



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 102015729 A

(43) 申请公布日 2011. 04. 13

(21) 申请号 200880128754. 8

(51) Int. Cl.

(22) 申请日 2008. 11. 07

C07F 3/04 (2006. 01)

C07F 3/02 (2006. 01)

(30) 优先权数据

12/106358 2008. 04. 21 US

(85) PCT申请进入国家阶段日

2010. 10. 21

(86) PCT申请的申请数据

PCT/US2008/082724 2008. 11. 07

(87) PCT申请的公布数据

W02009/131599 EN 2009. 10. 29

(71) 申请人 OMG 美国公司

地址 美国俄亥俄州

(72) 发明人 R·张 M·A·阿姆斯特勒

H·W·吉布斯

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司

司 72001

代理人 曹小刚 林毅斌

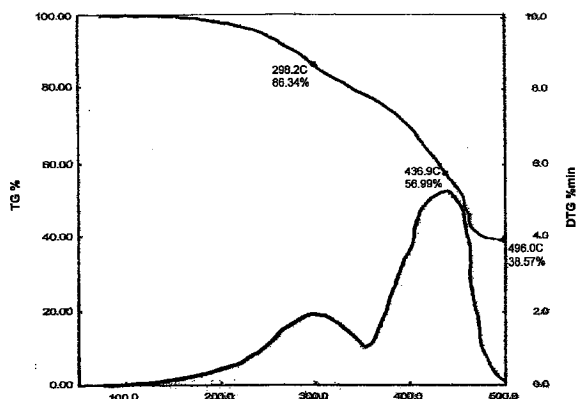
权利要求书 2 页 说明书 8 页 附图 1 页

(54) 发明名称

高碱性金属羧酸盐前体及其制备方法

(57) 摘要

高碱性碱土金属盐的储存稳定的、易流动的液体是在烃液体、多元醇和醇存在下,通过将碱土金属碱与羧酸反应来制备的。所形成的高碱性碱土金属盐的碱土金属含量至少为大约 14.5%,并且非挥发性物质含量至少是大约 95%。



1. 脂肪酸的高碱性碱土金属盐的储存稳定的、易流动的液体，该液体包含：  
至少一种烃液体；  
多元醇；  
醇，其中该醇具有至少 8 个碳原子；和  
脂肪酸的高碱性碱土金属盐，其中该碱土金属盐的碱土金属含量是至少大约 14.5% 并且非挥发性物质含量是至少大约 95%。
2. 权利要求 1 的液体，其中该脂肪酸是  $C_{12}$ - $C_{22}$  脂肪酸。
3. 权利要求 2 的液体，其中该脂肪酸是油酸。
4. 权利要求 1 的液体，其中该高碱性碱土金属盐的碱土金属选自钙、钡、镁和锶。
5. 权利要求 1 的液体，其中该高碱性碱土金属盐是油酸钙。
6. 权利要求 1 的液体，其中该醇是至少 14 个碳原子的脂肪族醇。
7. 权利要求 1 的液体，其中该多元醇是选自由如下组成的组的二醇或者二醇醚：二甘醇单丁醚、丙二醇、己二醇、三甘醇、二丙二醇、二甘醇单甲醚、乙二醇单丁醚及其混合物。
8. 用于制备脂肪酸的高碱性碱土金属盐的储存稳定的、易流动的液体的方法，该方法包含步骤：
  - (a) 制备前体混合物，该混合物包含羧酸，其中该羧酸是脂肪酸；至少一种烃液体；多元醇；和醇，其中该醇具有至少 8 个碳原子；
  - (b) 用初始量的碱土金属碱中和该羧酸，来形成碱土金属羧酸盐前体混合物；
  - (c) 加热该碱土金属羧酸盐前体混合物；
  - (d) 将另外量的碱土金属碱加入到该碱土金属羧酸盐前体混合物中；
  - (e) 将该前体混合物碳酸化到中性；
  - (f) 过滤该前体混合物；和
  - (g) 蒸馏该前体混合物，直到达到碱土金属含量为至少大约 14.5% 且非挥发性物质含量为至少大约 95%。
9. 权利要求 8 的方法，其中该脂肪酸是  $C_{12}$ - $C_{22}$  脂肪酸。
10. 权利要求 9 的方法，其中该脂肪酸是油酸。
11. 权利要求 8 的方法，其中该碱土金属选自钙、钡、镁和锶。
12. 权利要求 8 的方法，其中该碱土金属羧酸盐前体混合物包括油酸钙和碳酸钙。
13. 权利要求 8 的方法，其中该醇是至少 12 个碳原子的脂肪族醇。
14. 权利要求 8 的方法，其中该多元醇是选自由如下组成的组的二醇或者二醇醚：二甘醇单丁醚、丙二醇、己二醇、三甘醇、二丙二醇、二甘醇单甲醚、乙二醇单丁醚及其混合物。
15. 权利要求 8 的方法，其中该前体混合物是用真空汽提来蒸馏的。
16. 脂肪酸的高碱性碱土金属盐的储存稳定的、易流动的液体，该液体包含：  
至少一种烃液体；  
丙二醇；  
十二烷醇；和  
高碱性油酸钙，其中该高碱性油酸钙的碱土金属含量是至少大约 14.5% 且非挥发性

