

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 739 228**

51 Int. Cl.:

**C10M 105/36** (2006.01)

**C10M 129/72** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **08.11.2013 PCT/EP2013/073323**

87 Fecha y número de publicación internacional: **22.05.2014 WO14075993**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.11.2013 E 13791965 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.05.2019 EP 2920281**

54 Título: **Uso de poliésteres como lubricantes**

30 Prioridad:

**19.11.2012 EP 12193144**

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

**29.01.2020**

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)  
Carl-Bosch-Strasse 38  
67056 Ludwigshafen am Rhein, DE**

72 Inventor/es:

**SCHERER, MARKUS y  
BREITSCHIEDL, BORIS**

74 Agente/Representante:

**CARPINTERO LÓPEZ, Mario**

ES 2 739 228 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

Uso de poliésteres como lubricantes

La invención reivindicada en la presente memoria se refiere al nuevo uso del poliéster que se puede obtener haciendo reaccionar una mezcla que comprende ácido adípico y una mezcla de alcoholes que comprende 1-nonanol, monometiloctanoles, dimetilheptanoles y monoetilheptanoles como lubricantes y una composición lubricante que comprende estos poliésteres. La invención se define por las reivindicaciones adjuntas.

Las composiciones lubricantes disponibles en el comercio se producen a partir de una multitud de diferentes componentes naturales o sintéticos. Las composiciones lubricantes comprenden aceites base y otros aditivos. Los aceites de base a menudo consisten en aceites minerales, aceites minerales altamente refinados, aceites minerales alquilados, poli-alfa-olefinas (PAO), polialquilenglicoles, ésteres de fosfato, aceites de silicona, diésteres y ésteres de alcoholes polihídricos.

En la actualidad, el aceite mineral parafínico hidrorrefinado del Grupo II y el Grupo III, el aceite sintético GTL y la poli- $\alpha$ -olefina se usan preferiblemente como aceite base en composiciones lubricantes. Sin embargo, estos aceites base tienen un efecto perjudicial sobre los materiales de sellado que forman parte de los motores y las unidades de transmisión mecánica. En particular, el uso de estos aceites base conduce a la contracción de los materiales de sellado, como el caucho de acrilonitrilo butadieno.

Se sabe que los poliésteres, sin embargo, aceleran la expansión de estos materiales de sellado. Por lo tanto, los poliésteres específicos se utilizan en composiciones lubricantes para contrarrestar el efecto de contracción de los aceites base modernos. En particular, se utilizan DIDA (adipato de diisodécilo), DITA (adipato de diisotridecilo) y TMTTC (éster de trimetilpropano con ácido decílico) para lograr este propósito.

Además, el índice de viscosidad es una característica importante de los poliésteres cuando se usan como un fluido en una composición lubricante. Un alto índice de viscosidad significa que la dependencia de la temperatura del fluido es pequeña. Por lo tanto, un fluido que tiene un alto índice de viscosidad tendrá una baja viscosidad a baja temperatura y se puede utilizar para reducir el consumo de energía de un motor en el arranque. En general, se ha demostrado que los fluidos con un alto índice de viscosidad son más eficientes energéticamente. Por lo tanto, todavía existe la necesidad en la industria de obtener fluidos tales como aceites sintéticos con un alto índice de viscosidad para permitir la conservación de energía mediante el uso de composiciones lubricantes que contienen esos fluidos.

Otra característica ventajosa de las formulaciones de lubricantes es el comportamiento mejorado a baja temperatura expresado por puntos de turbidez bajos. El punto de turbidez de un fluido, tal como una formulación lubricante, es la temperatura a la que los sólidos disueltos ya no son completamente solubles, se precipitan como una segunda fase que le da al líquido un aspecto turbio.

Los documentos US 4.623.748 WO2011034829 y EP1777285 describen poliésteres que se pueden obtener haciendo reaccionar ácido adípico y alcoholes alifáticos tales como nonanol. Estos poliésteres se pueden utilizar como lubricantes.

Por lo tanto, un objeto de la presente invención es proporcionar poliésteres con un alto índice de viscosidad, preferiblemente un índice de viscosidad por encima de 140, que lleva a un alto grado de expansión de materiales de sellado tales como caucho de acrilonitrilo butadieno y características mejoradas a baja temperatura, según lo expresado por puntos de turbidez bajos: cuando se utiliza como componente de una composición lubricante.

El objeto se resuelve por medio del uso de un poliéster que se puede obtener haciendo reaccionar una mezcla que comprende ácido adípico y una mezcla de alcoholes que comprende 1-nonanol, monometiloctanoles, dimetilheptanoles y monoetilheptanoles como un lubricante, por lo cual el poliéster tiene una viscosidad a 40 °C en el intervalo de 5 a 15 mm<sup>2</sup>/s determinada según DIN 51562-1. La viscosidad del poliéster a 40 °C es preferiblemente de 6 a 14 mm<sup>2</sup>/s, más preferiblemente de 7 a 13 mm<sup>2</sup>/s y de máxima preferencia de 8 a 12 mm<sup>2</sup>/s determinada según DIN 51562-1.

Los poliésteres de la invención preferiblemente tienen una densidad a 20 °C de acuerdo con DIN 51757 de 0,85 a 1,00 g/cm<sup>3</sup>, más preferiblemente de 0,88 a 0,95 g/cm<sup>3</sup> y con máxima preferencia de 0,90 a 0,94 g/cm<sup>3</sup>. El índice refractivo  $n_D^{20}$  de acuerdo con DIN 51423 es preferiblemente de 1,400 a 1,500, más preferiblemente de 1,420 a 1,480, y con máxima preferencia de 1,440 a 1,460.

La mezcla de alcoholes usada de acuerdo con la invención se puede obtener de forma particularmente ventajosa en un proceso que implica dos o más etapas y que comienza a partir de una mezcla de hidrocarburos que comprende butenos. En una primera etapa, los butenos se dimerizan para dar una mezcla de octenos isoméricos. La mezcla de octeno posteriormente se hidroformila para dar aldehídos C<sub>9</sub> y posteriormente se hidrogena para dar la mezcla de alcoholes. En esta secuencia de reacción, se deben cumplir parámetros específicos definidos, al menos durante la dimerización de buteno, preferiblemente durante la dimerización de buteno y la hidroformilación.

Por lo tanto, es preferible que la mezcla de octenos isoméricos se obtenga al poner en contacto de una mezcla de

hidrocarburos que comprende butenos con un catalizador heterogéneo que comprende óxido de níquel. El contenido de isobuteno de la mezcla de hidrocarburos preferiblemente 5% en peso o menos, en particular del 3% en peso o menos, con particular preferiblemente 2% en peso o menos, y con máxima preferencia de 1,5% en peso o menos, sobre la base de cada caso en el contenido total de buteno. Una corriente de hidrocarburos adecuada es la conocida como corte C<sub>4</sub>, una mezcla de butenos y butanos, disponible en grandes cantidades en plantas de FCC o de craqueo en vapor. Un material de partida utilizado con particular preferencia es el conocido como refinado II, que es un corte de C<sub>4</sub> reducido en isobuteno.

