



SPF Economie, PME, Classes  
Moyennes & Energie  
Office de la Propriété intellectuelle

1021477 B1

Date de délivrance : 27/11/2015

## BREVET D'INVENTION

Date de priorité : 17/11/2011

Classification internationale : C10M 169/04, C10N 30/04, C10N 40/25

Numéro de dépôt : 2012/0767

Date de dépôt : 13/11/2012

Titulaire :

INFINEUM INTERNATIONAL LIMITED  
, Abingdon Oxfordshire OX13 6BB  
Royaume-Uni

Inventeur :

Garner Terence  
-  
Royaume-Uni

GLASS Robert James  
-  
Royaume-Uni

### LUBRIFICATION DE MOTEURS MARINS.

L'invention concerne une composition d'huile lubrifiante pour moteurs marins à piston-fourreau ayant un indice de basicité total de 20 à 60. Elle contient une quantité dominante d'une huile de viscosité propre à la lubrification renfermant une proportion égale ou supérieure à 50 % en masse d'une huile de base du Groupe I, et de petites quantités d'un détergent à base d'alkylsalicylate de calcium métallique surbasique et d'un phénol à substituant alkyle linéaire soluble dans l'huile. Domaine d'application : Prévention ou inhibition, lors du fonctionnement du moteur, de la précipitation des asphaltènes dans le lubrifiant provoquée par la présence d'un fuel-oil lourd contaminant.

H

1

Lubrification de moteurs marins

**DOMAINE DE L'INVENTION**

La présente invention a pour objet une composition pour la lubrification de moteurs marins à piston-fourreau, pour un moteur marin à allumage par compression (diesel) à quatre temps à vitesse moyenne, ainsi que la lubrification d'un tel moteur.

**ARRIERE-PLAN DE L'INVENTION**

Les moteurs marins à piston-fourreau utilisent généralement un fuel-oil lourd (« Heavy Fuel Oil » ou « HFO ») pour un fonctionnement en mer. Le fuel-oil lourd est la fraction la plus lourde d'un distillat de pétrole et comprend un mélange complexe de molécules comprenant jusqu'à 15 % d'asphaltènes, correspondant à la fraction de distillats de pétrole qui est insoluble dans un excès d'hydrocarbures aliphatiques (par exemple l'heptane) mais qui est soluble dans des solvants aromatiques (par exemple le toluène). Les asphaltènes peuvent pénétrer dans le lubrifiant du moteur en tant que contaminants soit par le cylindre soit par les pompes et injecteurs de carburants, et il peut alors se produire une précipitation des asphaltènes, se manifestant par la présence dans le moteur d'une « peinture noire » ou « boue noire ». La présence de tels dépôts carbonés sur la surface d'un piston peut jouer le rôle de couche isolante, qui peut avoir pour résultat la formation de fissures qui se propagent ensuite à travers le piston. Si une fissure traverse l'épaisseur totale du piston, les gaz chauds de combustion peuvent pénétrer dans le carter, ce qui peut avoir pour résultat une explosion du carter.

En conséquence, il est hautement souhaitable que les huiles pour moteurs à piston-fourreau (« TRUNK PISTON ENGINE OILS » ou « TPEO ») préviennent ou inhibent la précipitation des asphaltènes. L'art antérieur décrit des moyens pour y parvenir.

Le document WO 96/26995 (n° 995) fait connaître l'utilisation d'un phénol à substituant hydrocarbyle pour

réduire la « peinture noire » dans un moteur diesel. Plus précisément, il mentionne une huile lubrifiante pour la lubrification d'un moteur diesel à 4 temps à vitesse moyenne, de telles huiles étant connues également dans ce domaine sous le nom de TPEO. Il mentionne l'utilisation d'alkylphénols pour réduire la formation de peinture noire lors de l'utilisation de telles huiles avec des fuel-oils ayant une teneur en huile résiduelle, connus également dans ce domaine sous le nom de HFO. Le document n° 995 indique en outre que l'huile lubrifiante peut contenir des détergents tels que des phénates, salicylates, naphthénates, sulfonates ou carboxylates de métaux alcalinoterreux à substituants hydrocarbyle, qui peuvent être normaux ou surbasiques.

Le document n° 995 indique également que l'huile lubrifiante a un indice de basicité total (« total base number » ou « TBN ») de 8 à 50, fourni en ajustant la quantité de détergent, pour une utilisation dans un moteur à 4 temps, et comprend 0,5 à 10 % en poids du phénol. Ces exemples décrivent des essais de formation de sédiments, sur des TPEO ayant un TBN de 30, contenant un détergent à base de phénate de calcium et contenant des quantités nulles ou variables d'un alkylphénol à chaîne ramifiée.

Cependant, le document n° 995 ne concerne pas l'économie réalisée en traitant les TPEO pour inhiber la formation de « peinture noire ». Un coût considérable est dû à la quantité de savon détergent qui est utilisée, c'est-à-dire du détergent autre que la substance basique. Il a été trouvé à présent que, lorsque le détergent est un salicylate, il existe une relation entre les performances de réduction de « peinture noire » et les concentrations respectives de savon à base de salicylate et d'alkylphénol. Cette relation est telle que la quantité de savon peut être réduite, et le coût peut être réduit, sans aucun effet néfaste sur les performances de réduction de « peinture noire ».

Le document WO 2010/124859 décrit la lubrification de moteurs marin à piston-fourreau dans laquelle, pour éviter ou inhiber la précipitation d'asphaltènes, le lubrifiant comprend une huile de base du groupe II et de petites 5 quantités respectives d'un détergent à base de salicylate métallique surbasique et d'un phénol à substituant alkyle, autre qu'un phénol à encombrement stérique.

#### **RESUME DE L'INVENTION**

Les observations suivantes ont été effectuées à 10 présent lorsqu'un système détergent à base de salicylate/alkylphénol est utilisé dans les TPEO pour tenter de réduire ou supprimer la « peinture noire ». Lorsque la concentration en savon à base de salicylate est forte, l'addition d'un alkylphénol n'affecte pas 15 substantiellement les performances. Cependant, lorsque la teneur en savon à base de salicylate est plus faible, des additions de petites quantités d'un alkylphénol, par exemple inférieures à celles indiquées dans le document n° 995 en tant que quantités préférées (c'est-à-dire 2,0 % 20 en poids) et même inférieures à celles indiquées généralement dans le document n° 995 (c'est-à-dire 0,5 % en poids), se sont révélées améliorer les performances.

