



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(19) **RU** (11) **2 518 082**<sup>(13)</sup> **C2**

(51) МПК  
C10M 107/10 (2006.01)  
C10M 143/08 (2006.01)  
C10G 50/02 (2006.01)  
C10N 30/02 (2006.01)  
C10N 20/04 (2006.01)  
C10N 20/02 (2006.01)

## (12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2010126538/04, 26.11.2008

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
26.11.2008

Приоритет(ы):

(30) Конвенционный приоритет:  
29.11.2007 US 61/004,741;  
20.12.2007 US 61/008,378

(43) Дата публикации заявки: 10.01.2012 Бюл. № 1

(45) Опубликовано: 10.06.2014 Бюл. № 16

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: US 4172855 A 30.10.1979. US 5498815 A 12.03.1996. US 6824671 B2 30.11.2004. US 5087788 A 11.02.1992. EP 0406536 A 09.01.1991. RU 2309930 C2 10.11.2007. RU 2287552 C2 20.11.2006. SU 357734 A3 31.10.1972. .

(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на национальной фазе: 29.06.2010

(86) Заявка РСТ:  
US 2008/013157 (26.11.2008)

(87) Публикация заявки РСТ:  
WO 2009/073135 (11.06.2009)

Адрес для переписки:

119019, Москва, Гоголевский бульвар, 11,  
"Гоулингз Интернэшнл Инк.", Ю.В.Дементьевой

(72) Автор(ы):

**БАГХЕРИ Вахид (US),**  
**МУР Лайонел Д. (US),**  
**ДИДЖАЧАНТО Петер М. (US),**  
**САНЧЕЗРИВАС Мишель (BE)**

(73) Патентообладатель(и):

**ИНЕОС ЮЭсЭй ЭлЭлСи (US)**

## (54) МАСЛО НИЗКОЙ ВЯЗКОСТИ ИЗ ОЛИГОМЕРОВ, СПОСОБ ЕГО ПОЛУЧЕНИЯ И СОДЕРЖАЩАЯ ЕГО КОМПОЗИЦИЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к способу селективного получения смазки. Смазка имеет вязкость 4,0 сСт при 100°C, летучесть с потерей массы по Noack менее 15%, индекс вязкости более 120, температуру застывания ниже -50°C и вязкость при -40°C менее 3000 сСт. Способ включает: (а) реакцию первого альфа-олефина, исключая 1-децен, используемого для образования винилиденового олефина, выбранного из группы, состоящей из линейных

1-олефинов C<sub>4-20</sub> и их комбинаций, в присутствии первого катализатора, включающего алкилалюминиевый катализатор, металлоценовый катализатор, катализатор на основе позднего переходного металла с объемными лигандами и их комбинаций с образованием винилиденового олефина; (b) удаление непрореагировавшего указанного первого олефина, причем указанный винилиденовый олефин имеет содержание винилидена по меньшей мере 70%; (c)

взаимодействие указанного винилиденового олефина со вторым альфа-олефином, исключая 1-децен, выбранным из группы, состоящей из линейных 1-олефинов C<sub>4-20</sub> и их комбинаций, в присутствии катализатора BF<sub>3</sub> и системы промотора, включающей смесь по меньшей мере одного апротонного промотора с по меньшей мере одним протонным промотором; (d) удаление остаточных непрореагировавших мономеров и

удаление непрореагировавших летучих жидкостей; (e) гидрирование кубового продукта с образованием смазки; (h) выделение указанной смазки. При этом смазку получают без образования других дополнительных продуктов, которые тяжелее 4,0 сСт при 100°C. Технический результат - селективное получение смазки с низкой вязкостью. 17 з.п. ф-лы, 4 ил., 19 табл., 9 пр.

R U 2 5 1 8 0 8 2 C 2

R U 2 5 1 8 0 8 2 C 2



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.  
*C10M 107/10* (2006.01)  
*C10M 143/08* (2006.01)  
*C10G 50/02* (2006.01)  
*C10N 30/02* (2006.01)  
*C10N 20/04* (2006.01)  
*C10N 20/02* (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(21)(22) Application: **2010126538/04, 26.11.2008**(24) Effective date for property rights:  
**26.11.2008**

Priority:

(30) Convention priority:  
**29.11.2007 US 61/004,741;**  
**20.12.2007 US 61/008,378**(43) Application published: **10.01.2012 Bull. № 1**(45) Date of publication: **10.06.2014 Bull. № 16**(85) Commencement of national phase: **29.06.2010**(86) PCT application:  
**US 2008/013157 (26.11.2008)**(87) PCT publication:  
**WO 2009/073135 (11.06.2009)**

Mail address:

**119019, Moskva, Gogolevskij bul'var, 11, "Goulingz  
Internehshnl Ink.", Ju.V.Dement'evoj**

(72) Inventor(s):

**BAGKHERI Vakhid (US),  
MUR Lajonel D. (US),  
DIDZhACHANTO Peter M. (US),  
SANCHEZRIVAS Mishel' (BE)**

(73) Proprietor(s):

**INEOS JuEhsEhj EhlEhlSi (US)**(54) **LOW-VISCOSITY OIL FROM OLIGOMERS, METHOD OF OBTAINING THEREOF AND THEREOF-CONTAINING COMPOSITION**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: invention relates to method of selective lubricant manufacturing. Lubricant has viscosity 4.0 cSt at 100°C, volatility with weight loss by Noack less than 15%, viscosity index higher than 120, temperature of congelation lower than -50°C and viscosity at -40°C less than 3000 cSt. Method includes (a) reaction of the first alpha-olefin, excluding 1-decene, used for formation of vinylidene olefin, selected from the group consisting of linear 1-olefins C<sub>4-20</sub> and their combinations, in presence of the first catalyst, which includes alkylaluminium catalyst, metallocene catalyst, catalyst based on late transition metal with bulky ligands and their combinations with formation of vinylidene olefin; (b) removal of said first olefin that did not react, with said vinylidene olefin having content of vinylidene at

least 79%; (c) reaction of said vinylidene olefin with the second alpha-olefin, excluding 1-decene, selected from the group, consisting of linear 1-olefins C<sub>4-20</sub> and their combinations, in presence of catalyst BF<sub>3</sub> and promoter system, including mixture of at least one aprotic promoter with at least one protic promoter; (d) removal of residual monomers that did not react and removal of volatile liquids that did not react; (e) hydration of the bottom product with formation of lubricant; (h) separation of said lubricant. Lubricant is obtained without formation of other additional products, which are heavier than 4.0 cSt at 100°C.

EFFECT: selective manufacture of low-viscosity lubricant.

18 cl, 4 dwg, 19 tbl, 9 ex

## ОБЛАСТЬ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Олигомеры альфа-олефинов (известные также как линейные альфа-олефины или винильные олефины) и их использование в препаратах синтетических и полусинтетических смазок давно известны в технике.

5 Традиционно олигомеры альфа-олефинов, которые применяют в качестве синтетических базовых жидкостей, получают главным образом из линейных терминальных олефинов с 8-14 атомами углерода, таких как 1-октен, 1-децен, 1-додецен, 1-тетрадецен и их смеси. Одним из наиболее широко используемых альфа-олефинов является 1-децен, который можно использовать сам по себе или в смеси с другими  
10 альфа-олефинами. При использовании линейных альфа-олефинов олигомеры представляют собой смеси, которые включают различные количества димерных, гримерных, тетрамерных, пентамерных и высших олигомеров. Для удобства применения олигомеры обычно гидрируют с целью повышения их устойчивости к нагреванию и окислению, и затем их нужно фракционировать. Известно, что гидрированные и  
15 фракционированные олигомерные продукты обладают отличными свойствами, длительным сроком службы, низкой летучестью, низкой температурой застывания и высоким индексом вязкости.

Поэтому они являются основным базовым сырьем для изготовления различных смазочных материалов.

## 20 ПРЕДПОСЫЛКИ СОЗДАНИЯ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Для получения композиций поли(альфа-олефинов) (РАО) существует множество традиционных способов. Однако эти способы не эффективны, и имеется потребность в более эффективных способах получения поли(альфа-олефинов). Кроме того, остается  
25 потребность в поли(альфа-олефинах) (РАО) с улучшенными свойствами.

В традиционном способе на основе поли(альфа-олефинов) можно установить кинематическую вязкость продукта либо путем удаления, либо добавления высших или низших олигомеров с образованием композиции нужной вязкости для конкретного применения. Применимыми являются вязкости в интервале 2-100 сСт, 2-10 сСт и 4 сСт при 100°C.

30 Особенно велико разнообразие базового сырья для синтетических смазок с кинематической вязкостью 4 сСт при 100°C в том случае, когда этот параметр сочетается с низкой летучестью по Noack, низкой температурой застывания, заданной вязкостью при низкой температуре и высоким индексом вязкости. РАО с вязкостью 4 сСт, получаемый олигомеризацией децена, обладает хорошим балансом свойств. К  
35 сожалению, вещество с вязкостью 4 сСт (в основном тример децена или С30) приходится отгонять от смеси сложных олигомеров и обычно дополнять более тяжелым компонентом.

Ввиду ограниченности источника децена желательно получать композиции с вязкостью 4 сСт с такими же или лучшими свойствами, как у масел на основе децена,  
40 из другого сырья, отличного от децена. Также желательно получать указанные композиции с вязкостью 4 сСт селективно без других сопутствующих продуктов.

Настоящее изобретение относится к композиции поли(альфа-олефина) (РАО) с низкой вязкостью, обладающей низкой летучестью по Noack, низкой температурой застывания, низкотемпературной вязкостью по данному изобретению, высоким индексом вязкости  
45 и слабой тенденцией к образованию шламов, и более конкретно относится к композиции РАО с кинематической вязкостью при 100°C в интервале примерно 4 сСт. Данное изобретение также предлагает усовершенствованный способ селективного получения указанной композиции без образования других, более тяжелых сопутствующих

продуктов. Кроме того, данное изобретение также относится к усовершенствованному способу селективного получения указанной композиции без образования других, более тяжелых сопутствующих продуктов с очень высоким содержанием димера при минимальных количествах тримера и более тяжелых олигомеров, при использовании катализатора  $\text{VF}_3$  вместе с системой промоторов, включающей по меньшей мере сложный эфир и, как вариант, состоящей из системы спирта и сложного эфира, по реакции по меньшей мере одного альфа-олефина по меньшей мере с одним винилиденовым олефином (разветвленный альфа-олефин с алкильным заместителем при втором атоме углерода).

#### КРАТКОЕ ОПИСАНИЕ ФИГУР

Фиг.1 схематически показывает способ получения смазки по настоящему изобретению.