Un material de partida preferido comprende de 50 a 100% en peso, preferiblemente de 80 a 95% en peso, de butenos y de 0 a 50% en peso, preferiblemente de 5 a 20% en peso, de butanos. La siguiente composición de los butenos se puede dar como una guía general a las cantidades:

- 1-buteno de 1 a 98% en peso,
- cis-2-buteno de 1 a 50% en peso,
- trans-2-buteno de 1 a 98% en peso, y
- isobuteno hasta 5% en peso.

Los posibles catalizadores son catalizadores conocidos per se y que comprenden óxido de níquel, como se describe, por ejemplo, por O'Connor et al. en *Catalysis Today*, 6, (1990) p. 329. Se pueden usar catalizadores de óxido de níquel soportados, y los posibles materiales de soporte son sílice, alúmina, aluminosilicatos, aluminosilicatos que tienen una estructura de capa y zeolitas. Los catalizadores particularmente adecuados son catalizadores de precipitación que se pueden obtener mediante la mezcla de soluciones acuosas de sales de níquel y de silicatos, por ejemplo, de silicato de sodio y nitrato de sodio y, cuando corresponda, de otros constituyentes, tales como las sales de aluminio, por ejemplo, nitrato de aluminio y calcinación.

Se da particular preferencia a los catalizadores que consisten esencialmente en NiO, SiO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub> y/o ZrO<sub>2</sub>, y también, cuando sea apropiado, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Un catalizador más preferido comprende, como constituyentes activos significativos, de 10 a 70% en peso de óxido de níquel, de 5 a 30% en peso de dióxido de titanio y/o dióxido de circonio y de 0 a 20% en peso de óxido de aluminio, el resto es dióxido de silicio. Se puede obtener un catalizador de este tipo por precipitación de la composición del catalizador a un pH de 5 a 9 mediante la adición de una solución acuosa que comprende nitrato de níquel a una solución acuosa de silicato de metal alcalino que comprende dióxido de titanio y/o dióxido de circonio, filtración, secado y recocido de 350 a 650 °C. Para detalles de la preparación de estos catalizadores, se puede hacer referencia al documento DE-A 4339713. El contenido completo de la divulgación de esa publicación se incorpora en la presente como referencia.

La mezcla de hidrocarburos que comprende butenos se pone en contacto con el catalizador, preferiblemente a temperaturas de 30 a 280 °C, en particular de 30 a 140 °C y con particular preferencia de 40 a 130 °C. Esto preferiblemente ocurre a una presión de 10 a 300 bar, en particular de 15 a 100 bar y con particular preferencia de 20 a 80 bar. La presión aquí se ajusta útilmente de manera tal que la mezcla de hidrocarburos ricos en olefinas es líquida o en estado supercrítico a la temperatura seleccionada.

Los ejemplos de reactores adecuados para poner en contacto la mezcla de hidrocarburos con el catalizador heterogéneo son los reactores de haz de tubos y los hornos de pozo. Se prefieren los hornos de pozo porque los costos de gastos de capital son más bajos. La dimerización se puede llevar a cabo en un reactor único en el que el catalizador de oligomerización se puede haber dispuesto en uno o más lechos fijos. Otra forma es usar una cascada de reactores compuesta por dos o más, preferiblemente dos, reactores dispuestos en serie, donde la dimerización de buteno en la mezcla de reacción se dirige solo a una conversión parcial al pasar por el reactor que precede al último reactor de la cascada, y la conversión final deseada no se logra hasta que la mezcla de reacción pasa por el último reactor de la cascada. La dimerización de buteno tiene lugar preferiblemente en un reactor adiabático o en una cascada de reactores adiabáticos.

Después de salir del reactor o, respectivamente, el último reactor de una cascada, se formaron los octenos y, cuando sea apropiado, oligómeros superiores, se separan de los butenos y butanos no convertidos en la descarga del reactor. Los oligómeros formados se pueden purificar en una etapa posterior de fraccionamiento al vacío, lo que da una fracción de octeno puro. Durante la dimerización de buteno, generalmente también se obtienen pequeñas cantidades de dodecenos. Estos se separan preferiblemente de los octenos antes de la reacción posterior.

En una realización preferida, retorna parte o la totalidad de la descarga del reactor, liberada de los oligómeros formados y que consiste esencialmente en butenos y butanos no convertidos. Es preferible seleccionar la relación de retorno de tal manera que la concentración de oligómeros en la mezcla de reacción no exceda el 35% en peso, preferiblemente 20% en peso, sobre la base de la mezcla de hidrocarburos de la reacción. Esta medida aumenta la selectividad de la dimerización de buteno en relación con los octenos que, después de la hidroformilación, hidrogenación y esterificación, dan una mezcla de alcohol particularmente preferida.

Los octenos obtenidos se convierten, en la segunda etapa del proceso, por hidroformilación utilizando gas de síntesis

de una manera conocida per se, en aldehídos que tienen un átomo de carbono adicional. La hidroformilación de olefinas para preparar aldehídos es conocida per se y se describe, por ejemplo, en J. Falbe, (ed.): New Synthesis with Carbon monoxide, Springer, Berlin, 1980. La hidroformilación tiene lugar en presencia de catalizadores disueltos de manera homogénea en el medio de reacción. Los catalizadores que generalmente se usan aquí son compuestos o complejos de metales del grupo de transición VIII, específicamente compuestos de Co, Rh, Ir, Pd o Ru, o complejos de estos metales, no modificados o modificados, por ejemplo, usando compuestos que contienen amina o fosfina.

Para los fines de la presente invención, la hidroformilación preferiblemente tiene lugar en presencia de un catalizador de cobalto, en particular dicobaltooctacarbonilo  $[\text{Co}_2(\text{CO})_8]$ . Preferiblemente tiene lugar de 120 a 240 °C, en particular de 160 a 200 °C, y bajo una presión de gas de síntesis de 150 a 400 bar, en particular de 250 a 350 bar. La hidroformilación preferiblemente tiene lugar en presencia de agua. La relación de hidrógeno a monóxido de carbono en la mezcla de gas de síntesis usada preferiblemente en el intervalo de 70:30 a 50:50, en particular de 65:35 a 55:45.

El proceso de hidroformilación catalizado con cobalto se puede llevar a cabo como un proceso de múltiples etapas que comprende las siguientes 4 etapas: la preparación del catalizador (precarbonilación), la extracción del catalizador, la hidroformilación de olefinas y la eliminación del catalizador del producto de reacción (decobaltización). En la primera etapa del proceso, la precarbonilación, una solución acuosa de sal de cobalto, por ejemplo, formiato de cobalto o acetato de cobalto, ya que el material de partida reacciona con monóxido de carbono e hidrógeno para preparar el complejo catalítico necesario para la hidroformilación. En la segunda etapa del proceso, la extracción del catalizador, el catalizador de cobalto preparado en la primera etapa del proceso se extrae de la fase acuosa usando una fase orgánica, preferiblemente usando la olefina para hidroformilar. Además de la olefina, es ocasionalmente ventajoso usar los productos de reacción y subproductos de la hidroformilación para la extracción del catalizador, siempre que estos sean insolubles en agua y líquido en las condiciones de reacción seleccionadas. Después de la separación de fases, la fase orgánica cargada con el catalizador de cobalto se alimenta a la tercera etapa del proceso, la hidroformilación. En la cuarta etapa del proceso, la decobaltización, la fase orgánica de la descarga del reactor se libera de los complejos carbonilo de cobalto en presencia de agua de proceso, que puede comprender ácido fórmico o ácido acético, por tratamiento con oxígeno o aire. Durante esto, el catalizador de cobalto se destruye por oxidación y las sales de cobalto resultantes se extraen de nuevo en la fase acuosa. La solución acuosa de sal de cobalto obtenida de la decobaltización se retorna a la primera etapa del proceso, la precarbonilación. El producto bruto de la hidroformilación obtenido se puede alimentar directamente a la hidrogenación. Otra forma es aislar una fracción  $\text{C}_9$  de esto de una manera habitual, por ejemplo, por destilación, y alimentar con esto a la hidrogenación.

