

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公表特許公報(A)

(11) 特許出願公表番号

特表2008-539325

(P2008-539325A)

(43) 公表日 平成20年11月13日(2008.11.13)

(51) Int.Cl.	F I	テーマコード (参考)
C 0 8 F 255/00 (2006.01)	C O 8 F 255/00	4 H 1 0 4
C 1 O M 149/02 (2006.01)	C 1 O M 149/02	4 J O 2 6
C 1 O N 20/04 (2006.01)	C 1 O N 20:04	
C 1 O N 30/04 (2006.01)	C 1 O N 30:04	
C 1 O N 40/25 (2006.01)	C 1 O N 40:25	

審査請求 未請求 予備審査請求 未請求 (全 57 頁)

(21) 出願番号	特願2008-509158 (P2008-509158)	(71) 出願人	507302162
(86) (22) 出願日	平成18年4月27日 (2006. 4. 27)		カストロール リミティド
(85) 翻訳文提出日	平成19年12月20日 (2007.12.20)		イギリス国, ウィルトシャー エスエヌ3
(86) 国際出願番号	PCT/US2006/016182		1 アールイー, スウィドン, ビパーズ
(87) 国際公開番号	W02006/116663		ウェイ, ウェイクフィールド ハウス
(87) 国際公開日	平成18年11月2日 (2006.11.2)	(74) 代理人	100099759
(31) 優先権主張番号	60/675, 773		弁理士 青木 篤
(32) 優先日	平成17年4月28日 (2005. 4. 28)	(74) 代理人	100077517
(33) 優先権主張国	米国 (US)		弁理士 石田 敬
		(74) 代理人	100087413
			弁理士 古賀 哲次
		(74) 代理人	100093665
			弁理士 蛭谷 厚志

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 多機能分散剤グラフトポリマー

(57) 【要約】

多性能属性を示すグラフトポリマーを提供するために、スラッジおよびワニス制御に関連したモノマーならびにすす処理に関連したモノマーを含有する、ポリオレフィンまたはポリエステルのはずれかの、グラフトポリマー。また、これらの新規な多機能グラフトポリマーを溶液法および融解法によって製造する方法を開示する。粘度増加の制御とともに良好なすす処理ならびにスラッジおよびワニス制御に向けられた性能特性を示す添加剤として、これらの新規な多機能ポリマーを含有する潤滑油組成物を開示する。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

- a. グラフトすることができる部位を有する少なくとも 1 つのポリマー主鎖、
 - b. 少なくとも 1 つのオレフィン性不飽和点を有する少なくとも 1 つのアシル化剤、
 - c. 2 ~ 約 50 個の炭素原子を有し、かつ窒素、酸素およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる少なくとも 1 つを含有する、少なくとも 1 つのエチレン性不飽和脂肪族または芳香族モノマー、および
 - d. アシル化剤と反応し得る少なくとも 1 つのアミン、
- のグラフトポリマーを含む多機能分散剤ポリマー。

【請求項 2】

ポリマー主鎖が、ポリオレフィン、ポリエステル、およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる、請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマー。

【請求項 3】

ポリオレフィンが、ホモポリマー、コポリマー、ターポリマー、ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレンプロピレンコポリマー、2 つまたはそれ以上のモノマーを含有するポリマー、ポリイソブテン、ポリアルキルスチレン、部分的に水素化したブタジエンとスチレンのポリオレフィン、およびイソブレンのコポリマー、スチレンとイソブレンのコポリマー、エチレンプロピレンジエンモノマーポリマー、エチレンプロピレンオクテンターポリマーおよびエチレンプロピレン ENB ターポリマー、およびそれらの混合物からなる群から選ばれ、そしてポリエステルが、ポリメタクリレート、ポリアクリレート、およびそれらの混合物からなる群から選ばれる、請求項 2 に記載の多機能分散剤ポリマー。

【請求項 4】

ポリマー主鎖が約 10,000 ~ 約 1,000,000 の質量平均分子量を有する、請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマー。

【請求項 5】

ポリマー主鎖が約 20,000 ~ 約 500,000 の質量平均分子量を有する、請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマー。

【請求項 6】

ポリマー主鎖が約 1 ~ 約 15 の多分散性を有する、請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマー。

【請求項 7】

ポリマー主鎖が、約 10,000 ~ 約 500,000 の質量平均分子量および約 1 ~ 約 15 の多分散性を有するポリオレフィンを含む、請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマー。

【請求項 8】

ポリマー主鎖が、約 10,000 ~ 約 500,000 の質量平均分子量および約 1 ~ 約 15 の多分散性を有するエチレンプロピレンコポリマーを含む、請求項 7 に記載の多機能分散剤ポリマー。

【請求項 9】

ポリマー主鎖が、約 10,000 ~ 約 1,000,000 の質量平均分子量を有するポリエステルを含む、請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマー。

【請求項 10】

エチレン性不飽和モノマーが、硫黄、リン、ハロゲン、およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれるものをさらに含有する、請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマー。

【請求項 11】

エチレン性不飽和モノマーが、1 - ビニルイミダゾール、1 - ビニル - 2 - ピロリジノン、N - アリルイミダゾール、1 - ビニルピロリジノン、2 - ビニルピリジン、4 - ビニルピリジン、N - メチル - N - ビニルアセトアミド、ジアリルホルムアミド、N - メチル - N - アリルホルムアミド、N - エチル - N - アリルホルムアミド、N - シクロヘキシル - N - アリルホルムアミド、4 - メチル - 5 - ビニルチアゾール；N - アリルジイソオク

10

20

30

40

50

チルフェノチアジン； 2 - メチル - 1 - ビニルイミダゾール、 3 - メチル - 1 - ビニルピラゾール、 N - ビニルプリン、 N - ビニルピペラジン、 ビニルピペリジン、 ビニルモルホリン、 およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる、 請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマー。

【請求項 1 2】

エチレン性不飽和モノマーが、 1 - ビニルイミダゾール、 4 - ビニルピリジン、 ジアリルホルムアミド、 およびそれらの混合物からなる群から選ばれる、 請求項 1 0 に記載の多機能分散剤ポリマー。

【請求項 1 3】

アシル化剤が、 モノカルボン酸、 ジカルボン酸、 ポリカルボン酸、 カルボン酸の無水物、 カルボン酸の低級アルキルエステル、 カルボン酸のハロゲン化物、 およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる、 請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマー。

10

【請求項 1 4】

アシル化剤が、 単不飽和 C₄ ~ C₁₀ ジカルボン酸、 単不飽和 C₃ ~ C₁₀ モノカルボン酸、 それらの酸無水物、 および当該アシル化剤の 2 つまたはそれ以上の混合物からなる群から選ばれる、 請求項 1 3 に記載の多機能分散剤ポリマー。

【請求項 1 5】

アシル化剤が、 アクリル酸、 クロトン酸、 メタクリル酸、 マレイン酸、 無水マレイン酸、 フマル酸、 イタコン酸、 イタコン酸無水物、 シトラコン酸、 シトラコン酸無水物、 メサコン酸、 グルタコン酸、 クロロマレイン酸、 アコニット酸、 メチルクロトン酸、 ソルビン酸、 3 - ヘキセン酸、 10 - デセン酸、 2 - ペンテン - 1, 3, 5 - トリカルボン酸、 ケイ皮酸、 それらの低級アルキルエステル、 およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる、 請求項 1 3 に記載の多機能分散剤ポリマー。

20

【請求項 1 6】

アシル化剤が、 マレイン酸、 フマル酸、 無水マレイン酸、 およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる、 請求項 1 5 に記載の多機能分散剤ポリマー。

【請求項 1 7】

アミンが、 第一級アミンおよび第二級アミンからなる群から選ばれる、 請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマー。

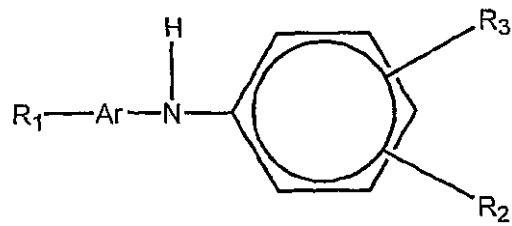
【請求項 1 8】

アミンが、 メチレンアミン、 エチレンアミン、 ブチレンアミン、 プロピレンアミン、 ペンチレンアミン、 ヘキシレンアミン、 ヘプチレンアミン、 オクチレンアミン、 アミノアルキル置換ピペラジン、 エチレンジアミン、 ジエチレントリアミン、 トリエチレントトラミン、 プロピレンジアミン、 ジ(ヘプタメチレン)トリアミン、 トリプロピレントトラミン、 テトラエチレンペンタミン、 トリメチレンジアミン、 ペンタエチレンヘキサミン、 ジ(トリメチレン)トリアミン、 3 - モルホリノプロピルアミン、 アニリン、 4 - モルホリンアニリン、 ベンジルアミン、 フェニルエチルアミン、 3 - フェニル - 1 - プロピルアミン、 N - フェニルフェニレンジアミン、 N - フェニル - 1, 4 - フェニレンジアミン、 N - フェニル - 1, 3 - フェニレンジアミン、 N - フェニル - 1, 2 - フェニレンジアミン、 N - ナフチルフェニレンジアミン、 N - フェニルナフタレンジアミン、 N - アミノプロピル - N - フェニルフェニレンジアミン、 N, N - ジメチルアミノプロピルアミン、 N, N - ジオクチルエチルアミン、 (2 - アミノプロピル)ピペラジン、 1, 4 - ビス - (2 - アミノエチル)ピペラジン、 2 - メチル - 1 - (2 - アミノブチル)ピペラジン、 式

30

40

【化 1】



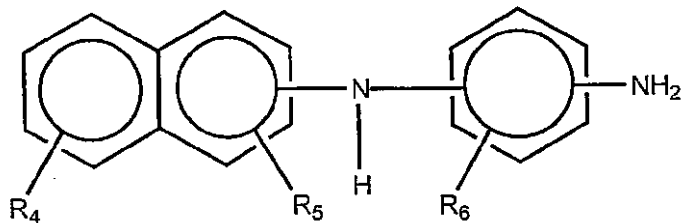
10

(式中、Arは芳香族基であり、R₁は、水素、-NH-アリール、-NH-アリールアルキル、-NH-アルキルアリール、または4~24個の炭素原子を有する分岐もしくは直鎖のアルキル、アルケニル、アルコキシル、アリールアルキル、アルキルアリール、ヒドロキシアルキルまたはアミノアルキル基であり、R₂は、-NH₂、-(NH(CH₂)_n-)_m-NH₂、CH₂-(CH₂)_n-NH₂、-アリール-NH₂(式中、nおよびmは1~10の値を有する。)であり、そして、R₃は、水素、または4~24個の炭素原子を有するアルキル、アルケニル、アルコキシル、アリールアルキルまたはアルキルアリール基である。)

および

20

【化 2】

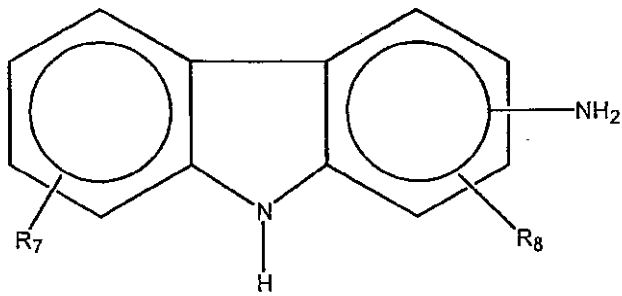


30

(式中、R₄、R₅およびR₆は、水素、または1~10個の炭素原子を含む直鎖または分岐の炭化水素基であって、その基は、アルキル、アルケニル、アルコキシル、アルキルアリール、アリールアルキル、ヒドロキシアルキル、またはアミノアルキルであり、そしてR₄、R₅およびR₆は同じであってもよいし異なってもよい。)

によって表わされるN-アリールフェニレンジアミン、
式

【化 3】

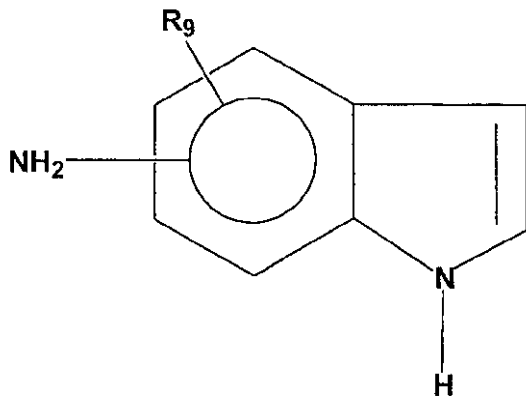


10

(式中、 R_7 および R_8 は、水素または 1 ~ 14 個の炭素原子を有するアルキル、アルケニル、またはアルコキシ基を表わし、そして R_7 と R_8 は同じであってもよいし異なってもよい。)

によって表わされるアミノカルバゾール、
式

【化 4】



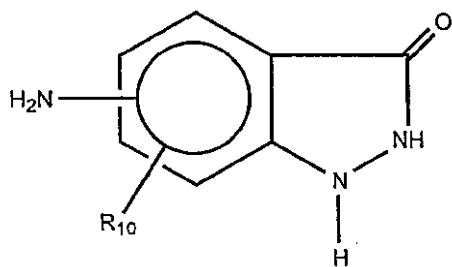
20

30

(式中、 R_9 は水素または 1 ~ 14 個の炭素原子を有するアルキル基を表わす。)

によって表わされるアミノインドール、
式

【化 5】

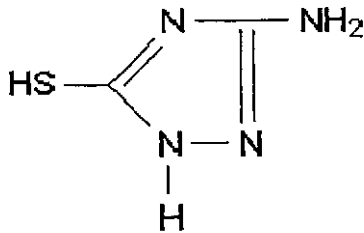


40

50

(式中、 R_{10} は、水素または 1 ~ 14 個の炭素原子を有するアルキル基である。)
 によって表わされるアミノインダゾリノン、
 式

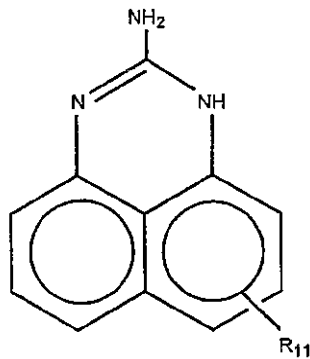
【化 6】



10

によって表わされるアミノメルカプトトリアゾール、
 式

【化 7】



20

30

(式中、 R_{11} は水素または 1 ~ 14 個の炭素原子を有するアルキルまたはアルコキシル基を表わす。)

によって表わされるアミノペリミジン、

およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる、請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマー。

【請求項 19】

アミンが N - フェニル - 1, 4 - フェニレンジアミンである、請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマー。

40

【請求項 20】

主鎖ポリマー 1 モル当たり少なくとも約 1 モルのアシル化剤を有する請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマー。

【請求項 21】

主鎖ポリマー 1 モル当たり少なくとも約 7 モルのアシル化剤を有する請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマー。

【請求項 22】

主鎖ポリマー 1 モル当たり約 1 モル ~ 約 7.4 モルのアシル化剤を有する請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマー。

【請求項 23】

50

主鎖ポリマー 1 モル当たり約 1 モル～約 20 モルのアシル化剤を有する請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマー。

【請求項 24】

主鎖ポリマー 1 モル当たり少なくとも約 1 モルのエチレン性不飽和モノマーを有する請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマー。

【請求項 25】

主鎖ポリマー 1 モル当たり少なくとも約 7 モルのエチレン性不飽和モノマーを有する請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマー。

【請求項 26】

主鎖ポリマー 1 モル当たり約 1 モル～約 74 モルのエチレン性不飽和モノマーを有する請求項 1 に記載の多数の機能分散剤ポリマー。 10

【請求項 27】

主鎖ポリマー 1 モル当たり約 1 モル～約 20 モルのエチレン性不飽和モノマーを有する請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマー。

【請求項 28】

主鎖ポリマー 1 モル当たり少なくとも約 1 モルのアシル化剤および主鎖ポリマー 1 モル当たり少なくとも約 1 モルのエチレン性不飽和モノマーを有する請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマー。

【請求項 29】

主鎖ポリマー 1 モル当たり少なくとも約 7 モルのアシル化剤および主鎖ポリマー 1 モル当たり少なくとも約 7 モルのエチレン性不飽和モノマーを有する請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマー。 20

【請求項 30】

多機能分散剤ポリマーが、主鎖ポリマー 1 モル当たり約 1 モル～約 74 モルのアシル化剤および主鎖ポリマー 1 モル当たり約 1 モル～約 74 モルのエチレン性不飽和モノマーを有し、ただし主鎖ポリマー 1 モル当たりのアシル化剤とエチレン性不飽和モノマーのモルの合計が 75 モル以下である、請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマー。

【請求項 31】

主鎖ポリマー 1 モル当たりのアシル化剤とエチレン性不飽和モノマーのモルの合計が約 2 モル～約 50 モルである、請求項 29 に記載の多機能分散剤ポリマー。 30

【請求項 32】

A D T レスポンスが少なくとも約 1 である請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマー。

【請求項 33】

A D T レスポンスが少なくとも約 8 である請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマー。

【請求項 34】

A D T レスポンスが約 1～約 32 である請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマー。

【請求項 35】

A D T レスポンスが約 4～約 16 である請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマー。

【請求項 36】

アシル化剤とエチレン性不飽和モノマーの比率が 1 : 1 である、請求項 1 に記載の多機能ポリマー。 40

【請求項 37】

アシル化剤とエチレン性不飽和モノマーの比率が約 0.1 : 1～1 : 0.1 である、請求項 1 に記載の多機能ポリマー。

【請求項 38】

アシル化剤とエチレン性不飽和モノマーの比率が約 0.3 : 1～約 1 : 0.3 である、請求項 1 に記載の多機能ポリマー。

【請求項 39】

(a) グラフトすることができる部位を有するポリマー主鎖と少なくとも 1 つのオレフィン性不飽和点を有するアシル化剤とを開始剤の存在下に反応させ、アシル化剤とポリマ 50

ー主鎖のグラフトポリマー反応生成物を形成する工程、

(b)工程(a)で形成されたグラフトポリマー反応生成物を、2～約50個の炭素原子有しかつ窒素、酸素およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる少なくとも1つを含有するエチレン性不飽和脂肪族または芳香族モノマーと、開始剤の存在下に反応させ、反応に利用できるアシル基を有する、エチレン性不飽和モノマー、アシル化剤、およびポリマー主鎖のグラフトポリマー反応生成物を形成する工程、

および

(c)工程(b)で形成されたグラフトポリマー反応生成物を、アシル基と反応することができるアミンと反応させ、多機能分散剤グラフトポリマーを形成する工程

を含む多機能分散剤グラフトポリマーを作る方法。

10

【請求項40】

ポリマー主鎖が、ポリオレフィン、ポリエステル、およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる、請求項39に記載の方法。

【請求項41】

ポリマー主鎖が約10,000～約1,000,000の質量平均分子量を有する、請求項39に記載の方法。

【請求項42】

ポリマー主鎖が、約20,000～約500,000の質量平均分子量および約1～約15の多分散性を有する、請求項39に記載の方法。

【請求項43】

ポリマー主鎖が、約10,000～約500,000の質量平均分子量および約1～約15の多分散性を有するポリオレフィンを含む、請求項39に記載の方法。

20

【請求項44】

ポリマー主鎖が、約10,000～約1,000,000の質量平均分子量を有するポリエステルを含む、請求項39に記載の方法。

【請求項45】

エチレン性不飽和モノマーが、硫黄、リン、ハロゲン、およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれるものをさらに含有する、請求項39に記載の方法。

【請求項46】

エチレン性不飽和モノマーが、1-ビニルイミダゾール、1-ビニル-2-ピロリジノン、N-アリルイミダゾール、1-ビニルピロリジノン、2-ビニルピリジン、4-ビニルピリジン、N-メチル-N-ビニルアセトアミド、ジアリルホルムアミド、N-メチル-N-アリルホルムアミド、N-エチル-N-アリルホルムアミド、N-シクロヘキシル-N-アリルホルムアミド、4-メチル-5-ビニルチアゾール；N-アリルジイソオクチルフェノチアジン；2-メチル-1-ビニルイミダゾール、3-メチル-1-ビニルピラゾール、N-ビニルプリン、N-ビニルピペラジン、ビニルペリジン、ビニルモルホリン、およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる、請求項39に記載の方法。

30

【請求項47】

エチレン性不飽和モノマーが、1-ビニルイミダゾール、4-ビニルピリジン、ジアリルホルムアミド、およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる、請求項46に記載の方法。

40

【請求項48】

アシル化剤が、モノカルボン酸、ジカルボン酸、ポリカルボン酸、当該カルボン酸の無水物、当該カルボン酸の低級アルキルエステル、当該カルボン酸のハロゲン化物、およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる、請求項39に記載の方法。

【請求項49】

アシル化剤が、単不飽和C₄～C₁₀ジカルボン酸、単不飽和C₃～C₁₀モノカルボン酸、それらの酸無水物、および当該アシル化剤の2つ以上の混合物からなる群から選ばれる、請求項48に記載の方法。

