明　細　書

発明の名称 ： アルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物および潤滑剤

技術分野

[0001]　本発明はアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物および潤滑剤に関する。本出願は、２０２４年２月２７日出願の日本国特許出願２０２４－０２７６４０号に基づく優先権を主張し、前記日本国特許出願に記載された全ての記載内容を援用する。

背景技術

[0002]　半導体製造において用いられる潤滑剤として、低発塵性で真空中でも蒸気圧が低いものが望まれる。この種の技術として例えば特許文献１には、表面張力（２５℃）が２５ｍＮ／ｍ以上の潤滑油を用いた、蒸気圧（２５℃）が１×１０$^{-5}$Ｐａ以下である低発塵潤滑油が記載されている。特許文献１（特開２００１－１５２１７５号公報）には、低発塵性潤滑油の具体例のひとつとしてアルキル置換ジフェニルエーテルが記載されている。

[0003]　特許文献２（特許第５６５９４２２号公報）には、耐熱性に優れ、高温下での蒸発損失の少ない潤滑油として、アルキル置換ジフェニルエーテル組成物を有する潤滑油が開示されている。特許文献２の潤滑油に含有されるアルキル置換ジフェニルエーテル組成物は、炭素数が１２または１４の炭化水素基を有し、アルキル基の付加数が３．６～４．０である。

先行技術文献

特許文献

[0004] 特許文献1：特開２００１－１５２１７５号公報

特許文献2：特許第５６５９４２２号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

[0005] 半導体製造において、清浄な作業環境を維持するために、蒸気圧の低い潤滑剤が望まれる。従来、このような低蒸気圧の潤滑剤としてフッ素系の潤滑剤が多く使用されている。しかしながら、ＰＦＡＳ規制等の社会的要請に鑑み、フッ素系の潤滑剤に代わる潤滑剤が求められている。フッ素を含まない潤滑油として、特許文献１、２に示されるように、アルキル置換ジフェニルエーテルからなる潤滑油が公知であり、このような潤滑油は、耐熱性が高く低蒸気圧であることから、半導体製造用の潤滑油として使用されている。しかしながら、近年、半導体製造における高真空技術の進展により、清浄環境中への放散物がさらに少ない潤滑剤が求められている。

[0006] 本発明は、蒸気圧が低く、アウトガス発生が少ないアルキル置換ジフェニルエーテルを含む潤滑剤を提供すること、また、このような潤滑剤を構成するアルキル置換ジフェニルエーテル混合物を提供することを目的のひとつとする。

課題を解決するための手段

[0007] 本開示に従ったアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物は、

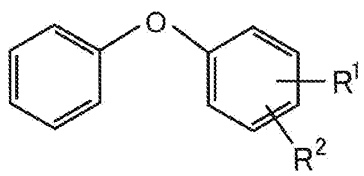
アルキル基平均付加数は２～３．６であり、

アルキル基の付加数が０または１であるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の存在割合は１モル％以下であり、

アルキル基の付加数が２であるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の存在割合は２５モル％以上であり、

式（１）で表されるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の存在割合は２５モル％以下である。

[化1]



(1)

（式（１）中、R^1およびR^2は、互いに同一でも異なってもよいアルキル基である。）

発明の効果

[0008] 蒸気圧が低く、アウトガス発生が少ないアルキル置換ジフェニルエーテルを含む潤滑剤が提供される。また、このような潤滑剤を構成するアルキル置換ジフェニルエーテル混合物が提供される。

図面の簡単な説明

[0009] [図1]図１は、実施例２のアルキル置換ジフェニルエーテル混合物のＨＰＬＣチャートである。

[図2]図２は、実施例２のアルキル置換ジフェニルエーテル混合物の^{1}Ｈ－ＮＭＲチャートである。

[図3]図３は、実施例２のアルキル置換ジフェニルエーテル混合物の^{13}Ｃ－ＮＭＲチャートである。

[図4]図４は、実施例６および比較例１のアルキル置換ジフェニルエーテル混合物のＧＣ－ＭＳチャートである。

発明を実施するための形態

[0010] ［実施形態の概要］

最初に本開示にかかるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物の実施の形態を列挙して説明する。なお、本明細書においては、特記しない限り数値範囲を表す「Ａ～Ｂ」は「Ａ以上Ｂ以下」を意味する。

[0011] 本開示に従ったアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物は、

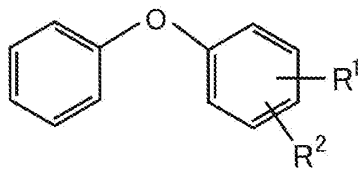
アルキル基平均付加数は２～３．６であり、

アルキル基の付加数が０または１であるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の存在割合は１モル％以下であり、

アルキル基の付加数が２であるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の存在割合は２５モル％以上であり、

式（１）で表されるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の存在割合は２５モル％以下である。

[化2]



(1)

（式（１）中、Ｒ^{1}およびＲ^{2}は、互いに同一でも異なってもよいアルキル基である。）

[0012] 潤滑剤やその基油として使用されるアルキル置換ジフェニルエーテルは、通常、１種類の化合物で構成されるものではなく、アルキル基の付加数や付加位置が異なる複数種類のジフェニルエーテル化合物の混合物である。従来の検討（例えば特許文献２）では、ジフェニルエーテル骨格に付加するアルキル基の数およびその分布を特定の範囲とすることが提案されていた。

[0013] 本発明者らは、アルキル置換ジフェニルエーテルで構成される潤滑剤の一層の低蒸気圧化・低アウトガス化を図ることを目的として、アルキル置換反応により得られるアルキル置換ジフェニルエーテル混合物の各成分（つまり、アルキル置換ジフェニルエーテル混合物を構成する化合物）の存在割合および構造に着目した。検討を重ねた結果、アルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物であって、アルキル基の平均付加数が特定の範囲内であるとともに、アルキル基の付加数が０または１である化合物、アルキル基の付加数が２である化合物がそれぞれ特定の割合で存在し、さらに、ジフェニルエーテルの一方のベンゼン環に２つのアルキル基を有する化合物の存在割合が特定量以下である混合物は、低蒸気圧かつアウトガスの発生が少ないことを見出し、本発明を完成させるに至った。

[0014] 前記アルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物において、前記混合物の数平均分子量は、３３０～１８００であってよい。

[0015] 前記アルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物において、前記アルキル基の平均炭素数は、６～２８であってよい。

[0016] 前記アルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物において、アルキル基の付加数が２であるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物、または、アルキル基の付加数が３であるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の存在割合が最も大きくてよい。

[0017] 前記アルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物は、４０℃における動粘度が、１３９ｍｍ^2／ｓ以下であってよい。