La formación del catalizador de cobalto, la extracción del catalizador de cobalto en la fase orgánica y la hidroformilación de las olefinas también se pueden llevar a cabo en un proceso de etapa única en el reactor de hidroformilación.

Los ejemplos de compuestos de cobalto que se pueden usar son cloruro de cobalto (II), nitrato de cobalto (II), los complejos de amina o complejos de hidrato de estos, carboxilatos de cobalto, tales como formiato de cobalto, acetato de cobalto, etilhexanoato de cobalto y naftenato de cobalto (sales de Co de ácido nafténico), y también el complejo de caprolactamato de cobalto. Bajo las condiciones de la hidroformilación, los compuestos de cobalto catalíticamente activos se forman in situ como carbonilos de cobalto. También es posible usar complejos carbonilo de cobalto, tales como octocarbonilo de dicobalto, dodecacarbonilo de tetracobalto y hexadecacarbonilo de hexacobalto.

La mezcla de aldehído obtenida durante la hidroformilación se reduce para dar alcoholes primarios. En general, tiene lugar una reducción parcial inmediatamente en las condiciones de la hidroformilación, y también es posible controlar la hidroformilación de tal manera de proporcionar una reducción esencialmente completa. Sin embargo, el producto de hidroformilación obtenido generalmente se hidrogena en una etapa adicional del proceso utilizando gas hidrógeno o una mezcla de gases que contiene hidrógeno. La hidrogenación generalmente tiene lugar en presencia de un catalizador de hidrogenación heterogéneo. El catalizador de hidrogenación usado puede comprender cualquier catalizador deseado adecuado para hidrogenar aldehídos para dar alcoholes primarios. Los ejemplos de catalizadores adecuados disponibles comercialmente son cromita de cobre, cobalto, compuestos de cobalto, níquel, compuestos de níquel, que, cuando sea apropiado, comprenden pequeñas cantidades de cromo o de otros promotores, y mezclas de cobre, níquel y/o cromo. Los compuestos de níquel están generalmente en una forma soportada en materiales de soporte, tales como alúmina o kieselguhr. También es posible usar catalizadores que comprenden metales nobles, tales como platino o paladio.

Un procedimiento adecuado para llevar a cabo la hidrogenación es un procedimiento de flujo por goteo, en el que la mezcla para hidrogenar y el gas de hidrógeno o, respectivamente, la mezcla de gas que contiene hidrógeno se pasan, por ejemplo, simultáneamente, sobre un lecho fijo del catalizador de hidrogenación.

La hidrogenación tiene lugar preferiblemente de 50 a 250 °C, en particular de 100 a 150 °C, y a una presión de hidrógeno de 50 a 350 bar, en particular de 150 a 300 bar. La fracción de isononanol deseada en la descarga de reacción obtenida durante la hidrogenación se puede separar por destilación fraccionada de los hidrocarburos  $\text{C}_8$  y productos de alto punto de ebullición.

El análisis cromatográfico de gases de la mezcla de alcoholes resultante puede dar las cantidades relativas de los compuestos individuales (los porcentajes dados son porcentajes por área del cromatograma de gases): la proporción de 1-nonanol en la mezcla de alcoholes de la invención es de 6 a 16% en peso, más preferiblemente de 8 a 14% en

peso, en relación con el peso total de la mezcla de alcoholes.

La proporción de los monometiloctanoles es de 25 a 55% en peso, más preferiblemente de 35 a 55% en peso, y es particularmente preferible para 6-metil-1-octanol y 4-metil-1-octanol que juntos formen al menos 25% en peso, con muy particular preferencia al menos 35% en peso, en relación con el peso total de la mezcla de alcoholes.

- 5 La proporción de los dimetilheptanoles y monoetilheptanoles es preferiblemente de 15 a 60% en peso, más preferiblemente de 20 a 55% en peso, y es preferible para 2,5-dimetil-1-heptanol, 3-etil-1-heptanol y 4,5-dimetil-1-heptanol que juntos formen al menos 15% y en particular 20% en peso, en relación con el peso total de la mezcla de alcoholes. La proporción de los hexanoles es preferiblemente de 4 a 10% en peso y más preferiblemente de 5 a 10% en peso, en relación con el peso total de la mezcla de alcoholes. La mezcla de alcoholes de la invención preferiblemente está compuesta de 70 a 100%, más preferiblemente de 70 a 99%, con máxima preferencia de 80 a 98%, y aún más preferiblemente de 85 a 95%, de una mezcla de 1-nonanol, monometiloctanoles, dimetilheptanoles y monoetilheptanoles, en relación con el peso total de la mezcla de alcoholes.

- 10 La mezcla de alcoholes contiene una proporción de 6% en peso a 16% en peso 1-nonanol, 25% en peso a 55% en peso monometiloctanoles, 10% en peso a 30% en peso de dimetilheptanoles y 7% en peso a 15% en peso de monoetilheptanoles, en relación con el peso total de la mezcla de alcoholes.

- 15 Preferiblemente la mezcla de alcoholes está presente en una relación molar en el intervalo de 1:1 a 2:1, más preferiblemente en una relación molar en el intervalo de 1:1 a 1,3:1, en relación con el ácido adípico.

- 20 La densidad de la mezcla de alcoholes de la invención a 20°C es preferiblemente de 0,75 a 0,9 g/cm<sup>3</sup>, más preferiblemente de 0,8 a 0,88 g/cm<sup>3</sup>, y con máxima preferencia de 0,82 a 0,84 g/cm<sup>3</sup>, de acuerdo con DIN 51757. El índice refractivo  $n_D^{20}$  es preferiblemente de 1,425 a 1,445, más preferiblemente de 1,43 a 1,44 y con máxima preferencia de 1,432 a 1,438. El intervalo de ebullición a presión atmosférica es preferiblemente de 190 a 220 °C, más preferiblemente de 195 a 215°C y con máxima preferencia de 200 a 210 °C.

- 25 La preparación de los poliésteres de la invención se lleva a cabo de una manera conocida per se (ver, por ejemplo, "Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry", 5th edición, VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, Vol. A1, pp. 214 et seq. y Vol. A9, pp. 572-575). La longitud de la cadena y, respectivamente, el peso molecular promedio de los poliésteres se pueden controlar a través de la unión en la que se añade la mezcla de alcohol y la cantidad de esta mezcla, y esto se puede determinar fácilmente como una cuestión de rutina por parte del experto. Los catalizadores utilizados comprenden catalizadores de esterificación convencionales, preferiblemente titanatos de dialquilo ((RO)<sub>2</sub>TiO<sub>2</sub>, donde los ejemplos de R son isopropilo, n-butilo e isobutilo), ácido metanosulfónico y ácido sulfúrico, más preferiblemente el catalizador es titanato de isopropil-n-butilo.

