

22 AB



No. 330.888

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de un

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: THE LUBRIZOL CORPORATION.

RESIDENCIA: 29400 Lakeland Blvd. CLEVELAND, Ohio,

44117 - ESTADOS UNIDOS.-

ENUNCIADO: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE

UNA COMPOSICION COMBUSTIBLE PARA MOTO-

RES DE COMBUSTION INTERNA".

Prioridad: Patente n.º del

IG.



1 Este invento se refiere a gasolinas mejoradas. Mas particularmente, este invento se refiere a gasolinas mejoradas que contienen las sales de ésteres de ácido organofosfórico y polialquilenpoliaminas aciladas.

5 Las gasolinas comerciales contienen invariablemente pequeñas cantidades de agua que se encuentran disueltas o dispersadas en la gasolina. Este agua puede haber sido introducida durante las operaciones de mezcla, durante el almacenamiento por condensación de la humedad atmosférica o durante
10 el transporte hasta el consumidor. En las condiciones normales de funcionamiento, este agua de la gasolina tiene poco efecto; sin embargo, durante el tiempo frío, se congela formando partículas de hielo que afectan seriamente al funcionamiento de un motor de combustión interna bloqueando las
15 conducciones de combustible u obturando los filtros, impidiendo así el paso de la gasolina al motor.

En tiempo húmedo y frío, el carburador de un motor de combustión interna es particularmente susceptible a la formación de hielo procedente del agua contenida en la gasolina y también del agua condensada procedente del aire entrante. Frecuentemente, el calor de vaporización de la gasolina reduce la temperatura en el difusor del carburador hasta el punto de congelación del agua o por debajo del mismo, provocando la formación de hielo alrededor de la mariposa
20 de control, causando así el calado repetido del motor en ralentí.

Hasta ahora estos problemas han sido resueltos, al menos parcialmente, mediante la adición a la gasolina de alcoholes, glicoles o materiales semejantes que rebajan el punto de congelación del agua. Sin embargo, la cantidad efectiva
30



1 va de un aditivo de este tipo es del orden del 1 al 3 % en
volumen y unas concentraciones tan altas son caras y frecuen-
temente influyen sobre las propiedades químicas y físicas de
la gasolina.

5 Por lo tanto, es un objeto de esta invención propor-
cionar una gasolina inhibida contra la formación de hielo.

Otro objeto de esta invención es proporcionar, por me-
dio de evitar o reducir sustancialmente el calado de un mo-
tor de combustión interna debido a la formación de hielo.

10 Otro objeto más de esta invención es proporcionar
una composición constituida por una cantidad importante de
hidrocarburos de la gasolina y una pequeña cantidad de un adi-
tivo que impida la formación de hielo y reduzca así la ten-
dencia de los motores de combustión interna a fallar en tiem-
15 po frío, debido a la formación de hielo que bloquea la con-
ducción de combustible o los filtros del mismo.

Otro objeto de esta invención es proporcionar un me-
dio de eliminar la congelación en el carburador mediante la
adición a la gasolina de una pequeña cantidad de un aditivo
20 que reduzca la tendencia de los motores de combustión inter-
na a calarse en tiempo húmedo debido a la formación de hielo
en el carburador.

Otros objetos se pondrán en evidencia en la siguien-
te descripción de esta invención y de las reivindicaciones:

25 Los objetos de este invento se logran mediante la
incorporación a la gasolina de una concentración extremada-
mente pequeña de una composición que comprende el producto
de neutralización parcial de (A) un ácido organofosfórico y
(B) una polialquilenpoliamina parcialmente acilada preparada
30 por el procedimiento de hacer reaccionar una mezcla de un



1 -ácido carboxílico orgánico con una cantidad equivalente por lo menos de una polialquilenpoliamina, a una temperatura comprendida entre unos 100° y unos 350°C y eliminar el agua formada.

5 La gasolina que constituye el principal componente de la composición de este invento puede ser cualquier hidrocarburo o mezcla de hidrocarburos que se encuentren esencialmente dentro de la gama de gasolinas comerciales, cuyo punto de ebullición está comprendido normalmente entre 30°F y 440°F
10 aproximadamente (-1°C y 227°C). La composición a base de gasolina de este invento se dirige particularmente a una mezcla de hidrocarburos que poseen un intervalo de ebullición ASTM comprendido entre unos 140°F (60°C) al 10 % de destilación y unos 392°F (200°C) al 90 % de destilación y con una
15 presión de vapor Reid comprendida entre 11,5 y 15,0 libras (0,81 y 1,05 kg).

El ácido organofosfórico (A) de esta composición es un ácido ortofosfórico parcialmente esterificado que puede ser un mono-éster o un di-éster del ácido ortofosfórico o
20 una mezcla de éstos. Por razones de comodidad y economía se prefiere una mezcla de mono-ésteres y di-ésteres fosfóricos. Una mezcla de este tipo puede prepararse mediante reacción de pentóxido de fósforo con 3 moles de un compuesto orgánico hidroxilado tal como alcohol o fenol. La reacción puede ser
25 ilustrada por la siguiente ecuación:



Generalmente R será un radical no sustituido alquilo, alcarilo, aralquilo, arilo o cicloalquilo tal como, por ejemplo, metilo, etilo, propilo, butilo, amilo, hexilo, octilo, nonilo,
30 lo, decilo, undecilo, dodecilo, tridecilo, tetradecilo, hexa-



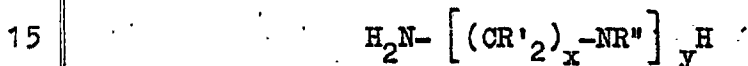
1 decilo, octadecilo, cetilo, eicoxilo, tolilo, etilfenilo,
amilfenilo, metilnaftilo, bencilo, fenetilo, fenilo, nafti-
lo, antracilo, fenantrilo, ciclopentilo, ciclohexilo, metil-
ciclohexilo, etc. No obstante, en algunos casos, R puede con-
5 tener cloro, fluor, nitro, nitroso, sulfuro, cetona, éter o
éster como sustituyentes. Entre los ejemplos de tales radi-
cales sustituidos se encuentran el beta-fluoretilo, 2-nitro-
propilo, 2-etoxietilo, 2-tioetoxipropilo, 3-cetobutilo, car-
boetoxietilo, p-clorofenilo, alfa-nitronaftilo, etc. Para los
10 fines de esta invención R es generalmente un radical alifáti-
co y preferiblemente un radical alquilo que contiene de unos
8 a unos 40 átomos de carbono.

Las polialquilenpoliaminas parcialmente aciladas úti-
les como reactivos (B) son las derivadas de la reacción de
15 una polialquilenpoliamina, como las ilustradas más adelante,
con un ácido carboxílico alifático que tenga por lo menos
unos 12 átomos de carbono por molécula o una mezcla de tales
ácidos carboxílicos alifáticos. Están parcialmente aciladas,
es decir, por lo menos uno de los grupos amino de la polial-
20 quilenpoliamina carece del sustituyente acilo. El término
"acilo" se emplea genéricamente para describir el radical de-
rivado del ácido carboxílico alifático que reacciona con un
grupo amino o hidroxilo de la polialquilenpoliamina para for-
mar una amida, imida, éster o amidina. En el caso de una po-
25 lialquilenpoliamina parcialmente acilada que tenga dos o más
grupos amino unidos a radicales acilo, puede contener una mez-
cla de las uniones arriba indicadas dentro de su estructura
molecular. Los ácidos carboxílicos alifáticos adecuados, de
los cuales derivan las polialquilenpoliaminas parcialmente
30 aciladas, son en su mayor parte ácidos monocarboxílicos que



1 tienen por lo menos unos 12 átomos de carbono, preferible-
 mente más de 16, pero no más de unos 30, alifáticos. Pueden
 ser ácidos saturados o no saturados. Son ejemplos de tales
 ácidos el ácido dodecanoico, palmítico, oleico, esteárico,
 5 linoleico, linolénico, nafténico, cloroesteárico, dicloroes-
 teárico y ácidos comerciales tales como los obtenidos por
 hidrólisis del tall-oil, aceite de esperma, etc. Se prefie-
 ren los ácidos que tienen de 16 a 24 átomos de carbono apro-
 ximadamente. Entre éstos se encuentran, por ejemplo, el ácido
 10 nafténico con un peso molecular de 200-400, ácido oleico,
 ácido esteárico y ácido del tall-oil.

