

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5159159号
(P5159159)

(45) 発行日 平成25年3月6日(2013.3.6)

(24) 登録日 平成24年12月21日(2012.12.21)

(51) Int.Cl.		F I	
C 1 O M 111/00	(2006.01)	C 1 O M 111/00	
C 1 O M 105/04	(2006.01)	C 1 O M 105/04	
C 1 O M 105/34	(2006.01)	C 1 O M 105/34	
C 1 O M 107/02	(2006.01)	C 1 O M 107/02	
C 1 O N 30/00	(2006.01)	C 1 O N 30:00	Z
請求項の数 6 (全 14 頁) 最終頁に続く			

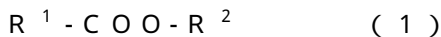
(21) 出願番号	特願2007-123697 (P2007-123697)	(73) 特許権者	000183646 出光興産株式会社 東京都千代田区丸の内3丁目1番1号
(22) 出願日	平成19年5月8日(2007.5.8)	(74) 代理人	110000637 特許業務法人樹之下知的財産事務所
(65) 公開番号	特開2008-280381 (P2008-280381A)	(74) 代理人	100079083 弁理士 木下 實三
(43) 公開日	平成20年11月20日(2008.11.20)	(74) 代理人	100094075 弁理士 中山 寛二
審査請求日	平成21年11月11日(2009.11.11)	(74) 代理人	100106390 弁理士 石崎 剛
		(72) 発明者	弘中 義雄 千葉県袖ヶ浦市上泉1280番地
		(72) 発明者	山田 亮 千葉縣市原市姉崎海岸24番地4 最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 内燃機関用潤滑油基油および内燃機関用潤滑油組成物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

下記式(1)で示されるモノエステル化合物、およびポリ- -オレフィンを含んでなる内燃機関用潤滑油基油であって、



(式中、R¹は、炭素数5~11の飽和炭化水素であり、R²は、炭素数16~20の飽和炭化水素を示す。)

前記式(1)で示されるモノエステル化合物は、R¹およびR²のいずれか一方のみが分岐構造を有することを特徴とする内燃機関用潤滑油基油。

【請求項2】

請求項1に記載の内燃機関用潤滑油基油において、

前記モノエステル化合物の炭素数が25~32であることを特徴とする内燃機関用潤滑油基油。

【請求項3】

請求項1または請求項2に記載の内燃機関用潤滑油基油において、

R¹またはR²における分岐位置が 位ではないことを特徴とする内燃機関用潤滑油基油。

【請求項4】

請求項1~請求項3のいずれかに記載の内燃機関用潤滑油基油において、

R¹が直鎖構造であり、R²が分岐構造であることを特徴とする内燃機関用潤滑油基油

。【請求項 5】

請求項 1 ~ 請求項 3 のいずれかに記載の内燃機関用潤滑油基油において、

R¹ が分岐構造であり、R² が直鎖構造であることを特徴とする内燃機関用潤滑油基油

。【請求項 6】

請求項 1 ~ 請求項 5 のいずれかに記載の内燃機関用潤滑油基油を用いたことを特徴とする内燃機関用潤滑油組成物。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

10

【0001】

本発明は、内燃機関用潤滑油基油およびそれを含有する内燃機関用潤滑油組成物に関する。

【背景技術】

【0002】

現在、様々な分野で省エネルギーが求められており、自動車等で用いられる内燃機関においても省エネルギー化、即ち、低燃費化が強く望まれている。

内燃機関には、摺動部分の潤滑のために潤滑油が用いられるが、潤滑油は一般に温度が高くなるほど粘度が低くなる。一方、摺動部分の潤滑性や耐摩耗性を維持するには高温における粘度維持特性も重要である。例えば、ガソリンエンジン油においては 150 での 20
高温高せん断粘度を 2.6 mPa・S 以上に維持することが必要と言われている。一方、燃費には 80 付近でのせん断粘度が影響すると言われており、この粘度が低いほど低燃費化を実現できる。従って粘度指数の高い潤滑油が有効である。潤滑油は基油に各種添加剤を加えて使用する例が大半であるが、粘度指数を上げるために粘度指数向上剤と呼ばれる添加剤を加える場合がある。この粘度指数向上剤はポリマー分子でできているため、添加量に応じて潤滑油の粘度が増加する。その効果をより発揮させるためには、より多量に添加できることが必要であり、そのため基油はできるだけ低粘度であることが必要である。もちろん、基油自体の粘度指数が高い方が添加後の潤滑油の粘度指数も高くなり好ましい。粘度指数向上剤を添加しない場合は、潤滑油の粘度性状は基油自体の粘度性状が反映されることになり、基油自体が低粘度、高粘度指数であることが強く求められている。 30

【0003】

一方、潤滑油の低粘度化を実現するには、一般に基油の分子量を小さくすることで実現できるが、必然的に蒸発性の増大を伴う。内燃機関では蒸発性の増大はエンジン油消費量の増加とそれによるエンジン油寿命の低下、排気ガス触媒への飛散量増大からの触媒能力・寿命の低下を引き起こす。このような観点より、ガソリンエンジン油の規格では蒸発量の規定が設けられており（例えば、JPI-5S-41-93、NOACK 試験）、低粘度化と蒸発性の維持の両立が求められる。

