(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局

(43) 国際公開日
2018年11月15日(15.11.2018)

WIPO | PCT

(10) 国際公開番号
WO 2018/207549 A1

(51) 国際特許分類:
C10M 105/76 (2006.01) *C10N 30/02* (2006.01)
C07F 7/18 (2006.01) *C10N 30/08* (2006.01)
C10N 20/02 (2006.01) *C10N 40/25* (2006.01)

(21) 国際出願番号： PCT/JP2018/015482

(22) 国際出願日： 2018年4月13日(13.04.2018)

(25) 国際出願の言語： 日本語

(26) 国際公開の言語： 日本語

(30) 優先権データ：
特願 2017-093735 2017年5月10日(10.05.2017) JP

(71) 出願人: 国立研究開発法人産業技術総合研究所(**NATIONAL INSTITUTE OF ADVANCED INDUSTRIAL SCIENCE AND TECHNOLOGY**) [JP/JP]; 〒1008921 東京都千代田区霞が関１丁目３番１号 Tokyo (JP).

(72) 発明者: 谷田部 哲夫 (**YATABE Tetsuo**); 〒3058565 茨城県つくば市東１－１－１ 中央第５ 国立研究開発法人産業技術総合研究所内 Ibaraki (JP). 佐藤 一彦 (**SATO Kazuhiko**); 〒3058565 茨城県つくば市東１－１－１ 中央第５ 国立研究開発法人産業技術総合研究所内 Ibaraki (JP).

(81) 指定国(表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国(表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類：
— 国際調査報告（条約第21条(3)）

WO 2018/207549 A1

(54) **Title:** SYNTHETIC LUBRICATING OIL

(54) 発明の名称： 合成潤滑油

(57) **Abstract:** The purpose of the present invention is to provide a synthetic lubricating oil having a kinetic viscosity of 2.0-7.0 mm^2/sec at 100 ° C, and a viscosity index of 200 or more, and the synthetic lubricating oil is characterized by comprising a compound represented by formula (I) or a mixture of the compound. In addition, the synthetic lubricating oil is characterized by having a kinetic viscosity at 100 ° C of 2.0-7.0 mm^2/sec, and a viscosity index of 200 or more. $R^0{}_nSi(OSiMe_2R^1)_{4-n}$ (I) (In formula, R^0 is a phenyl group and Me is a methyl group. (4-n) number of R^1s are each a linear or branched hydrocarbon group having 6-15 carbon atoms, and may be the same as or different from each other, and n is 0 or 1.)

(57) 要約：１００℃の動粘度が２.０～７.０ｍｍ^2／ｓｅｃであり、粘度指数が２００以上の合成潤滑油を提供することを課題とし、その合成潤滑油は、下記式(Ｉ)で表される化合物又は化合物の混合物からなることを特徴とする。また、１００℃の動粘度が２.０～７.０ｍｍ^2／ｓｅｃであり、粘度指数が２００以上であることを特徴とする。 $R^0{}_nSi(OSiMe_2R^1)_{4-n}$ （Ｉ） (式中、R^0はフェニル基であり、Ｍｅはメチル基である。(４－ｎ)個のR^1は、炭素数６～１５の直鎖状又は分岐状炭化水素基であり、互いに同一であっても良いし、異なっていてもよい。ｎは０又は１である。)

明　細　書

発明の名称 ： 合成潤滑油

技術分野

[0001] 本発明は、各種潤滑油や潤滑油組成物の主要成分などとして有用な合成潤滑油や潤滑油組成物に関する。特に、常温から１００℃程度までの高温での潤滑性が比較的良好で、かつ、粘度指数が２００以上の合成潤滑油や該合成潤滑油を含む潤滑油組成物に関する。

背景技術

[0002] 近年、自動車、家電、電子機器、工業用機械等の様々な産業分野で使用されている装置や機械では、潤滑油の性能向上や適切に調整された潤滑性能が求められている。すなわち、装置や機械の高速化、小型化等の従来装置等の改良だけでなく、様々な分野において新規に開発されたそれぞれの装置や機械に応じて、より過酷な使用条件に耐えうる潤滑性能だけでなく、装置や機械により適切に調整された潤滑性能が必要とされるようになってきている。

[0003] 潤滑油は、通常、基油(ベースオイル)と用途に応じた添加剤からなる。基油は、潤滑油の基本的な特性を支配する基材で、鉱物油と合成油等である。

鉱物油は、石油の潤滑油留分を精製したもので、一般に安価なものであり、従来から現在に至るまで幅広く使用されている(非特許文献１参照)。しかしながら、鉱物油は、耐熱性に劣り、また、酸化、劣化しやすく、耐久性に劣る面が存在する。さらに、分子構造にばらつきがあるため、各々の装置や機械に高度に適合した潤滑性能を得るのが困難化してきている。耐熱性や耐久性を改善するため、各種添加物を配合することもなされているが、装置や機械の種類、用途によっては、添加剤の配合が制約される場合も存在する。

[0004] これに対し、合成油は、高度で複雑な過程を経て生成され、不純物が可能な限り排除されており、比較的耐熱性が高くばらつきの少ない潤滑性能が得られるとされている。合成油は、鉱物油に較べコスト高になるものの、今日まで用途や使用態様等に応じて、炭化水素系、エステル系、エーテル系、シ

リコン系、フッ素系などのものが開発、使用されてきている(非特許文献１参照)。

また、特許文献１には、工業用シロキサン潤滑剤や化粧用流体、洗浄剤などとして有用なメチルトリス(トリメチルシロキシ)シラン等の分岐シロキサンの調製法が記載されている。

また、非特許文献３，４には、テトラキス(トリメチルシリルオキシ)シランやフェニルトリス(トリメチルシリルオキシ)シランの調製法や粘度について記載されている。

先行技術文献

特許文献

[0005] 特許文献1：米国特許２００２／０１３３０３５Ａ１

非特許文献

[0006] 非特許文献1：http://www.juntsu.co.jp/qa/qa0111.html

非特許文献2：J.Am.Chem.Soc.,1999,121(15),pp.3693-3703.

