(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
2011 年 9 月 1 日(01.09.2011)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2011/105358 A1

(51) 国際特許分類:
C10M 107/10 (2006.01) *C10N 30/06* (2006.01)
C10N 20/02 (2006.01) *C10N 30/08* (2006.01)
C10N 30/02 (2006.01) *C10N 40/04* (2006.01)

(21) 国際出願番号: PCT/JP2011/053808

(22) 国際出願日: 2011 年 2 月 22 日(22.02.2011)

(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 2010-039647 2010 年 2 月 25 日(25.02.2010) JP

(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 出光興産株式会社 (IDEMITSU KOSAN CO., LTD.) [JP/JP]; 〒1008321 東京都千代田区丸の内三丁目１番１号 Tokyo (JP).

(72) 発明者; および
(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 田本 芳隆 (TAMOTO Yoshitaka) [JP/JP]; 〒2990107 千葉県市原市姉崎海岸２４番地４ Chiba (JP).

(74) 代理人: 特許業務法人樹之下知的財産事務所 (KINOSHITA & ASSOCIATES); 〒1670051 東京都杉並区荻窪五丁目２６番１３号 荻窪ＴＭビル３階 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, 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, IS, KE, KG, KM, 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, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, 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, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, 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, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告（条約第 21 条(3)）

WO 2011/105358 A1

(54) **Title**: LUBRICANT COMPOSITION

(54) 発明の名称 : 潤滑油組成物

(57) **Abstract**: Disclosed is a lubricant composition which is characterized by containing (a) a lubricant base oil having a kinematic viscosity at 100°C of 2-10 mm^2/s (inclusive), and (b) a poly-α-olefin which is produced using a metallocene catalyst and has a kinematic viscosity at 100°C of 15-300 mm^2/s (inclusive). The lubricant composition is also characterized in that the amount of the component (b) is not less than 20% by mass based on the total amount of the composition.

(57) 要約: 本発明の潤滑油組成物は、（ａ）１００℃における動粘度が２mm^2／ｓ以上１０mm^2／ｓ以下である潤滑油基油と、（ｂ）メタロセン触媒を用いて製造された１００℃における動粘度が１５mm^2／ｓ以上３００mm^2／ｓ以下のポリ－α－オレフィンとを配合してなり、且つ、前記（ｂ）成分の配合量が組成物全量基準で２０質量%以上であることを特徴とするものである。

明　細　書

発明の名称 ： 潤滑油組成物

技術分野

[0001] 本発明は、潤滑油組成物に関し、より詳しくは、自動車用の手動変速機および終減速機、産業機械用の増速機および減速機などに使用される歯車装置に好適に用いることができる潤滑油組成物に関する。

背景技術

[0002] 省燃費や省資源といった省エネルギーの要求は、地球規模の環境保全を目的とした新たな課題となっている。そして、自動車の手動変速機や終減速機、各種産業機械の増速機や減速機に用いられる歯車装置用潤滑油組成物（ギヤ油）には、摩擦損失低減による省エネルギーのための性能が求められている。しかし、ギヤ油の単純な低粘度化は、装置内のオイル攪拌損失の低減効果が大きいものの、高温時の粘度不足により、歯車の摩耗、歯面疲労寿命の低下、歯車の焼付きなどが生じるという点で問題がある。したがって、ギヤ油には、高温度域（例えば、１００℃以上）での油膜保持性能を維持しつつ、常用温度域（例えば、２０℃以上８０℃以下）での低粘度化および摩擦損失低減を達成することが要求されると共に、低温流動性の向上により、装置始動時の原動機への負荷を低減することが要求されている。

[0003] このようなギヤ油としては、例えば、１００℃における動粘度が１．５～１０mm^2／ｓの潤滑油基油に、組成物全量基準で、１００℃における動粘度が４０～５００mm^2／ｓの高粘度合成系潤滑油を２～４０質量%およびリン系極圧剤などの極圧添加剤を０．０１～５質量%配合してなる潤滑油組成物が開示されている（特許文献１参照）。また、１００℃における動粘度が４０～５００mm^2／ｓのポリ－α－オレフィンベースストックを１～４９重量%と、１００℃における動粘度が２～１０mm^2／ｓの潤滑油ベースストックを１～９５重量%と、特定のポリオールエステルを１～４９重量%と、機能性添加剤パッケージとを含有し、組成物の１００℃における動粘度が少なく

とも４ｍｍ²／ｓである流体組成物が開示されている（特許文献２参照）。また、基油として、１００℃における動粘度が３．５～７ｍｍ²／ｓの鉱油または合成油と、１００℃における動粘度が２０～５２ｍｍ²／ｓの鉱油または合成油とを混合してなり、且つ４０℃における動粘度が８０ｍｍ²／ｓ以下であるギヤ油組成物が開示されている（特許文献３参照）。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：国際公開第２００４／０６９９６７号

特許文献2：特開２００４－１０８９４号公報

特許文献3：特開２００７－３９４８０号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] しかしながら、特許文献１から特許文献３までに記載の潤滑油組成物であっても、ギヤ油に要求される上記特性を同時に達成することはできない。

そこで、本発明は、高温度域での油膜保持性能を維持しつつ、常用温度域での低粘度化および摩擦損失低減を達成することができると共に、低温流動性に優れる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] 前記課題を解決すべく、本発明は、以下のような潤滑油組成物を提供するものである。

すなわち、本発明の潤滑油組成物は、（ａ）１００℃における動粘度が２ｍｍ²／ｓ以上１０ｍｍ²／ｓ以下である潤滑油基油と、（ｂ）メタロセン触媒を用いて製造された１００℃における動粘度が１５ｍｍ²／ｓ以上３００ｍｍ²／ｓ以下のポリ－α－オレフィンとを配合してなり、且つ、前記（ｂ）成分の配合量が組成物全量基準で２０質量%以上であることを特徴とするものである。

[0007] 本発明の潤滑油組成物においては、１００℃における動粘度が５ｍｍ²／ｓ

以上２０mm²／ｓ以下であることが好ましい。

本発明の潤滑油組成物においては、前記（ｂ）成分が、メタロセン触媒を用いて製造された１００℃における動粘度が４０mm²／ｓ以上１５０mm²／ｓ以下のポリ－α－オレフィンであることが好ましい。

[0008] 本発明の潤滑油組成物は、自動車用の手動変速機もしくは終減速機、または、産業機械用の増速機もしくは減速機に使用される歯車装置用の潤滑油組成物として好適に用いることができる。

[0009] なお、本明細書において、ポリ－α－オレフィンをＰＡＯと称することがあり、またメタロセン触媒で得られたＰＡＯをｍＰＡＯと称することがあり、従来法（BF_3触媒、ＡｌＣｌ$_3$触媒、チーグラー型触媒など）で得られたＰＡＯを従来のＰＡＯと称することがある。

発明の効果

[0010] 本発明によれば、高温度域での油膜保持性能を維持しつつ、常用温度域での低粘度化および摩擦損失低減を達成することができると共に、低温流動性に優れる潤滑油組成物を提供できる。

発明を実施するための形態

[0011] 本発明の潤滑油組成物（以下、「本組成物」ともいう）は、（ａ）１００℃における動粘度が２mm²／ｓ以上１０mm²／ｓ以下である潤滑油基油と、（ｂ）メタロセン触媒を用いて製造された１００℃における動粘度が１５mm²／ｓ以上３００mm²／ｓ以下のポリ－α－オレフィンとを配合してなり、且つ、前記（ｂ）成分の配合量が組成物全量基準で２０質量%以上であることを特徴とする。以下、本組成物について詳細に説明する。

[0012] ［（ａ）成分］

本組成物に用いる（ａ）成分は、１００℃における動粘度が２mm²／ｓ以上１０mm²／ｓ以下である潤滑油基油（以下、単に「基油」ともいう）である。１００℃における動粘度が２mm²／ｓ以上であれば蒸発損失が少なく、一方１０mm²／ｓ以下であれば、粘性抵抗による動力損失が小さく、燃費改善効果が得られる。

[0013] 本組成物に用いる基油としては、鉱物系潤滑油基油でも合成系潤滑油基油でもよい。これらの潤滑油基油の種類については特に制限はなく、従来、自動車用変速機用潤滑油の基油として使用されている鉱油や合成油の中から任意のものを適宜選択して用いることができる。

