



(12)

## BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2008 00325**

(22) Data de depozit: **05.05.2008**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **28.01.2011** BOPI nr. 1/2011

(41) Data publicării cererii:  
**30.11.2009** BOPI nr. 11/2009

(73) Titular:  
• **MIRCI LIVIU-EDUARD, PIAȚA RUSEL,  
NR. 4, SC. B, AP. 7, TIMIȘOARA, TM, RO**

(72) Inventatori:  
• **MIRCI LIVIU-EDUARD, PIAȚA RUSEL,  
NR. 4, SC. B, AP. 7, TIMIȘOARA, TM, RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:  
**RO 120539 B1; GB 1246326**

(54) **PROCEDEU DE OBȚINERE A UNUI LUBRIFIANT SINTETIC  
DE TIP MONOESTER**



# RO 125017 B1

1 Prezenta invenție se referă la un procedeu de obținere a unui lubrifiant de tip mono-  
2 ester de acizi carboxilici, cu proprietăți de lubrifiant tribologic, respectiv, de ajutor de proce-  
3 sare a polimerilor unor monoestere cu structură complexă.

4 Problema realizării de lubrifianți care să manifeste proprietăți superioare de curgere,  
5 respectiv, să posede capacități de biodegradabilitate, spre a se evita poluarea mediului  
6 înconjurător, constituie o preocupare constantă a cercetării de tip aplicativ și/sau  
7 fundamental. Literatura de specialitate înregistrează un volum sporit de raportări în acest  
8 sens, precum, de exemplu, cea care descrie sinteza unor esteri de acizi dimeri cu caracte-  
9 ristici de fluide tribologice și proprietăți de biodegradabilitate (Wang Bin, Tao Dehua și Hai  
10 Zhen). S-au studiat esteri construiți pe baza acestor acizi dimeri în conjuncție cu alcoolii de  
11 diverse lungimi, cele mai bune rezultate consemnându-se în cazul diesterului pe bază de izo-  
12 octanol. Într-un brevet american (David Dalman și Michael Rozmak, **US 2006105920**) se  
13 raportează realizarea îmbunătățirii proprietăților uleiurilor lubrifiante, prin adăugarea, la  
14 uleiurile minerale și/sau sintetice, de ulei vegetal în proporție de 5...25% volum.

15 Lubrifianții de tip esteri ai pentaeritritei, precum *tetra-2* etilhexanoatul, respectiv, *tetra-*  
16 *nonanoatul* de pentaeritrită, prezintă caracteristici de uleiuri de presiune înaltă, cu valori  
17 foarte bune pentru indicii de viscozitate (Pensado A., Comunas M. P., Luga L. și  
18 Fernandez J., *Ind. and Eng. Chem. Research*, 2006, 45(7), 2394-2404).

19 În scopul îmbunătățirii performanțelor uleiurilor vegetale, dar conservându-se  
20 excelenta lor capacitate de descompunere-degradare de către mediul înconjurător, pe baza  
21 unor procese de epoxidare a uleiurilor de palmier, s-au obținut rezultate remarcabile în  
22 această direcție (Raadnui S. și Narasingha M., *Intern. J. of Applied Mechanics and Eng.*,  
23 2005, 10 (Spec. Issue) 291-296).

24 Într-o lucrare deosebit de meritorie se subliniază valoarea deosebită a uleiului de  
25 floarea-soarelui cu înalt conținut de fracțiune oleică, în măsură să îndeplinească cele mai  
26 înalte exigențe în domeniul tribologic (Botz Otto, *Mineraloeltechnik*, 2005, 50(9), 1-17).

27 La baza acestei cercetări se află firma Natoil, care promovează un astfel de ulei de  
28 floarea-soarelui cu înalt conținut oleic (denumire adoptată "High-Oleic-Sunflower"), ce are  
29 un indice de viscozitate deosebit de înalt (peste 200), prezintă o stabilitate excelentă la  
30 oxidare, respectiv, posedă calități remarcabile de lubrifiere.

31 Uleiuri multifuncționale de lubrifiere, acceptabile (prietenoase) pentru mediul  
32 înconjurător și care sunt potrivite a fi folosite la motoarele cu combustie internă, se compun,  
33 în cea mai mare parte, din uleiuri vegetale hidrogenate (Huang Fuchman și Xiong Weicheng,  
34 *Faming Yhuanli Shenging Gongkai Shuomingshu*, CN 1.560.208 5 Jan 2005/12 Martie  
35 2004).

