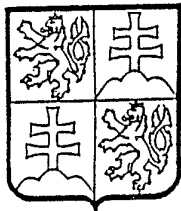


ČESKÁ A SLOVENSKÁ
FEDERATIVNÍ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

PATENTOVÝ SPIS 277064

(21) Číslo přihlášky : 6936-89
(22) Přihlášeno : 07.12.89
(30) Prioritní data :
(40) Zveřejněno : 17.06.92
(47) Uděleno : 30.09.92
(24) Oznámeno udělení ve Věstníku : 18.11.92

(13) Druh dokumentu : B6
(51) Int. Cl.⁵ :
C 10 M 159/24
//C 07 C 303/32

(73) Majitel patentu : BP CHEMICALS (ADDITIVES) LIMITED, London, GB

(72) Původce vynálezu : Cane Carles, Hull, GB;
Crawford John, Caterham, GB;
O'Connor Sean Patrick, Hull, GB

(54) Název vynálezu : Koncentrát přísad pro mazací oleje a způsob jeho výroby

(57) Anotace :

Koncentrát přísad pro mazací oleje, připravitelný tak, že se při zvýšené teplotě nechá reagovat složka A) tvořená vápenatou solí hydrokarbylsulfonátu, složka B) tvořená bázi kovu alkalických zemin, přidaná ve formě jednoho nebo několika přísadků v různých okamžicích reakce, složka C), kterou je alespoň jedna sloučenina zvolená ze souboru zahrnujícího i) vicemocné alkoholy se 2 až 4 C, ii) di(C₃ nebo C₄)glykoly, iii) tri(C₂ až C₄)glykoly, iv) mono- nebo polyalkylenglykoalkylethery R(OR¹)_xOR², kde R je C₁₋₆alkyl, R¹ je alkylen, R² je H nebo C₁₋₆alkyl a x je celé číslo od 1 do 6, v) jednomocné alkoholy s 1 až 20 C, vi) ketony s 1 až 20 atomy C, vii) estery karboxylových kyselin s 1 až 10 atomy C a viii) ethery s 1 až 20 atomy C, složka D) tvořená mazacím olejem, složka E) tvořená CO₂, který se přidá po jednom, popřípadě po každém přidání složky B), složka F), v množství postačujícím pro zajištění jejího obsahu v rozmezí 20 až 40 %, vztaženo na hmotnost koncentráту, která je tvořena karboxylovou kyselinou nebo jejím anhydridem, chloridem nebo esterem, přičemž tato kyselina má molekulovou hmotnost pod 500 a obecný vzorec R³-CH(R⁴)-COOH, kde R³ představuje alkyl nebo alkenyl s 10 až 24 atomy C a R⁴ je H, C₁₋₄alkyl nebo CH₂COOH; a složka C),

kteřou je alespoň jedna sloučenina zvolená ze souboru zahrnujícího i) anorganický halogenid nebo ii) alkanoát amonný nebo mono-, di-, tri- nebo tetraalkylamoniumformiát nebo alkanoát s tou podmínkou, že když je složkou G) látka iii), složkou F) není chlorid kyseliny.

Koncentrát přísad pro mazací oleje a způsob jeho výroby

Oblast techniky

Vynález se týká koncentráту přísad pro mazací oleje na bázi solí kovů alkalických zemin s hydrokarbylsubstituovanými sulfonáty a způsobu výroby tohoto koncentrátu. Pojmu "hydrokarbyl" se používá v těchto podlohách pro označení uhlovodíkového zbytku.

Dosavadní stav techniky

Ve spalovacích motorech často vedlejší produkty ze spalovací komory podfukují okolo pístu a mísí se s mazacím olejem. Mnohé z těchto vedlejších produktů tvoří v mazacím oleji kyselé látky.

Jednou ze tříd sloučenin, kterých se obvykle používá pro neutralizaci kyselých látek a pro dispergaci usazenin v mazacím oleji, jsou kovové soli hydrokarbylsubstituovaných sulfonátů, v nichž je kovem kov alkalických zemin, jako vápník, hořčík nebo baryum. Používá se jak "normálních", tak "přealkalizovaných" solí kovu alkalických zemin s hydrokarbylsubstituovanými sulfonáty. Pojmu "přealkalizovaný" se používá pro ty soli kovů alkalických zemin s hydrokarbylsubstituovanými sulfonáty, v nichž je poměr počtu ekvivalentů kovů alkalických zemin k počtu ekvivalentů sulfonátových zbytků vyšší než 1 a obvykle je vyšší než 1,2 a často bývá až 4,5 nebo vyšší. Na rozdíl od toho poměr ekvivalentů kovů alkalických zemin a sulfonátových zbytků v normálních solích kovů alkalických zemin s hydrokarbylsulfonáty je roven 1. Přealkalizované látky obsahují obvykle více než 20% přebytek kovu alkalických zemin ve srovnání s normálními látkami.