[0018] 前記アルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物は、２５℃における蒸気圧が、１．０×１０$^{-6}$Ｐａ以下であってよい。

[0019] 本開示に従った潤滑剤は、前記のアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物を含むものであってよい。

[0020] ［実施形態の具体例］

より具体的に本開示にかかるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物を説明する。以下では、「アルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物」を「アルキル置換ジフェニルエーテル混合物」または単に「混合物」と称することがある。

[0021] ［アルキル置換ジフェニルエーテル混合物を構成する化合物］

本開示にかかる混合物は、アルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物である。ここで、アルキル置換ジフェニルエーテル混合物とは、アルキル置換ジフェニルエーテルおよび無置換ジフェニルエーテルから構成される混合物である。アルキル置換ジフェニルエーテルの他に、例えば酸化防止剤などの添加剤を含む組成物の場合、アルキル置換ジフェニルエーテルだけから構成される部分が、アルキル置換ジフェニルエーテル混合物に相当する。以下、アルキル置換ジフェニルエーテルは、ＡＤＥと称することがある。

[0022] 本開示にかかるアルキル置換ジフェニルエーテル混合物は、アルキル基の付加数および／または付加位置が異なる複数種類のアルキル置換ジフェニルエーテル化合物を含む。アルキル置換ジフェニルエーテル化合物のアルキル

基の付加数は制限されず、０置換以上１０置換以下である。アルキル置換ジフェニルエーテル混合物は、アルキル基の付加数が０である化合物（以下、非付加体、ジフェニルエーテルまたはジフェニルオキサイド（ＤＰＯ）ということがある）、アルキル基の付加数が１である化合物（以下、モノアルキル付加体ということがある）、アルキル基の付加数が２である化合物（以下、ジアルキル付加体ということがある）、アルキル基の付加数が３である化合物（以下、トリアルキル付加体ということがある）、アルキル基の付加数が４である化合物（以下、テトラアルキル付加体ということがある）およびアルキル基の付加数が５以上である化合物からなる群から選ばれる１または２種類以上を含んでよい。アルキル置換ジフェニルエーテル化合物のアルキル基の付加数は、２～６が好ましく、２～５がより好ましい。アルキル基の付加数がこの範囲であれば、混合物の状態で、低蒸気圧を維持しつつ、低粘度になりやすい。

[0023] 混合物を構成するアルキル置換ジフェニルエーテル化合物が有するアルキル基の炭素数は、特に制限されないが、６～２８であってよく、６～２４であることが好ましく、１２～２０であることがより好ましい。アルキル基は、直鎖アルキル基であっても分岐アルキル基であってもよく、同一化合物中に直鎖アルキル基と分岐アルキル基の両方を含んでもよい。耐熱性の観点から、アルキル基は直鎖アルキル基であることが好ましい。

[0024] アルキル基として具体的には例えば、直鎖アルキル基として、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ウンデシル基、ドデシル基、トリデシル基、テトラデシル基、ペンタデシル基、ヘキサデシル基、ヘプタデシル基、オクタデシル基、イコシル基、ドコシル基、テトラコシル基などのアルキル基が挙げられる。分岐アルキル基としては、例えば、１－メチルウンデシル基、１－エチルデシル基、１－メチルトリデシル基、１－エチルドデシル基、１－メチルペンタデシル基、１－エチルテトラドデシル基、１－メチルヘプタデシル基、１－エチルオクタデシル基、１－メチルノナデシル基、１－エチルオクタデシル基、２－エチルヘキシル基、２－オク

チルドデシル基、２－デシルテトラデシル基、２－ドデシルヘキサデシル基、１－ブチル－１－メチルペンチル基、１－ブチル－１－メチルヘプチル基、１－メチル－１－ペンチルオクチル基、１－ヘキシル－１－メチルノニル基、１－ヘプチル－１－メチルデシル基、１－メチル－１－オクチルウンデシル基、１－デシル－１－メチルトリデシル基などのアルキル基が挙げられる。

[0025] ［アルキル置換ジフェニルエーテル混合物］

以下では、アルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物について、混合物全体としての組成ないし物性の特徴について説明する。

[0026] 前述のとおり、本開示にかかるアルキル置換ジフェニルエーテル混合物は、アルキル基の付加数が異なるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物である。混合物を構成する化合物が有するアルキル基の数の平均を、混合物のアルキル基平均付加数という。本開示にかかるアルキル置換ジフェニルエーテル混合物のアルキル基平均付加数は、２～３．６であり、２．１～３．３であることが好ましい。この範囲であれば、アルキル置換ジフェニルエーテル混合物が常温（２０℃）で液体となり、潤滑剤の基油として適切な物性となりえる。アルキル基平均付加数の算出方法は実施例において詳述される。

[0027] 混合物の全量に対する、アルキル基の付加数が０または１であるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の存在割合は、１モル％以下であり、０．６モル％以下であることが好ましく、０．３モル％以下であることがより好ましく、０モル％であることが特に好ましい。非付加体およびモノアルキル付加体が１モル％以下であることによって、アウトガス量が低減できる。本明細書中、アルキル置換ジフェニルエーテル化合物の存在割合は、後述の実施例に示した条件でＨＰＬＣによって測定された値である。

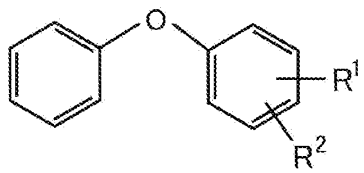
[0028] 混合物の全量に対する、アルキル基の付加数が２であるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の存在割合は、２５モル％以上であり、３０モル％以上であることが好ましく、３５モル％以上であることがより好ましい。アル

キル基の付加数が２であるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の存在割合が２５モル％以上であることによって、低粘度を維持でき、潤滑剤として用いた場合に低トルクとなると考えられる。

[0029] 本開示にかかるアルキル置換ジフェニルエーテル混合物は、アルキル基の付加数が０または１であるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の存在割合が１モル％以下、かつ、アルキル基の付加数が２であるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の存在割合は２５モル％以上である。

[0030] 混合物の全量に対して、式（１）で表されるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の存在割合は２５モル％以下であり、２０モル％以下であることが好ましく、１５モル％以下であることがより好ましい。式（１）で表されるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物は、ジアルキル付加体であって、ジフェニルエーテル骨格の２つの芳香環のうち、一方の芳香環に２つのアルキル基が付加した化合物である。ジアルキル付加体は、ジフェニルエーテルの２つの芳香環に１つずつアルキル基が置換した化合物と、一方の芳香環に２つのアルキル基が置換した化合物とで構成されるが、これらのうち、一方の芳香環に２つのアルキル基が置換した化合物が２５モル％以下であることによって、蒸気圧を低くすることが出来る。従来、アルキル置換ジフェニルエーテルの蒸気圧はアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の分子量に相関し、アルキル基の置換位置は蒸気圧に影響しないと考えられていた。しかし、本発明者らは、驚くべきことに、混合物中の式（１）の構造を有するジフェニルエーテル化合物の存在量が少なければ、混合物の数平均分子量が同じであっても、蒸気圧が低下することを見出した。

