



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106190502 B

(45)授权公告日 2018.10.26

(21)申请号 201610636467.4

C10N 50/08(2006.01)

(22)申请日 2016.08.05

(56)对比文件

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 106190502 A

EP 1371716 A1,2003.12.17,

CN 104804797 A,2015.07.29,

CN 104312694 A,2015.01.28,

(43)申请公布日 2016.12.07

CN 103525510 A,2014.01.22,

US 8399390 B2,2013.03.19,

(73)专利权人 宁波金特信钢铁科技有限公司

地址 315002 浙江省宁波市高新区院士路

66号创业大厦213-2室

审查员 方正

(72)发明人 金峰 许博伟 陆娜

(51)Int.Cl.

C10M 169/04(2006.01)

C10M 177/00(2006.01)

C10M 171/00(2006.01)

C10N 30/06(2006.01)

C10N 30/08(2006.01)

权利要求书1页 说明书5页

(54)发明名称

一种耐高低温微纳米润滑材料的制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种耐高低温微纳米润滑材料的制备方法,属于润滑材料技术领域。本发明首先将硝酸钴和硝酸铁溶解混合,蒸发结晶得到均匀晶体,再与尿素混合,经球磨得到混合晶体粉末,利用冷却后的沼气液为冷却介质,氧气为输送气,将混合晶体粉末通过氧乙炔火焰在高能火焰喷枪中熔射,进入冷却介质得到微纳米级空心微球粉,将其与吐温20等表面活性剂、聚氧乙烯十二烷基醚加热混匀,再趁热与基础油经超声分散均匀,冷却使空心微球粉吸收润滑油,经再次升温 and 冷却,进一步吸收,固化后得到耐高低温微纳米润滑材料。本发明所得润滑材料在高温环境下均匀分散且不易氧化,在低温条件下未发生粘着,润滑性能优良,具有广泛的应用价值。

1. 一种耐高低温微纳米润滑材料的制备方法,其特征在于具体制备步骤为:

(1) 依次称取180~200g硝酸钴,240~260g硝酸铁,加入盛有1200~1600mL去离子水的烧杯中,用玻璃棒搅拌直至全部溶解,随后将烧杯中溶液倒入坩埚中,加热蒸发结晶,待其自然冷却至室温,将坩埚中晶体转入球磨机中,再加入45~60g尿素,按球料比为3:1加入球磨珠,以380~460r/min转速球磨处理15~20min,出料,将所得物料转入105~110℃烘箱中,干燥至恒重,得混合晶体粉末,备用;

(2) 量取3~5L沼气液,将其转入冰箱中,于2~4℃下冷藏16~24h后,倒入接收槽中,备用;

(3) 取两瓶氧气,1号氧气瓶压力为0.4~0.6MPa,2号氧气瓶压力为0.5~0.7MPa,将2号氧气瓶与压力为0.11~0.13MPa乙炔瓶组成氧乙炔火焰,调节2号氧气瓶与乙炔瓶出气阀,控制氧气与乙炔体积流量比为1.2:1~1.4:1,使氧气与乙炔通过高能火焰喷枪点燃,保持火焰为氧化焰状态;

(4) 将步骤(1)备用混合晶体粉末加入送粉器中,以上述1号氧气瓶中氧气为送粉气,调节送气速度为1~3mL/min,将送粉器中的晶体粉末送至上述高能火焰喷枪,通过氧化焰熔射,喷射进入接收槽,调节喷枪与接收槽距离为480~500mm,待送粉器内晶体输送反应结束,关闭高能火焰喷枪,将接收槽内物料过滤,除去滤液,用去离子水洗涤滤渣3~5次,再将所得滤渣转入75~80℃烘箱中,干燥10~12h,得空心微球粉;

(5) 依次称取150~200g吐温20,150~200g吐温60,80~100g斯潘20,加入反应釜中,开启混料机搅拌器,设定转速至360~420r/min,在搅拌状态下,再依次加入80~100g聚氧乙烯十二烷基醚和140~160g上述所得空心微球粉,开启混料机加热器,加热升温至80~85℃,恒温搅拌反应30~45min;

