



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 110387281 A

(43)申请公布日 2019.10.29

(21)申请号 201910563231.6

C10N 30/06(2006.01)

(22)申请日 2019.06.26

(71)申请人 包头协同纳米新材料科技有限公司

地址 014030 内蒙古自治区包头市青山区
装备制造产业园区世纪路东侧(包头
北大科技园13号楼2层包头北大创业
孵化营202室)

申请人 北京大学包头创新研究院

(72)发明人 孙大陟 张至

(74)专利代理机构 北京格旭知识产权代理事务
所(普通合伙) 11443

代理人 雒纯丹

(51)Int.Cl.

C10M 141/06(2006.01)

C10M 161/00(2006.01)

权利要求书2页 说明书11页 附图1页

(54)发明名称

碳纳米管/零维纳米材料复合材料及其制法
和应用

(57)摘要

本发明涉及一种碳纳米管/零维纳米材料复合材料,其特征在于,碳纳米管和零维纳米材料分别经油性分散剂改性后得到改性碳纳米管和改性零维纳米材料,在改性碳纳米管上负载改性零维纳米材料后得到所述碳纳米管/零维纳米材料复合材料。本发明所得碳纳米管/零维纳米材料复合材料可作为润滑抗磨剂,添加到润滑油中,可有效改善润滑油的抗磨性能,且本发明所述方法成本较低,操作简单,高效环保,具有广泛的应用前景。

1. 一种碳纳米管/零维纳米材料复合材料,其特征在于,碳纳米管和零维纳米材料分别经油性分散剂改性后得到改性碳纳米管和改性零维纳米材料,在改性碳纳米管上负载改性零维纳米材料后得到所述碳纳米管/零维纳米材料复合材料。

2. 根据权利要求1所述复合材料,其中,所述油性分散剂选自脂肪伯胺或聚醚胺。

3. 根据权利要求1或2所述复合材料,其中,所述零维纳米材料选自金属或金属化合物,所述金属选自镁、铝和位于元素周期表第4周期和第5周期且属于IB、IIB、IIIB、IVB、VB、VIB、VIIB、VIII、IIIA、IVA族中的一种或两种以上金属元素,优选选自铜、锌、镁、铝、钛、锆、锡、铁中的一种或两种以上;所述金属化合物为一种或两种以上的上述金属的氧化物。

4. 根据权利要求1-3任一项所述复合材料,其中,所述碳纳米管与油性分散剂总量的质量比为(0.5-2.5):20,优选为(0.5-2):20。

5. 根据权利要求1-4任一项所述复合材料,其中,所述零维纳米材料与油性分散剂总量的质量比为(1-10):20,优选为(1-5):20。

6. 根据权利要求1-5任一项所述复合材料,其中,所述碳纳米管的长度为10nm-10 μ m,直径为2nm-50nm。

7. 根据权利要求1-6任一项所述复合材料,其中,所述零维纳米材料的粒径为10nm-10 μ m。

8. 根据权利要求2-6任一项所述复合材料,其中,所述脂肪伯胺主链包含碳链长度为C6-C22的饱和烃基或C6-C22不饱和烃基,所述不饱和烃基优选为烯烃基。

9. 根据权利要求1-8任一项所述复合材料,其中,所述复合材料由包含下述步骤的方法制备得到:

(1) 将碳纳米管与油性分散剂混合,反应后得到改性碳纳米管;

(2) 将零维纳米材料与油性分散剂混合,反应后得到改性零维纳米材料;

(3) 将所述改性碳纳米管和所述改性零维纳米材料混合后,得到所述碳纳米管/零维纳米材料复合材料。

10. 一种复合纳米润滑油,其特征在于,包括权利要求1-9任一项所述碳纳米管/零维纳米材料复合材料和润滑油。

11. 根据权利要求10所述复合纳米润滑油,其中,所述复合材料与润滑油的质量比为(0.5-5):100,优选为(0.5-3):100。

12. 一种碳纳米管/零维纳米材料复合材料的制备方法,其特征在于,包括下述步骤:

(1) 将碳纳米管与油性分散剂混合,反应后得到改性碳纳米管;

(2) 将零维纳米材料与油性分散剂混合,反应后得到改性零维纳米材料;

(3) 将所述改性碳纳米管和所述改性零维纳米材料混合后,得到所述碳纳米管/零维纳米材料复合材料。

13. 根据权利要求12所述制备方法,其中,步骤(3)中,将所述改性碳纳米管和所述改性零维纳米材料混合后,还包括球磨的过程。

14. 一种复合纳米润滑油的制备方法,其特征在于,包括下述步骤:

