

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ
№ 2828538

СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ДЕПРЕССОРНОЙ ПРИСАДКИ НА ОСНОВЕ АЛЬФА-ОЛЕФИНОВ

Патентообладатель: *Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования "Санкт-Петербургский горный университет императрицы Екатерины II" (RU)*

Авторы: *Кузьмин Кирилл Александрович (RU), Рудко Вячеслав Алексеевич (RU)*

Заявка № 2024108972

Приоритет изобретения 04 апреля 2024 г.
Дата государственной регистрации
в Государственном реестре изобретений
Российской Федерации 14 октября 2024 г.
Срок действия исключительного права
на изобретение истекает 04 апреля 2044 г.

*Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности*

Ю.С. Зубов





ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

C08F 210/14 (2024.08); C08F 222/06 (2024.08); C10L 10/16 (2024.08)

(21)(22) Заявка: 2024108972, 04.04.2024

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
04.04.2024

Дата регистрации:
14.10.2024

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 04.04.2024

(45) Опубликовано: 14.10.2024 Бюл. № 29

Адрес для переписки:

190106, Санкт-Петербург, 21 линия, В.О., 2,
ФГБОУ ВО "СПбГУ императрицы
Екатерины II, ИВАНОВ МИХАИЛ
ВЛАДИМИРОВИЧ

(72) Автор(ы):

Кузьмин Кирилл Александрович (RU),
Рудко Вячеслав Алексеевич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего
образования "Санкт-Петербургский горный
университет императрицы Екатерины II"
(RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете

о поиске: RU 2756770 C1, 05.10.2021. А.А.
ЖУБАНОВ и др. "СИНТЕЗ И
ИССЛЕДОВАНИЕ ДЕПРЕССОРНОЙ
ПРИСАДКИ ДЛЯ ПАРАФИНИСТЫХ
НЕФТЕЙ НА ОСНОВЕ α -ОЛЕФИНОВ И
МАЛЕИНОВОГО АНГИДРИДА",
ХИМИЧЕСКИЙ ЖУРНАЛ
КАЗАХСТАНА, 1(69), 2020, стр. 160-167. RU
2635107 C1, 09.11.2017. FR 2407224 A1,
25.05.1979. US 5427690 A1, 27.06.1995.

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ДЕПРЕССОРНОЙ ПРИСАДКИ НА ОСНОВЕ АЛЬФА-ОЛЕФИНОВ

(57) Реферат:

Настоящее изобретение относится к способу депрессорной присадки на основе сополимеров альфа-олефинов и малеинового ангидрида. Описан способ получения депрессорной присадки на основе альфа-олефинов, включающий получение сополимеров по реакции радикальной сополимеризации альфа-олефинов и малеинового ангидрида в присутствии инициатора, отличающийся тем, что для сополимеризации используют альфа-олефины с длиной углеродной цепи от 12 до 18, а мольное соотношение компонентов составляет от 5:1 до 100:1, далее добавляют растворитель, в качестве которого используют орто-ксилол в количестве от 0 до 60

об. %, а затем вводят инициатор, в качестве которого используют пероксид бензоила в количестве от 1,0 до 3,0 масс. %, и проводят нагрев при температуре от 100 до 150°C в течение от 100 до 400 минут при постоянном перемешивании, после этого смесь сушат до достижения парами температуры от 220 до 250°C и давления от 10 до 20 кПа, дают смеси остыть до 50°C, после чего добавляют орто-ксилол в массовом соотношении 1:1 к массе полученного сополимера и перемешивают. Технический результат – получение высокоэффективной присадки на основе альфа-олефинов. 1 табл., 20 пр.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C08F 210/14 (2006.01)
C08F 222/06 (2006.01)
C10L 10/16 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
C08F 210/14 (2024.08); C08F 222/06 (2024.08); C10L 10/16 (2024.08)

(21)(22) Application: **2024108972, 04.04.2024**

(24) Effective date for property rights:
04.04.2024

Registration date:
14.10.2024

Priority:

(22) Date of filing: **04.04.2024**

(45) Date of publication: **14.10.2024 Bull. № 29**

Mail address:

**190106, Sankt-Peterburg, 21 liniya, V.O., 2, FGBOU
VO "SPbGU imperatritsy EkaterinyII, IVANOV
MIKHAIL VLADIMIROVICH**

(72) Inventor(s):

**Kuzmin Kirill Aleksandrovich (RU),
Rudko Viacheslav Alekseevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe biudzhethnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniia «Sankt-Peterburgskii gornyi
universitet imperatritsy Ekateriny II» (RU)**

(54) **METHOD OF PRODUCING DEPRESSANT BASED ON ALPHA-OLEFINS**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: present invention relates to a method of a depressant based on copolymers of alpha-olefins and maleic anhydride. Described is a method of producing an alpha-olefin-based depressant, comprising obtaining copolymers via a radical copolymerisation of alpha-olefins and maleic anhydride in the presence of an initiator, characterized by that alpha-olefins with carbon chain length from 12 to 18 are used for copolymerisation, and molar ratio of components is from 5:1 to 100:1, then a solvent is added, which is ortho-xylene in amount of 0 to 60 vol.%, and then an

initiator is introduced, which is benzoyl peroxide in amount of 1.0 to 3.0 wt.%, and heating is carried out at temperature of 100 to 150 °C for 100 to 400 minutes with constant stirring, after that, the mixture is dried until the vapour reaches temperature of 220-250 °C and pressure from 10 to 20 kPa, allow the mixture to cool down to 50 °C, after which ortho-xylene is added in weight ratio of 1:1 to the weight of the obtained copolymer and mixed.

