

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5808517号
(P5808517)

(45) 発行日 平成27年11月10日(2015.11.10)

(24) 登録日 平成27年9月18日(2015.9.18)

(51) Int.Cl.
C10M 171/00 (2006.01)

F I
C10M 171/00

請求項の数 3 (全 21 頁)

(21) 出願番号	特願2009-135377 (P2009-135377)	(73) 特許権者	000004444
(22) 出願日	平成21年6月4日(2009.6.4)		J X 日鉱日石エネルギー株式会社
(65) 公開番号	特開2010-280820 (P2010-280820A)		東京都千代田区大手町二丁目6番3号
(43) 公開日	平成22年12月16日(2010.12.16)	(74) 代理人	100088155
審査請求日	平成23年11月14日(2011.11.14)		弁理士 長谷川 芳樹
審判番号	不服2014-4623 (P2014-4623/J1)	(74) 代理人	100113435
審判請求日	平成26年3月10日(2014.3.10)		弁理士 黒木 義樹
		(74) 代理人	100128381
			弁理士 清水 義憲
		(74) 代理人	100169454
			弁理士 平野 裕之
		(74) 代理人	100139000
			弁理士 城戸 博兒
		(74) 代理人	100152191
			弁理士 池田 正人

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 潤滑油組成物

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

100 における動粘度が $1 \sim 5 \text{ mm}^2 / \text{s}$ である潤滑油基油と、
 ^{13}C -NMRにより得られるスペクトルにおいて、全ピークの合計面積に対する化学シフト $51 \sim 52.5 \text{ ppm}$ の間のピークの合計面積 $M1$ と化学シフト $64 \sim 66 \text{ ppm}$ の間のピークの合計面積 $M2$ の比、 $M1 / M2$ が 0.50 以上 1.0 以下であるポリ(メタ)アクリレート系粘度指数向上剤と、
 を含有し、100 における動粘度が $3 \sim 15 \text{ mm}^2 / \text{s}$ であり、40 における動粘度が $4 \sim 80 \text{ mm}^2 / \text{s}$ であり、150 におけるHTHS粘度が $2.3 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 以上 $2.8 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 以下であり、100 におけるHTHS粘度が $4.9 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 以下であり、かつ、150 におけるHTHS粘度と100 におけるHTHS粘度の比が下記式(A)で表される条件を満たすことを特徴とする潤滑油組成物。

$\text{HTHS}(150) / \text{HTHS}(100) \leq 0.53 \quad (\text{A})$

[式中、HTHS(100)は100 におけるHTHS粘度を示し、HTHS(150)は150 におけるHTHS粘度を示す。]

【請求項2】

前記粘度指数向上剤が、PSSIが40以下、重量平均分子量とPSSIの比が 0.8×10^4 以上のものであることを特徴とする請求項1に記載の潤滑油組成物。

【請求項3】

前記150 におけるHTHS粘度が $2.6 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 以上 $2.8 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 以下であ

10

20

ることを特徴とする請求項 1 または 2 に記載の潤滑油組成物。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、潤滑油組成物に関する。

【背景技術】

【0002】

従来、内燃機関や変速機、その他機械装置には、その作用を円滑にするために潤滑油が用いられる。特に内燃機関用潤滑油(エンジン油)は内燃機関の高性能化、高出力化、運転条件の苛酷化などに伴い、高度な性能が要求される。したがって、従来のエンジン油には
10
こうした要求性能を満たすため、摩耗防止剤、金属系清浄剤、無灰分散剤、酸化防止剤などの種々の添加剤が配合されている(例えば、特許文献1~3)。また近時、潤滑油に求められる省燃費性能は益々高くなっており、高粘度指数基油の適用や各種摩擦調整剤の適用などが検討されている(例えば、特許文献4)。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0003】

【特許文献1】特開2001-279287号公報

【特許文献2】特開2002-129182号公報

【特許文献3】特開平08-302378号公報

【特許文献4】特開平06-306384号公報

20

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0004】

しかしながら、従来の潤滑油は省燃費性の点で必ずしも十分とは言えない。

【0005】

例えば、一般的な省燃費化の手法として、潤滑油の動粘度の低減および粘度指数の向上(低粘度基油と粘度指数向上剤の組合せによるマルチグレード化)が知られている。しかしながら、かかる手法の場合、潤滑油またはそれを構成する基油の粘度の低減に起因して、
30
厳しい潤滑条件下(高温高せん断条件下)での潤滑性能が低下し、摩耗や焼付き、疲労破壊等の不具合の発生が懸念される。つまり、従来の潤滑油においては、耐久性等の他の実用性能を維持しつつ、十分な省燃費性を付与することが困難である。

【0006】

そして、上記の不具合を防止して耐久性を維持しつつ、省燃費性を付与するためには、
150 におけるHTHS粘度(「HTHS粘度」は「高温高せん断粘度」とも呼ばれる。)を高く、その一方で40 における動粘度、100 における動粘度および100 におけるHTHS粘度を低くし、さらには低温粘度特性を向上させることが有効であるが、
従来の潤滑油ではこれらの要件全てを満たすことが非常に困難である。

【0007】

本発明は、このような実情に鑑みてなされたものであり、150 におけるHTHS粘
40
度が十分に高く、40 における動粘度、100 における動粘度および100 におけるHTHS粘度が十分に低く、さらには低温粘度特性に優れた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】

【0008】

上記課題を解決するために、本発明は、100 における動粘度が $1 \sim 5 \text{ mm}^2 / \text{s}$ である潤滑油基油と、 ^1H NMRにより得られるスペクトルにおいて、全ピークの合計面積に対する化学シフト51 - 52 . 5 ppmの間のピークの合計面積M1と化学シフト64 - 66 ppmの間のピークの合計面積M2の比、M1 / M2が0 . 50以上10以下であるポリ(メタ)アクリレート系粘度指数向上剤と、を含有し、かつ、150 にお
50

るHTHS粘度と100におけるHTHS粘度の比が下記式(A)で表される条件を満たすことを特徴とする潤滑油組成物を提供する。

$$\text{HTHS}(150) / \text{HTHS}(100) \geq 0.53 \quad (\text{A})$$

[式中、HTHS(100)は100におけるHTHS粘度を示し、HTHS(150)は150におけるHTHS粘度を示す。]

【0009】

本発明でいう「150におけるHTHS粘度」および「100におけるHTHS粘度」とは、それぞれASTM D4683に規定される150または100での高温高せん断粘度を意味する。

【0011】

さらに、上記粘度指数向上剤は、PSSIが40以下、重量平均分子量とPSSIの比が 0.8×10^4 以上のものであることが好ましい。

【0012】

ここで、本発明でいう「PSSI」とは、ASTM D 6022 - 01 (Standard Practice for Calculation of Permanent Shear Stability Index)に準拠し、ASTM D 6278 - 02 (Test Method for Shear Stability of Polymer Containing Fluids Using a European Diesel Injector Apparatus)により測定されたデータに基づき計算された、ポリマーの永久せん断安定性指数 (Permanent Shear Stability Index)を意味する。

【0013】

また、本発明の潤滑油組成物は、その150におけるHTHS粘度が2.6以上であり、100におけるHTHS粘度が5.3以下であることが好ましい。

【発明の効果】

【0014】

本発明の潤滑油組成物は、150におけるHTHS粘度が十分に高く、40における動粘度、100における動粘度および100におけるHTHS粘度が十分に低く、さらには低温粘度特性に優れるものである。したがって、本発明の潤滑油組成物によれば、ポリ- - オレフィン系基油やエステル系基油等の合成油や低粘度鉱油系基油を用いずとも、150のHTHS粘度を維持しながら、省燃費性を大幅に向上させることができ、特に潤滑油の100におけるHTHS粘度や40、100の動粘度を大幅に低減し省燃費性を著しく改善することができる。

【0015】

また、本発明の潤滑油組成物は、二輪車用、四輪車用、発電用、コージェネレーション用等のガソリンエンジン、ディーゼルエンジン、ガスエンジン、にも好適に使用でき、さらには、硫黄分が50質量ppm以下の燃料を使用するこれらの各種エンジンに対しても好適に使用することができるだけでなく、船舶用、船外機用の各種エンジンに対しても有用である。

【発明を実施するための形態】

【0016】

本発明の潤滑油組成物においては、100における動粘度が $1 \sim 5 \text{ mm}^2 / \text{s}$ である潤滑油基油(以下、「本発明に係る潤滑油基油」という。)が用いられる。

【0017】

本発明に係る潤滑油基油は、100における動粘度が上記条件を満たしていれば特に制限されない。具体的には、原油を常圧蒸留および/または減圧蒸留して得られた潤滑油留分を、溶剤脱れき、溶剤抽出、水素化分解、溶剤脱ろう、接触脱ろう、水素化精製、硫酸洗浄、白土処理等の精製処理のうちの1種を単独でまたは2種以上を組み合わせ精製したパラフィン系鉱油、あるいはノルマルパラフィン系基油、イソパラフィン系基油などのうち、100における動粘度が上記条件を満たす基油が使用できる。

