

## カルシウムスルフォネートグリースと極圧剤の相乗効果

Synergistic Effect of Calcium Sulfonate Grease and Extreme Pressure Agent

(株)ニッペコ (正) \*井上 予志人 (非) 長谷川 稔 (正) 天利 裕行

Yoshito Inoue\*, Minoru Hasegawa, Hiroyuki Amari

Nippeco Ltd.,

### 1. はじめに

カルシウムスルフォネートコンプレックスグリース（以下、CSCG）は、鉄鋼設備、製紙設備、自動車部品、食品機械などの多くの分野で使用されている<sup>1,2)</sup>。昨今ではEV車向けバッテリー需要などに伴うリチウム価格の高騰により、リチウム石けんグリースの代替としての可能性にも注目が集まっている。同グリースは高い耐荷重性能を有すことを特徴とするが、使用用途によっては更なる耐荷重性能が必要となる場合がある。その様な場合、極圧剤を添加することがあるものの、CSCGへの極圧剤添加効果に関しては不明な点が多い。

そこで、本研究では脂肪酸等の錯化剤を含まず CSCG よりもシンプルな系であるカルシウムスルフォネートグリース（以下、CSG）での極圧剤の添加効果を調査した。

### 2. 試験グリース

試験グリースの概要を Table 1 に示す。添加剤未添加の CSG（以下、グリース CS）及びリチウム石けんグリース（以下、グリース L）を基本とし、それらに各極圧剤を 2mass%加えた試料を試験グリースとして用いた。各種リチウム石けんグリースは極圧剤の基礎的性能を把握する為に用いた。これらのグリースは基油に鉱物油（140mm<sup>2</sup>/s @40°C）を用い、混和ちよう度を NLGI ちよう度グレード No.1 に統一した。

Table 1 Test Greases

Grease	CS	CS-Z	CS-MP	CS-MC	CS-MS	CS-S	CS-P
Thickener	Calcium Sulfonate						
Base Oil	Mineral Oil						
Kinematic Viscosity, mm <sup>2</sup> /s @40°C	140						
Additives	—	ZnDTP	MoDTP	MoDTC	MoS <sub>2</sub>	Sulfurized Fat and Oil	Phosphate Ester
60 Worked Penetration	324	316	314	331	324	326	334
Grease	L	L-Z	L-MP	L-MC	L-MS	L-S	L-P
Thickener	Lithium Soap						
Base Oil	Mineral Oil						
Kinematic Viscosity, mm <sup>2</sup> /s @40°C	140						
Additives	—	ZnDTP	MoDTP	MoDTC	MoS <sub>2</sub>	Sulfurized Fat and Oil	Phosphate Ester
60 Worked Penetration	322	335	323	322	310	332	323

### 3. 試験装置及び試験条件

高速四球摩擦試験機を用い、耐荷重能試験（ASTM D 2596）及び低速摩耗試験を行った。耐荷重能試験は高速摺動領域、低速摩耗試験は低速摺動領域での評価を目的に行った。試験結果として耐荷重能試験では融着荷重（以下、WL ; Weld Load）と最終非焼付荷重（以下、LNSL ; Last Non-Seizure Load），低速摩耗試験では試験後鋼球の摩耗痕径を得た。試験機概要及び試験条件をそれぞれ Fig.1 と Table 2 に示す。

Table 2 The Test Conditions of Four-Ball Test

Test Piece	Four-Ball Test	
	ASTM D 2596	Low Speed Wear Test
Load	Specified Value	3090 N
Rotation Speed	1770 rpm	100 rpm
Time	10 Seconds	3 Minutes
Temperature	Room Temperature	Room Temperature

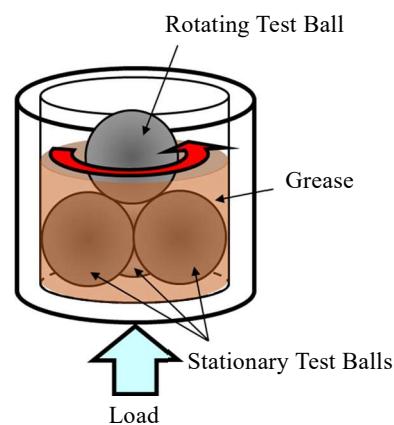


Fig.1 Four-Ball Test Method

## 4. 試験結果と考察

### 4.1 耐荷重能試験 融着荷重

グリースの耐荷重能試験による WL の結果を Fig.2 に示す。グリース L へ極圧剤を添加した際は、上昇幅に差はあるものの全てのサンプルで WL 向上効果が見られた。

グリース CS へ添加した場合は ZnDTP, MoDTP, MoDTC で WL が向上し、CSG と添加剤の相乗効果が見られた。対して、MoS<sub>2</sub>, 硫化油脂には WL 向上効果が無く、リン酸エステルは WL を悪化させたことが分かった。