EFFECT: obtaining a high-efficiency additive based on alpha-olefins.

1 cl, 1 tbl, 20 ex

RU 2 828 538 C1

RU 2 828 538 C1

Изобретение относится к способу получения депрессорной присадки на основе сополимеров альфа-олефинов и малеинового ангидрида. Изобретение может быть использовано для получения депрессорной присадки для дизельного топлива, дистиллятного судового топлива и среднестиллятных нефтепродуктов. В качестве депрессорных присадок в углеводородные среднестиллятные топлива могут применяться продукты сополимеризации различных веществ, например сополимеры этилена с винилацетатом, полиалкилметакрилаты, сополимеры альфа-олефинов с малеиновым ангидридом. Данные вещества получают путем радикальной сополимеризации в присутствии пероксидных или металлоценовых катализаторов.

Известен способ получения депрессорной присадки к дизельному топливу (Патент РФ № 2684412, опубл. 09.04.2019), включающий получение в качестве депрессорного компонента присадки по реакции радикальной сополимеризации этиленненасыщенных мономеров малеинового ангидрида и фракции 1-олефинов C_8-C_{24} с участием инициатора дибензоилпероксида с соотношением исходных реагентов от 1:0,92 до 1:3,7 при температуре от 75 до 90°C в течение от 8 до 23 часов в толуоле, ксилоле или дизельном топливе в качестве растворителей, очистку сополимера упариванием растворителя и выделение сополимера.

Недостатками данного способа являются необходимость перевода в раствор твердофазного малеинового ангидрида перед сополимеризацией, а также низкая степень очистки сополимера.

Известен способ получения депрессорной присадки к дизельному топливу (Патент РФ № 2715896, опубл. 04.03.2020), включающий получение в качестве депрессорного компонента полимерное соединение, полученное реакцией радикальной сополимеризации малеинового ангидрида и фракции 1-олефинов C_8-C_{24} , выделяемой из продуктов термokatалитической олигомеризации этилена, инициируемое дибензоилпероксидом, с соотношением исходных реагентов 1:1 при температуре от 65 до 75°C в течение от 6 до 8 часов в толуоле, ксилоле, нефти или дизельном топливе в качестве растворителей.

Недостатками данного способа являются необходимость перевода в раствор твердофазного малеинового ангидрида перед сополимеризацией, низкая степень очистки сополимера, а также низкая эффективность полученного сополимера в качестве депрессорной присадки по отношению к топливам различного состава.

Известен способ получения депрессорной присадки для смазочных масел на основе сополимера алкилметакрилата и метилметакрилата (Патент РФ № 2402571, опубл. 27.10.2010), включающий стадию полимеризации алкилметакрилатов фракции $C_{12}-C_{18}$ или сополимеризации их с метилметакрилатом в присутствии инициатора радикальной полимеризации азобисизобутиронитрила при температуре от 70 до 100°C, отличающийся тем, что процесс полимеризации или сополимеризации алкилметакрилатов фракции $C_{12}-C_{18}$ с метилметакрилатом в количестве до 9 масс. % от количества

алкилметакрилатов проводят в минеральном или синтетическом масле при пониженном давлении от 1 до 50 мм рт.ст., содержании мономерной смеси, включающей метилметакрилат и алкилметакрилаты, в количестве от 40 до 90 масс. % и инициатора от 0,5 до 2,0 масс. % от массы мономеров, которые вводят в процесс сразу или частями до индукционного периода, определяемого по повышению температуры реакционной массы, и после его окончания.

Недостатками данного способа получения сополимера является использование в качестве инициатора азобисизобутиронитрила, синтезируемого из ядовитых веществ, а также проведение стадии синтеза при пониженном давлении.

Известен способ получения сополимеров алкилметакрилатов и бензилметакрилата (Xie M., Chen F., Liu J., Yang T., Yin S., Lin H., Xue Y., Han S. Synthesis and evaluation of benzyl methacrylatemethacrylate copolymers as pour point depressant in diesel fuel // Fuel. Elsevier Ltd, 2019. V. 255), включающий получение сополимеров по реакции радикальной сополимеризации этиленненасыщенных мономеров бензилметакрилата с додецил-, тетрадецил-, гексадецил- и октадециловыми эфирами метакриловой кислоты в соотношении от 1:1 до 1:15 в присутствии инициатора дибензоилпероксида в количестве 1 % в инертной среде азота при температуре 110°C в течение 480 минут, осаждение полученного сополимера избытком метанола и сушку при пониженном давлении в течение 12 часов.

Недостатком данного способа являются длительные стадии процесса синтеза и сушки сополимеров, низкая эффективность действия полученных сополимеров в качестве депрессорной присадки при добавлении в дизельное топливо.

