

(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
2019年3月7日(07.03.2019)



(10) 国際公開番号

WO 2019/044624 A1

(51) 国際特許分類:

C10M 115/08 (2006.01) *C10N 30/10* (2006.01)
C10M 129/10 (2006.01) *C10N 30/12* (2006.01)
C10M 129/74 (2006.01) *C10N 40/02* (2006.01)
C10M 133/04 (2006.01) *C10N 40/04* (2006.01)
C10N 20/02 (2006.01) *C10N 50/10* (2006.01)
C10N 20/06 (2006.01)

DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, 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, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(21) 国際出願番号: PCT/JP2018/030988

(22) 国際出願日: 2018年8月22日(22.08.2018)

(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 2017-167588 2017年8月31日(31.08.2017) JP

(71) 出願人: 出光興産株式会社(IDEMITSU KOSAN CO.,LTD.) [JP/JP]; 〒1008321 東京都千代田区丸の内三丁目1番1号 Tokyo (JP).

(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).

(72) 発明者: 渡邊 剛(WATANABE, Go); 〒2990107 千葉県市原市姉崎海岸24番地4 Chiba (JP).
宍倉 昭弘(SHISHIKURA, Akihiro); 〒2990107 千葉県市原市姉崎海岸24番地4 Chiba (JP).
古賀 麻未(KOGA, Asami); 〒2990107 千葉県市原市姉崎海岸24番地4 Chiba (JP).

添付公開書類:
一 国際調査報告(条約第21条(3))

(74) 代理人: 平澤 賢一, 外(HIRASAWA, Kenichi et al.); 〒1050001 東京都港区虎ノ門三丁目25番2号 虎ノ門E Sビル7階 特許業務法人大谷特許事務所 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,

(54) Title: GREASE COMPOSITION

(54) 発明の名称: グリース組成物

(57) Abstract: A grease composition containing a base oil (A), a urea-based thickener (B), an antioxidant (C), and a rust inhibitor (D), wherein the maximum frequency peak in the particle size distribution curve on a volume basis obtained by measuring the light scattering particle size of particles containing the urea-based thickener (B) in the grease composition satisfies requirements (I) and (II). · Requirement (I): the particle diameter at the maximum frequency peak is 1.0 μm or less. · Requirement (II): the half width of the peak is 1.0 μm or less.

(57) 要約: 基油(A)、ウレア系増ちょう剤(B)、酸化防止剤(C)、及び防錆剤(D)を含有するグリース組成物であって、前記グリース組成物中のウレア系増ちょう剤(B)を含む粒子の光散乱粒子径測定による体積基準での粒子径分布曲線において、最大頻度となるピークが、下記要件(I)及び(II)を満たす、グリース組成物。・要件(I): 前記ピークの最大頻度となる粒子径が1.0 μm以下である。・要件(II): 前記ピークの半値幅が1.0 μm以下である。

WO 2019/044624 A1

明 細 書

発明の名称： グリース組成物

技術分野

[0001] 本発明は、グリース組成物に関する。

背景技術

[0002] グリースは、潤滑油に比べて封止が容易であり、適用される機械の小型化や軽量化ができる等の理由から、自動車や各種産業機械の種々の摺動部分の潤滑のために広く使用されている。

グリースは、主に基油及び増ちょう剤から構成される。グリースの固体的な性質は、増ちょう剤によって付与され、グリースの性能は、使用する増ちょう剤によって大きく変わる。

例えば、ウレア系増ちょう剤を用いたウレア系グリースは、高温下での潤滑寿命が長く、酸化安定性、耐熱性、耐水性に優れる特徴がある。

[0003] また、グリースには、所望の特性を向上させる目的で、基油及び増ちょう剤と共に、各種添加剤が配合される場合が多い。

例えば、特許文献1には、自動車や鉄道等に組み込まれる車両用ハブユニット軸受に用いられるグリース組成物として、鉱油及び合成油の少なくとも一種からなる基油に、増ちょう剤として芳香族ウレア、並びに、特定の3種の防錆剤を配合してなる耐水性グリース組成物が開示されている。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：特開2008-13624号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] ところで、ウレア系グリースには、耐摩耗性や摩擦低減特性の更なる向上が求められている。

しかしながら、本発明者らの検討によれば、ウレア系グリースに、酸化安

定性を向上させる目的で、酸化防止剤や防錆剤を配合してグリース組成物とした際に、当該グリース組成物の耐摩耗性や摩擦特性が低下してしまう場合があることが分かった。

なお、特許文献1では、酸化防止剤や防錆剤を配合したことに伴う、ウレア系グリース組成物の耐摩耗性や摩擦特性の低下という問題点についての検討は行われていない。

[0006] 本発明は、上記問題点を解決するためになされたものであって、酸化安定性、耐摩耗性、及び摩擦特性に優れたウレア系グリース組成物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

[0007] 本発明者らは、基油、ウレア系増ちょう剤、酸化防止剤、及び防錆剤を含むグリース組成物において、当該グリース組成物中のウレア系増ちょう剤を含む粒子の粒子径分布に着目した。

そして、当該粒子径分布の最大頻度となるピークにおける粒子径と半値幅とが所定の範囲となるように調整したグリース組成物が、上記の課題を解決し得ることを見出し、本発明を完成させた。

[0008] すなわち、本発明は、下記〔1〕に関する。

〔1〕基油（A）、ウレア系増ちょう剤（B）、酸化防止剤（C）、及び防錆剤（D）を含有するグリース組成物であって、

前記グリース組成物中のウレア系増ちょう剤（B）を含む粒子の光散乱粒子径測定による体積基準での粒子径分布曲線において、最大頻度となるピークが、下記要件（I）及び（II）を満たす、グリース組成物。

・要件（I）：前記ピークの最大頻度となる粒子径が $1.0\mu\text{m}$ 以下である。

・要件（II）：前記ピークの半値幅が $1.0\mu\text{m}$ 以下である。

発明の効果

[0009] 本発明のグリース組成物は、優れた酸化安定性、耐摩耗性、及び摩擦特性を有する。

図面の簡単な説明

- [0010] [図1]本発明の一態様で使用し得る、グリース製造装置の断面模式図である。
- [図2]図1のグリース製造装置の攪拌部の水平方向の断面模式図である。
- [図3]比較例1で使用した、グリース製造装置の断面模式図である。
- [図4]実施例1で製造したグリース組成物中のウレア系増ちょう剤(B)を含む粒子の光散乱粒子径測定による体積基準での粒子径分布曲線である。
- [図5]比較例1で製造したグリース組成物中のウレア系増ちょう剤(B)を含む粒子の光散乱粒子径測定による体積基準での粒子径分布曲線である。

発明を実施するための形態

- [0011] 本発明のグリース組成物は、基油(A)、ウレア系増ちょう剤(B)、酸化防止剤(C)、及び防錆剤(D)を含有する。以降の説明では、基油(A)、ウレア系増ちょう剤(B)、酸化防止剤(C)、及び防錆剤(D)を、それぞれ成分(A)、成分(B)、成分(C)、及び成分(D)ともいう。

また、本発明の一態様のグリース組成物は、本発明の効果を損なわない範囲で、成分(A)～(D)以外の添加剤を含有していてもよい。

- [0012] 本発明の一態様のグリース組成物において、上述の成分(A)、(B)、(C)、及び(D)の合計含有量は、当該グリース組成物の全量(100質量%)基準で、好ましくは60～100質量%、より好ましくは70～100質量%、更に好ましくは80～100質量%、より更に好ましくは90～100質量%である。

- [0013] ところで、本発明のグリース組成物は、ウレア系増ちょう剤(B)を含む粒子の光散乱粒子径測定による体積基準での粒子径分布曲線において、最大頻度となるピークが、下記要件(I)及び(II)を満たす。

- ・要件(I)：前記ピークの最大頻度となる粒子径が $1.0\mu\text{m}$ 以下である。
- ・要件(II)：前記ピークの半値幅が $1.0\mu\text{m}$ 以下である。

- [0014] 要件(I)及び(II)では、基油(A)及びウレア系増ちょう剤(B)と共に、酸化防止剤(C)及び防錆剤(D)等の添加剤が配合されたグリース

組成物中のウレア系増ちょう剤（B）の凝集の状態を示したパラメータともいえる。

なお、ここで測定対象となる「ウレア系増ちょう剤（B）を含む粒子」とは、ウレア系増ちょう剤（B）が凝集してなる粒子を指すが、ウレア系増ちょう剤（B）と共に、酸化防止剤（C）や防錆剤（D）等の添加剤も凝集して組み込まれた粒子も含まれる。

一方で、ウレア系増ちょう剤（B）は含まず、酸化防止剤（C）や防錆剤（D）等の添加剤のみからなる凝集体は、上記の「ウレア系増ちょう剤（B）を含む粒子」からは除外される。ここで、「除外される」とは、酸化防止剤（C）や防錆剤（D）等の添加剤のみからなる凝集体が「ウレア系増ちょう剤（B）を含む粒子」と比較して非常に少ないため、光散乱粒子径測定ではほとんど検出されず、仮に検出されたとしても無視できるレベルであることを意味する。

[0015] 本発明者らの検討によれば、上述のとおり、酸化防止剤（C）や防錆剤（D）等の添加剤を配合した際に、グリース組成物の耐摩耗性や摩擦特性が低下してしまう場合があることが分かった。

本発明者らは、この弊害が生じる原因について検討した結果、ウレア系増ちょう剤（B）を含むグリース組成物中に、酸化防止剤（C）や防錆剤（D）等の添加剤が配合され、混合している過程において、ウレア系増ちょう剤（B）が凝集して、ミセル粒子（いわゆる「ダマ」）が形成されてしまうことで、耐摩耗性や摩擦特性が低下してしまうのではないかと推測した。

そして、本発明者らは、酸化防止剤（C）や防錆剤（D）等の添加剤も含むグリース組成物におけるウレア系増ちょう剤（B）を含む粒子の光散乱粒子径測定による体積基準での粒子径分布曲線の最大頻度となるピークに着目した。

