

349202

P.- 36.482

File 17.738 and
17.738 A

Memoria descriptiva



FEB 1969

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 METODO DE LUBRICAR SUPERFICIES FUERTEMENTE CARGADAS EN QUE PREDOMINAN CONDICIONES DE DESGASTE Y DE EXTREMA PRESION".

(Clase Internacional C10m)



12 F

5 El presente invento concierne a nuevos compuestos químicos y a lubricantes que los contienen, y más particularmente a sales de antimonio de ésteres O,O-dihidrocarbonados del ácido fosforoditioico, a lubricantes que los contienen como inhibidores del desgaste y como agentes para presiones extremadas.

10 Con algunos tipos de engranajes en los que se presentan fuertes o altas cargas, tales como engranajes hipoides, y con cojinetes o soportes fuertemente cargados, es extremadamente difícil mantener una delgada película de lubricante entre las superficies de contacto o de rozamiento. Cuando se rompe la película de lubricante, las grandes áreas o superficies de contacto o cooperantes, en las que tiene lugar un contacto de metal con metal, se deforman y se estrián o arañan mutuamente, dando como resultado una soldadura local. Como la soldadura es cortada o cizallada por el movimiento relativo de las superficies se eliminan partículas de metal. Las superficies de contacto resultan rugosas y corroidas o picadas, y eventualmente fallan por gripaje o rayado.

15 Los tipos especiales de lubricantes desarrollados para ser utilizados bajo estas condiciones son conocidos como lubricantes para "presión extremada" o de "P.E." Los lubricantes P.E. son preparados añadiendo agentes especiales de P.E. a aceites lubricantes o a grasas. Frecuentemente, también se añaden otros agentes, tales como agentes de oleosidad o untuosidad, y agentes contra la corrosión.

25 Los lubricantes para presión extremada pueden impedir la soldadura local reaccionando con las superficies.

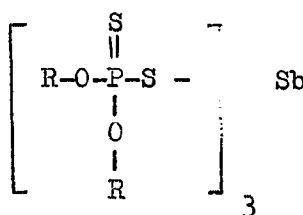


5 cles de contacto. Se cree que algunos agentes de P.E. reaccionan con las superficies para formar compuestos o aleaciones de bajo punto de fusión, mientras que se cree que otros reaccionan para formar películas inorgánicas fácilmente cizalladas o cortadas.

10 Hasta ahora se había propuesto añadir a aceites lubricantes diversas sales metálicas de ésteres O,O-di-hidrocarbonados de ácidos fósforoditioicos como agentes de P.E. y como inhibidores de la abrasión o desgaste, con el fin de formar lubricantes para presión extrema y resistentes a la abrasión. Las más eficaces de dichas sales metálicas propuestas, y las únicas que han tenido alguna aceptación comercial, son las sales de zinc, de ésteres O,O-di-hidrocarbonados de ácidos fosforoditioicos. Sin embargo, muchas de estas sales de zinc son insolubles en los aceites lubricantes y ninguna de ellas comunica a la vez a los lubricantes propiedades adecuadas para presiones extremadas y contra la abrasión.

20 Por lo tanto, un objeto del presente invento es el de crear un nuevo grupo de compuestos químicos que son solubles en aceites lubricantes, y que comunican a aceites y grasas propiedades muy satisfactorias para presiones extremadas y contra la abrasión.

25 Los compuestos químicos usados de acuerdo con el invento son O,O-di-hidrocarburo-fosforoditioatos antiomoniosos que tienen la fórmula estructural:



en que R es un grupo hidrocarbonado que tiene de 2 a 18 átomos de carbono. Grupos hidrocarbonados apropiados in
9.1.1968



cluyen alcoholos C₂ a C₁₈, por ejemplo etilo, n-propilo
isopropilo, n-butilo, isobutilo, sec-butilo, ter-butilo,
 5 amilo o pentilo, n-hexilo, iso-hexilo, n-heptilo, n-octi-
 lo, isooctilo, 2-etilhexilo, etc.; cicloalcoholos, por
 ejemplo ciclopentilo, metilciclopentilo, ciclohexilo,
 metilciclohexilo, etilciclohexilo, etc.; arilos, por ejem-
 plo naftilo; arilalcoholo, por ejemplo bencilo, fenileti-
 lo; y alcoholfenilos que tienen de 7 a 18 átomos de car-
 bono en total, por ejemplo tolilo, xililo, ter-butilfeni-
 10 lo, ter-amilfenilo, ter-octilfenilo, etc.

