

|                                     |                        |
|-------------------------------------|------------------------|
| <b>DOMANDA DI INVENZIONE NUMERO</b> | <b>101989900093926</b> |
| <b>Data Deposito</b>                | <b>12/12/1989</b>      |
| <b>Data Pubblicazione</b>           | <b>12/06/1991</b>      |

Classifiche IPC

Titolo

LUBRIFICANTI PERFLUOROPOLIETEREI AVENTI PROPRIETÀ' ANTIUSURA

Descrizione dell'invenzione industriale dal titolo:

"LUBRIFICANTI PERFLUOROPOLIETEREI AVENTI PROPRIETA' ANTIUSURA"

a nome: AUSIMONT S.r.l., di nazionalità italiana, con sede in Milano, Foro Buonaparte, 31.

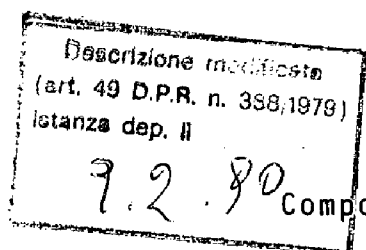
inventori designati: Costante CORTI, Paolo SAVELLI, Laura MONTAGNA, Ralph J. DE PASQUALE.

Depositato il: 12 DIC. 1989

22672A/89

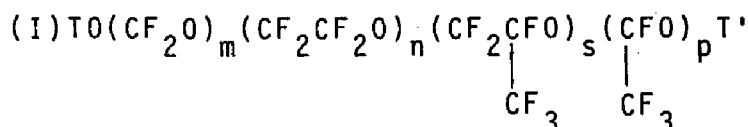
\*\*\*\*\*

Riassunto



Composizioni lubrificanti dotate di elevate proprietà antiusura comprendenti:

A. da 100 a 0,1%, ma di preferenza da 10 a 0,5% in peso di un polietere di formula generale:



dove:

T, T' uguali o diversi tra loro sono terminali inerti  $-CF_2X$ ,  $-C_2F_4X$ ,  $-C_3F_6X$  o terminali reattivi fluorurati contenenti gruppi carbossilici e/o alcoolici e/o chetonici e/o ammidici e/o amminici e/o alcossilici e/o nitrilici, almeno uno tra T e T' essendo uno di tali terminali reattivi;

X = F, Cl

m, n, s, p = numeri tali che il polietere ha PM medio tra 1.000 e 100.000, con la condizione che quando

nessuno di essi è nullo  $s/p$  è circa 10,  $s/n$  è tra 0,5 e 1,5,  $n/m$  è circa 10, mentre quando  $n$  è nullo  $s/p$  è circa 10, ed  $s/m$  è circa 20, mentre quando  $s$ ,  $p$  sono nulli  $n/m$  è compreso tra 0,6 e 2;

B. da 0 a 99,9%, ma di preferenza da 90 a 99,5% in peso di un perfluoropolietere a terminali non reattivi.

Le composizioni lubrificanti, oggetto della presente invenzione, possono essere usate, ricorrendo ad opportuni ispessenti, anche per la formulazione di grassi lubrificanti aventi elevate proprietà antiusura.

\* \* \* \* \*

La presente invenzione riguarda composizioni a base di composti perfluoropolieterei dotate di caratteristiche lubrificanti con migliorate proprietà antiusura (antiwear).

E' noto dalla domanda di brevetto italiano nr. 20322 A/86 l'impiego di perfluoropolieterei fluidi, dotati di viscosità cinematica compresa tra 8.000 e 40.000 cSt a 20°C quali olii lubrificanti, o componenti di grassi lubrificanti perfluorurati per ottenere lubrificanti a basso coefficiente di attrito.

In tale domanda di brevetto si mostra che non è possibile ottenere un basso coefficiente di attrito da perfluoropolieterei di tipo lineare dotati di bassa viscosità cinematica, ad esempio di 30-250 cSt.

D'altro canto si trova che le proprietà antiusura di un  
(B-721-03)

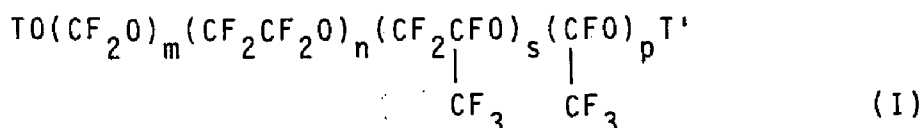
perfluoropolietere non sono direttamente correlabili al coefficiente di attrito, dato che tali proprietà non migliorano con il crescere delle viscosità.

Sono inoltre noti dalla domanda di brevetto italiano no. 20159 A/86 numerosi additivi per lubrificanti a base di composti perfluoropolieterei, i quali conferiscono proprietà anti-ruggine a tali perfluoropolieterei.

Anche in tal caso, questi additivi non appaiono conferire particolari proprietà antiusura ai lubrificanti perfluoropolieterei, dimostrando in tal modo che tali proprietà non sono direttamente correlabili a quelle antiruggine.

D'altro canto le caratteristiche antiusura dei lubrificanti perfluoropolieterei sono simili a quelle degli olii minerali, e non del tutto soddisfacenti per la maggior parte delle applicazioni pratiche dei lubrificanti.

