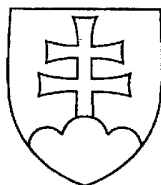


SLOVENSKÁ REPUBLIKA

(19)

SK



ÚRAD
PRIEMYSELNÉHO
VLASTNÍCTVA
SLOVENSKEJ REPUBLIKY

**ZVEREJNENÁ
PATENTOVÁ PRIHLÁŠKA**

(11), (21) Číslo dokumentu:

1456-2003

(13) Druh dokumentu: A3

(51) Int. Cl.⁷ :

C08K 5/16,

C08K 5/17

- (22) Dátum podania prihlášky: **25. 11. 2003**
(31) Číslo prioritnej prihlášky:
(32) Dátum podania prioritnej prihlášky:
(33) Krajina alebo regionálna organizácia priority:
(40) Dátum zverejnenia prihlášky: **2. 6. 2005**
Vestník ÚPV SR č.: **6/2005**
(62) Číslo pôvodnej prihlášky v prípade vylúčenej prihlášky:
(86) Číslo podania medzinárodnej prihlášky podľa PCT:
(87) Číslo zverejnenia medzinárodnej prihlášky podľa PCT:

(71) Prihlasovateľ: **Duslo, a. s., Šaľa, SK;**

(72) Pôvodca: **Andrušková Viera, RNDr., Šaľa, SK;**
Uhlár Ján, Ing., CSc., Šaľa, SK;
Lehocký Peter, Ing., Nitra, SK;
Horák Jaroslav, Ing., Šaľa, SK;

(54) Názov: **Antioxidačné kompozície oktylovaných difenylamínov a spôsob ich výroby**

(57) Anotácia:

Vynález sa týka antioxidačných kompozícií oktylovaných difenylamínov pozostávajúcich z minimálne 65 % dioktyldifenylamínu, maximálne 30 % monooktyldifenylamínu, maximálne 5 % oktylbutyldifenylamínu, maximálne 1 % trioktyldifenylamínu, maximálne 1 % difenylamínu. Spôsobu ich výroby sa uskutočňuje alkyláciou difenylamínu diizobutylénom v prítomnosti kyslého katalyzátora.

PP 1476-2002

Názov vynálezu

Antioxidačné kompozície oktylovaných difenylamínov a spôsob ich výroby

Oblasť techniky

Vynález sa týka oktylovaných difenylamínov, ich kompozícií, spôsobu ich výroby ako výroby účinného stabilizátora pre polymérne materiály, mazadlá a oleje a látok na ich báze. Používajú sa ako prísada na stabilizáciu organických produktov, ktoré sa podrobujú oxidačnej, tepelnej alebo svetlom vyvolanej degradácii.

Doterajší stav techniky

Väčšina priemyselne vyrábaných polymérnych materiálov, olejov a mazadiel potrebuje k zaisteniu žiadanej stability počas spracovania, skladovania a použitia v hotových výrobkoch prítomnosť zámerne pridávaných látok. Tieto látky retardujú, prípadne inhibujú nežiadúce oxidačné javy v danom substráte, takže vplyvom kyslíka, zvýšenej teploty, UV žiarenia a mechanického namáhania zabráňujú úplnému znehodnoteniu.

Vyššie uvedeným požiadavkám vyhovujú látky vyznačujúce sa antioxidačným účinkom. Medzi najznámejšie a najpoužívanéjšie patrí skupina aminických antidegradantov napríklad N-fenyl-1-naftylamín, N-(4-tercoktylfenyl)-1-naftylamín, N-(1,3-dimetylbutyl)-N'-fenyl-p-fenyléndiamín, N-izopropyl-N'-fenyl-p-fenyléndiamín (Českoslov. autor. osvedčenie 261 085 a Českoslov. autor. osvedčenie 226 248). Možno ich ľahko modifikovať a získať látky s vlastnosťami požadovanými pre široké spektrum najrôznejších materiálov ako aj spracovateľských resp. exploatačných podmienok použitia.

