

KonsistenzfetteHerstellung natronverseifter Fette aus synthetischen Ausgangsmaterialien.

Während kalkverseifte Fette einen Tropfpunkt von etwa 80 - 100° besitzen und ihr Anwendungsgebiet sich dementsprechend auf Schmierstellen erstreckt, deren Temperaturen unterhalb 80 - 100° liegen, besitzen natronverseifte Fette einen Tropfpunkt oberhalb 100° und werden vornehmlich für heißlaufende Lager benutzt. Für Wälzlagerfette ist beispielsweise nach DIN 6562 ein Tropfpunkt nicht unter 120° vorgeschrieben. Die handelsüblichen Wälzlagerfette besitzen in der Regel einen Tropfpunkt von 140°. Für Spezialzwecke werden natronverseifte Fette mit noch höherem Tropfpunkt hergestellt, beispielsweise Heißlagerfette für Automoblverteiler bzw. Lichtmaschinen mit einem Tropfpunkt von 160°.

Nachdem uns die Herstellung kalkverseifter Fette aus synthetischen Ausgangsmaterialien unter Verwendung der Vor- und Nachlaufsäuren aus der Paraffinoxydation, sowie unter Heranziehung von rohem Montanwachs gelungen war, beschäftigten wir uns auch mit der Herstellung natronverseifter Fette, bei denen die verwendungsüblichen natürlichen Fette bzw. Fettsäuren durch die obigen Paraffinoxydationsprodukte ersetzt werden sollten. Der nachstehende Bericht gibt eine Zusammenfassung der zurzeit dabei erzielten Ergebnisse.

I. Wälzlagerfette mittels Nachlaufsäuren, Tropfpunkt 120-130°.

Die ersten erfolgreichen Ansätze hatten folgende Zusammensetzung:

23 % Nachlaufsäure
3 % Natriumhydroxyd
<u>74 % Öl</u>
100

Arbeitsweise.

Die Fettsäure und etwa 1/3 der Ölmenge werden bis zum Schmelzen der Fettsäure erwärmt, hierauf wird das Natriumhydroxyd in Form einer 40 - 50 %igen Lösung zugegeben und die Temperatur des Heizbades langsam auf ca. 160° gesteigert, wobei unter starkem Schäumen die Hauptmenge des in der Reaktionsmischung enthaltenen Wassers verdampft. Hierauf wird das zweckmäßig bereits vorgewärmte Restöl hinzugefügt, worauf die ganze Masse nach erneutem Aufschäumen eine zähflüssige, fadenziehende Beschaffenheit annimmt. Je nach Größe des Ansatzes ist noch eine etwa 1/2 - 1 stündige Durcharbeitung der Masse bei 160°C erforderlich, worauf kaltgerührt werden kann.

Alkaliüberschuß.

Die handelsüblichen Wälzlagerfette besitzen einen geringen Alkaliüberschuß, der so groß ist, daß eine Benzol-Alkohol-Lösung gegen Phenolphthalein gerade noch schwach alkalisch reagiert. Da bei den natronverseiften Fetten der Seifenkörper die äußere, d.h. offene Emulsionsphase bildet und die synthetischen Fettsäuren, insbesondere die Vorlauf-

säuren (vergl. die späteren Ansätze) bereits auf Eisen korrodierend wirken, halten wir es für unbedingt notwendig, daß bei der Herstellung derartiger Fette mit einem geringen Alkaliüberschuß gearbeitet wird. In der Regel arbeiteten wir mit einem Alkaliüberschuß von 10% bezogen auf das Gesamtalkali, wobei das Basenäquivalent der Fettsäuren aus der Versäifungszahl ermittelt wurde. Unsere bisher durchgeführten Versuche zeigen, daß eine Änderung des Alkaliüberschusses von 0 - 10 % keinen augenfälligen Einfluß auf die Konsistenz des fertigen Fettes hat. Die später erwähnten Ansätze U 200 II - IV wurden beispielsweise einmal mit einem Alkaliüberschuß von 10 %, ein andermal ohne Alkaliüberschuß gearbeitet, ohne daß sich wesentliche Unterschiede ergaben. Erst ein Alkaliüberschuß von 20 % (U 199 III) ^{macht} sich deutlich bemerkbar, das Fett wird zäh-elastisch. Außerdem treten bei einem so großen Alkaliüberschuß leicht Herstellungsschwierigkeiten auf. Es findet sehr leicht eine vollständige Verdampfung des Wassers statt, so daß während des Siedens eine Trennung in öl- und vermutlich wasserfreies Natriumsalz eintritt.