Известна депрессорная присадка к дизельному топливу и способ ее получения (Патент РФ №2756770, опубл. 05.10.2021), принятый за прототип, включающий получение в качестве депрессорного компонента присадки модифицированный сополимер малеинового ангидрида и 1-олефинов C₆-C₃₀ по реакции радикальной сополимеризации с участием инициатора радикальной полимеризации в толуоле, ксилоле или диэтилбензоле в качестве растворителя при температуре от 90 до 150°C в течение от 2 до 3 часов, и последующей модификацией полученного сополимера жирными аминами или спиртами, или их смесью, с длиной алкила C₆-C₂₈ при температуре от 90 до 160°C в течение от 2 до 3 часов.

Недостатками данного способа получения сополимера являются многостадийный синтез, включающий дополнительную стадию модификации сополимера, а также низкая эффективность полученного сополимера в качестве депрессорной присадки по отношению к топливу.

Техническим результатом является получение высокоэффективной депрессорной присадки на основе альфа-олефинов.

Технический результат достигается тем, что для сополимеризации используют альфа-олефины с длиной углеродной цепи от 12 до 18, а мольное соотношение компонентов составляет от 5:1 до 100:1, далее добавляют растворитель, в качестве которого используют орто-ксилол в количестве от 0 до 60 об. %, а затем вводят инициатор, в качестве которого используют пероксид бензоила в количестве от 1,0 до 3,0 масс. % и проводят нагрев при температуре от 100 до 150°C в течение от 100 до 400 минут при постоянном перемешивании, после этого смесь сушат до достижения парама температуры от 220 до 250°C и давления от 10 до 20 кПа, дают смеси остыть до 50°C, после чего добавляют орто-ксилол в массовом соотношении 1:1 к массе полученного сополимера и перемешивают.

Способ осуществляется следующим образом. Сополимеризации подвергают альфа-олефины с длиной углеводородной цепи от 12 до 18, которые смешивают в реакторе с малеиновым ангидридом, при этом мольное соотношение между альфа-олефинами и малеиновым ангидридом составляет от 5:1 до 100:1. Далее добавляют растворитель, в качестве которого используют орто-ксилол в количестве от 0 до 60 об. %. После этого реакционную смесь нагревают до 70°C при постоянном перемешивании. Далее в смесь вводят инициатор радикальной сополимеризации, в качестве которого используют дибензоилпероксид в количестве от 1 до 3 масс. %. Затем реакционную смесь нагревают до температуры от 100°C до 150°C и поддерживают ее в течение от 100 до 400 минут при постоянном перемешивании. После этого нагрев отключают и дают реакционной

смеси остыть до 50 °С. Далее раствор переливают в емкость, снабженную нагревателем и проводят вакуумную сушку при давлении от 10 до 20 кПа до достижения температуры паров 220°С до 250°С. Далее дают смеси остыть до 50°С, после чего добавляют толуол, в массовом соотношении 1:1 к массе полученного сополимера, и перемешивают с помощью верхнеприводной мешалки в течение не менее 10 минут. Полученный продукт является депрессорной присадкой и представляет собой вязкую жидкость от желтого до темно-коричневого цвета.

Способ поясняется следующими примерами.

Пример 1. В реактор, снабженный перемешивающим устройством и обратным холодильником, вводят в мольном соотношении 5:1 соответственно альфа-олефины С12-С18 и малеиновый ангидрид. В реактор также добавляют 3 масс. % дибензоилпероксида в качестве инициатора. Смесь нагревают до 120°С и поддерживают эту температуру в течение 100 минут. Далее проводят сушку сополимеров при давлении 20 кПа до достижения парами температуры 235°С. Для оценки качества полученную депрессорную присадку вводят в дизельное топливо в количестве 2000 ppm и определяют его низкотемпературные свойства - ПТФ и ТЗ в чистом виде и с добавлением присадки. Таким образом для чистого топлива ПТФ и ТЗ составили минус 11°С и минус 26°С, а максимальная депрессия ПТФ и ТЗ при добавлении присадки составила 9°С и 16°С соответственно. Значения ПТФ и ТЗ топлива с добавлением присадки составили минус 20°С и минус 42°С соответственно. На основании данных об эффективности действия депрессорной присадки на низкотемпературные свойства топлива можно сделать вывод, что параметры синтеза и очистки, описанные в примере, позволяют достичь необходимых свойств продукта.

Пример 2. В реактор, снабженный перемешивающим устройством и обратным холодильником, вводят в мольном соотношении 3:1 соответственно альфа-олефины С12-С18 и малеиновый ангидрид. В реактор также добавляют 0,5 масс. % дибензоилпероксида в качестве инициатора и 20 об. % орто-ксилола в качестве растворителя. Смесь нагревают до 80°С и поддерживают эту температуру в течение 200 минут. Далее проводят сушку сополимеров при давлении 40 кПа до достижения парами температуры 210°С. Для оценки качества полученную депрессорную присадку вводят в дизельное топливо в количестве 2000 ppm и определяют его низкотемпературные свойства - ПТФ и ТЗ в чистом виде и с добавлением присадки. Таким образом для чистого топлива ПТФ и ТЗ составили минус 11°С и минус 26°С, а максимальная депрессия ПТФ и ТЗ при добавлении присадки составила 4°С и 9°С соответственно. Значения ПТФ и ТЗ топлива с добавлением присадки составили минус 15°С и минус 35°С соответственно. На основании данных об эффективности действия депрессорной присадки на низкотемпературные свойства топлива можно сделать вывод, что параметры синтеза и очистки, описанные в примере, не позволяют достичь необходимых свойств продукта.