Z toho důvodu mají přealkalizované soli kovů alkalických zemin s hydrokarbylsubstituovanými sulfonáty vyšší schopnost neutralizovat kyselé látky než mají odpovídající normální soli kovů alkalických zemin s hydrokarbylsubstituovanými sulfonáty.

V dosavadním stavu techniky je popsáno mnoho způsobů přípravy jak normálních, tak přealkalizovaných solí kovů s hydrokarbylsubstituovanými sulfonáty. V GB patentu č. 1 139 172 jsou popsány přísady do mazacích olejů, které se skládají z olejového roztoku sulfonát/karbonátového komplexu kovů alkalických zemin, připraveného působením oxidu uhličitého na olejový roztok sulfonátu kovu alkalických zemin, který obsahuje zásadu na bázi kovu alkalických zemin, v přítomnosti 2 až 10 % hmot., vztaženo na olej, amonné soli nebo halogenidu kovu alkalických zemin a jako stabilizátor 3 až 20 % polyalkenylanhydridu kyseliny jantarové nebo jeho soli kovu alkalických zemin nebo esteru.

Podstata vynálezu

Nyní byl v souvislosti s vynálezem vyvinut zlepšený způsob výroby přealkalizovaných solí kovů alkalických zemin s hydrokarbylsubstituovanými sulfonáty. Předmětem vynálezu je koncentrát přísad pro mazací oleje, připravitelný tak, že se při zvýšené teplotě nechá reagovat složka A) tvořená vápenatou solí hydrokarbylsubstituovaného sulfonátu; složka B) tvořená bází odvozenou od kovu alkalických zemin (přidaná buď ve formě jednoho přídavku,

nebo několika přísadků v různých okamžicích reakce), složka C), kterou je alespoň jedna sloučenina zvolená ze souboru zahrnujícího i) vícemocné alkoholy obsahující 2 až 4 atomy uhlíku, ii) di(C₃ nebo C₄)glykoly, iii) tri(C₂ až C₄)glykoly, iv) mono- nebo polyalkylenglykoalkylethery obecného vzorce I



kde

R představuje alkylskupinu s 1 až 6 atomy uhlíku,

R¹ představuje alkylenskupinu,

R² představuje vodík nebo alkylskupinu s 1 až 6 atomy uhlíku a

x představuje celé číslo od 1 do 6,

v) jednomocné alkoholy s 1 až 20 atomy uhlíku, vi) ketony s 1 až 20 atomy uhlíku, vii) estery karboxylových kyselin s 1 až 10 atomy uhlíku a viii) ethery s 1 až 20 atomy uhlíku; složka D) tvořená mazacím olejem; složka E) tvořená oxidem uhličitým, který se přidá po jednom, popřípadě každém přidání složky B); složky F), v množství postačujícím pro zajištění jejího obsahu v rozmezí 20 až 40 % hmot., vztaženo na hmotnost koncentráту, která je tvořena karboxylovou kyselinou nebo jejím anhydridem, chloridem nebo esterem, přičemž tato kyselina má molekulovou hmotnost pod 500 a strukturu odpovídající obecnému vzorci II



kde

R³ představuje alkyl- nebo alkenylskupinu obsahující 10 až 24 atomů uhlíku a

R⁴ představuje vodík, alkylskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo skupinu vzorce CH₂COOH;

a složka G), kterou je alespoň jedna sloučenina zvolená ze souboru zahrnujícího i) anorganický halogenid nebo ii) alkanoát amonný nebo mono-, di-, tri- nebo tetraalkylamoniumformiát nebo alkanoát s tou podmínkou, že když je složkou G) ii), složkou F) není chlorid kyseliny.

Dále je předmětem vynálezu způsob výroby koncentráту přísad pro mazací oleje, který se vyznačuje tím, že se při zvýšené teplotě nechá reagovat složka A) tvořená vápenatou solí hydrokarbylsubstituovaného sulfonátu; složka B) tvořená báží odvozenou od kovu alkalických zemin, která se přidá buď vcelku ke směsi výchozích reaktantů, nebo tak, že se část přidá ke směsi výchozích reaktantů a zbytek v jedné nebo více dávkách v pozdějším stadiu nebo pozdějších stadiích postupu; složka C), kterou je alespoň jedna sloučenina zvolená ze souboru zahrnujícího i) vícemocné alkoholy obsahující 2 až 4 atomy uhlíku, ii) di(C₃ nebo C₄)glykoly, iii) tri(C₂ až C₄)glykoly, iv) mono- nebo polyalkylenglykoalkylethery obecného vzorce I