- 30 En una realización preferida, la carga inicial en el recipiente de reacción comprende ácido adípico y la cantidad total de la mezcla de alcoholes. Esta mezcla de reacción se calienta primero a 100-140 °C y se homogeniza por agitación. El calentamiento continúa posteriormente hasta 160-190 °C a presión atmosférica. La esterificación, con eliminación de agua, comienza preferiblemente a aproximadamente 150 °C. El agua de reacción formada se elimina por destilación a través de una columna. Si la mezcla de alcoholes se destila durante este procedimiento, se retorna al recipiente de reacción. El recipiente de reacción posteriormente se calienta a 200-250 °C, y se extrae más agua de reacción a una presión de 150 a 300 mbar, mediante el paso de nitrógeno a través de la mezcla de reacción. El agua residual y el exceso de mezcla de alcohol se eliminan aquí, usando un flujo incrementado de nitrógeno y agitación. La mezcla de reacción se filtra posteriormente a 100-140 °C.

- 35 El poliéster de la presente invención reivindicada se puede usar como lubricante en aceites industriales. Los aceites industriales se pueden seleccionar del grupo que consiste en aceites de motor livianos, medianos y pesados, aceites de motor industriales, aceites de motor marinos, aceites de cigüeñal, aceites para compresores, aceites para refrigeradores, aceites para compresores de hidrocarburos, aceites y grasas lubricantes de muy baja temperatura. aceites y grasas lubricantes para la temperatura, lubricantes para cables metálicos, aceites para máquinas textiles, aceites para refrigeradores, lubricantes aeronáuticos y aeroespaciales, aceites para turbinas de aviación, aceites para transmisión, aceites para turbinas a gas, aceites para husos, fluidos de tracción, aceites para transmisión, aceites para transmisión de plástico, aceites para transmisión de vagón de pasajeros, aceites para transmisión de camiones, aceites para transmisión industriales, aceites para engranajes industriales, aceites aislantes, aceites para instrumentos, líquidos de frenos, líquidos para transmisión, aceites para amortiguadores, aceites para medio de distribución del calor, aceites para transformadores, grasas, aceites para cadenas, detergentes de perforación para exploración del suelo, aceites hidráulicos, aceite para motosierras y lubricantes de revólver, pistola y rifle.

- 40 El aceite industrial puede comprender preferiblemente otros aditivos tales como espesantes de polímeros, mejoradores del índice de viscosidad, antioxidantes, inhibidores de corrosión, detergentes, dispersantes, desemulsionantes, desespumantes, colorantes, aditivos de protección contra el desgaste, aditivos EP (presión extrema), aditivos AW (antidesgaste), y modificadores de fricción.

- 55 Además, el aceite industrial puede comprender otros aceites base y/o co-disolventes como aceites minerales (aceites Gr I, II o III), polialfaolefinas, alquil naftalenos, polialquilenglicoles solubles en aceite mineral, aceites de silicona,

ésteres de fosfato y/u otros ésteres de ácido carboxílico.

Los aditivos típicos que se encuentran en los aceites hidráulicos incluyen dispersantes, detergentes, inhibidores de la corrosión, agentes antidesgaste, antiespumantes, modificadores de fricción, agentes reacondicionadores de sellos, desemulsionantes, mejoradores de VI y reductores del punto de fluidez.

- 5 Los ejemplos de dispersantes incluyen poliisobutileno succinimidado, ésteres de succinato de poliisobutileno y dispersantes sin ceniza de base de Mannich.

Los ejemplos de detergentes incluyen alquifenatos metálicos, alquifenatos metálicos sulfurados, alquilsulfonatos metálicos y salicilatos de alquilo metálicos.

- 10 Los ejemplos de aditivos antidesgaste incluyen boratos orgánicos, fosfitos orgánicos, compuestos orgánicos que contienen azufre, dialquil ditiofosfatos de zinc, diaril ditiofosfatos de zinc e hidrocarburos fosfosulfurados.

Los ejemplos de modificadores de fricción incluyen ésteres y amidas de ácidos grasos, compuestos orgánicos de molibdeno, dialquiltiocarbamatos de molibdeno y dialquil ditiofosfatos de molibdeno.

- 15 Un ejemplo de un antiespumante es el polisiloxano. Los ejemplos de inhibidores de la oxidación son polioles de polioxialquileno, ácidos carboxílicos o componentes de triazol. Los ejemplos de mejoradores de VI incluyen copolímeros de olefinas, poli (alquilmecrilatos) y copolímeros dispersantes de olefinas. Un ejemplo de un depresor del punto de fluidez es el polialquilmecrilato.

El poliéster de la presente invención reivindicada se puede usar como lubricante en fluidos para trabajar metales.

- 20 De acuerdo con las aplicaciones, por ejemplo, aceites lineales (aceites puros) o aceites solubles, el fluido para trabajar metales puede contener aditivos aplicables conocidos en la técnica para mejorar las propiedades de la composición en cantidades que varían de 0,10 a 40% en peso. Estos aditivos incluyen desactivadores de metales; inhibidores de corrosión; antimicrobianos; anticorrosión; agentes emulsionantes; acopladores; agentes de presión extrema; anti fricción; agentes antioxidantes; sustancias poliméricas; agentes antiinflamatorios; bactericidas; antisépticos; antioxidantes; agentes quelantes; reguladores de pH; agentes antidesgaste que incluyen paquetes de aditivos antidesgaste de azufre activo; un paquete de aditivos para fluidos para trabajar metales que contiene al menos uno
- 25 de los aditivos mencionados anteriormente.

- 30 De acuerdo con las aplicaciones de uso final, se pueden añadir opcionalmente pequeñas cantidades de aditivos tales como agentes anti-nebulización en una cantidad que varía de 0,05 a 5,0% en volumen en una realización y menos de 1% en peso en otras realizaciones. Los ejemplos no limitantes incluyen goma ramsan, monómeros hidrófobos e hidrófilos, monómeros hidrófobos de estireno o estireno sustituido con hidrocarbilo y monómeros hidrófilos, polímeros orgánicos solubles en aceite que varían en peso molecular (peso molecular promedio de viscosidad) de aproximadamente 0,3 a más de 4 millones, tales como isobutileno, estireno, metacrilato de alquilo, etileno, propileno, vinil acetato de n-butileno, etc. En una realización, se usa polimetacrilato de metilo o poli (etileno, propileno, butileno o isobutileno) en el intervalo de peso molecular de 1 a 3 millones.