鉱物系潤滑油基油としては、例えば、パラフィン基系鉱油、中間基系鉱油、ナフテン基系鉱油などが挙げられる。また、合成系潤滑油基油としては、例えば、ポリブテン、ポリオレフィン[α-オレフィン単独重合体や共重合体（例えばエチレン-α-オレフィン共重合体）など]、各種のエステル（例えば、ポリオールエステル、二塩基酸エステル、リン酸エステルなど）、各種のエーテル（例えば、ポリフェニルエーテルなど）、ポリグリコール、アルキルベンゼン、アルキルナフタレンなどが挙げられる。

本発明においては、前記基油として、前記鉱物系潤滑油基油を１種用いてもよく、２種以上を組み合わせて用いてもよい。また、前記合成系潤滑油基油を１種用いてもよく、２種以上を組み合わせて用いてもよい。さらには、前記鉱物系潤滑油基油１種以上と前記合成系潤滑油基油１種以上とを組み合わせて用いてもよい。

[0014] また、前記鉱物系潤滑油基油としては、環分析による％ＣＡが３．０以下で硫黄分の含有量が５０質量ｐｐｍ以下のものが好ましく用いられる。ここで、環分析による％ＣＡとは、環分析（ｎ－ｄ－Ｍ法）にて算出した芳香族分の割合（百分率）を示す。また、硫黄分は、ＪＩＳＫ　２５４１に記載の方法に準拠して測定した値である。％ＣＡが、３．０以下で、硫黄分が５０質量ｐｐｍ以下の潤滑油基油は、良好な酸化安定性を有し、酸価の上昇やスラッジの生成を抑制し得ると共に、金属に対する腐食性の少ない潤滑油組成物を提供することができる。より好ましい％ＣＡは１．０以下、さらには、０．５以下であり、またより好ましい硫黄分は３０質量ｐｐｍ以下である。

さらに、前記基油の粘度指数は、７０以上が好ましく、より好ましくは１００以上、さらに好ましくは１２０以上である。このような粘度指数が前記下限以上の基油は、温度の変化による粘度変化が小さく、低い温度において

も燃費改善効果が得られる。

[0015] 本組成物において、前記（ａ）成分の配合量は、潤滑油組成物の安定性の観点から、組成物全量基準で、３０質量%以上８０質量%以下であることが好ましく、４０質量%以上７０質量%以下であることがより好ましい。また、前記基油として前記鉱物系潤滑油基油と前記合成系潤滑油基油とを併用する場合には、潤滑油組成物の安定性の観点から、前記鉱物系潤滑油基油の配合量は、組成物全量基準で、０質量%以上７５質量%以下（より好ましくは、５質量%以上７０質量%以下）であることが好ましく、前記合成系潤滑油基油の配合量は、組成物全量基準で、５質量%以上３０質量%以下（より好ましくは、１０質量%以上２５質量%以下）であることが好ましい。

[0016] ［（ｂ）成分］

本組成物に用いる（ｂ）成分は、メタロセン触媒を用いて製造された１００℃における動粘度が１５mm^2／ｓ以上３００mm^2／ｓ以下のポリ－α－オレフィン（ｍＰＡＯ）である。１００℃における動粘度が１５mm^2／ｓ未満であると、潤滑油組成物は高い粘度指数が得られにくくなり、３００mm^2／ｓを超えると、せん断安定性に劣りやすくなる。また、上記観点から、１００℃における動粘度が４０mm^2／ｓ以上１５０mm^2／ｓ以下であることがより好ましい。ｍＰＡＯの粘度指数は通常１３０以上であり、好ましくは１７０以上である。粘度指数が上記下限以上であることで、潤滑油組成物の粘度指数も高くなり、低温粘度特性が向上する。

[0017] 本発明で用いるｍＰＡＯ製造用のモノマーとしては、例えば、炭素数３から１４までのα－オレフィンが挙げられる。目的の動粘度を有するｍＰＡＯが得られやすいことから、１－オクテン、１－デセンおよび１－ドデセンから選ばれる１種以上のα－オレフィンが好ましい。

[0018] 上記メタロセン触媒としては、メタロセン化合物および助触媒の組み合わせを含む触媒が挙げられる。メタロセン化合物としては、下記一般式（１）：

$$(RC_5H_4)_2MX_2 \qquad (1)$$

で表されるメタロセン化合物が好ましい。前記一般式（１）中、Ｒは水素原子または炭素数１から１０までの炭化水素基を表し、Ｍは周期律表第４族の遷移金属元素を表し、Ｘは共有結合性、またはイオン結合性の配位子を表す。

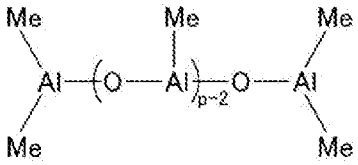
[0019] 前記一般式（１）において、Ｒは水素原子または炭素数１から４までの炭化水素基が好ましい。Ｍの具体例としては、チタニウム、ジルコニウム、ハフニウムを挙げられ、これらの中でジルコニウムが好ましい。Ｘの具体例としては、水素原子、ハロゲン原子、炭素数１から２０まで（好ましくは１から１０まで）の炭化水素基、炭素数１から２０まで（好ましくは１から１０まで）のアルコキシ基、アミノ基、炭素数１から２０まで（好ましくは１から１２まで）のリン含有炭化水素基（例えば、ジフェニルホスフィン基など）、炭素数１から２０まで（好ましくは１から１２まで）の珪素含有炭化水素基（例えば、トリメチルシリル基など）、炭素数１から２０まで（好ましくは１から１２まで）の炭化水素基あるいはハロゲンを含有するホウ素化合物（例えば、Ｂ（C_6H_5）$_4$、BF_4など）を挙げられ、これらの中でも、水素原子、ハロゲン原子、炭化水素基およびアルコキシ基からなる群から選ばれる基が好ましい。

[0020] 前記一般式（１）で表されるメタロセン化合物としては、例えば、ビス（シクロペンタジエニル）ジルコニウムジクロリド、ビス（メチルシクロペンタジエニル）ジルコニウムジクロリド、ビス（エチルシクロペンタジエニル）ジルコニウムジクロリド、ビス（ｉｓｏ－プロピルシクロペンタジエニル）ジルコニウムジクロリド、ビス（ｎ－プロピルシクロペンタジエニル）ジルコニウムジクロリド、ビス（ｎ－ブチルシクロペンタジエニル）ジルコニウムジクロリド、ビス（ｔ－ブチルシクロペンタジエニル）ジルコニウムジクロリド、ビス（テキシルシクロペンタジエニル）ジルコニウムジクロリド、ビス（トリメチルシリルシクロペンタジエニル）ジルコニウムジクロリド、ビス（トリメチルシリルメチルシクロペンタジエニル）ジルコニウムジクロリド、ビス（シクロペンタジエニル）ジルコニウムクロロヒドリド、ビス

（シクロペンタジエニル）メチルジルコニウムクロリド、ビス（シクロペンタジエニル）エチルジルコニウムクロリド、ビス（シクロペンタジエニル）メトキシジルコニウムクロリド、ビス（シクロペンタジエニル）フェニルジルコニウムクロリド、ビス（シクロペンタジエニル）ジメチルジルコニウム、ビス（シクロペンタジエニル）ジフェニルジルコニウム、ビス（シクロペンタジエニル）ジネオペンチルジルコニウム、ビス（シクロペンタジエニル）ジヒドロジルコニウム、ビス（シクロペンタジエニル）ジメトキシジルコニウム、さらには、上記に記載の化合物において、これらの化合物の塩素原子を臭素原子、ヨウ素原子、水素原子、メチル基、フェニル基などに置き換えたもの、また、上記化合物の中心金属のジルコニウムをチタニウム、ハフニウムに置き換えたものを挙げられる。

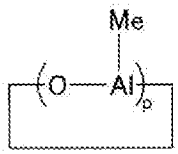
[0021] 前記助触媒としては、メチルアルミノキサンが好ましい。メチルアルミノキサンとしては特に制限はなく従来公知のメチルアルミノキサンを使用することができ、例えば、下記一般式（２）で表される鎖状のメチルアルミノキサン、下記一般式（３）で表される環状のメチルアルミノキサンが挙げられる。

[0022] [化1]



(2)

[0023] [化2]



(3)

[0024] 前記一般式（２）および前記一般式（３）において、ｐは重合度を表し、通常３から５０までであり、好ましくは７から４０までである。

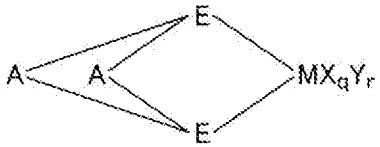
[0025] メチルアルミノキサンの製造法としては、メチルアルミニウムと水などの縮合剤とを接触させる方法が挙げられるが、その手段については特に限定は