Пример 3. В реактор, снабженный перемешивающим устройством и обратным холодильником, вводят в мольном соотношении 5:1 соответственно альфа-олефины С12-С18 и малеиновый ангидрид. В реактор также добавляют 3 масс. % дибензоилпероксида в качестве инициатора. Смесь нагревают до 140°С и поддерживают эту температуру в течение 400 минут. Далее проводят сушку сополимеров при давлении 15 кПа до достижения парами температуры 240°С. Для оценки качества полученную депрессорную присадку вводят в дизельное топливо в количестве 2000 ppm и определяют его низкотемпературные свойства - ПТФ и ТЗ в чистом виде и с добавлением присадки. Таким образом для чистого топлива ПТФ и ТЗ составили минус 11°С и минус 26°С, а

максимальная депрессия ПТФ и ТЗ при добавлении присадки составила 10°C и 17°C соответственно. Значения ПТФ и ТЗ топлива с добавлением присадки составили минус 21°C и минус 43°C соответственно. На основании данных об эффективности действия депрессорной присадки на низкотемпературные свойства топлива можно сделать вывод, что параметры синтеза и очистки, описанные в примере, позволяют достичь

5 необходимых свойств продукта.

Пример 4. В реактор, снабженный перемешивающим устройством и обратным холодильником, вводят в мольном соотношении 5:1 соответственно альфа-олефины С12-С18 и малеиновый ангидрид. В реактор также добавляют 3 масс. %

10 дибензоилпероксида в качестве инициатора и 30 об. % орто-ксилола в качестве растворителя. Смесь нагревают до 100°C и поддерживают эту температуру в течение 120 минут. Далее проводят сушку сополимеров при давлении 12 кПа до достижения парами температуры 240°C. Для оценки качества полученную депрессорную присадку вводят в дизельное топливо в количестве 2000 ppm и определяют его

15 низкотемпературные свойства - ПТФ и ТЗ в чистом виде и с добавлением присадки. Таким образом для чистого топлива ПТФ и ТЗ составили минус 11°C и минус 26°C, а максимальная депрессия ПТФ и ТЗ при добавлении присадки составила 9°C и 19°C соответственно. Значения ПТФ и ТЗ топлива с добавлением присадки составили минус 20°C и минус 45°C соответственно. На основании данных об эффективности действия

20 депрессорной присадки на низкотемпературные свойства топлива можно сделать вывод, что параметры синтеза и очистки, описанные в примере, позволяют достичь необходимых свойств продукта.

Пример 5. В реактор, снабженный перемешивающим устройством и обратным холодильником, вводят в мольном соотношении 10:1 соответственно альфа-олефины

25 С12-С18 и малеиновый ангидрид. В реактор также добавляют 3 масс. % дибензоилпероксида в качестве инициатора и 30 об. % орто-ксилола в качестве растворителя. Смесь нагревают до 135°C и поддерживают эту температуру в течение 300 минут. Далее проводят сушку сополимеров при давлении 17 кПа до достижения парами температуры 250°C. Для оценки качества полученную депрессорную присадку

30 вводят в дизельное топливо в количестве 2000 ppm и определяют его низкотемпературные свойства - ПТФ и ТЗ в чистом виде и с добавлением присадки. Таким образом для чистого топлива ПТФ и ТЗ составили минус 11°C и минус 26°C, а максимальная депрессия ПТФ и ТЗ при добавлении присадки составила 11°C и 15°C соответственно. Значения ПТФ и ТЗ топлива с добавлением присадки составили минус

35 22°C и минус 41°C соответственно. На основании данных об эффективности действия депрессорной присадки на низкотемпературные свойства топлива можно сделать вывод, что параметры синтеза и очистки, описанные в примере, позволяют достичь необходимых свойств продукта.

Пример 6. В реактор, снабженный перемешивающим устройством и обратным

40 холодильником, вводят в мольном соотношении 10:1 соответственно альфа-олефины С12-С18 и малеиновый ангидрид. В реактор также добавляют 3 масс. % дибензоилпероксида в качестве инициатора. Смесь нагревают до 150°C и поддерживают эту температуру в течение 300 минут. Далее проводят сушку сополимеров при давлении 18 кПа до достижения парами температуры 230°C. Для оценки качества полученную

45 депрессорную присадку вводят в дизельное топливо в количестве 2000 ppm и определяют его низкотемпературные свойства - ПТФ и ТЗ в чистом виде и с добавлением присадки. Таким образом для чистого топлива ПТФ и ТЗ составили минус 11°C и минус 26°C, а максимальная депрессия ПТФ и ТЗ при добавлении присадки составила 12°C и 20°C

соответственно. Значения ПТФ и ТЗ топлива с добавлением присадки составили минус 23°C и минус 46°C соответственно. На основании данных об эффективности действия депрессорной присадки на низкотемпературные свойства топлива можно сделать вывод, что параметры синтеза и очистки, описанные в примере, позволяют достичь

5 необходимых свойств продукта.

Пример 7. В реактор, снабженный перемешивающим устройством и обратным холодильником, вводят в мольном соотношении 10:1 соответственно альфа-олефины C12-C18 и малеиновый ангидрид. В реактор также добавляют 3 масс. %

10 дибензоилпероксида в качестве инициатора и 70 об. % орто-ксилола в качестве растворителя. Смесь нагревают до 110°C и поддерживают эту температуру в течение 300 минут. Далее проводят сушку сополимеров при давлении 15 кПа до достижения парами температуры 260°C. Для оценки качества полученную депрессорную присадку вводят в дизельное топливо в количестве 2000 ppm и определяют его

низкотемпературные свойства - ПТФ и ТЗ в чистом виде и с добавлением присадки.

