

(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
2014年12月31日(31.12.2014)

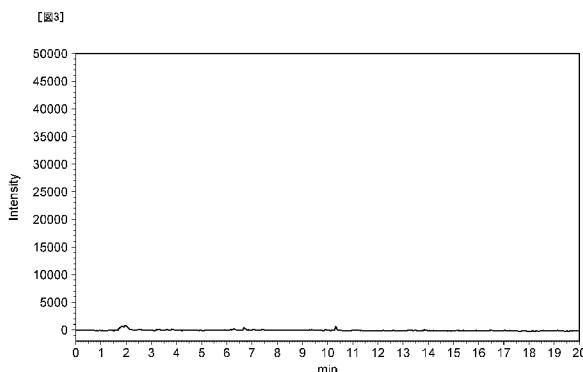


(10) 国際公開番号
WO 2014/208750 A1

- (51) 国際特許分類:
C10M 101/02 (2006.01) C10M 129/40 (2006.01)
C10M 107/02 (2006.01) C10N 30/06 (2006.01)
C10M 169/04 (2006.01) C10N 40/30 (2006.01)
 - (21) 国際出願番号: PCT/JP2014/067262
 - (22) 国際出願日: 2014年6月27日(27.06.2014)
 - (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 2013-137127 2013年6月28日(28.06.2013) JP
特願 2014-058639 2014年3月20日(20.03.2014) JP
 - (71) 出願人: J X 日鉱日石エネルギー株式会社(JX NIPPON OIL & ENERGY CORPORATION) [JP/JP]; 〒1008162 東京都千代田区大手町二丁目6番3号 Tokyo (JP).
 - (72) 発明者: 水谷 祐也(MIZUTANI Yuya); 〒1008162 東京都千代田区大手町二丁目6番3号 J X 日鉱日石エネルギー株式会社内 Tokyo (JP). 清澤 泉(KIYOSAWA Izumi); 〒1008162 東京都千代田区大手町二丁目6番3号 J X 日鉱日石エネルギー株式会社内 Tokyo (JP). 菅原 常年(SUGAWARA Tsunetoshi); 〒1008162 東京都千代田区大手町二丁目6番3号 J X 日鉱日石エネルギー株式会社内 Tokyo (JP).
 - (74) 代理人: 長谷川 芳樹, 外(HASEGAWA Yoshiki et al.); 〒1000005 東京都千代田区丸の内二丁目1番1号丸の内 MY PLAZA (明治安田生命ビル) 9階 創英国際特許法律事務所 Tokyo (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, KE, KG, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, 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, 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: COMPRESSOR OIL, METHOD FOR PRODUCING COMPRESSOR OIL, METHOD FOR COMPRESSING HYDROGEN, METHOD FOR GENERATING ELECTRIC POWER, AND METHOD FOR SUPPLYING HYDROGEN

(54) 発明の名称: 圧縮機油、圧縮機油の製造方法、水素の圧縮方法、発電方法及び水素の供給方法



(57) Abstract: The present invention provides a compressor oil which comprises a hydrocarbon oil having a sulfur content of 0.1 mass% or less and an aromatic component content of 1 mass% or less, wherein the content of a hydrocarbon having 10 or less carbon atoms is 100 ppm by mass or less relative to the whole amount of the compressor oil.

(57) 要約: 本発明は、硫黄分が0.1質量%以下かつ芳香族含有量が1質量%以下である炭化水素油を含有し、炭素数10以下の炭化水素の含有量が、圧縮機油全量基準で100質量ppm以下である、圧縮機油を提供する。

WO 2014/208750 A1

明 細 書

発明の名称：

圧縮機油、圧縮機油の製造方法、水素の圧縮方法、発電方法及び水素の供給方法

技術分野

[0001] 本発明は、気体を圧縮するガス圧縮機の潤滑に用いられる圧縮機油、圧縮機油の製造方法、並びに該圧縮機油を用いた水素の圧縮方法、発電方法及び水素の供給方法に関する。

背景技術

[0002] コンプレッサー（ガス圧縮機）での高効率運転のためには、圧縮される気体の漏れを防止することが有効である。そこで、コンプレッサーでは、気体の漏れを防止するための圧縮機油が用いられる。圧縮機油には、気体の漏れ防止の他に、軸受け部分などの潤滑性を維持することも求められている。圧縮機油としては、鉱油などの基油に様々な添加剤を配合したものが知られている（例えば、特許文献1～3参照）。

先行技術文献

特許文献

- [0003] 特許文献1：特開2005-239897号公報
特許文献2：特開2008-179679号公報
特許文献3：特開平11-335684号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0004] ところで、例えば、燃料電池用の水素を圧縮する圧縮機の場合、非常に高純度の水素を圧縮するため、特定の元素による汚染を抑制することが重要である。しかし、上記従来の圧縮機油を用いると、圧縮機油中の基油、添加剤に含まれる特定の成分が、圧縮される気体を汚染するおそれがある。

[0005] そこで、本発明の目的は、圧縮する気体の汚染を十分に防止することができる圧縮機油、圧縮機油の製造方法、並びに該圧縮機油を用いた水素の圧縮方法、発電方法及び水素の供給方法を提供することにある。

[0006] また、特に水素を圧縮する圧縮機は水素脆性などに起因して摩耗しやすく、かかる圧縮機に用いられる圧縮機油には高い潤滑性が必要とされる。しかし、従来の圧縮機油は潤滑性の点でも必ずしも十分ではなく、実用に供し得るものとしては未だ改善の余地がある。

[0007] そこで、本発明の他の目的は、圧縮する気体の汚染を十分に防止することができ、かつ、高い潤滑性を有する圧縮機油、圧縮機油の製造方法、並びに該圧縮機油を用いた水素の圧縮方法、発電方法及び水素の供給方法を提供することにある。

課題を解決するための手段

[0008] 本発明は、硫黄分が0.1質量%以下かつ芳香族含有量が1質量%以下である炭化水素油を含有し、炭素数10以下の炭化水素の含有量が、圧縮機油全量基準で100質量ppm以下である、圧縮機油を提供する。

[0009] 本発明者らは、硫黄分が0.1質量%以下かつ芳香族含有量が1質量%以下である炭化水素油を含有する圧縮機油において、炭素数10以下の炭化水素の含有量を圧縮機油全量基準で100質量ppm以下とすることによって、圧縮する気体の汚染を十分に防止することができることを見出し、本発明を完成させた。より具体的に説明するために、従来の圧縮機油をガスクロマトグラフィー分析した結果の一例を図1に示す。図1に示すように、圧縮機油をガスクロマトグラフィー分析した場合、例えば保持時間20～30分付近に主成分である炭化水素油に由来するピークが検出される。一方で、本発明者らは、図1の保持時間10分付近に検出される、炭素数10以下の炭化水素に由来する非常に微弱なピークが、圧縮機において圧縮する気体の汚染に影響することを見出した。なお、従来の圧縮機油においては、図1の保持時間10分付近に検出されるような微弱なピークの有無や強度について考慮されていなかった。

