

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР
ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ
СОБСТВЕННОСТИ

(19) ВУ (11) 22090

(13) С1

(46) 2018.08.30

(51) МПК

С 10М 177/00 (2006.01)

С 10М 129/44 (2006.01)

(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ КОМПЛЕКСНОЙ КАЛЬЦИЕВОЙ ПЛАСТИЧНОЙ СМАЗКИ

(21) Номер заявки: а 20160308

(22) 2016.08.18

(43) 2018.04.30

(71) Заявители: Государственное научное учреждение "Институт механики металлополимерных систем имени В.А.Белого Национальной академии наук Беларуси"; Открытое акционерное общество "Завод горного воска" (ВУ)

(72) Авторы: Ермаков Сергей Федорович; Богданов Алексей Леонидович; Ясницкий Валерий Владимирович; Константинов Валерий Григорьевич; Данишевский Виктор Николаевич (ВУ)

(73) Патентообладатели: Государственное научное учреждение "Институт механики металлополимерных систем имени В.А.Белого Национальной академии наук Беларуси"; Открытое акционерное общество "Завод горного воска" (ВУ)

(56) RU 2177982 C2, 2002.

RU 2435832 C1, 2011.

BY 15324 C1, 2012.

SU 472149, 1975.

RU 2489480 C1, 2013.

RU 2163629 C1, 2001.

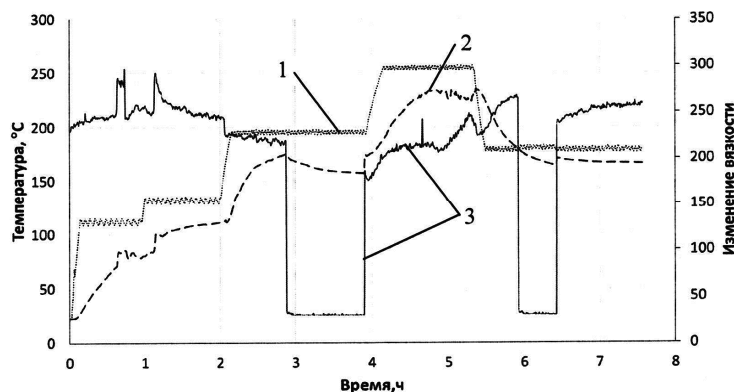
BY 10897 C1, 2008.

ГОСТ 23510-79. Смазка УНИОЛ-2. Технические условия.

US 5350531 A, 1994.

(57)

Способ получения комплексной кальциевой пластичной смазки, включающий загрузку в варочный аппарат минерального масла, уксусной кислоты, извести и омыляемого компонента, омыление, термообработку, введение присадки, охлаждение и затаривание, **отличающийся** тем, что в качестве омыляемого компонента используют 12-гидроксистеариновую кислоту, а термообработку осуществляют в три этапа, при этом на первом этапе после омыления доводят температуру реакционной смеси до 180 °С и выдерживают в течение 50-60 мин, на втором этапе повышают температуру реакционной смеси до 225-235 °С и осуществляют термомеханическое диспергирование в течение 50-60 мин, а на третьем этапе охлаждают реакционную смесь до 180 °С и выдерживают в течение 30 мин.



Изобретение относится к области производства пластичных смазок, в частности комплексных кальциевых смазок, используемых в различных отраслях народного хозяйства как высококачественные и многофункциональные смазочные материалы.

Известен способ получения комплексной кальциевой смазки [1]. По этому способу смазку получают следующим образом. В качестве омыляемого компонента применяют смесь жирных высокомолекулярных кислот фракции C_{10} - C_{20} , которые диспергируют в минеральном масле вместе с 2-8 мас. % сульфированных керосина или газойля (контакт Петрова) и уксусной кислотой. Реакционную смесь нагревают до температуры 55 °С и перемешивают в течение 1 ч при 55-70 °С, нейтрализуют гидроокисью кальция, после чего образовавшуюся мыльно-масляную систему подвергают изотермической термообработке в течение 3-4 ч при температуре варки смазки 150-160 °С. Затем охлаждают при перемешивании до 90 °С. После охлаждения смазку гомогенизируют.

К недостаткам данного способа получения комплексной кальциевой смазки относятся высокая длительность технологического процесса, применение компонентов высокого класса опасности и невысокие антифрикционные свойства получаемого с помощью данного способа конечного смазочного материала.

