

229007

12 JUL



229007

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a

la solicitud de

una PATENTE DE INVENCION por VEINTE AÑOS en ESPAÑA

a favor de

INSTITUT FRANÇAIS DU PÉTROLE, DES CARBURANTS ET LUBRIFIANTS,
de nacionalidad francesa, domiciliada en PARIS -16-, Francia,
2 rue de Lubeck,

p o r

" PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE ACEITES LUBRICANTES "

Inventor: Don Noise Lerer, de nacionalidad francesa.

(Prioridad de la solicitud francesa

P.V. 693.251, de 7 junio 1955)

//////

229007

12 J



La presente invención se refiere a los superlubricantes y agentes tensio-activos orgánicos que ofrecen una gran resistencia a la oxidación y especialmente a los superlubricantes, a base de poliésteres de polietileno glicoles.

5

La utilización de aceites minerales como lubricantes presenta numerosos inconveniente, que se derivan especialmente de la insuficiencia del poder lubricante.

10

La lubricación por medio de productos orgánicos de origen vegetal, animal o sintético, permitía evitar bien estos inconvenientes, pero es difícil, hasta imposible de realizarla, porque todos estos productos carecen a menudo de estabilidad y presentan generalmente una tendencia muy señalada a la oxidación.

15

La idea directriz de la presente invención, debida a los trabajos de M. Lerer, ha sido buscar el medio de obtener una gama suficientemente extensa de lubricantes sintéticos para que sea posible disponer con seguridad de un lubricante que posee determinadas características.

20

Los ensayos emprendidos por el autor de la presente invención han demostrado que se pueden obtener tales productos haciendo reaccionar el aceite de ricino con polietilenglicoles (en presencia de catalizadores) en tales condiciones que se evita por una parte la formación de ésteres parciales de poliglicoles (que serían además difícilmente eliminables del medio reaccional) y se favorece por otro lado la formación de poliésteres de un orden superior a los bisricinoleatos de estos poliglicoles.

25

30

Para obtener estos productos es esencial emplear un exceso de aceite de ricino con relación a la cantidad estequiométrica de polietilenglicol. Si se desea, por ejemplo,

229007

12 JUN



esterificar un polietilenoglicol de peso molecular 400, será necesario, para 400 g. (1 mol.) de este poliglicol, emplear una cantidad de aceite de ricino superior a 622 g. (superior a 2/3 mol.).

35

Las características de los aceites obtenidos según la presente invención, dependen del exceso de aceite de ricino con relación a las cantidades estequiométricas requeridas por el polietilenoglicol. Aumentando el exceso de aceite de ricino, se aumenta el contenido de poliésteres superiores. Esto produce un aumento de la viscosidad, del poder lubricante y de la solubilidad de los productos según la invención en las esencias así como en los aceites minerales. Se puede constituir de esta manera toda una gama de productos nuevos cuyas propiedades son variables (según el exceso de aceite de ricino).

40

45

Los aceites obtenidos según la presente invención presentan ventajas muy claras (desde el punto de vista de la estabilidad, poder lubricante y emulsionante) sobre los productos fabricados sin exceso de aceite de ricino.

50

Todos los aceites, según la invención, después de la purificación mediante pasadas sucesivas por cambiadores de iones catiónicos, aniónicos y "mixed-bed" (mezclas de cambiadores catiónicos y aniónicos), constituyen excelentes lubricantes en los motores automóviles, bien solamente como lubricante de puente hipoides, de carter o como lubricante mezclado con la gasolina. Poseen en efecto una estabilidad muy grande contra la oxidación (ninguna alteración de estos aceites ha sido comprobada después de haber sido calentado durante 168 horas, en presencia o no de cobre y/o de

55

12 JUN.



229007

60 hierro). Estos aceites, incluso no purificados, poseen ex-
celentes cualidades tensio-activas y son poderosos emulsio-
nantes para los aceites minerales, vegetales (ricino, colza,
palma, etc...) animales pie de buey, de caballo, etc...),
así como para los ácidos grasos (oléico, ricinoleico) y los
65 alcoholes grasos (oleico, hidrocarburo, etc...). Las emulsio-
nes acuosas de los aceites según la invención son sumamente
estables y poseen un excelente poder lubricante como demues-
tran los ensayos con la máquina de Faville-Levally de una
emulsión acuosa al 10% de aceite. (Los resultados de es-
70 tos ensayos se indican más adelante).

