



(12) BẢN MÔ TẢ SÁNG CHẾ THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN SÁNG CHẾ

(19) Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)  
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ

(11)



1-0023949

(51)<sup>7</sup> C10M 169/00

(13) B

(21) 1-2015-04432

(22) 19/11/2015

(30) 2014-235107 19/11/2014 JP

(45) 25/06/2020 387

(43) 25/05/2016 338A

(73) NOF CORPORATION (JP)

20-3, Ebisu 4-chome, Shibuya-ku, Tokyo 1506019, Japan

(72) KAWAMOTO, Hideki (JP); HASEGAWA, Takuji (JP)

(74) Công ty TNHH Dương và Trần (DUONG & TRAN CO., LTD)

#### (54) CHẾ PHẨM DẦU THỦY LỰC

(57) Sáng chế đề xuất chế phẩm dầu thủy lực có khả năng thoái biến sinh học, cũng như là khả năng chống cháy, hiệu quả chống mài mòn, độ ổn định oxy hóa, độ bền nhiệt, hiệu quả ức chế gỉ sét, và khả năng khử nhũ tương cao.

Chế phẩm dầu thủy lực bao gồm dẫn xuất quinolin hoặc polyme của nó (B) theo điểm 1 với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 1,5 phần khối lượng và dẫn xuất dithiophosphat (C) theo điểm 1 với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 0,5 phần khối lượng, tương ứng với 100 phần khối lượng hợp chất este (A), được nêu dưới đây:

hợp chất este (A) của rượu neopentyl polyhydric có 5 đến 10 nguyên tử cacbon và 3 đến 6 nhóm hydroxyl, và axit béo chưa bão hòa mạch thẳng có 16 đến 22 nguyên tử cacbon, bao gồm monoeste (a1) với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% khối lượng, dieste (a2) với lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 30% khối lượng, và este có 3 hoặc nhiều nhóm este (a3) với lượng nằm trong khoảng từ 65 đến 89,9% khối lượng, trong đó tỷ lệ theo khối lượng monoeste (a1)/dieste (a2) nằm trong khoảng từ 1/99 đến 20/80.

### **Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập**

Sáng chế đề cập đến chế phẩm dầu thủy lực được dùng làm môi trường truyền lực chuyển động trong thiết bị thủy lực. Cụ thể, sáng chế đề cập đến chế phẩm dầu thủy lực có khả năng thoái biến sinh học, chống cháy, hiệu quả chống mòn, độ ổn định oxy hóa, độ bền nhiệt, hiệu quả ức chế gỉ sét, và khả năng khử nhũ tương cao.

### **Tình trạng kỹ thuật của sáng chế**

Trong những năm gần đây, các phương pháp tiếp cận mới về vấn đề bảo vệ môi trường đã trở thành nhiệm vụ quan trọng trên toàn cầu. Điều này cũng đúng trong lĩnh vực dầu bôi trơn, lĩnh vực mà yêu cầu về các loại dầu bôi trơn có khả năng giảm gánh nặng cho môi trường đang ngày càng gia tăng. Trong bối cảnh đó, các loại dầu bôi trơn có khả năng thoái biến sinh học, mà tác động của chúng lên hệ sinh thái sẽ là thấp trong trường hợp bị rò rỉ, do khả năng phân hủy dễ dàng trong môi trường tự nhiên, đã thu hút sự quan tâm khi các loại dầu bôi trơn có khả năng giảm gánh nặng cho môi trường.

Nhiều loại dầu bôi trơn có khả năng thoái biến sinh học được sử dụng làm các dầu thủy lực, làm biện pháp đối phó khi dầu bị rò rỉ vào các con sông, đại dương, đất, và thường được sử dụng trong thiết bị dùng để đóng và mở cửa xả lũ ở các đập, các đập tràn, và các bộ phận tương tự, và trong thiết bị thủy lực như thiết bị đóng cọc, máy xúc, thiết bị nhổ cọc, thiết bị xây dựng, và các thiết bị tương tự, sử dụng gần nguồn nước. Khi được sử dụng làm dầu thủy lực trong các

ứng dụng này, cần có nhu cầu về một loại dầu tốt hơn theo các yêu cầu thông thường đối với các loại dầu thủy lực, như, ví dụ như, độ ổn định oxy hóa, hiệu quả chống mài mòn, hiệu quả ức chế gỉ sét, và khả năng khử nhũ tương.

Các hợp chất este, chủ yếu là được sử dụng làm dầu gốc cho các dầu thủy lực có khả năng thoái biến sinh học được mô tả ở trên. Khi các dầu gốc sử dụng theo cách thông thường, có, ví dụ như, các dầu và các chất béo (các triglycerit) như được nêu trong PTL 1, các dieste như được nêu trong PTL 2, và các este toàn phần của các rượu neopentyl polyhydric như được nêu trong PTL 3, nhưng do các lợi ích về hiệu suất, chất lượng, và chi phí, nó chủ yếu là các este toàn phần của các rượu neopentyl polyhydric và các axit béo chưa bão hòa được sử dụng ngày nay.

Tuy nhiên, các este toàn phần của các rượu neopentyl polyhydric và các axit béo chưa bão hòa có các liên kết đôi trong phân tử, do đó dễ dàng bị oxy hóa, và vì vậy chúng có nhược điểm là độ ổn định oxy hóa thấp. Để giải quyết vấn đề này, PTL 4, ví dụ, bộc lộ việc sử dụng chung tác nhân ức chế oxy hóa dạng thiobisphenol và tác nhân ức chế oxy hóa dạng amin, và PTL 5 bộc lộ việc sử dụng chung chất ngưng loại nước phenol- $\alpha$ -naphthylamin đã được alkyl hóa và 2,6-di-tert-butyl-p-cresol (BHT); tuy nhiên, cả hai chất này đều không mang lại độ ổn định oxy hóa thích hợp.

Ngoài ra, các chất ức chế oxy hóa trên cơ sở quinolin, như được bộc lộ trong PTL 6 và PTL 7 từ lâu đã được sử dụng trong các dầu bôi trơn. Tuy nhiên, các chất ức chế oxy hóa trên cơ sở quinolin có độ bền nhiệt thấp, do đó có một

vấn đề là ở chỗ, khi các dầu bôi trơn mà chứa các chất ức chế oxy hóa trên cơ sở quinolin được sử dụng ở nhiệt độ cao trong khoảng thời gian dài, chúng có xu hướng tạo ra các chất làm kết tủa.

Mặt khác, các dầu thủy lực được sử dụng trong nhiều ứng dụng khác nhau, và có thể được sử dụng trong các ứng dụng trong đó áp suất dầu là cực kỳ cao, như trong thiết bị xây dựng. Khi được sử dụng dưới các điều kiện cực áp đó, các chất bôi trơn cao áp trên cơ sở lưu huỳnh và trên cơ sở phospho thường được dùng trong dầu thủy lực để ngăn ngừa tình trạng kẹt máy, mài mòn, và các tình trạng tương tự.

Tuy nhiên, nếu chất ức chế oxy hóa trên cơ sở quinolin và chất bôi trơn cao áp trên cơ sở lưu huỳnh hoặc trên cơ sở phospho được cùng sử dụng trong este toàn phần của rượu neopentyl polyhydric và axit béo chưa bão hòa, thì có một vấn đề ở chỗ là sẽ thậm chí có xu hướng lớn hơn về các chất kết tủa ở nhiệt độ cao.

#### Danh sách tài liệu tham khảo

##### Tài liệu sáng chế

PTL 1: Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số H6-240283

PTL 2: Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số H9-249889

PTL 3: Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số S53-136170

PTL 4: Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số S59-230094

PTL 5: Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số H8-157853

PTL 6: Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số S58-037092

PTL 7: Công bố đơn yêu cầu cấp patent Nhật Bản số H5-078325

### **Bản chất kỹ thuật của sáng chế**

Vấn đề kỹ thuật của sáng chế

Mục đích của sáng chế là giải quyết các vấn đề được mô tả ở trên, và, cụ thể là đề xuất chế phẩm dầu thủy lực có khả năng thoái biến sinh học, chống cháy, hiệu quả chống mài mòn, độ ổn định oxy hóa, độ bền nhiệt, hiệu quả ức chế gỉ sét, và khả năng khử nhũ tương cao.

Cách thức giải quyết vấn đề theo sáng chế

Nhờ nghiên cứu nghiêm túc nhằm giải quyết vấn đề nêu trên, các tác giả của sáng chế đã phát hiện ra rằng chế phẩm dầu thủy lực bao gồm hợp chất este cụ thể được tổng hợp từ rượu neopentyl polyhydric và axit béo chưa bão hòa mạch thẳng, dẫn xuất quinolin hoặc polyme của nó, và dẫn xuất dithiophosphat đặc biệt có đặc tính, ngoài khả năng thoái biến sinh học tốt, còn có khả năng chống cháy, hiệu quả chống hao mòn rất tốt, độ ổn định oxy hóa cao, độ bền nhiệt rất tốt, hiệu quả ức chế gỉ sét tốt, và khả năng khử nhũ tương rất tốt.