[化3]



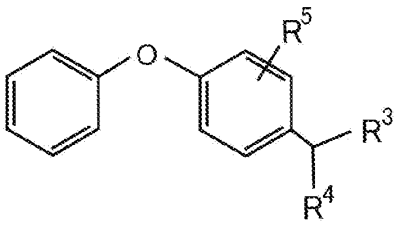
(1)

（式（１）中、Ｒ[1]およびＲ[2]は、互いに同一でも異なってもよいアルキル基である。）

[0031] 前記式（１）におけるＲ[1]およびＲ[2]は、前述のアルキル基であってよく、炭素数６～２４のアルキル基であることが好ましい。

[0032] また、ジアルキル付加体のうち、式（２）で示される化合物の存在割合が１５モル％以下であることが好ましい。式（２）で表されるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物は、ジアルキル付加体であって、ジフェニルエーテル骨格の一方の芳香環に２つのアルキル基が付加し、ｐ－位に付加したアルキル基は分岐アルキル基であって、分岐鎖のうち短いほうのアルキル基がブチル基以上の長さである。このような化合物の存在割合が１５モル％以下である場合、蒸気圧を低くすることが出来ると考えられる。

[化4]



(2)

（式（２）中、Ｒ[3]およびＲ[4]はアルキル基であり、Ｒ[3]およびＲ[4]のうち短いほうのアルキル鎖の炭素数は４以上である。Ｒ[5]はアルキル基である。）

[0033] 前記式（２）におけるＲ[3]、Ｒ[4]、およびＲ[5]は、前述のアルキル基であってよく、Ｒ[5]は炭素数６～２４のアルキル基であることが好ましく、Ｒ[3]およびＲ[4]の炭素数の和は、５～２３であることが好ましい。典型的に、Ｒ[3]はメチル基、エチル基またはプロピル基であってよく、Ｒ[4]はノニル基、デシル基またはウンデシル基であってよい。

[0034] 混合物中、アルキル基の付加数が２であるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物（ジアルキル付加体）、または、前記アルキル基の付加数が３であ

るアルキル置換ジフェニルエーテル化合物（トリアルキル付加体）の存在割合が最も大きいことが好ましい。この範囲であると、低粘度を維持しながら低い蒸気圧を有することが出来る。混合物において、非付加体およびモノアルキル付加体が１モル％以下であり、かつ、ジアルキル付加体またはトリアルキル付加体の存在割合が最も大きい場合、潤滑剤として適切な動粘度を有しつつ、蒸気圧が低く、低アウトガスのアルキル置換ジフェニルエーテル混合物が得られうる。

[0035] 本開示にかかるアルキル置換ジフェニルエーテル混合物は、アルキル基の平均炭素数（１つのアルキル基が有する炭素数の平均）が６～２８であることが好ましい。アルキル基の平均炭素数は、アルキル置換ジフェニルエーテル混合物に含まれるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物が有するアルキル基１つあたりの炭素数の平均を表す実数である。アルキル基の平均炭素数は、後述の実施例に示す方法によって測定できる。

[0036] また、本発明のアルキル置換ジフェニルエーテル混合物のアルキル基の平均総炭素数の下限は、１２以上であり、２４以上が好ましく、２８以上がより好ましい。混合物のアルキル基の平均総炭素数の上限は１００以下であり、８０以下が好ましく、７０以下がより好ましく、６０以下がさらに好ましい。なお、「アルキル基の総炭素数」とは、アルキル置換ジフェニルエーテル混合物に含有される１分子のアルキル置換ジフェニルエーテル化合物が有するアルキル基の炭素数の和を意味する。「アルキル基の平均総炭素数」とは、アルキル置換ジフェニルエーテル混合物に含まれるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物のアルキル基の総炭素数の平均値を意味する。アルキル置換ジフェニルエーテル混合物のアルキル基の平均総炭素数は、アルキル基の平均炭素数と平均付加数との積により算出される実数である。

[0037] 本開示にかかるアルキル置換ジフェニルエーテル混合物の数平均分子量は、３３０～１８００程度が好ましく、５００～１２００程度であることがより好ましく、５００～１０００程度がさらに好ましい。数平均分子量が大きいと耐熱性に優れる傾向があるが、動粘度が過大になる傾向にある。数平

均分子量が小さいと、動粘度は低くなるが、耐熱性が劣る傾向にある。数平均分子量が前記範囲であれば、低粘度、かつ、耐熱性に優れたアルキル置換ジフェニルエーテル混合物が得られる。本明細書において、アルキル置換ジフェニルエーテル混合物の数平均分子量は、後述の実施例に示すように、^{1}Ｈ－ＮＭＲを用いて測定した値である。なお、以下では数平均分子量を単に「平均分子量」ということがある。

[0038] ［アルキル置換ジフェニルエーテル混合物の物性］

本開示にかかるアルキル置換ジフェニルエーテル混合物の粘度は、本開示にかかる効果が得られる限り制限されないが、４０℃における動粘度が２５～１３９ｍｍ^{2}／ｓであってよく、５０～１３０ｍｍ^{2}／ｓであることが好ましい。また、１００℃における動粘度が３～１６ｍｍ^{2}／ｓであってよく、８～１６ｍｍ^{2}／ｓであることが好ましい。粘度指数（ＶＩ）も、特に制限されるものではないが、１００～１３５であってよく、１１０～１３５であることが好ましい。この範囲であるとき、潤滑剤として幅広い温度範囲で適切な粘度を有しながら、低蒸発で低アウトガスの潤滑剤を得ることができる。動粘度の測定方法は、実施例において詳述される。

[0039] 本開示にかかるアルキル置換ジフェニルエーテル混合物は、２５℃における蒸気圧（Ｐａ）が、１．０×１０$^{-6}$Ｐａ以下であることが好ましく、１．０×１０$^{-7}$Ｐａ以下であることがより好ましい。本開示にかかるアルキル置換ジフェニルエーテル混合物は、蒸気圧が極めて低いため、高真空環境下においても飛沫の放散が抑制され、清浄環境を維持可能な潤滑剤を提供できる。２５℃における蒸気圧の測定方法は、実施例において詳述される。