10

20

30

40

50

【0018】

本発明に係る潤滑油基油の好ましい例としては、以下に示す基油(1)～(8)を原料とし、この原料油および/またはこの原料油から回収された潤滑油留分を、所定の精製方法によって精製し、潤滑油留分を回収することによって得られる基油を挙げることができる。

- (1) パラフィン基系原油および/または混合基系原油の常圧蒸留による留出油
- (2) パラフィン基系原油および/または混合基系原油の常圧蒸留残渣油の減圧蒸留による留出油(WVGO)
- (3) 潤滑油脱ろう工程により得られるワックス(スラックワックス等)および/またはガストゥリキッド(GTL)プロセス等により得られる合成ワックス(フィッシュアトロプシュワックス、GTLワックス等)
- (4) 基油(1)～(3)から選ばれる1種または2種以上の混合油および/または当該混合油のマイルドハイドロクラッキング処理油
- (5) 基油(1)～(4)から選ばれる2種以上の混合油
- (6) 基油(1)、(2)、(3)、(4)または(5)の脱れき油(DAO)
- (7) 基油(6)のマイルドハイドロクラッキング処理油(MHC)
- (8) 基油(1)～(7)から選ばれる2種以上の混合油。

10

【0019】

なお、上記所定の精製方法としては、水素化分解、水素化仕上げなどの水素化精製；フルフラール溶剤抽出などの溶剤精製；溶剤脱ろうや接触脱ろうなどの脱ろう；酸性白土や活性白土などによる白土精製；硫酸洗浄、苛性ソーダ洗浄などの薬品(酸またはアルカリ)洗浄などが好ましい。本発明では、これらの精製方法のうちの1種を単独で行ってもよく、2種以上を組み合わせる場合、その順序は特に制限されず、適宜選定することができる。

20

【0020】

更に、本発明に係る潤滑油基油としては、上記基油(1)～(8)から選ばれる基油または当該基油から回収された潤滑油留分について所定の処理を行うことにより得られる下記基油(9)または(10)が特に好ましい。

- (9) 上記基油(1)～(8)から選ばれる基油または当該基油から回収された潤滑油留分を水素化分解し、その生成物またはその生成物から蒸留等により回収される潤滑油留分について溶剤脱ろうや接触脱ろうなどの脱ろう処理を行い、または当該脱ろう処理をした後に蒸留することによって得られる水素化分解鉱油
- (10) 上記基油(1)～(8)から選ばれる基油または当該基油から回収された潤滑油留分を水素化異性化し、その生成物またはその生成物から蒸留等により回収される潤滑油留分について溶剤脱ろうや接触脱ろうなどの脱ろう処理を行い、または、当該脱ろう処理をしたあとに蒸留することによって得られる水素化異性化鉱油。

30

【0021】

また、上記(9)または(10)の潤滑油基油を得るに際して、好都合なステップで、必要に応じて溶剤精製処理および/または水素化仕上げ処理工程を更に設けてもよい。

【0022】

また、上記水素化分解・水素化異性化に使用される触媒は特に制限されないが、分解活性を有する複合酸化物(例えば、シリカアルミナ、アルミナボリア、シリカジルコニアなど)または当該複合酸化物の1種類以上を組み合わせるバインダーで結着させたものを担体とし、水素化能を有する金属(例えば周期律表第V I a族の金属や第V I I I族の金属などの1種類以上)を担持させた水素化分解触媒、あるいはゼオライト(例えばZSM-5、ゼオライトベータ、SAPO-11など)を含む担体に第V I I I族の金属のうち少なくとも1種類以上を含む水素化能を有する金属を担持させた水素化異性化触媒が好ましく使用される。水素化分解触媒および水素化異性化触媒は、積層または混合などにより組み合わせる用いてもよい。

40

【0023】

50

水素化分解・水素化異性化の際の反応条件は特に制限されないが、水素分圧 0.1 ~ 20 MPa、平均反応温度 150 ~ 450、LHSV 0.1 ~ 3.0 hr⁻¹、水素/油比 50 ~ 20000 scf/b とすることが好ましい。

【0024】

本発明に係る潤滑油基油の 100 動粘度は、5 mm²/s 以下であることが必要であり、好ましくは 4.9 mm²/s 以下、より好ましくは 4.8 mm²/s 以下、さらに好ましくは 4.7 mm²/s 以下、特に好ましくは 4.6 mm²/s 以下、最も好ましくは 4.5 mm²/s 以下である。一方、当該 100 動粘度は、1 mm²/s 以上であることが必要であり、1.5 mm²/s 以上であることが好ましく、より好ましくは 2 mm²/s 以上、さらに好ましくは 2.5 mm²/s 以上、特に好ましくは 3 mm²/s 以上である。ここでいう 100 における動粘度とは、ASTM D-445 に規定される 100 での動粘度を示す。潤滑油基油成分の 100 動粘度が 20 mm²/s を超える場合には、低温粘度特性が悪化し、また十分な省燃費性が得られないおそれがあり、1 mm²/s 未満の場合は潤滑箇所での油膜形成が不十分であるため潤滑性に劣り、また潤滑油組成物の蒸発損失が大きくなるおそれがある。

10

【0025】

本発明においては、100 における動粘度が下記の範囲にある潤滑油基油を蒸留等により分取し、使用することが好ましい。

(I) 100 における動粘度が 1.5 mm²/s 以上 3.5 mm²/s 未満、より好ましくは 2.0 ~ 3.0 mm²/s の潤滑油基油

20

(II) 100 における動粘度が 3.5 mm²/s 以上 4.5 mm²/s 未満、より好ましくは 3.5 ~ 4.1 mm²/s の潤滑油基油

(III) 100 における動粘度が 4.5 ~ 10 mm²/s、より好ましくは 4.8 ~ 9 mm²/s、特に好ましくは 5.5 ~ 8.0 mm²/s の潤滑油基油。

【0026】

また、本発明に係る潤滑油基油の 40 における動粘度は、好ましくは 80 mm²/s 以下、より好ましくは 50 mm²/s 以下、さらに好ましくは 20 mm²/s 以下、特に好ましくは 18 mm²/s 以下、最も好ましくは 16 mm²/s 以下である。一方、当該 40 動粘度は、好ましくは 6.0 mm²/s 以上、より好ましくは 8.0 mm²/s 以上、さらに好ましくは 12 mm²/s 以上、特に好ましくは 14 mm²/s 以上、最も好ましくは 15 mm²/s 以上である。潤滑油基油成分の 40 動粘度が 80 mm²/s を超える場合には、低温粘度特性が悪化し、また十分な省燃費性が得られないおそれがあり、6.0 mm²/s 以下の場合は潤滑箇所での油膜形成が不十分であるため潤滑性に劣り、また潤滑油組成物の蒸発損失が大きくなるおそれがある。また、本発明においては、40 における動粘度が下記の範囲にある潤滑油留分を蒸留等により分取し、使用することが好ましい。

30

(IV) 40 における動粘度が 6.0 mm²/s 以上 12 mm²/s 未満、より好ましくは 8.0 ~ 12 mm²/s の潤滑油基油

(V) 40 における動粘度が 12 mm²/s 以上 28 mm²/s 未満、より好ましくは 13 ~ 19 mm²/s の潤滑油基油

40

(VI) 40 における動粘度が 28 ~ 50 mm²/s、より好ましくは 29 ~ 45 mm²/s、特に好ましくは 30 ~ 40 mm²/s の潤滑油基油。

【0027】

本発明に係る潤滑油基油の粘度指数は、120 以上であることが好ましい。また、上記潤滑油基油 (I) および (IV) の粘度指数は、好ましくは 120 ~ 135、より好ましくは 120 ~ 130 である。また、上記潤滑油基油 (II) および (V) の粘度指数は、好ましくは 120 ~ 160、より好ましくは 125 ~ 150、更に好ましくは 135 ~ 145 である。また、上記潤滑油基油 (III) および (VI) の粘度指数は、好ましくは 120 ~ 180、より好ましくは 125 ~ 160 である。粘度指数が前記下限値未満であると、粘度 - 温度特性および熱・酸化安定性、揮発防止性が悪化するだけでなく、摩擦係

50

数が上昇する傾向にあり、また、摩耗防止性が低下する傾向にある。また、粘度指数が前記上限値を超えると、低温粘度特性が低下する傾向にある。

【0028】

なお、本発明でいう粘度指数とは、JIS K 2283 - 1993に準拠して測定された粘度指数を意味する。

【0029】

また、本発明に係る潤滑油基油の15における密度(ρ_{15})は、潤滑油基油成分の粘度グレードによるが、下記式(B)で表される値以下であること、すなわち ρ_{15} であることが好ましい。

$$= 0.0025 \times kv_{100} + 0.816 \quad (B)$$

[式中、 kv_{100} は潤滑油基油成分の100における動粘度(mm^2/s)を示す。]

