

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

97504

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 01.04.76 (P. 188465)

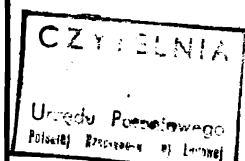
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 14.03.77

Opis patentowy opublikowano: 31.07.1978

MKP C10m 3/24

Int. Cl.² C10M 3/24



Twórcy wynalazku: Ludomir Tokarzewski, Wanda Sporysz, Bogna Hołdyk-Kozbiał,
Jerzy Borek, Jerzy Zakrzewski

Uprawniony z patentu tymczasowego: Uniwersytet Śląski, Katowice (Polska)

Sposób otrzymywania wiskozatora dla olejów syntetycznych, poprawiającego równocześnie ich smarność i wskaźnik lepkości

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania nowego środka o funkcji zagęstnika dla olejów syntetycznych, poprawiającego równocześnie w sposób wybitny ich właściwości smarne i wskaźniki lepkości.

Dotychczas stosowane wiskozatory w postaci poliizobutyleny, poli(metakrylanu cetylu), bądź innych polimerów, używane były głównie do zwiększania lepkości olejów mineralnych czy estrowych, nie wywierały jednak ewidentnego wpływu na smarność tych olejów, wyrażaną obciążeniem zespawania kulek w aparacie czterokulowym, a tym bardziej na ich indeks wiskozowy. Wiskozatory te ponadto są dosyć kosztowne.

Celem wynalazku jest usunięcie dotychczasowych niedomagań i uzyskanie wielofunkcyjnego wiskozatora, poprawiającego równocześnie inne cechy olejów smarowych, jak smarność, indeks wiskozowy i właściwości przeciwzużyciowe. Cel ten osiągnięto dzięki zastosowaniu sposobu według wynalazku, istota którego polega na tym, że jako surowiec podstawowy używany jest chlorek winylu, który w autoklawie, pod ciśnieniem, poddaje się telomeryzacji z czterochlorkiem węgla w stosunku molowym 1 : 1 do 1 : 3,5, w temperaturze 50–80°C, w obecności aktywnych inicjatorów, w celu uzyskania telomerów o dużej zawartości chloru, dobrze rozpuszczalnych w olejach estrowych lub olejach typu chlorowanych dwufenyli.

Sposób według wynalazku polega więc na zastosowaniu nowej klasy związków, stanowiących telomery chlorku winylu z czterochlorkiem węgla o ogólnej budowie $\text{Cl}(\text{CH}_2\text{CHCl})_n\text{CCl}_3$ i masie cząsteczkowej kilku zaledwie tysięcy. Jak podano, telomery te dogodnie otrzymuje się z użyciem czterochlorku węgla, który odznacza się dużą wartością stałej przeniesienia łańcucha. Wymienione telomery nie rozpuszczają się w olejach mineralnych, ale w odróżnieniu od standardowych polimerów chlorku winylu, rozpuszczają się w olejach estrowych i chlorowanych olejach aromatycznych, powodując wybitny wzrost ich lepkości, a nawet w określonych wypadkach umożliwiając otrzymanie smarów stałych, typu syntetycznej wazeliny. Uzyskiwane roztwory ciekłe, półstałe lub stałe, są absolutnie niekorodujące dla stali, miedzi czy cynku. Ich smarność (obciążenie zespawania) jest o 100–200% większa od nieuszlachetnionych olejów w stanie surowym. Nadto omawiane dodatki wyraźnie poprawiają właściwości przeciwzużyciowe i eksploatacyjne oleju w stosunku do smarowanych

części maszynowych. Wymienione środki opierają się na ogólnie dostępnych surowcach, a sposób ich otrzymywania jest tani i nieskomplikowany.

