ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(12)

РЕСПУБЛИКА БЕЛАРУСЬ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

- (19) **BY** (11) **9939**
- (13) **C1**
- (46) **2007.10.30**
- (51) ΜΠΚ (2006) **C 10M 177/00**

(54) СПОСОБ ПРИГОТОВЛЕНИЯ АЛМАЗОСОДЕРЖАЩЕЙ ПРИСАДКИ К СМАЗОЧНЫМ МАСЛАМ

- (21) Номер заявки: а 20020846
- (22) 2002.10.24
- (43) 2004.06.30
- (71) Заявитель: Научно-производственное закрытое акционерное общество "Синта" (ВY)
- (72) Авторы: Губаревич Татьяна Михайловна; Гаманович Дмитрий Николаевич; Корженевский Александр Павлович (BY)
- (73) Патентообладатель: Научно-производственное закрытое акционерное общество "Синта" (ВҮ)
- (56) RU 2004586 C1, 1993. RU 2054456 C1, 1996. SU 1635904 A3, 1991. RU 2162878 C2, 2001. SU 1770350 A1, 1992. JP 05171169 A, 1993.

(57)

Способ приготовления алмазосодержащей присадки к смазочным маслам путем смешивания базового масла с ультрадисперсным алмазным порошком при нагревании, отличающийся тем, что смешивание ведут при температуре 30-100 °C в циркуляционном контуре с принудительной циркуляцией в течение 2-10 ч, при этом ультрадисперсный алмазный порошок подают в циркуляционный контур в виде пылегазовой смеси с удельной скоростью подачи 1-100 г/ч на 1 л масла до его концентрации в базовом масле 0,1-10,0 мас. %.

Изобретение относится к области производства присадок (добавок) к смазочным маслам и может быть использовано для промышленного выпуска суспензионных присадок, содержащих ультрадисперсные частицы алмаза, для снижения трения и износа в машинах и механизмах.

Изобретение относится также к технологии ультрадисперсных алмазных порошков, получаемых методами детонационного синтеза из ВВ.

Известно использование ультрадисперсных алмазов (УДА) и алмазосодержащих углеродных материалов (АУМ) на основе УДА в качестве твердого модификатора трения (РСТ/SU 89/00249, МПК⁵ С 10М 177/00). Приготовление смазочной композиции проводят путем предварительного смешения и тщательного перемешивания компонентов, продавливания смеси с помощью насосов через сетчатые фильтры и магнитные сепараторы, а затем пропуская через устройства окончательного диспергирования, например дезинтеграторы, УЗ-смесители или мельницы, с последующим фильтрованием через фильтры тонкой очистки. Таким способом достигают гомогенизации смеси и отсутствия в ней грубодисперсных примесей. Способ является трудоемким, малопроизводительным, сопровождается большими потерями вещества.

Известен способ получения углеродной дисперсии в масле (A.c. СССР 1658641, МПК 5 С 10M 177/00, 1988), согласно которому углеродный алмазосодержащий порошок

нагревают до 60-120 °C при давлении (1-5)×10 МПа, после чего смешивают с базовым маслом в концентрации 0,1-10 %. При этом в состав масла дополнительно вводят сукцинимидный дисперсант в количестве 1-10 % от массы ультрадисперсного порошка (УДП). Для осуществления способа требуется специальное оборудование, обеспечивающее пониженное давление при термической обработке порошка. Кроме того, использование дисперсанта усложняет состав смазочной композиции и требует проведения предварительных испытаний на совместимость получаемой присадки с тем или иным типом смазочного масла.

Известен способ приготовления смазочной композиции (Патент РФ 2004586, МПК⁵ С 10М 177/00, 1993, прототип), содержащей 0,01-0,5 % ультрадисперсного алмазного порошка. Согласно способу, сначала приготавливают 2-5 %-ю суспензию порошка в индустриальном масле, затем смешивают эту суспензию с расчетным количеством базового масла до заданной концентрации алмазного порошка. Смешивание проводят в замкнутом циркуляционном контуре с принудительной циркуляцией в течение 50 циклов; при этом суспензию нагревают до 101-103 °С со скоростью 1,23-1,30 град/мин и охлаждают со скоростью 0,37-0,53 град/мин в герметичном баке-отстойнике. Получают стабильную суспензию алмазных частиц в базовом масле, которая обладает антифрикционными и противоизносными свойствами. Указанный способ предусматривает следующую процедуру приготовления целевой смеси: смешивание, циркуляция, нагревание, охлаждение в Контролируемом температурно-временном режиме, отстаивание. Необходимо нагревать смесь выше 100 °С, что зачастую нежелательно для масел. Способ применим лишь к невысоким концентрациям порошка в масле - до 0,5 %, что ограничивает его применимость для получения более концентрированных препаратов.