Tức là, sáng chế đề xuất chế phẩm dầu thủy lực bao gồm hợp chất este (A) được mô tả dưới đây, dẫn xuất quinolin hoặc polyme của nó (B) được mô tả dưới đây, và dẫn xuất dithiophosphat (C) được mô tả dưới đây, bao gồm dẫn xuất quinolin hoặc polyme của nó (B) với lượng trong khoảng từ 0,5 đến 1,5 phần khối lượng và dẫn xuất dithiophosphat (C) với lượng trong khoảng từ 0,1 đến 0,5

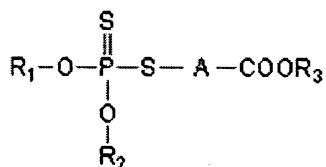
phần khối lượng, tương ứng với 100 phần khối lượng hợp chất este (A):

(A) hợp chất este của rượu neopentyl polyhydric có 5 đến 10 nguyên tử cacbon và 3 đến 6 nhóm hydroxyl, và axit béo chưa bão hòa mạch thẳng có 16 đến 22 nguyên tử cacbon, bao gồm monoeste (a1) với lượng trong khoảng từ 0,1 đến 5% khối lượng, dieste (a2) với lượng trong khoảng từ 10 đến 30% khối lượng, và este có 3 hoặc nhiều este nhóm (a3) với lượng trong khoảng từ 65 đến 89,9% khối lượng, trong đó tỷ lệ theo khối lượng monoeste (a1)/dieste (a2) trong khoảng từ 1/99 đến 20/80;

(B) một hoặc nhiều dẫn xuất quinolin, hoặc các polyme của chúng, được chọn từ nhóm bao gồm 2,2,4-trimetyl-1,2-dihydroquinolin hoặc polyme của nó, 6-metoxi-2,2,4-trimetyl-1,2-dihydroquinolin hoặc polyme của nó, và 6-etoxi-2,2,4-trimetyl-1,2-dihydroquinolin hoặc polyme của nó;

(C) dẫn xuất dithiophosphat được biểu diễn bởi công thức sau:

*Công thức 1*



(trong đó mỗi  $\text{R}_1$  và  $\text{R}_2$  độc lập là các nhóm alkyl có 1 đến 5 nguyên tử cacbon,  $\text{R}_3$  là nguyên tử hydro hoặc nhóm alkyl có 1 đến 5 nguyên tử cacbon, và A là nhóm alkylen có 1 đến 5 nguyên tử cacbon).

Lợi ích của sáng chế

Chế phẩm dầu thủy lực theo sáng chế có khả năng thoái biến sinh học

cao, chống cháy, hiệu quả chống mài mòn, độ ổn định oxy hóa, độ bền nhiệt, hiệu quả ức chế gỉ sét, và khả năng khử nhũ tương.

### **Mô tả chi tiết sáng chế**

Chế phẩm dầu thủy lực theo sáng chế sẽ được giải thích rõ ràng dưới đây. Lưu ý rằng các khoảng số được quy định trong tài liệu này bằng cách sử dụng từ "trong khoảng" được hiểu là bao gồm các số nằm ở hai phía của từ "và" (giới hạn trên và giới hạn dưới). Ví dụ như "trong khoảng từ 2 đến 5" chỉ ra một khoảng số không nhỏ hơn 2 và không lớn hơn 5.

Chế phẩm dầu thủy lực theo sáng chế bao gồm hợp chất este (A) được mô tả dưới đây, dẫn xuất quinolin hoặc polyme của nó (B) được mô tả dưới đây, và dẫn xuất dithiophosphat (C) được mô tả dưới đây.

#### *Hợp chất este (A)*

Hợp chất este (A) là hợp chất este của rượu neopentyl polyhydric có 5 đến 10 nguyên tử cacbon và 3 đến 6 nhóm hydroxyl, và axit béo chưa bão hòa mạch thẳng có 16 đến 22 nguyên tử cacbon.

Rượu neopentyl polyhydric là rượu với khung neopentyl mà khung này không có nguyên tử hydro ở nguyên tử cacbon tại vị trí  $\beta$  đối với nhóm hydroxyl. Rượu neopentyl polyhydric theo sáng chế có 5 đến 10 nguyên tử cacbon, và có 3 đến 6 nhóm hydroxyl. Các ví dụ về rượu neopentyl polyhydric có 3 nhóm hydroxyl bao gồm trimetylol etan hoặc trimetylol propan. Các ví dụ về rượu neopentyl polyhydric có 4 nhóm hydroxyl bao gồm pentaerytritol. Các ví dụ về rượu neopentyl polyhydric có 6 nhóm hydroxyl bao gồm dipentaerytritol. Một

trong số các loại rượu neopentyl polyhydric này có thể được sử dụng một mình, hoặc hai hay nhiều rượu neopentyl polyhydric này có thể được sử dụng ở dạng kết hợp.

Trong các rượu neopentyl polyhydric nêu trên, các rượu neopentyl polyhydric có 3 hoặc 4 nhóm hydroxyl có thể thích hợp được sử dụng, trong đó trimetylol propan có 3 nhóm hydroxyl và pentaerytritol có 4 nhóm hydroxyl có thể đặc biệt thích hợp được sử dụng.

Ngoài ra, khi hai hoặc nhiều rượu neopentyl polyhydric được mô tả ở trên được kết hợp và được sử dụng làm rượu để tạo thành hợp chất este (A), tốt hơn là trimetylol propan có 3 nhóm hydroxyl và pentaerytritol có 4 nhóm hydroxyl được sử dụng đồng thời, trong đó sự bao gồm hợp chất este (A) thu được qua việc sử dụng các rượu neopentyl polyhydric này có khả năng làm tăng thêm hiệu quả bôi trơn và độ ổn định oxy hóa của chế phẩm dầu thủy lực. Khi este của cả hai rượu này được điều chế qua việc sử dụng đồng thời trimetylol propan và pentaerytritol, thì tỷ lệ theo khối lượng trimetylol propan este với pentaerytritol este tốt hơn là nằm trong khoảng từ 95/5 đến 50/50, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 95/5 đến 60/40, và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 95/5 đến 70/30.

Axit béo chưa bão hòa mạch thẳng có 16 đến 22 nguyên tử cacbon theo sáng chế là axit monocarboxylic có 16 đến 22 nguyên tử cacbon, có mạch hydrocacbon là mạch thẳng, và có ít nhất một liên kết đôi trong phân tử. Nó có thể là, ví dụ như, axit palmitoleic, axit oleic, axit elaidic, axit erucic, axit linoleic, axit linolenic, hoặc các axit tương tự.

Trong số các axit béo chưa bão hòa mạch thẳng được liệt kê ở trên, tốt hơn là axit oleic, axit linoleic, hoặc axit linolenic, và tốt hơn nữa là axit oleic. Một trong các axit béo này có thể được sử dụng một mình, hoặc hai hoặc nhiều axit béo này có thể được sử dụng kết hợp.

Do các axit béo được mô tả ở trên thường được bán ở dạng các hỗn hợp axit béo (trong đó hàm lượng axit béo chưa bão hòa mạch thẳng là 60% khối lượng, hoặc hơn), các axit béo khác, như các axit béo bão hòa hoặc các axit béo mạch nhánh, hoặc các axit béo tương tự, có thể cũng được bao gồm, nằm trong một khoảng mà trong đó các tác dụng không bị mất đi. Hàm lượng các axit béo chưa bão hòa mạch thẳng trong các hỗn hợp axit béo mà chứa các axit béo khác tốt hơn là không nhỏ hơn 60% khối lượng, và tốt hơn nữa là không nhỏ hơn 65% khối lượng, và tốt nhất là không nhỏ hơn 70% khối lượng.

Hợp chất este (A) có thể được sản xuất thông qua phương pháp đã biết, như là phương pháp trong đó các rượu neopentyl polyhydric được phản ứng trực tiếp với các axit béo chưa bão hòa mạch thẳng, hoặc phương pháp tổng hợp thông qua thay thế este. Ngoài ra, nếu cần thiết, sau khi este hóa, để loại bỏ các axit béo chưa bão hòa mạch thẳng không phản ứng, và các axit béo tương tự, phương pháp loại bỏ như là phương pháp làm bay hơi ở áp suất thấp, rửa bằng nước sau khi trung hòa kiềm, hoặc các chất tương tự, có thể được sử dụng.

Hợp chất este (A) nêu trên thu được qua quá trình este hóa các rượu neopentyl polyhydric và các axit béo chưa bão hòa mạch thẳng bao gồm các monoeste (a1), các dieste (a2), và các este có 3 hoặc nhiều nhóm este (a3).

Các monoeste (a1) dùng để chỉ các este trong đó nhóm hydroxyl duy nhất trong rượu neopentyl polyhydric được este hóa bởi axit béo chưa bão hòa mạch thẳng. Các dieste (a2) dùng để chỉ các este trong đó hai nhóm hydroxyl trong rượu neopentyl polyhydric được este hóa bởi axit béo chưa bão hòa mạch thẳng. Các este có 3 hoặc nhiều nhóm este (a3) dùng để chỉ các este trong đó ba hoặc nhiều nhóm hydroxyl của rượu neopentyl polyhydric được este hóa bởi axit béo chưa bão hòa mạch thẳng.

