(19)日本国特許庁(JP)　(12)特　許　公　報(B2)　(11)特許番号

特許第4989890号
(P4989890)

(45)発行日　平成24年8月1日(2012.8.1)　(24)登録日　平成24年5月11日(2012.5.11)

(51)Int.Cl.		F I
C10M 169/04	***(2006.01)***	C10M 169/04
C10M 105/18	*(2006.01)*	C10M 105/18
C10M 105/34	*(2006.01)*	C10M 105/34
C10M 105/36	*(2006.01)*	C10M 105/36
C10M 105/38	*(2006.01)*	C10M 105/38

請求項の数 14　(全 19 頁)　最終頁に続く

(21)出願番号	特願2005-505268 (P2005-505268)
(86)(22)出願日	平成16年4月2日 (2004.4.2)
(86)国際出願番号	PCT/JP2004/004852
(87)国際公開番号	WO2004/090082
(87)国際公開日	平成16年10月21日 (2004.10.21)
審査請求日	平成18年12月8日 (2006.12.8)
(31)優先権主張番号	特願2003-99652 (P2003-99652)
(32)優先日	平成15年4月2日 (2003.4.2)
(33)優先権主張国	日本国 (JP)

(73)特許権者　000183646
出光興産株式会社
東京都千代田区丸の内３丁目１番１号
(74)代理人　100078732
弁理士　大谷　保
(74)代理人　100081765
弁理士　東平　正道
(72)発明者　上村　秀人
千葉県市原市姉崎海岸２４番地４
(72)発明者　江川　達哉
千葉県袖ヶ浦市上泉１２８０番地

審査官　中野　孝一

最終頁に続く

(54)【発明の名称】導電性潤滑油組成物

(57)【特許請求の範囲】

【請求項１】

下記一般式（ＩＩ）で表されるエーテル化合物を含有するシリコーンオイルを除く潤滑油基油（Ａ）に非金属系帯電防止剤（Ｂ）を添加した潤滑油組成物であって、４０℃における動粘度が２５ｍｍ^2／ｓ以下、粘度指数が１００以上、引火点(ＣＯＣ法)が１５０℃以上であり、かつ２５℃の体積抵抗率が１×１０^{10}Ω・ｃｍ以下であることを特徴とする導電性潤滑油組成物。

R^6-O-R^7　　（ＩＩ）

（式中、R^6及びR^7は、どちらか一方が炭素数８～２４のアルキル基であり、もう一方が炭素数１～２４のアルキル基、フェニル基、又は炭素数７～２４のアルキルアリール基である。）

【請求項２】

前記一般式（ＩＩ）において、R^6及びR^7のうちどちらか一方が炭素数８～２４のアルキル基であり、もう一方が炭素数１６～２４のアルキル基、フェニル基、又は炭素数７～２４のアルキルアリール基である請求項１に記載の導電性潤滑油組成物。

【請求項３】

前記導電性潤滑油組成物全量基準で、前記エーテル化合物の含有量が６７．７～９９．８質量％である請求項１又は２に記載の導電性潤滑油組成物。

【請求項４】

前記４０℃における動粘度が２０ｍｍ^2／ｓ以下である請求項１～３のいずれかに記載

の導電性潤滑油組成物。
【請求項５】
前記粘度指数が１２０以上である請求項１～４のいずれかに記載の導電性潤滑油組成物。
【請求項６】
さらに、流動点が－４０℃以下である請求項１～５のいずれかに記載の導電性潤滑油組成物。
【請求項７】
前記潤滑油基油（Ａ）に、非金属系帯電防止剤（Ｂ）として、アミン誘導体，コハク酸誘導体，ポリ（オキシアルキレン）グリコール及び多価アルコールの部分エステルから選ばれた少なくとも一種の化合物を、０．０１～１０質量％添加してなる請求項１～６のいずれかに記載の導電性潤滑油組成物。
【請求項８】
潤滑油基油（Ａ）が、さらにエステル化合物を含有するものである請求項１～７のいずれかに記載の導電性潤滑油組成物。
【請求項９】
エステル化合物が、多価アルコールと脂肪酸との縮合反応からなるポリオールエステル，二塩基酸と一価のアルコールの縮合反応からなるジエステル，及び脂肪酸と一価のアルコールの縮合反応からなるモノエステルから選ばれた少なくとも一種の化合物である請求項８記載の導電性潤滑油組成物。
【請求項１０】
非金属系帯電防止剤（Ｂ）がアミン誘導体である請求項７記載の導電性潤滑油組成物。
【請求項１１】
非金属系帯電防止剤（Ｂ）としてのアミン誘導体が、テトラエチレンペンタミンと脂肪酸の反応縮合物である請求項７記載の導電性潤滑油組成物。
【請求項１２】
前記潤滑油基油（Ａ）が、さらに炭化水素化合物を含有するものである請求項１～１１のいずれかに記載の導電性潤滑油組成物。
【請求項１３】
さらに、酸化防止剤、油性剤、摩擦低減剤、防錆剤、金属付活性剤、泡消剤及び粘度指数向上剤から選ばれる少なくとも一種類の添加剤を配合してなる請求項１～１２のいずれかに記載の導電性潤滑油組成物。
【請求項１４】
請求項１～１３のいずれかに記載の導電性潤滑油組成物からなる軸受油。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】
本発明は、導電性潤滑油組成物に関し、さらに詳しくは軸受油、特に流体軸受油、焼結含油軸受油などに好適な導電性潤滑油組成物に関するものである。
【背景技術】
【０００２】
磁気ディスクや光ディスクに代表されるスピンドルモータの軸受けとして、近年、静粛性や耐久性付与のために、流体軸受や焼結含油軸受などのすべり軸受を採用するケースが増えてきている。
これらの軸受は、軸と軸受内面を潤滑油よって隔て、軸にかかる加重を支え、軸と軸受間におこる摩擦を低減させているのが特徴である。
従って、これら軸受の性能は、潤滑油の性能に大きく依存すると言える。
これらすべり軸受の潤滑油に求められる性能としては、粘度，耐久性，帯電防止性などがある。
このうち、粘度については、スピンドルモータの電力損失，軸受剛性を決定するために

欠かかせないものであるが、最近の情報関連分野機器〔特にＣＤ，ＤＶＤ，ＨＤＤ，レーザープリンタ（ポリゴンミラー）〕に使用されるスピンドルモーターは年々、高速化（１万～５万回転）しているため、最近の傾向として高速時の電力損失が少ない低粘度が選定されている。