Фиг.2 схематически показывает зависимость температуры застывания от состава по настоящему изобретению.

Фиг.3 схематически показывает вязкость по Брукфилду по настоящему изобретению.

Фиг.4 схематически показывает третичные атомы углерода по настоящему изобретению, определенные методом спин-эхо  $^{13}\text{C}$  ЯМР.

#### УРОВЕНЬ ТЕХНИКИ

Олигомеры альфа-олефинов (РАС) и их использование в качестве синтетических смазок хорошо известны. Следующие патенты иллюстрируют только некоторые способы получения олигомеров РАО. См., например, патенты США: 3682823; 3763244; 3769363; 3780123; 3798284; 3884988; 3097924; 3997621; 4045507 и 4045508.

Во многих случаях применения предпочтительно, чтобы олигомер обладал низкой вязкостью, например ниже примерно 5 сСт и ниже примерно 4 сСт при  $100^\circ\text{C}$ . Эти жидкости с низкой вязкостью особенно применимы в энергосберегающих технологиях, таких как смазывающие масла для двигателей, для минимизации трения и увеличения экономии топлива. При использовании их в чистом виде или в смесях с минеральным маслом они образуют смазочные масла, например, с такой вязкостью, которую квалифицируют как масла для картеров SAE OW30 или SAE 5W30.

В прошлом олигомеры с нужными свойствами получали олигомеризацией 1-децена в присутствии катализатора Фриделя-Крафтса типа  $\text{VF}_3$  с промотором, таким как спирт. Однако количество 1-децена ограничено, т.к. его получают вместе с широким набором других альфа-олефинов. Поэтому для получения олигомеров с практически такими же вязкостными свойствами выгоднее проявить гибкость в поиске синтетического базового сырья, используя более широкий набор альфа-олефинов.

Кроме того, проблема, связанная с получением масел на основе олигомеров типа 1-децена или других альфа-олефинов, заключается в том, что смесь олигомерных продуктов обычно надо фракционировать на отдельные фракции для получения масел с заданной вязкостью (например, 2, 4, 6 или 8 сСт при  $100^\circ\text{C}$ ). Промышленность предлагает смесь олигомеров, которая при фракционировании образует соответствующие количества продуктов с заданной вязкостью согласно требованиям рынка. Поэтому для получения нужного количества одного продукта приходится мириться с избытком другого продукта.

Shubkin и др. в патенте США №4172855 раскрыли способ получения олигомера с низкой вязкостью, включающий димеризацию альфа-олефинов C6-C12, при которой полученный димер вводят в реакцию с альфа-олефином C6-18 в присутствии катализатора Фриделя-Крафтса, с последующей отгонкой летучих компонентов и

гидрированием конечного продукта. Однако получаемая жидкость имеет температуру застывания  $-45^{\circ}\text{C}$  и содержит заметное количество более тяжелых олигомеров C42-48, оцененное в 7.26%.

Schaerfl и др. в патенте США №5284988 раскрывают способ, включающий

5 (a) изомеризацию по меньшей мере части исходного винилиденового олефина в присутствии катализатора изомеризации с образованием промежуточного соединения, содержащего трижды замещенный олефин, и

(b) взаимодействие указанного промежуточного соединения по меньшей мере с одним винильным олефином в присутствии катализатора. При этом требуется дополнительная  
10 стадия изомеризации; кроме того, доля более тяжелых нежелательных олигомеров C42+ остается все еще слишком высокой, оцененной в 6.5%.

Schaerfl и др. в патенте США №5498815 раскрывают многостадийный способ получения синтетического масла, включающий начальную стадию (a) взаимодействия винилиденового олефина в присутствии катализатора с образованием промежуточной  
15 смеси, содержащей по меньшей мере примерно 50 масс.% димера винилиденового олефина. Это усложняет способ из-за начальной димеризации винилидена с образованием по меньшей мере примерно 50 масс.% димера.

Theriot и др. в патенте США 5650548 раскрывают способ получения путем контактирования альфа-олефина с каталитической системой, включающей  $\text{BF}_3$ ,  
20 протонный промотор, органический сульфен, сульфоксид, карбонат, тиокарбонат или сульфонат, с образованием олигомера, состоящего на 50 масс.% или более из димера альфа-олефина. В EP 0467345 A2 раскрыт способ получения димеров альфа-олефинов в присутствии катализатора, содержащего  $\text{BF}_3$  и алкоксилат спирта. В патенте США  
25 3997621 раскрыт способ олигомеризации альфа-олефинов, в котором достигают максимального выхода тримера как основного продукта при катализе  $\text{BF}_3$  в сочетании со спиртом и сложным эфиром, далее в патенте США 6824671 раскрыт способ олигомеризации альфа-олефинов, содержащих смесь примерно 50-80 масс.% 1-децена и примерно 20-50 масс.% 1-додецена, в непрерывном режиме с использованием  $\text{BF}_3$  и  
30 системы промотора спирт/сложный эфир, что максимизирует выход тримера. Это всего лишь часть примеров модифицирования катализатора с целью регулирования степени олигомеризации на предшествующем уровне техники, главным образом, альфа-олефинов, в то время как авторы описывают высокоселективный способ, включающий сочетание винилиденовых и альфа-олефинов.

### 35 СУЩНОСТЬ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Настоящее изобретение относится к композиции поли(альфа-олефинов) (РАО) с вязкостью 4 сСт, которая характеризуется низкой летучестью по Noack, низкой температурой застывания, привлекательной низкотемпературной вязкостью, высоким индексом вязкости и слабой тенденцией к образованию шламов; композицию получают  
40 с высокой селективностью по реакции винилидена C16 (2-н-гексил-1-децен) с 1-тетрадецемом в присутствии катализатора  $\text{BF}_3$  вместе с промотирующей системой, содержащей по меньшей мере сложный эфир или два промотора - спирт и сложный эфир. Указанная композиция характеризуется мольным соотношением винилиден C16/1-тетрадецен в интервале примерно 1-2 и наиболее предпочтительно 1.5. Изобретение также относится к усовершенствованному способу селективного получения указанной  
45 композиции без образования других, более тяжелых продуктов, включающей весьма высокое содержание димера при минимальных количествах тримера и более тяжелых олигомеров, в присутствии катализатора  $\text{BF}_3$  вместе с промотирующей системой,

содержащей по меньшей мере сложный эфир и наиболее предпочтительно спирт и сложный эфир. Гидрированная композиция по настоящему изобретению имеет вязкость примерно 4 сСт при 100°C, летучесть с потерей массы по Noack менее 15%, индекс вязкости более 120, температуру застывания ниже -50°C и вязкость при -40°C менее

5 3000 сСт.

#### ПОДРОБНОЕ ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ

Настоящее изобретение описывает способ получения смазки, включающий:

(a) реакцию первого альфа-олефина в присутствии первого катализатора с образованием винилиденового олефина;

10 (b) реакцию указанного винилиденового олефина со вторым альфа-олефином в присутствии катализатора  $\text{VF}_3$  и системы промотора, содержащей по меньшей мере один апротонный промотор;

(c) удаление остаточных непрореагировавших мономеров;

15 (d) гидрирование указанного кубового продукта и получение композиции смазочного масла.

В качестве варианта настоящего способа первый альфа-олефин, используемый для образования винилиденового олефина, выбирают из группы, состоящей из линейных 1-олефинов  $\text{C}_{4-20}$  и их комбинаций. Винилиденовый олефин дает содержание винилидена

20 более 70%.

Способ по настоящему изобретению предлагает в качестве указанного первого катализатора алкилалюминиевый катализатор, металлоценовый катализатор, катализатор на основе позднего переходного металла с объемными лигандами и их комбинацию. Один вариант настоящего способа предлагает в качестве первого

25 катализатора триалкилалюминий. Первый катализатор включает металлоценовый катализатор, который можно выбрать из металлов группы IVB Периодической системы.

В одном варианте настоящего изобретения второй альфа-олефин можно выбрать из группы, состоящей из линейных 1-олефинов  $\text{C}_{4-20}$  и их комбинаций.

Промотирующая система по данному изобретению включает по меньшей мере один апротонный промотор в сочетании по меньшей мере с одним протонным промотором.

30 В одном варианте протонный промотор выбирают из спиртов  $\text{C}_1\text{-C}_{20}$ . Спирт выбирают из 1-пропанола или 1-бутанола. Другой вариант настоящего изобретения предлагает систему указанного промотора по меньшей мере из одного апротонного промотора без протонного промотора. В одном варианте настоящего изобретения апротонный

35 промотор выбирают из группы, состоящей из альдегидов, ангидридов, кетонов, органических сложных эфиров, простых эфиров и их комбинаций. В другом варианте настоящего изобретения апротонный промотор представляет собой органический сложный эфир, который выбирают из группы, состоящей из алкилацетатов  $\text{C}_1\text{-C}_{10}$  и их комбинаций. Апротонный промотор может представлять один алкилацетат. В качестве

40 варианта алкилацетат может быть н-бутилацетатом.

Настоящее изобретение предполагает удаление остаточных непрореагировавших мономеров в том числе перегонкой.

Винилиденовый олефин по настоящему изобретению получают димеризацией 1-октена в винилиден  $\text{C}_{16}$ . Винилиденовый олефин может иметь чистоту по меньшей мере

45 80%. Кроме того, указанный винилиденовый олефин участвует в реакции винилидена  $\text{C}_{16}$  с 1-тетрадецем ( $\text{C}_{14}$ ). 1-Тетрадецен ( $\text{C}_{14}$ ) содержит по меньшей мере 70% линейных терминальных групп. Винилиденовый олефин имеет чистоту по меньшей мере 80%.

Композиция смазочного масла по настоящему изобретению имеет вязкость примерно

4 сСт при 100°C, летучесть с потерей массы по Noack менее 15%, индекс вязкости более 120, температуру застывания ниже -50°C и вязкость при -40°C менее 3000 сСт. В одном варианте получают смазочное масло, не содержащее более тяжелых дополнительных продуктов. В другом варианте композиция смазочного масла характеризуется мольным соотношением винилиден С16/1-тетрадецен в интервале примерно 1-2. Композиция смазочного масла может иметь мольное соотношение винилиден С16/1-тетрадецен, равное примерно 1.5.

В одном варианте способа по п.1 смазку смешивают с жидкостью, которую выбирают из группы, состоящей из синтетической жидкости, минерального масла, дисперганта, антиоксиданта, противоизносного реагента, противопенного реагента, ингибитора коррозии, моющего средства, набухающего герметика, присадки, понижающей температурную зависимость вязкости, и их комбинации.