Alkylované difenylamíny sú účinné v olejoch, mazadlách motorov turbín, lietadiel a všade, kde je vysoká pracovná teplota a v kombinácii s inými prísadami zabezpečujú materiálom vysokú antioxidačnú a termickú ochranu (Českoslov. autor. osvedčenie 226 248, USA pat. spis. 3 414 618). Sú obyčajne slabo sfarbujuce, odolné proti ďalšiemu žltnutiu v porovnaní s nesubstituovaným difenylamínom, ktorý okrem antioxidačných vlastností má sklon k žltnutiu v kaučukových zmesiach.

Alkylované difenylamíny sa najčastejšie pripravujú typickou Friedel - Craftsovou reakciou alkylácie aromatických aminorov olefinmi. Priemyselné alkylácie využívajú typický Friedel Craftsov katalyzátor AlCl_3 . Vhodné sú aj iné katalyzátory ako napr. H_2SO_4 , bezvodý HF, H_3PO_4 na nosičoch, rôzne aluminosilikáty, zeolity, pillarované hlinky. Výhodou AlCl_3 je jeho vysoká katalytická aktivita a nerozpustnosť v organických látkach. Nevýhodou je jeho vysoká citlivosť na prítomnosť vody, korozívne vlastnosti, náročný spôsob odstránenia z reakčnej zmesi ako aj značné množstvo odpadných vôd, prítomnosť chlóru v produktoch a prítomnosť nežiadúcich vedľajších produktov vrátane alkylovaných na dusíku. AlCl_3 patrí k účinným alkylačným katalyzátorom difenylamínu, ktorý okrem toho, že urýchľuje alkyláciu do 4,4'-polôh difenylamínu katalyzuje aj štiepne reakcie pokiaľ je reaktantom diizobutylén. Vznikajú tercbutyllderiváty a následnými reakciami zasa významné množstvá trioktyldifenylamínu, čo vlastne spôsobuje úbytok množstva žiadaného 4,4'-dioktyldifenylamínu. Túto skutočnosť čiastočne rieši použitie katalyzátorov na báze bentonitu (USA pat. spis 6 315 925). Takéto prírodné aluminosilikáty sú ešte kyselinou aktivované na zvýšenie katalytickej účinnosti (USA pat. spis 2 943 112, USA pat. spis 4 163 757, USA pat. spis 4 824 601). Použitie niektorých aluminosilikátov je možné aj bez predchádzajúcej aktivácie ako popisuje ZSSR pat. spis 443 026. Nevýhodou tohto postupu je nízka aktivita katalyzátora a jeho premenlivá kvalita aj z jedného zdroja. Nevýhodou použitia katalyzátorov na báze bentonitu vyššie spomenutých USA patentov je nízka koncentrácia 4,4'-dioktyldifenylamínu a vysoký obsah nezreagovaného difenylamínu až 5 %.

Alkylácie aromatických aminorov sa uskutočňujú alkylačnými činidlami, ktoré v prevažnej miere predstavujú olefiny a to najmä izobutén, diizobutylén, nonén, styrén, alfametylstyrén (USA pat. spis 2 943 112, USA pat. spis 3 714 258, alkénom môže byť ďalej pentén-1, hexén-1, heptén-1, oktén-1, nonén-1 alebo ich zmesi).

V USA pat. spise 5 672 752 je opísané použitie katalyzátora na báze bentonitu, ktoré uprednostňuje proces monoalkylácie pred dialkyláciou v špecifických podmienkach ako sú teplota a mólový pomer DFA:DIB. Alkylácia DFA diizobutylénom s použitím aktivovaného aluminosilikátu je opísaná v USA pat. spise 5 520 848. Syntéza 4,4'-dioktyldifenylamínu z DFA a DIB s obsahom menej ako 25% v reakčnej zmesi s použitím aktivovanej hlinky ako katalyzátora Fulcat 22B je opísaná v USA pat. spise 4 824 601. Reakčný produkt

obsahuje ešte 10% nezreagovaného DFA a vo všetkých vyššie uvedených prípadoch je pomerne nízka koncentrácia 4,4'-dioktyldifenylamínu – menej ako 30%.

Vyššie uvedené nedostatky nemajú antioxidačné kompozície oktylovaných difenylamínov podľa tohto vynálezu.

