



## (12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101880583 A

(43) 申请公布日 2010. 11. 10

(21) 申请号 201010215919. 4

*C10N 30/08*(2006. 01)

(22) 申请日 2010. 07. 02

(71) 申请人 邹鸣

地址 250001 山东省济南市市中区经一路  
88 号明珠大厦国际商务港 2325 室

申请人 公丕桐

张广岩

张桂芹

(72) 发明人 张广岩 邹鸣 公丕桐 张桂芹

(74) 专利代理机构 济南舜源专利事务所有限公  
司 37205

代理人 辛向东

(51) Int. Cl.

*C10M 169/00*(2006. 01)

*C10M 177/00*(2006. 01)

*C10N 40/02*(2006. 01)

*C10N 30/06*(2006. 01)

*C10N 50/10*(2006. 01)

权利要求书 3 页 说明书 21 页

(54) 发明名称

一种固液相复合型润滑脂及制备方法

(57) 摘要

本发明属润滑剂及制备方法领域,具体地说涉及一种固液相复合型润滑脂及制备方法。依据固液相复合润滑技术理论,针对轴承在不同的应用场合和使用温度范围对润滑的要求,本发明提供了一种固液相复合型润滑脂组合物及制备方法的技术方案。其组分包括固液相复合型添加剂、基础油以及两种以上的单基皂脂、复合皂脂,经剪切分散制成均匀分散体系的固液相复合型润滑脂。

1. 一种固液相复合型润滑脂,其特征在于组分中包括固液相复合型添加剂、基础油以及两种以上的单基皂脂、复合皂脂,经剪切分散制成均匀分散体系的固液相复合型润滑脂。

2. 如权利要求 1 所述的固液相复合型润滑脂,其特征在于各组分的重量份数如下:

- 单基钙皂脂: 2 ~ 5 份;
- 单基锂皂脂: 4 ~ 10 份;
- 复合皂脂: 51 ~ 80 份;
- 基础油: 9 ~ 15 份;
- 固液相复合型添加剂: 5 ~ 19 份。

3. 如权利要求 1 和 2 所述的固液相复合型润滑脂的制备方法,其特征在于包括强制剪切分散过程、调整锥入度过程和过滤、包装过程;具体操作方法如下:

第一步强制剪切分散过程:

将单基钙皂脂 2 ~ 5 份;单基锂皂脂 4 ~ 10 份;复合皂脂 51 ~ 80 份;固液相复合型添加剂 5 ~ 19 份;通过定量给料器加入到强制剪切分散罐中,同时泵送基础油 9 ~ 15 份至强制剪切分散罐中,打开物料循环阀门,开启链条齿轮泵对物料进行强制循环剪切分散 1 ~ 1.5 小时。

第二步调整锥入度过程:

依据产品应用场合的不同,使用 500SN 基础油调整锥入度到符合要求为止。

第三步过滤、包装过程:

采用袋式过滤器将大于 10 微米的颗粒滤掉,输送的罐装机进行成品包装。

4. 如权利要求 1 和 2 所述的固液相复合型润滑脂,其特征在于所说的固液相复合型添加剂的组分包括固体润滑材料、液体介质、极压抗磨剂;各组分的重量份数如下:

- ◎固体润滑材料: 30 ~ 50 份;
- ◎极压抗磨剂: 10 ~ 20 份;
- ◎液体介质: 30 ~ 60 份。

其中固体润滑材料包括三聚氰胺氰尿酸络合物(MCA),二硫化钼,石墨和氮化硼;各组分最佳重量配比应同时满足以下条件:

三聚氰胺氰尿酸络合物(MCA): 二硫化钼: 石墨: 氮化硼的重量比例为:

6.0 ~ 10.0 : 3.0 ~ 5.0 : 19.5 ~ 32.5 : 1.5 ~ 2.5。

◎固体润滑材料的纯度:  $\geq 99\%$

◎固体润滑材料的含量: 30% ~ 50%

◎固体润滑材料的粒度分布:

▽重量中位粒径: 2.0 ~ 5.0 微米 ▽最大粒径:  $\leq 10$  微米。

5. 如权利要求 4 所述的固液相复合型润滑脂,其特征在于所说的极压抗磨剂为二丁基二硫代氨基甲酸铈(T325);二戊基二硫代氨基甲酸铅(Vanlube 71);烷基磷酸酯胺盐(Mobilad C-423);油状硼酸钾(T361);硼酸钾(OLOA 9750)中的一种或其组合;其优选重量份数应为固体润滑材料的 2/5 ~ 1/2。

6. 如权利要求 1 和 2 所述的固液相复合型润滑脂,其特征在于所说的基础油-液体介质为一类基础油 150SN、200SN、400SN、500SN、150BS;二类基础油 150N、200N、400N、500N、150BS;合成基础油脂类合成油、合成烃油、聚硅氧烷类合成油、含氟合成油等的一种或其组

合。

7. 如权利要求 1 和 2 所述的固液相复合型润滑脂,其特征在于所说的固液相复合型添加剂的加工方法如下:

第一步固体润滑物料预处理过程:

将石墨、二硫化钼、氮化硼和三聚氰胺氰尿酸络合物(MCA)固体润滑物料,利用正负压控制系统的负压吸入到固体润滑材料预混罐中,用搅笼搅拌器搅拌均匀(功率 10kwh,公转转速 10r/min、自转转速 50r/min),时间控制在 1 ~ 1.5 小时之间。

第二步液体介质预处理过程:

将极压抗磨剂极压抗磨剂二丁基二硫代氨基甲酸镱(T325);二戊基二硫代氨基甲酸铅(Vanlube 71);烷基磷酸酯胺盐(Mobilad C-423);油状硼酸钾(T361);硼酸钾(OLOA 9750)或其它极压抗磨剂中的一种或其组合;与液体介质一类基础油 150SN、200SN、400SN、500SN、150BS;与二类基础油 150N、200N、400N、500N、150BS等;合成基础油脂类合成油、合成烃油、聚硅氧烷类合成油、含氟合成油等的一种或其组合泵送到液体物料处理罐,开启浆式搅拌器(功率为 3kwh、搅拌速度为 300r/min),搅拌 0.5 小时。

第三步湿润分散固体润滑物料过程

将混合好的固体润滑物料通过定量给料器输送到连续式捏合机中,同时将搅拌均匀好的液体介质泵送至连续式捏合机中(连续式捏合机功率为 10kwh,容量 3m<sup>3</sup>,高速捏合轴的转速为 100r/min,低速捏合轴的转速为 80r/min),打开循环阀门,开启捏合机循环捏合物料 1 ~ 1.5 小时。

8. 如权利要求 1 和 2 所述的固液相复合型润滑脂,其特征在于所说的皂脂的组成如下:

▼单基钙皂脂各组分所占的重量份数如下:

- ◎ 46# 机械油: 1500.0 份;
- ◎ 牛油: 250.0 份;
- ◎ 氢氧化钙(100%): 7.5 份;
- ◎ 水: 70.0 份;

▼单基锂皂脂各组分的重量份数如下:

- ◎ 基础油(500SN): 2000 份;
- ◎ 十二羟基硬脂酸: 200 份;
- ◎ 硬脂酸: 50 份;
- ◎ 氢氧化锂(100%): 21.5 份;
- ◎ 水: 20 份;

▼复合钙皂脂各组分所占的重量份数如下:

- ◎ 基础油(500SN): 1500 份;
- ◎ 软脂酸: 138 份;
- ◎ 醋酸: 60 份;
- ◎ 氢氧化钙(100%): 73 份;
- ◎ 水: 75 份;

▼复合锂皂脂各组分所占的重量份数如下:

- ◎基础油 (500SN) : 1500 份 ;
- ◎十二羟基硬脂酸 : 160 份 ;
- ◎奎二酸 : 50 份 ;
- ◎氢氧化锂 (100%) : 31.5 份 ;
- ◎水 : 193.5 份。

9. 如权利要求 1 和 8 所述的固液相复合型润滑脂,其特征在于所述皂基脂的加工方法包括以下过程:

●皂化反应过程:

将皂脂各组分(其中基础油为 2/3 份)依次投入皂压釜中,密闭皂压釜;依次打开皂压釜导热油阀门,开启导热油泵后开启电热源发生器对所投物料进行加热;当皂压釜温度升至 70℃时,开启皂压釜底搅拌对物料进行搅拌;继续加热升温,当温度升至 150~220℃后,依次关闭电热源发生器、导热油泵、皂压釜导热油阀门,加热停止。

●泄压转移物料过程:

加热停止后,继续缓慢泄压,当皂压釜内的压力位零时,将泄压阀全部打开,泄空釜内的压力。

依次开启成脂脱气罐放空阀门,成脂脱气罐进料阀门及下搅拌,皂压釜底料转移阀门,开启物料转移泵,开始物料转移,物料转移结束后,关闭物料转移泵。

●真空负压脱气降温剪切分散过程:

将转移到成脂脱气罐的物料静止放置 15 分钟后,依次开启成脂脱气罐搅拌,开启物料循环阀门,关闭排空阀门,开启真空泵、开启链条双循环泵,进行循环降温处理,将成脂脱气罐内物料的温度调整到 145℃~150℃之间后(真空度控制在 -0.04MPa~-0.08MPa 之间);开启剪切器阀门,关闭物料循环阀门,进行双剪切分散 1 小时后,依次关闭真空泵,开启物料循环阀门,关闭剪切器阀门,将釜内压力调整到常压,该过程结束。