[0016] 要件（1）では、前記ピークの最大頻度となる粒子径が $1.0\mu\text{m}$ 以下である旨を規定している。当該粒子径は、ウレア系増ちょう剤（B）の凝集の程度を示した指標といえる。

当該粒子径が1.0 μm 超であると、ウレア系増ちょう剤 (B) の凝集が全体的に過剰であるといえ、耐摩耗性や摩擦特性の低下を招く恐れがある。

上記観点から、要件 (I) で規定する、前記ピークの最大頻度となる粒子径としては、1.0 μm 以下であるが、好ましくは0.9 μm 以下、より好ましくは0.8 μm 以下、更に好ましくは0.7 μm 以下、より更に好ましくは0.6 μm 以下であり、また、通常0.01 μm 以上である。

なお、前記ピークの最大頻度となる粒子径とは、前記ピークの頂点における粒子径の値を意味する。

[0017] また、要件 (II) では、前記ピークの半値幅が1.0 μm 以下である旨を規定している。当該半値幅は、要件 (I) で規定する最大頻度となる粒子径よりも大きなウレア系増ちょう剤 (B) を含む粒子の分布状況を示した指標といえる。ここで、要件 (II) で規定するピークの半値幅とは、当該粒子の光散乱粒子径測定による体積基準での粒子径分布曲線において、要件 (I) の最大頻度の50%における粒子径の広がり幅を表す。

つまり、当該半値幅が1.0 μm 超であると、要件 (I) で規定する粒子径よりも過剰に大きなウレア系増ちょう剤 (B) のミセル粒子が多く分散されているといえる。その結果、巨大なミセル粒子の存在が、耐摩耗性や摩擦特性の低下を招くと推測される。

上記観点から、要件 (II) で規定する、前記ピークの半値幅としては、1.0 μm 以下であるが、好ましくは0.9 μm 以下、より好ましくは0.8 μm 以下、更に好ましくは0.7 μm 以下、より更に好ましくは0.6 μm 以下であり、また、通常0.01 μm 以上である。

[0018] 本明細書において、上記要件 (I) 及び (II) で規定する値は、後述の実施例の方法により測定された粒子径分布曲線から算出された値である。

また、要件 (I) 及び (II) で規定する値は、グリース組成物中に含まれる各成分の種類、性状や含有量、ウレア系増ちょう剤 (B) の製造条件、酸化防止剤 (C) 及び防錆剤 (D) 等の添加剤の配合条件を適宜選択することにより調整可能である。

ただし、要件（I）及び（II）で規定する値は、ウレア系増ちょう剤（B）の製造条件、及び、添加剤の配合条件による影響が比較的大きい。

以下、要件（I）及び（II）で規定する値の調整するための具体的な手段に着目しながら、本発明のグリース組成物に含まれる各成分の詳細について説明する。

[0019] <基油（A）>

本発明のグリース組成物に含まれる基油（A）としては、鉱油及び合成油から選ばれる1種以上であればよい。

鉱油としては、例えば、パラフィン系原油、中間基系原油、又はナフテン系原油を常圧蒸留もしくは減圧蒸留して得られる留出油、これらの留出油を常法に従って精製することによって得られる精製油が挙げられる。

精製方法としては、例えば、溶剤脱ろう処理、水素化異性化処理、水素化仕上げ処理、白土処理等が挙げられる。

[0020] 合成油としては、例えば、炭化水素系油、芳香族系油、エステル系油、エーテル系油、フィッシャー・トロプシュ法等により製造されるワックス（GTLワックス）を異性化することで得られる合成油等が挙げられる。

炭化水素系油としては、例えば、ノルマルパラフィン、イソパラフィン、ポリブテン、ポリイソブチレン、1-デセンオリゴマー、1-デセンとエチレンコオリゴマー等のポリ- α -オレフィン（PAO）及びこれらの水素化物等が挙げられる。

[0021] 芳香族系油としては、例えば、モノアルキルベンゼン、ジアルキルベンゼン等のアルキルベンゼン；モノアルキルナフタレン、ジアルキルナフタレン、ポリアルキルナフタレン等のアルキルナフタレン；等が挙げられる。

[0022] エステル系油としては、ジブチルセバケート、ジ-2-エチルヘキシルセバケート、ジオクチルアジペート、ジイソデシルアジペート、ジトリデシルアジペート、ジトリデシルグルタレート、メチルアセチルリシノレート等のジエステル系油；トリオクチルトリメリテート、トリデシルトリメリテート、テトラオクチルピロメリテート等の芳香族エステル系油；トリメチロール

プロパンカプリレート、トリメチロールプロパンベラルゴネート、ペンタエリスリトール-2-エチルヘキサノエート、ペンタエリスリトールベラルゴネート等のポリオールエステル系油；多価アルコールと二塩基酸及び一塩基酸の混合脂肪酸とのオリゴエステル等のコンプレックスエステル系油；等が挙げられる。

[0023] エーテル系油としては、例えば、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコール、ポリエチレングリコールモノエーテル、ポリプロピレングリコールモノエーテル等のポリグリコール；モノアルキルトリフェニルエーテル、アルキルジフェニルエーテル、ジアルキルジフェニルエーテル、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等のフェニルエーテル系油；等が挙げられる。

[0024] 本発明の一態様で用いる基油（A）の40℃における動粘度としては、好ましくは10～130 mm²/s、より好ましくは15～110 mm²/s、更に好ましくは20～100 mm²/sである。

なお、本発明の一態様で用いる基油（A）は、高粘度の基油と、低粘度の基油とを組み合わせ、動粘度を上記範囲に調製した混合基油を用いてもよい。

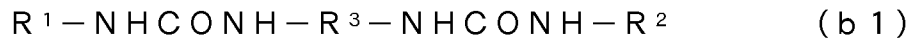
[0025] 本発明の一態様で用いる基油（A）の粘度指数としては、好ましくは60以上、より好ましくは70以上、更に好ましくは80以上である。

なお、本明細書において、動粘度及び粘度指数は、JIS K 2283：2003に準拠して測定した値を意味する。

[0026] 本発明の一態様のグリース組成物において、基油（A）の含有量は、当該グリース組成物の全量（100質量%）基準で、好ましくは50質量%以上、より好ましくは55質量%以上、更に好ましくは60質量%以上、より更に好ましくは65質量%以上であり、また、好ましくは98.5質量%以下、より好ましくは97質量%以下、更に好ましくは95質量%以下、より更に好ましくは93質量%以下である。

[0027] <ウレア系増ちょう剤 (B)>

本発明のグリース組成物に含まれるウレア系増ちょう剤 (B) としては、ウレア結合を有する化合物であればよいが、2つのウレア結合を有するジウレアが好ましく、下記一般式 (b1) で表される化合物がより好ましい。



なお、本発明の一態様で用いるウレア系増ちょう剤 (B) は、1種からなるものであってもよく、2種以上の混合物であってもよい。

[0028] 上記一般式 (b1) 中、 R^1 及び R^2 は、それぞれ独立に、炭素数 6~24 の1価の炭化水素基を示し、 R^1 及び R^2 は、同一であってもよく、互いに異なってもよい。 R^3 は、炭素数 6~18 の2価の芳香族炭化水素基を示す。

[0029] 前記一般式 (b1) 中の R^1 及び R^2 として選択し得る1価の炭化水素基の炭素数としては、6~24であるが、好ましくは6~20、より好ましくは6~18である。

また、 R^1 及び R^2 として選択し得る1価の炭化水素基としては、飽和又は不飽和の1価の鎖式炭化水素基、飽和又は不飽和の1価の脂環式炭化水素基、1価の芳香族炭化水素基が挙げられ、飽和又は不飽和の1価の鎖式炭化水素基が好ましい。

[0030] 1価の飽和鎖式炭化水素基としては、炭素数 6~24 の直鎖又は分岐鎖のアルキル基が挙げられ、具体的には、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ウンデシル基、ドデシル基、トリデシル基、テトラデシル基、ペンタデシル基、ヘキサデシル基、ヘプタデシル基、オクタデシル基、オクタデセニル基、ノナデシル基、イコシル基等が挙げられる。

1価の不飽和鎖式炭化水素基としては、炭素数 6~24 の直鎖又は分岐鎖のアルケニル基が挙げられ、具体的には、ヘキセニル基、ヘプテニル基、オクテニル基、ノネニル基、デセニル基、ドデセニル基、トリデセニル基、テトラデセニル基、ペンタデセニル基、ヘキサデセニル基、オクタデセニル基、ノナデセニル基、イコセニル基、オレイル基、ゲラニル基、ファルネシル

基、リノレイル基等が挙げられる。

なお、1価の飽和鎖式炭化水素基及び1価の不飽和鎖式炭化水素基は、直鎖状であってもよく、分岐鎖状であってもよい。

[0031] 1価の飽和脂環式炭化水素基としては、例えば、シクロヘキシル基、シクロヘプチル基、シクロオクチル基、シクロノニル基等のシクロアルキル基；メチルシクロヘキシル基、ジメチルシクロヘキシル基、エチルシクロヘキシル基、ジエチルシクロヘキシル基、プロピルシクロヘキシル基、イソプロピルシクロヘキシル基、1-メチルプロピルシクロヘキシル基、ブチルシクロヘキシル基、ペンチルシクロヘキシル基、ペンチルメチルシクロヘキシル基、ヘキシルシクロヘキシル基等の炭素数1～6のアルキル基で置換されたシクロアルキル基（好ましくは、炭素数1～6のアルキル基で置換されたシクロヘキシル基）；等が挙げられる。

[0032] 1価の不飽和脂環式炭化水素基としては、例えば、シクロヘキセニル基、シクロヘプテニル基、シクロオクテニル基等のシクロアルケニル基；メチルシクロヘキセニル基、ジメチルシクロヘキセニル基、エチルシクロヘキセニル基、ジエチルシクロヘキセニル基、プロピルシクロヘキセニル基等の炭素数1～6のアルキル基で置換されたシクロアルケニル基（好ましくは、炭素数1～6のアルキル基で置換されたシクロヘキセニル基）；等が挙げられる。