非特許文献3：J.Am.Chem.Soc.,1949,71(9),pp.3235-3254.

非特許文献4：Silicon Compounds:Silanes and Silicones,Gelest,Inc.,2008,p.344.

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0007] 合成油は、上述のとおり、比較的耐熱性が高くばらつきの少ない潤滑性能が得られる。しかしながら、例えば、自動車等に使用されているＰＡＯ(ポリ-α-オレフィン)合成油は、粘度指数が１２０～１４０程度のものに止まっている。また、上記特許文献１や非特許文献３，４にも、高粘度指数の合成油とすることについて全く記載されていない。このように、高温潤滑用途に利用し得る潤滑性能としての、１００℃の動粘度が２．０以上ｍｍ^2／ｓｅｃであり、粘度指数が２００以上となる合成油については知られていない。

[0008] 本発明は、上述のような従来技術やその問題点を背景としてなされたもの

であり、１００℃の動粘度が２．０～７．０ｍｍ^2／ｓｅｃであり、粘度指数が２００以上となる合成潤滑油を提供することを課題とする。

課題を解決するための手段

[0009] 本発明者は、各種の試験、研究過程において、前記課題を解決するために鋭意研究の結果、下記式(Ｉ)で表される化合物又は化合物の混合物からなる合成油が１００℃の動粘度２．０～７．０ｍｍ^2／ｓｅｃ程度、粘度指数２００以上の潤滑性能を発揮することなどを知見した。

[0010] 本発明は、上述の課題の下での前記のような知見に基づいて完成に至ったものであり、本件では、次のような発明が提供される。

＜１＞下記式(Ｉ)で表される化合物又は化合物の混合物からなる合成潤滑油。

$$R^0_nSi(OSiMe_2R^1)_{4-n} \qquad (I)$$

(式中、R^0はフェニル基であり、Ｍｅはメチル基である。(４－ｎ)個のR^1は、炭素数６～１５の直鎖状又は分岐状炭化水素基であり、互いに同一であっても良いし、異なっていてもよい。ｎは０又は１である。)

＜２＞１００℃の動粘度が２．０～７．０ｍｍ^2／ｓｅｃであり、粘度指数が２００以上である請求項１に記載の合成潤滑油。

＜３＞＜１＞又は＜２＞に記載の合成潤滑油を含む潤滑油組成物。

＜４＞＜１＞又は＜２＞に記載の合成潤滑油を基油とする潤滑油組成物。

[0011] 本発明は、次のような態様を含むことができる。

＜５＞下記式(II)で表される化合物又は化合物の混合物からなる合成潤滑油。

$$Si(OSiMe_2R^1)_4 \qquad (II)$$

(式中、Ｍｅはメチル基である。化合物各分子における４個のR^1は、炭素数６～１５の直鎖状又は分岐状アルキル基であり、互いに同一であっても良いし、異なっていてもよい。)

＜６＞下記式(III)で表される化合物又は化合物の混合物からなる合成潤滑油。

$R^0_1Si(OSiMe_2R^1)_3$ (III)

(式中、R^0はフェニル基であり、Ｍｅはメチル基である。化合物各分子における３個のR^1は、炭素数６～１５の直鎖状又は分岐状アルキル基であり、互いに同一であっても良いし、異なっていてもよい。)

＜７＞＜５＞又は＜６＞に記載の合成潤滑油を含む潤滑油組成物。

なお、本明細書において数値範囲を示す「～」は、その前後に記載される数値を下限値及び上限値として含む意味として使用される。

発明の効果

[0012] 本発明の合成潤滑油は、１００℃の動粘度が２．０～７．０mm^2／ｓｅｃ、粘度指数が２００以上の潤滑性能を有するものであり、常温から１００℃を少なくとも多少超える高温の環境において好適に使用することができる。

発明を実施するための形態

[0013] 本発明の合成潤滑油は、一般式(Ｉ)で表される化合物又は化合物の混合物からなるものであり、１００℃の動粘度が２．０～７．０mm^2／ｓｅｃであり、粘度指数が２００以上の潤滑性能を示す。

$R^0_nSi(OSiMe_2R^1)_{4-n}$ (Ｉ)

(式中、R^0はフェニル基であり、Ｍｅはメチル基である。(４－ｎ)個のR^1は、炭素数６～１５の直鎖状又は分岐状炭化水素基であり、互いに同一であっても良いし、異なっていてもよい。ｎは０又は１である。)