【0030】

なお、 $\rho_{15} >$ となる場合、粘度-温度特性および熱・酸化安定性、更には揮発防止性および低温粘度特性が低下する傾向にあり、省燃費性を悪化させるおそれがある。また、潤滑油基油成分に添加剤が配合された場合に当該添加剤の効き目が低下するおそれがある。

【0031】

具体的には、本発明に係る潤滑油基油の15における密度(ρ_{15})は、好ましくは0.860以下、より好ましくは0.850以下、さらに好ましくは0.840以下、特に好ましくは0.822以下である。

【0032】

なお、本発明でいう15における密度とは、JIS K 2249 - 1995に準拠して15において測定された密度を意味する。

【0033】

また、本発明に係る潤滑油基油の流動点は、潤滑油基油の粘度グレードにもよるが、例えば、上記潤滑油基油(I)および(IV)の流動点は、好ましくは-10以下、より好ましくは-12.5以下、更に好ましくは-15以下である。また、上記潤滑油基油(II)および(V)の流動点は、好ましくは-10以下、より好ましくは-15以下、更に好ましくは-17.5以下である。また、上記潤滑油基油(III)および(VI)の流動点は、好ましくは-10以下、より好ましくは-12.5以下、更に好ましくは-15以下である。流動点が前記上限値を超えると、その潤滑油基油を用いた潤滑油全体の低温流動性が低下する傾向にある。なお、本発明でいう流動点とは、JIS K 2269 - 1987に準拠して測定された流動点を意味する。

【0034】

また、本発明の潤滑油基油のアニン点(AP(θ))は、潤滑油基油の粘度グレードによるが、下記式(C)で表されるAの値以上であること、すなわちAP \geq Aであることが好ましい。

$$A = 4.3 \times kv_{100} + 100 \quad (C)$$

[式中、 kv_{100} は潤滑油基油の100における動粘度(mm^2/s)を示す。]

【0035】

なお、AP $<$ Aとなる場合、粘度-温度特性および熱・酸化安定性、更には揮発防止性および低温粘度特性が低下する傾向にあり、また、潤滑油基油に添加剤が配合された場合に当該添加剤の効き目が低下する傾向にある。

【0036】

例えば、上記潤滑油基油(I)および(IV)のAPは、好ましくは108以上、より好ましくは110以上である。また、上記潤滑油基油(II)および(V)のAPは、好ましくは113以上、より好ましくは119以上である。また、上記潤滑油基油(III)および(VI)のAPは、好ましくは125以上、より好ましくは128以上である。なお、本発明でいうアニン点とは、JIS K 2256 - 1985に準

10

20

30

40

50

拠して測定されたアニリン点を意味する。

【0037】

本発明に係る潤滑油基油のヨウ素価は、好ましくは3以下であり、より好ましくは2以下であり、さらに好ましくは1以下、特に好ましくは0.9以下であり、最も好ましくは0.8以下である。また、0.01未満であってもよいが、それに見合うだけの効果が小さい点および経済性との関係から、好ましくは0.001以上、より好ましくは0.01以上、さらに好ましくは0.03以上、特に好ましくは0.05以上である。潤滑油基油成分のヨウ素価を3以下とすることで、熱・酸化安定性を飛躍的に向上させることができる。なお、本発明でいうヨウ素価とは、JIS K 0070「化学製品の酸価、ケン化価、ヨウ素価、水酸基価および不ケン化価」の指示薬滴定法により測定したヨウ素価を意味する。

10

【0038】

また、本発明に係る潤滑油基油における硫黄分の含有量は、その原料の硫黄分の含有量に依存する。例えば、フィッシャートロブシュ反応等により得られる合成ワックス成分のように実質的に硫黄を含まない原料を用いる場合には、実質的に硫黄を含まない潤滑油基油を得ることができる。また、潤滑油基油の精製過程で得られるスラックワックスや精ろう過程で得られるマイクロワックス等の硫黄を含む原料を用いる場合には、得られる潤滑油基油中の硫黄分は通常100質量ppm以上となる。本発明に係る潤滑油基油においては、熱・酸化安定性の更なる向上および低硫黄化の点から、硫黄分の含有量が100質量ppm以下であることが好ましく、50質量ppm以下であることがより好ましく、10質量ppm以下であることが更に好ましく、5質量ppm以下であることが特に好ましい。

20

【0039】

また、本発明に係る潤滑油基油における窒素分の含有量は、特に制限されないが、好ましくは7質量ppm以下、より好ましくは5質量ppm以下、更に好ましくは3質量ppm以下である。窒素分の含有量が5質量ppmを超えると、熱・酸化安定性が低下する傾向にある。なお、本発明でいう窒素分とは、JIS K 2609-1990に準拠して測定される窒素分を意味する。

【0040】

また、本発明に係る潤滑油基油におけるNOACK蒸発量は特に制限はないが、20質量%以下であることが好ましく、より好ましくは15質量%以下、さらに好ましくは10質量%以下、特に好ましくは9質量%以下、最も好ましくは8質量%以下である。NOACK蒸発量が上記上限値以下であると、低蒸発性となることが可能であると共に、清浄性を向上することが可能となる。また、NOACK蒸発量は1質量%以上であることが好ましく、より好ましくは3質量%以上、さらに好ましくは5質量%以上である。NOACK蒸発量が上記下限値以下であると、必要とする省燃費性が得られないばかりでなく、低温粘度特性が悪化するおそれがある。なお、本発明でいうNOACK蒸発量とは、ASTM D 5800-95に準拠して測定された蒸発損失量(測定条件: 250、1時間)を意味する。

30

【0041】

また、本発明に係る潤滑油基油の $\%C_p$ は、70以上であることが好ましく、より好ましくは80~99、さらに好ましくは85~95、特に好ましくは87~94、最も好ましくは90~94である。潤滑油基油の $\%C_p$ が上記下限値未満の場合、粘度-温度特性、熱・酸化安定性および摩擦特性が低下する傾向にあり、更に、潤滑油基油に添加剤が配合された場合に当該添加剤の効き目が低下する傾向にある。また、潤滑油基油の $\%C_p$ が上記上限値を超えると、添加剤の溶解性が低下する傾向にある。

40

【0042】

また、本発明に係る潤滑油基油の $\%C_A$ は、2以下であることが好ましく、より好ましくは1以下、さらに好ましくは0.8以下、特に好ましくは0.5以下である。潤滑油基油の $\%C_A$ が上記上限値を超えると、粘度-温度特性、熱・酸化安定性および省燃費性が

50

低下する傾向にある。

【0043】

また、本発明に係る潤滑油基油の $\%C_N$ は、好ましくは30以下、より好ましくは4～25、更に好ましくは5～13、特に好ましくは5～8である。潤滑油基油の $\%C_N$ が上記上限値を超えると、粘度-温度特性、熱・酸化安定性および摩擦特性が低下する傾向にある。また、 $\%C_N$ が上記下限値未満であると、添加剤の溶解性が低下する傾向にある。

【0044】

なお、本発明でいう $\%C_P$ 、 $\%C_N$ および $\%C_A$ とは、それぞれASTM D 3238-85に準拠した方法(n-d-M環分析)により求められる、パラフィン炭素数の全炭素数に対する百分率、ナフテン炭素数の全炭素数に対する百分率、および芳香族炭素数の全炭素数に対する百分率を意味する。つまり、上述した $\%C_P$ 、 $\%C_N$ および $\%C_A$ の好ましい範囲は上記方法により求められる値に基づくものであり、例えばナフテン分を含まない潤滑油基油であっても、上記方法により求められる $\%C_N$ が0を超える値を示すことがある。

【0045】

また、本発明に係る潤滑油基油における飽和分の含有量は、100における動粘度ならびに $\%C_P$ および $\%C_A$ が上記条件を満たしていれば特に制限されないが、潤滑油基油全量を基準として、好ましくは90質量%以上であり、好ましくは95質量%以上、より好ましくは99質量%以上であり、また、当該飽和分に占める環状飽和分の割合は、好ましくは40質量%以下であり、好ましくは35質量%以下であり、好ましくは30質量%以下であり、より好ましくは25質量%以下であり、更に好ましくは21質量%以下である。また、当該飽和分に占める環状飽和分の割合は、好ましくは5質量%以上であり、より好ましくは10質量%以上である。飽和分の含有量および当該飽和分に占める環状飽和分の割合がそれぞれ上記条件を満たすことにより、粘度-温度特性および熱・酸化安定性を向上することができ、また、当該潤滑油基油に添加剤が配合された場合には、当該添加剤を潤滑油基油中に十分に安定的に溶解保持しつつ、当該添加剤の機能をより高水準で発現させることができる。更に、本発明によれば、潤滑油基油自体の摩擦特性を改善することができ、その結果、摩擦低減効果の向上、ひいては省エネルギー性の向上を達成することができる。