[0033] 1価の芳香族炭化水素基としては、例えば、フェニル基、ビフェニル基、ターフェニル基、ナフチル基、ジフェニルメチル基、ジフェニルエチル基、ジフェニルプロピル基、メチルフェニル基、ジメチルフェニル基、エチルフェニル基、プロピルフェニル基等が挙げられる。

[0034] 前記一般式（b1）中の R^3 として選択し得る2価の芳香族炭化水素基の炭素数としては、6～18であるが、好ましくは6～15、より好ましくは6～13である。

R^3 として選択し得る2価の芳香族炭化水素基としては、例えば、フェニレン基、ジフェニルメチレン基、ジフェニルエチレン基、ジフェニルプロピレ

ン基、メチルフェニレン基、ジメチルフェニレン基、エチルフェニレン基等が挙げられる。

これらの中でも、フェニレン基、ジフェニルメチレン基、ジフェニルエチレン基、又はジフェニルプロピレン基が好ましく、ジフェニルメチレン基がより好ましい。

[0035] 本発明の一態様のグリース組成物において、成分（B）の含有量は、当該グリース組成物の全量（100質量%）基準で、好ましくは1～40質量%、より好ましくは2～30質量%、更に好ましくは4～25質量%、より更に好ましくは6～20質量%である。

成分（B）の含有量が1質量%以上であれば、得られるグリース組成物の混和ちょう度を適度な範囲に調製し易い。

一方、成分（B）の含有量が40質量%以下であれば、得られるグリース組成物が硬くなり過ぎず、貧潤滑によって生じ得る、装置の軸受や摺動部、接合部等の潤滑部分の部材への焼き付き等の弊害を抑制することができる。

[0036] <ウレア系増ちょう剤（B）の製造方法>

ウレア系増ちょう剤（B）は、通常、イソシアネート化合物と、モノアミンとを反応させることによって得ることができる。当該反応は、上述の基油（A）にイソシアネート化合物を溶解させて得られる加熱した溶液 α に、基油（A）にモノアミンを溶解させた溶液 β を添加する方法が好ましい。

例えば、前記一般式（b1）で表される化合物を合成する場合に、イソシアネート化合物としては、前記一般式（b1）中の R^3 で示される2価の芳香族炭化水素基に対応する基を有するジイソシアネートを用い、モノアミンとしては、 R^1 及び R^2 で示される1価の炭化水素基に対応する基を有するアミンを用いて、上記の方法により、所望のウレア系増ちょう剤（B）を合成することができる。

[0037] なお、要件（I）及び（II）を満たすように、グリース組成物中にウレア系増ちょう剤（B）を分散させる観点から、下記〔1〕に示すようなグリース製造装置を用いて、成分（B）を製造することが好ましい。

[1] グリース原料が導入される導入部、及び外部にグリースを吐出させる吐出部を有する容器本体と、

前記容器本体の内周の軸方向に回転軸を有し、前記容器本体の内部に回転可能に設けられた回転子とを備え、

前記回転子は、

(i) 前記回転子の表面に沿って、凹凸が交互に設けられて、当該凹凸が前記回転軸に対して傾斜し、

(ii) 前記導入部から前記吐出部方向への送り能力を有する第一凹凸部を備えている、グリース製造装置。

[0038] 以下、上記 [1] に記載のグリース製造装置について説明するが、以下の記載の「好ましい」とされる規定は、特に断りが無い限り、要件 (I) 及び (II) を満たすように、グリース組成物中にウレア系増ちょう剤 (B) を分散させる観点からの態様である。

[0039] 図 1 は、本発明の一態様で使用し得る、上記 [1] のグリース製造装置の断面模式図である。

図 1 に示すグリース製造装置 1 は、グリース原料を内部に導入する容器本体 2 と、容器本体 2 の内周の中心軸線上に回転軸 12 を有し、回転軸 12 を中心軸として回転する回転子 3 とを備える。

回転子 3 は、回転軸 12 を中心軸として高速回転し、容器本体 2 の内部でグリース原料に高いせん断力を与える。これにより、ウレア系増ちょう剤 (B) を含むグリースが製造される。

容器本体 2 は、図 1 に示すように、上部から、導入部 4、滞留部 5、第一内周面 6、第二内周面 7、及び吐出部 8 に区画されていることが好ましい。

容器本体 2 は、図 1 に示すように、導入部 4 から吐出部 8 に向かうにしたがって、次第に内径が拡径する円錐台状の内周面を有していることが好ましい。

容器本体 2 の一端となる導入部 4 は、容器本体 2 の外部からグリース原料を導入する複数の溶液導入管 4 A、4 B を備える。

[0040] 滞留部5は、導入部4の下部に配置され、導入部4から導入されたグリース原料を一時的に滞留させる空間である。この滞留部5にグリース原料が長時間滞留すると、滞留部5の内周面に付着したグリースが、大きなダマを形成してしまうので、なるべく短時間で下流側の第一内周面6に搬送するのが好ましい。さらに好ましくは、滞留部5を経ず、直接第一内周面6に搬送することが好ましい。

第一内周面6は、滞留部5に隣接した下部に配置され、第二内周面7は、第一内周面6に隣接した下部に配置される。詳しくは後述するが、第一内周面6に第一凹凸部9を設けること、および第二内周面7に第二凹凸部10を設けることが、第一内周面6及び第二内周面7をグリース原料またはグリースに高いせん断力を付与する高せん断部として機能させる上で好ましい。

容器本体2の他端となる吐出部8は、第一内周面6と第二内周面7で攪拌されたグリースを吐出する部分であり、グリースを吐出する吐出口11を備える。吐出口11は、回転軸12に直交する水平方向に形成されている。これにより、グリースが吐出口11から当該水平方向に吐出される。

[0041] 回転子3は、容器本体2の円錐台状の内周面の中心軸線を回転軸12として回転可能に設けられ、図1に示すように容器本体2を上部から下部に向けてみたときに、反時計回りに回転する。

回転子3は、容器本体2の円錐台の内径の拡大に応じて拡大する外周面を有し、回転子3の外周面と、容器本体2の円錐台の内周面とは、一定の間隔が維持されている。

回転子3の外周面には、回転子3の表面に沿って凹凸が交互に設けられた回転子の第一凹凸部13が設けられている。

[0042] 回転子の第一凹凸部13は、導入部4から吐出部8方向に、回転子3の回転軸12に対して傾斜し、導入部4から吐出部8方向への送り能力を有する。すなわち、回転子の第一凹凸部13は、回転子3が図1に示された方向に回転する時に、溶液を下流側に押し出す方向に傾斜している。

[0043] 回転子の第一凹凸部13の凹部13Aと凸部13Bの段差は、回転子3の

外周面の凹部13Aの直径を100とした際、好ましくは0.3~30、より好ましくは0.5~15、更に好ましくは2~7である。

円周方向における回転子の第一凹凸部13の凸部13Bの数は、好ましくは2~1000個、より好ましくは6~500個、更に好ましくは12~200個である。

[0044] 回転子3の回転軸12に直交する断面における回転子の第一凹凸部13の凸部13Bの幅と、凹部13Aの幅との比〔凸部の幅/凹部の幅〕は、好ましくは0.01~100、より好ましくは0.1~10、更に好ましくは0.5~2である。

回転軸12に対する、回転子の第一凹凸部13の傾斜角度は、好ましくは2~85度、より好ましくは3~45度、更に好ましくは5~20度である。

[0045] 容器本体2の第一内周面6には、内周面に沿って凹凸が複数形成された第一凹凸部9が備えられていることが好ましい。

また、容器側の第一凹凸部9の凹凸は、回転子の第一凹凸部13とは逆向きに傾斜していることが好ましい。

すなわち、容器側の第一凹凸部9の複数の凹凸は、回転子3の回転軸12が図1に示される方向に回転する時に、溶液を下流側に押し出す方向に傾斜していることが好ましい。容器本体2の第一内周面6に備えられた複数の凹凸を有する第一凹凸部9によって、攪拌能力と吐出能力が更に増強される。

[0046] 容器側の第一凹凸部9の凹凸の深さは、容器内径（直径）を100とした際、好ましくは0.2~30、より好ましくは0.5~15、更に好ましくは1~5である。

容器側の第一凹凸部9の凹凸の本数は、好ましくは2~1000本、より好ましくは6~500本、更に好ましくは12~200本である。

[0047] 容器側の第一凹凸部9の凹凸の凹部の幅と、溝間の凸部の幅との比〔凹部の幅/凸部の幅〕は、好ましくは0.01~100、より好ましくは0.1~10、更に好ましくは0.5~2以下である。

回転軸 12 に対する、容器側の第一凹凸部 9 の凹凸の傾斜角度は、好ましくは 2 ~ 85 度、より好ましくは 3 ~ 45 度、更に好ましくは 5 ~ 20 度である

なお、容器本体の第一内周面 6 に第一凹凸部 9 を備えることによって、第一内周面 6 をグリース原料またはグリースに高いせん断力を付与する高せん断部として機能させることができるが、第一凹凸部 9 は必ずしも設けずともよい。

[0048] 回転子の第一凹凸部 13 の下部の外周面には、回転子 3 の表面に沿って、凹凸が交互に設けられた回転子の第二凹凸部 14 が設けられていることが好ましい。

回転子の第二凹凸部 14 は、回転子 3 の回転軸 12 に対して傾斜し、導入部 4 から吐出部 8 に向けて、溶液を上流側に押し戻す送り抑制能力を有する。

[0049] 回転子の第二凹凸部 14 の段差は、回転子 3 の外周面の凹部の直径を 100 として際、好ましくは 0.3 ~ 30、より好ましくは 0.5 ~ 15、更に好ましくは 2 ~ 7 である。