物质含量是至少大约 95%。

17. 权利要求 16 的液体，其中该至少一种液体烃液体选自自由烃油、溶剂油、非芳族烃和聚  $\alpha$  烯烃 (PAO) 组成的组。

18. 权利要求 16 的液体，其中该高碱性油酸钙的碱土金属含量是至少大约 15.0 重量%的钙。

19. 权利要求 16 的液体，其中该液体的非挥发性物质含量是至少大约 97%。

20. 权利要求 16 的液体，其中该液体包括选自下面形式的碳酸钙：方解石、球霰石和文石。

## 高碱性金属羧酸盐前体及其制造方法

[0001] 本国际专利申请要求 2008 年 4 月 21 日申请的 US 专利申请系列 No.12/106358 的优先权。

[0002] 本发明涉及脂肪酸的碱土金属盐的储存稳定的、易流动的液体以及制备该液体的方法。更具体的，本发明涉及高碱性碱土金属羧酸盐的储存稳定的、易流动的前体和制备该前体的方法。甚至更具体的，本发明涉及高碱性羧酸钙的储存稳定的、易流动的前体和制备该前体的方法。

[0003] 发明背景

[0004] 羧酸、烷基酚和磺酸的高碱性钙或者钡盐的制备公开在下面的 US 专利 No：2616904；2760970；2767164；2798852；2802816；3027325；3031284；3342733；3533975；3773664；和 3779922 中。这些高碱性金属盐在含卤素的有机聚合物中的用途描述在下面的 US 专利 No：4159973；4252698；和 3194823 中。在近些年中，高碱性钡盐在稳定剂配方中的应用已经增加。这主要归因于这样的事实，即，高碱性钡盐具有优于中性钡盐的性能。与高碱性钡盐有关的性能优势是低的压析 (plate-out)、优异的颜色保持性、良好的长期热稳定性、与稳定剂成分良好的相容性等等。不幸的是，大部分高碱性钡盐是暗色的，并且虽然这些暗色的高碱性钡盐对于含卤素有机聚合物来说是有效的稳定剂，但是它们的暗色导致了最终产物的变色。这种特征基本上抑制了暗色高碱性钡盐在其中期望浅色聚合物产品中的应用。

[0005] 根据 US 专利 No.4665117 的教导，在浅色碱金属或者碱土金属盐的制备过程中使用了烷基酚作为促进剂。但是，烷基酚也是造成最终产品有颜色的一个主要原因。这个问题是通过使用环氧丙烷来克服的，其取代了酚羟基中的氢，由此限制了着色物质的形成。但是，存在着与此方案有关的缺点，主要归因于环氧丙烷的毒性。环氧丙烷被归类为可能的致癌物质，并且试验室动物摄入研究已经显示了与癌症有关的证据。环氧丙烷还被列为严重的眼睛刺激物，并且长期曝露于环氧丙烷蒸气会导致眼睛的永久损伤。此外，环氧丙烷在某些条件下本质上是极易燃烧和爆炸性的。环氧丙烷在 94° F 沸腾和在 -20° F 闪蒸。结果，在工厂中处理环氧丙烷时需要极端的预防措施。环氧丙烷需要专用的存储装置，并且其他安全特征也是必需的。US 专利 No.4665117 描述了在 150C 使用环氧丙烷。在此温度，环氧丙烷将处于气相中。在这些操作条件下，需要大于化学计量的量的环氧丙烷来将反应进行完全，因为环氧丙烷将从反应混合物中逸出，并且这需要另外的处理该过量的环氧丙烷。

[0006] 高碱性金属羧酸盐的液体也被用于润滑脂 (grease) 的制备中。具体的，润滑脂的制造包括多步方法和众多的添加剂来提供性能提高，这对专门的、食品级和生物基润滑脂配方提出了越来越大的挑战。所形成的润滑脂性能也很大程度上取决于加工条件例如温度、压力、驻留时间和皂化化学计量。

[0007] 在本领域中已知的是触变的润滑脂、或者润滑脂状高碱性金属羧酸盐或者其他高碱性含金属的组合物，其具有腐蚀抑制性能，并且具有多种用途效用，例如诸如在汽车和卡车车体底涂层中，和用于不同的其他目的。这样的润滑脂或者润滑脂状组合物已