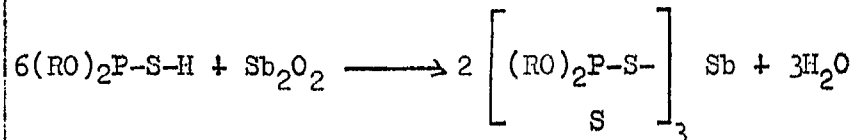
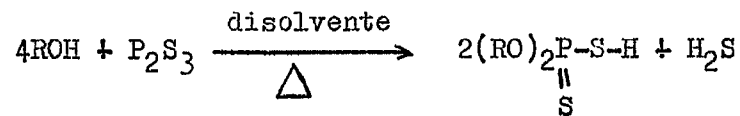
Aditivos particularmente útiles son el O,O-die-
 til fosforoditioato antimonioso, O,O-di-n-propilfosforodi-
 tioato antimonioso, O,O-di-iso-propil fosforoditioato an-
 timonioso, O,O-di-isobutil fosforoditioato antimonioso,
 15 O,O-di-sec-butil fosforoditioato antimonioso, O,O-di-n-he-
 xil fosforoditioato antimonioso y O,O-di-n-octil fosforo-
 ditioato antimonioso. Estos compuestos del invento son
 solubles en aceites lubricantes.

Estos compuestos se preparan calentando el apro-
 20 piado compuesto hidroxílico con pentasulfuro de fósforo
 en un medio disolvente orgánico, para formar un ácido
 O,O-dihidrocarburo-fosforoditioico y sulfuro de hidróge-
 no como sub-producto. La solución resultante de ácido
 O,O-dihidrocarburo-fosforoditioico es enfriada hasta la
 25 temperatura ambiente, y se añade a la misma óxido de an-
 timonio para formar un O,O-di-hidrocarburo fosforoditioa-
 to antimonioso y el subproducto acuoso es retirado o eli-
 minado del sistema. Después, la mezcla es filtrada y el
 disolvente es eliminado por destilación.

30 Estas reacciones están representadas por las si-



güientes ecuaciones:



5 Las composiciones lubricantes del invento comprenden un aceite o grasa de origen mineral o sintético es decir, un lubricante y, desde aproximadamente 0,1% a aproximadamente 10%, y preferiblemente desde aproximadamente 1% hasta aproximadamente 3%, basado en el peso del lubricante, de uno o más O,O-di-hidrocarburo-fosforoditioatos antimoniosos. Las composiciones se preparan mezclando los componentes entre ellos.

10 La materia prima de base para aceites lubricante que se utiliza para preparar el lubricante pueden ser aceites lubricantes o destilados minerales de destilación directa o puros, residuos de lubricantes de petróleo de gran viscosidad, y similares. Se pueden utilizar aceites lubricantes sintéticos, tales como aceites hidrogenados éteres de glicol, ésteres de ácidos dibásicos, y otros aceites lubricantes sintéticos de poliéster y poliéter.

15 Se pueden utilizar mezclas de aceites lubricantes sintéticos. También se pueden emplear mezclas de aceites lubricantes sintéticos y de aceites minerales a base de petróleo.

20 Las composiciones lubricantes usadas de acuerdo con el procedimiento del invento impiden el desgaste por abrasión y el agarrotamiento de las partes móviles que se aplican o están en contacto, sometidas a presiones extremadas, y también inhiben la abrasión. Están caracteri-

25 9.1.1968



zadas por tener una alta capacidad de soporte de carga según Timken o alta carga correcta o de paso, por menor fricción en movimiento, y por baja pérdida de peso de las piezas de ensayo en un ensayo o experimento de abrasión según Falex.

5

Si se desea, las composiciones lubricantes pueden contener diversos componentes opcionales, tales como agentes de oleosidad o de untuosidad, agentes que disminuyen el punto de congelación, agentes dispersantes inhibidores de la corrosión o de la oxidación, antioxidantes, y otros agentes para presiones extremadas y agentes contra la abrasión.

