

## 칼슘 술폰산염 킴플렉스 그리스 합성과 특성 연구

우재구<sup>1</sup>, 이동규<sup>2</sup>, 하기룡<sup>3\*</sup>

<sup>1</sup>(주)루브켄코리아, <sup>2</sup>(주)오알켄, <sup>3</sup>계명대학교 화학공학과

### Studies on the synthesis and characteristics of calcium sulfonate complex grease

Jaegu Woo<sup>1</sup>, Dongkyu Lee<sup>2</sup>, and KiRyong Ha<sup>3\*</sup>

<sup>1</sup>LUBCHEM Co., Ltd.

<sup>2</sup>ORCHEM Co., Ltd.

<sup>3</sup>Department of Chemical Engineering, Keimyung University

**요약** 본 연구에서는 칼슘 술폰산염 킴플렉스 그리스와 리튬 킴플렉스 그리스를 합성하고, 그리스의 일반 물성, 유변학적 특성 및 윤활성능을 비교하였다. 내열성 시험인 적점 시험에서 칼슘 술폰산염 킴플렉스 그리스의 열 안정성은 섭씨 300도 이상, 리튬 킴플렉스 그리스는 섭씨 245도로 측정되었다. 점도시험에서 칼슘 술폰산염 킴플렉스 그리스는 7.0 파스칼·초, 리튬 킴플렉스 그리스는 4.5 파스칼·초로 측정되었다. 따라서 칼슘 술폰산염 킴플렉스 그리스가 리튬 킴플렉스 그리스보다 내열성 및 점착성면에서 우수함을 확인하였다. 4-ball 내마모시험에서 칼슘 술폰산염 킴플렉스 그리스는 0.43 밀리미터, 리튬 킴플렉스 그리스는 0.85 밀리미터로 측정되었고, 4-ball 내하중성 시험에서 칼슘 술폰산염 킴플렉스 그리스는 620 킬로그램중, 리튬 킴플렉스 그리스는 125 킬로그램중 으로 측정되었다. 따라서, 칼슘 술폰산염 킴플렉스 그리스가 리튬 킴플렉스 그리스보다 내마모성 및 내하중성에서 우수하였다. 위 시험결과로 고온 및 고하중의 윤활에서는 칼슘 술폰산염 킴플렉스 그리스가 리튬 킴플렉스 그리스보다 더 효과적인 것을 알 수 있었다.

**Abstract** In this study, we synthesized a calcium sulfonate complex grease and a lithium complex grease to investigate their physical, rheological and tribological properties. The thermal stability of the calcium sulfonate was higher than 300 °C and the lithium complex grease was 245 °C in the dropping point test. In the grease viscosity measurement, the calcium sulfonate complex grease was measured as 7.0 Pa·s and the lithium complex grease was as 4.5 Pa·s. Therefore, it was confirmed that the calcium sulfonate complex grease is superior to the lithium complex grease in terms of thermal stability and cohesiveness. In the 4-ball wear test, the calcium sulfonate complex grease was measured to be 0.43 mm and the lithium complex grease to 0.85 mm. In the 4-ball extreme pressure test, calcium sulfonate complex grease was measured as 620 kgf and the lithium complex grease was as 125 kgf. Therefore, it was confirmed that the calcium sulfonate complex grease is superior to the lithium complex grease in abrasion resistance and load-bearing property. It was found that the calcium sulfonate complex grease is more effective than the lithium complex grease in the lubrication at high temperature and high load.

**Keywords** : Lubricants, Grease, Lithium Cmplx Grease, Calcium Sulfonate Complex Grease, Tribology

\*Corresponding Author : KiRyong Ha(Keimyung Univ.)

email: ryongi@kmu.ac.kr

Received April 10, 2019

Accepted July 5, 2019

Revised June 4, 2019

Published July 31, 2019

## 1. 서론

윤활 그리스는 ASTM(The American Society for Testing and Materials)에서 액상의 윤활제 내부에 증주제(thickener)가 분산되어 이룬 고체상태 또는 반고체상태의 물질로서 특별한 물성을 나타내는 다른 성분을 함유할 수 있다고 정의되어 있다[1].

그리스의 물리적인 구조는 매우 복잡하고 가변적인 요소를 함유하고 있기 때문에 사용된 증주제와 윤활기유의 결합 매커니즘은 그리스의 물리, 화학적 특성을 결정짓는 중요한 요소이다. [2] 그리스에서 증주제 내부에 윤활기유가 존재할 수 있는 이론적 배경을 분자간의 Van der Waals 인력과 윤활기유가 증주제 틈새에서 발생하는 모세관 인력(capillary attraction) 그리고 증주제의 팽윤과 형크리진 형태의 3차원적 구조 틈새에서 기계적인 포집 등으로 인하여 반고체상태로 존재한다고 설명하였다.