【0046】

なお、本発明でいう飽和分とは、前記ASTM D 2007-93に記載された方法により測定される。

【0047】

また、飽和分の分離方法、あるいは環状飽和分、非環状飽和分等の組成分析の際には、同様の結果が得られる類似の方法を使用することができる。例えば、上記の他、ASTM D 2425-93に記載の方法、ASTM D 2549-91に記載の方法、高速液体クロマトグラフィ(HPLC)による方法、あるいはこれらの方法を改良した方法等を挙げることができる。

【0048】

また、本発明に係る潤滑油基油における芳香族分は、100における動粘度、 $\%C_P$ および $\%C_A$ が上記条件を満たしていれば特に制限されないが、潤滑油基油全量を基準として、好ましくは5質量%以下、より好ましくは4質量%以下、更に好ましくは3質量%以下、特に好ましくは2質量%以下であり、また、好ましくは0.1質量%以上、より好ましくは0.5質量%以上、更に好ましくは1質量%以上、特に好ましくは1.5質量%以上である。芳香族分の含有量が上記上限値を超えると、粘度-温度特性、熱・酸化安定性および摩擦特性、更には揮発防止性および低温粘度特性が低下する傾向にあり、更に、潤滑油基油に添加剤が配合された場合に当該添加剤の効き目が低下する傾向にある。また、本発明に係る潤滑油基油は芳香族分を含有しないものであってもよいが、芳香族分の含有量を上記下限値以上とすることにより、添加剤の溶解性を更に高めることができる。

【0049】

なお、本発明でいう芳香族分とは、ASTM D 2007-93に準拠して測定された値を意味する。芳香族分には、通常、アルキルベンゼン、アルキルナフタレンの他、アントラセン、フェナントレンおよびこれらのアルキル化物、更にはベンゼン環が四環以上縮合した化合物、ピリジン類、キノリン類、フェノール類、ナフトール類等のヘテロ原子を有する芳香族化合物などが含まれる。

【0050】

また、本発明に係る潤滑油基油における尿素アダクト値は、粘度-温度特性を損なわずに低温粘度特性を改善し、かつ高い熱伝導性を得る観点から、好ましくは5質量%以下、より好ましくは3質量%以下、更に好ましくは2.5質量%以下、特に好ましくは2質量%以下である。また、尿素アダクト値は、0質量%でも良いが、十分な低温粘度特性と、より粘度指数の高い潤滑油基油を得ることができ、また脱ろう条件を緩和して経済性にも優れる点で、好ましくは0.1質量%以上、より好ましくは0.5質量%以上、特に好ましくは0.8質量%以上である。

10

【0051】

ここで、尿素アダクト値とは、以下の方法により測定される値を意味する。

秤量した試料油100gを丸底フラスコに入れ、尿素200mg、トルエン360ml及びメタノール40mlを加えて室温で6時間攪拌する。これにより、反応液中に尿素アダクト物として白色の粒状結晶が生成する。反応液を1ミクロンフィルターでろ過することにより、生成した白色粒状結晶を採取し、得られた結晶をトルエン50mlで6回洗浄する。回収した白色結晶をフラスコに入れ、純水300ml及びトルエン300mlを加えて80で1時間攪拌する。分液ロートで水相を分離除去し、トルエン相を純水300mlで3回洗浄する。トルエン相に乾燥剤(硫酸ナトリウム)を加えて脱水処理を行った後、トルエンを留去する。このようにして得られた尿素アダクト物の試料油に対する割合(質量百分率)を尿素アダクト値と定義する。

20

【0052】

尿素アダクト値の測定においては、尿素アダクト物として、イソパラフィンのうち低温粘度特性に悪影響を及ぼす成分、あるいは熱伝導性を悪化させる成分、さらには潤滑油基油中にノルマルパラフィンが残存している場合の当該ノルマルパラフィンを、精度よく且つ確実に捕集することができるため、潤滑油基油の低温粘度特性および熱伝導性の評価指標として優れている。なお、本発明者らは、GC及びNMRを用いた分析により、尿素アダクト物の主成分が、ノルマルパラフィン及び主鎖の末端から分岐位置までの炭素数が6以上であるイソパラフィンの尿素アダクト物であることを確認している。

30

【0053】

本発明の潤滑油組成物においては、上記本発明に係る潤滑油基油を単独で用いてもよく、また、本発明に係る潤滑油基油を他の基油の1種または2種以上と併用してもよい。なお、本発明に係る潤滑油基油と他の基油とを併用する場合、それらの混合基油中に占める本発明に係る潤滑油基油の割合は、30質量%以上であることが好ましく、50質量%以上であることがより好ましく、70質量%以上であることが更に好ましい。

【0054】

本発明に係る潤滑油基油と併用される他の基油としては、特に制限されないが、例えば100における動粘度が5~500 mm^2/s であって、 $\%C_p$ および $\%C_A$ が上記条件を満たしていない、溶剤精製鉱油、水素化分解鉱油、水素化精製鉱油、溶剤脱ろう基油等の鉱油系基油、あるいは合成系基油などが挙げられる。本発明に係る潤滑油基油に、他の基油を配合することにより、潤滑油組成物の高温清浄性が向上する。

40

【0055】

本発明の潤滑油組成物において他の基油として鉱油系基油を用いる場合、100における動粘度は5~500 mm^2/s であることが好ましく、好ましくは5.3 mm^2/s 以上、より好ましくは5.5 mm^2/s 以上、更に好ましくは5.7 mm^2/s 以上、最も好ましくは5.9 mm^2/s 以上である。また、上限値としてより好ましくは100 mm^2/s 以下、さらに好ましくは50 mm^2/s 以下、特に好ましくは30 mm^2/s 以下、最も

50

好ましくは $20 \text{ mm}^2/\text{s}$ 以下、さらに最も好ましくは $10 \text{ mm}^2/\text{s}$ 以下である。他の基油の 100 における動粘度が $5 \text{ mm}^2/\text{s}$ 未満である場合には、高温清浄性が低下するおそれがあり、 100 における動粘度が $500 \text{ mm}^2/\text{s}$ を超える場合には粘度温度特性が悪化し、必要とする省燃費性が得られないばかりでなく、低温粘度特性が悪化するおそれがある。

【0056】

他の基油の粘度指数は特に制限はないが、好ましくは 80 以上、より好ましくは 100 以上、更に好ましくは 120 以上、特に好ましくは 130 以上、最も好ましくは 135 以上である。また好ましくは 180 以下、より好ましくは 170 以下、更に好ましくは 160 以下、特に好ましくは 150 以下である。粘度指数が前記下限値未満であると、省燃費性や低温粘度特性が悪化するだけでなく熱・酸化安定性、揮発防止性が悪化する傾向にある。また、粘度指数が前記上限値を超えると、低温粘度特性が大幅に悪化する傾向にある。

10

【0057】

他の基油の NOACK 蒸発量は特に制限はないが、 20 質量%以下であることが好ましく、より好ましくは 15 質量%以下、さらに好ましくは 10 質量%以下、特に好ましくは 8 質量%以下、最も好ましくは 7 質量%以下である。 NOACK 蒸発量が上記上限値以下であると、低蒸発性となることが可能であると共に、清浄性を向上することが可能となる。また、 NOACK 蒸発量は 1 質量%以上であることが好ましく、より好ましくは 3 質量%以上、さらに好ましくは 5 質量%以上である。 NOACK 蒸発量が上記下限値以下であると、必要とする省燃費性が得られないばかりでなく、低温粘度特性が悪化するおそれがある。

20

【0058】

合成系基油としては、例えば、ポリ- α -オレフィンまたはその水素化物、イソブテンオリゴマーまたはその水素化物、イソパラフィン、アルキルベンゼン、アルキルナフタレン；ジトリデシルグルタレート、ジ-2-エチルヘキシルアジペート、ジイソデシルアジペート、ジトリデシルアジペート、ジ-2-エチルヘキシルセバケート等のジエステル；トリメチロールプロパンカプリレート、トリメチロールプロパンペラルゴネート、ペンタエリスリトール2-エチルヘキサノエート、ペンタエリスリトールペラルゴネート等のポリオールエステル；ポリオキシアルキレングリコール、ジアルキルジフェニルエーテル、ポリフェニルエーテルが挙げられ、中でも、ポリ- α -オレフィンが好ましい。ポリ- α -オレフィンとしては、典型的には、炭素数 $2 \sim 32$ 、好ましくは $6 \sim 16$ の α -オレフィンのオリゴマーまたはコオリゴマー、例えば、1-オクテンオリゴマー、デセンオリゴマー、エチレン-プロピレンコオリゴマーおよびそれらの水素化物が挙げられる。