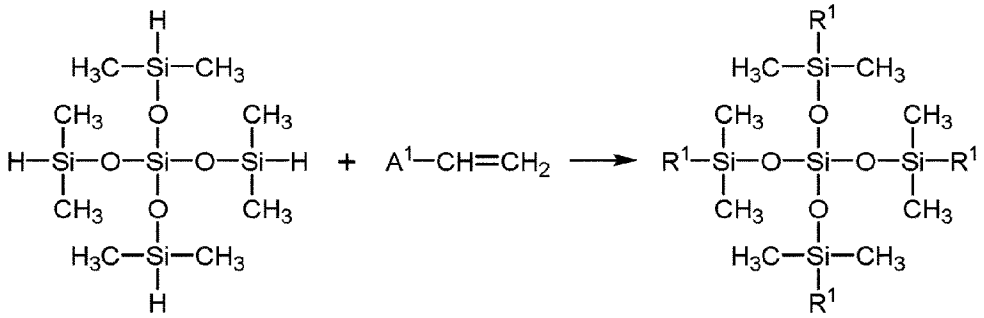
[0014] 上記R^0はフェニル基であり、炭素数１～３のアルキル基、ハロゲン原子などの置換基を有していても良い。

上記R^1は、炭素数６～１５の直鎖状又は分岐状炭化水素基であり、アリール基、ハロゲン原子などの置換基を有していても良い。好ましくは炭素数６～１５の直鎖状又は分岐状アルキル基であり、より好ましくは炭素数６～１０の直鎖状アルキル基である。具体的には、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ドデシル基、トリデシル基、テトラデシル基等を挙げることができる。

[0015] 本発明の合成潤滑油は、どのような方法で製造しても良いが、例えば、非

特許文献２に開示された合成法に準じて、下記式(１)又は(２)のように、テトラキス(ジメチルシリルオキシ)シラン又はフェニルトリス(ジメチルシリルオキシ)シランと１－アルケンを反応させることにより製造することができる。

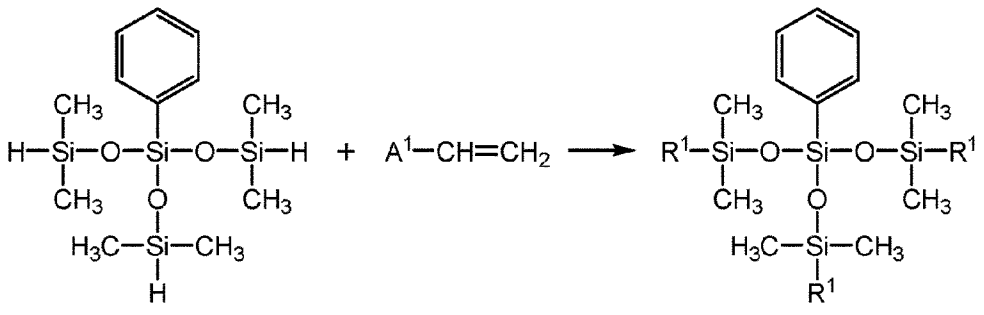
[0016] [化1]



(1)

(式中、A^1は、炭素数４～１３の直鎖状又は分岐状炭化水素基であり、R^1は、炭素数６～１５の直鎖状又は分岐状炭化水素基である。)

[0017] [化2]

