

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第5981919号
(P5981919)

(45) 発行日 平成28年8月31日(2016.8.31)

(24) 登録日 平成28年8月5日(2016.8.5)

(51) Int.Cl.

F I

C O 7 F 9/09 (2006.01)

C O 7 F 9/09 Z

C 1 O M 137/08 (2006.01)

C 1 O M 137/08

C 1 O N 30/06 (2006.01)

C 1 O N 30:06

C 1 O N 40/04 (2006.01)

C 1 O N 40:04

C 1 O N 40/20 (2006.01)

C 1 O N 40:20 Z

請求項の数 15 (全 26 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2013-527120 (P2013-527120)
 (86) (22) 出願日 平成23年8月24日(2011.8.24)
 (65) 公表番号 特表2013-536842 (P2013-536842A)
 (43) 公表日 平成25年9月26日(2013.9.26)
 (86) 国際出願番号 PCT/US2011/048917
 (87) 国際公開番号 W02012/030594
 (87) 国際公開日 平成24年3月8日(2012.3.8)
 審査請求日 平成26年8月4日(2014.8.4)
 (31) 優先権主張番号 61/378,425
 (32) 優先日 平成22年8月31日(2010.8.31)
 (33) 優先権主張国 米国 (US)

(73) 特許権者 591131338
 ザ ルブリゾル コーポレイション
 THE LUBRIZOL CORPOR
 ATION
 アメリカ合衆国 オハイオ 44092,
 ウィクリフ レークランド ブールバード
 29400
 29400 Lakeland Boul
 evard, Wickliffe, O
 hio 44092, United S
 tates of America
 (74) 代理人 100078282
 弁理士 山本 秀策
 (74) 代理人 100113413
 弁理士 森下 夏樹

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 潤滑組成物における使用のためのリン含有耐摩耗化合物の調製

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

リン酸のヒドロキシ置換ジエステルの塩を調製するためのプロセスであって、

(a) 五酸化リンを含むリン酸処理剤を、6 から 10 個の炭素原子を有する一価アルコールおよび 1, 2 - アルキレンジオール と反応させる工程であって、一価アルコール：1, 2 - アルキレンジオール のモル比は、0.2 : 0.8 から 0.8 : 0.2 であり、それにより、形成される生成物混合物は、リン含有酸官能基を含有する工程；および

(b) 前記工程 (a) の生成物混合物を、少なくとも 1 種のアルキル第一級アミンまたは少なくとも 1 種のアルキル第二級アミンを含むアミンと反応させる工程を含むプロセス。

【請求項 2】

前記一価アルコールが、2 - エチルヘキサノール を含む、請求項 1 に記載のプロセス。

【請求項 3】

前記 1, 2 - アルキレンジオール が、1, 2 - プロピレングリコール を含む、請求項 1 または請求項 2 に記載のプロセス。

【請求項 4】

前記一価アルコール：1, 2 - アルキレンジオール のモル比が、0.4 : 0.6 から 0.7 : 0.3 である、請求項 1 から 3 までのいずれかに記載のプロセス。

【請求項 5】

前記リン酸処理剤が、五酸化リンを含み、前記五酸化リン 1 モル (P₂O₅ として計算

した) 当たり、一価アルコールと 1, 2 - アルキレンジオールとの合計 2 から 3 . 5 モルを反応させる、請求項 1 から 4 までのいずれかに記載のプロセス。

【請求項 6】

初期の投入量の五酸化リン 1 モル当たり、一価アルコールと 1, 2 - アルキレンジオールとの合計 2 . 5 から 3 . 5 モルを反応させ、それにより形成される中間生成物を、その後第 2 の投入量の五酸化リンと反応させる、請求項 5 に記載のプロセス。

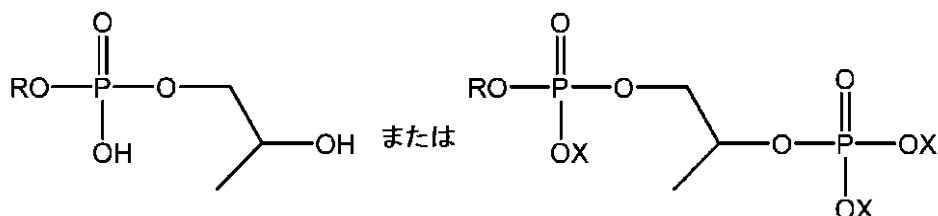
【請求項 7】

前記 1, 2 - アルキレンジオールが前記反応混合物に導入される前に、前記一価アルコールの少なくとも一部を前記リン酸処理剤と反応させる、請求項 1 から 6 までのいずれかに記載のプロセス。

【請求項 8】

前記工程 (a) により調製された生成物混合物が、式

【化 1 1】



(ここで、R は、前記一価アルコールにより与えられるアルキル基であり、それぞれの X は、独立して、R、または H、または - C₃H₆OH 基であり、但し、少なくとも 1 個の X は、H であることを条件とする) で表される少なくともいくつかの分子を含む、請求項 1 から 7 までのいずれかに記載のプロセス。

【請求項 9】

前記工程 (a) の反応が、40 から 110 で行われる、請求項 1 から 8 までのいずれかに記載のプロセス。

【請求項 10】

前記アミンが、6 から 18 個の炭素原子を有する少なくとも 1 種のアシル第一級アミンを含む、請求項 1 から 9 までのいずれかに記載のプロセス。

【請求項 11】

前記アミンが、10 から 22 個の炭素原子を有する少なくとも 1 種の第二級アミンを含む、請求項 1 から 10 までのいずれかに記載のプロセス。

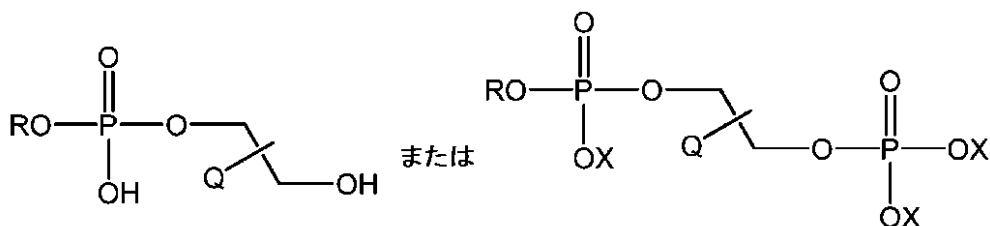
【請求項 12】

前記工程 (a) により調製された生成物混合物を、アミンに加えて塩基性金属含有化合物と反応させる、請求項 1 から 11 までのいずれかに記載のプロセス。

【請求項 13】

式

【化 1 2】



[ここで、R は、6 から 10 個の炭素原子を有するアルキル基であり、それぞれの Q は、独立して、水素、または 1 から 6 個の炭素原子のアルキル基であり、それぞれの X は、独立して、R、または H、または - R'OH 基 (ここで、R' は、2 から 6 個の炭素原子のアルキレン基である) であり、但し、少なくとも 1 個の X は、H であることを条件とする

」
で表される少なくともいくつかの分子を含むリン含有組成物のアルキル第一級アミン塩またはアルキル第二級アミン塩を含む組成物であって、さらに、前記組成物は、アルキレンオキシドのダイマー化またはオリゴマー化に由来するダイマーまたはオリゴマー部分を含有する種を前記リン含有組成物の量に基づいて5重量%未満含むことを条件とする、組成物。

【請求項14】

潤滑粘度の油、および請求項13に記載の組成物を含む潤滑剤。

【請求項15】

ギア、車軸、またはトランスミッションを潤滑する方法であって、それらに請求項14に記載の潤滑剤を供給する工程を含む方法。 10

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

開示される技術は、耐摩耗剤およびその潤滑組成物、ならびに該耐摩耗剤を調製するための改善された方法に関する。本発明はさらに、該耐摩耗剤を含有する潤滑組成物を用いることによって、動力伝達系デバイスまたはグリース適用を潤滑する方法を提供する。該潤滑組成物は、産業用潤滑および金属加工用途にも有用である。

【背景技術】

【0002】

動力伝達系の動力伝達デバイス（例えば、ギアまたはトランスミッション、特に車軸流体およびマニュアルトランスミッション流体（MTF））およびグリース適用は、複数のしばしば矛盾する潤滑要求を満足させながら、一方耐久性および清浄度を与えるための、非常に挑戦的な技術的問題および解決策を提起する。 20

【0003】

ギアオイルのような用途のための新しい耐摩耗化学の進展は、現代の潤滑要求を満たし、熱・酸化安定性および清浄度を与え、好ましい臭いを有する化学物質を与えるという要望によって推進されてきた。多くの現在のリン耐摩耗または極圧添加剤は硫黄を含有する。ますます増大する環境に関する懸念のために、耐摩耗または極圧添加剤中の硫黄の存在はますます望ましくないものとなってきた。さらに、硫黄含有耐摩耗または極圧添加剤の多くは、揮発性硫黄種を発生させ、臭いを有する耐摩耗または極圧添加剤を含有する潤滑組成物をもたらす、これはまた、環境に有害であり得るか、またはますますより厳しくなりつつある健康および安全の法律が規定するよりも、高いことがあり得る排出ガスを発生させ得る。 30

【0004】

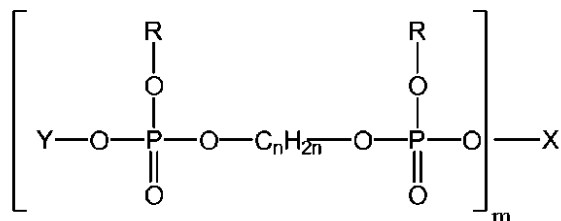
これらの問題の一部に対処するための近年の進展の一つは、特許文献1（2008年、8月7日、Ramsey）に開示されており、これには、潤滑粘度の油と、（i）リン酸のヒドロキシ置換ジエステル、または（ii）リン酸のリン酸化ヒドロキシ置換ジもしくはトリエステルのいずれかの硫黄不含アミン塩との潤滑組成物が報告されている。一実施形態において、リン酸のヒドロキシ置換ジエステルの塩を、（i）リン酸化剤（phosphorylating agent）をアルコールと反応させて、一および/または二リン酸エステルを形成する工程；該リン酸エステルをアルキレンオキシドと反応させて、リン酸のヒドロキシ置換ジエステルを形成する工程；ならびに該リン酸のヒドロキシ置換ジエステルをアミンおよび/または金属で塩化する工程を含むプロセスによって調製され得る。 40

【0005】

特許文献2（Smithら、1946年11月26日）には、泡形成に耐性な鉱油組成物、および以下の式：

【0006】

【化 1】



(式中、Rは、1から18個の炭素原子を含有するアルキル基を表し、Yは、一価金属およびアルキル基からなるクラスの置換基であり、Xは、金属、ならびにヘテロ環式窒素塩基およびジアルキルアリアルアミンからなるクラス由来の有機アンモニウム基からなるクラスの構成要素を表し、mは、Xの価数に相当する数であり、nは、2から6である)を有するアルキルアルキレンジホスフェートを組み込むことによって、泡形成を抑制する方法が開示されている。一例は、ジメチルアニリントリオクチルエチレンジホスフェート消泡剤の調製を記載するとされている。塩の量は、組成物の0.01から1.0重量パーセントの間であり得る。

10

【0007】

特許文献1に記載されたものなどの物質を調製するためのプロセスを改善するための継続する要望がある。特に、プロピレンオキシドを取り扱う必要性を回避し、プロピレンオキシドの望ましくないオリゴマー化を最小化し、より短い反応時間で望ましい生成物へのより高い変換をもたらすプロセスが望まれている。

