約８０℃まで上昇するが、その温度で１０分間保持し、次に、予め潤滑基油に混合溶解させたのアミンＢ（工業用オレイルアミン）を釜内に張り込み、残存しているイソシアネートＡと反応させ、
式、
（オレイル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オレイル）
で示されるウレア化合物ｂを得た。次に５分間攪拌後、予め潤滑基油に混合溶解させたア

ミンＢ（工業用オレイルアミン）とアミンＣ（工業用ドデシルアミン）を釜内に張り込み、残存している成分Ａのイソシアネート Ａと反応させ、
式、
（オレイル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（ドデシル）
で示されるウレア化合物ｅを得た。その後速やかに加熱を再開し、１７０℃まで昇温させ、その温度で約３０分間保持し反応を完結させた。３０分間保持後、冷却を開始し、冷却工程中の１２５℃にて、酸化防止剤である、オクチルジフェニルアミンを１．０質量％外割にて、グリースに添加し、更に８０℃まで放冷後、三本ロールミルにてグリースを処理し、実施例１６のグリースを得た。

【００４７】

実施例１７

密閉式グリース試作釜装置に潤滑基油（鉱油と合成油Ａの混合物）とイソシアネートＡ（ジフェニルメタン－４，４′－ジイソシアネート）を張り込み、攪拌しながら６０℃まで加熱した。潤滑基油に混合したアミンＡ（工業用オクチルアミン）を加えイソシアネート Ａと反応させ、
式、
（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オクチル）
で示されるウレア化合物ａを得た。反応熱で内容物は約８０℃まで上昇するが、その温度で１０分間保持し、次に、予め潤滑基油に混合溶解させた成分Ｂ２のアミンＢ（工業用オレイルアミン）を釜内に張り込み、残存している成分Ａのイソシアネート Ａと反応させ、
式、
（オレイル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オレイル）
で示されるウレア化合物ｂを得た。５分間攪拌後、予め潤滑基油に混合溶解させたアミンＡ（工業用オクチルアミン）とアミンＣ（工業用ドデシルアミン）を釜内に張り込み、残存している成分Ａのイソシアネート Ａと反応させ、
式、
（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（ドデシル）
で示されるウレア化合物ｄを得た。その後速やかに加熱を再開し、１７０℃まで昇温させ、その温度で約３０分間保持し反応を完結させた。３０分間保持後、冷却を開始し、冷却工程中の１２５℃にて、酸化防止剤である、オクチルジフェニルアミンを１．０質量％外割にて、グリースに添加し、更に８０℃まで放冷後、三本ロールミルにてグリースを処理し、実施例１７のグリースを得た。

【００４８】

実施例１８

密閉式グリース試作釜装置に潤滑基油（合成油Ｂ）とイソシアネートＡ（ジフェニルメタン－４，４′－ジイソシアネート）を張り込み、攪拌しながら６０℃まで加熱した。潤滑基油に混合したアミンＡ（工業用オクチルアミン）を加えイソシアネート Ａと反応させ、
式、
（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オクチル）
で示されるウレア化合物ａを得た。反応熱で内容物は約８０℃まで上昇するが、その温度で１０分間保持し、次に、予め潤滑基油に混合溶解させた成分Ｂ２のアミンＢ（工業用オレイルアミン）を釜内に張り込み、残存している成分Ａのイソシアネート Ａと反応させ、
式、
（オレイル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オレイル）
で示されるウレア化合物ｂを得た。５分間攪拌後、予め潤滑基油に混合溶解させたアミンＡ（工業用オクチルアミン）とアミンＣ（工業用ドデシルアミン）を釜内に張り込み、残存している成分Ａのイソシアネート Ａと反応させ、
式、
（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（ドデシル）

で示されるウレア化合物ｄを得た。その後速やかに加熱を再開し、１７０℃まで昇温させ、その温度で約３０分間保持し反応を完結させた。３０分間保持後、冷却を開始し、冷却工程中の１２５℃にて、酸化防止剤である、オクチルジフェニルアミンを１．０質量％外割にて、グリースに添加し、更に８０℃まで放冷後、三本ロールミルにてグリースを処理し、実施例１８のグリースを得た。