そこで、従来から用いられてきた鉱油系の潤滑油基油のかわりにエステル化合物を潤滑油基油として用いることが提案されている。例えば、特許文献 1 には、分岐構造のカルボン酸と分岐構造のアルコールからなるモノエステルを用いたエステル系エンジン油が開示 40
されている。また、特許文献 2 には、エステル化合物と API 分類グループ III、IV の鉱油とを混合してなるエンジン油が開示されている。

【0004】

【特許文献 1】特開 2005 - 048192 号公報

【特許文献 2】特表 2006 - 522204 号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

しかしながら、特許文献 1 に記載されたエステル化合物は、流動点は低いものの、蒸発性を低く抑えたタイプのものは粘度が高く、また粘度指数が低いいため、エンジン油として 50

低燃費化は十分ではない。また、特許文献 2 に記載されたエステル油も同様に、蒸発性を低く抑えたタイプのものは粘度が高くなりすぎ、前記した問題点を解決するには不十分である。

また、内燃機関をはじめ、一般的な機器は、鉱油を基油とする潤滑油の使用を想定し設計されている。このため、鉱油と極端に性質の異なる潤滑油の使用は好ましくない。特に、極性の問題は大きい。例えば、鉱油よりも粘度性状（粘度指数、流動点等）に優れるポリ- α -オレフィン（PAO）をエンジン油の基油として用いることも多いが、PAOは、鉱油よりも極性が低いため、ニトリルゴムなどで構成されるシール材を収縮させてしまうおそれがある。これは、一般に、ゴム製品にはプロセスオイル等が練りこまれており、低極性液体に接することにより、オイル等が溶出してしまうためである。それ故、PAOを使用する場合には、ジエステルやポリオールエステルのような高極性の化合物を混合して用いることも多い。一方、ジエステルやポリオールエステルのようなエステル化合物は、PAOよりも更に粘度性状に優れているだけでなく、低蒸発性でもあり、より多くの量をPAOに混合したほうが好ましい。しかし、あまり混合量を多くすると、混合基油の極性が高くなりすぎて、内燃機関のシール材を膨潤させてしまうおそれがある。それ故、PAOに対する、ジエステルやポリオールエステルの配合量はせいぜい20質量%程度であり、エステル化合物の特性が活かされていない。従って、PAOに対して混合量を多くできるような鉱油に近い低極性のエステル系化合物（基油）が望まれている。

10

また、潤滑油として使用するには適度な流動点を有する必要がある。これは用途に応じて求められる性能であるが、一般に使用される鉱油と同等以下の温度であることが好ましい。

20

【0006】

そこで、本発明の目的は、低粘度、高粘度指数、低蒸発性および低流動点のバランスに優れ、さらには、鉱油に近い極性を持ったエステル系の内燃機関用潤滑油基油、およびこの基油を用いた内燃機関用潤滑油組成物を提供することにある。

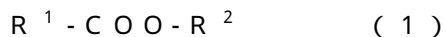
【課題を解決するための手段】

【0007】

前記した課題を解決すべく、本発明は、以下のような内燃機関用潤滑油基油および内燃機関用潤滑油組成物を提供するものである。

〔1〕下記式（1）で示されるモノエステル化合物、およびポリ- α -オレフィンを含んでなる内燃機関用潤滑油基油であって、

30



（式中、 R^1 は、炭素数 5 ~ 11 の飽和炭化水素であり、 R^2 は、炭素数 16 ~ 20 の飽和炭化水素を示す。）

前記式（1）で示されるモノエステル化合物は、 R^1 および R^2 のいずれか一方のみが分岐構造を有することを特徴とする内燃機関用潤滑油基油。

【0008】

〔2〕上記〔1〕に記載の内燃機関用潤滑油基油において、前記モノエステル化合物の炭素数が 25 ~ 32 であることを特徴とする内燃機関用潤滑油基油。

〔3〕上記〔1〕または〔2〕に記載の内燃機関用潤滑油基油において、 R^1 または R^2 における分岐位置が 位 ではないことを特徴とする内燃機関用潤滑油基油。

40

〔4〕上記〔1〕~〔3〕のいずれかに記載の内燃機関用潤滑油基油において、 R^1 が直鎖構造であり、 R^2 が分岐構造であることを特徴とする内燃機関用潤滑油基油。

〔5〕上記〔1〕~〔3〕のいずれかに記載の内燃機関用潤滑油基油において、 R^1 が分岐構造であり、 R^2 が直鎖構造であることを特徴とする内燃機関用潤滑油基油。

〔6〕上記〔1〕~〔5〕のいずれかに記載の内燃機関用潤滑油基油を用いたことを特徴とする内燃機関用潤滑油組成物。

【発明の効果】

【0009】

本発明の内燃機関用潤滑油基油によれば、低粘度、高粘度指数、低蒸発性および低流動

50

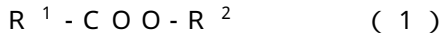
点のバランスに優れ、さらには鉱油に近い極性を持った内燃機関用潤滑油基油を提供できる。また、この基油に通常の添加剤を加えることで、内燃機関の低燃費化に大きく寄与でき、かつ寿命の長い内燃機関用潤滑組成物を提供することが可能となる。

