

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特許公報(B2)

(11) 特許番号

特許第4933089号
(P4933089)

(45) 発行日 平成24年5月16日(2012.5.16)

(24) 登録日 平成24年2月24日(2012.2.24)

(51) Int. Cl.		F I
C O 7 C 7/163	(2006.01)	C O 7 C 7/163
C O 7 C 2/08	(2006.01)	C O 7 C 2/08
C O 7 C 9/22	(2006.01)	C O 7 C 9/22
C 1 O M 105/04	(2006.01)	C 1 O M 105/04
C 1 O M 177/00	(2006.01)	C 1 O M 177/00

請求項の数 8 (全 45 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2005-346533 (P2005-346533)	(73) 特許権者	000183646 出光興産株式会社 東京都千代田区丸の内3丁目1番1号
(22) 出願日	平成17年11月30日(2005.11.30)	(74) 代理人	100078732 弁理士 大谷 保
(65) 公開番号	特開2006-342149 (P2006-342149A)	(72) 発明者	佐藤 治仁 千葉県市原市姉崎海岸1番地1
(43) 公開日	平成18年12月21日(2006.12.21)	(72) 発明者	上村 秀人 千葉県市原市姉崎海岸1番地1
審査請求日	平成20年5月28日(2008.5.28)	審査官	太田 千香子
(31) 優先権主張番号	特願2005-140220 (P2005-140220)		
(32) 優先日	平成17年5月12日(2005.5.12)		
(33) 優先権主張国	日本国(JP)		
前置審査			

最終頁に続く

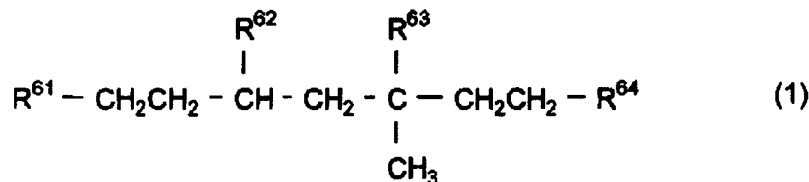
(54) 【発明の名称】 潤滑油組成物の製造方法

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項1】

- オレフィンを原料とする、一般式(1)

【化1】



(式中、R⁶¹ ~ R⁶⁴は、それぞれ独立に水素原子又は炭素数1 ~ 16の直鎖状若しくは分岐を有するアルキル基を示し、R⁶¹ ~ R⁶⁴の合計炭素数が4 ~ 64の整数である。)

で表される飽和脂肪族炭化水素化合物を含む潤滑油組成物の製造方法であって、

上記飽和脂肪族炭化水素化合物が、下記の三工程を有する反応工程により製造されることを特徴とする潤滑油組成物の製造方法。

(I) メタロセン錯体触媒の存在下、 - オレフィンを二量化してビニリデンオレフィンを製造する工程。

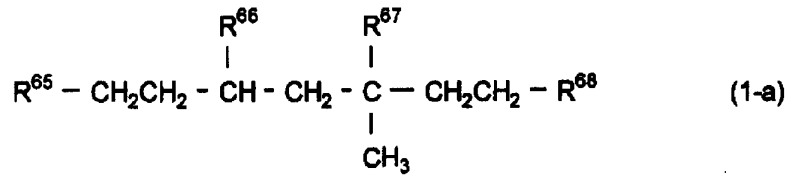
(II) 酸触媒の存在下、前記ビニリデンオレフィンを更に二量化する工程。

(III) 前記(II)工程で得られた二量化物を水添する工程。

【請求項2】

前記飽和脂肪族炭化水素化合物が、直鎖状 α -オレフィンを原料とし、一般式(1-a)

【化2】



(式中、 $\text{R}^{65} \sim \text{R}^{68}$ は、それぞれ独立に炭素数8～16の直鎖状アルキル基を示す。) 10
で表される飽和脂肪族炭化水素化合物である、請求項1に記載の潤滑油組成物の製造方法。

【請求項3】

原料の直鎖状 α -オレフィンが、1-デセン、1-ドデセン及び1-テトラデセンからなる群から選ばれた少なくとも一種のオレフィンである請求項2に記載の潤滑油組成物の製造方法。

【請求項4】

工程(I)で用いるメタロセン錯体触媒が、共役した炭素五員環を有する配位子をもつ遷移金属錯体と、カチオンと複数の基が元素に結合したアニオンとからなる化合物及び/又は有機アルミニウム化合物を含むものである請求項1～3のいずれかに記載の潤滑油組成物の製造方法。 20

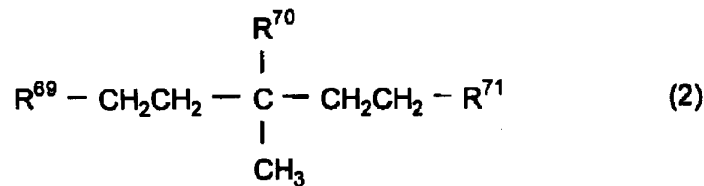
【請求項5】

工程(II)で用いる酸触媒が固体酸である請求項1～4のいずれかに記載の潤滑油組成物の製造方法。

【請求項6】

α -オレフィンを原料とする、一般式(2)

【化3】



(式中、 R^{69} は炭素数4～6の直鎖状若しくは分岐を有するアルキル基、 R^{70} 及び R^{71} はそれぞれ独立に水素原子又は炭素数1～16の直鎖状若しくは分岐を有するアルキル基を示す。) 30

で表される飽和脂肪族炭化水素化合物を含む潤滑油組成物の製造方法であって、

上記飽和脂肪族炭化水素化合物が、下記の三工程を有する反応工程により製造されることを特徴とする潤滑油組成物の製造方法。

(IV)メタロセン錯体触媒の存在下、 α -オレフィンを二量化してビニリデンオレフィンを製造する工程。 40

(V)酸触媒の存在下、前記ビニリデンオレフィンに、炭素数6～9の α -オレフィンを付加させる工程。

(VI)前記(V)工程で得られた付加物を水添する工程。

【請求項7】

工程(IV)で用いるメタロセン錯体触媒が、共役した炭素五員環を有する配位子をもつ遷移金属錯体と、カチオンと複数の基が元素に結合したアニオンとからなる化合物及び/又は有機アルミニウム化合物を含むものである請求項6に記載の潤滑油組成物の製造方法。

【請求項8】

工程(V)で用いる酸触媒が固体酸である請求項6又は7に記載の潤滑油組成物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、飽和脂肪族炭化水素化合物の製造方法および潤滑油組成物に関し、詳しくは、熱及び酸化安定性、低蒸発性ならびに低温流動性に優れる潤滑油の基油(ベースオイル)に用いられる飽和脂肪族炭化水素化合物の製造方法および該炭化水素化合物を含有する潤滑油組成物に関するものである。

【背景技術】

【0002】

近年、地球環境保護の観点から、潤滑油には省燃費特性、省エネルギー特性、さらには省資源という点から、ロングドレン性が求められている。このような背景から、将来的に潤滑油には、低粘度、耐熱性、耐蒸発性が課題となる。そこで、熱及び酸化安定性、耐蒸発性および低温流動性に優れる潤滑油が要求されている。

一般に潤滑油は、基油の粘度が高すぎると低温始動性の悪化や、動力効率の低下を引き起こす場合がある。逆に、低すぎるとオイル消費の増大や、潤滑性不足による軸受け損傷を起こす場合がある。また、この基油の低温流動性の指標である流動点については特に制限はないが、 -20 以下であるのが好ましい。

熱安定性ないし酸化安定性向上の面から合成潤滑油が好ましく、例えば、ポリオレフィン、オレフィンコポリマー、ポリブテン、アルキルベンゼン、ポリオールエステル、二塩基酸エステル、ポリオキシアルキレングリコール、ポリオキシアルキレングリコールエステル、ポリオキシアルキレングリコールエーテル、シリコンオイルなどの基油が知られている。

【0003】

合成潤滑油は使用目的により一長一短があるが、粘度が低く、熱安定性ないし酸化安定性の見地からポリオレフィンを使用する場合が多い。しかし、従来のポリオレフィンは、同一分子量の飽和脂肪族炭化水素化合物においても数多くの異性体が含まれ、特定の成分(異性体)を蒸留などの精製法で取出すことができない。そのため、所定粘度の合成油においても、揮発しやすい成分と揮発しにくい成分の混合物となり、このような飽和脂肪族炭化水素化合物を潤滑油として用いると、揮発しやすい成分が先に揮発して機械の稼動中に粘度が増大する。そのため、従来のポリオレフィンにおいては、メンテナンス時期を待たずにオイル交換を頻繁に繰返すことになる。潤滑油の理想形態は、機械のメンテナンス時期とオイル交換時期が合わせられるオイル、もしくはオイル交換不要のオイルを提供することである。

【0004】

また、例えば圧縮装置などに用いられる圧縮機油については、省資源および無公害の点から、空気圧縮機も従来の往復式に代わって、効率がよく振動や騒音の小さい回転式が広く使用されている。回転式空気圧縮機の潤滑条件は、潤滑油が高温高圧の空気と接触することなど、往復式の場合よりも過酷である。また、最近の回転式空気圧縮機は更に小型化が進み、 SO_x 、 NO_x など酸化性ガスの雰囲気下や、切削油ミスト雰囲気下など周囲環境の悪いところで運転される機会が増えている。このような場合、オイルにスラッジが発生し、極く短期間で装置内への付着やフィルターの閉塞を引き起こし、装置が運転不能となることがある。したがって、このような環境下において耐スラッジ性の高いオイルが求められている。

【0005】

耐スラッジ性を高める方法として、一般に、鉱油に(1)アルキルベンゼン、アルキルナフタレンやエステル油など生成スラッジの溶解性が高い基油を混合する方法と、(2)清浄分散剤を添加する方法があるが、基油それ自体の酸化安定性がスラッジの発生を抑える最も有利な方法として、圧縮機油の基油は鉱油に代わり合成系の飽和脂肪族炭化水素化

10

20

30

40

50

合物が使用されるようになってきた。これには、現在、 BF_3 触媒を用いた オレフィンのオリゴマーの水添物が汎用されているが、この製法では、オリゴマーの分子量分布の制御ができず、かつ、重合度が同一の化合物においてもそれぞれ無数の異性体が生成する。従って、 BF_3 触媒で オレフィンをオリゴマー化して得られた生成物は精製が困難で沸点範囲が広がるため蒸発減量（ロス）が多い。従って、このようなポリ オレフィンに代え得る新たな合成油の開発が望まれている。

【 0 0 0 6 】

他の例として、真空ポンプ油について述べると、真空技術は、半導体製造、太陽電池、航空機、自動車、オプトエレクトロニクス分野で広く利用されている。これらの技術を実施するため、従来、往復式真空ポンプ、回転式真空ポンプ等の機械式真空ポンプや油回転真空ポンプ、油拡散真空ポンプ等の高真空ポンプが広く知られている。そして、これら真空ポンプの可動部分の潤滑や高真空化、長寿命化等を目的として合成油系の真空ポンプ油が使用されている。

近年、真空ポンプの応用分野が拡大されるに伴い、熱安定性や高度の真空度が要求され、それに対応するため真空ポンプ油の改良が加えられてきた。さらに真空技術の応用分野では、真空ポンプを起動した後、定常運転に至る時間の短縮が生産性向上のため求められている。しかし、従来から知られている飽和脂肪族炭化水素系の真空ポンプ油では、特に、冬場や寒冷地で用いられた場合に、低温起動性に劣るため、即ち定常運転に至るまでに長時間を要していた。このため、目的生産物の生産性が低下したり、生産物の品質が安定して得られないという問題点がある。そこで、低温流動性があり、熱安定性の良く、しかも高い真空度が確保できる、従来から使用されてきたポリ オレフィンに置き換え得る新たな合成油の開発が望まれている。

【 0 0 0 7 】

また、電気機器、特にCD、DVD、HDD、ポリゴンスキャナーなどに使用されるスピンドルモータは、年々、高速化しており、現在では10000rpm以上の高速回転が要求されるようになってきている。

従来、これらスピンドルモータには玉軸受に代表される転がり軸受が使用されてきたが、性能及びコスト面から非接触型の動圧流体軸受や低コストの焼結含油軸受が用いられるようになってきている、これら動圧流体軸受及び焼結含油軸受の高速回転時の性能（主に回転トルク）は、用いられる潤滑油の粘度によって定まることが多く、低粘度であるほど高速回転時の回転トルクは低くなる傾向にある。

これらの潤滑油は、軸受機構にいったん封入されてしまうと、補給がない状態で生涯潤滑性を維持しなければならないため、潤滑油の蒸発損失や分解損失は極力避けなければならない。

通常の鉱油に代表される炭化水素基油では、低粘度化（低分子量）すると蒸発損失も増え、低粘度化と低蒸発化とを両立するのは困難である。また、この両立を目指し、基油に極性化合物であるエステルを用いた技術が知られている。

【 0 0 0 8 】

しかしながら、エステルのような極性物質を使用すると、各種樹脂材、例えばCDやDVDディスクなどの被覆材やモータフレームなどの構成材を変形、変色させるという不具合が発生する。特に光信号で記録を行う、CDやDVDにとっては、被覆樹脂が光学的に曇ったり、変形することは極力さげねばならない。

このようなことから、特性として優れているエステル系油剤も実質使用できない環境がある。これに対し、CD、DVD及び樹脂材を多く使用するモータ機器には、従来から鉱油よりも蒸発性が低く、耐熱性に優れるポリ - オレフィンを基油とした潤滑剤が使用されてきた。

このポリ - オレフィンとしては、現在 BF_3 触媒を用いるカチオン重合によって、オレフィンをオリゴマー化し、さらに水素添加したものが多用されている。しかしながら、この製法では、オリゴマーの分子量分布の制御ができず、かつ、重合度が同一の化合物においてもそれぞれ多数の異性体が生成する。したがって、 BF_3 触媒で オレフ

10

20

30

40

50

インをオリゴマー化して得られた生成物は精製が困難で沸点範囲が広がるため蒸発減量（ロス）が多いなどの欠点を有している。

【0009】

ポリ オレフィンの製造方法としては、チーグラ（有機アルミニウム化合物）触媒を用いて直鎖状 オレフィンを二量化し、更に二量化物をフリーデルクラフト触媒にて二量化する方法は知られている（例えば、特許文献1参照）。

この特許文献1におけるチーグラ触媒では、長鎖の オレフィンをオリゴマー化しても二量化物収率が低い。このため、二量化触媒としてチーグラ触媒の一種である有機アルミニウム化合物を採用することが考えられる。ところが、有機アルミニウム化合物では二量化は進行するものの、二量化物のビニリデンオレフィン含有量が低いため、これを更に、二量化・水添しても、 オレフィンの四量体の含有率が低くなるという問題がある。

10

【0010】

デセンのオリゴマー化としては、これまで酸触媒（ BF_3 等）が用いられ、粘度が高い割には、引火点の低いデセントリマー水素化物が製造されている（例えば、特許文献2参照）。また、最近、デセンのオリゴマー化による脱蠟系の潤滑油が登場してきたが、動粘度を合わすことは出来ても、同じ動粘度では、引火点を高くした低温流動性のある潤滑油は得られていない（例えば、特許文献3参照）。

また、デセンオリゴマーの製造方法として、メタロセン触媒を用いて数平均分子量500～200000のデセンオリゴマーを製造し、必要に応じて引き続き水素添加して、潤滑油用基油として用いることが知られている（例えば、特許文献4参照）。

20

この方法では、例えばC10（デセン）をオリゴマー化すると、C20，C30，C40の順に生産割合が低下し、C40を高収率で得ることができない。

【0011】

【特許文献1】英国特許第961903号明細書

【特許文献2】特表平10-504326号公報

【特許文献3】特表2002-502436号公報

【特許文献4】特表2002-518582号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

30

【0012】

以上、背景技術で述べたように、従来から使用されてきた飽和脂肪族炭化水素化合物（ポリ オレフィン）に代えて、低温流動性を有し、低蒸発性で、熱安定性が良く、しかも酸化安定性の良好な、新たな合成潤滑油の開発が望まれている。

本発明の目的は、酸化安定性、熱安定性、低蒸発性及び低温流動性に優れた飽和脂肪族炭化水素化合物を含む潤滑油組成物および、このような性能を有する飽和脂肪族炭化水素化合物を選択的に高濃度で製造する方法を提供することである。

【課題を解決するための手段】

【0013】

本発明者らは、上記課題を解決するために鋭意研究を重ねた結果、メタロセン錯体触媒を用いて オレフィンを二量化して得られたビニリデンオレフィンを、酸触媒により更に二量化し、続いて二量化物を水添することにより、あるいは前記のビニリデンオレフィンに、特定の炭素数の オレフィンを付加させ、続いて付加物を水添することにより、所定構造の飽和脂肪族炭化水素化合物を選択的に高濃度で製造することができ、このような所定構造の飽和脂肪族炭化水素化合物を高濃度で有するものを潤滑油基油に用いることで、熱及び酸化安定性、さらには低温流動性、耐蒸発性に優れた潤滑油が得られることを見出し、本発明に到達した。

40

【0014】

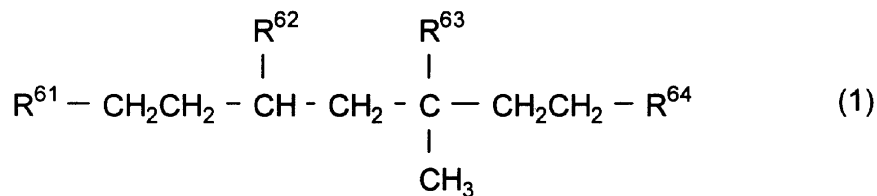
すなわち、本発明は、以下の潤滑油組成物の製造方法を提供するものである。

(1) - オレフィンを原料とする、一般式(1)

50

【 0 0 1 5 】

【 化 1 】



(式中、 $R^{61} \sim R^{64}$ は、それぞれ独立に水素原子又は炭素数 1 ~ 16 の直鎖状若しくは分岐を有するアルキル基を示し、 $R^{61} \sim R^{64}$ の合計炭素数が 4 ~ 64 の整数である。)

10

【 0 0 1 6 】

で表される飽和脂肪族炭化水素化合物を含む潤滑油組成物の製造方法であって、

上記飽和脂肪族炭化水素化合物が、下記の三工程を有する反応工程により製造されることを特徴とする潤滑油組成物の製造方法。

(I) メタロセン錯体触媒の存在下、オレフィンを二量化してビニリデンオレフィンを製造する工程。

(II) 酸触媒の存在下、前記ビニリデンオレフィンを更に二量化する工程。

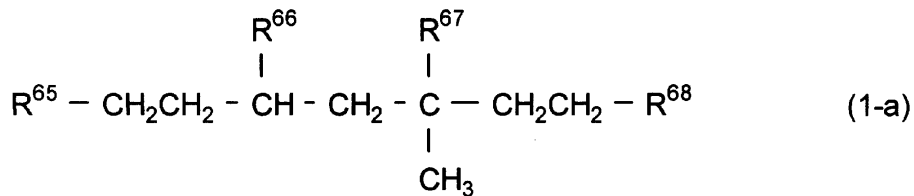
(III) 前記 (II) 工程で得られた二量化物を水添する工程。

(2) 前記飽和脂肪族炭化水素化合物が、直鎖状 オレフィンを原料とし、一般式 (1-a)

20

【 0 0 1 7 】

【 化 2 】



(式中、 $R^{65} \sim R^{68}$ は、それぞれ独立に炭素数 8 ~ 16 の直鎖状アルキル基を示す。)

