



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 274 522**

51 Int. Cl.:
C10M 101/04 (2006.01)
C10M 111/00 (2006.01)
C10M 109/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **96901999 .1**
86 Fecha de presentación : **13.02.1996**
87 Número de publicación de la solicitud: **0809685**
87 Fecha de publicación de la solicitud: **03.12.1997**

54 Título: **Uso de aceite lubricante base biodegradable.**

30 Prioridad: **14.02.1995 JP 7-50495**
28.04.1995 JP 7-129766

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.05.2007

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.05.2007

73 Titular/es: **KAO CORPORATION**
14-10, Nihonbashi Kayabacho 1-chome
Chuo-ku, Tokyo 103, JP

72 Inventor/es: **Inaya, Shuichi;**
Sawada, Hiroki;
Kobayashi, Yuichiro y
Hagihara, Toshiya

74 Agente: **Arias Sanz, Juan**

ES 2 274 522 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 aceite lubricante base biodegradable.

La presente invención se refiere al uso de un aceite base lubricante altamente biodegradable como aceite hidráulico, un aceite de engrase, un aceite para sierra de cadena, un aceite de motor de dos ciclos o cuatro ciclos o un aceite para engranajes. Específicamente, el aceite base lubricante altamente biodegradable está libre de preocupación sobre la contaminación medioambiental aunque se use en un entorno en el que es sumamente posible que contamine ríos, agua subterránea, suelos y el océano.

Técnica anterior

La mayoría de las composiciones de aceite lubricante existentes, tales como aceites hidráulicos para equipos de construcción, aceites de engrase, aceites para sierra de cadena utilizados para talar árboles, y aceites de motor de dos ciclos para barcos de recreo, contienen aceites minerales como componente principal. En los usos anteriores, no puede evitarse la dispersión y fuga del aceite, dando como resultado la contaminación de ríos, agua subterránea, suelos o el océano. Dado que la biodegradabilidad de las composiciones de aceites lubricantes convencionales que contienen aceites minerales como componente principal es baja, la contaminación del medioambiente con tales composiciones de aceite lubricante convencionales se ha vuelto recientemente un problema cada vez más grave.

Con el fin de solucionar el problema anterior de la contaminación medioambiental, ha habido informes sobre composiciones de aceite lubricante cuya biodegradabilidad se mejora utilizando aceites y grasas naturales, tales como aceite de colza, como componente principal. Por ejemplo, la patente japonesa abierta a consulta por el público número 5-230490 describe un aceite de cadena biodegradable que comprende del 80 al 98% en peso de aceites vegetales, tales como aceite de colza, aceite de semilla de soja, aceite de sésamo y aceite de ricino, y del 2 al 20% en peso de aditivos. La patente japonesa no examinada número 5-503949 describe un aceite hidráulico preparado mediante la combinación de aceite de ricino y/o aceite de semilla de soja como componentes principales con inhibidores de la oxidación específicos y componentes de éster.

Sin embargo, composiciones de aceite lubricante que contienen aceites y grasas naturales como componente principal presentan un problema de inestabilidad a la oxidación térmica debido a que los aceites y grasas naturales tienen muchos enlaces insaturados y son propensos a la degradación oxidativa.

El documento WO95/02659 describe un aceite base altamente biodegradable para aceite hidráulico, siendo el componente principal del mismo un compuesto preparado mediante esterificación de un producto de adición de 0,5 a 3 mol de óxido de etileno y/u óxido de propileno a 1 mol de glicerol con un ácido graso saturado o insaturado que tiene de 6 a 24 átomos de carbono, o un compuesto preparado mediante la adición intramolecular de 0,5 a 3 mol de óxido de etileno y/u óxido de propileno a 1 mol de aceites y grasas naturales. Sin embargo, cuando la cantidad de óxido de etileno y/u óxido de propileno añadida a 1 mol de glicerol está en el intervalo de desde 0,5 hasta 3 mol, es necesario aumentar el número de enlaces insaturados en el compuesto resultante para cumplir con los requisitos de fluidez de los aceites hidráulicos a bajas temperaturas. Por tanto, el compuesto de esta técnica anterior no resuelve el problema con respecto a la estabilidad frente a la oxidación térmica que se mejora en la presente invención.

La patente japonesa abierta a consulta por el público número 1-230697 describe un lubricante de trabajo de metal que comprende, como componente esencial, un producto de adición de un óxido de alquileo a una mezcla que contiene aceites y grasas naturales y un alcohol trihidroxilado o polihidroxilado superior, en el que se añaden de 10 a 100 mol de óxido de alquileo a 1 mol de aceites y grasas naturales. El objeto del lubricante de esta técnica anterior es eliminar los inconvenientes de los lubricantes de tipo emulsión en el campo de la tecnología del trabajo de metales, haciendo que los aceites y grasas naturales de estructura de triglicéridos sean solubles en agua sin afectar a su lubricidad. Por tanto, no se hace mención a la biodegradabilidad del lubricante. Al contrario que el aceite hidráulico, aceite para sierra de cadena y aceite de motor de dos ciclos mencionados anteriormente, este lubricante de la técnica anterior se utiliza en un entorno en el que su biodegradabilidad no tiene importancia en cuanto a la protección medioambiental.

Como aceites lubricantes para refrigerar máquinas que utilizan fluorocarbono como refrigerante, la patente japonesa abierta a consulta por el público número 4-328197 describe un aceite lubricante para refrigerante de fluorocarbonos que tiene, como componente principal, un compuesto obtenido mediante esterificación de los grupos hidroxilo terminales de un poliol polialqueno de tipo glicerol con un compuesto monocarboxilo alifático. Además, la patente japonesa abierta a consulta por el público número 2-276881 describe una composición para refrigerar máquinas utilizando refrigerante de tetrafluoroetano, obteniéndose la composición mediante acilación de todos o parte de los grupos hidroxilo terminales de un polialqueno poliéter de alcoholes monohidroxilados, dihidroxilados o trihidroxilados.

Sin embargo, los compuestos anteriores utilizados como aceites lubricantes para refrigerar máquinas se han desarrollado centrándose en la compatibilidad con refrigerantes de fluorocarbono, dado que los compuestos se utilizan en atmósfera de fluorocarbono.

Con el fin de evitar la contaminación medioambiental, se requiere que los aceites hidráulicos y que se utilizan en un entorno en el que su fuga hacia el medioambiente natural no puede evitarse, sean sumamente biodegradables así

como sumamente estables frente a la oxidación térmica. Aún no se conocen los aceites hidráulicos y aceites de engrase que cumplen estos requisitos.

Descripción de la invención

Es un objeto de la presente invención proporcionar un uso de un aceite base lubricante con elevada biodegradabilidad y alta estabilidad frente a la oxidación térmica.

Como resultado de estudios intensos que han realizado los presentes inventores con respecto al objeto anterior, se encontró que un aceite base lubricante que contiene un derivado particular obtenido a partir de materiales de aceites y grasas muestra la biodegradabilidad deseada y la estabilidad frente a la oxidación térmica deseada.

La presente invención se refiere al uso de un aceite base lubricante biodegradable tal como se define en la reivindicación de patente independiente 1. Las características preferidas del mismo se describen en las sub-reivindicaciones.

Mejor modo de llevar a cabo la invención

El aceite base lubricante es un aceite base que puede utilizarse en composiciones de aceite lubricante que se requiere que sean sumamente biodegradables con el fin de evitar la contaminación medioambiental. Más específicamente, los usos típicos del aceite base lubricante incluyen usos tales como aceites hidráulicos, aceites de engrase, aceites para sierra de cadena, y aceites de motor de dos ciclos. Además, el aceite base se utiliza para aceites de motor de cuatro ciclos y aceites para engranajes. Entre los usos anteriores, los aceites base lubricantes son particularmente adecuados como aceites hidráulicos y aceites de engrase, dado que los aceites hidráulicos y aceites de engrase se utilizan en el equipo de construcción, un entorno en el que la contaminación medioambiental con estos aceites puede convertirse en un problema grave, y se requiere que sean estables frente a la oxidación térmica. Es decir, los aceites pueden beneficiarse en cualquier campo en el que la dispersión y fuga de los aceites lubricantes se ha convertido recientemente en un problema de contaminación inevitable de ríos, agua subterránea, suelo y el océano.

En la presente memoria descriptiva, la propiedad de descomponerse por microorganismos se denomina biodegradabilidad. Por tanto, los aceites base lubricantes biodegradables y composiciones de aceite lubricante en la presente memoria descriptiva se refieren a aceites base lubricantes y composiciones de aceite lubricante preparadas utilizando un compuesto que puede descomponerse por microorganismos.

El aceite base lubricante es un aceite base lubricante biodegradable que comprende un derivado de aceites y grasas obtenible llevando a cabo una reacción de adición de un óxido de alquileo y una transesterificación en una mezcla de aceites y grasas, un alcohol polihidroxilado, y un óxido de alquileo, conteniendo la mezcla de 5 a 150 mol del óxido de alquileo frente a 1 mol de los aceites y grasas.