Задачей настоящего изобретения является разработка способа приготовления алмазосодержащей присадки к смазочным маслам, который характеризовался бы технологичностью, повышенной производительностью, щадящим температурным режимом и возможностью приготовления присадки с повышенной концентрацией алмазного ультрадисперсного порошка.

Поставленная задача решается тем, что в способе приготовления алмазосодержащей смазочной композиции путем смешивания компонентов в замкнутом циркуляционном контуре с принудительной циркуляцией при нагревании ультрадисперсный алмазный порошок подают в циркуляционный контур в виде пылегазовой смеси с удельной скоростью подачи 1-100 г/ч на 1 л масла, а смешивание ведут при температуре 30-100 °С. Поставленная задача решается также тем, что концентрация ультрадисперсного алмазного порошка в базовом масле составляет 0,1-10 %, а время обработки смеси в циркуляционном контуре составляет 2-10 ч.

Сущность заявляемого способа состоит в том, что под действием газового потока происходит псевдоожижение ультрадисперсного алмазного порошка, разрушаются контакты между частицами. Образовавшаяся пылегазовая смесь обладает улучшенной подвижностью, что делает ее транспортабельной по трубопроводам, а также способствует быстрому и полному смачиванию и диспергированию частиц в масле при умеренных температурах (30-100 °C) и в широком диапазоне концентрации (0,1-10 %) алмазных частиц в масле. В результате повышается производительность процесса приготовления присадки и достигается ее стабильно высокое качество.

Ультрадисперсный алмазный порошок подают в циркуляционный контур в виде пылегазовой смеси. Пылегазовая смесь формируется известными способами с помощью потока газа, например воздуха. Для интенсификации процесса могут быть использованы известные приемы внешнего механического воздействия на порошок, такие как вибрация, перемешивание и т.п. Циркуляционный контур включает, как правило, емкость-смеситель, циркуляционный насос и систему трубопроводов с фильтрами. Подачу пылегазовой смеси

ведут в емкость-смеситель под слой разогретого циркулирующего масла. При взаимодействии двух динамических потоков: пылегазового и масляного - имеет место активное и эффективное поглощение пылевидных частиц жидкостью, а пузырьки газа, проходя через слой масла, дополнительно способствуют диспергированию и дезагрегации частиц, гомогенизации состава. Удельная скорость подачи алмазного порошка составляет 1-100 г/ч на 1 л масла. Оптимальную скорость подачи выбирают в пределах указанного диапазона с учетом таких факторов, как объем масла в циркуляционном контуре, интенсивность циркуляции (производительность насоса, отнесенная к объему смеси), заданная концентрация порошка в смеси и др. Так, при интенсивной циркуляции большого объема масла скорость подачи пылегазовой смеси может быть максимальной для умеренных концентраций порошка (до 6-7 %). При приготовлении более концентрированных составов, например 8-10 %, а также при малых объемах масла и невысокой интенсивности циркуляции скорость подачи пылегазовой смеси, как правило, уменьшается. Снижение скорости подачи менее 1 г/ч на 1 л масла нецелесообразно, т.к. при этом снижается производительность процесса. Превышение скорости подачи более 100 г/ч на 1 л масла приводит к ухудшению условий смачивания частиц маслом, при этом алмазсодержащая пыль может частично "проскакивать" через слой масла даже при интенсивной циркуляции, что ведет к потерям сырья, ухудшает условия производственной санитарии и экологии.

Согласно заявляемому способу, компоненты смазочной композиции смешиваются при температуре 30-100 °C. При этой температуре снижается вязкость масла, что улучшает условия смачивания порошка и позволяет уменьшить время обработки. При температуре ниже 30 °C смачиваемость ухудшается, время обработки возрастает, производительность процесса снижается. Смешивание при температуре выше 100 °C нецелесообразно, так как увеличиваются энергозатраты, ухудшаются условия труда из-за появления вредных паров; в то же время дополнительного улучшения качества или снижения времени смешивания не происходит.

Время обработки смеси в циркуляционном контуре составляет, как правило, 2-10 ч, что в совокупности с другими оптимальными условиями обеспечивает полную дезагрегацию частиц и гомогенизацию смеси. Циркуляция может осуществляться с помощью циркуляционных и иных насосов, при этом трибомеханическая обработка смеси происходит как в емкости, входящей в контур, так и в рабочем органе насоса. Циркуляция менее 2 ч не обеспечивает нужного качества суспензии по однородности и коллоидной стабильности. Увеличение времени обработки более 10 ч нецелесообразно, так как нет дополнительных преимуществ качества и однородности суспензии, но снижается производительность оборудования.