El término "polialquilenpoliamina" se utiliza aquí
 en sentido genérico para representar poliaminas que se ajustan
 en gran parte a la fórmula general

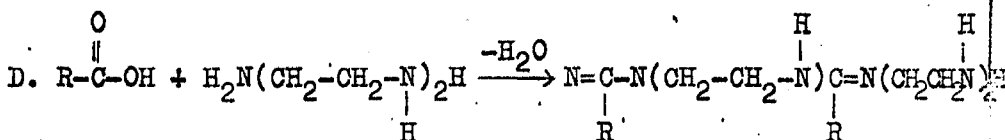
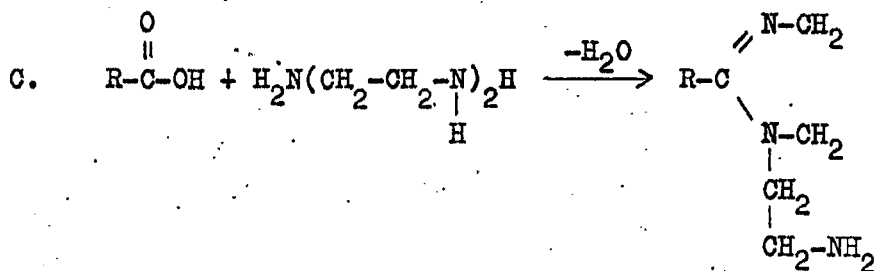
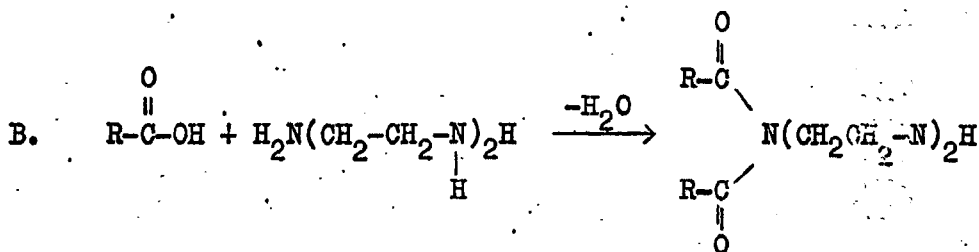
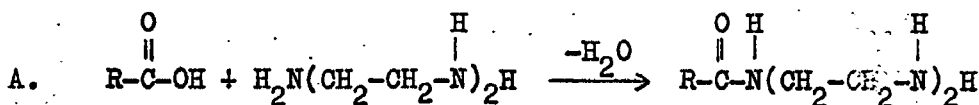


donde R' y R'' representan hidrógeno, alquilo, cicloalquilo,
 arilo, aralquilo, hidroxialquilo, haloalquilo, aminoalquilo,
 H(O-alquileno)_z, H(N-alquileno)_z, etc.; x es un número ente-
 ro de 2 a 10 aproximadamente; y es un número entero de 1 a
 20 10 aproximadamente y z es un número entero de 1 a 10 aproxi-
 madamente; y alquileno es un radical metileno, etileno, pro-
 pileno, butileno, etc. Las polialquilenpoliaminas útiles co-
 mo este reactivo pueden ser dietilentriamina, trietilentetra-
 mira, tetraetilenpentamina, pentaetilenhexamina, N-(3-amino-
 25 propil)-etilendiamina, N-(4-aminobutil)-etilendiamina, tri-
 metilendiamina, tetrametilendiamina, pentametilendiamina,
 hexametilendiamina, p-fenilendiamina, N,N'-dimetilfeniler-
 diamina, di-(trimetilen)-triamina, N,N-dimetilpropilendiami-
 na, N-octadecilfenilendiamina, N,N,N'-tetrapentil-o-fenilen-
 30 diamina y homólogos superiores de las mismas.

27



1 La formación de una polialquilenpoliamina parcial-
 mente acilada con uniones amida, imida, éster o amidina, in-
 cluídas las uniones amidina lineales y cíclicas tal como las
 5 encontradas en las imidazolinas, puede ser ilustrada por la
 reacción del ácido octadecanoico con dietilentriamina y re-
 presentada por las siguientes ecuaciones:



donde R es un radical heptadecilo.

La reacción del ácido y la polialquilenpoliamina
 puede llevarse a cabo mezclando las sustancias reaccionan-
 25 tes a una temperatura comprendida entre unos 100°C y la tem-
 peratura de descomposición de la mezcla de reacción. Con
 frecuencia es ventajosa la presencia de un disolvente en la
 reacción para facilitar el mezclado y el control de la tem-
 peratura. El disolvente puede ser un hidrocarburo o un di-
 30 solvente polar inerte. Son ilustrativos el benceno, tolueno,

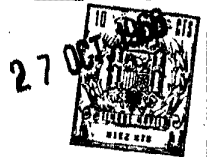
27



1 xileno, nafta, n-hexano, ciclohexano, dodecano, octano, clo-
robenceno, dicloruro de etileno, dioxano, éter, cloroformo,
tetracloruro de carbono, nitrobenceno o aceite mineral.

5 La temperatura a la que se lleva a cabo la reacción
depende fundamentalmente de la naturaleza de las sustancias
reaccionantes utilizadas y del producto deseado. En general,
se emplea una temperatura superior a 100°C para producir po-
10 lialquilenpoliaminas parcialmente aciladas que posean predo-
minantemente uniones amida o imida. También es preferible
utilizar una temperatura elevada, generalmente por encima de
unos 150°C, para dar productos amidina o imidazolina que son
especialmente útiles como reactivo (B) de esta invención.

15 Las proporciones relativas de ácido carboxílico y po-
lialquilenpoliamina dependen del número de átomos de nitró-
geno y del número de grupos hidroxilo en el reactivo amínico,
del tipo de uniones deseado en la polialquilenpoliamina par-
cialmente acilada y de la estequiometría de formación de ta-
les uniones. Como se ha indicado previamente, las polialqui-
20 lenpoliaminas parcialmente aciladas deben contener un grupo
amino libre por lo menos. Así pues, cuando la polialquilen-
poliamina tiene un número n de grupos amino y grupos hidroxilo
por molécula, la cantidad máxima de reactivo ácido usada
debe ser (n-1) equivalentes por cada mol de polialquilenpoli-
25 amina. De preferencia, se emplea ácido suficiente para aci-
lar aproximadamente la mitad del total de grupos amino en la
polialquilenpoliamina. Se observará, no obstante, que la es-
tequiometría de la formación de una unión amidina requiere
dos grupos amino por cada radical acilo. Por consiguiente,
30 la cantidad de reactivo ácido puede ser incluso de solo un
equivalente por cada 2 moles de polialquilenpoliamina para



1 formar productos en los que predominan las uniones amidina.
Por otra parte, la estequiometría de la formación de una
unión imida requiere dos radicales acilo por cada grupo ami-
no. Para formar productos en los que predominan las uniones
5 imida, la cantidad de ácido reaccionante debe ser por lo tan-
to hasta de dos equivalentes por cada equivalente empleado
de polialquilenpoliamina. Se observará que el peso equivalen-
te del ácido está basado en el número de radicales ácido car-
boxílico en la molécula y el de la poliamina en el número de
10 radicales amino en la molécula. Por ejemplo, un ácido mono-
carboxílico tiene un equivalente por mol; la etilendiamina
tiene dos equivalentes por mol y la tetraetilenpentamina tie-
ne cinco equivalentes por mol.