一方、潤滑油の粘度が低下すると、一般的に油の蒸発量が多くなる。

そのため、安易な低粘度油の採用は、油の損失を招き、軸受内の潤滑不良、最悪の場合は軸受の損傷を引き起こしてしまう。

【０００３】

この点に配慮し、低粘度と低蒸発性を満足する軸受用潤滑油の基油として、例えば、特開１１－３１５２９２号公報（第１頁）にはエステル系化合物、特開２０００－６３８６０号公報（第１頁）にはモノエステル、特開２００１－１０７０４６号公報（第１頁）には炭酸エステル、特開２００１－１７２６５６号公報（第１頁）及び特開２００１－２４０８８５号公報（第１頁）にはポリ－α－オレフィンとエステルとの併用、特開２００１－２７９２８４号公報（第１頁）にはジエステルとポリオールエステルとの併用、特開２００１－３１６６８７号公報（第１頁）にはネオペンチルグリコールエステル、特開２００２－９７４８２号公報（第１頁）には芳香族エステル又はジエステル、特開２００２－１４６３８１号公報（段落［０００７］）にはモノエステル、特開２００２－１５５９４４号公報（第１頁）にはシュウ酸、マロン酸、コハク酸などからなる特殊ジエステルなど多くの提案がされている。

【０００４】

一方、すべり軸受において、油膜で隔てられた軸と軸受は完全に非接触となる。

従って、流動帯電により静電気が発生しやすく、これらの放電により、重要な電子部品、磁気部品（ハードデイスクのＭＲヘッド）が支障をきたすおそれがある。

従って、磁気ディスクなどの精密器械に使用されるすべり軸受には、特に静電気をアースして、電子部品、磁気部品を保護する必要がある。

このような観点から、上記で示された従来の軸受用潤滑油は、低粘度、低蒸発性は満足するものの、このままでは体積抵抗率が大きく、静電気を発生させやすいという問題を抱えている。

これに対して、金属または金属酸化物からなる導電性微粒子を配合した例が報告されているが（例えば、特開平１０－３００９６号公報（第１頁）、特開平１１－３１５２９２号公報（段落[００２３]）参照）、このような微粒子を含む油剤は、モータの始動、停止時に摩擦面に微粒子が介在してしまうため、軸受の異常摩耗を引き起こしてしまう。

また、このような金属粒子を含まない潤滑油として、スルホン酸やフェネート、サリチレートなどの有機金属塩を添加した例も提案されている（特開平２００１－２３４１８７号公報（第１頁）参照）。

しかし、これら有機金属塩系の帯電防止剤は、多量に添加しないと帯電
防止性を発揮しない。

また、長時間の使用に際し劣化変質し、油に不溶の無機塩（スラッジ）を生成してしまうという問題がある。

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【０００５】

本発明は、前記の課題を解決するためになされたもので、すべり軸受油としての性能を損なうことなく、異常摩耗やスラッジを発生させず、かつ潤滑油の流動帯電によって発生する静電気をアースできる導電性潤滑油組成物を提供することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【０００６】

本発明者らは、前記目的を達成するために鋭意研究を重ねた結果、非金属系帯電防止剤を添加すると共に、特定の性状を一定範囲に限定することにより、前記の課題を解決することを見出し本発明を完成したものである。

すなわち、本発明は、シリコーンオイルを除く潤滑油基油（Ａ）に非金属系帯電防止剤（Ｂ）を添加した潤滑油組成物であって、４０℃における動粘度が２５ｍｍ^2／ｓ以下、粘度指数が１００以上、引火点が１５０℃以上、好ましくは２００℃以上であり、かつ２５℃の体積抵抗率が１×１０^{10}Ω・ｃｍ以下であることを特徴とする導電性潤滑油組成物を提供するものである。

また、本発明は、前記潤滑油組成物からなる軸受油を提供するものである。

【発明を実施するための形態】

【０００７】

本発明の導電性潤滑油組成物は、潤滑油基油（Ａ）に非金属系帯電防止剤（Ｂ）を添加したものであって、該組成物の特性は、少なくとも下記（１）～（４）の条件を満たすことが必要である。

まず、本発明の潤滑油組成物は、（１）４０℃における動粘度が２５ｍｍ^2／ｓ以下であることを必須とし、さらに２２ｍｍ^2／ｓ以下であると好ましく、１０ｍｍ^2／ｓ以下であると特に好ましい。

この動粘度が、２５ｍｍ^2／ｓを超えると、潤滑油基油の粘度が高くなり、充分な省電力効果が得られない。

次に、本発明の潤滑油組成物は、（２）粘度指数が１００以上であることを必須とし、１２０以上であることが好ましく、さらに１２５以上が好ましく、特に１３０以上が好ましい。

１００未満では温度に対する粘度変化が大きくなる。

また、本発明の潤滑油組成物は、（３）引火点（ＣＯＣ法）は、１５０℃以上であることを必須とする。

引火点が１５０℃未満であると基油の使用中に蒸発して減少する量が多くなり、寿命が短くなる。

また、本発明の潤滑油組成物は、（４）２５℃の体積抵抗率が１×１０^{10}Ω・ｃｍ以下であることを必須とする。

体積抵抗率が１×１０^{10}Ω・ｃｍを超えると、帯電防止性能が低下する。

さらに、本発明の潤滑油基油は、ＪＩＳ　Ｋ２２６５により測定した流動点が－３０℃以下であると好ましく、－４０℃以下であるさらに好ましい。

【０００８】

以上のような条件を満たす本発明の潤滑油組成物に用いられる（Ａ）成分としての潤滑油基油は、炭素、水素及び酸素からなる化合物（以下、「含酸素化合物」という）を含むことが好ましい。

含酸素化合物は、具体例には、エーテル，エステル又はカーボネート構造を有するものが好ましく、特にエーテル化合物が好ましい。

前記エステル化合物としては、具体的には、ネオペンチルグリコール，トリメチロールプロパン，ペンタエリスリトールなどの多価アルコールと脂肪酸との縮合反応から得られるポリオールエステル、アジピン酸，セバチン酸などの二塩基酸と一価のアルコールの縮合反応からなるジエステル，脂肪酸と一価のアルコールの縮合反応からなるモノエステルなどが好ましく用いられる。

また、前記エーテル化合物としては、下記一般式（１）で表される化合物又はその混合物が好ましい。

$R^1-O-(R^2-O)_a-(R^3-O)_b-(R^4-O)_c-R^5$　（Ｉ）

（Ｉ）式中、R^1及びR^5は、それぞれ独立に、水素、炭素数１～２４のアルキル基，フェニル基，又は炭素数７～２４のアルキルアリール基を示し、R^2、R^3及びR^4は、それぞれ独立に、炭素数２～１８のアルキレン基を示し、ａ、ｂ及びｃは、それぞれ独立に、０～８（好ましくは、０～５）の数を示し、ａ～ｃの合計は０～８（好ましくは、０～５）である。

