(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2025-0006029
(43) 공개일자 2025년01월10일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
*C10M 115/08* (2006.01) *C10M 169/02* (2006.01)
*C10N 20/00* (2006.01) *C10N 30/00* (2006.01)
*C10N 40/02* (2006.01) *C10N 40/04* (2006.01)
*C10N 50/10* (2006.01)
(52) CPC특허분류
*C10M 115/08* (2013.01)
*C10M 169/02* (2013.01)
(21) 출원번호 10-2024-7034329
(22) 출원일자(국제) 2023년04월11일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2024년10월15일
(86) 국제출원번호 PCT/JP2023/014691
(87) 국제공개번호 WO 2023/199911
국제공개일자 2023년10월19일
(30) 우선권주장
JP-P-2022-065105 2022년04월11일 일본(JP)

(71) 출원인
**교도유시 가부시끼가이샤**
일본 251-8588 카나가와 후지사와시 츠지도 칸다이 2쵸메 2-30
(72) 발명자
**곤노 다다아키**
일본 카나가와 후지사와시 츠지도 칸다이 2쵸메 2-30 교도유시 가부시끼가이샤내
**하시모토 마사키**
일본 카나가와 후지사와시 츠지도 칸다이 2쵸메 2-30 교도유시 가부시끼가이샤내
(74) 대리인
**유미특허법인**

전체 청구항 수 : 총 2 항

(54) 발명의 명칭 **그리스 조성물**

## (57) 요 약

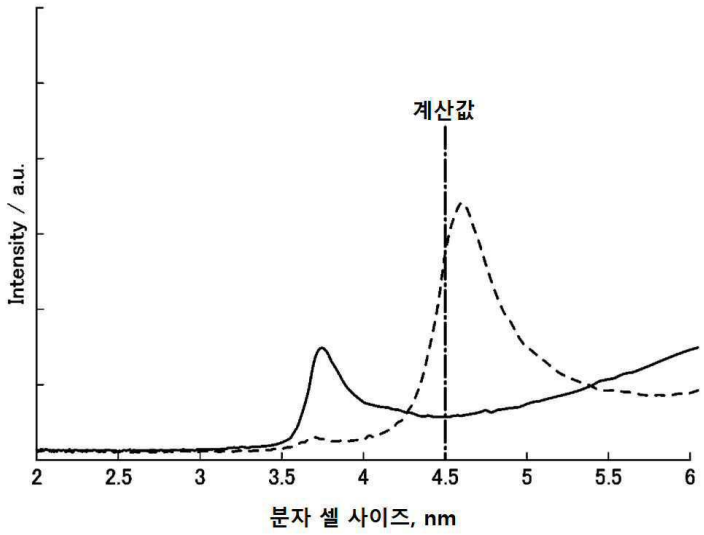
(a) 하기 식(I), (II) 및 (III)의 혼합물을 포함하는 증주제,

(I): R1-NHCONH-R2-NHCONH-R1

(II): R3-NHCONH-R2-NHCONH-R3

(뒷면에 계속)

## 대 표 도



(III): R1-NHCONH-R2-NHCONH-R3

(식 중, R1은 시클로헥실기이고, R2는 C6～15의 2가의 방향족 탄화수소기이고, R3은 C8～20의 직쇄 또는 분기 알킬기 또는 알케닐기이며, {R1/(R1+R3)}×100은, 80～0 몰%임)

(b) 기유

를 포함하고,

JIS K 2220. 7에 기재된 방법으로 측정되는 60회 혼화주도가 300～350이며,

ASTM D 1831에 준거한 시험기를 이용하여, 120℃에 있어서 24시간 전단을 부여한 후에 측정되는 롤 안정도 시험에서의 주도가 440 이하인, 그리스 조성물.