También es útil como reactivo (B) el producto de reac-
15 ción obtenido tratando la polialquilenpoliamina parcialmen-
te acilada con una pequeña cantidad, es decir hasta el 20 %
en peso aproximadamente y preferiblemente del 1 al 5 % apro-
ximadamente, de un epóxido alifático inferior. Entre los
epóxidos adecuados se encuentran, por ejemplo, el óxido de
20 etileno, óxido de propileno, óxido de 1,2-butileno, óxido
de 2,3-pentileno, epíclorhidrina y otros epóxidos alifáticos
inferiores con menos de unos 8 átomos de carbono. El trata-
miento de la polialquilenpoliamina parcialmente acilada con
el epóxido se realiza generalmente a una temperatura compren-
25 dida entre 120 y 250°C aproximadamente. Puede emplearse una
temperatura más alta, hasta el punto de descomposición de
la mezcla de reacción. El tratamiento se realiza preferente-
mente introduciendo pequeñas porciones del epóxido en la
polialquilenpoliamina parcialmente acilada. La composición
30 del producto de semejante tratamiento no es totalmente como



1 cida. Se cree, sin embargo, que el producto contiene esen-
cialmente un derivado hidroxialquilado de la polialquilenpo-
liamina parcialmente acilada.

5 La sal de utilidad como aditivo en la gasolina de
esta invención puede prepararse mezclando simplemente el áci-
do organofosfórico (A) y el reactivo de polialquilenpoliami-
na parcialmente acilada (B) a una temperatura inferior a
unos 100°C. En la mayor parte de los casos la reacción es li-
geramente exotérmica y se lleva a cabo preferiblemente en
10 presencia de un disolvente. El disolvente adecuado para esta
reacción puede ser un hidrocarburo o un disolvente polar tal
como benceno, nafta, tolueno, xileno, n-hexano, dioxano,
clorobenceno, queroseno, nafta o un fuel-oil. Generalmente
las proporciones relativas de las sustancias reaccionantes
15 utilizadas para preparar la sal son un equivalente del ácido
organofosfórico y un equivalente de la polialquilenpoliamina
parcialmente acilada de forma que todos los grupos amino li-
bres puedan convertirse en sales. No obstante, en algunos
casos puede utilizarse solamente uno de los grupos amino de
20 la poliamina para formar una sal. También en algunos casos
puede utilizarse para formar una sal solamente un hidrógeno
ácido del ácido mono-organofosfórico. Se observará que sola-
mente son capaces de formar sal los grupos amino libres, es
decir, los que no contienen un sustituyente acilo. Así pues,
25 la cantidad de reactivo ácido organofosfórico utilizado de-
pende del número de tales grupos amino libres en la polial-
quilenpoliamina parcialmente acilada. En cualquier caso, la
sal debe de tener un índice de neutralización comprendido
entre 0 y 125 mg aproximadamente de hidróxido potásico por
30 gramo, a pH 12.



1

EJEMPLO 1

Se prepara el reactivo polialquilenpoliamina parcial
mente acilada de (B) en la forma siguiente: se añaden 565
partes en peso de una mezcla de alquilenaminas constituida
5 por trietilentetramina y dietilentriamina en una proporción
en peso de 3:1, sobre una mezcla de cantidades equivalentes
de un ácido nafténico con un índice de acidez de 180 (1270
partes) y ácido oleico (1110 partes) a 20-80°C. La cantidad
total de los dos ácidos usados es tal que proporcionan un
10 equivalente por cada dos equivalentes de la mezcla de aminas.
La reacción es exotérmica. Se hace pasar nitrógeno por la
mezcla mientras se calienta a 240°C en 4,5 horas y después
se mantiene caliente a esta temperatura durante 2 horas. Co-
mo destilado se recoge agua. Sobre el residuo se añaden 140
15 partes de óxido de etileno a 170-180°C a lo largo de un pe-
ríodo de 2 horas mientras se hace burbujear nitrógeno. A con-
tinuación se hace pasar nitrógeno por la mezcla durante 15 mi-
nutos y se diluye con 940 partes de xileno para formar una
solución que contiene el 25 % de xileno. La solución resul-
20 tante tiene un contenido en nitrógeno de 5,4 % y un índice
de base de 82 a pH 4, indicando esto último la presencia de
grupos amino libres.

EJEMPLO 2

Se prepara el reactivo polialquilenpoliamina parcial-
25 mente acilada de (B) en la forma siguiente: se añaden 565
partes en peso de la mezcla de alquilenaminas del Ejemplo 1
sobre 2220 partes de ácido oleico a 20-80°C. La cantidad de
ácido utilizada es tal que proporciona un equivalente por
cada dos equivalentes de la mezcla de aminas. La reacción
30 es exotérmica. Se hace pasar nitrógeno a través de la mezcla



1 mientras se calienta hasta 240°C en 4,5 horas y después se
mantiene caliente a esta temperatura durante 2 horas. Como
destilado se recoge agua. El residuo tiene un contenido en
nitrógeno de 8,56 % y un índice de basicidad de 122 a pH 4,
5 indicando esto último la presencia de grupos amino libres.
Sobre 811 partes del residuo anterior se añaden dos partes
de hidróxido potásico y a lo largo de un período de 1,65 ho-
ras 147,5 partes de óxido de propileno a 150-165°C. La mez-
cla de reacción se mantiene a 165-170°C durante 0,5 horas
10 más. El producto resultante tiene un contenido en nitrógeno
de 6,90 %.

EJEMPLO 3

Se prepara un reactivo polialquilenpoliamina parcial-
mente acilada de (B) en la forma siguiente: se añaden 834
15 partes en peso de la mezcla de alquilenaminas del Ejemplo 1
sobre 2178 g de ácido oleico a 25-76°C. Se emplea una pro-
porción de dos equivalentes de la mezcla de aminas por cada
equivalente de ácido. La reacción es exotérmica. Se añaden
200 g de tolueno para facilitar la separación del agua por
20 destilación azeotrópica. La mezcla se calienta hasta 135-
225°C en 10,5 horas, separando el agua a medida que se for-
ma y eliminando finalmente el tolueno de la mezcla de reac-
ción calentando a 155°C y 7 mm de mercurio. El producto re-
sultante tiene un contenido en nitrógeno de 11,0 % y un ín-
dice de basicidad de 231 a pH 4, indicando esto último la
25 presencia de grupos amino libres.

EJEMPLO 4

Se prepara un reactivo de polialquilenpoliamina par-
cialmente acilada de (B) en la forma siguiente: se añaden
30 555 partes en peso de la mezcla de alquilenaminas del Ejem-



270

1 plo 1 sobre 2183 partes de ácido oleico a 25-76°C. Se emplea
un equivalente de ácido por cada dos equivalentes de la mez-
cla de aminos. Se añaden 300 partes de tolueno para facilitar
la separación del agua por destilación azeotrópica. La reac-
5 ción es exotérmica. La mezcla se calienta a 135-154°C duran-
te 2 horas para separar el agua a medida que se forma y final-
mente se elimina el tolueno de la mezcla de reacción calentan-
do a 140°C y 6 mm de mercurio. El producto resultante tiene
un contenido en nitrógeno de 8,28 % y un índice de basicidad
10 de 137,5 a pH 4, indicando esto último la presencia de gru-
pos amino libres.