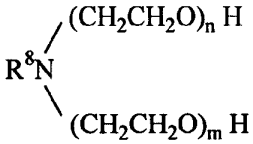
（R^2－Ｏ）、（R^3－Ｏ）及び（R^4－Ｏ）は、構成単位ごとに同一でも異なっていてもよい。

【０００９】
前記R^1及びR^5の示すアルキル基としては、それぞれ直鎖状，分岐状，環状のいずれであってもよく、例えば、メチル基，エチル基，プロピル基，ブチル基，ヘキシル基，２－エチルヘキシル基，３，５，５－トリメチルヘキシル基，ヘプチル基，オクチル基，３，７－ジメチルオクチル基，ノニル基，２－ペンチルノニル基，デシル基，２－オクチルウンデカニル基，ドデシル基，シクロペンチル基，シクロヘキシル基などが挙げられ、特に、２－エチルヘキシル基，３，５，５－トリメチルヘキシル基，オクチル基，３，７－ジメチルオクチル基，ノニル基，２－ペンチルノニル基，デシル基，２－オクチルウンデカニル基が好ましい。
前記R^1及びR^5の示すアルキルアリール基としては、それぞれアルキルフェニル基やアルキルナフチル基などが挙げられ、アルキル部位としては、前記した具体例が挙げられ、特に、オクチル基，デシル基，ドデシル基が好ましい。
前記R^2、R^3及びR^4の示すアルキレン基としては、それぞれ直鎖状，分岐状，環状のいずれであってもよく、例えば、エチレン基，プロピレン基，ブチレン基，ヘキシレン基，ノニレン基，デシレン基，ドデシレン基，シクロペンチレン基，シクロヘキシレン基などが挙げられ、特に、エチレン基，プロピレン基，ブチレン基，ヘキシレン基，ノニレン基，デシレン基が好ましい。
【００１０】
前記エーテル化合物は、さらに下記一般式（ＩＩ）で表されるモノエーテル化合物が好ましい。

R^6-O-R^7　　（ＩＩ）

式中、R^6及びR^7は、どちらか一方が炭素数１～２４のアルキル基であり、もう一方が炭素数１～２４のアルキル基、フェニル基、又は炭素数７～２４のアルキルアリール基である。
上記一般式（Ｉ）及び（ＩＩ）で表されるエーテル化合物は、それぞれ単一で用いてもよく、互いに混合して用いてもよい。
また、これらエーテル化合物は前記エステル化合物と混合してもよい。
さらに、該エーテル化合物及び／又はエステル化合物を炭化水素基材に対して好ましくは２０～８０質量％の割合で混合してもよい。
【００１１】
本発明の潤滑油基油は、前記含酸素化合物に加え、種々の炭化水素化合物を含有することができる。
この場合でも前記（１）～（４）の条件を満たすことが必要である。
前記含酸素化合物と混合する炭化水素化合物としては、本発明の潤滑油基油の効果を損なわないものであれば特に限定されず、例えば、鉱油（８０ニュートラル鉱油等）、ポリα－オレフィン〔粘度グレード４mm^2／ｓ又は８mm^2／ｓ（１００℃）等〕、エチレン－プロピレン共重合物、アルキルベンゼン（プロピルベンゼン、ブチルベゼン等）などが挙げられ、特に、ポリα－オレフィンが好ましい。
ただし、本発明の潤滑油基油は、シリコーンオイルは含まない。
シリコーンオイルは、上記の条件を満たしたとしても、潤滑性が劣るためである。
【００１２】
次に、本発明において、前記潤滑油基油（Ａ）に添加される非金属系帯電防止剤（Ｂ）としては、アミン誘導体、コハク酸誘導体、ポリ（オキシアルキレン）グリコール又は多価アルコールの部分エステルが好ましく、この場合の添加量は、組成物全量基準で０．０１～１０質量％が好ましい。
具体的には、アミン誘導体としては、下式のポリ（オキシエチレン）アルキルアミン（ただし、R^8は炭素数１～１８のアルキル基である。）、
【００１３】

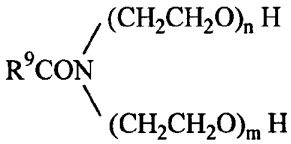
【化１】



下式のポリ（オキシエチレン）アルキルアミド（ただし、R^9は炭素数１～１８のアルキル基である。）、

【００１４】

【化２】



テトラエチレンペンタミン（ＴＥＰＥ）などのポリエチレンイミンと脂肪酸を用いた反応縮合物などが挙げられるが、好ましくはＴＥＰＥとステアリン酸との反応縮合物である。

また、コハク酸誘導体としては、ポリブテニルコハク酸イミドなどが好ましく挙げられる。

【００１５】

また、ポリ（オキシアルキレン）グリコールとしては、下記一般式（ＩＩＩ）で表される化合物又はその混合物が好ましい。

$R^1-O-(R^2-O)_d-(R^3-O)_e-(R^4-O)_f-R^5$　（ＩＩＩ）

（ＩＩＩ）式中、R^1～R^5は、前記一般式（Ｉ）における場合と同じである。

ただし、ｄ、ｅ及びｆは、それぞれ独立に、０～５０の数を示し、ｄ～ｆの合計は９～５０である。

（R^2-O）、（R^3-O）及び（R^4-O）は、構成単位ごとに同一でも異なっていてもよい。

これらの化合物のうち、ポリ(オキシエチレン)アルキルエーテル

$R^{10}O(CH_2CH_2O)_nH$（ただし、R^{10}は炭素数１～１８のアルキル基である。ｎは１～１０の数である。）、

ポリ（オキシエチレン）アルキルフェニルエーテル

$R^{11}-Q-O(CH_2CH_2O)_nH$（ただし、R^{11}は炭素数１～１８のアルキル基であり、Ｑは芳香族残基である。ｎは１～１０の数である。）及びポリ（オキシエチレン）グリコール脂肪酸エステル

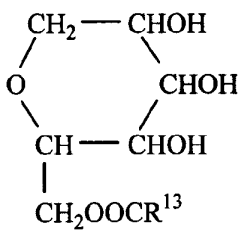
$R^{12}COO(CH_2CH_2O)_nH$（ただし、R^{12}は炭素数１～１８のアルキル基である。ｎは１～１０の数である。）

