

P - 36.585

U.S. Appln. Ser  
Nº 505.451

346274

**Memoria descriptiva**



- 8 NOV

**para solicitar** PATENTE DE INTRODUCCION **por 10 años**

**a nombre de** R.T. VANDERBILT COMPANY, INC.

**entidad / de nacionalidad** norteamericana

**con domicilio en** 230 Park Avenue, Nueva York, N.Y., Estados Unidos de América

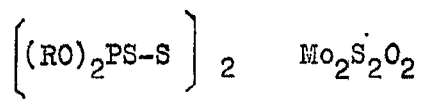
**por:** "UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UN COMPUESTO QUE TIENE PROPIEDADES ANTI-DESGASTE BAJO PRESION EXTREMA"  
(Clase Internacional C10m C07f)



La presente invención se refiere a compuestos de molibdeno, y en particular a órgano fosforoditricatos-oximolibdénicos sulfurados.

5 Se han preparado anteriormente numerosos compuestos que contienen molibdeno. Estos compuestos de molibdeno incluían átomos de oxígeno y azufre, y algunos de ellos incluían radicales fósforoditricato.

10 Se ha descubierto, de acuerdo con la presente invención, que ciertos compuestos novedosos de molibdeno son agentes eficaces para presiones extremas, y proteger las superficies metálicas móviles contra el desgaste. Estos compuestos molibdénicos poseen la siguiente estructura general:



15 en la cual R es un grupo alcohol, cicloalcohol, arilo o alcoholarilo que tiene de 1 a 30 átomos de carbono. Si R es un grupo alcohol, el número preferido de átomos de carbono varía de 1 a 20, y se encuentra comprendido preferentemente entre 3 y 8. Si R es un grupo  
 20 arilo, el número preferido de átomo de carbono varía desde 6 a 26, es decir, que los grupos fenilos y fenilos alcoholados en los cuales el sustituyente alcohol contiene de 1 a 20 átomos de carbono, por ejemplo de 4 a 9 átomos de carbono. Sin embargo, los compuestos no tienen sino un  
 25 solo radical fosforoditricato por átomo de molibdeno.

De acuerdo con la presente invención, pueden prepararse los compuestos disolviendo óxido molibdico en una solución de hidróxido alcalino, de hidróxido de magne-



8 NOV 1957

sio, de hidróxido de berilio o de hidróxido de amonio,  
e incorporándole una cantidad sensiblemente equivalente  
con respecto al hidróxido, de un ácido mineral fuerte tal  
como el ácido sulfúrico. Puede prepararse separadamente  
5 un ácido reactivo órgano fosforoditicoico tratando un mono-  
alcohol o un monofenol con pentasulfuro de fósforo en la  
relación molecular de 4:1. Se agrega luego el reactivo  
ácido fosforoditicoico a la solución de molibdato preceden-  
temente mencionado; de esa manera las operaciones ulte-  
10 riores permiten obtener un órgano fosforoditicoato oximolib-  
denico sulfurado.

Es importante, llegados a este punto, calentar  
la mezcla de ácido fosforoditicoico y molibdato a la tem-  
peratura de reflujo, por ejemplo de alrededor de 85 a  
15 100 grados centígrados. La duración de la reacción varía  
en general de 1 a 5 horas.

También es importante utilizar a este caso dos  
moléculas de ácido fosforoditicoico por cada molécula de  
molibdato, de manera de obtener un rendimiento máximo de  
20 producto de acuerdo con la presente invención que tenga  
un radical fosforoditicoato por radical de molibdeno. La  
reacción no requiere catalizador. El agua constituye disol-  
vente pero pueden hallarse presentes otros disolventes  
inertes, por ejemplo un aceite aromático de viscosidad  
25 reducida.

El producto de la reacción, vale decir el órga-  
no fosforoditicoato oximolibdénico sulfurado, puede ser  
líquido o sólido según el radical orgánico presente en  
el ácido fosforoditicoico. Si el producto que contiene  
30 molibdeno es sólido, se lo separa por filtración. Si el



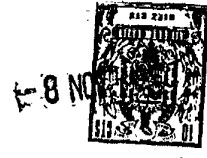
producto que contiene al molibdeno es líquido, se lo se-  
para filtrando los sub-productos sólidos y destilando para  
eliminar el disolvente.

