



PATENTE DE INVENCION

PL 47.

310153

*Memoria Descriptiva*

*sobre:*

"Procedimiento para la preparación de aditivos para lubricantes".

-----

*Solicitante:*

PROGIL, entidad francesa,  
residente en 77 rue de Miromesnil,  
Paris 8e, Francia.

-----

La presente invención se refiere a nuevos aditivos para lubricantes, y, muy particularmente, a productos susceptibles de conferir a los aceites lubricantes propiedades de extrema presión, haciéndolos más aptos para la utilización como

5.

310153



-2-

compuestos esmerilantes. Tiene igualmente por objeto un procedimiento de preparación de estos productos nuevos.

- Es práctica corriente el incorporar a los lubricantes diversos coadyuvantes cuya misión consiste en mejorar el poder lubricante, inhibir la corrosión, servir como agentes de dispersión o de modificadores de la viscosidad, etc. En el caso muy importante de los compuestos esmerilantes, que trabajan por lo general en condiciones de utilización severas, resulta imperativo emplear aditivos cuidadosamente escogidos. En efecto, cuando se somete a presiones muy elevadas, desarrolladas sobre el filo de la herramienta, la película lubricante, formada por un aceite normal, presenta la tendencia a romperse, lo cual suprime la lubricación en el punto en que normalmente debería ejercerse. La incorporación de un aditivo tiene aquí como finalidad el provocar la formación de una segunda película lubricante, más resistente que la primera, tanto sobre el filo de la herramienta como sobre la pieza en contacto con éste.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

- Ya se han citado hasta el presente gran número de aditivos de extrema presión, que, en su mayoría, son derivados clorados, derivados sulfurados o fosforados, solos o en combinación. Entre los compuestos clorados más corrientemente utilizados, se pueden señalar los di- ó polifenilos clorados y, sobre todo, las parafinas cloradas.
- 25.
- 30.
- Se ha preconizado igualmente la utiliza-



5. ción de cloroalcoibencenos tales como, por ejemplo, el dodecilbenceno clorado a 35,5% obtenido bajo la forma de aceite opaco rojo-castaño por cloración del hidrocarburo en presencia de radiaciones U.V. a temperaturas crecientes, que varían entre 100 y 220°C.

10. Los nuevos aditivos según el invento poseen una eficacia acusadamente superior a la de los derivados clorados ya conocidos, es decir que los grados de desgaste del órgano metálico que trabaja bajo fuertes presiones son, comparativamente, mucho menos elevados y, además, los fenómenos de roce del órgano o herramienta no se producen más que en ocasión de presiones muy fuertes, superiores a las que corresponden por ejemplo a las parafinas cloradas. Por otra parte, dado su porcentaje más elevado en cloro, estos aditivos pueden utilizarse en dosis muy débiles y, en todo caso, para grados de desgaste y presiones de roce idénticas, acusadamente inferiores a los de los cloroalcoibencenos ya conocidos.

15. Estos aditivos, según la presente invención, están constituidos por hidrocarburos aromáticos sustituidos por uno o varios radicales alcoilos aromáticos sustituidos por uno o varios radicales alcoilos clorados, conteniendo uno por lo menos de estos radicales 5 átomos como mínimo de carbono, y siendo la proporción total del contenido en cloro de dichos hidrocarburos superior al 50%.