【００４９】

比較例１

表５に示す配合割合にて、密閉式グリース試作釜装置に潤滑基油とイソシアネートＡ（ジフェニルメタン－４，４′－ジイソシアネート）とを張り込み、攪拌しながら６０℃まで加熱し、潤滑基油に混合溶解したアミンＡ（工業用オクチルアミン）をホッパーより加えイソシアネートＡと反応させ、

式、

（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オクチル）

で示されるウレア化合物ａを得た。反応熱で内容物は約８０℃まで上昇するが、その温度で１０分間保持し、次に、予め潤滑基油に混合溶解させたアミンＣ（工業用ドデシルアミン）をホッパーより釜内に張り込み残存しているイソシアネートＡと反応させ、

式、

（ドデシル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（ドデシル）

で示されるウレア化合物ｆを得た。その後速やかに加熱を再開し、１７０℃まで昇温させ、その温度で約３０分間保持し反応を完結させた。３０分間保持後、冷却を開始し、冷却工程中の１２５℃にて、酸化防止剤である、オクチルジフェニルアミンを１．０質量％外割にて、グリースに添加し、更に８０℃まで放冷後、三本ロールミルにてグリースを処理し、比較例１のグリースを得た。

【００５０】

比較例２

密閉式グリース試作釜装置に潤滑基油とイソシアネートＡ（ジフェニルメタン－４，４′－ジイソシアネート）とを張り込み、攪拌しながら６０℃まで加熱し、潤滑基油に混合溶解したアミンＢ（工業用オレイルアミン）をホッパーより加えイソシアネートＡと反応させ、

式、

（オレイル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オレイル）

で示されるウレア化合物ｂを得た。反応熱で内容物は約８０℃まで上昇するが、その温度で１０分間保持し、次に、予め潤滑基油に混合溶解させたアミンＣ（工業用ドデシルアミン）をホッパーより釜内に張り込み残存しているイソシアネートＡと反応させ、

式、

（ドデシル）－ＮＨＣＯＮＨ－（ジフェニルメタン）－ＮＨＣＯＮＨ－（ドデシル）

で示されるウレア化合物ｆを得た。その後速やかに加熱を再開し、１７０℃まで昇温させ、その温度で約３０分間保持し反応を完結させた。３０分間保持後、冷却を開始し、冷却工程中の１２５℃にて、酸化防止剤である、オクチルジフェニルアミンを１．０質量％外割にて、グリースに添加し、更に８０℃まで放冷後、三本ロールミルにてグリースを処理し、比較例２のグリースを得た。

【００５１】

比較例３

密閉式グリース試作釜装置に潤滑基油とイソシアネートＢ（トリレンジイソシアネート）とを張り込み、攪拌しながら６０℃まで加熱し、潤滑基油に混合したアミンＡ（工業用オクチルアミン）をホッパーより加えイソシアネートＢと反応させ、

式、

（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（トリレン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オクチル）

で示されるウレア化合物ｇを得た。反応熱で内容物は約８０℃まで上昇するが、その温度で１０分間保持し、次に、予め潤滑基油に混合溶解させたアミンＢ（工業用オレイルアミ

ン）をホッパーより釜内に張り込み残存しているイソシアネートＢと反応させ、
式、
（オレイル）－ＮＨＣＯＮＨ－（トリレン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オレイル）
で示されるウレア化合物ｈを得た。更に５分間攪拌後、予め潤滑基油に混合溶解させたアミンＡ（工業用オクチルアミン）とアミンＣ（工業用ドデシルアミン）をホッパーより釜内に張り込み残存しているイソシアネートＢと反応させ、
式、
（オクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（トリレン）－ＮＨＣＯＮＨ－（ドデシル）
で示されるウレア化合物ｊを得た。その後速やかに加熱を再開し、１７０℃まで昇温させ、その温度で約３０分間保持し反応を完結させた。３０分間保持後、冷却を開始し、冷却工程中の１２５℃にて、酸化防止剤である、オクチルジフェニルアミンを１．０質量％外割にて、グリースに添加し、更に８０℃まで放冷後、三本ロールミルにてグリースを処理し、比較例３のグリースを得た。

