

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5489990号  
(P5489990)

(45) 発行日 平成26年5月14日(2014.5.14)

(24) 登録日 平成26年3月7日(2014.3.7)

(51) Int.Cl.

F I

C O 8 L 23/00 (2006.01)

C O 8 L 23/00

C O 8 L 57/02 (2006.01)

C O 8 L 57/02

C O 8 K 5/103 (2006.01)

C O 8 K 5/103

C O 8 L 15/00 (2006.01)

C O 8 L 15/00

C O 8 L 53/00 (2006.01)

C O 8 L 53/00

請求項の数 33 (全 21 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2010-509754 (P2010-509754)  
 (86) (22) 出願日 平成20年2月13日(2008.2.13)  
 (65) 公表番号 特表2010-528164 (P2010-528164A)  
 (43) 公表日 平成22年8月19日(2010.8.19)  
 (86) 国際出願番号 PCT/EP2008/051697  
 (87) 国際公開番号 W02008/145414  
 (87) 国際公開日 平成20年12月4日(2008.12.4)  
 審査請求日 平成23年1月25日(2011.1.25)  
 (31) 優先権主張番号 102007025604.5  
 (32) 優先日 平成19年5月31日(2007.5.31)  
 (33) 優先権主張国 ドイツ(DE)

(73) 特許権者 312017709  
 エボニック オイル アディティブス ゲ  
 ゼルシャフト ミット ベシュレンクテル  
 ハフツング  
 Evonik Oil Additive  
 s GmbH  
 ドイツ連邦共和国 ダルムシュタット キ  
 ルシェンアレー (番地なし)  
 Kirschenallee, D-642  
 93 Darmstadt, German  
 y  
 (74) 代理人 100114890  
 弁理士 アインゼル・フェリックス＝ライ  
 ンハルト

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 改善されたポリマー分散液

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

ポリマー分散液であって、

A) 1つ以上のオレフィンコポリマー、水素化されたポリイソブレン、ブタジエン/イソブレンからの水素化されたコポリマー、またはブタジエン/イソブレンおよびスチレンからの水素化されたコポリマーを含む、少なくとも1つの分散されたポリオレフィン 少なくとも20%、

B) 1つ以上のブロックAおよび1つ以上のブロックXを包含するコポリマーであり、その際、ブロックAが、オレフィンコポリマーシーケンス、水素化されたポリイソブレンシーケンス、ブタジエン/イソブレンからの水素化されたコポリマーまたはブタジエン/イソブレンおよびスチレンからの水素化されたコポリマーを含み、かつ、ブロックXが、ポリアクリレートシーケンス、ポリメタクリレートシーケンス、スチレンシーケンス、  
-メチルスチレンシーケンスまたはN-ビニル複素環式化合物のシーケンスおよび/またはポリアクリレート、ポリメタクリレート、スチレン、  
-メチルスチレンまたはN-ビニル複素環式化合物の混合物からのシーケンスを含む、 少なくとも1つの分散成分 30%まで、

C) 鉱油 2～40% および

D) 炭素原子 8～30個 を有する不飽和カルボン酸から誘導されている 少なくとも1つのグリセリンエステル 30～70%  
 を包含する、ポリマー分散液。

## 【請求項 2】

ポリマー分散液が、少なくとも 30 質量%の成分 A) を包含することを特徴とする、請求項 1 記載のポリマー分散液。

## 【請求項 3】

ブロック A 対ブロック X の質量比が、20 : 1 ~ 1 : 20 の範囲内にあることを特徴とする、請求項 1 または 2 記載のポリマー分散液。

## 【請求項 4】

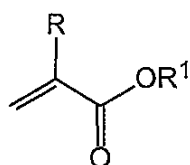
成分 B) が、成分 A) に従ったポリオレフィン上への(メタ)アクリレートおよび/またはスチレン化合物を包含するモノマー組成物のグラフト共重合によって得られることを特徴とする、請求項 1 から 3 までのいずれか 1 項記載のポリマー分散液。

10

## 【請求項 5】

式 (I)

## 【化 1】

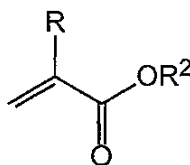


(I),

[ 式中、R は、水素またはメチルを意味し、かつ R<sup>1</sup> は、水素、炭素原子 1 ~ 40 個を有する線状または分岐鎖状のアルキル基を意味する ] の 1 つ以上の(メタ)アクリレート、および/または式 (I I)

20

## 【化 2】

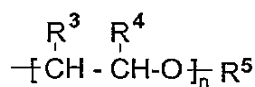


(II),

[ 式中、R は、水素またはメチルを意味し、かつ R<sup>2</sup> は、炭素原子 2 ~ 20 個を有する OH 基により置換されたアルキル基または式 (I I I)

30

## 【化 3】

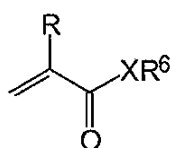


(III),

その際、R<sup>3</sup>および R<sup>4</sup>は、互いに無関係に、水素またはメチルを意味し、R<sup>5</sup>は、水素または炭素原子 1 ~ 40 個を有するアルキル基を意味し、かつ n は、1 ~ 90 の整数である、のアルコキシ化された基を意味する ] の 1 つ以上の(メタ)アクリレート、および/または式 (I V)

40

## 【化 4】



(IV),

[ 式中、R は、水素またはメチルを意味し、X は、酸素または式 - NH - または - NR<sup>7</sup> - のアミノ基、その際、R<sup>7</sup>は、炭素原子 1 ~ 40 個を有するアルキル基である、を意味し、かつ R<sup>6</sup>は、少なくとも 1 個の - NR<sup>8</sup>R<sup>9</sup>基により置換された炭素原子 2 ~ 20 個、

50

好ましくは 2 ～ 6 個を有する線状または分岐鎖状のアルキル基を意味し、その際、 $R^8$  および  $R^9$  は、互いに無関係に、水素、炭素原子 1 ～ 20 個、好ましくは 1 ～ 6 個を有するアルキル基であり、または、その際、 $R^8$  および  $R^9$  は、窒素原子および場合により別の窒素または酸素原子を含めて 5 員環または 6 員環を形成し、該環は  $C_1 \sim C_6$ -アルキルにより置換されていてよく、または置換されていないくてよい] の 1 つ以上の (メタ) アクリレート

を有するモノマー組成物が使用されることを特徴とする、請求項 4 記載のポリマー分散液。

【請求項 6】

グラフト反応に際して、分散モノマーを包含するモノマー組成物が使用されることを特徴とする、請求項 4 または 5 記載のポリマー分散液。

10

【請求項 7】

ポリマー分散液が、成分 B) を 5 ～ 15 質量% 包含することを特徴とする、請求項 1 から 6 までのいずれか 1 項記載のポリマー分散液。

【請求項 8】

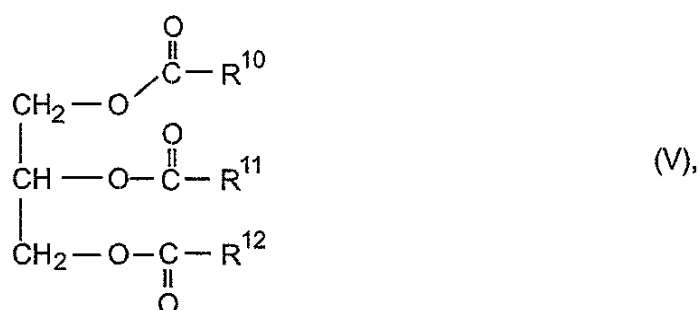
ポリマー分散液が、成分 D) に従って、炭素原子 12 ～ 24 個を有するカルボン酸から誘導されている少なくとも 2 個の基を有する少なくとも 1 つのグリセリンエステルを包含することを特徴とする、請求項 1 から 7 までのいずれか 1 項記載のポリマー分散液。

【請求項 9】

成分 D) が、次式 (V)

20

【化 5】



30

[ 式中、基  $R^{10}$ 、 $R^{11}$  および  $R^{12}$  は、互いに無関係に、炭素原子 7 ～ 29 個を有する炭化水素基を意味し、かつ基  $R^{10}$ 、 $R^{11}$  および  $R^{12}$  の少なくとも 1 個は、少なくとも 1 つの二重結合を包含する ] に従った少なくとも 1 つのグリセリンエステルを包含することを特徴とする、請求項 1 から 8 までのいずれか 1 項記載のポリマー分散液。

【請求項 10】

炭素原子 8 ～ 30 個を有する不飽和カルボン酸から誘導されている基の割合が、グリセリンエステルに誘導される酸の全質量に対して、少なくとも 60 質量% であることを特徴とする、請求項 1 から 9 までのいずれか 1 項記載のポリマー分散液。

