



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К ПАТЕНТУ

(11) 858558

(61) Дополнительный к патенту -

(22) Заявлено 10.12.76 (21) 2434654/23-04

(23) Приоритет - (32) 11.12.75

(31) 30195 А/75 (33) Италия

Опубликовано 23.08.81. Бюллетень № 31

Дата опубликования описания 23.08.81

(51) М. Кл.³

С 07 С 69/30
С 10 М 1/26

(53) УДК 547.295.4:
295.8'26.07
(088.8)

(72) Авторы
изобретения

Иностранцы
Джузеппе Манчини, Луиджи Импарато и Франко Берти
(Италия)

(71) Заявитель

Иностранная фирма
"Снампрогетти С.п.А."
(Италия)

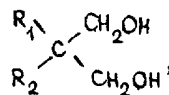
(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ЭФИРОПОДОБНОГО
ПРОДУКТА

Изобретение относится к усовершенствованию способа получения эфироподобного продукта, который может быть использован в смазочных композициях для двигателей внутреннего сгорания.

Известны различные эфироподобные продукты, получаемые из различных кислот и спиртов. Так, применяют сложно-эфирное смазочное масло на основе диизооктилсебацата (ДОС) или неопентильных эфиров алифатических кислот, или масло на основе пентаэритрита и фракции жирных нормальных кислот $C_5 - C_9$, или на основе 2,2-диалкилзамещенных спиртов и алифатических кислот $C_5 - C_{10}$. Эти эфиры получают этерификацией соответствующих кислот и спиртов в присутствии кислого катализатора [1].

Однако указанные масла характеризуются низкой температурой застывания (-16) - (-39)°С, пологой вязкостно-температурной зависимостью, но не имеют высокой термической стабильности. Для повышения последнего используют ароматические сложные эфиры, для которых термическая устойчивость сохраняется до 330°С.

Наиболее близким по технической сущности к предлагаемому является способ получения эфироподобного продукта взаимодействием двух и более полигидроксильных соединений общей формулы

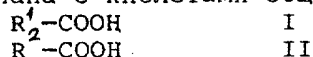


где R_1 - метил или оксиметил;
 R_2 - метил или этил;
с монокарбоновыми кислотами общей формулы R_3-COOH , где R_3 - алкил $C_5 - C_7$ и $C_{11} - C_{17}$ (двумя или более кислотами), в присутствии кислого катализатора при 110-240°С [2].

Однако образующиеся при известном способе эфироподобные продукты имеют вязкость 3,5-4,4 сСт при 98,9°С, что является недостаточным для смазочных масел определенного назначения.

Цель изобретения - повышение качества целевых эфироподобных продуктов.

Поставленная цель достигается способом, при котором ведут взаимодействие неопентилгликоля и триметиллолпропана с кислотами общих формул



где R^1 - алкил C_7-C_9 ;

R^2 - алкил $C_{11}-C_{15}$

при мольном отношении кислот/1:11 - 2,5-16 и мольном отношении неопентилгликоля (НПГ) и триметиллолпропана (ТМП), равном 0,125-0,389 в присутствии кислого катализатора, например метансульфокислоты при 110-240°C.

Это позволяет получать эфироподобный продукт с большей вязкостью 98,9°C и более высоким индексом вязкости (температурный коэффициент вязкости в относительных единицах).

Предлагаемый способ осуществляют следующим образом.

П р и м е р. Для реакции используют 8,84 г (0,085 моль) неопентилгликоля (НПГ), 55,62 г (0,415 моль) триметиллолпропана (ТМП) с мольным отношением НПГ:ТМП = 0,2049, 176 г (1,019 моль) нонановой кислоты (C_9),

57,73 г (0,283 моль) додекановой кислоты (C_{12}), 20,14 г (0,085 моль) пальмитиновой кислоты (C_{16}) и 7,30 г (0,028 моль) стеариновой кислоты (C_{18}).

5 Нагревание указанной смеси ведут в атмосфере азота при постепенно повышаемой температуре от 120 до 210°C в течение 8 ч с отгонкой реакционной воды в присутствии 1,5 г метансульфокислоты как кислого катализатора. После окончания реакции отгоняют остаточную воду в атмосфере азота и целевой продукт А обрабатывают окисью алюминия для окончательного высушивания.

15 В табл. 1 показаны условия получения других продуктов Б-Е из соответствующих кислот и спиртов (для сравнения дан продукт Ж).

20 В табл. 2 показаны физико-химические характеристики получаемых продуктов А-Е. Как видно из данных табл. 2, получают эфироподобные продукты, имеющие лучшие показатели по вязкости и индексу вязкости.

