



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104479815 A

(43) 申请公布日 2015. 04. 01

(21) 申请号 201410831504. 8

(22) 申请日 2014. 12. 23

(71) 申请人 上海禾泰特种润滑科技股份有限公司

地址 200331 上海市普陀区敦煌路 358 号

(72) 发明人 范海粉 王瑞兴 孙宗圣

(74) 专利代理机构 北京林达刘知识产权代理事务
所(普通合伙) 11277

代理人 刘新宇 李茂家

(51) Int. Cl.

C10M 169/00(2006. 01)

C10M 161/00(2006. 01)

C10N 30/06(2006. 01)

C10N 30/10(2006. 01)

权利要求书1页 说明书6页

(54) 发明名称

润滑脂组合物及其制备方法

(57) 摘要

本发明提供了润滑脂组合物及其制备方法,所述润滑脂组合物包含以下组分:(a) 聚脲基润滑脂;(b) 抗磨剂;(c) 抗氧剂;(d) 增粘剂;(e) 微纳米颗粒添加剂,以聚脲基润滑脂(a)的质量为100%计,抗磨剂(b)的加入量为0.5-5质量%;抗氧剂(c)的加入量为0.1-3质量%;增粘剂(d)的加入量为1-8质量%;微纳米颗粒添加剂(e)的加入量为2-10质量%。本发明的润滑脂组合物的综合性能优异,可用于高温、磨损严重、重载、潮湿、强腐蚀等恶劣工况下运转的机械润滑剂以及高速或超高速运转的轴承的润滑。

1. 一种润滑脂组合物,其特征在于包含以下组分:

- (a) 聚脲基润滑脂;
- (b) 抗磨剂;
- (c) 抗氧化剂;
- (d) 增粘剂;
- (e) 微纳米颗粒添加剂,

以聚脲基润滑脂 (a) 的质量为 100% 计,抗磨剂 (b) 的加入量为 0.5-5 质量%;抗氧化剂 (c) 的加入量为 0.1-3 质量%;增粘剂 (d) 的加入量为 1-8 质量%;微纳米颗粒添加剂 (e) 的加入量为 2-10 质量%。

2. 根据权利要求 1 所述的润滑脂组合物,其特征在于,所述的聚脲基润滑脂 (a) 通过以下方法制备:以所述聚脲基润滑脂 (a) 总质量为基准,(1) 将 32-45% 的基础油与 2-4% 的二异氰酸酯混合加热溶解;(2) 将剩余的基础油与 0.3-1% 的十八胺混合加热溶解,之后加入 0.1-1% 苯胺和 0.8-2.5% 环己胺,搅拌溶解;(3) 将 (1) 得到的溶液与 (2) 得到的溶液混合搅拌,加热保温后冷却研磨均质脱气,得到聚脲基润滑脂 (a)。

3. 根据权利要求 2 所述的润滑脂组合物,其特征在于,所述的聚脲基润滑脂 (a) 中的基础油为聚 α -烯烃基础油、酯类油的一种或多种,优选为 PA040、PA0100、芳香酯、多元醇酯中的一种或几种,更优选为偏苯三酸酯、三羟甲基丙烷酯、新戊基多元醇酯中的一种或几种。

4. 根据权利要求 1~3 任一项所述的润滑脂组合物,其特征在于,以聚脲基润滑脂 (a) 的质量为 100% 计,抗磨剂 (b) 的加入量为 1-3 质量%;抗氧化剂 (c) 的加入量为 0.5-2.5 质量%;增粘剂 (d) 的加入量为 3-5 质量%;微纳米颗粒添加剂 (e) 的加入量为 2-8 质量%。

5. 根据权利要求 1~4 任一项所述的润滑脂组合物,其特征在于,所述抗磨剂 (b) 为硼酸盐抗磨剂,优选为三硼酸钾中性分散液。

6. 根据权利要求 1~5 任一项所述的润滑脂组合物,其特征在于,所述抗氧化剂 (c) 为胺类或酚类抗氧化剂,优选为对,对-二辛基二苯胺、辛基丁基二苯胺、萘胺、2,6-二叔丁基对甲酚或双(3,5-二叔丁基-4-羟基苄基)硫醚中的一种或多种。