【請求項 11】

炭素原子 12 ～ 24 個を有する不飽和カルボン酸から誘導されている基の割合が、グリセリンエステルに誘導される酸の全質量に対して、少なくとも 80 質量% であることを特徴とする、請求項 10 記載のポリマー分散液。

40

【請求項 12】

飽和脂肪酸の割合が、グリセリンエステルに誘導される酸の全質量に対して、最大でも 30 質量% であることを特徴とする、請求項 1 から 10 までのいずれか 1 項記載のポリマー分散液。

【請求項 13】

飽和脂肪酸の割合が、グリセリンエステルに誘導される酸の全質量に対して、最大でも 10 質量% であることを特徴とする、請求項 12 記載のポリマー分散液。

【請求項 14】

50

グリセリンエステルが、パルミトレイン酸、オレイン酸、エライジン酸、バクセン酸、イコセン酸、セトレイン酸、ネルボン酸、エルカ酸、ペトロセリン酸および／またはリシノール酸から誘導されている基を包含することを特徴とする、請求項 1 から 1 3 までのいずれか 1 項記載のポリマー分散液。

【請求項 1 5】

グリセリンエステルが、リノール酸、リノレン酸および／またはエラエオステアリン酸から誘導されている基を包含することを特徴とする、請求項 1 から 1 4 までのいずれか 1 項記載のポリマー分散液。

【請求項 1 6】

グリセリンエステルが、該グリセリンエステルに誘導される酸の全質量に対して、少なくとも 1 0 質量 % のオレイン酸および少なくとも 2 0 質量 % のリノール酸を包含することを特徴とする、請求項 1 から 1 5 までのいずれか 1 項記載のポリマー分散液。

【請求項 1 7】

ポリマー分散液が、成分 D ) に従って、少なくとも 1 つの植物油を包含することを特徴とする、請求項 1 から 1 6 までのいずれか 1 項記載のポリマー分散液。

【請求項 1 8】

植物油が、ナタネ油、コリアンダー油、ダイズ油、綿実油、ヒマワリ油、ヒマシ油、オリーブ油、ラッカセイ油、トウモロコシ油、扁桃油、パーム核油、ヤシ油、カラシ油から選択されていることを特徴とする、請求項 1 7 記載のポリマー分散液。

【請求項 1 9】

成分 D ) に従ったグリセリンエステルが、0 以下である融点を有することを特徴とする、請求項 1 から 1 8 までのいずれか 1 項記載のポリマー分散液。

【請求項 2 0】

成分 D ) に従ったグリセリンエステルが、5 以下である曇り点を有することを特徴とする、請求項 1 から 1 9 までのいずれか 1 項記載のポリマー分散液。

【請求項 2 1】

成分 D ) に従ったグリセリンエステルが、4 0 c S t 以下である粘度を有し、その際、該粘度は、4 0 で A S T M D 4 4 5 に従って測定することができることを特徴とする、請求項 1 から 2 0 までのいずれか 1 項記載のポリマー分散液。

【請求項 2 2】

成分 C ) 対成分 D ) の質量比が、1 : 2 ~ 1 : 1 0 の範囲内にあることを特徴とする、請求項 1 から 2 1 までのいずれか 1 項記載のポリマー分散液。

【請求項 2 3】

ポリマー分散液が、安定剤および／または酸化防止剤を含有することを特徴とする、請求項 1 から 2 2 までのいずれか 1 項記載のポリマー分散液。

【請求項 2 4】

酸化防止剤が、ヒドロキノン、ヒドロキノンモノメチルエーテル、フェノチアジンおよび立体障害フェノールから選択されていることを特徴とする、請求項 2 3 記載のポリマー分散液。

【請求項 2 5】

ポリマー分散液が、該ポリマー分散液の全質量に対して、最大でも 2 質量 % の安定剤および／または酸化防止剤を含有することを特徴とする、請求項 2 3 または 2 4 記載のポリマー分散液。

【請求項 2 6】

ポリマー分散液が、9 より大きいまたは 9 に等しい誘電率を有する化合物を包含することを特徴とする、請求項 1 から 2 5 までのいずれか 1 項記載のポリマー分散液。

【請求項 2 7】

9 より大きいまたは 9 に等しい誘電率を有する化合物が、水、エチレングリコール、ポリエチレングリコールおよび／またはアルコールから選択されていることを特徴とする、請求項 2 6 記載のポリマー分散液。

10

20

30

40

50

## 【請求項 28】

少なくとも1つのポリオレフィンを、成分B)に従った少なくとも1つの分散成分、成分C)に従った鉱油および成分D)に従った少なくとも1つのグリセリンエステルを包含する溶液中に、剪断力の適用下で分散させることを特徴とする、請求項1から27までのいずれか1項記載のポリマー分散液の製造法。

## 【請求項 29】

成分A)を固体として前記溶液に添加することを特徴とする、請求項28記載の方法。

## 【請求項 30】

分散を60～120の範囲内の温度で行うことを特徴とする、請求項28または29記載の方法。

10

## 【請求項 31】

分散を1～6hの範囲内の時間にわたって行うことを特徴とする、請求項28または29記載の方法。

## 【請求項 32】

分散成分0.5kg、鉱油0.1kgおよびグリセリンエステル1kgを含有する溶液中にポリオレフィン1kgを分散させることに対して、分散を最大でも1kW/m<sup>3</sup>の動力で行うことを特徴とする、請求項28から31までのいずれか1項記載の方法。

## 【請求項 33】

潤滑油配合物用の添加剤としての、請求項1から27までのいずれか1項記載のポリマー分散液の使用。

20

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、改善されたポリマー分散液、これらの分散液の製造法およびそれらの使用に関する。

## 【0002】

エンジン油の粘度指数の改善のために、なかでもポリオレフィンが使用され得る。エンジン油中の典型的な添加剤の割合は、ポリマーの増粘作用に応じて、約0.5～6質量%である。特に安価な粘度指数改善剤は、主としてエチレンおよびプロピレンから合成されているオレフィンコポリマー(OC P)、またはジエンおよびスチレンからの水素化されたブロックコポリマー(H S D)である。

30

## 【0003】

これらのポリマータイプの顕著な増粘作用に相対しているのは、潤滑油配合物の製造に際しての面倒な作業性である。殊に、配合物の基礎をなしている油中への不十分な溶解性が困難なものとする。従って、固体の予備溶解されなかったポリマーが使用される場合、長い攪拌時間につながり、その際、特別な攪拌工具および/または予備粉碎工具を使用する必要がある。

## 【0004】

濃縮された、油中にすでに予備溶解されたポリマーが通常の市販形として使用される場合、単にOC P'sもしくはH S D'sの10～15%の供給の形でのみ実現可能である。より高い濃度は、溶液の高い実際の粘度を伴い(室温で>15000mm<sup>2</sup>/s)、それゆえ言わばもはや取り扱い可能ではない。殊にこの背景により、オレフィンコポリマーおよび水素化されたジエン/スチレンコポリマーの高濃度分散液が開発されていた。

40

## 【0005】

上述の分散技術は、潤滑油配合物中への容易な混入を可能にする粘度で、20%を上回るOC P-もしくはH S D含量を有するポリマー溶液の製造を可能にする。基本的に、そのような系の合成は、いわゆる乳化剤もしくは分散成分の使用を含む。なかでも慣例の分散成分は、たいていアルキルメタクリレートもしくはアルキルメタクリレート/スチレン混合物が滴下されたOC P-もしくはH S Dポリマーである。さらにまた、溶媒が使用される分散液が公知であり、溶媒は分散液のメタクリレート成分をより良好に溶解し、かつ

50

O C P - もしくは H S D 割合をより不十分に溶解する。そのような溶媒は生成物のメタクリレート割合と一緒に、分散液の連続的な相の主成分を形成する。O C P - もしくは H S D 割合は、式的に見て不連続的なまたは連続的な相の主成分となる。

【 0 0 0 6 】

従来技術として、なかでも以下の文献が顧慮される：

U S 4 , 1 4 9 , 9 8 4

E P - A - 0 0 0 8 3 2 7

D E 3 2 0 7 2 9 1

D E 3 2 0 7 2 9 2

U S 5 , 1 3 0 , 3 5 9

W O 2 0 0 4 / 0 3 7 9 5 4

W O 2 0 0 4 / 0 3 7 9 5 5

W O 2 0 0 4 / 0 3 7 9 5 6

U S 4 , 1 4 9 , 9 8 4 は、ポリアルキルメタクリレート（以下で P A M A ）とポリオレフィンとの相溶性の改善による潤滑油添加剤の製造法を記載する。P A M A ' s の質量割合は 5 0 ~ 8 0 % であり、ポリオレフィンの質量割合は 2 0 ~ 5 0 % である。分散液の全体のポリマー含量は 2 0 ~ 5 5 % である。グラフトのために分散モノマー、例えば N - ビニルピロリドンを使用することも同様に言及されている。この出願前には、メタクリレートがポリオレフィンへのグラフトによって重合させられ得ることが公知であった（D T - A S 1 2 3 5 4 9 1 ）。

