

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4730714号
(P4730714)

(45) 発行日 平成23年7月20日 (2011. 7. 20)

(24) 登録日 平成23年4月28日 (2011. 4. 28)

(51) Int. Cl.

F 1

C 1 O M 169/00	(2006. 01)	C 1 O M 169/00
C 1 O M 117/02	(2006. 01)	C 1 O M 117/02
C 1 O M 117/04	(2006. 01)	C 1 O M 117/04
C 1 O M 117/06	(2006. 01)	C 1 O M 117/06
C 1 O M 125/02	(2006. 01)	C 1 O M 125/02

請求項の数 4 (全 14 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2008-219290 (P2008-219290)
 (22) 出願日 平成20年8月28日 (2008. 8. 28)
 (65) 公開番号 特開2010-53236 (P2010-53236A)
 (43) 公開日 平成22年3月11日 (2010. 3. 11)
 審査請求日 平成22年7月28日 (2010. 7. 28)

早期審査対象出願

(73) 特許権者 000003997
 日産自動車株式会社
 神奈川県横浜市神奈川区宝町2番地
 (74) 代理人 100102141
 弁理士 的場 基憲
 (72) 発明者 馬淵 豊
 神奈川県横浜市神奈川区宝町2番地 日産
 自動車株式会社内
 (72) 発明者 中川 明
 神奈川県横浜市神奈川区宝町2番地 日産
 自動車株式会社内

審査官 江間 正起

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 グリース組成物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

基油と、

リチウム、カルシウム、マグネシウム及びアルミニウムから成る群より選ばれる少なくとも1種の金属と分子構造中にヒドロキシル基、カルボキシル基、及びカルボン酸金属塩基から成る群より選ばれる少なくとも1種を含む脂肪酸との脂肪酸金属塩から成る金属石鹸系の増ちょう剤と、

一次粒子の平均粒径が5 nm以下である単結晶ダイヤモンドから成るナノ粒子と、を含むことを特徴とするグリース組成物。

【請求項 2】

基油と、

1,2-ヒドロキシステアリン酸リチウム、ステアリン酸リチウム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸アルミニウム又はステアリン酸マグネシウムから成る金属石鹸系の増ちょう剤と、

一次粒子の平均粒径が5 nm以下である単結晶ダイヤモンドから成るナノ粒子と、を含むことを特徴とするグリース組成物。

【請求項 3】

上記基油は、エステル油、エーテル油及びポリオレフィン油から成る群より選ばれる少なくとも1種を含む基油である、ことを特徴とする請求項 1 又は 2 に記載のグリース組成物。

10

20

【請求項 4】

脂肪酸エステルを更に含むことを特徴とする請求項 1 ~ 3 のいずれか 1 つの項に記載のグリース組成物。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、グリース組成物に係り、更に詳細には、ナノ粒子を含有し、摺動部位に適用されるグリース組成物に関する。かかるグリース組成物は、例えば一般工業、自動車や電気製品に用いられるモーターなどのすべり軸受けやころがり軸受け（ベアリング）、摩擦が生じる機械構成部品の潤滑に用いられる。

10

【背景技術】

【0002】

従来、各種の機械装置において、摺動機構の摩擦係数を低減するために潤滑剤が用いられている。潤滑剤の改良により摩擦係数を低減することは、作動効率の向上や部材の長寿命化をもたらす他、静粛化、低振動化にも繋がる。

【0003】

例えば、内燃機関の摺動部品に使われる鋼製品に対して使用した際に、特に、摩擦係数を有意に低減することができ、省燃費化を実現し得るものとして、ナノ粒子含有潤滑油組成物が開示されている（特許文献 1 参照。）

【0004】

20

一方で、例えば、自動車用ドライブシャフトの等速ジョイントに対して使用した際に、特に、構造部品の発する振動音の抑制を実現し得るものとして、有機モリブデン系添加剤の一例であるモリブデンジチオカルバメート（MoDTC）などの固体潤滑性を持つ添加剤を含有する等速ジョイント用グリースが開示されている（特許文献 2 参照。）。

【0005】

【特許文献 1】特開 2006 - 241443 号公報

【特許文献 2】特開平 4 - 130193 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

30

しかしながら、グリースで用いられている MoDTC は、化学変化を伴い作用するため、グリース及び摺動部品の温度の低い始動時や低負荷運転時においては、その効果が限られてしまう。

このため使用条件によってはグリースによる摩擦低減効果が十分に得られないという問題点があった。

また、単にナノ粒子含有潤滑油組成物をグリース状にただけでは、グリースに含まれる添加剤との組み合わせによっては必ずしも低摩擦効果を得られるものでもなく、摩擦低減効果が十分に得られない。

【0007】

本発明は、このような従来技術の有する課題に鑑みてなされたものであり、その目的とするところは、低温域から高温域まで広範囲な温度域で低い摩擦係数を発現し得るグリース組成物を提供することにある。

40

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明者は、上記目的を達成するため、化学反応に頼らない、物理吸着による低摩擦メカニズムに着目し、鋭意検討を重ねた。

