

①②

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

②② Date de dépôt : 11.04.97.

③⑦ Priorité :

④③ Date de mise à la disposition du public de la
demande : 16.10.98 Bulletin 98/42.

⑤⑥ Liste des documents cités dans le rapport de
recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du
présent fascicule*

⑥⑦ Références à d'autres documents nationaux
apparentés :

⑦① Demandeur(s) : CHEVRON RESEARCH AND TECH-
NOLOGY COMPANY — US.

⑦② Inventeur(s) : CLEMENT OLIVIER, LE SAUSSE
CHRISTOPHE, BATELIER DOMINIQUE et CAZIN JAC-
QUES.

⑦③ Titulaire(s) :

⑦④ Mandataire(s) : RINUY SANTARELLI.

⑤④ UTILISATION DE SURFACTANTS DE BAS POIDS MOLECULAIRES COMME AGENTS AMELIORANT LA
FILTRABILITE DANS DES LUBRIFIANTS HYDRAULIQUES.

⑤⑦ L'invention concerne un fluide lubrifiant comprenant:
1) une quantité dominante d'une huile de viscosité propre à la lubrification; et
2) une quantité efficace d'un agent améliorant la filtrabilité ou d'un de leurs mélanges, répondant à la formule suivante:

R - Z

dans laquelle Z représente un groupe polaire choisi dans le groupe consistant en

a) esters phosphoriques; b) amides; c) éthers; d) amino-alcools; e) amines éthoxylées ou f) leurs mélanges, et R représente une chaîne lipophile ayant 10 à

40 atomes de carbone. La présente invention concerne également l'utilisation de l'agent améliorant la filtrabilité décrit ci-dessus pour améliorer la filtrabilité d'huiles hydrauliques, ainsi qu'un procédé pour la préparation de fluides hydrauliques à filtrabilité améliorée.



Domaine de l'invention

La présente invention a pour objet des fluides lubrifiants présentant des caractéristiques de filtrabilité améliorées, et des additifs efficaces pour améliorer les caractéristiques de filtrabilité de fluides lubrifiants tels que des huiles hydrauliques. La présente invention concerne plus particulièrement des fluides lubrifiants et additifs comprenant une quantité efficace d'un agent améliorant la filtrabilité qui comprend au moins un groupe polaire et au moins une chaîne lipophile ayant 10 à 40 atomes de carbone.

Fond de l'invention

La plupart des huiles lubrifiantes utilisées actuellement, telles que des fluides hydrauliques et des fluides similaires, contiennent des additifs qui sont conçus pour conférer des performances optimales en ce qui concerne l'inhibition de l'usure, la protection contre la rouille, le désémulsionnement, la stabilité thermique, la stabilité à l'hydrolyse et la stabilité à l'oxydation, la capacité de libération d'air et l'inhibition du moussage. En outre, les huiles hydrauliques doivent présenter d'extrêmement bonnes propriétés de filtrabilité qui sont mesurées et évaluées en utilisant un certain nombre d'essais de filtrabilité détaillés tels que les essais AFNOR NFE 48690, 48691 et 48693, CETOP RP 124H, DENISON et PALL.

Malheureusement, le domaine de la formulation requise pour satisfaire aux critères de performances principaux est souvent antagoniste d'une bonne filtrabilité car, en général, l'utilisation d'additifs est néfaste pour la filtrabilité. Par exemple, l'utilisation d'agents améliorant l'indice de viscosité (AIV) et d'agents abaissant le point d'écoulement (APE) a rendu plus difficile la formulation d'huiles ayant un haut indice de viscosité et/ou de meilleures propriétés aux basses températures.

La filtrabilité d'huiles hydrauliques est actuellement un point technique essentiel car elle constitue un impératif important pour les formulations actuelles et les formulations futures. Effectivement, la plupart des systèmes hydrauliques utilisent des filtres de décontamination. Les contaminants peuvent consister en particules métalliques, poussières, laques, polymères résultant d'une oxydation et de phénomènes de stabilité thermique. En fait, la limitation de la pollution par les huiles hydrauliques est devenue déterminante pour obtenir de bonnes performances en service, comprenant également une inhibition d'usure améliorée par réduction des particules abrasives. En conséquence, la tendance consiste à réduire davantage la porosité des filtres (en ligne) à une valeur d'environ 3 micromètres dans certains cas.

En conséquence, des essais de filtrabilité à sec et en milieu humide ont été élaborés pour évaluer, et pour offrir des moyens d'améliorer, les performances de filtrabilité des huiles hydrauliques. Cependant, en raison de la très fine porosité des filtres utilisés dans ces essais sur banc et également en raison de la présence d'eau dans certains de ces modes opératoires, les performances des huiles hydrauliques sont parfois inférieures aux critères acceptables.

