



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2006113275/04, 20.04.2006

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
20.04.2006

(45) Опубликовано: 10.08.2007 Бюл. № 22

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: **Методы анализа, исследований и испытаний нефтей и нефтепродуктов (нестандартные методики), часть 2. - ВНИИПН, 1984, с.285-287. SU 1081485 A1, 23.03.1984. RU 2204831 A1, 20.05.2003. RU 2236002 C1, 10.09.2004. RU 2232389 C1, 10.07.2004.**

Адрес для переписки:

121467, Москва, ул. Молодогвардейская, 10,
ФГУП "25 ГосНИИ Минобороны России"

(72) Автор(ы):

**Марталов Алексей Сергеевич (RU),
Приваленко Алексей Николаевич (RU),
Алаторцев Евгений Иванович (RU),
Островская Вера Михайловна (RU),
Батюнина Ольга Александровна (RU),
Грибановская Марина Георгиевна (RU),
Красная Людмила Васильевна (RU),
Шаталов Константин Васильевич (RU),
Рудакова Анна Александровна (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**Федеральное Государственное Унитарное
Предприятие "25 Государственный научно-
исследовательский институт Министерства
обороны Российской Федерации" (по
применению топлив, масел, смазок и
специальных жидкостей-ГосНИИ по
химмотологии) (RU)**

(54) СПОСОБ ОПРЕДЕЛЕНИЯ КОЛИЧЕСТВА ПРИСАДКИ ДЕТЕРСОЛ-140 В МОТОРНЫХ МАСЛАХ ДЛЯ АВТОМОБИЛЬНОЙ ТЕХНИКИ

(57) Реферат:

Изобретение относится к области контроля качества моторных масел с помощью оптических средств, в частности к определению присадок в моторных маслах. Способ включает отбор пробы, измерение оптической плотности на полосах поглощения 1604 и 2000 см⁻¹ при спектрофотометрировании и последующий расчет

концентрации присадки по экспериментально-полученной зависимости. Достигается расширение номенклатуры определяемых при помощи ИК-спектроскопии присадок для моторных масел, а также - возможность идентификации только присадки Детерсол-140 и определения только ее количества, а не суммарного содержания всех присутствующих в моторном масле присадок. 2 табл.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(19) **RU** (11) **2 304 281** (13) **C1**

(51) Int. Cl.

G01N 33/28 (2006.01)

G01N 21/17 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(21), (22) Application: **2006113275/04, 20.04.2006**

(24) Effective date for property rights: **20.04.2006**

(45) Date of publication: **10.08.2007 Bull. 22**

Mail address:

**121467, Moskva, ul. Molodogvardejskaja, 10,
FGUP "25 GosNII Minoborony Rossii"**

(72) Inventor(s):

**Martalov Aleksej Sergeevich (RU),
Privalenko Aleksej Nikolaevich (RU),
Alatortsev Evgenij Ivanovich (RU),
Ostrovskaja Vera Mikhajlovna (RU),
Batjunina Ol'ga Aleksandrovna (RU),
Gribanovskaja Marina Georgievna (RU),
Krasnaja Ljudmila Vasil'evna (RU),
Shatalov Konstantin Vasil'evich (RU),
Rudakova Anna Aleksandrovna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federal'noe Gosudarstvennoe Unitarnoe
Predpriyatie "25 Gosudarstvennyj nauchno-
issledovatel'skij institut Ministerstva
oborony Rossijskoj Federatsii" (po
primeneniju topliv, masel, smazok i
spetsial'nykh zhidkostej-GosNII po
khimnologii) (RU)**

(54) **METHOD FOR DETERMINING AMOUNT OF DETERSOL-140 ADDITIVE IN MOTOR OILS FOR AUTOMOBILES**

(57) Abstract:

FIELD: technology for controlling quality of motor oils using optical means, in particular, detection of additives in motor oils.

SUBSTANCE: method includes taking a sample, measuring optical density in absorption bands 1604 and 2000 cm⁻¹ during spectrophotometry and following calculation of additive concentration

using an experimentally derived formula.

EFFECT: expanded nomenclature of motor oil additives detectable by infrared spectroscopy, and also, possible identification of Detersol-140 only and determining of its amount only, as opposed to total content of all additives present in motor oil.

2 tbl

RU 2 304 281 C1

RU 2 304 281 C1

Изобретение относится к области контроля качества моторных масел с помощью оптических средств, в частности к способам определения количественного состава, преимущественно для определения присадок в моторных маслах, и может найти применение в аналитических лабораториях, лабораториях нефтеперерабатывающих заводов, криминалистике.

В связи с тем, что в современных двигателях внутреннего сгорания автомобильной техники появились более напряженные условия, чем ранее (высокое форсирование, тяжелая нагруженность и т.д.), к моторным маслам предъявляются жесткие требования по их эксплуатационным свойствам, для обеспечения которых в моторное масло добавляют определенное количество различных функциональных присадок (антиокислительные, моюще-диспергирующие и т.д.). При снижении концентрации присадки падает уровень качества масла.

