

# 纳米铜润滑油添加剂的制备及其润滑性能研究

高俊<sup>1</sup> 刘彦力<sup>1</sup> 乔文凤<sup>2</sup>

## 摘要

以试制的纳米铜添加剂为试验单剂,选择车辆齿轮油 500SN 为基础油,在长磨实验条件下,进行纳米铜粉的抗磨和减摩性能试探性研究,探讨纳米金属粉体对车辆齿轮油 500SN 性能的影响.在 1 200 r/min、2 h、98 N 的条件下,加入质量分数为 0.05% 的实验制备纳米铜粉可明显提高基础油的抗磨减摩性能,磨斑直径降低了 18.1%,摩擦系数降低了 13.6%;在 1 200 r/min、2 h、392 N 的条件下,加入质量分数为 0.05%~0.7% 的纳米铜粉可以提高基础油的抗磨性能.随着质量分数的逐渐增大,纳米铜粉的抗磨减摩性能逐渐变差,以质量分数为 0.05% 的纳米铜粉效果最佳.

## 关键词

纳米铜粉;高能球磨法;润滑性能

中图分类号 TB383.1

文献标志码 A

收稿日期 2011-06-06

资助项目 江苏省高校自然科学研究计划(08KJB430010)

## 作者简介

高俊,讲师,硕士,主要从事材料应用化学的研究. xiaomeng-g@sohu.com

1 南京信息工程大学 滨江学院,南京,210044  
2 南京工业大学 材料科学与工程学院,南京,210009

## 0 引言

纳米微粒<sup>[1-2]</sup>是指颗粒尺寸在纳米量级(1~100 nm)并具有特有性能的超细微粒.金属纳米微粒<sup>[3-4]</sup>具备不同于普通材料的光、电、磁、热力学和化学反应等性能,在催化、润滑、微电子等领域具有广阔的应用前景.纳米铜粉具有优良的抗磨减摩性能<sup>[5]</sup>,可用于高级润滑剂,尤其适宜重载、低速和高温振动情况下的润滑.近年来,纳米铜的制备及其应用已成为国内外纳米技术领域研究的热点之一.纳米铜颗粒用作润滑油添加剂具有优良的摩擦学性能、自我修复性能及环境友好等特性,因此纳米铜在润滑油添加剂领域具有很好的应用前景<sup>[6-10]</sup>.

由于车辆齿轮油消耗量占润滑油总量的比重较大,因而车辆齿轮油的研究和发展成为润滑油行业的重点项目.随着节能和排放控制要求的提高,对车辆齿轮油在抗磨减摩等诸多性能方面的要求也在不断提高.本文以试制的纳米铜添加剂为试验单剂,选择车辆齿轮油 500SN 为基础油,在长磨实验条件下,进行纳米铜粉的抗磨和减摩性能研究,探讨纳米金属粉体对车辆齿轮油 500SN 性能的影响.

## 1 实验研究

### 1.1 纳米铜粉的制备

实验选用较粗的铜粉为原料,选择高能行星磨为主要设备研究纳米铜粉的制备,在原料粉体中加入高分子修饰剂,以求达到制备与修饰分散同步进行的目的.纳米铜粉的制备分为两个阶段:将铜粒和修饰剂放入球磨机中进行干法制备的阶段以及将制得的干粉加无水乙醇湿磨的制备阶段.干法制备阶段的研究选择平均粒径  $D_{50}$  作为质量指标进行分析,通过正交实验法研究转速、铜粒的质量、修饰剂与铜粒的质量比和时间对实验结果的影响,确定了干法阶段制备纳米铜粉的优化方案:转速为 400 r/min、修饰剂与铜粒的质量比为 1:6、加入铜粒的质量为 25 g、时间 10 h.湿磨阶段的制备选择以干磨的优化方案制取的干粉为原料,加入 100 mL 无水乙醇,工艺参数为 350 r/min 的转速球磨 3 h.

干磨优化样品的  $D_{50}$  值为 280 nm,其中纳米铜粉的质量分数为 18.22%.湿磨优化样品的  $D_{50}$  值为 210 nm,其中纳米铜粉的质量分数为 22.02%.