La présence d'eau ayant un impact négatif sur les performances de filtrabilité des huiles hydrauliques, la plupart des essais de filtrabilité sur banc utilisés actuellement comportent une période de stockage de l'huile contaminée artificiellement par de l'eau. La présence d'eau pose un problème car l'eau subit une adsorption par les carbonates de calcium et les hydroxydes de calcium faisant partie des sels de calcium détergents qui sont couramment présents dans les additifs hydrauliques. En outre, l'eau

interagit avec les ZDDP en libérant du ZnO. Ces interactions conduisent à des dépôts fins qui ont tendance à colmater les filtres.

Diverses technologies ont été exploitées dans le
5 passé pour tenter de résoudre ces problèmes. Les moyens les plus courants connus à ce jour consistent à utiliser des carboxylates métalliques de la manière décrite dans le document GB 2 293 389, à réduire les concentrations de ZDDP d'environ 8 mM/kg d'huile à une valeur égale ou inférieure à
10 environ 4 mM/kg d'huile, ou à formuler les additifs avec des agents particuliers améliorant l'indice de viscosité qui sont moins néfastes pour la filtrabilité.

Sommaire de l'invention

Les inventeurs ont découvert qu'il est possible
15 d'améliorer les propriétés de filtrabilité d'huiles lubrifiantes en utilisant des agents améliorant la filtrabilité comprenant au moins un groupe polaire et au moins une chaîne lipophile ayant une longueur particulière. De manière plus intéressante, lors de l'utilisation des composés décrits ci-
20 dessous, les performances de filtrabilité sont améliorées mais cette amélioration obtenue n'est généralement pas néfaste pour les critères de performances principaux et peut même avoir des effets positifs dans certains cas.

La présente invention concerne de manière
25 générale un fluide lubrifiant, en particulier une huile hydraulique, comprenant :

- 1) une quantité dominante d'une huile de viscosité propre à la lubrification ; et
- 2) une quantité efficace d'un agent améliorant la
30 filtrabilité, répondant à la formule suivante :

R-Z

dans laquelle Z représente un groupe polaire contenant un ou plusieurs substituants choisis entre :

- a) des esters phosphoriques ;
- 5 b) des amides ;
- c) des éthers ;
- d) des amino-alcools ;
- e) des amines éthoxylées ;
- f) leurs mélanges.

10 Le nombre de ces substituants formant le groupe polaire peut varier de 1 à 30 mais, habituellement, un nombre de 3 à 5 substituants polaires est préféré.

En ce qui concerne la chaîne lipophile R formant l'autre portion de l'agent améliorant la filtrabilité utilisée dans la présente invention, cette
15 chaîne consiste habituellement en une chaîne hydrocarbyle saturée ou insaturée ayant 10 à 40, avantageusement 14 à 24 et de préférence 17 à 19 atomes de carbone. La chaîne hydrocarbyle peut être linéaire ou ramifiée, bien que des
20 chaînes linéaires soient habituellement préférées. Bien que cette chaîne lipophile soit de préférence non substituée, il est possible d'incorporer des substituants ou d'insérer des hétéroatomes ou divers groupes dans la chaîne du moment que ces insertions ou substituants n'ont pas d'effet notable sur
25 la polarité totale de la molécule.

La présente invention concerne également l'utilisation des agents améliorant la filtrabilité décrits dans le présent mémoire pour améliorer la filtrabilité d'huiles, en particulier d'huiles hydrauliques, et particulièrement une
30 utilisation destinée à un système hydraulique contenant une pompe à piston ayant des surfaces d'usure contenant du cuivre ou un alliage de cuivre et, facultativement, une pompe à palettes ayant des surfaces d'usure contenant de l'acier.

La présente invention concerne également un procédé pour la production d'un fluide hydraulique à filtrabilité améliorée, qui comprend le mélange des constituants suivants :

5 a) une quantité dominante d'une huile de viscosité propre à la lubrification ; et

 b) une petite quantité d'un agent améliorant la filtrabilité, répondant à la formule suivante

R-Z

10 dans laquelle Z représente un groupe polaire contenant un ou plusieurs substituants choisis dans le groupe consistant en

- a) esters phosphoriques ;
 b) amides ;
15 c) éthers ;
 d) amino-alcools ;
 e) amines éthoxylées ;
 f) leurs mélanges,

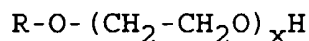
et R représente une chaîne lipophile ayant 10 à 40 atomes de
20 carbone.