●循环分散过程:

打开循环物料阀门,开启双循环泵,将所余 1/3 份的基础油,每隔 5 分钟泵送一次,分 6 次加完后,继续循环分散 20 分钟,然后依次关闭所有启动的设备,皂脂制备结束,放置在成脂脱气罐中,备用。

## 一种固液相复合型润滑脂及制备方法

### 一、技术领域：

[0001] 本发明属润滑剂及制备方法领域，具体地说涉及一种固液相复合型润滑脂及制备方法。

### 二、背景技术：

[0002] 润滑就是在相对运动的摩擦接触面之间加入润滑剂，使两接触表面之间形成润滑膜，变干摩擦为润滑剂内部分子间的内摩擦，以达到减少摩擦，降低磨损，延长机械设备使用寿命的目的。

[0003] 现代润滑剂大致可分为以下几大类：

[0004] 1 液体润滑剂：包括动植物油、矿物油、合成油、水基液体等。

[0005] 2 半固体润滑剂：就是在常温、常压下呈半流体状态，并且有胶体结构的润滑材料—润滑脂。

[0006] 3 固体润滑剂：它包括金属化合物，如  $P_bO$ 、 $CaF_2$ 、 $MoS_2$  等；

[0007] 非金属无机物，如石墨、氮化硼等；

[0008] 4 气体润滑剂：包括空气、氦、氮、氢等。

[0009] 从润滑的作用和效果来分析上述诸类润滑剂（润滑方式），每种润滑剂既有它的润滑优势，也有它的不足。

[0010] 液体润滑的优势是：润滑的流动性好，完全液体润滑的摩擦系数小，是应用比较广泛的一种润滑方式。其不足是液体润滑剂的油膜强度不够高，在边界润滑或设备停止运转时，液体润滑剂回流到油底壳（或油箱），此时在摩擦副上的润滑膜厚度不足  $1\mu m$ （完全液体润滑时油膜厚度应在  $2 \sim 10\mu m$  范围内，且要连续不断），此厚度不能满足设备运转的要求。特别是冷启动设备时，必然导致摩擦系数急剧升高，随之带来的结果就是产生大量的磨损。

[0011] 固体润滑剂（润滑方式）的优点是使用温度范围宽，承载能力强，粘附性好等。但固体润滑剂单独使用时摩擦系数较大，没有冷却作用等。

[0012] 这就是说单一液体润滑剂或单一固体润滑剂在一定的应用场合和范围都存在润滑局限性问题，它主要反映在两个方面，首先是不能更好的满足设备的正常运转要求，其次是不可避免的会造成摩擦磨损的加剧，造成能源消耗与资源的浪费。

[0013] 近年来，有人试图将部分固体润滑剂添加入液体润滑剂中，组合成一种混合添加剂，以改善单一液体润滑剂或单一固体润滑剂的不足，如将单一的固体润滑材料石墨加入到成品内燃机油中，生产出一种用于内燃机油中的浓缩液——节能减摩添加剂。本发明人也申请生产过一种复合内燃机油添加剂等，它们只是将单一的固体润滑材料石墨或石墨与二硫化钼复配生产的一种内燃机油添加剂。

[0014] 也有在市场上应用的一种含有石墨的润滑油，包括内燃机油和车用齿轮油。

[0015] 以上这些发明和产品虽然也是将固体与液体混合在一起，但只是简单的生产工艺，通过物理混合，生产出含有单一或两种固体润滑材料混合的添加剂或润滑油。但它们均不能达到均一稳定的固液相分散体系。稳定性极差，在存放过程中固液相体系最长也只能

稳定在三个月左右,就会发生固液分离,严重的固体发生沉淀,板结在容器的低部;使用中不能很好的达到稳定的润滑效果,甚至会在金属表面生成沉淀,堵塞油路造成设备损坏。

[0016] 润滑脂作为半固体润滑剂来说,不需要考虑固液分离的问题;但也需要考虑两相分散问题及结构性问题。目前市场上有单一型的石墨型和单一二硫化钼型的润滑脂销售,但由于没能很好的考虑固体润滑剂的纯度,固体润滑剂之间的协同性和没有针对不同应用场合合理的选择固体润滑材料的最佳粒度分布带以及与其相适应的配套助剂配方,(依据各种摩擦副表面粗糙度的不同,),致使在使用过程中,润滑膜达不到相适应的最佳润滑效果,油膜强度达不到理想状态。

[0017] 固液相复合型特种润滑脂生产的关键,就是进一步改善普通润滑脂的结构形式,使其在使用温度,润滑方式,润滑效果等不同方面,在从初期润滑的常温 60℃以下到后期润滑的中温 60~120℃,高温 80~180℃直至特高温 350℃以上润滑过程中,能够使固液相复合型特种润滑脂的各个组分都能做到在不同的润滑时间段都能起到各自应起的作用。这就是本发明需要解决的问题。

### 三、发明内容:

[0018] ◆传统的润滑脂的组成

[0019] 润滑脂由稠化剂、基础油、添加剂组成。稠化剂占润滑脂的 2%~30%,能在液体基础油中分散并形成空间网状结构,对液体润滑剂有效吸附和固定作用。它决定润滑脂的机械安定性、耐高温性、胶体安定性、抗水性等。基础油是润滑脂中稠化剂的分散介质,约占润滑脂的 70%~88%。它决定润滑脂的润滑性、蒸发性、低温性、与密封材料的相容性等。添加剂是加入到润滑脂中,可改善某些使用性能的物质。根据所需润滑脂的性能,可加入结构改善剂、抗氧化剂、金属钝化剂、防锈剂、极压剂、油性剂、抗磨剂、粘附剂等。

[0020] ●基础油

[0021] 基础油是指润滑脂中所含油的液体润滑油,包括矿物油和合成油两大类。目前绝大部分润滑脂是以矿物油作基础油,包括石蜡基础油、中间基油、和环烷基油等不同烃类组成的矿物油。合成油本身具有独特的性能,主要用于高温、低温及真空等特殊条件下使用的润滑脂。合成油包括脂类合成油、合成烃油、聚硅氧烷类合成油、含氟合成油等。

[0022] ●稠化剂

[0023] 稠化剂是以胶体状态分散于基础油中,并使之成为固体、半固体或半流体状态的物质,有皂基稠化剂和非皂基稠化剂两种。

[0024] ▼皂基稠化剂

[0025] 皂基稠化剂是脂肪或脂肪酸与碱类通过化学反应所形成的盐类。用于制皂的皂基原料有牛油、猪油、棉籽油、菜籽油、蓖麻油等天然脂肪,以及硬脂酸、12-羟基硬脂酸、软脂酸、油酸等经加工后的单组分脂肪酸,而碱类主要是氢氧化锂、氢氧化钙、氢氧化钡。由于氢氧化铝属于两性氢氧化物,不能直接与脂肪酸反应,故采用异丙醇铝或三异丙氧基三氧基铝替代。

[0026] 在皂基稠化剂的范畴内还包括复合皂。美国润滑脂协会(NLGI)把复合皂定义为:复合皂是有两种或两种以上成分共结晶构成的皂结晶或皂纤维所形成的皂。如高级脂肪酸与地基脂肪酸、高级脂肪酸与二元酸所制成的金属盐就是复合皂。

[0027] ▼非皂基稠化剂

[0028] 非皂基稠化剂分为有机稠化剂和无机稠化剂两类。聚脲、氟树脂、对苯二甲酸盐、酞菁染料是主要的有机稠化剂。无机稠化剂有膨润土、硅胶等。

[0029] ●添加剂

[0030] ▼抗氧化剂

[0031] 具有提高润滑脂氧化性能的添加剂有 2,6-二叔丁基对甲酚、苯基萘胺、二苯胺、二烷基二硫代磷酸锌、二烷基硒等。

[0032] ▼防锈剂

[0033] 在润滑脂中,起防止金属生锈的添加剂有:石油磺酸钡、环烷酸锌、亚硝酸钠等。

[0034] ▼极压抗磨剂

[0035] 能提高润滑脂润滑性的添加剂有硫化烯烃、磷酸三甲酚酯、环烷酸铅、二烷基二硫代氨基甲酸铈、二烷基二硫代氨基甲酸氧化钼等。除此之外,石墨、二硫化钼、氮化硼、氧化铅等固体润滑剂也具有类似作用。

[0036] ▼结构稳定剂

[0037] 对润滑脂中的皂结构具有稳定作用的添加剂有:甘油、高级醇、脂肪酸、磺酸盐等。钙基润滑脂中的水也是一种结构稳定剂。

[0038] ▼粘附剂

[0039] 可增强润滑脂粘附性的添加剂有:聚异丁烯、乙烯丙烯共聚物、聚甲基丙烯酸酯等。

[0040] ▼染色剂

[0041] 油溶黄、汉沙黄、孔雀蓝、颜料绿、油溶黑、油溶红、钛青蓝等。

[0042] ◆润滑脂的结构

[0043] 近几十年来,由于使用了电子显微镜技术、X射线衍射技术及热分析技术等,对润滑脂内部结构的认识是越来越深入了。按照现代概念,润滑脂的稠化剂和基础油这两种组分既不是简单的溶解,也不是简单的混合,而是由稠化剂胶团均匀地分散在基础油中的分散体系。所谓分散体系,是指一种物质以微粒状态分散到另一物质内而形成的一种稳定体系。其中被分散的微粒成为分散相,包围着分散相的物质称为连续相或称为分散介质。