【 0 0 0 7 】

E P - A - 0 0 0 8 3 2 7 は、共役ジエンおよびスチレンからの水素化されたブロックコポリマーを基礎とする潤滑油添加剤の製造法を保護しており、その際、第一の段階において、スチレンおよびアルキルメタクリレートまたはもっぱらアルキルメタクリレートが、この水素化されたブロックコポリマーにグラフトされ、かつ第二の段階において、付加的なグラフト工程（例えば N - ビニルピロリドン）が合成される。全体のポリマー含量における水素化されたブロックコポリマーの割合は 5 ~ 5 5 質量% であり、P A M A / スチレンから成る第一のグラフト工程の割合は 4 9 . 5 ~ 8 5 % であり、ならびに第二のグラフト工程の割合は 0 . 5 ~ 1 0 % である。

【 0 0 0 8 】

文献 D E 3 2 0 7 2 9 1 は、高められたオレフィンコポリマーの導入を可能にする方法を記載する。オレフィンコポリマー含量は、分散液の全質量に対して 2 0 ~ 6 5 % となる。この発明の対象は、オレフィンコポリマーを不十分に溶解し、かつ P A M A 含有成分を良好に溶解する適した溶媒の使用によって、より高度に濃縮された分散液を得ることである。D E 3 2 0 7 2 9 1 は、殊に分散液の製造を記載する製法特許と解される。

【 0 0 0 9 】

D E 3 2 0 7 2 9 2 は、本質的に D E 3 2 0 7 2 9 1 に相当するものであるが、一方で特定のコポリマー組成物の保護として解される。これらの組成物は、D E 3 2 0 7 2 9 1 の中で記載される類似した方法に従って製造される。

【 0 0 1 0 】

特許文献 U S 5 , 1 3 0 , 3 5 9 は、ポリオレフィン、分散成分および有機液体を包含するポリマー分散液に関し、その際、有機液体中へのポリオレフィンの溶解度は最大でも 1 0 % である。適した有機液体に数えられるのは、殊にエステルであり、その際、グリセリンもエステルのアルコール成分として挙げられる。とは言っても、グリセリンエステルの例は開示されない。エステルの製造に適した酸に数えられるのは、殊に短鎖カルボン酸である。長鎖不飽和カルボン酸のエステルは、U S 5 , 1 3 0 , 3 5 9 の中では開示されない。さらにまた U S 5 , 1 3 0 , 3 5 9 に記載の分散液は、鉱油を任意の成分として含有していてよく、その際、しかしながら、その割合は、先に示された溶解度限界値を超過しない程度に低くなければならない。該分散液の製造のために、一般的にポリオレフィンの溶液が使用され、その際、溶媒が分散の間に留去される。これによって分散液の製造の

ために比較的多くのエネルギーが必要とされる。

【 0 0 1 1 】

刊行物 W O 2 0 0 4 / 0 3 7 9 5 4 は、ポリオレフィン、分散成分およびキャリア媒体の他に付加的に 9 より大きいまたは 9 に等しい誘電率を有する化合物を含有するポリマー分散液を開示する。これによって粘度の改善が達成され得、それによってポリオレフィンの割合が上昇し得る。グリセリンの長鎖カルボン酸エステルの使用は、この文献中では記載されない。

【 0 0 1 2 】

さらにまた文献 W O 2 0 0 4 / 0 3 7 9 5 5 は、ポリオレフィン、分散成分の他に付加的に、鉱油および少なくとも 1 個の (オリゴ) オキシアルキル基を包含する化合物を含有する混合物を有するポリマー分散液を記載する。殊に (オリゴ) オキシアルキル基を包含する化合物に数えられるのは、例えばモノカルボン酸およびジカルボン酸から誘導されていてよいエステルである。これらのエステルは、アルコール残基として、好ましくはジオールまたはポリアルキレングリコールを含有する。このような分散液は、高い温度で特に高い安定性を示す。グリセリンの長鎖カルボン酸エステルの使用は、この文献中では記載されない。

【 0 0 1 3 】

さらに文献 W O 2 0 0 4 / 0 3 7 9 5 6 は、ポリオレフィン、分散成分、エステルおよび (オリゴ) オキシアルキル基を包含するエーテルを含有するポリマー分散液を表し、その際、エステル対エーテルの比率は、30 : 1 ~ 1 : 30 である。グリセリンの長鎖カルボン酸エステルの使用は、この文献中では記載されない。この刊行物中に記載された分散液も同様に、高い温度で特に高い安定性を示す。

【 0 0 1 4 】

従来技術の中で記載されるポリマー分散液は、すでに良好な特性プロフィールを示す。しかしながら、殊にその低温特性は改善すべき点がある。そのため前述の分散液は、これらが 10 より低い温度で貯蔵される場合、しばしば曇りを示す。たしかに、これらの曇りは、しばしば可逆的である ; しかしながら、これによって分散液をエネルギーの消費下で加熱する必然性が生じる。

【 0 0 1 5 】

さらにまた幾つかの分散液は、ポリオレフィンの割合が高い場合に比較的高い粘度を示す。W O 2 0 0 4 / 0 3 7 9 5 4 によれば、この粘度は極性物質の添加によって低下させることができる。とは言っても、これらの分散液は、殊に W O 2 0 0 4 / 0 3 7 9 5 4 の中で開示された実施例が裏付けているように、該分散液の冷却に際して、しばしば粘度の上昇を示す。

【 0 0 1 6 】

そのうえ前述の分散液は非常に高い温度で製造しなければならず、その際、しばしば非常に長い分散時間が必要とされる。それゆえ公知の分散液の製造は比較的高価である。代替的に、従来技術によれば非常に高い攪拌能力により作業され得る。それに従って本発明の課題は、特に低いエネルギー需要量で、殊に比較的低い温度および短い分散時間で得ることができる分散液を供給することであった。

【 0 0 1 7 】

さらにまた本発明の課題は、高いポリオレフィン含量で低い粘度を有するポリマー分散液を提供することであった。O C P または H C D の含量が高ければ高いほど、それだけ一層、一般的に分散液の粘度が高くなる。他方で、輸送コストを下げるために、これらのポリマーの高い含量が所望される。この場合、より低い粘度により、基油中への粘度指数改善剤の混合をより簡単に、かつ、より迅速に行える点が考慮に入れられる。それゆえ特に低い粘度を有するポリマー分散液が提供されるべきである。

【 0 0 1 8 】

さらにまた上記のポリマー分散液の製造法を制御することは比較的困難であるので、一定の仕様が非常に困難にしか維持され得ない。それに応じて、該ポリマー分散液の粘度を

10

20

30

40

50

所定の値に容易に調節することができるポリマー分散液がもたらされるべきである。

【0019】

さらなる一課題は、ポリオレフィン、殊にオレフィンコポリマーおよび/または水素化されたブロックコポリマーの高い含量を有するポリマー分散液を示すという点にあった。

【0020】

そのうえポリマー分散液は、簡単に、かつ安価に製造することができ、その際、殊に商業的に入手される成分が使用されるべきである。この場合、製造は大工業的に行えることが望ましいが、このために新規の、または構造的にコストの掛かる装置は必要とされるべきではない。

【0021】

これらの課題ならびに明示的には挙げられていないものの、本明細書中の導入部で議論した内容から容易く導き出すことが可能であるか、もしくは推論可能である別の課題は、特許請求項1の全ての特徴部を有するポリマー分散液によって解決される。本発明によるポリマー分散液の目的に応じた変更態様は、請求項1を引用する従属請求項の中で保護される。ポリマー分散液の製造法に関して、請求項32は、基本となる課題の解決法を提供し、他方で請求項37は、本発明のポリマー分散液の有利な使用を保護する。

【0022】

ポリマー分散液が

A) 少なくとも1つの分散されたポリオレフィン、

B) 少なくとも1つの分散成分、

C) 鉱油および

D) 炭素原子8~30個を有する不飽和カルボン酸から誘導されている少なくとも1つのグリセリンエステル

を包含することによって、容易く予測可能ではない形で、特に良好な低温特性を有するポリマー分散液を提供することに成功する。そのため本発明による分散液は低い温度で僅かな粘度を有する。さらにまた非常に低い温度で僅かな程度しか曇りが生じない。

【0023】

同時に、本発明によるポリマー分散液によって、多数のさらに別の利点が達成され得る。これには、なかでも以下のものが含まれる：

・本発明による分散液の製造は、比較的僅かなエネルギー消費量を必要とする。そのため製造には、殊に僅かな分散温度および短い分散時間で十分である。さらに、該分散液の製造は固体ポリオレフィンの使用下でも行うことができる。

