

(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
2015 年 10 月 8 日(08.10.2015)



(10) 国際公開番号
WO 2015/151875 A1

- (51) 国際特許分類:
C10M 133/16 (2006.01) *C10M 105/04* (2006.01)
C09K 5/10 (2006.01) *C10N 30/06* (2006.01)
C11D 7/32 (2006.01) *C10N 40/22* (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2015/058543
- (22) 国際出願日: 2015 年 3 月 20 日(20.03.2015)
- (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 2014-071870 2014 年 3 月 31 日(31.03.2014) JP
- (71) 出願人: 株式会社ダイセル(DAICEL CORPORATION) [JP/JP]; 〒5300011 大阪府大阪市北区大深町 3 番 1 号 Osaka (JP).
- (72) 発明者: 坂西裕一(SAKANISHI, Yuichi); 〒7390695 広島県大竹市東栄 2 丁目 1 番 4 号株式会社ダイセル内 Hiroshima (JP). 鈴木陽二(SUZUKI, Youji); 〒6711283 兵庫県姫路市網干区新在家 1 2 3 9 株式会社ダイセル内 Hyogo (JP). 赤井泰之(AKAI, Yasuyuki); 〒6711283 兵庫県姫路市網干区新在家 1 2 3 9 株式会社ダイセル内 Hyogo (JP).
- (74) 代理人: 後藤幸久(GOTO, Yukihisa); 〒5300038 大阪府大阪市北区紅梅町 2 番 1 8 号南森町共同ビル 2 階 Osaka (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, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JP, KE, KG, KN, KP, KR, 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))

(54) Title: OIL COMPOSITION FOR LUBRICATION, CLEANING AND/OR COOLING

(54) 発明の名称: 潤滑用及び／又は洗浄用及び／又は冷却用油組成物

(57) Abstract: Provided is an oil composition which stably has an adequate viscosity, while having lubricating ability, cleaning ability and cooling ability. An oil composition for lubrication, cleaning and/or cooling according to the present invention contains a compound (A) represented by formula (1) and an oil (B). It is preferable that the content of the compound (A) represented by formula (1) is 0.5-10% by weight of the total weight of the oil composition. $(R^2-HNOC)_{4-n}-R^1-(CONH-R^3)_n$ (1) (In the formula, R^1 represents a group that is obtained by removing 4 hydrogen atoms from the structural formula of benzene; R^2 and R^3 are different from each other, and respectively represent an aliphatic hydrocarbon group having 6 or more carbon atoms; and n represents an integer of 1-3.)

(57) 要約: 適度な粘度を安定的に有し、潤滑性、洗浄性、冷却性を有する油組成物を提供する。本発明の潤滑用及び／又は洗浄用及び／又は冷却用油組成物は、下記式 (1) $(R^2-HNOC)_{4-n}-R^1-(CONH-R^3)_n$ (1) (式中、 R^1 はベンゼンの構造式から 4 個の水素原子を除いた基であり、 R^2 、 R^3 は互いに異なって、炭素数 6 以上の脂肪族炭化水素基である。 n は 1～3 の整数を示す) で表される化合物 (A) と油剤 (B) を含む。前記式 (1) で表される化合物 (A) の含有量は油組成物全量の 0.5～10 重量%が好ましい。



WO 2015/151875 A1

明 細 書

発明の名称：潤滑用及び／又は洗浄用及び／又は冷却用油組成物
技術分野

[0001] 本発明は、切断加工する際に、潤滑性の付与、洗浄、及び冷却を目的として使用する油組成物に関する。本願は、2014年3月31日に日本に出願した、特願2014-071870号の優先権を主張し、その内容をここに援用する。

背景技術

[0002] サファイア、ガラス、セラミックス、シリコン、ネオジウム等の脆性材料を固定砥粒ワイヤソー等の高速回転切削機により切断加工する際には、通常、潤滑性の付与、切屑の洗浄を目的として加工液が用いられる。特許文献1には、固定砥粒ワイヤソー用加工液としてグリコール類（プロピレングリコール、ポリエチレングリコール等）、カルボン酸と塩基性化合物の塩を含有する水溶性組成物を使用することが提案されている（特許文献1）。しかし、前記水溶性組成物は粘度が低いため、加工時にワイヤー上に保持することが困難であり、加工液の多くが加工部に達する前にワイヤーから落下してしまい加工部に供給される加工液の量を十分に確保できず、十分な潤滑性を付与することが困難となること、切屑の排出作用が不十分となり、切屑がワイヤーに付着して砥粒が目詰まりした状態となることが問題であった。また、加工時に発生する熱を冷却することができず、加工熱によりワイヤー表面に固定した砥粒の耐久性が低下して摩滅・脱落することも問題であった。

[0003] 前記課題を解決する方法として、特許文献2には、エチレンオキサイド／プロピレンオキサイド付加共重合物を含む増粘剤によりグリコール類を増粘して得られる加工液が提案されている。しかし、前記増粘剤により増粘された加工液は、粘度を安定的に維持することが困難であり、経時的に低粘度化することが問題であった。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：特開 2 0 0 3 － 8 2 3 3 4 号公報

特許文献2：特開 2 0 1 2 － 1 2 6 8 1 2 号公報

発明の概要

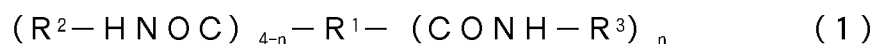
発明が解決しようとする課題

[0005] 従って、本発明の目的は、適度な粘度を安定的に有し、潤滑性、洗浄性、冷却性を有する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

