# ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(12)

(54)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

- (19) **BY** (11) **22180**
- (13) **C1**
- (46) **2018.10.30**
- (51) MΠK

*C 10M 177/00* (2006.01) *C 10M 169/00* (2006.01)

### СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПЛАСТИЧНОЙ СМАЗКИ

- (21) Номер заявки: а 20150529
- (22) 2015.11.03
- (43) 2017.06.30
- (71) Заявитель: Государственное научное учреждение "Объединенный институт машиностроения Национальной академии наук Беларуси" (ВҮ)
- (72) Авторы: Жорник Виктор Иванович; Ивахник Антон Владимирович; Ивахник Владимир Пантелеевич (ВҮ)
- (73) Патентообладатель: Государственное научное учреждение "Объединенный институт машиностроения Национальной академии наук Беларуси" (ВУ)
- (56) ŠU 896060, 1982. ЖОРНИК В.И. Вестник Витебского государственного технологического университета. Вып. 25. Витебск, 2013. С. 82-89.

ЖОРНИК В.И. и др. Канструювання, виробництво та эксплуатація сільскогосподарських машин. - Вып. 39. - Кіровоград, 2009. - С. 120-126.

КАМКО А.И. и др. Сельскохозяйственные машины для уборки зерновых культур, кормов и корнеклубнеплодов. Состояние, тенденции и направления развития: Сб. трудов международной научно-практической конференции. - Гомель: РКУП "ГСКБ по зерноуборочной и кормоуборочной технике", 2007. - С. 97-102.

RU 2228351 C1, 2004. JP 2-142895 A, 1990. SU 1705333 A1, 1992.

(57)

Способ получения пластичной смазки, включающий введение в нефтяное масло расширенного графита, отличающийся тем, что расширенный графит диспергируют в масле до размера частиц менее 10 мкм, в полученную суспензию вводят компоненты, необходимые для образования мыльного загустителя, представляющего собой соли высокомолекулярных кислот, в количестве, обеспечивающем массовое соотношение расширенного графита и образовавшегося мыльного загустителя, равном 1:(2-10), и при необходимости корректируют щелочность с получением смазки с массовой долей свободной щелочи не более 0,1 % в пересчете на NaOH.

Изобретение относится к пластичным смазочным материалам, в частности к смазкам на смешанных загустителях, и может быть использовано для получения смазок, предназначенных для обслуживания тяжелонагруженных узлов трения технологического оборудования, работающего в условиях повышенных температур.

Известен способ получения высокотемпературных смазок с высокими смазывающими свойствами и термической стабильностью [1]. Способ заключается во введении в синтетическое углеводородное масло MAC-35 расширенного графита (15 мас. %), полученного

из различных марок графита, вырабатываемого по ГОСТ 17022, в том числе из графита С-1. Использовался расширенный графит с диапазоном удельной поверхности (5,0- $39,0) \cdot 10^3 \,\mathrm{m}^2/\mathrm{kr}$  и объемной массой 250-6 кг/м<sup>3</sup>. Установлено, что с уменьшением объемной массы графита, увеличением его маслоемкости и удельной поверхности у полученных смазок повышаются предел прочности и вязкость, улучшается их коллоидная стабильность. Объясняется это тем, что увеличение удельной поверхности и маслоемкости, понижение объемной массы расширенного графита связаны со степенью его расшепления, с приобретением пористой структуры, повышением дисперсности. Все это улучшает структурообразующую способность графита. Однако надо отметить, что механическая стабильность смазок, полученных данным способом, находится в обратной зависимости от удельной поверхности расширенного графита, и при высоких его концентрациях механическая стабильность имеет крайне низкое значение. Следует также указать на то, что при высоких концентрациях расширенного графита, обеспечивающих высокие противозадирные свойства полученного смазочного материала (нагрузка сваривания  $P_c = 3760 \text{ H}$ ), предел прочности при сдвиге становится недопустимо высоким (свыше 1000 Па при 20°С), при этом ухудшается подтекаемость смазочного материала в зону трибоконтакта. Наряду с этим известный способ не обеспечивает выполнение требований по недопустимости содержания в готовом смазочном продукте свободных шелочей и кислот, поскольку остаточные кислоты, используемые при получении расширенного графита и содержащиеся в нем, заносятся в смазочный материал. Данный факт говорит о том, что смазка, полученная описанным способом, будет оказывать коррозионное воздействие на материалы элементов узлов трения. Степень этого воздействия определяется содержанием остаточных кислот в расширенном графите, что, в свою очередь, зависит от способа его получения.