【発明を実施するための最良の形態】

【0010】

以下に、本発明を実施するための最良の形態について詳述する。

本発明の内燃機関用潤滑油基油（以下、単に「基油」ともいう。）は、下記式（1）で示されるモノエステル化合物を含んでいる。



【0011】

ここで、式（1）における R^1 は、炭素数3～23の飽和炭化水素である。芳香族炭化水素であると、同一分子量であっても基油粘度の増大や粘度指数の低下を招くので好ましくない。また、不飽和炭化水素は、酸化安定性が低いので好ましくない。ただし、本発明の効果を損なわない範囲で混合使用することは差し支え無い。

なお、シクロアルカンは、基油粘度の増大や粘度指数を低下させる傾向がやや認められるので、 R^1 は、鎖状飽和炭化水素であることが好ましい。

また、 R^1 の炭素数が2以下であると、基油を所定以上の粘度とするためには、 R^2 （例えば、組み合わせるアルコール成分）の分子量が大きくなりすぎるを得ず、その結果流動点の上昇を招いてしまう。そのような不都合を避けるためには複雑な分岐構造を有する R^2 （アルコール成分）が必要となる。また、加水分解した際に低級脂肪酸を生じるので腐食等の観点からも好ましくない。一方、 R^1 の炭素数が24以上であると、やはり流動点の上昇を招いてしまう。また、実用上、炭素数24以上のアルコールを大量・安価に入手することは困難である。

【0012】

R^2 は、炭素数4～24の飽和炭化水素である。 R^1 と同様の理由で、芳香族炭化水素や不飽和炭化水素は好ましくない。シクロアルカンについても同様である。

R^2 の炭素数が3以下であると、基油を所定以上の粘度とするためには、 R^1 （例えば、組み合わせるカルボン酸成分）の分子量が大きくなり、その結果流動点の上昇を招く。そのような不都合を避けるためには、複雑な分岐構造を有する R^1 （カルボン酸成分）が必要となる。一方、 R^1 の炭素数が25以上であると、やはり流動点の上昇を招いてしまう。また、実用上、炭素数25以上のカルボン酸を大量・安価に入手することは困難である。

【0013】

そして、式（1）のモノエステル化合物は、 R^1 および R^2 のいずれか一方のみが分岐構造を有している。 R^1 および R^2 がいずれも直鎖構造であると、基油の粘度が高くなりすぎ、最終的に内燃機関用潤滑油組成物としたときに燃費が悪化するため好ましくない。また、逆に、 R^1 および R^2 がいずれも分岐構造であると、基油の粘度が低くなりすぎて、最終的に内燃機関用潤滑油組成物としたときに潤滑性や耐摩耗性が低下するため好ましくない。

ここで、 R^1 が直鎖構造であり、 R^2 が分岐構造であってもよく、逆に R^1 が分岐構造であり、 R^2 が直鎖構造であってもよい。

R^1 が直鎖構造の場合、炭素数は3～11であることが好ましく、特に5～9がより好ましい。炭素数が12以上であると、流動点が上昇しすぎるおそれがある。

R^2 が直鎖構造の場合、炭素数は4～12であることが好ましく、特に6～10がより好ましい。炭素数が13以上であると流動点が上昇しすぎるおそれがある。

R^1 が分岐構造の場合、炭素数が13～23であることが好ましく、特に15～19がより好ましい。炭素数が24以上であると流動点が上昇しすぎるおそれがある。

R^2 が分岐構造の場合、炭素数が14～24であることが好ましく、特に16～20がより好ましい。炭素数が25以上であると流動点が上昇しすぎるおそれがある。

なお、後述するように、 R^1 と R^2 の合計炭素数は所定の範囲にあることが好ましく、

10

20

30

40

50

一方の炭素数を少なくしても、他方の炭素数を増やす必要があり、結果的に流動点が上昇してしまうおそれがある。それ故、流動点の観点より、 R^1 と R^2 の炭素数の下限値は、上述した値が好ましい。

【0014】

ここで、上述の R^1 または R^2 における分岐位置は 位ではないことが好ましい。ここで、 位とは、 R^1 の場合は、カルボキシル基の炭素に結合している炭素の位置であり、 R^2 の場合は、カルボキシル基の酸素に結合している炭素の位置である。

R^1 または R^2 における分岐位置が 位であると、分子量が同じである他の分岐構造のものと比較して蒸発量の増大を招いてしまい好ましくない。

また、原料入手の容易性の観点より、 R^1 が直鎖構造であって、 R^2 が分岐構造であることが好ましい。直鎖あるいは、 位に分岐を持つ構造のカルボン酸は、比較的容易に製造できるが、 位でない位置に分岐構造を持つカルボン酸は、通常の合成法では製造が困難だからである。

【0015】

また、式(1)のモノエステル化合物の炭素数は25~36であることが好ましく、より好ましくは26~32であり、さらに好ましくは27~30であり、特に好ましくは27~29である。

モノエステル化合物の炭素数が24以下であると、潤滑油組成物となったときに蒸発減量が多くなってしまう。また、この炭素数が37以上であると流動点が高くなり、低温特性が悪化する。また、基油の粘度も高くなりすぎて燃費が悪化する。

