

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第3区分

【発行日】平成17年7月14日(2005.7.14)

【公開番号】特開2003-183683(P2003-183683A)

【公開日】平成15年7月3日(2003.7.3)

【出願番号】特願2001-384884(P2001-384884)

【国際特許分類第7版】

C 10 M 169/04

C 10 M 103/02

C 10 M 125/24

// C 10 N 10:06

C 10 N 30:06

C 10 N 40:02

C 10 N 50:08

【F I】

C 10 M 169/04

C 10 M 103/02 Z

C 10 M 125/24

C 10 N 10:06

C 10 N 30:06

C 10 N 40:02

C 10 N 50:08

【手続補正書】

【提出日】平成16年11月19日(2004.11.19)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

摺動面に介在する潤滑剤であって、10重量%から15重量%のリン酸アルミニウム化合物と炭素粉末とを含有する潤滑剤。

【請求項2】

前記炭素粉末がカーボンブラックであることを特徴とする請求項1に記載の潤滑剤。

【請求項3】

前記リン酸アルミニウム化合物がリン酸二水素アルミニウムであることを特徴とする請求項1又は請求項2に記載の潤滑剤。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0003

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0003】

固体潤滑剤としては、グラファイトが用いられている。この他の固体潤滑剤には、金属硫化物として、例えばMoS<sub>2</sub>、ZnS<sub>2</sub>、Cu<sub>2</sub>S等が存する。これらの固体潤滑剤は、分子構造に於いて、平板の結晶構造が層状に並ぶために、加圧により層状部分に滑りが発生して潤滑作用を成すと考えられる。

## 【手続補正3】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0006

【補正方法】変更

【補正の内容】

## 【0006】

更に、従来例として、炭素粉末と周期律表のVIA族、VIIA族及びVIIIA族から選ばれた金属粉末の1種以上から成る固体潤滑剤が存在する。この固体潤滑剤は、摺動面に於いて、炭素が金属の触媒作用により、グラファイト化する為に摺動抵抗が減少し、摩擦係数が小さくなるとするものである。この炭素粉末は、カーボンブラックなどが用いられ、又グラファイトなども用いられる。その配合比は、金属粉が0.05wt%以上から0.5wt%以下であり、N

iを用いる場合には、配合比率が0.5wt%以上から2wt%以下の時に効果を奏するとのことである。この金属粉としては、この他にFe、C<sub>o</sub>、Cr、Mn等も同様な効果を奏するとのことである。

## 【手続補正4】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0010

【補正方法】変更

【補正の内容】

## 【0010】

請求項1に係わる本発明の潤滑剤は、摺動面に介在する潤滑剤であって、10重量%から15重量%のリン酸アルミニウム化合物と炭素粉末とを含有する潤滑剤。

## 【手続補正5】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0011

【補正方法】変更

【補正の内容】

## 【0011】

この請求項1に係わる本発明の潤滑剤では、炭素粉末に10から15重量%のリン酸アルミニウム化合物を添加したことにより、高温雰囲気中での摺動面に於いて、炭素が摺動面に付着し、その摺動面に付着した炭素にリン酸アルミニウム化合物が耐酸化性を付与するものと考えられる。このために耐熱性のある低摩擦係数の潤滑剤が得られる。このリン酸アルミニウム化合物は、セラミックスや炭素材料の摺動面との結合性が良く、特に、炭素材料に使用した場合には、炭素材料の耐酸化性が向上することも認められる。このために、メカニカルシール等のカーボン材製シールリングの摺動面に用いると優れた効果を奏する。また、常温及び高温雰囲気中でも摺動開始後から摩擦係数を低減し、しかも、高温雰囲気中でも長時間摩擦係数を低減して安定した摺動状態を維持することが可能になる。

