

(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2005-298629**(P2005-298629A)**

(43) 公開日 平成17年10月27日(2005. 10. 27)

(51) Int.Cl. ⁷	F I	テーマコード (参考)
C 1 O M 169/02	C 1 O M 169/02	3 J 1 O 1
C 1 O M 105/36	C 1 O M 105/36	4 H 1 O 4
C 1 O M 115/08	C 1 O M 115/08	
C 1 O M 129/40	C 1 O M 129/40	
C 1 O M 129/42	C 1 O M 129/42	
審査請求 未請求 請求項の数 9 O L (全 18 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号	特願2004-115255 (P2004-115255)	(71) 出願人	000004204
(22) 出願日	平成16年4月9日(2004. 4. 9)		日本精工株式会社
			東京都品川区大崎1丁目6番3号
		(74) 代理人	100105647
			弁理士 小栗 昌平
		(74) 代理人	100105474
			弁理士 本多 弘徳
		(74) 代理人	100108589
			弁理士 市川 利光
		(74) 代理人	100115107
			弁理士 高松 猛
		(74) 代理人	100090343
			弁理士 濱田 百合子
		最終頁に続く	

(54) 【発明の名称】 自動車電装補機用グリース組成物及び前記グリース組成物を封入した転がり軸受

(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 特に - 4 0 の極低温でも異音を発することがなく、1 8 0 に近い高温下、更には高荷重下でも優れた耐焼付き性を備え、電装部品やエンジン補機等に好適なグリース組成物並びに転がり軸受を提供する。

【解決手段】 基油として、芳香族エステル油を含有する自動車電装補機用グリース組成物、並びに前記グリース組成物を封入した転がり軸受。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

基油として、芳香族エステル油を含有することを特徴とする自動車電装補機用グリース組成物。

【請求項 2】

基油全量に対する芳香族エステル油の含有量が 30 質量%以上であり、かつグリース組成物全量に対して 5 ~ 35 質量%の割合で増ちょう剤を含有することを特徴とする請求項 1 記載の自動車電装補機用グリース組成物。

【請求項 3】

増ちょう剤が下記一般式 (I) で表されるジウレア化合物であることを特徴とする請求項 1 または 2 記載の自動車電装補機用グリース組成物。 10

【化 1】



(式中、R₂ は炭素数 6 ~ 15 の芳香族系炭化水素基を表し、R₁ 及び R₂ は炭素数 6 ~ 12 の芳香族系炭化水素基または炭素数 6 ~ 20 の脂環族炭化水素基を表し、同一でも異なってもよく、かつ、R₁ と R₃ の全量に占める芳香族炭化水素の割合はモル比で 1 / 2 以上である。) 20

【請求項 4】

芳香族エステル油がトリメリット酸エステル油であることを特徴とする請求項 1 ~ 3 の何れか 1 項に記載の自動車電装補機用グリース組成物。

【請求項 5】

トリメリット酸エステル油における炭化水素基が、炭素数 6 ~ 10 の炭化水素基であることを特徴とする請求項 4 記載の自動車電装補機用グリース組成物。

【請求項 6】

カルボン酸またはカルボン酸塩からなる防錆剤、エステル系防錆剤及びアミン系防錆剤から選択される 2 種以上を合計で 0.2 ~ 10 質量%、かつ単独で 0.1 ~ 9.9 質量% 含有することを特徴とする請求項 1 ~ 5 の何れか 1 項に記載の自動車電装補機用グリース組成物。 30

【請求項 7】

リン系化合物を含有することを特徴とする請求項 1 ~ 6 の何れか 1 項に記載の自動車電装補機用グリース組成物。

【請求項 8】

剥離防止剤を含有することを特徴とする請求項 1 ~ 7 の何れか 1 項にキシアの自動車電装補機用グリース組成物。

【請求項 9】

内輪と外輪との間に、保持器により複数の転動体を転動自在に保持するとともに、請求項 1 ~ 8 の何れか 1 項に記載の自動車電装補機用グリース組成物を封入したことを特徴とする転がり軸受。 40

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、特に自動車の電装部品、エンジン補機であるオルタネータや中間プーリ、カーエアコン用電磁クラッチ等のような高温、高速、高荷重及び振動の激しい条件下で使用され、更に - 40 という極低温での流動性が要求される部品に使用されるグリース組成物、並びに前記グリース組成物を封入した転がり軸受に関する。

【背景技術】

【 0 0 0 2 】

自動車は小型軽量化を目的とした F F (フロントエンジンフロントドライブ) 車の普及により、更には居住空間拡大の要望により、エンジンルーム空間の減少を余儀なくされ、上記に挙げたような電装部品やエンジン補機の小型軽量化がより一層進められており、それに組み込まれる各部品も高性能高出力化がますます求められている。しかし、小型化により出力の低下は避けられず、例えばオルタネータやカーエアコン用電磁クラッチでは高速化することにより出力の低下分を補っており、それに伴って中間プーリも高速化することになる。更に、静粛性向上の要望によりエンジンルームの密閉化が進み、エンジンルーム内の高温化が促進されるため、これらの部品は高温に耐えることも必要となっている。

【 0 0 0 3 】

高温での焼付き寿命を向上させるために従来より種々の提案がなされており、トリメリット酸エステル油を含有する基油にウレア化合物を増ちょう剤として配合したグリースが広く使用されている (例えば、特許文献 1、特許文献 2、特許文献 3 参照)。

【 0 0 0 4 】

また、上記の自動車電装補機に組み込まれる転がり軸受では、高速・高荷重下で使用すると、転走面に剥離 (フレーキング) が生じ、比較的早期に寿命に陥ることがある。この早期寿命を引き起こす剥離現象は、金属疲労によって生じる通常の転走面の表面や表層の剥離とは異なり、内部の相当深い部分から突然に生じる特異な破壊現象 (以下、「異常剥離現象」という) であることが知られている。このような異常剥離現象を抑えるために、アルキルジフェニルエーテルに、末端が芳香族炭化水素基であるジウレア化合物を主体とする増ちょう剤を配合したグリースが使用されている (例えば、特許文献 4 参照)。

