

(19)日本国特許庁(JP)

(12)公表特許公報(A)

(11)公表番号
特表2024-511594
(P2024-511594A)

(43)公表日 令和6年3月14日(2024.3.14)

(51)国際特許分類		F I	テーマコード (参考)	
C 1 0 M 153/04 (2006.01)		C 1 0 M 153/04	4 H 1 0 4	
C 1 0 M 137/08 (2006.01)		C 1 0 M 137/08		
C 1 0 M 129/40 (2006.01)		C 1 0 M 129/40		
C 1 0 M 135/10 (2006.01)		C 1 0 M 135/10		
C 1 0 M 137/10 (2006.01)		C 1 0 M 137/10	A	
		審査請求 未請求 予備審査請求 未請求	(全17頁) 最終頁に続く	
(21)出願番号	特願2023-556889(P2023-556889)	(71)出願人	598037547	
(86)(22)出願日	令和4年3月16日(2022.3.16)		シェブロン・オロナイト・カンパニー・	
(85)翻訳文提出日	令和5年9月14日(2023.9.14)		エルエルシー	
(86)国際出願番号	PCT/IB2022/052373		アメリカ合衆国、カリフォルニア州 9	
(87)国際公開番号	WO2022/195502		4 5 8 3、サン・ラモン、ボリンジャー	
(87)国際公開日	令和4年9月22日(2022.9.22)		・キャニオン・ロード 6 0 0 1	
(31)優先権主張番号	63/162,418	(74)代理人	110000855	
(32)優先日	令和3年3月17日(2021.3.17)		弁理士法人浅村特許事務所	
(33)優先権主張国・地域又は機関	米国(US)	(72)発明者	ネルソン、ケネス ディー・	
(81)指定国・地域	AP(BW,GH,GM,KE,LR,LS,MW,MZ,NA		アメリカ合衆国 9 4 5 8 3 カリフォル	
	,RW,SD,SL,ST,SZ,TZ,UG,ZM,ZW),EA(		ニア、サン ラモン、ボリンジャー キャ	
	AM,AZ,BY,KG,KZ,RU,TJ,TM),EP(AL,A	(72)発明者	ムーア、ジョナサン エイ・	
	T,BE,BG,CH,CY,CZ,DE,DK,EE,ES,FI,FR		アメリカ合衆国 9 4 5 8 3 カリフォル	
	,GB,GR,HR,HU,IE,IS,IT,LT,LU,LV,MC,		ニア、サン ラモン、ボリンジャー キャ	
	最終頁に続く		最終頁に続く	

(54)【発明の名称】 ポリリン酸塩添加剤を含む潤滑剤

(57)【要約】
潤滑油組成物について記載する。組成物は、大半量の潤滑粘度の基油及びポリリン酸塩ベースの分散液を含む。分散液には、ポリリン酸アンモニウム及び分散剤が含まれる。
【選択図】なし

【特許請求の範囲】

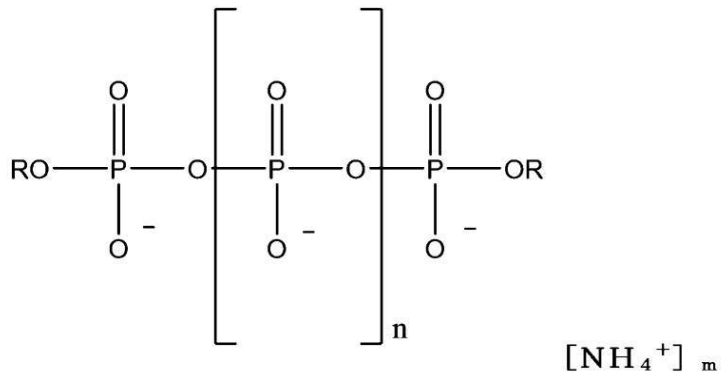
【請求項 1】

潤滑油組成物であって、
大半量の潤滑粘度の基油と、
ポリリン酸アンモニウムと分散剤とを含むポリリン酸塩ベースの分散液と、を含む、前記潤滑油組成物。

【請求項 2】

前記ポリリン酸アンモニウムが、下記構造：

【化 1】



10

20

[式中、R は、独立して水素またはヒドロカルビル基であり、n は 1 ~ 1 0 0 0 の範囲の整数であり、m は n + 2 である] を有する、請求項 1 に記載の潤滑油組成物。

【請求項 3】

前記分散剤が界面活性剤である、請求項 1 に記載の潤滑油組成物。

【請求項 4】

前記分散剤が、ステアリン酸塩、ベンゼンスルホン酸塩、ホスファチジルコリン、アルケニルコハク酸塩、オレイン酸塩、または脂肪族アルコールである、請求項 1 に記載の潤滑油組成物。

【請求項 5】

抗酸化剤、分散剤、摩耗防止剤、洗浄剤、防錆剤、曇り除去剤、解乳化剤、摩擦改質剤、金属非活性化剤、流動点降下剤、粘度改質剤、消泡剤、共溶媒、パッケージ適合剤、腐食防止剤、色素、または極圧添加剤をさらに含む、請求項 1 に記載の潤滑油組成物。