En la presente invención, "aceites y grasas" se refiere a una composición que contiene ésteres de glicerol de ácidos grasos como componente principal, abarcando aceites y grasas naturales, aceites y grasas sintéticos, y aceites y grasas hidrogenados.

Ejemplos de los aceites y grasas naturales incluyen aceites vegetales, tales como aceite de coco, aceite de palma, aceite de palmiste, aceite de oliva, aceite de semilla de soja, aceite de colza, aceite de semilla de algodón, aceite de linaza, aceite de girasol, aceite de cártamo, aceite de maíz, aceite de sésamo, y aceite de ricino; aceites animales, tales como sebo, grasa de cerdo y aceite de huesos; y aceites de pescado, tales como aceite de sardina, aceite de caballa, aceite de hígado de tiburón, y aceites recuperados que pueden obtenerse en un proceso de purificación a partir de los aceites y grasas anteriores.

Ejemplos de los aceites y grasas sintéticos incluyen derivados de éster de glicerol sintetizados a partir de ácidos grasos saturados e insaturados, que incluyen monoglicérido, diglicérido y triglicérido.

Los aceites y grasas hidrogenados son los obtenidos mediante hidrogenación reductiva de todos o parte de los enlaces insaturados de las cadenas alquilo de los aceites y grasas naturales y sintéticos para dar enlaces saturados.

En vista de la estabilidad frente a la oxidación térmica, se prefieren aceites y grasas que tienen un número menor de enlaces insaturados entre los aceites y grasas enumerados anteriormente. El valor de yodo de los aceites y grasas utilizados en la presente invención no es superior a 60 (Ig/100 g) y preferiblemente no superior a 30. Ejemplos específicos incluyen aceites y grasas hidrogenados, aceite de coco y aceite de palmiste.

En vista de la fluidez a bajas temperaturas, se prefieren aceites y grasas que contienen grupos hidrocarbonados que tienen un número promedio de átomos de carbono de no más de 16, preferiblemente de 8 a 16, tales como aceite de coco y aceite de palmiste.

Los alcoholes polihidroxilados utilizados para la primera realización de la presente invención tienen preferiblemente de 2 a 60, más preferiblemente de 2 a 30 átomos de carbono. El número de grupos hidroxilo de los alcoholes polihidroxilados utilizados para la primera realización de la presente invención es preferiblemente de 2 a 20, más preferiblemente de 2 a 10, todavía más preferiblemente de 2 a 6.

ES 2 274 522 T3

Específicamente, ejemplos de los alcoholes polihidroxilados incluyen alcoholes dihidroxilados, tales como neopentilglicol, etilenglicol, polietilenglicol, propanodiol, butanodiol, y 1,6-hexanodiol; alcoholes trihidroxilados, tales como glicerol, trimetilolpropano, trimetiloletano, 1,2,4-butanotriol, y 1,2,6-hexanotriol; alcoholes tetrahidroxilados o polihidroxilados superiores, tales como diglicerol, triglicerol, tetraglicerol, poliglicerol, pentaeritritol, dipentaeritritol, ditrimetilolpropano, manitol, y sorbitol.

Entre los alcoholes polihidroxilados anteriores, se da preferencia a glicerol, diglicerol, trimetilolpropano, pentaeritritol, sorbitol, ditrimetilolpropano, dipentaeritritol y etilenglicol.

Ejemplos de los óxidos de alquileo utilizados en la presente invención incluyen óxido de etileno, óxido de propileno, y óxido de butileno, dándose preferencia a óxido de etileno en vista de la biodegradabilidad, a óxido de propileno en vista de la fluidez a bajas temperaturas, y a óxido de propileno y óxido de butileno en vista de la compatibilidad con otros aditivos solubles en aceite y aceites base lubricantes. Puede utilizarse una o más clases de óxidos de alquileo.

Aquí, la fluidez a bajas temperaturas se refiere a la fluidez a 0°C o inferior.

Cuando se utilizan dos o más clases de óxidos de alquileo, la reacción de adición (polimerización) de los óxidos de alquileo puede ser aleatoria o en bloque. En vista de fluidez a bajas temperaturas, se prefiere la reacción de adición en bloque en la que la adición de óxido de etileno está seguida por la adición de óxido de propileno.

Cuanto mayor sea el número molar del óxido de alquileo utilizado, menor será la biodegradabilidad; cuanto menor sea el número molar del óxido de alquileo utilizado, menor será la fluidez a bajas temperaturas. Por tanto, la cantidad de óxido de alquileo utilizada en la reacción es de 5 a 150 mol frente a 1 mol de aceites y grasas (es decir, 1 mol de parte de glicerina de aceites y grasas), preferiblemente de 5 a 90 mol, más preferiblemente de 5 a 50 mol, y todavía más preferiblemente de 9 a 30 mol.

Además, los derivados de aceites y grasas obtenidos utilizando óxido de etileno tienen mejor degradabilidad y peor fluidez a bajas temperaturas que los derivados de aceites y grasas obtenidos utilizando óxido de propileno. Ejemplos de composiciones preferidas incluyen:

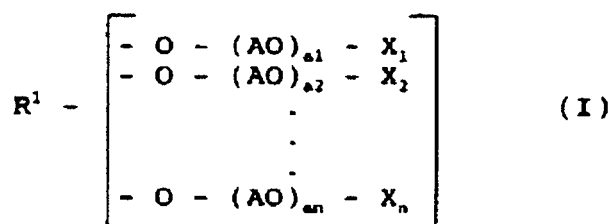
(1) El óxido de etileno representa del 40 al 100% en moles, preferiblemente del 40 al 90% en moles del óxido de alquileo; el óxido de propileno, del 0 al 60% en moles, preferiblemente del 10 al 60% en moles del óxido de alquileo; y el número de adición molar del óxido de alquileo es de 9 a 90 mol para 1 mol de aceites y grasas, y

(2) El óxido de etileno representa del 0 al 40% en moles, preferiblemente del 10 al 40% en moles del óxido de alquileo; el óxido de propileno, del 60 al 100% en moles, preferiblemente del 60 al 90% en moles del óxido de alquileo; y el número de adición molar del óxido de alquileo es de 5 a 30 mol frente a 1 mol de aceites y grasas. En vista de la biodegradabilidad y la economía, es más preferible preparar el aceite base lubricante de (1) o (2) utilizando sólo óxido de etileno y/u óxido de propileno como óxido de alquileo.

Durante la reacción, puede añadirse un catalizador, tal como una sustancia alcalina (hidróxido de sodio, hidróxido de potasio o metóxido de sodio) y un jabón de ácido graso, a la mezcla de aceites y grasas y el alcohol polihidroxilado. Luego, a la mezcla, puede añadirse adicionalmente un óxido de alquileo y dejarlo reaccionar a una temperatura de desde 50 hasta 200°C y una presión de desde 1 hasta 5 kg/cm² para dar los derivados de aceites y grasas de la primera realización de la presente invención. Cuando se utiliza un catalizador alcalino, la mezcla de reacción puede neutralizarse con un ácido apropiado o someterse a un tratamiento de adsorción con un absorbente mediante un método ordinario.

El producto de reacción así obtenido (derivados de aceites y grasas) no es un único compuesto sino que consiste en una mezcla que contiene diversos compuestos representados por las fórmulas (I) a (III). A medida que avanza la reacción de adición de óxido de alquileo a compuestos tales como alcohol polihidroxilado y productos intermedios, tiene lugar la transesterificación entre estos productos intermedios y la parte de glicerol esterificado en los aceites y grasas para dar diversos compuestos en la mezcla de reacción.

Mediante la adición de óxido de alquileo a alcohol polihidroxilado y transesterificación entre el producto de reacción y aceites y grasas, pueden obtenerse compuestos que tienen estructuras tal como se representan por la fórmula (I). Cuando el polihidroxilado es glicerol, las fórmulas (I) y (III) son idénticas.



ES 2 274 522 T3

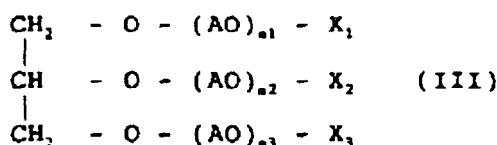
en las que R^1 representa un residuo hidrocarbonado que queda tras quitar los grupos hidroxilo de un alcohol polihidro-
xilado; AO representa un óxido de alquileo; n indica el número de grupos hidroxilo de un alcohol polihidro-
xilado; $a_1 + a_2 + \dots$ an está en el intervalo de 5 a 150; $X_1, X_2, \dots, X_n$ representan independientemente un átomo de hidrógeno o
un grupo $R'CO$ (R' es un grupo alquilo derivado de ácidos carboxílicos alifáticos o aceites y grasas), siendo al menos
5 uno de $X_1, X_2, \dots, X_n$ un grupo $R'CO$.

