

(19)



(10) **LT 3027 B**

(12)

PATENTO APRAŠYMAS

(11) Patento numeris: **3027**

(51) Int.Cl.⁵: **C10L 1/22,**
C10L 1/24

(21) Paraiškos numeris: **IP221**

(22) Paraiškos padavimo data: **1992 10 21**

(41) Paraiškos paskelbimo data: **1994 05 15**

(45) Patento paskelbimo data: **1994 08 25**

(31,32,33) Prioritetas: **86-22959, 1986 09 24, GB**

(72) Išradėjas

Kenneth Lewtas, GB
Edwin William Lehmann, GB
Robert Dryden Tack, GB
Albert Rossi, US

(73) Patento savininkas:

Exxon Chemical Patents, Inc., Linden, New Jersey, US

(74) Patentinis patikėtinis:

Liudmila Gerasimovič, 9, Basanavičiaus 16/5-41, 2009 Vilnius, LT

(54) Pavadinimas:

Kuro kompozicija

(57) Referatas:

Išradimas skirtas kuro kompozicijai, pagamintai distiliuoto kuro pagrindu, išgarinto esant 120-500°C, ją papildant priedais. Siekiant pagerinti kompozicijos žemos temperatūros savybes, pridėti priedai - bendros formulės junginiai

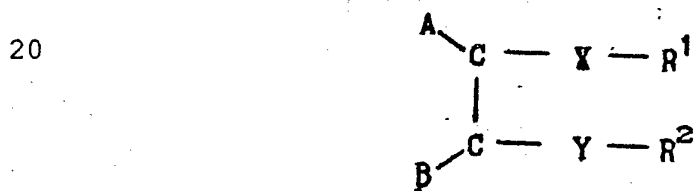
Išradimas skirtas kuro kompozicijai, pagamintai distiliuoto kuro pagrindu, ją papildant priedais.

5 Žinoma kuro kompozicija pagaminta distiliuoto kuro pagrindu, išgarinto prie 120-500°C, įmaišant priedų mišinį A-polimerinį (polietilena, etileno kopolimerą skirtingais monomerais ir t.t.) ir B-kondensacijos produktą ciklinio anhidrido ir H-alkilpoliamino /1/.

10 Tačiau kompozicijos žemos temperatūros savybės nepakankamos.

Išradimo tikslas - kuro kompozicijos žemos temperatūros savybių pagerinimas.

15 Norimas tikslas pasiekiamas kuro kompozicija distiliuoto kuro pagrindu, pridedant 0,006-0,5% masės, priedai - bendros formulės junginiai.



25 kurioje - Y-R² yra - SO₃⁽⁻⁾⁽⁺⁾HNR³R₂, - SO₃⁽⁻⁾⁽⁺⁾H₂NR³R² arba - SO₂NR³R², -X-R¹ yra -CONR³R¹, COOR¹ arba -CO₂⁽⁻⁾⁽⁺⁾H₂NR³R¹.

R¹ ir R² alkilu C₁₀ -C₂₂

R³ - vandenilio metilo grupė arba angliavandenilio grupė C₁₀ -C₂₂,*

30

35

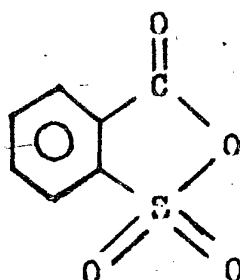
* Be to, kai kurios R³ gali būti vienodos arba skirtingos.

grupė  dalis benzolo arba naftalininio žiedo.

5

Aromatinių junginių, iš kurių gali būti pagaminti priedai, pavyzdžiais yra

10



15

kuriuose aromatinė grupė gali būti pakeista.

Alternatyviai juos galima pagaminti iš policiklinių junginių, t.y. iš tų, kurie turi dvi arba daugiau ciklinių struktūrų, kurios gali būti skirtingų formų. Jos gali būti:

20

a) kondensuotomis benzolo struktūromis;

25

b) kondensuotomis ciklinėmis struktūromis, kuriose nėra benzolo branduolio arba ne visi branduoliai yra benzoliniai;

c) ciklais, sujungtais "pabaiga-pradžiai";

30

d) heterocikliniais junginiais;

e) nearomatinėmis arba dalinai prisotintomis žiedinėmis sistemomis arba

35

f) trimatinėmis struktūromis.

- Kondensuotos benzolo struktūros, iš kurių gali atsirasti junginiai, įtraukia, pavyzdžiui, naftaliną, antrapeną, fenantreną ir pireną. Kondensuotos ciklinės struktūros, kurios neturi benzolo žiedų arba ne visi ciklai yra benzoliniai, įtraukia, pavyzdžiui, azuleną, indeną, hidroindeną, fliuoreną, difenileną. Junginiais, kuriuose ciklai sujungti pagal tipą "pabaiga-pradžia" apima difenileną.
- 10 Du pakaitalai gali būti prijungti prie gretimų atomų žiede, kada yra tik vienas žiedas, arba prie gretimų atomų viename iš žiedų, kada junginys yra policiklinis. Pastaruoju atveju tai reiškia, kad, panaudojant naftaliną, šie pakaitalai negali būti
- 15 prijungti 1,8- arba 1,4- pozicijose, jie gali būti prijungti tik tai pozicijose 1,2-, 2,3-, 3,4-, 5,6-, 6,7- arba 7,8-.
- Šio išradimo junginiai gaunami sąveikoje abiejų
- 20 funkcionalinių grupių šiuose junginiuose su aminais, alkoholiais, kvartero amonio druskomis ir pan. Kada junginiai yra amidai arba aminų druskos, geriausiai, kai jie pagaminti iš antrinių aminų, kurie turi vandenilį- ir anglių- apimančią grupę, jungiančią
- 25 mažiausiai 10 anglies atomų. Tokie amidai arba druskos gali būti pagaminti rūgšties arba anhidrido sąveikoje su antriniais aminais, arba alternatyviai, sąveikoje amino išvestinio su karbonine rūgštimi arba jos anhidridu. Paprastai būtina vandens pašalinimas ir
- 30 šildymas amidų gavimui iš rūgščių. Alternatyviai, karboninė rūgštis gali būti įvesta į reakciją su spiritu, turinčiu mažiausiai 10 anglies atomų, arba su spirito ir amino mišiniu.
- 35 Ypatingai tinkami junginiai yra amidai arba antrinių aminų amino druskos. Nors cikliniams dariniams, aprašytiems aukščiau, būtini du pakaitalai, bet turi

būti konstatuota, kad šie cikliniai junginiai gali turėti vieną ar daugiau kitų pakaitalų, prijungtų prie ciklinių junginių atomų žiedo.

- 5 Panaudojant šio išradimo junginius, galima išgauti ypatingai mažus vaško kristalus, kurie praeis per įprastų dyzelinių variklių filtrus ir šildymo sistemas, ir, tuo pačiu, nesudarys nuosėdų ant filtro.
- 10 Šio išradimo junginių panaudojimas numato mažų kristalų gavimą, mažinant vaško kristalų tendenciją nusėsti degaluose jų saugojimo metu. To išdavoje, gali pagerinti kuro charakteristikas CFPP.
- 15 Tinkamiausias junginio kiekis, pridėtas į distiliuotą kuro tepalą, sudaro 0,006-0,5 % masės, pavyzdžiui, 0,01-0,10 % masės, skaičiuojant kuro masei.
- 20 Junginys paprastai gali būti ištirpintas tinkamame tirpiklyje, kad susidarytų koncentracija nuo 20 iki 90 %, pavyzdžiui, 30-80 % masės tirpiklyje. Tinkamais tirpikliais yra žibalas, aromatinė nafta, mineralinės tepimo alyvos ir t.t.
- 25 Šio išradimo priedų panaudojimas leidžia gauti distiliuotą kuro alyvą nuo 120°C iki 500°C virimo intervale, ir kuris turi mažiausiai 0,5% masės vaško kiekį prie temperatūros 10°C žemesnės negu vaško atsiradimo temperatūra, gaunant prie šios temperatūros
- 30 vaško kristalus, turinčius vidutinį dalelių dydį ne mažiau 4000 nm, kartais mažiau 2000nm, o, priklausomai nuo kuro, kristalai gali būti mažiau negu 1000nm.
- 35 Vaško atsiradimo temperatūra (VAT) degaluose matuojama diferencialiniu užrašomuoju kalorimetru (DUK). Šiame teste mažą kuro pavyzdį (25 mkl) atšaldo 2°C/min greičiu kartu su standartiniu panašiu šilumai laidžiu

pavyzdžiu, bet iš kurio nenusėda vaškas dominančiame temperatūros intervale (tokiame, kaip žibalas). Gaunama egzoterma, kada prasideda pavyzdžio kristalizacija. Pavyzdžiui, kuro VAT gali būti išmatuota
5 ekstrapoliacija prietaisu Mettler TA 2000 V.

Vaško kiekis nustatomas DUK pagalba, integruojant plotą, esantį tarp bazinės linijos ir egzotermos žemiau nustatytos temperatūros. Kalibravimą atlieka iš anksto
10 žinomame kristalizuoto vaško kiekyje:

Vidutinis vaško kristalų dalelių dydis matuojamas analizės metu elektroniniu mikroskopu, padidinant kuro pavyzdį 4000-8000 kartų, ir matuojant pačios ilgiausios
15 ašies 50 kristalų, per iš anksto nustatytą gardelę.

Nustatėme, kad, aprūpinant vidutinį dalelių dydį mažiau negu 4000 nm, vaškas pradės eiti per įprastus popierinius filtrus, naudojamus dyzeliniuose varikliuose, kartu su kuru, nors mes ir pripažįstame,
20 kad dalelių dydis būtų žemesnis negu 3000 nm, geriau, kai žemesnis negu 2000 nm, o dar geriau, kai žemesnis negu 1000 nm: faktiškai, pasiektas dydis priklauso nuo kuro prigimties ir nuo naudojamų pakaitalų prigimties, ir kiekio, bet mes nustatėme, kad pageidaujami yra šie
25 dydžiai ir mažesni.

