



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2019 00008

(22) Data de depozit: 08/01/2019

(41) Data publicării cererii:
30/07/2020 BOPI nr. 7/2020

(71) Solicitant:
• MIRCI LIVIU-EDUARD,
PIAȚA IONEL I.C.BRĂȚIANU NR.4, SC.B,
AP.7, TIMIȘOARA, TM, RO

(72) Inventatori:
• MIRCI LIVIU-EDUARD,
PIAȚA IONEL I.C.BRĂȚIANU NR.4, SC.B,
AP.7, TIMIȘOARA, TM, RO

(54) LUBRIFIANȚI SINTETICI TETRA-ESTERICI SUCCINICI
DIRECȚI, BIODEGRADABILI, ȘI PROCEDEU DE OBȚINERE
A ACESTORA

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a unor lubrifianți sintetici biodegradabili. Procedeu conform invenției constă în reacția acidului succinic în prima fază cu 2,01...2,1 moli un glicol, în prezența a 20...200% față de masa reactanților, un solvent aromatic, în sistem catalizat, cu extragerea apei de reacție pe parcursul a 5...80 h, urmată de răcirea masei de reacție, și adăugarea în cea de a doua fază a acidului oleic în raport stoichiometric cu esterul rezultat în prima fază, îndepărtarea solventului, devolatilizare în vid de 1...15 mm col Hg și o temperatură de blaz de

250...255°C, tratare cu cărbune decolorant și filtrare, rezultând un produs cu structură complexă de tip tetra-estic cu formula $R_2-COO-R_1-OOC-(CH_2)_2-COO-R_1-OOC-R_2$, în care R_1 este un radical provenit de la glicol și R_2 este un radical oleic, ce prezintă calități de fluide tribologice, cu indici de viscozitate IV de 127...195, puncte de inflamabilitate în intervalul 135...208°C, și punct de curgere/tulburare în intervalul 2...-15°C.

Revendicări: 2



Lubrifianti sintetici tetra-esterici succinici directi biodegradabili si procedeu de obtinere a acestora.

Prezenta inventie se refera la obtinerea unor lubrifianti tetra-esterici succinici directi biodegradabili si la un procedeu de obtinere a acestora.

In momentul de fata omenirea se confrunta pe plan mondial cu o problema majora legata, corelata de reciclarea deseurilor, indeosebi de tip material plastic care au efect poluator global , fie de infestarea mediului inconjurator cu diferite chimicale greu degradabile .

Mediul inconjurator trebuie sa fie protejat indeosebi impotriva poluarii cauzate de lubrifantii bazati pe uleiurile petrolifere.

Problema poluarii este atata de severa daca se constata, se ia in considerare faptul, ca aproximativ 50% din toti lubrifantii vanduti pe plan mondial, sfarsesc prin a se imprastia in mediul inconjurator fie prin efectul de volatilitate , scurgeri accidentale, fie prin aplicatii cu pierdere totala. Evitarea amenintarilor la adresa mediului inconjurator poate fi realizată atât prin prevenirea pierderilor accidentale, prin regenerarea respectiv reciclarea uleiurilor minerale, cat si prin folosirea unor lubrifianti prieteni pentru mediul inconjurator [Sevim Erhan, Brajendra Sharma, Zengshe Liu si Atanu Adhvaryu , J. of Agricultural and Food Chemistry . 2008, 11 Sept, 56 (19) , 8919-8925]

Esterii reprezinta o familie larga de uleiuri lubrifiante de baza care sunt astfel concepute incat sa asigure dobandirea de proprietati fizice si de performanta specifice .Polaritatea intrinseca imbunatateste performanta de lubrifiere prin reducerea volatilitatii, sporirea lubricitatii, asigurand o operare mult mai curata, si prezentand atribute certe de biodegradabilitate. Dat fiind faptul ca exista o plaja extrem de larga de materii prime disponibile, acest lucru face posibila optimizarea proprietatilor si asigurarea unor valori de performanta superioare. Aceasta clasa mai poseda un avantaj suplimentar si anume acela de a se preta la amestecare cu alte categorii, clase, de lubrifianti , unde proprietatile lor complementare pot imbunatati substantial balanta de calitati a produsului final. Desi folosirea lubrifiantilor de tip ester are o varsta de mai bine de 60 de ani , utilizarea si dezvoltarea lor se face in continuare in scopul acoperirii domeniului de conditii severe.