(52) CPC특허분류
*C10N 2020/019* (2020.05)
*C10N 2030/68* (2020.05)
*C10N 2040/02* (2013.01)
*C10N 2040/04* (2013.01)
*C10N 2050/10* (2020.05)

# 명 세 서

## 청구범위

### 청구항 1

(a) 하기 식(I), (II) 및 (III)으로 표현되는 디우레아 화합물의 혼합물을 포함하는 증주제,

(I): R1-NHCONH-R2-NHCONH-R1

(II): R3-NHCONH-R2-NHCONH-R3

(III): R1-NHCONH-R2-NHCONH-R3

(식 중, R1은 시클로헥실기이고, R2는 C6～15의 2가의 방향족 탄화수소기이고, R3은 C8～20의 직쇄 또는 분기 알킬기 또는 알케닐기이며, 시클로헥실기와 알킬기 또는 알케닐기의 총 몰수에 대한 시클로헥실기의 몰수의 비율 [{R1/(R1+R3)}×100]은, 80～0 몰%임); 및

(b) 기유

를 포함하고,

JIS K 2220. 7에 기재된 방법으로 측정되는 60회 혼화주도(worked penetration)가 300～350이며,

ASTM D 1831에 준거한 시험기를 이용하여, 120℃에 있어서 24시간 전단(剪斷)을 부여한 후에 측정되는 롤 안정도 시험에서의 주도가 440 이하인,

그리스 조성물.

### 청구항 2

제1항에 있어서,

X선 회절법에 의해 측정된 피크 중, 하기 식(A)에 해당하는 피크를 나타내는 디우레아 증주제를 함유하는, 그리스 조성물:

[X선 회절법에 의해 측정된, 디우레아 증주제의 분자 셀 사이즈]
÷[기하학 계산으로 구한, 상기 디우레아 증주제의 분자 셀 사이즈] (A)
=0.7~0.4

.

## 발명의 설명

### 기 술 분 야

[0001] 본 발명은, 그리스의 전단(剪斷) 안정성이 요구되는 윤활부, 구름 운동 및 구름 미끄러짐 운동을 행하는 강철로 만든 제품의 피윤활부를 가지는 기계 부품의 윤활부 등에 바람직하게 사용할 수 있는 그리스 조성물에 관한 것이다.

### 배 경 기 술

[0002] 그리스는, 액상의 윤활유(기유(基油))에 증주제(thickener)를 분산시킴으로써 반고체 혹은 반액체의 상태로 한 것이다. 그리스는, 윤활유와 같이 중력 정도의 외력에서는 유동하지 않고, 항복값을 넘는 큰 외력이 가해지면 유동하기 시작하고, 유동하기 시작하면 윤활유와 마찬가지의 윤활 작용을 나타내는 것이 특징이다. 이 특징에 의해, 윤활부의 주변의 구조가 간단해진다는 장점에 의해 기기의 소형화가 도모되므로, 그리스는 자동차, 전기, 정보 기기, 철도 차량, 산업 기계, 우주 기기 등 모든 산업 분야에서 이용되고 있다.

[0003] 그리스의 정의에 나타나는 반고체형 또는 고체형이라는 상태의 정도(경도)는, 「주도」로 표현되고, 규정 횟수 왕복 혼화한 후의 주도인 「혼화주도(worked penetration)」의 범위에 의해 그레이드가 나누어져 있다. 기계 부품을 그리스로 윤활하는 경우, 취급의 용이함이나 누설 억제의 관점에서 적절한 주도의 그리스가 선정된다. 예를 들면, 구름 베어링용 그리스에서는 혼화주도가 265～295의 No.2 그레이드가 비교적 많이 사용되고, 집중 급

지(給脂)로 그리스를 공급하는 경우에는 혼화주도가 355~385의 No.0 그레이드가 많이 사용된다.

[0004] 그리스는, 윤활 부분에서 강한 전단을 받으면, 그리스 중의 증주제의 3차원적 망목 구조체가 파괴되어 원래의 경도로 돌아올 수 없어, 일반적으로 연화된다. 연화의 정도는 기계적 안정성 또는 전단 안정성으로 불리고, 실용상 중요한 특성의 하나이다.

## 선행기술문헌

### 비특허문헌

[0005] (비특허문헌 0001) (사) 일본 트라이볼로지 학회 그리스 연구회편 「윤활 그리스의 기초와 응용」 P.39(2007) 요켄도

(비특허문헌 0002) 「상냥한 그리스의 이야기」 P.27(2010) (주)쥰카츠 쓰신샤

## 발명의 내용

### 해결하려는 과제

[0006] 연화가 과도하게 진행하면 누설이나 비산 등의 문제가 일어난다. 또한, 이로써, 윤활제 부족에 빠지고, 소부(燒付)나 박리라는 손상을 부품에 야기하는 경우가 있다.

