

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 特 許 公 報 (B2)

(11) 特許番号

特許第4834110号
(P4834110)

(45) 発行日 平成23年12月14日 (2011.12.14)

(24) 登録日 平成23年9月30日 (2011.9.30)

(51) Int.Cl.

F I

HO 1 B 3/20 (2006.01)
 C 1 OM 171/00 (2006.01)
 C 1 OM 105/06 (2006.01)
 C 1 OM 133/44 (2006.01)
 C 1 OM 129/70 (2006.01)

HO 1 B 3/20 R
 C 1 OM 171/00
 C 1 OM 105/06
 C 1 OM 133/44
 C 1 OM 129/70

請求項の数 18 (全 13 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2008-544008 (P2008-544008)
 (86) (22) 出願日 平成17年12月29日 (2005.12.29)
 (65) 公表番号 特表2009-518804 (P2009-518804A)
 (43) 公表日 平成21年5月7日 (2009.5.7)
 (86) 国際出願番号 PCT/IN2005/000449
 (87) 国際公開番号 W02007/066347
 (87) 国際公開日 平成19年6月14日 (2007.6.14)
 審査請求日 平成20年12月26日 (2008.12.26)
 (31) 優先権主張番号 3336/DEL/2005
 (32) 優先日 平成17年12月9日 (2005.12.9)
 (33) 優先権主張国 インド (IN)

(73) 特許権者 508176500
 カウンシル オブ サイエントフィック
 アンド インダストリアル リサーチ
 インド 110001 ニューデリー ラ
 フィ マーグ アヌサンダン バワン 2
 (74) 代理人 100082005
 弁理士 熊倉 禎男
 (74) 代理人 100084009
 弁理士 小川 信夫
 (74) 代理人 100084663
 弁理士 箱田 篤
 (74) 代理人 100093300
 弁理士 浅井 賢治
 (74) 代理人 100114007
 弁理士 平山 孝二

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 絶縁流体組成物及びその調製方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

(i) 98.0ないし99.8質量%の、ベンゼン環の芳香族炭素原子を除いてC14ないしC18の炭素原子を有する重質アルキルベンゼンのベースストック、

(ii) 0.006ないし0.05質量%の酸化防止剤、

(iii) 0.05ないし0.15質量%の清浄分散剤、

(iv) 0.01ないし1.0質量%の消泡剤、

(v) 0.01ないし1.0質量%の流動点降下剤、

(vi) 0.10ないし0.03質量%の腐食防止剤

を含む絶縁流体組成物。

【請求項 2】

以下の特徴：

(i) 27℃における動粘度が10ないし20cStであり、

(ii) 粘度指数が60ないし100であり、

(iii) 酸化安定性が合格(IP 48/97)であり、

(iv) 95℃における回転ボンベ酸化試験(ROBOT)が300ないし400分であり、

(v) 引火点が140ないし160℃であり、

(vi) 流動点が(-)15ないし25℃であり、

(vii) 硫酸化灰分が<0.05であり、

(viii) 銅ストリップ腐食試験が1Aであり、

- (ix) 起泡試験ASTM D130が合格であり、
- (x) 水に対する界面張力が40ないし60N/mであり、
- (xi) 反応性硫黄がゼロであり、
- (xii) 耐電圧が35ないし55KVであり、
- (xiii) 散逸率が0.00058であり、
- (xiv) 比抵抗が $39 \times 10^{12} \Omega$ であり、
- (xv) SK値が3ないし5であり、
- (xvi) 20℃における密度が0.880ないし0.884であり、
- (xvii) 生分解性が40ないし60%である、

を有する請求項1記載の絶縁流体組成物。

10

【請求項3】

使用される重質アルキルベンゼンが、1個のベンゼン芳香族環及び14ないし18個の炭素原子を有する直鎖状又は分岐状のパラフィン鎖を有するモノ、ジ又はポリ置換アルキル芳香族である請求項1記載の組成物。

【請求項4】

使用される重質アルキルベンゼンフラクション(C14-18)が、洗剤業界における直鎖状アルキルベンゼン(LAB)、接触改質において製造される重質アルキル芳香族、及びナフサ又はガス流分解液体生成物の調製中に製造されるモノ及びジアルキルベンゼン又はそれらの混合物から得られる請求項1記載の組成物。

【請求項5】

20

使用される酸化防止剤が、2,4,6-トリ-tert-ブチルフェノール、2,6-ジ-tert-ブチル-4-n-ブチルフェノール、2,6-ジ-t-ブチル-4-メチルフェノール又は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、ペンタエリトリチルテトラキス[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]、ジ-n-オクタデシル(3,5-ジ-t-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)ホスホネート、2,4,6-トリス(3,5-ジ-t-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)メシチレン、トリス(3,5-ジ-t-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)イソシアヌレート又はヒンダードピペリジンカルボン酸、2,6-ジヒドロキシ-9-アザビシクロ[3.3.1]ノナンのアシル化誘導体又は二環式ヒンダードアミン又はジフェニルアミン又はジナフチルアミン、フェニルナフチルアミン、N,N'-ジフェニルフェニレンジアミン又はp-オクチルジフェニルアミン、p,p-ジオクチルジフェニルアミン、N-フェニル-1-ナフチルアミン、N-フェニル-2-ナフチルアミン、N-(p-ドデシル)フェニル-2-ナフチルアミン、ジ-1-ナフチルアミン、ジ-2-ナフチルアミン、N-アルキルフェノチアジン、イミノ(ビスベンジル)、6-(t-ブチル)フェノール、2,6-ジ-(t-ブチル)フェノール、4-メチル-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)、メチルヒドロキシヒドロシンナミド、フェノチアジン誘導体、アルキル化5-アミノテトラゾール、ジ-ter.ブチル p-アミノフェノール及びそれらの混合物からなる群から選択される請求項1記載の組成物。