## 1.2 纳米铜润滑油添加剂的制备

采用前文方案制备的纳米铜粉,将其真空干燥、研磨,得到金属超细铜粉.将铜粉与 500SN 基础油以 2:85 的质量比混合、球磨(350 r/min, 1 h),制得润滑油添加剂单剂.

## 1.3 纳米铜粉的润滑性能测试

将制得的 Cu 添加剂以一定的比例加入到基础油中搅拌混合,得到 5 种油品,使得纳米铜粉的质量分数分别为 0% (Cu-1#)、0.05% (Cu-2#)、0.1% (Cu-3#)、0.4% (Cu-4#) 和 0.7% (Cu-5#).采用 MMW-1 型摩擦磨损试验机对各油品的抗磨减摩性能进行测试,转速和时间分别设定为 1 200 r/min 和 2 h,试验负荷选择 98 N 和 392 N 两个级别.

## 2 实验结果分析

### 2.1 98 N 负荷下的润滑性能

取 Cu-2#与基础油(Cu-1#)对比,将实验载荷定为 98 N,进行润滑性能测试.表 1 显示,基础油和 Cu-2#所对应的磨斑直径分别为 0.497 和 0.407 mm,摩擦系数分别为 0.100 2 和 0.086 6.加入纳米铜粉后,磨斑直径降低了 18.1%,摩擦系数降低了 13.6%.图 1 是在相同放大倍数下拍摄的基础油和 Cu-2#对应的磨斑,可见加入纳米铜粉后的磨斑直径减小,磨痕也相对窄而平滑,表明纳米铜粉的加入起到了明显的抗磨作用.

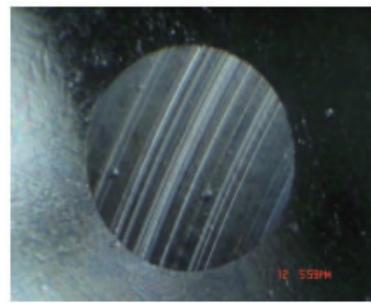
表 1 98 N 时 Cu-1#和 Cu-2#磨斑直径和摩擦系数对比

Table 1 Wear scar diameter and friction coefficient of lubricant oil and with 0.05% Cu added at 98 N

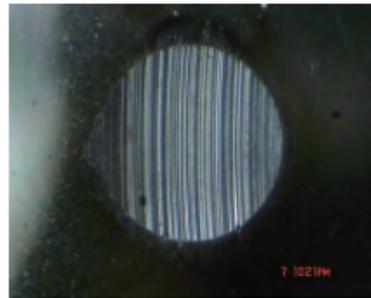
油品号	纳米铜粉质量分数/%	磨斑直径/mm	摩擦系数
Cu-1#	0	0.497	0.100 2
Cu-2#	0.05	0.407	0.086 6

图 2 是本实验条件下基础油和 Cu-2#的摩擦系数随时间的变化曲线.在图 2a 中,试验 0.5 h 左右摩擦系数波动比较大,后趋于平稳,大约在 0.11 左右,而 Cu-2#的曲线相对比较平稳,后期摩擦系数稳定在 0.09 左右,说明纳米铜粉对提高油品的减摩性能很有成效.

以上分析表明,纳米铜粉的加入提高了基础油的抗磨减摩性能,在 98 N 负荷下仅加入质量分数 0.05% 的纳米铜粉,就能够实现有效的润滑作用.