円周方向における回転子の第二凹凸部 14 の凸部の数は、好ましくは 2 ~ 1000 個、より好ましくは 6 ~ 500 個、更に好ましくは 12 ~ 200 個である。

[0050] 回転子 3 の回転軸に直交する断面における回転子の第二凹凸部 14 の凸部の幅と、凹部の幅との比〔凸部の幅 / 凹部の幅〕は、好ましくは 0.01 ~ 100、より好ましくは 0.1 ~ 10、更に好ましくは 0.5 ~ 2 である。

回転軸 12 に対する、回転子の第二凹凸部 14 の傾斜角度は、好ましくは 2 ~ 85 度、より好ましくは 3 ~ 45 度、更に好ましくは 5 ~ 20 度である。

[0051] 容器本体 2 の第二内周面 7 には、容器側の第一凹凸部 9 における凹凸の下部に隣接して、複数の凹凸が形成された第二凹凸部 10 が備えられていることが好ましい。

容器側の第二凹凸部 10 の凹凸は、容器本体 2 の内周面に複数形成され、それぞれの凹凸は、回転子の第二凹凸部 14 の傾斜方向とは逆向きに傾斜していることが好ましい。

すなわち、容器側の第二凹凸部 10 の複数の凹凸は、回転子 3 の回転軸 12 が図 1 に示される方向に回転する時に、溶液を上流側に押し戻す方向に傾斜していることが好ましい。容器本体 2 の第二内周面 7 に備えられた第二凹凸部 10 の凹凸によって、攪拌能力が更に増強される。また、容器本体の第二内周面 7 をグリース原料またはグリースに高いせん断力を付与する高せん断部として機能させ得る。

[0052] 容器側の第二凹凸部 10 の凹部の深さは、容器内径（直径）を 100 とした際、好ましくは 0.2～30、より好ましくは 0.5～15、更に好ましくは 1～5 である。

容器側の第二凹凸部 10 の凹部の本数は、好ましくは 2～1000 本、より好ましくは 6～500 本、更に好ましくは 12～200 本である。

[0053] 回転子 3 の回転軸 12 に直交する断面における容器側の第二凹凸部 10 の凹凸の凸部の幅と、凹部の幅との比〔凸部の幅／凹部の幅〕は、好ましくは 0.01～100、より好ましくは 0.1～10、更に好ましくは 0.5～2 以下である。

回転軸 12 に対する、容器側の第二凹凸部 10 の傾斜角度は、好ましくは 2～85 度、より好ましくは 3～45 度、更に好ましくは 5～20 度である。

容器側の第一凹凸部 9 の長さ、と、容器側の第二凹凸部 10 の長さとの比〔第一凹凸部の長さ／第二凹凸部の長さ〕は、好ましくは 2／1～20／1 である。

[0054] 図 2 は、グリース製造装置 1 の容器側の第一凹凸部 9 における水平方向断面図である。

図 2 に示す、第一凹凸部 13 には、第一凹凸部 13 の凸部 13B の突出方向先端よりも、先端が容器本体 2 の内周面側に突出したスクレーパー 15 が

複数設けられている。また、図示省略するが、第二凹凸部14にも、第一凹凸部13と同様、凸部の先端が容器本体2の内周面側に突出したスクレーパーが複数設けられている。

スクレーパー15は、容器側の第一凹凸部9、及び、容器側の第二凹凸部10の内周面に付着したグリースを掻き取るものである。

回転子の第一凹凸部13の凸部13Bの突出量に対する、スクレーパー15の先端の突出量は、スクレーパー15の先端の半径(R2)と、凸部13Bの先端の半径(R1)との比 $[R2/R1]$ が、1.005を超え、2.0未満となるのが好ましい。

[0055] スクレーパー15の数は、好ましくは2~500箇所、より好ましくは2~50箇所、更に好ましくは2~10箇所である。

なお、図2に示すグリース製造装置1では、スクレーパー15を設けているが、設けないものであってもよく、間欠的に設けたものであってもよい。

[0056] グリース製造装置1により、ウレア系増ちょう剤(B)を含むグリースを製造するには、前述したグリース原料である、溶液 α と溶液 β とを、容器本体2の導入部4の溶液導入管4A、4Bからそれぞれ導入し、回転子3を高速回転させることにより、ウレア系増ちょう剤(B)を含むグリースを製造することができる。

そして、得られるグリースを用いることで、酸化防止剤(C)及び防錆剤(D)を含む添加剤を配合しても、上記要件(I)及び(II)を満たすように、グリース組成物中にウレア系増ちょう剤(B)を分散させることができる。

[0057] 回転子3の高速回転条件として、グリース原料に与えるせん断速度としては、好ましくは 10^2 s^{-1} 以上、より好ましいは 10^3 s^{-1} 以上、さらに好ましくは 10^4 s^{-1} 以上であり、また、通常 10^7 s^{-1} 以下である。

[0058] また、回転子3の高速回転する際のせん断における、最高せん断速度(Max)と最低せん断速度(Min)の比(Max/Min)は、好ましくは100以下、より好ましくは50以下、更に好ましくは10以下である。

混合液に対するせん断速度ができるだけ均一であることにより、増ちょう剤やその前駆体の分散状態がよくなり、均一なグリース構造となる。

[0059] ここで、最高せん断速度 (Max) とは、混合液に対して付与される最高のせん断速度であり、最低せん断速度 (Min) とは、混合液に対して付与される最低のせん断速度であって、下記のように定義されるものである。

・最高せん断速度 (Max) = (回転子の第一凹凸部 13 の凸部 13 B 先端の線速度) / (回転子の第一凹凸部 13 の凸部 13 B 先端と第一凹凸部 6 の容器側の第一凹凸部 9 の凸部のギャップ A 1)

・最低せん断速度 (Min) = (回転子の第一凹凸部 13 の凹部 13 A の線速度) / (回転子の第一凹凸部 13 の凹部 13 A と第一凹凸部 6 の容器側の第一凹凸部 9 の凹部のギャップ A 2)

なお、ギャップ A 1 とギャップ A 2 は、図 2 に示されるとおりである。

[0060] グリース製造装置 1 がスクレーパー 15 を備えていることにより、容器本体 2 の内周面に付着したグリースを掻き取ることができるため、混練中にダマが発生することを防止することができ、ウレア系増ちょう剤 (B) を高分散化したグリースを連続して短時間で製造することができる。

また、スクレーパー 15 が、付着したグリースを掻き取ることにより、滞留グリースが回転子 3 の回転の抵抗となるのを防止することができるため、回転子 3 の回転トルクを低減することができ、駆動源の消費電力を低減して、効率的にグリースの連続製造を行うことができる。

[0061] 容器本体 2 の内周面が、導入部 4 から吐出部 8 に向かうにしたがって、内径が拡大する円錐台状であるので、遠心力がグリースまたはグリース原料を下流方向に排出する効果を持ち、回転子 3 の回転トルクを低減して、グリースの連続製造を行うことができる。

回転子 3 の外周面に、回転子の第一凹凸部 13 が設けられ、回転子の第一凹凸部 13 が回転子 3 の回転軸 12 に対して傾斜し、導入部 4 から吐出部 8 への送り能力を有し、回転子の第二凹凸部 14 が回転子 3 の回転軸 12 に対して傾斜し、導入部 4 から吐出部 8 への送り抑制能力を有しているため、溶

液に高いせん断力を付与することができ、添加剤を配合後も、上記要件（I）及び（II）を満たすように、グリース組成物中にウレア系増ちょう剤（B）を分散させることができる。

[0062] 容器本体の第一内周面6に容器側の第一凹凸部9が形成され、回転子の第一凹凸部13とは逆向きに傾斜しているため、回転子の第一凹凸部13の効果に加え、さらに、グリースまたはグリース原料を下流方向に押し出しながら、十分なグリース原料の攪拌を行うことができ、添加剤を配合後も、上記要件（I）及び（II）を満たすように、グリース組成物中にウレア系増ちょう剤（B）を分散させることができる。

また、容器本体の第二内周面7に容器側の第二凹凸部10が設けられると共に、回転子3の外周面に回転子の第二凹凸部14が設けられることにより、グリース原料が必要以上に容器本体の第一内周面6から流出することを防止できるので、溶液に高いせん断力を与えてグリース原料を高分散化して、添加剤を配合後も、上記要件（I）及び（II）を満たすように、グリース組成物中にウレア系増ちょう剤（B）を分散させることができる。

[0063] <酸化防止剤（C）>

本発明のグリース組成物に含まれる酸化防止剤（C）としては、酸化防止性能を付与し得る化合物であればよいが、アミン系酸化防止剤（C1）及びフェノール系酸化防止剤（C2）から選ばれる1種以上を含むことが好ましい。

なお、本発明の一態様で用いる酸化防止剤（C）は、単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。

[0064] アミン系酸化防止剤（C1）としては、アミノ基を有する化合物であればよいが、ジフェニルアミン系化合物、及び、ナフチルアミン系化合物が好ましい。

ジフェニルアミン系化合物としては、例えば、モノオクチルジフェニルアミン、モノノニルジフェニルアミン等の炭素数1～30（好ましくは4～30、より好ましくは8～30）のアルキル基を1つ有するモノアルキルジフ

エニルアミン系化合物；4，4′-ジブチルジフェニルアミン、4，4′-ジペンチルジフェニルアミン、4，4′-ジヘキシルジフェニルアミン、4，4′-ジヘプチルジフェニルアミン、4，4′-ジオクチルジフェニルアミン、4，4′-ジノニルジフェニルアミン等の炭素数1～30（好ましくは4～30、より好ましくは8～30）のアルキル基を2つ有するジアルキルジフェニルアミン化合物；テトラブチルジフェニルアミン、テトラヘキシルジフェニルアミン、テトラオクチルジフェニルアミン、テトラノニルジフェニルアミン等の炭素数1～30（好ましくは4～30、より好ましくは8～30）のアルキル基を3つ以上有するポリアルキルジフェニルアミン系化合物；4，4′-ビス（ α ， α -ジメチルベンジル）ジフェニルアミン等が挙げられる。