Description détaillée de l'invention

Afin de mieux démontrer la relation structurale entre le groupe polaire et la chaîne lipophile des agents améliorant la filtrabilité de la présente invention, des
25 exemples de catégories appréciées de composés sont présentés ci-dessous.

dans laquelle X représente H ou R et au moins un des symboles X représente R, et R représente une chaîne hydrocarbyle saturée ou insaturée qui peut comprendre des groupes éther. La chaîne hydrocarbyle a 10 à 40 atomes de carbone, avantageusement 14 à 24 atomes de carbone et de préférence 17 à 19 atomes de carbone. De manière hautement avantageuse, R représente un groupe $[\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11} - \text{CH}_2\{\text{O} - \text{CH}_2 - \text{CH}_2\}_3]$. Un exemple de tels esters phosphoriques consiste en le RHODAFAC PA35 disponible dans le commerce, fourni par Rhône Poulenc.

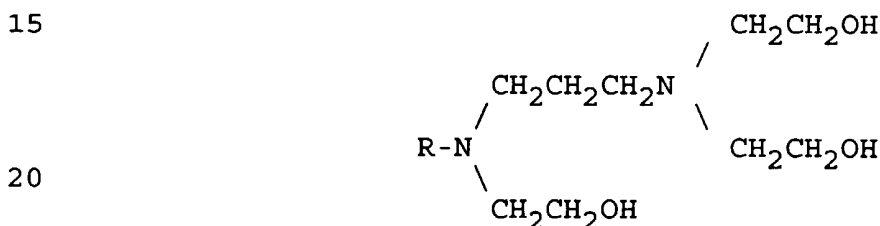
Un sous-groupe de polyéthers comprend des composés répondant à la formule :



dans laquelle X représente un nombre entier de 3 à 12, de
5 préférence égal à 9, et R représente une chaîne hydrocarbyle
ayant 10 à 24 atomes de carbone, de préférence 10 à 18 atomes
de carbone, et dans laquelle, plus avantageusement, R
représente un groupe $C_{11}H_{23}$ ou $C_{15}H_{31}$, le groupe polaire Z
étant représenté par $-O-(CH_2-CH_2O)_xH$.

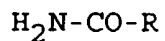
10 Un sous-groupe apprécié d'amines éthoxylées
comprend des amines éthoxylées comprenant au moins deux
groupes éthoxy.

Un groupe plus apprécié comprend des amines
éthoxylées répondant à la formule suivante



dans laquelle R représente une chaîne hydrocarbyle ayant 10
à 40 atomes de carbone, de préférence 14 à 24 atomes de
carbone, et notamment dans laquelle R représente une chaîne
25 aliphatique $C_{18}H_{35}$.

Un sous-groupe apprécié d'amides gras non
substitués comprend des composés répondant à la formule
suivante :



dans laquelle R représente une chaîne hydrocarbyle ayant 10 à 40 atomes de carbone, avantageusement 14 à 24 atomes de carbone et de préférence 17 à 19 atomes de carbone.

La concentration des agents améliorant la
5 filtrabilité décrits ci-dessus doit être ajustée de telle sorte que l'effet désiré (amélioration des caractéristiques de filtrabilité de l'huile) soit obtenu sans être néfaste pour les autres performances résultant de l'action d'autres additifs qui peuvent être présents dans la composition
10 d'huile. Plus particulièrement, il est considéré que des concentrations excessives des composés utilisés dans le contexte de la présente invention peuvent avoir des effets néfastes, en particulier sur la stabilité à l'oxydation, la stabilité thermique et la stabilité à l'hydrolyse de l'huile
15 finie. Par exemple, il se révèle que des concentrations élevées ont des effets négatifs sur des essais tels que les essais ASTM-D4310, ASTM-D943 et ASTM-D2619.

En général, une concentration minimale de 0,01 % dans l'huile finie se révèle être requise pour observer une
20 amélioration des propriétés de filtrabilité de l'huile. De manière plus avantageuse, les concentrations optimales sont comprises dans l'intervalle de 0,025 à 0,15 % de l'huile finie, les concentrations préférées allant de 0,03 à 0,06 %.

Le mécanisme exact d'action des composés utilisés
25 dans le contexte de la présente invention sur l'amélioration de la filtrabilité n'est pas totalement élucidé. Sans souhaiter être lié une quelconque théorie particulière, les inventeurs considèrent qu'il n'existe aucune interaction notable proprement dite entre les agents améliorant la
30 filtrabilité et les autres composés présents dans l'huile lubrifiante.

Cependant, il se révèle que, dans les interactions compétitives s'effectuant entre les particules solides, des polymères (agents améliorant le IV, APE) et l'eau présents dans l'huile, les substituants polaires des agents améliorant la filtrabilité ont un effet dispersant 5 préférentiel sur les particules solides, ce qui permet d'éviter la formation d'agrégats de certaines dimensions et, à titre de conséquence, le colmatage des filtres. Il se révèle également que les substituants polaires des agents 10 améliorant la filtrabilité de la présente invention présentent un certain type d'inhibition des effets néfastes des agents améliorant l'indice de viscosité et des agents abaissant le point d'écoulement également par des interactions préférentielles avec les particules solides.

