

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表2011-524924

(P2011-524924A)

(43) 公表日 平成23年9月8日 (2011.9.8)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C 1 O M 169/00 (2006.01)	C 1 O M 169/00	4 H 1 O 4
C 1 O M 117/04 (2006.01)	C 1 O M 117/04	
C 1 O M 117/02 (2006.01)	C 1 O M 117/02	
C 1 O M 101/02 (2006.01)	C 1 O M 101/02	
C 1 O M 143/02 (2006.01)	C 1 O M 143/02	
審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 21 頁) 最終頁に続く		

(21) 出願番号	特願2011-514045 (P2011-514045)	(71) 出願人	390023685
(86) (22) 出願日	平成21年6月18日 (2009.6.18)		シェル・インターナショナル・リサーチ
(85) 翻訳文提出日	平成23年2月9日 (2011.2.9)		・マーチャツピイ・ベー・ウイ
(86) 国際出願番号	PCT/EP2009/057613		SHELL INTERNATIONAL
(87) 国際公開番号	W02009/153317		E RESEARCH MAATSCHA
(87) 国際公開日	平成21年12月23日 (2009.12.23)		PPIJ BESLOTEN VENNO
(31) 優先権主張番号	08158611.7		OTSHAP
(32) 優先日	平成20年6月19日 (2008.6.19)		オランダ国 2596 ハーエル, ザ・ハ
(33) 優先権主張国	欧州特許庁 (EP)		ーグ, カレル・ヴァン・ビラントラーン
		(74) 代理人	100093919
			弁理士 奥村 義道

最終頁に続く

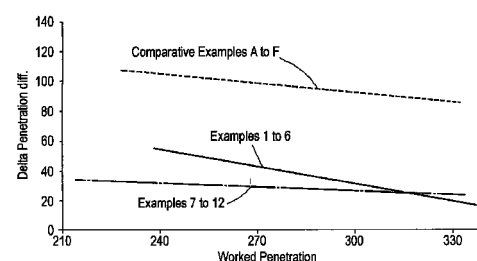
(54) 【発明の名称】 潤滑グリース組成物

## (57) 【要約】

(a) 基油と、(b) (i)  $C_{12} \sim C_{24}$  ヒドロキシカルボン酸から選ばれた第一カルボン酸のリチウム石鹸及び (ii) 分岐  $C_{12} \sim C_{24}$  カルボン酸、 $C_{12} \sim C_{24}$  ジヒドロキシカルボン酸及びそれらの混合物から選ばれた第二カルボン酸のリチウム石鹸を含む増粘剤系とを含有する潤滑グリース組成物。該組成物は離油及び剪断安定特性を向上すると共に、グリースの寿命を向上し、再潤滑間隔を増大する。

【選択図】 図 1

Fig.1



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

(a) 基油と、(b) (i)  $C_{12} \sim C_{24}$  ヒドロキシカルボン酸から選ばれた第一カルボン酸のリチウム石鹼及び(ii) 分岐  $C_{12} \sim C_{24}$  カルボン酸、 $C_{12} \sim C_{24}$  ジヒドロキシカルボン酸及びそれらの混合物から選ばれた第二カルボン酸のリチウム石鹼を含む増粘剤系とを含有する潤滑グリース組成物。

## 【請求項 2】

前記ヒドロキシカルボン酸が  $C_{16} \sim C_{20}$  ヒドロキシカルボン酸である請求項 1 に記載の潤滑グリース組成物。

## 【請求項 3】

前記ヒドロキシカルボン酸がヒドロキシステアリン酸である請求項 1 又は 2 に記載の潤滑グリース組成物。

## 【請求項 4】

前記ヒドロキシカルボン酸が 12 - ヒドロキシステアリン酸である請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 項に記載の潤滑グリース組成物。

## 【請求項 5】

前記第二カルボン酸が分岐  $C_{12} \sim C_{24}$  カルボン酸である請求項 1 ~ 4 のいずれか 1 項に記載の潤滑グリース組成物。

## 【請求項 6】

前記分岐カルボン酸が分岐  $C_{16} \sim C_{20}$  カルボン酸である請求項 1 ~ 5 のいずれか 1 項に記載の潤滑グリース組成物。

## 【請求項 7】

前記分岐カルボン酸がイソステアリン酸である請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の潤滑グリース組成物。

## 【請求項 8】

前記第一カルボン酸と第二カルボン酸とが 20 : 1 ~ 1 : 1 の重量比で存在する請求項 1 ~ 7 のいずれか 1 項に記載の潤滑グリース組成物。

## 【請求項 9】

エチレン及びオレフィンの重合体及び共重合体、並びにアクリル酸の重合体及び共重合体から選ばれた重合体を更に含有する請求項 1 ~ 8 のいずれか 1 項に記載の潤滑グリース組成物。

## 【請求項 10】

前記選ばれた重合体の分子量が 150,000 ~ 700,000 である請求項 9 に記載の潤滑グリース組成物。

## 【請求項 11】

前記基油が鉱油である請求項 1 ~ 10 のいずれか 1 項に記載の潤滑グリース組成物。

## 【請求項 12】

離油を低減するために、請求項 1 ~ 11 のいずれか 1 項に記載の潤滑グリース組成物を使用する方法。

## 【請求項 13】

剪断安定性を改良するために、請求項 1 ~ 11 のいずれか 1 項に記載の潤滑グリース組成物を使用する方法。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

発明の分野

本発明は潤滑グリース組成物、特に離油（又は離液）（oil bleeding）及び剪断安定性を向上すると共に、グリースの寿命を向上し、再潤滑間隔を増大するリチウム石鹼で増粘した潤滑グリース組成物に関する。