[0006] 本発明者等は上記課題を解決するため鋭意検討した結果、下記式（1）で表される化合物は油剤を任意の粘度にまで増粘し、前記粘度を安定的に維持することができること、前記化合物によって油剤を増粘して得られる油組成物は適度な粘度を安定的に有し、潤滑性（＝摩擦を少なくし、摩擦熱の発生や、切削刃や砥粒の摩滅を抑制する性質）、洗浄性、及び冷却性を有するため、切断加工する際に加工液として使用すると、潤滑性を付与し、切屑を洗浄し、加工熱を冷却することができることを見いだした。本発明はこれらの知見に基づいて完成させたものである。

[0007] すなわち、本発明は、下記式（1）

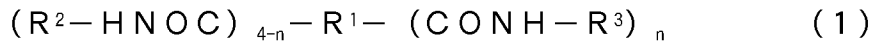


（式中、 R^1 はベンゼンの構造式から4個の水素原子を除いた基であり、 R^2 、 R^3 は互いに異なって、炭素数6以上の脂肪族炭化水素基である。 n は1～3の整数を示す）

で表される化合物（A）と油剤（B）を含む潤滑用及び／又は洗浄用及び／又は冷却用油組成物を提供する。

[0008] 本発明は、また、式（1）で表される化合物（A）を油組成物全量の0.5～10重量％含有する前記の潤滑用及び／又は洗浄用及び／又は冷却用油組成物を提供する。

[0009] 本発明は、また、下記式（1）

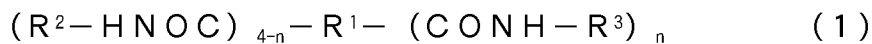


(式中、 R^1 はベンゼンの構造式から4個の水素原子を除いた基であり、 R^2 、 R^3 は互いに異なって、炭素数6以上の脂肪族炭化水素基である。 n は1～3の整数を示す)

で表される化合物(A)と油剤(B)を含む切断加工用油組成物を提供する。

[0010] すなわち、本発明は以下に関する。

[1] 下記式(1)



(式中、 R^1 はベンゼンの構造式から4個の水素原子を除いた基であり、 R^2 、 R^3 は互いに異なって、炭素数6以上の脂肪族炭化水素基である。 n は1～3の整数を示す)

で表される化合物(A)と油剤(B)を含む潤滑用及び／又は洗浄用及び／又は冷却用油組成物。

[2] 式(1)で表される化合物(A)を油組成物全量の0.5～10重量%含有する[1]に記載の潤滑用及び／又は洗浄用及び／又は冷却用油組成物。

[3] 式(1)で表される化合物(A)を、油剤(B)100重量部に対して0.5～10重量部含有する[1]又は[2]に記載の潤滑用及び／又は洗浄用及び／又は冷却用油組成物。

[4] 化合物(A)が式(1-1)～(1-4)で表される化合物から選択される少なくとも1種である[1]～[3]の何れか1つに記載の潤滑用及び／又は洗浄用及び／又は冷却用油組成物。

[5] 化合物(A)が、式(1)で表され、式(1)中の R^2 が炭素数6～10の分岐鎖状アルキル基であり、 R^3 が炭素数16～20の直鎖状アルキル基又は直鎖状アルケニル基である化合物である[1]～[4]の何れか1つに記載の潤滑用及び／又は洗浄用及び／又は冷却用油組成物。

[6] 化合物(A)の分子量が800～1100である[1]～[5]の

何れか 1 つに記載の潤滑用及び／又は洗浄用及び／又は冷却用油組成物。

[7] 油剤 (B) が、炭化水素油、エーテル、ハロゲン化炭化水素、石油成分、動植物油、シリコン、エステル、芳香族カルボン酸、及びピリジンから選択される少なくとも 1 種の化合物である [1] ～ [6] の何れか 1 つに記載の潤滑用及び／又は洗浄用及び／又は冷却用油組成物。

[8] 動粘度 [40℃における; JIS K 2283 (2000年) 準拠] が、15～50 mm²/s である [1] ～ [7] の何れか 1 つに記載の潤滑用及び／又は洗浄用及び／又は冷却用油組成物。

[9] 5%重量減少温度が150～300℃である [1] ～ [8] の何れか 1 つに記載の潤滑用及び／又は洗浄用及び／又は冷却用油組成物。

[10] 残存灰分量が1重量%以下である [1] ～ [9] の何れか 1 つに記載の潤滑用及び／又は洗浄用及び／又は冷却用油組成物。

[11] 切断加工用油組成物である [1] ～ [10] の何れか 1 つに記載の潤滑用及び／又は洗浄用及び／又は冷却用油組成物。

[12] 掘削用油組成物である [1] ～ [10] の何れか 1 つに記載の潤滑用及び／又は洗浄用及び／又は冷却用油組成物。

[13] CMP用研磨材である [1] ～ [10] の何れか 1 つに記載の潤滑用及び／又は洗浄用及び／又は冷却用油組成物。

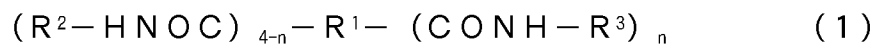
発明の効果

[0011] 本発明の油組成物は、油剤の増粘剤として上記式 (1) で表される化合物を使用するため、用途に適した粘性を油剤に付与することができ、更に該粘性を安定的に維持することができる。また、潤滑性、洗浄性、冷却性を有する。そのため、本発明の油組成物を切断加工時の加工液として使用すると、潤滑性を付与し、切屑を洗浄し、加工熱を冷却することができる。そのため、サファイア、ガラス、セラミックス、シリコン、ネオジウム等の脆性材料の加工の際に好適に使用することができる。また、本発明の油組成物を使用すると、切断刃や砥粒の摩滅を抑制することができ、優れた切断性を長期間に亘って維持することができる。

発明を実施するための形態

[0012] [化合物 (A)]