### 4.2 耐荷重能試験 最終非焼付荷重

グリースの耐荷重能試験による LNSL の結果を Fig.3 に示す。グリース L-MP, L-MC, L-S が同等の LNSL を示したことに対して、グリース CS への添加時にはグリース CS-MC のみが非常に高い LNSL を示したことから、CSG と MoDTC の間には高い相乗効果があると言える。対して ZnDTP, MoDTP, リン酸エステルはグリース CS に添加することでグリース L への添加時よりも LNSL が悪化することが分かった。グリース CS, L の比較ではグリース CS の方が高い LNSL を示すことから、CSG と上記極圧剤の間で拮抗作用が生じた可能性がある。

### 4.3 低速摩耗試験

グリースの低速摩耗試験結果を Fig.4 に示す。グリース CS-Z, CS-MC は特に摩耗痕が小さく相乗効果を示したと言える。対して、グリース CS-MP はグリース CS, L-MP に対して摩耗痕が大きくなつた。これは LNSL の結果でも見られた拮抗作用を受けたものと考えられる。

### 4.4 SEM-EDX による潤滑面観察

LNSL の測定結果において ZnDTP, MoDTP, リン酸エステルなどのリンを含む極圧剤をグリース CS に添加した場合に性能悪化が見られたことから、SEM-EDX による潤滑面観察により原因を調査した。極圧剤として ZnDTP を添加したグリース CS-Z, L-Z の観察結果を Table 3 に示す。グリース L-Z では潤滑面にリンが見られたが、グリース CS-Z ではリンの検出量が大幅に減少していた。この結果は MoDTP, リン酸エステルを添加した場合も同様であり、LNSL が悪化した原因の一つと推察される。

Table 3 SEM-EDX analysis after Four-Ball Test (618N)

Element	Ca	O	S	P	Zn	Fe
CS-Z						
L-Z						

## 5. まとめ

本研究では CSG に対する極圧剤添加効果について高速四球摩擦試験機を使用して検討した結果、以下の結論を得た。

- ・MoDTC を添加した CSG は高速摺動領域、低速摺動領域のどちらでも高い相乗効果を発揮した。
- ・ZnDTP, MoDTP, リン酸エステルなどのリンを含む極圧剤は CSG に添加することでリン由来の被膜形成能力が低下し、LNSL が悪化する傾向が見られた。

## 文献

- 1) W. Mackwood, et al : NLGI Spokesman, Vol.67, No.2, May (2003)17.
- 2) 濵谷善郎 : 月刊トライボロジー, No.301, (2012-9) 19.

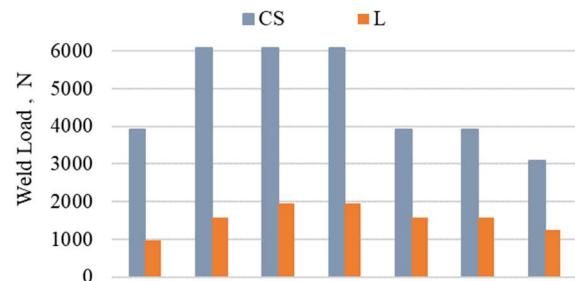


Fig.2 Weld Load by Four-Ball Test

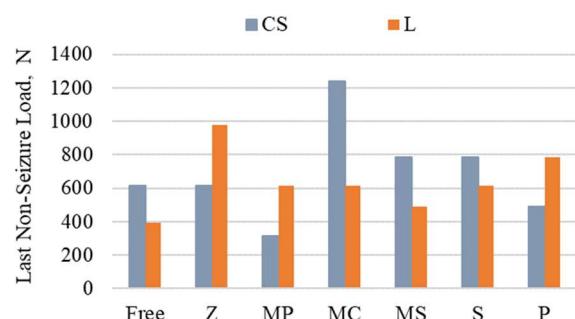


Fig.3 Last Non-Seizure Load by Four-Ball Test

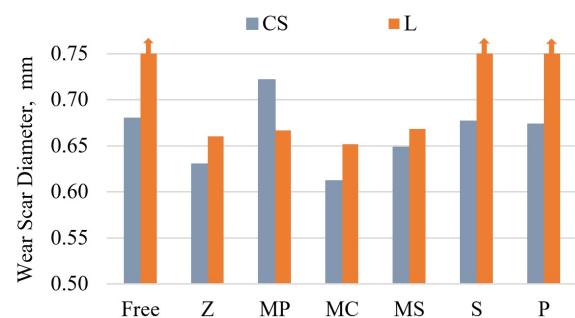


Fig.4 Wear Scar Diameter by Low Speed Test