



Nº 426.378

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: TEXAGO DEVELOPMENT CORPORATION

RESIDENCIA: 135 East 42nd Street, New York, N.Y.
10017, U.S.A.

ENUNCIADO: UN METODO PARA LA PRODUCCION DE UNA COM
POSICION DE ACEITE LUBRICANTE SINTETICO.

Prioridad: Patente^S U.S.A. n.º 361.093 del 17-5-73
361.094 del 17-5-73 y
372.879 25-6-73

IN.-

**POOR
QUALITY**



1

Esta invención se refiere a una composición de aceites lubricantes para turbina a gas o motor de reacción. Los motores de turbinas a gas se hacen funcionar bajo condiciones ambiente extremas. El lubricante debe ser fluido a muy bajas temperaturas y al mismo tiempo retener sus propiedades lubricantes en un motor que produce temperaturas internas de operación de por ejemplo 232,2 - 287,8°C (450-550°F) o superiores. Este intervalo de condiciones provoca tensiones tan severas en el lubricante que las más avanzadas composiciones de aceites minerales lubricantes, así como muchas de las composiciones sintéticas, no pueden ser empleadas para la lubricación de motores de turbinas.

5

10

15

20

25

Normalmente, están siendo empleadas composiciones de aceites lubricantes sintéticos a base de esteres, que comprenden una base de ester de pentaeritrita o trimetilolpropano y que contienen una mezcla con un equilibrio crítico de aditivos, para la lubricación de motores de turbinas a gas. Estos aceites lubricantes a base de esteres funcionan en un amplio intervalo de temperaturas y presentan una buena estabilidad térmica con un elevado nivel de resistencia a la oxidación y a la corrosión. Sin embargo, cada vez se introducen motores de turbina a gas más nuevos y potentes diseñados para proporcionar niveles avanzados de vuelo supersónico, los cuales necesitarán resistencias más elevadas a los esfuerzos térmicos y oxidantes.

30

Los motores de turbina o de reacción se manufacturan con diversidad de metales estructurales con lo que se encuentran problemas de altas temperaturas, funcionamiento de las turbinas a velocidades elevadas y tensiones en los cojinetes; y es convencional emplear un desactivador metálico



1 co en la composición de aceite lubricante sintético a base
de esteres, para reducir a un mínimo la corrosión del metal
en el entorno. Se supone que el desactivador metálico forma
5 una capa protectora monomolecular unida a las superficies
expuestas de los metales más sujetas a corrosión.

Se han propuesto hasta ahora una amplia serie
de materiales como desactivadores metálicos para su empleo
en las composiciones de aceites lubricantes sintéticos a ba
se de esteres. Se han propuesto productos de la condensa-
10 ción de aldehído salicílico y derivados de hidrazina y sa-
les de ácidos grasos de los productos de condensación, sien-
do preferidos en esta clasificación las sales de l-salicil-
amino-guanidina y ácidos carboxílicos alifáticos de C₁₄ a
C₁₈.

15 La semicarbazona de salicilaldehído y sus deri-
vados alquílicos de C₁ a C₂₀, por ejemplo metil e isopropil
semicarbazona de salicilaldehído, representan otra clase de
desactivadores metálicos.

20 Algunas hidroxiantraquinonas, por ejemplo, 1,4-
dihidroxiantraquinona (quinizarina) son desactivadores metá-
licos eficaces, mientras que otras antraquinonas relaciona-
das se consideran ineficaces.

Otro grupo de desactivadores metálicos incluye
galatos de alquilo de C₁ a C₂₀, preferiblemente galato de
25 propilo, glicodisebacato de neopentilo, ácido sebácico, áci-
do azelaico y ácido adípico.

Aún otra clase de agentes metálicos anticorro-
sión son las piridilaminas que incluyen dipiridilaminas ta-
les como 2,2'-dipiridilamina.

30 También los triazoles son desactivadores metáli-



1 cos eficaces y en esta clase se incluyen 1,2,3-benzotriazol, metil-1,2,3-benzotriazol, 3-amino-5-metil-1,2,4-triazol, 3-amino-5-fenil-1,2,4-triazol, 3-amino-5-piridil-1,2,4-triazol y 5,5'-diamino-3,3-bis (1,2,4-triazol).

5 Las condiciones a las que debe trabajar un lubricante a base de esterres son tan exigentes que se hace crítica la selección del desactivador metálico en la formulación de un lubricante, limpio, resistente a formación de depósitos. Aún cuando los desactivadores metálicos conocidos son eficaces para el propósito designado, son causa frecuente o contribuyen a otros problemas serios que derivan del uso del lubricante. Por ejemplo, los desactivadores metálicos suelen ser los responsables de los aumentos sustanciales de depósitos en el motor, determinados mediante el ensayo de depósitos Alcor (Alcor Deposition Test). Pueden también causar manchas y picaduras inaceptables o erosión del metal magnesio presente en el motor o en sus unidades accesorias, tales como las unidades de accionamiento a velocidad constante que generan energía eléctrica.

15 La Patente U.S. Nº 3.344.068 describe una composición de aceite de lubricación sintético a base de esterres que contiene varios desactivadores metálicos incluyendo entre ellos amino- y benzotriazoles sustituidos.

20 La Patente U.S. Nº 3.330.764 describe una composición de aceite lubricante sintético que tiene propiedades mejoradas de soporte de cargas, en el cual se emplea un aceite a base de ester de pentaeritrita que contiene una combinación de un tiocianato amónico y un compuesto de amina cíclica tal como fenil- α -naftilamina.

25 La Patente U.S. Nº 3.427.111 describe una compo



1 sición de aceite lubricante sintético que emplea una base
de ester de pentaeritrita que contiene 1) antioxidantes ti-
po arilamina, tal como difenilamina y fenil- α -naftilamina,
2) un pasivante de superficie de cobre, es decir, una sal
5 de 1-salicilalaminoguanidina y un ácido carboxílico alifá-
tico de C₁₄₋₁₈, 3) un desactivador metálico, es decir, una
polihidroxi-antraquinona y 4) un ester orgánico de fósforo
en forma de un fosfato o un fosfito.

10 La Patente británica Nº 1.130.387 describe una
composición de aceite lubricante sintético que contiene un
pasivante de cobre del tipo azol, salicilaldehído e hidra-
zina.