30

【請求項6】

使用される清浄分散剤が、アルキルベンゼンスルホン酸カルシウム、アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ペンタエチレンヘキサミンのプロピレン四量体スクシンイミド、オクチルホスホネート及びそれらの混合物からなる群から選択される請求項1記載の組成物。

40

【請求項7】

使用される消泡剤が、シリコーン油、ポリビニルアルコール、ポリエーテル及びそれらの混合物からなる群から選択される請求項1記載の組成物。

【請求項8】

使用される流動点降下剤が、ジエチルヘキシルアジペート、ポリメタクリレート、ポリビニルアクリレート及びそれらの混合物からなる群から選択される請求項1記載の組成物。

【請求項9】

50

使用される腐食防止剤が、オクチル 1H-ベンゾトリアゾール、ジ-tert-ブチル化1H-ベンゾトリアゾール、没食子酸プロピル、ポリオキシアルキレンポリオール、オクタデシルアミン、ノニルフェノールエトキシレート、水素化ペンタデシルフェノールのカルシウムフェノレート、アルキルベンゼンスルホン酸マグネシウム及びそれらの混合物からなる群から選択される請求項1記載の組成物。

【請求項10】

絶縁流体組成物の調製方法であって、減圧蒸留下、210ないし310℃の温度において直鎖状アルキルベンゼン(LAB)又は分解装置の重質アルキレートフラクションを分別して、C14ないしC18の炭素原子及び約27℃において10ないし20cStの粘度を有するアルキルベンゼンの所望のフラクションを得ること、公知の方法により前記アルキルフラクションから酸化生成物を除去してベースストックを得ること、50ないし90℃の温度範囲で攪拌しながら、98.0ないし99.8質量%の前記ベースストックを0.006ないし0.05質量%の1種以上の酸化防止剤、0.05ないし0.15質量%の1種以上の清浄分散剤、0.01ないし1.0質量%の1種以上の消泡剤、0.01ないし1.0質量%の1種以上の流動点降下剤、0.10ないし0.03質量%の1種以上の腐食防止剤と混合して、所望の絶縁油組成物を得ることを含む方法。

10

【請求項11】

使用される重質アルキルベンゼンが、1個のベンゼン芳香族環及び主としてC14ないしC18の炭素原子を有する直鎖状又は分岐状のパラフィン鎖を有するモノ、ジ又はポリ置換アルキル芳香族である請求項10記載の方法。

20

【請求項12】

使用される重質アルキルベンゼンフラクション(C14-18)が、洗剤業界における直鎖状アルキルベンゼン(LAB)、接触改質において製造される重質アルキル芳香族、及びナフサ又はガス流分解液体生成物の調製中に製造されるモノ及びジアルキルベンゼン又はそれらの混合物から得られる請求項10記載の方法。

【請求項13】

使用される酸化防止剤が、2,4,6-トリ-tert-ブチルフェノール、2,6-ジ-tert-ブチル-4-n-ブチルフェノール、2,6-ジ-t-ブチル-4-メチルフェノール又は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、ペンタエリトリチルテトラキス[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]、ジ-n-オクタデシル(3,5-ジ-t-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)ホスホネート、2,4,6-トリス(3,5-ジ-t-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)メシチレン、トリス(3,5-ジ-t-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)イソシアヌレート又はヒンダードピペリジンカルボン酸、2,6-ジヒドロキシ-9-アザビシクロ[3.3.1]ノナンのアシル化誘導体又は二環式ヒンダードアミン又はジフェニルアミン又はジナフチルアミン、フェニルナフチルアミン、N,N'-ジフェニルフェニレンジアミン又はp-オクチルジフェニルアミン、p,p-ジオクチルジフェニルアミン、N-フェニル-1-ナフチルアミン、N-フェニル-2-ナフチルアミン、N-(p-ドデシル)フェニル-2-ナフチルアミン、ジ-1-ナフチルアミン、ジ-2-ナフチルアミン、N-アルキルフェノチアジン、イミノ(ビスベンジル)、6-(t-ブチル)フェノール、2,6-ジ-(t-ブチル)フェノール、4-メチル-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)、メチルヒドロキシヒドロシナミド、フェノチアジン誘導体、アルキル化5-アミノテトラゾール、ジ-ter.ブチル p-アミノフェノール及びそれらの混合物からなる群から選択される請求項10記載の方法。

30

40

【請求項14】

使用される清浄分散剤が、アルキルベンゼンスルホン酸カルシウム、アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ペンタエチレンヘキサミンのプロピレン四量体スクシンイミド、オクチルホスホネート及びそれらの混合物からなる群から選択される請求項10記載の方法。