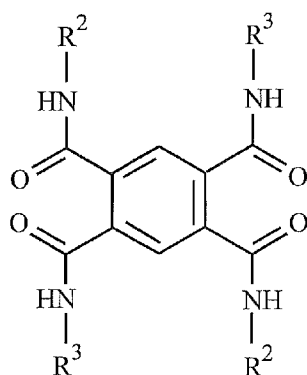
本発明の化合物 (A) は、下記式 (1) で表される。



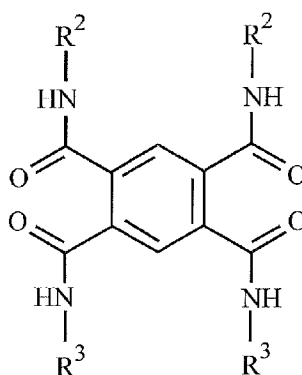
[0013] 式 (1) 中、 R^1 はベンゼンの構造式から 4 個の水素原子を除いた基であり、 R^2 、 R^3 は互いに異なって、炭素数 6 以上の脂肪族炭化水素基である。 n は 1 ～ 3 の整数を示す。

[0014] 本発明の化合物 (A) としては、例えば、下記式 (1-1) ～ (1-4) で表される化合物等を挙げることができる。下記式中、 R^2 、 R^3 は前記に同じ。

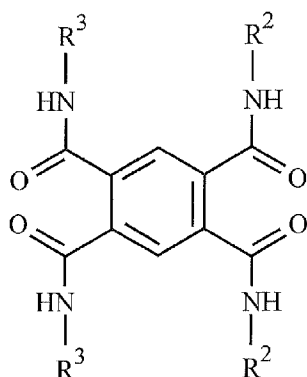
[0015] [化1]



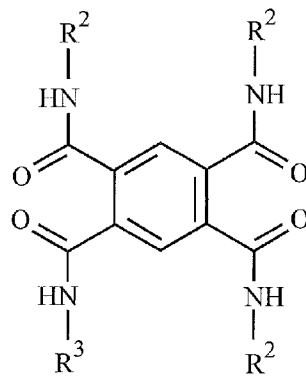
(1-1)



(1-2)



(1-3)



(1-4)

[0016] 本発明の化合物 (A) としては、なかでも上記式 (1-1) 及び／又は (1-2) で表される化合物が、油剤 (B) の溶解性に優れる点で好ましい。また前

記化合物は油剤（B）が透明の場合はその透明性を維持しつつ、増粘することができる点でも好ましい。

[0017] 上記式中、 R^2 、 R^3 は互いに異なって、炭素数6以上の脂肪族炭化水素基を示し、例えば、ヘキシル、オクチル、2-エチルヘキシル、デシル、ラウリル、ミリスチル、ステアリル、ノナデシル基等の炭素数6～20程度（好ましくは6～18、特に好ましくは8～18）の直鎖状又は分岐鎖状アルキル基；2-ヘキセニル、3-ヘキセニル、4-ヘキセニル、5-ヘキセニル、7-オクテニル、9-デセニル、11-ドデセニル、オレイル基等の炭素数6～20程度（好ましくは6～18、特に好ましくは12～18）の直鎖状又は分岐鎖状アルケニル基；ヘキシニル、オクチニル、デシニル、ペンタデシニル、オクタデシニル基等の炭素数6～20程度（好ましくは6～18、特に好ましくは12～18）の直鎖状又は分岐鎖状アルキニル基等を挙げることができる。

[0018] 本発明の化合物（A）としては、特に、 R^2 が炭素数6～20程度（炭素数の上限は、好ましくは18、特に好ましくは12、最も好ましくは10である。炭素数の下限は、好ましくは8である）の分岐鎖状アルキル基であり、 R^3 が炭素数6～20程度（炭素数の上限は、好ましくは18である。炭素数の下限は、好ましくは10、特に好ましくは12、最も好ましくは16である）の直鎖状アルキル基又は直鎖状アルケニル基である化合物が、油剤（B）の溶解性に特に優れ、油剤（B）を増粘する効果を発揮することができる点で好ましい。

[0019] また、本発明の化合物（A）の分子量は、例えば500～1300程度、好ましくは700～1200、特に好ましくは800～1100である。化合物（A）の分子量が上記範囲を上回ると、冷却性が低下する傾向がある。一方、化合物（A）の分子量が上記範囲を下回ると、増粘効果が低減する傾向がある。

[0020] 本発明の化合物（A）は、例えば、下記方法等により製造することができる。

1、ベンゼンテトラカルボン酸を塩化チオニルと反応させてベンゼンテトラカルボン酸テトラクロライドを得、得られたベンゼンテトラカルボン酸テトラクロライドにアミンを反応させる方法

2、ベンゼンテトラカルボン酸二無水物にアミン（1）を反応させてアミック酸を得、更にアミン（2）を縮合剤を用いて縮合させる方法

[0021] 上記1の製造方法において使用するベンゼンテトラカルボン酸としては、1, 2, 4, 5-ベンゼンテトラカルボン酸を好適に使用することができる。

[0022] 上記1の製造方法において使用するアミン（ R^2-NH_2 、 R^3-NH_2 ； R^2 、 R^3 は前記に同じ）としては、例えば、ヘキシルアミン、オクチルアミン、2-エチルヘキシルアミン、デシルアミン、ラウリルアミン、ミリスチルアミン、ステアリルアミン、オレイルアミン等の炭素数6以上（好ましくは、炭素数6～20）の脂肪族炭化水素基（好ましくは、直鎖状若しくは分岐鎖状のアルキル基、アルケニル基、又はアルキニル基）を有するアミンを挙げることができる。

[0023] 上記1の製造方法において、ベンゼンテトラカルボン酸テトラクロライドとアミンの反応は、例えばアミンを仕込んだ系内にベンゼンテトラカルボン酸テトラクロライドを滴下することにより行うことができる。