などがより好ましい。

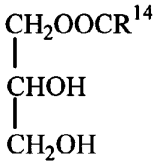
【００１６】

また、多価アルコールの部分エステルとしては、ソルビタンモノオレート，ソルビタンジオレートなどの下式で示されるソルビタン脂肪酸エステル

【化３】



（ただし、R^{13}は炭素数１～１８のアルキル基である。ｎ，ｍは、それぞれ１～１０の数である。）、
グリセリンモノオレート，グリセリンジオレートなどの下式で示されるグリセリン脂肪酸エステル
【００１７】
【化４】



（ただし、R^{14}は炭素数１～１８のアルキル基である。ｎ，ｍは、それぞれ１～１０の数である。）、
及びネオペンチルグリコール，トリメチロールプロパン，ペンタエリスリトールなどの多価アルコールと炭素数１～２４の脂肪酸の部分エステル化合物などが挙げられる。
【００１８】
本発明の潤滑油組成物において、特に、アルキル基からなるモノエーテル（成分Ａ）に、テトラエチレンペンタミンと脂肪酸（特にステアリン酸）を用いた反応縮合物（成分Ｂ）を添加してなる潤滑油組成物は、低粘度，低蒸発性，耐熱性及び帯電防止性の全ての性能に優れており好ましい。
また、本発明の潤滑油基油は、目的に応じて上記以外の添加剤を配合して潤滑油組成物とし、それぞれの用途に適合した潤滑油として使用すると好ましい。
添加剤としては、公知のものなど各種のものが使用可能であり、例えば、下記の酸化防止剤、油性剤、摩擦低減剤、防錆剤、金属付活性剤、泡消剤及び粘度指数向上剤などが含まれる。
【００１９】
（１）酸化防止剤の例としては、アミン系酸化防止剤、フェノール系酸化防止剤及び硫黄系化合物などが挙げられる。
アミン系酸化防止剤としては、例えば、モノオクチルジフェニルアミン、モノノニルジフェニルアミンなどのモノアルキルジフェニルアミン系、４，４’－ジブチルジフェニルアミン、４，４’－ジペンチルジフェニルアミン、４，４’－ジヘキシルジフェニルアミン、４，４’－ジヘプチルジフェニルアミン、４，４’－ジオクチルジフェニルアミン、４，４’－ジノニルジフェニルアミンなどのジアルキルジフェニルアミン系、テトラブチルジフェニルアミン、テトラヘキシルジフェニルアミン、テトラオクチルジフェニルアミン、テトラノニルジフェニルアミンなどのポリアルキルジフェニルアミン系、α－ナフチルアミン、フェニル－α－ナフチルアミン、ブチルフェニル－α－ナフチルアミン、ペンチルフェニル－α－ナフチルアミン、ヘキシルフェニル－α－ナフチルアミン、ヘプチルフェニル－α－ナフチルアミン、オクチルフェニル－α－ナフチルアミン、ノニルフェニル－α－ナフチルアミンなどのナフチルアミン系を挙げることができ、中でもジアルキルジフェニルアミン系ものが好ましい。
上記のアミン系酸化防止剤は、一種又は二種以上を組み合わせて使用してもよい。
【００２０】
フェノール系酸化防止剤としては、例えば、２，６－ジ－ｔｅｒｔ－ブチル－４－メチルフェノール、２，６－ジ－ｔｅｒｔ－ブチル－４－エチルフェノール、２，６－ジ－ｔｅｒｔ－ブチル－ｐ－クレゾールなどのモノフェノール系、４，４’－メチレンビス（２，６－ジ－ｔｅｒｔ－ブチルフェノール）、２，２’－メチレンビス（４－エチル－６－ｔｅｒｔ－ブチルフェノール）などのジフェノール系を挙げることができる。
上記のフェノール系酸化防止剤は、一種又は二種以上を組み合わせて使用してもよい。
【００２１】

硫黄系化合物としては、フェノチアジン、ペンタエリスリトール－テトラキス－（３－ラウリルチオプロピオネート）、ビス（３，５－ｔｅｒｔ－ブチル－４－ヒドロキシベンジル）スルフィド、チオジエチレンビス（３－（３，５－ジ－ｔｅｒｔ－ブチル－４－ヒドロキシフェニル））プロピオネート、２，６－ジ－ｔｅｒｔ－ブチル－４－（４，６－ビス（オクチルチオ）－１，３，５－トリアジン－２－メチルアミノ）フェノールなどが挙げられる。

これらの酸化防止剤の好ましい配合量は、組成物全量基準で０．０１～１０質量％の範囲であり、０．０３～５質量％の範囲が特に好ましい。

【００２２】

（２）油性剤の例としては、ステアリン酸、オレイン酸などの脂肪族飽和及び不飽和モノカルボン酸、ダイマー酸、水添ダイマー酸などの重合脂肪酸、リシノレイン酸、１２－ヒドロキシステアリン酸などのヒドロキシ脂肪酸、ラウリルアルコール、オレイルアルコールなどの脂肪族飽和及び不飽和モノアルコール、ステアリルアミン、オレイルアミンなどの脂肪族飽和及び不飽和モノアミン、ラウリン酸アミド、オレイン酸アミドなどの脂肪族飽和及び不飽和モノカルボン酸アミド等が挙げられる。

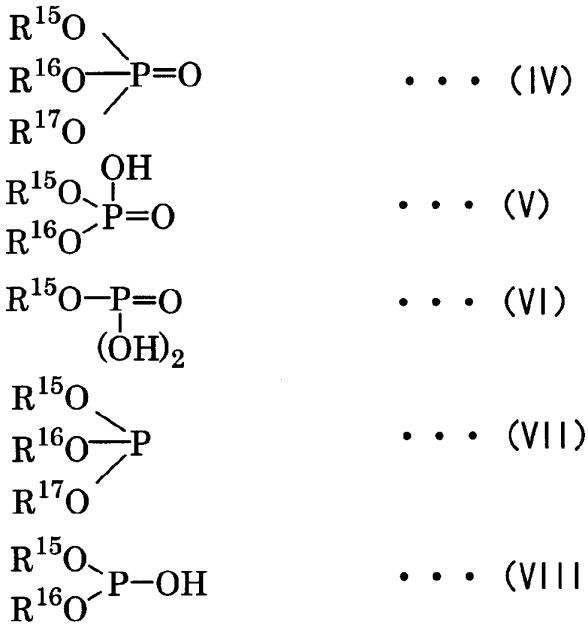
これら油性剤の好ましい配合量は、組成物全量基準で０．０１～１０質量％の範囲であり、０．１～５質量％の範囲が特に好ましい。

【００２３】

（３）摩擦調整剤の例としては、一般に油性剤又は極圧剤として用いられているものを使用することができ、特にリン酸エステル、リン酸エステルのアミン塩及び硫黄系極圧剤が挙げられる。