15 Таким образом для чистого топлива ПТФ и ТЗ составили минус 11°C и минус 26°C, а максимальная депрессия ПТФ и ТЗ при добавлении присадки составила 1°C и 8°C соответственно. Значения ПТФ и ТЗ топлива с добавлением присадки составили минус 12°C и минус 34°C соответственно. На основании данных об эффективности действия депрессорной присадки на низкотемпературные свойства топлива можно сделать вывод,

20 что параметры синтеза и очистки, описанные в примере, не позволяют достичь необходимых свойств продукта.

Пример 8. В реактор, снабженный перемешивающим устройством и обратным холодильником, вводят в мольном соотношении 10:1 соответственно альфа-олефины C12-C18 и малеиновый ангидрид. В реактор также добавляют 3 масс. %

25 дибензоилпероксида в качестве инициатора и 70 об. % орто-ксилола в качестве растворителя. Смесь нагревают до 90°C и поддерживают эту температуру в течение 200 минут. Далее проводят сушку сополимеров при давлении 15 кПа до достижения парами температуры 210°C. Для оценки качества полученную депрессорную присадку вводят в дизельное топливо в количестве 2000 ppm и определяют его

30 низкотемпературные свойства - ПТФ и ТЗ в чистом виде и с добавлением присадки.

Таким образом для чистого топлива ПТФ и ТЗ составили минус 11°C и минус 26°C, а максимальная депрессия ПТФ и ТЗ при добавлении присадки составила 1°C и 6°C

35 соответственно. Значения ПТФ и ТЗ топлива с добавлением присадки составили минус 12°C и минус 32°C соответственно. На основании данных об эффективности действия депрессорной присадки на низкотемпературные свойства топлива можно сделать вывод, что параметры синтеза и очистки, описанные в примере, не позволяют достичь

необходимых свойств продукта.

Пример 9. В реактор, снабженный перемешивающим устройством и обратным

40 холодильником, вводят в мольном соотношении 25:1 соответственно альфа-олефины C12-C18 и малеиновый ангидрид. В реактор также добавляют 4 масс. % дибензоилпероксида в качестве инициатора. Смесь нагревают до 165°C и поддерживают эту температуру в течение 100 минут. Далее проводят сушку сополимеров при давлении 35 кПа до достижения парами температуры 220°C. Для оценки качества полученную депрессорную присадку вводят в дизельное топливо в количестве 2000 ppm и определяют его

45 его низкотемпературные свойства - ПТФ и ТЗ в чистом виде и с добавлением присадки. Таким образом для чистого топлива ПТФ и ТЗ составили минус 11°C и минус 26°C, а максимальная депрессия ПТФ и ТЗ при добавлении присадки составила 3°C и 10°C соответственно. Значения ПТФ и ТЗ топлива с добавлением присадки составили минус

14°C и минус 36°C соответственно. На основании данных об эффективности действия депрессорной присадки на низкотемпературные свойства топлива можно сделать вывод, что параметры синтеза и очистки, описанные в примере, не позволяют достичь необходимых свойств продукта.

5 Пример 10. В реактор, снабженный перемешивающим устройством и обратным холодильником, вводят в мольном соотношении 20:1 соответственно альфа-олефины C12-C18 и малеиновый ангидрид. В реактор также добавляют 2 масс. %
дибензоилпероксида в качестве инициатора. Смесь нагревают до 140°C и поддерживают
эту температуру в течение 300 минут. Далее проводят сушку сополимеров при давлении
10 12 кПа до достижения парама температуры 245°C. Для оценки качества полученную
депрессорную присадку вводят в дизельное топливо в количестве 2000 ppm и определяют
его низкотемпературные свойства - ПТФ и ТЗ в чистом виде и с добавлением присадки.
Таким образом для чистого топлива ПТФ и ТЗ составили минус 11°C и минус 26°C, а
максимальная депрессия ПТФ и ТЗ при добавлении присадки составила 9°C и 16°C
15 соответственно. Значения ПТФ и ТЗ топлива с добавлением присадки составили минус
20°C и минус 42°C соответственно. На основании данных об эффективности действия
депрессорной присадки на низкотемпературные свойства топлива можно сделать вывод,
что параметры синтеза и очистки, описанные в примере, позволяют достичь
необходимых свойств продукта.

20 Пример 11. В реактор, снабженный перемешивающим устройством и обратным
холодильником, вводят в мольном соотношении 20:1 соответственно альфа-олефины
C12-C18 и малеиновый ангидрид. В реактор также добавляют 2 масс. %
дибензоилпероксида в качестве инициатора и 40 об. % орто-ксилола в качестве
растворителя. Смесь нагревают до 125°C и поддерживают эту температуру в течение
25 300 минут. Далее проводят сушку сополимеров при давлении 12 кПа до достижения
парама температуры 250°C. Для оценки качества полученную депрессорную присадку
вводят в дизельное топливо в количестве 2000 ppm и определяют его
низкотемпературные свойства - ПТФ и ТЗ в чистом виде и с добавлением присадки.
Таким образом для чистого топлива ПТФ и ТЗ составили минус 11°C и минус 26°C, а
30 максимальная депрессия ПТФ и ТЗ при добавлении присадки составила 10°C и 21°C
соответственно. Значения ПТФ и ТЗ топлива с добавлением присадки составили минус
21°C и минус 47°C соответственно. На основании данных об эффективности действия
депрессорной присадки на низкотемпературные свойства топлива можно сделать вывод,
что параметры синтеза и очистки, описанные в примере, позволяют достичь
35 необходимых свойств продукта.