[0024] アミンの使用量（ R^2-NH_2 、 R^3-NH_2 の使用量の和）は、ベンゼンテトラカルボン酸テトラクロライド1モルに対して、例えば4～8モル程度、好ましくは4～6モルである。

[0025] そして、 R^2-NH_2 、 R^3-NH_2 の使用割合（前者：後者、モル比）は、所望の式（1）で表される化合物に応じて適宜調整することができる。すなわち、 R^2-NH_2 、 R^3-NH_2 の使用割合を調整することにより、得られる式（1）で表される化合物中の（ $CONH-R^2$ ）基と（ $CONH-R^3$ ）基の数をコントロールすることができる。

[0026] ベンゼンテトラカルボン酸テトラクロライドとアミンの反応は、溶媒の存在下又は非存在下で行うことができる。前記溶媒としては、例えば、ペンタ

ン、ヘキサン、ヘプタン、オクタン、石油エーテル等の飽和又は不飽和炭化水素系溶媒；ベンゼン、トルエン、キシレン等の芳香族炭化水素系溶媒；塩化メチレン、クロロホルム、1, 2-ジクロロエタン、クロロベンゼン、ブromoベンゼン等のハロゲン化炭化水素系溶媒；ジエチルエーテル、ジイソプロピルエーテル、ジブチルエーテル、テトラヒドロフラン、ジオキサン、1, 2-ジメトキシエタン、シクロペンチルメチルエーテル等のエーテル系溶媒；アセトニトリル、ベンゾニトリル等のニトリル系溶媒；ジメチルスルホキシド等のスルホキシド系溶媒；スルホラン等のスルホラン系溶媒；ジメチルホルムアミド等のアミド系溶媒；シリコンオイル等の高沸点溶媒等を挙げることができる。これらは1種を単独で、又は2種以上を組み合わせで使用することができる。

[0027] 前記溶媒の使用量としては、ベンゼンテトラカルボン酸テトラクロライドとアミンの総量に対して、例えば50～300重量%程度である。溶媒の使用量が上記範囲を上回ると反応成分の濃度が低くなり、反応速度が低下する傾向がある。

[0028] ベンゼンテトラカルボン酸テトラクロライドとアミンの反応（＝滴下）は、通常、常圧下で行われる。また、上記反応（＝滴下時）の雰囲気としては反応を阻害しない限り特に限定されず、例えば、空気雰囲気、窒素雰囲気、アルゴン雰囲気等の何れであってもよい。反応温度（＝滴下時温度）は、例えば30～60℃程度である。反応時間（＝滴下時間）は、例えば0.5～20時間程度である。反応（＝滴下）終了後は、熟成工程を設けてもよい。熟成工程を設ける場合、熟成温度は例えば30～60℃程度、熟成時間は例えば1～5時間程度である。また、反応はバッチ式、セミバッチ式、連続式等の何れの方法でも行うことができる。

[0029] 反応終了後、得られた反応生成物は、例えば、濾過、濃縮、蒸留、抽出、晶析、吸着、再結晶、カラムクロマトグラフィー等の分離手段や、これらを組み合わせた分離手段により分離精製できる。

[0030] 上記2の製造方法では、例えば、ベンゼンテトラカルボン酸二無水物とア

ミン（１）及び下記溶媒を系内に仕込み、熟成させることによりアミック酸を形成し、その後、アミン（２）と縮合剤（例えば、カルボジイミド又はその塩）を仕込み、熟成させることにより式（１）で表される化合物を製造することができる。

[0031] 上記２の製造方法において使用するベンゼンテトラカルボン酸二無水物としては、１，２，４，５－ベンゼンテトラカルボン酸－１，２：４，５－二無水物を好適に使用することができる。

[0032] 上記２の製造方法においては、 R^2-NH_2 、 R^3-NH_2 の何れか一方をアミン（１）、他方をアミン（２）として使用する。そして、 R^2-NH_2 、 R^3-NH_2 としては、上記１の製造方法で利用できるアミンと同様の例を挙げることができる。

[0033] アミン（１）の使用量としては、ベンゼンテトラカルボン酸二無水物１モルに対して、例えば２～４モル程度、好ましくは２～３モルである。また、アミン（２）の使用量としては、ベンゼンテトラカルボン酸二無水物１モルに対して、例えば２～４モル程度、好ましくは２～３モルである。

[0034] 前記カルボジイミドは下記式で表される。



上記式中、 R 、 R' としては、例えば、ヘテロ原子含有置換基を有していてもよい、炭素数３～８の直鎖状若しくは分岐鎖状のアルキル基、又は３～８員のシクロアルキル基である。 R 、 R' は同一であってもよく、異なってもよい。また、 R と R' は互いに結合して（ $-N=C=N-$ ）基と共に環を形成していてもよい。

[0035] 前記炭素数３～８の直鎖状若しくは分岐鎖状のアルキル基としては、例えば、プロピル、イソプロピル、ブチル、イソブチル、*s*－ブチル、*t*－ブチル、ペンチル、イソペンチル、*s*－ペンチル、*t*－ペンチル、ヘキシル、イソヘキシル、*s*－ヘキシル、*t*－ヘキシル、オクチル基等を挙げることができる。

[0036] 前記３～８員のシクロアルキル基としては、例えば、シクロプロピル、シ

クロブチル、シクロペンチル、シクロヘキシル、シクロオクチル基等を挙げることができる。

[0037] 前記ヘテロ原子含有置換基としては、アミノ基、ジメチルアミノ基等のジ(C₁₋₃)アルキルアミノ基等の窒素原子含有置換基を挙げることができる。

[0038] カルボジイミドとしては、例えば、ジイソプロピルカルボジイミド、ジシクロヘキシルカルボジイミド、N-(3-ジメチルアミノプロピル)-N'-エチルカルボジイミド等を挙げることができる。また、カルボジイミドの塩としては、例えば、塩酸塩（具体的には、N-(3-ジメチルアミノプロピル)-N'-エチルカルボジイミド塩酸塩等）等を挙げることができる。これらは1種を単独で、又は2種以上を組み合わせ使用することができる。