[0040] 本開示にかかるアルキル置換ジフェニルエーテル混合物は、アウトガスが少ないことが好ましい。例えば、実施例において詳述される方法でアウトガスを測定した場合、該当部分のクロマトグラムの面積が５．０×１０^{8}以下であることが好ましく、１．０×１０^{8}以下であることがより好ましい。本開示にかかるアルキル置換ジフェニルエーテル混合物は、蒸気圧が極めて低いこ

とに加えて、アウトガスの発生が少なく、高真空環境下においても飛沫の放散が抑制され、清浄環境を維持可能な潤滑剤を提供できる。

[0041] ［製造方法］

上述したアルキル置換ジフェニルエーテル混合物の製造方法は特に限定されないが、例えば次の製造方法で製造できる。

[0042] 触媒として塩化アルミニウムを使用し、ジフェニルエーテルと、オレフィン又はハロゲン化アルキルのフリーデルクラフツ反応によって、アルキル置換ジフェニルエーテル化合物を含む混合物が得られる。次いで、精製を行う。吸着ないし蒸留によって、未反応の原料等の軽沸分を除去する。さらに蒸留を繰り返し、本開示にかかるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物を得る。

[0043] より具体的には例えば、ジフェニルエーテルに触媒として塩化アルミニウムを添加し、８０～１３０℃に加熱して、触媒をジフェニルエーテルに均一に溶解する。その後、８０～１２５℃を保ちながら、ジフェニルエーテル１当量に対して１～４当量のα－オレフィンを、１～５時間かけて滴下する。滴下終了後、８０～１１０℃で５～９０分間、熟成する。反応混合物の温度が常温になるまで自然冷却する。アルカリ中和剤を投入し、８０～９０℃で約３０分間、攪拌した後、活性白土を投入し、８０～９０℃で０．５～３時間加熱攪拌する。続いて、３０℃まで自然冷却した後、減圧濾過し、次いで減圧蒸留を行う。さらに、１５０～２２０℃程度、１．０×10^{-2}～１．０×10^{-4}Ｐａ程度の条件で１回または複数回の蒸留を行う。この蒸留は、例えば減圧（抜頭）蒸留や分子蒸留等の通常の蒸留方法が使用できるが、分子蒸留が好適である。蒸留の圧力は、従来使用される条件よりも低圧力（１．０×10^{-2}～１．０×10^{-4}Ｐａ程度）で行われることが好ましい。通常よりも低圧力で蒸留することにより、本開示にかかるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物を得やすくなる。

[0044] ［潤滑剤］

本開示にかかるアルキル置換ジフェニルエーテル混合物は、潤滑剤（潤滑油、グリース等）として好適に用いることができる。また、本開示にかかるアルキル置換ジフェニルエーテル混合物は、単独で潤滑剤として、または他の化合物ないし組成物と組み合わされて、潤滑剤のための基油として用いられる。潤滑剤は、本開示にかかるアルキル置換ジフェニルエーテル混合物以外に、例えばその性能をさらに向上させるために、または、必要に応じてさらなる性能を付与するために、本開示にかかる効果を損なわない範囲で、鉱物油、α－オレフィンオリゴマー、ポリオールエステル、ジエステル、ポリアルキレングリコール、シリコーン油、変性シリコーン油、アルキル置換ベンゼン油、マルチプルアルキレートシクロペンタン油、シラハイドロカーボン油などの合成油を含んでもよい。さらに、潤滑剤は必要に応じて、酸化防止剤、極圧剤、摩擦調整剤、金属不活性化剤、消泡剤、増粘剤、着色剤、増ちょう剤等の各種添加剤が、単独でまたは複数を組み合わせて配合されてもよい。

[0045] 添加剤として、一般的に潤滑剤に使用される酸化防止剤を特に限定なく使用することができる。酸化防止剤としては、例えば、フェノール系化合物やアミン系化合物、リン系化合物、硫黄系化合物等が挙げられる。

[0046] 極圧剤としては、例えば、リン系化合物、硫黄系化合物等が挙げられる。

摩擦調整剤としては、例えば、モリブデンジチオカーバメートのようなモリブデン系化合物、グリセリンモノステアレートのような脂肪酸誘導体類等が挙げられる。

金属不活性化剤としては、例えば、ベンゾトリアゾール系、トリルトリアゾール系、チアジアゾール系、およびイミダゾール系化合物等が挙げられる。

消泡剤としては、例えば、ポリアクリレート、およびスチレンエステルポリマー等が挙げられる。

増ちょう剤としては、例えば、金属石鹸（例えば、リチウム石鹸）、シリカ、黒鉛、粘土（例えば、ヘクトライトまたはベントナイト）などの無機

系、ポリ尿素、ポリエーテルエーテルケトン（ＰＥＥＫ）、ポリフェニルスルフィド（ＰＰＳ）、メラミンシアヌレート（ＭＣ）、ＰＴＦＥ、ポリエステル、ポリアクリル酸などの有機系等が挙げられる。

[0047] 潤滑剤に本開示にかかるアルキル置換ジフェニルエーテル混合物を含む場合、その含有量割合は、特に限定されないが、潤滑剤全体（総質量）に対して、５０～１００質量％程度であることが好ましい。また、その場合、潤滑剤における添加剤等の含有量は、０～５０質量％程度であることが好ましい。この範囲であるとき、低蒸発かつ低アウトガスの潤滑剤が得られうる。

[0048] さらに、本開示にかかるアルキル置換ジフェニルエーテル混合物を潤滑剤の添加剤として使用することもできる。その場合、アルキル置換ジフェニルエーテル混合物の含有量は潤滑剤全体（総質量）に対して１～４９質量％程度であることが好ましい。また、本開示にかかるアルキル置換ジフェニルエーテル混合物は、高真空環境下で使用される潤滑剤ないしグリースの成分として用いられうる。

[0049] アルキル置換ジフェニルエーテル混合物を含む潤滑剤は、軸受用潤滑油、グリース基油、冷凍機油およびシーリング油等として好適に使用される。特に、高真空環境下で使用される各種潤滑油、例えば、軸受油（流体軸受油、含油軸受油）、グリース基油、含油プラスチックス油、ギヤ油、ジェットエンジン油、断熱エンジン油、ガスタービン油、自動変速機油、真空ポンプ油、油圧作動液、半導体製造設備および測定装置における駆動部材（ガイドレール、ベアリング、ボールねじ等）用油等として好適に使用できる。

[0050] ［実施例］

以下、実施例により本発明をさらに具体的に説明するが、本発明はこれらの例によって限定されるものではない。

[0051] ［アルキル置換ジフェニルエーテル混合物（粗混合物）の作製］

ジフェニルエーテル（ダウ・ケミカル日本社製）と塩化アルミニウムとをフラスコに加え、８５℃で攪拌した。次いでフラスコにオレフィンを滴下し、滴下完了後、９５℃で１時間攪拌した。常温まで放冷し、続けて活性白