【 0 0 1 8 】

30

で表される飽和脂肪族炭化水素化合物である上記 (1) の潤滑油組成物の製造方法、

(3) 原料の直鎖状 オレフィンが、1-デセン、1-ドデセン及び1-テトラデセンからなる群から選ばれた少なくとも一種のオレフィンである上記 (2) に記載の潤滑油組成物の製造方法。

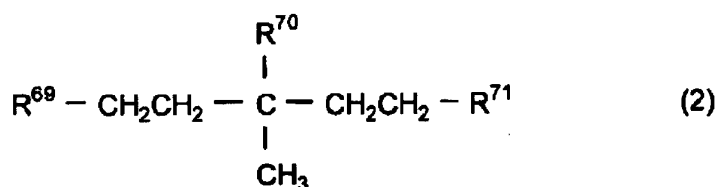
(4) 工程 (I) で用いるメタロセン錯体触媒が、共役した炭素五員環を有する配位子をもつ遷移金属錯体と、カチオンと複数の基が元素に結合したアニオンとからなる化合物及び/又は有機アルミニウム化合物を含むものである上記 (1) ~ (3) のいずれかの潤滑油組成物の製造方法。

(5) 工程 (II) で用いる酸触媒が固体酸である上記 (1) ~ (4) のいずれかの潤滑油組成物の製造方法。

40

【 0 0 1 9 】

【 化 3 】



(式中、 R^{69} は炭素数 4 ~ 6 の直鎖状若しくは分岐を有するアルキル基、 R^{70} 及び R^{71} は、それぞれ独立に水素原子又は炭素数 1 ~ 16 の直鎖状若しくは分岐を有するアルキル基

50

を示す。)

【0020】

で表される飽和脂肪族炭化水素化合物を含む潤滑油組成物の製造方法であって、

上記飽和脂肪族炭化水素化合物が、下記の三工程を有する反応工程により製造されることを特徴とする潤滑油組成物の製造方法。

(IV) メタロセン錯体触媒の存在下、オレフィンを二量化してビニリデンオレフィンを製造する工程。

(V) 酸触媒の存在下、前記ビニリデンオレフィンに、炭素数6~9のオレフィンを付加させる工程。

(VI) 前記(V)工程で得られた付加物を水添する工程。

(7) 工程(IV)で用いるメタロセン錯体触媒が、共役した炭素五員環を有する配位子をもつ遷移金属錯体と、カチオンと複数の基が元素に結合したアニオンとからなる化合物及び/又は有機アルミニウム化合物を含むものである上記(6)の潤滑油組成物の製造方法。

(8) 工程(V)で用いる酸触媒が固体酸である上記(6)又は(7)の潤滑油組成物の製造方法。

【発明の効果】

【0027】

本発明によれば、40における動粘度が低く、低温流動性があり、高引火点を有し、しかも、低蒸発性および耐熱性に優れ、潤滑油用基油として有用な所定の構造を有する飽和脂肪族炭化水素化合物を、選択的に高濃度で製造することができる。

本発明の潤滑油組成物は、上記の飽和脂肪族炭化水素化合物を上記の性能を有する潤滑油用基油として含むものであり、内燃機関、トルク伝達装置、流体継手、すべり軸受、ころがり軸受、含油軸受、流体軸受、圧縮装置、チェーン、歯車、油圧、真空ポンプ、時計部品、ハードディスク、冷凍機、切削、圧延、絞り抽伸、転造、鍛造、熱処理、熱媒体、ショックアブソーバ、ブレーキ、密封装置、航空機や人工衛星等の航空宇宙機など、特に油圧、タービン、工作機械、歯車、金属加工に好適に用いることができる。

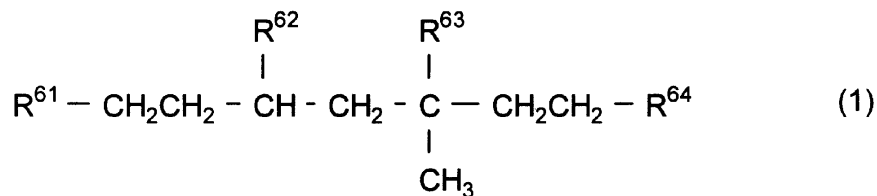
【発明を実施するための最良の形態】

【0028】

先ず、一般式(1)

【0029】

【化7】



(式中、R⁶¹~R⁶⁴は、それぞれ独立に水素原子又は炭素数1~16の直鎖状若しくは分岐を有するアルキル基を示し、R⁶¹~R⁶⁴の合計炭素数が4~64の整数である。)

【0030】

で表される飽和脂肪族炭化水素化合物が高濃度で有する飽和脂肪族炭化水素化合物の製造方法について説明する。

本発明者らは、酸化安定性が期待される飽和脂肪族炭化水素化合物の中から、特定の成分を選択的に製造できる方法として、先ず、オレフィンをメタロセン触媒にて二量化し、得られたビニリデンオレフィンを更に二量化してから水添することにより、前記の一般式(1)で表される飽和脂肪族炭化水素化合物(化合物1)を高濃度で、すなわち、同一分子量中の飽和脂肪族炭化水素化合物における特定構造の化合物を高濃度で製造することができることを見出した。

すなわち、この化合物1の含有率を増大させるために、中間生成物であるオレフィ

10

20

30

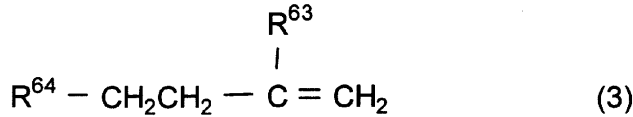
40

50

ンの二量化物として、下記の一般式(3)で表されるビニリデンオレフィン(化合物3)を製造し、これを二量化した後、水添する方法である。

【0031】

【化8】



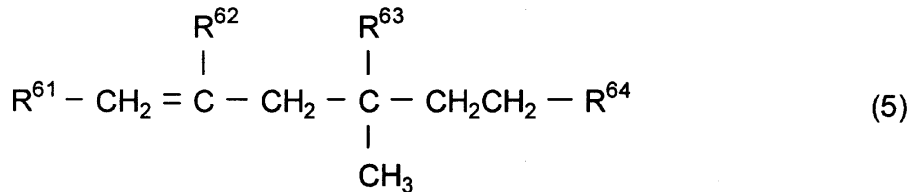
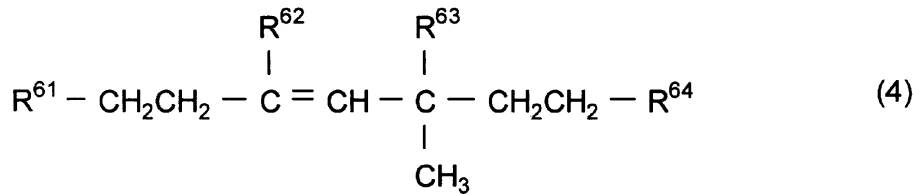
(式中、 $\text{R}^{63} \sim \text{R}^{64}$ は、それぞれ前記と同じである。)

【0032】

このビニリデンオレフィンを二量化物中で高濃度に生成させるために、特許文献1ではチーグラ触媒が用いられているが、本発明においてはメタロセン錯体触媒を用いる。これにより二量化物中のビニリデンオレフィンの生成比率が増加し、それを更に二量化することにより、下記の一般式(4)又は一般式(5)の割合を大幅に高くした四量体を製造することができる。更に、実際の使用にあたり、酸化安定性ならびに熱安定性を確保するために、下記の一般式(4)又は一般式(5)の化合物を水添することにより前記の一般式(1)で表される飽和脂肪族炭化水素化合物が得られる。

【0033】

【化9】



(式中、 $\text{R}^{61} \sim \text{R}^{64}$ は、それぞれ前記と同じである。)

【0034】

このため、本発明の飽和脂肪族炭化水素化合物の製造方法の反応工程は、次の三工程となる。

(I) ビニリデンオレフィン製造工程：

メタロセン錯体触媒を用いる オレフィンの二量化

(II) ビニリデンオレフィンの二量化工程：

酸触媒を用いるビニリデンオレフィンの二量化

(III) ビニリデンオレフィン二量化物の水添工程

水添触媒を用いるビニリデンオレフィン二量化物の気相水素化

本発明においては、このようにして得られた一般式(1)で表される飽和脂肪族炭化水素化合物の中で、原料 オレフィンとして直鎖状 オレフィンを用い、一般式(1)における $\text{R}^{61} \sim \text{R}^{64}$ が、それぞれ炭素数8~16の直鎖状アルキル基である、下記一般式(1-a)で表される飽和脂肪族炭化水素化合物(化合物1-a)が、性能の点から好適である。

【0035】

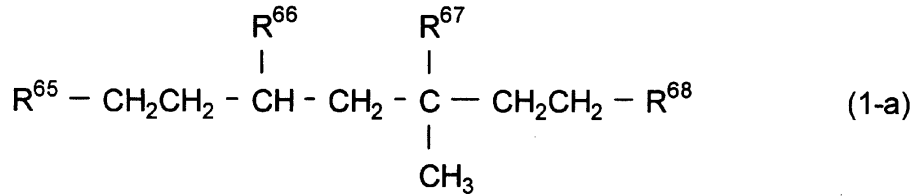
10

20

30

40

【化10】



(式中、 $\text{R}^{65} \sim \text{R}^{68}$ は、それぞれ独立に炭素数8～16の直鎖状アルキル基を示す。)

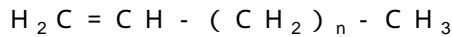
【0036】

(I) ビニリデンオレフィン製造工程：

この工程では、メタロセン錯体触媒の存在下、所定の条件で反応を行うことでオレフィンを二量化し、前記の一般式(3)で表されるビニリデンオレフィンを選択的に、しかも、高収率で得ることができる。

一般式(1)、(3)～(5)において、 $\text{R}^{61} \sim \text{R}^{64}$ は、それぞれ独立に水素原子又は炭素数1～16の直鎖状若しくは分岐を有するアルキル基であるが、本発明においては、前述のように、炭素数8～16の直鎖状アルキル基であることが好ましい。すなわち、化合物1の中で、化合物1-aが好ましい。この炭素数8～16の直鎖状アルキル基としては、*n*-オクチル基、*n*-ノニル基、*n*-デシル基、*n*-ウンデシル基、*n*-ドデシル基、*n*-トリデシル基、*n*-テトラデシル基、*n*-ペンタデシル基および*n*-ヘキサデシル基が挙げられる。

したがって、原料オレフィンとしては、一般式



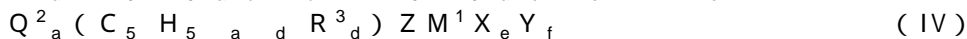
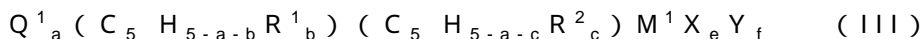
(式中、*n*は7～15の整数を示す。)

で表される直鎖状オレフィンが好ましく、例えば1-デセン、1-ドデセン、1-トリデセン、1-テトラデセン、1-ペンタデセン、1-ヘキサデセン、1-ヘプタデセンおよび1-オクタデセンなどが挙げられる。これらの中で*n*が、7、9及び11のオレフィンである、1-デセン、1-ドデセンおよび1-テトラデセンが好適に用いられる。これらのオレフィンは1種用いてもよく、2種以上組み合わせて用いても良い。

【0037】

メタロセン錯体触媒としては、通常、(i)共役した炭素五員環を有する配位子をもち、周期律表第4～6族の遷移金属を含むメタロセン錯体と、(ii)(ii-1)カチオンと複数の基が元素に結合したアニオンとからなる化合物及び(ii-2)有機アルミニウム化合物から選ばれる少なくとも一種を含む触媒が用いられる。

触媒を構成する(i)成分の共役した炭素五員環を有する配位子をもち、周期律表第4～6族のメタロセン錯体としては、活性の面より下記の一般式(III)又は一般式(IV)で表される遷移金属化合物を好ましいものとして挙げるることができる。



【0038】

式中、 Q^1 は、二つの共役五員環配位子($\text{C}_5 \text{H}_{5-a-b} \text{R}^1_b$)及び($\text{C}_5 \text{H}_{5-a-c} \text{R}^2_c$)を架橋する結合性基を示し、 Q^2 は、共役五員環配位子($\text{C}_5 \text{H}_{5-a-d} \text{R}^3_d$)とZ基を架橋する結合性基を示す。(e+f)は(M^1 の価数-2)である。 M^1 は周期律表第4～6族の遷移金属を示す。X、Y及びZは、それぞれ共有結合性又はイオン結合性の配位子を表している。

【0039】

この Q^1 及び Q^2 の具体例としては、(1)メチレン基、エチレン基、イソプロピレン基、メチルフェニルメチレン基、ジフェニルメチレン基、シクロヘキシレン基等の炭素数1～4のアルキレン基、シクロアルキレン基又はその側鎖低級アルキル若しくはフェニル置換体、(2)シリレン基、ジメチルシリレン基、メチルフェニルシリレン基、ジフェニルシリレン基、ジシリレン基、テトラメチルジシリレン基等のシリレン基、オリゴシリレ

10

20

30

40

50

ン基又はその側鎖低級アルキル若しくはフェニル置換体、 $(3)(CH_3)_2Ge$ 基、 $(C_6H_5)_2Ge$ 基、 $(CH_3)P$ 基、 $(C_6H_5)P$ 基、 $(C_4H_9)N$ 基、 $(C_6H_5)N$ 基、 $(CH_3)B$ 基、 $(C_4H_9)B$ 基、 $(C_6H_5)B$ 基、 $(C_6H_5)Al$ 基、 $(CH_3O)Al$ 基等のゲルマニウム、リン、窒素、硼素又はアルミニウムを含む炭化水素基〔低級アルキル基、フェニル基、ヒドロカルビルオキシ基（好ましくは低級アルコキシ基）等〕等が挙げられる。これらの中で、活性の面よりアルキレン基及びシリレン基が好ましい。

【0040】

また、 $(C_5H_{5-a-b}R^1_b)$ 、 $(C_5H_{5-a-c}R^2_c)$ 及び $(C_5H_{5-a-d}R^3_d)$ は共役五員環配位子であり、 R^1 、 R^2 及び R^3 は、それぞれ炭化水素基、ハロゲン原子、アルコキシ基、珪素含有炭化水素基、リン含有炭化水素基、窒素含有炭化水素基又は硼素含有炭化水素基を示し、 a は0、1又は2である。 b 、 c 及び d は、 $a=0$ のときはそれぞれ0～5の整数、 $a=1$ のときはそれぞれ0～4の整数、 $a=2$ のときはそれぞれ0～3の整数を示す。ここで、炭化水素基としては、炭素数1～20のものが好ましく、特に炭素数1～12のものが好ましい。この炭化水素基は一価の基として、共役五員環基であるシクロペンタジエニル基と結合していてもよく、又これが複数個存在する場合には、その2個が互いに結合してシクロペンタジエニル基の一部と共に環構造を形成していてもよい。

10

【0041】

すなわち、該共役五員環配位子の代表例は、置換又は非置換のシクロペンタジエニル基、インデニル基及びフルオレニル基である。ハロゲン原子としては、塩素、臭素、ヨウ素及びフッ素原子が挙げられ、アルコキシ基としては、炭素数1～12のものが好ましく挙げられる。珪素含有炭化水素基としては、例えば $-Si(R^4)(R^5)(R^6)(R^4$ 、 R^5 及び R^6 は炭素数1～24の炭化水素基)等が挙げられ、リン含有炭化水素基、窒素含有炭化水素基及び硼素含有炭化水素基としては、それぞれ $-P(R^7)(R^8)$ 、 $-N(R^7)(R^8)$ 及び $-B(R^7)(R^8)$ (R^7 及び R^8 は炭素数1～18の炭化水素基)等が挙げられる。

20

R^1 、 R^2 及び R^3 がそれぞれ複数ある場合には、複数の R^1 、複数の R^2 及び複数の R^3 は、それぞれにおいて同一であっても異なってもよい。また、一般式(III)において、共役五員環配位子 $(C_5H_{5-a-b}R^1_b)$ 及び $(C_5H_{5-a-c}R^2_c)$ は同一であっても異なってもよい。

30

【0042】

炭素数1～24の炭化水素基又は炭素数1～18の炭化水素基としては、アルキル基、アルケニル基、アリール基、脂環式脂肪族炭化水素基等が挙げられる。アルキル基としては、メチル基、エチル基、 n -プロピル基、イソプロピル基、 n -ブチル基、イソブチル基、 $tert$ -ブチル基、 n -ヘキシル基、 n -デシル基等が挙げられ、炭素数1～20のものが好ましい。アルケニル基としては、ビニル基、1-プロペニル基、1-ブテニル基、1-ヘキセニル基、1-オクテニル基、シクロヘキセニル基等が挙げられ、本発明においては炭素数2～10のものが好ましい。アリール基としては、フェニル基、トリル基、キシリル基、ナフチル基等が挙げられ、本発明においては炭素数6～14のものが好ましい。脂環式脂肪族炭化水素基としては、シクロプロピル基、シクロペンチル基、シクロヘキシル基等が挙げられる。

40

【0043】

一方、 M^1 は周期律表第4～6族の遷移金属元素を示し、具体例としてはチタン、ジルコニウム、ハフニウム、バナジウム、ニオブ、モリブデン、タングステン等を挙げることができるが、これらの中で活性の面よりチタン、ジルコニウム及びハフニウムが好ましい。 Z は共有結合性の配位子であり、具体的にはハロゲン原子、酸素($-O-$)、硫黄($-S-$)、炭素数1～20、好ましくは1～10のアルコキシ基、炭素数1～20、好ましくは1～12のチオアルコキシ基、炭素数1～40、好ましくは1～18の窒素含有炭化水素基(例えば、 t -ブチルアミノ基、 t -ブチルイミノ基等)、炭素数1～40、好

50

ましくは1～18のリン含有炭化水素基を示す。X及びYは、それぞれ共有結合性の配位子又は結合性の配位子であり、具体的には水素原子、ハロゲン原子、炭素数1～20、好ましくは1～10の炭化水素基、炭素数1～20、好ましくは1～10のアルコキシ基、アミノ基、炭素数1～20、好ましくは1～12のリン含有炭化水素基（例えば、ジフェニルホスフィン基等）又は炭素数1～20、好ましくは1～12の珪素含有炭化水素基（例えば、トリメチルシリル基等）、炭素数1～20、好ましくは炭素数1～12の炭化水素基あるいはハロゲン含有硼素化合物（例えば $B(C_6H_5)_4$ 、 BF_4 ）を示す。これらの中でハロゲン原子及び炭化水素基が好ましい。このX及びYは互いに同一であっても異なってもよい。上記一般式(6)又は(7)で表される遷移金属化合物の中で、インデニル、シクロペンタジエニル又はフルオレニル構造を有する配位子を持つ錯体が特に好ましい。

10

【0044】

上記一般式(III)又は(IV)で表される遷移金属化合物の具体例として、以下の化合物を挙げることができる。

(a) ビス(シクロペンタジエニル)チタニウムジクロリド、ビス(メチルシクロペンタジエニル)チタニウムジクロリド、ビス(ジメチルシクロペンタジエニル)チタニウムジクロリド、ビス(トリメチルシクロペンタジエニル)チタニウムジクロリド、ビス(テトラメチルシクロペンタジエニル)チタニウムジクロリド、ビス(ペンタメチルシクロペンタジエニル)チタニウムジクロリド、ビス(n-ブチルシクロペンタジエニル)チタニウムジクロリド、ビス(インデニル)チタニウムジクロリド、ビス(フルオレニル)チタニウムジクロリド、ビス(シクロペンタジエニル)チタニウムクロロヒドリド、ビス(シクロペンタジエニル)メチルチタニウムクロリド、ビス(シクロペンタジエニル)エチルチタニウムクロリド、ビス(シクロペンタジエニル)フェニルチタニウムクロリド、ビス(シクロペンタジエニル)ジメチルチタニウム、ビス(シクロペンタジエニル)ジフェニルチタニウム、ビス(シクロペンタジエニル)ジネオペンチルチタニウム、ビス(シクロペンタジエニル)ジヒドロチタニウム、(シクロペンタジエニル)(インデニル)チタニウムジクロリド、(シクロペンタジエニル)(フルオレニル)チタニウムジクロリド、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(ジ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(トリ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(テトラ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(ペンタ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(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(インデニル)ジルコニウムジクロリド、ビス(フルオレニル)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)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、(シクロペンタジエニル)(インデニル)ジルコニウムジクロリド、(シクロペンタジエニル)(フルオレニル)ジルコニウムジクロリド等の架橋する結合基を有さず共役五員環配位子を2個有する遷移金属化合物、

