

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 613 527**

51 Int. Cl.:

C10M 135/18 (2006.01)

C10M 139/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **21.03.2012 PCT/US2012/029865**

87 Fecha y número de publicación internacional: **18.10.2012 WO2012141855**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.03.2012 E 12771729 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.11.2016 EP 2697342**

54 Título: **Método para producir composiciones de dialquilditiocarbamato de molibdeno y composiciones lubricantes que contienen las mismas**

30 Prioridad:

15.04.2011 US 201161476060 P

22.07.2011 US 201161510544 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

24.05.2017

73 Titular/es:

VANDERBILT CHEMICALS, LLC (100.0%)

30 Winfield Street

Norwalk CT 06855, US

72 Inventor/es:

DONNELLY, STEVEN, G.;

AGUILAR, GASTON, A.;

CHASE, KEVIN, J. y

WALLACK, WILLIAM, T.

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 613 527 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Método para producir composiciones de dialquilditiocarbamato de molibdeno y composiciones lubricantes que contienen las mismas

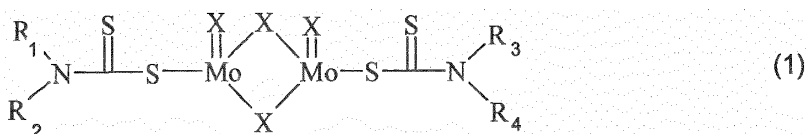
Antecedentes de la invención

5 Campo de la invención

La invención se refiere a un método para producir composiciones de dialquilditiocarbamato de molibdeno con liposolubilidad mejorada.

Análisis de la técnica anterior

10 Las composiciones de dialquilditiocarbamato de molibdeno (MoDTC) de fórmula (1) en la que R₁ a R₄ son grupos isotridecilo o mezclas de grupos isoalquilo C₁₁-C₁₄ y X representa átomos de oxígeno y/o azufre son aditivos de lubricantes muy conocidos que imparten propiedades antifricción, antidesgaste y antioxidantes:



15 Aunque las composiciones de MoDTC de fórmula (1) tienen excelentes propiedades antifricción, antidesgaste y antioxidantes, se sabe que carecen de liposolubilidad en aceites de alto índice de viscosidad y/o a temperaturas inferiores, dando como resultado la formación de una turbidez, una neblina o un precipitado, que reduce la eficacia lubricante. Por ejemplo, en las Patentes de EE. UU. 5.627.146 y 6.245.725, Tanaka y cols. muestran que las composiciones de MoDTC producidas usando di-2-etilhexilamina y diisotridecilamina (DTDA) tienen una liposolubilidad significativamente mejorada sobre composiciones de MoDTC producidas solo a partir de DTDA.

20 En la presente divulgación, los inventores han descubierto sorprendentemente composiciones de MoDTC con liposolubilidad mejorada se pueden producir a partir de composiciones de DTDA particulares. Específicamente, los inventores encontraron que las composiciones de MoDTC producidas a partir de DTDA derivada de la oligomerización de materias primas de butileno compuestas por una cantidad principal (>50%) de 2-butileno y cantidades secundarias de 1-butileno y/o isobutileno, y como resultado de lo cual tienen de media más de 98% de C₁₃ presente como los grupos R constituyentes, tienen liposolubilidad mejorada en aceites de alto índice de viscosidad y/o a temperaturas inferiores sobre composiciones de MoDTC producidas a partir de otras composiciones de DTDA conocidas en la técnica, en particular di-isoalquil(C₁₁₋₁₄)aminas ricas en C₁₃; y bis(alquil ramificado y lineal C₁₁₋₁₄)aminas. Se debe apuntar que en esta técnica, las di-isoalquil(C₁₁₋₁₄)aminas ricas en C₁₃ y las bis(alquil ramificado y lineal C₁₁₋₁₄)aminas también se denomina comúnmente, aunque incorrectamente, DTDA, y tienen de media no más de 73% de C₁₃ presente como los grupos R constituyentes.

Sumario de la invención

35 Según se resume en el Esquema 1, la unidad estructural básica para composiciones de DTDA son materias primas olefínicas ligeras que están compuestas principalmente bien por butileno o bien por propileno gaseoso. Para construir las cadenas alquílicas de DTDA, las materias primas olefínicas ligeras ricas en butileno y propileno se oligomerizan en mezclas de dodecenos isómeros que se denominan generalmente trímeros de butileno y tetrameros de propileno, respectivamente. Las composiciones olefínicas superiores resultantes se convierten a continuación en alcoholes y/o aldehídos C₁₃ o ricos en C₁₃ a través de una reacción de hidroformilación en la que las olefinas reaccionan con monóxido de carbono e hidrógeno en presencia de catalizadores bien de cobalto o bien de rodio. A escala industrial, la hidroformilación de olefinas se denomina oxosíntesis u oxoprocedimiento y las composiciones alcohólicas resultantes se denominan comúnmente oxoalcoholes. En la técnica, los oxoalcoholes C₁₃ y ricos en C₁₃ se denominan comúnmente isotridecanol. La etapa final en el esquema es la conversión de las composiciones de alcohol y/o aldehído en DTDA mediante un procedimiento conocido como aminación reductiva. Para esta invención, los MoDTC se producen mediante esta secuencia de transformación química usando materias primas de butileno compuestas por una cantidad principal (>50%) de 2-butileno y cantidades secundarias de 1-buteno y/o isobuteno.

Por lo tanto, la invención se refiere a un método para elaborar una composición de ditiocarbamato de molibdeno y composiciones lubricantes que contienen una cantidad eficaz de la composición de diisotridecilditiocarbamato de

molibdeno preparada en la invención. Estos aditivos tienen solubilidad mejorada, especialmente en aceites de alto índice de viscosidad y/o a temperaturas inferiores. En particular, la invención se refiere a producir dialquilditiocarbamatos de molibdeno preparados a partir de DTDA derivada de butileno, que tienen de media más de 98% de C₁₃ como parte de los grupos R constituyentes. Se apunta que la composición de MoDTC estará compuesta por moléculas de MoDTC, que pueden variar en la estructura de los grupos alquilo R, aunque el promedio de la composición como un todo será mayor de 98% de C₁₃.

Breve descripción del dibujo

La Figura es un diagrama de flujo para la producción de composiciones de diisotridecilamina (DTDA) partiendo de materias primas ricas tanto en butileno como en propileno.

10 Descripción detallada de la invención

Las composiciones de MoDTC se preparan mediante cualquiera de un número de métodos conocidos por los expertos en la técnica, tales como, pero no limitados a, la reacción de trióxido de molibdeno, agua, disulfuro de carbono y dialquilaminas. Ejemplos de métodos se describen en las Patentes de EE. UU. 3.356.702, 3.509.051, 4.098.705, 4.178.258, 5.631.213, 7.312.348, 7.524.799 y 7.858.655.