【００５２】

比較例４

密閉式グリース試作釜装置に潤滑基油とイソシアネートＢ（トリレンジイソシアネート）とを張り込み、攪拌しながら６０℃まで加熱し、潤滑基油に混合溶解したアミンＡ（工業用オクチルアミン）をホッパーより加えイソシアネートＢと反応させ、
式、
（オレクチル）－ＮＨＣＯＮＨ－（トリレン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オクチル）
で示されるウレア化合物ｇを得た。反応熱で内容物は約８０℃まで上昇するが、その温度で１０分間保持し、次に、予め潤滑基油に混合溶解させたアミンＣ（工業用ドデシルアミン）をホッパーより釜内に張り込み残存しているイソシアネートＢと反応させ、
式、
（ドデシル）－ＮＨＣＯＮＨ－（トリレン）－ＮＨＣＯＮＨ－（ドデシル）
で示されるウレア化合物ｉを得た。その後速やかに加熱を再開し、１７０℃まで昇温させ、その温度で約３０分間保持し反応を完結させた。３０分間保持後、冷却を開始し、冷却工程中の１２５℃にて、酸化防止剤である、オクチルジフェニルアミンを１．０質量％外割にて、グリースに添加し、更に８０℃まで放冷後、三本ロールミルにてグリースを処理し、比較例４のグリースを得た。

【００５３】

比較例５

密閉式グリース試作釜装置に潤滑基油とイソシアネートＢ（トリレンジイソシアネート）とを張り込み、攪拌しながら６０℃まで加熱し、潤滑基油に混合溶解したアミンＢ（工業用オレイルアミン）をホッパーより加えイソシアネートＢと反応させ、
式、
（オレイル）－ＮＨＣＯＮＨ－（トリレン）－ＮＨＣＯＮＨ－（オレイル）
で示されるウレア化合物ｈを得た。反応熱で内容物は約８０℃まで上昇するが、その温度で１０分間保持し、次に、予め潤滑基油に混合溶解させたアミンＣ（工業用ドデシルアミン）をホッパーより釜内に張り込み残存しているイソシアネートＢと反応させ、
式、
（ドデシル）－ＮＨＣＯＮＨ－（トリレン）－ＮＨＣＯＮＨ－（ドデシル）
で示されるウレア化合物ｉを得た、その後速やかに加熱を再開し、１７０℃まで昇温させ、その温度で約３０分間保持し反応を完結させた。３０分間保持後、冷却を開始し、冷却工程中の１２５℃にて、酸化防止剤である、オクチルジフェニルアミンを１．０質量％外割にて、グリースに添加し、更に８０℃まで放冷後、三本ロールミルにてグリースを処理し、比較例５のグリースを得た。

【００５４】

【表１】

実施例		1	2	3	4	5
成分Ａ ｲｿｼｱﾈｰﾄＡ	（ｇ）	４４．７	４４．９	４４．２	４４．６	４４．８
成分Ｂ１ アミンＡ	（ｇ）	３６．５	３６．５	３６．５	３６．５	３６．５
成分Ｂ２ アミンＢ	（ｇ）	４．０	５．４	５．４	５．４	８．１
成分Ｂ３ アミンＡ	（ｇ）	１．２	１．６	１．６	－	－
アミンＢ	（ｇ）	２．４	３．２	３．２	－	－
成分Ｂ４ アミンＡ	（ｇ）	１．４	１．８	－	１．８	２．７
アミンＣ	（ｇ）	２．０	２．６	－	２．６	３．９
成分Ｂ５ アミンＢ	（ｇ）	１．６	－	２．２	２．２	－
アミンＣ	（ｇ）	２．２	－	２．９	２．９	－
潤滑基油 鉱油	（ｇ）	７０４	７０４	７０４	７０４	７０４
潤滑基油 合成油Ａ	（ｇ）	－	－	－	－	－
潤滑基油 合成油Ｂ	（ｇ）	－	－	－	－	－
合計	（ｇ）	８００	８００	８００	８００	８００
増ちょう剤含有量（%）		１２．０	１２．０	１２．０	１２．０	１２．０
増ちょう剤配合割合（モル%）		a/(b+c+d+e) =75/25	a/(b+c+d) =75/25	a/(b+c+e) =75/25	a/(b+d+e) =75/25	a/(b+d) =75/25
ちょう度		２６７	２６２	２５５	２６８	２６３
滴点	（℃）	２４９	２５５	２５０	２４８	２５２
離油度	（質量%）	０．６	０．４	０．４	０．５	０．６
音響試験 120秒後		８	１０	７	１１	８
シェルロール 室温, 24ｈ		３４０	３３５	３２９	３５８	３３５
150℃, 24h		３４８	３５０	３１７	３１０	３５３
軸受寿命試験, 150℃ 寿命時間ｈ		７８５	－	－	８００	８１３