Podstata vynálezu

Podstatou vynálezu sú antioxidantné kompozície oktylovaných difenylamínov pozostávajúce z:

Minimálne	65 %	dioktyldifenylamínu
Maximálne	30 %	monooktyldifenylamínu
Maximálne	5 %	oktylbutyldifenylamínu
Maximálne	1%	trioktyldifenylamínu
Maximálne	1%	difenylamínu

Vynález sa týka antioxidantných kompozícií oktylovaných difenylamínov pozostávajúcich z:

Minimálne	83 %	dioktyldifenylamínu
Maximálne	10 %	monooktyldifenylamínu
Maximálne	4 %	oktylbutyldifenylamínu
Maximálne	1,5%	trioktyldifenylamínu
Maximálne	1%	difenylamínu

Týka sa tiež antioxidantných kompozícií oktylovaných difenylamínov pozostávajúcich z:

Minimálne	92 %	dioktyldifenylamínu
Maximálne	5 %	monooktyldifenylamínu
Maximálne	2 %	oktylbutyldifenylamínu
Maximálne	1 %	trioktyldifenylamínu
Maximálne	0,5%	difenylamínu

Výhodné sú tiež antioxidantné kompozície pozostávajúce z:

Minimálne	95 %	dioktyldifenylamínu
Maximálne	2 %	monooktyldifenylamínu
Maximálne	1 %	oktylbutyldifenylamínu
Maximálne	0,5 %	trioktyldifenylamínu
Maximálne	0,3 %	difenylamínu

Vynález sa týka aj spôsobu výroby antioxidantných kompozícií alkyláciou difenylamínu až 300 % -ným nadbytkom diizobutylénu vzťahnuté na difenylamín a v prítomnosti katalyzátora. reakcia alkylácie difenylamínu diizobutylénom sa uskutočňuje pri atmosferickom tlaku alebo pretlaku do 0,6 MPa pri koncentrácii katalyzátora 5 až 30 hmot. %.

Vhodnými katalyzátormi sú aktivované kyslé hlinky na báze vrstveného silikátu, napríklad montmorillonitu aktivovaného minerálnymi kyselinami, ako sú kyselina sírová, alebo kyselina chlorovodíková, ktoré majú výhodne obsah vlhkosti pod 10%, napríklad komerčne dostupné typy pod názvami Fulcat 22B vyrábané firmou Rock Wood - Anglicko, kyslé hlinky K5, K10 vyrábané firmou Süd Chemie - Nemecko, Jeltar 100, Jeltar 300 vyrábané firmou Ciech - Poľsko alebo Nobelin FF, Nobelin GF vyrábané firmou Rudex s. r. o. - Slovensko.

Výhodou spôsobu výroby podľa tohto vynálezu je, že sa katalyzátor môže použiť opakovane po oddelení z reakčného priestoru alebo bez jeho separácie do ďalšej várky s prídavkom alebo bez prídavku čerstvého katalyzátora.

Katalyzátory používané pri tomto spôsobe výroby je možné odstrániť z reakčnej zmesi filtráciou, odstredovaním alebo dekantáciou a je možné ich znova použiť v katalytickej reakcii alkylácie difenylamínu diizobutylénom.

Použitý katalyzátor sa využije v druhej až deviatej šarži a prídavok čerstvého katalyzátora sa pohybuje od 0,01 hmot. % až po 70 hmot. % vzťahnuté na násadu katalyzátora do prvej várky alkylácie.

Spôsob výroby sa výhodne uskutočňuje bez pridávania organických rozpúšťadiel a zloženie kompozície sa po alkylácii upraví oddestilovaním nižšie vrúcich zložiek pri atmosferickom alebo zníženom tlaku, alebo sa zloženie po alkylácii upraví extrakciou a/alebo kryštalizáciou pomocou rozpúšťadla.