Tokių mažų vaško kristalų gavimo galimybė degaluose sudaro žymų pranašumą dyzelinių variklių produktyvumui, kaip iš anksto parodyta perpumpavimu, sumaišyto, kad
30 likviduoti nusodinto kuro vaško efektą per dyzelinį filtrą, esant greičiui 8-15 ml/sec ir 1,0-2,4 l/min vienam m² filtro paviršiaus, 5°C žemesnė negu vaško atsiradimo temperatūra mažiausiai su 1 % kuro mase, randant jį kieto vaško pavidale. Manoma, kad tiek
35 kuras, tiek ir vaškas lengvai praeina per filtrą, jeigu atitinka vieną arba daugiau iš šių reikalavimų:

(i) Kada 18-20 l kuro praleidome per filtrą, lašo spaudimas per filtrą neviršija 50 kPa, geriau 25 kPa, dar geriau 10 kPa, o geriausiai 5 kPa.

5 (ii) Vaško, esančio kure, kaip nustatyta DUK testu, praėjusio per filtrą turi būti mažiausiai 60 %, geriau 80 %, o geriausiai 90 % masės.

10 (iii) Persiurbiant 18-20 l kuro per filtrą, kuro greitis lieka lygus daugiau negu 60 % nuo pradinio greičio, o tinkamiausias daugiau negu 80 %.

Šis kuras, turintis esamo išradimo junginius, aiškiai pranašesnis, palyginus su žinomu distiliuotu kuru, kurio šalto tekėjimo savybės pagerintos, pridedant 15 tradicinius priedus. Pavyzdžiui, kuras yra eksploatuojamas prie temperatūrų, artėjančių prie stingimo taško ir neapsiriboja nesugabėjimu praeiti CFPP testą.

20 Vadinasi, šis kuras arba praeina CFPP testą prie žymiai žemų temperatūrų arba pašalinama būtinybė praveisti šį testą. Kuras taip pat turi pagerintas savybes šaltam startui prie žemų temperatūrų, taip kaip 25 jis nereikalauja pakartotinos cirkuliacijos šilto kuro nepageidaujamam vaško nuosėdų ištirpinimui. Kuras taip pat turi tendenciją mažinti vaško kristalų nusėdimą kuro saugojimo metu, mažinant vaško tendenciją aglomeracijai, saugojant kurą rezervuaro dugne, tokiu 30 būdu, blokuojant filtrus, ir pan.

Reikšmingiausias efektas paprastai gaunamas, kada išradimo junginius naudoja, sujungiant su kitais žinomais priedais, kad pagerintų distiliuoto kuro šalto 35 tekėjimo savybes, nors jie gali būti naudojami ir savarankiškai.

Etileno-vinilacetatinis kopolimeras ir/arba polietilenglikolis, ir/arba reakcijos produktas ftalio rūgšties anhidridas su dihidrogeneruotu riebiu aminu, ir/arba etileno kopolimeras su propilenu, ir/arba eterifikuotas stirolio kopolimeras ir maleino anhidridas 0,003-0,035 % masės kiekio.

Tinkamiausias angliavandenilio polimeras yra etileno ir propileno kopolimeras, turintis etileno kiekį geriausiai tarp 20 ir 60 % /masės/masės/ ir paprastai gaunamą homogeninės katalizės pagalba.

Naudojamas priedų santykis priklausys nuo paruošto kuro, bet dažniausiai šio išradimo junginio priedai sudaro 30-60 % masės.

Priedų sistemos, kurios sudaro dalį šio išradimo, paprastai gali būti pateiktos koncentratų pavidalu įvedimui į distiliuoto kuro masę.* Šie koncentratai yra tinkami, kai turi priedų nuo 3 iki 75 % masės, labiau tinkami, kai turi 3-60 % masės, ir tinkamiausi, kai turi 10-50 % masės, geriau, kai yra aliejuje tirpalo pavidale. Tokie koncentratai taip pat įeina į šio išradimo sritį. Šio išradimo priedai gali būti panaudojami plačiam distiliuotų degalų pasirinkimui, verdantiems nuo 120°C iki 500°C intervale.

Išradimas iliustruojamas šiais pavyzdžiais.

30

35

*Šie koncentratai taip pat gali turėti kitus priedus.

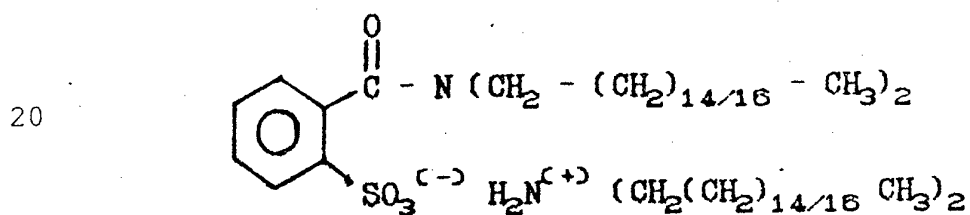
Pasiruošimas.

Pavyzdys 1.

5 Ruošiama 2-dialkilaminodobenzolsulfonato N,N-dialkilamonio druska, kur alkilo grupės yra $H-C_{16-18}H_{33-37}$, reaguojant tarpusavyje 1 molis orto-sulfobenzoinės rūgšties ciklinio anhidrido su 2 moliais di-/hidrinto/tirpstančio amino ksilolo tirpale prie 50 %
10 /masės/masės/ koncentracijos. Reakcijos mišinį sumaišo prie temperatūros tarp $100^{\circ}C$ ir virimo temperatūros su grįžtamuoju aušintuvu. Tirpiklis ir chemikalai turi būti, pagal galimybę, sausi, kad neiššaukti anhidrido hidrolizės.

15

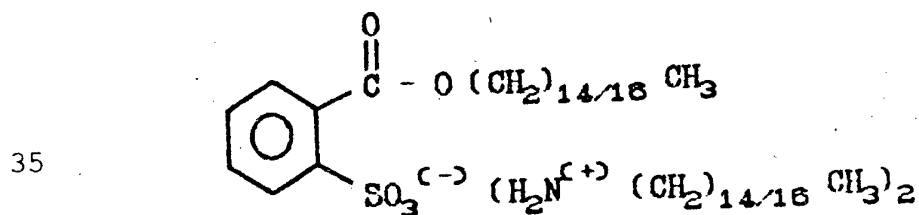
Produkta analizuoja JMP spektroskopija prie 500 Mhr, spektras pateiktas brėžinyje 1, atitinka struktūrą:



Pavyzdys 2.

25

Ruošiama pagal pavyzdžio 1 metodiką, išskyrus tai, kad ortosulfbenzoinę rūgštį įveda į reakciją iš pradžių su 1 moliu oktadekan-I-olo ir 1 moliu di-hidrinto riebaus amino. Produkta analizuoja JMP-spektroskopija prie 500
30 Mhr, ir sistemos, pateiktos brėžinyje 2, parodo šią struktūrą:



Bandymas.

5 Pavyzdžio 1 produkto efektyvumą ir pridedamų sistemų, turinčių produktą kaip medžiagą, pagerinančią distiliuoto kuro filtravimą, nustatėme sekančiu būdu.

10 Pagal vieną būdą, alyvos reakcija priedams matavome šalto filtravimo metodu CFPP. Šis bandymas skirtas koreliacijai šaltu srautu: vidutinio distiliato
15 automobilių dyzeliuose. Trupmai sakant, 40 ml išmėginamo alyvos pavyzdžio atšaldo specialioje vonioje, kurioje palaikoma -34°C temperatūra, pravedant nelinijinį atšaldymą $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ greičiu. Periodiškai (per vieną $^{\circ}\text{C}$, pradedant aukščiau susidrumstimo taško) bando
20 atšaldytos alyvos sugebėjimą pratekėti per ploną tinklelį per tam tikrą laiko periodą, panaudojant bandomąjį prietaisą, kuris yra pipetė, prie kurios apatinio galo prijungtas apverstas piltuvas, kuris pastatytas žemiau bandomos alyvos paviršiaus. Prie
25 piltuvo angos ištemptas tinklelis 350 aud /anga 0,04 mm/ 12 mm ploto. Periodiniai bandymai atliekami sudarant vakuumą viršutinėje pipetės dalyje, tuo pačiu iššaukiant alyvos praėjimą per tinklelį į pipetę iki įregistruojant 20 ml alyvos. Po kiekvienos sėkmingos
30 atrankos alyvą tuojau pat grįžta į CFPP vamzdelį. Bandymą pakartoja po kiekvieno temperatūros kritimo laipsnio, iki kol alyva praranda sugebėjimą užpildyti pipetę per 60 sekundžių. Ši temperatūra registruojama kaip šalto filtravimo užbaigimo CFPP temperatūra.

35 Skirtumas tarp CFPP temperatūros degalams be priedų ir degalams su priedais registruojamas sustingimas CFPP kaip priedas. Efektyvesnis sustingimas priveda iki didelio CFPP sustingimo, esant vienodai priedų koncentracijai.