20. El radical alcohol de cadena larga puede

310153



-4-

- contener de 5 a 30 átomos de carbono, pudiendo ser la cadena alifática lineal o ramificada. Los hidrocarburos aralcoílicos clorados por sustitución sobre cadenas laterales y comprensivos de varios radicales alcoilos de cadena media o larga en el núcleo aromático,
5. así como mezclas de hidrocarburos aralcóilicos que comprendan a la vez radicales alcoilos inferiores y por lo menos un radical alcool de más de 5 átomos de carbono, entran igualmente en el marco del invento.
10. Los porcentajes de cloro fijado en el radical alifático pueden variar entre amplios límites, pudiendo contener los aditivos según la invención un total de 50 a 75% de cloro. El procedimiento de cloración según el invento consiste en enviar una corriente de cloro al hidrocarburo o mezcla de hidrocarburos alcoil aromáticos mantenido en la oscuridad, a una temperatura comprendida entre 40 y 180°C.
- 15.
20. La reacción, que se efectúa de preferencia en ausencia de solvente, no precisa generalmente utilización de catalizador. No obstante según una variante del procedimiento objeto del invento, se pueden utilizar pequeñas cantidades, por ejemplo de 2 a 8% del peso de la carga, de un catalizador que favorece la cloración del hidrocarburo aralcóilico en la cadena o en las cadenas laterales. Este catalizador puede estar constituido, por ejemplo, por un polihalogenuro de fósforo, como el tricloruro de fósforo. En tales condiciones,
- 25.
30. la temperatura reaccional puede descender notable-



mente; se sitúa entonces, generalmente, entre 40 y 100°C.

- Como hidrocarburos aralcoílicos de partida, se pueden utilizar por ejemplo hidrocarburos bencénicos sustituidos por un radical alcoil de cadena larga tal como: pentilo, hexilo, octilo, nonilo, decilo, dodecilo, tridecilo, tetradecilo, etc. El radical alcoil puede además ser ramificado, pudiendo sustituirse uno o varios hidrógenos de los carbonos de la cadena lineal por radicales alcoiles tales como: metilo, etilo, propilo, etc. Como radicales, alcoiles ramificados, se pueden citar, por ejemplo, el metil-2 pentilo, el dimetil-2,3 pentilo, el metil-2 propil-4 pentilo, el etil-2 hexilo, el dimetil-4,6 nonilo, etc.
5. Son aditivos igualmente ventajosos los constituidos por productos de cloración de "alquilatos" o mezclas de alquilatos pesados, obtenidos en el curso de la destilación de productos de alcoilación del benceno por olefinas ramificadas o no (como por ejemplo el tetrámero de propileno). Se pueden citar por ejemplo, los alcoil- o polialcoilbencenos conocidos bajo las marcas depositadas: Progiline 152, Solgil 54, Solgil 109, Solgil 110, Alkylat 1163, etc. Como queda indicado más arriba, se pueden igualmente utilizar mezclas de estos productos en las que la longitud de la cadena alcóilica varía entre 5 y 30 átomos de carbono.
10. 15. 20. 25.

- La reacción se efectúa generalmente bajo presión atmosférica pero se puede trabajar, bien entendido, bajo presiones superiores o inferiores.
- 30.



Puede efectuarse en continuo o en discontinuo, y es posible determinar el contenido de cloro fijado por los métodos habituales, tales como, por ejemplo, la medida de las variaciones de las características físicas como la densidad, el índice de refracción, etc.

5.

Los productos clorados obtenidos según la invención se presentan bajo la forma de líquidos más o menos viscosos, o de sólidos, generalmente incoloros o débilmente coloreados en amarillo-anaranjado. Su proporción de cloro total se sitúa preferentemente, para la aplicación del invento, entre 52 y 60%.

10.

Aun cuando los nuevos aditivos según el invento sean muy eficaces, una variante del invento permite reforzar aún más su acción. Con arreglo a esta variante, el efecto de los policloro-alcooil-arilos sobre la lubricación aumenta, de modo sorprendente, por la unión de polisulfuros de polihalogeno-arilos resinosos, que mejoran los propios aceites lubricantes, pero en un grado menor que cuando se emplean conjuntamente con los policloro-alcooil-arilos más arriba descritos, con un polisulfuro de policloro-arilo resinoso, soluble en los hidrocarburos, de que se trata en la patente francesa nº 1.339.529 o nº 1.335.514, se observa un hecho inesperado; que el aditivo mixto formado es más activo que cada uno de sus constituyentes tomados por separado. El polisulfuro de halógeno-arilo empleado contiene por lo general, en peso, de 15 a 25% de azufre y de 44 a 55% de cloro.

15.

20.

25.

30.