10

20

30

40

50

## 【背景技術】

## 【0002】

## 発明の背景

潤滑の主な目的は、互いに動く固体表面を分離して摩擦及び摩耗を低減することである。この目的で最も多く使用される材料は油及びグリースである。潤滑剤の選択は、特定の用途により殆ど決定される。

## 【0003】

潤滑グリースは、高圧が存在する所、ベアリングからの油滴落下が望ましくない所、或いは接触表面の動きが断続的でベアリング中に分離膜を維持するのが困難な所に使用される。設計の簡素化、シール要求の減少及びメンテナンスの必要性減少により、電気モーター、家庭用器具、自動車のホイールベアリング、機械器具又は航空機付属品のボール及びローラーベアリングを潤滑するには、殆どまず一般的にグリースが考えられる。グリースは小ギアの駆動の潤滑や多くの低速滑動用にも使用される。

10

## 【0004】

潤滑グリースは油のような液体潤滑剤及び増粘剤を主成分とする。グリースの配合には普通、油潤滑用に選択されるのと本質的に同じ種類の油が使用される。増粘剤としては、脂肪酸のリチウム、カルシウム、ナトリウム、アルミニウム及びバリウム石鹸が最も普通に使用されている。

## 【発明の概要】

## 【発明が解決しようとする課題】

20

## 【0005】

更なる高性能に対する要求が絶えず増大していることから、優れた潤滑特性を有し、特に離油が減少し、剪断安定性が向上し、寿命が増大したグリースを提供することが望ましい。

## 【課題を解決するための手段】

## 【0006】

本発明によれば (a) 基油と、(b) (i)  $C_{12} \sim C_{24}$  ヒドロキシカルボン酸から選ばれた第一カルボン酸のリチウム石鹸及び (ii) 分岐  $C_{12} \sim C_{24}$  カルボン酸、 $C_{12} \sim C_{24}$  ジヒドロキシカルボン酸及びそれらの混合物から選ばれた第二カルボン酸のリチウム石鹸を含む増粘剤系とを含有する潤滑グリース組成物が提供される。

30

## 【発明の効果】

## 【0007】

本発明のグリース組成物は、離油が減少し、剪断安定性が向上し、しかもグリース寿命が増大することが意外にも見出された。したがって、このグリースを採用することにより、グリースを塗布すべき機械部品に対し十分な潤滑を維持するのに必要な再塗布の数がかなり減少する。

## 【0008】

したがって、本発明は以下に説明するように、離油を低減するため、潤滑組成物を使用する方法を更に提供する。

## 【0009】

本発明によれば、以下に説明するように、剪断安定性を改良するため、潤滑組成物を使用する方法が更に提供される。

40

## 【発明を実施するための形態】

## 【0010】

## 発明の詳細な説明

本発明の潤滑グリースは必須成分として基油を含有する。本発明のグリース組成物に使用される基油については特に制限はなく、各種の従来の基油が都合良く使用できる。基油は鉱物源でも合成源でもよい。鉱物源の基油は、例えば溶剤精製又は水素化処理により製造された鉱油であってよい。合成源の基油は、 $C_{10} \sim C_{50}$  炭化水素重合体、例えば - オレフィンの液体重合体の混合物であってよい。基油は、従来のエステル、例えばポリ

50

オールエステルであってよい。基油はこれら油の混合物であってよい。好ましくは基油は、Royal Dutch / Shell 企業グループから名称“HVI”又は“MVIN”で販売されている鉱油起源のものである。合成炭化水素基油、例えば Royal Dutch / Shell 企業グループから名称“XHVI”（商標）で販売されているものも使用できる。

#### 【0011】

この潤滑組成物は、基油を、潤滑組成物の合計重量に対し30重量%以上、好ましくは50重量%以上、更に好ましくは70重量%以上含有することが好ましい。

#### 【0012】

潤滑グリース組成物は、基油の他、更に(i)  $C_{12} \sim C_{24}$  ヒドロキシカルボン酸から選ばれた第一カルボン酸のリチウム石鹸及び(ii)  $C_{12} \sim C_{24}$  分岐カルボン酸、 $C_{12} \sim C_{24}$  ジヒドロキシカルボン酸及びそれらの混合物から選ばれた第二カルボン酸のリチウム石鹸を含む増粘剤系を含有する。

10

#### 【0013】

このグリース中に存在する増粘剤系の量は、組成物に対し好ましくは2～30重量%、好ましくは5～20重量%である。

#### 【0014】

更に好ましくは前記  $C_{12} \sim C_{24}$  ヒドロキシカルボン酸のリチウム石鹸は  $C_{16} \sim C_{20}$  ヒドロキシ脂肪酸である。特に好ましいヒドロキシ脂肪酸は、ヒドロキシステアリン酸、例えば9-ヒドロキシステアリン酸、10-ヒドロキシステアリン酸又は12-ヒドロキシステアリン酸、更に好ましくは後者である。9-10位に二重結合を有する12-ヒドロキシステアリン酸の不飽和形であるリシノール酸も使用できる。他の好適なヒドロキシ脂肪酸としては12-ヒドロキシベヘン酸及び10-ヒドロキシパルミチン酸が含まれる。

20

#### 【0015】

増粘剤は、 $C_{12} \sim C_{24}$  ヒドロキシカルボン酸のリチウム石鹸の他に更に、 $C_{12} \sim C_{24}$  分岐カルボン酸、 $C_{12} \sim C_{24}$  ジヒドロキシカルボン酸及びそれらの混合物から選ばれた第二カルボン酸のリチウム石鹸を含有する。