In acest spirit se poate mentiona un studiu care ia in considerare folosirea uleiurilor vegetale ca baza de plecare; uleiurile vegetale sunt recunoscute a fi usor biodegradate in natura, fiind astfel candidate promitatoare pentru conceperea pe baza lor de uleiuri de baza prietenoase cu mediul inconjurator. [Lubricant Base Stock Potential of Chemically Modified Vegetable Oils, Sevim Erhan si colab., J. of Agric. and Food Chem. 11 Sept. 2008, 56(19), 8919-8925].

Astfel, se stipuleaza faptul ca uleiurile vegetale, esteri in esenta, sunt recunoscute a fi rapid biodegradabile, constituindu-se astfel intr-o clasa de candidate potentiale pentru realizarea de fluide de baza in domeniul lubrifiantilor nepericulosi pentru mediul inconjurator. In general, se stie ca lubrifiantii pe baza de uleiuri vegetale prezinta proprietati tribologice excelente, precum indici de viscozitate inalti, respectiv valori inalte pentru punctele de aprindere (flash points). Insa, pentru a putea sa concureze cu uleiurile minerale, cateva din dezavantajele lor inerente, precum ar fi slaba rezistenta la oxidare, respectiv stabilitatea redusa la temperaturile joase, trebuie sa fie corectate. O cale prin care aceste deficiente pot fi eliminate este modificarea chimica a acestor uleiuri vegetale la locurile de nesaturare. Autorii arata ca dupa o modificare chimica intr-o singura faza, prin realizarea de derivati diesterici la locurile incriminate, se pot obtine lubrifianti valabili a fi utilizati in aplicatii industriale. In cazul uleiurilor de soia modificate in acest mod, s-au obtinut materiale cu o stabilitate termo-oxidativa imbunatatita, proprietati superioare de curgere la temperaturi joase, respectiv fluidele in cauza au aratat proprietati superioare anti uzura.

In acelasi spirit, adica de obtinere de produse biodegradabile, se raporteaza realizarea de esteri pe baza de trimetilol propan si uleiuri de palmier. S-au obtinut valori inalte pentru indicii de viscozitate, cuprinse in intervalul 170-200, o imbunatatire remarcabila pentru punctele de tulburare, de pana la -33°C , cu valori bune in relatie cu proprietatile anti-uzura [Lubrication Properties of Trimethylol Propane Esters Based on Palm Oil and Palm Kernel Oils, Robiah Yunus si colab., European Journal of Lipid Science and Technology, 8 ian 2004, Vol 106, Issue 1, pag.52-60].

Pe baza acidului oleic provenit din uleiurile vegetale, s-au obtinut o serie de esteri complecsi, prin epoxidarea dublei legaturi, deschiderea inelului oxiranic intr-un mediu potrivit, urmat de acetilarea grupelor hidroxilice libere. S-au obtinut lubrifianti cu valori ale punctului de tulburare de pana la -48°C , respectiv o rezistenta imbunatatita la oxidare [Improved of Pour Point and Oxidative Stability of Synthetic Ester Basestocks of Biolubricant Applications, Jumat Salimon,



Nadia Salih, si Emad Yousif, Arabian Journ. of Chemistry, 2012, Vol 5, issue 2, aprilie 2012, pg 193-200].

In acelasi spirit de modificare chimica a uleiurilor vegetale in scopul obtinerii de lubrifianti biodegradabili ,se inscrie si studiul epoxidarii uleiului de rapita. Se stipuleaza ca aceasta modificare nu are efect advers asupra biodegradabilitatii inerente a acestui ulei, respectiv manifesta o stabilitate la oxidare superioara, precum si o promovare a unei reduceri a frictiunii si abilitati mai bune in conditii de presiune extrema [The study of Epoxidized Rapeseed Oil Used as a Potential Biodegradable Lubricant, Xuedong Wu si colab., Journal of the American Oil Chemists' Society, Vol. 77, No 5, Mai 2000, pag 561-563] .