Другой вариант способа по настоящему изобретению предлагает способ получения смазки, включающий:

- (a) реакцию первого альфа-олефина в присутствии первого катализатора с образованием винилиденового олефина;
- (b) реакцию указанного винилиденового олефина со вторым альфа-олефином в присутствии катализатора  $\text{VF}_3$  и промотирующей системы, содержащей по меньшей мере один апротонный промотор;
- (c) удаление остаточных непрореагировавших мономеров;
- (a) гидрирование по меньшей мере части указанного кубового продукта и
- (e) выделение гидрированной жидкости.

Негидрированную жидкость по изобретению можно использовать во многих вариантах применения, в которых олефиновую группу функционализируют с образованием функциональной группы с гетероатомом, который выбирают из группы, состоящей из азота, кислорода, серы, галогена и их комбинаций.

Вязкость используемых РАО находится в интервале 2-100 сСт и особенно 2-10 сСт и наиболее конкретно 4 сСт при 100°C. Объектом настоящего изобретения является получение композиций с вязкостью 4 сСт с такими же или лучшими свойствами по сравнению со свойствами масла на основе децена, полученного из другого сырья, поскольку количество децена ограничено. Кроме того, целью данного изобретения является получение с высокой селективностью указанной композиции с вязкостью 4 сСт, не содержащей других дополнительных продуктов. Особенно велико на рынке разнообразие базового сырья для синтетических смазок с кинематической вязкостью 4 сСт при 100°C, особенно если оно характеризуется низкой летучестью по Noack, низкой температурой застывания, нужной вязкостью при низкой температуре и высоким индексом вязкости. Настоящее изобретение относится к композиции поли(альфа-олефинов) (РАО) с вязкостью 4 сСт, характеризующейся низкой летучестью по Noack, низкой температурой застывания, нужной вязкостью при низкой температуре и высоким индексом вязкости, полученной селективно по реакции винилидена С16 (2-н-гексил-1-децен) с 1-тетрадеценом в присутствии катализатора  $\text{VF}_3$  вместе с промотирующей системой, содержащей по меньшей мере сложный эфир или два промотора - спирт и сложный эфир. Винилиден С16 (С16vd) получают димеризацией 1-октена, содержащего более 70% винилидена, независимо от способа получения или источника. С16vd можно получить способами, описанными в патенте США 5625105 и ссылок в нем, или способами, описанными в патентах США 5087788, 4658078 или 6548723. В одном варианте изобретение предлагает композицию поли(альфа-олефинов) (РАО) с вязкостью 4 сСт, характеризующуюся низкой летучестью по Noack, низкой температурой



застывания, привлекательной низкотемпературной вязкостью и высоким индексом вязкости, полученную селективно по реакции винилидена C16 (2-н-гексил-1-децен) с 1-тетрадецем. Указанная композиция образуется при мольных соотношениях винилиден C16/1-тетрадецен в интервале примерно 1-2, примерно 1.5. Кроме того, композиция по  
5 данному изобретению имеет вязкость при 100°C примерно 4 сСт, летучесть с потерей массы по Noack менее 15%, индекс вязкости более 120, температуру застывания ниже -50°C и вязкость при -40°C менее 3000 сСт.

Другим предметом настоящего изобретения также является усовершенствованный способ селективного получения указанной композиции без образования более тяжелых  
10 дополнительных продуктов с весьма высоким содержанием димера при минимальных количествах тримера и более тяжелых олигомеров в присутствии катализатора  $\text{BF}_3$  вместе с промотирующей системой, содержащей по меньшей мере сложный эфир и в качестве варианта систему из спирта и сложного эфира. Нужную композицию с вязкостью 4 сСт по настоящему изобретению получают как единственный продукт, не  
15 содержащий других, более тяжелых дополнительных продуктов, причем фракцию остаточного и непрореагировавшего мономера удаляют без дополнительного фракционирования. Кроме того, содержание фракции тримера и высших олигомеров по настоящему изобретению поддерживают на уровне ниже 5%.

В другом варианте данного изобретения получают синтетическую базовую жидкость  
20 с вязкостью 4 сСт при образовании малого количества шламов и с высокой устойчивостью к окислению по сравнению с предшествующим уровнем техники.

Желательно получить композицию с вязкостью 4 сСт, обладающую такими же или лучшими свойствами по сравнению с маслом на основе децена, полученным из другого  
сырья, поскольку ресурс децена ограничен. Также желательно селективно получать  
25 указанную композицию с вязкостью 4 сСт без образования других дополнительных продуктов. Было проведено подробное сравнительное тестирование продуктов по настоящему изобретению по сравнению с выпускаемыми промышленностью продуктами.

Использованный здесь термин «примерно» при любом количестве относится к  
30 вариациям этого количества, определенным в реальных условиях, принятых в мировой практике получения смазки, композиции смазочного масла или их предшественников, например, в лаборатории, на пилотной установке или производственном оборудовании. Например, количество ингредиента, используемое в смеси, с пометкой «примерно»  
35 включает вариации и степень точности, обычно применяемые в композициях смазки, смазочного масла или их предшественников в заводских или лабораторных условиях. Например, количество компонента продукта с пометкой «примерно» включает вариации между порциями смазки, композиций смазочного масла или их предшественников в заводских или лабораторных условиях и вариации, присущие аналитическому методу. Независимо от того, присутствует или нет пометка «примерно», количества включают  
40 эквиваленты этих количеств. В настоящем изобретении можно также использовать любые заявленные здесь количества с пометкой «примерно», так же как количества без пометки «примерно».

#### ПРИМЕРЫ

Использовали промышленный 1-тетрадецен (C14) от INEOS Oligomers; можно  
45 использовать и другие образцы 1-тетрадецена. Винилиден C16 (C16vd) получают димеризацией 1-октена с чистотой по винилидену выше 70% независимо от способа получения или источника.

#### Пример 1

В 1-галонный реактор Парра с обогреваемой рубашкой и внутренним охлаждением загрузили 515.0 г 1-тетрадецена и 885.0 г винилидена С16 (89% винилиденового олефина, 8% внутреннего олефина и 3% трехзамещенного олефина по данным  $^{-1}\text{H}$  ЯМР), 1.4 г 1-бутанола и 1.4 г бутилацетата и нагрели до 30°C при перемешивании. Добавили трифторид бора и установили стационарное давление 20 фунт/кв. дюйм; наблюдали немедленный разогрев до 43°C, который регулировали в течение 3 мин. Реакционную смесь перемешивали 30 мин. Реакцию олигомеризации проводили таким образом, что для лучшего регулирования экзотермической реакции часть или все реагенты медленно добавляли в реактор Парра; реакцию можно также проводить в 2-5 периодических реакторах с непрерывным перемешиванием (CST), соединенных последовательно или параллельно. Реакцию остановили добавлением 400 мл 8% NaOH и реакционную смесь промыли дистиллированной водой. После удаления непрореагировавших летучих жидкостей при пониженном давлении (200°C, 0.1 мм Hg) получили 1244.6 г прозрачной жидкости, которую прогидрировали в стандартных условиях (при 170°C, давлении водорода 400 фунт/кв. дюйм в присутствии катализатора Ni на кизельгуре) и получили синтетическое базовое сырье со следующими свойствами:

Анализ	Тест	Единица измерения	Свойства
KV 100°C	ASTM D-445	мм <sup>2</sup> /с	3.93
KV 40°C	ASTM D-445	мм <sup>2</sup> /с	17.3
VI	ASTM D-2270		124
KV -40°C	ASTM D-445	мм <sup>2</sup> /C	2435
Температура застывания	ASTM D-97	°C	-63
Температура воспламенения	ASTM D-92	°C	208
Noack	DIN 51581	масс. %	13.6
Вид	Визуально		Прозрачн.
Вязкость по Брукфильду при -40°C	IP 267	мПа·с	2160
Показатель преломления при 20°C	ASTM D-1218	-	1.4554
CCS-30°C	ASTM D5293	мПа·с	<700
CCS -35°C	ASTM D5293	мПа·с	1220
TAN	ASTM D-974	мг КОН/г	0.003
Плотность	ASTM D-4052	г/мл	0.8198
Бромное число	IT-129	г/100 г	0.2

Приведенная таблица показывает, что после удаления остаточных непрореагировавших мономеров полученный РАО обладает предлагаемым балансом вязкости (т.е. свойств, соответствующих многим свойствам традиционных РАОs на основе децена с вязкостью 4 сСт), и этот пример можно использовать в качестве методики для непосредственного получения единственной жидкости с вязкостью 4 сСт без дальнейшей перегонки. Это будет жидкость с вязкостью 4 сСт, нужным индексом вязкости, низкой летучестью по Noack и заданной температурой застывания.

Композиция олигомеров указанного выше РАО по данным ГХ имела следующий состав:

С24: 1.9% площади

С28-С32: 95.0% площади

С42-С48 (тример и выше): 3.1% площади

Снижение содержания более тяжелых фракций тримеров и высших олигомеров (С42-С48) до примерно менее 5% является ключевой особенностью данного изобретения,

которая обеспечивает указанные выше нужные свойства, исключая необходимость последующей перегонки, и объединяет полезные вязкие свойства, включая очень низкую температуру застывания, у РАО с вязкостью 4 сСт, полученной по единственной методике, при которой не образуются более тяжелые дополнительные продукты.

5 Условия ТХ анализа

Колонка: 15 м × 0.53 мм внутр. диам. × 0.1 мкм пленка DB-1

Температурная программа термостата: 8°/мин от 90°C до 330°C

Затем выдержка при 330°C в течение 10 мин

Температура инжектора: выключена

10 Ввод пробы: в колонку

Давление на входе в колонку: 3 фунт/кв. дюйм до 15 фунт/кв. дюйм при 0.5 фунт/кв. дюйм/мин. Выдержка 15 фунт/кв. дюйм в течение 16 мин

Детектор: пламенно-ионизационный (FID)

Темп. детектора: 300°C

15 Поток в колонке: 7 мл/мин (90°C/3 фунт/кв. дюйм)

Поток в колонке: 21 мл/мин (300°C/15 фунт/кв. дюйм)

Дополнительный поток: 15 мл/мин

Ослабление сигнала: 7×1

Ввод пробы: 1.0 мкл (игла из плавленого кварца)

20 Хроматограф: HP 5890 серия II.

Подготовка образца

Образец для анализа - навеску 40 мг РДО поместили в 4-драхмовую пробирку. К образцу в пробирку добавили 1 мл раствора внутреннего стандарта (1.2 мл/мл nC15 в н-гептане) и смесь разбавили 10 мл н-гептана. Во всех расчетах образцов использовали фактор отклика равный 1.0. При необходимости можно нормализовать результаты

25 приведением к 100%.