#### 【0016】

好ましくは  $C_{12} \sim C_{24}$  分岐カルボン酸は  $C_{16} \sim C_{20}$  分岐カルボン酸である。特に好ましい分岐カルボン酸はイソステアリン酸である。

30

好ましくは  $C_{12} \sim C_{24}$  ジヒドロキシカルボン酸は  $C_{16} \sim C_{20}$  ジヒドロキシカルボン酸である。特に好ましいジヒドロキシカルボン酸はジヒドロキシステアリン酸、例えば9, 10-ジヒドロキシステアリン酸である。

#### 【0017】

ここで好ましい実施態様では、第二カルボン酸は  $C_{12} \sim C_{24}$  分岐カルボン酸、特にイソステアリン酸である。

理論により制限されることを望むものではないが、第二カルボン酸は、優れた潤滑特性を示すグリースを付与するため、 $C_{12} \sim C_{24}$  ヒドロキシカルボン酸の結晶化を改変するものと考えられる。

40

#### 【0018】

第一カルボン酸と第二カルボン酸とは20:1～1:1、好ましくは10:1～1:1、更に好ましくは8:1～3:1の重量比で存在する。

#### 【0019】

ここでグリース組成物中の他の成分は重合体である。いずれの好適な重合体も使用できるが、好ましくは基油に溶解し又は溶解できるものである。ここで使用される好ましい重合体は、鉱油に容易に溶解するものである。

#### 【0020】

ここで使用される好適な重合体としては、エチレン及びオレフィンの重合体及び共重合体が含まれる。このような重合体の例としては、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリブ

50

テン、ポリイソブチレン、EPDM（エチレン・プロピレン・ジエンエラストマー）等が含まれる。アクリル酸の重合体及び共重合体もここで使用するのに好適である。ここで使用される特に好ましい重合体はエチレン及びオレフィンの重合体及び共重合体、特にポリエチレン及びEPDMである。

#### 【0021】

EPDM重合体の例はDuPont Dow Elastomers S.A.から市販されているNordel NR245である。ポリアクリレート重合体の例は、BASF株式会社、Ludwigshafen、ドイツから市販されているLuwax EAS 5及びLuwax ES 91014である。ポリエチレン型重合体の例は、Equistar Chemicals LP、米国テキサス州ヒューストンから市販されているPethene NA 204-000及びUltrapolymers Deutschland GmbHから市販されているLupolene PELD 1800Sである。

10

#### 【0022】

ここで使用される重合体の分子量は、150,000～700,000の範囲が好ましく、更に好ましくは150,000～500,000の範囲である。

#### 【0023】

重合体は、好ましくは組成物に対し約0.01～約10重量%、好ましくは約0.1～約5重量%、更に好ましくは約0.1～約2重量%の量で存在する。

20

#### 【0024】

本発明の潤滑組成物には、グリースに特定の所望特性、例えば酸化安定性、粘稠性、極圧特性及び腐食防止性を付与するため、各種従来のグリース添加剤を、通常この利用分野で使用される量で取込んでよい。好適な添加剤としては、1種以上の極圧/摩耗防止剤、例えばジアルキル又はジアリールジチオリン酸亜鉛のような亜鉛塩、ボレート（borate）、置換チアジアゾール、例えばジアルコキシアミンと置換有機ホスフェートとの反応により作製した高分子窒素/燐化合物、アミンホスフェート、天然又は合成源の硫化マッコウグジュラ油、硫化ラード、硫化エステル、硫化脂肪酸エステル、及び類似の硫化材料、オルガノホスフェート、例えば式 $(OR)_3P=O$ （但し、Rはアルキル、アリール又はアラルキル基）、及びトリフェニルフォスフォロチオネート；アルキルサリチル酸又はアルキルアリールスルホン酸カルシウム又はマグネシウムのような1種以上の過剰塩基金属含有洗浄剤；ポリイソブチレン無水琥珀酸とアミン又はエステルとの反応生成物のような1種以上の無灰分分散剤；ヒンダードフェノール又はアミン、例えばフェニル-ナフチルアミンのような1種以上の酸化防止剤；1種以上の錆防止剤；1種以上の摩擦改良剤；1種以上の粘度指数向上剤；1種以上の流動点降下剤；及び1種以上の粘着剤が含まれる。グラファイト、微粉碎二硫化モリブデン、タルク、金属粉、及びポリエチレンワックスのような各種重合体も特殊な特性を付与するために添加してよい。

30

#### 【0025】

摩擦レベルを低減するため、当業者は有機モリブデンをベースとする配合物を使用することに心がけてきたし、またこのような潤滑組成物の特許文献に多数の提案がなされている。

40

本発明を以下の実施例を参照して説明する。

#### 【実施例】

#### 【0026】

下記手順に従って実施例及び比較例の潤滑グリースを製造した。

基油の50%を、12-ヒドロキシステアリン酸、イソステアリン酸（存在すれば）及び水酸化リチウム-水和物及び水100mlと一緒にオートクレーブに装入した。オートクレーブを閉じ、145℃に加熱した。通気温度に達した後、通気バルブを開き、水蒸気を30分間開放した。水蒸気圧が0パールになった時、通気バルブを開けたまま、215℃の温度まで加熱を開始した。215℃の温度に達した後、オートクレーブを、1分/分のジャケット冷却により165℃に達するまで冷却した。165℃に達した後、基油の残

50

り 50 % を、溶解した重合体（存在すれば）と一緒に、この容器に装入した。次いで、生成物を 80 に冷却し、添加剤を全て容器に装入した。次いで、生成物を 3 本ロールミルで均質化した。