36 Monoestere ai glicerinei de tip glicerol monooleat sunt folosiți spre a realiza compoziții  
37 de uleiuri de lubrifiere adecvate pentru motoarele cu combustie internă (Fujitsu Takashi și  
38 Griffiths Joanna, PCT Int. Appl. **WO 2006061436**, 15 Iunie 2006).

39 Pentru a se obține uleiuri lubrifiante care să posede calități adecvate fie în domeniul  
40 tribologic, fie în sfera ajutoarelor de procesare a polimerilor, este necesar a se concepe astfel  
41 de compuși care să se caracterizeze prin polifuncționalitate și asimetrie. Pe baza acestor  
42 concepte și luând în studiu acizi monocarboxilici cu lungime variabilă, se pot realiza  
43 monoestere având drept parteneri alcoolii cu structură complexă, de tip alifatic-aromatic,  
44 respectiv, alcoolii superiori. În cazul alcoolilor complecși, pe nucleul aromatic se poate atașa  
45 un lanț alifatic de poziție și lungime variabile, în scopul de a se dobândi un aport suplimentar  
46 de simetrie. Sinteza monoesterilor se realizează în sistem clasic, în soluție, în prezența unui  
47 solvent potrivit, care să aibă și rol de antrenant azeotropic al apei de reacție și în cataliză  
48 acidă. Sunt cunoscute metode de sinteză a unor uleiuri lubrifiante de tip ester pe bază de  
49 trimetilol propan și/sau pentaeritrită și acid monocarboxilici (de tip C<sub>5</sub>-C<sub>9</sub>) (Zhang Feng-Xiu,  
Ye Xia și colab., *Zouji Huaxue*, 2004, 24(11), 1440-1443).

# RO 125017 B1

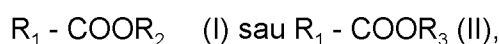
Este raportată, de asemenea, realizarea de uleiuri lubrifiante de bază, prin esterificarea acizilor grași din uleiul de palmier cu alcooli monohidroxicili sau polihidroxicili, printr-o metodă în care se folosește toluenul drept agent azeotropic, respectiv, un catalizator de tip acid (May Choo Yuen; Foon Cheng Sit, Ngan Ma Ah și Basiron Yusof, Eur. Pat. Appl. EP 1529828, 11 Mai 2005/31 Oct 2003).

Este cunoscut, de asemenea, un brevet japonez, care descrie o metodă de producere a unor lubriflanți de tip esteri, prin reacția dintre un alcool alifatic polihidroxicil și un acid alifatic monocarboxilic, dar care prezintă dezavantajul lucrului în exces de acid, fără a se asigura posibilitatea neutralizării acidității remanente (Hashimoto Jiro, Michigami Yoshita, Shiojiri Fumihiro, Jpn. Kokai Tokkyo Koho, JP 2005, 170998, 30 Iunie 2005/9 Dec 2003).

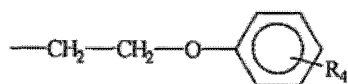
Problema tehnică pe care o rezolvă invenția este obținerea de produse din clasa monoesterilor, compuși care să manifeste proprietăți de lubrifiere în domeniul tribologic sau în domeniul procesării polimerilor.

Soluția pentru problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în alegerea reactanților, a proporțiilor în cadrul rețetei elaborate, în conceperea modului de desfășurare a sintezei, în scopul realizării unor derivați cu o structură cât mai apropiată de cea teoretică, în stabilirea parametrilor de reacție precum raportul dintre reactanți, cantitatea de solvent-agent azeotropic, tipul și nivelul de catalizator, temperatură, timp, mod de corectare a acidității, metodă de purificare-prelucrare finală a masei brute de reacție, astfel încât să se asigure posibilitatea de obținere a unor compuși cu caracteristici reproductibile și de puritate înaltă în clasa monoesterilor de tip oleic, *n*-octanoic și *n*-butiric, cu alcooli cu structură complexă de tip alifatic-aromatic, precum 2-fenoxi etanol, 2-[(*o*-sec-butil)fenoxi]etanol și/sau 2-[(*p*-nonil)fenoxi]etanol, respectiv, cu alcooli superiori, precum izotridecanolul și izodecanolul, produse care să manifeste proprietăți de lubrifiere fie în domeniul tribologic, fie în domeniul ajutărilor de procesare a polimerilor.