EJEMPLO 5

Se prepara un reactivo polialquilenpoliamina par-
cialmente acilada de (B) en la forma siguiente: Se añaden
15 1585 partes en peso de la mezcla de alquilenaminas del Ejem-
plo 1 sobre 6956 partes de ácido nafténico con un índice de
acidez de 178 y 500 partes de tolueno a 25-78°C. Se emplea
un equivalente de ácido por cada dos equivalentes de la mez-
cla de aminos. Se calienta la mezcla a 140-226°C durante 19
20 horas. Se separa el agua azeotrópicamente y las últimas tra-
zas de tolueno se eliminan calentando a 165°C y 6 mm de mer-
curio. El producto resultante tiene un contenido en nitróge-
no de 7,21 % y un índice de basicidad de 123 a pH 4, indican-
do esto último la presencia de grupos amino libres.

EJEMPLO 6

25 Se prepara un reactivo polialquilenpoliamina par-
cialmente acilada de (B) mezclando un jabón de aceite de so-
ja acidulado con un índice de acidez de 222 (637 partes en
peso) con 402 partes de una polialquilenpoliamina comercial
30 que contiene el 30,0 % de nitrógeno y posee un índice de ba-



270

1 -sicidad de 1200. Se emplea un equivalente de ácido por cada
cuatro equivalentes de amina. La reacción es exotérmica, as-
cendiendo la temperatura desde 20°C a 80°C. Se hace pasar ni-
trógeno a través de la mezcla mientras se calienta hasta
5 240°C en 2,5 horas y después se calienta a 240-243°C durante
4 horas más. Como destilado se recoge agua. El producto re-
sultante tiene un contenido en nitrógeno de 11,3 % y un ín-
dice de basicidad de 265 (punto de viraje del azul de bromo-
timol), indicando esto último la presencia de grupos amino
10 libres.

EJEMPLO 7

Se prepara un reactivo polialquilenpoliamina parcial-
mente acilada de (B) en la forma siguiente: se añaden 530
partes en peso de etanolamina sobre una mezcla de cantidades
15 equivalentes de un ácido nafténico con un índice de acidez
de 180 (1424 partes) y ácido oleico (1230 partes) a 70-100°C.
La cantidad total de los dos ácidos es tal que proporciona
un equivalente por cada mol de amina. La reacción es exotér-
mica. Se hace pasar nitrógeno a través de la mezcla mientras
20 se calienta hasta 250°C en 14,5 horas. El producto resultan-
te tiene un contenido en nitrógeno de 3,84 % y un índice de
basicidad de 15,5 a pH 4, indicando esto último la presencia
de grupos amino libres.

EJEMPLO 8

25 Se prepara un reactivo polialquilenpoliamina parcialmen-
te acilada de (B) en la forma siguiente: se añaden 732 g de
isopropanolamina sobre una mezcla de cantidades equivalentes
de ácido nafténico con un índice de acidez de 180 (1600 g) y
ácido oleico (1381 g) a 32-79°C. La cantidad total de los dos
30 ácidos es tal que proporciona un equivalente por cada mol de



1 - amina. La reacción es exotérmica. Se hace pasar nitrógeno a
través de la mezcla mientras se calienta hasta 160-250°C en
14,5 horas. Como destilado se recoge agua que contiene algo
de amina y de vez en cuando se añade a la mezcla de reacción
5 una cantidad de amina equivalente a esta pérdida. El produc-
to resultante tiene un contenido en nitrógeno del 3,89 %.

EJEMPLO 9

Se prepara un reactivo polialquilenpoliamina par-
cialmente acilada de (B) en la forma siguiente: se añaden
10 374 partes de trietanolamina a una mezcla de cantidades equi-
valentes de un ácido nafténico con un índice de acidez de
180 (1237 partes) y ácido oleico (1067 partes) a 22-34°C.
La cantidad total de los dos ácidos es tal que proporciona
tres equivalentes por cada mol de amina. La reacción es exo-
15 térmica. Se añaden 500 partes de xileno para facilitar la
separación del agua por destilación azeotrópica. La mezcla
se calienta a 135-215°C en 10 horas para eliminar el agua a
medida que se forma. El producto resultante contiene 25 par-
tes en peso de xileno, tiene un contenido en nitrógeno del
20 1,03 % y un índice de basicidad de 40,7 a pH 3, indicando
esto último la presencia de grupos amino libres.

EJEMPLO 10

Se prepara un reactivo polialquilenpoliamina par-
cialmente acilada de (B) siguiendo el mismo procedimiento
25 del Ejemplo 9 con la diferencia de que la cantidad total de
los dos ácidos empleada es tal que proporciona un equivalen-
te por cada mol de amina. El producto resultante es una so-
lución que contiene el 25 % de xileno, tiene un contenido
en nitrógeno del 2,37 % y un índice de basicidad de 91,4 a
30 pH 2,35.



EJEMPLO 11

1 Se prepara un reactivo polialquilenpoliamina par-
cialmente acilada de (B) siguiendo el procedimiento del Ejem-
plo 9 con la diferencia de que la cantidad total empleada
5 de los dos ácidos es tal que proporciona dos equivalentes
por cada mol de amina. El producto resultante es una solu-
ción que contiene 25 % de xileno, tiene un contenido en ni-
trógeno del 1,55 % y un índice de basicidad de 34,8 a pH 3.

EJEMPLO 12

10 Se prepara un reactivo polialquilenpoliamina par-
cialmente acilada de (B) en la forma siguiente: se añaden
1142 partes en peso de una poli-(trimetilen)-poliamina co-
mercial, constituida por N,N-di-(3-aminopropil)-N'-(3-amino-
propil)-1,3-propanodiamina con un índice de basicidad de
15 852, sobre una mezcla de cantidades equivalentes de un áci-
do rafténico con un índice de acidez de 180 (1407 partes)
y ácido oleico (1212 partes) a 35-82°C. La acidez total de
los dos ácidos es tal que proporciona un equivalente por ca-
da dos equivalentes de amina. La reacción es exotérmica. Se
20 hace pasar nitrógeno por la mezcla mientras se calienta has-
ta 125°C en 0,75 horas y a continuación se calienta a 125-
195°C durante un período de 9,5 horas. Como destilado se re-
coge agua. El producto resultante tiene un contenido en ni-
trógeno de 6,39 % y un índice de basicidad de 127 a pH 3,5
25 indicando esto último la presencia de grupos amino libres.

EJEMPLO 13

30 Se prepara un ácido organofosfórico de (A) en la
forma siguiente: se añaden 1130 partes en peso de pentóxido
de fósforo sobre 4.775 partes de alcohol tridecílico a 25-
51°C. La relación molecular de alcohol a P₂O₅ es de 3:1. El



1 pentóxido de fósforo se añade lentamente a lo largo de un pe-
ríodo de 5,2 horas. La mezcla se calienta a 60-62°C durante
3 horas. Se filtra el éster tridecílico de ácido fosfórico
5 8,5 % y un índice de acidez de 213 a pH 4.

EJEMPLO 14

Se prepara un ácido organofosfórico de (A) en la
forma siguiente: se añaden 1420 partes en peso de pentóxido
de fósforo sobre 4740 partes de alcohol decílico a 16-29°C,
10 enfriando en baño de hielo, a lo largo de un período de 3 ho-
ras. La relación molecular de alcohol a pentóxido de fósforo
es de 3:1. La mezcla de reacción se calienta a 60-65°C duran-
te 1,5 horas y después se filtra. El éster decílico de ácido
fosfórico resultante tiene un contenido en fósforo del 9,9 %
15 y un índice de acidez de 222 a pH 4.