【 0 0 0 5 】

【特許文献 1】特公平 7 - 4 5 6 7 7 号公報

【特許文献 2】特許第 3 2 9 0 0 1 0 号公報

【特許文献 3】特許第 3 3 3 0 7 5 5 号公報

【特許文献 4】特開平 1 - 2 5 9 0 9 7 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【 0 0 0 6 】

自動車は世界各国で使用されており、その使用環境も多様であり、要求される特性もそれに応じて多様となっている。例えば、寒冷地ではエンジン起動時に潤滑剤の流動性不足による異音が発生しないことに対する要求が高いが、上記に挙げたグリースは流動特性に劣る傾向にあり、低温での異音発生抑制が十分とはいえない。また、流動特性に関連して、潤滑不足による高温・高荷重下での焼付き等にも改善の余地がある。

【 0 0 0 7 】

そこで、本発明は、特に - 4 0 の極低温でも異音を発することがなく、1 8 0 に近い高温下、更には高荷重下でも優れた耐焼付き性を備え、電装部品やエンジン補機等に好適なグリース組成物並びに転がり軸受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】

【 0 0 0 8 】

上記の目的を達成するために、本発明は、下記自動車電装補機用グリース組成物及び転がり軸受を提供する。

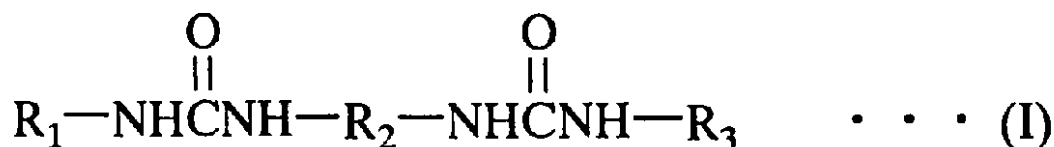
(1) 基油として、芳香族エステル油を含有することを特徴とする自動車電装補機用グリース組成物。

(2) 基油全量に対する芳香族エステル油の含有量が 3 0 質量 % 以上であり、かつグリース組成物全量に対して 5 ~ 3 5 質量 % の割合で増ちょう剤を含有することを特徴とする上記 (1) 記載の自動車電装補機用グリース組成物。

(3) 増ちょう剤が下記一般式 (I) で表されるジウレア化合物であることを特徴とする上記 (1) または (2) 記載の自動車電装補機用グリース組成物。

【 0 0 0 9 】

【化 2】



【0010】

(式中、 R_2 は炭素数 6 ~ 15 の芳香族系炭化水素基を表し、 R_1 及び R_2 は炭素数 6 ~ 12 の芳香族系炭化水素基または炭素数 6 ~ 20 の脂環族炭化水素基を表し、同一でも異なってもよく、かつ、 R_1 と R_3 の全量に占める芳香族炭化水素の割合はモル比で 1/2 以上である。)

10

(4) 芳香族エステル油がトリメリット酸エステル油であることを特徴とする上記(1) ~ (3)の何れか 1 項に記載の自動車電装補機用グリース組成物。

(5) トリメリット酸エステル油における炭化水素基が、炭素数 6 ~ 10 の炭化水素基であることを特徴とする上記(4)に記載の自動車電装補機用グリース組成物。

(6) カルボン酸またはカルボン酸塩からなる防錆剤、エステル系防錆剤及びアミン系防錆剤から選択される 2 種以上を合計で 0.2 ~ 10 質量%、かつ単独で 0.1 ~ 9.9 質量%含有することを特徴とする上記(1) ~ (5)の何れか 1 項に記載の自動車電装補機用グリース組成物。

20

(7) リン系化合物を含有することを特徴とする上記(1) ~ (6)の何れか 1 項に記載の自動車電装補機用グリース組成物。

(8) 剥離防止剤を含有することを特徴とする上記(1) ~ (7)の何れか 1 項にキシアの自動車電装補機用グリース組成物。

(9) 内輪と外輪との間に、保持器により複数の転動体を転動自在に保持するとともに、上記(1) ~ (8)の何れか 1 項に記載の自動車電装補機用グリース組成物を封入したことを特徴とする転がり軸受。

【発明の効果】

【0011】

本発明によれば、特に -40 の極低温でも異音を発することがなく、180 に近い高温下、更には高荷重下でも優れた耐焼付き性を備え、電装部品やエンジン補機等に好適なグリース組成物が提供される。また、前記自動車電装補機用グリース組成物を封入し、低温から高温まで、更に高荷重下においても優れた耐久性を示す自動車電装補機用に好適な転がり軸受が提供される。

30

【発明を実施するための最良の形態】

【0012】

以下、本発明の自動車電装補機用グリース組成物(以下、単に「グリース組成物」という)及び転がり軸受に関して詳細に説明する。

【0013】

(グリース組成物)