7. 根据权利要求 1~6 任一项所述的润滑脂组合物,其特征在于,所述增粘剂 (d) 为聚异丁烯、乙丙共聚物或聚甲基丙烯酸酯中的一种或多种。

8. 根据权利要求 1~7 任一项所述的润滑脂组合物,其特征在于,所述微纳米颗粒添加剂 (e) 为聚四氟乙烯和纳米碳酸钙的组合物,其中聚四氟乙烯与纳米碳酸钙的质量比为 1:4~4:1,优选为 1:2~2:1。

9. 根据权利要求 8 所述的润滑脂组合物,其特征在于,所述聚四氟乙烯的平均粒径小于 $5\mu\text{m}$;纳米碳酸钙的平均粒径小于 $0.02\mu\text{m}$ 。

10. 一种权利要求 1~9 任一项所述的润滑脂组合物的制备方法,其特征在于,在所述聚脲基润滑脂 (a) 中,加入所述的抗磨剂 (b)、抗氧化剂 (c)、增粘剂 (d) 和微纳米颗粒添加剂 (e),进行混合,得到所述润滑脂组合物。

润滑脂组合物及其制备方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种润滑脂组合物及其制备方法,具体涉及一种聚脲基润滑脂组合物。属于润滑剂技术领域。

背景技术

[0002] 摩擦过程的实质是能量的消耗和材料的损耗过程,据统计 80% 的机器失效是由于零部件的磨损引起的,润滑是减磨抗磨的最有效途径之一。目前大多数润滑剂是以加入多种添加剂来提高性能,润滑剂品质的每次提升几乎都是添加剂发展的结果。

[0003] 由于微纳米颗粒在摩擦表面能形成一层摩擦系数较低的薄膜,并可以对摩擦表面进行一定程度的填补和修复,从而减少摩擦副的磨损量,同时降低摩擦表面热量的积聚,延长摩擦副的使用寿命,因而近几年来微纳米颗粒添加剂的使用日益引起人们的关注。

[0004] 目前,聚脲基润滑脂凭借其良好的耐高温性能、防辐射性、抗水性、胶体安定性,以及较长的轴承寿命等性能被大多数使用厂家所青睐,但其减磨抗磨性能和极压性能效果差又在一定程度上限制了其应用。

[0005] 专利申请 CN101173199A 公开一种自修复脲基润滑脂及其制备方法,即将一定量的自修复纳米微粒加入到聚脲基润滑脂中,有效提高了聚脲基润滑脂的承载能力和耐磨性能,但选用的纳米微粒与聚脲基润滑脂适应性差,所制备产品的钢网分油较大。

[0006] 专利申请 CN103740443A 在聚脲基润滑脂中加入了微米级氟化石墨,减磨性能和承载性能得到了改善,但四球实验中,PB 值在 500N 以下,PD 值在 4000N 以下,磨斑直径 0.6mm 以上,与实际应用需求仍有一定差距。

发明内容

[0007] 发明要解决的问题

[0008] 针对现有普通脲基润滑脂存在的减磨抗磨效果差、生成的脲基结构不具有承载高负荷的能力,容易引起摩擦磨损等问题,本发明所要解决的技术问题是提供一种润滑脂组合物及其制备方法。所述润滑脂组合物具有以下优点:①较低的摩擦系数和突出的极压抗磨性,可长时间承受重载负荷;②较好的高温使用性能,高温下使用不会结焦和流失;③优异的氧化安定性、胶体安定性和防腐蚀性能,且制备工艺简单,易于工业化生产和控制。

[0009] 用于解决问题的方案

[0010] 本发明提供一种润滑脂组合物,包含以下组分:

[0011] (a) 聚脲基润滑脂;

[0012] (b) 抗磨剂;

[0013] (c) 抗氧剂;

[0014] (d) 增粘剂;

