



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2019 00008**

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

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30/08/2022** BOPI nr. **8/2022**

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

(73) Titular:
• **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

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 128215 B1

(54) **LUBRIFIANT SINTETIC TETRA-ESTERIC SUCCINIC DIRECT,
BIODEGRADABIL ȘI PROCEDEU DE OBȚINERE A
ACESTUIA**

Examinator: ing. **ANCA MARINA**



Orice persoană are dreptul să formuleze în scris și motivat, la OSIM, o cerere de revocare a brevetului de invenție, în termen de 6 luni de la publicarea mențiunii hotărârii de acordare a acesteia

RO 134324 B1

RO 134324 B1

1 Prezenta invenție se referă la un lubrifiant tetra-esteric succinic direct, biodegradabil
și la un procedeu de obținere a acestuia.

3 În momentul de față omenirea se confruntă pe plan mondial cu o problemă majoră
legată, corelată de reciclarea deșeurilor, îndeosebi de tip material plastic care au efect
5 poluator global, fie de infestarea mediului înconjurător cu diferite chimicale greu degradabile.

7 Mediul înconjurător trebuie să fie protejat îndeosebi împotriva poluării cauzate de
lubrifianții bazați pe uleiurile petrolifere.

9 Problema poluării este atât de severă dacă se ia în considerare faptul, că aproximativ
50% din toți lubrifianții vânduți pe plan mondial, sfârșesc prin a se împrăștia în mediul
înconjurător fie prin efectul de volatilitate, scurgeri accidentale, fie prin aplicații cu pierdere
11 totală. Evitarea amenințărilor la adresa mediului înconjurător poate fi realizată atât prin
prevenirea pierderilor accidentale, prin regenerarea respectiv reciclarea uleiurilor minerale,
13 cât și prin folosirea unor lubrifianți prietenoși pentru mediul înconjurător [**Sevim Erhan,
Brajendra Sharma, Zengshe Liu și Atanu Adhvaryu, J. of Agricultural and Food
15 Chemistry, 2008, 11 Sept, 56 (19), 8919-8925**].

17 Esterii reprezintă o familie largă de uleiuri lubrifiante de bază care sunt astfel
concepute încât să asigure dobândirea de proprietăți fizice și de performanță specifice.
Polaritatea intrinsecă îmbunătățește performanța de lubrifiere prin reducerea volatilității,
19 sporirea lubricității, asigurând o operare mult mai curată, și prezentând atribute certe de
biodegradabilitate. Dat fiind faptul că există o plajă extrem de largă de materii prime
21 disponibile, acest lucru face posibilă optimizarea proprietăților și asigurarea unor valori de
performanță superioare. Această clasă mai posedă un avantaj suplimentar și anume acela
23 de a se preta la amestecare cu alte categorii, clase, de lubrifianți, unde proprietățile lor
complementare pot îmbunătăți substanțial balanța de calitate a produsului final. Deși folosirea
25 lubrifianților de tip ester are o vârstă de mai bine de 60 de ani, utilizarea și dezvoltarea lor
se face în continuare în scopul acoperirii domeniului de condiții severe.

27 În acest spirit se poate menționa un studiu care ia în considerare folosirea uleiurilor
vegetale ca bază de plecare; uleiurile vegetale sunt recunoscute a fi ușor biodegradate în
29 natură, fiind astfel candidate promițătoare pentru conceperea pe baza lor de uleiuri de bază
prietenoase cu mediul înconjurător. [**Lubricant Base Stock Potential of Chemically
31 Modified Vegetable Oils, Sevim Erhan și colab., J. of Agric. and Food Chem. 11 Sept.
2008, 56(19), 8919-8925**].

33 Astfel, se stipulează faptul că uleiurile vegetale, esteri în esență, sunt recunoscute
a fi rapid biodegradabile, constituindu-se astfel într-o clasă de candidate potențiale pentru
35 realizarea de fluide de bază în domeniul lubrifianților nepericuloși pentru mediul înconjurător.
În general, se știe că lubrifianții pe bază de uleiuri vegetale prezintă proprietăți tribologice
37 excelente, precum indicii de vâscozitate înalți, respectiv valori înalte pentru punctele de
aprindere (flash points). Însă, pentru a putea să concureze cu uleiurile minerale, câteva din
39 dezavantajele lor inerente, precum ar fi slaba rezistență la oxidare, respectiv stabilitatea
redușă la temperaturile joase, trebuie să fie corectate. O cale prin care aceste deficiențe pot
41 fi eliminate este modificarea chimică a acestor uleiuri vegetale la locurile de nesaturare.
Autorii arată că după o modificare chimică într-o singură fază, prin realizarea de derivați
43 diesterici la locurile incriminate, se pot obține lubrifianți valabili a fi utilizați în aplicații
industriale. În cazul uleiurilor de soia modificate în acest mod, s-au obținut materiale cu o
45 stabilitate termo-oxidativă îmbunătățită, proprietăți superioare de curgere la temperaturi
joase, respectiv fluidele în cauză au arătat proprietăți superioare antiuzură.