El producto de transesterificación entre el polímero auto-polimerizado de un óxido de alquileo como uno de los
productos intermedios y aceites y grasas tiene las estructuras representadas por la fórmula (II):



en la que AO representa un óxido de alquileo, $c > 1$, Z representa un átomo de hidrógeno o un grupo $R'CO$ (R' es un
grupo alquilo derivado de ácidos carboxílicos alifáticos o aceites y grasas), siendo al menos uno de los Zs un grupo
15 $R'CO$.

El producto obtenido mediante las reacciones que incluyen: adición de un óxido de alquileo a un grupo hidroxilo
libre de derivados de glicerol producidos mediante transesterificación entre aceites y grasas y un producto de adición
de un óxido de alquileo a un alcohol polihidro-
xilado; y la transesterificación entre los derivados de glicerol con
adición de óxido de alquileo y otros compuestos presentes en la mezcla resultante, tiene la estructura representada
por la fórmula (III)



en la que AO representa un óxido de alquileo; a_1, a_2 , y a_3 representan independientemente 0 o un número entero
positivo, siendo $a_1 + a_2 + a_3$ de 5 a 150; X_1, X_2 , y X_3 representan independientemente un átomo de hidrógeno o un grupo
 $R'CO$ (R' es un grupo alquilo derivado de ácidos carboxílicos alifáticos o aceites y grasas), siendo al menos uno de
 X_1, X_2 , y X_3 un grupo $R'CO$.

La cantidad de alcohol polihidro-
xilado utilizada en la reacción es preferiblemente de 0,01 a 20 mol, más preferi-
blemente de 0,1 a 10 mol frente a 1 mol de parte de glicerol de los aceites y grasas utilizados.

También es posible que uno o más ácidos carboxílicos alifáticos o ésteres de los mismos estén presentes en el
proceso de reacción de la primera realización para controlar la viscosidad cinemática y fluidez a bajas temperaturas.
Ejemplos de los ácidos carboxílicos alifáticos o ésteres de los mismos incluyen ácidos monocarboxílicos lineales, ta-
les como ácido hexanoico, ácido heptanoico, ácido octanoico, ácido nonanoico, ácido decanoico, ácido láurico, ácido
mirístico, y ácido palmítico, y ésteres de los mismos: ácidos monocarboxílicos ramificados, tales como ácido 2-me-
tilhexanoico, ácido 2-etilpentanoico, ácido 3-metilhexanoico, ácido 2-etilhexanoico, y ácido 3,5,5-trimetilhexanoico,
y ésteres de los mismos; y ácidos dicarboxílicos, tales como ácido succínico, ácido malónico, ácido glutárico, ácido
adípico, y ésteres de los mismos; poli(ácidos carboxílicos) obtenidos mediante polimerización de ácidos carboxílicos
insaturados, tales como ácidos dímeros de 36 átomos de carbono obtenidos mediante dimerización de ácido oleico y
un ácido trímero de 54 átomos de carbono obtenido mediante trimerización de ácido oleico y ésteres de los mismos.

Los aceites base lubricantes pueden ser aquellos con compatibilidad mejorada con aceites minerales, otros aceites
base hidrocarbonados tales como poli- α -olefina, o aditivos solubles en aceite, lográndose la mejora mediante este-
rificación de todos o parte de los grupos hidroxilo del aceite base lubricante preparado mediante el procedimiento
anterior (derivados de aceites y grasas) con un ácido carboxílico alifático o el derivado de éster del mismo. El valor
de hidroxilo de los derivados de aceites y grasas esterificados es preferiblemente no superior a 50 (mgKOH/g), más
preferiblemente no superior a 30 (mgKOH/g).

El ácido carboxílico alifático o el derivado de éster del mismo es preferiblemente al menos una clase de ácido
carboxílico alifático seleccionado del grupo que consiste en (i) ácidos carboxílicos lineales, saturados, que tienen de
1 a 18 átomos de carbono, y (ii) ácidos carboxílicos ramificados, saturados, que tienen de 4 a 20 átomos de carbono,
o los derivados de éster de los mismos. Los derivados de éster de los ácidos carboxílicos alifáticos son preferible-
mente aquellos formados con alcoholes inferiores que tienen de 1 a 4 átomos de carbono, tales como metanol, etanol,
propanol, isopropanol, butanol, e isobutanol, dando preferencia al metanol.

Ejemplos específicos de ácidos carboxílicos saturados, lineales, que tienen de 1 a 18 átomos de carbono incluyen
ácido acético, ácido propiónico, ácido butírico, ácido pentanoico, ácido caproico, ácido heptanoico, ácido caprílico,
ácido nonanoico, ácido cáprico, ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, y ácido esteárico, entre los que se da
preferencia a los ácidos carboxílicos lineales, saturados, que tienen de 6 a 12 átomos de carbono, tales como ácido
caproico, ácido caprílico, ácido cáprico y ácido láurico.

Ejemplos específicos de ácidos carboxílicos saturados, ramificados, que tienen de 4 a 20 átomos de carbono incluyen ácido isobutírico, ácido 2-metilhexanoico, ácido 2-etilpentoico, ácido 3-metilhexanoico, ácido 2-etilhexanoico, ácido 3,5,5-trimetilhexanoico, y ácido isoesteárico, entre los cuales se da preferencia a los ácidos carboxílicos ramificados, saturados, que tienen de 6 a 18 átomos de carbono, tales como ácido 2-etilhexanoico, y ácido isoesteárico.

Específicamente, la esterificación anterior de derivados de aceites y grasas puede llevarse a cabo mediante las etapas de adición de, por ejemplo, un éster metílico de un ácido carboxílico alifático a los derivados de aceites y grasas, y calentando a una temperatura de desde 80 hasta 150°C mientras se recupera el metanol formado. Cuando se lleva a cabo la esterificación utilizando un ácido carboxílico alifático, se añade un ácido carboxílico alifático a los derivados de aceites y grasas y se calienta la mezcla a una temperatura de desde 150 hasta 230°C para su deshidratación.

La composición de aceite lubricante, que comprende los derivados de aceites y grasas mencionados anteriormente, muestra una mejor estabilidad frente a la oxidación térmica que las que utilizan aceite de colza. La estabilidad se mejora adicionalmente disminuyendo el valor de yodo de los derivados de aceites y grasas hasta 50 o inferior, preferiblemente hasta 20 o inferior, más preferiblemente hasta 10 o inferior. Esto se debe a que a medida que el número de enlaces insaturados de los derivados de aceites y grasas disminuye, los derivados de aceites y grasas se vuelven menos propensos a la degradación oxidativa debida al calentamiento, adquiriendo así una mejor estabilidad frente a la oxidación térmica.

En vista de la compatibilidad con aceites base hidrogenados tales como aceites minerales y poli- α -olefina, y otros aditivos solubles en aceite, el valor de hidroxilo de los derivados de aceites y grasas es preferiblemente no superior a 50 (mgKOH/g), más preferiblemente no superior a 30. La compatibilidad también puede verse influenciada por el tipo de óxido de alquileño utilizado. Por ejemplo, el óxido de propileno y el óxido de butileno mejoran la compatibilidad.

En vista de evitar la corrosión del metal, el valor de ácido de los derivados de aceites y grasas de la presente invención es preferiblemente de no más de 5 (mgKOH/g), más preferiblemente no más de 3, todavía más preferiblemente no más de 1.

Cuando se considera el entorno en el que se utilizan los aceites base lubricantes, se prefiere que la viscosidad cinemática a 100°C (determinada según la norma JIS K-2283) esté preferiblemente en el intervalo de desde 1 hasta 100 mm²/s, más preferiblemente en el intervalo de desde 2 hasta 50 mm²/s, todavía más preferiblemente en el intervalo de desde 3 hasta 30 mm²/s. Además, el punto de fluidez (determinado según la norma JIS K-2269) es preferiblemente no superior a 0°C, más preferiblemente no superior a -10°C, todavía más preferiblemente no superior a -20°C.

La composición de aceite lubricante puede utilizarse como una composición de aceite lubricante de la que se requiere que la biodegradabilidad sea elevada en vista de evitar la contaminación medioambiental y comprende los derivados de aceites y grasas mencionados anteriormente en una cantidad del 50% en peso o más, preferiblemente el 80% en peso o más.

Siempre que se logre una biodegradabilidad deseada, la composición de aceite lubricante puede contener adicionalmente una o más clases de aceites base lubricantes seleccionada del grupo que consiste en (i) aceites minerales (por ejemplo aceite de nafteno y aceite de parafina), (ii) aceites y grasas naturales o sintéticos, (iii) poli- α -olefina, (iv) polibuteno, y (v) ésteres de poliol formados a partir de ácidos grasos lineales o ramificados y alcoholes polihidroxilados.