リン酸エステルとしては、下記の一般式（ＩＶ）～（ＶＩＩＩ）で表されるリン酸エステル、酸性リン酸エステル、亜リン酸エステル、酸性亜リン酸エステルを包含する。

【化５】



上記一般式（ＩＶ）～（ＶＩＩＩ）において、R^{15}～R^{17}は炭素数４～３０のアルキル基、アルケニル基、アルキルアリール基及びアリールアルキル基を示し、R^{15}～R^{17}は同一でも異なっていてもよい。

【００２４】

リン酸エステルとしては、トリアリールホスフェート、トリアルキルホスフェート、トリアルキルアリールホスフェート、トリアリールアルキルホスフェート、トリアルケニルホスフェートなどがあり、例えば、トリフェニルホスフェート、トリクレジルホスフェート、ベンジルジフェニルホスフェート、エチルジフェニルホスフェート、トリブチルホス

フェート、エチルジブチルホスフェート、クレジルジフェニルホスフェート、ジクレジルフェニルホスフェート、エチルフェニルジフェニルホスフェート、ジエチルフェニルフェニルホスフェート、プロピルフェニルジフェニルホスフェート、ジプロピルフェニルフェニルホスフェート、トリエチルフェニルホスフェート、トリプロピルフェニルホスフェート、ブチルフェニルジフェニルホスフェート、ジブチルフェニルフェニルホスフェート、トリブチルフェニルホスフェート、トリヘキシルホスフェート、トリ（２－エチルヘキシル）ホスフェート、トリデシルホスフェート、トリラウリルホスフェート、トリミリスチルホスフェート、トリパルミチルホスフェート、トリステアリルホスフェート、トリオレイルホスフェートなどを挙げることができる。

【００２５】

酸性リン酸エステルとしては、例えば、２－エチルヘキシルアシッドホスフェート、エチルアシッドホスフェート、ブチルアシッドホスフェート、オレイルアシッドホスフェート、テトラコシルアシッドホスフェート、イソデシルアシッドホスフェート、ラウリルアシッドホスフェート、トリデシルアシッドホスフェート、ステアリルアシッドホスフェート、イソステアリルアシッドホスフェートなどを挙げることができる。

亜リン酸エステルとしては、例えば、トリエチルホスファイト、トリブチルホスファイト、トリフェニルホスファイト、トリクレジルホスファイト、トリ（ノニルフェニル）ホスファイト、トリ（２－エチルヘキシル）ホスファイト、トリデシルホオスファイト、トリラウリルホスファイト、トリイソオクチルホスファイト、ジフェニルイソデシルホスファイト、トリステアリルホスファイト、トリオレイルホスファイトなどを挙げることができる。

酸性亜リン酸エステルとしては、例えば、ジブチルハイドロゲンホスファイト、ジラウリルハイドロゲンホスファイト、ジオレイルハイドロゲンホスファイト、ジステアリルハイドロゲンホスファイト、ジフェニルハイドロゲンホスファイトなどを挙げることができる。

以上のリン酸エステル類の中で、トリクレジルホスファート、トリフェニルホスフェートが好適である。

【００２６】

さらに、これらとアミン塩を形成するアミン類としては、例えば、一般式（ＩＸ）

$R^{18}{}_pNH_{3-p}$・・・（ＩＸ）

（式中、R^{18}は、炭素数３～３０のアルキル基もしくはアルケニル基、炭素数６～３０のアリール基もしくはアリールアルキル基又は炭素数２～３０のヒドロキシアルキル基を示し、ｐは１、２又は３を示す。また、R^{18}が複数ある場合、複数のR^{18}は同一でも異なっていてもよい。）

で表させるモノ置換アミン、ジ置換アミン又はトリ置換アミンが挙げられる。

上記一般式（ＩＸ）におけるR^{18}のうちの炭素数３～３０のアルキル基もしくはアルケニル基は、直鎖状、分岐状、環状のいずれであってもよい。

【００２７】

モノ置換アミンの例としては、ブチルアミン、ペンチルアミン、ヘキシルアミン、シクロヘキシルアミン、オクチルアミン、ラウリルアミン、ステアリルアミン、オレイルアミン、ベンジルアミンなどを挙げることができ、ジ置換アミンの例としては、ジブチルアミン、ジペンチルアミン、ジヘキシルアミン、ジシクロヘキシルアミン、ジオクチルアミン、ジラウリルアミン、ジステアリルアミン、ジオレイルアミン、ジベンジルアミン、ステアリル・モノエタノールアミン、デシル・モノエタノールアミン、ヘキシル・モノプロパノールアミン、ベンジル・モノエタノールアミン、フェニル・モノエタノールアミン、トリル・モノプロパノールなどを挙げることができ、トリ置換アミンの例としては、トリブチルアミン、トリペンチルアミン、トリヘキシルアミン、トリシクロヘキシルアミン、トリオクチルアミン、トリラウリルアミン、トリステアリルアミン、トリオレイルアミン、トリベンジルアミン、ジオレイル・モノエタノールアミン、ジラウリル・モノプロパノールアミン、ジオクチル・モノエタノールアミン、ジヘキシル・モノプロパノールアミン、

ジブチル・モノプロパノールアミン、オレイル・ジエタノールアミン、ステアリル・ジプロパノールアミン、ラウリル・ジエタノールアミン、オクチル・ジプロパノールアミン、ブチル・ジエタノールアミン、ベンジル・ジエタノールアミン、フェニル・ジエタノールアミン、トリル・ジプロパノールアミン、キシリル・ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、トリプロパノールアミンなどを挙げることができる。

【００２８】

硫黄系極圧剤としては、分子内に硫黄原子を有し、潤滑油基油に溶解又は均一に分散して、極圧性や優れた摩擦特性を発揮しうるものであればよい。

このようなものとしては、例えば、硫化油脂、硫化脂肪酸、硫化エステル、硫化オレフィン、ジヒドロカルビルポリサルファイド、チアジアゾール化合物、チオリン酸エステル（チオフォスファイト、チオフォスフェート）、アルキルチオカルバモイル化合物、チオカーバメート化合物、チオテルペン化合物、ジアルキルチオジプロピオネート化合物などを挙げることができる。

ここで、硫化油脂は硫黄や硫黄含有化合物と油脂（ラード油、鯨油、植物油、魚油等）を反応させて得られるものであり、その硫黄含有量は特に制限はないが、一般に５～３０質量％のものが好適である。