EJEMPLO 15

Se prepara un ácido organofosfórico de (A) en la
forma siguiente: se añaden, a lo largo de un período de 5 ho-
ras, 2928 partes en peso de pentóxido de fósforo sobre 6316
20 partes de 4-metil-2-pentanol a 12-28°C. La relación molecu-
lar de alcohol a pentóxido de fósforo es de 3:1. La reacción
es exotérmica y requiere enfriamiento externo. Se calienta
la mezcla de reacción a 55-58°C durante 2 horas y el produc-
to resultante se filtra. El producto es un éster 4-metil-2-
25 pentílico de ácido fosfórico y tiene un contenido en fósforo
del 13,7 % y un índice de acidez de 278.

EJEMPLO 16

Se prepara un ácido organo fosfórico de (A) en la
forma siguiente: se añaden a lo largo de 1 hora 1876 partes
30 en peso de pentóxido de fósforo sobre 1848 partes de heptil-



1 -fenol a 42-53°C. La relación molar de fenol a pentóxido de
fósforo es de 3:1. La reacción es exotérmica y requiere en-
friamiento externo durante la adición del pentóxido de fós-
foro. Se calienta la mezcla de reacción a 62-98°C durante 5
5 horas y después se filtra. El éster heptilfenílico de ácido
fosfórico resultante tiene un contenido en fósforo de 8,1 %
y un índice de acidez de 208.

EJEMPLO 17

10 Se prepara un ácido organofosfórico de (A) en la
forma siguiente: se añaden a lo largo de 0,67 horas 432 par-
tes en peso de pentóxido de fósforo sobre 2539 partes de d-
decilfenol a 23-26°C. La relación molar de fenol a pentóxido
de fósforo es de 3:1. La reacción es exotérmica. La mezcla
se calienta desde 26°C hasta 110°C en 1,75 horas y se mantie
15 ne durante 1,75 horas más a 102-110°C, filtrándola después.
El éster dodecilfenílico de ácido fosfórico resultante tiene
un contenido en fósforo de 6,25 % y un índice de acidez de
158.

EJEMPLO 18

20 Se prepara un ácido organofosfórico de (A) en la
forma siguiente: se añaden a lo largo de 3,5 horas, a 18-
35°C, 2268 partes en peso de pentóxido de fósforo sobre 6244
partes de alcohol 2-etilhexílico. La relación molar de al-
cohol a pentóxido de fósforo es de 3:1. La reacción es exo-
25 térmica y requiere refrigeración. La mezcla se calienta a
60°C durante 1,5 horas y después se filtra. El éster 2-etil-
hexílico de ácido fosfórico resultante tiene un contenido en
fósforo de 11,4 % y un índice de acidez de 254.

EJEMPLO 19

30 Se prepara un ácido organofosfórico de (A) en la



270

1 -forma siguiente: se añaden a lo largo de 2 horas 962 partes
en peso de pentóxido de fósforo sobre alcohol n-butílico
(1500 partes) a 20-32°C. La relación molar de alcohol a pen-
5 tóxido de fósforo es de 3:1. La reacción es exotérmica y re-
quiere enfriamiento externo durante la adición del pentóxido
de fósforo. Se calienta la mezcla a 60°C durante 1 hora más
y después se filtra. El éster butílico de ácido fosfórico
resultante tiene un contenido en fósforo de 16,6 % y un ín-
dice de acidez de 420.

10

EJEMPLO 20

Se prepara una sal mezclando, a 23-43°C, 290 g (1,4
equivalentes) del éster decílico de ácido fosfórico del Ejem-
plo 14 con 1023 g (1,4 equivalentes) de la solución en xile-
no que contiene 75 % de la polialquilenpoliamina parcialmen-
15 te acilada preparada por el procedimiento del Ejemplo 1. Se
produce una reacción exotérmica. Se añaden 109 g de xileno y
la mezcla se agita durante 0,5 horas más. Se halla que la so-
lución resultante tiene un contenido en nitrógeno del 3,72 %
y un contenido en fósforo del 2,42 %.

20

EJEMPLO 21

Se prepara una sal mezclando 130 g (0,589 equivalen-
tes) del éster 2-etilhexílico de ácido fosfórico del Ejemplo
18 con 370 g (0,589 equivalentes) de la solución en xileno
que contiene 75 % de la polialquilenpoliamina parcialmente
25 acilada preparada por el procedimiento del Ejemplo 1. Se añ-
den 38 g de xileno y se mantiene la mezcla a 90-99°C durante
1 hora. Se halla que la solución resultante tiene un conte-
nido en nitrógeno del 3,68 % y un contenido en fósforo del
2,77 %.

30



1

EJEMPLO 22

Se prepara una sal mezclando 88 g (0,655 equivalentes) del éster butílico de ácido fosfórico del Ejemplo 19 con 413 g (0,655 equivalentes) de la polialquilenpoliamina parcialmente acilada preparada por el procedimiento del Ejemplo 1. Se produce una reacción exotérmica, causando un aumento de temperatura de 28° a 60°C. Se añaden 24 g de xileno y se mantiene la mezcla a 90-97°C durante 1 hora. La solución resultante contiene el 25 % de xileno y se halla que su contenido en nitrógeno es del 4,25 % y su contenido en fósforo es del 2,82 %.

5

10

EJEMPLO 23

Se prepara una sal mezclando 143 g (0,64 equivalentes) del éster decílico de ácido fosfórico del Ejemplo 14 con 289 g (0,64 equivalentes) de la polialquilenpoliamina parcialmente acilada preparada por el procedimiento del Ejemplo 5 y añadiendo 143 g de xileno en 1 minuto a 32-52°C. La reacción es exotérmica y requiere refrigeración. Se calienta la mezcla de reacción a 80-90°C durante 0,5 horas. La solución resultante contiene el 25 % de xileno, 3,25 % de nitrógeno y 2,5 % de fósforo.

15

20

EJEMPLO 24

Se prepara una sal mezclando, a 50-60°C, 253 g (1 equivalente) del éster decílico de ácido fosfórico del Ejemplo 14 con 334 g (1 equivalente) de la polialquilenpoliamina parcialmente acilada preparada por el procedimiento del Ejemplo 4. La reacción es exotérmica y requiere refrigeración. El producto de reacción resultante tiene un contenido en nitrógeno de 4,48 % y un contenido en fósforo de 4,31 %.

25

30



27

EJEMPLO 25

1
5
10
15
20
25
30

Se prepara una sal mezclando, a 24-46°C, 427 g (1,69 equivalentes) del éster decílico de ácido fosfórico del Ejemplo 14 con 297 g (1,69 equivalentes) de la polialquilenpoliamina parcialmente acilada del Ejemplo 3. La reacción es exotérmica y se emplea como refrigeración un baño de hielo. La mezcla se calienta durante 1 hora a 90-100°C. La solución resultante tiene un contenido en nitrógeno de 4,40 % y un contenido en fósforo de 5,85 %.

EJEMPLO 26

Se prepara una sal mezclando, a 38-75°C, 312 g (1,23 equivalentes) del éster decílico de ácido fosfórico del Ejemplo 14 con 471 g (1,23 equivalentes) de la polialquilenpoliamina parcialmente acilada del Ejemplo 2. La reacción es exotérmica y se emplea como refrigeración un baño de agua. La mezcla de reacción se calienta a 90-100°C durante 0,5 horas. El producto resultante tiene un contenido en nitrógeno de 4,08 % y un contenido en fósforo de 3,87 %.

