



УКРАЇНА

(19) UA (11) 10923 (13) C1

(51)5 C 10 M 159/20

ДЕРЖАВНЕ  
ПАТЕНТНЕ  
ВІДОМСТВООПИС ДО ПАТЕНТУ  
НА ВИНАХІД

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ АЛКИЛСАЛИЦИЛАТНОЇ ПРИСАДКИ ДО МАСТИЛ

1

2

(21) 93005774

(22) 18.10.93

(24) 25.12.96

(46) 25.12.96. Бюл. № 4

(56) Патент Российской Федерации

№ 2019561, кл. С 10 М 159/20, опублик. 1994.

(72) Гарун Ярослав Євстахіївч, Гіряк Іван Степанович, Ільницький Зеновій Михайлович, Пилат Ярослава Іванівна, Пляцко Ростислава Михайлівна, Главаті Олдржих Людвикович, Мельничок Мирон Йосифович, Угрин Ярослава Антонівна, Лабуза Ігор Володимирович, Рурак Георгій Миколайович

(73) Акціонерне товариство "Галол" (UA)

(57) Способ получения алкилсалицилатной присадки к смазочным маслам взаимодействием алкилсалициловых кислот с числом атомов углерода в алкильной цепи 16–18 с гидроксидом кальция и диоксидом углерода при нагревании в присутствии минерального масла и промотора с последующим отделением промотора и механических примесей, отличающийся тем, что в качестве промотора используют изопропиловый спирт, процесс ведут при температуре 66–78°C и отделение промотора проводят после очистки продукта от механических примесей.

Изобретение относится к области нефтехимии, а конкретно к способу получения высокощелочных алкилсалицилатных присадок к смазочным маслам.

Наиболее близким является способ получения алкилсалицилатной присадки взаимодействием алкилсалициловых кислот с числом атомов углерода в алкильной цепи 14–18 с гидроксидом кальция и диоксидом углерода при температуре 80–140°C и остаточном давлении 0,01–1 кг/см<sup>2</sup> в присутствии в качестве промотора этиленгликоля или метил(этил)целлозольва в количестве 10–20% масс. на реакционную массу, с последующей отгонкой воды и промотора под вакуумом при t=160° и дальнейшей очисткой полученного продукта центрифугированием.

Известный способ позволяет упростить процесс, сократить его длительность и улучшить экологию, однако применяемые промоторы в условиях процесса карбонатации

и отгонки частично вступают в реакцию с алкилсалициловыми кислотами и гидроксидом кальция с образованием продуктов, которые усложняют процесс очистки присадки. При получении высокощелочной присадки значительно повышается ее вязкость, что приводит к снижению качественных показателей получаемой присадки.

Задачей изобретения является создание экологически чистого способа получения алкилсалицилатной присадки, обеспечивающего повышение качественных показателей присадки (вязкость, степень чистоты, моющие свойства) без усложнения процесса.

Поставленная задача решена предлагаемым способом получения алкилсалицилатной присадки взаимодействием алкилсалициловых кислот с числом атомов углерода алкильной цепи 16–18 с гидроксидом кальция и диоксидом углерода при нагревании в присутствии минерального

(19) UA (11)

10923

(13) C1

масла и промотора, с последующим отделением промотора и механических примесей, в котором согласно изобретению в качестве промотора используют изопропиловый спирт (в количестве 8–15% масс. на реакционную массу), процесс ведут при температуре 66–78°C и отделение промотора проводят после очистки продукта карбонатации от механических примесей.

Отделение промотора рекомендуется проводить отгонкой совместно с водой в виде азеотропа.

Использование в качестве промотора изопропилового спирта, найденный температурный режим процесса и измененная последовательность операций на стадии отделения нежелательных примесей (сначала – очистка от механических примесей, а затем отделение промотора) в сочетании с известными признаками в своей совокупности обеспечивают решение поставленной задачи с достижением технического результата – улучшения качества присадки, что наглядно показано в таблице.

К преимуществам данного способа по сравнению с прототипом следует отнести также снижение энергетических затрат без усложнения технологии.