20

30

40

【0045】

(b) メチレンビス(インデニル)チタニウムジクロリド、エチレンビス(インデニル)チタニウムジクロリド、メチレンビス(インデニル)チタニウムクロロヒドリド、エチレンビス(インデニル)メチルチタニウムクロリド、エチレンビス(インデニル)メトキシクロロチタニウム、エチレンビス(インデニル)チタニウムジエトキシド、エチレンビス(インデニル)ジメチルチタニウム、エチレンビス(4,5,6,7-テトラヒドロインデニル)チタニウムジクロリド、エチレンビス(2-メチルインデニル)チタニウムジクロリド、エチレンビス(2,4-ジメチルインデニル)チタニウムジクロリド、エチレン

50

ビス(2-メチル-4-トリメチルシリルインデニル)チタニウムジクロリド, エチレン
 ビス(2,4-ジメチル-5,6,7-トリヒドロインデニル)チタニウムジクロリド,
 エチレン(2,4-ジメチルシクロペンタジエニル)(3',5'-ジメチルシクロペン
 タジエニル)チタニウムジクロリド, エチレン(2-メチル-4-t-ブチルシクロペン
 タジエニル)(3'-t-ブチル-5'-メチルシクロペンタジエニル)チタニウムジク
 ロリド, エチレン(2,3,5-トリメチルシクロペンタジエニル)(2',4',5'-
 トリメチルシクロペンタジエニル)チタニウムジクロリド, イソプロピリデンビス(2-
 メチルインデニル)チタニウムジクロリド, イソプロピリデンビス(インデニル)チタニ
 ウムジクロリド, イソプロピリデンビス(2,4-ジメチルインデニル)チタニウムジク
 ロリド, イソプロピリデン(2,4-ジメチルシクロペンタジエニル)(3'5'-ジメ
 チルシクロペンタジエニル)チタニウムジクロリド, イソプロピリデン(2-メチル-4
 -t-ブチルシクロペンタジエニル)(3'-t-ブチル-5'-メチルシクロペンタジ
 エニル)チタニウムジクロリド, メチレン(シクロペンタジエニル)(3,4-ジメチル
 シクロペンタジエニル)チタニウムジクロリド, メチレン(シクロペンタジエニル)(3
 ,4-ジメチルシクロペンタジエニル)チタニウムクロロヒドリド, メチレン(シクロペ
 ンタジエニル)(3,4-ジメチルシクロペンタジエニル)ジメチルチタニウム, メチレ
 ン(シクロペンタジエニル)(3,4-ジメチルシクロペンタジエニル)ジフェニルチタ
 ニウム, メチレン(シクロペンタジエニル)(トリメチルシクロペンタジエニル)チタニ
 ウムジクロリド, メチレン(シクロペンタジエニル)(テトラメチルシクロペンタジエ
 ニル)チタニウムジクロリド, イソプロピリデン(シクロペンタジエニル)(3,4-ジメ
 チルシクロペンタジエニル)チタニウムジクロリド, イソプロピリデン(シクロペンタジ
 エニル)(2,3,4,5-テトラメチルシクロペンタジエニル)チタニウムジクロリド,
 イソプロピリデン(シクロペンタジエニル)(3-メチルインデニル)チタニウムジク
 ロリド, イソプロピリデン(シクロペンタジエニル)(フルオレニル)チタニウムジク
 ロリド, イソプロピリデン(2-メチルシクロペンタジエニル)(フルオレニル)チタニウ
 ムジクロリド, イソプロピリデン(2,5-ジメチルシクロペンタジエニル)(3,4-
 ジメチルシクロペンタジエニル)チタニウムジクロリド, イソプロピリデン(2,5-ジ
 メチルシクロペンタジエニル)(フルオレニル)チタニウムジクロリド, エチレン(シク
 ロペンタジエニル)(3,5-ジメチルシクロペンタジエニル)チタニウムジクロリド,
 エチレン(シクロペンタジエニル)(フルオレニル)チタニウムジクロリド, エチレン(2
 ,5-ジメチルシクロペンタジエニル)(フルオレニル)チタニウムジクロリド, エチ
 レン(2,5-ジエチルシクロペンタジエニル)(フルオレニル)チタニウムジクロリド,
 ジフェニルメチレン(シクロペンタジエニル)(3,4-ジエチルシクロペンタジエニ
 ル)チタニウムジクロリド, ジフェニルメチレン(シクロペンタジエニル)(3,4-ジ
 エチルシクロペンタジエニル)チタニウムジクロリド, シクロヘキシリデン(シクロペ
 ンタジエニル)(フルオレニル)チタニウムジクロリド, シクロヘキシリデン(2,5-ジ
 メチルシクロペンタジエニル)(3',4'-ジメチルシクロペンタジエニル)チタニウ
 ムジクロリド, メチレンビス(インデニル)ジルコニウムジクロリド, エチレンビス(イン
 デニル)ジルコニウムジクロリド, メチレンビス(インデニル)ジルコニウムクロロヒ
 ドリド, エチレンビス(インデニル)メチルジルコニウムクロリド, エチレンビス(イン
 デニル)メトキシクロロジルコニウム, エチレンビス(インデニル)ジルコニウムジエ
 トキシド, エチレンビス(インデニル)ジメチルジルコニウム, エチレンビス(4,5,6
 ,7-テトラヒドロインデニル)ジルコニウムジクロリド, エチレンビス(2-メチルイ
 ンデニル)ジルコニウムジクロリド, エチレンビス(2,4-ジメチルインデニル)ジル
 コニウムジクロリド, エチレンビス(2-メチル-4-トリメチルシリルインデニル)ジ
 ルコニウムジクロリド, エチレンビス(2,4-ジメチル-5,6,7-トリヒドロイン
 デニル)ジルコニウムジクロリド, エチレン(2,4-ジメチルシクロペンタジエニル)
 (3',5'-ジメチルシクロペンタジエニル)ジルコニウムジクロリド, エチレン(2
 -メチル-4-t-ブチルシクロペンタジエニル)(3'-t-ブチル-5'-メチルシ
 クロペンタジエニル)ジルコニウムジクロリド, エチレン(2,3,5-トリメチルシク

10

20

30

40

50

ペンタジエニル) (2', 4', 5' - トリメチルシクロペンタジエニル) ジルコニウム
 ジクロリド, イソプロピリデンビス (2 - メチルインデニル) ジルコニウムジクロリド,
 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, イソプロピリデンビス (2,
 4 - ジメチルインデニル) ジルコニウムジクロリド, イソプロピリデン (2, 4 - ジ
 メチルシクロペンタジエニル) (3' 5' - ジメチルシクロペンタジエニル) ジルコニウ
 ムジクロリド, イソプロピリデン (2 - メチル - 4 - t - ブチルシクロペンタジエニル)
 (3' - t - ブチル - 5' - メチルシクロペンタジエニル) ジルコニウムジクロリド, メ
 チレン (シクロペンタジエニル) (3, 4 - ジメチルシクロペンタジエニル) ジルコニウ
 ムジクロリド, メチレン (シクロペンタジエニル) (3, 4 - ジメチルシクロペンタジエ
 ニル) ジルコニウムクロロヒドリド, メチレン (シクロペンタジエニル) (3, 4 - ジメ
 チルシクロペンタジエニル) ジメチルジルコニウム, メチレン (シクロペンタジエニル)
 (3, 4 - ジメチルシクロペンタジエニル) ジフェニルジルコニウム, メチレン (シクロ
 ペンタジエニル) (トリメチルシクロペンタジエニル) ジルコニウムジクロリド, メチレ
 ン (シクロペンタジエニル) (テトラメチルシクロペンタジエニル) ジルコニウムジクロ
 リド, イソプロピリデン (シクロペンタジエニル) (3, 4 - ジメチルシクロペンタジエ
 ニル) ジルコニウムジクロリド, イソプロピリデン (シクロペンタジエニル) (2, 3,
 4, 5 - テトラメチルシクロペンタジエニル) ジルコニウムジクロリド, イソプロピリデ
 ン (シクロペンタジエニル) (3 - メチルインデニル) ジルコニウムジクロリド, イソプ
 ロピリデン (シクロペンタジエニル) (フルオレニル) ジルコニウムジクロリド, イソプ
 ロピリデン (2 - メチルシクロペンタジエニル) (フルオレニル) ジルコニウムジクロリ
 ド, イソプロピリデン (2, 5 - ジメチルシクロペンタジエニル) (3, 4 - ジメチルシ
 クロペンタジエニル) ジルコニウムジクロリド, イソプロピリデン (2, 5 - ジメチルシ
 クロペンタジエニル) (フルオレニル) ジルコニウムジクロリド, エチレン (シクロペン
 タジエニル) (3, 5 - ジメチルシクロペンタジエニル) ジルコニウムジクロリド, エチ
 レン (シクロペンタジエニル) (フルオレニル) ジルコニウムジクロリド, エチレン (2
 , 5 - ジメチルシクロペンタジエニル) (フルオレニル) ジルコニウムジクロリド, エチ
 レン (2, 5 - ジエチルシクロペンタジエニル) (フルオレニル) ジルコニウムジクロリ
 ド, ジフェニルメチレン (シクロペンタジエニル) (3,) ハフニウムジエトキシド, エ
 チレンビス (インデニル) ジメチルハフニウム 4 - ジエチルシクロペンタジエニル) ジル
 コニウムジクロリド, ジフェニルメチレン (シクロペンタジエニル) (3, 4 - ジエチル
 シクロペンタジエニル) ジルコニウムジクロリド, シクロヘキシリデン (シクロペンタジ
 エニル) (フルオレニル) ジルコニウムジクロリド, シクロヘキシリデン (2, 5 - ジメ
 チルシクロペンタジエニル) (3', 4' - ジメチルシクロペンタジエニル) ジルコニウ
 ムジクロリド, メチレンビス (インデニル) ハフニウムジクロリド, エチレンビス (イン
 デニル) ハフニウムジクロリド, メチレンビス (インデニル) ハフニウムクロロヒドリ
 ド, エチレンビス (インデニル) メチルハフニウムクロリド, エチレンビス (インデニル)
 メトキシクロロハフニウム, エチレンビス (インデニル) ハフニウムジエトキシド, エチ
 レンビス (インデニル) ジメチルハフニウム, エチレンビス (4, 5, 6, 7 - テトラヒ
 ドロインデニル) ハフニウムジクロリド, エチレンビス (2 - メチルインデニル) ハフニ
 ウムジクロリド, エチレンビス (2, 4 - ジメチルインデニル) ハフニウムジクロリド,
 エチレンビス (2 - メチル - 4 - トリメチルシリルインデニル) ハフニウムジクロリド,
 エチレンビス (2, 4 - ジメチル - 5, 6, 7 - トリヒドロインデニル) ハフニウムジク
 ロリド, エチレン (2, 4 - ジメチルシクロペンタジエニル) (3', 5' - ジメチルシ
 クロペンタジエニル) ハフニウムジクロリド, エチレン (2 - メチル - 4 - t - ブチルシ
 クロペンタジエニル) (3' - t - ブチル - 5' - メチルシクロペンタジエニル) ハフニ
 ウムジクロリド, エチレン (2, 3, 5 - トリメチルシクロペンタジエニル) (2', 4',
 5' - トリメチルシクロペンタジエニル) ハフニウムジクロリド, イソプロピリデンピ
 ス (2 - メチルインデニル) ハフニウムジクロリド, イソプロピリデンビス (インデニル)
) ハフニウムジクロリド, イソプロピリデンビス (2, 4 - ジメチルインデニル) ハフニ
 ウムジクロリド, イソプロピリデン (2, 4 - ジメチルシクロペンタジエニル) (3' 5

10

20

30

40

50

’ - ジメチルシクロペンタジエニル) ハフニウムジクロリド, イソプロピリデン (2 - メチル - 4 - t - ブチルシクロペンタジエニル) (3’ - t - ブチル - 5’ - メチルシクロペンタジエニル) ハフニウムジクロリド, メチレン (シクロペンタジエニル) (3, 4 - ジメチルシクロペンタジエニル) ハフニウムジクロリド, メチレン (シクロペンタジエニル) (3, 4 - ジメチルシクロペンタジエニル) ハフニウムジクロリド, メチレン (シクロペンタジエニル) (3, 4 - ジメチルシクロペンタジエニル) ジフェニルハフニウム, メチレン (シクロペンタジエニル) (トリメチルシクロペンタジエニル) ハフニウムジクロリド, メチレン (シクロペンタジエニル) (テトラメチルシクロペンタジエニル) ハフニウムジクロリド, イソプロピリデン (シクロペンタジエニル) (3, 4 - ジメチルシクロペンタジエニル) ハフニウムジクロリド, イソプロピリデン (シクロペンタジエニル) (2, 3, 4, 5 - テトラメチルシクロペンタジエニル) ハフニウムジクロリド, イソプロピリデン (シクロペンタジエニル) (3 - メチルインデニル) ハフニウムジクロリド, イソプロピリデン (シクロペンタジエニル) (フルオレニル) ハフニウムジクロリド, イソプロピリデン (2 - メチルシクロペンタジエニル) (フルオレニル) ハフニウムジクロリド, イソプロピリデン (2, 5 - ジメチルシクロペンタジエニル) (3, 4 - ジメチルシクロペンタジエニル) ハフニウムジクロリド, イソプロピリデン (2, 5 - ジメチルシクロペンタジエニル) (フルオレニル) ハフニウムジクロリド, エチレン (シクロペンタジエニル) (3, 5 - ジメチルシクロペンタジエニル) ハフニウムジクロリド, エチレン (シクロペンタジエニル) (フルオレニル) ハフニウムジクロリド, エチレン (2, 5 - ジメチルシクロペンタジエニル) (フルオレニル) ハフニウムジクロリド

10

20

, エチレン (2, 5 - ジエチルシクロペンタジエニル) (フルオレニル) ハフニウムジクロリド, ジフェニルメチレン (シクロペンタジエニル) (3, 4 - ジエチルシクロペンタジエニル) ハフニウムジクロリド, ジフェニルメチレン (シクロペンタジエニル) (3, 4 - ジエチルシクロペンタジエニル) ハフニウムジクロリド, シクロヘキシリデン (シクロペンタジエニル) (フルオレニル) ハフニウムジクロリド, シクロヘキシリデン (2, 5 - ジメチルシクロペンタジエニル) (3’, 4’ - ジメチルシクロペンタジエニル) ハフニウムジクロリド等のアルキレン基で架橋した共役五員環配位子を2個有する遷移金属化合物、

30

【0046】

(c) ジメチルシリレンビス (インデニル) チタニウムジクロリド, ジメチルシリレンビス (4, 5, 6, 7 - テトラヒドロインデニル) チタニウムジクロリド, ジメチルシリレンビス (2 - メチルインデニル) チタニウムジクロリド, ジメチルシリレンビス (2, 4 - ジメチルインデニル) チタニウムジクロリド, ジメチルシリレンビス (2, 4 - ジメチルシクロペンタジエニル) (3’, 5’ - ジメチルシクロペンタジエニル) チタニウムジクロリド, ジメチルシリレンビス (2 - メチル - 4, 5 - ベンゾインデニル) チタニウムジクロリド, ジメチルシリレンビス (2 - メチル - 4 - ナフチルインデニル) チタニウムジクロリド, ジメチルシリレンビス (2 - メチル - 4 - フェニルインデニル) チタニウムジクロリド, フェニルメチルシリレンビス (インデニル) チタニウムジクロリド, フェニルメチルシリレンビス (4, 5, 6, 7 - テトラヒドロインデニル) チタニウムジクロリド, フェニルメチルシリレンビス (2, 4 - ジメチルインデニル) チタニウムジクロリド, フェニルメチルシリレン (2, 4 - ジメチルシクロペンタジエニル) (3’, 5’ - ジメチルシクロペンタジエニル) チタニウムジクロリド, フェニルメチルシリレン (2, 3, 5 - トリメチルシクロペンタジエニル) (2’, 4’, 5’ - トリメチルシクロペンタジエニル) チタニウムジクロリド, フェニルメチルシリレンビス (テトラメチルシクロペンタジエニル) チタニウムジクロリド, ジフェニルシリレンビス (2, 4 - ジメチルインデニル) チタニウムジクロリド, ジフェニルシリレンビス (インデニル) チタニウムジクロリド, ジフェニルシリレンビス (2 - メチルインデニル) チタニウムジクロリド, テト