(6) 待反应结束,将反应釜内物料趁热倒入盛有1800~2000mL500SN基础油的烧杯中,随后将烧杯迅速转入超声振荡仪中,以25~30kHz频率超声振荡3~5min,再将烧杯置于冰水混合浴中,冷却固化15~30min,再将烧杯置于数显测速恒温磁力搅拌器上,在油浴温度为130~150℃,转速为1200~1300r/min条件下,恒温搅拌反应20~25min,随后将烧杯再次置于冰水混合浴中,冷却固化15~30min,即得耐高低温微纳米润滑材料。

## 一种耐高低温微纳米润滑材料的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明公开了一种耐高低温微纳米润滑材料的制备方法,属于润滑材料技术领域。

### 背景技术

[0002] 为减少机械零部件在运行中因摩擦而产生的能量损失及设备损坏,世界各国都在加紧研究相应的润滑材料及润滑技术。改进和提高润滑材料的减摩、抗磨性能,研制出具有性能更优的润滑材料是提高润滑技术所面临的挑战性课题之一。随着纳米科技的不断发展,纳米材料的研究和应用范围不断扩展。在众多纳米材料中可望首先得到大规模应用的品种有纳米磁性材料、纳米陶瓷材料、纳米润滑材料和纳米催化剂材料等。纳米润滑材料是最值得重视的纳米材料之一。美国的国家纳米技术计划(NNI)中将设计和制造能进行自修复的纳米材料作为可能取得突破的长期目标。由于纳米材料具有比表面积大、扩散性好、易烧结、熔点低等特性,因此以纳米材料为基础制备的新型润滑材料应用于摩擦系统中,将以不同于传统添加剂的作用方式起到减摩抗磨作用。这种新型润滑材料不仅可以在摩擦表面形成一层易剪切的薄膜,降低摩擦系数,而且可以对摩擦表面进行一定程度的填补和修复,起到自修复作用。纳米粒子因粒度小而更容易进入摩擦表面,可能形成更厚的表面膜,使摩擦副表面能很好地分离,提高抗磨减摩效果。纳米粒子还因其较高的表面活性,直接吸附到零件的划痕或微坑处起到修复作用,或者通过摩擦化学反应产物实现表面修复。由于纳米粒子以类似胶体的形式分散在油中,当润滑油泄漏时可以沉积在滑动表面,在紧急情况下起到润滑作用。传统的微纳米润滑材料已经无法满足固体润滑剂的要求,它们存在400℃以上时聚集生长而失活,或者容易氧化失去其润滑性,而在低温状态下,金属表面与表面之间非常容易发生粘着甚至发生冷焊,致使不能相对运动,导致其润滑性能大幅降低等缺陷。

### 发明内容

[0003] 本发明主要解决的技术问题:针对传统润滑材料存在的在高低温工作条件下出现的,高温下易聚集生长而失活,易氧化失去润滑性能以及低温下易发生粘着甚至冷焊导致润滑性能不佳等缺陷,提供了一种耐高低温微纳米润滑材料的制备方法。本发明首先将硝酸钴和硝酸铁溶解混合后,蒸发结晶得到混合均匀的晶体,再与尿素混合,经球磨得到混合晶体粉末,再利用冷却后的沼气液为冷却介质,利用氧气为输送气,将混合晶体粉末通过氧乙炔火焰在高压火焰喷枪中熔射,进入冷却介质后得到微纳米级空心微球粉,随后将其与吐温20等表面活性剂、聚氧乙烯十二烷基醚加热混匀,再趁热与基础油经超声分散均匀,冷却使空心微球粉吸收润滑油,经再次升温和冷却,进一步吸收,固化后得到耐高低温微纳米润滑材料。本发明所得润滑材料在高温环境下均匀分散且不易氧化,在低温条件下未发生粘着,润滑性能优良,具有广泛的应用前景。

