



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 104450020 B

(45)授权公告日 2016.09.28

(21)申请号 201410588525.1

C10N 30/06(2006.01)

(22)申请日 2014.10.28

审查员 刘文军

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 104450020 A

(43)申请公布日 2015.03.25

(73)专利权人 宁波春蕊润滑油有限公司

地址 315401 浙江省宁波市余姚梁辉开发  
区中山东一路5号

(72)发明人 徐能军

(74)专利代理机构 杭州天勤知识产权代理有限  
公司 33224

代理人 胡红娟

(51)Int.Cl.

C10M 169/04(2006.01)

C10M 177/00(2006.01)

权利要求书2页 说明书9页

(54)发明名称

一种抗极压耐磨型长效润滑油组合物及其  
制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种抗极压耐磨型长效润滑油组合物,以质量百分比计,原料组成为:复合抗氧剂0.5~5%;改性纳米石墨0.1~10%;离子液体0.5~30%;复合清净分散剂0.1~20%;氟硅油0.5~30%;合成基础油余量。本发明还公开了所述抗极压耐磨型长效润滑油组合物的制备方法。本发明提供一种抗极压超耐磨型长效润滑油组合物及其制备方法,利用各种添加剂之间良好的协同效应,制备得到的润滑油表现出优异的抗极压性能和高承载能力,耐磨性能好,同时还能够提供优异的长效润滑性能。

1. 一种抗极压耐磨型长效润滑油组合物,其特征在于,以质量百分比计,原料组成为:

复合抗氧剂	0.5~5%;
改性纳米石墨	0.1~10%;
离子液体	0.5~30%;
复合清净分散剂	0.1~20%;
氟硅油	0.5~30%;
合成基础油	余量;

所述的复合抗氧剂由胺类抗氧剂、酚类抗氧剂和亚磷酸酯类抗氧剂按质量比为1:0.5~2:0.5~2复配组成;

所述的改性纳米石墨为经氟硅烷偶联剂改性处理得到的氟硅烷改性纳米石墨,具体制备步骤为:

纳米石墨经浓硫酸氧化处理、洗涤、干燥后得到氧化纳米石墨;再将氟硅烷偶联剂、氧化纳米石墨和异丙醇按质量比为1:0.1~1:10混合,经偶联反应后,再经后处理得到氟硅烷改性纳米石墨;

所述的离子液体由咪唑类阳离子和双氟代磺酰亚胺阴离子组成;

所述的复合清净分散剂由低碱值磺酸盐类清净剂和高分子类无灰分散剂按质量比为1:0.5~4复配组成;

所述的氟硅油为甲基三氟丙基聚硅氧烷,粘度为500~10000cp;

所述的合成基础油为粘度指数大于100的II类加氢基础油。

2. 根据权利要求1所述的抗极压耐磨型长效润滑油组合物,其特征在于,所述的胺类抗氧剂为二苯胺、萘胺、N-苯基- $\alpha$ 萘胺、对苯二胺中的至少一种;

所述的酚类抗氧剂为2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚、双(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)硫醚、4,4'-亚甲基双(2,6-二叔丁基酚)、2,6-二叔丁基- $\alpha$ -二甲氨基对甲酚中的至少一种;

所述的亚磷酸酯类抗氧剂为亚磷酸三乙酯、亚磷酸三丁酯、亚磷酸三辛酯、三壬基亚磷酸酯、三异丙基亚磷酸酯中的至少一种。

3. 根据权利要求1所述的抗极压耐磨型长效润滑油组合物,其特征在于,所述的氟硅烷偶联剂为十七氟癸基三甲氧基硅烷、十七氟癸基三乙氧基硅烷、十三氟辛基三甲氧基硅烷、十三氟辛基三乙氧基硅烷、九氟己基三甲氧基硅烷或九氟己基三乙氧基硅烷。

4. 根据权利要求1所述的抗极压耐磨型长效润滑油组合物,其特征在于,所述的离子液体选自1-乙基-3-甲基咪唑双氟磺酰亚胺盐、1-甲基-3-丙基咪唑双(三氟甲基)磺酰亚胺盐、1-己基-3-甲基咪唑双(全氟丁基)磺酰亚胺盐、1-丁基-2,3-二甲基咪唑双(三氟甲基)亚胺盐、1-甲基-3-正辛基咪唑双(全氟丁基)磺酰亚胺盐、1-丙基-3-乙基咪唑双氟磺酰亚胺盐、1-甲基-3-丙基咪唑双(三氟甲基)磺酰亚胺盐、1-甲基-3-丁基咪唑双(全氟丁基)磺酰亚胺盐、1-己基-3-丁基咪唑双氟磺酰亚胺盐、1-乙基-3-异辛基咪唑双(全氟丁基)磺酰亚胺盐、1-丙基-3-辛基咪唑双氟磺酰亚胺盐、1-甲基-3-己基咪唑双(三氟甲基)亚胺盐、1,2-二甲基-3-丙基咪唑双(全氟丁基)磺酰亚胺盐、1,2-二甲基-3-丁基咪唑双氟磺酰亚胺盐、1-甲基-3-丙基咪唑双(三氟甲基)磺酰亚胺盐、1,2-二甲基-3-辛基咪唑双(全氟丁基)磺酰

