

2914

K o n s i s t e n t e F e t t e .

VI. Mitteilung

Herstellung von Schmierfetten ohne Einsatz von Vorlauf-
fettsäure.

sen unserer Lizenznehmer erhielten wir die Mit-
daß Vorlauffettsäuren für die Zwecke der Schmierfett-
herstellung nicht mehr freigegeben werden können. Unsere
Bemühungen, die Freigabe wenigstens einer Teilfraktion der
Vorlauffettsäuren seitens der Rif zu erwirken, blieb
leider ergebnislos. Die Herstellung von Schmierfetten nach
dem Rheinpreußen-Verfahren ist somit auf die Verwendung von
Nachlauffettsäuren, gegebenenfalls unter Zusatz anderer
Seifenbildner, aber unter Ausschluß von Vorlauffettsäuren,
beschränkt. Diese Sachlage veranlaßte uns, Versuche zur Her-
stellung von Schmierfetten ohne Verwendung von Vorlauffett-
säure durchzuführen. Bei diesen Versuchen wurden die nach-
stehend beschriebenen Erfahrungen und Ergebnisse erzielt.

I. Kalkfette ohne Mitverwendung von Vorlauffettsäure.

Die Herstellung brauchbarer Kalkfette unter ausschließlicher
Verwendung von Nachlauffettsäure als alleinigem Seifenbildner
erwies sich als aussichtslos. Diese Erfahrung widerspricht
zwar unseren zu Beginn unserer Arbeiten auf dem Schmierfett-
gebiet erzielten Ergebnissen. Es ist aber zu berücksichtigen,
daß uns damals die aus einem Versuchsbetriebe entstammenden

Nachlaufsäuren zur Verfügung standen, die wesentlich andere Eigenschaften besaßen als die heute allein lieferbaren im Großbetrieb erzeugten Nachlaufsäuren.

Es wurde im einzelnen gefunden:

Arbeitet man mit einem normalen Kalküberschuß von etwa 20 % und einem Fettsäuregehalt von 12 - 15 %, beispielsweise nach der Zusammensetzung (U 621 I):

15,0 % Nachlaufsäure

1,7 % Kalk

83,3 % Spindelöl,

so wurde folgende Herstellungsschwierigkeit beobachtet. Beim Kaltrühren Beim Schlußsieden ist die Fettmasse homogen. findet eine Trennung - etwa in der Gegend des Tropfpunktes - statt. Es gelingt in Öl und zusammenhängendem Seifenschleim diesen Seifenschleim durch Aufwand einer besonderen Sorgfalt, diesen Seifenschleim unter weiter erfolgreicher sehr langsamer Abkühlung durch starkes mechanisches Rühren wieder aufzuteilen und ein glattes Fett zu erhalten. Ein so hergestelltes Fett besitzt einen Propfpunkt von ca. 80°, der Tropfpunkt liegt damit um rund 15° tiefer als Fette gleichen Fettsäuregehalts, die unter Mitverwendung von Vorlaufsäure hergestellt wurden. Die Haltbarkeit derartiger Fette ist nicht zu beanstanden, nach etwa 1 1/2 Monaten ist weder ein Ausbluten von Öl noch ein Konsistenzrückgang zu beobachten. Gelingt das Zusammenrühren des inhomogenen Fettes während der Kaltrührung aber nicht, dann findet mit fortschreitender Abkühlung ein Festerwerden des Seifenschleimes statt, das schließlich zu einer Aufteilung der Seife in kleine Klümpchen führt, wodurch ein unbrauchbares

Fett erhalten wird. Die beobachtete Herstellungsschwierigkeit würde eine Fabrikation sehr unsicher machen und könnte wahrscheinlich nur durch zusätzliche maschinelle Vorrichtungen behoben werden. Unter Voraussetzung normaler Fabrikations-einrichtungen ist die technische Herstellung von Schmierfetten nach obiger Zusammensetzung aussichtslos.