- 35 Para ciertas aplicaciones, también se puede añadir una pequeña cantidad de inhibidores de espuma en la técnica anterior a la composición en una cantidad que varía de 0,02 a 15,0% en peso. Los ejemplos no limitantes incluyen polidimetilsiloxanos, a menudo terminados en trimetilsililo, polimetacrilatos de alquilo, polimetilsiloxanos, un ácido N-acilamino que tiene un grupo acilo de cadena larga y/o una sal de los mismos, un ácido N-alquilamino que tiene un grupo alquilo de cadena larga y/o una sal del mismo usados conjuntamente con un óxido de alquialquileno y/o un óxido de acilalquileno, dioles de acetileno y dioles de acetileno etoxilados, siliconas, materiales hidrófobos (por ejemplo, sílice), amidas grasas, ácidos grasos, ésteres de ácidos grasos y/o polímeros orgánicos, siloxanos modificados, poliglicoles, poliglicoles esterificados o modificados, poliácrilatos, ácidos grasos, ésteres de ácidos grasos, alcoholes grasos, ésteres de alcoholes grasos, oxoalcoholes, fluorotensioactivos, ceras tales como cera de etilenbisestereamida, cera de polietileno, cera de polipropileno, cera de etilenbisestereamida y cera parafínica. Los
- 40 agentes de control de espuma se pueden usar con dispersantes y emulsionantes adecuados. Los agentes de control de espuma activos adicionales se describen en "Foam Control Agents", por Henry T. Kemer (Noyes Data Corporation, 1976), páginas 125-162.

- 50 El fluido para trabajar metales comprende además agentes antifricción que incluyen sulfonatos con exceso de base, olefinas sulfuradas, parafinas y olefinas cloradas, éster de olefinas sulfuradas, poliglicoles terminados en amina y sales de fosfato de dioctilo sódico. En otra realización más, la composición comprende además inhibidores de la corrosión que incluyen sales de diamina de ácido carboxílico/bórico, sales de amina de ácido carboxílico, alcanol aminas y boratos de alcanol amina.

- 55 El fluido para trabajar metales comprende además desactivadores metálicos solubles en aceite en una cantidad de 0,01 a 0,5% en volumen (sobre la base del volumen de aceite final). Los ejemplos no limitantes incluyen triazoles o tiadiazoles, específicamente aril triazoles tales como benzotriazol y toliltriazol, derivados alquílicos de tales triazoles y benzotiadiazoles tales como  $R(C_6H_5)_2N_2S$  donde R es H o alquilo  $C_1$  a  $C_{10}$ .

Se puede añadir una pequeña cantidad de al menos un antioxidante en el intervalo de 0,01 a 1,0% en peso. Los ejemplos no limitantes incluyen antioxidantes del tipo amínico o fenólico o mezclas de los mismos, por ejemplo, hidroxitolueno butilado (BHT), derivados de bis-2,6-di-t-butilfenol, fenoles con impedimento que contienen azufre y bisfenol con impedimento que contiene azufre.

- 5 El fluido para trabajar metales comprende además de 0,1 a 20% en peso de al menos un agente de presión extrema. Los ejemplos no limitantes de agentes de presión extrema incluyen ditiofosfato de zinc, oxisulfuro de molibdeno diisofosfato, compuestos de amina de molibdeno, aceites y grasas sulfurados, ácidos grasos sulfurados, ésteres sulfurados, olefinas sulfuradas, polisulfuros de dihidrocarbilo, tiocarbamatos, tioterpenos y tiodipropionatos de dialquilo.
- 10 En otra realización, la invención reivindicada en la presente se refiere a una composición lubricante que comprende
- A) al menos un aceite base lubricante,
- B) al menos un poliéster que se puede obtener haciendo reaccionar ácido adípico y una mezcla de alcoholes que comprende 1-nonanol, monometiloctanoles, dimetilheptanoles y monoetilheptanoles que tienen una viscosidad a 40 °C en el intervalo de 5 a 15 mm<sup>2</sup>/s determinada según DIN 51562-1 y
- 15 C) aditivos de aceite lubricantes.

En aras de concisión, cualquier realización preferida que se refiere al uso del poliéster reivindicado en la presente también se refiere a la composición lubricante misma.

La composición lubricante comprende 30% en peso a 90% en peso de componente A), 0,1% en peso a 50% en peso de componente B) y 0,1% en peso a 40% en peso de componente C).

- 20 Más preferiblemente la composición lubricante comprende 50% en peso a 90% en peso de componente A), 3,5% en peso a 45% en peso de componente B) y 1,0% en peso a 30% en peso de componente C).

Con máxima preferencia la composición lubricante comprende 60% en peso a 90% en peso de componente A), 10% en peso a 25% en peso de componente B) y 2,0% en peso a 20% en peso de componente C).

- 25 La viscosidad de la composición lubricante a 40 °C es preferiblemente de 60 a 140 mm<sup>2</sup>/s, más preferiblemente de 7 a 130 mm<sup>2</sup>/s y con máxima preferencia de 80 a 120 mm<sup>2</sup>/s determinada según DIN 51562-1.

Preferiblemente el aceite base lubricante es aceite mineral hidrorrefinado y/o aceite de hidrocarburo sintético.

Preferiblemente el aceite mineral hidrorrefinado se selecciona del grupo que consiste en aceite mineral nafténico hidrorrefinado, aceite mineral parafínico hidrorrefinado del Grupo I Grupo II de la clasificación de aceite base API. Preferiblemente el aceite de hidrocarburo sintético se selecciona del grupo que consiste en aceite sintético isoparafínico, aceite sintético GTL y poli- $\alpha$ -olefina (PAO) perteneciente al Grupo IV de la clasificación de aceite base API.

- 30
- Preferiblemente, los aditivos de aceite lubricante se seleccionan del grupo que consiste en mejoradores de la lubricación, mejoradores de la viscosidad, mejoradores de la combustión, agentes inhibidores de la corrosión y/u oxidación, agentes reductores del punto de fluidez, agentes de presión extrema, agentes antidesgaste, agentes antiespumantes, detergentes, dispersantes, antioxidantes y pasivantes para metales.
- 35

Los mejoradores de la lubricación típicos son mejoradores de la lubricación a base de ácidos comerciales que tienen ácidos grasos como su constituyente principal y mejoradores de la lubricación a base de éster que tienen ésteres de ácidos grasos mono glicerina como su constituyente principal. Estos compuestos se pueden usar individualmente o en combinaciones de dos o más clases. Los ácidos grasos utilizados en estos mejoradores de la lubricación son preferiblemente aquellos que tienen como constituyente principal una mezcla de ácidos grasos insaturados de aproximadamente 12 a 22 carbonos, pero preferiblemente de aproximadamente 18 carbonos, es decir, ácido oleico, ácido linoleico y ácido linoléico.

- 40
- Los mejoradores de la viscosidad incluyen, pero sin limitación, poliisobutenos, ésteres del ácido polimetacrilato, ésteres del ácido poliácrlato, polímeros de dieno, polialquilestirenos, copolímeros de dieno conjugado con alquencil arilo, poliolefinas y mejoradores de viscosidad multifuncionales.
- 45

Los agentes reductores del punto de fluidez son un tipo de aditivo particularmente útil, a menudo incluido en los aceites lubricantes descritos en la presente, que generalmente comprenden sustancias tales como polimetacrilatos, polímeros a base de estireno, alquifenoles reticulados o alquil naftalenos. Ver, por ejemplo, la página 8 de "Lubricant Additives" por C. V. Smalheer y R. Kennedy Smith (Lesius-Hiles Company Publishers, Cleveland, Ohio, 1967).

- 50 Por ejemplo, los agentes inhibidores de la corrosión, agentes de presión extrema y agentes antidesgaste incluyen, pero sin limitación, ésteres ditiofosfóricos; hidrocarburos alifáticos clorados; compuestos que contienen boro, que incluyen ésteres de borato y los compuestos de molibdeno.