Hàm lượng monoeste (a1) trong hợp chất este (A) nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% khối lượng, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,15 đến 4% khối lượng, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,2 đến 2% khối lượng. Nếu hàm lượng monoeste (a1) quá nhỏ, thì hiệu quả ức chế gỉ sét có thể giảm. Mặt khác, nếu hàm lượng monoeste (a1) quá lớn, thì có thể làm giảm đáng kể khả năng khử nhũ tương.

Hàm lượng dieste (a2) trong hợp chất este (A) nằm trong khoảng từ 10 đến 30% khối lượng, và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 11 đến 25% khối lượng, và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 12 đến 20% khối lượng. Nếu hàm lượng dieste (a2) quá nhỏ, thì có thể sẽ làm giảm đáng kể độ bền nhiệt của chế phẩm dầu thủy lực theo sáng chế. Mặt khác, nếu hàm lượng dieste (a2) quá lớn, thì có thể sẽ làm giảm đáng kể khả năng khử nhũ tương và độ ổn định oxy hóa, cũng như làm giảm hiệu suất bôi trơn.

Hàm lượng este có 3 hoặc nhiều nhóm este (a3) trong hợp chất este (A) nằm trong khoảng từ 65 đến 89,9% khối lượng, và tốt hơn là nằm trong khoảng

từ 67 đến 89% khối lượng, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 70 đến 88% khối lượng. Nếu hàm lượng của este có 3 hoặc nhiều nhóm este ( $a_3$ ) quá nhỏ, thì có thể sẽ làm giảm khả năng khử nhũ tương và độ ổn định oxy hóa. Mặt khác, nếu hàm lượng este có 3 hoặc nhiều nhóm este ( $a_3$ ) quá lớn, thì có thể sẽ làm giảm đáng kể độ bền nhiệt của chế phẩm dầu thủy lực theo sáng chế.

Ngoài ra, trong hợp chất este (A), tỷ lệ theo khối lượng của hàm lượng monoeste ( $a_1$ ) so với hàm lượng dieste ( $a_2$ ), tức là, tỷ lệ theo khối lượng của monoeste ( $a_1$ )/dieste ( $a_2$ ) (dưới đây đôi khi được viết tắt là " $a_1/a_2$ ") là nằm trong khoảng từ 1/99 đến 20/80, hoặc tốt hơn là nằm trong khoảng từ 1,5/98,5 đến 17,5/82,5, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 2/98 đến 15/85, và tốt nhất là nằm trong khoảng từ 3/97 đến 10/90. Nếu tỷ lệ ( $a_1/a_2$ ) quá nhỏ, thì hiệu quả ức chế gỉ sét sẽ giảm. Mặt khác, nếu ( $a_1/a_2$ ) quá lớn, thì có thể sẽ làm giảm đáng kể khả năng khử nhũ tương.

Khi tạo ra hàm lượng và tỷ lệ theo khối lượng của các este khác nhau ( $a_1$ ) đến ( $a_3$ ) mà được bao gồm trong hợp chất este (A) nằm trong các khoảng được quy định ở trên, thì phương pháp mà trong đó các điều kiện phản ứng trong quá trình este hóa được kiểm soát, phương pháp mà trong đó các dạng riêng lẻ của các este ( $a_1$ ) đến ( $a_3$ ) mà từng dạng được tổng hợp riêng rẽ được kết hợp, hoặc các phương pháp tương tự, có thể được sử dụng.

Khi tạo ra tỷ lệ theo khối lượng để đạt đến các tỷ lệ nêu trên thông qua việc kiểm soát các điều kiện phản ứng trong quá trình este hóa, thì phương pháp mà trong đó các tỷ lệ mà các nguyên liệu được cung cấp được điều chỉnh, phương

pháp mà trong đó tốc độ gia tăng nhiệt độ hoặc nhiệt độ cuối cùng của phản ứng được kiểm soát, phương pháp mà trong đó các chất xúc tác được sử dụng, hoặc các phương pháp tương tự, ví dụ, có thể được sử dụng.

Phương pháp mà trong đó từng dạng riêng lẻ của các este (a1) đến (a3), mỗi dạng được tổng hợp một cách riêng rẽ, được kết hợp là phương pháp trong đó monoeste (a1), dieste (a2), và este có 3 hoặc nhiều nhóm este (a3) mỗi dạng trước tiên được tổng hợp một cách riêng rẽ, và sau đó được kết hợp theo hàm lượng hoặc tỷ lệ theo khối lượng như được quy định ở trên để điều chế hợp chất este (A).

*Dẫn xuất quinolin hoặc polyme của nó (B)*

Dẫn xuất quinolin, hoặc polyme của nó (B) là một hoặc nhiều dẫn xuất quinolin, hoặc các polyme của chúng, được chọn từ nhóm bao gồm 2,2,4-trimetyl-1,2-dihydroquinolin hoặc polyme của nó, 6-metoxy-2,2,4-trimetyl-1,2-dihydroquinolin hoặc polyme của nó, và 6-etoxy-2,2,4-trimetyl-1,2-dihydroquinolin hoặc polyme của nó.

Dẫn xuất quinolin, hoặc polyme của nó (B) thường được sử dụng làm chất ức chế oxy hóa trên cơ sở quinolin, và, ví dụ, có thể sử dụng mà có sẵn trên thị trường dưới dạng chất ức chế oxy hóa dầu bôi trơn hoặc chất chống già hóa cho cao su. Ví dụ như, đối với 2,2,4-trimetyl-1,2-dihydroquinolin hoặc polyme của nó (TMDQ), Vanlube RD (do hãng R. T. Vandervilt sản xuất), NOCRAC 224 (do hãng Ouchi Shinko Chemical Industrial Co., Ltd. sản xuất), Antage RD (do hãng Kawaguchi Chemical Industry Co., Ltd. sản xuất), Nonflex RD hoặc

Nonflex QS (do hãng Seiko Chemical Co., Ltd. sản xuất), hoặc các chất tương tự, có thể được sử dụng.

Ngoài ra, đối với 6-etoxy-2,2,4-trimetyl-1,2-dihydroquinolin hoặc polyme của nó, NOCRAC AW hoặc NOCRAC AW-N (do hãng Ouchi Shinko Chemical Industrial Co., Ltd. sản xuất), Antage AW (do hãng Kawaguchi Chemical Industry Co., Ltd. sản xuất), Nonflex AW hoặc Nonflex AW-S (do hãng Seiko Chemical Co., Ltd. sản xuất), hoặc các chất tương tự, có thể được sử dụng.

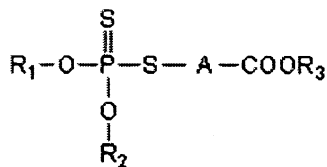
Theo sáng chế, việc sử dụng 2,2,4-trimetyl-1,2-dihydroquinolin hoặc polyme của nó (TMDQ) được ưu tiên từ khía cạnh liên quan đến khả năng của chất này tạo ra hợp chất este (A) có độ ổn định oxy hóa tốt hơn.

Hàm lượng dẫn xuất quinolin, hoặc polyme của nó (B) trong chế phẩm dầu thủy lực theo sáng chế là nằm trong khoảng từ 0,5 đến 1,5 phần khối lượng, tương ứng với 100 phần khối lượng hợp chất este (A), và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,6 đến 1,4 phần khối lượng, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,7 đến 1,3 phần khối lượng. Nếu hàm lượng dẫn xuất quinolin, hoặc polyme của nó (B) quá nhỏ, thì sẽ khó tạo ra độ ổn định oxy hóa thích hợp. Mặt khác, nếu hàm lượng dẫn xuất quinolin, hoặc polyme của nó (B) quá lớn, thì sẽ không chỉ không có khả năng duy trì hiệu quả chống oxy hóa tương xứng với hàm lượng đó, mà khi được sử dụng cùng với một chất cực áp, cặn dầu và các chất làm kết tủa có thể được tạo ra khi tiếp xúc với nhiệt độ cao, và sẽ làm giảm đáng kể độ bền nhiệt.

*Dẫn xuất dithiophosphat (C)*

Dẫn xuất dithiophosphat (C) là dẫn xuất dithiophosphat được biểu diễn bởi công thức sau:

*Công thức 1*



$\text{R}_1$  và  $\text{R}_2$  từng nhóm độc lập là nhóm alkyl có 1 đến 5 nguyên tử cacbon. Nhóm alkyl có thể là mạch thẳng hoặc có thể là phân nhánh. Tốt hơn nếu,  $\text{R}_1$  và  $\text{R}_2$  là nhóm propyl, nhóm isopropyl, nhóm butyl, nhóm isobutyl, hoặc nhóm t-butyl, và tốt hơn nữa nếu  $\text{R}_1$  và  $\text{R}_2$  là nhóm isopropyl hoặc nhóm isobutyl. Tốt hơn nếu  $\text{R}_1$  và  $\text{R}_2$  là nhóm alkyl giống hệt nhau.

$\text{R}_3$  là nguyên tử hydro hoặc nhóm alkyl có 1 đến 5 nguyên tử cacbon. Nhóm alkyl có thể là mạch thẳng hoặc có thể là phân nhánh. Tốt hơn nếu,  $\text{R}_3$  là một nguyên tử hydro, nhóm metyl, nhóm etyl, nhóm propyl, nhóm isopropyl, nhóm butyl, nhóm isobutyl, hoặc nhóm t-butyl, và tốt hơn nữa nếu  $\text{R}_3$  là nguyên tử hydro, nhóm metyl, nhóm etyl, nhóm propyl, hoặc nhóm isopropyl, và tốt nhất nếu  $\text{R}_3$  là nguyên tử hydro, nhóm metyl, hoặc nhóm etyl.