土、キョーワード（登録商標）で吸着処理した。次いで、抜頭蒸留（４０～２００Ｐａ）により未反応の骨格化合物等の軽沸物を留去し、ＡＤＥ１～６を得た。［表１］に、ジフェニルエーテル、オレフィンおよび塩化アルミニウムの仕込み量（ｇ）および種類を示す。

[0052] [表1]

	ADE-1	ADE-2	ADE-3	ADE-4	ADE-5	ADE-6
ジフェニルエーテル(DPO)(g)	80	200	180	160	95	160
オレフィン1	1-dodecene	1-dodecene	1-octadecene	1-dodecene	1-dodecene	1-dodecene
対DPO骨格当量	1.9	0.46	0.7	2.0	1.1	2.0
仕込み量(g)	150.0	91.8	180.0	321.2	107.5	321.2
オレフィン2	—	1-tetradecene	—	1-tetradecene	1-tetradecene	1-tetradecene
対DPO骨格当量		0.40		1.7	1.0	1.7
仕込み量(g)		91.8		321.2	107.5	321.2
塩化アルミニウム						
対オレフィン当量	0.0084	0.0074	0.0082	0.0267	0.0063	0.0095
仕込み量	1.0	1.0	1.0	12.6	1.0	4.5
外観	淡黄色液体	淡黄色液体	淡黄色液体	淡黄色液体	淡黄色液体	淡黄色液体
収量(g)	170	115	126	683	230	683
収率(mol%)	73.9%	30.0%	35.0%	85.1%	74.2%	85.1%

[0053] ［アルキル置換ジフェニルエーテル混合物（粗混合物）の精製］

ＡＤＥ１～６を以下の条件で蒸留することにより、種々のアルキル置換体存在比率を有するアルキル置換ジフェニルエーテル混合物を得た。以下で用いた蒸留条件は、従来採用されている蒸留条件よりも低圧力としたものである。

[0054] （１）ＡＤＥ－１の蒸留

ＡＤＥ－１を１７０℃、１．０×１０$^{-3}$Ｐａで分子蒸留し、留分として高分子量成分を除去した無色透明の液体を得た。留分を１５０℃、１．０×１０$^{-3}$Ｐａで分子蒸留し、釜残として低分子量成分を除去した無色透明液体を得た。釜残を１６０℃、１．０×１０$^{-3}$Ｐａで分子蒸留し、留分として無色透明液体（比較例３）、釜残として無色透明液体（実施例１）を得た。

[0055] （２）ＡＤＥ－２、ＡＤＥ－３の蒸留

ＡＤＥ－２とＡＤＥ－３を５０ｗｔ％ずつ混合し、１×１０$^{-2}$Ｐａ以下かつ１８０℃で分子蒸留し、低分子量成分を留去して釜残（実施例２）を得た。分子蒸留前の混合物を比較例４とした。

[0056] （３）ＡＤＥ－４の蒸留（材料Ａ）

ＡＤＥ－４を１×１０$^{-2}$Ｐａ以下かつ２１５℃で分子蒸留して、低分子量成分を留去した淡黄透明液体（材料Ａ）を得た。

[0057] （４）ＡＤＥ－５の蒸留－１（材料Ｂ）

ＡＤＥ－５を３２０℃、６０Ｐａで抜頭蒸留し、釜残として低分子量成分が除去された黄色透明液体を得た。さらに釜残を１．０×１０$^{-2}$Ｐａ以下、２２０℃で分子蒸留し、留分として高分子量成分が除去された淡黄透明液体（材料Ｂ）を得た。

[0058] （５）ＡＤＥ－５の蒸留－２

ＡＤＥ－５を１．０×１０$^{-2}$Ｐａ以下かつ１５０℃で分子蒸留して、低分子量成分を留去し、淡黄色液体（実施例６）を得た。

[0059] ［評価試料の準備］

実施例１：前記（１）において釜残として得た無色透明液体を実施例１とした。

実施例２：前記（２）において得た釜残を実施例２とした。

実施例３：実施例１と、材料Ｂを５０：５０の重量比で配合した液体を実施例３とした。

実施例４：実施例１と、材料Ｂを２０：８０の重量比で配合した液体を実施例４とした。

実施例５：実施例１と、材料Ａを３５：６５の重量比で配合した液体を実施例５とした。

実施例６：前記（５）において釜残として得た淡黄色液体を実施例６とした。

比較例１：ＡＤＥ－５を比較例１とした。

比較例２：ＡＤＥ－６を比較例２とした。

比較例３：前記（１）において留分として得た無色透明液体を比較例３とした。

比較例４：ＡＤＥ－２とＡＤＥ－３を５０ｗｔ％ずつ混合した、分子蒸留前の混合物を比較例４とした。

[0060] ［アルキル置換ジフェニルエーテル混合物の組成分析］

実施例１～６および比較例１～４のアルキル置換ジフェニルエーテル混合物について、ＨＰＬＣおよびＮＭＲを用いて組成分析を行った。結果を［表２］に示す。

[0061] [表2]

		実施例1	比較例3	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	比較例1	実施例2	比較例4	比較例2
組成	アルキル基の炭素数	C12	C12	C12,C14	C12,C14	C12,C14	C12,C14	C12,C14	C12,C14,C18	C12,C14,C18	C12,C14
	アルキル基平均付加数	2.1	2.0	2.5	2.7	3.3	2.9	2.9	2.3	2.3	3.7
	アルキル基の平均炭素数	26	24	31	35	41	38	38	36	33	48
	分子量	528	508	624	664	767	702	698	686	625	843
	非付加体＋モノアルキル付加体（モル%）	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	1.1	0.6	1.3	0.4
	ジアルキル付加体(di体)（モル%）	86.6	99.0	52.5	32.0	31.5	25.3	30.3	74.0	80.1	5.3
	トリアルキル付加体(tri体)（モル%）	13.4	1.0	42.8	60.4	21.7	45.5	43.9	23.7	10.6	22.4
	テトラアルキル付加体(tetra体)（モル%）	0.0	0.0	4.8	7.7	33.2	24.9	24.7	1.7	8.0	44.5
	ペンタアルキル以上付加体（モル%）	0.0	0.0	0.0	0.0	13.6	4.3	0.0	0.0	0.0	27.4
	最大含有量の成分	di体	di体	di体	tri体	tetra体	tri体	tri体	di体	di体	tetra体
	式（1）の化合物（%）	21.5	46.8	≦19.9	≦18.9	≦8.8	≦10.0	10.0	23.5	-	≦5.3
物性	40℃動粘度(mm^2/s)	58.6	51.0	75.7	86.3	105.3	110.7	101.6	96.0	81.6	139.9
	100℃動粘度(mm^2/s)	8.3	7.1	9.9	11.1	13.2	13.4	12	12.0	10.9	16.5
	粘度指数 VI	111	96	111	116	122	118	108	121	120	126
	25℃蒸気圧(Pa)	9.5×10^{-7}	1.4×10^{-4}	6.6×10^{-7}	6.3×10^{-8}	8.0×10^{-8}	9.3×10^{-8}	5.6×10^{-8}	1.3×10^{-8}	6.4×10^{-6}	1.8×10^{-9}
	アウトガス量	1.2×10^{8}	1.0×10^{8}	6.7×10^{7}	7.0×10^{7}	6.5×10^{7}	4.5×10^{7}	5.1×10^{8}	1.5×10^{8}	1.2×10^{9}	7.4×10^{8}