Crítica para esta invención es la materia prima de dialquilamina. Específicamente, la amina debe ser DTDA que se origina a partir de materia prima de butileno gaseoso, que es una mezcla de olefinas C₄ compuesta por cis-2-butileno, trans-2-butileno, 1-butileno e isobutileno. Se apunta que pueden estar presentes en la materia prima cantidades vestigiales de otras olefinas, tales como etileno, propileno y penteno. Para construir cadenas de isotridecilo, la materia prima de butileno se oligomeriza en primer lugar en tributileno, una mezcla isómera de moléculas de dodeceno. Después de la oligomerización de butileno, el trímero resultante se convierte en isotridecanal y/o isotridecanol mediante la hidroformilación o el oxoprocedimiento, según se conoce en la industria química. La etapa final es la conversión del isotridecanal y/o isotridecanol en DTDA mediante aminación reductiva. En la aminación reductiva, las composiciones de aldehído y/o alcohol reaccionan bien con amoníaco, bien con aminas primarias o bien con aminas secundarias para producir productos intermedios de imina que a continuación se reducen mediante hidrogenación catalítica en aminas primarias, secundarias y terciarias, respectivamente. En el caso de dialquilaminas tales como diisotridecilamina, el agente de aminación es amoníaco y el isotridecanal y/o isotridecanol forman en primer lugar la amina primaria o isotridecilamina. A continuación, la isotridecilamina reacciona adicionalmente con isotridecanal y/o isotridecanol para dar la correspondiente diisotridecilamina, que a su vez puede reaccionar de nuevo con isotridecanal y/o isotridecanol para formar triisotridecilamina. Dependiendo de la composición de la partida de reacción y otras condiciones de reacción tales como la presión, la temperatura y el tiempo de reacción, el procedimiento se puede controlar para producir preferiblemente DTDA.

Para mejorar las propiedades antioxidantes, antidesgaste y antifricción, las composiciones producidas según la invención se pueden incorporar en las composiciones lubricantes mediante métodos conocidos en una cantidad eficaz para producir las características deseadas. La cantidad puede variar de aproximadamente 0,01 a 3,0 por ciento en peso basado en el peso total de la composición lubricante, preferiblemente aproximadamente 0,1-1% y lo más preferiblemente aproximadamente 0,25-5%.

Los aceites de base empleados como vehículos de lubricantes son aceites típicos usados en aplicaciones automovilísticas e industriales tales como, entre otros, aceites para turbinas, aceites hidráulicos, aceites para engranajes, aceites para el cárter y gasóleos. Aceites de base naturales incluyen aceites minerales, crudos de petróleo, aceites parafínicos y los aceites vegetales. El aceite de base también se puede seleccionar de aceites derivados de hidrocarburos de petróleo y fuentes sintéticas. El aceite de base hidrocarbonado se puede seleccionar de aceites minerales nafténicos, aromáticos y parafínicos. Los aceites sintéticos se pueden seleccionar de, entre otros, aceites de tipo éster (tales como ésteres de silicato, ésteres de pentaeritritol y ésteres de ácido carboxílico), aceites minerales hidrogenados, siliconas, silanos, polisiloxanos, polímeros de alquileno y éteres poliglicólicos.

Las composiciones lubricantes contienen opcionalmente los ingredientes necesarios para preparar la composición, como por ejemplo agentes dispersantes, emulsionantes y mejoradores de la viscosidad. Dependiendo del uso pretendido del lubricante, se pueden añadir otros aditivos funcionales para potenciar una propiedad particular del lubricante. Las composiciones lubricantes también pueden contener uno o más de los siguientes aditivos:

1. Dispersantes boratados y/o no boratados
2. Compuestos antioxidantes adicionales
3. Composiciones de hinchamiento de juntas

- 4. Modificadores de la fricción
- 5. Agentes para presiones extremas/antidesgaste
- 6. Modificadores de la viscosidad
- 7. Reductores del punto de fluidez
- 5 8. Detergentes
- 9. Fosfatos
- 10. Antiespumantes
- 11. Inhibidores de la herrumbre
- 12. Inhibidores de la corrosión del cobre
- 10 1. Dispersantes boratados y/o no boratados

Se pueden incorporar dispersantes sin cenizas no boratados dentro de la composición fluida final en una cantidad que comprende hasta 10 por ciento en peso sobre una base libre de cenizas. Muchos tipos de dispersantes sin cenizas listados posteriormente son conocidos en la técnica. También se pueden incluir dispersantes sin cenizas boratados.

- 15 (A) Los "dispersantes carboxílicos" son productos de reacción de agentes acilantes carboxílicos (ácidos, anhídridos, ésteres, etc.) que contienen al menos aproximadamente 34 y preferiblemente al menos aproximadamente 54 átomos de carbono que reaccionan con compuestos que contienen nitrógeno (tales como aminas), compuestos hidroxilados orgánicos (incluyendo tales compuestos alifáticos alcoholes monohidroxilados y polihidroxilados, o incluyendo los compuestos aromáticos fenoles y naftoles) y/o materiales inorgánicos básicos. Estos productos de reacción incluyen
- 20 productos de reacción de imidas, amidas y ésteres de agentes acilantes carboxílicos. Ejemplos de estos materiales incluyen dispersantes de succinimida y dispersantes de ácido carboxílico. Los agentes acilantes carboxílicos incluyen ácidos y anhídridos alquilsuccínicos en los que el grupo alquilo es un resto polibutilo, ácidos grasos, ácidos isoalifáticos (p. ej., ácido 8-metiloctadecanoico), ácidos dímeros, ácidos dicarboxílicos de adición, productos de adición (4+2 y 2+2) de un ácido graso insaturado con un reactivo carboxílico insaturado), ácidos trímeros, ácidos
- 25 tricarboxílicos de adición (p. ej., Empol[®] 1040, Hystrene[®] 5460 y Unidyme[®] 60) y agentes acilantes carboxílicos sustituidos con hidrocarbilo (procedentes de olefinas y/o polialquenos). En una realización preferida, el agente acilante carboxílico es un ácido graso. Los ácidos grasos contienen generalmente de aproximadamente 8 hasta aproximadamente 30, o de aproximadamente 12 hasta aproximadamente 24 átomos de carbono. Agentes acilante carboxílicos se ensañan en las Pat. EE. UU. N° 2.444.328, 3.219.666 y 4.234.435. La amina puede ser una mono- o
- 30 poliamina. Las monoaminas tienen generalmente al menos un grupo hidrocarbilo que contiene de 1 a aproximadamente 24 átomos de carbono, con de 1 a aproximadamente 12 átomos de carbono. Ejemplos de monoaminas incluyen aminas grasas (C₈-C₃₀), eteraminas primarias, aminas primarias terc-alifáticas, hidroxiaminas (alcanolaminas primarias, secundarias o terciarias), éter-N-(hidroxihidrocarbilo)aminas e hidroxihidrocarbiloaminas. Las poliaminas incluyen diaminas alcoxiladas, diaminas grasas, alquilenpoliaminas (etilenpoliaminas), poliaminas que
- 35 contienen hidroxilo, polioxilalquilenpoliaminas, poliaminas condensadas (una reacción de condensación entre al menos un compuesto hidroxilado con al menos un reaccionante de poliamina que contiene al menos un grupo amino primario o secundario) y poliaminas heterocíclicas. Aminas útiles incluyen las divulgadas en la Pat. EE. UU. N° 4.234.435 y la Pat. EE. UU. N° 5.230.714. Ejemplos de estos "dispersantes carboxílicos" se describen en la Patente Británica 1.306.529 y en las Pat. EE. UU. N° 3.219.666, 3.316.177, 3.340.281, 3.351.552, 3.381.022, 3.433.744, 40 3.444.170, 3.467.668, 3.501.405, 3.542.680, 3.576.743, 3.632.511, 4.234.435 y Re 26.433.