- El aditivo mixto, según la variante del invento, puede contener proporciones variables de cada uno de sus constituyentes, por ejemplo de 10 a 90 partes en peso de policloro-alcooil-arilo para
5. respectivamente 90 a 10 partes de polisulfuro de halógeno-arilo resinoso.

El contenido de lubricantes en este aditivo mixto puede ser, con ventaja de 2 a 10% en peso.

10. Mientras que ciertos aditivos clorados del invento son relativamente estables en el tiempo a la temperatura ordinaria, otros se descomponen más o menos rápidamente de los 30 a los 40°C., liberando ácido clorhídrico. Es posible limitar considerablemente esta degradación incorporando al producto
15. clorado uno o varios estabilizadores al calor y/o a la luz, de los tipos conocidos. Se pueden añadir, por ejemplo, a título no limitativo: sales metálicas de ácidos grasos, como los lauratos, estearatos de
20. Ba o Cd, derivados organostánicos, agentes epoxidados, hidroxibenzofenonas, derivados de óxido de alcoileno, sulfonamidas, morfollinas, etc.

- Entre los estabilizantes susceptibles de aportar una buena estabilización de los aditivos
25. clorados según el invento, hasta temperaturas de 150°C. y más figuran por ejemplo compuestos epoxidados -como el aceite de soja epoxidado empleado a razón de 1 a 10% del peso de hidrocarburo clorado, solo o en mezcla con 0,5 a 4% de una hidroxibenzo-
30. fenona, tal como la hidroxí-2 metoxi-4 benzofenona.

310153



-8-

Además, es a veces ventajoso, para mejorar la resistencia a la corrosión en presencia de los aditivos clorados, incorporar pequeñas cantidades de inhibidores de corrosión de tipo conocido, tales como por ejemplo aminas o poliaminas, mercaptanos, compuestos alcalinos, susceptibles de neutralizar los productos de descomposición que pudieran formarse al utilizar el compuesto esmerilante.

5. La dosis de aditivo clorado a incorporar en un lubricante, para permitir su utilización como compuesto esmerilante de extrema presión, es evidentemente función de la naturaleza de este lubricante y del trabajo para el que está destinado. Esta dosis puede variar generalmente entre límites bastante amplios, por ejemplo entre 0,2 y 20% del peso de lubricante. En el caso de los compuestos esmerilantes para alta presión, las dosis favorables quedan comprendidas con frecuencia entre 2 y 10% en peso. Resulta generalmente ventajoso utilizar una proporción de aditivo tal que el contenido en cloro en la composición lubricante sea del orden de 1,5 a 4%. Se observa entonces una elevación muy fuerte del límite de roce, así como un descenso considerable de desgaste de la herramienta.
10. Los aceites lubricantes que contienen los aditivos objetos del invento pueden utilizarse en numerosas aplicaciones, tales como por ejemplo puentes hipoides, motores, corte de metales, lubricación de los taladros y pasos de vástago en la perforación de pozos de petróleo, etc.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



- Los ejemplos que siguen, citados a título no limitativo, muestran como puede llevarse el invento a la práctica. Los ejemplos 1 a 6 ilustran la preparación de cierto número de hidrocarburos aralcolílicos clorados a más de 50%, según el invento. Los ejemplos 7 a 14 ponen en evidencia los buenos resultados obtenidos en la utilización de estos productos clorados como aditivos de extrema presión, así como su superioridad con relación a los aditivos clorados ya conocidos.
- 5.
- 10.

- Las pruebas de aditivos a los compuestos esmerilantes se han efectuado, con la máquina SHELL de 4 esferas, descrita particularmente en la revista "Engineering" del 13 de julio de 1.933, vol. 136, p. 46. Los valores indicados en los cuadros para la determinación del desgaste constituyen la media de tres pruebas concordantes.
- 15.

Salvo indicación en contrario, todos los porcentajes se indican en partes en peso.

20. EJEMPLO 1 -

- Se utilizó como hidrocarburo inicial una reacción de productos de alcoilación del benceno con ebullición entre 160 y 210°C y que contenía una mezcla de alcoilbencenos de fórmula bruta media  $C_6H_5C_6,7H_{14,4}$ .
- 25.

