



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 101855329 A

(43) 申请公布日 2010.10.06

(21) 申请号 200880115873. X

(22) 申请日 2008.09.19

(30) 优先权数据

60/975,708 2007.09.27 US

60/975,728 2007.09.27 US

12/031,853 2008.02.15 US

12/031,830 2008.02.15 US

(85) PCT申请进入国家阶段日

2010.05.13

(86) PCT申请的申请数据

PCT/US2008/076945 2008.09.19

(87) PCT申请的公布数据

W02009/042507 EN 2009.04.02

(71) 申请人 雪佛龙美国公司

地址 美国加利福尼亚

(72) 发明人 M·K·贝瑞 D·S·李

W·G·瓦拉塞 T·J·博尔斯格

(74) 专利代理机构 中国国际贸易促进委员会专
利商标事务所 11038

代理人 孙爱

(51) Int. Cl.

C10M 173/02 (2006.01)

权利要求书 2 页 说明书 21 页

(54) 发明名称

润滑脂组合物及制备

(57) 摘要

由异构化的基础油制备了润滑脂组合物,所述异构化的基础油具有连续的碳原子数和小于10wt%的通过 n-d-M 测定的环烷属碳。在一个实施方案中,所述异构化的基础油在 100℃ 下的运动粘度等于或大于 10mm²/s。在另一个实施方案中,所述异构化的基础油的浊点-倾点差额小于 25℃。在一个实施方案中,所述润滑脂组合物呈现出改进的使用寿命,即,与现有技术的含 II 类基础油或 POA 基础油的润滑脂相比,能够在高温/高速下并在氧化性环境中使用长出至少 50% 的时间段。

1. 润滑脂组合物, 包含:

(i) 润滑基础油; (ii) 2-30wt% 的增稠剂, 该增稠剂选自简单皂、复合皂、聚脲、双脲、三脲、氟碳树脂和它们的混合物; 和 (iii) 0-10wt% 的至少一种添加剂, 所述添加剂选自: 防腐剂、着色剂、抗烧剂、极压剂、阻燃剂、锈蚀抑制剂、腐蚀抑制剂、防渗油剂、金属减活剂、粘度改进剂、降倾点剂和它们的混合物,

其中所述润滑基础油包含至少 50wt% 的异构化的基础油, 所述异构化的基础油具有连续的碳原子数和小于 10wt% 的通过 n-d-M 测定的环烷属碳。

2. 权利要求 1 的润滑脂组合物, 其中所述润滑基础油在 100°C 下的运动粘度小于 $10\text{mm}^2/\text{s}$ 且浊点 - 倾点差额小于 25。

3. 权利要求 1 的润滑脂组合物, 其中所述润滑基础油在 100°C 下的运动粘度等于或大于 $10\text{mm}^2/\text{s}$ 。

4. 权利要求 1-3 中任一项的润滑脂组合物, 其中所述润滑脂具有根据 ASTM D 3527-02 测定为至少 150 小时的轴承寿命、根据 ASTM D4693-03 在 -40°C 下在 3 分钟时测定为 10N-m 的最大扭矩和根据 ASTM D2265-06 测定为至少 215°C 的滴点。

5. 权利要求 1-4 中任一项的润滑脂组合物, 其中所述润滑脂的轴承寿命根据 ASTM 3336-E2006 测定为至少 600 小时。

6. 权利要求 1-5 中任一项的润滑脂组合物, 其中所述润滑脂呈现出由 BeQuiet 脂噪音测试仪测定的小于 12 微米 / 秒的峰平均值。

7. 权利要求 1-6 中任一项的润滑脂组合物, 其中所述润滑脂在由 ASTM D217-02 在满量程 P100000 处测定的延长的使用过的针入度和由 ASTM D1403-02 在 1/2 量程 P60 处测定的使用过的针入度之间呈现出小于 15% 差值的差值。

8. 权利要求 1-7 中任一项的润滑脂组合物, 其中所述增稠剂选自锂皂、钙皂、钠皂、铝皂、钡皂、聚脲、三脲、双脲、氟碳树脂粉末和它们的组合, 其量为所述润滑脂组合物总重量的 2-30wt%。

9. 权利要求 1-8 中任一项的润滑脂组合物, 其中所述增稠剂是锂复合皂。

10. 权利要求 1-9 中任一项的润滑脂组合物, 其中所述至少一种添加剂是抗氧化剂, 该抗氧化剂选自有机胺、硫化物、羟基硫化物本身或有机胺、硫化物、羟基硫化物与至少一种金属的组合, 和它们的混合物。

11. 权利要求 1-10 中任一项的润滑脂组合物, 其中所述异构化的基础油是由含蜡原料制成的费托衍生的基础油, 其平均分子量在 600 和 1100 之间, 和分子中平均支化度为每 100 个碳原子有 6.5 和 10 个之间的烷基支链。

12. 权利要求 1-11 中任一项的润滑脂组合物, 其中所述异构化的基础油具有以下性质中的至少一种: a) 自燃温度 (AIT) 大于 329°C; b) 在运动粘度为 $15\text{mm}^2/\text{s}$ 和滑动 / 滚动比为 40% 时测定的牵引系数小于 0.023; c) 粘度指数大于 150; 和 d) 在运动粘度为 $15\text{mm}^2/\text{s}$ 和滑动 / 滚动比为 40% 时测定的牵引系数小于 0.015。

13. 权利要求 1-12 中任一项的润滑脂组合物, 其中所述异构化的基础油具有以下性质中的至少一种: a) Noack 挥发度小于由下式定义的量: $900 \times (\text{在 } 100^\circ\text{C 下的运动粘度})^{-2.8} - 15$; 自燃温度 (AIT) 大于由下式定义的量: $1.6 \times (40^\circ\text{C 下的运动粘度, 以 } \text{mm}^2/\text{s} \text{ 计}) + 300$; c) 粘度指数大于 $28 \times \text{Ln}(100^\circ\text{C 下的运动粘度, 以 } \text{mm}^2/\text{s} \text{ 计}) + 300$; d) 具有环烷属

官能团的分子的总重量百分比大于 10 ;e) 具有单环烷属官能团的分子的重量百分比与具有多环烷属官能团的分子的重量百分比之比大于 15 ;和 f) 具有环烷属官能团的分子大于 3wt% 且芳族化合物小于 0.30wt%。

14. 权利要求 1-13 中任一项的润滑脂组合物,其中所述异构化的基础油由这样的方法制备,该方法中使用包含贵金属加氢组分的择形中等孔尺寸分子筛并在约 600-750° F 的条件下对高度链烷属的蜡进行加氢异构化,且其中所述异构化的基础油的 Noack 挥发度小于 50wt%。

15. 制备润滑脂组合物的方法,所述方法包括将包含润滑基础油的组合物与以下物质调和 :2-30wt% 的增稠剂,该增稠剂选自简单皂、复合皂、聚脲、双脲、三脲、氟碳树脂和它们的混合物 ;和 0-10wt% 的至少一种添加剂,所述添加剂选自 :防腐剂、着色剂、抗烧结剂、极压剂、阻燃剂、锈蚀抑制剂、腐蚀抑制剂、防渗油剂、金属减活剂、粘度改进剂、降倾点剂和它们的混合物 ;所述润滑基础油包含至少 50wt% 的异构化的基础油,所述异构化的基础油的具有环烷属官能团的分子的总重量百分比大于 10,且具有单环烷属官能团的分子的重量百分比与具有多环烷属官能团的分子的重量百分比之比大于 15。

润滑脂组合物及制备

[0001] 相关申请的交叉引用

[0002] 根据 35 USC 119, 本申请要求 2007 年 9 月 27 日提交的临时申请序列号 60/975708 和 60/975728 的权益, 通过引用将其公开内容并入本文。

发明领域

[0003] 本发明通常涉及具有改进的使用寿命的润滑脂组合物。

[0004] 发明背景

[0005] 用润滑脂对运动部件进行润滑是这些部件的有效运动所必需的。在例如轮子轴承的实施方案中, 润滑脂的必要性质是延长的寿命, 即润滑脂必须在苛刻条件下长时间地保护轴承。在轮子轴承应用中这种性能的一种测量方法是 ASTM D3527-02 寿命性能测试, 其采用 25 磅力 (111N) 轴向负荷、1000rpm 和 160°C 轴温的苛刻条件来诱使润滑脂退化和失效。该测试在 20/4 小时启动 / 关闭循环内进行直至润滑脂分解, 导致测量的驱动马达扭矩增加超过预定的终点。失效时的小时数是测试结果。

[0006] 现有技术的润滑脂组合物一般采用 I、II、III 类合成 PAO (聚 α 烯烃) 或它们的混合物作为基础油料。这些种类的油是美国石油协会 (API) 开发的用于为基础油提供指导的广泛种类的基础油料。最近的转化工艺已经生成了新种类的油, 例如费托基础油 (FTBO), 其中油、馏分或原料源自于费托工艺或在某个阶段由费-托工艺产生。用于费-托工艺的原料可来自多种烃质资源, 包括生物质、天然气、煤、页岩油、石油、城市废物、这些物质的衍生物和它们的组合。由费托工艺制备的粗产物包括各种固体烃、液体烃和气体烃的混合物, 它们可被提炼成各种产物, 例如柴油、石脑油、蜡和其它液体石油或特种产品。费托合成产物可由公知方法得到, 例如商业的 **SASOL®** 浆相费托工艺、商业的 **SHELL®** 中间蒸馏物合成 (SMDS) 工艺, 或通过非商业的 **EXXON®** 先进气体转化 (AGC-21) 工艺。这些工艺的细节和其它内容在以下专利中有述, 例如, WO-9934917、WO-9920720 和 WO-05107935、EP-776959、EP-668342、美国专利号 4, 943, 672、5, 059, 299、5, 733, 839 和 RE39073; 和美国公布申请号 2005/0227866、US2006/0289337、US2006/0201851、US2006/0016721、US2006/0016724、US2006/0076267、US2006/020185、US2006/013210、US2005/0241990、US2005/0077208、US2005/0139513、US2005/0139514、US2005/0133409、US2005/0133407、US2005/0261147、US2005/0261146、US2005/0261145、US2004/0159582、US7018525、US7083713、美国申请序列号 11/400570、11/535165 和 11/613936, 它们通过引用并入本文。所述费托合成产物通常包含具有 1-100 或甚至多于 100 个碳原子的烃, 且通常包括链烷烃、烯烃和含氧产物。

[0007] EP1630221A1 公开了润滑脂组合物, 其包含由费托产物制备的基础油, 其中在该费托产物中, 具有至少 60 或更多个碳原子的化合物与具有至少 30 个碳原子的化合物的重量比至少为 0.2, 且具有至少 30 个碳原子的化合物至少占 30%, 使得该润滑脂组合物呈现出强化的氧化稳定性, 同时允许使用更多的皂增稠剂。在 EP1630221A1 中使用的费托基础油产生于其中脱蜡步骤与加氢异构化分开的工艺。