E' stato ora trovato dalla Richiedente che lubrificanti costituiti da fluoropolieterei aventi formula generale:



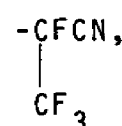
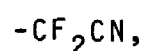
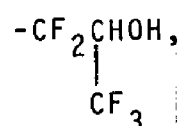
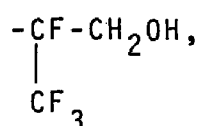
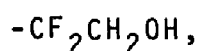
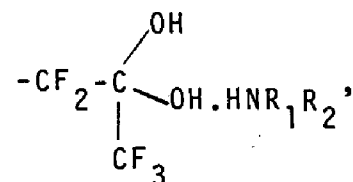
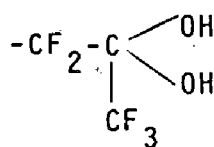
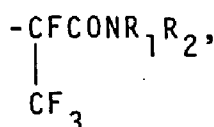
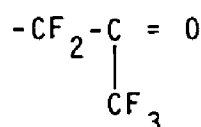
oppure composizioni a base di perfluoropolieterei come appresso definiti, contenenti i fluoropolieterei di formula (I) come additivi presentano migliori proprietà antiusura.

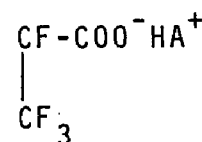
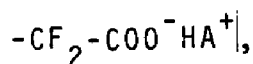
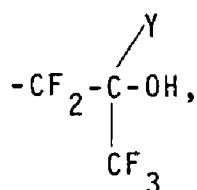
Nella formula (I) le unità perfluoroossialchileniche con indici m, n, s, p sono distribuite in modo statistico lungo la catena.

I coefficienti m, n, s, p nella struttura di formula (I) sono numeri tali che i prodotti compresi in tale struttura presentano peso molecolare medio nell'intervallo tra 1000 e 100.000, ma di preferenza tra 2000 e 5000. Quando nessuno di tali coefficienti è zero, il rapporto s/p è di circa 10, s/n è compreso tra 0,5 e 1,5 ed n/m è di circa 10. Quando n è pari a zero, s/p è circa 10, mentre s/m è circa 20; quando s, p sono pari a zero, n/m è compreso tra 0,6 e 2.

Unità perfluoroossialchileniche di formula  $(-CF_2-CF_2-CF_2O-)$  e/o  $(-CF_2CF_2CF_2CF_2O-)$  possono pure essere presenti nelle struttura di formula (I).

I terminali T e T', uguali o diversi tra loro sono compresi nel gruppo di terminali inerti di formula  $CF_2X-$ ,  $C_2F_4X-$ ,  $C_3F_6X-$  e nel gruppo di terminali reattivi fluorurati contenenti gruppi carbossilici, alcolici, ammidici, chetonici, amminici, alcossilici, nitrilici, tra i quali, ad esempio, si citano quelli di formula  $-CF_2COOH$ ,  $-CF-COOH$ ,





in cui:

X = F, Cl

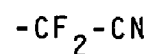
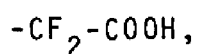
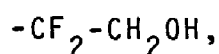
$R_1, R_2$  uguali o diversi tra loro, sono H oppure radicali alchilici, alchilarilici, arilici, eventualmente contenenti sostituenti quali ad esempio -OH, alogeni, oppure possono formare con N un radicale eterociclico che può contenere anche altri eteroatomi quali O, S, P;

A rappresenta una ammina primaria, secondaria o terziaria, o una base eterociclica, contenente eventualmente anche altri eteroatomi quali O, S, P;

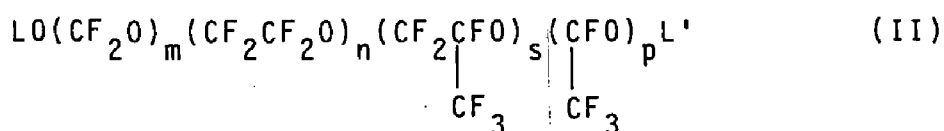
Y = -OCH<sub>3</sub>, -NH<sub>2</sub>, -NR<sub>1</sub>R<sub>2</sub>,

con la condizione che almeno uno, tra T e T', è uno dei suddetti gruppi reattivi;

oppure, quando i coefficienti s, p sono nulli, T e T', uguali tra loro, sono gruppi

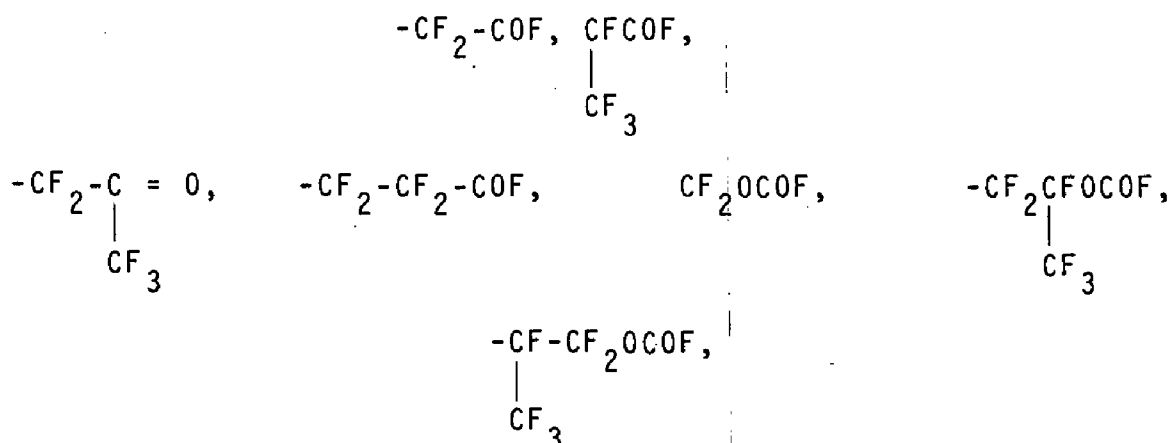


I prodotti della struttura (I) possono essere ottenuti da precursori di formula generale



dove m, n, s, p, X, hanno il valore descritto in precedenza, mentre L e L', uguali o diversi tra loro, sono compresi nel

gruppo di terminali inerti di formula  $-CXF_2$ ,  $-C_2XF_4$ ,  $-C_3XF_6$  dove  $X = F, Cl$  e nel gruppo di terminali reattivi di formula



almeno L o L' essendo uno di tali terminali reattivi.