- En un globo de dos litros, dispuesto en la oscuridad, provisto de un agitador, de un refrigerante, de un tubo de llegada de gas y de un sistema de calentamiento, se cargaron 410 g. del hidrocarburo indicado. Después, una vez calentado
- 30.

310153



-10-

el globo a 120°C. aproximadamente, se hizo pasar al mismo una corriente de cloro de un caudal medio de 24 l/h.

5. Después de 30 horas de cloración a temperatura comprendida entre 120 y 125°C, seguida de desgasificación del globo por nitrógeno, se obtuvieron 880 g. de un líquido amarillo claro, viscoso, con un contenido de 55,6% en cloro.

10. Los análisis del producto, efectuados sobre espectros de resonancia magnética nuclear así como espectros I.R. y U.V., han permitido establecer que la cloración se había efectuado en su mayor parte (esto es, a más del 75% del cloro consumido) sobre la cadena alcoil del hidrocarburo de partida. El producto clorado presentaba las características:  $d_4^{20} = 1,460$ ;  $n_D^{20} = 1,5805$ .

EJEMPLO 2 -

20. Se operó con el mismo equipo y con la misma materia prima que en el ejemplo 1. Partiendo de 842 g. de hidrocarburo, se efectuó la cloración en la oscuridad durante 30 horas, manteniendo la temperatura entre 150°C y 155°C. Se reguló la cantidad de cloro en un grado de aproximadamente 60 l/h durante 10 horas y después de 48 l/h durante las 10 horas siguientes, para pasar finalmente a 24 l/h en el curso de las 10 últimas horas. Después de la desgasificación del globo por nitrógeno se obtuvieron 1873 g. de un alcoilbenceno clorado principalmente en la cadena, que se presentó bajo la forma de un líquido viscoso, amarillo-anaranjado,
- 30.



con una proporción de 57,2% en cloro. Índice de refracción:  $n_D^{20} = 1,5914$ . Densidad =  $d_4^{20} = 1,495$ .

EJEMPLO 3 -

5. Se trabajó con el mismo equipo y sobre el mismo hidrocarburo de partida que en el Ejemplo 1, pero partiendo de 274 g. de producto al que se añadieron 13,7 g (o sea, 5% en peso), de  $PCl_3$ . Manteniendo un caudal de cloro de 24 l/h durante 55 horas y a 50°C. (siempre en la oscuridad) se obtuvieron 560 g. de un líquido incoloro viscoso que poseía una proporción de 52,8% en cloro.
10. Características:  $d_4^{20} = 1,415$        $n_D^{20} = 1,574$

EJEMPLO 4 -

15. Se operó con las mismas materias primas que en el ejemplo 3 pero con las proporciones y en las condiciones siguientes:

|     |                        |  |
|-----|------------------------|--|
|     | peso de hidrocarburo : | 322 g.   |
|     | peso de $PCl_3$ :      | 10 g. (3% en peso)                                     |
| 20. | caudal de cloro :      | 36 l/h durante 12 h. y después<br>24 l/h durante 12 h. |
|     | temperatura :          | 90 a 100°C.  |

25. Después de desgasificación de la masa reaccional por una corriente de nitrógeno a 95°C durante 1h30 se obtuvo 665 g. de un líquido viscoso limpio e incoloro, con un 54,2 % en cloro.

Características:  $n_D^{20} = 1,578$        $d_4^{20} = 1,440$

EJEMPLO 5 -

30. Clorando 410 g. de dodecibenceno en la oscuridad, a una temperatura de 120-125°C, y con

310153



-12-

un caudal de cloro de 24 l/h, se obtuvieron, después de 22 horas, 843 g. de un sólido rojo-castaño con un contenido de 55,0% en cloro.