Получение смазочной композиции, содержащей расширенный графит, описано в работе [2]. Этот способ получения смазочной композиции включает в себя обработку графита, смачивание графита, его последующее добавление в пластичную смазку до равномерного распределения в объеме пластичной смазки, отличается тем, что перед обработкой графита осуществляют его смешивание с высокоориентированным пиролитическим графитом в объемном соотношении 5:1. При этом графит используют в виде мелкодисперсного графитового порошка естественного происхождения, а смачивание полученной смеси осуществляют в 70 %-ном растворе концентрированных серной и азотной кислот в объемном соотношении 4:1 путем перемешивания не менее 16 ч с последующей промывкой водой смеси из высокоориентированного пиролитического графита и мелкодисперсного графитового порошка естественного происхождения. Дополнительно осуществляют сушку полученной смеси при температуре 100-150 °C в течение 5-8 ч и термическую обработку при температуре 1000-1200 °C не менее 15 ч до образования слоистых графитовых частиц. Затем слоистые графитовые частицы вводят в спирт или ацетон и осуществляют ультразвуковую обработку в течение 1-3 ч с целью диспергации, после чего слоистые графитовые частицы извлекают из спирта или ацетона и к ним добавляют порошок фуллерена С<sub>60</sub> или С<sub>70</sub> в массовом соотношении 15:1. Полученную смесь из слоистых графитовых частиц и порошка фуллерена  $C_{60}$  или  $C_{70}$  помещают в вакуумные условия и термически обрабатывают при 590-610 °C не менее 15 дней, после чего осуществляют смешивание полученной смеси с пластичной смазкой до ее полного распределения по объему пластичной смазки при следующем соотношении компонентов, мас. %: высокоориентированный пиролитический графит и мелкодисперсный графитовый порошок - 12-15, порошок фуллерена  $C_{60}$  или  $C_{70}$  - 0,8-1,0, пластичная смазка - остальное. Описанный способ отличается сложностью и продолжительностью процесса приготовления графитовой композиции. При этом предварительно диспергированные частицы слоистого графита вследствие присущей им высокой поверхностной энергии в процессе последующей термической обработки будут агрегироваться в крупные образования, которые сложно разрушить при низкоэнергетическом перемешивании в вязкой пластичной

смазке. В примере реализации способа, представленного в работе [2], указывается, что полученную смесь графитов и фуллереновой сажи замешивали в пластичной смазке "Литол-24" до полного распределения наполнителя по объему смазочной композиции с помощью верхнеприводной лабораторной мешалки RW 20 Digital. В результате получили стабильную смазочную композицию. В процессе эксплуатации полученной смазочной композиции заметно увеличились антифрикционные, противозадирные, противоизносные свойства трущихся поверхностей. При этом количественное улучшение описанных свойств не указывается. Необходимо также отметить, что, во-первых, достигнуть равномерного распределения графитового компонента по объему достаточно плотного и вязкого материала, каким является смазка "Литол-24", простым замешиванием без нагрева и применения высокоэнергетических способов диспергирования сложно, а во-вторых, применение подобного диспергирования приведет к разрушению волокнистой структуры смазки "Литол-24" и, соответственно, к потере ее функциональных свойств. Таким образом, можно сделать вывод, что данная смазочная композиция также характеризуется описанными выше недостатками (низкая механическая стабильность, недопустимо высокий для пластичных смазок предел прочности при сдвиге, повышенное коррозионное воздействие).

Наиболее близким к предлагаемому изобретению аналогом является описанная в работе [3] разработка, относящаяся к получению пластичных смазок и смазочных препаратов, представляющих собой суспензию в маслах высокодисперсных графитов, придающих составам определенную вязкость и пенетрацию. Получение смазочной композиции по способу-прототипу состоит в замешивании порошка расширенного графита в минеральном масле в количестве, определяемом заданным уровнем предела прочности смазки в зависимости от условий ее применения. Недостатками известной смазочной композиции, полученной по данной технологии, являются низкая механическая стабильность и высокое коррозионное воздействие на материалы элементов узлов трения, что связано с образованием нестабилизированной дисперсной фазы и присутствием в смазке остаточных кислот. При этом противозадирные свойства являются невысокими (нагрузка сваривания Р<sub>с</sub> = 2800 H), а повышение содержания расширенного графита в смазке для увеличения нагрузки сваривания приведет к ухудшению других свойств, в частности к проявлению так называемой "сухости" смазок, вследствие которой ухудшается подтекаемость смазки в зону трибоконтакта и наблюдается нарушение сплошности смазочного слоя.