[0004] 为了解决上述技术问题,本发明所采用的技术方案是:

[0005] (1) 依次称取180~200g硝酸钴,240~260g硝酸铁,加入盛有1200~1600mL去离子

水的烧杯中,用玻璃棒搅拌直至全部溶解,随后将烧杯中溶液倒入坩埚中,加热蒸发结晶,待其自然冷却至室温,将坩埚中晶体转入球磨机中,再加入45~60g尿素,按球料比为3:1加入球磨珠,以380~460r/min转速球磨处理15~20min,出料,将所得物料转入105~110℃烘箱中,干燥至恒重,得混合晶体粉末,备用;

[0006] (2) 量取3~5L沼气液,将其转入冰箱中,于2~4℃下冷藏16~24h后,倒入接收槽中,备用;

[0007] (3) 取两瓶氧气,1号氧气瓶压力为0.4~0.6MPa,2号氧气瓶压力为0.5~0.7MPa,将2号氧气瓶与压力为0.11~0.13MPa乙炔瓶组成氧乙炔火焰,调节2号氧气瓶与乙炔瓶出气阀,控制氧气与乙炔体积流量比为1.2:1~1.4:1,使氧气与乙炔通过高能火焰喷枪点燃,保持火焰为氧化焰状态;

[0008] (4) 将步骤(1)备用混合晶体粉末加入送粉器中,以上述1号氧气瓶中氧气为送粉气,调节送气速度为1~3mL/min,将送粉器中的晶体粉末送至上述高能火焰喷枪,通过氧化焰熔射,喷射进入接收槽,调节喷枪与接收槽距离为480~500mm,待送粉器内晶体输送反应结束,关闭高能火焰喷枪,将接收槽内物料过滤,除去滤液,用去离子水洗涤滤渣3~5次,再将所得滤渣转入75~80℃烘箱中,干燥10~12h,得空心微球粉;

[0009] (5) 依次称取150~200g吐温20,150~200g吐温60,80~100g斯潘20,加入反应釜中,开启混料机搅拌器,设定转速至360~420r/min,在搅拌状态下,再依次加入80~100g聚氧乙烯十二烷基醚和140~160g上述所得空心微球粉,开启混料机加热器,加热升温至80~85℃,恒温搅拌反应30~45min;

[0010] (6) 待反应结束,将反应釜内物料趁热倒入盛有1800~2000mL500SN基础油的烧杯中,随后将烧杯迅速转入超声振荡仪中,以25~30kHz频率超声振荡3~5min,再将烧杯置于冰水混合浴中,冷却固化15~30min,再将烧杯置于数显测速恒温磁力搅拌器上,在油浴温度为130~150℃,转速为1200~1300r/min条件下,恒温搅拌反应20~25min,随后将烧杯再次置于冰水混合浴中,冷却固化15~30min,即得耐高低温微纳米润滑材料。

[0011] 本发明的应用方法是:取100~150g本发明制得的耐高低温微纳米润滑材料,将其均匀涂覆于机械设备各金属轴承表面,控制涂覆厚度为0.3~0.5mm,经检测该机械设备轴承在120~180℃高温工作条件下,其使用寿命较涂覆传统润滑材料的轴承提高了6~8个月,且当该机械设备轴承在-10℃~0℃工作环境下,其使用寿命较涂覆传统润滑材料的轴承提高了8~10个月,有效缓解了机械设备在高低温工作环境下的磨损和零配件的消耗,可大规模推广使用。

[0012] 本发明的有益效果是:

[0013] (1) 本发明所得润滑材料在高温下仍有优良的摩擦性能,摩擦系数较低磨损小,有很好的热强性,可广泛用于各种高温作业机械及设备;

[0014] (2) 本发明在低温下不发生粘着冷焊,可有效减小机械运动部件不平衡、摩擦、损伤所造成的振动和噪声,大幅度延长机械零件的使用寿命和机器大修期限,使用寿命长。