[0015] (e) 微纳米颗粒添加剂,

[0016] 以聚脲基润滑脂 (a) 的质量为 100% 计,抗磨剂 (b) 的加入量为 0.5-5 质量%;抗

氧剂 (c) 的加入量为 0.1-3 质量%;增粘剂 (d) 的加入量为 1-8 质量%;微纳米颗粒添加剂 (e) 的加入量为 2-10 质量%。

[0017] 本发明所述的润滑脂组合物中,所述的聚脲基润滑脂 (a) 通过以下方法制备:以所述聚脲基润滑脂 (a) 总质量为基准,(1) 将 32-45%的基础油与 2-4%的二异氰酸酯混合加热溶解;(2) 将剩余的基础油与 0.3-1%的十八胺混合加热溶解,之后加入 0.1-1%苯胺和 0.8-2.5%环己胺,搅拌溶解;(3) 将 (1) 得到的溶液与 (2) 得到的溶液混合搅拌,加热保温后冷却研磨均质脱气,得到聚脲基润滑脂 (a)。

[0018] 本发明所述的润滑脂组合物中,所述的聚脲基润滑脂 (a) 中的基础油为聚 α -烯烃基础油、酯类油的一种或多种,优选为 PAO40、PAO100、芳香酯、多元醇酯中的一种或几种,更优选为偏苯三酸酯、三羟甲基丙烷酯、新戊基多元醇酯中的一种或几种。

[0019] 本发明所述的润滑脂组合物中,以聚脲基润滑脂 (a) 的质量为 100%计,抗磨剂 (b) 的加入量为 1-3 质量%;抗氧剂 (c) 的加入量为 0.5-2.5 质量%;增粘剂 (d) 的加入量为 3-5 质量%;微纳米颗粒添加剂 (e) 的加入量为 2-8 质量%。

[0020] 本发明所述的润滑脂组合物中,所述抗磨剂 (b) 为硼酸盐抗磨剂,优选为三硼酸钾中性分散液。

[0021] 本发明所述的润滑脂组合物中,所述抗氧剂 (c) 为胺类或酚类抗氧剂,优选为对,对-二辛基二苯胺、辛基丁基二苯胺、萘胺、2,6-二叔丁基对甲酚或双(3,5-二叔丁基-4-羟基苄基)硫醚中的一种或多种。

[0022] 本发明所述的润滑脂组合物中,所述增粘剂 (d) 为聚异丁烯、乙丙共聚物或聚甲基丙烯酸酯中的一种或多种。

[0023] 本发明所述的润滑脂组合物中,所述微纳米颗粒添加剂 (e) 为聚四氟乙烯和纳米碳酸钙的组合物,其中聚四氟乙烯与纳米碳酸钙的质量比为 1:4 ~ 4:1,优选为 1:2 ~ 2:1。

[0024] 本发明所述的润滑脂组合物中,所述聚四氟乙烯的平均粒径小于 5 μm ;纳米碳酸钙的平均粒径小于 0.02 μm 。

[0025] 本发明还提供一种本发明所述的润滑脂组合物的制备方法,在所述聚脲基润滑脂 (a) 中,加入所述的抗磨剂 (b)、抗氧剂 (c)、增粘剂 (d) 和微纳米颗粒添加剂 (e),进行混合,得到所述润滑脂组合物。

[0026] 发明的效果

[0027] 本发明的润滑脂组合物高温下不会结焦和流失,且氧化安定性好。本发明的润滑脂组合物还具有优异的抗水淋性能、胶体安定性和更长的轴承使用寿命,综合性能优异,可用于高温、磨损严重、重载、潮湿、强腐蚀等恶劣工况下运转的机械润滑剂以及高速或超高速运转的轴承润滑,例如油田钻井、高速电机轴承、钢铁厂连铸机轴承、汽车轴承、等速万向节以及精密仪器仪表的润滑;本发明的润滑脂组合物的制备工艺简单,十分易于工业生产和控制。

具体实施方式

[0028] 如上所述,采用聚脲基润滑脂作为基础脂比传统锂基脂具有更好的高温稳定性,更加适合用于高温润滑。

[0029] 优选地,所述的聚脲基润滑脂 (a) 通过以下方式制备:以所述聚脲基润滑脂总质

量为基准, (1) 将 32-45% 的基础油与 2-4% 的二异氰酸酯混合, 加热到 60-80°C 溶解; (2) 将剩余的基础油与 0.3-1% 的十八胺混合, 加热到 60-80°C 溶解, 之后加入 0.1-1% 苯胺和 0.8-2.5% 环己胺, 搅拌使之溶解; (3) 将 (1) 得到的溶液与 (2) 得到的溶液混合搅拌, 并升温至 130-160°C, 保温; 冷却研磨均质脱气得到。