亚胺盐中的至少一种。

5. 根据权利要求1所述的抗极压耐磨型长效润滑油组合物, 其特征在于, 所述的低碱值磺酸盐类清净剂为石油磺酸镁和/或石油磺酸钙;

所述的高分子类无灰分散剂为聚异丁烯丁二酰亚胺、聚异丁烯丁二酸酯, 双烯基丁二酰亚胺, 单烯基丁二酰亚胺, 多烯基丁二酰亚胺中的至少一种。

6. 根据权利要求1~5任一权利要求所述的抗极压耐磨型长效润滑油组合物, 其特征在于, 以质量百分比计, 原料组成为:

复合抗氧剂	2.5~3.5%;
改性纳米石墨	2~10%;
离子液体	5~20%;
复合清净分散剂	5~15%;
氟硅油	5~25%;
合成基础油	余量。

7. 一种根据权利要求1~6任一权利要求所述的抗极压耐磨型长效润滑油组合物的制备方法, 其特征在于, 步骤如下:

- 1) 将合成基础油、氟硅油、离子液体按所述的质量分数混合后, 得到稠化调和油;
- 2) 将复合抗氧剂和复合清净分散剂与步骤1) 得到的稠化调和油混合, 50~70℃下搅拌调合30~90min, 得到分散调合油;
- 3) 将改性纳米石墨与步骤2) 得到的分散调合油混合后, 40~60℃下搅拌调合30~60min, 得到抗极压耐磨型长效润滑油组合物。

## 一种抗极压耐磨型长效润滑油组合物及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及润滑油的技术领域,具体涉及一种抗极压耐磨型长效润滑油组合物及其制备方法。

### 背景技术

[0002] 润滑油是指用在各种类型汽车传动、机械设备、精密仪器上以减少摩擦,保护机械及加工件的液体润滑剂,主要用于减少运动部件表面间的摩擦,同时对机器设备具有冷却、密封、防腐、防锈、绝缘、功率传送、清洗杂质等作用。润滑油一般由基础油和添加剂两部分组成。基础油是润滑油的主要成分,决定着润滑油的基本性质,添加剂则可弥补和改善基础油性能方面的不足,赋予某些新的性能,如抗氧化性、耐磨性、降凝性等,是润滑油的重要组成部分。

[0003] 石墨良好的成膜性、抗极压性、减磨降阻性、可牢固粘附金属的填充修补性、优良的导热性、减振密封性及化学稳定性等特性使得石墨作为润滑油添加剂可以提高润滑油的耐磨性和抗极压性能。随着纳米材料的研究及发展,纳米材料有了新的应用领域。人们将纳米材料应用于摩擦学领域,发现纳米材料具有比传统的固体润滑材料更好的摩擦学性能。在摩擦过程中,纳米材料在摩擦副表面沉积,可与金属表面产生共晶,从而填补由摩擦造成的沟壑,形成具有润滑作用的修复膜,纳米材料的摩擦自修复功能使其在润滑油领域的研究具有很好的应用前景。

[0004] 相比于普通石墨而言,纳米石墨具有更好的润滑性能、分散性能和耐磨性能。如公开号为CN103740436A的中国专利文献公开了一种纳米石墨润滑油,按质量份数组成为:650SN基础油60-70份,250BS基础油10-12份,150BS基础油18-23份,清净剂1.5-2.5份,分散剂2-2.5份,极压抗磨剂0.5-1.2份,防锈剂0.6-0.8份,抗氧剂0.3-0.6份,降凝剂0.1-0.15份,抗泡沫剂20-80ppm,增粘剂5-9份,抗氧抗腐剂0.6-0.8份,粘度指数改进剂3-5份,破乳剂0.1-0.2份,纳米石墨0.1-1份,纳米ZrO<sub>2</sub>10-15份。但由于纳米材料的比表面积大,容易团聚,而且纳米石墨的油溶性较差,导致纳米石墨在油相里面很难分散,难以起到应有的效果。

