(19)国家知识产权局

(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 119836465 A
(43)申请公布日 2025.04.15

(21)申请号 202380063783.5
(22)申请日 2023.09.07
(30)优先权数据
2022-142079 2022.09.07 JP
(85)PCT国际申请进入国家阶段日
2025.03.05
(86)PCT国际申请的申请数据
PCT/JP2023/032645 2023.09.07
(87)PCT国际申请的公布数据
WO2024/053702 JA 2024.03.14
(71)申请人 协同油脂株式会社
地址 日本
(72)发明人 羽山诚
(74)专利代理机构 北京银龙知识产权代理有限公司 11243
专利代理师 钟晶 陈彦
(51)Int.Cl.
C10M 169/06(2006.01)
C10M 137/04(2006.01)
C10M 137/06(2006.01)
C10M 137/08(2006.01)
C10M 139/00(2006.01)
C10M 139/02(2006.01)
C10N 10/06(2006.01)
C10N 10/08(2006.01)
C10N 30/06(2006.01)
C10N 40/02(2006.01)
C10N 40/04(2006.01)
C10N 50/10(2006.01)

权利要求书1页 说明书8页

(54)发明名称

润滑脂组合物

(57)摘要

根据本发明,提供一种润滑脂组合物,其含有(a)具有磷酸酯部分的化合物、(b)基础油及(c)增稠剂,根据ASTM D-2596测定的最大无卡咬负荷为980N以上。

CN 119836465 A

1.一种润滑脂组合物,其含有(a)具有磷酸酯部分的化合物、(b)基础油及(c)增稠剂,

根据ASTM D-2596测定的最大无卡咬负荷为980N以上。

2.根据权利要求1所述的润滑脂组合物,其中,以组合物的总质量为基准,含有0.1～20质量%的成分(a)。

3.根据权利要求1或2所述的润滑脂组合物,其中,成分(a)为(a1)下述化学式(1)所示的化合物,

[化1]

$$[R^1-O-(A^1O)_n]_m-\overset{\overset{O}{\|}}{P}-(OM)_{3-m} \qquad (1)$$

式中,R^1为碳原子数1～24的烷基或为可具有取代基的芳基,A^1O为碳原子数2～4的亚烷基氧基,n为0～30的整数,m为1～3的整数,M为氢原子、碱金属、第二族金属、铵基或有机铵基。

4.根据权利要求1或2所述的润滑脂组合物,其中,成分(a)为选自由(a2-1)硅烷偶联剂、(a2-2)钛偶联剂、(a2-3)铝偶联剂和(a2-4)氧化锆偶联剂组成的组中的在分子内具有磷酸酯部分的至少1种偶联剂(a2)。

5.根据权利要求1或2所述的润滑脂组合物,其中,按照ASTM D-2596测定的烧结负荷为1960N以上。

6.权利要求1或2所述的润滑脂组合物作为轴承、齿轮、汽车用部件、产业用机械部件等的极压耐磨损润滑脂的应用。

润滑脂组合物

技术领域

[0001] 本发明涉及对需要极压(EP)性的用途有用的润滑脂组合物。

背景技术

[0002] 一般进行如下操作:使在严苛的润滑条件下使用的润滑脂中含有耐负荷添加剂。作为这样的耐负荷添加剂,已知有长链脂肪酸等油性剂、分子内具有硫、磷、氯等的磷酸酯、金属二硫代磷酸盐、有机离子化合物、有机卤素化合物等耐磨损剂和EP剂、二硫化钼、石墨、氮化硼、聚四氟乙烯等固体添加剂(非专利文献1)。作为代表性的磷酸酯系EP剂,已知有磷酸三甲苯酯。

[0003] 另一方面,作为具有磷酸酯部分的化合物的EP剂以外的用途,代表性的是表面活性剂(例如,专利文献1)。

[0004] 专利文献1中记载了能够使用聚氧乙烯烷基醚磷酸盐、聚氧化烯烷基醚磷酸或其盐等表面活性剂作为油性剂,但没有记载或启示能够作为耐磨损剂、EP剂来使用。

[0005] 在专利文献2中,记载了为了防止电接触点用润滑脂的低温颤振(low-temperature chattering),可以使用钛酸酯系或铝系偶联剂,但没有记载或启示上述偶联剂可以作为EP剂来使用。