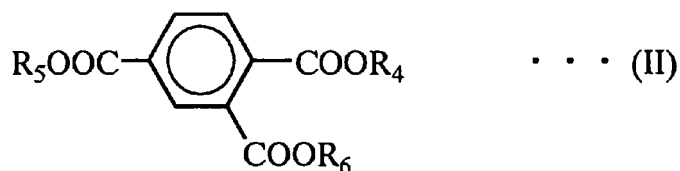
40

〔基油〕

本発明のグリース組成物において、基油は芳香族エステル油を含有する。芳香族エステル油の中でも、下記(II)式に示すトリメリット酸エステル油が好ましい。

【0014】

【化 3】



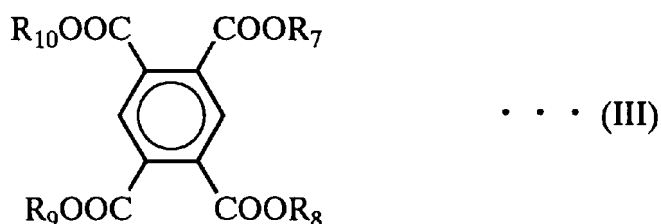
【0015】

(I) 式中、 R_4 、 R_5 、 R_6 は飽和または不飽和の直鎖または分岐炭化水素基であり、互いに同一でも異なってもよい。また、炭素数は 4 ~ 18 であることが好ましい。また、芳香族エステル油として下記 (III) 式に示すピロメリット酸エステル油も好ましい。

10

【0016】

【化 4】



20

【0017】

(II) 式中、 R_7 、 R_8 、 R_9 、 R_{10} は飽和または不飽和の直鎖または分岐炭化水素基であり、互いに同一でも異なってもよい。また、炭素数は 4 ~ 18 であることが好ましい。

【0018】

従来より、耐熱性に優れる潤滑油として、ポリフェニルエーテル油、シリコーン油、フッ素油等が知られている。しかし、これらの潤滑油は何れも非常に高価であり、しかもシリコーン油やフッ素油は一般的に潤滑性に劣るという問題を抱えている。これに対し、上記芳香族エステル油は、比較的安価であり、更に耐熱性や耐酸化性、耐摩耗性等に優れるという利点を有する。特に、(II) 式及び (III) 式で表されるトリメリット酸エステル油及びピロメリット酸エステル油は、流動点も低く、粘度指数も高いため、極低温から高温まで広い使用温度が要求される自動車電装補機には好適である。特に、トリメリット酸エステル油は流動点が低く、好ましい。

30

【0019】

このようなトリメリット酸エステル油及びピロメリット酸エステル油は市場からも入手でき、トリメリット酸エステル油として花王(株)製「トリメックス T - 08」、「トリメックス N - 08」、旭電化(株)製「アデカブルーバー T - 45」、「アデカブルーバー T - 90」、「アデカブルーバー PT - 50」、UNIQEMA 社製「EMKARATE 8130」、「EMKARATE 9130」等、ピロメリット酸エステル油として旭電化(株)製「アデカブルーバー LX - 1891」、「アデカブルーバー LX - 1892」等が挙げられる。

40

【0020】

上記芳香族エステル油の含有量は、基油全量の 30 質量%以上が好ましい。芳香族エステル油の含有量が 30 質量%を下回ると、高温での焼付きを起こしやすくなり、更には耐摩耗性も十分に発現しなくなる。併用できる潤滑油としては、流動点が低く、耐熱性や耐酸化性等に優れるものが好ましく、合成炭化水素油、エーテル油、エステル油が好適である。具体的には、合成炭化水素油としてポリ - オレフィン油等、エーテル系油としてアルキルジフェニルエーテル、アルキルトリフェニルエーテル等、エステル油としてジエステル油、ネオペンチル型ポリオールエステル油及びこれらのコンプレックスエステル油

50

等をそれぞれ挙げることができる。これらは単独で使用してもよく、適宜組み合わせで使用することもできる。中でも、極低温での異音発生を考慮した低音流動性に加え、高温、高速、高荷重及び振動の激しい条件下での潤滑性能や焼付き寿命の向上を考慮すると、ペンタエリスリトールエステル油等のポリオールエステル油や合成炭化水素油との併用が好ましい。

【0021】

また、基油は、40における動粘度が $30 \sim 150 \text{ mm}^2 / \text{s}$ であることが好ましく、低温流動性を勘案すると $40 \sim 100 \text{ mm}^2 / \text{s}$ がより好ましい。

【0022】

増ちょう剤はゲル構造を形成し、上記基油をゲル構造中に保持する能力があれば、特に制約はないが、LiやNa等を金属種とする金属石けん、Li、Na、Ba、Ca等を金属種とする複合金属石けん、ジウレア化合物、トリウレア化合物、テトラウレア化合物、ポリウレア化合物またはこれらの混合物等のウレア化合物が好ましい。これらの中でも、より耐熱性に優れるウレア化合物が好ましく、ジウレア化合物がより好ましい。

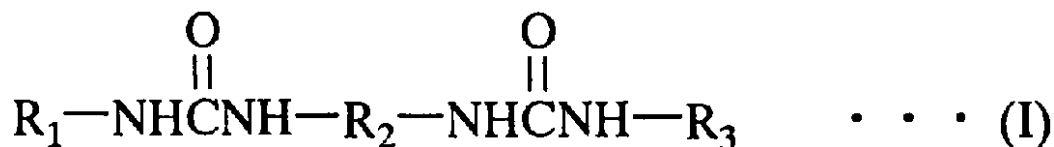
10

【0023】

ジウレア化合物の中でも、下記一般式(I)で表されるものが好ましい。

【0024】

【化5】



20

【0025】

式中、 R_2 は炭素数6～15の芳香族系炭化水素基を表し、 R_1 及び R_3 は炭素数6～12の芳香族系炭化水素基または炭素数6～26の脂環族炭化水素基を表し、同一でも異なってもよい。脂環族炭化水素基は、脂肪族炭化水素基と比べて耐熱性に優れるという性質がある。また、脂環族炭化水素基を有するジウレア化合物は、芳香族炭化水素基を有するジウレア化合物と比べて、それぞれの繊維形状の違いに由来して単位体積当たりの表面積が大きく、増粘効果が高い。そのため、同じちょう度で比較すると、脂環族炭化水素基を有するジウレア化合物は芳香族炭化水素基を有するジウレア化合物よりも少ない使用量ですみ、その分基油の割合を多くすることができ、耐焼き付き性を向上できる。また、 R_1 と R_3 の全量に占める芳香族炭化水素の割合はモル比で1/2以上であり、この R_1 と R_3 のモル比が1/2より少ないと異常剥離現象を抑えることができなくなる。