15 Il se révèle également qu'il existe une relation importante entre les substituants polaires et la chaîne lipophile.

Il est possible de déterminer le choix des substituants polaires et des substituants lipophiles pour la 20 préparation d'un agent particulier améliorant la filtrabilité, conforme à la présente invention, en se référant au calcul de leur rapport polaire/lipophile. Un procédé approprié pour calculer ce rapport a été décrit dans une publication de "Atlas Chemical France" intitulée "Le 25 système HLB d'ATLAS". Dans ce document qui est cité à titre de référence dans la présente demande, le rapport polaire/lipophile est identifié par le rapport d'équilibre hydrophile/lipophile (H.L.B.).

Il est possible d'utiliser un mélange d'agents 30 améliorant la filtrabilité, bien qu'un effet cumulatif des propriétés de filtrabilité ne soit pas obligatoirement observé. Cependant, les inventeurs considèrent que des effets

complémentaires et même synergiques peuvent se produire lorsqu'une pluralité d'agents améliorant la filtrabilité différents est utilisée dans la même formulation. Cependant, on doit garder à l'esprit que la concentration totale du
5 mélange d'agents améliorant la filtrabilité ne doit pas excéder notablement les concentrations décrites précédemment afin d'éviter les effets secondaires indésirables qui pourraient entraver les propriétés globales de la formulation de fluide lubrifiant.

10 Des agents améliorant la filtrabilité de la présente invention sont particulièrement utiles pour améliorer les caractéristiques de filtrabilité d'huiles lubrifiantes et, de préférence, d'huiles hydrauliques. Ils sont efficaces indépendamment de la présence ou de l'absence d'un
15 agent améliorant l'indice de viscosité dans l'huile. L'amélioration de filtrabilité peut être obtenue pour des intervalles de viscosité considérablement différents. Par exemple, dans des huiles hydrauliques et des huiles industrielles, une amélioration de la filtrabilité peut être obtenue pour des
20 qualités allant de ISO VG 15 à 150, de préférence pour des qualités allant de ISO VG 32 à 68.

A titre d'exemple, l'essai de filtrabilité AFNOR NFE 48691 comprend les étapes suivantes :

- formulation de l'huile
- 25 - incorporation de 0,2 % en poids d'eau et mélange pour former une émulsion
- stockage à 70°C pendant 72 heures, puis stockage à température ambiante (24 heures)
- filtration de 300 ml de l'huile sur un filtre
- 30 Millipore 0,8 μm à une pression dépendant de la vitesse de filtration

- mesure du temps requis pour filtrer 50, 100, 200 et 300 ml d'huile et calcul des valeurs de IFE correspondantes.

Dans les essais AFNOR NFE 48691, les indices de filtrabilité calculés pour les huiles d'essai contenant des agents améliorant la filtrabilité ont été nettement améliorés comparativement à des formulations de référence ne comprenant pas les agents améliorant la filtrabilité et, en fait, sont proches de l'indice de filtrabilité "idéal" qui est égal à 1. En outre, l'incorporation de faibles concentrations des agents améliorant la filtrabilité utilisés dans la présente invention dans des additifs ne se révèle généralement pas être néfaste pour d'autres propriétés telles que l'inhibition d'usure, la stabilité à l'oxydation ou la stabilité thermique ou bien les performances à l'hydrolyse des huiles hydrauliques. Cela a été mesuré en utilisant des essais tels que l'essai de grippage FZG, les essais Denison et Vickers Vane et les essais sur pompes à piston et les essais de stabilité thermique Cincinnati Milacron ainsi que les essais d'oxydation ASTM D943 et ATMD 4310 et l'essai de stabilité à l'hydrolyse ASTM D2619. De la manière précitée, il a été noté également que certains des agents améliorant la filtrabilité peuvent avoir un effet avantageux sur la stabilité thermique et les performances à l'oxydation.

L'homme de l'art souhaitant utiliser les enseignements de la présente invention pour préparer des fluides lubrifiants appropriés peut effectuer cette préparation en utilisant des huiles de base et des additifs actuellement disponibles. Des informations concernant ces autres constituants sont présentées brièvement ci-dessous.

Lubrifiant de base

Le lubrifiant de base peut être choisi parmi les fluides hydrauliques/de transmission, les fluides hydrauliques pour freins, les fluides pour direction assistée et les fluides pour tracteurs, dont la composition précise peut varier légèrement.

Les huiles lubrifiantes de la présente invention comprennent une quantité dominante d'une huile de viscosité propre à la lubrification. Cette huile peut être n'importe quelle huile lubrifiante à base hydrocarbonée ou une huile synthétique de base. Elle peut être dérivée de sources synthétiques ou de sources naturelles et elle peut être une huile de base paraffinique, naphténique ou asphaltique ou consister en un de leurs mélanges.