Los compuestos de acuerdo con la presente inven-  
5 ción pueden utilizarse directamente como lubricantes. Ello  
conduce a utilizarlos como agentes antidesgaste o como  
agentes para presiones extremas. Los compuestos de acuerdo  
con la presente invención pueden utilizarse también como  
aditivos en todos los aceites o grasas de lubricación.

10 Como aditivos, los compuestos se utilizan generalmente en  
cantidades reducidas, por ejemplo de 0,2 a 20 por ciento  
preferentemente 0,2 a 10 por ciento. De ese modo, un lu-  
bricante conocido extraído del petróleo, tal como un acei-  
te para turbinas, otros aceites ligeros, un aceite de en-  
15 grase de viscosidad SAE 90 y otros aceites pesados, o un  
lubricante sintético de tipo conocido tal como los ésteres  
los poliéteres y los silicones, pueden contener un compues-  
to que contenga molibdeno, de acuerdo con la presente in-  
vención. Además del compuesto molibdénico mencionado, los  
20 aceites o grasas lubricantes pueden contener aditivos  
corrientes, tales como agentes espesantes para la produc-  
ción de grasas lubricantes (por ejemplo arcillas, otros  
pigmentos, jabones alcalinos, jabones alcalinotérreos u  
otros jabones), inhibidores de la corrosión, antioxidantes  
25 agentes contra la formación de óxido, agentes que disminu-  
yen la viscosidad, agentes que disminuyen el punto de li-  
quefacción, detergentes, otros agentes para presión extre-  
ma, otros agentes anti-desgaste, etc.

La presente invención permite, por lo tanto, pre-  
30 parar nuevos organo-fosforoditicoato oximolibdénicos sul-

346274



5

furados que tienen un radical fosforoditicato por átomo de molibdeno. Estos compuestos tienen propiedades anti-desgaste bajo presiones elevadas y actúan como antioxidantes cuando se incorporan en los aceites y grasas lubricantes. Además, los compuestos de acuerdo con la presente invención, presentan iguales propiedades cuando se utilizan aisladamente sobre superficies frotantes.

10

Los ejemplos siguientes son ilustrativos pero no limitativos del alcance del invento. Salvo indicación en contra, todas las partes y porcentajes se dan en peso.

EJEMPLO I

15

Se preparó di-isopropilfosforoditicato oximolibdénico sulfurado colocando 72 grmos (0,5 mol) de óxido molíbdico puro y 300 mililitros de agua en un frasco de tres bocas dotado de un agitador, un termómetro y un refrigerante a reflujo. Se agregaron luego 35 gramos de una solución al 50 por ciento de soda (0,44 mol) y se calentó la mezcla para obtener disolución. Se agregaron luego 21,7 gramos de ácido sulfúrico al 96 por ciento (0,21 mol) y se refrigeró la mezcla por debajo de 50 grados centígrados. Luego se agregaron 268 gramos de ácido diisopropil fosforoditicoico activo al 80 por ciento en un aceite aromático de viscosidad reducida (1,0 mol). Se calentó la mezcla resultante en reflujo (85-95 grados centígrados) durante dos horas, se refrigeró y luego se filtró. Luego se lavó el sólido sucesivamente con agua, metanol y hexano hasta obtener 177,0 gramos de un sólido amarillo. Luego de recristalización desde hexano, el diisopropil fosforoditicato oximolibdénico sulfurado fundía a la temperatura de 140-141 grados centígrados y respondía

20

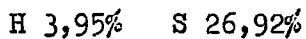
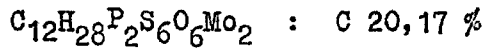
25

30

346274



al análisis siguiente: calculado para:



Hallado: C 20,52 % H 3,94 %, S 25,52 %

5

El espectro infrarrojo del di-isopropil fosforoditricato oximolibdénico sulfurado presentaba los siguientes máximo de absorción:

|    | <u>Micrones</u> | <u>Intensidad</u> |
|----|-----------------|-------------------|
|    | 3,45            | fuerte            |
| 10 | 6,85            | moderada          |
|    | 7,29            | moderada          |
|    | 8,50            | moderada          |
|    | 9,10            | débil             |
|    | 10,27           | muy fuerte        |
| 15 | 11,20           | moderada          |
|    | 13,07           | moderada a fuerte |
|    | 13,40           | moderada          |
|    | 14,00           | débil a moderada  |

20

EJEMPLO II

Se preparó di-isobutilfosforoditricato oximolibdénico sulfurado a partir de 36 gramos (0,25 mol) de óxido molibdico puro en 100 mililitros de agua disueltos en 17,5 gramos de una solución de soda al 50 por ciento (0,22 mol) según se describe en el ejemplo I. Se trató la mezcla con 10,52 gramos de ácido sulfúrico al 96 por ciento (0,11 mol) y se refrigeró la solución por debajo de 50 grados centígrados antes de agregar 181,0 gramo (0,50 mol) de ácido di-isobutilfosforoditricico. Se calentó la mezcla resultante durante dos horas a la temperatura

30

de 95-100 grados centígrados, se refrigeró y se la vertió en una ampolla de decantación. Se separó la capa aceitosa se lavó con agua y se dejó en reposo de un día para el otro. Se redujo por ebullición en metanol el producto so-

5  
10  
Calculado para:  $C_{16}H_{36}P_2S_6O_6Mo_2$  : C 24,94 %, H 4,71 %

P 8,04 % , S 24,96 % , Mo 24,90 %

Hallado: C 25,19%, H 4,65% , P 8,00 % , S 24,87 % ,  
Mo 24,26%

15  
El espectro infrarrojo del di-isobutilfosforoditricato oximolibdénico sulfurado presentaba los siguientes máximos de absorción:

|    | <u>Micrones</u> | <u>Intensidad</u> |            |
|----|-----------------|-------------------|------------|
|    | 3,45            | fuerte            |            |
|    | 6,85            | moderada a fuerte |            |
| 20 | 7,20            | moderada          |            |
|    | 9,80            | fuerte            | } triplete |
|    | 10,05           | muy fuerte        |            |
|    | 10,27           | fuerte            |            |
| 25 | 11,88           | moderada          |            |

EJEMPLO III

Siguiendo el modo operativo del ejemplo I, se preparó di-(etil-2- hexil)fosforoditricato oximolibdénico



4-8 N

sulfurado a partir de una mezcla de 50 gramos (0,35 mol) de óxido molibídico puro y de 75 mililitros de agua, tratada con 24,2 gramos de una solución de soda al 50 por ciento (0,30 mol) con calentamiento para realizar la solución. Se agregaron 14,6 gramos de ácido sulfúrico al 96 por ciento (0,14 mol) y se refrigeró la solución por debajo de 50 grados centígrados. Luego de agregar 245 gramos (0,69) de ácido di-(etil-2-hexil)fosforoditicoico, se calentó la mezcla resultante durante 5 horas a 95-100 grados centígrados y luego se vertió en una ampolla de decantación. Se separó la capa aceitosa, se lavó con agua y se disolvió en hexano. Se lavó luego con agua la solución hexánica y se evaporó el disolvente para obtener 265 gramos de di-(etil-2-hexil)fosforoditicato oximolibdénico sulfurado liquido pardo que se ensayó sin otra purificación. El espectro infrarrojo del di-(etil-2-hexil)fosforoditicato oximolibdénico sulfurado presentaba los máximos de absorción siguientes:

|    | <u>Micrones</u> | <u>Absorción</u>  |
|----|-----------------|-------------------|
| 20 | 3,45            | fuerte            |
|    | 6,85            | moderado a fuerte |
|    | 7,25            | moderado          |
|    | 8,7             | débil a moderado  |
|    | 10,10           | muy fuerte        |
| 25 | 10,55           | moderado          |
|    | 12,30           | débil             |
|    | 13,9            | débil             |

