



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 108410543 A

(43)申请公布日 2018.08.17

(21)申请号 201810353129.9

(22)申请日 2018.04.19

(71)申请人 翟琳

地址 213000 江苏省常州市钟楼区常柴宿舍61-1号

(72)发明人 翟琳 张晶 陈可

(74)专利代理机构 北京风雅颂专利代理有限公司 11403

代理人 朱亲林

(51)Int.Cl.

C10M 159/12(2006.01)

C10M 169/04(2006.01)

C10N 50/10(2006.01)

C10N 30/08(2006.01)

C10N 30/06(2006.01)

权利要求书1页 说明书5页

(54)发明名称

一种凹凸棒土基阻燃润滑脂的制备方法

(57)摘要

本发明公开了一种凹凸棒土基阻燃润滑脂的制备方法,属于润滑脂制备技术领域。本发明制得的润滑脂中含有改性凹凸棒土,本发明利用霉菌微生物将蓖麻油发酵产生酸败,利用微生物将蓖麻油分解产生大量游离性酯基和羧基有机物,同时羧基有机物的螯合作用使得凹凸棒土表面晶格中的部分金属元素被螯合吸附,促进磨损表面氧化物层的形成,使得磨损物表面形成氧化物自修复层,降低磨损量,本发明将改性凹凸棒土掺入基础油中制成润滑脂,其中凹凸棒土还经过了有机硅氧烷改性,而且其分解的产物在阻燃的同时还能够大量吸收高分子聚合物燃烧所产生的有害气体和烟雾,不从而使燃烧很快停止的同时消除烟雾,具有极佳的阻燃效果,应用前景广阔。

1. 一种凹凸棒土基阻燃润滑脂的制备方法,其特征在于具体制备步骤为:

(1) 称取凹凸棒土依次用无水乙醇和去离子水冲洗3~5遍,将冲洗后的凹凸棒土放入烘箱,在105~110℃下烘干至恒重,再将烘干后的凹凸棒土装入球磨罐中球磨1~2h后过200目筛,收集过筛粉末得到预处理凹凸棒土粉末;

(2) 将上述凹凸棒土粉末和蓖麻油混合后装入发酵罐中,先将发酵罐敞口放入温室中,静置发霉处理3~5天,得到发霉物;

(3) 用搅拌棒搅拌发霉物15~20min后密封发酵罐,密封发酵,发酵结束后过滤分离得到发酵滤渣,将发酵滤渣和聚二甲基硅氧烷以及水混合后装入三口烧瓶中,在60~70℃下,搅拌反应30~40min,过滤分离得到滤饼,即为改性凹凸棒土,备用;

(4) 将猪肝放入组织粉碎机中粉碎后与质量分数为0.75%的氯化钠溶液按质量比为1:5混合得到混合物,将混合物和沼气液按等质量比混合后转入发酵罐中,保温发酵,发酵结束后过滤分离得到发酵滤液;

(5) 将N,N'-间苯撑双马来酰亚胺和大豆油以及上述发酵滤液混合后装入三口烧瓶中,加热升温至130~150℃,保温搅拌反应2~3h后出料得到改性基础油;

(6) 将备用的改性凹凸棒土和改性基础油混合后装入反应釜中进行搅拌,在搅拌的过程中加入无水乙醇,继续搅拌20~30min,搅拌结束后转入高压均化器,以20~30MPa的压力均化处理1~2h,脱气,即得凹凸棒土基阻燃润滑脂。

2. 根据权利要求1所述的一种凹凸棒土基阻燃润滑脂的制备方法,其特征在于:步骤(2)中所述的凹凸棒土粉末和蓖麻油的质量比为1:2,温室中的温度为25~35℃,空气相对湿度为60~70%。

3. 根据权利要求1所述的一种凹凸棒土基阻燃润滑脂的制备方法,其特征在于:步骤(3)中所述的密封发酵的温度为35~40℃,密封发酵的时间为15~20天,发酵滤渣和聚二甲基硅氧烷以及水的质量比为8:1:5。

4. 根据权利要求1所述的一种凹凸棒土基阻燃润滑脂的制备方法,其特征在于:步骤(4)中所述的保温发酵的温度为35~40℃,保温发酵的时间为12~15天。

5. 根据权利要求1所述的一种凹凸棒土基阻燃润滑脂的制备方法,其特征在于:步骤(5)中所述的N,N'-间苯撑双马来酰亚胺和大豆油以及发酵滤液混合的质量比为1:30:5。