Výhodný spôsob úpravy na získanie kompozície potrebného zloženia podľa tohto vynálezu je tiež pomocou extrahovadla alebo rozpúšťadla. Ako rozpúšťadla sú vhodné metanol, etanol, izopropanol, cyklohexanol, cyklohexán a/alebo diizobutylén. Produktami vyššie popísaného spôsobu výroby sú antioxidačné kompozície s vysokým stupňom zreagovania východiskového difenylamínu ľahko oddeliteľné od použitého katalyzátora vďaka použitému katalytickému systému a reakčných podmienok aj s veľmi nízkym obsahom trialkylovaných difenylamínov. Bieliace vlastnosti použitých kyslých hliniek ako katalyzátorov navyše kompozíciám zabezpečujú výrazne svetlejšie sfarbenie ako kompozíciám s AlCl_3 . Komerčné katalyzátory ako efektívne tuhé katalyzátory sú Fullerove hlinky – Fulcat 22B, Fulmont 237, hlinky na báze montmorillonitu KSF, K10, katalyzátor Süd Chemie K5 a kyslo aktivované hlinky na báze bentonitu ale aj prírodná kyslá hlinka. ~~Kľúčovým~~ ~~výhodou~~ ~~porovnaní~~ s AlCl_3 spočívajú v jednoduchej separácii z reakčnej zmesi filtráciou a využití ich bieliacich vlastností, čím sa produkuje výrazne svetlejší produkt ako s AlCl_3 .

Výrobu kompozícií je možné uskutočňovať diskontinuálnym, kontinuálnym, prípadne polokontinuálnym spôsobom.

Uvedené príklady ďalej ilustrujú ale neobmedzujú predmet vynálezu.

Príklady uskutočnenia vynálezu

Príklad 1

Do skleneného reaktora opatreného miešadlom, chladičom s azeotropickým nastavcom, prikvapávacím lievikom, teplomerom sa predložilo 100 g taveniny difenylamínu. Potom sa pridalo 30g katalyzátora na báze bentonitu Nobelin FF - 30 hmot. % vzťahnuté na DFA. Po premiešaní katalyzátora sa zmes vyhriala na teplotu 160°C a rovnomerne za 5 hodín sa pridalo 397 g diizobutylénu. V priebehu prvej hodiny od začiatku pridávania diizobutylénu sa zo zmesi azeotropicky oddestilovala voda pochádzajúca z katalyzátora. Po vydávkovaní diizobutylénu reakčná zmes reaguje ešte 14 hodín. Po ukončení reakcie sa katalyzátor nechal sedimentovať a zmes sa dekantovala. Po oddestilovaní diizobutylénu reakčná zmes obsahovala 70,2 % dioktyldifenylamínu, 25,8 % monooktyldifenylamínu, 2,8 % oktylbutyldifenylamínu, 0,5% trioktyldifenylamínu, 0,4 % difenylamínu.

Príklad 2

Do aparatury ako v príklade 1 sa k 1 mólu taveniny difenylamínu pridalo 0,2 mólu $AlCl_3$. Zmes sa vyhriala na 115 °C. Pri tejto teplote sa vydávkoval diizobutylén a po predchádzajúcom odstránení katalyzátora a oddestilovaní nezreagovaného diizobutylénu sa po 6 hodinách získala reakčná zmes, ktorá obsahovala 66,2 % dioktyldifenylamínu, 25,4 % monooktyldifenylamínu, 0,2 % oktylbutyldifenylamínu, 1,79 % trioktyldifenylamínu, 3,3 % difenylamínu.

Príklad 3

Do aparatury ako v príklade 1 s množstvom taveniny difenylamínu ako v príklade 2 sa pridalo 0,25 mólu $AlCl_3$. Zmes sa vyhriala na 115 °C. Pri tejto teplote sa vydávkoval diizobutylén. Po odstránení katalyzátora a oddestilovaní nezreagovaného diizobutylénu sa po doreagovaní získala reakčná zmes, ktorá obsahovala 67,3 % dioktyldifenylamínu, 23,1 % monooktyldifenylamínu, 0,3 % oktylbutyldifenylamínu, 2,2 % trioktyldifenylamínu, 2,7 % difenylamínu.