Пример 12. В реактор, снабженный перемешивающим устройством и обратным
холодильником, вводят в мольном соотношении 20:1 соответственно альфа-олефины
C12-C18 и малеиновый ангидрид. В реактор также добавляют 2 масс. %
дибензоилпероксида в качестве инициатора и 50 об. % орто-ксилола в качестве
40 растворителя. Смесь нагревают до 100°C и поддерживают эту температуру в течение
240 минут. Далее проводят сушку сополимеров при давлении 12 кПа до достижения
парама температуры 230°C. Для оценки качества полученную депрессорную присадку
вводят в дизельное топливо в количестве 2000 ppm и определяют его
низкотемпературные свойства - ПТФ и ТЗ в чистом виде и с добавлением присадки.
45 Таким образом для чистого топлива ПТФ и ТЗ составили минус 11°C и минус 26°C, а
максимальная депрессия ПТФ и ТЗ при добавлении присадки составила 10°C и 22°C
соответственно. Значения ПТФ и ТЗ топлива с добавлением присадки составили минус
21°C и минус 48°C соответственно. На основании данных об эффективности действия

депрессорной присадки на низкотемпературные свойства топлива можно сделать вывод, что параметры синтеза и очистки, описанные в примере, позволяют достичь необходимых свойств продукта.

5 Пример 13. В реактор, снабженный перемешивающим устройством и обратным холодильником, вводят в мольном соотношении 50:1 соответственно альфа-олефины C12-C18 и малеиновый ангидрид. В реактор также добавляют 1 масс. %
дибензоилпероксида в качестве инициатора и 80 об. % орто-ксилола в качестве
растворителя. Смесь нагревают до 80°C и поддерживают эту температуру в течение 60
10 минут. Далее проводят сушку сополимеров при давлении 50 кПа до достижения парами температуры 230°C. Для оценки качества полученную депрессорную присадку вводят
в дизельное топливо в количестве 2000 ppm и определяют его низкотемпературные
свойства - ПТФ и ТЗ в чистом виде и с добавлением присадки. Таким образом для
чистого топлива ПТФ и ТЗ составили минус 11°C и минус 26°C, а максимальная
депрессия ПТФ и ТЗ при добавлении присадки составила 5°C и 9°C соответственно.
15 Значения ПТФ и ТЗ топлива с добавлением присадки составили минус 16°C и минус
35°C соответственно. На основании данных об эффективности действия депрессорной
присадки на низкотемпературные свойства топлива можно сделать вывод, что
параметры синтеза и очистки, описанные в примере, не позволяют достичь необходимых
свойств продукта.

20 Пример 14. В реактор, снабженный перемешивающим устройством и обратным холодильником, вводят в мольном соотношении 50:1 соответственно альфа-олефины C12-C18 и малеиновый ангидрид. В реактор также добавляют 1,5 масс. %
дибензоилпероксида в качестве инициатора и 15 об. % орто-ксилола в качестве
растворителя. Смесь нагревают до 90°C и поддерживают эту температуру в течение
25 120 минут. Далее проводят сушку сополимеров при давлении 30 кПа до достижения парами температуры 260°C. Для оценки качества полученную депрессорную присадку
вводят в дизельное топливо в количестве 2000 ppm и определяют его
низкотемпературные свойства - ПТФ и ТЗ в чистом виде и с добавлением присадки.
Таким образом для чистого топлива ПТФ и ТЗ составили минус 11°C и минус 26°C, а
30 максимальная депрессия ПТФ и ТЗ при добавлении присадки составила 3°C и 8°C
соответственно. Значения ПТФ и ТЗ топлива с добавлением присадки составили минус
14°C и минус 34°C соответственно. На основании данных об эффективности действия
депрессорной присадки на низкотемпературные свойства топлива можно сделать вывод,
что параметры синтеза и очистки, описанные в примере, не позволяют достичь
35 необходимых свойств продукта.

Пример 15. В реактор, снабженный перемешивающим устройством и обратным
холодильником, вводят в мольном соотношении 50:1 соответственно альфа-олефины
C12-C18 и малеиновый ангидрид. В реактор также добавляют 2 масс. %
дибензоилпероксида в качестве инициатора и 10 об. % орто-ксилола в качестве
40 растворителя. Смесь нагревают до 100°C и поддерживают эту температуру в течение
200 минут. Далее проводят сушку сополимеров при давлении 40 кПа до достижения
парами температуры 250°C. Для оценки качества полученную депрессорную присадку
вводят в дизельное топливо в количестве 2000 ppm и определяют его
низкотемпературные свойства - ПТФ и ТЗ в чистом виде и с добавлением присадки.
45 Таким образом для чистого топлива ПТФ и ТЗ составили минус 11°C и минус 26°C, а
максимальная депрессия ПТФ и ТЗ при добавлении присадки составила 9°C и 19°C
соответственно. Значения ПТФ и ТЗ топлива с добавлением присадки составили минус
20°C и минус 45°C соответственно. На основании данных об эффективности действия

депрессорной присадки на низкотемпературные свойства топлива можно сделать вывод, что параметры синтеза и очистки, описанные в примере, позволяют достичь необходимых свойств продукта.