・本発明によるポリマー分散液は、粘度指数改善作用もしくは潤滑油中で増粘作用を有するポリオレフィンの特に高い割合を包含し得る。

・本発明のポリマー分散液は、特に簡単な方法で所定の粘度に調節することができる。

・このポリマー分散液は、生物分解可能な、無毒であり、かつ安価な成分の高い割合を包含する。それゆえ、従来技術の分散液と比較して作業安全性および環境保護性を改善することができる。

・本発明の対象に従ったポリマー分散液は低い粘度を示し、その際、この粘度は、低い温度でも維持される。

・本発明のポリマー分散液は、特に容易かつ簡単に製造することができる。この場合、慣例の大工業的な装置を使用することができる。

【0024】

成分A)

本発明による成分A)として、ポリマー分散液は、好ましくは粘度指数改善作用もしくは増粘作用を有するポリオレフィンを包含する。このようなポリオレフィンは久しく公知であり、かつ従来技術として挙げた文献中に記載されている。

【0025】

これらのポリオレフィンに数えられるのは、殊にポリオレフィンコポリマー(OC P)および水素化されたスチレン-ジエン-コポリマー(HSD)である。

10

20

30

40

50



## 【 0 0 2 6 】

本発明により使用することができるポリオレフィンコポリマー（OCP）は自体公知である。これは第一に、例えばすでにVI - 改善剤として推奨されている、エチレン、プロピレン、イソブレン、ブチレンおよび/またはC原子5 ~ 20個を有する別のオレフィンから構成された重合体である。ジエン成分を含有するコポリマーは、一般的にポリマーの酸化感受性ならびに架橋傾向を低減するために水素化される。

## 【 0 0 2 7 】

分子量Mwは、一般的に10000 ~ 30000、好ましくは5000 ~ 15000である。このようなオレフィンコポリマーは、例えばドイツ国特許出願公開DE - A 1644941、DE - A 1769834、DE - A 1939037、DE - A 1963039およびDE - A 2059981に記載されている。

10

## 【 0 0 2 8 】

特に良好に使用可能であるのは、エチレン - プロピレン - コポリマーであり、その際、ター成分を有するターポリマー、例えばエチリデン - ノルボルネン（Macromolecular Reviews、第10巻（1975）を参照のこと）の使用も公知である。とは言っても、しかしながら、老化学工程に際しての架橋傾向も一緒に考えに入れなければならない。その際、分布は実質的にランダムであってよいが、しかし、エチレンブロックを有するシーケンスポリマーも有利には適用することができる。その際、モノマーのエチレン - プロピレンの比率は一定の範囲内で可変であり、該比率はエチレンについて約75%およびプロピレンについて約80%を上限として定めることができる。油中での低い溶解傾向に従って、すでにポリプロピレン - ホモポリマーは、エチレン - プロピレン - コポリマーほど適切ではない。主としてアタクチックなプロピレン構造を有するポリマーの他に、顕著なアイソタクチックなもしくはシンジオタクチックなプロピレン構造を有するものも使用可能である。

20

## 【 0 0 2 9 】

このような製品は、例えば商品名Dutral<sup>(R)</sup>CO 034、Dutral<sup>(R)</sup>CO 038、Dutral<sup>(R)</sup>CO 043、Dutral<sup>(R)</sup>CO 058、Buna<sup>(R)</sup>EPG 2050またはBuna<sup>(R)</sup>EPG 5050で市販されている。

## 【 0 0 3 0 】

水素化されたスチレン - ジエン - コポリマー（HSD）も同様に公知であり、その際、これらのポリマーは、例えばDE 2156122に記載されている。これは一般的に、水素化されたイソブレン - またはブタジエン - スチレン - コポリマーである。ジエン対スチレンの比率は、有利には2 : 1 ~ 1 : 2の範囲内にあり、特に有利には約55 : 45である。分子量Mwは、一般的に10000 ~ 30000、好ましくは5000 ~ 15000である。水素化後の二重結合の割合は、本発明の特別な観点によれば、水素化前の二重結合の数に対して最大でも15%、特に有利には最大でも5%である。

30

## 【 0 0 3 1 】

水素化されたスチレン - ジエン - コポリマーは、商品名<sup>(R)</sup>SHELLVIS 50、150、200、250または260で商業的に得られる。

## 【 0 0 3 2 】

一般的に成分A)の割合は、少なくとも20質量%、好ましくは30質量%であり、かつ特に有利には少なくとも40質量%であるが、これによって限定されるべきではない。

40

## 【 0 0 3 3 】

成分B)

成分B)は、少なくとも1つの分散成分によって形成され、その際、この成分は、頻繁にブロックコポリマーと見なすことができる。好ましくは、これらのブロックの少なくとも1つは、上述の成分A)のポリオレフィンと高い相溶性を示し、その際、分散成分中に含まれる別のブロックの少なくとも1つは、上記のポリオレフィンと僅かな相溶性しか示さない。このような分散成分は自体公知であり、その際、有利な化合物は上記の従来技術

50

中に記載されている。

【 0 0 3 4 】

成分 A ) と適合性の基は、一般的に無極性の特性を示し、それに対して不適合性の基は極性の性質を持つ。本発明の特別な観点によれば、有利な分散成分は、1つ以上のブロック A および 1つ以上のブロック X を包含するブロックコポリマーと理解され得、その際、ブロック A は、オレフィンコポリマーシーケンス、水素化されたポリイソプレンシーケンス、ブタジエン / イソプレンからの水素化されたコポリマーまたはブタジエン / イソプレンおよびスチレンからの水素化されたコポリマーであり、かつブロック X は、ポリアクリレート - 、ポリメタクリレート - 、スチレンシーケンス、 - メチルスチレンまたは N - ビニル複素環式化合物シーケンスもしくはポリアクリレート - 、ポリメタクリレート - 、スチレン - 、 - メチルスチレンまたは N - ビニル - 複素環式化合物の混合物である。

10

【 0 0 3 5 】

有利な分散成分はグラフト重合によって製造され得、その際、上記のポリオレフィン、殊に O C P および H S D、極性モノマー上にグラフトされる。このためにポリオレフィンを機械的な分解または / および熱的な分解によって前処理してよい。

【 0 0 3 6 】

極性モノマーに数えられるのは、殊に ( メタ ) アクリレートおよびスチレン化合物である。

【 0 0 3 7 】

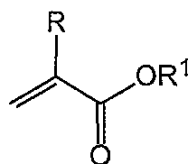
( メタ ) アクリレートという表現は、メタクリレートおよびアクリレートならびに両方からの混合物を包含する。

20

【 0 0 3 8 】

本発明の特別な観点によれば、グラフト反応に際して、式 I

【 化 1 】



(I),

30

[ 式中、R は、水素またはメチルを意味し、かつ R<sup>1</sup> は、水素、炭素原子 1 ~ 4 0 個、好ましくは 1 ~ 2 4 個を有する線状または分岐鎖状のアルキル基を意味する ] の 1 つ以上の ( メタ ) アクリレートを有するモノマー組成物が使用される。

【 0 0 3 9 】

式 ( I ) による有利なモノマーに数えられるのは、なかでも、飽和アルコールから誘導される ( メタ ) アクリレート、例えばメチル ( メタ ) アクリレート、エチル ( メタ ) アクリレート、n - プロピル ( メタ ) アクリレート、イソプロピル ( メタ ) アクリレート、n - ブチル ( メタ ) アクリレート、t - ブチル ( メタ ) アクリレート、ペンチル ( メタ ) アクリレート、ヘキシル ( メタ ) アクリレート、2 - エチルヘキシル ( メタ ) アクリレート、ヘプチル ( メタ ) アクリレート、2 - t - ブチルヘプチル ( メタ ) アクリレート、オクチル ( メタ ) アクリレート、3 - イソプロピルヘプチル ( メタ ) アクリレート、ノニル ( メタ ) アクリレート、デシル ( メタ ) アクリレート、ウンデシル ( メタ ) アクリレート、5 - メチルウンデシル ( メタ ) アクリレート、ドデシル ( メタ ) アクリレート、2 - メチルドデシル ( メタ ) アクリレート、トリデシル ( メタ ) アクリレート、5 - メチルトリデシル ( メタ ) アクリレート、テトラデシル ( メタ ) アクリレート、ペンタデシル ( メタ ) アクリレート、ヘキサデシル ( メタ ) アクリレート、2 - メチルヘキサデシル ( メタ ) アクリレート、ヘプタデシル ( メタ ) アクリレート、5 - イソプロピルヘプタデシル ( メタ ) アクリレート、4 - t - ブチルオクタデシル ( メタ ) アクリレート、5 - エチルオクタデシル ( メタ ) アクリレート、3 - イソプロピルオクタデシル ( メタ ) アクリレート、オクタデシル ( メタ ) アクリレート、ノナデシル ( メタ ) アクリレート、エイコシル ( メタ