Además, en la composición de aceite lubricante, para el fin de mejorar su rendimiento, pueden utilizarse diversos aditivos conocidos en una cantidad de modo que no se altere la biodegradabilidad de la composición resultante. Los ejemplos de aditivos incluyen detergentes metálicos, tales como sulfonato de calcio básico, fenato de calcio básico, y silicato de calcio básico; dispersantes de detergentes, tales como alquenilsuccinimidas, bencilamina, y polialquenilaminas; mejorador del índice de viscosidad, tal como copolímeros de olefina y polimetacrilatos; reductores del punto de fluidez; antioxidantes; agentes anticorrosivos; y agentes desespumantes. Ejemplos específicos se exponen en "Additives for Petroleum Products" por Toshio Sakurai (Saiwai Shobo). Los aditivos anteriores pueden utilizarse solos o en combinación de dos o más de ellos. La cantidad de los aditivos anteriores no está limitada siempre que no se altere la biodegradabilidad de la composición resultante, que es normalmente de no más de 30 partes en peso, preferiblemente no más de 15 partes en peso, basándose en 100 partes en peso de la composición de aceite lubricante de la presente invención.

La composición de aceite lubricante es sumamente biodegradable y sumamente estable frente a la oxidación térmica. Debido a estas propiedades la composición se utiliza como aceite hidráulico, aceite de engrase, aceite para sierra de cadena, y aceite de motor de dos ciclos. También puede utilizarse como aceite de motor de cuatro ciclos y aceite para engranaje. Entre las aplicaciones anteriores, el aceite base lubricante de la presente invención es particularmente adecuado como aceites hidráulicos y aceites de engranaje que se utilizan para equipo de construcción, el entorno en el que hay un grave potencial para que los aceites contaminen el medioambiente natural y se requiere que los aceites sean sumamente estables frente a la oxidación térmica.

La presente invención se describirá en más detalle por medio de los siguientes ejemplos de funcionamiento, ejemplos comparativos y ejemplos de prueba.

ES 2 274 522 T3

Ejemplo 1

En una autoclave de cinco litros, se colocaron 673 g (1 mol, valor de yodo 11) de aceite de coco, 414 g (4,5 mol) de glicerol, y 1,7 g de hidróxido de potasio, y se calentaron los contenidos hasta una temperatura de 150°C con corriente de nitrógeno. A continuación, se dejaron reaccionar gradualmente 1320 g (30 mol) de óxido de etileno con los componentes anteriores a una temperatura de 150°C, y una presión de 3,5 kg/cm². Tras la reacción de adición de óxido de etileno, se enfrió la mezcla de reacción hasta una temperatura de 80°C, y se añadió una cantidad apropiada de ácido acético de manera que se neutralizó la disolución hasta pH 6. El producto de reacción obtenido tenía un valor de yodo de 2,8 Ig/100 g y una viscosidad cinemática a 100°C de 10,2 mm²/s.

Además, se determinó el número molar de aceite de coco mediante el peso molecular calculado a partir del valor de saponificación del mismo, asumiendo que la composición de aceite de coco comprende el 100% de triglicérido. Todos los números molares para los diversos aceites y grasas utilizados a continuación en el presente documento se determinaron de manera similar. Se determinó la viscosidad cinemática según la norma JIS K-2283. Todos los valores de viscosidad cinemática a continuación en el presente documento también se determinaron de manera similar.

Ejemplo 2

En una autoclave de cinco litros, se colocaron 841 g (1 mol, valor de yodo 0,9) de aceite de palma hidrogenado, 514 g (2 mol) de ácido palmítico, 230 g (2,5 mol) de glicerol y 1,7 g de hidróxido de potasio, y se calentaron los contenidos hasta una temperatura de 150°C con corriente de nitrógeno. A continuación, se dejaron reaccionar gradualmente 2200 g (50 mol) de óxido de etileno con los componentes anteriores en las condiciones de una temperatura de 150°C, y una presión de 3,5 kg/cm². Tras la reacción de adición de óxido de etileno, se enfrió la mezcla de reacción hasta una temperatura de 80°C, y se añadió una cantidad apropiada de ácido acético de manera que se neutralizó la disolución hasta pH 6. El producto de reacción obtenido tenía un valor de yodo de 0,2 Ig/100 g y una viscosidad cinemática a 100°C de 15,7 mm²/s.

Ejemplo 5

Se combinaron ochenta partes en peso del producto de reacción obtenido en el ejemplo 1 con 20 partes en peso de un éster sintético (un aceite base lubricante que consistía en un éster formado entre un ácido graso lineal de C8 a C18 y pentaeritritol).

Ejemplo 6

En una autoclave de cinco litros, se colocaron 687 g (1 mol, valor de yodo 18) de aceite de palmiste, 92 g (1 mol) de glicerol, y 1,1 g de hidróxido de potasio, y se calentaron los contenidos hasta una temperatura de 150°C con corriente de nitrógeno. A continuación, se dejaron reaccionar gradualmente 880 g (20 mol) de óxido de etileno con los componentes anteriores en condiciones de una temperatura de 150°C y una presión de 3,5 kg/cm². Tras la reacción de adición de óxido de etileno, se enfrió la mezcla de reacción hasta una temperatura de 80°C, y se añadieron a la mezcla 9 g de un absorbente ("KYOWARD 600S" fabricado por Kyowa Chemical Industries). Tras agitarse durante 30 minutos, se sometió la mezcla a filtración. El producto de reacción obtenido tenía un valor de yodo de 7,5 Ig/100 g y una viscosidad cinemática a 100°C de 10,7 mm²/s.

Ejemplo 7

En una autoclave de cinco litros, se colocaron 673 g (1 mol, valor de yodo 11) de aceite de coco, 134 g (0,5 mol) de trimetilolpropano, y 1,1 g de hidróxido de potasio, y se calentaron los contenidos hasta una temperatura de 150°C con corriente de nitrógeno. A continuación, se dejaron reaccionar gradualmente 1188 g (27 mol) de óxido de etileno con los componentes anteriores en las condiciones de una temperatura de 150°C y una presión de 3,5 kg/cm². Tras la reacción de adición de óxido de etileno, se enfrió la mezcla de reacción hasta una temperatura de 80°C, y se añadieron a la mezcla 9 g de un absorbente ("KYOWARD 600S" fabricado por Kyowa Chemical Industries). Tras agitarse durante 30 minutos, se sometió la mezcla a filtración. El producto de reacción obtenido tenía un valor de yodo de 3,8 Ig/100 g y una viscosidad cinemática a 100°C de 10,7 mm²/s.

Ejemplo 8

En una autoclave de cinco litros, se colocaron 673 g (1 mol, valor de yodo 11) de aceite de coco, 62 g (1 mol) de etilenglicol, y 1,1 g de hidróxido de potasio, y se calentaron los contenidos hasta una temperatura de 150°C con corriente de nitrógeno. A continuación, se dejaron reaccionar gradualmente 660 g (15 mol) de óxido de etileno con los componentes anteriores en las condiciones de una temperatura de 150°C y una presión de 3,5 kg/cm². Tras la reacción de adición de óxido de etileno, se enfrió la mezcla de reacción hasta una temperatura de 80°C, y se añadieron a la mezcla 9 g de un absorbente ("KYOWARD 600S" fabricado por Kyowa Chemical Industries). Tras agitarse durante 30 minutos, se sometió la mezcla a filtración. El producto de reacción obtenido tenía un valor de yodo de 5,3 Ig/100 g y una viscosidad cinemática a 100°C de 9,4 mm²/s.

ES 2 274 522 T3

Ejemplo 10

En una autoclave de cinco litros, se colocaron 1346 g (2 mol) de aceite de coco, 55,2 g (0,6 mol) de glicerol, y 9 g de hidróxido de potasio, y se calentaron los contenidos hasta una temperatura de 150°C con corriente de nitrógeno. A continuación, se dejaron reaccionar gradualmente 1258 g (24 mol) de una mezcla de óxido de etileno y óxido de propileno (óxido de etileno : óxido de propileno = 40% en moles : 60% en moles) con los componentes anteriores en las condiciones de una temperatura de 150°C y una presión de 3,5 kg/cm². Tras la reacción de adición de óxido de etileno y óxido de propileno, se enfrió la mezcla de reacción hasta una temperatura de 80°C, y se añadieron a la mezcla 50 g de un absorbente ("KYOWARD 600S" fabricado por Kyowa Chemical Industries). Tras agitarse durante 30 minutos, se sometió la mezcla a filtración. El producto de reacción obtenido tenía un valor de yodo de 4,4 Ig/100 g y una viscosidad cinemática a 100°C de 9,2 mm²/s.