[0006] 专利文献3通过(A)基础油、(B)酸性磷酸酯等和(c)异噻唑啉系化合物的组合而实现了耐磨损性。

[0007] 现有技术文献

[0008] 专利文献

[0009] 专利文献1:日本特开2013-116991号公报

[0010] 专利文献2:日本专利4002637号

[0011] 专利文献3:日本特开2021-138814号公报

[0012] 非专利文献

[0013] 非专利文献1:润滑经济,临时增刊号,2010,No.543,株式会社润滑通信公司

发明内容

[0014] 发明所要解决的课题

[0015] 本发明的课题在于提供EP性优异的润滑脂组合物。

[0016] 用于解决课题的手段

[0017] 本发明人等发现,通过在润滑脂组合物中含有迄今为止未作为EP剂使用的、在分子结构内具有磷酸酯部分的化合物,能够解决该课题。即,根据本发明,提供以下的各发明。

[0018] 1.一种润滑脂组合物,其含有(a)具有磷酸酯部分的化合物、(b)基础油及(c)增稠剂,根据ASTM D-2596测定的最大无卡咬负荷为980N以上。

[0019] 2.根据上述1所述的润滑脂组合物,其中,以组合物的总质量为基准,含有0.1~20质量%的成分(a)。

[0020] 3.根据上述1或2所述的润滑脂组合物,其中,成分(a)为(a1)下述化学式(1)所示的化合物。

[0021] [化1]

[0022] $$[R^1-O-(A^1O)_n]_m-P(=O)-(OM)_{3-m} \quad (1)$$

[0023] 式中,R^1为碳原子数1～24的烷基或为可具有取代基的芳基,A^1O为碳原子数2～4的亚烷基氧基,n为0～30的整数,m为1～3的整数,M为氢原子、碱金属、第二族金属、铵基或有机铵基。

[0024] 4.根据上述1或2所述的润滑脂组合物,其中,成分(a)为选自由(a2-1)硅烷偶联剂、(a2-2)钛偶联剂、(a2-3)铝偶联剂和(a2-4)氧化锆偶联剂组成的组中的在分子内具有磷酸酯部分的至少1种偶联剂(a2)。

[0025] 5.根据上述1或2所述的润滑脂组合物,其中,按照ASTM D-2596测定的烧结负荷(融着荷重)为1960N以上。

[0026] 6.上述1或2所述的润滑脂组合物作为轴承、齿轮、汽车用部件、产业用机械部件等的极压耐磨损润滑脂的应用。

[0027] 发明效果

[0028] 根据本发明,能够提供耐磨损性,特别是根据ASTM D-2596评价的EP性优异的润滑脂组合物。

具体实施方式

[0029] (a)具有磷酸酯部分的化合物

[0030] 本发明的成分(a)是在分子内具有磷酸酯部分的化合物。成分(a)是通过使其包含在基础润滑脂中,能够使按照ASTM D-2596测定的最大无卡咬负荷为980N以上的化合物。

[0031] 作为成分(a),例如可举出(a1)下述化学式(1)所示的化合物、(a2)分子内含有磷酸酯的偶联剂。

[0032] (a1)下述化学式(1)所示的化合物是目前在广泛的技术领域中用作阴离子系表面活性剂的化合物。

[0033] [化2]

[0034] $$[R^1-O-(A^1O)_n]_m-P(=O)-(OM)_{3-m} \quad (1)$$

[0035] 式中,R^1为碳原子数1～24的直链或支链烷基(优选为碳原子数3～18的直链或支链烷基)或为可以具有取代基的芳基(优选为苯酚、十二烷基苯酚、二壬基苯酚、苯乙烯化苯酚、苯酚衍生物、烷基苯等具有取代基的芳基)。

[0036] A^1O为碳原子数2～4的亚烷基氧基,优选为亚乙基氧基、1,2-亚丙基氧基,更优选为亚乙基氧基。

[0037] n表示亚烷基氧基的加成摩尔数,为0～30的整数。优选为0～12。n为2以上时,n个

AO可以相同也可以不同,不同情况下的-(A[1]O)n-的加成方式可以是无规加成、嵌段加成或交替加成中的任一种。

[0038] m为1～3的整数,优选为1或2。

[0039] M为氢原子、碱金属、第二族金属、铵基或有机铵基。优选Na、Ca、铵基或有机铵基。

[0040] 式(1)的化合物优选单酯或二酯。

[0041] 更优选为如下的单酯或二酯:式(1)中,R^1为碳原子数3～18的直链或支链烷基、碳原子数3～18的直链或支链烯基或者苯酚、十二烷基苯酚、二壬基苯酚、苯乙烯化苯酚、苯酚衍生物、烷基苯等具有取代基的芳基,A^1O为亚乙基氧基或1,2-亚丙基氧基,n为0～12,m为1或2,M为Na、Ca、铵基或有机铵基。

