

PATENTE DE INVENCION

12



401686

401686

Int. Cl.: B 01 F 301 F // 610 M,
C 10 L

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE _____
SUBCLASE _____

MEMORIA DESCRIPTIVA

Sobre:

"PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE UNA DISPERSION ALTA
MENTE BASICA CON CONTENIDO DE BARIO"

Solicitante: La Compañía norteamericana: CONTINENTAL OIL
COMPANY, domiciliada en 1000 South Pine --
Street PONCA CITY, OKLAHOMA (U.S.A.)

Inventor: D. Roy C. Sias, norteamericano.



401686

12 APR 1972

Procedimiento para preparar una dispersión alta-

- mente básica que contiene bario, cuyo procedimiento comprende: (a) la formación de una mezcla de agente dispersante soluble en aceites, diluyente no volátil, disolvente de proceso, una solución alcohólica de compuesto básico de bario en cantidad suficiente para proporcionar un exceso estequiométrico de bario en la mezcla, y agua; (b) la carbonatación de la mezcla mientras se mantiene a una temperatura de 80 a 100°C aproximadamente, en la que el grado de tal carbonatación es del 50 al 85% aproximadamente de la cantidad total requerida para convertir el exceso de bario presente en carbonato de bario; (c) el calentamiento de la mezcla carbonatada a una temperatura superior a la de la operación (b) y la adición del resto de la cantidad de CO₂ requerida para convertir el exceso de bario en carbonato de bario; y (d) el calentamiento de la mezcla carbonatada para separar los materiales volátiles presentes.
- 5.
- 10.
- 15.

La presente invención se relaciona con un perfeccionado procedimiento para preparar una composición que comprende una dispersión de carbonato de bario en un diluyente no volátil. La composición posee una concentración desusadamente elevada de carbonato de bario. Las composiciones de este tipo general se conocen por varios nombres, tales como dispersiones "sobrebásificadas" y dispersiones "altamente básicas".

20.

25.

Se conocen muchos usos de las dispersiones de bario altamente básicas. Son particularmente útiles en composiciones de aceites lubricantes a utilizar en motores diesel y otros de combustión interna. Más recientemente, se han empleado como aditivos supresores de humos en combus-

30.

401686



5. tibles diesel. Generalmente, las dispersiones de bario al-
tamente básicas que se han empleado como aditivos supreso-
res de humos contienen grandes proporciones (por ejemplo-
superiores al 20% aproximadamente) de compuestos báricos-
dispersos. Como el producto del procedimiento de la inven-
ción contiene una elevada concentración de carbonato bári-
co, es particularmente útil como aditivo supresor de humos
en combustibles diesel.

10. Se han empleado en este terreno dos métodos de-
expresión de la proporción de compuestos báricos disper-
sos (por ejemplo, carbonato bórico o hidróxido bórico). -
Un método expresa el carbonato bórico disperso por el "nú-
mero básico", que se refiere a miligramos de hidróxido --
potásico por gramo de muestra. Preferiblemente el número-
15. básico es un número básico acético, que se refiere a un -
método de titulación con ácido acético que utiliza ácido-
acético glacial como disolvente y una solución de ácido -
perclórico en ácido acético glacial como titulador.

20. Un segundo método utiliza el término "relación-
metálica", que se define como la relación entre los equi-
valentes totales de bario en la composición y los equiva-
lentes de bario teóricamente combinables como sal normal-
con el ácido orgánico (por ejemplo, ácido sulfónico) pre-
sente. La relación metálica es por consiguiente una medi-
25. da del exceso estequiométrico de bario en la composición.

El método del "número básico" es preferible en-
la presente invención, puesto que es relativamente fácil-
de determinar y es independiente del "porcentaje activo"-
del ácido sulfónico.

30. Robert L. Carlyle expone, en la patente estadou

401686

12



5. nidense nº 2.861.951, un procedimiento para dispersar carbonato bórico en un vehículo no volátil, cuyo procedimiento utiliza una solución en alcoholes alifáticos C_1-C_3 de una base inorgánica de bario insoluble en aceites (por ejemplo, óxido bórico). El número básico más alto señalado por Carlyle es de 133.

10. Raymond C. Schlicht y colaboradores explican, en la patente estadounidense nº 3.057.896, un procedimiento de preparación de sulfonatos hiperbásicos (incluyendo sulfonatos bóricos), cuyo procedimiento emplea un alcohol inferior, agua o un alcoxi-etanol inferior. Respecto a los sulfonatos bóricos, la más alta relación metálica señalada es de 1,6.

15. La patente británica nº 1.108.661 enseña un procedimiento de preparación de sulfonatos de bario hiperbásicos, que utiliza una solución de óxido bórico en éter glicólico. En el Ejemplo 17, se usa un procedimiento en dos operaciones de adición de la solución de BaO en éter glicólico. Inicialmente se añade un 95% de la necesidad total, 20. después de lo cual se carbonata la solución. Luego se añade el 5% restante de la solución de BaO en éter glicólico, seguido de carbonatación. El producto de este ejemplo muestra un número básico acético de 67.

25. Gerald L. Nield, en la patente estadounidense nº 3.525.599, expone un procedimiento de preparación de una dispersión de carbonato bórico que contiene una concentración desusadamente elevada de dicho carbonato. De acuerdo con el procedimiento de tal patente, toda la solución alcohólica del compuesto de bario básico se añade a las 30. mezclas iniciales. La patente es muy específica en cuanto-

401686



a que requiere el uso de una sal amina de un ácido orgánico soluble en aceites (por ejemplo, un ácido sulfónico).

5. La solicitud copendiente número seriado 68.566, depositada el 31 de Agosto de 1.970, de la que yo soy el inventor, se relaciona con un procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica que contiene bario. De acuerdo con el procedimiento de dicha solicitud, la solución alcohólica del compuesto de bario básico se añade en dos etapas y a diferentes temperaturas.

10. Se considera claramente evidente que ninguno de los citados autores enseña la combinación de operaciones que constituye el procedimiento de la invención.

15. Una investigación sobre la técnica anterior reveló las siguientes patentes estadounidenses como representativas de la misma: 2.791.558; 2.846.466; 2.881.206; 2.961.403; 3.007.868; 3.170.880; 3.170.881 y 3.312.618. Como quiera que estas patentes son menos pertinentes al caso que las referencias anteriormente expuestas, no se considera necesario explicarlas.

20. Expuesta en líneas generales, la presente invención se relaciona con un procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica que contiene bario, cuyo procedimiento comprende:

(a) la formación de una mezcla de:

25. (1) un agente dispersante soluble en aceites,
(2) un diluyente no volátil,
(3) un disolvente del proceso,
(4) una solución alcohólica de compuesto de bario básico en cantidad suficiente para
- 30.

401686

12 180 1912



proporcionar un exceso estequiométrico de bario en la mezcla; y

(5) de 0,25 a 3 moles aproximadamente de -- agua por mol de exceso (sobresaturación) de bario presente;

5.

