

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載

【部門区分】第3部門第3区分

【発行日】平成17年1月13日(2005.1.13)

【公表番号】特表2000-511577(P2000-511577A)

【公表日】平成12年9月5日(2000.9.5)

【出願番号】特願平10-500177

【国際特許分類第7版】

C 1 0 M 159/22

【FI】

C 1 0 M 159/22

【手続補正書】

【提出日】平成16年5月17日(2004.5.17)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】特許請求の範囲

【補正方法】変更

【補正の内容】

手 続 補 正 書

16.5.17

平成 年 月 日



特許庁長官 今 井 康 夫 殿

1. 事件の表示 平成10年特許願第500177号

2. 補正をする者

事件との関係 出 願 人

名 称 エクソン ケミカル パテンツ インコーポレイテッド

3. 代 理 人

住 所 東京都千代田区丸の内3丁目3番1号
電話 (代) 3211-8741

氏 名 (5995) 弁理士 中 村 稔

方 式 査 査



4. 補正命令の日付 自 発

5. (本補正により請求の範囲に記載された請求項の数は合計「45」
となりました。)

6. 補正対象書類名 明細書

7. 補正対象項目名 請求の範囲

8. 補正の内容 別紙記載の通り



請求の範囲:

1. 少なくとも2種の界面活性剤から誘導された界面活性剤系を有するカルシウム過塩基性清浄剤の製造方法であって、

(A)下記成分(a)、(b)及び(c)を含む混合液をオーバーベーシング剤(本明細書に定義される)で処理し、

(a)下記(a1)及び(a2)より選ばれる界面活性剤:

(a1)少なくとも2種の界面活性剤、その少なくとも1種は硫化又は非硫化フェノール又はその誘導体であり、他の1種又は少なくとももう1種はフェノール界面活性剤以外の界面活性剤であり、ここで、該過塩基性清浄剤の該界面活性剤系におけるフェノール界面活性剤の、本明細書に記載されるように測定した割合が、少なくとも15質量%、有利には少なくとも25質量%、好ましくは少なくとも35質量%、更に好ましくは少なくとも45質量%、特に少なくとも55質量%、更に特に少なくとも70質量%であるような割合である;

(a2) 少なくとも2種の界面活性剤、その少なくとも1種は硫化又は非硫化サリチル酸又はその誘導体であり、他の1種又は少なくとももう1種はサリチル酸界面活性剤以外の界面活性剤である;

(b)少なくとも1種の塩基性カルシウム化合物;及び

(c)油、

該オーバーベーシング剤による処理が100℃未満で行なわれる工程;

(B)(A)の生成物をヒートソーキング工程に供する工程;

(C)(B)の生成物に塩基性カルシウム化合物の量を更に加え、そのようにして得られた混合液をオーバーベーシング剤で処理し、前記処理が100℃未満で行なわれる工程;及び

(D)(C)の生成物をヒートソーキング工程に供する工程

を含み、工程(B)又は工程(D)は任意であるが、工程(B)と工程(D)は共に含まれることが好ましく、該成分全ての質量比率はTBNが少なくとも300である過塩基性清浄剤を製造するような割合である、前記方法。

2. 工程(A)における前記処理が少なくとも15℃、好ましくは少なくとも25℃で

行なわれる、請求項 1 記載の方法。

3. 工程(A)における前記処理が 80℃未満、有利には 60℃未満、好ましくは高くても 50℃、更に好ましくは高くても 40℃、特に高くても 35℃で行なわれる、請求項 1 又は 2 記載の方法。
4. 工程(B)におけるヒートソーキングが 15℃から反応混合液の還流温度より低い温度までの範囲の温度、好ましくは 25～60℃で行なわれる、請求項 1～3 のいずれか 1 項に記載の方法。
5. 工程(C)における前記オーバーベーシング剤による処理が少なくとも 15℃、好ましくは少なくとも 25℃の温度で行なわれる、請求項 1～4 のいずれか 1 項に記載の方法。
6. 工程(C)における前記オーバーベーシング剤による処理が 80℃未満、有利には 60℃未満、好ましくは高くても 50℃、更に好ましくは高くても 40℃、特に高くても 35℃の温度で行なわれる請求項 1～5 のいずれか 1 項に記載の方法。
7. 工程(D)におけるヒートソーキングが 15℃から反応混合液の還流温度より低い温度までの範囲の温度、好ましくは 25～60℃で行なわれる、請求項 1～6 のいずれか 1 項に記載の方法。
8. 工程(A)又は工程 (C)、又は好ましくは工程(A)と工程(C)の双方における塩基性カルシウム化合物として水酸化カルシウムが用いられる、請求項 1～7 のいずれか 1 項に記載の方法。
9. 工程(A)における該オーバーベーシング剤が二酸化炭素及び/又はホウ酸を含む、請求項 1～8 のいずれか 1 項に記載の方法。
10. 工程(C)における該オーバーベーシング剤が二酸化炭素及び/又はホウ酸を含む、請求項 1～9 のいずれか 1 項に記載の方法。
11. 工程(A)～(D)がメタノール、トルエン、及びその混合物より選ばれた溶剤の存在下に行なわれる、請求項 1～10 のいずれか 1 項に記載の方法。
12. トルエンが用いられ、該カルシウム過塩基性清浄剤(油を除く)に対して少なくとも 1.5 質量%、好ましくは少なくとも 15 質量%、更に好ましくは少なくとも 45 質量%、特に少なくとも 60 質量%、更に特に少なくとも 90 質量%であるような量で存在する、請求項 11 記載の方法。

