

グリースに関する物理化学的研究

(II) スクアランを基油としたリチウム石鹼グリースおよび ベントン・グリースの耐寒性並びにその他の性状

山口文之助・大木 喬・影山八郎

(1955年12月27日受理)

Physico-chemical Studies on Lubricating Greases

(II) Characteristics of the Lithium-soap Greases and Bentone Greases made from Squalane

Bunnosuke YAMAGUCHI, Takashi ŌKI and Hachiro KAGEYAMA

ABSTRACT: Lithium-soap greases and Bentone greases have been prepared from squalane and their properties such as low temperature torque, consistency, dropping point, syneresis, frictional coefficient and oxidation stability have been examined.

1. 緒 言

先に著者等はアルミニウム石鹼を増稠剤に用いたスクアラン・グリースの低温稠度特性について研究し¹⁾、適当な配合によつて調製したこの種のグリースは約 -50°C まで潤滑剤として使用することが可能であることを認めたと、アルミニウム石鹼を増稠剤に用いたため、滴点が低く ($80^{\circ}\sim 90^{\circ}\text{C}$)、従つて耐熱性がよくないのを欠点とした。本研究においては耐寒性がばかりでなく、耐熱性、耐水性等においても優れたスクアラン・グリースを調製する目的で、増稠剤にリチウム石鹼およびベントン (ある種のベントナイトを界面活性化した微粉末で、米国 National Lead Co. の製品) を用いる方法を試みた。調製したグリース試料については、それらの一般性状 (滴点、稠度、離漿性、油滑性等) を試験すると共に、ボール・ベアリング法によるグリースの低温トルク測定装置を用いて各試料の耐寒最低温度の決定を行つた。

2. グリース試料の製法

リチウム石鹼を増稠剤に用いたスクアラン・グリースの製出には、通常の鉱油基のリチウム石鹼

グリースの製造に用いられている方法を殆どそのまま適用することができる。その製法の一例として、稠度 (A. S. T. M. ペネトレーション) が約 280 のスクアラン・グリースを製出する場合には、スクアラン 83 部に対して水添ヒマシ油酸リチウム石鹼 17 部およびフェノチアデン (酸化防止剤) 0.2~0.5 部を加え、この混合物を開放釜中にて攪拌しながら約 210 まで加熱し、かくて得られる一様な熔融物を水上に浮かしたバットの中に約 3 mm 位の厚さに流し込んで急冷する。冷却によつて凝固したゲル状の生成物は、これをバットから剥して採り、ロールに 2~3 回かけて捏和すれば、稠度が約 280、滴点が約 190°C のスクアラン・グリースが得られる。

ベントンを増稠剤に用いてスクアラン・グリースを製出する場合には、ベントンがスクアランに甚だ分散し難いため、コロイド・ミルあるいはロールを用いる通常のベントン・グリースの製法が用いられないが、しかし溶剤を併用する次の如き方法によれば比較的容易にスクアランのベントン・グリースを製出し得ることを認めた。その方法の一例として、稠度が約 260 の製品を造る場合には、まずベントン-34 の 12 量に対して数倍量

のトルエンを加えて密閉容器中でよく捏和してベントンを完全にゲル化した後、スクアラン 88 量を捏和を続けながら数回に分けて加えてよく混和する。この混合物から減圧加熱（加熱温度は 80 °C 以下）によつてトルエンを完全に駆逐した後、ロールにかけて捏和すれば、所要のベントン・グリースが得られる。この操作によつて、やや多量のグリースを製造する場合には、トルエンの回収が当然必要である故、トルエン駆逐の際、減圧蒸溜装置を用いてトルエンを溜出する方法を採るべきである。

酸化防止剤あるいは防錆剤等を少量加えたスクアラン・グリース試料の製出の場合にも全く同様な方法を用いたが、添加剤はスクアランに最初に添加しておく方法を採用した。

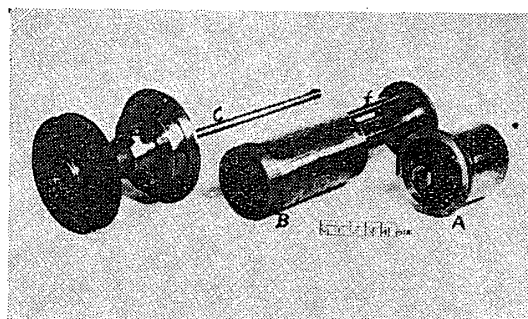
用いたスクアランは水産研究所の東秀雄博士の研究室でスクアレンの水素添加によつて製出したもので、その多量を本研究のために分与されたことを同博士に感謝する次第である。このスクアランは若干の沃素価（約 1）を示し、従つて化学的に純粋なスクアランとは云い難いが、流動点は約 -60°C でその温度以下に至るまで曇りを生じない。また蒸発損（ 110°C 、6 時間）は 0.1 以下である。