【請求項50】

50

アシル化剤が、アクリル酸、クロトン酸、メタクリル酸、マレイン酸、無水マレイン酸、フマル酸、イタコン酸、イタコン酸無水物、シトラコン酸、シトラコン酸無水物、メサコン酸、グルタコン酸、クロロマレイン酸、アコニット酸、メチルクロトン酸、ソルビン酸、3-ヘキセン酸、10-デセン酸、2-ペンテン-1,3,5-トリカルボン酸、ケイ皮酸、それらの低級アルキルエステル、およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる、請求項48に記載の方法。

【請求項51】

アシル化剤が、マレイン酸、フマル酸、無水マレイン酸、およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる、請求項50に記載の方法。

【請求項52】

アミンが、第一級アミンおよび第二級アミンからなる群から選ばれる、請求項39に記載の方法。

【請求項53】

アミンが、メチレンアミン、エチレンアミン、ブチレンアミン、プロピレンアミン、ペンチレンアミン、ヘキシレンアミン、ヘプチレンアミン、オクチレンアミン、アミノアルキル置換ピペラジン、エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレントトラミン、プロピレンジアミン、ジ(ヘプタメチレン)トリアミン、トリプロピレントトラミン、テトラエチレンペンタミン、トリメチレンジアミン、ペンタエチレンヘキサミン、ジ(トリメチレン)トリアミン、3-モルホリノプロピルアミン、アニリン、4-モルホリンアニリン、ベンジルアミン、フェニルエチルアミン、3-フェニル-1-プロピルアミン、N-フェニルフェニレンジアミン、N-フェニル-1,4-フェニレンジアミン、N-フェニル-1,3-フェニレンジアミン、N-フェニル-1,2-フェニレンジアミン、N-ナフチルフェニレンジアミン、N-フェニルナフタレンジアミン、N-アミノプロピル-N-フェニルフェニレンジアミン、ならびにアミノカルバゾール、アミノインドール、アミノイндаゾリノン、アミノメルカプトトリアゾール、およびアミノペリミジンならびにそれらの組み合わせからなる群から選ばれる、請求項39に記載の方法。

【請求項54】

アミンがN-フェニル-1,4-フェニレンジアミンである、請求項39に記載の方法。

【請求項55】

多機能分散剤グラフトポリマーが、主鎖ポリマー1モル当たり少なくとも約1モルのアシル化剤および主鎖ポリマー1モル当たり少なくとも約1モルのエチレン性不飽和モノマーを有する、請求項39に記載の方法。

【請求項56】

多機能分散剤グラフトポリマーが、主鎖ポリマー1モル当たり約1モル～約74モルのアシル化剤および主鎖ポリマー1モル当たり約1モル～約74モルのエチレン性不飽和モノマーを有し、ただし主鎖ポリマー1モル当たりのアシル化剤とエチレン性不飽和モノマーのモルの合計は75モル以下である、請求項39に記載の方法。

【請求項57】

多機能分散剤グラフトポリマーが約1～約32のADTレスポンスを有する、請求項39の方法。

【請求項58】

多機能分散剤グラフトポリマーが約4～約16のADTレスポンスを有する、請求項39に記載の方法。

【請求項59】

多機能分散剤グラフトポリマー中のアシル化剤とエチレン性不飽和モノマーの比率が約0.1:1～約1:0.1である、請求項39に記載の方法。

【請求項60】

(a) グラフトすることができる部位を有するポリマー主鎖と少なくとも1つのオレフィン性不飽和点を有するアシル化剤とを、開始剤の存在下に融解反応させ、アシル化剤と

10

20

30

40

50

ポリマー主鎖のグラフトポリマー反応生成物を形成する工程、

(b)(i)工程(a)で形成されたグラフトポリマー反応生成物を、2～約50個の炭素原子を有しかつ窒素、酸素およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる少なくとも1つを含有するエチレン性不飽和脂肪族または芳香族モノマーと、開始剤の存在下に融解反応させ、反応に利用できるアシル基を有する、エチレン性不飽和モノマー、アシル化剤、およびポリマー主鎖のグラフトポリマー反応生成物を形成する工程、および

(II)工程(b)で形成されたグラフトポリマー反応生成物を、アシル基と反応することができるアミンと反応させ、多機能分散剤グラフトポリマーを形成する工程、または、

(c)(i)工程(a)で形成されたグラフトポリマー反応生成物を、2～約50個の炭素原子を有しかつ窒素、酸素およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれた少なくとも1つを含有するエチレン性不飽和脂肪族または芳香族モノマーと、開始剤の存在下に溶媒中で反応させ、反応に利用できるアシル基を有する、エチレン性不飽和モノマー、アシル化剤、およびポリマー主鎖のグラフトポリマー反応生成物を形成する工程、および

(II)工程(c)で形成されたグラフトポリマー反応生成物を、アシル基と反応することができるアミンと反応させ、多機能分散剤グラフトポリマーを形成する工程を含む、請求項39に記載の多機能分散剤グラフトポリマーを作る方法。

【請求項61】

ポリマー主鎖が、ポリオレフィン、ポリエステル、およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれ、

エチレン性不飽和モノマーが、1-ビニルイミダゾール、1-ビニル-2-ピロリジノン、N-アリルイミダゾール、1-ビニルピロリジノン、2-ビニルピリジン、4-ビニルピリジン、N-メチル-N-ビニルアセトアミド、ジアリルホルムアミド、N-メチル-N-アリルホルムアミド、N-エチル-N-アリルホルムアミド、N-シクロヘキシル-N-アリルホルムアミド、4-メチル-5-ビニルチアゾール；N-アリルジイソオクチルフェノチアジン；2-メチル-1-ビニルイミダゾール、3-メチル-1-ビニルピラゾール、N-ビニルプリン、N-ビニルペラジン、ビニルペリジン、ビニルモルホリン、およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれ、

アシル化剤が、モノカルボン酸、ジカルボン酸、ポリカルボン酸、当該カルボン酸の無水物、当該カルボン酸の低級アルキルエステル、当該カルボン酸のハロゲン化物、およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれ、および

アミンが、第一級アミンおよび第二級アミンからなる群から選ばれる、

請求項60に記載の方法。

【請求項62】

ポリマー主鎖が、約10,000～約500,000の質量平均分子量および約1～約15の多分散性を有するポリオレフィン、約10,000～約1,000,000の質量平均分子量を有するポリエステル、およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる、請求項60に記載の方法。

【請求項63】

エチレン性不飽和モノマーが、硫黄、リン、ハロゲン、およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれるものをさらに含有する、請求項60に記載の方法。

【請求項64】

アシル化剤が、単不飽和C₄～C₁₀ジカルボン酸、単不飽和C₃～C₁₀モノカルボン酸、それらの酸無水物および当該アシル化剤の2つまたはそれ以上の混合物からなる群から選ばれ、そして

アミンが、メチレンアミン、エチレンアミン、ブチレンアミン、プロピレンアミン、ペンチレンアミン、ヘキシレンアミン、ヘプチレンアミン、オクチレンアミン、アミノアルキル置換ペラジン、エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレントトラミン、プロピレンジアミン、ジ(ヘプタメチレン)トリアミン、トリプロピレントトラミン、テトラエチレンペンタミン、トリメチレンジアミン、ペンタエチレンヘキサミン、ジ(

10

20

30

40

50

トリメチレン)トリアミン、3-ホルホリノプロピルアミン、アニリン、4-ホルホリン
 アニリン、ベンジルアミン、フェニルエチルアミン、3-フェニル-1-プロピルアミン
 、N-フェニルフェニレンジアミン、N-フェニル-1,4-フェニレンジアミン、N-
 フェニル-1,3-フェニレンジアミン、N-フェニル-1,2-フェニレンジアミン、
 N-ナフチルフェニレンジアミン、N-フェニルナフタレンジアミンおよびN-アミノ
 プロピル-N-フェニルフェニレンジアミン、ならびにアミノカルバゾール、アミノイン
 ドール、アミノインダゾリノン、アミノメルカプトトリアゾールおよびアミノペリミジン
 ならびにそれらの組み合わせからなる群から選ばれる、
 請求項60に記載の方法。

【請求項65】

エチレン性不飽和モノマーが1-ビニルイミダゾールであり、
 アシル化剤が、マレイン酸、フマル酸、無水マレイン酸、およびそれらの組み合わせか
 らなる群から選ばれ、そして
 アミンがN-フェニル-1,4-フェニレンジアミンである、
 請求項60に記載の方法。

【請求項66】

多機能分散剤グラフトポリマーが、主鎖ポリマー1モル当たり少なくとも約1モルのア
 シル化剤、および主鎖ポリマー1モル当たり少なくとも約1モルのエチレン性不飽和モノ
 マーを有する、請求項60に記載の方法。

【請求項67】

多機能分散剤グラフトポリマーが、主鎖ポリマー1モル当たり約1モル~約74モルの
 アシル化剤、および主鎖ポリマー1モル当たり約1モル~約74モルのエチレン性不飽和
 モノマーを有し、ただし主鎖ポリマー1モル当たりのアシル化剤とエチレン性不飽和モノ
 マーのモルの合計は75モル以下である、請求項60に記載の方法。

【請求項68】

多機能分散剤グラフトポリマーが約1~約32のADTレスポンスを有する、請求項6
 0に記載の方法。

【請求項69】

多機能分散剤グラフトポリマーが約2~約16のADTレスポンスを有する、請求項6
 0に記載の方法。

【請求項70】

多機能分散剤グラフトポリマー中のアシル化剤とエチレン性不飽和モノマーの比率が約
 0.1:1~約1:0.1である、請求項60に記載の方法。

【請求項71】

アミンとアシル基のモル比が約0.1:1~約6:1である、請求項39に記載の方法
 。

【請求項72】

アミンとアシル基のモル比が約0.6:1~約4:1である、請求項39に記載の方法
 。

【請求項73】

アミンとアシル基のモル比が約0.6:1~約2:1である、請求項39に記載の方法
 。

【請求項74】

アミンとアシル基のモル比が約0.1:1~約6:1である、請求項60に記載の方法
 。

【請求項75】

アミンとアシル基のモル比が約0.6:1~約4:1である、請求項60に記載の方法
 。

【請求項76】

アミンとアシル基のモル比が約0.6:1~約2:1である、請求項60に記載の方法

10

20

30

40

50

【請求項 77】

(a) グラフトすることができる部位を有するポリマー主鎖と少なくとも1つのオレフィン性不飽和点を有するアシル化剤とを開始剤の存在下に溶媒中で反応させ、アシル化剤とポリマー主鎖のグラフトポリマー反応生成物を形成する工程、

(b) 工程(a)で形成されたグラフトポリマー反応生成物を、2～約50個の炭素原子を有しかつ窒素、酸素およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれた少なくとも1つを含有するエチレン性不飽和脂肪族または芳香族モノマーと、開始剤の存在下に溶媒中で反応させ、反応に利用できるアシル基を有する、エチレン性不飽和モノマー、アシル化剤およびポリマー主鎖のグラフトポリマー反応生成物を形成する工程、および

(c) 工程(b)で形成されたグラフトポリマー反応生成物を、アシル基と反応することができるアミンと、溶媒中で反応させ、多機能分散剤グラフトポリマーを形成する工程

を含む、請求項39に記載の多機能分散剤グラフトポリマーを作る方法。

【請求項 78】

(a) グラフトすることができる部位を有するポリマー主鎖と少なくとも1つのオレフィン性不飽和点を有するアシル化剤とを開始剤の存在下に融解反応させ、アシル化剤とポリマー主鎖のグラフトポリマー反応生成物を形成する工程、

(b) 工程(a)で形成されたグラフトポリマー反応生成物を、2～約50個の炭素原子を有しかつ窒素、酸素およびそれらの組み合わせからなる群から選択される少なくとも1つを含有するエチレン性不飽和脂肪族または芳香族モノマーと、開始剤の存在下に溶媒中で反応させ、反応に利用できるアシル基を有する、エチレン性不飽和モノマー、アシル化剤、およびポリマー主鎖のグラフトポリマー反応生成物を形成する工程、および

(c) 工程(b)で形成されたグラフトポリマー反応生成物を、アシル基と反応することができるアミンと、溶媒中で反応させ、多機能分散剤グラフトポリマーを形成する工程

を含む請求項39に記載の多機能分散剤グラフトポリマーを作る方法。

【請求項 79】

(a) グラフトすることができる部位を有するポリマー主鎖と少なくとも1つのオレフィン性不飽和点を有するアシル化剤とを開始剤の存在下に融解反応させ、アシル化剤とポリマー主鎖のグラフトポリマー反応生成物を形成する工程、

(b) 工程(a)で形成されたグラフトポリマー反応生成物を、2～約50個の炭素原子を有しかつ窒素、酸素およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる少なくとも1つを含有するエチレン性不飽和脂肪族または芳香族モノマーと、開始剤の存在下に融解反応させ、反応に利用できるアシル基を有する、エチレン性不飽和モノマー、アシル化剤、およびポリマー主鎖のグラフトポリマー反応生成物を形成する工程、および、

(c) 工程(b)で形成されたグラフトポリマー反応生成物を、アシル基と反応することができるアミンと、溶媒中で反応させ、多機能分散剤グラフトポリマーを形成する工程

を含む請求項39に記載の多機能分散剤のグラフトポリマーを作る方法。

【請求項 80】

(a) グラフトすることができる部位を有するポリマー主鎖と、少なくとも1つのオレフィン性不飽和点を有するアシル化剤とを、開始剤の存在下に融解反応させ、アシル化剤とポリマー主鎖のグラフトポリマー反応生成物を形成する工程、

(b) 工程(a)で形成されたグラフトポリマー反応生成物を、2から約50個の炭素原子を有しかつ窒素、酸素およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる少なくとも1つを含有するエチレン性不飽和脂肪族または芳香族モノマーと、開始剤の存在下に融解反応させ、反応に利用できるアシル基を有する、エチレン性不飽和モノマー、アシル化剤およびポリマー主鎖のグラフトポリマー反応生成物を形成する工程、および

(c) 工程(b)で形成されたグラフトポリマー反応生成物を、アシル基と反応するこ

10

20

30

40

50

とができるアミンと融解反応させ、多機能分散剤グラフトポリマーを形成する工程、を含む請求項 39 に記載の多機能分散剤グラフトポリマーを作る方法。

【請求項 81】

a . 潤滑油基油、
b . 組成物質量で少なくとも約 0 . 05 % ~ 約 15 % の請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマー、および
c . 組成物質量で 0 % から約 20 % の他の潤滑油添加剤、を含む潤滑油。

【請求項 82】

a . 潤滑油基油；
b . 組成物質量で少なくとも約 0 . 05 % ~ 約 10 % の請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマー、および
c . 組成物質量で 0 % から約 20 % の他の潤滑油添加剤、を含む請求項 81 に記載の潤滑油。

10

【請求項 83】

溶媒が、直鎖または分岐脂肪族または脂環式炭化水素、芳香族炭化水素、およびそれらの混合物から選択される、請求項 77 に記載の方法。

【請求項 84】

溶媒が水素化分解基礎原料である、請求項 77 に記載の方法。

【請求項 85】

溶媒が 0 ~ 約 25 質量 % の芳香族炭化水素を含有する基礎原料である、請求項 77 に記載の方法。

20

【請求項 86】

溶媒が 0 ~ 約 15 質量 % の芳香族炭化水素を含有する基礎原料である、請求項 77 に記載の方法。

【請求項 87】

請求項 39 に記載の方法で調製された請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマー。

【請求項 88】

請求項 78 に記載の方法で調製された請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマー。

【請求項 89】

請求項 1 に記載の多機能分散剤ポリマーの有効量を潤滑油に混ぜることを含む、潤滑油のすす処理、粘度調整、スラッジ制御およびワニス制御を改善する方法。

30

【請求項 90】

請求項 4 に記載の多機能分散剤ポリマーの有効量を潤滑油に混ぜることを含む、請求項 88 に記載の方法。

【請求項 91】

請求項 11 に記載の多機能分散剤ポリマーの有効量を潤滑油に混ぜることを含む、請求項 88 に記載の方法。

【請求項 92】

請求項 15 に記載の多機能分散剤ポリマーの有効量を潤滑油に混ぜることを含む、請求項 88 に記載の方法。

40

【請求項 93】

請求項 18 に記載の多機能分散剤ポリマーの有効量を潤滑油に混ぜることを含む、請求項 88 に記載の方法。

【請求項 94】

請求項 28 に記載の多機能分散剤ポリマーの有効量を潤滑油に混ぜることを含む、請求項 88 に記載の方法。

【請求項 95】

請求項 30 に記載の多機能分散剤ポリマーの有効量を潤滑油に混ぜることを含む、請求項 88 に記載の方法。

50

【請求項 96】

エチレン性不飽和モノマーが1-ビニルイミダゾールであり、アシル化剤が、マレイン酸、フマル酸、無水マレイン酸、およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれ、そしてアミンがN-フェニル-1,4-フェニレンジアミンである、請求項1に記載の多機能分散剤ポリマー。

【請求項 97】

エチレン性不飽和モノマーが1-ビニルイミダゾールであり、アシル化剤が、マレイン酸、フマル酸、無水マレイン酸、およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれ、そしてアミンがN-フェニル-1,4-フェニレンジアミンである、請求項39に記載の方法。

10

【請求項 98】

ポリマー主鎖が最初に融解され、その後アシル化剤および開始剤と混合される、請求項80に記載の方法。

【請求項 99】

開始剤がポリマー主鎖と混合される前に、アシル化剤の少なくとも一部がポリマー主鎖と混合される、請求項90に記載の方法。

【請求項 100】

実質的にすべてのアシル化剤がポリオレフィン混合物に加えられた後にのみ、開始剤がポリマー主鎖に加えられる、請求項90に記載の方法。

【請求項 101】

開始剤がアシル化剤と実質的に同じ割合でポリオレフィン混合物に加えられる、請求項90に記載の方法。

20

【請求項 102】

開始剤がアシル化剤より遅い速度で混合物に加えられる、請求項90に記載の方法。

【請求項 103】

融解反応が押し出し機の中で行なわれる、請求項80に記載の方法。

【請求項 104】

アシル化剤が押し出し機の第1の帯域に加えられ、開始剤が押し出し機の第二の帯域に加えられる、請求項95に記載の方法。

【請求項 105】

押し出し機が複数の供給口を有し、ポリオレフィン、アシル化剤、および開始剤が各々別々の供給点に供給される、請求項95に記載の方法。

30

【発明の詳細な説明】**【技術分野】****【0001】**

本発明は、主鎖ポリマーがポリオレフィンまたはポリエステルである新規な多機能グラフトポリマー、ならびにそれらの製造方法および用途に関する。そのポリオレフィンおよびポリエステル主鎖ポリマーは、多数の性能属性を示すグラフトポリマーを提供するために、すす処理 (soot handling) および粘度調整と関連したモノマーとともにスラッジ (sludge) およびワニス (varnish) 制御と関連したモノマーでもグラフトされている。

40

【0002】

本発明は、さらに、これらの新規な多機能グラフトポリマーを製造する方法に関する。

【0003】

本発明は、さらに、添加剤としてこれらの新規な多機能ポリマーを含む、粘度増大の制御とともに良好なすす処理ならびにスラッジおよびワニス制御に向けられた性能特性を示す、潤滑油 (lubricating oil) 組成物に関する。

【背景技術】**【0004】**

現在、様々な添加剤が、潤滑油の特定の性能特性を制御するために用いられている。例えば、塩基性の強い金属塩のような洗浄剤は、エンジンやその他の機械類の中の不溶性の

50

微粒子物質の懸濁を維持するのに役立つ。分子量が約700～約10,000のスクシンイミドのような分散剤は、また、油不溶物を流体中で懸濁状態に保ち、それにより、スラッジの凝結および金属部品上への微粒子の沈殿または析出を防ぐ。ジオクチルフェニルアミンおよびフェニル- -ナフチルアミンのような酸化防止剤は、鉱油が使用中に劣化する傾向を減少させる。この劣化は、金属表面上へのスラッジおよびワニス状の析出物のような酸化の生成物、すすの形成、およびそれに付随する油の中のすすによって引き起こされる粘度の増大によって証拠づけることができる。

【0005】

分散剤粘度指数向上剤として使用するための窒素含有および/または酸素含有モノマーを含むグラフトポリオレフィンもまた知られている。米国特許第5,523,008号明細書(その開示はそっくり引用によってここに含まれる。)は、グラフトされたポリオレフィン主鎖1モル当たり少なくとも約13モルのN-ビニルイミダゾールまたはその他のエチレン性不飽和窒素含有および/または酸素含有モノマーを含有するグラフトされたポリオレフィンについて記述している。また、潤滑剤基油と上述したようなグラフトされたポリオレフィンを含む潤滑油についても記述されており、さらに分散剤粘度指数向上剤を作る方法についても記述されている。N-ビニルイミダゾールまたはその他のエチレン性不飽和窒素含有および/または酸素含有モノマーと、グラフトすることができるポリオレフィン、ポリオレフィン1モルに対して少なくとも約13モルのモノマーをグラフトするために十分な開始剤で反応させられる。