6. 根据权利要求1所述的一种凹凸棒土基阻燃润滑脂的制备方法,其特征在于:步骤(6)中所述的改性凹凸棒土和改性基础油的质量比为2:1,无水乙醇的加入量为改性基础油质量的10%。

## 一种凹凸棒土基阻燃润滑脂的制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明公开了一种凹凸棒土基阻燃润滑脂的制备方法,属于润滑脂制备技术领域。

### 背景技术

[0002] 润滑脂是一种稠厚的油脂状半固体,用于机械的摩擦部分,起润滑和密封作用。也用于金属表面,起填充空隙和防锈作用。主要由矿物油(或合成润滑油)和稠化剂调制而成。在汽车和工程机械上的许多部位都使用润滑脂作为润滑材料,即我们常说的黄油。

[0003] 根据稠化剂可分为皂基脂和非皂基脂两类。皂基脂的稠化剂常用锂、钠、钙、铝、锌等金属皂,也用钾、钡、铅、锰等金属皂。非皂基脂的稠化剂用石墨、炭黑、石棉还有合成的(如聚脲基、膨润土),根据用途可分为通用润滑脂和专用润滑脂两种,前者用于一般机械零件,后者用于拖拉机、铁道机车、船舶机械、石油钻井机械、阀门等。主要质量指标是滴点、针入度、灰分和水分等。用来评价润滑脂胶体稳定性的指标为分油试验、滚动轴承性能试验等。滚筒试验是测试滚压作用下稠度变化的试验方法。流动性试验是评价在低温下润滑脂可泵送性的试验方法。抗水淋性试验是评价润滑脂对水淋洗出的抵抗能力的试验方法。胶体安定性是润滑脂在贮存和使用中保持胶体稳定,液体矿油不从脂中析出的性能。机械安定性是表示润滑脂在机械工作条件下抵抗稠度变化的性能。滚珠轴承扭矩试验是评价润滑脂低温性能的一种试验方法。润滑脂是将稠化剂分散于液体润滑剂中所组成的一种稳定的固体或半固体产品,其中可以加入旨在改善润滑脂某种特性的添加剂及填料。润滑脂在常温下可附着于垂直表面不流失,并能在敞开或密封不良的摩擦部位工作,具有其它润滑剂所不可替代的特点。一般而言,相同皂基的润滑脂相容性较好。有机粘土基与其他基不相容。

[0004] 近代工业的飞速发展,对润滑脂的要求越来越高,高质多效的润滑脂是其发展的方向。润滑脂作为一种可燃性物质,其组份90%是矿物油,很容易自燃,在井下,不仅电气设备运转不良会引起大火,机械设备运转不良,发生故障而产生局部持续的磨擦过热产生足够高于油的燃性温度,同样也可引起火灾,阻燃性差。因此,发明一种凹凸棒土基阻燃润滑脂对润滑脂制备技术领域具有积极意义。

### 发明内容

[0005] 本发明主要解决的技术问题,针对润滑脂作为一种可燃性物质,其组份90%是矿物油,很容易自燃,在井下,不仅电气设备运转不良会引起大火,机械设备运转不良,发生故障而产生局部持续的磨擦过热产生足够高于油的燃性温度,同样也可引起火灾,阻燃性差的缺陷,提供了一种凹凸棒土基阻燃润滑脂的制备方法。

[0006] 为了解决上述技术问题,本发明所采用的技术方案是:

一种凹凸棒土基阻燃润滑脂的制备方法,其特征在于具体制备步骤为:

(1) 称取凹凸棒土依次用无水乙醇和去离子水冲洗3~5遍,将冲洗后的凹凸棒土放入

烘箱,在105~110℃下烘干至恒重,再将烘干后的凹凸棒土装入球磨罐中球磨1~2h后过200目筛,收集过筛粉末得到预处理凹凸棒土粉末;

(2)将上述凹凸棒土粉末和蓖麻油混合后装入发酵罐中,先将发酵罐敞口放入温室中,静置发霉处理3~5天,得到发霉物;

(3)用搅拌棒搅拌发霉物15~20min后密封发酵罐,密封发酵,发酵结束后过滤分离得到发酵滤渣,将发酵滤渣和聚二甲基硅氧烷以及水混合后装入三口烧瓶中,在60~70℃下,搅拌反应30~40min,过滤分离得到滤饼,即为改性凹凸棒土,备用;

(4)将猪肝放入组织粉碎机中粉碎后与质量分数为0.75%的氯化钠溶液按质量比为1:5混合得到混合物,将混合物和沼气液按等质量比混合后转入发酵罐中,保温发酵,发酵结束后过滤分离得到发酵滤液;