[0042] 作为式(1)所示的化合物以外的、本发明中可以使用的含有磷酸酯部分的阴离子系表面活性剂,可以举出甘油脂肪酸酯、聚氧化烯烷基醚磷酸或它们的盐等。具体而言,可列举:三氧乙烯烷基(12～15)醚磷酸、九氧乙烯烷基(12～15)醚磷酸、三氧乙烯硬脂基醚磷酸、四氧乙烯月桂基醚磷酸、异丙基醚磷酸、丁基醚磷酸、异己基醚磷酸、烷基(C6～C10)醚磷酸、十二烷基醚磷酸、月桂基醚磷酸、异十三烷基醚磷酸、烷基(12～15)醚磷酸、单氧乙烯异己基醚磷酸、四氧乙烯烷基(C6～C10)醚磷酸、二氧乙烯十二烷基醚磷酸、三氧乙烯异十三烷基醚磷酸、六氧乙烯异十三烷基醚磷酸、十氧乙烯异十三烷基醚磷酸、二氧乙烯硬脂基醚磷酸、六氧乙烯苯基醚磷酸、二氧乙烯十二烷基苯基醚磷酸、八氧乙烯二壬基苯酚醚磷酸、十二烷氧乙烯二壬基苯酚醚磷酸、十一烷氧乙烯苯乙烯化苯酚醚磷酸、十一烷氧乙烯苯酚衍生物醚磷酸、丁基醚磷酸Na、四氧乙烯十二烷基醚磷酸Na、六氧乙烯异十三烷基醚磷酸Ca、六氧乙烯苯酚醚磷酸、三氧乙烯异十三烷基醚磷酸(以上为东邦化学工业株式会社制,Phosphanol系列)、聚氧丙烯烷基醚磷酸、聚氧丁烯烷基醚磷酸或它们的盐等。作为能够在商业上利用的具体例,可举出楠本化成制DISPARLON DA-325、DISPARLON DA-375、HIPLAAD ED152、HIPLAAD ED152、Croda制Hypermer KD23、Hypermer KD24、Crodafos 03A、Crodafos 010A等。

[0043] 作为(a1),优选聚氧化烯烷基醚磷酸或其盐,更优选聚氧乙烯烷基醚磷酸或其盐,进一步优选三氧乙烯烷基(12～15)醚磷酸、九氧乙烯烷基(12～15)醚磷酸、三氧乙烯硬脂基醚磷酸、四氧乙烯月桂基醚磷酸。

[0044] (a2)分子内具有磷酸酯部分的偶联剂

[0045] 成分(a2)优选为选自由(a2-1)硅烷偶联剂、(a2-2)钛偶联剂、(a2-3)铝偶联剂和(a2-4)氧化锆偶联剂组成的组中的至少1种。

[0046] 作为具体例,可举出双[2-二苯酚膦乙基甲基甲硅烷基乙基三乙氧基硅烷(AZmax(株)制SIB1091.0)、2-(二苯基膦)乙基二甲基乙氧基硅烷(AZmax(株)制SID4557.5)、二苯基磷酰乙基三乙氧基硅烷(AZmax(株)制SID4558.0)、二乙基磷酰乙基三乙氧基硅烷(AZmax(株)制SID3412.0)、3-三羟基硅基丙基甲基磷酸Na盐(AZmax(株)制SIT8378.5.0)、四异丙基双(二辛基亚磷酸酯)钛酸酯(味之素制Plenact 41B)、异丙基三(二辛基焦磷酸酯)钛酸酯、二异丙基双(二辛基焦磷酸酯)钛酸酯(味之素制Plenact 338X)、四(2.2二烯丙氧基甲基-1-丁基)双(双十三烷基)亚磷酸酯钛酸酯(味之素制Plenact KR55)、四辛基双(双十三烷基亚磷酸酯)钛酸酯(味之素制Plenact KR46B)、双(二辛基焦磷酸酯)亚乙基钛酸酯(味之素制Plenact KR238S)等。