10

Las composiciones lubricantes del invento pueden ser utilizadas por un cierto número de fines de servicio pesado, tales como en calidad de aceites para engranajes, aceites lubricantes para herramientas de corte, lubricantes para trabajar metales, fluidos de transmisiones automáticas y fluidos hidráulicos.

15

La preparación de los O,O-dihidrorcarburo-fosforoditicoatos antimoniosos típicos del invento está ilustrada por los siguientes ejemplos.

20

Ejemplo 1.- Preparación de O,O-dietilfosforoditicoato antimonioso. En un matraz de tres bocas de 500 ml equipado con un agitador mecánico y un condensador de reflujo, se introdujeron 92 g (2,0 moles) de etanol, 111 g (0,5 moles) de pentasulfuro de fósforo y 200 ml de tolueno. Esta mezcla fué calentada bajo reflujo hasta que cesó virtualmente el desprendimiento de sulfuro de hidrógeno (aproximadamente 4 horas). Se añadieron 48,6 g (0,167 moles) de óxido de antimonio y se continuó el caldeo a re-

25

30



flujo durante una hora. La solución fué filtrada mientras estaba caliente, y el tolueno fué eliminado bajo presión reducida. El residuo, 200 g de un aceite amarillo claro, fué enfriado en un baño de hielo, el sólido que se separó fué eliminado por filtración. El rendimiento fué de 110 g. Porcentaje de antimonio: calculado: 17,99; encontrado 16,9.

Ejemplo 2.- Preparación de O,O-di-isopropil-fosforoditioato antimonioso. En un matraz de tres bocas, de 1 litro, equipado con un agitador mecánico y un condensador de reflujo, se introdujeron 500 ml de alcohol isopropílico y 111 g (0,5 moles) de pentasulfuro de fósforo. La solución fué calentada moderadamente hasta 50°C, después fué agitada durante media hora, tiempo durante el cual se desprendió sulfuro de hidrógeno. La solución fué calentada entonces bajo reflujo durante media hora, después fué enfriada hasta la temperatura ambiente y se añadieron 48,6 g (0,167 moles) de óxido de antimonio. El matraz fué calentado moderadamente hasta 50°C, fué agitado durante 15 minutos y después fué calentado a reflujo durante 2 horas. El alcohol isopropílico en exceso fué eliminado por destilación y el residuo fué filtrado mientras estaba caliente, y fué dejado cristalizar al enfriar. El sólido fué disuelto en benceno y fué filtrado para eliminar una pequeña cantidad de material insoluble. El benceno fué eliminado bajo presión reducida, el residuo fué suspendido en metanol frío, y fué filtrado. Después de secar con aire, el producto pesaba 149 gramos.

Porcentaje de antimonio: Calculado 15,9: encontrado 14,13.



Ejemplo 3.- Preparación de O,O-di-n-propil-fosforoditioato antimonioso. En un matraz de tres bocas de 1 litro, equipado con un agitador mecánico y un condensador de reflujo, se introdujeron 126 g (2,1 moles) de alcohol n-propílico, 111 g (0,5 moles) de pentasulfuro de fósforo, y 250 ml de benceno. La mezcla fué agitada y calentada bajo reflujo durante 2,5 horas. Después, la mezcla fué enfriada hasta 60°C y se añadieron 48,6 g (0,167 moles) de óxido de antimonio en pequeñas porciones, durante un período de 15 minutos. Entonces, la mezcla de reacción fué agitada durante 30 minutos y fué filtrada. Hubo un residuo sin reaccionar de 3 g. El filtrado fué transferido a un embudo separador y fué lavado con agua. La capa en benceno fué separada y el disolvente fué eliminado bajo presión reducida. El residuo fué tratado con carbón decolorante y fué filtrado. El rendimiento de aceite amarillo-verde claro fué de 215 g.

Porcentaje de antimonio: calculado 15,99; encontrado 14,48.

