



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 104164287 A

(43) 申请公布日 2014. 11. 26

(21) 申请号 201410380389. 7

C10N 30/06 (2006. 01)

(22) 申请日 2014. 08. 05

(71) 申请人 中国石油化工股份有限公司

地址 北京市朝阳区朝阳门北大街 22 号

(72) 发明人 童刘 郑志磊 谷红宽 刘建龙

(74) 专利代理机构 天津市北洋有限责任专利代

理事务所 12201

代理人 王丽

(51) Int. Cl.

C10M 169/06 (2006. 01)

C10M 169/00 (2006. 01)

C10M 177/00 (2006. 01)

C10N 50/10 (2006. 01)

C10N 30/12 (2006. 01)

权利要求书1页 说明书5页

(54) 发明名称

一种超低温轴承润滑脂组合物及制备方法

(57) 摘要

本发明是一种超低温轴承润滑脂组合物及制备方法;包括稠化剂 10-20%,为十二羟基硬脂酸锂和硬脂酸锂的复合皂;基础油 75-85%;添加剂 (a) 芳胺类和 / 或酚类抗氧化剂 0.5-4.0%; (b) 磺酸盐类防锈剂 0.5-1.5%; (c) 磷系抗磨剂 0.5-2%。将稠化剂中硬脂酸先加入,反应完成后再加入十二羟基硬脂酸进行反应。将 1/2~2/3 的基础油加入到反应釜中,搅拌加热到 185-205℃,加入剩余基础油冷却,加入抗氧剂后,继续搅拌,自然降温至 70~80℃后,加入防锈剂和抗磨剂,搅拌均匀,并进行后处理后成品罐装。本发明的润滑脂氧化安定性较好;表现出极低的起动 / 运转力矩,能够保证润滑脂和轴承在 -60℃ 的超低温环境下长使用寿命。

1. 一种超低温轴承润滑脂组合物,其特征是组成和质量分数如下:
  - (1) 稠化剂 10-20%,为十二羟基硬脂酸锂和硬脂酸锂的复合皂;
  - (2) 基础油 75-85%;
  - (3) 添加剂 1.5-5%;包括:(a) 芳胺类和 / 或酚类抗氧化剂 0.5-4.0%;(b) 磺酸盐类防锈剂 0.5-1.5%;(c) 磷系抗磨剂 0.5-2%。
2. 如权利要求 1 所述的组合物,其特征在于所述的稠化剂为十二羟基硬脂酸锂和硬脂酸锂的复合皂,十二羟基硬脂酸锂皂占稠化剂的质量分数在 10-30%。
3. 如权利要求 1 所述的组合物,其特征在于所述的基础油的黏度指数为不低于 130,基础油的倾点不高于 -40℃。
4. 如权利要求 1 所述的组合物,其特征在于所述的基础油的 40℃ 运动粘度为 10-30mm<sup>2</sup>/s,基础油由酯类油和合成油复配调和得到,其中酯类油的质量分数在 50-80%。
5. 如权利要求 1 所述的组合物,其特征在于所述抗氧化剂为芳胺类烷基化二苯胺或二苯胺衍生物或酚类抗氧化剂为 2,6-二-叔丁基-对甲苯酚的一种或两种,两种同时使用,按任意比例混配。
6. 如权利要求 1 所述的组合物,其特征在于所述的防锈剂为油溶性磺酸盐的一种或两种,按任意比例混配。
7. 如权利要求 1 所述的组合物,其特征在于所述的抗磨剂为磷系抗磨剂的一种或两种;两种同时使用,按任意比例混配。
8. 权利要求 1 所述的组合物的制备方法,其特征在于将稠化剂中硬脂酸先加入,反应完成后再加入十二羟基硬脂酸进行反应;将 1/2 ~ 2/3 的基础油加入到反应釜中,搅拌加热到 185-205℃,加入剩余基础油冷却,加入抗氧化剂后,继续搅拌,自然降温至 70 ~ 80℃后,加入防锈剂和抗磨剂,搅拌均匀,并进行后处理后成品罐装。