[0047] 作为本发明中使用的具有磷酸酯部分的化合物,优选选自由三氧乙烯烷基(12～15)醚磷酸、九氧乙烯烷基(12～15)醚磷酸、三氧乙烯硬脂基醚磷酸、四氧乙烯月桂基醚磷酸、异丙基三(二辛基焦磷酸酯)钛酸酯和二异丙基双(二辛基焦磷酸酯)钛酸酯组成的组中的至少1种。

[0048] 以组合物的总质量为基准,成分(a)的含量优选为0.1～20质量%,更优选为0.1～15质量%,进一步优选为0.5～5质量%。通过含有0.1～20质量%的成分(a),可得到耐负荷能力优异的润滑脂组合物。

[0049] (b)基础油

[0050] 本发明中可以使用的基础油可以是矿物油,也可以是合成油,没有特别限定。作为具体例,可以举出矿物油(例如石蜡系或环烷烃系矿物油)、合成烃油(例如,聚α烯烃(将1-癸烯等碳原子数6～18的直链状α-烯烃聚合后,进行氢化而得到的油)、聚丁烯、烷基萘、烷基苯、乙烯-α-烯烃共聚物)、酯油(例如二酯、多元醇酯)、醚油(例如聚亚烷基二醇、聚苯醚)、氟油、硅油、离子液体等。需要说明的是,合成油可以是以由动植物等产生的生物资源为原料制造的所谓生物质油。例如,也可以使用由以植物油为原料的各种脂肪酸与醇合成的生物质酯油、使用棕榈油、玉米油、大豆油等植物油的生物质烃油。基础油可以单独使用,也可以混合2种以上。这些基础油可以单独使用,或者也可以作为各种混合油使用。

[0051] 作为基础油,优选矿物油、合成烃油(特别是聚α烯烃)或它们的混合油,更优选矿物油或聚α烯烃,最优选矿物油(特别是石蜡系矿物油)。

[0052] 基础油在40℃时的运动粘度例如为30～500mm^2/s,优选为50～300mm^2/s,进一步优选为70～200mm^2/s(例如,90～150mm^2/s)。需要说明的是,上述运动粘度通过依据JIS K 2283的方法测定。

[0053] 基础油的含量相对于润滑脂组合物的总质量例如为60～97质量%,优选为70～95质量%。

[0054] (c)增稠剂

[0055] 本发明中使用的增稠剂只要是润滑脂组合物中通常使用的增稠剂就可以没有特别限制地使用。具体而言,可举出金属皂、复合金属皂、脲增稠剂、氨基甲酸酯增稠剂、炭黑、膨润土、二氧化硅化合物、聚四氟乙烯(PTFE)等。优选选自由金属皂、复合金属皂、脲增稠剂和二氧化硅(silica)组成的组中的增稠剂,更优选金属皂和脲化合物。

[0056] 作为金属皂的具体例,可举出铝皂、钙皂、锂皂、钠皂、钡皂等。优选锂皂。更优选硬脂酸锂皂和12-羟基硬脂酸锂皂。特别优选12-羟基硬脂酸锂皂。

[0057] 作为复合金属皂的具体例,可举出锂复合皂、钙复合皂(例如,磺酸钙复合物可使用在磺酸钙和碳酸钙中组合高级或低级脂肪酸的钙盐与无机酸的钙盐而成的增稠剂。锂复合皂具体而言为由12-羟基硬脂酸的锂盐与壬二酸的锂盐构成的复合皂)、铝复合皂等。

[0058] 作为脲增稠剂,例如可以举出使芳香族胺、脂肪族胺、环己胺或它们的2种以上的混合物与芳香族二异氰酸酯反应而得到的二脲增稠剂。这样的二脲增稠剂可以用下述式(2)表示。

[0059] R^{10}-NHCONH-R^{20}-NHCONH-R^{30} (2)

[0060] 式中,R^{10}及R^{30}可以相同也可以不同,为碳原子数6～15的芳香族系烃基或碳原子数5～20的直链或支链烷基或环己基,R^{20}为碳原子数6～15的2价芳香族系烃基。

[0061] 作为芳香族二异氰酸酯的具体例,可举出甲苯二异氰酸酯、二苯基甲烷二异氰酸酯、萘二异氰酸酯等。作为芳香族胺的具体例,可列举对甲苯胺、苯胺、萘胺等。作为脂肪族胺的具体例,可列举辛胺、壬胺、癸胺、十一烷基胺、十二烷基胺、十三烷基胺、十四烷基胺、十五烷基胺、十六烷基胺、十七烷基胺、十八烷基胺、十九烷基胺、二十烷基胺等。