Концентрация ультрадисперсного алмазного порошка в масле составляет 0,1-10 %. В заявляемых условиях формируется динамический режим, который обеспечивает разрушение структуры, самопроизвольно возникающей в высокодисперсных системах, и снижение эффективной вязкости смеси даже при высоких концентрациях порошка. При концентрации порошка выше 10 % необходимо увеличивать длительность и интенсивность процесса, что приводит к росту удельных энергозатрат; при этом также ухудшаются технологические свойства суспензии (вязкость, текучесть, фильтруемость), что вызывает потери присадки и ухудшение качества. Снижение концентрации порошка в масле менее 0,1 % не дает дополнительных преимуществ в части качества присадки, при этом снижается производительность оборудования в расчете на единицу алмазного порошка.

Ниже приводятся примеры реализации заявляемого способа.

Пример 1.

Циркуляционный контур включает емкость-смеситель, насос, трубопроводы и фильтрпатрон. В емкость-смеситель загружают 100 л масла индустриального марки Shell Vitrea

Oil 22 (d = 0,87 г/см³), нагревают до 55 °C при постоянной циркуляции в контуре. Ультрадисперсный алмазосодержащий порошок в количестве 5,5 кг помещают в расходную емкость, снабженную распределительными устройствами для подачи газа и формирования пылевоздушной смеси. В емкость подают тщательно осущенный воздух. Пылевоздушная смесь по трубопроводу подается в емкость-смеситель под слой масла. Скорость подачи -13,1 г/ч на 1 л масла, время подачи - 4,2 ч. По завершении подачи порошка суспензия циркулирует в контуре дополнительно 1,8 ч. Общее время обработки смеси - 6 ч. Полученная суспензия имеет концентрацию 6,3 %; потери на фильтре - 0,4 %; коллоидная стабильность хорошая.

Пример 2.

В емкость-смеситель загружают 250 л масла индустриального марки Shell Vitrea Oil 32 ($d=0.87\ r/cm^3$), нагревают до 65 °C при постоянной циркуляции в контуре. Порошок ультрадисперсных алмазов в количестве 2,3 кг помещают в расходную емкость, снабженную штуцерами ввода и вывода сжатого газа, распределительными устройствами для направленной подачи газа, сетчатыми перегородками для сепарирования грубодисперсных примесей. Подают сжатый газ азот, создавая пылевоздушный поток со скоростью подачи 18,4 г/ч на 1 л масла, после чего суспензия дополнительно циркулирует в контуре, так что общее время циркуляции составляет 2,5 ч. Полученная суспензия имеет концентрацию 1,05 %; потери на фильтре 0,3 %; коллоидная стабильность хорошая.

Примеры 3-7.

Приготовление присадки проводят, как описано в примере 1, при этом температуру нагрева масла устанавливают 25, 30, 70, 100, 102,5 °C. Результаты опытов приведены в табл. 1.

Таблица 1

| № при- мера | T, °C | Концентрация, % | Скорость подачи, г/ч, на 1 л масла | Время, | Потери на фильтрах, % | Примечания |
|--------------------------|-------|-----------------|------------------------------------|--------|--------------------------|---------------------------|
| 3 | 25 | 4,01 | 4,5 | 12,2 | 7,7 | неудовлетворительная сма- |
| | | | | | | чиваемость и дезагрегация |
| | | | | | | порошка |
| 4 | 30 | 4,65 | 5,5 | 10,0 | 0,8 | результаты смешивания |
| | | | | | | удовлетворительные |
| 5 | 70 | 4,75 | 18,5 | 6,5 | 0,5 | результаты смешивания |
| | | | | | | хорошие |
| 6 | 100 | 4,75 | 65,0 | 2,5 | 0,4 | результаты смешивания |
| | | | | | | хорошие |
| 7 | 102,5 | 4,82 | 52,3 | 2,5 | 1,5 | признаки осмоления масла |

При низкой температуре (25 °C) суспензия чрезмерно вязкая, фильтруется неудовлетворительно, значительная часть УДП остается на фильтре.

С повышением температуры фильтруемость улучшается, однако, при температурах выше 100 °С есть признаки осмоления масла, что искажает результаты анализа и ухудшает эксплуатационные характеристики присадки.

Примеры 8-12.

Приготовление присадки ведут в порядке, описанном в примере 2, при этом подачу пылевоздушной смеси осуществляют с параметрами 0,9; 1,0; 70; 100 и 110 г/ч на 1 л масла. Используют масло индустриальное И-20А; в качестве газа используют тщательно осущенный воздух.

Результаты опытов приведены а табл. 2.