## 一种超低温轴承润滑脂组合物及制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明属于润滑脂技术领域,特别是涉及一种超低温轴承润滑脂组合物及制备方法。

### 背景技术

[0002] 润滑脂是半固体状态的润滑剂,稠化剂、基础油以及添加剂三部分共同构成润滑脂的化学配方,其与润滑脂的制造工艺条件同为决定和影响润滑脂性能的重要因素。根据不同的使用工况,有针对性的选择和调整润滑脂的配方和制造工艺,可以制备出合适的润滑脂产品。

[0003] 目前,80%以上的滚动轴承采用润滑脂进行润滑保护。随着科技的不断进步,现代轴承使用的工况更加苛刻复杂,对润滑脂的要求也不断提高,主要体现在长寿命,适应高/低温、高/低速使用,低噪音等性能的要求。

[0004] 轴承润滑脂的低噪音性能是衡量其质量等级极为重要的一个因素。滚动轴承已经在家庭和工业上得到的应用逐渐增多,轴承振动和噪音越来越引起人们更多的关注。在工业设备、精密仪表、家用电器上,轴承往往是关键的机器零件,轴承能否正常和安静的运转,很大程度上决定着机器的稳定运行。轴承润滑脂为轴承的安静稳定的运转提供润滑保护,其基本原理是润滑油膜可以把钢球和套圈滚道分开从而提高轴承的耐磨性。因此根据不同的使用环境选择合适的静音润滑脂是极为关键的。

[0005] 满足润滑脂的低噪音性能为前提,还需要根据轴承的使用工况考虑润滑脂的高低温性能。对于低温环境下的滚动/滑动轴承,寒冷地区的户外工作的机电、低温液体输送泵电机、高负荷冷冻机械、极低温仪表等情况下使用的轴承,对润滑脂的超低温性能就有了很高的要求。超低温工况下,润滑脂的粘度变化过大,导致轴承的起动力矩较大,长期使用会导致机器电机等部件的损坏,从而影响设备的正常使用。

[0006] 目前,国内市场上还没有一款国内开发生产的超低温润滑脂。因此,开发一款应用于超低温度或者温度急剧变化的环境下操作的滚动/滑动轴承润滑的国产产品,掌握其核心技术,适用于超低温环境下使用的机械设备,滑轨、凸轮、导轨等,是很有必要的。

### 发明内容

[0007] 本发明的目的是提供一种超低温环境下使用的、具有良好超低温流动性、抗磨性能、防锈性能,同时具有超低温下的低起动/运转力矩的润滑脂,能够满足-60℃的超低温环境下使用的轴承的润滑和对润滑剂抗磨损性能优异的要求,起到降低振动,抗磨、防护的作用。

[0008] 本发明的技术如下:

[0009] 一种超低温轴承润滑脂组合物,按组合物的总重量百分比计,包括以下组分:

[0010] (1) 稠化剂 10-20%,为十二羟基硬脂酸锂和硬脂酸锂的复合皂;

[0011] (2) 基础油 75-85%;

[0012] (3) 添加剂 1.5-5% ;包括 : (a) 芳胺类和 / 或酚类抗氧化剂 0.5-4.0% ; (b) 磺酸盐类防锈剂 0.5-1.5% ; (c) 磷系抗磨剂 0.5-2% 。

[0013] 本发明所述的稠化剂为十二羟基硬脂酸锂和硬脂酸锂的复合皂, 其中十二羟基硬脂酸锂皂占稠化剂的质量分数在 10-30% 范围内。

[0014] 本发明所述的优选基础油的 40℃ 运动粘度为 10-30mm<sup>2</sup>/s, 基础油由酯类油和合成油复配调和得到, 其中酯类油的质量分数在 50-80% 。

[0015] 所述的基础油的黏度指数为不低于 130, 基础油的倾点不高于 -40℃ 。

[0016] 本发明所述的组合物在于抗氧化剂为芳胺类烷基化二苯胺或二苯胺衍生物或酚类抗氧化剂为 2,6-二叔丁基-对甲苯酚的一种或两种, 两种同时使用, 可按任意比例混配。