【請求項15】

使用される消泡剤が、シリコーン油、ポリビニルアルコール、ポリエーテル及びそれら

50

の混合物からなる群から選択される請求項 10 記載の方法。

【請求項 16】

使用される流動点降下剤が、ジエチルヘキシルアジペート、ポリメタクリレート、ポリビニルアクリレート及びそれらの混合物からなる群から選択される請求項 10 記載の方法。

【請求項 17】

使用される腐食防止剤が、オクチル 1H-ベンゾトリアゾール、ジ-tert-ブチル化1H-ベンゾトリアゾール、没食子酸プロピル、ポリオキシアルキレンポリオール、オクタデシルアミン、ノニルフェノールエトキシレート、水素化ペンタデシルフェノールのカルシウムフェノラート、アルキルベンゼンスルホン酸マグネシウム及びそれらの混合物からなる群から選択される請求項 10 記載の方法。

10

【請求項 18】

得られる潤滑油組成物が以下の特徴：

- (i) 27℃における動粘度が10ないし20cStであり、
- (ii) 粘度指数が60ないし100であり、
- (iii) 酸化安定性が合格(IP 48/97)であり、
- (iv) 95℃における回転ボンベ酸化試験(ROBOT)が300ないし400分であり、
- (v) 引火点が140ないし160℃であり、
- (vi) 流動点が(−)15ないし25℃であり、
- (vii) 硫酸化灰分が<0.05であり、
- (viii) 銅ストリップ腐食試験が1Aであり、
- (ix) 起泡試験ASTM D130が合格であり、
- (x) 水に対する界面張力が40ないし60N/mであり、
- (xi) 反応性硫黄がゼロであり、
- (xii) 耐電圧が35ないし55KVであり、
- (xiii) 散逸率が0.00058であり、
- (xiv) 比抵抗が $3.9 \times 10^{12} \Omega$ であり、
- (xv) SK値が3ないし5であり、
- (xvi) 20℃における密度が0.880ないし0.884であり、
- (xvii) 生分解性が40ないし60%である、

20

30

を有する請求項 10 記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は絶縁流体組成物及びその調製方法に関する。特に本発明は、主としてアルキルベンゼンを含む絶縁流体組成物に関する。アルキルベンゼンの他に、組成物は酸化防止剤、消泡剤、流動点降下剤、腐食防止剤及び清浄分散剤添加物も含む。本発明の製品は、変圧器のような電気設備における絶縁流体としての有用性を有する。

【背景技術】

【0002】

40

変圧器の寿命を延ばすことは、現代の動力操作技術の最も重要な部分である。絶縁油の老化又は劣化は、通常酸化と関連している。酸素及び水の存在のために、絶縁油は理想的な条件下でさえ酸化する。油の絶縁特性はまた、油中に溶解する変圧器内の固体物質からの汚染物質によっても影響を受ける。熱のような促進因子の助けを借りた、油中の不安定な炭化水素と大気中の酸素、水分又はその他の化学物質との反応は、油中で崩壊生成物を生ずる。鉱油絶縁流体は酸素の存在下で酸化的分解反応を経て、多くの酸化生成物を提供する。酸化の最終生成物は、絶縁流体の特性に影響を及ぼしうるとともに電気設備の構成部品に損傷を与える酸性物質である。高温はやがて流体を酸化させ、最終的には熱移動及び誘電効率を損なうのに十分な量のスラッジ及び可溶性の酸を生成する。スラッジの形成は劣化の最終的な段階である。酸化の過程で形成された酸はセルロース繊維及び金属を

50

攻撃して、絶縁体上に重質のタールのような酸性スラッジとして沈殿する金属石鹼、ラッカー、アルデヒド、アルコール及びケトンを形成する。スラッジは、重く沈着した、高温で操業する、虐待された変圧器においてはより早くニス及びセルロース物質を浸出することにより絶縁体の収縮を引き起こすと思われる。

変圧器油の主要な目的は、変圧器を絶縁及び冷却することである。製品仕様は良好な出発点であるが、変圧器に最適な油を見出すためには詳細の検討が必要である。すべての変圧器及びそれらの要件は異なる。そして、入手の可能性、性能及びその地理的な条件に関する各変圧器の必要性に関して要求どおりに調製された的確な油が必要とされる。ナフテン系の油は、変圧器において使用するのに卓越した性質を有する最良の油である。高温における低粘度及び極低温における優れた溶解力のためである。それらはまた高い酸化安定性及び優れた電気的性質を有するので、変圧器に完璧に選択される。

【0003】

絶縁流体を製造する先行技術においては、一般的に、鉱油又は合成流体と鉱油又は合成流体単独が使用された。関心の焦点は、性能を増強するためのそのような油基剤の使用にあった。

2004年4月27日にCooper Industries, Inc. (Houston, TX)により出願されたGoeddeらの米国特許第6,726,857号及び同第6,485,659号には、電気装置に使用するための化学的組成の明確な誘電性流体が言及されている。シールされた非ベント式変圧器中で使用するための誘電性冷却液は、紙絶縁層の低下した劣化、並びにより大きな安全性及び環境受容性を含む改良された性能特性を有する。これは、流動点の改良、安定性の増大及び酸化速度の低下のための添加剤を加えた芳香族炭化水素(ビフェニルエタン又はエチルナフタレンのようなジ又はトリアリールエタン)、ポリ- α -オレフィン、ポリオールエステル、及び天然の植物油からなる(鉱油、ポリ- α -オレフィン及び天然の植物油のブレンド)。