Procedeul de obținere a unui lubrifiant sintetic de tip monoester de acizi carboxilici cu catenă normală cu formula



conform invenției, în care  $R_1$  este un radical oleic, *n*-octanoic și/sau *n*-butiric,  $R_2$  este un radical izotridecil și/sau izodecil,  $R_3$  este un radical de tip alchil-aril cu formula:



unde  $R_4$  este hidrogen, *o*-sec-butil și/sau *p*-nonil, constă în reacționarea acidului monocarboxilic ales dintre acidul oleic, *n*-octanoic și *n*-butiric, cu un alcool ales dintre izotridecanol, izodecanol, 2-[(*p*-nonil)fenoxi]etanol, 2-[(*o*-sec-butil)fenoxi]etanol și 2-fenoxietanol, în condițiile asigurării unui exces de 0,1...0,5 moli de alcool față de teorie, în prezență de 20...200% față de masa reactanților de solvent aromatic ales dintre benzen, toluen și xilen, în prezență de 1...10% față de masa reactanților catalizator acid pe bază de acid *p*-toluen sulfonic, se aduce masa de reacție la reflux și se extrage apa de reacție timp de 5...7 h, în care temperatura de blaz crește progresiv, și se adaugă în final 0,1...1,0 moli alcool inferior ales dintre *n*-propanol și *n*-butanol, pentru corectarea acidității, se stripează solventul și alcoolul inferior în exces până la o temperatură de blaz de 240...260°C, după care se tratează masa brută de reacție cu soluții apoase bazice, diluate de carbonați alcalini cu o concentrație de 1...5%, se spală la cald, cu apă demineralizată până la obținerea unui pH neutru, se devolatilizează în vid, până la o temperatură de blaz de 150...200°C și vid de 15...25 mmHg, se decolorează la cald, cu cărbune activ, și se filtrează, cu obținerea unui lubrifiant având o temperatură de aprindere de 128...220°C, punct de curgere de -42...-10°C și indici de viscozitate de -56...184.

# RO 125017 B1

1 Inventția prezintă următoarele avantaje:

3 - prin varierea în limite largi a masei moleculare și, implicit, a structurii, se pot obține  
produse cu o plajă largă de valori ale caracteristicilor fizico-chimice, respectiv, pentru cele  
specifice domeniului tribologic sau al ajutărilor de procesare a polimerilor, asigurându-se  
astfel o versatilitate intrinsecă a acestei clase de produse;

5 - se asigură o posibilitate de reproducere cu certitudine și ușurință a structurilor  
teoretice propuse;

7 - condițiile de sinteză sunt simple, aparatura folosită este cea obișnuită, catalizatorul  
este accesibil, iar procedeul în sine este economic.

9 Se dau în continuare 15 exemple de realizare a invenției.

11 **Exemplul 1.** Într-un balon cu 2 găuri, de 2000 ml, prevăzut cu termometru și cap  
Dean-Stark de extragere a apei de reacție și de returnare a solventului, cuplat cu un  
refrigerent ascendent de reflux, se introduc 1,06 moli (299 g) acid oleic, 1,125 moli (225 g)  
13 izotridecanol, 6,0 g acid *p*-toluen sulfonic, 150 ml toluen plus circa 20 ml toluen în capul  
extractor, și granule de porțelan poros, pentru asigurarea unei fierberi liniștite. Amestecul se  
15 aduce la reflux, care crește progresiv, de la circa 114°C spre 154°C, pe parcursul a 4 h,  
17 perioadă în care s-a extras cantitatea teoretică de apă. Amestecul de reacție se răcește sub  
100°C, se adaugă 0,4 moli (30 g) *n*-butanol, se readuce la reflux și se menține încă 2 h, după  
19 care toluenul și butanolul se îndepărtează pe instalație până la o temperatură de blaz de  
260°C. Masa brută de reacție se tratează cu soluții apoase bazice diluate 5%, de carbonat  
21 de sodiu, pentru neutralizarea acidității conferite de catalizatorul acid, la circa 50...55°C, în  
raport de 1:1 masă brută-soluție apoasă, apoi repetat cu apă demineralizată tot la cald, până  
23 la pH neutru, după care se procedează la devolatilizarea în vid, până la o temperatură de  
blaz de 200°C și un vid de 20 mmHg, se decolorează la cald, cu cărbune activ, și se filtrează.

25 Monoesterul astfel obținut, adică oleatul de izotridecil, cod OL-IZOTRI, prezintă  
caracteristicile fizico-chimice reprezentative, redate în tabelul 1.