Ngoài ra, A là nhóm alkylen có 1 đến 5 nguyên tử cacbon, và bao gồm nhóm alkylen mạch thẳng hoặc mạch nhánh. A có thể là, ví dụ, nhóm metylen, nhóm etylen, nhóm propylen, nhóm trimetylen, nhóm isopropyliden, nhóm tetrametylen, hoặc nhóm pentametylen, và tốt hơn là nhóm metylen, nhóm etylen, nhóm propylen, nhóm trimetylen, hoặc nhóm isopropyliden, và tốt hơn nữa là

nhóm metylen, nhóm etylen, nhóm propylen, hoặc nhóm trimetylen.

Là dẫn xuất dithiophosphat (C), thì có những chất mà có sẵn trên thị trường dưới dạng chất cực áp trong dầu bôi trơn, chất chống mài mòn, hoặc các chất tương tự có thể được sử dụng. Ví dụ, các hợp chất trong đó, theo công thức nêu trên,  $R_1$  và  $R_2$  là nhóm isobutyl,  $R_3$  là nguyên tử hydro, và A là nhóm propylen bao gồm Irgalube 353 (do hãng BASF sản xuất) và HiTEC 511 và HiTEC 511T (do hãng Afton sản xuất), và các hợp chất trong đó, trong công thức nêu trên,  $R_1$  và  $R_2$  là nhóm isopropyl,  $R_3$  là nhóm etyl, và A là nhóm etylen bao gồm cả Irgalube 63 (do hãng BASF sản xuất).

Hàm lượng dẫn xuất dithiophosphat (C) trong chế phẩm dầu thủy lực theo sáng chế là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 0,5 phần khối lượng, tương ứng với 100 phần khối lượng hợp chất este (A), và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,12 đến 0,45 phần khối lượng, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,15 đến 0,40 phần khối lượng. Nếu hàm lượng dẫn xuất dithiophosphat (C) quá nhỏ, thì nó sẽ không thể tạo ra hiệu quả chịu cực áp hoặc hiệu quả chống mài mòn thích hợp. Mặt khác, nếu hàm lượng dẫn xuất dithiophosphat (C) quá lớn, thì sẽ không chỉ không có khả năng duy trì hiệu quả chịu cực áp hoặc hiệu quả chống mài mòn tương xứng với hàm lượng, mà cặn dầu và các chất làm kết tủa có thể được tạo ra khi tiếp xúc với nhiệt độ cao, và sẽ làm giảm đáng kể độ bền nhiệt.

Lưu ý rằng, ngoài hợp chất este (A), dẫn xuất quinolin hoặc polyme của nó (B), và dẫn xuất dithiophosphat (C), nhiều chất phụ gia khác mà thường được sử dụng có thể được đưa vào công thức chế phẩm dầu thủy lực theo sáng chế, phụ

thuộc vào việc ứng dụng. Là các chất phụ gia mà có thể được đưa vào công thức chế phẩm thì có, ví dụ, các chất ức chế gỉ sét, các chất ức chế oxy hóa, các chất khử hoạt tính kim loại, các chất chống tạo bọt, các chất chống mài mòn/chịu cực áp, các chất làm giảm điểm rót chảy, các chất nâng cao chỉ số độ nhớt, các chất làm đặc, các chất tẩy rửa, các chất phân tán không tạo tro, và các chất tương tự.

Là các chất ức chế gỉ sét (D) mà có thể được đưa vào công thức chế phẩm dầu thủy lực theo sáng chế thì có, ví dụ, axit alkenylsuxinic và các dẫn xuất của nó, các muối amin của các phosphat este, các dẫn xuất imidazolin như carboxy imidazolin, và các chất tương tự, và một trong số các chất ức chế gỉ sét này có thể được sử dụng một mình, hoặc hai hoặc nhiều chất ức chế gỉ sét này có thể được sử dụng kết hợp. Nhìn từ khía cạnh cung cấp hợp chất este (A) với hiệu quả ức chế gỉ sét cao, theo sáng chế, tốt hơn nữa nếu muối amin của phosphat este hoặc dẫn xuất imidazolin như carboxy imidazolin được sử dụng. Ngoài ra, nhìn từ khía cạnh duy trì độ ổn định oxy hóa cao, dẫn xuất imidazolin như carboxy imidazolin có thể được sử dụng thích hợp nhất.

Hàm lượng chất ức chế gỉ sét (D) nằm trong khoảng từ 0,01 đến 1 phần khối lượng, tương ứng với 100 phần khối lượng hợp chất este (A), và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,05 đến 0,5 phần khối lượng, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,1 đến 0,3 phần khối lượng.

Các chất ức chế oxy hóa khác mà có thể còn được đưa vào công thức với thành phần (B) mà có chức năng làm chất ức chế oxy hóa trong chế phẩm dầu thủy lực theo sáng chế bao gồm, ví dụ, các chất ức chế oxy hóa trên cơ sở

phenol, các chất ức chế oxy hóa trên cơ sở amin, các chất ức chế oxy hóa trên cơ sở lưu huỳnh, và các chất tương tự.

Là các chất ức chế oxy hóa trên cơ sở phenol thì có, ví dụ, dibutylhydroxytoluen (BHT), 2,6-di-t-butylparacresol, 4,4-metylenbis(2,6-di-t-butylphenol), 4,4-thiobis(2-metyl-6-t-butylphenol), 4,4-bis(2,6-di-t-butylphenol), và các chất tương tự.

Là các chất ức chế oxy hóa trên cơ sở amin thì có, ví dụ, các chất ức chế oxy hóa phenylnaphtylamin như phenyl- $\alpha$ -naphtylamin, phenyl- $\beta$ -naphtylamin, alkylphenyl- $\alpha$ -naphtylamin, và alkylphenyl- $\beta$ -naphtylamin, cùng với bis(alkylphenyl)amin, phenothiazin, monooctyl diphenylamin, và các chất tương tự.

Là các chất ức chế oxy hóa trên cơ sở lưu huỳnh thì có, ví dụ, alkyl disulfua, benzo diazol, và các chất tương tự.

Việc sử dụng cùng với chất ức chế oxy hóa trên cơ sở amin và chất ức chế oxy hóa trên cơ sở phenol, được mô tả ở trên, cho phép dẫn xuất quinolin, hoặc polyme của nó (B) được dùng theo sáng chế để mang lại khả năng ức chế oxy hóa thậm chí còn tuyệt hảo hơn rất nhiều. Ví dụ, tốt hơn nếu một hoặc nhiều chất ức chế oxy hóa phenylnaphtylamin được chọn từ nhóm bao gồm phenyl- $\alpha$ -naphtylamin, phenyl- $\beta$ -naphtylamin, alkyl phenyl- $\alpha$ -naphtylamin, và alkyl phenyl- $\beta$ -naphtylamin được sử dụng đồng thời với chất ức chế oxy hóa trên cơ sở phenol, và, tốt hơn nữa nếu, alkyl phenyl- $\alpha$ -naphtylamin và/hoặc alkyl phenyl- $\beta$ -naphtylamin được sử dụng cùng với chất ức chế oxy hóa trên cơ sở phenol, và tốt

nhất nếu, alkyl phenyl- $\alpha$ -naphthylamin và/hoặc alkyl phenyl- $\beta$ -naphthylamin được sử dụng cùng với 2,6-di-t-butylparacresol.

Tỷ lệ công thức điều chế được ưu tiên khi dẫn xuất quinolin hoặc polyme của nó (B), chất ức chế oxy hóa gốc phenylnaphtylamin, và chất ức chế oxy hóa trên cơ sở phenol được sử dụng đồng thời là, ví dụ, chất ức chế oxy hóa gốc phenylnaphtylamin với lượng nằm trong khoảng từ 25 đến 100 phần khối lượng và, ví dụ, chất ức chế oxy hóa trên cơ sở phenol với lượng nằm trong khoảng từ 25 đến 100 phần khối lượng khi dẫn xuất quinolin hoặc polyme của nó (B) là 100 phần khối lượng.

Các chất chống mài mòn/chịu cực áp khác có thể còn được đưa vào công thức với thành phần (C) mà có chức năng như chất chống mài mòn/chịu cực áp trong chế phẩm dầu thủy lực theo sáng chế bao gồm, ví dụ, các olefin đã lưu hóa, các chất béo và dầu đã lưu hóa, các sulfua, các phosphat este, các phosphit este, các thiophosphat este, các muối phosphat amin, các kẽm dialkyldithiophosphat, các dialkyl polysulfua, và các chất tương tự.

Ngoài ra, là các chất khử hoạt tính kim loại mà có thể được đưa vào công thức trong chế phẩm dầu thủy lực theo sáng chế thì có, ví dụ, benzotriazol và các dẫn xuất của nó, các alkenylsuccinat, và các chất tương tự.