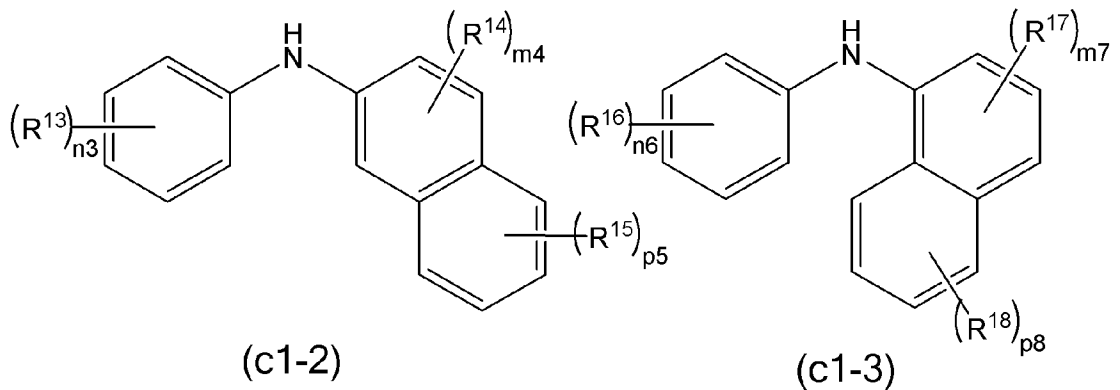
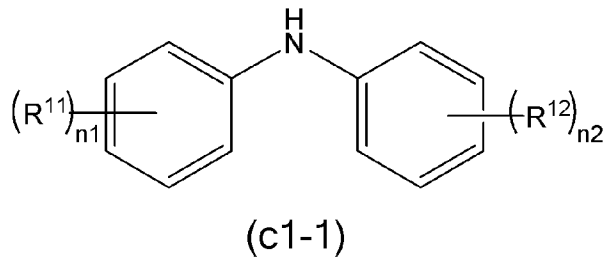
[0065] ナフチルアミン系化合物としては、例えば、1-ナフチルアミン、フェニル-1-ナフチルアミン、ブチルフェニル-1-ナフチルアミン、ペンチルフェニル-1-ナフチルアミン、ヘキシルフェニル-1-ナフチルアミン、ヘプチルフェニル-1-ナフチルアミン、オクチルフェニル-1-ナフチルアミン、ノニルフェニル-1-ナフチルアミン、デシルフェニル-1-ナフチルアミン、ドデシルフェニル-1-ナフチルアミン等が挙げられる。

[0066] ジフェニルアミン系化合物の中でも、下記一般式（c 1-1）で表される化合物が好ましい。

また、ナフチルアミン系化合物の中でも、下記一般式（c 1-2）で表される化合物、もしくは、下記一般式（c 1-3）で表される化合物が好ましい。

[0067]

[化1]



[0068] 上記一般式 (c1-1)、(c1-2)、(c1-3) 中、 $R^{11} \sim R^{18}$ は、それぞれ独立に、炭素数 1~20 (好ましくは 4~18、より好ましくは 6~16、更に好ましくは 8~14) のアルキル基である。当該アルキル基としては、上述のアルキルベンゼン (B) が有してもよいアルキル基のうち、炭素数が 1~20 のアルキル基と同じものが挙げられる。

n_1 、 n_2 、 n_3 、 n_6 は、それぞれ独立に、0~5 の整数であり、好ましくは 0~3 の整数、より好ましくは 0~1 の整数、更に好ましくは 1 である。

m_4 、 m_7 は、それぞれ独立に、0~3 の整数であり、好ましくは 0~1 の整数、より好ましくは 0 である。

p_5 、 p_8 は、それぞれ独立に、0~4 の整数であり、好ましくは 0~2 の整数、より好ましくは 0~1 の整数、更に好ましくは 0 である。

[0069] フェノール系酸化防止剤 (C2) としては、例えば、2,6-ジ-*t*-ブチル-4-メチルフェノール、2,6-ジ-*t*-ブチル-4-エチルフェノール、2,4,6-トリ-*t*-ブチルフェノール、2,6-ジ-*t*-ブチル

−4−ヒドロキシメチルフェノール、2, 6−ジ−t−ブチルフェノール、2, 4−ジメチル−6−t−ブチルフェノール、2, 6−ジ−t−ブチル−4−(N, N−ジメチルアミノメチル)フェノール、2, 6−ジ−t−アミル−4−メチルフェノール、n−オクタデシル−3−(3, 5−ジ−t−ブチル−4−ヒドロキシフェニル)プロピオネート等の単環フェノール系化合物や、4, 4′−メチレンビス(2, 6−ジ−t−ブチルフェノール)、4, 4′−イソプロピリデンビス(2, 6−ジ−t−ブチルフェノール)、2, 2′−メチレンビス(4−メチル−6−t−ブチルフェノール)、4, 4′−ビス(2, 6−ジ−t−ブチルフェノール)、4, 4′−ビス(2−メチル−6−t−ブチルフェノール)、2, 2′−メチレンビス(4−エチル−6−t−ブチルフェノール)、4, 4′−ブチリデンビス(3−メチル−6−t−ブチルフェノール)等の多環フェノール系化合物が挙げられる。

これらのフェノール系酸化防止剤(D2)は、単独で又は2種以上を併用してもよい。

[0070] フェノール系酸化防止剤(C2)としては、フェノール構造を有する化合物であればよく、単環フェノール系化合物であってもよく、多環フェノール系化合物であってもよい。

単環フェノール系化合物としては、例えば、2, 6−ジ−t−ブチル−4−メチルフェノール、2, 6−ジ−t−ブチル−4−エチルフェノール、2, 4, 6−トリ−t−ブチルフェノール、2, 6−ジ−t−ブチル−4−ヒドロキシメチルフェノール、2, 6−ジ−t−ブチルフェノール、2, 4−ジメチル−6−t−ブチルフェノール、2, 6−ジ−t−ブチル−4−(N, N−ジメチルアミノメチル)フェノール、2, 6−ジ−t−アミル−4−メチルフェノール、ベンゼンプロパン酸3, 5−ビス(1, 1−ジメチルエチル)−4−ヒドロキシアルキルエステル等が挙げられる。

[0071] 多環フェノール系化合物としては、例えば、4, 4′−メチレンビス(2, 6−ジ−t−ブチルフェノール)、4, 4′−イソプロピリデンビス(2, 6−ジ−t−ブチルフェノール)、2, 2′−メチレンビス(4−メチル

−6−*t*−ブチルフェノール)、4, 4′−ビス(2, 6−ジ−*t*−ブチルフェノール)、4, 4′−ビス(2−メチル−6−*t*−ブチルフェノール)、2, 2′−メチレンビス(4−エチル−6−*t*−ブチルフェノール)、4, 4′−ブチリデンビス(3−メチル−6−*t*−ブチルフェノール)等が挙げられる。

[0072] 本発明の一態様のグリース組成物において、成分(C)の含有量は、当該グリース組成物の全量(100質量%)基準で、好ましくは0.01~15質量%、より好ましくは0.05~10質量%、更に好ましくは0.10~7質量%、より更に好ましくは0.50~4質量%である。

[0073] <防錆剤(D)>

本発明のグリース組成物に含まれる防錆剤(D)としては、防錆性能を付与し得る化合物であればよく、例えば、ステアリン酸亜鉛、カルボン酸系防錆剤、コハク酸誘導体、チアジアゾール及びその誘導体、ベンゾトリアゾール及びその誘導体、亜硝酸ナトリウム、石油スルホネート、ソルビタンモノオレエート、脂肪酸石けん、及びアミン化合物等が挙げられる。

これらの防錆剤(D)は、単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。

[0074] 本発明の一態様で用いる防錆剤(D)としては、カルボン酸系防錆剤が好ましい。

そして、カルボン酸系防錆剤としては、コハク酸エステルがより好ましく、アルケニルコハク酸多価アルコールエステルがより好ましい。

[0075] アルケニルコハク酸多価アルコールエステルは、アルケニルコハク酸と多価アルコールとのエステルである。

アルケニルコハク酸が有するアルケニル基としては、炭素数12~20のアルケニル基が好ましく、具体的には、ドデセニル、ヘキサデセニル、オクタデセニル、及びイソオクタデセニル等が挙げられる。

多価アルコールとしては、例えば、エチレングリコール、プロピレングリコール、ブチレングリコール、ヘキシレングリコール、及びこれらの構造異

性体等の炭素数 1～6 の飽和二価アルコール；トリメチロールプロパン、トリメチロールブタン、グリセリン、ペンタエリスリトール、ジペンタエリスリトール等の三価以上の飽和多価アルコール；等が挙げられる。

[0076] 本発明の一態様のグリース組成物において、成分（D）の含有量は、当該グリース組成物の全量（100質量%）基準で、好ましくは0.01～5質量%、より好ましくは0.03～3質量%、更に好ましくは0.05～2質量%、より更に好ましくは0.10～1質量%である。

[0077] <他の添加剤>

本発明の一態様のグリース組成物は、本発明の効果を損なわない範囲で、一般的なグリースに配合される、成分（A）～（D）以外の他の添加剤を含有していてもよい。

このような添加剤としては、例えば、極圧剤、増粘剤、固体潤滑剤、清浄分散剤、腐食防止剤、金属不活性剤等が挙げられる。

これらの添加剤は、それぞれ、単独で用いてもよく、2種以上を併用してもよい。

[0078] 極圧剤としては、例えば、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、無灰系ジチオカーバメートや亜鉛ジチオカーバメート、モリブデンジチオカーバメート等のチオカルバミン酸類；硫化油脂、硫化オレフィン、ポリサルファイド、チオリン酸類、チオテルペン類、ジアルキルチオジピロピオネート類等の硫黄化合物；トリクレジルホスフェート等のリン酸エステル；トリフェニルフォスファイト等の亜リン酸エステル；等が挙げられる。