[0044] ●润滑脂稠化剂纤维结构

[0045] 稠化剂是以胶团分散在基础油中的,这些胶团用一般的光学显微镜是分辨不出来的,只有用电子显微镜才能看到微粒的形状。从电子显微镜观察到,金属皂基润滑脂的稠化剂——金属皂都是纤维状的,而无机稠化剂-硅胶是球状的微粒,互相粘接的球状颗粒之间存在间隙。目前润滑脂稠化剂的结构,主要就是这两种概念,即皂基润滑脂的稠化剂为纤维网状结构,非皂基润滑脂的稠化剂为颗粒状网络结构。皂纤维的网状骨架中吸藏着基础油,无机稠化剂(非皂基)则成颗粒状,亲油性的稠化剂粒子,由于静电排斥保持着相等的距离而形成网络空间,基础油便保持在网络空间之中。

[0046] ▼锂基脂结构

[0047] 锂基润滑脂,特别是 12-羟基硬脂酸锂稠化的润滑脂,通过电子显微镜可见其他纤维形成双股的,缠结在一起的纽带状。这种结构特点,使锂基脂具有良好的机械安定性。研究发现,12-羟基硬脂酸锂和硬脂酸锂对皂纤维表面液相的结合程度,以及对晶格内液相

的结合强度都是较大的。

[0048] ▼复合锂基脂结构

[0049] 复合锂基脂具有耐高温性,滴点一般在 250℃ 以上,最高使用温度可达 180℃,除 12-羟基硬脂酸外,制备复合锂皂还加入二元酸或其他酸。复合锂基脂加热至 200℃ 以上产生凝胶化现象,即基础油进入复纤维结构中。由于不断析出足够的油来润滑,就显著地影响了复合锂基脂在 200℃ 以上的使用效果。

[0050] ▼复合钙基脂

[0051] 由于低分子酸(如醋酸)的引入,使复合钙基脂具有耐高温性,同时提高了极压性能,缺点是造成了润滑脂表面吸水硬化现象。复合钙皂纤维直径为 0.1 μm,长度为 1 μm。

[0052] ▼复合铝基脂结构

[0053] 复合铝基脂属于短纤维结构,其纤维直径为 0.1 μm,长度小于 1 μm。复合铝基脂滴点高,且具有可逆性,将其加热到熔点以上,冷却后仍然恢复成良好的凝胶结构。铝原子有三个共价键和三个配位键,由于配位键的作用,复合铝皂在基础油中形成类似高分子聚合物的三维空间结构。

[0054] ▼聚脲脂结构

[0055] 由于聚脲润滑脂包括单脲、双脲和四聚脲等不同稠化剂类型,采用不同的原料制成润滑脂,纤维结构差异较大,此外生产工艺对于结构也有一定影响。通过电子显微镜观察可知,聚脲润滑脂的纤维结构有针状的、还有带状和管状的。

[0056] ◆润滑脂稠化剂结构与性能的关系

[0057] 一般认为,基础油在润滑脂中以三种形式存在,即膨化油(凝胶粒子内部的油)、毛细管吸附油和游离油。处于皂纤维内部的油,即皂分子晶格内的油很难被挤出。但皂纤维的结构骨架受到破坏时,膨化油也能释放出来。处于皂胶束与胶束两层之间的油(两层烷基端之间的油),受范德华力场的影响和类似毛细管的作用,被维系在结构内,称为毛细管吸附油。毛细管吸附油在压力作用下可部分压出。处于皂纤维表面的油,称为游离油。游离油受力场影响小,在重力作用下首先析出。

[0058] 油皂结构体系受温度、外力等因素的影响,在高温下,皂油凝胶粒子高度分散在基础油中,呈无规则的单相溶胶状。温度降低时,皂分子随着热运动的减慢,皂分子的羟基端相互吸引并作定向排列。但分子的距离较大,而且皂结构是连续的,分不清哪是分散相,哪是分散介质,整个体系是一个相,基础油被吸附在皂纤维内部,皂纤维之间和皂纤维表面,皂纤维以不连续的分散在连续的基础油中,成两相分散体系,这种体系也称为似凝胶。

[0059] 由于这种胶体特性,决定了润滑脂的一系列特殊的性能,如流变特性、机械安定性、胶体安定性等等。

[0060] 但是,传统润滑脂很少使用固体润滑材料,受其皂基脂的化学性质因素影响,使用温度范围受到限制,特别是在使用环境温度超过 350℃ 后,几乎全部失效,存在盲点润滑区域。

[0061] 为使润滑脂的流变特性、机械安定性、胶体安定性等性能得到最大化的体现,获得更大的使用范围,本发明人查阅了大量的有关资料介绍,并经过大量试验研究发现,将皂基润滑剂与固体润滑剂有机的结合能够在轴承的各摩擦副表面形成既有皂基又有固体的复合润滑膜,这种固液相复合润滑膜能够起到单一皂基润滑剂和单一固体润滑剂无法起及的



作用。

[0062] 要将固体润滑材料加入到液体润滑材料中,将固体润滑的优势与液体润滑的优势有机结合,合二为一,绝非是一个简单复配的过程。本发明人经过长期的理论研究,试验检验,大量地实践验证,及国内大量相关资料的查阅,深刻认识到固液复合的过程,不仅涉及石油化工,精细化工,还涉及到材料学,胶体化学,表面(界面)化学及颗粒技术等,是一门新型的交叉学科。为此发明人提出了“固液相复合润滑技术(产品)”这一创新命题理论(2009年经查新为国内首创)。

[0063] “固液相复合润滑技术”理论的基础原理,是依据法国物理学家库仑的摩擦定律提出的。库仑的摩擦定律认为,决定摩擦力大小的因素有两个,一个是摩擦表面的法向载荷,另一个是摩擦系数。而摩擦系数又是摩擦面材料、表面状态(粗糙度)、工作条件的函数。它告诉我们在摩擦表面的法向载荷、摩擦副材料性质、工作条件均不变的情况下,通过改变摩擦副表面的状态,降低其粗糙度,是可以降低摩擦系数、减少摩擦阻力、降低动能消耗的。

[0064] 固液相复合润滑技术产品的机理,就是在充分研究了固体润滑材料(石墨、二硫化钼、氮化硼等)的特性和润滑优势;摩擦副(钢表面)在不同加工手段的不同粗糙度;液体润滑材料(润滑油)的优势和不足及相互关系的基础上,充分利用固体润滑材料良好的润滑性、导热性、高温安定性和化学稳定性等特点,利用高科技手段将其加工成微米、亚微米级的微粒子(每个微粒都有几千层可滑动的原子层),通过科学的配比和分散与悬浮的制备工艺,加工成既有固体润滑材料,又有液体润滑材料(皂基润滑剂)的固液相复合型润滑剂(润滑油、脂)。在润滑的过程中,固体润滑粒子伴随液体润滑油(皂基润滑剂)一起填充修复附着成膜于摩擦副表面,使摩擦副表面形成既有固体又有液体的复合润滑膜。这种复合润滑膜改变了摩擦副表面的表面状态(即粗糙度),降低了摩擦系数,同时提高了油膜强度(承载能力),可以收到减少摩擦、降低磨损、节约能源、保护和延长设备使用寿命等功效,开辟了一条节约能源的新途径。

[0065] 依据库仑的摩擦定律关于摩擦系数是摩擦面材料、表面状态(粗糙度)、工作条件的函数关系,本发明需要解决的关键技术为:

[0066] 1 固体润滑材料粒度的筛选

[0067] 依据不同机械的摩擦副表面粗糙度的要求(依据各种摩擦副表面粗糙度的不同),选择适当搭配的固体润滑材料的粒度分布区间,确保固体润滑粒子对摩擦副表面填充修复附着成膜的适应性和可靠性,同时也保证固体润滑粒子伴随液体润滑脂在各种润滑过滤系统的通过能力,这是固液相复合润滑技术产品必须解决的关键技术之一。

[0068] 2 固体润滑材料的品种及纯度的筛选

[0069] ●品种:具有代表性的固体润滑材料的种类有三种,分别是:

[0070] ▼无机层状结构物质:

[0071] 石墨、二硫化钼、氮化硼、二硫化钨、氟化石墨。

[0072] 其中石墨及二硫化钼已有人将它们单一(或混合)的使用在内燃机润滑油及润滑脂里,并显示出有效的润滑性。氮化硼及二硫化钨在高温条件下,可显示出优异的润滑性。

[0073] ▼高分子化合物:

[0074] 主要代表是聚四氟乙烯和尼龙,它们主要使用于润滑脂中。

[0075] ▼三聚氰胺氰尿酸络合物(MCA):

[0076] 现主要用于轻负荷用润滑脂及焊锡膏等场合。

[0077] 上述这些物质在滑动面间受力都容易断裂（剪切），因此具有减少摩擦的作用；同时，由于存在于滑动面间，能有效地防止两个滑动面的直接接触，从而防止了基材的磨损。