[0062] ［表２］に示した混合物の組成は、次の方法に従って測定および算出した。

実施例１～６，比較例１～４のアルキル置換ジフェニルエーテル混合物について、アルキル付加数の異なるジフェニルエーテル化合物の存在割合（モル％）、アルキル基の平均付加数、ジアルキル付加体における構造の解析を行った。

[0063] ［付加数の異なるジフェニルエーテル化合物の測定および算出］

１．ＨＰＬＣ分析

ＨＰＬＣを用いて、分子量が異なるジフェニルエーテル化合物を分離した。得られたピーク面積から、アルキル置換数の異なるジフェニルエーテル化合物の存在割合（モル％）を算出した。

・ＨＰＬＣ装置：Ａｇｉｌｅｎｔ　Ｔｅｃｈｎｏｌｏｇｉｅｓ製、１２２０　ＩｎｆｉｎｉｔｙＬＣ

・展開溶媒：$CHCl_3$：アセトニトリル＝５０：５０

・カラム：東ソー株式会社製、ＴＳＫｇｅｌ　ＯＤＳ－１００Ｖ　５μｍ　４．６ｍｍ×１５ｃｍ

・流速：１．００ｍＬ／ｍｉｎ

・検出器：ＵＶ　２５４ｎｍ

[0064] 図１に、実施例２の混合物のＨＰＬＣ分析結果を示す。図１を参照して、リテンションタイム３．０～４．３ｍｉｎにジアルキル付加体、４．３～６．６ｍｉｎにトリアルキル付加体、６．６～１０．０ｍｉｎにテトラアルキル付加体のピークが確認された。

[0065] ２．ＮＭＲ分析

ＮＭＲを用いて合成した混合物を同定した。測定は以下の装置および測定条件で行った。

・ＮＭＲ装置：日本電子株式会社製、ＪＮＭ－ＥＣＸ　ｓｅｒｉｅｓ　ＦＴ　ＮＭＲ装置、４００ＭＨｚ

・溶媒：なし

・温度：７０℃

・測定条件：

^{1}Ｈ－ＮＭＲ：ｓｃａｎ回数 ８回

^{13}Ｃ－ＮＭＲ：ｓｃａｎ回数 １０２４回

[0066]（ａ）アルキル付加数の確認

実施例２を例に挙げて説明する。

実施例２の混合物の^{1}Ｈ－ＮＭＲの全体図を図２に示す。^{1}Ｈ－ＮＭＲチャートから、芳香環に結合する水素、アルキル基のベンジル位炭素に結合する水素、ベンジル位を除くアルキル基に結合する水素を示すそれぞれのピーク積分比を算出した。なお、^{1}Ｈ－ＮＭＲチャートの中に示すａ～ｃは、次に対応する。

・芳香環に結合する水素：６．５～７．５ｐｐｍの積分比をａとする（ａを基準とし、ａ＝１）。

・アルキル基のベンジル位炭素に結合する水素：２．２～３．４ｐｐｍの積分比をｂとする。

・ベンジル位を除くアルキル基に結合する水素：０．７～１．７ｐｐｍの積分比をｃとする。

また、付加したアルキル鎖のプロトン数をｄとする。例えば１－ドデセンおよび１－テトラデセンを付加させた場合、付加したアルキル鎖の平均は$C_{13}H_{27}$になるので、ｄ＝２７となる。

アルキル平均付加数を、次の式により算出した。

アルキル平均付加数＝１０×（ｂ＋ｃ）／（ｂ＋ｃ＋ａ×ｄ）

[0067]（ｂ）ジアルキル付加体における構造の解析

混合物中のジアルキル付加体を、前述のＨＰＬＣにより分離した。得られたジアルキル付加体成分を、^{13}Ｃ－ＮＭＲにて測定した。

図３に、実施例２の混合物から分離したジアルキル付加体成分の^{13}Ｃ－ＮＭＲチャートを示す。^{13}Ｃ－ＮＭＲチャートから、「一方のベンゼン環に２

つのアルキル基が付加したＡＤＥの酸素原子が結合した炭素原子の隣の炭素原子」、「２つのベンゼン環にアルキル基が１つずつ付加したＡＤＥの酸素原子が結合した炭素原子の隣の炭素原子」を示す、それぞれのピーク積分比を算出した。

・一方のベンゼン環に２つのアルキル基が付加したＡＤＥの酸素原子が結合した炭素原子の隣の炭素原子：Ａ１（１５８～１６０ｐｐｍ）＋Ａ３（１５２～１５４ｐｐｍ）

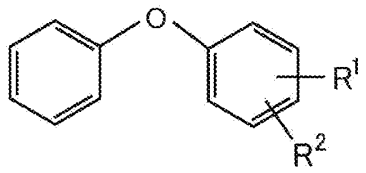
・２つのベンゼン環にアルキル基が１つずつ付加したＡＤＥの酸素原子が結合した炭素原子の隣の炭素原子：Ａ２（１５４～１５７ｐｐｍ）

・ジアルキル付加体において一方の芳香環にアルキルが付加した割合

（Ｓ１）＝（Ａ１＋Ａ３）／（Ａ１＋Ａ２＋Ａ３）

・混合物における下記一般式（１）の化合物（一方の芳香環にアルキル基が付加したアルキル置換ジフェニルエーテル化合物）の存在割合＝ジアルキル付加体の存在割合×（Ｓ１）

[化5]



(1)

（式（１）中、R^1およびR^2は、互いに同一でも異なってもよいアルキル基である。）

[0068] ［アルキル置換ジフェニルエーテル混合物の物性分析］

実施例１～６、比較例１～４のアルキル置換ジフェニルエーテル混合物について、２５℃における蒸気圧、動粘度（４０℃および１００℃）および粘度指数、アウトガスの測定を行った。結果をまとめて［表２］に示す。各測定は次の手順で行った。