将权利要求1-9任一项所述碳纳米管/零维纳米材料复合材料加入润滑油中,得到复合纳米润滑油。

15. 权利要求1-9任一项所述碳纳米管/零维纳米材料复合材料或权利要求10-11任一

项所述复合纳米润滑油在润滑油领域的应用。

碳纳米管/零维纳米材料复合材料及其制法和应用

技术领域

[0001] 本发明涉及材料领域,主要涉及抗磨材料领域,具体涉及一种碳纳米管/零维纳米材料复合材料及其制法和应用。

背景技术

[0002] 在润滑油中添加特定的无机纳米材料可以极大的提升润滑油的润滑抗磨效果。常用的纳米润滑添加材料包括金属及金属氧化物纳米颗粒、陶瓷纳米颗粒、稀土化合物纳米颗粒、碳纳米材料,以及其他无机非金属纳米材料等。将这些纳米材料均匀稳定的分散到油相中都可以不同程度的提高润滑油的润滑抗磨效果。

[0003] ZL201410382805.7发明了一种将二维纳米材料,如磷酸锆纳米片与零维纳米颗粒,如铜纳米颗粒通过协同分散混合的方法,极大的提高了二者在油相中的分散性,制备了不同结构纳米材料的二元润滑体系,并极大的提高了纳米润滑油的润滑抗磨效果。

[0004] 申请号为201410345812.X的发明专利公开了一种极压抗磨剂,包括硅粉1-10%、氧化镁0.5-5%、铝粉20-70%、磷酸酯0.5-5%、镍粉0.1-1%、二卞二硫0.1-1%、环烷酸钼1-5%和二硫化钼5-10%,可增加零件表面的硬度,提高耐磨性,延长摩擦零件的工作寿命。

[0005] 申请号为201510508363.0的发明专利公开了一种发动机油抗磨剂,有基础油、抗氧剂、清净剂、分散剂、极压抗磨剂、锈蚀抑制剂、降凝剂、金属减活剂、纳米锌、二硫化钨组成,所述极压抗磨剂为硫代磷酸三苯酯。此抗磨剂能充分发挥润滑油的全面功效,对机械设备的老化磨损有很强的修复作用。

发明内容

[0006] 本发明解决的技术问题是:目前润滑油抗磨剂仍存在絮凝或沉淀的现象,且成本较高,润滑油的抗磨性能还有待提高。

[0007] 为解决上述技术问题,本发明提供一种将一维纳米材料碳纳米管与零维纳米颗粒复合,制备纳米润滑抗磨剂及纳米润滑油的方法,通过摩擦测试发现,这种同时包含一维与零维纳米材料的结构复合型纳米润滑油的效果要好于每个单独使用的纳米材料。

[0008] 具体来说,针对现有技术的不足,本发明提供了如下技术方案:

[0009] 一种碳纳米管/零维纳米材料复合材料,其特征在于,碳纳米管和零维纳米材料分别经油性分散剂改性后得到改性碳纳米管和改性零维纳米材料,在改性碳纳米管上负载改性零维纳米材料后得到所述碳纳米管/零维纳米材料复合材料。

[0010] 优选的,上述复合材料中,所述油性分散剂选自脂肪伯胺或聚醚胺。

[0011] 优选的,上述复合材料中,所述零维纳米材料选自金属或金属化合物,所述金属选自镁、铝和位于元素周期表第4周期和第5周期且属于IB、IIB、IIIB、IVB、VB、VIB、VIIB、VIII、IIIA、IVA族中的一种或两种以上金属元素,优选选自铜、锌、镁、铝、钛、锆、锡、铁中的一种或两种以上;所述金属化合物为一种或两种以上的上述金属的氧化物。