[0007] 또한, 연화에 의해 베어링 내부에서의 그리스 벌크의 유동성이 양호해지면, 유지기와 전동체(轉動體) 사이에서의 그리스의 교환이 치우치게 되고, 전동체가 주행하는 주행부에 많은 그리스가 존재하는 상태가 계속되는, 처닝(churning)으로 불리는 현상이 일어나고, 교반 토크 상승, 과열이나 추가의 연화에 연결된다고 한다.

[0008] 본 발명의 목적은, 전단 안정성이 우수한 그리스 조성물을 제공하는 것이다.

### 과제의 해결 수단

[0009] 1.(a) 하기 식(I), (II) 및 (III)으로 표현되는 디우레아 화합물의 혼합물을 포함하는 증주제,

[0010] (I): R1-NHCONH-R2-NHCONH-R1

[0011] (II): R3-NHCONH-R2-NHCONH-R3

[0012] (III): R1-NHCONH-R2-NHCONH-R3

[0013] (식 중, R1은 시클로헥실기이고, R2는 C6~15의 2가의 방향족 탄화수소기이고, R3은 C8~20의 직쇄 또는 분기 알킬기 또는 알케닐기이며, 시클로헥실기와 알킬기 또는 알케닐기의 총 몰수에 대한 시클로헥실기의 몰수의 비율 [{R1/(R1+R3)}×100]은, 80~0 몰%임)

[0014] (b) 기유

[0015] 를 포함하고,

[0016] JIS K 2220. 7에 기재된 방법으로 측정되는 60회 혼화주도가 300~350이고,

[0017] ASTM D 1831에 준거한 시험기를 이용하여, 120℃에 있어서 24시간 전단을 부여한 후에 측정되는 롤 안정도 시험에서의 주도가 440 이하인,

[0018] 그리스 조성물.

[0019] 2. X선 회절법에 의해 측정된 피크 중, 하기 식(A)에 해당하는 피크를 나타내는 디우레아 증주제를 함유하는, 청구항 1에 기재된 그리스 조성물.

[0020]
[X선 회절법에 의해 측정된, 디우레아 증주제의 분자 셀 사이즈]
÷[기하학 계산으로 구한, 상기 디우레아 증주제의 분자 셀 사이즈] (A)
=0.7~0.4

## 발명의 효과

[0021] 본 발명의 그리스 조성물은, 전단 안정성이 우수하다.

## 도면의 간단한 설명

[0022] [도 1] X선 회절 패턴을 나타낸다. 실선이 실시예 1에서 제조한 그리스의 회절 패턴이고, 파선이 비교예 2에서 제조한 그리스의 회절 패턴이다.

## 발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0023] [(a) 증주제]

[0024] 본 발명에 있어서 사용할 수 있는 증주제는, 하기 식(I), (II) 및 (III)으로 표현되는 디우레아 화합물의 혼합물을 포함한다.

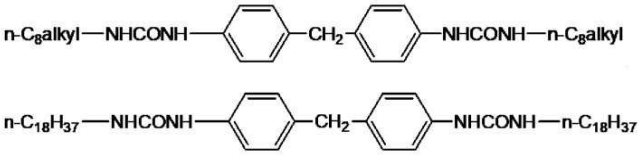
[0025] (I): R1-NHCONH-R2-NHCONH-R1

[0026] (II): R3-NHCONH-R2-NHCONH-R3

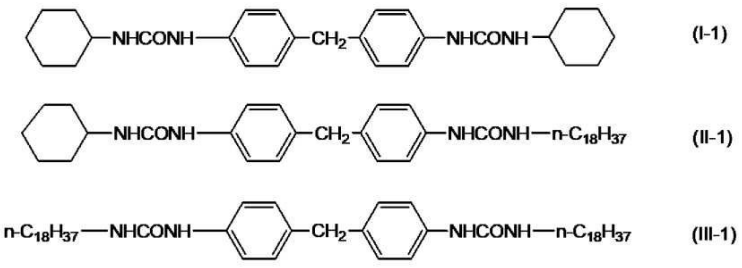
[0027] (III): R1-NHCONH-R2-NHCONH-R3

[0028] 식 중, R1은 시클로헥실기이고, R2는 C6～15의 2가의 방향족 탄화수소기이고, R3은 C8～20의 직쇄 또는 분기 알킬기 또는 알케닐기이며, 시클로헥실기와 알킬기 또는 알케닐기의 총 몰수에 대한 시클로헥실기의 몰수의 비율 [{R1/(R1+R3)}×100](이하, 「시클로헥실%」 또는 「CH%」라는 경우도 있음)은 90～0 몰%이고, 바람직하게는 80～0 몰%이다.