또한 증주제에 의해서 그리스는 유변학적 특성 및 마찰특성을 가지며, 이러한 증주제는 주로 비누기 금속염이 널리 사용되고 있다. 대표적인 비누기 금속염으로는 리튬(lithium), 칼슘(calcium), 나트륨(sodium), 알루미늄(aluminum)과 바륨(barium) 등이 있다[3, 4].

리튬 킴플렉스 그리스는 현재 가장 많이 사용되는 그리스으로써 전 세계 그리스 생산량의 약 70%를 점유하고 있으나, 내열성이 취약한 문제점 때문에 지방산을 2개 이상 사용하는 리튬 킴플렉스 그리스가 개발되어 사용되고 있다[5].

칼슘 술폰산염 킴플렉스 그리스는 1985년부터 활발하게 개발되기 시작하였으며[6], 처음에는 12-HSA(Hydroxy stearic acid), 과염기화된 칼슘 술폰네이트 등으로 칼슘염을 구성하고 봉산을 사용하여 제조되었다[7]. 현재까지 리튬 킴플렉스 그리스가 점유율을 가장 많이 차지하고 있지만 이차전지 발달에 따른 리튬 가격의 상승과 고온 상태에서의 윤활성 측면에서 리튬 킴플렉스 그리스에 비해 상대적으로 우위에 있는 칼슘 술폰산염 킴플렉스 그리스가 다시 주목받기 시작하였다. 칼슘 술폰산염 킴플렉스 그리스는 안정성 측면에서 우수하여 식품등급(NSF, H1 grade)의 그리스에도 사용할 수 있고[8], 고온에서도 좋은 윤활 성능을 발휘할 수 있으며, 타 증주제에 비해 점착성과 마찰에 대한 저항능력이 우수하다고 알려져 있다. 또한, 칼슘 술폰산염 킴플렉스 그리스는 복합적인 유변학적 특징으로 고체와 액체의 성질을 동시에 가지는 것으로 알려져 있다[9, 10].

따라서 현재 가장 많이 사용하는 금속염 그리스인 리

튬 킴플렉스 그리스와 칼슘 술폰산염 킴플렉스 그리스간의 주도(worked penetration), 적점(dropping point), 이유도(oil separation), 증발감량(evaporation loss)와 동판부식(copper corrosion) 등 그리스의 기본 윤활성능[11]과 두 그리스간의 4-ball 내마모성 및 극압성 등 마찰성능과 Rheometer를 이용한 그리스의 유변학적 특성을 파악하여 칼슘 술폰산염 킴플렉스 그리스가 기존의 리튬 킴플렉스 그리스를 대체할 수 있는 지에 대해서 연구하였다.

## 2. 본론

### 2.1 시약 및 재료

본 실험에서 사용한 기유(base oil)는 파라핀 오일(paraffinic mineral oil, S-oil사, 40 ℃ 동점도 100 mm<sup>2</sup>/s)을 사용하였으며, 사용된 기유의 기본 특성은 Table 1에 나타내었다.

Table 1. Properties of base oil

Item	Unit	Value
Kinetic viscosity at 40 ℃	mm <sup>2</sup> /s	100.8
Kinetic viscosity at 100 ℃	mm <sup>2</sup> /s	11.4
Viscosity index	-	99
Flash point	℃	240
Pour point	℃	-12.5
Specific Gravity (15℃/4℃)	-	0.88

또한 과염기화된 설폰산 칼슘 (overbased calcium sulfonate, OCS)는 무결정형(amorphous)의 탄산칼슘이 용해되어 있는 미국 캠티라(Chemtura)사의 C-400 CLR을 사용하였으며, OCS의 기본 특성은 Table 2에 나타내었다.

Table 2. Properties of overbased calcium sulfonate

Item	Unit	Value
Calcium	wt%	15.2
Calcium sulfonate	wt%	18.5
Total base number	mg KOH/g	405
Kinetic viscosity at 100 ℃	mm <sup>2</sup> /s	75
Flash point	℃	220
Specific gravity (15℃/4 ℃)	-	1.20

탄산칼슘(calcium carbonate) 및 수산화칼슘(calcium hydroxide)는 백광소재의 시약급 제품을 사용하였으며, 인산 및 초산은 DUKSAN社의 시약급 제품을 사용하였다. 12-HSA(hydroxy stearic acid)는 Royal社의 Extra pure급 제품을 사용하였다. Mo-DTC(Molybdenum Dithiocarbamate)는 Adeka社의 S-600 제품을 사용하였다.