Задачей изобретения является получение пластичной смазки с повышенными термической стойкостью, механической стабильностью и противозадирными свойствами, с минимальным коррозионным воздействием на материалы узлов трения при обеспечении необходимого уровня предела прочности в зависимости от условий применения смазки за счет подбора соотношения содержания в ней расширенного графита и мыльного загустителя.

Результаты исследований по введению расширенного графита подмешиванием в готовую смазку по способу, изложенному в работе [3], показали, что по антифрикционным показателям вполне допустимо применение добавок расширенного графита вместо графита или дисульфида молибдена со значительным уменьшением массы вводимой добавки. Однако в этом случае происходит сильное загущение смазки, она теряет такие характерные для пластичных смазок показатели, как текучесть при небольших сдвиговых усилиях, тиксотропность и т.п. При этом чрезвычайно сложно ввести в смазку более 4-5 мас. % расширенного графита, в то время как для ряда смазок для обеспечения требуемых антифрикционных свойств необходимо введение до 10 мас. % и более дисульфида молибдена.

Поставленная задача решена таким образом, что для получения пластичной смазки вводят в нефтяное масло расширенный графит, диспергируют расширенный графит в масле до размера частиц менее 10 мкм, в полученную суспензию вводят компоненты, необходимые для образования мыльного загустителя, представляющего собой соли

высокомолекулярных кислот, в количестве, обеспечивающем массовое соотношение расширенного графита и образовавшегося мыльного загустителя, равном 1:(2-10), и при необходимости корректируют щелочность с получением смазки с массовой долей свободной щелочи не более 0,1 % в пересчете на NaOH.

Реализация предлагаемого способа может быть осуществлена по следующей технологической схеме: введение в дисперсионную среду (масло) необходимого для достижения заданных противозадирных свойств количества расширенного графита; его диспергирование и равномерное распределение по объему масла с помощью высокоэнергетических устройств, например коллоидных мельниц или кавитационных диспергаторов; добавление одного из компонентов, необходимых для получения мыльного загустителя, - высокомолекулярной кислоты в количестве, обеспечивающем массовое соотношение расширенного графита и образующегося мыльного загустителя, равное 1:(2-10); расплавление высокомолекулярной кислоты; введение второго компонента, необходимого для образования мыльного загустителя, в виде гидроокиси металла (щелочи); нейтрализация кислоты щелочью; удаление воды из реакционной массы; контроль щелочности (кислотности) реакционной массы; корректировка щелочности (кислотности) реакционной массы до достижения массовой доли свободной щелочи в готовой смазке не более 0,1 % в пересчете на NaOH; термообработка реакционной массы при температуре, требуемой для завершения образования мыльного загустителя; добавление масла для достижения пластичной смазкой требуемого класса пенетрации; охлаждение пластичной смазки и отделочные операции.

Основными преимуществами данного способа являются: обеспечение протекания процессов диспергирования частиц расширенного графита и равномерного их распределения в объеме дисперсионной среды; стабилизация частиц расширенного графита волокнами мыльного загустителя; возможность корректировки щелочности (кислотности) реакционной массы с учетом остаточного содержания щелочей (кислот) в расширенном графите для уменьшения коррозионного воздействия смазочного материала на элементы пар трения; получение смазочного материала требуемого уровня пенетрации и предела прочности с помощью варьирования количеством масла, добавляемого на стадии охлаждения пластичной смазки.

Реализация предложенного способа возможна на любом типе мыльного загустителя (литиевый, кальциевый, литиево-кальциевый и др.). Ниже представлены примеры получения пластичных смазок, содержащих смешанный загуститель в виде частиц расширенного графита и 12-оксистеарата лития (12-LioSt) или 12-оксистеарата кальция (12-LioCa). Использование в примерах реализации мыльного загустителя 12-оксистеарата лития и кальция основывалось на том, что на таких дисперсных фазах производится большинство пластичных смазок, применяемых для тяжелонагруженных узлов трения и содержащих дисульфид молибдена и/или графит.

Изобретение поясняется фигурами.

На фиг. 1-3 представлены изображения дисперсной фазы пластичной смазки на смешанном загустителе "расширенный графит - 12-оксистеарат лития" ("РГ - 12-LioSt"), полученные с помощью средств сканирующей электронной микроскопии.

На фиг. 4 приведены полученные на 4-шариковой машине трения нагрузочные кривые для трех видов смазочных материалов: пластичная смазка с одинарной дисперсной фазой в виде 12-оксистеарата лития; пластичная смазка с одинарной дисперсной фазой в виде 12-оксистеарата лития с добавлением 3,0 мас. % расширенного графита, полученная по способу [3] (эксперимент 1); пластичная смазка с бинарной дисперсной фазой на смешанном загустителе "РГ - 12-LioSt" при содержании 3,0 мас. % расширенного графита, полученная по предлагаемому способу (эксперимент 2).