[0029] 시클로헥실%가 0 몰%인 증주제는 지방족 디우레아 증주제로 불리고, 디페닐메탄-4,4'-디이소시아네이트 등의 디이소시아네이트와, C8～20의 직쇄 또는 분기 알킬기 또는 알케닐기를 가지는 모노아민으로부터 합성된다. 지방족 디우레아로서는, 디페닐메탄-4,4'-디이소시아네이트와, 옥틸아민, 옥타데실아민, 또는 이들의 혼합물로부터 합성되는 화합물이 바람직하다. 보다 바람직한 지방족 디우레아의 구조식을 이하에 나타낸다.

[0030] 


[0031] 시클로헥실%가 0 몰% 초과, 90 몰% 이하인 증주제는, 지환식 지방족 디우레아로 불리고, 디페닐메탄-4,4'-디이소시아네이트 등의 디이소시아네이트와, 시클로헥실아민 및 C8～20의 직쇄 또는 분기 알킬기 또는 알케닐기를 가지는 모노아민으로부터 합성된다. 지환식 지방족 디우레아는, 2종의 상이한 아민을 이용하여 합성되므로, 식(I)로 나타내어지는 지환식 디우레아와, 식(II)로 나타내어지는 지방족 디우레아와, 식(III)으로 나타내어지는 지환식 지방족 디우레아의 혼합물이다. 보다 바람직한 지환식 지방족 디우레아는 이하의 구조식(I-1)～(III-1)의 혼합물이다.

[0032] 


[0033] 본 발명의 증주제로서는, 지방족 디우레아가 바람직하다. 그 중에서도, 디페닐메탄-4,4'-디이소시아네이트와 옥틸아민 또는 옥타데실아민으로 합성되는 지방족 디우레아가 바람직하다. 디페닐메탄-4,4'-디이소시아네이트와 옥틸아민 또는 옥타데실아민으로 합성되는 지방족 디우레아가 전단 안정성 및 유동성의 관점에서 바람직하다.

[0034] 본 발명의 그리스 조성물에서의 증주제의 함유량은 특별히 한정되지 않지만, 유동성 및 내구성의 관점에서, 조성물의 전질량을 기준으로 하여, 3～20 질량%인 것이 바람직하고, 6～18 질량%인 것이 보다 바람직하고, 9～16

질량%인 것이 더욱 바람직하다.

[0035] [(b) 기유]

[0036] 본 발명에 있어서 사용 가능한 기유는 특별히 한정되지 않는다. 광유, 합성유 또는 이들의 혼합물을 사용할 수 있다. 광유로서는, 파라핀계 광유, 나프텐계 광유 등을 들 수 있다. 합성유로서는, 디에스테르, 폴리올에스테르 등의 에스테르계 합성유; 폴리α-올레핀, 폴리부텐 등의 합성 탄화수소유; 알킬디페닐에테르, 폴리프로필렌 글리콜 등의 에테르계 합성유; 실리콘 오일; 불소화유 등을 들 수 있다. 합성유는 동식물 등으로부터 생겨난 생물 자원을 원료로서 제조되는, 소위 바이오매스 오일이라도 된다. 예를 들면, 식물유를 원료로 하는 각종 지방산과 알코올로부터 합성되는 바이오매스 에스테르 오일이나, 팜유, 콘유, 대두유 등의 식물유를 이용한 바이오매스 탄화수소유를 사용할 수도 있다. 기유는 단독으로 사용해도 되고, 2종 이상을 혼합해도 된다.

[0037] 본 발명의 기유로서는, 광유, 폴리α-올레핀, 폴리올에스테르, 알킬디페닐에테르가 바람직하고, 광유, 폴리α-올레핀을 함유하는 것이 더욱 바람직하다. 광유는 파라핀계 광유가 바람직하고, 미국 석유 협회(American Petroleum Institute) 분류에서의 그룹 II의 파라핀계 광유(즉, 유황분 0.03 질량% 이하, 포화분 90vol% 이상, 점도 지수 80 이상, 120 미만), 그룹 III의 파라핀계 광유(즉, 유황분 0.03 질량% 이하, 포화분 90vol% 이상, 점도 지수 120 이상)인 것이 더욱 바람직하다.