EJEMPLO 6 -

5. Se trabajó, como indicado en el Ejemplo 1 utilizando, inicialmente, una fracción de alcoilbencenos con ebullición entre 160 y 240°C, en los que el número de átomos de carbono de las cadenas alcoil variaba entre 5 y 11. Clorando en la oscuridad con un caudal de cloro de 30 l/h durante 15 horas y después de 20 l/h. a una temperatura comprendida entre 115 y 120°C, se obtuvo, después de 36 horas, un líquido viscoso limpio, de color amarillento, con una proporción de 54,7% de cloro.

10. EJEMPLO 7 -

15. Con el fin de estudiar sus características a extrema presión en un lubricante, se diluyó el producto obtenido en el ejemplo 1, por una parte, en un aceite del tipo nafténico "SHELL carnea 21" (marca de fábrica), por otra parte, en un aceite del tipo parafínico "350 Neutral" (marca de fábrica) que designa un aceite de engrasado obtenido por la destilación del petróleo, cuya viscosidad Seybolt a 37°C es de 350); el grado de dilución era tal que la proporción en cloro en cada uno de los aceites era de 2,64% (o sea aproximadamente 4,7 g. de coadyuvante en 100 g. de mezcla).

20. El cuadro siguiente dá los grados de desgaste observados, en función de la presión, después de efectuar la medida sobre la máquina de 4
- 25.
- 30.



bolas. A título comparativo, se efectuaron otras dos pruebas exactamente en las mismas condiciones que quedan expuestas, pero con una parafina clorada, utilizada en la misma dosis, en lugar del aditivo clorado del invento.

5.

DESGASTE (en mm)

| <u>PRESION</u><br>en Kgs. | <u>Alcooilbenceno clorado</u><br>según la invención |                        | <u>Parafina clorada</u> |                        |
|---------------------------|---|------------------------|-------------------------|------------------------|
|                           | Aceite nafténico                                    | Aceite para-<br>fínico | Aceite naf-<br>ténico   | Aceite para-<br>fínico |
| 60                        | 0,50  | 0,20                   | 0,60                    | 0,45                   |
| 100                       | 0,60  | 0,55                   | 0,90                    | 0,60                   |
| 150                       | 1,15  | 0,80                   | 1,50                    | 1,30                   |
| 180                       | 1,60  | 1,25                   | 2,10                    | 1,70                   |
| 200                       | 1,70  | 1,50                   | roce a<br>190 kg.       | roce a<br>185 kg       |
| 240                       | 2   | 1,85                   |                         |                        |
|                           |   | roce a 250 kg.         |                         |                        |

EJEMPLO 8 -

Se trabajó en las mismas condiciones de dilución que en el ejemplo 7, utilizando como aditivo el alcooilbenceno clorado a 54,2 %, obtenido según el ejemplo 4. Las pruebas con la máquina de 4 bolas dieron, en este caso, los resultados reunidos en el cuadro siguiente, para cada uno de ambos aceites, nafténico y para-  
fínico, con 4% de aditivo:

15.

3 0153



-14-

| <u>PRESION</u><br>(en Kgs.) | <u>DESGASTE</u> (en mm) |                          |
|-----------------------------|-------------------------|--------------------------|
|                             | <u>Aceite nafténico</u> | <u>Aceite parafínico</u> |
| 75                          | 0,50                    | 0,50                     |
| 100                         | 0,55                    | 0,65                     |
| 150                         | 1,20                    | 1,20                     |
| 200                         | 1,55                    | 1,55                     |
| 270                         | 2,20                    | 1,80                     |
| 300                         | roce                    | roce                     |

EJEMPLO 9 -

5. Se operó como queda indicado en el ejemplo 7, con las mismas proporciones de cloro y los mismos aceites, pero utilizando como aditivo el alcoilbenceno con 54,7% de cloro, preparado según el ejemplo 6. Los resultados obtenidos fueron:

| <u>PRESION</u><br>(en Kgs.) | <u>DESGASTE</u> (en mm) |                          |
|-----------------------------|-------------------------|--------------------------|
|                             | <u>Aceite nafténico</u> | <u>Aceite parafínico</u> |
| 75                          | 0,65                    | 0,45                     |
| 100                         | 0,70                    | 0,50                     |
| 150                         | 1,0                     | 0,60                     |
| 180                         | 1,60                    | 1,50                     |
| 240                         | 2,10                    | 2,10                     |

EJEMPLO 10 -

10. Se han efectuado pruebas comparativas con la máquina de 4 bolas diluyendo en un aceite nafténico, en las mismas condiciones que en el ejemplo 1, por una parte el dodecilbenceno clorado a 55% del ejemplo 5 expuesto (producto A), y por



otra parte dodecibenceno clorado a 30% (producto B) ya conocido por sus propiedades de extrema presión.