kde

R představuje alkylskupinu s 1 až 6 atomy uhlíku,

R¹ představuje alkylenskupinu,

R² představuje vodík nebo alkylskupinu s 1 až 6 atomy uhlíku a

x představuje celé číslo od 1 do 6,

v) jednomocné alkoholy s 1 až 20 atomy uhlíku, vi) ketony s 1 až 20 atomy uhlíku, vii) estery karboxylových kyselin s 1 až 10 atomy uhlíku a viii) ethery s 1 až 20 atomy uhlíku; složka D) tvořená mazacím olejem, která se přidá ke směsi výchozích reaktantů a/nebo v alespoň jednom okamžiku v průběhu reakce; složka E) tvořená oxidem uhličitým, který se přidá po jednom, popřípadě každém přidání složky B); složka F), v množství postačujícím pro zajištění jejího obsahu v rozmezí 20 až 40 % hmot., vztaženo na hmotnost koncentráту, která je tvořena karboxylovou kyselinou nebo jejím anhydridem, chloridem nebo esterem, přičemž tato kyselina má molekulovou hmotnost pod 500 a strukturu odpovídající obecnému vzorci II



kde

R³ představuje alkyl- nebo alkenylskupinu obsahující 10 až 24 atomů uhlíku a

R⁴ představuje vodík, alkylskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo skupinu vzorce CH₂COOH,

a složka G), kterou je alespoň jedna sloučenina zvolená ze souboru zahrnujícího i) anorganický halogenid nebo ii) alkanoát amonný nebo mono-, di-, tri- nebo tetraalkylamoniumformiát nebo alkanoát s tou podmínkou, že když je složkou G ii), složkou F není chlorid kyseliny.

Složkou A) je vápenatá sůl hydrokarbylsubstituovaného sulfonátu. Tuto sůl je možno připravit kterýmkoliv ze způsobů známých v tomto oboru.

Uhlovodíkový substituent (hydrokarbyl) hydrokarbylsubstituovaného sulfonátu může obsahovat až 125 alifatických uhlíkových atomů. Jako příklady vhodných substituentů je možno uvést alkylové zbytky, jako je například hexyl, cyklohexyl, oktyl, isooktyl, decyl, tridecyl, hexadecyl, eikosyl a trikosyl, zbytky odvozené polymerací jak terminálních, tak vnitřních olefinů, jako například ethenu, propenu, 1-buteny, isobuteny, 1-hexenu, 1-oktenu, 2-buteny, 2-pentenu, 3-pentenu a 4-oktenu. Hydrokarbylovým zbytkem je přednostně zbytek odvozený od monoolefinu, s výhodou od monoolefinu, kterým je buď propen, 1-buten, nebo isobuten.

Zásadou odvozenou od kovů alkalických zemin (složka B) může být účelně oxid nebo hydroxid kovu alkalických zemin, s výhodou hydroxid kovu alkalických zemin. Vápník se může například přidávat ve formě páleného vápna (CaO) nebo ve formě hydrátu (Ca(OH)₂). Přednostními kovy alkalických zemin jsou vápník,

hořčík, stroncium a baryum, s výhodou vápník. Zásada odvozená od kovu alkalických zemin se přednostně přidává vzhledem ke složce A) v množství postačujícím pro tvorbu produktu, jehož TBN (celková alkalita) je nad 300, s výhodou nad 350. Toto množství je závislé na četných faktorech včetně druhu hydrokarbylového substituentu a je obvykle vyšší než množství obvykle používané při způsobech podle dosavadního stavu techniky. Hmotnostní poměr složky B) ke složce A) může být účelně v rozmezí od 0,2 do 50, s výhodou od 0,4 do 10.

Složka B) se může přidávat najednou k výchozím reakčním složkám nebo se její část může přidat k výchozím reakčním složkám a zbytek ve formě jedné nebo více částí se může přidat v pozdějším stadiu nebo pozdějších stadiích postupu. Přednostně se složka B) přidává ve formě jediného přídatku.

Jako složky C) se může použít jedné nebo více polárních organických sloučenin nebo jejich směsí.

Vhodnými sloučeninami spadajícími do rozsahu obecného vzorce I jsou monomethyl- nebo dimethylethery (a) ethylenglykolu, (b) diethylenglykolu, (c) triethylenglykolu nebo (d) tetraethylenglykolu. Obzvláště vhodnou sloučeninou je methyldiglykol ($\text{CH}_3\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{OH}$). Také se může použít směsí glykoetherů obecného vzorce I a glykolů. Vícemocným alkoholem může být například dvoj- nebo trojmocný alkohol, jako je například glycerol. $\text{Di}(\text{C}_3$ nebo C_4)glykolem může být účelně dipropylenglykol a $\text{tri}(\text{C}_2$ až C_4)glykolem může být účelně triethylenglykol.