Kitas priedų efektyvumo nustatymas atliekamas programinio aušinimo bandymų sąlygomis (PAB), kuris yra

kaip lėto aušinimo testas, skirtas atskleidžiant tą efektą, ar parafininė degalų frakcija praeis per filtrus, veikiančius šio kuro šildymo sistemoje. Bandyme aprašytų degalų, turinčių priedus, šaltos srovės savybės nustatėme tokiu būdu. 300 ml kuro linijiniai aušino $1^{\circ}\text{C}/\text{val}$ greičiu iki bandymo temperatūros, po to palaikėme pastovią temperatūrą. Po 2 valandų maždaug prie -9°C pašalinome 20 ml paviršinio sluoksnio, susidedančio iš labai didelių parafino kristalų, kurie paprastai susidaro aušinimo metu riboje alyva/oras. Parafiną, kuris nusėda kolboje, smulkina, atsargiai maišant, ir po to į kolbą įveda filtravimo įrenginį CFPP. Pipetės kraną atidaro prie 500 mm vakuumo gyvsidabrio stulpelio ir uždaro po to, kada 200 ml kuro praėjo per filtrą į graduotą rezervuarą. Praėjimas /PASS/ registruojamas, jeigu 200 ml kuro atrenkami per 10 sekundžių per filtrą, su tam tikru angos išmatavimu /aud/, ir registruojamas FAIL, jeigu srovės greitis pernelyg mažas, kas parodo į filtro blokavimą. Kad tai nustatyti, naudojame filtravimo įrenginius CFPP tinkleliais 20, 30, 40, 60, 80, 100, 120, 150, 200, 250 ir 350 aud / 0,84, 0,59, 0,42, 0,25, 0,177, 0,149, 0,125, 0,09, 0,074, 0,058 ir 0,04 mm/, kas leidžia nustatyti ploną tinklelį /dideliu skaičiumi aud/, per kurį praeis kuras. Kuo didesnis tinklelio aud skaičius, per kurį praeis esanti degaluose parafininė frakcija, tuo mažesnis parafino kristalų dydis, ir tuo didesnis priedų efektyvumas kurui. Tenka konstatuoti, kad nebus dviejų degalų, kurie parodys vienodus bandymo rezultatus, apdirbant vienodame lygyje vienu ir tuo pačiu priedu, pagerinančiu kuro tekamumą.

Prieš PAB filtraciją buvo taip pat ištirti nusėdimo procesai. Nusėdusio sluoksnio dydį vizualiai išmatavome kaip % nuo bendros kuro apimtys. Šis atliekamas parafino nusėdimas sudarė nedidelį kiekį, tuo metu, kai nenusėdęs kuras sudarė 100 %. Tokiais atvejais reikia

būti atidiems, nes tirštėjančio kuro blogi pavyzdžiai su dideliais parafino kristalais beveik visada apibūdinami aukštu nusėdimo dydžiu ir šiuos rezultatus reikia registruoti kaip "geli".

5

Šio išradimo priedų efektyvumą, distiliuoto kuro susidrumstimo taško sumažėjime, nustatėme standartiniu bandymu /IP-219 arba ASTM D 2500/, ir kitos charakteristikos tokios, kaip sutirštėjimo taškas /WAP/ testas /ASTM D 3117-72/ ir sutirštėjimo temperatūra /WAT/ išmatavome diferencialine užrašomąja kalorimetrija, naudojant diferencialinį užrašomąjį Mettler firmos kalorimetrą TA 2000B. Bandant, 25 mikrolitrus kuro pavyzdžio atšaldėme 2°C/min greičiu nuo 15 temperatūros mažiausiai 30°C aukštesnės už kuro susidrumstimo taško. Įvertinome stebimą kristalizacijos pradžią be korekcijos terminiam sulaikymui /apie 2°C/, kaip sustingimo temperatūrą, kaip tas fiksavosi diferencialine užrašomąja kalorimetrija. Kuro 20 sugebėjimą praeiti per variklio dyzelinio kuro filtrą nustatėme įrenginyje, sudarytame iš tipinio dyzelinio variklio filtro, įmontuoto į standartinę kuro liniją: buvo panaudotas keleivinis dyzelinis automobilis. Rezervuarą ir paduodamąją sistemą, galinčią palaikyti 25 pusę normos kuro bako aprūpinimą, sujungto su benzino siurbliu, naudojome kuro pumpavimui per filtrą nuo bako pastoviu srovės greičiu, kaip tai atliekama automobilyje.

30 Buvo aprūpintos tos priemonės, kurios matavo slėgio kritimą išilgai filtro, srovės greičius nuo benzino siurblio ir sistemos temperatūras. Numatoma priimtuvas dėl persiurbto kuro tiek "įleistam" kurui, tiek atliekamam kurui.

35

Atliekant bandymą, baką užpildėme 19 kilogramų kuro ir įtaisėme įrenginį dėl pratekėjimo ištyrimo. Temperatūra

stabilizavome ore prie temperatūros 8°C aukštesnės už kuro sutirštėjimo taško. Po to, sistemą ataušiname 3°C/val greičiu iki bandymo tikslinės temperatūros, ir palaikėme šią temperatūrą mažiausiai 3 valandas kuro temperatūros stabilizavimui. Baką energingai pakratėme, kad visiškai disperguoti esamą parafiną: pavyzdį ėmėme iš bako, ir 1 litrą kuro pašalinome per maitinimo liniją iš karto po bako ir grąžinome į baką. Po to, įjungėm siurbli, apsisukimų skaičiumi atitinkanti automobilio judėjimui gatvėje 110 km/val greičiu. Siurblio darbo greitis sudarė 1900 aps/min, kas atitiko variklio darbo greitį 3800 aps/min. Slėgio kritimą išilgai filtro ir kuro srovės greitį iš benzino siurblio registravome iki tol, kol neišsiurbėme kuro, paprastai 30-35 minutes.

Jeigu kuro padavimas į inžektorius galėjo būti palaikomas 2 ml/sek lygyje /kuro atliekos sudaro 6,5-7 ml/sek/, tai rezultata užregistravome kaip "PASS". Srovės greičio kritimas į inžektorius reiškė kaip "BORDERLINE": nulinis srautas reiškė kaip "FAIL".

Paprastai rezultatas "PASS" gali būti surištas su didėjančiu slėgio kritimu išilgai filtro, kuris gali pasiekti 60 kPa. Be to, žymi parafino dalis turi praeiti pro filtra, kad gauti tokį rezultata. Įvertinimas "GOODPASS" charakterizuoja bandymą, kada slėgio kritimas išilgai filtro neviršija 10 kPa, ir reiškia, kad didesnė parafino dalis praėjo per filtra, o geriausias rezultatas atitinka slėgio kritimui žemiau negu 5 kPa.

Be to, bandymo metu, kas keturios minutės atrinkome kuro "atliekų" pavyzdžius ir kuro, paduoto į "inžektorius" pavyzdžius. Šiuos pavyzdžius, kartu su iš anksto atrinktais pavyzdžiais iš kuro bako, palyginome pagal DUK duomenis, kad nustatyti paduoto parafino

dali, kuri praėjo per filtrą. Taip pat buvo paimti pavyzdžiai prieš kuro bandymą ir pavyzdžiai SEM, gauti po bandymo, kad palyginti parafino kristalų tipą ir dydį su faktinėmis charakteristikomis.

5

Panaudoti sekantys priedai:

10

/I/ Pavyzdžio I produktas.

/II/ Priedas A.

15

A1 reiškia mišinį 1:3 pagal svorį dviejų etileno-vinilacetato kopolimerų: A3 susideda iš etileno ir apie 38 % svorio vinilacetato, ir turi vidutinį molekulinį svorį 1800 /VPO/ ir A2 susideda iš etileno ir apie 17 % svorio vinilacetato, ir turi vidutinį molekulinį svorį 3000 /VPO/. A4 susideda iš mišinio 50/50 procentais A2 ir A3.

20

A5 susideda iš polimero, turinčio 13,5 % svorio vinilacetato ir turi vidutinį molekulinį svorį 3500 /VPO/.

25

/III/ Priedas B.

30

Polietilenglikoliniai /PEG/ esteriai ir polipropilenglikoliniai /PPG/ esteriai buvo gauti, sumaišant vienos molinės dalies polietileno arba polipropilenglikolio su viena arba dviem molinėm dalim karboninės rūgšties, kad gauti atitinkamai "mono" ir "di-" esterius. Para-toluolo sulforūgšties primaišėme į reagentinę masę /0,5 % svorio/ kaip katalizatorių. Mišinį šildėme iki 150°C maišydami ir silpna azoto srove, kad iš reakcijos pašalinti vandenį. Po reakcijos užbaigimo, kaip tai fiksavo JK-spektroskopija, išlydyta

35

produkta išliejome ir palikome, kad atauštų iki parafino susidarymo būsenos.

- PEG ir PPG paprastai įvardijami derinyje su jų
- 5 molekuliniais svoriais, pavyzdžiui, PEG 600 reiškia polietilenglikolį vidutiniu molekulinio svoriu 600. Ši nomenklatūra tęsiasi tokiu būdu, kad PEG 600 dibegenatas reiškia reakcijos iš dviejų molinių dalių begeno rūgšties su vienu moliu PEG 600 esterio
- 10 produkta, kas reiškia Priedą B, naudojamą šiuo atveju.

/IV/ Priedas C.

- Reakcijos produktas iš vieno molio ftalio rūgšties
- 15 anhidrido su dviem moliais dihidrogeneruoto riebaus amino, susidarant poliamido/poliamino druskai.

/V/ Priedas D.

- 20 Etileno ir propileno kopolimeras, turintis 56 % etileno svorio ir vidutinį molekulinį svorį 60000.

/VI/ Priedai E.

- 25 E1 gaunamas eterinimu 1:1 molinio stirolo-maleino anhidridinio kopolimero su 2 moliais 1:1 molinio mišinio $C_{12}H_{25}OH$ ir $C_{14}H_{29}OH$ vienam moliui anhidridinių grupių, kurios buvo panaudotos eterinimui/naudojamas nedidelis perteklius, apie 3 % spirito/panaudojant
- 30 para-sulfotoluolo rūgštį kaip katalizatorių /1/10 molio/ rūgštyje /kaip tirpiklį/. Priedas turėjo molekulinį svorį M_n 50000 ir 3 % svorio neapdirbto spirito.
- 35 Polimeras E2 buvo sudarytas iš molekulių $C_{14}H_{29}OH$ stirolio maleino anhidrido kopolimero eterinimui ir tai sąlygojo

vidutini molekulini svorį 50000 ir laisvo spirito kiekį 3,3 % svorio.