【0027】

比較例 A ~ F

比較グリース A ~ F の配合物を下記表 1 に示す。

【0028】

【表 1】

	A/重量%	B/重量%	C/重量%	D/重量%	E/重量%	F/重量%
HVI 170 <sup>1</sup>	85.67	87.46	89.03	90.40	91.60	92.65
12- ヒドロキシステアリン酸	12.50	10.94	9.57	8.37	7.33	6.41
LiOH 一水和物	1.83	1.60	1.40	1.23	1.07	0.94

10

1. Shell Oil Company から市販されている、40 での粘度が 110  $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$  で粘度指数が 95 の鉱油

【0029】

20

実施例 1 ~ 6

本発明による実施例 1 ~ 6 の配合物を下記表 2 に示す。

【0030】

【表 2】

	1/重量%	2/重量%	3/重量%	4/重量%	5/重量%	6/重量%
HVI 170 <sup>1</sup>	84.79	86.68	88.35	89.81	91.09	92.19
12- ヒドロキシステアリン酸	10.60	9.28	8.12	7.10	6.21	5.44
LiOH 一水和物	1.96	1.72	1.50	1.31	1.15	1.01
イソステアリン酸	2.65	2.32	2.03	1.78	1.55	1.36

30

1. Shell Oil Company から市販されている、40 での粘度が 110  $\text{m}^2 \text{s}^{-1}$  で粘度指数が 95 の鉱油

【0031】

実施例 7 ~ 12

本発明による実施例 7 ~ 12 の配合物を下記表 3 に示す。

【0032】

【表 3】

	7/重量%	8/重量%	9/重量%	10/重量%	11/重量%	12/重量%
HVI 170 <sup>1</sup>	82.14	84.36	86.32	88.03	89.54	90.83
12- ヒドロキシステアリン酸	10.60	9.28	8.12	7.10	6.21	5.44
LiOH 一水和物	1.96	1.72	1.50	1.31	1.15	1.01
イソステアリン酸	2.65	2.32	2.03	1.78	1.55	1.36
Lupolene PE LD 1800S <sup>2</sup>	2.65	2.32	2.03	1.78	1.55	1.36

40

50

1. Shell Oil Company から市販されている、40 での粘度が  $110 \text{ m}^2 \text{ s}^{-1}$  で粘度指数が 95 の鉱油

2. Ultrapolymers Deutschland GmbH から市販されているポリエチレン重合体

【0033】

潤滑特性の測定

各種異なる潤滑特性を測定するため、実施例 1 ~ 12 及び比較例 A ~ F のグリースについて各種標準試験法を行なった。使用した各種試験法は以下の通りである。

【0034】

DIN ISO 2137 を用いて未混和稠度を測定した。DIN ISO 2137 10  
を用いて混和稠度を測定した。

ISO 2137 / ASTM - D 1831 を用いて、ロール試験 (rolltest) 後の混和稠度を測定した。

ISO 2137 / ASTM - D 1831 を用いて混和稠度差を測定した。

DIN 51817 を用いて離油を測定した。

DIN 58397 - 2 を用いて拡がり (spreading) 挙動を測定した。

【0035】

圧力下の油分離及び圧力下の石鹸層厚さを測定するために使用した試験法は、Wil- 20  
ly Vogel AG, ベルリン, ドイツからの “Fettl - Testgerat FTG 2 nach Vogel / Marawe” Profgerat fur die  
Ertmittlung der Olauscheidung bel Fettschmierstoffen unter Druckbelastung “ mit dem Nachweis der Eindickeraushartung ” と題する操作便覧に見出される。装置及び試験法は下記 2 つの文献にも記載されている。Tribologie und Schmierungstechnik, 41. Jahrgang, 4 / 1994, pp. 209 - 212 及び Tribologie und Schmierungstechnik, 42. Jahrgang, 6 / 1995, pp. 306 - 310.

【0036】

これらの測定の結果を下記表 4、5、6 に示す。 30

【0037】

【表 4】

表 4 (比較例 A～F の結果)

	A	B	C	D	E	F
未混和稠度 (0.1mm) <sup>3</sup>	217	239	262	288	314	329
混和稠度 (0.1mm) <sup>3</sup>	228	245	266	288	313	332
ロール試験後の 混和稠度 (0.1mm) <sup>4</sup>	332	352	343	409	387	415
ロール試験後の 混和稠度差 (0.1mm) <sup>4</sup>	104	107	77	121	74	83
離油 (重量%) <sup>5</sup>	0.5	1.0	1.5	2.8	4.9	6.6
離油 (重量%) <sup>6</sup>	0.7	1.5	2.7	6.3	11.6	15.8
離油 (重量%) <sup>7</sup>	4.7	7.1	11.6	17.8	25.3	31.7
離油 (重量%) <sup>8</sup>	7.8	12.7	20.3	29.9	38.1	44.9
拡がり挙動 (時間) <sup>9</sup>	2.80	2.30	1.89	1.56	1.52	1.53
圧力下の油分離 (mm <sup>3</sup> )	1189	1391	1475	1696	1836	2061
圧力下の石鹸層 厚さ (mm)	3.25	3.33	2.91	2.97	2.52	2.57

10

20

30

3.25 で測定

4.80 で50時間行なう。

5.40 で18時間行なう。

6.40 で7日間行なう。

7.120 で18時間行なう。

8.120 で7日間行なう。

9.40 で行なう。

【0038】

40



【表 5】

表 5 (実施例 1 ～ 6 の結果)