经相当广泛的或者这样来应用，或者与其他成分混合来产生用于多种环境的组合物，并且通常来说，它们的特征在于相当好的极端压力和抗磨损性能，高滴点，相当好的耐机械破裂性能，耐盐雾和水腐蚀性，在高温的热稳定性，和其他令人期望的性能。

[0008] 无论高碱性金属羧酸盐的液体是用于含卤素的有机聚合物中还是用于润滑脂的制备中，出于健康、安全和环境的原因，该高碱性金属羧酸盐的挥发性成分，包括挥发性有机化合物 (VOC)，都应当最小化。

[0009] 不管此处所述的本领域的状况如何，这里仍然需要对高碱性的脂肪酸碱土金属盐的制备进行改进，以用于含卤素有机聚合物中和用于润滑脂的制备中，其中该高碱性碱土金属盐在最终的产品中具有明显降低量的挥发性成分。

## 发明内容

[0010] 通常，本发明的一方面是提供脂肪酸的高碱性碱土金属盐 (anoverbased alkaline earth metal salt of a fatty acid) 的储存稳定液体，其中碱土金属含量是至少大约 14.5% 且非挥发性物质含量是至少大约 95%。

[0011] 在本发明的仍然另一方面，提供了脂肪酸的高碱性碱土金属盐的储存稳定的、易流动的液体。该液体包括至少一种烃液体、多元醇、醇（其中该醇具有至少 8 个碳原子）、和高碱性的脂肪酸碱土金属盐，其中该碱土金属盐的碱土金属含量至少是大约 14.5% 且非挥发性物质含量是至少大约 95%。

[0012] 在本发明的另一方面，提供了用于制备脂肪酸的高碱性碱土金属盐的储存稳定的、易流动的液体的方法。该方法包含步骤：

[0013] (a) 制备前体混合物，该混合物包含羧酸，其中该羧酸是脂肪酸；至少一种烃液体；多元醇；和醇，其中该醇具有至少 8 个碳原子；

[0014] (b) 用初始量的碱土金属碱中和该羧酸，来形成碱土金属羧酸盐前体混合物；

[0015] (c) 加热该碱土金属羧酸盐前体混合物；

[0016] (d) 将另外量的碱土金属碱加入到该碱土金属羧酸盐前体混合物中；

[0017] (e) 将该前体混合物碳酸化到中性；

[0018] (f) 过滤该前体混合物；和

[0019] (g) 蒸馏该前体混合物，直到达到碱土金属含量为至少大约 14.5% 且非挥发性物质含量为至少大约 95%。

[0020] 本发明的这些和其他优点和新颖的特征，以及其所指示的实施方案的细节将从下面的说明而变得更能够充分的理解。

## 附图说明

[0021] 图 1 是在本发明的一种实施方案中，脂肪酸的高碱性碱土金属盐的储存稳定的易流动的液体的热重分析的图。

## 具体实施方式

[0022] 在本发明的一种实施方案中，由前体来制备的、脂肪酸的高碱性碱土金属盐的储存稳定的易流动的液体，包括碱土金属碳酸盐、脂肪酸的碱土金属羧酸盐、液体烃和

具有至少 8 个碳原子的醇，并且该液体的碱土金属含量是至少大约 14.5% 且非挥发性物质含量是至少大约 95%。

[0023] 该脂肪酸的高碱性碱土金属盐前体的盐的碱土金属可以选自钙，钡，镁和锶。这些金属可以源自于金属氧化物和氢氧化物，并且在某些情况中，源自于金属硫化物和氢硫化物。例如，该碱土金属盐可以包括羧酸钙。

[0024] 该高碱性碱土金属盐前体的羧酸部分可以包括脂肪酸，其包括 8-30 个碳原子的 C<sub>8</sub>-C<sub>30</sub> 饱和的、不饱和的羧酸，其是单独的或者是彼此组合的，或者是羧酸的反应性等价物。有用的羧酸和脂肪酸的例子包括但不限于辛酸、癸酸、月桂酸、肉豆蔻酸、肉豆蔻烯酸、2-乙基己酸、羊蜡酸、十二烷酸、十五烷酸、棕榈酸、棕榈油酸、硬脂酸、12-羟基硬脂酸、油酸、蓖麻油酸、亚油酸、花生酸、二十碳烯酸、山萘酸、芥酸、和任意这些酸的混合物。

[0025] 本发明的脂肪酸的高碱性碱土金属盐前体的储存稳定的，易流动的液体还可以包括醇，其促进了高碱性碱土金属羧酸盐的形成。该醇包括包含至少 8 个碳原子的脂肪醇。在一个例子中，可以使用具有大约 8- 大约 18 个碳原子的脂肪醇。这样的脂肪族醇的例子包括异癸醇，十二烷醇，辛醇，十三烷醇，十四烷醇或者其混合物。已经发现当高级脂肪醇用于制造高碱性产物时，酚可以作为促进剂从该反应中排除。