Благодаря тому, что изопропиловый спирт является малотоксичным веществом и в процессе карбонатации не используется углеводородный растворитель, предлагаемый способ экологически безопасен

#### Пример 1

В 4-горлый реактор, снабженный мешалкой, термометром, газоподводящей трубкой CO<sub>2</sub> и моновакуумметром, помещают 48,4 г масла М-6, 43 г алкилсалициловых кислот C<sub>16</sub>-C<sub>18</sub> ( $\text{к ч } 105 \frac{\text{мг KOH}}{\text{г}}$ ) 12,8 г гидроксида кальция и 1,62 г (15% мас.) изопропилового спирта. Смесь нагревают до 70°C при постоянном перемешивании; систему продувают диоксидом углерода, затем герметизируют и подают 4 г CO<sub>2</sub> в течение 21 мин. Реакцию ведут при небольшом вакууме (остаточное давление до 0,1 кг/см<sup>2</sup>). По окончании процесса смесь охлаждают, затем полученный продукт для отделения механических примесей центрифугируют при 3000 оборотов в мин. в течение 20 мин. Очищенную присадку помещают в перегонную колбу и отгоняют промотор и воду в условиях азеотропа при t=81°C с последующим повышением температуры до 110°C.

Получают 98 г готовой присадки.

#### Пример 2

Проводят аналогично примеру 1, однако температура процесса 78°C. Время карбонатации 20 мин.

Выход присадки 96,2 г.

#### Пример 3.

Проводят аналогично примеру 1, однако температура карбонатации 66°C.

5

Время карбонатации 32 мин.

Выход присадки 96,8 г.

#### Пример 4.

Проводят аналогично примеру 1 за исключением количества изопропилового спирта.

10

Количество изопропилового спирта 86,4 г (8% на реакционную массу). Время реакции 35 мин.

15

Выход присадки 93 г.

#### Пример 5.

Проводят аналогично примеру 1 за исключением количества изопропилового спирта. 5,4 г (5% на реакционную массу).

20

Время реакции 78 мин.

Выход присадки 74 г.

#### Пример 6.

Процесс получения присадки ведут аналогично примеру 1.

25

В реактор загружают:

масло М-6 – 15 г

алкилсалициловые кислоты – 51 г

гидроксид кальция – 26 г

30

изопропиловый спирт – 14 г

Подают в реактор 9 г диоксида углерода.

Температура процесса 70°C.

Время реакции 32 мин.

Выход присадки 97 г

35

#### Пример 7.

В реактор, описанный в примере 1, загружают 23 г масла М-6, 49 г алкилсалициловых кислот, 34,1 г гидроксида кальция, подают 22,9 г диоксида углерода и 19,2 г изопропилового спирта (15% на реакционную массу).

40

Время реакции 38 мин.

Температура 72°C.

Выход присадки 90 г.

45

В таблице 1 приведены основные характеристики образцов присадки, полученных данным способом и для сравнения – образцов известной присадки, полученной по способу-прототипу.

50

Приведенные в таблице данные наглядно показывают, что использование изопропанола в качестве промотора найденный температурный режим процесса карбонатации и отгонки промотора, последовательность операций на стадии отделения примесей обеспечили достижение технического результата – улучшения основных качественных характеристик присадки без усложнения процесса

55

| Показатели   | Образцы присадки по примерам |      |      |      |    |      |      | Извест. присадка |              |
|--|------------------------------|------|------|------|----|------|------|------------------|--------------|
|  | 1                            | 2    | 3    | 4    | 5* | 6    | 7    | Вариант<br>1     | Вариант<br>2 |
| 1 Щелочное число<br>мг/КОН/г                                     | 158                          | 163  | 159  | 165  | 81 | 303  | 392  | 159              | 370          |
| 2 Вязкость кинематическая при 100°C<br>мм <sup>2</sup> /с        | 13,2                         | 13,8 | 14,7 | 16,1 | 47 | 32,5 | 49,3 | 17,5             | 873          |
| 3. Степень чистоты<br>мг/100г                                    | 220                          | 289  | 243  | 327  | -  | 1831 | 2183 | 270              | 5821         |
| 4 Моющие свойства<br>масла М-11 с 2,5 % присадки по ГОСТ 5726-53 | 0,5                          | 0,5  | 0,5  | 0,5  | -  | 0    | 0    | 1                | 1            |

П р и м е ч а н и е : Использование промотора в количестве менее 8% мас. на реакционную смесь / пример 5 / не обеспечивает получение присадки с расчетной щелочностью и значительно замедляет процесс карбонатации.

10923

Упорядник В.Бердник Техред М.Моргентал Коректор Л.Філь

Замовлення 4039

Тираж

Підписне

Державне патентне відомство України  
254655, ГСП, Київ-53, Львівська пл 8

Відкрите акціонерне товариство "Патент", м. Ужгород, вул Гагаріна 101