Un brevet American raporteaza sinteza unor esteri obtinuti prin reactionarea trimetilol propanului si monopentaeritritei cu amestecuri de acizi monocarboxlici alifatici. Amestecul de acizi cuprinde atat acizi cu lant drept cu 5 pana la 10 atomi de carbon , dar si isoacizi, cu 6 pana la 10 atomi de carbon in molecula, de preferinta acid iso-nonanoic . Se obtin lubrifianti cu puncte de tulburare de pana la -65°F , respectiv care prezinta o mai redusa tendinta de a forma depozite in cazul folosirii la motoare de tip turbina de gaz. [Dale D. Carr si N. DeGeorge, Synthetic lubricant base stock of monopentaerythritol and trimetilol propane esters, US Pat 4,826,633, 2 Mai, 1989].

Se raporteaza obtinerea de esteri sintetici biodegradabili ramificati cu rol de uleiuri de baza si lubrifianti , prin reactia dintre un alcool ramificat sau linear cu formula generala R(OH)_n unde R este o grupare alifatica sau cicloalifatica care are circa 2 pana la 20 atomi de carbon, iar n este cel putin 2 , cu un amestec de acizi care contin 30 pana la 80% molare acizi liniari, cu un numar de atomi de carbon cuprinsi in intervalul C5 pana la C12, si circa 20 pana la 70 % molare din cel putin un acid ramificat avand un numar de atomi de carbon plasat in intervalul C5 pana la C12, esterii obtinuti avand o capacitate de 60 % biodegradabilitate in 28 zile masurata prin testul Sturm modificat, respectiv un punct de tulburare de mai putin de -25°C . [Biodegradable branched synthetic ester base stocks and lubricants formed therefrom, Carolyn Boggus Duncan si Katherine Meade, US Pat., 5,681,800 din 28 Oct 1997].

Se poate mentiona si realizarea de lubrifianti cu puncte de tulburare imbunatatite prin transesterificarea a unor esteri metilici ai uleiului de palmier cu trimetilol propan, folosind metoxidul de sodiu drept catalizator. Se ating puncte de tulburare de -10 pana la -32°C [Synthesis of palm oil based trimethylol propane Esters with improved Pour Points, Robiah Yunus si colab., Ind. Eng. Chem. Res. 2005, vol 44 (22), pag 8178-8183].



Trebuie remarcat dintru inceput faptul ca factorul structural care confera uleiurilor vegetale carcteristice unice de calitate, este restul oleic nesaturat.

Orice modificare a acestuia determina imbuntatirea unor trasaturi, dar totodata le afecteaza decisiv pe altele, dintre care unele sunt deosebit de valoroase, corelate de proprietatile efective de eficienta a actului de lubrifiere respectiv de biodegradabilitate.

In aceste conditii ne-am propus o cale absolut originala de a folosi restul oleic , practic nemodificat,ca atare , si de a-l introduce in structura unor esteri complecsi nerealizati in literatura.

In baza acestei observatii am conceput o strategie de sinteza , in care ne-am bazat pe folosirea unui principiu fundamental nou si neraportat in literatura, si anume de a realiza produse in care sa creem o **alternare regulata** sau o **distributie succesiva** a grupelor functionale polare (esterice in fapt) cu cele nepolare (de tip lant alchilic, adica de catena hidrocarbonata saturata).

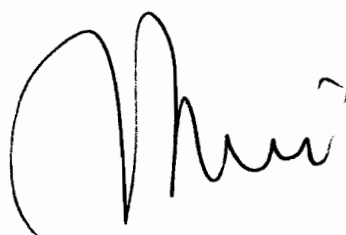
Intr-o reprezentare schematica generala ,de esenta, am avea situatia descrisa de urmatoarea forma grafica:

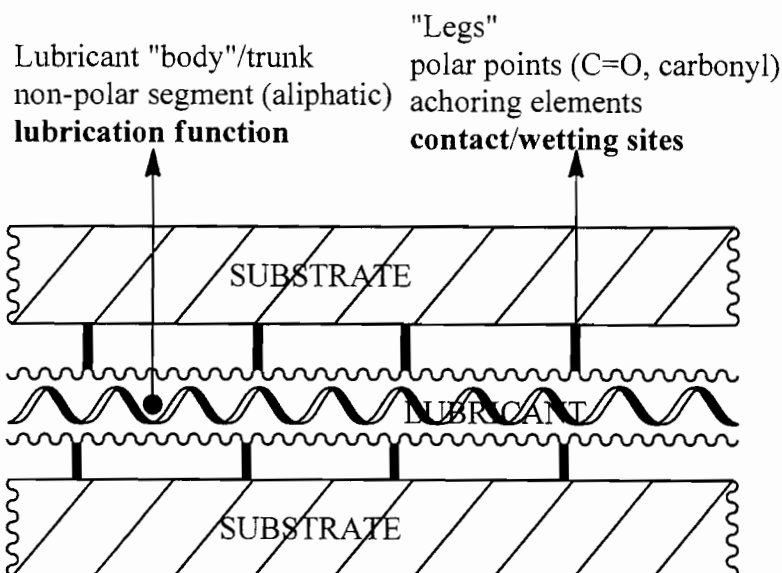


unde : ----- reprezinta functiunea chimica nepolara de tip lant alchilic
O este functiunea chimica polara , in speta gruparea esterica

