

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

O P I S P A T E N T O W Y 100768

**Patent dodatkowy
do patentu _____**

Zgłoszono: 27.03.76 (P. 188304)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 21.11.77

Opis patentowy opublikowano: 15.03.1979

Int. Cl.² C10M 5/08

CZYTELNIKA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Franciszek Steinmec, Alfred Bednarski, Włodzimierz Montewski,
Stanisław Ligęza, Stefan Patzau, Ryszard Dettloff
Uprawniony z patentu: Instytut Technologii Nafty,
Kraków (Polska)

Sposób wytwarzania olejów bazowych do produkcji smarów plastycznych z rop pochodzenia parafinowego

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania olejów bazowych do produkcji smarów plastycznych z rop pochodzenia parafinowego. Oleje bazowe do produkcji smarów winny charakteryzować się: dobrą podatnością na zagęszczanie to jest wysokim stopniem zagęszczania przy stosunkowo niskim stężeniu zagęszczacza, wysoką efektywnością związania oleju przez zagęszczacz umożliwiającą wytworzenie smarów plastycznych o dobrej stabilności strukturalnej (niskiej skłonności do wydzielenia oleju ze smaru w toku magazynowania oraz w toku eksploatacji), dobrą stabilnością termooksydacyjną, niską temperaturą krzepnięcia zazwyczaj poniżej minus 20°C.

Znane metody wytwarzania olejów bazowych do produkcji smarów polegają na rozdestylowaniu pod próżnią pozostałości z destylacji aromatycznej z rop bezparafinowych typu naftenowego. Wytworzone destylaty poddawane są procesowi rafinacji, której celem jest usunięcie żywic oraz poprawa stabilności termooksydacyjnej i barwy. Proces prowadzi się dwustopniowo. W pierwszym stopniu stosuje się proces rafinacji kwasem siarkowym lub metodą selektywnej ekstrakcji, lub często kombinacja tych metod, natomiast w drugim stopniu stosuje się proces rafinacji ziemią aktywną, lub też proces rafinacji wodorem. Wytworzone rafinaty olejowe posiadające niską temperaturę krzepnięcia charakteryzują się dobrą podatnością na zagęszczanie, wysoką stabilnością termooksydacyjną oraz wysoką efektywnością związania oleju przez zagęszczacz. Oleje z rop parafinowych wytworzone znanymi metodami poprzez rafinację próżniowych destylatów olejowych metodą selektywnej rafinacji, odparofinowania rozpuszczalnikowego oraz końcową obróbkę ziemią aktywną lub rafinację wodorem charakteryzują się stosunkowo niską podatnością na zagęszczanie oraz niską efektywnością związania oleju przez zagęszczacz.

Sposób według wynalazku wytwarzania olejów bazowych do produkcji smarów plastycznych z rop parafinowych, charakteryzujących się dobrą podatnością na zagęszczanie oraz efektywnością związania oleju przez zagęszczacz, dobrą stabilnością termooksydacyjną oraz niską temperaturą krzepnięcia polega na wytworzeniu komponentu olejowego przez zestawienie:

—ekstraktu aromatycznego uzyskanego w procesie ekstrakcji selektywnej przy użyciu furfurołu, krezolu lub fenolu destylatów z ropy parafinowej o temperaturze wrzenia powyżej 300°C ewentualnie poddanego wtórnej destylacji próżniowej w celu wycięcia destylatu o współczynniku załamania światła n_D^{50} do 1,556, zawierającego minimum 60% wagowych węglowodorów aromatycznych oznaczonych wg PN-67/C-04080.

— i (lub) destylatu z ropy parafinowej o temperaturze wrzenia powyżej 300°C

— i (lub) rafinatu uzyskanego w procesie rafinacji selektywnej przy użyciu furfurołu, krezolu lub fenolu destylatów z ropy parafinowej o temperaturze wrzenia powyżej 300°C,

— i (lub) oleju pozostałościowego typu brightstock

w stosunku zależnym od potrzebnej lepkości tak, aby zawartość ekstraktu z rafinacji selektywnej wynosiła w kompozycji minimum 10% wagowych. Tak zestawiony komponent olejowy poddaje się procesowi odparafinowania rozpuszczalnikowego w metyloizobutyloketonie lub w mieszaninie rozpuszczalników: metyloetyloketon-toluen, aceton-benzen-toluen, przy stosunku olej: rozpuszczalnik 1 : 2 do 1 : 5 wagowo, celem uzyskania temperatury krzepnięcia poniżej minus 10°C, a głównie minus 25°C. Uzyskany olej poddaje się obróbce końcowej kwasem siarkowym w ilości do 10% wagowo, w temperaturze 30 do 70°C i (lub) wodorem w obecności katalizatora kobalt-molibden osadzonego na nośniku Al_2O_3 w temperaturze powyżej 250°C i ciśnieniu powyżej 30 ata i (lub) ziemią aktywną w ilości 7% wagowo, w temperaturze do 210°C.