346274

EJEMPLO IV



5 Se preparó di-(p-terbutilfenil)fosforoditicato oximolibdénico sulfurado colocando 72 gramos (0,5 mol) de óxido molibídico puro y 500 mililitros de agua en un frasco de 3 bocas de 2 litros, dotado de un agitador, un termómetro y un refrigerante. Se agregaron luego 35 gramos de una solución de soda al 50 por ciento (0,44 mol) y se calentó la mezcla resultante para realizar la solución. Se agregaron 21,7 gramos de ácido sulfúrico al 96 por ciento

10 (0,21 mol) y se refrigeró la solución resultante por debajo de 50 grados centígrados antes de agregar 372 gramos (1,0 mol) de ácido di-(p-terbutilfenil)fosforoditicoico. Se mantuvo esta mezcla en reflujo durante dos horas, se refrigeró y filtro hasta obtener 70 gramos de un sólido

15 pardo. Luego de varias recristalizaciones desde tolueno, se obtuvo un producto castaño que es el di-(p-terbutilfenil) fosforoditicato oximolibdénico sulfurado. Este producto fundía a la temperatura de 225-227 grados centígrados y respondía al análisis siguiente:

20 Calculado para:  $C_{40}H_{52}P_2S_6O_6Mo_2$  : C 44,68 %, H 4,88 %  
S 17,90 %, p.mol. 1075

Hallado C 44,61 %, H 4,87 %, S 18,06%, p.mol 1006

25 El peso molecular hallado por el método de la tensión de vapor, indicaba que el producto existía además bajo la forma de dímero y de monómero. El espectro infrarrojo del di-(p-terbutilfenil)fosforoditicato oximolibdénico sulfurado, presentaba los máximos de absorción siguientes:

346274



|    | <u>Micrones</u> | <u>Absorción</u>  |
|----|-----------------|-------------------|
|    | 3,45            | fuerte            |
|    | 6,83            | moderada a fuerte |
|    | 7,27            | moderado          |
| 5  | 8,4             | moderado          |
|    | 8,63            | fuerte            |
|    | 10,27           | moderado a fuerte |
|    | 10,60           | fuerte            |
|    | 10,90           | fuerte            |
| 10 | 11,85           | moderado          |
|    | 12,02           | fuerte            |
|    | 12,72           | moderado          |
|    | 14,90           | débil a moderado  |

EJEMPLO V

15                    Para preparar di-(nonilfenil)fosforoditicato  
oximolibdénico sulfurado se introducen 72 gramos (0,5 mol)  
de óxido molibídico puro en 500 mililitros de agua y se  
realiza la disolución según el método descrito en el ejem-  
plo IV agregando 35 gramos de una solución de soda al 50  
20                    por ciento (0,44 mol). Se adicionan 21,7 gramos de ácido  
sulfúrico al 96 por ciento (0,21 mol) y se refrigera la  
solución por debajo de 50 grados centígrados antes de adi-  
cionar 534 de ácido di-(nonilfenil)fosforoditicoico (1,0 mol).  
Se calentó la mezcla resultante durante 2 horas a la tem-  
25                    peratura de 100 grados centígrados y luego se refrigeró.  
Se separó de esa manera una capa aceitosa de color casta-  
ño y se la lavó primeramente con agua y después con meta-  
nol. Se disolvió el aceite en hexano, se filtró y se eva-  
poró el disolvente hasta obtener 521 gramos de di-(nonilfe-



nil)fosforoditicato oximolibdénico sulfurado de color castaño bruto.

5

Se preparaon del mismo modo los di-n-propil y di-n-aminlfosforoditicos oximolibdénicos sulrurados.

EJEMPLO VI

10

Se prepararon varios órganos fosforoditicos oximolibdénicos sulfurados de la manera descrita en los ejemplos precedentes pero variando el grupo orgánico. Los ensayos de estabilidad térmica se realizaron colocando 100 mililitros de un aceite de fuerte tenor de aromáticos, de viscosidad reducida, alambres de cobre y de hierro como catalizadores de la oxidación y 5 por ciento en peso de diferentes organofosforoditicos oximolibdénicos sulfurados en cristalizadores de 250 mililitros colocados en un horno de circulación de aire a la temperatura de 121,1 grados centígrados. Se determinó día por día en los cristalizadores la formación de cienos, el desprendimiento de hidrógeno sulfurado y se observó el tiempo de descomposición de acuerdo con la siguiente tabla I.