Príklad 4

Do aparatury ako v príklade 1 s množstvom ako v príklade 1 sa predložila tavenina difenylamínu a k použitému katalyzátoru z príkladu 1 sa pridalo 20 hmot. % čerstvého katalyzátora Nobelin FF, vzťahnuté na množstvo katalyzátora do prvej šarže. Reakčná zmes sa vyhriala na teplotu 140°C a za 5 hodín sa pridal diizobutylén. Po 21 hodinách sa reakcia ukončila a zmes sa spracovala podľa príkladu 1. Po 21 hodinách sa reakčná zmes obsahovala 66,2 % dioktyldifenylamínu, 29,1 % monooktyldifenylamínu, 2,0 % oktylbutyldifenylamínu, 0,3% trioktyldifenylamínu, 0,4 % difenylamínu. Katalyzátor sa v ďalších experimentoch použil po predložení nových surovín a prídavok vždy 30 % čerstvého katalyzátora celkove 9-krát, pričom sa striedal Nobelin FF s Nobelinom GF po štvrtom prídavku 30% čerstvého katalyzátora k použitému po 21 hodinách reakčná zmes obsahovala 70,86 % dioktyldifenylamínu, 21,5 % monooktyldifenylamínu, 2,2 % oktylbutyldifenylamínu, 0,5 % trioktyldifenylamínu, 0,2 % difenylamínu a po deviatom prídavku čerstvého katalyzátora zmes obsahovala 66,0 % dioktyldifenylamínu, 28,0 % monooktyldifenylamínu, 2,0 % oktylbutyldifenylamínu, 0,33 % trioktyldifenylamínu, 0,2 % difenylamínu.

Príklad 5

Do aparatury ako v príklade 1 s množstvom taveniny difenylamínu ako v príklade 1 sa pridalo 15 g katalyzátora Fulcat 22 - 15 hmot. % vzťahnuté na DFA. Po premiešaní katalyzátora sa zmes vyhriala na teplotu 160°C a rovnomerne za 10 hodín sa pridalo 397 g diizobutylénu. V priebehu prvej hodiny od začiatku pridávania diizobutylénu sa zo zmesi azeotropicky oddestilovala voda pochádzajúca z katalyzátora. Po 18 hodinách sa reakcia ukončila a zmes sa spracovala podľa príkladu 1.

Reakčná zmes obsahovala 68,3 % dioktyldifenylamínu, 9,9 % monooktyldifenylamínu, 13,2 % oktylbutyldifenylamínu, 0,9 % trioktyldifenylamínu, 0,3 % difenylamínu,

Príklad 6

Do aparatury ako v príklade 1 a s rovnakým množstvom sa predložila tavenina difenylamínu a pridalo sa 20 g katalyzátora Jeltar 300 - 20 hmot. % vzťahnuté na DFA. Po premiešaní katalyzátora sa zmes vyhriala na teplotu 140°C a rovnomerne za 5 hodín sa pridal diizobutylén. V priebehu prvej hodiny sa zo zmesi azeotropicky oddestilovala voda pochádzajúca z katalyzátora a po 28 hodinách sa reakcia ukončila a zmes sa spracovala podľa príkladu 1.

Reakčná zmes obsahovala 67,9 % dioktyldifenylamínu, 28,7 % monooktyldifenylamínu, 1,3 % oktylbutyldifenylamínu, 0,2 % trioktyldifenylamínu, 0,4 % difenylamínu.

Príklad 7

Do aparatury ako v príklade 1 s množstvom difenylamínu a diizobutylénu ako v príklade 1 sa predložila tavenina difenylamínu a pridalo sa 20 g katalyzátora K 5 Süd Chemie - 20 hmot. % vzťahnuté na DFA. Po premiešaní katalyzátora sa zmes vyhriala na teplotu 140°C a rovnomerne za 5 hodín sa pridal diizobutylén. V priebehu prvej hodiny sa zo zmesi azeotropicky oddestilovala voda pochádzajúca z katalyzátora, po 21 hodinách sa reakcia ukončila a zmes sa spracovala podľa príkladu 1.

Reakčná zmes obsahovala 69,8 % dioktyldifenylamínu, 25,0 % monooktyldifenylamínu, 1,0 % oktylbutyldifenylamínu, 0,3 % trioktyldifenylamínu, 0,2 % difenylamínu.