30

【請求項 6】

ジチオリン酸亜鉛をさらに含む、請求項 1 に記載の潤滑油組成物。

【請求項 7】

潤滑油組成物であって、
大半量の潤滑粘度の基油と、
ポリリン酸アンモニウムと、
分散剤と、を含む、潤滑油組成物。

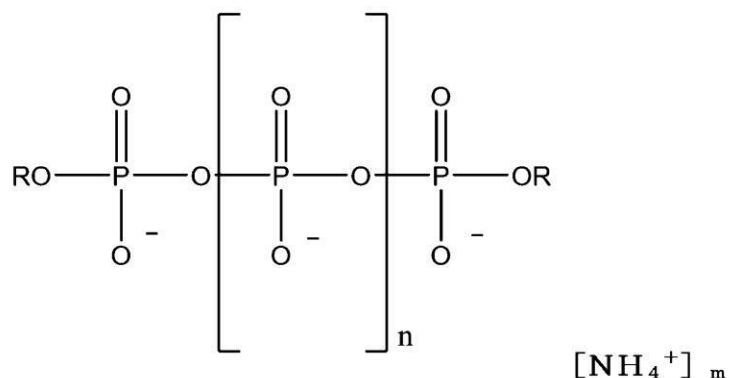
【請求項 8】

前記ポリリン酸アンモニウムが、下記構造：

40

50

【化 2】



[式中、R は、独立して水素またはヒドロカルビル基であり、n は 1 ~ 1 0 0 0 の範囲の整数であり、m は n + 2 である] を有する、請求項 7 に記載の潤滑油組成物。

【請求項 9】

前記分散剤が界面活性剤である、請求項 7 に記載の潤滑油組成物。

【請求項 10】

前記分散剤が、ステアリン酸塩、ベンゼンスルホン酸塩、ホスファチジルコリン、アルケニルコハク酸塩、オレイン酸塩、または脂肪族アルコールである、請求項 7 に記載の潤滑油組成物。

【請求項 1 1】

抗酸化剤、分散剤、摩耗防止剤、洗浄剤、防錆剤、曇り除去剤、解乳化剤、摩擦改質剤、金属非活性化剤、流動点降下剤、粘度改質剤、消泡剤、共溶媒、パッケージ適合剤、腐食防止剤、色素、または極圧添加剤をさらに含む、請求項7に記載の潤滑油組成物。

【請求項 1 2】

ジチオリン酸亜鉛をさらに含む、請求項 7 に記載の潤滑油組成物。

【請求項 13】

内燃機関を動作させる方法であって、
以下：

大半量の潤滑粘度の基油と、

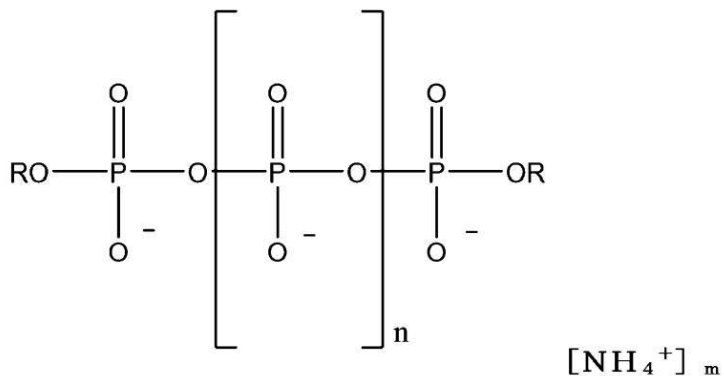
ポリリン酸アンモニウムと、

分散剤と、を含む、潤滑油で前記機関を潤滑することを含む、前記方法。

【請求項 14】

前記ポリリン酸アンモニウムが、下記構造：

【化 3】



[式中、R は、独立して水素またはヒドロカルビル基であり、n は 1 ~ 1 0 0 0 の範囲の整数であり、m は n + 2 である] を有する、請求項 1 3 に記載の方法。

【請求項 15】

前記分散剤が界面活性剤である、請求項 7 に記載の方法。

【請求項 16】

前記分散剤が、ステアリン酸塩、ベンゼンスルホン酸塩、ホスファチジルコリン、アルケニルコハク酸塩、オレイン酸塩、または脂肪族アルコールである、請求項 13 に記載の方法。

【請求項 17】

前記潤滑油組成物が、抗酸化剤、分散剤、摩耗防止剤、洗浄剤、防錆剤、曇り除去剤、解乳化剤、摩擦改質剤、金属非活性化剤、流動点降下剤、粘度改質剤、消泡剤、共溶媒、パッケージ適合剤、腐食防止剤、色素、または極圧添加剤をさらに含む、請求項 13 に記載の方法。

【請求項 18】

前記潤滑油がジチオリン酸亜鉛をさらに含む、請求項 13 に記載の方法。

10

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本開示は、潤滑油添加剤組成物及び潤滑油添加剤組成物を含む潤滑油組成物に関する。より具体的には、本発明は、灰分生成レベルが低減されたポリリン酸塩ベースの耐摩耗剤を提供する。

【背景技術】**【0002】**

従来の耐摩耗剤（ジチオリン酸亜鉛など）は、エンジン内の金属同士の接触のリスクを軽減するために潤滑油によく使用されている。しかしながら、金属含有潤滑添加剤の存在下でエンジンが燃焼すると、灰分が生成する可能性がある。

20

【0003】

灰分の蓄積は、燃費の低下などの悪影響をもたらすエンジン微粒子フィルターの目詰まりをはじめとする、多くのよく知られた問題を引き起こす。したがって、無灰分であるか、従来の潤滑油添加剤と比較して灰分の生成が少ない新たな潤滑油添加剤が提供されることが望ましい。

【発明の概要】**【0004】**

一態様では、大半量の潤滑粘度の基油と、ポリリン酸アンモニウムと分散剤とを含むポリリン酸塩ベースの分散液と、を含む、潤滑油組成物が提供される。

30

【0005】

別の態様では、大半量の潤滑粘度の基油と、ポリリン酸アンモニウムと、分散剤と、を含む潤滑油組成物が提供される。

【0006】

さらなる態様では、内燃機関を動作させる方法であって、大半量の潤滑粘度の基油と、ポリリン酸アンモニウムと、分散剤と、を含む潤滑油で機関を潤滑することを含む、方法が提供される。