## 【手続補正6】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0016

【補正方法】削除

【補正の内容】

## 【手続補正7】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0017

【補正方法】削除

【補正の内容】

## 【手続補正8】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0021

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0021】

先ず、本発明の潤滑剤Aを説明する前に、潤滑剤を試験した試験機1及び試験片10, 15について説明する。図2及び図3に示すシールリング10は、炭化珪素セラミックス材である。このシールリング10は、外径が35mm×内径が23.5mm×幅10mmであると共に、摺動面11の外径は29mmである。シールリング10の端面には、摺動面11が設けられており、摺動面11に沿って円周4等配で幅が4mm×深さが1.5mmの潤滑剤Aの吸込溝12が設けられている。この吸込溝12は、回動中に吸込溝12から摺動面11、16へ潤滑剤が侵入するように構成されている。又、図2又は図3の中心線下側には、熱電対用の穴が設けられている。この穴は、摺動面11から1mmの位置に直径1.0mm×深さ2.8mmに形成したものである。尚、図2の2等配の半円形の切欠は、シールリング10を固定する保持凹部である。尚、摺動面の平均半径は、図1に示すように、rmmである。

## 【手続補正9】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0023

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0023】

次に、潤滑剤を試験した試験機1について説明する。図1は、この試験機1の断面図である。図示下部は、図示省略のモータにより回転される回転軸2Bである。この回転軸2Bの上端には第2治具3Bが取り付けられている。この第2治具3Bは、メイティングリング15を回転可能に保持するものである。一方、固定軸2Aは、移動自在に保持されて荷重Wが負荷されている。固定軸2Aの下端にも第1治具3Aが連結されている。この第1治具3Aはボール5を介してシールリング10を保持するように構成されている。又、第1治具3Aは、カバー管6により覆われている。

## 【手続補正10】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0024

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0024】

試験機1に於いて、試験片10、15は、上側のシールリング10と下側のメイティングリング15から構成されている。この試験片10、15は第1治具3Aと第2治具3Bの間に配置されて、試験片10、15の内径側が潤滑剤供給室4に形成されている。この潤滑剤供給室4に潤滑剤Aを投入して試験する。又、シールリング10には、熱電対用の穴に第2熱電対温度計8が接続されている。更に、試験片10、15及び治具3A、3Bは、図示省略の加熱用電気炉の雰囲気内に配置されている。そして、この電気炉内の雰囲気温度は、電気炉内に連結された第1熱電対温度計7により制御され、且つ測定されるよう構成されている。

## 【手続補正11】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0027

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0027】

摺動試験は、試験片 10, 15 の周囲の雰囲気温度 470 °C に於ける潤滑剤による摩擦係数  $\mu$  の経時変化を測定したものである。本発明の潤滑剤 A の原料は、炭素粉末と 10 から 15 重量% のリン酸アルミニウム化合物とを含有するものである。炭素粉末はカーボンブラックなどである。又、リン酸アルミニウム化合物はリン酸二水素アルミニウム（商品名：アシドホス 75, 37, 120M 等）が適している。又、リン酸二水素アルミニウムの配合量は、8 から 18 重量%、好ましくは、10 から 15 重量% の範囲にすると、低摩擦係数に優れると共に、高温雰囲気中でも低摩擦係数を維持することが可能になる。これらの潤滑剤 A を炭素部品、セラミックス部品等のシール摺動面又は軸受け摺動面に付着させて利用すると、この潤滑剤 A によって優れた低摩擦係数の摺動面が得られる。

【手続補正 12】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0028

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0028】

本発明の潤滑剤 A による試験の結果では、摺動開始直後の摩擦係数が 0.1 から 0.3 の値を示しているが、摺動距離が 150m でも 0.2 以下に低下し、更に、摺動距離が 500m でもこの摩擦係数  $\mu$  の値は安定した挙動を示している。この摺動試験の摺動距離が 500m 経過した後の摺動面を肉眼により観察した結果では、摺動面に潤滑剤 A が付着しているのが認められる。従って、低摩擦係数が長期に渡って維持すると考えられる。又、リン酸アルミニウム化合物により炭素粉末に耐酸化性を付与するために、大気中又は湿度の高い雰囲気中の高温下に於いても低摩擦係数を維持するものと考えられる。