	1	2	3	4	5	6
未混和稠度 (0.1mm) <sup>3</sup>	227	253	267	288	313	330
混和稠度 (0.1mm) <sup>3</sup>	238	261	279	303	325	340
ロール試験後の 混和稠度 (0.1mm) <sup>4</sup>	285	307	335	343	335	365
ロール試験後の 混和稠度差 (0.1mm) <sup>4</sup>	47	46	56	40	10	25
離油 (重量%) <sup>5</sup>	0.3	0.5	0.8	1.4	2.1	3.3
離油 (重量%) <sup>6</sup>	0.2	0.8	1.9	3.9	6.6	10.4
離油 (重量%) <sup>7</sup>	3.6	5.4	8.1	11.5	14.6	20.5
離油 (重量%) <sup>8</sup>	11.0	16.8	23.3	30.6	38.0	44.8
拡がり挙動 (時間) <sup>9</sup>	4.81	3.75	3.15	2.66	2.22	1.91
圧力下の油分離 (mm <sup>3</sup> )	508	532	591	643	742	859
圧力下の石鹸層 厚さ (mm)	0.81	0.73	0.72	0.64	0.59	0.54

10

20

30

3 . 2 5    で測定

4 . 8 0    で 5 0 時間行なう。

5 . 4 0    で 1 8 時間行なう。

6 . 4 0    で 7 日間行なう。

7 . 1 2 0    で 1 8 時間行なう。

8 . 1 2 0    で 7 日間行なう。

9 . 4 0    で行なう。

【 0 0 3 9 】

40

【表 6】

表 6 (実施例 7 ~ 12 の結果)

	7	8	9	10	11	12
未混和稠度 (0.1mm) <sup>3</sup>	196	218	250	281	301	323
混和稠度 (0.1mm) <sup>3</sup>	214	239	263	291	316	334
ロール試験後の 混和稠度 (0.1mm) <sup>4</sup>	240	273	305	323	343	359
ロール試験後の 混和稠度差 (0.1mm) <sup>4</sup>	26	34	42	32	27	25
離油 (重量%) <sup>5</sup>	0.1	0.2	0.3	0.9	1.5	2.2
離油 (重量%) <sup>6</sup>	0.1	0.2	0.6	2.7	4.7	6.9
離油 (重量%) <sup>7</sup>	1.8	3.2	4.8	7.8	10.8	14.1
離油 (重量%) <sup>8</sup>	6.4	11.5	16.3	26.3	33.7	39.5
拡がり挙動 (時間) <sup>9</sup>	7.37	5.29	3.86	3.10	2.57	2.28
圧力下の油分離 (mm)	361	434	488	519	578	645
圧力下の石鹸層 厚さ (mm)	0.95	0.84	0.81	0.72	0.60	0.52

10

20

30

3. 25 で測定

4. 80 で50時間行なう。

5. 40 で18時間行なう。

6. 40 で7日間行なう。

7. 120 で18時間行なう。

8. 120 で7日間行なう。

9. 40 で行なう。

【0040】

40

表 4、5、6 の結果を図 1 ~ 6 に図示する。各図において、x 軸は混和稠度である。混和稠度が高いほど、グリースは柔らかい。グラフの各線は、各指定グリースについてのデータ点の回帰線である。各図には、3つの回帰線、即ち、比較例 A ~ F についての回帰線、実施例 1 ~ 6 についての回帰線及び実施例 7 ~ 12 についての回帰線が示される。

【図面の簡単な説明】

【0041】

【図 1】試験した各グリースについての混和稠度 (x 軸) に対してロール試験後の混和稠度差 (y 軸) をプロットした図で、試験したグリース配合物の剪断安定性を示す。

【0042】

【図 2】試験した各グリースについての混和稠度 (x 軸) に対して離油 % (40 で7日

50

間測定) (y 軸) をプロットした図である。

【図 3】前記混和稠度 (x 軸) に対して離油 % (120 で 7 日間測定) (y 軸) をプロットした図である。

【0043】

【図 4】前記混和稠度 (x 軸) に対して油拡がり (時間) (y 軸) をプロットした図である。

【図 5】前記混和稠度 (x 軸) に対して圧力下の油分離 (y 軸) をプロットした図である。

【図 6】前記混和稠度 (x 軸) に対して圧力下の石鹸層厚さ (mm) (y 軸) をプロットした図である。

10

【0044】

#### 検討結果

表 4 ~ 6 のデータ及び図 1 ~ 6 から、本発明のグリース (イソステアリン酸及び 12 - ヒドロキシステアリン酸のリチウム塩を含む) は、従来のグリース (12 - ヒドロキシステアリン酸のリチウム塩を含むが、イソステアリン酸のリチウム塩を含まない) に比べて、潤滑特性、特に剪断安定性、離油、油拡がり及び油分離特性が向上したことが判る。また図 1 ~ 6 から、イソステアリン酸及び 12 - ヒドロキシステアリン酸のリチウム塩を含む増粘剤系の他に、少量の重合体を含むグリースは、イソステアリン酸及び 12 - ヒドロキシステアリン酸のリチウム塩を含むが、重合体を含まないグリースに比べて一般に潤滑特性が向上 (剪断安定性が向上し、離油が減少し、油拡がりが向上し、油分離が減少) したことが判る。