【発明を実施するための形態】**【0007】**

40

序論

本明細書において、以下の単語及び表現は、使用される場合、以下に記載される意味を有する。

【0008】

「油溶性」という用語は、特定の添加剤について、所望のレベルの活性または性能を与えるために必要な量を、潤滑粘度のオイルに溶解、分散または懸濁することによって添加できることを意味する。通常、これは、少なくとも 0.001 重量%の添加剤を潤滑油組成物に添加できることを意味する。「燃料可溶性」という用語は、燃料中に溶解、分散、または懸濁された添加剤を表す類似の表現である。

【0009】

50

「少量」とは、添加剤の活性成分として計算される、記載された添加剤に対して表され、組成物中の合計重量に対して表される、組成物の約 50 重量%未満を意味する。

【0010】

「大半量」とは、添加剤の活性成分として計算される、記載された添加剤に対して表され、組成物中の合計重量に対して表される、組成物の約 50 重量%超を意味する。

【0011】

「エンジン」または「燃焼エンジン」とは、燃焼室内で燃料の燃焼が起こる熱機関である。「内燃機関」とは、密閉空間（「燃焼室」）内で燃料の燃焼が起こる熱機関である。「火花点火エンジン」とは、通常は点火プラグからの火花によって燃焼が点火される熱機関である。これは、燃料の噴射と圧縮によって生成される熱が外部の火花なしで燃焼を開始するのに十分である、「圧縮点火エンジン」、通常はディーゼルエンジン、とは対照的である。

10

【0012】

本発明は、大半量の潤滑粘度の基油と、ポリリン酸塩耐摩耗剤と、を含む潤滑油組成物を提供する。ポリリン酸塩はその高い極性構造のため、油に容易に溶解しない。したがって、本発明はさらに、オイル中でポリリン酸塩ベースの分散液を形成するためにポリリン酸塩耐摩耗剤を添加した分散剤を提供する。一般に、ポリリン酸塩ベースの分散液の有効性は、潤滑油流体中での分散液の均一度に依存する。分散液の均一度は、ポリリン酸塩ベースの分散液の濁度と関連し得る。

【0013】

20

ポリリン酸塩ベースの分散液

本発明のポリリン酸塩ベースの分散液は、ポリリン酸アンモニウムと分散剤とを含む。いくつかの実施形態では、ポリリン酸塩分散液は、金属を含まないか（すなわち、潤滑油組成物全体に対して約 2 ppm 未満）、実質的に金属を含まないか（すなわち、潤滑油組成物全体に対して約 50 ppm 未満）、亜鉛を含まないか（すなわち、潤滑油組成物全体に対して約 2 ppm 未満）、または実質的に亜鉛を含まない（すなわち、潤滑油組成物全体に対して約 50 ppm 未満）ものとすることができる。その結果、本発明のポリリン酸塩ベースの分散液は、灰分が生じないか（「無灰分」）、金属ベースの耐摩耗剤と比較して灰分が少なくなる。

【0014】

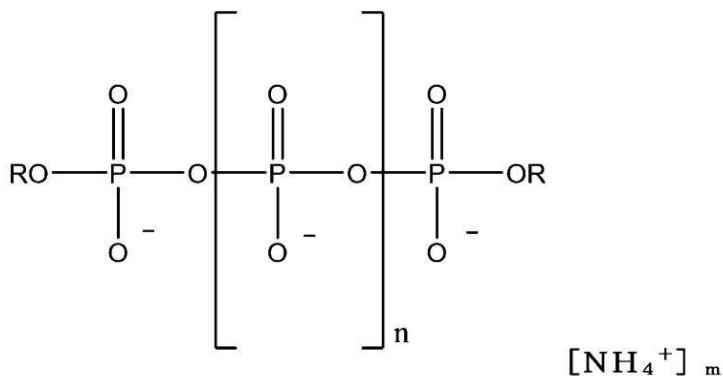
30

いくつかの実施形態では、ポリリン酸塩ベースの分散液は、ジチオリン酸亜鉛（第二級 ZnDTP）などの金属ベースの耐摩耗剤と組み合わせて使用することができる。いくつかの実施形態では、ジチオリン酸亜鉛は約 0.01 重量% ~ 15 重量%で存在する。

【0015】

一実施形態によれば、ポリリン酸アンモニウムは、以下の一般化された構造 I を有する：

【化 1】



構造 I

40

[式中、R は、独立して水素またはヒドロカルビル基であり、n は 1 ~ 1000 の範囲の

50

整数であり、 m は $n + 2$ である]。

【0016】

ポリリン酸アンモニウムは通常、潤滑油の媒質に不溶であるため、分散剤中に混合することにより、ポリリン酸塩をオイル中に分散液として添加することが効果的である。

【0017】

分散剤は、潤滑油組成物中にポリリン酸アンモニウムを分散または分配することができる任意の分子であってよい。分散剤は通常、親水性末端と疎水性末端の両方を有する長い両親媒性分子である。分散剤は、潤滑油組成物中でエマルションなどの凝集構造を形成することができる。

【0018】

使用される分散剤の量は、通常、安定した分散液を与える最小量である。特に、金属分散剤（金属洗浄剤など）は灰分の生成につながる可能性がある。これらの分散剤は、成分の総体積の約6%を超えてはならない。界面活性剤の総量は、成分の総体積の約20%を超えてはならない。