40

50

ラメチルジシリレンビス(インデニル)チタニウムジクロリド, テトラメチルジシリレン
 ビス(シクロペンタジエニル)チタニウムジクロリド, テトラメチルジシリレン(3-メ
 チルシクロペンタジエニル)(インデニル)チタニウムジクロリド, ジメチルシリレン(シ
 クロペンタジエニル)(3, 4-ジメチルシクロペンタジエニル)チタニウムジクロリ
 ド, ジメチルシリレン(シクロペンタジエニル)(トリメチルシクロペンタジエニル)チ
 タニウムジクロリド, ジメチルシリレン(シクロペンタジエニル)(テトラメチルシクロ
 ペンタジエニル)チタニウムジクロリド, ジメチルシリレン(シクロペンタジエニル)(
 3, 4-ジエチルシクロペンタジエニル)チタニウムジクロリド, ジメチルシリレン(シ
 クロペンタジエニル)(トリエチルシクロペンタジエニル)チタニウムジクロリド, ジメ
 チルシリレン(シクロペンタジエニル)(テトラエチルシクロペンタジエニル)チタニウ
 ムジクロリド, ジメチルシリレン(シクロペンタジエニル)(フルオレニル)チタニウム
 ジクロリド, ジメチルシリレン(シクロペンタジエニル)(2, 7-ジ-t-ブチルフル
 オレニル)チタニウムジクロリド, ジメチルシリレン(シクロペンタジエニル)(オクタ
 ヒドロフルオレニル)チタニウムジクロリド, ジメチルシリレン(2-メチルシクロペン
 タジエニル)(フルオレニル)チタニウムジクロリド, ジメチルシリレン(2, 5-ジメ
 チルシクロペンタジエニル)(フルオレニル)チタニウムジクロリド, ジメチルシリレン
 (2-エチルシクロペンタジエニル)(フルオレニル)チタニウムジクロリド, ジメチル
 シリレン(2, 5-ジエチルシクロペンタジエニル)(フルオレニル)チタニウムジクロ
 リド, ジエチルシリレン(2-メチルシクロペンタジエニル)(2', 7'-ジ-t-ブ
 チルフルオレニル)チタニウムジクロリド, ジメチルシリレン(2, 5-ジメチルシクロ
 ペンタジエニル)(2', 7'-ジ-t-ブチルフルオレニル)チタニウムジクロリド,
 ジメチルシリレン(2-エチルシクロペンタジエニル)(2', 7'-ジ-t-ブチルフル
 オレニル)チタニウムジクロリド, ジメチルシリレン(ジエチルシクロペンタジエニル)
 (2, 7-ジ-t-ブチルフルオレニル)チタニウムジクロリド, ジメチルシリレン(メ
 チルシクロペンタジエニル)(オクタヒドロフルオレニル)チタニウムジクロリド, ジメ
 チルシリレン(ジメチルシクロペンタジエニル)(オクタヒドロフルオレニル)チタニウ
 ムジクロリド, ジメチルシリレン(エチルシクロペンタジエニル)(オクタヒドロフルオ
 レニル)チタニウムジクロリド, ジメチルシリレン(ジエチルシクロペンタジエニル)(
 オクタヒドロフルオレニル)チタニウムジクロリド、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, ジメチルシリレンビス(4, 5, 6, 7-テトラヒドロイン
 デニル)ジルコニウムジクロリド, ジメチルシリレンビス(2-メチルインデニル)ジル
 コニウムジクロリド, ジメチルシリレンビス(2, 4-ジメチルインデニル)ジルコニウ
 ムジクロリド, ジメチルシリレンビス(2, 4-ジメチルシクロペンタジエニル)(3',
 5'-ジメチルシクロペンタジエニル)ジルコニウムジクロリド, ジメチルシリレンビ
 ス(2-メチル-4, 5-ベンゾインデニル)ジルコニウムジクロリド, ジメチルシリレ
 ンビス(2-メチル-4-ナフチルインデニル)ジルコニウムジクロリド, ジメチルシリ
 レンビス(2-メチル-4-フェニルインデニル)ジルコニウムジクロリド, フェニルメ
 チルシリレンビス(インデニル)ジルコニウムジクロリド, フェニルメチルシリレン
 ビス(4, 5, 6, 7-テトラヒドロインデニル)ジルコニウムジクロリド, フェニルメチル
 シリレンビス(2, 4-ジメチルインデニル)ジルコニウムジクロリド, フェニルメチル
 シリレン(2, 4-ジメチルシクロペンタジエニル)(3', 5'-ジメチルシクロペン
 タジエニル)ジルコニウムジクロリド, フェニルメチルシリレン(2, 3, 5-トリメチ
 ルシクロペンタジエニル)(2', 4', 5'-トリメチルシクロペンタジエニル)ジル
 コニウムジクロリド, フェニルメチルシリレンビス(テトラメチルシクロペンタジエニル)
)ジルコニウムジクロリド, ジフェニルシリレンビス(2, 4-ジメチルインデニル)ジ
 ルコニウムジクロリド, ジフェニルシリレンビス(インデニル)ジルコニウムジクロリド
 , ジフェニルシリレンビス(2-メチルインデニル)ジルコニウムジクロリド, テトラメ
 チルジシリレンビス(インデニル)ジルコニウムジクロリド, テトラメチルジシリレン
 ビス(シクロペンタジエニル)ジルコニウムジクロリド, テトラメチルジシリレン(3-メ
 チルシクロペンタジエニル)(インデニル)ジルコニウムジクロリド, ジメチルシリレン

10

20

30

40

50

シクロペンタジエニル)ハフニウムジクロリド,ジメチルシリレン(シクロペンタジエニル)(3,4-ジエチルシクロペンタジエニル)ハフニウムジクロリド,ジメチルシリレン(シクロペンタジエニル)(トリエチルシクロペンタジエニル)ハフニウムジクロリド,ジメチルシリレン(シクロペンタジエニル)(テトラエチルシクロペンタジエニル)ハフニウムジクロリド,ジメチルシリレン(シクロペンタジエニル)(フルオレニル)ハフニウムジクロリド,ジメチルシリレン(シクロペンタジエニル)(2,7-ジ-t-ブチルフルオレニル)ハフニウムジクロリド,ジメチルシリレン(シクロペンタジエニル)(オクタヒドロフルオレニル)ハフニウムジクロリド,ジメチルシリレン(2-メチルシクロペンタジエニル)(フルオレニル)ハフニウムジクロリド,ジメチルシリレン(2,5-ジメチルシクロペンタジエニル)(フルオレニル)ハフニウムジクロリド,ジメチルシリ

10

レン(2-エチルシクロペンタジエニル)(フルオレニル)ハフニウムジクロリド,ジメチルシリレン(2,5-ジエチルシクロペンタジエニル)(フルオレニル)ハフニウムジクロリド,ジエチルシリレン(2-メチルシクロペンタジエニル)(2',7'-ジ-t-ブチルフルオレニル)ハフニウムジクロリド,ジメチルシリレン(2,5-ジメチルシクロペンタジエニル)(2',7'-ジ-t-ブチルフルオレニル)ハフニウムジクロリド,ジメチルシリレン(2-エチルシクロペンタジエニル)(2',7'-ジ-t-ブチルフルオレニル)ハフニウムジクロリド,ジメチルシリレン(ジエチルシクロペンタジエニル)(2,7-ジ-t-ブチルフルオレニル)ハフニウムジクロリド,ジメチルシリレン(メチルシクロペンタジエニル)(オクタヒドロフルオレニル)ハフニウムジクロリド,ジメチルシリレン(ジメチルシクロペンタジエニル)(オクタヒドロフルオレニル)ハフニウムジクロリド,ジメチルシリレン(エチルシクロペンタジエニル)(オクタヒドロフルオレニル)ハフニウムジクロリド,ジメチルシリレン(ジエチルシクロペンタジエニル)(オクタヒドロフルオレニル)ハフニウムジクロリド等のシリレン基架橋共役五員環配位子を2個有する遷移金属化合物、

20

【0047】

(d)ジメチルゲルミレンビス(インデニル)チタニウムジクロリド,ジメチルゲルミレン(シクロペンタジエニル)(フルオレニル)チタニウムジクロリド,メチルアルミレンビス(インデニル)チタニウムジクロリド,フェニルアルミレンビス(インデニル)チタニウムジクロリド,フェニルホスフィレンビス(インデニル)チタニウムジクロリド,エチルボレンビス(インデニル)チタニウムジクロリド,フェニルアルミレンビス(インデニル)チタニウムジクロリド,フェニルアルミレン(シクロペンタジエニル)(フルオレニル)チタニウムジクロリド、ジメチルゲルミレンビス(インデニル)ジルコニウムジクロリド,ジメチルゲルミレン(シクロペンタジエニル)(フルオレニル)ジルコニウムジクロリド,メチルアルミレンビス(インデニル)ジルコニウムジクロリド,フェニルアルミレンビス(インデニル)ジルコニウムジクロリド,フェニルホスフィレンビス(インデニル)ジルコニウムジクロリド,エチルボレンビス(インデニル)ジルコニウムジクロリド,フェニルアミレンビス(インデニル)ジルコニウムジクロリド,フェニルアミレン(シクロペンタジエニル)(フルオレニル)ジルコニウムジクロリド、ジメチルゲルミレンビス(インデニル)ハフニウムジクロリド,ジメチルゲルミレン(シクロペンタジエニル)(フルオレニル)ハフニウムジクロリド,メチルアルミレンビス(インデニル)ハフニウムジクロリド,フェニルアルミレンビス(インデニル)ハフニウムジクロリド,フェニルホスフィレンビス(インデニル)ハフニウムジクロリド,エチルボレンビス(インデニル)ハフニウムジクロリド,フェニルアミレンビス(インデニル)ハフニウムジクロリド,フェニルアミレン(シクロペンタジエニル)(フルオレニル)ハフニウムジクロリド等のゲルマニウム,アルミニウム,硼素,リン又は窒素を含む炭化水素基で架橋された共役五員環配位子を2個有する遷移金属化合物、

30

40

【0048】

(e)ペンタメチルシクロペンタジエニル(ジフェニルアミノ)チタニウムジクロリド,

50

インデニル（ジフェニルアミノ）チタニウムジクロリド，ペンタメチルシクロペンタジエニル - ビス（トリメチルシリル）アミノチタニウムジクロリド，ペンタメチルシクロペンタジエニルフェノキシチタニウムジクロリド，ジメチルシリレン（テトラメチルシクロペンタジエニル）*t*-ブチルアミノチタニウムジクロリド，ジメチルシリレン（テトラメチルシクロペンタジエニル）フェニルアミノチタニウムジクロリド，ジメチルシリレン（テトラヒドロインデニル）デシルアミノチタニウムジクロリド，ジメチルシリレン（テトラヒドロインデニル）〔ビス（トリメチルシリル）アミノ〕チタニウムジクロリド，ジメチルゲルミレン（テトラメチルシクロペンタジエニル）フェニルアミノチタニウムジクロリド，ペンタメチルシクロペンタジエニルチタニウムトリメトキシド，ペンタメチルシクロペンタジエニルチタニウムトリクロリド、ペンタメチルシクロペンタジエニル - ビス（フェニル）アミノジルコニウムジクロリド，インデニル - ビス（フェニル）アミノジルコニウムジクロリド，ペンタメチルシクロペンタジエニル - ビス（トリメチルシリル）アミノジルコニウムジクロリド，ペンタメチルシクロペンタジエニルフェノキシジルコニウムジクロリド，ジメチルシリレン（テトラメチルシクロペンタジエニル）*t*-ブチルアミノジルコニウムジクロリド，ジメチルシリレン（テトラメチルシクロペンタジエニル）フェニルアミノジルコニウムジクロリド，ジメチルシリレン（テトラヒドロインデニル）デシルアミノジルコニウムジクロリド，ジメチルシリレン（テトラヒドロインデニル）〔ビス（トリメチルシリル）アミノ〕ジルコニウムジクロリド，ジメチルゲルミレン（テトラメチルシクロペンタジエニル）フェニルアミノジルコニウムジクロリド，ペンタメチルシクロペンタジエニルジルコニウムトリメトキシド，ペンタメチルシクロペンタジエニルジルコニウムトリクロリド、ペンタメチルシクロペンタジエニル - ビス（フェニル）アミノハフニウムジクロリド，インデニル - ビス（フェニル）アミノハフニウムジクロリド，ペンタメチルシクロペンタジエニル - ビス（トリメチルシリル）アミノハフニウムジクロリド，ペンタメチルシクロペンタジエニルフェノキシハフニウムジクロリド，ジメチルシリレン（テトラメチルシクロペンタジエニル）*t*-ブチルアミノハフニウムジクロリド，ジメチルシリレン（テトラメチルシクロペンタジエニル）フェニルアミノハフニウムジクロリド，ジメチルシリレン（テトラヒドロインデニル）デシルアミノハフニウムジクロリド，ジメチルシリレン（テトラヒドロインデニル）〔ビス（トリメチルシリル）アミノ〕ハフニウムジクロリド，ジメチルゲルミレン（テトラメチルシクロペンタジエニル）フェニルアミノハフニウムジクロリド，ペンタメチルシクロペンタジエニルハフニウムトリメトキシド，ペンタメチルシクロペンタジエニルハフニウムトリクロリド等の共役五員環配位子を1個有する遷移金属化合物、

10

20

30

【0049】

(f) (1, 1' - ジメチルシリレン) (2, 2' - イソプロピリデン) - ビス（シクロペンタジエニル）チタニウムジクロリド，(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）チタニウムジクロリド，(1, 1' - ジメチルシリレン) (2, 2' - イソプロピリデン) - ビス（シクロペンタジエニル）ジメチルチタニウム，(1, 1' - ジメチルシリレン) (2, 2' - イソプロピリデン) - ビス（シクロペンタジエニル）ジベンジルチタニウム，(1, 1' - ジメチルシリレン) (2, 2' - イソプロピリデン) - ビス（シクロペンタジエニル）ビス（トリメチルシリル）チタニウム，(1, 1' - ジメチルシリレン) (2, 2' - イソプロピリデン) - ビス（シクロペンタジエニル）ビス（トリメチルシリルメチル）チタニウム，(1, 2' - ジメチルシリレン) (2, 1' - エチレン) - ビス（インデニル）チタニウムジクロリド，(1, 1' - ジメチルシリレン) (2, 2' - エチレン) - ビス（インデニル）チタニウムジクロリド，(1, 1' - エチレン) (2, 2' - ジメチルシリレン) - ビス（インデニル）チタニウムジクロリド，(1, 1' - ジメチルシリレン) (2, 2' - シクロヘキシリデン) - ビス（インデニル）チタニウムジクロリド、(1, 1' - ジメチルシリレン) (2, 2' - イソプロピリデン) - 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（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,

40

50

2' - イソプロピリデン) - ビス(シクロペンタジエニル)ジメチルジルコニウム, (1, 1' - ジメチルシリレン)(2, 2' - イソプロピリデン) - ビス(シクロペンタジエニル)ジベンジルジルコニウム, (1, 1' - ジメチルシリレン)(2, 2' - イソプロピリデン) - ビス(シクロペンタジエニル)ビス(トリメチルシリル)ジルコニウム, (1, 1' - ジメチルシリレン)(2, 2' - イソプロピリデン) - ビス(シクロペンタジエニル)ビス(トリメチルシリルメチル)ジルコニウム, (1, 2' - ジメチルシリレン)(2, 1' - エチレン) - 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' - エチレン) - 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' - 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' - シクロヘキシリデン) - 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' - イソプロピリデン) - ビス(シクロペンタジエニル)ハフニウムジクロリド, (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)ハフニウムジクロリド, (1, 1' - ジメチルシリレン)(2, 2' - イソプロピリデン) - ビス(シクロペンタジエニル)ジメチルハフニウム, (1, 1' - ジメチルシリレン)(2, 2' - イソプロピリデン) - ビス(シクロペンタジエニル)ジベンジルハフニウム, (1, 1' - ジメチルシリレン)(2, 2' - イソプロピリデン) - ビス(シクロペンタジエニル)ビス(トリメチルシリル)ハフニウム, (1, 1' - ジメチルシリレン)(2, 2' - イソプロピリデン) - ビス(シクロペンタジエニル)ビス(トリメチルシリルメチル)ハフニウム, (1, 2' - ジメチルシリレン)(2, 1' - エチレン) - ビス(インデニル)ハフニウムジクロリド, (1, 1' - ジメチルシリレン)(2, 2' - エチレン) - ビス(インデニル)ハフニウムジクロリド, (1, 1' - エチレン)(2, 2' - ジメチルシリレン) - ビス(インデニル)ハフニウムジクロリド, (1, 1' - ジメチルシリレン)(2, 2' - シクロヘキシリデン) - ビス(インデニル)ハフニウムジクロリド等の配位子同士が二重架橋された共役五員環配位子を2個有する遷移金属化合物、

10

20

【0050】

(g) 更には、上記(a) ~ (f)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、ベンジル基、メトキシ基、ジメチルアミノ基等に置換えたものを挙げるができる。

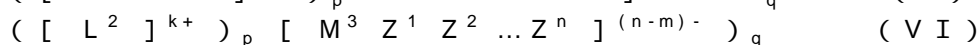
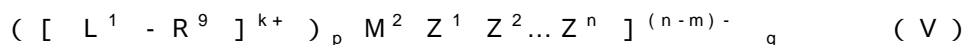
30

(h) 上記(a) ~ (g)に記載の化合物のうち、(c)のシリレン基架橋共役五員環配位子を2個有する遷移金属化合物であって、遷移金属がジルコニウム又はチタンである遷移金属化合物が、特に好ましく用いられる。

【0051】

触媒を構成する(ii)成分のうちの(ii-1)カチオンと、複数の基が元素に結合したアニオンとからなる化合物としては、特に限定されるものではないが、下記式(V)又は(VI)で表される化合物を好適に使用することができる。

【0052】



40

[式中、 L^2 は M^4 , R^{10} , R^{11} , M^5 , R^{12} , C , R^{13} , R^{14} , R^{15} , R^{16} , N 又は R^{17} , R^{18} , R^{19} , S である。 L^1 はルイス塩基、 M^2 及び M^3 はそれぞれ周期律表の第13族, 第14族, 第15族, 第16族及び第17族から選ばれる元素、 M^4 は周期律表の第1族及び第11族から選ばれる元素、 M^5 は周期律表の第8族, 第9族及び第10族から選ばれる元素、 $Z^1 \sim Z^n$ はそれぞれ水素原子, ジアルキルアミノ基, 炭素数1~20のアルコキシ基, 炭素数6~20のアリールオキシ基, 炭素数1~20のアルキル基, 炭素数6~20のアリール基, アルキルアリール基, アリールアルキル基, 炭素数1~20のハロゲン置換炭化水素基, 炭素数1~20のアシルオキシ基, 有機メタロイド基又はハロゲン原子を示し、 $Z^1 \sim Z^n$ はその2以上が互いに結合して環を形成していてもよい。 R^9 は水素原子, 炭素数1~20のアルキル基, 炭素数6~20のアリール基, アルキルアリー

50

ル基又はアリールアルキル基を示し、 R^{10} 及び R^{11} 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基、インデニル基又はフルオレニル基、 R^{12} は炭素数 1 ~ 20 のアルキル基、アリール基、アルキルアリール基又はアリールアルキル基を示す。 $R^{13} \sim R^{19}$ はそれぞれ水素原子、ハロゲン原子、炭素数 1 ~ 20 のアルキル基、炭素数 6 ~ 20 のアリール基、アルキルアリール基、アリールアルキル基、置換アルキル基又は有機メタロイド基を示す。 m は M^2 、 M^3 の原子価で 1 ~ 7 の整数、 n は 2 ~ 8 の整数、 k は $[L^1 - R^9]$ 、 $[L^2]$ のイオン価数で 1 ~ 7 の整数、 p は 1 以上の整数、 $q = (p \times k) / (n - m)$ である。]

【0053】

上記ルイス塩基 (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、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、 N 、 N -ジメチルアニリン、メチルジフェニルアミン、ピリジン、 p -プロモ- N 、 N -ジメチルアニリン、 p -ニトロ- N 、 N -ジメチルアニリン等のアミン類、トリエチルフォスフィン、トリフェニルフォスフィン、ジフェニルフォスフィン等のフォスフィン類、ジメチルエーテル、ジエチルエーテル、テトラヒドロフラン、ジオキサンのエーテル類、ジエチルチオエーテル、テトラヒドロチオフェン等のチオエーテル類、エチルベンゾート等のエステル類等が挙げられる。

【0054】

M^2 及び M^3 の具体例としては B 、 Al 等が挙げられ、 M^4 の具体例としては Na 、 Ag 、 Cu 等が挙げられ、 M^5 の具体例としては Fe 、 Co 等が挙げられる。

$Z^1 \sim Z^n$ の具体例としては、例えば、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；炭素数 1 ~ 20 のアルコキシ基としてメトキシ基、エトキシ基、 n -ブトキシ基；炭素数 6 ~ 20 のアリールオキシ基としてフェノキシ基、2, 6-ジメチルフェノキシ基、ナフチルオキシ基；炭素数 1 ~ 20 のアルキル基としてメチル基、エチル基、 n -プロピル基、イソプロピル基、 n -ブチル基、 n -オクチル基、2-エチルヘキシル基；炭素数 6 ~ 20 のアリール基、アルキルアリール基もしくはアリールアルキル基としてフェニル基、 p -トリル基、ベンジル基、4-ターシャリ-ブチルフェニル基、2, 6-ジメチルフェニル基、3, 5-ジメチルフェニル基、2, 4-ジメチルフェニル基、2, 3-ジメチルフェニル基；炭素数 1 ~ 20 のハロゲン置換炭化水素基として 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-ジ(トリフルオロメチル)フェニル基；ハロゲン原子として F 、 Cl 、 Br 、 I ；有機メタロイド基として五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、ジフェニル硼素基が挙げられる。