25

Т а б л и ц а 1

Продукт	Исходные кислоты	Количество молей кислот	Мольное отношение кислот	Исходные спирты	Количество молей спиртов	Мольное отношение спиртов, НПГ/ТМП	Температура, °С	Время, ч	Катализатор - метансульфокислота, г
Предлагаемые									
Б	Кислотная фракция (C ₈ -C ₁₀) с молекулярным весом 154	1,691	(C ₈ -C ₁₀):C ₁₂	НПГ	0,187				
	Додекановая C ₁₂	0,371	4,56	ТМП	0,562	0,332	120-220	5	2,0
	Нонановая (C ₉)	0,975	C ₉ :(C ₁₄ +C ₁₆)	НПГ	0,05				
В	Миристиновая (C ₁₄)	0,195	3,00	ТМП	0,40	0,125	110-220	7	1,5
	Пальмитиновая (C ₁₆)	0,130							
	Октановая (C ₈)	1,534	(C ₈ +C ₉):C ₁₄	НПГ	0,28				
Г	Нонановая (C ₉)	1,023	15,96			0,389	110-240	7	2,0
	Миристиновая (C ₁₄)	0,163		ТМП	0,72				
	Кислотная фракция (C ₈ -C ₁₀) с молекулярным весом 154	1,120	(C ₈ -C ₁₀):(C ₁₂ +C ₁₄)	НПГ	0,1				
Д	Додекановая (C ₁₂)	0,140	4,00	ТМП	0,4	0,250	110-230	6	1,5

Продолжение табл. 1

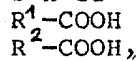
Продукт	Исходные кислоты	Количество молей кислот	Мольное отношение кислот	Исходные спирты	Количество молей спиртов	Мольное отношение спиртов НПГ/ТМП	Температура, °С	Время, ч	Катализатор - метансульфонокислота, Г
Е	Миристиновая (C ₁₄)	0,140							
	Октановая (C ₈)	0,882	(C ₈ +i-C ₈):C ₁₄	НПГ	0,140				
	Изо-октановая (i-C ₈)	0,882		ТМП	0,56				
Ж	Миристиновая (C ₁₄)	0,196	9,00			0,25	110-220	8	2,0
	Октановая (C ₈)	0,750	-	ТМП	0,5		110-220	8	2,0
	Изо-октановая (i-C ₈)	0,750							

Таблица 2

Продукт	Число омыления, мг КОН/г	Молекулярный вес, г	Элементный анализ, %		Показатель преломления, n_{20}^D	Температура застывания, °С	Содержание группы ОН по ИК спектру	Кислотное число, мг КОН/г	Вязкость при 0°С (-17,8°С)	Вязкость при 100°С (37,8°С)	Вязкость при 210°С (98,9°С)	Индекс вязкости
			С	Н								
Предлагаемый А	270	526	72,1	11,3	1,4545	-30	Отс.	0,30	598	25,21	5,18	153
Б	293	512	71,4	9,9	1,4523	-48	"	0,20	417	19,72	4,34	143
В	267	585	72,8	11,6	1,4552	-21	"	0,20	670	27,60	5,56	157
Г	299	478	72,8	10,9	1,4514	-57	"	0,20	346	17,46	3,99	141
Д	288	549	70,9	11,0	1,4532	-39	"	0,20	488	21,90	4,68	147
Е	302	469	70,9	11,2	1,4537	-51	"	0,05	801	24,0	4,54	113
Известный Ж	-	-	-	-	-	-	-	0,25	648	22,92	4,56	125

Формула изобретения

Способ получения эфироподобного продукта путем этерификации неопентилгликоля и триметиллолпропана жирными кислотами при 110-240°С в присутствии метансульфо кислоты, отличающийся тем, что, с целью повышения качества целевых продуктов, в качестве кислот используют соединения общих формул I и II



где R¹ - алкил C₇-C₉;
R² - алкил C₁₁-C₁₅
при мольном отношении кислот 1:11 = 2,5-16 и мольном отношении неопентилгликоля и триметиллолпропана 0,125-0,389.

5 Источники информации, принятые во внимание при экспертизе

1. Авторское свидетельство СССР № 525663, кл. С 07 С 69/76, 1974.

10 2. Патент Италии № 991051, кл. С 10 М 1/26, опублик. 30.07.75 (прототип).

Составитель Г. Андрион
Редактор С. Родикова Техред А. Бабинец Корректор М. Демчик

Заказ 7277/91

Тираж 443

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4