【手続補正 13】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0029

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0029】

【実施例 1】潤滑剤 A の原料は、粒子径が 42nm のカーボンブラック粉末（東海カーボン株式会社製トーカブラック #7100F）、リン酸二水素アルミニウム A1 (H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>)<sub>3</sub> 粉末（純正化学株式会社製）を使用した。

【手続補正 14】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0033

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0033】

【実施例 2】潤滑剤 A の原料は、粒子径が 42nm のカーボンブラック粉末（東海カーボン株式会社製トーカブラック #7100F）、リン酸二水素アルミニウム A1 (H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>)<sub>3</sub> 粉末（純正化学株式会社製）を使用した。

【手続補正 15】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0037

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0037】

【比較例 1】潤滑剤 B の原料は、粒子径が 42nm のカーボンブラック粉末（東海カーボン株式会社製トーカブラック #7100F）、粒子径 63μm 以下の Ni 粉末（株式会社高純度化学研究所製）を使用した。

【手続補正 16】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0038

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0038】

このカーボンブラック粉末99重量%とNi粉末1重量%をエチルアルコールにより湿式状態で混合した。そして、この混合された配合物を乾燥して粉末状態にする。これを比較例1の潤滑剤Bとして試験した。

【手続補正17】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0039

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0039】

この試験は以下の条件による。先ず、潤滑剤Bを図1に示した試験器のシールリング10とメイティングリング15との内径内に60%ぐらいに満たした。試験片のシールリング10とメイティングリング15とは、共に炭化珪素セラミック材製である。試験片の摺動面粗さは：0.05から0.08μmRzである。

試験片の回転数：200rpm

試験荷重：50N

試験片の雰囲気温度：470°C

【手続補正18】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0040

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0040】

この条件の下に試験機1により摺動トルクM、負荷荷重W、摺動面平均半径r mを測定し、摩擦係数の式からμ求めたのが図8である。図8は、比較例1の潤滑剤Bによる摺動距離(m)との関係を示す摩擦係数μのグラフNo3である。このカーボンブラックにNi粉末を含有した潤滑剤Bは、摺動直後より摺動距離が500mに至るまで摩擦係数が0.5以上で上下動する不安定な摩擦の挙動を示した。しかも、最大で0.8の摩擦係数を示している。

【手続補正19】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0041

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0041】

【比較例2】潤滑剤Bの原料は、粒子径が42nmのカーボンブラック粉末(東海カーボン株式会社製トーカブラック#7100F)、リン酸二水素アルミニウムA1(H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>粉末(純正化学株式会社製)を使用した。このカーボンブラック粉末99重量%とリン酸二水素アルミニウム粉末1重量%をエチルアルコールにより湿式状態で混合した。そして、この混合されたものを乾燥して粉末状態にする。これを比較例2の潤滑剤Bとして試験した。比較例2は比較例1と同一機種により同一条件で試験をしている。

【手続補正20】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0042

【補正方法】変更

## 【補正の内容】

## 【0042】

この条件の下に試験機1により摺動トルクM、負荷荷重W、摺動面平均半径r mを測定し、摩擦係数の式から $\mu$ を求めたのが図9である。図9は、比較例2の潤滑剤Bについて摺動距離(m)との関係を示す摩擦係数 $\mu$ のグラフNo4である。このカーボンブラックにリン酸二水素アルミニウム粉末を含有した潤滑剤Bは、摺動直後より摺動距離が500mに至るまで摩擦係数が平均0.5以上で不安定な摩擦の挙動を示した。しかも、最大で0.8の摩擦係数を示している。

## 【手続補正21】

## 【補正対象書類名】明細書

## 【補正対象項目名】0043

## 【補正方法】変更

## 【補正の内容】

## 【0043】

潤滑剤Bの原料は、粒子径が42nmのカーボンブラック粉末(東海カーボン株式会社製トーカブラック#7100F)、リン酸二水素アルミニウムA1( $H_2PO_4$ )<sub>3</sub>粉末(純正化学株式会社製)を使用した。このカーボンブラック粉末95重量%とリン酸二水素アルミニウム粉末5重量%をエチルアルコールにより湿式状態で混合した。そして、この混合されたものを乾燥して粉末状態にする。これを比較例3の潤滑剤Bとして試験した。比較例3は比較例2と同一機種により同一条件で試験をしている。

