

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

147 693

Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 86 09 05 /P. 261316/

Pierwszeństwo _____

Zgłoszenie ogłoszono: 88 06 09

Opis patentowy opublikowano: 89 10 31



Int. Cl.⁴ C10M 119/00

Twórcy wynalazku: Franciszek Steinmec, Elżbieta Chrapusta,
Anna Zajezierska, Marta Łapa

Uprawniony z patentu: Instytut Technologii Nafty, Kraków /Polska/

SPOSÓB WYTWARZANIA SMARÓW

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania smarów łożyskowych o wysokiej stabilności strukturalnej, nie wydzielających oleju w toku długotrwałego magazynowania. Smary łożyskowe w toku długotrwałego magazynowania wykazują skłonność do wydzielania oleju. Skłonność ta zależna jest od typu i budowy zagęszczacza oraz od składu węglowodorowego oleju.

Przy stosowaniu w olejach naftowych, skłonność do wydzielania olejów z smarów wzrasta wraz z pogłębieniem stopnia rafinacji oleju oraz wzrostem zawartości w oleju węglowodorów o strukturze parafinowej. Z uwagi na wysoką stabilność termooksydacyjną głęboko rafinowanych olejów naftowych typu parafinowego, oleje te coraz powszechniej stosowane są do wytwarzania smarów plastycznych. W celu obniżenia tendencji do wydzielania olejów z smarów wprowadzone są w skład smarów dodatki. W opisie patentowym PRL 131 309 przedstawiono zastosowanie w charakterze dodatku obniżającego wydzielanie oleju z smarów, nieoczyszczonego ataktycznego polipropylenu i kopolimeru propylenowo-etylenowego otrzymywanych jako produkt uboczny w trakcie produkcji polimerów stereoregularnych, zawierających frakcję o budowie mieszanej ataktyczno-izotaktycznej. W zgłoszeniu patentowym PRL P 238 191 opisano zastosowanie jako dodatku obniżającego wydzielanie oleju z smarów technicznego trójstearynianu glinu. Stwierdzono, że możliwe jest wytworzenie smarów łożyskowych charakteryzujących się wysoką stabilnością strukturalną poprzez wprowadzenie w skład smaru modyfikowanego wosku montanowego.

Sposób według wynalazku polega na wprowadzeniu do smaru, w toku dyspergowania zagęszczacza mydlanego prostego, kompleksowego lub syntetycznego w oleju, 0,05 do 3%, korzystnie 0,1 do 1% masowych wosku montanowego rafinowanego metodą utlenienia, korzystnie kwasem azotowym, mieszaniną dwuchromianu potasu lub trójtlenku chromu i kwasu siarkowego do uzyskania liczby kwasowej 100 do 200 mg KOH/g i liczby zmydlenia 110 do 230 mg KOH/g, a następnie estryfikowanego glikolem etylenowym i/lub neutralizowanego wodorotlenkiem wapnia. Stosowanie sposobu według wynalazku pozwala na wytworzenie smarów plastycznych, na głęboko rafinowanych olejach typu parafinowego, nie wykazujących tendencji do wydzielania oleju w toku długotrwałego magazynowania.

P r z y k ł a d I. Do reaktora ciśnieniowego wprowadzono 1970 kg oleju mineralnego o lepkości kinetycznej $8,6 \text{ mm}^2/\text{s}$ w temperaturze 100°C , wskaźniku lepkości 92 i temperaturze krzepnięcia -16°C , 560 kg kwasu 12-hydrokystearynowego oraz 84 kg monohydratu wodorotlenku litu. Zmydlanie prowadzono 0,5 godziny w temperaturze 160°C przy ciśnieniu $0,6 \div 0,8 \text{ MPa}$. Po zakończonym procesie zmydlania odparowano wodę, odpuszczając parę wodną i redukując ciśnienie. Uzyskany koncentrat mydeł ogrzano do temperatury 210°C do całkowitego rozpuszczenia mydeł w oleju. Uzyskany roztwór przepompowano do mieszalnika, do którego wprowadzono uprzednio 3.800 kg oleju, o własnościach jak wyżej, podgrzanego do temperatury 150°C .

Dyspergowanie mydeł w oleju prowadzono w mieszalniku, chłodząc wytworzony smar do temperatury 90°C . W temperaturze 130°C wprowadzono 72 kg modyfikowanego wosku montanowego o liczbie kwasowej 6,7 i pozostałości po spopieleniu 2,8%, wytworzonego przez estryfikację glikolem etylenowym i następne zmydlenie wodorotlenkiem wapnia wosku montanowego rafinowanego kwasem chromowym, do uzyskania liczby kwasowej 171 i liczby zmydlenia 193. W temperaturze 120°C , do smaru wprowadzono 70 kg fenyllobetanaftyloaminy, 140 kg 50% roztworu olejowego dwualkilodwutiofosforanu cynku i 140 kg 50% roztworu olejowego alkiloarylosulfonianu litu. Po ochłodzeniu do temperatury 90°C , smar poddano homogenizacji w homogenizatorze szczelinowym przy ciśnieniu 30 MPa, odpowietrzeniu i filtracji przez filtr siatkowy o wielkości oczek $0,2 \text{ mm}$. Wytworzony smar posiada penetrację w temperaturze 25°C po ugniataniu 278 mm/10, temperaturę kroplenia 191°C oraz wydzielanie oleju w temperaturze 100°C w ciągu 30 godzin 1,3%.