その結果、基油に、リチウム、カルシウム、マグネシウム及びアルミニウムから成る群より選ばれる少なくとも 1 種の金属と分子構造中にヒドロキシル基、カルボキシル基、及びカルボン酸金属塩基から成る群より選ばれる少なくとも 1 種を含む脂肪酸との脂肪酸金属塩から成る金属石鹸系の増ちょう剤と、一次粒子の平均粒径が 5 nm 以下である単結晶

50

ダイヤモンドから成るナノ粒子とを混合させることなどにより、上記目的を達成できることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0009】

即ち、本発明のグリース組成物は、基油と、リチウム、カルシウム、マグネシウム及びアルミニウムから成る群より選ばれる少なくとも1種の金属と分子構造中にヒドロキシル基、カルボキシル基、及びカルボン酸金属塩基から成る群より選ばれる少なくとも1種を含む脂肪酸との脂肪酸金属塩とから成る金属石鹸系の増ちょう剤と、一次粒子の平均粒径が5 nm以下である単結晶ダイヤモンドから成るナノ粒子と、を含むことを特徴とする。

【発明の効果】

10

【0010】

本発明によれば、基油に、リチウム、カルシウム、マグネシウム及びアルミニウムから成る群より選ばれる少なくとも1種の金属と分子構造中にヒドロキシル基、カルボキシル基、及びカルボン酸金属塩基から成る群より選ばれる少なくとも1種を含む脂肪酸類とから成る金属石鹸系の増ちょう剤と、酸化物、炭化物及びダイヤモンドから成る群より選ばれる少なくとも1種から成るナノ粒子とを混合させることなどとしたため、低温域から高温域まで広範囲な温度域で低い摩擦係数を発現し得るグリース組成物を提供することができる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0011】

20

以下、本発明のグリース組成物について詳細に説明する。

上述の如く、本発明のグリース組成物は、基油と、リチウム、カルシウム、マグネシウム及びアルミニウムから成る群より選ばれる少なくとも1種の金属と分子構造中にヒドロキシル基、カルボキシル基、及びカルボン酸金属塩基から成る群より選ばれる少なくとも1種を含む脂肪酸類とから成る金属石鹸系の増ちょう剤と、酸化物、炭化物及びダイヤモンドから成る群より選ばれる少なくとも1種から成るナノ粒子とを含むものである。

このような構成とすることにより、化学変化を伴い作用するM o D T Cを必須の添加剤とすることなく、低温域から高温域まで広範囲な温度域で低い摩擦係数を発現し得る。

【0012】

なお、現時点においては、摩擦低減効果が得られる理由として、以下のメカニズムを推定している。

30

基油中に、リチウム、カルシウム、マグネシウム及びアルミニウムのうちの少なくとも1種の金属と分子構造中にヒドロキシル基、カルボキシル基、及びカルボン酸金属塩基のうちの少なくとも1種を含む脂肪酸類とから成る金属石鹸系の増ちょう剤と、酸化物、炭化物及びダイヤモンドのうちの少なくとも1種から成るナノ粒子とを共存させると、金属石鹸系の増ちょう剤は、分子構造中の末端又は側鎖にヒドロキシル基やカルボキシル基、カルボン酸金属塩基を含んでいるため、極性を有することとなり、表面エネルギーの高いナノ粒子の表面に吸着される。

これにより、系全体のエネルギーが低下する。

そして、このような増ちょう剤を吸着したナノ粒子は、互いに凝集することなく、グリース中に分散する。ヒドロキシル基やカルボキシル基、カルボン酸金属塩基を含む増ちょう剤を吸着したナノ粒子は、摩擦部位に巻き込まれた際に、部品同士が直接接触（メタルコンタクト）することを抑制し、結果として、摩擦係数を大幅に低減することができる。

40

また、このような増ちょう剤を吸着したナノ粒子は、摩擦部位に巻き込まれた際に、表面突起間の直接接触を抑制するだけでなく、摩擦面に押し付けられることにより、せん断力の低いトライボフィルムとなり、摩擦面同士のせん断抵抗を減らし、結果として、摩擦係数を大幅に低減することができる。なお、ナノ粒子は、表面が活性であるため、粉末の段階において、製造段階や溶媒や、大気中の油脂類などの表面への吸着によって、表面エネルギーが低下することも考えられるが、摩擦により絶えず新生面が露出することにより、グリース組成物中のヒドロキシル基やカルボキシル基、カルボン酸金属塩基を含む増ち

50

よう剤を吸着することができると考えている。

更に、基油としてヒドロキシル基を含むエステル油やエーテル油を含む基油を用いることや添加剤としてヒドロキシル基を含む脂肪酸エステルを添加することにより、リチウム、カルシウム、マグネシウム及びアルミニウムのうちの少なくとも１種の金属と分子構造中にヒドロキシル基、カルボキシル基、及びカルボン酸金属塩基のうちの少なくとも１種を含む脂肪酸類とから成る金属石鹸系の増ちょう剤が、炭化物や酸化物、ダイヤモンドなどのナノ粒子への吸着に関与して、結果として、摩擦係数を大幅に低減することができる。