[0069] （ａ）２５℃における蒸気圧

熱重量同時測定装置（日立ハイテクサイエンス製ＳＴＡ７２００ＲＶ）を用いて、以下の条件で蒸発量を測定し、式１～３を用いて測定試料の２５℃における蒸気圧を算出した。

・試験容器：ＡＬ深皿パン

・サンプル量：５ｍｇ

・ガス流量：N_2　１００ｍＬ／ｍｉｎ

・測定温度：４つの温度で定温測定（測定試料によって異なる）

・測定時間：４時間

測定温度は、測定終了時の重量減少量（蒸発量）が３～２０％となる温度を最も低い測定温度T_1として、T_1から１０℃ずつ上昇させた３つの温度とした。すなわち、$T_2=T_1+10$℃、$T_3=T_1+20$℃、$T_4=T_1+30$℃とした。

単位面積当たりの蒸発速度は、蒸発量２～３％における傾きから式１を用いて算出された。算出された蒸発速度Ａを、式２に代入してT_1～T_4における蒸気圧ｐを算出した。各測定試料について同様の計算を行った。

[0070] [数1]

$$A=-\frac{1}{U}\times\frac{dm}{dt} \qquad (式1)$$

[数2]

$$p=\frac{A}{\alpha}\sqrt{\frac{2\pi RT}{M}}=\frac{A}{4.38\times10^{3}}\times\frac{1}{\sqrt{M/T}} \qquad (式2)$$

ｐ：蒸気圧［Ｐａ］、Ｕ：サンプルパンの断面積［m^2］、ｍ：重量［ｋｇ］、ｔ：時間［ｓ］、Ａ：蒸発速度［$kg \cdot s^{-1} \cdot m^{-2}$］

α：凝結係数（３．９×10^{-5}とした)、Ｔ：温度［Ｋ］、Ｒ：気体定数［$J \cdot mol^{-1} \cdot K^{-1}$］、Ｍ：分子量［$g \cdot mol^{-1}$］

なお、凝結係数は絶対真空では１であるが、本測定においては、蒸気圧が既知である物質をこの方法で測定してｐ×αを算出し、算出された値を既知の蒸気圧値で割ることによってαを求めた。

[0071] 得られたT_1～T_4における蒸気圧について、絶対温度の逆数と蒸気圧の常用対数の関係をプロットした点の近似曲線を作成し、式３を用いて２５℃の蒸気圧を外挿した。

[数3]

$$LogP = \frac{B}{T} + C \qquad (式3)$$

Ｐ：蒸気圧［Ｐａ］、Ｔ：温度［Ｋ］、Ｂ：近似直線の傾き、Ｃ：近似直線の切片

[0072]（ｂ）動粘度および粘度指数

得られた混合物および組成物の動粘度および粘度指数（Ｖｉｓｃｏｓｉｔｙ Ｉｎｄｅｘ、ＶＩ）をＪＩＳ Ｋ ２２８３に従って測定した。

[0073]（ｃ）アウトガス量の測定

ガスクロマトグラフ質量分析装置（ＧＣ－ＭＳ）を用い、下記条件にて得られたピーク面積（Ａ＋Ｂ）から、測定試料のアウトガス量を算出した。

・装置：Ａｇｉｌｅｎｔ Ｔｅｃｈｎｏｌｏｇｉｅｓ製ガスクロマトグラフ質量分析装置（５９７７Ｂ／ＭＳ、７８９０Ｂ／ＧＣ）

・捕集条件

・・捕集方法：ダイナミックヘッドスペース法

・・捕集管／パージガス：Ｔｅｎａｘ　ＴＡ（Ｇｅｒｓｔｅｌ製）／不活性ガス

・・加熱温度／加熱時間／捕集時間／パージガス量：１５０℃／６０分／１０分／１０００ｍＬ

・ＧＣ条件

・・注入法：スプリットレス

・・カラム：Ａｇｉｌｅｎｔ　Ｔｅｃｈｎｏｌｏｇｉｅｓ製、ＤＢ－１（６０ｍ×０．２５ｍｍ×０．２５μｍ）

・・温度範囲：４０℃（５分）－３００℃

・・昇温速度：１０℃／分

Ａ（保持時間２０～２２分）は非付加体のアウトガス成分を示す。この部分のクロマトグラムの面積をアウトガス量として評価した。

Ｂ（保持時間３０～３６分）はモノアルキル付加体のアウトガス成分を示す。この部分のクロマトグラムの面積をアウトガス量として評価した。

[0074] 図４に、比較例１および実施例６のガスクロマトグラフ質量分析装置チャートを示す。実施例１～６，比較例１～４ともに同様の操作で、アウトガス量を評価した。

[0075] 表２に示されるとおり、本開示にかかるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物である実施例１～６はいずれも、２５℃における蒸気圧が１．０×１０$^{-6}$以下であり、アウトガス量は５．０×１０^{8}以下であった。また、４０℃における動粘度はいずれも１３９ｍｍ^{2}／ｓ以下であった。

[0076] これに対して、アルキル基の付加数が０または１であるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の存在割合が１モル％を超える比較例１，比較例４はアウトガス量が多かった。また、アルキル平均付加数が３．６より大きく、アルキル基の付加数が２であるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の存在割合が２５モル％未満である比較例２は、アウトガス量が多く、４０℃における動粘度が高かった。式（１）で表される化合物の割合が２５モル％を超える比較例３は、蒸気圧が高かった。

[0077] 実施例１と比較例３との対比から、式（１）で示される化合物の存在割合が蒸気圧に影響を与えることが確認された。実施例３～６と比較例１との対比および実施例２と比較例４との対比から、非付加体およびモノアルキル付加体の存在割合がアウトガス量に影響すると考えられた。実施例２と比較例２の対比から、アルキル平均付加数が３．６以下であり、アルキル置換ジフェニルエーテル化合物の存在比率が２５モル％以上であると、４０℃動粘度および１００℃動粘度が低く、良好な潤滑性を有すると考えられた。以上より、潤滑性が良く、蒸気圧が低く、アウトガス発生が少ないアルキル置換ジフェニルエーテルを含む潤滑剤を得るためには、アルキル基の平均付加数に加えて、非付加体、モノアルキル付加体とジアルキル付加体の存在割合および式（１）で示される化合物の存在割合が所定の範囲にある必要があることが確認された。

[0078] ［潤滑剤（グリース）の作製］

実施例２のアルキル置換ジフェニルエーテル混合物と、増ちょう剤とを、自転・公転方式ミキサー（ＴＨＩＮＫＹ社製、あわとり練太郎ＡＲ－１００）で攪拌し、灰白色のグリース１～６を得た。得られたグリースについて、下記物性を評価した。各材料の混合比率および測定結果を［表３］に示す。なお、表３中、空欄は該当する成分を添加していないことを意味し、「－」は測定していないことを示す。