(b) La carbonatación de la mezcla mientras se mantiene a una temperatura de 80 a 100°C aproximadamente, cuya carbonatación es de una magnitud comprendida entre el 50 y el 85% aproximadamente de la requerida para convertir el exceso de bario presente en carbonato bórico;

10.

(c) El calentamiento de la mezcla carbonatada a una temperatura superior a la de la operación (b) y la adición del resto de la cantidad de dióxido de carbono requerida para convertir sustancialmente el exceso de bario en carbonato bórico; y

15.

(d) El calentamiento de la mezcla carbonatada para separar los materiales volátiles presentes.

Cuando el alcohol usado para preparar la solución alcohólica del compuesto de bario básico es un alcohol éter, el procedimiento comprende preferiblemente:

20.

(a) La formación de una mezcla de agente dispersante soluble en aceites, diluyente no volátil, disolvente del proceso y de 0,25 a 3 moles aproximadamente de agua por mol de exceso (sobresaturación) de bario usado en el procedimiento;

25.

(b) el calentamiento de la mezcla a una temperatura de 20 a 60°C aproximadamente y la adición a ella de una solución de compuesto de bario básico en alcohol éter en cantidad suficiente para proporcionar un exceso estequiométrico de bario en la mezcla;

30.

401686

12 APR 1972



5. (c) La carbonatación de la mezcla mientras se mantiene a una temperatura de 80 a 100°C aproximadamente, siendo el grado de carbonatación del 50 al 85% aproximadamente del requerido para convertir el exceso de bario presente en carbonato bórico;

10. (d) El calentamiento de la mezcla carbonatada a una temperatura del orden de 115 a 130°C aproximadamente y la adición a la misma del resto de la cantidad de CO₂ requerida para convertir sustancialmente el exceso de bario en carbonato bórico; y

(e) El calentamiento de la mezcla carbonatada para separar los materiales volátiles presentes.

15. Cuando el alcohol usado para formar la solución alcohólica del compuesto de bario básico es un alcohol monohídrico alifático, el procedimiento comprende preferiblemente:

(a) La formación de una mezcla de agente dispersante soluble en aceites, diluyente no volátil y disolvente del proceso;

20. (b) La adición a la mezcla de una solución alcohólica monohídrica alifática de compuesto de bario básico en cantidad suficiente para proporcionar un exceso estequiométrico de bario en la mezcla;

25. (c) El calentamiento de la mezcla a una temperatura de 80 a 100°C aproximadamente y la adición a la misma de 0,25 a 3 moles aproximadamente de agua por mol de exceso (sobrebasificación) de bario presente;

30. (d) La carbonatación de la mezcla mientras se mantiene a una temperatura de 80 a 100°C aproximadamente, siendo el grado de carbonatación del 50 al 85% aproxima-



damente del requerido para convertir el exceso de bario - presente en carbonato bórico;

5. (e) El calentamiento de la mezcla carbonatada - a una temperatura del orden de 115 a 130°C aproximadamente y la adición a la misma del resto de la cantidad de -- CO₂ requerida para convertir sustancialmente el exceso -- de bario en carbonato bórico; y

(f) El calentamiento de la mezcla carbonatada - para separar los materiales volátiles presentes.

10. En algunos casos, el procedimiento incluye la - operación adicional de destilar el producto con vapor de agua. Preferiblemente, esta destilación se efectúa simultáneamente con la segunda carbonatación.

15. En un aspecto, la presente invención se relaciona con una composición lubricante que contiene una cantidad efectiva del producto preparado mediante los procedimientos anteriormente descritos.

20. En otro aspecto, la invención se relaciona con una composición combustible hidrocarburo que contiene una cantidad efectiva del producto preparado por los procedimientos antes descritos.

25. Debe destacarse ahora que el producto de mi invención se caracteriza por presentar un elevado número -- básico (por ejemplo, de 140 por lo menos y preferiblemente de 180 como mínimo), al tiempo que sigue siendo fluido a temperaturas ambientes.

Descripción detallada

Materiales usados

30. Adecuados agentes dispersantes solubles en aceites incluyen a los ácidos sulfónicos, ácidos carboxílicos

401686

12



y sus sales metálicas solubles en aceites. El término --
"ácidos sulfónicos solubles en aceites", tal como aquí --
se emplea, se refiere a aquellos materiales en los que la
porción hidrocarburo de la molécula tiene un peso molecu-
lar del orden de 300 a 1.000 aproximadamente. Preferible-
5. mente, el peso molecular será del orden de 370 a 700 apro-
ximadamente. Estos ácidos sulfónicos solubles en aceites-
pueden ser sintéticos o los denominados de caoba o natura-
les. El término "ácido sulfónico de caoba" se considera --
10. perfectamente inteligible, puesto que ha sido ampliamente-
descrito en la literatura. El término "ácidos sulfónicos-
sintéticos" se refiere a aquellos materiales que se prepara-
ran mediante sulfonación de materiales de alimentación --
hidrocarburos que se preparan sintéticamente. Los ácidos-
15. sulfónicos sintéticos pueden ser derivados de hidrocarburo-
ros alquilos o alcarilos. Además, pueden derivar de hidro-
carburos dotados de grupos cicloalquílicos (es decir, --
nafténicos) en las cadenas laterales fijadas al anillo --
bencénico. Los grupos alquílicos de los hidrocarburos alca-
20. rilos pueden ser de cadena recta o ramificada. El radical
alcarilo puede derivar de benceno, tolueno, benceno etíli-
co, isómeros del xileno o naftaleno.

Un ejemplo de material de alimentación hidrocar-
buro que ha sido particularmente útil en la preparación --
25. de ácidos sulfónicos sintéticos es un material conocido --
por postdodecilbenceno. Este material es un producto resi-
dual de la fabricación del dodecilbenceno. Los grupos al-
quílicos del postdodecilbenceno son de cadena ramificada.
El postdodecilbenceno consta de monoalquilbencenos y dial-
30. quilbencenos en la relación molar aproximada de 2:3 y --

401686



presenta las siguientes propiedades típicas:

	Gravedad específica a 38°C	0,8649
	Peso molecular medio	385
	Porcentaje sulfonatable	88
5.	A.S.T.M. D-158 Engler:	
	P.E.I., °C	341,6
	-15°C	361,1
	10°C	379,4
	32,2°C	404,4
10.	35°C	412,7
	P.E.F., °C	414,4
	Indice refractivo a 23°C	1,4900
	Viscosidad a:	
	-10°C centistokes	2.800
15.	20°C "	280
	40°C "	78
	80°C "	18
	Punto de anilina, °C	69
	Punto de vertido, °C	-31,6

20. Un ejemplo de otro material de alimentación -- hidrocarburo que es particularmente útil en la prepara-- ción de ácidos sulfónicos sintéticos, es un material de-- nominado "alquilato dímero", que tiene un grupo alquilo-- de cadena larga y ramificada. Descrito brevemente, el al--

25. quilato dímero se prepara mediante las siguientes opera-- ciones:

- (1) dimerización de un adecuado material de -- alimentación, tal como poli-gasolina de catálisis, y
 - (2) alquilación de un hidrocarburo aromático -
30. con el dímero formado en la operación (1).