【0055】

R^{10} 及び R^{11} の置換シクロペンタジエニル基の具体例としては、メチルシクロペンタジエニル基、ブ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等のアルキル基で置換されたものが挙げられる。ここで、アルキル基は通常炭素数が 1 ~ 6 であり、置換されたアルキル基の数は 1 ~ 5 の整数で選ぶことができる。 R^{12} の具体例としては、メチル基、エチル基、フェニル基等、 $R^{13} \sim R^{19}$ の具体例としては、メチル基、エチル基、 n -プロピル基、 n -ブチル基、イソプロピル基、 n -オクチル基、イソブチル基、フェニル基、ベンジル基、 p -トリル基、4- t -ブチルフェニル基、2, 6-ジメチルフェニル基、シクロヘキシル基、 F 、 Cl 、 Br 、 I 等が挙げられる。

【0056】

上記一般式 (V) 又は (VI) で表される化合物の中では、 M^2 、 M^3 が硼素であるもの、特に一般式 (V) において M^2 が硼素である化合物が好ましい。本発明においては、上記一般式 (V) 又は (VI) で表される化合物の中で、具体的には、下記のを特に好適に使用できる。

上記一般式 (V) で表される化合物としては、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

10

20

30

40

50

チルアンモニウム，テトラ（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（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（ペンタフルオロフェニル）硼酸アニリニウム，テトラ（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（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（ペンタフルオロフェニル）硼酸テトラフェニルホスホニウム，テトラ（ペンタフルオロフェニル）硼酸テトラブチルアンモニウム，テトラ（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（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（ペンタフルオロフェニル）硼酸ピリジニウム，テトラ（ペンタフルオロフェニル）硼酸ジメチル（*m*-ニトロアニリニウム），テトラ（ペンタフルオロフェニル）硼酸ジメチル（*p*-ブromoアニリニウム），テトラ（ペンタフルオロフェニル）硼酸（*p*-シアノピリジニウム），テトラ（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（ペンタフルオロフェニル）硼酸（*N*-メチルピリジニウム），テトラ（ペンタフルオロフェニル）硼酸トリメチルスルホニウム，テトラ（ペンタフルオロフェニル）硼酸（*o*-シアノ-*N*-メチルピリジニウム），テトラ（ペンタフルオロフェニル）硼酸ジメチルジフェニルアンモニウム，テトラ（ペンタフルオロフェニル）硼酸（*p*-シアノ-*N*-ベンジルピリジニウム），テトラ（ペンタフルオロフェニル）硼酸メチルトリフェニルアンモニウム，テトラ（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及びヘキサフルオロ硼素酸トリエチルアンモニウムが挙げられる。

10

【0057】

上記一般式（V I）で表される化合物としては、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トリ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トリメチルアニリニウム，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メチルトリフェニルアンモニウム，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），テトラフェニル硼酸マンガン（テトラフェニルポルフィリン），テトラフェニル硼酸トリメチルスルホニウム，テトラフェニル硼酸ベンジルジメチルスルホニウム，テトラ（ペンタフルオロフェニル）硼酸フェロセニウム，テトラ（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（ペンタフルオロフェニル）硼酸アセチルフェロセニウム，テトラ（ペンタフルオロフェニル）硼酸ホルミルフェロセニウム，テトラ（ペンタフルオロフェニル）硼酸シアノフェロセニウム，テトラ（ペンタフルオロフェニル）硼酸銀，テトラ（ペンタフルオロフェニル）硼酸トリチル，テトラ（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（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（メチルトリ（*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（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（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）硼酸ベンジルジメチルスルホニウムテトラフルオロ硼酸銀，ヘキサフルオロ硼素酸銀，ヘキサフルオロアンチモン酸銀が挙げられる。また、一般式（V），（V I）以外の化合物、例えばトリ（ペンタフルオロフェニル）硼素，トリ（3,5-ジ（トリフルオロメチル）フェニル）硼素，トリフェニル硼素等も使用することができる。

20

30

40

【0058】

触媒を構成する（i i）成分のうちの（i i - 2）有機アルミニウム化合物としては、下記一般式（V I I），（V I I I）又は（I X）で表わされる化合物が挙げられる。



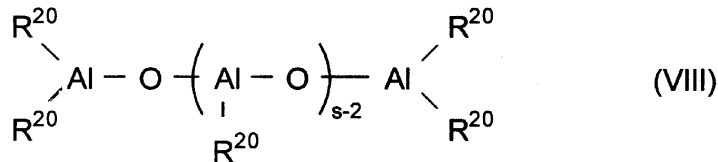
（ R^{20} は炭素数 1 ~ 20、好ましくは 1 ~ 12 のアルキル基，アルケニル基，アリール基，アリールアルキル基等の炭化水素基， Q^3 は水素原子、炭素数 1 ~ 20 のアルコキシ基又はハロゲン原子を表わす。r は 1 ~ 3 の数である。）

50

上記一般式(VII)で表される有機アルミニウム化合物として具体的には、トリメチルアルミニウム、トリエチルアルミニウム、トリイソブチルアルミニウム、ジメチルアルミニウムクロリド、ジエチルアルミニウムクロリド、メチルアルミニウムジクロリド、エチルアルミニウムジクロリド、ジメチルアルミニウムフルオリド、ジイソブチルアルミニウムハイドライド、ジエチルアルミニウムハイドライド、エチルアルミニウムセスキクロリド等である。

【0059】

【化11】



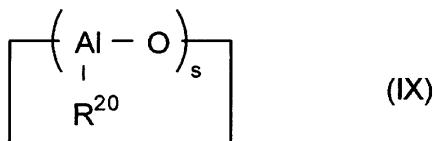
10

【0060】

(式中、 R^{20} は上記と同様である。 s は重合度を表わし、通常3~50である。)で表わされる鎖状アルミノキサン。

【0061】

【化12】



20

【0062】

(式中、 R^{20} は上記と同様である。また、 s は重合度を表わし、3~50が好ましい。)

で表わされる環状アルキルアルミノキサン。

【0063】

上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、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、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、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、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。

30

【0064】

本発明で用いる触媒は、上記(i)成分と(ii-1)成分とを主成分とするもの、上記(i)成分と(ii-2)成分とを主成分とするもの、上記(i)成分と(ii-1)成分と(ii-2)成分とを主成分とするものである。(ii-1)成分を用いる場合、(i)成分と(ii-1)成分との使用条件は限定されないが、(i)成分:(ii-1)成分の比(モル比)を1:0.01~1:100、特に1:1~1:10とすることが好ましい。また、使用温度は-100~250の範囲とすることが好ましく、圧力、時間は任意に設定することができる。また、(ii-2)成分を用いる場合、(ii-2)成分の使用量は、(i)成分1モルに対し通常1~1000モル、好ましくは3~600モルである。(ii-2)成分を用いると活性の向上を図ることができるが、あまり多いと有機アルミニウム化合物が無駄になる。なお、(i)成分、(ii-1)成分は予め接触させ、接触生成物を分離、洗浄して使用してもよく、反応系内で接触させて使用してもよい。また、(ii-2)成分は、(i)成分、(ii-1)成分あるいは(i)成分と(ii-1)成分との接触生成物と接触させて用いてもよい。接触は、あらかじめ接触させても、反応系内で接触させてもよい。

40

50

【 0 0 6 5 】

オレフィンの二量化反応は、オレフィン及び上記触媒の共存下で、必要に応じて炭化水素溶媒中で、200以下、好ましくは10～100の温度で、4～200時間、好ましくは8～100時間攪拌することにより行うことができる。反応圧力は、通常、常圧又は加圧とする。反応終了後、水酸基を有する化合物（例えばメタノール）で失活させ、必要に応じて酸（例えば塩酸水溶液や硫酸）で洗浄した後、生成物（油分）を真空蒸留することにより、二量化物（ビニリデンオレフィン）を、高純度かつ高収率で得ることができる。炭化水素溶媒としては、ベンゼン、トルエン、キシレン、エチルベンゼン、クメン、シメン等の芳香族炭化水素、ペンタン、ヘキサン、ヘプタン、オクタン、デカン、ドデカン、ヘキサデカン、オクタデカン等の脂肪族炭化水素、シクロペンタン、シクロヘキサン、シクロオクタン、メチルシクロペンタン等の脂環式炭化水素、クロロホルム、ジクロロメタン等のハロゲン化炭化水素などが挙げられる。これらの溶媒は一種を単独で用いてもよく、二種以上を組み合わせ用いてもよい。

10

【 0 0 6 6 】

このようなメタロセン錯体触媒を用いるオレフィンの二量化反応により、前記一般式(3)で表されるビニリデンオレフィン(化合物3)を高濃度で含むオレフィン二量化物が得られる。

前記一般式(3)における R^{63} 及び R^{64} は、それぞれ独立に水素原子又は炭素数1～16の直鎖状若しくは分岐を有するアルキル基であるが、本発明においては、原料オレフィンとして直鎖状オレフィンを用い、 R^{63} 、 R^{64} が、それぞれ独立に炭素数8～16の直鎖状アルキル基であるものが好ましい。

20

(II) ビニリデンオレフィン(化合物3)の二量化工程

特許文献1では、チーグラ（有機アルミニウム化合物）触媒を用いて直鎖状オレフィンを二量化して得られた低い濃度のビニリデンオレフィンを、フリーデルクラフト触媒（ルイス酸）にて二量化する方法が記載されている。この方法では、実施例によれば、塩化アルミニウムなどのルイス酸をそれを溶解できる非プロトン性の極性溶媒に溶かし、極めて低温（冷媒使用）で反応を行い、反応終了後、溶媒の回収、ルイス酸の酸洗浄による除去など、後処理操作が複雑なものである。

これに対して、本発明の方法では、メタロセン錯体触媒を使用することで得られた95質量%以上のビニリデンオレフィン(化合物3)を原料に用い、しかも、ルイス酸触媒の代わりに固体酸触媒を好適に用いるものである。

30

【 0 0 6 7 】

ビニリデンオレフィンの二量化工程において用いる固体酸触媒としては、酸性ゼオライト、酸性ゼオライトモレキュラシーブ、酸処理した粘土鉱物、酸処理した多孔質乾燥剤またはイオン交換樹脂等が挙げられる。すなわち、固体酸触媒は、HY等の酸性ゼオライト、約5～約20オームストロングの孔径を有する酸性ゼオライトモレキュラシーブ、シリカアルミナ、シリカマグネシア、モンモリロナイトあるいはハロイサイトなどの粘土鉱物に硫酸などの酸により処理したもの、シリカゲルやアルミナゲルなどの多孔質乾燥剤に塩酸、硫酸、リン酸、有機酸、 BF_3 などを付着させたもの、又は、ジビニルベンゼン・スチレン共重合体のスルホン化物などをはじめとするイオン交換樹脂系の固体酸触媒などである。

40

【 0 0 6 8 】

固体酸触媒の添加量は、ビニリデンオレフィンの仕込み量100質量部に対し、0.05～20質量部である。固体酸触媒の添加量が、20質量部より多くなると、不経済であるだけでなく、副反応が進み、反応液の粘度が上昇したり、収率が低下する可能性がある。0.05質量部より少ない場合は、反応効率が低くなり、反応時間が長くなる。

好ましい添加量は固体酸触媒の酸性度の影響を受けるのであるが、例えば、モンモリロナイト系の粘土鉱物の硫酸処理の場合は、ビニリデンオレフィンの仕込み量100質量部に対し、3～15質量部であり、ジビニルベンゼン・スチレン共重合体のスルホン化物系のイオン交換樹脂では1～5質量部が好ましい。反応条件に応じ、これらの固体酸触媒の2

50

種類以上を併用してもかまわない。

【0069】

例えば、酸性処理を行ったモンモリロナイトあるいはハロイサイトなどの粘土鉱物の場合、粘土鉱物の種類、酸性処理条件、及び保管状態などの条件により水分含有量は異なるが、100g中に約7～8質量%の水を含んでいるといわれている。固体酸触媒として用いるジビニルベンゼン・スチレン共重合体のスルホン化物系のイオン交換樹脂においては0.1～3質量%程度の水分を含むといわれているが、ビニリデンオレフィンの二量化反応において、その程度の水分含量を有する固体酸触媒を用いることによって、特に悪い影響はでない。固体酸触媒の添加方法については、反応液に固体酸触媒を逐次添加するとビニリデンオレフィンの二量化反応は進行するものの、前記の一般式(4)又は一般式(5)の化合物の同一炭素数中の生成比率が低下するので好ましくはない。反応温度については、通常50～150の温度で行うが、70～120で行うと活性ないし選択率を向上させることができるので好ましい。反応圧力については、大気圧から1MPa程度の範囲で行うが、圧力の反応に与える影響は少ない。

10

【0070】

このビニリデンオレフィン(化合物3)の二量化反応により、前記一般式(4)の化合物(化合物4)又は一般式(5)の化合物(化合物5)を高濃度で含むオレフィン四量体が得られる。前記一般式(4)又は(5)における $R^{61} \sim R^{64}$ は、それぞれ独立に水素原子又は炭素数1～16の直鎖状若しくは分岐を有するアルキル基であるが、本発明においては、炭素数8～16の直鎖状アルキル基であることが好ましい。

20

(III) ビニリデンオレフィン二量化物の水添工程

ビニリデンオレフィン二量化物の水添工程においては、水添触媒を用いて、前記の一般式(4)又は一般式(5)で表されるビニリデンオレフィン二量化物(化合物4又は化合物5)を気相水素化して、一般式(1)で表される飽和脂肪族炭化水素化合物を製造する。この水添工程では、一般に使用される気相水素化法を用いることができる。触媒には、パラジウム、白金などの貴金属触媒を用いた場合は60～100程度の反応温度、0.1～1MPa程度の水素圧で行なうことができる。ニッケル系等の貴金属以外の触媒では、反応温度・水素圧共に条件を厳しくする必要がある。ニッケル系触媒では、150～250の反応温度で水素圧を1～20MPaとするのが良い。触媒量は、いずれの系も、ビニリデンオレフィン1000質量部に対し、通常0.5～5質量部であり、2～8時間の反応で水添反応が完結する。なお、ビニリデンオレフィン二量化物の水添反応は、上記記載の水添触媒を用いることで速やかに進行するが、水素の顕著な吸収が収まってからも、残存する微量オレフィンの水添を完全に行なう為、昇温ないし昇圧などの追加操作が必要な場合もある。

30

【0071】

以上、(I)メタロセン錯体触媒を用いるオレフィンの二量化、(II)固体酸触媒を用いるビニリデンオレフィンの二量化、(III)水添触媒を用いるビニリデンオレフィン二量化物の気相水素化からなる三反応工程を経てビニリデンオレフィンの二量化水添物が製造される。

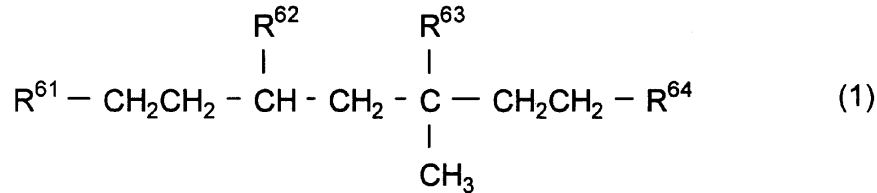
なお、以上の反応工程においては、ビニリデンオレフィンの二量化水添物のみならず、ビニリデンオレフィンの水添物や、三量化水添物なども生成するので、蒸留により二量化水添物を分離するのが良い。この蒸留は一般的な単蒸留でも良く、留出温度は190～260程度、圧力は25～75kPa(0.2～0.6Torr)程度である。

40

このようにして得られた主生成物は、一般式(1)

【0072】

【化 1 3】



(式中、 $R^{61} \sim R^{64}$ は前記と同じである。)

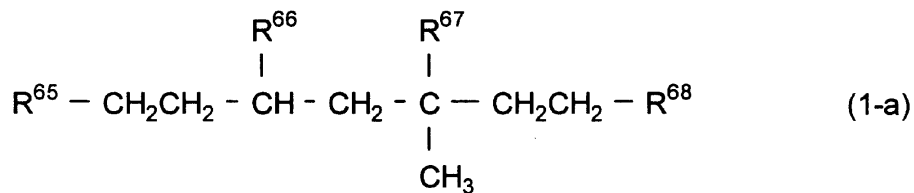
【0073】

で表される構造を有する飽和脂肪族炭化水素化合物(化合物1)である。

本発明においては、原料 オレフィンとして直鎖状 オレフィンを用い、前記 $R^{61} \sim R^{64}$ が、それぞれ独立に炭素数8~16の直鎖状アルキル基であるもの、すなわち一般式(1-a)

【0074】

【化 1 4】



(式中、 $R^{65} \sim R^{68}$ は、前記と同じである。)

【0075】

で表される構造を有する飽和脂肪族炭化水素化合物(化合物1-a)が好ましい。

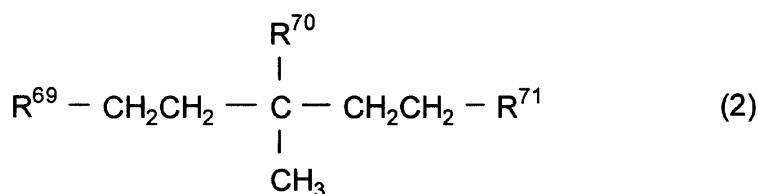
前記一般式(1-a)において、 $R^{65} \sim R^{68}$ が炭素数8の直鎖状アルキルの場合は、出発原料(直鎖状 オレフィン)を1-デセンとしたものである。同様に炭素数10では1-ドデセン、炭素数12では1-テトラデセン、炭素数14では1-ヘキサデセン、炭素数16では1-オクタデセンを出発原料にしたものでありこれらのビニリデンレフィンの二酸化水添物は、潤滑基油ないし熱媒体に利用できる。低温流動性が必須の条件で求められる潤滑油基油では、このように $R^{65} \sim R^{68}$ の炭素数が8、10ないし12の オレフィン、具体的には1-デセン、1-ドデセンないし1-テトラデセンを原料として得られたビニリデンオレフィンの二酸化水添物が出発原料として適している。

【0076】

本発明はまた、 オレフィンを原料とする、一般式(2)

【0077】

【化 1 5】



(式中、 R^{69} は炭素数4~6の直鎖状若しくは分岐を有するアルキル基、 R^{70} 及び R^{71} は、それぞれ独立に水素原子又は炭素数1~16の直鎖状若しくは分岐を有するアルキル基を示し、 $R^{69} \sim R^{71}$ の合計炭素数が3~48の整数である。)

【0078】

で表される飽和脂肪族炭化水素化合物(化合物2)の製造方法をも提供する。

この化合物2の製造方法においては、

(IV)メタロセン錯体触媒の存在下、 オレフィンを二酸化してビニリデンオレフィンを製造する工程、

10

20

30

40

50

(V) 酸触媒の存在下、前記ビニリデンオレフィンに、炭素数 6 ~ 9 の オレフィンを付加させる工程、及び

(VI) 前記(V)工程で得られた付加物を水添する工程を有することを特徴とする。

【0079】

(IV) ビニリデンオレフィン製造工程：

この工程は、前述の化合物 1 の製造方法において説明した(I)ビニリデンオレフィン製造工程と同じであり、該(I)工程と同様にして オレフィンを二量化することにより、ビニリデンオレフィン(化合物 3)を選択的に、しかも高収率で得ることができる。

(V) ビニリデンオレフィン(化合物 3)への オレフィン付加工程：

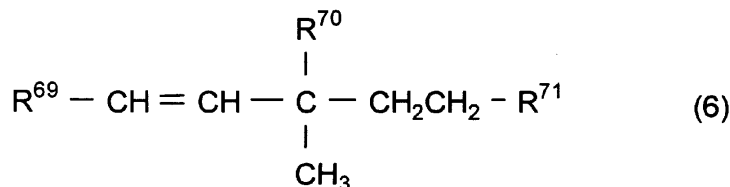
この工程においては、前記(IV)工程で得られたビニリデンオレフィン(化合物 3)に、酸触媒を用いて、炭素数 6 ~ 9 の オレフィンを付加させる。