5 Пример 16. В реактор, снабженный перемешивающим устройством и обратным холодильником, вводят в мольном соотношении 50:1 соответственно альфа-олефины C12-C18 и малеиновый ангидрид. В реактор также добавляют 2 масс. %
дибензоилпероксида в качестве инициатора и 20 об. % орто-ксилола в качестве
растворителя. Смесь нагревают до 110°C и поддерживают эту температуру в течение
300 минут. Далее проводят сушку сополимеров при давлении 20 кПа до достижения
10 парами температуры 240°C. Для оценки качества полученную депрессорную присадку вводят в дизельное топливо в количестве 2000 ppm и определяют его
низкотемпературные свойства - ПТФ и ТЗ в чистом виде и с добавлением присадки.
Таким образом для чистого топлива ПТФ и ТЗ составили минус 11°C и минус 26°C, а
максимальная депрессия ПТФ и ТЗ при добавлении присадки составила 10°C и 17°C
15 соответственно. Значения ПТФ и ТЗ топлива с добавлением присадки составили минус 21°C и минус 43°C соответственно. На основании данных об эффективности действия депрессорной присадки на низкотемпературные свойства топлива можно сделать вывод, что параметры синтеза и очистки, описанные в примере, позволяют достичь
необходимых свойств продукта.

20 Пример 17. В реактор, снабженный перемешивающим устройством и обратным холодильником, вводят в мольном соотношении 100:1 соответственно альфа-олефины C12-C18 и малеиновый ангидрид. В реактор также добавляют 2 масс. %
дибензоилпероксида в качестве инициатора и 30 об. % орто-ксилола в качестве
растворителя. Смесь нагревают до 120°C и поддерживают эту температуру в течение
25 300 минут. Далее проводят сушку сополимеров при давлении 16 кПа до достижения парами температуры 230°C. Для оценки качества полученную депрессорную присадку вводят в дизельное топливо в количестве 2000 ppm и определяют его
низкотемпературные свойства - ПТФ и ТЗ в чистом виде и с добавлением присадки.
Таким образом для чистого топлива ПТФ и ТЗ составили минус 11°C и минус 26°C, а
30 максимальная депрессия ПТФ и ТЗ при добавлении присадки составила 9°C и 18°C
соответственно. Значения ПТФ и ТЗ топлива с добавлением присадки составили минус 20°C и минус 44°C соответственно. На основании данных об эффективности действия депрессорной присадки на низкотемпературные свойства топлива можно сделать вывод, что параметры синтеза и очистки, описанные в примере, позволяют достичь
35 необходимых свойств продукта.

Пример 18. В реактор, снабженный перемешивающим устройством и обратным
холодильником, вводят в мольном соотношении 100:1 соответственно альфа-олефины
C12-C18 и малеиновый ангидрид. В реактор также добавляют 2 масс. %
дибензоилпероксида в качестве инициатора и 30 об. % орто-ксилола в качестве
40 растворителя. Смесь нагревают до 130°C и поддерживают эту температуру в течение 200 минут. Далее проводят сушку сополимеров при давлении 15 кПа до достижения парами температуры 210°C. Для оценки качества полученную депрессорную присадку вводят в дизельное топливо в количестве 2000 ppm и определяют его
низкотемпературные свойства - ПТФ и ТЗ в чистом виде и с добавлением присадки.
45 Таким образом для чистого топлива ПТФ и ТЗ составили минус 11°C и минус 26°C, а
максимальная депрессия ПТФ и ТЗ при добавлении присадки составила 1°C и 5°C
соответственно. Значения ПТФ и ТЗ топлива с добавлением присадки составили минус 12°C и минус 31°C соответственно. На основании данных об эффективности действия

депрессорной присадки на низкотемпературные свойства топлива можно сделать вывод, что параметры синтеза и очистки, описанные в примере, не позволяют достичь необходимых свойств продукта.

Пример 19. В реактор, снабженный перемешивающим устройством и обратным холодильником, вводят в мольном соотношении 100:1 соответственно альфа-олефины C12-C18 и малеиновый ангидрид. В реактор также добавляют 2 масс. % дибензоилпероксида в качестве инициатора. Смесь нагревают до 140°C и поддерживают эту температуру в течение 200 минут. Далее проводят сушку сополимеров при давлении 15 кПа до достижения парами температуры 245°C. Для оценки качества полученную депрессорную присадку вводят в дизельное топливо в количестве 2000 ppm и определяют его низкотемпературные свойства - ПТФ и ТЗ в чистом виде и с добавлением присадки. Таким образом для чистого топлива ПТФ и ТЗ составили минус 11°C и минус 26°C, а максимальная депрессия ПТФ и ТЗ при добавлении присадки составила 8°C и 16°C соответственно. Значения ПТФ и ТЗ топлива с добавлением присадки составили минус 19°C и минус 42°C соответственно. На основании данных об эффективности действия депрессорной присадки на низкотемпературные свойства топлива можно сделать вывод, что параметры синтеза и очистки, описанные в примере, позволяют достичь необходимых свойств продукта.