- [0010] 圧縮機油は、含酸素有機化合物からなる油性剤を更に含有していてもよい。この場合、圧縮機油全量基準で、前記炭化水素油の含有量が90～99.995質量%であり、前記油性剤の含有量が0.005～10質量%であってもよい。
- [0011] 含酸素有機化合物は、炭素数14～22の脂肪酸を含んでいてもよく、炭素数14～22の分岐脂肪酸を含んでいてもよい。
- [0012] 圧縮機油は、水素を圧縮する圧縮機に好適に用いられる。
- [0013] また、本発明は、圧縮機油の製造方法であって、硫黄分が0.1質量%以下かつ芳香族含有量が1質量%以下である炭化水素油を含有する組成物から、炭素数10以下の炭化水素の含有量が圧縮機油全量基準で100質量ppm以下となるように、炭素数10以下の炭化水素を除去する工程を経て、上記の圧縮機油を得る、圧縮機油の製造方法を提供する。
- [0014] また、本発明は、上記の圧縮機油を備える圧縮機によって水素を圧縮する工程を備える、水素の圧縮方法を提供する。
- [0015] また、本発明は、燃料電池による発電方法であって、燃料電池の燃料として、上記の圧縮機油を備える圧縮機によって圧縮された水素を用いる工程を備える、発電方法を提供する。
- [0016] また、本発明は、上記の圧縮機油を備える圧縮機によって圧縮された水素を燃料電池自動車に供給する工程を備える、水素の供給方法を提供する。

発明の効果

- [0017] 本発明の圧縮機油によれば、圧縮する気体の汚染を十分に防止することができる。また、本発明の圧縮機油によれば、圧縮する気体の汚染を十分に防止することができ、かつ、高い潤滑性を達成することができる。

図面の簡単な説明

- [0018] [図1]従来の圧縮機油のガスクロマトグラフィー分析の結果の一例を示す図である。
- [図2]実施例で用いたポリ α -オレフィン自体（未処理）のガスクロマトグラフィー分析の結果を示す図である。

[図3]実施例における供試油 1-1 のガスクロマトグラフィー分析の結果を示す図である。

[図4]実施例で用いたイソステアリン酸 A の ^{13}C -NMR チャートである。

[図5]実施例で用いたイソステアリン酸 B の ^{13}C -NMR チャートである。

発明を実施するための形態

[0019] 以下、本発明の好適な実施形態について詳細に説明する。

[0020] 本発明の実施形態に係る圧縮機油は、圧縮機油全量基準で、硫黄分が 0.1 質量%以下かつ芳香族含有量が 1 質量%以下である炭化水素油を含有し、炭素数 10 以下の炭化水素の含有量が、圧縮機油全量基準で 100 質量 ppm 以下である。

[0021] 炭化水素油の硫黄分は、圧縮する気体の汚染を十分に防止する観点から、炭化水素油全量を基準として、0.1 質量% (1000 質量 ppm) 以下、好ましくは 10 質量 ppm 以下、より好ましくは 1 質量 ppm 以下である。本発明における硫黄分とは、JIS K 2541-6:2003「原油及び石油製品—硫黄分試験方法」で規定される紫外蛍光法によって測定された値を意味する。

[0022] 炭化水素油の芳香族含有量は、圧縮する気体の汚染を十分に防止する観点から、炭化水素油全量を基準として、0.1 質量%以下であり、好ましくは 0.01 質量%以下である。本発明でいう芳香族含有量とは、JIS K 2536-1:2003「石油製品—成分試験方法」の蛍光指示薬吸着法に準拠して測定された値を意味する。

[0023] 本実施形態における炭化水素油は、硫黄分及び芳香族含有量が上記の条件を満たす限りにおいて特に制限されず、例えば、鉱油系基油、ワックス分解系基油、合成系基油、あるいはこれらの 2 種以上の混合油を挙げることができる。好ましい合成系基油としては、ポリ α -オレフィン又はその水素化物を挙げることができる。オレフィンオリゴマー、スラックワックス、FTワックスなどのワックス類およびこれを異性化した基油、芳香族及び／又は不飽和化合物を含むもの、例えばテルペン油や原油を蒸留した留分を水素化し

たものを用いることもできる。

- [0024] 本実施形態における炭化水素油は、以下の性状を有することが好ましい。
- [0025] 炭化水素油の動粘度は特に限定されない。炭化水素油の40℃における動粘度は、好ましくは10～800 mm²/s、15～500 mm²/s、より好ましくは20～300 mm²/s、30～200 mm²/s、更に好ましくは50～90 mm²/sである。炭化水素油の100℃における動粘度は、好ましくは2～60 mm²/s、3～50 mm²/s、より好ましくは4～35 mm²/s、5～25 mm²/s、更に好ましくは8～15 mm²/sである。炭化水素油の動粘度がこの範囲であると、摺動部での摩耗を低減でき、かつ、攪拌抵抗を低くすることができるためエネルギー消費を抑えられる。
- [0026] 炭化水素油の粘度指数は、好ましくは120～160であり、より好ましくは130～155である。
- [0027] 本発明における40℃及び100℃における動粘度並びに粘度指数は、それぞれJIS K2283:2000「原油及び石油製品—動粘度試験方法及び粘度指数算出方法」に準拠して測定される値を意味する。
- [0028] 炭化水素油の蒸留範囲は、圧縮機されるガス中への軽質炭化水素の混入を防ぐために、JIS K2254:1998「石油製品—蒸留試験方法」で規定されるガスクロマトグラフィー蒸留試験の初留点として、250℃以上であることが好ましく、300℃以上であることがより好ましい。また、1%留出点として、350℃以上であることが好ましく、400℃以上が最も好ましい。ガスクロマトグラフィー蒸留試験では初留点として検出されない微量の軽質炭化水素についても、低減することが好ましい。したがって、炭化水素油を製造する際には、例えば入念なフラッシングを伴う蒸留工程を経ることが好ましい。
- [0029] 炭化水素油の含有量は、圧縮機油全量基準で、好ましくは90～99.9質量%であり、より好ましくは95～99.99質量%であり、更に好ましくは98～99.9質量%である。
- [0030] 圧縮機油の硫黄分は、好ましくは0.1質量%（1000質量ppm）以

下であり、より好ましくは10質量ppm以下であり、更に好ましくは1質量ppm以下である。

[0031] 圧縮機油の金属元素含有量は、圧縮する気体の汚染を十分に防止する観点から、好ましくは100質量ppm以下であり、より好ましくは10質量ppm以下である。本発明における金属元素含有量は、例えば、誘導結合プラズマ（ICP）発光分光などより測定することができ、その試料の前処理としては、JPI-5S-38-92にて規定される溶剤希釈法などを利用することができる。