401686

12 ABR. 1972

Preferiblemente, la operación de dimerización - utiliza un lodo de alquilación Friedel-Crafts como catalizador. Este procedimiento y el resultante producto se describen en la patente estadounidense nº 3.410.925.

5. Un ejemplo de otro material de alimentación - hidrocaburo, que es particularmente útil en la preparación de ácidos sulfónicos sintéticos utilizables en la invención, es un material que denomino "residuos NAB". Los residuos NAB son predominantemente hidrocarburos aromáticos di-n-alquílicos en los que los grupos alquilos --
10. contienen de 8 a 18 átomos de carbono. Se distinguen principalmente de los anteriores materiales de sulfonación - en que son de cadena recta y contienen una gran proporción de material di-sustituído. Un procedimiento de preparación de estos materiales y el resultante producto se describen en la solicitud número seriado 62.211, depositada el 7 de Agosto de 1.970 y que es una continuación -
15. en parte de la solicitud número seriado 529.284, depositada el 23 de Febrero de 1.966 y ahora abandonada. Las -
20. solicitudes números seriados 62.211 y 529.284 tienen el mismo concesionario que la presente solicitud. El producto se describe también en la patente estadounidense nº - 3.288.716, que se relaciona con un uso adicional del producto, aparte de como material de sulfonación.
25. Se describe otro procedimiento de preparación de estos materiales en la solicitud número seriado - 53.352, depositada el 6 de Agosto de 1.970 y que tiene el mismo concesionario que la presente solicitud. La solicitud nº 53.352 es una continuación en parte de la -
30. solicitud nº 529.284.

401686

12 ABR 1972



Otro procedimiento más de preparación de un producto di-n-alcarilo se describe en la solicitud nº 104.476, depositada el 7 de Enero de 1.971, que es una continuación en parte de la solicitud nº 521.794, depositada el 20 de -
5. Enero de 1.966 y ahora abandonada.

A fin de hacer más completa aún la descripción, se incluirán como partes de la misma la patente estadounidense nº 3.410.925 y las solicitudes Nos. 53.352, 62.211 y 104.476.

10. Los ácidos sulfónicos solubles en aceites son -- preferibles para su empleo en el procedimiento.

Además de los ácidos sulfónicos derivados del ma-
terial de alimentación hidrocarburo anteriormente descrito, ejemplos de otros adecuados ácidos sulfónicos incluyen los
15. siguientes: ácido naftaleno-sulfónico mono-sustituído y -- poli-céreo-sustituído, ácido dinonil-naftaleno-sulfónico, - ácido difenil-éter-sulfónico, ácido naftaleno-disulfuro-sul-
fónico, ácido dicetil-trianteno-sulfónico, ácido dilauril-
beta-naftol-sulfónico, ácido dicapril-nitronaftaleno-sulfó-
20. nico, ácido sulfónico de cera parafínica insaturado, ácido sulfónico de cera parafínica hidroxí-sustituído, ácido - - tetraamileno-sulfónico, ácido sulfónico de cera parafínica mono- y poli-clorasustituído, ácido sulfónico de cera ni--
25. trosoparafínica; ácido sulfónico cicloalifático, tal como ácido sulfónico lauril-ciclohexílico, ácido sulfónico - - -ciclohexílico mono- y poli-céreo-sustituído, y similares.

Adecuados ácidos carboxílicos que pueden usarse en la preparación de la dispersión coloidal empleada como-
material inicial, incluyen ácidos nafténicos, tales como -
30. los ácidos monocarboxílicos ciclopentanos sustituidos, los

401686




- ácidos monocarboxílicos ciclohexanos sustituidos y los - -
ácidos monocarboxílicos policíclicos alifáticos sustituidos
que contienen por lo menos 15 átomos de carbono. Ejem
plos específicos incluyen a los ácidos carboxílicos ciclo-
hexanos cetílicos, ácidos carboxílicos ciclopentanos dio-
5. tílicos, ácidos carboxílicos indenos dilauril-decahidro-
naftalenos y estearil-octahidros y similares, así como sus
sales solubles en aceites. Adecuados ácidos grasos solu-
bles en aceites son aquellos que contienen por lo menos 8-
10. átomos de carbono. Para producir el el objeto de esta in-
vención en forma líquida, se prefieren ácidos grasos que -
sean líquidos a temperaturas ambientes hasta de sólo unos-
15°C. Ejemplos específicos incluyen al ácido 2-etil-hexa-
15. noico, ácido pelargónico, ácido oleico, ácido palmitoleico,
ácido linoleico y ácido ricinoleico. Son particularmente -
adecuadas las mezclas naturales de ácidos grasos predomi-
nantemente insaturados, tales como ácidos grasos de aceite
de pino. Ejemplos de ácidos grasos de aceite de pino comer-
cialmente disponibles incluyen los "Crofatols", obtenibles
20. en la Crosby Chemical Company, y los "Acintols", obteni-
bles en la Arizona Chemical Company.

Aunque en general puede usarse casi cualquier me-
tal para formar el sulfonato metálico o carboxilato metá-
lico solubles en aceites, desde un punto de vista comer-
cial el metal queda restringido a los metales alcalinos y-
25. alcalino-térreos, siendo preferible el bario.

Puede mencionarse convenientemente que los áci-
dos sulfónicos y sulfonatos comerciales ordinarios no son-
ácidos o sulfonatos al 100%. Por el contrario, constituyen
30. una mezcla de ácido sulfónico o de sulfonatos con un aceite

12 ABR 1972



401686

diluyente no volátil. Por ejemplo, el término "ácido sulfónico activo al 40%" se refiere a una composición que contiene un 40% de ácido sulfónico.

- En el procedimiento de mi invención son adecuados una amplia variedad de diluentes no volátiles. Los requisitos principales deseados en el diluyente no volátil -- son los de que actúe como disolvente del agente dispersante que se emplea y que tenga un punto de ebullición de -- 160°C y superior. Adecuados diluentes no volátiles inclu--
5. 10. 15. 20. 25. 30.
- yen materiales que hierven al nivel de los aceites lubricantes y corrientes de hidrocarburos de refinería de inferior ebullición, tales como el disolvente Stoddard y los combustibles diesel. Ejemplos de diluentes no volátiles -- que hierven al nivel de los aceites lubricantes y que -- pueden emplearse, incluyen aceites lubricantes minerales -- obtenidos por cualesquiera de los procedimientos de refin-- no convencionales; aceites de lubricación sintéticos, ta-- les como polímeros de propileno, polioxialquilenos, polioxipropileno, ésteres de ácidos dicarboxílicos y ésteres de fósforo; aceites lubricantes hidrocarburos sintéticos, ta-- les como dialquilbencenos, difenilalcanos, tetrahidronaf-- talenos alquilados y mezclas de estos materiales; acei-- tes vegetales, tales como de maíz, de semilla de algodón y de ricino; y aceites animales, tales como de manteca y de esperma. De los diluentes no volátiles anteriormente des-- critos, los aceites lubricantes minerales y sintéticos se-- consideran como los más adecuados, siendo preferibles los-- primeros.