(5)将N,N'-间苯撑双马来酰亚胺和大豆油以及上述发酵滤液混合后装入三口烧瓶中,加热升温至130~150℃,保温搅拌反应2~3h后出料得到改性基础油;

(6)将备用的改性凹凸棒土和改性基础油混合后装入反应釜中进行搅拌,在搅拌的过程中加入无水乙醇,继续搅拌20~30min,搅拌结束后转入高压均化器,以20~30MPa的压力均化处理1~2h,脱气,即得凹凸棒土基阻燃润滑脂。

[0007] 步骤(2)中所述的凹凸棒土粉末和蓖麻油的质量比为1:2,温室中的温度为25~35℃,空气相对湿度为60~70%。

[0008] 步骤(3)中所述的密封发酵的温度为35~40℃,密封发酵的时间为15~20天,发酵滤渣和聚二甲基硅氧烷以及水的质量比为8:1:5。

[0009] 步骤(4)中所述的保温发酵的温度为35~40℃,保温发酵的时间为12~15天。

[0010] 步骤(5)中所述的N,N'-间苯撑双马来酰亚胺和大豆油以及发酵滤液混合的质量比为1:30:5。

[0011] 步骤(6)中所述的改性凹凸棒土和改性基础油的质量比为2:1,无水乙醇的加入量为改性基础油质量的10%。

[0012] 本发明的有益效果是:

(1)本发明首先将凹凸棒土用乙醇和水洗涤后球磨,得到凹凸棒土粉末,接着将凹凸棒土粉末和蓖麻油混合后在高温高湿的环境下发霉,之后再利用霉菌密封发酵,得到发酵滤渣,继续用有机硅氧烷改性发酵滤渣得到改性凹凸棒土,接着本发明以猪肝为原料,利用沼气液发酵得到富含氮、硫、磷等元素的发酵滤液,再将大豆油和硫化剂以及发酵滤液共同反应,将大豆油中的碳碳双键打开并引入极压硫元素,最终制得改性基础油,最后将改性基础油和改性凹凸棒土复配,最终制得凹凸棒土基阻燃润滑脂,本发明制得的润滑脂中含有改性凹凸棒土,在改性的过程中,本发明利用霉菌微生物将蓖麻油发酵产生酸败,利用微生物将蓖麻油分解产生大量游离性酯基和羧基有机物,并在微生物的自交联作用下将这些酯基引入凹凸棒土表面,其中酯基的引入极大的降低了凹凸棒土的表面能,使其在基础油中的分散性变高,同时由于酯基和基础油的相似相溶性,也使改性后的凹凸棒土与基础油的相容性得到提高,可以最大限度的发挥凹凸棒土的掺杂性能,同时羧基有机物的螯合作用使得凹凸棒土表面晶格中的部分金属元素被螯合吸附,离开其原有的晶格位置进入酸败后的羧基有机相中,从而在凹凸棒土表面晶格上产生空穴,这些空穴的产生使得凹凸棒土的氧化活性得到提高,在最终制得的润滑脂使用过程中,使得具有纳米级层链结构的凹凸棒土

可以通过摩擦过程中的机械和化学作用,促进磨损表面氧化物层的形成,使得磨损物表面形成氧化物自修复层,降低磨损量,而基础油中氮、硫、磷等元素在润滑脂涂覆后的表面也会形成一层化学极化层保护膜,也能降低基材的磨损量,具有极佳的润滑降磨作用;

(2) 本发明将改性凹凸棒土掺入基础油中制成润滑脂,其中凹凸棒土还经过了有机硅氧烷改性,而有机硅氧烷和富镁铝硅酸盐粘土矿物凹凸棒土本身具有良好的成炭抑烟效果,在润滑脂燃烧发生时,其中的有机基体在低温热分解时生成过渡性炭,而有机硅氧烷和富镁铝硅酸盐凹凸棒土生成的二氧化硅在体系表面形成无定形的硅保护层,并且和过渡性炭之间形成Si-O-C键和-Si-C-键的保护炭层,隔绝基体材料和可燃性气体的交换以及与外界的热传递,从而达到阻燃效果,而且改性凹凸棒土会在燃烧受热时发生分解吸收燃烧物表面热量,同时释放出大量水分稀释燃物表面的氧气,分解生成的活性氧化铝附着于可燃物表面又进一步阻止了燃烧的进行,并且在整个阻燃过程中不但没有任何有害物质产生,而且其分解的产物在阻燃的同时还能够大量吸收高分子聚合物燃烧所产生的有害气体和烟雾,不断吸收未完全燃烧的融化残留物,从而使燃烧很快停止的同时消除烟雾,具有极佳的阻燃效果,应用前景广阔。