LiOH(lithium hydroxide)는 Sigma-Aldrich社의 ≥98 % 시약급 제품을 사용하였고, 세바스산(sebacic acid)는 JUNSEI社 시약급 제품을 사용하였다.

## 2.2 그리스 제조

### 2.2.1 칼슘 술폰산염 콤플렉스 그리스 제조

칼슘 술폰산염 콤플렉스 그리스를 제조하기 위하여 8 L의 open형 반응기에 과염기화된 술폰산 칼슘 1260 g 과 탄산칼슘 90 g, 기유 1230 g를 첨가하여 기계식 교반기로 60 rpm으로 교반하며 1시간 동안 95 ℃로 승온시킨다. 95 ℃에 도달 후 교반을 지속적으로 진행하며, 전환제(converter)인 물 60 g을 첨가한 후 1시간 동안 더 교반하여 결정형(crystalline) 탄산칼슘인 방해석(calcite)로 전환시켰다. 전환 반응 후 FTIR(Fourier-transform infrared spectroscopy)의 감쇠 전반사(attenuated total reflection, ATR)법으로 적외선 스펙트럼을 측정하여, 칼슘 술폰산염 콤플렉스 그리스의 무정형 탄산칼슘이 결정형 탄산칼슘인 방해석으로 변환하는 것을 확인하였다. 이후 2차 콤플렉스 반응을 유도하기 위하여 수산화칼슘 45 g, 12-HSA 240 g, 인산 60 g과 초산 15 g을 순서대로 투입하였다. 4시간에 걸쳐서 반응 온도를 180 ℃까지 가열하여 물을 증발시키고, 증주제를 팽윤 및 분산시켰다. 180 ℃ 도달 후 저온 항온 순환 수조를 가동하여 25 ℃까지 냉각시켰다. 그리스의 균질화를 위하여 6 inch의 3-roll mill 로 2회 가공하여 시료를 제조하였다. Fig. 1에 위 제조공정의 도식도와 Fig. 2에 제조된 칼슘 술폰산염 콤플렉스 그리스의 화학 구조를 각각 나타내었다.

또한 마모성능 향상 첨가제인 Mo- DTC를 1% 투입한 시료를 제조한 후 첨가제의 효용성을 확인하였다

### 2.2.2 리튬 콤플렉스 그리스 제조

기존의 전통적인 리튬 콤플렉스 그리스 제조방법은 8 L의 open형 반응기의 교반속도를 60 rpm으로 조정하고 칼슘 술폰산염 콤플렉스 그리스에 사용된 동일한 기유 1256 g에 12-HSA 261 g을 5분간 천천히 투입하여

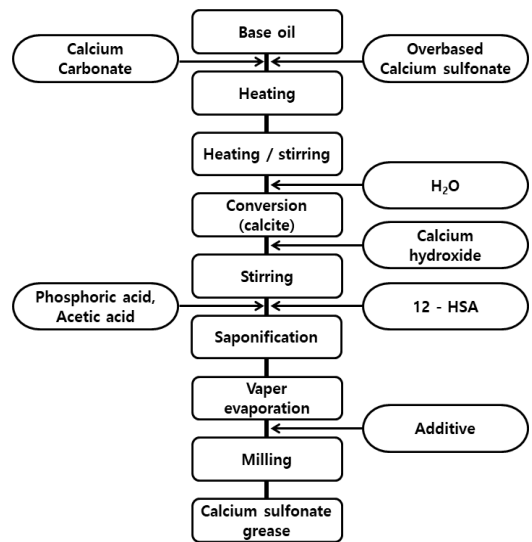


Fig. 1. Manufacturing process of calcium sulfonate complex grease.

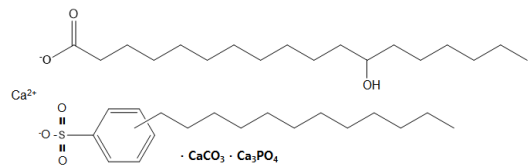


Fig. 2. Chemical structure of calcium sulfonate complex grease.