Složkou C) může být také účelně jednomocný alkohol s 1 až 20 atomy uhlíku, keton s 1 až 20 atomy uhlíku, ester karboxylové kyseliny s 1 až 10 atomy uhlíku nebo ether s 1 až 20 atomy uhlíku, který může být alifatický, alicyklický nebo aromatický. Jako příklady je možno uvést methanol, aceton, 2-ethylhexanol, cyklohexanol, cyklohexanon, benzylalkohol, ethylacetát a acetofenon, přednostně 2-ethylhexanol. Při přednostním způsobu výroby koncentráту podle vynálezu se může používat v kombinaci i) shora uvedené složky C) a ii) rozpouštědla.

Jako rozpouštědla ii) se může účelně používat interního uhlovodíku, který může být alifatický nebo aromatický. Jako příklady vhodných rozpouštědel ii) je možno uvést toluen, xylen, motorovou naftu a alifatické parafiny, jako je například hexan a cykloalifatické parafiny.

Obzvláště vhodnou kombinací i) a ii) je methanol a toluen. Výhodou použití kombinace i) a ii) je, že je možno se vyhnout použití ethylenglykolu. Zbytky ethylenglykolu v přísadě pro mazací oleje mohou způsobovat korozi stroje, v němž se koncentráту používá.

Složkou D) je mazací olej. Mazací olej je s výhodou živočišného, rostlinného nebo minerálního původu. Jako mazací olej přichází účelně v úvahu olej ropného původu, například naftenní, parafinické nebo směsné bázi. Obzvláště výhodnými oleji jsou rozpouštědlové neutrální oleje. Alternativně může být maza-

cím olejem syntetický mazací olej. Vhodnými syntetickými mazacími oleji jsou syntetické mazací oleje na bázi esterů. Tyto oleje zahrnují diestery, jako je dioktyladipát, dioktylsebakát a tridecyladipát a polymerní uhlovodíkové mazací oleje, například kapalně polyisobuteny a poly-alfa-olefiny. Mazací olej může účelně obsahovat 10 až 90 %, s výhodou 10 až 70 % hmot. koncentrátu. Složka D), mazací olej, se může přidat k počátečním složkám a/nebo v jednom nebo několika okamžicích v průběhu reakce.

Složkou E) je dioxid uhličitý, který se může přidat ve formě plynu nebo pevné látky, přednostně ve formě plynu. Pokud se přidává v plynné formě, může se jím účelně profukovat reakční směs. Zjistilo se, že množství zabudovaného oxidu uhličitého obvykle stoupá se zvyšující se koncentrací složky F).

Oxid uhličitý ve vázané formě může být účelně v koncentrátu přítomen v množství v rozmezí od 5 do 20, výhodou od 9 do 15 % hmot., vztaženo na hmotnost koncentrátu.

Složkou F) je karboxylová kyselina obecného vzorce II nebo anhydrid, chlorid nebo ester kyseliny. Přednostně je skupinou R^3 nerozvětvená alkylová nebo alkenylová skupina. Přednostními kyselinami obecného vzorce II jsou kyseliny, kde R^4 představuje vodík, R^3 představuje nerozvětvenou alkylskupinu s 10 až 24 atomy uhlíku, s výhodou nerozvětvenou alkylskupinu s 18 až 24 atomy uhlíku. Jako příklady vhodných nasycených karboxylových kyselin obecného vzorce II je možno uvést kyselinu kaprinovou, laurovou, myristovou, palmitovou, stearovou, isostearovou, arachidovou, behenovou a lignocerovou. Jako příklady vhodných nenasycených kyselin obecného vzorce II je možno uvést kyselinu laurolejevou, myristoolejevou, palmitoolejevou, gadolejevou, erukovou, ricinolejevou, linoleovou a linolenovou. Také se může použít směsi kyselin, jako například mastných kyselin řepkového oleje. Obzvláště vhodnými směsmi kyselin jsou tyto obchodní druhy, které obsahují jak nasycené, tak nenasycené kyseliny. Takové směsi je možno získat synteticky nebo je možno je připravit z původních produktů, jako z talového, bavlníkového oleje, oleje z mletých ořechů, kokosového, lněného, palmového, olivového, kukuřičného, ricinového, sojového, slunečnicového, sledového nebo sardelového oleje a loje. Může se použít i sulfurizovaných kyselin a jejich směsí. Místo nebo kromě karboxylových kyselin se může používat i jejich anhydridů, chloridů nebo esterů, přednostně anhydridů. Přednostně se však používá karboxylových kyselin nebo směsí karboxylových kyselin. Přednostní karboxylovou kyselinou obecného vzorce II je kyselina stearová.