### 具体实施方式

[0015] 首先依次称取180~200g硝酸钴,240~260g硝酸铁,加入盛有1200~1600mL去离子水的烧杯中,用玻璃棒搅拌直至全部溶解,随后将烧杯中溶液倒入坩埚中,加热蒸发结

晶,待其自然冷却至室温,将坩埚中晶体转入球磨机中,再加入45~60g尿素,按球料比为3:1加入球磨珠,以380~460r/min转速球磨处理15~20min,出料,将所得物料转入105~110℃烘箱中,干燥至恒重,得混合晶体粉末,备用;量取3~5L沼气液,将其转入冰箱中,于2~4℃下冷藏16~24h后,倒入接收槽中,备用;取两瓶氧气,1号氧气瓶压力为0.4~0.6MPa,2号氧气瓶压力为0.5~0.7MPa,将2号氧气瓶与压力为0.11~0.13MPa乙炔瓶组成氧乙炔火焰,调节2号氧气瓶与乙炔瓶出气阀,控制氧气与乙炔体积流量比为1.2:1~1.4:1,使氧气与乙炔通过高能火焰喷枪点燃,保持火焰为氧化焰状态;将备用混合晶体粉末加入送粉器中,以上述1号氧气瓶中氧气为送粉气,调节送气速度为1~3mL/min,将送粉器中的晶体粉末送至上述高能火焰喷枪,通过氧化焰熔射,喷射进入接收槽,调节喷枪与接收槽距离为480~500mm,待送粉器内晶体输送反应结束,关闭高能火焰喷枪,将接收槽内物料过滤,除去滤液,用去离子水洗涤滤渣3~5次,再将所得滤渣转入75~80℃烘箱中,干燥10~12h,得空心微球粉;依次称取150~200g吐温20,150~200g吐温60,80~100g斯潘20,加入反应釜中,开启混料机搅拌器,设定转速至360~420r/min,在搅拌状态下,再依次加入80~100g聚氧乙烯十二烷基醚和140~160g上述所得空心微球粉,开启混料机加热器,加热升温至80~85℃,恒温搅拌反应30~45min;待反应结束,将反应釜内物料趁热倒入盛有1800~2000mL500SN基础油的烧杯中,随后将烧杯迅速转入超声振荡仪中,以25~30kHz频率超声振荡3~5min,再将烧杯置于冰水混合浴中,冷却固化15~30min,再将烧杯置于数显测速恒温磁力搅拌器上,在油浴温度为130~150℃,转速为1200~1300r/min条件下,恒温搅拌反应20~25min,随后将烧杯再次置于冰水混合浴中,冷却固化15~30min,即得耐高低温微纳米润滑材料。