RO 134324 B1

În același spirit, adică de obținere de produse biodegradabile, se raportează realizarea de esteri pe bază de trimetilol propan și uleiuri de palmier. S-au obținut valori înalte pentru indicii de vâscozitate, cuprinse în intervalul 170-200, o îmbunătățire remarcabilă pentru punctele de tulburare, de până la -33°C, cu valori bune în relație cu proprietățile anti-uzură [**Lubrication Properties of Trimethylol Propane Esters Based on Palm Oil and Palm Kernel Oils**, Robiah Yunus și 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 obținut o serie de esteri complecși, prin epoxidarea dublei legături, deschiderea inelului oxiranic într-un mediu potrivit, urmat de acetilarea grupelor hidroxilice libere. S-au obținut lubrifianți cu valori ale punctului de tulburare de până la -48°C, respectiv o rezistență îmbunătățită la oxidare [**Improved of Pour Point and Oxidative Stability of Synthetic Ester Basestocks of Biolubricant Applications**, Jumat Salimon, Nadia Salih, și Emad Yousif, **Arabian Journ. of Chemistry**, 2012, Vol. 5, issue 2, aprilie 2012, pag. 193-200].

În același spirit de modificare chimică a uleiurilor vegetale în scopul obținerii de lubrifianți biodegradabili, se înscrie și studiul epoxidării uleiului de rapiță. Se stipulează că această modificare nu are efect advers asupra biodegradabilității inerente a acestui ulei, respectiv manifestă o stabilitate la oxidare superioară, precum și o promovare a unei reduceri a fricțiunii și abilitați mai bune în condiții de presiune extremă [**The study of Epoxidized Rapeseed Oil Used as a Potential Biodegradable Lubricant**, Xuedong Wu și colab., **Journal of the American Oil Chemists' Society**, Vol. 77, No 5, Mai 2000, pag 561-563].

Un brevet American raportează sinteza unor esteri obținuți prin reacționarea trimetilol propanului și monopentaeritritei cu amestecuri de acizi monocarboxilici alifatici. Amestecul de acizi cuprinde atât acizi cu lanț drept cu 5 până la 10 atomi de carbon, dar și isoacizi, cu 6 până la 10 atomi de carbon în moleculă, de preferință acid iso-nonanoic. Se obțin lubrifianți cu puncte de tulburare de până la -65°F, respectiv care prezintă o mai redusă tendință de a forma depozite în cazul folosirii la motoare de tip turbină de gaz. [**Dale D. Carr și N. DeGeorge, Synthetic lubricant base stock of monopentaerythritol and trimetilol propane esters, US 48266332 Mai, 1989**].

Se raportează obținerea de esteri sintetici biodegradabili ramificați cu rol de uleiuri de bază și lubrifianți, prin reacția dintre un alcool ramificat sau linear cu formula generală R(OH)_n unde R este o grupare alifatică sau cicloalifatică care are circa 2 până la 20 atomi de carbon, iar n este cel puțin 2, cu un amestec de acizi care conțin 30 până la 80% molar acizi liniari, cu un număr de atomi de carbon cuprinși în intervalul C5 până la C12, și circa 20 până la 70% molar din cel puțin un acid ramificat având un număr de atomi de carbon plasat în intervalul C5 până la C12, esterii obținuți având o capacitate de 60% biodegradabilitate în 28 zile măsurată prin testul Sturm modificat, respectiv un punct de tulburare de mai puțin de -25°C. [**Biodegradable branched synthetic ester base stocks and lubricants formed therefrom**, Carolyn Boggus Duncan și Katherine Meade, **US Pat., 5681800 din 28 Oct 1997**].

Se poate menționa și realizarea de lubrifianți cu puncte de tulburare îmbunătățite 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°C până la -32°C [**Synthesis of palm oil based trimethylol propane Esters with improved Pour Points**, Robiah Yunus și colab., **Ind. Eng. Chem. Res.** 2005, vol. 44 (22), pag 8178-8183].