Времена удерживания

Получили следующие времена удерживания:

Димер: 10-15 мин

30 Тример: 15-21 мин

Тетрамер: 21-26 мин

Пентамер: 26-29 мин

Гексамер +: 29-33 мин

Структурный анализ этой жидкости методом спин-эхо ЯМР показал значительно

35 меньшее содержание третичных атомов углерода, чем в выпускаемой промышленностью жидкости на основе децена с такой же вязкостью (типа Durasyn 164 от INEOS): 7.9% против 9.1%. Известно в данной области, что по меньшей мере устойчивой к окислению частью молекулы являются третичные атомы углерода, т.е. те позиции, где углеродные цепи разветвляются. Благодаря этому жидкий РАО по данному изобретению особенно

40 пригоден для применения в тех случаях, когда требуется повышенная устойчивость к окислению.

Анализ методом спин-эхо ЯМР (GASPE)

GASPE (gated spin echo) представляет собой метод спин-эхо ЯМР, в котором используют нарушенную развязку для определения относительного содержания

45 первичных, вторичных, третичных и четвертичных атомов углерода в молекуле. В типичном эксперименте после возбуждения ядер  $^{13}\text{C}$  в течение заданного времени быстро выключают развязку по протонам. На четвертичные атомы C это не влияет, а сигналы от групп CH, CH<sub>2</sub> и CH<sub>3</sub> колеблются вверх и вниз с разными скоростями.

Записывают несколько спектров с точно выбранными периодами прерванной развязки и еще один спектр с полной развязкой. В некоторых спектрах все сигналы могут быть положительными, в других спектрах сигналы от CH, CH<sub>2</sub> и/или CH<sub>3</sub> групп могут быть отрицательными. Спектры суммируют в заранее определенных соотношениях, с тем чтобы получить чистые спектры от групп C, CH, CH<sub>2</sub> и CH<sub>3</sub>. Эти спектры интегрируют для непосредственного получения распределения типов углерода.

#### Методика

Использованная в этом эксперименте методика основана на опубликованной работе McKenna и др. (McKenna, S.T., Casserino, M., and Ratliff, K., "Comparing the Tertiary Carbon Content of PAOs and Mineral Oils", presented at STLE Annual Meeting, May 23, 2002). См. также Coofcson, D.J., and Smith, B.E., "Improved Methods for Assignment of Multiplicity in <sup>13</sup>C NMR Spectroscopy with Application to the Analysis of Mixtures", *Org. Magn. Reson.*, 16, 111-6 (1981); Cookson, D.J., and Smith, B.E., "Determination of Carbon C, CH, CH<sub>2</sub>, and CH<sub>3</sub> Group Abundances in Liquids Derived from Petroleum and Coal Using Selected Multiple <sup>13</sup>C NMR Spectroscopy", *Fuel*, 62, 34-8 (1983); Cookson, D.J., and Smith, B.E., "Quantitative Estimation of CH<sub>n</sub> Group Abundances in Fossil Fuel Materials Using <sup>13</sup>C NMR Methods", *Fuel*, 62, 986-8 (1983); Snape, C.E., "Comments on the Application of Spin-Echo <sup>13</sup>C NMR Methods to Fossil Fuel-Derived Materials", *Fuel*, 62, 988-9 (1983); Gallacher, J., Snape, C.E., Dennison, P.R., Bales, J.R., and Holder, K.A., "Elucidation of the Nature of Naphtheno-Aromatic Groups in Heavy Petroleum Fractions by Carbon-13 NMR and Catalytic Dehydrogenation", *Fuel*, 70, 1266-70 (1991); Sarpal, A.S., Kapur, G.S., Chopra, A., Jain, S.K., Srivastava, S.P., and Bhatnagar, A.K., "Hydrocarbon Characterization of Hydrocracked Base Stocks by One- and Two-Dimensional NMR Spectroscopy", *Fuel*, 75, 483-90 (1996); Montanari, L., Montani, E., Corno, C., and Fatten, S., "NMR Molecular Characterization of Lubricating Base Oils: Correlation with Their Performance", *Appl. Magn. Reson.*, 14, 345-56 (1998); and Sahoo, S.K., Pandey, D.C., and Singh, I.D., "Studies on the Optimal Hydrocarbon Structure in Next Generation Mineral Base Oils", *Int. Symp. Fuels Lubr. Symp. Pap.*, 2, 273-8 (2000).

#### Примеры 2-4

Мольные соотношения C16/C14 в приведенных ниже примерах были оптимизированы для получения PAO с улучшенной вязкостью; высокое содержание C14 в продукте отрицательно влияет на температуру застывания (высокая температура застывания). В таблице приведены примеры влияния мольного соотношения C16vd/C14 на температуру застывания полученных жидкостей в близких условиях:

Образцы	Мольн. соотношение C16vd/C14	Температура застывания °C
1	1.5	-63
2	1.2	-45
3	1.0	-42
4	0.8	-39

#### Пример 5

В 1-галонный реактор Парра для олигомеризации загрузили в атмосфере N<sub>2</sub> 515.0 г 1-тетрадецена (INEOS C14), 885.0 г винилидена C16 (89% винилиденового олефина, 8% внутреннего олефина и 3% тризамещенного олефина по данным <sup>1</sup>H NMR), 2.8 г бутилацетата и нагрели до 30°C при перемешивании. Добавили трифторид бора и установили стационарное давление 20 фунт/кв. дюйм; наблюдали немедленный разогрев до 38°C, который регулировали в течение 3 мин с помощью морозильника, и охладили

до 30°C. Реакционную смесь перемешивали 30 мин, избыток  $\text{BF}_3$  удалили в щелочном скруббере и затем реакционную среду продували  $\text{N}_2$  в течение 15 мин. Реакцию остановили с помощью 400 мл 8% NaOH и отделенную органическую фазу промыли дистиллированной водой. После удаления непрореагировавших и летучих жидкостей при пониженном давлении (200°C, 0.1 мм Hg) выделили 1092.2 г прозрачной жидкости, которую прогидрировали в стандартных условиях (при 170°C, давлении водорода 400 фунт/кв. дюйм в присутствии катализатора Ni/кизельгур) и получили синтетическое базовое сырье со следующими свойствами:

10 Таблица 3

Анализ	Тест	Единица измерения	Жидкость по изобретению
KV 100°C	ASTM D-445	мм <sup>2</sup> /с	3.91
KV 40°C	ASTM D-445	мм <sup>2</sup> /с	17.3
VI	ASTM D-2270	-	121
15 KV -40°C	ASTM D-445	мм <sup>2</sup> /с	2434
Температура застывания	ASTM D-97	°C	-57

Приведенная таблица показывает, что полученный РАО обладает предлагаемым балансом вязкости и его можно использовать в качестве жидкости с вязкостью 4 сСт, полученной по единственной методике прямого опыта без дальнейшей перегонки.

Композиция олигомеров в приведенном РАО по данным ГХ имеет следующий состав: С28-С32: 97.8% площади

С42-С48 (тример и выше): 2.0% площади.

Сравнительный пример (не входит в формулу)

25 Приведенный эксперимент по олигомеризации был проведен с использованием традиционной методики с применением 1-бутанола в качестве единственного промотора для  $\text{BF}_3$  (за исключением бутилацетата как единственного отличия от близких условий реакции). После стандартной гидрогенизации полученная жидкость имела следующие свойства:

30 Таблица 4

Анализ	Тест	Единица измерения	Свойства
KV 100°C	ASTM D-445	мм <sup>2</sup> /с	4.20
KV 40°C	ASTM D-445	мм <sup>2</sup> /с	18.9
VI	ASTM D-2270	-	128
35 KV -40°C	ASTM D-445	мм <sup>2</sup> /с	2936
Температура застывания	ASTM D-97	°C	-45
Noack	DIN 51587	масс.%	13.9

40 Продукт в приведенном сравнительном примере обладает заметно более высокой температурой застывания (-45°C против -63°C), что отличается от технических данных для промышленного РАО на основе децена с вязкостью 4 сСт, такого как INEOS Durasyn 164. Другие отличия включают как вязкость при 100°C (максимум спецификации Durasyn 164 составляет 4.1 сСт), так и вязкость при -40°C (максимум спецификации Durasyn 164 составляет 2800 сСт). Кроме того, по данным ГХ в композиции этого сравнительного примера содержится значительно больше тяжелых олигомеров (тример и выше):

45 С24: 1.4% площади

С28-С32: 89.6% площади

С42-С48 (тример и выше): 9.0% площади.

Более высокая температура застывания и повышенная вязкость (при 100°C и при -

40°C соответственно) этой жидкости в сравнительном примере обусловлены частично более высоким содержанием тримера и более тяжелых олигомеров, т.е. селективность предлагаемого способа при использовании бутилацетата в качестве вторичного модифицирующего реагента наряду с 1-бутанолом не повышается.

#### 5 Пример 6

Низкое образование шламов при получении продукта по настоящему изобретению по сравнению с жидкостью с повышенным содержанием тримера.

Термическая стабильность жидкости по изобретению с кинематической вязкостью при 100°C равной 3.93 сСт, вязкостью при 40°C равной 17.26 сСт и содержанием С42-С48 (тример и выше) равным 2.9% была оценена в тесте ASTM D2070 (Cincinnati Milacron Thermal Stability Test, Procedure A), так же как жидкости, полученной по методике сравнительного примера, подробно рассмотренного выше, с кинематической вязкостью при 100°C равной 4.20 сСт, вязкостью при 40°C равной 18.79 сСт и содержанием С42-С48 (тример и выше) равным 7.0%.

15 В тесте Cincinnati Milacron оценивают внешний вид и потерю массы медных и стальных стержней при контакте с тестируемыми жидкостями в течение 168 ч при 135°C. Количество шлама определяют фильтрованием тестируемого масла и взвешиванием осадка в соответствии с установленной процедурой. В приведенном ниже сравнении жидкость по изобретению образует более чем в шесть раз меньше шлама, чем  
20 сравнительная жидкость С14/С16.

	Способ	Жидкость по изобретению	Жидкость сравнения
Вязкость при 100°C	ASTM D-445	3.93	4.20
Вязкость при 40°C	ASTM D-445	17.26	18.79
25 Процент С42-С48 (тример и выше)	ГХ	2.9%	7.0%
Термостабильность по Cincinnati Milacron, процедура А (ASTM D-2070)			
Относ. суммарный шлам (мг)		1	6.3
Оценка Си стержня		2	6
Оценка Fe стержня		3	2

#### 30 Пример 7

Устойчивость к окислению жидкости по настоящему изобретению по сравнению с промышленным образцом гидрированного поли(альфа-олефина) на основе 1-децена с вязкостью 4 сСт (Durasyn 164).