Koncentrát může mít účelně viskozitu měřenou při 100 °C nižší než 0,001, s výhodou nižší než 0,00075 m².s⁻¹, ještě výhodněji nižší než 0,0005 m².s⁻¹.

Množství složky F) potřebné pro zajištění jejího obsahu v rozmezí 2 až 40 % hmot. vztaženo na koncentrát, se bude v prvním přiblížení shodovat s množstvím, které má být v koncentrátu přítomno. Při výpočtu tohoto množství je třeba pamatovat napřík-

lad na to, že je třeba kompenzovat ztrátu vody z karboxylových kyselin.

Reakce se provádí v přítomnosti složky G). Jako složky G) se může použít i) anorganického halogenidu, kterým může účelně být halogenovodík nebo halogenid amonný nebo halogenid kovu. Kovovým zbytkem v halogenidu kovu může být zinek, hliník nebo kov alkalických zemin, přednostně vápník. Z halogenidů se dává přednost chloridům. Jako vhodné chloridy je možno uvést chlorovodík, chlorid vápenatý, chlorid amonný, chlorid hlinitý a chlorid zinečnatý, přednostně chlorid vápenatý.

Alternativně složkou G) může být ii) alkanoát amonný nebo mono-, di-, tri- nebo tetraalkylamoniumformiát nebo alkanoát nebo přednostně alkanoát amonný, s výhodou octan amonný.

Jako složky G) se může použít směsí i) a ii). Když však je složkou G) látka ii), složkou F) není chlorid kyseliny.

Použité množství složky G) může být účelně až 2,0 % hmot., vztaženo na hmotnost koncentráту.

Obvykle leží množství složky F) zavedené do koncentráту v rozmezí od 10 do 35 %, s výhodou od 12 do 20 % a například je asi 16 % hmot., vztaženo na hmotnost koncentráту. Celkové množství kovu alkalických zemin přítomné v koncentráту leží účelně v rozmezí od 10 do 20 % hmot., vztaženo na hmotnost koncentráту.

TBN koncentráту je přednostně vyšší než 350, s výhodou vyšší než 400.

Reakce mezi složkami A až G může účelně provádět při teplotě od 15 do 200 °C, přestože teploty skutečně zvolené pro jednotlivá stadia reakce se mohou popřípadě lišit. Tlak může být atmosférický, nižší než atmosférický nebo vyšší než atmosférický.

Koncentrát se může izolovat konvenčními způsoby, například destilačním odehnaním složky C) nebo popřípadě přítomného rozpouštědla.

Nakonec se takto získaný koncentrát přednostně přefiltruje. Způsobem podle vynálezu se obvykle získá koncentrát s přijatelnou viskozitou tj. viskozitou nižší než je $0,001 \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ při 100 °C. Mohou se tak získat i koncentráty s viskozitou nižší než 0,00075 nebo nižší než 0,0005 při 100 °C. Takové viskozimetrické vlastnosti jsou výhodné, protože umožňují zpracování koncentráту, včetně jeho filtrace. Je však také možno vyrábět koncentráty, které mají vyšší viskozitu než $0,001 \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$ při 100 °C, obvykle při vyšších hodnotách TBN. Filtrace takových koncentrátů je obtížná. Tento problém je možno překonat tak, že se ke koncentrátu před filtrací přidá ředidlo, které se po filtraci odežene. Alternativně se koncentráty s vysokou viskozitou, například koncentráty s viskozitou při 100 °C vyšší než $0,001 \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$, které mají také vysokou hodnotu TBN, například vyšší než 350, mohou

zředit přídatkem dalšího mazacího oleje za současného udržení TBN na hodnotě vyšší než 300. Také tím se umožní filtrace. Alternativně se může koncentrát odstřeďovat v přítomnosti ředidla.

Předmětem vynálezu je také výsledná kompozice mazacího oleje, která obsahuje mazací olej a koncentrát přísad pro mazací olej připravený shora uvedeným postupem. Výsledná kompozice mazacího oleje obsahuje přednostně dostatečné množství přísadového koncentrátu pro zajištění TBN v rozmezí od 0,5 do 120.

Množství koncentrátu přísad přítomné ve výsledném mazacím oleji bude závislé na jeho povaze a konečném použití. Tak například v mazacích olejích používaných v lodních motorech by mělo být účelně přítomno takové množství koncentrátu přísad, aby se dosáhlo TBN od 9 do 100 a v mazacích olejích pro automobily by mělo množství přísadového koncentrátu umožňovat dosažení TBN 4 až 20.