10

【0006】

米国特許第5,663,126号明細書および米国特許第6,686,321号明細書(それらの開示はそっくり引用によってここに含まれる。)は、ポリオレフィンコポリマーにグラフトされた、N-ビニルイミダゾール、4-ビニルピリジン、またはその他のエチレン性不飽和窒素含有および/または酸素含有グラフトすることができるモノマーの1つまたは2つ以上を含有する、グラフトされたポリオレフィンについて記述している。また、潤滑剤基油と上述したようなグラフトされたポリマーを含む潤滑油組成物についても記述されており、さらに分散剤粘度指数向上剤を作る方法についても記述されている。

20

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0007】

添加剤の各々は配合された潤滑油の別個の成分であり、原価を引き上げる。したがって、潤滑油の1つを越える性能特性を制御する多機能の添加剤を持つことは有益であろう。

30

【0008】

我々は、今、粘度増大とともに、すす、スラッジおよびワニスを制御するための、潤滑油組成物用添加剤として有用な新規な多機能グラフトポリマーを発見した。

【課題を解決するための手段】

【0009】

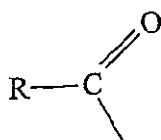
本発明の1つの実施態様は、ポリオレフィンまたはポリエステルの主鎖にグラフトされた2つの群のモノマーを含有する多機能グラフトポリマーであって、1つの群のモノマーが分散性(dispersancy)を付与するとともに、もう1つの群のモノマーがすす処理を付与する、ポリマーである。一般に、酸素もしくは窒素または酸素と窒素の両方を含有する炭素原子数が2～約50のエチレン性不飽和脂肪族または芳香族モノマーを含む1つの群のモノマーが、スラッジおよびワニス処理に関係する分散性を付与するグラフトすることができるモノマーとして使用するために考えられる。もう1つの群のモノマー、すなわち「アシル基」のような「グラフトすることができるカップリング剤」(それは反応するためのアシル基を付与することができる。)は、すす処理性能を与えるのに適した置換基を形成するアミンと反応する。一般に、そのアミンは、適切なアシル化剤(分子内にアシル基を導入する試剤(agent))と縮合反応をすることができる、第一および第二アミンで構成される。アシル基は次式によって表わされる。

40

【0010】

50

【化 1】



【 0 0 1 1 】

10

本発明の多機能グラフトポリマーは、ポリマー 1 モル当たり全体で約 2 モル～約 75 モルのグラフトモノマーを含有する。

【 0 0 1 2 】

本発明のもう 1 つの実施態様は、炭化水素基油および上述した多機能グラフトポリマーを含む潤滑油である。その多機能のグラフトされたポリオレフィンまたはポリエステルは、すすおよび粘度増大とともに、スラッジ、ワニス制御する添加剤として機能する。そのような潤滑油は、本発明の多機能グラフトポリマーの (a) 優れた分散性および (b) すす制御特性の両方を利用し、それによって添加剤の必要量を減らす。

【 0 0 1 3 】

20

本発明の利点のいくつかは、生産物の効能を制御または調節する能力、モノマーの選択およびポリマー主鎖に対するモノマーのモル比の選択によって「使用に適した (fit-for-use)」生産ラインを製造する能力を含む。本発明は、添加剤原価管理を達成する方法を提供し、そして本発明の多機能グラフトポリマーは、また、添加剤の物理的な混合物と比較して、スラッジおよびワニス制御ならびにすすおよび粘度調整に利点を持つ。

【 0 0 1 4 】

30

本発明のもう 1 つの実施態様は、ポリオレフィンまたはポリエステルの主鎖にグラフトされた 2 つの群のモノマー、すなわち分散性を付与するための 1 つの群のモノマーとともに、すす処理を付与するためのもう 1 つの群のモノマー、を含有する多機能グラフトポリマーを作る方法である。この実施態様において、グラフトする順序 (sequence) は、ここに記述される多機能グラフトポリマーを生成するために重要である。すすの処理ならびにスラッジおよびワニスの制御の両方に関して良好な性能を達成するために、最初に、ポリマー主鎖上へ無水マレイン酸のようなアシル化剤のようなグラフトすることができるカップリング剤をグラフトし、アシル基、例えば無水コハク酸基、を含有するポリマーを形成することが重要である。次に、スラッジおよびワニスの処理と関連したモノマーまたはモノマー群 (grouping)、例えば N - ビニルイミダゾール、を導入する。最後に、アシル基、例えば無水コハク酸基と反応することができる 1 種または 2 種以上のアミンを導入し、アシル化されたポリマーと反応させ、それによってグラフトポリマーにすす処理性能を付与する。

【 発明を実施するための最良の形態 】

【 0 0 1 5 】

40

本発明は 1 つまたは 2 つ以上の好ましい実施態様に関して記述されるが、本発明はそれらの実施態様に限定されないことが理解されるであろう。反対に、本発明は、添付された特許請求の範囲の精神および範囲内に含まれる限りにおいて、あらゆる代替、変形および均等物を含む。

【 0 0 1 6 】

本発明の 1 つの実施態様は、

- a . グラフトすることができる部位を有する少なくとも 1 つのポリマー主鎖 ;
- b . 少なくとも 1 つのオレフィン性不飽和点を有する少なくとも 1 つのアシル化剤 ;
- c . 2 ~ 約 50 個の炭素原子を有し、窒素、酸素およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれた少なくとも 1 つを含有する、少なくとも 1 つのエチレン性不飽和脂肪族また

50

は芳香族モノマー；および

d．当該アシル化剤と反応し得る少なくとも1つのアミンのグラフトポリマーを含む多機能分散剤ポリマーに関する。

【0017】

本発明の多機能分散剤ポリマーにおいて、そのポリマーの主鎖は、ポリオレフィン、ポリエステルおよびそれらの組み合わせからなる群から選ぶことができる。

【0018】

本発明のもう1つの実施態様は、

a．潤滑剤基油；

b．請求項1の多機能分散剤ポリマーの少なくとも一部；および、所望により、

c．その他の潤滑油添加剤

を含む潤滑油に関する。

10

【0019】

本発明のもう1つの実施態様は、潤滑油のすす処理、粘度調整、ならびにスラッジおよびワニス制御を改善する方法に関し、その方法は当該潤滑油に本発明の多機能分散剤ポリマーの有効量を混ぜることを含む。

【0020】

本発明の新規な多機能ポリマーは、グラフトし得るポリオレフィンまたはポリエステルを、炭化水素基礎原料（base stock）に溶かすか融解状態のいずれかで、開始剤の存在下に、アシル化剤のようなグラフトし得るカップリング剤と反応させ、ヒドロカルビルアシル組成物を形成することによって作られる。例えば、アシル化剤が無水マレイン酸であるときは、酸無水物基を有するアシル化されたポリマーが形成される。このように形成されたアシル化されたポリマーを、その後、開始剤の存在下に、スラッジおよびワニスの処理特性を与えることができる1つまたは2つ以上のモノマーと反応させる。最後に、すす処理性能を与えるのに適した1つまたは2つ以上のアミンを、その酸無水物基と反応させ、本発明の多機能ポリマーが得られる。

20

【0021】

上記の本発明の多機能グラフトポリマーを調製する際に、1つを越えるポリオレフィンもしくはポリエステルまたは1つもしくは2つ以上のポリオレフィンおよび/またはポリエステルの混合物を使用することができる。1つを越えるアシル化剤、スラッジおよびワニスの処理特性を与えることができるモノマー、開始剤およびアミンもまた使用することができる。

30

【0022】

本発明のもう1つの実施態様は、多機能分散剤グラフトポリマーを作る方法に関し、

(a) 開始剤の存在下に、グラフトし得る部位を有するポリマー主鎖と、少なくとも1つのオレフィン性不飽和点を有するアシル化剤とを反応させ、アシル化剤とポリマー主鎖のグラフトポリマー反応生成物を形成する工程；

(b) 工程(a)において形成されたグラフトポリマー反応生成物を、開始剤の存在下に、2～約50個の炭素原子を有し、かつ窒素、酸素、およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる少なくとも1つを含有するエチレン性不飽和脂肪族または芳香族モノマーと反応させ、反応に利用できるアシル基を有する、エチレン性不飽和モノマーとアシル化剤とポリマー主鎖のグラフトポリマー反応生成物を形成する工程；および

40

(c) 工程(b)において形成されたグラフトポリマー反応生成物を、当該アシル基と反応することができるアミンと反応させ、多機能分散剤グラフトポリマーを形成する工程を含む。

【0023】

反応原料

【0024】

ポリマー、アシル化剤、分散性を与えるグラフトし得る窒素および/または酸素含有化合物、およびすすを処理するのに適した生成物を生じるためにアシル化剤のようなグラフ

50

トし得るカップリング剤と反応することができるアミンの次の具体例が、ここに、本発明の多機能分散剤グラフトポリマーを作るのに使用するために考えられる。

【0025】

ポリマー

種々様々のポリオレフィン、変性ポリオレフィン、ポリエステルおよび変性ポリエステル（それらは側鎖（pendant）不飽和を有していてもよいし有していなくてもよい。）が、グラフトするための主鎖として使用するために考えられる。そのようなポリオレフィンおよびポリエステルの例としては、ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレンプロピレンコポリマー、2つ以上のモノマーを含有するポリマー、ポリイソブテン、ポリメタクリレート、ポリアクリレート、ポリアルキルスチレン、部分的に水素化されたブタジエンとスチレンのポリオレフィン、およびイソプレンのコポリマー（たとえばスチレンとイソプレンのポリマー）のようなホモポリマー、コポリマー、ターポリマー、およびより高いコポリマーが挙げられるが、それらに限定されるものではない。EPDM（エチレン/プロピレン/ジエンモノマー）ポリマー、エチレンプロピレンオクテナーポリマーおよびエチレンプロピレンENBターポリマーも、ここで使用するために考えられる。本発明の多機能グラフトポリマーを作るためにポリエステルの混合物と同様にポリオレフィンの混合物の使用も考えられる。ポリオレフィンとポリエステルの化学的および物理的混合物の使用も考えられる。ここに考えられるポリオレフィンは、約10,000～約750,000の質量平均分子量を有していてもよく、あるいは約20,000～約500,000の質量平均分子量を有していてもよい。好ましいポリオレフィンは、約1～約15の多分散性を有していてもよい。ここに考えられるポリエステルは、約10,000～約1,000,000の質量平均分子量を有していてもよく、あるいは約20,000～約750,000の質量平均分子量を有していてもよい。

10

20

【0026】

ここで使用するために考えられる特別の材料としては、約30%～約80%のエチレン部分および約70%～約20%のプロピレン部分を含有する（所望により0%～約15%のジエンモノマーで変性された）エチレン/プロピレン/ジエンポリオレフィンが挙げられる（ただし%は数量百分率）。ジエンモノマーのいくつかの例は、1,4-ブタジエン、イソプレン、1,4-ヘキサジエン、ジシクロペンタジエン、2,5-ノルボルナジエン、エチリデン-ノルボルネン、米国特許第4,092,255号明細書（その開示はそ

30

40

【0027】

ここで使用するために考えられる特定の材料としては、日本国東京の三井石油化学工業株式会社によって販売されているエチレンとプロピレンからなるポリオレフィンであるVISNEXポリオレフィン、テキサス州ヒューストンに本部を置くシェブロン・オロナイト社（Chevron Oronite Company, L.L.C.）によって販売されている、主としてエチレンとプロピレンからなる、Paratone 8910およびParatone 8941のようなPARATONEポリオレフィンの群が挙げられる。また、英国アビンドンのインフィニウム・インターナショナル社（Infinium International, Ltd.）またはニュージャージー州リンデンのインフィニウムUSA社（Infinium USA LP）によって販売されている、エチレンおよび/またはプロピレンおよび/またはイソプレンを主成分とするオレフィンコポリマーであるInfinium SV200, Infinium SV250, Infinium SV145, Infinium SV160, Infinium SV300, およびInfinium SV150も考えられる。また、イタリア国フェラーラのポリメリ・ヨーロッパ社（Polimeri Europa）によってDUTRALの商品名で販売されているポリマーである、CO-029、CO-034、CO-043、CO-058、TER 4028、TER 4044、TER 4049およびT

50

ER 9046のような、DSMから入手可能なエラストマーも考えられる。また、400、501、505、512、525、535、556、563、580 HTのような、ROYALENEの商品名でコネチカット州ミドルベリーのクロプトン社(Crompton Corporation)によって販売されているポリマーのユニロイヤル系統も考えられる。

【0028】

また、ポリメタクリル酸アルキルViscoplex 3-700のようなポリマー、およびオレフィンコポリマーと共反応させたポリメタクリル酸アルキルからなる分散剤混合ポリマーViscoplex 2-602が、使用するために考えられる。

【0029】

上記の材料と他の同様の材料の組み合わせも考えられる。

10

【0030】

グラフトすることができるカップリング剤

本発明の方法に用いられるグラフトすることができるカップリング剤は少なくとも2成分のカップリング部位を有し、その一方は通常オレフィン性不飽和の部位である。グラフトすることができるカップリング剤の群の中には、アシル化剤およびエポキシドがある。

【0031】

アシル化剤

本発明の方法に用いられるアシル化剤は、その構造の中に、少なくとも1つのオレフィン性不飽和点を有する。通常、オレフィン性不飽和点は、 $-HC=CH-$ または $-HC=CH_2$ に相当する。オレフィン性不飽和点がカルボキシ官能基に対し、であるアシル化剤が非常に有用である。オレフィン性不飽和モノ、ジ、およびポリカルボン酸、それらの低級アルキルエステル、それらのハロゲン化物、およびそれらの酸無水物が、本発明に従って、典型的なアシル化剤を代表する。好ましくは、オレフィン性不飽和アシル化剤は、一塩基酸もしくは二塩基酸、またはそれらの誘導体であり、誘導体の例としては、酸無水物、低級アルキルエステル、ハロゲン化物およびそのような誘導体の2つ以上の混合物が挙げられる。「低級アルキル」とは、1~7個の炭素原子を有するアルキル基を意味する。

20

【0032】

アシル化剤としては、単不飽和 $C_4 \sim C_{50}$ 、好ましくは $C_4 \sim C_{20}$ 、より好ましくは $C_4 \sim C_{10}$ ジカルボン酸、単不飽和 $C_3 \sim C_{50}$ 、好ましくは $C_3 \sim C_{20}$ 、より好ましくは $C_3 \sim C_{10}$ モノカルボン酸およびそれらの無水物(すなわち、それらのカルボン酸のまたはそれらのモノカルボン酸の無水物)、および前述の酸および/または酸無水物の任意の組み合わせからなる群から選ばれた少なくとも1つを挙げることができる。

30

【0033】

適切なアシル化剤としては、アクリル酸、クロトン酸、メタクリル酸、マレイン酸、無水マレイン酸、フマル酸、イタコン酸、イタコン酸無水物、シトラコン酸、シトラコン酸無水物、メサコン酸、グルタコン酸、クロロマレイン酸、アコニット酸、メチルクロトン酸、ソルビン酸、3-ヘキセン酸、10-デセン酸、2-ペンテン-1,3,5-トリカルボン酸、ケイ皮酸、および前述の酸の低級アルキル(例えば $C_1 \sim C_4$ アルキル)エステル、例えばマレイン酸メチル、フマル酸エチル、フマル酸メチルなどが挙げられる。不飽和ジカルボン酸およびそれらの誘導体、特にマレイン酸、フマル酸および無水マレイン酸が特に好ましい。

40

【0034】

エポキシド試薬

本発明の方法に有用なエポキシ誘導体は、一般に、その構造の中に、少なくとも1つのオレフィン性不飽和点を有する。一旦エポキシドがポリマー主鎖にグラフトされれば、それは例えばアミンと反応し、ヒドロキシルアミンを形成することができる。エポキシドは、また、アルコール、メルカプタンおよびカルボン酸のような他の試薬とも反応し得る。適したエポキシドとしては、メタクリル酸グリシジル、アリルグリシジルーエテル、1,2-エポキシ-5-ヘキセンおよび3,4-エポキシ-1-ブテンが挙げられる。

50

【0035】

グラフトすることができる窒素および/または酸素モノマー

次のものすなわち窒素および酸素の1つまたはそれ以上を含有するエチレン性不飽和モノマーは、分散特性を付与するのに有用である。スラッジおよびワニスの処理に係る分散性を付与するのに適した窒素および/または酸素含有モノマーは、非常に広くは、酸素、窒素およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれた少なくとも1つを含有する炭素原子数が2～約50個のエチレン性不飽和脂肪族または芳香族モノマーである。そのようなエチレン性不飽和窒素含有および/または酸素含有モノマーの組み合わせも、分散性を付与するグラフトすることができるモノマーとして使用するために考えられる。ここで使用するために考えられる特定のグラフトすることができるモノマーとしては、N-ビニルイミダゾール(1-ビニルイミダゾールとしても知られている。)(VIMA)、1-ビニル-2-ピロリジノン、C-ビニルイミダゾール、N-アリルイミダゾール、1-ビニルピロリジノン、2-ビニルピリジン、4-ビニルピリジン、N-メチル-N-ビニルアセトアミド、ジアリルホルムアミド、N-メチル-N-アリルホルムアミド、N-エチル-N-アリルホルムアミド、N-シクロヘキシル-N-アリルホルムアミド、4-メチル-5-ビニルチアゾール; N-アリルジイソオクチルフェノチアジン; 2-メチル-1-ビニルイミダゾール、3-メチル-1-ビニルピラゾール、N-ビニルプリン、N-ビニルピペラジン、ビニルピペリジン、ビニルモルホリン、マレインイミド、アシルアミド(たとえば、N,N-ジメチルアクリルアミドおよびN,N-ジメチルアミノプロピルアクリルアミド)、ならびにこれらの物質または他の類似の物質の組み合わせが挙げられる。本発明において使用するために考えられる窒素、酸素、または窒素と酸素の両方を含有するグラフトすることができるモノマーは、窒素および/または酸素に加えて、硫黄、燐またはハロゲンのような他の元素を含有してもよい。使用するために考えられる特定のグラフトすることができるモノマーとしては、4-メチル-5-ビニルチアゾールおよびN-アリルジイソオクチルフェノチアジンが挙げられる。

10

20

【0036】

アシル基または他のグラフトすることができるカップリング剤基との反応のためのアミンすす処理性能を付与するのに適したアミンは、適切なアシル化剤と縮合反応をし得るもの、すなわち第一級または第二級アミンである。1つまたはそれ以上のアミンを用いてもよい。アシル化され得るアミンは、米国特許第4,320,019号明細書(その開示は引用によってそっくりそのままここに組み入れられる。)第4欄第60行～第6欄第14行、米国特許第5,424,367号明細書(その開示は引用によってそっくりそのままここに組み入れられる。)第10欄第61行～第13欄第18行、米国特許第5,427,702号明細書(その開示は引用によってそっくりそのままここに組み入れられる。)第13欄第5行～第17欄第32行に開示されている。この発明の実施に有用な種々のアミンの種類の中には、アルキルアミン、アルキレンアミン、ヘテロ原子または複素環を含有する分子のアミン、アルキレンポリアミン、芳香族アミン、およびポリオキシアルキレンポリアミンがある。

30

【0037】

アルキルアミン、アルキレンアミン、アルキレンポリアミンおよび複素環を含有する分子のアミンのいくつかの例としては、メチレンアミン、エチレンアミン、ブチレンアミン、プロピレンアミン、ペンチレンアミン、ヘキシレンアミン、ヘプチレンアミン、オクチレンアミン、N,N-ジメチルアミノプロピルアミン、N,N-ジオクチルエチルアミン、他のポリメチレンアミン、これらのアミンの環式のより高級な同族体(たとえばピペラジン)、アミノアルキル置換ピペラジン(たとえば(2-アミノプロピル)ピペラジン、1,4-ビス(2-アミノエチル)ピペラジン、および2-メチル-1-(2-アミノブチル)ピペラジン)などが挙げられる。エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレントトラミン、プロピレンジアミン、ジ(ヘプタメチレン)トリアミン、トリプロピレントトラミン、テトラエチレンペンタアミン、トリメチレンジアミン、ペンタエチレンヘキサミン、ジ(トリメチレン)トリアミン、(N-オクチル-N-メチルエチレ

40

50

ンジアミン、ならびに他のポリアミン物質もまた挙げられる。上記のアルキレンアミンの2つまたはそれ以上を縮合することによって得られる他のより高級な同族体も、3-モルホリノプロピルアミンのような複素環と同様に用いることができる。

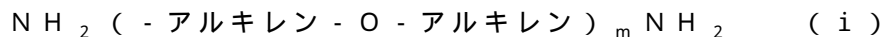
【0038】

本発明の実施に有用な他のアミンの種類としては、アリールアミンおよびアルキルアリールアミンおよびN-アリールフェニレンジアミンのようなアミノ芳香族炭化水素が挙げられる。特定の芳香族アミンとしては、例えば、アニリン、4-モルホリンアニリン、ベンジルアミン、フェニルエチルアミンおよび3-フェニル-1-プロピルアミンが挙げられる。N-アリールフェニレンジアミンの中には、N-フェニルフェニレンジアミンがある。これらの中には、N-フェニル-1,4-フェニレンジアミン(4-アミノジフェニルアミンともいう。)、N-フェニル-1,3-フェニレンジアミン、N-フェニル-1,2-フェニレンジアミン、N-ナフチルフェニレンジアミン、N-フェニルナフタレンジアミンおよびN-アミノプロピル-N-フェニルフェニレンジアミンがある。より好ましいアミンの1つは、4-アミノジフェニルアミン(N-フェニル-1,4-フェニレンジアミンともいう。)である。また、上記のアミンの組み合わせが1つまたはそれ以上のアシル化剤と反応させるために用いてもよいことも考えられる。