5 Vėlesniuose pavyzdžiuose kuras buvo apdirbtas priedais, po to ataušinamas iki 10°C žemesnės temperatūros už sustingimo temperatūrą /WAT/, ir parafino kristalų dydį matavome elektroniniu skenuojančiu mikroskopu, ir nustatėme kuro sugebėjimą praeiti per kuro filtrą. Rezultatai buvo sekantys:

10

Pavyzdys 3.

Naudojamo kuro charakteristika

Susidrumstimo taškas	-14°C
CEPP neapdirbto	-16°C
Parafino susidarymo temperatūra	-18,6°C /sutirštėjimas/
Pradinis virimo taškas	178°C
20 %	230°C
90 %	318°C
Galutinis virimo taškas	355°C
Parafino kiekis, esant -25°C	1,1 % svorio

15

I kurą buvo įvesti priedai, įjungiant 250 dalių milijonui kiekvieno iš pavyzdžio I produkto, priedų A5 ir E1, ir kuras buvo patikrintas, esant -25°C, ir kaip buvo nustatyta, parafino kristalų dydis sudarė 1200 nanometrų į ilgį ir virš 90 % parafino praėjo per filtrą.

20

Parafino praėjimas buvo užfiksuotas bandymo procese, stebint slėgio kritimą išulgai filtro, kuris sudarė 2,2 kPa.

25

Pavyzdys 4.

Pakartojome pavyzdį 3 ir radome parafino kristalo dydį 1300 nanometrų, ir maksimalus slėgio kritimas išilgai filtro buvo 3,4 kPa.

Pavyzdys 5.

Naudojamo kuro charakteristika

10

Susidrumstimo taškas	0°C
CFPP neapdirbto	- 5°C
Parafino susidarymo temperatūra	- 2,5°C /sutirštėjimas/
Pradinis virimo taškas	182°C
20 %	220°C
90 %	354°C
Galutinis virimo taškas	385°C
Parafino kiekis, esant bandymo temperatūrai	- 1,6 % svorio

I kūrą įvedėme priedų derinį po 250 milijoninių dalių kiekvieno iš produkto pavyzdžio 1 ir priedus A5 ir E2, ir parafino kristalo dydis sudarė, kaip buvo išaiškinta, 1500 nanometrų, ir apie 75 % parafino svorio praėjo per filtrą, esant -8,5°C bandymo temperatūrai. Maksimalus slėgio kritimas filtre sudarė 6,5 kPa.

20

Pavyzdys 6.

Pavyzdį 5 pakartojome ir gavome parafino kristalo dydžio reikšmes 2000 nanometrų, iš kurio 50 % praėjo per filtrą maksimaliu slėgio kritimu filtre 35,3 kPa.

25

Pavyzdys 7.

Kurą, naudojamą pavyzdyje 5, paruošėme 400 milijoninėmis dalimis produkto pavyzdžio 1 ir 100 milijoninių dalių A1, ir kurą išbandėme kaip pavyzdyje 5, esant -8°C temperatūrai, prie kurios parafino turinys sudarė 1,4 % svorio. Parafino kristalo dydis, kaip buvo išaiškinta, sudarė 2500 nanometrų ir 50 % svorio parafino praėjo per filtrą, krintant slėgiui 10 filtre 67,1 kPa.

Pavyzdys 8. /palyginamasis/

Kurą, naudojamą pavyzdyje 5, paruošėme 500 milijoninių dalių tirpalo 4 dalių priedo C ir 1 dalies Priedo A5, ir bandėme, esant -8°C . Be to, parafino kristalo dydis, kaip buvo surasta, sudarė 6300 nanometrų ir 13 % parafino svorio praėjo per filtrą.

20 Šis pavyzdys yra vienas iš geriausių prototipo pavyzdžių, bet be duomenų apie parafino kristalų praėjimą.

Šie duomenys buvo gauti, patalpinant kuro pavyzdžius į 25 2 kolbas šaltuose boksuose, kuriuose buvo palaikoma temperatūra 8°C aukštesnė negu susidrumstimo temperatūra 1 val bėgyje kuro temperatūros stabilizavimui. Po to, boksą ataušino prie 1°C /1 val bėgyje iki bandymo temperatūros, kurią paskui palaikėme 30 pastoviai.

Po to, su vakuumu sujungiamas iš anksto sumontuotas filtrinis įrenginys, susidedantis iš drenažinio rato 10 mm skersmens, apjuostas metaliniu žiedu 1 mm pločio, 35 kuris yra sidabrinio filtro suportas su 200 nanometrų angom, ir pritvirtinto šioje padėtyje dviem vertikaliais smeigtukais. Naudojamas vakuumas

mažiausiai 30 kPa ir ataušintas kuras lašeliais paduodamas ant membranos iš švarios lašelinės pipetės iki tol, kol nedidelis sluoksnis padengs filtro membraną. Kuras lėtai laša, palaikydamas nustatytą lygį, po 10-20 kuro lašų sluoksniui leidžiama išdžiūti, gaunant matinį neutralų sluoksnį, drėgną kuro parafininių koksą ant membranos. Storas parafino sluoksnis negali būti praplautas be nuostolių, o plonas sluoksnis gali būti pašalintas. Optimalus sluoksnio storis yra kristalo formos funkcija, nepaisant to, "vainiklapio kristalai" sudaro plonesnį sluoksnį, negu "trupiniai kristalai". Svarbu tai, kad atidėtas parafino koksas turi matinį paviršių. "Blizgantis" parafino koksas parodo likusio kuro ir kristalinio "tepalo" buvimą ir turi būti pašalintas.

Po to, parafino koksą praplauna keliais metiletilketono lašais, ir jam duodama pilnai išdžiūti. Procesą pakartoja keletą kartų. Užbaigus praplovimą, metiletilketonas išnyks labai greitai, palikdamas "balta deimantinių matinių" paviršių, kuris taps pilkas, jei metiletilketono lašai bus pridėti papildomai.

Po to, praplautą pavyzdį patalpina į šaltą eksikatorių ir palaiko jį iki tol, kol jis paruoštas padengimui į SEM. Gali būti, kad būtina laikyti pavyzdį atšaldytą dėl parafino apsaugos. Šiuo atveju, jį reikia saugoti šaltame bokse, prieš pernešant pavyzdį /tinkamame pernešimui konteineryje/ į analizę SEM, kad išvengti ledo kristalų susidarymo ant pavyzdžio paviršiaus. /SEM - skanirinė elektroninė mikroskopija/.

Padengimo (ryškinimo) metu pavyzdį reikia laikyti, prie maksimaliai leistinos minusinės temperatūros dėl to, kad sumažinti kristalų pažeidimą. Plokščias elektros kontaktas yra geriausias, jeigu prie kontakto sienelės prispaudžia filtravimo įrenginio žiedą sraigto pagalba

tame etape, kada pavyzdžio paviršius yra plokštės centre. Taip pat gali būti naudojami elektrai laidūs dažai.

- 5 Pavyzdžiai 3-7 rodo, kad, naudojant išradimo junginius pridedamose kompozicijose, kristalai gali praeiti per filtrą lengvai, ir puiki žemos temperatūros charakteristika gali būti išplėsta kurui padidintu parafino kiekiu, palyginus su iki šiol taikomomis
- 10 praktikoje, neatsižvelgiant į tokias kuro sistemos charakteristikas, kaip kuro sistemos pašildymas variklio pagalba iš kuro bako, kuro maitinimo srovės ryšys recikliniam kurui, pagrindinio filtro paviršiaus ploto ryšys su kuro maitinimo srove ir dydžiu, ir
- 15 priešfiltrų ir tinklelių išsidėstymui.

- Junginys, gautas pavyzdyje 1, buvo išbandytas kaip priedas distiliuoto kuro efektyvumui sekančiuose kuro mišiniuose, kurių virimo temperatūros išmatuotos
- 20 sutinkamai su ASTM - D 86.

Pavyzdys 9.

- Kuras, naudojamas šiame pavyzdyje, turi sekančias
- 25 charakteristikas:

/ASTM - D 86/

IBP /pradinis virimo taškas/	190°C
20%	246°C
90%	346°C
FBP /galutinis virimo taškas/	374°C
Parafino susidarymo temperatūra	-1,5°C
Susidrumstimo temperatūra	+2,0°C

Kuras buvo apdirbtas 1000 milijoninių dalių aktyvaus ingrediento iš sekančių priedų:

/E/ Mišinys priedo 2 /1 dalis pagal svorį/ ir priedo 4 /9 dalys pagal svorį/.

5

/F/ Pramoninis priedas etilen-vinilacetato kopolimero, pagaminamo kaip ECA 5920.