Trebuie remarcat dintru-început faptul că factorul structural care conferă uleiurilor vegetale caracteristici unice de calitate, este restul oleic nesaturat.

RO 134324 B1

1 Orice modificare a acestuia determină îmbunătățirea unor trăsături, dar totodată le
afectează decisiv pe altele, dintre care unele sunt deosebit de valoroase, corelate de
3 proprietățile efective de eficiența actului de lubrifiere respectiv de biodegradabilitate.

În aceste condiții ne-am propus o cale absolut originală de a folosi restul oleic, practic
5 nemodificat, ca atare, și de a-l introduce în structura unor esteri complecși nerealizați în
literatură.

7 În baza acestei observații am conceput o strategie de sinteză, în care ne-am bazat
pe folosirea unui principiu fundamental nou și neraportat în literatură, și anume de a realiza
9 produse în care să creem o alternare regulată sau o distribuție succesivă a grupelor
funcționale polare (esterice în fapt) cu cele nepolare (de tip lanț alchilic, adică de catenă
11 hidrocarbonată saturată).

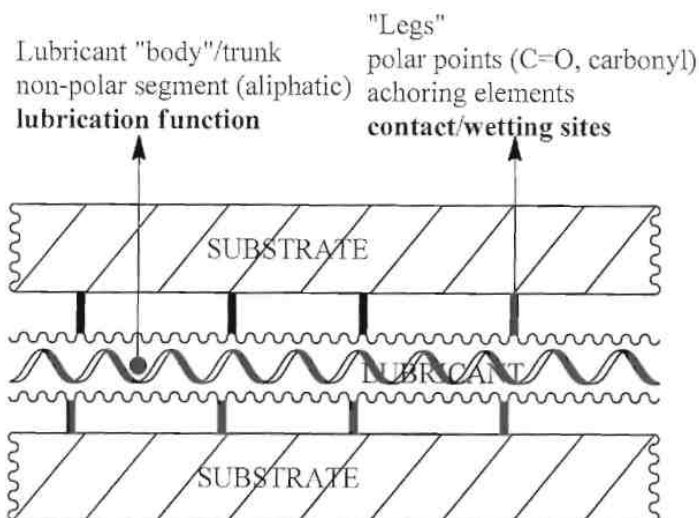
Într-o reprezentare schematică generală, de esență, am avea situația descrisă de
13 următoarea formă grafică:



15 unde: ----- reprezintă funcțiunea chimică nepolară de tip lanț alchilic, O este funcțiunea
chimică polară, în speță gruparea esterică.

17 În acest mod, având repartizate uniform alternat grupele funcționale chimice de tip
nepolar cu cele de tip polar, sau făcând ca aceste funcțiuni chimice să fie egal distribuite de-
19 a lungul unei molecule suficient sau satisfăcător de lungă, se va putea induce, în cel mai
restrictiv caz, trăsături de lubrifiere valoroase.

21 Într-o prezentare mai intuitivă, principiul imaginat s-ar putea vizualiza (în limbaj inter-
național) în următoarea formă grafică, și care poate a fi definit drept "conceptul miriapod".



37

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

41 Principiul de alternare regulată sau de distribuție succesivă a funcțiilor chimice a
reprezentat, așadar, esența și baza acestui demers, dovedindu-se deplin performant.

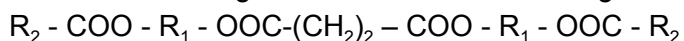
43 Este cunoscut un studiu similar (**RO 125100 B1**) care raportează realizarea de
materiale lubrifiante de tip tetraesteri cu structură complexă, dar care se bazează pe un acid
45 cu un număr de 4 atomi de carbon între grupele esterice, în speță pe acidul adipic, și care,
în aceste condiții, nu asigură o repartizare echilibrată a funcțiilor polare și nepolare în
47 cadrul moleculei, spre a se putea conferi produsului final trăsături de lubrifiere satisfăcătoare,
respectiv nu prevede posibilitatea de folosire a unor catalizatori specifici de esterificare.