[0032] 本実施形態に係る圧縮機油は、必要に応じて、硫黄分が0.1質量%以下かつ芳香族含有量が1質量%以下である炭化水素油以外の基油及び／又は添加剤（以下、場合により「他の成分」という。）を更に含有してもよい。添加剤としては、油性剤、酸化防止剤、さび止め剤、腐食防止剤、流動点降下剤、極圧剤、金属不活性剤、清浄分散剤などが例示される。添加剤の含有量は、圧縮機油全量基準で、好ましくは0.005～10質量%であり、より好ましくは0.01～5質量%であり、更に好ましくは0.1～2質量%であり、特に好ましくは0.2～1質量%である。

[0033] 油性剤としては、例えば含酸素有機化合物からなる油性剤が挙げられる。かかる含酸素有機化合物としては、例えば脂肪酸に代表される1価カルボン酸、多価カルボン酸、1価アルコール、多価アルコール、エステル、多価アルコールの部分エステル化合物が挙げられる。これらの中でも、吸着能力が高く、腐食性が低いことから、脂肪酸、多価アルコール及び多価アルコールの部分エステル化合物が好ましい。

[0034] 脂肪酸としては、炭素数14～22の脂肪酸が好ましく、炭素数14～22の分岐脂肪酸がより好ましい。脂肪酸の炭素数は、16～20であることが特に好ましい。また、飽和脂肪酸が好ましい。脂肪酸としては、オレイン酸、イソステアリン酸、ラウリン酸、ステアリン酸が例示される。その中でも、イソステアリン酸が最も好ましい。分岐脂肪酸の中でも、¹³C-NMR分析（広帯域完全デカップリング）において、化学シフト40ppm以上の

領域におけるピーク強度の積分値（ピーク面積）が、全炭素のピーク強度の積分値（ピーク面積）の合計に対して、好ましくは15%以下、より好ましくは10%以下、更に好ましくは1%以下、特に好ましくは0.5%以下となる分岐脂肪酸を用いることができる。このような脂肪酸が好ましい理由としては、化学シフト40 ppm以上の領域はメチン基及びメチン基に隣接する炭素に起因することから、分岐の程度が適切な分岐脂肪酸が好ましいため、と発明者は予想している。

[0035] 含酸素有機化合物に占める脂肪酸の割合は、含酸素有機化合物全量基準で、好ましくは60～100質量%であり、より好ましくは85～100質量%であり、更に好ましくは95～100質量%である。

[0036] 圧縮機に含有される油性剤の含有量は、圧縮機油全量基準で、0.005～10質量%であり、好ましくは0.01～5質量%であり、より好ましくは0.1～2質量%であり、更に好ましくは0.2～1質量%である。

[0037] 圧縮機油は、圧縮機内での消泡及び炭素数10以下の炭化水素を除去する除去工程（詳細は後述する）での消泡のため、上記の添加剤以外に消泡剤を更に含有することが好ましい。消泡剤としては、例えば、ポリアクリレート等のアクリレート系消泡剤、アルキルポリシロキサン等のシロキサン系消泡剤、フルオロシリコーン系消泡剤が挙げられる。この中でも、シロキサン系消泡剤が好ましい。消泡剤の含有量は、圧縮機油全量基準で、100質量ppm以下であることが好ましく、1質量ppm以上20質量ppm以下であることが好ましい。

[0038] 消泡剤の添加方法としては、(i) 灯油などの溶解性の高い溶剤に消泡剤を溶解させて消泡剤濃縮液を調製し、この消泡剤濃縮液を、炭化水素油、又は炭化水素油及び添加剤を含有する組成物に添加する方法や、(ii) 少量の炭化水素油、又は炭化水素油及び添加剤を含有する組成物の一部に、市販のミキサー又はこれ以上のホモジナイズ能力を有する機器を用いて消泡剤を溶解させて消泡剤濃縮液を調製し、この消泡剤濃縮液を、炭化水素油、又は炭化水素油及び添加剤を含有する組成物の残部に添加する方法が挙げられる

が、(i i)の方法がより好ましい。(i i)の方法では、分散性を確保しやすくする観点から、消泡剤として、25℃の粘度が好ましくは1万mPa・s以下、より好ましくは5千mPa・s以下であるジメチルポリシロキサンを用いる。また、当該ジメチルポリシロキサンの25℃の粘度は、1千mPa・s以上であることが好ましい。

[0039] 圧縮機油中の炭素数10以下の炭化水素の含有量は、圧縮機油全量基準で、100質量ppm以下であり、50質量ppm以下であることが好ましく、20質量ppm以下であることがより好ましく、15質量ppm以下であることが更に好ましく、10質量ppm以下であることが特に好ましい。圧縮機油中の炭素数10以下の炭化水素の含有量は、JIS K2254:1998「石油製品—蒸留試験方法」で規定されるガスクロマトグラフィー分析にて、炭素数10以下の炭化水素に由来するピーク強度から算出される。

[0040] 本実施形態に係る圧縮機油は、例えば以下の工程を備える製造方法により製造することができる。

(a) 硫黄分が0.1質量%以下かつ芳香族含有量が1質量%以下である炭化水素油を準備する準備工程。

(b) 準備工程で準備した炭化水素油を含有する組成物を調製する調製工程。

(c) 上記調製工程で調製した上記炭化水素油を含有する組成物から、炭素数10以下の炭化水素の含有量が圧縮機油全量基準で100質量ppm以下となるように、炭素数10以下の炭化水素を除去する除去工程。

[0041] まず、(a)準備工程では、硫黄分が0.1質量%以下かつ芳香族含有量が1質量%以下である炭化水素油を準備する。かかる炭化水素油としては、例えば水素化精製により、硫黄分が0.1質量%以下かつ芳香族含有量が1質量%以下に調整されたものを用いることができる。

[0042] 次に、(b)調製工程では、(a)準備工程で準備した硫黄分が0.1質量%以下かつ芳香族含有量が1質量%以下である炭化水素油を含有する組成

物を調製する。かかる組成物として、硫黄分が0.1質量%以下かつ芳香族含有量が1質量%以下である炭化水素油のみからなる組成物を調製してもよく、当該炭化水素油に加えて他の成分や消泡剤を含有する組成物を調製してもよい。

[0043] 次に、(c) 除去工程では、(b) 調製工程で調製した、硫黄分が0.1質量%以下かつ芳香族含有量が1質量%以下である炭化水素油を含有する組成物から、炭素数10以下の炭化水素の含有量が圧縮機油全量基準で100質量ppm以下となるように、炭素数10以下の炭化水素を除去する。具体的な除去方法としては、加熱攪拌する方法、不活性ガスによりバブリングする方法、超音波を加える方法、真空脱気及びこれらの2種以上を組み合わせた方法などが例示される。また、二酸化炭素、乾燥空気などによりバブリングした後に、不活性ガスによりバブリングする方法、超音波を加える方法及び真空脱気により仕上げる方法から選ばれる少なくとも一種類を行ってもよい。また、(b) 調製工程において組成物を調製するための攪拌と同時に、ガスバブリングによる除去工程を行ってもよい。除去工程は、製造場所で行ってもよく、その場合にはローリーを含む輸送容器に対しても入念なフラッシングなどによる管理がなされる。また、圧縮ガスを消費する装置内又は付帯タンク内で除去工程を行うことも有効である。