Ejemplo 4.- Preparación de O,O-di-isobutil-fosforoditioato antimonioso. En un matraz de tres bocas de 1 litro, equipado con un agitador mecánico y un condensador de reflujo, se introdujeron 158 g (2,13 moles) de alcohol isobutílico, 111 g (0,5 moles) de pentasulfuro de fósforo y 300 ml de tolueno. La mezcla fué agitada y calentada hasta que se disolvió el pentasulfuro de fósforo y hubo cesado el rápido desprendimiento de sulfuro de hidrógeno, Entonces, la mezcla fué enfriada hasta la temperatura ambiente y se añadieron 48,6 g (0,167 moles) de óxido de antimonio. La mezcla de reacción fué agitada durante 30



5 minutos, y después fué filtrada. El filtrado fué decanta-
do desde la pequeña cantidad de agua que contenía, y el
tolueno fué eliminado por medio de un evaporador de va-
cío rotatorio. El residuo fué suspendido en metanol, fué
filtrado y secado. El rendimiento de sólido amarillo cla-
ro fué de 201 g, con un punto de fusión de 120 a 123°C.
Cuando fué recristalizado a partir de alcohol isobutíli-
co y fué secado en un desecador de vacío fué ácido sulfú-
rico concentrado, el material dió cristales amarillos cla-
ros que fundían a 123-124°C.

| Análisis elemental | Calculado | Encontrado |
|--------------------|-----------|------------|
| Antimonio | 14,4% | 14,5% |
| Carbono | 34,05% | 34,09% |
| Hidrógeno | 6,43% | 6,52% |
| Fósforo | 10,98% | 10,78% |
| Azúfre | 22,75% | 23,1% |

15 Ejemplo 5.- Preparación de O,O-di-sec-butil-fos-
foroditioato antimonioso. En un matraz de tres bocas de
1 litro, equipado con un agitador mecánico y un condensa-
dor de reflujo, se introdujeron 158 g (2,13 moles) de al-
cohol sec-butílico, 111 g (0,5 moles) de pentasulfuro de
20 fósforo y 300 ml de tolueno. La mezcla fué agitada y ca-
lentada moderadamente hasta 50°C, hasta que hubo reaccio-
nado todo el pentasulfuro de fósforo. Entonces, fué enfria-
da hasta la temperatura ambiente y se añadieron 48,6 g
(0,167 moles) de óxido de antimonio. La mezcla de reac-
25 ción fué calentada moderadamente hasta 60-70°C y fué agi-
tada a esta temperatura durante aproximadamente una hora.
El material fué filtrado y el tolueno fué eliminado bajo
presión reducida. El residuo fué cristalizado vertiéndolo
en metanol. El metanol fué eliminado por filtración y el
30 producto fué secado con aire.



Rendimiento 142 g. Porcentaje de antimonio: Calculado 14,40% Encontrado, 14,32.

Ejemplo 6.- Preparación de O,O-dipentil fosforoditioato antimonioso. En un matraz de tres bocas de 1

5 litro, equipado con agitador mecánico, condensador de reflujo y embudo de goteo, se introdujeron 111 g (0,5 moles) de pentasulfuro de fósforo y 200 ml de tolueno. Esta mezcla fué agitada y calentada sobre un baño de agua al mismo tiempo que se añadián 185 g (2,1 moles) de alcohol

10 pentílico primario (una mezcla comercial de pentanoles primarios isoméricos), durante un período de 30 minutos. Se continuó la reacción durante 2 horas a una temperatura de 80°C. La mezcla fué enfriada hasta 60°C y se añadieron

15 45 g (0,15 moles) de óxido de antimonio en pequeñas porciones. La mezcla fué agitada a la temperatura ambiente durante 2 horas, y después fué filtrada. El tolueno fué eliminado por medio de un evaporador de vacío rotatorio. El residuo de aceite verde claro pesó 300 g. y fué ensayado sin ulterior purificación adicional. Porcentaje de

20 antimonio: calculado 13,09; encontrado 11,31.

Ejemplo 7.- Preparación de O,O-di-n-hexil-fosforoditioato antimonioso. En un matraz de tres bocas de

25 5 litros, equipado con un agitador mecánico y un condensador de reflujo, se introdujeron 1020 g (10,0 moles) de alcohol n-hexílico, 555 g (2,5 moles) de pentasulfuro de fósforo y 1000 ml de tolueno. La mezcla fué calentada moderadamente hasta 50°C y fué agitada durante 2 horas. El matraz fué calentado entonces lentamente hasta la temperatura de reflujo y fué dejado a reflujo durante 3 horas. La

30 mezcla fué agitada bajo vacío durante 15 minutos, y des-



pués se añadieron 242 g (0,834 moles) de óxido de antimonio. Esta mezcla fué agitada durante 2 horas a la temperatura ambiente y fué calentada durante una hora a 60-70°C. Se colocó entonces un deshidratador o colector de agua en el sistema y el matraz fué calentado a reflujo hasta que ya no se destiló más agua. La mezcla fué filtrada mientras estaba caliente y el disolvente fué eliminado por destilación bajo presión reducida. El rendimiento de aceite amarillo claro ascendió a 1532 g. Este producto fué ensayado sin purificación adicional. Porcentaje de antimonio: calculado 12,0; encontrado 10,0.