### Пример 1.

Получение смазочной композиции на смешанном загустителе "расширенный графит - 12-оксистеарат лития (литиевый мыльный загуститель)".

В реактор загрузили 1,4 кг масла И-40А. Нагрели масло с перемешиванием до температуры 80 °C. Ввели 0,06 кг порошка расширенного графита в реактор. Диспергировали полученную суспензию при температуре 80 °C до получения размеров частиц расширенного графита в диапазоне от 1000/500 мкм до менее 10 мкм. Загрузили 0,132 кг 12-гидрооксистеариновой кислоты (12-HoSt). Выдержали с перемешиванием и рециркуляцией реакционной массы при температуре 80 °C до полного расплавления 12-HoSt. Ввели тонкой струей в реактор 10 %-ный водный раствор гидроокиси лития, в котором масса гидроокиси лития составляла 0,018 кг. Нейтрализовали 12-HoSt с перемешиванием и рециркуляцией при температуре 80 °C. Подняли температуру до 130 °C. Произвели отбор пробы для измерения щелочности реакционной массы, в случае необходимости ее скорректировали из расчета получения щелочности готовой смазки 0,1 % в пересчете на NaOH. Подняли температуру до 205 °C. Отключили нагрев. Ввели 0,39 кг масла И-40A и охладили реакционную массу до комнатной температуры с ее перемешиванием и рециркуляцией. Затем провели гомогенизацию и фильтрацию готовой смазки. В результате было получено 2,0 кг пластичной смазки на основе смешанного загустителя "РГ - 12-LioSt" с соотношением компонентов смешанного загустителя 1:2,5 (при содержании 3,0 мас. % расширенного графита и 7,5 мас. % 12-LioSt).

Качество смазочного материала оценивали по его реологическим, трибологическим и защитным свойствам, включая пенетрацию (по ГОСТ 5346-78), предел прочности (по ГОСТ 7143-73), коллоидную стабильность (по ГОСТ 7142-74), эффективную вязкость (по ГОСТ 26581-85), механическую стабильность - изменение пенетрации после 100000 ударов (по DIN ISO 2137), нагрузку сваривания (по ГОСТ 9490-75), содержание свободных щелочей и кислот (по ГОСТ 6707-76), коррозионное воздействие на металлы (по ГОСТ 9.080-77).

Анализ изображений дисперсной фазы (фиг. 1-3) и некоторых реологических характеристик (табл. 1) пластичной смазки на смешанном загустителе "РГ-12-LioSt" при содержании загустителя 10,5 мас. % и соотношении содержания РГ: 12-LioSt, равном 1:2,5, полученной при различной степени диспергирования частиц расширенного графита (диапазон от 1000/500 мкм до 1/0 мкм), показывает следующее. При диспергировании частиц расширенного графита до размеров в диапазоне 10-1000 мкм наблюдается слабое закрепление частиц расширенного графита в волокнах мыльного загустителя, при этом бинарная структура дисперсной фазы смазки не формируется. Фактически в данном случае в смазке присутствует смешанный загуститель в виде отдельных волокон из солей высокомолекулярных кислот (мыльный загуститель) и крупных частиц расширенного графита, характеризующихся незначительным загущающим эффектом (фиг. 1). Это, как видно из данных табл. 1, проявляется в достаточно низком уровне таких реологических характеристик смазки, как, например, коллоидная и механическая стабильность.

Таблица 1 Параметры смазочных композиций на смешанном загустителе "расширенный графит - 12-оксистеарат лития (литиевый мыльный загуститель)"

| Размер частиц РГ,<br>мкм | Пенетрация, | Коллоидная стабильность, | Механическая стабильность (изменение пенетрации после |  |  |  |
|--------------------------|-------------|--------------------------|---|--|--|--|
|                          | 10-1, мм    | %                        | 100000 ударов), 10 <sup>-1</sup> , мм                 |  |  |  |
| 1000/100                 | 285         | 16                       | 85  |  |  |  |
| 100/50                   | 275         | 12                       | 75  |  |  |  |
| 50/10                    | 270         | 10                       | 60  |  |  |  |
| 10/1                     | 260         | 4                        | 25  |  |  |  |
| 1/0                      | 260         | 4                        | 23  |  |  |  |

Диспергирование частиц расширенного графита до уровня достижения размеров, соизмеримых с поперечными размерами волокон (менее 10 мкм), способствует формирова-