Hàm lượng chất khử hoạt tính kim loại nằm trong khoảng từ 0,01 đến 0,1 phần khối lượng, tương ứng với 100 phần khối lượng hợp chất este (A), và tốt hơn là nằm trong khoảng từ 0,02 đến 0,08 phần khối lượng, và tốt hơn nữa là nằm trong khoảng từ 0,03 đến 0,06 phần khối lượng.

Là các chất chống tạo bọt mà có thể được đưa vào công thức trong chế phẩm dầu thủy lực theo sáng chế thì có, ví dụ, các hợp chất gốc silicon, và các chất tương tự.

Chế phẩm dầu thủy lực theo sáng chế có thể được sản xuất bằng cách đưa vào công thức chế phẩm các lượng định trước của dẫn xuất quinolin hoặc polyme của nó (B) và dẫn xuất dithiophosphat (C) theo hợp chất este (A), và đưa vào công thức chế phẩm các chất phụ gia khác nhau, được quy định ở trên, khi cần thiết. Không có giới hạn cụ thể nào về các phương pháp tạo công thức chế phẩm, phối trộn, và bổ sung các chất phụ gia khác nhau, mà là một loạt các phương pháp khác nhau có thể được sử dụng. Không có giới hạn cụ thể nào về trình tự đưa các chất vào công thức chế phẩm, phối trộn, và cả bổ sung, mà là một loạt các phương pháp khác nhau có thể được sử dụng. Ví dụ, phương pháp mà trong đó các chất phụ gia khác nhau được bổ sung trực tiếp vào hợp chất este (A), hợp chất này là dầu gốc, tiếp theo là gia nhiệt và phối trộn hỗn hợp, hoặc phương pháp mà trong đó dung dịch nồng độ cao của các chất phụ gia được điều chế trước và sau đó được trộn vào dầu gốc, hoặc chất tương tự, có thể được sử dụng.

### **Ví dụ thực hiện sáng chế**

Sáng chế sẽ được giải thích chi tiết hơn bằng cách sử dụng các ví dụ và các ví dụ so sánh.

#### *Tổng hợp hỗn hợp este I*

Cho 1200 g (8,94 mol) trimetylol propan (TMP) và 2846 g (8,94 mol) axit oleic công nghiệp NAA-34 (do hãng NOF Corp. sản xuất) (với hàm lượng

axit chưa bão hòa là 90% khối lượng) vào bình bốn cổ có dung tích 5 L, được lắp nhiệt kế, ống bơm nitơ, cơ cấu khuấy, và ống làm mát, và cho hỗn hợp này phản ứng dưới dòng khí nitơ ở áp suất khí quyển trong khi chưng cất nước phản ứng ở 220°C, tiếp tục duy trì phản ứng cho đến khi độ axit giảm xuống đến 0,1 mg KOH/g hoặc thấp hơn. Sau khi làm nguội sản phẩm phản ứng, loại bỏ phần lớn trimethylol propan chưa phản ứng bằng cách lọc. Sau đó, thu được khoảng 2500 g este một phần I qua chưng cất.

Sau khi silyl hóa (thông qua phản ứng thế TMS) este một phần I đã thu được, hỗn hợp este một phần được tìm thấy, thông qua phép phân tích bằng cách sử dụng sắc ký khí dưới các điều kiện được mô tả dưới đây, để thu được TMP monoeste có hàm lượng 98,1% khối lượng và TMP dieste có hàm lượng 1,9% khối lượng.

*Các điều kiện phân tích sắc ký khí*

Cột: Cột nhồi OV-1 (0,4 m)

Các điều kiện gia nhiệt: Gia nhiệt từ 150°C đến 350°C ở tốc độ gia nhiệt 5°C trên phút, và được giữ trong 10 phút ở 350°C

Nhiệt độ bơm mẫu: 375°C

Nhiệt độ đầu dò: 375°C

Tốc độ dòng khí heli: 50 ml trên phút

*Tổng hợp hỗn hợp este II*

Cho 600 g (4,47 mol) trimethylol propan (TMP) và 3108 g (11,18 mol) axit oleic công nghiệp NAA-34 (do hãng NOF Corp. sản xuất) (với hàm lượng axit

chưa bão hòa là 90% khối lượng) vào thiết bị tổng hợp tương tự như thiết bị sử dụng để tổng hợp este một phần I, và cho hỗn hợp này phản ứng ở áp suất khí quyển dưới dòng khí nitơ trong khi chưng cất nước phản ứng ở 220°C, tiếp tục duy trì phản ứng cho đến khi độ axit giảm xuống đến 0,1 mg KOH/g hoặc thấp hơn. Sau khi kết thúc phản ứng, thu được este bằng cách loại bỏ thành phần phân tử lượng thấp ở 300°C áp suất 5 torr.

Từ kết quả phân tích este thu được, sử dụng các điều kiện phân tích sắc ký khí tương tự như các điều kiện được sử dụng cho este một phần I, este thu được được tìm thấy dưới dạng hỗn hợp gồm các este một phần và các este toàn phần mà có TMP dieste với lượng 41,5% khối lượng và TMP trieste với lượng 58,5% khối lượng.

### *Tổng hợp hỗn hợp este III*

Cho 400 g (2,98 mol) trimetylol propan (TMP) và 3315 g (11,93 mol) axit oleic công nghiệp NAA-34 (do hãng NOF Corp. sản xuất) (với hàm lượng axit chưa bão hòa là 90% khối lượng) vào thiết bị tổng hợp tương tự như thiết bị sử dụng cho tổng hợp este một phần I, và cho hỗn hợp này phản ứng ở áp suất khí quyển dưới dòng khí nitơ trong khi chưng cất nước phản ứng ở 220°C, tiếp tục duy trì phản ứng cho đến khi độ kiềm giảm xuống đến 0,1 mg KOH/g hoặc thấp hơn. Sau khi kết thúc phản ứng, bổ sung kali hydroxit và thực hiện việc rửa bằng nước khử axit nhằm mục đích loại bỏ các axit béo tự do.

Lưu ý rằng quá trình thực hiện việc rửa bằng nước khử axit được chia làm nhiều bước để ngăn ngừa sự nhũ hóa, và lặp lại các thao tác tương tự cho đến khi

trung hòa nước thải khử axit. Sau khi rửa bằng nước khử axit, thu được este bằng cách loại bỏ thành phần nước khỏi dung dịch dưới áp suất thấp 5 torr ở 95°C.

Từ kết quả phân tích este thu được, sử dụng các điều kiện phân tích sắc ký khí tương tự như các điều kiện như được sử dụng cho phân tích este một phần I, este thu được được tìm thấy dưới dạng hỗn hợp gồm các este một phần và các este toàn phần mà có TMP dieste với lượng 0,5% khối lượng và TMP trieste với lượng 99,5% khối lượng.

#### *Tổng hợp hỗn hợp este IV*

Cho 550 g (4,04 mol) pentaerytritol (PE) và 3369 g (12,12 mol) axit oleic công nghiệp NAA-34 (do hãng NOF Corp. sản xuất) (với hàm lượng axit chưa bão hòa là 90% khối lượng) vào thiết bị tổng hợp tương tự như thiết bị sử dụng cho tổng hợp este một phần I, và cho hỗn hợp này phản ứng ở áp suất khí quyển dưới dòng khí nitơ trong khi chưng cất nước phản ứng ở 220°C, tiếp tục duy trì phản ứng cho đến khi độ axit giảm xuống đến 0,1 mg KOH/g hoặc thấp hơn, để sản xuất este.

Từ kết quả phân tích este thu được, sử dụng các điều kiện phân tích sắc ký khí tương tự như các điều kiện như được sử dụng cho phân tích este một phần I, este thu được được tìm thấy dưới dạng hỗn hợp gồm các este một phần và các este toàn phần mà có PE monoeste với lượng 4,8% khối lượng, PE dieste với lượng 27,8% khối lượng, PE trieste với lượng 36,3% khối lượng, và PE tetraeste với lượng 31,1% khối lượng (trong đó hàm lượng tổng các thành phần khác ngoài PE monoeste và PE dieste là 67,4% khối lượng).

*Tổng hợp hỗn hợp este V*

Cho 350 g (2,57 mol) pentaerytritol (PE) và 3573 g (12,85 mol) axit oleic công nghiệp NAA-34 (do hãng NOF Corp. sản xuất) (với hàm lượng axit chưa bão hòa là 90% khối lượng) vào thiết bị tổng hợp tương tự như thiết bị sử dụng cho tổng hợp este một phần I, và cho hỗn hợp này phản ứng ở áp suất khí quyển dưới dòng khí nitơ trong khi chưng cất nước phản ứng ở 220°C, tiếp tục duy trì phản ứng cho đến khi độ kiềm giảm xuống đến 0,1 mg KOH/g hoặc thấp hơn. Sau khi kết thúc phản ứng, bổ sung kali hydroxit và thực hiện việc rửa bằng nước khử axit nhằm mục đích loại bỏ các axit béo tự do. Lưu ý rằng việc thực hiện rửa bằng nước khử axit được chia làm nhiều bước để ngăn ngừa sự nhũ hóa, và lặp lại các thao tác tương tự cho đến khi trung hòa nước thải khử axit. Sau khi rửa bằng nước khử axit, thu được este bằng cách loại bỏ thành phần nước khỏi dung dịch dưới áp suất thấp 5 torr ở 95°C.