Ejemplo 8.- Preparación de O,O-di-n-octil-fosforoditioato antimonioso. En un matraz de tres bocas de 500 ml, equipado con un agitador mecánico, condensador de reflujo y termómetro, se introdujeron 130 g (1,0 moles) de alcohol n-octílico y 55,5 g (0,25 moles) de pentasulfuro de fósforo. Esta mezcla fué calentada y agitada a 110-130°C hasta que hubo cesado prácticamente el desprendimiento de sulfuro de hidrógeno. La mezcla fué enfriada hasta 30°C, y se añadieron 200 ml de tolueno, 3 ml de agua y 25 g (0,086 moles) de óxido de antimonio. Se colocó en el sistema un colector de agua y la mezcla fué calentada bajo reflujo hasta que no destiló más cantidad de agua. La mezcla de reacción fué filtrada mientras estaba caliente y el tolueno fué eliminado bajo presión reducida. El rendimiento de aceite amarillo fué de 190 g. Este material fué purificado por extracción con tres porciones de 400 ml de metanol. Los vestigios de metanol que quedaban en el producto fueron eliminados bajo presión reducida. El rendimiento de producto purificado fué de 157 g. Porcentaje



de antimonio: calculado 10,30, encontrado 10,08.

Ejemplo 9.- Preparación de O,O-di-ter-amilfenil fosforoditioato antimonioso. En un matraz de tres bocas de 1 litro, equipado con un agitador mecánico y condensador de reflujo, se introdujeron 164 g (1,0 moles) de ter-amilfenol y 55,5 g (0,25 moles) de pentasulfuro de fósforo. Esta mezcla fué agitada y calentada hasta 150°C durante 3 horas. Al final de este período de tiempo, había reaccionado el pentasulfuro de fósforo y había cesado el rápido desprendimiento de sulfuro de hidrógeno. Se añadieron 300 ml de tolueno y la mezcla fué enfriada hasta 30°C. Se añadieron 24,3 g (0,083 moles) de óxido de antimonio y la mezcla fué agitada a la temperatura ambiente durante una hora, y después fué calentada a reflujo. Se colocó en el sistema un colector de agua y la mezcla fué calentada a reflujo hasta que no destiló más cantidad de agua. La mezcla de reacción fué filtrada mientras estaba caliente y el tolueno fué eliminado bajo presión reducida. El sólido crudo que quedó fué recristalizado a partir de metanol. El rendimiento fué de 125 g. Porcentaje de antimonio: calculado 8,78; Encontrado 8,82.

Los valores combinados de capacidad de soporte de carga notablemente alta y de índice o valor de abrasión notablemente bajo, impartidos o comunicados a lubricantes por la adición a los mismos de O,O-di-hidrocarburo-fosforoditioatos antimoniosos son desde luego sorprendentes y bastante inesperados cuando se considera que las sales metálicas de ésteres O,O-di-hidrocarbonados de ácidos fosforoditioicos de mayor eficacia hasta ahora conocidos, es decir, los O,O-di-hidrocarburo-fosforoditioatos de zinc.



imparten o comunican sólo una moderada capacidad de soporte de carga a los lubricantes y en realidad empeoran la resistencia a la abrasión de los lubricantes. Esto está demostrado con facilidad por los datos comparativos indicados en las Tablas I a IV.