20

【0008】

したがって、開示される技術により、以下に記載されるとおりのプロセスの使用によって、上に特定された問題の1つまたは複数が解決される。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0009】

【特許文献1】国際公開第2008/094759号

【特許文献2】米国特許第2,411,671号明細書

【発明の概要】

30

【課題を解決するための手段】

【0010】

開示される技術は、リン酸のヒドロキシ置換ジエステルの塩を調製するためのプロセスであって、(a)リン酸処理剤(phosphating agent)を一価アルコールおよびアルキレンポリオールと反応させる工程であって、一価アルコール：アルキレンポリオールのモル比は、約0.2：0.8から約0.8：0.2であり、それにより、形成される生成物混合物は、リン含有酸(phosphorus acid)官能基を含有する(すなわち、P-OH基のすべてがエステル化されるわけではない)工程；ならびに(b)工程(a)の生成物混合物を、アミンと反応させる工程を含むプロセスを提供する。一実施形態において、アミンは、少なくとも1種のアルキル第一級アミンまたは少なくとも1種のアルキル第二級アミンを含む。一実施形態において、過剰のリン酸処理剤を用いてもよい。

40

【0011】

開示される技術は、耐摩耗剤を調製するための上記プロセスの使用も提供する。

【0012】

開示される技術は、上記プロセスによって調製された生成物、ならびに潤滑粘度の油およびそのように調製された生成物を含む潤滑剤も提供する。この技術は、ギア、車軸、またはトランスミッションを潤滑する方法であって、それらにこのような潤滑剤を供給する工程を含む方法も提供する。

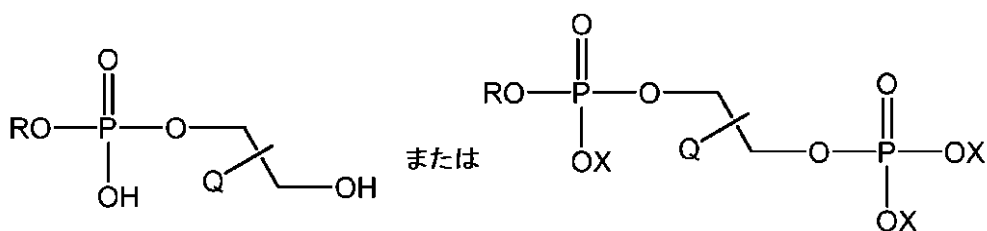
【0013】

50

開示される技術は、式

【 0 0 1 4 】

【 化 2 】



10

(ここで、Rは、4から20個の炭素原子を有するアルキル基であり、それぞれのQは、独立してアルキル基であり、それぞれのXは、独立して、R、またはH、または-R'OH基(ここで、R'は、2から6個の炭素原子のアルキレン基である)であり、但し、少なくとも1個のXは、Hであることを条件とする)で表される少なくともいくつかの分子を含む、リン含有組成物のアルキル第一級アミン塩またはアルキル第二級アミン塩を含む組成物であって、さらに、前記組成物は、アルキレンオキシドのダイマー化またはオリゴマー化に由来するダイマーまたはオリゴマー部分を含有する種を実質的に含まないことを条件とする、組成物も提供する。

【 0 0 1 5 】

開示される技術は、潤滑組成物に耐摩耗性能を与えるための本明細書で記載されるとおりの製品の使用も提供する。

20

一実施形態において、例えば、以下の項目が提供される。

(項目1)

リン酸のヒドロキシ置換ジエステルの塩を調製するためのプロセスであって、

(a)リン酸処理剤を、一価アルコールおよびアルキレンポリオールと反応させる工程であって、一価アルコール：アルキレンポリオールのモル比は、約0.2：0.8から約0.8：0.2であり、それにより、形成される生成物混合物は、リン含有酸官能基を含有する工程；および

(b)前記工程(a)の生成物混合物を、少なくとも1種のアルキル第一級アミンまたは少なくとも1種のアルキル第二級アミンを含むアミンと反応させる工程を含むプロセス。

30

(項目2)

前記リン酸処理剤が、五酸化リンを含む、項目1に記載のプロセス。

(項目3)

前記一価アルコールが、約4から約20個の炭素原子を有する、項目1または項目2に記載のプロセス。

(項目4)

前記一価アルコールが、2-エチルヘキサノールを含む、項目1から3までのいずれかに記載のプロセス。

(項目5)

前記アルキレンポリオールが、1,2-プロピレングリコールを含む、項目1から4までのいずれかに記載のプロセス。

40

(項目6)

前記一価アルコール：ポリアルキレンポリオールのモル比が、約0.4：0.6から約0.7：0.3である、項目1から5までのいずれかに記載のプロセス。

(項目7)

前記一価アルコール：ポリアルキレンポリオールのモル比が、約0.45：0.55から約0.67：0.33である、項目1から6までのいずれかに記載のプロセス。

(項目8)

前記一価アルコール：ポリアルキレンポリオールのモル比が、約0.45：0.55か

50

ら約 0.55 : 0.45 である、項目 1 から 7 までのいずれかに記載のプロセス。

(項目 9)

前記リン酸処理剤が、五酸化リンを含み、前記五酸化リン 1 モル (P_2O_5 として計算した) 当たり、一価アルコールとアルキレンポリオールとの合計約 2 から約 3.5 モルを反応させる、項目 1 から 8 までのいずれかに記載のプロセス。

(項目 10)

初期の投入量の五酸化リン 1 モル当たり、一価アルコールとアルキレンポリオールとの合計約 2.5 から約 3.5 モルを反応させ、それにより形成される中間生成物を、その後第 2 の投入量の五酸化リンと反応させる、項目 9 に記載のプロセス。

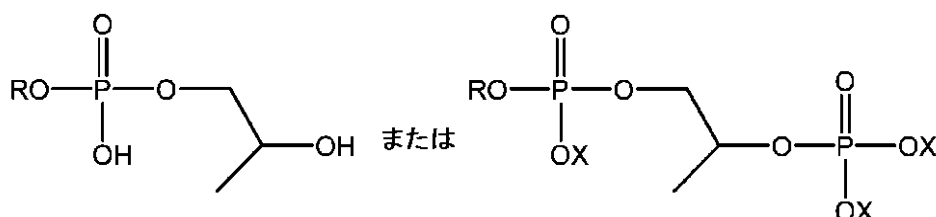
(項目 11)

前記アルキレンポリオールが前記反応混合物に導入される前に、前記一価アルコールの少なくとも一部を前記リン酸処理剤と反応させる、項目 1 から 10 までのいずれかに記載のプロセス。

(項目 12)

前記工程 (a) により調製された生成物混合物が、式

【化 11】



(ここで、R は、前記一価アルコールにより与えられるアルキル基であり、それぞれの X は、独立して、R、または H、または $-C_3H_6OH$ 基であり、但し、少なくとも 1 個の X は、H であることを条件とする) で表される少なくともいくつかの分子を含む、項目 1 から 11 までのいずれかに記載のプロセス。

(項目 13)

前記工程 (a) の反応が、約 40 から約 110 で行われる、項目 1 から 12 までのいずれかに記載のプロセス。

(項目 14)

前記工程 (a) により調製された生成物混合物が、アルキレンオキシドのダイマー化またはオリゴマー化に由来するダイマーまたはオリゴマー部分を含有する種を実質的に含まない、項目 1 から 13 までのいずれかに記載のプロセス。

(項目 15)

前記アミンが、約 6 から約 18 個の炭素原子を有する少なくとも 1 種のアルキル第一級アミンを含む、項目 1 から 14 までのいずれかに記載のプロセス。

(項目 16)

前記アミンが、約 10 から約 22 個の炭素原子を有する少なくとも 1 種の第二級アミンを含む、項目 1 から 15 までのいずれかに記載のプロセス。

(項目 17)

前記工程 (a) により調製された生成物混合物を、アミンに加えて塩基性金属含有化合物と反応させる、項目 1 から 16 までのいずれかに記載のプロセス。

(項目 18)

項目 1 から 17 までのいずれかに記載のプロセスにより調製された生成物。

(項目 19)

式

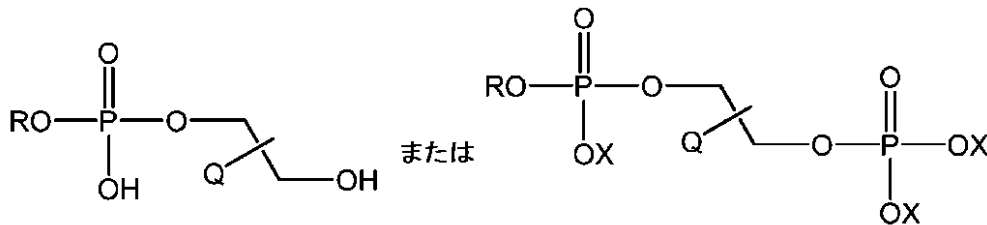
10

20

30

40

【化 1 2】



[ここで、Rは、約4から約20個の炭素原子を有するアルキル基であり、それぞれのQは、独立して、水素、または1から約6個の炭素原子のアルキル基であり、それぞれのXは、独立して、R、またはH、または-R'OH基(ここで、R'は、2から6個の炭素原子のアルキレン基である)であり、但し、少なくとも1個のXは、Hであることを条件とする]

で表される少なくともいくつかの分子を含むリン含有組成物のアルキル第一級アミン塩またはアルキル第二級アミン塩を含む組成物であって、さらに、前記組成物は、アルキレンオキシドのダイマー化またはオリゴマー化に由来するダイマーまたはオリゴマー部分を含有する種を実質的に含まないことを条件とする、組成物。

(項目20)

潤滑粘度の油、および項目18または項目19に記載の生成物を含む潤滑剤。

(項目21)

ギア、車軸、またはトランスミッションを潤滑する方法であって、それらに項目20に記載の潤滑剤を供給する工程を含む方法。

(項目22)

耐摩耗剤を調製するための、項目1から17までのいずれか一項に記載のプロセスの使用。

(項目23)

潤滑組成物に耐摩耗性能を与えるための、項目18または項目19に記載の生成物の使用。

【発明を実施するための形態】

【0016】

様々な好ましい特徴および実施形態が、非限定的な例証によって以下に説明される。

【0017】

開示される技術は、リン酸のヒドロキシ置換ジエステルの塩を調製するためのプロセスであって、(a)リン酸処理剤を一価アルコールおよびアルキレンポリオールと反応させる工程であって、一価アルコール：アルキレンポリオールのモル比は、約0.2：0.8から約0.8から0.2であり、過剰のリン酸処理剤を用い、その結果それにより形成される生成物混合物は、リン含有酸官能基を含有する工程；ならびに(b)工程(a)の生成物混合物をアミンと反応させる工程を含む方法を提供する。

【0018】

用いられ得るリン酸処理剤は、典型的には五酸化リンまたはその反応性等価物である。五酸化リンは、少なくとも部分的にP₄O₁₀などのより複雑な分子からなると考えられるとしても、通常その実験式であるP₂O₅と見なされる。このような物質は両方とも、その+5の酸化状態でリンを有する。用いられ得る他のリン物質には、ポリリン酸およびオキシ三塩化リンなどのオキシ三八ロゲン化リンが含まれる。

【0019】

リン酸処理剤は、一価アルコールおよびアルキレンポリオールと反応される。一価アルコールは、一般に1から30個の炭素原子のヒドロカルビル基、または典型的には4から20個の炭素原子、例えば、6から18個、または6から12個、または6から10個、または12から18個、または14から18個の炭素原子を有するヒドロカルビル基を有