この付加反応に用いる酸触媒、その使用量、反応条件などについては、前述の化合物 1 の製造方法において説明した(II)ビニリデンオレフィンの二量化工程の場合と同じである。炭素数 6 ~ 9 の オレフィンとしては、1 - ヘキセン、1 - ヘプテン及び 1 - オクテン、1 - ノネンが挙げられる。これらの オレフィンは直鎖状であっても分岐を有するものであってもよい。また、本発明においては、1 種を単独で用いてもよく、2 種以上を組み合わせ用いてもよい。

この付加反応によって、一般式(6)

【0080】

【化16】



(式中、 $\text{R}^{69} \sim \text{R}^{71}$ は前記と同じである。)

【0081】

で表される不飽和脂肪族炭化水素化合物(化合物 6)が得られる。

(VI) 化合物 6 の水添工程：

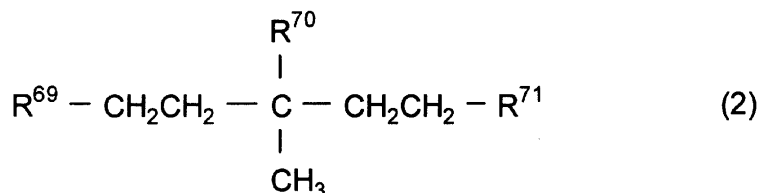
この工程は、前記(V)工程で得られた化合物 6 を水添する工程である。

水添反応における触媒、反応条件などについては、前述の化合物 1 の製造方法において説明した(III)ビニリデンオレフィン二量化物の水添工程の場合と同じである。

このようにして得られた主生成物は、一般式(2)

【0082】

【化17】



(式中、 $\text{R}^{69} \sim \text{R}^{71}$ は前記と同じである。)

【0083】

で表される構造を有する飽和脂肪族炭化水素化合物(化合物 2)である。

反応液は、必要に応じ蒸留処理し、前記化合物 2 を単離してもよい。この蒸留は一般的な単蒸留でよい。

【0084】

次に、本発明の潤滑油組成物について説明する。

本発明の潤滑油組成物は、前記の方法で得られた化合物 1 及び / 又は化合物 2 を含むことを特徴とする。

前記化合物 1 や化合物 2 の中で、性能の点から化合物 1 - a が好ましく、さらに、この化合物 1 - a における R⁶⁵ ~ R⁶⁸ が、それぞれ炭素数 8 ~ 12 の直鎖状アルキル基であるものが好ましい。

【0085】

特に、酸化安定性、熱安定性ならびに低温流動性に優れた潤滑油用途においては、1 - デセンないし 1 - ドデセンからのビニリデンオレフィンの二量化水添物が好ましく、更には、1 - デセンからのビニリデンオレフィンの二量化水添物が最適である。

すなわち、メタロセン錯体触媒を用いて 1 - デセンから誘導されたビニリデンオレフィンの二量化水添物の主生成物は 11 - メチル - 11, 13 - ジオクチルトリコサンとなるので、このものが 1 - デセンから得られた飽和脂肪族炭化水素化合物中に 55 質量% 以上含有されたものを潤滑油基油に用いると良い。55 質量% 未満であると、二量化水添物の蒸留性状が悪く、沸点範囲が広がることから、例えばエンジンオイルや圧縮機油に用いた場合、低沸点の組成物が揮散し潤滑油基油が減量するとともに粘度が増大し、オイル交換のサイクルを早めることになる。また、真空ポンプ油に用いた場合も、同様であるが、それに加えて、真空度の確保が困難になる。

【0086】

また、本発明の潤滑油組成物においては、原料の直鎖状 オレフィンとして 1 - デセンを用いて得られ、かつ、炭素数 40 の飽和脂肪族炭化水素化合物中に占める 11 - メチル - 11, 13 - ジオクチルトリコサンの含有率が 65 質量% 以上である飽和脂肪族炭化水素化合物を基油として含有することにより、更に優れた性能の潤滑油組成物が得られる。

【0087】

本発明においては、上記の化合物 1 や化合物 2 を潤滑油基油に用いて潤滑油組成物を調製する場合には、本発明の効果を損なわない範囲で各種の添加剤を併用することができる。

これら添加剤としては、酸化防止剤、油性剤、極圧剤、清浄分散剤、粘度指数向上剤、防錆剤、金属不活性化剤、及び消泡剤などを挙げることができる。これらは一種を単独で又はこれ二種以上を組み合わせる用いることができる。

酸化防止剤としては、従来の炭化水素系合成潤滑油に使用されているアミン系酸化防止剤、フェノール系酸化防止剤及び硫黄系酸化防止剤を使用することができる。これらの酸化防止剤は、一種を単独で又は二種以上を組み合わせる用いることができる。

【0088】

アミン系酸化防止剤としては、例えば、モノオクチルジフェニルアミン、モノノニルジフェニルアミンなどのモノアルキルジフェニルアミン系化合物、4, 4' - ジブチルジフェニルアミン、4, 4' - ジペンチルジフェニルアミン、4, 4' - ジヘキシルジフェニルアミン、4, 4' - ジヘプチルジフェニルアミン、4, 4' - ジオクチルジフェニルアミン、4, 4' - ジノニルジフェニルアミンなどのジアルキルジフェニルアミン系化合物、テトラブチルジフェニルアミン、テトラヘキシルジフェニルアミン、テトラオクチルジフェニルアミン、テトラノニルジフェニルアミンなどのポリアルキルジフェニルアミン系化合物、 α -ナフチルアミン、フェニル - α -ナフチルアミン、ブチルフェニル - α -ナフチルアミン、ペンチルフェニル - α -ナフチルアミン、ヘキシルフェニル - α -ナフチルアミン、ヘプチルフェニル - α -ナフチルアミン、オクチルフェニル - α -ナフチルアミン、ノニルフェニル - α -ナフチルアミンなどのナフチルアミン系化合物が挙げられる。

【0089】

フェノール系酸化防止剤としては、例えば、2, 6 - ジ - tert - ブチル - 4 - メチルフェノール、2, 6 - ジ - tert - ブチル - 4 - エチルフェノールなどのモノフェノール系化合物、4, 4' - メチレンビス(2, 6 - ジ - tert - ブチルフェノール)、

10

20

30

40

50

2, 2'-メチレンビス(4-エチル-6-tert-ブチルフェノール)などのジフェノール系化合物が挙げられる。

硫黄系酸化防止剤としては、例えば、2, 6-ジ-tert-ブチル-4-(4, 6-ビス(オクチルチオ)-1, 3, 5-トリアジン-2-イルアミノ)フェノール、五硫化リンとピネンとの反応物などのチオテルペン系化合物、ジラウリルチオジプロピオネート、ジステアリルチオジプロピオネートなどのジアルキルチオジプロピオネートなどが挙げられる。

これらの酸化防止剤の配合量は、潤滑油全量基準で、通常0.01~10質量%程度であり、好ましくは0.03~5質量%である。

【0090】

油性剤としては、脂肪族アルコール、脂肪酸や脂肪酸金属塩などの脂肪酸化合物、ポリオールエステル、ソルビタンエステル、グリセライドなどのエステル化合物、脂肪族アミンなどのアミン化合物などを挙げることができる。

脂肪族アルコールは、下記一般式(I')

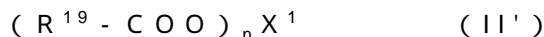


(式中、 R^{18} は、炭素数8~30、好ましくは炭素数12~24のアルキル基、アルケニル基、アルキルアリアル基及びアリアルアルキル基から選ばれる基を示す。)

で表される。炭素数8~30のアルキル基としては、各種オクチル基、各種ノニル基、各種デシル基、各種ウンデシル基、各種オクタデシル基、各種ドデシル基、各種ヘキサデシル基などが挙げられる。炭素数8~30のアルケニル基としては、オクテニル基、ノネニル基、デセニル基、オレイル基等のオクタデセニル基などが挙げられる。炭素数8~30のアルキルアリアル基としては、各種ジメチルフェニル基、各種ジエチルフェニル基、各種ジプロピルフェニル基、各種メチルナフチル基、各種エチルナフチル基などが挙げられる。炭素数8~30のアリアルアルキル基としては、フェネチル基、ナフチルメチル基などが挙げられる。これらのうち、n-オクタデシル基であるステアリル基及びオレイル基が好ましい。

【0091】

脂肪酸化合物としては、下記一般式(II')



(式中、 R^{19} は、炭素数8~30、好ましくは炭素数12~24のアルキル基、アルケニル基、アルキルアリアル基及びアリアルアルキル基から選ばれる基を示す。 X^1 は、H、K、Na、Mg、Ca、Al、Zn、Fe、Cu及びAgから選ばれる原子である。)

で表される化合物である。 R^{19} の炭素数8~30のアルキル基、アルケニル基、アルキルアリアル基及びアリアルアルキル基としては、上記と同様のものが挙げられ、ステアリル基及びオレイル基が好ましい。 X^1 としては、H、K、Al、Znが好ましい。nは1~3の整数である。

【0092】

ポリオールエステルとしては、ネオペンチルグリコール、トリメチロールプロパン、ペンタエルスリトールなどの多価アルコールと、下記一般式(III')



(式中、 R^{20} は、炭素数8~30、好ましくは炭素数8~24のアルキル基、アルケニル基、アルキルアリアル基及びアリアルアルキル基から選ばれる基を示す。)

で表される脂肪酸とのエステル反応によって得られるものが挙げられる。 R^{20} の炭素数8~30のアルキル基、アルケニル基、アルキルアリアル基及びアリアルアルキル基としては、上記と同様のものが挙げられ、オクチル基が特に好ましい。

ソルビタンエステルは、下記一般式(IV')

【0093】

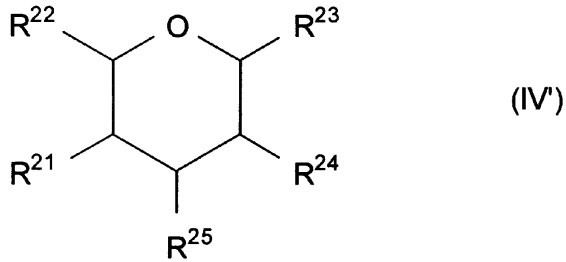
10

20

30

40

【化18】



(式中、 $R^{21} \sim R^{25}$ はH、OH及び CH_2OCOR^{26} から選ばれる基を示す。 R^{26} は炭素数9～30、好ましくは炭素数12～24のアルキル基又はアルケニル基を示す。) 10

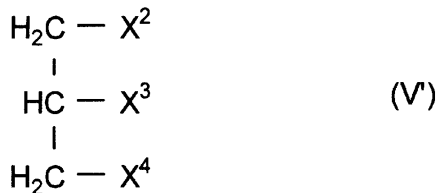
【0094】

で表される。 R^{26} の炭素数9～30のアルキル基としては、各種ノニル基、各種デシル基、各種ウンデシル基、各種ステアリル基、各種ラウリル基、各種パルミチル基などが挙げられる。炭素数9～30のアルケニル基としては、ノネニル基、デセニル基、オクタデセニル基などが挙げられる。好ましい脂肪酸として、ラウリン酸、ステアリン酸、パルミチン酸及びオレイン酸が挙げられる。

グリセライドとしては、下記一般式(V')

【0095】

【化19】



(式中、 $X^2 \sim X^4$ は、OH又は $OCOR^{27}$ を示す。 R^{27} は炭素数8～30、好ましくは炭素数12～24のアルキル基又はアルケニル基を示す。) 20

【0096】

で表されるものが挙げられる。 R^{27} の炭素数8～30のアルキル基及びアルケニル基としては、上記と同様のものが挙げられる。好ましい脂肪酸として、ラウリン酸、ステアリン酸、パルミチン酸及びオレイン酸が挙げられる。 30

脂肪族アミンとしては、下記一般式(VI')



(式中、 R^{28} は、炭素数3～30、好ましくは炭素数8～24のアルキル基及びアルケニル基、炭素数6～30、好ましくは炭素数6～15のアリール基及びアリールアルキル基並びに炭素数2～30、好ましくは炭素数2～18のヒドロキシアルキル基から選ばれる基を示す。 m は1～3の整数である。) 40

で表されるモノ置換アミン、ジ置換アミン及びトリ置換アミンが挙げられる。上記 R^{28} のうちのアルキル基及びアルケニル基は、直鎖状、分岐状、環状のいずれであってもよい。炭素数3～30のアルキル基及びアルケニル基、炭素数6～30のアリール基及びアリールアルキル基としては、上記と同様のものが挙げられる。炭素数2～30のヒドロキシアルキル基としては、ヒドロキシエチル基、ヒドロキシプロピル基などが挙げられる。

これらの油性剤の配合量は、配合効果の点から、潤滑油全量基準で、通常0.1～30質量%程度であり、好ましくは0.5～10質量%である。

【0097】

極圧剤としては、硫黄系極圧剤、リン系極圧剤、硫黄及び金属を含む極圧剤、リン及び金属を含む極圧剤が挙げられる。これらの極圧剤は一種を単独で又は二種以上組み合わせることができる。極圧剤としては、分子中に硫黄原子及び/又はリン原子を含み、耐荷重性や耐摩耗性を発揮しうるものであればよい。分子中に硫黄を含む極圧剤としては 50

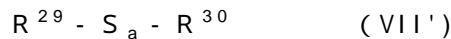
、例えば、硫化油脂、硫化脂肪酸、硫化エステル、硫化オレフィン、ジヒドロカルビルポリサルファイド、チアジアゾール化合物、アルキルチオカルバモイル化合物、トリアジン化合物、チオテルペン化合物、ジアルキルチオジプロピオネート化合物などを挙げる事ができる。

硫化油脂は硫黄や硫黄含有化合物と油脂（ラード油、鯨油、植物油、魚油等）を反応させて得られるものであり、その硫黄含有量は特に制限はないが、一般に5～30質量%のものが好適である。その具体例としては、硫化ラード、硫化なたね油、硫化ひまし油、硫化大豆油、硫化米ぬか油などを挙げる事ができる。硫化脂肪酸の例としては、硫化オレイン酸などを、硫化エステルの例としては、硫化オレイン酸メチルや硫化米ぬか脂肪酸オクチルなどを挙げる事ができる。

10

【0098】

硫化オレフィンとしては、例えば、下記一般式(VII')



(式中、 R^{29} は炭素数2～15、好ましくは炭素数4～8のアルケニル基、 R^{30} は炭素数2～15、好ましくは炭素数4～8のアルキル基又はアルケニル基を示し、 a は1～8、好ましくは1～3の整数を示す。)

で表される化合物が挙げられる。この化合物は、炭素数2～15のオレフィン又はその2～4量体を、硫黄、塩化硫黄等の硫化剤と反応させることによって得られる。炭素数2～15のオレフィンとしては、プロピレン、イソブテン及びジイソブテンなどが好ましい。

ジヒドロカルビルポリサルファイドとしては、下記の一般式(VIII')



(式中、 R^{31} 及び R^{32} は、それぞれ炭素数1～20好ましくは炭素数4～18のアルキル基又は環状アルキル基、炭素数6～20、好ましくは炭素数6～15のアリール基、炭素数7～20、好ましくは炭素数7～15のアルキルアリール基又は炭素数7～20、好ましくは炭素数7～15のアリールアルキル基を示し、それらは互いに同一でも異なってもよい。 b は2～8、好ましくは2～4の整数を示す。)

で表される化合物である。ここで、 R^{31} 及び R^{32} がアルキル基の場合、硫化アルキルと称される。

20

【0099】

上記一般式(VIII')における R^{31} 及び R^{32} としては、メチル基、エチル基、 n -プロピル基、イソプロピル基、 n -ブチル基、イソブチル基、 sec -ブチル基、 $tert$ -ブチル基、各種ペンチル基、各種ヘキシル基、各種ヘプチル基、各種オクチル基、各種ノニル基、各種デシル基、各種ドデシル基、シクロヘキシル基、シクロオクチル基、フェニル基、ナフチル基、トリル基、キシリル基、ベンジル基、フェネチル基などを挙げる事ができる。

30

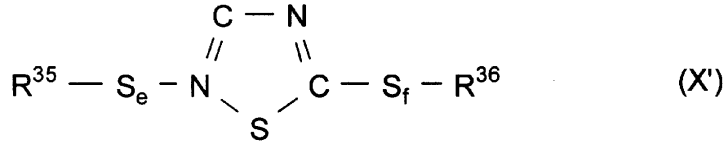
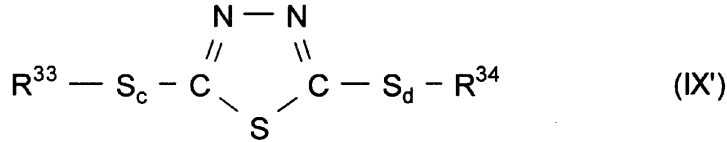
このジヒドロカルビルポリサルファイドとしては、例えば、ジベンジルポリサルファイド、各種ジノニルポリサルファイド、各種ジドデシルポリサルファイド、各種ジブチルポリサルファイド、各種ジオクチルポリサルファイド、ジフェニルポリサルファイド、ジシクロヘキシルポリサルファイドなどを好ましく挙げる事ができる。

チアジアゾール化合物としては、例えば、下記一般式(IX')又は(X')

40

【0100】

【化20】



(式中、 $R^{33} \sim R^{36}$ は、それぞれ水素原子、炭素数1～20、好ましくは炭素数4～13の炭化水素基を示し、 $c \sim f$ は、それぞれ0～8、好ましくは1～4の整数を示す。)

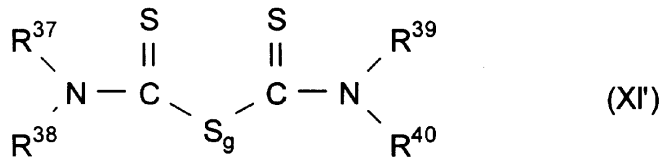
【0101】

で表される1, 3, 4-チアジアゾール、1, 2, 4-チアジアゾール化合物、1, 4, 5-チアジアゾールなどが好ましく用いられる。このようなチアジアゾール化合物の具体例としては、2, 5-ビス(n -ヘキシルジチオ)-1, 3, 4-チアジアゾール、2, 5-ビス(n -オクチルジチオ)-1, 3, 4-チアジアゾール、2, 5-ビス(n -ノニルジチオ)-1, 3, 4-チアジアゾール、2, 5-ビス(1, 1, 3, 3-テトラメチルブチルジチオ)-1, 3, 4-チアジアゾール、3, 5-ビス(n -ヘキシルジチオ)-1, 2, 4-チアジアゾール、3, 5-ビス(n -オクチルジチオ)-1, 2, 4-チアジアゾール、3, 5-ビス(n -ノニルジチオ)-1, 2, 4-チアジアゾール、3, 5-ビス(1, 1, 3, 3-テトラメチルブチルジチオ)-1, 2, 4-チアジアゾールなどを好ましく挙げるができる。

アルキルチオカルバモイル化合物としては、例えば、下記一般式(XI')

【0102】

【化21】



(式中、 $R^{37} \sim R^{40}$ は、それぞれ炭素数1～20、好ましくは炭素数4～8のアルキル基を示し、 g は1～8、好ましくは1～3の整数を示す。)