[0005] 离子液体是指在室温或室温附近呈液态的、完全由正负离子构成的熔盐体系,一般是由特定的、体积相对较大的有机阳离子和体积相对较小的无机或有机阴离子通过库仑力结合构成。与其他固体或液体材料相比,它的液态性质和离子存在形式使其展现出独特的理化性质及特有的功能,离子液体具有理想润滑剂必不可少的特性,随着科学技术的进步及工业的发展,高速、重载、超低或高温等运转条件对摩擦和磨损提出了越来越高的要求。为了进一步提高相应装备与设备使用质量和使用寿命和综合性能,离子液体作为一种新型的高性能液态润滑助剂逐步获得应用。

[0006] 氟硅油是指聚合物中含有C-F键、C-Si键和Si-O-Si键,且氟化的碳基团不直接连在硅原子上,中间有间隔基团的一类聚合物。由于氟硅油兼有硅氧烷和氟碳化合物的共同优点,因而表现出优良的耐候性、耐高低温性、化学稳定性和防水防油性,广泛地应用于宇

航、汽车、机电和电子机械等摩擦领域,氟硅油在摩擦表面可形成疏水疏油性良好的-CF<sub>3</sub>分子组装膜,可极大地降低摩擦面的摩擦因子,延长设备的使用寿命。因此氟硅油的摩擦性能比一般矿物油要好,尤其是高负荷性能,氟硅油主链是Si-O-Si键组成,具有与无机高分子类似的结构,键能很高,柔顺性好,加之C-F键的屏蔽保护,所以具有更好的高温性能。氟硅油具有非常好的耐热性、粘温特性、热氧安定性、较低的高温蒸发损失和高闪点等高温性能。

### 发明内容

[0007] 本发明提供一种抗极压超耐磨型长效润滑油组合物及其制备方法,利用各种添加剂之间良好的协同效应,制备得到的润滑油表现出优异的抗极压性能和高承载能力,耐磨性能好,同时还能够提供优异的长效润滑性能。

[0008] 一种抗极压耐磨型长效润滑油组合物,以质量百分比计,原料组成为:

[0009]	复合抗氧剂	0.5~5%;
	改性纳米石墨	0.1~10%;
	离子液体	0.5~30%;
[0010]	复合清净分散剂	0.1~20%;
	氟硅油	0.5~30%;
	合成基础油	余量。

[0011] 作为优选,所述的复合抗氧剂由胺类抗氧剂、酚类抗氧剂和磷酸酯类抗氧剂按质量比为1:0.5~2:0.5~2复配组成。

[0012] 所述的胺类抗氧剂为二苯胺、萘胺、N-苯基- $\alpha$ -萘胺、对苯二胺中的至少一种;

[0013] 所述的酚类抗氧剂为2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚、双(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)硫醚、4,4'-亚甲基双(2,6-二叔丁基酚)、2,6-二叔丁基- $\alpha$ -二甲氨基对甲酚中的至少一种;

[0014] 所述的磷酸酯类抗氧剂为亚磷酸三乙酯、亚磷酸三丁酯、亚磷酸三辛酯、三壬基亚磷酸酯、三异丙基亚磷酸酯中的至少一种。

[0015] 作为优选,所述的改性纳米石墨为经氟硅烷偶联剂改性处理得到的氟硅烷改性纳米石墨,具体制备步骤为:

[0016] 纳米石墨经浓硫酸氧化处理、洗涤、干燥后得到氧化纳米石墨;再将氟硅烷偶联剂、氧化纳米石墨和异丙醇按质量比为1:0.1~1:10混合,经偶联反应后,再经后处理得到氟硅烷改性纳米石墨;

[0017] 所述的氟硅烷偶联剂为十七氟癸基三甲氧基硅烷、十七氟癸基三乙氧基硅烷、十三氟辛基三甲氧基硅烷、十三氟辛基三乙氧基硅烷、九氟己基三甲氧基硅烷或九氟己基三乙氧基硅烷。

[0018] 通过对纳米石墨表面进行修饰改性可以有效防止纳米石墨的团聚,提高纳米石墨在油相中的分散稳定性。本发明通过硅烷偶联剂对纳米石墨进行氟硅烷表面改性,使制备的改性纳米石墨在润滑油保持良好的分散性能,有效发挥纳米石墨在润滑油中的抗极压与耐磨效果,同时可提高其耐热性能和润滑性。