용해시킨 후 LiOH 38 g을 30분간 천천히 투입하여 1차 검화 공정을 거쳤다. 여기에 세바스산 130 g을 5분간 천천히 투입하여 용해시킨 후 LiOH 57 g을 60분간 천천히 투입하여 2차 검화 공정을 거쳤다. 4시간에 걸쳐서 반응 온도를 200 ℃까지 가열하여 수분을 증발시키고, 증주제를 팽윤 및 분산시킨다. 여기에 기유 1256 g을 투입하여 60분 동안 교반한 후 저온 항온 순환 수조를 가동하여 25 ℃까지 냉각하였다. 그리스의 균질화를 위하여 6 inch의 3-roll mill 로 2회 가공하여 시료를 제조하였다. Fig. 3에 위 과정을 도식화하였고, Fig. 4에 리튬 콤플렉스 그리스 구조식을 나타내었다.

또한 마모성능 향상 첨가제인 Mo- DTC를 1 wt%를 투입하여 시료를 제조한 후 첨가제의 효용성을 비교 확인하였다.

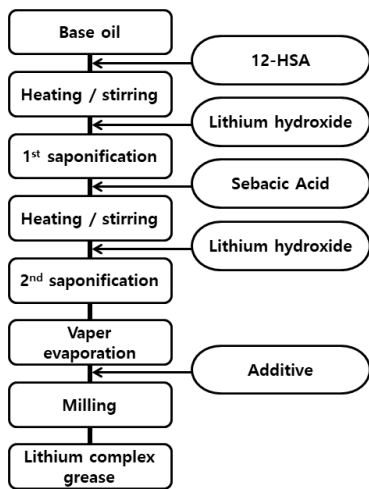


Fig. 3. Manufacturing process of lithium complex grease.

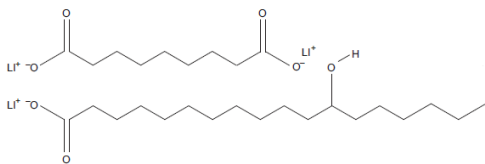


Fig. 4. Chemical structure of lithium complex grease.

## 2.3 실험방법

### 2.3.1 FTIR-ATR법 적외선 스펙트럼 측정

FTIR 기기(Shimadzu, IR Prestige 21)에 ATR accessory (PIKE社, diamond crystal)를 장착하여 칼슘 술폰산염 킴플렉스 그리스의 무정형 탄산칼슘이 결정형 탄산칼슘인 방해석(calcite)로 변환하는 전환공정을 확인하기 위하여 4000 ~ 600  $\text{cm}^{-1}$  영역을 4  $\text{cm}^{-1}$  분해능으로 50회 scan하여 스펙트럼을 측정하였다.

### 2.3.2 일반 물성 시험

그리스의 일반 물성 평가는 그리스의 무르기 정도를 측정하는 혼화주도와 그리스를 규정된 시료컵에 투입 후 온도를 상승시켜 그리스의 기유가 컵에서 떨어지는 최저 점을 측정하여 내열성을 시험 하는 적점, 규정된 온도에서 일정한 시간이 흐른 후 감량을 측정하는 증발감량, 그리스의 이유성을 측정하는 이유도 시험과 그리스의 부식도를 측정하는 동판부식 등 그리스에 관련된 기본 물성 시험을 KS M 2130에 부합하도록 시험하였고, 시험표는 아래 Table 3과 같다.

Table 3. Test items for grease

Test item	Unit
Worked penetration	0.1 mm
Dropping point	℃
Oil separation (100 ℃/24 h)	wt%
Evaporation loss (100 ℃/22 h)	wt%
Copper corrosion (100 ℃/24 h)	-

### 2.3.3 4-ball test

4-ball test기를 이용하여 마모 및 극압성능 시험을 진행하였다. 장비는 Shell식 4구 시험기(SETA, 4-ball tester, UK)를 이용하였고, 4구 마모시험은 ASTM D 2266, 4구 극압시험은 ASTM D 2596의 시험방법으로 측정하였다.

### 2.3.4 Rheometer test

Rheometer(HAAKE, RS 6000, Germany)를 이용하여 그리스의 점탄성을 측정하였으며, 로터의 지름은 20 mm, 로터 사이의 폭(gap)은 0.1 mm로 하여 진동운동과 회전운동을 하여 그리스의 점탄성을 비교하였다.

회전운동의 경우 점탄성이 높을수록 높은 점도를 가지며, 진동운동은  $\tan \delta = \text{점성계수}(G'') / \text{탄성계수}(G')$  = 1인 점에서 그리스가 흐르기 시작함을 나타낸다.