10

【0039】

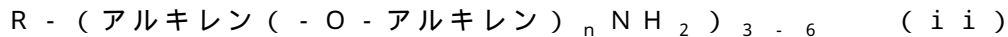
適切なポリオキシアルキレンポリアミンの例は、次の式を有するものである。



(式中、mは約3~70、好ましくは10~35の値を有する。)

20

および



(式中、nは約1~40の値を有する。ただし、すべてのnの合計は約3~約70、好ましくは約6~約35である。そしてRは炭素原子数が10以下の多価飽和炭化水素基である。)

式(i)、(ii)中のアルキレン基は、直鎖であっても分岐鎖であってもよく、約2~7個、好ましくは約2~4個の炭素原子を含む。

【0040】

ポリオキシアルキレンジアミンおよびポリオキシアルキレントリアミンのようなポリオキシアルキレンポリアミンは、約200~約4000、好ましくは約400~約2000の範囲の平均分子量を有することができる。適切なポリオキシアルキレンポリアミンとしては、約200~2000の範囲の平均分子量を有するポリオキシエチレンおよびポリオキシプロピレンジアミンおよびポリオキシプロピレントリアミンが挙げられる。

30

【0041】

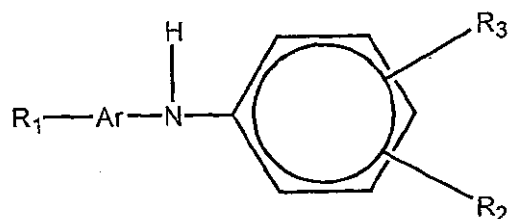
本発明の実施に有用な他のアミンの種類としては、次のようなアミノ芳香族化合物が挙げられる。

次式によって表わされるN-アリールフェニレンジアミン

【0042】

【化2】

40



【0043】

50

式中、Arは、芳香族基であり、R₁は水素、-NH-アリール、-NH-アリールアルキル、-NH-アルキルアリール、または4～24個の炭素原子を有する分岐または直鎖基であり、そしてその基はアルキル、アルケニル、アルコキシル、アリールアルキル、アルキルアリール、ヒドロキシアルキルまたはアミノアルキル基であり、R₂は-NH₂、-(NH(CH₂)_n-)_m-NH₂、CH₂-(CH₂)_n-NH₂、-アリール-NH₂であり(ここで、nおよびmはそれぞれ1～10の値を有する。)、そしてR₃は水素または4～24個の炭素原子を有するアルキル、アルケニル、アルコキシル、アリールアルキルまたはアルキルアリール基である。

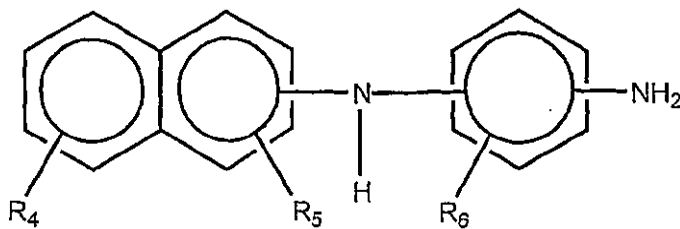
【0044】

N-アリールフェニレンジアミン化合物は次式によって表わされるものであってもよい

10

【0045】

【化3】



20

【0046】

式中、R₄、R₅およびR₆は、水素または1～10個の炭素原子を含む線状または分岐炭化水素基であり、その基はアルキル、アルケニル、アルコキシル、アルキルアリール、アリールアルキル、ヒドロキシアルキルまたはアミノアルキル基であり、そしてR₄、R₅およびR₆は同じであってもよいし異なってもよい。

【0047】

特に好ましいN-アリールフェニレンジアミンは、N-フェニルフェニレンジアミンであり、例えばN-フェニル-1,4-フェニレンジアミン(4-アミノジフェニルアミンともいう。)、N-フェニル-1,3-フェニレンジアミン、N-フェニル-1,2-フェニレンジアミン、N-ナフチルフェニレンジアミン、N-フェニルナフタレンジアミンおよびN-アミノプロピル-N-フェニルフェニレンジアミンである。もっとも好ましくは、アミンは4-アミノジフェニルアミン(N-フェニル-1,4-フェニレンジアミンともいう。)である。

30

【0048】

他の有用なアミンは、2-ヘプチル-3-(2-アミノプロピル)イミダゾリン、4-メチルイミダゾリンおよび1,3-ビス(2-アミノエチル)イミダゾリンのようなアミノイミダゾリン、およびアミノチアゾール、アミノベンゾチアゾール、アミノベンゾチアゾールおよびアミノアルキルチアゾールのようなアミノチアゾールである。

40

【0049】

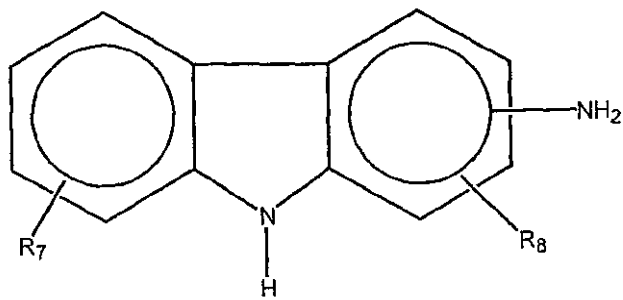
他の有用なアミンの種類としては、アミノカルバゾール、アミノインドール、アミノインダゾリノン、アミノメルカプトトリアゾールおよびアミノペリミジンが挙げられる。

【0050】

これらの構造を以下に示す。アミノカルバゾールは次式によって表わされる。

【0051】

【化4】



10

【0052】

式中、 R_7 および R_8 は、水素または 1 ~ 14 個の炭素原子を有するアルキル、アルケニル、またはアルコキシ基を表わし、そして R_7 および R_8 は同じであってもよいし異なってもよい。

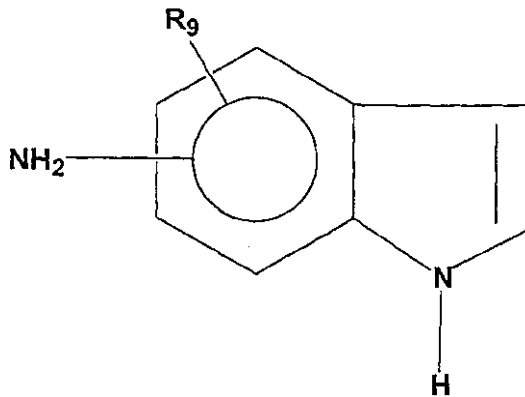
【0053】

アミノインドールは次式によって表わされる。

【0054】

20

【化5】



30

【0055】

式中、 R_9 は、水素または 1 ~ 14 個の炭素原子を有するアルキル基を表わす。

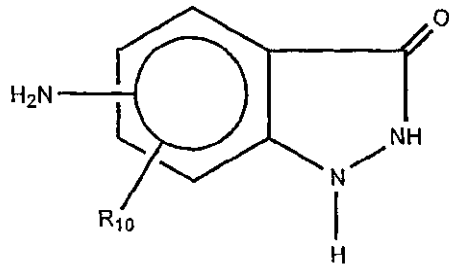
【0056】

アミノインダゾリノンは次式によって表わされる。

40

【0057】

【化6】



10

【0058】

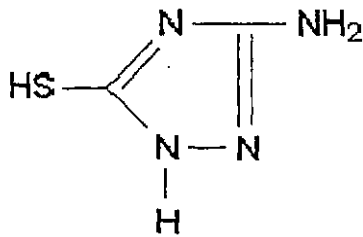
式中、 R_{10} は、水素または1～14個の炭素原子を有するアルキル基である。

【0059】

アミノメルカプトトリアゾールは次式によって表わされる。

【0060】

【化7】



20

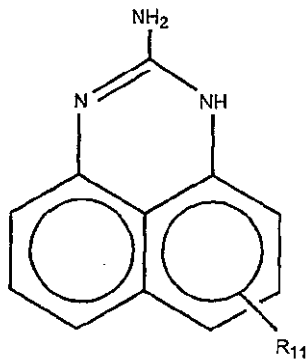
【0061】

アミノペリミジンは次式によって表わされるものである。

30

【0062】

【化8】



40

【0063】

式中、 R_{11} は、水素または1～14個の炭素原子を有するアルキルまたはアルコキシル基を表わす。

【0064】

50

他の有用なアミンとしては、2 - ヘプチル - 3 - (2 - アミノプロピル) イミダゾリン、4 - メチルイミダゾリン、1, 3 - ビス (2 - アミノエチル) イミダゾリン、(2 - アミノプロピル) ピペラジン、1, 4 - ビス (2 - アミノエチル) ピペラジン、N, N - ジメチルアミノプロピルアミン、N, N - ジオクチルエチルアミン、N - オクチル - N - メチルエチレンジアミン、および 2 - メチル - 1 - (2 - アミノブチル) ピペラジン、ならびにアミノチアゾール、アミノベンゾチアゾール、アミノベンゾチアジアゾールおよびアミノアルキルチアゾールからなる群から選ばれるアミノチアゾールが挙げられる。

【0065】

また、上記のアミンの組み合わせを1つまたはそれ以上のアシル化剤と反応するために用いてもよいことも考えられる。

10

【0066】

アミン化合物の選択は、アシル化剤の性質に一部依存するであろう。好ましいアシル化剤である無水マレイン酸の場合には、酸無水物官能基と好都合に反応するアミンが好ましい。第一級アミンは、形成されるイミド生成物の安定性のために、好ましい。構造上 R N H₂ と記述される第一級アミンであって、R 基が最終生産物に望ましい官能性を増強する性能を含むものを用いることができる。そのような特性としては、特に、摩耗保護、摩擦減少および酸化防止保護を挙げることができる。炭素、水素および窒素に加えて、限定するものではないが、ハロゲン、硫黄、酸素、または燐のような元素を、単独でまたは組み合わせることもまた考えられる。

20

【0067】

遊離基開始剤

広く、反応条件下で作用し得るいかなる遊離基開始剤も、使用するために考えられる。代表的な開始剤は、米国特許第 4, 146, 489 号明細書 (その開示は引用によってそっくりそのままここに組み入れられる。) 第 4 欄第 45 行 ~ 第 53 行に開示されている。考えられる特定の「ペルオキシ」開始剤としては、アルキル、ジアルキルおよびアリアル過酸化物、例えば、ジ - t - ブチルペルオキシド (ここでは「DTBP」と略す。)、ジクミルペルオキシド、t - ブチルクミルペルオキシド、過酸化ベンゾイル、2, 5 - ジメチル - 2, 5 - ジ (t - ブチルペルオキシ) ヘキサンおよび 2, 5 - ジメチル - 2, 5 - ジ (t - ブチルペルオキシ) ヘキシン - 3 が挙げられる。また、ペルオキシ酸エステルおよびペルオキシケタール開始剤、例えば、過安息香酸 t - ブチル、過安息香酸 t - アミル、過酢酸 t - ブチル、過安息香酸 t - ブチル、ジペルオキシフタル酸ジ t - ブチル、およびペルオキシイソ酪酸 t - ブチルも考えられる。また、ヒドロペルオキシド、例えば、クメンヒドロペルオキシド、t - ブチルヒドロペルオキシドおよび過酸化水素も考えられる。また、アゾ開始剤、例えば、2 - t - ブチルアゾ - 2 - シアノプロパン、2 - t - ブチルアゾ - 1 - シアノシクロヘキサン、2, 2 - アゾビス (2, 4 - ジメチルペンタンニトリル)、2, 2 - アゾビス (2 - メチルプロパンニトリル)、1, 1 - アゾビス (シクロヘキサンカルボニトリル) およびアゾイソブチロニトリル (AIBN) も考えられる。限定するものではないが、ジアシルペルオキシド、ケトンペルオキシドおよびペルオキシジカーボネートのような他の類似の物質も考えられる。また、異なる種類の開始剤の組み合わせを含む2つ以上の開始剤の組み合わせを用いることも考えられる。

30

40

【0068】

溶媒

極性もしくは無極性の溶媒またはプロセス流体のいずれを用いてもよい。そのような溶媒は反応物の均一分布を促進すると同様に物質取扱も容易にする。ここで有用なプロセス流体としては、反応が完結した後、グラフトポリマーから容易に除去できる揮発性溶媒が挙げられる。用いることができる溶媒は、反応混合物の成分を分散または溶解させることができ、かつ反応に認めうるほどに関与せず、または問題になる程に副反応を起こさせないものである。この種類の溶媒のいくつかの例としては、n - ペンタン、n - ヘプタン、i - ヘプタン、n - オクタン、i - オクタン、ノナン、デカン、シクロヘキサン、ジヒドロナフタレン、デカヒドロナフタレンおよびその他のもののような、直鎖または分岐の脂

50

肪族または脂環式炭化水素が挙げられる。極性溶剤の特定の例としては、脂肪族ケトン（例えばアセトン）、芳香族ケトン、エーテル、エステル、アミド、ニトリル、ジメチルスルホキシドのようなスルホキシド、水などが挙げられる。クロロベンゼン、ジクロロベンゼン、トリクロロベンゼン、ジクロロトルエンおよびその他のもののような非反応性のハロゲン化芳香族炭化水素もまた、溶媒として有用である。溶媒の組み合わせ、極性および無極性の溶媒の組み合わせもまた、本発明において使用するために考えられる。

【0069】

ここで有用なプロセス流体としては、また、芳香族含量が低く、最終潤滑油製品に取り込まれるのに適した基礎原料（base stocks）が挙げられる。反応に実質的に関与せず、かつ受け入れがたい程には副反応を引き起こさずに、反応混合物の残りの成分を分散または溶解させることができるいかなる基礎原料も用いることができる。水添異性化（hydroisomerized）されたおよび水素化分解された基礎原料、低いもしくは適度な量の芳香族成分を含む基礎原料、および流動性ポリ-αオレフィンが、ここで使用するために考えられる。芳香族物質は開始剤が存在する状態において互いにまたは他の反応成分と反応するので、芳香族成分は好ましくは低水準に維持される。最適ではないが、芳香族成分を含む基礎原料の使用がこの開示の下で考えられる。これらには、50%未満の芳香族炭化水素、好ましくは30%未満の芳香族炭化水素、あるいは25%未満の芳香族炭化水素、あるいは20%未満の芳香族炭化水素、あるいは10%未満の芳香族炭化水素、あるいは5%未満の芳香族炭化水素を含有する基礎原料がある。

10

20

【0070】

考えられるこの種の適切な基礎原料は、エクソンモービル社（ExxonMobil Corp.）によって市販されているグループI、100SUS、130SUS、または150SUS低流動（low pour）溶媒中性基油、およびグループII EHC基礎原料のようなものが挙げられる。代表的な基礎原料としては、ペトロカナダ社（PetroCanada）（アルバータ、カルガリー）によって市販されている、HT60（P60N）、HT70（P70N）、HT100（P100N）およびHT160（P160N）のようなものが挙げられ、シェブロン・アメリカ・プロダクツ社（Chevron USA Products Co.）によって販売されている、100Nおよび240NのようなRLOP原料（stocks）も同様に考えられる。一般に、グループI、グループII、グループIII、グループIVおよびグループV基礎原料の部類が、使用するために考えられる。ポリ-αオレフィン（「PAO」）のような芳香族炭化水素を含まない基礎原料もまたプロセス流体として使用することができる。

30

【0071】

プロセス流体中の芳香族炭化水素の含量は、好ましくは約0～約50質量%、あるいは約0～約25質量%、あるいは約0～約15質量%、あるいは約0～約10質量%、あるいは約0～約5質量%である。

【0072】

反応条件

【0073】

良好なすす処理ならびにスラッジおよびワニスの制御の両方を示す、多機能グラフトポリマーを調製するために、これらの動作特性を付与するそれぞれのモノマー種が同じポリマー主鎖にグラフトされる。グラフトの順番が性能品質の決定因子であるので、グラフト順序は重要である。すす処理ならびにスラッジおよびワニスの制御の両方に関して良好な性能を達成するために、無水マレイン酸のようなアシル化剤がポリマーにグラフトされ、アシル化された炭化水素、例えば無水コハク酸（SA）基を含有するポリマーを形成する。次に、スラッジおよびワニスの処理に関連したモノマーまたはモノマー群、例えばN-ビニルイミダゾール（VIMA）が、ポリマー主鎖に導入されそしてグラフトされる。最後に、アミン反応物またはアシル基（例えば無水コハク酸基）と縮合反応し得る反応物が導入され、アシル基（例えば無水コハク酸基）と反応し、それによって、反応物に依存して、アミド、イミド、またはアミド酸を形成する。従って、反応物は、ポリマー、グラフトすることができるアシル化剤、アシル化剤と反応し得るアミン、グラフトすることがで

40

50

きるアミンおよびグラフト反応を促進するための遊離基開始剤を含む。2つ以上の種類の反応物を用いてもよく、したがって、反応物は、ポリオレフィンおよびポリエステルから選ばれる1つまたはそれ以上のグラフトすることができるポリマー、1つまたはそれ以上のグラフトすることができるアシル化剤、アシル化剤と反応し得る1つまたはそれ以上のアミン、1つまたはそれ以上のグラフトすることができるアミン、およびグラフト反応を促進するための1つまたはそれ以上の遊離基開始剤を含むことができる。

【0074】

本発明の多機能グラフトポリマーは、溶液の中で調製してもよいし、融解混合によって調製してもよいし、融解混合と溶液反応の組み合わせによって調製してもよい。一般に、グラフト反応は、モノマーの少なくとも一部をポリマーにグラフトするのに十分な温度で行われる。

10

【0075】

一般に、溶液中での多機能グラフトポリマーの調製は以下のように行なわれる。グラフトされるポリマーは、液体の形で用意される。例えば、ポリマーは溶媒に溶かしてもよく、溶媒は、潤滑剤組成物に使用するのに適した炭化水素基油またはその他の適切な溶媒であってもよい。その後、ポリマー溶液は適切な反応温度に加熱される。その後、グラフトすることができるアシル化剤は、ペルオキシド分子のような開始剤を用いて、ポリマーに導入され、グラフトされ、それによってアシル化されたポリマーが形成される。例えば、アシル化剤が無水マレイン酸であるときは、無水コハク酸基を有するポリマーが形成される。この反応に続いて、窒素、酸素、または窒素と酸素の両方を含有するグラフトすることができるモノマーが、適切な開始剤を用いて、ポリマー主鎖に導入され、グラフトされる。グラフトポリマーの調製における最終工程は、アシル化されたポリマー、例えば無水コハク酸基を有するポリマーと、第一級または第二級アミンのいずれかとの反応である。通常、反応温度は、グラフトポリマーの調製に必要とされる一連の工程全体にわたって、一定に維持されることに注意すべきである。

20

【0076】

より特別には、ポリマー溶液は、樹脂釜のような適当な反応器に入れられ、その溶液は不活性ブランケットの下で所望の反応温度に加熱され、そして反応は不活性ブランケットの下で行なわれる。最低でも、反応温度は、反応のために割り当てられた時間の間に、選択された開始剤の本質的にすべてを消費するのに十分でなければならない。例えば、ジ-*t*-ブチルペルオキシド(DTBP)が開始剤として用いられる場合、反応温度は、約145 ~ 約220、あるいは約155 ~ 約210、あるいは約160 ~ 約200、あるいは約165 ~ 約190、あるいは約165 ~ 約180 または約170、あるいは約170 超、あるいは約175 超の範囲である。異なる開始剤は、与えられた反応温度で異なる速度で働く。したがって、特定の開始剤の選択は、反応温度または時間の調節を必要とするかもしれない。一旦温度が採用されれば、その温度は、通常、グラフトポリマーの調製に必要とされる一連の工程全体にわたって、一定に維持されることに注意すべきである。

30

【0077】

アシル化剤のグラフト

アシル化剤は、ポリマー溶液に加えられ溶かされる。ポリマーに対するアシル化剤の比率は、有効な割合がポリマー主鎖に直接グラフトするように、選択される。ポリマーに対するアシル化剤の最小モル比は以下のとおりである。最初のポリマー1モル当たり、グラフトすることができるアシル化剤が、

40

少なくとも約1モル、

あるいは少なくとも約2モル、

あるいは少なくとも約3モル、

あるいは少なくとも約4モル、

あるいは少なくとも約5モル、

あるいは少なくとも約6モル、

50

あるいは少なくとも約 7 モル、
 あるいは少なくとも約 8 モル、
 あるいは少なくとも約 9 モル、
 あるいは少なくとも約 10 モル、
 あるいは少なくとも約 11 モル、
 あるいは少なくとも約 12 モル、
 あるいは少なくとも約 13 モル、
 あるいは少なくとも約 14 モル、
 あるいは少なくとも約 15 モル、
 あるいは少なくとも約 20 モル、
 あるいは少なくとも約 25 モル、
 あるいは少なくとも約 30 モル、
 あるいは少なくとも約 40 モル、
 あるいは少なくとも約 50 モル、
 あるいは少なくとも約 60 モル、
 あるいは少なくとも約 70 モル、
 あるいは少なくとも約 74 モル。