нию бинарной дисперсной фазы на смешанном загустителе. В этом случае смешанный загуститель имеет бинарную структуру, представляющую собой совокупность мелкодисперсных частиц расширенного графита, переплетенных волокнами мыльного загустителя или включенных в их строение (фиг. 2, 3). Из фиг. 2, 3 видно, что микроструктура дисперсной фазы, смазки, полученной по заявляемому способу, является уникальной и представляет собой сочетание ломаных пластин расширенного графита и витых волокон 12-оксистеарата лития. Пластины расширенного графита и волокна высокомолекулярной соли равномерно распределены по области анализа. При этом отсутствуют отдельно лежащие элементы дисперсной фазы, волокна переплетены друг с другом, а также оплетают пластины расширенного графита. В местах контакта пластин и волокон последние повторяют контуры пластин и прочно закреплены на их поверхности. Равномерность микроструктуры дисперсной фазы смазки отразилась и на внешнем виде полученной смазки. Макроструктура смазки однородная, без комков. На внешний вид смазка гладкая и блестящая. Это свидетельствует о том, что по предлагаемому способу получена пластичная смазка с бинарной дисперсной фазой на смешанном загустителе "РГ - 12-LioSt", а не литиевая смазка с одинарной дисперсной фазой на загустителе 12-LioSt с добавкой частиц РГ.

При диспергировании расширенного графита до уровня размера частиц менее 10 мкм наблюдается резкое повышение коллоидной и механической стабильности пластичной смазки на смешанном загустителе "расширенный графит - мыльный загуститель" (табл. 1).

В табл. 2 приведено сопоставление параметров смазочной композиции, полученной по способу [3] путем подмешивания добавки (3 мас. % расширенного графита) в состав литиевой смазки со сформированной одинарной мыльной дисперсной фазой (смазка 1), и смазки, полученной по предлагаемому способу, с содержанием в бинарной дисперсной фазе "РГ - 12-LioSt" 3 мас. % расширенного графита (смазка 2).

Таблица 2 Параметры литиевых смазок с одинарной и бинарной дисперсной фазой, содержащих частицы расширенного графита

| Номер смазки | Тип дисперсной фазы | Пенетрация, · 10 <sup>-1</sup> мм | Предел прочности, Па,<br>при 20 °C | Коллоидная стабиль-<br>ность, % | Эффективная вязкость при 0 °С и среднем гра-<br>диенте скорости деформации 10 с-1, Па-с, | Температура каплепаде-<br>ния, °С | Изменение пенетрации<br>после 100000 ударов, 10-1 | Нагрузка сваривания, Н | Доля свободной щелочи в<br>пересчете на NaOH, % | Кислотное число,<br>мг/гКОН | Коррозионное воздействие вие на металлы |
|--------------|---------------------|-----------------------------------|------------------------------------|---------------------------------|--|-----------------------------------|---|------------------------|---|-----------------------------|---|
| Смазка<br>1  | оди-<br>нарная      | 185                               | 1320                               | 12                              | 120  | 200                               | 150   | 2600                   | отс.  | 15                          | не вы-<br>держива-<br>ет                |
| Смазка<br>2  | бинар-<br>ная       | 260                               | 820                                | 4                               | 240  | >300                              | 25  | 2900                   | <0,1  | отс.                        | выдер-<br>живает                        |

Из фиг. 4 видно, что на участке средних нагрузок 1200-2300 Н нагрузочные кривые смазок с расширенным графитом, полученных обоими способами, практически совпадают. Это тот диапазон нагрузок, при котором способ введения частиц расширенного графита не влияет на процессы в зоне трения. В области более низких нагрузок смазка 2 показывает лучшие противоизносые свойства, а в области больших - лучшие противозадирные свойства, чем у смазки 1. Это, в первую очередь, связано со структурными особенностями обеих смазок, с возможностью подтекания смазки в зону трения и сопротивлением выдавливанию из нее.

Отдельно следует отметить, что полученная по предлагаемому способу смазка благодаря своему смешанному загустителю приобрела уникальную термостойкость. Так, у литиевой смазки, полученной по способу [3], температура каплепадения составляет 200 °C. При этом смазка полностью расплавляется, свободно течет и становится по реологическим свойствам подобной минеральному маслу, на котором она получена. Температура каплепадения смазки, изготовленной по предлагаемому способу, превышает 300 °C. После испытаний на термостойкость смазка не термоупрочнилась и сохранила свои физические свойства.