## 2.4 시험 결과 및 고찰

### 2.4.1 FTIR-ATR 적외선 스펙트럼 측정

칼슘 술폰산 킴플렉스 그리스 제조 공정 중, 전환 반응 전후의 시료를 FTIR-ATR법으로 측정한 적외선 스펙트럼을 Fig. 5와 Fig. 6에 각각 나타내었다. Fig. 5의 전환 전의 FTIR-ATR 스펙트럼 측정 결과에서는 863  $\text{cm}^{-1}$  완만하고 넓은(broad) 형상의 피크가 확인되었다.

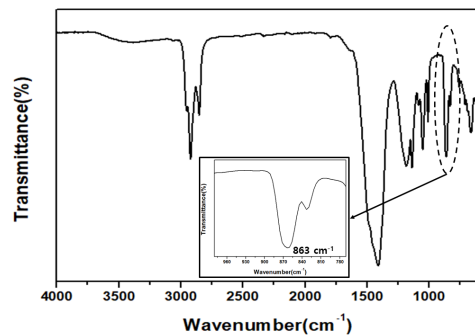


Fig. 5. FTIR-ATR spectrum of overbased calcium sulfonate before conversion.

하지만 Fig. 6의 전환 후 FTIR-ATR 스펙트럼에서는 863 cm<sup>-1</sup>의 피크가 없어지고, 881 cm<sup>-1</sup>에서 좁고 날카로운(sharp) 형태의 피크가 생성됨을 확인하였다.

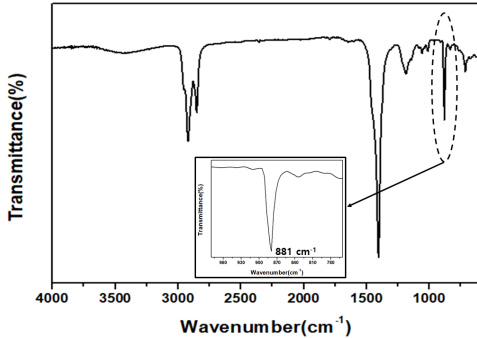


Fig. 6. FTIR-ATR spectrum of overbased calcium sulfonate after conversion.

이는 칼슘 술폰산염 콤플렉스 그리스가 무결정형의 탄산칼슘이 결정형의 탄산칼슘인 방해석으로 전환 되었을 때 나타나는 피크와 일치함을 알 수 있었다[11].

#### 2.4.2 그리스의 기본 물성 시험

제조된 칼슘 설포네이트 콤플렉스와 리튬 콤플렉스 그리스의 기본 물성인 내열성, 이유성 및 부식성을 파악하기 위하여 KS M 2130에 해당하는 물성시험을 진행하였으며, 그 측정 결과를 아래 Table 4에 나타내었다.

Table 4. Test values of greases

Test item	Method	Unit	Calcium sulfonate complex grease	Lithium complex grease
Worked penetration	KS M ISO 2137	0.1 mm	275	274
Dropping point	KS M ISO 2176	℃	> 300	245
Oil separation (100 ℃/24 h)	KS M 2050	wt%	1.0	2.0
Evaporation loss (100 ℃/22 h)	KS M 2037	wt%	0.02	0.02
Copper corrosion (100 ℃/24 h)	KS M 2088	-	No discoloration	No discoloration

혼화주도를 측정된 결과 두 시료의 주도는 NLGI 등급 2 type인 275와 274로 비슷하였다. 적점 시험으로 내열성 평가를 한 결과 칼슘 술폰산염 콤플렉스 그리스는 300 ℃ 이상이며, 기존의 리튬 콤플렉스 그리스는 245

℃로 내열성에서 칼슘 술폰산염 콤플렉스 그리스가 더 우수함을 확인할 수 있었다. 이유도 측정으로 내열성을 평가한 결과 칼슘 술폰산염 콤플렉스 그리스는 1.0 wt% 이고, 리튬 콤플렉스 그리스는 2.0 wt%로 측정 되었다. 칼슘 술폰산염 콤플렉스 그리스의 이유도가 낮은 것으로 확인되었다. 증발감량은 칼슘 술폰산염 콤플렉스와 리튬 콤플렉스 그리스 모두 0.02 wt%로 동일하게 측정 되었다. 동판부식은 두 그리스 모두 변색 없음으로 동일하였다.

이러한 시험의 결과 증발 감량 및 부식성에서는 두 그리스가 비슷하지만, 오일의 내열성과 분리도에서는 칼슘 술폰산염 콤플렉스 그리스가 더 우수함을 확인하였다.