Für die zweckmäßig zu verwendende Ölqualität lassen sich kaum nähere Angaben machen. Sehr gute Resultate (U 184) wurden mit einem Maschinenölraffinat von 3,5°E/50 erhalten, das in unserem Betrieb unter der internen Bezeichnung MA 35 vom Lager verabfolgt wird. Die Verwendung eines Spindelöl-Destillats von 1,4 °E/50° machte auch keine Schwierigkeiten (U 183/II), es wurden lediglich etwas transparentere Fette erhalten. Von besonderem Interesse ist es, daß sich auch Kogasin anstelle von Öl verarbeiten läßt

(U 182). Die Tropfpunkte der verschiedenen Fette gleicher Zusammensetzung aber unter Verwendung verschiedener Öle hergestellt, liegen dicht beieinander. Die drei Fette in der nachstehenden Zusammenstellung besitzen alle die obengenannte Zusammensetzung, es wurden folgende Tropfpunkte gemessen:

U 184; Öl: Maschinenöl 3,5°E/50	Trpkt: 125-130°
U 183; Öl: Spindelöl 1,4°E/50	" 120°
U 182; Öl: Kogasin	" 114°

Die Fließpunkte liegen durchweg tiefer, etwa bei 90°C

Alterung.

Während sich die Konsistenz kalkverseifter Fette nach der Herstellung praktisch nicht mehr ändert, ist das bei den natronverseiften Fetten nicht der Fall. Unmittelbar nach der Herstellung sind die Fette vielmehr sehr weich, zähelastisch und fadenziehend. Erst nach einer Lagerung von 1 - 6 Tagen findet eine Verfestigung statt, wodurch die Fette ihre endgültige kurzfasorige Salbenkonsistenz erhalten. Es konnte hierbei beobachtet werden, daß die mit Kogasin bzw. Maschinenöl 3,5E/50 hergestellten Fette wesentlich schneller altern und ihre endgültige Konsistenz annehmen, als das bei den mit Spindelöl 1,4°E/50 hergestellten Fetten der Fall ist. Die Beurteilung eines Versuchsansatzes kann daher erst nach mehreren Tagen mit genügender Sicherheit erfolgen. Änderungen des Tropfpunktes durch Lagerung konnte praktisch nicht beobachtet werden.

Konsistenz und Aussehen.

Die Konsistenz ist, wie zu erwarten, sowohl vom Seifengehalt als auch von der Viskosität des angewandten Öles abhängig. Die obige Zusammensetzung führt bei Verwendung niedrig viskoser Öle (1,4°E/50 bzw. Kogasin) zu Fetten normaler Konsistenz. Bei Verwendung von Maschinenöl 3,5°E 350° werden bereits sehr feste Fette erhalten, so daß sich in diesem Falle eine Senkung des Seifengehaltes empfehlen dürfte. Beispielsweise fanden wir folgende Zusammensetzung als geeignet:

U 191	Nachlaufsäure	13,2 %
	Natriumhydroxyd	1,7 %
	Öl MA 35	<u>85,1 %</u>
		100

Tropfpunkt 120 °C

Im Aussehen unterscheiden sich die obigen Fette durch ihre größere Transparenz und Homogenität von handelsüblichen Wälzlagerfetten. Letztere Fette zeigen im dünnen Ausstrich eine deutliche Griesstruktur. Unsere Fette sind hingegen im Ausstrich nahezu homogen und offenbar daher bedeutend transparenter.

