

## Beschreibung

## Gebiet der Erfindung

- 5 Die Erfindung betrifft dispergierwirksame Viskositätsindex (VI)-Verbesserer mit guter Scherstabilität und guter Dispergier-Detergenzwirkung in Schmierölen, insbesondere für Diesel- und Otto-Motoren.

## Stand der Technik

- 10 Moderne Hochleistungsmotoren stellen zunehmend höhere Anforderungen an das Dispergier- und Detergenzvermögen der Motoren-Schmieröle.

- Im Bereich der Otto-Motoren dienen Motorentests in den dafür ausgewählten Motoren (DB-M 102 E oder Sequence VE-Test) zur Beurteilung der Schlamm-Dispergierwirkung. Auf der Seite der Diesel-Motoren wird die Neigung zur Bildung von Ablagerungen, die u.a. zu Ringstecken führen, im Motor-Test (VW-TD oder MWM-B) beurteilt.

- 15 Der Gesamtheit der Anforderungen kann in der Regel nur mit Mehrbereichsölen, die neben entsprechend abgestimmten Detergent-Inhibitor (DI)-Paketen in der Dispergier-/Detergenzwirkung optimierte VI-Verbesserer enthalten, entsprochen werden.

- In der US-A 3 198 739 werden Mineralözübereitungen mit einem Gehalt an Copolymeren aus C<sub>12</sub>-C<sub>20</sub>-Alkylmethacrylat und dem Methacrylsäureester eines  $\alpha,\omega$ -C<sub>5</sub>-C<sub>7</sub>-Alkandiolis beansprucht. Betont wird die gute Detergenz- und Anti-Schlammwirkung des Copolymeren. Eine gegenüber diesem US-Patent verbesserte Wirkung, insbesondere in Bezug auf den unerwünschten Viskositätsanstieg bzw. die Gelierung tritt durch die Zugabe eines niedermolekularen Vertreters einer Gruppe von Heterocyclen mit dem Strukturelement -RN-C=O ein. (Vgl. US-A 3 377 285)

- 25 Aus der FR-A 1 173 356 eröffnet sich eine unübersehbare Fülle zur strukturellen Variation von Öladditiven, da man sich die Auswahl aus allen Monomertypen vorbehält, die Öllöslichkeit vermitteln können. Eine Deutung der spezifischen Wirkungen funktionaler Gruppen im Hinblick auf die Detergenzwirkung wird nicht angegeben, jedoch kann aus der Beschreibung unter Heranziehung der Beispiele geschlossen werden, daß zum Erreichen einer spezifischen Detergenzwirkung die Anwesenheit von -OH und/oder -NH-Gruppen zwingend notwendig sei. Bestätigt wird dieser Schluß außer durch die vorstehend angeführten Druckschriften auch durch die FR-A 2 069 681. Auch dort werden neben olefinisch ungesättigten Estern mit  $\geq$ C<sub>8</sub>-Alkoholen Monomere mit Hydroxylgruppen copolymerisiert.

- 30 Daß spezielle Dispergierwirkung durch polare, insbesondere basische Comonomere, beispielsweise N-Vinylheterocyclen oder Dialkylaminoalkyl(meth)acrylate in polymere VI-Verbesserer eingebracht werden kann, ist schon seit langem bekannt (vgl. H. Rauch-Puntigam, Th. Völker, Acryl- und Methacrylverbindungen, p. 314 - 318, Springer-Verlag, Berlin 1967; Ullmanns Encyclopädie der technischen Chemie, 4. Auflage, Bd. 20, pg 547 - 550, Verlag Chemie 19 81)

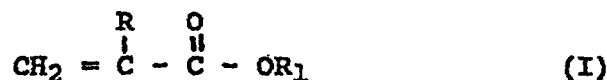
- 35 Als technisch besonders interessant hat sich die Pffropfung von Basispolymerisaten vom Typ der Olefincopolymerisate (OCP) und der Polyalkyl(meth)acrylate (PAMA) mit den dispergierwirksamen polaren Monomeren erwiesen, für die im Laufe der Zeit verschiedene Verfahrensvarianten vorgeschlagen wurden. (Vgl. DE-A 12 35 491, BE-A 592 880, US-A 4 281 081, US-A 4 338 418, US-A 4 290 025).

## Aufgabe und Lösung

- 45 Nach vorliegenden Erfahrungen eignet sich N-Vinylpyrrolidon neben N-Vinylimidazol besonders als dispergierwirksames Monomer. Insbesondere haben Pffropfprodukte auf OCP oder PAMA als Basispolymere, beziehungsweise als Bestandteile von konzentrierten Polymeremulsionen, die aus beiden Polymerklassen aufgebaut sind (sogenannte "Mixed Polymers", vgl. EP 14 746) praktische Bedeutung erlangt. Konzentrierte Emulsionen von Olefincopolymerisaten mit einem Pffopf- oder Blockcopolymerisat aus Olefincopolymerisatsequenzen und Poly(meth)acrylatsequenzen als Emulgator in einem Trägermedium, welches die Olefincopolymerisate im wesentlichen nicht löst, die Poly(meth)acrylatsequenzen jedoch löst, wobei die Olefincopolymerisate unter Anwendung von Scherkräften bei 40 - 150 Grad C im Trägermedium emulgiert werden, sind in dem EP 88 904 beschrieben.

- 50 die Polyalkyl(meth)acrylate (PAMA) aufgebaut sind aus 80 - 99,5 Gew.-Teilen Alkyl(meth)acrylaten der Formel

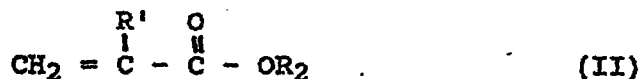
55



worin

R für Wasserstoff oder Methyl und R<sub>1</sub> für einen Alkylrest mit 6 bis 24 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise 8 bis 20 Kohlenstoffatomen steht

5 zusammen mit 0,5 - 20 Gew.-Teilen mindestens eines funktionalisierten Alkylmethacrylats der Formel II

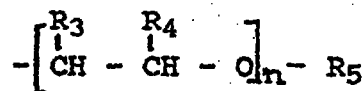


10

worin

R' für Wasserstoff oder Methyl steht und R<sub>2</sub> für einen mit mindestens einer OH-Gruppe substituierten Alkylrest mit 2 - 6 Kohlenstoffatomen oder für einen mehrfach alkoxylierten Rest

15



20

worin

R<sub>3</sub> und R<sub>4</sub> Wasserstoff oder Methyl, R<sub>5</sub> einen Alkylrest mit 1 bis 40 Kohlenstoffatomen und n eine ganze Zahl von 1 bis 60 bedeutet, steht, wobei die Summe aus den Monomeren der Formeln (I) und (II) 100 Gew.-Teile beträgt und

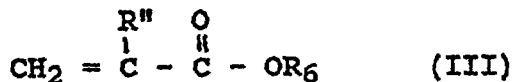
gegebenenfalls 0 - 20 Gew.-Teile eines oder mehrerer Monomeren der Formel III

25 Andererseits hat sich erwiesen, daß in vielen Fällen eine ausreichende Dispergier-/Detergenzwirkung dann erzielt werden kann, wenn die Pfropfausbeute bei der Pfropfung von N-Vinylpyrrolidon von ca. 60 % auf ca. 75 % gesteigert wird. Die Steigerung der Pfropfausbeute läßt sich zwar in naheliegender Weise durch Erhöhung der Pfropfkomponente von ca. 58 % auf ca. 70 % bezogen auf das PAMA-Basispolymerisat erreichen, man handelt sich aber dafür so schwerwiegende Nachteile ein, daß diese Maßnahme keinen echten Fortschritt bringt. So wird das Molekulargewicht durch vernetzende Nebenreaktionen der Basisketten (sogenannten Pfropfanstieg des Mw) in der Pfropfstufe mit N-Vinylpyrrolidon unverhältnismäßig erhöht, mit der Folge, daß die Scherstabilität drastisch abfällt. Die Relation "Verdickungswirkung zu Scherstabilität" genügt dann längst nicht den herrschenden Anforderungen.

30 Es bestand daher die Aufgabe, Polyalkyl(meth)acrylate, insbesondere in Form von hochkonzentrierten Polymeremulsionen mit ausreichender Dispergierwirkung und Detergenzwirkung zur Verfügung zu stellen, deren übrige Eigenschaften, insbesondere das Verhältnis "Verdickungswirkung zu Scherstabilität" den modernen Anforderungen genügen. Es wurde nun gefunden, daß die Additive gemäß vorliegender Erfindung den Anforderungen der Technik in hervorragendem Maße gerecht werden.

35 Gegenstand der Erfindung sind zur Verbesserung des Viskositätsindex geeignete konzentrierte Polymeremulsionen aus Polyalkyl(meth)acrylaten (PAMA) und Olefin-copolymerisaten (OCP) und/oder hydrierten Isopren- oder Butadien-Styrol-Copolymeren (HSD) und/oder hydriertem Polyisopren oder Polybutadien in flüssigen Trägermedien (TM) zur Verwendung als Öladditive mit verbesserter Dispergier- und Detergenzwirkung in Diesel- und Otto-Motoren, wobei

45



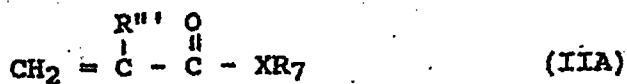
50

worin

R'' für Wasserstoff oder Methyl und

R<sub>6</sub> für einen Alkylrest mit 1 bis 5 Kohlenstoffatomen steht als Comonomeren.

55 Neben den Monomeren der Formel II bzw. III können in den Polyalkyl(meth)acrylaten (PAMA) weiterhin noch zusätzlich 0 - 20 Gew.-Teile, vorzugsweise 0,5 bis 15 Gew.-Teile funktionalisierte Alkyl(meth)acrylate der Formel IIA



5  
 worin  
 X für Sauerstoff oder



10  
 und  
 15 R''' für Wasserstoff oder Methyl steht und R<sub>7</sub> für einen mit mindestens einer Gruppe -NR<sub>6</sub>R<sub>6</sub> substituierten, gegebenenfalls verzweigten Alkylrest mit 2 bis 20, vorzugsweise 2 bis 6 Kohlenstoffatomen, wobei R<sub>6</sub> und R<sub>6</sub> unabhängig voneinander für einen Alkylrest mit 1 bis 20, vorzugsweise 1 bis 6 Kohlenstoffatomen stehen oder worin R<sub>6</sub> und R<sub>6</sub> unter Einbeziehung des Stickstoffatoms und gegebenenfalls eines weiteren Stickstoff- oder Sauerstoffatoms einen 5- oder 6-gliedrigen Ring bilden, der gegebenenfalls mit C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkyl substituiert sein kann und worin R'<sub>6</sub> dieselbe Bedeutung wie R<sub>6</sub> besitzt und/oder eine vinylische heterocyclische Verbindung der Formel IIB



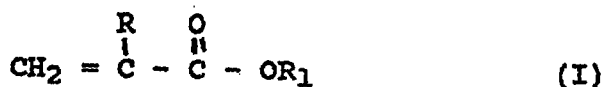
25  
 worin

30 Bs einen fünf- oder sechsgliedrigen Heterocyclus, insbesondere einen N-Heterocyclus, vorzugsweise aus der Gruppe in der Bs für einen Pyridin-, Carbazol-, Imidazol- und insbesondere einen Pyrrolidon-Rest steht,

copolymerisiert werden.