La fabricación de los productos según la invención, se
realiza haciendo reaccionar un polietileno glicol de peso mo-
lecular dado con aceite de ricino según el procedimiento ori-
ginal descrito más adelante. Haciendo variar la proporción
75 de aceite de ricino utilizado con relación a la cantidad de
polietileno glicol empleado, se obtiene una variedad muy gran-
de de productos que difieren entre ellos por la viscosidad, el
índice de viscosidad, el poder lubricante, la solubilidad
en los aceites minerales u otros productos orgánicos, el po-
80 der emulsionante, etc.. Un procedimiento económico de fabrica-
ción de estos productos consiste en hacer reaccionar una can-
tidad determinada de un polietileno glicol de fórmula HO
(CH₂ CH₂ - O)_n H (en la que n es un número entero comprendido
entre 1 y 140) con cantidades variables de aceite de ricino
85 en presencia de catalizadores apropiados, preferentemente al-
calinos, tales como, por ejemplo, el sodio, el potasio, el
litio o los óxidos, hidróxidos, alcoholatos o sales orgáni-
cas de estos metales.

Los productos obtenidos serán tanto más viscosos y solu-

229007

12 J



90

bles en los aceites minerales, cuanto más elevada sea la proporción de aceite de ricino con relación al polietileno glicol utilizado para su fabricación. Conviene señalar que, por supuesto, el producto obtenido será tanto más viscoso cuanto más elevado sea el peso molecular del polietileno glicol utilizado.

95

Las reacciones de esterificación serán dirigidas de manera que la velocidad de reacción sea suficiente y que la degradación de los agrupamientos "ricinoyles" sea lo más reducida posible. Se adoptarán preferentemente temperaturas comprendidas entre 180 y 230°C, aunque sea posible operar a temperaturas diferentes. (A las temperaturas más bajas corresponden velocidades de reacción más pequeñas, mientras que a las temperaturas más elevadas se corre el peligro de que aparezcan reacciones secundarias).

100

La glicerina formada en el curso de la reacción será eliminada a medida de su formación, por destilación al vacío o por arrastre aceotrópico. La eliminación de la glicerina por destilación al vacío en el curso de la reacción será preferida en el caso en que se utilice un polietileno glicol de peso molecular elevado, que no corre peligro de ser arrastrado en cantidad importante por la glicerina, estando reservado preferentemente el método de arrastre aceotrópico para los casos en que se utilice un polietileno glicol que destila en las condiciones de fabricación.

105

Puede ocurrir que la cantidad destilada sobrepase el contenido de glicerina del aceite de ricino empleado, como consecuencia de un arrastre parcial del polietileno glicol por la glicerina. Resultará entonces una viscosidad más elevada del producto obtenido.

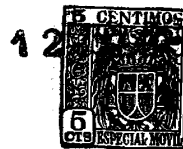
110

De una manera general, el procedimiento de fabricación de los productos según la invención, comprende las fases siguientes:

115

Resultará entonces una viscosidad más elevada del producto obtenido.

De una manera general, el procedimiento de fabricación de los productos según la invención, comprende las fases siguientes:



229007

120

tes:

125

1º- Se mezclan polietileno glicol y aceite de ricino en una proporción tal que la relación del número de moléculas de aceite de ricino con respecto al número de moléculas de polietileno glicol sea superior a 2/3, en presencia de un catalizador corriente de esterificación, pudiendo efectuarse esta mezcla indistintamente, bien al principio de la reacción, bien en el curso de ésta por agregación de uno de los reactivos.

130

2º- La mezcla así realizada se agita calentándola hasta una temperatura de 150 a 250° C (preferentemente a una temperatura comprendida entre 180 y 220°C) a presión reducida (1 a 20 mm. de mercurio preferentemente).

135

3º- Se recoge como producto de destilación la glicerina que se desprende, así como la pequeña cantidad de polietileno glicol arrastrada por ella y se detiene la reacción cuando la cantidad destilada recogida alcanza un nivel correspondiente a una proporción determinada con relación al aceite de ricino empleado, estando la elección de esta proporción en función de las características a las cuales debe responder el producto final que se desea obtener (proporción que es frecuentemente del orden de 9%, conduciendo una proporción menos fuerte a productos menos viscosos y una proporción superior, a productos de viscosidad más elevada).