P r z y k ł a d II. Do reaktora wprowadzono 2940 kg oleju mineralnego o lepkości $64,5 \text{ mm}^2/\text{s}$ w temperaturze 50°C , wskaźniku lepkości 88 i temperaturze krzepnięcia -20°C , 310 kg stearyny technicznej oraz 135 kg kwasu benzoowego. Po ogrzaniu zawartości reaktora do temperatury 90°C i całkowitym rozpuszczeniu kwasów w oleju wprowadzono roztwór olejowy izopropanolanu glinu, zawierający 235 kg izopropanolanu glinu i 940 kg oleju. Reakcję stearyny i kwasu benzoowego z izopropanolanem glinu prowadzono przez 0,5 godziny utrzymując temperaturę 95°C . Wydzielający się w trakcie reakcji alkohol izopropylowy skraplało w skraplaczu i gromadzono w odbieralniku.

Następnie do reaktora wprowadzono emulsję wodną, zawierającą 20 kg kondensatu wodnego i 200 kg oleju. Reakcję hydrolizy prowadzono przez 0,5 godziny utrzymując temperaturę 95°C , po czym ogrzewano odparowując wydzielający się alkohol izopropylowy. Grzanie kontynuowano do temperatury 210°C . Dyspergowanie zagęszczacza w oleju prowadzono chłodząc jednocześnie wytworzony smar do temperatury 80°C .

W temperaturze 140°C wprowadzono 40 kg modyfikowanego wosku montanowego o liczbie kwasowej 5,9 i pozostałości po spopieleniu 0,03% wytworzonego przez estryfikację glikolem etylenowym wosku montanowego rafinowanego kwasem chromowym do uzyskania liczby kwasowej 124 i liczby zmydlenia 165. W temperaturze 130°C do smaru wprowadzono 50 kg niskocząsteczkowego polimeru 2,2,4-trójmetrylo, 1,2-dwuodorochinoliny. W temperaturze 120°C wprowadzono 105 kg 50% roztworu olejowego dwualkilodwutiofosforanu cynku oraz 75 kg 50%-go roztworu olejowego alkiloarylosulfonianu etylenoamoniowego. Po ochłodzeniu do temperatury 80°C smar poddano homogenizacji w tarczowym młynie koloidalnym, przy szczelinie $0,2 \text{ mm}$, odpowietrzono i filtrowano przez filtr siatkowy o wielkości oczek $0,2 \text{ mm}$. Wytworzony smar posiada penetrację w temperaturze 25°C po ugniataniu 269 mm/10, temperaturę kroplenia 254°C oraz wydzielanie oleju w temperaturze 100°C w ciągu 30 godzin 0,3%.

P r z y k ł a d III. Do reaktora wprowadzono 3.900 kg oleju mineralnego o lepkości $10,3 \text{ mm}^2/\text{s}$ w temperaturze 100°C , wskaźniku lepkości 95 i temperaturze krzepnięcia -17°C oraz 365 kg alkoholu tłuszczowego, uzyskanego na drodze uwodornienia kwasów łożu. Zawartość reaktora ogrzewano do temperatury 85°C , do całkowitego rozpuszczenia alkoholu tłuszczowego, po czym przy intensywnym mieszaniu wprowadzono 212 kg 2,4-dwuizocyjanianu toluilu. Zawartość reaktora ogrzewano do temperatury 120°C i utrzymywano ją przez 2 godziny. Następnie zawartość reaktora ochłodzono do temperatury 100°C i wprowadzono 450 kg 10% emulsji

etylenodwuaminy w oleju. Reakcję z etylenodwuaminą prowadzono w ciągu 1 godziny, utrzymując temperaturę 100°C. Następnie zawartość reaktora ogrzano do temperatury 180°C. Dyspergowanie zagęszczacza w oleju prowadzono chłodząc jednocześnie wytworzony smar do temperatury 70°C. W temperaturze 130°C wprowadzono 12,5 kg modyfikowanego wosku montanowego o liczbie kwasowej 8,1 i pozostałości po spopieleniu 2,1%, wytworzonego przez estryfikację glikolem etylenowym i następne zmydlenie wodorotlenkiem wapnia wosku montanowego rafinowanego kwasem azotowym i kwasem chromowym, do uzyskania liczby kwasowej 163 i liczby zmydlenia 189.

W temperaturze 120°C do smaru wprowadzono 50 kg czterometylo-N,N'-dwuamino-dwufenylometanu oraz 100 kg 50% roztworu olejowego dwualkilodwutiofosforanu cynku. Po ochłodzeniu do temperatury 70°C, smar poddano homogenizacji w tarczowym młyńsie koloidalnym przy szczelinie 0,2 mm, odpowietrzeniu i filtracji przez filtr siatkowy o boku oczka 0,2 mm. Wytworzony smar posiada penetrację w temperaturze 25°C po ugniataniu 284 mm/lo, temperaturę kroplenia 247°C oraz wykazuje wydzielenie oleju w temperaturze 100°C w ciągu 30 godzin 0,6%.

Z a s t r z e ż e n i e p a t e n t o w e

Sposób wytwarzania smarów o wysokiej stabilności strukturalnej przez zagęszczenie oleju naftowego zagęszczaczem mydlanym prostym, kompleksowym lub syntetycznym, z n a m i e n n y t y m, że w toku dyspergowania zagęszczacza w oleju wprowadza się 0,05 do 3% masowych, korzystnie 0,1 do 1% masowych wosku montanowego rafinowanego metodą utlenienia, korzystnie kwasem azotowym, mieszaniną dwuchromianu potasu lub trójtlenku chromu i kwasu siarkowego do uzyskania liczby kwasowej 100 do 200 mg KOH/g i liczby zmydlenia 110 do 230 mg KOH/g, a następnie estryfikowanego glikolem etylenowym i/lub neutralizowanego wodorotlenkiem wapnia.