[0062] 作为二脲增稠剂,优选式(2)中R^{10}和R^{30}为碳原子数8的直链烷基、R^{20}为来源于二苯基甲烷二异氰酸酯的基团的增稠剂。该二脲增稠剂为辛胺与二苯基甲烷二异氰酸酯的反应物。

[0063] 作为二脲增稠剂,还优选为包含式(2)中R^{10}为碳原子数18的直链烷基、R^{30}为环己基、R^{20}为来源于二苯基甲烷二异氰酸酯的基团的化合物、R^{10}及R^{30}为碳原子数18的直链烷基、R^{20}为来源于二苯基甲烷二异氰酸酯的基团的化合物以及R^{10}及R^{30}为环己基、R^{20}为来源于二苯基甲烷二异氰酸酯的基团的化合物的二脲增稠剂。该二脲增稠剂为辛胺及环己胺与二苯基甲烷二异氰酸酯的反应物。

[0064] 作为二脲增稠剂,最优选式(2)中R^{10}和R^{30}为碳原子数8的直链烷基、R^{20}为来源于二苯基甲烷二异氰酸酯的基团的二脲增稠剂。

[0065] 作为二氧化硅(silica),一次粒子的平均粒径优选为0.1μm以下,进一步优选为0.05μm以下。

[0066] 本发明的润滑脂组合物的稠度优选为100～440。本发明的组合物中的增稠剂的含量为得到该稠度所需的量。具体而言,相对于润滑脂组合物整体,优选为3～30质量%,进一步优选为5～25质量%。稠度更优选为150～360。需要说明的是,本说明书中的术语“稠度”是指根据JIS K 2220 7测定的60次工作锥入度。

[0067] 本发明的润滑脂组合物的由ASTM D-2596规定的最大无卡咬负荷(L.N.S.L)为980N以上。若换算成面压,则为7GPa的高负荷,是与金属和陶瓷的混合轴承等的滚动接触或滚动4球试验条件可匹敌的严酷条件。最大无卡咬负荷的值越大,则EP性越优异。在本试验中,从EP性能的观点出发,最大无卡咬负荷(LNSL)优选为1236N以上,更优选为1569N以上。需要说明的是,L.N.S.L表示直至膜因负荷而断裂并且因钢球彼此直接接触而产生卡咬为止的极限负荷。

[0068] 本发明的润滑脂组合物优选由ASTM D-2596规定的烧结负荷(W.P)为1960N以上。这是机器人、齿轮装置所要求的标准。关于烧结负荷(WP),烧结负荷的值越大,EP性越优异。在JIS K2220中,作为耐负荷用润滑脂,规定了本试验中的烧结负荷(WP)为2450N以上,从EP性的观点出发,优选为2450N以上,更优选为3089N以上。需要说明的是,W.P表示因钢球彼此的滑动而产生的摩擦热使钢球熔接而一体化时的负荷。

[0069] 本发明的润滑脂组合物的OK值优选为900N以上。若换算成面压,则为4.5GPa的高负荷,这超过CVJ的最大面压3.5GPa,是滚动滑动试验条件、摩托车用曲柄销的滚动条件。关于OK值,值越大,则EP性越优异。从EP性的观点出发,优选为1000N以上,更优选为1100N以上。需要说明的是,OK值表示SRV阶梯上升中的卡咬的紧前负荷。SRV试验见后述。

[0070] 在本说明书中,通过高速四球式耐负荷能力试验(Shell四球试验)对高速下的EP性进行评价,通过SRV试验对低速下的EP性进行评价。通过由Shell四球试验测定的L.N.S.L和W.P,主要评价旋转运动、点接触、滑动摩擦引起的磨损,通过由SRV试验测定的OK值,主要评价往复运动、面接触、滑动摩擦引起的磨损EP性。对于多种运动方式、PV条件、参数显示出

优异的结果是指能够以各种水平发挥EP性。

[0071] [其他添加剂]