[0026] 本发明的脂肪酸的高碱性碱土金属盐前体的储存稳定的液体还可以包括多元醇。该多元醇可以是二醇或者二醇醚。该二醇或者二醇醚可以选自二甘醇单丁醚 (butyl Carbitol®)，三甘醇，己二醇，丙二醇，二丙二醇，二甘醇单甲醚，乙二醇单丁醚，及其混合物。

[0027] 在本发明另外一种实施方案中，液体基油也可以用于制备该高碱性前体材料。该基油可以是烃液体，其通常包括任何的烃稀释剂。最通常的，该液体烃选自烃油，溶剂油，非芳族烃和聚 α 烯烃 (PAO)。在本发明的一种实施方案中，合适的烃液体包括 SHELLSOL™ D70 和 D80，市售自 Shell Chemical。在仍然的另外一种实施方案中，使用单独的或者与其他液烃组合的 PAO 作为合适的液体烃，用于制备该高碱性前体材料，因为它们在其的聚合物主链上的每隔一个碳上具有柔性烷基支化的基团。这些烷基（其自身可以处于许多的构型形状中）使得该聚合物分子自身以有序的方式并行排列变得非常困难。此外，许多 PAO 在较高温度是相对稳定的，并且典型的在较低温度不具有结晶或者凝固的倾向，这是因为它们能够保持为油状的粘稠液体。

[0028] 在本发明的仍然另外一种实施方案中，该用于制备脂肪酸的高碱性碱土金属盐前体的储存稳定液体的方法包括在至少一种液体烃、醇和二醇醚存在下，将碱土金属碱和脂肪酸以金属碱：脂肪酸为大于 1 : 1 的当量比进行反应。该混合物可以酸化和碳酸化来在混合物中产生无定形的碱土金属碳酸盐。在碳酸化过程中，可以以受控的碱加入速率加入分散体，来产生稳定的无雾浊的液体反应产物，其中该分散体含有处于相对量的碱土金属碱、液体烃和具有至少 8 个碳原子的醇。在该反应过程中，从该反应产物中除水来产生存储稳定的、易流动的液体高碱性碱土金属盐。通常，该整个过程可以在没有游离氧的情况下进行，并且为此目的，可以使用氮气氛。

[0029] 在本说明书和权利要求整个中，用于碱土金属盐的术语“碱性的”或者“高碱性”用来指的是如下金属组合物：其中包含于其中的总金属与脂肪酸部分的比例大于中

性金属盐的化学计量比。即，金属的当量值大于脂肪酸的当量值。在某些情况中，在碱性金属盐中的金属过量程度是用“金属比”来描述的。作为此处使用的，金属比指的是该油溶性组合物中的总碱土金属与脂肪酸或者有机部分的当量值的比例。碱性金属盐在本领域中通常称作“高碱性”或者“超碱性”，来表示过量的碱性成分的存在。

[0030] 已经发现在碳酸化过程中重要的是以受控速率加入处于相对量的金属碱、液体烃和脂肪族醇的分散体，来产生稳定的反应产物。这里有许多的原因，所述原因据信导致形成了稳定的液体，所述液体然后可以过滤来除去杂质和反应副产物。已经确定在碳酸化过程中，通过连续加入碱的分散体或者浆体能够获得这样的结果。据信该金属碱浆体防止了在期望的高碱性金属盐中形成不期望的碳酸钙晶体或者副产物。这些不期望的部分阻止了可过滤的稳定产物的形成。因此，将金属碱浆体以受控的速率加入，该速率不超过形成期望的产物的反应的速率。该反应是如下来控制的：通过连续或者增量地加入金属碱，来使得钙离子能够立即用于期望的反应，而不是使得该金属碱例如石灰反应和形成副产物。被碳酸钙涂覆的过多的副产物或者石灰据信赋予了液体产物不可滤过性。使用这种方法，对反应过程中的pH进行控制，以使得脂肪酸被中和，并且随着连续加入碱pH升高到大约7-10，来产生溶解的金属离子，其在碳酸化过程中与CO<sub>2</sub>反应来产生期望的产物。据信如果该反应速率不受控和所述的碱没有溶解，则固体碱或者与碳酸钙反应或者被碳酸钙涂覆来形成不期望的副产物。该反应的不期望的副产物的形成使得最终产物是不稳定的和不能滤过的。

[0031] 如上所述，该方法的特征之一是这样的步骤，即，在碳酸化过程中以受控的碱加入速率来加入碱土金属碱、多元醇、液体烃和具有至少8个碳原子的醇的分散体的步骤，来产生该稳定的易流动的液体。已经确定加入该碱在液体烃和脂肪族醇中的分散体保护或者钝化了该碱，由此能够形成稳定的易流动的液体反应产物。通过保护或者钝化该碱，碳酸化进行来产生无定形碱土金属碳酸盐。出人意料的，该反应进行而无需在反应过程中除水，并且产生了储存稳定的液体反应产物。