なく、公知の方法に準じて反応させればよい。

[0026] メタロセン化合物とメチルアルミノキサンの配合割合は、メチルアルミノキサン／メタロセン化合物（モル比）が、通常１５から１５０までであり、好ましくは２０から１２０までであり、より好ましくは２５から１００までである。前記配合割合が１５以上であれば、触媒活性は発現され、また、α－オレフィンの二量体が生成により、潤滑油の基油として適する三量体以上の収率が低下することはない。一方、前記配合割合が１５０以下であれば、触媒の脱灰除去が不完全になることはない。

[0027] 前記以外のメタロセン触媒としては、例えば架橋基を有するメタロセン化合物を使用するメタロセン触媒が挙げられる。このようなメタロセン化合物としては２つの架橋基を有するメタロセン化合物が好ましく、特にメソ対称性を有するメタロセン化合物が好ましい。このメソ対称性を有するメタロセン化合物を使用するメタロセン触媒としては、例えば、（Ａ）触媒成分として下記一般式（４）で表されるメタロセン化合物、並びに、（Ｂ）触媒成分として前記（Ａ）触媒成分のメタロセン化合物またはその派生物と反応してイオン性の錯体を形成しうる化合物（Ｂ－１）、および、アルミノキサンから選ばれる少なくとも一種の成分（Ｂ－２）を含有するメタロセン触媒が挙げられる。

[0028] [化3]



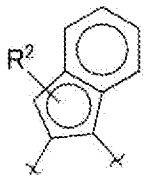
(4)

[0029] 前記一般式（４）で表される化合物はメソ対称型の化合物であって、前記一般式（４）中、Ｍは周期律表第３族から第１０族までの金属元素を示す。Ｘはσ結合性の配位子を示し、Ｘが複数ある場合、複数のＸは同じでも異なっていてもよく、Ｙはルイス塩基を示し、Ｙが複数ある場合、複数のＹは同じでも異なっていてもよい。Ａは、炭素数１から２０までの炭化水素基、炭素数１から２０までのハロゲン含有炭化水素基、珪素含有基、ゲルマニウム

含有基、スズ含有基、－Ｏ－、－ＣＯ－、－Ｓ－、－SO_2－、－Ｓｅ－、－ＮＲ[1]－、－ＰＲ[1]－、－Ｐ（Ｏ）Ｒ[1]－、－ＢＲ[1]－および－ＡｌＲ[1]－から選ばれる架橋基を示し、２つのＡは同一であっても異なっていてもよい。Ｒ[1]は水素原子、ハロゲン原子、炭素数１から２０までの炭化水素基または炭素数１から２０までのハロゲン含有炭化水素基を示す。ｑは１から５までの整数で［（Ｍの原子価）－２］を示し、ｒは０から３までの整数を示す。Ｅは、下記一般式（５）、下記一般式（６）で表される基であって、２つのＥは同一である。

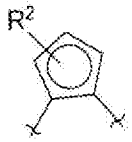
なお、前記メソ対称型の化合物とは、２つの架橋基が（１，１’）（２，２’）の結合様式で、２つのＥを架橋する遷移金属化合物のことをいう。

[0030] [化4]



(5)

[0031] [化5]



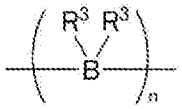
(6)

[0032] 前記一般式（５）および前記一般式（６）中、Ｒ[2]は、水素原子、ハロゲン原子、炭素数１から２０までの炭化水素基、炭素数１から４までのハロゲン含有炭化水素基、珪素含有基およびヘテロ原子含有基からなる群から選ばれる基を示す。複数のＲ[2]が存在する場合、それらは互いに同一であっても異なっていてもよい。波線で示される結合は架橋基Ａとの結合を表す。

[0033] 前記一般式（４）における架橋基Ａとしては、下記一般式（７）で表される基であることが好ましい。

[0034]

[化6]



(7)

[0035] 前記一般式（７）において、Ｂは、架橋基の骨格であり、炭素原子、ケイ素原子、ホウ素原子、窒素原子、ゲルマニウム原子、リン原子、またはアルミニウム原子を表す。Ｒ^{3}は、水素原子、炭素原子、酸素原子、脂肪族炭化水素基、芳香族炭化水素基、アミン含有基、またはハロゲン含有基を表す。ｎは１または２である。

[0036] 前記一般式（４）で表されるメタロセン化合物としては、例えば、（１，１’－エチレン）（２，２’－エチレン）－ビス（インデニル）ジルコニウムジクロリド、（１，１’－メチレン）（２，２’－メチレン）－ビス（インデニル）ジルコニウムジクロリド、（１，１’－イソプロピリデン）（２，２’－イソプロピリデン）－ビス（インデニル）ジルコニウムジクロリド、（１，１’－エチレン）（２，２’－エチレン）－ビス（３－メチルインデニル）ジルコニウムジクロリド、（１，１’－エチレン）（２，２’－エチレン）－ビス（４，５－ベンゾインデニル）ジルコニウムジクロリド、（１，１’－エチレン）（２，２’－エチレン）－ビス（４－イソプロピルインデニル）ジルコニウムジクロリド、（１，１’－エチレン）（２，２’－エチレン）－ビス（５，６－ジメチルインデニル）ジルコニウムジクロリド、（１，１’－エチレン）（２，２’－エチレン）－ビス（４，７－ジイソプロピルインデニル）ジルコニウムジクロリド、（１，１’－エチレン）（２，２’－エチレン）－ビス（４－フェニルインデニル）ジルコニウムジクロリド、（１，１’－エチレン）（２，２’－エチレン）－ビス（３－メチル－４－イソプロピルインデニル）ジルコニウムジクロリド、（１，１’－エチレン）（２，２’－エチレン）－ビス（５，６－ベンゾインデニル）ジルコニウムジクロリド、（１，１’－ジメチルシリレン）（２，２’－ジメチルシリレン）ビス（シクロペンタジエニル）ジルコニウムジクロリド、（

１，１’－ジメチルシリレン）（２，２’－ジメチルシリレン）ビス（インデニル）ジルコニウムジクロリド、（１，１’－ジメチルシリレン）（２，２’－ジメチルシリレン）ビス（３－メチルインデニル）ジルコニウムジクロリド、（１，１’－ジメチルシリレン）（２，２’－ジメチルシリレン）ビス（３－ｎ－ブチルインデニル）ジルコニウムジクロリド、（１，１’－ジメチルシリレン）（２，２’－ジメチルシリレン）ビス（３－ｉ－プロピルインデニル）ジルコニウムジクロリド、（１，１’－ジメチルシリレン）（２，２’－ジメチルシリレン）ビス（３－トリメチルシリルメチルインデニル）ジルコニウムジクロリド、（１，１’－ジメチルシリレン）（２，２’－ジメチルシリレン）ビス（３－フェニルインデニル）ジルコニウムジクロリド、（１，１’－ジメチルシリレン）（２，２’－ジメチルシリレン）ビス（４，５－ベンゾインデニル）ジルコニウムジクロリド、（１，１’－ジメチルシリレン）（２，２’－ジメチルシリレン）ビス（４－イソプロピルインデニル）ジルコニウムジクロリド、（１，１’－ジメチルシリレン）（２，２’－ジメチルシリレン）ビス（５，６－ジメチルインデニル）ジルコニウムジクロリド、（１，１’－ジメチルシリレン）（２，２’－ジメチルシリレン）ビス（４，７－ジ－ｉ－プロピルインデニル）ジルコニウムジクロリド、（１，１’－ジメチルシリレン）（２，２’－ジメチルシリレン）ビス（４－フェニルインデニル）ジルコニウムジクロリド、（１，１’－ジメチルシリレン）（２，２’－ジメチルシリレン）ビス（３－メチル－４－ｉ－プロピルインデニル）ジルコニウムジクロリド、（１，１’－ジメチルシリレン）（２，２’－ジメチルシリレン）ビス（５，６－ベンゾインデニル）ジルコニウムジクロリドなど、およびこれらの化合物におけるジルコニウムをチタンまたはハフニウムに置換したものを挙げられる。もちろんこれらに限定されるものではない。

[0037] 前記（Ｂ）触媒成分のうちの（Ｂ－１）触媒成分としては、前記（Ａ）触媒成分のメタロセン化合物と反応して、イオン性の錯体を形成しうる化合物であれば、いずれのものでも使用できるが、下記一般式（８）または下記一

