



УКРАЇНА

(19) UA

(11) 46969

(13) A

(51) 6 C10M159/20

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ДЕКЛАРАЦІЙНОГО ПАТЕНТУ
НА ВИНАХІДВИДАЄТЬСЯ ПІД
ВІДПОВІДАЛЬНІСТЬ
ВЛАСНИКА
ПАТЕНТУ

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ВИСОКОЛУЖНИХ АЛКІЛСАЛІЦИЛАТНИХ ПРИСАДОК ДО МАСТИЛ

1

2

(21) 2000127436

(22) 22 12 2000

(24) 17 06 2002

(46) 17 06 2002, Бюл. № 6, 2002 р.

(72) Лабуза Ігор Володимирович, Угрин Ярослава
Антонівна, Павлів Богдан Омелянович,
Іваськевич Іван Васильович, Пилат Ярослава
Іванівна, Павлик Роман Любомирович, Баженов
Владислав Пантелеймонович, RU, Пальшін Михайл
Васильєвич, RU, Косінов Леонід Александрович,
EE, Загородній Ігорь Васильєвич, RU, Гарист Пав-
ло Григорович

(73) АКЦІОНЕРНЕ ТОВАРИСТВО "ГАЛОЛ"

(57) Спосіб одержання високолужних

алкілсаліцилатних присадок до мастил, що вклю-
чає взаємодію алкілсаліцилових кислот з числом
атомів вуглецю в алкільному ланцюзі 16-18 з
гідроксидом кальцію і діоксидом вуглецю при
нагріванні в присутності вуглеводного розчину з
наступним відокремленням промотору і ме-
ханічних домішок, який відрізняється тим, що
обробку розчину алкілсаліцилових кислот в
мінеральній оливі проводять в присутності про-
мотору води в кількості 5-24 % мас гідроксидом
кальцію в кількості 12-32 % мас і діоксидом вуг-
лецю в кількості 4-14 % мас на реакційну масу
при температурі 40-90°C

Винахід відноситься до галузі нафтохімії, а
конкретно до способу одержання високолужних
присадок до мастил

Відомі способи одержання високолужних алкіл-
саліцилатних присадок взаємодією алкілсаліци-
лових кислот з оксидом або гідроксидом кальцію і
діоксидом вуглецю при нагріванні в наявності мі-
неральної оливи, промотора і вуглеводного роз-
чинника [1, 2]

Для одержання присадки від продукту карбо-
натації відгоняють промотор і розчинник, одержану
присадку очищують. В якості промотора викорис-
товують метанол або суміш його з оцтовою кисло-
тою, а в якості розчинника бензин або ксілол і
інші

Використання в якості промотора легколетю-
чого і токсичного метанолу і вуглеводневих роз-
чинників створюють екологічну небезпеку

Крім цього, відомим способом неможливо
отримати присадку з лужністю більш 200 мгКОН/г

Відомий спосіб одержання алкілсаліцилатної
присадки з високою лужністю (до 400 мгКОН/г) в
дві ступені

На першій ступені проводять змішування в ву-
глеводневому розчиннику 1 екв алкілсаліцилової
кислоти з 1 екв гідроксиду і (або) оксиду лужно-
земельного металу і, якщо це необхідно, з спиртом
C₁ - C₆ і вводять в одержану суміш 0,6 екв діокси-
ду вуглецю, одержану суміш перемішують на про-

тязі 15 хв

На другій ступені додають додатково 1 екв гід-
роксиду і (або) оксиду лужноземельного металу і 5
- 15 екв діоксиду вуглеводню, перемішують реак-
ційну масу на протязі 18 год при температурі ниж-
че 65°C

Від одержаного продукту відділяють водний
шар, який містить в собі промотор і розчинник,
відгонкою і потім очищують від механічних домі-
шок центрифугуванням [3]

Відомим способом можна отримати присадку з
високою лужністю, однак процес тривалий, прове-
дження в дві стадії ускладнює його