その具体例としては、硫化ラード、硫化なたね油、硫化ひまし油、硫化大豆油、硫化米ぬか油などを挙げることができる。

硫化脂肪酸の例としては、硫化オレイン酸などを、硫化エステルの例としては、硫化オレイン酸メチルや硫化米ぬか脂肪酸オクチルなどを挙げることができる。

【００２９】

硫化オレフィンとしては、例えば、下記の一般式（Ｘ）

$R^{19}-S_q-R^{20}$・・・（Ｘ）

（式中、R^{19}は炭素数２～１５のアルケニル基、R^{20}は炭素数２～１５のアルキル基又はアルケニル基を示し、ｑは１～８の整数を示す。）

で表される化合物などを挙げることができる。

この化合物は、炭素数２～１５のオレフィン又はその二～四量体を、硫黄、塩化硫黄等の硫化剤と反応させることによって得られ、該オレフィンとしては、プロピレン、イソブテン、ジイソブテンなどが好ましい。

ジヒドロカルビルポリサルファイドとしては、下記の一般式（ＸＩ）

$R^{21}-S_r-R^{22}$・・・（ＸＩ）

（式中、R^{21}及びR^{22}は、それぞれ炭素数１～２０のアルキル基又は環状アルキル基、炭素数６～２０のアリール基、炭素数７～２０のアルキルアリール基又は炭素数７～２０のアリールアルキル基を示し、それらは互いに同一でも異なっていてもよく、ｒは１～８の整数を示す。）

で表される化合物である。

ここで、R^{21}及びR^{22}がアルキル基の場合、硫化アルキルと称される。

【００３０】

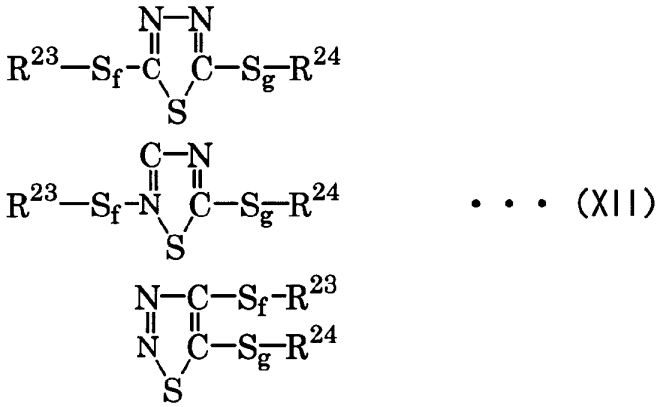
上記一般式（ＸＩ）におけるR^{21}及びR^{22}は、メチル基、エチル基、ｎ－プロピル基、イソプロピル基、ｎ－ブチル基、イソブチル基、ｓｅｃ－ブチル基、ｔｅｒｔ－ブチル基、各種ペンチル基、各種ヘキシル基、各種ヘプチル基、各種オクチル基、各種ノニル基、各種デシル基、各種ドデシル基、シクロヘキシル基、シクロオクチル基、フェニル基、ナフチル基、トリル基、キシリル基、ベンジル基、フェネチル基などを挙げることができる。

このジヒドロカルビルポリサルファイドとしては、例えば、ジベンジルポリサルファイド、各種ジノニルポリサルファイド、各種ジドデシルポリサルファイド、各種ジブチルポリサルファイド、各種ジオクチルポリサルファイド、ジフェニルポリサルファイド、ジシクロヘキシルポリサルファイドなどを好ましく挙げることができる。

【００３１】

チアジアゾール化合物としては、例えば、下記一般式（ＸＩＩ）

【化６】



・・・（XII）

（式中、R^{23}及びR^{24}は、それぞれ水素原子、炭素数１～２０の炭化水素基を示し、ｆ及びｇは、それぞれ０～８の整数を示す。）
で表される１，３，４－チアジアゾール、１，２，４－チアジアゾール化合物、１，４，５－チアジアゾールなどが好ましく用いられる。

【００３２】

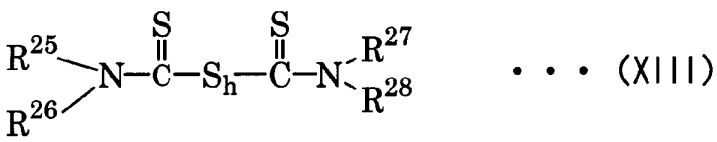
このチアジアゾール化合物としては、例えば、２，５－ビス（ｎ－ヘキシルジチオ）－１，３，４－チアジアゾール、２，５－ビス（ｎ－オクチルジチオ）－１，３，４－チアジアゾール、２，５－ビス（ｎ－ノニルジチオ）－１，３，４－チアジアゾール、２，５－ビス（１，１，３，３－テトラメチルブチルジチオ）－１，３，４－チアジアゾール、３，５－ビス（ｎ－ヘキシルジチオ）－１，２，４－チアジアゾール、３，５－ビス（ｎ－オクチルジチオ）－１，２，４－チアジアゾール、３，５－ビス（ｎ－ノニルジチオ）－１，２，４－チアジアゾール、３，５－ビス（１，１，３，３－テトラメチルブチルジチオ）－１，２，４－チアジアゾール、４，５－ビス（ｎ－ヘキシルジチオ）－１，２，３－チアジアゾール、４，５－ビス（ｎ－オクチルジチオ）－１，２，３－チアジアゾール、４，５－ビス（ｎ－ノニルジチオ）－１，２，３－チアジアゾール、４，５－ビス（１，１，３，３－テトラメチルブチルジチオ）－１，２，３－チアジアゾールなどを好ましく挙げることができる。

チオリン酸エステルとしては、アルキルトリチオフォスファイト、アリール又はアルキルアリールチオフォスフェート、ジラウリルジチオリン酸亜鉛などが挙げられ、特にラウリルトリチオフォスファイト、トリフェニルチオフォスフェートが好ましい。

【００３３】

アルキルチオカルバモイル化合物としては、例えば、下記一般式（ＸIII）

【化７】



・・・（XIII）

（式中、R^{25}～R^{28}は、それぞれ炭素数１～２０のアルキル基を示し、ｈは１～８の整数を示す。）

このアルキルチオカルバモイル化合物としては、例えば、ビス（ジメチルチオカルバモイル）モノスルフィド、ビス（ジブチルチオカルバモイル）モノスルフィド、ビス（ジメチルチオカルバモイル）ジスルフィド、ビス（ジブチルチオカルバモイル）ジスルフィド、ビス（ジアミルチオカルバモイル）ジスルフィド、ビス（ジオクチルチオカルバモイル）ジスルフィドなどを好ましく挙げることができる。

【００３４】

さらに、チオカーバメート化合物としては、例えば、ジアルキルジチアカルバミン酸亜

鉛を、チオテルペン化合物としては、例えば、五硫化リンとピネンの反応物を、ジアルキルチオジプロピオネート化合物としては、例えば、ジラウリルチオジプロピオネート、ジステアリルチオジプロピオネートなどを挙げることができる。