(B) Los "dispersantes de amina" son productos de reacción de haluros alifáticos o alicíclicos de peso molecular relativamente altos y aminas, preferiblemente polialquilenpoliaminas. Ejemplos de los mismos se describen, por ejemplo, en las Pat. EE. UU. N° 3.275.554, 3.438.757, 3.454.555 y 3.565.804.

- 45 (C) Los "dispersantes de Mannich" son los productos de reacción de alquilfenoles en los que el grupo alquilo contiene al menos aproximadamente 30 átomos de carbono con aldehídos (especialmente formaldehído) y aminas (especialmente polialquilenpoliaminas). Los materiales se describen en las Pat. EE. UU. N° 3.036.003, 3.236.770, 3.414.347, 3.448.047, 346.172, 3.539.633, 3.586.629, 3.591.598, 3.634.515, 3.725.480 y 3.726.882.

(D) Los dispersantes postratados se obtienen al hacer reaccionar dispersantes carboxílicos, de amina o de Mannich con reactivos tales como urea, tiourea, disulfuro de carbono, aldehídos, cetonas, ácidos carboxílicos, anhídridos succínicos sustituidos con hidrocarburo, nitrilos, epóxidos, compuestos de boro, compuestos de fósforo, compuestos de molibdeno, compuestos de wolframio o similares (p. ej., las Pat. EE. UU. N° 3.200.107, 3.282.955, 3.367.943, 3.513.093, 3.639.242, 3.649.659, 3.442.808, 3.455.832, 3.579.450, 3.600.372, 3.702.757, 3.708.422, 4.259.194, 4.259.195, 4.263.152, 4.265.773, 7.858.565 y 7.879.777).

(E) Los dispersantes poliméricos son interpolímeros de monómeros que se solubilizan en aceite tales como metacrilato de decilo, vinil-decil-éter y olefinas de alto peso molecular con monómeros que contienen sustituyentes polares, p. ej., acrilatos de aminoalquilo o acrilamidas y acrilatos sustituidos con poli-(oxietileno). Dispersantes poliméricos se divulgan en las Pat. EE. UU. N° 3.329.658, 3.449.250, 3.519.656, 3.666.730, 3.687.849 y 3.702.300.

Dispersantes boratados se describen en las Pat. EE. UU. N° 3.087.936 y 3.254.025.

También se incluyen, como posibles aditivos dispersantes, los divulgados en las Pat. EE. UU. N° 5.198.133 y 4.857.214. Los dispersantes de estas patentes comparan los productos de reacción de un dispersante sin cenizas de alqueni succinimida o succinimida con un éster de fósforo o con un ácido o anhídrido que contiene fósforo inorgánico y un compuesto de boro.

2. Compuestos antioxidantes adicionales

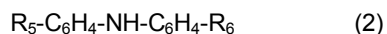
Si se desea, otro antioxidante se puede usar en las composiciones de la presente invención. Antioxidantes típicos incluyen antioxidantes fenólicos impedidos, antioxidantes de amina aromática secundaria, antioxidantes de amina impedida, antioxidantes fenólicos sulfurizados, compuestos de cobre liposolubles, antioxidantes que contienen fósforo, sulfuros, disulfuros y polisulfuros orgánicos y similares.

Antioxidantes fenólicos estéricamente impedidos ilustrativos incluyen compuestos fenólicos alquilados en orto tales como 2,6-di-terc-butilfenol, 4-metil-2,6-di-terc-butilfenol, 2,4,6-tri-terc-butilfenol, 2-terc-butilfenol, 2,6-disopropilfenol, 2-metil-6-terc-butilfenol, 2,4-dimetil-6-terc-butilfenol, 4-(N,N-dimetilaminometil)-2,8-di-terc-butilfenol, 4-etil-2,6-di-terc-butilfenol, 2-metil-6-estirilfenol, 2,6-diestiril-4-nonilfenol, y sus análogos y homólogos. También son adecuadas mezclas de dos o más de tales compuestos fenólicos mononucleares.

Otros antioxidantes fenólicos preferidos para el uso en las composiciones de esta invención son alquilfenoles con puente de metileno, y estos se pueden usar individualmente o en combinaciones entre sí, o en combinaciones con compuestos fenólicos sin puente estéricamente impedidos. Compuestos con puente de metileno ilustrativos incluyen 4,4'-metilénbis(6-terc-butil-o-cresol), 4,4'-metilénbis(2-terc-amil-o-cresol), 2,2'-metilénbis(4-metil-6-terc-butilfenol), 4,4'-metilénbis(2, 6-di-terc-butilfenol) y compuestos similares. Se prefieren particularmente mezclas de alquilfenoles con puente de metileno tales como las descritas en la Pat. EE. UU. N° 3.211.652.

Antioxidantes de amina, especialmente aminas secundarias aromáticas liposolubles, también se pueden usar en las composiciones de esta invención. Aunque se prefieren monoaminas secundarias aromáticas, también son adecuadas poliaminas secundarias aromáticas. Monoaminas aromáticas secundarias ilustrativas influyen difenilamina, alquildifenilaminas que contienen 1 o 2 sustituyentes alquilo que tiene cada uno hasta aproximadamente 16 átomos de carbono, fenil-β-naftilamina, fenil-p-naftilamina, fenil-β-naftilamina sustituida con alquilo o aralquilo, que contiene uno o dos grupos alquilo o aralquilo que tienen cada uno aproximadamente 16 átomos de carbono, fenil-p-naftilamina sustituida con alquilo o aralquilo que contiene uno o dos grupos alquilo o aralquilo que tienen cada uno hasta aproximadamente 16 átomos de carbono, y compuestos similares.

Un tipo preferido de antioxidante de amina aromática es una difenilamina alquilada de la fórmula general:



donde R^5 es un grupo alquilo (preferiblemente un grupo alquilo ramificado) que tiene de 8 a 12 átomos de carbono, (más preferiblemente 8 o 9 átomos de carbono) y R^6 es un átomo de hidrógeno o un grupo alquilo (preferiblemente un grupo alquilo ramificado) que tiene de 8 a 12 átomos de carbono (más preferiblemente 8 o 9 átomos de carbono). Lo más preferiblemente, R^5 y R^6 son iguales. Uno de tales compuestos preferidos está disponible comercialmente como Naugalube® 438L, un material que se entiende que es predominantemente una 4,4'-dinonildifenilamina (es decir, bis(4-nonilfenil)(amina)) en la que los grupos nonilo están ramificados.