A fin de hacer más completa la descripción, se -- muestran seguidamente los valores de gravedad A.P.I. y des



401686

tilación de dos adecuadas corrientes hidrocarburos de refinería que hierven a 160°C y más.

	Disolvente Stoddard	Combustible Diesel Nº 2
5.	Gravedad	
	A.P.I., ° 48	36
	P.E. inicial 160°C.	191
	10%	218
10.	50%	259
	90%	302
	Punto ebullición final 210	329

15. Adecuados compuestos de bario básicos a utilizar en la invención incluyen al óxido e hidróxido de bario, siendo preferible el primero. Como probablemente una solución del compuesto de bario básico en el alcohol incluye algún alcoholato de bario formado in situ, se comprenderá que el término "compuesto de bario básico" incluye estos materiales.

20. Los alcoholes adecuados en el procedimiento son aquellos en los que el compuesto bórico básico tiene una apreciable solubilidad. Hemos observado que los siguientes alcoholes son adecuados: alcoholes monohídricos alifáticos que tienen de 1 a 5 átomos de carbono y alcoholes éteres que contienen 3 ó 4 átomos de carbono.

25. Ejemplos específicos de alcoholes adecuados incluyen al metanol, etanol, propanol, isopropanol, butanol, isobutanol, pentanoles, metoxi-etanol, etoxi-etanol y metoxi-isopropanol.

30. Los alcoholes más adecuados para su uso en el procedimiento son el metanol, metoxi-etanol y etoxi-etanol.

401686

12



La concentración del compuesto de bario básico - en el alcohol puede variar dentro de una amplia gama. - - - Generalmente es preferible usar una solución dotada de una concentración próxima a la solubilidad máxima en el particular alcohol usado, puesto que se requiere menos almacenamiento. Cuando se usan los alcoholes alifáticos primarios, es particularmente deseable emplear una solución bastante concentrada, ya que aquellos no pueden usarse como disolvente del proceso. La solubilidad máxima del óxido de bario en los alcanoles inferiores es del 18,5% aproximadamente - en peso, expresado como bario. Generalmente, cuando se - - usan estos alcoholes, la proporción preferible de óxido - - bórico corresponde aproximadamente al 12 - 16% en peso de bario.

La solubilidad del óxido de bario en los alcoholes éteres es mayor que en los alcohóles alifáticos primarios. La solubilidad máxima es aproximadamente del 30,5% - en peso como bario. Generalmente, cuando se usan los alcoholes éteres , es preferible que tengan una concentración en bario del 19 al 25% en peso aproximadamente.

Por alguna razón es deseable un disolvente de - - proceso en el procedimiento de la invención. Un requisito primario del disolvente de proceso es que tenga un punto - de ebullición inferior a 150°C, que es la temperatura máxima empleada en el procedimiento. Ejemplos de adecuados disolventes de proceso incluyen al nafta de petróleo, hexano, heptano, octano, benceno, tolueno, xileno y los alcohóles - éteres, anteriormente definidos. A este respecto es interesante el que los alcoholes alifáticos primarios inferiores no son adecuados para su empleo como disolvente de proceso

401686



en el presente procedimiento.

Proporciones de los materiales usados

Las propiedades de agente dispersante soluble - en aceites, diluyente no volátil y compuesto básico de bario se muestran en la siguiente tabla en partes por peso.

	<u>Adecuadas</u>	<u>Preferidas</u>
Agente dispersante	5 - 55	10 - 30
Diluyente no volátil	15 - 85	20 - 70
Compuesto básico (como bario)	10 - 55	20 - 40

La proporción de disolvente de proceso es por lo menos del 40% en peso aproximadamente, y preferiblemente del 80% en peso por lo menos, de la proporción combinada de agente dispersante, diluyente no volátil y solución alcohólica de compuesto de bario básico. Ordinariamente, la proporción superior de disolvente de proceso, sobre la misma base, es inferior al 110% en peso. Pueden emplearse proporciones superiores a ésta, pero de ordinario no son económicamente factibles. Dicho de otro modo, la proporción de disolvente de proceso es por lo menos de unas 4 partes, y preferiblemente de unas 7 partes como mínimo, en peso, por cada parte del compuesto de bario total (como bario) usado. Generalmente, la proporción superior de disolvente de proceso, expresada sobre esta base últimamente definida, es inferior a 9 partes.

La proporción de agua empleada es cuestión de cierta importancia, dependiendo en cierto modo de la proporción de bario añadida inicialmente a la mezcla ((La proporción de bario añadida inicialmente se expone en el 30,

401686



- capítulo "Condiciones del Procedimiento"). Una adecuada -
proporción de agua es la de 0,25 a 3,00 moles aproximada-
mente por cada mol de exceso (sobrebasificación) de bario
añadido. Preferiblemente, la proporción de agua será de -
5. 0,40 a 1,6 moles aproximadamente, sobre la misma base. En
general, si se usa una proporción excesivamente escasa de
agua, el producto final será viscoso o semisólido, conte-
niendo a veces partículas de gel o presentando un elevado
nivel de sedimentos básicos y agua. Por otra parte, si --
10. se emplea una excesiva cantidad de agua, el producto es -
generalmente turbio, con un elevado nivel de sedimentos -
básicos y agua.

Producto: obtenido: mediante la invención

- Como se indica aquí anteriormente, el producto-
15. de la invención tiene un número básico muy elevado, aun--
que sigue siendo fluido a temperaturas ambientes. Esto se
considera un aspecto desusado cuando el producto emplea -
un diluyente no volátil que hierve al nivel del aceite lu-
bricante. Más específicamente, el producto de la invención
20. tiene adecuadamente un número básico acético de 140 por -
lo menos, más adecuadamente de 150 como mínimo y preferi--
blemente de 180 por lo menos. Expresado como relación me-
tálica, el producto puede tener un valor de dicha relación
de 5:1 por lo menos, siendo de ordinario superior. Además,
25. tal producto puede presentar un número básico de 140 por-
lo menos, al tiempo que tiene siempre una viscosidad infe-
rior a 1600 centistokes a 37,7°C, más frecuentemente infe-
rior a 800 centistokes a 37,7°C y a menudo inferior a 400
centistokes a 37,7°C. En muchos casos, el citado producto
30. puede tener un número básico de 180 por lo menos, al tiem

401686

12 APR 1942



po que presenta una viscosidad inferior a 1600 centistokes a 37,7°C.

5. Además de las citadas propiedades, el producto de la invención es claro (es decir, transmite la luz directa) y presenta un buen ensayo de sedimentos básicos y agua (es decir, ningún sedimento tras su dilución en nafta de petróleo).

Condiciones del procedimiento

10. En la realización del procedimiento de la invención, se forma una mezcla del agente dispersante soluble en aceites, diluyente no volátil, disolvente del proceso, solución alcohólica de compuesto de bario básico y agua. La cantidad de la solución alcohólica del compuesto de bario básico es suficiente para proporcionar un exceso estequiométrico de bario en la mezcla (la cantidad de la solución alcohólica está comprendida dentro de los valores anteriormente indicados). La cantidad de agua empleada ha sido especificada antes.