般式（９）で表されるものを好適に使用することができる。

（［Ｌ^{1}－Ｒ^{4}］$^{k+}$）$_{a}$（［Ｚ］$^{-}$）$_{b}$・・・（８）

（［Ｌ^{2}］$^{k+}$）$_{a}$（［Ｚ］$^{-}$）$_{b}$・・・（９）

[0038] 前記一般式（８）および前記一般式（９）中、Ｌ^{1}はルイス塩基、Ｌ^{2}はＭ^{2}、Ｒ^{5}Ｒ^{6}Ｍ^{3}、Ｒ$^{7}{}_{3}$ＣまたはＲ^{8}Ｍ^{3}を示す。［Ｚ］$^{-}$は、非配位性アニオン［Ｚ^{1}］$^{-}$または［Ｚ^{2}］$^{-}$を示す。ここで［Ｚ^{1}］$^{-}$は複数の基が元素に結合したアニオン、即ち［Ｍ^{1}Ｇ^{1}Ｇ^{2}・・・Ｇ^{f}］$^{-}$（ここで、Ｍ^{1}は周期律表第５族から第１５族までの元素、好ましくは周期律表第１３族から第１５族までの元素を示す。Ｇ^{1}からＧ^{f}まではそれぞれ水素原子、ハロゲン原子、炭素数１から２０までのアルキル基、炭素数２から４０までのジアルキルアミノ基、炭素数１から２０までのアルコキシ基、炭素数６から２０までのアリール基、炭素数６から２０までのアリールオキシ基、炭素数７から４０までのアルキルアリール基、炭素数７から４０までのアリールアルキル基、炭素数１から２０までのハロゲン置換炭化水素基、炭素数１から２０までのアシルオキシ基、有機メタロイド基、または炭素数２から２０までのヘテロ原子含有炭化水素基を示す。Ｇ^{1}からＧ^{f}までのうち２つ以上が環を形成していてもよい。ｆは［（中心金属Ｍ^{1}の原子価）＋１］の整数を示す。）、［Ｚ^{2}］$^{-}$は、酸解離定数の逆数の対数（ｐＫａ）が－１０以下のブレンステッド酸単独またはブレンステッド酸およびルイス酸の組み合わせの共役塩基、あるいは一般的に超強酸と定義される酸の共役塩を示す。また、ルイス塩基が配位していてもよい。また、Ｒ^{4}は水素原子、炭素数１から２０までのアルキル基、炭素数６から２０までのアリール基、アルキルアリール基またはアリールアルキル基を示し、Ｒ^{5}およびＲ^{6}はそれぞれシクロペンタジエニル基、置換シクロペンタジエニル、インデニル基またはフルオレニル基、Ｒ^{7}は炭素数１から２０までのアルキル基、アリール基、アルキルアリール基またはアリールアルキル基を示す。Ｒ^{8}はテトラフェニルポルフィリン、フタロシアニンなどの大環状配位子を示す。ｋは［Ｌ^{1}－Ｒ^{4}］，［Ｌ^{2}］のイオン価数で１から３までの整数、ａは１以上の整数、ｂ＝（ｋ×ａ）である。Ｍ^{2}は、周期律表第１族か

ら第３族まで、第１１族から第１３族まで、および第１７族の元素を含むものであり、M^3は、周期律表第７族から第１２族までの元素を示す。

[0039] ここで、L^1の具体例としては、アンモニア、メチルアミン、アニリン、ジメチルアミン、ジエチルアミン、Ｎ－メチルアニリン、ジフェニルアミン、Ｎ，Ｎ－ジメチルアニリン、トリメチルアミン、トリエチルアミン、トリ－ｎ－ブチルアミン、メチルジフェニルアミン、ピリジン、ｐ－ブロモ－Ｎ，Ｎ－ジメチルアニリン、ｐ－ニトロ－Ｎ，Ｎ－ジメチルアニリンなどのアミン類；トリエチルホスフィン、トリフェニルホスフィン、ジフェニルホスフィンなどのホスフィン類；テトラヒドロチオフェンなどのチオエーテル類；安息香酸エチルなどのエステル類；アセトニトリル、ベンゾニトリルなどのニトリル類などを挙げられる。

R^4の具体例としては、水素、メチル基、エチル基、ベンジル基、トリチル基などを挙げられ、R^5、R^6の具体例としては、シクロペンタジエニル基、メチルシクロペンタジエニル基、エチルシクロペンタジエニル基、ペンタメチルシクロペンタジエニル基などを挙げられる。R^7の具体例としては、フェニル基、ｐ－トリル基、ｐ－メトキシフェニル基などを挙げられ、R^8の具体例としてはテトラフェニルポルフィリン、フタロシアニン、アリル、メタリルなどを挙げられる。また、M^2の具体例としては、Ｌｉ、Ｎａ、Ｋ、Ａｇ、Ｃｕ、Ｂｒ、Ｉなどを挙げられ、M^3の具体例としては、Ｍｎ、Ｆｅ、Ｃｏ、Ｎｉ、Ｚｎなどを挙げられる。また、$[Z^1]^-$、即ち$[M^1G^1G^2\cdots G^f]$において、M^1の具体例としてはＢ、Ａｌ、Ｓｉ、Ｐ、Ａｓ、Ｓｂなど、好ましくはＢおよびＡｌが挙げられる。また、G^1およびG^2からG^fまでの具体例としては、ジアルキルアミノ基としてジメチルアミノ基、ジエチルアミノ基など；アルコキシ基若しくはアリールオキシ基としてメトキシ基、エトキシ基、ｎ－ブトキシ基，フェノキシ基など；炭化水素基としてメチル基、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、ｎ－オクチル基、ｎ－エイコシル基、フェニル基、ｐ－トリル基、ベンジル基、４－ｔ－ブチルフェニル基、３，５－ジメチルフェニル基など；ハロゲ

ン原子としてフッ素、塩素、臭素、ヨウ素など；ヘテロ原子含有炭化水素基としてｐ－フルオロフェニル基、３，５－ジフルオロフェニル基、ペンタクロロフェニル基、３，４，５－トリフルオロフェニル基、ペンタフルオロフェニル基、３，５－ビス（トリフルオロメチル）フェニル基、ビス（トリメチルシリル）メチル基など；有機メタロイド基としてペンタメチルアンチモン基、トリメチルシリル基、トリメチルゲルミル基、ジフェニルアルシン基、ジシクロヘキシルアンチモン基、ジフェニル硼素などが挙げられる。

[0040] 非配位性のアニオン、すなわちｐＫａが－１０以下のブレンステッド酸単独またはブレンステッド酸およびルイス酸の組み合わせの共役塩基［Z^2］$^-$の具体例としては、トリフルオロメタンスルホン酸アニオン（CF_3SO_3）$^-$、ビス（トリフルオロメタンスルホニル）メチルアニオン、ビス（トリフルオロメタンスルホニル）ベンジルアニオン、ビス（トリフルオロメタンスルホニル）アミド、過塩素酸アニオン（ClO_4）$^-$、トリフルオロ酢酸アニオン（CF_3CO_2）$^-$、ヘキサフルオロアンチモンアニオン（SbF_6）$^-$、フルオロスルホン酸アニオン（FSO_3）$^-$、クロロスルホン酸アニオン（$ClSO_3$）$^-$、フルオロスルホン酸アニオン／５－フッ化アンチモン（FSO_3/SbF_5）$^-$、フルオロスルホン酸アニオン／５－フッ化砒素（FSO_3/AsF_5）$^-$、トリフルオロメタンスルホン酸／５－フッ化アンチモン（CF_3SO_3/SbF_5）$^-$などを挙げられる。

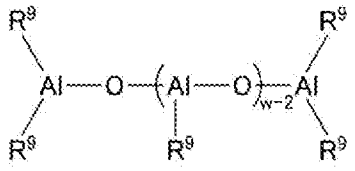
[0041] 前記（Ａ）触媒成分の遷移金属化合物と反応してイオン性の錯体を形成するイオン性化合物、すなわち前記（Ｂ－１）触媒成分の具体例としては、テトラキス（ペンタフルオロフェニル硼酸）Ｎ，Ｎ－ジメチルアニリニウム、テトラフェニル硼酸トリエチルアンモニウム、テトラフェニル硼酸トリ－ｎ－ブチルアンモニウム、テトラフェニル硼酸トリメチルアンモニウム、テトラフェニル硼酸テトラエチルアンモニウム、テトラフェニル硼酸メチル（トリ－ｎ－ブチル）アンモニウム、テトラフェニル硼酸ベンジル（トリ－ｎ－ブチル）アンモニウム、テトラフェニル硼酸ジメチルジフェニルアンモニウム、テトラフェニル硼酸トリフェニル（メチル）アンモニウム、テトラフェ