140

145

4º- Se puede igualmente facilitar el desprendimiento de la glicerina, bien por introducción de una ligera corriente de nitrógeno o de un fluido gaseoso, a la temperatura de reacción, bien eliminando la glicerina a medida de su formación, por destilación azeotrópica con la ayuda de un disolvente apropiado.

150

5º- La reacción se prosigue hasta la eliminación de un



229007

60% por lo menos, aproximadamente, de la glicerina. (La cantidad de glicerina así eliminada debe ser en cualquier caso superior a la cantidad estequiométrica de polietileno glicol utilizada).

155

Conviene señalar además que la duración de la operación depende de la temperatura, de la presión y de la intensidad de la agitación en el reactor. Por ejemplo, para una temperatura de 200 a 210°C, bajo una presión de 2 mm. la duración de la reacción es inferior a 6 horas.

160

Los productos obtenidos según el procedimiento anteriormente descrito son desembarazados seguidamente del catalizador y eventualmente de las impurezas contenidas en las materias primas por lavado con agua que contiene sales minerales, tales como, por ejemplo, el sulfato de sosa o el sulfato de magnesio.

165

Para separar las diversas capas durante estos lavados, se recomienda calentar a una temperatura comprendida entre 50 y 90°C o centrifugar las emulsiones después de cada lavado, Se puede igualmente refinar el producto bruto haciéndole pasar (bien en su estado, bien bajo forma de

170

solución, en un disolvente orgánico tal como el alcohol metílico, etílico, butílico, la acetona, el éter, la bencina, etc...) por sustancias absorbentes (tierras decolorantes, gel de sílice, etc...).

175

Sin embargo, el procedimiento más eficaz de purificación para aplicar a los productos citados anteriormente es el que consiste en hacer pasar los productos a purificar, bien en su estado, bien en solución en un disolvente miscible tal como por ejemplo el agua, los alcoholes, los éteres, las cetonas, la bencina... por cambiadores de iones catiónicos,

180

después por cambiadores de iones aniónicos, terminando la purificación con el pasapor un "mixed-bed" (mezcla de cam-

12 JUN

229007



biadores vatiónicos y aniónicos) y eliminando seguidamente el disolvente en el caso en que se hubiera utilizado uno.

185

El procedimiento general de fabricación descrito anteriormente puede aclararse con los ejemplos siguientes:

Ejemplo 1:

190

En un recipiente para destilar de una capacidad suficiente, provisto de un agitador y de un termómetro, se han introducido 932 g. (1 mol.) de aceite de ricino, 200 g. (0,5 mol.) de polietileno glicol de peso molecular 400 y 0.9 g. de sodio. Manteniendo una agitación suficiente, la mezcla se calienta hasta 150°C y se mantiene a esta temperatura hasta disolución completa del sodio.

195

La temperatura se eleva gradualmente a continuación en condiciones de vacío progresivo para alcanzar 205°C. bajo un vacío de 2 mm. de mercurio y las temperatura y presión se mantienen a estos niveles respectivos durante una hora. Después la temperatura se eleva y mantiene a 235°C, prosiguiéndose así la reacción hasta la eliminación del 77% de la glicerina teórica (la cantidad de glicerina en mezcla con el polietileno glicol arrastrado ha podido determinarse varias veces en el curso de la reacción, midiendo el índice de refracción y la densidad de la mezcla).

200

205

Se obtienen así 83 g. de una mezcla de glicerina y de polietileno glicol arrastrado simultáneamente (de los cuales 70,8 g. (0,77 mol.) son de glicerina), 1066 g. de super-lubrificante según la invención y 46 g. repartidos entre el destilado ligero recogido en las trampas y las pérdidas.

210

Las impurezas contenidas en el superlubrificante así como el catalizador han sido eliminados mediante paso por

229007 12 JUN



cambiadores de iones.

215

El lubricante según la invención, que designaremos por la referencia H₁, así purificado, responde a las características siguientes:

$$D_4^{20} = 0,9666$$

punto de congelación = -24°C

índice de saponificación = 162

220

viscosidad a 37,8°C 277 cst

" a 50,8°C 161 cst

" a 98,9°C 33,7 cst

índice de viscosidad 131

225

El aceite lubricante H₁ así obtenido es soluble en todas proporciones en las esencias ordinarias y supercarburantes para automóvil. La solubilidad en los aceites minerales es de 5% aproximadamente a la temperatura ordinaria. Su poder lubricante es muy superior al del aceite de ricino, como lo demuestran los ensayos comparativos efectuados con la máquina Faville-Levally (descrita bajo el nombre de Máquina Falex en la "Review of Institute of Petroleum" vol. 32 n° 268 de abril 1946 p.22 y en las patentes americanas n°s. 2.106.170 y 2.110.288).