30

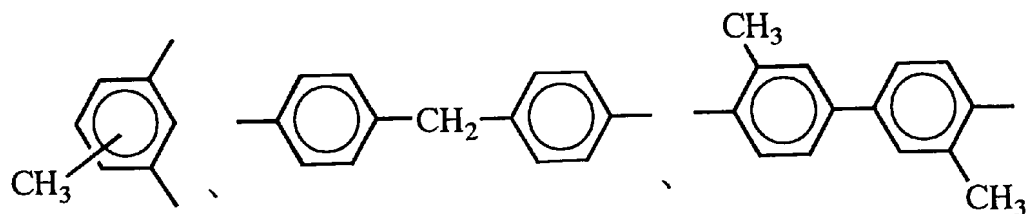
【0026】

R_1 と R_3 における炭素数6～12の芳香族系炭化水素基としては、フェニル基、トリエイル基、キシリル基、*t*-ブチルフェニル基、ベンジル基等が挙げられ、特に1価の芳香族炭化水素基が好ましい。また、 R_1 と R_3 における炭素数6～20の脂環族炭化水素基としては、シクロヘキシル基、シクロヘキシル誘導体等が挙げられる。一方、 R_2 としては、熱安定性、酸化安定性に優れることから、下記の芳香族炭化水素基が好ましいが、これに限定されない。

40

【0027】

【化 6】



【0028】

上記(I)式で表されるジウレア化合物は、基油中で、 R_2 を骨格中に有するジイソシアネート1モルに対し、 R_1 または R_3 を骨格中に有するモノアミンを合計で2モルの割合で反応させることにより得られる。

10

【0029】

上記のジウレア化合物は、単独でも、混合して使用してもよく、グリース組成物全量に対して5～35質量%、好ましくは5～30質量%配合される。配合量が5質量%未満ではグリース状態を維持することが困難となり、35質量%を超える場合はグリースが硬化しすぎて十分な潤滑効果を発揮することができない。より高温、高速、高荷重、高振動条件にも耐え得ることを考慮すると、高温、高せん断によるグリース軟化、また潤滑効果を勘案して配合量を10～30質量%とすることが好ましい。

【0030】

グリース組成物の混和ちょう度は220～340が好ましく、上記のジウレア化合物の配合量を調整する。

20

【0031】

グリース組成物には、その性能を一層高めるため、必要に応じて各種の添加剤を含有させることができる。本発明の用途である自動車電装補機用軸受では高い防錆性が要求されていることから、防錆剤の添加は特に望ましい。防錆剤の中でも、環境負荷の少ないカルボン酸及びカルボン酸塩からなる防錆剤、エステル系防錆剤、アミン系防錆剤が好ましい。

これらは十分な防錆性能を発揮するために2種以上を混合して使用され、そのグリース組成物全量に対する含有量は、合計で0.2～10質量%であり、かつ個々の防錆剤は0.1～9.9質量%である。耐焼付性は基油量が多いほど向上することから、防錆剤は合計で0.2～6質量%、単独で0.1～5.9質量%とすることが好ましい。

30

【0032】

カルボン酸及びカルボン酸塩からなる防錆剤、エステル系防錆剤、アミン系防錆剤には制限がないが、以下に好ましい例を示す。カルボン酸及びカルボン酸塩として、ステアリン酸等のモノカルボン酸、アルキルまたはアルケニルコハク酸及びその誘導体等のジカルボン酸、ナフテン酸、アビエチン酸、ラノリン脂肪酸またはアルケニルコハク酸のカルシウム、バリウム、マグネシウム、アルミニウム、亜鉛、鉛等の金属塩等が挙げられるが、中でもアルケニルコハク酸、ナフテン酸亜鉛が好適である。エステル系防錆剤として、ソルビタンモノオレエート、ソルビタントリオレエート、ペンタエリスリットモノオレエートやコハク酸ハーフエステル等の多価アルコールのカルボン酸部分エステル等が挙げられるが、中でもソルビタンモノオレエート、コハク酸ハーフエステルが好適である。アミン系防錆剤としては、アルコキシフェニルアミン、二塩基性カルボン酸の部分アミド等が好適である。

40

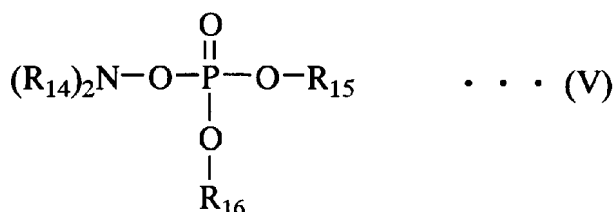
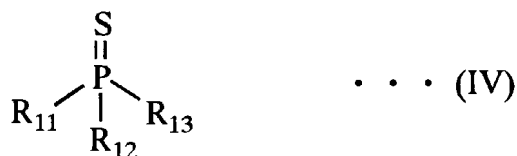
【0033】

その他の添加剤としてリン系化合物が好ましく、添加により耐焼付き性能が向上する。

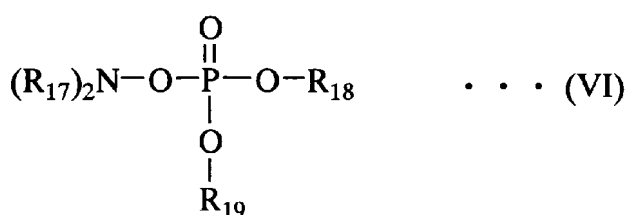
リン系化合物としては、下記一般式(IV)～(VI)で表されるものが好ましい。

【0034】

【化 7】



10



20

【0035】

式中、R₁₁～R₁₃はアリル基である。R₁₄は、少なくとも一方が炭素数8～20のアルキル基であり、一方は水素原子であってもよい。R₁₅、R₁₆は、少なくとも一方がヘキシル基であり、一方は水素原子であってもよい。R₁₇は、少なくとも一方が炭素数1～8のアルキル基であり、一方は水素原子であってもよい。R₁₈、R₁₉は、少なくとも一方がイソブチル基であり、一方は水素原子であってもよい。中でも、リン系化合物としては、トリ（4-メチルフェニル）フォスフォロチオネート、プライマリフォデシルアンモニウムフォスフェート、プライマリヘキシルアンモニウムジイソブチルフォスフェート等が好ましい。