[0008] 需要采用烃资源例如费托基础油的改进的润滑脂组合物。在一个实施方案中, 本

发明涉及与现有技术的润滑脂组合物相比具有延长的使用寿命的润滑脂组合物,该组合物由具有合并的加氢异构化脱蜡步骤的工艺所产生的费托基础油制成。

[0009] 发明概述

[0010] 在一个实施方案中,提供了润滑脂组合物,其包含:(i) 润滑基础油;(ii) 2-50wt%的增稠剂,该增稠剂选自简单皂、复合皂、聚脲、双脲、三脲、氟碳树脂和它们的混合物;和(iii) 0-30wt%的至少一种添加剂,所述添加剂选自:防腐剂、着色剂、抗烧剂、极压剂、阻燃剂、锈蚀抑制剂、腐蚀抑制剂、防渗油剂、金属减活剂、粘度改进剂、降倾点剂和它们的混合物;所述润滑基础油包含至少 50wt%的费托基础油,该费托基础油具有大于 10 的具有环烷属官能团的分子的总重量百分比,且具有单环烷属官能团的分子的重量百分比与具有多环烷属官能团的分子的重量百分比之比大于 15。在一个实施方案中,所述费托基础油是费托衍生的基础油。在第二个实施方案中,所述费托基础油是由含蜡原料制成的基础油。

[0011] 在另一实施方案中,提供了制备润滑脂组合物的方法。该方法包括将包含润滑基础油的组合物与以下物质调和:2-50wt%的增稠剂,该增稠剂选自简单皂、复合皂、聚脲、双脲、三脲、氟碳树脂和它们的混合物;和 0-10wt%的至少一种添加剂,所述添加剂选自:防腐剂、着色剂、抗烧剂、极压剂、阻燃剂、锈蚀抑制剂、腐蚀抑制剂、防渗油剂、金属减活剂、粘度改进剂、降倾点剂和它们的混合物;所述润滑基础油包含至少 50wt%的费托基础油,该费托基础油具有大于 10 的具有环烷属官能团的分子的总重量百分比,且具有单环烷属官能团的分子的重量百分比与具有多环烷属官能团的分子的重量百分比之比大于 15。

[0012] 在第三实施方案中,提供了具有被组合物润滑的元件的物品,该组合物包含:(i) 润滑基础油;(ii) 2-30wt%的增稠剂,该增稠剂选自简单皂、复合皂、聚脲、双脲、三脲、氟碳树脂和它们的混合物;和(iii) 0-10wt%的至少一种添加剂,所述添加剂选自:防腐剂、着色剂、抗烧剂、极压剂、阻燃剂、锈蚀抑制剂、腐蚀抑制剂、防渗油剂、金属减活剂、粘度改进剂、降倾点剂和它们的混合物;所述润滑基础油包含至少 50wt%的费托基础油,该费托基础油具有大于 10 的具有环烷属官能团的分子的总重量百分比,且具有单环烷属官能团的分子的重量百分比与具有多环烷属官能团的分子的重量百分比之比大于 15。

[0013] 发明详述

[0014] 说明书全文将使用下列术语,并将具有以下含义,除非另有说明。

[0015] “费托衍生的”是指产物、馏分或原料来源于或是产自于费托过程的某些阶段。本文所用的“费托基础油”可与“FT 基础油”、“FTBO”、“GTL 基础油”(GTL:气变液)或“费托衍生的基础油”互换使用。

[0016] 本文所用的“异构化的基础油”是指通过含蜡原料的异构化制成的基础油,其可衍生自费托工艺或矿物油。

[0017] 本文所用的“含蜡原料”包含至少 40wt%的正构链烷烃。在一个实施方案中,含蜡原料包含大于 50wt%的正构链烷烃。在另一个实施方案中,包含大于 75wt%的正构链烷烃。在一个实施方案中,含蜡原料还有很低的氮和硫含量,例如氮和硫总和低于 25ppm,或者在其它实施方案中低于 20ppm。含蜡原料的实例包括疏松石蜡、脱油的疏松石蜡、提炼的脚油、含蜡润滑剂残油、正构链烷烃蜡、NAO 蜡、产自化工厂工艺过程的蜡、脱油的石油衍生的蜡、微晶蜡、费托蜡和它们的混合物。在一个实施方案中,含蜡原料的倾点高于 50°C。在另

一个实施方案中,高于 60°C。

[0018] “运动粘度”是流体在重力下流动时以 mm^2/s 计的阻力的量度,采用 ASTM D445-06 测定。

[0019] “粘度指数”(VI)是一个实验的、无单位的数值,表示温度变化对油的运动粘度的影响。油的 VI 越高,则其粘度随温度而变化的倾向就越低。粘度指数按 ASTM D2270-04 测定。

[0020] 冷启动模拟器表观粘度 (CCS VIS) 是以毫帕秒 $\text{mPa}\cdot\text{s}$ 为单位的测量值,用于测定润滑基础油在低温和高剪切条件下的粘性性质。CCSVIS 由 ASTM D 5293-04 测定。

[0021] 基础油的沸程分布,以 wt % 表示,是采用模拟蒸馏法 (SIMDIS) 按 ASTM D 6352-04 “气相色谱法测定沸程为 174-700°C 的石油馏出物的沸程分布”测定的。

[0022] “Noack 挥发度”是当油在 250°C 下加热,以恒定的空气流将其带出 60 分钟时,按油质量定义的、以 wt % 表示的损失量,按照 ASTM D5800-05 程序 B 测定。

[0023] 使用布氏粘度来确定冷温操作期间润滑脂的内部流体摩擦力,其可由 ASTM D2983-04 来测定。

[0024] “倾点”是测量在特定的小心控制的条件下基础油样品将要开始流动时的温度,可按 ASTM D 5950-02 对其进行测定。

[0025] “自燃温度”是流体与空气接触时会自动点燃时的温度,其可按 ASTM 659-78 进行测定。

[0026] “Ln”是指以 e 为底的自然对数。

[0027] “牵引系数”是一个内在的润滑脂性能指标,以摩擦力 F 与法向力 N 之无量纲的比值表示,其中摩擦力是一种抵抗或阻碍滑动或滚动表面间的运动的机械力。牵引系数可用 PCS 仪器有限公司的 MTM 牵引测量系统来测定,该系统配有一个直径 19mm 的抛光球 (SAE AISI 52100 钢),其与一个直径 46mm 的平坦抛光圆盘 (SAE AISI 52100 钢) 成 220 度角。钢球和圆盘独立地在以下条件下测量:3 米 / 秒的平均滚动速度,滑动与滚动比为 40%,和载荷为 20 牛顿。滚动比的定义为球和盘之间滑动速度差除以球和盘的平均速度,即滚动比 = (速度 1 - 速度 2) / ((速度 1 + 速度 2) / 2)。

[0028] 本文所用的“连续的碳原子数”的意思是基础油具有涵盖某一碳数范围的烃分子分布,具有碳数中间的每一个数。例如,基础油可具有范围从 C22 到 C36 或从 C30 到 C60 中的每一碳数的烃分子。基础油的烃分子彼此相差连续的碳原子数,是因为含蜡原料也具有连续的碳原子数。例如,在费托烃合成反应中,碳原子源是 CO,烃分子每次增加一个碳原子。石油衍生的含蜡原料具有连续的碳原子数。与基于聚 α - 烯烃 (PAO) 的油相反,异构化的基础油的分子具有更线形的结构,包括带有短支链的较长骨架。PAO 的经典教科书描述为星形分子,特别是三癸烷 (tridecane),其可例示为连接到中心点上的三个癸烷分子。尽管星形分子是理论上的,不过 PAO 分子比构成本文所公开的异构化的基础油的烃分子具有更少的和更长的支链。

[0029] “具有环烷属官能团的分子”是指是单环的或稠合多环的饱和烃基团的任何分子,或含有单环的或稠合多环的饱和烃基团作为一个或多个取代基的任何分子。

[0030] “具有单环烷属官能团的分子”是指是具有 3-7 个环碳的单环饱和烃基的任何分子或被具有 3-7 个环碳的单个单环饱和烃基取代的任何分子。

[0031] “具有多环烷属官能团的分子”是指是具有两个或更多个稠合环的稠合多环饱和烃环基的任何分子、被一个或多个有 2 个或多个稠合环的稠合多环饱和烃环基取代的任何分子、或被多于 1 个的有 3-7 个环碳的单环饱和烃基取代的任何分子。

[0032] 具有环烷属官能团的分子、具有单环烷属官能团的分子和具有多环烷属官能团的分子以重量百分比报告,并采用场电离质谱 (FIMS)、用于测芳族化合物的 HPLC-UV 和用于测烯烃的质子 NMR 相结合来测定,本文将进一步全面描述。

[0033] 氧化器 BN 测定模拟应用中润滑油的响应。值越高或是说吸收 1 升氧气的越长表明稳定性越好。氧化器 BN 可用 Dornite 型氧气吸收设备来测定 (R. W. Dornite 的“白油的氧化”, Industrial and Engineering Chemistry, 28 卷, 26 页, 1936), 测定条件是 340° F 下 1 大气压的纯氧气,以 100g 油吸收 1000ml O₂ 的小时数来报告。在氧化器 BN 试验中,每 100g 油使用 0.8ml 催化剂。催化剂是模拟用过的曲柄轴箱油的平均金属分析的可溶性金属环烷酸盐的混合物。添加剂包是每 100g 油 80mmol 的双聚丙烯苯基二硫代磷酸锌。

[0034] 分子表征可采用包括场电离质谱 (FIMS) 和 n-d-M 分析 (ASTM D3238-95 (2005 年再颁)) 在内的本领域公知的方法来进行。在 FIMS 中,将基础油表征为烷烃和具有不同不饱和度的分子。具有不同不饱和度的分子可包括环烷烃、烯烃和芳族化合物。若芳族化合物以显著量存在,则它们被辨识为 4- 不饱和。当烯烃以显著量存在时,它们被辨识为 1- 不饱和。FIMS 分析中的 1- 不饱和、2- 不饱和、3- 不饱和、4- 不饱和、5- 不饱和及 6- 不饱和之总和,减去通过质子 NMR 得到的烯烃 wt%,再减去通过 HPLC-UV 得到的芳族化合物 wt%,就是具有环烷属官能团分子的总重量百分比。若没有测出芳族化合物含量,则认为其少于 0.1wt% 且不包括在具有环烷属官能团的分子的总重量百分比的计算之中。具有环烷属官能团的分子的总重量百分比是具有单环烷属官能团的分子的重量百分比和具有多环烷属官能团的分子的重量百分比之和。