В табл. 3 представлены параметры пластичных смазок с заданным уровнем предельной нагрузочной работоспособности и противозадирных свойств смазочного материала, характеризуемых значением нагрузки сваривания в диапазоне  $P_c = 2800$ -3400 Н. Этот показатель может быть обеспечен либо загущением дисперсионной среды (масла) 15 мас. % расширенного графита (прототип), либо формированием бинарной дисперсной фазы "РГ - 12-LioSt" с различным соотношением компонентов загустителя. Для сравнения приведены также данные для литиевой смазки, не содержащей добавки расширенного графита.

Таблица 3 Параметры смазочных композиций на смешанном загустителе "РГ - 12-LioSt" с различным соотношением компонентов загустителя

| Соотношение содержа-<br>ния PГ -12-LioSt | Содержание в смазке РГ -<br>12-LioSt, мас. % | Пенетрация, 10 <sup>-1</sup> мм | Предел прочности, при<br>20 °C | Коллоидная стабиль-<br>ность, % | Эффективная вязкость при 0 °С и среднем гра-<br>диенте скорости деформации 10 с-1, Па с | Температура каплепаде-<br>ния, °С | Изменение пенетрации<br>после 100000 ударов,<br>10-1 мм |      | Доля свободной щелочи<br>в пересчете на NaOH, % | Кислотное число,<br>мг/г КОН | Коррозионное воздейст-<br>вие на металлы |
|--|--|---------------------------------|--------------------------------|---------------------------------|---|-----------------------------------|---|------|---|------------------------------|--|
| Без 12-<br>LioSt                         | 15,0/0<br>(прототип)                         | 190                             | 1220                           | 18                              | 110   | >300                              | 180   | 2800 | отс.  | 38                           | не выд.                                  |
| 5:1                                      | 10,0/2,0                                     | 215                             | 1100                           | 6                               | 200   | >300                              | 95  | 3283 | <0,1  | отс.                         | выд.                                     |
| 3:1                                      | 8,0/2,5                                      | 225                             | 905                            | 7                               | 205   | >300                              | 75  | 3087 | <0,1  | отс.                         | выд.                                     |
| 1:1,25                                   | 5,0/4,0                                      | 240                             | 850                            | 6                               | 210   | >300                              | 60  | 3087 | <0,1  | отс.                         | выд.                                     |
| 1:1,5                                    | 4,0/6,0                                      | 260                             | 845                            | 6                               | 220   | >300                              | 55  | 2930 | <0,1  | отс.                         | выд.                                     |
| 1:2                                      | 3,5/7,0                                      | 265                             | 835                            | 5                               | 235   | >300                              | 30  | 2930 | <0,1  | отс.                         | выд.                                     |
| 1:2,5                                    | 3,0/7,5                                      | 260                             | 820                            | 4                               | 240   | >300                              | 25  | 2764 | <0,1  | отс.                         | выд.                                     |
| 1:5                                      | 1,7/8,5                                      | 245                             | 820                            | 4                               | 245   | >300                              | 20  | 2323 | <0,1  | отс.                         | выд.                                     |
| 1:10                                     | 1,0/10,0                                     | 235                             | 815                            | 5                               | 250   | 250                               | 70  | 1842 | <0,1  | отс.                         | выд.                                     |
| 1:12                                     | 0,9/10,8                                     | 235                             | 810                            | 8                               | 260   | 225                               | 80  | 1744 | <0,1  | отс.                         | выд.                                     |
| Без РГ                                   | 0/12,0                                       | 230                             | 810                            | 12                              | 280   | 185                               | 120   | 1410 | <0,1  | отс.                         | выд.                                     |

Анализ данных табл. 3 показывает, что смазочная композиция, полученная загущением масла расширенным графитом по способу-прототипу, при требуемом уровне нагрузки сваривания  $P_c = 2800$  Н характеризуется чрезвычайно низкими показателями по коллоидной стабильности (18 %), эффективной вязкости (110 Па·с при 0 °C и среднем градиенте скорости деформации 10  $c^{-1}$ ), механической стабильности (изменение пенетрации после 100000 ударов на  $180\cdot10^{-1}$  мм). Она имеет высокое значение предела прочности, что ухудшает способность пластичной смазки поступать к рабочим поверхностям трения. Полученная смазочная композиция по классификации пластичных смазок NLGI относится к 4-му классу (число пенетрации -  $(175-205)\cdot10^{-1}$  мм) с твердой консистенцией и, фактически, является смазочной пастой, а не пластичной смазкой. При этом для полученной смазоч-

ной композиции характерна высокая кислотность (кислотное число равно 38 мг/г КОН), что негативно сказывается на ее защитных свойствах (смазка не отвечает требованиям ГОСТ 9.080-77 по коррозионному воздействию на металлы).