15 La presente invención proporciona una composi-
ción de aceite lubricante sintético que comprende una mayor
proporción de un aceite a base de esteres alifáticos que
tiene propiedades lubricantes formados por reacción de una
pentaeritrita o trimetilolpropano y un ácido hidrocarbilo-
nocarboxílico que tiene de aproximadamente 2 a 18 átomos de
carbono por molécula, que contiene

- 20 a) de aproximadamente 0,001 a 0,10% en peso de 3-ami-
no-1H-1,2,4-triazol,
b) de aproximadamente 0,3 a 5% en peso de una alquil
o aralquilfenilnaftilamina en la que el radical
alquilo o aralquilo tiene de 3 a 12 átomos de car-
25 bono,
c) de aproximadamente 0,3 a 5% en peso de una dial-
quildifenilamina en la que los radicales alquilo
tienen de 4 a 12 átomos de carbono, y
d) de aproximadamente 0,25 a 10% en peso de un fosfa-
30 to de trihidrocarbilo en el cual el radical hidro



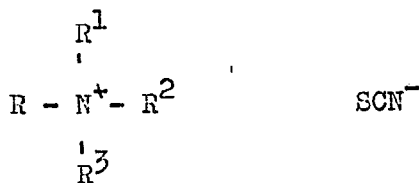
1

carbilo contiene de 2 a 12 átomos de carbono.

Según un aspecto preferido, las composiciones según la invención comprenden, además de los componentes anteriores de a) hasta d):

5

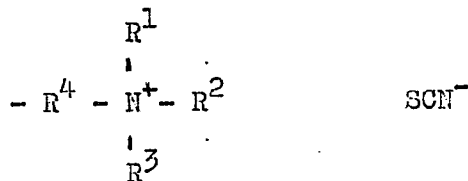
e) de 0,01 a 2,5% en peso de un tiocianato amónico de la fórmula



10

en la que R es un radical hidrocarbilo o hidrocarbilo amino-sustituído que tiene de 1 a 30 átomos de carbono o un radical de la fórmula

15



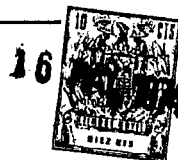
20

en la que R⁴ es un radical polimetilénico que tiene de 2 a 4 átomos de carbono y R¹, R² y R³ representan cada uno de ellos hidrógeno o un radical hidrocarbilo que tiene de 1 a 30 átomos de carbono.

25

Las composiciones de aceites lubricantes a base de esterés que suponen la combinación de los anteriores aditivos con un tiocianato amónico tienen excelentes propiedades de soporte de cargas en las aplicaciones de elevados esfuerzos de transmisión. Aunque algunas composiciones de aceites lubricantes a base de esterés, que contienen tiocianatos de amonio en combinación con amins cíclicas u otros aditivos, tienen buenas propiedades de soporte de cargas,

30



1 resulta sorprendente el descubrimiento de una nueva y crítica combinación de aditivos en una formulación fluida específica para proporcionar elevadas propiedades de soporte de esfuerzos de transmisión.

5 Según otro aspecto preferido, las composiciones según la invención comprenden, además de los anteriores componentes de a) a e):

f) de 0,005 a 0,2% en peso de benzotriazol o antranilamida.

10 Las composiciones de aceite lubricantes a base de esteres, que contienen la anterior combinación de aditivos, incluyendo benzotriazol o antranilamida, tienen una sobresaliente estabilidad a la corrosión y oxidación y buenas propiedades como soporte de cargas para aplicaciones en esfuerzos elevados de transmisión. Aunque algunas composiciones de aceites lubricantes a base de esteres, que contienen tiocianatos amónicos y/o 3-aminotriazol, en combinación con aminos cíclicos u otros aditivos, presentan buenas propiedades como soportes de cargas, resulta sorprendente el descubrimiento de una nueva y crítica combinación de aditivos en una formulación fluida específica para proporcionar elevadas propiedades de soporte de cargas en transmisiones.

15
20
25
30 Las nuevas composiciones de aceites lubricantes según la invención proporcionan una notable estabilidad al calor y a los oxidantes, reducen los depósitos metálicos y evitan eficazmente las manchas, picado y corrosión del magnesio. Estas valiosas propiedades se obtienen a partir de una mezcla de aceites lubricantes sintéticos a base de esteres formulada críticamente. Las propiedades de la nueva composición son sorprendentes e inesperadas igualando o so-



1 brepasando las composiciones comerciales de aceites lubri-
cantes sintéticos a base de esteres en estabilidad a la oxi-
dación y control de depósitos, proporcionando además una
protección única frente a manchas y picado del magnesio.

5 El componente fluido base del lubricante de la
invención es un fluido a base de esteres preparado a partir
de una pentaeritrita o trimetilolpropano y una mezcla de
ácidos hidrocarbilmonocarboxílicos. También pueden emplear-
se en la reacción de preparación del aceite base polipenta-
10 eritritas, tales como dipentaeritrita, tripentaeritrita y
tetrapentaeritrita.

Los ácidos monocarboxílicos hidrocarbonados que
se utilizan para formar el fluido a base de esteres incluyen
ácidos alifáticos de cadena lineal y ramificada, ácidos ci-
15 cloalifáticos y ácidos aromáticos así como mezclas de ellos.
Los ácidos empleados tienen de 2 a 18 átomos de carbono por
molécula y preferiblemente de 5 a 10 átomos de carbono.
Ejemplos de ácidos específicos adecuados son acético, pro-
piónico, butírico, valérico, isovalérico, caproico, decanoí-
20 co, ciclohexanoico, nafténico, benzoico, fenilacético, áci-
do t-butilacético y ácido 2-etilhexanoico.