30

【0036】

これらのリン系化合物は単独でも、複数を組み合わせて使用してもよく、そのグリース組成物全量に対する含有量は、合計量で0.5～7質量%が好ましい。0.5質量%未満では十分な耐焼付き性能が得られず、7質量%を越えると音響特性に影響がでてくる。好ましくは1～5質量%である。

【0037】

その他に、剥離防止剤を添加することが好ましい。この剥離防止剤は、転がり軸受を構成する鋼材等の金属表面に対して剥離を抑制する作用を有する添加剤であり、上記のエステル油、特に芳香族エステル油との組み合わせにおいて剥離抑制効果が顕著に現われる。

剥離防止剤として、例えば、亜鉛、銅、鉄、モリブデン等のジチオカルバミン酸塩を挙げることができ、特にジチオカルバミン酸亜鉛が好ましい。また、これら剥離防止剤は、グリース組成物全量の0.1～10質量%が適当であり、0.1質量%未満では剥離抑制効果が小さく、10質量%を越えると軸受の音響特性に悪影響を及ぼすおそれがある。

40

【0038】

また、必要に応じてその他の添加剤を添加してもよく、例えば、アミン系、フェノール系、硫黄系、ジチオリン酸亜鉛等の酸化防止剤、リン系、ジチオリン酸亜鉛、有機モリブデン等の極圧剤、脂肪酸、動植物油等の油性向上剤、ベンゾトリアゾールの金属不活性剤、ポリメタクリレート、ポリイソブチレン、ポリスチレン等の粘度指数向上剤等が挙げられ、これらを単独または2種以上組み合わせて添加することができる。これら添加剤の添加量は、本発明の所期の目的を達成できれば特に限定されるものではなく、適宜設定され

50

るが、通常グリース組成物全量の 0.1 ~ 10 質量%である。

【0039】

(転がり軸受)

本発明はまた、上記のグリース組成物を封入した転がり軸受に関する。転がり軸受の種類や構成、構造には制限はないが、例えば図1に示す複列アンギュラ玉軸受10を例示することができる。図示される複列アンギュラ玉軸受10は、外輪15の内周面に設けた複列の外輪軌道17、17と、内輪16、16の各外周面に設けた内輪軌道18、18との間に複数個ずつ転動自在に転動体(玉)19、19を設けて、外輪15と内輪16、16との相対回転を自在としている。また、外輪15と内輪18、18の間はシール装置1で密封されている。このシール装置1は、金属製のスリング2と弾性材料からなるシール材3とを一体成形したものである。スリング2は、外輪15の端部内周面に内嵌固定自在な外径側円筒部5と、外径側円筒部5の軸方向内端縁から直径方向内方に折れ曲がった内側円輪部6とを備えた、断面略L字形で全体を円環状とする第1部材と、内輪16の外端部外周面に外嵌固定自在な内径側円筒部8と、この内径側円筒部8の軸方向外端縁から直径方向外方に折れ曲がった外側円輪部9とを備えた、断面L字形で全体を円環状としている第2部材とで構成されている。シール材3は、外側、中間、内側の3本のシールリップ3a、3b、3cを備えており、最も外側に位置する外側シールリップ3aの先端縁をスリング2を構成する外側円輪部9の内側面に全周に互って摺接させ、残り2本のシールリップである中間シールリップ3b及び内側シールリップ3cの先端縁をスリング2を構成する内径側円筒部8の外周面に全周に互って摺接させて、高いシール性能を発揮する。 10 20

【0040】

上記のグリース組成物は、外輪15、内輪16、16、玉19及びシール装置1で形成される空間に封入される。封入量には制限がないが、前記空間の25 ~ 45体積%を占めることが好ましい。

【0041】

本発明の転がり軸受は、上記のグリース組成物が封入されているため、高温、高速、高荷重及び振動の激しい条件下でも良好に作動し、耐久性にも優れ、更には-40という極低温でも異音が発生せず、自動車電装補機用として好適である。

【実施例】

【0042】

以下、実施例及び比較例を挙げて本発明を更に説明するが、本発明はこれにより何ら制限されるものではない。 30

【0043】

(実施例1~8、比較例1~3)

表1に示す配合にて、試験グリースを調製した。その際、第1の容器に基油の半量を入れ、そこへシクロヘキシルアミンを投入して溶解させた。また、第2の容器に基油の半量を入れ、そこへジフェニルメタン-4,4'-ジイソシアネートを投入して溶解させた。そして、第2の容器に第1の容器の内容物を加え、約70℃に加熱しながら攪拌して反応させた。その後、160℃まで昇温して反応を終了し、冷却した後、防錆剤及び酸化防止剤を添加し、ロールミルを通し、脱泡して試験グリースを得た。尚、防錆剤の配合量は合計で2質量%とし、酸化防止剤の種類、配合量は共通とした。 40

【0044】

上記の如く調製した試験グリースを用いて下記に示す(1)焼付き試験、(2)低温異音試験、(3)高温ちょう度変化試験及び(4)防錆試験を行った。結果を表1に併記する。