In acest mod , avand repartizate **uniform alternat** grupele functionale chimice de tip nepolar cu cele de tip polar , sau facand ca aceste functiuni chimice sa fie egal distribuite de-a lungul unei molecule suficient sau satisfacator de lunga , se va putea induce , in cel mai restrictiv caz , trasaturi de lubrifiere valoroase .

Intr-o prezentare mai intuitiva , principiul imaginat s-ar putea vizualiza (in limbaj international)in urmatoarea forma grafica, si care poate a fi definit drept **“conceptul miriapod”**.





The regular alternation or successive distribution principle, "the myriapod" concept

Principiul de **alternare regulata** sau de **distributie succesiva** a functiunilor chimice a reprezentat, asadar, esenta si baza acestui demers , dovedindu-se deplin performant.

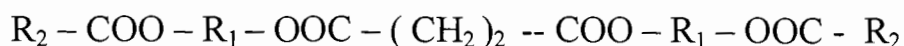
Este cunoscut un studiu similar (RO 125100 B1) care raporteaza realizarea de materiale lubrifiante de tip tetraesteri cu structura complexa , dar care se bazeaza pe un acid cu un numar de 4 atomi de carbon intre grupele esterice, in speta pe acidul adipic, si care, in aceste conditii, nu asigura o repartizare echilibrata a functiunilor polare si nepolare in cadrul moleculei, spre a se putea conferi produsului final trasaturi de lubrifiere satisfacatoare, respectiv nu prevede posibilitatea de folosire a unor catalizatori specifici de esterificare.

In aceste conditii, adica pe baza existentei unei polifunctionalitati in cadrul unei molecule relativ lungi in care sa inducem o alternare regulata a grupelor functionale polare cu cele nepolare , am conceput programul de sinteza a unor esteri complecsi pe baza de acid succinic , cu 2 atomi de carbon intre grupele carboxilice, de glicoli diversi , respectiv pe baza de acid oleic.

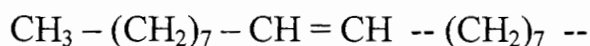
Problema tehnica pe care o rezolva inventia consta in alegerea reactantilor , a proportiilor acestora in cadrul retetei elaborate , in conceperea modului de desfasurare a sintezei in scopul realizarii unor derivati care sa aibe o structura cat mai apropiata de cea teoretica , in stabilirea parametrilor de reactie , precum raportul stoichiometric intre reactanti , etapizarea procesului, cantitatea si tipul de solvent azeotropic ,modul de conducere a reactiei, in regim autocatalitic sau catalitic, in statutarea regimului termic si de timp, respectiv a modului de

prelucrare finala a masei brute de reactie , in scopul asigurarii posibilitatii de obtinere a unor compusi de puritate inalta, cu aciditate remanenta cvasi-nula, si cu structura si caracteristici reproductibile , in clasa unor lubrifianti sintetici esterici biodegradabili, cu structura complexa de tip tetra-esteric, produse care sa manifeste calitati specifice fluidelor tribologice.

Lubrifiantii sintetici esterici biodegradabili tetra-estrici sunt definiti de formula generala



conform inventiei , elimina dezavantajele mentionate prin aceea ca la mijlocul moleculei este plasat un lant alchilic adecvat , cu 2 atomi de carbon, radicalul R_1 este un radical provenit de la trieten glicol, dietilen glicol, (mono) etilen glicol, 1,3 propilen glicol, 1,4 butilen glicol, 1,5 pentameten glicol si 1,6 hexameten glicol , iar R_2 este un radical oleic de forma



care prezinta calitati de fluide tribologice , avand indici de vascozitate, IV , cuprinsi in intervalul 127-195, puncte de inflamabilitate (flash points) plasate in intervalul de 135-208 °C , puncte de curgere/ tulburare (flow/pour points) de la +2 °C pana la -15 °C , cu diametre ale punctelor de uzura pentru uleiul de baza de 0,40 mm , respectiv de 0,40, mm pentru uleiul aditivat .