Výsledná kompozice na bázi mazacího oleje může také obsahovat účinná množství jednoho nebo více typů konvenčních přísad pro mazací oleje, například zlepšovačů viskozitního indexu, protitérových přísad, antioxidantů, dispergátorů, inhibitorů koroze, snižovačů teploty tuhnutí a podobně, které je možno přidávat ke zhotovené mazací olejové kompozici buď přímo, nebo prostřednictvím koncentrátové kompozice.

Přísadové koncentráty podle tohoto vynálezu mohou být kromě aditivace mazacích olejových kompozic použity i pro aditivaci paliv.

Vynález je blíže objasněn v následujících příkladech provedení. Příklady mají výhradně ilustrativní charakter a rozsah vynálezu v žádném ohledu neomezují. V příkladech se podobně jako i jinde v popisu používá označení TBN (celková alkalita - Total Base Number). TBN je vyjádřena v mg KOH/g, ve smyslu zkušební metody podle ASTM D2896. Pokud se v příkladech používá vápna, jedná se o hydrát o složení Ca(OH)_2 . Viskozita byla měřena zkušební metodou podle ASTM D445.

Příklad 1

Násada

ADX506 (přealkalizovaný sulfonát vápenatý, 300 TBN, obchodně dostupný od firmy Adibis)	= 230 g
kyselina stearová (čistota 95 %)	= 63 g
mazací olej (SN 100)	= 26 g
chlorid vápenatý	= 3 g
2-ethylhexanol	= 190 g

Postup

- Směs se zahřeje na 120 °C,
- přidá se vápno (66 g) při teplotě 120 °C a tlaku 93,3 kPa,
- v průběhu 20 minut se při teplotě 145 °C a tlaku 93,3 kPa přidá ethylenglykol (32 g),
- při 145 °C se přidá oxid uhličitý (66 g),

- e) ze směsi se odeženou během 60 minut při 200 °C a 1 333 Pa
těkavé látky a
f) produkt se přefiltruje.

Hmotnosti produktu

surový produkt = 373,6 g
destilát = 249,9 g

Složení produktu po filtraci

vápník	= 14,2 % hmot.
síra	= 1,1 % "
oxid uhličitý	= 14,7 % "
TBN	= 393 mg KOH/g
V ₁₀₀ (viskozita při 100 °C)	= 160.10 ⁻⁶ m ² .s ⁻¹
V ₄₀ (viskozita při 40 °C)	= 1 240.10 ⁻⁶ m ² .s ⁻¹
VI (viskozitní index)	= 249
kyselina stearová	= 16,9 % hmot.

Příklad 2

Násada

ADX506 (přealkalizovaný sulfonát vápenatý, 300 TBN, obchodně dostupný od Adibis)	= 242,9 g
kyselina stearová (čistota 70 %)	= 61,6 g
mazací olej (SN 100)	= 25,4 g
chlorid vápenatý	= 2,2 g
2-ethylhexanol	= 39,1 g
toluen	= 195,6 g
methanol	= 19,6 g

Postup

- a) Směs se zahřeje na 60 °C,
b) při 60 °C a 93,3 kPa se přidá vápno (64,5 g),
c) při 60 °C se přidá oxid uhličitý (64,5 g),
d) směs se zbaví těkavých látek odehnaním při 200 °C a 1 333 Pa
v průběhu 60 minut a
e) produkt se přefiltruje.

Hmotnosti produktu

surový produkt = 368,4 g
destilát = 280,5 g

Složení produktu po filtraci

vápník	= 15,3 % hmot.
síra	= 1,2 % "
oxid uhličitý	= 16,0 % "
Ca (jako sulfonát)	= 0,37 % "
TBN	= 423 mg KOH/g
V ₁₀₀	= 86,9.10 ⁻⁶ m ² .s ⁻¹
V ₄₀	= 678,7.10 ⁻⁶ m ² .s ⁻¹
VI	= 217
kyselina stearová	= 16,7 % hmot.

Srovnávací zkouška 1

Násada

ADX506 (přealkalizovaný sulfonát vápenatý, 300 TBN, (obchodně dostupný od Adibis)	= 242,9 g
mazací olej (SN 100)	= 87,0 g
chlorid vápenatý	= 2,2 g
2-ethylhexanol	= 39,1 g
toluen	= 195,6 g
methanol	= 19,6 g

Postup

- Směs se zahřeje na 60 °C,
- při 60 °C a 93,3 Pa se přidá vápno (64,5 g),
- při 60 °C se přidá oxid uhličitý (64,5 g),

- směs se zbaví těkavých látek odehnáním při 200 °C a 1 333 Pa v průběhu 60 minut a
- produkt se přefiltruje.