（増ちょう剤）

・ＰＴＦＥ１：３M社製ダイニオンTF-9207Z

・ＰＴＦＥ２：Chemors社製TLP-10F-1

・ＰＥＥＫ：ソルベイスペシャリティポリマーズジャパン社製KETASPIRE KT-820 UFP

・ＭＣ１：日産化学社製MC-4000

・ＭＣ２：日産化学社製MC-6000

・ＰＰＳ：ソルベイスペシャリティポリマーズジャパン社製Ryton M1100 UFP

［潤滑剤（グリース）の評価］

ちょう度は、ちょう度試験機（株式会社離合社製、ＲＰＭ－２０１）を用いて、ＪＩＳ　Ｋ２２２０に準拠して測定した。

離油度は、金網円錐ろ過器（株式会社離合社製）を用いて、ＪＩＳ　Ｋ２２２０　Ｂ法に準拠して測定した。

滴点は、メトラー・トレド社製自動滴点・軟化点装置DP70を用いてＪＩＳＫ２２２０に準拠して測定した。

摩擦係数は、Optimol社製SRV試験機を用いて下記条件で測定した、3000～3600s間の平均値である。サンプルは、SUJ２製ディスクにグリースを0.1g塗布して作製した。

・stroke: 4 mm

・load/frequency/time：(慣らし運転)1N/1 Hz/60s、(本運転)10N/1Hz/3600s

・temperature：25℃/100 ℃

・material and size：SUJ2製Φ10mmボール、Φ24×7.9mm ディスク

25℃蒸気圧およびアウトガス量は、上述したアルキル置換ジフェニルエーテル混合物の物性分析と同じ方法で測定した。

[0079] [表3]

		グリース1	グリース2	グリース3	グリース4	グリース5	グリース6
基油(mass%)	実施例2	56	58	46	52	55	47
増ちょう剤 (mass%)	PTFE1	44					
	PTFE2		42				
	PEEK			54			
	MC1				48		
	MC2					45	
	PPS						53
評価	ちょう度/号	2	1	2	2	1	2
	離油度/%	2.1	-	<0.1	0.6	-	<0.1
	滴点/℃	-	>260	>260	>260	>260	>260
	摩擦係数(25℃)	-	-	0.10	0.14	-	0.21
	摩擦係数(100℃)	-	-	0.28	0.12	-	0.23
	25℃蒸気圧/Pa	-	3.2×10^{-7}	9.4×10^{-12}	3.0×10^{-10}	-	1.3×10^{-7}
	アウトガス量	-	2.1×10^{5}	1.5×10^{3}	3.5×10^{5}	5.5×10^{6}	1.6×10^{8}

[0080] 表３に示されるとおり、本開示にかかるアルキル置換ジフェニルエーテル混合物を含む潤滑剤は、ちょう度および各評価結果が良好であることが確認された。なお、基油の蒸気圧が低いことから、蒸気圧およびアウトガス量を測定していない潤滑剤も、それ以外の潤滑剤と同様に低蒸発性かつ低アウトガス性を有すると推定される。本開示にかかる潤滑剤は、従来の潤滑剤と同等のちょう度、離油度、滴点および摩擦係数を有し、かつ従来の潤滑剤よりも低い蒸発性および低いアウトガス性を有することが確認された。

[0081] 今回開示された実施の形態はすべての点で例示であって、どのような面からも制限的なものではないと理解されるべきである。本発明の範囲は、特許

請求の範囲によって規定され、特許請求の範囲と均等の意味および範囲内でのすべての変更が含まれることが意図される。

[0082] 本発明の態様は、以下の番号の付された項を参照してさらに説明される。

［１］

アルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物であって、

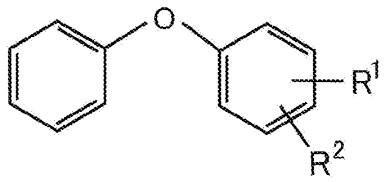
アルキル基平均付加数は２～３．６であり、

アルキル基の付加数が０または１であるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の存在割合は１モル％以下であり、

アルキル基の付加数が２であるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の存在割合は２５モル％以上であり、

下記式（１）で表されるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の存在割合は２５モル％以下である、アルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物。

[化6]



(1)

（式（１）中、R^1およびR^2は、互いに同一でも異なってもよいアルキル基である。）

［２］

前記混合物の数平均分子量は、３３０～１８００である、

［１］に記載のアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物。

［３］

前記アルキル基の平均炭素数は、６～２８である、

［１］または［２］に記載のアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物。

［４］

前記混合物において、

アルキル基の付加数が２であるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物、または、アルキル基の付加数が３であるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の存在割合が最も大きい、

［１］から［３］のいずれか１項に記載のアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物。

［５］

４０℃における動粘度が、１３９ｍｍ^{2}／ｓ以下である、

［１］から［４］のいずれか１項に記載のアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物。

［６］

２５℃における蒸気圧が、１．０×１０$^{-6}$Ｐａ以下である、

［１］から［５］のいずれか１項に記載のアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物。

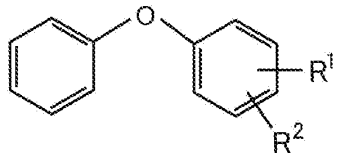
［７］

［１］から［６］のいずれか１項に記載のアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物を含む、潤滑剤。

請求の範囲

[請求項1] アルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物であって、
アルキル基平均付加数は２～３．６であり、
アルキル基の付加数が０または１であるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の存在割合は１モル％以下であり、
アルキル基の付加数が２であるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の存在割合は２５モル％以上であり、
下記式（１）で表されるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の存在割合は２５モル％以下である、アルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物。

[化1]



(1)

（式（１）中、R^1およびR^2は、互いに同一でも異なってもよいアルキル基である。）

[請求項2] 前記混合物の数平均分子量は、３３０～１８００である、
請求項１に記載のアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物。

[請求項3] 前記アルキル基の平均炭素数は、６～２８である、
請求項１または請求項２に記載のアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物。

[請求項4] 前記混合物において、
アルキル基の付加数が２であるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物、または、アルキル基の付加数が３であるアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の存在割合が最も大きい、

請求項１または請求項２に記載のアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物。

[請求項5] ４０℃における動粘度が、１３９ｍｍ^{2}／ｓ以下である、
請求項１または請求項２に記載のアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物。

[請求項6] ２５℃における蒸気圧が、１．０×１０$^{-6}$Ｐａ以下である、
請求項１または請求項２に記載のアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物。

[請求項7] 請求項１または請求項２に記載のアルキル置換ジフェニルエーテル化合物の混合物を含む、潤滑剤。