Ejemplo 11

En una autoclave de cinco litros, se colocaron 1346 g (2 mol) de aceite de coco, 55,2 g (0,6 mol) de glicerol, y 9 g de hidróxido de potasio, y se calentaron los contenidos hasta una temperatura de 150°C con corriente de nitrógeno. A continuación, se dejaron reaccionar gradualmente 1856 g (32 mol) de óxido de propileno con los componentes anteriores en las condiciones de una temperatura de 150°C y una presión de 3,5 kg/cm². Tras la reacción de adición de óxido de propileno, se enfrió la mezcla de reacción hasta una temperatura de 80°C, y se añadieron a la mezcla 50 g de un absorbente ("KYOWARD 600S" fabricado por Kyowa Chemical Industries). Tras agitarse durante 30 minutos, se sometió la mezcla a filtración. El producto de reacción obtenido tenía un valor de yodo de 4,1 Ig/100 g y una viscosidad cinemática a 100°C de 10,2 mm²/s.

Ejemplo 15

En una autoclave de cinco litros, se colocaron 673 g (1 mol) de aceite de coco, 92 g (1 mol) de glicerol, y 1,7 g de hidróxido de potasio, y se calentaron los contenidos hasta una temperatura de 150°C con corriente de nitrógeno. A continuación, se dejaron reaccionar gradualmente 1056 g (24 mol) de óxido de etileno con los componentes anteriores en las condiciones de una temperatura de 150°C y una presión de 3,5 kg/cm². Tras la reacción de adición de óxido de etileno, se enfrió la mezcla de reacción hasta una temperatura de 80°C.

Luego, se añadieron 660 g de éster metílico de ácido graso de coco^{*1} (nombre comercial: "EXCEPARL MC" fabricado por Kao Corporation) a la mezcla de reacción y se calentó la mezcla hasta 120°C con disminución gradual de la presión hasta 10 Torr. Se recuperó sucesivamente el metanol formado como producto secundario durante la reacción.

Tras la reacción, se enfrió la mezcla de reacción hasta 80°C, y se añadieron 14 g de un absorbente ("KYOWARD 600S" fabricado por Kyowa Chemical Industries). Tras agitarse durante 30 minutos, se sometió la mezcla a filtración. El producto de reacción obtenido tenía un valor de yodo de 3,5 Ig/100 g, un valor de ácido de 0,4 mgKOH/g, un valor de hidroxilo de 18 mgKOH/g, y una viscosidad cinética a 100°C de 10,2 mm²/s.

^{*1}: Una mezcla de ésteres que tienen una parte de ácidos carboxílicos alifáticos de C8 a C18.

Ejemplo 16

En una autoclave de cinco litros, se colocaron 673 g (1 mol) de aceite de coco, 134 g (0,5 mol) de trimetilolpropano, y 1,1 g de hidróxido de potasio, y se calentaron los contenidos hasta una temperatura de 150°C con corriente de nitrógeno. A continuación, se dejaron reaccionar gradualmente 396 g (9 mol) de óxido de etileno con los componentes anteriores en las condiciones de una temperatura de 150°C y una presión de 3,5 kg/cm². Tras la reacción de adición de óxido de etileno, se enfrió la mezcla de reacción hasta una temperatura de 80°C.

Luego, se añadieron 330 g de éster metílico de ácido graso de coco (nombre comercial: "EXCEPARL MC" fabricado por Kao Corporation) y se calentó la mezcla hasta 120°C con disminución gradual de la presión hasta 10 Torr. Se recuperó sucesivamente el metanol formado como producto secundario durante la reacción.

Tras la reacción, se enfrió la mezcla de reacción hasta 80°C, y se añadieron 9 g de un absorbente ("KYOWARD 600S" fabricado por Kyowa Chemical Industries). Tras agitarse durante 30 minutos, se sometió la mezcla a filtración. El producto de reacción obtenido tenía un valor de yodo de 5,2 Ig/100 g, un valor de ácido de 0,6 mgKOH/g, un valor de hidroxilo de 46 mgKOH/g, y una viscosidad cinemática a 100°C de 8,1 mm²/s.

Ejemplo 17

En una autoclave de cinco litros, se colocaron 687 g (1 mol, valor de yodo 18) de aceite de palmiste, 46 g (0,5 mol) de glicerol, y 1,7 g de hidróxido de potasio, y se calentaron los contenidos hasta una temperatura de 150°C con corriente de nitrógeno. A continuación, se dejaron reaccionar gradualmente 594 g (13,5 mol) de óxido de etileno con los componentes anteriores en las condiciones de una temperatura de 150°C y una presión de 3,5 kg/cm². Tras la reacción de adición de óxido de etileno, se enfrió la mezcla de reacción hasta una temperatura de 80°C. Tras añadir 14

ES 2 274 522 T3

g de un absorbente ("KYOWARD 600S," fabricado por Kyowa Chemical Industries) y agitar durante 30 minutos, se sometió la mezcla a filtración.

5 Luego, se añadieron 70 g de ácido caprílico (nombre comercial: "LUNAC 8-98" fabricado por Kao Corporation) a la mezcla de reacción, y se calentó la mezcla hasta 210°C y se dejó reaccionar, seguido de una disminución gradual de la presión hasta 5 Torr. Luego, se eliminaron por destilación los ácidos carboxílicos alifáticos sin reaccionar.

10 El producto de reacción obtenido tenía un valor de yodo de 8,9 Ig/100 g, un valor de ácido de 0,5 mgKOH/g, un valor de hidroxilo de 10 mgKOH/g, y una viscosidad cinemática a 100°C de 9,2 mm²/s.

Ejemplo 18

15 En una autoclave de cinco litros, se colocaron 687 g (1 mol, valor de yodo 18) de aceite de palmiste, 46 g (0,5 mol) de glicerol, y 1,7 g de hidróxido de potasio, y se calentaron los contenidos hasta una temperatura de 150°C con corriente de nitrógeno. A continuación, se dejaron reaccionar gradualmente 594 g (13,5 mol) de óxido de etileno con los componentes anteriores en las condiciones de una temperatura de 150°C y una presión de 3,5 kg/cm². Tras la reacción de adición de óxido de etileno, se enfrió la mezcla de reacción hasta una temperatura de 80°C. Tras añadir 14 g de un absorbente ("KYOWARD 600S," Kyowa Chemical Industries) y agitar durante 30 minutos, se sometió la mezcla a filtración.

20 Luego, se añadieron 72 g de ácido 2-etilhexanoico a la mezcla de reacción, y se calentó la mezcla hasta 210°C y se dejó reaccionar, seguido de una disminución gradual de la presión hasta 5 Torr. Luego, se eliminaron por destilación los ácidos carboxílicos alifáticos sin reaccionar.

25 El producto de reacción obtenido tenía un valor de yodo de 9,5 Ig/100 g, un valor de ácido de 0,6 mgKOH/g, un valor de hidroxilo de 13 mgKOH/g, y una viscosidad cinemática a 100°C de 10,1 mm²/s.

Ejemplo 19

30 En una autoclave de cinco litros, se colocaron 1346 g (2 mol) de aceite de coco, 55,2 g (0,6 mol) de glicerol, y 3 g de hidróxido de potasio, y se calentaron los contenidos hasta una temperatura de 150°C con corriente de nitrógeno. A continuación, se dejaron reaccionar gradualmente 1056 g (24 mol) de óxido de etileno con los componentes anteriores en las condiciones de una temperatura de 150°C y una presión de 3,5 kg/cm². Tras la reacción de adición de óxido de etileno, se enfrió la mezcla de reacción hasta una temperatura de 80°C. Tras añadir 24 g de un absorbente ("KYOWARD 600S," Kyowa Chemical Industries) y agitar durante 30 minutos, se sometió la mezcla a filtración.

Ejemplo 20

40 En una autoclave de cinco litros, se colocaron 1346 g (2 mol) de aceite de coco, 55,8 g (0,9 mol) de etilenglicol, y 9 g de hidróxido de potasio, y se calentaron los contenidos hasta una temperatura de 120°C con corriente de nitrógeno. A continuación, se dejaron reaccionar gradualmente 1713 g (31 mol) de una mezcla de óxido de etileno y óxido de propileno (óxido de etileno : óxido de propileno = 20% en moles : 80% en moles) con los componentes anteriores en las condiciones de una temperatura de 120°C y una presión de 3,5 kg/cm². Tras la reacción de adición de óxido de etileno y óxido de propileno, se enfrió la mezcla de reacción hasta una temperatura de 80°C, y se añadieron a la mezcla 50 g de un absorbente ("KYOWARD 600S" fabricado por Kyowa Chemical Industries). Tras agitarse durante 30 minutos, se sometió la mezcla a filtración.

Ejemplo 21

50 En una autoclave de cinco litros, se colocaron 673 g (1 mol) de aceite de coco, 27,9 g (0,45 mol) de etilenglicol, y 4,5 g de hidróxido de potasio, y se calentaron los contenidos hasta una temperatura de 150°C con corriente de nitrógeno. A continuación, se dejaron reaccionar gradualmente 138 g (3,1 mol) de óxido de etileno con los componentes anteriores en las condiciones de una temperatura de 150°C y una presión de 3,5 kg/cm². Después de eso, se enfrió la mezcla de reacción hasta una temperatura de 120°C, y se dejaron reaccionar 720 g (12,4 mol) de óxido de propileno con la misma. Posteriormente, se enfrió la mezcla de reacción hasta una temperatura de 80°C, y se añadieron a la mezcla 25 g de un absorbente ("KYOWARD 600S" fabricado por Kyowa Chemical Industries). Tras agitarse durante 30 minutos, se sometió la mezcla a filtración.