【0103】

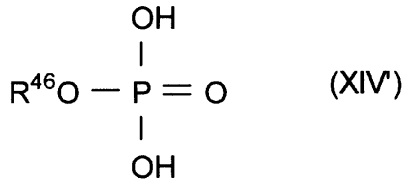
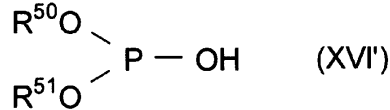
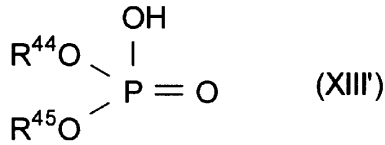
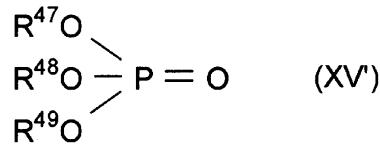
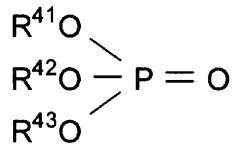
で表されるものが好ましく用いられる。このようなアルキルチオカルバモイル化合物の具体例としては、ビス(ジメチルチオカルバモイル)モノスルフィド、ビス(ジブチルチオカルバモイル)モノスルフィド、ビス(ジメチルチオカルバモイル)ジスルフィド、ビス(ジブチルチオカルバモイル)ジスルフィド、ビス(ジアミルチオカルバモイル)ジスルフィド、ビス(ジオクチルチオカルバモイル)ジスルフィドなどを好ましく挙げるができる。

硫黄、リン及び金属を含む極圧剤としては、ジアルキルチオカルバミン酸亜鉛(Zn-DTC)、ジアルキルチオカルバミン酸モリブデン(Mo-DTC)、ジアルキルチオカルバミン酸鉛、ジアルキルチオカルバミン酸錫、ジアルキルジチオリン酸亜鉛(Zn-DTP)、ジアルキルジチオリン酸モリブデン(Mo-DTP)、ナトリウムスルホネート、カルシウムスルホネートなどが挙げられる。

分子中にリンを含む極圧剤として代表的なものは、リン酸エステル類及びそのアミン塩である。リン酸エステルは、下記の一般式(XII')～(XVI')で表されるリン酸エステル、酸性リン酸エステル、亜リン酸エステル、酸性亜リン酸エステルを包含する。

【0104】

【化 2 2】



10

【 0 1 0 5】

上記一般式 (XII') ~ (XVI') において、 $R^{41} \sim R^{51}$ は炭素数 4 ~ 30、好ましくは炭素数 4 ~ 18 のアルキル基、アルケニル基、アルキルアリール基及びアリールアルキル基から選ばれる基を示し、 $R^{41} \sim R^{51}$ は同一でも異なってもよい。

20

リン酸エステルとしては、トリアリールホスフェート、トリアルキルホスフェート、トリアルキルアリールホスフェート、トリアリールアルキルホスフェート、トリアルケニルホスフェートなどがあり、具体的には、例えば、トリフェニルホスフェート、トリクレジルホスフェート、ベンジルジフェニルホスフェート、エチルジフェニルホスフェート、トリブチルホスフェート、エチルジブチルホスフェート、クレジルジフェニルホスフェート、ジクレジルフェニルホスフェート、エチルフェニルジフェニルホスフェート、ジエチルフェニルフェニルホスフェート、プロピルフェニルジフェニルホスフェート、ジプロピルフェニルフェニルホスフェート、トリエチルフェニルホスフェート、トリプロピルフェニルホスフェート、ブチルフェニルジフェニルホスフェート、ジブチルフェニルフェニルホスフェート、トリブチルフェニルホスフェート、トリヘキシルホスフェート、トリ(2-エチルヘキシル)ホスフェート、トリデシルホスフェート、トリラウリルホスフェート、トリミリスチルホスフェート、トリパルミチルホスフェート、トリストEARILホスフェート、トリオレイルホスフェートなどが挙げられる。

30

【 0 1 0 6】

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

亜リン酸エステルとしては、例えば、トリエチルホスファイト、トリブチルホスファイト、トリフェニルホスファイト、トリクレジルホスファイト、トリ(ノニルフェニル)ホスファイト、トリ(2-エチルヘキシル)ホスファイト、トリデシルホスファイト、トリラウリルホスファイト、トリイソオクチルホスファイト、ジフェニルイソデシルホスファイト、トリストEARILホスファイト、トリオレイルホスファイトなどが挙げられる。

40

【 0 1 0 7】

酸性亜リン酸エステルとしては、例えば、ジブチルヒドロゲンホスファイト、ジラウリルヒドロゲンホスファイト、ジオレイルヒドロゲンホスファイト、ジステアリルヒドロゲンホスファイト、ジフェニルヒドロゲンホスファイトなどが挙げられる。さらに、これらとアミン塩を形成するアミン類としては、例えば、一般式 (XVII')



50

(式中、 R^{52} は、炭素数3～30、好ましくは炭素数4～18のアルキル基もしくはアルケニル基、炭素数6～30、好ましくは炭素数6～15のアリール基もしくはアリールアルキル基又は炭素数2～30、好ましくは炭素数2～18のヒドロキシアルキル基を示し、 h は1、2又は3を示す。また、 R^{52} が複数ある場合、複数の R^{52} は同一でも異なってもよい。)

で表されるモノ置換アミン、ジ置換アミン又はトリ置換アミンが挙げられる。上記一般式(XVII')における R^{52} のうちの炭素数3～30のアルキル基もしくはアルケニル基は、直鎖状、分岐状、環状のいずれであってもよい。

【0108】

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

これら極圧剤の配合量は、配合効果及び経済性の点から、潤滑油組成物全量基準で、通常0.01～30質量%程度であり、より好ましくは0.01～10質量%である。

【0109】

清浄分散剤としては、金属スルホネート、金属サリチレート、金属フィネート、コハク酸イミドなどが挙げられる。これら清浄分散剤の配合量は、配合効果の点から、潤滑油組成物全量基準で、通常0.1～30質量%程度であり、好ましくは0.5～10質量%である。

粘度指数向上剤としては、例えば、ポリメタクリレート、分散型ポリメタクリレート、オレフィン系共重合体(例えば、エチレン-プロピレン共重合体など)、分散型オレフィン系共重合体、スチレン系共重合体(例えば、スチレン-ジエン水素化共重合体など)などが挙げられる。

これら粘度指数向上剤の配合量は、配合効果の点から、潤滑油組成物全量基準で、通常0.5～35質量%程度であり、好ましくは1～15質量%である。

防錆剤としては、金属系スルホネート、コハク酸エステルなどを挙げることができる。これら防錆剤の配合量は、配合効果の点から、潤滑油組成物全量基準で、通常0.01～10質量%程度であり、好ましくは0.05～5質量%である。

金属不活性剤としては、ベンゾトリアゾール、チアジアゾールなどを挙げることができる。これら金属不活性化剤の好ましい配合量は、配合効果の点から、潤滑油組成物全量基準で、通常0.01～10質量%程度であり、好ましくは0.01～1質量%である。

消泡剤としては、メチルシリコン油、フルオロシリコン油、ポリアクリレートなどを挙げることができる。これらの消泡剤の配合量は、配合効果の点から、潤滑油組成物全量基準で、通常0.0005～0.01質量%程度である。

【0110】

本発明の潤滑油組成物には、本発明の目的が損なわれない範囲でその他の基油を併用す

10

20

30

40

50

ることができる。その他の基油としては、例えば、鉱油や合成油の中から適宜選ぶことができる。

鉱油としては、例えば、パラフィン系基系原油、中間基系原油又はナフテン系原油を常圧蒸留するか、あるいは常圧蒸留残渣油を減圧蒸留して得られる留出油、これらの留出油を常法に従って精製することによって得られる精製油、具体的には溶剤精製油、水添精製油、脱ロウ処理油、白土処理油などが挙げられる。

合成油としては、例えば、低分子量ポリブテン、低分子量ポリプロピレン、炭素数 8 ~ 14 の オレフィンオリゴマー及びこれらの水素化物、ポリオールエステル（例えば、トリメチロールプロパンの脂肪酸エステル、ペンタエリスリトールの脂肪酸エステルなど）、二塩基酸エステル、芳香族ポリプロピレンカルボン酸エステル（例えば、トリメリット酸エステル、ピロメリット酸エステルなど）、リン酸エステルなどのエステル化合物、アルキルベンゼン、アルキルナフタレンなどのアルキルアロマ系化合物、シリコーン油、フッ素系オイル（例えば、フルオロカーボン、パーフルオロポリエーテルなど）などが挙げられる。

これらのその他の基油は一種を単独で又は二種以上を組み合わせ用いることができる。

【 0 1 1 1 】

本発明の潤滑油組成物は、低粘度でありながら、蒸発量が極めて少なく、引火点が高い上、無極性化合物であるため、樹脂やエラストマーに対する影響が少ない飽和脂肪族炭化水素化合物を主成分とする基油を含むものであって、例えば油圧、タービン、工作機械、軸受、歯車、金属加工などに用いられ、特に軸受油として好適である。

本発明はまた、前記の軸受油又はそれを用いてなる軸受をも提供する。この軸受としては動体流体軸受、含油軸受、動圧溝を設けてなる含油軸受などを好ましく挙げるができる。

【 0 1 1 2 】

電気機器、特に C D、D V D、H D D、ポリゴンスキャナーなどに使用されるスピンドルモータは、年々、高速化しており、現在では 1 0 0 0 0 r p m 以上の高速回転が要求されるようになってきている。

従来、これらスピンドルモータには玉軸受に代表される転がり軸受が使用されてきたが、性能及びコスト面から非接触型の動圧流体軸受や低コストの焼結含油軸受が用いられるようになってきている、これら動圧流体軸受及び焼結含油軸受の高速回転時の性能（主に回転トルク）は、用いられる潤滑油の粘度によって定まることが多く、低粘度であるほど高速回転時の回転トルクは低くなる傾向にある。

これらの潤滑油は、軸受機構にいったん封入されてしまうと、補給がない状態で生涯潤滑性を維持しなければならないため、潤滑油の蒸発損失や分解損失は極力避けなければならない。

本発明の潤滑油組成物は、低粘度でありながら、蒸発量が極めて少ない特性を有しており、前記の動圧流体軸受や焼結含油軸受の潤滑油として極めて好適である。

【 0 1 1 3 】

ところで、高精度、高品位な記録装置として用いられる H D D のスピンドルモータとしては、高回転精度、高信頼性が求められているため、回転軸に対して一定のクリアランスを有し、回転ムラを生じる焼結含油軸受は用いることができなかつた。

しかしながら、焼結含油軸受は著しく加工性に優れ、大量生産が可能のため、転がり軸受や動圧流体軸受と比較して低コストで市場に提供できる。このため低コスト化が進む H D D 機器の分野においても、焼結含油軸受の適用が待ち望まれていた。

これを解決するため、例えば、焼結含油軸受の特性を生かしつつ、焼結含油軸受に特定方向の側圧を付与し、モータの回転軸の振れを極力低減させるような特殊な機構や、焼結金属で形成され、かつ軸の外周面と軸受隙間を介して対向する軸受面を備えた軸受本体に潤滑油または潤滑グリースを含浸させたり、軸と軸受本体との相対回転で生じる動圧作用により軸を非接触支持する動圧型焼結含油軸受と、一端が開口され、内径部に前記動圧

10

20

30

40

50

型焼結含油軸受が内装されたハウジングと、ハウジングの他端側に固定され、軸をスラスト方向で支持するスラスト軸受とを備えた動圧型焼結含油軸受ユニットにおいて、前記スラスト軸受の表面に動圧溝がプレス加工により形成されてなる動圧型焼結含油軸受ユニットなどが開発されている。

【0114】

本発明は、さらに、前記の軸受を有する軸受ユニットを備えてなる回転運動機器をも提供する。

この回転運動機器の一例として、金属粉を圧粉焼結した含油軸受に支承されるモータ軸に対し、特定方向の側圧を付与する手段が、モータ軸を挟んで対象位置に固定された片側のコアを、モータ軸方向に変位させてなり、かつ前記含油軸受が本発明の潤滑油組成物を含浸してなる与圧モータを挙げるができる。

10

【0115】

次に、前記与圧モータについて添付図面に従い説明する。図1はスピンドルモータの一例を説明する拡大断面図であって、1はハウジングホルダ、3は軸受、5はモータ軸を表す。ハウジングホルダ1は基盤B等に取り付けられるとともに円筒部2を有し、しかも該円筒部2の外周面にはコイル10を巻回させた積層コア9が施されている。

軸受3は、銅等の金属粉を、ハウジングホルダ1内に挿入可能な大きさに圧粉成型した後、これを焼結し、さらに本発明の潤滑油組成物を含浸させて構成され、しかも軸穴中間に中逃げ部4が形成されて所謂中逃げ・センターフリー型に構成されており、長さ方向両端にてモータ軸5を支承する構成となっている。

20

モータ軸5は、上記軸受3内に支承可能な外径の金属棒からなり、モータの出力側に位置する先端寄りの部分には保持材6を介して前記積層コア9及びコイル10の外側を覆い、しかもその内周側であって上記した積層コア9に対応させた位置にマグネット8を施したロータ7が一体に取り付けられ、さらにその先端部にはHDDの回転メディアMを取り付けるハブが同じく一体に取り付けられて構成されている。

【0116】

さらに、金属粉を圧粉焼結した含油軸受3に支承されるモータ軸5に対し、特定方向の側圧を付与する手段として、モータ軸5を挟んで対称位置に固定された積層コア9のうち、片側のコア9を、モータ軸5方向(ターンテーブル11寄り)に、a線位置からb線位置にまで距離t-tだけ変位させている。このように積層コア6を傾けることにより高速回転するロータ7を常時矢印P方向に付勢させることができ、その結果モータ軸5に対し、常時特定方向(矢印Y方向)に側圧を付与することができる。

30

このように、モータ軸に対し、特定方向の側圧を付与することによって、金属粉を圧粉焼結した含油軸受に対する軸振れを抑制することができる。

【実施例】

【0117】

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、比較例としては、特許文献1によりチーグラ触媒を用いてデセンを二量化し、更に二量化物をフリーデルクラフト触媒にて二量化した場合(比較例1)と、BF₃法による市販デセンオリゴマーによる場合(比較例2)について行った。

40

【0118】

各実施例および比較例で得られた潤滑油基油およびそれに添加物を添加した潤滑油組成物の性能評価方法は以下の通りである。

(1) 引火点: JIS K 2265に従って測定した。

(2) 蒸発減量

試料10mgを窒素雰囲気下(200ml/min)に置き、試料を35 から150 に昇温(200 /min)し、150 にて3時間保持した時の試料の質量減少率%を測定した。

(3) 粘度測定

50

40 および100の動粘度をJIS K 2283に準拠して測定した。また、粘度指数をJIS K 2283に準拠して測定した。

(4) 熱安定度試験

JIS K 2540に準拠し、170で48時間行い、目視にてスラッジの有無を確認した。

【0119】

(5) R B O T 値 (酸化劣化試験)

酸化劣化の程度を示す指標を得るR B O T (Rotating Bomb Oxidation Test)を、JIS K 2514に準拠して行い、圧力降下の終点に至る時間(分)を測定した。

(6) 潤滑性能 (摩耗試験)

A S T M D 2783に準拠して、荷重392N、回転数1,200rpm、油温80、試験時間60分で行った。1/2インチ球3個の摩耗痕系を平均して平均摩耗痕径(mm)を算出した。

10

(7) 熱分析による5質量%減量温度

熱分析装置を用い、温度を10/minの昇温し、初期質量から5質量%減少した温度を測定した。5質量%減量温度が高いほど耐蒸発性、耐熱性に優れると言える。

(8) 減圧蒸留による5質量%留出温度

JIS K 2254に準拠し、真空度133Pa下で蒸留を行い、そのときの5体積%留出温度を測定し、測定温度を大気圧下の温度に換算した。この温度が高いほど蒸発ロスが少ないと言える。

20

【0120】

実施例1

(1) メタロセン錯体を用いた1-デセンの二量化

窒素置換した内容積5リットルの三口フラスコに、1-デセン3.0kg、メタロセン錯体であるビス(シクロペンタジエニル)ジルコニウムジクロリド(ジルコノセンジクロライドともいう)0.9g(3ミリモル)及びメチルアルミノキサン(アルベマール社製、Al換算8ミリモル)を順次添加し、室温(20以下)にて攪拌を行った。反応液は、黄色から赤褐色に変化した。反応を開始してから48時間経過後、メタノールを加えて反応を停止させ、続いて塩酸水溶液を反応液に添加して有機層を洗浄した。次に、有機層を真空蒸留し、沸点120~125/26.6Pa(0.2Torr)の留分(デセン二量体)2.5kgを得た。この留分をガスクロマトグラフィーで分析したところ、デセン二量体の濃度は99質量%であり、デセン二量体中のビニリデンオレフィン比率は97モル%であった。

30

【0121】

(2) ビニリデンオレフィンの二量化および水添工程

窒素置換した5Lの三口フラスコに、前項で得られた二量体2.5kgとモンモリロナイトK-10(アルドリッチ製)250gを室温下添加・配合してから、攪拌しながら110に昇温し、その温度で9時間反応を行なった。その後、降温し室温下で触媒のモンモリロナイトを濾別した。次に、二量化反応生成物を内容積5Lオートクレーブに移し、これに5質量%パラジウム・アルミナ5gを添加してから窒素置換し、更に水素置換してから昇温し、水素圧0.8MPaにて水添反応を8時間行なった。水素の吸収がそれ以上起きないことを確かめてから、降温・脱圧し、水添生成物をオートクレーブから取り出した。水添物から触媒を濾別し、無色透明で油状物2.2kgを得た。油状物をガスクロマトグラフィーで分析したところ、炭素数20、炭素数40および炭素数60の飽和炭化水素がそれぞれ45質量%、52質量%および3質量%の割合で生成した。

40

【0122】

(3) 11-メチル-11,13-ジオクチルトリコサンの単離および同定

シリコンオイル浴に浸した内容積5Lの蒸留フラスコに、前項の油状物2.2kgを移し、真空度26.6Pa(0.2torr)としオイル浴を室温から150に昇温して減圧蒸留を行なった。150にて炭素数20の飽和炭化水素を留去させた後、更に、

50

昇温し190、26.6 Pa (0.2 torr)にて30分間減圧を保った。留出残は1.2 kg (全工程の粗収率40%)であった。これをガスクロマトグラフィーにて分析したところ、炭素数20の炭化水素が0.3質量%、炭素数40の炭化水素が92.7質量%、炭素数60の炭化水素が7.0質量%であった。

次に、蒸留の留去残を分取GPCにより3分画し、炭素数40の主生成物である11-メチル-11,13-ジオクチルトリコサンを単離し、生成物の確認とその生成比率の測定を行なった。分取GPCの操作条件は、装置:LC-918、移動相:クロロホルム、3.8 ml/min、カラム:JAIGEL-2H (日本分析工業製)2本である。目的成分を単離した後、これをGC/MASにかけた。GC/MASの操作条件は、カラム:HP-5MS (0.25 mm x 30 m、膜厚0.25 μm)、オープン:120 (2 min) - 20 /min - 340 (5 min)である。

10

親ピークのm/z = 562、主フラグメントのm/z = 281であることにより、この化合物は2-オクチル-1-ドデセン(分子量280)の二量化物(水添体)であることが分かった。次に、C¹³-NMRにてロングレンジ相関解析を行なった。その解析プロファイルを図1に示す。この解析により、三級炭素(e)と四級炭素(b)が一つのメチレン(d)を挟んで結合していることと、四級炭素(b)にはメチル基(a)が結合していることから、主生成物の構造は11-メチル-11,13-ジオクチルトリコサン(化合物1においてR⁶¹~R⁶⁴は炭素数8のアルキル基)であることが分かった。