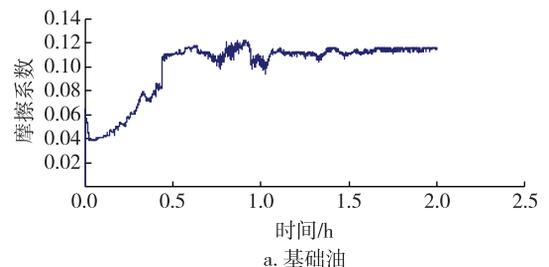
a. 基础油



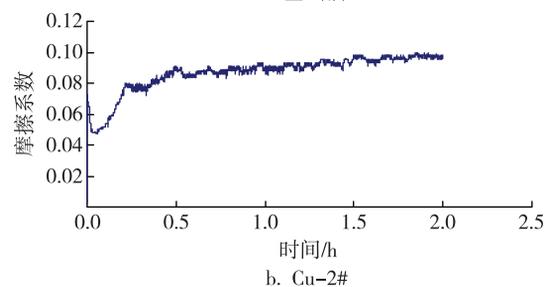
b. Cu-2#

图 1 98 N 时基础油和 Cu-2#磨斑对比

Fig.1 Wear scar pictures of lubricant oil (a) and with 0.05% Cu added (b) at 98 N



a. 基础油



b. Cu-2#

图 2 98 N 时基础油和 Cu-2#时间-摩擦系数关系曲线

Fig.2 Friction coefficient variation with time at 98 N, (a) for lubricant oil, and (b) for lubricant oil with 0.05% Cu added

### 2.2 392 N 负荷下的润滑性能

#### 2.2.1 抗磨性能

表 2 记录了 392 N 负荷下不同油品在设定条件下的磨斑直径和摩擦系数.

表2 392 N时 Cu-1#—Cu-5#磨斑直径和摩擦系数对比

Table 2 Wear scar diameters and friction coefficients of lubricant oil with Cu added in different mass percentages at 392 N

油品号	纳米铜粉质量分数/%	磨斑直径/mm	摩擦系数
Cu-1#	0	0.609	0.066 5
Cu-2#	0.05	0.517	0.067 7
Cu-3#	0.1	0.532	0.072 8
Cu-4#	0.4	0.550	0.093 3
Cu-5#	0.7	0.599	0.099 0

在表2中,Cu-1#为基础油,磨斑直径和摩擦系数分别为0.609 mm和0.066 5.加入纳米铜粉的Cu-2#—Cu-5#,其磨斑直径均比基础油小,表明在此负荷下,纳米铜粉的加入都不同程度地改善了基础油的抗磨作用.

图3描绘出纳米铜粉的质量分数与磨斑直径的关系曲线.当纳米铜粉的质量分数为0.05%时,抗磨效果最佳,磨斑直径相对基础油下降了15.1%.随着纳米铜粉质量分数的提高,磨斑直径逐渐增大,抗磨性能逐渐变差,当纳米铜粉的质量分数为0.7%时,其磨斑直径与基础油的磨斑直径已相差无几.

图4是在相同放大倍数下拍摄的5种油品对应的磨斑. Cu-1#为基础油,磨斑较大,呈椭圆形,划痕较深;Cu-2#的磨斑呈圆形,表面很平滑,两边缘出现

了非常明显的修复现象;Cu-3#和Cu-4#的划痕表面比较平滑,有比较明显的修复;Cu-5#的磨斑很大,除边缘有部分磨痕较浅外,其他地方出现窄而深的犁沟.由此表明,加入本纳米铜粉的质量分数为0.05%时,磨斑表面修复效果非常明显,但达到0.7%时,磨斑窄而粗糙,估计为纳米铜粉团聚所致.

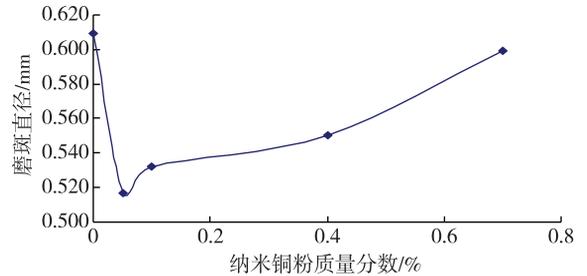


图3 纳米铜粉质量分数-磨斑直径关系曲线

Fig. 3 Wear scar diameters of lubricant oil with Cu added in different mass percentages