Hmotnosti produktu

surový produkt	= 399,6 g
destilát	= 221,7 g

Složení produktu po filtraci

vápník	= 10,5 % hmot.
síra	= 1,4 % "
oxid uhličitý	= 10,0 % "
Ca (jako sulfonát)	= 0,73 % "
TBN	= 299 mg KOH/g
V ₁₀₀	= 14,7.10 ⁻⁶ m ² /s
V ₄₀	= 99,0.10 ⁻⁶ m ² /s
VI	= 154
kyselina stearová	= 0 %

Konstatuje se, že v nepřítomnosti kyseliny stearové není pozorování žádné celkové zvýšení TBN.

Příklad 3

Násada

ADX509 (přealkalizovaný sulfonát vápenatý, 400 TBN, obchodně dostupný od firmy Adibis)	= 230,0 g
kyselina stearová (čistota 70 %)	= 63,0 g
mazací olej (SN 100)	= 26,0 g
chlorid vápenatý	= 3,0 g
2-ethylhexanol	= 40,0 g
toluen	= 200,0 g
methanol	= 20,0 g

Postup

- a) Směs se zahřeje na 60 °C,
- b) při 60 °C a 93,3 kPa se přidá vápno (66,0 h),
- c) při 60 °C se přidá oxid uhličitý (66,0 g),
- d) směs se zbaví těkavých látek odehnáním při 200 °C a 1 333 Pa v průběhu 60 minut a
- e) produkt se přefiltruje.

Hmotnosti produktu

surový produkt = 399,2 g
destilát = 201,8 g

Složení produktu po filtraci

vápník	= 17,1 % hmot.
síra	= 0,82 % "
Ca (jako sulfonát)	= 0,48 % "
TBN	= 443 mg KOH/g
V ₁₀₀	= $96,9 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$
V ₄₀	= $990 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$
VI	= 189
kyselina stearová	= 15,8 % hmot.

Zkušební výsledky při zkoušce tření
"Pin-on-Disc Friction Test"

Srovnávací zkouška 2

Obchodně dostupný přealkalizovaný sulfonát (TBN = 400), kterého bylo použito jako výchozí látky v příkladu 3 se přimísí do úplné mazací kompozice pro lodní motory (70TBN) a zkouší se třecí zkouškou "Pin-on-Disc Friction Test". Koeficient tření je 0,12.

Příklad 4

Opakuje se postup podle srovnávací zkoušky 2 za použití zušlechťeného produktu z příkladu 3 (443 TBN). Koeficient tření je 0,08.

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Koncentrát přísad pro mazací oleje připravitelný tak, že se při zvýšené teplotě nechá reagovat složka A) tvořená vápenatou solí hydrokarbylsubstituovaného sulfonátu, složka B) tvořená bází odvozenou od kovu alkalických zemin, přidaná buď ve formě jednoho přídavku, nebo několika přídavků v různých okamžicích reakce, složka C), kterou je alespoň jedna sloučenina zvolená ze souboru zahrnujícího i) vícemocné alkoholy obsahující 2 až 4 atomy uhlíku, ii) di(C₃ nebo C₄)glykoly, iii) tri(C₂ až C₄)glykoly, iv) mono- nebo polyalkylenglykoalkylethery obecného vzorce I



kde

R představuje alkylskupinu s 1 až 6 atomy uhlíku,

R¹ představuje alkylenskupinu,

R² představuje vodík nebo alkylskupinu s 1 až 6 atomy uhlíku

a x představuje celé číslo od 1 do 6,

v) jednomocné alkoholy s 1 až 20 atomy uhlíku, vi) ketony s 1 až 20 atomy uhlíku, vii) estery karboxylových kyselin s 1 až 10 atomy uhlíku a viii) ethery s 1 až 20 atomy uhlíku, složka D) tvořená mazacím olejem, složka E) tvořená oxidem uhličitým, který se přidá po jednom, popřípadě každém přidání složky B), složka F), v množství postačujícím pro zajištění jejího obsahu v rozmezí 2 až 40 % hmot., vztaženo na hmotnost koncentrátu, která je tvořena karboxylovou kyselinou nebo jejím anhydridem, chloridem nebo esterem, přičemž tato kyselina má molekulovou hmotnost pod 500 a strukturu odpovídající obecnému vzorci II



kde

R³ představuje alkyl- nebo alkenylskupinu obsahující 10 až 24 atomů uhlíku a

R⁴ představuje vodík, alkylskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo skupinu vzorce CH₂COOH,

a složka G), kterou je alespoň jedna sloučenina zvolená ze souboru zahrnujícího i) anorganický halogenid nebo ii) alkanoát amonný nebo mono-, di-, tri- nebo tetraalkylamoniumformiát nebo alkanoát s tou podmínkou, že když je složkou G) ii), složkou F) není chlorid kyseliny.