5. Se utilizó el hidrocarburo clorado a 30% en una proporción netamente superior a la del producto clorado a 55% para dar, después de los mismos grados de dilución en el aceite, proporciones iguales en cloro (2,50%).

10. Se obtuvieron los resultados consignados en el cuadro siguiente:

| <u>PRESION</u><br>(en kgs.) | Producto A | <u>DESGASTE</u> (en mm.)<br>Producto B |
|-----------------------------|------------|--|
| 75                          | 0,50       | 0,50                                   |
| 100                         | 0,60       | 0,60                                   |
| 150                         | 0,82       | 0,96                                   |
| 180                         | 1,0        | 1,50                                   |
| 200                         | 1,25       | 1,95                                   |
| 250                         | 1,75       | 2,45                                   |
| 280                         | 2,0        | roce                                   |
| 320                         | roce       |  |

15. Además del hecho de que hay que aportar cantidades mayores de dodecibenceno clorado a 30% para obtener la misma proporción de cloro final en el aceite, haremos observar que las características de este hidrocarburo clorado (producto B) son acusadamente inferiores a las que presenta el producto A del invento.

310153



-16-

EJEMPLO 11-

5. El cloroalcooil-benceno a 52,8 % Cl, obtenido según el ejemplo 3, añadido al aceite lubricante parafínico "350 Neutral", a razón respectivamente de 4 y 8% en peso, ha conducido a los desgastes siguientes:

| <u>PRESION</u><br>(en kgs.) | 4 %  | <u>DESGASTE en mm</u><br>8 % |
|-----------------------------|------|------------------------------|
| 100                         | 0,50 | 0,40                         |
| 150                         | 0,75 | 0,65                         |
| 170                         | 1,80 | 0,85                         |
| 200                         | 2,0  | 1,0                          |

EJEMPLO 12 -

10. El presente ejemplo se dá para servir de comparación a la variante del invento, ilustrada por el ejemplo 13. Se refiere a un polisulfuro de policlorobenceno resinoso, que contiene 19% de azufre, y 49% de cloro, perteneciente al grupo de aditivos para aceites de engrase, descritos en la patente francesa nº 1.339.529.

15. Se preparó este polisulfuro de la siguiente manera:

20. A 817 g. de una mezcla de 30% de tricloro-1,2,3-benceno, 65% de tricloro-1,2,4-benceno y de 5% de tetracloro-1,2,4,5 y 1,2,3,4-bencenos, se añadieron 20 g. de  $AlCl_3$ ; se introdujo progresivamente en la mezcla bien agitada, calentada a  $45^{\circ}C.$ , en 2 horas, 405 g de  $S_2Cl_2$  diluido previamente con



- 363 g. de los mismos tricloro- y tetracloro-bencenos indicados más arriba. Se mantuvo todo ello en los 45°C, con agitación, durante ½ hora, después de lo cual se calentó la mezcla a 80°C durante 2 horas. A
5. continuación se vertió en agua el producto de la reacción; la eliminación del  $AlCl_3$  se llevó a cabo totalmente mediante un lavado con HCl diluído, seguido de un lavado con una solución diluída de carbonato de sodio, y después de efectuar lavados con agua
10. hasta la neutralidad. Se sometió la fase orgánica, después de decantación de la fase acuosa, a una destilación bajo 20 mm. Hg. hasta que su temperatura hubo alcanzado 195-200°C. Se eliminaron así 260 g. de triclorobencenos y se recogieron 950 g. de polisulfuros de policlorobenceno resinoso que contenía 49%
15. Cl y 19% S en peso.