【0019】

本発明と適合する分散剤としては、ステアリン酸塩、ベンゼンスルホン酸塩、ホスファチジルコリン、アルケニルコハク酸塩、オレイン酸塩、脂肪族アルコール、アルケニルコハク酸イミドなどの既知の有機界面活性剤が挙げられる。

【0020】

本発明のポリリン酸塩ベースの分散液は、任意の適当な手段によって調製することができる。以下に、水酸化アンモニウムとリン酸の水溶液、またはリン酸アンモニウム水溶液の油中水型エマルションを脱水して分散液を得る方法について説明する。水酸化アンモニウムとリン酸の電荷モル比が1:1であるような溶液を調製することが理想的である。

【0021】

次いで、この溶液を、中性油、分散剤、及び必要に応じて洗浄剤の組み合わせに添加し、高剪断ミキサー（例えば、ブレンダー）で混合して、エマルションを形成する。得られたエマルションを加熱（140）して部分的に脱水する。エマルションの脱水時、水は104 ~ 108 で急速に除去される。

【0022】

この後では、ほぼすべてのプロセス水が除去されている。この段階の後に除去される追加の水は、水和リン酸オリゴマーの脱水であると考えられる。110 ~ 120 で濁ったエマルションは透明になり始め、その後、130 ~ 140 で再び濁る。この時点で生成物は望ましい脱水レベルに達しているため、直ちに加熱を止めなければならない。

【0023】

冷却した生成物は、分散したポリリン酸アンモニウム由来の約6.5重量%のリンを含む、室温で透明で均質な混合物に戻る。

【0024】

潤滑油組成物

本開示のポリリン酸分散剤は、潤滑油中の分散剤添加剤として有用である。潤滑油組成物中の本開示の分散液の濃度は、潤滑油組成物の総重量に対して、0.01 ~ 15重量%（例えば、0.1 ~ 10重量%、0.2 ~ 5.0重量%、0.5 ~ 2.0重量%）の範囲であってよい。

【0025】

潤滑粘度のオイル（「ベースストック」または「基油」と称される場合もある）は、潤滑剤の主要液体構成成分であり、その中へ添加剤及び場合によっては他の油がブレンドされることで例えば最終的な潤滑剤（すなわち潤滑剤組成物）を与える。基油は、濃縮物を調製するため、及びそれから潤滑油組成物を調製するために有用であり、天然（植物性、動物性、または鉱物性）及び合成潤滑油ならびにそれらの混合物から選択することができる。

【0026】

10

20

30

40

50

本開示におけるベースストック及び基油の定義は、American Petroleum Institute (API) Publication 1509 Annex E (「API Base Oil Interchangeability Guidelines for Passenger Car Motor Oils and Diesel Engine Oils,」December 2016)に記載されているものと同じである。グループ I のベースストックは、90%未満の飽和分及び/または 0.03%超の硫黄分を含有し、表 E-1 に指定される試験方法を使用した場合に 80 以上 120 未満の粘度指数を有する。グループ II のベースストックは、90%以上の飽和分及び 0.03%以下の硫黄分を含有し、表 E-1 に指定される試験方法を使用した場合に 80 以上 120 未満の粘度指数を有する。グループ III のベースストックは、90%以上の飽和分及び 0.03%以下の硫黄分を含有し、表 E-1 に指定される試験方法を使用した場合に 120 以上の粘度指数を有する。グループ IV のベースストックは、ポリ α オレフィン (PAO) である。グループ V ベースストックには、グループ I、II、III、または IV に含まれない他のすべてのベースストックが含まれる。

【0027】

天然油としては、動物油、植物油（例えば、ヒマシ油及びラード油）、ならびに鉱油が挙げられる。好ましい熱酸化安定性を有する動物油及び植物油を使用することができる。天然油のうち、鉱油が好ましい。鉱油は、それらの原油源に関して、例えば、パラフィン系、ナフテン系、または混合パラフィン系 - ナフテン系であるかに関して、大きく異なる。石炭またはシェールに由来するオイルも有用な基油である。天然油はまた、それらの製造及び精製に使用される方法、例えば、それらの蒸留範囲、及びそれらが直留であるかもしくは分解されているか、水素精製されているか、または溶媒抽出されているかによっても異なる。

【0028】

合成油としては、炭化水素油が挙げられる。炭化水素油としては、重合及び共重合オレフィン（例えば、ポリブチレン、ポリプロピレン、プロピレンイソブチレンコポリマー、エチレン - オレフィンコポリマー及びエチレン - α オレフィンコポリマー）などのオイルが挙げられる。ポリアルファオレフィン (PAO) 油ベースストックは広く使用されている合成炭化水素油である。例として、C₈ ~ C₁₄ オレフィン、例えば、C₈、C₁₀、C₁₂、C₁₄ オレフィン、またはそれらの混合物に由来する PAO を用いることもできる。

【0029】

基油として使用するための他の有用な液体としては、高性能特性を与えるために好ましくは触媒的に処理された、または合成された非従来型もしくは従来と異なったベースストックが挙げられる。

【0030】

非従来型または従来と異なったベースストック/基油としては、1つ以上のガス・ツリーキッド (GTL) 材料に由来するベースストック（複数可）の混合物、ならびに天然ワックスまたはワックス状供給原料に由来する異性化/イソ脱ロウ化ベースストック（複数可）、スラックワックス、天然ワックスなどの鉱物及び/または非鉱物油ワックス状原料ストック、ならびにガスオイル、ワックス状燃料ハイドロクラッカー残渣油、ワックス状ラフィネート、水素化分解物、熱分解物、または他の鉱物などのワックス状ストック、鉱油、またはさらには石炭液化またはシェールオイルから受け取ったワックス状材料などの非石油由来ワックス状材料、ならびにそのようなベースストックの混合物のうちの1つ以上が挙げられる。