En general, se hacen reaccionar los ácidos en
proporciones que conduzcan a unas pentaeritrita o trimetil-
propano completamente esterificados, siendo las bases de es-
25 teres preferidas los tetraesteres de pentaeritrita. Ejem-
plos de tales tetraesteres, que se pueden encontrar en el
comercio, incluyen tetracaproato de pentaeritrita que se
prepara a partir de pentaeritrita purificada y ácido caproi-
co bruto que contiene otros ácidos monobásicos de C₅₋₁₀.
30 Otro tetraester adecuado se prepara de una pentaeritrita de

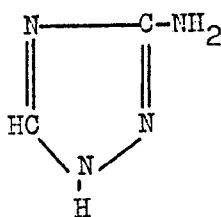


1
5
10
15
20
25
30

calidad técnica y una mezcla de ácidos que comprende 38% de valérico, 13% de 2-metilpentanoico, 32% de octanoico y 17% de pelargónico. Otro ester eficaz es el triester de trimetilolpropano en el cual el trimetilolpropano se esterifica con una mezcla de ácidos monobásicos de 2% de valérico, 9% de caproico, 13% de heptanoico, 7% de octanoico, 3% de caprílico, 65% de pelargónico y 1% de cáprico. También el triheptanoato de trimetilolpropano es adecuado como base de esteres.

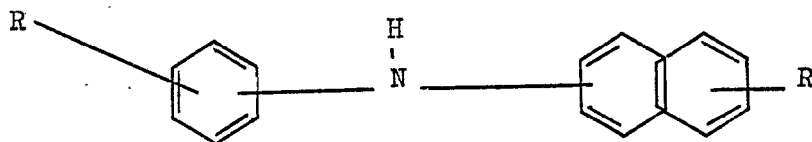
La base de esteres abarca la mayor proporción de la composición completa de aceites lubricantes sintéticos a base de esteres. En general, este fluido a base de esteres está presente en concentraciones de aproximadamente 90 a 98% en peso de la composición.

El componente esencial a) 3-aminotriazol de la composición de aceites lubricantes de la invención está representado por la fórmula:



Está presente en una cantidad de 0,001 a 0,10% en peso de la composición, preferiblemente de 0,002 a 0,02% en peso, más preferiblemente de 0,003 a 0,008% en peso.

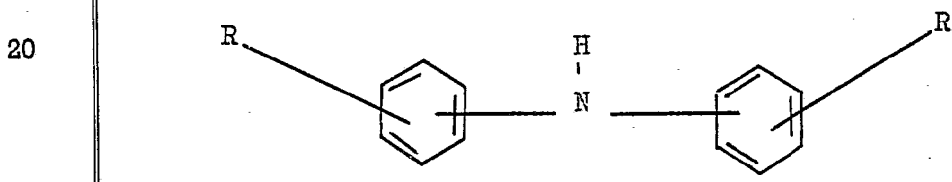
El componente esencial b) alquil o aralquil-fenil-naftilamina de la invención puede representarse por la fórmula:





1 en la que R es un radical alquilo o aralquilo que tiene de
 3 a 12 átomos de carbono, y R' es hidrógeno o tiene el mismo
 significado que R, que puede ser un radical alquilo de cade
 5 na líneal o ramificada, siendo preferida la estructura de
 alquilo terciario, o puede ser un radical arilalquilo. La
 naftilamina puede ser α - δ β -naftilamina. Entre los compues
 tos eficaces específicos de esta clase se incluyen N-(p-t-
 octilfenil)- α -naftilamina, N-(4-cumilfenil)-6-cumil- β -nafti
 lamina, N-(p-t-octilfenil)- β -naftilamina y las correspon
 10 dientes p-t-dodecilfenil-, p-t-butilfenil-, y p-dodecilfe
 nil- α y β -naftilaminas. Las naftilaminas preferidas son
 aquellas en las que R es un radical alquilo terciario que
 tiene de 6 a 10 átomos de carbono. La concentración prefe
 rida de este componente es de aproximadamente 0,5 a 2,5% en
 15 peso.

Otro componente esencial de la composición lu
 bricante de la invención, componente c), es una dialquildi
 fenilamina. Estos compuestos se representan por la fórmula:



25 en la que R es un radical alquilo que tiene de aproximadamen
 te 4 a 12 átomos de carbono. Las alquilaminas adecuadas in
 cluyen dioctildifenilamina y compuestos similares. La clase
 preferida de dialquildifenilaminas son aquellas en las que
 R es un radical alquilo que tiene de 3 a 10 átomos de carbo
 no. El compuesto que se prefiere es la dioctildifenilamina
 30 y la concentración preferida es de 0,5 a 2% en peso.



1

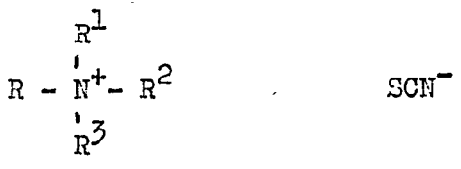
El componente d) de la composición de aceite lu
 bricante de la invención es un ester fosfato de hidrocarbilo,
 más específicamente un fosfato de trihidrocarbilo que
 tiene la fórmula $(RO)_3PO$ en la que R es un radical hidrocarbilo,
 es decir, un alquilo, arilo, alquilarilo, cicloalquilo o aralquilo o mezcla de ellos que tienen de 2 a 12 átomos de carbono y preferiblemente de 4 a 8 átomos de carbono. Los compuestos específicos eficaces incluyen fosfato de tricresilo, difenilfosfato de cresilo, fosfato de trifenilo, fosfato de tributilo, fosfato de tri(2-etilhexilo) y fosfato de triciclohexilo. Estos compuestos están presentes preferiblemente en la composición de aceites lubricantes en una concentración de aproximadamente 0,5 a 5% en peso.

5

10

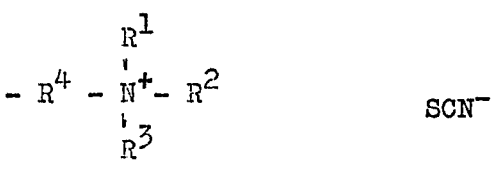
15

Un aspecto preferido de la invención comprende e) un componente de tiocianato de amonio representado por la fórmula:



20

en la que R es un grupo hidrocarbilo o hidrocarbilo aminosustituído que tiene de 1 a 30 átomos de carbono, o un radical que tiene la fórmula:



25

en la que R^4 es un radical polimetileno que hace puente y que tiene de 2 a 4 átomos de carbono, y R^1 , R^2 y R^3 pueden ser alquilo, cicloalquilo, arilo o grupos hidrocarbilo mezclados. En los compuestos que se prefieren R es un radical

30



1 hidrocarbonado alifático que tiene de 8 a 22 átomos de carbono, y R^1 , R^2 y R^3 son, cada uno de ellos, hidrógeno o un radical hidrocarbonado alifático que tiene de 1 a 4 átomos de carbono.