30

【0059】

ポリ- α -オレフィンの製法は特に制限されないが、例えば、三塩化アルミニウムまたは三フッ化ホウ素と、水、アルコール（エタノール、プロパノール、ブタノール等）、カルボン酸またはエステルとの錯体を含むフリーデル・クラフツ触媒のような重合触媒の存在下、 α -オレフィンを重合する方法が挙げられる。

【0060】

本発明において用いることのできる粘度指数向上剤は、核磁気共鳴分析 (^{13}C -NMR) により得られるスペクトルにおいて、全ピークの合計面積に対する化学シフト $51 \sim 52.5 \text{ ppm}$ の間のピークの合計面積 M_1 と化学シフト $64 \sim 66 \text{ ppm}$ の間のピークの合計面積 M_2 の比 M_1/M_2 が 0.50 以上となるものである。

40

【0061】

M_1/M_2 は好ましくは 1.0 以上であり、さらに好ましくは 2.0 以上であり、特に好ましくは 3.0 以上であり、最も好ましくは 4.0 以上である。また、 M_1/M_2 は好ましくは 10 以下であり、さらに好ましくは 9.0 以下であり、特に好ましくは 8.0 以下であり、最も好ましくは 7.0 以下である。 M_1/M_2 が 0.50 未満の場合は、必要とする省燃費性が得られないばかりでなく、低温粘度特性が悪化するおそれがある。また

50

、M1/M2が10を超える場合は、必要とする省燃費性が得られないばかりでなく、溶解性や貯蔵安定性が悪化する恐れがある。

【0062】

なお、核磁気共鳴分析(^{13}C -NMR)スペクトルは、粘度指数向上剤に希釈油が含まれる場合は、希釈油をゴム膜透析等により分離したポリマーについて得られるものである。

【0063】

全ピークの合計面積に対する化学シフト51 - 52.5 ppmの間のピークの合計面積(M1)は、 ^{13}C -NMRにより測定される、全炭素の積分強度の合計に対するポリメタアクリレート側鎖の特定のメチル構造に由来する積分強度の割合を意味し、全ピークの合計面積に対する化学シフト64 - 66 ppmの間のピークの合計面積(M2)は、 ^{13}C -NMRにより測定される、全炭素の積分強度の合計に対するポリメタアクリレート側鎖の特定の直鎖構造に由来する積分強度の割合を意味する。

【0064】

M1/M2はポリメタアクリレート側鎖の特定のメチル構造と特定の直鎖構造の割合を意味するが、同等の結果が得られるのであればその他の方法を用いてもよい。なお、 ^{13}C -NMR測定にあたっては、サンプルとして試料0.5gに3gの重クロロホルムを加えて希釈したものを使用し、測定温度は室温、共鳴周波数は125MHzとし、測定法はゲート付デカップリング法を使用した。

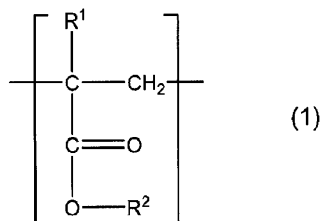
【0065】

上記分析により、
 (a) 化学シフト約10 - 70 ppmの積分強度の合計(炭化水素の全炭素に起因する積分強度の合計)、及び
 (b) 化学シフト51 - 52.5 ppmの積分強度の合計(特定のメチル構造に起因する積分強度の合計)、及び
 (c) 化学シフト64 - 66 ppmの積分強度の合計(特定の直鎖構造に起因する積分強度の合計)
 をそれぞれ測定し、(a)100%とした時の(b)の割合(%)を算出しM1とした。また、(a)100%とした時の(c)の割合(%)を算出しM2とした。

【0066】

本発明において用いられる粘度指数向上剤は、ポリ(メタ)アクリレートであることが好ましく、かつ、下記式(1)で表される構造単位の割合が0.5~70モル%の重合体であることが好ましい。粘度指数向上剤は、非分散型あるいは分散型のいずれであっても良い。

【化1】



[式(1)中、 R^1 は水素またはメチル基を示し、 R^2 は炭素数16以上の直鎖または分枝状の炭化水素基、あるいは、酸素および/または窒素を含有する炭素数16以上の直鎖または分枝状の有機基を示す。]

【0067】

式(1)中の R^2 は、炭素数16以上の直鎖状または分枝状の炭化水素基であることが好ましく、より好ましくは炭素数18以上の直鎖状または分枝状の炭化水素であり、さらに好ましくは炭素数20以上の直鎖状または分枝状の炭化水素であり、特に好ましくは炭

10

20

30

40

50

素数 20 以上の分枝状炭化水素基である。また、 R^2 で表される炭化水素基の上限は特に制限されないが、炭素数 100 以下の直鎖状または分枝状の炭化水素基であることが好ましい。より好ましくは 50 以下の直鎖状または分枝状の炭化水素であり、さらに好ましくは 30 以下の直鎖状または分枝状の炭化水素であり、特に好ましくは 30 以下の分枝状の炭化水素であり、最も好ましくは 25 以下の分枝状の炭化水素である。

【0068】

また、上記粘度指数向上剤において、ポリマー中の一般式(1)で表される(メタ)アクリレート構造単位の割合は、上述の通り 0.5 ~ 70 モル%であることが好ましく、好ましくは 60 モル%以下であり、より好ましくは 50 モル%以下であり、さらに好ましくは 40 モル%以下であり、特に好ましくは 30 モル%以下である。また、好ましくは 1 モル%以上であり、より好ましくは 3 モル%以上であり、さらに好ましくは 5 モル%以上であり、特に好ましくは 10 モル%以上である。70 モル%を超える場合は粘度温度特性の向上効果や低温粘度特性に劣るおそれがあり、0.5 モル%を下回る場合は粘度温度特性の向上効果に劣るおそれがある。

10

【0069】

上記粘度指数向上剤は、一般式(1)で表される(メタ)アクリレート構造単位以外に任意の(メタ)アクリレート構造単位もしくは任意のオレフィン等に由来する構造単位を含むことができる。

【0070】

上記粘度指数向上剤の製造法は任意であるが、例えば、ベンゾイルパーオキシド等の重合開始剤の存在下で、モノマー(M-1)とモノマー(M-2)~(M-4)の混合物をラジカル溶液重合させることにより容易に得ることができる。

20

【0071】

上記粘度指数向上剤の P S S I (パーマネントシアスタビリティインデックス)は 50 以下であることが好ましく、より好ましくは 40 以下であり、さらに好ましくは 35 以下であり、特に好ましくは 30 以下である。また、5 以上であることが好ましく、より好ましくは 10 以上であり、さらに好ましくは 15 以上であり、特に好ましくは 20 以上である。P S S I が 5 未満の場合には粘度指数向上効果が小さくコストが上昇するおそれがあり、P S S I が 50 を超える場合にはせん断安定性や貯蔵安定性が悪くなるおそれがある。

30

【0072】

上記粘度指数向上剤の重量平均分子量(M_w)は 100,000 以上であることが好ましく、より好ましくは 200,000 以上であり、さらに好ましくは 250,000 以上であり、特に好ましくは 300,000 以上である。また、好ましくは 1,000,000 以下であり、より好ましくは 700,000 以下であり、さらに好ましくは 600,000 以下であり、特に好ましくは 500,000 以下である。重量平均分子量が 100,000 未満の場合には粘度温度特性の向上効果や粘度指数向上効果が小さくコストが上昇するおそれがあり、重量平均分子量が 1,000,000 を超える場合にはせん断安定性や基油への溶解性、貯蔵安定性が悪くなるおそれがある。

【0073】

上記粘度指数向上剤の数平均分子量(M_n)は 50,000 以上であることが好ましく、より好ましくは 800,000 以上であり、さらに好ましくは 100,000 以上であり、特に好ましくは 120,000 以上である。また、好ましくは 500,000 以下であり、より好ましくは 300,000 以下であり、さらに好ましくは 250,000 以下であり、特に好ましくは 200,000 以下である。数平均分子量が 50,000 未満の場合には粘度温度特性の向上効果や粘度指数向上効果が小さくコストが上昇するおそれがあり、重量平均分子量が 500,000 を超える場合にはせん断安定性や基油への溶解性、貯蔵安定性が悪くなるおそれがある。

40

【0074】

上記粘度指数向上剤の重量平均分子量と P S S I の比($M_w / P S S I$)は、 $0.8 \times$

50

10^4 以上であることが好ましく、好ましくは 1.0×10^4 以上、より好ましくは 1.5×10^4 以上、さらに好ましくは 1.8×10^4 以上、特に好ましくは 2.0×10^4 以上である。 $M_w / P S S I$ が 0.8×10^4 未満の場合には、粘度温度特性が悪化するおそれがある。