[0035] 分子量是用 ASTM D2503-92 (2002 年再颁) 测定的。所述方法采用蒸气压的热电测量 (VPO)。在样品体积不足的情况下,可采用替代方法 ASTM D2502-94,且在使用该方法时标明了该方法。

[0036] 密度是由 ASTM D4052-96 (2002 年再颁) 测定的。将样品引入振荡样品管并将因管质量改变而引起的振荡频率变化值与校正数据结合来确定样品的密度。

[0037] 烯烃的重量百分比可按本文所指定的步骤用质子 NMR 测定。在大多数试验中,烯烃是常规烯烃,即那些具有连接到双键碳上的氢的烯烃类型的分布式混合物,例如是 α 、亚乙烯基、顺式、反式和三取代的烯烃,可检测出的烯丙基与烯烃积分之比在 1 和 2.5 之间。当这一比值超过约 3 时,就表明存在较高百分比的三或四取代的烯烃,必须要作出分析领域中已知的其它的假设以计算在样品内的双键数量。步骤如下:A) 制备 5-10wt% 的测试烃于氘代氯仿中的溶液;B) 获得至少 12ppm 光谱宽度的常态质子光谱并精确地参考化学位移 (ppm) 轴。所使用的这一仪器必需具有充足的增益范围,以便获得信号而不使接受器 /ADC 过载,例如当采用 30° 脉冲时,该仪器必需具有 65000 的最小信号数字化动态范围。在一个实施方案中,该仪器的动态范围至少为 260000;C) 测量以下区间的积分强度:6.0-4.5ppm (烯烃),2.2-1.9ppm (烯丙基),1.9-0.5ppm (饱和物);D) 用 ASTM D2503-92 (2002 年再颁) 确定测试物的分子量,进行如下计算:1. 饱和烃的平均分子式;2. 烯烃的平均分子式;3. 总的积分强度 (=所有积分强度之和);4. 每个样品氢的积分

强度(=总的积分/分子式中的氢的数目);5. 烯烃氢的数目(=烯烃积分/每个氢的积分);6. 双键的数目(=烯烃氢×烯烃分子式中的氢/2);和7. 通过质子 NMR 得到的烯烃 wt% = $100 \times \text{双键的数目} \times \text{典型烯烃分子中的氢数目} / \text{典型测试物分子中的氢数目}$ 。在此试验中,当烯烃百分比的结果低时,即少于约 15wt%时,通过质子 NMR 计算步骤 D 得到烯烃 wt% 工作得特别好。

[0038] 在一个实施方案中,用 HPLC-UV 来测定芳族化合物的重量百分比。在一个实施方案中,使用 Hewlett Packard 1050 系列四元梯度高效液相色谱 (HPLC) 系统进行测试,该系统与 HP 1050 二极管阵列 UV-Vis 检测器连接,以 HP 化学工作站为界面。根据 UV 光谱图及洗脱时间确认高度饱和的基础油中各芳族化合物类型。用于此分析的氨基柱主要基于它们的环数(或双键数)来区分芳族化合物分子。因此,含有单环芳族化合物的分子首先洗脱,然后是多环芳族化合物按每分子中双键数递增的顺序洗脱。对于具有相似双键特征的芳族化合物,环上只有烷基取代的那些比有环烷属取代基的那些洗脱得更快。从各种基础油芳烃的 UV 吸收谱明确地鉴别它们是通过辨认它们的峰电子跃迁相对于纯模型化合物类似物的全部红移程度来实现的,该红移程度取决于环体系上的烷基和环烷基取代的量。通过积分色谱图来对洗脱的芳族化合物进行定量,其中该色谱图由对每个大类的化合物优化过的波长在对于该芳族化合物的恰当的保留时间窗口内制成。通过人工评价洗脱的化合物在不同时间的各自的吸收谱并基于它们与模型化合物吸收谱的定性相似处将它们归属为恰当的芳族类,由此来确定对于每个芳族类的保留时间窗口界限。

[0039] 在一个实施方案中,芳族碳的重量百分比(Ca)、环烷属碳的重量百分比(Cn)和链烷属碳的重量百分比(Cp)可通过 ASTM D3238-95(2005 年再颁)来测量,并进行归一化。ASTM D3238-95(2005 年再颁)是通过 n-d-M 方法来计算石油的碳分布和结构类分析的标准测试方法。该方法适用于“不含烯烃”的原料,在该应用中假设该“不含烯烃”的原料意味着烯烃含量为 2wt% 或更少。归一化过程由以下步骤组成:A) 若 Ca 值小于 0,则将 Ca 设为 0,且 Cn 和 Cp 成比例增加以使得总和为 100%。B) 若 Cn 值小于 0,则将 Cn 设为 0,且 Ca 和 Cp 成比例增加以使得总和为 100%;和 C) 若 Cn 和 Ca 都小于 0,则将 Cn 和 Ca 都设为 0,将 Cp 设为 100%。

[0040] HPLC-UV 校正。在一个实施方案中,即使在含量很低的情况下,也能用 HPLC-UV 鉴定这些芳族化合物的类型,例如多环芳族化合物通常比单环芳族化合物的吸收强 10 至 200 倍。烷基取代对吸收有 20% 的影响。通过垂线下落方法在 272nm 处确定对于共洗脱的 1-环和 2-环芳族化合物的积分界限。通过从纯模型化合物混合物建立 Beer 定律图,基于与所述取代的芳族类似物最相近的光谱峰值吸光度,首先确定每类芳族化合物的依赖于波长的响应因子。通过假设每一类芳族化合物的平均分子量近似等于整个基础油样品的平均分子量,来计算芳族化合物的重量百分比浓度。

[0041] NMR 分析。在一个实施方案中,通过长持续时间的碳 13NMR 分析确认提纯的单芳族化合物标准样品中具有至少一个芳族官能团的所有分子的重量百分比。通过已知高度饱和的基础油中的 95-99% 的芳族化合物是单环芳族化合物,将 NMR 结果从芳族碳%换算成芳族分子%(为了与 HPLC-UV 和 D2007 一致)。在另一个测试中,为了通过 NMR 精确地测量低含量的具有至少一个芳族官能团的所有分子,修改标准 D5292-99 方法(2004 年再颁)以给出 500 : 1 的最小碳灵敏度(通过 ASTM 标准实践 E386),在具有 10-12mm NaIorac 探针

的 400–500MHz NMR 上运行 15 小时的持续时间。使用 Acorn PC 积分软件来定义基线的形状并一致地积分。

[0042] 支化度是指烃中烷基支链的数目。支化和支化位置可用碳-13(¹³C) 按下面九步法来测定:1) 用 DEPT 脉冲序列确定 CH 支化中心和 CH₃ 支化终止点 (Doddrell, D. T. ; D. T. Pegg ;M. R. Bendall, Journal of Magnetic Resonance 1982,48,323ff.) ;2) 用 APT 脉冲序列证实缺少引起多个支链的碳(季碳)(Patt, S. L. ;J. N. Shoolery, Journal of Magnetic Resonance 1982,46,535ff.) ;3) 用本领域中已知的表列值和计算值将各种支链碳共振指认至具体的支链位置和长度 (Lindeman, L. P., Journal of Qualitative Analytical Chemistry 43,1971 1245ff ;Netzel, D. A., 等人, Fuel,60,1981,307ff.) ;4) 通过比较甲基 / 烷基的指定碳的积分强度与单个碳的强度来估算不同碳位置处相对支化密度(其等于总积分 / 混合物中每分子的碳数)。对于 2- 甲基支链来说,端位甲基和支链甲基两者在相同的共振位置出现,在估算支化密度前将强度除以二。如果 4- 甲基支链部分被计算和列表,为了避免双重计算,必需扣除它对 4+ 甲基的贡献 ;5) 计算平均碳数,平均碳数是将样品的分子量除以 14(CH₂ 的化学式重量) 来确定的 ;6) 每分子的支链数是步骤 4 中发现的支链之和 ;7) 由每分子的支链数目(步骤 6) 乘以 100 除以平均碳数来计算每 100 个碳原子的烷基支链的数目 ;8) 用 ¹H NMR 分析估算支化指数 (BI),以液体烃组合物中 NMR 估算的总氢中甲基氢(化学位移范围 0.6–1.05ppm) 的百分比表示 ;9) 用 ¹³C NMR 估算支化接近度 (BP),以液体烃组合物中 NMR 估算的总碳中重复的亚甲基碳(其距端基或分支 4 或更多个碳(由 29.9ppm 处的 NMR 信号所代表)) 的百分比表示。可用任何傅里叶变换 NMR 波谱仪进行测量,例如具有 7.0T 或更大的磁体的波谱仪。用质谱、UV 或 NMR 测量证实没有芳族碳后,将 ¹³C NMR 研究的谱宽限于饱和碳区域,相对于 TMS(四甲基硅烷)0–80ppm。25–50wt% 于氯仿-d₁ 中的溶液用 30 度脉冲来激发,接着是 1.3 秒探测时间。为了使不均匀的强度数据最小化,在激发脉冲前的 6 秒延迟过程中并在探测过程中使用宽带质子逆门 (inverse-gated) 解偶。样品中掺入 0.03–0.05M 的 Cr(acac)₃(三(乙酰丙酮)-铬(III)) 作为弛豫试剂。DEPT 和 APT 序列按文献描述进行,Varian 或 Bruker 操作手册中的描述有微小差异。DEPT 是通过极化转移的无失真增强。DEPT 45 序列给出键联到质子上的所有碳的信号。DEPT 90 只显示 CH 碳。DEPT135 表示向上的 CH 和 CH₃ 及相位相差 180 度(向下)的 CH₂。APT 是本领域公知的结合的质子的测试。它使所有的碳可见,但若 CH 和 CH₃ 向上,则季碳和 CH₂ 向下。用 ¹³C NMR 测定样品的支化性质,在计算中使用如下假设:全部样品为异构链烷烃。不饱和物含量可用场电离质谱 (FIMS) 来测定。

[0043] 在一个实施方案中,所述润滑脂组合物在基础油基料中包含许多组分,包括任选的添加剂。

[0044] 基础油基料组分

[0045] 在一个实施方案中,所述基础油或其调和物包含至少一种异构化的基础油,该异构化的基础油产品本身、它的馏分或原料在某些阶段源自于或产生于来自费托工艺的含蜡原料的异构化反应(费托衍生的基础油)。在另一个实施方案中,所述基础油包含至少一种由基本上链烷属的蜡原料(含蜡原料)制成的异构化的基础油。在第三个实施方案中,该基础油基本上由至少一种异构化的基础油组成。