なお、上記のメカニズムはあくまでも推測に基づくものである。従って、上記のメカニズム以外のメカニズムにより上述のような効果が得られていたとしても、本発明の技術的範囲に含まれることは言うまでもない。

【００１３】

以下、各成分につき、更に詳細に説明する。

【００１４】

まず、本発明に用いることができる基油について説明する。

上記基油としては、例えば鉱物油や合成油を用いることができる。これらの基油がグリース組成物において主成分であることが望ましいが、特に限定されるものではない。なお、「主成分」とは、グリース組成物全量基準で５０質量％以上であることをいう。

【００１５】

上記鉱物油の具体例としては、原油を常圧蒸留及び減圧蒸留して得られた油留分を溶剤脱れき、溶剤抽出、水素化分解、溶剤脱ろう、水素化精製、硫酸洗浄、白土処理等の精製処理を適宜組み合わせさせて精製したパラフィン系、ナフテン系、ノルマルパラフィン系の油などを挙げることができる。

【００１６】

なお、溶剤精製や水素化精製処理したものが一般的であるが、芳香族分をより低減することが可能な高度水素化分解プロセスやGTL Wax（ガス・トウー・リキッド・ワックス）を異性化する手法で製造したものをを用いることもできる。

【００１７】

また、上記合成油の具体例としては、例えば - オレフィンオリゴマー油、ポリブテンなどのポリオレフィン（PAO）油を挙げることができる。また、例えばステアリン酸やオレイン酸等にアルキル基を加えたもの（炭素数１０～２０）であるモノエステル油、ジトリデシルグルタレート、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、ジブチルセバケート、ジ（２－エチルヘキシル）セバケート、ジ（２－エチルヘキシル）アジペート、メチルアセチルリシノレート、ジオクチルセバケートなどのジエステル油、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などのポリオールエステル（POE）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などの芳香族エステル油、一塩基酸及び二塩基酸の混合脂肪酸と多価アルコールとのオリゴエステルなどのコンプレックスエステル油等のエステル油を挙げることができる。更に、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や、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、テトラフェニルエーテル、ペンタフェニルエーテル、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などのフェニルエーテル油等のエーテル油などを挙げることができる。しかしながら、これらに限定されるものではない。即ち、パーフルオロアルキルエーテルやシリコン油などその他の合成油を用いることもできる。

また、これらは単独で用いてもよく、複数を混合して用いてもよい。

【００１８】

その中でも、ヒドロキシル基を含むエステル油やエーテル油を含む基油は、摩擦係数を

さらに大幅に低減することができるため、望ましい。

【0019】

また、基油の動粘度は、特に制限されるものではないが、100における基油の動粘度は、 $2\text{ mm}^2/\text{s}$ 以上であることが好ましく、 $20\text{ mm}^2/\text{s}$ 以下であることが好ましい。

100における基油の動粘度を $2\text{ mm}^2/\text{s}$ 以上とすることによって基油の散逸を抑えることができる。一方、100における基油の動粘度を $20\text{ mm}^2/\text{s}$ 以下とすることによって、油膜厚さが確保され金属接触を抑え摩擦低減につなげることができる。

【0020】

次に、本発明に用いることができる増ちょう剤について説明する。

10

上記増ちょう剤としては、リチウム、カルシウム、マグネシウム若しくはアルミニウム又はこれらの任意の組み合わせに係る金属とヒドロキシル基、カルボキシル基若しくはカルボン酸金属塩基又はこれらの任意の組み合わせに係る基を含む脂肪酸類とから成る金属石鹸系の増ちょう剤であることを要する。

なお、一種の基を複数有する場合も本発明の技術的範囲に含まれる。

上記金属石鹸系の増ちょう剤としては、例えば高級脂肪酸のリチウム塩、カルシウム塩、マグネシウム塩、アルミニウム塩や、これらのうち少なくとも1つと低級脂肪酸のリチウム塩、カルシウム塩、マグネシウム塩、アルミニウム塩のうちの少なくとも1つとの複合塩を挙げることができる。

また、好適例としては、ステアリン酸リチウム、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸マグネシウム、ステアリン酸アルミニウム、ヒドロキシステアリン酸リチウムなどを挙げることができるが、これらに限定されるものではない。

20

【0021】

また、増ちょう剤の含有量は、特に制限はないが、グリース組成物全量基準で、2～35質量%であることが好ましい。

上記含有量が2質量%未満の場合には、増ちょう効果が少なく、グリース状になりにくいことがある。また、35質量%を超える場合には、グリース組成物は硬くなり過ぎて十分な潤滑効果が得られないことがある。

【0022】

次に、本発明に用いることができるナノ粒子について説明する。

30

上記ナノ粒子としては、一次粒子の平均粒径がナノオーダーであること（具体的には、一次粒子の平均粒径が1～100nm）を要し、一次粒子の平均粒径が1～30nmであることが好ましく、1～10nmであることがより好ましく、1～5nmであることが更に好ましい。