RO 134324 B1

În aceste condiții, adică pe baza existenței unei polifuncționalități în cadrul unei molecule relativ lungi în care să inducem o alternare regulată a grupelor funcționale polare cu cele nepolare, am conceput programul de sinteză a unor esteri complecși pe bază de acid succinic, cu 2 atomi de carbon între grupele carboxilice, de glicoli diverși, respectiv pe bază de acid oleic.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în alegerea reactanților, a proporțiilor acestora în cadrul rețetei elaborate, în conceperea modului de desfășurare a sintezei în scopul realizării unor derivați care să aibe o structură cât mai apropiată de cea teoretică, în stabilirea parametrilor de reacție, precum raportul stoichiometric între reactanți, etapizarea procesului, cantitatea și tipul de solvent azeotropic, modul de conducere a reacției, în regim autocatalitic sau catalitic, în statutareea regimului termic și de timp, respectiv a modului de prelucrare finală a masei brute de reacție, în scopul asigurării posibilității de obținere a unor compuși de puritate înaltă, cu aciditate remanentă cvasi-nulă, și cu structură și caracteristici reproductibile, în clasa unor lubrifianți sintetici esterici biodegradabili, cu structură complexă de tip tetra-estic, produse care să manifeste calități specifice fluidelor tribologice.

Lubrifiantul sintetic esteric biodegradabil, definit de formula generală:



conform invenției, elimină dezavantajele menționate prin aceea că 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, cu indice de vâscozitate, IV, de 110...195, cu punct de inflamabilitate de 135...208°C, punct de curgere/tulburare de +2°C...-15°C, diametrul punctului de uzură de 0,40...0,50 mm, raportat la uleiul de bază, respectiv de 0,40...0,45 mm pentru uleiul aditivat.

Procedeeul de obținere a unui lubrifiant sintetic esteric biodegradabil, conform invenției, constă în faptul 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 prezență de 20...200% față de masa reactanților de solvent aromatic, ales între benzen, toluen și xilen, în sistem autocatalizat sau catalizat, cu catalizator ales între acid para toluen sulfonic, amberlit, titanat, octoat de staniu, cu extragerea apei de reacție pe parcursul a 5...80 h, funcție de sistemul catalitic folosit, urmată 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 h, funcție de sistemul catalitic folosit, îndepărtarea pe instalație a solventului, până la o temperatură de blaz de 250...255°C, urmată 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 cărbune decolorant și filtrare.

Invenția prezintă următoarele avantaje:

- folosirea acidului succinic permite o mai bună echilibrare a funcțiilor polare, respectiv nepolare, existând doar 2 grupe CH_2 între grupele esterice polare, fapt care are un efect de sporire a capacității de lubrifiere a derivatului în cauză;

- varierea lungimii glicolului folosit permite sintetizarea de produse cu o modificare graduală a structurii și implicit a masei moleculare, respectiv permite obținerea de derivați în măsură să prezinte o plajă mult mai largă de valori a indicatorilor specifici fluidelor tribologice, fapt care definește versatilitatea acestei clase de produse;

RO 134324 B1

1 - procedeul propus asigură, prin simplitatea desfășurării acestuia, o posibilitate certă
de reproducere a sintezei și se atestă atingerea sigură a structurilor teoretice definite de
3 formula generală, permițând obținerea de materiale cu aciditate remanentă cvasi-nulă;

5 - materiile prime, solvenții, catalizatorii, sunt accesibili, aparatura utilizată e simplă
iar procedeul propus este economic;

7 - folosirea acidului oleic permite dobândirea atât a unor calități sigure și excelente de
lubrifiere, cât și inducerea unei capacități sporite de biodegradabilitate, specifică uleiurilor
vegetale naturale.

9 Se dau în continuare 7 exemple de realizare a invenției.

Exemplul 1

11 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
13 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 în capul extractor, porțelan poros pentru asigurarea unei fierberi
15 liniștite, 5 g catalizator solid de tip Amberlit, amestecul se aduce la reflux și se procedează
la extragerea apei de reacție pe parcursul a 5 h, în cadrul primei faze. După o răcire la
17 50-60°C, se adaugă 1,63 moli (460 g) acid oleic, plus încă 5 g catalizator solid, Amberlit, și
se desfășoară a doua fază, când amestecul de reacție se aduce la reflux unde se menține
19 13 h, perioada în care se extrage apa de reacție, temperatura din blaz crescând progresiv.
În final se îndepărtează toluenul pe instalație până la o temperatură de blaz de 260°C.
21 Masa brută de reacție se devolatilizează în vid până la o temperatură de blaz de 250°C și
un vid remanent de 10 mm col Hg, se decolorează la cald cu cărbune activ și se filtrează.
23 Lubrifiantul sintetic tetra-esteric biodegradabil cu structura complexă astfel obținut, codificat
precum SUCC-TRI-OL, este definit de caracteristicile fizico-chimice redate în tabelul 1.

