

公告本

申請日期: 90.4.25

案號: 90109853

類別: C23C 22/00

(以上各欄由本局填註)

發明專利說明書

593749

一、 發明名稱	中文	水系潤滑劑及金屬材料之表面處理方法	
	英文		
二、 發明人	姓名 (中文)	1. 川越 亮助 2. 藤井 政明 3. 吉田 昌之	
	姓名 (英文)	1. 2. 3.	
	國籍	1. 日本 2. 日本 3. 日本	
	住、居所	1. 日本國東京都中央區日本橋1-15-1 日本巴卡萊近沽股份有限公司內 2. 日本國神奈川縣平塚市橫內2720 3. 日本國東京都中央區日本橋1-15-1 日本巴卡萊近沽股份有限公司內	
	姓名 (名稱) (中文)	1. 日本巴卡萊近沽股份有限公司	
	姓名 (名稱) (英文)	1. NIHON PARKERIZING CO., LTD.	
三、 申請人	國籍	1. 日本	
	住、居所 (事務所)	1. 日本國東京都中央區日本橋1-15-1	
	代表人 姓名 (中文)	1. 里見 菊雄	
	代表人 姓名 (英文)	1.	



(由本局填寫)

承辦人代碼：
大 類：
I P C 分類：

A6
B6

本案已向：

國 (地區) 申請專利，申請日期： 案號： ， ☐ 有 ☐ 無主張優先權
日本國 2000 年 6 月 28 日 特願 2000-194377 有

有關微生物已寄存於： ，寄存日期： ，寄存號碼：

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁各欄)

裝

訂

線

經濟部智慧財產局員工消費合作社印製

五、發明說明()

【實施例】

以下列舉幾個實施例與比較例以便說明本發明之有用性。

〔材料〕

對下述鋼鐵材料進行了處理。

平板：S45C，尺寸：30mm×80mm，厚度1mm

滑動潤滑試驗片(SRV)：SUJ2 24×8mm

〔前處理〕

洗滌處理：用市售洗滌劑(註冊商標 Finecleaner—4360，日本 PARKERIZING 股份有限公司製)的2%水溶液60℃下浸漬3分鐘後，自來水洗滌30秒鐘。

磷酸錳處理：洗滌處理後，浸漬在市售的表面調整劑(註冊商標—Prepalan 55(實施例3)或Prepalan VM(實施例4和對照例2)，均日本 PARKERIZING 股份有限公司製)的3%水溶液中，接著用市售的磷酸錳化成劑(註冊商標 Parhos M1A，PARKERIZING 股份有限公司製)的15%水溶液在95℃下作5分鐘浸漬處理。其後水洗和乾燥。

實施例 1

在上述洗滌處理過的鋼鐵材料表面上塗布下述表面處理液1後，在160℃下進行10分鐘燒接。

表面處理液 1

二硫化鉬：平均粒徑2.0毫微米

水系樹脂：聚酯系樹脂

五、發明說明()

樹脂斷裂強度：350 千克/平方釐米

樹脂延伸率：2%

樹脂的平均分子量：10000

處理液 1 是將二硫化鉬粉末分散在聚酯樹脂水分散液中製成的。

實施例 2

在上述洗滌處理過的鋼鐵材料表面上塗布下述表面處理液 2 後，在 200℃ 下進行 10 分鐘燒接。

表面處理液 2

二硫化鉬（平均粒徑）：4.0 毫微米

水系樹脂：聚酯系樹脂

樹脂斷裂強度：320 千克/平方釐米

樹脂延伸率：1%

樹脂的平均分子量：12000

處理液 2 是將二硫化鉬粉末分散在聚酯樹脂水分散液中製成的。

實施例 3

對上述洗滌處理過的鋼鐵材料實施磷酸錳處理，然後在表面上塗布下述表面處理液 3，最後在 220℃ 下進行 5 分鐘燒接。

表面處理液 3

二硫化鉬（平均粒徑）：20 毫微米

水系樹脂：水性聚氨酯樹脂

樹脂斷裂強度：310 千克/平方釐米

五、發明說明()