3. 性状試験の方法および結果

試験に供した多くのグリース試料の中、代表的の数種についての組成および耐寒最低温度並びに

その他の性状の測定値を第 1 表に総括して示した。なお表には比較のためアルミニウム石鹼を増稠剤に用いたスクアラン・グリースの性状をも併記した。

耐寒最低温度の決定には、グリース試料を規定のボール・ベアリング（NSK 6204）に詰め、その低温トルクを測定する方法を用いた。その測定装置は米国の軍部規格の four spindle apparatus²⁾ とその原理においては同じであるが、測定温度を出来るだけ一定に保つため、アクメ式恒温槽（冷却剤には固体炭酸とトリクレンとを用いた）を使用した。グリース試料を詰めるボール・ベアリングは、第 1 図の A に示されているよ



第 1 図 低温トルク測定装置部分品

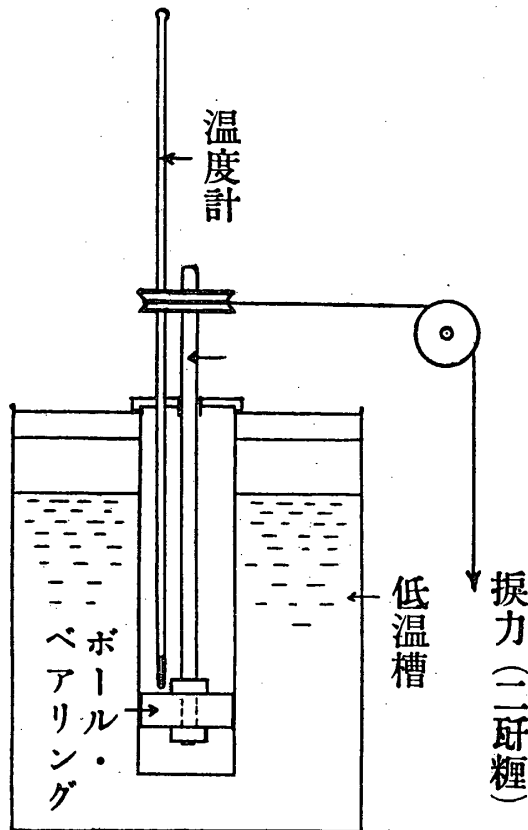
うに、それを容れた匡内に固定され、このボール・ベアリング並びにこれと連結される廻転軸 C は B なる外套管を中間にネジによつて取付けることによつて外界から封じられる。なお外套管の f なる細管は外部からボール・ベアリンの匡内に温

第 1 表 スクアラン・グリースの組成と性状

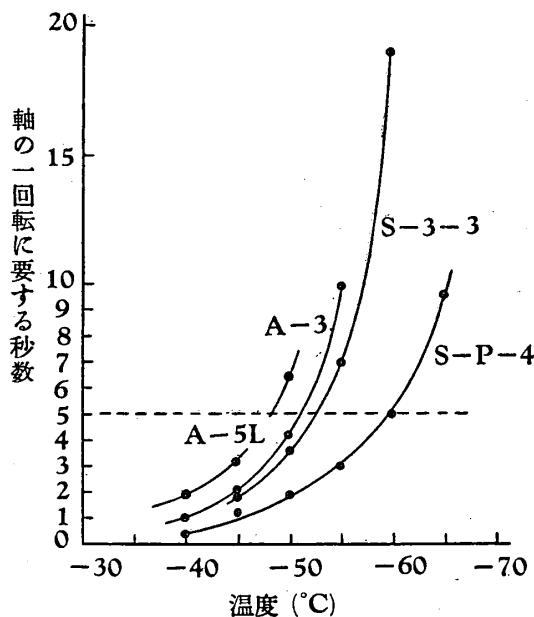
試料記号	組 成			滴点 (°C)	稠 度 (A.S.T.M. ペネトレー ション)	離 漿 性		耐寒最 低温度 (°C)	摩 擦 係 数		
	基 油 (%)	増 稠 剤 (%)	その他			金 網 円錐法 (210°F)	ヘルシェ ル法 (5lb, 10分)				
S-4	スクアラン	83	Li 石鹼 17	—	191	287	7.8	14.0	-52.0	0.152	
S-3-3	スクアラン	83	Li 石鹼 15	ステアリン酸 アマイド 2%	176	324	17.1	—	-53.0	—	
S-B-12	スクアラン	88	ベントン 34	12	—	>230	264	0	13.0	-52.5	—
S-P-4	スクアラン H-E adipate	41.4 41.6	Li 石鹼	17	—	175	240	8.2	12.8	-60.0	0.228
A-5L	スクアラン	86.5	Al 石鹼 Li 石鹼	11 2.5	—	81.7	243	—	8.5	-49.0	—
A-5	スクアラン	86.5	Al 石鹼	11	ステアロン 2.5%	104	227	—	7.0	-53.5	—