これらの中で、極圧性、摩擦特性、熱的酸化安定性などの点から、チアジアゾール化合物、ベンジルサルファイドが好適である。

【００３５】

これら摩擦調整剤の好ましい配合量は、組成物全量基準で０．０１～１０質量％の範囲であり、０．０５～５質量％の範囲が特に好ましい。

配合量が０．０１質量％未満の場合は、他成分との相乗効果による摩擦特性の向上効果が不十分な場合があり、配合量が１０質量％を超えても、配合量に相当する効果の向上がみられない場合がある。

【００３６】

（４）防錆剤の例としては、例えば、ドデセニルコハク酸ハーフエステル、オクタデセニルコハク酸無水物、ドデセニルコハク酸アミドなどのアルキル又はアルケニルコハク酸誘導体、ソルビタンモノオレエート、グリセリンモノエレエート、ペンタエリスリトールモノオレエートなどの多価アルコール部分エステル、ロジンアミン、Ｎ－オレイルザルコシンなどのアミン類、ジアルキルホスファイトアミン塩等が使用可能である。

これら防錆剤の好ましい配合量は、組成物全量基準で０．０１～５質量％の範囲であり、０．０５～２質量％の範囲が特に好ましい。

【００３７】

（５）金属不活性化剤の例としては、例えば、ベンゾトリアゾール系、チアジアゾール系、没食子酸エステル系の化合物等が使用可能である。

これら金属不活性化剤の好ましい配合量は、組成物全量基準で０．０１～０．４質量％であり、０．０１～０．２質量％の範囲が特に好ましい。

【００３８】

（６）消泡剤の例としては、液状シリコーンが適しており、メチルシリコーン、フルオロシリコーン、ポリアクリレートが使用可能である。

これら消泡剤の好ましい配合量は、組成物全量基準で０．０００５～０．０１質量％である。

【００３９】

（７）粘度指数向上剤の例としては、ポリアルキルメタクリレート、ポリアルキルスチレン、ポリブテン、エチレン－プロピレン共重合体、スチレン－ジエン共重合体、スチレン－無水マレイン酸エステル共重合体などのオレフィン共重合体が使用可能である。

これら粘度指数向上剤の好ましい配合量は、組成物全量基準で０．１～１５質量％であり、０．５～７質量％の範囲が特に好ましい。

本発明の導電性潤滑油組成物の用途としては、例えば、軸受油、特に流体軸受油、焼結含油軸受油などとして好適に用いることができる。

【実施例】

【００４０】

次に、本発明を実施例により、さらに詳細に説明するが、本発明は、これらの例によってなんら限定されるものではない。

１．潤滑油の諸特性は下記の方法に従って測定した。

（１）動粘度

ＪＩＳ　Ｋ２２８３に準拠し４０℃で測定した。

（２）粘度指数

ＪＩＳ　Ｋ２２８３に準拠して測定した。

（３）引火点（ＣＯＣ法）

ＪＩＳ　Ｋ２２６５に準拠して測定した。

（４）流動点

ＪＩＳ　Ｋ２２６９に準拠して測定した。

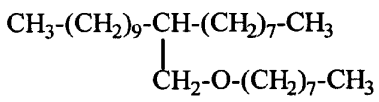
（５）体積抵抗率
ＪＩＳ　Ｃ２１０２に準拠して測定した。
（６）薄膜残さ試験（残油率、耐熱性の評価）
ＪＩＳ　Ｋ２５０４の潤滑油安定試験に示されている容器及び恒温空気浴を用い、サンプル量を１ｇとして、８０℃、１０００時間後の残さ量を測定した。
それを百分率で表し残油率とした。
また、１０００時間後の油剤外観を観察し、油に不溶なスラッジの有無を確認した。
なお、測定中は、絶えず空気を恒温空気浴に１０リットル／ｈｒの割合で流し込んだ。

【００４１】

２．構造解析
以下の製造例で得られた化合物について、ガスクロマトグラフィー分析装置（分析装置：日立２６３－７０型、カラム：ジーエルサイエンス株式会社製ＯＶ－１パックドカラム（２ｍ））にて、９９％以上の純度（ピーク面積より算出）を確認し、このものにつき核磁気共鳴装置（^{1}Ｈ－ＮＭＲ，^{13}Ｃ－ＮＭＲ：日本電子株式会社製ＧＳＸ４００）にて構造を決定した。

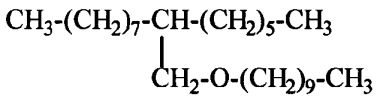
【００４２】

３．製造例
製造例１
２リットルガラス製フラスコに、２－オクチル－１－ドデカノール３００ｇ、１－ブロモオクタン３００ｇ、テトラブチルアンモニウムブロマイド３０ｇ、水酸化ナトリウム水溶液５００ｇ（水酸化ナトリウム１５０ｇを水３５０ｇに溶解したもの）を入れ、５０℃で２０時間攪拌し反応させた。
反応終了後、反応混合物を分液ロートに移し、水相をろ別し、残った有機相を水５００ミリリットルで５回洗浄した。
有機相から減圧蒸留により、以下の構造のエーテル化合物を分離した。
【化８】



【００４３】

製造例２
２リットルガラス製フラスコに、２－ヘキシル－１－デカノール３００ｇ、１－ブロモデカン３００ｇ、テトラブチルアンモニウムブロマイド３０ｇ、３０％水酸化ナトリウム水溶液５００ｇ（水酸化ナトリウム１５０ｇを水３５０ｇに溶解したもの）を入れ、５０℃で２０時間攪拌し反応させた。
反応終了後、反応混合物を分液ロートに移し、水相をろ別し、残った有機相を水５００ミリリットルで５回洗浄した。
有機相から減圧蒸留により、以下の構造のエーテル化合物を分離した。
【化９】



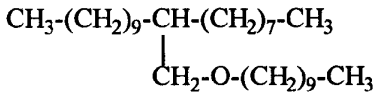
【００４４】

製造例３
２リットルガラス製フラスコに、２－オクチル－１－ドデカノール３００ｇ、１－ブロモデカン３００ｇ、テトラブチルアンモニウムブロマイド３０ｇ、３０％水酸化ナトリウム水溶液５００ｇ（水酸化ナトリウム１５０ｇを水３５０ｇに溶解したもの)を入れ、５０℃で２０時間攪拌し反応させた。