Procedeul de obtinere a unui lubrifiant sintetic esteric biodegradabil , conform inventiei, consta in reactia acidului succinic, in prima faza , cu 2,01...2,1 moli glicol ales intre trieten glicol, dietilen glicol , (mono) etilen glicol, 1,3 propilen glicol , 1,4 butilen glicol , 1,5 pentameten glicol si 1,6 hexameten glicol, in prezenta de 20...200% fata de masa reactantilor de solvent aromatic, ales intre benzen, toluen sau xilen, in sistem autocatalizat sau catalizat , catalizator ales intre acid para toluen sulfonic, amberlit, titanat, octoat de staniu, cu extragerea apei de reactie pe parcursul a 5...80 ore, functie de sistemul catalitic folosit, urmata de racirea masei de reactie la 50-60 °C si adaugarea, in cadrul celei de a doua faze , a acidului oleic, in raport stoichiometric cu diesterul obtinut in prima faza si terminat in grupe hidroxilice, plus un eventual adaus suplimentar de catalizator, si extragerea apei de reactie pe parcursul a 10...80 ore , functie de sistemul catalitic folosit , indepartarea pe instalatie a solventului pana la o temperatura de blaz de 250-255° C , urmata de devolatilizare in vid , la un vid remanent de 1...15 mm col Hg , si o temperatura de blaz de 250-255° C , tratare cu carbune decolorant si filtrare.

Inventia prezinta urmatoarele avantaje :

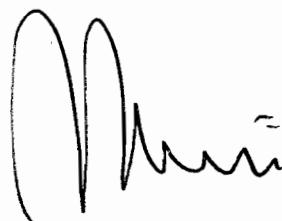
- folosirea acidului succinic permite o mai buna echilibrare a functiilor polare , respectiv nepolare , existand doar 2 grupe CH_2 intre grupele esterice polare , fapt care are un efect de sporire a capacitatii de lubrifiere a derivatului in cauza;
- variarea lungimii glicolului folosit permite sintetizarea de produse cu o modificare graduala a structurii si implicit a masei moleculare , respectiv permite obtinerea de derivati in masura sa prezinte o plaja mult mai larga de valori a indicatorilor specifici fluidelor tribologice , fapt care defineste versatilitatea acestei clase de produse;
- procedeul propus asigura, prin simplitatea desfasurarii acestuia , o posibilitate certa de reproducere a sintezei si se atesta atingerea sigura a structurilor teoretice definite de formula generala , permitand obtinerea de materiale cu aciditate remanenta cvasi-nula;
- materile prime , solventii, catalizatorii, sunt accesibili, aparatura utilizata e simpla iar procedeul propus este economic;
- folosirea acidului oleic permite dobandirea atat a unor calitati sigure si excelente de lubrifiere , cat si inducerea unei capacitati sporite de biodegradabilitate , specifica uleiurilor vegetale,naturale.

Se dau in continuare 7 exemple de realizare a inventiei

Exemplul 1. Intr-un balon cu 2 gaturi de 2000 ml , prevazut cu termometru si cap Dean-Stark de extragere a apei de reactie si de returnare a solventului , cuplat cu un refrigerent ascendent de reflux, se introduc 0,8 moli (94,4 g) acid succinic , 1,653 moli (248 g) trietilen glicol , 200 ml toluen , plus 20 ml toluen in capul extractor, portelan poros pentru asigurarea unei fierberi linistite, 5 g catalizator solid de tip Amberlit, amestecul se aduce la reflux si se procedeaza la extragerea apei de reactie pe parcursul a 5 ore , in cadrul primei faze. Dupa o racire la $50-60^\circ \text{C}$, se adauga 1,63 moli (460 g) acid oleic, plus inca 5 g catalizator solid , Amberlit, si se desfasoara a doua faza , cand amestecul de reactie se aduce la reflux unde se mentine 13 ore , perioada in care se extrage apa de reactie , temperatura din blaz crescand progresiv. In final se indeparteaza toluenul pe instalatie pana la o temeperatura de blaz de 260°C . Masa bruta de reactie se devolatilizeaza in vid pana la o temperatura de blaz de 250°C si un vid remanent de 10 mm col Hg , se decoloreaza la cald cu carbune activ si se filtreaza.