Los datos de la Tabla I se obtuvieron de acuerdo con el siguiente procedimiento de ensayo. Para separar porciones de un aceite lubricante mineral SAE 90 que tenía una viscosidad de 87 segundos de viscosidad Saybolt a 99°C y una viscosidad Saybolt de 1030 segundo a 38°C, y un índice de viscosidad de 91, se añadieron entonces diversos 0,0-di-hidrocarburo-fosforoditioatos de antimonio y de zinc comparativos, enumerados en la Tabla I siguiente, para proporcionar un contenido de fosforoditioato de 1%, 1,5%, y 2%, basado en el peso del aceite lubricante. Las composiciones lubricantes así producidas fueron sometidas al ensayo de soporte de carga de Timken en el Aparato de Ensayo de Lubricantes de Timken, en el que un anillo de acero endurecido que giraba a 800 rpm fué anegado o sumergido por el lubricante de ensayo a 38°C, al mismo tiempo que se comprimió contra él un bloque de acero endurecido, mediante un sistema de pesos y palancas. El más alto peso, que no produce el rayado o arañado del bloque en un tiempo de funcionamiento de 10 minutos, fué registrado como una carga de paso o carga correcta, que es una medida admitida de la capacidad de soporte de carga del lubricante. Los valores obtenidos de acuerdo con este experimento normalizado están indicados en la Tabla I siguiente. En este experimento, el aceite lubricante mineral SAE 90 control o testigo al que no se había añadido fosforo-



ditioato, tenía una carga correcta o de paso según Timken de solamente 3,15 kg.

TABLA I - Ensayo de soporte de carga según TIMKEN

| % | en peso de aditivos en el aceite lubricante mineral SAE 90 | 1,0 | 1,5 | 2,0 |
|----|--|--|-------|-------|
| | | Carga correcto o de pa so según Timken (kg) | | |
| 5 | <u>Aditivo</u> | | | |
| | O,O-di <u>e</u> til fosforoditioato antimonioso | 27 | 45 | 45 |
| 10 | O,O-di- <u>n</u> -propil fosforoditioato antimonioso | 24,75 | 36 | 31,5 |
| | O,O-di- <u>i</u> sopropil-fosforoditioato antimonioso | 31,5 | 31,5 | 31,5 |
| | O,O-di- <u>i</u> sobutil-fosforoditioato an timonioso. | 29,25 | 33,75 | -- |
| | O,O-di- <u>s</u> ec-butyl-fosforoditioato antimonioso | 36 | -- | -- |
| 15 | O,O-di- <u>n</u> -hexil-fosforoditioato antimonioso | 31,5 | 31,5 | 31,5 |
| | O,O-di- <u>n</u> -octil-fosforoditioato antimonioso | -- | -- | 36 |
| | O,O-di- <u>t</u> er-amilfenil-fosforoditioato antimonioso | -- | -- | 18 |
| 20 | O,O-di <u>e</u> til fosforoditioato de zinc | Insoluble no puede ser ensayado | | |
| | O,O-di- <u>n</u> -propil fosforoditioato de zinc | insoluble, no puede ser ensayado | | |
| | O,O-di- <u>i</u> sopropil fosforoditioato de zinc | 22,5 | -- | -- |
| 25 | O,O-di- <u>i</u> sobutil fosforoditioato de zinc | 20,25 | 20,25 | 20,25 |
| | O,O-di- <u>n</u> -hexil-fosforoditioato de zinc | 13,5 | 22,5 | 22,2 |
| | O,O- <u>t</u> er-amilfenil fosforoditioato de zinc | -- | -- | 13,5 |

En el mismo tipo de ensayo, el compuesto de O,O-di-2-etil-



hexilo preparado de acuerdo con el ejemplo 9 dieron valores de 18 kgs. a 2% en peso y de 31,5 kgs. a 4% en peso.

Los datos comparativos indicados en la tabla I anterior establecen que los O,O-di-hidrocarburo-fosforoditioatos antimoniosos del invento son agentes de P.E. muy satisfactorios en vista de los valores de carga correcta o de paso según Timken generalmente altos y son marcadamente superiores a las mejores sales metálicas de ésteres O,O-dihidrocarbonados de ácidos fosfoditioatos de zinc, que impartían o comunicaban solo valores moderados de carga correcta o de paso según Timken al lubricante de ensayo, o eran insolubles en el mismo, de manera que incluso no podrían ser ensayadas.

Tal como se ha indicado anteriormente, los O,O-di-hidrocarburofosforoditioatos antimoniosos del invento son también agentes contra la abrasión muy eficaces en lubricantes y son marcadamente superiores a este respecto a las más eficaces de las sales metálicas de ésteres O,O-dihidrocarbonados de ácidos fosforoditioicos hasta ahora conocidas, es decir, los O,O-dihidrocarburo-fosforoditioatos de zinc. Esto está establecido por los datos comparativos indicados en las Tablas II, III y IV siguientes, que registran los resultados de ensayos de abrasión según Falex.