[0030] 本发明通过选用合适比例的脂肪胺、环烷胺和芳香胺与二异氰酸酯反应, 制备出了综合性能优异的聚脲基润滑脂, 其中适当比例的芳香胺, 使聚脲基润滑脂的机械安定性、氧化安定性得以加强; 而适当比例的脂肪胺和环烷胺则保证了聚脲基润滑脂的稠化能力和耐高温性能。

[0031] 其中, 基础油为聚 α - 烯烃基础油、酯类油的一种或多种; 优选为 PA040、PA0100、芳香酯、多元醇酯中的一种或几种, 更优选偏苯三酸酯、三羟甲基丙烷酯、新戊基多元醇酯中的一种或几种。

[0032] 本发明的润滑脂组合物中, 以聚脲基润滑脂 (a) 的质量为 100% 计, 抗磨剂 (b) 的加入量为 0.5-5 质量%, 优选为 1-3 质量%。

[0033] 本发明的润滑脂组合物中, 优选抗磨剂 (b) 为硼酸盐抗磨剂, 优选为三硼酸钾中性分散液。其具有很高的热氧化稳定性, 在 150°C 高温下长时间使用仍然十分安定, 基本看不到胶质和油泥。并且, 硼酸盐是靠电子离子团定向移动和吸附起极压、抗磨和减磨作用, 既不损害摩擦面金属, 也不消耗油品中的添加剂, 即使被摩擦下来, 还会通过电泳再吸附上去, 使用寿命很长。

[0034] 本发明的润滑脂组合物中, 以聚脲基润滑脂 (a) 的质量为 100% 计, 抗氧剂 (c) 的加入量为 0.1-3 质量%, 优选为 0.5-2.5 质量%。

[0035] 本发明的抗氧剂 (c) 优选采用胺类或酚类抗氧剂, 优选为对, 对-二辛基二苯胺、辛基丁基二苯胺、萘胺、2,6-二叔丁基对甲酚或双(3,5-二叔丁基-4-羟基苄基) 硫醚中的一种或多种。上述抗氧剂与本发明其他添加剂具有较好的配伍性, 可以提高本发明组合物的氧化安定性, 并延长其使用寿命。

[0036] 本发明的润滑脂组合物中, 以聚脲基润滑脂 (a) 的质量为 100% 计, 增粘剂 (d) 加入量为 1-8 质量%, 优选为 3-5 质量%。

[0037] 本发明的增粘剂 (d) 优选为聚异丁烯、乙丙共聚物或聚甲基丙烯酸酯中的一种或多种。上述增粘剂可以提高本发明润滑脂组合物的粘附性和抗水淋性能。

[0038] 本发明的润滑脂组合物中, 以聚脲基润滑脂 (a) 的质量为 100% 计, 微纳米颗粒添加剂 (e) 的加入量为 2-10 质量%, 优选为 2-8 质量%。

[0039] 本发明的微纳米颗粒添加剂 (e) 优选为聚四氟乙烯和纳米碳酸钙的组合物, 其中聚四氟乙烯与纳米碳酸钙的质量比为 1:4-4:1, 优选为 1:2-2:1。聚四氟乙烯摩擦系数是固体材料中最低的, 在聚脲基润滑脂中添加聚四氟乙烯和纳米碳酸钙的组合物, 可在摩擦表面形成一层摩擦系数较低的薄膜, 并对摩擦表面磨痕进行一定程度的填补和修复, 此外聚四氟乙烯和纳米碳酸钙还具有一定的极压抗磨协同作用, 因而采用聚四氟乙烯和纳米碳酸钙为添加剂, 有助于改善聚脲基润滑脂的抗磨、减磨和承载性能, 并有助于降低轴承在高温环境下工作的摩擦系数, 降低能耗并且减少润滑脂消耗, 延长润滑脂的使用寿命。