[0078] 上述固体材料物理化学性能各有差异，对润滑作用的贡献也不同，如石墨有极强的物理化学稳定性，高温润滑性比低温润滑性好；二硫化钼低温润滑性优于高温润滑性等等，因而，依据不同使用要求，优选多种固体组分，按最佳用量比例进行复配组合，可以获得扬长补短、相互增效的优异润滑效果。

[0079] 固体润滑材料的主要特征有以下几点：

[0080] ▼在液体中不溶解，但可分散：大部分固体润滑材料不溶解油、溶剂和水，而是以粒子的形式分散在液体介质中。

[0081] ▼直接作用是减少摩擦：固体润滑处理的直接作用是减少滑动金属面间的摩擦和减少滑动面间的直接接触的频率，其作用结果是降低了油温、减少了磨损，提高了抗磨性和载荷性。

[0082] ▼物理作用机理：固体润滑材料在润滑油中受滑动面间所产生的摩擦力影响，其层状结晶结构容易剪切，这是吸收了摩擦应力的缘故。

[0083] ▼在低温和高温均有效果：固体润滑材料降低摩擦不需要反应，因此即使在低温下也能起润滑作用。几乎所有的固体润滑材料在高于普通润滑油作用的温度下仍有耐热性，在润滑油成分不能发挥作用的场合下，固体润滑材料也起润滑作用。

[0084] ●纯度：选择纯度高于 99.9% 的固体润滑材料，是确保固相润滑的前提。因为此纯度的固体润滑材料，几乎没有杂质，在摩擦过程中不会形成任何磨粒，更不会产生由此而带来的磨损。

[0085] 固体润滑材料品种、纯度的选择是固液相复合润滑技术产品需要解决的又一关键技术。

[0086] 3 固体润滑材料密度的筛选

[0087] 科学的确定固体润滑材料的密度、粒子的重量比表面积及分级精度，是解决固液分散、固体润滑粒子最佳润滑粒度分布带的前提。

[0088] 4 化学摩擦改性剂（极压抗磨剂）的筛选

[0089] 为保证固液结合的润滑效果最大化，还必须筛选有利于所选固体润滑材料分散和所选固体润滑材料（机械摩擦改进剂）有最佳协同润滑效果的化学摩擦改进剂（极压抗磨剂），使摩擦副表面形成的固液相复合润滑膜的油膜强度，润滑效果得到最大限度的发挥。

[0090] 5 制备方法的筛选

[0091] 为使所选的固体润滑材料能够有机的侵入到皂基脂的结构中达到理想的稳定性，还必须选择一种有别于传统润滑脂生产工艺的制备方法。

[0092] 为解决和实现上述目的，本发明提供了一种固液相复合型润滑脂的制备方法及其复合物的配方。

[0093] ◆本发明所述固液相复合型润滑脂的制备方法如下：

[0094] ★本发明所述的固液相复合型润滑脂制备方法主要包括皂基脂制备过程、固液相复合型添加剂制备过程、固液相复合型润滑脂成脂过程。

[0095] ★本发明所述的固液相复合型润滑脂的生产装置包括皂基脂制备系统、固液相复

合添加剂制备系统、固液相复合型润滑脂成脂系统以及加热系统、正负压气体控制系统、基础油储存系统；液体石油功能性添加剂储存系统、过滤系统、灌装系统等组成。（具体工艺流程和流程说明见附图及附图说明）

[0096] ★本发明所述的皂基脂制备过程包括单基锂皂脂的制备、单基钙皂脂的制备、复合锂皂脂的制备、复合钙皂脂的制备。

[0097] ▼本发明所述的单基锂皂脂的组合物配方及制备方法如下：

[0098] ●本发明所述的单基锂皂脂的组合物包括水、氢氧化锂、十二羟基硬脂酸、硬脂酸、基础油（500SN）等。

[0099] 各组分所占的重量份数如下：

[0100] ◎基础油（500SN）： 2000 份；

[0101] ◎十二羟基硬脂酸： 200 份；

[0102] ◎硬脂酸： 50 份；

[0103] ◎氢氧化锂（100%）： 21.5 份；

[0104] ◎水： 20 份；

[0105] 并且各组分的比例要满足如下要求：

[0106] 基础油（500SN）：十二羟基硬脂酸：硬脂酸：氢氧化锂（100%）

[0107] = 40 : 4 : 1 : 0.43

[0108] ●本发明所述的单基锂皂脂的制备方法如下：

[0109] 第一步皂化反应过程：

[0110] 将 1100 份基础油（500SN），200 份十二羟基硬脂酸，50 份硬脂酸，21.5 份氢氧化锂（100%），20 份水依次投入皂压釜中，密闭皂压釜；依次打开皂压釜导热油阀门，开启导热油泵后开启电热源发生器对所投物料进行加热；当皂压釜温度升至 70℃时，开启皂压釜底搅拌对物料进行搅拌；继续加热升温，当温度升至 220℃后，依次关闭电热源发生器、导热油泵、皂压釜导热油阀门，加热停止。（在加热升温过程中要密切注意压力的变化，当压力达到 0.05Mpa 时要打开泄压阀，开始缓慢泄压，控制皂压釜内的压力不超过 0.07Mpa。）

[0111] 本皂化反应过程是在装有搅拌器的皂压釜内进行的，该皂压釜下搅拌配套电机功率为 22kwh，容量为 2m<sup>3</sup>；该皂压釜加热设备，功率为 30kwh，增大了加热面积，比传统皂压釜的加热面积增加了一倍以上，加热快，供热量大，使皂压反应加热升温时间比传统皂压反应加热时间缩短了近 50%的时间（传统皂压反应时间在 2 ~ 2.5 小时之间，该装置的皂压反应时间为 40 分钟）；该皂压釜的下搅拌采用四层内外氟胶骨架油封密封，具有耐温，耐磨，更换维修方便等特点；出料采用与从密封腔体出料方式，保证釜内物料排除干净。

[0112] 第二步泄压转移物料过程：

[0113] 加热停止后，继续缓慢泄压，当皂压釜内的压力位零时，将泄压阀全部打开，泄空釜内的压力。

[0114] 依次开启成脂脱气罐放空阀门，成脂脱气罐进料阀门及下搅拌，皂压釜底料转移阀门，开启物料转移泵，开始物料转移，物料转移结束后，关闭物料转移泵。

[0115] 泵送 300 份基础油（500SN）到皂压釜料，搅拌 5 分钟后，打开皂压釜底料转移阀门，开启物料转移泵，将其转移至成脂脱气罐后，关闭物料转移泵及物料转移阀门，并停止皂压釜搅拌及成脂脱气罐搅拌。

[0116] 第三步真空负压脱气降温剪切分散过程：

[0117] 将转移到成脂脱气罐的物料静止放置 15 分钟后，依次开启成脂脱气罐搅拌，开启物料循环阀门，关闭排空阀门，开启真空泵、开启链条双循环泵，进行循环降温处理，将成脂脱气罐内物料的温度调整到 145℃～150℃之间后（真空度控制在 -0.04MPa～-0.08MPa 之间）；开启剪切器阀门，关闭物料循环阀门，进行双剪切分散 1 小时后，依次关闭真空泵，开启物料循环阀门，关闭剪切器阀门，将罐内压力调整到常压，该过程结束。

[0118] 第四步循环分散过程：

[0119] 将 600 份的基础油（500SN），每隔 10 分钟泵送 100 份进成脂脱气罐中，分 6 次加完后，继续循环分散 10 分钟，然后依次关闭所有启动的设备，单基锂皂脂制备结束，放置在成脂脱气罐中，以备后用。

[0120] 该制备过程中真空泵的利用，进行真空脱气，与传统生产工艺相比，可有效缩短皂脂生产时间 30 分钟。

[0121] 该制备过程中使用的链条齿轮泵，采用链条与减速机联机的方式，配套电机的功率为 1.1kwh，可有效提高齿轮泵使用效率，较一般配备 5.5kwh 6 极电机，皮带连接的齿轮泵节电 60%。

[0122] 该制备过程中使用的成脂脱气罐，电机功率为 11kwh，容量 3m<sup>3</sup>。该成脂脱气罐集成脂与脱气于一身，采用的罐笼式刮壁搅拌设计，整体搅拌无死角，且搅拌均匀，放料罐底无积存。

[0123] ▼本发明所述的单基钙皂脂的组合物配方及制备方法如下：

[0124] ●本发明所诉的单基钙皂脂的组合物包括水、牛油、氢氧化钙、46<sup>#</sup> 机械油等。各组分所占的重量份数如下：

[0125] ◎ 46<sup>#</sup> 机械油：1500.0 份；

[0126] ◎牛油：250.0 份；

[0127] ◎氢氧化钙（100%）：7.5 份；

[0128] ◎水：70.0 份；

[0129] 并且各组分比例要满足如下要求：

[0130] 46<sup>#</sup> 机械油：牛油：石灰粉 = 30 : 5 : 1.5

[0131] ●本发明所述的单基钙皂脂的制备方法如下：

[0132] 第一步皂化反应过程：

[0133] 将 900 份 46<sup>#</sup> 机械油，250 份牛油，7.5 份氢氧化钙（100%），40 份水依次投入皂压釜中，密闭皂压釜；依次打开皂压釜导热油阀门，开启导热油泵后开启电热源发生器对所投物料进行加热；当皂压釜温度升至 70℃时，开启皂压釜底搅拌对物料进行搅拌；继续加热升温，当温度升至 150℃后，依次关闭电热源发生器、导热油泵、皂压釜导热油阀门，加热停止。（在加热升温过程中要密切注意压力的变化，当压力达到 0.05Mpa 时要打开泄压阀，开始缓慢泄压，控制皂压釜内的压力不超过 0.07Mpa。）