【0045】

(1)焼付き試験

内径 35 mm、外径 52 mm、幅 20 mmの接触ゴムシール付き複列アンギュラ玉軸受(図1参照)に、試験グリースを1 g封入して試験軸受を作製した。そして、外輪回転速度 10000 min⁻¹、軸受温度 170℃、ラジアル荷重 1960 Nの条件で連続 50

回転させ、軸受外輪温度が15℃上昇したときに焼付きと見做し、試験を終了した。結果は比較例3の焼付き寿命を1とした相対対値で示した。

【0046】

(2) 低温異音試験

内径 25 mm、外径 62 mm、幅 17 mmの接触ゴムシール付き単列深溝玉軸受に、試験グリースを3.5 g封入して試験軸受を作製した。そして、-30℃、アキシアル荷重980 Nの条件下で内輪を回転速度1800 min⁻¹で5秒回転した後3600 min⁻¹で5秒回転する操作を5回繰り返して行い、異音の発生の有無を確認した。異音が発生した場合を不合格とした。

【0047】

(3) 高温ちょう度変化試験

試験グリースを鉄板上に3 mm厚の膜状に塗布し、170℃環境下に240時間放置した。放置後に混和ちょう度を測定し、放置前の混和ちょう度と比較した。混和ちょう度の変化が±100を超える場合を不合格とした。

【0048】

(4) 防錆試験

内径 17 mm、外径 47 mm、幅 14 mmの単列深溝玉軸受に、試験グリースを2.7 g封入し、更に0.1%塩化ナトリウム水溶液を軸受内部に0.3 mL注入し、非接触シールを取り付けて試験軸受を作製した。試験軸受を回転させて試験グリース及び塩化ナトリウム水溶液を軸受内部に行き渡らせた後、60%、70% RHの環境下に3日間放置した。放置後、試験軸受を分解して、内輪軌道面を観察して錆の発生の有無を確認した。錆が発生している場合を不合格とした。

【0049】

10

20

【表 1】

表 1

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5
増ちよう剤	ジウレア (芳香+脂環)	ジウレア (脂環+脂肪)	ジウレア (脂環)	ジウレア (脂環+脂肪)	ジウレア (脂環)
増ちよう剤量、質量%	15	13	18	16	20
基油構成	PE (100) C8 n-オクチル	TE (100) C7~C9 コンプレックス	TE (100) C8 2-エチルヘキシル	TE (100) C8, C10 n-オクチル、デシル	TE (100) C7~C9 コンプレックス
芳香族エステル炭化水素基					
防錆剤	ソルビタントリオレート +アルケニルコハク酸	ナフテン酸カルジウム+ コハク酸ハーフエステル	ナフテン酸亜鉛+コハ ク酸ハーフエステル+ソ ルビタンモノオレート	コハク酸ハーフエステル +ソルビタンモノオレエー ト	ソルビタンモノオレート +ナフテン酸亜鉛
基油動粘 mm ² /s @40°C	83	53	90	48	70
混和ちよう度	No.2	No.2-No.1	No.1	No.2	No.3
基油流動点、°C	-38	-45	-40	-46	-48
高温ちよう度変化	合格	合格	合格	合格	合格
低温異音試験	合格	合格	合格	合格	合格
焼付き試験	11	10	14	7	12
防錆性試験	合格	合格	合格	合格	合格

TE:トリメリット酸エステル

ADE:アルキルジフェニルエーテル

PE:ピロメリット酸エステル

PET:ペンタエリスリトールエステル

MO:鉱油

10

20

30

40

【表 2】

表 1 (つづき)

	実施例6	実施例7	実施例8	比較例1	比較例2	比較例3
増ちょう剤	ジウレア (脂環)	ジウレア (芳香+脂肪)	ジウレア (芳香+脂環)	ジウレア (脂肪)	トリウレア (芳香族)	ジウレア (芳香族)
増ちょう剤量、質量%	18	22	15	12	24	23
基油構成	TE+ADE (30:70) C7~C9 コンプレックス	TE+PET (50:50) C10 デシル	PE (100) C8 n-オクチル	TE (100) C10 デシル	TE (100) C8, C10 n-オクチル、デシル	MO (100)
芳香族エステル炭化水素基	ソルビタントリオレエー ト+ナフテン酸亜鉛	ステアリン酸+ソル ビタンモノオレエー ト	ソルビタントリオレエー ト+アルケニルコハク 酸+トリ-(4-メチル フェニル)フオスフロ オネート	ナフテン酸亜鉛+ アルケニルコハク酸 無水物	コハク酸ハーフエス テル	ソルビタンモノオレ エー
防錆剤						
基油動粘度 mm ² /s @40°C	80	60	83	130	48	97
混和ちよう度	No.1	No.3-No.2	No.2	No.2	No.2	No.2
基油流動点、°C	-40	-35	-38	-25	-46	-25
高温ちよう度変化	合格	合格	合格	合格	不合格	不合格
低温異音試験	合格	合格	合格	不合格	合格	不合格
焼付き試験	9	7	12	10	4	1
防錆性試験	合格	合格	合格	合格	不合格	不合格

TE:トリメリット酸エステル
ADE:アルキルジフェニルエーテル
PE:ピロメリット酸エステル
PET:ペンタエリスリトールエステル
MO: 鉱油

10

20

30

40

【0051】

表 1 に示すように、本発明に従い基油を芳香族エステル油とし、更に脂環族炭化水素基

50

を有するジウレア化合物を増ちょう剤とする実施例の試験グリースは、高温での混和ちょう度の変化も少なく、高温耐久性に優れる。また、実施例の試験グリースを封入することにより、軸受の焼付き寿命を改善でき、低温での異音の発生も抑えることができ、更には防錆性も向上する。これに対し、比較例 1 のように、芳香族エステル油を含む基油を用いても、増ちょう剤に脂肪族炭化水素基を有するジウレア化合物を用いると、低温で異音が発生するようになる。また、比較例 2 のように、芳香族エステル油を含む基油を用いても、増ちょう剤に芳香族炭化水素基を有するジウレア化合物を用いると、高温耐久性に劣り、防錆性能も低下する。