[0019] 作为优选,所述的离子液体由咪唑类阳离子和双氟代磺酰亚胺阴离子组成。所述的离子液体选自1-乙基-3-甲基咪唑双氟磺酰亚胺盐、1-甲基-3-甲基咪唑双(三氟甲基)磺酰亚胺盐、1-己基-3-甲基咪唑双(全氟丁基)磺酰亚胺盐、1-丁基-2,3-二甲基咪唑双(三氟甲基)亚胺盐、1-甲基-3-正辛基咪唑双(全氟丁基)磺酰亚胺盐、1-丙基-3-乙基咪唑双氟磺酰亚胺盐、1-甲基-3-丙基咪唑双(三氟甲基)磺酰亚胺盐、1-甲基-3-丁基咪唑双(全氟丁基)磺酰亚胺盐、1-己基-3-丁基咪唑双氟磺酰亚胺盐、1-乙基-3-异辛基咪唑双(全氟丁基)磺酰亚胺盐、1-丙基-3-辛基咪唑双氟磺酰亚胺盐、1-甲基-3-己基咪唑双(三氟甲基)亚胺盐、1,2-二甲基-3-丙基咪唑双(全氟丁基)磺酰亚胺盐、1,2-二甲基-3-丁基咪唑双氟磺酰亚胺盐、1-甲基-3-丙基咪唑双(三氟甲基)磺酰亚胺盐、1,2-二甲基-3-辛基咪唑双(全氟丁基)磺酰亚胺盐中的至少一种。进一步优选为1-甲基-3-甲基咪唑双(三氟甲基)磺酰亚胺盐、1-己基-3-甲基咪唑双(全氟丁基)磺酰亚胺盐、1-丁基-2,3-二甲基咪唑双(三氟甲基)亚胺盐、1-己基-3-丁基咪唑双氟磺酰亚胺盐、1-乙基-3-异辛基咪唑双(全氟丁基)磺酰亚胺盐或1,2-二甲基-3-辛基咪唑双(全氟丁基)磺酰亚胺盐。

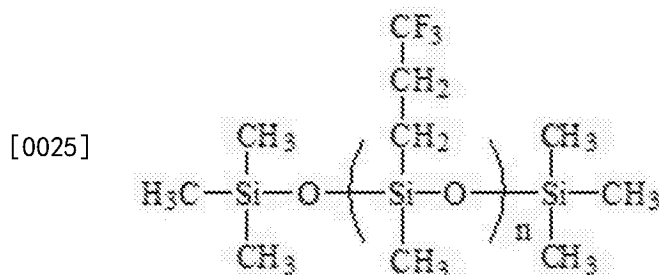
[0020] 本发明优选的咪唑基阳离子与双氟代磺酰亚胺组成的离子液体具有优异的流动性、润滑性以及热稳定性,尤其是双氟代磺酰亚胺阴离子部分相比较常规离子液体具有更好的润滑性和耐热稳定性,通过加入离子液体可以有效提高润滑油的耐热稳定性和低温润滑性能。

[0021] 作为优选,所述的复合清净分散剂由低碱值磺酸盐类清净剂和高分子类无灰分散剂按质量比为1:0.5~4复配组成;

[0022] 所述的低碱值磺酸盐类清净剂为石油磺酸镁和/或石油磺酸钙;

[0023] 所述的高分子类无灰分散剂为聚异丁烯丁二酰亚胺、聚异丁烯丁二酸酯,双烯基丁二酰亚胺,单烯基丁二酰亚胺,多烯基丁二酰亚胺中的至少一种。

[0024] 通过在润滑油中加入氟硅油可有效提高润滑油的耐热性、粘温性能、抗氧化性,扩大润滑油的应用领域。作为优选,所述的氟硅油为甲基三氟丙基聚硅氧烷,粘度为500~10000cp,结构式如下:



[0026] 本发明中所述的合成基础油为粘度指数(即合成基础油的粘度随温度变化的程度)大于100的II类加氢基础油,优选100N,150N,250N,500N中的至少一种。

[0027] 进一步优选,所述的抗极压耐磨型长效润滑油组合物,以质量百分比计,原料组成为:

	复合抗氧化剂	2.5~3.5%;
	改性纳米石墨	2~10%;
[0028]	离子液体	5~20%;
	复合清净分散剂	5~15%;
	氟硅油	5~25%;
	合成基础油	余量。

[0029] 所述的胺类抗氧化剂为二苯胺、萘胺、N-苯基- $\alpha$ -萘胺、对苯二胺中的至少一种；酚类抗氧化剂为2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚、双(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)硫醚、4,4-亚甲基双(2,6-二叔丁基酚)、2,6-二叔丁基- $\alpha$ -二甲氨基对甲酚中的至少一种；磷酸酯类抗氧化剂为亚磷酸三乙酯、亚磷酸三丁酯、亚磷酸三辛酯、三壬基亚磷酸酯、三异丙基亚磷酸酯中的至少一种；所述的胺类抗氧化剂、酚类抗氧化剂和磷酸酯类抗氧化剂的质量比为1:0.5~2:0.5~2；

[0030] 所述的改性纳米石墨为经氟硅烷偶联剂改性处理得到的氟硅烷改性纳米石墨；

[0031] 所述的离子液体为1-甲基-3-甲基咪唑双(三氟甲基)磺酰亚胺盐、1-己基-3-甲基咪唑双(全氟丁基)磺酰亚胺盐、1-丁基-2,3-二甲基咪唑双(三氟甲基)亚胺盐、1-己基-3-丁基咪唑双氟磺酰亚胺盐、1-乙基-3-异辛基咪唑双(全氟丁基)磺酰亚胺盐或1,2-二甲基-3-辛基咪唑双(全氟丁基)磺酰亚胺盐；