[0046] 费托衍生的基础油公开于许多专利公布中,包括例如美国专利号 6080301、

6090989、6165949 和美国专利公开号 US 2004/0079678A1、US20050133409、US20060289337。费托过程是一个催化化学反应，其中一氧化碳和氢气转化为各种形式的液体烃，包括轻质反应产物和含蜡反应产物，二者都是基本上链烷属的。

[0047] 在一个实施方案中，所述异构化的基础油具有连续的碳原子数和由 n-d-M 法测定少于 10% 的环烷属碳。“连续的碳原子数”是指基础油的烃分子彼此相差连续的碳原子数，是因为含蜡原料也具有连续的碳原子数。例如，在费托烃合成反应中，碳原子源是 CO，烃分子每次增加一个碳原子。石油衍生的含蜡原料具有连续的碳原子数。与基于 PAO 的油相反，该基础油的分子具有更线形的结构，包括带有短支链的较长骨架。PAO 的经典教科书描述为星形分子，特别是三癸烷，其可例示为连接到中心点上的三个癸烷分子。尽管星形分子是理论上的，不过 PAO 分子比构成本公开内容所使用的基础油的烃分子具有更少且更长的支链

[0048] 在一个实施方案中，所述异构化的基础油具有连续的碳原子数并具有由进行归一化的 n-d-M 法测定少于 25wt% 的环烷属碳。在另一实施方案中，环烷属碳的量小于 10wt%。在又一个实施方案中，由含蜡原料制成的异构化的基础油在 100°C 下的运动粘度在 1.5 和 3.5mm²/s 之间。

[0049] 在一个实施方案中，所述异构化的基础油是通过在足以使基础油具有如下特征的条件下进行加氢异构化脱蜡的方法制成的：a) 具有至少一个芳族官能团的所有分子的重量百分比少于 0.30；b) 具有至少一个环烷属官能团的所有分子的重量百分比多于 10；c) 含有单环烷烃的分子的重量百分比与含有多环烷烃的分子的重量百分比之比大于 20；和 d) 粘度指数大于 $28 \times \ln(100^\circ\text{C 下的运动粘度}) + 80$ 。

[0050] 在另一个实施方案中，所述异构化的基础油是由这样的方法制成的，该方法中使用包含贵金属加氢组分的择形中等孔径分子筛在 600–750° F 的条件下对高链烷属的蜡进行加氢异构化。在此方法中，控制加氢异构化的条件以使蜡原料中沸点高于 700° F 的化合物向沸点低于 700° F 的化合物的转化率维持在 10wt% 和 50wt% 之间。所得 FT 基础油在 100°C 下的运动粘度在 1.0 和 3.5mm²/s 之间和 Noack 挥发度少于 50wt%。该基础油包含多于 3wt% 的具有环烷属官能团的分子和少于 0.30wt% 的芳族化合物。在一个实施方案中，所述 FT 基础油的 Noack 挥发度小于由下式计算的 Noack 挥发度： $160 - 40(100^\circ\text{C 下的运动粘度})$ 。

[0051] 在一个实施方案中，所述异构化的基础油是由这样的方法制成的，该方法中在使得该基础油具有以下性质的条件下对高度链烷属的蜡进行加氢异构化：在 100°C 下的运动粘度为 3.6–4.2mm²/s，粘度指数大于 130，Noack 挥发度小于 12%，倾点低于 -9°C。在另一实施方案中，所述基础油包含大于 10wt% 且小于 70wt% 的具有环烷属官能团的全部分子，且具有单环烷属官能团的分子的重量百分比与具有多环烷属官能团的分子的重量百分比之比大于 15。

[0052] 在一个实施方案中，所述异构化的基础油的 Noack 挥发度小于由下式计算的量： $1000 \times (100^\circ\text{C 下的运动粘度})^{-2.7}$ 。在另一个实施方案中，异构化的基础油的 Noack 挥发度小于由下式计算的量： $900 \times (100^\circ\text{C 下的运动粘度})^{-2.8}$ 。在第三个实施方案中，异构化的基础油在 100°C 下的运动粘度 $> 1.808\text{mm}^2/\text{s}$ 且 Noack 挥发度小于由下式计算的量： $1.286 + 20(kv100)^{-1.5} + 551.8e^{-kv100}$ ，其中 kv100 是 100°C 下的运动粘度。在第四个实施方案中，异构化的基础油在 100°C 下的运动粘度小于 4.0mm²/s 和 wt% Noack 挥发度在 0 和 100 之间。在

第五个实施方案中,异构化的基础油的运动粘度在 1.5 和 4.0mm²/s 之间和 Noack 挥发度小于由下式计算的 Noack 挥发度:160-40(100℃下的运动粘度)。

[0053] 在一个实施方案中,所述异构化的基础油在 100℃下的运动粘度在 2.4 和 3.8mm²/s 范围内和 Noack 挥发度小于由下式定义的量:900×(100℃下的运动粘度)^{-2.8}-15。对于在 2.4-3.8mm²/s 范围内的运动粘度,公式:900×(100℃下的运动粘度)^{-2.8}-15 提供的 Noack 挥发度低于公式:160-40(100℃下的运动粘度)。

[0054] 在一个实施方案中,所述异构化的基础油是由对高链烷属的蜡进行加氢异构化的方法制成的,所述方法的条件使得该基础油在 100℃下的运动粘度为 3.6-4.2mm²/s、粘度指数大于 130、Noack 挥发度小于 12、倾点低于 -9℃。

[0055] 在一个实施方案中,所述异构化的基础油的苯胺点(以华氏度计)大于 200 并小于或等于由下式定义的量:36×Ln(100℃下的运动粘度,以 mm²/s 计)+200。

[0056] 在一个实施方案中,所述异构化的基础油的自燃温度(AIT)高于下式定义的 AIT:以℃计的 AIT = 1.6×(40℃下的运动粘度,以 mm²/s 计)+300。在第二个实施方案中,该基础油的 AIT 高于 329℃,和粘度指数大于 28×Ln(100℃下的运动粘度,以 mm²/s 计)+100。

[0057] 在又一个实施方案中,所述异构化的基础油具有相对低的牵引系数,具体地说,其牵引系数低于由下式计算的量:牵引系数 = 0.009×Ln(运动粘度,以 mm²/s 计)-0.001,其中公式中的运动粘度是在牵引系数测量期间的运动粘度并且在 2 和 50mm²/s 之间。在一个实施方案中,异构化的基础油在运动粘度为 15mm²/s 和滑动/滚动比为 40%时测定的牵引系数小于 0.023。在另一个实施方案中,异构化的基础油在运动粘度为 15mm²/s 和滑动/滚动比为 40%时测定的牵引系数小于 0.017。在另一个实施方案中,异构化的基础油的粘度指数大于 150 和在运动粘度为 15mm²/s 和滑动/滚动比为 40%时测定的牵引系数小于 0.015。

[0058] 在一些实施方案中,具有低牵引系数的异构化的基础油还显示了较高的运动粘度和较高的沸点。在一个实施方案中,所述基础油的牵引系数小于 0.015 和 50wt% 沸点高于 565℃(1050°F)。在另一个实施方案中,基础油的牵引系数小于 0.011 和由 ASTM D 6352-04 测定的 50wt% 沸点高于 582℃(1080°F)。

[0059] 在一些实施方案中,具有低牵引系数的异构化的基础油还显示了独特的支化性质(由 NMR 测定),包括支化指数小于或等于 23.4,支化接近度大于或等于 22.0,和游离碳指数在 9 和 30 之间。在一个实施方案中,用 ASTM D 3238-95(2005 年再颁)用进行归一化的 n-d-M 分析测定,所述基础油具有至少 4wt% 的环烷属碳,在另一个实施方案中,至少 5wt% 的环烷属碳。

[0060] 在一个实施方案中,异构化的基础油是在以下过程中生产的,其中中间馏分油异构体包含链烷烃组分,且其中支化度小于每 100 个碳 7 个烷基支链,且其中该基础油包含支化度小于每 100 个碳 8 个烷基支链且少于 20wt% 的烷基支链是在 2 位的链烷烃组分。在另一个实施方案中,FT 基础油的倾点低于 -8℃,100℃下的运动粘度至少为 3.2mm²/s 且小于 10mm²/s,和粘度指数大于由公式 = 22×Ln(100℃下的运动粘度)+132 计算的粘度指数。

[0061] 在一个实施方案中,所述异构化的基础油的平均分子量在 600 和 1100 之间,和分子中平均支化度为每 100 个碳原子有 6.5 和 10 个之间的烷基支链。

[0062] 在一个实施方案中,所述异构化的基础油是由对高链烷属的蜡在氢气/原料比为

712.4-3562 升 H_2 /升油的条件下进行加氢异构化的方法获得的,以使该基础油中具有环烷属官能团的分子的总重量百分比(wt%)多于10,且具有单环烷属官能团的分子的重量百分比与具有多环烷属官能团的分子的重量百分比之比大于15。在另一个实施方案中,该基础油的粘度指数大于由公式: $28 \times \ln(100^\circ\text{C}$ 下的运动粘度)+95 计算的量。在第三个实施方案中,该基础油包含的芳族化合物的重量百分比低于0.30,具有环烷属官能团的分子的重量百分比多于10,且具有单环烷属官能团的分子的重量百分比与具有多环烷属官能团的分子的重量百分比之比大于20,和粘度指数大于 $28 \times \ln(100^\circ\text{C}$ 下的运动粘度)+110。在第四个实施方案中,该基础油进一步具有在 100°C 下大于 $6\text{mm}^2/\text{s}$ 的运动粘度。在第五个实施方案中,该基础油在 100°C 下的运动粘度小于 $10\text{mm}^2/\text{s}$ 。在另一实施方案中,该基础油具有的芳族化合物的重量百分比低于0.05和粘度指数大于 $28 \times \ln(100^\circ\text{C}$ 下的运动粘度)+95。在又一个实施方案中,基础油含有的芳族化合物的重量百分比低于0.30,具有环烷属官能团的分子的重量百分比大于 100°C 下的运动粘度(以 mm^2/s 计)乘以3,且具有单环烷属官能团的分子与具有多环烷属官能团的分子之比大于15。

[0063] 在又一个实施方案中,所述异构化的基础油含有在2%和10%之间的环烷属碳(由n-d-M法测定),而所述较低粘度的基础油通常具有较低环烷属碳分布。在一个实施方案中,该基础油具有在 100°C 下为 $1.5\text{--}3.0\text{mm}^2/\text{s}$ 的运动粘度和2-3%的环烷属碳。在另一个实施方案中, 100°C 下的运动粘度为 $1.8\text{--}3.5\text{mm}^2/\text{s}$ 和环烷属碳为2.5-4%。在第三个实施方案中, 100°C 下的运动粘度为 $3\text{--}6\text{mm}^2/\text{s}$ 和环烷属碳为2.7-5%。在第四个实施方案中, 100°C 下的运动粘度为 $10\text{--}30\text{mm}^2/\text{s}$ 和环烷属碳多于5.2%。