樹脂延伸率：5%

樹脂的平均分子量：8000

處理液 3 是二硫化鉬粉末分散在聚酯樹脂水性分散液中製成的。

實施例 4

將上述洗滌處理過的鋼鐵材料，在加熱到 65℃ 的下述表面處理液 4 中浸漬處理 10 分鐘。接著水洗和乾燥。然後塗布實施例 3 使用的表面處理液 3，180℃ 下進行 10 分鐘燒接。

表面處理液 4

二硫化鉬（平均粒徑）：15 毫微米

水系樹脂：水性聚氨酯樹脂

樹脂斷裂強度：350 千克/平方釐米

樹脂延伸率：3%

樹脂的平均分子量：15000

處理液 4 是二硫化鉬粉末分散在聚酯樹脂水性分散液中製成。

比較例 1

僅進行上述洗滌處理，不實施其後的表面處理。

比較例 2

僅進行上述洗滌處理及磷酸錳處理，未實施其後的表面處理。

表 1 示出有關實施例 1~4 以及對照例 1 和 2 中磷酸錳層薄膜厚度、粒徑和粗糙度、表面處理後形成的潤滑薄

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

表

訂

線

五、發明說明()

膜層中鉬量和碳量、以及滑動潤滑評價結果。滑動潤滑試驗用以下方法進行。

〔滑動潤滑試驗〕

用市售 SRV 試驗機進行了評價。將處理過的試驗片和未處理的鋼球 (SUJ2, 直徑 10 毫米) 組合, 在 100 牛頓載荷、50 赫茲振動頻率、2 毫米振幅下不塗油滑動。測定摩擦係數及摩擦係數達到 0.6 前所需的時間。此時間越長, 潤滑性越好。

表 1 所示的資料說明, 本發明可以得到優良的潤滑性。

表 1

	磷酸錳薄膜層			潤滑薄膜層		滑動潤滑 評價
	厚度 (μm)	粒徑 (μm)	粗糙度 (μm)	Mo (g/m^2)	C (g/m^2)	SRV 滑動時 間 (秒)
實施例 1	—	—	—	1.5	1.5	200
實施例 2	—	—	—	2.0	2.0	200
實施例 3	3	2	1.5	3.0	3.0	300
實施例 4	10	20	8	4.0	4.0	300
比較例 1	0	0	—	0	0	5
比較例 2	10	8	8	0	0	25

【發明的效果】

本發明採用特定的水系樹脂製成水系潤滑劑, 然後用此水系潤滑劑進行金屬材料表面處理, 這樣能在低成本和環境污染小條件下使金屬材料表面形成具有極優良滑動潤滑特性的薄膜, 產生優良效果。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

訂
線

92.8.20補正

五、發明說明()

【發明所屬之技術領域】

本發明涉及在金屬材料表面上形成一種滑動潤滑性優良的薄膜用的水系潤滑劑及其表面的處理方法。更具體講，本發明涉及由二硫化鉬和具有特定性質的樹脂組成的水系潤滑劑，以及使用這種潤滑劑的金屬材料表現的處理方法。

【先前技術】

二硫化鉬自古以來就作為固體潤滑劑使用，即使現也還在以各種汽車部件為首的各種用途中使用。過去一般採用的方法是，將二硫化鉬潤滑劑和聚酰胺酰亞胺粘合劑溶解在有機溶劑中，將其噴塗後進行燒接。然而，近年來從保護地球環境觀點來看，人們強烈希望開發不用有機溶劑的水系潤滑劑。

