



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 112795418 A

(43) 申请公布日 2021.05.14

(21) 申请号 202011444822.0  
(22) 申请日 2020.12.08  
(71) 申请人 青岛中科润美润滑材料技术有限公司  
地址 266100 山东省青岛市崂山区九水东路621号

C07C 275/28 (2006.01)  
C10N 30/06 (2006.01)  
C10N 30/08 (2006.01)  
C10N 30/10 (2006.01)  
C10N 50/10 (2006.01)

(72) 发明人 于延晨 张利 陈绿峰 王超  
(74) 专利代理机构 青岛海昊知识产权事务有限公司 37201  
代理人 曾庆国

(51) Int. Cl.  
C10M 115/08 (2006.01)  
C10M 169/00 (2006.01)  
C10M 177/00 (2006.01)  
C07C 273/18 (2006.01)

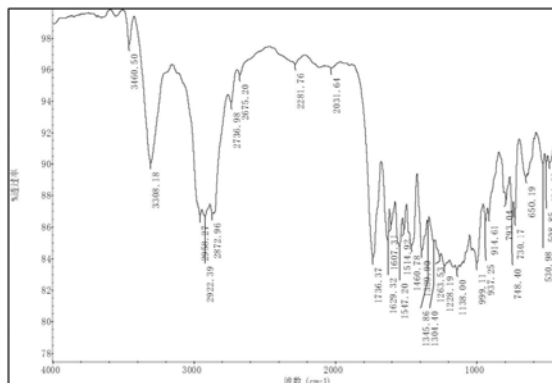
权利要求书1页 说明书4页 附图1页

(54) 发明名称

一种芳香类二胺制备四脲润滑脂组合物及其制备方法

(57) 摘要

本发明提供了一种芳香类二胺制备四脲润滑脂组合物,以润滑脂组合物的重量为基准,包括以下组分:85-92%的合成基础油、5-15%的新型四脲稠化剂、0.2-0.5%的防锈剂。新型四脲稠化剂由甲基二苯基二异氰酸酯(MDI)、二乙基甲苯二胺(DETDA)、十八胺反应聚合而成,MDI、DETDA与十八胺的摩尔比为2:1:2。本发明以多元醇酯为基础油,采用甲基二苯基二异氰酸酯(MDI)、二乙基甲苯二胺(DETDA)、十八胺为原料反应制备新型四脲稠化剂体系,使得稠化能力明显提高,并且具有良好的耐高温性能、氧化安定性、胶体安定性、机械安定性和极压抗磨性。



1. 一种芳香类二胺制备的四脲润滑脂组合物,其特征在于,所述的润滑脂组合物按重量百分比包括以下组分:合成基础油85-92%,新型四脲稠化剂5-15%,防锈剂0.2-0.5%,所述的新型四脲稠化剂由甲基二苯基二异氰酸酯MDI、二乙基甲苯二胺DETDA和十八胺反应聚合而成。

2. 如权利要求1所述的润滑脂组合物,其特征在于,所述甲基二苯基二异氰酸酯MDI、二乙基甲苯二胺DETDA与十八胺的摩尔比为2:1:2。

3. 如权利要求1所述的润滑脂组合物,其特征在于,所述的合成基础油为双季戊四醇酯、多元醇酯、偏苯三酸酯及PAO中的一种或几种。

4. 如权利要求1所述的润滑脂组合物,其特征在于,所述的二乙基甲苯二胺DETDA为3,5-二乙基甲苯-2,4-二胺、3,5-二乙基甲苯-2,6-二胺两种异构体混合物。

5. 如权利要求4所述的润滑脂组合物,其特征在于,所述的3,5-二乙基甲苯-2,4-二胺含量为75-82%,3,5-二乙基甲苯-2,6-二胺含量为17-24%。

6. 如权利要求1所述一种芳香类二胺制备四脲润滑脂组合物,其特征在于,所述的防锈剂为中性二壬基萘磺酸钙、环烷酸锌、壬二酸钠、亚硝酸钠中的任一种或几种。

7. 权利要求1~6任一项所述的润滑脂组合物的制备方法,其特征在于,所述的方法包括如下的步骤:

1) 在基础油中加入MDI溶解,溶解温度65~70℃,同时另一部分基础油中加入DETDA和十八胺溶解,溶解温度65~70℃,溶解时间20~30min;

2) 将溶有四脲稠化剂原料的两部分基础油快速混合,升温至95±5℃进行皂化反应,反应时间60~90min;

3) 反应完全后升温至180~190℃高温炼制,升温速率2~3℃/min,炼制时间15~30min;