/G/ mišinys iš:

10

Lentelė 1

Distiliacija ASTM - 86

	Susi- drums- timo taškas	Para- fino susi- dary- mo taš- kas	Pradi- nis virimo taškas	20	50	90	Galū- tinis viri- mo taš- kas	Neap- dirb- tas CFPP
Kuras-1	-3,0	-5,0	180	223		336	365	-5,0
Kuras-2	+3,0	+1,0	188	236	278	348	376	0
Kuras-3	+5,0	0,0	228	280	310	351	374	-1

15

20

25

Bandymo su programuojamu ataušinimui rezultatai /PCT/
atlikti, esant -12°C, Kure-1 buvo šie:

5

Lentelė 2

Naudojamas priedas					Mažiausias /aud/ tinklas praleidimui			Nusėdimas		
C	Pa- vyz- dys1	A2	B	A3	50 ^x	100 ^x	200 ^x	Parafino dalis %		
1	-	-	-	-	30	40	80	20	5	2
4	-	1	-	-	80	100	200	10	5	5
4	-	-	1	-	40	30	200	15	10	5
-	1	-	-	-	60	120	250	10	100	100
-	4	1	-	-	150	350	350	60	100	100
-	4	-	1	-	120	200	250	10	50	100
-	-	1	-	-	-	40	60	-	10	10
-	-	-	-	1	-	60	120	-	20	40
-	-	1	-	3	-	60	120	-	20	40
-	-	-	1	4	-	80	160	-	15	15
ne				30					ge-	lis

10 x - bendra priedų koncentracija, milijoninė/dalis

Lentelė 3

Tolesni kuro-1 rezultatai buvo šie:

15

Priedas		Mažiausias tinklas praleidimui PCT /aud/, esant -110C	
		150	250 milijonas/dalis
A1		100	200
C		60	120
Pavyzdys 1		200	350
Pavyzdys 2		150	250
C/A2	/4/I/	100	350
	/4/I/ Pavyzdys		
	1/A2	350	350
	/4/I/ Pavyzdys		
	2/A2	200	350
C	9/I/	150	250
	/9/I/ Pavyzdys		
	1/B	250	350
C/D	/9/I/	150	350
	/9/I/ Pavyzdys		
	1/D	350	350
Ne		30	

Lentelė 4

Kuro-3 rezultatai buvo šie:

Priedas		Mažiausias tinklas praleidimui PCT /aud/, esant -5°	
		400 mil/dalis	600 mil/dalis
A1		40	60
C		40	100
Pavyzdys 1		80	200
D/C I/4/		40	120
I/4/		80	250
D /Pavyzdys 1 /I/4			
Ne		20 gelis	

Lentelė 5

Tolesni Kuro-1 rezultatai buvo šie:

Priedas		Santykis	Apdir- bimo grei- tis	Nusėdusio parafino dalis prie - 12°C, %	PCT prie -12°C	CFPP /°C/
1	2					
1	2	3	4	5	6	7
A2			100	10	60	-11,0
A2			200		60	-14,0
A2			300		40	-13,5
A2	C	4,1	100	100	30	-12,0
A2	C	4,1	200	30	30	-11,0
A2	C	4,1	300	20	40	-14,0
A2	C	1,1	100	10	60	-13,5
A2	C	1,1	200	10	80	
A2	C	1,1	300	15	200	-18,0
A2	C	1,4	100	10	80	-9,0
A2	C	1,4	200	5	100	-18,5
A2	C	1,4	300	20	350	-18,5
A2	Pvz.1	4,1	100	20	40	-13,0
A2	Pvz.1	4,1	200	20	40	-14,5
A2	Pvz.1	4,1	300	25	40	-15,0
A2	Pvz.1	1,1	100	100	150	-17,0
A2	Pvz.1	1,1	200	100	350	-18,0
A2	Pvz.1	1,1	300	100	350	-19,5
A2	Pvz.1	1,4	100	100	350	-17,0
A2	Pvz.1	1,4	200	100	350	-19,5
A2	Pvz.1	1,4	300	100	350	-19,5
Ne	Ne	-	-	gelis	30	-5,0

Lentelė 6

Priedas		Santykis	Apdir- bimo greitis	Nusėdusio parafino dalis prie -12°C, %	PCT prie -12°C	CFPP /°C/
1	2					
A4			100	20	60	-14,0
A4			200	25	80	-16,0
A4			300	30	120	-16,5
A4	C	4,1	100	15	60	-15,0
A4	C	4,1	200	20	100	-16,5
A4	C	4,1	300	20	200	-17,0
A4	C	1,1	100	10	80	-11,0
A4	C	1,1	200	15	250	-17,5
A4	C	1,1	300	15	250	-20,0
A4	C	1,4	100	5	100	-6,5
A4	C	1,4	200	10	200	-16,5
A4	C	1,4	300	10	120	-19,0
A4	Pvz.1	4,1	100	10	80	-13,0
A4	Pvz.1	4,1	200	15	100	-16,5
A4	Pvz.1	4,1	300	20	250	-15,0
A4	Pvz.1	1,1	100	10	80	-17,5
A4	Pvz.1	1,1	200	15	90	-16,0
A4	Pvz.1	1,1	300	100	150	-25,5
A4	Pvz.1	1,4	100	100	250	-15,0
A4	Pvz.1	1,4	200	100	350	-21,0
A4	Pvz.1	1,4	300	100	350	-12,5
Ne	Ne	-	-	gelis	30	-5,0

Lentelė 7

Priedas		Santykis	Apdir- bimo greitis	Nusėdu- sio parafino dalis prie -12°C, %	PCT prie -12°C	CFPP /°C/
1	2					
A1			100	20	80	-16,0
A1			200	40	120	-17,0
A1			300	40	200	-17,5
A1	C	4,1	100	15	100	-15,0
A1	C	4,1	200	30	200	-19,0
A1	C	4,1	300	40	250	-19,5
A1	C	1,1	100	10	150	-14,5
A1	C	1,1	200	30	200	-19,5
A1	C	1,1	300	25	250	-22,0
A1	C	1,4	100	20	150	-15,0
A1	C	1,4	200	100	150	-19,0
A1	C	1,4	300	100	350	-20,0
A1	Pvz.1	4,1	100	20	120	-14,5
A1	Pvz.1	4,1	200	100	150	-19,5
A1	Pvz.1	4,1	300	100	200	-24,5
A1	Pvz.1	1,1	100	10	150	-18,0
A1	Pvz.1	1,1	200	25	200	-24,5
A1	Pvz.1	1,1	300	25	250	-25,0
A1	Pvz.1	1,4	100	100	150	-18,0
A1	Pvz.1	1,4	200	100	350	-20,5
A1	Pvz.1	1,4	300	100	350	-24,5
Ne	Ne	-	-	gelis	30	-5,0

Lentelė 8

Priedas		Santykis	Apdir- bimo greitis	Nusėdusio parafino dalis prie -12°C, %	PCT prie -12°C	CFPP /°C/
1	2					
A3			100	20	80	-9,5
A3			200	40	150	-14,0
A3			300	70	200	-19,0
A3	C	4,1	100	10	100	-6,5
A3	C	4,1	200	20	200	-11,0
A3	C	4,1	300	25	250	-16,0
A3	C	1,1	100	5	80	-5,0
A3	C	1,1	200	15	200	-6,5
A3	C	1,1	300	30	250	-7,5
A3	C	1,4	100	10	40	-4,5
A3	C	1,4	200	10	120	-4,5
A3	C	1,4	300	15	150	-5,5
A3	Pvz.1	4,1	100	10	100	-6,0
A3	Pvz.1	4,1	200	20	150	-9,5
A3	Pvz.1	4,1	300	25	200	-16,5
A3	Pvz.1	1,1	100	5	80	-5,5
A3	Pvz.1	1,1	200	20	150	-8,0
A3	Pvz.1	1,1	300	20	120	-16,5
A3	Pvz.1	1,4	100	5	40	-4,0
A3	Pvz.1	1,4	200	10	60	-6,5
A3	Pvz.1	1,4	300	25	150	-9,0
Ne	Ne	-	-	gelis	30	-5,0

Lentelė 9

Priedas		Santykis		Apdir- bimo greitis	Nusėdusio parafino dalis prie -7°C, %	PCT prie -7°C	CFPP /°C/
1	2						
A2				300	25	30	-4,5
A2				500	20	40	-9,5
A2				700	15	60	-11,0
A2	C	4,1		300	15	60	-11,0
A2	C	4,1		500	15	60	-12,0
A2	C	4,1		700	15	40	-15,0
A2	C	1,1		300	20	40	-15,0
A2	C	1,1		500	10	80	-16,0
A2	C	1,1		700	20	200	-15,5
A2	C	1,4		300	10	100	-12,5
A2	C	1,4		500	10	200	-14,0
A2	C	1,4		700	100	250	-15,0
A2	Pvz.1	4,1		300	15	40	-7,5
A2	Pvz.1	4,1		500	15	60	-17,5
A2	Pvz.1	4,1		700	20	100	-19,0
A2	Pvz.1	1,1		300	10	80	-14,5
A2	Pvz.1	1,1		500	15	120	-18,0
A2	Pvz.1	1,1		700	20	130	-13,0
A2	Pvz.1	1,4		300	100	150	-18,0
A2	Pvz.1	1,4		500	100	350	-15,0
A2	Pvz.1	1,4		700	100	350	-20,0
Ne	Ne	-		-	gelis	30	0,0

Lentelė 10

Priedas		Santykis	Apdir- bimo greitis	Nusėdusio parafino dalis prie -7°C, %	PCT prie -7°C	CFPP /°C/
1	2					
A4			300	30	100	-15,5
A4			500	35	120	-15,5
A4			700	45	120	-16,5
A4	C	4,1	300	20	100	-15,0
A4	C	4,1	500	20	120	-15,0
A4	C	4,1	700	25	150	-15,0
A4	C	1,1	300	10	100	-15,0
A4	C	1,1	500	25	150	-17,5
A4	C	1,1	700	20	200	-18,5
A4	C	1,4	300	10	120	-11,5
A4	C	1,4	500	15	200	-15,5
A4	C	1,4	700	20	250	-14,5
A4	Pvz.1	4,1	300	15	100	-17,0
A4	Pvz.1	4,1	500	25	120	-17,0
A4	Pvz.1	4,1	700	25	150	-19,5
A4	Pvz.1	1,1	300	10	120	-13,5
A4	Pvz.1	1,1	500	15	200	-19,0
A4	Pvz.1	1,1	700	20	250	-21,0
A4	Pvz.1	1,4	300	100	150	
A4	Pvz.1	1,4	500	100	350	
A4	Pvz.1	1,4	700	100	350	-18,5
Ne	Ne	-	-	gelis	30	0,0