5 Los tiocianatos de amonio eficaces incluyen tiocianato de bis-(2-etilhexil)amonio, tiocianato de terc- C_{18-22} -alquilamonio, tiocianato de sec- C_{10-14} -alquilamonio, tiocianato de terc-octilamonio, tiocianato de n-dodecilamonio, tiocianato de terc- C_{12-14} -alquilamonio, tiocianato de nonilamonio, tiocianato de laurilamonio, tiocianato de estearilamonio, tiocianato de dimetil-2-etilhexilamonio, tiocianato de dibutil-octilamonio y tiocianato de N,N'-di-(t-octil)-1,2-etanodiamonio y tiocianato de N,N'-di-(t- C_{18-22} alquil)-1,2-etanodiamonio. El tiocianato de amonio se emplea normalmente a una concentración de aproximadamente 0,01 a 2,5% en peso siendo la cantidad preferida de 0,05 a 0,5% en peso.

15 La concentración preferida de 3-amino-1H-1,3,4-triazol en estas composiciones es la de aproximadamente 0,005 a 0,05% en peso.

20 El componente opcional f) del lubricante de la invención es benzotriazol o bien antranilamida. Este componente se emplea en la composición lubricante en una cantidad de aproximadamente 0,005 a 0,2% en peso, siendo la cantidad preferida de 0,02 a 0,1% en peso.

25 EJEMPLO 1

Se prepara una serie de composiciones, señaladas en la tabla que aparece después, y se ensayan las propiedades de estas composiciones.

30 Se ensayan las composiciones de aceites lubri-



1 cantes en cuanto a la resistencia a la oxidación y corro-
sión en un ensayo de oxidación y corrosión 218°C/48 Hr
(425°F/48 Hr) llevado a cabo según la Norma N° 791a (publi-
cada en Diciembre 31, 1961) excepto en lo que se refiere a
5 las modificaciones hechas para adecuar a las Especificacio-
nes de Pratt y Whitney 521B. La temperatura del baño se man-
tiene a 218°C \pm 0,006°C (425°F \pm 1°F) en lugar de mantener-
se a 121°C (250°F), y el ensayo se lleva a cabo durante un
periodo de 48 horas en lugar de las 168 horas especificadas
10 en el ensayo original.

Los aceites a base de esteres empleados al pre-
parar las composiciones de aceites lubricantes comprenden
pentaeritrita que contiene una cantidad en pequeña propor-
ción de dipentaeritrita esterificada con mezclas de ácidos
15 grasos.

El aceite base A es un ester de pentaeritrita
de calidad técnica obtenido a partir de una mezcla de ácido
carboxílico que consta de (% en moles):

20	i - C ₅	8 \pm 3%
	n - C ₅	23 \pm 5
	n - C ₆	20 \pm 5
	n - C ₇	27 \pm 5
	n - C ₈	7 \pm 3
	n - C ₉	16 \pm 3

25 Este aceite a base de esteres tiene las siguien-
tes propiedades:

	Viscosidad, cs a 98,89°C (210°F)	5,01
	Viscosidad, cs a 37,78°C (100°F)	25,6
30	Viscosidad, cs a -40°C (-40°F)	7005



1

Indice de viscosidad

140

Inflamación

268°C (515°F)

5

El aceite base B es similar al aceite base A pero consiste en esteres de pentaeritrita obtenidos a partir de la siguiente mezcla de ácidos carboxílicos (% en moles):

10

i - C ₅	12 ± 3
n - C ₅	28 ± 5
n - C ₆	11 ± 5
n - C ₇	17 ± 5
n - C ₈	20 ± 5
n - C ₉	12 ± 5
n - C ₁₀	1 Max.

15

La Tabla I dada a continuación recoge las composiciones de los lubricantes base de esteres que contienen los componentes a), b), c) y d) que se preparan y ensayan, dándose en la Tabla II los resultados de las pruebas realizadas sobre las composiciones de la Tabla I.

20

25

30



TABLA I

Composición, % en peso	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Aceite base A	95,495	95,45	95,4	--	--	95,5	95,5	95,45	95,475	--
Aceite base B	--	--	--	95,49	95,495	--	--	--	--	95,48
D ₁ -D'-Di-terc-octil-difenilamina	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Fosfato de tricresilo	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
N-(4-t-octilfenil)-1-naftilamina	1,5	1,5	--	1,5	1,5	1,5	--	1,5	1,5	1,5
N-(4-cumilfenil)-6-cumil-2-naftilamina	--	--	1,5	--	--	--	1,5	--	--	--
3-amino-1H-1,2,4-triazol	0,005	0,05	0,1	0,01	0,005	--	--	--	--	0,02
Benzotriazol	--	--	--	--	--	--	--	0,05	--	--
Quinizarina	--	--	--	--	--	--	--	--	0,025	--

1

5

10

15

20

25

30

1

TABLA 1

Composición, % en peso	1	2	3	4
Aceite base A	95,495	95,45	95,4	--
Aceite base B	--	--	--	95,49
<u>p</u> ₁ - <u>p</u> '-Di- <u>terc</u> -octil- difenilamina	1,0	1,0	1,0	1,0
Fosfato de tricresilo	2,0	2,0	2,0	2,0
N-(4- <u>t</u> -octilfenil)-1- naftilamina	1,5	1,5	--	1,5
N-(4-cumilfenil)-6-cumil- 2-naftilamina	--	--	1,5	--
3-amino-1H-1,2,4-triazol	0,005	0,05	0,1	0,01
Benzotriazol	--	--	--	--
Quinizarina	--	--	--	--

5

10

15

20

25

30

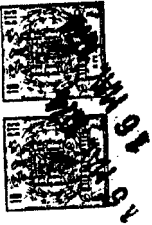


TABLA II

EVALUACION DE LUBRICANTES MEZCLADOS

Resultado de los ensayos de oxidación-corrosión
 2189C (4259F)/43 hr.