Przykład I. Destylat próżniowy o zakresie wrzenia 360–480°C lepkości kinematycznej 7,5 cSt w 100°C i temperaturze krzepnięcia 43°C poddaje się rafinacji furfurolem przy stosunku furfurołu do destylatu 2,5 : 1 wagowo przy temperaturze ekstrakcji: góra wieży ekstrakcyjnej 118°C, dół 72°C, uzyskując rafinat z wydajnością 74% wagowych na ekstrakt. Własności rafinatu przedstawiają się następująco: lepkość kinematyczna w 100°C, 6,4 cSt, temperatura krzepnięcia 46°C, własności ekstraktu aromatycznego: lepkość kinematyczna w 100°C 12,6 cSt, temperatura krzepnięcia 19°C. Tak wytworzony ekstrakt aromatyczny poddaje się destylacji pod próżnią 40 mm Hg, odbierając frakcję o zakresie wrzenia 380–420° (przy 760 mm Hg) i współczynniku załamania światła n_D^{50} 1,554 oraz zawartości węglowodorów aromatycznych 67% wagowych, oznaczonych wg PN-67/C-04080. Następnie uzyskaną frakcję ekstraktu aromatycznego w ilości 50 części miesza się z 50 częściami rafinatu furfurolowego. Tak wytworzony komponent olejowy poddaje się odparafinowaniu rozpuszczalnikowemu z udziałem metyloizobutyloketonu w stosunku 4 : 1 wagowo (rozpuszczalnik do oleju), w temperaturze minus 30°C. Wytworzony deparafinat poddaje się kontaktowaniu ziemią aktywną w ilości 4% wagowo (licząc na wsad), w temperaturze 160°C, a następnie filtruje. Otrzymany olej miesza się z olejem pozostałościowym typu brightstock w ilości 75 części na 25 części wagowo. Własności wytworzonego oleju bazowego (olej A) oraz własności wytworzonego smaru podano w tablicy.

Przykład II. Ekstrakt aromatyczny w zakresie wrzenia 362–484°C, wytworzony przez rafinację destylatu próżniowego z ropy parafinowej poddaje się rafinacji krezolem zawierającym 8% wagowych wody w stosunku 1,2 : 5 wagowo przy temperaturze ekstrakcji: góra wieży ekstrakcyjnej 100°C, dół 70°C, a następnie destylacji pod próżnią przy 40 mm Hg, uzyskując frakcję wrzącą w zakresie temperatur 396–445°C (przy 760 mm Hg). Tak wytworzony ekstrakt aromatyczny posiada: współczynnik załamania światła n_D^{50} 1,550 oraz zawartość węglowodorów aromatycznych 74% wagowych oznaczoną wg PN-67/C-04080. Przygotowaną frakcję w ilości 30 części komponuje się z 15 częściami oleju pozostałościowego typu brightstock oraz 55 częściami rafinatu furfurolowego uzyskanego z destylatu olejowego o zakresie wrzenia 420–560°C, poddanego rafinacji furfurolem w stosunku 1 : 2,7 wagowo, przy temperaturze ekstrakcji: góra wieży ekstrakcyjnej 126°C, dół 84°C. Uzyskany rafinat o wydajności 71% wagowych posiada następujące własności: lepkość kinematyczna w 100°C 9,5 cSt, temperatura krzepnięcia 49°C. Tak wytworzoną kompozycję olejową poddaje się, odparafinowaniu mieszaniną rozpuszczalników: aceton, benzen, toluen (35 : 43 : 22 wagowo, w temperaturze minus 30°C, uzyskując 78% wagowych deparafinatu w przeliczeniu na wsad. Olej deparafinat poddaje się obróbce wodorem przy ciśnieniu 40 ata, w temperaturze 290°C w obecności katalizatora kobalt-molibden osadzonego na nośniku Al_2O_3 . Własności wytworzonego oleju (olej B) oraz własności smaru podano w tablicy.