【0016】

上述した式(1)のモノエステル化合物は、例えば、 R^1 を含むカルボン酸と R^2 を含むアルコールとからエステル形成反応により合成することができる。

ここで、 R^1 を含むカルボン酸としては、*n*-ヘプタン酸、*n*-オクタン酸、*n*-ノナン酸、*n*-デカン酸、*n*-ウンデカン酸、*n*-ドデカン酸、*n*-トリデカン酸、*n*-テトラデカン酸、*n*-ペンタデカン酸、*n*-ヘキサデカン酸、イソヘプタン酸、イソオクタン酸、2-エチルヘキサン酸、イソノナン酸、3,5,5-トリメチルヘキサン酸、イソデカン酸、イソウンデカン酸、イソドデカン酸、イソトリデカン酸、イソテトラデカン酸、イソペンタデカン酸、イソヘキサデカン酸などが挙げられる。

また、 R^2 を含むアルコールとしては、*n*-オクタノール、*n*-ノナノール、*n*-デカノール、*n*-ウンデカノール、*n*-ドデカノール、*n*-トリデカノール、*n*-テトラデカノール、*n*-ペンタデカノール、*n*-ヘキサデカノール、イソオクタノール、2-エチルヘキサノール、イソノナノール、3,5,5-トリメチルヘキサノール、イソデカノール、イソウンデカノール、イソドデカノール、イソトリデカノール、イソテトラデカノール、イソペンタデカノール、イソヘキサデカノールなどが挙げられる。

【0017】

前記したエステル形成反応は、エステル化反応を行うに際し、アルコール成分は、例えば、カルボン酸成分1モルに対して1.0~1.5モル、好ましくは1.05~1.2モル程度を用いることが反応性の観点より好ましい。

エステル化触媒としては、ルイス酸類、アルカリ金属類、スルホン酸類等が例示され、具体的にルイス酸としてはアルミニウム誘導体、錫誘導体、チタン誘導体が例示され、アルカリ金属類としてはナトリウムアルコキシド、カリウムアルコキシド等が例示され、更にスルホン酸類としてはパラトルエンスルホン酸、メタンスルホン酸、硫酸等が例示される。その使用量は、例えば原料であるカルボンおよびアルコールの総質量に対して0.1~1.0質量%程度を用いることが好ましい。

エステル化の温度としては、150~230 が好ましく、3~30時間程度で反応は完結する。エステル化反応終了後、過剰の原料を減圧下または常圧下にて留去する。引き続き、慣用の精製方法、例えば、中和、水洗、液液抽出、減圧蒸留、活性炭処理等の吸着精製等により生成したエステル化合物を精製すればよい。

【0018】

10

20

30

40

50

前記したエステル化合物として、*n*-カルボン酸とイソアルコールによる組み合わせとしては、*n*-ヘキサン酸-2-オクチル-1-ドデカノエート、*n*-ヘキサン酸-2-デシル-1-テトラデカノエート、*n*-ヘプタン酸イソステアレート、*n*-ヘプタン酸-2-オクチル-1-ドデカノエート、*n*-ヘプタン酸-2-デシル-1-テトラデカノエート、*n*-オクタン酸イソステアレート、*n*-オクタン酸-2-オクチル-1-ドデカノエート、*n*-ノナン酸イソステアレート、*n*-ノナン酸-2-オクチル-1-ドデカノエート、*n*-デカン酸-2-ヘキシル-1-デカノエート、*n*-デカン酸イソステアレート、*n*-デカン酸-2-オクチル-1-ドデカノエート、*n*-ウンデカン酸-2-ヘキシル-1-デカノエート、*n*-ウンデカン酸イソステアレート、*n*-ウンデカン酸-2-オクチル-1-ドデカノエート、および *n*-ドデカン酸-2-ヘキシル-1-デカノエート等が挙げられる。また、イソカルボン酸と *n*-アルコールによる組み合わせとしては、2-デシルテトラデカン酸-*n*-ブチレート、2-デシルテトラデカン酸-*n*-ペンタノエート、2-デシルテトラデカン酸-*n*-ヘキサノエート、2-デシルテトラデカン酸-*n*-ヘプタノエート、2-デシルテトラデカン酸-*n*-オクタノエート、2-オクチルドデカン酸-*n*-ヘキサノエート、2-オクチルドデカン酸-*n*-ヘプタノエート、2-オクチルドデカン酸-*n*-オクタノエート、2-オクチルドデカン酸-*n*-ノナノエート、2-オクチルドデカン酸-*n*-デカノエート、イソステアリン酸-*n*-オクタノエート、イソステアリン酸-*n*-ノナノエート、イソステアリン酸-*n*-デカノエート、イソステアリン酸-*n*-ウンデカノエート、イソステアリン酸-*n*-ドデカノエート、2-ヘキシル-1-デカン酸-*n*-デカノエート、2-ヘキシル-1-デカン酸-*n*-ウンデカノエート、および 2-ヘキシル-1-デカン酸-*n*-ドデカノエート等が挙げられる。

10

20

本発明においては、基油として、前記したエステル化合物を1種用いてもよいし、2種以上組み合わせ用いてもよい。

【0019】

本発明の基油としては、上述の式(1)で示されるモノエステル化合物100%でもよいが、目的に応じて、他の潤滑油基油を混合しても良い。例えば、従来から使用されている鉱油や合成油が使用でき、用途などに応じて適宜選定すればよい。