Un premier aspect de la présente invention consiste en une composition d'huile lubrifiante pour moteurs marin à 25 piston-fourreau ayant un TBN dans l'intervalle de 20 à 60, par exemple de 30 à 55, pour améliorer le traitement des asphaltènes lors de son utilisation, dans le fonctionnement du moteur lorsque ce moteur est alimenté avec un fuel-oil lourd, composition qui comprend ou qui est préparée en 30 mélangeant une huile de viscosité propre à la lubrification, en une quantité dominante, contenant une proportion égale ou supérieure à 50 % en masse d'une huile de base du groupe I, et, en de petites quantités respectives :

35 (A) un détergent à base d'alkylsalicylate de calcium surbasique fournissant 40 à 70, de préférence 50 à

, mmol d'alkylsalicylate de calcium par kilogramme de la composition, de la manière déterminée par titrage ; et

- 5 (B) 0,1 à 10, par exemple 0,1 à moins de 2,0, par exemple à 1,5, % en masse d'ingrédient actif, sur la base de la masse de la composition, d'un phénol à substituant alkyle linéaire (à chaîne droite) soluble dans l'huile.

Un deuxième aspect de la présente invention consiste  
10 en l'utilisation d'un détergent (A) en association avec un constituant (B) de la manière définie, et en les quantités indiquées dans, le premier aspect de la présente invention, dans une composition d'huile lubrifiante pour moteurs marins à piston-fourreau ayant un TBN dans l'intervalle de  
15 20 à 60, par exemple de 30 à 55, pour un moteur marin à allumage par compression à vitesse moyenne, composition qui comprend une huile de viscosité propre à la lubrification en une quantité dominante et qui contient une proportion égale ou supérieure à 50 % en masse d'une huile de base du  
20 Groupe I, pour améliorer le traitement des asphaltènes au cours du fonctionnement du moteur, alimenté avec un fuel-oil lourd, ainsi que sa lubrification au moyen de la composition.

Un troisième aspect de la présente invention consiste  
25 en un procédé pour faire fonctionner un moteur marin à allumage par compression à vitesse moyenne à piston-fourreau, comprenant

- (i) l'alimentation du moteur avec un fuel-oil lourd ;  
et  
30 (ii) la lubrification du carter du moteur avec une composition telle que définie dans le premier aspect de la présente invention.

Un quatrième aspect de la présente invention consiste en un procédé pour disperser les asphaltènes dans une  
35 composition d'huile lubrifiante pour moteur marin à piston-fourreau au cours de la lubrification par cette composition

des surfaces de la chambre de combustion d'un moteur marin à allumage par compression à vitesse moyenne et du fonctionnement du moteur, procédé qui comprend les étapes consistant :

- 5 (i) à fournir une composition telle que définie dans le premier aspect de la présente invention ;  
(ii) à fournir la composition dans la chambre de combustion ;  
(iii) à fournir un fuel-oil lourd dans la chambre  
10 de combustion ; et  
(iv) à effectuer la combustion du fuel-oil lourd dans la chambre de combustion.

Dans le présent mémoire, les termes suivants et les expressions suivantes, s'ils sont utilisés et lorsqu'ils  
15 sont utilisés, ont les significations indiquées ci-dessous :

« ingrédients actifs » ou « (i.a.) » désignent une substance servant d'additif qui n'est pas un diluant ou solvant ;

20 « comprenant » ou un terme apparenté spécifie la présence de caractéristiques ou d'étapes indiquées ou bien d'entiers ou constituants indiqués, mais n'excluent pas la présence ou l'addition d'une ou plusieurs autres caractéristiques ou étapes, d'un ou plusieurs autres  
25 entiers ou constituants ou groupes de ceux-ci ; les expressions « consiste en », ou « consiste essentiellement en » ou des expressions apparentées peuvent être incluses dans la définition du terme « comprend » ou de termes apparentés, l'expression « consiste essentiellement en »  
30 permettant l'incorporation de substances n'affectant pas matériellement les caractéristiques de la composition concernée ;

« quantité dominante » désigne une proportion égale ou supérieure à 50 % en masse d'une composition ;

35 « petite quantité » désigne une proportion inférieure à 50 % en masse d'une composition ;

« TBN » désigne l'indice de basicité total tel qu'il est mesuré suivant la norme ASTM D2896.

En outre, dans le présent mémoire, si ces expressions sont utilisées et lorsqu'elles sont utilisées :

5 la « teneur en calcium » est celle mesurée suivant la norme ASTM 4951 ;

la « teneur en phosphore » est celle mesurée suivant la norme ASTM D5185 ;

10 la « teneur en cendre sulfatée » est celle mesurée suivant la norme ASTM D874 ;

la « teneur en soufre » est celle mesurée suivant la norme ASTM D2622 ;

« KV100 » désigne la viscosité cinématique à 100°C, telle qu'elle est mesurée suivant la norme ASTM D445.

15 En outre, il est entendu que divers constituants utilisés, essentiels et également optimaux usuels, peuvent réagir dans les conditions de formulation, de stockage ou d'utilisation et que la présente invention propose également le produit pouvant être obtenu ou qui est obtenu  
20 en résultat d'une quelconque telle réaction.

De plus, il est entendu que n'importe quelle limite supérieure et n'importe limite inférieure de quantité, d'intervalle et de rapport indiqués dans le présent mémoire peuvent être combinés indépendamment.

## 25 **DESCRIPTION DETAILLEE DE L'INVENTION**

Les caractéristiques de la présente invention sont décrites maintenant plus en détail ci-dessous.

### **HUILE DE VISCOSITE PROPRE A LA LUBRIFICATION**

30 Les huiles lubrifiantes peuvent avoir une viscosité allant de celles d'huiles minérales distillées légères à celles d'huiles lubrifiantes lourdes. En général, la viscosité de l'huile va de 2 à 40 mm<sup>2</sup>/seconde, telle qu'elle est mesurée à 100°C.

35 Les huiles naturelles comprennent des huiles animales et des huiles végétales (par exemple l'huile de ricin, l'huile de lard) ; des huiles liquides dérivées du pétrole

et des huiles minérales hydrorafinées, traitées au solvant ou traitées avec un acide, de type paraffinique, de type naphhténique et de type paraffinique-naphhténique mixte. Des huiles de viscosité propre à la lubrification dérivées du  
5 charbon ou du schiste jouent également le rôle d'huiles de base utiles.

Les huiles lubrifiantes synthétiques comprennent des huiles hydrocarbonées et des huiles hydrocarbonées halogéno-substituées telles que des oléfines polymérisées  
10 et interpolymérisées (par exemple des polybutylènes, des polypropylènes, des copolymères propylène-isobutylène, des polybutylènes chlorés et des poly(1-hexènes), des poly(1-octènes), des poly(1-décènes)) ; des alkylbenzènes (par exemple des dodécylbenzènes, des tétradécylbenzènes, des  
15 dinonylbenzènes, des di(2-éthylhexyl)benzènes) ; des polyphényles (par exemple des biphényles, des terphényles, des polyphénols alkylés) ; et des éthers de diphényle alkylés et sulfures de diphényle alkylés ainsi que leurs dérivés analogues et homologues.