ニル硼酸トリメチルアニリニウム、テトラフェニル硼酸メチルピリジニウム、テトラフェニル硼酸ベンジルピリジニウム、テトラフェニル硼酸メチル（２－シアノピリジニウム）、テトラキス（ペンタフルオロフェニル）硼酸トリエチルアンモニウム、テトラキス（ペンタフルオロフェニル）硼酸トリ－ｎ－ブチルアンモニウム、テトラキス（ペンタフルオロフェニル）硼酸トリフェニルアンモニウム、テトラキス（ペンタフルオロフェニル）硼酸テトラ－ｎ－ブチルアンモニウム、テトラキス（ペンタフルオロフェニル）硼酸テトラエチルアンモニウム、テトラキス（ペンタフルオロフェニル）硼酸ベンジル（トリ－ｎ－ブチル）アンモニウム、テトラキス（ペンタフルオロフェニル）硼酸メチルジフェニルアンモニウム、テトラキス（ペンタフルオロフェニル）硼酸トリフェニル（メチル）アンモニウム、テトラキス（ペンタフルオロフェニル）硼酸メチルアニリニウム、テトラキス（ペンタフルオロフェニル）硼酸ジメチルアニリニウム、テトラキス（ペンタフルオロフェニル）硼酸トリメチルアニリニウム、テトラキス（ペンタフルオロフェニル）硼酸メチルピリジニウム、テトラキス（ペンタフルオロフェニル）硼酸ベンジルピリジニウム、テトラキス（ペンタフルオロフェニル）硼酸メチル（２－シアノピリジニウム）、テトラキス（ペンタフルオロフェニル）硼酸ベンジル（２－シアノピリジニウム）、テトラキス（ペンタフルオロフェニル）硼酸メチル（４－シアノピリジニウム）、テトラキス（ペンタフルオロフェニル）硼酸トリフェニルホスホニウム、テトラキス［ビス（３，５－ジトリフルオロメチル）フェニル］硼酸ジメチルアニリニウム、テトラフェニル硼酸フェロセニウム、テトラフェニル硼酸銀、テトラフェニル硼酸トリチル、テトラフェニル硼酸テトラフェニルポルフィリンマンガン、テトラキス（ペンタフルオロフェニル）硼酸フェロセニウム、テトラキス（ペンタフルオロフェニル）硼酸（１，１’－ジメチルフェロセニウム）、テトラキス（ペンタフルオロフェニル）硼酸デカメチルフェロセニウム、テトラキス（ペンタフルオロフェニル）硼酸銀、テトラキス（ペンタフルオロフェニル）硼酸トリチル、テトラキス（ペンタフルオロフェニル）硼酸リチウム、テトラキス（

ペンタフルオロフェニル）硼酸ナトリウム、テトラキス（ペンタフルオロフェニル）硼酸テトラフェニルポルフィリンマンガン、テトラフルオロ硼酸銀、ヘキサフルオロ燐酸銀、ヘキサフルオロ砒素酸銀、過塩素酸銀、トリフルオロ酢酸銀、トリフルオロメタンスルホン酸銀などを挙げられる。これらの（Ｂ－１）触媒成分は一種を単独で用いてもよく、または二種以上を組み合わせて用いてもよい。

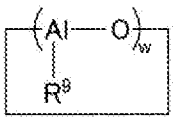
[0042] 一方、前記（Ｂ－２）触媒成分のアルミノキサンとしては、例えば、下記一般式（１０）で表される鎖状アルミノキサン、下記一般式（１１）で表される環状アルミノキサンを挙げられる。

[0043] [化7]



(10)

[0044] [化8]



(11)

[0045] 前記一般式（１０）および前記一般式（１１）において、R^9は炭素数１から２０まで、好ましくは１から１２までのアルキル基、アルケニル基、アリール基、アリールアルキル基などの炭化水素基あるいはハロゲン原子を示し、ｗは平均重合度を示し、通常２から５０までの整数であり、好ましくは２から４０までの整数である。なお、各R^9は同じでも異なっていてもよい。

[0046] 前記アルミノキサンの製造法としては、アルキルアルミニウムと水などの縮合剤とを接触させる方法が挙げられるが、その手段については特に限定はなく、公知の方法に準じて反応させればよい。

例えば、（１）有機アルミニウム化合物を有機溶剤に溶解しておき、これを水と接触させる方法、（２）重合時に当初有機アルミニウム化合物を加え

ておき、後に水を添加する方法、（３）金属塩などに含有されている結晶水、無機物や有機物への吸着水を有機アルミニウム化合物と反応させる方法、（４）テトラアルキルジアルミノキサンにトリアルキルアルミニウムを反応させ、さらに水を反応させる方法などがある。なお、アルミノキサンとしては、トルエン不溶性のものであってもよい。これらのアルミノキサンは一種用いてもよく、二種以上を組み合わせて用いてもよい。

[0047] 前記（Ａ）触媒成分と前記（Ｂ）触媒成分との使用割合は、前記（Ｂ）触媒成分として前記（Ｂ－１）触媒成分を用いた場合には、モル比で好ましくは１０：１から１：１００までの範囲、より好ましくは２：１から１：１０までの範囲が望ましく、前記範囲を逸脱する場合は、単位質量ポリマーあたりの触媒コストが高くなり、実用的でない。また、前記（Ｂ－２）触媒成分を用いた場合には、モル比で好ましくは１：１から１：１０００００００までの範囲、より好ましくは１：１０から１：１００００までの範囲が望ましい。この範囲を逸脱する場合は単位質量ポリマーあたりの触媒コストが高くなり、実用的でない。また、前記（Ｂ）触媒成分としては前記（Ｂ－１）触媒成分および前記（Ｂ－２）触媒成分を単独または二種以上組み合わせて用いることもできる。

[0048] ｍＰＡＯを製造するためのモノマーとしては、通常、炭素数３から１４までのα－オレフィンが使用され、具体例としては、例えば、プロピレン、１－ブテン、３－メチル－１－ブテン、４－メチル－１－ブテン、４－フェニル－１－ブテン、１－ペンテン、３－メチル－１－ペンテン、４－メチル－１－ペンテン、３，３－ジメチル－１－ペンテン、３，４－ジメチル－１－ペンテン、４，４－ジメチル－１－ペンテン、１－ヘキセン、４－メチル－１－ヘキセン、５－メチル－１－ヘキセン、６－フェニル－１－ヘキセン、１－オクテン、１－デセン、１－ドデセン、１－テトラデセンなどを挙げられる。これらの中で、１－オクテン、１－デセン、１－ドデセンから選ばれるα－オレフィンが好ましく、特に１－デセンが好ましい。

[0049] 前記一般式（１）または前記一般式（４）で表されるメタロセン化合物と

炭素数３から１４までのα－オレフィンの配合割合［メタロセン化合物（ｍｍｏｌ）／α－オレフィン（Ｌ）］は、通常０．０１から０．４までであり、好ましくは０．０５から０．３までであり、より好ましくは０．１から０．２までである。前記配合割合が０．０１以上であることで十分な触媒活性が得られ、一方、０．４以下であると、潤滑油の基油として適する三量体以上のオリゴマーの収率が向上し、触媒の脱灰除去が不完全になることがない。

[0050] 前記炭素数３から１４までのα－オレフィンの重合は、水素存在下で行うことが好ましい。水素の添加量は、通常０．１ｋＰａ以上５０ｋＰａ以下であり、好ましくは０．５ｋＰａ以上３０ｋＰａ以下であり、より好ましくは１ｋＰａ以上１０ｋＰａ以下である。水素の添加量が０．１ｋＰａ以上であることで十分な触媒活性が得られ、一方、５０ｋＰａ以下であると、原料α－オレフィンの飽和体の生成を低減化でき、目的とするｍＰＡＯの収率が向上する。