反応終了後、反応混合物を分液ロートに移し、水相をろ別し、残った有機相を水５００ミリリットルで５回洗浄した。

有機相から減圧蒸留により、以下の構造のエーテル化合物を分離した。

【化１０】



【００４５】

４．基油及び添加剤

以下の実施例、比較例及び参考例で用いた基油及び添加剤は、それぞれ第１表及び第２表に示されている。

【００４６】

【表１】

第１表

基油	化合物
基油Ａ-1	製造例１で合成した化合物
基油Ａ-2	製造例２で合成した化合物
基油Ａ-3	製造例３で合成した化合物
基油Ｂ	ネオペンチルグリコールジペラルゴネート
基油Ｃ	ジオクチルセパケート
基油Ｄ	１－ドデセンの２量体であるポリアルファオレフィン
基油Ｅ	パラフィン系原油を水素化精製することによって得られた高精製鉱油

【００４７】

【表２】

第２表

添加剤	化合物
酸化防止剤	フェニルーαーナフチルアミン
防錆剤	ソルビタンモノオレート
摩擦調整剤Ａ	ジ（モノ）メチルアシッドフォスフェートアミン塩 〔モノ-体：ジ-体＝５０：５０（モル比）〕
摩擦調整剤Ｂ	ジーｔーノニルポリサルファイド
帯電防止剤Ａ	ニュートラルバリウムスルホネート　塩基価１
帯電防止剤Ｂ	ポリブテニルコハク酸イミド
帯電防止剤Ｃ	テトラエチレンペンタミンとステアリン酸の反応縮合物

【００４８】

実施例１～９、比較例１～６及び参考例１～３

第３表の処方により潤滑油組成物を調製し、上記（１）～（６）の特性について測定した。

その結果を第３表に示す。

【００４９】

【表３】

第3表－1

潤滑油組成　（質量部）	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	参考例1	参考例2
基油A-1	99.8					
基油A-2		98.8	98.8			
基油A-3				98.8		
基油B					98.8	
基油C						98.8
基油D						
基油E						
酸化防止剤			1	1	1	1
防錆剤						
摩擦調整剤A						
摩擦調整剤B						
帯電防止剤A						
帯電防止剤B				0.2		
帯電防止剤C	0.2	0.2	0.2		0.2	0.2
（合計）	100	99	100	100	100	100
40℃における動粘度（mm^2/s）	9.79	8.387	8.41	11.73	8.75	11.6
粘度指数	138	129	129	146	136	153
引火点（COC法）　（℃）	212	209	207	218	220	220
流動点　（℃）	−30	−45	−45	−27.5	−40	−50>
体積抵抗率　（$\times 10^{10}\Omega\cdot cm$）	0.21	0.12	0.1	0.38	0.22	0.14
薄膜残さ試験（80℃, 500hr後） 残油率　（質量%） 外観　（スラッジの有無）	94.54 なし	88.53 なし	95.34 なし	98.47 なし	94.63 なし	99.5 なし

【００５０】

【表４】

第3表－2

潤滑油組成　（質量部）	実施例5	実施例6	実施例7	参考例3	実施例8	実施例9
基油A-1						
基油A-2	68.8	68.8	97.75		67.7	67.75
基油A-3						
基油B	30			98.75	30	
基油C						
基油D		30				30
基油E						
酸化防止剤	1	1	1	1	1	1
防錆剤			1		1	1
摩擦調整剤A			0.05		0.05	0.05
摩擦調整剤B				0.05	0.05	
帯電防止剤A						
帯電防止剤B						
帯電防止剤C	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
（合計）	100	100	100	100	100	100
40℃における動粘度（mm^2/s）	8.58	8.71	8.851	9.009	8.49	8.95
粘度指数	131	112	123	132	131	112
引火点(COC法)　（℃）	214	205	204	210	211	204
流動点　（℃）	-45	-45	-50	-40	-45	-45
体積抵抗率（$\times 10^{10}\Omega \cdot cm$）	0.15	0.27	0.0135	0.36	0.0122	0.014
薄膜残さ試験(80℃, 500hr後) 残油率　（質量%） 外観　（スラッジの有無）	95.2 なし	91.44 なし	94.97 なし	94.06 なし	94.83 なし	91.27 なし

【００５１】

【表５】

第3表－3

潤滑油組成　（質量部）	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5	比較例6
基油A-1						
基油A-2						
基油A-3	99		98.8			
基油B		99		98.8		
基油C						
基油D					98.8	
基油E						98.8
酸化防止剤	1	1	1	1	1	1
防錆剤					1	1
摩擦調整剤A						
摩擦調整剤B						
帯電防止剤A			0.2	0.2		
帯電防止剤B					0.2	
帯電防止剤C						0.2
（合計）	100	100	100	100	101	101
40℃における動粘度（mm^2/s）	8.34	11.81	8.41	8.73	9.686	8.135
粘度指数	129	146	129	136	85	80
引火点(COC法)　（℃）	210	218	208	218	202	156
流動点　（℃）	−45	−27.5	−45	−40	−50	−7.5
体積抵抗率　（$\times 10^{10}\Omega \cdot cm$）	8	12.00	0.73	0.7	0.02	0.0185
薄膜残さ試験(80℃, 500hr後) 残油率　（質量%） 外観　（スラッジの有無）	99.42 なし	98.2 なし	99.31 あり	97.86 あり	67.15 なし	20.88 なし

【産業上の利用可能性】

【００５２】

以上詳細に説明したように、本発明の導電性潤滑油組成物は、すべり軸受油としての性能を損なうことなく、異常摩耗やスラッジを発生させず、潤滑油の流動帯電によって発生する静電気をアースすることが可能なために、軸受油、特に流体軸受油や焼結含油軸受油として有用である。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.		FI	
C10M 129/76	*(2006.01)*	C10M 129/76	
C10M 133/08	*(2006.01)*	C10M 133/08	
C10M 133/16	*(2006.01)*	C10M 133/16	
C10M 133/56	*(2006.01)*	C10M 133/56	
C10M 145/38	*(2006.01)*	C10M 145/38	
C10N 20/00	*(2006.01)*	C10N 20:00	A
C10N 20/02	*(2006.01)*	C10N 20:00	Z
C10N 30/00	*(2006.01)*	C10N 20:02	
C10N 40/02	*(2006.01)*	C10N 30:00	D
		C10N 40:02	

(56)参考文献 特開２００１－１１５１８０（ＪＰ，Ａ）
特開２００２－２０６０９４（ＪＰ，Ａ）
特開２００３－００３１８８（ＪＰ，Ａ）
特開２００１－２０８０６９（ＪＰ，Ａ）
特開２００１－２３４１８７（ＪＰ，Ａ）
特開２００２－１４６３７４（ＪＰ，Ａ）
特開２００１－２４０８８５（ＪＰ，Ａ）

(58)調査した分野(Int.Cl.，ＤＢ名)
C10M101/00-177/00