Анализ данных по реологическим и трибологическим свойствам смазочных материалов, полученных по предлагаемому способу, с формированием бинарной дисперсной фазы на смешанном загустите "P $\Gamma$  - 12-LioSt" с общим содержанием загустителя 12 мас. % при соотношении содержания P $\Gamma$  и 12-LioSt в диапазоне от 5:1 до 1:12 показывает, что в этом случае синтезируются пластичные смазки 2-го и 3-го класса пенетрации (число пенетрации в диапазоне (220-295)· $10^{-1}$  мм).

Предлагаемый способ за счет изменения соотношения массового содержания мыльного и графитового загустителей позволяет получать пластичные смазки с требуемым уровнем значений предела прочности на сдвиг (810-1100 Па при 20 °C) и эффективной вязкости (200-260 Па·с при 0 °C и среднем градиенте скорости деформации  $10 \cdot c^{-1}$ ) при чрезвычайно высокой термической стойкости (температура каплепадения более 225 °C) и коллоидной стабильности (4-8 %). За счет практически полной нейтрализации остатков кислот в расширенном графите (доля свободной щелочи в пересчете на NaOH менее 0,1 %,) смазка не оказывает коррозионного воздействия на металлы пары трения. При этом общее содержание смешанного загустителя в полученной по предлагаемому способу смазке ниже (9-12 мас. %), чем содержание загустителя в смазке, полученной по способупрототипу (15 мас. %). Однако при содержании РГ в смешанном загустителе "РГ - 12- LioSt" более 1:2 или менее 1:10 наблюдается резкое снижение механической стабильности смазки.

### Пример 2.

Получение смазочной композиции на смешанном загустителе "расширенный графит - 12-гидрооксистеарат кальция (кальциевый мыльный загуститель)" (РГ - 12-CaoSt).

Загрузили 1,4 кг масла И-40А в реактор. Нагрели масло с перемешиванием до температуры 80 °C. Ввели 0,06 кг порошка РГ в реактор. Диспергировали полученную суспензию при температуре 80 °C до получения размеров частиц РГ менее 10 мкм. Загрузили 12гидрооксистеариновую кислоту в количестве 0.134 кг. Выдержали с перемешиванием и рециркуляцией при температуре 80 °C до полного расплавления 12-гидрооксистеариновой кислоты. Ввели тонкой струей в реактор 20 %-ную суспензию гидроокиси кальция в воде, в которой масса гидроокиси кальция составляет 0,016 кг. Нейтрализовали 12-гидрооксистеариновую кислоту с перемешиванием и рециркуляцией при температуре 80 °C. Подняли температуру до 115 °C. Произвели отбор пробы для измерения щелочности реакционной массы, в случае необходимости ее скорректировали из расчета получения щелочности готовой смазки 0,1 % в пересчете на NaOH. Ввели 0,39 кг масла И-40А. Подняли температуру до 135 °C. Отключили нагрев и медленно охладили реакционную массу до комнатной температуры с ее перемешиванием и рециркуляцией. После провели гомогенизацию и фильтрацию готовой смазки. В результате было получено 2,0 кг пластичной смазки с содержанием в готовой смазке смешанного загустителя "РГ - 12-CaoSt" в соотношении компонентов смешанного загустителя 3,0/7,5 мас. %.

В табл. 4 представлены параметры кальциевых смазок, характеризуемых нагрузкой сваривания в диапазоне  $P_c = 2800\text{-}3400~\mathrm{H}$  и имеющих различные соотношения массового содержания РГ и 12-CaoSt в смешанном загустителе. Для сравнения приведены также данные для кальциевой смазки, не содержащей добавки расширенного графита.

Таблица 4 Параметры смазочных композиций на смешанном загустителе "РГ - 12-CaoSt" с различным соотношением компонентов загустителя