[0039] カルボジイミドの使用量としては、ベンゼンテトラカルボン酸二無水物1モルに対して、例えば2～6モル程度、好ましくは2～4モルである。

[0040] 前記溶媒としては、例えば、ピリジン、トリエチルアミン、トリブチルアミン等のアミック酸の溶解性に優れるプロトン受容性溶媒を使用することが好ましい。これらは1種を単独で、又は2種以上を混合して使用することができる。

[0041] 前記溶媒の使用量としては、アミック酸の総量に対して、例えば50～300重量%程度、好ましくは100～250重量%である。溶媒の使用量が上記範囲を上回ると反応成分の濃度が低くなり、反応速度が低下する傾向がある。

[0042] 上記反応は、通常、常圧下で行われる。また、上記反応の雰囲気としては反応を阻害しない限り特に限定されず、例えば、空気雰囲気、窒素雰囲気、アルゴン雰囲気等の何れであってもよい。熟成温度（反応温度）は、例えば30～70℃程度である。ベンゼンテトラカルボン酸二無水物とアミンの熟成時間は、例えば0.5～5時間程度であり、アミック酸とアミンの熟成時間は、例えば0.5～20時間程度である。また、反応はバッチ式、セミバッチ式、連続式等の何れの方法でも行うことができる。

[0043] 反応終了後、得られた反応生成物は、例えば、濾過、濃縮、蒸留、抽出、晶析、吸着、再結晶、カラムクロマトグラフィー等の分離手段や、これらを組み合わせた分離手段により分離精製できる。

[0044] 本発明の化合物（A）はアミド結合部位において水素結合により自己会合してファイバー状の自己組織体を形成することができる。更に、 R^2 、 R^3 基が油剤（B）に対して親和性を有するため、油剤（B）と相溶させることにより、油剤（B）を適度に、且つ経時安定的に増粘することができる。更にまた、本発明の化合物（A）は R^2 、 R^3 基が互いに異なる基であるため適度の結晶性を有する。そのため、油剤（B）の種類を限定することなく増粘することができ、油剤（B）が透明性を有する場合はその透明性を維持しつつ増粘することができる。

[0045] [油剤（B）]

本発明の油剤としては、特に制限無く使用することができ、例えば、炭化水素油（例えば、ヘキサン、シクロヘキサン、イソドデカン、ベンゼン、トルエン、ポリ α オレフィン、流動パラフィン、ノルマルパラフィン等）、エーテル類（例えば、テトラヒドロフラン等）、ハロゲン化炭化水素（例えば、四塩化炭素、クロロベンゼン等）、石油成分（例えば、ケロシン、ガソリン、軽油、重油等）、動植物油（例えば、ヒマワリ油、オリーブ油、大豆油、コーン油、ヒマシ油、牛脂、ホホバ油、スクワラン等）、シリコーン類（例えば、ジメチルポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン等）、エステル類（例えば、オレイン酸オクチルドデシル、エチルヘキサン酸セチル、グリセリルトリイソオクタネート、ネオペンチルグリコールジイソオクタネート等）、芳香族カルボン酸、ピリジン等を挙げることができる。これらは1種を単独で、又は2種以上を組み合わせ使用することができる。

[0046] [油組成物]

本発明の油組成物は上記化合物（A）と油剤（B）を含むことを特徴とする。

[0047] 本発明の油組成物全量における化合物（A）の含有量（2種以上含有する

場合はその総量)としては、例えば0.5～10.0重量%程度、好ましくは0.7～4.0重量%である。また、化合物(A)の含有量(2種以上含有する場合はその総量)は、本発明の油組成物全量に含まれる油剤(B)100重量部に対して、例えば0.5～10.0重量部程度、好ましくは0.7～4.0重量部である。化合物(A)を前記範囲で配合することにより油剤(B)に切断加工用加工液として適度な粘度を付与することができる。

[0048] 本発明の油組成物全量における油剤(B)の含有量(2種以上含有する場合はその総量)としては、例えば90.0～99.5重量%程度、好ましくは96.0～99.3重量%である。

[0049] 本発明の油組成物は上記化合物(A)以外にも他の増粘剤を含有してもよいが、油組成物に含まれる全増粘剤に占める化合物(A)の割合は、例えば30重量%以上、好ましくは50重量%以上、特に好ましくは70重量%以上、最も好ましくは85%以上である。他の増粘剤の割合が上記範囲を上回ると、本発明の効果が得られにくくなる傾向がある。尚、本発明において増粘剤とは油剤に溶解して粘性を生じる化合物であり、油剤(B)に粘性を付与する増粘剤、油剤(B)をゲル化するゲル化剤、及び油剤(B)を含有する組成物を均一に安定化することを目的としてその粘性を高める安定剤を含む。

[0050] 本発明の油組成物には上記化合物(A)を含む増粘剤、油剤(B)以外にも他の成分(例えば、砥粒等)を必要に応じて含有することができる。

[0051] 本発明の油組成物は、上記化合物(A)と油剤(B)を相溶させる工程を経て製造することができる。より詳細には、上記化合物(A)と油剤(B)の全量を混合して加温し、相溶させた後、冷却することにより製造することができる。また、油剤(B)の一部に上記化合物(A)を混合して、加温、相溶させた後、冷却し、その後、残りの油剤(B)を混合する方法でも製造することができる。