Từ kết quả phân tích este thu được, sử dụng các điều kiện phân tích sắc ký khí tương tự như các điều kiện như được sử dụng cho phân tích este một phần I, este thu được được tìm thấy dưới dạng hỗn hợp este bao gồm PE trieste với lượng 1,2% khối lượng và PE tetraeste với lượng 98,8% khối lượng (trong đó hàm lượng tổng các thành phần khác ngoài PE monoeste và PE dieste là 100,0% khối lượng).

*Điều chế các dầu gốc este từ 1-12*

Các hỗn hợp este I đến V, được tổng hợp ở trên, được phối trộn theo tỷ lệ công thức được nêu trong Bảng 1, để điều chế các dầu gốc este từ 1-12. Các tỷ lệ

este của các monoeste, các dieste, và các este có 3 hoặc nhiều nhóm este trong các dầu gốc este được điều chế được nêu trong bảng 1.

Bảng 1

|                   | Các tỷ lệ công thức của các hỗn hợp este (% khối lượng) |      |      |      |      | Lượng (% khối lượng) |                    |                                                           | (a1)/(a2) |
|-------------------|---------------------------------------------------------|------|------|------|------|----------------------|--------------------|-----------------------------------------------------------|-----------|
|                   | I                                                       | II   | III  | IV   | V    | (a1)<br>Mon<br>oeste | (a2)<br>Diest<br>e | (a3)<br>Các<br>este có<br>3 hoặc<br>nhiều<br>nhóm<br>este |           |
| Dầu gốc<br>este 1 | 0,2                                                     | 32,8 | 67,0 | -    | -    | 0,2                  | 14,0               | 85,8                                                      | 1,4/98,6  |
| Dầu gốc<br>este 2 | 4,0                                                     | 68,0 | 28,0 | -    | -    | 3,9                  | 28,5               | 67,6                                                      | 12,0/88,0 |
| Dầu gốc<br>este 3 | 1,2                                                     | 44,8 | 54,0 | -    | -    | 1,2                  | 18,8               | 80,0                                                      | 6,0/94,0  |
| Dầu gốc<br>este 4 | -                                                       | 0,1  | 49,9 | 50,0 | -    | 2,4                  | 14,2               | 83,4                                                      | 14,5/85,5 |
| Dầu gốc<br>este 5 | -                                                       | -    | -    | 40,0 | 60,0 | 1,9                  | 11,1               | 87,0                                                      | 14,6/85,4 |

|                    |     |      |      |   |     |     |      |      |           |
|--------------------|-----|------|------|---|-----|-----|------|------|-----------|
| Dầu gốc<br>este 6  | -   | 25,0 | 75,0 | - | -   | 0   | 10,7 | 89,3 | 0/100     |
| Dầu gốc<br>este 7  | 7,0 | 48,0 | 45,0 | - | -   | 6,9 | 20,2 | 72,9 | 25,5/74,5 |
| Dầu gốc<br>este 8  | 2,5 | 18,5 | 79,0 | - | -   | 2,5 | 8,1  | 89,4 | 23,6/76,4 |
| Dầu gốc<br>este 9  | 0,2 | -    | 99,8 | - | -   | 0,2 | 41,4 | 58,4 | 0,5/99,5  |
| Dầu gốc<br>este 10 | 2,0 | 98,0 | -    | - | -   | 2,0 | 40,7 | 57,3 | 4,7/95,3  |
| Dầu gốc<br>este 11 | -   | 15,0 | 85,0 | - | -   | 0   | 6,7  | 93,3 | 0/100     |
| Dầu gốc<br>este 12 | -   | -    | -    | - | 100 | 0   | 0    | 100  | -         |

*Điều chế các chế phẩm dầu thủy lực*

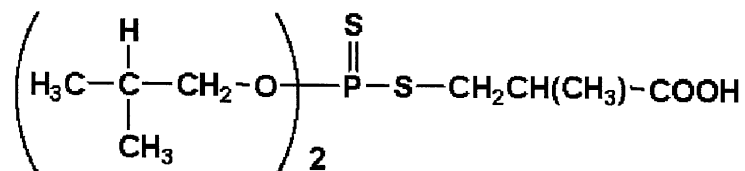
Các chất phụ gia, được mô tả dưới đây, được đưa vào công thức với lượng định trước trong các dầu gốc este từ 1-12, được điều chế ở trên, để điều chế các chế phẩm dầu thủy lực trong bảng từ 2-5.

(B-1) 2,2,4-trimetyl-1,2-dihydroquinolin polyme (Vanlube RD, do hãng R. T. Vandervilt sản xuất)

(B-2) 6-etoxy-2,2,4-trimetyl-1,2-dihydroquinolin (Nonflex AW, do hãng Seiko Chemical Co., Ltd. sản xuất),

(C) Axit propanoic, bis (2-metyl-propoxy) phosphinothiol thio-2-metyl  
(Irgalube 353, do hãng BASF sản xuất)

Công thức 2



(D-1) Amin, C11-14-alkyl mạch nhánh, monohexyl và dihexyl phosphat  
(chất ức chế gỉ sét trên cơ sở este phosphat: Irgalube 349, do hãng BASF sản xuất)

(D-2) Hỗn hợp carboxyimidazolin (chất ức chế gỉ sét trên cơ sở carboxyimidazolin: HiTEC536, do hãng Afton sản xuất)

(Chất ức chế oxy hóa trên cơ sở phenol) Dibutylhydroxytoluen (BHT)

(Chất ức chế oxy hóa trên cơ sở amin) N-phenyl-1,1,3,3-tetra-metyl butyl naphtalen-1-amin (Irganox L06, do hãng BASF sản xuất)

(Chất khử hoạt tính kim loại) N, N-bis(2-ethylhexyl)-(4 hoặc 5)-metyl-1H-benzotriazol-1-metylamin (Irgamet 39, do hãng BASF sản xuất)

Đánh giá các chế phẩm dầu thủy lực

Các phép đánh giá dưới đây được thực hiện trên các chế phẩm dầu thủy lực đã được điều chế, và các kết quả được trình bày trong các bảng từ 2-5.

*Thử nghiệm RBOT*

Các thử nghiệm độ ổn định oxy hóa dầu tuabin (RBOT) được thực hiện theo Tiêu chuẩn công nghiệp Nhật Bản JIS K 2514 (1996). Các con số được báo cáo trong các bảng biểu diễn thời gian (phút) yêu cầu giảm xuống 175 kPa từ áp suất lớn nhất, trong đó số càng lớn, thì độ ổn định oxy hóa càng cao.

#### *Thử nghiệm mài mòn bốn bi Shell*

Trong máy thử nghiệm mài mòn bốn bi Shell tốc độ cao, thử nghiệm được thực hiện ở tải trọng 294 N (30 kg), với tốc độ quay 1200 vòng/phút, trong 60 phút ở nhiệt độ 75°C, và độ hao hụt đường kính do mài mòn ( $\mu\text{m}$ ) được đo lường ở ba bi thép, và các giá trị trung bình được báo cáo. Độ hao hụt đường kính càng nhỏ ( $\mu\text{m}$ ) hiệu quả chống mài mòn càng tốt.

#### *Thử nghiệm hiệu quả ức chế gỉ sét*

Thử nghiệm hiệu quả ức chế gỉ sét của dầu bôi trơn (nước cất) được thực hiện theo Tiêu chuẩn công nghiệp Nhật Bản JIS K 2510.

#### *Thử nghiệm độ bền nhiệt*

Thử nghiệm độ bền nhiệt của dầu bôi trơn được tiến hành ở 170°C trong 24 giờ bằng cách sử dụng máy bàn xoay theo Tiêu chuẩn công nghiệp Nhật Bản JIS K 2540. Nếu không có các chất làm kết tủa hoặc cặn dầu được tạo ra trong thử nghiệm, thì "Không cặn dầu" được ghi nhận, cho thấy độ bền nhiệt cao. Mặt khác, nếu các chất làm kết tủa hoặc cặn dầu được tạo ra trong thử nghiệm, thì "Có cặn dầu" được ghi nhận, cho thấy độ bền nhiệt thấp.

#### *Độ chớp cháy*

Thử nghiệm độ chớp cháy được thực hiện bằng cách sử dụng phương pháp cốc hở Cleveland theo Tiêu chuẩn công nghiệp Nhật Bản JIS K 2565. Độ chớp cháy trong thử nghiệm càng cao, thì độ chống cháy càng tốt.

#### *Điểm cháy*

Điểm cháy được đo lường bằng cách sử dụng phương pháp cốc hở Cleveland theo Tiêu chuẩn công nghiệp Nhật Bản JIS K 2565. Điểm cháy trong thử nghiệm càng cao, độ chống cháy càng tốt.

#### *Thử nghiệm khả năng khử nhũ tương*

Thử nghiệm khả năng khử nhũ tương được thực hiện theo Tiêu chuẩn công nghiệp Nhật Bản JIS K 2520. Các giá trị bằng số ghi nhận trong các bảng biểu thị lớp dầu (mL)-lớp nước (mL)-lớp nhũ tương (mL) (thời gian chạy máy), trong đó thời gian chạy máy càng ngắn, thì khả năng khử nhũ tương càng tốt.