Dans une forme de réalisation, l'huile de viscosité propre à la lubrification est préparée à partir d'une huile minérale brute par des procédés de séparation physique, tels que la distillation, le désasphaltage et le déparaffinage, ou elle peut être préparée par une conversion chimique, telle qu'un hydrotraitement catalytique ou non catalytique de fractions d'huiles minérales, ou par une association de procédés de séparation chimiques et d'une conversion chimique ; ou bien elle peut consister en une huile hydrocarbonée synthétique de base. De préférence, l'huile de viscosité propre à la lubrification a une viscosité cinématique de 5×10^{-2} à $2,20 \text{ cm}^2/\text{s}$ à 40°C .

Autres additifs

30

D'autres additifs qui sont bien connus dans la pratique peuvent être présents dans le fluide hydraulique à filtrabilité accrue de la présente invention. Ces additifs

peuvent comprendre, par exemple, des antioxydants, des agents améliorant l'indice de viscosité, des détergents, des additifs anti-rouille, des désémulsionnants, des inhibiteurs de moussage, des inhibiteurs de corrosion, des agents
5 abaissant le point d'écoulement et d'autres agents anti-usure. Des exemples de ces additifs sont présentés ci-dessous :

Antioxydants : comprennent des alkylphénols à encombrement stérique tels que le 2,6-di-tertio-butylphénol,
10 le 2,6-di-tertio-butyl-p-crésol et le 2,6-di-tertio-butyl-4-(2-octyl-3-propanoïque)-phénol ; des N,N-di(alkylphényl)-amines ; et des phénylène-diamines alkylées.

Agents améliorant l'indice de viscosité : comprennent des alkylméthacrylates polymériques et des
15 copolymères oléfiniques, tels qu'un copolymère éthylène-propylène ou un copolymère styrène-butadiène.

Détergents : comprennent des alkylsalicylates de calcium, des alkylphénates de calcium et des alkaryl-sulfonates de calcium.

20 Additifs anti-rouille : comprennent des agents alcénylsucciniques (à chaînes courtes), leurs esters partiels et leurs dérivés azotés ; et des alkarylsulfonates synthétiques, tels que des dinonylnaphtalènesulfonates métalliques.

Désémulsionnants : comprennent des phénols
25 alcoxylés et des résines phénol-formaldéhyde ainsi que des alkylarylsulfonates synthétiques, tels que des dinonylnaphtalènesulfonates métalliques.

Inhibiteurs de moussage : comprennent des polymères de méthacrylate d'alkyle et des polymères de diméthyl-
30 silicone.

Inhibiteurs de corrosion : comprennent des 2,5-dimercapto-1,3,4-thiadiazoles et leurs dérivés, des mercapto-benzothiazoles, des alkyltriazoles et de benzotriazoles.

Agents abaissant le point d'écoulement (APE) :
5 comprennent des polyméthacrylates.

Agents anti-usure : alkyledithiophosphates de zinc (préférés), phosphates et phosphites d'aryle, esters sulfurés et composés phosphosulfurés, dithiocarbamates métalliques ou sans cendres.

10 Le fluide hydraulique à filtrabilité accrue de la présente invention peut être produit en mélangeant l'huile de viscosité propre à la lubrification et l'agent améliorant la filtrabilité conjointement avec les autres additifs décrits
15 ci-dessus pouvant être présents dans l'huile de viscosité propre à la lubrification. Les constituants de ce mélange peuvent interagir au cours de l'opération de mélange en modifiant l'agent améliorant la filtrabilité et/ou les autres additifs.

EXEMPLES

20 La présente invention est illustrée plus en détail par les exemples suivants qui sont proposés à titre d'illustration de la présente invention. Ils ne sont pas destinés à la limiter.

EXEMPLE COMPARATIF : Une formulation d'additifs
25 de base contenant des quantités fonctionnelles de dithiophosphate de zinc, d'un dithiocarbamate sans cendre, d'un détergent renfermant du calcium, d'un antioxydant phénolique, d'additifs anti-rouille, de désémulsionnants, d'un inhibiteur de moussage à base d'un polymère de silicone, ont été

mélangés de telle sorte que la formulation d'additifs de base (XOIE 303J) représente 0,80 % en poids de la formulation d'huile finie. La formulation d'huile finie avait une viscosité cinématique à 40°C égale à environ 46 cSt.

5 EXEMPLE COMPARATIF A : La formulation d'additif de base a été mélangée dans une huile de base raffinée avec un solvant "A", avec addition d'un additif APE (de type PMA) à une dose de 0,2 % en poids.

10 EXEMPLE 1 : Une quantité de 0,05 % en poids d'un ester phosphorique du commerce "P1" (Rhodafac PA35 de Rhône Poulenc) a été ajoutée à l'huile finie de l'exemple comparatif A.

15 EXEMPLE 2 : Une quantité de 0,05 % en poids d'un ester phosphorique du commerce "P2" (CRODAFOS N3A de Croda) a été ajoutée à l'huile finie de l'exemple comparatif A.