#### [0016] 实例1

[0017] 首先依次称取180g硝酸钴,240g硝酸铁,加入盛有1200mL去离子水的烧杯中,用玻璃棒搅拌直至全部溶解,随后将烧杯中溶液倒入坩埚中,加热蒸发结晶,待其自然冷却至室温,将坩埚中晶体转入球磨机中,再加入45g尿素,按球料比为3:1加入球磨珠,以380r/min转速球磨处理15min,出料,将所得物料转入105℃烘箱中,干燥至恒重,得混合晶体粉末,备用;量取3L沼气液,将其转入2℃冰箱中,冷藏16h后,倒入接收槽中,备用;取两瓶氧气,1号氧气瓶压力为0.4MPa,2号氧气瓶压力为0.5MPa,将2号氧气瓶与压力为0.11MPa乙炔瓶组成氧乙炔火焰,调节2号氧气瓶与乙炔瓶出气阀,控制氧气与乙炔体积流量比为1.2:1,使氧气与乙炔通过高能火焰喷枪点燃,保持火焰为氧化焰状态;将备用混合晶体粉末加入送粉器中,以上述1号氧气瓶中氧气为送粉气,调节送气速度为1mL/min,将送粉器中的晶体粉末送至上述高能火焰喷枪,通过氧化焰熔射,喷射进入接收槽,调节喷枪与接收槽距离为480mm,待送粉器内晶体输送反应结束,关闭高能火焰喷枪,将接收槽内物料过滤,除去滤液,用去离子水洗涤滤渣3次,再将所得滤渣转入75℃烘箱中,干燥10h,得空心微球粉;依次称取150g吐温20,150g吐温60,80g斯潘20,加入反应釜中,开启混料机搅拌器,设定转速至360r/min,在搅拌状态下,再依次加入80g聚氧乙烯十二烷基醚和140g上述所得空心微球粉,开启混料机加热器,加热升温至80℃,恒温搅拌反应30min;待反应结束,将反应釜内物料趁热倒入盛有1800mL500SN基础油的烧杯中,随后将烧杯迅速转入超声振荡仪中,以25kHz频率超声振荡3min,再将烧杯置于冰水混合浴中,冷却固化15min,再将烧杯置于数显测速恒温磁力搅拌器上,在油浴温度为130℃,转速为1200r/min条件下,恒温搅拌反应20min,随后将烧

杯再次置于冰水混合浴中,冷却固化15min,即得耐高低温微纳米润滑材料。

[0018] 取100g本发明制得的耐高低温微纳米润滑材料,将其均匀涂覆于机械设备各金属轴承表面,控制涂覆厚度为0.3mm,经检测该机械设备轴承在120℃高温工作条件下,其使用寿命较涂覆传统润滑材料的轴承提高了6个月,且当该机械设备轴承在-10℃工作环境下,其使用寿命较涂覆传统润滑材料的轴承提高了8个月,有效缓解了机械设备在高低温工作环境下的磨损和零配件的消耗,可大规模推广使用。

[0019] 实例2

[0020] 首先依次称取190g硝酸钴,250g硝酸铁,加入盛有1400mL去离子水的烧杯中,用玻璃棒搅拌直至全部溶解,随后将烧杯中溶液倒入坩埚中,加热蒸发结晶,待其自然冷却至室温,将坩埚中晶体转入球磨机中,再加入53g尿素,按球料比为3:1加入球磨珠,以420r/min转速球磨处理17min,出料,将所得物料转入107℃烘箱中,干燥至恒重,得混合晶体粉末,备用;量取4L沼气泡液,将其转入3℃冰箱中,冷藏20h后,倒入接收槽中,备用;取两瓶氧气,1号氧气瓶压力为0.5MPa,2号氧气瓶压力为0.6MPa,将2号氧气瓶与压力为0.12MPa乙炔瓶组成氧乙炔火焰,调节2号氧气瓶与乙炔瓶出气阀,控制氧气与乙炔体积流量比为1.3:1,使氧气与乙炔通过高能火焰喷枪点燃,保持火焰为氧化焰状态;将备用混合晶体粉末加入送粉器中,以上述1号氧气瓶中氧气为送粉气,调节送气速度为2mL/min,将送粉器中的晶体粉末送至上述高能火焰喷枪,通过氧化焰熔射,喷射进入接收槽,调节喷枪与接收槽距离为490mm,待送粉器内晶体输送反应结束,关闭高能火焰喷枪,将接收槽内物料过滤,除去滤液,用去离子水洗涤滤渣4次,再将所得滤渣转入77℃烘箱中,干燥11h,得空心微球粉;依次称取170g吐温20,170g吐温60,90g斯潘20,加入反应釜中,开启混料机搅拌器,设定转速至390r/min,在搅拌状态下,再依次加入90g聚氧乙烯十二烷基醚和150g上述所得空心微球粉,开启混料机加热器,加热升温至83℃,恒温搅拌反应38min;待反应结束,将反应釜内物料趁热倒入盛有1900mL500SN基础油的烧杯中,随后将烧杯迅速转入超声振荡仪中,以27kHz频率超声振荡4min,再将烧杯置于冰水混合浴中,冷却固化22min,再将烧杯置于数显测速恒温磁力搅拌器上,在油浴温度为140℃,转速为1250r/min条件下,恒温搅拌反应22min,随后将烧杯再次置于冰水混合浴中,冷却固化22min,即得耐高低温微纳米润滑材料。