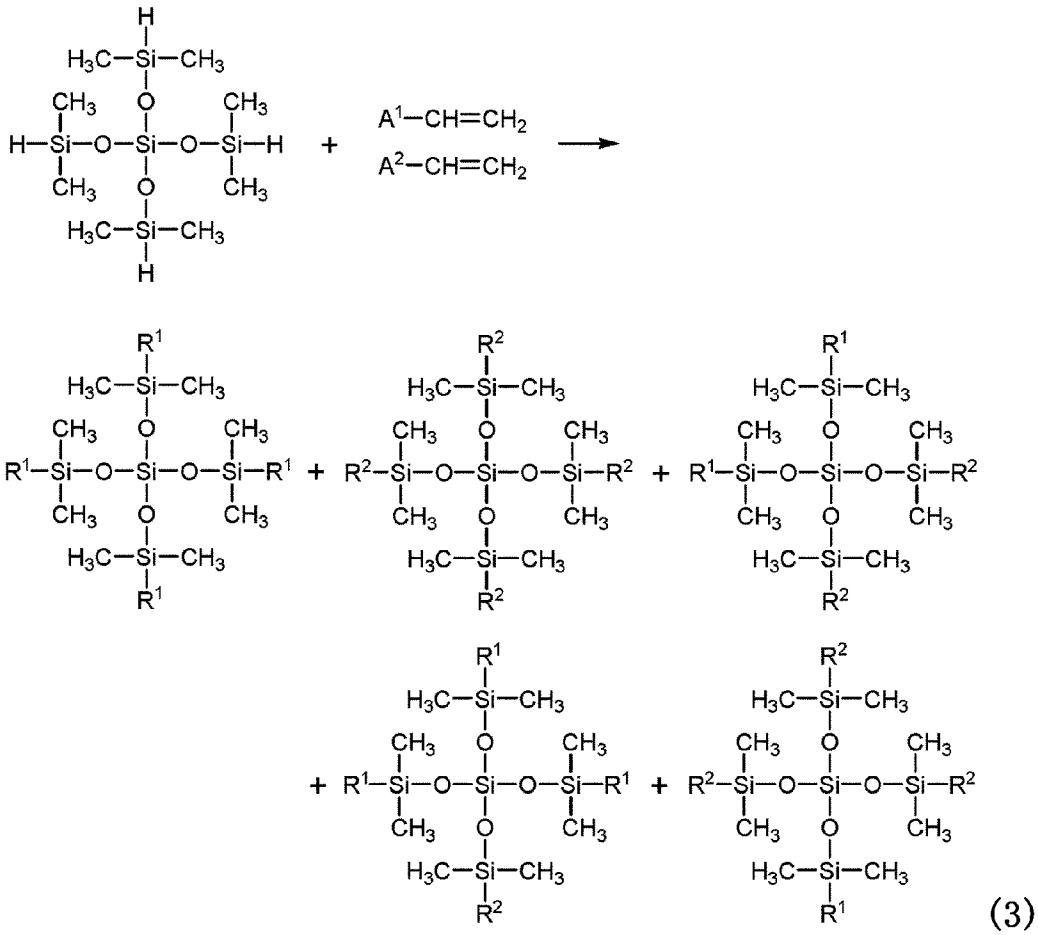


(2)

(式中、A^1は、炭素数４～１３の直鎖状又は分岐状炭化水素基であり、R^1は、炭素数６～１５の直鎖状又は分岐状炭化水素基である。)

[0018] 本発明の合成潤滑油は、上述の他、下記式(３)又は(４)のように、テトラキス(ジメチルシリルオキシ)シラン又はフェニルトリス(ジメチルシリルオキシ)シランと２種類の１－アルケンを反応させることにより、合成潤滑油の分子構造において炭化水素基が異なる化合物を含む混合物として製造することもできる。

[0019] [化3]

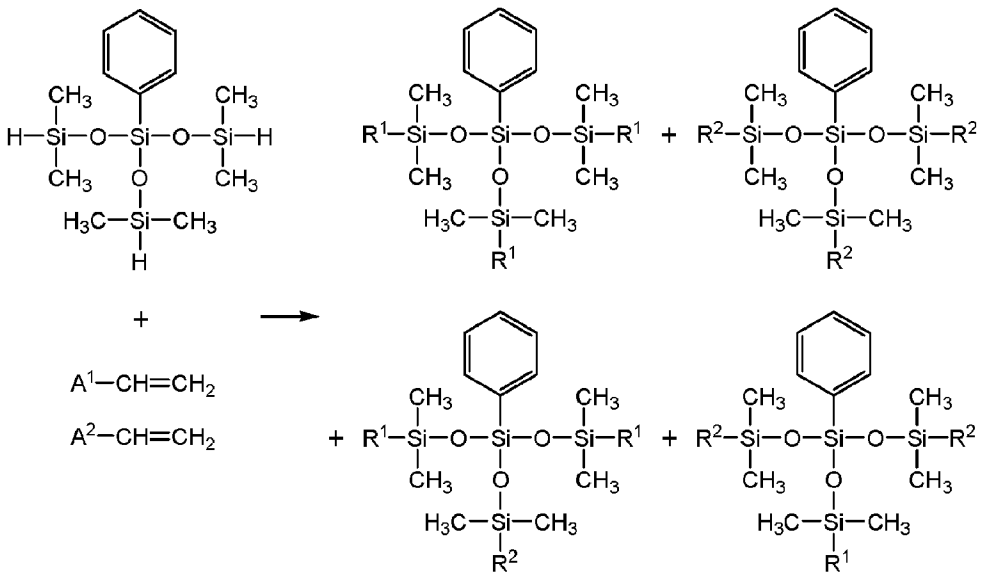


(3)

（式中、$A^1 \neq A^2$であって、A^1及びA^2は、炭素数４～１３の直鎖状又は分岐状炭化水素基である。$R^1 \neq R^2$であって、R^1及びR^2は、炭素数６～１５の直鎖状又は分岐状炭化水素基である。）

[0020]

[化4]



(4)

(式中、$A^1 \neq A^2$であって、A^1及びA^2は、炭素数４～１３の直鎖状又は分岐状炭化水素基である。$R^1 \neq R^2$であって、R^1及びR^2は、炭素数６～１５の直鎖状又は分岐状炭化水素基である。)

[0021] 本発明の合成潤滑油は、そのままで潤滑油として使用してもよいし、潤滑油組成物の基油(組成物の５０ｗｔ％以上)としても使用できる。また、鉱物油や他の合成油の高温潤滑特性等の改善を目的とした添加成分(潤滑油組成物の例えば１～４０ｗｔ％)として使用することもできる。

実施例

[0022] 以下、実施例に基づいて本発明をさらに詳細に説明するが、本発明は、これらの実施例に何ら限定されるものではない。

[0023] [実施例１]

＜テトラキス(ヘキシルジメチルシリルオキシ)シラン(化合物１ａ：R^1＝ヘキシル)の合成(式１)＞

窒素雰囲気下、テトラキス(ジメチルシリルオキシ)シラン(９．２５ｇ，２８．１ｍｍｏｌ)及びＫａｒｓｔｅｄｔ触媒(９４ｍｇ，Ｐｔとして１９．０～２１．５％)を含むトルエン(８０ｍＬ)溶液に１－ヘキセン(１１．１ｇ，１３２ｍｍｏｌ)のトルエン(５０ｍＬ)溶液を加え、室温で６時間撹拌した。反応

