



294246

294246

PATENTE DE INVENCION

por 20 años

por "Un método para la obtención de una composición lubri-
cante" - - - - -

a favor de THE BRITISH PETROLEUM COMPANY LIMITED, de nacio-
nalidad británica, domiciliada en Britannic House, Finsbury
Circus, LONDON E.C.2 (Gran Bretaña).

- - - - -

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención está relacionada con las composi-
ciones lubricantes que contienen un aditivo para mejorar
el índice de viscosidad del lubricante.

5 Es sabido que ciertos olefinas polímeros son efectivos
para mejorar el índice de viscosidad de los aceites lubri-
cantes cuando son adicionados a los mismos en pequeñas canti-
dades, siendo el más conocido de estos aditivos el polisobuti-
leno. No obstante, estos editivos conocidos sufren la desven-
taja de no ser muy estables a la cortadura y con el uso de-
10 caer con el resultado que el lubricante sufre una reducción
en viscosidad e índice de viscosidad. Aunque la estabilidad
de cortadura es importante en los modernos aceites para moto-
res que requieren un índice de viscosidad muy elevado, es aún

**294246**

más importante en los aceites para máquinas. Los aceites para máquinas, particularmente los aceites para ejes posteriores están sometidos a severos esfuerzos cortantes cuando se usan, y lo son durante tiempos considerablemente mayores que los aceites para motores, de manera que aún cuando un índice de viscosidad muy elevado no es tan importante en los aceites para máquinas como lo es en los aceites para motores, es muy conveniente que un aceite para máquinas de índice de viscosidad moderadamente elevado no sufra una sustancial reducción del mismo o de viscosidad durante su empleo.

Por el método de la invención se ha logrado obtener una composición lubricante que contiene como particular aditivo una olefina que sustancialmente mejora el índice de viscosidad de la composición y sin embargo no sufre la misma extensión de inestabilidad de cortadura que los lubricantes que contienen un índice de viscosidad mejorado con poliolefinas del tipo que actualmente son conseguibles en el comercio.

El método de la invención consiste en preparar un polímero 4-metilpenteno-1, sólido o semisólido, que tenga un número limitado de viscosidad del orden de 0.1 a 1.5, especialmente 0.1 a 1.0, por polimerización del monómero en presencia de un catalizador Friedel-Crafts a una temperatura comprendida entre los 20 y -120 grados centígrados, preferiblemente entre 0 y -120 grados centígrados, y mezclar luego una menor cantidad en peso de este polímero 4-metilpenteno-1, de preferencia 0.1 a 25 por cien, especialmente 0.1 a 10 por cien, en peso de la composición, con una mayor cantidad de un



294246

aceite base lubricante, que puede ser mineral o sintético.

El número limitado de viscosidad de un polímero puede ser empleado de la forma conocida para suministrar un ajuste aproximado del número molecular promedio de peso del polímero. Los polímeros que tienen un número limitado de viscosidad de 0.1 tienen un MW en la región de 6000, los que lo tienen de 0.5 tienen un MW en la región de 15.000 y los que lo tienen de 1.5 tienen un MW en la región de 50.000, pero se comprende que estos datos son muy aproximados. La estabilidad de cortadura de los polímeros parece variar inversamente al número limitado de viscosidad siendo más estable tal estabilidad cuando dicho número es bajo que cuando es alto. En otras palabras, los polímeros con un número limitado de viscosidad bajo mejoran menos el índice de viscosidad que los polímeros con número limitado de viscosidad alto. En general, para un aceite de máquinas, un polímero con número limitado de viscosidad comprendido entre 0.1-1.0, especialmente entre 0.1-0.5, dará una mejora adecuada del índice de viscosidad para un aceite lubricante mejorado y tiene buena estabilidad a la cortadura. Para un aceite para motor puede ser necesario a fin de hallar un índice de viscosidad dado oportuno, emplear más polímero o un polímero de más alto número limitado de viscosidad, pero en el último caso se aprecia alguna pérdida en la estabilidad de cortadura.