[0040] 所述聚四氟乙烯平均粒径小于 5 μm , 优选小于 3 μm , 聚四氟乙烯具有良好的化学安定性和热稳定性, 可提高聚脲基润滑脂的氧化安定性和耐化学腐蚀性。

[0041] 所述纳米碳酸钙平均粒径小于 0.02 μm , 优选小于 0.01 μm , 纳米碳酸钙由于粒子的超细化, 其晶体结构和表面电子结构发生了变化, 因此可以使润滑脂具备较好的极压和抗磨减磨性能。

[0042] 硼酸盐类抗磨剂、聚四氟乙烯、纳米碳酸钙与聚脲基润滑脂具有较好的配伍性和适应性, 弥补了聚脲基润滑脂减磨抗磨效果差、不能承载高负荷的缺陷, 扩大了其应用范围。

[0043] 优选地, 本发明还提供一种根据本发明所述的润滑脂组合物的制备方法, 在所述聚脲基润滑脂 (a) 中, 加入所述的抗磨剂 (b)、抗氧剂 (c)、增粘剂 (d) 和微纳米颗粒添加剂 (e), 进行混合, 得到所述润滑脂组合物。

[0044] 更优选地, 所述混合过程为将各组分升温搅拌至 100-110 $^{\circ}\text{C}$, 恒温搅拌 40min-1h, 冷却研磨均质。

[0045] 实施例

[0046] 以下提供本发明的实施例, 其仅用于解释和说明的目的, 并不限制本发明。在实施例中, “份” 是指 “质量份”。

[0047] 实施例 1

[0048] 在润滑脂调制釜中将 420 份的偏苯三酸酯 TMT-4 (聊城瑞捷化学有限公司, 下同) 与 35.04 份的二苯基甲烷 -4, 4- 二异氰酸酯 (艾科试剂) 混合, 加热到 70 $^{\circ}\text{C}$ 溶解; 同时在另一个反应釜中加入 512 份聚 α 烯烃 SpectraSyn 40 与 7.92 份的十八胺 (上海至鑫化工有限公司) 混合, 加热到 70 $^{\circ}\text{C}$ 溶解, 之后加入 6.67 份苯胺 (山东海华股份有限公司) 和 17.76 份环己胺 (南通益同化工有限公司), 搅拌使之溶解; 将反应釜中的混合溶液快速投入调制釜中, 打开风机, 恒温搅拌 10 分钟后, 升温至 150 $^{\circ}\text{C}$, 保温 20 分钟; 冷却研磨均质脱气得到聚脲基润滑脂。

[0049] 将 100 份的上述聚脲基润滑脂加入到预先清洗的常压反应釜中, 升温搅拌, 加入 1.5 份三硼酸钾中性油分散液 Octopol PTB (Tiarco Chemical Company, Inc. 下同), 0.5 份丁基 / 辛基二苯胺 Irganox L57 (BASF Chemical Company, 下同), 5 份聚异丁烯增粘剂 PB-2400 (Daelim Industrial Co. Ltd Petrochemical Division, 下同), 3 份聚四氟乙烯 PTFE L101-1 (苏威集团 Solvay), 下同) 和 2 份纳米碳酸钙 (浙江常山金雄有限公司, 下同), 混合搅拌, 再升温至 110 $^{\circ}\text{C}$, 恒温搅拌 40min, 冷却出釜, 均质研磨包装, 得到润滑脂组合物 I。

[0050] 实施例 2

[0051] 将 100 份的上述聚脲基润滑脂加入到预先清洗的常压反应釜中, 升温搅拌, 加入 1 份三硼酸钾中性油分散液 Octopol PTB, 1 份丁基 / 辛基二苯胺 Irganox L57, 4 份增粘剂乙丙共聚物 T614 (锦州市润达化工有限责任公司), 2 份聚四氟乙烯和 3 份纳米碳酸钙, 混合搅拌, 再升温至 110 $^{\circ}\text{C}$, 恒温搅拌 40min, 冷却出釜, 均质研磨包装, 得到润滑脂组合物 II。