〔註〕 E-H adipate = bis-(2-ethylhexyl) adipate.

Li 石鹼としては水素添加したヒマシ油酸のリチウム石鹼を、Al 石鹼としてはステアリン酸アルミニウムを使用。



第2図 低温トルク測定装置説明図



第3図 温度一廻転秒数関係曲線

度計を挿入するためのものである。トルク試験に際しては、上述の如く外套管を取付けて連結したボールベアリングと廻転軸とを所要の一定温度に保つた低温槽中に、第2図の如く浸して固定し、ベアリング内に挿入した温度計が槽の温度と一致するに至つた後、外部から軸を廻転させる

ための一定振力 (2 kg/cm) をかけ、軸が一廻転するに要する秒数を讀むのである。先づ比較的高い温度での測定から始め、順次低温槽を 5°C 宛低くした各一定温度にて測定して、軸の一廻転に要する時間が少くとも 5 秒以上に達する温度まで続ける。かくてその測定結果から第3図の如き温度と軸の一廻転に要する秒数との間の関係曲線が画かれるから、そのような曲線から軸の一廻転に要する時間がそれぞれのグリース試料の場合に丁度 5 秒に相当する温度を決定することができる。各試料の場合そのようにして決定される温度をそれぞれの試料の実用可能の最低温度と見做して、これを耐寒最低温度と定義した。離漿性の試験には米国官庁規格の金網円錐法³⁾(210°F) とヘルシェル法⁴⁾(5 lbs, 10 分) とを用いた。また摩擦係数の測定には、曾田式振子摩擦試験機を用いた。

表の試験結果から結論される点を要約すると次の如くである。

- (i) 滴点および高温耐離漿性 (金網円錐法離漿性試験成績) から見て、耐熱性はベントンをを用いたスクアラン・グリースが最も優れているが、リチウム石鹼を用いたものも相当優良である。
- (ii) 油滑性は摩擦係数の値から判断して、リチウム石鹼を用いたグリースの方がベントンをを用いたものより優れている。
- (iii) 耐寒最低温度は増稠剤の種類にほとんど関係なく、稠度が 250~300 のスクアラン・グリースでは、いづれも大体 -52°~-53°C である。基油にスクアランと Bis-(2-ethylhexyl) adipate との等量混合物を用いた試料 (S-P-4) では耐寒性が一層優れ、その耐寒最低温度は約 -60.0°C である。

グリース試料の調製に用いたスクアランは前述の如く約 1 の沃素価をもつものであつたが、0.15~0.5% のフェノチアジンを酸化防止剤として添加したスクアラン・グリースの酸化に対する安定性はポンプ法 (210°F, 100 時間) による試験の結果、優秀なことが認められた。例えば試料 SP-B-12 (スクアラン 44%, E-H Adipate 44%, ベントンを-34 12%) の場合にも 210°F, 100 時間

のポンプ法安定性試験において殆んど酸素圧の減少が認められなかつた。

終りに臨み、本研究は文部省科学試験研究費の援助によつて行つたものであることを附記する。

文 献

- 1) 山口文之助・飯島建介：東大理工研報告，第4巻，9~10号(1950)，251.
- 2) 米軍規格 MIL-G-3276, 4.2.2.6 法.
- 3) Federal Specification V-V-L-791e-321.1.
- 4) W. H. Herschel: A.S.T.M. Proceeding, Vol. 33, (1933), App. p. 343.