#### 2.4.3 4-ball test

4-ball 시험기로 마모를 측정된 결과 리튬 콤플렉스 그리스는 0.85 mm로 측정되었으며, 여기에 첨가제로 Mo-DTC 1 wt%를 투입한 결과 0.48 mm로 낮아지는 것을 확인할 수 있었다. 칼슘 술폰산염 콤플렉스 그리스는 0.43 mm로 측정되었으며, 여기에 Mo-DTC 1 wt% 투입한 결과 0.35 mm로 낮아지는 것을 확인하였다. 내마모성능 결과를 아래의 Fig. 7에 나타내었다.

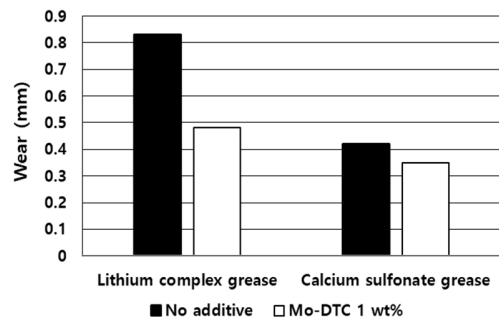


Fig. 7. Results of 4-ball wear test.

이러한 마모성능 시험결과를 통해서 리튬 콤플렉스 그리스보다 칼슘 술폰산염 콤플렉스 그리스가 내마모성에서 우수함을 확인하고, 내 마모성능 향상 첨가제인 Mo-DTC의 효용성도 확인하였다.

칼슘 술폰산염 콤플렉스 그리스와 리튬 콤플렉스 그리스의 극압성능을 측정된 결과를 Fig. 8에 나타내었다. Fig. 8에서 보면 리튬 콤플렉스 그리스는 극압성능이 125 kgf로 측정되었고, 여기에 첨가제로 Mo-DTC 1 wt%를 투입하면 250 kgf로 상승하였다. 그러나, 칼슘 술폰산염 콤플렉스 그리스는 Mo-DTC 첨가제 투입 전 후 모두 620 kgf로 동일하게 측정 되었다.

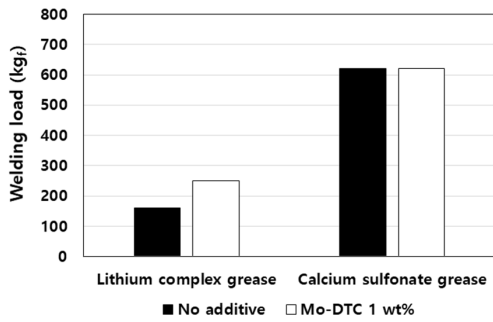


Fig. 8. Results of 4-ball extreme pressure test.

이러한 시험결과 리튬 킴플렉스 그리스보다 칼슘 술폰산염 킴플렉스 그리스가 극압성에서 우수함을 확인 할 수 있었다. 또한, 첨가제인 Mo-DTC는 리튬 킴플렉스 그리스에 대하여 극압성능 향상에 효용성이 있지만, 칼슘 술폰산염 킴플렉스 그리스에서는 효용성이 없는 것으로 확인되었다.

#### 2.4.4 Rheometer test

그리스의 점탄성을 측정하기 위하여 Rheometer를 사용하여, 상온에서 전단율(shear rate)을  $300 \text{ s}^{-1}$ 로 고정하고 600초 동안 측정한 후 그리스 of 점성을 비교한 결과를 Fig. 9에 나타내었다.

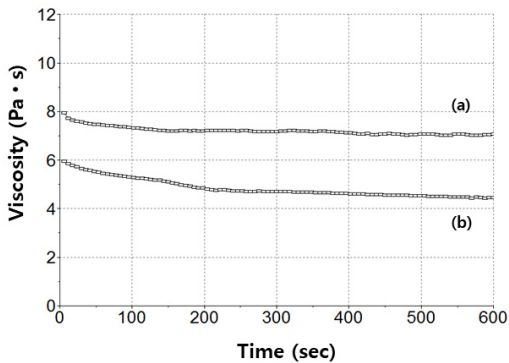


Fig. 9. Evaluation of rheology at shear rate of  $300 \text{ s}^{-1}$ ; (a) calcium sulfonate complex grease and (b) lithium complex grease.

600초에서 그리스의 점성은 칼슘 술폰산염 킴플렉스 그리스는  $7.0 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ , 리튬 킴플렉스 그리스는  $4.5 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ 로 측정되었다. 칼슘 술폰산염 킴플렉스 그리스가 리튬 킴플렉스 그리스보다 약  $1.5 \text{ Pa}\cdot\text{s}$  더 높게 측정된 것은 모체 (body)에서 칼슘 술폰산염 킴플렉스 그리스가 더 많은

양의 그리스 윤활막을 형성하는 것으로 판단된다.