[0032] 所述的复合清净分散剂由低碱值磺酸盐类清净剂和高分子类无灰分散剂按质量比为1:1~4复配组成，低碱值磺酸盐类清净剂为石油磺酸镁和/或石油磺酸钙，高分子类无灰分散剂为聚异丁烯丁二酰亚胺、聚异丁烯丁二酸酯，双烯基丁二酰亚胺，单烯基丁二酰亚胺，多烯基丁二酰亚胺中的至少一种；

[0033] 所述的氟硅油为粘度为1000~10000cp的甲基三氟丙基聚硅氧烷；

[0034] 所述的合成基础油为100N,150N,250N,500N中的至少一种。

[0035] 在上述优选的原料种类及组成下，再优选：

[0036] 当所述的复合抗氧化剂的组成为1%的萘胺、0.5%的2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚、2%的亚磷酸三丁酯，所述的氟硅油为12%的粘度为1000cp的甲基三氟丙基聚硅氧烷时；或者是，当所述的复合抗氧化剂的组成为1%的萘胺、2%的2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚、0.5%的三壬基亚磷酸酯，所述的氟硅油为20%的粘度为2000cp的甲基三氟丙基聚硅氧烷时，制备得到的润滑油具有更加优异的高温抗氧化性。

[0037] 在上述优选的原料种类及组成下，再优选：

[0038] 当所述的改性纳米石墨的质量分数为8%，所述的离子液体为10%的1-己基-3-甲基咪唑双(全氟丁基)磺酰亚胺盐或8%的1,2-二甲基-3-辛基咪唑双(全氟丁基)磺酰亚胺盐时，制备得到的润滑油具有更加优异的高温耐磨性。

[0039] 在上述优选的原料种类及组成下，再优选：

[0040] 当所述的复合清净分散剂为3%的石油磺酸钙和9%的双烯基丁二酰亚胺，或者为5%的石油磺酸镁和10%的聚异丁烯丁二酰亚胺，或者为5%的石油磺酸镁和5%的聚异丁烯丁二酰亚胺，制备得到的润滑油具有更加优异的高温清净性。

[0041] 在上述优选的原料种类及组成下，再优选：

[0042] 当所述的复合清净分散剂为2%的石油磺酸钙和8%的多烯基丁二酰亚胺,或者为1%的石油磺酸镁和4%的单烯基丁二酰亚胺,制备得到的润滑油具有更加优异的烟炱分散性。(上述的百分数均为质量百分数)

[0043] 本发明还提供一种所述的抗极压耐磨型长效润滑油组合物的制备方法,步骤如下:

[0044] 1)将合成基础油、氟硅油、离子液体按所述的质量分数混合后,得到稠化调和油;

[0045] 2)将复合抗氧剂和复合清净分散剂与步骤1)得到的稠化调合油混合,50~70℃下搅拌调合30~90min,得到分散调合油;

[0046] 3)将改性纳米石墨与步骤2)得到的分散调合油混合后,40~60℃下搅拌调合30~60min,得到抗极压耐磨型长效润滑油组合物。

[0047] 所述的抗极压耐磨型长效润滑油组合物再经过脱水、过滤净化和包装即可得到成品润滑油。

[0048] 与现有技术相比,本发明具有如下优点:

[0049] 本发明的润滑油组合物是由复合抗氧剂、改性纳米石墨、离子液体、复合清净分散剂、氟硅油、加氢基础油组成,各种添加剂之间具有良好的协同效应,获得的润滑油组合物的性能如下:

[0050] (1)润滑油组合物的抗极压性能好,可在大负荷下保持良好的润滑效果;(2)耐磨性能好,润滑油寿命长,可显著降低更换频率;(3)耐高低温性能好,可在120℃以上的温度下保持良好的粘度和润滑性能;(4)润滑油的倾点低,可在-50℃下保持良好的流动性和润滑性能;(5)润滑性能优异,可有效降低发动机或者传动设备的噪音和磨损。

[0051] 可广泛应用于内燃机、工业设备、精密仪器、机床模具、齿轮传动、汽车工业等领域。

### 具体实施方式

[0052] 本发明的实施方式不仅限于实施例,在本发明涵盖范围内可做成任意调整,均属于本发明的保护范围。

[0053] 实施例1

[0054] 步骤(1)改性纳米石墨的制备:将购置于青岛晨阳石墨有限公司粒径在500nm的石墨粉浸泡在浓硫酸(98%浓硫酸)中常温静置氧化120小时,经过清水反复洗涤,干燥后得到浓硫酸改性的氧化纳米石墨。