| Соотношение содержа-<br>ния РГ и 12-CaoSt | Содержание в смазке РГ<br>и 12-СаоЅt, мас. % | Пенетрация, 10 <sup>-1</sup> мм | Предел прочности, Па,<br>при 20 °C | Коллоидная стабиль-<br>ность, % | Эффективная вязкость при 0 °С и среднем гра-<br>диенте скорости деформации 10·с <sup>-1</sup> ·Па·с | Температура каплепаде-<br>ния, °C | Изменение пенетрации после 100000 ударов, 10-1 мм |      | Доля свободной щелочи в пересчете на NaOH, % | Кислотное число,<br>мг/г КОН | Коррозионное воздействие на металлы |
|---|--|---------------------------------|------------------------------------|---------------------------------|---|-----------------------------------|---|------|--|------------------------------|-------------------------------------|
| Без 12-<br>CaoSt                          | 15,0/0<br>(прототип)                         | 190                             | 1220                               | 18                              | 110   | >300                              | 180   | 2800 | отс.   | 35                           | не выд.                             |
| 5:1                                       | 10,0/2,0                                     | 220                             | 940                                | 10                              | 200   | >300                              | 110   | 3479 | <0,1   | отс.                         | выд.                                |
| 3:1                                       | 8,0/2,5                                      | 235                             | 915                                | 9                               | 205   | >300                              | 85  | 3283 | <0,1   | отс.                         | выд.                                |
| 1:1,25                                    | 5,0/4,0                                      | 245                             | 870                                | 8                               | 210   | >300                              | 53  | 3087 | < 0,1  | отс.                         | выд.                                |
| 1:1,5                                     | 4,0/6,0                                      | 250                             | 865                                | 8                               | 225   | >300                              | 50  | 3087 | < 0,1  | отс.                         | выд.                                |
| 1:2                                       | 3,5/7,0                                      | 250                             | 860                                | 7                               | 230   | >300                              | 30  | 2930 | < 0,1  | отс.                         | выд.                                |
| 1:2,5                                     | 3,0/7,5                                      | 255                             | 865                                | 7                               | 235   | >300                              | 25  | 2764 | < 0,1  | отс.                         | выд.                                |
| 1:5                                       | 1,5/7,5                                      | 265                             | 850                                | 7                               | 240   | >300                              | 30  | 1842 | < 0,1  | отс.                         | выд.                                |
| 1:10                                      | 1,0/10,0                                     | 242                             | 848                                | 8                               | 265   | 205                               | 30  | 1744 | < 0,1  | отс.                         | выд.                                |
| 1:12                                      | 0,9/10,8                                     | 240                             | 843                                | 9                               | 270   | 185                               | 85  | 1744 | <0,1   | отс.                         | выд.                                |
| Без РГ                                    | 0/12,0                                       | 235                             | 840                                | 11                              | 320   | 145                               | 90  | 1646 | < 0,1  | отс.                         | выд.                                |

Анализ данных, представленных в табл. 3 и 4, показывает, что эффект от формирования бинарной дисперсной фазы на смешанном загустителе "РГ - 12-CaoSt" аналогичен варианту получения литиевой смазки на смешанном загустителе.

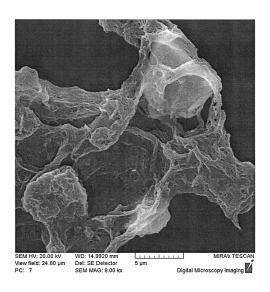
Таким образом, результаты испытаний смазочных материалов с бинарной дисперсной фазой на смешанном загустителе, содержащем расширенный графит и различные варианты мыльного загустителя, свидетельствуют о том, что предлагаемая композиция по сравнению с известной обладает существенно лучшими характеристиками. Использование смешанного загустителя позволяет сформировать бинарную дисперсную фазу, включающую частицы расширенного графита, застабилизированные волокнами мыльного загустителя. Это обеспечивает повышение механической и коллоидной стабильности, требуемый уровень предела прочности пластичной смазки для соответствующего класса ее пенетрации, повышение противозадирных свойств. Смазка с расширенным графитом, изготовленная по предлагаемому способу, характеризуется пониженным уровнем коррозионного воздействия на материал элементов узлов трения.

### Источники информации:

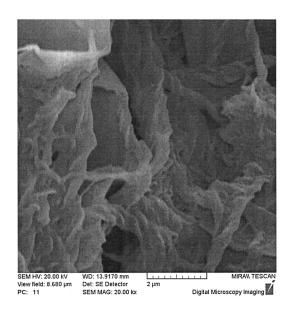
- 1. Уманская О.И., Абаджаева Р.Н., Ишук Ю.Л., Фаст А.А., Марьясин И.Л. Влияние физико-химических характеристик расширенного графита на свойства пластичных смазок // Химия и технология топлив и масел. 1988. № 2. С. 32-33.
  - 2. Патент РФ 2428462, МПК<sup>7</sup> С 10M 177/00, С 10M 125/02, 2011.
  - 3. A.c. CCCP 896060, MIIK<sup>3</sup> C 10M 5/02, 1982.



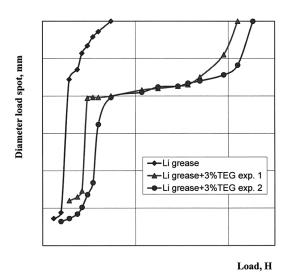
Фиг. 1



 $\Phi$ иг. 2



Фиг. 3



Фиг. 4