EXEMPLE 3 : Une quantité de 0,05 % en poids d'un ester phosphorique du commerce "P3" (CRODAFOS N5A de Croda) a été ajoutée à l'huile finie de l'exemple comparatif A.

20 EXEMPLE 4 : Une quantité de 0,03 % en poids d'un amide gras du commerce "OL" (CRODAMIDE O de Croda ou Armeed O de Akzo) a été ajoutée à l'huile finie de l'exemple comparatif A.

25 EXEMPLE COMPARATIF B : La formulation d'additifs de base a été mélangée dans une huile de base raffinée avec un solvant "B", avec addition d'un additif APE (de type PMA) à une dose de 0,2 % en poids.

EXEMPLE 5 : Une quantité de 0,05 % en poids d'un ester phosphorique du commerce "P1" (Rhodafac P PA35 de Rhône Poulenc a été ajoutée à l'huile finie de l'exemple comparatif B.

5 EXEMPLE 6 : Une quantité de 0,05 % en poids d'un ester phosphorique du commerce "P2" (CRODAFOS N3A de Croda) a été ajoutée à l'huile finie de l'exemple comparatif B.

EXEMPLE 7 : Une quantité de 0,05 % en poids d'un ester phosphorique du commerce "P3" (CRODAFOS N5A de Croda)
10 a été ajoutée à l'huile finie de l'exemple comparatif B.

EXEMPLE 8 : Une quantité de 0,03 % en poids d'un amide gras du commerce "OL" (CRODAMIDE O de Croda ou Armeed O de Akzo) a été ajoutée à l'huile finie de l'exemple comparatif B.

15 EXEMPLE COMPARATIF C : La formulation d'additifs de base a été mélangée dans une huile de base raffinée avec un solvant "C", avec addition d'un additif APE (de type PMA) à une dose de 0,2 % en poids et addition d'un additif AIV (de type PMA) à une dose de 4,65 % en poids.

20 EXEMPLE 9 : Une quantité de 0,05 % en poids d'un ester phosphorique du commerce "P1" (Rhodafac PA 35 de Rhône Poulenc) a été ajoutée à l'huile finie de l'exemple comparatif C.

EXEMPLE 10 : Une quantité de 0,05 % en poids d'un
25 ester phosphorique du commerce "P2" (CRODAFOS N3A de Croda) a été ajoutée à l'huile finie de l'exemple comparatif C.

EXEMPLE 11 : Une quantité de 0,05 % en poids d'un ester phosphorique du commerce "P3" (CRODAFOS N5A de Croda) a été ajoutée à l'huile finie de l'exemple comparatif C.

EXEMPLE 12 : Une quantité de 0,03 % en poids d'un amide gras du commerce "OL" (CRODAMIDE O de Croda ou Armeed O de Akzo) a été ajoutée à l'huile finie de l'exemple comparatif C.

5 EXEMPLE COMPARATIF D : La formulation d'additifs de base a été mélangée à une "spécialité de formulation de base" contenant une certaine quantité d'additif AIV (de type PMA) .

10 EXEMPLE 13 : Une quantité de 0,05 % en poids d'un ester phosphorique du commerce "P1" (Rhodafac PA 35 de Rhône Poulenc) a été ajoutée à l'huile finie de l'exemple comparatif D.

15 EXEMPLE 14 : Une quantité de 0,05 % en poids d'un ester phosphorique du commerce "P2" (CRODAFOS N3A de Croda) a été ajoutée à l'huile finie de l'exemple comparatif D.

EXEMPLE 15 : Une quantité de 0,05 % en poids d'un ester phosphorique du commerce "P3" (CRODAFOS N5A de Croda) a été ajoutée à l'huile finie de l'exemple comparatif D.

20 EXEMPLE 16 : Une quantité de 0,03 % en poids d'un amide gras du commerce "OL" (CRODAMIDE O de Croda ou Armeed O de Akzo) a été ajoutée à l'huile finie de l'exemple comparatif D.

25 Les exemples précités ont été évalués dans les essais de filtrabilité AFNOR NFE 48690 (A, B, C, D) et AFNOR NFE 48691 (A, B) .

Le tableau 1 suivant résume les résultats d'essai.