35 Гидрированные олигомеры альфа-олефинов чувствительны к окислительному разрушению, особенно под воздействием высоких температур в присутствии железа или других каталитически активных металлов. Окисление, если его не регулировать, приводит к образованию продуктов кислотной коррозии, шламов и нагара, которые могут влиять на функционирование правильно изготовленных смазок, содержащих олигомеры. Хотя обычно для противодействия окислению в состав правильно  
40 изготовленных смазок включают антиоксиданты, особенно важно подтвердить, что исходные гидрированные олигомеры альфа-олефинов изначально устойчивы. Для этого продукт по настоящему изобретению испытали для сравнения с помощью нескольких стандартных тестов на устойчивость к окислению вместе с гидрированным поли(альфа-олефином) на основе 1-децена с вязкостью 4 сСт (Durasyn 164).

45 Устойчивость к окислению жидкости по изобретению и жидкости сравнения определили с помощью теста на окисление во вращающемся сосуде под давлением (RPVOT; ASTM D 2272). В тесте используют сосуд под давлением кислорода в присутствии воды и медного катализатора в виде спирали при 150°C. Индукционный

период окисления жидкости по изобретению на 9% продолжительнее, чем PAO на основе децена с вязкостью 4 сСт. Масло, обладающее более длительным индукционным периодом окисления, считается более устойчивым к окислению.

Тест на поглощение кислорода в тонкой пленке (TFOUT) провели согласно методу тестирования ASTM D 4742. В этом тесте используют вращающийся сосуд под давлением, находящийся в горячей масляной бане. В сосуде повышают давление кислорода до 90 фунт/кв. дюйм и определяют время, в течение которого давление начнет снижаться. Чем длительнее этот период времени (в минутах), тем выше устойчивость жидкости к окислению. Чем дольше длится опыт по тестированию (в минутах), тем выше устойчивость жидкости к окислению. Жидкость по изобретению имеет индукционный период окисления на 13% длиннее, чем PAO из децена с вязкостью 4 сСт.

Тест Institute of Petroleum 48 (IP-48) был следующим для оценки устойчивости к окислению жидкости по изобретению по сравнению с PAO из децена с вязкостью 4 сСт.

В этом тесте барботируют воздух через жидкость при высокой температуре. Вязкость образца в конце теста сравнивают с вязкостью эталонного образца точно такого же состава, через который барботировали азот. Суммарное увеличение вязкости (выраженное в процентах роста) указывает на устойчивость смазки к окислению. Чем меньше рост вязкости, тем лучше. Жидкость по изобретению обладает соотношением значений вязкости (вязкость использованного масла/вязкость свежего масла) равным 2.98 против 3.48 для PAO из децена с вязкостью 4 сСт.

Таблица 6

ТЕСТ	СПОСОБ	ИЗМЕРЕНО	ИЗОБРЕТЕНИЕ	4 сСт C10 PAO
Устойчив, к окислению (RPVOT)	ASTM D2272	относит. индукц. период окисления, мин	109%	100%
Устойчив, к окислению (TFOUT)	ASTM D4742	относит. индукц. период, мин	113%	100%
Устойчив, к окислению	IP 48			
Соотношение вязкости (Использ./ свежий)			2.98	3.48
Остаток по методу Расмботтома (Использ./ свежий)			0.08	0.09
Потеря при испарении		масс. %	16.26	17

Во всех приведенных тестах жидкость по изобретению эквивалентна или явно превосходит образец PAO из децена с вязкостью 4 сСт.

#### Пример 8

#### Моторные масла

Во многих случаях применения смазок можно использовать жидкость по данному изобретению с вязкостью 4 сСт, обладающую низкой вязкостью при 100°C и -40°C соответственно в сочетании с необходимым индексом вязкости и низкой температурой застывания (все определены выше).

Ожидают, что синтетические жидкости по данному изобретению будут использоваться в тех же случаях, что и гидрированные олигомеры 1-децена с близкой вязкостью. Области применения включают, но не ограничиваются ими, гидравлические жидкости для наземного и водного транспортного оборудования, картерные масла для автомобилей, тяжелые дизельные масла, жидкости для автоматических трансмиссий, трансмиссионные жидкости для вариаторов и промышленные и автомобильные трансмиссионные масла, масла для компрессора/турбины, и, в частности, те области применения, преимущества которых связаны с энергосберегающими технологическими особенностями маловязких жидкостей. Для иллюстрации применимости жидкости по изобретению в препаратах разных типов было предложено несколько демонстрационных

препаратов.

#### Моторные масла для легковых автомобилей

Синтетические жидкости по данному изобретению идеально подходят в качестве компонентов полностью синтетических и/или полусинтетических смазочных масел для двигателей внутреннего сгорания. Жидкость по данному изобретению можно использовать как базовую смазку или смешивать с другими смазочными маслами, включая минеральные масла I, II или III групп, масла GTL (жидкие углеводороды, получаемые из газообразных углеводородов), синтетические сложноэфирные масла (например, ди-2-этилгексилдипат, триметилпропан, трипеларгонат и т.п.), алкилнафталиновые масла (например, ди-додецилнафталин, ди-тетрадецилнафталин и т.п.) и т.д. Смазочные масла для двигателей внутреннего сгорания обычно составляют так, чтобы они содержали традиционные добавки к смазочным маслам, такие как арилсульфонаты кальция, сульфонаты кальция с избыточным основанием, феноляты кальция или бария, алкилбензолсульфонаты магния с избыточным основанием, диалкилдитиофосфаты цинка, присадки для индекса вязкости (VI) (например, этиленпропиленовые сополимеры, полиалкилметакрилаты и т.п.), беззольные дисперганты (например, полиизобутиленсукцинимиды тетраэтиленпентамина, продукты конденсации полиизобутиленфенол-формальдегид-тетраэтиленпентамина по Манниху и т.п.), реагенты, понижающие температуру замерзания, модификаторы трения, ингибиторы ржавления, деэмульгаторы, растворимые в масле антиоксиданты (например, стерически затрудненные фенолы или алкилированные дифениламины), различные сульфированные компоненты и ингибиторы пены (противопенные реагенты).

Для специфических базовых масел и областей их применения разработаны патентованные комбинации таких добавок, называемых композициями добавок, и они выпускаются в промышленности несколькими фирмами, в том числе корпорациями Лубризол, Инфениум и Афтон. Эти же фирмы выпускают присадки для индекса вязкости (VI).

Жидкость по данному изобретению можно использовать в составах моторных масел для легковых автомобилей со степенью вязкости 0W и 5W, которые привлекательны благодаря их энергосберегающим качествам (см. SAE paper 871273, 4<sup>th</sup> International Pacific Conference, Melbourne, Australia, 1987).

#### Пример 8А

#### Демонстрационное масло для легковых автомобилей

Следующие полностью и частично синтетические моторные масла 0W-30 и 0W-40 для легковых автомобилей были изготовлены с использованием жидкости по ДАННОМУ ИЗОБРЕТЕНИЮ.

Добавка	0W-30 и 0W-40 РСМО			
	Полностью синтетическое 0W-30		Частично синтетическое 0W-40.	
	Масло А	Масло В	Масло С	Масло D
Композиция добавок <sup>1</sup> , масс.%	14.2	14.2	12.5	12.5
Базовое масло III группы, 6 сСт <sup>2</sup> , масс.%	-	-	20.0	20.0
C <sub>10</sub> PAO 6 сСт <sup>3</sup> , масс.%	51.8	51.8	-	-
C <sub>10</sub> PAO 4 сСт <sup>4</sup> , масс.%	20.0	-	48.5	-
ИЗОБРЕТЕНИЕ 3.9 сСт, масс.%	-	20.0	-	48.5
Модификатор вязкости <sup>5</sup> , масс.%	4.0	4.0	9.0	9.0
Сложный эфир <sup>6</sup> , масс.%	10.0	10.0	10.0	10.0



Вязкость при 100°C(сСт)	10.9	10.8	13.4	13.2
Вязкость при 40°C (сСт)	64.9	65.0	76.9	78.7
Индекс вязкости	159	158	179	168
Имитатор вязкости масла для проворачивания коленчатого вала холодного двигателя -35°C (СП)	5290	5250	4930	5010
Летучесть по Noack (% потери массы)	7.6	7.4	8.6	8.8

1. Промышленная композиция диспергант/ингибитор от Lubrizol
2. Гидрированный поли(альфа-олефин) из 1-децена от INEOS; 5.97 сСт при 100°C
3. Гидрированный поли(альфа-олефин) из 1-децена от INEOS; 3.93 сСт при 100°C
4. Минеральное масло III группы от SK Korea; 6.52 сСт при 100°C, VI 129, температура застывания -15°C
5. 15% масс. раствор гидрированного полиизопренового полимера в PAO6 от Shell
6. Стерически затрудненный сложный эфир триметилпропана от Uniqema.

#### Пример 8В

Дизельные масла тяжелого режима - Демонстрационное дизельное масло тяжелого режима

Синтетические жидкости по данному изобретению используют для изготовления дизельных масел для двигателей, работающих в тяжелом режиме. Подобно моторным маслам для легковых автомобилей, дизельные масла тяжелого режима содержат несколько добавок разных типов, например, дисперганты, антиоксиданты, противоизносные реагенты, противопенные реагенты, ингибиторы коррозии, моющие средства, набухающие герметики и присадки для индекса вязкости. Эти типы добавок хорошо известны. Некоторые конкретные примеры добавок, используемых в дизельных маслах для тяжелого режима, включают диалкилдитиофосфаты цинка, арилсульфонаты кальция, арилсульфонаты кальция с избытком основания, феноляты бария, стерически затрудненные алкилфенолы, метилен-бис-диалкилфенолы, высокомолекулярные алкилсукцинимиды этиленполиаминов, таких как тетраэтиленполиамин, фенолы с серными мостиками, сложные эфиры сульфированных жирных кислот и амидов, силиконы и диалкиловые сложные эфиры. Патентованные комбинации таких добавок, которые разработаны для специфических базовых масел и областей применения, выпускаются в промышленности несколькими фирмами, в том числе корпорациями Лубризол, Инфениум и Афтон. Эти же и другие фирмы отдельно выпускают присадки для индекса вязкости (VI).

Следующие частично синтетические дизельные масла 5W-40 для тяжелого режима были изготовлены с использованием жидкости по изобретению.