40

50

）アクリレート、セチルエイコシル（メタ）アクリレート、ステアリルエイコシル（メタ）アクリレート、ドコシル（メタ）アクリレートおよび／またはエイコシルテトラトリアコンチル（メタ）アクリレート；

不飽和アルコールから誘導される（メタ）アクリレート、例えば２－プロピニル（メタ）アクリレート、アリル（メタ）アクリレート、ビニル（メタ）アクリレート、オレイル（メタ）アクリレート；シクロアルキル（メタ）アクリレート、例えばシクロペンチル（メタ）アクリレート、３－ビニルシクロヘキシル（メタ）アクリレート、シクロヘキシル（メタ）アクリレート、ボルニル（メタ）アクリレートである。

#### 【 0 0 4 0 】

長鎖のアルコール基を有する（メタ）アクリレートは、相応する酸および／または短鎖（メタ）アクリレート、殊にメチル（メタ）アクリレートまたはエチル（メタ）アクリレートと、長鎖の脂肪アルコールとの反応によって得られ、その際、一般的にエステル混合物、例えば種々の長鎖アルコール基を有する（メタ）アクリレートが生じる。これらの脂肪アルコールに数えられるのは、なかでも、Oxo Alcohol<sup>(R)</sup> 7911、Oxo Alcohol<sup>(R)</sup> 7900、Oxo Alcohol<sup>(R)</sup> 1100；Alfol<sup>(R)</sup> 610、Alfol<sup>(R)</sup> 810；Lial<sup>(R)</sup> 125およびNafol<sup>(R)</sup>型（Sasol）；Alphanol<sup>(R)</sup> 79（ICI）；Epal<sup>(R)</sup> 610およびEpal<sup>(R)</sup> 810（Afton）；Linevol<sup>(R)</sup> 79、Linevol<sup>(R)</sup> 911およびNeodol<sup>(R)</sup> 25E（Shell）；Dehydral<sup>(R)</sup>、Hydrenol<sup>(R)</sup> - およびLorol<sup>(R)</sup>型（Cognis）；Acropol<sup>(R)</sup> 35およびExxal<sup>(R)</sup> 10（Exxon Chemicals）；Kalcol<sup>(R)</sup> 2465（Kao Chemicals）である。

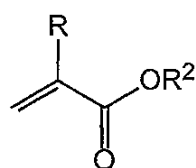
#### 【 0 0 4 1 】

殊にブロックXの製造のために、もしくはグラフトのために使用することができる、モノマー組成物中の式（I）による（メタ）アクリレートの割合は、該モノマー組成物の全質量に対して、好ましくは１０～１００質量％、特に有利には５０～１００質量％および極めて有利には５０～９９．９質量％である。

#### 【 0 0 4 2 】

そのうえ該モノマー組成物は、式（II）

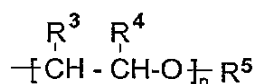
#### 【 化 2 】



(II),

【 式中、R は、水素またはメチルを意味し、かつ R<sup>2</sup> は、炭素原子 2 ～ 20 個を有する O H 基により置換されたアルキル基または式（III）

#### 【 化 3 】



(III),

その際、R<sup>3</sup>およびR<sup>4</sup>は、無関係に、水素またはメチルを意味し、R<sup>5</sup>は、水素または炭素原子 1 ～ 40 個、好ましくは 1 ～ 24 個を有するアルキル基を意味し、かつ n は、1 ～ 90 の整数、好ましくは 1 ～ 20 の整数を意味する、のアルコキシ化された基を意味する】の 1 つ以上の（メタ）アクリレートを有してよい。

#### 【 0 0 4 3 】

式（II）による（メタ）アクリレートは当業者に公知である。これらに数えられるのは、なかでもヒドロキシアルキル（メタ）アクリレート、例えば

3 - ヒドロキシプロピルメタクリレート  
 3 , 4 - ジヒドロキシブチルメタクリレート  
 2 - ヒドロキシエチルメタクリレート  
 2 - ヒドロキシプロピルメタクリレート、 2 , 5 - ジメチル - 1 , 6 - ヘキサンジオール  
 (メタ) アクリレート、  
 1 , 10 - デカンジオール (メタ) アクリレート、  
 1 , 2 - プロパンジオール (メタ) アクリレート ;  
 (メタ) アクリル酸のポリオキシエチレン - およびポリオキシプロピレン誘導体、例えば  
 トリエチレングリコール (メタ) アクリレート、  
 テトラエチレングリコール (メタ) アクリレートおよび  
 テトラプロピレングリコール (メタ) アクリレートである。

10

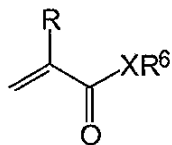
## 【 0 0 4 4 】

殊にブロック X の製造のために、もしくはグラフトのために使用することができる、モノマー組成物中の式 ( I I ) による (メタ) アクリレートの割合は、該モノマー組成物の全質量に対して、好ましくは 0 ~ 50 質量 %、特に有利には 0 . 1 ~ 20 質量 % である。

## 【 0 0 4 5 】

そのうえ該モノマー組成物は、式 ( I V )

## 【 化 4 】



(IV),

20

[ 式中、R は、水素またはメチルを意味し、X は、酸素または式 - NH - または - NR<sup>7</sup> - その際、R<sup>7</sup> は、炭素原子 1 ~ 40 個、好ましくは 1 ~ 6 個を有するアルキル基である、を意味し、かつ R<sup>6</sup> は、少なくとも 1 個の - NR<sup>8</sup>R<sup>9</sup> 基により置換された炭素原子 2 ~ 20 個、好ましくは 2 ~ 6 個を有する線状または分岐鎖状のアルキル基を意味し、その際、R<sup>8</sup> および R<sup>9</sup> は、互いに無関係に、水素、炭素原子 1 ~ 20 個、好ましくは 1 ~ 6 個を有するアルキル基であるか、または、その際、R<sup>8</sup> および R<sup>9</sup> は、窒素原子および場合により別の窒素または酸素原子を含めて 5 員環または 6 員環を形成し、該環は場合により C<sub>1</sub> ~ C<sub>6</sub> - アルキルにより置換されていてよい ] の 1 つ以上の (メタ) アクリレートを有してよい。

30

## 【 0 0 4 6 】

式 ( I V ) による (メタ) アクリレートもしくは (メタ) アクリルアミドに数えられるのは、なかでも

(メタ) アクリル酸のアミド、例えば  
 N - ( 3 - ジメチルアミノプロピル ) メタクリルアミド、  
 N - ( ジエチルホスホノ ) メタクリルアミド、  
 1 - メタクリロイルアミド - 2 - メチル - 2 - プロパノール、  
 N - ( 3 - ジブチルアミノプロピル ) メタクリルアミド、  
 N - t - ブチル - N - ( ジエチルホスホノ ) メタクリルアミド、  
 N , N - ビス ( 2 - ジエチルアミノエチル ) メタクリルアミド、  
 4 - メタクリロイルアミド - 4 - メチル - 2 - ペンタノール、  
 N - ( メトキシメチル ) メタクリルアミド、  
 N - ( 2 - ヒドロキシエチル ) メタクリルアミド、  
 N - アセチルメタクリルアミド、  
 N - ( ジメチルアミノエチル ) メタクリルアミド、  
 N - メチル - N - フェニルメタクリルアミド、  
 N , N - ジエチルメタクリルアミド、

40

50

N - メチルメタクリルアミド、  
 N , N - ジメチルメタクリルアミド、  
 N - イソプロピルメタクリルアミド；  
 アミノアルキルメタクリレート、例えば  
 トリス（ 2 - メタクリルオキシエチル ） アミン、  
 N - メチルホルムアミドエチルメタクリレート、  
 2 - ウレイドエチルメタクリレート；  
 複素環式（メタ）アクリレート、例えば 2 - （ 1 - イミダゾリル ） エチル（メタ）アクリ  
 レート、  
 2 - （ 4 - モルホリニル ） エチル（メタ）アクリレートおよび 1 - （ 2 - メタクリロイル  
 オキシエチル ） - 2 - ピロリドン  
 である。

10

#### 【 0 0 4 7 】

殊にブロック X の製造のために、もしくはグラフトのために使用することができる、モノマー組成物中の式（ I V ）による（メタ）アクリレートの割合は、該モノマー組成物の全質量に対して、好ましくは 0 ~ 1 5 質量 %、特に有利には 0 . 1 ~ 5 質量 % である。