【0075】

上記粘度指数向上剤の重量平均分子量と数平均分子量の比 (M_w / M_n) は、0.5 以上であることが好ましく、好ましくは 1.0 以上、より好ましくは 1.5 以上、さらに好ましくは 2.0 以上、特に好ましくは 2.1 以上である。また、 M_w / M_n は 6.0 以下であることが好ましく、より好ましくは 4.0 以下、さらに好ましくは 3.5 以下、特に好ましくは 3.0 以下である。 M_w / M_n が 0.5 未満や 6.0 を超える場合には、基油への溶解性、貯蔵安定性が悪くなるだけでなく、粘度温度特性が悪化するおそれがある。

10

【0076】

上記粘度指数向上剤の 40 と 100 における動粘度の増粘比 $KV40 / KV100$ は、4.0 以下であることが好ましく、より好ましくは 3.5 以下、さらに好ましくは 3.0 以下、特に好ましくは 2.5 以下、もっとも好ましくは 2.3 以下である。また、 $KV40 / KV100$ は、0.5 以上であることが好ましく、より好ましくは 1.0 以上であり、さらに好ましくは 1.5 以上であり、特に好ましくは 2.0 以上である。

$KV40 / KV100$ が 0.5 未満の場合には、粘度の増加効果や溶解性が小さくコストが上昇するおそれがあり、4.0 を超える場合には、粘度温度特性の向上効果や低温粘度特性に劣るおそれがある。なお、 $KV40$ は S K 社製 Y U B A S E 4 に粘度指数向上剤を 3.0 % 添加したときの、40 における動粘度の増加分を意味し、 $KV100$ は S K 社製 Y U B A S E 4 に粘度指数向上剤を 3.0 % 添加したときの、100 における動粘度の増加分を意味する。

20

【0077】

上記粘度指数向上剤の 100 と 150 における H T H S 粘度の増粘比 $H T H S 100 / H T H S 150$ は、2.0 以下であることが好ましく、より好ましくは 1.7 以下、さらに好ましくは 1.6 以下、特に好ましくは 1.55 以下である。また、 $H T H S 100 / H T H S 150$ は、0.5 以上であることが好ましく、より好ましくは 1.0 以上であり、さらに好ましくは 1.2 以上であり、特に好ましくは 1.4 以上である。

30

0.5 未満の場合には、粘度の増加効果や溶解性が小さくコストが上昇するおそれがあり、2.0 を超える場合には、粘度温度特性の向上効果や低温粘度特性に劣るおそれがある。

なお、 $H T H S 100$ は S K 社製 Y U B A S E 4 に粘度指数向上剤を 3.0 % 添加したときの、100 における H T H S 粘度の増加分を意味し、 $H T H S 150$ は S K 社製 Y U B A S E 4 に粘度指数向上剤を 3.0 % 添加したときの、150 における H T H S 粘度の増加分を意味する。また、 $H T H S 100 / H T H S 150$ は 100 における H T H S 粘度の増加分と 150 における H T H S 粘度の増加分の比を意味する。ここでいう 100 における H T H S 粘度とは、A S T M D 4 6 8 3 に規定される 100 での高温高せん断粘度を示す。また、150 における H T H S 粘度とは、A S T M D 4 6 8 3 に規定される 150 での高温高せん断粘度を示す。

40

【0078】

本発明の潤滑油組成物における上記の粘度指数向上剤の含有量は、組成物全量基準で、0.01 ~ 5.0 質量%であることが必要であり、好ましくは 0.5 質量%以上、更に好ましくは 1 質量%以上、特に好ましくは 2 質量%以上、最も好ましくは 5 質量%以上である。また、好ましくは 4.0 質量%以下、更に好ましくは 3.0 質量%以下、特に好ましくは 2.0 質量%以下である。上記粘度指数向上剤の含有量が 0.1 質量%より少なくなると、粘度指数向上効果や製品粘度の低減効果が小さくなることから、省燃費性の向上が図れなく

50

なるおそれがある。また、50質量%よりも多くなると、製品コストが大幅に上昇すると共に、基油粘度を低下させる必要が出てくることから、厳しい潤滑条件（高温高せん断条件）における潤滑性能を低下させ、摩耗や焼き付き、疲労破壊等の不具合が発生原因となることが懸念される。

【0079】

本発明の潤滑油組成物は、粘度指数向上剤としては、前記した粘度指数向上剤に加えて、通常の一般的な非分散型または分散型ポリ（メタ）アクリレート、非分散型または分散型エチレン - オレフィン共重合体またはその水素化物、ポリイソブチレンまたはその水素化物、スチレン - ジエン水素化共重合体を、スチレン - 無水マレイン酸エステル共重合体およびポリアルキルスチレン等を更に含有することができる。

10

【0080】

本発明の潤滑油組成物においては、省燃費性能を更に高めるために、有機モリブデン化合物および無灰摩擦調整剤から選ばれる摩擦調整剤を含有させることができる。

有機モリブデン化合物としては、モリブデンジチオホスフェート、モリブデンジチオカーバメート等の硫黄を含有する有機モリブデン化合物が挙げられる。

【0081】

これら以外の硫黄を含有する有機モリブデン化合物としては、モリブデン化合物と、硫黄含有有機化合物あるいはその他の有機化合物との錯体等、あるいは、上記硫化モリブデン、硫化モリブデン酸等の硫黄含有モリブデン化合物とアルケニルコハク酸イミドとの錯体等を挙げることができる。

20

【0082】

モリブデン化合物としては、例えば、二酸化モリブデン、三酸化モリブデン等の酸化モリブデン；オルトモリブデン酸、パラモリブデン酸、（ポリ）硫化モリブデン酸等のモリブデン酸、これらモリブデン酸の金属塩、アンモニウム塩等のモリブデン酸塩、二硫化モリブデン、三硫化モリブデン、五硫化モリブデン、ポリ硫化モリブデン等の硫化モリブデン、硫化モリブデン酸、硫化モリブデン酸の金属塩またはアミン塩、塩化モリブデン等のハロゲン化モリブデンが挙げられる。

【0083】

硫黄含有有機化合物としては、例えば、アルキル（チオ）キサンテート、チアジアゾール、メルカプトチアジアゾール、チオカーボネート、テトラヒドロカルビルチウラムジスルフィド、ビス（ジ（チオ）ヒドロカルビルジチオホスホネート）ジスルフィド、有機（ポリ）サルファイド、硫化エステルが挙げられる。

30

【0084】

有機モリブデン化合物としては、構成元素として硫黄を含まない有機モリブデン化合物も用いることができる。

硫黄を含まない有機モリブデン化合物としては、例えば、モリブデン - アミン錯体、モリブデン - コハク酸イミド錯体、有機酸のモリブデン塩、アルコールのモリブデン塩などが挙げられ、中でも、モリブデン - アミン錯体、有機酸のモリブデン塩およびアルコールのモリブデン塩が好ましい。

【0085】

本発明の潤滑油組成物において、有機モリブデン化合物を用いる場合、その含有量は特に制限されないが、組成物全量を基準として、モリブデン元素換算で、好ましくは0.001質量%以上、より好ましくは0.005質量%以上、更に好ましくは0.01質量%以上であり、また、好ましくは0.2質量%以下、より好ましくは0.1質量%以下、さらに好ましくは0.05質量%以下、特に好ましくは0.03質量%以下である。その含有量が0.001質量%未満の場合、潤滑油組成物の熱・酸化安定性が不十分となり、特に、長期間に渡って優れた清浄性を維持させることができなくなる傾向にある。一方、含有量が0.2質量%を超える場合、含有量に見合う効果が得られず、また、潤滑油組成物の貯蔵安定性が低下する傾向にある。

40

【0086】

50

前記無灰摩擦調整剤としては、潤滑油用の摩擦調整剤として通常用いられる任意の化合物が使用可能であり、例えば、炭素数6～50のアルキル基またはアルケニル基、特に炭素数6～50の直鎖アルキル基または直鎖アルケニル基を分子中に少なくとも1個有する、アミン化合物、アミド化合物、イミド化合物、エステル化合物が挙げられる。更には脂肪酸エステル、脂肪酸アミド、脂肪酸、脂肪族アルコール、脂肪族エーテル、ウレア系摩擦調整剤等の無灰摩擦調整剤が挙げられる。

【0087】

本発明の潤滑油組成物において無灰摩擦調整剤を用いる場合、無灰摩擦調整剤の含有量は、組成物全量を基準として、好ましくは0.01質量%以上、より好ましくは0.1質量%以上、更に好ましくは0.3質量%以上であり、また、好ましくは3質量%以下、より好ましくは2質量%以下、更に好ましくは1質量%以下である。無灰摩擦調整剤の含有量が0.01質量%未満であると、その添加による摩擦低減効果が不十分となる傾向にあり、また3質量%を超えると、耐摩耗性添加剤などの効果が阻害されやすく、あるいは添加剤の溶解性が悪化する傾向にある。

10

【0088】

本発明においては、有機モリブデン化合物または無灰摩擦調整剤のいずれか一方のみを用いてもよく、両者を併用してもよいが、より長期間にわたって摩擦低減効果を維持できることから無灰摩擦調整剤を用いることがより好ましい。