鉱油としては、例えばパラフィン系鉱油、ナフテン系鉱油、中間基系鉱油などが挙げられ、具体例としては、溶剤精製または水添精製による軽質ニュートラル油、中質ニュートラル油、重質ニュートラル油、ブライストックなどを挙げることができる。一方合成油としては、例えば、ポリ- α -オレフィン(PAO)、 α -オレフィンコポリマー、ポリブテン、アルキルベンゼン、ポリオールエステル、二塩基酸エステル、多価アルコールエステル、ポリオキシアルキレングリコール、ポリオキシアルキレングリコールエステル、ポリオキシアルキレングリコールエーテル、シクロアルカン系化合物などを挙げることができる。また、GTL(Gas To Liquid)油を用いてもよい。

30

【0020】

上述の各基油のなかでは、原料の入手容易性の観点より、パラフィン系水素化処理鉱油、GTL(Gas To Liquid)油およびポリ- α -オレフィンの少なくともいずれかを用いて混合基油とすることが好ましい。また、直鎖の炭素数が大きいと流動点が高くなり過ぎ、潤滑油基油として非実用的であるので、上記した各基油においては、直鎖の炭素数が12

40

以下であることが好ましい。混合量は、混合基油の極性に影響するが、具体的には、内燃機関で使用するゴム材料等への影響の範囲内で決定すればよい。

混合基油とする場合、本発明の潤滑油基油の含有割合は、潤滑油基油全量基準で20質量%以上であることが好ましく、より好ましくは25~80質量%、さらに好ましくは、30~60質量%である。

ここで、極性の尺度としては、アニリン点を用いるのが簡便で好適である。アニリン点は、内燃機関用潤滑油組成物としたときに、90~110程度であることが好ましい。ただし、混合前の基油の段階で、アニリン点が前述の範囲よりかけ離れている場合は混合量が制限されるため、基油として20~120が好ましいが、特に30以上であるこ

50

とがより好ましい。

【0021】

本発明の内燃機関用潤滑油基油には、適当な添加剤を加えて内燃機関用潤滑油組成物とすることができる。添加剤としては、内燃機関用の潤滑油に一般に使用されるものを用いることができ、具体的には、粘度指数向上剤、流動点降下剤、酸化防止剤、無灰系分散剤、摩擦調整剤、金属系清浄剤、摩耗防止剤、防錆剤、金属不活性化剤、抗乳化剤、消泡剤などが挙げられる。

【0022】

粘度指数向上剤としては、例えば、非分散型ポリメタクリレート、分散型ポリメタクリレート、オレフィン系共重合体（例えば、エチレン-プロピレン共重合体など）、分散型オレフィン系共重合体、スチレン系共重合体（例えば、スチレン-ジエン水素化共重合体など）などが挙げられる。これら粘度指数向上剤の重量平均分子量は、例えば分散型及び非分散型ポリメタクリレートでは5,000~1,000,000が好ましく、10,000~800,000がさらに好ましい。また、オレフィン系共重合体では800~300,000が好ましく、10,000~200,000がさらに好ましい。これらの粘度指数向上剤は、単独で又は複数種を任意に組合せて含有させることができるが、通常その含有量は、潤滑油組成物基準で0.1~20質量%の範囲である。

10

【0023】

流動点降下剤としては、例えばエチレン-酢酸ビニル共重合体、塩素化パラフィンとナフタレンとの縮合物、塩素化パラフィンとフェノールとの縮合物、ポリメタクリレート、ポリアルキルスチレン等が挙げられ、特に、ポリメタクリレートが好ましく用いられる。これらの含有量は、通常、潤滑油組成物基準で0.01~5質量%の範囲である。

20

【0024】

酸化防止剤としては、アルキル化ジフェニルアミン、フェニル- -ナフチルアミン、アルキル化フェニル- -ナフチルアミン等のアミン系酸化防止剤、2,6-ジ-*t*-ブチルフェノール、4,4'-メチレンビス(2,6-ジ-*t*-ブチルフェノール)、イソオクチル-3-(3,5-ジ-*t*-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート、*n*-オクタデシル-3-(3,5-ジ-*t*-ブチル-4-ヒドロキシフェニル)プロピオネート等のフェノール系酸化防止剤、ジラウリル-3,3'-チオジプロピオネイト等の硫黄系酸化防止剤、ホスファイト等のリン系酸化防止剤、さらにモリブデン系酸化防止剤が挙げられる。これらの酸化防止剤は単独で又は複数種を任意に組合せて含有させることができるが、通常2種以上の組み合わせが好ましく、その配合量は、潤滑油組成物基準で0.01~5質量%が好ましく、0.2~3質量%が更に好ましい。

30

【0025】

無灰分散剤としては、数平均分子量が900~3,500のポリブテニル基を有するポリブテニルコハク酸イミド、ポリブテニルベンジルアミン、ポリブテニルアミン、及びこれらのホウ酸変性物等の誘導体等が挙げられる。これらの無灰分散剤は、単独で又は複数種を任意に組合せて含有させることができるが、通常その含有量は、潤滑油組成物基準で0.1~20質量%の範囲である。

摩擦調整剤としては、例えば、有機モリブデン系化合物、脂肪酸、高級アルコール、脂肪酸エステル、油脂類、アミン、アミド、硫化エステル、リン酸エステル、亜リン酸エステル、リン酸エステルアミン塩等が挙げられる。これらの粘度指数向上剤は、単独で又は複数種を任意に組合せて含有させることができるが、通常その含有量は、潤滑油組成物基準で0.05~4質量%の範囲である。