EJEMPLO 27

Se prepara una sal mezclando durante 0,5 horas con enfriamiento, a 30-37°C, 191 g (1 equivalente) de la polialquilenpoliamina parcialmente acilada del Ejemplo 6 con 202 g (1 equivalente) del éster 4-metil-2-pentílico de ácido fosfórico del Ejemplo 15 y 98 g de isopropanol. La mezcla de reacción se calienta a 60°C durante 1 hora. La solución resultante tiene un contenido en nitrógeno de 4,60 % y un contenido en fósforo de 5,74 %.

EJEMPLO 28

Se prepara una sal mezclando durante 0,5 horas, a 24-40°C, 379,5 g (1,5 equivalentes) del éster decílico de



27

1 ácido fosfórico del Ejemplo 14 con 286,5 g (1,5 equivalentes) de la polialquilenpoliamina parcialmente acilada del Ejemplo 6. La reacción es exotérmica y se emplea como refrigeración un baño de agua. La mezcla de reacción se calienta a 90-100°C durante 1,25 horas. El producto resultante tiene un contenido en nitrógeno de 5,12 % y un contenido en fósforo de 5,56 %.

EJEMPLO 29

Se prepara una sal mezclando durante 0,5 horas a 23-60°C, 294 g (1,16 equivalentes) del éster decílico de ácido fosfórico del Ejemplo 14 con 247 g (1,55 equivalentes) de la polialquilenpoliamina parcialmente acilada del Ejemplo 6. La reacción es exotérmica y se emplea un baño refrigerante. La mezcla de reacción se calienta durante 1 hora a 90-100°C. El producto resultante tiene un contenido en nitrógeno de 5,49 % y un contenido en fósforo de 5,47 %.

EJEMPLO 30

Se prepara una sal mezclando 2067 g (7,8 equivalentes) del éster tridecílico de ácido fosfórico del Ejemplo 13 con 5000 g (7,8 equivalentes) de una solución en xileno que contiene el 75 % de una polialquilenpoliamina parcialmente acilada preparada por el procedimiento del Ejemplo 1 y 714 g de xileno. Se produce una reacción exotérmica que hace que la temperatura aumente de 23 a 44°C. La solución resultante contiene el 25 % de xileno, 3,49 % de nitrógeno y 2,21 % de fósforo.

EJEMPLO 31

Se prepara una sal mezclando 201 g (0,75 equivalentes) del éster heptilfenílico de ácido fosfórico del Ejemplo 16 con 364 g (0,498 equivalentes) de la polialquilenpoli



1 amina parcialmente acilada preparada por el procedimiento del
Ejemplo 1 y 71 g de xileno. Se produce una reacción exotérmi-
ca y la temperatura sube de 22° a 56°C. La mezcla de reacción
se calienta a 60°C durante 0,5 horas. La solución resultante
5 contiene el 25 % de xileno, 2,86 % de nitrógeno y 2,53 % de
fósforo.

EJEMPLO 32

Se prepara una sal siguiendo el procedimiento del
Ejemplo 31 con la diferencia de que la relación equivalente
10 de éster heptilfenílico de ácido fosfórico a polialquilaipo-
liamina parcialmente acilada es de 2:1. La solución resultan-
te contiene el 24,75 % de xileno, 2,58 % de nitrógeno y 3,13
% de fósforo.

EJEMPLO 33

15 Se prepara una sal siguiendo el procedimiento del
Ejemplo 31 con la diferencia de que la relación equivalente
de éster heptilfenílico de ácido fosfórico a polialquilen-
poliamina parcialmente acilada es de 1:1. La solución resul-
tante contiene el 24,75 % de xileno, 3,37 % de nitrógeno y
20 2,0 % de fósforo.

EJEMPLO 34

Se prepara una sal mezclando 292 g (1,2 equivalen-
tes) del éster tridecílico de ácido fosfórico del Ejemplo 13
con 462 g (1,2 moles) de la polialquilenpoliamina parcialmen-
25 te acilada preparada por el procedimiento del Ejemplo 7. La
reacción es exotérmica y la temperatura sube de 25° a 35°C.
La mezcla de reacción se agita durante 0,5 horas más. Se
mezclan con el producto 246 g de xileno y se filtra. La so-
lución resultante contiene el 24,75 % de xileno, 1,66 % de
30 nitrógeno y 2,66 % de fósforo.



27

EJEMPLO 35

1 Se prepara una sal siguiendo el procedimiento del
Ejemplo 34 con la diferencia de que la proporción de éster
tridecílico de ácido fosfórico a polialquilenpoliamina par-
5 cialmente acilada es tal que por cada 0,667 moles de nitró-
geno hay 1 equivalente de ácido. La solución resultante con-
tiene el 24,75 % de xileno, 1,38 % de nitrógeno y 3,35 % de
fósforo.

EJEMPLO 36

10 Se prepara una sal siguiendo el procedimiento del
Ejemplo 34 con la diferencia de que la proporción de éster
tridecílico de ácido fosfórico a polialquilenpoliamina par-
cialmente acilada es tal que por cada 0,5 moles de nitrógeno
hay 1 equivalente de ácido. La solución resultante contiene
15 el 24,75 % de xileno, 1,12 % de nitrógeno y 3,65 % de fós-
foro.

EJEMPLO 37

20 Se prepara una sal mezclando 187 g (0,50 equivalen-
tes) del éster dodecilfenílico de ácido fosfórico del Ejem-
plo 17 y 66 g de xileno con 365 g (0,50 equivalentes) de la
polialquilenpoliamina parcialmente acilada preparada por el
procedimiento del Ejemplo 1. La reacción es exotérmica y la
temperatura sube de 25° a 55°C. La mezcla de reacción se agi-
ta durante 4,2 horas y se filtra. La solución resultante
25 contiene 24,75 % de xileno, 3,0 % de nitrógeno y 1,87 % de
fósforo.

EJEMPLO 38

30 Se prepara una sal siguiendo el procedimiento del
Ejemplo 37 con la diferencia de que la proporción de éster
dodecilfenílico de ácido fosfórico a polialquilenpoliamina



2700

1 parcialmente acilada es tal que por cada 0,667 equivalentes de amina hay 1 equivalente de ácido. La solución resultante contiene 24,75 % de xileno, 2,46 % de nitrógeno y 2,36 % de fósforo.

5 EJEMPLO 39

Se prepara una sal mezclando 200 g (0,82 equivalentes) del éster tridecílico de ácido fosfórico del Ejemplo 13 y 167 g de xileno con 289 g (0,82 moles de nitrógeno) de la polialquilenpoliamina parcialmente acilada preparada por el procedimiento del Ejemplo 8. La reacción es exotérmica y la temperatura sube de 25° a 38°C. La mezcla de reacción se agita durante 0,2 horas más y se filtra. La solución resultante contiene el 24,75 % de xileno, 1,62 % de nitrógeno y 2,57 % de fósforo.

15 EJEMPLO 40

Se prepara una sal siguiendo el procedimiento del Ejemplo 39 con la diferencia de que la proporción de éster tridecílico de ácido fosfórico a polialquilenpoliamina parcialmente acilada es tal que por cada 0,66 moles de nitrógeno en la composición de aminas hay 1 equivalente de ácido. La solución resultante contiene el 24,75 % de xileno, 1,37 % de nitrógeno y 3,29 % de fósforo.

20 EJEMPLO 41

Se prepara una sal por el procedimiento del Ejemplo 39 con la diferencia de que la proporción de éster tridecílico de ácido fosfórico a polialquilenpoliamina parcialmente acilada es tal que por cada 0,5 moles de nitrógeno en la composición de aminas hay 1 equivalente de ácido. La solución resultante contiene el 24,75 % de xileno, 1,17 % de nitrógeno y 3,71 % de fósforo.