[0134] 本皂化反应过程是在特制的皂压釜内进行的，该皂压釜下搅拌配套电机功率为 22kwh，容量为 2m<sup>3</sup>；该皂压釜采用三重加热方式，比传统皂压釜的加热面积增加了一倍以上，使皂压反应加热升温时间比传统皂压反应加热时间缩短了近 50%的时间（传统皂压反应时间在 2～2.5 小时之间，该装置的皂压反应时间为 40 分钟）；该皂压釜的下搅拌采用

四层内外氟胶骨架油封密封,具有耐温,耐磨,更换维修方便等特点;出料采用与密封腔体出料方式,保证釜内物料排除干净。

[0135] 本皂化反应过程的加热系统中的电热源发生器,是本套生产方法中的专用加热设备,功率为 30kwh,具有加热快,供热量大,使用方便快捷安全。能大幅度的缩短皂化时间(比一般生产工艺缩短 1/2 时间)。是当今润滑油脂生产加热系统中的独有加热方式。

[0136] 第二步泄压转移物料过程:

[0137] 加热停止后,继续缓慢泄压,当皂压釜内的压力位零时,将泄压阀全部打开,泄空釜内的压力。

[0138] 依次开启成脂脱气罐放空阀门,成脂脱气罐进料阀门及下搅拌,皂压釜底料转移阀门,开启物料转移泵,开始物料转移,物料转移结束后,关闭物料转移泵。

[0139] 第三步水化过程:

[0140] 依次开启成脂脱气罐搅拌,开启排空阀门,取 30 份的水缓慢滴入成脂脱气罐中,直至滴完为止。

[0141] 第四步循环分散过程:

[0142] 打开循环物料阀门,开启双循环泵,将 600 份的 46# 机械油,每隔 5 分钟泵送 100 份进成脂脱气罐中,分 6 次加完后,继续循环分散 20 分钟,然后依次关闭所有启动的设备,单基钙皂脂制备结束,放置在成脂脱气罐中,以备后用。

[0143] 该制备过程中真空泵的利用,进行真空脱气,与传统生产工艺相比,可有效缩短皂脂生产时间 30 分钟。

[0144] 该制备过程中使用的链条齿轮泵,是依据本制备工艺的要求专门设计的,采用链条与减速机联机的方式,配套电机的功率为 1.1kwh,可有效提高齿轮泵使用效率,较一般配备 5.5kwh 6 极电机,皮带连接的齿轮泵节电 60%。

[0145] 该制备过程中使用的成脂脱气罐,电机功率为 11kwh,容量 3m<sup>3</sup>。该成脂脱气罐集成脂与脱气于一身,采用独特的罐笼式刮壁搅拌设计,整体搅拌无死角,且搅拌均匀,放料罐底无积存。

[0146] ▼本发明所诉的复合锂皂脂的组合物配方及制备方法如下:

[0147] ●本发明所述的复合锂皂脂的组合物包括水、氢氧化锂、十二羟基硬脂酸、奎二酸、基础油 500SN 等。

[0148] 各组分所占的重量份数如下:

[0149] ◎基础油 (500SN): 1500 份;

[0150] ◎十二羟基硬脂酸: 160 份;

[0151] ◎奎二酸: 50 份;

[0152] ◎氢氧化锂 (100%): 31.5 份;

[0153] ◎水: 193.5 份;

[0154] 并且各组分的比例要满足如下要求:

[0155] 500SN : 十二羟基硬脂酸 : 奎二酸 : 氢氧化锂 = 30 : 3.3 : 1 : 0.63

[0156] ●本发明所述的复合锂皂脂的制备方法如下:

[0157] 第一步皂化反应过程:

[0158] 将 1000 份基础油 (500SN), 160 份十二羟基硬脂酸, 50 份奎二酸, 依次投入皂压釜

中,密闭皂压釜;依次打开皂压釜导热油阀门,开启导热油泵后开启电热源发生器对所投物料进行加热;当皂压釜温度升至 70℃时,开启皂压釜底搅拌对物料进行搅拌;继续加热升温,当温度升至 120℃时,开始分批次的加入 31.5 份氢氧化锂(100%)与 193.5 份水配制好的氢氧化锂水溶液,(每次加入氢氧化锂水溶液以釜内温度不低于 10℃为原则,进氢氧化锂水溶液的时间控制在 1 小时左右。)全部加完后当温度升至到 225℃时,依次关闭电热源发生器、导热油泵、皂压釜导热油阀门,加热停止。(在加热升温过程中要密切注意压力的变化,当压力达到 0.05Mpa 时要打开泄压阀,开始缓慢泄压,控制皂压釜内的压力不超过 0.07Mpa。)

[0159] 本皂化反应过程是在特制的皂压釜内进行的,该皂压釜下搅拌配套电机功率为 22kwh,容量为 2m<sup>3</sup>;该皂压釜采用三重加热方式,比传统皂压釜的加热面积增加了一倍以上,使皂压反应加热升温时间比传统皂压反应加热时间缩短了近 50%的时间(传统皂压反应时间在 3~3.5 小时之间,该装置的皂压反应时间为 1.5 小时);该皂压釜的下搅拌采用四层内外氟胶骨架油封密封,具有耐温,耐磨,更换维修方便等特点;出料采用与密封腔体出料方式,保证釜内物料排除干净。

[0160] 本皂化反应过程的加热系统中的电热源发生器,是本套生产方法中的专用加热设备,功率为 30kwh,具有加热快,供热量大,使用方便快捷安全。能大幅度的缩短皂化时间(比一般生产工艺缩短 1/2 时间)。是当今润滑油脂生产加热系统中的独有加热方式。

[0161] 第二步泄压转移物料过程:

[0162] 加热停止后,继续缓慢泄压,当皂压釜内的压力位零时,将泄压阀全部打开,泄空釜内的压力。

[0163] 依次开启成脂脱气罐放空阀门,成脂脱气罐进料阀门及下搅拌,皂压釜底料转移阀门,开启物料转移泵,开始物料转移,物料转移结束后,关闭物料转移泵。

[0164] 泵送 300 份基础油(500SN)到皂压釜料,搅拌 5 分钟后,打开皂压釜底料转移阀门,开启物料转移泵,将其转移至成脂脱气罐后,关闭物料转移泵及物料转移阀门,并停止皂压釜搅拌及成脂脱气罐搅拌。

[0165] 第三步真空负压脱气降温剪切分散过程:

[0166] 将转移到成脂脱气罐的物料静止放置 15 分钟后,依次开启成脂脱气罐搅拌,开启物料循环阀门,关闭排空阀门,开启真空泵、开启链条双循环泵,进行循环降温处理,将成脂脱气罐内物料的温度调整到 145℃~150℃之间后(真空度控制在 -0.04MPa~-0.08MPa 之间);开启剪切器阀门,关闭物料循环阀门,进行双剪切分散 1 小时后,依次关闭真空泵,开启物料循环阀门,关闭剪切器阀门,将釜内压力调整到常压,该过程结束。

[0167] 第四步循环分散过程:

[0168] 将 200 份的基础油(500SN),每隔 10 分钟泵送 100 份进成脂脱气罐中,分 2 次加完后,继续循环分散 10 分钟,然后依次关闭所有启动的设备,复合锂皂脂制备结束,放置在成脂脱气罐中,以备后用。

[0169] 该制备过程中真空泵的利用,进行真空脱气,与传统生产工艺相比,可有效缩短皂脂生产时间 30 分钟。

[0170] 该制备过程中使用的链条齿轮泵,是依据本制备工艺的要求专门设计的,采用链条与减速机联机的方式,配套电机的功率为 1.1kwh,可有效提高齿轮泵使用效率,较一般配

备 5.5kwh 6 极电机,皮带连接的齿轮泵节电 60%。

[0171] 该制备过程中使用的成脂脱气罐,电机功率为 11kwh,容量 3m<sup>3</sup>。该成脂脱气罐集成脂与脱气于一身,采用独特的罐笼式刮壁搅拌设计,整体搅拌无死角,且搅拌均匀,放料罐底无积存。

[0172] ▼本发明所述的复合钙皂脂的组合物配方及制备方法如下:

[0173] ●本发明所述的复合钙皂脂的组合物包括水、氢氧化钙、软脂酸、醋酸、基础油 500SN 等。

[0174] 各组分所占的重量份数如下:

[0175] ◎基础油 (500SN): 1500 份;

[0176] ◎软脂酸: 138 份;

[0177] ◎醋酸: 60 份;

[0178] ◎氢氧化钙 (100%): 73 份;

[0179] ◎水: 75 份;

[0180] 并且各组分的比例要满足如下要求:

[0181] 500SN : 软脂酸 : 醋酸 : 氢氧化钙 = 25 : 2.3 : 1 : 1.3

[0182] ●本发明所述的复合钙皂脂的制备方法如下:

[0183] 第一步皂化反应过程:

[0184] 将 800 份基础油 (500SN), 138 份软脂酸, 55 份氢氧化钙 (100%), 60 份水, 依次投入皂压釜中, 密闭皂压釜; 依次打开皂压釜导热油阀门, 开启导热油泵后开启电热源发生器对所投物料进行加热; 当皂压釜温度升至 70℃ 时, 开启皂压釜底搅拌对物料进行搅拌; 继续加热升温, 当温度升至 160℃ 时开启泄压阀门泄压, 并开始分批次的加入 18 份氢氧化钙 (100%)、60 份醋酸与 15 份水配制好的氢氧化钙油水溶液, (每次加入氢氧化钙油水溶液以釜内温度不低于 10℃ 为原则, 进氢氧化钙油水溶液的时间控制在 2 小时左右。) 全部加完后当温度升至到 230℃ 时, 依次关闭电热源发生器、导热油泵、皂压釜导热油阀门, 加热停止。(在加热升温过程中要密切注意压力的变化, 当压力达到 0.05Mpa 时要打开泄压阀, 开始缓慢泄压, 控制皂压釜内的压力不超过 0.07Mpa。)

[0185] 本皂化反应过程是在特制的皂压釜内进行的, 该皂压釜下搅拌配套电机功率为 22kwh, 容量为 2m<sup>3</sup>; 该皂压釜采用三重加热方式, 比传统皂压釜的加热面积增加了一倍以上, 使皂压反应加热升温时间比传统皂压反应加热时间缩短了近 50% 的时间 (传统皂压反应时间在 4 ~ 4.5 小时之间, 该装置的皂压反应时间为 2.5 小时); 该皂压釜的下搅拌采用四层内外氟胶骨架油封密封, 具有耐温, 耐磨, 更换维修方便等特点; 出料采用与密封腔体出料方式, 保证釜内物料排除干净。

[0186] 本皂化反应过程的加热系统中的电热源发生器, 是本套生产方法中的专用加热设备, 功率为 30kwh, 具有加热快, 供热量大, 使用方便快捷安全。能大幅度的缩短皂化时间 (比一般生产工艺缩短 1/3 时间)。是当今润滑油脂生产加热系统中的独有加热方式。

[0187] 第二步泄压转移物料过程:

[0188] 加热停止后, 继续缓慢泄压, 当皂压釜内的压力位零时, 将泄压阀全部打开, 泄空釜内的压力。

[0189] 依次开启成脂脱气罐放空阀门, 成脂脱气罐进料阀门及下搅拌, 皂压釜底料转移

阀门,开启物料转移泵,开始物料转移,物料转移结束后,关闭物料转移泵。

[0190] 泵送 200 份基础油 (500SN) 到皂压釜料,搅拌 5 分钟后,打开皂压釜底料转移阀门,开启物料转移泵,将其转移至成脂脱气罐后,关闭物料转移泵及物料转移阀门,并停止皂压釜搅拌及成脂脱气罐搅拌。

[0191] 第三步真空负压脱气降温剪切分散过程:

[0192] 将转移到成脂脱气罐的物料静止放置 15 分钟后,依次开启成脂脱气罐搅拌,开启物料循环阀门,关闭排空阀门,开启真空泵、开启链条双循环泵,进行循环降温处理,将成脂脱气罐内物料的温度调整到  $145^{\circ}\text{C} \sim 150^{\circ}\text{C}$  之间后(真空度控制在  $-0.04\text{MPa} \sim -0.08\text{MPa}$  之间);开启剪切器阀门,关闭物料循环阀门,进行双剪切分散 1 小时后,依次关闭真空泵,开启物料循环阀门,关闭剪切器阀门,将罐内压力调整到常压,该过程结束。

[0193] 第四步循环分散过程:

[0194] 将 100 份的基础油 (500SN) 泵送进成脂脱气罐中,继续循环分散 10 分钟,然后依次关闭所有启动的设备,复合钙皂脂制备结束,放置在成脂脱气罐中,以备后用。

[0195] 该制备过程中真空泵的利用,进行真空脱气,与传统生产工艺相比,可有效缩短皂脂生产时间 30 分钟。

[0196] 该制备过程中使用的链条齿轮泵,是依据本制备工艺的要求专门设计的,采用链条与减速机联机的方式,配套电机的功率为 1.1kwh,可有效提高齿轮泵使用效率,较一般配备 5.5kwh 6 极电机,皮带连接的齿轮泵节电 60%。

[0197] 该制备过程中使用的成脂脱气罐,电机功率为 11kwh,容量  $3\text{m}^3$ 。该成脂脱气罐集成脂与脱气于一身,采用独特的罐笼式刮壁搅拌设计,整体搅拌无死角,且搅拌均匀,放料罐底无积存。

[0198] ◆本发明所述固液相复合型添加剂组合物及制备方法如下:

[0199] ▼本发明所述固液相复合型添加剂的组分包括固体润滑材料、液体介质、极压抗磨剂等。

[0200] 各组分的重量份数如下:

[0201] ◎固体润滑材料:30 ~ 50 份;

[0202] ◎极压抗磨剂: 10 ~ 20 份;

[0203] ◎液体介质: 30 ~ 60 份。

[0204] ●本发明所选用的固体润滑材料有石墨、二硫化钼、氮化硼和三聚氰胺氰尿酸络合物 (MCA) 复合组成。

[0205] 上述四种固体润滑材料中,选用的石墨是天然鳞片石墨,它为六方晶体的结构,纯度达到 99.9%,结晶状态好,富有极强的润滑性,物理、化学性质相当稳定,不与任何强酸、强碱发生反应,熔点高达  $3257^{\circ}\text{C}$ ,它的热传导系数为  $0.3(\text{J}/\text{s} \cdot ^{\circ}\text{C} \cdot \text{cm})$ ,是可以与金属相媲美的优良热导体,它的弹性模量高达  $10000\text{MPa}$ 。它在润滑脂中主要起到润滑,增强油膜承载能力的作用。

[0206]  $\text{MoS}_2$  通常称它为  $\text{MoIy}$ ,是由硫和钼原子组成的兰灰色六方晶体,有非常低的摩擦系数。对金属表面有很强的亲和力,能经受住的压力高达  $3.45 \times 10^6\text{MPa}$ 。它在温度和压力的作用下,会引起在两金属表面间的  $\text{MoIy}$  和金属表面发生瞬时反应,生成一层非常低摩擦的固体膜来防止两金属表面的接触,热化学反应生成的这个膜被磨损后,通过在液体润滑



剂中悬浮的 MoLy 会连续不断地重新补充到摩擦表面上来。MoS<sub>2</sub> 在 350℃时就发生氧化,固其高温状态时润滑性不如石墨和氮化硼好。在此发明中它与石墨和氮化硼相互协同,能使设备从冷启动到全速全负荷运转的全过程中,从低温到高温状态下都能保持良好的润滑效果。

[0207] 氮化硼俗称白色石墨,它的润滑性比石墨还好,且熔点高达 3100℃,它在本发明中与其它三种固体润滑材料复配可起到协同效果,提高润滑性,增强油膜的承载能力。

[0208] 三聚氰胺氰尿酸络合物 (MCA) 是一种具有滑腻感的白色粉末,摩擦系数较低,润滑特性与二硫化钼相仿。它在设备润滑过程中主要起到在低温时的润滑功能,

[0209] 依据润滑脂应用场合,润滑要求以及润滑剂稳定性等综合因素考虑,上述四种固体润滑材料中其固体微粒的粒度分布应满足以下要求:重量中位粒径在 2.0 ~ 5.0 微米之间,最大粒径不超过 10 微米,纯度必须达到不低于 99%。

[0210] 固体润滑材料的各组分用量的重量份数分别为:

[0211] 三聚氰胺氰尿酸络合物 (MCA) 为 6.0 ~ 10.0 份,二硫化钼 3.0 ~ 5.0 份,石墨为 19.5 ~ 32.5 份,氮化硼为 1.5 ~ 2.5 依据大量的试验和实际应用测试结果表明,上述三种固体润滑材料的最佳重量配比应同时满足以下条件:

[0212] 三聚氰胺氰尿酸络合物 (MCA) : 二硫化钼 : 石墨 : 氮化硼的重量比例为 : 6.0 ~ 10.0 : 3.0 ~ 5.0 : 19.5 ~ 32.5 : 1.5 ~ 2.5。

[0213] ● 本发明所选用的极压抗磨剂为二丁基二硫代氨基甲酸锑 (T325);二戊基二硫代氨基甲酸铅 (Vanlube 71);烷基磷酸酯胺盐 (Mobilad C-423);油状硼酸钾 (T361);硼酸钾 (OLOA 9750) 等其它极压抗磨剂中的一种或其组合。

[0214] 极压抗磨剂是在金属表面承受负荷的条件下,起防止滑动的金属表面的磨损,擦伤甚至烧结的作用。它是油溶性的摩擦改进剂,它能够在固体润滑膜没有形成之前起到极压抗磨的作用。(固体润滑膜的形成是物理吸附过程,需要一定的时间来形成);另外,它们经过湿润分散工艺处理后,可镶嵌到固体润滑材料的层间结构中,提高固液润滑的协同性,增强其极压抗磨性。

[0215] 极压抗磨剂的优选重量份数应为固体润滑材料的 2/5 ~ 1/2。

[0216] ● 本发明所选用液体介质为一类基础油 150SN、200SN、400SN、500SN、150BS 等;二类基础油 150N、200N、400N、500N、150BS 等;合成基础油脂类合成油、合成烃油、聚硅氧烷类合成油、含氟合成油等的一种或其组合。