40

金属系清浄剤としては、例えば、アルカリ金属（ナトリウム（Na）、カリウム（K）等）又はアルカリ土類金属（カルシウム（Ca）、マグネシウム（Mg）等）のスルホネート、フェネート、サリシレート及びナフテネート等が挙げられる。これらは単独で又は複数種を組合せて使用できる。これらの金属系清浄剤の全塩基価及び添加量は、要求される潤滑油の性能に応じて任意に選択でき、全塩基価は、過塩素酸法で通常0~500mg KOH/g、望ましくは20~400mg KOH/g、その配合量は、通常、潤滑油組成

50

物基準で0.1～10質量%の範囲である。

【0026】

摩耗防止剤としては、例えば、ジチオリン酸金属塩（Zn、Pb、Sb、Moなど）、ジチオカルバミン酸金属塩（Zn、Pb、Sb、Moなど）、ナフテン酸金属塩（Pbなど）、脂肪酸金属塩（Pbなど）、ホウ素化合物、リン酸エステル、亜リン酸エステル、アルキルヒドロゲンホスファイト、リン酸エステルアミン塩、リン酸エステル金属塩（Znなど）、ジスルフィド、硫化油脂、硫化オレフィン、ジアルキルポリスルフィド、ジアリールアルキルポリスルフィド、ジアリールポリスルフィドなどが挙げられる。これらの摩耗防止剤は、単独で又は複数種を任意に組合せて含有させることができるが、通常その含有量は、潤滑油組成物基準で0.1～5質量%の範囲である。

10

【0027】

防錆剤としては、例えば、脂肪酸、アルケニルコハク酸ハーフエステル、脂肪酸セッケン、アルキルスルホン酸塩、多価アルコール脂肪酸エステル、脂肪酸アミン、酸化パラフィン、アルキルポリオキシエチレンエーテル等が挙げられ、通常その含有量は、潤滑油組成物基準で0.01～3質量%の範囲である。

【0028】

金属不活性化剤としては、ベンゾトリアゾール、トリアゾール誘導体、ベンゾトリアゾール誘導体、チアジアゾール誘導体等が挙げられ、通常その含有量は、潤滑油組成物基準で0.01～3質量%の範囲である。

消泡剤としては、液状シリコンが適しており、例えば、メチルシリコン、フルオロシリコン、ポリアクリレートが使用可能である。これら消泡剤の好ましい配合量は、組成物全量基準で0.0005～0.01質量%である。

20

【0029】

抗乳化剤としては、アニオン性界面活性剤、カチオン性界面活性剤、非イオン性界面活性剤、および両性界面活性剤などが挙げられる。アニオン性界面活性剤としては、アルキルベンゼンスルホン酸塩、アルファオレフィンスルホン酸塩等がある。カチオン性界面活性剤としては、アルキルトリメチルアンモニウム塩、ジアルキルジメチルアンモニウム塩、アルキルジメチルベンジルアンモニウム塩などの四級アンモニウム塩等がある。非イオン性界面活性剤としては、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテルなどのエーテルや、ソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレンソルビタン脂肪酸エステル、ポリオキシエチレン脂肪酸エステルなどのエステル、脂肪酸アルカノールアミドのようなアミドが挙げられる。両性界面活性剤としては、ベタイン系としてアルキルベタインなどが挙げられる。これら抗乳化剤の好ましい配合量は、組成物全量基準で0.01～10質量%である。

30

【0030】

本発明の内燃機関用潤滑油組成物は、前記した特定のエステル化合物を含んだ基油から構成されているので、潤滑油の寿命を延長できるとともに、内燃機関の低燃費化に大きく寄与できる。さらに、鉱油に近い極性を持っているので、鉱油の使用を想定した内燃機関に適用しても問題が少ない。それ故、自動車用のガソリンエンジンやディーゼルエンジンに最適である。

40

【実施例】

【0031】

次に、本発明を実施例により、さらに詳細に説明するが、本発明はこれらの例によってなんら限定されるものではない。

具体的には、所定のエステル化合物を合成して潤滑油基油としての基本的性状を評価した。また、エステル化合物に別種の基油を混合して得た混合基油についても同様に潤滑油基油としての基本的性状を評価した。

さらに、それらの基油に所定の添加剤を配合して内燃機関用潤滑油組成物とした後、各種の実用評価を行った。

【0032】

50

(合成例 1)

攪拌機、ディーンシュターク型脱水装置付還流管、温度計付の 5 リットルセパラブルフラスコに 2-オクチル-1-ドデカノール 1493 g (5.0 mol)、n-オクタン酸 1009 g (7.0 mol) を入れ、170~180 で 8 時間エステル化反応を行った。この際、反応と共に生成してくる水はディーンシュターク型脱水装置に捕集して除いた。

反応終了後、フラスコ内を 100 まで降温し、減圧下過剰 n-オクタン酸、未反応 2-オクチル-1-ドデカノール等の大半を除いた。この残渣を精留し n-オクタン酸-2-オクチル-1-ドデカノエート 2000 g を得た。

【0033】

(合成例 2)

合成例 1 の n-オクタン酸を n-ヘキサン酸 813 g (7.0 mol) に変更した以外は同様にして n-ヘキサン酸-2-オクチル-1-ドデカノエート 1800 g を得た。

【0034】

(合成例 3)