5W-40 HDDO		
Добавка	Частично синтетич. 5W-40	
	Масло E	Масло F
Композиция добавок <sup>1</sup> , масс.%	20.0	20.0
C <sub>10</sub> PAO 4 сСт <sup>2</sup> , масс.%	46.0	
Базовое масло III группы, 6 сСт <sup>3</sup> , масс.%	20.0	20.0
ИЗОБРЕТЕНИЕ 3.9 сСт <sup>4</sup> , масс.%		46.0
Модификатор вязкости <sup>5</sup> , масс.%	10.0	10.0
Сложный эфир <sup>6</sup> , масс.%	5.0	5.0
KV @ 100°C (сСт)	13.7	13.3
KV @ 40°C (сСт)	82.5	83.7
Индекс вязкости	171	160
Имитатор вязкости масла для проворачивания коленчатого вала хо-	4390	4450

лодного двигателя		
Летучесть по Noack (% потери массы)	7,6	7,9

1. Промышленный диспергант/ингибитор от Aflon
2. Гидрированный поли(альфа-олефин) из 1-децена от INEOS; 3.93 сСт при 100°C
3. Минеральное масло III группы от SK Korea; 6.52 сСт при 100°C, 129 VI, температура застывания -15°C
4. Гидрированный полимер - полизопрен от Shell
5. Ди-тридециладипат от Exxon.

Пример 8C

Демонстрационное масло для компрессора/турбины

Синтетические жидкости по данному изобретению можно использовать в составе компрессорных масел (вместе с выбранными добавками к смазкам). Предпочтительное компрессорное масло обычно получают из синтетической жидкости по настоящему изобретению вместе с традиционной композицией добавок к компрессорному маслу. Приведенные ниже добавки обычно используют в таких количествах, чтобы они проявили свои вспомогательные функции. Композиция добавок может включать, но не ограничивается этим, ингибиторы окисления, дополнительные солибилизаторы, ингибиторы ржавления/пассиваторы металла, деэмульгирующие и противоизносные реагенты. Можно готовить и другие базовые масла.

Таблица 9

Масло для компрессора/турбины ISO 22

ДОБАВКА	Масло G	Масло H
Антиоксидант <sup>1</sup> , масс.%	0.50	0.50
Композиция добавок <sup>2</sup> , масс.%	0.87	0.87
Набухающий герметик <sup>3</sup> , масс.%	10.00	10.00
Противопенный реагент <sup>4</sup> ,	0.01	0.01
C <sub>10</sub> РАО 6 сСт <sup>5</sup> , масс.%	35.45	35.45
C <sub>10</sub> РАО 4 сСт <sup>6</sup> , масс.%	53.17	
<b>ИЗОБРЕТЕНИЕ 3.9 сСт, масс.%</b>		50.17
KV @ 40°C (сСт)	19.97	20.02
KV @ 100°C (сСт)	4.40	4.43
Индекс вязкости	134	135
Температура застывания, °C	<-62	<-60
Температура воспламенения, °C	210	214
Удельная плотность	0.8314	0.8317
Коррозия медной полоски, ASTM D130	1a	1a
Деэмульсификация, ASTM D 1401	40/40/0	40/40/0
Относит, индукц. период RPVOT, мин (ASTM D2272)	100	104

1. Промышленный алкилфенольный и ариламинный антиоксидант от Afton
2. Промышленная композиция, содержащая алкилфосфонат, ариламин, арилтриазол и другие компоненты, от Afton
3. Промышленный набухающий герметик, 3.6 сСт при 100°C, 14.6 сСт при 40°C от Afton
4. Промышленный акрилатный противопенный реагент от Afton
5. Гидрированный 1-децен поли(альфа-олефин) от INEOS; 5.97 сСт при 100°C
6. Гидрированный 1-децен поли(альфа-олефин) от INEOS; 3.93 сСт при 100°C.

Пример 8D

Трансмиссионные масла

Синтетические жидкости по данному изобретению можно использовать в препаратах

трансмиссионных масел для транспорта и промышленности. Препараты типичных трансмиссионных масел содержат (1) один или несколько полимерных загустителей, таких как высоковязкие поли(альфа-олефины), жидкие гидрированные полиизопрены, полибутилены, высокомолекулярные акрилатные сложные эфиры и этилен-пропиленовые или этилен-альфа-олефиновые сополимеры; (2) минеральные масла с низкой вязкостью, такие как минеральные масла I, II или III групп, или синтетические масла с низкой вязкостью (например, диалкилированный нафталин или поли(альфа-олефины) с низкой вязкостью); и/или необязательно (3) сложные эфиры с низкой вязкостью, такие как сложные моноэфиры, диэфиры, полиэфиры, и (4) композицию добавок, содержащую антиоксиданты, дисперганты, реагенты для экстремального давления, ингибиторы износа, ингибиторы коррозии, противопенные реагенты и т.п.

Выпускаемые промышленностью композиции добавок содержат несколько, а иногда все типы добавок, приведенных выше.

Трансмиссионные масла могут быть сезонные (летние) или всесезонные (т.е. удовлетворять требования к вязкости SAE как при высокой, так и при низкой температурах). Например, всесезонное трансмиссионное масло 75W-90 должно иметь минимальную вязкость при 100°C равную 13.5 сСт и вязкость 150000 сП или менее при -40°C.

#### Пример 8E

Демонстрационное трансмиссионное масло

Таблица 10		
Промышленное трансмиссионное масло ISO 32		
ДОБАВКА	Масло I	Масло J
Композиция добавок к EP трансмиссион. маслу <sup>1</sup> , масс.%	1.50	1.50
Набухающий герметик <sup>2</sup> , масс.%	10.00	10.00
Противопенный реагент <sup>3</sup> ,	0.01	0.01
C <sub>10</sub> PAO, 40 сСт <sup>4</sup> , масс.%	22.12	22.12
C <sub>10</sub> PAO 4 сСт <sup>5</sup> , масс.%	66.37	-
ИЗОБРЕТЕНИЕ 3.9 сСт, масс.%		
Вязкость при 100°C, сСт	6.33	638
Вязкость при 40°C, сСт	31.78	32.01
Температура воспламенения, ASTM D-92	216	214
Относит. потеря массы по Timken, фунт (ASTM D-2782)	100	113
Степень нагрузки до задира	11	11
Относит. нагрузка до износа, г (SAE AIR 4978)	100	104
Относит. нагрузка по Ryder, фунт/дюйм	100	103
Коррозия медной полоски (ASTM D-130)	1b	1b
Предотвращение ржавления (ASTM D-665B)	Pass	Pass
Деземulsionация (ASTM D-1401)	40/40/0	40/40/0

1. Промышленная композиция добавок для EP трансмиссионного масла от Afton

2. Промышленный набухающий герметик, 3.6 сСт при 100°C, 14.6 сСт при 40°C от Afton

3. Промышленный противопенный реагент от Afton.

4. Гидрированный поли(альфа-олефин) на основе 1-децена от INEOS; 5.97 сСт при 100°C

5. Гидрированный поли(альфа-олефин) на основе 1-децена от INEOS; 3.93 сСт при 100°C.

Таблица 11

Транспортное трансмиссионное масло 75W-90	
ДОБАВКА	Масло К
Композиция добавок к EP трансмиссионному маслу <sup>1</sup> , масс.%	7.50
Набухающий герметик <sup>2</sup> , масс.%	10.00
Модификатор вязкости/загуститель <sup>3</sup> , масс.%	31.00
Реагент для снижения температуры застывания <sup>4</sup> , масс.%	1.00
ИЗОБРЕТЕНИЕ 3.9 сСт, масс.%	
Кинематическая вязкость @ 100°C, сСт	15.3
Вязкость по Брукфильду при -40°C, сП	106900

1. Промышленная композиция добавок к EP трансмиссионному маслу от Afton
2. Промышленный набухающий герметик от Afton
3. Промышленный модификатор вязкости от Afton
4. Промышленный реагент для снижения температуры застывания от Afton.

Пример 8F

Трансмиссионные жидкости

Трансмиссионные жидкости используют в автомобильных трансмиссиях, трансмиссиях тяжелого режима в автобусах и военном транспорте и в трансмиссиях других внедорожных и дорожных транспортных средств. Для изготовления трансмиссионных жидкостей, удовлетворяющих самым последним спецификациям, требуются базовые масла с нужными свойствами при низких температурах. Хотя нет абсолютной необходимости использовать синтетические жидкости для многих случаев применения трансмиссионных жидкостей, синтетические жидкости действительно позволяют изготовить жидкости с улучшенными низкотемпературными свойствами, летучестью и устойчивостью к окислению.

Синтетические жидкости по данному ИЗОБРЕТЕНИЮ можно использовать в препаратах трансмиссионных жидкостей. Было установлено, что демонстрационное масло полностью удовлетворяет требованиям теста MERCON по окислению в алюминиевой пробирке.

Таблица 12

Демонстрационное масло в качестве жидкости для автоматической трансмиссии		
ДОБАВКА	Масло L	Масло M
Композиция добавок <sup>1</sup> , масс.%	20.08	20.08
C <sub>10</sub> PAO 6 сСт <sup>2</sup> , масс.%	38	38
C <sub>10</sub> PAO 4 сСт <sup>3</sup> , масс.%	41.89	41.89
ИЗОБРЕТЕНИЕ 3.9 сСт, масс.%		
Красный краситель <sup>4</sup> , масс.%	0.03	0.03
KV @ 40°C, D445	26.79	26.64
KV @ 100°C, D445	5.75	5.74
Индекс вязкости	165	165
Вязкость по Брукфильду при -35°C, D5293	2510	2390
Температура застывания, °C,	<-60	-57
Температура воспламенения,	224	226
Плотность при 15°C, D4052	0.8402	0.8402
Тест на окисление в алюминиевой пробирке		
Δ Вязкость при 40°C (EOT, 300 ч)	-	1.4%
Δ Потеря массы. (EOT, 300 ч)	-	3.3%
Δ TAN (мг КОН/г, 300 ч)	-	1.0
Δ FTIR (EOT, 300 ч)	-	12

Не растворяется в пентане, масс.%	-	0.16
Шлам	-	Нет
Al полоска	-	Нагара нет

1. Патентованная композиция добавок, удовлетворяющая требованиям Dexron VT  
 2. Гидрированный поли(альфа-олефин) на основе 1-децена от INEOS; 5.97 сСт при 100°C

3. Гидрированный поли(альфа-олефин) на основе 1-децена от INEOS; 3.93 сСт при 100°C

4. C.I.Solvent Red 164.

Пример 9

Настоящее изобретение предлагает способ снизить ограничения по доступности РАО на основе децена. Кроме того, настоящее изобретение указывает на возросший дефицит традиционного РАО с вязкостью 4 сСт, используемого в препаратах высококачественных масел. Как вариант настоящего изобретения, сырье для РАО включает источник РАО. Настоящее изобретение включает использование альфа-олефинового сырья для получения РАО с вязкостью 4 сСт, обладающего критическими свойствами, которые близки или лучше, чем у существующих промышленных продуктов.