30



27

EJEMPLO 42

1 Se prepara una sal mezclando 108 g (0,441 equivalentes) del éster tridecílico de ácido fosfórico del Ejemplo 13 con 600 g (0,441 equivalentes) de la polialquilenpoliamina
5 parcialmente acilada preparada por el procedimiento del Ejemplo 9. La reacción es exotérmica y la temperatura sube de 25° a 30°C. La mezcla de reacción se agita sin calentar durante 0,5 horas y se filtra. La solución resultante contiene 20,4 % de xileno, 0,86 % de nitrógeno y 1,35 % de fósforo.

EJEMPLO 43

10 Se prepara una sal siguiendo el procedimiento del Ejemplo 42 con la diferencia de que la proporción de éster tridecílico de ácido fosfórico a polialquilenpoliamina parcialmente acilada es tal que por cada 0,667 equivalentes de
15 la composición de aminas hay 1 equivalente de ácido. La solución resultante contiene el 20 % de xileno, 0,78 % de nitrógeno y 1,88 % de fósforo.

EJEMPLO 44

20 Se prepara una sal mezclando 244 g (1 equivalente) del éster tridecílico de ácido fosfórico del Ejemplo 13 y 32 g de xileno con 581 g (1 equivalente) de la polialquilenpoliamina parcialmente acilada del Ejemplo 10. La reacción es exotérmica y la temperatura sube de 24° a 45°C. La mezcla de reacción se agita sin calentar durante 0,5 horas y se filtra.
25 La solución resultante contiene el 20 % de xileno, 1,56 % de nitrógeno y 2,49 % de fósforo.

EJEMPLO 45

30 Se prepara una sal siguiendo el procedimiento del Ejemplo 44 con la diferencia de que la proporción de éster tridecílico de ácido fosfórico a polialquilenpoliamina par-



27

1 cialmente acilada es tal que por cada 0,67 equivalentes de la composición de aminas hay 1 equivalente de ácido. La solución resultante contiene el 20 % de xileno, 1,34 % de nitrógeno y 3,21 % de fósforo.

5

EJEMPLO 46

Se prepara una sal mezclando 152 g (0,623 equivalentes) del éster tridecílico de ácido fosfórico del Ejemplo 13 y 8 g de xileno con 600 g (0,623 equivalentes) de la polialquilenpoliamina parcialmente acilada preparada por el procedimiento del Ejemplo 11. La reacción es exotérmica y la temperatura sube de 24° a 33°C. Se continúa mezclando durante 10 0,5 horas y después se filtra el producto. La solución resultante contiene el 20% de xileno, 1,19 % de nitrógeno y 1,75 % de fósforo.

15

EJEMPLO 47

Se prepara una sal siguiendo el procedimiento del Ejemplo 46 con la diferencia de que la proporción de éster tridecílico de ácido fosfórico a polialquilenpoliamina parcialmente acilada es tal que por cada 0,567 equivalentes de 20 la composición de aminas hay 1 equivalente de ácido. La solución resultante contiene el 20 % de xileno, 1,06 % de nitrógeno y 2,34 % de fósforo.

EJEMPLO 48

Se prepara una sal mezclando 300 g (1,23 equivalentes) del éster tridecílico de ácido fosfórico del Ejemplo 13 y 224 g de xileno con 346 g (0,82 equivalentes) de la polialquilenpoliamina parcialmente acilada preparada por el procedimiento del Ejemplo 12. La reacción es exotérmica y la temperatura sube de 65° a 70°C. Se continúa mezclando durante 25 0,5 horas sin calentar y se filtra el producto. La 30

27



1 - solución resultante contiene el 25 % de xileno, 2,36 % de
nitrógeno y 3,06 % de fósforo.

EJEMPLO 49

5 Se prepara una sal siguiendo el procedimiento del
Ejemplo 48 con la diferencia de que la proporción de éster
tridecílico de ácido fosfórico a polialquilenpoliamina par-
cialmente acilada es tal que por cada equivalente de la com-
posición de aminas hay 1 equivalente de ácido. La solución
10 resultante contiene el 25 % de xileno, 3,02 % de nitrógeno
y 2,37 % de fósforo.

Las sales del ácido organofosfórico de (A) y la po-
lialquilenpoliamina parcialmente acilada de (B) son solubles
en gasolina y pueden incorporarse a una gasolina simplemen-
te mezclándolas con la misma a la concentración deseada. Al-
15 ternativamente, pueden disolverse primero en un disolvente
combustible, particularmente un disolvente hidrocarbonado
con un punto de ebullición inferior a unos 250°C tal como
nafta, benceno, tolueno, xileno, gasolina o aceite mineral
ligero para obtener un concentrado fluido y a continuación
20 puede diluirse este concentrado con gasolina para obtener
la composición combustible final. En muchos casos, es con-
veniente preparar la sal en la composición combustible fi-
nal añadiendo el reactivo fosforado ácido y el reactivo ami-
nado sobre la composición combustible final en concentra-
25 ciones adecuadas. La concentración de las sales en la gaso-
lina final generalmente está comprendida entre el 0,0001 %
y el 0,05 % en peso aproximadamente. La concentración prefe-
rida es alrededor de 0,002 % a 0,02 %. Puede emplearse una
concentración superior a 0,05 % pero generalmente no es ne-
30 cesaria.



1 Se cree que los tirones y el calado de los motores
de gasolina carburada, particularmente durante el tiempo hú-
medo y frío, son debidos al hielo que se forma en las proxi-
2 midades de la circunferencia de la mariposa de control. Es-
5 te hielo reduce el paso de la mezcla aire-gasolina a la cá-
mara de combustión y hace que se cale el motor en ralentí.
La utilidad de las composiciones de esta invención como agen-
tes anti-congelantes para la gasolina se demuestra mediante
un ensayo de laboratorio de congelación del carburador.

10 El aparato para este ensayo consta de una torre ci-
lindrica de 6 galones (22,7 litros) rellena de hielo macha-
cado. Un carburador rudimentario que lleva adaptados un sis-
tema de acelerador y una mariposa de control, un manómetro
de mercurio de 30 pulgadas (760 mm) y dos bombas de vacío.
15 El carburador se hace con un tubo de Venturi de latón en el
cual se introduce gasolina mediante una aguja hipodérmica
nº 20. El sistema de acelerador adaptado consiste en un tu-
bo de lucita de 1,5 pulgadas (38,1 mm) de diámetro externo
provisto de una mariposa de control circular de latón. Una
20 camisa de refrigeración hueca rodea al tubo de lucita y el
manómetro de mercurio está conectado a una llave situada a
la salida de dicho tubo. Durante el funcionamiento del apa-
rato, se saca aire frío de la torre de hielo a través de la
camisa de refrigeración mediante una de las bombas de vacío,
25 enfriando así el tubo de lucita a 9-13°C. La otra bomba de
vacío que va unida a la salida del tubo de lucita, saca aire
húmedo y frío de la torre de hielo, lo mezcla con el combus-
tible en el carburador y hace que la mezcla de aire-combusti-
ble resultante pase a través del tubo de lucita enfriado
30 provisto de la mariposa de control. Cuando se forma hielo en



1 - esta última, se refleja en un brusco aumento en el vacío re-
 registrado en el manómetro. El tiempo requerido para que se
 produzca este aumento es una medida de las propiedades anti-
 congelantes de la gasolina; ésto es, cuanto más largo sea el
 5 tiempo mejores serán las características anti-congelantes de
 la gasolina.

Las características anti-congelantes mejoradas garan-
 tizadas por la incorporación a la gasolina de una composi-
 ción de esta invención quedan claramente demostradas por es-
 10 te ensayo en la siguiente Tabla I.