混合物を減圧下で濃縮した後、残留物をシリカゲルカラムグラフィー(溶出：ヘキサン)により精製し、化合物１ａ(無色液体)を１６．３ｇ(収率８０％)得た。

^{1}Ｈ　ＮＭＲ(ＣＤＣｌ$_{3}$，５００ＭＨｚ)：δ＝０．０６(ｓ，２４Ｈ)，０．５０－０．５６(ｍ，８Ｈ)，０．８８(ｔ，Ｊ＝７．０Ｈｚ，１２Ｈ)，１．２２－１．３７(ｍ，３２Ｈ)．

^{13}Ｃ　ＮＭＲ(ＣＤＣｌ$_{3}$，１２５ＭＨｚ)：δ＝－０．０７，１４．１４，１８．１９，２２．６５，２３．１２，３１．６９，３３．２７．

[0024] ［実施例２］

＜テトラキス(デシルジメチルシリルオキシ)シラン(化合物１ｂ：Ｒ^{1}＝デシル)の合成(式１)＞

窒素雰囲気下、テトラキス(ジメチルシリルオキシ)シラン(７．４２ｇ，２２．６ｍｍｏｌ)及びＫａｒｓｔｅｄｔ触媒(７２ｍｇ，Ｐｔとして１９．０～２１．５％)を含むトルエン(８０ｍＬ)溶液に１－デセン(１４．６ｇ，１０４ｍｍｏｌ)のトルエン(５０ｍＬ)溶液を加え、室温で６時間撹拌した。反応混合物を減圧下で濃縮した後、残留物をシリカゲルカラムグラフィー(溶出：ヘキサン)により精製し、化合物１ｂ(無色液体)を１６．８ｇ(収率８４％)得た。

^{1}Ｈ　ＮＭＲ(ＣＤＣｌ$_{3}$，５００ＭＨｚ)：δ＝０．０６(ｓ，２４Ｈ)，０．５０－０．５６(ｍ，８Ｈ)，０．８８(ｔ，Ｊ＝７．０Ｈｚ，１２Ｈ)，１．２１－１．３７(ｍ，６４Ｈ)．

^{13}Ｃ　ＮＭＲ(ＣＤＣｌ$_{3}$，１２５ＭＨｚ)：δ＝－０．０６，１４．１２，１８．２０，２２．７１，２３．１９，２９．４０，２９．５１，２９．７１，２９．７５，３１．９６，３３．６５．

[0025] ［実施例３］

＜テトラキス(トリデシルジメチルシリルオキシ)シラン(化合物１ｃ：Ｒ^{1}＝トリデシル)の合成(式１)＞

窒素雰囲気下、テトラキス(ジメチルシリルオキシ)シラン(７．４７ｇ，２

２．７ｍｍｏｌ)及びＫａｒｓｔｅｄｔ触媒(７２ｍｇ，Ｐｔとして１９．０～２１．５％)を含むトルエン(８０ｍＬ)溶液に１－トリデセン(１９．２ｇ，１０５ｍｍｏｌ)のトルエン(５０ｍＬ)溶液を加え、室温で６時間撹拌した。反応混合物を減圧下で濃縮した後、残留物をシリカゲルカラムグラフィー(溶出：ヘキサン)により精製し、化合物１ｃ(無色液体)を１７．３ｇ(収率７２％)得た。

^{1}Ｈ　ＮＭＲ(ＣＤＣｌ$_{3}$，５００ＭＨｚ)：δ＝０．０６(ｓ，２４Ｈ)，０．５０－０．５６(ｍ，８Ｈ)，０．８８(ｔ，Ｊ＝７．０Ｈｚ，１２Ｈ)，１．１９－１．３７(ｍ，８８Ｈ)．

^{13}Ｃ　ＮＭＲ(ＣＤＣｌ$_{3}$，１２５ＭＨｚ)：δ＝－０．０５，１４．１２，１８．２０，２２．７１，２３．１９，２９．４０，２９．５２，２９．７１(２Ｃ)，２９．７５(２Ｃ)，２９．８１，３１．９５，３３．６５．

[0026] ［実施例４］

＜フェニルトリス(ヘキシルジメチルシリルオキシ)シラン(化合物２ａ：Ｒ^{1}＝ヘキシル)の合成(式２)＞

窒素雰囲気下、フェニルトリス(ジメチルシリルオキシ)シラン(１１．６ｇ，３５．２ｍｍｏｌ)及びＫａｒｓｔｅｄｔ触媒(４８ｍｇ，Ｐｔとして１９．０～２１．５％)を含むトルエン(８０ｍＬ)溶液に１－ヘキセン(１１．０ｇ，１３１ｍｍｏｌ)のトルエン(５０ｍＬ)溶液を加え、室温で４時間撹拌した。反応混合物を減圧下で濃縮した後、残留物をシリカゲルカラムグラフィー(溶出：ヘキサン)により精製し、化合物２ａ(無色液体)を１９．５ｇ(収率９５％)得た。

^{1}Ｈ　ＮＭＲ(ＣＤＣｌ$_{3}$，５００ＭＨｚ)：δ＝０．０８(ｓ，１８Ｈ)，０．５０－０．５８(ｍ，６Ｈ)，０．８７(ｔ，Ｊ＝７．０Ｈｚ，９Ｈ)，１．１８－１．３６(ｍ，２４Ｈ)，７．２６－７．３９(ｍ，３Ｈ)，７．５２－７．５６(ｍ，２Ｈ)．