[0038] 기유가 광유 및/또는 폴리α-올레핀으로서, 추가의 기유를 포함하는 경우, 기유의 전질량을 기준으로 하여, 광유 및/또는 폴리α-올레핀을 50 질량% 이상 함유하는 것이 바람직하고, 80 질량% 이상 함유하는 것이 보다 바람직하고, 90 질량% 이상이 더욱 바람직하다.

[0039] 본 발명에 있어서 사용하는 기유의 동점도(動粘度)는 특별히 제한되지 않지만, 100℃에서의 동점도가 5~30㎟/s인 것이 바람직하고, 7~20㎟/s인 것이 보다 바람직하고, 10~16㎟/s인 것이 더욱 바람직하다. 기유의 동점도가 이와 같은 범위에 있으면, 내구성과 발열성의 관점에서 바람직하다.

[0040] 기유의 함유량은, 조성물의 전질량을 기준으로 하여, 50~95 질량%인 것이 바람직하고, 70~95 질량%인 것이 보다 바람직하고, 80~90 질량%인 것이 더욱 바람직하다. 기유의 비율이 이와 같은 범위에 있으면, 유동성의 관점에서 바람직하다.

[0041] 주도는 취급성의 관점에서 280~360이 바람직하고, 300~350이 보다 바람직하고, 300~330이 특히 바람직하다. 그리고, 본 명세서에 있어서, 용어 「주도」는 JIS K 2220 7.에 따라서 측정되는 60회 혼화주도를 의미한다. 또한, 특별히 언급이 없는 한, 미사용의 그리스의 주도를 가리킨다.

[0042] [롤 안정도 시험에 의한 전단 안정성]

[0043] 그리스의 전단 안정성은 롤 안정도 시험 후의 주도를 판단 기준으로 하여 평가할 수 있다. 롤 안정도 시험에는, 미사용의 그리스를 사용한다.

[0044] 윤활부로부터의 누설이나 비산, 처닝 방지의 관점에서, 롤 안정도 시험 후의 주도가 440 이하인 것이 바람직하다. 420 이하인 것이 보다 바람직하고, 400 이하인 것이 더욱 바람직하다. 380 이하인 것이 특히 바람직하고, 360 이하인 것이 가장 바람직하다.

[0045] [X선 회절법에 의한 전단 안정성]

[0046] 그리스의 전단 안정성은 증주제의 구조의 안정성으로 결정되고, 증주제의 구조 안정성은 증주제의 종류 및 결정의 상태에 의존한다. 우레아계 증주제의 결정 구조에는 안정형 또는 준안정형(에너지를 가함으로써 안정형으로 이행하기 쉬운 형)이 존재하고 있고, 안정형의 증주제 구조를 가지면, 그리스는 양호한 전단 안정성을 나타낸다.

[0047] 우레아 증주제의 결정 구조가 안정형인가 준안정형인가는, XRD에 의해 분자의 격자간 거리(=분자의 셀 사이즈)를 측정함으로써 분별할 수 있다. 준안정형은 분자가 곧게 연결되어 결정을 구성하므로, 탁상에서 기하학적으로 계산되는 분자 사이즈(최대값)와 가까운 분자 셀 사이즈의 위치에 피크가 검출되지만, 안정형은 비스듬히 연결되어 결정을 구성하므로, 탁상에서 기하학적으로 계산되는 분자 사이즈(최대값)로부터 벌어진, 보다 작은 분자 셀 사이즈의 위치에 피크가 검출된다.