2003年11月11日にABB Technology AG (Zurich, CH)により出願されたOommenらの米国特許第6,645,404号には、高オレイン酸油組成物及び製造方法及びそれを含む絶縁流体及びデバイスが言及されている。35KV/2.54mm(100mil)のギャップ以上の絶縁耐力、25NCにおいて0.05%未満の散逸率、0.03mgKOH/g未満の酸価、25NCにおいて1pS/m未満の導電率、250NC以上の引火点、及び-15NC以上の流動点の性質を有する、添加物を含む高オレイン酸トリグリセリドが絶縁流体として開示されている。

2002年1月22日にWavely Light and Power (Waverly, IA)により出願されたCannonらの米国特許第6,340,658号には、植物を基剤とする変圧器油及び電送線流体が言及されている。植物油を基剤とする絶縁流体は環境に優しく、高い引火点及び高い発火点を有する。基油は水素化されて最大可能安定度の油を生成するか、より高いオレイン酸油である。好ましい実施態様の植物油は大豆又はトウモロコシ油である。油は冬季装備されて、結晶化した脂肪を除去し、油を加熱する必要なしに基油の流動点を改良しうる。基油はまた、改良された流動点、改良された冷却特性、及び改良された誘電安定性のために特に設計された物質を含む添加物パッケージと混合しうる。流体は、変圧器及び電送線のような電気部品において有用である。流体及び流体を充填した電気部品を製造する方法も提供する。

【0004】

本発明の発明者らにより出願された特許は重質アルキルベンゼンの使用を開示した。アルカリ土類金属スルホネートが種々のタイプの潤滑剤における清浄剤-分散剤-防錆剤として使用されている(CSIRに譲渡されたA.K.Singhらによる特許出願IPA番号1306/DEL/1998 & 1307/DEL/1998)。アルキルベンゼンは、1個のベンゼン又はトルエン芳香族環及び1ないし15個、好ましくは10ないし15個の炭素原子を有する直鎖状又は分岐状パラフィン連鎖を有するモノ、ジ及びポリ置換アルキル芳香族、好ましくはモノ及びジアルキルベンゼンである。アルキルベンゼンは、(1)洗剤業界における直鎖状アルキルベンゼン(LAB)、(2)接触改質において製造される重質芳香族、及び(3)ナフサ又はガス流分解液体生成物の調製中の副生成物として製造される。アルキルベンゼンは置換ベンゼンからなり、アルキルベンゼンには多環芳香族/縮合環もオレフィン化合物も存在しない。それは潤滑剤の鉱物ベースストックに代わるものとして使用されうる。それは潤滑剤の危険を引き起こす

原因の可能性を低下させるであろう。良好な絶縁、熱の散逸、安定性、防食性及び更なる環境への優しさのような必要とされる性質を提供するであろう。

一般的に鉱油に見出される有害な多核芳香族炭化水素が使われていなくて、よりわずかな汚染しか生成しない、新規絶縁流体組成物を開発する必要性が存在する。これらの目的は、厳しい性能基準、例えば、良好な絶縁、熱の散逸、安定性及び防食性を満足させると同時に達成されなければならない。

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本発明の主要な目的は、前述のような欠点を取り除く絶縁流体組成物及びその調製方法を提供することである。

10

本発明の別の目的は、LABプラントからの重質アルキレート、接触改質又はナフサ分解プラントからの高級芳香族のような種々の石油化学製品又は精製所の廃棄物流から得られるアルキルベンゼンを基剤とする代替供給源からの絶縁流体組成物及びその調製方法を提供することである。