Se probó esta sustancia como aditivo del aceite "350 Neutral", en las mismas condiciones que en los ejemplos 7 a 11; para las proporciones de aditivo de 4 a 8% en peso, se halló respectivamente:

20.

| <u>PRESION</u><br>(en kgs.) | <u>DESGASTE</u> en mm |      |
|-----------------------------|-----------------------|------|
|                             | 4%                    | 8%   |
| 100                         | 0,65                  | 0,45 |
| 150                         | 1,15                  | 1,20 |
| 170                         | 1,50                  | 2,10 |
| 180                         | 2,10                  | —    |

310153



-18-

EJEMPLO 13 -

Se preparó una mezcla por adición de 15 partes en peso de polisulfuro de policlorobenceno del ejemplo 12, que contenía 19% S y 49% Cl, a 85 partes en peso de policloroalcoil-benceno con 52,8% Cl, obtenido según el ejemplo 3. Esta mezcla 15/85 de los dos aditivos fué probada como aditivo del aceite "350 Neutral" en las mismas condiciones referidas más arriba. Se comprobaron los desgastes siguientes respectivamente con proporciones ponderales de 4 y 8% de este aditivo compuesto.

| <u>PRESION</u><br>(en Kgs.) | <u>DESGASTE</u> en mm |           |
|-----------------------------|-----------------------|-----------|
|                             | <u>4%</u>             | <u>8%</u> |
| 100                         | 0,45                  | 0,4       |
| 150                         | 0,70                  | 0,65      |
| 170                         | 1,60                  | 0,75      |
| 200                         | 1,90                  | 1,0       |
| 250                         | —                     | 2,0       |
| 320                         | roce                  | 2,30      |

roce más allá de los 350 kg.

Estos resultados son visiblemente mejores que los de cada uno de los ejemplos 11 y 12.

EJEMPLO 14 -

Se efectuaron pruebas análogas a las del ejemplo 13 con un aditivo compuesto 25/75, es decir, mezcla de 25 partes en peso del mismo polisulfuro de policlorobenceno con 75 partes del mismo policloroalcoil-benceno que en el ejemplo pre-



cedente.

Los desgastes fueron entonces:

| <u>PRESION</u><br>(en kgs.) | <u>DESGASTE</u> en mm. |           |
|-----------------------------|------------------------|-----------|
|                             | <u>4%</u>              | <u>8%</u> |
| 100                         | 0,40                   | 0,35      |
| 150                         | 0,65                   | 0,55      |
| 170                         | 1,50                   | 0,70      |
| 200                         | 1,80                   | 1,00      |
| 250                         | —                      | 2,00      |
| 320                         | 2,10                   | 2,20      |

roce más allá  
de los 350 kgs.

- Estos resultados, mejores aún que los del ejemplo 13, muestran que la proporción 25/75 entre el polisulfuro y el policloro-alcooil-benceno es más favorable que 15/85. Hay un verdadero efecto de sinergia entre los dos constituyentes, puesto que su mezcla presenta, sobre la lubricación, una acción acusadamente superior a la de cada uno de los constituyentes tomados separadamente, como es el caso en los ejemplos 11 y 12.

- Los alcooilbencenos clorados, utilizados en los ejemplos, se han estabilizado previamente como se indica en la descripción que antecede. La estabilidad térmica a 140°C, en presencia de hierro y de cobre, era muy buena después de una semana. El comportamiento respecto al agua era excelente y no observó, por otra parte, traza alguna de corrosión de metales como los aceros, el cobre y la fundición.

Los resultados de los ejemplos descri-

310153



-20-

5. tos muestran que los aditivos según el invento manifiestan prácticamente la misma actividad en los aceites nafténicos y los aceites parafínicos. Estos resultados son siempre superiores a los que se obtienen cuando se aplican otros aditivos de tipo conocido.

10. Se vé, por otra parte, que la acción de los aditivos conforme al invento puede mejorarse aún fuertemente por unión de polisulfuros de policloroarilos resinosos; los aditivos mixtos así constituidos, ejercen un efecto más favorable sobre la lubricación que el de cada uno de los constituyentes por separado.