60 El producto de reacción obtenido tenía un valor de yodo de 7,0 Ig/100 g, un valor de ácido de 0,6 mgKOH/g, un valor de hidroxilo de 62 mgKOH/g, y una viscosidad cinemática a 100°C de 9,2 mm²/s.

Ejemplo 22

65 En una autoclave de cinco litros, se colocaron 673 g (1 mol) de aceite de coco, 27,9 g (0,45 mol) de etilenglicol, y 4,5 g de hidróxido de potasio, y se calentaron los contenidos hasta una temperatura de 120°C con corriente de nitrógeno. A continuación, se dejaron reaccionar gradualmente 2155 g (39 mol) de una mezcla de óxido de etileno y óxido de propileno (óxido de etileno : óxido de propileno = 20% en moles : 80% en moles) con los componentes

ES 2 274 522 T3

anteriores en las condiciones de una temperatura de 120°C y una presión de 3,5 kg/cm². Tras la reacción de adición de óxido de etileno y óxido de propileno, se enfrió la mezcla de reacción hasta una temperatura de 80°C, y se añadieron a la mezcla 25 g de un absorbente ("KYOWARD 600S" fabricado por Kyowa Chemical Industries). Tras agitarse durante 30 minutos, se sometió la mezcla a filtración.

El producto de reacción obtenido tenía un valor de yodo de 2,1 Ig/100 g, un valor de ácido de 0,4 mgKOH/g, un valor de hidroxilo de 19 mgKOH/g, y una viscosidad cinemática a 100°C de 15,4 mm²/s.

Ejemplo 23

En una autoclave de cinco litros, se colocaron 1346 g (2 mol) de aceite de coco, 55,2 g (0,6 mol) de glicerol, y 3 g de hidróxido de potasio, y se calentaron los contenidos hasta una temperatura de 150°C con corriente de nitrógeno. A continuación, se dejaron reaccionar gradualmente 660 g (15 mol) de óxido de etileno con los componentes anteriores en las condiciones de una temperatura de 150°C y una presión de 3,5 kg/cm². Tras la reacción de adición de óxido de etileno, se enfrió la mezcla de reacción hasta una temperatura de 80°C. Después de eso, se enfrió la mezcla de reacción hasta una temperatura de 80°C, y se añadieron a la mezcla 24 g de un absorbente ("KYOWARD 600S" fabricado por Kyowa Chemical Industries). Tras agitarse durante 30 minutos, se sometió la mezcla a filtración.

El producto de reacción obtenido tenía un valor de yodo de 5,7 Ig/100 g, un valor de ácido de 0,5 mgKOH/g, un valor de hidroxilo de 54 mgKOH/g, y una viscosidad cinemática a 100°C de 8,2 mm²/s.

Prueba de confirmación de la estructura

A continuación se presentan los datos de espectros de absorción infrarroja (medida mediante un espectrofotómetro de infrarrojos "MODEL 270," fabricado por Hitachi, Ltd.) y espectro de resonancia magnética nuclear de protón (medida mediante "AC200P," fabricado por Bluker) para cada uno de los derivados de aceites y grasas obtenidos en los ejemplos 11 y 19 de la presente invención. A partir de estos datos, se encontró que los derivados de aceites y grasas obtenidos en los ejemplos 11 y 19 eran compuestos representados por la fórmula general (III).

Derivado de aceites y grasas del ejemplo 11

IR (NEAT, cm⁻¹)

3500 (alargamiento de O-H), 2925, 2855 (alargamiento de C-H), 1732 (alargamiento de C=O), 1460 (deformación de C-H), 1100 (alargamiento de C-O)

¹H RMN (CDCl₃, δppm):

a: 0,8 - 1,0 (multiplete, 9H)

b: 1,1 - 1,2 (multiplete, 42H)

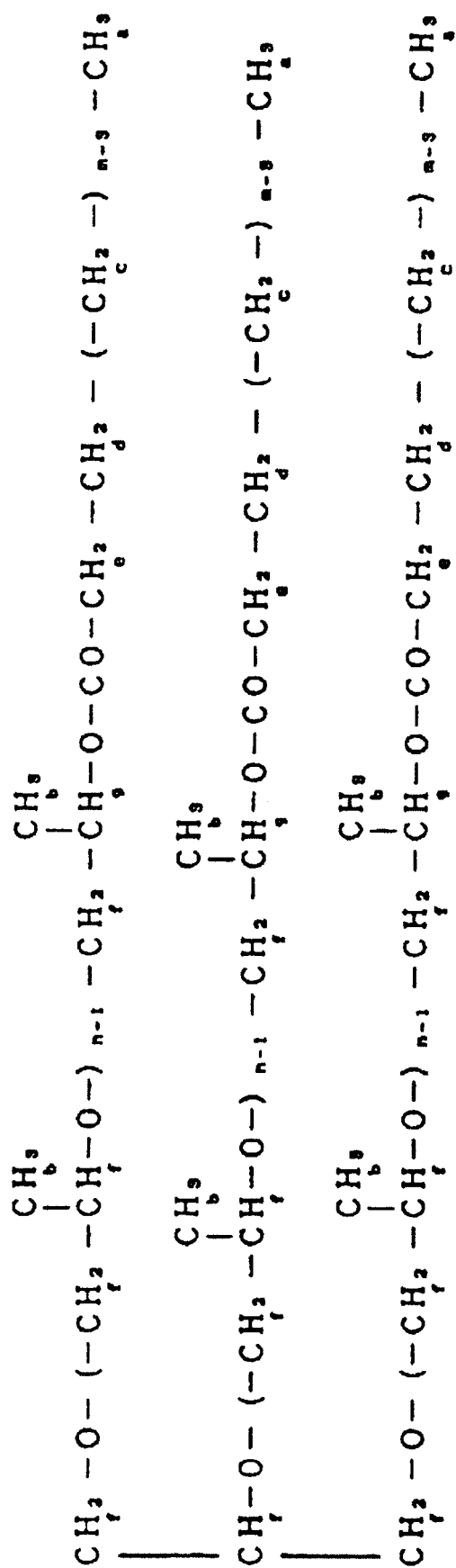
c: 1,2 - 1,5 (multiplete, 50H)

d: 1,5 - 1,7 (multiplete, 6H)

e: 2,2 - 2,4 (triplete, 6H)

f: 3,1 - 4,0 (multiplete, 53H)

g: 5,0 - 5,2 (multiplete, 3H)



ES 2 274 522 T3

En la fórmula anterior, m es un número promedio de átomos de carbono en los alquilos, y n es un número molar de adición promedio de un óxido de alquileo.

Derivado de aceites y grasas del ejemplo 19

IR (NEAT, cm^{-1})

3500 (alargamiento de O-H), 2925, 2855 (alargamiento de C-H), 1738 (alargamiento de C=O), 1460 (deformación de C-H), 1120 (alargamiento de C-O)

^1H RMN (CDCl_3 , δppm):

a: 0,8 - 1,0 (multiplete, 9H)

b: 1,1 - 1,5 (multiplete, 54H)

c: 1,5 - 1,7 (multiplete, 6H)

d: 2,2 - 2,4 (multiplete, 6H)

e: 3,4 - 3,9 (triplete, 52H)

f: 4,2 - 4,3 (multiplete, 6H)

(Fórmula pasa a página siguiente)

5

10

15

20

25

30

35

40

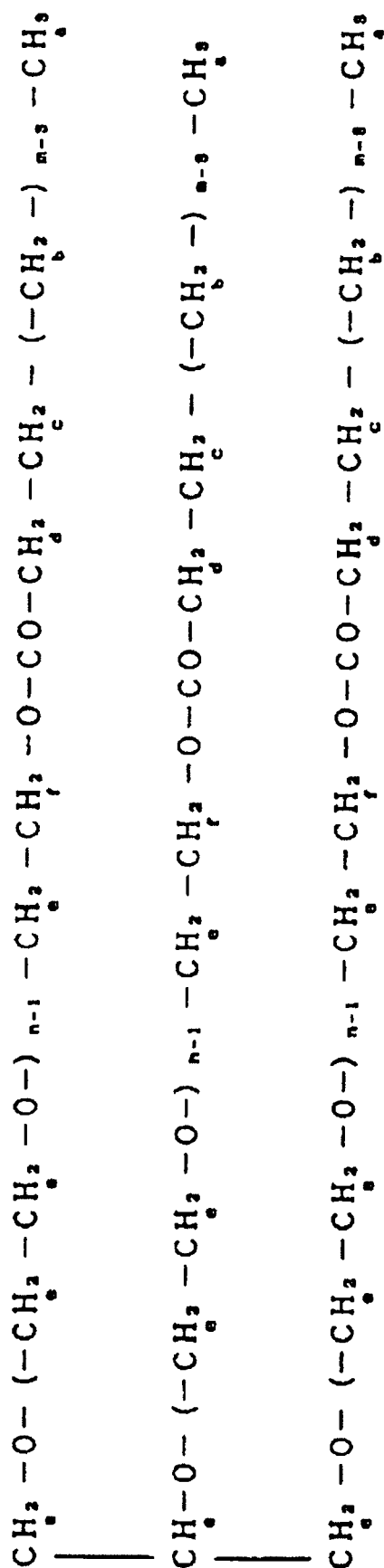
45

50

55

60

65



ES 2 274 522 T3

En la fórmula anterior, m es un número promedio de átomos de carbono en los alquilos, y n es un número molar de adición promedio de un óxido de alquilenos.