Arbeitet man mit einem größeren Kalküberschuß, beispielsweise nach folgendem Ansatz (U 625 I):

15,0 % Nachlauffettsäure

3,5 % Kalk

81,5 % Spindelöl,

so konnte im Kleinversuch die obige Schwierigkeit nicht beobachtet werden. Es konnten Fette normaler bis fester Konsistenz mit einem Tropfpunkt von 80° hergestellt werden. Diese Fette erwiesen sich aber als vollkommen unbeständig. Nach einer Lagerung von etwa 40 Tagen war ein starkes Ausbluten von Öl festzustellen, außerdem wurde ein sehr starker Konsistenzrückgang beobachtet, der die Fette völlig unbrauchbar macht. Versuche, durch einen mittelgroßen Kalküberschuß zu einer brauchbaren Lösung zu kommen, schlugen ebenfalls fehl. Versuche, unter Zusatz von Natriumacetat zu arbeiten (U 627 - 629) brachten teilweise Erfolge, ohne aber zu einer Lösung des Problems zu führen.

Erst die Mitverwendung von Essigsäure brachte sehr bemerkenswerte Erfolge. Als bestes Ergebnis der Versuchsreihen U 645 - 647 wurde folgende Zusammensetzung gefunden (U 645 II):

12,5 % Nachlauffettsäure
2,0 % Essigsäure
2,6 % Kalk (CaO)
84,0 % Spindelöl

Nach obiger Zusammensetzung wurden Fette von blanker, transparenter Beschaffenheit erhalten, die einen Tropfpunkt von 110° aufwiesen. Bei der Herstellung konnten keine besonderen Schwierigkeiten beobachtet werden. Die Essigsäure wurde dem Ansatz als etwa 30 %ige Säure sofort beim ersten Absieden des Wassers zugefügt. Wesentlich ist es, daß das Fett auf einen möglichst geringen Wassergehalt gebracht wird. Der Wassergehalt soll etwa 0,5 % betragen. Hier liegt die einzige Fabrikationsschwierigkeit, es muß der richtige Zeitpunkt erkannt werden, bei dem das Sieden abubrechen ist. Ein völliges Wegsieden des Wassers führt zu einer Zerstörung der Fettemulsion. Im obigen Ansatz beträgt der Kalküberschuß 20 %, ein größerer Kalküberschuß bringt keine merklichen Vorteile oder Änderungen. Sowohl durch einen geringeren als auch einen größeren Essigsäurezusatz werden die Fette in der Konsistenz weicher. Ferner zeigte es sich, daß alle unter Essigsäurezusatz hergestellten Fette nach längerer Lagerdauer in der Konsistenz fester werden. Ein Ausbluten von Öl konnte auch nach einer Lagerdauer von ca. 3 Monaten nicht beobachtet werden. Die Fette scheinen in dieser Hinsicht eine absolute Lagerbeständigkeit zu besitzen. Durch den hohen Tropfpunkt und die vollkommene Ölbeständigkeit bei längerer Lagerung kommt den obigen Fetten eine gewisse Bedeutung zu. Eine unserer

Lizenznehmerinnen, die Firma Ölwerke Fuchs in Mannheim, der wir das obige Rezept mitteilten, konnte damit gute Fabrikationserfahrungen machen.

II. Herstellung von Einheitsfett ohne Einsatz von Vorlauf- fettsäure.

Das Prinzip der Herstellung von Einheitsabschmierfett nach dem Rheinpreußen-Verfahren beruht auf der gemischtbasischen Verseifung von Mischungen bestehend aus Nach- und Vorlauf-fettsäuren mit Atznatron/Kalk. Arbeitet man ohne Einsatz von Vorlauffettsäure, so werden Fette erhalten, die in hohem Maße zum Gelieren neigen, eine unzureichende Wasserbeständigkeit aufweisen, in hohem Maße bei der Lagerung zum Ausbluten von Öl neigen und Tropfpunkte von höchstens 130° besitzen. Ein Zusatz von Essigsäure verringert zwar das Ausbluten von Öl, steigert den Tropfpunkt und mildert die Neigung zum Gelieren, ohne jedoch diesen Fehler ganz zu beheben. Weiterhin läßt aber ein Essigsäurezusatz keine Verbesserung der Wasserbeständigkeit erkennen, er bewirkt ferner eine ungünstige Konsistenzverminderung.