10

最初のポリマーに対し、グラフトすることができるアシル化剤の考えられる最大モル比は、以下のとおりである。最初のポリマー 1 モル当たり、グラフトすることができるアシル化剤が、

20

多くとも約 10 モル、
 あるいは多くとも約 12 モル、
 あるいは多くとも約 15 モル、
 あるいは多くとも約 20 モル、
 あるいは多くとも約 22 モル、
 あるいは多くとも約 24 モル、
 あるいは多くとも約 25 モル、
 あるいは多くとも約 26 モル、
 あるいは多くとも約 28 モル、
 あるいは多くとも約 30 モル、
 あるいは多くとも約 40 モル、
 あるいは多くとも約 50 モル、
 あるいは多くとも約 60 モル、
 あるいは多くとも約 74 モル。

30

【0078】

グラフトすることができるアシル化剤は、反応器に、全部を一度に導入してもよいし、数回に分けて導入してもよいし、長時間にわたって一定の速度で導入してもよい。

グラフトすることができるアシル化剤の反応混合物への望ましい最低の添加速度は、次のものから選ばれる。

毎分、グラフトすることができるアシル化剤の必要な充填量の

40

少なくとも約 0.01%、
 あるいは少なくとも約 0.05%、
 あるいは少なくとも約 0.1%、
 あるいは少なくとも約 0.5%、
 あるいは少なくとも約 1%、
 あるいは少なくとも約 2%、
 あるいは少なくとも約 3%、
 あるいは少なくとも約 4%、
 あるいは少なくとも約 5%、
 あるいは少なくとも約 10%、

50

あるいは少なくとも約 20%、
 あるいは少なくとも約 50%、
 あるいは少なくとも約 100%。

上記の値はいずれも、平均の添加速度を表してもよいし、最低の添加速度を表わしてもよい。時間をかけて添加するときは、グラフトすることができるアシル化剤は、何回かに分けて添加してもよいし、本質的に一定の速度で添加してもよいし、時間に依りて変化する速度で添加してもよい。

望ましい最大の添加速度は次のものから選ばれる。

毎分、グラフトすることができるアシル化剤の必要な充填量の

多くとも約 1%、
 あるいは多くとも約 2%、
 あるいは多くとも約 5%、
 あるいは多くとも約 10%、
 あるいは多くとも約 20%、
 あるいは多くとも約 50%、
 あるいは多くとも約 100%。

上記の値はいずれも、平均の添加速度を表してもよいし、最大の添加速度を表わしてもよい。

【0079】

グラフトすることができるアシル化剤は、純粋な (neat) 液体として添加してもよいし、固体または融解した形で添加してもよいし、溶媒で薄めて (cut back) 添加してもよい。それは純粋なままで導入してもよいが、それは、好ましくは、反応器に入るときに高濃度のモノマーの局在化を回避するために、溶媒で希釈される。好ましい実施態様においては、それは、プロセス流体 (反応溶媒) で実質的に希釈される。そのモノマーは、適当な溶媒または分散媒体で、その質量または体積の少なくとも約 5 倍、あるいは少なくとも約 10 倍、あるいは少なくとも約 20 倍、あるいは少なくとも約 50 倍、あるいは少なくとも約 100 倍に薄めてもよい。

【0080】

開始剤は、ポリマーおよびアシル化剤を含む溶液に添加される。開始剤は、グラフトすることができるアシル化剤の前に添加してもよいし、それと同時に添加してもよいし、その後ろに添加してもよい。開始剤を添加するときは、全部を一度に添加してもよいし、何回かに分けて添加してもよいし、長時間にわたって一定の速度で添加してもよい。例えば、開始剤は、所定の時間に、存在する未反応の開始剤の量が全充填量よりもかなり少ないか、好ましくは全充填量のほんのわずかな割合であるように、添加される。1つの実施態様においては、実質的に大部分のまたは全部のグラフトすることができるアシル化剤が添加された後に、開始剤を添加することができ、その結果、本質的に全反応の間、グラフトすることができるアシル化剤とポリマーの両方が過剰に存在する。別の実施態様においては、開始剤は、本質的に同じ速度 (ただし、速度は、1分当たりの、添加される全充填量の百分率として測定される。) またはそれよりも多少速いもしくは遅い速度のいずれかで、グラフトすることができるアシル化剤と共に、またはグラフトすることができるアシル化剤と同時に、添加してもよく、その結果、未反応の開始剤と未反応のアシル化剤に対し過剰のポリマーが存在する。この実施態様については、未反応のアシル化剤に対する未反応の開始剤の比率は、反応のほとんどの間に実質的に一定のままである。

【0081】

グラフトすることができるアシル化剤に対する開始剤の考えられる比率および反応条件は、ほとんどのそして理想的にはすべてのグラフトすることができるアシル化剤が、二量体の、オリゴマーの、またはホモポリマーのグラフト部分、または完全に独立のホモポリマーを形成するというよりはむしろポリマーに直接グラフトするように、選択される。グラフトすることができるアシル化剤に対する開始剤の考えられる最小のモル比は、約 0.02 : 1 ~ 約 2 : 1、あるいは約 0.05 : 1 ~ 約 2 : 1 である。多すぎる開始剤は、ポ

10

20

30

40

50

リマーの品質を落とし、完成した配合物に問題を引き起こし、原価を上げ、したがって避けるべきだが、開始剤の特定の最大の割合は考えられない。

【 0 0 8 2 】

反応混合物への開始剤の添加の望ましい最少の速度は、次のものから選ばれる。

毎分、開始剤の必要な充填量の、
 少なくとも約 0 . 0 0 5 %、
 あるいは少なくとも約 0 . 0 1 %、
 あるいは少なくとも約 0 . 1 %、
 あるいは少なくとも約 0 . 5 %、
 あるいは少なくとも約 1 %、
 あるいは少なくとも約 2 %、
 あるいは少なくとも約 3 %、
 あるいは少なくとも約 4 %、
 あるいは少なくとも約 5 %、
 あるいは少なくとも約 2 0 %、
 あるいは少なくとも約 5 0 %。

10

上記の値はいずれも、平均の添加速度を表してもよいし、最小の添加速度を表してもよい。開始剤が時間をかけて添加されるときは、開始剤は、何回かに分けて添加してもよいし、本質的に一定の速度で添加してもよいし、時間に応じて変化する速度で添加してもよい。

20

【 0 0 8 3 】

反応混合物への開始剤の添加の望ましい最大の速度は、次のものから選ばれる。

毎分、開始剤の必要な充填量の、
 多くとも約 0 . 5 %、
 好ましくは多くとも約 1 %、
 あるいは多くとも約 2 %、
 あるいは多くとも約 3 %、
 あるいは多くとも約 4 %、
 あるいは多くとも約 5 %、
 あるいは多くとも約 1 0 %、
 あるいは多くとも約 2 0 %、
 あるいは多くとも約 5 0 %、
 あるいは多くとも約 1 0 0 %。

30

上記の値はいずれも、平均の添加速度を表してもよいし、最大の添加速度を表してもよい。

【 0 0 8 4 】

開始剤は純粋なままで添加することができるが、それは、好ましくは、それが反応器に入るときに、高濃度の開始剤の局在化を回避するために、溶媒で希釈される。好ましい実施態様においては、それは、プロセス流体（反応溶媒）で実質的に希釈される。開始剤は、適当な溶媒または分散媒体で、その質量または体積の少なくとも約 5 倍、あるいは少なくとも約 1 0 倍、あるいは少なくとも約 2 0 倍、あるいは少なくとも約 5 0 倍、あるいは少なくとも約 1 0 0 倍に薄めることができる。

40

【 0 0 8 5 】

スラッジおよびワニス制御置換基のグラフト（窒素および/または酸素モノマーのグラフト）

上述したように、温度は、通常、グラフトポリマーの調製中ずっと一定のままである。従って、その温度の間、スラッジおよびワニスの処理に関連する 1 つまたはそれ以上のモノマー（例えば V I M A）が、開始剤と共に導入される。ポリマーに対するモノマーの考えられる割合は、有効な割合がポリマー主鎖に直接グラフトするように、選択される。モノマーは、何回かに分けて添加してもよいし、本質的に一定の速度で添加してもよいし、

50

時間に応じて変化する速度で添加してもよいし、全部を一度に添加してもよい。

ポリマーに対するモノマーの最小のモル比は次のとおりである。

最初のポリマー 1 モル当たり、グラフトすることができるモノマーの

少なくとも約 1 モル、

あるいは少なくとも約 2 モル、

あるいは少なくとも約 3 モル、

あるいは少なくとも約 4 モル、

あるいは少なくとも約 5 モル、

あるいは少なくとも約 6 モル、

あるいは少なくとも約 7 モル、

あるいは少なくとも約 8 モル、

あるいは少なくとも約 9 モル、

あるいは少なくとも約 10 モル、

あるいは少なくとも約 11 モル、

あるいは少なくとも約 12 モル、

あるいは少なくとも約 13 モル、

あるいは少なくとも約 14 モル、

あるいは少なくとも約 15 モル、

あるいは少なくとも約 20 モル、

あるいは少なくとも約 25 モル、

あるいは少なくとも約 30 モル、

あるいは少なくとも約 40 モル、

あるいは少なくとも約 50 モル、

あるいは少なくとも約 60 モル、

あるいは少なくとも約 70 モル、

あるいは少なくとも約 74 モル。

10

20

最初のポリマーに対するグラフトすることができるモノマーの考えられる最大のモル比は、以下のとおりである。

最初のポリマー 1 モル当たり、グラフトすることができるモノマーの

多くとも約 10 モル、

あるいは多くとも約 12 モル、

あるいは多くとも約 15 モル、

あるいは多くとも約 20 モル、

あるいは多くとも約 22 モル、

あるいは多くとも約 24 モル、

あるいは多くとも約 25 モル、

あるいは多くとも約 26 モル、

あるいは多くとも約 28 モル、

あるいは多くとも約 30 モル、

あるいは多くとも約 40 モル、

あるいは多くとも約 50 モル、

あるいは多くとも約 60 モル、

あるいは多くとも約 74 モル。

30

40

【0086】

グラフトすることができるモノマーは、何回かに分けて、本質的に一定の速度で、時間に応じて変化する速度で、または全部を一度に、反応器に導入することができる。

反応混合物へのグラフトすることができるモノマーの望ましい最小の添加速度は、次のものから選ばれる。

毎分、グラフトすることができるモノマーの必要な充填量の

少なくとも約 0.1%、

50

あるいは少なくとも約 0.5%、
 あるいは少なくとも約 1%、
 あるいは少なくとも約 2%、
 あるいは少なくとも約 3%、
 あるいは少なくとも約 4%、
 あるいは少なくとも約 5%、
 あるいは少なくとも約 10%、
 あるいは少なくとも約 20%、
 あるいは少なくとも約 50%、
 あるいは少なくとも約 100%。

10

時間をかけて添加するとき、モノマーは、本質的に一定の速度で、または時間に応じて変化する速度で添加することができる。上記の値はいずれも、平均の添加速度または時間に応じて変化する速度の最小値を表わすことができる。

望ましい最大の添加速度は次のものから選ばれる。

毎分、グラフトすることができるモノマーの必要な充填量の
 好ましくは多くとも約 1%、
 あるいは多くとも約 2%、
 あるいは多くとも約 5%、
 あるいは多くとも約 10%、
 あるいは多くとも約 20%、
 あるいは多くとも約 50%、
 あるいは多くとも約 100%。

20

上記の値はいずれも、平均の添加速度または時間に応じて変化する速度の最大値を表わすことができる。

【0087】

グラフトすることができるモノマーは、純粋な液体として、固体または融解した形で、または溶媒で薄めて、添加することができる。それは純粋なままで導入されてもよいが、それは、好ましくは、それが反応器に入るときに高濃度のモノマーの局在化を回避するために、溶媒で希釈される。好ましい実施態様においては、それはプロセス流体（反応溶媒）で実質的に希釈される。モノマーは、適当な溶媒または分散媒体で、その質量または体積の少なくとも約 5 倍、あるいは少なくとも約 10 倍、あるいは少なくとも約 20 倍、あるいは少なくとも約 50 倍、あるいは少なくとも約 100 倍に薄めることができる。

30

【0088】

開始剤は、グラフトすることができるモノマーの前に、グラフトすることができるモノマーと共に、またはグラフトすることができるモノマーの後に、添加することができる。それは、全部を一度に、いくつかに（あるいはたくさんに）分けて、または長時間にわたって一定の速度で、反応器に添加することができる。例えば、開始剤は、存在する未反応の開始剤の量が、所定の時間に、全充填量よりもかなり少ない量、または好ましくは全充填量のほんのわずかな割合であるように、添加することができる。1つの実施態様においては、開始剤は、モノマーの実質的にほとんどまたはすべてが添加された後に添加することができる。その結果、反応中本質的にずっとモノマーおよびポリマーの両方が過剰に存在する。別の実施態様においては、開始剤は、本質的に同じ速度（ただし、速度は、1分当たりの、添加される全充填量の百分率として測定される。）で、またはそれよりも多少速いまたは遅い速度のいずれかで、モノマーと共に添加することができ、その結果、未反応の開始剤および未反応のモノマーに対し過剰のポリマーが存在する。この反応物供給案を用いて、未反応のモノマーに対する未反応の開始剤の比率は反応のほとんどの間、実質的に一定のままである。

40

【0089】

モノマーに対する開始剤の考えられる割合および反応条件は、モノマーのほとんどそして理想的にはすべてが、二量体の、オリゴマーの、またはホモポリマーのグラフト部分、

50

または完全に独立のホモポリマーを形成するのではなく、ポリマーに直接グラフトするように、選択される。モノマー試薬に対する開始剤の考えられる最小のモル比は、約 0.02 : 1 ~ 約 2 : 1、あるいは約 0.05 : 1 ~ 約 2 : 1 である。開始剤が多すぎると、ポリマーの品質を落とすかもしれないし、完成した配合物に問題を引き起こすかもしれないし、原価を上げるかもしれないし、したがって、回避するべきであるが、開始剤の特定の最大の割合は考えられない。

【0090】

開始剤は、いくつかに（あるいはたくさんに）分けて、または長時間にわたって一定の速度で、反応器に導入することができる。

反応混合物への開始剤の望ましい最小の添加速度は、次のものから選ばれる。

毎分、開始剤の必要な充填量の

少なくとも約 0.1 %、

あるいは少なくとも約 0.5 %、

あるいは少なくとも約 1 %、

あるいは少なくとも約 2 %、

あるいは少なくとも約 3 %、

あるいは少なくとも約 4 %、

あるいは少なくとも約 5 %、

あるいは少なくとも約 20 %、

あるいは少なくとも約 50 %。

開始剤は、本質的に一定の速度で、または時間に応じて変化する速度で添加することができる。上記の値はいずれも、平均の添加速度または時間に応じて変化する速度の最小値を表わすことができる。

【0091】

反応混合物への開始剤の望ましい最大の添加速度は、次のものから選ばれる。

毎分、開始剤の必要な充填量の

多くとも約 0.5 %、

あるいは多くとも約 1 %、

あるいは多くとも約 2 %、

あるいは多くとも約 3 %、

あるいは多くとも約 4 %、

あるいは多くとも約 5 %、

あるいは多くとも約 10 %、

あるいは多くとも約 20 %、

あるいは多くとも約 50 %、

あるいは多くとも約 100 %。

上記の値はいずれも、平均の添加速度または時間に応じて変化する速度の最大値を表わすことができる。

【0092】

開始剤は純粋なままで添加することができるが、それは、好ましくは、それが反応器に入るときに、高濃度の開始剤の局在化を回避するために、溶媒で希釈される。好ましい実施態様においては、それは、プロセス流体（反応溶媒）で実質的に希釈される。開始剤は、適当な溶媒または分散媒体で、その質量または体積の少なくとも約 5 倍、あるいは少なくとも約 10 倍、あるいは少なくとも約 20 倍、あるいは少なくとも約 50 倍、あるいは少なくとも約 100 倍に希釈することができる。反応は、特定の反応物によって必要とされる程度まで進行させられる。

【0093】

すず処理置換基の形成

グラフトポリマーの調製における次の工程は、アシル化されたポリマー、例えば、無水コハク酸置換基を有するポリマーの、アミン反応物との縮合反応によるすず処理部分への

10

20

30

40

50

転化である。溶液は、グラフト反応を行なうのに適切な温度のような高温に維持することもできるし、温度を、多分、室温まで下げることができる。反応器温度を下げる場合は、アミン反応物は、反応器に全部を一度に導入し、ポリマー溶液に混合することができる。その後、反応器温度は、アシル化されたポリマーとアミン反応物との間の反応を行なうために上げられる。代わりに、反応器は、高温に維持してもよい。その後、アミン反応物は、アシル化されたポリマーとアミン反応物との間の反応を考慮して、反応器に比較的ゆっくり供給される。反応物は、アミンとの反応が完結するまで、その温度で維持される。不活性ブランケットは、グラフトポリマーの調製のこの段階の間、そのままにすることができる。

【0094】

ポリマーに対するアミン反応物の考えられる比率は、有効な割合が、アシル基、例えば無水コハク酸基と反応するように、選択される。アシル基、例えば無水コハク酸基に対するアミン反応物の最小のモル比は、以下のとおりである。約0.1:1~約6:1、約0.2:1~約6:1、約0.3:1~約4:1、または約0.6:1~約4:1。好ましいモル比は、約0.6:1~約2:1の範囲にある。

【0095】

アミン反応物は、いくつかに（あるいはたくさんに）分けて、または長時間にわたって一定の速度で、または時間に応じて変化する速度で、または全部を一度に、反応器に導入することができる。すなわち、アミン反応物の添加速度は以下のとおりである。

毎分、アミン反応物の必要な充填量の

- 少なくとも約0.2%、
- あるいは少なくとも約0.5%、
- あるいは少なくとも約1%、
- あるいは少なくとも約2%、
- あるいは少なくとも約3%、
- あるいは少なくとも約4%、
- あるいは少なくとも約5%、
- あるいは少なくとも約20%、
- あるいは少なくとも約50%、
- あるいは少なくとも約100%。

上記の値はいずれも、平均の添加速度または時間に応じて変化する速度の最小値を表わすことができる。

【0096】

反応が本質的に完結した後、加熱を止め、反応生成物は混合しながら反応器の中で放冷されるか、冷却前に取り出すことができる。

【0097】

グラフトモノマーの合計濃度の操作範囲は、スラッジおよびワニス処理モノマーならびにすす制御モノマーから構成されるグラフトモノマーが、ポリマー1モル当たり約2モル~約75モルであると考えられる。グラフトモノマーの各々の範囲は、別々に考慮するときは、ポリマーの1モル当たり、グラフトモノマーが約1モル~約74モルである。1つの実施態様においては、多機能グラフトポリマーは、ポリマー1モル当たり約7モルのすす制御モノマー、ならびにポリマー1モル当たり約7モルのスラッジおよびワニス制御モノマーを含む。

【0098】

グラフトポリマーの調製のための融解反応条件

グラフト反応は、押し出し反応器、加熱された融解混合反応器、バンベリー・ミルまたはその他の高粘度物質ブレンダーもしくはミキサー、例えば押し出し機の中で、ポリマー融解反応条件下で行なうことができる。（この明細書において用いられる用語「押し出し機」は、本発明の融解混合のために用いることができるブレンダーまたはミキサーのより広い種類の代表的な例であると理解されるべきである。）

10

20

30

40

50

【0099】

融解反応を行なうために、装置が所望の製品を生成するために必要とされる操作パラメーターおよび条件を達成することができることを保証するために、反応押し出し機の適切なプロセス設計パラメーターを確立することが望ましい。反応押し出しを行なうのに適切な操作条件およびパラメーターとしては、反応物添加ポート、供給量制御装置および監視装置を含む反応物供給システム、ポリマー供給ホッパー、供給量制御装置および監視装置を含むポリマー取り扱いおよび供給システム、特に、スクリュウ設計およびその寸法、バレル直径および長さ、口金構成および開放された横断面図、押し出し機を加熱しそしてバレル温度および口金温度のような押し出し機温度を制御するためのシステム、スクリュウ回転数ならびに前押し出し条件および後押し出し条件の両方を含む押し出し機設計のための基準が挙げられるが、それらに限定されるものではない。正確な条件は、製品目標を満たすために当業者によって確立される。その操作の間、押し出し機は、本質的に酸素のある状態下に維持してもよいし、酸素がない操作条件を作り出すために不活性物質で浄化し (purged) または包んで (blanketed) もよいことに注意すべきである。

10

【0100】

適切な反応物供給濃度および条件は、溶媒系グラフト反応のための本願明細書に提供された教示に基づくことができる。これらは、ポリマー、グラフトすることができる窒素モノマー、アシル化剤、開始剤およびアミン反応物の適切な供給量、濃度および条件を含む。参照される濃度および条件の例は、特に、ポリマーおよび開始剤の両方に対するグラフトすることができる窒素モノマーの、およびアシル化剤の相対的濃度、およびアシル化剤に対するアミン反応物の相対的濃度を含む。