Bei einer besonderen Ausgestaltung der Erfindung sind im Anschluß an die Polymerisation der Monomeren der Formeln I, II, IIA, IIB und gegebenenfalls III noch weitere 0,5 bis 15 Gew.-Teile Monomere der Formel IIA und/oder IIB, gegebenenfalls zusammen mit 1 bis 30 Gew.-Teilen Monomeren der Formel I und III zugegeben und polymerisiert worden.

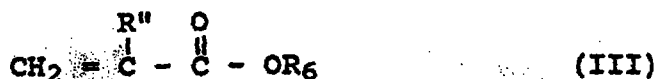
40 Gegenstand der vorliegenden Anmeldung ist weiterhin ein Verfahren zur Herstellung von konzentrierten Polymerisatemulsionen aus zur Verbesserung des Viskositätsindex geeigneten Poly(meth)acrylaten und Olefinocopolymerisaten in flüssigen Trägermedien zur Verwendung als Öladditive mit verbesserter Dispergier- und Detergenzwirkung in Diesel- und Ottomotoren, wobei als Monomere 80 bis 99,5 Gew.-Teile Alkyl(meth)acrylate der Formel I



zusammen mit 0,5 bis 20 Gew.-Teile funktionalisierten Alkyl(meth)acrylaten der Formel II



55 wobei die Summe der Monomeren der Formeln (I) und (II) stets 100 Gew.-Teile beträgt und 0 - 20 Gew.-Teile eines oder mehrerer Monomeren der Formel III



5

und 0 - 20 Gew.-Teile eines oder mehrerer Monomeren der Formeln IIA und/oder IIB, wobei die vorkommenden Substituenten (R, R', R'', R''', X, R<sub>1</sub> - R<sub>6</sub> und Bs) die oben bezeichneten Bedeutungen besitzen, in Gegenwart von 1 - 30 Gew.-% (bezogen auf die Gesamtheit der im Ansatz vorhandenen Monomeren und Polymeren) Olefincopolymere (OCP) und/oder hydrierte Isopren- oder Butadien-Styrol-Copolymere (HSD) und/oder hydriertes Poly-Isopren oder Poly-Butadien polymerisiert werden.

10

In einer besonderen Ausgestaltung des Verfahrens zur Herstellung von konzentrierten Polymerisatemulsionen kann die Polymerisation der Monomeren I, II, IIA, IIB und III unter Zusatz von 0,1 bis 2,0 Gew.-% Radikal-Initiator und bei gleichzeitiger Anwesenheit von 0,05 bis 0,5 Gew.-% Molekulargewichtsreglern, jeweils bezogen auf die Gesamtheit der Monomeren durchgeführt werden. Als Regler können an sich übliche Schwefelregler (vgl. Th. Völker, H. Rauch-Puntigam, Acryl- und Methacrylverbindungen, Springer-Verlag 1968) dienen, aber auch Produkte wie Terpinolen und dessen Derivate.

15

Vorzugsweise werden die Konzentrationen der Monomeren und Polymeren so bemessen, daß die Gesamtheit der in dem flüssigen Trägermedium TM vorhandenen Monomeren und Polymeren 40 bis 75 Gew.-%, vorzugsweise 55 bis 70 Gew.-% bezogen auf das Gesamtsystem beträgt.

20

Bei einer weiteren, vorteilhaften Ausgestaltung des Verfahrens wird zu dem Polymerisationsansatz nach Abschluß der Polymerisation noch weiteres Olefincopolymerisat in solchen Mengen zugegeben, daß der Olefincopolymerisatanteil am gesamten vorhandenen Polymerisat 31 bis 80 Gew.-% ausmacht. Das Olefincopolymerisat kann vorteilhafterweise tel quel, d.h. in unverdünnter Form zugesetzt werden, wobei man es vorteilhafterweise unter Anwendung von Scherkräften einemulgiert.

25

Alternativ kann das zusätzliche Olefincopolymerisat auch in Form einer Lösung, beispielsweise einer 10 - 20 %-igen Lösung in dem flüssigen Trägermedium zugesetzt werden.

Wie bereits aus dem Vorstehenden hervorgeht, dienen an sich bekannte VI-Verbesserer, nämlich Olefincopolymerisate (OCP), Polyalkyl(meth)acrylate (PAMA) sowie die vorstehend genannten "Mixed Polymers" z.B. gemäß EP 14 746 als Basispolymerisate für das erfindungsgemäße Verfahren.

30

#### Die Polyalkyl(meth)acrylate

Bei den Polyalkyl(meth)acrylaten handelt es sich in erster Linie um solche mit Alkylresten mit 6-24 Kohlenstoffatomen, die zu einer Löslichkeit im Mineralöl führen. Kürzere Alkylreste und solche mit polaren Substituenten, die keine Löslichkeit im Mineralöl vermitteln, können bis zu einem bestimmten Anteil vorhanden sein. Die Molekulargewichte  $M_w$  liegen zwischen 5 000 und 1 000 000, bevorzugt zwischen 50 000 und 500 000. Derartige Produkte sind in den Druckschriften GB-C 1 068 938, US-A 3 732 334, US-A 4 149 984, US-A 4 229 311, US-A 4 281 081, US-A 4 338 418, US-A 4 290 925, DE-A 3 339 103, DE-A 3 607 444, DE-A 3 613 992, sowie US-A 4 677 151, US-A 4 622 358, US-A 4 822 508 beschrieben. Die bei dem erfindungsgemäßen Verfahren anzuwendenden Monomeren seien im folgenden erläuternd dargestellt.

35

40

#### Die Alkyl(meth)acrylate

Erfindungsgemäß werden obligatorisch Alkyl(meth)acrylate der Formel I in Anteilen von 80 bis 99,5, vorzugsweise 90 bis 98,5 Gew.-Teilen copolymerisiert. Als Monomere der Formel I seien z.B. (Meth)acrylsäureester von Talgfettalkoholen (z.B. im C-Zahlbereich 14 - 20, im Mittel ca. 17,3), von Kokosfettalkoholen (C-Zahlbereich 10 - 16, im Mittel ca. 12,6) oder von Synthesealkoholen wie Dobanol 25<sup>R</sup> (C-Zahlbereich 11 - 16, im Mittel 13,5) genannt.

45

Als funktionalisierte Monomere der Formel II seien einmal diejenigen mit einer OH-Gruppe im Alkylrest, insbesondere in  $\omega$ -Stellung des Alkylrests genannt z.B. das 2-Hydroxyethylmethacrylat und das -acrylat, das 3-Hydroxypropylmethacrylat und -acrylat, sowie die in 2-Stellung einfach oder doppelt methylsubstituierten Derivate, 4-Hydroxybutylmethacrylat und -acrylat, aber auch das 2-Hydroxypropylmethacrylat und -acrylat.

50

Spezifisches Interesse wegen ihrer geringen sonstigen Aggressivität unter Praxis-Bedingungen in der motorischen Prüfung kommen den Monomeren der Formel II zu, in denen R<sub>2</sub> für einen vielfach alkoxylierten, insbesondere ethoxylierten Rest steht, beispielsweise 2-(2-Ethoxyethoxy)ethyl-methacrylat und -acrylat bis zu (Meth)acrylsäureestern von C<sub>1</sub>-C<sub>18</sub>-Fettalkoholgemischen mit mittleren Ethoxylierungsgraden 1 bis 80, z.B. mit einem mittleren Ethoxylierungsgrad 11 bzw. 25, ausgehend von entsprechenden industriellen Produkten. Genannt seien (Meth)acrylsäureester von Carbowax 550®, Marlipal 1618/11®, Marlipal 1618/25®, Carbowax

55

2000® und Carbowax 750®.

Zu nennen sind weiterhin die funktionalisierten Monomeren der Formel IIA, worin  $R_7$  für eine Alkylendialkylaminogruppe steht, insbesondere das 2-Dimethylamino- und das 2-Diethylaminoethylmethacrylat und -acrylat, 3-Dimethylaminopropylmethacrylat und -acrylat und die entsprechenden Diethylaminoverbindungen, sowie die entsprechenden Amide, insbesondere das N-(3-dimethylaminopropyl)-methacrylamid. Diese Comonomeren können beispielsweise durch Copolymerisation zusammen mit Verbindungen der Formel II einpolymerisiert werden aber auch zu einem späteren Zeitpunkt. Weiter fallen unter die Formel IIA heterocyclisch substituierte Monomere wie z.B. das 2-(1-Imidazolyl) ethylmethacrylat und -acrylat, das 2-(4-Morpholinyl)ethylmethacrylat und -acrylat und das 1-(2-Methylacryloyloxyethyl)-2-pyrrolidon, sowie die entsprechenden Amide.

Weiter kommt den Monomeren der Formel IIB besondere Bedeutung zu, vor allem dem N-Vinylpyrrolidon-2.

#### Die Olefincopolymerisate OCP

Die erfindungsgemäß zur verwendenden Olefincopolymerisate sind an sich bekannt. Es handelt sich in erster Linie um aus Ethylen-, Propylen-, Butylen- und/oder weiteren  $\alpha$ -Olefinen mit 5 bis 20°C-Atomen aufgebaute Polymerisate, wie sie bereits als VI-Verbesserer empfohlen worden sind. Das Molekulargewicht  $\bar{M}_w$  liegt im allgemeinen bei 10 000 bis 300 000, vorzugsweise zwischen 50 000 und 150 000. Derartige Olefincopolymerisate sind beispielsweise in den deutschen Offenlegungsschriften DE-A 16 44 941, DE-A 17 69 834, DE-A 19 39 037, DE-A 19 63 039 und DE-A 20 59 981 beschrieben. Sofern das Basisacopolymerisat aus einem hydrierten Polyisopren oder Copolymerisat mit Styrol besteht, sind käufliche hydrierte Produkte (z.B. Handelsprodukte SHELLVIS 50, 200 oder 250®) bevorzugt. Besonders gut brauchbar sind Ethylen-Propylen-Copolymere, ebenfalls sind Terpolymere mit den bekannten Terkomponenten, wie Ethylen-Norbornen (vgl. Macromolecular Reviews, Vol. 10 (1975)) möglich, es ist jedoch deren Neigung zur Vernetzung beim Alterungsprozeß mit einzukalkulieren. Die Verteilung kann dabei weitgehend statistisch sein, es können aber auch mit Vorteil-Sequenzpolymere mit Ethylenblöcken angewendet werden. Das Verhältnis der Monomeren Ethylen-Propylen ist dabei innerhalb gewisser Grenzen variabel, die bei etwa 75 % für Ethylen und etwa 80 % für Propylen als obere Grenze angesetzt werden können. Infolge seiner verminderten Löslichkeitstendenz in Öl ist bereits Polypropylen weniger geeignet als Ethylen-Propylen-Copolymere.