2.2.2 减摩性能

图5表示摩擦磨损试验机在392 N、1 200 r/min、2 h条件下,纳米铜粉质量分数与摩擦系数之间的关系.由表2和图5表明,在此载荷下加入纳米铜粉对摩擦系数的减小没有明显的作用,Cu-2#—Cu-5#对应的摩擦系数均比基础油大.其中Cu-2#摩擦系数最小,与基础油接近,随着纳米铜粉质量分数的提高,

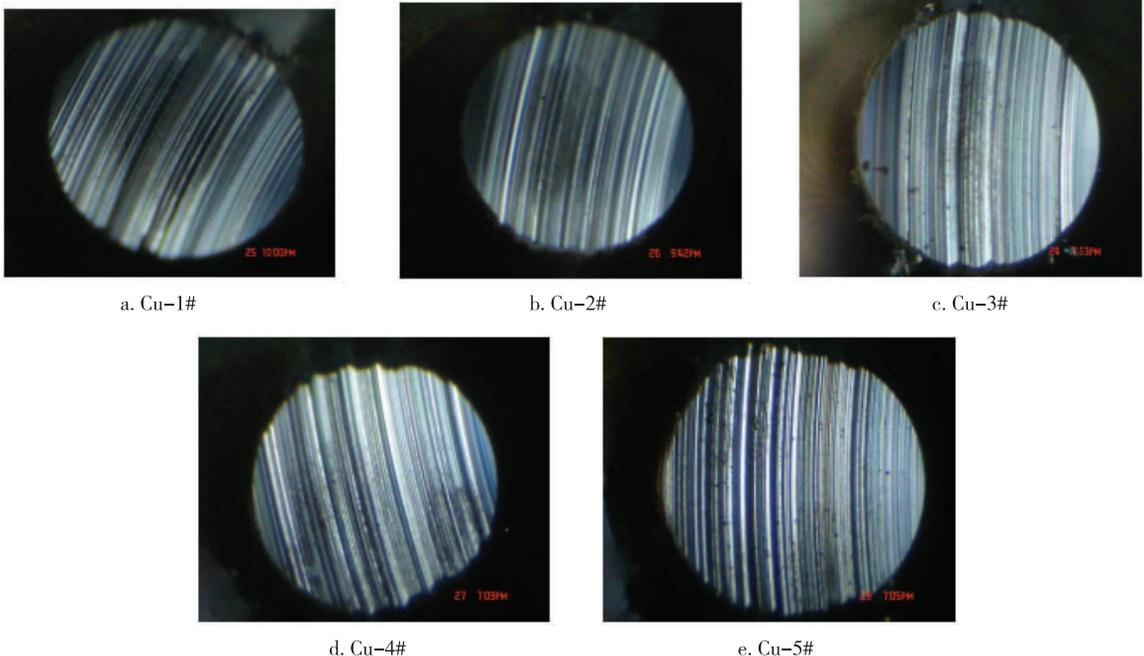


图4 Cu-1#—Cu-5#磨斑

Fig. 4 Wear scar pictures of lubricant oil with Cu added in different mass percentages

摩擦系数依次增大,推测是 392 N 接近 500SN 基础油的最大无卡咬负荷  $P_B$  [6] 值,纳米铜粉有团聚,而并没有加入其他添加剂,油品的综合性能受到影响所致。

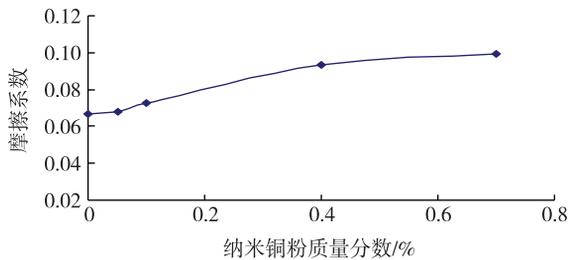


图5 纳米铜粉质量分数-摩擦系数关系曲线

Fig.5 Friction coefficients of lubricant oil with Cu added in different mass percentages

图6为 Cu-1#—Cu-5#各油品的摩擦系数随时间变化的曲线.每一曲线上均出现了瞬间脉动的1到2个峰,推测是摩擦过程中发生急剧擦伤、瞬间烧结,摩擦系数瞬间增大的结果.观察发现:Cu-1#—Cu-5#的脉动峰值都有不同程度的减小,开始的时间也有推迟,Cu-1#脉动开始的时间最早,脉动峰值最大,说明本纳米铜粉的加入对改善此载荷下的减摩性能是有益的。