Die Herstellung von Einheitsabschmierfett ohne Einsatz von Vorlauffettsäure gelang erst durch die Verwendung von Kombinationen folgender Seifenbildner: Nachlaufsäure, Montanwachs, Essigsäure, gegebenenfalls unter Mitverwendung von sogenannter synthetischer Stearinsäure.

Es wurde im einzelnen gefunden:

Die Firma Losima Hannover stellte uns ein Muster sogenannter synthetischer Stearinsäure zur Verfügung und bat uns, die

Verwendungsmöglichkeit dieses Seifenbildners für die Zwecke der Einheitsfettherstellung zu untersuchen. Das Äquivalentgewicht der Stearinsäure fanden wir zu 272.

In Kombination mit Nachlauffettsäure brachte die Mitverwendung von Stearinsäure einen sehr starken Konsistenzrückgang, dafür besserte sich die Wasserbeständigkeit, und die Neigung zum Gellieren ging zurück. Der Tropfpunkt erfuhr eine unwesentliche und experimentell nicht ganz gesicherte Steigerung. Als günstigstes Verhältnis von Nachlaufsäure zu Stearinsäure wurde das Verhältnis 5 : 3 gefunden. Ein Fett entsprechender Zusammensetzung (U 669) hatte folgende Eigenschaften:

Zusammensetzung:

5,0 % Nachlaufsäure
3,0 % Stearinsäure
0,88 % NaOH
0,347 % CaO
90,8 % Maschinenöl 4,5°E/50

Eigenschaften:

Konsistenz: gut
Lagerbeständigkeit: geringes Ölausbluten, sehr geringes Gellieren
Wasserbeständigkeit: leichte Trübung
Tropfpunkt: 141°.

Unter Hinzunahme von Essigsäure ergab sich (U 673):

Zusammensetzung:

5,0 % Nachlaufsäure
3,0 % Stearinsäure
0,5 % Essigsäure

1,15 % NaOH
0,49 % CaO
89,9 % Maschinenöl 4,5°E

Eigenschaften:

Konsistenz: sehr weich

Lagerbeständigkeit: Ölausbluten sehr gering, geliert nicht

Wasserbeständigkeit: leichte Trübung

Tropfpunkt: über 160°.

Gegenüber Ansatz 669 ist vor allen Dingen der Tropfpunkt gestiegen, ferner hat sich die Lagerbeständigkeit gebessert. Dafür ist die Konsistenz zu weich geworden. Um den Konsistenzabfall zu kompensieren, wurde ein geringer Zusatz von Rohmontanwachs hinzugenommen (U 675 I):

Zusammensetzung:

5,0 % Nachlaufsäure
3,0 % Stearinsäure
0,5 % Essigsäure
3,0 % Montanwachs
1,31 % NaOH
0,51 % CaO
86,7 % Maschinenöl 4,5°E

Eigenschaften:

Konsistenz: gut, ziemlich fest

Lagerbeständigkeit: kein Ölausbluten, geliert kaum

Wasserbeständigkeit: unlöslich

Tropfpunkt: über 160°.

Dieser Ansatz vereinigt somit alle für Einheitsfett geforderten Eigenschaften, lediglich die Konsistenz erscheint etwas

zu fest. Eine Umstellung des obigen Ansatzes von Maschinenöl auf ein während Durchführung dieser Arbeiten eingetroffenes Spindelöl machte keine Schwierigkeiten (U 681). Es wurde lediglich eine wieder schwach hervortretende Neigung zum Gelieren beobachtet, was mit sonstigen Erfahrungen in Einklang steht. Schließlich wurde noch die Gesamtseifenmenge und besonders die eingesetzte Menge an Montanwachs gesenkt. Dadurch ergab sich ein Ansatz, der allen Anforderungen genügen dürfte (U 684 und 690):

Zusammensetzung:

3,64 % Nachlaufsäure

2,18 % Stearinsäure

0,36 % Essigsäure

1,10 % Montanwachs

0,89 % NaOH

0,35 % CaO

91,5 % Spindelöldestillat 2,3°_E/50

Eigenschaften:

Konsistenz: sehr gut, $K_{50} = 0,4$ kg

Lagerbeständigkeit: geliert kaum, ganz geringes (normales)

Blausbluten

Wasserbeständigkeit: unlöslich

Tropfpunkt: ca. 160°

Die Arbeiten unter Mitverwendung von synthetischer Stearinsäure wurden damit als abgeschlossen angesehen.