[0052] 对比例 1

[0053] 除将实施例 1 中的聚四氟乙烯替换为传统抗磨剂磷酸三甲酚酯, 纳米碳酸钙替换为二戊基二硫代氨基甲酸锌以外, 按与实施例 1 相同的方法, 制备得到润滑脂组合物 III。

[0054] 对比例 2

[0055] 除将 2 份纳米碳酸钙替换为聚四氟乙烯外, 按与实施例 1 相同的方法, 制备得到润

滑脂组合物 IV。

[0056] 对比例 3

[0057] 除将增粘剂加入量更换为 1 份, 聚四氟乙烯加入量更换为 10 份外, 按与实施例 1 相同的方法, 制备得到润滑脂组合物 V。

[0058] 表 1 列出了上述润滑脂组合物 I、II、III、IV 和 V 的性能测试数据。

[0059] 表 1 润滑脂组合物 I、II、III、IV 和 V 性能测试数据

[0060]

测试项目	质量指标					测试方法
	润滑脂组合物 I	润滑脂组合物 II	润滑脂组合物 III	润滑脂组合物 IV	润滑脂组合物 IV	
滴点℃	320	309	310	318	315	GB/T3498
工作锥入度 (60 次), 0.1mm	287	287	293	290	280	GB/T269
铜片腐蚀 (100℃, 24h, T2铜片)	1a	1a	1b	1a	1a	GB/T7326
钢网分油 (100℃, 24h), %	0.25	0.35	0.4	0.33	0.5	SH/T0324
水淋流失量 (79℃, 1h), %	0.8	0.8	0.9	0.83	1.1	SH/T0109
氧化安定性, 100hrs, 压力降 KPa (psi)	10	9	36	10	12	SH/T 0325
四球试验 最大无卡咬负荷 PB Kg	121	121	100	114	100	GB/T 3142
烧结负荷PD Kg	620	620	315	500	500	
磨斑直径 (mm)	0.3	0.35	0.66	0.5	0.7	
摩擦系数	0.10	0.10	0.20	0.13	0.16	

[0061] 在表 1 中, 由实施例 1、实施例 2 和对比例 1 数据可以看出, 相对于传统极压抗磨剂, 微纳米颗粒聚四氟乙烯和纳米碳酸钙可使聚脲基润滑脂的抗磨、耐磨性及承载性能更加优异, 表现出较高的四球 PB 值和 PD 值, 较小的磨斑直径和低摩擦系数。此外通过对比例 2 和实施例 1、实施例 2 的数据比较可得出, 加入合适比例的纳米碳酸钙可使润滑脂组合物 I、II 耐磨承载性能更加优异, 说明纳米碳酸钙和聚四氟乙烯在此加入比例下具有一定的极压抗磨协同性。

[0062] 本发明组合物具有较低的水淋流失量、钢网分油量及氧化压力降, 表明其耐水性、胶体安定性和氧化安定性优异。对比例 1 的润滑脂组合物中加入了大量硫磷极压抗磨剂,

其活性硫磷元素会加速聚脲基润滑脂的氧化,因而其氧化压力降数据偏大。

[0063] 相对于实施例 1,对比例 3 抗水淋数据增大,抗水淋性能减弱,这表明增粘剂除本身可以增加润滑脂粘附性外,还能一定程度上提高润滑脂的抗水淋性。另外,对比例 3 中虽然加入了较多的聚四氟乙烯超细粉,但是其四球实验 PB 和 PD 值却出现降低趋势,四球磨斑直径和摩擦系数变大,即极压抗磨、减磨性能变弱,这是因为一方面加入大量的固体颗粒添加剂,容易导致颗粒在润滑脂中分散不均,聚结成块,增加了润滑表面的粗糙度,另一方面聚四氟乙烯颗粒用量较大时,割裂了润滑脂的连续性,以上都消弱了聚脲基润滑脂的润滑效果,导致摩擦系数增大,磨斑直径增加。此外聚四氟乙烯和纳米碳酸钙含量比例不协调,丧失极压抗磨协同作用,也是导致润滑脂 PB 和 PD 值变差的原因。