[0017] 本发明所述的防锈剂为油溶性磺酸盐的一种或两种, 可按任意比例混配。

[0018] 本发明所述的抗磨剂为磷系抗磨剂的一种或两种。两种同时使用, 可按任意比例混配。

[0019] 本发明所述的润滑脂组合物的制备方法, 其特征在于将稠化剂中硬脂酸先加入, 反应完成后再加入十二羟基硬脂酸进行反应。将 1/2 ~ 2/3 的基础油加入到反应釜中, 搅拌加热到 185-205℃, 加入剩余基础油冷却, 加入抗氧化剂后, 继续搅拌, 自然降温至 70 ~ 80℃ 后, 加入防锈剂和抗磨剂, 搅拌均匀, 并进行后处理后成品罐装。

[0020] 所述的组合物基础油的黏度指数为不低于 130 。

[0021] 本发明制得的润滑脂通过性能试验表现出以下优点 : (1) 采用十二羟基硬脂酸锂和硬脂酸锂的复合皂作为稠化剂, 使皂化反应更为完全, 缩短皂化时间, 制备的润滑脂氧化安定性较好。 (2) 由于采用低温性能较优的基础油, 使该润滑脂通过低温转矩试验, 表现出极低的启动 / 运转力矩, 通过润滑脂流压试验, 表现出较优的低温流动性能。 (3) 由于加入了优选的胺类或酚类抗氧化剂, 使得该润滑脂具有较长的氧化诱导期, 能够保证润滑脂和轴承的长使用寿命。 (4) 由于加入了高效的防锈剂, 通过润滑脂放腐蚀性测定试验, 表现出较优的防锈性能。

[0022] 本发明的低温转矩的测定采用日本 meihohsha 公司生产的 25Z-5B 型低温转矩试验机, 试验标准方法为 SH/T 0338。SH/T 0338 方法的测试条件为 : 温度 -50℃, 使用 D204 型单列向心球轴承, 内环转速 1r/min ; 本发明流压测试使用的标准方法是 DIN 51805。分析条件为 -40SSD2。本发明采用标准 GB/T 5018 方法测定润滑脂的防锈性能, 分析条件为 : 52℃、相对湿度为 100% 环境下, 静置 48h 。

## 具体实施方式

[0023] 下面通过具体实施例对本发明做进一步的阐述。

[0024] 组合物基础油的 40℃ 运动粘度优选为 10-30mm<sup>2</sup>/s ; 黏度指数为不低于 130 ; 稠化剂 10-20% ; 稠化剂是十二羟基硬脂酸锂和硬脂酸锂的复合皂 ; 基础油 75-85% ; 添加剂 1.5-5% , 包括 : (a) 芳胺类和 / 或酚类抗氧化剂 0.5-4.0% ; (b) 磺酸盐类防锈剂 0.5-1.5% ; (c) 磷系抗磨剂 0.5-2% 。

[0025] 下述各个实施例尽管所列是一个点的例子, 但对每个权利要求所述的范围都是可以达到同样的效果, 并非紧限于此条件。

[0026] 实施例 1-6 和比较例制备方法如下 :

[0027] 实施例 1 将稠化剂中硬脂酸 90g 先加入 400g 压釜油中,压釜油为合成油,将氢氧化锂 14.5g 加入,升温到 90℃,反应完成后再加入 10g 十二羟基硬脂酸进行反应。排水完成后,将 70g 酯类油加入到反应釜中,搅拌加热到 185-205℃,加入剩余的 400g 酯类油冷却,加入抗氧化剂 10g 二异辛基二苯胺后,继续搅拌,自然降温至 70~80℃后,加入防锈剂石油磺酸钡 5g,石油磺酸钠 5g,和抗磨剂 10g 亚磷酸二正丁酯,搅拌均匀,并进行后处理后,检测噪音水平,成品罐装。