Los agentes antiespumantes utilizados para reducir o prevenir la formación de espuma estable incluyen siliconas o polímeros orgánicos. Los ejemplos de estas y otras composiciones antiespumantes adicionales se describen en "Foam Control Agents", de Henry T. Kerner (Noyes Data Corporation, 1976), páginas 125-162. También se pueden incluir antioxidantes adicionales, típicamente de tipo amina aromática o fenol con impedimento. Estos y otros aditivos que se pueden usar en combinación con la presente invención se describen con mayor detalle en las patentes U.S. Núm. 4.582,618 (columna 14, línea 52 a columna 17, línea 16, inclusive).

Los dispersantes son bien conocidos en el campo de los lubricantes e incluyen principalmente lo que a veces se denomina dispersantes "sin cenizas" porque (antes de mezclarlos en una composición lubricante) no contienen metales formadores de cenizas y normalmente no aportan cenizas que forman metales cuando se añaden a una composición lubricante. Los dispersantes se caracterizan por un grupo polar unido a una cadena de hidrocarburo de peso molecular relativamente alto.

Una clase de dispersante son las bases de Mannich. Estos son materiales que se forman por la condensación de un fenol sustituido con alquilo de mayor peso molecular, una poliamina alquilenada y un aldehído tal como formaldehído y se describen con más detalle en la patente U.S. Núm. 3.634.515. Otra clase de dispersante son los ésteres de alto peso molecular. Estos materiales son similares a los dispersantes de Mannich o las succinimidas que se describen a continuación, excepto que se pueden ver como preparados por reacción de un agente acilante de hidrocarburo y un alcohol alifático polihídrico, tal como glicerol, pentaeritrol o sorbitol. Tales materiales se describen con más detalle en la patente U.S. Núm. 3.381.022. Otros dispersantes incluyen aditivos dispersantes poliméricos, que generalmente son polímeros a base de hidrocarburos.

Una clase preferida de dispersantes son los dispersantes carboxílicos. Los dispersantes carboxílicos incluyen dispersantes a base de succínico, que son el producto de reacción de un agente de acilación succínico sustituido con hidrocarburo con un compuesto hidroxil orgánico o, en ciertas realizaciones, una amina que contiene al menos un hidrógeno unido a un átomo de nitrógeno, o una mezcla de dicho compuesto hidroxil y amina. El término "agente de acilación succínico" se refiere a un ácido succínico sustituido con hidrocarburo o un compuesto productor de ácido succínico. Tales materiales incluyen típicamente ácidos succínicos, anhídridos, ésteres (incluidos los semiésteres) y haluros sustituidos con hidrocarburo. Los dispersantes de succinimida se describen más detalladamente en las patentes U.S. Nros. 4.234.435 y 3.172.892.

Las aminas que reaccionan con los agentes acilantes succínicos para formar la composición dispersante carboxílica pueden ser monoaminas o poliaminas. Las poliaminas incluyen principalmente alquilen poliaminas tales como etilen poliaminas (es decir, poli(etilenamina)), tales como etilendiamina, trietilen tetramina, propilen diamina, decametilendiamina, octameten diamina, di (heptameten) triamina, tripropilen tetramina, tetraetilen pentamina, trimetilen diamina, pentaetilen hexamina, di(-trimetilen)triamina. Los homólogos superiores tales como los obtenidos por condensación de dos o más de las alquilenaminas ilustradas anteriormente son igualmente útiles. Las tetraetilen pentaminas son particularmente útiles.

Las alquilenaminas sustituidas con hidroxialquilo, es decir, alquilenaminas que tienen uno o más sustituyentes hidroxialquilo en los átomos de nitrógeno, también son útiles, ya que son homólogos superiores obtenidos por condensación de las alquilenamina ilustradas anteriormente o alquilenamina sustituidas con hidroxialquilo a través de radicales amino o a través de radicales hidroxil.

Los dispersantes pueden ser materiales borados. Los dispersantes borados son materiales bien conocidos y se pueden preparar por tratamiento con un agente de boración tal como ácido bórico. Las condiciones típicas incluyen calentar el dispersante con ácido bórico a 100 y 150 °C.

La cantidad de dispersante en una composición lubricante, si está presente, será típicamente de 0,5 a 10 por ciento en peso, o de 1 a 8 por ciento en peso, o de 3 a 7 por ciento en peso. Su concentración en un concentrado se incrementará de manera correspondiente, por ejemplo, de 5 a 80 por ciento en peso.

Los detergentes son generalmente sales de ácidos orgánicos, que a menudo tienen exceso de base. Las sales metálicas con exceso de base de ácidos orgánicos son ampliamente conocidas por los expertos en la técnica y generalmente incluyen sales metálicas en las que la cantidad de metal presente excede la cantidad estequiométrica. Se dice que dichas sales tienen niveles de conversión superiores a 100% (es decir, comprenden más del 100% de la cantidad teórica de metal necesaria para convertir el ácido en su sal "normal" o "neutra"). Se les conoce comúnmente como sales con exceso de base, hipercalcalinizada o supercalcalinizada y generalmente son sales de ácidos orgánicos de azufre, ácidos orgánicos de fósforo, ácidos carboxílicos, fenoles o mezclas de dos o más de cualquiera de estos. Como se daría cuenta un trabajador experto, también se pueden usar mezclas de tales sales con exceso de base.

Las composiciones con exceso de base se pueden preparar sobre la base de una variedad de materiales ácidos orgánicos bien conocidos que incluyen ácidos sulfónicos, ácidos carboxílicos (que incluyen ácidos salicílicos sustituidos), fenoles, ácidos fosfónicos, saligeninas, salixaratos y mezclas de dos o más de estos.

Los compuestos de metales que reaccionan básicamente utilizados para preparar estas sales con exceso de base son usualmente un compuesto de metal alcalino o alcalinotérreo, aunque se pueden usar otros compuestos de metales

que reaccionan básicamente. Usualmente se usan compuestos de Ca, Ba, Mg, Na y Li, tales como sus hidróxidos y alcóxidos de alcanos inferiores. Se pueden usar sales con exceso de base que contienen una mezcla de iones de dos o más de estos metales.

5 Los materiales con exceso de base generalmente se preparan haciendo reaccionar un material ácido (típicamente un ácido inorgánico o ácido carboxílico inferior, tal como dióxido de carbono) con una mezcla que comprende un compuesto orgánico ácido, un medio de reacción que comprende al menos un disolvente orgánico inerte (aceite mineral, nafta, tolueno, xileno, etc.) para dicho material orgánico ácido, un exceso estequiométrico de una base metálica y un promotor.

10 El material ácido utilizado en la preparación del material con exceso de base puede ser un líquido tal como ácido fórmico, ácido acético, ácido nítrico o ácido sulfúrico. El ácido acético es particularmente útil. También se pueden usar materiales ácidos inorgánicos, tales como HCl, SO<sub>2</sub>, SO<sub>3</sub>, CO<sub>2</sub> o H<sub>2</sub>S, por ejemplo, CO<sub>2</sub> o mezclas de los mismos, por ejemplo, mezclas de CO<sub>2</sub> y ácido acético.

15 Los detergentes en general también pueden ser borados por tratamiento con un agente de boración tal como ácido bórico. Las condiciones típicas incluyen calentar el detergente con ácido bórico a 100 a 150 °C, el número de equivalentes de ácido bórico aproximadamente igual al número de equivalentes de metal en la sal.

