

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

147 691

Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 86 11 25 /P.262613/

Pierwszeństwo _____

Int. Cl.⁴ C07D 207/404
C10M 133/16

Zgłoszenie ogłoszono: 88 04 28

Opis patentowy opublikowano: 89 10 31

Twórcy wynalazku:

Elżbieta Przyłuska, Lidia Burczyk, Winicjusz Stanik,
Kazimierz Kolarzyk, Dorota Zielińska, Bogusław Szczerski

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

SPOSÓB WYTWARZANIA BISBURSZTYNOIMIDÓW

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania bisalkenylobursztynoimidów stosowanych jako bezpopiołowy dodatek dyspergujący do olejów smarowych i paliw. Dodatki dyspergujące typu bursztynoimidów znane są jako szczególnie skutecznie działające dyspergatory o dużej zdolności solubilizacji produktów utlenienia oleju i produktów niecałkowitego spalania paliwa. Znany jest sposób otrzymywania bursztynoimidów w reakcji acylowania poliamin bezwodnikiem alkenylobursztynowym. Proces ten przebiega z utworzeniem kwasu mono lub bisaminoalkenylobursztynowego jako produktu pośredniego, który następnie ulega cyklodehydratacji do mono lub bis bursztynoimidu /T.D.Popowicz, O.Głowati, T.Plijew "Nieftochimia" 1976. Często reakcję acylowania prowadzi się w obecności substancji, które przyspieszają jej przebieg. N.Szechtier i S.Krein podają, że działanie katalityczne na przebieg reakcji acylowania wykazują kwasy /N.Szechtier, S.Krein "Powierchnostno-aktywnyje wieszczestwa iz neftianowo Syria" Moskwa 1971.

Wg patentu Stanów Zjednoczonych Ameryki 4 048 080 w reakcji acylowania poliaminy bezwodnikiem poliizobutylenobursztynowym stosuje się wolnorodnikowe inicjatory w postaci nadtlenków organicznych np. nadtlenek benzoilu lub związki azowe albo dwusazolowe jak azobisisobutyronitryl. Zbadano, że dyspergatory bursztynoimidowe o specjalnie dobrych właściwościach dyspergujących i dużej odporności termicznej można otrzymać jeśli do reakcji bezwodnika alkenylobursztynowego z poliaminą dodaje się kwasy mono lub bis-karboksylowe np. kwas octowy, który z poliaminą tworzy imidazolinę /pat.Brit. 1 018 982/.

Prowadzone badania wykazały, że reakcja acylowania poliaminy np.czterooetylenopięciominy bezwodnikiem poliizobutylenobursztynowym przebiega korzystnie w obecności dodatku kwasu szczawiowego. Obecność kwasu szczawiowego przyspiesza proces cyklodehydratacji kwasu bisaminopoliizobutylenobursztynowego do imidu, ułatwia wydzielanie się wody z reakcji, a otrzymany produkt wykazuje bardzo dobre właściwości dyspergujące.

Bis-alkenylobursztynoimidy wg wynalazku uzyskuje się z bezwodnika polibuteno-bursztynowego lub poliizobutylenobursztynowego /PIBSA/ o średniej masie cząsteczkowej 800-2000

i poliaminy, którą może być trójetylenoczteroamina i/lub czteroetylenopięćcioamina i/lub pięćcioetylenosześćcioamina i/lub ich mieszanina, przy czym korzystne jest stosowanie poliaminy o strukturze liniowej. Reakcja acylowania przebiega z zachowaniem stosunku molowego reagentów na 1 mol bezwodnika alkenylobursztynowego 0,4-0,7 mola poliaminy i w obecności kwasu szczawiowego w ilości 0,05-1,0% na 1 mol bezwodnika alkenylobursztynowego. Reakcję prowadzi się przez 2-5 godzin korzystnie 3,5-5 godzin, w temperaturze 140°-180°C korzystnie 155°-160°C i można ją prowadzić w oleju mineralnym, ksylenie lub innym rozpuszczalniku lub bez rozpuszczalnika, pod zmniejszonym ciśnieniem atmosferycznym 1,33-40 kPa, w atmosferze azotu lub innego gazu obojętnego. Wydzielająca się w reakcji woda jest usuwana ze środowiska reakcji przez oddystylowanie w mieszaninie azeotropowej z ksylenem lub wydymchiwana azotem lub innym gazem obojętnym, gdy nie stosuje się rozpuszczalnika tworzącego azeotrop.