本発明のさらに別の目的は、鉱油の一成分である多核芳香族炭化水素の使用を回避し、絶縁流体配合物の汚染の可能性を低下させることである。

本発明のさらに別の目的は、配合された絶縁流体と鉱物、植物及び合成油とのすべての割合での優れた混和性を提供することである。

【課題を解決するための手段】

20

【0006】

本発明によれば、以下の成分を含む絶縁流体組成物が提供される。

(i) 98.0ないし99.8質量%の、主としてC14ないしC18の炭素原子を有する要求どおりに調製された重質アルキルベンゼンのベースストック、

(ii) 0.006ないし0.05質量%の酸化防止剤、

(iii) 0.05ないし0.15質量%の清浄分散剤、

(iv) 0.01ないし1.0質量%の消泡剤、

(v) 0.01ないし1.0質量%の流動点降下剤、

(vi) 0.10ないし0.03質量%の腐食防止剤。

【0007】

30

さらに別の実施態様においては、得られる絶縁流体組成物は以下の特徴を有する。

(i) 27℃における動粘度が10ないし20cStであり、

(ii) 粘度指数が60ないし100であり、

(iii) 酸化安定性が合格(IP 48/97)であり、

(iv) 95℃における回転ポンペ酸化試験(ROBOT)が300ないし400分であり、

(v) 引火点が140ないし160℃であり、

(vi) 流動点が(-)15ないし25℃であり、

(vii) 硫酸化灰分が<0.05であり、

(viii) 銅ストリップ腐食試験が1Aであり、

(ix) 起泡試験ASTM D130が合格であり、

40

(x) 水に対する界面張力が40ないし60N/mであり、

(xi) 反応性硫黄がゼロであり、

(xii) 耐電圧が35ないし55KVであり、

(xiii) 散逸率が0.00058であり、

(xiv) 比抵抗が $39 \times 10^{12} \Omega$ であり、

(xv) SK値が3ないし5であり、

(xvi) 20℃における密度が0.880ないし0.884であり、

(xvii) 生分解性が40ないし60%である。

さらに別の実施態様においては、使用される重質アルキルベンゼンは、1個のベンゼン芳香族環及び14ないし18個の炭素原子を有する直鎖状又は分岐状のパラフィン鎖を有

50

するモノ、ジ及びポリ置換アルキル芳香族である。

【0008】

さらに別の実施態様においては、使用される重質アルキルベンゼンフラクション(C14-18)は、洗剤業界における直鎖状アルキルベンゼン(LAB)、接触改質において製造される重質芳香族、及びナフサ又はガス流分解液体生成物の調製中に製造されるモノ及びジアルキルベンゼン又はそれらの混合物から得られる。

さらに別の実施態様においては、使用される酸化防止剤は、2,4,6-トリ-tert-ブチルフェノール、2,6-ジ-tert-ブチル-4-n-ブチルフェノール、2,6-ジ-t-ブチル-4-メチルフェノール又は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、ペンタエリトリチルテトラキス[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]、ジ-n-オクタデシル(3,5-ジ-t-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)ホスホネート、2,4,6-トリス(3,5-ジ-t-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)メシチレン、トリス(3,5-ジ-t-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)イソシアヌレート又はヒンダードピペリジンカルボン酸、2,6-ジヒドロキシ-9-アザビシクロ[3.3.1]ノナンのアシル化誘導体又は二環式ヒンダードアミン又はジフェニルアミン又はジナフチルアミン、フェニルナフチルアミン、N,N'-ジフェニルフェニレンジアミン又はp-オクチルジフェニルアミン、p,p-ジオクチルジフェニルアミン、N-フェニル-1-ナフチルアミン、N-フェニル-2-ナフチルアミン、N-(p-ドデシル)フェニル-2-ナフチルアミン、ジ-1-ナフチルアミン、ジ-2-ナフチルアミン、N-アルキルフェノチアジン、イミノ(ビスベンジル)、6-(t-ブチル)フェノール、2,6-ジ-(t-ブチル)フェノール、4-メチル-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)、メチルヒドロキシヒドロシンナミド、フェノチアジン誘導体、アルキル化5-アミノテトラゾール、ジ-ter.ブチル p-アミノフェノール及びそれらの混合物からなる群から選択される。

【0009】

さらに別の実施態様においては、使用される清浄分散剤は、アルキルベンゼンスルホン酸カルシウム、アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ペンタエチレンヘキサミンのプロピレン四量体スクシンイミド、オクチルホスホネート及びそれらの混合物からなる群から選択される。

さらに別の実施態様においては、使用される消泡剤は、シリコーン油、ポリビニルアルコール、ポリエーテル及びそれらの混合物からなる群から選択される。

さらに別の実施態様においては、使用される流動点降下剤は、ジエチルヘキシルアゼベート、ポリメタクリレート、ポリビニルアクリレート及びそれらの混合物からなる群から選択される。

さらに別の実施態様においては、使用される腐食防止剤は、オクチル 1H-ベンゾトリアゾール、ジ-tert-ブチル化1H-ベンゾトリアゾール、没食子酸プロピル、ポリオキシアルキレンポリオール、オクタデシルアミン、ノニルフェノールエトキシレート、水素化ペンタデシルフェノールのカルシウムフェノラート、アルキルベンゼンスルホン酸マグネシウム及びそれらの混合物からなる群から選択される。

【0010】

本発明はさらに、絶縁流体組成物の調製方法であって、減圧蒸留下、210ないし310℃の温度において直鎖状アルキルベンゼン(LAB)又は分解物の重質アルキレートフラクションを分別して、C14ないしC18の炭素原子及び約27℃において10ないし20cStの粘度を有するアルキルベンゼンの所望のフラクションを得ること、公知の方法により前記アルキルフラクションから酸化生成物を除去してベースストックを得ること、50ないし90℃の温度範囲で攪拌しながら、98.0ないし99.8質量%の前記ベースストックを0.006ないし0.05質量%の1種以上の酸化防止剤、0.05ないし0.15質量%の1種以上の清浄分散剤、0.01ないし1.0質量%の1種以上の消泡剤、0.01ないし1.0質量%の1種以上の流動点降下剤、0.10ないし0.03質量%の1種以上の腐食防止剤と混合して、所望の絶縁油組成物を得ることを含む方法を提供する。

さらに別の実施態様においては、使用される重質アルキルベンゼンは、1個のベンゼン

芳香族環及び主としてC14ないしC18の炭素原子を有する直鎖状又は分岐状のパラフィン鎖を有するモノ、ジ及びポリ置換アルキル芳香族である。

さらに別の実施態様においては、使用される重質アルキルベンゼンフラクション(C14-18)は、洗剤業界における直鎖状アルキルベンゼン(LAB)、接触改質において製造される重質芳香族、及びナフサ又はガス流分解液体生成物の調製中に製造されるモノ及びジアルキルベンゼン又はそれらの混合物から得られる。