Ejemplos comparativos 1 y 2

Con el fin de evaluar el efecto de los ejemplos anteriores mediante comparación, se utilizaron aceite mineral de parafina comercialmente disponible (clasificación de viscosidad: SAE10W) como ejemplo comparativo 1 y aceite de colza comercialmente disponible (valor de yodo: 118,3 Ig/100 g) como ejemplo comparativo 2.

Ejemplo comparativo 3

En una autoclave de cinco litros, se colocaron 1346 g (2 mol) de aceite de coco, 55,2 g (0,6 mol) de glicerol, y 3 g de hidróxido de potasio, y se calentaron los contenidos hasta una temperatura de 150°C con corriente de nitrógeno. A continuación, se dejaron reaccionar gradualmente 264 g (6 mol) de óxido de etileno con los componentes anteriores en las condiciones de una temperatura de 150°C y una presión de 3,5 kg/cm². Tras la reacción de adición de óxido de etileno, se enfrió la mezcla de reacción hasta una temperatura de 80°C. Después de eso, se enfrió la mezcla de reacción hasta una temperatura de 80°C, y se añadieron a la mezcla 24 g de un absorbente ("KYOWARD 600S" fabricado por Kyowa Chemical Industries). Tras agitarse durante 30 minutos, se sometió la mezcla a filtración.

El producto de reacción obtenido tenía un valor de yodo de 7,0 Ig/100 g, un valor de ácido de 0,4 mgKOH/g, un valor de hidroxilo de 64 mgKOH/g, y una viscosidad cinemática a 100°C de 7,6 mm²/s.

Ejemplo comparativo 4

En una autoclave de cinco litros, se colocaron 1980 g (2 mol) de aceite de colza, 55,2 g (0,6 mol) de glicerol, y 6 g de hidróxido de potasio, y se calentaron los contenidos hasta una temperatura de 120°C con corriente de nitrógeno. A continuación, se dejaron reaccionar gradualmente 349 g (6 mol) de óxido de propileno con los componentes anteriores en las condiciones de una temperatura de 120°C y una presión de 3,5 kg/cm². Tras la reacción de adición de óxido de propileno, se enfrió la mezcla de reacción hasta una temperatura de 80°C, y se añadieron a la mezcla 48 g de un absorbente ("KYOWARD 600S" fabricado por Kyowa Chemical Industries). Tras agitarse durante 30 minutos, se sometió la mezcla a filtración.

El producto de reacción obtenido tenía un valor de yodo de 155 Ig/100 g, un valor de ácido de 0,6 mgKOH/g, un valor de hidroxilo de 45 mgKOH/g, y una viscosidad cinemática a 100°C de 8,5 mm²/s.

Ejemplo de prueba 1

Prueba de biodegradabilidad

Se sometió a prueba la biodegradabilidad de los ejemplos y ejemplos comparativos mencionados anteriormente según la prueba OECD 301B o la prueba CEC-L33-A-93, y los resultados se muestran en la tabla 1.

Según la prueba 301B desarrollada por la OCDE (Organización para la Cooperación y el Desarrollo Económico) (OECD - Organization for Economic Cooperation and Development), se considera que un compuesto es biodegradable cuando la cantidad de gas CO₂ generado mediante descomposición bacteriana (periodo de prueba: 28 días) representa el 60% o más de la cantidad teórica total de gas CO₂ calculada basándose en la cantidad de carbono en una muestra.

Todos los aceites base lubricantes de los ejemplos 1, 2, 5 a 8 y 15 a 18 se consideraron biodegradables.

La prueba de CEC-L33-A-93 se desarrolla por el CEC (Consejo Coordinador Europeo), que se utiliza para someter a prueba la biodegradabilidad de aceites de motor para motores fueraborda de ciclos de dos tiempos. Esta prueba también se utiliza ampliamente para evaluar la biodegradabilidad de aceites lubricantes insolubles en agua tales como aceites hidráulicos y grasa. En esta prueba, se cultiva una muestra y una fuente de microorganismos con agitación a 25°C durante 21 días, y se extrae con tetracloruro de carbono. Se determina el espectro de absorción del infrarrojo y se cuantifica la intensidad de absorción debida a los grupos metileno en la muestra para calcular la tasa de biodegradabilidad (%) de la muestra. Las que dan una tasa de biodegradabilidad del 67% o superior en esta prueba son aceptables.

Todos los aceites base lubricantes de los ejemplos 10, 11, 19-23 muestran una biodegradabilidad no inferior al 67%.

Tabla 1

	Composiciones	Biodegradabilidad (%) (OECD 301B)	Biodegradabilidad (%) (CEC L33)	Viscosidad cinemática a 100°C	Valor de yodo	Valor de hidroxilo	Valor de ácido	Punto de fluidez (°C)
Ejemplos	1 Aceite de coco/glicerol (4,5)/óxido de etileno (30)	70		10,2	2,8	224	0,3	-5,0
	2 Aceite de palma hidrogenado/glicerol (2,5)/ácido palmítico (2)/óxido de etileno (50)	62	---	15,7	0,2	168	0,4	10,0
	5 Ej.1 (80% en peso) + éster sintético (20% en peso)	75	---	---	---	---	---	---
	6 Aceite de palmiste / glicerol (1)/óxido de etileno (20)	70	---	10,7	7,5	120	0,05	-12,5
	7 Aceite de coco /	74	---	10,7	3,8	48	0,2	-2,5

	trimetilolpropano (0,5) / óxido de etileno (27)							
8	Aceite de coco / etilenglicol (1)/óxido de etileno (15)	72	---	9,4	5,3	75	0,08	-7,5
10	Aceite de coco/glicerol (0,3)/ (óxido de etileno · óxido de propileno aleatorio' (12))	---	98	9,2	4,4	49	0,5	-15,0
11	Aceite de coco/glicerol (0,3) (óxido de propileno (16)	---	92	10,2	4,1	46	0,7	-32,5
15	Aceite de coco/glicerol (1)/óxido de etileno (24) + éster metílico de ácido graso de coco	80	---	10,2	3,5	18	0,4	-7,5
16	Aceite de coco / trimetilolpropano (0,5) / óxido de etileno (9) + éster metílico de ácido graso de coco	72	---	8,1	5,2	46	0,6	-5,0

ES 2 274 522 T3

17	Aceite de palmiste / glicerol (0,5) / óxido de etileno (13,5) + ácido cprílico	76	---	9,2	8,9	10	0,5	-15,0
18	Aceite de palmiste / glicerol (0,5) / óxido de etileno (13,5) + ácido 2-etilhexanoico	68	---	10,1	9,5	13	0,6	-15,0
19	Aceite de coco/glicerol (0,5)/óxido de etileno (12)	---	99	48,0	5,1	33	0,9	-7,5
20	Aceite de coco / etilenglicol (0,45)/óxido de etileno · óxido de propileno aleatorio'' (15,5)	---	85	9,1	3,4	35	0,2	-24,0
21	Aceite de coco / etilenglicol (0,45)/óxido de etileno · óxido de propileno bloque'' (15,5)	---	82	9,2	7,0	62	0,6	-27,0

	22	Aceite de coco / etilenglicol (0,45)/óxido de etileno · óxido de propileno aleatorio'' (39)	---	70	15,4	2,1	19	0,4	-35,0
	23	Aceite de coco/glicerol (0,3)/óxido de etileno (7,5)	---	99	8,2	5,7	54	0,5	-2,5
Ejem- plos compa- rativos	1	Aceite mineral de tipo parafina	22	30	---	---	---	---	---
	2	Aceite de colza	---	99	35,0	118,3	---	---	---
	3	Aceite de coco/glicerol (0,3)/óxido de etileno (3,0)	---	---	7,6	7,0	64	0,4	12,5
	4	Aceite de colza / glicerol (0,3)/óxido de propileno (3,0)	---	---	8,5	155	45	0,6	-25,0

': Óxido de etileno/óxido de propileno = 40% en moles / 60% en moles

': Óxido de etileno/óxido de propileno = 20% en moles / 80% en moles

Nota: Las unidades para los parámetros en la tabla 1 son las siguientes

Viscosidad cinemática, mm²/s; valor de yodo, Ig/100 g; valor de hidroxilo, mgKOH/g; y valor de ácido, mgKOH/g.