Las aminas impedidas son otro tipo de antioxidantes amínicos que se pueden usar en las composiciones de esta invención con dos tipos predominantes, las pirimidinas y las piperidinas. Estas se describen todas con gran detalle anteriormente y en la Pat. EE. UU. N° 5.073.278, la Pat. EE. UU. N° 5.273.669 y la Pat. EE. UU. N° 5.268.113. Amina impedidas preferidas incluyen 4-estearoiloxi-2,2,6,6-tetrametilpiperidina y succinato de dodecil-N-(2,2,6,6,-tetrametil-4-piperidinilo), vendidos bajo los nombre comerciales Cyasorb® UV-3853 y Cyasorb® UV-3581 por Cytec,

sebacato de di(2,2,6,6-tetrametilpiperidin-4-ilo) y sebacato de di(1,2,2,6,6-pentametilpiperidin-4-ilo), vendidos como Songlight® 7700 y Songlight® 2920LQ por Songwon, y sebacato de bis(1-octiloxi-2,2,6,6-tetrametil-4-piperidilo), vendido como Tinuvin® 123 por Ciba.

5 Otro tipo útil de antioxidante para la inclusión preferida en las composiciones de la invención son uno o más compuestos fenólicos líquidos parcialmente sulfurizados tales como los que se preparan al hacer reaccionar monocloruro de azufre con una mezcla líquida de fenoles – mezcla de fenoles de la que al menos aproximadamente 50 por ciento en peso está compuesto por uno o más fenoles impedidos reactivos – en proporciones para proporcionar de aproximadamente 0,3 a aproximadamente 0,7 átomos-gramo de monocloruro de azufre por mol de fenol impedidos reactivo a fin de producir un producto líquido. Mezclas de fenoles típicas útiles para elaborar tales composiciones de producto líquido incluyen una mezcla que contiene en peso aproximadamente 75% de 2,6-di-terc-butilfenol, aproximadamente 10% de 2-terc-butilfenol, aproximadamente 13% de 2,4,6-tri-terc-butilfenol y aproximadamente 2% de 2,4-di-terc-butilfenol. La reacción es exotérmica y así preferiblemente se mantiene dentro del intervalo de aproximadamente 15°C a aproximadamente 70°C, lo más preferiblemente entre aproximadamente 40°C y aproximadamente 60°C.

Otro tipo de antioxidante útil son los polímeros y homólogos de 2,2,4-trimetil-1,2-dihidroquinolina (TMDQ) que contienen unidades terminales aromatizadas tales como los descritos en la Patente de EE. UU. 6.235.686.

20 Son antioxidantes útiles materiales que contienen azufre tales como los bis(dialquilditiocarbamatos) de metileno en los que el grupo alquilo contiene de 4 a 8 átomos de carbono. Por ejemplo, el bis(dibutilditiocarbamato) de metileno está disponible comercialmente como VANLUBE 7723® de R. T. Vanderbilt Co., Inc).

25 También se pueden usar mezclas de diferentes antioxidantes. Una mezcla adecuada está comprendida por una combinación de: (i) una mezcla liposoluble de al menos tres fenoles monohidroxilados butilados estéricamente impedidos diferentes, que está en estado líquido a 25°C; (ii) una mezcla liposoluble de al menos tres polifenoles con puente de metileno terc-butilado estéricamente impedidos; y (iii) al menos una bis(4-alquilfenil)amina en la que el grupo alquilo es un grupo alquilo ramificado que tiene de 8 a 12 átomos de carbono, estando las proporciones de (i), (ii) y (iii) sobre una base en peso en el intervalo de 3,5 a 5,0 partes de componente (i) y de 0,9 a 1,2 partes de componente (ii) por parte en peso de componente (iii), según se divulga en la Pat. EE. UU. N° 5.328.619.

Otros antioxidantes preferidos útiles son los incluidos en la divulgación de la Pat. EE. UU. N° 4.031.023.

3. Composiciones de hinchamiento para juntas

35 También se conocen en la técnica composiciones que están diseñadas para mantener las juntas flexibles. Una composición de hinchamiento para juntas preferida es el isodecilsulfolano. El agente de hinchamiento para juntas se incorpora preferiblemente en la composición en aproximadamente 0,1-3 por ciento en peso. 3-Alcoxisulfolanos sustituidos se divulgan en la Pat. EE. UU. N° 4.029.587.

4. Modificadores de la fricción

40 Los modificadores de la fricción también son muy conocidos por los expertos en la técnica. Una lista útil de modificadores de la fricción se incluye en la Pat. EE. UU. N° 4.792.410. La Pat. EE. UU. N° 5.110.488 divulga sales metálicas de ácidos grasos y especialmente sales de cinc. Modificadores de la fricción útiles incluyen fosfitos grasos, amidas de ácido graso, epóxidos grasos, epóxidos grasos boratados, aminas grasas, ésteres de glicerol, ésteres de glicerol boratados, aminas grasas alcoxiladas, aminas grasas alcoxiladas boratadas, sales metálicas de ácidos grasos, olefinas sulfurizadas, imidazolininas grasas, ditiocarbamatos de molibdeno (p. ej., Pat. EE. UU. N° 4.259.254), ésteres de molibdato (p. ej., Pat. EE. UU. N° 5.137.647 y Pat. EE. UU. N° 4.889.647), molibdatoamina con donantes de azufre (p. ej., Pat. EE. UU. N° 4.164.473), y mezclas de los mismos.

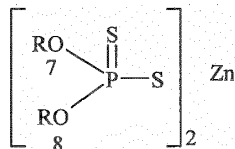
50 El modificador de la fricción preferido es un epóxido graso boratado como el mencionado previamente para ser incluido por su contenido de boro. Los modificadores de la fricción se incluyen preferiblemente en las composiciones en las cantidades de 0,1-10 por ciento en peso y pueden ser un solo modificador de la fricción o mezclas de dos o más.

55 Los modificadores de la fricción también incluyen sales metálicas de ácidos grasos. Cationes preferidos son cinc, magnesio, calcio y sodio y se pueden usar cualesquiera otros metales alcalinos o alcalinotérreos. Las sales se pueden sobrecargar al incluir un exceso de cationes por equivalente de amina. Los cationes en exceso se tratan a continuación con dióxido de carbono para formar el carbonato. Las sales metálicas se preparan al hacer reaccionar una sal adecuada con el ácido para formar la sal, y cuando sea apropiado añadir dióxido de carbono a la mezcla de reacción para formar el carbonato de cualquier catión más allá del necesario para formar la sal. Un modificador de la fricción preferido es el oleato de cinc.