Известен также способ получения комплексной кальциевой смазки [2], в соответствии с которым смазку изготавливают следующим образом. Загружают в бак-мешалку 35 мас. % отработанного минерального масла и 13,9 мас. % извести, которые после перемешивания пропускают через роторно-пульсационный аппарат и подают в варочный аппарат, куда также подают 2,4 мас. % отработанного растительного масла и при температуре 60 °С 11,5 мас. % синтетических жирных кислот фракции C_{16} - C_{22} . Кроме того, в бак-мешалку закачивают 4,4 мас. % отработанного пальмового масла и остальное количество (до 100 мас. % реакционной смеси) чистого минерального масла, которые также пропускают через роторно-пульсационный аппарат и при температуре 70 °С загружают в варочный аппарат. Затем при температуре 80 °С в варочный аппарат заливают уксусную кислоту. Омыление ведут при температуре 100-110 °С. После окончания реакции (омыления), на что указывает начавшийся рост температуры, проводят изотермическую термообработку путем доведения температуры смазки до 150 °С, выдержке при этой температуре в течение 50-60 мин и охлаждении до 86 °С. Далее вводят присадку, например дифениламин, сливают готовую смазку в приемный бак, охлаждают до 36-40 °С и затаривают с помощью роторно-пульсационного аппарата в контейнеры.

Недостатками известного способа получения комплексной кальциевой смазки являются относительно невысокая температура каплепадения (не более 150 °С) изготавливаемого с помощью данного технологического процесса пластичного смазочного материала и, в соответствие с этим, не очень оправданное использование в его составе достаточно большого ассортимента различных по природе и свойствам компонентов.

Наиболее близким к заявляемому является способ получения комплексной кальциевой смазки [3] (прототип). Согласно данному способу в варочный аппарат загружают минеральное масло, при температуре 50-60 °С загружают синтетические жирные кислоты фракции C_{10} - C_{20} (омыляемый компонент), поднимают температуру до 85 °С и подают уксусную кислоту. Затем при температуре 85-95° загружают известковое молоко. Омыление ведут при 100-110 °С, затем смазку подвергают изотермической термообработке. После окончания термообработки смазку охлаждают и при 100 °С вводят антиокислительную присадку дифениламин, затем смазку гомогенизируют при температуре не выше 40 °С и затаривают.

Недостатком данной технологии изготовления смазки является ее низкая эффективность вследствие относительно невысоких коллоидной стабильности и температуры каплепадения получаемого конечного смазочного продукта.

Технической задачей, которая решается с помощью настоящего изобретения, является повышение эффективности способа изготовления комплексной кальциевой пластичной

смазки за счет обеспечения возможности увеличения температуры каплепадения и улучшения коллоидной стабильности конечного смазочного продукта, в результате чего создаются благоприятные условия для работы смазки в условиях высоких температур и влажности, а также увеличения срока ее хранения.

Поставленная задача решается тем, что в способе получения комплексной кальциевой пластичной смазки, включающем загрузку в варочный аппарат минерального масла, уксусной кислоты, извести, омыляемого компонента, омыление, изотермическую термообработку, введение присадки, охлаждение и затаривание, согласно изобретению в качестве омыляемого компонента используют 12-гидроксистеариновую кислоту, а изотермическую термообработку проводят в три этапа: путем доведения температуры после омыления реакционной смеси до 180 °С и выдержке при этой температуре в течение 50-60 мин, затем дальнейшее повышение температуры реакционной смеси и ее термомеханическое диспергирование в интервале температур 225-235 °С в течение 50-60 мин, затем охлаждение смеси до 180 °С и выдержка при этой температуре в течение 30 мин.

Суть изобретения заключается в том, что необходимость и достаточность, приведенных в предлагаемом изобретении операций и их последовательность обусловлены следующим.