Определение не только наличия, но и количества присадок является важной задачей, так как они определяют надежность эксплуатации двигателя. Одной из присадок, улучшающих моюще-диспергирующие свойства моторного масла, является Детерсол-140, количество которой в масле должно быть от 2 до 3, 5 мас.%. Присадка Детерсол-140 представляет собой раствор карбонатированного алкилсалицилата кальция, полученного обработкой алкилсалицилата кальция газообразным диоксидом углерода в присутствии промотора и избыточного (против стехеометрии) количества гидроксида кальция. (Топлива, смазочные материалы, технические жидкости. Ассортимент и применение. Справочник / И.Г.Анисимов, К.М.Бадыштова, С.А.Бнатов и др.; под ред. В.М.Школьников. Изд. 2-е. - М.: Издательский центр «Техинформ», 1999 с.450-451).

Перед авторами стояла задача разработать способ определения количества присадки Детерсол-140 в моторных маслах для автомобильной техники. При просмотре патентной информации и научно-технической литературы было выявлено следующее.

Известен способ определения присадок в маслах по величине «щелочного числа», включающий потенциметрическое титрование спиртовым раствором гидроксида калия (ГОСТ 11362-96. Нефтепродукты и смазочные материалы. Число нейтрализации. Метод потенциметрического титрования).

Недостатками этого способа является то, что присадки определяют не дифференцированно, а суммарно, причем об их содержании судят косвенно, исходя из того, что чем выше щелочное число, тем выше концентрация присадок.

Известен также способ определения активных элементов (бария, кальция и цинка), входящих в состав присадок к маслам в виде солей металлов, включающий разложение солей металлов соляной кислотой и комплексонометрическое оттитровывание бария, кальция и цинка (ГОСТ 13538-68 Присадки и масла с присадками. Метод определения бария, кальция и цинка комплексонометрическим титрованием).

Недостатком данного способа является то, что определяют только активные элементы присадок, тогда как присадки состоят еще и из органической части (например, карбонатированные алкилсалицилаты).

Известно, что все алкилсалицилаты в ИК-спектре характеризуются наличием полосы поглощения в диапазоне $1640-1530\text{ см}^{-1}$ (Казицина Л.А., Куплетская М.Б. Применение УФ, ИК, ЯМР спектроскопии в органической химии. М.: МГУ им. Ломоносова, Химфак. 1968, с.105). Учитывая то, что Детерсол-140 в своем составе содержит карбонатированный алкилсалицилат кальция, авторы при исследовании качества моторных масел с этой присадкой выявили для нее полосу поглощения 1604 см^{-1} , находящуюся в известном диапазоне.

Наиболее близким по технической сущности и взятым за прототип является ИК-спектроскопический способ определения содержания полиалкилметакрилатов в депрессорных присадках к нефтепродуктам, включающий приготовление образцов с известным отношением полимера, мономера и дизельного топлива, содержание которого во всех искусственных смесях составляет 50 мас.%.
50

ИК-спектр анализируемого образца снимают в области $1850-1050\text{ см}^{-1}$ и измеряют

оптические плотности на полосах 1735 см^{-1} и 1170 см^{-1} . Проведя базисные линии через точки 1735 см^{-1} и 1170 см^{-1} нулевой линии спектра и замерив соответствующие отрезки, вычисляют концентрацию присадки:

$$C_{\text{П}}=6731\lg D_{1735}/D_{1170}-85 \text{ (для } C_{\text{П}} \text{ от 0 до 60 мас.}\%) \text{ или}$$

$$C_{\text{П}}=2051\lg D_{1735}/D_{1170}+18,2 \text{ (для } C_{\text{П}} \text{ от 60 до 100 мас.}\%).$$

(Методы анализа, исследований и испытаний нефтей и нефтепродуктов (нестандартные методики), часть 2, М.:ВНИИ НП, 1984, с.285-287).

Недостатком известного способа является ограниченный перечень присадок, определение которых возможно. Кроме того, способ длителен из-за наличия промежуточного расчета оптических плотностей и использования разных числовых коэффициентов при определении концентраций присадки в двух диапазонах.

Технический результат изобретения - расширение номенклатуры определяемых при помощи ИК-спектроскопии присадок для моторных масел.

Указанный технический результат достигается тем, что в способе определения количества присадки Детерсол-140 в моторных маслах для автомобильной техники, включающем отбор пробы, спектрофотометрирование, измерение оптической плотности на заданных длинах волн и последующий расчет концентрации присадки по математической зависимости, согласно изобретению при спектрофотометрировании величину оптической плотности замеряют на полосах поглощения 1604 см^{-1} и 2000 см^{-1} , а концентрацию присадки определяют по следующей зависимости

$$C = \frac{\Delta D - a}{b},$$

где C - концентрация присадки, мас.%;

$\Delta D = D_{1604} - D_{2000}$, разность оптических плотностей;

D_{1604} - оптическая плотность полосы поглощения 1604 см^{-1} ;

D_{2000} - оптическая плотность полосы поглощения 2000 см^{-1} ;

$a=0,1643$ постоянный экспериментально полученный коэффициент;

$b=0,0225$ постоянный экспериментально полученный коэффициент.