[0051] 前記炭素数３から１４までのα－オレフィンの重合は、反応方法には制限はなく、溶媒の不存在下に行なってもよく、溶媒中で行ってもよく、いずれの方法を用いてもよい。反応溶媒を用いる場合、例えば、ベンゼン，トルエン，キシレン，エチルベンゼンなどの芳香族炭化水素、シクロペンタン，シクロヘキサン，メチルシクロヘキサンなどの脂環式炭化水素、ペンタン，ヘキサン，ヘプタン，オクタンなどの脂肪族炭化水素、クロロホルム，ジクロロメタンなどのハロゲン化炭化水素などが挙げられる。重合反応の温度は通常０℃以上１００℃以下であり、好ましくは２０℃以上８０℃以下であり、より好ましくは３０℃以上７０℃以下である。前記範囲であることで、十分な触媒活性が得られ、また潤滑油の基油として適する三量体以上のオリゴマーの収率が向上する。前記方法で重合を行うことで三量体以上の選択率が５０％以上のｍＰＡＯを製造することができる。

[0052] 目的に応じて、前記の方法で得られたｍＰＡＯにさらに処理を加えてもよく、例えば、熱安定性や酸化安定性を向上させる場合には水素化処理を行え

ば良い。また、所望の特性を有する潤滑油基油を得る場合には、蒸留を行えば良い。前記水素化処理の温度は通常５０℃以上３００℃以下であり、好ましくは６０℃以上２５０℃以下であり、より好ましくは７０℃以上２００℃以下であり、水素圧は通常０．１ＭＰａ以上１０ＭＰａ以下であり、好ましくは０．５ＭＰａ以上２ＭＰａ以下であり、より好ましくは０．７ＭＰａ以上１．５ＭＰａ以下である。水素化処理においては、ＰｄやＮｉなどを含む一般的な水添触媒を用いることができる。蒸留における温度は通常２００℃以上３００℃以下であり、好ましくは２２０℃以上２８０℃以下であり、より好ましくは２３０℃以上２７０℃以下であり、圧力は通常０．１Ｐａ以上１５Ｐａ以下であり、好ましくは０．４Ｐａ以上７Ｐａ以下であり、より好ましくは０．６Ｐａ以上４Ｐａ以下である。

[0053] 前記の方法で得られたｍＰＡＯや水素化処理や蒸留後のｍＰＡＯは、短鎖分岐を１分子あたり約１個（通常０．６個以上１．２個以下であり、好ましくは０．７個以上１．１個以下であり、より好ましくは０．８個以上１．０個以下である）有する（なお、本明細書において、メチル基、エチル基およびプロピル基を短鎖分岐と称する。）。さらに、当該短鎖分岐は主にメチル基であり、メチル基の割合は通常８０モル%以上、好ましくは８５モル%以上、より好ましくは９０モル%以上である。

[0054] 本組成物において、前記（ｂ）成分の配合量は、組成物全量基準で、２０質量%以上であることが必要である。前記配合量が２０質量%未満では、前記本発明の目的を達成することができない。また、低温流動性の更なる向上という観点から、前記（ｂ）成分の配合量は、２５質量%以上７０質量%以下であることが好ましく、３０質量%以上６０質量%以下であることがより好ましい。

[0055] また、本組成物は、前記（ａ）成分と、前記（ｂ）成分とを配合してなるものであるが、本組成物においては、１００℃における動粘度が５mm^2／ｓ以上２０mm^2／ｓ以下であることが好ましく、６mm^2／ｓ以上１５mm^2／ｓ以下であることがより好ましい。動粘度が前記下限未満では、摩耗や焼付き

を起こしやすくなる傾向にあり、他方、前記上限を超えると、燃費改善効果が得られにくくなる傾向にある。

[0056] ［その他の添加剤］

本組成物には、潤滑油組成物として必要な特性を付与するための添加剤をさらに配合してもよい。例えば、本組成物を自動車用の手動変速機および終減速機、産業機械用の増速機および減速機などに使用される歯車装置用の潤滑油組成物として用いる場合には、本組成物に耐摩耗剤・極圧剤をさらに配合することが好ましい。

耐摩耗剤・極圧剤としては、例えば、硫黄系、リン系、ホウ素系の耐摩耗剤・極圧剤が挙げられる。硫黄系耐摩耗剤・極圧剤としては，硫化オレフィン、硫化油脂、硫化エステル、チオカーボネート類、ジチオカーバメート類、ポリスルフィド類などが挙げられる。リン系耐摩耗剤・極圧剤としては、ジチオリン酸亜鉛、ホスファイト、アルキルまたはアリールアシッドホスフェートあるいはそのアミン塩、トリアルキルまたはトリアリールホスフェートなどが挙げられる。耐摩耗剤・極圧剤の好ましい配合量は、特に限定されないが、組成物全量基準で、０．１質量%以上２０質量%以下の範囲である。

[0057] 本発明の潤滑油組成物には、前記耐摩耗剤・極圧剤の他に、本発明の効果を損なわない範囲で、必要に応じて、酸化防止剤、金属系清浄剤、無灰系分散剤、流動点降下剤、防錆剤、腐食防止剤、摩擦調整剤、消泡剤などの各種添加剤をさらに配合してもよい。

[0058] 酸化防止剤としては、例えば、アミン系の酸化防止剤（ジフェニルアミン類、ナフチルアミン類）、フェノール系の酸化防止剤、硫黄系の酸化防止剤などが挙げられる。酸化防止剤の好ましい配合量は、特に限定されないが、組成物全量基準で、０．０５質量%以上７質量%以下の範囲である。

[0059] 金属系清浄剤としては、例えば、アルカリ金属（ナトリウム（Ｎａ）、カリウム（Ｋ）など）またはアルカリ土類金属（カルシウム（Ｃａ）、マグネシウム（Ｍｇ）など）のスルフォネート、フェネート、サリシレートおよび

ナフテネートなどが挙げられる。金属系清浄剤の好ましい配合量は、特に限定されないが、組成物全量基準で、０．１質量%以上１０質量%以下の範囲である。

[0060] 無灰系分散剤としては、例えば、コハク酸イミド化合物、ホウ素系イミド化合物、マンニッヒ系分散剤、酸アミド系化合物などが挙げられる。無灰系分散剤の好ましい配合量は、特に限定されないが、組成物全量基準で、０．１質量%以上２０質量%以下の範囲である。

[0061] 流動点降下剤としては、重量平均分子量が５万以上１５万以下のポリメタクリレートなどを用いることができる。流動点降下剤の好ましい配合量は、特に限定されないが、組成物全量基準で、０．０５質量%以上２質量%以下の範囲である。

[0062] 防錆剤としては、例えば、脂肪酸、アルケニルコハク酸ハーフエステル、脂肪酸セッケン、アルキルスルホン酸塩、多価アルコール脂肪酸エステル、脂肪酸アミド、酸化パラフィン、アルキルポリオキシエチレンエーテルなどが挙げられる。防錆剤の好ましい配合量は、特に限定されないが、組成物全量基準で、０．０１質量%以上３質量%以下の範囲である。

[0063] 腐食防止剤としては、例えば、ベンゾトリアゾール系腐食防止剤、ベンズイミダゾール系腐食防止剤、ベンゾチアゾール系腐食防止剤、チアジアゾール系腐食防止剤などが挙げられる。腐食防止剤の好ましい配合量は、特に限定されないが、組成物全量基準で、０．０１質量%以上１質量%以下の範囲である。

[0064] 摩擦調整剤としては、例えば、有機モリブデン系化合物、脂肪酸、高級アルコール、脂肪酸エステル、油脂類、アミン、アミド、硫化エステル、リン酸エステル、亜リン酸エステル、リン酸エステルアミン塩などが挙げられる。摩擦調整剤の好ましい配合量は、特に限定されないが、組成物全量基準で、０．０１質量%以上１０質量%以下の範囲である。

[0065] 消泡剤としては、例えば、シリコーン系化合物、エステル系化合物などが挙げられる。消泡剤の好ましい配合量は、特に限定されないが、組成物全量

基準で、１質量ｐｐｍ以上５０００質量ｐｐｍ以下の範囲である。

実施例

[0066] 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。なお、各例における潤滑油組成物（試料油）の性能（４０℃および１００℃における動粘度、外挿粘度、粘度指数、低温粘度、トラクション係数、摩擦損失）は以下のような方法で求めた。