27 **Exemplul 2.** Într-o instalație similară cu cea descrisă în exemplul 1, se introduc 1,16  
moli (327 g) acid oleic, 1,36 moli (215 g) izodecanol, 6,0 g acid *p*-toluensulfonic, 150 ml  
29 toluen plus 20 ml toluen în capul extractor, granule de porțelan poros, după care sinteza și  
prelucrarea masei brute de reacție se desfășoară la fel ca în exemplul 1.

31 Monoesterul astfel obținut, adică oleatul de izodecil, cod OL-IZODEC, prezintă  
caracteristicile fizico-chimice reprezentative, redate în tabelul 1.

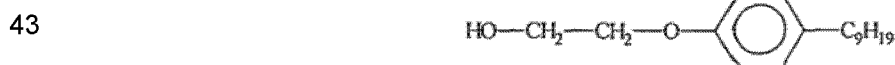
33 **Exemplul 3.** Într-o instalație similară cu cea descrisă în exemplul 1, se introduc  
1,0 moli (282 g) acid oleic, 1,1 moli (290,4 g) 2-[(*p*-nonil)fenoxi]etanol, 6,0 g acid *p*-toluen-  
35 sulfonic, 150 ml toluen plus 20 ml toluen în capul extractor, granule de porțelan poros, după  
care sinteza și prelucrarea masei brute de reacție se desfășoară la fel ca în exemplul 1.

37 Monoesterul astfel obținut, adică oleatul de 2-[(*p*-nonil)fenoxi]etil, cod OL-p-N,  
prezintă caracteristicile fizico-chimice reprezentative, redate în tabelul 1.

39 Caracteristicile 2-[(*p*-nonil)fenoxi]etanol, sinteză proprie, sunt următoarele:

41 - formula moleculară:  $C_{17}H_{28}O_2$ ;

- formula de structură:



45 - masa moleculară:  $M = 264$ ;

47 - densitatea,  $g/cm^3$ :  $d = 0,978$ ;

- indicele de refracție:  $n^{20} = 1,5113$ .

# RO 125017 B1

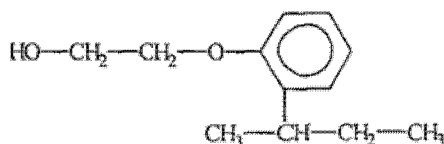
**Exemplul 4.** Într-o instalație similară cu cea descrisă în exemplul 1, se introduc 1,10 moli (310 g) acid oleic, 1,29 moli (250 g) 2-[(*o*-sec-butil)fenoxi]etanol, 6,0 g acid *p*-toluensulfonic, 150 ml toluen plus 20 ml toluen în capul extractor, granule de porțelan poros, după care sinteza și prelucrarea masei brute de reacție se desfășoară la fel ca în exemplul 1.

Monoesterul astfel obținut, adică oleatul de 2-[(*o*-sec-butil)fenoxi]etil, cod OL-OSECBUT, prezintă caracteristicile fizico-chimice reprezentative, redate în tabelul 1.

Caracteristicile 2-[(*o*-sec-butil)fenoxi]etanol, sinteză proprie, sunt următoarele:

- formula moleculară:  $C_{12}H_{18}O_2$ ;

- formula de structură:



- masa moleculară:  $M = 194$ ;

- densitatea,  $g/cm^3$ :  $d = 1,0146$ ;

- indicele de refracție:  $n^{20} = 1,5175$ .

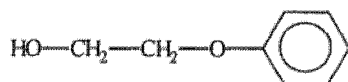
**Exemplul 5.** Într-o instalație similară cu cea descrisă în exemplul 1, se introduc 1,241 moli (350 g) acid oleic, 1,45 moli (200 g) 2-fenoxi etanol, 6,0 g acid *p*-toluensulfonic, 150 ml toluen plus 20 ml toluen în capul extractor, granule de porțelan poros, după care sinteza și prelucrarea masei brute de reacție se desfășoară la fel ca în exemplul 1.

Monoesterul astfel obținut, adică oleatul de 2-fenoxietil, prezintă caracteristicile fizico-chimice reprezentative, redate în tabelul 1.

Caracteristicile 2-fenoxi etanol, sinteză proprie, sunt următoarele:

- formula moleculară:  $C_8H_{10}O_2$ ;

- formula de structură:



- masa moleculară:  $M = 138$ ;

- densitatea,  $g/cm^3$ :  $d = 1,109$ ;

- indicele de refracție:  $n^{20} = 1,5370$ .