[0012] 其中,所述金属化合物选自氧化锆、氧化铜、氧化钛或氧化铝的一种或两种以上。

- [0013] 优选的,上述复合材料中,所述碳纳米管与油性分散剂总量的质量比为(0.5-2.5):20,优选为(0.5-2):20。
- [0014] 优选的,上述复合材料中,所述零维纳米材料与油性分散剂总量的质量比为(1-10):20,优选为(1-5):20。
- [0015] 优选的,上述复合材料中,碳纳米管与零维纳米材料的总量与油性分散剂的质量比为(2-6):20,更优选的,碳纳米管与零维纳米材料的总量与油性分散剂的质量比为(3.5-6):20。
- [0016] 优选的,上述复合材料中,零维纳米材料与碳纳米管的质量比为(1-10):1,更优选的,零维纳米材料与碳纳米管的质量比为(3-6):1。
- [0017] 优选的,碳纳米管:零维纳米材料:分散剂=1:3:20。
- [0018] 优选的,上述复合材料中,所述碳纳米管的长度为10nm-10 μ m,直径为2nm-50nm。
- [0019] 优选的,上述复合材料中,所述零维纳米材料的粒径为10nm-10 μ m。
- [0020] 优选的,上述复合材料中,所述脂肪伯胺主链包含碳链长度为C6-C22的饱和烃基或C6-C22不饱和烃基的伯胺,优选的,所述不饱和烃基为烯烃基。
- [0021] 优选的,上述复合材料中,所述烯烃基中碳碳双键的个数为1-4个。
- [0022] 优选的,所述伯胺的碳链长度优选为C12-C20。
- [0023] 更优选的,所述伯胺的碳链长度为C18,所述伯胺为油胺,即9-十八烯胺。
- [0024] 优选的,上述复合材料中,所述聚醚胺主链为聚醚结构,末端含有胺基官能团;优选的,所述聚醚胺中醚基的数量为5-100个
- [0025] 优选的,上述复合材料中,所述复合材料由包含下述步骤的方法制备得到:
- [0026] (1) 将碳纳米管与油性分散剂混合,反应后得到改性碳纳米管;
- [0027] (2) 将零维纳米材料与油性分散剂混合,反应后得到改性零维纳米材料;
- [0028] (3) 将所述改性碳纳米管和所述改性零维纳米材料混合后,得到所述碳纳米管/零维纳米材料复合材料。
- [0029] 本发明还提供一种复合纳米润滑油,其特征在于,包括上述碳纳米管/零维纳米材料复合材料和润滑油。
- [0030] 优选的,上述复合纳米润滑油中,所述复合材料与润滑油的质量比为(0.5-5):100,优选为(0.5-3):100。
- [0031] 优选的,所述复合材料与润滑油的质量比为(1.0-3):100,更优选为3:100。
- [0032] 优选的,上述复合纳米润滑油中,所述复合纳米润滑油的摩擦系数为0.15-0.4,优选为0.2-0.3,磨斑直径为1.0-3.0,优选为1.0-2.0。
- [0033] 本发明还提供上述碳纳米管/零维纳米材料复合材料的制备方法,其特征在于,包括下述步骤:
- [0034] (1) 将碳纳米管与油性分散剂混合,反应后得到改性碳纳米管;
- [0035] (2) 将零维纳米材料与油性分散剂混合,反应后得到改性零维纳米材料;
- [0036] (3) 将所述改性碳纳米管和所述改性零维纳米材料混合后,得到所述碳纳米管/零维纳米材料复合材料。
- [0037] 优选的,上述制备方法中,步骤(1)中,碳纳米管与油性分散剂的质量比为1:(0.01-50),优选为1:(2-20)。

[0038] 优选的,上述制备方法中,步骤(2)中,零维纳米材料与油性分散剂的质量比为1:(0.1-50),优选为1:(1-10)。

[0039] 优选的,上述制备方法中,步骤(3)中,将所述改性碳纳米管和所述改性零维纳米材料混合后,还包括球磨的过程。

[0040] 本发明还提供上述复合纳米润滑油的制备方法,其特征在于,包括下述步骤:

[0041] 将上述碳纳米管/零维纳米材料复合材料加入润滑油中,得到复合纳米润滑油。

[0042] 本发明还提供上述碳纳米管/零维纳米材料复合材料或上述复合纳米润滑油在润滑油领域的应用。

[0043] 本发明中,所述零维纳米材料指的是三维空间中至少有一维处于纳米尺度范围(1-100nm)的颗粒。

[0044] 本发明的优点是:本发明所得碳纳米管/零维纳米材料复合材料可作为润滑抗磨剂,添加到润滑油中,可有效改善润滑油的抗磨性能,且本发明所述方法成本较低,操作简单,高效环保,具有广泛的应用前景。

附图说明

[0045] 图1为实施例1所得氧化锆的透射电子显微镜图。

[0046] 图2为实施例1所用多壁碳纳米管的透射电子显微镜图。

具体实施方式

[0047] 鉴于目前润滑油的抗磨性能还有待提高,本发明提供一种碳纳米管/零维纳米材料复合材料以及包含此材料的复合润滑油,将碳纳米管和氧化锆分别用油性分散剂改性后,再将改性氧化锆负载于改性碳纳米管上,制得复合材料,将此材料加入润滑油中,可极大改善润滑油的抗磨性能。

[0048] 一种优选的实施方式中,本发明所述复合材料的制备方法为:将碳纳米管与氧化锆纳米颗粒分别加入油胺中,搅拌混合后置于球磨机中研磨30min后取出,得到碳纳米管-氧化锆纳米润滑抗磨剂。其中:碳纳米管与氧化锆纳米颗粒的质量比例为1:(1-5),优选为1:3。

[0049] 一维纳米材料:碳纳米管:单壁碳纳米管或多壁碳纳米管及其衍生物,碳纳米管来源:深圳市纳米港有限公司。

[0050] 油溶性分散剂:油胺或其他油溶性分散剂。本实验使用的油胺从阿拉丁试剂公司购买。

[0051] 本发明中,所述油性分散剂选自脂肪伯胺或聚醚胺。

[0052] 所述脂肪伯胺指的是主链包含碳链长度为C6-C22的饱和烃基或C6-C22的不饱和烃基,末端含有胺基官能团。例如:正己胺,正辛胺,正癸胺,正十二胺或油胺等。

[0053] 优选的,所述脂肪伯胺的不饱和烃基为烯烃基,更优选的,所述烯烃基中碳碳双键的个数为1-4个。

[0054] 优选的,所述伯胺的碳链长度为C12-C20,更优选的为18,所述伯胺为油胺,即9-十八烯胺。

[0055] 本发明所述聚醚胺指的是主链为聚醚结构,末端含有胺基官能团的聚合物,例如:

Jeffamine聚醚胺D230,D400,D2000或T403等。

[0056] 优选的,所述聚醚胺中醚基的数量为5-100个,例如:聚醚胺D2000,醚基个数为33个。

[0057] 本发明中较优的配方是:润滑油中含有纳米复合润滑抗磨剂3.0%,其中纳米复合润滑抗磨添加剂中碳纳米管:氧化锆:油胺=1:3:20。

[0058] 氧化锆是一种零维无机纳米颗粒材料,本发明中,所述氧化锆纳米颗粒的合成方法包括下述步骤:

[0059] 在氯氧化锆水溶液中加入氨水,调节pH为8-10,反应后将样品洗涤干燥后,在800-1000℃煅烧2-5h,得到氧化锆;其中,氯氧化锆的浓度为0.2-0.5mol/L,氯氧化锆水溶液与氨水的体积比为100:(0.1-10)。

[0060] 一种优选的实施方式中,氧化锆的制备方法为:配制 $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ (阿拉丁购买)的摩尔浓度为0.2mol/L的水溶液,搅拌混合均匀后,向混合液中加入适量氨水,调节混合液的pH=9,抽滤洗涤后的样品于100℃下干燥2h,之后900℃高温煅烧2h。

[0061] 其中,油溶性分散剂为油胺或油溶性聚醚胺等。

[0062] 另一种优选的实施方式中,本发明所述复合润滑油的配方为:研磨好的纳米润滑抗磨剂加入到基础矿物油(韩国双龙润滑油科技有限公司)中机械搅拌均匀,制备成纳米润滑油。抗磨剂在润滑油中的浓度为0.5-5%,优选3%。

[0063] 将纳米润滑油通过ASTM G99-95标准进行球盘法摩擦测试。

[0064] 下面通过具体实施例来进一步说明本发明所述碳纳米管/零维纳米材料复合材料、复合润滑油及其制法和应用。

[0065] 在下面的实施例中,所用的各试剂和仪器的信息如下:

[0066] 表1本发明实施例中所用试剂信息

[0067]

实验材料	规格	厂家
$ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$	纯度:99%	上海阿拉丁生化科技股份有限公司
矿物油	赛氏粘度:250N	韩国双龙润滑油科技有限公司
单壁碳纳米管	灰分:<3%	深圳市纳米港有限公司
多壁碳纳米管	灰分:<3%	深圳市纳米港有限公司
油胺	9-十八烯胺	上海阿拉丁生化科技股份有限公司
正己胺		上海阿拉丁生化科技股份有限公司
正十二胺		上海阿拉丁生化科技股份有限公司
聚醚胺D2000		上海阿拉丁生化科技股份有限公司
氧化钛		上海阿拉丁生化科技股份有限公司
氧化镁		上海阿拉丁生化科技股份有限公司

[0068] 表2本发明实施例中所用设备信息

[0069]

实验设备	型号	厂家
球磨机	YXQM-2L	长沙米淇仪器设备有限公司
箱式炉	KSL-1400X	合肥科晶材料技术有限公司

高分辨透射电子显微镜 (TEM)	FEI Tecnai G2F30	美国FEI公司
摩擦磨损测试仪	UMT-2	德国布鲁克公司

[0070] 实施例1

[0071] 一、氧化锆的制备

[0072] 配制 $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ 的摩尔浓度为0.2mol/L的水溶液,搅拌混合均匀后,向100ml混合液中加入1ml浓氨水,调节混合液的pH=9,抽滤洗涤后的样品于100℃下干燥2h,之后利用箱式炉,在空气气氛下900℃高温煅烧2h,得到氧化锆。

[0073] 氧化锆的透射电子显微镜图 (TEM图) 如图1所示,由图可以看出制备的氧化锆颗粒粒径为40nm。

[0074] 二、碳纳米管/氧化锆复合纳米材料的制备

[0075] (1) 将1g多壁碳纳米管加入5g油胺中,搅拌后得到改性碳纳米管;

[0076] (2) 将3g氧化锆加入15g油胺中,搅拌后得到改性氧化锆;

[0077] (3) 将改性碳纳米管与改性氧化锆加入球磨机中混合,球磨30min后取出,得到碳纳米管/氧化锆复合纳米材料。

[0078] 原料多壁碳纳米管的透射电子显微镜图 (TEM图) 如图2所示,由图可以看出,未经处理的多壁碳纳米管团聚现象严重。通过透射电子显微镜检测可知所得碳纳米管/氧化锆复合材料中,两种结构不同的纳米材料都能得到很好的分散。