Lubrifiantul sintetic tetra-esteric biodegradabil cu structura complexa astfel obtinut, codificat precum **SUCC-TRI-OL**, este definit de caracteristicile fizico chimice redade in Tabelul 1.

Exemplul 2. Intr-o instalatie similara cu cea descrisa in exemplul 1, se introduc 0,8 moli (94,4 g) acid succinic , 1,6 moli (170 g) dietilen glicol, 200 ml toluen , plus 20 ml toluen in capul extractor , 5 g catalizator solid tip Amberlit, dupa care se procedeaza la desfasurarea fazei intai pe parcursul a circa 6 ore , exact ca in exemplul 1. Dupa racire la $50-60^\circ \text{C}$, se adauga 1,63 moli (460 g) acid oleic , plus



inca 5 g catalizator solid tip Amberlit dupa care se desfasoara faza a doua pe parcursul a 10 de ore, respectiv se executa prelucrarea finala , exact ca in exemplul 1.

Lubrifiantul sintetic tetra-esteric biodegradabil cu structura complexa astfel obtinut, cod **SUCC-DI-OL** , este definit prin parametrii fizico-chimici reprezentativ, redati in Tabelul 1.

Exemplul 3. Intr-o instalatie similara cu cea descrisa in exemplul 1, se introduc 0,8 moli (94,4 g) acid succinic 1,685 moli (104,5 g) (mono) etilen glicol , 200 ml toluen ,portelan poros si 5 g catalizator solid tip Amberlit, plus 20 ml toluen in capul extractor, dupa care se procedeaza la desfasurarea fazei intai pe parcursul a 5 ore , exact ca in exemplul 1.Dupa racire la 50-60° C , se adauga 1,63 moli (460 g) acid oleic , plus inca 5 g catalizator solid tip Amberlit, dupa care se desfasoara faza a doua pe parcursul a 10 ore , respectiv se executa prelucrarea finala , exact ca in exemplul 1.

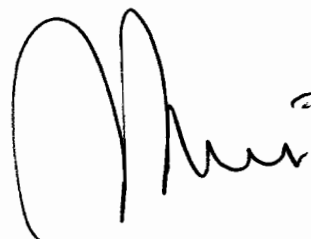
Lubrifiantul sintetic tetra-esteric biodegradabil cu structura complexa astfel obtinut cod **SUCC-MONO-OL** este definit prin parametrii fizico-chimici reprezentativi, redati in Tabelul 1.

Exemplul 4. Intr-o instalatie similara cu cea descrisa in exemplul 1 , se introduc 0,8 moli (94,4 g) acid succinic ,1,65 moli (125 g) 1,3 propilen glicol , 250 ml toluen , 5 g catalizator solid tip Amberlit, portelan poros, plus 20 ml toluen in capul extractor , dupa care se procedeaza la desfasurarea fazei intai pe parcursul a 5 ore, exact ca in exemplul 1 .Dupa racire la 50-60° C , se adauga 1,63 moli (460 g) acid oleic ,inca 5 g catalizator solid tip Amberlit, dupa care se desfasoara faza a doua pe parcursul a 13 ore , respectiv se executa prelucrarea finala ,exact ca in exemplul 1.

Lubrifiantul sintetic tetra-esteric biodegradabil, cu structura complexa astfel obtinut , cod **SUCC-1,3 PROP- OL** , este definit prin parametrii fizico-chimici reprezentativi, redati in Tabelul 1.

Exemplul 5 . Intr-o instalatie similara cu cea descrisa in exemplul 1 , se introduc 0,8 moli (94,4 g) acid succinic , 1,625 moli (146,3 g) 1,4 butilen glicol, 200 ml toluen , 5 g catalizator solid tip Amberlit, portelan poros, plus 20 ml toluen in capul extractor, dupa care se procedeaza la desfasurarea fazei intai pe parcursul a 5 ore , exact ca in exemplul 1. Dupa racire la 50-60° C , se adauga 1,63 moli (460 g) acid oleic ,plus inca 5 g catalizator solid tip Amberlit, dupa care se desfasoara faza a doua pe parcursul a 13 ore , respectiv se executa prelucrarea finala , exact ca in exemplul 1.