[0044] いずれの除去方法を用いるにせよ留意すべきことは、除去工程後の炭素数10以下の炭化水素の含有量（圧縮機油全量基準で100質量ppm以下）が従来考慮されていなかったレベルであり、圧縮機油の原材料以外にも輸送容器等の中の極微量残留物などに起因する可能性が排除できない点である。したがって、除去工程は、最終的に圧縮ガスを消費する装置への負荷を最低限にする見地から行われる。

[0045] 加熱攪拌する方法では、加熱温度は、60～150℃であることが好ましく、80～120℃であることがより好ましく、85～105℃であることが更に好ましい。また、攪拌条件は、200rpm以上であることが好ましく、300rpm以上であることがより好ましく、400rpm以上あるこ

とが更に好ましい。このような条件で加熱攪拌する時間は、1～24時間であることが好ましく、2～12時間であることがより好ましく、4～6時間であることが更に好ましい。

[0046] 不活性ガスによるバブリングでは、例えば窒素ガス、アルゴンガスが用いられる。不活性ガスの流量は、組成物1Lに対して1L/h～500L/hであることが好ましく、10L/h～200L/hであることがより好ましく、20L/h～100L/hであることが更に好ましい。このような条件でバブリングする時間は、1～72時間であることが好ましく、2～48時間であることがより好ましく、5～24時間であることが更に好ましい。不活性ガスによりバブリングする方法は、上記加熱攪拌する方法と組み合わせて用いられることが好ましい。

[0047] 本実施形態に係る圧縮機油は、(c)除去工程の終了後に得られる。または、本実施形態に係る圧縮機油が他の成分を含有する場合、他の成分の一部又は全部を、(c)除去工程で得られた組成物に添加することにより、圧縮機油を得てもよい。また、硫黄分が0.1質量%以下かつ芳香族含有量が1質量%以下である炭化水素油の一部を、(c)除去工程で得られた組成物に添加することにより、圧縮機油を得てもよい。すなわち、本実施形態に係る圧縮機油の製造方法は、(c)除去工程の後に、硫黄分が0.1質量%以下かつ芳香族含有量が1質量%以下である炭化水素油の一部、硫黄分が0.1質量%以下かつ芳香族含有量が1質量%以下である炭化水素油以外の基油、及び添加剤から選ばれる少なくとも一つを、(c)除去工程で得られた組成物に添加する添加工程を更に備えていてもよい。

[0048] 本実施形態に係る圧縮機油を用いる圧縮機の構造は特に制限されないが、好ましい圧縮機としては容積式圧縮機が挙げられる。

[0049] 本実施形態に係る圧縮機油を用いる圧縮機において圧縮する気体としては、特に制限されないが、水素ガスが好適であり、99.9%以上の高純度水素ガスがより好適であり、99.97%以上の高純度水素ガスが特に好適である。

[0050] 本実施形態に係る圧縮機油を用いる圧縮機において圧縮する気体の圧力としては、特に制限されないが、0.5 MPa以上が好適であり、5 MPa以上がより好適であり、3.5 MPa以上、さらには7.0 MPa以上が特に好適である。上限は、200 MPa以下が好ましい。

[0051] 本実施形態に係る圧縮機油は、上記の圧縮機によって水素を圧縮する工程を備える、水素の圧縮方法に好適に用いられる。また、本実施形態に係る圧縮機油は、燃料電池による発電方法に好適に用いられる。より具体的には、本実施形態に係る圧縮機油は、燃料電池の燃料として、上記の圧縮機によって圧縮された水素を用いる工程を備える発電方法に好適に用いられる。また、本実施形態に係る圧縮機油は、上記の圧縮機によって圧縮された水素を燃料電池自動車に供給する工程を備える水素の供給方法に好適に用いられる。

実施例

[0052] 以下、実施例によって本発明をより具体的に説明するが、本発明は以下の実施例に限定されるものではない。

[0053] [供試油1-1~1-8]

ポリ α -オレフィン（デセン誘導体で、40℃動粘度が6.3 mm²/s、100℃動粘度が9.6 mm²/s、粘度指数が134、硫黄分1質量ppm以下、芳香族含有量1質量ppm以下）500gに対して、溶剤を含まないジメチルポリシロキサン（25℃粘度：3千Pa·s）1.5mg（圧縮機油全量基準で3質量ppm）を添加し、表1に示す攪拌温度、攪拌時間、N₂バブリング時間に従って、圧縮機油（供試油1-1~1-8）を調製した。N₂バブリングは、圧縮機油1Lに対して50L/hの窒素ガス流量で実施した。表中のN₂バブリング時間について、「-」はN₂バブリングを実施していないことを意味する。供試油1-6、1-7については、イソステアリン酸を圧縮機油全量基準で0.5質量%配合した。

[0054] 得られた圧縮機油について、JIS K2254：1998「石油製品—蒸留試験方法」にて規定されるガスクロマトグラフィー分析にて、炭素数10以下の炭化水素の含有量を測定した。具体的には、（株）島津製作所製G

C-2010を用い、また、カラムとしてUA1HT (5 m×0.5 mmφ×0.1 μm)、キャリアガスとしてヘリウム (15 mL/分)、検出器としてFIDをそれぞれ用いた。また、検出温度400℃、オープン温度40℃~380℃ (6分)、温度変化速度10℃/分、インジェクション容量0.5 μL、二硫化炭素溶液 (約1%) の条件で測定した。結果を表1に示す。図2には、圧縮機油の調製に用いたポリα-オレフィン自体 (未処理) のガスクロマトグラフィー分析の結果を示す。圧縮機油の調製に用いたポリα-オレフィン自体 (未処理) における炭素数10以下の炭化水素の含有量は26質量ppmであった。図3には、供試油1-1のガスクロマトグラフィー分析の結果を示す。

[0055] [表1]

	供試油 1-1	供試油 1-2	供試油 1-3	供試油 1-4	供試油 1-5	供試油 1-6	供試油 1-7	供試油 1-8
攪拌温度(℃)	80	100	100	80	80	80	80	60
攪拌時間(時間)	5	3	5	3	3	5	5	1
N ₂ バブリング時間 (時間)	-	-	-	5	24	5	24	-
炭素数10以下の 炭化水素の含有量 (ppm)	12	16	13	11	5	12	5	28

[0056] 供試油1-1~1-8を水素コンプレッサーに用いた場合に、水素が汚染されないことを確認した。中でも、供試油1-1~1-7を水素コンプレッサーに用いた場合に、水素の汚染防止が特に好適になされることを確認した。

[0057] [供試油2-1~2-7]

供試油2-1~2-7においては、それぞれ以下に示す炭化水素油、油性剤及び消泡剤を用いて、表2に示す圧縮機油を調製した。表2には、各供試油における調合条件 (攪拌の温度、時間) を併せて示す。