#### 【 0 0 4 8 】

そのうえ該モノマー組成物はスチレン化合物を有してよい。これらに数えられるのは、その他のスチレン、側鎖にアルキル置換基を有する置換されたスチレン、例えば - メチルスチレンおよび - エチルスチレン、環上にアルキル置換基を有する置換されたスチレン、例えばビニルトルエンおよび p - メチルスチレン、ハロゲン化されたスチレン、例えばモノクロロスチレン、ジクロロスチレン、トリブロモスチレンおよびテトラブロモスチレンである。

20

#### 【 0 0 4 9 】

さらにまたモノマー組成物は、複素環式ビニル化合物、例えば 2 - ビニルピリジン、3 - ビニルピリジン、2 - メチル - 5 - ビニルピリジン、3 - エチル - 4 - ビニルピリジン、2 , 3 - ジメチル - 5 - ビニルピリジン、ビニルピリミジン、ビニルピペリジン、9 - ビニルカルバゾール、3 - ビニルカルバゾール、4 - ビニルカルバゾール、1 - ビニルイミダゾール、2 - メチル - 1 - ビニルイミダゾール、N - ビニルピロリドン、2 - ビニルピロリドン、N - ビニルピロリジン、3 - ビニルピロリジン、N - ビニルカプロラクタム、N - ビニルブチロラクタム、ビニルオキサラン、ビニルフラン、ビニルチオフエン、ビニルチオラン、ビニルチアゾールおよび水素化されたビニルチアゾール、ビニルオキサゾールおよび水素化されたビニルオキサゾールを包含してよい。

30

#### 【 0 0 5 0 】

スチレン化合物および（メタ）アクリレートの他に、モノマーとして殊に、分散作用を持つモノマー、例えば上記の複素環式ビニル化合物および式（ I I ）または（ I V ）による（メタ）アクリレートが有利である。分散作用との概念は、殊に、浮遊粒子、例えば煤粒子、鉱油の酸化によって形成された粒子、または金属粒子を鉱油中または潤滑油中で浮遊させ続ける特性に関する。さらに、これらのモノマーは分散モノマーと呼ばれる。

#### 【 0 0 5 1 】

上記のエチレン性不飽和モノマーは、単独でまたは混合物として使用することができる。そのうえ、定義された構造、例えばブロックコポリマーを得るために、重合の間、モノマー組成物を変化させることが可能である。ポリオレフィンと適合性の分散成分の部分、殊にブロック A の部分対ポリオレフィンと不適合性の分散成分の部分、殊にブロック X の部分との質量比は、幅広い範囲内であってよい。一般的に、この比は、5 0 : 1 ~ 1 : 5 0、殊に 2 0 : 1 ~ 1 : 2 0 および特に有利には 1 0 : 1 ~ 1 : 1 0 の範囲内にある。

40

#### 【 0 0 5 2 】

上で説明した分散成分の製造は当業者に公知である。例えば、溶液重合により製造することができる。このような方法は、なかでも DE - A 1 2 3 5 4 9 1、BE - A 5 9 2 8 8 0、US - A 4 2 8 1 0 8 1、US - A 4 3 3 8 4 1 8 および US - A - 4 , 2 9 0 ,

50

025に記載されている。

【0053】

その際、目的に応じて攪拌機、温度計、還流冷却器および計量供給管を備えた適切な反応容器中に、ポリオレフィン、殊にOCPもしくはHSD、および1つ以上の上述のモノマーからの混合物を装入してよい。

【0054】

例えば110へ加熱しながら、不活性雰囲気、例えば窒素下で溶解を行った後、過酸エステルからの群からの、それ自体慣例のラジカル開始剤の割合が、まず該モノマーに対して例えば約0.7質量%使用される。

【0055】

それに従って、数時間、例えば3.5時間にわたって、残留モノマーからの混合物が、該モノマーに対して例えば約1.3質量%の別の開始剤の添加下で計量供給される。目的に応じて、供給を終えた少し後に、例えば2時間後にさらにいくらか開始剤が加えられる。全体の重合時間は、基準値として約8時間と考えてよい。重合終了後、目的に応じて、適した溶媒、例えば鉱油、植物油またはフタル酸エステル、例えばジブチルフタレートで希釈される。一般にほぼ透明な、粘性のある溶液が得られる。

【0056】

そのうえポリマー分散液の製造は、混練機、押出機または静的混合装置中で行うことができる。装置中での処理によって、剪断力、温度および開始剤濃度の影響下で、ポリオレフィン、殊にOCPもしくはHSDの分子量が低下される。

【0057】

グラフト共重合に際して適した開始剤の例は、クメンヒドロペルオキシド、ジクミルペルオキシド、ベンゾイルペルオキシド、アゾジイソ酪酸ジニトリル、2,2-ビス(t-ブチルペルオキシ)ブタン、ジエチルペルオキシジカーボネートおよびt-ブチルペルオキシドである。処理温度は、好ましくは80～350である。混練機または押出機中での滞留時間は、好ましくは1分間～10時間である。

【0058】

混練機または押出機中での分散液の処理が長ければ長いほど、それだけ一層、分子量は低くなる。ラジカル形成開始剤の温度および濃度は、所望された分子量に応じて調整することができる。本発明による溶媒不含のポリマー分散液中のポリマーは、適したキャリア媒体中に混入することによって、良好に取り扱い可能な、液体のポリマー/ポリマーエマルジョンに変えることができる。

【0059】

成分B)の割合は、一般的に30質量%までであり、殊にこの割合は5～15質量%の範囲内にあるが、これによって限定されるべきではない。成分B)をより大量に使用することは、しばしば不経済である。より少量の場合、ポリマー分散液の安定性は度々より低くなる。

【0060】

成分C)

成分C)は、本発明を成し遂げるために重要である。鉱油は自体公知であり、かつ商業的に入手できる。鉱油は、一般的に石油または原油から蒸留および/または精製および場合によりさらなる精留-および洗練処理によって取得され、その際、鉱油との概念には、殊に高沸点の原油または石油の割合が含まれる。一般的に、鉱油の沸点は、5000Paの場合200より高く、好ましくは300より高い。シェール油の乾留、石炭のコークス化、空気遮断下での褐炭の蒸留ならびに石炭または褐炭の水素化による製造も同様に可能である。少ない割合で、鉱油は植物性(例えばホホバ、ナタネ)または動物性(例えば牛脚油)由来の原料からも製造される。それに従って鉱油は、起源に応じて、芳香族、環式、分岐鎖状および線状の炭化水素の種々の割合を有する。

【0061】

一般的に、原油もしくは鉱油中のパラフィンベース、ナフテン系および芳香族の割合は

10

20

30

40

50

区別され、その際、概念のパラフィンベースの割合とは、長鎖もしくは著しく分岐したイソ-アルカンを表し、かつ概念のナフテン系の割合とはシクロアルカンを表す。さらにまた鉱油は、由来および洗練に応じて、低い分岐度を有する種々のn-アルカン、イソ-アルカンの割合、いわゆるモノメチル分岐鎖状パラフィン、およびヘテロ原子、殊にO、Nおよび/またはSを有する化合物を有し、それらには極性の特性が限定的に属することが認められる。しかしながら、この分類は困難である。と言うのも、個々のアルカン分子は、長鎖で分岐鎖状の基のみならず、シクロアルカン基および芳香族の割合も有してよいからである。本発明の目的のために、この分類は、例えばD I N 5 1 3 7 8に従って行うことができる。極性の割合は、A S T M D 2 0 0 7に従って測定することもできる。n-アルカンの割合は、有利な鉱油中で3質量%未満であり、O、Nおよび/またはSを含有する化合物の割合は6質量%未満である。芳香族化合物およびモノメチル分岐鎖状パラフィンの割合は、一般的にそれぞれ0~40質量%の範囲内にある。興味深い観点によれば、鉱油は主としてナフテン系およびパラフィンベースのアルカンを包含し、これらは一般的に13個より多い、有利には18個より多い、および極めて有利には20個より多い炭素原子を有する。これらの化合物の割合は、一般的に60質量%、好ましくは80質量%であるが、これによって限定されるべきではない。有利な鉱油は、そのつど鉱油の全質量に対して、芳香族の割合を0.5~30質量%、ナフテン系の割合を15~40質量%、パラフィンベースの割合を35~80質量%、n-アルカンを3質量%まで、および極性化合物を0.05~5質量%含有する。

#### 【0062】

従来の方法、例えば尿素分離およびシリカゲルを用いた液体クロマトグラフィーにより行われていた特に有利な鉱油の分析は、例えば以下の成分を示しており、その際、パーセント記載は、そのつど使用された鉱油の全質量に対するものである：