La cantidad del componente detergente en una composición lubricante, si está presente, será típicamente de 0,5 a 10 por ciento en peso, tal como 1 a 7 por ciento en peso, o 1,2 a 4 por ciento en peso. Su concentración en un concentrado se incrementará correspondientemente, por ejemplo, de 5 a 65 por ciento en peso.

20 Los ejemplos de pasivantes para metales incluyen, pero sin limitación toliltriazol y sus derivados, y benzotriazol y sus derivados. Cuando se usan, los pasivantes para metales están presentes típicamente en la composición fluida en una cantidad de 0,05 a 5, más típicamente de 0,05 a 2, partes en peso basadas en el peso total de la composición fluida.

Los siguientes ejemplos ilustran la invención con más detalle sin ser limitantes.

### Ejemplos

#### A) Preparación de un poliéster de la invención

##### 25 A.1) Dimerización de buteno

La dimerización de buteno se llevó a cabo de manera continua en un reactor adiabático, compuesto por dos subreactores (longitud: en cada caso, 4 m, diámetro: en cada caso, 80 cm) con enfriamiento intermedio a 30 bar. El producto de partida utilizado fue un refinado II con la siguiente composición:

30	isobutano	2% en peso
	n-butano	10% en peso
	isobuteno	2% en peso
	1-buteno	32% en peso
	trans-2-buteno	37% en peso y
	cis-2-buteno	17% en peso.

35 El catalizador utilizado fue un material preparado de acuerdo con el documento DE-A 4339713, compuesto de 50% en peso de NiO, 12,5% en peso de TiO<sub>2</sub>, 33,5% en peso de SiO<sub>2</sub> y 4% en peso de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, en la forma de comprimidos de 5x5 mm. La reacción se llevó a cabo con un rendimiento de 0,375 kg de refinado II por l de catalizador y hora, con una relación de retorno de hidrocarburos C<sub>4</sub> sin reaccionar retornados al refinado fresco II de 3, una temperatura de entrada en el primer subreactor de 38 °C, y una temperatura de entrada en el segundo subreactor de 60 °C. La conversión, basada en los butenos presentes en el refinado II, fue del 83,1% y la selectividad del octeno fue del 83,3%.  
40 La destilación fraccionada de la descarga del reactor se utilizó para separar la fracción de octeno del refinado II sin reaccionar y de productos de alto punto de ebullición.

##### A.2) Hidroformilación e hidrogenación

45 Se hicieron reaccionar 750 g de la mezcla de octeno preparada de acuerdo con la sección A.1 de los ejemplos durante 5 horas de forma discontinua, en una autoclave, con 0,13% en peso de octacarbonil dicobalto Co<sub>2</sub>(CO)<sub>8</sub> como catalizador, con la adición de 75 g de agua, a 185 °C y con una presión de gas de síntesis de 280 bar en una relación de H<sub>2</sub> a CO en la mezcla de 60/40. Se inyectó material adicional para compensar el consumo de gas de síntesis, que se observa en una caída de presión en la autoclave. Después de liberar la presión en la autoclave, la descarga de la reacción, con un 10% de concentración en peso de ácido acético, se liberó con la oxidación del catalizador de cobalto  
50 mediante la introducción de aire, y la fase del producto orgánico se hidrogenó utilizando níquel Raney a 125 °C y con

## ES 2 739 228 T3

presión de hidrógeno de 280 bar durante 10 h. La fracción de isononanol se separó de las parafinas C<sub>8</sub> y los productos de alto punto de ebullición por destilación fraccionada de la descarga de la reacción.

5 La composición de la fracción de isononanol se analizó mediante cromatografía de gases. Un espécimen se trimetilisililó por adelantado usando 1 ml de N-metil-N-trimetilsililtrifluoroacetamida por 100 µl de espécimen durante 60 minutos a 80 °C. Se hizo uso de una columna de separación Hewlett Packard Ultra 1 de 50 m y diámetro interno de 0,32 mm, con un espesor de película de 0,2 µm. La temperatura del inyector y la temperatura del detector fueron de 250 °C, y la temperatura del horno fue de 120 °C. La división fue de 110 ml/min. El gas portador utilizado fue el nitrógeno. La presión de admisión se ajustó a 200 kPa. Se inyectó 1 ml de la muestra y se detectó por FID. Las composiciones determinadas para especímenes mediante este procedimiento (porcentaje por área de cromatograma de gases) fueron las siguientes:

	11,0%	1-nonanol
	20,8%	6-metil-1-octanol
	20,5%	4-metil-1-octanol
	5,3%	2-metil-1-octanol
15	11,0%	2,5-dimetil-1-heptanol
	8,7%	3-etil-1-heptanol
	6,2%	4,5-dimetil-1-heptanol
	2,9%	2-etil-1-heptanol
	2,8%	2,3-dimetil-1-heptanol
20	3,0%	2-etil-4-metil-1-hexanol
	2,7%	2-propil-1-hexanol
	1,6%	3-etil-4-metil-1-hexanol

La densidad de esta mezcla de isononanol se midió a 20 °C como 0,8326, y el índice de refracción n<sub>D</sub><sup>20</sup> como 1,4353. El intervalo de ebullición a presión atmosférica fue de 204 a 209 °C.

### 25 A.3) Esterificación

Se hicieron reaccionar 865,74 g de la fracción de isononanol obtenida en la etapa 2 del proceso (20% de exceso molar sobre la base de ácido adípico) con 365,25 g de ácido adípico y 0,42 g de catalizador de titanato de isopropil butilo en una autoclave de 2 l en el que se burbujeó nitrógeno (10 l/h) con una velocidad del agitador de 500 rpm y una temperatura de reacción de 230 °C. El agua formada en la reacción se eliminó progresivamente de la mezcla de reacción con la corriente de nitrógeno. El tiempo de reacción fue de 180 min. El exceso de nonanol se eliminó por destilación a una presión reducida de 50 mbar. Se neutralizaron 1000 g del adipato de diisononilo bruto mediante agitación durante 10 minutos a 80 °C con 150 ml de hidróxido de sodio acuoso 0,5%. Esto dio una mezcla de dos fases con una fase orgánica superior y una fase acuosa inferior (líquido residual con catalizador hidrolizado). La fase acuosa se separó y la fase orgánica se sometió a dos lavados adicionales con 200 ml de H<sub>2</sub>O. Para una purificación adicional, el adipato de diisononilo neutralizado y lavado se extrajo usando vapor a 180 °C y una presión reducida de 50 mbar durante dos horas. El adipato de diisononilo purificado posteriormente se secó durante 30 minutos a 150 °C/50 mbar mediante el paso de una corriente de nitrógeno (2 l/h) a través del material, posteriormente se mezcló con carbón activado durante 5 minutos y se filtró con succión a través de un filtro de succión usando filtración Supra-Theorit 5 (temperatura 80 °C).

40 El adipato de diisononilo resultante tiene una densidad de 0,920 g/cm<sup>3</sup> y un índice de refracción n<sub>D</sub><sup>20</sup> de 1,4500.

### B) Medición de viscosidad

La viscosidad de los ésteres se determina en una prueba estándar de acuerdo con DIN 51562-1.