Ensayo	Lubricante	Cambio de peso del metal (1)		Inc. Vis. 37,789C (1009F)	Inc. oscurec.
		(MG. / Cu)	(cm ² / Mg)		
1	Composición 1	-0,02	0	21,1	1,57
2	Composición 2	-0,04	-0,02	22,4	1,05
3	Composición 3	-0,04	0	19,1	1,42
4	Composición 4	-0,09	0	23,8	1,68
5	Composición 5	-0,06	0	21,6	1,74
6	Composición 6	-1,35	-0,04	22,2	2,10
7	Composición 7	-2,13	-0,04	28,2	2,60

(1) Los cambios en peso de los demás metales (Fe, Al, Ag, Ti) cumplen las especificaciones.

TABLA II

EVALUACION

<u>Ensayo</u>	<u>Lubricante</u>	<u>Resultado de los</u> <u>218°C (425°F)/h</u>	
		Cambio de peso del metal (Mg. / cm ²)	
		<u>Cu</u>	<u>Mg</u>
1	Composición 1	-0,02	0
2	Composición 2	-0,04	-0,02
3	Composición 3	-0,04	0
4	Composición 4	-0,09	0
5	Composición 5	-0,06	0
6	Composición 6	-1,35	-0,04
7	Composición 7	-2,13	-0,04

(1) Los cambios en peso de los demás metales (Fe, Al, Ag, Ti) cur



TABLA II

EVALUACION DE LUBRICANTES MEZCLADOS

Resultado de los ensayos de oxidación-corrosión
218°C (425°F)/48 hr.

Cambio de peso del metal (1)

(Mg. / cm ²)	Inc. Vis.	Inc.
Cu Mg	<u>37,78°C (100°F)</u>	<u>oscurec.</u>
-0,02 0	21,1	1,57
-0,04 -0,02	22,4	1,05
-0,04 0	19,1	1,42
-0,09 0	23,8	1,68
-0,06 0	21,6	1,74
-1,35 -0,04	22,2	2,10
-2,13 -0,04	28,2	2,60

s (Fe, Al, Ag, Ti) cumplen las especificaciones.



1

Los ensayos del 1 al 5 de la Tabla II son representativos de las composiciones lubricantes a base de esteres de esta invención. Estos lubricantes satisfacen todas las especificaciones requeridas en el ensayo de oxidación-corrosión de 218°C (425°F)/48 horas.

5

Los ensayos 6 y 7 emplean composiciones similares excepto en que el lubricante no contiene ningún desactivador metálico a base de aminotriazol. Estos lubricantes dan origen a una corrosión excesiva del cobre y fallan en este ensayo.

10

Se prueba el lubricante de la invención en el Ensayo de Cojinetes Erdco, Tipo 1,5, comparándolo con otros lubricantes a base de esterres. Este ensayo está dirigido a la determinación de la limpieza del lubricante en servicio, por medida de los depósitos formados. También es importante el desgaste del aceite como se prescribe en la especificación U.S. Navy MIL-L-23699B. Los resultados de este ensayo de 100-horas se dan en la siguiente Tabla.

15

20

25

30

TABLA III

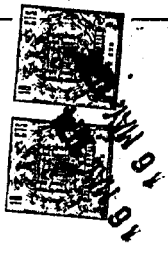
Ensayo con cojinetes Erdo Tipo 1,5

Ensayo	Lubricante	Degradación	Inc. Vis. 37,78°C (100°F)	Color (Inc.)	Depósitos en el Filtro (9) -	Composición del aceite (ml)
8	Composición 5 ¹	24	19,4	1,22	0,1951	1087
9	Composición 10 ¹	26	22,0	1,20	0,225	1052
10	Fluido A ²	34,5	18,5	0,78	0,466	1678
11	Fluido B ²	23	23,0	1,30	0,472	1700
12	Fluido C ²	41	24,0	0,90	0,253	2025

Límitaciones de los Espec. 80 Max -5 a 2 Max 3 Max 2000 Max
+25

1) De la Tabla I

2) Los fluidos A, B y C son lubricantes a base de esteres sintéticos comerciales para motores de turbinas a gas.



1

5

10

15

20

25

30

1
5
10
15
20
25
30

TABLA III

Ensayo con cojinetes Erdco Tipo

<u>Ensayo</u>	<u>Lubricante</u>	<u>Degradación</u>	<u>Inc. Vis. 37,78°C (100°F)</u>	<u>Co. (In</u>
8	Composición 5 ¹	24	19,4	1,2
9	Composición 10 ¹	26	22,0	1,2
10	Fluido A ²	34,5	18,5	0,5
11	Fluido B ²	23	23,0	1,2
12	Fluido C ²	41	24,0	0,5
Limitaciones de los Espec.		80 Max	-5 a +25	2 M

1) De la Tabla 1

2) Los fluidos A, B y C son lubricantes sintéticos comerciales para motores



TABLA III

con cojinetes Erdco Tipo 1,5

<u>Inc. Vis.</u> <u>37,78°C (100°F)</u>	<u>Color</u> <u>(Inc.)</u>	<u>Depósitos en el</u> <u>Filtro (9) -</u>	<u>Composición</u> <u>del aceite (ml)</u>
19,4	1,22	0,1951	1087
22,0	1,20	0,225	1052
18,5	0,78	0,466	1678
23,0	1,30	0,472	1700
24,0	0,90	0,253	2025

-5 a
+25

2 Max

3 Max

2000 Max

a 1

s A, B y C son lubricantes a base de esterres
comerciales para motores de turbinas a gas.



1

De la anterior Tabla III se puede deducir que los lubricantes de los Ensayos 8 y 9 son superiores a los de los Ensayos 10 y 12 en cuanto a degradación por depósitos en un 40% y 60% respectivamente, y son superiores a los de los Ensayos 10, 11 y 12 en consumo del aceite. Los ensayos 8 y 9 dan depósitos en el filtro notablemente bajos, y en los dos Ensayos 10 y 11 se producen casi un 140% más de depósitos en el filtro. El Ensayo 12, utilizando un fluido comercial C, se produce casi un 30% más de depósitos en el filtro que en el Ensayo 8 y un nivel de consumo del aceite de 2025 ml, lo cual excede la Especificación U.S. Navy que pide un máximo de 2.000 ml.