Для обоснования отличительного признака были приготовлены образцы, представляющие собой композиции моторного масла с различной концентрацией присадки Детерсол-140 (табл.1).

Все искусственно приготовленные образцы исследуют на ИК-Фурье спектрометре АФ-1 с разрешающей способностью 2 см^{-1} , в диапазоне длин волн от 4000 до 450 см^{-1} в кювете из КСl толщиной $0,1\text{ мм}$ при температуре $20\pm 2^\circ\text{C}$ образца.

Состав образцов, мас.%					
Компоненты	Образец				
	№1	№2	№3	№4	№5
Присадка Детерсол-140, мас.%	2	2,5	3	3,5	4
Моторное масло марки М-6з/10В:					
И-40а, мас.%	91,5	91,0	90,5	90,0	89,5
С присадками:					
ДФ-11, мас.%	2	2	2	2	2
ПМА «Д», мас.%	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
КНД, мас.%	3	3	3	3	3

Замеряют оптические плотности D_{1604} и D_{2000} . Полоса поглощения 2000 см^{-1} берется для определения фона образца. Определяют величину разности оптических плотностей полос поглощения 1604 см^{-1} и 2000 см^{-1} для каждого образца. Строят график зависимости разности оптических плотностей от концентрации присадки. Для присадки Детерсол-140 график зависимости разности оптических плотностей от ее концентрации имеет вид прямой и может быть представлен уравнением: $\Delta D = a + bC$, где $\Delta D = D_{1604} - D_{2000}$. Путем математической обработки экспериментальных данных авторы получили значения постоянных коэффициентов: $a=0,1643$; $b=0,0225$, что позволило получить формулу расчета

концентрации присадки Детерсол-140 в моторном масле:

$$C = \frac{\Delta D - a}{b}$$

Подставив численные значения постоянных коэффициентов «а» и «b» определяют концентрацию присадки в моторном масле.

Полученные данные хорошо согласуются с законом Бугера - Ламберта - Бера, выражающим связь оптической плотности и концентрации поглощающего вещества (Казицина Л.А., Куплетская М.Б. Применение УФ, ИК, ЯМР спектроскопии в органической химии. М.: МГУ им. Ломоносова, Химфак. 1968, с.10).

Определив характерную полосу поглощения 1604 см^{-1} присадки Детерсол-140 и получив математическую зависимость ее концентрации от разности оптических плотностей, авторы исследовали пробы моторного масла марки М-6з/10-В, в которые вводили присадку Детерсол-140 в определенном количестве образцы №№6, 7, 8 (навеску присадки взвешивали на весах ВЛР-200 с ценой деления 0,05 мг, обеспечивающих погрешность измерения 0,010 мг). Результаты представлены в табл.2.

Проба моторного масла		№6	№7	№8
Концентрация моторного масла М-6з/10-В, мас. %		97,9575	96,9605	95,9562
Концентрация присадки Детерсол-140 в пробе, мас. %		2,0425	3,0395	4,0438
Замеряемые параметры	D_{1604}	0,261	0,282	0,308
	D_{2000}	0,050	0,051	0,052
Задаваемые параметры	a	0,1643		
	b	0,0225		
Расчетные параметры	ΔD	0,211	0,231	0,256
	C, мас. %	2,0755	2,9644	4,0755

Полученные значения концентрации заявляемым способом обеспечивают необходимую точность измерения концентрации присадки Детерсол-140. Отклонения концентрации присадки находится в пределах допустимой нормы.

Таким образом, изобретение расширяет номенклатуру определяемых при помощи ИК-спектроскопии присадок для моторных масел и позволяет идентифицировать только присадку Детерсол-140 в моторных маслах для автомобильной техники и определять ее количество, а не суммарное содержание всех присутствующих в моторном масле присадок, и не ее активные элементы. Учитывая, что на эксплуатационные свойства присадки в моторном масле влияет не только содержание активных элементов, но и органическая часть присадки (алкилсалицилат), содержание которой ранее не учитывалось, то для оценки эксплуатационных свойств моторных масел, содержащих присадку Детерсол-140, изобретение является актуальным.

Формула изобретения

Способ определения количества присадки Детерсол-140 в моторных маслах для автомобильной техники, включающий отбор пробы, спектрофотометрирование, измерение оптической плотности на определенных длинах волн и последующий расчет концентрации присадки по математической зависимости, отличающийся тем, что при спектрофотометрировании замеряют величину оптической плотности на полосах поглощения 1604 см^{-1} и 2000 см^{-1} , а концентрацию присадки рассчитывают по следующей зависимости:

$$C = \frac{\Delta D - a}{b},$$

где C - концентрация присадки, мас. %;

$\Delta D = D_{1604} - D_{2000}$, разность оптических плотностей;

D_{1604} - оптическая плотность полосы поглощения 1604 см^{-1} ;

D_{2000} - оптическая плотность полосы поглощения 2000 см^{-1} ;

$a=0,1643$ постоянный экспериментально полученный коэффициент;
 $b=0,0225$ постоянный экспериментально полученный коэффициент.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50