Відомий спосіб одержання алкілсаліцилатної
присадки взаємодією алкілсаліцилових кислот з
числом атомів вуглецю в алкільному ланцюзі 14 -
18 з гідроксидом кальцію і діоксидом вуглецю при
температурі 80 - 140°C і залишковим тиском 0,01 -
1 кг/см² в присутності промотора етиленгліколю
або метилетилцеллозольва в кількості 10 - 20%
мас на реакційну масу 8 слідуною відгонкою во-
ди і промотора під вакуумом при темп. 160°C і да-
льнішою очисткою одержаного продукту центри-
фугуванням [4]

Відомий спосіб дозволяє спростувати процес,
скоротити його тривалість і покращити екологію,
однак застосовані промотори в умовах процесу
карбонатації і відгонки частково вступають в реак-
цію з алкілсаліциловими кислотами і гідроксидом

(13) A

(11) 46969

(19) UA

кальцію з утворенням продуктів, які ускладнюють процес очистки присадки. При одержанні високо-лужної присадки значно підвищується в'язкість, що приводить до зниження якісних характеристик присадки.

Найбільш близьким до запропонованого є спосіб одержання алкілсаліцилатної присадки взаємодією алкілсаліцилових кислот з числом атомів вуглецю в алкільному ланцюзі 16 - 18 з гідроксидом кальцію і діоксидом вуглецю при нагріванні в присутності мінеральної оливи і промотора ізопропільового спирту 8 - 15% мас., з наступним відділенням промотору і механічних домішок, процес ведуть при температурі 66 - 76°C [5].

Відомий спосіб спрощує процес, скорочує його тривалість і покращує екологію, однак необхідне відділення промотора, як окрема стадія процесу з наступною відгонкою води, що ускладнює процес відгонки.

Автори винаходу рішення поставлене завдання одержання екологічно чистого способу одержання алкілсаліцилатних присадок минаючи стадію відгонки промотора, яка забезпечує покращення якісних показників присадки (в'язкість, ступінь чистоти, миючі властивості) без ускладнення процесу.

Поставлене завдання вирішене за пропонованим способом одержання алкілсаліцилатної присадки взаємодією алкілсаліцилових кислот з числом атомів вуглецю, алкільного ланцюгу 16 - 18 з гідроксидом кальцію і діоксидом вуглецю при нагріванні в присутності вуглеводневого розчинника з наступним відділенням промотору і механічних домішок, відрізняється тим, що обробку розчину алкілсаліцилових кислот в мінеральній оливі проводять в присутності промотора - води в кількості 5 - 24% мас. гідроксидом кальцію в кількості 12 - 42% мас. і діоксидом вуглецю в кількості 4 - 14% мас. на реакційну масу при температурі 40 - 90°C.

Використання в якості промотора води, знайдений температурний режим процесу, в залежності від кількості гідроксиду кальцію і діоксиду вуглецю при обробці розчину алкілсаліцилових кислот в мінеральній оливі можна одержати високо-лужні алкілсаліцилатні присадки з загальною лужністю від 140 мгКОН/г пр. до 300 мгКОН/г пр. з високою якістю присадок, що наглядно представлено в таблиці.

До переваги запропонованого способу в порівнянні з прототипом слід віднести зниження собівартості, зниження енергетичних витрат, скорочення процесу (відпадає необхідність стадії відгонки промотора), відганяють тільки воду.

Завдяки тому, що вода є полярним розчинником і в процесі карбонатації не використовується вуглеводневий розчинник, запропонований спосіб екологічно чистий.

Приклад № 1

В 4-х горлий реактор, обладнаний мішалкою, термометром, газопідводною трубкою CO₂ і моновакууметром поміщають 35г оливи CAE-10, 55г алкілсаліцилових кислот C₁₈ - C₁₈/K ч. 95 мгКОН/г, 14,2г гідроксиду кальцію і 15г води. Суміш нагрівають до 55°C при постійному перемішуванні. Систему продувають діоксидом вуглецю, потім герметизують і подають 4,2 CO₂ на протязі 30 хв.

Реакцію ведуть при невеликому вакууметричному тиску до 0,1 кг/см².

По закінченні процесу карбонатації проводять відгонку води при температурах 90 - 100°C з наступним відділенням механічних домішок на центрифугу при 3500 обертів за хв на протязі 25 хв.

Одержують 96,5 готової присадки.

Приклад № 2

Проводять аналогічно прикладу № 1, однак температура процесу 40°C. Час карбонатації 35 хв.