曲线除脉动部分外,摩擦系数随时间的变化相比 98 N 时平稳,唯 Cu-4#呈上升趋势外,其他样品随时间的延续整体都呈现下降的趋势,表明加入纳米铜粉的润滑油,在较高负荷下,可以适应长时间的摩擦环境。

### 3 结论

1) 实验制备的纳米铜粉在本实验条件下能明显改善基础油的抗磨性能,摩擦表面都有不同程度的修复;从减摩性能而言,较低负荷下效果比较明显,较高负荷下效果不很突出。

2) 在 1 200 r/min、2 h、98 N 的条件下,仅加入质量分数 0.05% 的纳米铜粉就可明显提高基础油的抗磨减摩性能,磨斑直径降低了 18.1%,摩擦系数降低了 13.6%;在 1 200 r/min、2 h、392 N 的条件下,加入质量分数为 0.05% ~ 0.7% 的纳米铜粉可以提高基础油的抗磨性能,但随着质量分数的逐渐增大,纳米铜粉的抗磨减摩性能逐渐变差,以质量分数为 0.05% 的纳米铜粉效果最佳。

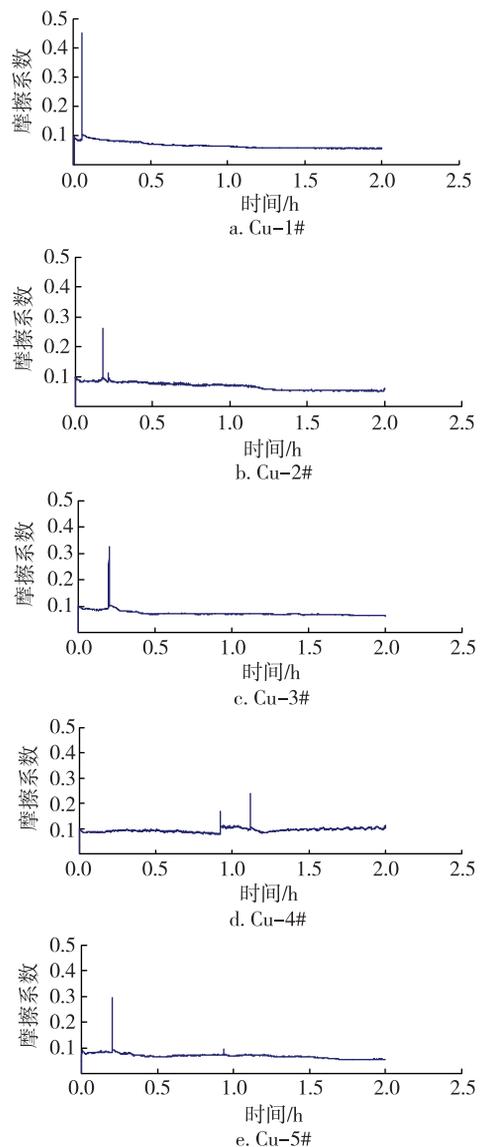


图6 Cu-1#—Cu-5#时间-摩擦系数关系曲线

Fig.6 Friction coefficient variation of lubricant oil with Cu added in different mass percentages

### 参考文献

#### References

- [1] 张立德,牟季美. 纳米材料和纳米结构[M]. 北京: 科学出版社, 2001  
ZHANG Lide, MOU Jiumei. Nanomaterials and nano-structures[M]. Beijing: Science Press, 2001
- [2] 王世敏,许祖勋,傅晶. 纳米材料制备技术[M]. 北京: 化学工业出版社, 2002  
WANG Shimin, XU Zuxun, FU Jing. Nano material processing technology [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2002
- [3] Fang J Y, Stokes K L, Wiemann J, et al. Nanocrystalline bismuth synthesized via an in situ polymerization-microemulsion process[J]. Materials Letters, 2000, 42 (1/2):