5

10

15

20

También se ensaya el lubricante de la invención en el Ensayo de sedimentación Alcor a Elevada Temperatura (Alcor High Temperature Deposition Test). Este ensayo está incluido en la Especificación U.S. Navy XAS-2354 (propuesta). Los depósitos se determinan como depósitos en tubo a partir del tubo de la torre y como depósitos de filtro. El máximo depósito de tubo permisible es de 15,0 mg. La temperatura del tubo en la torre se mantiene a 287,8°C (550°F). Los resultados de estos ensayos se señalan en la siguiente Tabla IV:

25

30



TABLA IV

ENSAYO DE DEPOSITOS A ELEVADA TEMPERATURA ALCOHOL

Ensayo	Lubricante	Depósitos en tubo (mg)	Velocidad de sedimentación en tubo	Depósitos en filtro (mg)
13	Composición 4	3,7	3,0	25,4
14	Composición 5	2,8	1,8	39
15	Composición 8	11,1	11,0	65,7
16	Fluido A ¹	3,4	1,7	47,7
17	Fluido B ¹	2,4	1,2	69,6
18	Fluido C ¹	16,5	14,0	58

1) Los fluidos A, B y C son lubricantes sintéticos comerciales a base de esteres para motores de turbinas a gas.

TABLA IV

ENSAYO DE DEPOSITOS A ELEVADA TEMPERATURA

<u>Ensayo</u>	<u>Lubricante</u>	<u>Depósitos en tubo (mg)</u>	<u>Velocidad</u>
13	Composición 4	3,7	
14	Composición 5	2,8	
15	Composición 8	11,1	
16	Fluido A ¹	3,4	
17	Fluido B ¹	2,4	
18	Fluido C ¹	16,5	

1) Los fluidos A, B y C son lubricantes sintéticos para motores de turbinas a gas.



TABLA IV

POSITOS A ELEVADA TEMPERATURA ALCOR

<u>tos en tubo (mg)</u>	<u>Velocidad de sedimentación en tubo</u>	<u>Depósitos en filtro (mg)</u>
3,7	3,0	25,4
2,8	1,8	39
11,1	11,0	65,7
3,4	1,7	47,7
2,4	1,2	69,6
16,5	14,0	58

son lubricantes sintéticos comerciales a base de esteres nas a gas.



1 Los ensayos 13 y 14 de la Tabla IV anterior re-
representan la presente invención y las composiciones lubri-
cantes empleadas dan depósitos en tubo de 3,7 y 2,8 miligra-
mos respectivamente y depósitos en filtro de 25,4 y 39 mili-
5 gramos respectivamente. El ensayo 15 emplea un lubricante
que contiene benzotriazol como desactivador metálico y da
depósitos en tubo de 11,1 miligramos. El fluido comercial C
excede el límite de la especificación para depósitos en tu-
bo, dando todos los fluidos comerciales depósitos de filtro
10 que son significativamente mayores que los depósitos origi-
nados por los lubricantes de esta invención. Este ensayo de-
muestra un comportamiento superior en cuanto a un control
mejorado de depósitos debido al lubricante de la invención.

15 Los anteriores ensayos demuestran una limpieza
superior en los depósitos del motor de los lubricantes de
la invención en comparación con una diversidad de composi-
ciones de aceites lubricantes sintéticos conocidas incluyen-
do algunos lubricantes comerciales de mucho éxito.

EJEMPLO 2

20 Las composiciones de aceites lubricantes de la
Invención que contienen el componente e) opcional tiociana-
to de amonio se ensayan en cuanto a sus propiedades como so-
porte de cargas utilizando el Ensayo de engranajes IAE (IAE
25 Gear Test), que se describe en la U.S. Navy Specification
XAS-2354 y British DERD-2497. Este ensayo se lleva a cabo
a 6000 RPM y a 110°C según el método-166 del Instituto del
Petróleo (Institute of Petroleum Method - 166).

30 El aceite a base de esteres empleado es aceite
Base B del ejemplo 1 y tiene las siguientes propiedades:



1	Viscosidad, cs a 98,89°C (210°F)	5,01
	Viscosidad, cs a 37,78°C (100°F)	25,6
	Viscosidad, cs a -40°C (-40°F)	7005
	Indice de viscosidad	140
5	Inflamación	268°C (515°F)

Se prepara una mezcla base a partir del anterior aceite base. Esta mezcla base consta del aceite base con aproximadamente un 1,0% en peso de p,p'-di-terc-octildifenilamina, 1,50% en peso de N-(4-terc-octilfenil)- α -naftilamina y 2,0% en peso de fosfato de tricresilo. Se añaden un tiocianato de amonio y/o 3-amino-1H-1,2,4-triazol a la mezcla base para constituir los lubricantes acabados para ensayo. La Tabla V indica las composiciones preparadas y sus propiedades de resistencia a esfuerzos.

15

20

25

30

TABLA V

Ensayo con carga I.A.E.

Composición	Composición del Lubrificante	Sal del ácido tiocianico, conc. en % en peso	tiocianato de t-C ₁₈ -22 alquilamonió	tiocianato de t-C ₁₈ -22 alquilamonió	tiocianato de t-C ₁₈ -22 alquilamonió	Benzotriazol % en peso	3-Amino-1H-1,2,4-triazol, % en peso	Carga de Fallo I.A.E., libras
I-1	Mezcla base		0,1					58
II-2	Mezcla base			0,03				58
II-3	Mezcla base						0,03	68



1

5

10

15

20

25

30

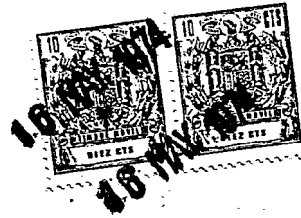


TABLA V

Ensayo con carga I.A.E.

ante			Carga de Fallo I.A.E., libras
	Sal del ácido tio- ciánico, conc. en % en peso	Benzotria- zol % en peso	3-Amino-1H- 1,2,4-triazol, % en peso
	tiocianato de t- C ₁₈₋₂₂ alquilamo- nio 0,1	----	---- 58
	tiocianato de t- C ₁₈₋₂₂ alquilamo- nio 0,1	0,03	---- 58
	tiocianato de t- C ₁₈₋₂₂ alquilamo- nio 0,1	----	0,03 68

M. L. H.



1 Los datos fijados en la Tabla V muestran que la
composición lubricante II-1, que consiste en la mezcla ba-
se y un 0,1% en peso de tiocianato de t-C₁₈₋₂₂ alquilamo-
nio tiene una carga de fallo en I.A.E. de 26,27 kg (58 li-
5 bras). Un segundo lubricante, la composición II-2, que cons-
ta de la mezcla base más 0,-% en peso de tiocianato de
t-C₁₈₋₂₂ alquilamonio y 0,03% en peso de benzotriazol, tie-
ne una carga de fallo I.A.E. de 26,27 kg (58 libras). No se
ha conseguido, pues, ninguna mejora en las propiedades de
10 resistencia a cargas del lubricante por adición de benzo-
triazol.