[0058] (炭化水素油)

PAO: デセン誘導体で、40℃動粘度が63 mm²/s、100℃動粘度が

9. $6 \text{ mm}^2/\text{s}$ 、粘度指数が134のポリ α -オレフィン

(油性剤)

イソステアリン酸A：日産化学工業（株）製品

イソステアリン酸B：クローダジャパン（株） Prisorine 3503

(消泡剤)

シロキサン系消泡剤：25℃の動粘度が $3000 \text{ mm}^2/\text{s}$ のジメチルポリシロキサン

[0059] なお、イソステアリン酸A及びイソステアリン酸Bについては、以下の方法で ^{13}C -NMRを測定した。

装置名：Varian-NMR system 500、共鳴周波数：125.76 MHz、溶媒：重クロロホルム、測定温度：室温（25℃）、繰返時間：2 sec、積算回数：1024回、プローブ：直径5 mm

(測定法は、広帯域完全デカップリングを使用した。)

[0060] イソステアリン酸Aの ^{13}C -NMRチャートを図4に、イソステアリン酸Bの ^{13}C -NMRチャートを図5に、それぞれ示す。全炭素のピーク強度の積分値（ピーク面積）の合計に対する40 ppm以上の化学シフトを示すピーク強度の積分値（ピーク面積）の比は、イソステアリン酸Aが16.8%、ステアリン酸Bが0.1%であった。

[0061] 次に、供試油2-1～2-7の圧縮機油について、以下に示すように、摩擦係数の評価、炭素数10以下の炭化水素含有量の評価、泡立ち試験及びシエル4球試験を実施した。結果を表2に示す。

[0062] (摩擦係数の評価)

摩擦係数の評価は、「曾田範宗 航空研究所報告（No. 279、1943）」に規定される方法に準拠して行った。

[0063] (炭素数10以下の炭化水素含有量の評価)

炭素数10以下の炭化水素含有量の評価は、JIS K2254：1998「石油製品-蒸留試験方法」にて規定されるガスクロマトグラフィー分析

にて、炭素数10以下の炭化水素に由来するピーク強度から算出した。

[0064] (泡立ち試験)

JIS K2518:2003「石油製品－潤滑油－泡立ち試験方法」にて規定されるシーケンスI (試験温度: 24℃) にて実施した。

[0065] (シェル4球試験)

ASTM D4172に準拠し、回転数1200rpm、荷重30kgf、試験時間1hrにて、室温(油温)における鋼球の摩耗痕径を測定することにより評価した。

[0066]

[表2]

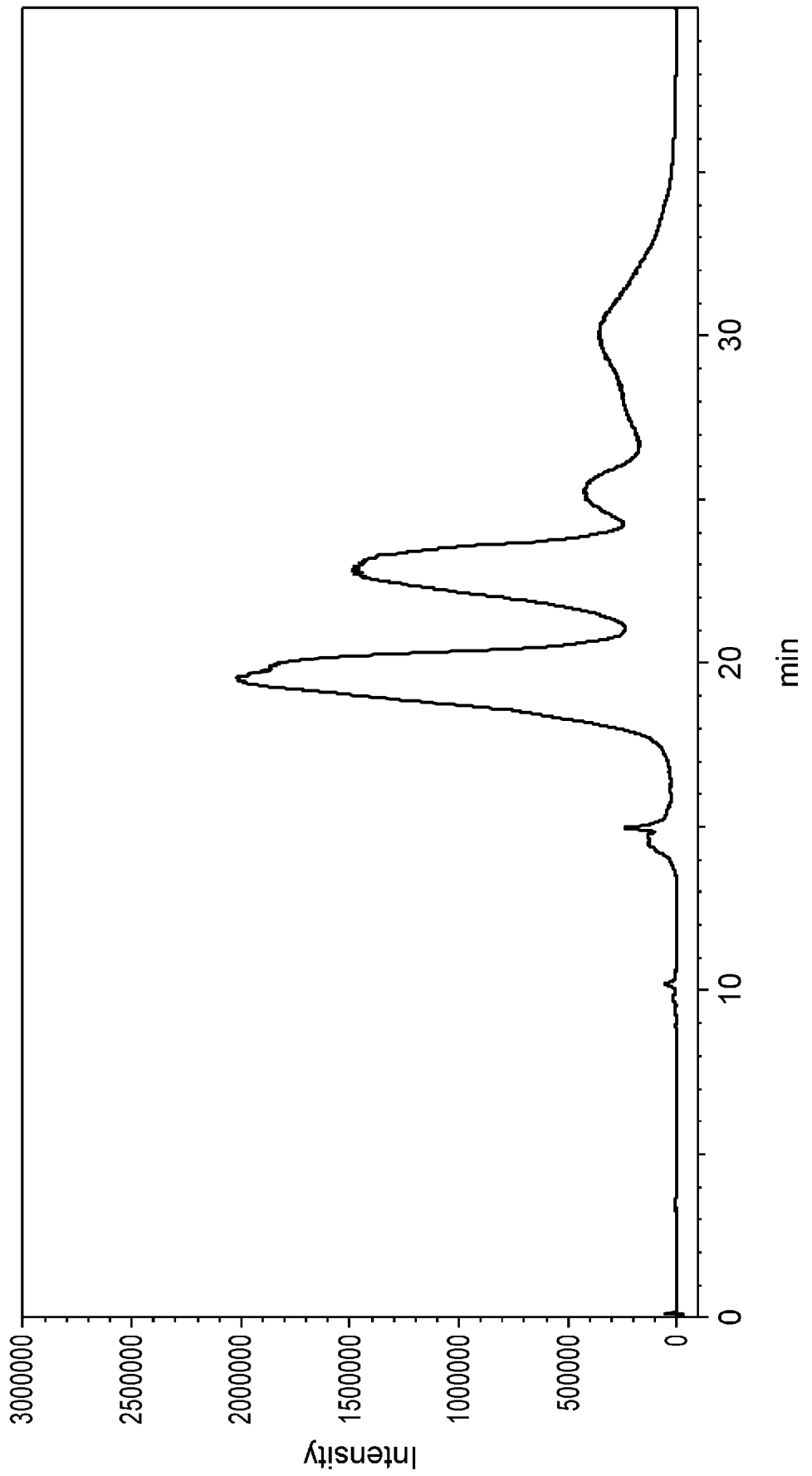
	供試油 2-1	供試油 2-2	供試油 2-3	供試油 2-4	供試油 2-5	供試油 2-6	供試油 2-7
組成							
PAO	残部	残部	残部	残部	残部	残部	残部
イソステアリン酸 A (質量%)	-	0.5	-	-	-	-	-
イソステアリン酸 B (質量%)	-	-	0.1	0.2	0.5	0.5	0.5
シロキサン系消泡剤 (質量 ppm)	-	-	-	-	-	3	3
調合方法 (攪拌温度、時間)	60°C 3h	60°C 3h	60°C 3h	60°C 3h	60°C 3h	60°C 3h	80°C 3h
摩擦係数	測定 不能	測定 不能	0.14	0.13	0.12	0.12	0.12
C10 以下の炭化水素 含有量(質量 ppm)	36	33	39	41	35	33	16
シェル 4 球試験 (摩耗痕径) (μm)	0.55	0.41	0.39	0.37	0.34	0.35	0.35
硫黄分	1ppm 未満	1ppm 未満	1ppm 未満	1ppm 未満	1ppm 未満	1ppm 未満	1ppm 未満
40°C動粘度 (mm ² /s)	63	63	63	63	63	63	63
芳香族量(質量%)	0.01% 未満	0.01% 未満	0.01% 未満	0.01% 未満	0.01% 未満	0.01% 未満	0.01% 未満
粘度指数	134	134	134	134	134	134	134
初留点(°C)	422	392	418	418	415	415	416
1%留出点(°C)	426	421	423	423	422	422	422
泡立ち試験 シーケンス(I)	170/0	190/0	220/0	240/0	190/0	0/0	0/0