20 Des polymères et interpolymères d'oxydes d'alkylène et leurs dérivés dans lesquels les groupes hydroxyle terminaux ont été modifiés par estérification, éthérification ou des moyens similaires représentent une autre classe d'huiles lubrifiantes synthétiques connues. Ces polymères sont  
25 illustrés par des polymères du type polyoxyalkylène préparés par polymérisation d'oxyde d'éthylène ou d'oxyde de propylène, et les éthers alkyliques et aryliques de polymères du type polyoxyalkylène (par exemple éther méthylique de polyisopropylèneglycol ayant un poids  
30 moléculaire égal à 1000 ou un éther diphénylique de polyéthylèneglycol ayant un poids moléculaire de 1000 à 1500) ; et leurs esters mono- et polycarboxyliques, par exemple les esters d'acide acétique, des esters d'acides gras mixtes en C<sub>3</sub> à C<sub>8</sub> et le diester d'oxacide en C<sub>13</sub> du  
35 tétraéthylèneglycol.

Une autre classe convenable d'huiles lubrifiantes synthétiques comprend les esters d'acides dicarboxyliques (par exemple acide phtalique, acide succinique, acides alkylsucciniques et acides alcénylsucciniques, acide maléique, acide azélaïque, acide subérique, acide sébacique, acide fumarique, acide adipique, dimère d'acide linoléique, acide malonique, acides alkylmaloniques, acides alcénylmaloniques), avec divers alcools (alcool butylique, alcool hexylique, alcool dodécylrique, alcool 2-éthyl-  
10 hexylique, éthylèneglycol, monoéther de diéthylèneglycol, propylèneglycol). Des exemples spécifiques de ces esters comprennent l'adipate de dibutyle, le sébacate de di(2-éthylhexyle), le fumarate de di-n-hexyle, le sébacate de dioctyle, l'azélate de diisooctyle, l'azélate de  
15 diisodécyle, le phtalate de dioctyle, le phtalate de didécyle, le sébacate de dieicosyle, le diester 2-éthylhexylique du dimère d'acide linoléique, et l'ester complexe formé en faisant réagir une mole d'acide sébacique avec deux moles de tétraéthylèneglycol et deux moles d'acide de  
20 2-éthylhexanoïque.

Des esters utiles comme huiles synthétiques comprennent également ceux préparés à partir d'acides monocarboxyliques en C<sub>5</sub> à C<sub>12</sub> et de polyols et d'esters de polyols tels que le néopentylglycol, le triméthylolpropane,  
25 le pentaérythritol, le dipentaérythritol et le tripentaérythritol.

Des huiles à base de silicium telles que les huiles de polyalkyl-, polyaryl-, polyalkoxy- ou polyaryloxysilicones et des huiles de silicates constituent une autre classe  
30 utiles de lubrifiants synthétiques ; ces huiles comprennent le silicate de tétraéthyle, le silicate de tétraisopropyle, le silicate de tétra-(2-éthylhexyle), le silicate de tétra-(4-méthyl-2-éthylhexyle), le silicate de tétra-(p-tertiobutylphényle), l'hexa-(4-méthyl-2-éthyl-  
35 hexyl)disiloxane, des poly(méthyl)siloxanes et des poly(méthylphényl)siloxanes. D'autres huiles lubrifiantes

synthétiques comprennent des esters liquides d'acides contenant du phosphore (par exemple le phosphate de tricrésyle, le phosphate de trioctyle, l'ester diéthylique d'acide décylphosphonique) et des tétrahydrofurannes polymères.

Des huiles non raffinées, des huiles raffinées et des huiles régénérées peuvent être utilisées dans les lubrifiants de la présente invention. Les huiles non raffinées sont celles obtenues directement à partir d'une source naturelle synthétique sans autre traitement de purification. Par exemple, une huile de schiste obtenue directement par des opérations de pyrogénéation ; une huile dérivée du pétrole obtenue directement par distillation ; ou une huile d'ester obtenue directement par estérification et utilisée sans autre traitement représente une huile non raffinée. Les huiles raffinées sont similaires aux huiles non raffinées, sauf que l'huile est soumise à un traitement supplémentaire dans une ou plusieurs étapes de purification pour améliorer une ou plusieurs propriétés. La plupart de ces techniques de purification, telles que la distillation, l'extraction au solvant, l'extraction avec un acide ou une base, la filtration et la percolation, sont connues de l'homme de l'art. Les huiles régénérées sont obtenues par des procédés similaires à ceux utilisés pour fournir des huiles raffinées, mais qui débutent par une huile qui a déjà été utilisée. Ces huiles régénérées sont connues également sous le nom d'huiles retraitées ou retransformées et sont souvent soumises à un traitement supplémentaire en utilisant des techniques pour l'élimination des additifs épuisés et des produits de dégradation de l'huile.

La publication de l'American Petroleum Institute (API) intitulée « Engine Oil Licensing and Certification System », Industry Services Department, quatorzième édition, décembre 1996, Addendum I, décembre 1998, classe les huiles de base du Groupe 1 de la manière suivante :

Les huiles de base du Groupe I contiennent moins de 90 pour cent de composés saturés et/ou plus de 0,03 pour cent de soufre et ont un indice de viscosité supérieur ou égal à 80 et inférieur à 120 en utilisant les méthodes d'essai spécifiées sur le Tableau E-1.

Les méthodes analytiques de l'huile de base sont indiquées sur le Tableau ci-dessous :

<b>PROPRIETE</b>	<b>METHODE D'ESSAI</b>
<b>Composés saturés</b>	<b>ASTM D 2007</b>
<b>Indice de viscosité</b>	<b>ASTM D 2270</b>
<b>Soufre</b>	<b>ASTM D 2622</b>
	<b>ASTM D 4294</b>
	<b>ASTM D 4927</b>
	<b>ASTM D 3120</b>

De la manière indiquée, l'huile de viscosité propre à la lubrification, dans la présente invention, contient une proportion égale ou supérieure à 50 % en masse de l'huile de base définie ou d'un mélange de telles huiles de base. De préférence, elle contient une proportion égale ou supérieure à 60, par exemple 70, 80 ou 90, % en masse de l'huile de base définie ou d'un mélange de telles huiles de base. L'huile de viscosité propre à la lubrification peut être constituée pratiquement totalement de l'huile de base définie ou d'un mélange de telles huiles de base.