一次粒子の平均粒径が上記範囲外では著しく低い摩擦係数が得られないことがある他、摩耗を加速する要因となることがある。

なお、一次粒子の平均粒径は、紛体として乾燥化した後、透過型電子顕微鏡（TEM）の観察により測定することができる。

【0023】

また、上記ナノ粒子としては、酸化物、炭化物若しくはダイヤモンド又はこれらの混合物であることを要する。

40

酸化物としては、例えば酸化アルミニウム（ Al_2O_3 ）、酸化チタン、酸化セリウム、酸化イットリウム、酸化亜鉛、酸化銅、酸化ホルミウム、酸化ビスマス、酸化コバルト、酸化鉄若しくは酸化マンガン又はこれらを適宜混合した金属酸化物や、酸化ケイ素などの非金属酸化物、更には金属酸化物と非金属酸化物を混合したものを挙げることができる。

炭化物としては、例えばバナジウムカーバイド、タングステンカーバイド、チタンカーバイドなどの金属炭化物やシリコンカーバイド（SiC）などの非金属炭化物を挙げることができる。また、これらは単独で用いてもよく、複数を混合して用いてもよい。

ダイヤモンドとしては、特に単結晶のダイヤモンドを適用することが望ましい。単結晶

50

のダイヤモンドから成るナノ粒子は、SP³構造表層のダングリングボンドにより、ヒドロキシル基やカルボキシル基、カルボン酸金属塩基を有する増ちょう剤をより吸着し易くなり、摩擦係数を大幅に低減することができる。

【0024】

特に、一次粒子の平均粒径が30nm以下である酸化物や炭化物、ダイヤモンド（クラスターダイヤモンド）などのナノ粒子は、一般的に酸化物や炭化物、ダイヤモンド自体の表面エネルギーが高いのに加え、ナノサイズとすることで体積に対する表面積の割合が極めて高いため、系としての表面エネルギーが非常に高くなり、上述した増ちょう剤をより吸着し易くなる。結果として、摩擦係数を大幅に低減することができる。

その中でも、クラスターダイヤモンドを解砕して得られる一次粒子の平均粒径が5nm以下である単結晶のダイヤモンドのナノ粒子は、解砕によりダイヤモンド粒子同士を結合する非晶質成分が除去され、結晶性の高い粒子のみが抽出されたものであり、ダイヤモンド表面のダングリングボンドにより、表面エネルギーが非常に高くなり、上述した増ちょう剤をより吸着し易くなる。このようなナノ粒子は、摩擦部位に巻き込まれた際に、部品同士が直接接触することを抑制し、結果として、摩擦係数を大幅に低減することができる。

【0025】

更に、ナノ粒子の含有量は、特に制限はないが、グリース組成物全量基準で、0.001～0.2質量%であることが好ましい。

上記含有量が0.001質量%未満の場合には、摩擦係数の顕著な低下が認められないことがあり、0.2質量%を超えても摩擦係数低減効果は拡大せず、むしろ不溶解分の沈降や相手攻撃性が増加する場合があります。また、上記含有量が0.1質量%を超えると、粘度が増加し、粘性抵抗が増すことから、むしろ摩擦係数が上昇する場合があります。

【0026】

次に、本発明に用いることができる脂肪酸エステルについて説明する。

脂肪酸エステルとしては、例えば、好ましくは炭素数6～30、より好ましくは炭素数8～24、更に好ましくは炭素数10～20の直鎖状又は分枝状炭化水素基を有する脂肪酸エステルを挙げることができる。炭素数が6～30の範囲外のときは、摩擦低減効果が十分に得られない可能性がある。

【0027】

炭素数6～30の直鎖状又は分枝状炭化水素基としては、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、ノナデシル基、イコシル基、ヘンイコシル基、ドコシル基、トリコシル基、テトラコシル基、ペンタコシル基、ヘキサコシル基、ヘプタコシル基、オクタコシル基、ノナコシル基及びトリアコンチル基等のアルキル基や、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、ウンデセニル基、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、ヘプタデセニル基、オクタデセニル基、ノナデセニル基、イコセニル基、ヘンイコセニル基、ドコセニル基、トリコセニル基、テトラコセニル基、ペンタコセニル基、ヘキサコセニル基、ヘプタコセニル基、オクタコセニル基、ノナコセニル基及びトリアコンテニル基等のアルケニル基などを挙げることができる。

なお、上記アルキル基及びアルケニル基には、考えられる全ての直鎖状構造及び分枝状構造が含まれ、また、アルケニル基における二重結合の位置は任意である。

【0028】

また、上記脂肪酸エステルとしては、かかる炭素数6～30の炭化水素基を有する脂肪酸と脂肪族1価アルコール又は脂肪族多価アルコールとのエステルなどを例示でき、具体的には、グリセリンモノオレート（GMO）、グリセリンジオレート、ソルビタンモノオレート及びソルビタンジオレートなどを特に好ましい例として挙げることができる。