El número limitado de viscosidad de los polímeros empleados como aditivos en el método de la invención, depende primeramente de la temperatura a que la polimerización fue efectuada. En general, temperaturas más elevadas que las anteriormente mencionadas dan por resultado polímeros de nú-



294246

mero limitado de viscosidad bajo y viceversa. Por ejemplo, temperaturas de polimerización comprendidas entre 0 y -60 grados centígrados dan generalmente por resultado que se produzcan polímeros con número limitado de viscosidad comprendido aproximadamente entre 0.1 y 1.

La cantidad de polímero adicionado al aceite base dependerá principalmente del grado de mejora requerido para el índice de viscosidad. Los nuevos aceites base lubricantes del petróleo son generalmente refinados a un favorablemente elevado índice de viscosidad, por ejemplo 85 a 110, y los aceites sintéticos también tienen buenos índices de viscosidad de manera que muy pequeñas cantidades de polímero, por ejemplo 0.5 a 7.5 por cien en peso, pueden bastar para satisfacer el requerido índice de viscosidad de la composición final. Un moderno aceite para máquinas multigrado (por ejemplo un SAE 80/90 grados) generalmente tiene un índice de viscosidad comprendido entre 110 - 120 y un moderno aceite para motor multigrado generalmente tiene un índice de viscosidad comprendido entre 120 - 145.

Los catalizadores Friedel-Crafts más convenientes para efectuar la reacción de polimerización son el cloruro aluminico, bromuro aluminico, trifluoruro de boro, fluoruro de hidrógeno, tetracloruro de titanio, cloruro estánnico y tribromuro de boro. La concentración del catalizador puede ser la que generalmente se emplea en tales reacciones de polimerización. Por ejemplo, en el caso de cloruro aluminico, unas concentraciones convenientes son las comprendidas entre 0.1-2 por cien en peso, de preferencia entre 0.3-1.5 por cien en peso, basadas en el peso del monómero.



294246

La reacción de polimerización es normalmente efectuada en un disolvente. Los disolventes preferidos son los hidrocarburos disolventes (por ejemplo n-heptano) hidrocarburos disolventes halogenados (por ejemplo cloruro de etilo o cloruro de metilo) y dióxido de azufre líquido. El polímero puede ser preparado por adición de una solución diluída (por ejemplo 0.5 a 5 por cien en peso) del catalizador en un disolvente a una mezcla de 4-metilpenteno-1 y disolvente, la concentración de 4-metilpenteno-1 estando de preferencia entre 10 y 50 por cien en peso. La reacción de polimerización es completa generalmente en 30 segundos a 1 hora y el polímero puede recuperarse apartando el disolvente por la acción del vapor y secando el polímero por calentamiento al vacío o por precipitación del polímero en metanol o acetona y secado por calentamiento bajo vacío.

Los polímeros 4-metilpenteno-1 producidos como se ha descrito anteriormente son sólidos o semisólidos a temperatura normal. El elevado peso molecular de algunos puede ser una dificultad para la disolución en los aceites lubricantes en cuyo caso es ventajoso adicionarlos en forma de una disolución en n-heptano, tricloroetileno, u otro disolvente conveniente, siendo el disolvente seguidamente evaporado del aceite lubricante. Para este propósito puede usarse la solución de polímero en disolvente que resulta de la reacción de polimerización.

La composición obtenida según el método de la invención puede, de paso, también contener otros aditivos de los aceites lubricantes tales como son convencionalmente usados, por ejemplo antioxidantes, detergentes y aditivos de extrema presión.

Por vía de ejemplo, un número de composiciones lubricantes



294246

obtenidas según el método de la invención fueron preparadas de los siguientes aceites base y polímeros.

Aceites base X y Y. Estos fueron en su totalidad aceites base refinados obtenidos aceites crudos Medio Oriente.