[0055] 再将氟硅烷偶联剂十七氟癸基三甲氧基硅烷与异丙醇、氧化纳米石墨混合均匀,其中十七氟癸基三甲氧基硅烷:氧化纳米石墨:异丙醇的质量比为1:0.5:10。在60℃下反应24小时,冷却至室温后抽滤干燥得到氟硅烷改性的油溶性纳米石墨。

[0056] 步骤(2)将10%质量分数的离子液体1-己基-3-甲基咪唑双(全氟丁基)磺酰亚胺盐、12%质量分数的粘度为1000cp的氟硅油-甲基三氟丙基聚硅氧烷、30%质量分数的加氢II类基础油150N、28.5%质量分数的加氢II类基础油500N混合得到调合油。

[0057] 步骤(3)然后将1%质量分数的萘胺、0.5%质量分数的2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚、2%质量分数的亚磷酸三丁酯、2%质量分数的石油磺酸镁、6%质量分数的聚异丁烯丁二酸酯加入到步骤(2)所得到的稠化调合油中,在60℃下机械搅拌调合60分钟得到分散调



合油。

[0058] 步骤(4)最后将步骤(1)得到的改性纳米石墨按8%质量分数加入到步骤(3)得到的分散调合油中,在50℃下机械搅拌调合45分钟,得到润滑油组合物,经过脱水、过滤净化和包装即可得到润滑油产品。

[0059] 步骤(2)、(3)、(4)中的质量分数均以润滑油组合物的总质量为基准,下同。

[0060] 实施例2

[0061] 步骤(1)改性纳米石墨的制备:将购置于青岛晨阳石墨有限公司粒径在500nm的石墨粉浸泡在浓硫酸中常温静置氧化120小时,经过清水反复洗涤,干燥后得到浓硫酸改性的氧化纳米石墨。

[0062] 再将氟硅烷偶联剂十三氟辛基三甲氧基硅烷与异丙醇、氧化纳米石墨混合均匀,其中十三氟辛基三甲氧基硅烷:氧化纳米石墨:异丙醇的质量比为1:1:10。在60℃下反应24小时,冷却至室温后抽滤干燥得到氟硅烷改性的油溶性纳米石墨。

[0063] 步骤(2)将15%质量分数的离子液体1-甲基-3-甲基咪唑双(三氟甲基)磺酰亚胺盐、20%质量分数的粘度为5000cp的氟硅油-甲基三氟丙基聚硅氧烷、20%质量分数的加氢Ⅱ类基础油150N、25%质量分数的加氢Ⅱ类基础油500N混合得到调合油。

[0064] 步骤(3)然后将1%质量分数的二苯胺、1%质量分数的2,6-二叔丁基- $\alpha$ 二甲基对甲酚、1%质量分数的亚磷酸三辛酯、3%质量分数的石油磺酸钙、9%质量分数的双烯基丁二酰亚胺加入到步骤(2)所得到的稠化调合油中,在60℃下机械搅拌调合60分钟得到分散调合油。

[0065] 步骤(4)最后将步骤(1)得到的改性纳米石墨按5%质量分数加入到步骤(3)得到的分散调合油中,在50℃下机械搅拌调合60分钟,得到润滑油组合物,经过脱水、过滤净化和包装即可得到润滑油产品。

[0066] 实施例3

[0067] 步骤(1)改性纳米石墨的制备:将购置于青岛晨阳石墨有限公司粒径在500nm的石墨粉浸泡在浓硫酸中常温静置氧化120小时,经过清水反复洗涤,干燥后得到浓硫酸改性的氧化纳米石墨。

[0068] 再将氟硅烷偶联剂九氟己基三甲氧基硅烷与异丙醇、氧化纳米石墨混合均匀,其中九氟己基三甲氧基硅烷:氧化纳米石墨:异丙醇的质量比为1:0.25:10。在60℃下反应24小时,冷却至室温后抽滤干燥得到氟硅烷改性的油溶性纳米石墨。

[0069] 步骤(2)将8%质量分数的离子液体1,2-二甲基-3-辛基咪唑双(全氟丁基)磺酰亚胺盐、5%质量分数的粘度为5000CP的氟硅油-甲基三氟丙基聚硅氧烷、30%质量分数的加氢Ⅱ类基础油100N、31.5%质量分数的加氢Ⅱ类基础油500N混合得到调合油。

[0070] 步骤(3)然后将0.5%质量分数的对苯二胺、1%质量分数的4,4-亚甲基双(2,6-二叔丁基酚)、1%质量分数的三异丙基亚磷酸酯、5%质量分数的石油磺酸镁、10%质量分数的聚异丁烯丁二酰亚胺加入到步骤(2)所得到的稠化调合油中,在50℃下机械搅拌调合90分钟得到分散调合油。