20

【0101】

考えられる最小および最大のモル比率は、概して、溶媒系反応について前に確認したものと同一である。溶媒系反応について概説したように、反応物は、押し出し機に、複数の成分の混合物として供給してもよいし、代わりに、個々の成分として別々に供給してもよい。

【0102】

反応物は純粋なままで添加されてもよいが、好ましい実施態様においては、多くは、局在化した化学種の高濃度領域を回避するために、溶媒で「カットバック」すなわち希釈して導入される。代表的な溶媒としては、この明細書に定義されるような、潤滑剤組成物において従来から用いられている基油、ミネラルスピリット、揮発性および不揮発性溶媒、極性溶剤ならびに当業者に知られているその他の溶媒が挙げられる。溶媒に関して、試薬の濃度は、約1質量%～約99質量%の範囲で変動してもよい。概して、反応押し出しによってグラフト反応を行なうための濃度および条件は、反応性試薬が二量体の、オリゴマーの、もしくはホモポリマーのグラフト部分、または独立のホモポリマーさえをも形成するように反応するのと比較して、反応性試薬がポリマーに直接グラフトするのを促進するように、選ばれる。好ましい実施態様においては、指摘するように、反応物は、局在化した高濃度領域を回避するために、溶媒で「カットバック」して導入される。

30

【0103】

グラフト反応を行なう際に、ポリマーは、本質的に固体として、一定の速度で押し出し機に供給され、融解状態にされる。グラフトすることができるアシル化剤、窒素モノマーおよび開始剤は、一定の速度で押し出し機に計量供給される。これは、ポリマーの供給口と同じ供給口を通して行なってもよいし、特定の反応物供給口を通して行なってもよい。すなわち、グラフトすることができる反応物および開始剤は、ポリマーと本質的に一緒に、同じ押し出し機帯域に供給してもよいし、代わりに、グラフトすることができる試薬および開始剤の送り出しを、適切なスクリュウ・シール要素によってポリマー供給ホッパーから分離された帯域に、ポリマーから下流に導入することによって、多少遅らせてもよい。

40

【0104】

開始剤に関して、それは、それぞれのグラフトすることができる試薬の前に、グラフト

50

することができる試薬と一緒に、またはグラフトすることができる試薬の後に導入することができる。すなわち、同じ押し出し機帯域に導入してもよいし、適切なシール要素によって設けられた異なる帯域に導入してもよい。これらのスクリュウ要素は、グラフトすることができる試薬の各々が供給されるそれぞれの帯域の前または後のいずれに配置されてもよい。グラフトすることができる試薬、すなわちアシル化剤および窒素モノマー、の供給量、および開始剤の供給量、ならびにポリマーに対するそれらの濃度は、所望の製品組成物を生成するように、調整される。グラフトすることができる試薬に加えて、多機能分散剤グラフトポリマーの調製を完了するために、アシル化剤と反応し得るアミンを、グラフトしたポリマーより下流域で押し出し機に供給することができる。

【0105】

1つの実施態様においては、グラフトすることができる試薬の1つだけ、すなわちアシル化剤または窒素モノマーのいずれかを、押し出しによってポリマーにグラフトし、一方、他方の試薬を溶液法 (solution process) によってグラフトしてもよい。好ましい実施態様においては、アシル化剤は、押し出し法によってポリマーにグラフトされ、一方、窒素モノマー、およびアシル化剤と縮合反応し得るアミンは、溶液法によって導入される。

【0106】

1つまたはそれ以上のポリマー、アシル化剤、グラフトすることができる窒素モノマー、開始剤およびアミンが、本発明の多機能グラフトポリマーを製造するために用いられる。好ましい実施態様においては、1つのポリマー、1つのアシル化剤、1つのグラフトすることができる窒素モノマー、1つまたはそれ以上の開始剤および1つのアミンを、グラフトするのに用いることができる。代替の実施態様においては、2つ以上のポリマー、2つ以上のアシル化剤、2つ以上のグラフトすることができる窒素モノマー、2つ以上の開始剤および2つ以上のアミンを、グラフトするのに用いることができる。

【0107】

本発明の代替の実施態様においては、上に説明したように、モノマーおよび開始剤は、適切な相対的濃度と一緒に導入することができる。滞留時間 (residence times)、押し出し機帯域温度、スクリュウ回転数、反応物供給量などに関して、注意深く操作条件を選択することによって、広い範囲のポリマーに対するモノマーの比率またはその他の特に望まれる特性を有する製品を生成するために、押し出し機法は、ここに開示した種々のポリマー、ここに開示したいずれのグラフトすることができるモノマー、ここに開示した開始剤、および、もし必要ならば、阻害剤についてカスタマイズすることができる。

【0108】

融解反応生成物は、「固体」として純粋なままで用いてもよいし、適切な溶媒に溶かして用いてもよい。好ましい実施態様においては、グラフトポリマー生成物は、グラフトポリマーの取り扱いを容易にしかつグラフト生成物を用いた潤滑剤混合を容易にするために、基礎原料の適当な溶媒に溶かされる。

【0109】

好ましい実施態様においては、反応物、例えばアシル化剤、窒素モノマー、開始剤および縮合反応のためのアミンは、別々に供給される。ポリマーが押し出し機に供給される最初の反応物であることもまた好ましい。

【0110】

性能試験方法

【0111】

24時間ADT試験

グラフトした分散剤ポリマーの分散性を評価するために用いられる24時間ADT試験は、米国特許第4,146,489号明細書に記述されており、その開示は、引用によってそっくりそのままここに組み入れられる。

【0112】

ADT試験は以下のように行なわれる。グラフトポリマーの試料を Exxon 150 N 基油に溶かし、0.25質量%のポリマー固形分を含有する溶液を得る。別々に、10

10

20

30

40

50

m l の基油を、試験管立に立てた一連の 6 本の試験管の各々に入れる。その後、グラフト分散剤ポリマーの溶液 10 m l を、その一連の試験管の最初の試験管の基油に加える。最初の試験管の中の基油とグラフト分散剤ポリマー溶液を均一になるまで混合し、最初の溶液に含まれていたグラフト分散剤ポリマーの濃度の半分を含む溶液を得る。この最初の試験管から 10 m l の上澄みを採取し、2 番目の試験管に注ぐ。2 番目の試験管の内容物を、さらに 2 倍に希釈する。この連続希釈法を一連の試験管の終わりまで続け、連続的に、最初の試験管に含まれていたグラフト分散剤ポリマーの濃度の $1/4$ 、 $1/8$ 、 $1/16$ および $1/32$ の濃度の溶液を作る。

【0113】

内燃機関のクランク室におけるスラッジを模擬することを意図したスラッジ溶液の規格化された量を、上記の準備した溶液の各々に導入しよく混合する。試験管を 24 時間（または、いくつかの場合には、試験結果において示されるように、より短いまたはより長い時間）室温で放置する。どの試験管が一連の試験管の中で最初に沈殿物（沈降物）を示すものであるかを定めるために、各セットの試験管を光源の前で検査する。これがうまく分散しないスラッジに関係する。ADT 結果は以下のように等級付けする。

【0114】

【表 1】

沈殿のない試験管の数	最初に沈降物が存在した試験管の番号	報告されたADT結果
0	1	不合格
1	2	1
2	3	2
3	4	4
4	5	8
5	6	16
6	-	32

【0115】

グラフト分散剤ポリマー溶液の濃度は各々の連続する試験管において半分にされるので、ADT 結果は最も近い 2 の累乗で報告される。

【0116】

迅速 ADT 法

上述の 24 時間 ADT 試験の修正版が迅速 ADT 試験であり、それはカストロール社（Castrol Limited）によって開発された試験方法で、米国特許第 6,410,652 号明細書に記述されており、その開示は引用によってそっくりそのままここに組み入れられる。上述の ADT 試験と同じ結果を与える迅速 ADT 試験は、上述の ADT 試験の加速版である。迅速 ADT 試験のための試料調製は、試験管がほんの 90 分間 60 オープンの中に置かれるという点を除いて、24 時間試験について記述したのと同じである。グラフト分散剤ポリマー溶液についての迅速 ADT 結果を決定するために、試験管は 24 時間 ADT と同じ方法で等級付けする。この加速試験の後、試験管は、潜在的な長期的影響を評価するために、室温でさらに 24 時間および 48 時間維持してもよい。

【0117】

本発明の多機能グラフトポリマーは、迅速 ADT レスポンスが、概して、少なくとも約 1、あるいは少なくとも約 2、あるいは少なくとも約 4、あるいは少なくとも約 6、あるいは少なくとも約 8、あるいは少なくとも約 10、あるいは少なくとも約 12、あるいは

少なくとも約 1.4、あるいは少なくとも約 1.6、あるいは少なくとも約 1.8、あるいは少なくとも約 2.0、あるいは少なくとも約 2.2、あるいは少なくとも約 2.4、あるいは少なくとも約 2.6、あるいは少なくとも約 2.8、あるいは少なくとも約 3.0、あるいは少なくとも約 3.2 である。本発明の多機能グラフトポリマーについての迅速 A D T レスポンスは、概して、約 1 ~ 約 3.2、あるいは約 2 ~ 約 1.6、あるいは約 4 ~ 約 8 の範囲内で変動する。

【0118】

ブジョー X U D スクリーナーエンジン試験

本発明の 2 元モノマーグラフトポリマーのディーゼル機関性能は、ブジョー X U D 11 スクリーナーエンジン試験を用いて評価した。その試験は、すす誘導エンジンオイル粘度増加に力点を置いて、中温でのエンジンオイル性能への燃焼すすの影響を評価するために設計された試験である。それは、ブジョー X U D 11 B T E 2.1 リットル、インライン、4 気筒ターボチャージ自動車ディーゼルエンジンを用いて行なわれる。エンジン試験は、オイル添加をしながら、オイル試料を約 5 時間ごとに採取ながら、約 2.0 ~ 2.5 時間実行される。次のパラメーター、すなわち試験の終了時におけるオイル中のすす増量 (loading) (または懸濁するすす)、試験の終了時における 100 での粘度増加、およびすす増量が 3% のときに外挿した 100 での粘度増加が測定される。相対的な性能改善は、オイル中のすすの百分率の相対的な増加によって、および試験終了時の粘度およびすす 3% に外挿して求められた粘度増加の両方の相対的な減少によって示される。

10

【0119】

シーケンス V G エンジン試験

本発明の 2 元モノマーグラフトポリマーがスラッジおよびワニスを制御することができることを確認するために、混合されたオイルを、シーケンス V G エンジン試験を用いて試験した。このエンジン試験は、エンジンオイルがどれくらいよくスラッジおよびワニスの生成を抑制するかを評価するためのものである。その試験は、フォード 4.6 リットル、火花点火、4 サイクル、8 気筒、V 配置 (V-configuration) エンジンを用いて行なわれる。その試験は合計 2.16 時間行なわれる。その試験方法は 2.4 時間ごとにオイルのレベルリングおよびサンプリングを要求する。試験の終了時に、エンジン部品は、スラッジおよびワニスの点から、エンジン清浄度に関して評価される。

20

【0120】

潤滑油組成物

30

【0121】

本発明の潤滑油組成物は、好ましくは、次の成分を以下に記述する比率で含む。

A. 1 つまたはそれ以上の基油 (グラフトポリマーの作成から持ち越された基油を含む。) を約 6.0 質量% ~ 約 9.9 質量%、あるいは約 6.5 質量% ~ 約 9.9 質量%、あるいは約 7.0 質量% ~ 約 9.9 質量%、

B. この明細書に従って作られた 1 つまたはそれ以上のグラフトポリマー (すなわち、グラフトポリマーの作成から持ち越された基油を含まない。) を固形分で約 0.02 質量% ~ 約 1.0 質量%、あるいは固形分で約 0.05 質量% ~ 約 1.0 質量%、あるいは固形分で約 0.05 質量% ~ 約 5 質量%、あるいは固形分で約 0.15 質量% ~ 約 2.5 質量%、あるいは固形分で約 0.15 質量% ~ 約 2 質量%、あるいは固形分で 0.25 質量% ~ 約 2 質量%、あるいは固形分で 0.3 質量% ~ 1.5 質量%、

40

C. 本発明のグラフトポリマー以外の 1 つまたはそれ以上のポリマーを固形分で約 0.0 質量% ~ 2.0 質量%、あるいは固形分で約 0.0 質量% ~ 約 1.0 質量%、あるいは固形分で約 0.05 質量% ~ 約 0.7 質量%、あるいは固形分で約 0.1 質量% ~ 約 0.7 質量%、

D. 本発明のグラフトポリマーでない 1 つまたはそれ以上の分散剤を 0.0 質量% ~ 約 1.5 質量%、あるいは約 0.2 質量% ~ 約 1.0 質量%、あるいは約 0.5 質量% ~ 約 8 質量%、あるいは約 0.7% ~ 約 6%、

E. 1 つまたはそれ以上の洗浄剤を約 0.3 質量% ~ 1.0 質量%、あるいは約 0.3 質

50

量% ~ 8 質量%、あるいは約 0.5 質量% ~ 約 6 質量%、あるいは約 0.5 ~ 約 4 質量%、

F. 1 つまたはそれ以上の耐摩耗剤を約 0.01 質量% ~ 5 質量%、あるいは約 0.04 質量% ~ 約 3 質量%、あるいは約 0.06 質量% ~ 約 2 質量%、

G. 1 つまたはそれ以上の酸化防止剤を約 0.01 質量% ~ 5 質量%、あるいは約 0.01 質量% ~ 3 質量%、あるいは約 0.05 質量% ~ 約 2.5 質量%、あるいは約 0.1 質量% ~ 約 2 質量%、および

H. 限定するものではないが、摩擦改良剤、流動点降下剤および発泡防止剤のような比較的重要な (Minor) 成分を約 0.0 質量% ~ 4 質量%、あるいは約 0.0 質量% ~ 3 質量%、

あるいは約 0.005 質量% ~ 約 2 質量%、あるいは約 0.005 質量% ~ 約 1.5 質量%。

【0122】

D ~ H の百分率は、それらが商業上入手可能な形を基準に計算することができる。前述した各成分の機能および特性ならびに成分のいくつかの具体例を、この明細書の次の項にまとめる。

【0123】

基油

本発明のグラフトすることができるポリマーのためのプロセス溶媒として前述した石油または合成基油のいずれも、基油として使用することができる。確かに、いかなる従来の潤滑油も、またはそれらの組み合わせも、使用することができる。

【0124】

多機能グラフトポリマーの組成物

本発明の多機能グラフトポリマーは、合計 75 モルのモノマーからなる最初のポリマー 1 モル当たり、約 1 モル ~ 約 74 モルの各グラフトすることができるモノマーを含む。1 つの実施態様においては、本発明のグラフトポリマーは、ポリマー 1 モル当たり約 7 モルのすす制御モノマー、および最初のポリマー 1 モル当たり約 7 モルのスラッジおよびワニス制御モノマーを含有する。

【0125】

多機能グラフトポリマーは、そのような配合物において従来から用いられている粘度指数改善ポリマーの一部またはすべての代わりに用いることができる。また、それらは、すす処理および分散性特性を有するので、すす、スラッジおよびワニスを制御するために用いられる試剤であってそのような配合物において従来から用いられているものの一部またはすべての代わりに用いることができる。

【0126】

先行技術に開示されたグラフトポリオレフィンおよび / またはポリエステルも、本発明において開示されたグラフトポリオレフィンおよび / またはポリエステルと組み合わせ用いることができる。

【0127】

グラフトされていないポリマー

従来の粘度指数改善ポリオレフィン、本発明の配合物において用いることができる。これらは、慣例的に、長鎖ポリオレフィンである。ここで使用するために考えられるポリマーのいくつかの具体例としては、米国特許第 4,092,255 号明細書 (その開示は引用によってここにそっくりそのまま組込まれる。) 第 1 欄第 29 ~ 32 行に提案されたもの、すなわちポリイソブテン、ポリメタクリレート、ポリアルキルスチレン、部分的に水素化されたブタジエンとスチレンのコポリマー、エチレンとプロピレンの非晶質ポリオレフィン、エチレンプロピレンジエンポリマー、ポリイソブレン、およびスチレンイソブレンが挙げられる。

【0128】

分散剤

10

20

30

40

50

分散剤は、不溶性のエンジンオイル酸化生成物を懸濁するのを助け、それにより、スラッジの凝集および金属部品上への微粒子の沈殿または析出を防ぐ。適切な分散剤としては、油溶性ポリイソブチレン無水コハク酸と、テトラエチレンペンタミンのようなエチレンアミンとの反応生成物のようなアルキルスクシンイミドおよびそれらのハウ酸塩が挙げられる。

【0129】

そのような従来の分散剤は、ここで使用するために考えられる。分散剤のいくつかの具体例としては、米国特許第4,092,255号明細書第1欄第38~41行に列挙されたもの、すなわちスクシンイミドのカルボニルの位の炭素にイソブテンまたはプロピレンのポリオレフィンでアルキル化されたスクシンイミドまたはコハク酸エステルが挙げられる。これらの添加剤は、エンジンまたはその他の機械の清浄度を維持するのに有用である。

10

【0130】

洗浄剤

エンジン清浄度を維持するための洗浄剤は、本発明の潤滑油組成物において用いることができる。これらの物質としては、スルホン酸、アルキルフェノール、硫化アルキルフェノール、アルキルサリチル酸、ナフテン酸、ならびにその他の可溶性モノおよびジカルボン酸の金属塩が挙げられる。塩基性のスルホン酸アルカリ土類金属（特にカルシウムおよびマグネシウム塩）のような塩基性の（ビス（vis）、オーバーベース（overbased））金属塩が、洗浄剤として頻繁に用いられる。そのような洗浄剤は、エンジンまたはその他の機械の中の不溶性微粒子物質を懸濁状態に保つのに特に有用である。ここで使用するために考えられる洗浄剤の他の具体例としては、米国特許第4,092,255号明細書第1欄第35~36行に記載されたもの、すなわち多価金属のスルホン酸塩、フェノレートまたは有機燐酸塩が挙げられる。

20

【0131】

耐摩耗剤

耐摩耗剤は、その名前が意味するように、金属部品の摩耗を減少させる。ジアルキルジチオリン酸亜鉛およびジアリールジチオリン酸亜鉛、ならびにジアルキルジチオカルバミン酸モリブデンのようなオルガノモリブデン化合物が、従来の耐摩耗剤の代表的な例である。

30

【0132】

酸化防止剤

酸化防止剤すなわち抗酸化剤は、潤滑油が使用中に劣化する傾向を減少させる。この劣化は、増加したオイル粘度によって、および金属表面にスラッジおよびワニス状の析出物のような酸化の生成物によって証明することができる。そのような酸化防止剤は、好ましくはC₅~C₁₂アルキル側鎖を有するアルキルフェノールチオエステルのアルカリ土類金属塩、例えばカルシウムニルフェノールスルフィド、ジオクチルフェニルアミン、フェニル- - ナフチルアミン、リン硫化（phosphosulfurized）または硫化炭化水素、ならびにジアルキルジチオカルバミン酸モリブデンのようなオルガノモリブデン化合物が挙げられる。従来の酸化防止剤の使用は、本発明の多機能グラフトポリマーの使用によって削減しまたは省くことができる。

40

【0133】

比較的重要でない成分

潤滑油としての本願発明の組成物の使用を妨げない多くの比較的重要でない成分が、ここに考えられる。他のそのような添加剤の不完全な目録は、超高压添加剤、摩擦改良剤、シール膨張剤（seal swell agents）、泡止剤および染料と同様に流動点降下剤、防錆剤を含む。

【実施例】

【0134】

実施例1 グラフトポリマーの調製

50

電気加熱マントル、攪拌機、温度計、計量シリンジポンプ供給システムおよびガス注入口を装備した500mlの樹脂ケトルに、12.5質量%のエチレンプロピレンポリマー溶液400グラムを充填した。その溶液は、商業上入手可能な水素化精製(hydrorefined)基礎原料ExxonMobil EHC-60(エクソンモービル社、フェアファクス、ヴァージニア22037)350グラムに、ポリマーPolimeri Europa CO-043(ポリメリヨーロッパ社、フェラーラ、イタリア)約50グラムを溶かすことによって調製した。

【0135】

ガス注入口は、溶液の表面より下またはその表面より上のいずれかに気体が供給されることを可能にする。その溶液を170 に加熱し、調製中ずっとその温度に維持した。加熱の間、ポリマー溶液は、溶液の表面より下に供給された不活性ガス(CO₂)でパージした。溶液が170 の温度に達したとき、パージガスは、ポリマー溶液の表面の上に流れるように向きを変えた。包囲ガス(blanketing gas)の流れは、グラフトポリマーの調製の間ずっと維持した。

10

【0136】

約2.7グラムの無水マレイン酸の単一の充填をポリマー溶液に加え、溶かした。これに続いて、ヘプタン約12.3グラムに溶かされた約1.6グラムのDTBPを含有する溶液を、反応器に60分間計量添加した。グラフト反応は、開始剤供給のために割り当てられた60分を越えて、30分間継続させた。その後、未反応の無水マレイン酸を取り除くために、パージガスをポリマー溶液の下に向けて4時間流した。DTBPは、無水マレイン酸がポリマー主鎖にグラフトするのを促進し、対応する無水コハク酸(SA)アシル化グラフトポリマーを形成した。