請求の範囲

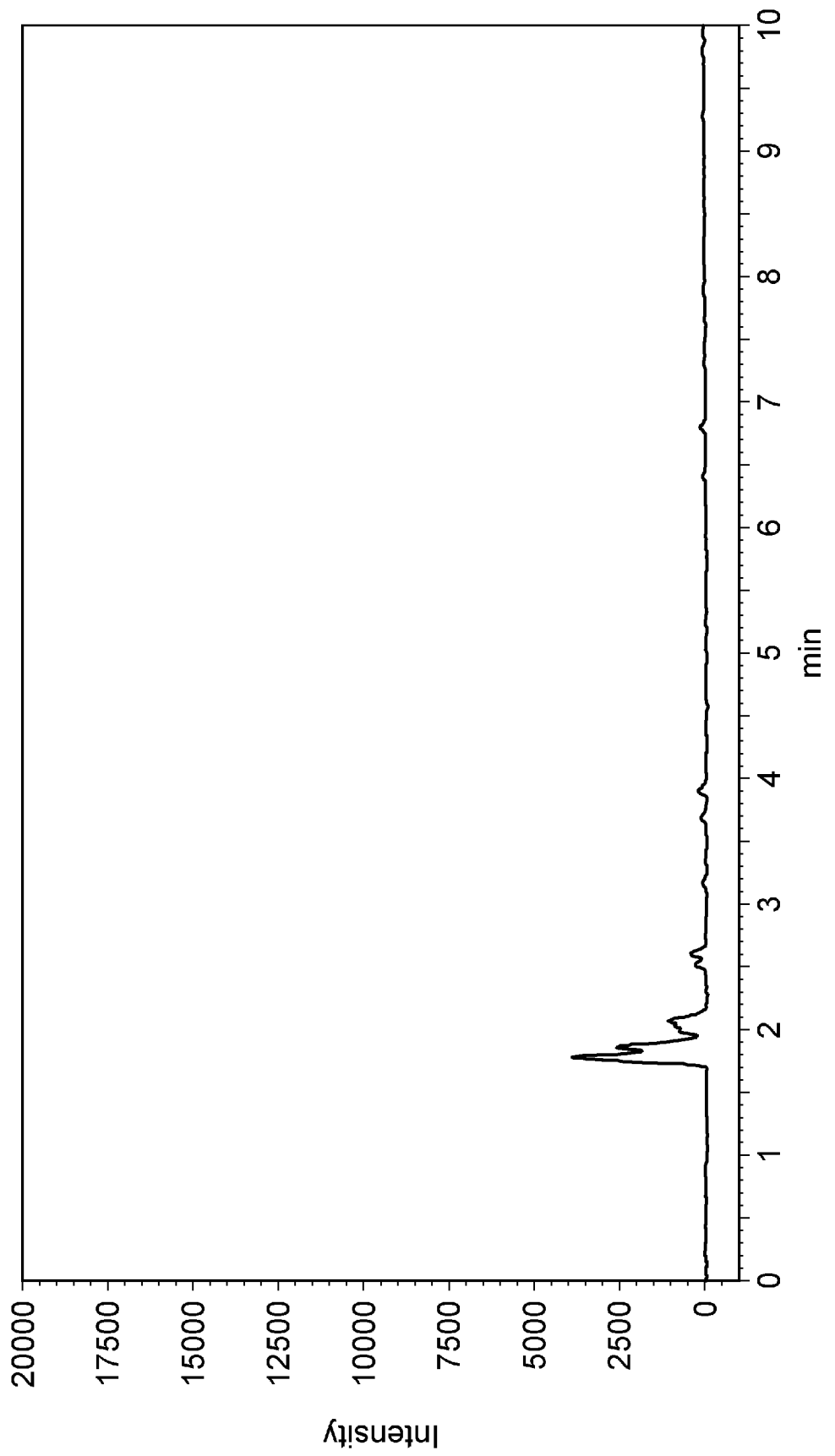
- [請求項1] 硫黄分が0.1質量%以下かつ芳香族含有量が1質量%以下である炭化水素油を含有し、
炭素数10以下の炭化水素の含有量が、圧縮機油全量基準で100質量ppm以下である、圧縮機油。
- [請求項2] 含酸素有機化合物からなる油性剤を更に含有し、
圧縮機油全量基準で、前記炭化水素油の含有量が90～99.995質量%であり、前記油性剤の含有量が0.005～10質量%である、請求項1に記載の圧縮機油。
- [請求項3] 前記含酸素有機化合物が炭素数14～22の脂肪酸を含む、請求項2に記載の圧縮機油。
- [請求項4] 前記含酸素有機化合物が炭素数14～22の分岐脂肪酸を含む、請求項2又は3に記載の圧縮機油。
- [請求項5] 請求項1～4のいずれか一項に記載の圧縮機油の水素を圧縮する圧縮機への使用。
- [請求項6] 圧縮機油の製造方法であって、
硫黄分が0.1質量%以下かつ芳香族含有量が1質量%以下である炭化水素油を含有する組成物から、炭素数10以下の炭化水素の含有量が圧縮機油全量基準で100質量ppm以下となるように、前記炭素数10以下の炭化水素を除去する工程を経て、請求項1～4のいずれか一項に記載の圧縮機油を得る、圧縮機油の製造方法。
- [請求項7] 請求項1～4のいずれか一項に記載の圧縮機油を備える圧縮機によって水素を圧縮する工程を備える、水素の圧縮方法。
- [請求項8] 燃料電池による発電方法であって、
前記燃料電池の燃料として、請求項1～4のいずれか一項に記載の圧縮機油を備える圧縮機によって圧縮された水素を用いる工程を備える、発電方法。
- [請求項9] 請求項1～4のいずれか一項に記載の圧縮機油を備える圧縮機によ