En la Tabla II se añadieron separadamente varios O,O-di-hidrocarburo-fosforoditioatos de antimonio y de zinc comparativos, a un aceite mineral parafínico que tenía una viscosidad Saybolt de 150 segundos a 38°C. En la Tabla III se añadieron separadamente varios O,O-dihidrocarburo-fosforoditioatos de antimonio y de zinc, comparativos a un



aceite lubricante de éster de ácido dibásico sintético, a saber el sebacato de di-2-etil hexilo. En la tabla IV, se añadieron separadamente un O,O-di-hidrocarburo-fósforoditioato de antimonio y otro de zinc, comparativo, a un
5 aceite lubricante mineral espesado hasta tener la consistencia de una grasa con 12-hidroxiestearato de litio. Las cantidades de los aditivos utilizados están registradas en las Tablas II, III y IV y están comparadas con un aceite control o testigo, que no contenía aditivo.

10 Los ensayos de abrasión según Talex se efectuaron haciendo girar a 290 rpm, durante una hora, a una barra de acero endurecido de 6 mm de diámetro entre dos bloques de acero de forma de V sumergidos o untados con el lubricante de ensayo a la temperatura ambiente. Después
15 de funcionar con una carga nula durante 30 segundos, se aumentó gradualmente la carga durante un período de un minuto hasta 225 kg en las Tablas II y III, y hasta 157,5 kg en la Tabla IV. Se determinó la magnitud o grado de la abrasión pesando las piezas de ensayo con una aproxima-
20 ción de 0,2 mg, antes y después de ensayar, y se registraron las pérdidas de peso de las piezas de ensayo en forma de varilla o barra y en forma de bloque. Se observó o registró de forma continua la fricción en funcionamiento mediante un calibre del tipo de Bourdon y fué registrada.



Tabla II - ENSAYO DE ABRASION SEGUN PALEX

| | Aditivo y porcentaje en peso del mismo en un aceite mineral parafínico que tenía una viscosidad Saybolt de 150 segundos a 38°C. | Ficción en funcionamiento (julios) | Perdida de peso de la varilla o barra (mg) | Perdida de peso del bloque (mg) |
|----|---|------------------------------------|--|---------------------------------|
| 5 | Testigo - nada | 1,695 | 2,0 | 0,9 |
| | <u>O,O-di-n-propil fosforoditioato antimonioso - 1%</u> | 1,243 | 2,3 | 0,4 |
| | <u>O,O-di-n-hexil fosforoditioato antimonioso - 1%</u> | 1,243-1,469 | 0,4 | 0,4 |
| 10 | <u>O,O-di-ter-amilfenil fosforoditioato antimonioso - 1%</u> | 1,130-1,4125 | 0,2 | 0,7 |
| | <u>O,O-di-n-propil-fosforoditioato de zinc - 1%</u> | Insoluble - no puede ser ensayado | | |
| 15 | <u>O,O-di-n-hexil fosforoditioato de zinc - 1%</u> | 2,06225 | 6,2 | 1,3 |
| | OLOA 267 (un fosforoditioato de zinc comercial, producto de Oronite Division, California, Chemical Company) - 1,5%(x) | 1,9775-2,486 | 2,5 | 1,3 |
| 20 | (x) Este porcentaje dá un contenido de fósforo equivalente a 1% de O,O-di-n-propilfosforoditioato de zinc. | | | |



Tabla III - ENSAYO DE ABRASION SEGUN FALEX

| | Aditivo y porcentaje en peso del mismo en sebacato de di-2-etil-hexilo | Fricción en funcionamiento (julios) | Pérdida de peso de la varilla o barra (mg) | Pérdida de peso de la de peso del blo que (mg) |
|----|--|-------------------------------------|--|--|
| 5 | Testigo - nada | 1,130-1,356 | 0,6 | 2,9 |
| | 0,0-di-n-propil-fosforoditioato antimonioso - 1% | 0,904-1,1865 | 0,15 | 1,45 |
| | 0,0-di-n-hexil-fosforoditioato antimonioso - 1% | 1,2995-1,356 | 0,15 | 0,12 |
| 10 | 0,0-di-n-propil-fosforoditioato de zinc - 1% | Insoluble - no puede ser ensayado | | |
| | 0,0-di-n-hexil fosforoditioato de zinc - 1,0% | 1,356-1,695 | 1,9 | 1,7 |