[0064] 在一个实施方案中,所述异构化的基础油的平均分子量大于475,粘度指数大于140,和烯烃百分比少于10。此基础油在被掺入到动力传递液组合物中能改进混合物的空气释放性质和低起泡性。

[0065] 在一个实施方案中,所述异构化的基础油是在美国专利号7214307和美国专利申请US20060016724中公开的白油,其在 100°C 下的运动粘度在约 $1.5\text{--}36\text{mm}^2/\text{s}$ 之间,粘度指数大于由以下公式所计算的量:粘度指数= $28 \times \ln(100^\circ\text{C}$ 下的运动粘度)+105,具有环烷属官能团的分子的重量百分数小于18,倾点小于 0°C ,由ASTM D156-02测定的赛波特色度为+20或更大。在另一实施方案中,所述异构化的基础油中具有环烷属官能团的分子的wt%在5-18之间,具有多环烷属官能团的分子小于1.2wt%,倾点小于 0°C ,且赛波特色度为+20或更大。在又一第三实施方案中,该异构化的基础油具有小于1.2wt%的具有多环烷属官能团的分子。

[0066] 在一个实施方案中,所述异构化的基础油是由这样的方法生产的,在该方法中在高选择性和高活性蜡加氢异构化催化剂上对所述含蜡原料进行加氢异构化脱蜡,该催化剂具有:1) 1-D 10元环分子筛,其具有最小结晶学自由直径不小于3.9埃且最大结晶学自由直径不大于6.0埃的孔道,且没有最大结晶学自由直径大于6.0埃的孔道;2) 贵金属加氢组分;和3) 耐高温氧化物载体。此外,所述蜡具有:1) 大于 490°C 的T90沸点;2) 大于40wt%的正链烷烃;和3) 小于25ppm的氮和硫总含量。

[0067] 在一个实施方案中,所述异构化的基础油具有以下性质中的至少一种: 100°C 下的运动粘度在 $10\text{mm}^2/\text{s}$ 和 $20\text{mm}^2/\text{s}$ 之间; 40°C 下的运动粘度在 $50\text{mm}^2/\text{s}$ 和 $120\text{mm}^2/\text{s}$ 之间;粘度指数在140和170之间;冷启动模拟器粘度在 -25°C 下为10000-20000,在 -20°C 下大于

5000, 在 -15°C 下大于 3000, 且在 -10°C 下大于 1500; 倾点和浊点之间的差额大于 20; 浊点大于 5°C ; 分子量为 600-800; 密度为 0.825-0.830; 折射指数为 1.450-1.650; 链烷属碳在 90-95% 范围内; 环烷属碳在 5-10% 范围内; 氧化器 BN 为 30-50 小时; 溴指数为 10-25; 表面张力为 25-40 达因/厘米; 由 ASTM D5800-05 程序 B 测定的 TGA Noack 为 0.70-14wt%; 和具有单环烷属官能团的分子的 wt% 与具有多环烷属官能团的分子的 wt% 之比为 2-25。在另一个实施方案中, 所述异构化的基础油的氧化器 BN 为 30-70 小时。

[0068] 在另一个实施方案中, 所述异构化的基础油具有以下性质中的至少一种: 100°C 下的运动粘度在 $3\text{mm}^2/\text{s}$ 和 $10\text{mm}^2/\text{s}$ 之间; 40°C 下的运动粘度在 $10\text{mm}^2/\text{s}$ 和 $70\text{mm}^2/\text{s}$ 之间; 粘度指数在 140 和 170 之间; 冷启动模拟器粘度在 -25°C 下为 5000-10000, 在 -20°C 下小于 5000, 在 -15°C 下小于 3000, 且在 -10°C 下小于 1500; 浊点小于 5°C ; 倾点和浊点之间的差额小于 25°C ; 分子量为 400-700; 且密度为 0.810-0.830。

[0069] 在一个实施方案中, 所述润滑脂组合物采用由至少一种上述异构化的基础油组成的基础油。在另一个实施方案中, 所述组合物基本上由至少一种费托基础油构成。在又一个实施方案中, 所述组合物使用至少一种费托基础油和任选的 5-95wt% 的至少另一种油, 例如选自由 API 互换指南所定义的 I 类、II 类、III 类、IV 类和 V 类润滑剂基础油的润滑剂基础油和它们的混合物。取决于应用, 实例包括常用的矿物油、合成烃油或合成酯油或是它们的混合物。矿物润滑油基础油料可以是衍生自链烷属、环烷属和混合基础原油 (mixed base crudes) 的任何常规提炼的基础油料。可使用的合成润滑油包括二醇的酯和混合酯。可使用的其它合成油包括合成的烃, 例如聚 α 烯烃; 烷基苯, 例如来自苯与四聚丙烯的烷基化的烷基化物底部产物; 或乙烯与丙烯的共聚物; 硅油, 例如乙基苯基聚硅氧烷、甲基聚硅氧烷等; 聚二醇油, 例如使丁醇与环氧丙烷缩合而得到的那些; 等等。其它合适的合成油包括聚苯基醚, 例如具有 3-7 个醚键和 4-8 个苯基的那些。其它合适的合成油包括聚异丁烯和烷基化的芳族化合物例如烷基化的萘。

[0070] 额外的组分: 在一个实施方案中, 所述润滑脂组合物还包含至少一种增稠剂组分, 该增稠剂组分选自包括但不限于以下物质的集合: 锂皂 (简单的或复合的)、铝皂 (简单的或复合的)、钙皂 (简单的或复合的)、钠皂 (简单的或复合的)、钡皂 (简单的或复合的)、聚脲和聚脲复合物、三脲、双脲、氟碳树脂粉末、石墨、二氧化硅、气相白炭黑、烃纳米管、柏油和它们的组合, 其量为所述润滑脂组合物总重量的 2-30wt%。在一个实施方案中, 所述增稠剂是平均分子量为 600-700 的烷基双脲化合物, 其中全部烷基基团中的 25-60 摩尔% 是不饱和组分, 且构成该原料的伯胺的总胺值为 250-350。

[0071] 在一个实施方案中, 所述增稠剂是选自聚四氟乙烯 (PTFE)、四氟乙烯-全氟烷基乙烯基醚共聚物 (PFA)、四氟乙烯-六氟丙烯共聚物 (FEP) 和它们的组合中的全氟碳树脂。在一个实例中, 所述增稠剂是聚四氟乙烯 (PTFE), 因为它在高温下稳定性极好且对化学品有耐受性。

[0072] 在一个实施方案中, 所述增稠剂是含有至少两种锂组分的锂复合皂。实例包括例如 C₁₂-C₂₉ 的至少一种羟基脂肪酸的锂皂。在另一实施方案中, 所述锂组分选自以下物质的锂化合物: (i) C₂-C₁₂ 脂族或环脂族二羧酸 (或它们的 C₁-C₁₀, 例如 C₁-C₄ 烷基酯) 或 (ii) C₃-C₂₄ 羟基羧酸 (或它们的 C₁-C₁₀, 例如 C₁-C₄ 烷基酯), 其具有与羧基相隔 6 个或更少碳原子的羟基; 或它们的混合物。在又一实施方案中, 所述锂组分是硼酸的锂盐。在一个

实施方案中,所述锂复合增稠剂的量占总润滑脂组合物的 5-20wt%。

[0073] 在一个实施方案中,所述增稠剂是复合的碱性铝皂。“复合的碱性铝皂”是指该铝皂分子对于每一个铝阳离子含有至少一个氢氧根阴离子,且至少两个不同的阴离子在性质上基本上是烃质的。“基本上是烃质的阴离子”是指那些阴离子主要由氢和碳构成,且包括除此之外还含有微量的取代基例如氧、氮等的这样的阴离子。用于润滑脂组合物中的增稠剂的实例包括月桂酸铝、油酸铝皂、硬脂酸铝、苯甲酸硬脂酸铝、苯甲酸油酸铝、苯甲酸 12-羟基硬脂酸铝、甲苯甲酸硬脂酸铝、苯甲酸环烷酸铝、苯甲酸铝氢化松香(aluminum benzoatehydrogenated rosin)、苯甲酸磺酸铝、壬二酸硬脂酸铝、磷酸苯甲酸硬脂酸铝、苯甲酸羟基硬脂酸铝等。关于铝复合脂的其它信息,参见 H. W. Kruschwitz,“The Development of Formulations for Aluminum Complex Thickener Systems,”51-59 页, NLGI Spokesman(1976 年 5 月),将其公开内容引入本文供参考。

[0074] 在一个实施方案中,所述增稠剂是 $\geq 80\text{wt}\%$ 的双脲和 0.10-20wt% 的聚脲的混合物,其中所述双脲和聚脲由以下物质的反应而生成:(a) 烷基胺或烯基胺;(b) 亚烷基二胺、聚氧化亚烷基二胺或环亚烷基二胺;(c) 环烷基胺;和(d) 含芳基的二异氰酸酯或烷基二异氰酸酯。在另一实施方案中,所述增稠剂是双脲和聚脲的混合物,且其中所述双脲和聚脲由油胺、乙二胺、环己胺和甲苯二异氰酸酯的反应生成。

[0075] 在一个实施方案中,所述增稠剂是包含以下增稠剂成份的混合物:(a) 一种或多种脲型化合物;(b) 一种或多种脂肪酸金属盐;和(c) 至少一种类型的酰胺化合物,其选自自由通式(1)和(2)即 R_1CONH_2 (1) $\text{R}_1\text{CONHR}_2\text{NHCOR}_1$ (2) 所示的脂族酰胺和脂族双酰胺,其中 R_1 表示饱和的或不饱和的具有 15-17 个碳原子的烷基和 R_2 表示亚甲基或亚乙基。

[0076] 在一个实施方案中,所述润滑脂组合物还包含 0.1-10wt% 的至少一种抗氧化剂。在一个实施方案中,包含 0.3-3.5wt% 的至少一种抗氧化剂。在第三实施方案中,包含 0.5-2wt% 的抗氧化剂。抗氧化剂的实例包括至少一种含氮的有机化合物和它们的混合物,例如单独的有机胺、硫化物、羟基硫化物、酚等或有机胺、硫化物、羟基硫化物、酚等与金属例如锌、锡或钡等的组合。实例包括苯基- α -萘胺及其衍生物、双(烷基苯基)胺、N,N-二苯基-p-苯二胺,2,2,4-三甲基二氢喹啉低聚物、双(4-异丙基氨基苯基)-醚、N-酰基-p-氨基苯酚、N-酰基吩噻嗪、乙二胺四乙酸的 N、烷基酚-甲醛-胺缩聚物和烷基化的二苯基胺(其中烷基含有 1-12 个碳原子);未取代的吩噻嗪;取代的和未取代的喹啉,其中取代基是 1-10 个碳原子的烷基;和它们的混合物。