### 具体实施方式

[0013] 称取凹凸棒土依次用无水乙醇和去离子水冲洗3~5遍,将冲洗后的凹凸棒土放入烘箱,在105~110℃下烘干至恒重,再将烘干后的凹凸棒土装入球磨罐中球磨1~2h后过200目筛,收集过筛粉末得到预处理凹凸棒土粉末;将上述凹凸棒土粉末和蓖麻油按质量比为1:2混合后装入发酵罐中,先将发酵罐敞口放入温度为25~35℃,空气相对湿度为60~70%的温室中,静置发霉处理3~5天,得到发霉物;用搅拌棒搅拌发霉物15~20min后密封发酵罐,在35~40℃下密封发酵15~20天,发酵结束后过滤分离得到发酵滤渣,将发酵滤渣和聚二甲基硅氧烷以及水按质量比为8:1:5混合后装入三口烧瓶中,在60~70℃下,搅拌反应30~40min,过滤分离得到滤饼,即为改性凹凸棒土,备用;将猪肝放入组织粉碎机中粉碎后与质量分数为0.75%的氯化钠溶液按质量比为1:5混合得到混合物,将混合物和沼气液按等质量比混合后转入发酵罐中,在35~40℃下保温发酵12~15天,发酵结束后过滤分离得到发酵滤液;按质量比为1:30:5将N,N'-间苯撑双马来酰亚胺和大豆油以及上述发酵滤液混合后装入三口烧瓶中,加热升温至130~150℃,保温搅拌反应2~3h后出料得到改性基础油;将备用的改性凹凸棒土和改性基础油按质量比为2:1混合后装入反应釜中进行搅拌,在搅拌的过程中加入改性基础油质量10%的无水乙醇,继续搅拌20~30min,搅拌结束后转入高压均化器,以20~30MPa的压力均化处理1~2h,脱气,即得凹凸棒土基阻燃润滑脂。

#### [0014] 实例1

称取凹凸棒土依次用无水乙醇和去离子水冲洗3遍,将冲洗后的凹凸棒土放入烘箱,在105℃下烘干至恒重,再将烘干后的凹凸棒土装入球磨罐中球磨1h后过200目筛,收集过筛粉末得到预处理凹凸棒土粉末;将上述凹凸棒土粉末和蓖麻油按质量比为1:2混合后装入发酵罐中,先将发酵罐敞口放入温度为25℃,空气相对湿度为60%的温室中,静置发霉处理3天,得到发霉物;用搅拌棒搅拌发霉物15min后密封发酵罐,在35℃下密封发酵15天,发酵结束后过滤分离得到发酵滤渣,将发酵滤渣和聚二甲基硅氧烷以及水按质量比为8:1:5混合后装入三口烧瓶中,在60℃下,搅拌反应30min,过滤分离得到滤饼,即为改性凹凸棒土,备

用;将猪肝放入组织粉碎机中粉碎后与质量分数为0.75%的氯化钠溶液按质量比为1:5混合得到混合物,将混合物和沼气液按等质量比混合后转入发酵罐中,在35℃下保温发酵12天,发酵结束后过滤分离得到发酵滤液;按质量比为1:30:5将N,N'-间苯撑双马来酰亚胺和大豆油以及上述发酵滤液混合后装入三口烧瓶中,加热升温至130℃,保温搅拌反应2h后出料得到改性基础油;将备用的改性凹凸棒土和改性基础油按质量比为2:1混合后装入反应釜中进行搅拌,在搅拌的过程中加入改性基础油质量10%的无水乙醇,继续搅拌20min,搅拌结束后转入高压均化器,以20MPa的压力均化处理1h,脱气,即得凹凸棒土基阻燃润滑脂。