増粘剤としては、例えば、ポリメタクリレート（PMA）、オレフィン共重合体（OCP）、ポリアルキルスチレン（PAS）、スチレン-ジエン共重合体（SCP）等が挙げられる。

固体潤滑剤としては、例えば、ポリイミド、PTFE、黒鉛、金属酸化物、窒化硼素、メラミンシアヌレート（MCA）、および二硫化モリブデン等が挙げられる。

清浄分散剤としては、例えば、コハク酸イミド、ボロン系コハク酸イミド等の無灰分散剤が挙げられる。

腐食防止剤としては、例えば、ベンゾトリアゾール系化合物、チアゾール系化合物等が挙げられる。

金属不活性剤としては、例えば、ベンゾトリアゾール系化合物等が挙げられる。

[0079] 本発明の一態様のグリース組成物において、これらの他の添加剤の含有量は、それぞれ独立に、当該グリース組成物の全量（100質量%）基準で、通常0～10質量%、好ましくは0～7質量%、より好ましくは0～5質量%、より更に好ましくは0～2質量%である。

[0080] なお、本発明の一態様のグリース組成物において、成分（B）の全量100質量部に対する、成分（C）及び（D）を含む添加剤の合計含有量としては、好ましくは1～100質量部、より好ましくは3～80質量部、更に好ましくは5～60質量部、より更に好ましくは10～40質量部である。

[0081] <添加剤の配合方法>

本発明のグリース組成物は、上述の方法により合成した、基油（A）及びウレア系増ちょう剤（B）を含むグリースに、成分（C）及び（D）を含む添加剤を配合することで製造することができる。

ただし、要件（I）及び（II）を満たすように、グリース組成物中にウレア系増ちょう剤（B）を分散させる観点から、添加剤を配合する際及び配合後に攪拌する際の、基油（A）及びウレア系増ちょう剤（B）を含むグリースの加熱温度は、好ましくは80～200℃、より好ましくは90～180℃、更に好ましくは100～160℃、より更に好ましくは110～140℃である。

[0082] [本発明のグリース組成物の物性]

本発明の一態様のグリース組成物の25℃における混和ちょう度としては、好ましくは180～300、より好ましくは200～290、更に好ましくは220～285、より更に好ましくは240～280である。

なお、本明細書において、グリース組成物の混和ちょう度は、ASTM D 217法に準拠して、25℃にて測定された値を意味する。

[0083] 本発明の一態様のグリース組成物の滴点としては、好ましくは240℃以上、より好ましくは250℃以上、更に好ましくは255℃以上、より更に好ましくは260℃以上である。

なお、本明細書において、グリース組成物の滴点は、JIS K22208:2013に準拠して、25℃にて測定された値を意味する。

[0084] 本発明の一態様のグリース組成物の後述の実施例に記載の酸化安定度試験に準拠して測定された酸化安定度の値としては、好ましくは100kPa以下、より好ましくは70kPa以下、更に好ましくは50kPa以下、より更に好ましくは25kPa以下である。

[0085] 本発明の一態様のグリース組成物について、後述の実施例に記載のフレッシング摩耗試験に準拠して測定された摩耗量としては、好ましくは20mg以下、より好ましくは15mg以下、更に好ましくは10mg以下、より更に好ましくは5mg以下である。

[0086] 本発明の一態様のグリース組成物について、後述の実施例に記載の振動摩擦摩耗試験（SRV試験）に準拠して測定された摩擦係数としては、好ましくは0.12以下、より好ましくは0.10以下、更に好ましくは0.08以下、より更に好ましくは0.07以下である。

[0087] [本発明のグリースの用途]

本発明のグリース組成物は、優れた酸化安定性、耐摩耗性及び摩擦特性を有する。

そのため、本発明のグリース組成物は、このような特性が求められる装置の軸受部分、摺動部分、ギア部分、接合部分等の潤滑部分に潤滑用途として用いることができるが、より具体的には、ハブユニット、電動パワーステアリング、駆動用電動モータフライホイール、ボールジョイント、ホイールベアリング、スプライン部、等速ジョイント、クラッチブースター、サーボモータ、ブレードベアリング又は発電機の軸受部分に用いられることが特に好

ましい。

[0088] また、本発明のグリース組成物を好適に使用し得る装置の分野としても、自動車分野、事務機器分野、工作機械分野、風車分野、建設用又は農業機械用分野等が挙げられる。

本発明のグリース組成物を好適に使用し得る、自動車用分野の装置内での潤滑部分としては、例えば、ラジエータファンモータ、ファンカップリング、オルターネータ、アイドラプーリ、ハブユニット、ウォーターポンプ、パワーウィンドウ、ワイパ、電動パワーステアリング、駆動用電動モータフライホイール、ボールジョイント、ホイールベアリング、スプライン部、等速ジョイント等の装置内の軸受部分；ドアロック、ドアヒンジ、クラッチブースタ等の装置内の軸受部分、ギヤ部分、摺動部分；等が挙げられる。

[0089] 本発明のグリース組成物を好適に使用し得る、事務機器分野の装置内での潤滑部分としては、例えば、プリンタ等の装置内の定着ロール、ポリゴンモーター等の装置内の軸受及びギヤ部分等が挙げられる。

本発明のグリース組成物を好適に使用し得る、工作機械分野の装置内での潤滑部分としては、例えば、スピンドル、サーボモータ、工作用ロボット等の減速機内の軸受部分等が挙げられる。

本発明のグリース組成物を好適に使用し得る、風車分野の装置内での潤滑部分としては、例えば、ブレードベアリング及び発電機等の軸受部分等が挙げられる。

本発明のグリース組成物を好適に使用し得る、本発明のグリース組成物を好適に使用し得る、建設用又は農業機械用分野の装置内での潤滑部分としては、例えば、ボールジョイント、スプライン部等の軸受部分、ギヤ部分及び摺動部分等が挙げられる。

実施例

[0090] 次に、本発明を実施例により、さらに詳細に説明するが、本発明は、これらの例によってなんら限定されるものではない。なお、各種物性値の測定法は以下のとおりである。

(1) 40℃動粘度、100℃動粘度、粘度指数

JIS K2283:2003に準拠して測定及び算出した。

(2) 混和ちょう度

ASTM D 217法に準拠して、25℃にて測定した。

(3) 滴点

JIS K2220 8:2013に準拠して測定した。

[0091] 実施例1

(1) ウレアグリースの合成

基油である、70℃に加熱したポリ α -オレフィン (PAO) (40℃動粘度: 47 mm²/s、100℃動粘度: 7.8 mm²/s、粘度指数: 137) 92.04質量部に、ジフェニルメタン-4,4'-ジイソシアネート (MDI) 7.96質量部を加えて、溶液 α を調製した。

また、別に用意した、70℃に加熱したポリ α -オレフィン (PAO) (40℃動粘度: 47 mm²/s、100℃動粘度: 7.8 mm²/s、粘度指数: 137) 87.94質量部に、シクロヘキシルアミン2.01質量部と、ステアリルアミン10.05質量部とを加えて、溶液 β を調製した。

そして、図1に示すグリース製造装置1を用いて、70℃に加熱した溶液 α を溶液導入管4Aから流量150 L/hで、70℃に加熱した溶液 β を溶液導入管4Bから流量150 L/hで、それぞれを同時に容器本体2内へ導入し、回転子3を回転させた状態で溶液 α と溶液 β を容器本体2内へ連続的に導入し続けた。なお、使用したグリース製造装置1の回転子3の回転数は8000 rpmとした。

また、この際の最高せん断速度 (Max) は10,500 s⁻¹であり、最高せん断速度 (Max) と最低せん断速度 (Min) との比 [Max/Min] は3.5として、攪拌を行った。

なお、得られたウレアグリースに含まれるウレア系増ちょう剤は、前記一般式 (b1) 中のR¹及びR²が、シクロヘキシル基又はステアリル基 (オクタデシル基) であり、R³がジフェニルメチレン基である化合物に相当する。

[0092] (2) グリース組成物の調製

上記(1)で得たウレアグリースを120℃で攪拌しながら、酸化防止剤である4,4-ジノニルジフェニルアミン及び防錆剤であるアルケニルコハク酸多価アルコールエステルを加えた。

そして、0.5時間攪拌した後、自然放冷で25℃まで冷却し、グリース組成物(i)を得た。

なお、グリース組成物(i)中の各成分の含有量は、表1に示すとおりである。

[0093] 比較例1

(1) ウレアグリースの合成

実施例1で調製した溶液 α 及び溶液 β と同じものを使用した。

図3に示すグリース製造装置を用いて、70℃に加熱した溶液 α を溶液導入管から流量504L/hで容器本体内へ導入した。その後、70℃に加熱した溶液 β を溶液導入管から流量144L/hで溶液 α の入った容器本体内へ導入した。全ての溶液 β を容器本体内へ導入した後、攪拌翼を回転させ、攪拌を継続しながら160℃に昇温し、1時間保持してウレアグリースを合成した。

また、この際の最高せん断速度(Max)は42,000s⁻¹であり、最高せん断速度(Max)と最低せん断速度(Min)との比[Max/Min]は1.03として、攪拌を行った。

(2) グリース組成物の調製

上記(1)で得たウレアグリースを120℃で攪拌しながら、酸化防止剤であるジノニルジフェニルアミン及び防錆剤であるアルケニルコハク酸多価アルコールエステルを加えた。

そして、0.5時間攪拌した後、自然放冷で25℃まで冷却し、グリース組成物(ii)を得た。

なお、グリース組成物(ii)中の各成分の含有量は、表1に示すとおりである。

[0094] 実施例及び比較例で調製したグリース組成物について、混和ちょう度及び滴点を測定すると共に、下記の測定を行った。これらの結果を表1に示す。

[0095] [ウレア系増ちょう剤を含む粒子の粒子径分布]

調製したグリース組成物を真空脱泡した後1 mLシリンジに充填し、シリンジから0.10~0.15 mLのグリース組成物を押し出し、ペーストセル用固定治具の板状のセルの表面に押し出したグリース組成物を載せた。