Настоящее изобретение предлагает взаимозаменяемость с промышленными продуктами по методике ATIEL Read Across. Кроме того, в качестве варианта настоящее изобретение предлагает близкие или лучшие эксплуатационные свойства по сравнению с существующими промышленными продуктами:

VI и работоспособность по Noack, вязкость при проворачивании коленвала на холоду, третичные атомы водорода (устойчивость к окислению), термическая стабильность, температура воспламенения, дополнительная растворимость, коэффициент сцепления, эффект добавок.

Настоящее изобретение разработано в лабораторном и промышленном масштабах.

Настоящее изобретение предлагает оптимизированные свойства для продукта с вязкостью 4 сСт, которые удовлетворяли бы или превосходили свойства стандартного промышленного РАО DS 164. В качестве варианта продукт с вязкостью 4 сСт может содержать базовые масла и изготовленные масла (включить: трансмиссию, компрессор, ATF, PCMO).

Кроме того, настоящее изобретение предлагает заявленные свойства или работоспособность в сравнении с маслом DS 164, включая: температуру застывания, эффективность топлива, интервалы между последовательными заменами масла, замену масла DS164 во всем объеме, предложение источников РАО с вязкостью 4 сСт для потребителей.

См. приведенные ниже табл.13-19.

Таблица 13					
Настоящее изобретение					
Общие свойства					
Свойство	Тест	Durasyn 164		Новый РАО4	
		Обычные	Спецификация	Значение	Интервал
Кинематическая вязкость					
при 100°C	ASTM D445	4.0	3.8-4.0	3.8	4.1
при 40°C		17.8	16.0-18.0	16.5	18.5
при 40°C		2700	3000 макс.	2550	2870
Индекс вязкости	ASTM D2270	122	120 мин.	121	124
Летучесть по Noack % мас-сы	SEC L40A83	13.6	14 макс.	13.5	14.5
Цветн. APHA	ASTM D1209	<5	-	0	<5

	Плотность при 15°C	ASTM D4052	0.8278	0.81-0.84	0.821	0.827
	Температура застывания °C	ASTM D97	-45	-60 макс.	-63	-57
	Показатель преломления при 20°C	-	1.4592	-	1.4586	1.4598
5	Температура воспламенения РМС°C	ASTM D 93	210	190 мин.	206	215
	CCS при -35°C	ASTM D3J93	1450	-	1220	1S50
	Содержание воды, м.д.	ASTM D3401	<25	25 макс.	7	15
	TAN мгКОН/г	ASTM D974	<0.01	0.01 макс.	0.001	0.005
	Бромное число г/100 г	IP 129	<0.4	0.4 макс.	0.02	0.4
10	Вязкость по Брукфильду при -40°C	ASTM D2983	2200		2100	2500

Таблица 14

Результаты настоящего изобретения  
Устойчивость к окислению

		Изобретение	Durasyn 164
15	RPVOT (индукц. период окисления, мин)	26	23
	TFOUT (индукц. период, мин)	18	16
	IP 48 (тест на окисление)		
	Соотношение вязкости использ. масло/свежее масло	2.98	3.48
	Остаток по методу Рансботтома использ. масло /свежее масло	0.08	0.09
	Потери на испарение	16.3	17.0
20	Работа в ATFс		
	Кинематическая вязкость при 100°C (мм <sup>2</sup> /с)	5.7	5.7
	Кинематическая вязкость при 40°C (мм <sup>2</sup> /с)	26.6	26.8
	VI	165	165
	Температура застывания (°C)	-57	-60
25	Вязкость по Брукфильду -35°C (мПа·с)	2390	2510

Таблица 15

Результаты настоящего изобретения  
Изучение смесей - препарат РСМО

		SAE 0W30		SAE 0W40	
30	Durasyn 166	51.8			
	Durasyn 164	20.0		48.5	
	Durasyn 12B		51.8		
	Новый PAO4 (настоящее изобретение)		20.0		48.5
	Базовое Масло III группы			20.0	20.0
	Композиция добавок	14.2	14.2	12.5	12.5
35	VM	4.0	4.0	9.0	9.0
	Сложный эфир	10.0	10.0	10.0	10.0
	Кинематич. вязкость при 100°C (сСт)	10.9	10.8	13.4	13.6 e
	Кинематич. вязкость при 40°C (сСт)	84.9	65.0	77.2	78.9
	VI	159	158	177	176
40	CCS -35°C (сП)	5290	5250	4930	5010
	Noack (% потери массы)	7.6	7.4	8.6	8.8
	Температура застывания	-54	-51	-51	-46

Таблица 16

Результаты настоящего изобретения  
Изучение смесей - препарат HDDO

		SAE 5W40	
45	Durasyn 164	45.0	
	Новый PAO4 (настоящее изобретение)		45.0
	Базовое масло III группы (6 сСт)	20.0	20.0
	Композиция добавок	20.0	20.0

	VM	10.0	10.0
	Сложный эфир	5.0	5.0
	Кинематич. вязкость при 100°C (сСт)	13.5	13.8
	Кинематич. вязкость при 40°C (сСт)	62.4	84.7
5	VI	168	168
	CCS - 30°C (сП)	4390	4450
	Noack (% потери массы)	7.6	7.9
	Температура застывания	-51	-48

Таблица 17			
Результаты настоящего изобретения Препарат промышленного масла			
		ISO VG32 с настоящим изобретением	ISO VG32 с DS164
10	Кинематическая вязкость при 100°C (мм <sup>2</sup> /с)	6.4	6.3
	Кинематическая вязкость при 40°C (мм <sup>2</sup> /с)	32.0	31.8
	VI	156	158
15	Температура застывания (°C)	-57	-60
	Температура воспламенения (°C)	214	216
	Нагрузка по Timken (D2783) т-ра (°C)	38	38
	ОК нагрузка (фунт)	80	70
	Величина падения (фунт)	85	75
Тест с четырьмя шарами (D2783)			
20	Исправленная нагрузка (кг)	72.3	73.3
	Точка соединения (кг)	200	200
Тест с трансмиссией FZO (SAE 4978)			
	Нагрузка до задира (г)	11125	10750
	Степень нагрузки до задира	11	11
	Нагрузка по Ryder Gear Load (фунт/дюйм)	4221	4110
Коррозия медной полоски (D130)			
25	Темп (°C)	100	100
	Время (ч)	3	3
	Классификация	1b	1b

Таблица 18			
Результаты настоящего изобретения Работа с маслами для турбины/компрессора			
		С маслом по изобретению	с D3164
30	Кинематическая вязкость при 100°C (мм <sup>2</sup> /с)	4.4	4.4
	Кинематическая вязкость при 40°C (мм <sup>2</sup> /с)	200	200
	VI	135	134
35	Температура застывания (°C)	-60	<-62
	Температура воспламенения (°C)	214	210
Коррозия медной полоски (D130)			
	Темп (°C)	100	100
	Время (ч)	3	3
	Классификация	1a	1a
40	Предотвращение ржавления в морской воде (D665B)	Pass	Pass
Деземulsификация (D1401)			
	Температура (°C)	54	54
	Слой масла	40	40
	Слой воды	40	40
	Слой эмульсии	0	0
45	Время	20	30

Таблица 19		
Результаты настоящего изобретения Общие свойства		
	Изобретение	"Multi Supplier" 4 сСт

	Вязкость при 100°C (сСт)	4.0	3.5-4.1
	Вязкость при 40°C (сСт)	18.0	18.4 обычно
	Индекс вязкости	122	120 обычно
	Вязкость при -40°C (сСт)	2.660	3000 макс.
5	Температура застывания, °C	-60	-54 макс.
	NOACK (% потери массы)	14.7	13 макс.
	Температура воспламенения	222	204 мин.
	Плотность	0.820	0.820 обычно

### Формула изобретения

10 1. Способ селективного получения смазки, имеющей вязкость 4,0 сСт при 100°C, летучесть с потерей массы по Noack менее 15%, индекс вязкости более 120, температуру застывания ниже -50°C и вязкость при -40°C менее 3000 сСт, путем:

15 (а) реакции первого альфа-олефина, исключая 1-децен, используемого для образования винилиденового олефина, выбранного из группы, состоящей из линейных 1-олефинов C<sub>4-20</sub> и их комбинаций, в присутствии первого катализатора, включающего алкилалюминиевый катализатор, металлоценовый катализатор, катализатор на основе позднего переходного металла с объемными лигандами и их комбинаций с образованием винилиденового олефина;

20 (b) удаление непрореагировавшего указанного первого олефина, причем указанный винилиденовый олефин имеет содержание винилидена по меньшей мере 70%;

(с) взаимодействие указанного винилиденового олефина со вторым альфа-олефином, исключая 1-децен, выбранным из группы, состоящей из линейных 1-олефинов C<sub>4-20</sub> и их комбинаций, в присутствии катализатора VF<sub>3</sub> и системы промотора, включающей смесь по меньшей мере одного апротонного промотора с по меньшей мере одним протонным промотором;

25 (d) удаление остаточных непрореагировавших мономеров и удаление непрореагировавших летучих жидкостей;

(е) гидрирование кубового продукта с образованием смазки;

(f) где указанная смазка имеет 4,0 сСт при 100°C;

30 (g) где указанную смазку получают без образования других дополнительных продуктов, которые тяжелее 4,0 сСт при 100°C;

(h) выделение указанной смазки.

35 2. Способ по п.1, в котором указанный первый катализатор представляет собой триалкилалюминиевый катализатор.

3. Способ по п.1, в котором указанный первый катализатор представляет собой металлоценовый катализатор, выбранный из металлов IVB группы Периодической системы.

4. Способ по п.1, в котором указанный протонный промотор выбирают из 1-пропанола или 1-бутанола.

40 5. Способ по п.1, в котором апротонный промотор выбирают из группы, состоящей из альдегидов, ангидридов, кетонов, органических сложных эфиров, простых эфиров и их комбинаций.

45 6. Способ по п.1, в котором апротонный промотор представляет собой органический сложный эфир, выбранный из группы, состоящей из алкилацетатов C<sub>1</sub>-C<sub>10</sub> и их комбинаций.

7. Способ по п.1, в котором апротонный промотор представляет собой алкилацетат.

8. Способ по п.7, в котором алкилацетат представляет собой n-бутилацетат.



9. Способ по п.1, в котором остаточные непрореагировавшие мономеры удаляют перегонкой.

10. Способ по п.1, в котором указанный винилиденый олефин имеет чистоту по меньшей мере 80% и является продуктом димеризации 1-октена с образованием  
5 винилидена C16.

11. Способ по п.10, в котором указанный винилиденый олефин C16 вступает в реакцию с 1-тетрадецем (C14).