#### Das Polymerisationsverfahren

Als Lösungsmittel bzw. Trägermedium TM wird zweckmäßig ein mit der nachfolgenden Anwendung compatibles inertes Lösungsmittel mit einem Siedepunkt von mindestens 300 Grad C bei 760 mm, zweckmäßigerweise ein Mineralöl angewendet. Die Lösungsmittel fallen demnach z.B. in die Gruppe der Kohlenwasserstoffe wie Kerosin (Siedebereich 180 - 210 Grad C), der napthenbasischen Öle, der paraffinbasischen Öle oder der Gasöle. (Vgl. Ullmanns Enzyklopädie der Techn. Chemie, 4. Auflage, Bd. 10, S.641 - 714. Bei der Herstellung von konzentrierten Polymerisatemulsionen werden vorteilhaft Trägermedien eingesetzt, die OCP nur begrenzt lösen bzw. nur Quellungsmittel sind, wie sie ausführlich in USP 4 677 151 und US-P 4 622 358 beschrieben worden sind. Insbesondere sind dies Phthalsäureester wie Dibutylphthalat und Ester der 2,2,4-Trimethyladipinsäure z.B. mit einem Gemisch Octanol/Decanol. Auch die mono- oder multifunktionellen Alkohole selbst kommen in Frage, z.B. Hexadecanol, Octadecanol, Diäthylenglykol, Tetraäthylenglykol und Methoxypolyäthylenglykole mit Äthoxylierungsgraden von ca. 2 - 50.

Die Polymerisation der Alkyl(meth)acrylate wird im allgemeinen als Monomierzulaufpolymerisation bei 80 - 100 Grad C im flüssigen Trägermedium unter Zusatz von peroxidischen Initiatoren wie t-Butylperoctoat durchgeführt. Im Falle der Herstellung von konzentrierten Polymerisatemulsionen geschieht dies im Anwesenheit von einer kleinen Menge gelöstem OCP. Die Polymerisation ist üblicherweise nach ca. 8 Stunden beendet. Anschließend können weitere Monomere bei 130 Grad C unter Zusatz von t-Butylperbenzoat pfpfend aufpolymerisiert werden. Abschließend wird dann durch Zugabe von weiterem OCP und gegebenenfalls Lösungsmittel bzw. Trägermedium die gewünschte Endzusammensetzung eingestellt.

#### Die Additive

Die erfindungsgemäßen VI-verbessernden Additive mit Dispergier-/Detergenzwirkung stehen in der Regel als relativ konzentrierte Polymerlösungen in den Trägermedien zur Verfügung. Im allgemeinen beträgt der Gehalt an Polymerisat in den Konzentraten 30 bis 75 Gew.-%, bevorzugt 40 bis 70 %. Man setzt sie vorteilhaft den Ölen bzw. Fraktionen, deren Viskositätsindices zu verbessern sind, in solchen Mengen zu, daß diese vorzugsweise 1 bis 10 Gew.-% an den polymeren Additiven gemäß der vorliegenden

Erfindung enthalten.

Der Vorteil der erfindungsgemäßen Additive besteht in einer hervorragenden Dispergier- und Detergenzwirkung in Otto- und Diesel-Motoren bei vollständig neutralem Verhalten gegen Dichtungsmaterialien wie z.B. Viton®.

#### Testmethoden

Die Prüfung erfolgt nach

1. CCMC European Oil Sequence For Service - Fill Oils For Gasoline Engines, Classes G4 and G5: Low Temperature Sludge nach ASTM 315 H, Part III, Seq. VE.  
Black Sludge M 102 E: nach CEC L-41-T-88
2. CCMC European Oil Sequence For Service - Fill Oils For Diesel Engines, Classes D4, D5 and PD2: Ring Sticking and Piston Cleanliness VW 1,6 TC Diesel nach CEC L-35-T-84.
3. Screening-Test For Bore Polishing and Piston Cleanliness For Diesel Engines: MWM B nach CEC-L-12-A-76
4. VW-Elastomer-Test TL-VW 521 v. 07.10.1988, FKM-E-281.
5. Viskositätsbestimmung nach DIN 51562 (Ubbelohde-Viskosimeter).

Die folgenden Beispiele dienen zur Erläuterung der Erfindung.

SSI = Scherstabilitätsindex: Verlust an Verdickungswirkung in % bei Scherstabilitätsprüfung nach DIN 51382

Ferner wurden folgende Abkürzungen verwendet:

"DI-Paket A" ist ein handelsübliches DI-Paket der API-Leistungsklasse SF/CC.

"DI-Paket B" ist ein handelsübliches DI-Paket der API-Leistungsklasse, SF/CD.

#### BEISPIELE

##### A. Herstellung der Viskositätsindex-Verbesserer

##### a) Additiv 1

In einem 2 l-Vierhalsrundkolben mit Rührer, Thermometer, Rückflußkühler und Dosierleitung wird folgende Mischung vorgelegt:

|          |                                                         |
|----------|---------------------------------------------------------|
| 400,00 g | Mineralöl ( $\eta$ 100 Grad C = 3,9 mm <sup>2</sup> /s) |
| 4,44 g   | 2-Hydroxyethylmethacrylat                               |
| 39,96 g  | Methacrylsäureester eines C12-C18-Alkoholgemisches      |
| 0,35 g   | Dodecylmercaptan                                        |
| 1,00 g   | tert.-Butylperoctoat                                    |

Nach Lösen der Komponenten wird bei 90 Grad C nachstehendes Gemisch über einen Zeitraum von 3,5 Stunden gleichmäßig zudosiert:

|          |                                                    |
|----------|----------------------------------------------------|
| 55,56 g  | 2-Hydroxyethylmethacrylat                          |
| 500,04 g | Methacrylsäureester eines C12-C18-Alkoholgemisches |
| 4,44 g   | Dodecylmercaptan                                   |
| 1,67 g   | tert.-Butylperoctoat                               |

Zwei Stunden nach Zulaufende wird mit 1,2 g tert.-Butylperoctoat nachgefüllt. Gesamtpolymerisationszeit 8 Stunden. Es wird eine klare, viskose Lösung erhalten.

Polymerisatgehalt = 60 Gew.-%

Viskosität (100 Grad C, 60 Gew.-%ig) = 1 300 mm<sup>2</sup>/s

Viskosität (100 Grad C, 6 Gew.-%ig in Mineralöl mit  $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s) = 9,7 mm<sup>2</sup>/s

SSI (6 Gew.-%ig in Mineralöl mit  $\eta$  100 Grad C = 6,4 mm<sup>2</sup>/s) = 3,6

##### b) Additiv 2

Apparatur und Durchführung wie Beispiel 1; vorgelegt werden:

|         |                                                                                                         |
|---------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 400,0 g | Mineralöl ( $\eta$ 100 Grad C = 3,9 mm <sup>2</sup> /s)                                                 |
| 5,73 g  | Methacrylsäureester eines ethoxylierten C16-C18-Fettalkoholgemisches, mittlerer Ethoxylierungsgrad = 25 |
| 3,86 g  | Methylmethacrylat                                                                                       |
| 34,81 g | Methacrylsäureester eines C12-C15-Alkoholgemisches                                                      |

0,35 g Dodecylmercaptan

1,00 g tert.-Butylperoctoat

zudosiert werden:

5 71,67 g Methacrylsäureester eines ethoxylierten C16-C18-Fettalkoholgemisches, mittlerer Ethoxylierungsgrad = 25

48,33 g Methylmethacrylat

435,60 g Methacrylsäureester eines C12-C15-Alkoholgemisches

4,44 g Dodecylmercaptan

10 1,67 g tert.-Butylperoctoat

Zwei Stunden nach Zulaufende wird mit 1,2 g tert.-Butylperoctoat nachgefüllt. Gesamtpolymerisationszeit 8 Stunden. Es wird eine klare, viskose Lösung erhalten.

Polymerisatgehalt = 60 Gew.-%

Viskosität (100 Grad C, 60 Gew.-%ig) = 270 mm<sup>2</sup>/s

15 Viskosität (100 Grad C, 6 Gew.-%ig in Mineralöl mit  $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s) = 9,7 mm<sup>2</sup>/s.

SSI (6 Gew.-%ig in Mineralöl mit  $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s) = 3,6

#### c) Additiv 3

20 Apparatur und Durchführung wie Beispiel 1; vorgelegt werden:

360,0 g Mineralöl ( $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s)

42,0 g Ethylen-Propylen-Copolymerisat (50 Gew.-% Ethylen; SSI (1 %ig in Mineralöl  $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s) = 24)

25 5,5 g Methacrylsäureester eines ethoxylierten C16-C18-Fettalkoholgemisches; mittlerer Ethoxylierungsgrad = 25

2,5 g Methylmethacrylat

36,7 g Methacrylsäureester eines C12-C15-Alkoholgemisches

0,05 g Terpinolen

0,61 g tert.-Butylperoctoat

30 zudosiert werden:

92,7 g Methacrylsäureester eines ethoxylierten C16-C18-Fettalkoholgemisches, mittlerer Ethoxylierungsgrad = 25

42,2 g Methylmethacrylat

618,6 g Methacrylsäureester eines C12-C15-Alkoholgemisches

35 0,75 g Terpinolen

3,39 g tert.-Butylperoctoat

2 Stunden nach Zulaufende wird mit 1,6 g tert.-Butylperoctoat nachgefüllt. Gesamtpolymerisationszeit 8 Stunden. Es wird eine leicht trübe, viskose Lösung erhalten.

Diese Lösung wird in einen 4 l-Dreihalskolben mit Rührer, Thermometer und Rückflußkühler gegeben und auf 40 100 Grad C gebracht.