Nella formula di struttura (II) possono pure essere presenti anche gruppi  $(-CF_2CF_2CF_2O-)$  e/o  $(-CF_2CF_2CF_2CF_2O-)$ .

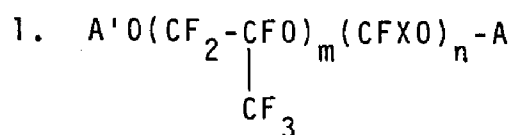
I precursori di formula (II) possono essere preparati secondo tecniche note, mediante reazione di una o più peraloolefine, quali ad esempio tetrafluoroetilene, esafluoropropene, clorotrifluoroetilene, con ossigeno in presenza di radiazioni U.V., a temperature comprese tra  $-80$  e  $+40^\circ C$ , in presenza o meno di solventi, e successivo trattamento termico a  $200-250^\circ C$  dei prodotti così ottenuti per decomporre gli eventuali gruppi perossidici  $(-O-O-)$  in essi presenti.

Nella struttura di formula (II)  $X$  è  $F$  quando  $n$  ha valore zero, mentre quando  $s, p$  sono pari a zero i terminali reattivi sono costituiti da  $-CF_2COF$ , ed  $X$  è  $F$  oppure  $Cl$ .

I prodotti della struttura (I) possono essere ottenuti da quelli di struttura (II) oppure direttamente per reazione dei gruppi terminali reattivi presenti in quest'ultimi con opportu-

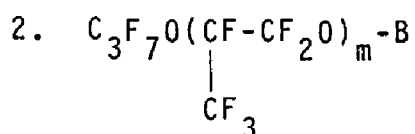
ni reagenti, quali  $H_2O$  o ammine  $NHR_1R_2$ , oppure per ulteriore trasformazione dei gruppi così ottenuti a dare gruppi alcoolici, per riduzione dei corrispondenti gruppi carbossilici, gruppi nitrilici, per disidratazione dei corrispondenti gruppi amidici primari, e gruppi carbossilati ammonici quaternari per trattamento dei gruppi carbossilici con ammine.

I composti di formula (I) sopra menzionati, oltre che tal quali, possono essere usati come additivi promotori di proprietà antiusura in perfluoropolietteri appartenenti ad una delle classi seguenti:



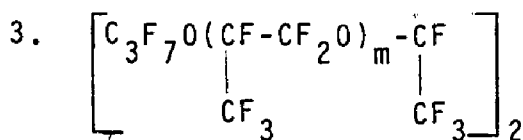
dove X è  $-F$ ,  $-CF_3$ ; A e A' uguali o differenti fra di loro possono essere  $-CF_3$ ,  $C_2F_5$ ,  $C_3F_7$ . Le unità  $(CF_2CF(CF_3)O)$  e  $(CFXO)$  sono distribuite a caso lungo la catena perfluoropolieterea, m ed n sono numeri interi tali che il rapporto  $m/n = 20-1000$  e che la viscosità del prefluoropolietere è compresa fra 10 e 4000 Cst.

Questi perfluoropolietteri sono ottenuti mediante la reazione di fotoossidazione dell'esafuoropropene secondo il processo descritto nel brevetto inglese 1.104.482, e con successiva conversione dei gruppi terminali in gruppi inerti secondo il processo descritto nel brevetto inglese 1.226.566.



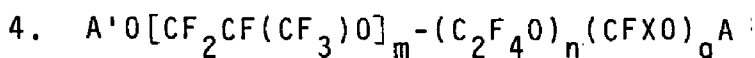
dove B può essere  $-\text{C}_2\text{F}_5$ ,  $-\text{C}_3\text{F}_7$ , ed m è un numero intero positivo, tale che la viscosità del prodotto è compresa fra i valori sopra indicati per la classe 1.

Questi composti vengono preparati per oligomerizzazione ionica dell'epossido dell'esafuoropropene e successivo trattamento del fluoruro di acile (COF) con fluoro secondo i processi mostrati nel brevetto USP 2.242.218.



dove m è un numero intero tale che la viscosità del prodotto è compreso nell'intervallo sopra menzionato.

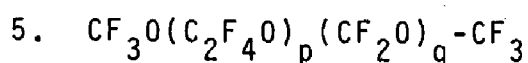
Questi prodotti sono ottenuti per telomerizzazione ionica dell'epossido dell'esafuoropropene e successiva dimerizzazione fotochimica dell'acilfluoruro, secondo i processi descritti nel brevetto USP 3.214.478.



dove A e A', uguali o differenti fra loro, possono essere  $-\text{CF}_3$ ,  $-\text{C}_2\text{F}_5$ ,  $-\text{C}_3\text{F}_7$ ; X è  $-\text{F}$ ,  $-\text{CF}_3$ ; m, n, e q sono numeri interi e possono essere anche uguali a 0, ma in ogni caso tali che la viscosità del perfluoropolietere si trovi all'interno dell'intervallo indicato sopra.

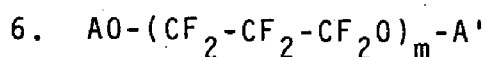
Questi prodotti sono ottenuti per fotoossidazione di miscele di  $\text{C}_3\text{F}_6$  e  $\text{C}_2\text{F}_4$  e successivo trattamento con fluoro se-

condo il processo descritto nel brevetto USP 3.665.041.