合成例 1 の 2-オクチル-1-ドデカノールを 2-ヘキシル-1-デカノール 1212 g (5.0 mol) に変更し、n-オクタン酸を n-ドデカン酸 1402 g (7.0 mol) に変更した以外は同様にして、n-ドデカン酸-2-ヘキシル-1-デカノエート 2000 g を得た。

【0035】

(混合基油 1)

合成例 1 のエステル化合物 40 質量%、ポリ- α -オレフィン (PAO) 60 質量% からなる混合基油を調製した。なお、PAO としては、市販品 (100 動粘度: $4 \text{ mm}^2/\text{s}$) を用いた。

【0036】

(混合基油 2)

合成例 2 のエステル化合物 25 質量%、PAO (混合基油 1 で用いたもの) 75 質量% からなる混合基油を調製した。

【0037】

[実施例 1~5、比較例 1~3]

前記した合成例 1~3 および混合基油 1、2 について、基本的性状を評価した。評価項目および評価方法は、以下の通りである。なお、比較例として、API 分類グループ III の鉱油 2 種 (70N、100N) および前記した混合基油調製に用いた PAO 単独についても同様に評価した。結果を表 1 に示す。

【0038】

(動粘度)

JIS K 2283 に準拠して測定した。動粘度は、他の条件を満足する範囲内で低いほど好ましい。

(粘度指数)

JIS K 2283 に準拠して測定した。粘度指数は、他の条件を満足する範囲内で高いほど好ましい。基油としては、100 の動粘度が $2.5 \sim 3.5 \text{ mm}^2/\text{s}$ の範囲で 130 以上が好ましく、また、動粘度が高いほど高い粘度指数が必要である。これは基油の動粘度が低いほど粘度指数向上剤の混合量を多くすることができ、潤滑油組成物としての粘度指数を高くできるからである。鉱油の粘度指数は 120 程度であり、最終的な潤滑油組成物としては粘度指数 200 以下のものが一般的であるが、低燃費化のためには 250 以上あることが好ましい。

【0039】

(流動点)

JIS K 2269 に準拠して測定した。-25 以下であることが好ましく、-35 以下が特に好ましい。混合基油とする場合は、各基油とも -15 以上であることが好ましく、これ以上であれば混合する相手や量が制限される。

10

20

30

40

50

(アニリン点)

J I S K 2 2 5 6 に準拠して測定した。

(蒸発性)

J P I - 5 S - 4 1 - 9 3 に準拠して250 で測定した(N O A C K 試験)。最終的な潤滑油組成物の性状として、N O A C K 試験(250、1時間)における蒸発量は15%以下になることが好ましい。それ故、基油としての蒸発性は、20%以下であることが好ましい。

【0040】

【表1】

実施例	供試油	動粘度 (mm^2/s)		粘度指数	流動点 ($^{\circ}\text{C}$)	アニリン点 ($^{\circ}\text{C}$)	蒸発性 (%)
		40 $^{\circ}\text{C}$	100 $^{\circ}\text{C}$				
実施例 1	合成例 1 ¹⁾	10.46	2.97	145	-25.0	36	14.0
実施例 2	合成例 2 ²⁾	8.89	2.64	139	-35.0	23	19.6
実施例 3	合成例 3 ³⁾	11.14	3.09	144	-35.0	37	14.2
実施例 4	混合基油 1 ⁴⁾	14.03	3.49	131	-50>	91	13.5
実施例 5	混合基油 2 ⁵⁾	14.27	3.53	130	-50>	102	15.9
比較例 1	鉱油 (70N)	12.85	3.16	108	-27.5	109	37.0
比較例 2	鉱油 (100N)	19.57	4.23	122	-15.0	117	13.5
比較例 3	PAO ⁶⁾	17.33	3.92	122	-50>	120	11.0

1) n-オクタタン酸-2-オクチル-1-ドデカノエート

2) n-ヘキサタン酸-2-オクチル-1-ドデカノエート

3) n-ドデカン酸-2-ヘキシル-1-デカノエート

4) 合成例1のエステル化合物40質量%、ポリ- α -オレフィン(PAO)60質量%

5) 合成例2のエステル化合物25質量%、PAO75質量%

6) 実施例4、5で用いたPAO単独

【0041】

【結果】

10

20

30

40

50

表1の実施例1～5に示すように、本発明の内燃機関用潤滑油は、いずれも本発明の構成要件を満たしており、粘度指数が高く、低温領域から高温領域まで粘度変化が少なく、また150における蒸発減量も少ないため内燃機関用の潤滑油基油として優れている。さらに、実施例4、5のように、他の潤滑油基油を混合して混合基油として用いた場合にも優れた性質を発揮する。

一方、比較例1の鉱油(70ニュートラル)では、粘度指数が低く、また、蒸発性が高い。比較例2の鉱油(100ニュートラル)では、蒸発性は低くできるものの、動粘度が高くなりすぎる。また、粘度指数も十分ではない。比較例3のPAO(単独)も、蒸発性は低いものの、粘度がやはり高すぎ、粘度指数も十分ではない。

【0042】

〔実施例6、比較例4〕

前記した各基油を用いて内燃機関用潤滑油組成物(エンジン油)を調製した後、基本的性状の測定および実用性能の評価を行った。エンジン油の処方および評価結果を表2に示す。なお、比較例4は、従来公知の一般的なエンジン油を想定して処方を調製したものである。