[0032] 在该碱性盐的制备中所用的碱土金属碱的量是这样一种量，其大于1当量的所述碱/当量的脂肪酸或者有机部分，并且更通常的，将是这样的量，其足以提供至少3当量的所述金属碱/当量的酸。更大的量可以用来形成更碱性的化合物，并且所包括的金属碱的量可以是任何高到这样的量的量：其对于提高产物中的金属比例来说不再是有效的。当制备该混合物时，包括在该混合物中的脂肪酸和醇的量应当大于1：1，目的是提供碱性产物。更通常的，该当量比至少是3：1。

[0033] 在本发明的一种实施方案中，烃油与醇（十二烷醇）的比例是大约2：1-大约4：1。二醇醚可以以最终产物的大约1-15%来使用。

[0034] 将石灰浆体（其是在反应中加入到油酸中的）配制成可泵送的混合物，其通常的组成为大约40-50%的石灰、大约25-40%的烃油、大约10-25%的十二烷醇和大约0-10%的丙二醇。制造可泵送浆体所需的丙二醇的量随着浆体中石灰百分比的增加而增加。

[0035] 该用于制备该储存稳定的易流动的高碱性羧酸钙前体的方法包括在液体烃、脂肪族醇和二醇醚的存在下，将碱土金属碱和羧酸以金属碱：羧酸的当量比大于1：1反应来形成碱土金属羧酸盐混合物。在一种实施方案中，该羧酸是脂肪酸，该脂肪酸是油

酸，该液体烃是 SHELLSOL™D80，该醇是十二烷醇，和该二醇醚是丙二醇。将该混合物通过碳酸化方法进行酸化，来产生无定形的碱土金属碳酸盐例如碳酸钙。碳酸化步骤包括在不存在游离氧的情况下，将上述混合物用酸性气体处理，直到使用酚酞测出可滴定的碱度为止。通常，将该可滴定的碱度降低到碱值低于大约 10。该混合和碳酸化步骤不需要特别的操作条件，除了排除游离氧以外。

[0036] 本说明书和权利要求中所用的术语“酸性气体”表示如下气体，其在与水反应时会产生酸。因此，这样的气体例如二氧化硫、三氧化硫、二氧化碳、二硫化碳、硫化氢等等是在所公开的高碱性金属羧酸盐制备中有用的酸性气体的示例性例子。当使用二氧化碳时形成了碱土金属碳酸盐。当使用含硫气体时，形成了硫酸盐、硫化物和亚硫酸盐。

[0037] 在碳酸化过程中，碱土金属碱、多元醇、液体烃和醇可以以受控的碱加入速率以相对量加入。在本发明的一种实施方案中，可以将干的碱土金属碱、多元醇、液体烃和醇制成浆体，来便于碳酸化过程中的混合。从反应产物中除水来产生脂肪酸的碱土金属盐的储存稳定的、易流动的液体。通常，该过程是在缺乏游离氧的情况下进行，并且为此目的，使用了氮气氛。

[0038] 在该碳酸化过程中，可以将所述混合物加热到这样的温度，该温度足以驱散出包含在该混合物中的一些水或者在碱和羧酸反应过程中所产生的水可以在高碱性反应过程中保留。用二氧化碳处理该混合物优选是在升高的温度下进行的，并且用于该步骤的温度范围可以是高于环境温度的处于大约 75°C (大约 165° F) - 大约 200°C (大约 390° F) 范围内的任何温度。可以使用更高的温度例如 250°C (大约 480° F)，但是在使用这样的更高的温度时不存在明显的优势。通常大约 80°C (大约 175° F) - 150°C (大约 300° F) 的温度是令人满意的。

[0039] 该方法的其他特征包括以至少大约 300ml/10 分钟的产物过滤速度过滤所述反应的产物来产生储存稳定的液体前体。在本发明的一种实施方案中，所产生的产物可以过滤来除去不想要的副产物和提高该高碱性液体的储存稳定性。例如，在大约 25-30 英寸 Hg 的真空下，使用带有 Whatman No.1 过滤器和硅藻土过滤助剂的 Buchner 漏斗时，该产物是以令人满意的速率过滤的。因此，过滤除去了不期望的杂质，包括二氧化硅、氧化铁和其他金属物质、未反应的氢氧化钙、碳酸钙、和其他氧化物（其可能导致失去稳定性）。

[0040] 在本发明的另一方面，该脂肪酸的液体高碱性碱土盐前体据信是热力学稳定的微乳液。该微乳液具有胶束和连续相。该胶束是由脂肪酸的碱土金属碳酸盐和碱土金属羧酸盐组成的。微乳液的连续相是由液体烃和醇组成的。