Exemplul 2

25 Într-o instalație similară cu cea descrisă în exemplul 1, se introduc 0,8 moli 94,4 g)
27 acid succinic, 1,6 moli (170 g) dietilen glicol, 200 ml toluen, plus 20 ml toluen în capul
extractor, 5 g catalizator solid tip Amberlit, după care se procedează la desfășurarea fazei
29 întâi pe parcursul a circa 6 h, exact ca în exemplul 1. După răcire la 50-60°C, se adaugă
1,63 moli (460 g) acid oleic, plus încă 5 g catalizator solid tip Amberlit după care se
31 desfășoară faza a doua pe parcursul a 10 h, respectiv se execută prelucrarea finală, exact
ca în exemplul 1.

33 Lubrifiantul sintetic tetra-esteric biodegradabil cu structura complexă astfel obținut,
cod SUCC-DI-OL, este definit prin parametrii fizico-chimici reprezentativ, redați în tabelul 1.

Exemplul 3

35 Într-o instalație similară cu cea descrisă în exemplul 1, se introduc 0,8 moli (94,4 g)
37 acid succinic 1,685 moli (104,5 g) (mono) etilen glicol, 200 ml toluen, porțelan poros și 5 g
catalizator solid tip Amberlit, plus 20 ml toluen în capul extractor, după care se procedează
39 la desfășurarea fazei întâi pe parcursul a 5 h, exact ca în exemplul 1. După răcire la 50-60°C,
se adaugă 1,63 moli (460 g) acid oleic, plus încă 5 g catalizator solid tip Amberlit, după care
41 se desfășoară faza a doua pe parcursul a 10 h, respectiv se execută prelucrarea finală, exact
ca în exemplul 1.

43 Lubrifiantul sintetic tetra-esteric biodegradabil cu structura complexă astfel obținut
cod SUCC-MONO-OL este definit prin parametrii fizico-chimici reprezentativi, redați în
45 tabelul 1.

RO 134324 B1

| | |
|--|----------------|
| Exemplul 4 | 1 |
| Într-o instalație similară cu cea descrisă în 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, porțelan poros, plus 20 ml toluen în capul extractor, după care se procedează la desfășurarea fazei întâi pe parcursul a 5 h, exact ca în exemplul 1. După răcire la 50-60°C, se adaugă 1,63 moli (460 g) acid oleic, încă 5 g catalizator solid tip Amberlit, după care se desfășoară faza a doua pe parcursul a 13 h, respectiv se execută prelucrarea finală, exact ca în exemplul 1. | 3 5 7 |
| Lubrifiantul sintetic tetra-esteric biodegradabil, cu structura complexă astfel obținut, cod SUCC-1,3 PROP-OL, este definit prin parametrii fizico-chimici reprezentativi, redați în tabelul 1. | 9 11 |
| Exemplul 5 | 13 |
| Într-o instalație similară cu cea descrisă în 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, porțelan poros, plus 20 ml toluen în capul extractor, după care se procedează la desfășurarea fazei întâi pe parcursul a 5 h, exact ca în exemplul 1. După răcire la 50-60°C, se adaugă 1,63 moli (460 g) acid oleic, plus încă 5 g catalizator solid tip Amberlit, după care se desfășoară faza a doua pe parcursul a 13 h, respectiv se execută prelucrarea finală, exact ca în exemplul 1. | 15 17 19 |
| Lubrifiantul sintetic tetra-esteric biodegradabil, cu structura complexă astfel obținut, cod SUCC-1,4 BUT-OL, este definit prin parametrii fizico-chimici reprezentativi, redați în tabelul 1. | 21 |
| Exemplul 6 | 23 |
| Într-o instalație similară cu cea descrisă în exemplul 1, se introduc 0,8 moli (94,4 g) 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 în capul extractor, după care se procedează la desfășurarea fazei întâi pe parcursul a 12 h, exact ca în exemplul 1. După răcire la 50-60°C, se adaugă 1,63 moli (460 g) acid oleic, încă 5 g catalizator solid tip Amberlit, după care se desfășoară faza a doua pe parcursul a 12 h, respectiv se execută prelucrarea finală, exact ca în exemplul 1. | 25 27 29 |
| Lubrifiantul sintetic esteric biodegradabil cu structura complexă astfel obținut, cod SUCC-1,5 PENTA-OL, este definit prin parametrii fizico-chimici reprezentativi, redați în tabelul 1. | 31 33 |
| Exemplul 7 | 35 |
| Într-o instalație similară cu cea descrisă în 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, porețelan poros, plus 20 ml toluen în capul extractor, după care se procedează la desfășurarea fazei întâi pe parcursul a 11 h exact ca în exemplul 1. După răcire la 50-60°C, se adaugă 1,63 moli (460 g) acid oleic, încă 5 g catalizator solid tip Amberlit, după care se desfășoară faza a doua pe parcursul a 12 h, respectiv se execută prelucrarea finală, exact ca în exemplul 1. | 37 39 41 |
| Lubrifiantul sintetic esteric biodegradabil cu structura complexă astfel obținut, cod SUCC-1,6 HEXA-OL, este definit prin parametrii fizico-chimici reprezentativi, redați în tabelul 1. | 43 |
| Vâscozitatea dinamică s-a determinat cu un vâscozimetru rotațional tip Rheotest RV (VEB Prufgerate-Werk, Medingen/Dresden, Germania), dispozitivul și, viteza de forfecare în intervalul 1,6...1310 s ⁻¹ . | 45 47 |