【００５５】

【表２】

実施例		6	7	8	9	10
ｲｿｼｱﾈｰﾄA	(g)	４３．８	４０．３	３９．７	３７．５	３７．７
アミンA	(g)	３６．４	２４．３	１２．２	－	－
アミンB	(g)	８．１	１６．１	２４．２	５．４	８．１
アミンA	(g)	－	－	－	１４．６	１４．６
アミンB	(g)	－	－	－	２９．０	２９．０
アミンA	(g)	－	－	８．２	１．８	２．７
アミンC	(g)	－	－	１１．７	２．６	３．９
アミンB	(g)	３．３	６．５	－	２．２	－
アミンC	(g)	４．４	８．８	－	２．９	－
潤滑基油 鉱油	(g)	７０４	７０４	７０４	７０４	７０４
潤滑基油 合成油A	(g)	－	－	－	－	－
潤滑基油 合成油B	(g)	－	－	－	－	－
合計	(g)	８００	８００	８００	８００	８００
増ちょう剤含有量 (%)		１２．０	１２．０	１２．０	１２．０	１２．０
増ちょう剤配合割合 (モル%)		a/(b+e) =75/25	a/(b+e) =50/50	a/(b+d) =25/75	c/(b+d+e) =75/25	c/(b+d) =75/25
ちょう度		２５８	２５６	２５５	２３８	２３５
滴点	(℃)	２４８	２４７	２４１	２５５	２５７
離油度	(質量%)	１．１	２．９	３．７	０．７	０．５
音響試験 120秒後		７	８	１１	１０	８
シェルロール 室温, 24h		３４２	３４９	３５９	３５８	３５５
シェルロール 150℃, 24h		３５７	３７１	３６８	３５３	３５０
軸受寿命試験, 150℃ 寿命時間h		７７２	－	７５６	８２１	－

【００５６】

【表３】

実施例		11	12	13	14	15
ｲｿｼｱﾈｰﾄA	(g)	３６．６	３８．１	３９．１	３５．６	１８．７
アミンA	(g)	－	－	－	－	１５．２
アミンB	(g)	８．１	－	－	－	３．４
アミンA	(g)	１４．６	１４．６	１４．６	４．９	－
アミンB	(g)	２９．０	２８．９	２８．９	９．６	－
アミンA	(g)	－	２．７	５．７	－	１．１
アミンC	(g)	－	３．９	７．６	－	１．６
アミンB	(g)	３．３	３．３	－	１９．３	－
アミンC	(g)	４．４	４．４	－	２６．６	－
潤滑基油 鉱油	(g)	７０４	７０４	７０４	７０４	７６０
潤滑基油 合成油A	(g)	－	－	－	－	－
潤滑基油 合成油B	(g)	－	－	－	－	－
合計	(g)	８００	８００	８００	８００	８００
増ちょう剤含有量 (%)		１２．０	１２．０	１２．０	１２．０	５．０
増ちょう剤配合割合 (モル%)		c/(b+e) =75/25	c/(d+e) =75/25	c/d =75/25	c/e =25/75	a/(b+d) =75/25
ちょう度		２５６	２５３	２４８	２５４	３８７
滴点	(℃)	２４９	２５５	２５９	２３８	２３８
離油度	(質量%)	０．５	０．４	０．４	０．６	５．７
音響試験 120秒後		１１	１２	９	８	１９
シェルロール 室温, 24h		３５１	３５３	３５１	３８４	>４４０
シェルロール 150℃, 24h		３５３	３４１	３４６	３３６	４２４
軸受寿命試験, 150℃ 寿命時間h		－	－	７４２	７３４	７２０