12. Способ по п.11, в котором указанный 1-тетрадецен (C14) содержит по меньшей мере 70% линейных терминальных групп.

13. Способ по п.1, в котором указанная смазка имеет вязкость примерно 4 сСт при 100°C, летучесть по Noack в виде потери массы менее 15%, индекс вязкости более 120, температуру застывания ниже -50°C и вязкость при -40°C менее 3000 сСт.

14. Способ по п.13, в котором указанную смазку получают без более тяжелых дополнительных продуктов.

15. Способ по п.13, в котором указанная смазка характеризуется мольным соотношением винилидена C16 и 1-тетрадецена, равным примерно 1-2.

16. Способ по п.13, в котором указанная смазка характеризуется мольным соотношением винилидена C16 и 1-тетрадецена, равным примерно 1.5.

17. Способ по п.1, в котором указанную смазку смешивают с жидкостью, которую  
20 выбирают из группы, состоящей из синтетической жидкости, минерального масла, дисперганта, антиоксиданта, противоизносного реагента, противопенного реагента, ингибитора коррозии, моющего средства, набухающего герметика, присадки для вязкости и их комбинаций.

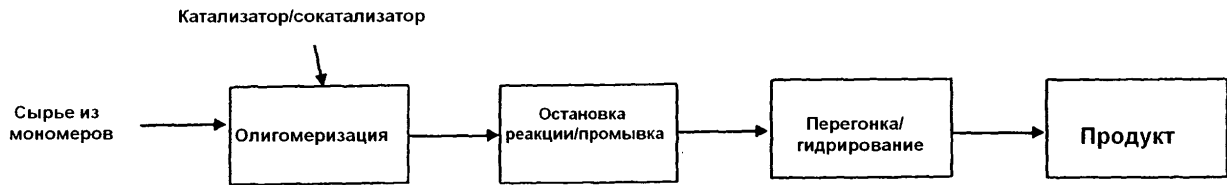
18. Способ по п.1, в котором указанная смазка содержит не более 5% по весу  
25 компонентов C42-C48.

30

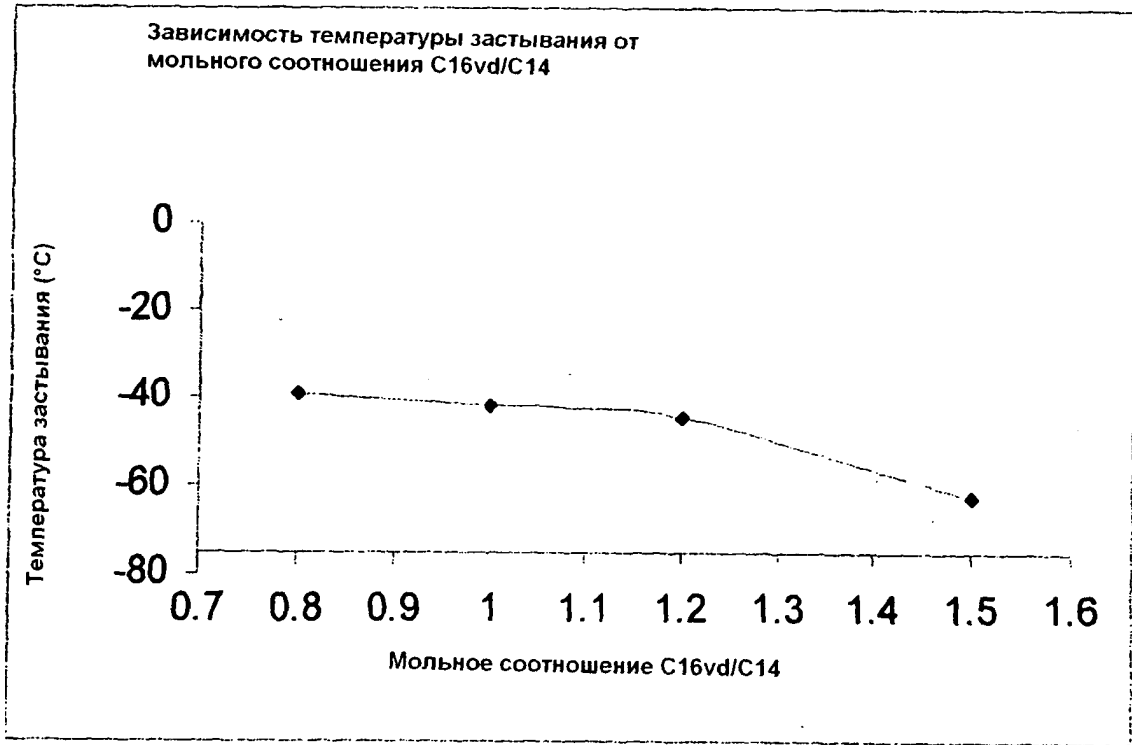
35

40

45

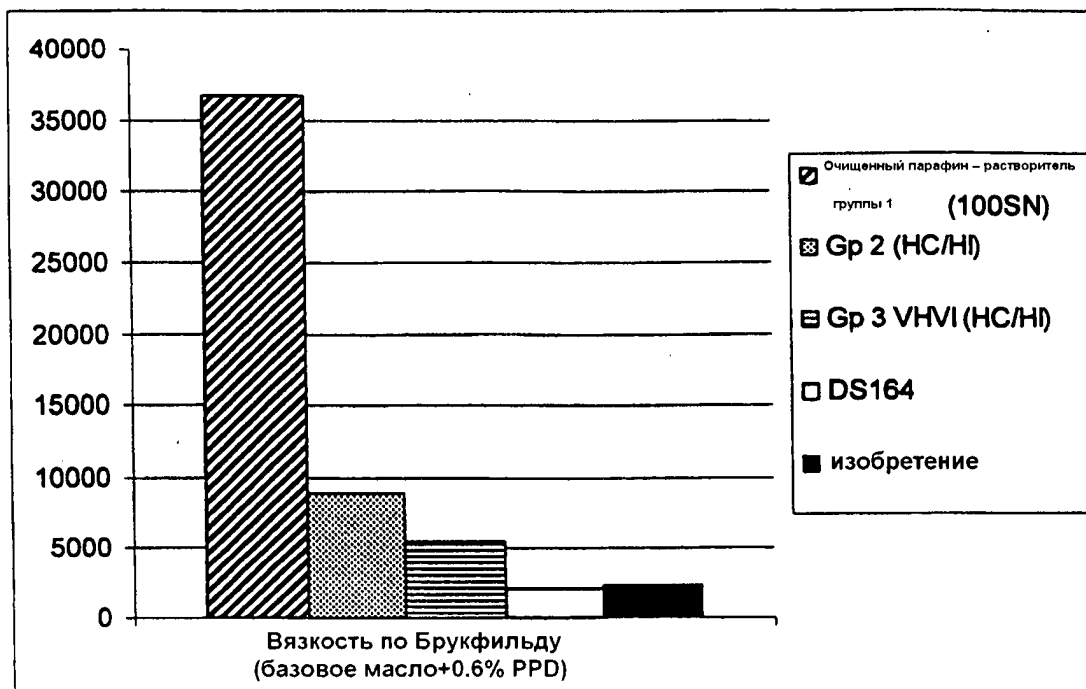


ФИГ.1



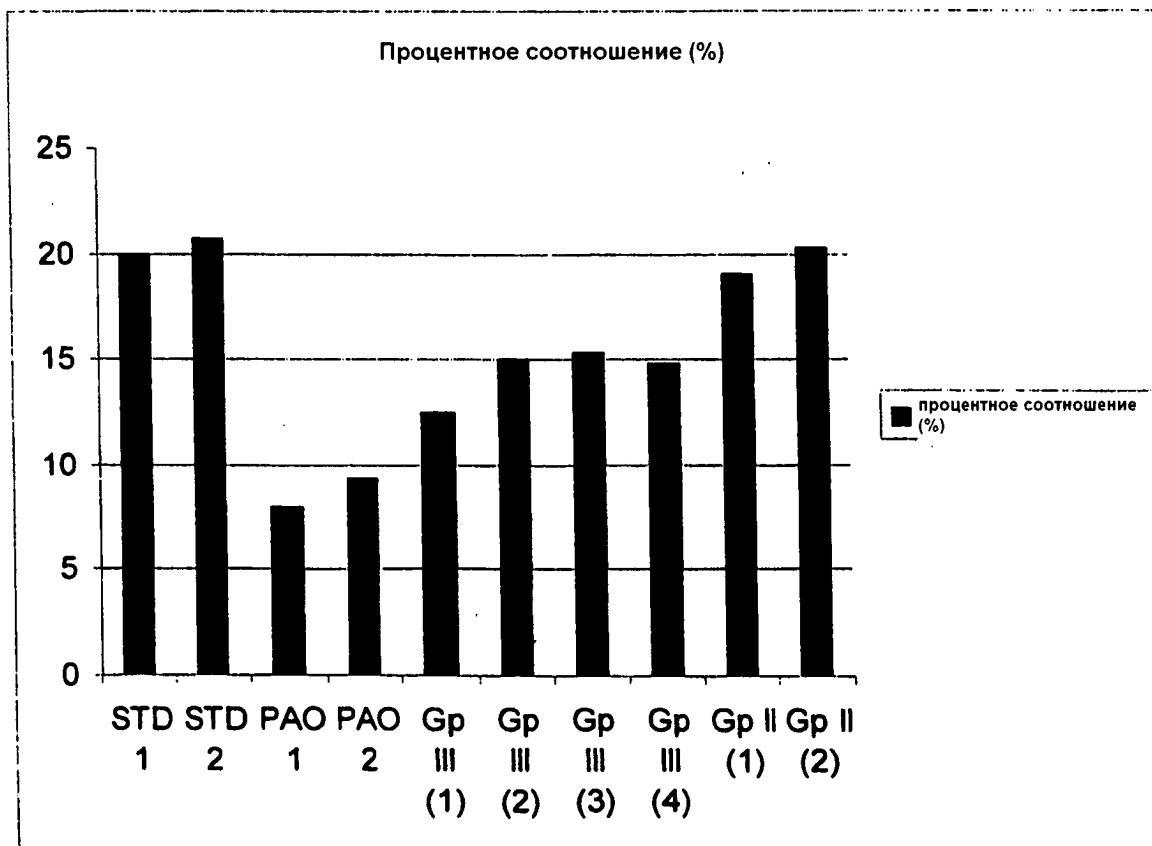
ФИГ.2

Вязкость по Брукфильду при -40°С для базовых масел с вязкостью 4 сСт



ФИГ.3

Третичные атомы углерода по данным спин-эхо 13С ЯМР



ФИГ.4