另一方面，在1940年代磷酸錳處理作為鋼鐵用防銹處理就已實用化，其後逐漸將磷酸錳薄膜作為滑動薄膜使用。因此與其他化成膜相比，堅硬、耐磨損性優良、初期磨合性好而且是多孔物質，能夠使材料表現保持潤滑油具有潤滑油保持特性。據說未實施表面處理的滑動部分會有金屬間接觸，局部產生高溫和高壓。在這種狀態下滑動時局部將出現顯著磨損，使構件劣化。因此，防止金屬間直接接觸是十分重要的，而表面上形成磷酸錳薄膜對於防止這種金屬間的直接接觸是有效的，實際上已經用於許多滑動部件的使用條件(荷載)提出了許多更嚴格要求，而且希望部件的使用壽命長。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

表

訂

線

A7

B7 修正

92. 8. 20 補充

五、發明說明()

因此在許多場合下，傳統的磷酸鋁薄膜不能單獨獲得所需的充分性能。

為了改善薄膜的摩擦學特性，有人提出在磷酸鋁上形成二硫化鉬罩面塗層的方法。例如：特開平 7-113401 號公報(真空環境用齒輪傳動機構) 中公開了一種真空環境用齒輪傳動機構，其特徵在齒輪的嚙合部分是由合金工具鋼製成，在此嚙合部分依次形成磷酸鋁底層和固定潤滑膜固體的潤滑齒輪，而固體潤滑膜係由二硫化鉬形成。但是，關於形成固體潤滑膜的潤滑劑用之粘合劑卻沒有任何記載。而特開平 9-184079 號公報(耐磨損構件) 公開了一種耐磨損構件，其中在壓力環的上下表面上設有磷酸鋁層，以及在其晶粒間隙間分散有平均粒徑 1~2 毫微米的二硫化鉬的潤滑劑層。在此公開方法中，舉出了作為粘合劑有聚酰胺酰亞胺、環氧樹脂、聚亞胺與聚四氟乙烯，但是卻未觸及該樹脂的機械性質。其實施例中使用聚酰胺酰亞胺作粘合劑，採用的是有機溶劑的塗裝方法。

【發明要解決的課題】

本發明是為解決既有技術中所存在的這些問題而提出的，具體而言本發明目的在於提供一種以低成本及低汙染環境之條件下形成之新穎的水系潤滑劑及其表面的處理方法。

【解決課題的手段】

本發明人等就上述既有技術存在之問題的解決手段進

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明()

行深入研究，結果新發現由特定粒徑的二硫化鉬和具有特定機械特性的樹脂組成的水系潤滑劑以及使用這種潤滑劑的表面處理方法，此外還新發現使之形成特定磷酸錳薄膜層和潤滑劑層組成的複合膜的方法。

也就是說，本發明涉及一種水系潤滑劑，其特徵在於其中含有平均粒徑 0.5~10 毫微米的二硫化鉬，以及斷裂強度 300 千克/平方釐米以上、斷裂延伸率 10%以下、平均分子量 5000~50000 的水系樹脂。其中所說的水系樹脂聚酯樹脂或水性聚胺酯樹脂。此外，本發明還提供了一種金屬材料的表面材料的表面處理方法，其特徵在於使所說的水系潤滑劑與清潔的金屬材料表面接觸，形成含有以鉬計 0.1~5.0 克/平方米二硫化鉬，以碳計 0.1~5.0 克/平方米樹脂的水系潤滑劑薄膜層，然後再 100~250℃ 下進行燒接。本發明也提供了一種金屬材料的表面處理方法，其特徵在於使所說的潤滑劑與薄膜厚度 1~15 毫微米、結晶粒徑 0.5~30 毫微米、表面粗糙度 (Rz) 0.5~20 毫微米的被晶狀磷酸錳薄膜覆蓋的金屬表面接觸，使之形成含有以鉬計 0.1~5.0 克/平方米二硫化鉬，以碳計 0.1~5.0 克/平方米樹脂的水系潤滑劑薄膜層後，在 100~250℃ 下進行燒接，使之形成由磷酸錳薄膜層和潤滑膜層組成的複合膜。

【發明的實施方式】

以下詳細說明本發明。

對用作本發明處理物件的材料並無特別限制，主要

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

五、發明說明()