その中でも、ヒドロキシル基を含む脂肪酸エステルが、摩擦係数をさらに大幅に低減す

ることができるため、望ましい。

【0029】

更に、脂肪酸エステル含有量は、特に制限はないが、グリース組成物全量基準で、好ましくは0.05～3.0質量%であり、より好ましくは0.1～2.0質量%、更に好ましくは0.5～1.4質量%である。上記含有量が0.05質量%未満であると摩擦低減効果が小さくなり易く、3.0質量%を超えると基油への溶解性や貯蔵安定性が著しく悪化し、沈殿物が発生し易いので、好ましくない。

【0030】

なお、上述したグリース組成物には、極圧剤、酸化防止剤、防錆剤、粘着剤、構造安定剤など種々の添加剤を加えることができる。

10

極圧剤としては、例えば、硫化オレフィン、塩素化パラフィン、ジアルキルジチオリン酸塩類、ジアルキルジチオカルバミン酸塩類、リン酸エステル類、二硫化モリブデン、グラファイトなどを挙げることができる。

酸化防止剤としては、例えば、フェニル - - ナフチルアミンなどの芳香族アミン類、ジ - t - ブチル - p - クレゾールなどのフェノール類、フェノチアジン、ジアルキルジチオリン酸塩類、ジアルキルジチオカルバミン酸塩類などを挙げることができる。

防錆剤としては、例えばバリウムナフタレンスルフォネートなどのスルフォネート類、N - アルキルトリメチレンジアミンジオレートや脂肪酸アミン - ナフテン酸縮合物などのアミン類、各種ナフテン酸塩類、オレイルザルコシンなどのアミノ酸誘導体、亜硝酸ナトリウム、ベンゾトリアゾール類などを挙げることができる。

20

粘着剤としては、例えばポリイソブチレンやオレフィン共重合体などのポリマーを挙げることができる。

構造安定剤としては、例えば高級アルコール類を挙げることができる。

【実施例】

【0031】

以下、本発明を実施例及び比較例により更に詳細に説明する。

【0032】

(参考例1)

基油としての鉱物油(40における動粘度: $30 \text{ mm}^2/\text{s}$)に、増ちょう剤として12ヒドロキシステアリン酸リチウムをグリース組成物全量基準で25質量%となるように添加し、ナノ粒子としてSiC(一次粒子の平均粒径: 7 nm)をグリース組成物全量基準で0.1質量%となるように添加して、本例のグリース組成物を得た。

30

【0033】

(参考例2)

ナノ粒子としてのSiC(一次粒子の平均粒径: 7 nm)をSiC(一次粒子の平均粒径: 28 nm)に替えたこと以外は、参考例1と同様の操作を繰り返して、本例のグリース組成物を得た。

【0034】

(実施例3)

増ちょう剤としての12ヒドロキシステアリン酸リチウムをステアリン酸リチウムに替え、ナノ粒子としてのSiC(一次粒子の平均粒径: 7 nm)をダイヤモンド(一次粒子の平均粒径: 5 nm 、単結晶)に替えたこと以外は、参考例1と同様の操作を繰り返して、本例のグリース組成物を得た。

40

【0035】

(実施例4)

基油としての鉱物油(40における動粘度: $30 \text{ mm}^2/\text{s}$)をジエステル(40における動粘度: $30 \text{ mm}^2/\text{s}$)に替え、増ちょう剤としての12ヒドロキシステアリン酸リチウムをステアリン酸リチウムに替え、ナノ粒子としてのSiC(一次粒子の平均粒径: 7 nm)をダイヤモンド(一次粒子の平均粒径: 5 nm 、単結晶)に替えたこと以外は、参考例1と同様の操作を繰り返して、本例のグリース組成物を得た。

50

【0036】

(実施例5)

基油としての鉱物油(40における動粘度: $30 \text{ mm}^2/\text{s}$)をPAO(40における動粘度: $30.6 \text{ mm}^2/\text{s}$)に替え、ナノ粒子としてのSiC(一次粒子の平均粒径: 7 nm)をダイヤモンド(一次粒子の平均粒径: 5 nm 、単結晶)に替えたこと以外は、参考例1と同様の操作を繰り返して、本例のグリース組成物を得た。

【0037】

(実施例6)

基油としての鉱物油(40における動粘度: $30 \text{ mm}^2/\text{s}$)をPAO(40における動粘度: $30.6 \text{ mm}^2/\text{s}$ 、PAO6)に替え、ナノ粒子としてのSiC(一次粒子の平均粒径: 7 nm)をダイヤモンド(一次粒子の平均粒径: 5 nm 、単結晶)に替え、そのナノ粒子をグリース組成物全量基準で0.05質量%となるように添加し、更に、添加剤としてGMOをグリース組成物全量基準で1質量%となるように添加したこと以外は、参考例1と同様の操作を繰り返して、本例のグリース組成物を得た。

【0038】

(実施例7)