[0021] 取120g本发明制得的耐高低温微纳米润滑材料,将其均匀涂覆于机械设备各金属轴承表面,控制涂覆厚度为0.4mm,经检测该机械设备轴承在150℃高温工作条件下,其使用寿命较涂覆传统润滑材料的轴承提高了7个月,且当该机械设备轴承在-5℃工作环境下,其使用寿命较涂覆传统润滑材料的轴承提高了9个月,有效缓解了机械设备在高低温工作环境下的磨损和零配件的消耗,可大规模推广使用。

[0022] 实例3

[0023] 首先依次称取200g硝酸钴,260g硝酸铁,加入盛有1600mL去离子水的烧杯中,用玻璃棒搅拌直至全部溶解,随后将烧杯中溶液倒入坩埚中,加热蒸发结晶,待其自然冷却至室温,将坩埚中晶体转入球磨机中,再加入60g尿素,按球料比为3:1加入球磨珠,以460r/min转速球磨处理20min,出料,将所得物料转入110℃烘箱中,干燥至恒重,得混合晶体粉末,备用;量取5L沼气泡液,将其转入4℃冰箱中,冷藏24h后,倒入接收槽中,备用;取两瓶氧气,1号氧气瓶压力为0.6MPa,2号氧气瓶压力为0.7MPa,将2号氧气瓶与压力为0.13MPa乙炔瓶组成氧乙炔火焰,调节2号氧气瓶与乙炔瓶出气阀,控制氧气与乙炔体积流量比为1.4:1,使氧气

与乙炔通过高能火焰喷枪点燃,保持火焰为氧化焰状态;将备用混合晶体粉末加入送粉器中,以上述1号氧气瓶中氧气为送粉气,调节送气速度为3mL/min,将送粉器中的晶体粉末送至上述高能火焰喷枪,通过氧化焰熔射,喷射进入接收槽,调节喷枪与接收槽距离为500mm,待送粉器内晶体输送反应结束,关闭高能火焰喷枪,将接收槽内物料过滤,除去滤液,用去离子水洗涤滤渣5次,再将所得滤渣转入80℃烘箱中,干燥12h,得空心微球粉;依次称取200g吐温20,200g吐温60,100g斯潘20,加入反应釜中,开启混料机搅拌器,设定转速至420r/min,在搅拌状态下,再依次加入100g聚氧乙烯十二烷基醚和160g上述所得空心微球粉,开启混料机加热器,加热升温至85℃,恒温搅拌反应45min;待反应结束,将反应釜内物料趁热倒入盛有2000mL500SN基础油的烧杯中,随后将烧杯迅速转入超声振荡仪中,以30kHz频率超声振荡5min,再将烧杯置于冰水混合浴中,冷却固化30min,再将烧杯置于数显测速恒温磁力搅拌器上,在油浴温度为150℃,转速为1300r/min条件下,恒温搅拌反应25min,随后将烧杯再次置于冰水混合浴中,冷却固化30min,即得耐高低温微纳米润滑材料。

[0024] 取150g本发明制得的耐高低温微纳米润滑材料,将其均匀涂覆于机械设备各金属轴承表面,控制涂覆厚度为0.5mm,经检测该机械设备轴承在180℃高温工作条件下,其使用寿命较涂覆传统润滑材料的轴承提高了8个月,且当该机械设备轴承在0℃工作环境下,其使用寿命较涂覆传统润滑材料的轴承提高了10个月,有效缓解了机械设备在高低温工作环境下的磨损和零配件的消耗,可大规模推广使用。