[0217] 基础油是固体润滑材料的分散介质,它决定润滑脂的润滑性、挥发性、低温性、与密封材料的相容性等。

[0218] 其组分按重量计算为 30 ~ 60 份。

[0219] ● 本发明所述固液相复合型添加剂的制备方法如下:

[0220] 第一步固体润滑物料预处理过程:

[0221] 将石墨、二硫化钼、氮化硼和三聚氰胺氰尿酸络合物 (MCA) 固体润滑物料,利用负压控制系统的负压吸入到固体润滑材料预混罐中,用搅笼搅拌器搅拌均匀(功率 10kwh,公转转速 10r/min、自转转速 50r/min),时间控制在 1 ~ 1.5 小时之间。

[0222] 第二步液体介质预处理过程:

[0223] 将极压抗磨剂极压抗磨剂二丁基二硫代氨基甲酸锑 (T325);二戊基二硫代氨基

甲酸铅 (Vanlube 71); 烷基磷酸酯胺盐 (Mobilad C-423); 油状硼酸钾 (T361); 硼酸钾 (OLOA 9750) 或其它极压抗磨剂中的一种或其组合; 与液体介质一类基础油 150SN、200SN、400SN、500SN、150BS; 与二类基础油 150N、200N、400N、500N、150BS 等; 合成基础油脂类合成油、合成烃油、聚硅氧烷类合成油、含氟合成油等的一种或其组合泵送到液体物料处理罐, 开启浆式搅拌器 (功率为 3kwh、搅拌速度为 300r/min), 搅拌 0.5 小时。

[0224] 第三步湿润分散固体润滑物料过程

[0225] 将混合好的固体润滑物料通过定量给料器输送到连续式捏合机中, 同时将搅拌均匀好的液体介质泵送至连续式捏合机中 (连续式捏合机功率为 10kwh, 容量 3m<sup>3</sup>, 高速捏合轴的转速为 100r/min, 低速捏合轴的转速为 80r/min), 打开循环阀门, 开启捏合机循环捏合物料 1 ~ 1.5 小时。固液相复合型添加剂制备完成, 放置在捏合机中以备后用。

[0226] ■固液相复合型添加剂的质量要求

[0227] ◎固体润滑材料的纯度:  $\geq 99\%$

[0228] ◎固体润滑材料的含量: 30% ~ 50%

[0229] ◎固体润滑材料的粒度分布:

[0230] ▽重量中位粒径: 2.0 ~ 5.0 微米 ▽最大粒径:  $\leq 10$  微米

[0231] ◆本发明所述固液相复合型润滑脂组合物组分包括固液相复合型添加剂、基础油以及两种以上的单基皂脂、复合皂脂等。

[0232] 各组分的重量份数如下:

[0233] ●单基钙皂脂: 2 ~ 5 份;

[0234] ●单基锂皂脂: 4 ~ 10 份;

[0235] ●复合皂脂: 51 ~ 80 份;

[0236] ●基础油: 9 ~ 15 份;

[0237] ●固液相复合型添加剂: 5 ~ 19 份。

[0238] ▼本发明所选用的单基皂脂包括锂基、钙基、无机皂、或有机皂等其中的两种或两种以上。

[0239] 其组分按重量计算为 6 ~ 15 份。

[0240] ▼本发明所选用的复合皂脂包括复合锂皂脂、复合石油磺酸钙皂脂、复合钙皂脂中的一种或其组合。

[0241] 其组分按重量计算为 51 ~ 80 份。

[0242] ▼本发明所选用基础油为 400SN、500SN、150BS 等; 合成基础油脂类合成油、合成烃油、聚硅氧烷类合成油、含氟合成油等的一种或其组合。

[0243] 其组分按重量计算为 9 ~ 15 份。

[0244] ▼本发明所选用的添加剂为固液相复合型添加剂。

[0245] 其组分按重量计算为 5 ~ 19 份

[0246] ▼本发明所述固液相复合型润滑脂的制备方法如下:

[0247] 第一步强制剪切分散过程:

[0248] 将按前述方法制备好的单基钙皂脂 2 ~ 5 份; 单基锂皂脂 4 ~ 10 份; 复合皂脂 51 ~ 80 份; 固液相复合型添加剂 5 ~ 19 份; 通过定量给料器加入到强制剪切分散罐中, 同时泵送基础油 9 ~ 15 份至强制剪切分散罐中, 打开物料循环阀门, 开启链条齿轮泵对物料

进行强制循环剪切分散 1 ~ 1.5 小时。

[0249] 强制循环剪切分散的目的,是对原有的润滑脂结构进行重新构整,使其达到耐温润滑的最佳结构方式。通过各种脂及剂的重新搭配及组合,使得固液相复合型润滑脂具有耐高温、长效耐磨,使用寿命长的特性。

[0250] 第二步调整锥入度过程:

[0251] 依据应用场合的不同,对润滑脂的软硬度要求也不同,故还要用 500SN 基础油调整锥入度到符合要求为止。

[0252] 第三步过滤、包装过程:

[0253] 打开过滤器阀门,关闭物料循环阀门,将大于 10 微米的颗粒滤掉,输送的罐装机进行包装出成品。

[0254] 质量要求:按 Q/0100RZR008-2010L-GYF-X 特种润滑脂标准执行。

[0255] ◆本发明所述固液相复合型润滑脂的应用效果:

[0256] 得到的固液相复合型润滑脂与常规润滑脂相比,具有如下的功效:

[0257] ●节电 3% 以上。

[0258] ●延长轴承的使用寿命 2 ~ 6 倍。

[0259] ●综合提高工艺效益 100%。

#### 四、具体实施方式:

[0260] ◆实施例 1

[0261] 一种适用于注塑机轴承用的固液相复合型润滑脂,其组分包含单基皂脂、复合皂脂、固液相复合型添加剂及基础油。

[0262] 各组分的重量份数如下:

[0263] ●单基钙皂脂: 5 份;

[0264] ●单基锂皂脂: 10 份;

[0265] ●复合锂皂脂: 62 份;

[0266] ●固液相复合型添加剂 ( I ): 8 份;

[0267] ●基础油 (500SN): 15 份;

[0268] ▼其中固液相复合型添加剂 ( I ) 的组分和重量份数如下:

[0269] ○固体润滑材料: 30 份;

[0270] 其中:三聚氰胺氰尿酸络合物 (MCA)---6.0 份;

[0271] 二硫化钼-----3.0 份;

[0272] 石墨-----19.5 份;

[0273] 氮化硼-----1.5 份;

[0274] 三聚氰胺氰尿酸络合物 (MCA): 二硫化钼: 石墨: 氮化硼

[0275] = 6.0 : 3.0 : 19.5 : 1.5

[0276] ○极压抗磨剂:二丁基二硫代氨基甲酸锑 (T325) 15 份;

[0277] ○液体介质: 加氢脱蜡基础油 500N 55 份。

[0278] ▼固液相复合型添加剂 ( I ) 加工步骤和具体工艺条件如下:

[0279] 第一步固体润滑物料预处理过程:

[0280] 将三聚氰胺氰尿酸络合物 (MCA)6.0 份 ;二硫化钼 3.0 份 ;石墨 19.5 份 ;氮化硼 1.5 份 ;利用正负压控制系统的负压吸入到固体润滑材料预混罐中,用搅笼搅拌器搅拌均匀 (功率 10kwh,公转转速 10r/min、自转转速 50r/min),时间控制在 1 ~ 1.5 小时之间。

[0281] 第二步液体介质预处理过程 :

[0282] 将极压抗磨剂二丁基二硫代氨基甲酸铈 (T325)15 份 ;液体介质加氢脱蜡基础油 500N 55 份泵送到液体物料处理罐,开启浆式搅拌器 (功率为 3kwh、搅拌速度为 300r/min),搅拌 0.5 小时。

[0283] 第三步湿润分散固体润滑物料过程

[0284] 将混合好的固体润滑物料通过定量给料器输送到连续式捏合机中,同时将搅拌均匀好的液体介质泵送至连续式捏合机中 (连续式捏合机功率为 10kwh,容量 3m<sup>3</sup>,高速捏合轴的转速为 100r/min,低速捏合轴的转速为 80r/min),打开循环阀门,开启捏合机循环捏合物料 1 ~ 1.5 小时。即制得固液相复合型添加剂 ( I ),放置在捏合机中以备后用。

[0285] 本实施例所述的注塑机轴承用固液相复合型润滑脂的加工步骤和具体工艺条件如下 :

[0286] 第一步强制剪切分散过程 :

[0287] 将上述已制备好的单基钙皂脂 5 份 ;单基锂皂脂 10 份 ;复合锂皂脂 62 份 ;固液相复合型添加剂 ( I )8 份通过定量给料器加入到强制剪切分散罐中,同时泵送基础油 10 份至强制剪切分散罐中,打开物料循环阀门,开启链条齿轮泵对物料进行强制循环剪切分散 1 ~ 1.5 小时。

[0288] 强制循环剪切分散的目的,是对原有的润滑脂结构进行重新构整,使其达到耐温润滑的最佳结构方式。通过各种脂及剂的重新搭配及组合,使得固液相复合型润滑脂具有耐高温、长效耐磨,使用寿命长的特性。

[0289] 第二步调整锥入度过程 :

[0290] 加入 5 份的 500SN 基础油调整锥入度到符合要求为止。

[0291] 第三步过滤、包装过程 :