20

【先行技術文献】

【特許文献】

【0045】

【特許文献 1】米国特許第 3, 026, 568 号

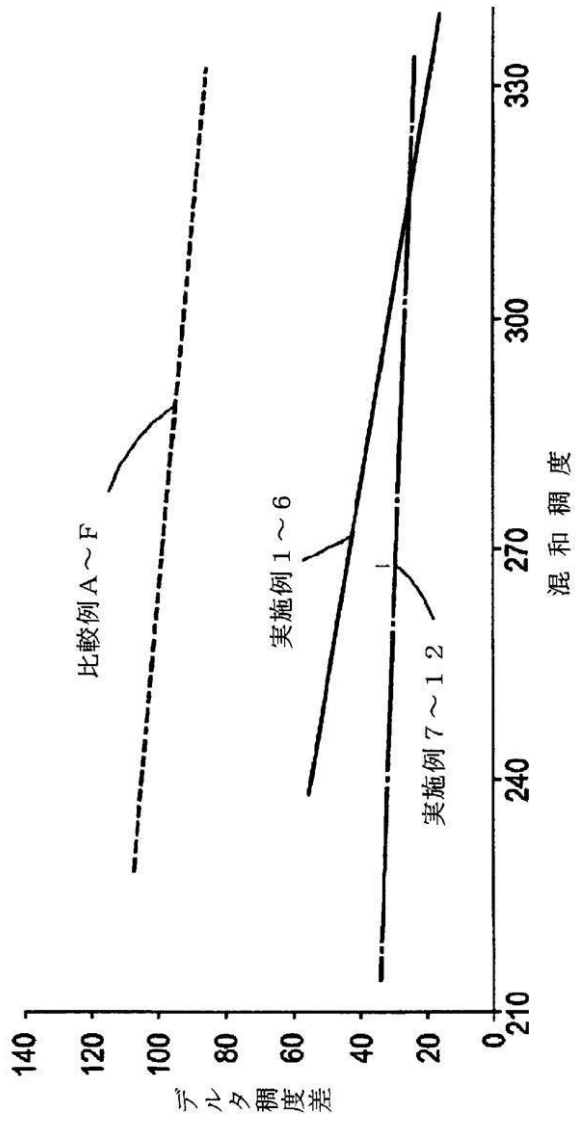
【特許文献 2】米国特許第 5, 254, 385 号

【特許文献 3】EP 1361256

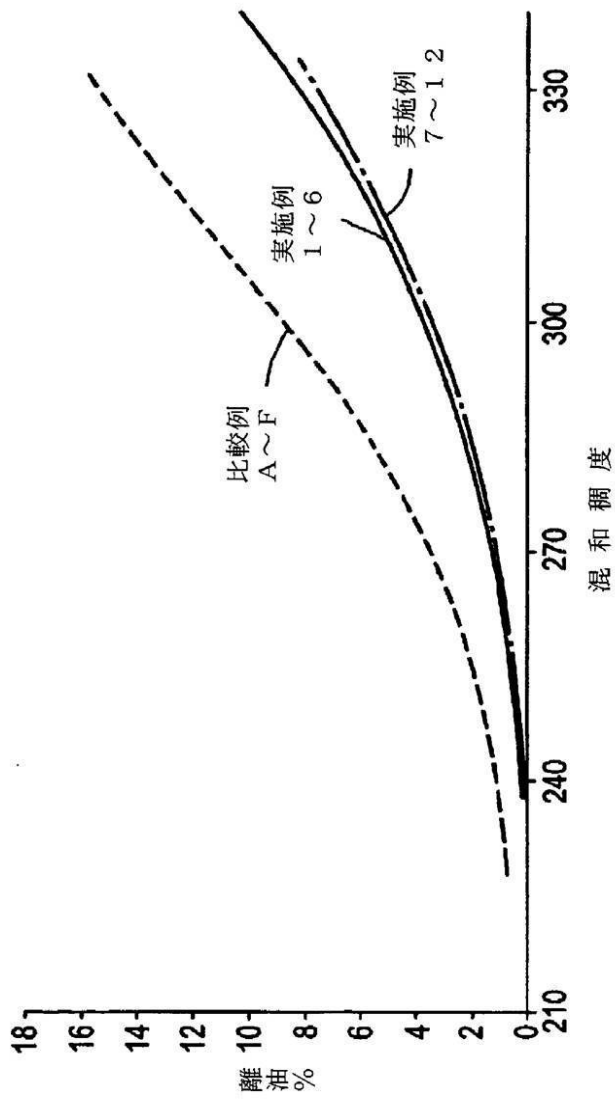
【特許文献 4】US 2008 / 0015288

【特許文献 5】EP 179510

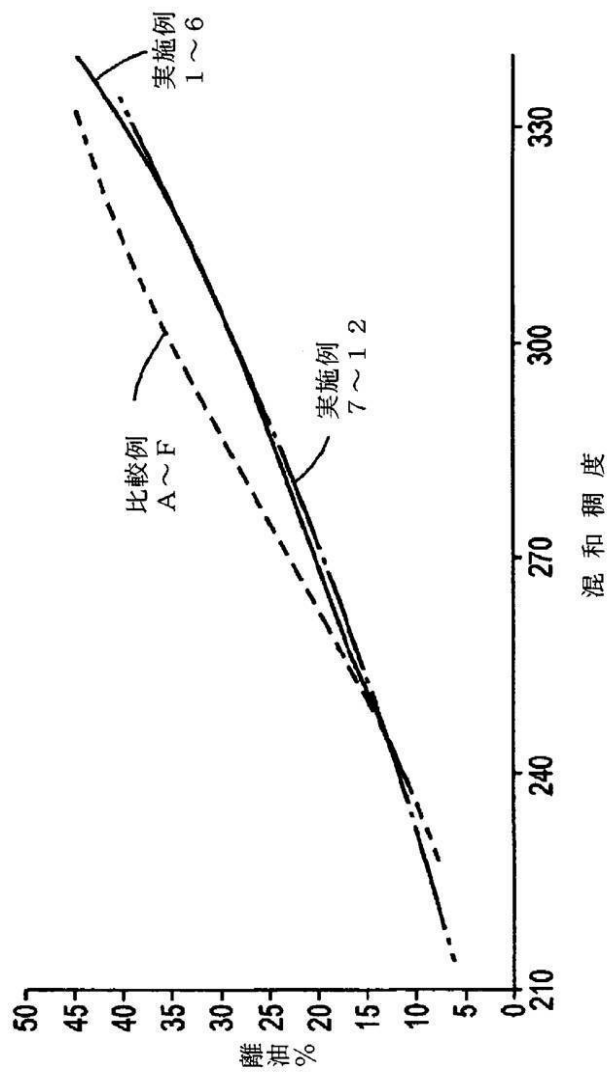
【図 1】



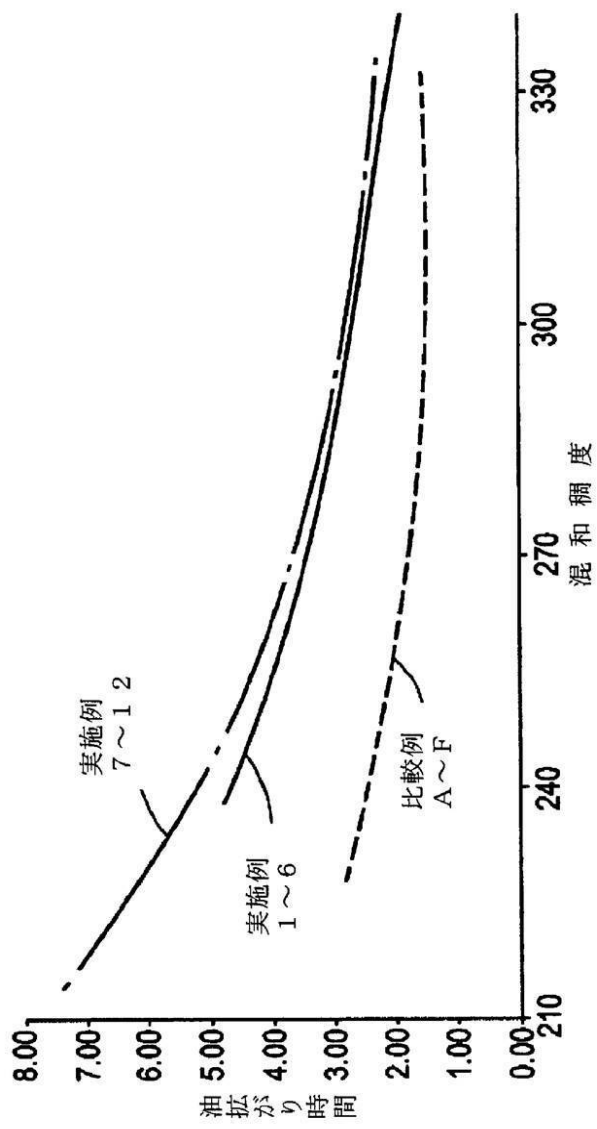
【 図 2 】



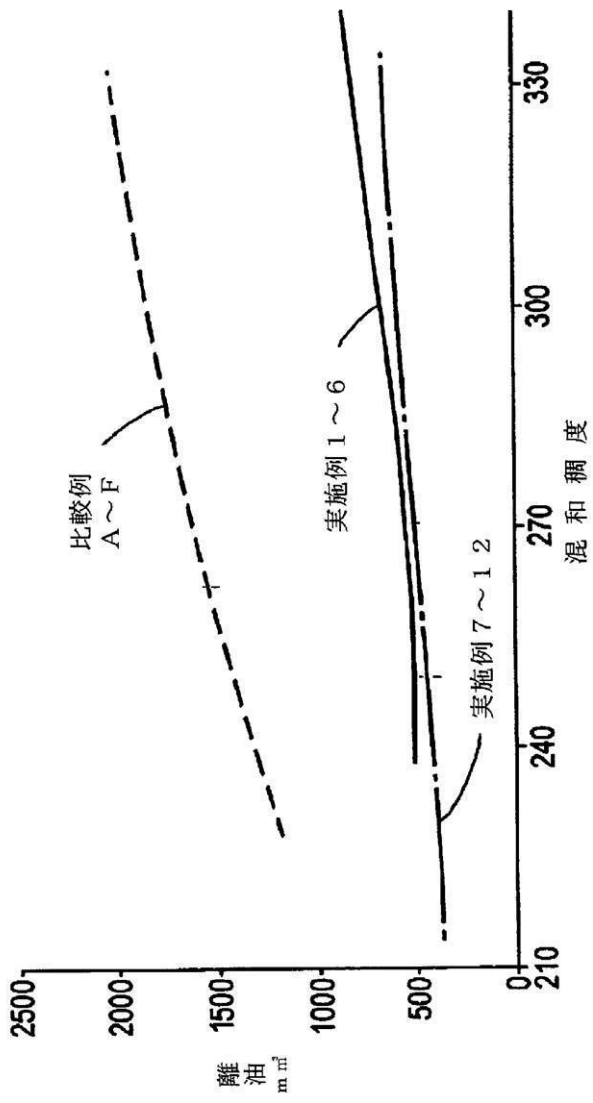
【図 3】



【図 4】

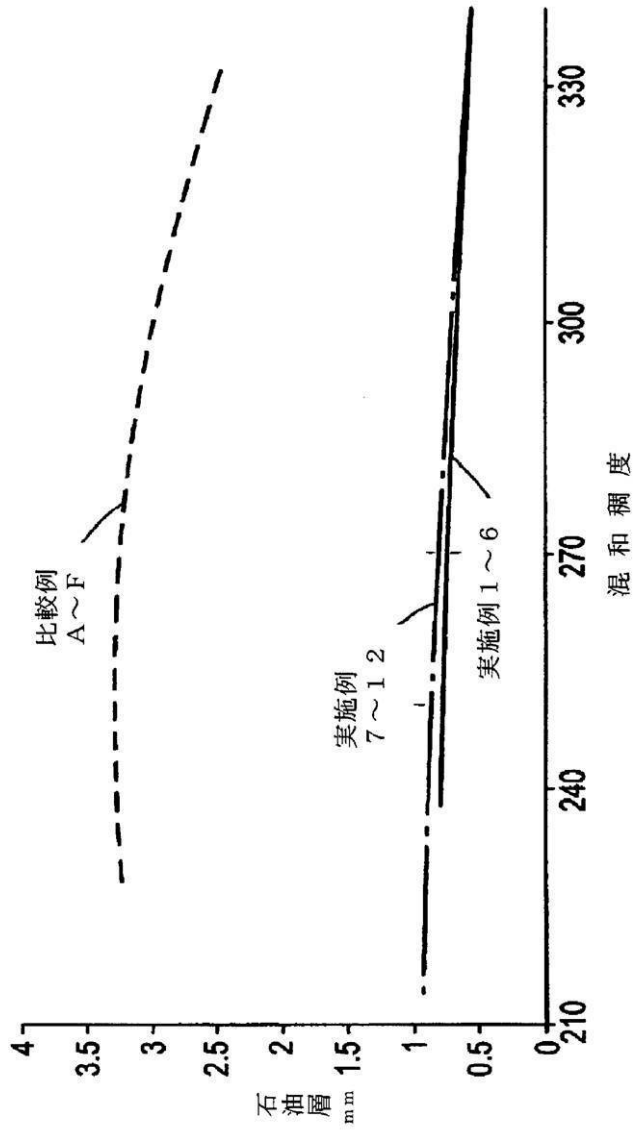


【図 5】





【図 6】



## 【国際調査報告】

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No  
PCT/EP2009/057613

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

INV. C10M123/04 C10M117/04 C10M123/02  
ADD. C10N10/02 C10N50/10

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)  
C10M

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

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

EPO-Internal, WPI Data

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	DATABASE WPI Week 198436 Thomson Scientific, London, GB; AN 1984-222721 XP002495573 & JP 59 131698 A (NIPPON KOYU KK) 28 July 1984 (1984-07-28)	1-8, 11-13
Y	abstract	9,10
X	EP 1 666 574 A (SKF AB [SE]) 7 June 2006 (2006-06-07) paragraph [0026]	1-7
	----- -/-	