^{13}Ｃ　ＮＭＲ(ＣＤＣｌ$_{3}$，１２５ＭＨｚ)：δ＝０．１５，１４．１３，１８．２８，２２．６１，２３．１４，３１．６４，３３．１９，１２７．４２，１２９．

３７，１３３．８４，１３５．６８．

[0027] ［実施例５］

＜フェニルトリス(デシルジメチルシリルオキシ)シラン(化合物２ｂ：R^1＝デシル)の合成(式２)＞

窒素雰囲気下、フェニルトリス(ジメチルシリルオキシ)シラン(１２．６ｇ，３８．２ｍｍｏｌ)及びＫａｒｓｔｅｄｔ触媒(６７ｍｇ，Ｐｔとして１９．０～２１．５％)を含むトルエン(８０ｍＬ)溶液に１－デセン(１８．６ｇ，１３３ｍｍｏｌ)のトルエン(５０ｍＬ)溶液を加え、室温で４時間撹拌した。反応混合物を減圧下で濃縮した後、残留物をシリカゲルカラムグラフィー(溶出：ヘキサン)により精製し、化合物２ｂ(無色液体)を２５．７ｇ(収率８９％)得た。

^{1}Ｈ　ＮＭＲ(ＣＤＣｌ$_3$，５００ＭＨｚ)：δ＝０．０８(ｓ，１８Ｈ)，０．５１－０．５８(ｍ，６Ｈ)，０．８８(ｔ，Ｊ＝７．０Ｈｚ，９Ｈ)，１．１８－１．３６(ｍ，４８Ｈ)，７．２９－７．３９(ｍ，３Ｈ)，７．５２－７．５６(ｍ，２Ｈ)．

^{13}Ｃ　ＮＭＲ(ＣＤＣｌ$_3$，１２５ＭＨｚ)：δ＝０．１６，１４．１２，１８．２８，２２．７１，２３．２０，２９．３８，２９．４４，２９．６６，２９．７２，３１．９５，３３．５６，１２７．４２，１２９．３６，１３３．８４，１３５．６８．

[0028] ［実施例６］

＜フェニルトリス(ウンデシルジメチルシリルオキシ)シラン(化合物２ｃ：R^1＝ウンデシル)の合成(式２)＞

窒素雰囲気下、フェニルトリス(ジメチルシリルオキシ)シラン(１１．８ｇ，３５．６ｍｍｏｌ)及びＫａｒｓｔｅｄｔ触媒(７８ｍｇ，Ｐｔとして１９．０～２１．５％)を含むトルエン(８０ｍＬ)溶液に１－ウンデセン(１９．１ｇ，１２４ｍｍｏｌ)のトルエン(５０ｍＬ)溶液を加え、室温で４時間撹拌した。反応混合物を減圧下で濃縮した後、残留物をシリカゲルカラムグラフィー(溶出：ヘキサン)により精製し、化合物２ｃ(無色液体)を２５．６ｇ(収率９１

％)得た。

^{1}H NMR(CDCl$_3$, 500MHz):δ＝0.08(s, 18H), 0.51－0.58(m, 6H), 0.88(t, J＝7.0Hz, 9H), 1.18－1.36(m, 54H), 7.29－7.39(m, 3H), 7.52－7.56(m, 2H).

^{13}C NMR(CDCl$_3$, 125MHz):δ＝0.16, 14.13, 18.29, 22.71, 23.20, 29.40, 29.45, 29.66, 29.69, 29.78, 31.96, 33.57, 127.42, 129.36, 133.84, 135.68.

[0029] ［実施例７］

＜フェニルトリス(ペンタデシルジメチルシリルオキシ)シラン(化合物２ｄ：R^1＝ペンタデシル)の合成(式２)＞

窒素雰囲気下、フェニルトリス(ジメチルシリルオキシ)シラン(９.０９ｇ, ２７.５ｍｍｏｌ)及びＫａｒｓｔｅｄｔ触媒(６８ｍｇ, Ｐｔとして１９.０～２１.５％)を含むトルエン(８０ｍＬ)溶液に１－ペンタデセン(１９.６ｇ, ９３.３ｍｍｏｌ)のトルエン(５０ｍＬ)溶液を加え、室温で４時間撹拌した。反応混合物を減圧下で濃縮した後、残留物をシリカゲルカラムグラフィー(溶出：ヘキサン)により精製し、化合物２ｄ(無色液体)を２０.９ｇ(収率７９％)得た。

^{1}H NMR(CDCl$_3$, 500MHz):δ＝0.08(s, 18H), 0.51－0.58(m, 6H), 0.88(t, J＝7.0Hz, 9H), 1.18－1.36(m, 78H), 7.29－7.39(m, 3H), 7.52－7.56(m, 2H).

^{13}C NMR(CDCl$_3$, 125MHz):δ＝0.17, 14.13, 18.30, 22.72, 23.21, 29.41, 29.47, 29.68, 29.71, 29.76(4C), 29.79, 31.97, 33.58, 127.43, 129.37, 133.85, 135.69.