また、該トリコサンの生成量をガスクロマトグラフィー(GC/MASで採用した条件と同じ)にて定量したところ、炭素数40の生成物中に占める11-メチル-11,13-ジオクチルトリコサンの含量(生成率)は76質量%であり、蒸留残に占める割合は70質量%であった。従って、該トリコサンの収率は、原料デセンからの全工程収率は28質量%で、ピニリデンオレフィンからの収率は35質量%と算出された。

20

【0123】

(4)チーグラ-触媒によるデセンオリゴマーおよびBF₃法による市販デセンオリゴマーとの比較

チーグラ-触媒によるデセンオリゴマーとの比較結果を第1表に、BF₃法の市販デセンオリゴマーとの比較結果を第2表に示す。

なお、チーグラ-触媒によるデセンオリゴマーとの比較では、製法の比較として、11-メチル-11,13-ジオクチルトリコサンの収率、引火点および蒸発減量を比較した

30

。BF₃法による市販デセンオリゴマーとの比較では、其油(オリゴマー、実施例1A)としての評価と、添加剤を加えた潤滑油組成物(実施例1B)としての評価を行った。

潤滑油組成物において用いた添加剤および添加量は次の通りである。

(其油:98.44質量%)	添加量(質量%)
(1)酸化防止剤A: ジターシャリーブチルパラクレゾール	0.5
(2)酸化防止剤B: ジオクチルジフェニルアミン	0.5
(3)極圧剤: トリクレジルホスフェート	0.5
(4)防錆剤: アルケニルコハク酸エステル	0.05
(5)金属不活性化剤: ベンゾトリアゾール	0.005
(6)消泡剤: ジメチルシリコーン油	0.005

40

【0124】

比較例1(チーグラ-触媒による方法)

(1)直鎖状 オレフィンの二量化工程

(トリエチルアルミニウムによる1-デセンの二量化)

窒素置換した内容積1.0Lのオートクレーブに、窒素気流下、1-デセン(300g)およびトリエチルアルミニウム(7.3g、64ミルモル)を添加し、170にて48時間加熱した。反応後、常温まで冷却した後、窒素気流下、反応液を攪拌しながらメタノールを徐々に添加した。次に、内容物を取り出し、塩酸水溶液で洗浄し、有機層を得た。そして真空蒸留を行い、沸点120~125 / 2.66 x 10⁻³ Pa (0.2 torr

50

r) の留分 (デセン二量体) 240 g を得た。二量体の濃度は 98 質量% であり、二量体中のピニリデンオレフィン比率は 86 質量% であった。

【0125】

(2) ピニリデンオレフィンの二量化および水添工程

窒素置換した 500 ml の三口フラスコに、前項で調製した二量体 240 g とモンモリロナイト K-10 (アルドリッチ製) 24 g を室温下添加・配合してから、攪拌しながら 110 に昇温し、その温度で 9 時間反応を行なった。以下の操作は実施例 1 の (2) 項に準じて行った。その結果、無色透明で油状物 210 g を得た。油状物をガスクロマトグラフィーで分析したところ、炭素数 20、炭素数 40 および炭素数 60 の飽和炭化水素がそれぞれ 51 質量%、41 質量% および 8 質量% の割合で生成した。

10

【0126】

(3) 11-メチル-11,13-ジオクチルトリコサンの生成率および収率

実施例 1 の (3) 項に準じて、水添物の蒸留を行ったところ、留出残として油状物 102 g (全工程の粗収率 34%) を得た。これをガスクロマトグラフィーにて分析したところ、炭素数 20 の炭化水素が 0.4 質量%、炭素数 40 の炭化水素が 83.1 質量%、炭素数 60 の炭化水素が 15.5 質量% であった。

また、このトリコサンの生成量をガスクロマトグラフィーにて定量したところ、炭素数 40 の生成物中に占める 11-メチル-11,13-ジオクチルトリコサンの含量 (生成率) は 62 質量% であり、蒸留残 (炭素数 40 以上の生成物) に占める割合は 52 質量% であった。従って、該トリコサンの収率は、原料デセンからの全工程収率は 18 質量% であり、ピニリデンオレフィンからの収率は 22 質量% と算出された。

20

メロセン触媒を用いた場合との比較結果を第 1 表に示す。

【0127】

実施例 2

(1) メタロセン錯体を用いた 1-デセンの二量化

窒素置換した 5 L の三口フラスコに、1-デセン (3.0 kg)、ビス (ペンタメチルシクロペンタジメチル) ジルコニウムジクロライド (0.17 グラム, 0.4 ミリモル)、テトラキスペンタフルオロフェニルボレートのジメチルアニリニウム塩 (0.34 グラム, 0.4 ミリモル) およびトリイソブチルアルミニウム (東ソー・アクゾー社製、40 ミリモル) を室温にて順次添加し、それから反応温度 80 にして攪拌を行なった。反応 8 時間後、メタノールで反応を停止させ、続いて塩酸水溶液を反応液に添加し有機層を洗浄した。次に有機層を真空蒸留し、沸点 120 ~ 125 / 26.6 Pa (0.2 Torr) の留分 (デセン二量体) 1.2 kg を得た。この留分をガスクロマトグラフィーで分析したところ、二量体の濃度は 98 質量% であり、二量体中のピニリデンオレフィン比率は 95 質量% であった。

30

【0128】

(2) ピニリデンオレフィンの二量化および水添工程

実施例 1 の (2) 項に準じ、二量体 1.2 kg とモンモリロナイト K-10 (アルドリッチ製) 120 g を配合してから、110 に昇温し、その温度で 9 時間反応を行なった。続いて、ピニリデンの二量化物を内容積 3 L オートクレーブに移し、5 質量% パラジウム・アルミナにて水添した。無色透明で油状物 1.1 kg を得た。油状物をガスクロマトグラフィーで分析したところ、炭素数 20、炭素数 40 および炭素数 60 の飽和炭化水素がそれぞれ 46 質量%、51 質量% および 3 質量% の割合で生成した。

40

【0129】

(3) 11-メチル-11,13-ジオクチルトリコサンの生成率および収率

実施例 1 の (3) 項に準じて、水添物の蒸留を行い、炭素数 20 の炭化水素が 0.4 質量%、炭素数 40 の炭化水素が 92.5 質量%、炭素数 60 の炭化水素が 7.1 質量% の組成の蒸留残を得た。蒸留残を分析したところ、炭素数 40 の炭化水素の生成物中に占める 11-メチル-11,13-ジオクチルトリコサンの含量 (生成率) は 75 質量% であり、該トリコサンの蒸留残 (炭素数 40 以上の生成物) に占める割合は 69 質量% であっ

50

た。

【0130】

チーグラ触媒を使用した場合との比較結果を第1表に示す。チーグラ触媒では、工程(I)における原料デセンの二量体であるピニリデンオレフィン含有量が低いため、これを更に、二量化・水添しても、デセンの4量体(C₄₀)の含有率が低くなる。また、本発明のメタロセン錯体触媒によるC₄₀基油は、従来のチーグラ触媒を使用した場合の基油と比べ、引火点が高く、蒸発減量が低くなり、圧縮機油用ないし真空ポンプ油用の基油として、より優れたものである。

【0131】

【表1】

第1表

	実施例1	比較例1	実施例2
(製造方法:触媒)	メタロセン	チーグラ	メタロセン
●工程(I)における生成物(質量%)			
デセン二量体の濃度	99	98	98
デセン二量体中のピニリデンオレフィンの比率	97	86	95
●工程(III)における生成物(質量%)			
C ₂₀	45	51	46
C ₄₀	52	41	51
C ₆₀	3	8	3
(潤滑油基油組成:質量%)			
C ₂₀	0.3	0.4	0.4
C ₄₀	92.7	83.1	92.5
C ₆₀	7.0	15.5	7.1
11-メチル-11,13-ジオクチルトリコサン/(C ₄₀ +C ₆₀ +C ₈₀)	70	52	69
11-メチル-11,13-ジオクチルトリコサン/C ₄₀	76	62	75
(性能評価)			
(1)引火点(°C)	266	261	266
(2)蒸発減量(質量%)	0.2	0.4	0.2

【0132】

比較例2 (BF₃法の市販デセンオリゴマー)

BF₃法の市販デセンオリゴマーとしてAmoco社製のポリアルファオレフィンを用いて其油(オリゴマー)および潤滑油組成物としての比較を行った。潤滑油組成物において用いた添加剤および添加量は、実施例1の(4)に記載の通りである。

実施例1との比較結果を第2表に示す。実施例1Aおよび比較例2Aは其油(オリゴマー)としての評価、実施例1Bおよび比較例2Bは添加剤を加えた潤滑油組成物としての評価である。

第2表の評価結果から、実施例1Aの潤滑油基油(C₄₀)は、低粘度であるにも係らず、従来のBF₃触媒で合成されたポリアルファオレフィン(比較例2A)よりも高引火点を有し、また、示差熱分析による5%質量減温度が高く、低蒸発性、耐熱性に優れている。さらに、実施例1Bの潤滑油組成物は、上記特性に加え、熱安定性試験でのスラッジもなく、摩擦試験における摩擦痕径も小さく、従来のBF₃法によるポリアルファオレフィンを用いた潤滑油組成物(比較例2B)と遜色ない性能を有していることが分かる。

一方、比較例2A及び比較例2Bのように従来のBF₃法によるポリアルファオレフィンは、引火点が低く、示差熱分析による5%質量減の温度も低い、従って実施例1A及び実施例1Bよりも低蒸発性に劣るものと見られ、軽質分の揮発を嫌う真空ポンプ油や高温下で使用する圧縮機油としては適切でないことが分かる。

【0133】

10

20

30

40

【表 2】

第2表

(製造方法)	実施例 1A	比較例 2A	実施例 1B	比較例 2B
	メタロセン法 (潤滑油基油)	BF ₃ 法 (潤滑油基油)	メタロセン法 (潤滑油組成物)	BF ₃ 法 (潤滑油組成物)
(性能評価)				
(1) 引火点 (°C)	266	236	262	233
(2) 動粘度 (mm ² /s)	40.92	46.74	42.15	47.97
	40°C			
	100°C			
(3) 粘度指数	7.10	7.84	7.15	7.84
	135	137	132	132
(4) 熱安定度 (スラッジの有無)	無	無	無	無
(5) RBT値 (酸化劣化試験:分)	48	32	1024	1012
(6) 潤滑性能 (平均摩耗痕径: mm)	0.62	0.64	0.37	0.39
(7) 熱分析による5質量%減量温度 (°C)	287	265	284	261
(8) 減圧蒸留による5質量%留出温度 (°C)	490	426	487	422

【0134】

比較例 3 (メタロセン触媒による別法: 1 - デセンの四量化)

実施例 1 (1) において、ジルコノセンジクロライドの代わりにビス (n - オクタデシルシクロペンタジエニル) ジルコニウムジクロリドを用い、以下、実施例 1 (1) と同様な操作により、1 - デセンの四量化を行ったのち、実施例 1 (2) の水添工程と同様な操作により、水添反応を行い、沸点 190 ~ 240 / 26.6 Pa (0.2 Torr) のデセンオリゴマーの水添物 0.25 kg を得た。

次に、この留分をガスクロマトグラフィーで分析したところ、実施例 1 (3) で単離された化合物とは異なる生成物であった。しかし、この生成物は NMR で解析したところ C

10

20

30

40

50

40成分が含まれていた。すなわち、メタロセン触媒により、直接、1-デセン四量体の製造を行なうと、C₄₀の収率が8質量%と極端に低くなり、軽質留分(C₂₀およびC₃₀)が多量生成した。

【0135】

実施例3～8及び比較例4

第3表に示す組成の潤滑油又は潤滑油組成物を調製し、その性状及び性能を評価した。結果を第3表に示す。なお、実施例1B及び比較例2Bのデータも第3表に併記した。

【0136】

【表3】

第3表-1

10

		実施例					
		1B	3	4	5	6	
適用油種		油圧油	タービン油	軸受油	歯車油	工作機械油	
成分組成 (質量%)	基油	酸触媒PAO ¹⁾	—	—	—	—	—
		メタロセンPAO ²⁾	98.44	99.44	98.44	97.44	98.14
	添加剤	フェノール系酸化防止剤 ³⁾	0.5	0.2	0.2	0.2	0.3
		アミン系酸化防止剤1 ⁴⁾	0.5	0.3	0.3	0.3	—
		アミン系酸化防止剤2 ⁵⁾	—	—	—	—	—
		リン酸エステル1 ⁶⁾	0.5	—	—	—	—
		リン酸エステル2 ⁷⁾	—	—	—	—	0.5
		リン酸エステルアミン塩 ⁸⁾	—	—	—	1.0	—
		硫黄系極圧剤1 ⁹⁾	—	—	—	1.0	—
		硫黄系極圧剤2 ¹⁰⁾	—	—	—	—	1.0
		金属系極圧剤 ¹¹⁾	—	—	1.0	—	—
		防錆剤 ¹²⁾	0.05	0.05	0.05	0.05	0.05
		金属不活性化剤 ¹³⁾	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005
		消泡剤 ¹⁴⁾	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005
性状・性能	動粘度 (mm ² /s)	40°C	42.15	42.05	42.01	42.37	42.04
		100°C	7.15	7.11	—	—	—
	粘度指数		132	—	—	—	—
	引火点[C. O. C](°C)		262	264	231	234	233
	RBOT (min)		1024	980	—	—	—
	酸化試験[165.5°C、96h] ¹⁵⁾ 酸価上昇量 (mgKOH/g)		0.52	0.99	—	—	—
	熱分析による5質量% 減量温度 (°C)		284	285	281	281	283
	減圧蒸留による5質量% 留出温度 (°C)		487	490	485	483	486

20

30

【0137】

【表4】

第3表-2

		実施例		比較例		
		7	8	2B	4	
適用油種		含油軸受油	金属加工油	—	—	
成分組成 (質量%)	基油	酸触媒PAO ¹⁾	—	—	98.44	99.44
		メタロセンPAO ²⁾	98.44	100	—	—
	添加剤	フェノール系酸化防止剤 ³⁾	—	—	0.5	0.2
		アミン系酸化防止剤 ⁴⁾	—	—	0.5	0.3
		アミン系酸化防止剤 ⁵⁾	0.5	—	—	—
		リン酸エステル ⁶⁾	—	—	0.5	—
		リン酸エステル ⁷⁾	1.0	—	—	—
		リン酸エステルアミン塩 ⁸⁾	—	—	—	—
		硫黄系極圧剤 ⁹⁾	—	—	—	—
		硫黄系極圧剤 ¹⁰⁾	—	—	—	—
		金属系極圧剤 ¹¹⁾	—	—	—	—
		防錆剤 ¹²⁾	0.05	—	0.05	0.05
		金属不活性化剤 ¹³⁾	0.005	—	0.005	0.005
		消泡剤 ¹⁴⁾	0.005	—	0.005	0.005
性状・性能	動粘度 (mm ² /s)	40°C	42.06	40.92	47.97	47.91
		100°C	—	7.10	7.84	—
	粘度指数		—	135	132	—
	引火点[C. O. C](°C)		231	266	233	235
	RBOT (min)		—	48	1012	680
	酸化試験[165.5°C、96h] ¹⁵⁾ 酸価上昇量 (mgKOH/g)		—	—	0.11	0.166
	熱分析による5質量% 減量温度 (°C)		283	287	261	263
	減圧蒸留による5質量% 留出温度 (°C)		485	490	422	425

10

20

30

【0138】

〔注〕

1) 1 - デセン四量体であるポリアルファオレフィン (Amoco社製、商品名「DYURASYN 164」、BF₃法)

2) 実施例1で得られた1 - デセン二量体のダイマー (C₄₀含有量: 92.7質量%)

3) ジ - t - プチル - p - クレゾール

4) ジオクチルジフェニルアミン

5) N - (p - オクチルフェニル) - 1 - ナフチルアミン

6) トリクレジルフォスフェート

7) ジオレイルハイドロジェンフォスファイト

8) ジ(モノ)メチルアシッドフォスフェートアミン塩

9) ジオクチルジサルファイド

10) 硫化油脂

11) ジンク - ジチオフォスフェート

12) アルケニルコハク酸エステル

13) ベンゾトリアゾール

14) ジメチルポリシロキサン

15) JIS K 2514に記載されている内燃機関用潤滑油酸化安定度試験に準拠し、

165.5、96時間の条件で試験を行い、酸価上昇量を測定した。

40

50

【産業上の利用可能性】**【0139】**

本発明の製造方法により得られた飽和脂肪族炭化水素化合物は、低温流動性を有し、低蒸発性であって、熱安定性及び酸化安定性がよく、例えば油圧、タービン、工作機械、軸受、歯車、金属加工用等の潤滑油組成物の基油などとして好適に用いられる。

【図面の簡単な説明】**【0140】**

【図1】実施例1で単離した11-メチル-11,13-ジオクチルトリコサンを C^{13} -NMRにてロングレンジ相関解析を行なった。その解析プロファイルである。

【図2】本発明の潤滑油組成物が適用されるスピンドルモーターの一例を説明する拡大断面図である。

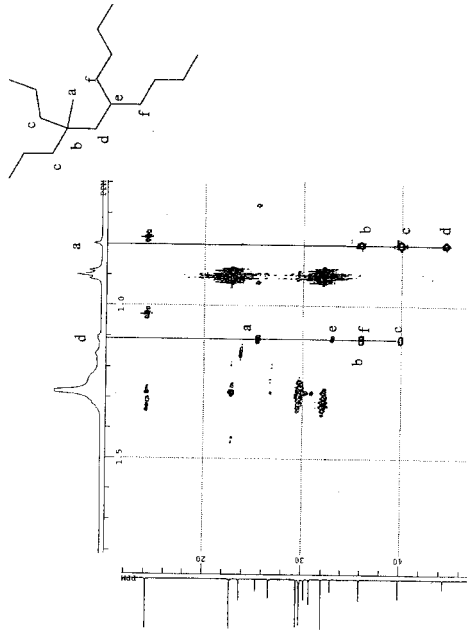
10

【符号の説明】**【0141】**

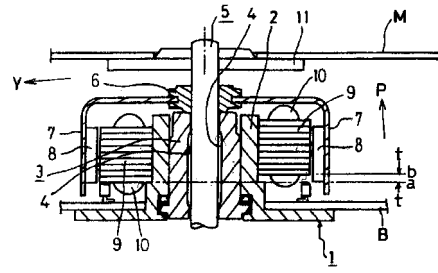
- 1：ハウジングホルダ
- 2：円筒部
- 3：軸受
- 4：中逃げ部
- 5：モータ軸
- 6：保持材
- 7：ロータ
- 8：マグネット
- 9：積層コア
- 10：コイル
- 11：ターンテーブル
- B：基盤
- M：回転メディア

20

【図1】



【図2】



フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
C 0 7 B 61/00 (2006.01) C 0 7 B 61/00 3 0 0

(56)参考文献 特開平 1 1 - 1 3 1 0 8 1 (J P , A)
特開 2 0 0 2 - 1 4 6 3 7 7 (J P , A)
特開 2 0 0 2 - 2 9 5 4 8 7 (J P , A)
特表 2 0 0 4 - 5 3 2 3 2 8 (J P , A)
仏国特許出願公開第 0 1 3 3 0 0 8 1 (F R , A 1)
特開平 0 4 - 2 2 4 8 9 3 (J P , A)
特表平 0 6 - 5 0 4 7 8 6 (J P , A)
特開平 0 7 - 1 3 3 3 2 4 (J P , A)
特開昭 6 3 - 0 5 1 3 4 0 (J P , A)

(58)調査した分野(Int.Cl. , DB名)
C 0 7 C 5 / 0 3
C 0 7 C 9 / 2 2
C 1 0 M 1 0 5 / 0 4
C 1 0 M 1 7 7 / 0 0
C A p l u s (S T N)
R E G I S T R Y (S T N)