Lentelė 11

Priedas		Santykis	Apdir- bimo greitis	Nusėdusio parafino dalis prie - 7°C, %	PCT prie -7°C	CFPP /°C/
1	2					
A1			300	40	120	-15,0
A1			500	40	150	-19,0
A1			700	60	200	-18,5
A1	C	4,1	300	25	120	-15,0
A1	C	4,1	500	30	150	-14,0
A1	C	4,1	700	50	200	-17,0
A1	C	1,1	300	15	120	-17,0
A1	C	1,1	500	25	150	-16,0
A1	C	1,1	700	25	200	-19,0
A1	C	1,4	300	15	80	-13,0
A1	C	1,4	500	15	120	-13,0
A1	C	1,4	700	15	250	-15,0
A1	Pvz.1	4,1	300	20	120	-18,0
A1	Pvz.1	4,1	500	30	200	-16,5
A1	Pvz.1	4,1	700	40	250	-15,0
A1	Pvz.1	1,1	300	15	120	-15,5
A1	Pvz.1	1,1	500	25	250	-20,0
A1	Pvz.1	1,1	700	25	350	-19,5
A1	Pvz.1	1,4	300	100	150	-16,5
A1	Pvz.1	1,4	500	100	350	-20,0
A1	Pvz.1	1,4	700	100	350	-19,0
Ne	Ne	-	-	gelis	30	0.0

Lentelė 12

Priedas		Santykis	Apdir- bimo greitis	Nusėdusio parafino dalis prie -7°C, %	PCT prie -7°C	CFPP /°C/
1	2					
A3			300	40	100	-13,5
A3			500	40	100	
A3			700	40	150	
A3	C	4,1	300	30	150	-14,5
A3	C	4,1	500	40	150	-17,5
A3	C	4,1	700	50	200	-15,5
A3	C	1,1	300	30	150	-9,5
A3	C	1,1	500	40	200	-14,5
A3	C	1,1	700	40	250	-12,5
A3	C	1,4	300	20	100	-3,0
A3	C	1,4	500	20	120	-7,0
A3	C	1,4	700	20	250	-12,0
A3	Pvz.1	4,1	300	40	120	-13,0
A3	Pvz.1	4,1	500	40	150	-15,0
A3	Pvz.1	4,1	700	50	200	-15,0
A3	Pvz.1	1,1	300	30	150	-7,0
A3	Pvz.1	1,1	500	40	200	-13,5
A3	Pvz.1	1,1	700	60	250	-14,0
A3	Pvz.1	1,4	300	20	150	-6,5
A3	Pvz.1	1,4	500	100	350	-13,5
A3	Pvz.1	1,4	700	100	350	-17,0
Ne	Ne	-	-	gelis	30	0,0

I dalis priedo 1

I dalis priedo 3

5

I dalis priedo D

I dalis priedo K

10 /H/ Pramoninis priedas etilen-vinilacetato kopolimero, išleidžiamo kaip 2042E.

/I/ Pramoninis priedas etilen-vinilpropiono kopolimero.

15 /J/ Be priedo

/K/ Reakcijos produktas 4 molių di-hidrogeneruojančio riebaus amino ir 1 molio piromelito anhidrido. Reakcija vykdoma be tirpiklio, esant 150°C, maišant atmosferoje azotą 6 valandas.

20

Sekančios šio kuro savybės buvo išmatuotos:

25 /I/ Kuro sugebėjimą praeiti per pagrindinį dyzelinį filtrą, esant -9°C, ir praėjusio per filtrą parafino procentas sąlygojo šiuos rezultatus:

Priedas	Laikas iki užsiteršimo	Praėjusio parafino %
E	11 minučių	18-30
F	16 minučių	30
G	nėra užsiteršimo	90-100
H	15 minučių	25
I	12 minučių	25
J	9 minutės	10

/II/ Slėgio kritimą pagrindiniame filtre nuo laiko charakterizuoja bet koks parafinas, praeinantis per filtrą.

- 5 /III/ Parafino nusėdimą kure matavome, atšaldžius 100 ml kuro sugraduotame matavimo cilindre. Cilindrą atšaldėme 10°C /val greičiu nuo temperatūros, geriau 10°C aukštesnės negu susidrumstimo taškas, bet ne mažiau 5°C aukštesnės negu susidrumstimo taškas iki bandomosios
- 10 temperatūros, kurią po to palaikėme pastovią. Bandymo temperatūra ir išlaikymo laikas priklauso nuo dyzelinio kuro ir pašildyto tepalo pritaikymo. Geriau, kad bandymo temperatūra būtų mažiausiai 5°C žemesnė už susidrumstimo taško, ir minimalus šalto išlaikymo
- 15 laikas sudarytų 4 valandas. Geriausias rezultatas, kai bandymo temperatūra turi būti 10°C arba daugiau žemesnė už kuro susidrumstimo taško, ir išlaikymo periodas turi užtrukti 24 valandas arba daugiau.
- 20 Pasibaigus išlaikymui, matavimo cilindras patikrinamas, ir dalis nusėdusio kristalinio parafino išmatuojama vizualiai kaip parafino sluoksnio storis nuo cilindro dugno /0 ml/ ir išreiškiamas procentais bendrai apimčiai /100 ml/.
- 25 Švarų kurą galima matyti aukščiau nusėdusių parafino kristalų, ir šios matavimo formos dažnai užtenka parafino nusėdimo įvertinimui.
- 30 Kartais kuras susidrumsčia aukščiau nusėdusio parafino kristalų sluoksnio, arba parafino kristalai, kaip galima matyti, yra tinkamesni, kai nusėda ant cilindro dugno. Šiuo atveju, naudojamas kiekybiškesnis analizės metodas. Dėl to, atsargiai nuima 5 % /5 ml/ kuro nuo
- 35 viršutinės dalies ir saugo analizei. Po to, 45 % kuro nuima ir atmeta. Sekančius 35 % kuro nuima ir atmeta, ir pagaliau 10 % duoto mišinio nuima po pašildymo, kad

pavyzdžius, būtų nelabai aukštas, tai yra 200 mm vandens stulpo, ir kad viršutinė pipetės dalis būtų patalpinta tiesiog kuro paviršiuje tam, kad išvengti skysčio srautų, kurie suardys parafino koncentraciją skirtinguose cilindro sluoksniuose. Po to, pavyzdžiai šildomi iki 60°C 15 minučių, ir tikrinamas parafino kiekis diferencialine užrašomąja kalorimetrija (DUK), kaip aprašyta aukščiau.

5 Šiuo atveju, buvo naudojamas firmos Mettler prietaisas TA 2000BD SC. 25 pavyzdžio mikrolitrus įdėjome į darbinę angą ir normalų žibala patalpinome į lyginamąją angą. Po to, angas atšaldėme 22°C/min greičiu nuo 60°C iki mažiausiai 10°C, bet geriau 20°C aukštesnės negu parafino susidarymo temperatūra /WAT/ ir po pavyzdį atšaldėme 2°C min greičiu iki temperatūros 20°C žemesnės už WAT. Palyginimui turi būti bandymas su nenusėdusiu, neatšaldytu apdirbtu kuru. Nusėdusio parafino laipsnis po to koreguojamas su WAT /arba WAT = WAT nusėdusio pavyzdžio - WAT originalo/. Neigiami dydžiai parodo prisodrinimą parafinu dėka nusėdimo. Parafino kiekis taip pat gali būti panaudotas kaip šio kuro nusėdimo laipsnis. Tai iliustruojama $\% \text{ Wax pagalba } \Delta \% \text{ Wax} / \Delta \% \text{ Wax} = \% \text{ Wax abu duotojo pavyzdžio} - \% \text{ Wax originalo/}$ ir taip pat, kaip anksčiau, neigiami dydžiai parodo kuro prisodrinimą dėka nusėdimo.

30 Šiame pavyzdyje kurą ataušiname 1°C/val greičiu nuo +10°C iki - 9°C, prieš bandymus išlaikėme taip atšaldytą 48 valandas.

Pasiekti šie rezultatai:

Lentelė 13

Priedas	Vizualinis parafino nusėdimas	Nusodintų pavyzdžių duomenys WAT°C		
		Viršutiniai 5%	Viduriniai 5%	Dugniniai 10%
E	Pilnassusidrumstimas tirščiau ant dugno	-10,80	-4,00	-3,15
F	50 % aukščiau nusėdusio sluoksnio	-13,35	-0,80	-0,40
G	100 %	-7,85	-7,40	-7,50
H	35 % aukščiau nusėdusio sluoksnio	-13,05	-8,50	+0,50
I	65 % aukščiau nusėdusio sluoksnio			
J	100 % pusiaugelis	-6,20	-6,25	-6,40

5

Lentelė 14

		WAT°C /Nenusėdę pavyzdžiai/		
Originalo WAT /Nenusėdęs kuras/		Viršutiniai 5%	Viduriniai 5%	Dugniniai 10 %
E	-6,00	-4,80	+2,00	+2,85
F	-5,15	-8,20	+4,35	+4,75
G	-7,75	-0,10	+0,35	+0,25
H	-5,00	-8,05	-3,50	+4,50
J	-6,20	0,00	-0,05	-0,20

/Esminis kritimas WAT gali būti pasiektas efektyviausiu priedu /G/ /.

10

Lentelė 15

	Parafino % /Nenusėdę pavyzdžiai/		
	Viršutiniai 5 %	Viduriniai 5 %	Dugniniai 10 %
E	-0,7	+0,8	+0,9
F	-0,8	+2,1	+2,2
G	0,0	+0,3	+0,1
H	-1,3	-0,2	+1,1
J	-0,1	0,0	+0,1

5 Šie rezultatai rodo, kad kada kristalo dydis sumažėja priedo pagalba, tai parafino kristalų nusėdimas vyksta palyginti greitai. Pavyzdžiui, neapdirbtas kuras, atšaldytas žemiau jų susidrumstimo taško, parodo tendenciją nedideliame parafino kristalų nusėdimui, 10 taip, kad į plokšteles panašūs kristalai blokuojasi ir negali judėti laisvai skystyje ir susidaro gelio pavidalo stuktūros, bet kada pridedamas priedas, pagerinantis tekėjimą, tai kristalai modifikuojasi tokiu būdu, kad jų forma tampa panaši į plokštelę, ir 15 parodo tendenciją sudaryti adatas dešimties mikronų dydžiu, kurie gali laisvai judėti skystyje ir nusėda palyginti greitai.