TABLEAU 1

Essais de filtrabilité sur les formulations HM et HV
dans de l'huile de qualité ISO VG 46
(Indice de filtrabilité IF et IFE)

5

Essai de filtrabilité	AFNOR NFE	48690	48691	48691	48690	48690	48690
Type d'huile		HM	HM	HM	HM	HV	HV
Huiles de base		A	B	A	B	C	D
Qualité	ISO	VG 46	VG 46	VG 46	VG 46	VG 46	VG 46
Constituants	Dosage (%) (en poids)						
Additifs de référence	XOIE303J	1,58	8,1	1,68	3,2	1,32	1,28
P1	0,05	1,13	1,11	1,31	1,14	1,21	1,12
P2	0,05	1,05	1,10	1,30	1,16	1,27	1,30
P3	0,05	1,10	1,11	1,16	1,11	1,23	1,26
OL	0,03	1,03	1,18	1,23	1,19	1,32	1,23

10

REVENDICATIONS

1. Fluide lubrifiant comprenant :

1) une quantité dominante d'une huile de viscosité propre à la lubrification ; et

5 2) une quantité efficace d'un agent améliorant la filtrabilité ou d'un de leurs mélanges, répondant à la formule suivante :

R-Z

10 dans laquelle Z représente un groupe polaire contenant un ou plusieurs substituants choisis dans le groupe consistant en

a) esters phosphoriques ;

b) amides ;

c) éthers ;

15 d) amino-alcools ;

e) amines éthoxylées ;

f) leurs mélanges,

et R représente une chaîne lipophile ayant 10 à 40 atomes de carbone.

20 2. Fluide lubrifiant suivant la revendication 1, dans lequel R comprend 14 à 24 atomes de carbone et de préférence 17 à 19 atomes de carbone.

3. Fluide lubrifiant suivant la revendication 1 ou 2, dans lequel Z est choisi dans le groupe consistant en

25 a) esters phosphoriques ;

b) amides gras ;

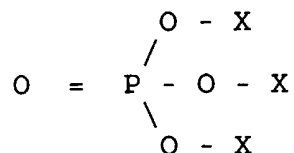
c) polyéthers ;

d) amines éthoxylées ;

e) leurs mélanges.

4. Fluide lubrifiant suivant l'une quelconque des revendications 1 à 3, dans lequel l'agent améliorant la filtrabilité est un ester phosphorique répondant à la formule suivante :

5

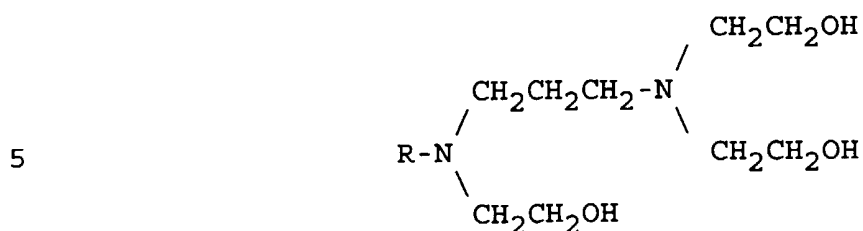


10 dans laquelle X représente H ou R et au moins un des symboles X représente R, et R représente une chaîne hydrocarbyle saturée ou insaturée qui peut comprendre des groupes éther, ladite chaîne hydrocarbyle ayant 10 à 40 atomes de carbone, avantageusement 14 à 24 atomes de carbone et de préférence 17
15 à 19 atomes de carbone.

5. Fluide lubrifiant suivant l'une quelconque des revendications 1 à 3, dans lequel l'agent améliorant la filtrabilité est un composé répondant à la formule $R-O-(CH_2-CH_2O)_xH$, dans laquelle X représente un nombre entier de 3 à
20 12, de préférence égal à 9, et R représente une chaîne hydrocarbyle ayant 10 à 40 atomes de carbone, de préférence 14 à 24 atomes de carbone, R représentant de préférence un groupe $C_{11}H_{23}$ ou $C_{15}H_{31}$.

6. Fluide lubrifiant suivant la revendication 3,
25 dans lequel l'amine éthoxylée comprend au moins deux groupes éthoxy.

7. Fluide lubrifiant suivant la revendication 6, dans lequel l'agent améliorant la filtrabilité est un composé répondant à la formule suivante :



10 dans laquelle R représente une chaîne hydrocarbyle ayant 10 à 40 atomes de carbone, de préférence 14 à 24 atomes de carbone, et R représente de préférence une chaîne aliphatique $\text{C}_{18}\text{H}_{35}$.

8. Fluide lubrifiant suivant la revendication 3, dans lequel l'agent améliorant la filtrabilité est un amide gras non substitué répondant à la formule suivante :



dans laquelle R représente une chaîne hydrocarbyle ayant 10 à 40 atomes de carbone, avantageusement 14 à 24 atomes de carbone et de préférence 17 à 19 atomes de carbone.

20 9. Fluide lubrifiant suivant l'une quelconque des revendications 1 à 8, ledit fluide lubrifiant consistant en une huile hydraulique.

10. Fluide lubrifiant suivant l'une quelconque des revendications 1 à 8, dans lequel la concentration de l'agent améliorant la filtrabilité dans ledit fluide est
25 égale à au moins 0,01 % en poids.

11. Fluide lubrifiant suivant l'une quelconque des revendications 1 à 8, dans lequel la concentration de l'agent améliorant la filtrabilité dans ledit fluide est comprise dans l'intervalle de 0,025 à 0,15 % en poids.