Fig. 10에서는 전단응력의 증가에 의한 칼슘 술폰산염 킴플렉스 그리스와 리튬 킴플렉스 그리스의 탄성계수 ( $G'$ )와 점성계수( $G''$ )의 변화 상태를 나타내었다.

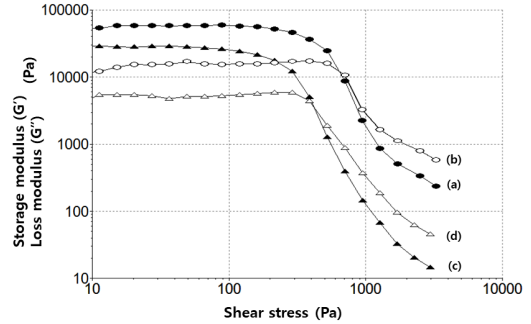


Fig. 10. Stress sweep curves of greases; (a)  $G'$  of calcium sulfonate complex grease, (b)  $G''$  of calcium sulfonate complex grease, (c)  $G'$  of lithium complex grease, and (d)  $G''$  of lithium complex grease.

Fig. 10의 stress sweep 곡선은  $1 \text{ Hz}$ 의 진동상태에서 전단응력의 점성계수와 탄성계수의 변화 관계를 나타낸다. Fig. 10에서 보면 칼슘 술폰산염 킴플렉스 그리스가 리튬 킴플렉스 그리스 보다 점성계수와 탄성계수가 모두 높음을 알 수 있었다. 또한, 두 종류의 그리스 모두 약  $100 \text{ Pa}$ 까지는 탄성계수와 점성계수가 서로 선형으로 일정하게 가지만, 전단응력이 더 증가하면 탄성계수가 낮아져서 점성계수와 만나는 부분인 임계 응력 점이 칼슘 설펜산염 킴플렉스 그리스는  $701 \text{ Pa}$ , 리튬 킴플렉스 그리스에서는  $457 \text{ Pa}$ 로 나타났다. 그 이상에서는 탄성계수 보다 점성계수가 더 높아지게 된다.

탄성계수와 점성계수의 값을 이용하여 전단응력의 변화에 따른 손실계수( $\tan(\delta)$ ) 값의 변화를 Fig. 11에 나타내었다.

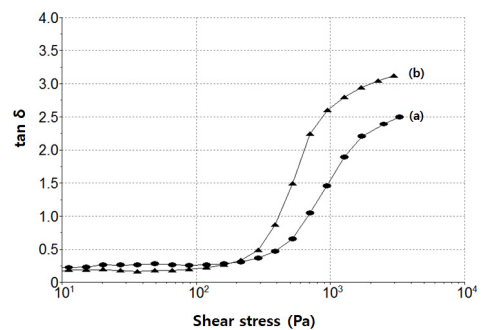


Fig. 11. Stress sweep curves of greases; (a) calcium sulfonate complex grease and (b) lithium complex grease.



손실계수의 값이 1보다 낮은 경우 탄성계수가 점성계수보다 높으므로 그리스는 움직임이 없고, 탄성계수와 점성계수가 교차하는 점이 1과 동일한 경우는 전단응력에서 그리스가 흐르는 시작점이다[13]. Fig. 11에서 보면 리튬 칼복스염 복합 그리스는 457 Pa에서, 칼복스염 복합 그리스 복합 그리스는 701 Pa에서 손실계수의 값이 1로 나타났다. 그리스가 흐르기 시작하는 전단응력 값을 비교하여 보면 칼복스염 복합 그리스보다 리튬 복합 그리스보다 점착성이 더 높은 것으로 판단되었다.

### 3. 결론

칼복스염 복합 그리스와 리튬 복합 그리스의 윤활 성능을 비교 확인하기 위하여, 위 2종의 그리스를 제조한 후 비교 실험에서 얻어진 결론은 다음과 같다.

- 1) 칼복스염 복합 그리스 제조에서 무정형의 탄산칼복스가 결정형 탄산칼복스로 전환되면, FTIR-ATR 스펙트럼에서 전환 전의  $863\text{ cm}^{-1}$ 의 완만하고 넓은 형상의 피크가, 전환 후에는  $881\text{ cm}^{-1}$ 에서 좁고 날카로운 형태의 피크가 나타나는 것을 확인 할 수 있었다.
- 2) 그리스의 기본 물성시험에서 내열성은 칼복스염 복합 그리스보다 리튬 복합 그리스보다 우수함을 알 수 있었다.
- 3) 4-ball 시험결과, 내마모성 및 극압성은 Mo-DTC 첨가제 투입 없이도 기존의 리튬 복합 그리스에 비해 칼복스염 복합 그리스보다 매우 우수한 것으로 확인되었다.
- 4) Rheometer를 사용한 그리스 점착성 실험 결과 진동운동과 회전운동 평가에서 기존의 리튬 복합 그리스보다 칼복스염 복합 그리스보다 점착성이 더 높은 것을 확인하였고, 이는 윤활적인 관점에서 기기 작동시 기존의 리튬 복합 그리스보다 칼복스염 복합 그리스보다 누설(leakage) 방지에서 유리할 것으로 판단된다.