Przykład I. Do autoklawu pojemności 1 litra, wyposażonego w dobrze zadziałające, energiczne mieszadło i układ ogrzewczo-chłodzący, wprowadza się 154 g czterochloru węgla (1 mol) i dodaje 1–1,5 g inicjatora nadtlenkowego (nadtlenek benzoilu) lub lepiej nadwęglanowego (niższa temperatura rozkładu). Następnie zakręca się pokrywę autoklawu i poprzez zawór iglicowy wprowadza się do wnętrza pod ciśnieniem 3,5–4 at 62,5 (1 mol) do 70 g chlorku winylu. Dalej uruchamia się mieszadło i ogrzewa autoklaw do 50–60°C. W tych warunkach ciśnienie wzrasta do około 10 at. Proces telomeryzacji prowadzi się w podanej temperaturze przez okres kilku godzin, aż do dalekoidącego spadku ciśnienia chlorku winylu w autoklawie. Potem autoklaw ochładza się i odgazowuje. Pozostały bezbarwny, stały telomer w postaci proszku i bryłek podsusza się od resztek czterochloru węgla. Uzyskany telomer zawiera około 58% chloru, a jego sama cząsteczkowa wynosi 5000 do 7500. Omawiany telomer rozpuszczony w temperaturze 120–130°C w ilości 15% w estrach alkiloarylofosforowych (lepkość 154 cSt w 20°C, 30,7 cSt w 50°C i 7,3 cSt w 100°C), zwiększa ich lepkość w 20°C do 6000 cSt. Roztwór ten ma lepkość w 50°C 475 cSt, a w 100°C 88 cSt. Indeks viskozowy tak spreparowanego oleju wynosi 133, a obciążenie zespawania 440 kG. Tzw. czas pittingu pod obciążeniem 600 kG w aparacie czterokulowym wynosi około 35 minut (czysty ester około 24 minuty).

5% roztwór telomeru w tym samym estrze bazowym ma lepkość 316 cSt/20°C, 58 cSt/50°C i 12 cSt/100°C. Odpowiednio roztwór 10% ma lepkość 1690 cSt/20°C, 204 cSt/50°C i 36 cSt/100°C.

Przykład II. 500 g czterochloru węgla (3,2 mola) wraz z dodatkiem 1–1,5 g inicjatora nadwęglanowego umieszcza się w autoklawie, do którego następnie wprowadza się pod ciśnieniem około 4 at 62,5 (1 mol) do 70 g chlorku winylu. Następnie uruchamia się mieszadło, autoklaw ogrzewa do 60–70°C i w tej temperaturze prowadzi proces telomeryzacji przez okres kilka godzin. Po zakończeniu reakcji, a ściślej po doprowadzeniu układu do około 90% przereagowania, miarą którego jest spadek ciśnienia, autoklaw ochładza się, odgazowuje i uzyskany telomer odfiltrowuje od nadmiaru pozostałego czterochloru węgla, który użyty być może ponownie, w nowej szarży telomeryzacji. Odfiltrowany telomer suszy się od nadmiaru zaokludowanego czterochloru. Otrzymany w podanych warunkach telomer zawiera około 60% chloru, a jego masa cząsteczkowa wynosi około 3000. Telomer ten rozpuszczony w ilości 15%, w temperaturze 120–130°C, w chlorowanym dwufenylu (w trójklorodwufenylu lub w mieszaninie trój i pięcioklorodwufenylu) daje produkt zupełnie przypominający wazelinę. Wazelina ta ma temperaturę kroplenia 60 lub więcej °C (zależnie od gatunku użytego chlorowanego dwufenylu). Jej obciążenie zespawania mierzone w aparacie czterokulowym wynosi 580 kG (wazelina naturalna porównawczo 130 kG).

Zastrzeżenie patentowe

Sposób otrzymywania wiskozatora dla olejów syntetycznych, poprawiającego równocześnie ich smarność i wskaźnik lepkości, z n a m i e n n y t y m, że jako surowiec podstawowy stosuje się chlorek winylu, który w autoklawie, pod ciśnieniem, poddaje się telomeryzacji z czterochlorkiem węgla w stosunku molowym 1 : 1 do 1 : 3,5, w temperaturze 50–80°C, w obecności aktywnych inicjatorów, w celu uzyskania telomerów o dużej zawartości chloru, dobrze rozpuszczalnych w olejach estrowych lub olejach typu chlorowanych dwufenyli.