15 Tabla IV - ENSAYO DE ABRASION SEGUN FALEX

| | Aditivo y porcentaje en peso del mismo en una grasa de 12-hidroxiestearato de litio | Fricción en funcionamiento (julios) | Pérdida de peso de la barra o rilla (mg) | Pérdida de peso de la de peso del blo que (mg) |
|----|---|-------------------------------------|--|--|
| 20 | Testigo - nada | Fracasó el ensayo en 2,5 minutos | | |
| | 0,0-di-n-propilfosforoditioato antimonioso - 1% | 0,904-1,13 | 1,5 | 0,8 |
| 25 | 0,0-di-n-propilfosforoditioato de zinc - 1% | Fracasó el ensayo en 21 minutos. | | |

30 Un análisis de los datos comparativos indicados en las Tablas II, III y IV anteriores, establece que los 0,0-di-hidrocarburo-fosforoditioatos antimoniosos del invento son agentes contra la abrasión muy eficaces en lubricantes, en vista de la pequeña pérdida de peso y los



pequeños valores de fricción en funcionamiento. Además,²³ son marcadamente superiores a las mejores sales metálicas de ésteres O,O-di-hidrocarbonados de ácidos fosforoditioicos hasta ahora conocidas, es decir los O,O-di-hidrocarburo fosforoditioatos de zinc, que o eran insolubles en los aceites lubricantes de manera que no podían ser ensayadas, o en realidad proporcionaban menor protección contra la abrasión que el lubricante de ensayo control o testigo.

Se apreciará que se pueden efectuar diversas modificaciones y cambios en el invento antes descrito sin apartarse del espíritu del mismo y que, correspondientemente, el invento ha de ser limitado sólo dentro del alcance de las reivindicaciones siguientes.

- REIVINDICACIONES -

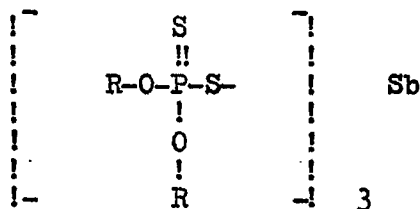
Los puntos de invención, propia no nueva, pero no establecida, practicada ni divulgada en España, - que se presentan para que sean objeto de la presente solicitud de Patente de Introducción por DIEZ años, son los siguientes:

1.- Un método de lubricar superficies fuertemente cargadas en que predominan condiciones de desgaste



y de extrema presión, que comprende lubricar dicha superficie con una composición lubricante que comprende un lubricante de la clase consistente en aceites y grasas y en 0,1% a aproximadamente 10%, referido al peso del lubricante, de un aditivo soluble en aceite que es un agente -
 5 contra el desgaste y contra condiciones de extrema presión, siendo dicho aditivo un O,O-di-hidrocarburo fósforoditicato antimoniaco que tiene la fórmula estructural

10



15

donde R es un radical alcohilo que tiene de 2 a 8 átomos de carbono.

2.- Un método de lubricar superficies fuertemente cargadas en que predominan condiciones de desgaste y de extrema presión, que comprende lubricar dicha su-
 20 perficie con una composición lubricante que comprende un aceite lubricante mineral y 1% a aproximadamente 3%, referido al peso del aceite lubricante mineral, de un aditivo soluble en aceite que es un agente contra el desgaste y también contra extrema presión, siendo dicho aditivo un O,O-dialcohol fósforo-diticato antimoniaco que tiene la fórmula estructural

25

30

23-ENE-1969

mente cargadas en que predominan condiciones de desgaste y de extrema presión.

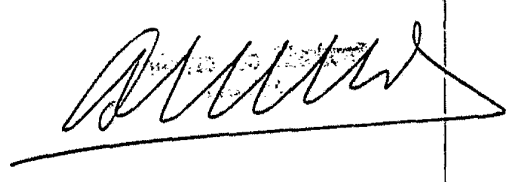
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

5

Esta Memoria consta de veintidos hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 23 ENE 1969

P.A.



16-1-69/RTA.-