Przykład III. Ekstrakt aromatyczny w zakresie wrzenia 420–560°C wytworzony przez rafinację destylatu próżniowego z ropy parafinowej furfurolem przy stosunku furfurołu do ekstraktu 1 : 2,7 wagowo, w temperaturze ekstrakcji: góra wieży ekstrakcyjnej 126°C, dół 84°C, poddaje się destylacji próżniowej przy ciśnieniu 40 mm Hg, uzyskując frakcję o temperaturze wrzenia 420–460°C (760 mm Hg), współczynniku załamania światła n_D^{50} 1,548 i zawartości węglowodorów aromatycznych 69% wagowych oznaczonej wg PN-67/C-04080. Tak otrzymaną frakcję ekstraktu furfurolowego komponuje się z destylatem próżniowym z ropy parafinowej o zakresie wrzenia 360–480°C, lepkości kinematycznej w 100°C 7 cSt i temperaturze krzepnięcia 43°C — w ilości 35 części ekstraktu, 45 części destylatu i 20 części oleju pozostałościowego typu brightstock. Otrzymaną mieszaninę komponentów poddaje się rozpuszczalnikowemu odparafinowaniu przy

użyciu mieszaniny rozpuszczalników: metyloetyloketonu i toluenu (50 : 50) wagowo w temperaturze minus 28°C, uzyskując deparafinat z wydajnością 85% wagowo w przeliczeniu na wsad. Deparafinat poddaje się rafinacji 94% kwasem siarkowym w ilości 6% wagowo w temperaturze 55°C. Własności wytworzonego oleju (olej C) oraz własności smaru podano w tablicy.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania olejów bazowych, dla otrzymywania smarów plastycznych, z destylatów próżniowych z rop parafinowych, z n a m i e n n y t y m, że zestawia się ekstrakt aromatyczny z rafinacji selektywnej o współczynniku załamania światła n_D^{50} do 1,556 zawierający minimum 60% wagowych węglowodorów aromatycznych, oraz destylatu olejowy lub (i) rafinat olejowy lub (i) olej pozostałościowy typu brightstock i tak zestawiony komponent olejowy zawierający 10–80% wagowych ekstraktu z rafinacji selektywnej poddaje się procesowi odparafinowania rozpuszczalnikowego do uzyskania temperatury krzepnięcia minus 10°C, korzystnie minus 25°C oraz rafinacji kwasem siarkowym lub (i) wodorem lub (i) ziemią aktywną.

Tabela

Olej z ropy	Parafinowej			Naftenowej
	A	B	C	—
I. Własności bazy olejowej				
Własności fizykochemiczne:				
— lepkość kinemat. w 50°C, cSt	52	67	54	50
— temperatura krzepn. °C	−23	−22	−25	−23
— analiza chromatograficzna:				
parafino-nafteny, % wag.	59	57	60,5	—
zaw. aromatów pon. 1,53% wag.	14,3 15,6	13,6		
zaw. aromatów 1,53–1,55% wag.	7,8	8,3	7,0	
zaw. aromatów 1,55–1,59% wag.	7,2	6,7	7,9	
zaw. aromatów pow. 1,59% wag.	9,3	10,1	9,3	
zaw. żywic	1,6	1,8	1,4	
— analiza grupowa wg n-d-M:				
% C _P	43,8	43,4	44,2	
% C _A	19,3	20,3	18,5	
% C _N	36,9	36,3	37,2	
— test oksydacyjny wg				
PN-67/C-04080:				
iloraz lepkości w 150°C V ₂ —V ₁	1,49	1,53	1,58	1,54
różnica zaw.po koks. C ₂ —C ₁	1,37	1,60	1,87	1,80
II. Własności smaru wytworzonego				
na poszczególnych bazach olejowych przez zagęszczenie 9% wagiowymi hydroksystearynianu litu technicznego:				
— penetracja po ugniataniu				
60 X w temp. 25°C, mm/10	235	242	240	245
— temperatura kroplenia, °C	193	196	194	193
— wydzielenie oleju w temp. 100°C w ciągu 24 h, % wag.	0,7	0,4	0,5	0,6