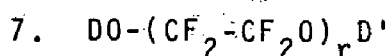
dove p e q sono numeri interi uguali o differenti l'uno dall'altro, con rapporto p/q compreso fra 0,1 e 5, e tali che la viscosità è all'interno dei limiti sopra indicati.

Questi perfluoropolieterei sono preparati mediante ossidazione fotochimica del  $\text{C}_2\text{F}_4$  secondo il brevetto USP 3,715,378 e successivo trattamento del prodotto della fotoossidazione con fluoro secondo il brevetto USP 3,665,041.



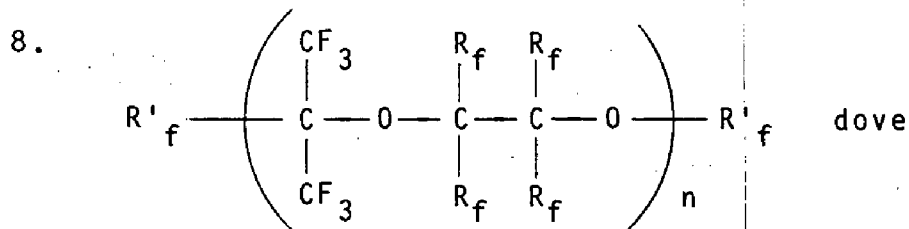
dove A e A', uguali o differenti tra loro, possono essere  $-\text{C}_2\text{F}_5$ ,  $-\text{C}_3\text{F}_7$  ed m è un numero intero tale che la viscosità del prodotto è compresa fra i valori sopra indicati.

Questi prodotti sono ottenuti secondo il brevetto Europeo n° 148,482.



dove D e D', uguali o differenti fra loro, possono essere  $-\text{CF}_3$ ,  $-\text{C}_2\text{F}_5$  ed r è un numero intero tale che la viscosità dei prodotti è compresa fra i valori sopra indicati.

Questi prodotti sono ottenuti secondo il brevetto USA 4,523,039.



$\text{R}'_f$  è un perfluoroalchile, n è almeno 8,  $\text{R}_f$  è F oppure un

perfluoroalchile. Questi perfluoropolietteri sono descritti nella domanda di brevetto PCT WD 87/00538.

Altri fluidi di base che possono essere additivati con i composti di formula (I), oltre a quelli sopra elencati possono essere costituiti da oli minerali, paraffinici e/o aromatici, polialfaolefine, fluidi siliconici e fluosiliconici, e polifosfazi.

I perfluoropolietteri delle classi da 1 a 8 sopra citate hanno terminali inerti perfluoroalchilici, sono liquidi con tensione di vapore molto bassa, e presentano viscosità a 20°C generalmente compresa tra 50 e 100.000 cSt, ma di preferenza tra 100 e 2.000 cSt. I prodotti di formula (I) sopra descritti sono solubili in questi fluidi.

Forma pertanto l'oggetto della presente l'impiego, come lubrificanti antiusura, di composizioni comprendenti da 100 a 0,1%, ma di preferenza da 10 a 0,5% in peso di un polietere della formula (I) sopra citata e da 0 a 99,9% ma di preferenza di 90 a 99,5% in peso di un perfluoropolietere (fluido di base) appartenente ad almeno una delle classi da 1 a 8 sopra illustrate.

Gli esempi che seguono sono forniti a scopo illustrativo ma non limitativo del trovato della presente invenzione.

Tali esempi si riferiscono alla caratterizzazione di oli lubrificanti comprendenti perfluoropolietteri delle classi da 1 a 8 sopra citate e/o fluoropolietteri di formula generale (I).

Gli olii lubrificanti di tali esempi, costituiti da, oppure contenenti o meno i fluoropolietteri di tale formula (I) sono stati caratterizzati, nelle loro proprietà antiusura, mediante la macchina "Quattro sfere wear", metodo ASTM D4172B, in condizioni operative nelle quali si instaura un regime di lubrificazione mista.

#### Sommario del metodo di misura utilizzato.

Tre sfere di acciaio (diametro 0,5 inch) sono fissate in un apposito contenitore e ricoperte col lubrificante da valutare.

Una quarta sfera dello stesso tipo delle precedenti, posta sopra di esse, in modo da realizzare tre punti di contatto, viene fatta ruotare, sottoposta ad un determinato carico, per un tempo prefissato. Il lubrificante viene termostato ad una data temperatura.

Il comportamento dei lubrificanti viene confrontato sulla base del diametro medio di usura delle tre sfere fisse.

#### Apparecchiatura

L'apparecchiatura di prova dispone di un motore elettrico e di un sistema di pulegge che consentono di operare a diverse velocità di rotazione. Solidale con l'albero di uscita del motore vi è un mandrino che contiene il provino superiore costituito da una sfera di acciaio (diametro 0,5 inch).

In un contenitore, posto in corrispondenza della sfera che ruota, alloggianno altre tre sfere di diametro e materiale identico.

(B-721-03)

tici alla precedente, fisse ed immerse nel lubrificante.

Il carico variabile, applicato dal basso verso l'alto, carica le sfere sottostanti contro quella solidale al mandrino.

L'applicazione del carico avviene mediante un sistema di leve.

Un dispositivo di riscaldamento ad induzione mantiene costante la temperatura del lubrificante all'interno del contenitore; in esso è alloggiata una termocoppia.

Raggiunta la temperatura voluta del lubrificante, applicato il carico voluto e scelta la velocità di rotazione dell'albero, si avvia la prova che viene fatta durare per il tempo voluto.