230

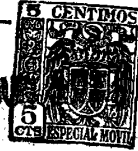
235

Los resultados de estos ensayos demuestran que las cargas de calado son mucho más elevadas cuando se utiliza el aceite lubricante según la invención. Para un funcionamiento a 100 voltios, la carga de calado pasa de 550 Kgs. para el aceite de ricino, a 725 Kgs. para el aceite según la invención; a 120 voltios, los resultados correspondientes son de 770 y 1000 Kgs. respectivamente, y a 140 voltios, de 850 y 1125 Kgs. respectivamente. Se ve que en todos los

240

229007

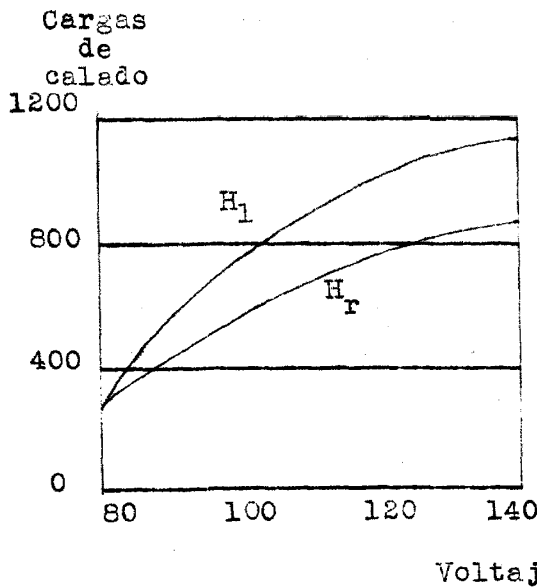
12 J



245

casos, la utilización del aceite lubricante H_1 permite alcanzar cargas de calado superiores en un 30% aproximadamente a las correspondientes a la utilización de un simple aceite de ricino H_r . El gráfico siguiente señala las curvas de las cargas de calado con la máquina Faville-Levally, en función del voltaje para el aceite H_1 y el aceite de ricino H_r ;

250



255

Variación de la carga de calado en función del voltaje.

Ejemplo 2

260

En el dispositivo descrito en el ejemplo 1 se introducen:
932 g. (1 mol.) de aceite de ricino
300 g. (0,75 mol.) de polietileno glicol de peso molecular, 400, y
0,9 g. de sodio

265

Agitando bien la mezcla, la temperatura de ésta se eleva y se mantiene después a 150°C durante algunos minutos hasta disolución completa del sodio. La temperatura se eleva a continuación gradualmente en condiciones de vacío progresivo para alcanzar 205 a 210°C bajo un vacío de 2 mm. aproximadamente de mercurio, siendo mantenidas estas condiciones de temperatura y de presión durante 6 horas hasta eliminación del 65,5% de la glicerina teórica contenida en el acei-

270



229007

te de ricino.

275 Se obtienen así 80 g. (0,66 mol.) de glicerina acompañados de 24 g. de polietileno glicol arrastrado simultáneamente, 1094 g. de aceite lubricante según la invención y 48,5 g. repartidos entre el destilado ligero recogido en las trampas y las pérdidas. Después de la purificación en cambiadores de iones, el aceite lubricante obtenido, que designaremos con la referencia H₂, responde a las características siguientes:

280

$$D_{\frac{20}{4}} = 0,9778$$

punto de congelación : -27°C

índice de saponificación: 143

285 viscosidad a 37,8° C : 214 cst

50° C : 124 cst

98,9° C : 25,2 cst

índice de viscosidad : 148

290 Es soluble en todas proporciones en las esencias ordinarias y supercarburentes para automóvil. Su solubilidad en los aceites minerales es de 2,5% aproximadamente a la temperatura ordinaria. Posee las mismas cualidades emulsionantes que el aceite descrito en el ejemplo 1 (H₁). El elevado poder lubricante de este aceite, así como de una emulsión acuosa al 10% de dicho aceite, se demuestra por los resultados de los ensayos con la máquina Faville-Levally, los cuales