前記した以外の基本的性状の評価方法および実用性能の評価方法は以下の通りである。

【0043】

(密度)

JIS K 2249に準拠して、15で測定した。

(CCS粘度)

JIS K 2010に準拠して、-35で測定した。

(HT/HS粘度)

ASTM D 4741に準拠して、150で測定した。

(酸価)

電位差法により求めた(JIS K 2501)。

(塩基価)

塩酸法により求めた(JIS K 2501)。

【0044】

(加水分解試験)

ASTM D 2619-95に準拠して評価を行った。

(ゴム膨潤試験)

JIS K 2256に準拠して評価を行った。

【0045】

(モータリングトルク試験)

以下のような仕様のエンジンに表2に示す各処方のエンジン油を充填して、各回転数におけるトルクを測定した。結果は、比較例4(一般的なエンジン油)に対するトルク低減率として表示した。

エンジンタイプ：L-4 2.0L DOHC

バルブトレイン：ローラフォロワータイプ

構成：マニホールド外部、スパークプラグ

スロットル：ワイドオープン

オイル/冷却水温度：80/75

回転数：1500、2000、2500rpm

【0046】

10

20

30

40

【表 2】

			実施例 6	比較例 4
組成物 (質量%)	基油	合成例 1 のエステル	31.1	-
		PAO	47.5	-
		鉱油 (70N)	-	25.0
		鉱油 (100N)	-	57.3
	添加剤	粘度指数向上剤 (PMA系)	8.7	5.0
		その他 ¹⁾	12.7	12.7
合 計			100	100
性状	動粘度@40℃ (mm ² /s)		32.67	37.02
	動粘度@100℃ (mm ² /s)		8.732	8.270
	粘度指数		265	209
	密度@15℃ (g/cm ³)		0.8538	0.8520
	アニリン点 (°C)		90.3	113.8
	CCS粘度 (mPa·s)		1890	4800
	HT/HS粘度 (mPa·s)		2.7	2.6
	蒸発性@250℃ (%)		14.2	12.5
	酸価 (mg KOH/g)		1.75	1.88
	塩基価 (mg KOH/g)		5.54	5.77
	流動点 (°C)		-50>	-50>
モータリング トルク試験	トルク 低減率 (%)	回転数 1500rpm	3.6	-
		回転数 2000rpm	3.7	-
		回転数 2500rpm	2.8	-
加水分解 試験 ²⁾	安定度	銅減量 (mg)	4.8	3.4
		銅変色	1(1b)	1(1b)
	油層の 性状	酸価 (mg KOH/g)	1.5	1.7
		塩基価 (mg KOH/g)	2.33	2.28
ゴム膨潤 試験 ³⁾	体積 変化率 (%)	A727	2	0
		T303	2	2
		U801	0	-1
	硬さ 変化量 (%)	A727	2	4
		T303	2	5
		U801	0	-15
	伸び 変化率 (%)	A727	-68	-67
		T303	-50	-67
		U801	-15	-90
	強度 変化率 (%)	A727	-48	-45
		T303	33	29
		U801	-70	-90

1) API-SMガソリンエンジン油添加剤パッケージ

2) 93℃、48時間

3) いずれもNOK社製ゴム (A727:ニトリルゴム、T303:アクリルゴム、U801:ウレタンゴム)

【 0 0 4 7 】

〔 結果 〕

表 2 に示すように、実施例 6 における本発明の内燃機関用潤滑油組成物は、比較例 4 と

10

20

30

40

50

して示した従来の鉱油系エンジン油と比べて、基本性状に何ら問題がないことはもちろん、粘度指数が高く、低温領域から高温領域に渡って安定して使用できることがわかる。

また、HT / HS 粘度 (TBS) を一定に保ったまま CCS 粘度を大幅に下げることができ、潤滑性と低燃費の両立が可能である。しかも、蒸発性は、従来の鉱油系エンジン油と同等である。

さらに、実施例 6 の組成物を用いてモータリングトルク試験を行った結果より、従来の鉱油系エンジン油を用いた場合に比べてトルクが 3 % 程度低減していることがわかる。それ故、本発明の組成物は、低燃費化に有効であることが理解できる。ちなみに、80 におけるモータリングトルクと 10 . 15 モード燃費が相関関係にあると一般に言われている。

なお、加水分解試験やゴム膨潤試験の結果より、これらの特性は、従来の鉱油系エンジン油と同等であり、実用上問題ないことも理解できる。

【産業上の利用可能性】

【0048】

本発明の内燃機関用潤滑油基油は、内燃機関用潤滑油組成物として、ガソリンエンジンやディーゼルエンジン等に好適に利用することができる。

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
C 1 0 N 30/02 (2006.01) C 1 0 N 30:02
C 1 0 N 30/06 (2006.01) C 1 0 N 30:06
C 1 0 N 40/25 (2006.01) C 1 0 N 40:25

(72)発明者 江川 達哉
千葉県袖ヶ浦市上泉1280番地

審査官 坂井 哲也

(56)参考文献 特開2000-160177(JP,A)
特表平11-513057(JP,A)
特開2002-020774(JP,A)
特開2002-146374(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C 1 0 M 1 0 1 / 0 0 - 1 7 7 / 0 0
C 1 0 N 4 0 / 2 5 - 4 0 / 2 8