Príklad 8

Z reakčnej zmesi podľa príkladu 1 sa katalyzátor odstránil dekantáciou a z kvapalnej fázy sa oddestiloval nezreagovaný diizobutylén pri teplote 103-107°C a tlaku 101 kPa alebo teplote 68°C a tlaku 20 kPa. Antioxidačná kompozícia sa následne upravila na požadované zloženie rektifikáciou ľahkých podielov na náplňovej kolóne pri teplote 148-153°C a tlaku 8-10 Pa. Získal sa produkt – destilačný zvyšok, ktorého výsledné zloženie bolo:

84,3 % dioktyldifenylamínu, 9,9 % monooktyldifenylamínu, 1,6 % oktylbutyldifenylamínu, 0,5 % trioktyldifenylamínu, 0,01 % difenylamínu,

Príklad 9

Antioxidačná kompozícia pripravená podľa príkladu 1 sa upravila na požadované zloženie kryštalizáciou z reakčnej zmesi podľa príkladu 1 až 8 v metanole, etanole, izopropanole, cyklohexanole, cyklohexáne a/alebo diizobutyléne tak, že sa k nej pridalo za miešania 100 ml rozpúšťadla pri teplote 50°C a po ochladení na 10°C zmes vykryštalizovala. Kryštalický produkt bol odfiltrovaný a vysušený. Zloženie kompozícií vykryštalizovaných z rôznych rozpúšťadiel ukazuje tabuľka I.

Tabuľka I: Zloženie antioxidačnej kompozície po kryštalizácii

Názov rozpúšťadla	metanol	etanol	izopropanol	cyklohexanol	cyklohexán
diizobutylén					
dioktyldifenylamín	96,7	84,8	78,9	83,0	72,9
monooktyldifenylamín	1,8	12,9	18,4	12,4	23,1
oktylbutyldifenylamín	0,8	0,8	0,9	2,1	0,7
trioktyldifenylamín	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
difenylamín	0,01	0,1	0,2	0,1	0,2

Príklad 10

K 60 g reakčného produktu z príkladu 4 sa pridalo 100 ml metanolu. Získaná suspenzia sa zahriala na teplotu 60°C a prefiltrovala sa pri 10°C. Po premytí koláča metanolom, mal získaný koláč nasledovné zloženie:

93,6 % dioktyldifenylamínu, 3,5 % monooktyldifenylamínu, 1,4 % oktylbutyldifenylamínu, 0,4 % trioktyldifenylamínu, 0,0 % difenylamínu

Príklad 11

Z 200 g reakčnej zmesi z príkladu 6 sa nasadilo do destilačnej aparatury a zahriatim sa pri teplote 240°C pri atmosferickom tlaku oddestiloval dimér diizobutylénu, pri 175°C a tlaku 20 kPa difenylamín s časťou monooktyldifenylamínu tak, že sa získalo nasledovné zloženie destilačného zvyšku:

92,6 % dioktyldifenylamínu, 2,5 % monooktyldifenylamínu, 1,8 % oktylbutyldifenylamínu, 0,3 % trioktyldifenylamínu, 0,0 % difenylamínu.

Po ochladení na teplotu 150°C znížení tlaku 10 kPa sa oddestilovalo ešte 10 g zmesi oktylbutyldifenylamínu a monooktyldifenylamínu. Po pridání ekvimolárnej zmesi etanolu, izopropanolu, cyklohexanolu, cyklohexánu, diizobutylénu a metanolu v množstve 10 g sa zmes vytemperovala na 60°C, ochladila na 20°C a prefiltrovala. Filtračný koláč mal nasledovné zloženie:

96,5 % dioktyldifenylamínu, 0,9 % monooktyldifenylamínu, 0,9 % oktylbutyldifenylamínu, 0,1 % trioktyldifenylamínu, 0,01 % difenylamínu.

Priemyselná využiteľnosť

Oktylované difenylamíny, ich zmesi a spôsob ich prípravy podľa tohto vynálezu je využiteľný v chemickom, gumárskom a olejárskom priemysle na stabilizáciu polymérnych materiálov, mazadiel a olejov.