10

20

30

40

50

し得る。一価アルコールは、直鎖または分岐であってもよく、同様に飽和または不飽和であってもよい。

【 0 0 2 0 】

本明細書で使用される場合、「ヒドロカルビル置換基」または「ヒドロカルビル基」という用語は、当業者に周知である、その通常の意味で使用される。具体的には、分子の残部に直接結合した（アルコールの場合は、アルコールの - O H 基に直接結合した）炭素原子を有し、主に炭化水素の特性を有する基を指す。ヒドロカルビル基の例には、以下が含まれる：

炭化水素置換基、すなわち、脂肪族（例えば、アルキルまたはアルケニル）、脂環式（例えば、シクロアルキル、シクロアルケニル）置換基、ならびに芳香族 - 、脂肪族 - 、および脂環式 - 置換芳香族置換基、ならびに環が分子の別の部分を介して完成される（例えば、2つの置換基が一緒になって環を形成する）環状置換基；

置換炭化水素置換基、すなわち、本発明の文脈において、その置換基の主に炭化水素の性質を変更しない、非炭化水素基を含有する置換基 [例えば、ハロ（特に、クロロおよびフルオロ）、ヒドロキシ、アルコキシ、メルカプト、アルキルメルカプト、ニトロ、ニトロソ、およびスルホキシ] ；

ヘテロ置換基、すなわち、本発明の文脈において、主に炭化水素の特性を有するが、それ以外は炭素原子から構成される環または鎖中に炭素以外を含有し、ピリジル、フリル、チエニルおよびイミダゾリルのような置換基を包含する置換基。ヘテロ原子には、硫黄、酸素、および窒素が含まれる。ヒドロカルビル基中に炭素原子 1 0 個当たり、一般に、2 個以下、または 1 個以下の非炭化水素置換基が存在し；あるいは、ヒドロカルビル基中に非炭化水素置換基が存在していなくてもよい。

【 0 0 2 1 】

好適な一価アルコールには、オクチルアルコールの様々な異性体、例えば、特に 2 - エチルヘキサノールが含まれる。好適なアルコールの他の例には、ブタノール、ペンタノール、ヘキサノール、ヘプタノール、オクタノール、ノナノール、デカノール、ドデカノール、トリデカノール、テトラデカノール、ペンタデカノール、ヘキサデカノール、ヘプタデカノール、オクタデカノール、オクタデセノール（オレイルアルコール）、ノナデカノール、エイコシル - アルコール、およびそれらの混合物が含まれる。好適なアルコールの例には、例えば、4 - メチル - 2 - ペンタノール、2 - エチルヘキサノール、イソオクタノール、およびそれらの混合物が含まれる。

【 0 0 2 2 】

市販のアルコールの例には、MonsantoのOxo Alcohol（登録商標）7911、Oxo Alcohol（登録商標）7900およびOxo Alcohol（登録商標）1100；ICIのAlphanol（登録商標）79；Condea（現在Sasol）のNafol（登録商標）1620、Alfol（登録商標）610およびAlfol（登録商標）810；Afton CorporationのEpal（登録商標）610およびEpal（登録商標）810；Shell AGのLinevol（登録商標）79、Linevol（登録商標）911およびDobanol（登録商標）25L；Condea Augusta、MilanのLial（登録商標）125；Henkel KGaA（現在Cognis）のDehydad（登録商標）およびLorol（登録商標）、ならびにUgine KuhlmannのLinopol（登録商標）7 - 11およびAcropol（登録商標）91が含まれる。

【 0 0 2 3 】

リン酸処理剤は、アルキレンポリオールとも反応される。アルキレンポリオールは、例えば、1から16個、または1から10個、または2から6個、または2から4個の炭素原子を有し得る。注目すべき実施形態の一つにおいて、アルキレンポリオールは、1，2 - プロピレングリコールを含む。ポリオールは一般に、2個以上のアルコール性ヒドロキシ基を有するアルコール、例えば、ジオール、トリオール、およびテトラオール、特にジオールである。アルキレンジオールには、2個のアルコール性OH基が隣接する炭素原子

上にあるもの、例えば、1, 2 - アルキレンジオールが含まれる。例には、エチレングリコール、1, 2 - プロピレングリコール、1, 2 - ブチレングリコール；同様に、1, 3 - プロピレンジオール、1, 3 - ブチレンジオール、1, 4 - ブチレンジオール、1, 2 - ヘキシレンジオール、1, 2 - ドデシレンジオール、および1, 2 - オクタデシレンジオールが含まれる。必要に応じて、ジオールと組み合わせ、ならびに起こり得る架橋の量を制限するように容易に決定され得るような量でおよび反応条件下で、トリオールおよびテトラオールを用いてもよい。トリオールには、グリセロールが含まれる。テトラオールには、ペンタエリトリールが含まれる。

【0024】

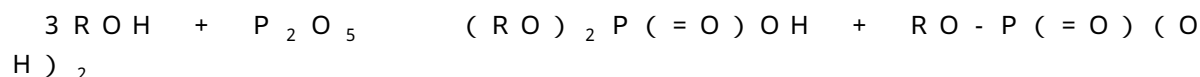
一価アルコールとアルキレンポリオールとの相対的な量は、一価アルコール：アルキレンポリオールのモル比が、0.2 : 0.8 から 0.8 : 0.2、または他の実施形態において、0.4 : 0.6 から 0.7 : 0.3、もしくは 0.45 : 0.55 から 0.67 : 0.33、もしくは 0.4 : 0.6 から 0.6 から 0.4、もしくは 0.45 : 0.55 から 0.55 : 0.45、もしくは 0.48 : 0.55 から 0.52 : 0.48、もしくは約 0.5 : 0.5、すなわち、1 : 1 であるように選択される。当量基準で表す場合、モノオール：ジオールの 1 : 1 モル比は、-OH 基の 1 : 2 の比に相当する。したがって、ほぼ等しいモル量の一価アルコールおよびアルキレンポリオールを用いる場合、一価アルコールによるヒドロキシ基よりもポリオールによるヒドロキシ基が多いであろう。

【0025】

一価アルコールおよびアルキレンポリオールは、それにより形成される生成物混合物が、リン含有酸官能基を含有するような全体量でリン酸処理剤（これは、リン酸化剤としても知られている）と反応される。すなわち、リン酸処理剤は、そのエステル形態に完全には変換されないが、P-OH 酸性官能基の少なくともいくつかを保有し、これは、必要に応じて、アルコールおよびポリオールの当量の量と比べて十分な量のリン酸処理剤を用いることによって行われ得る。特に、ある種の実施形態において、リン酸処理剤（五酸化リンを含み得る）は、一価アルコールおよびアルキレンポリオールと、リン酸処理剤からのリン 1 モル当たりヒドロキシ基 1 から 3 モル、または 1 から 2.5 モル（または 1.25 から 2 モル、または 1.5 から 2.5 モル、または 2.5 から 3.5 モル）の比率で反応され得る。他の実施形態において、リン酸処理剤は、一価アルコールおよびアルキレンポリオールと、リン酸処理剤のリン原子 1 モル当たり一価アルコールとアルキレンポリオールとの合計 1 から 1.75 モルの比率で反応され得る。リン酸処理剤が、リン酸処理剤 1 モル当たり 2 個の P 原子が存在するように、五酸化リン P_2O_5 であると見なされる場合、この比率は、 P_2O_5 1 モル当たり（アルコール + ポリオール）2 から 3.5 モルと表され得る。他の実施形態において、五酸化リン 1 モル当たり、アルコールとポリオールとの合計 2.5 から 3 モル、または 3 から 3.5 モルを用い得る。（これは、五酸化リンが、代替の式 P_4O_{10} ではなく、式 P_2O_5 を有すると仮定し；適切な比率は、いずれかの式に対応して容易に計算し得る）。P 原子 1 個当たりのアルコール性 OH 基の数も、用いるモノオールおよびジオール（またはより高級なアルコール）の相対的な量に依存し得る。例えば、1 : 1 のモル比のモノオールとジオールが存在する場合、全アルコール 1 モル当たり 1.5 モルの OH 基が存在し、P 原子 1 モル当たりアルコール 1 から 1.75 モルの上述の範囲が、P 原子 1 個当たり OH 基 1.5 から 2.625 個に相当する。

【0026】

いくらか簡単にし過ぎた概略表示の一つにおいて、リン酸処理剤とアルコール（単数または複数）との反応は、以下のとおり表され得る：



（ここで、ROH は、一価アルコールもしくはアルキレンポリオールの一部を表すか、または 2 個の R 基はともに、アルキレンポリオールのアルキレン部分を表してもよい）。以下でわかるように、残存するリン酸の官能基は、アミンと少なくとも部分的に反応され得る。

10

20

30

40

50

【 0 0 2 7 】

リン酸処理剤は、一価アルコールおよびアルキレンポリオールと任意の順序で混合および反応され得る。ある種の実施形態において、リン酸処理剤の合計の電荷は、単一の混合物中一価アルコールとアルキレンポリオールとの合計の電荷と反応される。

【 0 0 2 8 】

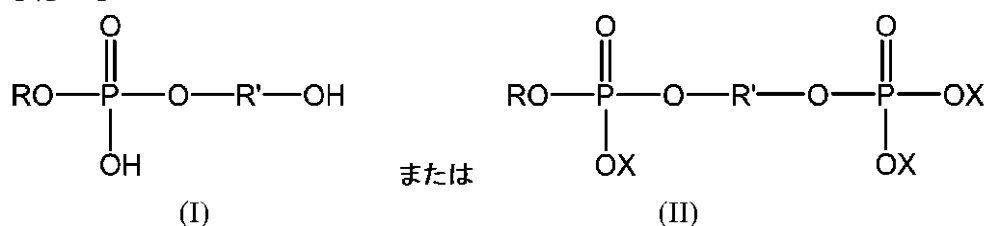
リン酸処理剤それ自体も、一回分で反応混合物中に導入され得るか、または複数回に分けて導入され得る。したがって、一実施形態において、リン酸処理剤の一部を一価アルコールおよびアルキレンポリオールと反応させ、その後、リン酸処理剤の第2の投入量が添加されて、反応生成物（または中間体）は調製される。

【 0 0 2 9 】

リン酸処理剤と、一価アルコールおよびアルキレンポリオールとからの反応生成物は、個々の種の混合物であり、特定の詳細な組成物は、反応物質の添加の順序に、ある程度依存し得る。しかし、反応混合物は、典型的には式（I）または式（II）

【 0 0 3 0 】

【 化 3 】

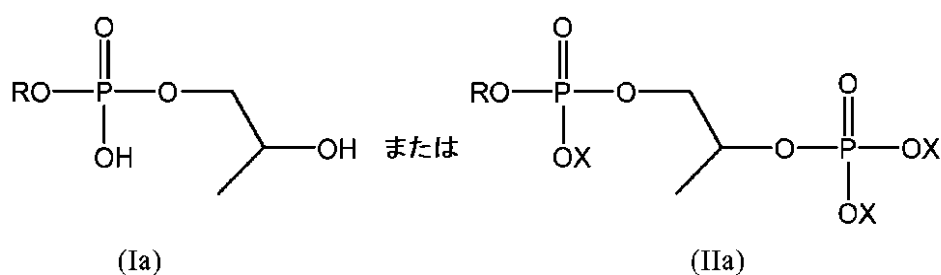


（ここで、Rは、一価アルコールによって与えられるアルキル基またはヒドロカルビル基であり、R'は、アルキレンジオールによって与えられるアルキレン基であり、それぞれのXは、独立して、R、またはH、または-R'OH基であり、但し、少なくとも1個のXは、Hである）