☒ 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 document 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.

\*G\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

3 August 2009

Date of mailing of the international search report

15/09/2009

Name and mailing address of the ISA/

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040,  
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Pöllmann, Klaus

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No

PCT/EP2009/057613

## C(Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	SCHARF C R ET AL: "THE ENHANCEMENT OF GREASE STRUCTURE THROUGH THE USE OF FUNCTIONALIZED POLYMER SYSTEMS" NLGI SPOKESMAN, KANSAS CITY, MO, US, vol. 59, no. 11, 1 October 1995 (1995-10-01), pages 8-16, XP009047208 ISSN: 0027-6782 page 15, column 2, line 5 - line 15; tables 2-4 page 10 - page 11 -----	9,10
Y	EP 0 629 689 A (EXXON RESEARCH ENGINEERING CO [US] EXXON RESEARCH ENGINEERING CO) 21 December 1994 (1994-12-21) claims 1,3,5; examples 1-4; tables 1-5 -----	9,10
A	EP 0 218 208 A (TEXACO SERVICES DEUTSCHLAND GM [DE]) 15 April 1987 (1987-04-15) claim 1; examples 1-8 -----	
A	GB 767 448 A (EXXON RESEARCH ENGINEERING CO) 6 February 1957 (1957-02-06) claim 1; examples f,g,h,i,k -----	