【0011】

さらに別の実施態様においては、使用される酸化防止剤は、2,4,6-トリ-tert-ブチルフェノール、2,6-ジ-tert-ブチル-4-n-ブチルフェノール、2,6-ジ-t-ブチル-4-メチルフェノール又は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、ペンタエリトリルテトラキス[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]、ジ-n-オクタデシル(3,5-ジ-t-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)ホスホネート、2,4,6-トリス(3,5-ジ-t-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)メシチレン、トリス(3,5-ジ-t-ブチル-4-ヒドロキシベンジル)イソシアヌレート又はヒンダードピペリジンカルボン酸、2,6-ジヒドロキシ-9-アザビシクロ[3.3.1]ノナンのアシル化誘導体又は二環式ヒンダードアミン又はジフェニルアミン又はジナフチルアミン、フェニルナフチルアミン、N,N'-ジフェニルフェニレンジアミン又はp-オクチルジフェニルアミン、p,p-ジオクチルジフェニルアミン、N-フェニル-1-ナフチルアミン、N-フェニル-2-ナフチルアミン、N-(p-ドデシル)フェニル-2-ナフチルアミン、ジ-1-ナフチルアミン、ジ-2-ナフチルアミン、N-アルキルフェノチアジン、イミノ(ビスベンジル)、6-(t-ブチル)フェノール、2, 6-ジ-(t-ブチル)フェノール、4-メチル-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)、メチルヒドロキシヒドロシナミド、フェノチアジン誘導体、アルキル化5-アミノテトラゾール、ジ-ter.ブチル p-アミノフェノール及びそれらの混合物からなる群から選択される。

【0012】

さらに別の実施態様においては、使用される清浄分散剤は、アルキルベンゼンスルホン酸カルシウム、アルキルベンゼンスルホン酸ナトリウム、ペンタエチレンヘキサミンのプロピレン四量体スクシンイミド、オクチルホスホネート及びそれらの混合物からなる群から選択される。

使用される消泡剤が、シリコーン油、ポリビニルアルコール、ポリエーテル及びそれらの混合物からなる群から選択される請求項10記載の方法。

さらに別の実施態様においては、使用される流動点降下剤は、ジエチルヘキシルアジペート、ポリメタクリレート、ポリビニルアクリレート及びそれらの混合物からなる群から選択される。

さらに別の実施態様においては、使用される腐食防止剤は、オクチル 1H-ベンゾトリアゾール、ジ-tert-ブチル化1H-ベンゾトリアゾール、没食子酸プロピル、ポリオキシアルキレンポリオール、オクタデシルアミン、ノニルフェノールエトキシレート、水素化ペンタデシルフェノールのカルシウムフェノラート、アルキルベンゼンスルホン酸マグネシウム及びそれらの混合物からなる群から選択される。

【0013】

さらに別の実施態様においては、得られる潤滑油組成物は以下の特徴を有する。

- (i) 27℃における動粘度が10ないし20cStであり、
- (ii) 粘度指数が60ないし100であり、
- (iii) 酸化安定性が合格(IP 48/97)であり、
- (iv) 95℃における回転ポンベ酸化試験(ROBOT)が300ないし400分であり、
- (v) 引火点が140ないし160℃であり、
- (vi) 流動点が(-)15ないし25℃であり、
- (vii) 硫酸化灰分が<0.05であり、
- (viii) 銅ストリップ腐食試験が1Aであり、
- (ix) 起泡試験ASTM D130が合格であり、

- (x) 水に対する界面張力が40ないし60N/mであり、
- (xi) 反応性硫黄がゼロであり、
- (xii) 耐電圧が35ないし55KVであり、
- (xiii) 散逸率が0.00058であり、
- (xiv) 比抵抗が $39 \times 10^{12} \Omega$ であり、
- (xv) SK値が3ないし5であり、
- (xvi) 20℃における密度が0.880ないし0.884であり、
- (xvii) 生分解性が40ないし60%である。

【0014】

絶縁流体の性質の比較

【表1】

番号	性質	US特許 6485659	US特許 6645404	本発明	所見
		混合	植物	アルキレ ート	
1	27℃における動粘度, cSt	-	-	11.8	
2	引火点,℃	250	250	152	劣っているが、140 ℃の要件より高い
5	耐電圧	35	35	45	良好
6	費用	高	高	低	良好
7	多核芳香族の存在	有	無	無	良好

【0015】

組成物は、多核芳香族が存在しないので有意に非毒性であり、生分解性が20ないし60%、引火点が130ないし200℃、流動点が(-)10℃未満、27℃における動粘度が2ないし27cSt、界面張力が10ないし60N/m、耐電圧が30ないし80KV、散逸率が0.0001ないし0.00058、比抵抗が30ないし $40 \times 10^{12} \Omega$ 、SK値が4ないし10、酸化安定性(RoBOT)が200ないし400分、水が1ないし40ppm、全酸価が0.01mgKOH未満、銅の腐食が1以下で、伝統的な鉱物潤滑油に取って代わりうる。主

要な利点は、石油の使用を低下させ、石油化学廃棄物の良好な使用を提供し、合成油より安価で、製品が石油系潤滑油より生分解性で環境に優しく、引火点がより高く非毒性であるために使用するのに安全であるということである。