[0079] 三、复合纳米润滑油的制备

[0080] 取上述碳纳米管/氧化锆复合纳米材料0.5g,加入100g矿物油中,机械搅拌均匀后得到复合纳米润滑油,其中,复合纳米材料占矿物油质量的0.5%。

[0081] 实施例2

[0082] 一、氧化锆的制备

[0083] 配制 $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ 的摩尔浓度为0.5mol/L的水溶液,搅拌混合均匀后,向100ml混合液中加入2ml浓氨水,调节混合液的pH=8,抽滤洗涤后的样品于100℃下干燥2h,之后利用箱式炉,在空气气氛下800℃高温煅烧5h,得到氧化锆。

[0084] 用实施例1相同的方法检测本实施例所得氧化锆的粒径为45nm。

[0085] 二、碳纳米管/氧化锆复合纳米材料的制备

[0086] (1) 将1g多壁碳纳米管加入5g油胺中,搅拌后得到改性碳纳米管;

[0087] (2) 将3g氧化锆加入15g油胺中,搅拌后得到改性氧化锆;

[0088] (3) 将改性碳纳米管与改性氧化锆加入球磨机中混合,球磨30min后取出,得到碳纳米管/氧化锆复合纳米材料。

[0089] 三、复合纳米润滑油的制备

[0090] 取上述碳纳米管/氧化锆复合纳米材料1g,加入100g矿物油中,机械搅拌均匀后得到复合纳米润滑油,其中,复合纳米材料占矿物油质量的1%。

[0091] 实施例3

[0092] 一、氧化锆的制备

[0093] 配制 $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ 的摩尔浓度为0.3mol/L的水溶液,搅拌混合均匀后,向100ml混合液中加入1.5ml浓氨水,调节混合液的pH=10,抽滤洗涤后的样品于100℃下干燥2h,之后利用箱式炉,在空气气氛下1000℃高温煅烧2h,得到氧化锆。

[0094] 用实施例1相同的方法检测本实施例所得氧化锆的粒径为43nm。

[0095] 二、碳纳米管/氧化锆复合纳米材料的制备

[0096] (1) 将1g多壁碳纳米管加入5g油胺中,搅拌后得到改性碳纳米管;

[0097] (2) 将3g氧化锆加入15g油胺中,搅拌后得到改性氧化锆;

[0098] (3) 将改性碳纳米管与改性氧化锆加入球磨机中混合,球磨30min后取出,得到碳纳米管/氧化锆复合纳米材料。

[0099] 三、复合纳米润滑油的制备

[0100] 取上述碳纳米管/氧化锆复合纳米材料3g,加入100g矿物油中,机械搅拌均匀后得到复合纳米润滑油,其中,复合纳米材料占矿物油质量的3%。

[0101] 实施例4

[0102] 一、氧化锆的制备

[0103] 配制 $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ 的摩尔浓度为0.2mol/L的水溶液,搅拌混合均匀后,向100ml混合液中加入1ml浓氨水,调节混合液的pH=9,抽滤洗涤后的样品于100℃下干燥2h,之后利用箱式炉,在空气气氛下900℃高温煅烧2h,得到氧化锆。

[0104] 用实施例1相同的方法检测本实施例所得氧化锆的粒径为40nm。

[0105] 二、碳纳米管/氧化锆复合纳米材料的制备

[0106] (1) 将1g多壁碳纳米管加入5g油胺中,搅拌后得到改性碳纳米管;

[0107] (2) 将3g氧化锆加入15g油胺中,搅拌后得到改性氧化锆;

[0108] (3) 将改性碳纳米管与改性氧化锆加入球磨机中混合,球磨30min后取出,得到碳纳米管/氧化锆复合纳米材料。

[0109] 三、复合纳米润滑油的制备

[0110] 取上述碳纳米管/氧化锆复合纳米材料5g,加入100g矿物油中,机械搅拌均匀后得到复合纳米润滑油,其中,复合纳米材料占矿物油质量的5%。

[0111] 实施例5

[0112] 一、氧化锆的制备

[0113] 配制 $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ 的摩尔浓度为0.2mol/L的水溶液,搅拌混合均匀后,向100ml混合液中加入1ml浓氨水,调节混合液的pH=9,抽滤洗涤后的样品于100℃下干燥2h,之后利用箱式炉,在空气气氛下900℃高温煅烧2h,得到氧化锆。

[0114] 用实施例1相同的方法检测本实施例所得氧化锆的粒径为40nm。

[0115] 二、碳纳米管/氧化锆复合纳米材料的制备

[0116] (1) 将1g多壁碳纳米管加入10g油胺中,搅拌后得到改性碳纳米管;

[0117] (2) 将1g氧化锆加入10g油胺中,搅拌后得到改性氧化锆;

[0118] (3) 将改性碳纳米管与改性氧化锆加入球磨机中混合,球磨30min后取出,得到碳纳米管/氧化锆复合纳米材料。

[0119] 三、复合纳米润滑油的制备

[0120] 取上述碳纳米管/氧化锆复合纳米材料3g,加入100g矿物油中,机械搅拌均匀后得到复合纳米润滑油,其中,复合纳米材料占矿物油质量的3%。

[0121] 实施例6

[0122] 一、氧化锆的制备

[0123] 配制 $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$ 的摩尔浓度为0.2mol/L的水溶液,搅拌混合均匀后,向100ml混合液中加入1ml浓氨水,调节混合液的pH=9,抽滤洗涤后的样品于100℃下干燥2h,之后利用箱式炉,在空气气氛下900℃高温煅烧2h,得到氧化锆。