13. メタノールが用いられ、該カルシウム過塩基性清浄剤(油を除く)に対して少なくとも 1.5 質量%、好ましくは少なくとも 15 質量%、更に好ましくは少なくとも 30 質量%、特に少なくとも 45 質量%、更に特に少なくとも 50 質量%であるような量で存在する、請求項 11 又は 12 記載の方法。
14. 工程(A)~(D)がメタノール、水、及びその混合物より選ばれた促進剤の存在下に行なわれる、請求項 1~13 のいずれか 1 項に記載の方法。
15. メタノールが用いられ、塩基性カルシウム化合物の最初の充填に対して少なくとも 6 質量%、好ましくは少なくとも 60 質量%、更に好ましくは少なくとも 120 質量%、特に少なくとも 180 質量%、更に特に少なくとも 210 質量%であるような量で存在する、請求項 14 記載の方法。
16. 水が塩基性カルシウム化合物の最初の充填に対して少なくとも 0.1 質量%、好ましくは少なくとも 1 質量%、更に好ましくは少なくとも 3 質量%、特に少なくとも 6 質量%、更に特に少なくとも 12 質量%、特別には少なくとも 20 質量%であるような量で用いられる、請求項 14 又は 15 記載の方法。
17. 工程(D)に続いて塩基性カルシウム化合物を添加し、そのようにして得られた混合液をオーバーベーシング剤で処理する工程を含み、該オーバーベーシング剤による処理に続いてヒートソーキング工程が行なわれることが好ましい少なくとも 1 の工程 (E)が行なわれる、請求項 1~16 のいずれか 1 項に記載の方法。
18. 工程(E)の条件及び反応成分が工程(A)、(B)、(C)又は(D)に対して適切なように請求項 2~16 のいずれか 1 項に記載された通りである、請求項 17 記載の方法。
19. 該成分の質量比率が、該過塩基性清浄剤の TBN が少なくとも 330、好ましくは少なくとも 350、更に好ましくは 400、特に少なくとも 450 であるような割合である、請求項 1~18 のいずれか 1 項に記載の方法。
20. 本明細書に記載されるように測定した、該過塩基性清浄剤の標準化 TBN が少なくとも 450、有利には少なくとも 500、更に有利には少なくとも 550、好ましくは少なくとも 600、更に好ましくは少なくとも 650 である、請求項 1~19 のいずれか 1 項に記載の方法。

21. 該過塩基性界面活性剤の 40℃における粘度が高くても 20,000mm²/s、好ましくは高くても 10,000mm²/s である、請求項 1～20 のいずれか 1 項に記載の方法。
22. 該過塩基性清浄剤の 100℃における粘度が高くても 2000mm²/s、好ましくは高くても 1000mm²/s、特に高くても 500 mm²/s である、請求項 1～21 のいずれか 1 項に記載の方法。
23. 成分(a)が少なくとも 1 種のフェノール界面活性剤と少なくとも 1 種のサリチル酸界面活性剤を含む、請求項 1～22 のいずれか 1 項に記載の方法。
24. 該フェノールが存在する場合には、ヒドロカルビル置換、好ましくはアルキル置換フェノールである、請求項 1～23 のいずれか 1 項に記載の方法。
25. 該サリチル酸が存在する場合には、ヒドロカルビル置換、好ましくはアルキル置換サリチル酸である、請求項 1～24 のいずれか 1 項に記載の方法。
26. 該成分の質量比率が、該過塩基性清浄剤の該界面活性剤系にサリチル酸界面活性剤が存在する場合の、本明細書に記載されるように測定した割合が少なくとも 15 質量%、有利には少なくとも 25 質量%、好ましくは少なくとも 35 質量%、更に好ましくは少なくとも 45 質量%、特に少なくとも 55 質量%、更に特に少なくとも 70 質量%であるような割合である、請求項 1～25 のいずれか 1 項に記載の方法。
27. 該過塩基性清浄剤の該界面活性剤系が誘導される界面活性剤の少なくとも 1 種がスルホン酸又はその誘導体である、請求項 1～26 のいずれか 1 項に記載の方法。
28. 該スルホン酸がヒドロカルビル置換、好ましくはアルキル置換アリールスルホン酸である、請求項 27 記載の方法。
29. 該界面活性剤系が少なくとも 1 種のフェノール界面活性剤及び少なくとも 1 種のスルホン酸界面活性剤から誘導可能であり、該過塩基性清浄剤の界面活性剤における前記フェノールと前記スルホン酸の、本明細書に記載されるように測定した全割合が少なくとも 75 質量%、好ましくは少なくとも 85 質量%、特に少なくとも 95 質量%である、請求項 27 又は 28 記載の方法。
30. 該界面活性剤系が少なくとも 1 種の硫化フェノール又はその誘導体及び少な