以下の例は説明のために提供されるので、本発明の範囲を限定すると解釈されるべきではない。

【0016】

例1

アルキレートの調製：洗剤クラスの直鎖状アルキルベンゼン(LAB)の重質廃棄物フラクションである市販の重質アルキレートを減圧蒸留により分別した。アルキレートの総量の50質量%の軽いほうの留分をベースストックの調製にとった。アルキレートの典型的な性質を以下の表2に示す。

【表 2】

15℃における密度, g/ml	0.8748
27℃における動粘度, cSt	26.75
粘度指数	95
20℃における屈折率	1.48426
流動点	(-)27℃
分子量	403±5
95℃におけるRoBOT酸化安定性	200分
蒸留範囲	≤307℃
多核芳香族又はオレフィン化合物	無視できる

10

【0017】

例 2

アルキレートの調製：分解装置からの廃棄物アルキルベンゼンである市販のアルキレートを減圧蒸留により分別した。アルキレートの総量の55質量%の軽いほうの留分をベースストックの調製にとった。アルキレートの典型的な性質を以下の表3に示す。

【表 3】

15℃における密度, g/ml	0.8703
27℃における動粘度, cSt	25.11
粘度指数	98
20℃における屈折率	1.48006
流動点	(-)22℃
分子量	408±5
95℃におけるRoBOT酸化安定性	190分
蒸留範囲	≤291℃
多核芳香族又はオレフィン化合物	無視できる

20

【0018】

例 3

ベースストックの調製

酸化された生成物を除去するために要求どおりに調製された重質アルキレートをシリカゲルカラムに通すか、又は80℃において50分間混合して十分に攪拌し、それをG-4焼結ガラス漏斗に通すことによりフラー土のような吸着剤粘土で処理した。重質アルキレートの典型的な物理化学的な性質を以下の表4に示す。

【表 4】

耐電圧(破壊)	40 KV
27℃における動粘度, cSt	26.62
粘度指数	104
酸化安定性, IP 48/97	合格 粘度の増大 0.75%
流動点	(-)28℃
95℃におけるRoBOT試験	250分
引火点	152℃
酸価, mgKOH	0.005
多核芳香族又はオレフィン化合物	無視できる

40

【0019】

例 4

ベースストックの調製

酸化された生成物を除去するために分解装置から要求どおりに調製されたアルキレートをシリカゲルカラムに通すか、又は80℃において50分間混合して十分に攪拌し、それ

50

をG-4焼結ガラス漏斗に通すことによりフラー土のような吸着剤粘土で処理した。基油の典型的な物理化学的な性質を以下の表5に示す。

【表5】

耐電圧(破壊)	38 KV
27℃における動粘度, cSt	24.03
粘度指数	109
酸化安定性, IP 48/97	合格 粘度の増大 0.79%
流動点	(-)26℃
95℃におけるRoBOT試験	210分
引火点	153℃
酸価, mgKOH	0.005
多核芳香族又はオレフィン化合物	無視できる

10

【0020】

例5

ベースストックの調製

酸化された生成物を除去するために分解装置及びLABプラントから要求どおりに調製されたアルキレートをしリカゲルカラムに通した。50質量%の重質アルキレート及び50質量%の分解装置からのアルキレートを、60℃において混合して50分間十分に攪拌した。ブレンドした基油の典型的な物理化学的な性質を以下の表6に示す。

20

【表6】

耐電圧(破壊)	39 KV
27℃における動粘度, cSt	25.83
粘度指数	104
酸化安定性, IP 48/97	合格 粘度の増大 0.8%
流動点	(-)28℃
95℃におけるRoBOT試験	220分
引火点	150℃
酸価, mgKOH	0.005
多核芳香族又はオレフィン化合物	無視できる

30

【0021】

例6

ベースストックからの潤滑油の調製

ベースストックを、200ppmの高温酸化防止剤としてのオクチル5-アミノテトラゾール、80ppmの低温酸化防止剤-潤滑性添加剤としてのメチルヒドロキシヒドロシナメート、100ppmの清浄分散剤としてのペンタエチレンヘキサミンドデシルスクシンイミド、150ppmの濃度の消泡剤-流動点降下剤としてのシリコーンポリマー油及び塩基数が500の腐食防止剤としてのHABスルホン酸カルシウムとブレンドした。ブレンドは60℃において2時間攪拌しながら実施した。

40

【0022】

例7

ベースストックからの潤滑油の調製

ベースストックを、100ppmの高温酸化防止剤としてのp-p-ジオクチルジフェニルアミン、50ppmの低温酸化防止剤-潤滑性添加剤としてのジアルキルジチオリン酸亜鉛、100ppmの清浄分散剤としてのオクチルホスホネート、50ppmの濃度の消泡剤-流動点降下剤としてのポリビニルアクリレート及び塩基数が500の腐食防止剤としてのアルキルベンゾトリアゾールとブレンドした。ブレンドは60℃において2時間攪拌しながら実施した。