基油としての鉱物油(40における動粘度: $30 \text{ mm}^2/\text{s}$)をPAO(40における動粘度: $30.6 \text{ mm}^2/\text{s}$ 、PAO6)に替え、増ちょう剤としての12ヒドロキシステアリン酸リチウムをステアリン酸カルシウムに替え、ナノ粒子としてのSiC(一次粒子の平均粒径: 7 nm)をダイヤモンド(一次粒子の平均粒径: 5 nm 、単結晶)に替えたこと以外は、参考例1と同様の操作を繰り返して、本例のグリース組成物を得た。

【0039】

(実施例8)

基油としての鉱物油(40における動粘度: $30 \text{ mm}^2/\text{s}$)をPOE(40における動粘度: $30 \text{ mm}^2/\text{s}$)に替え、増ちょう剤としての12ヒドロキシステアリン酸リチウムをステアリン酸アルミニウムに替え、ナノ粒子としてのSiC(一次粒子の平均粒径: 7 nm)をダイヤモンド(一次粒子の平均粒径: 5 nm 、単結晶)に替え、そのナノ粒子をグリース組成物全量基準で0.04質量%となるように添加したこと以外は、参考例1と同様の操作を繰り返して、本例のグリース組成物を得た。

【0040】

(実施例9)

基油としての鉱物油(40における動粘度: $30 \text{ mm}^2/\text{s}$)をPAO(40における動粘度: $30.6 \text{ mm}^2/\text{s}$ 、PAO6)に替え、ナノ粒子としてのSiC(一次粒子の平均粒径: 7 nm)をダイヤモンド(一次粒子の平均粒径: 5 nm 、単結晶)とSiC(一次粒子の平均粒径: 7 nm)との混合物に替え、ダイヤモンドをグリース組成物全量基準で0.1質量%となるように添加し、SiCをグリース組成物全量基準で0.03質量%となるように添加したこと以外は、参考例1と同様の操作を繰り返して、本例のグリース組成物を得た。

【0041】

(参考例10)

基油としての鉱物油(40における動粘度: $30 \text{ mm}^2/\text{s}$)をPAO(40における動粘度: $30.6 \text{ mm}^2/\text{s}$ 、PAO6)に替え、ナノ粒子としてのSiC(一次粒子の平均粒径: 7 nm)を Al_2O_3 (一次粒子の平均粒径: 18 nm)に替えたこと以外は、参考例1と同様の操作を繰り返して、本例のグリース組成物を得た。

【0042】

(比較例1)

ナノ粒子としてのSiC(一次粒子の平均粒径: 7 nm)を添加しなかったこと以外は、参考例1と同様の操作を繰り返して、本例のグリース組成物を得た。

【0043】

(比較例2)

増ちょう剤としての1,2-ヒドロキシステアリン酸リチウムをステアリン酸アルミニウムに替え、ナノ粒子としてのSiC（一次粒子の平均粒径：7 nm）を添加しなかったこと以外は、参考例 1と同様の操作を繰り返して、本例のグリース組成物を得た。

【0044】

（比較例 3）

ナノ粒子としてのSiC（一次粒子の平均粒径：7 nm）をSiC（一次粒子の平均粒径：300 nm）に替えたこと以外は、参考例 1と同様の操作をくり返して、本例のグリース組成物を得た。

【0045】

（比較例 4）

ナノ粒子としてのSiC（一次粒子の平均粒径：7 nm）をAl₂O₃（一次粒子の平均粒径：200 nm）に替えたこと以外は、参考例 1と同様の操作をくり返して、本例のグリース組成物を得た。

【0046】

（比較例 5）

基油としての鉱物油（40 における動粘度：30 mm²/s）をPOE（40 における動粘度：30 mm²/s）に替え、増ちょう剤としての1,2-ヒドロキシステアリン酸リチウムをステアリン酸リチウムに替え、ナノ粒子としてのSiC（一次粒子の平均粒径：7 nm）を添加しなかったこと以外は、参考例 1と同様の操作を繰り返して、本例のグリース組成物を得た。

【0047】

（比較例 6）

基油としての鉱物油（40 における動粘度：30 mm²/s）をジエステル（40 における動粘度：30 mm²/s）に替え、増ちょう剤としての1,2-ヒドロキシステアリン酸リチウムをステアリン酸リチウムに替え、ナノ粒子としてのSiC（一次粒子の平均粒径：7 nm）を添加しなかったこと以外は、参考例 1と同様の操作を繰り返して、本例のグリース組成物を得た。

【0048】

（比較例 7）

基油としての鉱物油（40 における動粘度：30 mm²/s）をPAO（40 における動粘度：30・6 mm²/s、PAO6）に替え、ナノ粒子としてのSiC（一次粒子の平均粒径：7 nm）を添加せず、添加剤としてのGMOをグリース組成物全量基準で1質量%となるように添加したこと以外は、参考例 1と同様の操作を繰り返して、本例のグリース組成物を得た。