20

【0137】

次の工程は、前の工程で調製されたアシル化グラフトポリマーへの1-ビニルイミダゾール(VIMA)のグラフトである。調製のこの部分を行なうために、2つの溶液を用意した。1つはアセトン約14.3グラムに溶かされた約2グラムのVIMAを含み、他方はヘプタン約12.4グラムに溶かされたDTBP約1.5グラムを含むものであった。シリンジポンプを用いて、これらの溶液を、60分の時間をかけて反応器に同時に送った。その後、グラフト反応は、開始剤供給のために割り当てられた60分を越えてさらに30分間進行させた。VIMA反応が本質的に完結した後、N-フェニル-1,4-フェニレンジアミン約5.7グラムを混合物にゆっくり加え、前の工程で形成された2元グラフトポリマーの上のアシル基と4時間反応させ、それによって、2元モノマーグラフトポリマー生成物を生成させた。この生成物は、迅速ADTレスポンスが8であることを示した。

30

【0138】

実施例2 グラフトポリマー調製

電気加熱マントル、攪拌機、温度計、計量シリンジポンプ供給システムおよびガス注入口を装備した2リットルの反応器に、12.5%のエチレンプロピレンポリマー溶液1000グラムを充填した。溶液は、875グラムの商業上入手可能な水素化精製基礎原料ExxonMobil EHC-60に、約125グラムのポリマーPolimeri Europa CO-043を溶かすことによって調製した。

40

【0139】

ガス注入口は、溶液の表面より下またはその表面より上のいずれかにガスが供給されることを可能にする。その溶液を170 に加熱し、調製中ずっとその温度に維持した。加熱の間、ポリマー溶液は、溶液の表面より下に供給された不活性ガス(CO₂)でパージした。溶液が170 の温度に達したとき、パージガスは、ポリマー溶液の表面の上に流れるように向きを変えた。包囲ガスの流れは、グラフトポリマーの調製の間ずっと維持した。

【0140】

その後、約7.5グラムの無水マレイン酸の単一の充填をポリマー溶液に加え、溶かし

50

た。これに続いて、ヘプタン約10.2グラムに溶かされた約4グラムのDTBPを含有する溶液を、反応器に60分間計量添加した。その後、未反応の無水マレイン酸を取り除くために、パージガスをポリマー溶液の下に向けて4時間流した。DTBPは、無水マレイン酸がポリマー主鎖にグラフトするのを促進し、対応する無水コハク酸(SA)アシル化グラフトポリマーを形成した。

【0141】

次の工程は、前の工程で調製されたアシル化グラフトポリマーへの1-ビニルイミダゾール(VIMA)のグラフトである。調製のこの部分を行なうために、2つの溶液を用意した。1つはアセトン約10.4グラムに溶かされた約5グラムのVIMAを含み、他方はヘプタン約10.7グラムに溶かされたDTBP約3グラムを含むものであった。シリ
ンジポンプを用いて、これらの溶液を、60分の時間をかけて反応器に同時に送った。その
後、グラフト反応は、開始剤供給のために割り当てられた60分を越えてさらに30分
間進行させた。

10

【0142】

VIMA反応が本質的に完結した後、N-フェニル-1,4-フェニレンジアミン約14グラムを混合物にゆっくり加え、前の工程で形成された2元グラフトポリマーの上のアシル基と4時間反応させ、それによって、ポリマー1モル当たり約7モルのすす制御モノマーおよびポリマー1モル当たり約7.5モルのスラッジおよびワニス制御モノマーを有する2元モノマーグラフトポリマー生成物を生成させた。この生成物は、迅速ADTレス
ポンスが8であることを示した。

20

【0143】

実施例3 グラフトポリマーの調製

電気加熱マントル、攪拌機、温度計、シリンジポンプ供給システムおよびガス注入口を
装備した5リットルの反応器に、12.5%のエチレンプロピレンポリマー溶液3602
.5グラムを充填した。溶液は、3152.2グラムの商業上入手可能な水素化精製基礎
原料ExxonMobil EHC-60に、約450.3グラムのポリマーPolimeri Europa CO-043を溶かすこと
によって調製した。

【0144】

ガス注入口は、溶液の表面より下またはその表面より上のいずれかにガスが供給される
ことを可能にする。その溶液を170 に加熱した。加熱の間、ポリマー溶液は、溶液の
表面より下に供給された不活性ガス(CO₂)でパージした。溶液が170 の温度に達
したとき、パージガスは、ポリマー溶液の表面の上へ流れるようになり向きを変え、グラフト
ポリマーの調製の間ずっと維持した。

30

【0145】

約21.29グラムの無水マレイン酸の単一の充填をポリマー溶液に加え、溶かした。
これに続いて、約13.44グラムのDTBPをヘプタンに溶かして30mlにしたもの
を、反応器に連続的に計量添加した。DTBP溶液は90分間かけて導入した。無水マレ
イン酸をグラフトする反応は、DTBPのすべてを導入した後、さらに30分間進行させ
た。その後、未反応の無水マレイン酸を取り除くために、パージガス(不活性ガス)をポ
リマー溶液の下に向けて4時間流した。DTBPは、無水マレイン酸がポリマー主鎖にグ
ラフトするのを促進し、対応する無水コハク酸(SA)アシル化グラフトポリマーを形成
した。

40

【0146】

その後、前の工程で調製されたアシル化グラフトポリマーにVIMAをグラフトした。
調製のこの部分を行なうために、2つの溶液を用意した。1つは約18.04グラムのV
IMAをアセトンに溶かし約20mlにしたもの、他方は10.8グラムのDTBPをヘ
プタンに混合し20mlにしたものであった。これらの溶液を、60分の時間をかけて反
応器に同時に送った。グラフト反応は、開始剤供給のために割り当てられた60分を越
えてさらに30分間進行させた。

【0147】

50

V I M A 反応が本質的に完結した後、反応器を室温（約 70 ° F）に冷却し、約 43 . 82 グラムの N - フェニル - 1 , 4 - フェニレンジアミンを全部一度に反応器に加えた。反応器温度を 170 に上げ、N - フェニル - 1 , 4 - フェニレンジアミンを前の工程で形成されたアシル化 2 元グラフトポリマーと 4 時間反応させ、それによって、ポリマー 1 モル当たり約 7 . 1 モルのすす制御モノマーおよびポリマー 1 モル当たり約 7 . 4 モルのスラッジおよびワニス制御モノマーを有する 2 元モノマーグラフトポリマー生成物を生成させた。この生成物は、迅速 A D T レスポンスが 8 であることを示した。

【 0 1 4 8 】

実施例 4 融解混合を用いたグラフトポリマーの調製

電気加熱マントル、攪拌機、温度計、計量シリンジポンプ供給システムおよびガス注入口を装備した 1 リットルの樹脂ケトルに、10 % ポリマー溶液 500 グラムを充填した。溶液は、450 グラムの Exxon Mobil EHC - 60 ベースオイルに、50 グラムの市販のグラフトポリマー Fusabond N MF 416D を溶かすことによって調製した。Fusabond N MF 416D（イー・アイ・デュポン・カナダ社（E. I. DuPont Canada Co.）（カナダ、オンタリオ、ミシソーガ））は、一對のスクリーが逆回転する押し出し機を用いて、基剤エチレンプロピレンポリマーに無水マレイン酸がグラフトされる、反応押し出し法によって調製された、アシル化されたポリマーである。

【 0 1 4 9 】

ガス注入口は、溶液の表面より下またはその表面より上のいずれかにガスが供給されることを可能にする。その溶液を 170 に加熱し、調製の間ずっとその温度に維持した。加熱の間、ポリマー溶液は、溶液の表面より下に供給された不活性ガス（CO₂）でパージした。溶液が 170 の温度に達したとき、パージガスは、ポリマー溶液の表面の上を流れるように向きを変えた。包囲ガスの流れはグラフトポリマーの調製の間ずっと維持した。

【 0 1 5 0 】

この融解法アシル化グラフトポリマーを、V I M A でグラフトした。その調製のこの部分を行なうために、V I M A 約 2 . 5 グラムをアセトンに溶かして 12 ml にし、そして約 1 . 5 グラムの DTBP をヘプタンに溶かし 12 ml にした DTBP 溶液と共に、反応器に同時に供給した。これらの溶液もまた、シリンジポンプを用い、1 時間の時間をかけて反応器に供給した。その溶液は、さらに 30 分間反応を続けた。V I M A 反応が本質的に完結した後、約 0 . 86 グラムの N - フェニル - 1 , 4 - フェニレンジアミンをその混合物にゆっくりと加えた。不活性ガス（CO₂）を溶液の中に流れるように向け、その溶液を 2 時間アシル基と反応させ、それによって 2 元モノマーグラフトポリマー生成物を生成させた。この生成物は、迅速 A D T レスポンスが 8 であることを示した。

【 0 1 5 1 】

実施例 5 代替反応成分を用いたグラフトポリマーの調製

この出願において前に示したアシル化剤、アミン、溶媒、ポリマー、グラフトすることができるモノマー、および開始剤の各々の可能な組み合わせで、前の実施例の条件に類似する条件を用いて、実施例 1 ~ 3 の実験を繰り返す。スラッジおよびワニスを制御するとともに、すすおよび粘度を制御する有用性を有するグラフトポリマーが形成される。

【 0 1 5 2 】

性能の実証

【 0 1 5 3 】

プジョー XUD 11 スクリーナーエンジン試験

すすおよび粘度増加を制御する 2 元モノマーグラフトポリマーの能力は、プジョー XUD 11 スクリーナーエンジン試験を用いて実証された。示されるように、試験は、オイル中のすすの百分率および粘度変化（% 粘度変化、例えば % 粘度増加で表現する。）を測定し、オイル中のすすの百分率が高ければ高いほどよい性能を示し、粘度増加の値が低ければ低いほどよい性能を示す。

【 0 1 5 4 】

10

20

30

40

50

4つの配合物をブジョーXUD11スクリーナーエンジン試験で試験した。配合物の各々は類似するベースパッケージすなわち同じ組成および濃度のDI（分散剤/阻害剤）パッケージならびに同じ濃度の非分散剤ポリマーすなわち非分散剤粘度調節剤を用いる。それらの間の主要な差異は、その配合物で用いられた分散剤ポリマーの濃度および種類にある。

【0155】

ブジョーXUD11スクリーナーエンジン試験はすす処理および粘度調整を評価するので、重要な組成変数は、「すす処理」モノマーの濃度、アミン化合物とアシル化ポリマーすなわちスクシンイミド型置換基との間の反応生成物である。したがって、エンジンオイル配合物は、すす処理および粘度調整に関して分散剤ポリマー性能を評価するために設計された。

10

【0156】

したがって、比較のポリマーBは、ポリマー1モル当たり約15モルのスクシンイミド置換基とグラフトされるので、等しいポリマー質量基準では、本発明の多機能ポリマーと比較して、それは約2倍のスクシンイミドとグラフトされる。その結果、配合された試験混合物中の活性成分の当量濃度を達成するために、本発明に従って調製された多機能ポリマーの処理比率と比較して、比較のポリマーBのポリマー固形分処理比率は減らされた。この差異は、ブレンド-2およびブレンド-3を配合するために用いたポリマー固形分濃度に反映された。

【0157】

20

エンジンオイルは以下のように配合した。ブレンド-1として配合されたオイルは、米国特許第5,523,008号明細書および米国特許第5,663,126号明細書に記載されるように約12.5質量%のポリマー固形分を含有しADTレスポンスが16であることを示すVIMA系分散剤ポリマー溶液である、比較のポリマーAを5.7質量%含有していた。ブレンド-2として同定された配合物は、本発明の実施例2に従って調製された多機能グラフトポリマーを約5.7質量%含有していた。示されるように、その生成物は、ポリマー1モル当たり、各活性成分、すなわちモノマー、すなわちVIMAおよびスクシンイミド型置換基を約7モル含有していた。ブレンド-3の配合物は、市販の分散剤ポリマー溶液Hitec-5777である比較のポリマーBを約2.74質量%含有していた。この生成物は、約13.5質量%ポリマー固形分を含有しており、ポリマー1モル当たり約15モルのスクシンイミド型モノマーとグラフトされた。ブレンド-4として同定された配合物もまた、比較のポリマーBを用いて配合された。ただし、約1.65質量%の処理比率で配合された。比較のポリマーBに加えて、ブレンド-4は、米国特許第5,523,008号明細書および米国特許第5,663,126号明細書に記載されるように約12.5質量%ポリマー固形分を含有しADTレスポンスが8であることを示したVIMA系分散剤ポリマー溶液である比較のポリマーCをも約4.8重量%配合した。

30

【0158】

エンジンオイル混合物中のグラフトポリマー濃度に関して、ブレンド-2には、本発明に従って調製された多機能ポリマー5.7質量%を配合した。ブレンド-3には比較のポリマーBを2.74質量%配合し、一方、ブレンド-4には比較のポリマーBを1.65質量%配合した。比較のポリマーBに加えて、ブレンド-4は比較のポリマーCを4.8質量%配合した。比較のポリマーAを用いて配合したブレンド-1は、すす処理活性成分、すなわちスクシンイミドモノマーなしで配合した。

40

【0159】

4つの混合配合物についてのブジョーXUD11スクリーナーエンジン試験の結果を、表1に示す。

【0160】

【表 2】

表 1
XUD11スクリーナーエンジン試験を用いた多分散剤ポリマー
(スクシンイミド/VIMAの化学混合物)と市販のスクシンイミド製品との性能比較

パラメーター	ブレンド-1: 比較のポリマーA を含む ベースブレンド1	ブレンド-2: 実施例2の生成物 を配合した ベースブレンド	ブレンド-3: 比較のポリマーB を含む ベースブレンド1	ブレンド-4: 比較のポリマーBと 比較のポリマーCを 含む ベースブレンド1
DIパッケージ (%)	5.17	5.17	5.17	5.17
グラフトポリマー 固形分 (%)	0.72	0.72	0.36	0.72
活性モノマー 成分の相対濃度	0	1.0	1.07	0.64
100°Cにおける KV _{is} (cSt)	11.31	11.44	9.45	10.79
試験終了時のすす (%)	1.5 (25時間)	2.89 (20時間)	2.62 (21時間)	2.44 (19時間)
試験終了時の 粘度増加 (%)	251	53	43	52
すす3%に外挿した 粘度増加 (%)		58	55	80

10

20

【0161】

表1の試験結果は、米国特許第5,523,008号明細書および米国特許第5,663,126号明細書に記述されるようなVIMA系分散剤ポリマーを配合したブレンド-1が、すすを懸濁し粘度増加を制御することができないことを示している。その結果は、また、本発明の多機能ポリマーを含有するブレンド-2の配合物が、非常によく、すすを懸濁し、粘度増加を制御することを示している。実に、多機能ポリマーの総合的性能は、比較のポリマーBに匹敵し、恐らく、ブレンド-3についての試験結果に示されるように、すすの懸濁においては比較のポリマーBよりも優れている。ブレンド-3と比べてブレンド-4の結果は、すす処理ポリマーの処理比率を減らすとすす懸濁が下がることを示している。

30

【0162】

シーケンスVGエンジン試験

2元モノマーグラフトポリマーがスラッジおよびワニスを制御することができることを確認するために、2つのエンジンオイルを混合し、シーケンスVGエンジン試験を使用して試験した。その試験は、示されるように、スラッジおよびワニスを制御するオイルの能力を評価するためのものである。

40

【0163】

試験された2つのオイルは、同一の境界線のない(failing)DI(分散剤/阻害剤)パッケージを使用した。それらのオイルの1つは、米国特許第5,523,008号明細書および米国特許第5,663,126号明細書に記述されるようにADTレスポンスが8であることを示す1-ビニルイミダゾール分散剤ポリマー(「比較のポリマーC」)を用いて混合し、他方は、ADTレスポンスが8であることを示す本発明の多機能ポリマーである実施例3の生成物を用いて混合した。表2に示された比較例と比較して、本発明のポリマーを用いて混合した配合物は、グラフトVIMAの形で約16%少ない活性成分を

50

含有していた。シーケンスV Gエンジン試験の結果を表2に示す。

【0164】

【表3】

表2
多分散剤ポリマー（スクシンイミド/V I M Aの化学混合物）と
V I M AとのシーケンスV G試験性能比較

試験パラメーター		合格限界	比較例 比較のポリマーB を含む ベースブレンド2	本発明 実施例3の生成物 を使用した ベースブレンド2
V I M A濃度			リファレンス=100%	リファレンスの84%
平均エンジンスラッジ		7.8最小	7.54	8.77
揺り腕カバースラッジ		8.0最小	8.76	9.51
油こし網詰まり		20%最大	96%	0
ホットスタックリング		0	0	0
平均エンジンワニス		8.9最小	8.82	9.16
平均ピストンスカートワニス		7.5最小	7.94	8.15
性能評価			不合格	合格

10

20

【0165】

表2に列挙されたシーケンスV Gエンジン試験で評価された種々の試験パラメーターのための性能目標は、最大値または最小値のいずれかを表わす。従って、試験に合格するための最小の必要条件が7.8であるので、比較例についての平均エンジンスラッジ値7.54は、不合格の結果である。比較例は、また、エンジンワニスの値が8.82なので、合格下限8.9と比較して、その合格限界を満たしていない。さらに、比較例は、油こし網詰まり率（oil screen clogging percent）が96%に達し、上限の20%をはるかに超えていた。表2の結果は、比較のポリマーBがシーケンスV G試験に不合格であり、一方、本発明の多機能ポリマーが文句なしに合格したことを示す。

30

【手続補正書】

【提出日】平成20年2月22日(2008.2.22)

【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

- a. グラフトすることができる部位を有する少なくとも1つのポリマー主鎖、
- b. 少なくとも1つのオレフィン性不飽和点を有する少なくとも1つのアシル化剤、
- c. 2~50個の炭素原子を有し、かつ窒素、酸素およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる少なくとも1つを含有する、少なくとも1つのエチレン性不飽和脂肪族または芳香族モノマー、および

d. アシル化剤と反応し得る少なくとも1つのアミン、
のグラフトポリマーを含む多機能分散剤グラフトポリマー。

【請求項2】

ポリマー主鎖が10,000~1,000,000の質量平均分子量を有する、請求項1に記載の多機能分散剤グラフトポリマー。

【請求項3】

ポリマー主鎖が1~15の多分散性を有する、請求項1または2に記載の多機能分散剤グラフトポリマー。

【請求項4】

ポリマー主鎖が、10,000~500,000の質量平均分子量および1~15の多分散性を有するポリオレフィンを含む、請求項1に記載の多機能分散剤グラフトポリマー。

【請求項5】

エチレン性不飽和モノマーが、1-ビニルイミダゾール、1-ビニル-2-ピロリジノン、N-アリルイミダゾール、1-ビニルピロリジノン、2-ビニルピリジン、4-ビニルピリジン、N-メチル-N-ビニルアセトアミド、ジアリルホルムアミド、N-メチル-N-アリルホルムアミド、N-エチル-N-アリルホルムアミド、N-シクロヘキシル-N-アリルホルムアミド、4-メチル-5-ビニルチアゾール；N-アリルジイソオクチルフェノチアジン；2-メチル-1-ビニルイミダゾール、3-メチル-1-ビニルピラゾール、N-ビニルプリン、N-ビニルピペラジン、ビニルピペリジン、ビニルモルホリン、およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる、請求項1~4のいずれか1項に記載の多機能分散剤グラフトポリマー。

【請求項6】

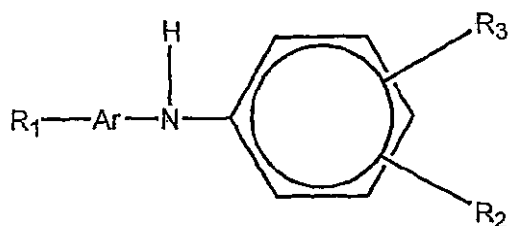
アシル化剤が、マレイン酸、フマル酸、無水マレイン酸、およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる、請求項1~5のいずれか1項に記載の多機能分散剤グラフトポリマー。

【請求項7】

アミンが、メチレンアミン、エチレンアミン、ブチレンアミン、プロピレンアミン、ペンチレンアミン、ヘキシレンアミン、ヘプチレンアミン、オクチレンアミン、アミノアルキル置換ピペラジン、エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレントトラミン、プロピレンジアミン、ジ(ヘプタメチレン)トリアミン、トリプロピレントトラミン、テトラエチレンペンタミン、トリメチレンジアミン、ペンタエチレンヘキサミン、ジ(トリメチレン)トリアミン、3-モルホリノプロピルアミン、アニリン、4-モルホリンアニリン、ベンジルアミン、フェニルエチルアミン、3-フェニル-1-プロピルアミン、N-フェニルフェニレンジアミン、N-フェニル-1,4-フェニレンジアミン、N-フェニル-1,3-フェニレンジアミン、N-フェニル-1,2-フェニレンジアミン、N-ナフチルフェニレンジアミン、N-フェニルナフタレンジアミン、N-アミノプロピル-N-フェニルフェニレンジアミン、N,N-ジメチルアミノプロピルアミン、N,N-ジオクチルエチルアミン、(2-アミノプロピル)ピペラジン、1,4-ビス-(2-アミノエチル)ピペラジン、2-メチル-1-(2-アミノブチル)ピペラジン、