 En contraste, una composición lubricante, la
II-3, que consta de la mezcla base más 0,1% en peso de tio-
cianato de t-C₁₈₋₂₂ alquilamonio y 0,03% en peso de 3-ami-
15 no-1H-1,2,4-triazol, tiene una carga de fallo I.A.E. de
30,8 kg (68 libras). Este inesperado mejoramiento se atri-
buye al carácter crítico en la formulación del lubricante
que aumenta la resistencia a la carga.

EJEMPLO 3

20 Se prepara una serie de composiciones que inclu-
yen el componente f) según la presente invención. El aceite
base es el aceite base B del Ejemplo 1. La siguiente Tabla
VI da los ejemplos de aceites lubricantes de la invención
y de los aceites lubricantes de comparación. Las composi-
25 ciones III-1 a III-4 ilustran la presente invención, mien-
tras que las composiciones III-5 a III-9 son las de compa-
ración.



TABLA VI

COMPOSICIONES

Aditivo (% en peso)	Composición								
	III-1	III-2	III-3	III-4	III-5	III-6	III-7	III-8	III-9
p,p'-di-terc-octilidi- fenilamina	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
N-(4-terc-octilfenil)- 1-naftilamina	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
Fosfato de tricresilo	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Sal t-octilamínica del ácido tiocianúrico	,05	,05	-	-	-	-	-	-	-
Sal de Primene JMT del ácido tiocianúrico	-	-	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	-	0,1
Benzotriazol	,05	-	,05	-	-	-	,05	-	-
Antranilamida	-	,05	-	,05	-	-	-	-	,05
3-Amino-1H-1,2,4-triazol	,03	,03	,03	,03	,03	-	-	,03	-
Aceite base B	95,37	95,37	95,32	95,32	95,37	95,4	95,35	95,47	95,35

■ tiocianato de t-C₁₁-C₁₄ alquilamonio

TABLA VI
COMPOSICIONES

		Compos				
	<u>Aditivo (% en peso)</u>	<u>III-1</u>	<u>III-2</u>	<u>III-3</u>	<u>III-4</u>	<u>III</u>
1						
5	p,p'-di-terc-octildi- fenilamina	1,0	1,0	1,0	1,0	1
	N-(4-terc-octilfenil)- 1-naftilamina	1,5	1,5	1,5	1,5	1
	Fosfato de tricresilo	2,0	2,0	2,0	2,0	2
10	Sal t-octilamínica del ácido tiociánico	,05	,05	-	-	
	Sal de Primene JMT del ácido tiociánico [⊗]	-	-	0,1	0,1	C
	Benzotriazol	,05	-	,05	-	
	Antranilamida	-	,05	-	,05	
15	3-Amino-1H-1,2,4-triazol	,03	,03	,03	,03	
	Aceite base B	95,37	95,37	95,32	95,32	95

⊗ tiocianato de t-C₁₁-C₁₄ alquilamonio

20

25

30

TABLA VII

ENSAYO DE OXIDACION-CORROSION A 218°C (425°F)/48 HORAS

		Composición								
		III-1	III-2	III-3	III-4	III-5	III-6	III-7	III-8	III-9
Cambio de peso del metal	Cu	-0,09	-0,09	-0,09	-0,09	-1,69	-2,83	-1,23	-0,06	-3,63
	Fe	0	0	+0,02	0	0	+0,05	0	-0,03	0
	Al	0	0	0	0	0	+0,06	0	-0,03	+0,02
	Mg	-0,03	0	0	0	-0,02	+0,11	-0,11	-0,09	+0,06
	Ag	0	0	0	-0,02	-0,05	0	-0,03	-0,07	-0,04
	Ti	0	0	+0,02	0	-0,02	0	0	-0,06	-0,02
% Inc. Viscos. 37,78°C (100°F)	19,2	18,7	22,5	21,0	23,4	31,4	30,8	18,2	26,6	
Inc. color	1,2	1,0	1,2	1,0	1,5	1,8	2,15	1,3	1,8	

1

5

10

15

20

25

30

1

TABLA VII.

ENSAYO DE OXIDACION-CORROSION A 218

5

III-1 III-2 III-3 III-4

Cambio de peso
del metal

10

Cu	-0,09	-0,09	-0,09	-0,09
Fe	0	0	+0,02	0
mg/cm ² Al	0	0	0	0
Mg	-0,03	0	0	0
Ag	0	0	0	-0,02
Ti	0	0	+0,02	0

15

% Inc. Viscos. 37,78°C (100°F)	19,2	18,7	22,5	21,0
Inc. color	1,2	1,0	1,2	1,0

20

25

30



TABLA VII.

OXIDACION-CORROSION A 218°C (425°F)/48 HORAS

<u>Composición</u>							
<u>II-2</u>	<u>III-3</u>	<u>III-4</u>	<u>III-5</u>	<u>III-6</u>	<u>III-7</u>	<u>III-8</u>	<u>III-9</u>
0,09	-0,09	-0,09	-1,69	-2,83	-1,28	-0,06	-3,63
0	+0,02	0	0	+0,05	0	-0,03	0
0	0	0	0	+0,06	0	-0,03	+0,02
0	0	0	-0,02	+0,11	-0,11	-0,09	+0,06
0	0	-0,02	-0,05	0	-0,03	-0,07	-0,04
0	+0,02	0	-0,02	0	0	-0,06	-0,02
8,7	22,5	21,0	28,4	31,4	30,8	18,2	26,6
1,0	1,2	1,0	1,5	1,8	2,15	1,3	1,8

1 Las composiciones III-1 a III-4, inclusive, de
la presente invención presentan un alto nivel de estabili-
dad a la oxidación y a la corrosión. En contraste con esto,
5 las composiciones de comparación III-5, III-6, III-7 y III-
9 presentan una excesiva corrosión para cobre, que excede
con mucho el límite máximo de la Especificación 521C, de
0,3 miligramos/cm² en el cambio de peso del metal.