5. Agentes para presiones extremas/antidesgaste

Se pueden añadir ditiolfosfosuccinatos de dialquilo para proporcionar protección frente al desgaste. Las sales de cinc de añaden preferiblemente como sales de cinc de ácidos dihidrocarbifosforoditioicos y se pueden representar mediante la siguiente fórmula:

5



en la que R₇ y R₈ pueden ser radicales hidrocarbilo iguales o diferentes que contienen de 1 a 18, preferiblemente de 2 a 12, átomos de carbono y que incluyen radicales tales como radicales alquilo, alqueno, arilo, arilalquilo, alcarilo y cicloalifáticos. Particularmente, grupos R₇ y R₈ preferidos son grupos alquilo de 2 a 8 átomos de carbono. Así, los radicales pueden ser, por ejemplo, etilo, n-propilo, i-propilo, n-butilo, i-butilo, sec-butilo, amilo, n-hexilo, i-hexilo, n-octilo, decilo, dodecilo, octadecilo, 2-etilhexilo, fenilo, butilfenilo, ciclohexilo, metilciclopentilo, propenilo, butenilo. A fin de obtener liposolubilidad, el número total de átomos de carbono (es decir, R y R') en el ácido ditiolfosfórico será generalmente aproximadamente 5 o más.

15

También se incluyen en las composiciones lubricantes en el mismo intervalo de porcentaje en peso como las sales de cinc para dar comportamiento antidesgaste/para presiones extremas hidrogenofosfito de dibutilo (DBPH) monotiofosfato de trifenilo, y el éster de tiocarbamato formado al hacer reaccionar dibutilamina, disulfuro de carbono y el éster metílico de ácido acrílico. El tiocarbamato se describe en la Pat. EE. UU. N° 4.758.362 y las sales metálicas que contienen fósforo se describen en la Pat. EE. UU. N° 4.466.894.

20

También se pueden usar sales de antimonio o plomo para presión extrema. Las sales preferidas son de ácido ditiocarbámico tales como diamilditiocarbamato de antimonio.

6. Modificadores de la viscosidad

Los modificadores de la viscosidad (VM) y los modificadores de la viscosidad dispersantes (DVM) son muy conocidos. Ejemplos de VM y DVM son polimetacrilatos, poliácridatos, poliolefinas, copolímeros de estireno-éster maleico, y sustancias poliméricas similares incluyendo homopolímeros, copolímeros y copolímeros de injerto. Resúmenes de modificadores de la viscosidad se pueden encontrar en las Pat. EE. UU. N° 5.157.088, 5.256.752 y 5.395.539. Los VM y/o DVM preferiblemente se incorporan en las composiciones completamente formuladas en un nivel de hasta 10% en peso.

30

7. Reductores del punto de fluidez (PPD)

Estos componentes son particularmente útiles para mejorar las cualidades a baja temperatura de los aceites lubricantes. Un reductor del punto de fluidez preferido es un alquilnaftaleno. Reductores del punto de fluidez se divulgan en las Pat. EE. UU. N° 4.880.553 y 4.753.745. Los PPD se aplican comúnmente a las composiciones lubricantes para reducir la viscosidad medida a baja temperaturas y bajas velocidades de cizalladura. Los reductores del punto de fluidez se usan preferiblemente en el intervalo de 0,1-5 por ciento en peso. Ejemplos de pruebas usadas para acceder a la reología a baja temperatura, baja velocidad de cizalladura de fluidos lubricantes incluyen ASTM D97 (punto de fluidez), ASTM D2983 (viscosidad de Brookfield), D4684 (miniviscosímetro giratorio) and D5133 (Brookfield con barrido).

40 8. Detergentes

Las composiciones lubricantes en muchos casos también incluyen preferiblemente detergentes. Los detergentes que se usan en la presente son preferiblemente sales metálicas de ácidos orgánicos. La porción de ácido orgánico del detergente es preferiblemente un sulfonato, carboxilato, fenato o salicilato. La porción metálica del detergente es preferiblemente un metal alcalino o alcalinotérreo. Metales preferidos son sodio, calcio, potasio y magnesio. Preferiblemente, los detergentes están sobrebasificados, lo que significa que hay un exceso estequiométrico de metal sobre el necesario para formar la sal metálica neutra.

45

Sales orgánicas sobrebasificadas preferidas son las sales de sulfonato que tienen un carácter sustancialmente oleófilo y que se forman a partir de materiales orgánicos. Los sulfonatos orgánicos son materiales muy conocidos en las técnicas de los lubricantes y detergentes. El compuesto de sulfonato debe contener preferiblemente de media de aproximadamente 10 a aproximadamente 40 átomos de carbono, más preferiblemente de aproximadamente 12 a aproximadamente 36 átomos de carbono y lo más preferiblemente de aproximadamente 14 a aproximadamente 32

50

átomos de carbono de media. De forma similar, los fenatos, oxilatos y carboxilatos tienen preferiblemente un carácter sustancialmente oleófilo.

5 Aunque la presente invención permite que los átomos de carbono estén en configuración bien aromática o bien parafínica, se prefiere mucho emplear compuestos aromáticos alquilados. Aunque se pueden emplear materiales basados en naftaleno, el compuesto aromático de elección es el resto benceno.

10 El componente particularmente preferido es así un benceno alquilado monosulfonado sobrebasicado, y es preferiblemente el benceno monoalquilado. Preferiblemente, se obtienen fracciones de alquibenceno a partir de fuentes de residuos indestilables y son compuestos mono- o dialquilados. Se cree, en la presente invención, que los productos aromáticos monoalquilados son superiores a los productos aromáticos dialquilados en las propiedades globales.

15 Se prefiere utilizar una mezcla de productos aromáticos (benceno) monoalquilados para obtener la sal monoalquilada (bencenosulfonato) en la presente invención. Las mezclas en las que una porción sustancial de la composición contiene polímeros de propileno como la fuente de los grupos alquilo ayudan a la solubilidad de la sal. El uso de materiales monofuncionales (p. ej., monosulfonados) evita la reticulación de las moléculas con menos precipitación de la sal del lubricante. Se prefiere que la sal esté sobrebasicada. El metal en exceso procedente de la sobrebasicación tiene el efecto de neutralizar ácidos, que se pueden desarrollar en el lubricante. Una segunda
20 ventaja es que la sal sobrebasicada incrementa el coeficiente de fricción dinámico. Preferiblemente, el metal en exceso estará presente por encima del que se requiere para neutralizar los ácidos aproximadamente en la relación de hasta aproximadamente 30:1, preferiblemente de 5:1 a 18:1 sobre una base de equivalentes.

25 La cantidad de la sal sobrebasicada utilizada en la composición es preferiblemente de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 10 por ciento en peso sobre una base libre de aceite. La sal sobrebasicada se elabora habitualmente en aproximadamente 50% de aceite con un intervalo de TBN de 10-600 sobre una base libre de aceite. Detergentes sobrebasicados boratados y no boratados se describen en las Pat. EE. UU. N° 5.403.501 y 4.792.410.