**Exemplul 6.** Într-o instalație similară cu cea descrisă în exemplul 1, se introduc 1,50 moli (216 g) acid *n*-octanoic, 1,70 moli (340 g) izotridecanol, 6,0 g acid *p*-toluensulfonic, 150 ml toluen plus 20 ml toluen cap extractor, granule de porțelan poros, după care sinteza și prelucrarea masei brute de reacție se desfășoară la fel ca în exemplul 1.

Monoesterul astfel obținut, adică *n*-octanoatul de izotridecil, cod OCT-IZOTRI, prezintă caracteristicile fizico-chimice reprezentative, redate în tabelul 1.

**Exemplul 7.** Într-o instalație similară cu cea descrisă în exemplul 1, se introduc 1,70 moli (244,8 g) acid *n*-octanoic, 1,90 moli (300 g) izodecanol, 6,0 g acid *p*-toluensulfonic, 150 ml toluen plus 20 ml toluen în capul extractor, granule de porțelan poros, după care sinteza și prelucrarea masei brute de reacție se desfășoară la fel ca în exemplul 1.

Monoesterul astfel obținut, adică octanoatul de izodecil, cod OCT-IZODEC, prezintă caracteristicile fizico-chimice reprezentative, redate în tabelul 1.

**Exemplul 8.** Într-o instalație similară cu cea descrisă în exemplul 1, se introduc 1,27 moli (183 g) acid *n*-octanoic, 1,477 moli (390 g) 2-[(*p*-nonil)fenoxi]etanol, 6,0 g acid *p*-toluensulfonic, 150 ml toluen plus 20 ml toluen în capul extractor, granule de porțelan poros, după care sinteza și prelucrarea masei brute de reacție se desfășoară la fel ca în exemplul 1.

# RO 125017 B1

1 Monoesterul astfel obținut, adică octanoatul de 2-[(*p*-nonil)fenoxi]etil, cod OCT-*p*-N,  
prezintă caracteristicile fizico-chimice reprezentative, redate în tabelul 1.

3 **Exemplul 9.** Într-o instalație similară cu cea descrisă în exemplul 1, se introduc  
1,50 moli (216 g) acid *n*-octanoic, 1,70 moli (330 g) 2-[(*o*-*sec*-butil)fenoxi]etanol, 6,0 g acid  
5 *p*-toluensulfonic, 150 ml toluen plus 20 ml toluen în capul extractor, granule de porțelan  
poros, după care sinteza și prelucrarea masei brute de reacție se desfășoară la fel ca în  
7 exemplul 1.

Monoesterul astfel obținut, adică octanoatul de 2-[(*o*-*sec*-butil)fenoxi]etil, cod OCT-  
9 OSECBUT, prezintă caracteristicile fizico-chimice reprezentative, redate în tabelul 1.

11 **Exemplul 10.** Într-o instalație similară cu cea descrisă în exemplul 1, se introduc  
1,85 moli (266,4 g) acid *n*-octanoic, 2,05 moli (283 g) 2-fenoxi etanol, 6,0 g acid *p*-toluen-  
sulfonic, 150 ml toluen plus 20 ml toluen în capul extractor, granule de porțelan poros, după  
13 care sinteza și prelucrarea masei brute de reacție se desfășoară la fel ca în exemplul 1.

Monoesterul astfel obținut, adică octanoatul de fenoxietil, cod OCT-FE, prezintă  
15 caracteristicile fizico-chimice reprezentative, redate în tabelul 1.

17 **Exemplul 11.** Într-o instalație similară cu cea descrisă în exemplul 1, se introduc  
2,216 moli (195 g) acid *n*-butiric, 1,80 moli (360 g) izotridecanol, 6,0 g acid *p*-toluensulfonic,  
150 ml toluen plus 20 ml toluen în capul extractor, granule de porțelan poros, după care  
19 amestecul se aduce la reflux pe parcursul a 6 h, timp în care temperatura de blaz crește  
progresiv de la circa 115°C până la 155°C, perioadă în care se extrage cantitatea teoretică  
21 de apă. În final se îndepărtează pe instalație toluenul și excesul de acid butiric, iar masa  
brută de reacție se prelucrează la fel ca în exemplul 1.

23 Monoesterul astfel obținut, adică butiratul de izotridecil, cod BUT-IZOTRI, prezintă  
caracteristicile fizico-chimice reprezentative, redate în tabelul 1.