#### Condizioni di prova

I risultati riportati si riferiscono a prove effettuate alle seguenti condizioni:

|                       |                |
|-----------------------|----------------|
| carico                | 40 kg          |
| temperatura           | 75°C           |
| velocità di rotazione | 1200 giri/min. |
| durata                | 60 min.        |

#### Preparazione delle sfere

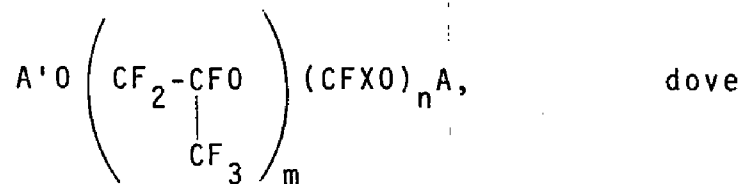
Le sfere di tipo acciaio al cromo, fatte con acciaio AISI Standard n°. E-52100, aventi diametro di 0,5 inch. Grade 25 EP (Extra Polish), vengono pulite e sgrassate, per immersione, prima con n-esano (15 minuti) poi con Delifrene HP (tricloro-trifluoroetano) (15 minuti), infine asciugate con aria anidra.

### Valutazione dell'usura

Ultimata la prova, senza rimuovere le tre sfere fisse (inferiori) dall'alloggiamento, con un microscopio avente una sensibilità di 0,01 mm, viene misurata l'usura per ciascuna di esse; per ogni sfera dopo avere allontanato l'olio dall'alloggiamento lasciandolo sgocciolare per 15 minuti ed avere lavato in particolare la zona dell'usura con Delifrene HP, si misurano due diametri dell'impronta di usura prodotta sulla superficie a seguito della rotazione, di cui uno nel senso della rotazione e l'altro perpendicolarmente al primo (6 rilevazioni); si mediano, quindi, i valori e si ottiene così il risultato della prova che è il diametro medio di usura (mm).

### ESEMPI 1-5

Si sono preparate composizioni usando come fluidi di base perfluoropolietteri a viscosità diversa, della classe 1, di formula:

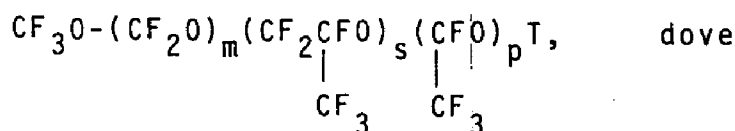


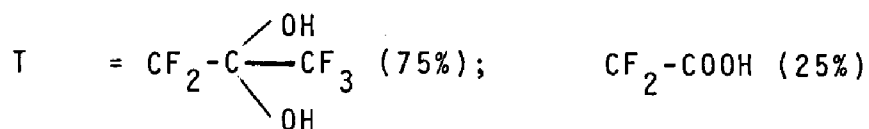
X = CF<sub>3</sub>, F

A; A' = CF<sub>3</sub>, C<sub>2</sub>F<sub>5</sub>, C<sub>3</sub>F<sub>7</sub>

m/n = 20

e, come additivi, fluoropolietteri dotati di differente peso molecolare medio, di formula:





s/p = 10;      s/m = 20;      p/m = 2.

Tali composizioni sono state preparate per miscelazione dei fluidi di base con gli additivi.

In tabella 1 sono riportate le caratteristiche di ciascun fluido di base e dell'additivo, le loro quantità nella composizione ed il valore del diametro medio di usura in corrispondenza di ciascuna composizione.

TABELLA 1

|         | FLUIDO DI BASE         |           | ADDITIVO |           | RISULTATO                    |
|---------|------------------------|-----------|----------|-----------|------------------------------|
| ESEM-PI | Viscosità a 20°C (cSt) | % in peso | P.M.     | % in peso | diametro medio di usura (mm) |
| 1       | 250                    | 95        | 2400     | 5         | 0,50                         |
| 2       | 250                    | 95        | 2100     | 5         | 0,57                         |
| 3       | 250                    | 90        | 2400     | 10        | 0,64                         |
| 4       | 450                    | 97        | 4150     | 3         | 0,60                         |
| 5       | 1200                   | 95        | 4150     | 5         | 0,60                         |

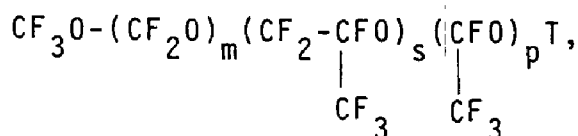
#### ESEMPIO 6

Si è effettuata la determinazione delle proprietà antiusura sul solo additivo dell'esempio 1, non miscelato ad alcun fluido di base.

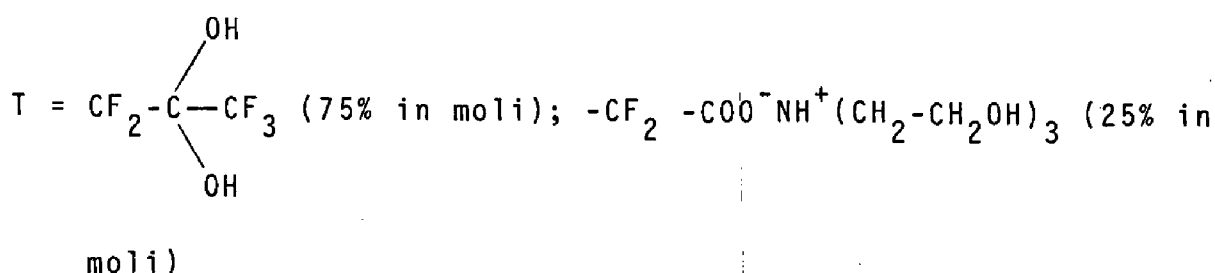
Il diametro medio di usura è risultato di 0,65 mm.