На первом этапе (стадии) изотермической термообработки - в дисперсионной среде (минеральном масле) создаются благоприятные условия для зарождения центров кристаллизации посредством реакции комплексообразования, которые, как экспериментально установлено, наиболее эффективно образуются в системе ацетат-оксистеарат кальция при температуре 180 °С. При этом выдержка реакционной смеси при этой температуре в течение 50-60 мин, по-видимому, активизирует процесс структурообразования дисперсной фазы с постепенным образованием и развитием элементов упорядоченной узловой структуры на основе ацетат-оксистеарат кальция, что подтверждается, с одной стороны увеличением температуры каплепадения образцов смазки до 140 °С, с другой - относительно невысокой коллоидной стабильностью (порядка 18 %), вследствие еще не достаточно высокой маслоудерживающей способности образующегося структурного каркаса, зависящей от степени совершенства структурного каркаса, которая, в свою очередь, определяется размерами, формой и прочностью связей структурных элементов образцов смазки на этой стадии термообработки.

Увеличение температуры на второй стадии термообработки в реакционной смеси до 225-235 °С при термомеханическом диспергировании интенсифицирует дальнейшие процессы комплексообразования в системе ацетат-оксистеарат кальция. В результате действия высоких температур и сдвига происходит формирование мицелл и волокон из них, которые, тем не менее, на данной стадии имеют еще довольно разрозненный характер. В то же время, температура каплепадения образцов смазки на этой стадии значительно повышается до 240 °С, а коллоидная стабильность хотя и увеличивается, но, вследствие разрозненного характера мицелл и волокон из них, т.е. невысокой степени совершенства их структурного каркаса, имеет еще не достаточно высокие значения (порядка 12 %).

Наиболее эффективно все процессы комплексообразования происходят на третьей стадии изотермической термообработки, когда происходит завершающий процесс образования волокнистой структуры реакционной смеси со множеством переплетений, благоприятных для удерживания достаточно больших объемов дисперсионной среды - минерального масла. Структурный каркас, модифицированный таким образом смазки, имеет большую разветвленность, что обеспечивает повышение его маслоудерживающей способности. В результате происходит дальнейшее увеличение коллоидной стабильности смазки (порядка до 8 %), по-видимому, вследствие более высокой степени совершенства структурного каркаса дисперсной фазы.

Таким образом, необходимость и достаточность таких операций в приведенной последовательности в предлагаемом способе подтверждаются конечными результатами, а

именно, значительным повышением температуры каплепадения и не менее существенным улучшением коллоидной стабильности товарной продукции - получаемой комплексной кальциевой пластичной смазки.

На фигуре представлена диаграмма технологического процесса получения комплексной кальциевой пластичной смазки: 1 - температура теплоносителя; 2 - температура реакционной среды в реакторной системе; 3 - изменение вязкости реакционной среды в процессе изготовления смазки.

Данная диаграмма наглядно показывает протекание как химических реакций, в частности на начальной стадии, а именно на стадии омыления при температурах 100-110 °С технологического процесса (нейтрализация кислот), так и фазовые переходы в полупродуктах комплексной кальциевой пластичной смазки, которые сопровождаются либо поглощением, либо выделением тепла (фиг. 1, кривая 2). Из диаграммы также видно, что фазовые переходы не только сопровождаются тепловыми эффектами, наличие которых регистрируется на диаграмме "пилообразным" характером кривой "время - температура", но и изменением вязкости реакционной смеси в процессе приготовления смазки (фигура, кривая 3). В совокупности по изменению этих кривых можно судить о процессах комплексо- и структурообразования в реакционной смеси, которые, как следует из фигуры, для данного технологического процесса наиболее отчетливо наблюдаются при выдержке реакционной смеси при температурах 225-235 °С в течение 50-60 мин. Иначе говоря, согласно предлагаемому изобретению, это происходит в конце этапа термомеханического диспергирования, когда термические эффекты в реакционной смеси практически синхронно повторяются изменением ее вязкости при сдвиге.

Таким образом, анализ образцов смазки, взятых из реакционной смеси на каждом этапе изотермической термообработки, показывает необходимость и достаточность всех операций, приведенных в предлагаемом способе получения комплексной кальциевой пластичной смазки.

Совокупность существенных признаков, которая характеризует заявляемое изобретение, в известных источниках информации не обнаружена. Это подтверждает новизну изобретения.

Предлагаемое изобретение явным образом не следует из уровня техники, поскольку реализуется только при выполнении совокупности операций, приведенных в заявляемом изобретении, причем с учетом конкретных технологических режимов, определенной их последовательности и компонентного состава, соответствующих только данному типу комплексных кальциевых пластичных смазочных материалов, а значит, заявляемое изобретение соответствует критерию "Изобретательский уровень".