【0089】

本発明の潤滑油組成物には、さらにその性能を向上させるために、その目的に応じて潤滑油に一般的に使用されている任意の添加剤を含有させることができる。このような添加剤としては、例えば、金属系清浄剤、無灰分散剤、酸化防止剤、摩耗防止剤(または極圧剤)、腐食防止剤、防錆剤、流動点降下剤、抗乳化剤、金属不活性化剤、消泡剤等の添加剤を挙げることができる。

20

【0090】

金属系清浄剤としては、例えば、アルカリ金属スルホネートまたはアルカリ土類金属スルホネート、アルカリ金属フェネートまたはアルカリ土類金属フェネート、アルカリ金属サリシレートまたはアルカリ土類金属サリシレート等の正塩、塩基正塩または過塩基性塩が挙げられる。本発明では、これらからなる群より選ばれる1種または2種以上のアルカリ金属またはアルカリ土類金属系清浄剤、特にアルカリ土類金属系清浄剤を好ましく使用

30

【0091】

無灰分散剤としては、潤滑油に用いられる任意の無灰分散剤が使用でき、例えば、炭素数40～400の直鎖もしくは分枝状のアルキル基またはアルケニル基を分子中に少なくとも1個有するモノまたはビスコハク酸イミド、炭素数40～400のアルキル基またはアルケニル基を分子中に少なくとも1個有するベンジルアミン、あるいは炭素数40～400のアルキル基またはアルケニル基を分子中に少なくとも1個有するポリアミン、あるいはこれらのホウ素化合物、カルボン酸、リン酸等による変成品が挙げられる。使用に際してはこれらの中から任意に選ばれる1種類あるいは2種類以上を配合することができる。

40

【0092】

酸化防止剤としては、例えば、フェノール系、アミン系等の無灰酸化防止剤、銅系、モリブデン系等の金属系酸化防止剤が挙げられる。具体的には、フェノール系無灰酸化防止剤としては、例えば、4,4'-メチレンビス(2,6-ジ-tert-ブチルフェノール)、4,4'-ビス(2,6-ジ-tert-ブチルフェノール)が、アミン系無灰酸化防止剤としては、例えば、フェニル-ナフチルアミン、アルキルフェニル-ナフチルアミン、ジアルキルジフェニルアミンが挙げられる。

【0093】

摩耗防止剤(または極圧剤)としては、潤滑油に用いられる任意の摩耗防止剤・極圧剤が

50

使用できる。例えば、硫黄系、リン系、硫黄 - リン系の極圧剤が使用できる。具体的には、例えば、亜リン酸エステル類、チオ亜リン酸エステル類、ジチオ亜リン酸エステル類、トリチオ亜リン酸エステル類、リン酸エステル類、チオリン酸エステル類、ジチオリン酸エステル類、トリチオリン酸エステル類、これらのアミン塩、これらの金属塩、これらの誘導体、ジチオカーバメート、亜鉛ジチオカーバメート、モリブデンジチオカーバメート、ジサルファイド類、ポリサルファイド類、硫化オレフィン類、硫化油脂類が挙げられる。これらの中では硫黄系極圧剤の添加が好ましく、特に硫化油脂が好ましい。

【0094】

腐食防止剤としては、例えば、ベンゾトリアゾール系、トリルトリアゾール系、チアジアゾール系、またはイミダゾール系化合物が挙げられる。

10

【0095】

防錆剤としては、例えば、石油スルホネート、アルキルベンゼンスルホネート、ジノニルナフタレンスルホネート、アルケニルコハク酸エステル、または多価アルコールエステルが挙げられる。

【0096】

流動点降下剤としては、例えば、使用する潤滑油基油に適合するポリメタクリレート系のポリマーが使用できる。

【0097】

抗乳化剤としては、例えば、ポリオキシエチレンアルキルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルフェニルエーテル、またはポリオキシエチレンアルキルナフチルエーテル等のポリアルキレングリコール系非イオン系界面活性剤が挙げられる。

20

【0098】

金属不活性化剤としては、例えば、イミダゾリン、ピリミジン誘導体、アルキルチアジアゾール、メルカプトベンゾチアジアゾール、ベンゾトリアゾールまたはその誘導体、1, 3, 4 - チアジアゾールポリスルフィド、1, 3, 4 - チアジアゾリル - 2, 5 - ビスジアルキルジチオカーバメート、2 - (アルキルジチオ)ベンゾイミダゾール、または - (o - カルボキシベンジルチオ)プロピオンニトリルが挙げられる。

消泡剤としては、例えば、25 における動粘度が $0.1 \sim 100 \text{ mm}^2/\text{s}$ 未満のシリコーンオイル、アルケニルコハク酸誘導体、ポリヒドロキシ脂肪族アルコールと長鎖脂肪酸のエステル、メチルサリチレートと o - ヒドロキシベンジルアルコールが挙げられる。

30

【0099】

これらの添加剤を本発明の潤滑油組成物に含有させる場合には、それぞれその含有量は組成物全量基準で、好ましくは $0.01 \sim 10$ 質量%である。

【0100】

本発明の潤滑油組成物の 150 における HTHS 粘度と 100 における HTHS 粘度の比が下記式 (A) で表される条件を満たすことが必要である。当該比が 0.50 未満であると、必要な低温粘度および十分な省燃費性能が得られないおそれがある。

$$\text{HTHS}(\underline{150}) / \text{HTHS}(\underline{100}) \geq 0.50 \quad (\text{A})$$

[式中、 $\text{HTHS}(\underline{100})$ は 100 における HTHS 粘度を示し、 $\text{HTHS}(\underline{150})$ は 150 における HTHS 粘度を示す。]

40

また、同様の理由から、 $\text{HTHS}(\underline{150}) / \text{HTHS}(\underline{100})$ は、より好ましくは 0.51 以上、さらに好ましくは 0.52 以上、特に好ましくは 0.53 以上、最も好ましくは 0.54 以上である。

【0101】

本発明の潤滑油組成物の 150 における HTHS 粘度は特に制限はないが、好ましくは $3.5 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 以下、より好ましくは $3.0 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 以下、さらに好ましくは $2.8 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 以下、特に好ましくは $2.7 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 以下である。また、好ましくは $2.0 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 以上、より好ましくは $2.1 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 以上、さらに好ましくは $2.2 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 以上、特に好ましくは $2.3 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 以上、最も好ましくは $2.4 \text{ mPa} \cdot \text{s}$ 以

50

上である。150におけるHTHS粘度が2.0 mPa・s未満の場合には、潤滑性不足を来すおそれがあり、3.5 mPa・sを超える場合には必要な低温粘度および十分な省燃費性能が得られないおそれがある。

【0102】

本発明の潤滑油組成物の100におけるHTHS粘度は特に制限はないが、好ましくは5.3 mPa・s以下、より好ましくは5.2 mPa・s以下、さらに好ましくは5.1 mPa・s以下、特に好ましくは5.0 mPa・s以下である。また、好ましくは3.5 mPa・s以上、更に好ましくは3.8 mPa・s以上、特に好ましくは4.0 mPa・s以上、最も好ましくは4.2 mPa・s以上である。100におけるHTHS粘度が3.5 mPa・s未満の場合には、潤滑性不足を来すおそれがあり、5.3 mPa・sを超える場合には必要な低温粘度および十分な省燃費性能が得られないおそれがある。

10

【0103】

本発明の潤滑油組成物の100における動粘度は、3~15 mm²/sであることが好ましく、より好ましくは12 mm²/s以下、さらに好ましくは10 mm²/s以下、特に好ましくは9 mm²/s以下、最も好ましくは8 mm²/s以下である。また、本発明の潤滑油組成物の100における動粘度は、より好ましくは4 mm²/s以上、さらに好ましくは5 mm²/s以上、特に好ましくは6 mm²/s以上、最も好ましくは7 mm²/s以上である。100における動粘度が3 mm²/s未満の場合には、潤滑性不足を来すおそれがあり、15 mm²/sを超える場合には必要な低温粘度および十分な省燃費性能が得られないおそれがある。

20

【0104】

本発明の潤滑油組成物の40における動粘度は特に制限はないが、通常4~80 mm²/s、好ましくは50 mm²/s以下、より好ましくは45 mm²/s以下、更に好ましくは40 mm²/s以下、特に好ましくは35 mm²/s以下、最も好ましくは33 mm²/s以下である。また、好ましくは10 mm²/s以上、より好ましくは20 mm²/s以上、さらに好ましくは25 mm²/s以上、特に好ましくは27 mm²/s以上である。40における動粘度が4 mm²/s未満の場合には、潤滑性不足を来すおそれがあり、80 mm²/sを超える場合には必要な低温粘度および十分な省燃費性能が得られないおそれがある。