Таблица 2

| № при- мера | Скорость подачи пылегазовой смеси, г/ч·л | Концен трация, % | Время цирку- ляции, ч | T, °C | Потери на фильт- рах, % | Коллоид- ная ста- бильность | Примечания |
|--------------------------|--|------------------------|-----------------------------|----------|----------------------------------|-----------------------------------|---|
| 8 | 0,9 | 1,5 | 14,5 | 45 | 0,2 | xop. | большая длительность |
| 9 | 1,0 | 1,0 | 8,7 | 45 | 0,2 | xop. | процесса. результаты смешивания хорошие |
| 10 | 35 | 6,5 | 2,0 | 65 | 0,6 | xop. | результаты смешивания |
| 11 | 100 | 5,5 | 1,5 | 80 | 0,7 | удовл. | хорошие результаты смешивания хорошие |
| 12 | 110 | 3,2 | 2,0 | 80 | 1,5 | неуд. | потери порошка при по- |
| | | | | | | | даче, плохая фильтруе- |
| | | | | | | | мость. |

При малой скорости подачи качество суспензии хорошее, однако время подачи возрастает до 14,4 ч, необоснованно снижая производительность оборудования. Превышение скорости подачи более $100 \, \text{г/ч} \cdot \text{л}$ приводит к ухудшению фильтруемости суспензии и потерям алмазеодержащего вещества.

Примеры 13-17.

Приготовление присадки проводят, как в примере 1, при этом концентрация УДП в суспензии задается 0.08; 0.1; 5.5; 10; 10.5 %, что обеспечивается загрузкой порошка 0.075; 0.095; 9.07; 9.5 кг соответственно.

Результаты опытов приведены в табл. 3.

Таблица 3

| $N_{\underline{0}}$ | Концен- | | Время | Потери | Коллоид- | |
|---------------------|---------|-------|----------|-----------|-----------|--|
| при- | трация, | T, °C | цирку- | на фильт- | ная ста- | Примечания |
| мера | % | | ляции, ч | pax, % | бильность | |
| 13 | 0,08 | 40 | 2,0 | 0,2 | xop. | низкая удельная производи- |
| | | | | | | тельность - менее 0,04 кг по- |
| | | | | | | рошка в ч |
| 14 | 0,1 | 40 | 2,0 | 0,2 | xop. | удельная производительность по алмазному порошку ~ 0,05 кг/ч |
| 15 | 5,5 | 60 | 6,5 | 0,5 | xop. | |
| 16 | 10,0 | 75 | 10,0 | 0,7 | удовл. | |
| 17 | 10,5 | 75 | 10,0 | 2,3 | неудовл. | ухудшаются фильтруемость, |
| | | | | | | текучесть и коллоидная ста- |
| | | | | | | бильность присадки |

При низких концентрациях суспензия хорошо гомогенизируется и фильтруется, однако, производительность оборудования в расчете на единицу УДП очень низкая. Увеличение концентрации свыше 10 % усложняет обработку смеси, ухудшается ее фильтруемость из-за повышенной вязкости суспензии.

Примеры 18-22.

Приготовление присадки проводят, как в примере 1, при этом время обработки суспензии устанавливают 1,5; 2,0; 7,0; 10,0 и 11 ч. Концентрация алмазного порошка во всех опытах составляет 5,2 %.

Результаты опытов приведены в табл. 4.

Таблина 4

| № приме- ра | Время, | Концен- тра- ция, % | Скорость подачи пылегазовой смеси, г/ч·л | Потери на фильт- рах, % | Коллоид- ная ста- бильность | Примечания |
|--------------------------|--------|---------------------------|--|-------------------------------|-----------------------------------|--|
| 18 | 1,5 | 5,2 | 30 | 1,7 | неудовл. | недостаточная гомогенизация смеси, плохая фильтруемость. |
| 19 | 2,0 | 5,2 | 22,5 | 0,8 | удовл. | гомогенность и фильтруемость удовлетворительная. |
| 20 | 7,0 | 5,2 | 6,5 | 0,2 | xop. | |
| 21 | 10,0 | 5,2 | 4,5 | 0,2 | xop. | |
| 22 | 11,0 | 5,2 | 3,8 | 0,2 | xop. | снижение производи- |
| | | | | | | тельности. |

Время циркуляции присадки в контуре оптимально в диапазоне 2-10 ч, что обеспечивает хорошую гомогенизацию смеси, дезагрегацию частиц алмазного порошка, коллоидную стабильность получаемой суспензии.

Алмазосодержащая присадка к смазочным маслам, приготовленная согласно заявляемому способу, обладает антифрикционными и противоизносными свойствами, а именно: снижает коэффициент трения на 20-30 % (по сравнению с базовым маслом), уменьшает износ поверхностей трения в 1,5-3,5 раза; при работе в двигателях внутреннего сгорания обеспечивает повышение мощности, экономию топлива и масла.

Заявляемый способ прошел испытания и опытную отработку на опытном участке НП ЗАО "Синта" и рекомендован к промышленному внедрению.