Šis parafino nusėdimas gali sukelti problemų, saugojant 20 kurą talpose ir varikliuose. Koncentruoti parafininiai sluoksniai gali būti netikėtai išsiurbiami iš sistemos, ypač, kada kuro lygis yra žemas arba talpa /bakas/ sugadinti /pavyzdžiui, kampinės stovinčios zonos/ ir gali įvykti filtro blokavimas.

25

Jeigu parafino kristalo dydis gali būti sumažintas dar iki dydžių, mažesnių 1000 nanometrų, tai kristalai nusėda palyginti lėtai ir toks parafino antinuosėdimas gali būti kuro charakteristikos pranašumų rezultatas,

lyginant su kuro atveju nusėdusio parafino kristalais. Jeigu parafino kristalų dydis gali būti dar daugiau sumažintas, maždaug iki 4000 nanometrų, tai kristalų nusėdimo tendencija praktiškai išnyks kuro saugojimo metu. Jeigu kristalo dydžiai sumažės iki geriausio dydžio, t.y. mažiau negu 2000 nanometrų, tai parafino kristalai lieka suspenduoti kure daugeliui savaičių, reikalingų kai kuriose saugojimo sistemose, ir problemos, iš esmės išnyksta.

10

/IV/ Rezultatai, atlikti CFPP, buvo šie:

Priedas	CFPP temperatūra /0°C/	CFPP kritimas
E	-14	11
F	-20	17
G	-20	17
H	-20	17
I	-19	16
J	-3	-

/V/ Vidutinis kristalo dydis, kaip buvo rasta, sudarė:

15

Priedas	Dydis /nanometrai/
E	4400
F	10400
G	2600
H	10000
I	8400
J	plonos plokštelės, viršijančios 50000

Pavyzdys 10.

Gaminama pagal pavyzdžio 2 metodiką, išskyrus tai, kad vietoje oktadekan-I-olo naudoja dekan-I-olą, o vietoje hidrinto riebaus amino naudoja didecilaminą.

20

Be to, gaminama pagal Pavyzdžio 2 metodiką, prie to dar naudoja spiritus ir aminus skirtingais alkilo grandinių ilgiais. Tokiu būdu, gaunami C_{10} -, C_{12} -, C_{14} -, C_{16} -, C_{18} -, C_{20} - ir C_{22} - pavyzdžio 2 junginių dariniai.

5

Nurodytus skirtingus 7 junginius išmėgina programiniu atšaldymu /PCT testu, aprašytu šioje paraiškoje/. Bandymo metu naudojami labai ploni filtrai alkilo grandinių optimalaus ilgio nustatymui bandomajam kurui.

10

Šio pavyzdžio junginiai pridedami į kūrą su koncentracija 250 milijonui dalių. Be to, kuras turi 250 milijonui dalių stirolo kopolimerui ir π - C_{14} -maleino rūgšties, ir 250 milijonui dalių etileno kopolimero su propilenu /56 masės % veikiančios pradžios/.

15

Pravedamos dvi testų eilės, naudojant du skirtingus kuras, pažymėtus kaip kuras 191 ir kuras 80012/86.

20

Testų eilėse, kuriose naudojamas kuras 191, atliekama filtracija, esant $-8,5^{\circ}\text{C}$. Rezultatai nurodami šioje lentelėje:

Junginys	Tinklelio dydis praleidimui teste PCT /mkm/
C_{10} -darinys	>45
C_{12} -darinys	>45
C_{14} -darinys	>45
C_{16} -darinys	>45
C_{18} -darinys	40
C_{20} -darinys	35
C_{22} -darinys	40

25

Testų eilėse, kuriose naudojamas kuras 80012/86, atliekama filtracija, esant -13°C . Rezultatai nurodyti šioje lentelėje:

Junginys	Tinklelio dydis praleidimui teste PCT /mkm/
C_{18} -darinys	40
C_{20} -darinys	25
C_{22} -darinys	>45

5

Gaunami ir bandomi junginiai su skirtingais alkilo grandinių ilgiais. Esamas pavyzdys rodo, kad įmanoma nustatyti specifiniame kure optimalų alkilo grandinių ilgį. Degaluose, bandomuose šiame pavyzdyje, optimalus alkilo grandinių ilgis sudaro C_{20} . Lengvesniame kure optimalus alkilo grandinių ilgis trumpesnis.

10

Pavyzdys 11.

Atliekama pagal paraiškos pavyzdžio 1 metodiką, išskyrus tai, kad vietoje di-hidrinto riebaus talgamino naudojamas diheksadecilaminas. Nurodytas junginys toliau pažymėtas kaip $\text{C}_{16}/\text{C}_{16}$ -darinys.

15

Paraiškos pavyzdžio 1 junginys toliau pažymėtas kaip $\text{C}_{16/18}$ -darinys.

20

Tokiu būdu gaunami $\text{C}_{16/17}$ -, $\text{C}_{16/18}$ -, $\text{C}_{17/18}$ -, $\text{C}_{20/20}$ -, $\text{C}_{20/22}$ ir $\text{C}_{18/18}$ -dariniai.

25

Nurodytus junginius išbando testu PCT. Naudojamas kuras, pažymėtas kaip kuras 80226/89. Jis yra pagrindinis pramoninis kuras, apdirbtas etilenvinilacetato kopolimeru. Filtraciją teste PCT atlieka, esant -14°C . Prie tokios temperatūros pagrindinis kuras praeina per filtrą, kurio angų dydis 180 mkm.

30

Be tipinių filtrų, kurie paprastai naudojami teste PCT, naudojami šie filtrai:

- 5 VW - tinklinis automobilio bako filtras, angų diametras 40 mkm;

LTFT - filtras, kuris naudojams JAV, "bandant filtravimui prie žemų temperatūrų" /40-45 mkm/.

10

Gaunami ir bandomi junginiai skirtingais grandinių ilgiais. Šiame pavyzdyje nustatomas junginys $C_{16/18}$ kaip darinys optimaliu grandinės ilgiu bandomajam kurui.

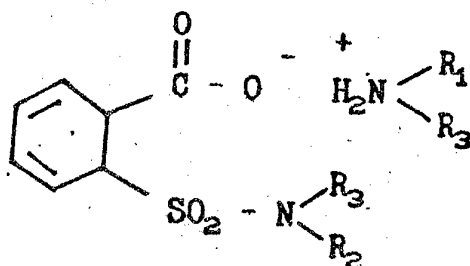
- 15 Lentelė 16

Junginys	Kiekis /dalis/milijonas/	Tinklelis praleidimui teste PCT
$C_{16/18}$	25	VW
	50	25 mkm
	125	30 mkm
	250	LTFT
$C_{16/16}$	125	VW
	250	100-125 mkm
$C_{16/17}$	125	45 mkm
	250	150 mkm
$C_{16/18}$	125	15 mkm
	250	VW
$C_{17/18}$	125	VW
	250	VW
$C_{18/18}$	125	VW
	250	45 mkm
$C_{20/20}$	125	75 mkm
	250	125 mkm
$C_{20/22}$	125	125 mkm
	250	125 mkm

Pavyzdys 12.

Formulės junginys

5



10

išbandomas testu PCT. Naudojamas pagrindinis kuras pažymėtas, kaip 80226/89. Papildomai aukščiau nurodytam junginiui, kuras turi maždaug 50 dalių milijonui pramoninio vidutinio distiliato, pagerinančio tekėjimą, etilen-vinilacetato kopolimero tipo. Filtracija atliekama, esant temperatūrai -14°C . Esant tokiai temperatūrai, pagrindinis kuras praeina per filtrą su 180 mkm angų dydžiu.

20 Testas PCT atliekamas skirtingais junginių kiekiais.

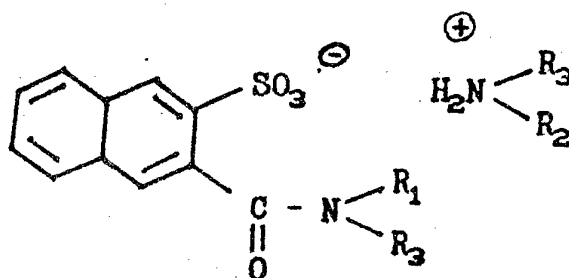
Rezultatai pateikti šioje lentelėje:

Kiekis dal/mln	Tinklelis praleidimui teste PCT
125	VW
250	100 mkm
500	75 mkm

Pavyzdys 13.

25 Bandymas, aprašytas pavyzdyje 11, atliekamas, naudojant šios formulės junginius:

30



Rezultatai pateikti šioje lentelėje:

Kiekis /dal/mln/	Tinklelis praleidimui teste PCT
125	30 mkm
250	VW
500	VW

- 5 Kitas testas PCT atliekamas, naudojant kurą 191. Be
 aukščiau nurodyto junginio kuras turi 250 dalių
 milijonui stirolio kopolimero ir C_{14} - fumarinės
 rūgšties esterio, 250 dalių milijonui etilen-
 10 250 dalių milijonui pramoninio monomerinio augimo
 inhibitoriaus. Filtracija atliekama, esant -90°C .

Prie šios temperatūros pagrindinis kuras, turintis
 15 aukščiau minėtus priedus, o ne bandomą junginį, praeina
 per LTFT- filtra.

Testas PCT atliekamas, naudojant skirtingus bandomo
 junginio kiekius. Rezultatai pateikti šioje lentelėje.

Kiekis /dal/mln/	Tinklelis praleidimui teste PCT
50	LTFT
125	15 mkm
250	15 mkm
500	30 mkm

20

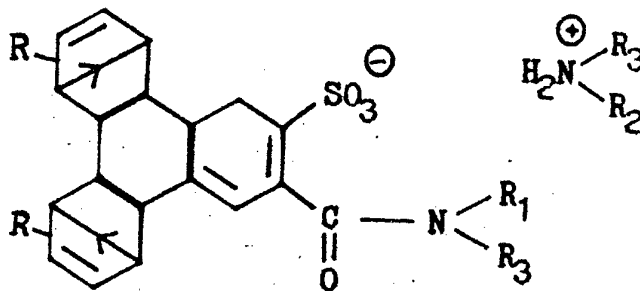
25

Pavyzdys 14.