PATENTOVÉ NÁROKY

1. Antioxidačné kompozície oktylovaných difenylamínov vyznačujúce sa tým, že pozostávajú z

Minimálne 65 % dioktyldifenylamínu
 Maximálne 30 % monooktyldifenylamínu
 Maximálne 5 % oktylbutyldifenylamínu
 Maximálne 1% trioktyldifenylamínu
 Maximálne 1% difenylamínu

2. Antioxidačné kompozície oktylovaných difenylamínov podľa nároku 1 vyznačujúce sa tým, že pozostávajú z

Minimálne 83 % dioktyldifenylamínu
 Maximálne 10 % monooktyldifenylamínu
 Maximálne 4 % oktylbutyldifenylamínu
 Maximálne 1,5% trioktyldifenylamínu
 Maximálne 1% difenylamínu

3. Antioxidačné kompozície oktylovaných difenylamínov podľa nároku 1 vyznačujúce sa tým, že pozostávajú z

Minimálne 92 % dioktyldifenylamínu
 Maximálne 5 % monooktyldifenylamínu
 Maximálne 2 % oktylbutyldifenylamínu
 Maximálne 1 % trioktyldifenylamínu
 Maximálne 0,5% difenylamínu

4. Antioxidačné kompozície oktylovaných difenylamínov podľa nároku 1 vyznačujúce sa tým, že pozostávajú z

Minimálne 95 % dioktyldifenylamínu
 Maximálne 2 % monooktyldifenylamínu
 Maximálne 1 % oktylbutyldifenylamínu
 Maximálne 0,5 % trioktyldifenylamínu
 Maximálne 0,3 % difenylamínu

5. Spôsob výroby kompozícií podľa nároku 1 až 4 vyznačený tým, že sa katalytická reakcia alkylácie difenylamínu uskutočňuje až 3-násobným prebytkom diizobutylénom pri atmosferickom tlaku alebo pretlaku do 0,6 MPa.

6. Spôsob výroby podľa nárokov 1 a 5 vyznačený tým, že sa alkylácia difenylamínu uskutočňuje v prítomnosti 5 až 30 hmot. % kyslej hlínky vzťahnutej na difenylamín.

7. Spôsob výroby kompozícií podľa nárokov 1 a 6 vyznačený tým, že ako kyslá hlinka sa použije Nobelin FF, Nobelin GF, Jeltar 100, Jeltar 300, katalyzátor K5, K10 Süd Chemie, Fulcat 22B.

8. Spôsob výroby kompozícií podľa nárokov 1, 5, 6 a 7 vyznačený tým, že sa katalyzátor môže použiť opakovane po oddelení z reakčného priestoru alebo bez jeho separácie do ďalšej várky s prídavkom alebo bez prídavku čerstvého katalyzátora.
9. Spôsob výroby podľa nárokov 5 a 8 vyznačený tým, že sa použitý katalyzátor využije v druhej až deviatej várke a prídavok čerstvého katalyzátora sa pohybuje od 0,01 hmot. % až po 70 hmot. % vzťahnuté na násadu katalyzátora do prvej várky alkylácie.
10. Spôsob výroby kompozícií podľa nárokov 2 až 4 vyznačený tým, že sa zloženie kompozície po alkylácii upraví oddestilovaním nižšie vrúcich zložiek pri atmosferickom a/alebo zníženom tlaku.
11. Spôsob výroby podľa nárokov 1 až 5 vyznačený tým, že sa zloženie kompozície po alkylácii upraví extrakciou a/alebo kryštalizáciou pomocou rozpúšťadla.
12. Spôsob výroby kompozícií podľa nárokov 1 a 11 vyznačený tým, že sa ako extrahovadlo a/alebo rozpúšťadlo použije etanol, izopropanol, cyklohexanol, cyklohexán diizobutylén a/alebo metanol.
13. Spôsob výroby kompozícií podľa nárokov 2 až 4 vyznačený tým, že separované predné podiely získané pri úprave kompozície podľa nároku 10 sa znovu nasadia za prídavku a/alebo bez prídavku čerstvého difenylamínu do alkylácie.
14. Spôsob výroby kompozícií podľa nárokov 2 až 4 vyznačený tým, že sa z matečných lúhov podľa nárokov 11 a 12 po oddestilovaní rozpúšťadla a/alebo extrahovadla použijú na alkyláciu s použitím a/alebo bez prídavku čerstvého difenylamínu.