[0030] ［実施例８］

＜混合物Ａ（R^1＝ヘキシル、R^2＝オクチル）の合成（式３）＞

窒素雰囲気下、テトラキス（ジメチルシリルオキシ）シラン（１０．４ｇ，３１．６ｍｍｏｌ）及びＫａｒｓｔｅｄｔ触媒（９４ｍｇ，Ｐｔとして１９．０～２１．５％）を含むトルエン（６２ｍＬ）溶液に１－ヘキセン（７．１０ｇ，６４．３ｍｍｏｌ）のトルエン（１５ｍＬ）溶液を加え、室温で２時間撹拌後、１－オクテン（６．９５ｇ，８２．６ｍｍｏｌ）のトルエン（１５ｍＬ）溶液を加え、室温で２時間撹拌した。反応混合物を減圧下で濃縮した後、残留物をシリカゲルカラムグラフィー（溶出：ヘキサン）により精製し、混合物Ａ（無色液体）を２１．３ｇ得た。

[0031] ［実施例９］

＜混合物Ｂ（R^1＝ヘキシル、R^2＝トリデシル）の合成（式４）＞

窒素雰囲気下、フェニルトリス（ジメチルシリルオキシ）シラン（１３．３ｇ，４０．２ｍｍｏｌ）及びＫａｒｓｔｅｄｔ触媒（５６ｍｇ，Ｐｔとして１９．０～２１．５％）を含むトルエン（６２ｍＬ）溶液に１－トリデセン（１４．７ｇ，６４．３ｍｍｏｌ）のトルエン（２０ｍＬ）溶液を加え、室温で２時間撹拌後、１－ヘキセン（４．４３ｇ，５２．６ｍｍｏｌ）のトルエン（１０ｍＬ）溶液を加え、室温で２時間撹拌した。反応混合物を減圧下で濃縮した後、残留物をシリカゲルカラムグラフィー（溶出：ヘキサン）により精製し、混合物Ｂ（無色液体）を２５．９ｇ得た。

[0032] ［実施例１０］

＜化合物１ａ～１ｃ、２ａ～２ｄ、混合物Ａ、Ｂの動粘度、粘度指数＞

実施例１～９で製造した化合物１ａ～１ｃ、２ａ～２ｄ、混合物Ａ、Ｂについて、動粘度をＪＩＳ Ｋ ２２８３の方法により測定した。また、粘度指数をＪＩＳ Ｋ ２２８３の方法により算出した。化合物１ａ～１ｃ、２ａ～２ｄ、混合物Ａ、Ｂの４０℃と１００℃の動粘度と、粘度指数を表１に示す。

[0033]

[表1]

化合物又は混合物	動粘度 (mm^2/sec)		粘度指数
	40℃	100℃	
1 a	5.72	2.27	290
1 b	13.55	4.17	243
1 c	23.91	6.37	241
2 a	6.03	2.27	248
2 b	12.88	3.87	219
2 c	15.20	4.37	221
2 d	27.83	6.87	223
A	7.15	2.65	264
B	14.11	4.17	224

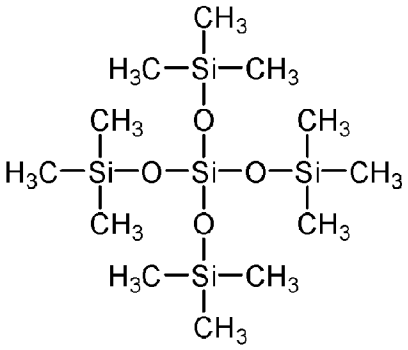
[0034] [比較例]

＜化合物１ｄ、２ｅの動粘度＞

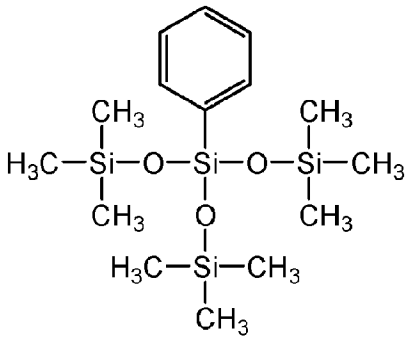
[化５]に示されるテトラキス(トリメチルシリルオキシ)シラン(１ｄ)及びフェニルトリス(トリメチルシリルオキシ)シラン(２ｅ)の動粘度を表２に示す(非特許文献３、４)。化合物１ｄの動粘度は、密度０．９として文献値より計算した。１００℃で粘度は測定されていないが、１ｄの６０℃の値は２．０ｍｍ^2／ｓｅｃ未満であり、２ｅの１００℃の動粘度は２．０ｍｍ^2／ｓｅｃ未満と予想される。このため、これらの化合物では粘度指数を算出することはできない。これらの化合物は１００℃で動粘度が2.０ｍｍ^2／ｓｅｃ未満と小さいため、１００℃のような高温では使用することはできない。

[0035]

[化5]



1d



2e

[0036] [表2]

	化合物１ｄ	化合物２ｅ
動粘度（mm^2/s）	3.2（20℃）	20（-40℃）
	1.7（60℃）	3.8（20℃）

[0037] 本発明の合成潤滑油は、ヘキシル基以上のアルキル鎖を有するため、１００℃においても２．０ｍｍ^2／ｓｅｃを超える。このため、常温から１００℃を少なくとも多少超える高温の環境においても好適に使用することができる。また、本発明の合成潤滑油の粘度指数(２００以上、好ましくは２２０以上)は、現在使用されている精製等の鉱油や合成油ＰＡＯ(粘度指数１２０～１４０)よりも格段に大きい。このため、機器の更なる高性能化・長寿命化や機器運転の更なる省エネ化に貢献できるものと考えられる。