[0077] 在另一实施方案中,润滑脂组合物还包括多羟基化的化合物,以改善润滑脂的低剪切稳定性。在一个实施方案中,多羟基化的化合物为多羟基化的酯。在另一实施方案中,多羟基化的化合物为季戊四醇单油酸酯。在本领域中已知的是,低剪切稳定性的改善通过使用 Shell 滚动测试(ASTM D 1831-00(2006 再版))测量的较低百分数的软化来证明。在一个实施方案中,润滑脂组合物在 Shell 滚动测试中软化少于 10%。

[0078] 在另一实施方案中,润滑脂组合物还包括:防腐剂,包括但不限于杀菌剂和抗菌剂;着色剂;剪切稳定性添加剂;抗磨损/抗烧结和/或极压剂,包括但不限于氨基甲酸酯、酯、钼络合物、碱金属硼酸盐、在烷基中具有 1-50 个碳的二硫代氨基甲酸铋、二烷基多硫化物、磷化合物、硼化合物、二烷基二硫代磷酸锌(伯烷基、仲烷基和芳基类型)、苯硫化物、三氯硬脂酸甲酯、氯化萘、氟烷基聚硅氧烷、环烷酸铅、中性磷酸盐、二硫代磷酸盐、不含

硫的磷酸盐和它们的混合物；阻燃剂，例如，氧化钙；油性剂；亚铁 / 锈蚀抑制剂，例如，聚氧化亚乙基十二烷基醚、聚氧化亚乙基高级醇醚、聚氧化亚乙基壬基苯基醚、聚氧化亚乙基辛基苯基醚、聚氧化亚乙基辛基硬脂基醚、聚氧化亚乙基油烯基醚、聚氧化亚乙基山梨糖醇单硬脂酸酯、聚氧化亚乙基山梨糖醇单油酸酯、硬脂酸和其它脂肪酸、二羧酸、金属皂、脂肪酸胺盐、重磺酸的金属盐、多元醇的部分羧酸酯、磷酸酯、聚乙二醇单油酸酯、硼酸酯、胺、醚、醇金属磺酸盐、烷基和芳基琥珀酸、烷基和芳基琥珀酸酯、酰胺和其它相关的衍生物；腐蚀抑制剂，例如，碱金属亚硝酸盐，如亚硝酸钠；防渗油剂，例如，聚丁烯 (polybutne)；消泡剂，例如，甲基丙烯酸烷基酯聚合物和二甲基硅氧烷聚合物；金属减活剂，例如，双亚水杨基丙二胺、三唑衍生物、噻二唑衍生物、巯基苯并咪唑；复合有机氮和胺；摩擦改进剂；导热添加剂；导电剂；弹性体相容剂；粘度改进剂，例如，聚甲基丙烯酸酯类型的聚合物、乙烯 - 丙烯共聚物、苯乙烯 - 异戊二烯共聚物、水合的苯乙烯 - 异戊二烯共聚物、聚异丁烯和分散剂类型的粘度改进剂；降倾点剂，例如，聚甲基丙烯酸甲酯；多功能添加剂，例如，硫化的二硫代氨基甲酸氧钼、硫化的有机二硫代磷酸氧钼、氧钼单甘油酯 (oxymolybdenum monoglyceride)、氧钼二乙基化的酰胺 (oxymolybdenum diethylate amide)、胺 - 钼络合物化合物和含硫的钼络合物化合物等等；它们可以以足以提供期望效果的量加入到润滑脂组合物中。在一个实施方案中，锈蚀抑制剂包括多元酸的金属盐、其中的一部分羟基被封端的多元醇以及选自有机磺酸盐和脂肪的至少一种化合物。

[0079] 在一个实施方案中，润滑脂组合物包含大于 4.0wt% 的 LOI 值小于 3.0 的氧化钙。LOI 是根据 ASTM C25-06 测量的“烧失量”参数。LOI 用于测量由于再碳化作用而导致的阻燃剂活性的损失。

[0080] 在另一实施方案中且为了进一步获得极压性能、抗磨损品质和 / 或减摩擦性质以及可能需要的任何弹性体相容性，润滑脂组合物还包括 0.1-15wt% 的纳米颗粒添加剂或其混合物。在一个实施方案中，纳米颗粒添加剂选自下面的组：第 1a 族碱金属的碳酸盐；第 2a 族碱土金属的碳酸盐；第 1a 族碱金属或第 2a 族碱土金属的硫酸盐；第 1a 族碱金属或第 2a 族碱土金属的磷酸盐；第 1a 族碱金属的羧酸盐；第 2a 族碱土金属的碳酸盐或它们的混合物，其具有小于 100 纳米的平均粒度。

[0081] 在另一实施方案中，润滑脂组合物还包括 0.1-7wt% 的至少一种以下物质：油溶性有机钼络合物、二硫代氨基甲酸的油溶性有机锌化合物、二硫代磷酸的油溶性有机锌化合物、无机硫化合物和它们的混合物。在第二实施方案中，润滑脂组合物还包含 0.1-10wt% 的脂肪酸的至少一种或多种金属盐，其中，金属选自铝、镁、锌、钙和它们的混合物。在第三实施方案中，润滑脂组合物还包括至少一种油溶性的磷化合物的胺盐，例如磷酸盐和 / 或一硫代磷酸盐。在一个实例中，润滑脂组合物还包含 0.25-10wt% 的二丁基硫代磷酸盐和二丁基磷酸盐中的至少一种，例如，二丁基硫代磷酸盐和二丁基磷酸盐的混合物的油胺盐。在第四实施方案中，润滑脂组合物还包括 0.25-10wt% 的烯烃或硫化的烯烃，例如，聚丁烯或硫化的聚丁烯。

[0082] 在一个实施方案中，润滑脂组合物还包括无机填料，所述无机填料从由金属氧化物、金属氮化物、金属碳化物、粘土矿物、金刚石或它们的混合物组成的组中选择。在一个实施方案中，无机填料具有小于 2 μm 的平均粒度。

[0083] 在一个实施方案中，为了作为导热润滑脂，润滑脂组合物还至少包括量为

0.1-10wt%的导热添加剂。实例包括但不限于氮化铝、二氧化硅、氧化铝、金属硅、氮化硼、氧化锌和它们的混合物。在第二实施方案中,导热润滑脂还包括量为0.1-10wt%的导电填料,例如,石墨、炭黑、碳纳米管、金属粉末和它们的混合物。

[0084] 在一个实施方案中,润滑脂组合物以固体粘性脂的形式使用,即将润滑脂组合物混合在树脂内,树脂占粘性脂总重量的20-80%。在一个实施方案中,树脂为选自以下物质的热固性增塑剂:支化邻苯二甲酸酯、线性邻苯二甲酸酯、支化己二酸酯、混合二元酸聚酯、偏苯三酸酯、聚戊二酸酯、聚己二酸酯、柠檬酸酯、高分子增塑剂、癸二酸酯、己二酸聚酯、己二酸二辛酯、基于大豆的增塑剂和它们的组合。在另一实施方案中,树脂选自平均分子量为 1×10^6 至 5×10^6 的超高分子聚烯烃粉末。在又一实施方案中,树脂包括5-95wt%的聚酰胺和聚甲醛中的至少一种,以使所述固体粘性脂具有优异的耐热性能。

[0085] **制备方法**:在一个实施方案中,通过在诸如润滑脂制备罐、在线混合室或接触器罐之类的容器中将基础油基料与增稠剂和/或增稠剂的组分、任选的组分和/或添加剂混合来制备所述润滑脂组合物。然后,根据使用的增稠剂,搅拌混合物同时从25°C加热至250°C。在另一实施方案中且在混合之后,将基础油、增稠剂和任选的组分/添加剂的混合物剪切足够长的时间,从而将基本上全部的增稠剂颗粒的尺寸减小至小于500微米。可以采用任何合适的剪切设备,例如,静态混合器、具有相反旋转桨的机械系统、gaulin均化器、Charlotte磨机、Morehouse磨机、圆锥和定子磨机、轧磨机等。剪切可以在混合物已经被加热到的任何温度下进行。在一个实施方案中,剪切在小于65°C的温度下进行。

[0086] 在混合和/或任选的剪切之后,进一步处理基础油/增稠剂混合物,以形成润滑脂。在一个实施方案中,将混合物加热至125-175°C的温度,然后接着进行研磨,以形成均质润滑脂。在一个实施方案中,研磨在10°C至175°C的温度下进行。在另一实施方案中,可以采用其它标准的润滑脂制备工艺,例如,对润滑脂进行过滤和除气。

[0087] **性质**:在一个实施方案中,所述润滑脂组合物的特征在于具有低噪音特性。在一个实施方案中,当使用用于测试润滑脂噪音的改进的轴承振动水平测试仪(Anderometer)即利用由瑞典SKF集团制造的BeQuiet润滑脂噪音测试仪进行测试时,具有低噪音特性的润滑脂展现出小于15微米/秒的峰平均值。也可以使用其它润滑脂噪音测试仪,包括但不限于来自GRW Gebr. Reinfurt GmbH & Co KG的GRW噪音测试仪器和来自Schaeffler集团的FAG系列仪器。在另一实施方案中,当使用BeQuiet润滑脂噪音测试仪进行测试时,包含至少90wt%的在100°C下运动粘度为 $8\text{mm}^2/\text{s}$ 的FTBO油的润滑脂组合物展现出小于12微米/秒的峰平均值。在另一实施方案中,润滑脂组合物展现出小于10微米/秒的值。

[0088] 润滑脂组合物还显示出高的耐高温性,并在氧化性环境或化学侵蚀环境中有效地工作。在一个实施方案中,当在20MPa的氧气下使用压差扫描量热法(PDSC)测量时,润滑脂显示出平坦的差示热分析图和高达250°C的稳定性。在另一实施方案中,所述组合物显示出高达300°C的稳定性。PDSC可以使用ASTM D5483-05或ASTM D6186-98(R2003)来测量。

[0089] 在一个实施方案中,润滑脂展现出低剪切速率和优异的耐热性。剪切稳定性是润滑脂在机械工作期间抵抗稠度变化的能力。在高速率的剪切下,润滑脂结构趋向于稠度发生变化。具有差的低剪切稳定性的润滑脂将很快地分解,进而导致润滑脂变稀。因此,具有良好的低剪切稳定性的润滑脂在延长的低剪切应力下将不会过度地软化。润滑脂的在延长的使用过的针入度(全量程,P100,000,ASTM D217-02)和使用过的针入度(1/2量程,P60,