で表される少なくともいくつかの分子を含有する。アルキレンジオールが、1,2-プロピレングリコールである場合、対応する構造は、

【 0 0 3 1 】

【 化 4 】



（プロピレングリコール部分のいずれかの配向が許され；そのメチル基は、代替として他の炭素原子上にあってもよい）

で表され得る。同様に、アルキレンジオールが1,2-ブチレングリコールである場合、対応する構造は、

【 0 0 3 2 】

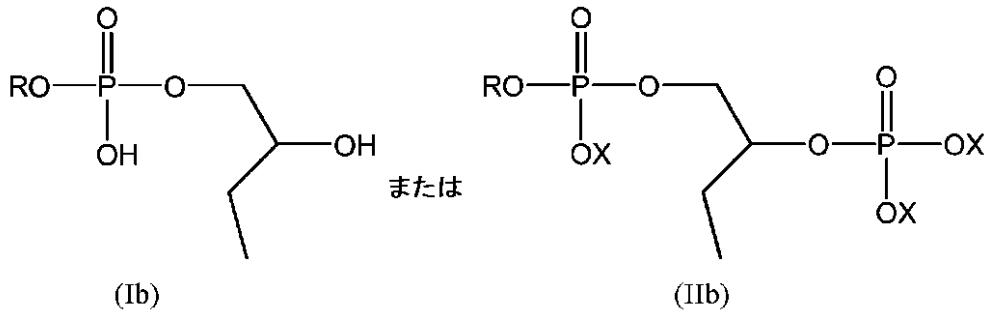
10

20

30

40

【化 5】

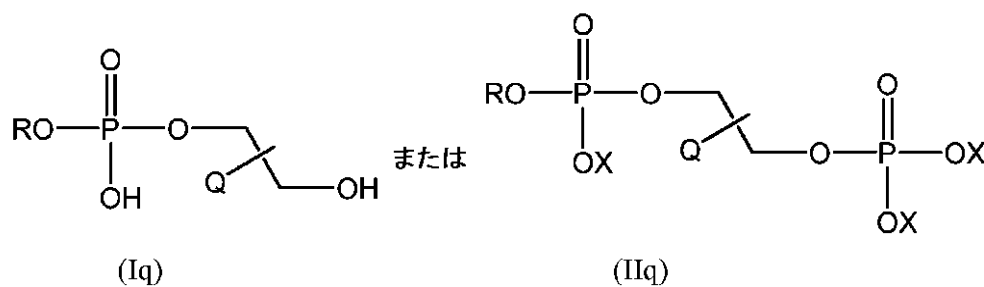


10

(ここで、前のとおりに、エチル基は、代替として他の炭素原子上にあってもよい)で表され得る。5 個以上の炭素原子を含有するジオールを用いる場合、生成物は、当然に、ジオールの構造を反映する、相応してより長いペンダントヒドロカルビル基を有する。これらは、

【 0 0 3 3 】

【化 6】



20

(ここで、それぞれの Q は、独立して、例えば、1 から 6、または 1 から 4、または 1 から 2 個の炭素原子のヒドロカルビルまたはアルキル基、例えば、メチルまたはエチルであり、これは、指した炭素原子のいずれかに結合していてもよい)として、総称的に記載され得る (1, 2 ジオール構造を想定して)。あるいは、Q は、水素であってもよい。したがって、残存する P - OH 基が存在し、一価アルコールからの R 基およびアルキレングリコール由来の別の基の両方が存在する、少なくともいくつかの、または大部分の、または実質的にすべての、またはすべての分子が存在する。「実質的にすべての」は、少なくとも 90 重量パーセント、または少なくとも 95 重量パーセント、もしくは 98 重量パーセント、もしくは 99 重量パーセント、もしくは 99.5 重量パーセント、最大 100 もしくは 99.9 重量パーセントを意味する。

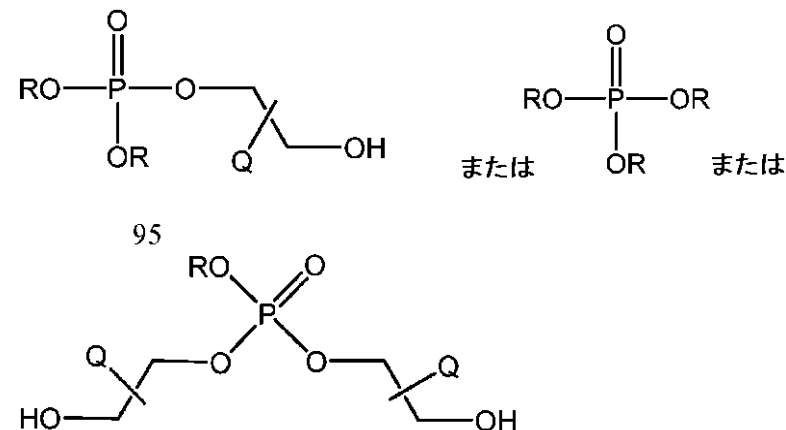
30

【 0 0 3 4 】

他の構造、例えば、部分エステル化物質；または完全エステル化物質：

【 0 0 3 5 】

【化 7】



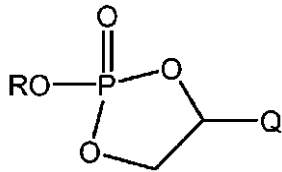
40

50

などの他の構造で表される可変量の生成物が存在してもよく、

【 0 0 3 6 】

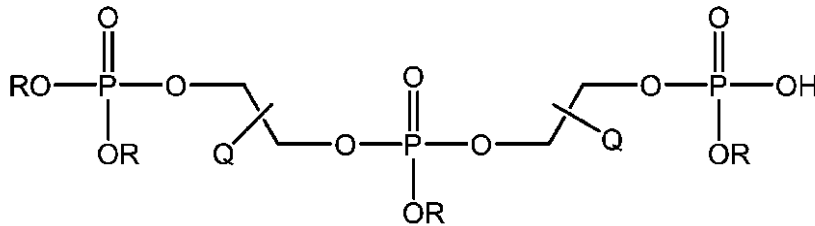
【 化 8 】



などの環状エステル、およびプロピレングリコール由来の環中に 1 つより多くの単位を含有する他のもの、ならびに P - O - P 結合を有する物質（ピロホスフェート）が含まれる。同様に、

【 0 0 3 7 】

【 化 9 】



などのより高度の縮合を有する一部のより長鎖の物質も存在する。

【 0 0 3 8 】

しかし、本明細書で記載されるとおりの反応の生成物は、同様に、（エーテルタイプの）アルキレンオキシッドダイマーもしくはオリゴマー、またはアルキレングリコール（またはジオール）ダイマーもしくはオリゴマー（リン含有酸により開始される）を含有する物質をあまり、またはまったく含有しない。このようなダイマー性またはオリゴマー性物質は、アルキレンオキシッドが、本技術のアルキレンジオールの代わりに用いられる場合に、形成されるようである。本発明の技術は、より少ない量の「アルキレンオキシッド」（または「エーテルタイプ」）ダイマーまたはオリゴマーを特徴とし、したがって、以下に示されるようにアミン塩に変換される場合に耐摩耗性能を与えるのに特に有用である物質を提供する。ある種の実施形態において、反応生成物は、アルキレンオキシッドのダイマー化またはオリゴマー化由来のダイマーまたはオリゴマー部分を含有する種を実質的に含まない。「実質的に含まない」によって、このようなダイマーまたはオリゴマー部分を含む種が、リン含有種のすべての 5 重量パーセント未満、または 1 重量パーセント未満、または 0 . 1 重量パーセント未満、または 0 . 0 1 から 0 . 0 5 重量パーセントの割合を占め得ることが意味される。

【 0 0 3 9 】

リン酸処理剤と、一価アルコールおよびアルキレンポリオールとの反応は、反応物質の混合物を、40 から 110 、または 50 から 100 、または 60 から 90 で、1 から 10、または 2 から 8、または 3 から 5 時間反応させることによって行われ得る。このプロセスは、減圧、大気圧でまたは大気圧を超える圧力で行われ得る。反応の任意の水は、蒸留、または不活性ガスによるパージによって除去され得る。

【 0 0 4 0 】

リン酸処理剤と、一価アルコールおよびアルキレンポリオールとの反応から調製される生成物または中間体を、アミンとさらに反応させて、アミンの塩（単数）または塩（複数）を含むと特徴付けられ得る物質の混合物を形成し；それは、P - N 結合の存在を特徴とする物質も含有し得る。生成物は、第一級アミン、第二級アミン、第三級アミン、またはそれらの混合物のアミン塩を含む。一実施形態において、第一級アミンには、第三級 - 脂肪族第一級アミンが含まれる。一実施形態において、アミンは、芳香族アミンではなく、別の実施形態において、それは、ヘテロ環内にアミンの窒素を含有しない。一実施形態に

10

20

30

40

50

において、アミンは、アルキルアミン、例えば、ジアルキルアミンまたはモノアルキルアミンである。好適なジアルキルアミン（すなわち、第二級アミン）は、ビス - 2 - エチルヘキシルアミンであり得る。好適なモノアルキルアミン（すなわち、第一級アミン）は、2 - エチルヘキシルアミンであり得る。ある種の実施形態において、アミンは、少なくとも1種のアルキル第一級アミンまたは少なくとも1種のアルキル第二級アミンを含む。一実施形態において、アミンは、6から18個の炭素原子を有する少なくとも1種のアルキル第一級アミンを含む。上に示されたとおりの、アミンの適当な選択は、比較的低い毒性の生成物を保証し得る。

【0041】

好適な第一級アミンの例には、エチルアミン、プロピルアミン、ブチルアミン、2 - エチルヘキシルアミン、オクチルアミン、およびドデシルアミン、ならびにn - オクチルアミン、n - デシルアミン、n - ドデシルアミン、n - テトラデシルアミン、n - ヘキサデシルアミン、n - オクタデシルアミンおよびオレイルアミンのような脂肪アミンが含まれる。他の有用な脂肪アミンには、市販の脂肪アミン、例えば、「Armeen（登録商標）」アミン（Akzo Chemicals、Chicago、イリノイ州から入手可能な製品）、例えば、Armeen C、Armeen O、Armeen OL、Armeen T、Armeen HT、Armeen SおよびArmeen SD（ここで、文字記号表示は、脂肪族基、例えば、ココ基、オレイル基、タロウ基、またはステアリル基に関連する）が含まれる。

【0042】

好適な第二級アミンの例には、ジメチルアミン、ジエチルアミン、ジプロピルアミン、ジブチルアミン、ジアミルアミン、ジヘキシルアミン、ジヘプチルアミン、ビス - 2 - エチルヘキシルアミン、メチルエチルアミン、エチルブチルアミン、N - メチル - 1 - アミノ - シクロヘキサン、Armeen（登録商標）2Cおよびエチルアミルアミンが含まれる。第二級アミンは、ピペリジン、ピペラジンおよびモルホリンなどの環状アミンであってもよい。第三級アミンの例には、トリ - n - ブチルアミン、トリ - n - オクチルアミン、トリ - デシルアミン、トリ - ラウリルアミン、トリ - ヘキサデシルアミン、およびジメチルオレイルアミン（Armeen（登録商標）DMOD）が含まれる。