適用於鋼鐵材料，例如碳素鋼、鉻合金鋼、鉻鉬合金鋼、高碳鉻合金鋼、鋁、鋁合金等。

本發明的水系潤滑劑可以採用使二硫化鉬和水系樹脂分散在水中的方法製造。本發明的水系潤滑劑中使用二硫化鉬的平均粒徑必須處於 0.5~10 毫微米範圍內。用平均粒徑處於此範圍內的二硫化鉬可以獲得優良滑動特性。低於 0.5 毫微米性能上雖無問題，但是成本增高並不好。另一方面若超過 10 毫微米，在潤滑劑中的分散就會惡化，也不好。本發明水系潤滑劑中用的水系樹脂，是能在水中溶解或分散使用的一些樹脂，例如聚酯樹脂、聚氨酯樹脂、多酚樹脂等。特別聚酯樹脂或水性聚氨酯系樹脂（分散液）。聚脂系樹脂可以舉出用對苯二甲酸或間苯二甲酸的聚化物作為共聚成份的聚酯樹脂；而聚氨酯系樹脂可以舉出以聚醚多元醇、聚酯多元醇等多元醇，以及聯甲苯胺二異氰酸酯、其撐稱二異氰酸酯等聚異氰酸酯為基料的水性聚氨酯樹脂。這些樹脂必須使用斷裂強度 300 千克/平方釐米以上、斷裂延伸率 10%、平均分子量 5000~50000 的標準值。因為斷裂强度高而延伸率低的樹脂有優良的耐磨損性。其中平均分子量對處理劑的分散性有影響，所以必須處於此範圍內。

以下說明用上述水系潤滑劑處理金屬材料表面的方法。這種金屬材料的表面處理方法是：首先使所說的水系潤滑劑與清潔的金屬材料表面接觸，形成含有以鉬計 0.1~5.0 克/平方米的二硫化鉬，以碳計 0.1~0.5 克/平方

（請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁）

裝

訂

線

82年8月10日
補充

五、發明說明()

米樹脂的水系潤滑劑薄膜層，然後在 100~250°C 下進行燒接。通過這種燒接，使金屬材料表面形成含有以鉬計 0.1~5.0 克/平方米鉬和 0.1~5.0 克/平方米碳的潤滑劑薄膜。經過這種燒接乾燥後，鉬和碳的各自附著量低於 0.1 克/平方米時，得不到足夠的滑動性；而鉬和碳的各自附著量超過 5.0 克/平方米時，雖然沒有出現特別的問題，但經濟性卻變差。

對水系潤滑劑與金屬材料的接觸方法沒有特別限制，可以採用浸漬法和噴塗法等。其中包括使水系潤滑劑以原液形式或者以稀釋處理液形式接觸。而且也可以並用表面活性劑，以便使二硫化鉬均一塗布。對這種處理液中二硫化鉬和樹脂的濃度沒有特別限制，其各自濃度通常 0.1~1% 左右較優。濃度低於 0.1% 時，塗布次數不多不能獲得預定塗布量，因此使工序延長在經濟上不合算。反之一旦超過 1%，就會使處理液的穩定性劣化，也不好。

然之後在 100~250°C 溫度下進行燒接和乾燥，使之形成潤滑薄膜層。這種燒接乾燥的目的在於揮發水份，使所用的樹脂流動，即將樹脂軟化平滑，具有更高的附著性，所以燒接乾燥溫度必須處於上述範圍，更若處於 150~200°C 範圍則較優。

對鋼鐵材料實施上述金屬材料表面處理方法時，從滑動潤滑性、附著性和耐腐蝕性角度來看，應當首先在表面上形成磷酸錳薄膜，形成的磷酸錳薄膜控制在 1~15 毫微米薄膜厚度內，晶粒直徑為 0.5~30 毫微米，表面粗糙度(Rz)為 0.5~20 毫微米範圍內較優。薄膜厚度低於 1 毫

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線

A7	修正
年 月 B7日	補充
92. 8. 20	

五、發明說明 ()