Abu bandymai pagal pavyzdį 12 atliekami, naudojant šios formulės junginius:

5

10



Testo PCT rezultatai, gauti kure, pateikti šioje lentelėje:

Kiekis /dal/mln/	Tinklelis praleidimui teste PCT
125	VW
250	VW
500	125 mkm

15

Rezultatai, gauti kure 191, esant vienodom sąlygom, kaip ir pavyzdyje 13, pateikti šioje lentelėje:

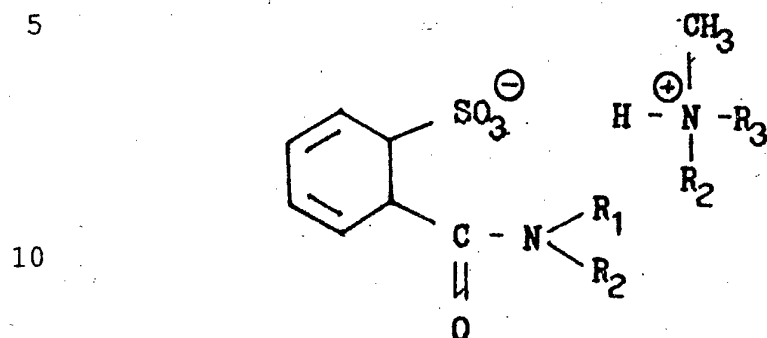
Kiekis /dal/mln/	Tinklelis praleidimui teste PCT
50	LTFT
125	30 mkm
250	30 mkm
500	LTFT

20

25

Pavyzdys 15.

Bandymas, aprašytas pavyzdyje 12, atliekamas, naudojant šios formulės junginius:



Rezultatai pateikiami šioje lentelėje:

Kiekis /dal/mln/	Tinklelis praleidimui teste PCT
250	25 mkm
500	15 mkm
1000	15 mkm

15

Formulėse, nurodytose pavyzdžiuose 12-15, liekanos R_1 , R_2 , R_3 sudaro mišinį iš C_{16} - IR C_{18} - alkilų liekanų.

20

Pavyzdžiais 12-15 taip pat parodoma, kad junginiai, turintys skirtingas ciklines sistemas, naudojami kaip kristalų modifikatoriai degaluose. BE to, parodoma, kad galima naudoti keletą funkcinių grupių skirtingose kombinacijose.

25

30

Pavyzdys 16.

Kuro savybės

Tankumas	Šusidrumstimo taškas	Parafino susidarymo temperatūra	Parafino kiekis prie temperatūros 10°C žemesnės už susidrumstimo temperatūrą
g/cm ³	°C	°C	%
0,8254	-4° C	-4,05° C	2,4

5

Distiliavimo savybės /°C/

Pradinis virimo taškas	20 %	50 %	90 %	Glūtinis virimo taškas
140	208	250	334	360

10

Priedas: a/ 0,5 % masės produkto iš pavyzdžio 1

b/ 0,1667 % masės produkto iš pavyzdžio 1

+0,1666 % masės priedo A5

+0,1667 % masės priedo E1 /=E1, vietoje

fumarinės rūgšties likučio

naudojamas maleino rūgšties

15

likutis/

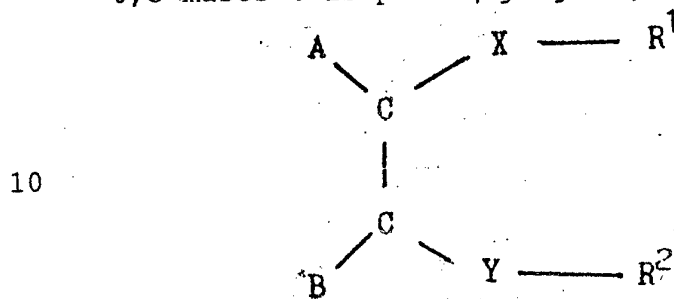
20

Bandomi priedai aukščiau minėtais kiekiais ištirpinami nurodytame kure. Nei sumaišymo procese, nei po 12 valandų saugojimo, esant žemoms temperatūroms, nepastebėta nusėdimų.

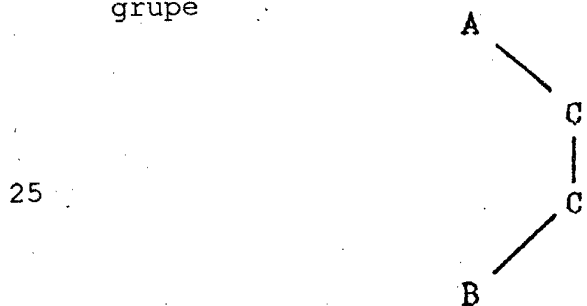
25

IŠRADIMO APIBRĖŽTIS

1. Kuro kompozicija, pagaminta distiliuoto kuro pagrindu, išgarinto esant 120-500°C, įmaišant priedų, besiskirianti tuo, kad, kompozicija turi 0,006-0,5 masės % iš priedų junginių bendros formulės:



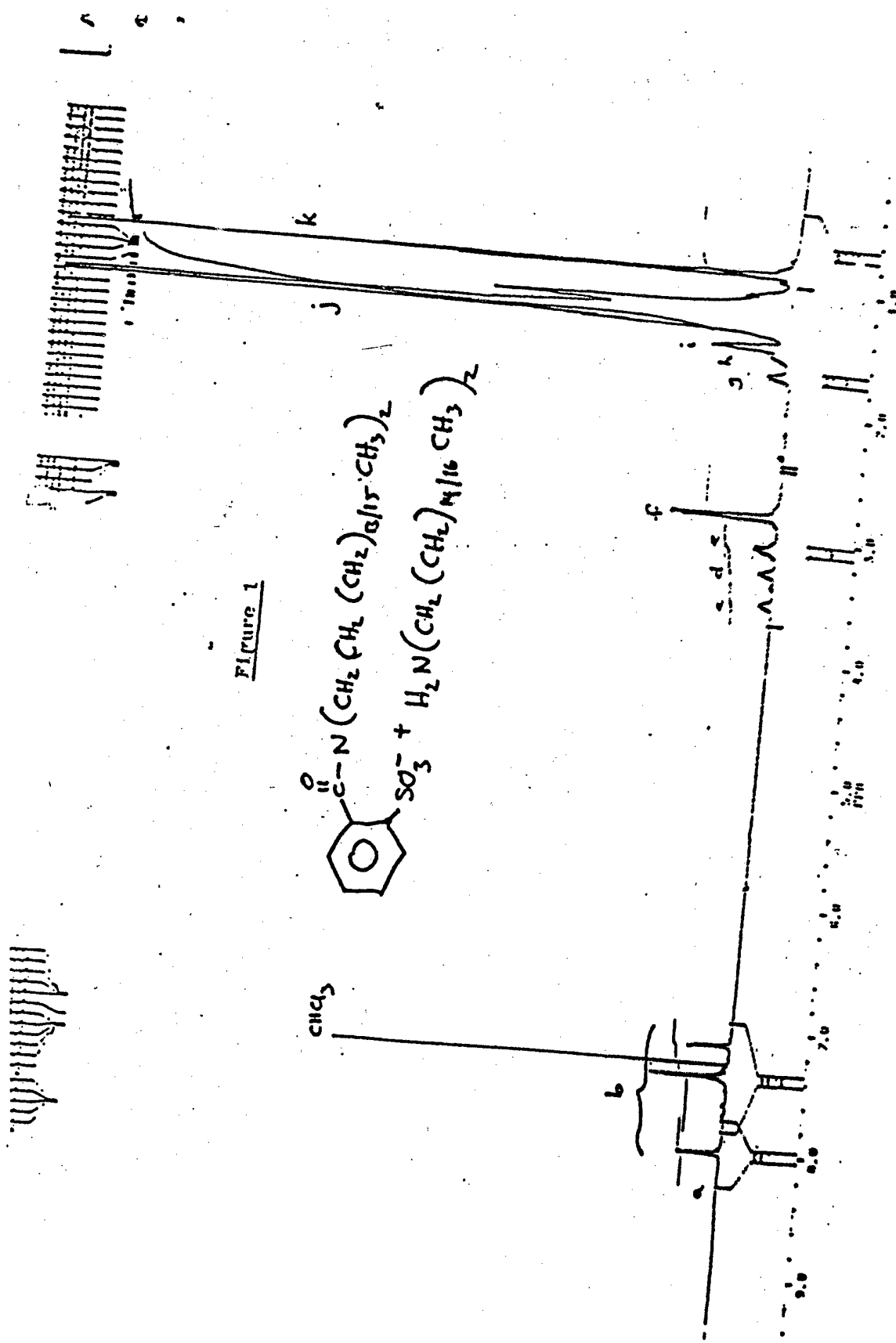
- kurioje -Y-R² - SO₃⁽⁻⁾⁽⁺⁾HNR³R², -SO₃⁽⁻⁾⁽⁺⁾H₂NR³R² arba -SO₂NR³R²;
 -X-R¹ - CONR³R¹, COOR¹ arba -CO₂⁽⁻⁾⁽⁺⁾H₂NR³R¹, R¹ ir R² - C₁₀₋₂₂-alkilas;
 R³ - vandenilis, metilo grupė arba C₁₀ - C₂₂ angliavandenilio grupė, be to kai kurie R³ gali būti vienodi arba skirtingi;
 grupė



-dalis benzolo arba naftalino žiedo.

30

2. Kuro kompozicija pagal 1 punktą, besiskirianti tuo, kad ji papildomai turi 0,003-0,035 masės % etilen-vinilacetato kopolimero ir/arba polietilenglikolio ir/arba ftalio rūgšties anhidrido su dihidrintu riebiu aminu reakcijos produkto ir/arba etileno kopolimero su propilenu, ir/arba esterifikuoto stirolo kopolimero su maleino anhidridu.
- 35



三