15

20

TABLA I

| <u>Grupos orgánico</u> | <u>Vida del aditivo (dias)</u> |
|------------------------|--------------------------------|
| n-propilo              | 1                              |
| isopropilo             | 1                              |
| isobutilo              | 3                              |
| n-amilo                | 1                              |
| etil-2-hexilo          | 3                              |
| nonilfenilo            | 21 (a)                         |

25

346274



(a) 14 días a 121,1 grados centígrados, después 7 días a 148,9 grados centígrados. Al cabo de estos 21 días, el aceite se encontraba todavía en estado bastante bueno.

Este ejemplo demuestra que los compuestos de acuerdo con la presente invención tienen estabilidad térmica aceptable, y que la estabilidad térmica de los di-(nonilfenil)fosforoditricatos oxinolibdénicos sulfurados es especialmente notable.

#### EJEMPLO VII

Se realizaron ensayos Timken para grasa lubricante en varios compuestos de los ejemplos I, III y V. Se combinaron cantidades de grasadel tipo hidroxil-12-estearato de litio sin otro aditivo que este agente espesante, en diversas proporciones con cada organofosforotricato oximolibdénico sulfurado. El di-isopropilfosforotricato oximolibdénico sulfurado se ensayó en una proporción de 2 por ciento del peso de la composición, el di-(etil-2-hexil) y el di-(nonilfenil)fosforoditricato oximolibdénico sulfurado se ensayaron ambos en las proporciones de 2 a 4 por ciento. También se efectuó el ensayo de un testigo sin organofosforoditricato.

Las grasas se sometieron al ensayo de duración Timken que es un ensayo reconocido de las propiedades anti-desgaste en un aparato timken para ensayo de lubricantes; anillo de acero endurecido, untado con 0,5 gramos de grasa, se arrastra a razón de 800 vueltas por minuto, mientras que un bloque de acero en duración se aplica contra el mismo empleando un sistema de pesos y de palancas. Se utilizó un peso de 4,53 kilogramos y se realizó el ensayo durante un máximo de 8 horas o hasta que ocurriera el en-



grane. El tiempo necesario para obtener el engrane se expresa en horas.

5 Las grasas se sometieron de esta manera a ensayo de carga Timken haciendo variar los pesos utilizados, a partir de una carga de 9,07 kilogramos y aumentando a razón de 4,53 kilogramos, para determinar el peso máximo que no produce rayaduras en 10 minutos. Este peso se consigna como carga tolerable, medida bien conocida de la capacidad de carga de un lubricante.

10 Los resultados de estos ensayos se consignan en la Tabla II.

TABLA II

| Grupo orgánico  | <u>Ensayo de duración</u> |                          | Carga tolerable<br>kg |
|-----------------|---------------------------|--------------------------|-----------------------|
|                 | Duración                  | Anchos de las rayas (mm) |                       |
| Isopropilo 2%   | 8 h                       | 1,0 (a)                  | -                     |
| 2-etilhexilo 2% | 8 h 48'                   | 1,1 1,1                  | 1,4                   |
| 4%              | 8 h                       | 1,1                      | 4,2                   |
| nonilfenilo 2%  | 8 h 48'                   | 1,1 (c)                  | -                     |
| 20 4%           | 8 h                       | 1,3                      | -                     |
| Textigo         | 1'                        | (d)                      | 0,35                  |

(a) rayas muy débiles

(b) ensayos realizados por duplicado

(c) rayadura

25 (d) enganche

Es evidente de acuerdo con este ejemplo, que los compuestos de la presente invención son agentes anti-desgaste y que el derivado del d-(etil-2-hexilo) consti-

25-10-67

346274

28 NOV 1973



tuye un buen agente para presión extrema en las grasas lubricantes.