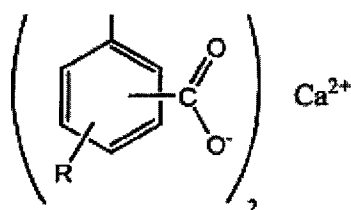
#### **DETERGENT A BASE D'ALKYLSALICYLATE DE CALCIUM SURBASIQUE (A)**

Un détergent métallique est un additif à base de composés appelés « savons » métalliques, c'est-à-dire de sels métalliques de composés organiques acides, désignés parfois sous le nom d'agents tensioactifs. Ces composés comprennent généralement une tête polaire avec une longue queue hydrophobe. Des détergents métalliques surbasiques, qui comprennent des détergents métalliques neutralisés comme couche extérieure d'une micelle d'une base (par

exemple d'un carbonate) métallique, peuvent être fournis en incorporant de grandes quantités d'une base métallique en faisant réagir un excès d'une base métallique, tel qu'un oxyde ou un hydroxyde, avec un gaz acide tel que le dioxyde de carbone.

Dans la présente invention, les constituants (A) sont des salicylates de calcium à substituant alkyle.

Le détergent surbasique a habituellement la structure représentée :



10

dans laquelle R est un groupe alkyle linéaire. Il peut exister plus d'un groupe R fixé au noyau benzénique. Le groupe COO<sup>-</sup> peut être en position ortho, méta ou para par rapport au groupe hydroxyle ; la position ortho est préférée. Le groupe R peut être en position ortho, méta ou para par rapport au groupe hydroxyle.

Des acides salicyliques sont habituellement préparés par carboxylation, par le procédé de Kolbe-Schmitt, de phénates et, dans ce cas, sont généralement obtenus (habituellement dans un diluant) en mélange avec le phénol non carboxylé. Les acides salicyliques peuvent être non sulfurés ou sulfurés et peuvent être modifiés chimiquement et/ou peuvent contenir des substituants supplémentaires. Les procédés pour la sulfuration d'un acide alkyl-salicylique sont bien connus de l'homme de l'art et sont décrits, par exemple, dans le document US 2007/0027057.

Les groupes alkyle contiennent avantageusement 5 à 100, de préférence 9 à 30, notamment 14 à 24, atomes de carbone.

Le terme « surbasique » est utilisé généralement pour décrire des détergents métalliques dans lesquels le rapport

30

du nombre d'équivalents du groupement métallique au nombre d'équivalents du groupement acide est supérieur à un. L'expression « faiblement basique » est utilisée pour décrire des détergents métalliques dans lesquels le rapport  
5 des équivalents du groupement métallique au groupement acide est supérieur à 1, et va jusqu'à environ 2.

L'expression « sel de calcium surbasique d'agents tensioactifs » désigne un détergent surbasique dans lequel les cations métalliques du sel métallique insoluble dans  
10 l'huile sont essentiellement des cations calcium. De petites quantités d'autres cations peuvent être présentes dans le sel métallique insoluble dans l'huile mais, habituellement, une proportion d'au moins 80, plus classiquement d'au moins 90, par exemple d'au moins 95, %  
15 en mole des cations dans le sel métallique insoluble dans l'huile est constituée d'ions calcium. Des cations autres que le calcium peuvent provenir, par exemple, de l'utilisation dans la production du détergent surbasique d'un sel tensioactif dans lequel le cation est un métal  
20 autre que le calcium. De préférence, le sel métallique de l'agent tensioactif est également le calcium.

Des détergents métalliques surbasiques carbonatés comprennent habituellement des nanoparticules amorphes. En outre, il existe des descriptions de matières en  
25 nanoparticules comprenant un carbonate sous les formes de calcite et valérite cristallines.

La basicité des détergents peut être exprimée par l'indice de basicité total (TBN). Un indice de basicité total est la quantité d'acide requise pour neutraliser la  
30 totalité de la basicité de la substance surbasique. Le TBN peut être mesuré en utilisant la norme ASTM D2896 ou un mode opératoire équivalent. Le détergent peut avoir un TBN bas (c'est-à-dire un TBN inférieur à 50), un TBN moyen (c'est-à-dire un TBN de 50 à 150) ou un TBN élevé (c'est-à-  
35 dire un TBN supérieur à 150, par exemple de 150 à 500).

De la manière indiquée, une quantité de 40 à 70, de préférence de 50 à 70, mmol d'alkylsalicylate de calcium par kg de la composition est fournie, la valeur étant déterminée par titrage.

5

#### PHENOL A SUBSTITUANT ALKYLE LINEAIRE (B)

De la manière indiquée, le phénol représente 0,1 à 10, de préférence 0,1 à moins de 2,0, par exemple 0,1 à 1,5, %  
10 en masse de la masse de la composition. En outre, il peut représenter 0,1 ou bien 0,25 à moins de 0,5, % en masse de la masse de la composition. Il peut être présent en une quantité comprise dans l'intervalle de 0,2 ou 0,25 à 5 ou 10 % en masse.

15 La substitution alkyle dans (B) peut être une monosubstitution, par exemple au moyen d'un groupe alkyle à chaîne droite ayant 9 à 30, de préférence 14 à 24, atomes de carbone.

A titre d'exemple d'alkylphénol (B), il est possible  
20 de mentionner un alkylbenzénol dans lequel la substitution alkyle est présente, par exemple, en position 2 ou en position 4.

(A) et (B) peuvent être fournis aux fins de la présente invention, en les mélangeant l'un à l'autre ou  
25 bien ils peuvent être fournis individuellement.

#### COADDITIFS

La composition d'huile lubrifiante de la présente invention peut contenir des additifs supplémentaires, différents de (A) et (B) et présents en plus de ceux-ci.  
30 Ces additifs supplémentaires peuvent comprendre, par exemple, des dispersants sans cendres, d'autres détergents métalliques, des agents antiusure, tels que des dihydrocarbyldithiophosphates de zinc, des antioxydants et des désémulsionnants. Dans certains cas, il n'est pas  
35 indispensable qu'un dispersant sans cendres soit fourni.