Danach Zugabe von:

384,5 g Ethylen-Propylen-Copolymerisat (50 Gew.-% Ethylen; SSI (1 %ig in Mineralöl  $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s) = 24)

1 476,7 g Mineralöl ( $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s)

45 Nach Auflösen bei 100 Grad C innerhalb 8 Stunden wird eine trübe, viskose Emulsion erhalten.

Polymerisatgehalt: 40 Gew.-%

Viskosität (100 Grad C, 40 Gew.-%ig) = 2 800 mm<sup>2</sup>/s

Viskosität (100 Grad C, 3 Gew.-%ig in Mineralöl mit

$\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s) = 14,1 mm<sup>2</sup>/s

50 SSI (3 Gew.-%ig in Mineralöl mit  $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s) = 24

#### d.) Additiv 4

Apparatur und Durchführung wie Beispiel 1; vorgelegt werden:

55 360,0 g Mineralöl ( $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s)

42,0 g Ethylen-Propylen-Copolymerisat (50 Gew.-% Ethylen; SSI (1 %ig in Mineralöl  $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s) = 24)

2,24 g 2-Hydroxyethylmethacrylat

42,46 g Methacrylsäureester eines C12-C18-Alkoholgemisches

- 0,05 g Terpinolen  
 2,10 g tert.-Butylperoctoat  
 zudosiert werden:
- 5 37,7 g 2-Hydroxyethylmethacrylat  
 715,8 g Methacrylsäureester eines C12-18-Alkoholgemisches  
 0,75 g Terpinolen  
 3,39 g tert.-Butylperoctoat
- 2 Stunden nach Zulaufende wird mit 1,6 g tert.-Butylperoctoat nachgefüttert. Gesamtpolymerisationszeit  
 10 8 Stunden. Es wird eine leicht trübe, hochviskose Lösungen erhalten.  
 Diese Lösung wird in einen 4 l-Dreihalskolben mit Rührer, Thermometer und Rückflußkühler gegeben und auf 100 Grad C gebracht.  
 Danach Zugabe von:
- 15 384,5 g Ethylen-Propylen-Copolymerisat (50 Gew.-% Ethylen, SSI (1 %ig in Mineralöl  $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s) = 24)  
 1 476,7 g Mineralöl ( $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s)
- Nach Auflösen bei 100 Grad C innerhalb 8 Stunden wird eine trübe, viskose Emulsion erhalten.  
 Polymerisatgehalt: 40 Gew.-%  
 Viskosität (100 Grad C, 40 Gew.-%ig) = 2 800 mm<sup>2</sup>/s  
 20 Viskosität (100 Grad C, 3 Gew.-%ig in Mineralöl mit  $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s) = 14,1 mm<sup>2</sup>/s  
 SSI (3 Gew.-%ig in Mineralöl mit  $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s) = 24

## e) Additiv 5

- 25 Apparatur und Durchführung wie Beispiel 1; vorgelegt werden:
- 360,0 g Mineralöl ( $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s)  
 42,0 g Ethylen-Propylen-Copolymerisat (50 Gew.-% Ethylen; SSI (1 %ig in Mineralöl  $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s) = 24  
 0,22 g 2-Dimethylaminoethylmethacrylat  
 30 2,60 g Methylmethacrylat  
 41,88 g Methacrylsäureester eines C12-C18-Alkoholgemisches  
 0,05 g Terpinolen  
 2,40 g tert.-Butylperoctoat  
 zudosiert werden:
- 35 3,77 g 2-Dimethylaminoethylmethacrylat  
 43,70 g Methylmethacrylat  
 706,03 g Methacrylsäureester eines C12-C18-Alkoholgemisches  
 0,75 g Terpinolen  
 7,50 g tert.-Butylperoctoat
- 40 2 Stunden nach Zulaufende wird mit 1,6 g tert.-Butylperoctoat nachgefüttert. Gesamtpolymerisationszeit  
 8 Stunden.  
 Danach Zugabe von:
- 26,0 g N-Vinylpyrrolidon-2  
 11,0 g Mineralöl ( $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s)  
 45 und Aufheizen auf 130 Grad C.  
 Nach Erreichen der Temperatur erfolgt die Zugabe von 1,95 g tert.-Butylperbenzoat, wobei jeweils nach  
 1 und 2 Stunden mit weiteren 0,94 g tert.-Butylperbenzoat nachgefüttert wird. Gesamtdauer der Pfropfung 6  
 Stunden. Es wird eine leicht trübe, viskose Lösung erhalten. Diese Lösung wird in einem 1 l-Dreihalskolben  
 mit Rührer, Thermometer und Rückflußkühler gegeben und auf 100 Grad C gebracht.
- 50 Danach Zugabe von:
- 384,5 g Ethylen-Propylen-Copolymerisat (50 Gew.-% Äthylen; SSI (1 %ig in Mineralöl  $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s) = 24)  
 1 476,7 g Mineralöl ( $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s)
- Nach Auflösen bei 100 Grad C innerhalb 8 Stunden wird eine trübe, viskose Emulsion erhalten.  
 55 Polymerisatgehalt: 40 Gew.-%  
 Viskosität (100 Grad C, 40 Gew.-%ig) = 2 800 mm<sup>2</sup>/s  
 Viskosität (100 Grad C, 3 Gew.-%ig in Mineralöl mit  $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s) = 14,1 mm<sup>2</sup>/s  
 SSI (3 Gew.-%ig in Mineralöl mit  $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s) = 24

## f) Additiv 6

Apparatur und Durchführung wie Beispiel 1; vorgelegt werden:

- 5 417,0 g Mineralöl ( $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s)  
 29,15 g Ethylen-Propylen-Copolymerisat (50 Gew.-% Ethylen, SSI (1 %ig in Mineralöl  $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s) = 24)  
 2,87 g Methylmethacrylat  
 46,70 g Methacrylsäureester eines C12-C18-Alkoholgemisches  
 10 3,0 g tert.-Butylperoctoat  
 zudosiert werden:  
 29,25 g Methylmethacrylat  
 475,13 g Methacrylsäureester eines C12-C18-Alkoholgemisches  
 5,00 g tert.-Butylperoctoat  
 15 2 Stunden nach Zulaufende wird mit 1,1 g tert.-Butylperoctoat nachgefüttert. Gesamtpolymerisationszeit 8 Stunden.  
 danach Zugabe von:  
 18,03 g N-Vinylpyrrolidon-2  
 12,90 g Mineralöl ( $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s)  
 20 und Aufheizen auf 130 Grad C  
 Nach Erreichen der Temperatur erfolgt die Zugabe von 1,5 g tert.-Butylperbenzoat, wobei jeweils nach 1 und 2 Stunden mit weiteren 0,72 g tert.-Butylperbenzoat nachgefüttert wird. Gesamtdauer der Pfropfung 6 Stunden. Es wird eine leicht trübe, viskose Lösung erhalten.  
 Diese Lösung wird in einen 4 l-Dreihalskolben mit Rührer, Thermometer und Rückflußkühler gegeben und  
 25 auf 100 Grad C gebracht.  
 Danach Zugabe von:  
 266,88 g Ethylen-Propylen-Copolymerisat (50 Gew.-% Ethylen; SSI (1 %ig in Mineralöl  $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s) = 24)  
 857,90 g Mineralöl ( $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s)  
 30 Nach Auflösen bei 100 Grad C innerhalb 8 Stunden wird eine trübe, viskose Emulsion erhalten.  
 Polymerisatgehalt: 40 Gew.-%  
 Viskosität (100 Grad C, 40 Gew.-%ig) = 2 800 mm<sup>2</sup>/s  
 Viskosität (100 Grad C, 3 Gew.-%ig in Mineralöl mit  $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s) = 24

## 35 g) Additiv 7

Apparatur und Durchführung wie Beispiel 1; vorgelegt werden:

- 400,00 g Mineralöl ( $\eta$  100 Grad C = 3,9 mm<sup>2</sup>/s)  
 1,55 g N-Dimethylaminopropylmethacrylamid  
 40 4,44 g Methylmethacrylat  
 38,45 g Methacrylsäureester eines C12-C18-Alkoholgemisches  
 0,35 g Dodecylmercaptan  
 1,00 g tert.-Butylperoctoat  
 zudosiert werden:  
 45 19,44 g N-Dimethylaminopropylmethacrylamid  
 55,56 g Methylmethacrylat  
 480,56 g Methacrylsäureester eines C12-C18-Alkoholgemisches  
 4,44 g Dodecylmercaptan  
 1,67 g tert.-Butylperoctoat  
 50 Zwei Stunden nach Zulaufende wird mit 1,2 g tert.-Butylperoctoat nachgefüttert. Gesamtpolymerisationszeit 8 Stunden. Es wird eine klare, viskose Lösung erhalten.  
 Polymerisatgehalt = 60 Gew.-%  
 Viskosität (100 Grad C, 60 Gew.-%ig) = 500 mm<sup>2</sup>/s  
 Viskosität (100 Grad C, 6 Gew.-%ig in Mineralöl mit  $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s) = 9,8 mm<sup>2</sup>/s  
 55 SSI (6 Gew.-%ig in Mineralöl mit  $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s) = 3,6

## h) Additiv 8

Apparatur und Durchführung wie Beispiel 1; vorgelegt werden:

|    |                   |                                                         |
|----|-------------------|---------------------------------------------------------|
|    | 400,0 g           | Mineralöl ( $\eta$ 100 Grad C = 3,9 mm <sup>2</sup> /s) |
|    | 2,0 g             | N-Vinylpyrrolidon-2                                     |
|    | 4,44 g            | Methylmethacrylat                                       |
| 5  | 38,00 g           | Methacrylsäureester eines C12-C18-Alkoholgemisches      |
|    | 0,35 g            | Dodecylmercaptan                                        |
|    | 1,00 g            | tert.-Butylperoctoat                                    |
|    | zudosiert werden: |                                                         |
|    | 25,00 g           | N-Vinylpyrrolidon-2                                     |
| 10 | 55,56 g           | Methylmethacrylat                                       |
|    | 475,00 g          | Methacrylsäureester eines C12-C18-Alkoholgemisches      |
|    | 4,44 g            | Dodecylmercaptan                                        |
|    | 1,67 g            | tert.-Butylperoctoat                                    |

15 Zwei Stunden nach Zulaufende wird mit 1,2 g tert.-Butylperoctoat nachgefüttert. Gesamtpolymerisationszeit 8 Stunden. Es wird eine klare, viskose Lösung erhalten.