25 **Exemplul 12.** Într-o instalație similară cu cea descrisă în exemplul 1, se introduc  
2,55 moli (224,4 g) acid butiric, 2,15 moli (339,7 g) izodecanol, 6,0 g acid *p*-toluensulfonic,  
27 150 ml toluen plus 20 ml toluen în capul extractor, granule de porțelan poros, după care se  
procedează la desfășurarea sintezei, respectiv, la procesarea masei brute de reacție, la fel  
29 ca în exemplul 11.

Monoesterul astfel obținut, adică butiratul de izodecil, cod BUT-IZODEC, prezintă  
31 caracteristicile fizico-chimice reprezentative, redate în tabelul 1.

33 **Exemplul 13.** Într-o instalație similară cu cea descrisă în exemplul 1, se introduc  
1,94 moli (170,7 g) acid *n*-butiric, 1,50 moli (396 g) 2-[(*p*-nonil)fenoxi]etanol, 6,0 g acid *p*-  
toluensulfonic, 150 ml toluen plus 20 ml toluen în capul extractor, granule porțelan poros,  
35 după care se procedează la desfășurarea sintezei, respectiv, la procesarea masei brute de  
reacție, la fel ca în exemplul 11.

37 Monoesterul astfel obținut, adică butiratul de 2-[(*p*-nonil)fenoxi]etil, cod BUT-*p*-N,  
prezintă caracteristicile fizico-chimice reprezentative, redate în tabelul 1.

39 **Exemplul 14.** Într-o instalație similară cu cea descrisă în exemplul 1, se introduc  
2,3 moli (202,4 g) acid *n*-butiric, 1,90 moli (368,6 g) 2-[(*o*-*sec*-butil)fenoxi]etanol, 6,0 g acid  
41 *p*-toluensulfonic, 150 ml toluen plus 20 ml toluen în capul extractor, granule de porțelan  
poros, după care se procedează la desfășurarea sintezei, respectiv, la procesarea masei  
43 brute de reacție, la fel ca în exemplul 11.

Monoesterul astfel obținut, adică butiratul de 2-[(*o*-*sec*-butil)fenoxi]etil, cod BUT-  
45 OSECBUT, prezintă caracteristicile fizico-chimice reprezentative, redate în tabelul 1.

47 **Exemplul 15.** Într-o instalație similară cu cea descrisă în exemplul 1, se introduc  
2,80 moli (246,4 g) acid *n*-butiric, 2,40 moli (331,2 g) 2-fenoxietanol, 6,0 g acid *p*-toluen-  
sulfonic, 150 ml toluen plus 20 ml toluen în capul extractor, granule de porțelan poros, după  
49 care se procedează la desfășurarea sintezei, respectiv, la procesarea masei brute de  
reacție, la fel ca în exemplul 11.

# RO 125017 B1

Monoesterul astfel obținut, adică butiratul de 2-fenoxietil, cod BUT-FE, prezintă caracteristicile fizico-chimice reprezentative, redate în tabelul 1. 1

Viscozitatea dinamică s-a determinat cu un viscosimetru rotațional, tip Rheotest RV (VEB Prüfgeräte-Werk Medingen/Dresden), la 20°C, dispozitivul de măsură SI, viteza de forfecare în intervalul 1,6...1310 s<sup>-1</sup>. 3 5

Diametrul petei de uzură s-a determinat pe o mașină cu 4 bile tip SETA, în acord cu standardul american ASTM D 4172. 7

Viscozitatea cinematică s-a determinat cu ajutorul unui viscosimetru Ubbelohde, conform cu ASTM 445; indicele de viscozitate s-a calculat pe baza valorilor viscozității cinematice determinată la 40°C, respectiv, 100°C, în acord cu STAS 55-81. 9

Punctul de inflamabilitate s-a determinat în acord cu ASTM D 92, iar punctul de tulburare (curgere), conform ASTM D 97. 11

Cifra de lubrifiere s-a calculat cu ajutorul relației Böttnev-Rosenthal (Kunststoffe 1972, 62, 10, 685), de forma: 13

$$C_L = 1000 \cdot \frac{E}{T \cdot M_{\min}}$$

15 17

unde

C<sub>L</sub> = cifra de lubrifiere 19

E = cantitatea totală a ingredientelor, ca procent față de PVC

T = temperatura masei malaxate, °C 21

M<sub>min</sub> = cuplul minim, kg · m.