12. Fluide lubrifiant suivant l'une quelconque des revendications 1 à 8, dans lequel la concentration de l'agent améliorant la filtrabilité dans ledit fluide est comprise dans l'intervalle de 0,03 à 0,06 % en poids.

5 13. Additif pour un fluide lubrifiant, comprenant une quantité efficace d'un agent améliorant la filtrabilité suivant l'une quelconque des revendications 1 à 8.

10 14. Utilisation d'une quantité efficace d'un agent améliorant la filtrabilité suivant l'une quelconque des revendications 1 à 8 comme additif destiné à améliorer la filtrabilité d'un fluide lubrifiant.

15 15. Utilisation suivant la revendication 14, dans laquelle le fluide lubrifiant est une huile hydraulique.

15 16. Utilisation suivant la revendication 14 ou 15, dans laquelle la concentration de l'agent améliorant la filtrabilité dans ledit fluide est égale à au moins 0,01 % en poids.

20 17. Utilisation suivant la revendication 14 ou 15, dans laquelle la concentration de l'agent améliorant la filtrabilité dans ledit fluide est comprise dans l'intervalle de 0,025 à 0,15 % en poids.

25 18. Utilisation suivant la revendication 14 ou 15, dans laquelle la concentration de l'agent améliorant la filtrabilité dans ledit fluide est comprise dans l'intervalle de 0,03 à 0,06 % en poids.

19. Utilisation suivant l'une quelconque des revendications 14 à 18, ladite utilisation étant destinée à un système hydraulique contenant une pompe à piston ayant des

surfaces d'usure contenant du cuivre ou un alliage de cuivre et, facultativement, une pompe à palettes ayant des surfaces d'usure contenant de l'acier.

20. Procédé pour la production d'un fluide
5 hydraulique à filtrabilité améliorée, qui comprend le mélange des constituants suivants :

a) une quantité dominante d'une huile de viscosité propre à la lubrification ; et

b) une petite quantité d'un agent améliorant la
10 filtrabilité, répondant à la formule suivante

R-Z

dans laquelle Z représente un groupe polaire contenant un ou plusieurs substituants choisis dans le groupe consistant en

- 15 a) esters phosphoriques ;
 b) amides ;
 c) éthers ;
 d) amino-alcools ;
 e) amines éthoxylées ;
20 f) leurs mélanges,

et R représente une chaîne lipophile ayant 10 à 40 atomes de carbone.

RAPPORT DE RECHERCHE
PRELIMINAIREétabli sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la rechercheN° d'enregistrement
nationalFA 544285
FR 9704481

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
E	EP 0 776 964 A (ETHYL PETROLEUM ADDITIVES) * le document en entier * ---	1,9-18, 20
X	US 4 280 916 A (H.F.RICHARDS) * colonne 6; revendications 1,2; exemple I * ---	1,2,8, 10,11, 13,20
X	US 3 340 191 A (H.J.WHITE) * colonne 1, ligne 11 - ligne 24 * * colonne 1, ligne 68 - ligne 69 * * colonne 3, ligne 21 - ligne 28 * * colonne 3, ligne 64 - ligne 71 * * colonne 7; exemple 4 * ---	1-4,9, 10,13,20
X	US 5 078 893 A (J.RYER) * colonne 10; tableau 2 * ---	1-3,6,7, 10,13,20
X	EP 0 524 783 A (BP CHEMICALS) * revendication 1 * ---	1-3,5, 10,13,20
X	US 3 796 662 A (R.E.LYLE) * colonne 2, ligne 36 - ligne 49 * * colonne 3, ligne 22 - ligne 27 * * colonne 5, ligne 62 - colonne 6, ligne 17 * ---	1-3,6,9, 10,13
X	US 4 101 429 A (A.H.BIRKE) * colonne 1, ligne 37 - ligne 41 * * colonne 1, ligne 60 - ligne 63 * * colonne 5, ligne 12 * * colonne 5, ligne 36 - ligne 40 * ---	1-3,9-20
-/--		
Date d'achèvement de la recherche		Examineur
12 novembre 1997		Hilgenga, K
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intermédiaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant		

1

EPO FORM 1503 03.92 (P04C13)

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE

**RAPPORT DE RECHERCHE
PRELIMINAIRE**
établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

N° d'enregistrement
national

FA 544285
FR 9704481

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	
X	EP 0 667 389 A (THE LUBRIZOL CORPORATION) * page 2, ligne 41 - ligne 42 * * page 6, ligne 29 * -----	1-3,9, 10, 13-16,20
		DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)
Date d'achèvement de la recherche		Examineur
12 novembre 1997		Hilgenga, K
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'au moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non-écrite P : document intercalaire T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant		

1

EPO FORM 1503 03.92 (P04C13)