- くとも 1 種のスルホン酸又はその誘導体から誘導可能であり、該界面活性剤系におけるフェノール:スルホン酸の、本明細書に記載されるように測定した割合が 15:85~95:5 質量%、好ましくは 30:70~70:30 質量%、特に 40:60~60:40 質量%の範囲にある、請求項 27~29 のいずれか 1 項に記載の方法。
31. 該界面活性剤系が誘導される界面活性剤の少なくとも 1 種がカルボン酸又はその誘導体である、請求項 1~30 記載のいずれか 1 項に記載の方法。
32. 該カルボン酸が(a)式 $R^a-CH(R^b)-COOH$ (式中、 R^a は炭素原子 10~24 個を有するアルキル基又はアルケニル基であり、 R^b は水素、炭素原子 1~4 個を有するアルキル基又は CH_2COOH 基である。)の酸及び(b)炭素原子 36~100 個を有するジ又はポリカルボン酸以外である、請求項 31 記載の方法。
33. 該カルボン酸誘導体がカルボキシル含有部分に炭素原子 8~11 個を有する、請求項 31 又は 32 記載の方法。
34. 該界面活性剤系が少なくとも 1 種のフェノール界面活性剤、少なくとも 1 種のスルホン酸界面活性剤及び少なくとも 1 種のカルボン酸界面活性剤から誘導可能であり、該過塩基性清浄剤の該界面活性剤系の、本明細書に記載されるように測定した全割合が少なくとも 75 質量%、好ましくは少なくとも 85 質量%、特に少なくとも 95 質量%である、請求項 27 又は 28 に従属する請求項 31~33 のいずれか 1 項に記載の方法。
35. 該界面活性剤系が少なくとも 1 種の硫化フェノール又はその誘導体、少なくとも 1 種のスルホン酸又はその誘導体及び少なくとも 1 種のカルボン酸又はその誘導体から誘導され、該過塩基性清浄剤の該界面活性剤系におけるフェノール:スルホン酸:カルボン酸の、本明細書に定義されるように測定した割合が 5~90:5~90:5~90 質量%;好ましくは 20~80:10~50:10~50 質量%;特に 30~70:10~30:10~30 質量%の範囲にある、請求項 27 又は 28 に従属する請求項 31~33 のいずれか 1 項に記載の方法。
36. 該過塩基性清浄剤の該界面活性剤系における前記フェノール、前記サリチル酸と前記スルホン酸の全割合が少なくとも 75 質量%、好ましくは少なくとも 85 質量%、特に少なくとも 95 質量%である、請求項 23~25 のいずれか 1 項に従属する請求項 27 又は 28 記載の方法。

37. 該過塩基性清浄剤の該界面活性剤系が少なくとも1種の硫化フェノール又はその誘導体、少なくとも1種のサリチル酸又はその誘導体及び少なくとも1種のスルホン酸又はその誘導体から誘導され、該界面活性剤系におけるフェノール:サリチル酸:スルホン酸の、本明細書に記載されるように測定した割合が5~90:5~90:20~80 質量%;好ましくは20~80:20~80:10~50 質量%;特に30~50:25~45:15~35 質量%の範囲にある、請求項23~25のいずれか1項に從属する請求項27又は28、又は請求項36記載の方法。
38. 該成分全ての質量比率が、TBN:界面活性剤%比(本明細書に定義される)が少なくとも11、有利には少なくとも12、好ましくは少なくとも13、更に好ましくは少なくとも14、特に少なくとも16、更に特に少なくとも19、特別には少なくとも21である過塩基性清浄剤を製造するような割合である、請求項1~37のいずれか1項に記載の方法。
39. 無機ハロゲン化物又はアンモニウム塩を使用せずに行なわれる、請求項1~38のいずれか1項に記載の方法。
40. 二価アルコールを使用せずに行なわれる、請求項1~39のいずれか1項に記載の方法。
41. 請求項1~40のいずれか1項に記載の方法で調製した過塩基性清浄剤。
42. 請求項41記載の過塩基性清浄剤を含む油系組成物。
43. 濃縮物の形である、請求項42記載の組成物。
44. 請求項41記載の過塩基性清浄剤を含む潤滑油。
45. 船舶用エンジンに使用するのに適する、請求項44記載の潤滑油。