Valoarea cuplului minim s-a determinat din plastogramele înregistrate pe un plastograf Brabender tip PL/3S, pe un amestec standard, conform recepturii: PVC (suspensie, K<sub>w</sub> = 67), 100 p; stabilizator sulfat tribazic de plumb, 2 p; lubrifiant, 3 p; temperatura de lucru 160°C; viteza de rotație 30 rot/min; cuva de 30 cm<sup>3</sup>. Pentru testarea efectivă se folosește receptura calculată pentru 30 g PVC. 23 25 27

În tabelele 2 și 3 sunt redate valorile parametrilor tribologici reprezentativi, respectiv, valorile diametrului petei de uzură desprinse din testul pe mașina cu 4 bile. 29

În tabelul 4 sunt date valorile cifrei de lubrifiere calculate pentru toate cele trei serii de compuși. Pe baza valorilor înregistrate pentru acest parametru, se poate considera că monoesterii sintetizați se încadrează în clasa lubrifianților pentru procesarea polimerilor de tip intern-extern. 31 33

Tabelul 1

Caracteristici fizico-chimice reprezentative 35

Nr.	Parametru	Formula moleculară	Masa moleculară	Densitatea g/cm <sup>3</sup>	Indicele de refracție, η <sup>20</sup> <sub>D</sub>	Viscozitatea dinamică, mPa·s
	Cod					
1	OL-IZOTRI	C <sub>31</sub> H <sub>60</sub> O <sub>2</sub>	464	0,8662	1,4618	20,32
2	OL-IZODEC	C <sub>28</sub> H <sub>54</sub> O <sub>2</sub>	422	0,8688	1,4602	14,20
3	OL-p-N	C <sub>35</sub> H <sub>60</sub> O <sub>3</sub>	528	9257	1,4895	61,47
4	OL-OSECBUT	C <sub>30</sub> H <sub>50</sub> O <sub>3</sub>	458	9338	1,4888	29,53
5	OL-FE	C <sub>26</sub> H <sub>42</sub> O <sub>3</sub>	402	9416	14864	21,03
6	OCT-IZOTRI	C <sub>21</sub> H <sub>42</sub> O <sub>2</sub>	326	0,8649	14485	10,00

37 39 41 43 45

# RO 125017 B1

Tabelul 1 (continuare)

Nr.	Parametru	Formula moleculară	Masa moleculară	Densitatea g/cm <sup>3</sup>	Indicele de refracție, $\eta_{D}^{20}$	Viscozitatea dinamică, mPa·s
	Cod					
7	OCT-IZODEC	C <sub>18</sub> H <sub>36</sub> O <sub>2</sub>	284	0,8679	14432	7,29
8	OCT-p-N	C <sub>25</sub> H <sub>42</sub> O <sub>3</sub>	390	0,9579	14935	8467
9	OCT-OSECBUT	C <sub>20</sub> H <sub>32</sub> O <sub>3</sub>	320	0,9701	1,4895	1566
10	OCT-FE	C <sub>16</sub> H <sub>24</sub> O <sub>3</sub>	264	0,9986	1,4890	1050
11	BUT-IZOTRI	C <sub>17</sub> H <sub>34</sub> O <sub>2</sub>	270	0,8653	1,4422	578
12	BUT-IZODEC	C <sub>14</sub> H <sub>28</sub> O <sub>2</sub>	228	0,8674	1,4347	435
13	BUT-p-N	C <sub>21</sub> H <sub>34</sub> O <sub>3</sub>	334	0,9728	1,4957	57,82
14	BUT-OSECBUT	C <sub>16</sub> H <sub>24</sub> O <sub>3</sub>	264	1,0024	1,4870	928
15	BUT-FE	C <sub>12</sub> H <sub>16</sub> O <sub>3</sub>	208	1,0656	1,4980	701

Tabelul 2

Parametri tribologici reprezentativi

Nr.	Parametru	Viscozitate cinematică, mm <sup>2</sup> /s		Indice de viscozitate, VI	Punct de aprindere, °C	Punct de tulburare (curgere), °C
		40°C	100°C			
1	OL-IZOTRI	13,43	3,59	161	186	-30
2	OL-IZODEC	11,18	3,36	184	182	-27
3	OL-p-N	33,52	5,63	107	220	-33
4	OL-OSECBUT	16,85	3,87	132	189	-30
5	OL-FE	13,31	3,41	140	195	-18
6	OCT-IZOTRI	6,12	2,00	117	160	-36
7	OCT-IZODEC	4,20	1,66	-	158	<-42
8	OCT-p-N	31,93	4,70	34	188	-39
9	OCT-OSECBUT	8,45	2,24	58	160	<-42
10	OCT-FE	5,80	1,76	-	162	-10
11	BUT-IZOTRI	3,62	1,46	-	148	-42
12	BUT-IZODEC	2,43	1,27	-	128	-42
13	BUT-p-N	23,81	3,61	-56	176	-39
14	BUT-OSECBUT	5,45	1,81	-	152	-40
15	BUT-FE	3,94	1,35	-	134	<-42