20. La naturaleza del alcohol usado para formar la solución alcohólica de compuesto de bario básico influye sobre los métodos preferidos de realización del procedimiento. En todos los casos se forma una mezcla del agente dispersante soluble en aceites, diluyente no volátil y disolvente del proceso (la mezcla básica). Cuando el alcohol usado es un alcohol éter, se añaden a la mezcla básica --

25. las cantidades requeridas de agua y de solución alcohólica de compuesto de bario básico, siendo la temperatura en el momento de la adición de la solución alcohólica cualquiera comprendida entre el valor ambiente (es decir, --

30. unos 20°C) y 100°C aproximadamente.



5. Cuando el alcohol usado para formar la solución-alcohólica del compuesto de bario básico es un alcohol monohídrico alifático, se emplea preferiblemente el siguiente procedimiento. Primero se añade la cantidad requerida de la solución alcohólica del compuesto de bario básico a la mezcla de agente dispersante soluble en aceites, diluyente no volátil y disolvente del proceso. Luego se calienta la mezcla resultante a una temperatura del orden de 80 a 100°C aproximadamente, tras lo cual se añade la cantidad requerida de agua.

10. Se carbonata la mezcla, preferiblemente insuflando CO₂ gaseoso mientras se mantiene a una temperatura del orden de 80 a 100°C aproximadamente, y preferiblemente de unos 88 a 92°C. El grado de carbonatación en este punto es del 50 al 90% aproximadamente, y preferiblemente del 60 al 70%, de la cantidad requerida para convertir el exceso de bario presente en carbonato bórico.

20. Luego se calienta la mezcla carbonatada a una temperatura superior a la de la primera carbonatación, añadiéndose luego el resto de la cantidad de CO₂ requerida para convertir sustancialmente el exceso de bario en carbonato bórico. Para asegurar la conversión del bario en carbonato bórico, es deseable en algunos casos añadir del 5 al 20% de exceso respecto a la necesidad estequiométrica de CO₂. La temperatura de la segunda operación de carbonatación será preferiblemente de 115 a 130°C aproximadamente y más preferiblemente de unos 118 a 123°C.

30. Después de la segunda operación de carbonatación, se calienta la mezcla a una temperatura adecuada para separar los materiales volátiles presentes. Generalmente, la

401686

12



mezcla se calienta a unos 150°C en este punto. Aunque no --
es necesario, ordinariamente la mezcla se insufla con CO₂--
gaseoso durante la operación de calentamiento final.

5. A fin de exponer más claramente la naturaleza --
de la presente invención y sus ventajas, se hará seguida--
mente referencia a determinadas versiones específicas que
ilustran la flexibilidad de la parte aquí descrita. Sin --
embargo, debe entenderse claramente que ello se hace exclu
sivamente a modo de ejemplo y que no ha de considerarse --
10. como una limitación del espíritu y ámbito de las adjuntas--
reivindicaciones.

Ejemplo 1

Este ejemplo ilustra la preparación de una dis--
persión altamente básica que contiene bario, usando las --
15. condiciones preferidas del procedimiento y empleando una -
solución metanólica de óxido bórico.

Materiales usados

	Acido sulfónico "A" (1)	72,6 g.
	Acido sulfónico "B" (2)	39,6 g.
20.	Aceite diluyente nafténico (3)	69,2 g.
	Metoxi-etanol (4)	325 g.
	Solución metanólica de BaO (5)	333 g.
	Agua	6,5 ml (6)

(1) Este material era una solución de ácido sul--
fónico en hexano, preparado a partir de un alquilbenceno -
25. que fue a su vez preparado mediante alquilación de benceno
con una mezcla de alfa-olefinas en la que las olefinas con
tenían más de 20 átomos de carbono y eran predominantemen--
te de cadena recta.

30. El ácido presentaba el siguiente análisis:



Peso equivalente (como ácido)	520
Acidez sulfónica, meq./g.	0,490
Materiales no volátiles, % en peso	32,7

5. (2) Este material era una solución de ácido sulfónico en hexano, preparado a partir de un alquilbenceno - que era predominantemente di-n-alkilbenceno. El ácido --- presentaba el siguiente análisis:

	Peso equivalente (como ácido)	450
	Acidez total, meq./g	0,706
10.	Acidez sulfónica, meq/g	0,690
	Materiales no volátiles % en peso	32,5

(3) De una viscosidad universal Saybolt de 150 - segundos a 37,7°C.

(4) Disolvente del proceso.

15. (5) Conteniendo un 14,8% en peso de bario.

(6) Esto proporcionó una cantidad de agua igual a 1,1 moles por cada mol de bario sobrebasificador.

Procedimiento

20. Se introdujeron en un recipiente de reacción los ácidos sulfónicos, aceite diluyente nafténico y metoxi-etanol. Mientras se mezclaban los materiales con agitación -- mecánica, se calentó la mezcla a 45-55°C, tras lo cual se añadió la cantidad total de la solución metanólica de óxido bórico durante un período de unos 10 minutos. La resultante mezcla se calentó a una temperatura potencial de - - 25. 90°C (lo cual tuvo por resultado la separación de algunos- materiales volátiles), tras lo cual se añadió el agua. Des- pués de mezclar la resultante mezcla, se le insufló CO₂ - gaseoso durante 18,3 minutos (a razón de 265 ml por minuto). 30. Se interrumpió el insuflado de CO₂ y se calentó la mezcla-

401686

12



parcialmente carbonatada a una temperatura potencial de --
 120°C (lo cual dió lugar a la separación de material volá-
 til adicional). Mientras se mantenía la temperatura a - --
 unos 120°C, se insufló de nuevo CO₂ gaseoso durante un pe-
 5. ríodo de unos 15 minutos (170 ml de CO₂ por minuto). Mien-
 tras se continuaba insuflando gas CO₂ a la mezcla carbona-
 tada, se calentó ésta a una temperatura potencial de 150°C
 para separar sustancialmente todo el resto de los materia-
 les volátiles. Mientras se mantenía la temperatura al ni--
 10. vel de 150 a 155°C, se insufló CO₂ a la mezcla durante 30-
 minutos.

El producto resultante era brillante y fluido y-
 presentaba el siguiente análisis:

	Número básico, acético	205
15.	Bario, % en peso	26,7
	Sedimentos básicos y agua, %	0,06
	Viscosidad, 98,8°C, cs.	27,78
	Viscosidad, 37,7°C, cs.	304,9
20.	Compatibilidad (material brillan- te)	Correcta

Ejemplos 2-6

Se efectuó una serie de pruebas empleando sustan-
 cialmente los mismos materiales utilizados en el Ejemplo -
 1. Los ácidos sulfónicos se prepararon a partir del mismo-
 25. alquilato, pero con una ligera variación en su composición.
 El aceite diluyente fue aceite nafténico como el descrito -
 en el Ejemplo 1 ó un aceite pálido 100 (que es un aceite -
 lubricante mineral dotado de una viscosidad universal - --
 Saybolt, a 37,7°C, de 100 segundos).