【0031】

本開示の潤滑油組成物で使用するための基油は、API のグループ I、グループ II、グループ III、グループ IV 及びグループ V のオイル、ならびにそれらの混合物、好ましくは API のグループ II、グループ III、グループ IV 及びグループ V のオイル、ならびにそれらの混合物、より好ましくは、それらの優れた揮発性、安定性、粘度測定及

び清浄度特性のため、グループⅢ～グループⅤの基油に相当する各種のオイルのいずれかである。

【0032】

一般的には、基油は、 $2.5 \sim 20 \text{ mm}^2/\text{秒}$ （例えば、 $3 \sim 12 \text{ mm}^2/\text{秒}$ 、 $4 \sim 10 \text{ mm}^2/\text{秒}$ 、または $4.5 \sim 8 \text{ mm}^2/\text{秒}$ ）の範囲の100での運動粘度（ASTM D445）を有する。

【0033】

本潤滑油組成物はまた、補助機能を付与するための従来の潤滑剤添加剤を含むことで、これらの添加剤が分散または溶解された、完成した潤滑油組成物を得ることができる。例えば、潤滑油組成物は、酸化防止剤、無灰分散剤、摩耗防止剤、金属清浄剤などの清浄剤、防錆剤、曇り止め剤、解乳化剤、摩擦改質剤、金属非活性化剤、流動点降下剤、粘度改質剤、消泡剤、共溶媒、パッケージ適合剤、腐食抑制剤、色素、極圧剤など、及びそれらの混合物とブレンドすることができる。各種の添加剤が既知であり、市販されている。これらの添加剤、またはそれらの類似化合物は、通常のブレンド手順によって、本発明の潤滑油組成物の調製に用いることができる。

【0034】

上記の添加剤の各々は、使用される場合、潤滑剤に所望の特性を付与するために機能的に有効な量で使用される。したがって、例えば、添加剤が無灰分散剤である場合、この無灰分散剤の機能的に有効な量は、潤滑剤に所望の分散特性を付与するのに十分な量である。一般に、これらの添加剤の使用時の各々の濃度は、特に断らない限り、約0.001～約20重量%、例えば、約0.01～約10重量%の範囲とすることができる。

【0035】

以下の例示的な実施例は、非限定的であることが意図される。

【実施例】

【0036】

ポリリン酸塩分散液1

リン酸アンモニウム水溶液の水中油型エマルジョンを1.5時間かけて139に加熱して脱水することによってポリリン酸アンモニウムを含む分散液を調製した。

【0037】

この水溶液は、2リットルのガラスビーカー中で、510.8gのDI水と250.8gのリン酸アンモニウムの混合物を、リン酸アンモニウムが完全に溶解するまで攪拌し、80に加熱することによって調製した。

【0038】

540.3gのExxon150ニュートラルオイル、120.54gの分子量約1100amuのアルケニルコハク酸塩、及び51.26gの中性スルホン酸塩を含有する油相に水相を徐々に添加することによって、水中油型エマルジョンを調製した。

【0039】

水層をゆっくりと加えながら、高剪断ミキサーを使用して溶液を激しく混合して、濁ったエマルジョンを形成した。次いで、メカニカルスターラー、温度制御されたホットプレート、及び窒素導入口を備えた4Lビーカー中でエマルジョンを部分的に脱水した。

【0040】

ポリリン酸塩分散液2

リン酸アンモニウム溶液の代わりに等モル量のリン酸と水酸化アンモニウムを使用した点以外は、ポリリン酸塩分散液1に記載した工程に従って分散ポリリン酸塩成分を調製した。

【0041】

ポリリン酸塩分散液3

中性スルホン酸塩を省略した点以外は、ポリリン酸塩分散液1に記載した工程に従って、分散ポリリン酸塩成分を調製した。この実施例は4.26%のリンを含有していた。TBNは128mg KOH/gであった。