Il peut être souhaitable, bien que non essentiel, de préparer une ou plusieurs formulations d'additifs ou un ou plusieurs concentrés d'additifs comprenant les additifs, ce qui fait que les additifs (A) et (B) peuvent être ajoutés  
5 simultanément à l'huile de base pour former la composition d'huile lubrifiante. La dissolution de la ou des formulations d'additifs dans l'huile lubrifiante peut être facilitée dans des solvants et par un mélange accompagné d'un chauffage doux, mais cela n'est pas essentiel. La ou  
10 les formulations d'additifs sont habituellement formulées de la manière à contenir le ou les additifs en des quantités convenables pour fournir la concentration désirée, et/ou jouer le rôle envisagé dans la formulation finale lorsque la ou les formulations d'additifs sont  
15 combinées avec une quantité prédéterminée d'un lubrifiant de base. Ainsi, les additifs (A) et (B) conformément à la présente invention peuvent être mélangés à de petites quantités d'une huile de base ou d'autres solvants compatibles conjointement avec d'autres additifs  
20 souhaitables pour former des formulations d'additifs, contenant les ingrédients actifs en une quantité, sur la base de la formulation d'additifs, par exemple de 2,5 à 90, avantageusement de 5 à 75, de préférence de 8 à 60, % en masse d'additifs en les proportions appropriées, le reste  
25 consistant en l'huile de base.

Les formulations finales, comme huile pour moteurs à piston-fourreau, peuvent contenir habituellement 30, avantageusement 10 à 28, plus avantageusement 12 à 24, % en masse de la ou des formulations d'additifs, le reste  
30 consistant en l'huile de base. L'huile pour moteurs à piston-fourreau a un TBN de composition (en utilisant la norme ASTM D2896) de 20 à 60, par exemple de 30 à 55. Par exemple, ce TBN de composition peut avoir une valeur de 40 à 55 ou de 35 à 50. Lorsque le TBN est élevé, par exemple  
35 égal à une valeur de 45 à 55, la concentration de (A) peut être forte, par exemple aller jusqu'à 80 mmol/kg. Lorsque

le TBN est plus bas, par exemple égal à une valeur de 30 à moins de 45, la concentration de (A) peut être faible, par exemple égale à une valeur allant jusqu'à 70 mmol/kg.

#### **EXEMPLES**

5 La présente invention est illustrée, mais à titre nullement limitatif, par les exemples suivants.

#### **CONSTITUANTS**

Les constituants suivants ont été utilisés :

10 Constituant (A) : un ou plusieurs détergents à base d'alkylsalicylates de calcium ayant des indices de basicité de 3 à 6.

Constituant (B) : un 2- et 4- (alkyle linéaire en C<sub>16</sub>)benzénol mixte (2:1)

15 Huile de base (I) : une huile de base du groupe I API ayant subi une extraction au solvant

HFO : un fuel-oil lourd (ISO-F-RMK 380)

#### **LUBRIFIANTS**

Des sélections des constituants précités ont été mélangées pour fournir une gamme de lubrifiants pour 20 moteurs marins à piston-fourreau. Certains des lubrifiants sont des exemples de la présente invention ; d'autres sont des exemples de référence fournis à des fins de comparaison. Les compositions des lubrifiants testés, lorsque chacun contenait un HFO, sont présentées sur les 25 tableaux ci-dessous sous l'en-tête « Résultats ».

#### **ESSAI**

##### **Diffusion de la lumière**

Les lubrifiants d'essai ont été évalués en ce qui concerne le pouvoir de dispersion des asphaltènes en 30 utilisant la diffusion de lumière suivant la méthode de réflectance de faisceau focalisé (« Focused Beam Reflectance Method ou (« FBRM »), qui permet de prévoir l'agglomération des asphaltènes et, en conséquence, la formation de "boue noire".

35 La méthode d'essai FBRM a été décrite au 7<sup>th</sup> International Symposium on Marine Engineering, Tokyo, 24 -

28 octobre 2005, a été publiée dans « The Benefits of Salicylate Detergents in TPEO Applications with a Variety of Base Stocks », dans les compte-rendus de la conférence. Des détails supplémentaires ont été décrits au CIMAC  
5 Congress, Vienne, 21-24 mai 2007 et ont été publiés dans « Meeting the Challenge of New Base Fluids for the Lubrication of Medium Speed Marine Engines - An Additive Approach » dans les compte-rendus du congrès. Dans ce  
10 FBRM, il est possible d'obtenir des résultats quantitatifs concernant le pouvoir de dispersion des asphaltènes qui permettent de prévoir les performances de systèmes de lubrifiants à base d'huiles de base contenant une  
15 saturés, et une proportion supérieure ou inférieure à 90 % de composés soufre. Les prévisions de performances relatives obtenues par la méthode FBRM ont été confirmées par des essais sur moteur effectués dans des moteurs diesel marins.

La sonde FBRM contient des câbles à fibres optiques à  
20 travers lesquels circule une lumière laser destinée à atteindre l'embout de la sonde. A l'embout, une optique focalise la lumière laser en une petite tache. L'optique est soumise à une rotation de telle sorte que le faisceau focalisé balaye un trajet circulaire entre la fenêtre de la  
25 sonde et l'échantillon. Lorsque des particules s'écoulent au-delà de la fenêtre, elles coupent le trajet de balayage, ce qui engendre de la lumière rétrodiffusée provenant des particules individuelles.

Le faisceau laser de balayage circule beaucoup plus  
30 rapidement que les particules ; cela signifie que les particules sont stationnaires de manière effective. Lorsque le faisceau focalisé atteint un bord de la particule, la quantité de lumière rétrodiffusée augmente ; la quantité diminue lorsque le faisceau focalisé atteint l'autre bord de la  
35 particule.

L'appareil mesure le temps de rétrodiffusion accrue. La période de temps de rétrodiffusion par une particule est multipliée par la vitesse de balayage et le résultat est une distance ou longueur de corde. Une longueur de corde est une  
5 ligne droite entre deux points quelconques sur le bord d'une particule. Celle-ci est représentée par une distribution de longueurs de corde, un graphique de nombres de longueurs de corde (particules) mesurées en fonction des dimensions de longueurs de corde en micromètres. Lorsque les mesures sont  
10 effectuées en temps réel, la statistique d'une distribution peut être calculée et suivie. La FBRM mesure habituellement des dizaines de milliers de cordes par seconde, avec pour résultat une distribution fiable des nombres par longueurs de corde. La méthode fournie une mesure absolue de la  
15 distribution des diamètres de particules d'asphaltènes.

La sonde de réflectance de faisceau focalisé (FBRM), modèle Lasentec D600L, a été fournie par Mettler Toledo, Leicester, Royaume-Uni. L'appareil est utilisé suivant une configuration fournissant une résolution des diamètres de particules de  
20  $1 \mu\text{m}$  à  $1 \text{ mm}$ . Des résultats de la méthode FBRM peuvent être présentés de plusieurs manières. Des études ont suggéré que les coups moyens par seconde peuvent être utilisés comme détermination quantitative du pouvoir dispersant des asphaltènes. Cette valeur est fonction à la fois du diamètre moyen  
25 et du taux d'agglomérat. Dans cette demande, la vitesse moyenne de comptage (sur la plage totale de diamètres) a été contrôlée en utilisant un temps de mesure d'une seconde par échantillon.