ES 2 274 522 T3

Ejemplo de prueba 2

Prueba de estabilidad frente a la oxidación térmica

5 Según la prueba de estabilidad frente a la oxidación de aceite lubricante (JIS-K2514), se llevó a cabo una prueba a una temperatura de 165,5°C durante 24 horas. Los resultados se muestran en la tabla 2.

En comparación con el aceite de colza, todos los aceites base lubricantes de los presentes ejemplos muestran aumentos inferiores en el valor de ácido total y tasas de aumento inferiores de la viscosidad cinemática, mostrando
10 una mayor estabilidad frente a la oxidación térmica.

TABLA 2

15

20

25

30

35

40

45

50

55

		Aumento en el valor de ácido total	Aumento en la tasa de viscosidad
		Tras la prueba - antes de la prueba (mgKOH/g)	Tras la prueba / antes de la prueba x 100 (%)
Ejemplos	1	-0,3	99
	2	0,1	102
	5	0,1	101
	6	0,1	101
	7	0,0	99
	8	0,1	100
	10	0,4	103
	11	0,3	102
	15	0,6	110
	16	0,8	112
	17	1,0	116
	18	0,8	118
	19	0,2	102
	20	0,3	103
Ejemplos comparativos	2	1,4	203
	4	1,2	182

60 Ejemplo de prueba 3

Prueba de compatibilidad

65 Para el fin de evaluar la compatibilidad del aceite base biodegradable obtenido en la presente invención, se evaluó la compatibilidad de cada uno de los aceites con un aceite mineral mediante el siguiente método. Específicamente, se colocaron cada uno de los aceites base biodegradables de la presente invención y un aceite mineral ("SUPER OIL A" fabricado por Nippon Oil Co., Ltd.) en un recipiente de mezclado de 200 ml en una cantidad total de aceite base biodegradable y aceite mineral de 100 g, de manera que se preparó una parte de aceite base biodegradable en la mezcla

ES 2 274 522 T3

que era del 10% en peso, el 30% en peso, el 50% en peso, o el 90% en peso, respectivamente. Se agitó-combinó la mezcla a aproximadamente 200 rpm durante 10 minutos a una temperatura de 60°C. A continuación, se transfirió la mezcla a un tubo de tornillo de 100 ml, y se realizó una observación sobre el aspecto tras mantener el tubo de tornillo de pie en un horno de termostato a 60°C durante 24 horas. Los resultados se muestran en la tabla 3.

TABLA 3

		Valor de hidro- xilo (mgKOH / g)	10% en peso	30% en peso	50% en peso	90% en peso
Ejem- plos	6	120	Separado	Separado	Separado	Separado
	8	75	Separado	Separado	Uniforme- mente disuelto	Uniforme- mente disuelto
	11	46	Uniforme- mente disuelto	Uniforme- mente disuelto	Uniforme- mente disuelto	Uniforme- mente disuelto
	15	18	Uniforme- mente disuelto	Uniforme- mente disuelto	Uniforme- mente disuelto	Uniforme- mente disuelto
	17	10	Uniforme- mente disuelto	Uniforme- mente disuelto	Uniforme- mente disuelto	Uniforme- mente disuelto

Tal como resulta claro a partir de la tabla 3, en un aducto de óxido de etileno, cuanto más bajo se hizo el valor de hidroxilo, más se mejoró la compatibilidad entre el aceite base biodegradable y el aceite mineral. Además, la compatibilidad entre el aducto de óxido de propileno tuvo una compatibilidad superior que la del aducto de óxido de etileno.

Ejemplo de prueba 4

Prueba de lubricidad

Según un método de pruebas ASTM-D-2783 que utiliza una máquina de pruebas de cuatro bolas, el método de pruebas utilizado normalmente para pruebas de evaluación de la lubricidad de aceites hidráulicos, se realizó una prueba en las condiciones de cargas de 30 kgf y 60 kgf, una velocidad rotacional de 1.200 rpm, y un tiempo de prueba de 20 minutos. El diámetro de huella de desgaste (mm) de cada bola de pruebas para cada uno de los aceites hidráulicos sometidos a prueba se muestra en la tabla 4.

ES 2 274 522 T3

TABLA 4

Carga		30 kgf	60 kgf
Ejemplos	11	0,43 mm	0,49 mm
	19	0,48	0,65
	21	0,45	0,51
Ejemplos comparativos	1	0,65	2,90
	2	0,51	0,88
Ejemplo comparativo 1 + TCP* (0,5%)		0,50	0,85
Ejemplo comparativo 2 + TCP* (0,5%)		0,46	0,69

*TCP (fosfato de tricresilo; fabricado por Daihachi kagaku)

Tal como resulta claro a partir de la tabla 4, los aceites base lubricantes de los ejemplos mostraron una lubricidad sumamente superior a los de los ejemplos comparativos. Además, los aceites base lubricantes de los ejemplos tenían un nivel de lubricidad equivalente o superior cuando se compararon con aceites lubricantes comparativos añadidos junto con TPC, un agente antidesgaste.

Dado que los aceites base lubricantes y las composiciones de aceite lubricante de la presente invención muestran una alta biodegradabilidad y una alta estabilidad frente a la oxidación térmica, se utilizan adecuadamente en el campo en el que se necesita la biodegradabilidad de aceites lubricantes con el fin de evitar la contaminación medioambiental.

REIVINDICACIONES

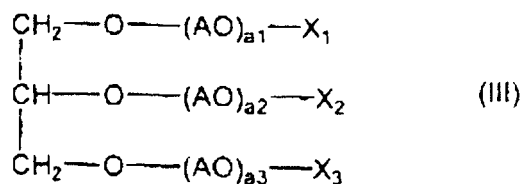
1. Uso de un aceite base lubricante biodegradable que comprende (a) un derivado de aceites y grasas obtenible
llevando a cabo en una mezcla de reacción una reacción de adición de un óxido de alquileo y una transesterificación,
utilizando aceites y grasas, un alcohol polihidroxilado, y el óxido de alquileo como materiales de partida, en el que
se utilizan de 5 a 150 mol del óxido de alquileo frente a 1 mol de los aceites y grasas, en el que el valor de yodo
de los aceites y grasas como materiales de partida es de no más de 60 (Ig/100 g) y en el que los aceites y grasas son
una composición que contiene ésteres de glicerol de ácidos grasos que abarcan aceites y grasas naturales, sintéticas o
hidrogenadas, o (b) un derivado de aceites y grasas obtenible mediante esterificación de todos o una parte de los grupos
hidroxilo terminales de los derivados de aceites y grasas según se definen en (a) con un ácido carboxílico alifático o
un derivado de éster del mismo, como un aceite hidráulico, un aceite de engrase, un aceite para sierra de cadena, un
aceite de motor de dos ciclos o de cuatro ciclos o un aceite para engranajes.

2. Uso según la reivindicación 1, en el que el aceite tiene un valor de yodo no superior a 50 (Ig/100 g).

3. Uso según la reivindicación 1 ó 2, en el que el aceite es obtenible utilizando de 9 a 90 mol del óxido de alquileo
frente a 1 mol de los aceites y grasas, conteniendo el óxido de alquileo del 40 al 100% en moles de óxido de etileno
y del 0 al 60% en moles de óxido de propileno.

4. Uso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el aceite puede obtenerse utilizando de 5 a 30
mol del óxido de alquileo frente a 1 mol de los aceites y grasas, conteniendo el óxido de alquileo del 0 al 40% en
moles de óxido de etileno y del 60 al 100% en moles de óxido de propileno.

5. Uso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el aceite contiene un compuesto representado
por la fórmula general (III):



en la que AO representa un óxido de alquileo; a_1 , a_2 y a_3 representan independientemente un número de 0 o un
número entero positivo, siendo $a_1 + a_2 + a_3$ 5 de a 150; X_1 , X_2 , y X_3 representan independientemente H o un grupo
 $\text{R}'\text{CO}$, siendo al menos uno de X_1 , X_2 y X_3 un grupo $\text{R}'\text{CO}$, y en la que R' es un grupo alquilo derivado del ácido
carboxílico alifático o los aceites y grasas.

6. Uso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el valor de yodo del aceite base lubricante
biodegradable es 20 o inferior.

7. Uso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que la cantidad del aceite base lubricante bio-
degradable es no inferior al 50% en peso, en una composición de aceite lubricante biodegradable que comprende al
menos un aceite seleccionado a partir del grupo que consiste en (i) aceites minerales, (ii) aceites y grasas naturales o
sintéticos, (iii) poli- α -olefina, (iv) polibuteno, y (v) ésteres de poliol.