- 113-120
- [ 4 ] Zhu H T, Lin Y S, Yin Y S. A novel one-step chemical method for preparation of copper nanofluids [ J ]. Journal of Colloid and Interface Science, 2004, 277 ( 1 ): 100-103
- [ 5 ] 徐建生, 夏会芳, 周红星, 等. 纳米铜作润滑油添加剂的性能研究 [ J ]. 武汉工程大学学报, 2008, 3 ( 2 ): 105-107  
XU Jiansheng, XIA Huifang, ZHOU Hongxing, et al. Study on tribological and physicochemical properties of nano-Cu lubricating oil [ J ]. Journal of Wuhan Institute of Technology, 2008, 3 ( 2 ): 105-107
- [ 6 ] Rapoport L, Leshchinsky V, Volovik Y, et al. Modification of contact surfaces by fullerene 2 like solid lubricant nanoparticles [ J ]. Surface and Coatings Technology, 2003, 163/164: 405-412
- [ 7 ] 于鹤龙, 许一, 史佩京, 等. 纳米铜颗粒的摩擦学性能研究及其减摩润滑机理探讨 [ J ]. 材料工程, 2007 ( 10 ): 35-48  
YU Helong, XU Yi, SHI Peijing, et al. Tribological properties and mechanism of Cu nanoparticles [ J ]. Journal of Materials Engineering, 2007 ( 10 ): 35-48
- [ 8 ] Hu Z S, Dong J X, Chen G X, et al. Preparation and tribological properties of nanoparticle lanthanum borate [ J ]. Wear, 2000, 243 ( 1/2 ): 43-47
- [ 9 ] 王晓丽, 徐滨士, 许一, 等. 纳米铜润滑油添加剂的摩擦磨损特性及其机理研究 [ J ]. 摩擦学学报, 2007, 27 ( 3 ): 235-240  
WANG Xiaoli, XU Binshi, XU Yi, et al. Study on friction and wear behavior and mechanism of nano-Cu additive in lubrication oils [ J ]. Tribology, 2007, 27 ( 3 ): 235-240
- [ 10 ] 霍玉秋, 闫玉涛, 刘晓霞, 等. 单分散纳米 SiO<sub>2</sub> 的制备及其作为润滑油添加剂的摩擦学性能研究 [ J ]. 摩擦学学报, 2005, 25 ( 1 ): 34-38  
HUO Yuqiu, YAN Yutao, LIU Xiaoxia, et al. Preparation and tribological properties of monodispersed nano-SiO<sub>2</sub> particles as additive in lubricating oil [ J ]. Tribology, 2005, 25 ( 1 ): 34-38

## Preparation and tribological properties of copper nanoparticles as lubricant additive

GAO Jun<sup>1</sup> LIU Yanli<sup>1</sup> QIAO Wenfeng<sup>2</sup>

1 College of Binjiang, Nanjing University of Information Science & Technology, Nanjing 210044

2 College of Materials Science and Engineering, Nanjing University of Technology, Nanjing 210009

**Abstract** An exploratory study of anti-wear and friction reduction properties was carried out on the long grinding conditions to investigate the effect of copper nanoparticles as lubricant additive on the vehicle gear oil 500SN. Lubricant performances were tested at different burden and mass percentage of metal nanoparticles under the condition of 1200r/min and 2h. When the burden is 98N and the mass percentage of copper nanoparticles is 0.05%, the property of anti-wear and antifriction of the lubricant oil can be significantly improved, with the wear scar diameter being reduced by 18.1% and the friction coefficient being reduced by 13.6%. When the burden is changed to 392N, the anti-wear performance of the lubricant oil can also be improved with the mass percentage of copper nanoparticles varied from 0.05% to 0.7%, while the capacity of anti-wear and antifriction decreases for the copper nanoparticles as the mass percentage of metal nanoparticles increases. Thus the best percentage of copper nanoparticles as lubricant additive is 0.05% in mass percentage.

**Key words** copper nanoparticles; high energy ball milling; lubricating performance