TABLA I

Ensayo de laboratorio de anti-congelación

Agente mejorador en la ga solina ensayada (iso-octa no)	Tiempo en segundos para que se produzca un brus co aumento del vacío
15 Ninguno (control)	17
0,006 % en peso del pro- ducto del Ejemplo 21	53
0,008 % en peso del pro- ducto del Ejemplo 22	35
20 0,006 % en peso del pro- ducto del Ejemplo 23	32

La eficacia de los aditivos para combustibles en la
 prevención del calado de los motores debido a la formación
 de hielo en la mariposa de control del carburador se demues-
 25 tra también mediante un ensayo de congelación del carburador
 realizado en el laboratorio utilizando un motor de 6 cilin-
 dros Chevrolet. En este ensayo se suministra aire a 46-49°F
 (7,8-9,4°C) y 100 % de humedad relativa, mediante un sistema
 humidificador y acondicionador de aire, a un carburador de
 30 una sola cubeta Stromberg DXOV-2 montado sobre una extensión



27

1 vertical de 18 pulgadas (457 mm) del colector de admisión
de un motor Chevrolet de 6 cilindros, de 216 pulgadas³
(3539 cm³). Entre el carburador y el sistema de acelerador
se inserta un manguito separador de plástico transparente
5 que permite observar la formación de hielo durante este en-
sayo.

En la preparación de este ensayo, se introduce aceite
limpio en el motor, se colocan bujías nuevas o limpias, se
purga el sistema de combustible, se lava la mariposa de con-
10 trol con xileno, el punto del motor se coloca a 5°DTC a
500 r.p.m. y el tornillo de tope de cierre de mariposa se
ajusta para que el motor esté en ralentí a 500 r.p.m. y fun-
cione a 1750 r.p.m.

Durante el ensayo se mantienen las siguientes tempera-
15 turas: temperatura seca del aire entrante, 46-49°F (7,8-
9,4°C); temperatura húmeda del aire entrante igual a la tem-
peratura seca; temperatura del combustible, 46-49°F (7,8-
9,4°C); temperatura del orificio del carburador, 28°F ± 1°F
(-2,2°C ± 0,5°C).

20 El procedimiento de ensayo es el siguiente:

1. Se hace funcionar el motor a 1750 r.p.m. hasta que
la temperatura de la mariposa de control desciende
a 30°F (-1,1°C).
2. Se para el motor hasta que la mariposa de control
25 se calienta a 40°F (4,4°C).
3. Se ponen en marcha simultáneamente el motor y un
cronómetro y se hace funcionar el primero a 1750
r.p.m. hasta que se observa que se ha formado hielo
suficiente para hacer que el motor se cale.
- 30 4. Se apaga el calentador del carburador, se deja

270



1 - funcionar el motor durante 20 segundos más a 1750 r.p.m. y después se vuelve a ralenti a 500 r.p.m. durante 10 segundos.

5 5. Si el motor se cala, se repiten las etapas 1 a 4 reduciendo los tiempos de funcionamiento a 1750 r.p.m. por incrementos de 1/4 de minuto hasta que el motor continúa funcionando durante 10 segundos en ralenti. Si no se cala, se repiten las etapas 1 a 4 aumentando los tiempos de funcionamiento a 1750 r.p.m. por incrementos de 1/4 de minuto hasta que se cala durante la marcha en ralenti durante el período de 10 segundos. Si el motor no se cala en 6 minutos de funcionamiento, se adjudica al combustible una clasificación de 64.

15 Antes del ensayo se calibra el motor con el combustible base y con el combustible base más el 1 % de alcohol isopropílico. El motor se ajusta de forma que se cale con el combustible base al cabo de 1 1/4 minutos ± 1/4 de minuto de funcionamiento a 1750 r.p.m. y que funcione entre 5 y 6 minutos a 1750 r.p.m. antes de calarse utilizando el combustible base más el 1 % de alcohol isopropílico.

20 Las características anti-congelantes mejoradas obtenidas mediante la incorporación a la gasolina de una composición de esta invención quedan claramente indicadas por este ensayo en la siguiente Tabla II.

30



27

TABLA II

Ensayo de laboratorio de anti-congelación de carburadores

	<u>Agente mejorador en la gasolina ensayada (una gasolina corriente de invierno)</u>	<u>Tiempo en minutos a 1750 r.p.m. para que el motor se cale</u>
1		
5	Ninguno (control)	1,50
	1,09 % en peso de isopropanol	5-6
	0,004 % en peso del producto del Ejemplo 34	3,50*
		3,75
		3,50
10	0,004 % en peso del producto del Ejemplo 35	5,00*
		4,75
		5,00
		4,25
		4,75
15		4,50
	0,004 % en peso del producto del Ejemplo 36	5,00*
		5,00
		4,75
		5,00
20		5,00
		4,75
	0,004 % en peso del producto del Ejemplo 30	5,75*
		5,75
		5,50
25	0,0024 % en peso del producto del Ejemplo 30	4,50*
		4,25
		4,25
	0,0012 % en peso del producto del Ejemplo 30	3,50*
		3,75
30	* múltiples ensayos.	4,00



270

1 Además de los aditivos anti-congelantes aquí descritos
las gasolinas de esta invención pueden contener también adi-
tivos convencionales, como por ejemplo: agentes anti-deto-
nantes como compuestos de plomo tetra-alquilo; eliminado-
5 res de plomo tales como haloalcanos; preventores o modifi-
cadores de depósitos como fosfatos de triarilo; colorantes;
antioxidantes como 2,6-di-terc-butil-4-metilfenol; inhibi-
dores de la formación de herrumbre como ácidos succínicos
alquilados; agentes bacteriostáticos; inhibidores de la go-
10 ma; desactivantes metálicos; desemulsionantes; lubricantes
del cilindro superior y similares.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita
recaerá sobre las siguientes:

15

20

25

30



1

- REIVINDICACIONES -

5

10

15

20

25

30

1. Un procedimiento para la obtención de una composición combustible para motores de combustión interna que consta esencialmente de una cantidad importante de combustible - hidrocarbonado, cuyo punto de ebullición se encuentra en el intervalo del de la gasolina, y una cantidad inferior de una composición que contiene el producto de (A) un ácido fosfórico sustituido con un radical orgánico y (B) una polialquilenpoliamina, caracterizado dicho procedimiento por hacer reaccionar una mezcla de un ácido carboxílico orgánico por lo menos con una cantidad equivalente de una polialquilenpoliamina, a una temperatura comprendida entre 100°C y 350°C aproximadamente, y separar el agua formada en la reacción.

2. Un procedimiento de acuerdo con la Reivindicación 1, caracterizado por hacer reaccionar la polialquilenpoliamina acilada con el 0,1 al 20 % de un óxido de alquileo inferior.

3. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado además porque el ácido fosfórico sustituido con un radical orgánico (A) es una mezcla de ácidos fosfóricos monosustituídos y disustituídos.

4. Un procedimiento de acuerdo con la Reivindicación 1, caracterizado porque el ácido carboxílico orgánico de (B) es un ácido monocarboxílico alifático.

5. Un procedimiento de acuerdo con la Reivindicación 1, caracterizado además porque la proporción equivalente de (A) a (B) es del orden de 2:1 a 1:2.

6. Un procedimiento de acuerdo con la Reivindicación 1, caracterizado además porque la proporción equivalente de ácido carboxílico a polialquilenpoliamina de (B) es del or--

22 AB



1
5
10
15
20
25
30

den de 1:4 a 1:1.

7. Se reivindica por último como objeto sobre el -
que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita :
"UN PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE UNA COMPOSICION COM-
BUSTIBLE PARA MOTORES DE COMBUSTION INTERNA".

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la -
presente Memoria descriptiva que consta de treinta y seis pá-
ginas mecanografiadas.

Madrid, 3 Septiembre 1.966

BERNARDO UNGRIA
P.P.