[0071] 步骤(4)最后将步骤(1)得到的改性纳米石墨按8%的质量分数加入到步骤(3)得到的分散调合油中,在60℃下机械搅拌调合40分钟,得到润滑油组合物,经过脱水、过滤净化和包装即可得到润滑油产品。

**[0072] 实施例4**

[0073] 步骤(1)改性纳米石墨的制备:将购置于青岛晨阳石墨有限公司粒径在500nm的石墨粉浸泡在浓硫酸中常温静置氧化120小时,经过清水反复洗涤,干燥后得到浓硫酸改性的氧化纳米石墨。

[0074] 再将氟硅烷偶联剂十七氟癸基三乙氧基硅烷与异丙醇、氧化纳米石墨混合均匀,其中十七氟癸基三乙氧基硅烷:氧化纳米石墨:异丙醇的质量比为1:0.5:10。在60℃下反应24小时,冷却至室温后抽滤干燥得到氟硅烷改性的油溶性纳米石墨。

[0075] 步骤(2)将20%质量分数的离子液体1-乙基-3-异辛基咪唑双(全氟丁基)磺酰亚胺盐、20%质量分数的粘度为2000CP的氟硅油-甲基三氟丙基聚硅氧烷、20%质量分数的加氢Ⅱ类基础油250N、24.5%质量分数的加氢Ⅱ类基础油500N混合得到调合油。

[0076] 步骤(3)然后将1%质量分数的萘胺、2%质量分数的2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚、0.5%质量分数的三壬基亚磷酸酯、2%质量分数的石油磺酸钙、8%质量分数的多烯基丁二酰亚胺加入到步骤(2)所得到的稠化调合油中,在70℃下机械搅拌调合30分钟得到分散调合油。

[0077] 步骤(4)最后将步骤(1)得到的改性纳米石墨按2%质量分数加入到步骤(3)得到的分散调合油中,在60℃下机械搅拌调合30分钟,得到润滑油组合物,经过脱水、过滤净化和包装即可得到润滑油产品。

**[0078] 实施例5**

[0079] 步骤(1)改性纳米石墨的制备:将购置于青岛晨阳石墨有限公司粒径在500nm的石墨粉浸泡在浓硫酸中常温静置氧化120小时,经过清水反复洗涤,干燥后得到浓硫酸改性的氧化纳米石墨。

[0080] 再将氟硅烷偶联剂十三氟辛基三甲氧基硅烷与异丙醇、氧化纳米石墨混合均匀,其中十三氟辛基三甲氧基硅烷:氧化纳米石墨:异丙醇的质量比为1:0.1:10。在60℃下反应24小时,冷却至室温后抽滤干燥得到氟硅烷改性的油溶性纳米石墨。

[0081] 步骤(2)将5%质量分数的离子液体1-丁基-2,3-二甲基咪唑双(三氟甲基)磺酰亚胺盐、25%质量分数的粘度为2000CP的氟硅油-甲基三氟丙基聚硅氧烷、20%质量分数的加氢Ⅱ类基础油100N、25.5%质量分数的加氢Ⅱ类基础油500N混合得到调合油。

[0082] 步骤(3)然后将1%质量分数的二苯胺、0.5%质量分数的2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚、1%质量分数的亚磷酸三丁酯、1%质量分数的石油磺酸镁、4%质量分数的单烯基丁二酰亚胺加入到步骤(2)所得到的稠化调合油中,在50℃下机械搅拌调合90分钟得到分散调合油。

[0083] 步骤(4)最后将步骤(1)得到的改性纳米石墨按7%质量分数加入到步骤(3)得到的分散调合油中,在40℃下机械搅拌调合60分钟,得到润滑油组合物,经过脱水、过滤净化和包装即可得到润滑油产品。

**[0084] 实施例6**

[0085] 步骤(1)改性纳米石墨的制备:将购置于青岛晨阳石墨有限公司粒径在500nm的石墨粉浸泡在浓硫酸中常温静置氧化120小时,经过清水反复洗涤,干燥后得到浓硫酸改性的氧化纳米石墨。

[0086] 再将氟硅烷偶联剂十三氟癸基三乙氧基硅烷与异丙醇、氧化纳米石墨混合均匀,

其中十三氟癸基三乙氧基硅烷:氧化纳米石墨:异丙醇的质量比为1:0.2:10。在60℃下反应24小时,冷却至室温后抽滤干燥得到氟硅烷改性的油溶性纳米石墨。

[0087] 步骤(2)将12%质量分数的离子液体1-己基-3-丁基咪唑双氟磺酰亚胺盐、8%质量分数的粘度为10000CP的氟硅油-甲基三氟丙基聚硅氧烷、20%质量分数的加氢Ⅱ类基础油150N、37.5%质量分数的加氢Ⅱ类基础油500N混合得到调合油。