[0124] 用实施例1相同的方法检测本实施例所得氧化锆的粒径为40nm。

[0125] 二、碳纳米管/氧化锆复合纳米材料的制备

[0126] (1) 将1g多壁碳纳米管加入5g油胺中,搅拌后得到改性碳纳米管;

[0127] (2) 将5g氧化锆加入15g油胺中,搅拌后得到改性氧化锆;

[0128] (3) 将改性碳纳米管与改性氧化锆加入球磨机中混合,球磨30min后取出,得到碳纳米管/氧化锆复合纳米材料。

[0129] 三、复合纳米润滑油的制备

[0130] 取上述碳纳米管/氧化锆复合纳米材料3g,加入100g矿物油中,机械搅拌均匀后得到复合纳米润滑油,其中,复合纳米材料占矿物油质量的3%。

[0131] 实施例7

[0132] 一、氧化锆的制备

[0133] 用实施例1相同的方法制备氧化锆。

[0134] 二、碳纳米管/氧化锆复合纳米材料的制备

[0135] (1) 将0.5g单壁碳纳米管加入5g油胺中,搅拌后得到改性碳纳米管;

[0136] (2) 将3g氧化锆加入15g油胺中,搅拌后得到改性氧化锆;

[0137] (3) 将改性碳纳米管与改性氧化锆加入球磨机中混合,球磨30min后取出,得到碳纳米管/氧化锆复合纳米材料。

[0138] 三、复合纳米润滑油的制备

[0139] 取上述碳纳米管/氧化锆复合纳米材料3g,加入100g矿物油中,机械搅拌均匀后得到复合纳米润滑油,其中,复合纳米材料占矿物油质量的3%。

[0140] 实施例8

[0141] 一、氧化锆的制备

[0142] 用实施例1相同的方法制备氧化锆。

[0143] 二、碳纳米管/氧化锆复合纳米材料的制备

[0144] (1) 将0.5g多壁碳纳米管加入10g正己胺中,搅拌后得到改性碳纳米管;

[0145] (2) 将1g氧化锆加入10g正己胺中,搅拌后得到改性氧化锆;

[0146] (3) 将改性碳纳米管与改性氧化锆加入球磨机中混合,球磨30min后取出,得到碳纳米管/氧化锆复合纳米材料。

[0147] 三、复合纳米润滑油的制备

[0148] 取上述碳纳米管/氧化锆复合纳米材料3g,加入100g矿物油中,机械搅拌均匀后得到复合纳米润滑油,其中,复合纳米材料占矿物油质量的3%。

[0149] 实施例9

[0150] 一、氧化锆的制备

[0151] 用实施例1相同的方法制备氧化锆。

[0152] 二、碳纳米管/氧化锆复合纳米材料的制备

[0153] (1) 将0.5g多壁碳纳米管加入5g油胺中,搅拌后得到改性碳纳米管;

[0154] (2) 将5g氧化锆加入15g油胺中,搅拌后得到改性氧化锆;

[0155] (3) 将改性碳纳米管与改性氧化锆加入球磨机中混合,球磨30min后取出,得到碳纳米管/氧化锆复合纳米材料。

[0156] 三、复合纳米润滑油的制备

[0157] 取上述碳纳米管/氧化锆复合纳米材料3g,加入100g矿物油中,机械搅拌均匀后得到复合纳米润滑油,其中,复合纳米材料占矿物油质量的3%。

[0158] 实施例10

[0159] 一、氧化锆的制备

[0160] 用实施例1相同的方法制备氧化锆。

[0161] 二、碳纳米管/氧化钛复合纳米材料的制备

[0162] (1) 将2g多壁碳纳米管加入10g正十二胺中,搅拌后得到改性碳纳米管;

[0163] (2) 将3g氧化钛加入10g正十二胺中,搅拌后得到改性氧化锆;

[0164] (3) 将改性碳纳米管与改性氧化锆加入球磨机中混合,球磨30min后取出,得到碳纳米管/氧化锆复合纳米材料。

[0165] 三、复合纳米润滑油的制备

[0166] 取上述碳纳米管/氧化锆复合纳米材料3g,加入100g矿物油中,机械搅拌均匀后得到复合纳米润滑油,其中,复合纳米材料占矿物油质量的3%。

[0167] 实施例11

[0168] 一、氧化锆的制备

[0169] 用实施例1相同的方法制备氧化锆。

[0170] 二、碳纳米管/氧化锆复合纳米材料的制备

[0171] (1) 将2g多壁碳纳米管加入10g油胺中,搅拌后得到改性碳纳米管;

[0172] (2) 将1g氧化锆加入10g油胺中,搅拌后得到改性氧化锆;