Les formulations de lubrifiants d'essai ont été  
30 chauffées à  $60^\circ\text{C}$  et agitées à  $400 \text{ tr/min}$  ; lorsque la température a atteint  $60^\circ\text{C}$ , la sonde FBRM a été insérée dans l'échantillon et des mesures ont été effectuées pendant 15 minutes. Une portion aliquote de fuel-oil lourd (10 % en poids/poids) a été introduite dans la formulation de lubrifiant sous agitation  
35 en utilisant un agitateur à quatre pales (à  $400 \text{ tr/min}$ ). Une valeur du nombre de coups moyens par seconde a été

établie lorsque la vitesse de comptage a atteint une valeur d'équilibre (habituellement en une nuit).

## RESULTATS

### Diffusion de lumière

5 Les résultats des essais FBRM sont résumés sur les TABLEAUX 1, 2 et 3 ci-dessous, où un comptage réduit de particules indique de meilleures performances.

Les exemples comparatifs sont désignés par « Ref » et les exemples de la présente invention sont désignés par un  
10 nombre seul.

TABLEAU 1

Ex	Savon (mmol/kg)	Phénol (% en masse)	Comptages de particules
Ref 1	80	-	15,78
Ref 2	80	1.5	13,58
Ref 3	80	3.0	14,83
Ref 4	70	-	37,68
1	70	1,5	12,25
2	70	3,0	11,96
Ref 5	60	-	136,96
3	60	1,5	15,31
4	60	3,0	12,4

Ref 1, Ref 2 et Ref 3 montrent que, à des teneurs en savon élevées, la présence ou l'absence du phénol a peu d'effet sur les performances. A des teneurs réduites en  
15 savon (Ref 4, 1, 2 ; et Ref 5, 3, 4), l'absence de phénol donne de mauvais résultats, mais les performances sont rétablies approximativement à celles à 80 mmol/kg (c'est-à-dire Ref 1, Ref 2 et Ref 3) lorsqu'un phénol est présent.

TABLEAU 2

Ex	Savon (mmol/kg)	Phénol (% en masse)	Comptages de particules
Ref 6	80	-	18,82
Ref 7	70	-	22,23
Ref 8	60	-	77,16
5	60	0,25	47,42
6	60	0,5	43,38
7	60	1,0	34,48

Ref 6, Ref 7 et Ref 8 montrent que, en l'absence de phénol, les performances se détériorent lorsque la teneur en savon diminue. 5, 6 et 7 montrent que, à une teneur faible en savon égale à 60 mmol/kg, les performances sont améliorées par des additions progressives de phénol.

**TABLEAU 3**

Ces résultats sont obtenus en utilisant un fuel-oil lourd à teneur plus élevée en asphaltènes, qui est donc plus difficile à traiter.

10

Ex	Savon (mmol/kg)	Phénol (% en masse)	Comptages de particules
Ref 9	80	-	517
Ref 10	70	-	1675
Ref 11	60	-	3916
8	60	0,25	3043
9	60	0,5	1926
10	60	1,0	1896

La même tendance que sur le Tableau 2 est mise en évidence, mais moins prononcée. Ref 9, Ref 10 et Ref 11 montrent que, en l'absence de phénol, les performances se détériorent avec la réduction de la teneur en savon. 8, 9 et 10 montrent que, à une faible teneur en savon égale à 60 mmol/kg, les performances sont partiellement rétablies par des additions progressives de phénol.

20

### REVENDICATIONS

1. Composition d'huile lubrifiante pour moteurs marins à piston-fourreau ayant l'indice de basicité total (TBN) dans l'intervalle de 20 à 60, de préférence de 30 à 55, pour
- 5 l'amélioration du traitement des asphaltènes lors de son utilisation, dans le fonctionnement d'un moteur lorsque ce moteur est alimenté avec un fuel-oil lourd, caractérisée en ce qu'elle comprend ou est préparée en mélangeant une huile de viscosité propre à la lubrification, en une quantité
- 10 dominante, contenant une proportion égale ou supérieure à 50 % en masse d'une huile de base du Groupe I, et, en de petites quantités respectives :
- (A) un détergent à base d'alkylsalicylate de calcium surbasique fournissant 40 à 70, de préférence 50 à
- 15 70, mmol d'alkylsalicylate de calcium par kilogramme de la composition, de la manière déterminée par titrage ; et
- (B) 0,1 à 10, ou 0,1 à moins de 2,0, ou bien 0,1 à
- 20 1,5, % en masse d'ingrédient actif, sur la base de la masse de la composition, d'un phénol à substituant alkyle linéaire (à chaîne droite) soluble dans l'huile.
2. Composition suivant la revendication 1 ou 2, caractérisée en ce que la substitution alkyle dans le constituant (B) est une monosubstitution au moyen d'un
- 30 groupe alkyle à chaîne droite ayant 9 à 30 atomes de carbone.
3. Composition suivant l'une quelconque des revendications 1 à 2, caractérisée en ce que le constituant (B) est un alkylbenzénol.

4. Composition suivant la revendication 3, caractérisée en ce que la substitution alkyle dans le benzénol est en position 2 ou en position 4.

5 5. Composition suivant l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que le constituant (B) est présent en une quantité comprise dans l'intervalle de 0,1, ou de 0,25, à moins de 0,5 % en masse de la masse de la composition.

10 6. Composition suivant l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que le constituant (B) est présent en une quantité comprise dans l'intervalle de 0,2, ou de 0,25, à 5 ou à 10, % en masse de la masse de la composition.

15 7. Composition suivant l'une quelconque des revendications 1 à 6, caractérisée en ce que le constituant (A) est un constituant (A) à substituant alkyle en C<sub>9</sub> à C<sub>30</sub>.

8. Composition suivant l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisée en ce qu'elle a un TBN dans l'intervalle de 40 à 55, ou de 35 à 50.

20 9. Composition suivant l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisée en ce qu'elle a un TBN de 45 à 55 lorsque le constituant (a) fournit jusqu'à 80 mmol d'alkylsalicylate de calcium par kg de la composition.

25 10. Composition suivant l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisée en ce qu'elle a un TBN de 30 à moins de 45 lorsque le constituant (A) fournit jusqu'à 70 mmol d'alkylsalicylate de calcium par kg de la composition.

30 11. Composition suivant l'une quelconque des revendications 1 à 10, caractérisée en ce qu'elle renferme un fuel-oil lourd.