Polymerisatgehalt = 60 Gew.-%ig

Viskosität (100 Grad C, 60 Gew.-%ig) = 980 mm<sup>2</sup>/s

Viskosität (100 Grad C, 6 Gew.-%ig in Mineralöl mit  $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s) = 9,8 mm<sup>2</sup>/s

SSI (6 Gew.-%ig in Mineralöl mit  $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s) = 3,6

20

## B. Anwendung der Viskositätsindex-Verbesserer als Additive

### Beispiel 1

25 In einem 20 l-VA-Behälter, versehen mit Heizung, Rührung und Thermometer werden bei 65 Grad C folgende Komponenten zu einem 10 W-30-Mehrbereichsöl aufgemischt:

|    |           |                                                                                                                              |
|----|-----------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|    | 331,5 g   | Additiv 1                                                                                                                    |
|    | 975,0 g   | Ethylen-Propylen-Copolymerisat (50 Gew.-% Ethylen, SSI (1 %ig in Mineralöl $\eta$ 100 Grad C = 5,4 mm <sup>2</sup> /s) = 24) |
| 30 |           | Das Copolymerisat lag als 11 Gew.-%ige Lösung in Mineralöl ( $\eta$ 100 Grad C = 5,4 mm <sup>2</sup> /s) vor                 |
|    | 1 280,0 g | DI-Paket A                                                                                                                   |
|    | 1 300,0 g | Poly- $\alpha$ -olefin ( $\eta$ 100 Grad C = 4 mm <sup>2</sup> /s)                                                           |
|    | 4 550,0 g | Mineralöl ( $\eta$ 100 Grad C = 3,9 mm <sup>2</sup> /s)                                                                      |
|    | 4 563,0 g | Mineralöl ( $\eta$ 100 Grad C = 6,2 mm <sup>2</sup> /s)                                                                      |

35

### Beispiel 2

Apparatur und Durchführung wie Beispiel 1. Folgende Komponenten werden zu einem 10 W-30-Mehrbereichsöl aufgemischt:

|    |           |                                                                                                                              |
|----|-----------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 40 | 331,5 g   | Additiv 2                                                                                                                    |
|    | 975,0 g   | Ethylen-Propylen-Copolymerisat (50 Gew.-% Ethylen, SSI (1 %ig in Mineralöl $\eta$ 100 Grad C = 5,4 mm <sup>2</sup> /s) = 24) |
|    |           | Das Copolymerisat lag als 11 Gew.-%ige Lösung in Mineralöl ( $\eta$ 100 Grad C = 5,4 mm <sup>2</sup> /s) vor                 |
|    | 1 280,5 g | DI-paket A                                                                                                                   |
| 45 | 1 399,9 g | Poly- $\alpha$ -olefin ( $\eta$ 100 Grad C = 4 mm <sup>2</sup> /s)                                                           |
|    | 4 550,0 g | Mineralöl ( $\eta$ 100 Grad C = 3,9 mm <sup>2</sup> /s)                                                                      |
|    | 4 563,0 g | Mineralöl ( $\eta$ 100 Grad C = 6,2 mm <sup>2</sup> /s)                                                                      |

### Beispiel 3

50

Apparatur und Durchführung wie Beispiel 1. Folgende Komponenten werden zu einem 10 W-30-Mehrbereichsöl aufgemischt:

|    |           |                                                                    |
|----|-----------|--------------------------------------------------------------------|
|    | 762,8 g   | Additiv 3                                                          |
|    | 1 280,5 g | DI-Paket A                                                         |
| 55 | 1 300,0 g | Poly- $\alpha$ -olefin ( $\eta$ 100 Grad C = 4 mm <sup>2</sup> /s) |
|    | 407,2 g   | Mineralöl ( $\eta$ 100 Grad C = 5,4 mm <sup>2</sup> /s)            |
|    | 4 550,0 g | Mineralöl ( $\eta$ 100 Grad C = 3,9 mm <sup>2</sup> /s)            |
|    | 4 699,5 g | Mineralöl ( $\eta$ 100 Grad C = 6,2 mm <sup>2</sup> /s)            |

**Beispiel 4**

- Apparatur und Durchführung wie Beispiel 1. Folgende Komponenten werden zu einem 10 W-30-Mehrbe-
- 5 reichsöl aufgemischt:
- |              |                                                                    |
|--------------|--------------------------------------------------------------------|
| 762,8 g      | Additiv 5                                                          |
| 1 280,5 g    | DI-Paket A                                                         |
| 1 300,0 g    | Poly- $\alpha$ -olefin ( $\eta$ 100 Grad C = 4 mm <sup>2</sup> /s) |
| 407,2 g      | Mineralöl ( $\eta$ 100 Grad C = 5,4 mm <sup>2</sup> /s)            |
| 10 4 550,0 g | Mineralöl ( $\eta$ 100 Grad C = 3,9 mm <sup>2</sup> /s)            |
| 4 699,5 g    | Mineralöl ( $\eta$ 100 Grad C = 6,2 mm <sup>2</sup> /s)            |

**Beispiel 5**

- 15 Apparatur und Durchführung wie Beispiel 1. Folgende Komponenten werden zu einem 10 W-30-Mehrbe-
- reichsöl aufgemischt:
- |              |                                                          |
|--------------|----------------------------------------------------------|
| 688,5 g      | Additiv 4                                                |
| 1 447,5 g    | DI-Paket A                                               |
| 5 250,0 g    | Mineralöl ( $\eta$ 100 Grad C = 10,5 mm <sup>2</sup> /s) |
| 20 7 584,0 g | Mineralöl ( $\eta$ 100 Grad C = 5,4 mm <sup>2</sup> /s)  |

**Beispiel 6**

- 25 Apparatur und Durchführung wie Beispiel 1. Folgende Komponenten werden zu einem 15 W-40-Mehrbe-
- reichsöl aufgemischt:
- |           |                                                          |
|-----------|----------------------------------------------------------|
| 688,5 g   | Additiv 5                                                |
| 1 477,5 g | DI-Paket A                                               |
| 5 250,0 g | Mineralöl ( $\eta$ 100 Grad C = 10,5 mm <sup>2</sup> /s) |
| 7 584,0 g | Mineralöl ( $\eta$ 100 Grad C = 5,4 mm <sup>2</sup> /s)  |

30

**Beispiel 7**

- Apparatur und Durchführung wie Beispiel 1. Folgende Komponenten werden zu einem 15 W-30-Mehrbe-
- reichsöl aufgemischt:
- |            |                                                          |
|------------|----------------------------------------------------------|
| 35 130,0 g | Additiv 2                                                |
| 539,5 g    | DI-Paket B                                               |
| 975,0 g    | Mineralöl ( $\eta$ 100 Grad C = 10,5 mm <sup>2</sup> /s) |
| 4 855,5 g  | Mineralöl ( $\eta$ 100 Grad C = 5,4 mm <sup>2</sup> /s)  |

**Beispiel 8**

- Apparatur und Durchführung wie Beispiel 1. Folgende Komponenten werden zu einem 15 W-30-Mehrbe-
- reichsöl aufgemischt:
- |            |                                                          |
|------------|----------------------------------------------------------|
| 130,0 g    | Additiv 1                                                |
| 45 539,5 g | DI-Paket B                                               |
| 975,0 g    | Mineralöl ( $\eta$ 100 Grad C = 10,5 mm <sup>2</sup> /s) |
| 4 855,5 g  | Mineralöl ( $\eta$ 100 Grad C = 5,4 mm <sup>2</sup> /s)  |

**Vergleichsbeispiel 1**

50

- Apparatur und Durchführung wie Beispiel 1. Folgende Komponenten werden zu einem 10 W-30-Mehrbe-
- reichsöl aufgemischt:
- |            |                                                                    |
|------------|--------------------------------------------------------------------|
| 762,8 g    | Additiv 6                                                          |
| 1 280,5 g  | DI-Paket A                                                         |
| 55 467,2 g | Mineralöl ( $\eta$ 100 Grad C = 5,4 mm <sup>2</sup> /s)            |
| 1 300,0 g  | Poly- $\alpha$ -olefin ( $\eta$ 100 Grad C = 4 mm <sup>2</sup> /s) |
| 4 550,0 g  | Mineralöl ( $\eta$ 100 Grad C = 3,9 mm <sup>2</sup> /s)            |
| 4 639,5 g  | Mineralöl ( $\eta$ 100 Grad C = 6,2 mm <sup>2</sup> /s)            |

## Vergleichsbeispiel 2

Apparatur und Durchführung wie Beispiel 1. Folgende Komponenten wurden zu einem 15 W-30-Mehrbe-  
 reichsöl aufgemischt.

130,0 g Additiv 7  
 539,5 g DI-Paket B  
 975,0 g Mineralöl ( $\eta$  100 Grad C = 10,5 mm<sup>2</sup>/s)  
 4 855,5 g Mineralöl ( $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s)

## Vergleichsbeispiel 3

Apparatur und Durchführung wie Beispiel 1. Folgende Komponenten werden zu einem 15 W-30-Mehrbe-  
 reichsöl aufgemischt:

130,0 g Additiv 8  
 539,5 g DI-Paket B  
 975,0 g Mineralöl ( $\eta$  100 Grad C = 10,5 mm<sup>2</sup>/s)  
 4 855,5 g Mineralöl ( $\eta$  100 Grad C = 5,4 mm<sup>2</sup>/s)

In der folgenden Tabelle 1 werden die folgenden gebräuchlichen Abkürzungen verwendet:

AS = Average Sludge  
 RCS = Rocker Cover Sludge  
 PSV = Piston Skirt Varnish  
 AV = Average Varnish  
 CW = Cam Wear [10<sup>-3</sup> inches]

Für die Bewertung in Tabelle gilt "10 = clean".