って圧縮された水素を燃料電池自動車に供給する工程を備える、水素の供給方法。

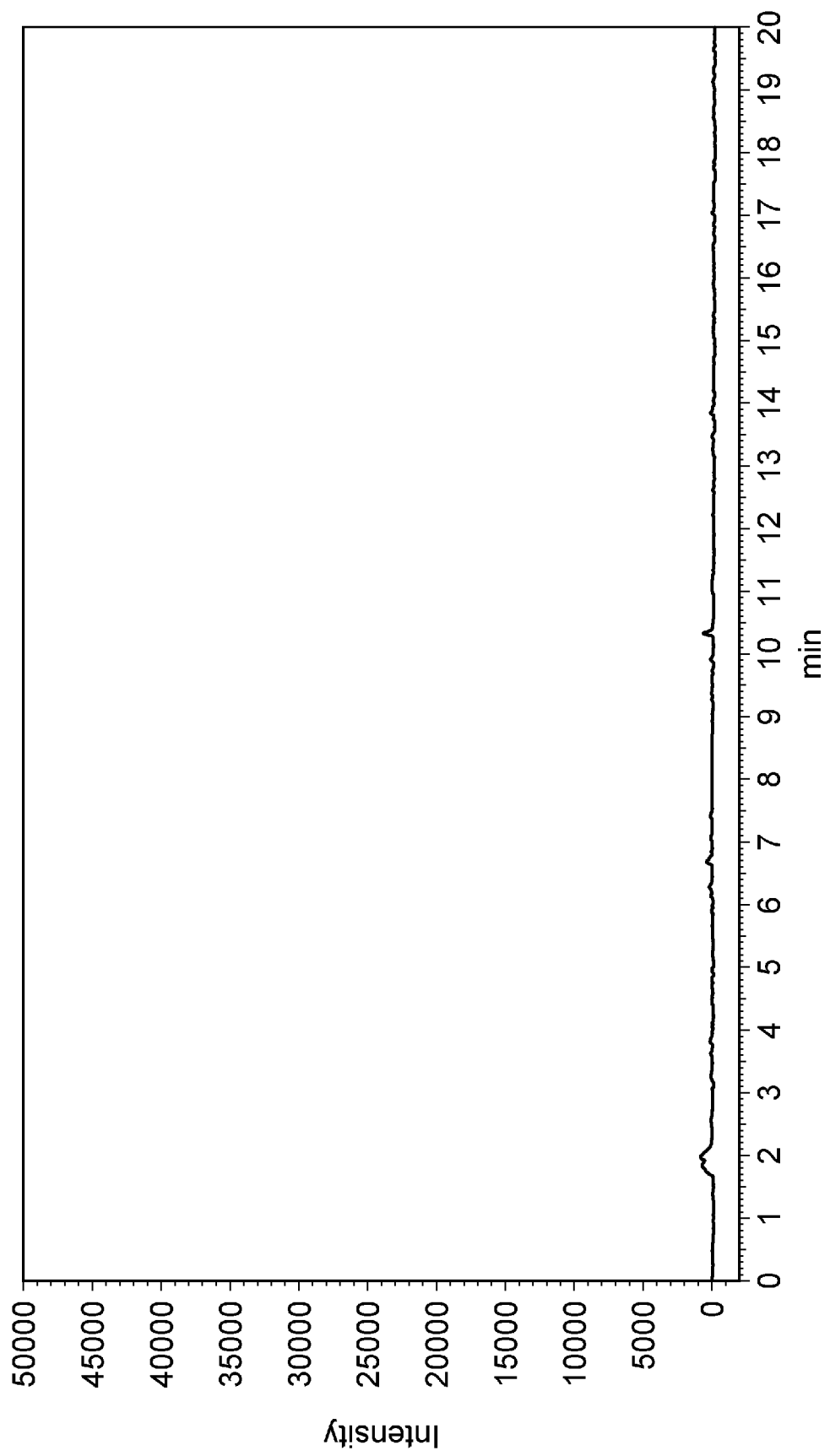
[図1]



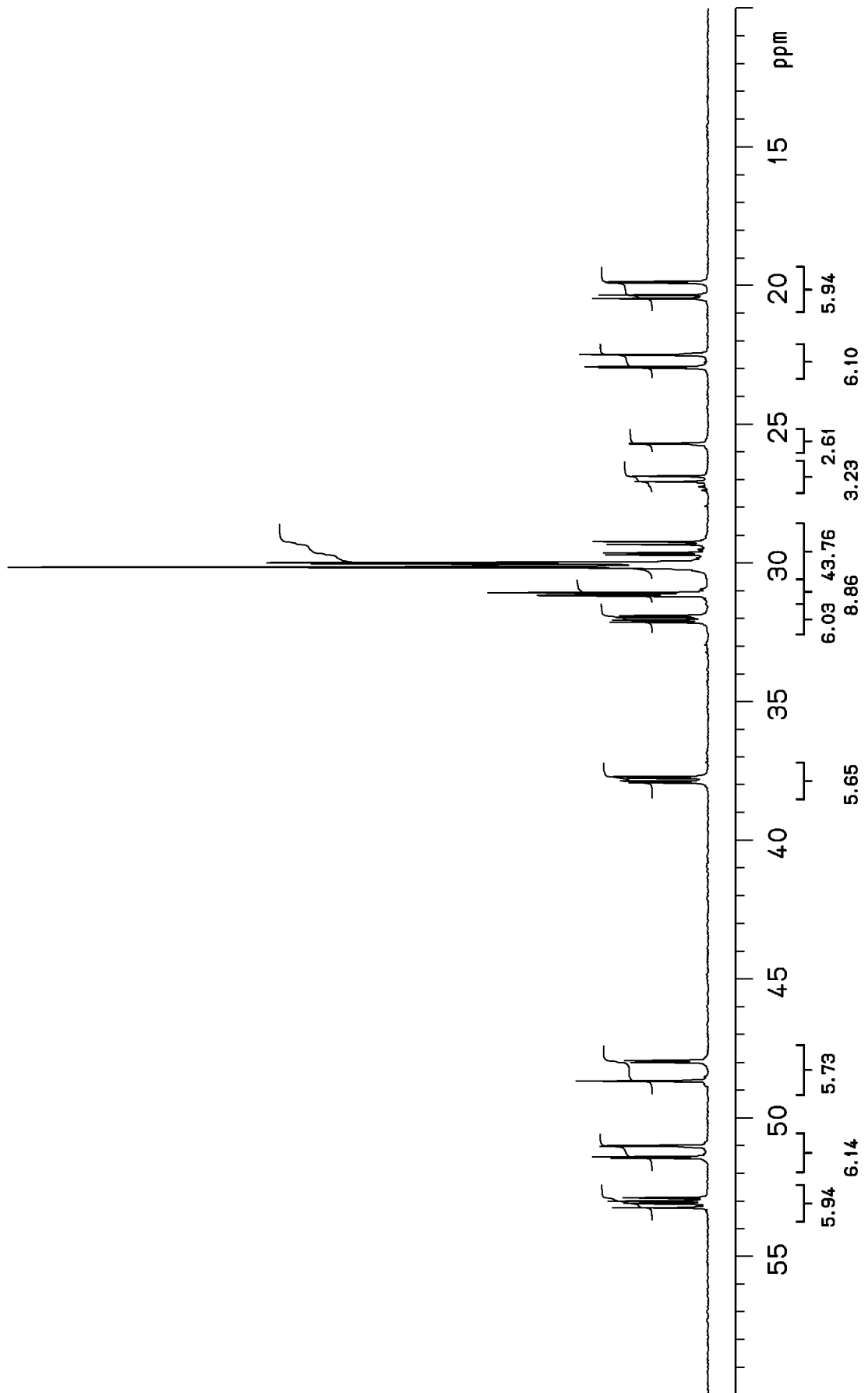
[圖2]