### ESEMPIO 7

Si è ripetuto l'esempio 1, con la differenza di usare come additivo il composto di formula:



dove:  $s/p = 10$ ;  $s/m = 20$ ;  $p/m = 2$

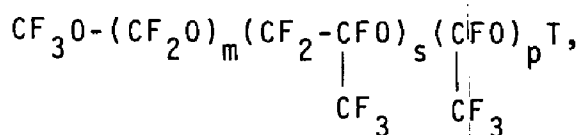


avente peso molecolare medio di circa 2400, ed in quantità pari al 6% sul peso con il fluido di base.

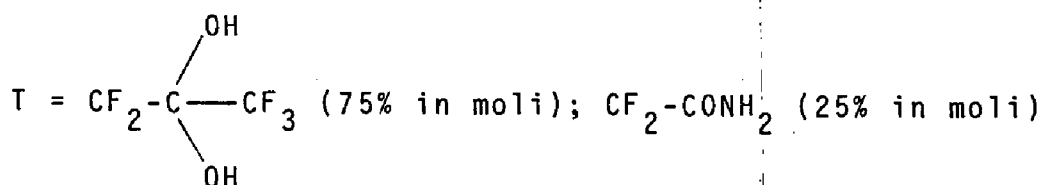
Il diametro medio di usura è risultato pari a 0,48 mm.

### ESEMPI 8-9

Si sono determinate le proprietà antiusura di composizioni formate dal fluido di base della classe (1) con un additivo di formula:



dove:  $s/p = 10$ ;  $s/m = 20$ ;  $p/m = 2$



In tabella 2 sono riportate le caratteristiche delle composizioni ed i risultati delle prove di usura.

TABELLA 2

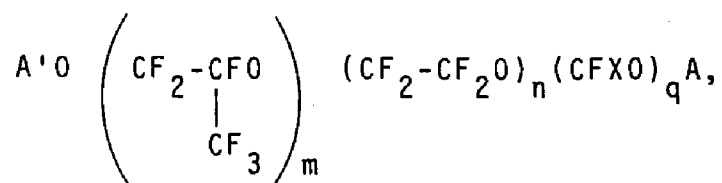
| E-   | FLUIDO DI BASE |      | A D D I T I V O |      | RISULTATO      |  |
|------|----------------|------|-----------------|------|----------------|--|
| SEM- | Viscosità a    | % in | Peso moleco-    | % in | diametro medio |  |
| PI   | 20°C (cSt)     | peso | lare medio      | peso | di usura (mm)  |  |
| 8    | 250            | 95   | 2400            | 5    | 0,50           |  |
| 9    | 450            | 97   | 2400            | 3    | 0,56           |  |

ESEMPI 10-12

Si sono valutate le proprietà antiusura dei perfluoropoli-  
eteri della classe (1), usati come fluidi di base negli esempi  
3, 4 e 5, senza additivi. I diametri medi di usura riscontrati  
sono 0,85; 0,78 e 0,73 , rispettivamente.

ESEMPI 13-14

Sono state determinate le proprietà antiusura di composi-  
zioni formate da fluidi di base delle classi (4) e (5), rispet-  
tivamente:



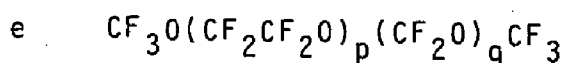
dove:

X = F, CF<sub>3</sub>

m/n = 1,5; m/q = 15

A, A' uguali o differenti, sono -CF<sub>3</sub> e/o -C<sub>2</sub>F<sub>5</sub> e/o -C<sub>3</sub>F<sub>7</sub>,

avente viscosità cinematica a 20°C pari a 250 cSt e peso mole-  
colare medio di 4000,



dove: p/q = 1,

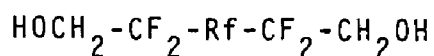
(B-721-03)

avente viscosità cinematica a 20°C pari a 150 cSt e peso molecolare medio di 7850 e da 5% in peso dello stesso additivo dell'esempio 1.

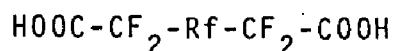
Le prove di usura sulle due composizioni hanno dato valori del diametro medio pari a 0,53 e 0,70 mm, rispettivamente.

#### ESEMPIO 15

Si sono determinate le proprietà antiusura di una composizione formata per il 95% in peso dal perfluoropolietere (fluido di base) dell'esempio 14, e per il 5% in peso da una miscela di additivi avente viscosità cinematica a 20°C pari a 80 cSt, costituita per il 97% in peso dal composto di formula:

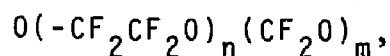


e per il 3% in peso dal composto di formula



dove:

Rf = catena perfluoropolieterea avente peso molecolare medio di 2.000 e struttura



dove  $n/m = 0,7$ .

Il diametro medio di usura è risultato pari a 0,64 mm.

#### ESEMPI 16-17

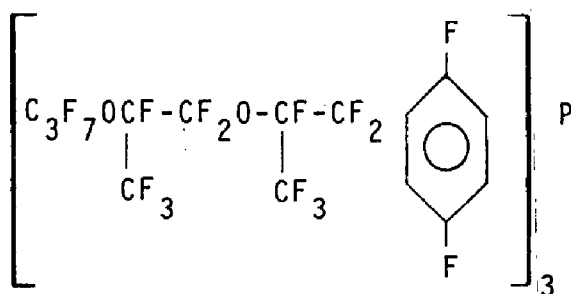
E' stata valutata la proprietà antiusura dei perfluoropolieterei usati come fluidi di base negli esempi 13 e 14 (classe 4 e 5, rispettivamente), senza aggiunta di additivi.