Lubrifiantul sintetic tetra-esteric biodegradabil, cu structura complexa astfel obtinut , cod **SUCC-1,4 BUT- OL** ,este definit prin parametrii fizico-chimici reprezentativi , redati in Tabelul 1.



Exemplul 6 . Intr-o instalatie similara cu cea descrisa in exemplul 1 ,se introduc 0,8 moli (94,4g) acid succinic ,1,63 moli (170 g) 1,5 pentameten glicol, 200 ml toluen , 5 g catalizator solid tip AMBERLIT, portelam poros, plus 20 ml toluen in capul extractor , dupa care se procedeaza la desfasurarea fazei intai pe parcursul a 12 ore , exact ca in exemplul 1. Dupa racire la 50-60° C , se adauga 1,63 moli (460 g) acid oleic , inca 5 g catalizator solid tip Amberlit, dupa care se desfasoara faza a doua pe parcursul a 12 ore , respectiv se executa prelucrarea finala , exact ca in exemplul 1.

Lubrifiantul sintetic esteric biodegradabil cu structura complexa astfel obtinut , cod **SUCC-1,5 PENTA-OL** , este definit prin parametrii fizico-chimici reprezentativi ,redati in Tabelul 1.

Exemplul 7 . Intr-o instalatie similara cu cea descrisa in exemplul 1 , se introduc 0,8 moli (94,4 g) acid succinic ,1,644 moli (194 g) 1,6 hexameten glicol, 200 ml toluen ,catalizator solid tip Amberlit, poretelan poros, plus 20 ml toluen in capul extractor ,dupa care se procedeaza la desfasurarea fazei intai pe parcursul a 11 ore exact ca in exemplul 1 .Dupa racire la 50-60° C , se adauga 1,63 moli (460 g) acid oleic ,inca 5 g catalizator solid tip Amberlit, dupa care se desfasoara faza a doua pe parcursul a 12 ore , respectiv se executa prelucrarea finala , exact ca in exemplul 1.

Lubrifiantul sintetic esteric biodegradabil cu structura complexa astfel obtinut , cod **SUCC -1,6 HEXA-OL** , este definit prin parametrii fizico-chimici reprezentativi ,redati in Tabelul 1.

Vascozitatea dinamica s-a determinat cu un vascozimetru rotational tip Rheotest RV (VEB Prufgerate –Werk , Medingen/Dresden, Germania) , dispozitivul S1 , viteza de forfecare in intervalul 1,6....1310 s⁻¹ .

Vascozitatea cinematica s-a determinat conform ASTM D 445 , indicele de vascozitate , IV , conform cu ASTM D 2770 , punctul de curgere, recte tulburare (flow/pour point) conform cu ASTM D 97 , punctul de inflamabilitate (flash point) conform cu ASTM D 92 , iar diametrul petei de uzura s-a determinat pe o masina cu 4 bile tip SETA , in acord cu ASTM 2266/84 , la 25 °C si 1400 rpm.



Tabelul 1. Parametrii fizico-chimici reprezentativi

Nr.	Parametru Cod	Formula moleculara	Masa moleculară	Densi- tatea g/cm ³ 20 °C	Indicele de refracție, n _D ²⁰	Vâscozitatea dinamică, mPa·s 20 °C
1	Succ-TRI-OL	C ₅₂ H ₉₄ O ₁₂	910	0,9963	1,4690	15,0
2	Succ-DI-OL	C ₄₈ H ₈₆ O ₁₀	822	0,9765	1,4700	12,8
3	Succ-MONO-OL	C ₄₄ H ₇₈ O ₈	734	0,9423	1,4660	8,5
4	Succ-1,3 PROP-OL	C ₄₆ H ₈₂ O ₈	762	0,9520	1,4690	9,2
5	Succ-1,4 BUT- OL	C ₄₈ H ₈₆ O ₈	790	0,9495	pastos	301,5
6	Succ- 1,5PENTA-OL	C ₅₀ H ₉₀ O ₈	818	0,9465	1,4682	9,16
7	Succ-1,6HEXA- OL	C ₅₂ H ₉₄ O ₈	846	0,9296	1,4672	8,6