2. Koncentrát podle bodu 1, kde složkou G) je halogenid kovu, přednostně chlorid kovu.
3. Koncentrát podle bodu 2, kde halogenidem kovu je chlorid vápenatý.
4. Koncentrát podle bodu 1, kde složkou G) je alkanoát amonný nebo mono-, di-, tri- nebo tetraalkylamoniumformiát nebo alkanoát.
5. Koncentrát podle bodu 4, kde alkanoátem amonným je octan amonný.
6. Koncentrát podle kteréhokoliv z bodů 1 až 5, připravitelný v přítomnosti uhlovodíkového rozpouštědla.
7. Koncentrát podle bodu 6, kde složkou c) je methanol a uhlovodíkovým rozpouštědlem je toluen.
8. Způsob výroby koncentráту přísad pro mazací oleje podle bodu 1, vyznačující se tím, že se při zvýšené teplotě nechá reagovat složka A) tvořená vápenatou solí hydrokarbylsubstituovaného sulfonátu; složka B) tvořená bází odvozenou od kovu alkalických zemin, která se přidá buď vcelku ke směsi výchozích reaktantů, nebo tak, že se část přidá ke směsi výchozích reaktantů a zbytek v jedné nebo více dávkách v pozdějším stadiu nebo pozdějších stadiích postupu; složka C), kterou je alespoň jedna sloučenina zvolená ze souboru zahrnujícího i) vícemocné alkoholy obsahující 2 až 4 atomy uhlíku, ii) di(C₃ nebo C₄)glykoly, iii) tri(C₂ až C₄)glykoly, iv) mono- nebo polyalkylenglykoalkylethery obecného vzorce I



kde

R představuje alkylskupinu s 1 až 6 atomy uhlíku,

R¹ představuje alkylenskupinu,

R² představuje vodík nebo alkylskupinu s 1 až 6 atomy uhlíku

a
x představuje celé číslo od 1 do 6,

v) jednomocné alkoholy s 1 až 20 atomy uhlíku, vi) ketony s 1 až 20 atomy uhlíku, vii) estery karboxylových kyselin s 1 až 10 atomy uhlíku a viii) ethery s 1 až 20 atomy uhlíku; složka D) tvořená mazacím olejem, která se přidá ke směsi výchozích reaktantů a/nebo v alespoň jednom okamžiku v průběhu reakce; složka E) tvořená oxidem uhličitým, který se přidá po jednom, popřípadě každém přidání složky B); složka F), v množství postačujícím pro zajištění jejího obsahu v rozmezí 2 až 40 % hmotnostních, vztaženo na hmotnost koncentrátu, která je tvořena karboxylovou kyselinou nebo jejím anhydridem, chloridem nebo esterem, přičemž tato kyselina má molekulovou hmotnost pod 500 a strukturu odpovídající obecnému vzorci II



kde

R^3 představuje alkyl- nebo alkenylskupinu obsahující 10 až 24 atomů uhlíku a

R^4 představuje vodík, alkylskupinu s 1 až 4 atomy uhlíku nebo skupinu vzorce CH_2COOH ,

a složka G), kterou je alespoň jedna sloučenina zvolená ze souboru zahrnujícího i) anorganický halogenid nebo ii) alkanoát amonný nebo mono-, di-, tri- nebo tetraalkylamoniumformiát nebo alkanoát s tou podmínkou, že když je složkou G) ii), složkou F) není chlorid kyseliny.

9. Způsob podle bodu 8, vyznačující se tím, že složkou G) je halogenid kovu, přednostně chlorid kovu.

10. Způsob podle bodu 9, vyznačující se tím, že halogenidem kovu je chlorid vápenatý.

11. Způsob podle bodu 8, vyznačující se tím, že složkou G) je alkanoát amonný nebo mono-, di-, tri- nebo tetraalkylamoniumformiát nebo alkanoát.

12. Způsob podle bodu 11, vyznačující se tím, že alkanoátem amonným je octan amonný.

13. Způsob podle kteréhokoliv z bodů 8 až 12, vyznačující se tím, že se provádí v přítomnosti uhlovodíkového rozpouštědla.

14. Způsob podle nároku 6, vyznačující se tím, že složkou c) je methanol a uhlovodíkovým rozpouštědlem je toluen.

Konec dokumentu