Il diametro medio di usura è risultato pari a 0,90 e 0,92,

rispettivamente.

ESEMPI 18-19 (di confronto)

In questi due esempi si riportano le caratteristiche anti-usura di un perfluoropolietere del tipo della classe 5, avente viscosità cinematica a 20°C pari a 250 cSt, additivato con il 2% in peso di fosfina fluorurata di formula

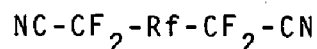


(agente stabilizzante convenzionale per i perfluoropolietteri) e quelle dello stesso perfluoropolietere non additivato.

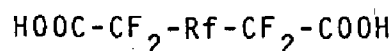
Il primo esempio ha fornito un diametro medio di usura di 1,52 mm, il secondo di 0,94 mm.

ESEMPIO 20 (di confronto)

Si è preparata una composizione comprendente 97% in peso di un fluido di base costituito dal perfluoropolietere dell'esempio 1 e per il 3% da una miscela di additivi costituita per il 97% in peso da un composto di formula:



e per il 3% in peso dal composto di formula



dove: Rf = catena perfluoropolieterea avente P.M. medio di 2.000, avente struttura definita nell'esempio 15.

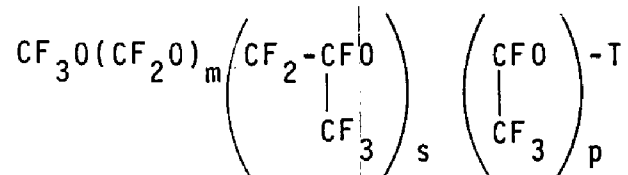
Tale miscela di additivi è descritta nella domanda di brevetto (B-721-03)

vetto italiano no. 20183 A/88 a nome della Richiedente come capace di conferire proprietà antiruggine al perfluoropolietere del presente esempio.

Con tale composizione il diametro medio di usura è risultato pari a 1,04 mm.

#### ESEMPIO 21

Si è ripetuto l'esempio 1 usando, come additivo, il composto di formula:



dove  $s/p = 10$ ,  $s/m = 20$ ,  $p/m = 2$

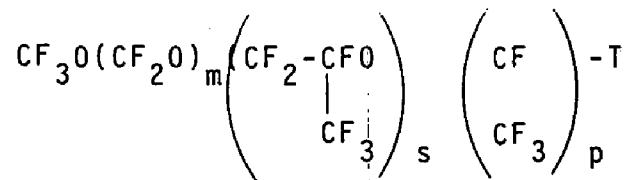
$\text{T} = \text{CF}_2 - \text{COOH}$

avente peso molecolare medio di circa 5000 ed in quantità pari al 2% sul peso con il fluido base.

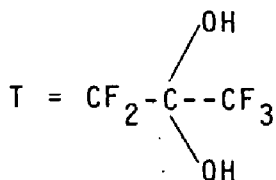
Il diametro medio di usura è risultato pari a 0,69 mm.

#### ESEMPIO 22

Sono state valutate le proprietà antiusura di composizioni formate dal fluido base dell'esempio 1, usando come additivo il composto di formula:



dove  $s/p = 10$ ,  $s/m = 20$ ,  $p/m = 2$



avente peso molecolare medio 2100.

Sono state valutate composizioni contenenti il 2% ed il 4% sul peso con il fluido base; il diametro medio di usura è risultato pari a 0,49 mm per entrambe le concentrazioni di additivo considerate.

#### ESEMPIO 23

Sono state determinate le proprietà antiusura di un grasso preparato secondo il brevetto italiano n° 1151732 contenente come fluido base perfluoropolietere della classe I, descritto negli esempi 1-5, avente viscosità cinematica a 20°C di 1500 cSt (66,5% peso), come additivo l'additivo descritto negli esempi 1-5, avente peso molecolare medio 2250 (3,5% peso) e come ispessente politetrafluoroetilene (PTFE) tipo Algoflon L206 (prodotto dalla Richiedente) (30% peso).

Il diametro medio di usura è risultato pari a 0,98 mm.

#### ESEMPIO 24

Con la tecnologia citata nell'esempio 23 è stato preparato un grasso usando come fluido base il solo additivo usato nell'esempio 23 (70% peso) e come ispessente PTFE tipo Algoflon L206 (30% peso).

Sul grasso sono state determinate le proprietà antiusura ed il diametro medio di usura è risultato di 0,70 mm.

#### ESEMPIO 25

Con la tecnologia usata nell'esempio 23 è stato preparato un grasso contenente come fluido base lo stesso perfluoropolie-

(B-721-03)