9. Fosfatos

30 Las composiciones lubricantes también pueden incluir preferiblemente al menos un ácido fosforado, una sal de ácido fosforado, un éster de ácido fosforado o un derivado de los mismos incluyendo análogos que contienen azufre preferiblemente en la cantidad de 0,002-1,0 por ciento en peso. Los ácidos, sales, ésteres o derivados de los mismos fosforados incluyen compuestos seleccionados de ésteres de ácidos fosforados o sales de los mismos, fosfitos, amidas que contienen fósforo, ácidos carboxílicos o ésteres que contienen fósforo, éteres que contienen
35 fósforo y mezclas de los mismos

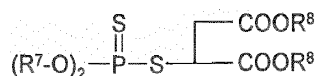
40 En una realización, el ácido, éster o derivado fosforado puede ser un ácido fosforado, un éster de ácido fosforado, una sal de ácido fosforado o un derivado de los mismos. Los ácidos fosforados incluyen los ácidos fosfórico, fosfónico, fosfínico y tiofosfórico incluyendo ácido ditioposfórico así como los ácidos monotiofosfórico, tiofosfínico y tiofosfónico.

45 Una clase de compuestos son aductos de fosforoditioatos de O,O-dialquilo y ésteres de ácido maleico o fumárico. Los compuestos se pueden preparar mediante métodos conocidos como los descritos en la Pat. EE. UU. N° 3.359,203, como, por ejemplo fosforoditioato de O,O-di(2-etilhexil)-S-(1,2-dicarbobutoxiétilo).

Los ésteres de ácido ditioposfórico de ésteres de ácido carboxílico son otra clase de compuestos útiles para la invención. Se prefieren ésteres alquílicos que tienen de 2 a 8 átomos de carbono, como, por ejemplo, éster etílico de ácido 3-[[bis(1-metiletoxi)fosfinotioil]tio]propiónico.

50 Una tercera clase de ditioposfatos sin cenizas para el uso con la presente invención incluye:

(i) los de la fórmula



55 en la que R⁷ y R⁸ se seleccionan independientemente de grupos alquilo que tienen de 3 a 8 átomos de carbono (disponibles comercialmente como VANLUBE 7611M, de R. T. Vanderbilt Co., Inc.);

(ii) ésteres de ácido ditioposfórico de ácidos carboxílicos tales como los disponibles comercialmente como IRGALUBE[®] 63 de Ciba Geigy Corp.;

(iii) fosforotionatos de trifenilo tales como los disponibles comercialmente como IRGALUBE® TPPT de Ciba Geigy Corp.; y

5 Se añaden preferiblemente sales de cinc a las composiciones lubricantes en cantidades de 0,1-5 fosforotionatos de trifenilo en los que el grupo fenilo puede estar sustituido con hasta dos grupos alquilo. Un ejemplo de este grupo, entre otros, es fosforotionato de trifenilo disponible comercialmente como IRGALUBE® TPPT (fabricado por Ciba-Geigy Corp.).

10 Un grupo preferido de compuestos fosforados son sales de mono-alquil-amina(primaria) de ácido dialquifosfórico, tales como las descritas en la Pat. EE. UU. N° 5.354.484. Ácido fosfórico al 85 por ciento es el compuesto preferidos para la adición al paquete ATF completamente formulado y se incluye preferiblemente en un nivel de aproximadamente 0,01-0,3 por ciento en peso basado en el peso del ATF.

15 Las sales amínicas de alquifosfatos se preparan mediante métodos conocidos, p. ej., un método divulgado en la Pat. EE. UU. N° 4.130.494. Un mono o diéster adecuado de ácido fosfórico o sus mezclas se neutraliza con una amina. Cuando se usa el monoéster, se requerirán dos moles de la amina, mientras que el diéster requerirá un mol de la amina. En cualquier caso, la cantidad de amina requerida se puede controlar al verificar el punto neutro de la reacción en el que el índice de acidez total es esencialmente igual al índice de basicidad total. Alternativamente, se puede añadir a la reacción un agente neutralizador tal como amoníaco o etilendiamina.

20 Los ésteres de fosfato preferidos son ésteres alifáticos, entre otros, mono- o diésteres 2-etilhexílicos, n-octílicos y hexílicos. Las aminas se pueden seleccionar de aminas primarias o secundarias. Se prefieren particularmente terc-alquilaminas que tienen de 10 a 24 átomos de carbono. Estas aminas están disponibles comercialmente como, por ejemplo, Primene® 81R fabricada por Rohm and Haas Co.

25 Las sales de ácido sulfónico son muy conocidas en la técnica y están disponibles comercialmente. Representativos de los ácidos sulfónicos aromáticos que se pueden usar para preparar los productos sinérgicos de la invención son ácidos bencenosulfónicos alquilados y ácidos naftalenosulfónicos alquilados que tienen de 1 a 4 grupos alquilo de 8 a 20 carbonos cada uno. Se prefieren particularmente naftalenosulfonatos sustituido con grupos alquilo que tienen de 9 a 18 carbonos cada uno, como, por ejemplo, dinonilnaftalenosulfonato.

30 10. Antiespumantes

Los agentes antiespumantes son muy conocidos en la técnica como composiciones de silicona o fluorosilicona. Tales agentes antiespumantes están disponibles de Dow Corning Chemical Corporation y Union Carbide Corporation. Un producto antiespumante de fluorosilicona preferido es Dow FS-1265. Productos antiespumantes de silicona preferidos son Dow Corning DC-200 y Union Carbide UC-L45. Otro agente antiespumante que se puede incluir en la composición bien solo o bien mezclado es un antiespumante de poliacrilato disponible de Monsanto Polimer Products Co. de Nitro, West Virginia conocido como PC-1244. Además, también se puede incluir un copolímero de siloxano-poliéter disponible de OSI Specialties, Inc. de Farmington Hills, Michigan. Uno de tales materiales se vende como SILWET-L-7220. Los productos antiespumantes se incluyen preferiblemente en las composiciones de esta invención a un nivel de 5 a 80 partes por millón con el ingrediente activo siendo sobre una base libre de aceite.

11. Inhibidores de la herrumbre

Realizaciones de inhibidores de la herrumbre incluyen sales metálicas de ácidos alquilnaftalenosulfónicos.

12. Inhibidores de la corrosión del cobre

45 Realizaciones de inhibidores de la corrosión del cobre que se pueden añadir opcionalmente incluyen tiazoles, triazoles y tiadiazoles. Realizaciones ejemplares de tales compuestos incluyen benzotriazol, tolitriazol, octiltiazol, deciltiazol, dodeciltiazol, 2-mercapto-benzotiazol, 2,5-dimercapto-1,3,4-tiadiazol, 2-mercapto-5-hidrocarbilitio-1,3,4-tiadiazoles, 2-mercapto-5-hidrocarbilitio-1,3,4-tiadiazoles, 2,5-bis(hidrocarbilitio)-1,3,4-tiadiazoles y 2,5-bis(hidrocarbilitio)-1,3,4-tiadiazoles.

Ejemplos

50 Los siguientes ejemplos se dan con el propósito de ilustrar la invención y no están destinados a limitar la invención. Todos los porcentajes y partes se basan en el peso a menos que se indique otra cosa.