10

20

30

40

50

【 0 0 4 2 】

ポリリン酸塩分散液 4

2 - エチルヘキサノールを中性スルホン酸塩の代わりに添加した点以外は、ポリリン酸塩分散液 1 に記載した工程に従って、分散ポリリン酸塩成分を調製した。

【 0 0 4 3 】

ポリリン酸塩分散液 1 ~ 4 はすべて、1 0 0 未満の N T U (比濁濁度単位) を示し、安定した懸濁液が形成されたことを示した。

【 0 0 4 4 】

これらのポリリン酸塩分散液をグループ I I のパラフィン系基油にさまざまな処理速度で添加して、表 1 にまとめた比較例及び実施例を調製した。

10

【 0 0 4 5 】

比較例 1 は、耐摩耗添加剤を含まないグループ I I のパラフィン系基油である。

【 0 0 4 6 】

比較例 2 は、1 重量 % の市販の第二級ジアルキルジチオリン酸亜鉛を含むグループ I I のパラフィン系基油である。

【 0 0 4 7 】

実施例 1 A は、0 . 1 2 5 重量 % のポリリン酸塩分散液 1 を含むグループ I I のパラフィン系基油である。

【 0 0 4 8 】

実施例 1 B は、0 . 2 5 重量 % のポリリン酸塩分散液 1 を含むグループ I I のパラフィン系基油である。

20

【 0 0 4 9 】

実施例 1 C は、0 . 5 重量 % のポリリン酸塩分散液 1 を含むグループ I I のパラフィン系基油である。

【 0 0 5 0 】

実施例 1 D は、1 . 0 重量 % のポリリン酸塩分散液 1 を含むグループ I I のパラフィン系基油である。

【 0 0 5 1 】

実施例 2 は、1 . 0 重量 % のポリリン酸塩分散液 2 を含むグループ I I のパラフィン系基油中性油である。

30

【 0 0 5 2 】

実施例 3 は、1 . 0 重量 % のポリリン酸塩分散液 3 を含むグループ I I のパラフィン系基油中性油である。

【 0 0 5 3 】

実施例 4 は、1 . 0 重量 % のポリリン酸塩分散液 4 を含むグループ I I のパラフィン系基油である。

【 0 0 5 4 】

M T M による電気接触抵抗 (E C R) 測定

比較例 1 及び 2 及び実施例 1 ~ 4 は、英国ロンドンの P C S I n s t r u m e n t s L t d . のミニトラクションマシン (M T M) トライボメータを使用して評価した。M T M トライボメータは、P C S I n s t r u m e n t s の 5 2 1 0 0 鋼製の研磨ディスクと、ピンの代わりにやはり F a l e x c o r p o r a t i o n の 5 2 1 0 0 鋼製の 0 . 2 5 インチ固定ボールベアリングを使用して、ピンオンディスクモードで動作するように設定した。試験は、1 0 0 、 7 ニュートンの荷重、2 0 0 m m / 秒の滑り速度で 4 0 分間行った後、0 . 1 ニュートンの荷重、2 0 0 0 m m / 秒の滑り速度で 5 分間の慣らし運転を行った。

40

【 0 0 5 5 】

摩耗防止用の潤滑油膜の形成は、電気接触抵抗 (E C R) によって測定することができる。E C R (電気接触抵抗) は、標準 M T M システムのアドオンである。電気抵抗は、ディスクと上側試験片 (ボール、ピン、またはローラ) との間で測定される。

50

【 0 0 5 6 】

ボールに電位を印加する。上側試験片が下側試験片（ディスク）から完全に分離されると、ECR測定値は100%となる。試験片間で金属同士が直接接触すると、接触は短絡し、ECR測定値は0%となる。100%の測定値は、完全に絶縁性の油膜が形成されていることを示す。最大ECR値と100%のECR（潤滑油膜の形成を示す）に達するまでに必要な時間も表1に示す。

【 0 0 5 7 】

添加剤を含まない比較例1は、100%ECRに達することができなかった。同様に、非常に低用量のポリリン酸アンモニウム分散液を含む実施例1Aは、100%のECRに達することができなかった。実施例1B～1D及び実施例2～4はいずれも、比較的短い時間枠内で100%ECRに達し、特に実施例1D及び2は、同じ用量の市販のZnDTP耐摩耗添加剤を含有する比較例2と同等の膜形成A性能を示した。

【表1】

表1

組成物 (重量%)	比較例 1	比較例 2	実施例 1A	実施 例 1B	実施例 1C	実施 例 1D	実施例 2	実施 例3	実施 例4
第二級 ZnDTP	0	1.0	0	0	0	0	0	0	0
ポリリ ン酸塩 1	0	0	0.125	0.25	0.5	1.0	0	0	0
ポリリ ン酸塩2	0	0	0	0	0	0	1.0	0	0
ポリリ ン酸塩3	0	0	0	0	0	0	0	1.0	0
ポリリ ン酸塩4	0	0	0	0	0	0	0	0	1.0
最大 ECR	20	100	0	100	100	100	100	100	100
100% ECRに 達する までの 時間 (秒)	N/A	<100	N/A	500	500	<100	<100	620	910

【 0 0 5 8 】

ベースライン配合物A

以下の成分を互いにブレンドして、SAE 5W-30粘度グレードの潤滑油配合物を得ることにより、ベースライン配合物Aを調製した：

- (a) ホウ酸化コハク酸イミド分散剤と非ホウ素酸化コハク酸イミド分散剤との混合物、
- (b) スルホン酸マグネシウム界面活性剤、
- (c) カルシウムフェネート及びスルホン酸カルシウム、
- (d) アルキル化ジフェニルアミン及びヒンダードフェノール酸化防止剤、
- (e) モリブデンスクシンイミド抗酸化防止剤、
- (f) 従来量の流動点降下剤、粘度指数向上剤、及び泡抑制剤、ならびに
- (g) 残部のグループIIの基油の混合物。

【 0 0 5 9 】

比較例 3

比較例 3 は、 1 . 0 3 重量 % の市販の第二級ジアルキルジチオリン酸亜鉛 (Z n D T P) を添加したベースライン配合物 A を使用して配合した。

【 0 0 6 0 】

実施例 5

実施例 5 は、 0 . 7 7 重量 % の市販の第二級 Z n D T P 及び 0 . 3 1 重量 % の実施例 1 のポリリン酸アンモニウム分散液を添加したベースライン配合物 A を使用して配合した。

【 0 0 6 1 】

実施例 6

実施例 6 は、 0 . 5 2 重量 % の市販の第二級 Z n D T P 及び 0 . 6 2 5 重量 % の実施例 1 のポリリン酸アンモニウム分散液を添加したベースライン配合物 A を使用して配合した。

【 0 0 6 2 】

実施例 7

実施例 7 は、 0 . 2 6 重量 % の市販の第二級 Z n D T P 及び 0 . 9 4 重量 % の実施例 1 のポリリン酸アンモニウム分散液を添加したベースライン配合物 A を使用して配合した。