約18~31個のC原子を有するn-アルカン：

0.7~1.0%、

18~31個のC原子を有する僅かに分岐したアルカン：

1.0~8.0%、

14~32個のC原子を有する芳香族化合物：

0.4~10.7%、

20~32個のC原子を有するイソアルカンおよびシクロアルカン：

60.7~82.4%、

極性化合物：

0.1~0.8%、

損失量：

6.9~19.4%。

#### 【0063】

鉱油の分析に関する重要な示唆ならびに相違する組成を有する鉱油のリストは、例えばUllmanns Encyclopedia of Industrial Chemistry、CD-ROM版の第5版、1997、見出し語「潤滑剤および関連製品」に見ることができる。

#### 【0064】

本発明の特別な観点によれば、ポリマー分散液は、好ましくは2~40質量%、殊に5~30質量%および特に有利には10~20質量%の鉱油を含有する。

#### 【0065】

成分D)

成分D)は、本発明のポリマー分散液のために必須であり、その際、これらの成分は、炭素原子8~30個を有する不飽和カルボン酸から誘導される少なくとも1つのグリセリンエステルから形成される。好ましくは、カルボン酸から誘導された少なくとも1個の基は、炭素原子12~24個、特に有利には14~20個を有する。

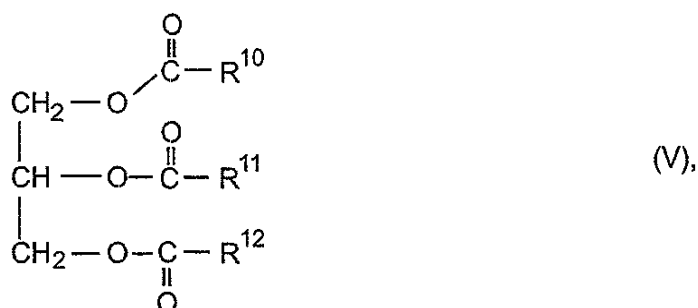
#### 【0066】

グリセリンエステルとは、ここではカルボン酸とグリセリン（プロパン - 1 , 2 , 3 - トリオール）のエステルと解される。有利には、グリセリンの 2 個または 3 個のヒドロキシ基は、炭素原子 8 ~ 30 個、好ましくは 12 ~ 24 個および特に有利には 14 ~ 20 個を有する 2 つまたは 3 つのカルボン酸によりエステル化されていてよい。特に興味深いのは、殊に、炭素原子 12 ~ 24 個、特に有利には 14 ~ 20 個を有するカルボン酸から誘導されている 3 個の基を有するトリグリセリンエステルである。

【 0067 】

有利なトリグリセリンエステルは、殊に式 (V)

【 化 5 】



[ 式中、基  $\text{R}^{10}$ 、 $\text{R}^{11}$  および  $\text{R}^{12}$  は、無関係に、炭素原子 7 ~ 29 個、好ましくは 11 ~ 23 個および特に有利には 13 ~ 19 個を有する炭化水素基を意味し、かつ基  $\text{R}^{10}$ 、 $\text{R}^{11}$  および  $\text{R}^{12}$  の少なくとも 1 個は、少なくとも 1 つの二重結合を包含する ] を有する。

【 0068 】

炭化水素基は、ここでは殊に、好ましくは炭素および水素から成る飽和および / または不飽和の基を表す。これらの基は、環状、線状または分岐鎖状であってよい。これには、殊にアルキル基およびアルケニル基が含まれ、その際、アルケニル基は、2 つ、3 つまたはそれより多い炭素 - 炭素 - 二重結合を包含していてよい。

【 0069 】

有利なアルキル基に数えられるのは、殊にヘプチル - 、オクチル - 、1, 1, 3, 3 - テトラメチルブチル、ノニル - 、デシル - 、ウンデシル - 、ドデシル - 、トリデシル - 、テトラデシル - 、ペンタデシル - 、ヘキサデシル - 、ヘプタデシル - 、オクタデシル - 、ノナデシル - 、エイコシル - およびセチルエイコシル基である。

【 0070 】

炭素 - 炭素 - 二重結合を有するアルケニル基の例は、なかでもヘプテニル - 、オクテニル - 、ノネニル - 、デセニル - 、ウンデセニル - 、ドデセニル - 、トリデセニル - 、テトラデセニル - 、ペンタデセニル - 、ヘキサデセニル - 、ヘプタデセニル - 、オクタデセニル - 、ノナデセニル - 、エイコセニル - およびセチルエイコセニル基である。

【 0071 】

2 つ、3 つまたはそれより多い炭素 - 炭素 - 二重結合を有するアルケニル基に数えられるのは、なかでも 8, 11 - ヘプタデカジエニルおよび 8, 11, 14 - ヘプタデカトリエニル基である。

【 0072 】

上述の炭化水素基は、置換基および / またはヘテロ原子を有していてよい。これに数えられるのは、殊に、酸素、窒素および / または硫黄を包含する基、例えばヒドロキシ基、チオール基またはアミノ基である。しかしながら、これらの基の割合は、グリセリドの特性がマイナスに影響を及ぼされない程度に低いことが望ましい。

【 0073 】

成分 D) によるグリセリンエステルは、炭素原子 8 ~ 30 個を有する不飽和カルボン酸から誘導されている少なくとも 1 個の基を包含する。既に述べたように、グリセリンエステルは付加的に、不飽和カルボン酸から誘導されている基を包含していてよい。好ましくは、炭素原子 8 ~ 30 個、好ましくは 12 ~ 24 個および特に有利には 14 ~ 20 個を有

10

20

30

40

50



する不飽和カルボン酸から誘導されている基の割合は、グリセリンエステルが誘導されている酸の全質量に対して、少なくとも20質量%、特に有利には少なくとも60質量%および極めて有利には少なくとも80質量%である。種々のグリセリンエステルの混合物が使用される場合、不飽和脂肪酸の前述の値は、鹸化により得られる脂肪酸スペクトルに関するものである。

【0074】

成分D)によるグリセリンエステルが誘導されている有利な飽和カルボン酸に数えられるのは、なかでもカプリン酸、ラウリン酸、ミリスチン酸、パルミチン酸、マーガリン酸、ステアリン酸、アラキン酸、ベヘン酸、リグノセリン酸およびセロチン酸である。

【0075】

モノ不飽和カルボン酸の例は、なかでもパルミトレイン酸、オレイン酸、エライジン酸、バクセン酸、イコセン酸、セトレイン酸、ネルボン酸、エルカ酸、ペトロセリン酸およびリシノール酸である。

【0076】

そのうえ、グリセリンエステルは多不飽和脂肪酸から誘導されていてよい。これに数えられるのは、なかでもリノール酸、リノレン酸およびエラエオステアリン酸である。

【0077】

本発明の特別な観点によれば、成分D)に従って、グリセリンエステルに誘導される酸の全質量に対して、少なくとも5質量%、好ましくは少なくとも10質量%のオレイン酸および少なくとも10質量%、好ましくは少なくとも20質量%のリノール酸を包含するグリセリンエステルを使用することができる。

【0078】

これらの値は、種々のグリセリンエステルの混合物が使用される場合、平均値として理解されるべきである。

【0079】

特に興味深いのは、殊に、僅かな割合の飽和脂肪酸を包含するグリセリンエステルである。好ましくは、飽和脂肪酸の割合は、グリセリンエステルに誘導される酸の全質量に対して、最大でも50質量%、特に有利には最大でも30質量%および極めて有利には最大でも10質量%であってよい。これらの値は、種々のグリセリンエステルの混合物が使用される場合、平均値として理解されるべきである。

【0080】

本発明の目的に従う変更態様によれば、好ましくは、15 以下の融点、特に有利には5 以下の融点および極めて有利には0 以下の融点を有するグリセリンエステルを使用することができる。融点は、ASTM D 87により測定することができる。

【0081】

特に好ましくは、さらに、5 以下、特に有利には0 以下である曇り点を有するグリセリンエステルを使用してよく、その際、曇り点は、ASTM D 2500により測定することができる。

【0082】

本発明により使用されるグリセリンエステルの粘度は、好ましくは最大でも100 cSt、特に有利には最大でも40 cStであってよく、その際、該粘度は、40 でASTM D 445により測定することができる。

【0083】

本発明により、特殊なグリセリンエステルを成分D)として使用することができる。しかしながら、一般的にグリセリンエステルは、例えば植物油中に含まれている種々のエステルの混合物として使用される。それゆえ前で示した値は、そのつど使用されるグリセリンエステル混合物に適用され得る。

【0084】

好ましくは、本発明によるポリマー分散液は、少なくとも1つの植物油を包含してよい。この場合、技術的な目的にのみ適している植物油も使用することができる。それに従っ

10

20

30

40

50

て、高い割合の不純物を有する植物油も使用することができる。

【0085】

有利な植物油に数えられるのは、殊にナタネ油、コリアンダー油、ダイズ油、綿実油、ヒマワリ油、ヒマシ油、オリーブ油、ラッカセイ油、トウモロコシ油、扁桃油、パーム核油、ヤシ油、カラシ油である。これらの油は、単独でまたは本発明の分散液を製造するための混合物として使用することができる。これらの油は、天然の植物、栽培された植物または遺伝子工学的に改変された植物から取得することができる。