【0049】

（比較例 8）

基油としての鉱物油（40 における動粘度：30 mm²/s）をPAO（40 における動粘度：30・6 mm²/s、PAO6）に替え、増ちょう剤としての1,2-ヒドロキシステアリン酸リチウムをステアリン酸カルシウムに替え、ナノ粒子としてのSiC（一次粒子の平均粒径：7 nm）を添加しなかったこと以外は、参考例 1と同様の操作を繰り返して、本例のグリース組成物を得た。

【0050】

（比較例 9）

基油としての鉱物油（40 における動粘度：30 mm²/s）をPAO（40 における動粘度：30・6 mm²/s、PAO6）に替え、ナノ粒子としてのSiC（一次粒子の平均粒径：7 nm）を添加せず、添加剤としてのMODTCをグリース組成物全量基準でMo重量部で0・07質量%となるように添加したこと以外は、参考例 1と同様の操作を繰り返して、本例のグリース組成物を得た。

各例の仕様の一部を表1に示す。

【0051】

10

20

30

40

50

【表 1】

	基油	増ちょう剤	ナノ粒子			添加剤	摩擦係数	ディスク 最大摩耗量 (μm)
			種類	一次粒子の 平均粒径 (nm)	添加量 (質量%)			
参考例1	鉱物油	12ヒドロキシステアリン酸リチウム	SiC	7	0.1	—	0.063	3
参考例2	鉱物油	12ヒドロキシステアリン酸リチウム	SiC	28	0.1	—	0.077	9
実施例3	鉱物油	ステアリン酸リチウム	ダイヤモンド	5	0.1	—	0.054	<1
実施例4	ジエステル	ステアリン酸リチウム	ダイヤモンド	5	0.1	—	0.035	<1
実施例5	PAO	12ヒドロキシステアリン酸リチウム	ダイヤモンド	5	0.1	—	0.042	<1
実施例6	PAO	12ヒドロキシステアリン酸リチウム	ダイヤモンド	5	0.05	GMO	0.022	<1
実施例7	PAO	ステアリン酸カルシウム	ダイヤモンド	5	0.1	—	0.051	<1
実施例8	POE	ステアリン酸アルミニウム	ダイヤモンド	5	0.04	—	0.056	<1
実施例9	PAO	ステアリン酸マグネシウム	SiC	7	0.1	—	0.053	<1
参考例10	PAO	12ヒドロキシステアリン酸リチウム	Al ₂ O ₃	18	0.1	—	0.073	5
比較例1	鉱物油	12ヒドロキシステアリン酸リチウム	—	—	—	—	0.144	<1
比較例2	鉱物油	ステアリン酸アルミニウム	—	—	—	—	0.143	<1
比較例3	鉱物油	12ヒドロキシステアリン酸リチウム	SiC	300	0.1	—	0.112	500
比較例4	鉱物油	12ヒドロキシステアリン酸リチウム	Al ₂ O ₃	200	0.1	—	0.122	180
比較例5	POE	ステアリン酸リチウム	—	—	—	—	0.118	<1
比較例6	ジエステル	ステアリン酸リチウム	—	—	—	—	0.123	<1
比較例7	PAO	12ヒドロキシステアリン酸リチウム	—	—	—	GMO	0.098	<1
比較例8	PAO	ステアリン酸カルシウム	—	—	—	—	0.145	<1
比較例9	PAO	12ヒドロキシステアリン酸リチウム	—	—	—	MoDTC	0.083	<1

〔性能評価〕

(試験片の作製)

低摩擦運動システムの接触面の一例として、オプチモール社製SRV摩擦試験機用の試験片を作製した。試験片はSUJ2材から成るディスク(径:22mm、厚さ:7.9mm)とピン(径:1.5mm、幅:2.2mm)を用いた。なお、ディスク及びピンの双方は研磨加工により表面粗さをRa0.05程度とした。

【0053】

(SRV摩擦試験)

得られた試験片を、オプチモール社製SRV試験機にセットし、表1に示す各例のグリース組成物をディスク摩擦部位に塗布し、下記の試験条件にて、SRV摩擦試験を行い、

10

摩擦係数、及び試験後のディスクの最大摩耗量を測定した。

得られた結果を表1に併記する。

なお、表1中の「摩擦係数」としては、試験時間30分間のうち、最後の5分間の摩擦係数の平均値を用いた。

また、表1中の「最大摩耗量」としては、試験後にディスク摩擦部位の最大摩耗量(深さ)を未摺動部との段差測定により計測した値を用いた。

【0054】

(試験条件)

- ・温度 : 40
- ・荷重 : 100N
- ・振幅 : 3mm
- ・周波数 : 10Hz
- ・試験時間 : 30分間
- ・潤滑方法 : 試験前にディスク摩擦部位に各例のグリース組成物を0.2~0.3cm³塗布した。

20

【0055】

図1は、SRV摩擦試験の要領を示す斜視説明図である。同図に示すように、ディスク10上にピン11が配置されている。矢印Aは摩擦試験において加えられる加重方向(上方から下方)、矢印Bはピン11がディスク10の面上を摺動する方向(水平方向)を示す。