【0043】

一実施形態において、アミンは、混合物の形態である。好適なアミンの混合物の例には、(i) 第三級アルキル第一級基上に11から14個の炭素原子を有するアミン（すなわち、第三級アルキル基中に11から14個の炭素原子を有する第一級アミン）、(ii) 第三級アルキル第一級基上の14から18個の炭素原子を有するアミン（すなわち、第三級アルキル基中に14から18個の炭素原子を有する第一級アミン）、または(iii) 第三級アルキル第一級基上に18から22個の炭素原子を有するアミン（すなわち、第三級アルキル基中に18から22個の炭素原子を有する第一級アミン）が含まれる。第三級アルキル第一級アミンの他の例には、tert - ブチルアミン、tert - ヘキシルアミン、tert - オクチルアミン（1, 1 - ジメチルヘキシルアミンなど）、tert - デシルアミン（1, 1 - ジメチルオクチルアミンなど）、tert - ドデシルアミン、tert - テトラデシルアミン、tert - ヘキサデシルアミン、tert - オクタデシルアミン、tert - テトラコサニルアミン、およびtert - オクタコサニルアミンが含まれる。一実施形態において、有用なアミンの混合物は、「Primene（登録商標）81R」または「Primene（登録商標）JMT」である。Primene（登録商標）81RおよびPrimene（登録商標）JMT（両方とも、Rohm & Haasにより製造販売される）は、それぞれ、C11からC14第三級アルキル第一級アミン、およびC18からC22第三級アルキル第一級アミンの混合物である。

【0044】

ある種の実施形態において、アミンは、合計で、10から22個の炭素原子、または12から20個、もしくは14から18個、もしくは16個の炭素原子を有する少なくとも1種の第二級アミンを含む。ある種の実施形態において、第二級アミンは、それぞれ、5

10

20

30

40

50

から 11 個の炭素原子、または 6 から 10 個、もしくは 7 から 9 個の炭素原子を有する 2 個のアルキル基を含有する。一例は、ビス - 2 - エチルヘキシルアミンである。

【 0 0 4 5 】

ある種の実施形態において、開示される技術の混合物の調製に用いるアミンの量は、理論的に、上記のリン生成物の酸性度のすべてまたは実質的にすべて、例えば、酸性度の 90 ~ 100 % または 92 ~ 98 % または約 95 % を中和するために必要な量である。一実施形態において、一例として、リン生成物の酸性度の量は、プロモフェノールブルー指示薬を用いて滴定によって決定され得、用いるアミンの量は、当量基準で、存在すると決定された酸性度の量の 95 パーセントであり得る。酸性度の量は、必要に応じて、全酸価、TAN (ASTM D 663 または 664 または 974) として表され得る。

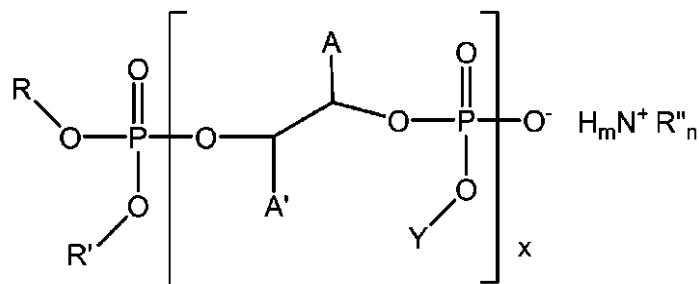
10

【 0 0 4 6 】

ある種の実施形態において、アミン塩は、式 (III)

【 0 0 4 7 】

【 化 1 0 】



20

式 (III)

(式中、A および A' は、独立して、H、または 1 から 30 個の炭素原子を含有するヒドロカルビル基であり；それぞれの R および R'' 基は、独立してヒドロカルビル基であり；それぞれの R' は、独立して、R、H、またはヒドロキシアルキル基であり；Y は、独立して、R' または $RO(R'O)P(O)O-CH(A')CH(A)-$ によって表される基 (例えば、 $RO(R'O)P(O)O-CH_2CH(CH_3)-$) であり；x は、0 から 3 であり、但し、 $x = 0$ である場合、R' はヒドロキシアルキル基であることを条件とし；m および n は、両方とも正のゼロでない整数であり、但し、 $(m + n)$ の合計は、4 に等しいことを条件とする)

30

のいくらか理想化された構造によって表される一部の分子を含む物質の混合物を含む。

【 0 0 4 8 】

式 (III) の左側のアニオン部分が、式 (I)、式 (Ia)、式 (II)、または式 (IIa) の物質から誘導されたアニオンの表示であり、それらの式に関連した前述の表示および説明のそれぞれは、式 (III) のアニオン部分にも適用できることは明らかである。同様に、式 (III) の右側のカチオン部分は、上記のとりのアミンから誘導されたカチオンの表示である。

【 0 0 4 9 】

一事例として、式 (III) の物質を含むアミン塩は、1 種または複数の金属イオンの一部も含有し得る。すなわち、それは、混合されたアミンおよび金属塩であり得る。ある種の実施形態において、アニオン部分の価数の少なくとも半分は、または少なくとも 75 % または少なくとも 90 % は、アミンカチオンによって満たされる。一実施形態において、その塩は、金属イオンを含まない。金属イオンは、存在する場合、一価もしくは二価の金属、またはそれらの混合物からであってもよい。一実施形態において、金属イオンは二価である。一実施形態において、金属イオンの金属には、リチウム、ナトリウム、カリウム、カルシウム、マグネシウム、バリウム、銅、ニッケル、スズ、または亜鉛が含まれる。一実施形態において、金属イオンの金属には、リチウム、ナトリウム、カルシウム、マグネシウム、または亜鉛が含まれる。一実施形態において、金属イオンの金属は亜鉛である。

40

50

【 0 0 5 0 】

上記された物質の一部は、最終配合物中で相互に作用してもよく、その結果、最終配合物の成分は、当初に加えられるものと異なってもよいことは公知である。例えば、金属イオン（例えば、清浄剤の）は、上記された生成物などの他の分子の他の酸性もしくはアニオン性部位に移動し得る。それにより形成される生成物は、その意図された用途において本発明の組成物を用いた場合に形成される生成物を含めて、容易な説明が可能であり得ない。それにもかかわらず、このような変更および反応生成物のすべては、本技術の範囲内に含まれ；本技術は、上記された成分を混合することによって調製される組成物を包含する。

【 0 0 5 1 】

上記されたアミン塩組成物は、典型的には潤滑組成物で用いる。その量は、典型的には潤滑剤に対して耐摩耗性能を与えるために適切な量である。このような量は、典型的には、0.3から3重量パーセント、もしくは0.5から1重量パーセント、もしくは1超から1.9重量パーセント、もしくは1.1から1.8重量パーセント、もしくは1.2から1.8重量パーセント、もしくは1.3から1.7重量パーセント、またはさらには、ある種の実施形態において、1.44から1.62重量パーセントであり得る。

【 0 0 5 2 】

潤滑組成物の成分の一つは、潤滑粘度の油である。これらには、潤滑粘度の天然油および合成油、水素化分解、水素化、または水素化仕上げ由来の油、ならびに未精製油、精製油、および再精製油、ならびにそれらの混合物が含まれる。

【 0 0 5 3 】

天然油には、動物油、植物油、鉱油およびそれらの混合物が含まれる。合成油には、炭化水素油、シリコン系油（silicon-based oil）、およびリン含有酸の液体エステルが含まれる。合成油は、他のガスツーリキッド（gas to liquid）油と同様に、フィッシャー・トロプシュのガスツーリキッド合成手順によって製造され得る。一実施形態において、本発明の組成物は、ガス・ツーリキッド油で用いる場合に有用である。しばしば、フィッシャー・トロプシュ炭化水素またはワックスは、水素異性化され得る。一実施形態において、基油は、PAO-2、PAO-4、PAO-5、PAO-6、PAO-7、またはPAO-8を含むポリアルファオレフィンを含む。一実施形態におけるポリアルファオレフィンは、ドデセンから、別の実施形態において、デセンから調製される。一実施形態において、潤滑粘度の油は、アジバートなどのエステルを含む。

【 0 0 5 4 】

潤滑粘度の油はまた、アメリカ石油協会（API）基油互換可能指針（American Petroleum Institute（API）Base Oil Interchangeability Guidelines）に特定されたとおりに定義され得る。一実施形態において、潤滑粘度の油は、APIグループI、II、III、IV、V、VIの基油、またはそれらの混合物、および別の実施形態において、APIグループII、III、IVの基油、またはそれらの混合物を含む。別の実施形態において、潤滑粘度の油は、グループIIIまたはIVの基油、および別の実施形態において、グループIVの基油である。

【 0 0 5 5 】

存在する潤滑粘度の油の量は、典型的には、約100重量%から、本技術の化合物ならびに他の列挙される成分、例えば、摩擦調整剤、慣用的なリン耐摩耗剤および/または極圧剤、有機スルフィド、ならびに他の性能添加剤の量の合計を差し引いた後に残る残余である。一実施形態において、潤滑組成物は、濃縮物および/または完全に配合された潤滑剤の形態である。リン含有添加剤および任意の他の性能添加剤が、濃縮物（これは、さらなる油と混ぜ合わされて、全体的または部分的に、完成潤滑剤を形成し得る）の形態である場合、潤滑組成物の成分の合計と、潤滑粘度の油および/または希釈油との比は、重量で1:99から約99:1、または重量で80:20から10:90の範囲を含む。

【 0 0 5 6 】

潤滑配合物は、粘度調整剤（これは、潤滑粘度の油の成分の一部と見なされることもある）を含有し得る。粘度調整剤（V M）および分散性粘度調整剤（D V M）は、周知である。V MおよびD V Mの例には、ポリメタクリレート、ポリアクリレート、ポリオレフィン、スチレン - マレイン酸エステルコポリマー、および同様のポリマー物質（ホモポリマー、コポリマー、およびグラフトコポリマーを含む）が含まれ得る。D V Mは、窒素含有メタクリレートポリマー、例えば、メチルメタクリレートおよびジメチルアミノプロピルアミン由来の窒素含有メタクリレートポリマーを含み得る。

【 0 0 5 7 】

市販のV M、D V Mおよびそれらの化学製品タイプの例には以下が含まれ得る：ポリイソブチレン（B P A m o c c o製I n d o p o l（商標）またはE x x o n M o b i l製P a r a p o l（商標）など）；オレフィンコポリマー（L u b r i z o l製L u b r i z o l（商標）7 0 6 0、7 0 6 5、および7 0 6 7、ならびにM i t s u i製L u c a n t（商標）H C - 2 0 0 0 LおよびH C - 6 0 0など）；水素化スチレン - ジエンコポリマー（S h e l l製S h e l l v i s（商標）4 0および5 0、ならびにL u b r i z o l製L Z（登録商標）7 3 0 8、および7 3 1 8など）；分散性コポリマーである、スチレン/マレエートコポリマー（L u b r i z o l製L Z（登録商標）3 7 0 2および3 7 1 5など）；ポリメタクリレート、これの一部は、分散特性を有する（R o h M a x製V i s c o p l e x（商標）シリーズにおけるもの、A f t o n製H i t e c（商標）粘度調整剤、ならびにL u b r i z o l製L Z（登録商標）7 7 0 2、L Z（登録商標）7 7 2 7、L Z（登録商標）7 7 2 5、L Z（登録商標）7 7 2 0 C、およびL Z（登録商標）7 7 2 3など）；オレフィン - グラフト - ポリメタクリレートポリマー（R o h M a x製V i s c o p l e x（商標）2 - 5 0 0および2 - 6 0 0など）；ならびに水素化ポリイソブレン星型ポリマー（S h e l l製S h e l l v i s（商標）2 0 0および2 6 0など）。用いられ得る粘度調整剤は、米国特許第5, 1 5 7, 0 8 8号、同第5, 2 5 6, 7 5 2号および同第5, 3 9 5, 5 3 9号に記載されている。他の粘度調整剤には、P C T公開第W O 2 0 1 0 / 0 1 4 6 5 5号に開示されたたとりの、オレフィン - 無水マレイン酸エステルコポリマーが含まれる。V Mおよび/またはD V Mは、最大2 0重量%、またはさらには最大6 0重量%もしくは7 0重量%の濃度で機能性流体中に用いられ得る。1から1 2重量%、または3から1 0重量%の濃度も用いてもよい。