[0292] 打开过滤器阀门,关闭物料循环阀门,将大于 10 微米的颗粒滤掉,输送的罐装机进行包装出成品。

[0293] 取本实施例生产的固液相复合型轴承脂与普通轴承脂的常规理化指标对比见表 1

[0294] 表 1

[0295]

检验项目	检验结果			检验方法
	标准	普通	本实施例	
滴点    ℃    不低于	180	182	220	GB/T 4929
工作锥入度    0.1mm	265~295	275	278	GB/T 269
钢网分油 (100℃ 24h) %    不大于	5	4.0	4.6	SH/0324
腐蚀实验 (T3 铜片 100℃ 24h)	铜片上无绿色或黑色变化	合格	合格	GB/T 7326

[0296] 本实施例生产的固液相复合型轴承脂应用到注塑机集中供脂系统场合三个月,取得了如下的效果:

[0297] ●使用普通轴承脂-----轴承每3月换一次;

[0298] 使用固液相复合型轴承脂-----轴承6个月未更换。

[0299] ●使用普通轴承脂-----单台月均耗电量3500kwh;

[0300] 使用固液相复合型轴承脂-----单台月均耗电量2980kwh。

[0301] 节电高达14.86%。

[0302] ◆实施例2

[0303] 一种适用钢厂烧结合车及轴承用的固液相复合型润滑脂,其组分包含单基皂脂、复合皂脂、固液相复合型润滑脂添加剂。

[0304] 各组分的重量份数如下:

[0305] ●单基钙皂脂: 5份;

[0306] ●单基锂皂脂: 10份;

[0307] ●复合钙皂脂: 65份;

[0308] ●固液相复合型添加剂(II):10份;

[0309] ●基础油(500SN) 10份;

[0310] ▼其中固液相复合型添加剂(II)的组分和重量份数如下:

[0311] 固体润滑材料: 40份;

[0312] 其中:三聚氰胺氰尿酸络合物(MCA) ---8.0份;

[0313] 二硫化钼-----4.0份;

[0314] 石墨-----26.0份;

[0315] 氮化硼-----2.0份;

[0316] 三聚氰胺氰尿酸络合物(MCA):二硫化钼:石墨:氮化硼

[0317] = 8.0 : 4.0 : 26.0 : 2.0

[0318] ○极压抗磨剂:烷基磷酸酯胺盐(Mobilad C-423) 17份;

[0319] ○液体介质:基础油 150BS 43 份。

[0320] ▼固液相复合型添加剂(II)加工步骤和具体工艺条件如下:

[0321] 第一步固体润滑物料预处理过程:将三聚氰胺氰尿酸络合物(MCA)8.0份;二硫化钼 4.0份;石墨 26.0份;氮化硼 2.0份;利用正负压控制系统的负压吸入到固体润滑材料预混罐中,用搅笼搅拌器搅拌均匀(功率 10kwh,公转转速 10r/min、自转转速 50r/min),时间控制在 1~1.5 小时之间。

[0322] 第二步液体介质预处理过程:将极压抗磨剂烷基磷酸酯胺盐(Mobilad C-423)17份;液体介质加氢脱蜡基础油 150BS 43 份泵送到液体物料处理罐,开启浆式搅拌器(功率为 3kwh、搅拌速度为 300r/min),搅拌 0.5 小时。

[0323] 第三步湿润分散固体润滑物料过程将混合好的固体润滑物料通过定量给料器输送到连续式捏合机中,同时将搅拌均匀好的液体介质泵送至连续式捏合机中(连续式捏合机功率为 10kwh,容量 3m<sup>3</sup>,高速捏合轴的转速为 100r/min,低速捏合轴的转速为 80r/min),打开循环阀门,开启捏合机循环捏合物料 1~1.5 小时。即制得固液相复合型添加剂(II),放置在捏合机中以备后用。

[0324] 本实施例所述的适用钢厂烧结台车及轴承用的固液相复合型润滑脂的加工步骤和具体工艺条件如下:

[0325] 第一步强制剪切分散过程:将上述已制备好的单基钙皂脂 5 份;单基锂皂脂 10 份;复合钙皂脂 65 份;固液相复合型添加剂(II)10 份通过定量给料器加入到强制剪切分散灌中,同时泵送基础油(500SN)6 份至强制剪切分散灌中,打开物料循环阀门,开启链条齿轮泵对物料进行强制循环剪切分散 1~1.5 小时。

[0326] 强制循环剪切分散的目的,是对原有的润滑脂结构进行重新构整,使其达到耐温润滑的最佳结构方式。通过各种脂及剂的重新搭配及组合,使得固液相复合型润滑脂具有耐高温、长效耐磨,使用寿命长的特性。

[0327] 第二步调整锥入度过程:加入 4 份的 500SN 基础油调整锥入度到符合要求为止。

[0328] 第三步过滤、包装过程:打开过滤器阀门,关闭物料循环阀门,将大于 10 微米的颗粒滤掉,输送的罐装机进行包装出成品。

[0329] 取本实施例生产的固液相复合型复合钙皂脂与普通复合钙皂脂的常规理化指标对比见表 2

[0330] 表 2

[0331]



2.5 份;利用正负压控制系统的负压吸入到固体润滑材料预混罐中,用搅笼搅拌器搅拌均匀(功率 10kwh,公转转速 10r/min、自转转速 50r/min),时间控制在 1 ~ 1.5 小时之间。

[0358] 第二步液体介质预处理过程:

[0359] 将极压抗磨剂油状硼酸钾 (T361) 20 份;液体介质加氢脱蜡基础油基础油 500SN30 份泵送到液体物料处理罐,开启浆式搅拌器(功率为 3kwh、搅拌速度为 300r/min),搅拌 0.5 小时。

[0360] 第三步湿润分散固体润滑物料过程

[0361] 将混合好的固体润滑物料通过定量给料器输送到连续式捏合机中,同时将搅拌均匀好的液体介质泵送至连续式捏合机中(连续式捏合机功率为 10kwh,容量 3m<sup>3</sup>,高速捏合轴的转速为 100r/min,低速捏合轴的转速为 80r/min),打开循环阀门,开启捏合机循环捏合物料 1 ~ 1.5 小时。即制得固液相复合型添加剂(III),放置在捏合机中以备后用。

[0362] 本实施例所述适用于窑车及轴承用的固液相复合润滑脂的加工步骤和具体工艺条件如下:

[0363] 第一步强制剪切分散过程:将上述已制备好的单基钙皂脂 5 份;单基锂皂脂 12 份;复合钙皂脂 60 份;固液相复合型添加剂(III) 15 份通过定量给料器加入到强制剪切分散罐中,同时泵送基础油(500SN) 6 份至强制剪切分散罐中,打开物料循环阀门,开启链条齿轮泵对物料进行强制循环剪切分散 1 ~ 1.5 小时。

[0364] 强制循环剪切分散的目的,是对原有的润滑脂结构进行重新构整,使其达到耐温润滑的最佳结构方式。通过各种脂及剂的重新搭配及组合,使得固液相复合型润滑脂具有耐高温、长效耐磨,使用寿命长的特性。

[0365] 第二步调整锥入度过程:加入 2 份的 500SN 基础油调整锥入度到符合要求为止。

[0366] 第三步过滤、包装过程:打开过滤器阀门,关闭物料循环阀门,将大于 10 微米的颗粒滤掉,输送的罐装机进行包装出成品。

[0367] 取本实施例生产的固液相复合型窑炉脂与普通窑炉脂的常规理化指标对比见表 3

[0368] 表 3

[0369]

检验项目	检验结果			检验方法
	标准	普通	本实施例	
滴点 °C 不低于	330	330 不滴	330 不滴	GB/T 4929
工作锥入度 0.1mm	265~295	275	281	GB/T 269
钢网分油 (100°C 24h) % 不大于	10	7.0	8.2	SH/ 0324
腐蚀实验 (T3 铜片 100°C 24h)	铜片上无绿色或黑色变化	合格	合格	GB/T 7326

[0370] 本实施例生产的固液相复合型窑车脂应用到陶瓷窑炉线窑炉车轴承,取得了如下



的效果：

[0371] ●使用普通窑车脂 ----- 轴承每 1 个月换一次；

[0372] ●使用某种高温窑车脂 ----- 轴承每 2 个月换一次；

[0373] ●使用德国克努伯 UNISLON TK44N2RECA 脂 ----- 轴承每 4 个月换一次；

[0374] ●使用固液相复合型复合锂基脂 ----- 轴承 8 个月未更换。

[0375] 本发明的制备方法由于采用了新型皂压釜、成脂脱气灌、新型电热源发生器，使造皂脂的工艺时间比传统生产工艺时间缩短了近 50%，取得了节电，降低生产制造成本的效果；另外，通过定量给料器把皂基脂制备系统，固液相复合型添加剂制备系统与固液相复合型润滑脂成脂系统有机的连接在一起，使各系统能同时进行工作，实现了连续化生产润滑脂，整个工艺流程 4 小时即可完成。

[0376] 链条传动齿轮泵的应用，替代了传统生产工艺中的均质机，节省了生产设备投资费用。

[0377] 本发明生产的固液相复合型润滑脂可实现各润滑温度段无盲点润滑，保证了润滑设备的最大程度的润滑及设备润滑的长寿命。