[0052] 化合物(A)と油剤(B)の組み合わせは、化合物(A)と油剤(B)が相溶する組み合わせであれば特に制限されないが、最低ゲル化濃度の観点か

ら、油剤（Ｂ）の極性が低い〔ＳＰ値が１０（ｃａｌ／ｃｍ³）^{0.5}未満〕場合は、化合物（Ａ）におけるＲ²、Ｒ³の少なくとも一方の基の炭素数は８～２０であることが好ましく、より好ましくは炭素数が１８～２０である。また、油剤（Ｂ）の溶剤の極性が高い〔ＳＰ値が１０（ｃａｌ／ｃｍ³）^{0.5}以上〕場合は、化合物（Ａ）におけるＲ²、Ｒ³の少なくとも一方の基の炭素数は６～７であることが好ましい。

[0053] 相溶の際の温度は化合物（Ａ）と油剤（Ｂ）の種類によって適宜選択されるものであり、化合物（Ａ）と油剤（Ｂ）が相溶する温度であれば特に制限されないが、１００℃を越えないことが好ましく、油剤（Ｂ）の沸点が１００℃以下の場合には沸点程度が好ましい。

[0054] 相溶後の冷却は、室温（例えば、２５℃）以下にまで冷却することができればよく、室温で徐々に冷却してもよいし、氷冷等により急速冷却してもよい。

[0055] 本発明の油組成物の動粘度〔４０℃における；ＪＩＳ Ｋ ２２８３（２０００年）準拠〕は、例えば１～２００ｍｍ²/ｓ（好ましくは１５．０～１００ｍｍ²/ｓ、特に好ましくは１５．０～５０ｍｍ²/ｓ）の範囲内において用途に応じて適宜選択することができる。動粘度が上記範囲を上回ると、冷却効果が得られにくくなる傾向がある。動粘度が上記範囲を下回ると、十分な潤滑性を付与することが困難となる傾向がある。

[0056] 本発明の油組成物の５％重量減少温度は、例えば４００℃以下程度であり、好ましくは１００～３５０℃、特に好ましくは１５０～３００℃、最も好ましくは２００～３００℃である。５％重量減少温度が前記範囲である場合、使用後は、切屑を含有する油組成物を蒸留に付すことにより簡便に切屑を分離・除去することができ、油組成物を加工液として再利用することができる。尚、５％重量減少温度は示差熱－熱重量同時測定（ＴＧ－ＤＴＡ）等により求めることができる。

[0057] また、本発明の油組成物は低分子量の化合物（Ａ）を増粘剤として使用するため、該増粘剤のネットワーク内において分子が自由に熱運動することが

可能である。そのため用途に応じた粘性を保持しつつ、優れた冷却性を発揮することができる。

[0058] 更に、本発明の油組成物は、残存灰分量が1重量%以下である。そのため、機器の洗浄回数を低減することができる。

[0059] 本発明の油組成物は上記特性を有するため、切削機（例えば、固定砥粒ワイヤソー、遊離砥粒ワイヤソー、円盤カッター、旋盤、ドリル等）を使用して、例えばサファイア、ガラス、セラミックス、シリコン、ネオジウム等の脆性材料の切断加工を行う際の加工液（切断加工用油組成物）、シェールオイル掘削等を行う際の加工液（掘削用油組成物）、及びCMP（Chemical Mechanical Polishing：化学機械研磨）用研磨材（＝CMPスラリー）の原料等として有用である。

実施例

[0060] 以下、実施例により本発明をより具体的に説明するが、本発明はこれらの実施例により限定されるものではない。

[0061] 合成例1 [増粘剤(1) (1, 2, 4, 5-ベンゼンテトラカルボン酸ジ(2-エチルヘキシルアミド)ジ(オレイルアミド))の合成]

ジムロート冷却管、窒素導入口、滴下ロート、及び熱電対を備えた100 mL 4つ口セパラブルフラスコにピリジン20 mL、1, 2, 4, 5-ベンゼンテトラカルボン酸-1, 2:4, 5-二無水物3.0 g (0.014 mol)、オレイルアミン7.4 g (0.028 mol)を仕込んだ。系内温度を50℃に設定し、3時間熟成した。

その後、2-エチルヘキシルアミン3.6 g (0.028 mol)、ジイソプロピルカルボジイミド7.0 g (0.056 mol)を仕込み、更に8時間熟成を行った。

その後、得られた粗液の低沸分をエバポレータにて除去し、メタノールで洗浄し、淡黄色の湿粉を得た。更に得られた湿粉について $\text{CHCl}_3/\text{CH}_3\text{OH}$ (70/30 (v/v))で再結晶を行い、1, 2, 4, 5-ベンゼンテトラカルボン酸ジ(2-エチルヘキシルアミド)ジ(オレイルアミド) [1, 2,

4, 5-ベンゼンテトラカルボン酸-1, 4-ジ(2-エチルヘキシルアミド)-2, 5-ジ(オレイルアミド)と1, 2, 4, 5-ベンゼンテトラカルボン酸-1, 5-ジ(2-エチルヘキシルアミド)-2, 4-ジ(オレイルアミド)の混合物、分子量：975]を5.9g得た(収率：51%、5%重量減少温度：290℃)。反応生成物の構造は¹H-NMRにより確認した。

¹H-NMR (270MHz, CDCl₃): δ 0.81-1.02(m, 18H), 1.03-1.85(m, 74H), 1.96-2.04(m, 8H), 3.25-3.40(m, 4H), 5.22-5.51(m, 4H), 8.5-9.5(m, 2H)

FAB-MS m/z: 973 (Calcd. for C₆₂H₁₁₀N₄O₄:974)

[0062] 合成例2 [増粘剤(2)(1, 2, 4, 5-ベンゼンテトラカルボン酸ジ(2-エチルヘキシルアミド)ジ(ステアリルアミド))の合成]