【００５７】

【表４】

実施例		16	17	18
ｲｿｼｱﾈｰﾄA	(g)	７７．３	４４．８	４４．８
アミンA	(g)	４６．７	３６．５	３６．５
アミンB	(g)	３０．９	８．１	８．１
アミンA	(g)	－	－	－
アミンB	(g)	－	－	－
アミンA	(g)	－	２．７	２．７
アミンC	(g)	－	３．９	３．９
アミンB	(g)	１２．４	－	－
アミンC	(g)	１６．７	－	－
潤滑基油 鉱油	(g)	６１６	１４０	－
潤滑基油 合成油A	(g)	－	５６４	－
潤滑基油 合成油B	(g)	－	－	７０４
合計	(g)	８００	８００	８００
増ちょう剤含有量 (%)		２３．０	１２．０	１２．０
増ちょう剤配合割合 (モル%)		a/(b+e) =50/50	a/(b+d) =75/25	a/(b+d) =75/25
ちょう度		１８７	２８３	２５８
滴点	(℃)	>２６０	２５１	２５９
離油度	(質量%)	０．１	１．１	０．４
音響試験 120秒後		６	１３	８
シェルロール				
室温, 24h		２６８	３４９	３３３
150℃, 24h		２５９	３６３	３５５
軸受寿命試験, 150℃ 寿命時間h		－	３，０４０	２，９１０

【００５８】

【表５】

比較例		1	2	3	4	5
ｲｿｼｱﾈｰﾄA	(g)	４３．１	３５．２	－	－	－
ｲｿｼｱﾈｰﾄB	(g)	－	－	４５．６	４３．５	３４．５
アミンA	(g)	２４．３	－	５３．６	３５．７	－
アミンB	(g)	－	３２．２	１１．１	－	４４．７
アミンC	(g)	２８．６	２８．６	－	４０．８	４０．８
アミンA	(g)	－	－	－	－	－
アミンB	(g)	－	－	－	－	－
アミンA	(g)	－	－	４．０	－	－
アミンC	(g)	－	－	５．７	－	－
アミンB	(g)	－	－	－	－	－
アミンC	(g)	－	－	－	－	－
潤滑基油 鉱油	(g)	７０４	７０４	６８０	６８０	６８０
潤滑基油 合成油A	(g)	－	－	－	－	－
潤滑基油 合成油B	(g)	－	－	－	－	－
合計	(g)	８００	８００	８００	８００	８００
増ちょう剤含有量 (%)		１２．０	１２．０	１５．０	１５．０	１５．０
増ちょう剤配合割合 (モル%)		a/f =50/50	b/f =50/50	g/(h+j) =75/25	g/i =50/50	h/i =50/50
ちょう度		３１８	３０４	３４９	３８８	３５１
滴点	(℃)	＞２６０	２３８	２１８	２５０	２２３
離油度	(質量%)	３．４	６．１	－	－	－
音響試験 120秒後		１，６４５	１，１２８	１３	５７２	８９
シェルロール						
室温, 24h		３６３	３６９	＞４４０	＞４４０	＞４４０
150℃, 24h		３４５	＞４４０	＞４４０	＞４４０	＞４４０
軸受寿命試験, 150℃ 寿命時間h		８２５	－	４５８	－	６９５

フロントページの続き

(51)Int.Cl.			FI	
Ｃ１０Ｎ	*40/06*	*(2006.01)*	Ｃ１０Ｎ	40:06
Ｃ１０Ｎ	*50/10*	*(2006.01)*	Ｃ１０Ｎ	50:10

(72)発明者　加藤　哲也
神奈川県愛甲郡愛川町中津４０５２－２　株式会社エス・ブイ・シー東京内

審査官　安田　周史

(56)参考文献　特開２００４－２０４２１８（ＪＰ，Ａ）
特開昭６０－２３１７９６（ＪＰ，Ａ）
特開平０３－２３１９９３（ＪＰ，Ａ）
特開平０３－２４３６９６（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
Ｃ１０Ｍ　１１５／０８