【 0 0 5 8 】

潤滑配合物は、上記されたリン塩組成物に加えて、1種または複数の慣用的なリン耐摩耗剤および/または極圧剤を含有し得る。あるいは、潤滑配合物は、このような慣用的な剤を含まなくてもよい。慣用的なリン耐摩耗剤および/または極圧剤は、潤滑組成物の0重量%から1 0重量%、0重量%から8重量%、0重量%から6重量%、0. 0 5重量%から2. 5重量%、1重量%から2重量%、および0. 0 5重量%から4重量%の量で存在し得る。好適な剤には、米国特許第3, 1 9 7, 4 0 5号に記載されたものが含まれ；例えば、その実施例1から実施例2 5を参照されたい。

【 0 0 5 9 】

慣用的なリン耐摩耗剤および/または極圧剤には、非イオン性リン化合物、上に開示されたもの以外のリン化合物のアミン塩（例えば、モノアルキルおよびジアルキルのリン酸エステルの混合物のアミン塩）、上に開示されたもの以外のリン化合物のアンモニウム塩、金属ジアルキルジチオホスフェート、金属ジアルキルホスフェート、またはそれらの混合物が含まれ得る。一実施形態において、慣用的なリン耐摩耗剤または極圧剤は、非イオン性リン化合物、金属ジアルキルジチオホスフェート、金属ジアルキルホスフェート、およびそれらの混合物からなる群から選択される。

【 0 0 6 0 】

一実施形態において、慣用的なリン耐摩耗剤および/または極圧剤には、金属ジアルキルジチオホスフェートが含まれる。ジアルキルジチオホスフェートのアルキル基は、直鎖または分岐であってもよく、2から2 0個の炭素原子を含有し得るが、但し、炭素の合計

10

20

30

40

50

数は、金属ジアルキルジチオホスフェート油を油溶性にさせるのに十分であることを条件とする。金属ジアルキルジチオホスフェートの金属には、典型的には一価または二価の金属が含まれる。好適な金属の例には、ナトリウム、カリウム、銅、カルシウム、マグネシウム、バリウム、または亜鉛が含まれる。一実施形態において、リン含有酸、塩またはエステルは、亜鉛ジアルキルジチオホスフェートである。好適な亜鉛ジアルキルホスフェート（しばしば、ZDDP、ZDPまたはZDTPと称される）の例には、亜鉛ジ - （2 - メチルプロピル）ジチオホスフェート、亜鉛ジ - （アミル）ジチオホスフェート、亜鉛ジ - （1, 3 - ジメチルブチル）ジチオホスフェート、亜鉛ジ - （ヘプチル）ジチオホスフェート、亜鉛ジ - （オクチル）ジチオホスフェート、亜鉛ジ - （2 - エチルヘキシル）ジチオホスフェート、亜鉛ジ - （ノニル）ジチオホスフェート、亜鉛ジ - （デシル）ジチオホスフェート、亜鉛ジ - （ドデシル）ジチオホスフェート、亜鉛ジ - （ドデシルフェニル）ジチオホスフェート、亜鉛ジ - （ヘプチルフェニル）ジチオホスフェート、および（メチルプロピルアルコールおよびアミルアルコール、2 - エチルヘキシルアルコールおよびイソプロピルアルコール、または4 - メチル - 2 - ペンチルアルコールおよびイソプロピルアルコールなどの）混合アルコールから調製されたZDDP；またはそれらの混合物が含まれる。

10

【0061】

一実施形態において、慣用的なリン耐摩耗剤および/または極圧剤には、金属ヒドロカルビルホスフェートまたはジヒドロカルビルホスフェートが含まれる。金属ジアルキルホスフェートのヒドロカルビル基には、直鎖もしくは分岐のアルキル基、環状アルキル基、直鎖もしくは分岐のアルケニル基、アリール基、またはアリールアルキル基が含まれる。一実施形態において、金属ジアルキルホスフェートのヒドロカルビル基は、油性アルキル基である。アルキル基は、典型的には約1から約40個、または約4から約40個、または約4から約20個、または約6から約16個の炭素原子を含む。好適なヒドロカルビル基またはアルキル基の例は、国際公開第2008/094759号、段落0069から段落0076までに記載されている。

20

【0062】

一実施形態において、金属ヒドロカルビルホスフェートまたはジヒドロカルビルホスフェートには、モノ - アルキルホスフェートの金属塩、および別の実施形態において、ジ - アルキルホスフェートの金属塩が含まれる。一実施形態において、金属ヒドロカルビルホスフェートまたはジヒドロカルビルホスフェートの金属は、一価の金属であり、別の実施形態において、金属は二価であり、別の実施形態において、金属は三価である。金属ヒドロカルビルホスフェートまたはジヒドロカルビルホスフェートの金属には、アルミニウム、カルシウム、マグネシウム、ストロンチウム、クロム、鉄、コバルト、ニッケル、亜鉛、スズ、マンガン、銀、またはそれらの混合物が含まれ得る。一実施形態において、金属は亜鉛である。

30

【0063】

一実施形態において、潤滑組成物は、有機スルフィドをさらに含む。一実施形態において、有機スルフィドは、ポリスルフィド、チアジアゾール化合物、またはそれらの混合物の少なくとも1種を含む。異なる実施形態において、有機スルフィドは、潤滑組成物の0重量%から10重量%、0.01重量%から10重量%、0.1重量%から8重量%、0.25重量%から6重量%、2重量%から5重量%、または3重量%から5重量%の範囲で存在する。

40

【0064】

チアジアゾールの例には、2, 5 - ジメルカプト - 1, 3, 4 - チアジアゾール、またはそのオリゴマー、ヒドロカルビル置換2, 5 - ジメルカプト - 1, 3, 4 - チアジアゾール、ヒドロカルビルチオ置換2, 5 - ジメルカプト - 1, 3, 4 - チアジアゾール、またはそれらのオリゴマーが含まれる。ヒドロカルビル置換2, 5 - ジメルカプト - 1, 3, 4 - チアジアゾールのオリゴマーは、典型的には、2, 5 - ジメルカプト - 1, 3, 4 - チアジアゾール単位間の硫黄 - 硫黄結合を形成して、前記チアジアゾール単位の2つ以

50

上のオリゴマーを形成することによって形成する。チアジアゾール化合物のさらなる例は、国際公開第2008/094759号、段落0088から段落0090までに見られる。

【0065】

有機スルフィドは、代替としてポリスルフィドであってもよい。一実施形態において、ポリスルフィド分子の少なくとも約50重量%は、トリスルフィドまたはテトラスルフィドの混合物である。他の実施形態において、ポリスルフィド分子の少なくとも約55重量%、または少なくとも約60重量%は、トリスルフィドまたはテトラスルフィドの混合物である。ポリスルフィドは、油、脂肪酸もしくはエステル、オレフィンまたはポリオレフィン由来の硫化有機ポリスルフィドを含む。

10

【0066】

硫化され得る油には、天然油または合成油、例えば、鉱油、ラード油、脂肪族アルコールと脂肪酸または脂肪族カルボン酸とから誘導されたカルボキシレートエステル（例えば、ミリスチルオレートおよびオレイルオレート）、および合成不飽和エステルまたはグリセリドが含まれる。

【0067】

脂肪酸は、8から30、または12から24個の炭素原子を含有するものを含む。脂肪酸の例には、オレイン酸、リノール酸、リノレン酸、およびトール油が含まれる。硫化脂肪酸エステルは、混合不飽和脂肪酸エステル（トール油、アマニ油、大豆油、菜種油、および魚油を含む、動物脂肪および植物油から得られるようなもの）から調製される。

20

【0068】

ポリスルフィドは、典型的には1つまたは複数の二重結合を有する、広範なアルケンから誘導されるオレフィンからも誘導されてもよい。一実施形態におけるオレフィンには、3から30個の炭素原子を含有する。他の実施形態において、オレフィンには、3から16個、または3から9個の炭素原子を含有する。一実施形態において、硫化オレフィンには、プロピレン、イソブチレン、ペンテン、またはそれらの混合物から誘導されるオレフィンが含まれる。一実施形態において、ポリスルフィドは、上記されたおりのオレフィンを、公知の技術によって重合させることから誘導されるポリオレフィンを含む。一実施形態において、ポリスルフィドには、ジブチルテトラスルフィド、オレイン酸の硫化メチルエステル、硫化アルキルフェノール、硫化ジペンテン、硫化ジシクロペンタジエン、硫化テルペン、および硫化Diels-Alder付加体；リン硫化炭化水素（phosphosulfurized hydrocarbon）が含まれる。

30

【0069】

一実施形態において、潤滑組成物は、摩擦調整剤をさらに含む。異なる実施形態において、摩擦調整剤は、潤滑組成物の0重量%から7重量%、0.1重量%から6重量%、0.25重量%から5重量%、または0.5重量%から5重量%の量で存在する。

【0070】

摩擦調整剤には、脂肪アミン、ホウ酸化（borated）グリセロールエステル、脂肪酸アミド、非ホウ酸化脂肪エポキシド、ホウ酸化脂肪エポキシド、アルコキシ化脂肪アミン、ホウ酸化アルコキシ化脂肪アミン、脂肪酸の金属塩、脂肪イミダゾリン、アルキルサリチレート（これは、清浄剤とも称され得る）、スルホネートの金属塩（これは、清浄剤とも称され得る）、カルボン酸もしくはポリアルキレン-ポリアミンの縮合生成物、またはヒドロキシアリル化合物のアミドが含まれる。一実施形態において、摩擦調整剤は、グリセロールの脂肪酸エステルを含む。脂肪酸は、6から24個、または8から18個の炭素原子を含有し得る。一実施形態において、摩擦調整剤は、イソステアリン酸とテトラエチレンペンタミンとの生成物を含み得る。可能な摩擦調整剤のより詳細なリストは、国際公開第2008/094759号、段落0100から段落0113までに見られる。

40

【0071】

本発明の組成物は、少なくとも1種の他の性能添加剤を場合によってさらに含む。他の

50

性能添加剤には、金属不活性化剤、清浄剤、分散剤、ホウ酸化分散剤、酸化防止剤、腐食防止剤、抑泡剤、解乳化剤、流動点降下剤、シール膨潤剤、およびそれらの混合物が含まれる。抑泡剤は、一部の実施形態において、特にリン化合物がより高い濃度、例えば、重量で0.5パーセント以上、または1.0パーセント以上、例えば、1.1から3パーセントで存在する場合、本技術のリン化合物が泡形成の強化をもたらす傾向があり得る点で、有用であり得る。異なる実施形態において、他の性能添加剤化合物の合計の合わせた量は、潤滑組成物の0重量%から25重量%、約0.1重量%から15重量%、または0.5重量%から10重量%である。1種または複数の他の性能添加剤が存在してもよいが、他の性能添加剤が、互いに対して異なる量で存在することが一般的である。

【0072】

10

酸化防止剤には、モリブデンジチオカルバメートなどのモリブデン化合物、硫化オレフィン、ヒンダードフェノール、アミン化合物、例えば、アルキル化ジフェニルアミン（典型的にはジ-ノニルジフェニルアミン、オクチルジフェニルアミン、またはジ-オクチルジフェニルアミン）が含まれる。