EJEMPLO VIII

5 Se efectuaron también ensayos Timken en aceite  
con el di-(etil-2-hexil) fosforoditricato oximolibdénico  
sulfurado del ejemplo III mediante el agregado del 2 a 4  
por ciento del peso de la composición a aceites lubrican-  
tes minerales SAE 90 que tienen una viscosidad Saybolt de  
87 segundos a 99 grados centígrados, de 1030 segundos a  
10 37,8 grados centígrados y un índice de viscosidad de 91.  
Sirvió como testigo sin tratar, una composición que no con-  
tenía organofosforoditricato oximolibdénico sulfurado.

15 Estas composiciones se sometieron al ensayo de  
carga Timken descrito en el ejemplo VIII pero modificado  
sumergiendo en el lubricante ensayado el anillo rotati-  
vo y el bloque contra el cual se le prensa, mientras se  
mantiene la temperatura entre 37,8 grados centígrados y se  
comienza el experimento con una carga de 9,07 kilogramos.

20 Las cargas tolerables para el aceite lubricante,  
se indican en la tabla III.

TABLA III

| <u>Grupo orgánico</u> | <u>Carga tolerable (kg)</u> |
|-----------------------|-----------------------------|
| 2-etilhexilo 2%       | 1,4                         |
| 4%                    | 4,9                         |
| 25 Testigo            | 0,5                         |

Este ejemplo demuestra también que el di-(etil-2-hexil)fosforoditricato oximolibdénico sulfurado es un ex-



celente agente de presión si la concentración es suficientemente elevada.

#### EJEMPLO IX

5           Se ensayaron ensayos de "4 bolillas" con el aceite básico descrito en ejemplo VIII que contenía 2 por ciento del peso de la composición, de organo-fosforoditocatos oximolibdénicos sulfurados. Estas composiciones y una composición testigo se ensayaron en el aparato de ensayo de lubricantes Shell de "4bolillas", en el cual una bolilla de acero de 12,7 milímetros se arrastra en contacto con otras tres bolillas semejantes mantenidas en posición estacionaria para dar tres puntos de contacto con la bolilla móvil. Para el ensayo de desgaste se aplicó una carga de 40 kilogramos a la bolilla que giraba a razón de 15           1800 vueltas por minuto durante 1 hora. Los diámetros medios de las rayas de desgaste de las tres bolillas estacionarias, se midieron y consignaron en milímetros.

20           Para un ensayo bajo presión extrema (ensayo de soldadura) con empleo de igual aparato, se aplicaron cargas crecientes durante un minuto cada una, a la bolilla giratoria, y se determinó la carga para la cual las bolillas se sueldan.

25           El ensayo de carga medida de Hertz, descrito en Federal Test Standard 791a, método 6.503, medida aceptada de las propiedades anti-desgaste y bajo presión extrema, utiliza los mismos aparatos. Se aplican cargas sucesivas durante 10 segundos cada una, hasta que se produce una soldadura. Se miden las rayas producidas por el desgaste en las bolillas, y se calcula la carga media de soldadura se-

25-10-67

346274



gún las dimensiones de las rayas.

Los resultados de estos ensayos se consiguen en la siguiente tabla IV.

TABLA IV

| 5  | Grupo orgánico | Ensayo de desgaste<br>(mm) | Ensayo de presión extrema<br>(kg) | Carga media de Hertz<br>(kg) |
|----|----------------|----------------------------|-----------------------------------|------------------------------|
|    | 2-etilexilo 2% | 0,51                       | 190                               | 35                           |
|    | 4%             | -                          | 205                               | 44                           |
|    | nonilfenilo 2% | 0,67                       | 155                               | 22                           |
|    | 4%             | -                          | 170                               | 35                           |
| 10 | Testigo        | (a)                        | 105                               | 18                           |

(a) soldadura en 10 segundos.

Es evidente, según la tabla IV, que los organofosforoditricatos oximolibdénicos sulfurados son aditivos y presentan buenas propiedades bajo presión extrema y buenas propiedades anti-desgaste.

15

EJEMPLO I

Las grasas compuestas del ejemplo VII que contienen cantidades diversas de 5 organofosforoditricatos oximolibdénicos sulfurados se ensayaron en el aparato Shell de 4 bolillas siguiendo las normal del ensayo de presión extrema (ensayo de soldadura) del ejemplo II. Además, 2 de estos productos, los derivados di-(etil-2-hexilo) y di-(nonilfenílico) en una cantidad de 2 por ciento en la composición, se sometieron el ensayo de carga media de Hertz del ejemplo IX. Sirvió de testigo sin tratar, una composición que no contenía organofosforoditricato oximolibdénico

20

25



sulfurado.