[0072] 本发明的润滑脂组合物可以根据需要进一步含有其他添加剂。作为其他添加剂的具体例,可以举出抗氧化剂(例如酚系、胺系)、极压剂(例如二硫代氨基甲酸锌、二硫代磷酸锌、有机钼)、防锈剂(例如环烷酸锌等羧酸系;磺酸Zn、磺酸Ca等磺酸系)、粘度指数提高剂、分散剂、它们的组合等。但是,优选不含异噻唑啉系化合物,例如2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮、2-甲基-4,5-三亚甲基-4-异噻唑啉-3-酮、5-氯-2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮、2-正辛基异噻唑啉-3-酮、4,5-二氯-2-正辛基异噻唑啉-3-酮、1,2-苯并异噻唑啉-3-酮、N-正丁基-1,2-苯并异噻唑啉-3-酮或它们的组合。

[0073] 在润滑脂组合物中配合其他添加剂的情况下,其含量根据种类而不同,但相对于润滑脂组合物的总质量,例如为0.1～10质量%,优选为0.5～5质量%。

[0074] 本发明的润滑脂组合物特别作为在严苛的润滑条件下使用的轴承、齿轮、汽车用部件、产业用机械部件等的极压耐磨损润滑脂是有用的。

[0075] 实施例

[0076] 1.润滑脂组合物的制备

[0077] (1)增稠剂为脂肪族二脲的基础润滑脂的制备

[0078] 在基础油(40℃时的运动粘度为100mm^2/s的矿物油)中,使4',4-二苯基甲烷二异氰酸酯1摩尔与十八烷基胺2摩尔反应,升温、冷却后,用三辊研磨机进行混炼,得到基础润滑脂。基础润滑脂中的增稠剂的比例为7质量%。

[0079] (2)增稠剂为12-羟基硬脂酸锂的基础润滑脂的制备

[0080] 向基础油(40℃时的运动粘度为100mm^2/s的矿物油)中投入12-羟基硬脂酸,加热后,加入氢氧化锂水溶液,使其发生皂化反应。反应结束后,加热至规定温度,然后冷却,然后用三辊研磨机进行混炼,制成基础润滑脂。

[0081] (3)润滑脂组合物的制备

[0082] 在上述得到的基础润滑脂中以表2所示的比例(表中的数字是以组合物的总质量为基准的质量%)配合表1中记载的添加剂,以成为表2所示的工作锥入度的方式添加追加的基础油,用三辊研磨机进行分散,由此得到具有表2所示的工作锥入度的实施例和比较例的润滑脂组合物。

[0083] [表1]

[0084] 表1(a)具有磷酸酯部分的化合物

[0085]

	化学名称	制造商	商品名/项目
a1	三氧乙烯烷基(12～15)醚磷酸*1	东邦化学	Phosphanol RS-410
a1	九氧乙烯烷基(12～15)醚磷酸*1	东邦化学	Phosphanol RS-710
a1	三氧乙烯硬脂基醚磷酸	东邦化学	Phosphanol RL-310
a1	四氧乙烯月桂基醚磷酸	东邦化学	Phosphanol RD-510Y
a2	异丙基三(二辛基焦磷酸酯)钛酸酯	味之素	PLENACT 38S
a2	二异丙基双(二辛基焦磷酸酯)钛酸酯	味之素	PLENACT 338X
a1	磷酸酯	楠本化成	Disparlon DA-375
a1	聚氧乙烯月桂基醚磷酸金属盐	胜田化工	OR-40

比较用	磷酸酯CNF	王子HD	CNF
比较用	异丙基双(N-氨基乙基-氨基乙基)钛酸酯	味之素	PLENACT KR44
比较用	乙酰烷氧基异丙酸铝	味之素	PLENACT AL-M
比较用	聚氧乙烯烷基醚	三洋化成	EMULMIN 40
比较用	聚醚酸、聚胺	楠本化成	Disparlon DA-234
比较用	磷酸三甲苯酯		TCP

[0086] *1“烷基”后的括弧内的数字表示烷基的碳原子数。

[0087] 2.润滑脂组合物的评价

[0088] 通过高速四球式耐负荷能力试验(Shell四球试验)和SRV试验来评价上述制备的润滑脂组合物的EP性。

[0089] (1)高速四球式耐负荷能力试验(Shell四球试验)

[0090] 按照ASTM D-2596,测定L.N.S.L和W.P。需要说明的是,滑动速度为0.56mm/s。通过该试验来评价旋转运动、点接触、滑动摩擦引起的EP性。