【0105】

本発明の潤滑油組成物の粘度指数は特に制限はないが、140~400の範囲であることが好ましく、より好ましくは180以上、さらに好ましくは190以上、一層好ましくは200以上、特に好ましくは210以上である。該粘度指数が140未満の場合には、HTHS粘度を維持しながら、省燃費性を向上させることが困難となるおそれがあり、さらに-35における低温粘度を低減させることが困難となるおそれがある。また、該粘度指数が400を超える場合には、低温流動性が悪化し、更に添加剤の溶解性やシール材料との適合性が不足することによる不具合が発生するおそれがある。

30

【0106】

本発明の潤滑油組成物は、省燃費性、潤滑性および高温清浄性に優れ、ポリ- - オレフィン系基油やエステル系基油等の合成油や低粘度鉱油系基油を用いない場合であっても、HTHS粘度を一定レベルに維持しながら、燃費向上にとって効果的である、潤滑油の40および100における動粘度および100のHTHS粘度を著しく低減させたものである。このような優れた特性を有する本発明の潤滑油組成物は、省燃費ガソリンエンジン油、省燃費ディーゼルエンジン油等の省燃費エンジン油として好適に使用することができる。

40

【実施例】**【0107】**

以下、実施例および比較例に基づき本発明を更に具体的に説明するが、本発明は以下の実施例に何ら限定されるものではない。

【0108】

50

[実施例 1 ~ 6、比較例 1 ~ 3]

実施例 1 ~ 6 および比較例 1 ~ 3 においては、以下に示す基油および添加剤を用いて表 2 に示す組成を有する潤滑油組成物を調製し、以下に示す評価を行った。基油 1 ~ 3 の性状を表 1 に示す。

(基油)

基油 1 : n - パラフィン含有油を水素化分解 / 水素化異性化した基油

基油 2 : 水素化分解基油

基油 3 : 水素化分解基油

(添加剤)

A - 1 : 非分散型ポリメタクリレート (M 1 = 5 . 8、M 2 = 0 . 9 5、M 1 / M 2 = 6 . 1、KV 4 0 / KV 1 0 0 = 2 . 2、HTHS 1 0 0 / HTHS 1 5 0 = 1 . 5 1、MW = 4 0 0 , 0 0 0、PSSI = 2 0、Mw / Mn = 2 . 2、Mw / PSSI = 2 0 0 0 0) 10

A - 2 : 非分散型ポリメタクリレート (M 1 = 0 . 1 9、M 2 = 3 . 6 9、M 1 / M 2 = 0 . 0 5、KV 4 0 / KV 1 0 0 = 4 . 4、HTHS 1 0 0 / HTHS 1 5 0 = 2 . 1 5、MW = 8 0 , 0 0 0、Mw / Mn = 2 . 7、PSSI = 5、Mw / PSSI = 1 6 0 0 0)

A - 3 : 分散型ポリメタクリレート (M 1 = 1 . 5、M 2 = 3 . 5 2、M 1 / M 2 = 0 . 4 3、KV 4 0 / KV 1 0 0 = 3 . 3、HTHS 1 0 0 / HTHS 1 5 0 = 1 . 7 9、MW = 3 0 0 , 0 0 0、PSSI = 4 0、Mw / Mn = 4 . 0、Mw / PSSI = 7 5 0 0) 20

B - 1 (摩擦調整剤 1) : グリセリンモノオレエート

B - 2 (摩擦調整剤 2) : オレイルウレア

B - 3 (摩擦調整剤 3) : モリブデンジチオカーバメート

C - 1 (その他添加剤) : 金属系清浄剤、無灰分散剤、酸化防止剤、リン系摩耗防止剤、流動点降下剤、消泡剤等含有

【 0 1 0 9 】

【表 1】

	単位	基油 1	基油 2	基油 3
尿素アダクト値	質量%	1.3	4.6	5.5
密度 (15 °C)	g/cm ³	0.820	0.839	0.845
動粘度(40 °C)	mm ² /s	15.8	18.7	35.91
動粘度(100 °C)	mm ² /s	3.85	4.09	6.379
粘度指数		141	120	130
流動点	°C	-22.5	-22.5	-17.5
アニリン点	°C	118.5	111.6	121.3
ヨウ素価		0.06	0.79	5.3
硫黄分	質量 ppm	<1	2	6
窒素分	質量 ppm	<3	< 3	<3
NOACK 蒸発量		7.5	16.1	6.8
n-d-M 分析	% C _P	93.3	78	78.4
	% C _N	6.7	20.7	21.1
	% C _A	0	1.3	0.5
ケロマト分別	飽和分 質量 ppm	99.6	95.1	93.3
	芳香族分 質量 ppm	0.2	4.7	6.6
飽和分基準のパラフィン分	質量 ppm	87	51	49
飽和分基準のナフテン分	質量 ppm	13	49	51

10

20

【 0 1 1 0 】

< 潤滑油組成物の評価 >

実施例 1 ~ 6 および比較例 1 ~ 3 の各潤滑油組成物について、40 および 100 における動粘度、粘度指数、100 および 150 における HTHS 粘度、-35 における CCS 粘度ならびにパネルコーキング試験におけるデポジット量を測定した。各測定は以下の評価方法により行った。結果を表 2 に示す。

30

(1) 動粘度 : ASTM D - 445

(2) 粘度指数 : JIS K 2283 - 1993

(3) HTHS 粘度 : ASTM D4683

(4) CCS 粘度 : ASTM D5293

(5) 高温清浄性試験 : パネルコーキング試験機を用い、油温 100、パネル温度 280、はねかけ時間 3 時間、ON/OFF サイクル = 15 s / 45 s、の条件にて試験した後の、パネルに付着したデポジット量 (mg) を測定した。

40

【 0 1 1 1 】

【表 2】

			実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	比較例1	比較例2	比較例3
基油	基油全量基準										
O-1	基油1	質量%	80	70	80	0	70	100	80	0	0
O-2	基油2	質量%	0	0	0	100	30	0	0	100	100
O-3	基油3	質量%	20	30	20	0	0	0	20	0	0
	基油粘度(100°C)	mm ² /s	4.2	4.4	4.2	4.1	3.9	3.9	4.2	4.1	4.1
添加剤	組成物全量基準										
A-1	ポリメタクリレート1	質量%	10.1	9.4	10.2	10.7	11.4	12.4			
A-2	ポリメタクリレート2	質量%									5.3
A-3	ポリメタクリレート3	質量%							4.6	4.8	
B-1	摩擦調整剤1	質量%	1	1		1	1	1	1	1	1
B-2	摩擦調整剤2	質量%	0.3	0.3		0.3	0.3	0.3	0.3	0.3	0.3
B-3	摩擦調整剤3	質量%			0.5						
C-1	その他添加剤	質量%	13	13	13	13	13	13	13	13	13
評価結果											
動粘度	40°C	mm ² /s	32	33	32	33	30	29	37	41	38
	100°C	mm ² /s	7.5	7.5	7.5	7.7	7.5	7.7	8.4	8.8	7.7
粘度指数			217	211	219	214	229	250	212	202	177
HTHS粘度	100°C	mPa·s	4.8	4.9	4.8	4.8	4.7	4.6	5.3	5.4	5.3
	150°C	mPa·s	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6	2.6
HTHS粘度(150°C)/HTHS粘度(100°C)			0.54	0.53	0.54	0.54	0.55	0.57	0.49	0.48	0.49
CCS粘度	-35°C	mPa·s	4000	4400	4000	6700	—	—	—	—	—
高温清浄性試験デポジット量		mg	80	65	85	210	200	—	—	—	—

10

【 0 1 1 2 】

表 2 より、所定の粘度指数向上剤を添加した実施例 1 ~ 6 の組成物は、粘度温度特性、低温粘度特性に優れている。さらに 100 動粘度 5 ~ 500 mm²/s の高粘度基油を配合した実施例 1 ~ 3 の組成物はデポジット量も少なく、高温清浄性にも優れている。それに対し所定以外の粘度指数向上剤を添加した比較例 1 ~ 3 の組成物は動粘度 (40)

20

や H T H S 粘度 (100) が高く、粘度温度特性に劣る。

フロントページの続き

- (72)発明者 松井 茂樹
神奈川県横浜市中区千鳥町8番地 新日本石油株式会社内
- (72)発明者 矢口 彰
神奈川県横浜市中区千鳥町8番地 新日本石油株式会社内
- (72)発明者 工藤 麗子
神奈川県横浜市中区千鳥町8番地 新日本石油株式会社内

合議体

- 審判長 星野 紹英
審判官 菅野 芳男
審判官 豊永 茂弘

- (56)参考文献 国際公開第2008/093446(WO, A1)
米国特許出願公開第2003/0104955(US, A1)
特開2008-274236(JP, A)
国際公開第2009/007147(WO, A1)
特開2007-045850(JP, A)

- (58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C10M171/00