ジムロート冷却管、窒素導入口、滴下ロート、及び熱電対を備えた100mL 4つ口セパラブルフラスコにピリジン20mL、1, 2, 4, 5-ベンゼンテトラカルボン酸-1, 2:4, 5-二無水物3.0g(0.014mol)、ステアリルアミン7.5g(0.028mol)を仕込んだ。系内温度を50℃に設定し、3時間熟成した。

その後、2-エチルヘキシルアミン3.6g(0.028mol)、ジイソプロピルカルボジイミド7.0g(0.056mol)を仕込み、更に8時間熟成を行った。

その後、得られた粗液の低沸分をエバポレータにて除去し、メタノールで洗浄し、淡黄色の湿粉を得た。更に得られた湿粉についてCHCl₃/CH₃OH(70/30(v/v))で再結晶を行い、1, 2, 4, 5-ベンゼンテトラカルボン酸ジ(2-エチルヘキシルアミド)ジ(ステアリルアミド)[1, 2, 4, 5-ベンゼンテトラカルボン酸-1, 4-ジ(2-エチルヘキシルアミド)-2, 5-ジ(ステアリルアミド)と1, 2, 4, 5-ベンゼンテトラカルボン酸-1, 5-ジ(2-エチルヘキシルアミド)-2, 4-ジ(ステアリルアミド)の混合物、分子量：979]を5.1g得た(収率：53%、5%重量減少温度：292℃)。反応生成物の構造は¹H-NMRにより

確認した。

$^1\text{H-NMR}$ (270MHz, CDCl_3): δ 0.81–1.10(m, 18H), 1.10–1.94(m, 90H), 3.25–3.40(m, 4H), 8.5–9.5(m, 2H)

FAB-MS m/z : 977 (Calcd. for $\text{C}_{62}\text{H}_{114}\text{N}_4\text{O}_4$:978)

[0063] 合成例3 [増粘剤(3) (1, 2, 4, 5-ベンゼンテトラカルボン酸ジ(2-エチルヘキシルアミド)ジ(ラウリルアミド))の合成]

ジムロート冷却管、窒素導入口、滴下ロート、及び熱電対を備えた100 mL 4つ口セパラブルフラスコにピリジン20 mL、1, 2, 4, 5-ベンゼンテトラカルボン酸-1, 2:4, 5-二無水物3.0 g (0.014 mol)、ラウリルアミン5.1 g (0.028 mol)を仕込んだ。系内温度を50℃に設定し、3時間熟成した。

その後、2-エチルヘキシルアミン3.6 g (0.028 mol)、ジイソプロピルカルボジイミド7.0 g (0.056 mol)を仕込み、更に8時間熟成を行った。

その後、得られた粗液の低沸分をエバポレータにて除去し、メタノールで洗浄し、淡黄色の湿粉を得た。更に得られた湿粉について $\text{CHCl}_3/\text{CH}_3\text{OH}$ (70/30 (v/v))で再結晶を行い、1, 2, 4, 5-ベンゼンテトラカルボン酸ジ(2-エチルヘキシルアミド)ジ(ラウリルアミド) [1, 2, 4, 5-ベンゼンテトラカルボン酸-1, 4-ジ(2-エチルヘキシルアミド)-2, 5-ジ(ラウリルアミド)と1, 2, 4, 5-ベンゼンテトラカルボン酸-1, 5-ジ(2-エチルヘキシルアミド)-2, 4-ジ(ラウリルアミド)の混合物、分子量: 810]を6.0 g得た(収率: 62%、5%重量減少温度: 313℃)。反応生成物の構造は $^1\text{H-NMR}$ により確認した。

$^1\text{H-NMR}$ (270MHz, CDCl_3): δ 0.34–1.0(m, 18H), 1.0–2.0(m, 66H), 2.90–3.40(m, 4H), 8.5–9.5(m, 2H)

FAB-MS m/z : 810 (Calcd. for $\text{C}_{50}\text{H}_{90}\text{N}_4\text{O}_4$:810)

[0064] 実施例1～3、比較例1～3

表 1 に示す組成（単位：重量部）で混合し、100℃で加熱攪拌して油剤と増粘剤を相溶させ、その後25℃まで冷却して油組成物を得た。

得られた油組成物の動粘度は、JIS K 2283（2000年）に準拠して、ウベローデ動粘度計を用いて40℃において測定した。

また、得られた油組成物の冷却性、洗浄性、及び乾燥性を下記方法により評価した。

[0065] <冷却性>

試験条件

試験装置：焼入試験機（商品名「IVFスマートクエンチ」、パーカー熱処理工業（株）製）

試験時間：20秒間

試験温度：200℃

油組成物：1000mL

試験方法

熱電対入りプローブ（商品名「Kタイプ熱電対プローブ AD-1217」、エアンドデイ社製）を電気炉で200℃まで加熱した。油組成物1000mLをビーカーに入れ、加熱したプローブを油組成物中に入れて20秒間静置し、最大冷却効率を測定し、下記基準に従って評価した。

評価基準

最大冷却効率

○：27℃/sec超

×：27℃/sec以下

[0066] <洗浄性>

試験条件

攪拌装置：ホモジナイザー

試験温度：25℃

油組成物：100mL

切屑添加量：シリコン切屑10g

洗浄水量：300 mL

試験片：シリコンウェーハ（φ3インチ×厚さ0.8 mm）

試験方法

油組成物とシリコン切屑をホモジナイザーに移し、回転数10000 rpmで2分間攪拌した。攪拌終了後、シリコンウェーハの下50 mmまでシリコン切屑を含む油組成物に15秒間含浸させ、1時間垂直状態で静置した。静置後、ジョウロ（水）を用いてシャワリング洗浄し、乾燥させて、シリコンウェーハ表面の汚れ状態を下記基準に従って評価した。