[0028] 实施例 2 将稠化剂中硬脂酸 85g 先加入 345g 压釜油中,压釜油为合成油,将氢氧化锂 15.7g 加入,升温到 90℃,反应完成后再加入 15g 十二羟基硬脂酸进行反应。排水完成后,将 100g 酯类油加入到反应釜中,搅拌加热到 185-205℃,加入剩余的 400g 酯类油冷却,加入抗氧化剂 10g 二异辛基二苯胺后,继续搅拌,自然降温至 70~80℃后,加入防锈剂石油磺酸钡 10g,和抗磨剂 5g 亚磷酸二正丁酯、5g 三甲酚磷酸酯,搅拌均匀,并进行后处理后,检测噪音水平,成品罐装。

[0029] 实施例 3 将稠化剂中硬脂酸 80g 先加入 275g 压釜油中,压釜油为合成油,将氢氧化锂 15.7g 加入,升温到 90℃,反应完成后再加入 20g 十二羟基硬脂酸进行反应。排水完成后,将 200g 酯类油加入到反应釜中,搅拌加热到 185-205℃,加入剩余的 400g 酯类油冷却,加入抗氧化剂 5g 二异辛基二苯胺、10g 2,6-二-叔丁基-对甲苯酚后,继续搅拌,自然降温至 70~80℃后,加入防锈剂石油磺酸钠 5g,和抗磨剂 10g 三甲酚磷酸酯,搅拌均匀,并进行后处理后,检测噪音水平,成品罐装。

[0030] 实施例 4 将稠化剂中硬脂酸 85g 先加入 300g 压釜油中,压釜油为合成油,将氢氧化锂 15.7g 加入,升温到 90℃,反应完成后再加入 15g 十二羟基硬脂酸进行反应。排水完成后,将 100g 酯类油加入到反应釜中,搅拌加热到 185-205℃,加入剩余的 258g 酯类油和 150g 合成油进行冷却,加入抗氧化剂 5g 二异辛基二苯胺、10g 2,6-二-叔丁基-对甲苯酚后,继续搅拌,自然降温至 70~80℃后,加入防锈剂石油磺酸钠 10g,和抗磨剂 8g 三甲酚磷酸酯,搅拌均匀,并进行后处理后,检测噪音水平,成品罐装。

[0031] 实施例 5 将稠化剂中硬脂酸 160g 先加入 242g 压釜油中,压釜油为合成油,将氢氧化锂 31.4g 加入,升温到 90℃,反应完成后再加入 40g 十二羟基硬脂酸进行反应。排水完成后,将 128g 酯类油加入到反应釜中,搅拌加热到 185-205℃,加入剩余的 400g 酯类油进行冷却,加入抗氧化剂 10g 2,6-二-叔丁基-对甲苯酚后,继续搅拌,自然降温至 70~80℃后,加入防锈剂石油磺酸钡 5g,石油磺酸钠 10g,和抗磨剂 5g 三甲酚磷酸酯,搅拌均匀,并进行后处理后,检测噪音水平,成品罐装。

[0032] 实施例 6 将稠化剂中硬脂酸 90g 先加入 430g 压釜油中,压釜油为合成油,将氢氧化锂 31.4g 加入,升温到 90℃,反应完成后再加入 10g 十二羟基硬脂酸进行反应。排水完成后,将 30g 酯类油加入到反应釜中,搅拌加热到 185-205℃,加入剩余的 400g 酯类油进行冷却,加入抗氧化剂 5g 二异辛基二苯胺、10g 2,6-二-叔丁基-对甲苯酚后,继续搅拌,自然降温至 70~80℃后,加入防锈剂石油磺酸钡 10g,石油磺酸钠 10g,和抗磨剂 15g 三甲酚磷酸酯,搅拌均匀,并进行后处理后,检测噪音水平,成品罐装。