4) 炼制完成后进行搅拌循环冷却,当温度降低到70~80℃时加入防锈剂,经研磨、真空脱气等后处理工序得到芳香类二胺制备四脲润滑脂组合物。

8. 如权利要求7所述一种芳香类二胺制备四脲润滑脂组合物的制备方法,其特征在于,所述的步骤1)中溶解MDI的基础油组分占基础油总重量的45~55%,溶解DETDA与十八胺的基础油组分占基础油总重量的45~55%。

9. 如权利要求7所述一种芳香类二胺制备四脲润滑脂组合物的制备方法,其特征在于,所述的步骤2)中溶有四聚脲稠化剂原料的两部分基础油采用1:1~1.1流量比经乳化机快速混合,混合时间5~10min。

## 一种芳香类二胺制备四脲润滑脂组合物及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于润滑剂技术领域,具体涉及一种芳香类二胺制备四脲润滑脂组合物及其制备方法。

### 技术背景

[0002] 聚脲稠化剂是一种稳定性较好的稠化剂,由于它不含金属离子,在使用中对基础油无催化氧化作用,且一般聚脲基稠化剂中的烃基含有芳基,使聚脲基润滑脂具有良好的抗辐射能力和胶体安定性,并具有一系列优良的使用性能,如良好的泵送性、抗氧化性、机械安定性和抗水性,特别适用于高温、高负荷、宽速度范围和与不良介质接触的润滑场合,广泛应用于电器、冶金、食品、造纸、汽车、飞机等工业。

[0003] 二乙基甲苯二胺是指两种二乙基甲苯二胺异构体(3,5-二乙基甲苯-2,4-二胺和3,5-二乙基甲苯-2,6-二胺)的混合物,简称DETDA。DETDA主要用作聚氨酯弹性扩链剂、聚氨酯和环氧树脂固化剂、环氧树脂的抗氧化剂、润滑剂及工业油脂的抗氧化剂等。DETDA作为四脲稠化剂原料制备四脲润滑脂的案例目前未见报道。

### 发明内容

[0004] 本发明的目的是提供一种芳香类二胺制备四脲润滑脂组合物及其制备方法,通过研选采用DETDA为原料的新型四脲稠化剂体系,制备具有良好高温性能、氧化安定性、机械安定性和极压抗磨性的四脲润滑脂组合物。本发明新型四聚脲润滑脂制备方法简单、易操作、生产周期短,产品使用效果好。

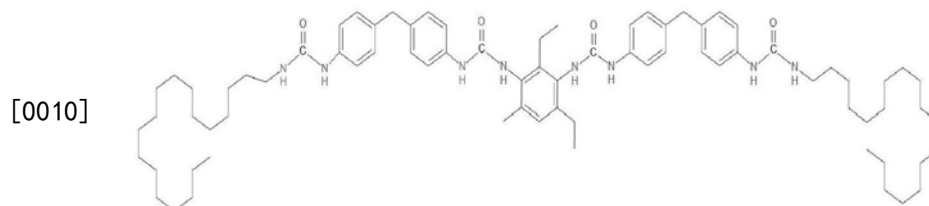
[0005] 本发明提供一种芳香类二胺制备四脲润滑脂组合物,以润滑脂组合物的重量为基准,包括以下组分:85-92%的合成基础油、5-15%的四聚脲稠化剂、0.2-0.5%的防锈剂;其中四脲稠化剂由甲基二苯基二异氰酸酯MDI、二乙基甲苯二胺DETDA、十八胺反应聚合而成;

[0006] 其中MDI、DETDA与十八胺的摩尔比为2:1:2。

[0007] 芳香类二胺制备四脲润滑脂组合物红外谱图见图1。

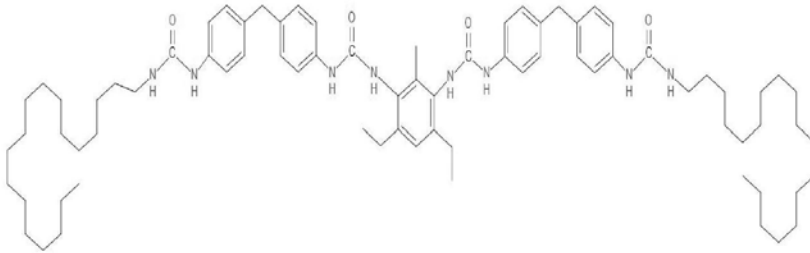
[0008] 所述合成基础油为双季戊四醇酯、多元醇酯、偏苯三酸酯及PAO中的一种或几种,基础油粘度等级为320cst。