そして、グリース組成物の上に、さらに別の板状のセルを重ねて、2枚のセルでグリース組成物を挟持した測定用セルを得た。

レーザー回折型粒径測定機（（株）堀場製作所製、商品名：LA-920）を用いて、測定用セルのグリース組成物中のウレア系増ちょう剤を含む粒子の体積基準での粒子径分布曲線を得た。

この粒子径分布曲線において、頻度が最大となるピークを特定し、前記要件（I）で規定する当該ピークの最大頻度となる粒子径の値、及び、前記要件（II）で規定する当該ピークの半値幅を算出した。

[0096] [酸化安定度試験]

JIS K2220 12:2013に準拠して、調整したグリース組成物の酸化安定度を測定した。

具体的には、調製したグリース組成物を5つの試料皿に4.00gずつ取り分けた試料とし、当該試料を系内に載置し、685 kPaの酸素を封入した。そして、99℃、酸素圧755 kPaに調整した後、24時間毎に圧力降下を記録し、100時間後の酸素圧の減少を読み取り酸化安定度の値とした。

[0097] [フレットング摩耗試験]

ASTM D4170に準拠して、調製したグリース組成物を用いて、下記条件にて揺動運転を行い、摩耗量（フレットング摩耗による質量減少量）を測定した。

・軸受：Thrust bearing 51203

・荷重：2940N

- ・ 揺動角：±0.105 rad
- ・ 揺動サイクル：25 Hz
- ・ 時間：22 h
- ・ 温度：室温（25℃）
- ・ グリース組成物の封入量：軸受1組あたり1.0 g

[0098] [SRV試験]

SRV試験機（Optimol社製）を用い、下記の条件にて、調製したグリース組成物を使用した際の摩擦係数を測定した。

- ・ シリンダー：SUJ-2材
- ・ ディスク：SUJ-2材
- ・ 振動数：50 Hz
- ・ 振幅：1.0 mm
- ・ 荷重：200 N
- ・ 温度：25℃
- ・ 試験時間：30分

[0099] [表1]

表1

				実施例1	比較例1
グリース組成物の組成	基油	PAO	質量%	87.30	87.30
	増ちょう剤	ウレア系増ちょう剤	質量%	9.70	9.70
	酸化防止剤	4,4-ジノニルジフェニルアミン	質量%	2.00	2.00
	防錆剤	アルケニルコハク酸多価アルコールエステル	質量%	1.00	1.00
	合計	-	質量%	100	100
ウレア系増ちょう剤を含む粒子の粒子径分布	要件(I)	ピークの最大頻度となる粒子径	μm	0.6	90
	要件(II)	ピークの半値幅	μm	0.6	30
各種物性評価	混和ちょう度(25℃)		-	272	265
	滴点		℃	260以上	260以上
	酸化安定度試験		kPa	25	25
	フレッティング摩耗試験 摩耗量		mg	4.00	37.00
	SRV試験 摩擦係数		-	0.07	0.15

[0100] 実施例1で調製したグリース組成物は、比較例1に比べて、耐摩耗性、及び摩擦特性に優れる結果となった。

図4は、実施例1で製造したグリース組成物中のウレア系増ちょう剤（B）を含む粒子の光散乱粒子径測定による体積基準での粒子径分布曲線である。図4に示す粒子径分布曲線において、最大頻度 y_1 となるピーク P_1 の粒子径 r_1 は $0.6\mu\text{m}$ であり、ピーク P_1 の半値幅 x_1 は $0.6\mu\text{m}$ であり、要件（I）及び（II）を満たすものであった。

一方、図5は、比較例1で製造したグリース組成物中のウレア系増ちょう剤（B）を含む粒子の光散乱粒子径測定による体積基準での粒子径分布曲線である。

図5に示す粒子径分布曲線において、最大頻度 y_2 となるピーク P_2 の粒子径 r_2 は $90\mu\text{m}$ であり、また、ピーク P_2 の半値幅 x_2 は $30\mu\text{m}$ であり、要件（I）及び（II）を満たすものではない。

つまり、要件（I）及び（II）を満たす、実施例1で調製したグリース組成物では、酸化防止剤や防錆剤と混合しても、ウレア系増ちょう剤の凝集が抑制され、高分散化されているといえる。そのため、良好な酸化安定性を維持したまま、耐摩耗性及び摩擦低減効果が向上したものと考えられる。

符号の説明

- [0101] 1 グリース製造装置
- 2 容器本体
 - 3 回転子
 - 4 導入部
 - 4 A、4 B 溶液導入管
 - 5 滞留部
 - 6 容器本体の第一内周面
 - 7 容器本体の第二内周面
 - 8 吐出部
 - 9 容器側の第一凹凸部

- 10 容器側の第二凹凸部
- 11 吐出口
- 12 回転軸
- 13 回転子の第一凹凸部
 - 13A 凹部
 - 13B 凸部
- 14 回転子の第二凹凸部
- 15 スクレーパー
- A1、A2 ギャップ

請求の範囲

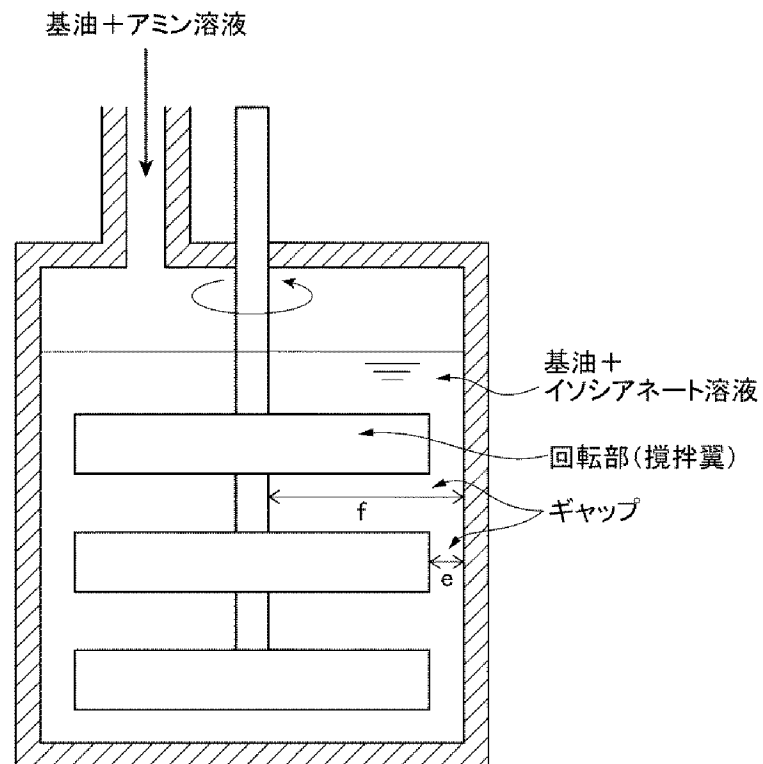
- [請求項1] 基油（A）、ウレア系増ちょう剤（B）、酸化防止剤（C）、及び防錆剤（D）を含有するグリース組成物であって、
- 前記グリース組成物中のウレア系増ちょう剤（B）を含む粒子の光散乱粒子径測定による体積基準での粒子径分布曲線において、最大頻度となるピークが、下記要件（I）及び（II）を満たす、グリース組成物。
- ・要件（I）：前記ピークの最大頻度となる粒子径が1.0 μm以下である。
 - ・要件（II）：前記ピークの半値幅が1.0 μm以下である。
- [請求項2] 成分（B）の含有量が、前記グリース組成物の全量基準で、1～40質量%である、請求項1に記載のグリース組成物。
- [請求項3] 成分（C）の含有量が、前記グリース組成物の全量基準で、0.01～15質量%である、請求項1又は2に記載のグリース組成物。
- [請求項4] 成分（D）の含有量が、前記グリース組成物の全量基準で、0.01～5質量%である、請求項1～3のいずれか一項に記載のグリース組成物。
- [請求項5] 基油（A）の40℃における動粘度が、10～130 mm²/sである、請求項1～4のいずれか一項に記載のグリース組成物。
- [請求項6] ウレア系増ちょう剤（B）が、下記一般式（b1）で表される化合物である、請求項1～5のいずれか一項に記載のグリース組成物。
- $$R^1-NHCONH-R^3-NHCONH-R^2 \quad (b1)$$
- [上記一般式（b1）中、R¹及びR²は、それぞれ独立に、炭素数6～24の1価の炭化水素基を示し、R¹及びR²は、同一であってもよく、互いに異なっていてもよい。R³は、炭素数6～18の2価の芳香族炭化水素基を示す。]
- [請求項7] 酸化防止剤（C）が、アミン系酸化防止剤（C1）及びフェノール系酸化防止剤（C2）から選ばれる1種以上を含む、請求項1～6の