RO 134324 B1

Vâscozitatea cinematică s-a determinat conform ASTM D 445, indicele de vâscozitate, 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 uzură s-a determinat pe o mașină cu 4 bile tip SETA, în acord cu ASTM 2266/84, la 25°C și 1400 rpm, rezultatele determinărilor fiind prezentate în tabelele 2 și 3.

Parametrii fizico-chimici reprezentativi

Tabelul 1

| Nr. | Parametru Cod | Formula moleculară | Masa moleculară | Densitate a g/cm ³ 20°C | Indicele de refracție, n_D^{20} | Vâscozitat ea 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 | păstos | 301,5 |
| 6 | Succ-1,5 PENTA-OL | C ₅₀ H ₉₀ O ₈ | 818 | 0,9465 | 1,4682 | 9,16 |
| 7 | Succ-1,6 HEXA-OL | C ₅₂ H ₉₄ O ₈ | 846 | 0,9296 | 1,4672 | 8,6 |

Parametri tribologici reprezentativi

Tabelul 2

| 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 | Păstos 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 |

RO 134324 B1

Testul pe mașina cu 4 bile

Tabelul 3

| Nr. | Parametru Cod | Diametrul petei de uzură, mm, 40 daN, 60 min, 1500 rot/min | | |
|-----|-----------------------|--|---------------------------------|--|
| | | Ulei de bază (neaditivat) | Ulei aditivat | |
| | | | 1,0% ditiolfosfat de zinc | 1,0% ditio- carbamat (fără cenușă) |
| 1 | Succ-TRI- OL | 0,5 | 0,45 | 0,45 |
| 2 | Suu-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 | păstos | - | - |
| 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 referința/comparație) un ulei de bază mineral format dintr-un amestec 1:1 de SN 150 respectiv SN 200, acesta are uzură 1,28 mm, în aceleași condiții de testare.

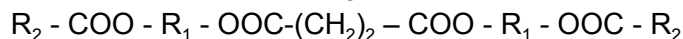
RO 134324 B1

Revendicări

1

3

1. Lubrifiant sintetic esteric biodegradabil, definit de formula generală:



5

caracterizat prin aceea că, 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:

7



9

care prezintă caracteristicile specifice ale unui fluid tribologic, cu indice de vâscozitate, IV, de 110...195, cu punct de inflamabilitate de 135...208°C, punct de curgere/tulburare de +2°C...-15°C, diametrul punctului de uzură de 0,40...0,50 mm, raportat la uleiul de bază, respectiv de 0,40...0,45 mm pentru uleiul aditivat.

11

13

2. Procedeu de obținere a unui lubrifiant sintetic esteric biodegradabil, definit în revendicarea 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 prezență de 20...200% față de masa reactanților de solvent aromatic, ales între benzen, toluen și xilen, în sistem autocatalizat sau catalizat, cu catalizator ales între acid para toluen sulfonic, amberlit, titanat, octoat de staniu, cu extragerea apei de reacție pe parcursul a 5...80 h, funcție de sistemul catalitic folosit, urmată 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 h, funcție de sistemul catalitic folosit, îndepărtarea pe instalație a solventului, până la o temperatură de blaz de 250...255°C, urmată 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 cărbune decolorant și filtrare.

15

17

19

21

23

25



Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM
Tipărit la Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci
sub comanda nr. 393/2022