TABELLE 1

Sequence VE-Testergebnisse  
 (ASTM 315 H, Part III)

| Beispiel                  | Additiv | AS   | RCS  | PSV  | AV   | Cw max | CW Ø  |
|---------------------------|---------|------|------|------|------|--------|-------|
| Limits                    |         | 9,0  | 7,0  | 6,7  | 5,0  | 15,5   | 4,0   |
| 1                         | 1       | 9,19 | 7,98 | 7,14 | 5,81 | 8,90   | 3,30  |
| 2                         | 2       | 9,17 | 7,83 | 6,72 | 5,84 | 9,30   | 1,88  |
| 3                         | 3       | 9,27 | 8,39 | 6,52 | 5,76 | 7,90   | 2,89  |
| 4                         | 5       | 8,52 | 7,63 | 6,78 | 5,85 | 12,50  | 12,50 |
| Vergleichs-<br>beispiel 1 | 6       | 8,01 | 6,85 | 6,01 | 9,7  | 6,32   | 7,10  |

## TABELLE 2

M 102-E-Prüflaufergebnisse  
(CEC-L-41-T-88)

| Beispiel | Additiv | Zylinder-<br>kopf | Ventil-<br>deckel | Öl-<br>wanne | Ölver-<br>teiler-<br>rohr | Steuer<br>deckel | Ø<br>Wert |
|----------|---------|-------------------|-------------------|--------------|---------------------------|------------------|-----------|
|----------|---------|-------------------|-------------------|--------------|---------------------------|------------------|-----------|

|   |   |      |      |      |      |      |      |
|---|---|------|------|------|------|------|------|
| 5 | 4 | 9,26 | 9,14 | 9,39 | 9,34 | 9,25 | 9,27 |
|---|---|------|------|------|------|------|------|

|   |   |      |      |      |      |      |      |
|---|---|------|------|------|------|------|------|
| 6 | 5 | 7,33 | 8,45 | 6,31 | 8,42 | 8,13 | 7,72 |
|---|---|------|------|------|------|------|------|

5

10

15

20

25

30

35

40

45

TABELLE 3

MWB-Prüflaufergebnisse  
(CEC-L-12-A-76)

VM-Elastomer-Test TL-VW-521  
vom 07.10.1988 FKM-E-281

| Beispiel                  | Additiv | Kolbenbewertung<br>(Punkte) | Limit | + 20 | Delta Reiss-<br>festigkeit<br>% | Delta Reiss-<br>dehnung<br>% | Risse |
|---------------------------|---------|-----------------------------|-------|------|---------------------------------|------------------------------|-------|
| 7                         | 2       | 65                          |       |      |                                 | + 25                         | keine |
| 8                         | 1       | 68                          |       | - 9  |                                 | - 13                         | keine |
| Vergleichs-<br>Beispiel 2 | 7       | 63                          |       | - 7  |                                 | - 10                         | keine |
| Vergleichs-<br>Beispiel 3 | 8       | 63                          |       | - 30 |                                 | - 29                         | keine |
|                           |         |                             |       | - 16 |                                 | - 25                         | keine |

50 Fazit aus den Beispielen 1 - 8:

#### Besondere Wirkungen

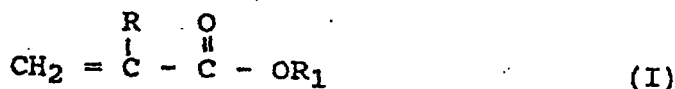
55 Aus Tabelle 1 (siehe Beispiele) ist zu ersehen, daß sowohl Additive mit OH-Gruppen (Beisp. 1) als auch Additive mit Ether-Gruppen (Beisp. 2 und 3) im Seq. VE-Test zu einer verbesserten Schlamm- und Lackbewertung führen. Verglichen wird mit dem Stand der Technik, der durch ein Additiv mit Vinylpyrrolidon (Vergleichsbeispiel 1) dargestellt wird. Beispiel 4 zeigt, daß ein ebenfalls erfindungsgemäßes Additiv, welches als konzentrierte Polymerisatemulsion vorliegt und in Gegenwart von Regler hergestellt worden ist (s. Anspruch) in der Bewertung dazwischen liegt.

Die Tabelle 2 zeigt Ergebnisse des M-102-E-Schwarzschlammtestes. Das OH-Gruppen-haltige Additiv 4 (Beisp. 5) ist deutlich besser bewertet als Additiv 5 mit Vinylpyrrolidon (Beisp. 6). Beide Additive liegen als konzentrierte Polymerisatemulsion vor.

In Tabelle 3 wird das Ether-Gruppen-haltige Additiv 2 (Beisp. 7) und das OH-Gruppen-haltige Additiv 1 (Beisp. 8) mit den nicht erfindungsgemäßen Additiven 7 und 8 (Vergleichsbeispiele 2 und 3), die Dimethylamino-Gruppen (Vergleichsbeispiel 2) bzw. Pyrrolidon-Gruppen (Vergleichsbeispiel 3) enthalten, verglichen. Während im MWMB-Screening-Motortest keine markant verschiedene Kohlenbewertung zu erkennen ist, sind aber deutliche Unterschiede im VW-Elastomer-Test vorhanden. Die erfindungsgemäßen Additive 2 und 1 haben das bessere Verhalten, wobei Additiv 1 (OH-Gruppen) dem Additiv 2 (Ethergruppen) sogar überlegen ist.

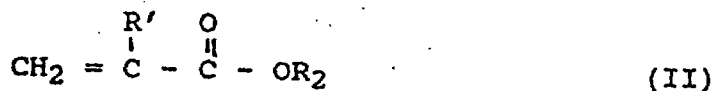
### Patentansprüche

1. Dispergierwirksame Viscositätsindex-Verbesserer enthaltend Polyalkyl(meth)acrylat-Copolymerisate aus 80 - 99,5 Gew.-Teilen Alkyl(meth)acrylate der Formel



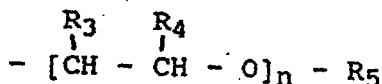
worin

- R für Wasserstoff oder Methyl und R<sub>1</sub> für einen Alkylrest mit 6 bis 24 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise 8 bis 20 Kohlenstoffatomen steht, zusammen mit 0,5 - 20 Gew.-Teilen mindestens eines funktionalisierten Alkylmethacrylats der Formel II



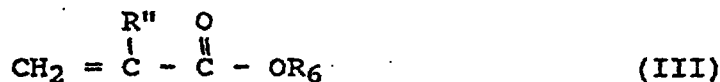
worin

- R' für Wasserstoff oder Methyl steht und R<sub>2</sub> für einen mit mindestens einer OH-Gruppe substituierten Alkylrest mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen oder für einen mehrfach alkoxylierten Rest



worin

- R<sub>3</sub> und R<sub>4</sub> Wasserstoff oder Methyl, R<sub>5</sub> einen Alkylrest mit 1 bis 40 Kohlenstoffatomen und n eine ganze Zahl von 1 bis 60 bedeutet, steht, und die Summe aus den Monomeren der Formeln (I) und (II) 100 Gew.-Teile beträgt, und gegebenenfalls 0 - 20 Gew.-Teile eines oder mehrerer Monomeren der Formel III



worin

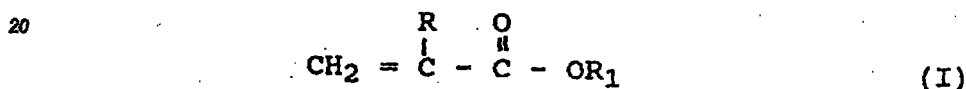
- R'' für Wasserstoff oder Methyl und R<sub>6</sub> für einen Alkylrest mit 1 bis 9 Kohlenstoffatomen steht,

Die Tabelle 2 zeigt Ergebnisse des M-102-E-Schwarzschlammtestes. Das OH-Gruppen-haltige Additiv 4 (Beisp. 5) ist deutlich besser bewertet als Additiv 5 mit Vinylpyrrolidon (Beisp. 6). Beide Additive liegen als konzentrierte Polymerisatemulsion vor.

5 In Tabelle 3 wird das Ether-Gruppen-haltige Additiv 2 (Beisp. 7) und das OH-Gruppen-haltige Additiv 1 (Beisp. 8) mit den nicht erfindungsgemäßen Additiven 7 und 8 (Vergleichsbeispiele 2 und 3), die Dimethylamino-Gruppen (Vergleichsbeispiel 2) bzw. Pyrrolidon-Gruppen (Vergleichsbeispiel 3) enthalten, verglichen. Während im MWMB-Screening-Motortest keine markant verschiedene Kohlenbewertung zu erkennen ist, sind aber deutliche Unterschiede im VW-Elastomer-Test vorhanden. Die erfindungsgemäßen Additive 2 und 1 haben das bessere Verhalten, wobei Additiv 1 (OH-Gruppen) dem Additiv 2 (Ethergruppen) sogar überlegen ist.

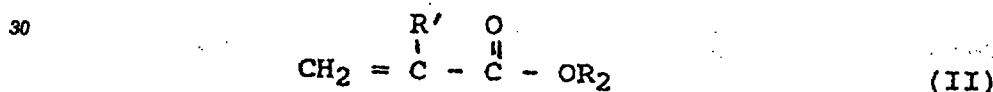
### Patentansprüche

- 15 1. Dispergierwirksame Viscositätsindex-Verbesserer enthaltend Polyalkyl(meth)acrylat-Copolymerisate aus 80 - 99,5 Gew.-Teilen Alkyl(meth)acrylate der Formel



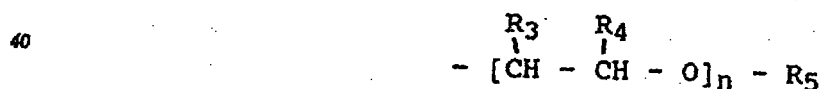
worin

- 25 R für Wasserstoff oder Methyl und R<sub>1</sub> für einen Alkylrest mit 6 bis 24 Kohlenstoffatomen, vorzugsweise 8 bis 20 Kohlenstoffatomen steht, zusammen mit 0,5 - 20 Gew.-Teilen mindestens eines funktionalisierten Alkylmethacrylats der Formel II



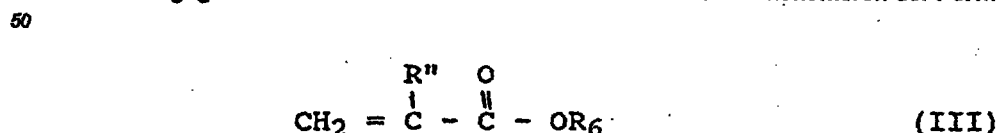
worin

- 35 R' für Wasserstoff oder Methyl steht und R<sub>2</sub> für einen mit mindestens einer OH-Gruppe substituierten Alkylrest mit 2 bis 6 Kohlenstoffatomen oder für einen mehrfach alkoxylierten Rest



worin

- 45 R<sub>3</sub> und R<sub>4</sub> Wasserstoff oder Methyl, R<sub>5</sub> einen Alkylrest mit 1 bis 40 Kohlenstoffatomen und n eine ganze Zahl von 1 bis 60 bedeutet, steht, und die Summe aus den Monomeren der Formeln (I) und (II) 100 Gew.-Teile beträgt, und gegebenenfalls 0 - 20 Gew.-Teile eines oder mehrerer Monomeren der Formel III



55

worin

- R'' für Wasserstoff oder Methyl und R<sub>6</sub> für einen Alkylrest mit 1 bis 9 Kohlenstoffatomen steht,

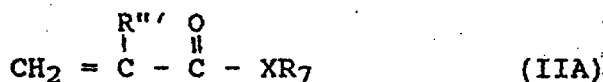


darstellen,

dadurch gekennzeichnet,

daß die Polyalkyl(meth)acrylate in Kombination mit Olefincopolymeren (OCP) und/oder hydrierten Isopren- oder Butadien-Styrol-Copolymeren (HSD) und/oder hydriertem Polyisopren oder Polybutadien in Form von konzentrierten Polymerisatemulsionen vorliegen.