Ejemplo 1

Se prepararon composiciones de MoDTC usando composiciones de DTDA que se listan en la Tabla 1. Para el ejemplo de la invención (MoDTC-1), la mayoría de la alimentación de DTDA (DTDA-1) se derivaba de materia prima de butileno que contenía aproximadamente 70% de 2-butileno (cis y trans), aproximadamente 20% de 1-butileno y aproximadamente 10% de isobutileno. Para los ejemplos comparativos (MoDTC-A y MoDTC-B), las alimentaciones de DTDA (DTDA-A y DTDA-B) se derivaban de materia prima rica en propileno que también contenía bien isobutileno o bien etileno, respectivamente. Todas las composiciones de MoDTC se produjeron mediante el mismo procedimiento que implica la reacción de la DTDA con trióxido de molibdeno, agua y sulfuro de carbono. Específicamente, las composiciones de MoDTC se prepararon usando métodos enseñados en la Patente de EE. UU. N° 7.312.348.

Tabla 1

Muestra	DTDA	Distribución del Número de Carbonos de DTDA, % en masa			
		C11	C12	C13	C14
MoDTC-1 (Invención)	95% en masa de DTDA-1	cantidad vestigial	<1	>98	cantidad vestigial
	5% en masa de DTDA-B	3	31	57	9
MoDTC-A (Comparativa)	100% en masa de DTDA-A	<1	22	70	8
MoDTC-B (Comparativa)	100% en masa de DTDA-B	3	31	57	9

Ejemplo 2

Composiciones de MoDTC de los Ejemplos 1 se disolvieron completamente en aceite de base sintético de PAO de 4 cSt al calentar a 70°C con buena agitación. Se dejó que las soluciones se enfriaran hasta temperatura ambiente. Después de reposar a temperatura ambiente durante un período de 12 horas, se observó el precipitado de las soluciones. Según se resume en la Tabla 2, solo la solución preparada con el MoDTC-1 de la invención estaba libre de precipitado.

Ejemplo 3

Composiciones de MoDTC de los Ejemplos 1 se disolvieron completamente en aceite para motores 10W-30 convencional GF-4 comercial. A continuación, las soluciones se pusieron en un refrigerador mantenido a 12°C. Después de 24 horas, se observó el precipitado de las soluciones. Según se resume en la Tabla 2, solo la solución preparada con el MoDTC-1 de la invención estaba libre de precipitado.

Ejemplo 4

Composiciones de MoDTC de los Ejemplos 1 se disolvieron completamente en aceite para motores 10W-30 sintético GF-4 comercial. A continuación, las soluciones se pusieron en un congelador mantenido a -10°C. Después de 6 y 60 días, se observó el precipitado de las soluciones. Según se resume en la Tabla 2, solo la solución preparada con el MoDTC-1 de la invención estaba libre de precipitado.

Tabla 2:
Estabilidad frente al almacenamiento de MoDTC en diferentes composiciones lubricantes

Lubricante	Tratamiento, % en masa**	Temp.	Tiempo	MoDTC-1*	MoDTC-A*	MoDTC-B*
PAO de 4 cSt	0,5	TA	12 h	transp.	ppt.	ppt.
Aceite para motores GF-4 10W-30 convencional	1,0	12°C	24 h	transp.	ppt.	ppt.
Aceite para motores GF-4 10W-30 sintético	1,0	-10°C	6 días/ 60 días	transp./ transp.	ppt./ppt. pesado	ppt./ppt. pesado

*Las mezclas de MoDTC/aceite diluyente contienen 7% en masa de molibdeno medido como parte de la composición de MoDTC/aceite diluyente

** El MoDTC se añade al lubricante como una mezcla 50/50 en masa con un aceite diluyente, dando como resultado 0,25-0,5% de MoDTC en el lubricante.

Como para los ejemplos, el MoDTC de la invención preparado usando una cantidad principal de DTDA derivada de materia prima de butileno era superior a las composiciones de MoDTC preparadas a partir de composiciones de DTDA que se derivaban de materias primas ricas en propileno. Para los familiarizados con la técnica, estos resultados son más sorprendentes considerando que se espera que las composiciones de MoDTC producidas a partir de dialquilaminas con distribuciones del número de carbonos más amplias, es decir DTDA basada en propileno, tengan mejor liposolubilidad que las composiciones de MoDTC con distribuciones del número de carbonos muy uniformes, es decir DTDA basada en butileno. Como para la Tabla 1, las cadenas alquílicas para DTDA basada en butileno, DTDA-1, son esencialmente todas isotridecilo mientras que las cadenas alquílicas de las composiciones de DTDA basada en propileno tienen un intervalo de números de carbono de 11 a 14 carbonos. En retrospectiva, la excelente liposolubilidad del MoDTC-1 de la invención, en el que aproximadamente 98% de las cadenas alquílicas son C₁₃, se puede atribuir a la diversidad de isómeros de la DTDA basada en butileno, que a su vez se atribuye a la riqueza isómera de la materia prima de butileno que contiene 4 isómeros, cis-2-butileno, trans-2-butileno, 1-butileno e isobutileno, mientras que las materias primas para DTDA derivada de propileno no contienen materiales isómeros.

Ejemplo 5

Se prepararon composiciones de MoDTC usando composiciones de DTDA según se lista en la Tabla 3. Para el ejemplo de la invención (MoDTC-2), la mayoría de la alimentación de DTDA (DTDA-1) se derivaba de materia prima de butileno que contenía aproximadamente 70% de 2-butileno (cis y trans), aproximadamente 20% de 1-butileno y aproximadamente 10% de isobutileno. Para los ejemplos comparativos MoDTC-C, la alimentación de DTDA es una combinación que consiste en 70% de DTDA-1 y 30% de DTDA-B. La última se deriva de materia prima rica en propileno que también contiene etileno. Para los ejemplos comparativos MoDTC-D, la alimentación de DTDA es 100% de DTDA-B. Todas las composiciones de MoDTC se produjeron mediante el mismo procedimiento que implica la reacción de la DTDA con trióxido de molibdeno, agua y disulfuro de carbono. Específicamente, las composiciones de MoDTC se prepararon usando métodos ensañados en la Patente de EE. UU. N° 7.524.799.

Tabla 3

Muestra	DTDA	Distribución del Número de Carbonos de DTDA, % en masa			
		C11	C12	C13	C14
MODTC-2 (Invención)	95% en masa de DTDA-1	cantidad vestigial	<1	>98	cantidad vestigial
	5% en masa de DTDA-B	3	31	57	9
MODTCS-C (Comparativa)	70% en masa de DTDA-1	cantidad vestigial	<1	>98	cantidad vestigial
	30% en masa de DTDA-B	3	31	57	9
MoDTC-D (Comparativa)	100% en masa de DTDA-B	3	31	57	9

Ejemplo 6

Composiciones de MoDTC del Ejemplo 5 (0,73 por ciento en masa) se disolvieron completamente en aceite para motores GF-5 5W-30 convencional comercial. A continuación, las soluciones se pusieron en un refrigerador mantenido a 12°C y en un congelador mantenido a -10°C. Según se resume en la Tabla 4, las únicas soluciones que permanecían libres de turbidez, neblina o precipitado después de 40 días contenían MoDTC-2 de la invención.