P r z y k ł a d I. Do kolby reakcyjnej pojemności 2 l wprowadza się 1000 g bezwodnika poliizobutylenobursztynowego /PIBSA/ o liczbie kwasowej 64 mg KOH/g, ogrzewa do temperatury 90°C, dopuszcza mały strumień azotu i dozuje 49 g czteroetylenopięćcioaminy. Następnie podnosi się temperaturę do 120°C dodaje 2 gramy kwasu szczawiowego, obniża ciśnienie w układzie reakcyjnym do 1,33-40 kPa i podnosi temperaturę do 160°C utrzymując ją przez 3,5 godziny. Wydzielająca się w reakcji wodę odbiera się przy pomocy strumienia azotu. Po zakończonej reakcji dodaje się 500 g oleju mineralnego o lepkości 10 mm²/s w 100°C. Gotowy produkt zawiera 1,2% azotu.

P r z y k ł a d II. Do kolby reakcyjnej pojemności 2 l wprowadza się 1000 g PIBSA o liczbie kwasowej 64 mg KOH/g, 500 g oleju mineralnego o lepkości 10 cSt w 100°C, ogrzewa do 90°C, dopuszcza mały strumień azotu i dozuje 40 g trójetylenoczteroaminy. Następnie podnosi się temperaturę do 120°C, dodaje 2 g kwasu szczawiowego, obniża ciśnienie w układzie reakcyjnym do 1,33-40 kPa i podnosi temperaturę do 160° utrzymując ją przez 3,5 godziny. Wydzielająca się w reakcji woda jest odbierana przy pomocy strumienia azotu. Gotowy produkt zawiera 1,0% azotu.

P r z y k ł a d III. Do kolby reakcyjnej pojemności 2 l wprowadza się 1000 g PIBSA o liczbie kwasowej 64 mg KOH/g, 300 ml ksylenu, 49 g czteroetylenopięćcioaminy, 1,5 g kwasu szczawiowego i dopuszcza mały strumień azotu. Całość ogrzewa się do temperatury wrzenia mieszaniny i utrzymuje 4 godziny, cały czas odbierając wydzielającą się z reakcji wodę w mieszaninie azeotropowej z ksylenem przy pomocy przystawki Dean-Starek'a. Następnie oddestylowuje się ksylen przy obniżonym ciśnieniu w układzie reakcyjnym do 1,33-10 kPa i dodaje 500 g oleju mineralnego o lepkości 10 mm²/s w 100°C. Gotowy produkt zawiera 1,2% azotu.

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

Sposób wytwarzania bisalkenylobursztynoimidów z bezwodnika poliizobutylenobursztynowego i poliaminy, z n a m i e n n y t y m, że trójetylenoczteroaminę lub czteroetylenopięćcioaminę lub pięćcioetylenosześćcioaminę lub ich mieszaninę, korzystnie o strukturze liniowej acyluje się bezwodnikiem poliizobutylenobursztynowym o masie cząsteczkowej 800-2000 przy zachowaniu stosunków reagentów to jest na 1 mol bezwodnika poliizobutylenobursztynowego 0,4-0,6 mola poliaminy w obecności kwasu szczawiowego, stanowiącego katalizator reakcji cyklodehydratacji kwasu bisaminopoliizobutylenobursztynowego, w ilości 0,05-1% masowych na 1 mol bezwodnika poliizobutylenobursztynowego, przy czym reakcję otrzymywania produktu prowadzi się w oleju mineralnym lub ksylenie lub innym rozpuszczalniku lub bez rozpuszczalnika w czasie 2-5 godzin korzystnie 3,5-5 godzin przy zachowaniu temperatury 140-180°C korzystnie 155°-160°C, pod zmniejszonym ciśnieniem 1,33-40 kPa, w atmosferze azotu lub innego gazu obojętnego, odbierając wodę reakcyjną przy pomocy rozpuszczalników metodą azeotropową lub bez rozpuszczalników przez przedmuchiwanie azotem lub innym gazem obojętnym.