[0009] 所述四脲稠化剂原料二乙基甲苯二胺(DETDA)为两种异构体的混合物,其中3,5-二乙基甲苯-2,4-二胺含量为75-82%,3,5-二乙基甲苯-2,6-二胺含量为17-24%。其制备两种新型四脲稠化剂化合物的化学式分别为:



[0011] 3,5-二乙基甲苯-2,4-二胺制备的新型四脲稠化剂化合物,

[0012]



[0013] 3,5-二乙基甲苯-2,6-二胺制备的新型四脲稠化剂化合物。

[0014] 所述防锈剂为中性二壬基萘磺酸钙、环烷酸锌、壬二酸钠、亚硝酸钠中的至少一种,添加量为0.2—0.5%。

[0015] 本发明所述芳香类二胺制备四脲润滑脂组合物的制备方法,具体步骤为:

[0016] 1) 一部分基础油中加入MDI溶解,溶解温度65~70℃,同时另一部分基础油中加入DETDA和十八胺溶解,溶解温度65~70℃,溶解时间20~30min;

[0017] 2) 将溶有四脲稠化剂原料的两部分基础油快速混合,升温至95 ± 5℃进行皂化反应,反应时间60~90min;

[0018] 3) 反应完全后升温至180~190℃高温炼制,升温速率2~3℃/min, 炼制时间15~30min;

[0019] 4) 炼制完成后进行搅拌循环冷却,当温度降低到70~80℃时加入防锈剂,经研磨、真空脱气等后处理工序得到芳香类二胺制备四脲润滑脂组合物。

[0020] 步骤1) 中溶解MDI的基础油组分占基础油总重量的45~55%,溶解DETDA与十八胺的基础油组分占基础油总重量的45~55%。

[0021] 步骤2) 中溶有四聚脲稠化剂原料的两部分基础油采用1:1~1.1 流量比经乳化机快速混合,混合时间5~10min。

[0022] 本发明采用DETDA制备的芳香类二胺制备四脲润滑脂稠化能力强,12%皂含锥入度为264mm;耐高温性能好,220℃高温烘烤4h 损失量为1.89%;氧化安定性优异,起始氧化温度257℃;良好的极压抗磨性,四球机实验无卡咬负荷PB值为63kg。

## 附图说明

[0023] 图1:芳香类二胺制备四脲润滑脂组合物红外谱图。

## 具体实施方式

[0024] 下面的实施例可以使本专业的技术人员更全面地理解本发明,但并不因此将本发明限制在所述的实施例范围之中。

[0025] 实施例1:

[0026] 先将49.3g的MDI加入到440g的季戊四醇酯和C<sub>6</sub>~C<sub>16</sub>脂肪酸反应而成的饱和多元醇酯POE320(营口星火化工有限公司)基础油中,混合加热至70℃保温30min;同时440g POE320基础油中加入17.6g DETDA和53.1g十八胺,混合加热70℃保温30min。

[0027] 随后将两部分溶有四脲稠化剂原料的基础油快速混合,升温至 95℃反应60min,反应完全后升温至180℃高温炼制30min。炼制完成后搅拌循环冷却,当温度降低至80℃时加入5g中性二壬基萘磺酸钡防锈剂,经研磨、真空脱气等后处理工序得到芳香类二胺制备

四脲润滑脂组合物1。

[0028] 对比例1:

[0029] 先将64.1g的MDI加入到440g的POE320基础油中,混合加热至70℃保温30min;同时440g POE 320基础油中加入22.8g DETDA 和33.1g辛胺,混合加热70℃保温30min。

[0030] 随后将两部分溶有四脲稠化剂原料的基础油快速混合,升温至 95℃反应60min,反应完全后升温至180℃高温炼制30min。炼制完成后搅拌循环冷却,当温度降低至80℃时加入5g中性二壬基萘磺酸钡防锈剂,经研磨、真空脱气等后处理工序得到芳香类二胺制备四脲润滑脂组合物2。

[0031] 对比例2:

[0032] 先将68.4g的MDI加入到440g的POE320基础油中,混合加热至70℃保温30min;同时440g POE 320基础油中加入24.4g DETDA 和27.1g环己胺,混合加热70℃保温30min。

[0033] 随后将两部分溶有四聚脲稠化剂原料的基础油快速混合,升温至 95℃反应60min,反应完全后升温至180℃高温炼制30min。炼制完成后搅拌循环冷却,当温度降低至80℃时加入5g中性二壬基萘磺酸钡防锈剂,经研磨、真空脱气等后处理工序得到芳香类二胺制备四脲润滑脂组合物3。