Tabelul 2. Parametri tribologici reprezentativi

Nr.	Parametru Cod	Vâscozitatea cinematică, mm ² /s		Indicele de vâscozitate, IV	Punct de inflamabilitate, °C	Punct de tulburare °C
		40°C	100°C			
1	succ-TRI-OL	57,54	9,16	139	135	-15
2	succ-DI-OL	53,52	8,72	140	140	-3
3	succ-MONO- OL	36,97	6,44	127	152	-2
4	succ-1,3 PROP- OL	45	9,28	195	148	-8
5	succ-1,4 BUT- OL	76,87 la 70 °C	---	---	194	Pastos, solid
6	succ-1,5 PENTA -OL	55,71	7,98	110	200	-3
7	succ-1,6 HEXA- OL	46,09	9,38	193	208	+2

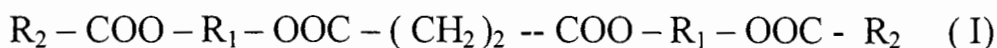
Tabelul 3. Testul pe mașina cu 4 bile

Nr.	Parametru Cod	Diametrul petei de uzură, mm, 40 daN, 60 min, 1500 rot/min		
		Ulei de bază (neaditivat)	Ulei aditivat	
			1,0% ditionofosfat de zinc	1,0 % ditio- carbamat (fara cenusa)
1	succ-TRI- OL	0,5	0,45	0,45
2	succ-DI-OL	0,4	0,4	0,4
3	succ-MONO- OL	0,5	0,45	0,45
4	succ-1,3 PROP- OL	0,5	0,5	0,45
5	succ-1,4 BUT- OL	pastos	—	—
6	succ-1,5 PENTA -OL	0,4	0,4	0,4
7	succ-1,6 HEXA- OL	0,6	0,5	0,45

Nota: Admitand drept etalon (de referinta/comparatie) un ulei de baza mineral format dintr-un amestec 1:1 de SN 150 respectiv SN 200, acesta are uzura 1,28 mm, in aceleasi conditii de testare

Revendicari

1. Lubrifianți sintetici esterici biodegradabili cu structura complexă, de tip tetra-esteri, cu o lungime considerabilă a moleculei, în care se realizează o alternanță regulată respectiv o distribuție succesivă a funcțiunilor chimice polare cu cele nepolare, **caracterizați prin aceea că** sunt definiți de o formulă chimică generală (I) cu următoarea structură :



în care :

R_1 este un radical provenit de la trietilen glicol, dietilen glicol, (mono) etilen glicol, 1,3 propilen glicol, 1,4 butilen glicol, 1,5 pentametilen glicol și 1,6 hexametilen glicol, iar

R_2 este un radical oleic de forma :



care prezintă caracteristicile specifice ale unui fluid tribologic, având indici de vâscozitate, IV, cuprinși în intervalul 110-195, cu puncte de inflamabilitate (flash points) cuprinse în domeniul 135-208 °C, puncte de curgere/tulburare (flow/pour points) de la +2°C la -15°C, cu diametre ale punctului de uzură de la 0,40 mm până la 0,50 mm, raportate la uleiul de bază (neaditivat), respectiv de 0,40-0,45 mm pentru uleiul aditivat.

2. Procedeu de obținere a unui lubrifianț sintetic esteric biodegradabil cu o structură complexă de tip tetra-estic, definit de formula generală (I) conform revendicării 1, **caracterizat prin aceea că** acidul succinic reacționează, în prima fază, cu 2,01...2,1 moli glicol ales între trietilen glicol, dietilen glicol, (mono) etilen glicol, 1,3 propilen glicol, 1,4 butilen glicol, 1,5 pentametilen glicol și 1,6 hexametilen glicol, în prezența de 20...200% față de masa reactanților de solvent aromatic, ales între benzen, toluen și xilen, în sistem autocatalizat sau catalizat, catalizator ales între acid para toluen sulfonic, amberlit, titanat, octoat de staniu, cu extragerea apei de reacție pe parcursul a 5-80 ore, funcție de sistemul catalitic folosit, urmata de răcirea masei de reacție la 50-60°C, adăugarea, în cea de a doua fază, a acidului oleic, în raport stoichiometric cu diesterul obținut în prima fază și terminat în grupe hidroxilice, cu adăugarea eventuală a unei noi cantități de catalizator, extragerea apei de reacție pe parcursul a 10-80 ore, funcție de sistemul catalitic folosit, îndepărtarea pe instalație a solventului, până la o temperatură de blaz de 250-255°C, urmata de devolatilizare în vid, la un vid remanent de de 1-15 mm col Hg, și o temperatură de blaz de 250-255°C, tratare cu carbune decolorant și filtrare.