[0041] 在本发明的仍然另外一种实施方案中，在从该碱土金属碱，脂肪酸，多元醇，液体烃和醇的前体中除水之后，将该前体在至多大约 165°C (大约 330° F) 的温度蒸馏或者真空汽提来除去反应产物的挥发性成分。在蒸馏术语中，“汽提”指的是从不太挥发性物质中除去挥发性成分。该真空汽提进行到直至最终的产物所测量的碱土金属含量是至少大约 14.5% 且非挥发性物质含量是至少大约 95%。

[0042] 在本发明的仍然另外一种实施方案中，该前体的真空汽提产生了出人意料的结果。具体的，以前据信为了保持脂肪酸的液体高碱性碱土盐微乳液的稳定性，连续相

的液体烃和醇成分都是最终的反应产物中所必需的。但是，出人意料的观察到通过将该前体进行真空汽提，不仅最终的产物保持了它的储存稳定的和易流动的液体性能，而且还确定了该最终产物的最终非挥发性物质含量是至少 95%，并且闪点大于 93°C（大约 200° F）。

[0043] 在加入浆体和用二氧化碳碳酸化之后和真空汽提之后，用于高碱性油酸钙的反应混合物具有下面的组成范围：

[0044] 油酸钙：大约 15-40 重量%

[0045] 碳酸钙：大约 9-35 重量%

[0046] 烃油：大约 25-35 重量%

[0047] 十二烷醇（助表面活性剂）：小于大约 5 重量%

[0048] 丙二醇：小于大约 1 重量%

[0049] 用镁、锶或者钡代替高碱性盐中的钙是在金属氢氧化物的等价基础上进行的。

基于真空汽提之前的最终反应混合物，可以使用了下面的量：

[0050]  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ （石灰）：大约 15-35 重量%

[0051]  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ ：大约 12-24 重量%

[0052]  $\text{Sr}(\text{OH})_2$ ：大约 25-50 重量%

[0053]  $\text{Ba}(\text{OH})_2$ ：大约 35-50 重量%

[0054] 下面的实施例说明了根据本发明方法的高碱性盐的储存稳定的无雾浊的液体的制备，但是这些实施例不被认为是对本发明范围的限制。除非在下面的实施例和说明书和权利要求的其他地方中另有指示，否则全部的份数和百分比是重量单位的，全部的温度是华氏度的。

[0055] 实施例

[0056] 高碱性油酸钙前体 I 的形成

[0057] 实施例 1

[0058] 15%高碱性油酸钙 / 碳酸钙是根据这个实施例来制备的。将大约 274.3g 的油酸、大约 270.0g 的 D-80、大约 140.3g 的十二烷醇、大约 50.0g 的丙二醇和大约 25.0g 的水的混合物在搅拌和氮气氛下加热到大约 88°C（大约 190° F）。向该搅拌的混合物中在大约 50 分钟内连续加入分散体，来在该混合物中产生油酸钙溶液，所述分散体包含大约 140.4g 的 D-80、大约 85.0g 的十二烷醇、大约 25.0g 的丙二醇和大约 276.7g 的石灰。在该反应的这个时间点，用酚酞测试该混合物为碱性（大约 10-12pH）。然后，向该搅拌过的混合物中连续加入，在大约 3 小时的时间内，将该混合物用二氧化碳在 1.5 SCFH 在大约 93°C（大约 200° F）处理。检查该反应的碱度来在反应过程中保持碱度。当该反应混合物经测试接近于相对酚酞的中性时，停止加入二氧化碳。然后将该反应混合物加热到大约 149°C（大约 300° F）。并且经由 Dean-Stark 阱除去总共 85.2g 的水。搅拌所形成的产物混合物，并且加入 24.00g 的过滤助剂（硅藻土）。将该产物混合物如上面的说明书所述以 500ml/10 分钟速率抽滤，这产生了高碱性油酸钙 / 碳酸钙的储存稳定的易流动的液体滤出液，其在冷却到室温时保持了储存稳定。

[0059] 高碱性油酸钙前体 I 的真空汽提

[0060] 实施例 2

[0061] 在 250ml 的三颈圆底烧瓶中装入实施例 1 中所获得的前体。然后在该三颈圆底烧瓶上安装氮气入口来将混合物喷入该烧瓶的一个颈中，将温度探针安装到该烧瓶的另外一个颈中和将真空管线安装到该烧瓶的另外一个颈中。真空过滤是在大约 149°C（大约 300° F）到大约 163°C（大约 325° F）的温度进行的，并且以 6 立方英尺 / 小时（SCFH）的速率供给氮气。收集了总共大约 678.6g 的蒸馏物，产生了大约 84.2% 的非挥发性物质含量，并且分析该滤出液包含了大约 14.8 重量%的钙。在向该混合物中加入大约 50.0g 的 6.0cSt PAO 之后，如上所述进行进一步的真空过滤。在过滤另外 3 小时之后，测定该混合物的非挥发性物质含量是大约 99.4%，并且分析滤出液包含了大约 15.7 重量%的钙。最终的产物具有下面的物理性能：