いずれか一項に記載のグリース組成物。

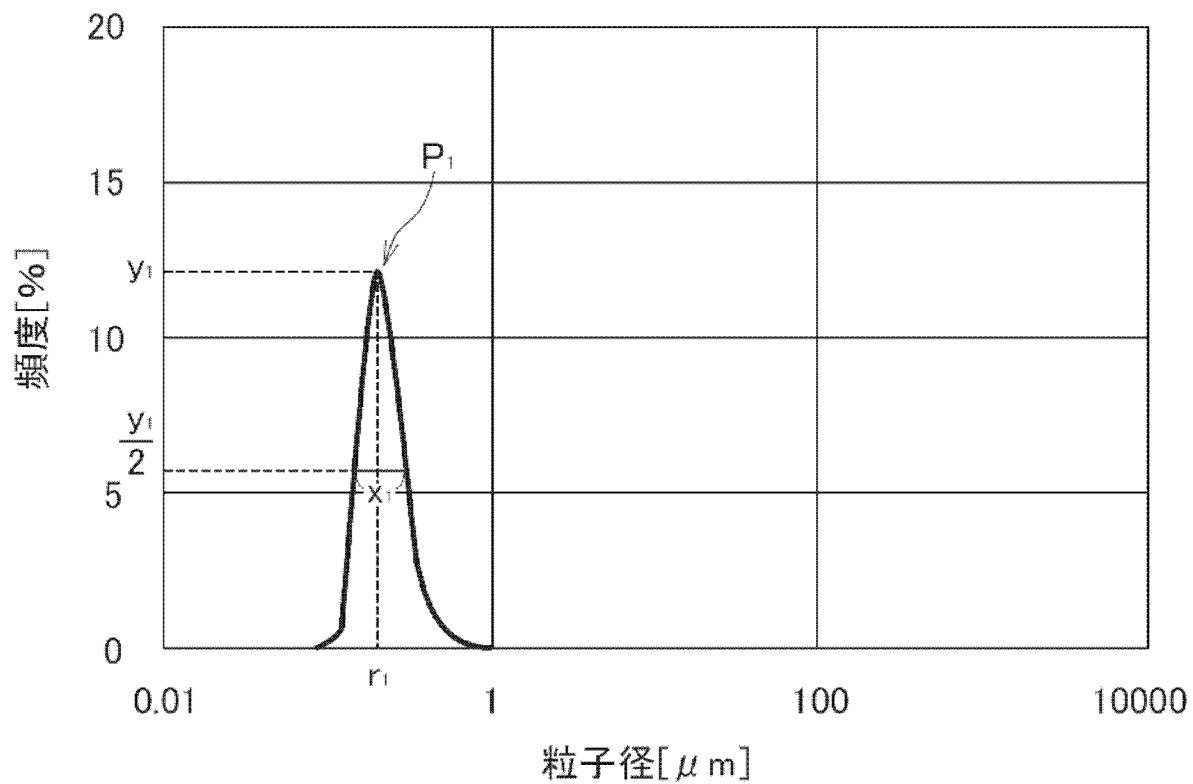
[請求項8] 防錆剤（D）が、アルケニルコハク酸多価アルコールエステルを含む、請求項1～7のいずれか一項に記載のグリース組成物。

[請求項9] ハブユニット、電動パワーステアリング、駆動用電動モータフライホイール、ボールジョイント、ホイールベアリング、スプライン部、等速ジョイント、クラッチブースター、サーボモータ、ブレードベアリング又は発電機の軸受部分に用いられる、請求項1～8のいずれか一項に記載のグリース組成物。

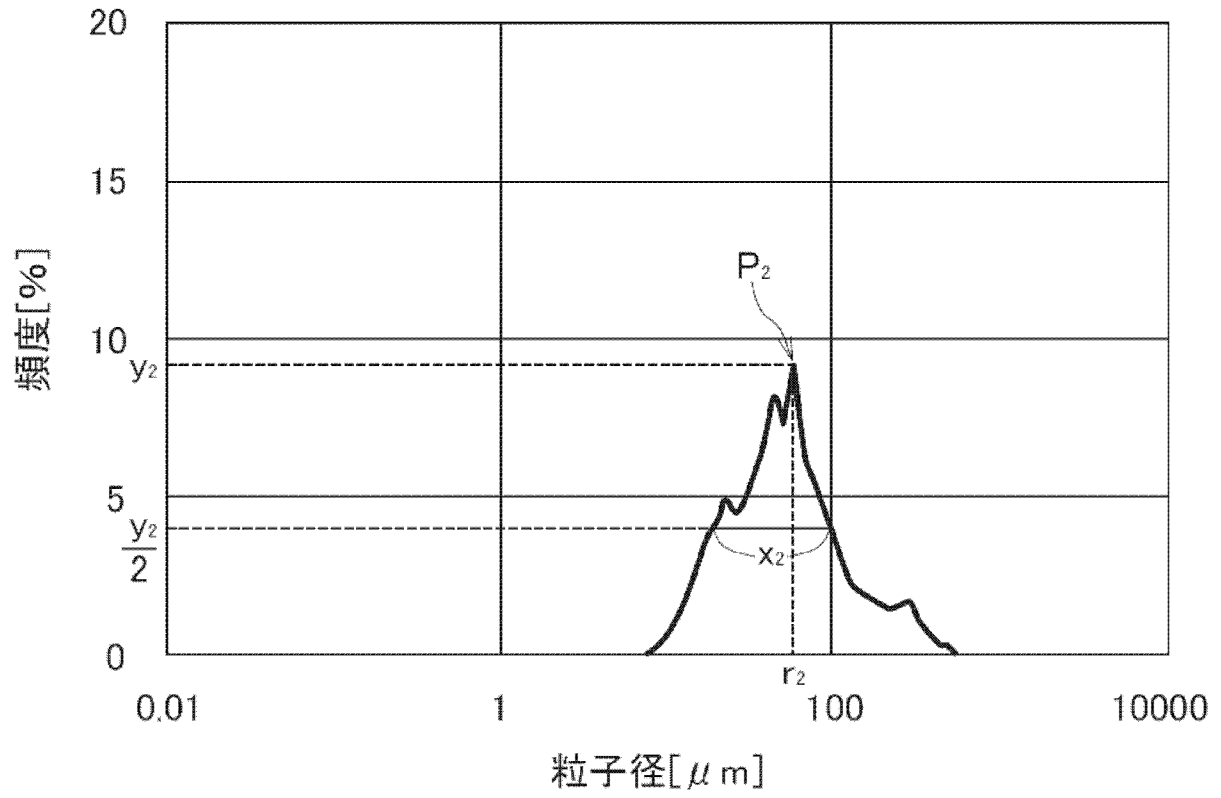
[図3]



[図4]



[図5]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2018/030988

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl. C10M115/08 (2006.01) i, C10M129/10 (2006.01) i,
 C10M129/74 (2006.01) i, C10M133/04 (2006.01) i,
 C10N20/02 (2006.01) n, C10N20/06 (2006.01) n, C10N30/10 (2006.01) n,
 C10N30/12 (2006.01) n, C10N40/02 (2006.01) n, C10N40/04 (2006.01) n,
 C10N50/10 (2006.01) n

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)

Int.Cl. C10M115/08, C10M129/10, C10M129/74, C10M133/04, C10N20/02,
 C10N20/06, C10N30/10, C10N30/12, C10N40/02, C10N40/04,
 C10N50/10

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	1971-2018
Registered utility model specifications of Japan	1996-2018
Published registered utility model applications of Japan	1994-2018

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

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2017-115109 A (IDEMITSU KOSAN CO., LTD.) 29 June	1-9
Y	2017, claims, paragraphs [0025], [0029], [0031]- [0032], examples (Family: none)	1-9
Y	JP 2007-217609 A (NSK LTD.) 30 August 2007, paragraph [0043] (Family: none)	1-9

Further documents are listed in the continuation of Box C.

See patent family annex.

* Special categories of cited documents:	"I" 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
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance	"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
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date	"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
"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)	"&" document member of the same patent family
"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	

Date of the actual completion of the international search
01 October 2018 (01.10.2018)

Date of mailing of the international search report
16 October 2018 (16.10.2018)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2018/030988

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	WO 2014/142198 A1 (IDEMITSU KOSAN CO., LTD.) 18 September 2014, examples & US 2016/0002558 A1, examples & EP 2975105 A1 & CN 105008503 A & KR 10-2015-0127673 A & TW 201443225 A	1-9
Y	JP 02-196894 A (SUMITOMO WIRING SYSTEMS, LTD.) 03 August 1990, examples & US 5370808 A, examples & EP 380094 A1	1-9
Y	JP 61-162595 A (NIPPON OIL CO., LTD.) 23 July 1986, examples (Family: none)	1-9
Y	JP 52-156274 A (NIPPON OIL CO., LTD.) 26 December 1977, examples & US 4115284 A, examples	1-9

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. C10M115/08(2006.01)i, C10M129/10(2006.01)i, C10M129/74(2006.01)i, C10M133/04(2006.01)i, C10N20/02(2006.01)n, C10N20/06(2006.01)n, C10N30/10(2006.01)n, C10N30/12(2006.01)n, C10N40/02(2006.01)n, C10N40/04(2006.01)n, C10N50/10(2006.01)n

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))

Int.Cl. C10M115/08, C10M129/10, C10M129/74, C10M133/04, C10N20/02, C10N20/06, C10N30/10, C10N30/12, C10N40/02, C10N40/04, C10N50/10

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

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2018年
日本国実用新案登録公報	1996-2018年
日本国登録実用新案公報	1994-2018年

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)

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
X	JP 2017-115109 A (出光興産株式会社)	1-9
Y	2017.06.29, 特許請求の範囲、段落 [0025]、[0029]、 [0031] - [0032]、実施例 (ファミリーなし)	1-9
Y	JP 2007-217609 A (日本精工株式会社) 2007.08.30, 段落 [0043] (ファミリーなし)	1-9

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。

* 引用文献のカテゴリー	の日の後に公表された文献
「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの	「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矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「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	「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
「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)	「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
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献	「&」同一パテントファミリー文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願	

国際調査を完了した日 01.10.2018	国際調査報告の発送日 16.10.2018
--------------------------	--------------------------

国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号	特許庁審査官 (権限のある職員) 松原 宜史	4Z	4162
	電話番号 03-3581-1101 内線 3480		

C (続き) . 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	WO 2014/142198 A1 (出光興産株式会社) 2014.09.18, 実施例 & US 2016/0002558 A1 , 実施例 & EP 2975105 A1 & CN 105008503 A & KR 10-2015-0127673 A & TW 201443225 A	1-9
Y	JP 02-196894 A (住友電装株式会社) 1990.08.03, 実施例 & US 5370808 A , 実施例 & EP 380094 A1	1-9
Y	JP 61-162595 A (日本石油株式会社) 1986.07.23, 実施例 (ファミリーなし)	1-9
Y	JP 52-156274 A (日本石油株式会社) 1977.12.26, 実施例 & US 4115284 A , 実施例	1-9