45 La viscosidad del éster preparado de acuerdo con el procedimiento descrito anteriormente es 10,56 mm<sup>2</sup>/s a 40 °C determinada según DIN 51562-1. La viscosidad del éster preparado de acuerdo con el procedimiento descrito anteriormente es 3,0 mm<sup>2</sup>/s a 100 °C determinada según DIN 51562-1.

El índice de viscosidad es 150 determinado según ASTM D 2270.

### C) Prueba de compatibilidad con material de sellado

## ES 2 739 228 T3

La prueba de compatibilidad de sellado con material de sellado de copolímero de acrilonitrilo-butadieno se realizó a 100 °C durante 168 horas de acuerdo con el procedimiento estándar ISO 1817 en presencia del éster obtenido en A.3).

El material de sellado mostró un cambio de volumen de + 29,0% (expansión).

5 D)

Tabla 1: Formulaciones de lubricante A y B (todos los valores en % en peso)

	Formulación A con DIDA	Formulación B con éster de acuerdo con el Ejemplo A.3
PAO 6 (Nexbase® 2006, polialfaolefina, obtenible de Neste Oil N.V, Bélgica)	52,0 %	52,0 %
DIDA	10,0 %	-
Éster de acuerdo con el Ejemplo A.3	-	10,0 %
Espesante (Lubrizol® 8406, poliisobutileno, disponible en Lubrizol)	13,0 %	13,0 %
Espesante (Lubrizol® 8407 de Lubrizol)	13,0 %	13,0 %
Aditivos (Anglamol® 6004, paquete aditivo disponible en Lubrizol)	12,0 %	12,0 %
Viscosidad a 40 °C DIN 51562-1	113,8 mm <sup>2</sup> /s	110,1 mm <sup>2</sup> /s
Viscosidad a 100 °C DIN 51562-1	16,7 mm <sup>2</sup> /s	15,1 mm <sup>2</sup> /s
Índice de viscosidad (VI) ASTM D 2270	160	157
Densidad a 15 °C DIN 51757	0,8660 g/ml	0,8672 g/ml
Punto de enturbiamiento DIN ISO 3015	- 32,0°C	< - 80,0°C

DIDA está disponible en el comercio, por ejemplo, como Synative® ES DIDA de BASF SE, Ludwigshafen.

10 La prueba de compatibilidad de sellado con material de sellado de copolímero de acrilonitrilo-butadieno se realizó a 100 °C durante 168 horas de acuerdo con el procedimiento estándar ISO 1817 en presencia de la formulación A y la formulación B, respectivamente.

El material de sellado mostró un cambio de volumen de + 12,0% (expansión) en presencia de la formulación A y un cambio de volumen de 12,5% (expansión) en presencia de la formulación B.

15

## REIVINDICACIONES

- 5 1. Uso de un poliéster que se puede obtener haciendo reaccionar una mezcla que comprende ácido adípico y una mezcla de alcoholes que comprende 1-nonanol, monometiloctanoles, dimetilheptanoles y monoetilheptanoles como un lubricante **caracterizado porque** el poliéster tiene una viscosidad a 40 °C en el intervalo de 5 a 15 mm<sup>2</sup>/s determinada según DIN 51562-1, y **caracterizado porque** la mezcla de alcoholes contiene una proporción de 6% en peso a 16% en peso de 1-nonanol, 25% en peso a 55% en peso de monometiloctanoles, 10% en peso a 30% en peso de dimetilheptanoles y 7% en peso a 15% en peso de monoetilheptanoles, en relación con el peso total de la mezcla de alcoholes.
- 10 2. El uso de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** el poliéster tiene una viscosidad a 40 °C en el intervalo de 7 a 13 mm<sup>2</sup>/s determinada según DIN 51562-1.
3. El uso de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, **caracterizado porque** la mezcla de alcoholes contiene una proporción de 25% en peso a 55% en peso de monometiloctanoles, en relación con el peso total de la mezcla de alcoholes.
- 15 4. El uso de acuerdo con una o más de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado porque** la mezcla de alcoholes contiene una proporción de 10% en peso a 30% en peso de dimetilheptanoles, en relación con el peso total de la mezcla de alcoholes.
5. El uso de acuerdo con una o más de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado porque** la mezcla de alcoholes está presente en una relación molar en el intervalo de 1:1 a 2:1 en relación con el ácido adípico.
- 20 6. Una composición lubricante que comprende
  - A) 30 a 90% en peso de al menos un aceite base lubricante,
  - B) 0,1 a 50% en peso de al menos un poliéster que se puede obtener haciendo reaccionar ácido adípico y una mezcla de alcoholes que comprende 1-nonanol, monometiloctanoles, dimetilheptanoles y monoetilheptanoles que tienen una viscosidad a 40 °C en el intervalo de 5 a 15 mm<sup>2</sup>/s determinada según DIN 51562-1 y
  - 25 C) 0,1 a 40% en peso de aditivos de aceites lubricantes, y

**caracterizada porque** la mezcla de alcoholes contiene una proporción de 6% en peso a 16% en peso de 1-nonanol, 25% en peso a 55% en peso de monometiloctanoles, 10% en peso a 30% en peso de dimetilheptanoles y 7% en peso a 15% en peso de monoetilheptanoles, en relación con el peso total de la mezcla de alcoholes.
- 30 7. La composición lubricante de acuerdo con la reivindicación 6, **caracterizada porque** el aceite base lubricante es aceite mineral hidrorrefinado y/o aceite de hidrocarburo sintético.
8. La composición lubricante de acuerdo con la reivindicación 7, **caracterizada porque** el aceite mineral hidrorrefinado se seleccionado del grupo que consiste en aceite mineral nafténico hidrorrefinado, aceite mineral parafínico hidrorrefinado del Grupo II y Grupo III de la clasificación del aceite base API.
- 35 9. La composición lubricante de acuerdo con la reivindicación 7, **caracterizada porque** el aceite de hidrocarburo sintético se selecciona del grupo que consiste en el aceite sintético isoparafínico, aceite sintético GTL y poli- $\alpha$ -olefina (PAO) perteneciente al Grupo IV de la clasificación de aceite base API.
- 40 10. La composición lubricante de acuerdo con la reivindicación 6, **caracterizada porque** el poliéster tiene una viscosidad a 40 °C en el intervalo de 7 a 13 mm<sup>2</sup>/s determinada según DIN 51562-1.
11. La composición lubricante de acuerdo con una o más de las reivindicaciones 6 a 10, **caracterizada porque** la mezcla de alcoholes contiene una proporción de 25% en peso a 55% en peso de monometiloctanoles, en relación con el peso total de la mezcla de alcoholes.
- 45 12. La composición lubricante de acuerdo con una o más de las reivindicaciones 6 a 11, **caracterizada porque** la mezcla de alcoholes contiene una proporción de 10% en peso a 30% en peso de dimetilheptanoles, en relación con el peso total de la mezcla de alcoholes.
13. La composición lubricante de acuerdo con la reivindicación 6, **caracterizada porque** los aditivos para aceites lubricantes se seleccionan del grupo que consiste en mejoradores de la lubricación, mejoradores de la viscosidad, mejoradores de la combustión, agentes inhibidores de la corrosión y/o la oxidación, agentes reductores del punto de fluidez, agentes de presión extrema, agentes antidesgaste, agentes antiespumantes, detergentes, dispersantes, antioxidantes y pasivantes para metales .