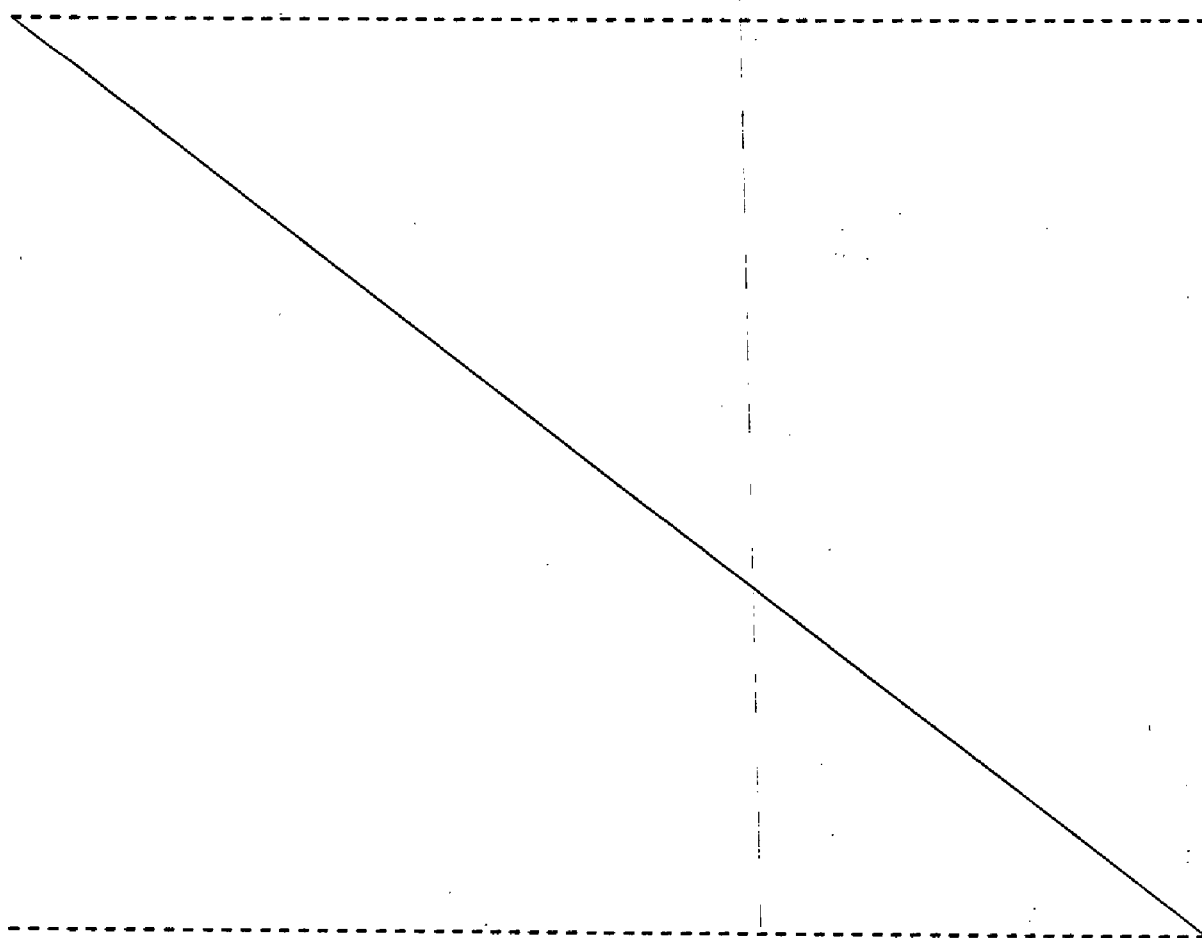
tere impiegato nell'esempio 23 (67,8%) e come additivo lo stesso additivo (2,2% peso) descritto nell'esempio 15. Quale ispessente, per la formulazione del grasso è stato usato PTFE tipo Algoflon L206.

La prova di usura, effettuata sul grasso ottenuto, ha dato un valore del diametro medio pari a 0,96 mm.

ESEMPIO 26 (di confronto)

Si sono determinate le proprietà antiusura di un grasso preparato come descritto nell'esempio 23 contenente come fluido base lo stesso perfluoropolietere dell'esempio 23 e come ispessente PTFE tipo Algoflon L206.

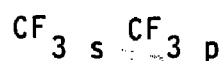
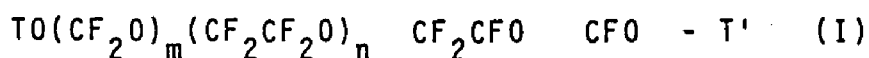
Il diametro medio di usura è risultato pari a 1,4 mm.



## RIVENDICAZIONI

1. Impiego come lubrificanti \_\_\_\_\_ antiusura  
comprendenti:

A. da 100 a 0,1%, in peso di un polietere di formula generale:



in cui:

T, T' uguali o diversi tra loro, sono compresi tra i terminali inerti di formula  $-CF_2X$ ,  $-C_2F_4X$ ,  $-C_2F_6X$  e tra i terminali reattivi fluorurati contenenti gruppi carbossilici e/o alcoolici e/o chetonici e/o ammidici e/o amminici e/o alcossilici e/o nitrilici, con la condizione che almeno uno tra T e T' è uno di tali terminali reattivi;

X = F, Cl

m, n, s, p sono numeri tali che i polieteri hanno peso molecolare medio compreso tra 1000 e 100.000, con la condizione che quando nessuno di tali coefficienti è zero, s/p è di circa 10, s/n è compreso tra 0,5 e 1,5 ed n/m è di circa 10, mentre quando n è pari a zero s/p è circa 10 ed s/m è circa 20, mentre quando s, p sono pari a zero n/m è compreso tra 0,6 e 2;

B. da 0 a 99,9% in peso di un perfluoropolietere apparte-

nente ad almeno una delle classi da (1) a (8) sopra illustrate.

2. Impiego secondo la rivendicazione 1 comprendenti il polietere A. di formula generale (I) in quantità comprese tra 0,5 e 10% in peso, ed il perfluoropolietere B. in quantità comprese tra 99,5 e 90% in peso.
3. Impiego secondo le rivendicazioni 1 e 2, in cui il polietere di formula generale (I) ha peso molecolare medio compreso tra 2000 e 5000.
4. Impiego come lubrificanti \_\_\_\_\_ antiusura di grassi comprendenti almeno una composizione secondo le rivendicazioni da 1 a 3 ed un prodotto ispessente.
5. Impiego secondo la rivendicazione 4 in cui il prodotto ispessente è costituito da politetrafluoroetilene.

Novara, 12 DIC. 1989

DS.lca

p. AUSIMONT S.r.l.

ISTITUTO GUIDO DONEGANI S.p.A.  
Dott. Daniele Sama  
Precursore