N O T A

15. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente presentada en Francia nº PV. 966.777 de 10 de marzo de 1.964 acogiéndose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE ADITIVOS PARA LUBRICANTES"; caracterizándose por lo siguiente:

30. 1ª - Procedimiento para la preparación



- de aditivos para lubricantes, en particular para compuestos esmerilantes que trabajen bajo presiones elevadas, caracterizado por el hecho de que se clora en ausencia de luz y a una temperatura comprendida
5. entre los 40 y los 180°C un hidrocarburo o mezcla de hidrocarburos aralcóilicos, en el que por lo menos una cadena alcoil, lineal o ramificada, contiene como mínimo 5 átomos de carbono.
10. 2ª - Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado por el hecho de que se efectúa la reacción en ausencia de catalizador, a una temperatura comprendida de preferencia entre 90 y 160°C.
15. 3ª - Procedimiento, según reivindicación 1ª, caracterizado por el hecho de que la reacción se efectúa en presencia de catalizador, en particular del tricloruro de fósforo, a una temperatura comprendida entre 40 y 100°C.
20. 4ª - Procedimiento según reivindicación 1ª, caracterizado porque en los hidrocarburos aralcóilicos clorados, uno por lo menos de cuyos radicales alcoilos contiene como mínimo 5 átomos de carbono, la proporción de cloro total de dicho hidrocarburo o hidrocarburos clorados es superior
25. al 50% en peso.
30. 5ª - Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el radical o radicales alcoilos son de tipo lineal o ramificado y contienen de 5 a 30 átomos de carbono.
- 6ª - Procedimiento según las reivindi-

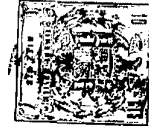
310153



-22-

caciones 4ª o 5ª, caracterizado porque el grado de cloro, fijado principalmente en las cadenas alcoilas, es de 50 a 75%, y de preferencia de 52 a 60%.

5. 7ª - Procedimiento según las reivindicaciones 4ª, 5ª o 6ª, caracterizado porque los hidrocarburos aralcolílicos clorados son mezclas de alcoilbencenos y/o de polialcoilbencenos clorados, en los que la longitud media de cadena alcoi-  
10. la varía entre 5 y 30 átomos de carbono, y la proporción de cloro es superior al 50%.
- 8ª - Procedimiento según la reivindicación 7ª, caracterizado porque los derivados clorados son de una mezcla de alcoil-bencenos que hierve entre 160 y 210°C, cuya fórmula bruta media es  $C_6H_5 \cdot C_6H_{14.4}$ , siendo la proporción en cloro de  
15. estos derivados clorados de 52 a 58% en peso.
- 9ª - Procedimiento según la reivindicación 7ª, caracterizado porque el derivado clorado  
20. es dodecilbenceno clorado con 55% por lo menos de cloro en peso.
- 10ª - Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 4ª a 9ª, caracterizado porque se adiciona un polisulfuro de policloro-  
25. benceno resinoso, soluble en los hidrocarburos.
- 11ª - Procedimiento según la reivindicación 10ª, caracterizado porque dicho polisulfuro se une a razón de 10 a 90 partes en peso por, respectivamente, 90 a 10 partes del mencionado hidro-  
30. carburo aralcolílico clorado.



12ª - Procedimiento según la reivindicación 10ª o la reivindicación 11ª, caracterizado porque el mencionado polisulfuro contiene en peso de 15 a 25% de azufre y 44 a 55% de cloro.

5. 13ª - Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 4ª a 12ª, caracterizado porque se adiciona uno o varios estabilizantes al calor y/o a la luz, así como agentes anticorrosivos.

10. 14ª - Procedimiento para la preparación de aditivos para lubricantes, tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria.

Esta Memoria consta de veintitrés hojas escritas a máquina por una sola cara.

15 MAR. 1900

Madrid,

PROGIL ,

J. GOMEZ ACEBO Y MODESTO