10 Se prueban también los lubricantes de la inven-
ción, así como los de comparación, en cuanto a las propie-
dades de soporte de cargas con el Ensayo de engranajes IAE
(IAE Gear Test). Los lubricantes que tienen una carga de fa-
llo de 20,38 kg (45 libras) o por debajo no se consideran
lubricantes resistentes. Los lubricantes que tienen una car-
15 ga de fallo en el intervalo 22,6-27,18 kg (50-60 libras) se
consideran como lubricantes de resistencia media a las car-
gas. Los que tienen valores de la carga de fallo por encima
de 27,18 kg (60 libras) se consideran con muy buena resis-
tencia a la carga. Los resultados de este ensayo aparecen
en la Tabla VIII siguiente:

20 TABLA VIII.

CAPACIDAD DE SOPORTE DE CARGA - ENSAYO DE EN-
GRANAJES IAE

<u>Composición</u>	<u>Carga de fallo, libras (6000 RPM/110°C)</u>
III-1	65
III-2	65
III-3	63
III-4	68
III-5	68
III-6	58
III-7	58
III-8	45
III-9	58

25 Los anteriores ensayos demuestran que todas las
composiciones de este aspecto de la invención poseen eleva-

30



1 da resistencia a las cargas. Solamente una composición de
comparación la III-5, presenta elevadas propiedades de so-
porte de cargas. Las composiciones III-6, III-7 y III-9 de
5 a las cargas, mientras que la composición III-8 es deficien-
te en sus propiedades de soporte de cargas.

10 Lo anterior demuestra la extraordinaria estabi-
lidad a la oxidación a elevada temperatura y resistencia a
la corrosión de la nueva composición de aceite lubricante -
de esta invención, así como la esencial propiedad de eleva-
da resistencia a la carga necesaria para los motores de tur-
binas potentes.

15 En resumen, la Patente de Invención que se so-
licita, deberá recaer sobre las siguientes

REIVINDICACIONES

1. Un método para la producción de una compo-
sición de aceite lubricante sintético que comprende el pro-
ducir un aceite base de esteres alifáticos que tienen pro-
piedades lubricantes haciendo reaccionar una pentaeritrita
20 o trimetilolpropano y un ácido hidrocarbilm monocarboxílico
con 2 a 18 átomos de carbono por molécula, y mezclando di-
cho aceite base con:

- 25
- (a) de aproximadamente 0,001 a 0,10% en peso de
3-amino-1H-1,2,4-triazol;
 - (b) de aproximadamente 0,3 a 5% en peso de una
alquil o alcarilfenilnaftilamina en la que
el radical alquilo o alcarilo tiene de 3 a
12 átomos de carbono;
 - (c) de aproximadamente 0,3 a 5% en peso de una
dialquildifenilamina en la que los radica-
les alquilo tienen de 4 a 12 átomos de car

Rg
30



bono; y

1

(d) de aproximadamente 0,25 a 10% en peso de un fosfato de trihidrocarbilo en el que cada radical hidrocarbilo contiene de 2 a 12 átomos de carbono.

5

2. Un método, según la reivindicación 1, caracterizado porque se emplea de 0,002 a 0,02% en peso de dicho 3-amino-1H-1,2,4-triazol.

10

3. Un método, según la reivindicación 1 ó 2, caracterizado porque la alquil o alcarilfenilnaftilamina es N-(p-t-octilfenil)- α -naftilamina, N-(4-cumilfenil)-6-cumil- β -naftilamina, N-(p-t-octilfenil)- β -naftilamina o las correspondientes p-t-dodecilfenil-, p-t-butilfenil-, y p-dodecilfenil- α ó β -naftilamina.

15

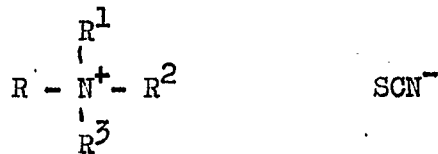
4. Un método, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque la dialquildifenilamina es dioctildifenilamina.

20

5. Un método, según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 caracterizado porque el fosfato de trihidrocarbilo es fosfato de tricresilo, fosfato de cresildifenilo, fosfato de trifenilo, fosfato de tributilo, fosfato de tri(2-etilhexilo) ó fosfato de triciclohexilo.

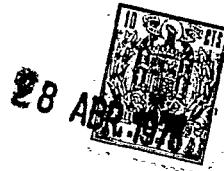
25

6. Un método, según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque dicho aceite base se mezcla también con 0,01 - 2,5% en peso de un tiocianato de amonio de la fórmula:

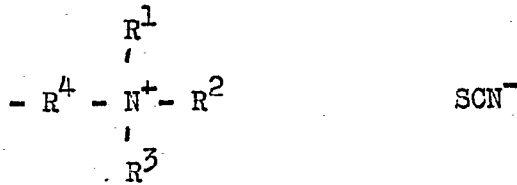


en la que R es un radical hidrocarbilo o hidrocarbilo amino-sustituído que tiene de 1 a 30 átomos de carbono o un

Handwritten signature 30



1 radical de la fórmula:



5

en la que R⁴ es un radical polimetileno que tiene de 2 a 4 átomos de carbono y R¹, R² y R³ representa cada uno hidrógeno o radical hidrocarbilo que tiene de 1 a 30 átomos de carbono.

10

7. Un método, según la reivindicación 6, caracterizado porque dicho aceite base se mezcla también con 0,005 - 0,2% en peso de benzotriazol o antranilamida.

15

8. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la patente de invención que se solicita
UN METODO PARA LA PRODUCCION DE UNA COMPOSICION DE ACEITE LUBRICANTE SINTETICO.

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de treinta y una páginas mecanografiadas.

20

Madrid, 16 mayo 1.974

BERNARDO UNGRIA

25

30