35 12. Procédé pour faire fonctionner un moteur marin à allumage par compression à vitesse moyenne à piston-fourreau, caractérisé en ce qu'il comprend

(i) l'alimentation du moteur avec un fuel-oil lourd ;  
et

(ii) la lubrification du carter du moteur avec une composition telle que définie dans l'une  
5 quelconque des revendications 1 à 11.

13. Procédé pour disperser les asphaltènes dans une composition d'huile lubrifiante pour moteurs marins à piston-fourreau au cours de la lubrification par cette composition des surfaces de la chambre de combustion d'un  
10 moteur marin à allumage par compression à vitesse moyenne au cours du fonctionnement du moteur, caractérisé en ce qu'il comprend les étapes consistant :

(i) à fournir une composition telle que définie dans l'une quelconque des revendications 1 à 11 ;

15 (ii) à fournir la composition dans la chambre de combustion ;

(iii) à fournir un fuel-oil lourd dans la chambre de combustion ; et

(iv) à effectuer la combustion du fuel-oil lourd dans  
20 la chambre de combustion.

14. Utilisation d'un ou plusieurs détergents (A) en association avec le constituant (B) tel que défini et en les quantités indiquées dans l'une quelconque des revendications 1 à 11, dans une composition d'huile  
25 lubrifiante pour moteurs marins à piston-fourreau ayant un TBN dans l'intervalle de 20 à 60, ou de 30 à 55, pour un moteur marin à allumage par compression à vitesse moyenne, composition qui comprend une huile de viscosité propre à la lubrification en une quantité dominante qui contient une  
30 proportion égale ou supérieure à 50 % en masse d'une huile de base du Groupe I, pour améliorer la manipulation des asphaltènes au cours du fonctionnement du moteur, alimenté avec un fuel-oil, et sa lubrification par la composition.



**RAPPORT DE RECHERCHE**  
 établi en vertu de l'article 21 § 1 et 2  
 de la loi belge sur les brevets d'invention  
 du 28 mars 1984

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (IPC)
X	EP 1 191 088 B1 (INFINEUM INT LTD [GB]) 15 mars 2006 (2006-03-15) * alinéa [0012] - alinéa [0036] * * revendications; exemples *	1-15	INV. C10M169/04  ADD. C10N30/04 C10N40/25
Y	WO 2010/124859 A1 (INFINEUM INT LTD [GB]; BERTRAM RICHARD DAVID [GB]; DOWDING PETER JOHN) 4 novembre 2010 (2010-11-04) * page 8, ligne 1 - page 12, ligne 25 * * revendications; exemples *	1-15	
Y	EP 2 071 009 A1 (CHEVRON ORONITE TECHNOLOGY B V [NL]) 17 juin 2009 (2009-06-17) * alinéa [0004] * * alinéa [0027] - alinéa [0029] * * alinéa [0035] - alinéa [0039] * * revendications; exemples *	1-15	
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (IPC)
			C10M
		Date d'achèvement de la recherche	Examineur
		12 septembre 2014	Elflein, Eleonore
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intermédiaire			

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE  
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET BELGE NO.**

B0 10569  
BE 201200767

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche visé ci-dessus.  
Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du  
Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

12-09-2014

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
EP 1191088	B1	15-03-2006	AUCUN	
-----				
WO 2010124859	A1	04-11-2010	AU 2010243817	A1 24-11-2011
			AU 2010243910	A1 24-11-2011
			CA 2772157	A1 04-11-2010
			CA 2772542	A1 04-11-2010
			CN 102414301	A 11-04-2012
			CN 102421880	A 18-04-2012
			EP 2424964	A1 07-03-2012
			EP 2424965	A1 07-03-2012
			JP 2012525450	A 22-10-2012
			JP 2012525451	A 22-10-2012
			KR 20120027281	A 21-03-2012
			KR 20120029408	A 26-03-2012
			SG 175835	A1 29-12-2011
			US 2012034829	A1 09-02-2012
			US 2012037117	A1 16-02-2012
			WO 2010124859	A1 04-11-2010
			WO 2010124860	A1 04-11-2010
-----				
EP 2071009	A1	17-06-2009	CA 2645513	A1 12-06-2009
			EP 2071009	A1 17-06-2009
			JP 5475271	B2 16-04-2014
			JP 2009144153	A 02-07-2009
			SG 153755	A1 29-07-2009
			SG 175572	A1 28-11-2011
			US 2009156440	A1 18-06-2009
-----				



## OPINION ÉCRITE

Dossier N° BO10569	Date du dépôt (jour/mois/année) 13.11.2012	Date de priorité (jour/mois/année) 17.11.2011	Demande n° BE201200767
Classification internationale des brevets (CIB) INV. C10M169/04 ADD. C10N30/04 C10N40/25			
Déposant INFINEUM INTERNATIONAL LIMITED			

La présente opinion contient des indications et les pages correspondantes relatives aux points suivants :

- Cadre n° I Base de l'opinion
- Cadre n° II Priorité
- Cadre n° III Absence de formulation d'opinion quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle
- Cadre n° IV Absence d'unité de l'invention
- Cadre n° V Déclaration motivée quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration
- Cadre n° VI Certains documents cités
- Cadre n° VII Irregularités dans la demande
- Cadre n° VIII Observations relatives à la demande

	Examineur Effein, Eleonore
--	-------------------------------

---

**Cadre n°1 Base de l'opinion**

---

1. Cette opinion a été établie sur la base des revendications déposées avant le commencement de la recherche.
2. En ce qui concerne **la ou les séquences de nucléotides ou d'acides aminés** divulguées dans la demande, le cas échéant, cette opinion a été effectuée sur la base des éléments suivants :
  - a. Nature de l'élément:
    - un listage de la ou des séquences
    - un ou des tableaux relatifs au listage de la ou des séquences
  - b. Type de support:
    - sur papier
    - sous forme électronique
  - c. Moment du dépôt ou de la remise:
    - contenu(s) dans la demande telle que déposée
    - déposé(s) avec la demande, sous forme électronique
    - remis ultérieurement
3.  De plus, lorsque plus d'une version ou d'une copie d'un listage des séquences ou d'un ou plusieurs tableaux y relatifs a été déposée, les déclarations requises selon lesquelles les informations fournies ultérieurement ou au titre de copies supplémentaires sont identiques à celles initialement fournies et ne vont pas au-delà de la divulgation faite dans la demande telle que déposée initialement, selon le cas, ont été remises.
4. Commentaires complémentaires :

---

**Cadre n° V Opinion motivée quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle; citations et explications à l'appui de cette déclaration**

---

## 1. Déclaration

Nouveauté	Oui :	Revendications	1-15
	Non :	Revendications	
Activité inventive	Oui :	Revendications	1-15
	Non :	Revendications	
Possibilité d'application industrielle	Oui :	Revendications	1-15
	Non :	Revendications	