式

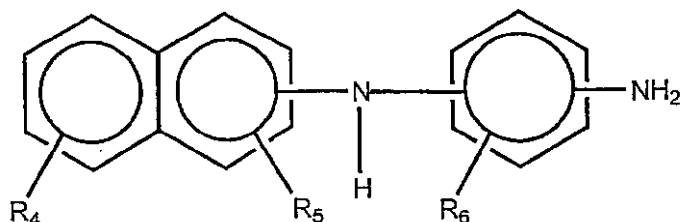
【化1】



(式中、Arは芳香族基であり、R₁は、水素、-NH-アリール、-NH-アリールアルキル、-NH-アルキルアリール、または4～24個の炭素原子を有する分岐もしくは直鎖のアルキル、アルケニル、アルコキシル、アリールアルキル、アルキルアリール、ヒドロキシアルキルまたはアミノアルキル基であり、R₂は、-NH₂、-(NH(CH₂)_n-)_m-NH₂、CH₂-(CH₂)_n-NH₂、-アリール-NH₂(式中、nおよびmはそれぞれ1～10の値を有する。)であり、そして、R₃は、水素、または4～24個の炭素原子を有するアルキル、アルケニル、アルコキシル、アリールアルキルまたはアルキルアリール基である。)

および

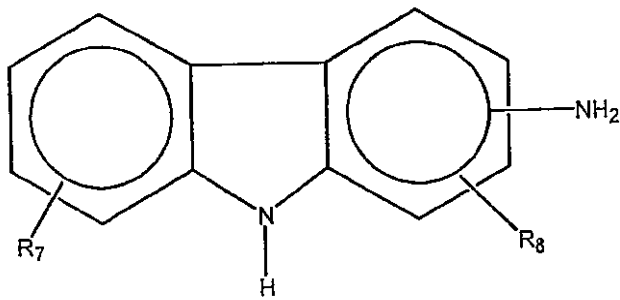
【化2】



(式中、R₄、R₅およびR₆は、水素、または1～10個の炭素原子を含む直鎖または分岐の炭化水素基であって、その基は、アルキル、アルケニル、アルコキシル、アルキルアリール、アリールアルキル、ヒドロキシアルキル、またはアミノアルキル基であり、そしてR₄、R₅およびR₆は同じであってもよいし異なってもよい。)

によって表わされるN-アリールフェレンジアミン、
式

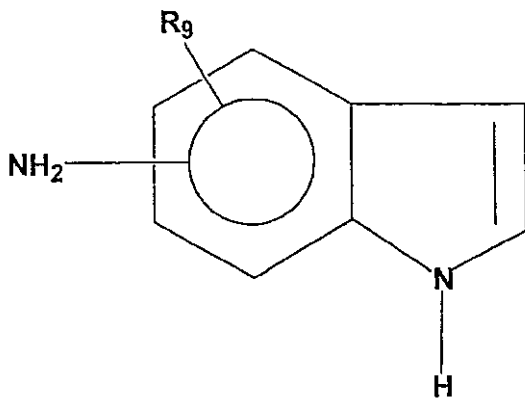
【化3】



(式中、 R_7 および R_8 は、水素または 1 ~ 14 個の炭素原子を有するアルキル、アルケニル、またはアルコキシル基を表わし、そして R_7 と R_8 は同じであってもよいし異なってもよい。)

によって表わされるアミノカルバゾール、
式

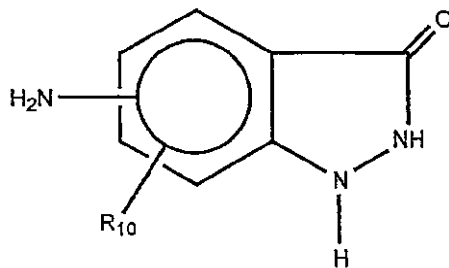
【化4】



(式中、 R_9 は水素または 1 ~ 14 個の炭素原子を有するアルキル基を表わす。)

によって表わされるアミノインドール、
式

【化5】

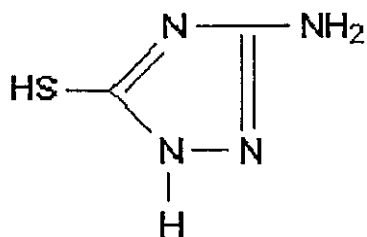


(式中、 R_{10} は、水素または 1 ~ 14 個の炭素原子を有するアルキル基である。)

によって表わされるアミノインダゾリノン、

式

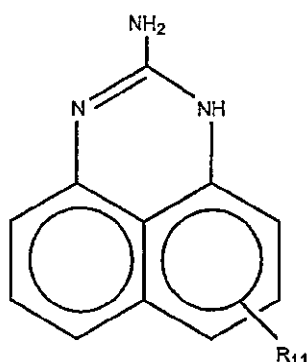
【化 6】



によって表わされるアミノメルカプトトリアゾール、

式

【化 7】



(式中、 R_{11} は水素または 1 ~ 14 個の炭素原子を有するアルキルまたはアルコキシル基を表わす。)

によって表わされるアミノペリミジン、

およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる、請求項 1 ~ 6 のいずれか 1 項に記載の多機能分散剤グラフトポリマー。

【請求項 8】

アミンが N - フェニル - 1, 4 - フェニレンジアミンである、請求項 1 ~ 7 のいずれか 1 項に記載の多機能分散剤グラフトポリマー。

【請求項 9】

多機能分散剤ポリマーが、主鎖ポリマー 1 モル当たり 1 モル ~ 74 モルのアシル化剤および主鎖ポリマー 1 モル当たり 1 モル ~ 74 モルのエチレン性不飽和モノマーを有し、ただし主鎖ポリマー 1 モル当たりのアシル化剤とエチレン性不飽和モノマーのモルの合計が 75 モル以下である、請求項 1 ~ 8 のいずれか 1 項に記載の多機能分散剤グラフトポリマー。

【請求項 10】

エチレン性不飽和モノマーが 1 - ビニルイミダゾールであり、アシル化剤が、マレイン酸、フマル酸、無水マレイン酸、およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれ、そしてアミンが N - フェニル - 1, 4 - フェニレンジアミンである、請求項 1 ~ 9 のいずれか 1 項に記載の多機能分散剤グラフトポリマー。

【請求項 11】

1 ~ 3 2 の A D T レスポンスを有する請求項 1 ~ 1 0 のいずれか 1 項に記載の多機能分散剤グラフトポリマー。

【請求項 1 2】

4 ~ 1 6 の A D T レスポンスを有する請求項 1 ~ 1 1 のいずれか 1 項に記載の多機能分散剤グラフトポリマー。

【請求項 1 3】

a . グラフトすることができる部位を有するポリマー主鎖と少なくとも 1 つのオレフィン性不飽和点を有するアシル化剤とを開始剤の存在下に反応させ、アシル化剤とポリマー主鎖のグラフトポリマー反応生成物を形成する工程、

b . 工程 a で形成されたグラフトポリマー反応生成物を、2 ~ 5 0 個の炭素原子を有しかつ窒素、酸素およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる少なくとも 1 つを含有するエチレン性不飽和脂肪族または芳香族モノマーと、開始剤の存在下に反応させ、反応に利用できるアシル基を有する、エチレン性不飽和モノマー、アシル化剤、およびポリマー主鎖のグラフトポリマー反応生成物を形成する工程、

および

c . 工程 b で形成されたグラフトポリマー反応生成物を、アシル基と反応することができるアミンと反応させ、多機能分散剤グラフトポリマーを形成する工程を含む多機能分散剤グラフトポリマーを作る方法。

【請求項 1 4】

ポリマー主鎖が、ポリオレフィン、ポリエステル、およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる、請求項 1 3 に記載の方法。

【請求項 1 5】

ポリマー主鎖が 1 0 , 0 0 0 ~ 1 , 0 0 0 , 0 0 0 の質量平均分子量を有する、請求項 1 3 または 1 4 に記載の方法。

【請求項 1 6】

ポリマー主鎖が、2 0 , 0 0 0 ~ 5 0 0 , 0 0 0 の質量平均分子量および 1 ~ 1 5 の多分散性を有する、請求項 1 3 ~ 1 5 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 1 7】

エチレン性不飽和モノマーが、硫黄、リン、ハロゲン、およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれるものをさらに含有する、請求項 1 3 ~ 1 6 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 1 8】

エチレン性不飽和モノマーが、1 - ビニルイミダゾール、1 - ビニル - 2 - ピロリジノン、N - アリルイミダゾール、1 - ビニルピロリジノン、2 - ビニルピリジン、4 - ビニルピリジン、N - メチル - N - ビニルアセトアミド、ジアリルホルムアミド、N - メチル - N - アリルホルムアミド、N - エチル - N - アリルホルムアミド、N - シクロヘキシル - N - アリルホルムアミド、4 - メチル - 5 - ビニルチアゾール；N - アリルジイソオクチルフェノチアジン；2 - メチル - 1 - ビニルイミダゾール、3 - メチル - 1 - ビニルピラゾール、N - ビニルプリン、N - ビニルピペラジン、ビニルピペリジン、ビニルモルホリン、およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる、請求項 1 3 ~ 1 7 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 1 9】

アシル化剤が、モノカルボン酸、ジカルボン酸、ポリカルボン酸、当該カルボン酸の無水物、当該カルボン酸の低級アルキルエステル、当該カルボン酸のハロゲン化物、およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる、請求項 1 3 ~ 1 8 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 2 0】

アシル化剤が、マレイン酸、フマル酸、無水マレイン酸、およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる、請求項 1 3 ~ 1 9 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 2 1】

アミンが、第一級アミンおよび第二級アミンからなる群から選ばれる、請求項 13 ~ 20 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 22】

アミンが、メチレンアミン、エチレンアミン、ブチレンアミン、プロピレンアミン、ペンチレンアミン、ヘキシレンアミン、ヘプチレンアミン、オクチレンアミン、アミノアルキル置換ピペラジン、エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、トリエチレントトラミン、プロピレンジアミン、ジ(ヘプタメチレン)トリアミン、トリプロピレントトラミン、テトラエチレンペンタミン、トリメチレンジアミン、ペンタエチレンヘキサミン、ジ(トリメチレン)トリアミン、3-モルホリノプロピルアミン、アニリン、4-モルホリンアニリン、ベンジルアミン、フェニルエチルアミン、3-フェニル-1-プロピルアミン、N-フェニルフェニレンジアミン、N-フェニル-1,4-フェニレンジアミン、N-フェニル-1,3-フェニレンジアミン、N-フェニル-1,2-フェニレンジアミン、N-ナフチルフェニレンジアミン、N-フェニルナフタレンジアミン、および N-アミノプロピル-N-フェニルフェニレンジアミン、ならびにアミノカルバゾール、アミノインドール、アミノイндаゾリノン、アミノメルカプトトリアゾール、およびアミノペリミジンならびにそれらの組み合わせからなる群から選ばれる、請求項 13 ~ 21 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 23】

アミンが N-フェニル-1,4-フェニレンジアミンである、請求項 13 ~ 22 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 24】

多機能分散剤グラフトポリマーが 4 ~ 16 の A D T レスポンスを有する、請求項 13 ~ 23 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 25】

a. グラフトすることができる部位を有するポリマー主鎖と少なくとも 1 つのオレフィン性不飽和点を有するアシル化剤とを、開始剤の存在下に融解反応させ、アシル化剤とポリマー主鎖のグラフトポリマー反応生成物を形成する工程、

b. i. 工程 a で形成されたグラフトポリマー反応生成物を、2 ~ 50 個の炭素原子を有しかつ窒素、酸素およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる少なくとも 1 つを含有するエチレン性不飽和脂肪族または芳香族モノマーと、開始剤の存在下に融解反応させ、反応に利用できるアシル基を有する、エチレン性不飽和モノマー、アシル化剤、およびポリマー主鎖のグラフトポリマー反応生成物を形成する工程、および

ii. 工程 b で形成されたグラフトポリマー反応生成物を、アシル基と反応することができるアミンと反応させ、多機能分散剤グラフトポリマーを形成する工程、または、

c. i. 工程 a で形成されたグラフトポリマー反応生成物を、2 ~ 50 個の炭素原子を有しかつ窒素、酸素およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれた少なくとも 1 つを含有するエチレン性不飽和脂肪族または芳香族モノマーと、開始剤の存在下に溶媒中で反応させ、反応に利用できるアシル基を有する、エチレン性不飽和モノマー、アシル化剤、およびポリマー主鎖のグラフトポリマー反応生成物を形成する工程、および

ii. 工程 c で形成されたグラフトポリマー反応生成物を、アシル基と反応することができるアミンと反応させ、多機能分散剤グラフトポリマーを形成する工程を含む、請求項 13 ~ 24 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 26】

a. グラフトすることができる部位を有するポリマー主鎖と少なくとも 1 つのオレフィン性不飽和点を有するアシル化剤とを開始剤の存在下に溶媒中で反応させ、アシル化剤とポリマー主鎖のグラフトポリマー反応生成物を形成する工程、

b. 工程 a で形成されたグラフトポリマー反応生成物を、2 ~ 50 個の炭素原子を有しかつ窒素、酸素およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれた少なくとも 1 つを含有するエチレン性不飽和脂肪族または芳香族モノマーと、開始剤の存在下に溶媒中で反応さ

せ、反応に利用できるアシル基を有する、エチレン性不飽和モノマー、アシル化剤およびポリマー主鎖のグラフトポリマー反応生成物を形成する工程、および

c. 工程 b で形成されたグラフトポリマー反応生成物を、アシル基と反応することができるアミンと、溶媒中で反応させ、多機能分散剤グラフトポリマーを形成する工程、を含む、請求項 13 ~ 24 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 27】

a. グラフトすることができる部位を有するポリマー主鎖と少なくとも 1 つのオレフィン性不飽和点を有するアシル化剤とを開始剤の存在下に融解反応させ、アシル化剤とポリマー主鎖のグラフトポリマー反応生成物を形成する工程、

b. 工程 a で形成されたグラフトポリマー反応生成物を、2 ~ 50 個の炭素原子を有しかつ窒素、酸素およびそれらの組み合わせからなる群から選択される少なくとも 1 つを含有するエチレン性不飽和脂肪族または芳香族モノマーと、開始剤の存在下に溶媒中で反応させ、反応に利用できるアシル基を有する、エチレン性不飽和モノマー、アシル化剤、およびポリマー主鎖のグラフトポリマー反応生成物を形成する工程、および

c. 工程 b で形成されたグラフトポリマー反応生成物を、アシル基と反応することができるアミンと、溶媒中で反応させ、多機能分散剤グラフトポリマーを形成する工程、を含む、請求項 13 ~ 24 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 28】

a. グラフトすることができる部位を有するポリマー主鎖と少なくとも 1 つのオレフィン性不飽和点を有するアシル化剤とを開始剤の存在下に融解反応させ、アシル化剤とポリマー主鎖のグラフトポリマー反応生成物を形成する工程、

b. 工程 a で形成されたグラフトポリマー反応生成物を、2 ~ 50 個の炭素原子を有しかつ窒素、酸素およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる少なくとも 1 つを含有するエチレン性不飽和脂肪族または芳香族モノマーと、開始剤の存在下に融解反応させ、反応に利用できるアシル基を有する、エチレン性不飽和モノマー、アシル化剤、およびポリマー主鎖のグラフトポリマー反応生成物を形成する工程、および、

c. 工程 b で形成されたグラフトポリマー反応生成物を、アシル基と反応することができるアミンと、溶媒中で反応させ、多機能分散剤グラフトポリマーを形成する工程、を含む、請求項 13 ~ 24 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 29】

a. グラフトすることができる部位を有するポリマー主鎖と、少なくとも 1 つのオレフィン性不飽和点を有するアシル化剤とを、開始剤の存在下に融解反応させ、アシル化剤とポリマー主鎖のグラフトポリマー反応生成物を形成する工程、

b. 工程 a で形成されたグラフトポリマー反応生成物を、2 から 50 個の炭素原子を有しかつ窒素、酸素およびそれらの組み合わせからなる群から選ばれる少なくとも 1 つを含有するエチレン性不飽和脂肪族または芳香族モノマーと、開始剤の存在下に融解反応させ、反応に利用できるアシル基を有する、エチレン性不飽和モノマー、アシル化剤およびポリマー主鎖のグラフトポリマー反応生成物を形成する工程、および

c. 工程 b で形成されたグラフトポリマー反応生成物を、アシル基と反応することができるアミンと融解反応させ、多機能分散剤グラフトポリマーを形成する工程、を含む、請求項 13 ~ 24 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 30】

融解反応が押し出し機の中で行なわれる、請求項 25 および 27 ~ 29 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 31】

反応物が溶媒に希釈して導入される、請求項 30 に記載の方法。

【請求項 32】

溶媒が極性溶媒である、請求項 31 に記載の方法。

【請求項 33】

溶媒が水である、請求項 31 に記載の方法。

【請求項 3 4】

グラフト重合性試薬および開始剤の送り出しを、適切なスクリー・シール要素によってポリマー供給ホッパーから分離された帯域に、ポリマーから下流に導入することによって、遅らせる、請求項 3 0 ~ 3 3 のいずれか 1 項に記載の方法。

【請求項 3 5】

a . 潤滑油基油、

b . 組成物質量で少なくとも 0 . 0 5 % ~ 1 5 % の請求項 1 ~ 1 2 のいずれか 1 項に記載の多機能分散剤グラフトポリマー、および

c . 組成物質量で 0 % から 2 0 % の他の潤滑油添加剤、を含む潤滑油。

【請求項 3 6】

多機能分散剤グラフトポリマーが請求項 1 3 ~ 3 4 のいずれか 1 項に記載の方法によって作られたものである、請求項 3 5 に記載の潤滑油。

【請求項 3 7】

請求項 1 3 ~ 3 4 のいずれか 1 項に記載の方法で調製された多機能分散剤グラフトポリマーの有効量または請求項 1 ~ 1 2 のいずれか 1 項に記載の多機能分散剤グラフトポリマーの有効量を潤滑油に混ぜることを含む、潤滑油のすす処理、粘度調整、スラッジ制御およびワニス制御を改善する方法。

【請求項 3 8】

請求項 1 3 ~ 3 4 のいずれか 1 項に記載の方法で作られた多機能分散剤グラフトポリマー。

【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No
PCT/US2006/016182

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER INV. C08F285/00 C08F255/04 C08F8/32 C10M107/24		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
B. FIELDS SEARCHED Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) C08F C10M		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used) EPO-Internal, WPI Data		
C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 4 160 739 A (STAMBAUGH ET AL) 10 July 1979 (1979-07-10) claims 1,2; example 1	1
X	US 5 328 624 A (CHUNG ET AL) 12 July 1994 (1994-07-12) column 6, line 33 - column 7, line 24; claim 1	1
A	US 4 693 838 A (VARMA ET AL) 15 September 1987 (1987-09-15) claims 1,9-13	1-105
<input type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input checked="" type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents : *A* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance *E* earlier document but published on or after the international filing date *L* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) *O* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means *P* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed *T* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention *X* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone *Y* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art. *Z* document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search 9 August 2006		Date of mailing of the international search report 17/08/2006
Name and mailing address of the ISA/ European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3018		Authorized officer Wirth, M

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International application No

PCT/US2006/016182

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 4160739	A	10-07-1979	CA 1099436 A1 14-04-1981
			CS 212312 B2 26-03-1982
			DE 2862426 D1 09-08-1984
			EP 0002286 A2 13-06-1979
			IT 1160987 B 11-03-1987
			JP 54095604 A 28-07-1979
			SU 1064870 A3 30-12-1983
			ZA 7806342 A 31-10-1979
US 5328624	A	12-07-1994	NONE
US 4693838	A	15-09-1987	AU 589078 B2 28-09-1989
			AU 6445786 A 30-04-1987
			BR 8605292 A 28-07-1987
			CA 1257428 A1 11-07-1989
			DE 3679787 D1 18-07-1991
			EP 0225048 A2 10-06-1987
			JP 2073478 C 25-07-1996
			JP 7098848 B 25-10-1995
			JP 62181313 A 08-08-1987

フロントページの続き

(81)指定国 AP(BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), EP(AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, LY, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW

(72)発明者 ゴールドブラット, アーウィン エル.

アメリカ合衆国, ニュージャージー 08817, エディソン, セラー ロード 8

(72)発明者 チェン, シェアン - ジャー

アメリカ合衆国, ニュージャージー 08807,ブリッジウォーター, シーダー ストリート 9

(72)発明者 サウアー, リチャード ピー.

アメリカ合衆国, ニュージャージー 07060, ノース プレインフィールド, ローレンス アベニュー 201

Fターム(参考) 4H104 CE01C EA03C LA02 PA41

4J026 AA12 AA13 AA14 AA17 AA45 AA68 AA69 AC01 AC02 AC33

BA39 BA40 CA03 DB02 DB12 DB15 EA09 GA01 GA02 GA08

GA09