【 0 0 6 3 】

実施例 8

実施例 8 は、 1 . 2 5 重量 % の実施例 1 のポリリン酸アンモニウム分散液を添加したベースライン配合物 A を使用して配合した。

【 0 0 6 4 】

ミニトラクションマシン (M T M) 評価

比較例 3 及び実施例 5 ~ 8 の潤滑油組成物を、 P C S I n s t r u m e n t s L t d . (英国ロンドン) のミニトラクションマシン (M T M) トライボメータを使用して評価した。 M T M トライボメータは、 P C S I n s t r u m e n t s の 5 2 1 0 0 鋼製の研磨ディスクと、 ピンの代わりにやはり F a l e x c o r p o r a t i o n の 5 2 1 0 0 鋼製の 0 . 2 5 インチ固定ボールベアリングを使用して、 ピンオンディスクモードで動作するように設定した。試験は、 1 0 0 、 7 ニュートンの荷重、 2 0 0 m m / 秒の滑り速度で 4 0 分間行った後、 0 . 1 ニュートンの荷重、 2 0 0 0 m m / 秒の滑り速度で 5 分間の慣らし運転を行った。表 2 の試験結果は、従来の方法により光学顕微鏡で測定したボールベアリングに発生した摩耗痕を示す。 4 回の試験実施による平均摩耗痕を示している。

【 表 2 】

表 2

組成物 (重量%)	比較例 3	実施例 5	実施例 6	実施例 7	実施例 8
第二級 ZnDTP	1.03	0.77	0.52	0.26	0.00
ポリリン酸塩 1	0	0.31	0.625	0.94	1.25
リン含有量 (ppm)	740	740	740	740	740
亜鉛含有量 (ppm)	810	610	410	200	0
硫酸灰分(重量%)	0.95	0.92	0.9	0.87	0.85
平均摩耗痕(μm)	615	517	454	433	500

【 0 0 6 5 】

上記の表 2 に示すように、同じリンベースの処理速度では、無灰分ポリリン酸アンモニウム分散液を含む実施例 5 ~ 8 は、従来の Z n D T P 添加剤を含む比較例 3 に比べて優れた耐摩耗性能を示す。さらに重要な点として、実施例 5 ~ 8 は、比較例 3 よりも低い濃度の硫酸灰分を含有している。実施例 8 は亜鉛を含まず、したがって、比較例 3 と比較して硫酸灰分の濃度が低下している。

【 0 0 6 6 】

ベースライン配合物 B

以下の成分を互いにブレンドして、S A E 5 W - 3 0 粘度グレードの潤滑油配合物を得ることにより、ベースライン配合物 B を調製した：

- (a) スクシンイミド分散剤、
- (b) カルシウムフェネート及びスルホン酸カルシウム、
- (c) アルキル化ジフェニルアミン酸化防止剤、
- (d) 従来量の流動点降下剤、粘度指数向上剤、及び泡抑制剤、ならびに
- (e) 残部のグループ I I I の基油の混合物。

10

【 0 0 6 7 】

比較例 4

比較例 4 は、ジアルキルジチオリン酸亜鉛 (Z n D T P) を含まないベースライン配合物 B を使用して配合した。

【 0 0 6 8 】

比較例 5

20

0 . 1 7 重量 % の第二級ジアルキルジチオリン酸亜鉛を添加して、ベースライン配合物 B と同じ添加剤、基油、及び処理速度を含む潤滑油配合物を形成した。

【 0 0 6 9 】

比較例 6

0 . 4 3 重量 % の第二級ジアルキルジチオリン酸亜鉛を添加して、ベースライン配合物 B と同じ添加剤、基油、及び処理速度を含む潤滑油配合物を形成した。

【 0 0 7 0 】

実施例 9

0 . 4 7 重量 % の実施例 1 のポリリン酸アンモニウム分散液を添加して、ベースライン配合物 B と同じ添加剤、基油、及び処理量を含む潤滑油配合物を形成した。

30

【 0 0 7 1 】

シーケンス I V A スクリーナー試験

比較例 4 ~ 6 及び実施例 9 を、シーケンス I V A 試験 (A S T M D 6 8 9 1) の改変版でバルブトレインの摩耗について評価した。

【 0 0 7 2 】

改変シーケンス I V A スクリーナー試験は、オーバーヘッドカムシャフトエンジンのカムシャフトローブの摩耗を防止する潤滑剤の性能を評価するものである。より具体的には、この試験は、オーバーヘッドバルブトレインとスライディングカムフォロアを備えた火花点火エンジンのカムシャフトローブの摩耗を制御するクランクケースオイルの能力を測定するものである。この試験は、タクシー、小型配送トラック、通勤車両におけるサービスをシミュレートするためのものである。

40

【 0 0 7 3 】

シーケンス I V A スクリーナー試験方法は、2 5 時間サイクルを 2 セット行う 5 0 時間のテストであり、1 サイクルは 4 0 で 2 5 時間、続いて 1 0 0 で 2 5 時間実行される。無鉛燃料「H a l t e r m a n n K A 2 4 E G r e e n」を使用する。試験装置は、K A 2 4 E 日産 2 . 4 リッター、水冷式、燃料噴射エンジン、4 気筒直列、オーバーヘッドカムシャフトで、シリンダーごとに 2 つの吸気バルブと 1 つの排気バルブを備えている。

【 0 0 7 4 】

カム摩耗の平均値 (7 位置の平均 (μm)) を下記表 3 に示す。

50

【表 3】

表 3

成分（重量％）	比較例 4	比較例 5	比較例 6	実施例 9
Z n D T P	0	0.17	0.42	0
リン酸アンモニウム分散液	0	0	0	0.47
リン（p p m）	0	123	310	310
亜鉛（p p m）	0	135	338	0
硫酸灰分（重量％）	0.71	0.73	0.75	0.71
平均カム摩耗（ μ m）	186.54	127.88	35.37	18.41