## 【手続補正22】

## 【補正対象書類名】明細書

## 【補正対象項目名】0044

## 【補正方法】変更

## 【補正の内容】

## 【0044】

この条件の下に試験機1により摺動トルクM、負荷荷重W、摺動面平均半径r mを測定し、摩擦係数の式から $\mu$ を求めたのが図10である。図10は、比較例4の潤滑剤Bについて摺動距離(m)との関係を示す摩擦係数 $\mu$ のグラフNo5である。このカーボンブラックにリン酸二水素アルミニウムを含有した潤滑剤Bは、摺動直後より摺動距離が500mに至るまで摩擦係数が平均0.7以上で不安定な摩擦の挙動を示した。しかも、最大で0.85の摩擦係数を示している。

## 【手続補正23】

## 【補正対象書類名】明細書

## 【補正対象項目名】0045

## 【補正方法】変更

## 【補正の内容】

## 【0045】

【比較例4】潤滑剤Bの原料は、粒子径が42nmのカーボンブラック粉末(東海カーボン株式会社製トーカブラック#7100F)、リン酸二水素アルミニウムA1( $H_2PO_4$ )<sub>3</sub>粉末(純正化学株式会社製)を使用した。このカーボンブラック粉末80重量%と、リン酸二水素アルミニウム粉末20重量%をエチルアルコールにより湿式状態で混合した。そして、この混合された配合物を乾燥して粉末状態にする。これを比較例4の潤滑剤Bとして試験した。比較例4は比較例2と同一機種により同一条件で試験をしている。

## 【手続補正24】

## 【補正対象書類名】明細書

## 【補正対象項目名】0046

## 【補正方法】変更

## 【補正の内容】

## 【0046】

この条件の下に試験機1により摺動トルクM、負荷荷重W、摺動面平均半径r mを測定し、摩擦係数の式から $\mu$ を求めたのが図11である。図11は、比較例4の潤滑剤Bについて摺動距離(m)との関係を示す摩擦係数 $\mu$ のグラフNo6である。このカーボンブラックにリン酸二水素アルミニウムを含有した潤滑剤Bは、摺動直後に摩擦係数の増加を示したが、摺動距離が250mを過ぎてから摩擦係数が平均0.4位になり、全体としてやや不安定な摩擦の挙動を示した。しかし、摺動距離が長くなると安定した挙動を示すことも認められる。この点からも、リン酸アルミニウムの配合割合が上限18重量%までは十分に利用することができる。実施例に対して比較例及び従来例から各データを検討すると、10から15重量%のリン酸アルミニウムが含有する潤滑剤は、優れた低摩擦の効果を奏することが認められる。

## 【手続補正25】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0047

【補正方法】変更

【補正の内容】

## 【0047】

【発明の効果】本発明に係わる潤滑剤によれば、以下のような効果を奏する。請求項1に係わる本発明の潤滑剤によれば、炭素粉末に10から15重量%のリン酸アルミニウム化合物を添加することにより、常温から高温雰囲気中での摺動面に於いて、長時間安定した低摩擦係数が保持される効果を奏する。このリン酸アルミニウム化合物は、セラミックス材料や炭素材料の摺動面との結合性が良く、特に、炭素材料に使用した場合には、炭素材料の耐酸化性が向上することも認められる。このために、メカニカルシール、軸受け等の摺動面に用いると優れた効果を奏することも認められる。更に、リン酸アルミニウム化合物が炭素を摺動面に付着させ、その摺動面に付着した炭素にリン酸アルミニウム化合物が耐酸化性を付与するので、耐熱性も良好であると考えられる。又、摺動面が摺動初期の段階から常温及び高温状態でも低摩擦状態が維持される効果を奏する。

## 【手続補正26】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0050

【補正方法】削除

【補正の内容】