[0091] (2)SRV试验

[0092] 将直径10mm的钢球(SUJ-2)垂直地按压在直径24mm、厚度7.855mm的圆盘上,在试验温度25℃下,以频率15Hz、振幅1mm、速度0.03mm/s水平地往复运动。使施加于圆盘的负荷以100N/分钟上升至1200N,测定规定负荷下的摩擦系数。将摩擦系数的急剧上升(0.25以上)视为卡咬,将紧前的负荷作为OK值(不产生卡咬的最大负荷)。通过该试验来评价往复运动、点接触、滑动摩擦引起的磨损。

[0093] (3)工作锥入度

[0094] 根据JIS K 2220 5.7进行测定。

[0095] 判断基准

[0096] LNSL:980N以上○、小于980N×

[0097] WP:1960N以上○、小于1960N×

[0098] OK值:900N以上○、小于900N×

[0099] 将结果示于表2。

[0100] [表2]

[0101]

		内容组成	比较例1	比较例2	实施例1	实施例2	实施例3	实施例4	实施例5	实施例6	实施例7	实施例8	实施例9	实施例10	实施例11	比较例3	比较例4	比较例5	比较例6	比较例7	比较例8
(a)具有磷酸酯部分的化合物	(a1)	三氧乙烯烷基(12-15)醇磷酸酯*1	-	0.05%	1.0%	12.0%	20.0%	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	(a1)	九氧乙烯烷基(12-15)醇磷酸酯*1	-	-	-	-	-	3.0%	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	(a1)	三氧乙烯硬脂基醇磷酸酯	-	-	-	-	-	-	3.0%	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	(a1)	四氧乙烯月桂基醇磷酸酯	-	-	-	-	-	-	-	3.0%	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	(a2)	异丙基三(二辛基焦磷酸酯)钛酸酯	-	-	-	-	-	-	-	-	3.0%	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	(a2)	二异丙基双(二辛基焦磷酸酯)钛酸酯	-	-	-	-	-	-	-	-	-	3.0%	3.0%	-	-	-	-	-	-	-	-
	(a1)	磷酸酯	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	3.0%	-	-	-	-	-	-	-
	(a1)	聚氧乙烯月桂基醚磷酸金属盐	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	3.0%	-	-	-	-	-	-
	比较用	磷酸酯化纤维素纳米纤维	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	3.0%	-	-	-	-	-
	比较用	异丙基双(N-氨基乙基-氨基乙基)钛酸酯	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	3.0%	-	-	-	3.0%
	比较用	乙基纤维素月桂酸钠	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	3.0%	-	-	-
	比较用	聚氧乙烯烷基醚	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	3.0%	-	-
	比较用	聚醚胺、聚胺	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	3.0%	-
	比较用	磷酸三甲苯酯	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	3.0%
(b)基础油		矿物油	93.0%	92.95%	92.1%	81.8%	74.4%	90.2%	90.2%	90.2%	91.2%	91.2%	90.2%	90.2%	90.2%	90.2%	91.2%	91.2%	90.2%	90.2%	91.2%
(c)增稠剂		脂肪族脲增稠剂	7.0%	7.0%	6.9%	6.2%	5.6%	6.8%	6.8%	6.8%	-	-	6.8%	6.8%	6.8%	6.8%	-	-	6.8%	6.8%	-
		12-羟基硬脂酸锂	-	-	-	-	-	-	-	-	5.8%	5.8%	-	-	-	-	5.8%	5.8%	-	-	5.8%
评价	Shell四球试验	最大无卡咬负荷(LNSL),N	392	480	1961	1961	1961	1961	1961	1961	1568	1568	981	981	981	490	392	314	490	392	784
		最大无毛咬负荷(LNSL)评价	×	×	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	×	×	×	×	×	×
		烧结负荷(WP),N	1236	2450	2452	3923	3923	2452	2452	2452	1960	1960	1236	1569	1236	1236	1568	1236	1236	1568	1569
		烧结负荷(WP)评价	×	○	○	○	○	○	○	○	○	○	×	×	×	×	×	×	×	×	×
	SRV试验	OK值	300	500	1000	1200	1200	900	1000	1200	-	-	1000	1200	1200	-	-	-	-	-	800
		OK值评价	×	×	○	○	○	○	○	○	-	-	○	○	○	-	-	-	-	-	×
	工作推入度	工作推入度	280	290	351	320	372	353	288	335	-	-	282	258	321	228	-	-	-	-	314
		评价	○	○	○	○	○	○	○	○	-	-	○	○	○	○	-	-	-	-	○