30. La cantidad de agua y el grado de carbonatación-

401686

12



en la primera operación de carbonatación difirieron en - -
los ejemplos de la serie. Las condiciones del procedimien-
to y el aspecto y composición del resultante producto se--
muestra en la siguiente tabla.

Tabla I en página 25

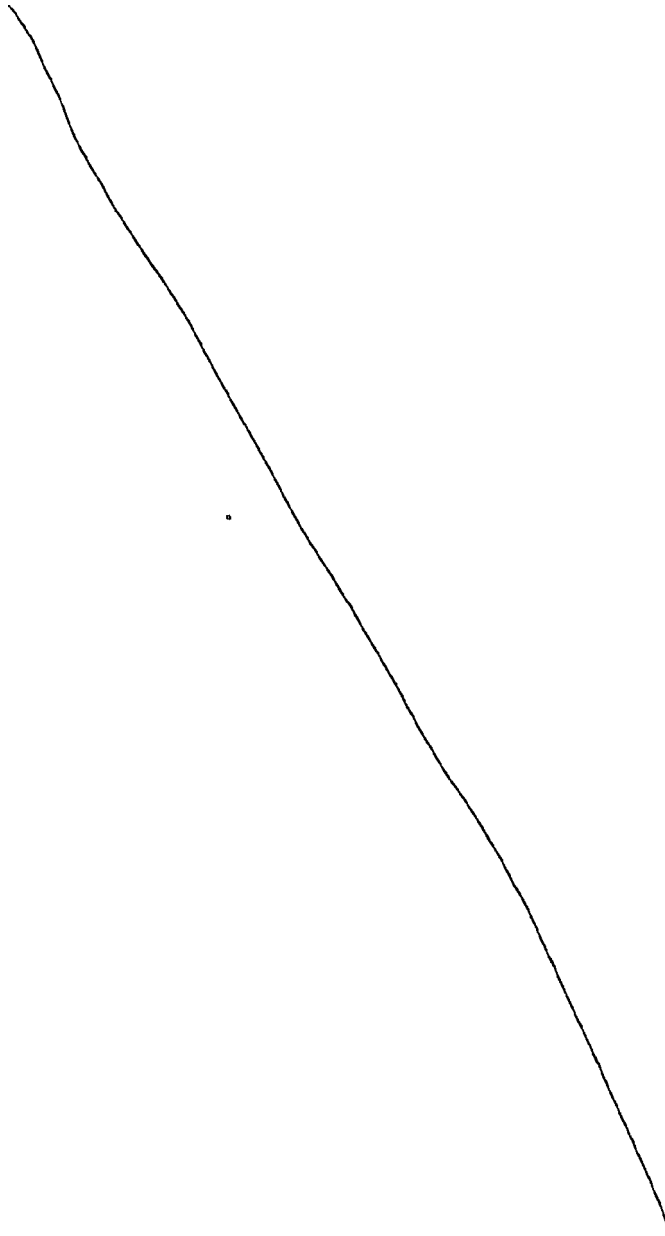


Tabla I

Ejemplo nº

Condiciones del procedimiento (2)

Activo, %

Número básico, acético (1)

Moles H₂O/mol Ba sobreesulfador

% carbonatación a 90°C

Aceite diluyente

Aceite pálido 100

Aceite nafténico

Producto - aspecto

Número básico, acético (2)

% Ba

% sedimentos básicos y agua

Viscosidad a 98,8°C, cs.

Viscosidad a 37,7°C, cs.

Compatibilidad (Material brillante)

(1) Objetivo

(2) Efectivos.

2 3 4 5 6

20 20 20 20 20

210 210 210 205 205

1.0 1.1 1.1 1.2 1.2

66 62 70 66 62

X X X X X

X

Brillante Brillante Brillante Brillante Brillante

202 208 206 209 200

26.9 28.1 27.8 28.3 27.3

0.08 0.06 0.08 0.06 0.05

39.59 30.33 51.14 - 37.40

350.8 731.9 309.0

Correcta Correcta Correcta Correcta Correcta

12



401688

401686 12



Ejemplo 7

Este ejemplo ilustra la preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, empleando las condiciones preferidas del procedimiento y una solución de óxido bórico en metoxi-etanol.

5.

Materiales empleados

	Acido sulfónico (1)	118,4 g.
	Aceite diluyente nafténico (2)	52,8 g.
	Aceite diluyente difenilalcano (3)	10 g.
10.	Metoxi-etanol (4)	300 g.
	Solución de óxido bórico en metoxi-etanol (5)	213 g.
	Agua (6)	7,0 ml

(1) Este material era una solución en hexano de ácidos sulfónicos preparados a partir de dos tipos de alquilatos. Contenia aproximadamente un 60% en peso de ácido sulfónico preparado a partir de un alquilbenceno que a su vez se preparó mediante alquilación de benceno con una mezcla de alfa-olefinas en la que las olefinas contenian más de 20 átomos de carbono y eran predominantemente de cadena recta, y un 40% en peso de ácido sulfónico preparado a partir de un alquilbenceno que era predominantemente di-n-alquilbenceno. La solución de ácido sulfónico en hexano presentaba el siguiente análisis:

	Peso equivalente (como ácido)	466
25.	Acidez sulfónica, meq./g	0,559
	Materiales no volátiles, % en peso	32,9

(2) Con una viscosidad universal Saybolt de 300- segundos a 37,7°C.

30. (3) Fracción de destilado resultante de la pro--

401686

12



ducción de "residuos NAB", tal como anteriormente se describen. La fracción contiene predominantemente difenilalcanos y tiene típicamente un peso molecular del orden de 230 a 240 aproximadamente.

5.

(4) Disolvente del proceso.

(5) Conteniendo un 22% en peso de bario.

(6) Esto proporcionó una cantidad de agua igual a 1,3 moles por cada mol de bario sobrebasificador.

Procedimiento

10.

Se introdujeron en un recipiente de reacción el ácido sulfónico, aceite diluyente nafténico, aceite diluyente difenil-alcano, metoxi-etanol y agua. Mientras se mezclaban los materiales con agitación mecánica, se calentó la mezcla a 45-55°C, tras lo cual se añadió toda la cantidad de solución de óxido bórico en metoxi-etanol. La resultante mezcla fue calentada, una temperatura potencial de 90-93°C (lo cual dió lugar a la separación de algunos materiales volátiles). Luego se insufló CO₂ gaseoso a la mezcla durante 18,3 minutos (a razón de 265 ml por minuto).

15.

20.

Esto proporcionó aproximadamente un 74% de la cantidad total de CO₂ requerida para reaccionar con el exceso de bario presente. Se interrumpió el insuflado de CO₂ y se calentó la mezcla parcialmente carbonatada a una temperatura potencial de 120-122°C (lo cual tuvo por resultado la separación de material volátil adicional). Mientras se mantenía la temperatura a unos 120-122°C, se insufló CO₂ gaseoso durante 15 minutos (170 ml de CO₂ por minuto). Mientras se continuaba insuflando CO₂ gaseoso a la mezcla carbonatada, ésta se calentó a una temperatura potencial de 150°C para separar sustancialmente todo el resto de los

25.