Los resultados de estos ensayos se resumen en la Tabla V.

TABLA V

| 5  | Grupo orgánico                | Ensayo de presión extrema<br>(kg) | Carga media de<br>Hertz (kg) |
|----|-------------------------------|-----------------------------------|------------------------------|
|    | i-propilo 2%                  | 265                               | --                           |
|    | i-butilo 2%                   | 230                               | --                           |
|    | 2-etilhexilo 2%               | 195                               | 29                           |
|    | 4%                            | 235                               | --                           |
| 10 | p-tertiari-butil<br>fenilo 2% | 290                               | --                           |
|    | nonilfenilo 2%                | 175                               | 29                           |
|    | 4%                            | 215                               | --                           |
|    | Testigo                       | 115                               | 18                           |

15 Los resultados del ensayo precedente ponen de manifiesto también que los organofosforitatos oximilb-dénicos sulfurados son aditivos que tienen excelentes propiedades bajo presión extrema y excelentes propiedades antidesgaste.

EJEMPLO XI

20 El ensayo Norma-Hoffmen ASTM D-942 en el cual 20 gramos de grasa distribuida entre 5 pastillas de vidrio se calientan a 99 grados centígrados en una bomba llena de oxígeno inicialmente bajo una presión de 7.7 kilogramos por centímetro cuadrado, se realizó con ciertas composicio-

346274

25-10-67



nes de grasa del ejemplo VII. Se leyó la presión todos los días, y se registró la pérdida de presión al cabo de 100 y 500 horas.

La tabla VI indica los resultados de este ensayo.

5

TABLA VI

| Grupo orgánico  | Pérdidas de presión (kg) |                  |
|-----------------|--------------------------|------------------|
|                 | <u>100 horas</u>         | <u>500 horas</u> |
| 2-etilhexilo 2% | 4                        | 18               |
| 4%              | 7                        | 22               |
| nonilfenilo 2%  | 3                        | 17               |
| 4%              | 4                        | 23               |
| Testigo         | 32                       | 50 (a)           |

10

(a) Alcanzó una caída de presión de 22,5 kilogramos al cabo de 300 horas, con lo cual se dió término al ensayo del testigo.

15

Este ejemplo demuestra que los ejemplos de acuerdo con la presente invención, actúan como antioxidantes en las grasas.

20

N O T A

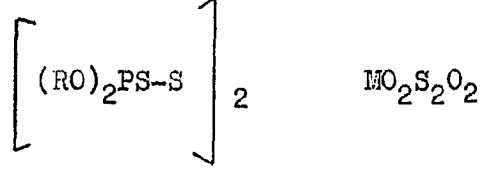
Los puntos de invención propia, no nueva, pero no establecida, practicada ni divulgada en España, que se presenta para que sea objeto de esta Patente de Introducción por DIEZ años, son los siguientes:

**346274**

31 DIC 1968



5 1º.- Un procedimiento para preparar un compuesto que tiene propiedades anti-desgaste bajo presión extrema, que consiste fundamentalmente en hacer reaccionar una solución de molibdato neutralizada con un ácido organofosforoditioico para obtener un producto de reacción que responde a la fórmula general:



10 en la cual R es un grupo alcoholilo, cicloalcoholilo, arilo o alcoholilarilo de 1 a 30 átomos de carbono.

15 2º.- Un procedimiento para formar una composición que tiene propiedades anti-desgaste bajo presión extrema que consiste fundamentalmente en adicionar una pequeña cantidad del producto de reacción precedente a un aceite o una grasa de lubricación.

20 3º.- Un procedimiento para preparar un compuesto que tiene propiedades anti-desgaste bajo presión extrema.

Tal y como se ha descrito en la memoria que antecede, y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de 19 hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 31 DIC. 1968

P.A.

346274

*[Handwritten signature]*  
Director de Patentes  
del Estado

PSO/.

27.12.68