#### *Thử nghiệm khả năng thoái biến sinh học*

Thử nghiệm khả năng thoái biến sinh học được thực hiện theo Nguyên tắc kiểm tra OECD 301C. Lưu ý rằng ở hãng Eco Mark Office, Ltd., khả năng thoái biến sinh học của ít nhất 60% theo thử nghiệm này thỏa mãn tiêu chuẩn đối với dầu có khả năng thoái biến sinh học. Trong thử nghiệm này, khả năng thoái biến sinh học là 60% hoặc cao hơn được xác định là đạt, và nhỏ hơn 60% được xác định là không đạt.

Bảng 2

| Công thức (% khối lượng)                                              | Ví dụ 1            | Ví dụ 2            | Ví dụ 3            | Ví dụ 4            | Ví dụ 5            |
|-----------------------------------------------------------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|
|                                                                       | (Dầu gốc 1)<br>100 | (Dầu gốc 2)<br>100 | (Dầu gốc 3)<br>100 | (Dầu gốc 4)<br>100 | (Dầu gốc 5)<br>100 |
| (A) Dầu gốc este                                                      |                    |                    |                    |                    |                    |
| (B-1) 2,2,4-trimetyl-1,2-dihydroxy quinolin polyme                    | 1,0                | 1,0                | 1,0                | 1,0                | 1,0                |
| (B-2) 6-etoxy-1,2-dihydro-2,2,4-trimetyl quinolin                     | -                  | -                  | -                  | -                  | -                  |
| (C) Axit propanoic, bis (2-metyl-propoxy) phosphinothiol thio-2-metyl | 0,3                | 0,3                | 0,3                | 0,3                | 0,3                |
| (D-1) Amin, C11-14-alkyl mạch nhánh, monoheyl và dihexyl phosphat     | 0,1                | 0,1                | 0,1                | 0,1                | 0,1                |
| (D-2) Hỗn hợp carboximidazolin                                        | -                  | -                  | -                  | -                  | -                  |
| Chất ức chế oxy hóa trên cơ sở phenol                                 | 0,5                | 0,5                | 0,5                | 0,5                | 0,5                |
| Chất ức chế oxy hóa trên cơ sở amin                                   | 0,5                | 0,5                | 0,5                | 0,5                | 0,5                |

|                      |                                                                        |                  |                  |                  |                  |                  |
|----------------------|------------------------------------------------------------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|
|                      | Chất khử hoạt tính kim loại                                            | 0,05             | 0,05             | 0,05             | 0,05             | 0,05             |
| Các kết quả đánh giá | Thử nghiệm RBOT (phút)                                                 | 240              | 200              | 235              | 245              | 230              |
|                      | Thử nghiệm mài mòn bốn bi Shell<br>(hao hụt đường kính do mài mòn, µm) | 305              | 354              | 310              | 300              | 315              |
|                      | Thử nghiệm hiệu quả ức chế gỉ sét                                      | Không gỉ         | Không gỉ         | Không gỉ         | Không gỉ         | Không gỉ         |
|                      | Thử nghiệm độ bền nhiệt                                                | Không cạn<br>dầu | Không cạn<br>dầu | Không cạn<br>dầu | Không cạn<br>dầu | Không cạn<br>dầu |
|                      | Độ chớp cháy (°C)                                                      | 322              | 312              | 320              | 324              | 330              |
|                      | Điểm cháy (°C)                                                         | 370              | 364              | 368              | 368              | 372              |
|                      | Thử nghiệm khả năng khử nhũ tương                                      | 40-40-0<br>(15)  | 40-40-0<br>(30)  | 40-40-0<br>(20)  | 40-40-0<br>(15)  | 40-40-0<br>(15)  |
|                      | Thử nghiệm khả năng thoái biến sinh học                                | Đạt              | Đạt              | Đạt              | Đạt              | Đạt              |

Bảng 3

|                                                                       | Ví dụ 6            | Ví dụ 7            | Ví dụ 8            | Ví dụ 9            | Ví dụ so sánh 1    | Ví dụ so sánh 2    |
|-----------------------------------------------------------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| (A) Dầu gốc este                                                      | (Dầu gốc 1)<br>100 | (Dầu gốc 3)<br>100 | (Dầu gốc 3)<br>100 | (Dầu gốc 3)<br>100 | (Dầu gốc 6)<br>100 | (Dầu gốc 7)<br>100 |
| ( B-1 ) 2,2,4-trimetyl-1,2-dihydroxy quinolin polyme                  | -                  | 1,0                | 1,0                | 1,0                | 1,0                | 1,0                |
| ( B-2 ) 6-etoxy-1,2-dihydro-2,2,4-trimetyl quinolin                   | 1,0                | -                  | -                  | -                  | -                  | -                  |
| (C) Axit propanoic, bis (2-metyl-propoxy) phosphinothiol thio-2-metyl | 0,3                | 0,15               | 0,4                | 0,3                | 0,3                | 0,3                |
| (D-1) Amin, C11-14-alkyl mạch nhánh, monohexyl và dihexyl phosphat    | 0,1                | 0,1                | 0,1                | -                  | 0,1                | 0,1                |
| (D-2) Hỗn hợp carboximidazolin                                        | -                  | -                  | -                  | 0,1                | -                  | -                  |
| Công thức (% khối lượng)                                              |                    |                    |                    |                    |                    |                    |

|                                         |                                                                        |                  |                  |                  |                  |                 |                  |
|-----------------------------------------|------------------------------------------------------------------------|------------------|------------------|------------------|------------------|-----------------|------------------|
| Các kết quả đánh giá                    | Chất ức chế oxy hóa trên cơ sở phenol                                  | 0,5              | 0,5              | 0,5              | 0,5              | 0,5             | 0,5              |
|                                         | Chất ức chế oxy hóa trên cơ sở amin                                    | 0,5              | 0,5              | 0,5              | 0,5              | 0,5             | 0,5              |
|                                         | Chất khử hoạt tính kim loại                                            | 0,05             | 0,05             | 0,05             | 0,05             | 0,05            | 0,05             |
|                                         | Thử nghiệm RBOT (phút)                                                 | 200              | 235              | 210              | 260              | 240             | 190              |
|                                         | Thử nghiệm mài mòn bốn bi Shell<br>(hao hụt đường kính do mài mòn, µm) | 315              | 345              | 280              | 315              | 310             | 425              |
|                                         | Thử nghiệm hiệu quả ức chế gỉ sét                                      | Không gỉ         | Không gỉ         | Không gỉ         | Không gỉ         | Có gỉ           | Không gỉ         |
|                                         | Thử nghiệm độ bền nhiệt                                                | Không<br>cặn dầu | Không<br>cặn dầu | Không<br>cặn dầu | Không<br>cặn dầu | Có cặn<br>dầu   | Không<br>cặn dầu |
|                                         | Độ chớp cháy (°C)                                                      | 324              | 320              | 318              | 318              | 330             | 286              |
|                                         | Điểm cháy (°C)                                                         | 366              | 370              | 360              | 368              | 368             | 320              |
|                                         | Thử nghiệm khả năng khử nhũ tương                                      | 40-40-0<br>(15)  | 40-40-0<br>(15)  | 40-40-0<br>(15)  | 40-40-0<br>(20)  | 40-40-0<br>(15) | 7-27-46<br>(60)  |
| Thử nghiệm khả năng thoái biến sinh học |                                                                        | Đạt              | Đạt              | Đạt              | Đạt              | Đạt             | Đạt              |

Bảng 4

|                                                                          | Ví dụ so<br>sánh 3    | Ví dụ so<br>sánh 4    | Ví dụ so<br>sánh 5     | Ví dụ so<br>sánh 6     | Ví dụ so<br>sánh 7     | Ví dụ so<br>sánh 8    |
|--------------------------------------------------------------------------|-----------------------|-----------------------|------------------------|------------------------|------------------------|-----------------------|
| (A) Dầu gốc este                                                         | (Dầu gốc<br>8)<br>100 | (Dầu gốc<br>9)<br>100 | (Dầu gốc<br>10)<br>100 | (Dầu gốc<br>11)<br>100 | (Dầu gốc<br>12)<br>100 | (Dầu gốc<br>3)<br>100 |
| ( B-1 ) 2,2,4-trimetyl-1,2-dihydroxy<br>quinolin polyme                  | 1,0                   | 1,0                   | 1,0                    | 1,0                    | 1,0                    | -                     |
| ( B-2 ) 6-etoxy-1,2-dihydro-2,2,4-trimetyl<br>quinolin                   | -                     | -                     | -                      | -                      | -                      | -                     |
| (C) Axit propanoic, bis (2-metyl-propoxy)<br>phosphinothiol thio-2-metyl | 0,3                   | 0,3                   | 0,3                    | 0,3                    | 0,3                    | -                     |
| (D-1) Amin, C11-14-alkyl mạch nhánh,<br>monoheyl và dihexyl phosphat     | 0,1                   | 0,1                   | 0,1                    | 0,1                    | 0,1                    | 0,1                   |
| (D-2) Hỗn hợp carboximidazolin                                           | -                     | -                     | -                      | -                      | -                      | -                     |
| Công thức (% khối lượng)                                                 |                       |                       |                        |                        |                        |                       |