[0062] 闪点 - > 200°C（大约 392° F）

[0063] 比重 - 大约 1.162

[0064] 重量每加仑 -9.68

[0065] 体积%挥发性物质 - < 1

[0066] 重量%挥发性物质 - < 1

[0067] 如图 1 所示，提供了真空汽提的最终产物的热重分析（TGA）图。该分析是使用 Seiko 5200TG/DTA 来进行的。样品是以 10°C /min 的速率从大约 30°C（大约 86° F）- 大约 550°C（大约 1022° F）来评价的。最终产物的温度记录图（TG%）显示了作为温度函数的该最终产物分解。重量损失曲线（其是通过最终产物的 TG% 曲线上的拐点来表示的）确定为在 298.2°C（大约 568° F）是 86.3%，在 436.9°C（大约 819° F）是 56.99% 和在 496.0°C（大约 925° F）是 38.6%。该拐点代表了曲线上的一点或者温度，在该点或者该温度时，在最终产物的不同成分的分解过程中，图形的曲率发生变化，所述成分包括不同形式的碳酸钙，包括方解石，球霏石和 / 或文石（如果存在）。该拐点是使用一次导数曲线（DTG% /min）来表示的。这些结果表明当在 200°C（大约 392° F）测量时，脂肪酸的储存稳定的、易流动的高碱性碱土盐的真空汽提的最终产物的非挥发性物质含量大于 95%。

[0068] 高碱性油酸钙前体 II 的形成

[0069] 实施例 3

[0070] 15% 高碱性油酸钙 / 碳酸钙是根据这个实施例来制备的。将大约 274.3g 的油酸、大约 270.0g 的 D-80、大约 140.3g 的十二烷醇、大约 50.0g 的丙二醇、大约 100.0g 的 6.0cSt PAO 和大约 25.0g 的水的混合物在搅拌和氮气氛下加热到大约 88°C（大约 190° F）。向该搅拌的混合物中在大约 50 分钟内连续加入分散体，来在该混合物中产生油酸钙溶液，所述分散体包含大约 140.4g 的 D-80、大约 85.0g 的十二烷醇、大约 25.0g 的丙二醇、大约 50.0g 的 6.0cSt PAO 和大约 277.0g 的石灰。在该反应的这个时间点，用酚酞测试该混合物为碱性（大约 10-12pH）。然后，向该搅拌过的混合物中连续加入，在大约 3 小时的时间内，将该混合物用二氧化碳在 1.5SCFH 在大约 93°C（大约 200° F）处理。检查该反应的碱度来在反应过程中保持碱度。当该反应混合物经测试相对于酚酞接近中性时，停止加入二氧化碳。然后将该反应混合物加热到大约 149°C（大约 300° F），并且经由 Dean-Stark 阱除去总共大约 110.0g 的水。搅拌所形成的产物混合物，并且加入 26.00g 的过滤助剂（硅藻土）。将该产物混合物如上面的说明书所述以大约 1000ml/ 大

约 5.5 分钟和大约 1225ml/ 大约 7 分钟速率抽滤，这产生了高碱性油酸钙 / 碳酸钙的储存稳定的易流动的液体滤出液，其在冷却到室温时保持了储存稳定。

[0071] 高碱性油酸钙前体 II 的真空汽提

[0072] 实施例 4

[0073] 重复实施例 3 的程序，并且将来自两种程序的滤出液（其产生了总共大约 2032g 的产物）进行合并，准备进行真空汽提。在三颈圆底烧瓶中装入根据实施例 3 的两个制备所获得的前体材料。然后在该三颈圆底烧瓶上安装氮气入口来将混合物喷入该烧瓶的一个颈中，将温度探针安装到该烧瓶的另外一个颈中和将真空管线安装到该烧瓶的另外一个颈中。真空过滤是在大约 149°C（大约 300° F）到大约 163°C（大约 325° F）的温度进行的，并且以 6 立方英尺 / 小时（SCFH）的速率供给氮气。在该样品进入真空汽提大约 7.5 小时之后，测量非挥发性物质含量是大约 95.3%，分析滤出液含有大约 15.7 重量%的钙。在向该混合物中加入大约 25.0g 的 6.0cSt 聚 α 烯烃 (PAO) 之后，如上所述进行进一步的真空过滤。在过滤另外 4 小时之后，测定该混合物的非挥发性物质含量是大约 98.2%，并且分析滤出液包含了大约 15.7 重量%的钙。向该混合物中加入另外量的大约 45.0g 的 6.0cSt PAO，目的是将所测量的最终钙含量调整为大约 15.3 重量%的钙。该最终产物具有下面的物理性能：