30.



materiales volátiles. Mientras se mantenía la temperatura a 150°C aproximadamente, se insufló CO₂ a la mezcla durante 30 minutos.

El producto era fluido y brillante y presentaba el siguiente análisis:

5.	Número básico, acético	176
	Bario, % en peso	24,1
	Sedimentos básicos y agua	0,04
	Viscosidad a 98,8°C, cs.	46,96
10.	Compatibilidad(material brillante)	Correcta

Aunque se han descrito versiones particulares de la invención, se comprenderá naturalmente que ésta no se limita a tales versiones, puesto que pueden introducirse muchas modificaciones, por lo que se prevé que las adjuntas reivindicaciones cubran cualesquiera de tales modificaciones que entren dentro del verdadero espíritu y ámbito de la invención.

N O T A

La Patente de Invención que se solicita por veinte años para España, de acuerdo con la vigente legislación, deberá recaer sobre: "PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE UNA DISPERSION ALTAMENTE BASICA CON CONTENIDO DE BARIO", con Prioridad de la Demanda de Patente en U.S.A.- Serial nº 148.265 de fecha 12 de Mayo de 1971, según las características esenciales de las siguientes:

R E I V I N D I C A C I O N E S

1ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, dotada de un número básico acético de 140 por lo menos y de una viscosidad inferior a 1600 cs. a 37,7°C cuyo procedimiento

401686

12



comprende:

(a) la formación de una mezcla consistente esencialmente en:

5. (i) de 5 a 55 partes en peso aproximadamente de agente dispersante soluble en aceites, seleccionado entre el grupo consistente en ácidos sulfónicos, ácidos carboxílicos y sus sales metálicas;

10. (ii) de 15 a 85 partes aproximadamente en peso de diluyente no volátil dotado de un punto de ebullición de 160°C y superior;

(iii) un disolvente de proceso orgánico que hierva por debajo de 150°C ;

15. (iv) una solución alcohólica de compuesto de bario básico en cantidad suficiente para proporcionar un exceso estequiométrico de bario en la mezcla, en la que el alcohol es seleccionado entre el grupo consistente en alcoholes éteres que contienen 3 ó 4 átomos de carbono y alcoholes monohídricos alifáticos que contienen 1 a 5 átomos de carbono, y

20. (v) de 0,25 a 3 moles aproximadamente de agua por mol de exceso de bario presente en la mezcla;

25. (b) la carbonatación de la mezcla mientras se mantiene a una temperatura de 80 a 100°C aproximadamente, cuya carbonatación es de una magnitud del 50 al 85% aproximadamente de la requerida en total para convertir el exceso de bario presente en carbonato bórico;

30. (c) el calentamiento de la mezcla carbonatada a una temperatura superior a la de la operación (b) y la adición del resto de la cantidad de dióxido de carbono requerida para convertir sustancialmente el exceso de bario

mce

401686 12 ABR 1972



en carbonato bórico; y

5. (d) el calentamiento de la mezcla carbonatada para separar los materiales volátiles presentes, caracterizándose además dicho procedimiento porque la proporción de disolvente de proceso en la operación (a) (iii) es por lo menos del 40% del peso del agente dispersante, diluyente no volátil y solución alcohólica de compuesto de bario básico.

10. 2ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según la reivindicación 1ª, en el que la temperatura de carbonatación en la operación (c) es de 115 a 130°C aproximadamente.

15. 3ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según la reivindicación 2ª, en el que el disolvente de proceso es seleccionado entre el grupo consistente en nafta de petróleo, heptano, hexano, octano, benceno, tolueno, xileno y alcoholes éteres que contienen 3 ó 4 átomos de carbono.

20. 4ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según la reivindicación 3ª, en el que el diluyente no volátil es seleccionado entre el grupo consistente en aceites lubricantes minerales y aceites lubricantes sintéticos.

25. 5ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según la reivindicación 4ª, en el que el agente dispersante, soluble en aceites es un ácido sulfónico.

30. 6ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según la reivindicación 5ª, en el que el disolvente de proceso es -

mce

401686 1 2 ABE



metoxi-etanol.

5. 7ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según la reivindicación 6ª, en el que la solución alcohólica de compuesto de bario básico es una solución de óxido bórico en metoxi-etanol.

10. 8ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según la reivindicación 6ª, en el que la solución alcohólica de compuesto de bario básico es una solución metanólica de óxido bórico.

15. 9ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según la reivindicación 7ª, en el que el diluyente no volátil es un aceite lubricante mineral.

20. 10ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según reivindicaciones anteriores, cuya dispersión es fluida a temperatura ambiente y tiene un número básico acético de 140 por lo menos, cuyo procedimiento comprende:

(a) la formación de una mezcla consistente esencialmente en:

25. (i) 5 a 55 partes en peso aproximadamente de agente dispersante soluble en aceite, seleccionado entre el grupo consistente en ácidos sulfónicos, ácidos carboxílicos y sus sales metálicas,

(ii) 15 a 85 partes aproximadamente en peso de diluyente no volátil dotado de un punto de ebullición de 160°C y superior,

30. (iii) un disolvente de proceso orgánico que hier

401686

12 MAR 1972



va por debajo de 150°C, y

(iv) de 0,25 a 3 moles aproximadamente de agua - por mol de exceso de bario usado en el procedimiento;

5. (b) el calentamiento de la mezcla a una temperatura de 20 a 60°C aproximadamente y la adición a la misma de una solución en alcohol éter de compuesto de bario básico en cantidad suficiente para proporcionar un exceso estequiométrico de bario en la mezcla, conteniendo dicho alcohol éter 3 ó 4 átomos de carbono;

10. (c) la carbonatación de la mezcla mientras se mantiene a una temperatura de 80 a 100°C aproximadamente, en la que la magnitud de la carbonatación es del 50 al 85% aproximadamente de la requerida para convertir el exceso de bario presente en carbonato bórico;

15. (d) el calentamiento de la mezcla carbonatada a una temperatura del orden de 115 a 130°C aproximadamente y la adición a la misma del resto de la cantidad de CO₂ requerida para convertir sustancialmente el exceso de bario en carbonato bórico; y

20. (e) el calentamiento de la mezcla carbonatada para separar los materiales volátiles presentes, caracterizándose además dicho procedimiento porque la cantidad de disolvente de proceso en la operación (a) (iii) es por lo menos del 40% del peso del agente dispersante, diluyente no volátil y solución alcohólica de compuesto de bario básico.

25.

11ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según la reivindicación 10ª, en el que el disolvente de proceso es se-

m/c

leccionado entre el grupo consistente en nafta de petróleo,

30.

heptano, hexano, octano, benceno, tolueno, xileno y alcoholes

401686

12



éteres que contienen 3 ó 4 átomos de carbono.

5. 12ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según la reivindicación 11ª, en el que el agente dispersante soluble en aceites es un ácido sulfónico.

13ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según la reivindicación 12ª, en el que el disolvente de proceso es metoxi-etanol.

10. 14ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según la reivindicación 13ª, en el que la solución alcohólica de compuesto de bario básico es una solución de óxido bárico en metoxi-etanol.