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

Information on patent family members

International application No

PCT/EP2009/057613

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
JP 59131698	A	28-07-1984	JP 1397058 C JP 62001679 B	24-08-1987 14-01-1987
EP 1666574	A	07-06-2006	CN 101072854 A WO 2006058636 A2	14-11-2007 08-06-2006
EP 0629689	A	21-12-1994	CA 2124497 A1 FI 942724 A JP 7011276 A NO 942146 A	11-12-1994 11-12-1994 13-01-1995 12-12-1994
EP 0218208	A	15-04-1987	BR 8604829 A DE 3535713 C1 JP 1018120 B JP 1532614 C JP 62086095 A US 4737299 A	07-07-1987 02-04-1987 04-04-1989 24-11-1989 20-04-1987 12-04-1988
GB 767448	A	06-02-1957	NONE	

## フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I		テーマコード (参考)	
C 1 0 N	10/02	(2006.01)	C 1 0 N	10:02	
C 1 0 N	20/00	(2006.01)	C 1 0 N	20:00	Z
C 1 0 N	20/04	(2006.01)	C 1 0 N	20:04	
C 1 0 N	50/10	(2006.01)	C 1 0 N	50:10	

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(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, SE, SI, SK, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW

(72)発明者 ステファン・ダーグリング

ドイツ連邦共和国 2 1 1 0 7 ハンブルグ ヘーヘ - シャール - シュトラッセ 3 4 / 3 6

F ターム(参考) 4H104 BB17B BB19B CA02C DA02A EA03C EA30Z FA01 LA03 LA20 PA01

QA18