[0048] 이러한 점으로부터, 본 발명에 있어서는, 하기 식(A)에 규정하는 바와 같이, X선 회절법에 의해 측정된 디우레아 증주제의 분자 셀 사이즈를, 기하학 계산으로 구한, 동일한 화학식으로 표현되는 디우레아 증주제의 분자 셀 사이즈로 나눈 값이 0.7~0.4의 범위 내에 있는 피크를 디우레아 증주제가 가지는 경우에, 결정 구조가 안정형

을 취하고, 전단 안정성이 보다 양호한 그리스라고 판단한다. 계산은 분자역학법에서 분자력장으로서 MMFF94(Merck Molecular Force Field 94)를 이용하여 행하였다. 구체적으로는 분자 에디터 소프트웨어 「Avogadro」의 에너지 최적화 기능을 이용하여 단분자 시의 분자 형상을 결정하고, 분자 사이즈를 계산하였다. 그리고, X선 회절법에 의해 측정하는 증주제는, 사용 전의 그리스(즉, 윤활 부분에서 전단을 받기 전) 중에 포함되는 디우레아 증주제이다.

[0049]
[X선 회절법에 의해 측정된, 디우레아 증주제의 분자 셀 사이즈]
÷[기하학 계산으로 구한, 상기 디우레아 증주제의 분자 셀 사이즈] (A)
=0.7~0.4

[0050] 본 발명의 그리스 조성물이 속하는 우레아계 그리스는, 일반적으로, 이소시아네이트와 아민을 반응시키는 공정과, 이어서, 반응물을 가열 및 유지함으로써 우레아의 결정 구조를 성장시키는 공정을 거쳐, 제조된다. 전자의 반응 공정에 있어서, 증주제의 분자 레벨의 구조가 결정되고, 후자의 성장 공정에 있어서, 증주제의 결정 레벨의 구조가 결정된다. 성장 공정 후, 증주제를 분산시키는 공정을 거쳐, 원하는 그리스가 얻어진다. 최후의 분산 공정에서는, 결정 레벨보다 거대한 사이즈를 제어하고 있다.

[0051] 일반적으로, 반응 공정에서의 반응 온도는 80℃ 이하이고, 성장 공정에서의 가열 온도는 120~180℃이지만, 본 발명에서는, 성장 공정에서의 가열 온도를 통상보다 높게 한 데에다, 그 후의 유지 시간을 종래와는 변경함으로써, 안정적인 결정 구조를 가지는 증주제를 포함하는 그리스 조성물을 얻을 수 있었다. 가열 온도로서는, 190℃보다 높은 것이 바람직하고, 195℃ 이상이 보다 바람직하고, 220℃ 이하가 바람직하고, 210℃ 이하가 보다 바람직하다. 가열 후의 유지 시간은 가열 온도에도 따르지만, 1시간 이하가 바람직하고, 30분 이하가 보다 바람직하다. 유지 시간은 0시간이라도 된다.

[0052] [첨가제]

[0053] 본 발명의 그리스 조성물은 각종 윤활유나 그리스에 일반적으로 사용되고 있는 첨가제를 포함할 수 있다. 일반적으로 사용되고 있는 첨가제로서는, 이하의 것을 들 수 있다:

[0054] ·고체 첨가물(예를 들면, 이황화몰리브덴, 그라파이트 또는 멜라민시아누레이트(MCA), 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE), 산화 금속염(예를 들면, CaO, ZnO, MgO) 또는 탄산금속염(예를 들면, $CaCO_3$, $ZnCO_3$, 금속 비누 등),

[0055] ·극압제(極壓劑)(예를 들면, 황화올레핀, 황화에스테르 또는 황화유지, 유황-인계 화합물(트리페닐포스포로티오네이트 등),

[0056] ·유기 금속계 극압제(디알킬디티올인산의 Zn, Mo, Sb, Bi 등의 염, 디알킬디티오카바민산의 Zn, Mo, Sb, Ni, Cu, Bi 등의 염 등, 기타; 무회 디티오카바메이트, 무회 디티오포스페이트카바메이트 등),

[0057] ·내마모제(예를 들면, 인산에스테르, 산성 인산에스테르, 산성 인산에스테르아민염 등),

[0058] ·유성제(예를 들면, 트리글리세라이드, 디글리세라이드, 모노글리세라이드, 지방산, 알코올류, 아민류, 에스테르류 또는 동식물계 유지 등),

[0059] ·마찰 조정제(예를 들면, 폴리에틸렌 왁스, 산화 폴리에틸렌 왁스, 폴리프로필렌 왁스, 몬탄 왁스 및 아마이드 왁스 등),

[0060] ·부식 방지제(예를 들면, 지방산아민염류, 나프텐산아연류 또는 금속 설포네이트류, 금속 비누, 다가 알코올의 카르본산 부분 에스테르, 카르본산 및 그의 유도체(알케닐숙신산 무수물, 알케닐숙신산 에스테르, 알케닐숙신산 하프에스테르 등), 에스테르(소르비탄트리올리에이트, 소르비탄모노올리에이트)