# RO 125017 B1

Tabelul 3

Testul pe mașina cu 4 bile

Nr.	Parametru Cod	Diametrul petei de uzură, mm, 40 daN, 60 min		
		Ulei de bază	Ulei aditivat	
			1,5% ditiofosfat de zinc	Aditiv special
1	OL-IZOTRI	92	78	52
2	OL-IZODEC	1,05	1,08	87
3	OL-p-N	0,63	0,72	52
4	OL-OSECBUT	0,82	0,82	50
5	OL-FE	0,62	0,62	37
6	OCT-IZOTRI	0,82	0,82	33
7	OCT-IZODEC	0,87	0,85	0,38
8	OCT-p-N	0,78	0,78	51
9	OCT-OSECBUT	0,84	0,80	0,49
10	OCT-FE	0,75	0,74	53
11	BUT-IZOTRI	0,88	0,80	54
12	BUT-IZODEC	0,93	0,89	0,70
13	BUT-p-N	0,85	0,85	62
14	BUT-OSECBUT	0,90	0,87	55
15	BUT-FE	0,81	0,78	59

În cazul aditivilor speciali, formulările au fost următoarele:

Probele 1 și 2 au fost aditivate cu 1,5% Infineum G 361;

Probele 3 și 4 au fost aditivate cu 1,2% Ciba IRGALUBE ML 605 A;

Probele 5...15 au fost aditivate cu 1,5% Lubrizol 1046.

Tabelul 4

Valorile cifrei de lubrifiere

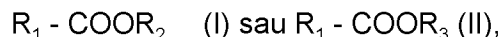
Probă	1	2	3	4	5	6	7
C <sub>L</sub>	28,40	2550	23,15	31,25	2646	1736	1680

Probă	8	9	10	11	12	13	14	15
C <sub>L</sub>	20,83	2358	24,03	1563	12,02	1868	11,16	20,83

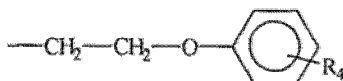
# RO 125017 B1

## Revendicare

Procedeu de obținere a unui lubrifiant sintetic de tip monoester de acizi carboxilici cu catenă normală, cu formula



caracterizat prin aceea că  $R_1$  este un radical oleic,  $n$ -octanoic și/sau  $n$ -butiric,  $R_2$  este un radical izotridecil și/sau izodecil,  $R_3$  este un radical de tip alchil-aril cu formula:



unde  $R_4$  este hidrogen,  $o$ -sec-butil și/sau  $p$ -nonil, și în care se reacționează acidul monocarboxilic, ales dintre acidul oleic,  $n$ -octanoic și  $n$ -butiric, cu un alcool ales dintre izotridecanol, izodecanol, 2-[( $p$ -nonil)fenoxi]etanol, 2-[( $o$ -sec-butil)fenoxi]etanol și 2-fenoxietanol, în condițiile asigurării unui exces de 0,1...0,5 moli de alcool față de teorie, în prezență de 20...200% față de masa reactanților de solvent aromatic, ales dintre benzen, toluen și xilen, în prezență de 1...10% față de masa reactanților catalizator acid pe bază de acid  $p$ -toluen sulfonic, se aduce masa de reacție la reflux și se extrage apa de reacție timp de 5...7 h, în care temperatura de blaz crește progresiv, și se adaugă în final 0,1...1,0 moli alcool inferior, ales dintre  $n$ -propanol și  $n$ -butanol, pentru corectarea acidității, se stripează solventul și alcoolul inferior în exces, până la o temperatură de blaz de 240...260°C, după care se tratează masa brută de reacție cu soluții apoase bazice, diluate de carbonați alcalini cu o concentrație de 1...5%, se spală la cald cu apă demineralizată, până la obținerea unui pH neutru, se devolatilizează în vid, până la o temperatură de blaz de 150...200°C și vid de 15...25 mmHg, se decolorează la cald, cu cărbune activ, și se filtrează, cu obținerea unui lubrifiant având o temperatură de aprindere de 128...220°C, punct de curgere de -42...-10°C și indici de viscozitate de -56...184.