[0033] 比较例将稠化剂中硬脂酸 80g 先加入 400g 压釜油中,压釜油为合成油,将氢氧化锂 14.4g 加入,升温到 90℃,反应完成后再加入 10g 十二羟基硬脂酸进行反应。排水完成后,将 100g 合成油加入到反应釜中,搅拌加热到 185-205℃,加入剩余的 200g 酯类油和 205g 合

成油进行冷却,加入抗氧剂5g二苯胺后,继续搅拌,自然降温至70~80℃后,加入防锈剂石油磺酸钡5g,石油磺酸钠5g,搅拌均匀,并进行后处理后,检测噪音水平,成品罐装。

[0034] 比较例中稠化剂为硬脂酸锂皂,基础油酯类油的含量较低。

[0035] 实施例1-6组分含量见表1。

[0036] 表1实施例1-6与比较例组分含量(百分比)

[0037]

组分		实施例1	实施例2	实施例3	实施例4	实施例5	实施例6	比较例	
稠化剂	十二羟基硬脂酸锂	1	1.5	2	3	4	1	0	
	硬脂酸锂	9	8.5	8	12	16	9	8	
	稠化剂含量	10	10	10	15	20	10	8	
<hr/>									
基础油	酯类油	47	50	60	56.4	52.8	43	20	
	合成油	40	34.5	27.5	25.8	24.2	43	70.5	
添加剂	抗氧剂	二异辛基二苯胺	1	0.5	1	0.5	0	0.5	0
		2,6-二-叔丁基-对甲苯酚	0	1	0	0.5	1	1	0
		二苯胺	0	0	0	0	0	0	0.5
	防锈剂	石油磺酸钡	0.5	1	0	0	1	1	0.5
		石油磺酸钠	0.5	0	0.5	1	0.5	1	0.5
	抗磨剂	亚磷酸二正丁酯	1	0.5	0	0	0	0	0
		三甲酚磷酸酯	0	0.5	1	0.8	0.5	1.5	0
	总重量(g)		1000	1000	1000	1000	1000	1000	1000

[0038] 实施例1-6与比较例性能数据见表2。

[0039] 表2实施例1-6与比较例性能数据

[0040]

实验项目	实施例 1	实施例 2	实施例 3	实施例 4	实施例 5	实施例 6	比较例	实验方法
低温转矩, -50℃, 起动/运转 Nm	0.0712/ 0.0208	0.0534/ 0.0188	0.0465/0 .0152	0.0452/0 .0168	0.0539/0 .0196	0.0629/0 .0204	0.0954/ 0.0436	SH/T 0338
流动压力, -40℃, mbar	852	716	665	889	1005	908	1400	DIN 51805
基础油黏度 (40℃) mm <sup>2</sup> /s	21	19.3	16	16	16	22.5	32.3	GB/T 265
基础油凝点 ℃	-65	-68	-71	-71	-71	-63	-60	GB/T 3535
腐蚀 (100℃, 24h, T <sub>2</sub> Cu)	合格							GB/T 7326
防腐蚀性 (52℃, 48h)	合格							GB/T 5018
氧化诱导期 (210℃) min	12.2	18.8	13.8	14.6	10.1	19.6	6.5	SH/T 0790

[0041] 由实施例和比较例的性能比较可以看出,本发明的超低温轴承润滑脂具有良好的低温流动性,该含浸润滑脂较低的起动、运转转矩和良好的防腐蚀性能,并且具有较长的氧化诱导期,保证该润滑脂和轴承在 -60℃超低温环境下的长使用寿命。

[0042] 从以上案例可得出如下结论:1) 采用十二羟基硬脂酸锂和硬脂酸锂的复合皂作为稠化剂,制备的润滑脂氧化安定性较好。(2) 由于采用低温性能较优的基础油,使该润滑脂表现出极低的起动 / 运转力矩和较优的低温流动性能。(3) 由于加入了优选的胺类或酚类抗氧化剂,使得该润滑脂具有较长的氧化诱导期,能够保证润滑脂和轴承的长使用寿命。(4) 由于加入了高效的防锈剂,表现出较优的防锈性能。