【0073】

清浄剤には、中性または過塩基性清浄剤、（フェネート、硫化フェネート、スルホネート、カルボン酸、リン含有酸、モノおよび/もしくはジチオリン酸、サリゲニン、アルキルサリチレート、ならびにサリキサレートの1種または複数と一緒の）アルカリ金属、アルカリ土類金属または遷移金属のニュートニアンまたは非ニュートニアンの塩基性塩が含まれる。

20

【0074】

分散剤には、N-置換長鎖アルケニルスクシンイミド、およびマンニッヒ縮合生成物、ならびにそれらの後処理されたバージョンが含まれる。後処理された分散剤には、尿素、チオ尿素、ジメルカプトチアジアゾール、二硫化炭素、アルデヒド、ケトン、カルボン酸、炭化水素置換無水コハク酸、ニトリル、エポキシド、ホウ素化合物、およびリン化合物との反応によるものが含まれる。一実施形態において、分散剤には、ホウ酸化ポリイソブチレンスクシンイミドが含まれる。典型的には、ポリイソブチレンの数平均分子量は、約450から5000、または550から2500の範囲である。異なる実施形態において、分散剤は、潤滑組成物の0重量%から10重量%、0.01重量%から10重量%、または0.1重量%から5重量%の量で存在する。

30

【0075】

腐食防止剤には、オクチルアミンオクタノエート、ドデセニルコハク酸もしくは無水コハク酸の縮合生成物、オレイン酸などの脂肪酸とポリアミンとの縮合生成物、または上記されたチアジアゾール化合物が含まれる。金属不活性化剤には、ベンゾトリアゾール（典型的にはトリルトリアゾール）、1,2,4-トリアゾール、ベンゾイミダゾール、2-アルキルジチオベンゾイミダゾールまたは2-アルキルジチオベンゾチアゾールの誘導体が含まれる。

【0076】

抑泡剤には、アクリル酸エチルと、アクリル酸2-エチルヘキシルと、場合によって酢酸ビニルとのコポリマーが含まれる。解乳化剤には、トリアルキルホスフェート、ポリエチレングリコール、ポリエチレンオキシド、ポリプロピレンオキシドおよび（エチレンオキシド-プロピレンオキシド）ポリマーが含まれる。流動点降下剤には、無水マレイン酸のエステル-スチレン、ポリメタクリレート、ポリアクリレート、またはポリアクリルアミドが含まれる。シール膨潤剤には、Exxon Necton-37（商標）（FN1380）およびExxon Mineral Seal Oil（FN3200）が含まれる。

40

【0077】

一実施形態において、本明細書で記載される潤滑組成物は、グリースであってもよく、このような組成物は、典型的にはグリース増粘剤をさらに含む。グリース増粘剤には、（i）無機粉末（例えば、クレー、有機クレー、ベントナイト、ヒュームドシリカ、方解石

50

、カーボンブラック、顔料、銅フタロシアニンまたはそれらの混合物)、(i i) カルボン酸および/またはエステル(例えば、モノカルボン酸もしくはポリカルボン酸および/またはそれらのエステル)、(i i i) ポリ尿素またはジ尿素、あるいは(i v) それらの混合物から誘導される物質が含まれる。具体的なグリース増粘剤の詳細な説明は、国際公開第2008/094759号、段落0135から段落0145までに見られる。グリース組成物は、1種または複数の金属不活性化剤、酸化防止剤、耐摩耗剤、錆止め剤、粘度調整剤、極圧剤(上記のとおり)またはそれらの2種以上の混合物も含有し得る。

【0078】

一実施形態において、本技術は、動力伝達系デバイス(例えば、ギア、車軸、またはトランスミッション)を潤滑する方法であって、該動力伝達系デバイスに本明細書で開示される潤滑組成物を供給する工程を含む方法を提供する。動力伝達系デバイスは、ギア、ギアボックス、車軸ギア、トラクションドライブトランスミッション、オートマチックトランスミッションまたはマニュアルトランスミッションの少なくとも1種を含み得る。一実施形態において、動力伝達系デバイスは、マニュアルトランスミッション、またはギア、ギアボックス、または車軸ギアである。オートマチックトランスミッションは、連続可変トランスミッション(CVT)、無段可変トランスミッション(IVT)、トロイダルトランスミッション、連続滑りトルク変換クラッチ(CSTCC)、多段オートマチックトランスミッション、または二段クラッチトランスミッション(DCT)であってもよい。

【0079】

一実施形態において、本発明は、耐摩耗性能、極圧性能、許容される堆積物制御、許容される酸化安定性、および臭い減少の少なくとも1つを与えるための、ギアおよびトランスミッションにおける本明細書で開示される潤滑組成物の使用を提供する。

【0080】

記載されるそれぞれの化学成分の量は、特に断りのない限り、市販用物質に通例は存在し得る任意の溶媒または希釈油を除いて、すなわち、活性化学物質基準で示される。しかし、特に断りのない限り、本明細書で言及されるそれぞれの化学物質または組成物は、異性体、副生成物、誘導体、および市販用グレードで存在すると通常は理解されるような他の物質を含有し得る市販用グレードの物質であると解釈されるべきである。

【実施例】

【0081】

(調製実施例1)

2 - エチルヘキサノール(100 g)および1, 2 - プロパンジオール(58.5 g)を反応フラスコ中で混合し、窒素の穏やかな流れ下で攪拌しながら60 に加熱する。五酸化リン(74 g)を、攪拌しながら数回に分けて添加する。五酸化リンの添加の終了後、反応混合物を90 に加熱し、この温度で3時間維持し、次いで、48 に冷却する。反応混合物の約半分をさらなる反応のために取り;この量に、ビス - 2 - エチルヘキシルアミン(110 g)を1時間にわたって滴下する。得られた混合物を75 に加熱し、この温度で3時間維持する。反応生成物をさらに精製することなく用いる。

【0082】

(調製実施例2)

2 - エチルヘキサノール(200 g)および1, 2 - プロパンジオール(117 g)を反応フラスコ中で混合し、窒素の穏やかな流れ下で攪拌しながら60 に加熱する。五酸化リン(146 g)を、攪拌しながら数回に分けて添加する。五酸化リンの添加の終了後、反応混合物を90 に加熱し、この温度で5.5時間維持する。反応混合物を80 に冷却し、五酸化リン(44 g)を攪拌しながら数回に分けて再度添加する。五酸化リンの添加の終了後、反応混合物を80 で3時間維持し、次いで、48 に冷却する。反応混合物の約3分の2をさらなる反応のために取り;この量に、ビス - 2 - エチルヘキシルアミン(314 g)を、攪拌しながら50分間にわたって滴下する。得られた混合物を75 に加熱し、この温度で3時間維持する。反応生成物をさらに精製することなく用いる。

【0083】

(参考調製実施例3)(プロピレンオキシドを用いる)

C 8 アルコールを、窒素の穏やかな流れ下で攪拌しながら 60 に加熱する。五酸化リンを攪拌しながら数回に分けて添加する。五酸化リンの添加の終了後、反応混合物を 90 に加熱し、この温度で 6 時間維持する。反応混合物を 50 に冷却し、プロピレンオキシドを 1.5 時間にわたって添加する。反応混合物を 70 に加温し、この温度で 2 時間維持する。次いで、反応混合物を、70 で 1 時間真空ストリッピングする。反応混合物を 50 に冷却し、さらなる五酸化リンを数回に分けて 1.5 時間にわたって添加する。反応混合物を 80 に加熱し、3 時間攪拌し、ろ過する。ろ液を窒素の穏やかな流れ下で 45 に加熱する。ビス - 2 - エチルヘキシルアミンを 2 時間にわたって滴下する。反応混合物を 75 に加温し、この温度で 2.5 時間維持する。反応生成物をさらに精製することなく用いる。

10

【0084】

(調製実施例4)

90.12 g の 1, 2 - ブタンジオールおよび 130 g の 2 - エチルヘキサノールを反応フラスコ中で混合し、窒素の穏やかな流れ下で攪拌しながら 60 に加熱する。94.6 g の五酸化リンを攪拌しながら数回に分けて添加する。五酸化リンの添加の終了後、反応混合物を 90 に加熱し、この温度で 3 時間維持し、次いで、48 に冷却する。290 g のビス - 2 - エチルヘキシルアミンを反応混合物に攪拌しながら 50 分間にわたって滴下する。この混合物を 75 に加熱し、この温度で 3 時間維持する。反応生成物をさらに精製することなく用いる。

20

【0085】

(調製実施例5)

90.12 g の 1, 2 - ブタンジオールおよび 130 g の 2 - エチルヘキサノールを反応フラスコ中で混合し、窒素の穏やかな流れ下で攪拌しながら 60 に加熱する。94.6 g の五酸化リンを攪拌しながら数回に分けて添加する。五酸化リンの添加の終了後、反応混合物を 90 に加熱し、この温度で 3 時間維持する。反応混合物を 80 に冷却し、32 g の五酸化リンを攪拌しながら数回に分けて添加する。五酸化リンの添加の終了後、反応混合物を 80 で 3 時間維持し、次いで、48 に冷却する。399 g のビス - 2 - エチルヘキシルアミンを反応混合物に攪拌しながら 50 分間にわたって滴下する。この混合物を 75 に加熱し、この温度で 3 時間維持する。反応生成物をさらに精製することなく用いる。

30

【0086】

(調製実施例6)

152 g のプロピレングリコール(すなわち、1, 2 - プロパンジオール)および 130 g の 2 - エチルヘキサノールを反応フラスコ中で混合し、窒素の穏やかな流れ下で攪拌しながら 60 に加熱する。141.9 g の五酸化リンを攪拌しながら数回に分けて添加する。五酸化リンの添加の終了後、反応混合物を 90 に加熱し、この温度で 3 時間維持し、次いで、48 に冷却する。402.2 g のビス - 2 - エチルヘキシルアミンを反応混合物に攪拌しながら 50 分間にわたって滴下する。この混合物を 75 に加熱し、この温度で 3 時間維持する。反応生成物をさらに精製することなく用いる。

40

【0087】

(調製実施例7)

258 g の 1, 2 - ヘキサデカンジオールおよび 130 g の 2 - エチルヘキサノールを反応フラスコ中で混合し、窒素の穏やかな流れ下で攪拌しながら 60 に加熱する。95 g の五酸化リンを攪拌しながら数回に分けて添加する。五酸化リンの添加の終了後、反応混合物を 90 に加熱し、この温度で 3 時間維持し、次いで、48 に冷却する。278 g のビス - 2 - エチルヘキシルアミンを反応混合物に攪拌しながら 50 分間にわたって滴下する。この混合物を 75 に加熱し、この温度で 3 時間維持する。反応生成物をさらに精製することなく用いる。

【0088】

50

(調製実施例 8)

(a) 2 - エチルヘキサノール (1199.4 g) および 1, 2 - プロパンジオール (すなわち、プロピレングリコール、700 g) を、機械式攪拌機、窒素入口、熱電対、および還流凝縮器を備えたフラスコ中で混合する。これらのアルコールを窒素の穏やかな流れ下で攪拌しながら 60 に加熱する。五酸化リン (872.7 g) を攪拌しながら 11 回に分けて約 2.5 時間の過程にわたって添加する。五酸化リンの添加の終了後、反応混合物を 90 に加熱し、この温度で 3 時間維持し、次いで、室温に冷却する。生成物は、無色で透明な液体である。

【0089】

(b) 工程 (a) からの物質 2744.1 g を 60 に加熱し、288.3 g の五酸化リンを 3 回に分けて 1 時間にわたって添加し、次いで、この混合物を 80 で 3 時間維持する。