2. Dispergierwirksame Viskositätsindex-Verbesserer nach Anspruch 1A', dadurch gekennzeichnet, daß als Monomere in den Polyalkyl(meth)acrylat-copolymerisaten noch zusätzlich 0 - 20 Gew.-Teile funktionalisierte Alkyl(meth)acrylate der Formel IIA



worin

X für Sauerstoff oder -NH oder -NR'<sub>6</sub>

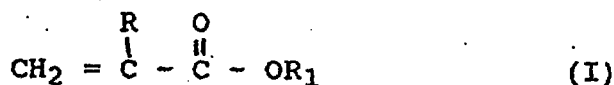
R''' für Wasserstoff oder Methyl steht und R<sub>7</sub> für einen mit mindestens einer Gruppe -RN<sub>8</sub>-R<sub>9</sub> substituierten, gegebenenfalls verzweigten Alkylrest mit 2 bis 20 Kohlenstoffatomen, wobei R<sub>8</sub> und R<sub>9</sub> unabhängig voneinander für einen Alkylrest mit 1 bis 20, Kohlenstoffatomen stehen, oder worin R<sub>8</sub> und R<sub>9</sub> unter Einbeziehung des Stickstoffatoms und gegebenenfalls eines weiteren Stickstoff- oder Sauerstoffatoms einen 5- oder 6-gliedrigen Ring bilden, der gegebenenfalls mit C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>-Alkyl substituiert sein kann und worin R<sub>8</sub>' die gleiche Bedeutung wie R<sub>8</sub> besitzt

und/oder vinyliche heterocyclische Verbindungen der Formel (IIB)

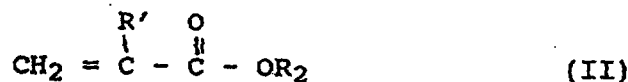


worin Bs einen fünf- oder sechsgliedrigen Heterocyclus bedeutet copolymerisiert worden sind.

3. Dispergierwirksame Viskositätsindex-Verbesserer nach den Ansprüchen 1A' und 2A', dadurch gekennzeichnet, daß bei der Herstellung des Polyalkyl(meth)acrylat-copolymerisate, im Anschluß an die Polymerisation der Monomeren der Formeln I, II und III weitere 0,5 bis 15 Gew.-Teile Monomere der Formel IIA und/oder IIB gegebenenfalls zusammen mit 1 bis 30 Gew.-Teilen Monomeren der Formel I und II (bezogen auf das Gesamtpolymerisat) zugegeben und polymerisiert worden sind.
4. Verfahren zur Herstellung von konzentrierten Polymerisatemulsionen aus zur Verbesserung des Viskositätsindex geeigneten Polyalkyl(meth)acrylaten und Olefincopolymerisaten in flüssigen Trägermedien dadurch gekennzeichnet, daß als Monomere 80 bis 99,5 Gew.-Teile Alkyl(meth)acrylate der Formel I



zusammen mit 0,5 bis 20 Gew.-Teile funktionalisierten Alkyl(meth)acrylaten der Formel II



und 0 - 20 Gew.-Teile eines oder mehrerer Monomere der Formel III



5



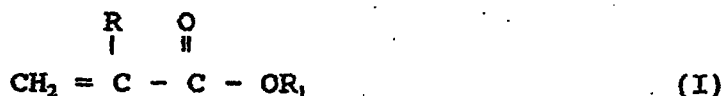
10 und 0 - 20 Gew.-% eines oder mehrerer Monomeren der Formeln IIA und/oder IIB, wobei R, R', R''R''', X, R<sub>1</sub> - R<sub>6</sub> und B<sub>s</sub> die in den Ansprüchen 1, 2 und 3 angegebenen Bedeutungen besitzen, in Gegenwart von 1 - 30 Gew.-Teilen (bezogen auf die Gesamtheit der im Ansatz vorhandenen Monomeren und Polymeren) Olefincopolymeren (OCP) und/oder hydrierten Isopren- oder Butadien-Styrol-Copolymeren (HSD) und/oder hydriertem Poly-Isopren oder Poly-Butadien polymerisiert werden.

- 15 5. Verfahren nach Anspruch 4A', dadurch gekennzeichnet, daß die Polymerisation unter Zusatz von 0,1 bis 2,0 Gew.-Teilen Radikal-Initiator und bei gleichzeitiger Anwesenheit von 0,05 bis 0,5 Gew.-Teilen Molekulargewichtsreglern, jeweils bezogen auf die Gesamtheit der Monomeren durchgeführt wird.
- 20 6. Verfahren gemäß den Ansprüchen 4A' und 5A', dadurch gekennzeichnet, daß im Anschluß an die Polymerisation der Monomeren der Formeln I, II, IIA und III weitere 0,5 bis 15 Gew.-Telle Monomere der Formeln IIA und/oder IIB (bezogen auf das Gesamtpolymerisat) zugegeben und polymerisiert werden.
7. Verfahren gemäß den Ansprüchen 4A', 5A' und 6A', dadurch gekennzeichnet, daß die Gesamtheit der in dem flüssigen Trägermedium anwesenden Monomeren und Polymeren 40 bis 75 Gew.-%, bevorzugt 55 - 70 Gew.-% bezogen auf das Gesamtsystem, beträgt.
- 25 8. Verfahren gemäß den Ansprüchen 4A' bis 7A', dadurch gekennzeichnet, daß abschließend zu dem auspolymerisierten Polymerisationsansatz noch weiteres Olefincopolymerisat zugegeben wird, so daß sich der Olefincopolymerisat-Anteil auf 31 - 80 Gew.-% bezogen auf das Gesamtpolymerisat erhöht.
- 30 9. Verfahren gemäß Anspruch 8A', dadurch gekennzeichnet, daß das Olefincopolymerisat in Form einer 10 - 20 %-igen Lösung im flüssigen Trägermedium zugeben wird.
10. Verfahren gemäß Anspruch 8A', dadurch gekennzeichnet, daß das Olefincopolymerisat in unverdünnter Form zugesetzt und unter Anwendung von Scherkräften emulgiert wird.
- 35 11. Verwendung der dispergierwirksamen Viskositätsindex-Verbesserer gemäß den Ansprüchen 1A' bis 3A' zur Additivierung von Mineralölen, die DI-Pakete enthalten.

#### 40 Claims

1. Viscosity index improvers having a dispersing action, containing polyalkyl(meth)acrylate copolymers consisting of 80 to 99.5 parts by weight of alkyl(meth)acrylates of the formula

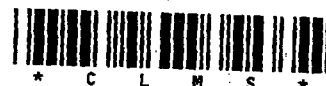
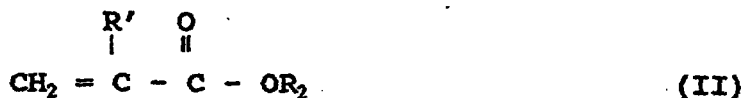
45



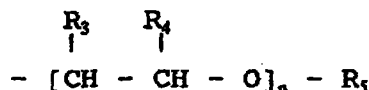
50

wherein R represents hydrogen or methyl and R<sub>1</sub> denotes a C<sub>6-24</sub>-alkyl group, preferably a C<sub>8-20</sub>-alkyl group, together with 0.5 to 20 parts by weight of at least one functionalised alkylmethacrylate of formula II

55

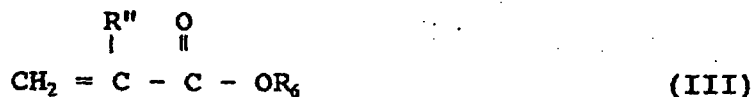


wherein R' denotes hydrogen or methyl and R<sub>2</sub> denotes a C<sub>2-6</sub>alkyl group substituted by at least one OH group, or R<sub>2</sub> denotes a polyalkoxylated group



wherein R<sub>3</sub> and R<sub>4</sub> denote hydrogen or methyl, R<sub>5</sub> denotes a C<sub>1-40</sub>alkyl group and n is an integer from 1 to 60,

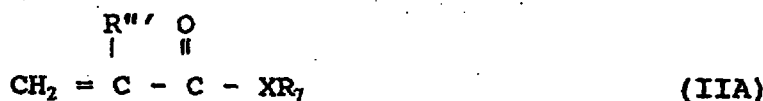
and the sum of the monomers of formulae (I) and (II) is 100 parts by weight, and optionally 0 to 20 parts by weight of one or more monomers of formula III



wherein R'' denotes hydrogen or methyl and R<sub>6</sub> denotes a C<sub>1-8</sub>alkyl group,

characterised in that the polyalkyl(meth)acrylates are present in combination with olefin copolymers (OCP) and/or hydrogenated isoprene- or butadiene-styrene copolymers (HSD) and/or hydrogenated polyisoprene or polybutadiene in the form of concentrated polymer emulsions.

2. Viscosity index improvers having a dispersing effect according to claim 1, characterised in that additionally 0 to 20 parts by weight of functionalised alkyl(meth)acrylates of formula IIA



wherein

X denotes oxygen or -NH or -NR'<sub>6</sub>

R''' denotes hydrogen or methyl and R<sub>7</sub> denotes an optionally branched C<sub>2-20</sub>alkyl group substituted by at least one group -RN<sub>8</sub>-R<sub>9</sub>, wherein R<sub>8</sub> and R<sub>9</sub> independently of each other represent a C<sub>1-20</sub>alkyl group, or wherein R<sub>8</sub> and R<sub>9</sub> including the nitrogen atom and optionally another nitrogen or oxygen atom form a 5- or 6-membered ring which may optionally be substituted by C<sub>1-6</sub>alkyl and wherein -NR'<sub>6</sub> has the same meaning as R<sub>6</sub>,

and/or vinyl heterocyclic compounds of formula IIB



wherein Bs denotes a 5- or 6-membered heterocyclic group, have been copolymerised as monomers in the polyalkyl(meth)acrylate copolymers.

3. Viscosity index improvers having a dispersing action, according to claims 1 and 2, characterised in that, when preparing the polyalkyl(meth)acrylate copolymers, following the polymerisation of the monomers of formulae I, II and III, a further 0.5 to 15 parts by weight of monomers of formula IIA and/or IIB have been added, optionally together with 1 to 30 parts by weight of monomers of formula I and II (based on the total polymer) and have been polymerised.