Изобретение, в соответствии с заявляемым способом, успешно прошло лабораторные испытания, показало высокую воспроизводимость технологических режимов и экспериментальных данных при изготовлении образцов комплексных кальциевых пластичных смазочных материалов с высокими техническими характеристиками, что соответствует критерию "Промышленная применимость".

Примеры конкретного выполнения способа.

Пример 1(образец 4 таблицы).

Пластичная смазка содержит 12-гидроксистеариновую кислоту 8,5 мас. %, извести 4,9 мас. %, уксусной кислоты 3,8 мас. %, присадки 5 мас. %, минеральное масло - остальное.

Смазку изготавливают следующим образом. В варочный аппарат загружают расчетные количества минерального масла, извести, 12-гидроксистеариновой кислоты, уксусной кислоты и омыление ведут при температуре 100-110 °С. После окончания реакции омыления, на что указывает начавшийся рост температуры, осуществляют изотермическую термообработку, которую проводят в три этапа (стадии): путем доведения температуры после омыления реакционной смеси до 180 °С и выдержке при этой температуре в течение 50 мин, затем дальнейшее повышение температуры реакционной смеси и ее термомехани-

ческое диспергирование при температуре 225 °С в течение 60 мин, затем охлаждение смеси до 180 °С и выдержка при этой температуре в течение 30 мин. Далее реакционную смесь охлаждают до 75 °С, вводят присадку, например дифениламин, охлаждают до 36-40 °С и затаривают готовую смазку в приемный бак или контейнеры.

Пример 2 (образец 5 таблицы).

Пластичная смазка содержит 12-гидроксистеариновую кислоту 8,5 мас. %, извести 4,9 мас. %, уксусной кислоты 3,8 мас. %, присадки 5 мас. %, минеральное масло - остальное.

Смазку изготавливают следующим образом. В варочный аппарат загружают расчетные количества минерального масла, извести, 12-гидроксистеариновой кислоты, уксусной кислоты и омыление ведут при температуре 100-110 °С. После окончания реакции омыления, на что указывает начавшийся рост температуры, осуществляют изотермическую термообработку, которую проводят в три этапа (стадии): путем доведения температуры после омыления реакционной смеси до 180 °С и выдержке при этой температуре в течение 60 мин, затем, дальнейшее повышение температуры реакционной смеси и ее термомеханическое диспергирование при температуре 235 °С в течение 50 мин, затем охлаждение смеси до 180 °С и выдержка при этой температуре в течение 30 мин. Далее реакционную смесь охлаждают до 75 °С, вводят присадку, например дифениламин, охлаждают до 36-40 °С и затаривают готовую смазку в приемный бак или контейнеры.

Таблица

Свойства и режимы получения смазок

Номер состава	Омыляемый компонент		Этапы (стадии) изотермической тер- мообработки, °С при выдержке, минут					Темпера- тура кап- лепадени я, °С	Колло- идная стабиль- ность, %
	Содержа- ние синте- тических жирных кислот, мас. %	Содержа- ние 12- гидрокси- стеарино- вой кисло- ты, мас. %	1-ый этап		2-ой этап (тер- момеханиче- ское диспергирова- ние)		3-ий этап		
			50	60	50	60	30		
1 (про- тотип)	9,2	-	-	-	-	200	-	205	12,0
2	-	8,5	-	180	-	-	-	140	18,2
3	-	8,5	-	180	-	230	-	240	12,1
4	-	8,5	180	-	-	225	180	240	8,1
5	-	8,5	-	180	235	-	180	242	8,0

Таким образом, в ходе испытаний установлено, что предлагаемая технология позволяет получить композицию, которая по сравнению с известной обладает существенно лучшими характеристиками. Данные, приведенные в таблице, показывают, что образцы смазки, полученные согласно предлагаемому способу в сравнении с образцом, изготовленным по прототипу, обладают лучшими объемно-механическими свойствами, а именно более высокой температурой каплепадения 242 °С против 205 °С и улучшением коллоидной стабильности с 12,0 до 8,0 %.

Источники информации:

1. Патент РФ 2163629, МПК⁷ С 10М 177/00, 2001.
2. Патент РФ 2177982, МПК⁷ С 10М 169/04, С 10М 177/00, 2002.
3. ГОСТ 23510-79. Смазка УНИОЛ-2. Технические условия (прототип).