[0074] 闪点 - > 200°C（大约 392° F）

[0075] 比重 - 大约 1.144

[0076] 重量每加仑 -9.53

[0077] 体积%挥发性物质 - < 1

[0078] 重量%挥发性物质 - < 1

[0079] 基于前述公开的内容，现在应当很清楚的是此处所述的脂肪酸碱土金属盐的高碱性储存稳定的，易流动的液体和制备该液体的方法将实现上文中提出的目标。因此，应当理解的是任何的变化显然将落入所请求保护的发明的范围内，并且因此能够确定具体部件元素的选择，而不脱离此处公开和描述的本发明的主旨。

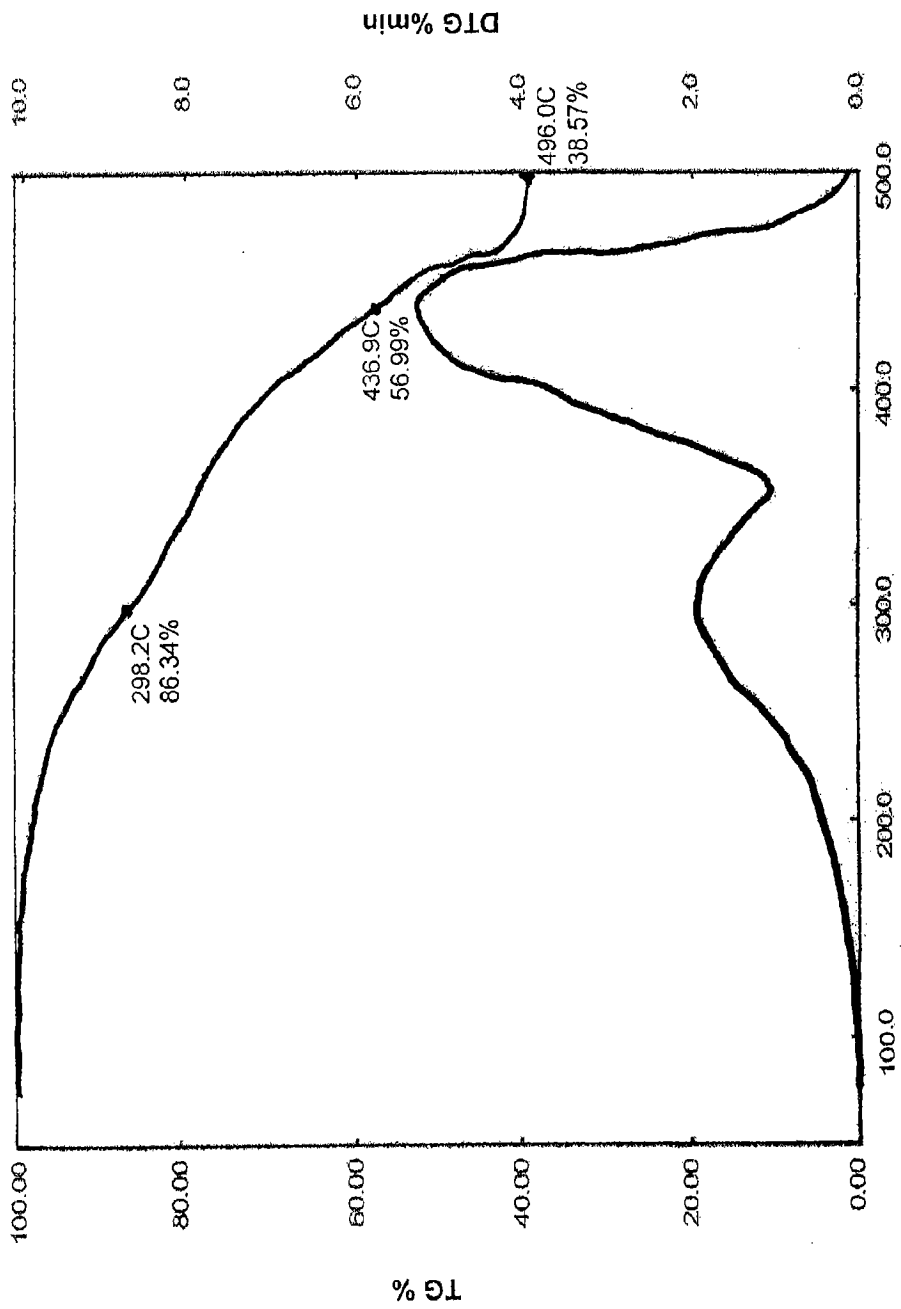


图 1