産業上の利用可能性

[0038] 本発明の合成潤滑油は、１００℃の動粘度が２．０～７．０ｍｍ^2／ｓｅｃ、粘度指数が２００以上であるので、そのまま又は潤滑油組成物の基油などとして、常温から１００℃を少なくとも多少超える高温の環境において好適に使用することができる。

請求の範囲

[請求項1] 下記式(Ｉ)で表される化合物又は化合物の混合物からなる合成潤滑油。

$$R^0_nSi(OSiMe_2R^1)_{4-n} \quad (I)$$

(式中、R^0はフェニル基であり、Ｍｅはメチル基である。(４－ｎ)個のR^1は、炭素数６～１５の直鎖状又は分岐状炭化水素基であり、互いに同一であっても良いし、異なっていてもよい。ｎは０又は１である。)

[請求項2] １００℃の動粘度が２．０～７．０ｍｍ^2／ｓｅｃであり、粘度指数が２００以上である請求項１に記載の合成潤滑油。

[請求項3] 請求項１又は２に記載の合成潤滑油を含む潤滑油組成物。

[請求項4] 請求項１又は２に記載の合成潤滑油を基油とする潤滑油組成物。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2018/015482

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
Int.Cl. C10M105/76(2006.01)i, C07F7/18(2006.01)i, C10N20/02(2006.01)n, C10N30/02(2006.01)n, C10N30/08(2006.01)n, C10N40/25(2006.01)n
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)
Int.Cl. C10M105/76, C07F7/18, C10N20/02, C10N30/02, C10N30/08, C10N40/25

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Published examined utility model applications of Japan	1922-1996
Published unexamined utility model applications of Japan	1971-2018
Registered utility model specifications of Japan	1996-2018
Published registered utility model applications of Japan	1994-2018

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
CAplus/REGISTRY (STN), JSTPlus/JMEDPlus/JST7580 (JDreamIII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2012-520367 A (MOMENTIVE PERFORMANCE MATERIALS GMBH) 06 September 2012, claims 1, 9, 12, examples 2, 4 & US A1 claims 18, 29, 33, examples 2, 4	1-4
A	JP 4755824 B2 (DOW CORNING CORPORATION) 24 August 2011, claim 1, example 15 & US 2005/0256286 A1 claim 1, example 1	1-4
A	JP 2001-262168 A (SHIN-ETSU CHEMICAL CO., LTD.) 26 September 2001, claim 1, paragraph [0008] (Family: none)	1-4
P, X	谷田部哲夫、佐藤一彦，粘度指数200以上の潤滑油基油の開発，日本トライボロジー学会トライボロジー会議予稿集，15 May 2017, (Japanese Society of Tribologists, Proceedings of JAST Tribology Conference), non-official translation (YATABE, Tetsuo, SATO, Kazuhiko, Development of lubricating-base oil having viscosity index of 200 or more)	1-4

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.
☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:
"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date
"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed
"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search	Date of mailing of the international search report
12 June 2018 (12.06.2018)	03 July 2018 (03.07.2018)

Name and mailing address of the ISA/	Authorized officer
Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan	Telephone No.

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２０１８／０１５４８２

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　C10M105/76(2006.01)i, C07F7/18(2006.01)i, C10N20/02(2006.01)n, C10N30/02(2006.01)n, C10N30/08(2006.01)n, C10N40/25(2006.01)n

Ｂ．　調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　C10M105/76, C07F7/18, C10N20/02, C10N30/02, C10N30/08, C10N40/25

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	１９２２－１９９６年
日本国公開実用新案公報	１９７１－２０１８年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０１８年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０１８年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

CAplus/REGISTRY (STN), JSTPlus/JMEDPlus/JST7580 (JDreamIII)

Ｃ．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
A	JP 2012-520367 A (モーメンテイブ・パーフオーマンス・マテリアルズ・ゲゼルシヤフト・ミツト・ベシユレンクテル・ハフツング) 2012.09.06, 請求項１、９、１２、実施例２、４ & US 2012/0046485 A1 請求項１８、２９、３３、実施例２、４	1-4
A	JP 4755824 B2 (ダウ・コーニング・コーポレイション) 2011.08.24, 請求項１、実施例１５ & US 2005/0256286 A1　請求項１、実施例１５	1-4

☑　Ｃ欄の続きにも文献が列挙されている。　　☐　パテントファミリーに関する別紙を参照。

＊　引用文献のカテゴリー
「Ａ」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「Ｅ」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「Ｌ」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「Ｏ」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「Ｐ」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願の日の後に公表された文献
「Ｔ」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「Ｘ」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Ｙ」特に関連のある文献であって、当該文献と他の１以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「＆」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日	国際調査報告の発送日
１２．０６．２０１８	０３．０７．２０１８

国際調査機関の名称及びあて先
日本国特許庁（ＩＳＡ／ＪＰ）
郵便番号１００－８９１５
東京都千代田区霞が関三丁目４番３号

特許庁審査官（権限のある職員）　４Ｖ　７８８３
青鹿　喜芳
電話番号　０３－３５８１－１１０１　内線　３４８３

C（続き）．　関連すると認められる文献

引用文献のカテゴリー＊	引用文献名　及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する請求項の番号
A	JP 2001-262168 A（信越化学工業株式会社）2001.09.26，請求項１、段落【０００８】（ファミリーなし）	1-4
P,X	谷田部哲夫、佐藤一彦，粘度指数２００以上の潤滑油基油の開発，日本トライボロジー学会トライボロジー会議予稿集，2017.05.15	1-4