【0023】

50

例 8

ベースストックからの潤滑油の調製

ベースストックを、100 ppmの高温酸化防止剤としてのジ-*t*-ブチル4-メチルフェノール、150 ppmの低温酸化防止剤-潤滑性添加剤としてのメチルヒドロキシヒドロシナメート、100 ppmの清浄分散剤としてのペンタエチレンヘキサミンプロピレン四量体スクシンイミド、150 ppmの濃度の消泡剤-流動点降下剤としてのポリメタクリレート及び腐食防止剤としてのポリオキシアルキレンポリオールとブレンドした。ブレンドは60℃において2時間攪拌しながら実施した。

【0024】

例 9

ベースストックからの潤滑油の調製

ベースストックを、200 ppmの高温酸化防止剤としての*n*-ナフチル2-フェニルアミン、250 ppmの低温酸化防止剤-潤滑性添加剤としてのジアルキルジチオリン酸亜鉛、200 ppmの清浄分散剤としてのペンタエチレンヘキサミンプロピレン四量体スクシンイミド、150 ppmの濃度の消泡剤-流動点降下剤としてのシリコーンポリマー油及び腐食防止剤としてのオクタデシルアミンとブレンドした。ブレンドは60℃において2時間攪拌しながら実施した。

【0025】

例 10

潤滑油の特性決定及び評価：配合物を、ASTM D445/BIS-14234, P25/56(動粘度及び粘度指数)、ASTM D 92/BIS-P21/69(引火点)、ASTM D1217/BIS-P16(相対密度)、ASTM D130/BIS-P15(銅腐食)、ASTM D97/BIS-P10(流動点)、ASTM D874/BIS-P4(硫酸化灰分)、ASTM D 664/BIS-P1(全酸価)、ASTM D4377/BIS-P40(水)、IP 280, 306, 307(酸化試験)、ASTM D3711(cocking試験)のようなASTM又はBIS法により分析して評価した。

【0026】

例 11

評価：測定された典型的な値は以下のとおりであった。27℃における動粘度が11.8、粘度指数が61、引火点が152℃、流動点が(−)18℃、銅腐食が<1、全酸価が0.001、起泡試験が合格、生分解性が45%、水に対する界面張力が51N/m、反応性硫黄がゼロであり、耐電圧が45KV、散逸率が0.00058、比抵抗が $3.9 \times 10^{12} \Omega$ 、SK値が4、酸化安定性(95℃におけるRoBOT)が333分、水が15ppm、20℃における密度が0.881、及び酸化防止剤が0.15%であった。

本発明の利点は、本発明の代替供給源から得られるアルキルベンゼンを基剤とする絶縁流体組成物が、縮合された芳香族がなく、環境に優しく、かつ鉱油系絶縁流体と同等以上の性能を提供することである。

10

20

30

フロントページの続き

(51)Int.Cl.		F I	
<i>C 1 0 M 133/16</i>	<i>(2006.01)</i>	C 1 0 M 133/16	
<i>C 1 0 M 155/02</i>	<i>(2006.01)</i>	C 1 0 M 155/02	
<i>C 1 0 M 135/10</i>	<i>(2006.01)</i>	C 1 0 M 135/10	
<i>C 1 0 M 133/12</i>	<i>(2006.01)</i>	C 1 0 M 133/12	
<i>C 1 0 M 137/12</i>	<i>(2006.01)</i>	C 1 0 M 137/12	
<i>C 1 0 M 129/10</i>	<i>(2006.01)</i>	C 1 0 M 129/10	
<i>C 1 0 M 145/26</i>	<i>(2006.01)</i>	C 1 0 M 145/26	
<i>C 1 0 M 133/06</i>	<i>(2006.01)</i>	C 1 0 M 133/06	
<i>C 1 0 N 10/02</i>	<i>(2006.01)</i>	H 0 1 B 3/20	W
<i>C 1 0 N 10/04</i>	<i>(2006.01)</i>	C 1 0 N 10:02	
<i>C 1 0 N 20/00</i>	<i>(2006.01)</i>	C 1 0 N 10:04	
<i>C 1 0 N 20/02</i>	<i>(2006.01)</i>	C 1 0 N 20:00	A
<i>C 1 0 N 30/02</i>	<i>(2006.01)</i>	C 1 0 N 20:00	C
<i>C 1 0 N 30/04</i>	<i>(2006.01)</i>	C 1 0 N 20:00	Z
<i>C 1 0 N 30/10</i>	<i>(2006.01)</i>	C 1 0 N 20:02	
<i>C 1 0 N 40/16</i>	<i>(2006.01)</i>	C 1 0 N 30:02	
<i>C 1 0 N 70/00</i>	<i>(2006.01)</i>	C 1 0 N 30:04	
		C 1 0 N 30:10	
		C 1 0 N 40:16	
		C 1 0 N 70:00	

- (72)発明者 シン アルン クマー
 インド 248005 ユトランチャル デアラデュン モーカンブル インディアン インステ
 イテュート オブ ペトロリウム
- (72)発明者 パンディー ナヴァル キショア
 インド 248005 ユトランチャル デアラデュン モーカンブル インディアン インステ
 イテュート オブ ペトロリウム
- (72)発明者 グプタ アショク クマー
 インド 248005 ユトランチャル デアラデュン モーカンブル インディアン インステ
 イテュート オブ ペトロリウム

審査官 松岡 徹

- (56)参考文献 特開昭59-160906 (JP, A)
 特開昭59-023404 (JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
 H01B 3/16- 3/56