Weiterhin wurden einige Versuchsreihen zur Herstellung von Einheitsfett aus den Seifenbildnern Nachlaufsäure, Essigsäure und Montanwachs durchgeführt. Nach den sehr eingehenden Er-

fahrungen der obigen Versuchsreihen gelang es verhältnismäßig schnell, einen geeigneten Ansatz zu finden (U 696):

Zusammensetzung:

7,0 % Nachlaufsäure
3,0 % Montanwachs
0,75 % Essigsäure
1,30 % NaOH
0,51 % CaO
87,5 % Öl

Eigenschaften:

Konsistenz: sehr gut, $K_{50} = 0,400-0,450$ kg, $K_{10} = 1,45-1,5$ kg

Lagerbeständigkeit: geliert kaum, geringes (normales) Öl-
ausbluten

Wasserbeständigkeit: unlöslich

Tropfpunkt: über 160° .

Beim Arbeiten nach vorstehendem Rezept wurde noch folgende besondere Erfahrung gemacht, die wahrscheinlich auf alle Montanwachs und Essigsäure enthaltenden Fette zutrifft. Durch hohes Ausheizen bis etwa $180-200^{\circ}$ kann eine sehr auffallende Konsistenzsteigerung des wieder erkalteten Fettes beobachtet werden. Umgekehrt gelingt es durch diese Maßnahme, Fette mit geringem Seifengehalt von normaler Konsistenz herzustellen. Der Seifengehalt kann gegenüber der Vorschrift 696 auf ca. die Hälfte gesenkt werden. Technisch kommt eine derartige Arbeitsweise leider nicht in Betracht, da die so hergestellten Fette sehr stark zum Ölausbluten neigen und auch leicht gelieren. Es ist daher bei der Herstellung nach U 696 zweckmäßig, darauf zu achten, daß die Temperatur des Sudes

etwa 130° nicht übersteigt. Sonst ist arbeitstechnisch kein besonderer Hinweis erforderlich, es wird wie üblich $1/3$ des Öles mit der erforderlichen Montanwachsmenge bis zum Schmelzen der letzteren erwärmt, hierauf erfolgt die Zugabe der Nachlaufsäure. Sobald alles verflüssigt ist, noch unterhalb 100° , wird der Kalk als Kalkmilch eingetragen; nach erfolgter Bindung der Masse wird die Natronlauge hinzugefügt und zum Sieden gebracht. Die Zugabe des Restöls soll zeitig erfolgen, bevor das Wasser zu weitgehend verdampft ist, so daß die ganze Masse nochmals zu schäumen beginnt. Nachdem der Sud erneut ausgeschäumt hat und etwa eine Temperatur von 130° erreicht hat, kann abgelassen werden.

Z u s a m m e n f a s s u n g

Die Herstellung kalkverseifter Fette ohne Einsatz von Vorlauf-
fettsäure gelingt durch Verseifung von Nachlauffettsäuren
unter geringem Zusatz von Essigsäure. Es werden Fette erhalten,
die sich durch ihren hohen über 100° gelegenen Tropfpunkt und
durch eine ausgezeichnete Lagerbeständigkeit besonders aus-
zeichnen.

Die Herstellung von Einheitsabschmierfett ohne Einsatz von
Vorlaufsäure gelingt ebenfalls. Es werden Gemische von Nach-
laufsäure, Essigsäure und Montanwachs, gegebenenfalls unter
Mitverwendung von synthetischer Stearinsäure gemischtbasisch
mit Atznatron/Kalk verseift. Die so hergestellten Fette er-
füllen die Lieferbedingungen TL 6014 des Heereswaffenamtes.