10

【0075】

比較例 4 は、耐摩耗添加剤を含まず、高い平均カム摩耗を示している。比較例 5 及び 6 は、カム摩耗は低い、Z n D T P による硫酸灰分の濃度が高いことを示している。これに対して、実施例 9 は、Z n D T P を含有する配合物に対して優れた耐摩耗性能を示すだけでなく、灰分濃度が低い。

【0076】

本文と矛盾しない限り、任意の優先権書類及び／または試験手順を含む、本明細書に記載のすべての文書を本明細書に参照によって援用する。上記の一般的説明及び特定の実施形態から明らかなように、本開示の各形態を図示及び説明してきたが、本開示の趣旨及び範囲から逸脱することなくさまざまな変更を行うことが可能である。従って、本開示がそれにより限定されることは意図されていない。

20

【0077】

同様に、「含む」という用語は、「含むこと」という用語と同義であると考えられる。同様に、組成物、要素、または要素群の前に「～を含む（comprising）」という移行句がある場合は常に、同じ組成物または要素群であって、「～から本質的に構成される（consisting essentially of）」、「～からなる（consisting of）」、「～からなる群から選択される（selected from the group of consisting of）」、または「である（is）」という移行句が、組成物、要素、または要素群の記載の前にあるようなものも想到しており、その逆も同様である。

30

【0078】

本明細書で使用される「a」及び「the」という用語は、単数形だけでなく複数形も包含するものと理解される。

【0079】

さまざまな用語を上記で定義した。特許請求の範囲で使用される用語が上記で定義されていない限り、少なくとも 1 つの印刷刊行物または発行特許に反映されている、関連分野の当業者がその用語に与えた最も広い定義が与えられるべきである。さらに、本出願に引用されるすべての特許、試験方法、及びその他の文書は、かかる開示が本出願と矛盾しない範囲で、またかかる援用が許可されるすべての権限において、参照によって全体を援用する。

40

【0080】

本開示の上記の説明は、本開示を例示し、説明したものである。さらに、本開示では、好ましい実施形態のみを示し、説明しているが、上述したように、本開示は他のさまざまな組み合わせ、改変、及び環境で使うことができ、上記の教示及び／または関連技術の技能または知識と同等の本明細書に表現される概念の範囲内で変更または改変が可能である点を理解されたい。上記は本開示の各実施形態に関するものであるが、本開示の他のさらなる実施形態を、その基本的な範囲から逸脱することなく考案することができ、その範囲は特許請求の範囲によって決定されるものである。

50

【 0 0 8 1 】

上記に記載の各実施形態は、本発明を実施する周知の最良の形態をさらに説明することを目的としたものであり、また、他の当業者が、かかる実施形態または他の実施形態において、特定の用途または使用に必要なさまざまな改変を行って本開示を利用することを可能ならしめることを目的としたものである。したがって、上記の記載は、本発明を本明細書に開示される形態に限定することを目的としたものではない。添付の特許請求の範囲は、代替的な実施形態を包含するよう解釈されることがその意図するところである。

10

20

30

40

50

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/IB2022/052373

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
INV. C10M125/24 C10M137/08 C10M153/04
ADD.

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)
C10M

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

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

EPO-Internal, WPI Data

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 4 268 404 A (AHLGRIM MICHAEL ET AL)	1, 3, 5, 7,
A	19 May 1981 (1981-05-19)	9, 11
	column 2, line 1 - column 3, line 3;	2, 4, 6, 8,
	claims; examples 2-5	10, 12-18

X	CN 108 410 550 A (NINGGUO SHUNXIN METAL	1, 3, 5, 7,
A	PRODUCT CO LTD)	9, 11
	17 August 2018 (2018-08-17)	
	the whole document	2, 4, 6, 8,
	-----	10, 12-18

☐ 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

8 June 2022

Date of mailing of the international search report

28/06/2022

Name and mailing address of the ISA/
European Patent Office, P.B. 5618 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040,
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Péntek, Eric

INTERNATIONAL SEARCH REPORT				International application No PCT/IB2022/052373	
Information on patent family members					
Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)		Publication date
US 4268404	A	19-05-1981	DE	2850244 A1	29-05-1980
			EP	0011224 A1	28-05-1980
			US	4268404 A	19-05-1981

CN 108410550	A	17-08-2018	NONE		

10

20

30

40

50

フロントページの続き

(51)国際特許分類		F I	テーマコード (参考)	
C 1 0 N	10/04 (2006.01)	C 1 0 N	10:04	
C 1 0 N	30/00 (2006.01)	C 1 0 N	30:00	Z
C 1 0 N	40/25 (2006.01)	C 1 0 N	40:25	
MK,MT,NL,NO,PL,PT,RO,RS,SE,SI,SK,SM,TR),OA(BF,BJ,CF,CG,CI,CM,GA,GN,GQ,GW,KM,ML,MR,N				
E,SN,TD,TG),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,IT,JM,JO,J				
P,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,N				
A,NG,NI,NO,NZ,OM,PA,PE,PG,PH,PL,PT,QA,RO,RS,RU,RW,SA,SC,SD,SE,SG,SK,SL,ST,SV,SY,TH,TJ,				
TM,TN,TR,TT,TZ,UA,UG,US,UZ,VC,VN,WS,ZA,ZM,ZW				
ニオン ロード 6 0 0 1				
F ターム (参考)	4H104	BA02A BA07A BB02C BB17C BB18C BG06C BH05C CB14A CH03C DA02A		
		DA06A EB05 EB07 EB08 EB09 EB10 EB11 EB13 EB15 FA02 LA20		
		PA41		