## 2. Citations et explications

**voir feuille séparée**

---

**Cadre n° VIII Observations relatives à la demande**

---

**voir feuille séparée**

**Ad point V**

**Déclaration motivée quant à la nouveauté, l'activité inventive et la possibilité d'application industrielle ; citations et explications à l'appui de cette déclaration**

- 1 Il est fait référence aux documents suivants :
- |    |                   |
|----|-------------------|
| D1 | EP 1 191 088 B1   |
| D2 | WO 2010/124859 A1 |
| D3 | EP 2 071 009 A1   |
- 2 La présente demande ne remplit pas les conditions de brevetabilité, l'objet de la revendication 1 n'impliquant pas d'activité inventive.
- 2.1 L'application concerne une composition d'huile lubrifiante ayant l'indice de basicité de 20-60, comprenant une huile de base du Groupe I à 50% en masse ou supérieure et des petites quantités respectives d'un détergent (A) et d'un phénol à substituant alkyle linéaire (rev. 1), un procédé pour faire fonctionner un moteur marin à allumage par compression à vitesse moyenne à piston fourreau (rev. 13) et un procédé pour disperser les asphaltènes (rev. 14) et l'utilisation d'un ou plusieurs détergents (A) pour améliorer la manipulation des asphaltènes et la lubrification d'un moteur marin par l'huile lubrifiante (rev. 15).
- 2.2 L'art antérieur le plus proche est représenté par le document D2, parce-que D2 divulgue une huile de lubrifiante similaire pour la même utilisation et traite le même problème comme la demande présente.
- D2 décrit une composition lubrifiante comprenant une huile de base du groupe II, un phénol à substituant alkyle linéaire en C16 et un détergent Ca-salicylate surbasique (exemples). L'huile possède un TBN de 25-42 (revendication 14), est utilisé dans un moteur diesel marin à piston fourreau et assure une bonne dispersion des asphaltènes même si le moteur est alimenté avec un fuel-oil lourd (revendications).
- La revendication 1 se distingue en ce qu'une huile de base du Groupe I est utilisée et en ce que de 40 à 90 mmol de Ca-alkyl salicylate est présent par kg de la composition.
- 2.3 Le problème que la présente invention se propose de résoudre est de proposer une huile lubrifiante pour des moteurs marins avec une dispersion des asphaltènes améliorée .
- Une amélioration par rapport à D2 n'a pas été démontrée dans les exemples de la présente demande.

Le problème à résoudre est de fournir une huile de lubrification alternative qui maintient une bonne dispersion des asphaltènes.

- 2.4 La solution proposée par les revendications est évidente pour les raisons suivantes: D3 décrit des compositions d'huile lubrifiante comprenant une quantité majeure d'une ou plusieurs huiles de base du groupe I, 0,2-0,6% d'un additif dispersant et un détergent surbasique Ca-alkylhydroxybenzoate. Les compositions ont un TBN de 41 et sont utilisées dans un moteur à piston fourreau. La boue noire et la formation de dépôts de ces compositions sont comparables à des compositions comprenant une huile du groupe II (exemples). Il est donc évident pour l'homme du métier que l'huile de base du Groupe II de D2 peut être remplacée par une huile du groupe I comprenant un agent dispersant, tel que décrit dans D3, afin de résoudre le problème posé.

La quantité optimale de salicylate peut être déterminée par expérimentation de routine, sans exercer une activité inventive. Ainsi, la revendication 1 n'est pas inventive.

- 2.5 En variante, D1 peut être utilisée comme état de la technique le plus proche. D1 décrit une composition d'huile lubrifiante ayant un TBN de 33, et comprenant une huile de base du groupe I, des détergents surbasiques de Ca-salicylate d'alkyle et de 0,75% en poids d'un alkylphénol sulfurés (exemples, revendications). L'huile est utilisée dans les moteurs diesel à piston fourreau marins à quatre temps et a une bonne dispersion des asphaltènes (par. 9).

La revendication 1 se distingue en ce que le phénol est un n-alkyle substitué et en ce que le salicylate de Ca-alkyle est utilisé en une quantité suffisante pour fournir de 40 à 90 mmol de Ca-alkyl salicylate par kg de la composition.

Aucun effet n'a été démontré à l'égard de ces différences. Le problème à résoudre est de fournir une huile de lubrification alternative qui maintient une bonne dispersion des asphaltènes.

Bien qu'un substituent tétrapropyène est préférable, il n'y a pas de restriction ou de préjudice concernant la structure du groupe alkyle dans la D1. Le substituant alkyle linéaire du phénol est donc simplement une parmi deux possibilités simples (linéaires ou ramifiés) que l'homme du métier doit sélectionner, sans exercer une activité inventive. En plus, il est évident de remplacer le phénol utilisé dans la D1 avec le phénol alkyle linéaire utilisé dans la D2, puisque ce phénol est connu pour fournir un bon pouvoir dispersant d'asphaltène, en combinaison avec un détergent du type salicylate (exemples D2).

- La quantité optimale de salicylate peut être déterminée par une expérimentation de routine. Ainsi, la revendication 1 n'est pas inventive.
- 2.6 Les revendications dépendantes 2-15 ne contiennent pas de caractéristiques qui satisfassent aux exigences d'activité inventive en étant combinées aux caractéristiques de l'une quelconque des revendications auxquelles lesdites revendications dépendantes sont liées. Leurs caractéristiques n'ont pas été montrées pour avoir un effet surprenant et sont soit divulguées dans D1, D2 ou D3 ou sont pratiques courantes dans le domaine.
- 2.7 La même argumentation s'applique aux rev. 13, 14 et 15.

### **Ad point VIII**

#### **Certaines observations relatives à la demande**

Les revendications suivantes ne sont pas claires conformément à l'art. 84 CBE:

- 3 L'expression «ou» utilisée dans les revendications 1, 2, 6-9 et 15 crée des ambiguïtés et les caractéristiques respectives n'ont pas un effet limitatif sur la portée des revendications (l'art. 84 CBE, lignes directrices C-III, 4.9).
- 4 L'utilisation des parenthèses dans les revendications pour d'autres que des signes de référence crée une ambiguïté: "(à chaîne droite)" et la revendication 15 "détergent (s)" (voir la revendication 1, lignes directrices, C-III, 4.19)
- 5 La fonction "pour l'amélioration ... fuel-oil lourd" dans la revendication 1, qui est une revendication de produit, concerne un procédé d'utilisation du produit plutôt que de définir clairement le lubrifiant en fonction de ses caractéristiques techniques. Les limitations prévues ne sont donc pas claires.