（１）４０℃および１００℃における動粘度

ＪＩＳ　Ｋ２２８３に記載の方法に準拠して、４０℃および１００℃における動粘度（単位：mm^2／ｓ）を測定した。

（２）外挿粘度

ＪＩＳ　Ｋ２２８３の付属書１に記載の方法に準拠して、１６０℃における外挿粘度を計算により求めた。

（３）粘度指数

ＪＩＳ　Ｋ２２８３に記載の方法に準拠して、粘度指数を算出した。

（４）低温粘度（ＢＦ粘度）

ＡＳＴＭ　Ｄ　２９８３に記載の方法に準拠して、－４０℃における粘度（ＢＦ粘度、単位：ｍＰａ・ｓ）を測定した。

（５）トラクション係数

トラクション計測器（ＰＣＳ　Ｉｎｓｔｒｕｍｅｎｔｓ社製、製品名「ＭＴＭ　Ｔｒａｃｔｉｏｎ　Ｍｅａｓｕｒｅｍｅｎｔ　Ｓｙｓｔｅｍ」）を用いて以下の条件におけるトラクション係数を測定した。

測定温度：４０℃

平均速度：４ｍ／ｓ

荷重：４５Ｎ

すべり率（ＳＲＲ）：５％

（６）摩擦損失（油温上昇試験）

ＦＺＧ歯車試験機（ＩＳＯ　１４６３５－２で規定されるＦＺＧ試験機、

試験歯車：ＩＳＯ　１４６３５－１で規定されるＴｙｐｅ　Ａ歯車セット、給油方式：オイルバス式（軸芯レベル）、開始油温：２１℃から２３℃までの温度）に試料油を充填後、以下の２つの試験条件で運転した際（２０分経過後および４０分経過後）の歯車箱内の油温上昇に基づいて、摩擦損失を評価した。なお、油温上昇が少ないほど摩擦損失が少ないことを示す。

試験条件１：速度１６．６ｍ／ｓとし、トルクを６１Ｎｍとした。

試験条件２：速度を８．３ｍ／ｓとし、トルクを３０２Ｎｍとした。

[0067] ［製造例１］

先ず、容積２Ｌのガラス製シュレンク瓶に窒素雰囲気下で脱水トルエン７００ｍＬ、トリイソブチルアルミニウム４０ｍｍｏｌ、（１，１’－ジメチルシリレン）（２，２’－ジメチルシリレン）－ビス（シクロペンタジエニル）ジルコニウムジクロリド０．８ｍｍｏｌおよび粉末状のＮ，Ｎ－ジメチルアニリニウムテトラキス（ペンタフルオロフェニル）ボレート１．６ｍｍｏｌを入れ室温で１分ほど攪拌した後、１－デセン１００ｍＬを加え、さらに室温で１時間攪拌して触媒混合液を得た。

そして、内容積１０７Ｌのステンレス製反応器を十分乾燥し、窒素置換の後に、１－デセン４０Ｌ、次にトリイソブチルアルミニウム２０ｍｍｏｌをいれ、１０５℃に昇温した。得られた触媒混合液を８０ｍＬ投入後、水素０．０２ＭＰａＧを導入し、温度を１１０℃に上げて重合を開始した。以降６０分毎に触媒混合液８０ｍＬを添加し、１１０℃で３００分反応させた後、メタノール１００ｍＬを投入し重合を停止させた。

内容物を２つの１００Ｌのステンレス製容器に２０Ｌずつ抜出し、各容器にトルエン２０Ｌ、１質量％ＮａＯＨ水溶液２０Ｌを加え、１時間攪拌した。１時間静置したのち水相を抜き取り、新たに純水２０Ｌを加え１時間攪拌後１時間静置し水相を抜出した。このような操作を２回繰り返した。有機層を２μｍのフィルターで濾過した後、内容積１０７Ｌのステンレス製反応器に移し、約３．０×１０$^{-1}$ＭＰａの減圧下、１４０℃で、トルエン、原料、メタノールなどの形質成分を留去し、無色透明の粘性液体２４．６ｋｇを得

た。得られた粘性液体５ｋｇを用い、薄膜蒸留装置（ＵＩＣ社製、短行程蒸留装置「ＫＤＬ－５」）を用いて５×１０$^{-6}$ＭＰａの減圧下、１８０℃で蒸留を行い、２０量体以下成分を完全に取除いた無色透明の粘性液体４．５ｋｇを得た。

得られた粘性液体３．０ｋｇを内容積５Ｌのステンレス製オートクレーブに入れ、安定化ニッケル触媒（堺化学工業株式会社製、製品名「ＳＮ７５０」）を質量比で１質量%添加後、２ＭＰａの水素のもと１３０℃で６時間反応させた。反応終了後、温度を８０℃付近まで冷却した後、内容物を取り出し、１μｍのフィルターを用いて７０℃で触媒成分を濾過分離し、水素化物（メタロセン触媒で得られた１－デセンオリゴマー：ｍＰＡＯ－１）３．０ｋｇを得た。

[0068] ［製造例２］

重合温度を１０５℃とした以外は製造例１と同様にして、軽質成分を取除いた無色透明の粘性液体２３．７ｋｇ、２０量体以下成分を完全に取除いた無色透明の粘性液体４．７ｋｇ、水素化物（メタロセン触媒で得られた１－デセンオリゴマー：ｍＰＡＯ－２）３．０ｋｇをそれぞれ得た。

[0069] ［製造例３］

重合温度を９２℃とした以外は製造例１と同様にして、軽質成分を取除いた無色透明の粘性液体２６．０ｋｇ、２０量体以下成分を完全に取除いた無色透明の粘性液体４．９ｋｇ、水素化物（メタロセン触媒で得られた１－デセンオリゴマー：ｍＰＡＯ－３）３．０ｋｇをそれぞれ得た。

[0070] ［製造例４］

１－デセン４０Ｌの代わりに１－オクテン１６．６Ｌと１－ドデセン２３．４Ｌの混合物を用いた以外は製造例２と同様にして、軽質成分を取除いた無色透明の粘性液体２４．３ｋｇ、２０量体以下成分を完全に取除いた無色透明の粘性液体４．７ｋｇ、水素化物（メタロセン触媒で得られた１－オクテン／１－ドデセンオリゴマー：ｍＰＡＯ－４）３．０ｋｇをそれぞれ得た。

[0071] ［製造例５］

重合温度を８８℃とした以外は製造例４と同様にして、軽質成分を取除いた無色透明の粘性液体２５．３ｋｇ、２０量体以下成分を完全に取除いた無色透明の粘性液体４．９ｋｇ、水素化物（メタロセン触媒で得られた１－オクテン／１－ドデセンオリゴマー：ｍＰＡＯ－５）３．０ｋｇをそれぞれ得た。

[0072] ［実施例１から実施例５、および比較例１から比較例５］

以下に示す基油、合成油および添加剤を用いて、表１に示す組成にしたがって潤滑油組成物（試料油）を調製した。実施例１から実施例５までにより調製した試料油、および、比較例１から比較例４までにより調製した試料油は前記した方法で各性能（４０℃および１００℃における動粘度、外挿粘度、粘度指数、低温粘度、トラクション係数）を評価し、結果を表１に示す。また、実施例３で調製した試料油については、市販されているデフオイル７５Ｗ－８５　ＧＬ－５（比較例５）を比較対象として、前記した方法で摩擦損失および前記各性能を評価した。得られた結果を表２に示す。

鉱油－１：高精製鉱油（１００℃における動粘度：５．１ｍｍ^2／ｓ、粘度指数：１３１）

鉱油－２：高精製鉱油（１００℃における動粘度：９．３ｍｍ^2／ｓ、粘度指数：１１４）

エステル：ジイソデシルアジペート　１００℃における動粘度：３．６ｍｍ^2／ｓ、粘度指数：１４２）

ｍＰＡＯ－１：製造例１で得られたｍＰＡＯ（１００℃における動粘度：４０ｍｍ^2／ｓ、粘度指数：１７８）

ｍＰＡＯ－２：製造例２で得られたｍＰＡＯ（１００℃における動粘度：５８ｍｍ^2／ｓ、粘度指数：１８４）

ｍＰＡＯ－３：製造例３で得られたｍＰＡＯ（１００℃における動粘度：９１ｍｍ^2／ｓ、粘度指数：２００）

ｍＰＡＯ－４：製造例４で得られたｍＰＡＯ（１００℃における動粘度：５

７mm²／ｓ、粘度指数：１７７）

ｍＰＡＯ－５：製造例５で得られたｍＰＡＯ（１００℃における動粘度：１３７mm²／ｓ、粘度指数：２０９）

ＥＰＯ－１：エチレン－プロピレンオリゴマー（１００℃における動粘度：４０mm²／ｓ、粘度指数：１５５）、三井化学社製、製品名「ルーカントＨＣ－４０」

ＥＰＯ－２：エチレン－プロピレンオリゴマー（１００℃における動粘度：１００mm²／ｓ、粘度指数：１６５）、三井化学社製、製品名「ルーカントＨＣ－１００」

ＰＡＯ：１－デセンオリゴマー（１００℃における動粘度：１０１mm²／ｓ、粘度指数：１７６）、Ｃｈｅｍｔｕｒａ社製、製品名「Ｓｙｎｔｏｎ　ＰＡＯ　１００」

添加剤－１：Lubrizol社製、製品名「Ａｎｇｌａｍｏｌ　９００１Ｎ」

添加剤－２：三洋化成工業社製、製品名「アクルーブ１４６」

[0073]