### References

[1] ASTM Standards on Petroleum Products and Lubricants Method D288-61.  
 [2] K. H. Choung, Lubrication Engineering, KTC, 152(1991).

[3] Mas R., Magnin A., "Rheology of colloidal suspensions: Case of lubricating grease", J. Rheol., Vol.38, No.4, pp. 889-898, 1994.  
 DOI:<http://dx.doi.org/10.1122/1.550598>  
 [4] Delgado M. A., Valencia C., Sanchez M. C., Franco J. M. and Gallefos C., "Influence of soap concentration and oil viscosity on the rheology and microstructure of lubricating grease", Ind. Eng. Chem. Res., Vol.45, No.6, pp. 1902-1910, 2006.  
 DOI:<http://dx.doi.org/10.1021/ie050826f>  
 [5] Okaniwa T., Kimura H., "Effects of Various Factors on Properties of Lithium Complex Grease", NLGI Spokesman, Vol.61, pp. 3-18, 1997  
 [6] Blockhuis W. and Muir R., US Patent 4560489, 1985.  
 [7] Muir R. J., "High Performance Calcium Sulfonate Complex Lubricating Grease", NLGI Spokesman, Vol.52, No.4, pp. 140-146, 1988.  
 [8] Mackwood W., Muir R. and Dunn W., "Calcium Sulfonate Complex Grease - The Next Generation Food Machinery Grease", NLGI Spokesman, Vol.67, No.2, pp. 17-23, 2003.  
 [9] Wassermann G., "From Heraklit to WS Blair", Rheology, Vol.91, pp. 32-38, 1991.  
 [10] Gow M., Lubricating grease in Chemistry and Technology of Lubricants, 3rd edn, pp. 411-432, 2010  
 DOI:<http://dx.doi.org/10.1007/978-1-4020-8662-5>  
 [11] KOREA Standards, Grease, KS M 2130.  
 [12] Lukeman P. S., Stevenson M. L. and Seeman N. C., "Morphology Change of Calcium Carbonate in the Presence of Polynucleotides", Cryst. Growth Des., Vol.8, No.4, pp. 1200-1202, 2008.  
 DOI:<http://dx.doi.org/10.1021/cg700656r>  
 [13] J. M. Madiedo, J. M. Franco, C. Valencia, M. C. Sanchez, C. Gallegos, J., "Modeling of the nonlinear rheological behavior of lubricating grease at low shear rates." Tribol., Vol.122, No.3, pp. 590-596, 2000.  
 DOI:<http://dx.doi.org/10.1115/1.555406>

우재구(JaeGu Woo)

[정회원]



- 2013년 2월 : 계명대학교 화학공학과 (석사)
- 2017년 2월 : 계명대학교 화학공학과 (박사)
- 2008년 6월 ~ 현재 : (주)루브렘코리아 기업부설연구소 차장

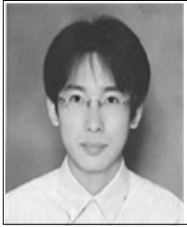
<관심분야>

윤활유 합성, 고분자 복합화, 고분자복합재료 등

---

이 동 규(DongKyu Lee)

[정회원]



- 2006년 10월 ~ 2017년 8월 : 켄스코(주) 기술연구소 PCB 연구팀장
- 2019년 2월 : 계명대학교 화학공학 (박사)
- 2019년 3월 ~ 현재 : (주)오알켄 중앙연구소 개발팀장

<관심분야>

고분자 복합 재료, 표면처리, 전자부품소재 등

---

하 기 룡(KiRyong Ha)

[정회원]



- 1979년 2월 : 서울대학교 공업화학 (학사)
- 1981년 2월 : 서울대학교 공업화학 (석사)
- 1990년 8월 : Univ. of Connecticut 고분자 공학 (공학박사)
- 1983년 3월 ~ 현재 : 계명대학교 화학공학과 교수

<관심분야>

고분자 재료, 표면 개질, 고분자복합재료 등