[0061] ·부동태화제(아질산Na, 몰리브덴산Na 등),

[0062] ·금속 부식 방지제(예를 들면, 벤조트리아졸류 또는 티아디아졸류, 산화아연 등),

[0063] ·금속계 청정제(예를 들면, 알칼리토류 금속 설포네이트, 알칼리토류 금속 페네이트, 알칼리토류 금속 살리실레이트),

[0064] ·무회 분산제(예를 들면, 폴리부테닐숙신산이미드계, 폴리부테닐숙신산아미드계, 벤질아민계, 숙신산 에스테르계),

[0065] ·산화 방지제(아민계 산화 방지제, 페놀계 산화 방지제 등).

[0066] ·아민계 산화 방지제(N-페닐벤젠아민과 2,4,4-트리메틸펜텐의 반응 생성물이나 옥틸화 디페닐아민 등의 알킬디페닐아민, N-n-부틸-p-아미노페놀, 4,4'-테트라메틸-디-아미노디페닐메탄, α-나프틸아민, N-페닐-α-나프틸아민, 페노티아진 등),

[0067] ·페놀계 산화 방지제(2,6-디-터셔리부틸-p-크레졸(BHT), 2,2'-메틸렌비스(4-메틸-6-터셔리부틸페놀), 4,4'-부틸리덴비스(3-메틸-6-터셔리부틸페놀), 2,6-디-터셔리부틸-페놀, 2,4-디메틸-6-터셔리부틸페놀, 터셔리부틸하이드록시아니솔(BHA), 4,4'-부틸리덴비스(3-메틸-6-터셔리부틸페놀), 4,4'-메틸렌비스(2,3-디-터셔리부틸페놀), 4,4'-티오비스(3-메틸-6-터셔리부틸페놀) 등)

[0068] ·점도 지수 향상제(예를 들면, 폴리메타크릴레이트계, 폴리이소부틸렌계, 에틸렌-프로필렌 공중합체계, 올레핀 공중합체계, 스티렌-부타디엔 수첨(水添) 공중합체계 등),

[0069] ·유동점 강하제(에틸렌-아세트산비닐 공중합체, 염소화 파라핀과 나프탈렌의 축합물, 염소화 파라핀과 페놀의 축합물, 폴리메타크릴레이트, 폴리알킬스티렌 등)을 들 수 있다.

[0070] [용도]

[0071] 본 발명의 그리스 조성물은, 예를 들면 구름 운동 및 구름 미끄러짐 운동을 행하는 강제의 피윤활부를 가지는 기계 부품에 사용할 수 있고, 대표적인 것으로서는, 구름 베어링, 기어, 볼 나사, 직동(直動) 가이드 베어링, 조인트 및 캠 등을 들 수 있다.

[0072] 구체적으로는, 산업 기계용 각종 모터, 사무기기용 각종 모터, 자동차용 각종 모터에 사용되는 구름 베어링, 자동차 차륜용 베어링, 알터네이터, 전자클러치, 아이들러 풀리, 타이밍 벨트용 텐셔너 등의 자동차용 전장(電裝) 부품이나 보조 부품에 사용되는 구름 베어링, 풍차나 로봇, 자동차 등의 감속기나 증속기 등에 사용되는 기어, 전동 파워 스티어링이나 공작 기계 등에 사용되는 볼 나사, 산업기기나 전자기기 등에 사용되는 직동 가이드 베어링, 자동차의 드라이브 샤프트나 프로펠러 샤프트 등에 사용되는 등속 조인트 등을 들 수 있다. 특히 감속기나 증속기, 드라이브 샤프트, 프로펠러 샤프트에 바람직하게 사용된다.