5 Polímeros. Los polímeros fueron preparados por adición de 1 por cien de disolución de cloruro aluminico en cloruro de etilo a una mezcla de 4-metilpenteno-1 y heptano. Al completarse la reacción fué adicionado metanol para desactivar el catalizador y el polímero fué precipitado por adición de acetona.

10 Las distintas reacciones se dan en la Tabla 1.

T A B L A 1

Polímero	Tanto por cien en pe- so concen- tración de 4-metilpen- teno-1 en mezcla de reacción	Tiempo de reacción grados centígra- dos	Tiempo de reacción minutos	Tanto por cien de conversión 4-metilpen- teno-1	Número límite de visco- sidad
CPC 11	30	0	45	76	0.20
CPC 6	20	20	45	38	0.30
CP 98	20	20	15	90	0.42
CP 94	20	30	15	92	0.50
CP 97	20	40	15	82	0.60
CPC 37	30	25	45	94	0.50

La viscosidad cinemática y las determinaciones del índice de viscosidad fueron hechas en los aceites base y las composiciones según la invención y los resultados se dan en la Tabla 2 que sigue. Se dan también algunos resultados de una prueba de estabilidad de cortadura en la que el aceite conteniendo el polímero fué bombeado a presión elevada a través de un estrecho orificio de manera de producir una proporción de cortadura del orden de 10^7 sec^{-1} en el orificio. La viscosidad cinemática

15



29
294246

del aceite fué medida después de 1, 100 y 250 ciclos a través del orificio.

T A B L A 2

Composición	Aceite base	Polímero	Concentración de polímero en la composición	Viscosidad en la temperatura de prueba	Índice de viscosidad	Prueba de estabilidad a la cortadura	Tanto por cien de pérdida a velocidad cíclica contribuida por el polímero después de 1 ciclo	Tanto por cien de pérdida a velocidad cíclica contribuida por el polímero después de 100 ciclos	Tanto por cien de pérdida a velocidad cíclica contribuida por el polímero después de 250 ciclos
	X	-	-	6.53	103	-	-	-	-
A	X	CPC 11	6.30	12.4	118.5	Nada	Nada	Nada	Nada
BB	X	CPC 6	4.5	12.4	122.0	-	-	-	-
C	X	CP 98	3.25	12.4	124.5	1.0	4.0	6.5	5.1
D	X	CP 94	2.60	12.4	125.5	33.0	11.0	14.5	8.4
E	X	CP 97	2.35	12.4	126.0	3.0	13.0	17.5	9.1
F	X	CPC 37	2.80	12.4	125.5	2.7	9.5	13.3	5.2
M	X	PIB1	3.05	12.4	126.5	16.0	32.5	37.5	18.2
N	X	PIB2	2.95	12.4	126.0	11.2	29.2	35.2	20.5

Se notará que las composiciones obtenidas según el método de la invención tienen un índice de viscosidad mucho más mejorado comparado con los aceites base empleados en ellas y, además, las composiciones fueron sustancialmente inafectadas de cortadura aún cuando las composiciones lubricantes que contienen el índice de viscosidad comercial mejorado son muy sensibles a la cortadura.

La principal aplicación de un aceite para máquinas multigrado es en la lubricación de ruedas helicoidales cónicas en los ejes posteriores de los vehículos a motor. Uno de los requerimientos más importantes de un aceite tal es tener buen



294246

na estabilidad de cortadura y, a fin de fijar estas características, una prueba en el eje posterior de un Ford Zephyr fué efectuada empleando un aceite mezclado a las SAE 80/90 viscosidades requeridas y conteniendo un adivo de extrema presión comercial ya que éste es generalmente necesario en un aceite para ejes posteriores.

5

La actual composición fué:

Aceite base Y	82.5	por cien en peso
Polímero GPC 11	10.0	por cien en peso
Aditivo EP	7.5	por cien en peso

10

Se efectuó prueba en unas 5000 millas y las muestras del aceite fueron tomadas periódicamente y se efectuaron también determinaciones de la viscosidad cinemática y del índice de viscosidad como se muestra en la Tabla 3. El aceite base Y tenía una viscosidad cinemática a 210 grados fahrenheit de 8.1 centistokes y un índice de viscosidad de punto bajo 100. La mezcla de aceite base y aditivos únicamente tenía una viscosidad cinemática a 210 grados fahrenheit de 8.5 centistokes.