ASTM D 1403-02) 之间的较大差值表示差的低剪切稳定性。在一个实施方案中, 润滑脂组合物显示出小于 15% 的延长的使用过的针入度和使用过的针入度之间的差值。在第二实施方案中, 差值小于 10%。在第三实施方案中, 差值小于 5%。

[0090] 润滑脂的耐热性通常通过其滴点来测量, 因此良好的耐热性与高滴点相关联。在 ASTM D2265-06 中描述了滴点测试。在一个实施方案中, 润滑脂组合物具有至少 215°C 的滴点。在第二实施方案中, 滴点为至少 220°C。在第三实施方案中, 为至少 240°C。

[0091] 在一个实施方案中, 润滑脂组合物还展现出优异的低温性能, 如由 6.74N-m 的最大扭矩所表征的 (使用 ASTM D4693-03 在 3 分钟时测量)。在另一实施方案中, 润滑脂组合物在 -40°C 时具有 10N-m 的最大扭矩。在第三实施方案中, 润滑脂组合物在 -40°C 下显示出 12N-m 的最大扭矩。

[0092] 在一个实施方案中, 润滑脂组合物展现出优异的轴承寿命, 即, 与现有技术中的含有 II 类基础油或 PAO 基础油的润滑脂相比, 其能够在高温 / 高速下且在氧化性环境中工作的时间段延长了至少 50%。在一个模拟润滑脂在汽车车轮轴承中和在改进的汽车前轮毂 - 芯轴 - 轴承组件中的高温稳定性 (ASTM D3527-02 寿命性能测试) 的实施方案中, 润滑脂组合物具有至少 150 小时的轴承寿命。在诸如抗氧化剂、极压剂等添加剂加入到润滑脂中的第二实施方案中, 所述组合物具有至少 200 小时的轴承寿命。

[0093] 在具有诸如聚丁烯的添加剂的一个实施方案中, 当使用在高速和升高的温度下在轻负荷下工作的球轴承进行测试时 (ASTM D3336-97 (E2006)), 润滑脂组合物具有至少 600 小时的轴承寿命。当在不加入诸如聚丁烯的添加剂的情况下测试时, 组合物仍展现出接近 400 小时的延长的寿命。

[0094] 在另一实施方案中, 润滑脂组合物展现出优异的极压性质, 如使用 ASTM D2596-97 (2002 年再颁) 所测量的, 其中, 具有 73.05Kg 的最高 LWL (LWL: 负荷 - 磨损指数) 和 126Kg 的 LNSL (LNSL: 最大无卡咬负荷)。相比而言, 使用 II 类基础油作为基料的受测的润滑脂组合物, 具有 66.15Kg 的 LWI 和 126Kg 的 LNSL; 使用 PAO 油作为基料的受测的润滑脂组合物, 具有 63.33Kg 的 LWI 和 126Kg 的 LNSL。

[0095] 在一个实施方案中, 润滑脂组合物展现出优异的低温扭矩性质, 如根据 ASTM D4693-03 即用于润滑脂润滑的车轮轴承的标准测试所测量的。该测试测定测试的润滑脂在经受低温时对专门制造的弹簧承载的汽车式车轮轴承组件的旋转的阻碍程度。由约束力测定所计算的扭矩值是润滑脂的粘滞阻力的量度。在一个实施方案中, 润滑脂具有至少 100 小时的轴承寿命。在另一实施方案中, 轴承寿命为至少 200 小时。在第三实施方案中, 轴承寿命为至少 300 小时的。在第四实施方案中, 为至少 400 小时。

[0096] 应用: 在一个实施方案中, 在汽车车轮轴承中使用所述润滑脂组合物。在第二实施方案中, 将所述组合物作用于诸如等速接头、等速齿轮、变速齿轮、铁制装置、高速齿轮等的部件和应用的润滑脂。在第三实施方案中, 用于汽车的电气元件组件例如交流发电机的滚动轴承、汽车空调设备的电磁离合器、中间皮带轮、电动风扇电机、风扇离合器和电动部件。在另一实施方案中, 通过选择具有适当牵引系数 / BN 氧化器的异构化的基础油, 所述润滑脂组合物可以适用于特定的终端用途应用, 即, 低温到高温范围。

[0097] 在润滑脂组合物以固体粘性脂的形式使用的一个实施方案中, 固体粘性脂用在诸如包括大运量客运系统和货运系统的钢轮轨系统之类的滑动和滚动 - 滑动接触的两个金

属表面之间。

[0098] 在润滑脂以半固体状的形式使用的另一实施方案中,所述组合物还包含液晶化合物,以作为用于机器组件例如精密设备、移动电话和计算机硬盘驱动器的润滑脂。

[0099] 在润滑脂组合物用于导电应用的另一实施方案中,其中,润滑脂还包含导电填料材料,该润滑脂用于电动机的辊子轴承、汽车电气部件、交流发电机 / 中间皮带轮 (发动机附件) 或汽车空调设备的电磁离合器。

[0100] 给出以下实施例作为本发明各个方面的非限制性说明。

[0101] 实施例。除非另外说明,否则实施例中的组分如下:

[0102] 聚丁烯可从诸多来源商购得到,其具有 7.48 的密度和在 100°C 下为 630mm²/s 的运动粘度。

[0103] FT 基础油来自于 CA 的 San Ramon 的 Chevron 公司。在表 2 中示出了在实施例中使用的 FTBO 基础油的性质。

[0104] PAO 是来自 CA 的 San Ramon 的 Chevron 公司的两种高度支化的异链烷属的聚 α - 烯烃的混合物 (以获得期望的粘度)。第一种 PAO 在 100°C 下具有 39.72mm²/s 的运动粘度 (在 40°C 下为 405.30mm²/s), 第二种 PAO 在 100°C 下具有 7.771mm²/s 的运动粘度 (在 40°C 下为 46.55mm²/s)。

[0105] II 类是可商购得到的矿物油,其密度为 7.2910 且在 100°C 下运动粘度为 12.15mm²/s (在 40°C 下为 112.6mm²/s)。

[0106] 光亮油基础油可从各种来源商购得到,其密度为 7.467 且在 100°C 下运动粘度为 30.09mm²/s (在 40°C 下为 461mm²/s)。

[0107] 实施例 1: 将包含 85wt% 的 FTBO-1 和 15wt% 的 FTBO-2 费托衍生的基础油的基础油调和物用作所述润滑脂组合物的基础油基料。除了占最终组合物的 50-85wt% 的基础油基料外,所述润滑脂组合物还包含聚脲增稠剂、1.5-20wt% 的一种或多种本领域中已知的腐蚀抑制剂和抗氧化剂以及任选的载体油,其中,聚脲增稠剂包含比值近似为 1 : 2 (± 0.5) 至 1 : 3 (± 0.5) 的二异氰酸酯和烷基胺。

[0108] 实施例 2: 提供包含 70-90wt% 的 FTBO-2 费托衍生的基础油和 2-30wt% 的聚丁烯的基础油调和物作为基础油基料。除了基础油基料外,润滑脂组合物还包含 5-30wt% 的聚脲增稠剂、0.5-10wt% 的在本领域中已知的一种或多种抗氧化剂、1.5-20wt% 的在本领域中已知的至少一种腐蚀抑制剂和任选的载体油,其中,聚脲增稠剂包含比值近似为 1 : 1 ($\pm 0.$) 至 1 : 3 的 MDI、TDI 或其它二异氰酸酯和烷基胺。

[0109] 实施例 1 和 2 可以如下制备: 大的不锈钢混合碗装有基础油 (或根据实施例的其混合物), 并加热至接近 160° F。混合器以适度的速度设置开始,加入计算量的增稠剂,如果需要的话,首先使其熔化 (大约 5 至 10 分钟)。然后,将混合物缓慢地加热 30-60 分钟以达到不高于 400° F、优选在 250-390° F 的范围内,然后缓慢地冷却,在冷却时,如果需要的话,在适当温度下加入其它添加剂,然后进行测试。

[0110] 为了测试,可以使用 ASTM 3336-E2006 来评价在高速和升高的温度下在轻负荷下工作的球轴承的性能,具体工作条件为: 350° F (177°C) 的温度, 1000rpm, 5 磅的径向负荷, 5 磅的轴向负荷, 轴承类型为 MRC 204S17 ABEC 3, 运行 20 小时, 停止 4 小时。

[0111] 制备根据实施例 1 的润滑脂组合物, 并使其运行 3 次, 其中, 测试在 355° F 下正常

运行 360-391 小时,之后轴承温度升至 385° F(润滑脂失效的标准)。温度继续升高,直到发生扭矩停止为止,此时轴承在 392 小时至 398 小时之间失效。

[0112] 制备根据实施例 2(即具有聚丁烯的润滑脂)的润滑脂组合物,并测试 3 次。测试在 355° F 下正常运行 600-640 小时,之后轴承温度继续升高至 375-380° F。温度继续升高至 450-500° F,直到发生扭矩停止为止。轴承在 631 小时至 744 小时之间失效。

[0113] 实施例 3-6:在这些实施例中,首先称量基础油,然后在大的不锈钢混合碗中进行调和。接下来将油加热至接近 160° F。加入介于 0.25-3wt%之间的表面活性剂或表面活性剂调合物,并将混合物搅拌 5 分钟。接下来可以加入介于 3-15wt%之间的 12-羟基硬脂酸。使混合物逐渐冷却,然后可以缓慢地加入 0.5-10wt%的氢氧化锂一水合物,直到很好地调和为止。接下来将混合物缓慢地加热到 390-400° F。保持温度恒定 20 分钟,然后在研磨之前使混合物逐渐冷却至 180-250° F。在使用粘度改进剂的一些实施例中,可以在研磨之后最后加入该添加剂,然后使混合物冷却至 180° F。在该实施例中使用的添加剂或添加剂包可以包含 0.5-10wt%的极压剂、0.1-5wt%的至少一种防水剂、1-10wt%的至少一种粘度改进剂、0.1-2wt%的至少一种锈蚀抑制剂、0-5wt%的至少一种抗氧化剂。

[0114] 实施例 3 和实施例 5 采用在现有技术中常用的基础油,即,对于实施例 3,采用 II 类基础油和光亮油基础油的混合物,对于实施例 5,采用 PAO 基础油。实施例 4 采用 FTB0-1 作为基础油,实施例 6 采用 FTB0-3 作为基础油。

[0115] 实施例 7-10:重复实施例 3-6,不同之处在于不使用除增稠剂体系之外的添加剂,实施例 7 采用与实施例 3 相同的基础油,实施例 8 采用实施例 4 中的中等粘度等级的 FT 基础油,实施例 10 采用实施例 5 中的高粘度等级的 FT 基础油,实施例 9 采用实施例 5 的 PAO 混合物。