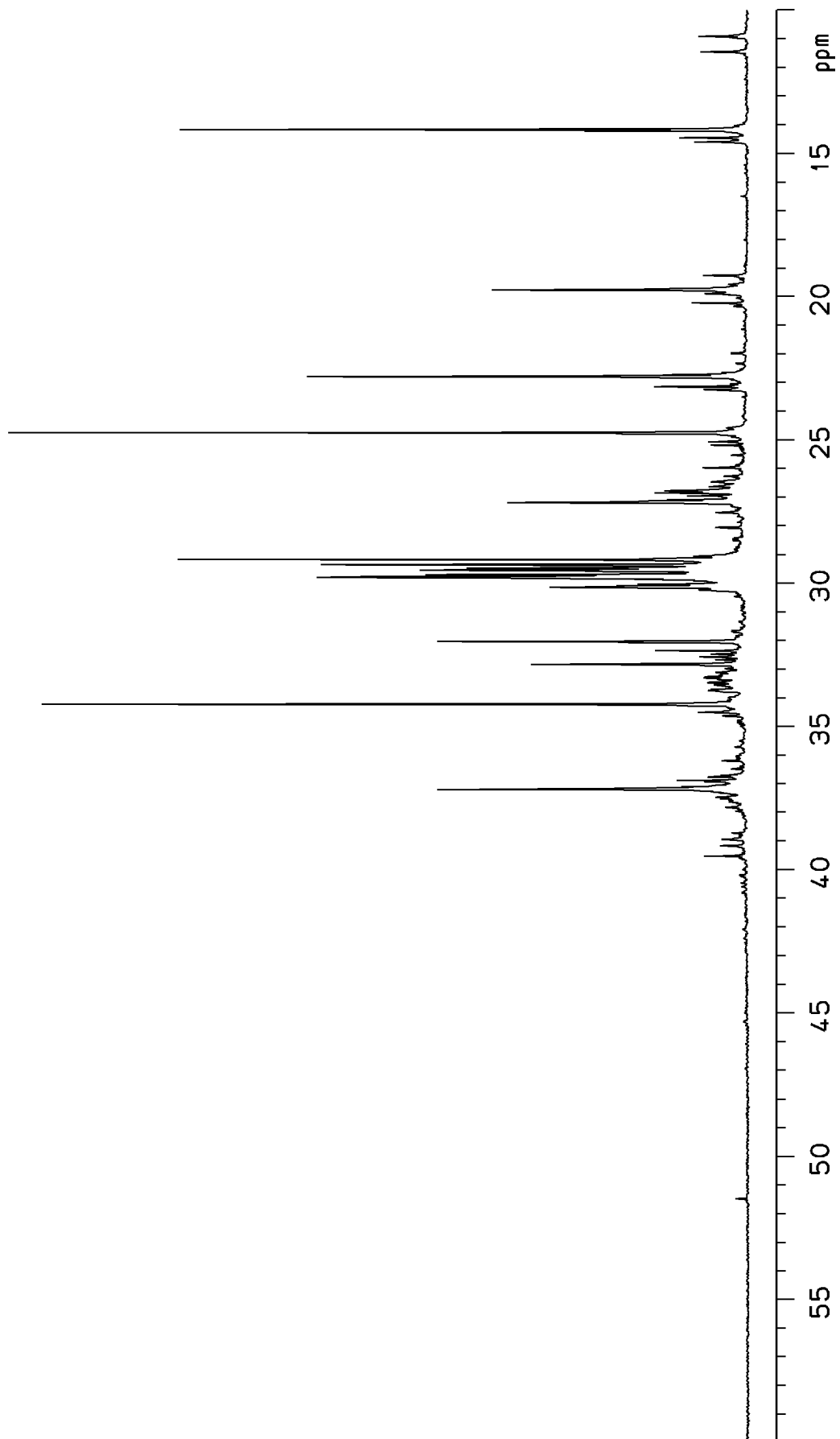
[圖3]



[図4]



[図5]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2014/067262

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C10M101/02(2006.01)i, C10M107/02(2006.01)i, C10M169/04(2006.01)i,
C10M129/40(2006.01)n, C10N30/06(2006.01)n, C10N40/30(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)

C10M101/02, C10M107/02, C10M169/04, C10M129/40, C10N30/06, C10N40/30

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	1996-2014
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2014	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2014

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

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 62-158794 A (Nippon Mining Co., Ltd.), 14 July 1987 (14.07.1987), entire text (Family: none)	1-9
A	JP 2008-544058 A (Shell International Research Maatschappij B.V.), 04 December 2008 (04.12.2008), entire text & US 2009/0105104 A1 & EP 1893728 A1 & WO 2006/136593 A1 & KR 10-2008-0018222 A & CN 101198681 A & ZA 200709549 A	1-9
A	JP 3-62894 A (Tonen Corp.), 18 March 1991 (18.03.1991), entire text (Family: none)	1-9

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
03 September, 2014 (03.09.14)

Date of mailing of the international search report
16 September, 2014 (16.09.14)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl. C10M101/02(2006.01)i, C10M107/02(2006.01)i, C10M169/04(2006.01)i, C10M129/40(2006.01)n, C10N30/06(2006.01)n, C10N40/30(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. C10M101/02, C10M107/02, C10M169/04, C10M129/40, C10N30/06, C10N40/30

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	1971-2014年
日本国実用新案登録公報	1996-2014年
日本国登録実用新案公報	1994-2014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)

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 62-158794 A (日本鉱業株式会社) 1987. 07. 14, 全文 (ファミリーなし)	1-9
A	JP 2008-544058 A (シエル・インターナショナル・リサーチ・マ ーチャツピイ・ベー・ウイ) 2008. 12. 04, 全文 & US 2009/0105104 A1 & EP 1893728 A1 & WO 2006/136593 A1 & KR 10-2008-0018222 A & CN 101198681 A & ZA 200709549 A	1-9

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

03. 09. 2014

国際調査報告の発送日

16. 09. 2014

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/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)

中野 孝一

4 V

9 1 5 3

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 3-62894 A (東燃株式会社) 1991.03.18, 全文 (ファミリーなし)	1-9