15. 15ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según la reivindicación 10ª, en el que la mezcla de la operación (a) contiene de 10 a 30 partes en peso aproximadamente de agente dispersante soluble en aceites y de 20 a 70 partes en peso aproximadamente de diluyente no volátil.

20. 16ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según la reivindicación 15ª, en el que el disolvente de proceso es seleccionado entre el grupo consistente en nafta de petróleo, heptano, hexano, octano, benceno, tolueno, xileno y alcoholes éteres que contienen 3 ó 4 átomos de carbono.

25. 17ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según la reivindicación 16ª, en el que el agente dispersante soluble en aceites es un ácido sulfónico, el disolvente de proceso es

30.

401686 12 ABR 1952



metoxi-etanol y la solución alcohólica de compuesto de bario básico es una solución de óxido bórico en metoxi-etanol.

5. 18ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según la reivindicación 17ª, en el que en la operación (c) la temperatura de carbonatación es de 88 a 92°C aproximadamente y el grado de carbonatación es del 60 al 70% aproximadamente del requerido para convertir el exceso de bario presente -
10. en carbonato bórico.

19ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según la reivindicación 18ª, en el que la temperatura de carbonatación en la operación (d) es de 118 a 123°C aproximadamente.

15. 20ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según la reivindicación 19ª, en el que el diluyente no volátil es un aceite lubricante mineral.

20. 21ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según la reivindicación 19ª en el que el diluyente no volátil es un aceite lubricante sintético.

25. 22ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según la reivindicación 19ª, en el que el diluyente no volátil es disolvente stoddard.

30. 23ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según la reivindicación 19ª, en el que el diluyente no volátil es combustible diesel.

mCe

401686

12



24^a.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según reivindicaciones anteriores cuya dispersión es flúida a temperatura ambiente y tiene un número básico acético de 140 por lo menos, cuyo procedimiento comprende:

5. (a) la formación de una mezcla consistente - esencialmente en:

10. (i) 5 a 55 partes en peso aproximadamente de agente dispersante soluble en aceites, seleccionado entre el grupo consistente en ácidos sulfónicos, ácidos carboxílicos y sus sales metálicas,

(ii) 15 a 85 partes en peso aproximadamente de diluyente no volátil de un punto de ebullición de 160°C y superior, y

15. (iii) un disolvente de proceso orgánico -- que hierva por debajo de 150°C;

20. (b) la adición a la mezcla de una solución de compuesto de bario básico en alcohol monohídrico alifático C₁-C₅ en cantidad suficiente para proporcionar un exceso estequiométrico de bario en la mezcla;

(c) el calentamiento de la mezcla a una temperatura de 80 a 100°C aproximadamente y la adición a la misma de 0,25 a 3 moles aproximadamente de agua por mol de exceso de bario presente;

25. (d) la carbonatación de la mezcla mientras se mantiene a una temperatura de 80 a 100°C aproximadamente, siendo el grado de carbonatación del 50 a 85% aproximadamente del requerido para convertir el exceso de bario presente en carbonato bórico;

30. (e) el calentamiento de la mezcla carbonatada--

40168612



a una temperatura del orden de 115 a 130°C aproximadamente y la adición a la misma del resto de la cantidad de CO₂ requerida para convertir sustancialmente el exceso de bario en carbonato bórico; y

- 5. (f) el calentamiento de la mezcla carbonatada para separar los materiales volátiles presentes, caracterizándose además dicho procedimiento porque la cantidad de disolvente de proceso en la operación (a) (iii) es por lo menos del 40% del peso del agente dispersante, diluyente no volátil y solución alcohólica de compuesto de bario básico.
- 10. 25ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según la reivindicación 24ª, en el que el disolvente de proceso es seleccionado entre el grupo consistente en nafta de petróleo, heptano, hexano, octano, benceno, tolueno, xileno y alcoholés éteres que contienen 3 ó 4 átomos de carbono.
- 15. 26ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según la reivindicación 25ª, en el que el agente dispersante soluble en aceites es un ácido sulfónico.
- 20. 27ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según la reivindicación 26ª, en el que el disolvente de proceso es metoxi-etanol.
- 25. 28ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según la reivindicación 27ª, en el que la solución alcohólica de compuesto de bario básico es una solución de óxido bórico en metoxi-etanol.
- 30. 29ª.- Procedimiento de preparación de una disper-

mce

401686



5. sión altamente básica con contenido de bario, según la --
reivindicación 24ª, en el que la mezcla de la operación --
(a) contiene de 10 a 30 partes aproximadamente en peso de
agente dispersante soluble en aceites y de 20 a 70 partes--
aproximadamente en peso de diluyente no volátil.

10. 30ª.- Procedimiento de preparación de una disper
sión altamente básica con contenido de bario, según la rei
vindicación 29ª, en el que el disolvente de proceso es --
seleccionado entre el grupo consistente en nafta de petró-
leo, heptano, hexano, octano, benceno, tolueno, xileno y -
alcoholes éteres que contienen 3 ó 4 átomos de carbono.

15. 31ª.- Procedimiento de preparación de una disper
sión altamente básica con contenido de bario, según la rei
vindicación 30ª, en el que el agente dispersante soluble -
en aceites es un ácido sulfónico, el disolvente de proceso
es metoxi-etanol y la solución alcohólica de compuesto de
bario básico es una solución de óxido bárico en metoxi9eta
nol.

20. 32ª.- Procedimiento de preparación de una dis- -
persión altamente básica con contenido de bario, según la-
reivindicación 31ª, en el que en la operación (c) la tempe
ratura de carbonatación es de 88 a 92°C aproximadamente y-
el grado de carbonatación es del 60 al 70% aproximadamente
del requerido para convertir el exceso de bario presente -
en carbonato bárico.

25. 33ª.- Procedimiento de preparación de una dis- -
persión altamente básica con contenido de bario, según la-
reivindicación 32ª, en el que la temperatura de carbona---
tación en la operación (d) es de 118 a 123°C aproximadamen
30. te.

mca

401686

12



34ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según la reivindicación 33ª, en el que el diluyente no volátil es un -- aceite lubricante mineral.

5. 35ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según la reivindicación 33ª, en el que el diluyente no volátil es un -- aceite lubricante sintético.

10. 36ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según la reivindicación 33ª, en el que el diluyente no volátil es disolvente stoddard.

15. 37ª.- Procedimiento de preparación de una dispersión altamente básica con contenido de bario, según la -- reivindicación 33ª, en el que el diluyente no volátil es -- combustible diesel.

38ª.- PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE UNA DISPER
SION ALTAMENTE BASICA CON CONTENIDO DE BARIO.-

20. Según queda sustancialmente descrito en la presente Memoria Descriptiva que consta de, treinta y nueve -

...../.....

ME

401686

12 ABR



hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 12 ABR. 1972

CONTINENTAL OIL COMPANY

P.P. FRANCISCO GARCIA CABRERIZO
P.P.

A handwritten signature in dark ink, appearing to be 'M.ª Dolores Jorquera', written over the typed name.

Firmado: M.ª Dolores Jorquera

ME