15

T A B L A 3

Prueba en millas	0	200	400	600	800	1000	1500	2000	3000	4000	5000
Viscosidad cinemática a 210 grados Fahrenheit centistokes	2.44	20.05	19.46	19.16	18.84	18.66	17.68	17.63	16.86	17.38	16.95
VI	115	115	114	113	113	113	114	112	113	111	110
Tanto por cien de pérdida a viscosidad cinemática de mezcla a 210 grados Fahrenheit debido al polímero	-	10.7	15.3	17.6	20.1	21.4	29.0	29.4	25.3	31.5	34.4



294246

5

Los resultados expuestos comparados con los resultados obtenidos usando 10 por cien en peso del que se consideraba ser el mejor de los comercialmente conocidos mejoradores del índice de viscosidad, en lugar de CFC 11, mientras que una pérdida de viscosidad cinemática a 210 grados fahrenheit de 51 por cien ocurría después de 5000 millas.

10

Las propiedades de la carga contenedora de composición P fueron fijadas mediante una prueba Shell Four Ball y fueron establecidas satisfactorias. Los resultados de la prueba se dan en la tabla 4 en comparación con un aceite SAE 90 EP comercial.

T A B L A 4

	Composición P	Acete SAE 90 EP
Carga media hertziana	65.2 kilogramos	62.4 kilogramos
Carga retrasada captada a 2 ^o segundos	150-200 kilogramos	144 kilogramos
Carga de soldadura	340 kilogramos	300 kilogramos
Carga captada inicial	100 kilogramos	95 kilogramos

N O T A

Por la patente de invención a que se refiere la presente memoria descriptiva se REIVINDICA la propiedad y la explotación exclusiva de:

15

1.- Un método para la obtención de una composición lubricante, caracterizado por el hecho de que consiste en preparar un polímero 4-metilpenteno-1, sólido o semisólido que tenga un número limitado de viscosidad del orden de 0.1 a 1.5



294246

por polimerización del monómero en presencia de un catalizador Friedel-Crafts, a una temperatura comprendida entre los 20 y 120 grados centígrados, y mezclar luego una menor cantidad en peso de este polímero 4-metilpenteno-1 con una mayor cantidad de un aceite base lubricante,

2.- Un método tal como el especificado en 1, caracterizado por el hecho de que la cantidad de polímero empleado es de 0.1 a 25 por cien en peso de la composición.

3.- Un método tal como el especificado en 2, caracterizado por el hecho de que la cantidad de polímero empleado es de 0.1 a 10 por cien en peso de la composición.

4.- Un método tal como el especificado en una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado por el hecho de que el monómero ha sido polimerizado a una temperatura comprendida entre los 0 y -120 grados centígrados.

5.- Un método tal como el especificado en 4, caracterizado por el hecho de que el número limitado de viscosidad del polímero está comprendido entre 0.1 y 1.0.

6.- Un método tal como el especificado en 5, caracterizado por el hecho de que el monómero ha sido polimerizado a una temperatura comprendida entre 0 y -60 grados centígrados.

7.- Un método tal como el especificado en 6, caracterizado por el hecho de que el número limitado de viscosidad está comprendido entre 0.1 y 0.5.

8.- Un método tal como el especificado en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que el aceite base empleado es un aceite lubricante refinado del petróleo que tiene un índice de viscosidad comprendido entre 85 y 110.

29



- 11 -

294246

9.- "Un método para la obtención de una composición lubricante".

Consta la presente memoria descriptiva de once hojas foliadas, escritas por una sola cara.

Barcelona, 29 de Noviembre de 1963.

P. p. de: THE BRITISH PETROLEUM COMPANY LIMITED,

J. BONET DEL RIO
P. P.