#### [0015] 实例2

称取凹凸棒土依次用无水乙醇和去离子水冲洗4遍,将冲洗后的凹凸棒土放入烘箱,在107℃下烘干至恒重,再将烘干后的凹凸棒土装入球磨罐中球磨1.5h后过200目筛,收集过筛粉末得到预处理凹凸棒土粉末;将上述凹凸棒土粉末和蓖麻油按质量比为1:2混合后装入发酵罐中,先将发酵罐敞口放入温度为30℃,空气相对湿度为65%的温室中,静置发霉处理4天,得到发霉物;用搅拌棒搅拌发霉物17min后密封发酵罐,在37℃下密封发酵17天,发酵结束后过滤分离得到发酵滤渣,将发酵滤渣和聚二甲基硅氧烷以及水按质量比为8:1:5混合后装入三口烧瓶中,在65℃下,搅拌反应35min,过滤分离得到滤饼,即为改性凹凸棒土,备用;将猪肝放入组织粉碎机中粉碎后与质量分数为0.75%的氯化钠溶液按质量比为1:5混合得到混合物,将混合物和沼气液按等质量比混合后转入发酵罐中,在37℃下保温发酵14天,发酵结束后过滤分离得到发酵滤液;按质量比为1:30:5将N,N'-间苯撑双马来酰亚胺和大豆油以及上述发酵滤液混合后装入三口烧瓶中,加热升温至140℃,保温搅拌反应2.5h后出料得到改性基础油;将备用的改性凹凸棒土和改性基础油按质量比为2:1混合后装入反应釜中进行搅拌,在搅拌的过程中加入改性基础油质量10%的无水乙醇,继续搅拌25min,搅拌结束后转入高压均化器,以25MPa的压力均化处理1.5h,脱气,即得凹凸棒土基阻燃润滑脂。

#### [0016] 实例3

称取凹凸棒土依次用无水乙醇和去离子水冲洗5遍,将冲洗后的凹凸棒土放入烘箱,在110℃下烘干至恒重,再将烘干后的凹凸棒土装入球磨罐中球磨2h后过200目筛,收集过筛粉末得到预处理凹凸棒土粉末;将上述凹凸棒土粉末和蓖麻油按质量比为1:2混合后装入发酵罐中,先将发酵罐敞口放入温度为35℃,空气相对湿度为70%的温室中,静置发霉处理5天,得到发霉物;用搅拌棒搅拌发霉物20min后密封发酵罐,在40℃下密封发酵20天,发酵结束后过滤分离得到发酵滤渣,将发酵滤渣和聚二甲基硅氧烷以及水按质量比为8:1:5混合后装入三口烧瓶中,在70℃下,搅拌反应40min,过滤分离得到滤饼,即为改性凹凸棒土,备用;将猪肝放入组织粉碎机中粉碎后与质量分数为0.75%的氯化钠溶液按质量比为1:5混合得到混合物,将混合物和沼气液按等质量比混合后转入发酵罐中,在40℃下保温发酵15天,发酵结束后过滤分离得到发酵滤液;按质量比为1:30:5将N,N'-间苯撑双马来酰亚胺和大豆油以及上述发酵滤液混合后装入三口烧瓶中,加热升温至150℃,保温搅拌反应3h后出料得到改性基础油;将备用的改性凹凸棒土和改性基础油按质量比为2:1混合后装入反应釜中进行搅拌,在搅拌的过程中加入改性基础油质量10%的无水乙醇,继续搅拌30min,搅拌结束后转入高压均化器,以30MPa的压力均化处理2h,脱气,即得凹凸棒土基阻燃润滑脂。

#### [0017] 对比例

以上海某公司生产的凹凸棒土基阻燃润滑脂作为对比例 对本发明制得的凹凸棒土基阻燃润滑脂和对比例中的凹凸棒土基阻燃润滑脂进行性能检测,检测结果如表1所示:

测试方法:

滴点测试按GB/T 3498的标准进行检测;

600℃热板燃烧试验:将Φ150×10mm的铁板在电炉上加热到600℃,采用热电偶温度计控制温度±5℃,保持5min,随即将润滑脂试样滴在:热板上,观察其燃烧、不燃烧,重复两次同样结果为最终判断结果;

磨耗量测试按GB/T 3960标准进行检测;

摩擦系数测试按GB/T 3960标准进行检测;

阻燃等级测试按阻燃等级由HB,V-2,V-1向V-0逐级递增的标准进行检测。

[0018] 表1 润滑脂性能测定结果

测试项目	实例1	实例2	实例3	对比例
滴点(℃)	220	222	224	120
600℃热板燃烧试验	不燃	不燃	不燃	燃烧
磨耗量(mg)	3.7	3.6	3.5	8.9
摩擦系数	0.115	0.112	0.110	0.156
阻燃等级(级)	V-1	V-0	V-0	V-2

根据上述中数据可知本发明制得的凹凸棒土基阻燃润滑脂阻燃性好,600℃热板燃烧试验后不燃,阻燃等级达到0级,具有广阔的应用前景。