[0173] (3) 将改性碳纳米管与改性氧化锆加入球磨机中混合,球磨30min后取出,得到碳纳米管/氧化锆复合纳米材料。

[0174] 三、复合纳米润滑油的制备

[0175] 取上述碳纳米管/氧化锆复合纳米材料3g,加入100g矿物油中,机械搅拌均匀后得到复合纳米润滑油,其中,复合纳米材料占矿物油质量的3%。

[0176] 实施例12

[0177] 一、氧化锆的制备

[0178] 用实施例1相同的方法制备氧化锆。

[0179] 二、碳纳米管/氧化镁复合纳米材料的制备

[0180] (1) 将2g多壁碳纳米管加入5g聚醚胺D2000中,搅拌后得到改性碳纳米管;

[0181] (2) 将5g氧化镁加入15g聚醚胺D2000中,搅拌后得到改性氧化锆;

[0182] (3) 将改性碳纳米管与改性氧化锆加入球磨机中混合,球磨30min后取出,得到碳纳米管/氧化锆复合纳米材料。

[0183] 三、复合纳米润滑油的制备

[0184] 取上述碳纳米管/氧化锆复合纳米材料3g,加入100g矿物油中,机械搅拌均匀后得到复合纳米润滑油,其中,复合纳米材料占矿物油质量的3%。

- [0185] 实施例13
- [0186] 一、氧化锆的制备
- [0187] 用实施例1相同的方法制备氧化锆。
- [0188] 二、碳纳米管/氧化锆复合纳米材料的制备
- [0189] (1) 将2.5g多壁碳纳米管加入10g油胺中,搅拌后得到改性碳纳米管;
- [0190] (2) 将3g氧化锆加入10g油胺中,搅拌后得到改性氧化锆;
- [0191] (3) 将改性碳纳米管与改性氧化锆加入球磨机中混合,球磨30min后取出,得到碳纳米管/氧化锆复合纳米材料。
- [0192] 三、复合纳米润滑油的制备
- [0193] 取上述碳纳米管/氧化锆复合纳米材料3g,加入100g矿物油中,机械搅拌均匀后得到复合纳米润滑油,其中,复合纳米材料占矿物油质量的3%。
- [0194] 实施例14
- [0195] 一、氧化锆的制备
- [0196] 用实施例1相同的方法制备氧化锆。
- [0197] 二、碳纳米管/氧化锆复合纳米材料的制备
- [0198] (1) 将1g多壁碳纳米管加入5g油胺中,搅拌后得到改性碳纳米管;
- [0199] (2) 将8g氧化锆加入15g油胺中,搅拌后得到改性氧化锆;
- [0200] (3) 将改性碳纳米管与改性氧化锆加入球磨机中混合,球磨30min后取出,得到碳纳米管/氧化锆复合纳米材料。
- [0201] 三、复合纳米润滑油的制备
- [0202] 取上述碳纳米管/氧化锆复合纳米材料3g,加入100g矿物油中,机械搅拌均匀后得到复合纳米润滑油,其中,复合纳米材料占矿物油质量的3%。
- [0203] 实施例15
- [0204] 取实施例1所得碳纳米管/氧化锆复合纳米材料8g,加入100g矿物油中,机械搅拌均匀后得到复合纳米润滑油,其中,复合纳米材料占矿物油质量的8%。
- [0205] 实施例16
- [0206] 将油酸作为油性分散剂,用实施例1相同的方法制备得到润滑油。
- [0207] 对比例1
- [0208] 取100g矿物油,即为对比例1所述润滑油。
- [0209] 对比例2
- [0210] (1) 将1g多壁碳纳米管加入20g油胺中,球磨30min后取出,得到抗磨剂。
- [0211] (2) 将3g上述抗磨剂加入100g矿物油中,得到润滑油。
- [0212] 对比例3
- [0213] (1) 将3g实施例1所得氧化锆加入20g油胺中,球磨30min后取出,得到抗磨剂。
- [0214] (2) 将3g上述抗磨剂加入100g矿物油中,得到润滑油。
- [0215] 对比例4
- [0216] 取实施例1原料中未处理的多壁碳纳米管3g加入100g矿物油中,形成润滑油。
- [0217] 对比例5
- [0218] (1) 取实施例1原料中未处理的多壁碳纳米管1g,与实施例1所得氧化锆3g混合后,

球磨30min得到抗磨剂；

[0219] (2) 取上述步骤所得抗磨剂3g加入100g矿物油中，形成润滑油。

[0220] 将上述实施例和对比例所得纳米润滑油通过ASTM G99-95标准进行球盘法摩擦测试，所得结果如表3所示。

[0221] 表3实施例1中各样品的抗磨性能

[0222]