[表1]

			実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4
配合量	基油	鉱油-1	21.8	29.8	36.8	29.8	41.8	31.8	45.8	40.8	—
		鉱油-2	—	—	—	—	—	—	—	—	52.8
(質量%)		エステル	20	20	20	20	20	20	20	20	20
	高粘度合成油	mPAO-1	50	—	—	—	—	—	—	—	—
		mPAO-2	—	42	—	—	—	—	—	—	—
		mPAO-3	—	—	35	—	—	—	—	—	—
		mPAO-4	—	—	—	42	—	—	—	—	—
		mPAO-5	—	—	—	—	30	—	—	—	19
		EPO-1	—	—	—	—	—	40	—	—	—
		EPO-2	—	—	—	—	—	—	26	—	—
		PAO	—	—	—	—	—	—	—	31	—
	添加剤-1		8	8	8	8	8	8	8	8	8
	添加剤-2		0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2	0.2
			100	100	100	100	100	100	100	100	100
性能	40℃における動粘度		mm^2/s	66.4	65.0	63.8	65.9	63.8	71.9	70.1	69.1	71.6
	100℃における動粘度		mm^2/s	11.7	11.7	11.6	11.6	11.7	11.7	11.7	11.7	11.6
	160℃における外挿粘度		mm^2/s	4.4	4.4	4.4	4.4	4.5	4.3	4.3	4.3	4.2
	粘度指数			174	181	176	174	182	157	163	166	157
	低温粘度(測定温度:-40℃)		mPa・s	23,100	22,300	24,600	23,800	23,900	49,400	47,500	42,900	111,000
	40℃におけるトラクション係数			0.044	0.045	0.046	0.047	0.048	0.057	0.056	0.052	0.052

[0074]

[表2]

			実施例3	比較例5
40℃における動粘度		mm^2/s	63.8	72.9
100℃における動粘度		mm^2/s	11.6	11.7
160℃における外挿粘度		mm^2/s	4.4	4.3
粘度指数			176	156
低温粘度（測定温度：-40℃）		mPa・s	24,600	76,000
40℃におけるトラクション係数			0.046	0.053
油温上昇試験				
	条件1	油温上昇（20min後）	℃	47	50
		油温上昇（40min後）	℃	60	64
	条件2	油温上昇（20min後）	℃	52	58
		油温上昇（40min後）	℃	70	75

[0075] [評価結果]

表１に示した結果から明らかなように、本発明の潤滑油組成物（実施例１から実施例５まで）は、１００℃における動粘度が１１．６mm^2／ｓから１１．７mm^2／ｓまでの範囲であるが、４０℃における動粘度が比較例１から比較例４までにより得られた潤滑油組成物と比較して低く、且つ、１６０℃における動粘度が高い。従って、本発明の潤滑油組成物によれば、高温度域での油膜保持性能を維持しつつ、常用温度域での低粘度化を達成することができることが確認された。また、本発明の潤滑油組成物（実施例１から実施例５まで）は、トラクション係数が比較例１から比較例４までにより得られた潤滑油組成物と比較して低いことから、歯車の歯面や転がり軸受の転動面などの弾性流体潤滑域での低摩擦特性に優れる。さらに、本発明の潤滑油組成物の低温粘度は比較例１から比較例４までにより得られた潤滑油組成物よ

りも低いことから低温流動性に優れることが確認された。

また、表２に示した結果から明らかなように、本発明の潤滑油組成物（実施例３）は、１００℃における動粘度が１１．６mm^2／ｓであるが、油温上昇試験における油温上昇温度が比較例５で得られた潤滑油組成物と比較して低い。従って、本発明の潤滑油組成物によれば、高温度域での油膜保持性能を維持しつつ、常用温度域での摩擦損失低減を達成することができることが確認された。

産業上の利用可能性

[0076] 本発明の潤滑油組成物は、自動車用の手動変速機および終減速機、産業機械用の増速機および減速機などに使用される歯車装置用の潤滑油組成物として好適に用いられる。

請求の範囲

[請求項1] （ａ）１００℃における動粘度が２ｍｍ²／ｓ以上１０ｍｍ²／ｓ以下である潤滑油基油と、（ｂ）メタロセン触媒を用いて製造された１００℃における動粘度が１５ｍｍ²／ｓ以上３００ｍｍ²／ｓ以下のポリ－α－オレフィンとを配合してなり、且つ、前記（ｂ）成分の配合量が組成物全量基準で２０質量%以上であることを特徴とする潤滑油組成物。

[請求項2] 請求項１に記載の潤滑油組成物であって、

１００℃における動粘度が５ｍｍ²／ｓ以上２０ｍｍ²／ｓ以下である

ことを特徴とする潤滑油組成物。

[請求項3] 請求項１または請求項２に記載の潤滑油組成物であって、

前記（ｂ）成分が、メタロセン触媒を用いて製造された１００℃における動粘度が４０ｍｍ²／ｓ以上１５０ｍｍ²／ｓ以下のポリ－α－オレフィンである

ことを特徴とする潤滑油組成物。

[請求項4] 請求項１から請求項３までのいずれか１項に記載の潤滑油組成物であって、

自動車用の手動変速機もしくは終減速機、または、産業機械用の増速機もしくは減速機に使用される歯車装置のために用いられるものである

ことを特徴とする潤滑油組成物。

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.
PCT/JP2011/053808

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER
C10M107/10(2006.01)i, *C10N20/02*(2006.01)n, *C10N30/02*(2006.01)n, *C10N30/06*(2006.01)n, *C10N30/08*(2006.01)n, *C10N40/04*(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)
C10M101/00-177/00

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	1996-2011
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2011	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2011

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.
X	JP 2009-500489 A (Exxonmobil Chemical Patents Inc.), 08 January 2009 (08.01.2009), claims; paragraph [0023]; examples & WO 2007/005094 A1 & US 2007/0000807 A1 & EP 1907516 A1	1-4
X	JP 2006-176760 A (Mitsui Chemicals, Inc.), 06 July 2006 (06.07.2006), claims; examples & JP 2008-297555 A & US 2006/0116303 A1 & EP 1661921 A1 & CN 1782044 A	1-4
X	JP 2005-200454 A (Mitsui Chemicals, Inc.), 28 July 2005 (28.07.2005), claims; examples (Family: none)	1-4

☐ 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	Date of mailing of the international search report
17 May, 2011 (17.05.11)	24 May, 2011 (24.05.11)
Name and mailing address of the ISA/ Japanese Patent Office Facsimile No.	Authorized officer Telephone No.

国際調査報告

国際出願番号　ＰＣＴ／ＪＰ２０１１／０５３８０８

Ａ．　発明の属する分野の分類（国際特許分類（ＩＰＣ））

Int.Cl.　C10M107/10(2006.01)i, C10N20/02(2006.01)n, C10N30/02(2006.01)n, C10N30/06(2006.01)n, C10N30/08(2006.01)n, C10N40/04(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.　C10M101/00-177/00

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	１９７１－２０１１年
日本国実用新案登録公報	１９９６－２０１１年
日本国登録実用新案公報	１９９４－２０１１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
X	JP 2009-500489 A（エクソンモービル・ケミカル・パテンツ・インク）2009.01.08, 特許請求の範囲,段落[0023],実施例 & WO 2007/005094 A1 & US 2007/0000807 A1 & EP 1907516 A1	1-4
X	JP 2006-176760 A（三井化学株式会社）2006.07.06, 特許請求の範囲,実施例 & JP 2008-297555 A & US 2006/0116303 A1 & EP 1661921 A1 & CN 1782044 A	1-4

☑　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 １７．０５．２０１１	国際調査報告の発送日 ２４．０５．２０１１
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁（ＩＳＡ／ＪＰ） 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）　４Ｖ　３５５３ 坂井　哲也 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
X	JP 2005-200454 A（三井化学株式会社）2005.07.28, 特許請求の範囲,実施例（ファミリーなし）	1-4