Tabla 4:

Estabilidad frente al almacenamiento de composiciones de MoDTC ^{**} (0,73%) en aceite para motores GF-5 5W-30 convencional			
Temperatura	MoDTC-2	MoDTC-C	MoDTC-D
12°C	Transp. a los 40 días	Precipitado a los 9 días	Precipitado en 1 día
-10°C	Transp. a los 40 días	Muy turbia a los 2 días	Neblina en 1 día

^{**} Se añade MoDTC al lubricante como una mezcla 70/30 en masa con un aceite diluyente, dando como resultado aproximadamente 0,51% de MoDTC en el lubricante. Las mezclas de MoDTC/aceite diluyente contienen aproximadamente 9,6% en masa de molibdeno medido como parte de la composición de MoDTC/aceite diluyente

Ejemplo 7

5 Composiciones de MoDTC de los Ejemplos 5 (0,73 por ciento en masa) se disolvieron completamente en aceite para motores GF-5 5W-30 sintético comercial. A continuación, las soluciones se pusieron en un refrigerador mantenido a 12°C y en un congelador mantenido a -10°C. Según se resume en la Tabla 5, las únicas soluciones que permanecían libres de turbidez, neblina o precipitado después de 40 días contenían MoDTC-2 de la invención.

Tabla 5:

Estabilidad frente al almacenamiento de composiciones de MoDTC (0,73%) en aceite para motores GF-5 5W-30 sintético**			
Temperatura	MoDTC-2	MoDTC-C	MoDTC-D
12°C	Transp. después de 40 días	Precipitado a los 16 días	Precipitado a los 2 días
-10°C	Ligeramente turbia a los 2 día y 40 días	Muy turbia a los 2 días	Neblina en 1 día

10 *Las mezclas de MoDTC/aceite diluyente contienen aproximadamente 9,6% en masa de molibdeno medido como parte de la composición de MoDTC/aceite diluyente

** Se añade MoDTC al lubricante como una mezcla 70/30 en masa con aceite diluyente, dando como resultado aproximadamente 0,51% de MoDTC en el lubricante.

15 Como para los ejemplos, el MoDTC de la invención preparado usando una cantidad principal de DTDA derivada de materia prima de butileno era superior a las composiciones de MoDTC preparadas a partir de composiciones de DTDA que contenían >5% de DTDA basado en propileno. Por otra parte, se puede observar que la presencia de MoDTC que está fuera de la limitación de la invención (es decir, >98% de C₁₃) se pueden tolerar hasta cierto punto sin un impacto adverso (p. ej., hasta 10%, preferiblemente hasta 5%, de MoDTC derivado de DTDA-B). Sin embargo, cantidades >10% o más de MoDTC derivado de DTDA-B como parte del componente de MoDTC global en el lubricante dan lugar a un efecto adverso sobre la solubilidad. De ahí que las composiciones lubricantes preparadas según la invención tengan un componente de MoDTC C₁₁-C₁₄ que consiste en más de 90%, más preferiblemente al menos 95%, y preferiblemente al menos 99%, del MoDTC de la invención derivado de DTDA-1 que tiene más de 98% de C₁₃. Se contempla que el experto en la técnica puede querer combinar MoDTC adicional, distinto al tipo C₁₁-C₁₄, como parte de la composición lubricante de la invención. Esto es, se pueden añadir MoDTC
25 derivados de etilhexilamina o dioctilamina, por ejemplo.

REIVINDICACIONES

1. Un método para producir una composición de ditiocarbamato de molibdeno, que comprende las etapas de:
preparar un producto intermedio de ditridecilamina (DTDA) a partir de una materia prima de butileno que comprende más de 50% de 2-butileno, y
- 5 preparar una composición de ditiocarbamato de molibdeno a partir del producto intermedio de DTDA.
2. El método según la reivindicación 1, en el que la materia prima de butileno comprende además 1-butileno e isobutileno.
3. El método según la reivindicación 2, en el que la materia prima de butileno comprende 70% de 2-butileno, 20% de 1-butileno y 10% de isobutileno.
- 10 4. El método según la reivindicación 3, en el que la composición de ditiocarbamato de molibdeno tiene, de media, más de 98% de C₁₃ como parte de los grupos alquilo sustituyentes.
- 15 5. Un método para preparar una composición lubricante, que comprende las etapas de:
producir una composición de ditiocarbamato de molibdeno según la reivindicación 1, y
añadir la composición de ditiocarbamato de molibdeno a una base lubricante en 0,01-3% de la composición lubricante.

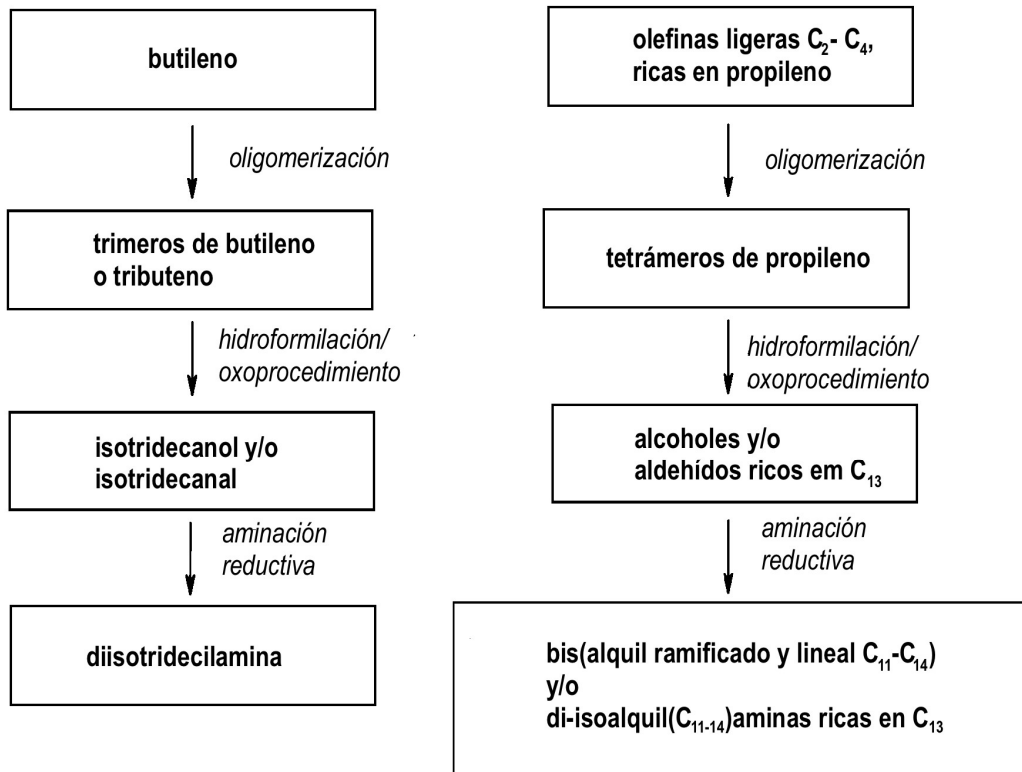


FIGURA 1