Вихід присадки 95,9г.

Приклад № 3

Проводять аналогічно прикладу № 1, однак в реактор завантажують

1 оливи CAE-10	27,6г,
2 Алкілсаліцилові кислоти	58,9г,
3 Гідроксиду кальцію	18,1г,
4 Води	15г,
5 Діоксиду вуглеводню	5,9г,
Температура процесу	66°C,
Час карбонатації	35хв,
Вихід присадки	98г

Приклад № 4

Проводять аналогічно прикладу № 3, однак температура процесу 72°C.

Час реакції карбонатації 34 хв.

Вихід присадки 97,9г.

Приклад № 5

Проводять аналогічно прикладу № 1, однак в реактор завантажують

1 Оливи CAE-10	20,4г,
2 Алкілсаліцилових кислот	63,2г,
3 Гідроксиду кальцію	22г,
4 Води	18г,
5 Діоксиду вуглецю	7,4г,
Температура процесу	70°C,
Час карбонатації	40хв,
Вихід присадки	99г

Приклад № 6

Проводять аналогічно прикладу № 5, однак температура процесу 50°C.

Час карбонатації 46 хв.

Вихід присадки 99г.

Приклад № 7

Проводять аналогічно прикладу № 1, однак в реактор завантажують

1 Оливи CAE-10	22,5г,
2 Алкілсаліцилові кислоти	48г,
3 Гідроксиду кальцію	29г,
4 Води	22г,
5 Діоксиду вуглецю	10,5г,
Температура процесу	68г,
Час карбонатації	60хв,
Вихід присадки	99г

Приклад № 8

Проводять аналогічно прикладу № 1, за виключенням кількості води.

Кількість води 5г (5% на реакційну масу).

Час реакції 65хв.

Вихід присадки 95 г.

ПРИМІТКА Використання промотора води менше 5% на реакційну суміш (приклад 8) не забезпечує одержання присадки з розрахунковою лужністю і значно сповільнює процес карбонатації.

В таблиці приведені основні характеристики присадок, одержаних запропонованим способом і для порівняння - зразків відомої присадки, одержаної по способу прототипу

Приведені в таблиці дані наглядно показують, що використання води в якості промотора дає можливість одержати високолузжних алкілсаліцилових присадок з загальною лузжністю від 100 до 300мгКОН/г покращення основних якісних характеристик без ускладнення процесу

Джерела інформації

1 А с № 675694 (СССР) М Кл² C10M1/20 опубл 29 03 1978

2 ЕР 0298572 А1, М Кл⁴ C07C65/05 C07C51/41, C10M159/20, 1989 г

3 ЕР 0248465 А1, М Кл⁴ C07C65/05, C10M129/54, 1987 г

4 Патент 2019561 РФ М Кл⁴ C10M1/24

5 Патент України № 10923 М Кл⁴ C10M159/20

Таблиця

Показники якості		Зразки присадки за прикладами								Відома присадка	
		Дозан - 160		Дозан - 200		Дозан - 240		Дозан - 300		Варіант 1	Варіант 2
		Приклад 1	Приклад 2	Приклад 3	Приклад 4	Приклад 5	Приклад 6	Приклад 7	Приклад 8		
1	Лузжне число	169	160	200	198	237	236	303	110	158	361
2	В'язкість кінематична при 100°C мм ² /с	13,5	16	41,6	41,3	36	69,9	180	23	7,5	875
3	Ступінь чистоти	200	230	300	340	300	400	800	750	290	6021
4	Масова частка кальцію, %	4,2	4,8	6,2	6,2	8,0	7,6	9	4	-	-
5	Міючі властивості за ПЗВ масла CAE-30 з 2,5% присадки, бал	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	1	1
6	Індекс основи	3,2	3,0								
7	Диспергуючі властивості	77	7	81	80	87	81	96	60	-	-

ДП «Український інститут промислової власності» (Укрпатент)

вул. Сим'ї Хохлових, 15, м. Київ, 04119, Україна

(044) 456 – 20 – 90

ТОВ «Міжнародний науковий комітет»

вул. Артема, 77, м. Київ, 04050, Україна

(044) 216 – 32 – 71