[0034] 表1:实施例1、对比例1和对比例2的结果分析表

测试项目 <sup>o</sup>	实施例 1 <sup>o</sup>	对比例 1 <sup>o</sup>	对比例 2 <sup>o</sup>	测试方法 <sup>o</sup>
皂含, % <sup>o</sup>	12% <sup>o</sup>	12% <sup>o</sup>	12% <sup>o</sup>	- <sup>o</sup>
二胺种类 <sup>o</sup>	DETDA <sup>o</sup>	DETDA <sup>o</sup>	DETDA <sup>o</sup>	- <sup>o</sup>
单胺种类 <sup>o</sup>	十八胺 <sup>o</sup>	辛胺 <sup>o</sup>	环己胺 <sup>o</sup>	- <sup>o</sup>
未工作锥入度, mm <sup>o</sup>	264 <sup>o</sup>	275 <sup>o</sup>	297 <sup>o</sup>	GB/T 269 <sup>o</sup>
滚筒安定性 (80℃, 50h), mm <sup>o</sup>	+60 <sup>o</sup>	+91 <sup>o</sup>	+113 <sup>o</sup>	GB/T 269 <sup>o</sup>
钢网分油 (100℃, 30h), % <sup>o</sup>	0.29 <sup>o</sup>	0.8 <sup>o</sup>	1.6 <sup>o</sup>	SH/T 0324 <sup>o</sup>
滴点, °C <sup>o</sup>	275 <sup>o</sup>	260 <sup>o</sup>	259 <sup>o</sup>	GB/T 3498 <sup>o</sup>
起始氧化温度, °C <sup>o</sup>	257.1 <sup>o</sup>	256.9 <sup>o</sup>	242.2 <sup>o</sup>	- <sup>o</sup>
220℃烘烤 4h 损失量 <sup>o</sup>	1.89% <sup>o</sup>	2.25% <sup>o</sup>	2.92% <sup>o</sup>	自建方法 <sup>o</sup>
四球机实验 <sup>o</sup>	63 <sup>o</sup>	56 <sup>o</sup>	56 <sup>o</sup>	SH/T 0202 <sup>o</sup>
无卡咬负荷 PB 值, kg <sup>o</sup>				

[0035]

[0036] 从表1的分析结果中可以看出采用DETDA和十八胺的新型四脲稠化剂体系制备的四脲润滑脂具有更好的稠化能力、耐高温性能、胶体安定性、机械安定性、氧化安定性和极压抗磨性。综上所述采用DETDA 作为二胺、十八胺作为单胺可以制备性能优异的芳香类二胺制备四脲润滑脂组合物。

[0037] 上述实施例对本发明进行示例性描述其目的在于让熟悉此项技术的相关技术人员能够了解本发明的内容并据以实施,并不能以此限制本发明的保护范围。凡根据本发明的方法构思和技术方案进行非实质改进,或未经改进将发明的构思和技术方案直接应用于其他场合的,均在本发明的保护范围之内。

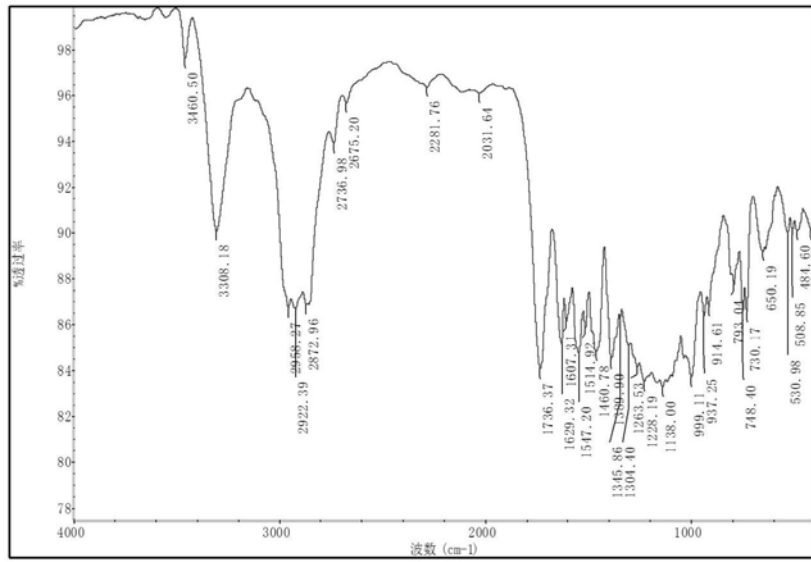


图1