[0073] [실시예]

[0074] [그리스 조제]

[0075] 용기에 기유와 디페닐메탄-4,4'-디이소시아네이트 1몰을 투입하고, 혼합물을 70~80℃로 가열하였다. 다른 용기에 기유와 아민 2몰을 투입하고, 70~80℃로 가열 후, 앞선 용기에 부가하고, 잘 교반하면서, 30분간 반응시켰다. 그 후, 교반하면서, 표 1 및 표 2에 기재된 온도까지 승온하고, 30분 정도 유지한 후 방랭하고, 베이스 그리스를 얻었다. 이 베이스 그리스에, 최종적으로 얻어지는 그리스의 전질량을 기준으로 하여 1 질량%로 되는 양의 아민계 산화 방지제를 첨가하고, 적절히 기유를 부가하고, 얻어지는 혼합물을 3단 롤밀에 의해, 주도 300으로 조정하였다.

[0076] 그리고, 그리스의 조제에 사용한 원료는 이하와 같다.

[0077] <기유>

[0078] 광유: 40℃에서의 동점도 12㎟/s, JIS K2220 83에 따라서 측정

[0079] <아민>

[0080] 「지방족 디우레아(C8)」의 원료 아민: 옥틸아민

[0081] 「지방족 디우레아(C18)」의 원료 아민: 옥타데실아민

[0082] 「지방족 디우레아(C8/C18)」의 원료 아민: 옥틸아민:옥타데실아민=5:5(몰비)

[0083] 「지환식 지방족 디우레아」를 구성하는 아민: 옥타데실아민:시클로헥실아민=9:1(몰비)

[0084] <첨가제>

[0085] 아민계 산화 방지제: Irganox L-57

[0086] [롤 안정도 시험에 의한 전단 안정성의 평가]

[0087] 위에서 얻어진 실시예 및 비교예의 그리스 조성물의 전단 안정성을 롤 안정도 시험에 의해 평가하였다. 롤 안정도는 ASTM D 1831에 기재된 방법으로 측정하였다. 다만, 온도 및 시험 시간을 120℃, 24시간으로 변경하였다.

[0088] 결과를 표 1, 2에 나타낸다.

[0089] ○: 440 이하

[0090] ×: 440보다 큼

[0091] 그리고, 판단 기준으로 한 상기 주도는, 롤 안정도 시험 후에 60회 혼화한 후의 주도이다.

[0092] [X선 회절법에 의한 전단 안정성의 평가]

[0093] 위에서 얻어진 실시예 및 비교예의 그리스 조성물의 전단 안정성을 X선 회절법에 의해 평가하였다. 측정에는 X선 회절 장치(XRD, Bruker사 제조, D8DISCOVER)를 이용하였다. 측정 조건은, 타겟: Cu, 관전압: 40kV, 관전류: 40mA, 샘플링 폭: 2Θ=0.015°, 스캔 속도 2Θ=1.5°/분으로 하였다. 계산은 기술한 바와 같이, 분자역학법에서 분자력장으로서 MMFF94를 이용하여 행하였다.

[0094] X선 회절법에 의해 측정한 피크 중, 상기 식(A)에 해당하는 피크의 유무에 의해 그리스 조성물을 평가하였다. 결과를 표 1, 2에 나타낸다. 또한, 실시예 1 및 비교예 2의 X선 회절 패턴을 도 1에 나타낸다.

[0095] [표 1]

| | 실시예 1 | 실시예 2 | 실시예 3 | 실시예 4 |
|---|---|---|---|---|
| 증주제 | 지방족 디우레아 (C18) | 지방족 디우레아 (C18) | 지방족 디우레아 (C8) | 지환식 지방족 디우레아 |
| 기유 | 광유 | 광유 | 광유 | 광유 |
| 베이스 그리스 승온 조건 | 195℃ | 200℃ | 170℃ | 170℃ |
| 전단 안정성 | ○<br>328 | ○<br>362 | ○<br>349 | ○<br>385 |
| X선 회절 | 있음<br>약 0.63 | 있음<br>약 0.63 | — | — |

[0096]

[0097] [표 2]

| | 비교예 1 | 비교예 2 | 비교예 3 |
|---|---|---|---|
| 증주제 | 지방족 디우레아 (C8/C18) | 지방족 디우레아 (C18) | 지방족 디우레아 (C18) |
| 기유 | 광유 | 광유 | 광유 |
| 베이스 그리스 승온 조건 | 170℃ | 170℃ | 190℃ |
| 전단 안정성 | ×<br>440< | ×<br>440< | ×<br>440< |
| X선 회절 | — | 없음<br>약 0.77 | 없음<br>약 0.77 |

[0098]

## 도면

### 도면1