【0052】

（芳香族エステル油の含有量の検証）

10

実施例 7 の試験グリースの配合に従い、トリメリット酸エステル油とペンタエリスリトールエステル油との配合比を変えた基油を用いて試験グリースを調製した。そして、試験グリースを用いて上記（1）焼付き試験を行った。

【0053】

図 2 に、トリメリット酸エステル油の含有量と焼付き寿命との関係をグラフにして示す。尚、焼付き寿命は、ペンタエリスリトールエステル油単独（100%）の対する相対値で示してある。図示されるように、トリメリット酸エステル油を 30 質量%以上の含有することにより、焼付き寿命が特に良好になることがわかる。

【0054】

（増ちょう剤配合量の検証）

20

実施例 5 の試験グリースの配合に従い、増ちょう剤の配合量を変えて試験グリースを調製した。そして、試験グリースを用いて上記（1）焼付き試験を行った。

【0055】

図 3 に、増ちょう剤の配合量と焼付き寿命との関係をグラフにして示す。尚、焼付き寿命は、比較例 3 に対する相対値で示してある。図示されるように、増ちょう剤を 5 ~ 35 質量%、特に 10 ~ 30 質量%配合することにより、焼付き寿命が良好になることがわかる。

【0056】

（基油の流動点と低温異音発生との関係）

流動点 - 55 のペンタエリスリトールエステルと流動点 - 20 のピロメリット酸エステルとを用いて流動点の異なる基油を調製し、各基油に脂環族炭化水素基を有するジウレア化合物を配合して試験グリースを調製した。尚、ジウレ化合物の配合量は一定で、混和ちょう度 No. 2 に調整した。そして、試験グリースを用いて上記（2）低温異音試験を行った。

30

【0057】

図 4 に、基油の流動点と異音発生との関係を示すが、基油の流動点が - 30 以下であると、異音が発生しないことがわかる。

【0058】

（実施例 9 ~ 13、比較例 4 ~ 9）

表 2 に示す配合にて、試験グリースを調製した。その際、第 1 の容器に基油の半量を入れ、そこへ 1 mol のジフェニルメタン - 4 , 4 - ジイソシアネートを投入して溶解させた。また、第 2 の容器に基油の半量を入れ、そこへ 2 mol の表記のモノアミン溶解させた。そして、第 2 の容器に第 1 の容器の内容物を加え、100 ~ 120 に加熱しながら攪拌して反応させ、ジウレア化合物を基油中に析出させた。その後、酸化防止剤を添加し、更に 100 ~ 120 で 10 分間攪拌した。冷却後、剥離防止剤を添加して混合し、三本ロールで均質化した。

40

【0059】

試験グリースについて、以下の測定及び試験を行った。結果を表 2 に併記する。

（5）混和ちょう度

試験グリースの混和ちょう度を J I S K 2 2 2 0 5 . 3 に準拠して測定した。

50

【 0 0 6 0 】

(6) 高温高速耐久試験

転がり軸受（日本精工（株）製呼び番号「 6 2 0 4 」）に試験グリースを 0 . 7 g 封入し、軸受外輪外径温度 1 5 0 、ラジアル荷重 6 7 N、アキシャル荷重 6 7 N の下で回転数 1 0 0 0 0 r p m にて回転させ、焼付きに至るまでの時間を計測した。

【 0 0 6 1 】

(7) 急加減速試験

電装補機の一例であるオルタネータの回転ベルトを巻き付けたプーリを支持する回転軸を内輪で支持する転がり軸受に試験グリースを封入し、プーリに対する負荷荷重 3 2 3 4 N、回転速度 0 ~ 1 8 0 0 0 r p m の条件とし、軸受内に異常剥離が生じて振動検出器の振動が設定値異常になって発電機が停止するまでの時間を計測した。 10

【 0 0 6 2 】

(8) 高速高荷重試験

転がり軸受（日本精工（株）製呼び番号「 6 2 0 4 」）に試験グリースを 1 . 8 g 封入し、室温、ラジアル荷重 3 2 3 4 N の下で回転数 1 0 0 0 0 r p m にて回転させ、焼付きに至るまでの時間を計測した。

【 0 0 6 3 】

【表 3】

表 2

実施例と比較例		実 施 例					比 較 例						
グリース組成と試験方法		9	10	11	12	13	4	5	6	7	8	9	
基油 (質量%)	芳香族エステル油*1	39	15.6	15.6	40	16	15.6	78	—	41	—	62.4	
	芳香族エステル油*2	39	62.4	62.4	40	64	62.4	—	78	41	54.6	—	
	エステル油*3	—	—	—	—	—	—	—	—	—	23.4	—	
	ポリ α オレフィン油*4	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	15.6	
増ちよう剤 (質量%)	イソシアネート	11.85	11.85	11.85	10.97	10.97	11.85	11.85	11.85	10.04	11.85	11.85	
	アミン	P-トルイジン	10.15	10.15	10.15	4.61	4.61	10.15	10.15	10.15	—	10.15	10.15
		シクロヘキシルアミン	—	—	—	4.42	4.42	—	—	—	7.96	—	—
添加剤 (質量%)	酸化防止剤*5	2	2	2	2	2	2	0	2	2	0	2	
	はく離防止剤*6	1	1	5	1	1	0	1	0	1	1	0	
試験方法	①混和ちよう度 (JIS K2220)	289	297	305	279	290	300	269	303	296	263	300	
	②高温高速耐久試験 (h)	2180	3020	3220	2360	2710	403	1540	2030	1770	790	800	
	③急加減速耐久試験 (h)	300<	300<	300<	300<	300<	220	160	300<	180	100	300<	
	④高速高荷重耐久試験 (h)	1000<	1000<	1000<	1000<	1000<	310	370	208	840	170	1000<	