	样品	摩擦系数	磨斑直径 (mm)
实施例 1	矿物油+纳米复合润滑抗磨剂 (0.5%) (多壁碳纳米管: 氧化锆: 油胺=1:3: 20)	0.29	2.0
实施例 2	矿物油+纳米复合润滑抗磨剂 (1.0%) (多壁碳纳米管: 氧化锆: 油胺=1:3: 20)	0.27	1.8
实施例 3	矿物油+纳米复合润滑抗磨剂 (3.0%) (多壁碳纳米管: 氧化锆: 油胺=1:3: 20)	0.22	1.4
实施例 4	矿物油+纳米复合润滑抗磨剂 (5.0%) (多壁碳纳米管: 氧化锆: 油胺=1:3: 20)	0.24	1.5
实施例 5	矿物油+纳米复合润滑抗磨剂 (3.0%) (多壁碳纳米管: 氧化锆: 油胺=1:1: 20)	0.28	1.8
实施例 6	矿物油+纳米复合润滑抗磨剂 (3.0%) (多壁碳纳米管: 氧化锆: 油胺=1:5: 20)	0.25	1.6
实施例 7	矿物油+纳米复合润滑抗磨剂 (3.0%) (单壁碳纳米管: 氧化锆: 油胺=0.5:3: 20)	0.26	1.6
实施例 8	矿物油+纳米复合润滑抗磨剂 (3.0%) (多壁碳纳米管: 氧化锆: 油胺=0.5:1: 20)	0.29	1.9
实施例 9	矿物油+纳米复合润滑抗磨剂 (3.0%) (多壁碳纳米管: 氧化锆: 油胺=0.5:5: 20)	0.28	1.9
实施例 10	矿物油+纳米复合润滑抗磨剂 (3.0%) (多壁碳纳米管: 氧化锆: 油胺=2:3: 20)	0.29	2.0
实施例 11	矿物油+纳米复合润滑抗磨剂 (3.0%) (多壁碳纳米管: 氧化锆: 油胺=2:1: 20)	0.28	1.9
实施例 12	矿物油+纳米复合润滑抗磨剂 (3.0%) (多壁碳纳米管: 氧化锆: 油胺=2:5: 20)	0.30	2.1
实施例 13	矿物油+纳米复合润滑抗磨剂 (3.0%) (多壁碳纳米管: 氧化锆: 油胺=2.5:3: 20)	0.33	2.2
实施例 14	矿物油+纳米复合润滑抗磨剂 (3.0%)	0.35	2.3

[0223]

	(多壁碳纳米管: 氧化锆: 油胺=1:8: 20)		
实施例 15	矿物油+纳米复合润滑抗磨剂 (8.0%) (多壁碳纳米管: 氧化锆: 油胺=1:3: 20)	0.40	2.6
实施例 16	分散剂: 油酸	0.35	2.4
对比例 1	纯矿物油	0.33	2.2
对比例 2	矿物油+碳纳米管润滑抗磨剂 (3.0%) (碳纳米管: 油胺=1: 20)	0.34	2.3
对比例 3	矿物油+氧化锆润滑抗磨剂 (3.0%) (氧化锆: 油胺=3: 20)	0.32	2.1
对比例 4	矿物油+多壁碳纳米管 (3.0%)	0.50	3.2
对比例 5	矿物油+抗磨剂 (3.0%) (多壁碳纳米管: 氧化锆=1: 3)	0.55	3.5

[0224] 通过以上表中的数据对比可以得出,单独添加碳纳米管或氧化锆纳米颗粒的纳米润滑油都有一定的润滑抗磨效果提升,但效果不如同时含有二者的结构复合型纳米润滑油;本发明所得碳纳米管/氧化锆复合纳米材料可作为润滑抗磨剂,添加到润滑油中,可有效改善润滑油的抗磨性能。

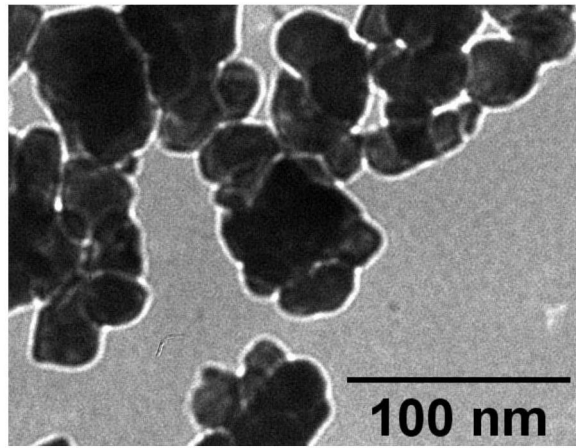


图1

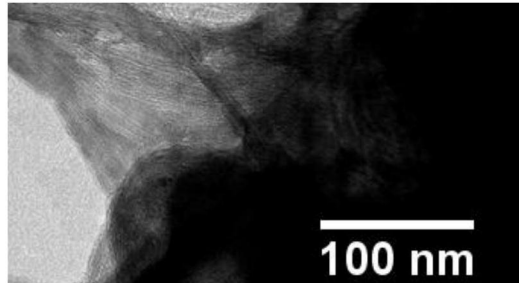


图2