【0086】

ポリマー分散液中のグリセリンエステルの割合は、幅広い範囲内にあってよく、その際、分散液は、該分散液の全質量に対して、好ましくは20～80質量%、特に有利には30～70質量%の成分D)によるグリセリンエステルを包含してよい。

10

【0087】

鉱油対成分D)によるグリセリンエステルの質量比は、幅広い範囲内にあってよい。特に有利には、この比率は、2:1～1:25、殊に1:2～1:10の範囲内にある。

【0088】

濃縮されたポリマー分散液中の成分C)およびD)の割合は、幅広い範囲内にあってよく、その際、この割合は、殊に使用されるポリオレフィンおよび分散成分に依存している。一般的に、成分C)およびD)を合わせた割合は、全体のポリマー分散液に対して、79～25質量%、好ましくは70質量%未満、特に60～40質量%である。

【0089】

20

前で挙げた成分の他に、本発明によるポリマー分散液は、別の添加剤および添加物質を含有してよい。これに数えられるのは殊に、植物油中に含有されている物質である。それゆえ植物油は、しばしばコストの掛かる精製なしに使用することができる。

【0090】

好ましくは、本発明によるポリマー分散液は、安定剤および/または酸化防止剤を包含する。これらの物質は自体公知であり、その際、これに数えられるのは殊に、酸素含有化合物、例えばヒドロキノン、ヒドロキノンエーテル、例えばヒドロキノンモノメチルエーテルまたはジ-*t*-ブチルピロカテキン、または立体障害フェノール、および窒素含有化合物、例えばフェノチアジン、*p*-フェニレンジアミンおよびメチレンブルーである。酸化防止剤の割合は、ポリマー分散液の全質量に対して、0～4質量%の範囲内、特に有利には0.1～2質量%の範囲内にある。

30

【0091】

さらに本発明によるポリマー分散液は、前で挙げた従来技術から公知である別の溶媒および/またはキャリア担体を含有してよい。

【0092】

そのうえ本発明のポリマー分散液は、9より大きいまたは9に等しい、殊に20より大きいまたは20に等しい、および特に有利には30より大きいまたは30に等しい誘電率を有する化合物を包含してよい。意想外にも、これらの化合物の添加によってポリマー分散液の粘度を低下できることが確認された。これによって、殊に所定の値に粘度を調整することが可能である。

40

【0093】

誘電率はHandbook of Chemistry and Physics, David R. Lide, 79th Edition, CRS Pressに記載された方法に従って決定することができ、その際、該誘電率は20で測定される。

【0094】

特に適した化合物に数えられるのは、なかでも水、グリコール、殊にエチレングリコール、1,2-プロピレングリコール、1,3-プロピレングリコール、ポリエチレングリコール; アルコール、殊にメタノール、エタノール、ブタノール、グリセリン; エトキシ化されたアルコール、例えば2回エトキシ化されたブタノール、10回エトキシ化されたメタノール; アミン、殊にエタノールアミン、1,2-エタンジアミンおよびプロ

50

パノールアミン、ハロゲン化された炭化水素、殊に2-クロロエタノール、1,2-ジクロロエタン、1,1-ジクロロアセトン；ケトン、殊にアセトンである。

【0095】

ポリマー分散液中での上記の化合物の割合は、幅広い範囲内にあってよい。一般的に、ポリマー分散液は、9より大きいまたは9に等しい誘電率を有する化合物を15質量%まで、殊に0.3~5質量%包含する。

【0096】

ポリマー分散液は公知の方法によって製造され得、その際、これらの方法は、従来技術の上記文献中に開示されている。そのため、例えば本発明によるポリマー分散液は、成分A)を剪断力の適用下で、50~150、特に有利には60~120の範囲内で成分B)の溶液中に分散させることによって製造することができる。成分B)の溶液は、一般的に成分C)およびD)を包含する。

【0097】

特に好ましくは、成分A)によるポリオレフィンを該溶液に固体として添加してよい。

【0098】

この際、しばしば、好ましくは1~10h、特に有利には1~6hの範囲内の比較的僅かな分散時間で十分である。使用される剪断エネルギーも同様に、慣例のシステムにおけるエネルギーより低い。好ましくは、動力(Leistungseintrag)は、ポリオレフィン1kgを、分散成分0.5kg、鉱油0.1kgおよびグリセリンエステル1kgを含有する溶液中に分散させることに対して、最大でも2kW/m<sup>3</sup>、特に有利には最大でも1kW/m<sup>3</sup>であってよい。

【0099】

以下で本発明を、実施例を手がかりして説明するが、これによって本発明は限定されるべきではない。

【0100】

実施例1

攪拌機、温度計および還流冷却器を備えた2リットルの四首フラスコ中に、KV100に対して11.0mm<sup>2</sup>/sの増粘作用のエチレン-プロピレン-コポリマー(例えばDutral<sup>(R)</sup>CO038)190gを、150Nの油680gと100Nの油130gとから成る混合物中に秤量して入れ、かつ100で10~12時間以内に溶解する。

【0101】

この溶液555.0gに、鎖長C10~C18のアルキル置換基を有するアルキルメタクリレートから成る混合物61.7gを添加し、かつ反応混合物をドライアイスの添加によって不活性化する。100の重合温度に達した後、t-ブチルペルオキシ-2-エチルヘキサノエート2.06gを添加し、かつ同時に上述の組成物883.3gとt-ブチルペルオキシ-2-エチルヘキサノエート11.48gとから成るモノマー供給を開始し、かつ3.5hの供給時間にわたって一様に添加する。供給を終えて2時間後に、t-ブチルペルオキシ-2-エチルヘキサノエート1.89gを添加し、さらに2時間100で攪拌する。

【0102】

インターミグ(Intermig)攪拌機を備えた1リットルのウィット容器(Wittschen Topf)中に、作製した溶液152.8g、精製植物油179.1g(例えばダイズ油)、エチレン-プロピレン-コポリマー34.0g(例えば10.50cStのKV100に分解されたDutralCO038)、別のエチレン-プロピレン-コポリマー134.1g(例えば11.35cStのKV100に分解されたDutralCO058)および安定剤6.11g(例えばIrganox1076)を秤量して入れる。12~18h以内に、100および150rpmで分散液が生じる。引き続き、得られた分散液400.0gを、精製植物油88.9gの添加によって45%のポリマー含量にまで希釈し、かつ混合物を30分間さらに攪拌する。そのようにして製造した生成物のDIN51562(ウベローデ型(Ubbelohde)粘度計)に従った100での動粘度

10

20

30

40

50

は 3 1 0 0 c S t である。1 5 0 N の油中で 3 . 4 2 % の生成物の溶液の K V 1 0 0 は、  
1 1 . 8 7 c S t である。

## フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I
C 1 0 M 101/00	(2006.01)	C 1 0 M 101/00
C 1 0 M 107/14	(2006.01)	C 1 0 M 107/14

(74)代理人 100114292  
弁理士 来間 清志

(74)代理人 100182545  
弁理士 神谷 雪恵

(74)代理人 100061815  
弁理士 矢野 敏雄

(74)代理人 100099483  
弁理士 久野 琢也

(74)代理人 100112793  
弁理士 高橋 佳大

(74)代理人 100128679  
弁理士 星 公弘

(74)代理人 100135633  
弁理士 二宮 浩康

(72)発明者 トーマス シメル  
ドイツ連邦共和国 ダルムシュタット ロートガウシュトラッセ 2 ベー

(72)発明者 ヴォルフガング チェパット  
ドイツ連邦共和国 ダルムシュタット アウフ デア ハルト 6 5

(72)発明者 シュテファン フェングラー  
ドイツ連邦共和国 フランクフルト リッセルシュタインヴェーク 5 0

審査官 岡 崎 忠

(56)参考文献 特表 2 0 0 6 - 5 0 3 9 3 8 ( J P , A )  
特開平 0 7 - 1 5 7 7 9 0 ( J P , A )  
米国特許第 0 4 7 8 3 2 7 4 ( U S , A )

(58)調査した分野(Int.Cl. , D B 名)

C 0 8 L	2 3 / 0 0 - 2 3 / 3 6
	1 5 / 0 0 - 1 5 / 0 2
	5 3 / 0 0 - 5 3 / 0 2
	5 7 / 0 0 - 5 7 / 1 2
C 0 8 K	5 / 0 0 - 5 / 5 9
C 1 0 M	1 0 1 / 0 0 - 1 0 1 / 0 4
C 1 0 M	1 0 7 / 0 0 - 1 0 7 / 5 4