Пример 20. В реактор, снабженный перемешивающим устройством и обратным холодильником, вводят в мольном соотношении 100:1 соответственно альфа-олефины C12-C18 и малеиновый ангидрид. В реактор также добавляют 3 масс. % дибензоилпероксида в качестве инициатора. Смесь нагревают до 150°C и поддерживают эту температуру в течение 200 минут. Далее проводят сушку сополимеров при давлении 15 кПа до достижения парами температуры 240°C. Для оценки качества полученную депрессорную присадку вводят в дизельное топливо в количестве 2000 ppm и определяют его низкотемпературные свойства - ПТФ и ТЗ в чистом виде и с добавлением присадки. Таким образом для чистого топлива ПТФ и ТЗ составили минус 11°C и минус 26°C, а максимальная депрессия ПТФ и ТЗ при добавлении присадки составила 9°C и 15°C соответственно. Значения ПТФ и ТЗ топлива с добавлением присадки составили минус 20°C и минус 41°C соответственно. На основании данных об эффективности действия депрессорной присадки на низкотемпературные свойства топлива можно сделать вывод, что параметры синтеза и очистки, описанные в примере, позволяют достичь необходимых свойств продукта.

Таким образом, путем сополимеризации альфа-олефинов и малеинового ангидрида была успешно получена депрессорная присадка, добавление которой в топливо приводит к значительному снижению предельной температуры фильтруемости и температуры застывания. Технический результат достигается за счет применения оптимальных технологических параметров синтеза и использования процесса вакуумной сушки.

Таблица 1 - Параметры синтеза, сушки сополимеров и показатели эффективности их применения

Параметр	Параметры синтеза						Параметры сушки		Параметры топлива с добавлением депрессорной присадки						
	Мольное соотношение альфа-олефины: малеиновый ангидрид	Температура синтеза, °C	Время синтеза, мин	Содержание инициатора, % масс.	Массовая доля орто-ксилола, % масс.	Разрежение сушки, кПа	Температура паров в конце сушки, °C	ПТФ топлива без присадки, °C	ТЗ топлива без присадки, °C	Концентрация присадки в топливе, ppm	Снижение ПТФ при введении присадки, °C	Снижение ТЗ при введении присадки, °C	ПТФ топлива с присадкой, °C	ТЗ топлива с присадкой, °C	
Примеры	1	5:1	120	100	3	0	80	235	-11	-26	2000	9	16	-20	-42
	2	3:1	80	200	0,5	20	60	210	-11	-26	2000	4	9	-15	-35

5	3	5:1	140	400	3	0	85	240	-11	-26	2000	10	17	-21	-43
	4	5:1	100	120	3	30	88	240	-11	-26	2000	9	19	-20	-45
	5	10:1	135	300	3	30	83	250	-11	-26	2000	11	15	-22	-41
	6	10:1	150	300	3	0	82	230	-11	-26	2000	12	20	-23	-46
	7	10:1	110	300	3	70	85	260	-11	-26	2000	1	8	-12	-34
	8	10:1	90	200	3	70	85	210	-11	-26	2000	1	6	-12	-32
	9	25:1	165	100	4	0	65	220	-11	-26	2000	3	10	-14	-36
	10	20:1	140	300	2	0	88	245	-11	-26	2000	9	16	-20	-42
	11	20:1	125	300	2	40	88	250	-11	-26	2000	10	21	-21	-47
10	12	20:1	100	240	2	60	88	230	-11	-26	2000	10	22	-21	-48
	13	50:1	80	60	1	80	50	230	-11	-26	2000	5	9	-16	-35
	14	50:1	90	120	1,5	15	70	260	-11	-26	2000	3	8	-14	-34
	15	50:1	100	200	2	10	60	250	-11	-26	2000	9	19	-20	-45
	16	50:1	110	300	2	20	80	240	-11	-26	2000	10	17	-21	-43
	17	100:1	120	300	2	30	84	230	-11	-26	2000	9	18	-20	-44
	18	100:1	130	200	2	30	85	210	-11	-26	2000	1	5	-12	-31
15	19	100:1	140	200	2	0	85	245	-11	-26	2000	8	16	-19	-42
	20	100:1	150	200	3	0	85	240	-11	-26	2000	9	15	-20	-41

(57) Формула изобретения

Способ получения депрессорной присадки на основе альфа-олефинов, включающий
получение сополимеров по реакции радикальной сополимеризации альфа-олефинов и
малеинового ангидрида в присутствии инициатора, отличающийся тем, что для
сополимеризации используют альфа-олефины с длиной углеродной цепи от 12 до 18, а
мольное соотношение компонентов составляет от 5:1 до 100:1, далее добавляют
растворитель, в качестве которого используют орто-ксилол в количестве от 0 до 60 об.
%, а затем вводят инициатор, в качестве которого используют пероксид бензоила в
количестве от 1,0 до 3,0 масс. %, и проводят нагрев при температуре от 100 до 150°C в
течение от 100 до 400 минут при постоянном перемешивании, после этого смесь сушат
до достижения парама температуры от 220 до 250°C и давления от 10 до 20 кПа, дают
смеси остыть до 50°C, после чего добавляют орто-ксилол в массовом соотношении 1:1
к массе полученного сополимера и перемешивают.