|                      |                                                                        |                 |                 |                 |                 |                 |                 |      |
|----------------------|------------------------------------------------------------------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|------|
| Các kết quả đánh giá | Chất ức chế oxy hóa trên cơ sở phenol                                  | 0,5             | 0,5             | 0,5             | 0,5             | 0,5             | 0,5             | 0,5  |
|                      | Chất ức chế oxy hóa trên cơ sở amin                                    | 0,5             | 0,5             | 0,5             | 0,5             | 0,5             | 0,5             | 0,5  |
|                      | Chất khử hoạt tính kim loại                                            | 0,05            | 0,05            | 0,05            | 0,05            | 0,05            | 0,05            | 0,05 |
|                      | Thử nghiệm RBOT (phút)                                                 | 222             | 185             | 180             | 240             | 242             | 140             |      |
|                      | Thử nghiệm mài mòn bốn bi Shell<br>(hao hụt đường kính do mài mòn, µm) | 335             | 440             | 445             | 304             | 306             | 650             |      |
|                      | Thử nghiệm hiệu quả ức chế gỉ sét                                      | Không gỉ        | Không gỉ        | Không gỉ        | Có gỉ           | Có gỉ           | Không gỉ        |      |
|                      | Thử nghiệm độ bền nhiệt                                                | Có cận dầu      | Không cận dầu   | Không cận dầu   | Có cận dầu      | Có cận dầu      | Không cận dầu   |      |
|                      | Độ chớp cháy (°C)                                                      | 318             | 326             | 306             | 330             | 336             | 328             |      |
|                      | Điểm cháy (°C)                                                         | 358             | 370             | 336             | 370             | 370             | 366             |      |
|                      | Thử nghiệm khả năng khử nhũ tương                                      | 40-40-0<br>(40) | 38-38-4<br>(60) | 40-40-0<br>(45) | 40-40-0<br>(10) | 40-40-0<br>(10) | 40-40-0<br>(15) |      |
|                      | Thử nghiệm khả năng thoái biến sinh học                                | Đạt             | Đạt             | Đạt             | Đạt             | Đạt             | Đạt             |      |

Bảng 5

|                                                                          | Ví dụ so<br>sánh 9 | Ví dụ so<br>sánh 10 | Ví dụ so<br>sánh 11 | Ví dụ so<br>sánh 12 | Ví dụ so<br>sánh 13 |
|--------------------------------------------------------------------------|--------------------|---------------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| (A) Dầu gốc este                                                         | (Dầu gốc 3)<br>100 | (Dầu gốc 3)<br>100  | (Dầu gốc 3)<br>100  | (Dầu gốc 3)<br>100  | (Dầu gốc 3)<br>100  |
| ( B-1 ) 2,2,4-trimetyl-1,2-dihydroxy<br>quinolin polyme                  | 1,0                | -                   | 0,3                 | 2,0                 | 1,0                 |
| ( B-2 ) 6-etoxy-1,2-dihydro-2,2,4-trimetyl<br>quinolin                   | -                  | -                   | -                   | -                   | -                   |
| (C) Axit propanoic, bis (2-metyl-propoxy)<br>phosphinothiol thio-2-metyl | -                  | 0,3                 | 0,3                 | 0,3                 | 0,7                 |
| (D-1) Amin, C11-14-alkyl mạch nhánh,<br>monohexyl và dihexyl phosphat    | 0,1                | 0,1                 | 0,1                 | 0,1                 | 0,1                 |
| (D-2) Hỗn hợp carboxyimidazolin                                          | -                  | -                   | -                   | -                   | -                   |
| Chất ức chế oxy hóa trên cơ sở phenol                                    | 0,5                | 0,5                 | 0,5                 | 0,5                 | 0,5                 |

Công thức (% khối lượng)

|                      |                                                                        |                  |                  |                  |                 |                 |
|----------------------|------------------------------------------------------------------------|------------------|------------------|------------------|-----------------|-----------------|
| Các kết quả đánh giá | Chất ức chế oxy hóa trên cơ sở amin                                    | 0,5              | 0,5              | 0,5              | 0,5             | 0,5             |
|                      | Chất khử hoạt tính kim loại                                            | 0,05             | 0,05             | 0,05             | 0,05            | 0,05            |
|                      | Thử nghiệm RBOT (phút)                                                 | 220              | 145              | 160              | 240             | 200             |
|                      | Thử nghiệm mài mòn bốn bi Shell<br>(hao hụt đường kính do mài mòn, µm) | 640              | 310              | 310              | 320             | 290             |
|                      | Thử nghiệm hiệu quả ức chế gỉ sét                                      | Không gỉ         | Không gỉ         | Không gỉ         | Không gỉ        | Không gỉ        |
|                      | Thử nghiệm độ bền nhiệt                                                | Không cận<br>dầu | Không cận<br>dầu | Không cận<br>dầu | Có cận dầu      | Có cận dầu      |
|                      | Độ chớp cháy (°C)                                                      | 324              | 326              | 320              | 328             | 316             |
|                      | Điểm cháy (°C)                                                         | 370              | 364              | 368              | 360             | 358             |
|                      | Thử nghiệm khả năng khử nhũ tương                                      | 40-40-0<br>(15)  | 40-40-0<br>(15)  | 40-40-0<br>(15)  | 40-40-0<br>(15) | 40-40-0<br>(15) |
|                      | Thử nghiệm khả năng thoái biến sinh học                                | Đạt              | Đạt              | Đạt              | Đạt             | Đạt             |

Từ các kết quả trong các bảng từ 2-5, có thể hiểu rằng chế phẩm dầu thủy lực tốt hơn về độ ổn định oxy hóa, hiệu quả chống mài mòn, ức chế gỉ sét, độ bền nhiệt, chống cháy, khả năng khử nhũ tương, và khả năng thoái biến sinh học có thể được mang lại bằng cách sử dụng hợp chất este (A) được đề xuất theo sáng chế và đưa hợp chất este (A), dẫn xuất quinolin hoặc polyme của nó (B), và dẫn xuất dithiophosphat (C) vào công thức chế phẩm theo các lượng được đề xuất theo sáng chế.

#### Khả năng ứng dụng trong công nghiệp

Do chế phẩm dầu thủy lực theo sáng chế tốt hơn về khả năng thoái biến sinh học cũng như là khả năng chống cháy, hiệu quả chống mài mòn, độ ổn định oxy hóa, độ bền nhiệt, chống gỉ, và khả năng khử nhũ tương, nên tốt hơn nếu nó có thể được ứng dụng cho, ví dụ, thiết bị trong hệ thống cửa xả lũ đóng và mở trong các đập, các đập tràn, và các thiết bị tương tự, và cho thiết bị thủy lực như thiết bị đóng cọc, máy xúc, thiết bị nhỏ cọc, thiết bị xây dựng, và các thiết bị tương tự, được sử dụng gần nước.

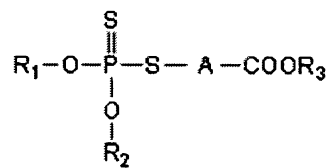
## YÊU CẦU BẢO HỘ

1. Chế phẩm dầu thủy lực bao gồm hợp chất este (A) được mô tả dưới đây, dẫn xuất quinolin hoặc polyme của nó (B) được mô tả dưới đây, và dẫn xuất dithiophosphat (C) được mô tả dưới đây, bao gồm dẫn xuất quinolin hoặc polyme của nó (B) với lượng nằm trong khoảng từ 0,5 đến 1,5 phần khối lượng và dẫn xuất dithiophosphat (C) với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 0,5 phần khối lượng, tương ứng với 100 phần khối lượng hợp chất este (A):

hợp chất este (A) của rượu neopentyl polyhydric có 5 đến 10 nguyên tử cacbon và 3 đến 6 nhóm hydroxyl, và axit béo chưa bão hòa mạch thẳng có 16 đến 22 nguyên tử cacbon, bao gồm monoeste (a1) với lượng nằm trong khoảng từ 0,1 đến 5% khối lượng, dieste (a2) với lượng nằm trong khoảng từ 10 đến 30% khối lượng, và este có 3 hoặc nhiều nhóm este (a3) với lượng nằm trong khoảng từ 65 đến 89,9% khối lượng, trong đó tỷ lệ theo khối lượng monoeste (a1)/dieste (a2) nằm trong khoảng từ 1/99 đến 20/80;

một hoặc nhiều dẫn xuất quinolin (B), hoặc các polyme của nó, được chọn từ nhóm bao gồm 2,2,4-trimetyl-1,2-dihydroquinolin hoặc polyme của nó, 6-metoxi-2,2,4-trimetyl-1,2-dihydroquinolin hoặc polyme của nó, và 6-etoxy-2,2,4-trimetyl-1,2-dihydroquinolin hoặc polyme của nó;

(C) dẫn xuất dithiophosphat được biểu diễn bởi công thức sau:

*Công thức 1*

trong đó mỗi R<sub>1</sub> và R<sub>2</sub> độc lập là nhóm alkyl có 1 đến 5 nguyên tử cacbon, R<sub>3</sub> là nguyên tử hydro hoặc nhóm alkyl có 1 đến 5 nguyên tử cacbon, và A là nhóm alkylen có 1 đến 5 nguyên tử cacbon.