4. Process for preparing concentrated polymer emulsions from polyalkyl(meth)acrylates and olefin copoly-



mers, suitable for improving the viscosity index, in liquid carrier media, characterised in that the monomers polymerised are 80 to 99.5 parts by weight alkyl(meth)acrylates of formula I



together with 0.5 to 20 parts by weight of functionalised alkyl(meth)acrylates of formula II



and 0 to 20 parts by weight of one or more monomers of formula III



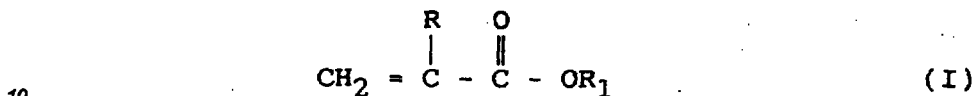
and 0 to 20% by weight of one or more monomers of formula IIA and/or IIB, wherein R, R', R'', R''', X, R<sub>1</sub> to R<sub>6</sub> and Bs have the meanings given in claims 1, 2 and 3, in the presence of 1 to 30 parts by weight (based on all the monomers and polymers present in the mixture) of olefin copolymers (OCP) and/or hydrogenated isoprene- or butadiene-styrene copolymers (HSD) and/or hydrogenated poly-isoprene or poly-butadiene.

5. Process according to claim 4, characterised in that the polymerisation is carried out with the addition of 0.1 to 2.0 parts by weight of radical initiator and with the simultaneous presence of 0.05 to 0.5 parts by weight of molecular weight regulators, in each case referring to the total monomers.
6. Process according to claims 4 and 5, characterised in that, following the polymerisation of the monomers of formulae I, II, IIA and III, a further 0.5 to 15 parts by weight of monomers of formula IIA and/or IIB (based on the total polymer) are added and polymerised.
7. Process according to claims 4, 5 and 6, characterised in that the total quantity of monomers and polymers present in the liquid carrier medium is 40 to 75% by weight, preferably 55 to 70% by weight, based on the total system.
8. Process according to claims 4 to 7, characterised in that, finally, further olefin copolymer is added to the polymerisation mixture which has been fully polymerised, so that the content of olefin copolymer is increased to 31 to 80% by weight, based on the total polymer.
9. Process according to claim 8, characterised in that the olefin copolymer is added in the form of a 10 to 20% solution in the liquid carrier medium.
10. Process according to claim 8, characterised in that the olefin copolymer is added in undiluted form and is emulsified by the application of shearing forces.
11. Use of the viscosity index improvers having a dispersing action according to claims 1 to 3 for adding to mineral oils which contain DI packages.



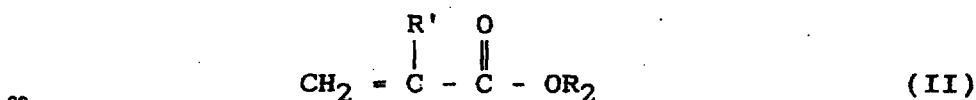
## Revendications

1. Agents améliorant l'indice de viscosité à effet dispersant, contenant des copolymères de poly [(méth)acrylates d'alkyle], constitués de 80 à 99,5 % en poids de (méth)acrylates d'alkyle de formule



dans laquelle R est un hydrogène ou le radical méthyle, et R<sub>1</sub> est un radical alkyle ayant de 6 à 24 et de préférence de 8 à 20 atomes de carbone,

ainsi que de 0,5 à 20 parties en poids d'au moins un méthacrylate d'alkyle fonctionnalisé de formule

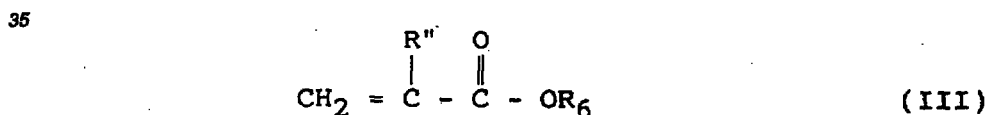


dans laquelle R' est un hydrogène ou le radical méthyle, et R<sub>2</sub> représente un radical alkyle substitué par au moins un groupe OH et ayant de 2 à 6 atomes de carbone, ou encore un radical polyalcoylé



où R<sub>3</sub> et R<sub>4</sub> représentent chacun un hydrogène ou le radical méthyle, R<sub>5</sub> est un radical alkyle ayant de 1 à 40 atomes de carbone et n est un nombre entier de 1 à 60,

la somme des monomères de formules (I) et (II) représentant 100 parties en poids, et éventuellement de 0 à 20 parties en poids d'un ou plusieurs monomères de formule (III)

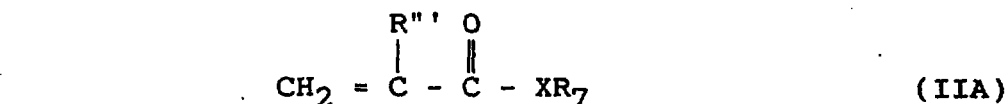


dans laquelle R'' est un hydrogène ou le radical méthyle, et

R<sub>6</sub> est un radical alkyle ayant de 1 à 9 atomes de carbone,

caractérisés en ce que les poly[(méth)acrylates d'alkyle] se présentent en combinaison avec des copolymères oléfiniques (OCP) et/ou des copolymères hydrogénés isoprène ou butadiène-styrène (HSD) et/ou un polyisoprène ou polybutadiène hydrogéné sous forme d'émulsions polymères concentrées.

2. Agents améliorant l'indice de viscosité à effet dispersant selon la revendication 1, caractérisés en ce que, en tant que monomère dans les copolymères de poly[(méth)acrylates d'alkyle], on a encore copolymérisé en plus de 0 à 20 parties en poids de (méth)acrylates d'alkyle fonctionnalisés de formule (IIA)



dans laquelle X est un hydrogène ou l'un des radicaux -NH ou -NR',

R''' est un hydrogène ou le radical méthyle, et R<sub>7</sub> est un radical alkyle substitué par au moins un groupe -NR<sub>8</sub>-R<sub>9</sub>, éventuellement ramifié et ayant de 2 à 20 atomes de carbone, R<sub>8</sub> et R<sub>9</sub>, indépendamment l'un de l'autre, représentant chacun un radical alkyle ayant de 1 à 20 atomes de carbone, ou encore où



$R_6$  et  $R_6'$  forment, avec l'atome d'azote et éventuellement un autre atome d'azote ou d'oxygène, un noyau à 5 ou 6 chaînons, lequel peut éventuellement être substitué par un ou plusieurs radicaux alkyle en  $C_1$ - $C_6$ ,  $R_6'$  ayant les mêmes significations que  $R_6$ ,

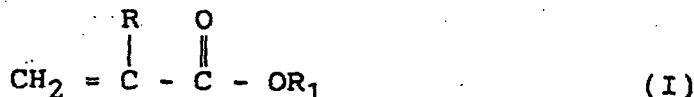
et/ou des composés hétérocycliques vinyliques de formule (IIB)



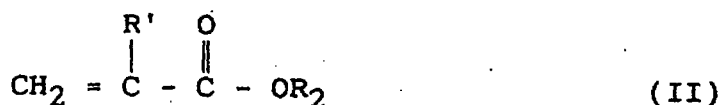
où Bs est un hétérocycle à 5 ou 6 chaînons.

3. Agents améliorant l'indice de viscosité à effet dispersant selon les revendications 1 et 2, caractérisés en ce que, lors de la préparation des copolymères de [(méth)acrylates d'alkyle], on ajoute et polymérise encore, après la polymérisation des monomères de formules (I), (II) et (III), 0,5 à 15 parties en poids de monomères de formules (IIA) et/ou (IIB), éventuellement avec 1 à 30 parties en poids de monomères de formules (I) et (II) (par rapport au polymère total).

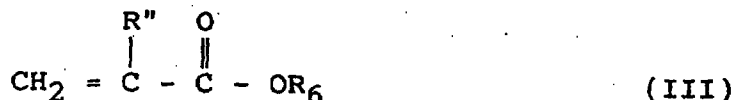
4. Procédé pour préparer des émulsions polymères concentrées, constituées de poly[(méth)acrylates d'alkyle] et de copolymères oléfiniques convenant à l'amélioration de l'indice de viscosité, dans des milieux supports liquides, caractérisé en ce qu'on polymérise en tant que monomères de 80 à 99,5 parties en poids de (méth)acrylates de formule (I)



avec de 0,5 à 20 parties en poids de (méth)acrylates d'alkyle fonctionnalisés de formule (II)



et 0 à 20 parties en poids d'un ou plusieurs monomères de formule (III)



et 0 à 20 % d'un ou plusieurs monomères de formules (IIA) et/ou (IIB), les radicaux R, R', R'', R''', X, R<sub>1</sub>, R<sub>6</sub> et Bs ayant les significations données dans les revendications 1, 2 et 3, en présence de 1 à 30 parties en poids (par rapport au total des monomères et polymères utilisés dans la masse réactionnelle) de copolymères oléfiniques (OCP) et/ou de copolymères hydrogénés isoprène- ou butadiène-styrène (HSD) et/ou de polyisoprène ou de polybutadiène hydrogéné.

5. Procédé selon la revendication 4, caractérisé en ce que la polymérisation est effectuée par addition de 0,1 à 2,0 parties en poids d'un amorceur radicalaire, et aussi en présence de 0,05 à 0,5 partie en poids de régulateurs de masse moléculaire, dans tous les cas par rapport à la totalité des monomères.
6. Procédé selon les revendications 4 et 5, caractérisé en ce que, après la polymérisation des monomères de formules (I), (II), (IIA) et (III), on ajoute et on polymérise de 0,5 à 15 parties en poids de monomères de formules (IIA) et/ou (IIB) (par rapport au polymère total).
7. Procédé selon les revendications 4, 5 et 6, caractérisé en ce que la totalité des monomères et polymères présents dans le milieu support liquide compte pour 40 à 75 et de préférence 55 à 70 % en poids par rap-



port au système total.

- 5
8. Procédé selon les revendications 4 à 7, caractérisé en ce que, pour terminer, on ajoute encore à la masse de polymérisation déjà polymérisée une nouvelle quantité d'un copolymère oléfinique, de façon que la quantité du copolymère oléfinique augmente à 31 à 80 % en poids par rapport au polymère total.
9. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que le copolymère oléfinique est ajouté sous forme d'une solution à 10-20 % dans le milieu support liquide.
- 10
10. Procédé selon la revendication 8, caractérisé en ce que le copolymère oléfinique est ajouté sous forme non diluée et est émulsifié par utilisation de forces de cisaillement.
- 15
11. Utilisation des agents améliorant l'indice de viscosité à pouvoir dispersant selon les revendications 1 à 3, en tant qu'additifs d'huiles minérales contenant des systèmes inhibiteurs de détergence.

20

25

30

35

40

45

50

55