*1 トリメリット酸エステル (53mm²/s、40°C)*2 トリメリット酸エステル (97mm²/s、40°C)*3 ベンタエリスリトールエステル油 (33mm²/s、40°C)*4 ポリ α オレフィン油 (30mm²/s、40°C)

*5 アルキル化ジフェニルアミン

*6 ZnDTC:バンループAZ

【0064】

表 2 に示すように、本発明に従い基油を芳香族エステル油とし、更に脂環族炭化水素基を有するジウレア化合物を増ちょう剤とし、剥離防止剤を含有する実施例の試験グリースは、高温及び高荷重下での耐久性に優れる。

【図面の簡単な説明】

【 0 0 6 5 】

【図 1】本発明の転がり軸受の一実施形態である複列アンギュラ玉軸受を示す断面図である。

【図 2】実施例で得られた、トリメリット酸エステル油の含有量と相対焼付き寿命との関係を示すグラフである。

【図 3】実施例で得られた、増ちょう剤量と相対焼付き寿命との関係を示すグラフである。

【図 4】実施例で得られた、基油流動点と低温時異音発生との関係を示すグラフである。

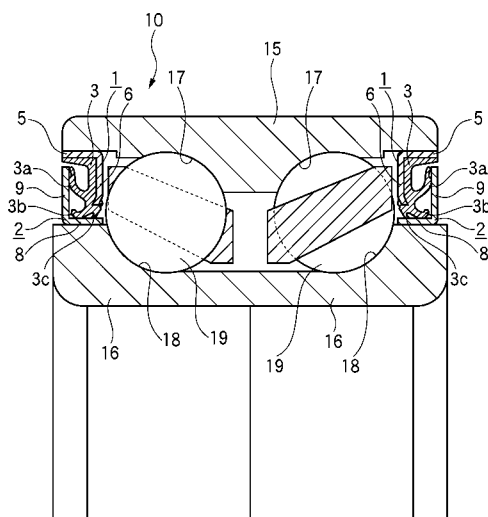
【符号の説明】

【 0 0 6 6 】

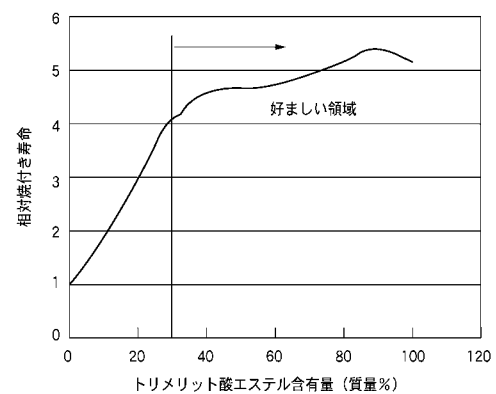
- 1 0 複列アンギュラ玉軸受
- 1 5 外輪
- 1 6 内輪
- 1 7 外輪軌道
- 1 8 内輪軌道
- 1 9 転動体（玉）

10

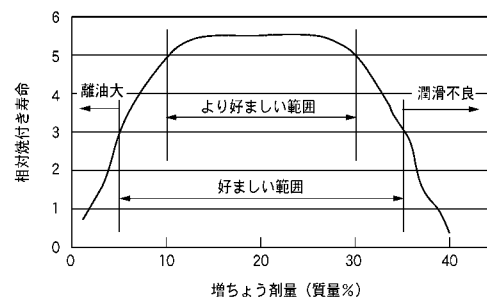
【図 1】



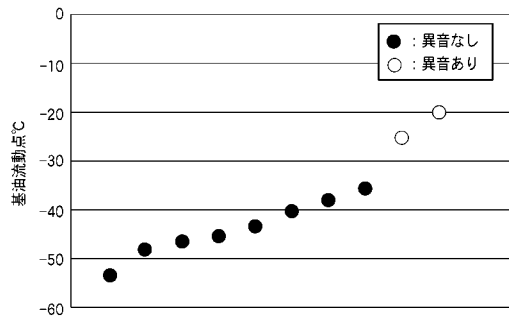
【図 2】



【図 3】



【 図 4 】



フロントページの続き

(51)Int.Cl. ⁷	F I	テーマコード(参考)
C 1 0 M 129/58	C 1 0 M 129/58	
C 1 0 M 129/76	C 1 0 M 129/76	
C 1 0 M 133/14	C 1 0 M 133/14	
F 1 6 C 19/18	F 1 6 C 19/18	
F 1 6 C 33/66	F 1 6 C 33/66	Z
// C 1 0 N 10:04	C 1 0 N 10:04	
C 1 0 N 10:06	C 1 0 N 10:06	
C 1 0 N 30:06	C 1 0 N 30:06	
C 1 0 N 30:08	C 1 0 N 30:08	
C 1 0 N 50:10	C 1 0 N 50:10	

(72)発明者 坂上 賢太郎
神奈川県藤沢市鵠沼神明一丁目5番50号 日本精工株式会社内

(72)発明者 中谷 真也
神奈川県藤沢市鵠沼神明一丁目5番50号 日本精工株式会社内

(72)発明者 藤田 安伸
神奈川県藤沢市鵠沼神明一丁目5番50号 日本精工株式会社内

(72)発明者 戸田 雄次郎
神奈川県藤沢市鵠沼神明一丁目5番50号 日本精工株式会社内

(72)発明者 山崎 雅彦
神奈川県藤沢市鵠沼神明一丁目5番50号 日本精工株式会社内

Fターム(参考) 3J101 AA02 AA32 AA43 AA54 AA62 BA80 CA32 EA63 FA33 GA01
GA24
4H104 BB17C BB18C BB26C BB33A BB35C BE08C BE13B FA02 FA03 LA03
LA04 QA18