10

【0090】

(c) 工程 (b) からの物質 476 g を、機械式攪拌機、窒素入口、水冷凝縮器、および熱電対を備えた 1 L の丸底フラスコに入れる。2 - エチルヘキシルアミン 248.4 g を、1.5 時間にわたって滴下し、もたらされた発熱性反応を、冷水で容器を冷却することによって調節する。その後、反応混合物を 75 に加熱し、この温度で 3 時間維持する。得られた生成物は、淡黄色で、粘着性の液体である。

【0091】

(調製実施例 9)

20

(a) 2 - エチルヘキサノールの量が、154.9 g であり、1, 2 - プロパンジオールの量が 182 g であり、また反応混合物中に 121.6 g の 4 - メチル - 2 - ペンタノールが当初に存在すること以外は、調製実施例 8 を実質的に繰り返す。用いた五酸化リンの量は、225.6 g である。

【0092】

(b) 工程 (a) からの物質 644 g を 60 に加熱し、56.6 g の五酸化リンを 3 回に分けて 1 時間にわたって添加し、次いで、この混合物を 80 で 3 時間維持する。

【0093】

(c) 工程 (b) からの物質 604.7 g を、機械式攪拌機、窒素入口、水冷凝縮器、および熱電対を備えた 1 L の丸底フラスコに入れる。2 - エチルヘキシルアミン 309.7 g を 1.5 時間にわたって滴下し、もたらされた発熱反応を、冷水で容器を冷却することによって調節する。その後、反応混合物を 75 に加熱し、この温度で 3 時間維持する。得られた生成物は、淡黄色で粘着性の液体である。

30

【0094】

(調製実施例 10)

(a) プロピレングリコールの量が 182 g であり、リン無水物の量が 225.3 g であり、2 - エチルヘキサノールを 244.5 g の 2 - メチル - 2 - ペンタノールで置き換えること以外は、調製実施例 8 を実質的に繰り返す。

【0095】

(b) 工程 (a) からの物質 611.1 g を 60 に加熱し、70.2 g の五酸化リンを 3 回に分けて 1 時間にわたって添加し、次いで、この混合物を 80 で 3 時間維持する。

40

【0096】

(c) 工程 (b) からの物質 618 g を、機械式攪拌機、窒素入口、水冷凝縮器、および熱電対を備えた 1 L の丸底フラスコに入れる。2 - エチルヘキシルアミン 379 g を、1.5 時間にわたって滴下し、もたらされた発熱反応を、冷水で容器を冷却することによって調節する。その後、反応混合物を 75 に加熱し、この温度で 3 時間維持する。得られた生成物は、淡黄色で粘着性の液体である。

【0097】

(調製実施例 11)

50

工程 (a) において、2 - エチルヘキサノールの量が 2 7 6 g であり、プロピレングリコールの量が 8 0 . 7 g であり、五酸化リンの量が 1 5 0 g であること以外は、調製実施例 8 を実質的に繰り返す。得られた混合物から、4 8 2 . 7 g を取り、第 2 の添加の 4 7 . 8 g の五酸化リンと反応させる (工程 (b))。第 2 の添加からの反応物 (4 9 9 g) を、4 7 . 8 g の 2 - エチルヘキシルアミンと反応させる (工程 (c))。

【 0 0 9 8 】

(調製実施例 1 2)

工程 (a) において、2 - エチルヘキサノールの量が 1 3 7 . 6 g であり、プロピレングリコールの量が 8 0 . 3 g であり、五酸化リンの量が 1 5 0 g であり、また 1 0 7 . 8 g の 2 - メチル - 2 - ペンタノールが存在すること以外は、調製実施例 8 を実質的に繰り返す。第 2 の添加において、4 7 . 8 g の五酸化リンを添加する。生成物を 4 4 0 . 1 g の 2 - エチルヘキシルアミンと反応させる。

10

【 0 0 9 9 】

(調製実施例 1 3)

工程 (a) において、プロピレングリコールの量が 8 0 . 3 g であり、五酸化リンの量が 1 5 0 g であり、2 1 6 . 1 g の 2 - メチル - 2 - ペンタノールを 2 - エチルヘキサノールの代わりに用いること以外は、調製実施例 8 を実質的に繰り返す。得られた混合物から 4 1 7 . 6 g を取り、第 2 の添加の 4 8 g の五酸化リンと反応させる (工程 (b))。第 2 の添加からの反応物 (4 4 0 . 1 g) を、2 6 1 . 5 g の 2 - エチルヘキシルアミンと反応させる (工程 (c))。

20

【 0 1 0 0 】

(調製実施例 1 4)

工程 (a) において、プロピレングリコールの量が 3 2 . 1 7 g であり、五酸化リンの量が 1 0 0 g であり、2 - エチルヘキサノールの量が 2 2 0 . 0 7 g であること以外は、調製実施例 8 を実質的に繰り返す。第 2 の添加において、2 2 . 0 1 g のリン無水物を添加する。生成物を、反応混合物の T A N の 9 5 % を中和するために計算した量の 2 - エチルヘキシルアミンと反応させる。

【 0 1 0 1 】

(調製実施例 1 5)

工程 (a) において、2 - エチルヘキサノールの量が 1 1 0 . 0 4 g であり、プロピレングリコールの量が 3 2 . 1 7 g であり、五酸化リンの量が 1 0 0 g であり、また、8 6 . 3 3 g の 2 - メチル - 2 - ペンタノールが存在すること以外は、調製実施例 1 2 を実質的に繰り返す。第 2 の添加において、2 2 . 0 1 g の五酸化リンを添加する。生成物を、反応混合物の T A N の 9 5 % を中和するために計算した量の 2 - エチルヘキシルアミンと反応させる。

30

【 0 1 0 2 】

(調製実施例 1 6)

工程 (a) において、プロピレングリコールの量が 3 2 . 1 7 g であり、五酸化リンの量が 1 0 0 g であり、2 - エチルヘキサノールを 1 7 2 . 6 5 g の 2 - メチル - 2 - ペンタノールで置き換えること以外は、調製実施例 8 を実質的に繰り返す。第 2 の添加において、2 2 . 0 1 g の五酸化リンを添加する。生成物を、反応混合物の T A N の 9 5 % を中和するために計算した量の 2 - エチルヘキシルアミンと反応させる。

40

【 0 1 0 3 】

(調製実施例 1 7)

調製実施例 8 のものと類似の装置中、「ワンポット」手順において、4 5 . 6 g のプロピレングリコールおよび 7 7 . 8 g の 2 - エチルヘキサノールを混合し、7 5 g の五酸化リンを 2 時間にわたって添加する。この混合物を 9 0 に加熱し、温度で 3 時間維持する。反応混合物を室温で一晩放置し、次いで、4 8 に加熱する。これに、7 1 . 9 g の 2 - エチルヘキシルアミンを滴下し、この混合物を 7 5 に加温し、その温度で 3 時間維持する。

50

【 0 1 0 4 】

調製実施例 1 および調製実施例 2 の物質をそれぞれ、以下のさらなる成分を含む試験配合物に、示す量で与えた：

潤滑粘度のポリアルファオレフィン油（合計を 1 0 0 % にするための残余）

官能基化メタクリル系コポリマー粘度調整剤、 2 0 . 4 % （ 2 1 % の希釈油を含む）

ポリイソブチレン粘度調整剤、 1 1 . 4 %

硫化オレフィン耐摩耗剤（単数または複数）、 4 %

コハク酸エステル腐食防止剤、 2 . 5 % （ 4 9 % の油を含む）

ハウ酸化スクシンイミド分散剤、 1 . 2 5 % （ 3 3 % の油を含む）

長鎖第一級アミン、 0 . 5 %

市販用消泡剤（単数または複数）、 0 . 1 ~ 0 . 1 5 %

さらなる希釈油、約 1 %

10

【 0 1 0 5 】

【表 1】

添加剤、%	実施例1	実施例2	実施例3（参考）
調製実施例1	1.62		
調製実施例2		1.44	
市販用物質 ^a			1.5
試験結果 ^b ：			
D130	1B	1B	1B
D4172 (mm)	0.37	0.43	0.53
D665_A	合格/合格	合格/合格	合格/合格
D665_B	合格/合格	合格/合格	合格/合格
D6121	合格	合格	合格

20

30

a：ポリプロピレンオキシドを用いて調製した参考調製実施例 3 に類似の市販用物質

b：ASTM D 1 3 0：燃料油、潤滑油、および他の石油製品の腐食性を測定する試験

ASTM D 4 1 7 2：4 個のボール摩耗試験機（four-ball wear test machine）によって滑り接触において流体潤滑剤の耐摩耗特性を評価する試験

ASTM D 6 6 5 A：水が油と混合されるようになる場合、鉄部分の錆びることを防止するのに役立つ油の能力を評価する試験

ASTM D 6 6 5 B：海水が油と混合されるようになる場合、鉄部分の錆びることを防止するのに役立つ油の能力を評価する試験

40

ASTM D 6 1 2 1：非潤滑性（non-lubricated）ギアバッチ V 1 L 5 0 0 / P 4 T 8 1 3 のための手順を用いて、高速 / 低トルクおよび低速 / 高トルクの条件下で車軸における負荷摩耗を評価するための L - 3 7 （非潤滑性）として産業界に公知のハイポイド摩耗試験

結果は、本技術の物質が、プロピレンオキシドを用いて調製した市販用物質と比較して、腐食試験において同等の性能、および D 4 1 7 2 試験および上記スクリーン試験により測定して同等またはより良好な摩耗性能を与えることを示す。さらに、上に示されるように、本技術の物質を調製するためのプロセスは、市販用物質のものと比較して、反応サイクル時間および合成の複雑さの点で著しく改善される。

50

【 0 1 0 6 】

上記に言及される文書のそれぞれは、参照により本明細書に組み込まれる。いずれの文書の言及も、このような文書が従来技術として資格があることまたはいかなる権利範囲においても当業者の一般的知識を構成することの承認ではない。実施例においてまたは別に明示的に示される場合を除いて、物質、反応条件、分子量、炭素原子の数などの量を特定する、本説明における数量はすべて、「約」という語句によって修飾されると理解されるべきである。本明細書で示される上限および下限の量、範囲、および比率の限定は、独立して組み合わせてもよい。同様に、本発明のそれぞれの要素についての範囲および量は、他の要素のいずれかについての範囲または量と一緒に用いることができる。本明細書で 사용되는場合、「から本質的になる (c o n s i s t i n g e s s e n t i a l l y o f) 」という表現は、考慮中の本組成物の基本的小および新規な特徴に実質的に影響を与えない物質の包含を容認する。

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
C 1 0 N 50/10 (2006.01) C 1 0 N 50:10

(72)発明者 ナプトン, ダニエル ジェイ.
アメリカ合衆国 オハイオ 44092-2298, ウィクリフ, レークランド ブールバード 29400

(72)発明者 パートン, ウィリアム アール.エス.
イギリス国 ディーイー56 1キューエヌ ダービー ベルバー, ピー.オー. ボックス 88

(72)発明者 アセラド, デイビッド ジェイ.
アメリカ合衆国 オハイオ 44092-2298, ウィクリフ, レークランド ブールバード 29400

審査官 村守 宏文

(56)参考文献 特表2010-516865(JP,A)
米国特許出願公開第2010/0016188(US,A1)
特開昭63-022592(JP,A)
特開平06-247990(JP,A)
特開平07-138270(JP,A)
特開2000-063871(JP,A)
特開平03-247697(JP,A)
米国特許第04957649(US,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)
C 0 7 F
C 1 0 M
CAplus/REGISTRY(STN)