295 se condensan en el cuadro siguiente:

12 JUN 48



229007

300

Cargas de calado (en Kgs.) con la máquina Faville-Levally, para un voltaje de:

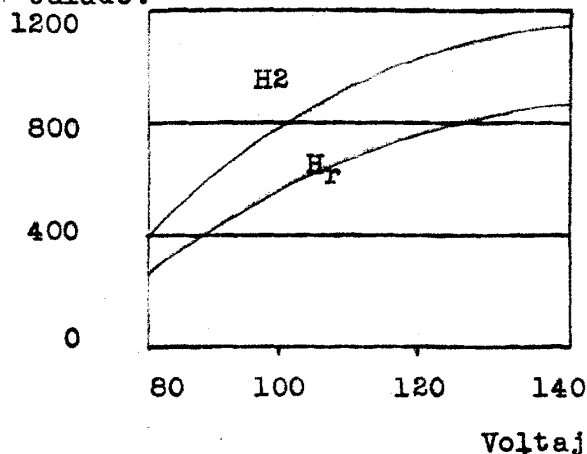
PRODUCTO	100 voltios	120 voltios	140 voltios
Aceite H ₂	800	1025	1125
Emulsión acuosa al 10% del aceite H ₂	725	1200	1900
Aceite de ricino	550	770	850

305

Los resultados referentes al aceite H₂ y al aceite de ricino H_r se representan en forma de curvas en el gráfico siguiente:

310

Cargas de calado.



315

Variación de la carga de calado en función del voltaje.

320

Ejemplo 3:

En el dispositivo descrito en el ejemplo 1, se introducen 932 g. (1 mol.) de aceite de ricino, 600 g. (1,5 mol.) de polietileno glicol de peso molecular 400, y 0,9 g. de sodio. Agitándola bien, la mezcla es elevada y mantenida después a 150°C hasta disolución completa del sodio. La temperatura se eleva gradualmente a continuación en condiciones de vacío progresivo para alcanzar 205 a 210°C bajo un vacío de 2 mm. aproximadamente de mercurio. Después de haber man-

325



229007

330 tenido esta temperatura durante 5 horas, se añaden a la mezcla reaccional 932 g. (1 mol. de aceite de ricino y 0,9 g. de sodio. Las condiciones de temperatura y de vacío se mantienen todavía durante 6 horas (205 a 210°C bajo un vacío de 2 mm. de mercurio).

335 Se obtienen así 147,6 (1,6 mol.) de glicerina (80% de la glicerina teórica), acompañada de 17 g. de polietileno glicol arrastrado simultáneamente, 2219 g. de aceite lubricante según la invención y 71 g. repartidos entre el destilado ligero recogido en las trampas y las pérdidas. Después de la purificación en cambiadores de iones, el aceite lubricante obtenido, que designaremos con la referencia H₃, responde a las características siguientes:

- 345
- | | | | |
|--------------------------|--------------------|---|----------|
| | $\frac{D_{20}}{4}$ | = | 0,9756 |
| punto de congelación | | : | -21°C |
| índice de saponificación | | : | 149 |
| viscosidad a 37,8°C | | : | 263 cst |
| " 50°C | | : | 155 cst |
| " 98,9°C | | : | 32,5 cst |
| índice de viscosidad | | : | 131 |

350 El aceite H₃, lo mismo que los aceites H₁ y H₂, es mezclable en todas proporciones con las esencias ordinarias y supercarburantes para automóvil. Su solubilidad en los aceites minerales es de 2,5% aproximadamente a la temperatura ordinaria. Posee virtualmente las mismas cualidades emulsionantes que los aceites H₁ y H₂.

355 El elevado poder lubricante del aceite H₃, así como de una solución acuosa al 10% de aceite H₃ se demuestra por los resultados de los ensayos con la máquina Faville-Levally que

229007

12



se indican en el cuadro siguiente:

360

P R O D U C T O	Cargas de calado (en Kgs.) con la máquina Faville-Levally, para un voltaje de:		
	100 voltios	120 voltios	140 voltios
Aceite H ₃	775	1000	1125
Emulsión acuosa al (10% del aceite H ₃)	825	1250	> 2000
Aceite de ricino	550	770	850

365

Los resultados referentes al aceite H₃ y al aceite de ricino H_r se representan en forma de curvas en el gráfico siguiente:

370

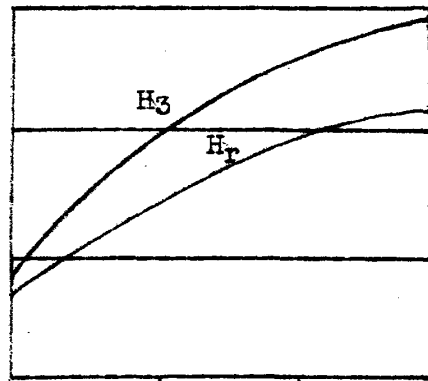
Cargas de calado

1200

800

400

0



375

80 100 120 140

Voltaje

380

Variación de la carga de calado en función del voltaje

Ejemplo 4:

En el dispositivo descrito en el ejemplo 1, se introducen 932 g. (1 mol.) de aceite de ricino, 400 g. (1 mol.) de polietileno glicol de peso molecular 400 y 0,9 g. de sodio. Agi-



229007

385 tándola bien, la mezcla se eleva y se mantiene después a
 150°C hasta disolución completa del sodio. A partir de es-
 te momento, la temperatura se eleva progresivamente en con-
 diciones de vacío progresivo para alcanzar al cabo de una
 hora 195°C bajo un vacío de 2 mm. de mercurio; permanecien-
 do idénticas las condiciones de vacío, se eleva la tempera-
 390 tura para alcanzar 204°C al cabo de la 2ª hora, 210°C al ca-
 bo de la 3ª, 217°C al cabo de la 4ª, 234°C al cabo de la 5ª,
 temperatura que se mantiene seguidamente durante media ho-
 ra. Detenida entonces la reacción, se obtienen 75 g. (0,805
 395 mol.) de glicerina (81% de la glicerina teórica), a compaña-
 da de 22 g. de polietileno glicol arrastrado simultáneamen-
 te, 1188 g. de aceite lubricante según la invención y 48
 g. repartidos entre el destilado ligero y las pérdidas.

Después de la purificación en cambiadores de iones, el
 400 aceite lubricante obtenido, que designaremos con la refe-
 rencia H₄, responde a las características siguientes:

- | | | |
|-----|--------------------------|------------|
| | 20 | |
| | D | = 0,9849 |
| | 4 | |
| 405 | punto de congelación | : -18°C |
| | índice de saponificación | : 141,5 |
| | viscosidad a 37,8°C | : 178 cst |
| | " 50°C | : 105 cst |
| | " 98,9°C | : 22,5 cst |
| 410 | índice de viscosidad | : 131 |

El aceite H₄ es soluble en las esencias ordinarias para
 415 automóvil a razón de 1,3% y en el supercarburante ternario
 en cualesquiera proporciones. Posee cualidades emulsionan-
 tes casi idénticas a las de los aceites descritos en los
 ejemplos anteriores (aceites H₁, H₂ y H₃). El elevado po-



229007

der lubricante del aceite H_4 así como de una solución acuosa al 10% de aceite H_4 se demuestra por los resultados de los ensayos con la máquina Faville-Levally que se reproducen en el cuadro siguiente:

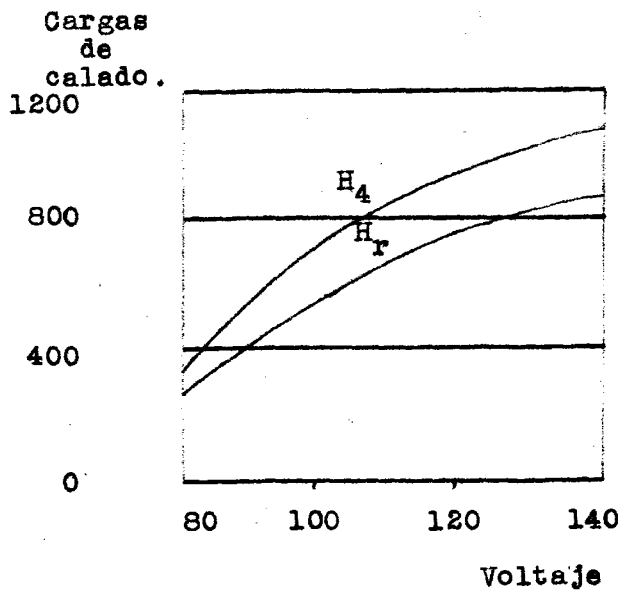
420

P R O D U C T O	Cargas de calado (en Kgs.) con la máquina Faville-Levally, para un voltaje de:		
	100 voltios	120 voltios	140 voltios
Aceite H_4	725	925	1075
Emulsión acuosa al 10% de aceite H_4	800	1100	> 2000
Aceite de ricino	550	770	850

425

Los resultados referentes al aceite H_4 , comparados con los del aceite de ricino H_r , se presentan en forma de curvas en el gráfico siguiente:

430



435

Variación de la carga de calado en función del voltaje.