[0088] 步骤(3)然后将0.5%质量分数的N-苯基- $\alpha$ 萘胺、1%质量分数的2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚、1%质量分数的三异丙基亚磷酸酯、5%质量分数的石油磺酸镁、5%质量分数的聚异丁烯丁二酸酯加入到步骤(2)所得到的稠化调合油中,在70℃下机械搅拌调合60分钟得到分散调合油。

[0089] 步骤(4)最后将步骤(1)得到的改性纳米石墨按10%质量分数加入到步骤(3)得到的分散调合油中,在50℃下机械搅拌调合60分钟,得到润滑油组合物,经过脱水、过滤净化和包装即可得到润滑油产品。

[0090] 对比例1

[0091] 步骤(1)将8%质量分数的T614乙丙共聚物粘度指数改进剂、0.5%质量分数的降凝剂T801、30%质量分数的加氢Ⅱ类基础油150N、51.5%质量分数的加氢Ⅱ类基础油500N混合得到调合油。

[0092] 步骤(2)然后将1%质量分数的N-苯基- $\alpha$ 萘胺、1%质量分数的2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚、5%质量分数的清净分散剂T154加入到步骤(1)所得到的稠化调合油中,在70℃下机械搅拌调合60分钟得到分散调合油。

[0093] 步骤(3)最后将3%质量分数的极压抗磨剂T305加入到分散调合油中,在50℃下机械搅拌调合60分钟,得到润滑油组合物,经过脱水、过滤净化和包装即可得到润滑油产品。

[0094] 对比例2

[0095] 步骤(1)将10%质量分数的T614乙丙共聚物粘度指数改进剂、0.5%质量分数的降凝剂T801、30%质量分数的加氢Ⅱ类基础油150N、47.5%质量分数的加氢Ⅱ类基础油500N混合得到调合油。

[0096] 步骤(2)然后将1%质量分数的2,6-二叔丁基-4-甲基苯酚、2%质量分数的三异丙基亚磷酸酯、5%质量分数的清净分散剂T154加入到步骤(1)所得到的稠化调合油中,在70℃下机械搅拌调合60分钟得到分散调合油。

[0097] 步骤(4)最后将4%质量分数的极压抗磨剂T305加入到分散调合油中,在50℃下机械搅拌调合60分钟,得到润滑油组合物,经过脱水、过滤净化和包装即可得到润滑油产品。

[0098] 润滑油性能评价结果

[0099] 下面给出的润滑油性能评价方法及其结果可对本发明进一步说明。

[0100] 为了综合评价本发明所制备的润滑油的应用性能,分别对实施例与对比实施例润滑油的高温抗氧化性能、高温耐磨性能、清净性能等进行测试。

[0101] 高温抗氧化性能通过加压差示扫描量热试验(PDSC)进行测定,试验在Perkinelmer 7系列热分析仪器上进行,采用静态法评价润滑油的氧化性能,设定温度为220℃,通过测定油品发生氧化反应的时间来评价润滑油的氧化稳定性,该时间称为氧化诱导期。

[0102] 高温耐磨性能采用德国OPTIMOL公司SRV-IV型高频往复摩擦试验机进行油品的高

温抗磨损试验,试验条件为载荷300N、频率20Hz、冲程2mm、温度150℃,通过磨斑直径的大小来判断测试样品的抗磨性能。

[0103] 高温清净性能采用经典的成焦板试验进行测定,成焦板试验采用的设备是日本Meitech公司生产的25B-19型成焦板仪,该试验可模拟发动机曲轴箱和缸套活塞环工作条件,测定润滑油在受热氧化条件下的结焦情况,测试油温为150℃,板温为330℃,试验时间为6h。

[0104] 润滑油的烟炱分散性可通过Mack T-9台架试验来测定,用于评定润滑油由于烟炱引起的磨损,包括烟炱分散性、控制油品粘度增长以及抗磨损性能。

[0105] 测试结果见表1。

[0106] 表1

[0107]

测试样品	氧化诱导期 /min	SRV磨损直径 /mm	成焦板试验评级 (评级高清净性好)	Mack T-9试验 顶环失重/mg
实施例1	28.5	0.38	8.5	80
实施例2	26.8	0.42	9.0	86
实施例3	27.4	0.36	9.0	82
实施例4	29.3	0.41	8.5	75
实施例5	25.5	0.40	8.5	78
实施例6	26.7	0.39	9.0	81
对比例1	18.5	0.61	7.5	120
对比例2	20.7	0.63	7.0	131

[0108] 由表1可知,本方法制备得到的润滑油各项性能明显优于对比例的。