微米，耐燒傷程度降低，則不良好。薄膜厚度超過 15 毫微米時，性能上雖然沒有差別，但是經濟性卻變差。晶粒直徑低於 0.5 毫微米時，耐荷載度不充分，而超過 30 毫微米摩擦係數增高也不好。表面粗糙度 (Rz) 低於 0.5 毫微米附著性降低，而超過 20 毫微米表面粗糙度增大，潤滑薄膜的覆蓋性差，所以都不好。

以下就本發明特定的上述薄膜厚度、晶粒直徑、表面粗糙度、鉬附著量和碳附著量的測定方法進行說明。也就是說，磷酸鋁薄膜的薄膜厚度，是將化成處理後的構件剖開後，用金屬顯微鏡觀察斷面的方法測定的。而晶粒直徑是用市售的掃描電子顯微鏡 (SEM) 表面觀察的方法測定的。表面粗糙度是用市售的表面粗糙度計測定的。

鉬附著量用市售紫光 X 射線分析裝置 (XRF) 定量測定。首先測定不同鉬附著量已知的數個樣品，然後根據得到的強度繪製強度—附著量工作曲線。進而在同樣條件下將本發明表面處理方法處理過的樣品切成適當大小 ($\phi 3$ 釐米左右) 後測定。根據上述工作曲線將這些測得的強度換算成鉬附著量。碳附著量的測定用市售的表面碳分析裝置 (TOC) 進行。將本發明表面處理方法處理的樣品切成適當大小 (20~50 釐米左右) 製成樣品。表面碳分析裝置的工作原理是，樣品升溫時表面上存在的碳氧化氣化，用紅外吸收光譜分析法 (IR) 進行定量測定。測定時採用能使表面上碳氧化氣化的條件，一般優選的條件是 400°C 下測定 5 分鐘。



A5

B5

四、中文發明摘要 (發明之名稱： 水系潤滑劑及金屬材料的表面處理方法)

本發明係一種在金屬材料表面上形成一種滑動潤滑性優良的薄膜用的水系潤滑劑及其表面的處理方法，又該水系潤滑劑，其特徵在於其中含有平均粒徑 0.2~10 毫微米的二硫化鉬，以及斷裂強度 300 千克/平方毫米以上、斷裂延伸率 10%以下、平均分子量 5000~50000 的水系樹脂，其中所說的水系樹脂式聚酯樹脂或水性聚氨酯樹脂。

英文發明摘要 (發明之名稱： Aqueous Lubricant And Surface Treatment of Metal Materials)

The present invention provides an aqueous lubricant for forming a coating with excellent slipping lubricity on metal materials and a surface treating method by using the same. The said aqueous lubricant is characterized by comprising molybdenum disulfide particles having average size of 0.5-10 nm and a water soluble resin with break strength above 300 kg/cm², breaking elongation rate below 10%, and average molecular weight of 5000-50000, wherein said water soluble resin is polyester resin or aqueous polyurethane resin.

六、申請專利範圍

1. 一種水系潤滑劑，其特徵在於其中含有平均粒徑0.5～10毫微米的二硫化鉬，以及斷裂強度300千克/平方釐米以上、斷裂延伸率10%以下、平均分子量5000～50000的水系樹脂，其水系樹脂是聚酯樹脂或水性聚氨酯樹脂。
2. 一種金屬材料的表面處理方法，其特徵在於如申請專利範圍第1項所述之水系潤滑劑與薄膜厚度1～15毫微米、結晶粒徑0.5～30毫微米、表面粗糙度(Rz)0.5～20毫微米的被晶狀磷酸錳薄膜覆蓋的金屬表面接觸，形成含有以鉬計0.1～5.0克/平方米的二硫化鉬，以碳計0.1～5.0克/平方米樹脂的水系潤滑劑薄膜層後，在100～250℃下進行燒接，使之形成由磷酸錳薄膜層和潤滑薄膜層組成的複合膜層。

(請先閱讀背面之注意事項再填寫本頁)

裝

訂

線