440

229007



1936

El poder lubricante de los diferentes aceites descritos en los ejemplos precedentes y de las emulsiones acuosas al 10% de dichos aceites se indica en el cuadro recapitulador siguiente:

445

P R O D U C T O	Cargas de calado (en Kgs.) con la máquina Paville-Levally, para un voltaje de:		
	100 voltios	120 voltios	140 voltios
Aceite H ₁	725	1000	1125
450 Aceite H ₂	800	1025	1125
Aceite H ₃	775	1000	1125
Aceite H ₄	725	925	1075
Aceite de ricino	550	770	850
Emulsión al 10% de H ₁	750	1125	1950
455 Emulsión al 10% de H ₂	725	1200	1900
Emulsión al 10% de H ₃	825	1250	> 2000
Emulsión al 10% de H ₄	800	1100	> 2000

460

Sin embargo, conviene señalar que la invención no se limita a los aceites descritos en los ejemplos particulares citados anteriormente, sino que se aplica a todos los aceites lubricantes a base de aceite de ricino y de polietileno glicol obtenidos haciendo reaccionar los reactivos en una relación tal que el número de moléculas de aceite de ricino con respecto al número de moléculas de polietileno glicol sea superior a 2/3, y según el proceso general anteriormente descrito, no siendo detenida la reacción más que cuando el porcentaje de glicerina eliminada con relación a la glicerina teórica alcanza por lo menos el 60%, debiendo ser además

465

229007



1936

470

la cantidad de glicerina así eliminada superior a la cantidad estequiométrica de polietileno-glicol introducida como reactivo.

475

Todos los aceites así obtenidos poseen un excelente poder lubricante, bien en estado puro, bien en mezcla con otros aceites (si son mezclables), bien en mezcla con el carburante automóvil, bien finalmente bajo forma de emulsión acuosa.

480

Se puede incluso considerar la emulsión en el agua de una mezcla de un aceite según la invención con otros aceites minerales o vegetales, teniendo los fluidos así obtenidos excelentes cualidades de extrema-presión. Puede ser igualmente interesante poner los aceites según la invención en emulsión con soluciones acuosas ácidas o que contienen sales metálicas, aceites minerales o vegetales u otros productos orgánicos.

NOTA

485

En resumen: La Patente de Invención que se solicita, recaerá sobre las reivindicaciones que siguen:

490

1).- Procedimiento de fabricación de aceites lubricantes, caracterizado porque se hace reaccionar en presencia de un catalizador corriente de esterificación, el aceite de ricino y el polietileno glicol en una proporción tal que la relación del número de moléculas de aceite de ricino respecto al número de moléculas de polietileno glicol sea superior a 2/3.

495

2).- Procedimiento, según la reivindicación 1, caracterizado porque se eleva la reacción a una temperatura que puede variar entre 150 y 250°C. y a presión reducida.

3).- Procedimiento, según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque se efectúa la reacción a un vacío comprendido entre 1 y 20 mm. de mercurio.

4).- Procedimiento, según reivindicaciones anteriores, ca-

229007



500

racterizado porque se prosigue la reacción hasta la eliminación de un 60% por lo menos de la glicerina teórica y porque la cantidad de glicerina así eliminada es superior a la cantidad estequiométrica de polietilo glicol utilizada como reactivo.

505

5).- Procedimiento, según reivindicaciones anteriores, caracterizado porque se puede, o bien facilitar el desprendimiento de la glicerina por introducción de una ligera corriente de nitrógeno o de un fluido gaseoso, o bien eliminar la glicerina a medida de su formación por destilación aceotrópica con la ayuda de un disolvente apropiado.

510

6).- Se reivindica, por último, como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:
"PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE ACEITES LUBRICANTES".

515

Todo conforme queda descrito en la presente memoria, que consta de diez y nueve páginas escritas a máquina.

Madrid, 7 junio 1956

ALFONSO UNGRIA