[0116] 实施例 11-12:为了配制这些实施例中的润滑脂组合物,首先称量 1kg 基础油,然后在大的不锈钢混合碗中进行调和。接下来可以加入 5-17wt%的 12-羟基硬脂酸、1-6wt%的诸如 Synative FA 的添加剂、0.3-8wt%的诸如高碱性磺酸钙极压剂的添加剂,以及 0.25-3wt%的诸如壬基苯酚 4 摩尔乙氧基化物(nonyl phenol 4mole ethoxylate)的添加剂。接下来搅拌混合物,并加热至大约 220° F。在缓慢地加入 0.5-7%的 LiOH 一水合物的同时,继续加热。将混合物继续加热至大约 360° F,并在该温度下保持 20 分钟。接下来通过加入另一 0.40-0.70kg 基础油的使混合物缓慢地冷却。使温度保持恒定 10-30 分钟,然后逐渐地使混合物冷却至大约 240° F。在下一个步骤中,在研磨之前加入大约 0.25-2.0wt%的至少一种金属钝化剂、1.0-6wt%的至少一种极压剂、0.1-2.0wt%的至少一种锈蚀抑制剂、0-1wt%的增稠剂和 0.1-5wt%的至少一种抗氧化剂。

[0117] 采用在现有技术中常用的基础油即 PAO 基础油并且在没有聚丁烯作为粘度改进剂的情况下制备根据实施例 11 润滑脂的润滑脂组合物。采用中等粘度等级的 FT 基础油即 FTB0-1 来制备根据实施例 12 润滑脂的润滑脂组合物。

[0118] 实施例 13-14:重复实施例 11-12,不同之处在于加入了除增稠剂体系(例如, LiOH 一水合物或类似的增稠剂)外的性能添加剂,实施例 13 采用实施例 11 中的 PAO,实施例 14 采用实施例 12 的中等粘度的 FT 基础油 FTB0-1。

[0119] 实施例 15-17:为了配制这些实施例中的润滑脂组合物,首先称量 1.5kg 基础油,调和,并加热至 220° F。在调和的同时,加入 2-8wt%的牛油烷基胺。接下来加入大约

0.1-1.0wt%的亚磺酸盐清净剂和H₂O。在大约160° F下将混合物混合15分钟。在下一个步骤中,加入2-10wt%的MDI,并将混合物连续混合另外30分钟。将混合物缓慢地分阶段加热至大约370° F,并保持稳定30分钟。接下来通过加入另外0.53kg基础油将混合物缓慢地冷却。在研磨之前,使混合物逐渐冷却至240° F。一旦研磨后,再次将混合物加热至大约170° F,并加入0.1-2wt%的至少一种锈蚀抑制剂、0.1-5wt%的至少一种抗氧化剂和2-15wt%的至少一种极压剂。

[0120] 采用现有技术中常用的基础油来制备根据实施例15和实施例16的润滑脂组合物,实施例15加入II类基础油,实施例16采用在100℃下粘度为大约4mm²/s的PAO。实施例17采用低粘度等级的FT基础油FTBO-4。

[0121] 实施例18-20:重复实施例15-17,不同之处在于所使用的唯一添加剂是先前实施例中的增稠剂体系,实施例18采用在实施例15中使用的II类基础油,实施例19采用实施例17的低粘度FT基础油FTBO-4,实施例20采用实施例16的PAO基础油。

[0122] 对实验的润滑脂样品进行多种测试,在表1中报告了测试结果。当与类似粘度(在100℃下比较粘度)的常规II类或PAO基础油相比,加入添加剂和未加入添加剂的FTBO润滑脂对于汽车车轮轴承寿命(测试D3527-02)和在极压测试(ASTM D2596-R2002)中均显示出优异的性能。另外,FTBO润滑脂的低温扭矩性质比用II类基础油或PAO基的配方制备的那些显示出改进。另外,与现有技术的II类基的润滑脂相比,包含FT基础油的润滑脂组合物在低温扭矩(ASTM D4693-03,在3分钟时)方面显示出明显的改进。最后,相对于II类润滑脂的66.15Kg/126Kg和PAO基润滑脂的63.33Kg/126Kg的较低值,包含FT基础油的润滑脂的极压性质(ASTM D2596-R2002)显示出改善,其LWI/LNSL结果为73.05Kg/160Kg。

[0123] 表1

[0124]

| 润滑脂 | 粘度, 40℃ | 粘度, 100℃ | VI | LWI, kg | LNSL, kg | WP | 扭矩,3分 钟,40℃, N·m | 轴承寿 命(小 时) |
|----------------------|------------|-------------|-----|---------|-------------|-----|------------------------|------------------|
| 实施例 3-II 类,添加剂 | - | - | - | 66.15 | 126 | 400 | 14.88 | 120 |
| 实施例 4-FTB0 H,添加剂 | - | - | - | 70 | 160 | 315 | - | - |
| 实施例 5-PA0,添加剂 | - | - | - | 63.33 | 126 | 400 | 2.48 | 160 |
| 实施例 6-FTB0 M/H,添加剂 | - | - | - | 73.05 | 160 | 400 | 6.57 | 199 |
| 实施例 7-II 类,无添加剂 | 131.5 | 13.23 | 94 | 22.89 | 32 | 160 | 10.22 | 40 |
| 实施例 8-FTB0 H,无添加剂 | - | - | - | 27.98 | 40 | 200 | - | - |
| 实施例 9-PA0,无添加剂 | 94.83 | 13.31 | 140 | 22.74 | 40 | 160 | 1.17 | 40 |
| 实施例 10-FTB0 M/H,无添加剂 | - | - | - | 23.56 | 40 | 200 | 9.28 | 200 |
| 实施例 11-PA0,无添加剂 | 405.3 | 39.72 | 147 | 24.3 | 50 | 160 | 6.56 | 20 |
| 实施例 12-FTB0 M/H,无添加剂 | 367.6 | 35.01 | 138 | 23.73 | 40 | 200 | 10.23 | 120.5 |
| 实施例 13-PA0,添加剂 | - | - | - | 68.88 | 126 | 400 | 3.29 | 40.2 |
| 实施例 14-FTB0 M/H,添加剂 | - | - | - | 68.11 | 100 | 500 | 4.76 | 140.0 |

| 润滑脂 | 粘度, 40°C | 粘度, 100°C | VI | LWI, kg | LNSL, kg | WP | 扭矩,3分 钟,40°C, N-m | 轴承寿 命(小 时) |
|--------------------|-------------|--------------|----|---------|-------------|-----|-------------------------|------------------|
| 实施例 15-II 类,添加剂 | - | - | - | 58.33 | 63 | 500 | 0.87 | 140 |
| 实施例 16-PA0,添加剂 | - | - | - | 61.31 | 80 | 500 | 0.64 | 120 |
| 实施例 17-F7B0 L,添加剂 | - | - | - | 60.89 | 80 | 500 | 0.72 | 356 |
| 实施例 18-II 类,无添加剂 | - | - | - | 29.20 | 50 | 126 | 1.18 | 220 |
| 实施例 19-F7B0 L,无添加剂 | - | - | - | 28.67 | 50 | 126 | 1.01 | 380 |
| 实施例 20-PA0,无添加剂 | - | - | - | 24.06 | 50 | 100 | 1.07 | 200 |

[0125] 表 2

[0126]

| 性质 | FTBO-1 M/H | FTBO-2 M | FTBO-3 H | FTBO-4 L |
|--------------------------------|---------------|-------------|-------------|-------------|
| 40℃下的运动粘度, mm ² /s | 86.72 | 42.19 | 106.4 | 17.20 |
| 100℃下的运动粘度, mm ² /s | 13.14 | 7.901 | 16.01 | 4.101 |
| 粘度指数 | 152 | 161 | 161 | 145 |
| -40℃下的冷启动粘度, cP | | 36.130 | | 2.579 |
| -35℃下的冷启动粘度, cP | | 13.547 | | 1.561 |
| -30℃下的冷启动粘度, cP | | 5.802 | 46.991 | 905 |
| -25℃下的冷启动粘度, cP | 16.528 | 2.896 | 18.905 | |
| 倾点, ℃ | -4 | -14 | -10 | -20 |
| 倾点, ℃ | 18 | 2 | 15 | -11 |
| n-d-m | | | | |
| 分子量, g/mol (VPO) | 724 | 575 | 743 | 428 |
| 密度, g/ml | 0.8326 | 0.8261 | 0.8330 | 0.8137 |
| 折射指数 | 1.4642 | 1.4608 | 1.4641 | 1.4541 |
| 链烷属碳, % | 93.86 | 93.94 | 92.98 | |
| 环烷属碳, % | 6.14 | 6.06 | 7.02 | |
| 芳族碳, % | 0.00 | 0.00 | 0.00 | |
| 氧化器 BN, 小时 | 33.52 | 37.72 | 45.32 | |
| Noack, wt% | 0.86 | 1.63 | 0.95 | 12.45 |
| SIMDIST TBP (wt%), F | | | | |

| 性质 | FTBO-1 M/H | FTBO-2 M | FTBO-3 H | FTBO-4 L |
|----------------|---------------|-------------|-------------|-------------|
| <u>TBP@0.5</u> | 906 | 838 | 915 | 332 |
| TBP@5.0 | 953 | 877 | 963 | 725 |
| TBP@10 | 974 | 890 | 988 | 756 |
| TBP@20 | 995 | 907 | 1011 | 778 |
| TBP@30 | 1007 | 920 | 1040 | 795 |
| TBP@40 | 1020 | 930 | 1057 | 810 |
| TBP@50 | 1036 | 939 | 1074 | 824 |
| TBP@60 | 1048 | 948 | 1092 | 836 |
| TBP@70 | 1061 | 959 | 1113 | 849 |
| TBP@80 | 1078 | 973 | 1141 | 861 |
| TBP@90 | 1106 | 987 | 1181 | 876 |
| TBP@95 | 1140 | 998 | 1213 | 886 |
| TBP@99.5 | 1228 | 1029 | 1290 | 905 |

[0127] 出于本说明书和所附权利要求的目的,除非另外标明,表达量、百分比或比例的所有数和说明书和权利要求所用的其它数都应理解为在所有情况下用术语“约”做修饰。因此,除非有相反的明示,以下说明书和所附权利要求所列出的数值参数是近似值,可根据要设法通过本发明获得的期望性质和/或测量该值的仪器的精度而变动。此外,本文公开的所有范围是包含端点的并可以独立组合。通常,除非另有说明,单数元素可以用于复数意义且反之亦然,而不损失概括性。本文所用术语“包括”和其文字变体意指非限定的,以使列表中例举出的条目不排除可取代或加入所列条目的其它类似条目。