評価基準

○：シリコンウェーハ表面に付着した汚れが5重量%以下

×：シリコンウェーハ表面に付着した汚れが5重量%超

[0067] <乾燥性>

試験方法

油組成物100 mLをビーカーに入れて350℃で1時間加熱処理を行った。加熱処理終了後、残存した灰分重量を測定し、下記基準に従って評価した。

評価基準

○：乾燥後の残存灰分が1重量%以下

×：乾燥後の残存灰分が1重量%超

[0068] 上記結果を表1にまとめて示す。

[表1]

表1

		実施例1	実施例2	実施例3	比較例1	比較例2	比較例3
油剤	ノルマルパラフィン	99.3	99.3	99.3	100	90	90
増粘剤	増粘剤(1)	0.7	—	—	—	—	—
	増粘剤(2)	—	0.7	—	—	—	—
	増粘剤(3)	—	—	0.7	—	—	—
	芳香族ウレア	—	—	—	—	10	—
	ステアリン酸イヌリン	—	—	—	—	—	10
動粘度 (40°C、mm ² /s)		43.1	38.2	30.9	1.75	16.2	21.4
冷却性		○	○	○	×	×	○
洗浄性		○	○	○	○	○	×
乾燥性		○	○	○	○	×	×

※ノルマルパラフィン：SP値8.2 (cal/cm³)^{0.5}、沸点196～230°C

芳香族ウレア：ビックケミー・ジャパン社製、商品名「BYK410」

ステアリン酸イヌリン：千葉製粉（株）製、商品名「レオパールSL2」

産業上の利用可能性

[0069] 本発明の油組成物は、用途に適した粘性を有し、更に該粘性を安定的に維持することができる。また、潤滑性、洗浄性、冷却性を有する。そのため、本発明の油組成物を切断加工時の加工液として使用すると、潤滑性を付与し、切屑を洗浄し、加工熱を冷却することができる。そのため、サファイア、ガラス、セラミックス、シリコン、ネオジウム等の脆性材料の加工の際に好適に使用することができる。また、本発明の油組成物を使用すると、切断刃や砥粒の摩滅を抑制することができ、優れた切断性を長期間に亘って維持することができる。

請求の範囲

[請求項1] 下記式（1）



（式中、 R^1 はベンゼンの構造式から4個の水素原子を除いた基であり、 R^2 、 R^3 は互いに異なって、炭素数6以上の脂肪族炭化水素基である。 n は1～3の整数を示す）

で表される化合物（A）と油剤（B）を含む潤滑用及び／又は洗浄用及び／又は冷却用油組成物。

[請求項2] 式（1）で表される化合物（A）を油組成物全量の0.5～10重量％含有する請求項1に記載の潤滑用及び／又は洗浄用及び／又は冷却用油組成物。

[請求項3] 下記式（1）



（式中、 R^1 はベンゼンの構造式から4個の水素原子を除いた基であり、 R^2 、 R^3 は互いに異なって、炭素数6以上の脂肪族炭化水素基である。 n は1～3の整数を示す）

で表される化合物（A）と油剤（B）を含む切断加工用油組成物。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2015/058543

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C10M133/16(2006.01)i, C09K5/10(2006.01)i, C11D7/32(2006.01)i, C10M105/04(2006.01)n, C10N30/06(2006.01)n, C10N40/22(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)

C10M133/16, C09K5/10, C11D7/32, C10M105/04, C10N30/06, C10N40/22

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

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2015
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2015	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2015

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)
CAPLUS/REGISTRY (STN)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2006-257382 A (Fuji Photo Film Co., Ltd.), 28 September 2006 (28.09.2006), claims 1 to 16; paragraphs [0061] to [0091] (particularly, [LUB-24]); examples 1 to 120 (particularly, examples 46, 106) (Family: none)	1-3
A	WO 2013/040718 A1 (SYNOIL FLUIDS HOLDING INC.), 28 March 2013 (28.03.2013), claims 1 to 35; examples & US 2013/0085087 A1 & CN 103874741 A	1-3
A	US 2774750 A (Rohm & Haas Co.), 18 December 1956 (18.12.1956), claims 1 to 19; examples 1 to 8 (Family: none)	1-3

☐ 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
02 June 2015 (02.06.15)

Date of mailing of the international search report
16 June 2015 (16.06.15)

Name and mailing address of the ISA/
Japan Patent Office
3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku,
Tokyo 100-8915, Japan

Authorized officer

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. C10M133/16(2006.01)i, C09K5/10(2006.01)i, C11D7/32(2006.01)i, C10M105/04(2006.01)n, C10N30/06(2006.01)n, C10N40/22(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（I P C））

Int.Cl. C10M133/16, C09K5/10, C11D7/32, C10M105/04, C10N30/06, C10N40/22

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	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 5 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 5 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 5 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)

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 2006-257382 A（富士写真フイルム株式会社）2006.09.28, 請求項1-16、段落【0061】-【0091】（特に[LUB-24]）、実施例1-120（特に実施例46、106）（ファミリーなし）	1-3
A	WO 2013/040718 A1（SYNOIL FLUIDS HOLDING INC.）2013.03.28, 請求項1-35、実施例 & US 2013/0085087 A1 & CN 103874741 A	1-3
A	US 2774750 A（Rohm & Haas Company）1956.12.18, 請求項1-19、実施例1-8（ファミリーなし）	1-3

☐ 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

0 2 . 0 6 . 2 0 1 5

国際調査報告の発送日

1 6 . 0 6 . 2 0 1 5

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A / J P）
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）

増永 淳司

電話番号 03-3581-1101 内線 3483

4 V

4 5 1 1