30

【0056】

表1から、本発明の範囲に属する実施例3~9のグリース組成物は、比較例1~9より低い摩擦係数を有することが分かる。

参考例1及び2はナノ粒子としてSiCを、参考例10はナノ粒子としてAl₂O₃を用いたものであり、いずれも比較例に対して著しく低い摩擦係数を示すことが分かる。

また、実施例3~9はナノ粒子として単結晶のダイヤモンドを用いたものであり、更に低い摩擦係数を示すことが分かる。特に、基油にエステル油の一例であるジエステルを用いた実施例4、POEを用いた実施例8、及び添加剤として摩擦調整剤である脂肪酸エステルの1種であるGMOを用いた実施例6は、他の仕様に比べて更に低い摩擦係数を示すことが分かる。

40

更に、実施例9は2種のナノ粒子を分散したものであるが、他の仕様と同様に比較例に対して著しく低い摩擦係数を示すことが分かる。

なお、比較例1及び2はナノ粒子を含まないものであり、摩擦係数は0.14と高い値を示すことが分かる。

また、比較例3はSiCを、比較例4はAl₂O₃を含むものである。これらは、試験開始後に低い摩擦係数を示したが(表には未記載)、試験末期は摩耗に伴う表面粗さの悪化で摩擦係数が上昇し、実施例に比べ大幅に高い摩擦係数となった。また、試験後の摩耗量は著しく多く、グリース組成物として使用できないレベルとなった。

更に、比較例5及び6は基油としてエステル油を用いたものであるが、単に基油の変更だけでは実施例のレベルの低い摩擦係数には至らないことが分かる。同様に、比較例7は

50

添加剤として摩擦調整剤である脂肪酸エステル１種であるＧＭＯを用いたものであるが、単に摩擦調整剤のみの改善では実施例のレベルの低い摩擦係数には至らないことが分かる。

また、比較例９はＭｏＤＴＣを添加した従来仕様であるが、本試験のような低温の条件では、実施例に比べ摩擦係数が高く、その効果が十分に得られないことが分かる。

更にまた、化学反応を伴わないで作用を示すため、熱劣化の影響を受けにくく、グリースの長寿命化を実現することができる。

【産業上の利用可能性】

【００５７】

10

以上、本発明を若干の実施形態及び実施例によって説明したが、本発明はこれらに限定されるものではなく、本発明の要旨の範囲内で種々の変形が可能である。

【００５８】

例えば、本発明のグリース組成物は、低摩擦性能の要求される各種機械、装置等の対向して相対的に運動する接触面に限定なく適用することができ、また、様々な分野で幅広く省エネルギー対策に貢献することができる。

【００５９】

具体的には、等速ジョイント部に適用することにより、低摩擦化を実現すると共に、運転時の振動を運転条件の全域で十分抑制することができる。

【図面の簡単な説明】

20

【００６０】

【図１】ＳＲＶ摩擦試験の要領を示す斜視説明図である。

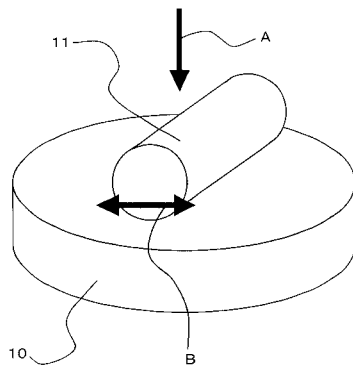
【符号の説明】

【００６１】

１０ ディスク

１１ ピン

【図 1】



フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I	
C 1 0 M	105/32 (2006.01)	C 1 0 M	105/32
C 1 0 M	105/18 (2006.01)	C 1 0 M	105/18
C 1 0 M	107/02 (2006.01)	C 1 0 M	107/02
C 1 0 M	129/70 (2006.01)	C 1 0 M	129/70
C 1 0 N	10/02 (2006.01)	C 1 0 N	10:02
C 1 0 N	10/04 (2006.01)	C 1 0 N	10:04
C 1 0 N	10/06 (2006.01)	C 1 0 N	10:06
C 1 0 N	20/06 (2006.01)	C 1 0 N	20:06 Z
C 1 0 N	30/06 (2006.01)	C 1 0 N	30:06
C 1 0 N	40/02 (2006.01)	C 1 0 N	40:02
C 1 0 N	50/10 (2006.01)	C 1 0 N	50:10

- (56)参考文献 特開2007-211874(JP,A)
 特開平09-217752(JP,A)
 特開2006-153095(JP,A)
 国際公開第2007/088649(WO,A1)
 グリース用添加剤,潤滑,日本,社団法人 日本潤滑学会,1970年 6月25日,Vol.15 No.6,第372-376頁

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C 1 0 M 169/00
 C 1 0 M 105/18
 C 1 0 M 105/32 - 105/48
 C 1 0 M 107/02 - 107/18
 C 1 0 M 117/02 - 117/06
 C 1 0 M 125/02
 C 1 0 M 129/70
 C 1 0 N 10/02 - 10/06
 C 1 0 N 20/06
 C 1 0 N 30/06
 C 1 0 N 40/02
 C 1 0 N 50/10