II. Heißlagerfette mittels Nachlauf und Vorlaufsäuren

Tropfpunkt bis 180 °C

Ersetzt man die Nachlaufsäure teilweise durch Vorlaufsäure, d.h. senkt man auf diese Weise das mittlere Molekulargewicht der angewandten Fettsäuren, so erhält man höher-tropfende Fette. Unter Verwendung des Maschinenöls MA 35

wurden dabei im einzelnen folgende Ergebnisse Erzielt.

U 200 I

13,7 % Nachlaufsäure
3,4 % Vorlaufsäure
3,0 % Natriumhydroxyd
80,0 % Öl

100,1

Verhältnis: Vorlaufsäure/Nachlaufsäure 20:80

Aschegehalt: 2,33 %

Tropfpunkt : 148°

Das Fett ist nach der Herstellung auffallend zähelastisch und fadenziehend. Nach kurzer Lagerung wird es aber kurzfasrig und nimmt ganz normale Eigenschaften an. Die Konsistenz wird durch den Zusatz an Vorlaufsäure etwas weicher.

U 200 II

9,1 % Nachlaufsäure
6,1 % Vorlaufsäure
3,0 % Natriumhydroxyd
81,8 % Öl

100

Verhältnis: Vorlaufsäure/Nachlaufsäure = 40:60

Tropfpunkt: 180°

Das Fett ist auch nach Lagerung nicht kurzfasrig, sondern deutlich zügig.

U 200 III

5,1 % Nachlaufsäure
7,6 % Vorlaufsäure
3,0 % Natriumhydroxyd
84,3 % Öl

100

Verhältnis Vorlaufsäure/Nachlaufsäure = 60:40, Tropfpunkt 186°. Das Fett ist sehr zülig und erinnert in seiner Konsistenz an Vaseline.

Fette mit einem noch größeren Gehalt an Vorlaufsäure (U 200 IV), Vorlaufsäure/Nachlaufsäure = 80:20, sind bereits derart fadenziehend, daß sie nur zu Sonderzwecken Anwendung finden könnten.

Die Herstellung eines Fettes unter ausschließlicher Verwendung von Vorlaufsäuren ist nicht möglich, die gebildete Natronseife ist anscheinend im Öl derart unlöslich, daß keine Bindung zwischen Öl und Seifenkomponente stattfindet (U212). Das günstigste Verhältnis Vorlauf-:Nachlaufsäure scheint demnach bei 40/60 (U 200 II) zu liegen. Es ist hierbei bemerkenswert, daß ein so hergestelltes Fett mit einem Tropfpunkt von 180° bei normaler, weicher Konsistenz den Tropfpunkt handelsüblicher Heißlagerfette um 10 bis 20° übertrifft.

Ferner ergibt sich das eigenartige Zusammentreffen, daß die unter Mitverwendung von Vorlaufsäuren hergestellten Fette zwar in der Herstellung billiger sind, durch ihren höheren Tropfpunkt über einen höheren Handelswert besitzen.

III. Heißlagerfette unter Mitverwendung von rohem Montanwachs.

Zwecks Erweiterung der Rohstoffbasis zogen wir versuchsweise auch rohes Montanwachs zur Herstellung natronverseifter Fette heran. Die diesbezüglichen Versuche ergaben im Allgemeinen, daß bei den mittels Nachlauf- und Vorlaufsäuren hergestellten Fetten die Nachlaufsäure teilweise und auch ganz durch rohes Montanwachs ersetzt werden

kann. Im einzelnen zeigten die Versuche folgendes:
 Im Versuch U 205 I wurden 10 %, im Versuch U 205 II wurden 50 % der Nachlaufsäuren des Ansatzes U 200 II durch die äquivalente Menge rohen Montanwachs ersetzt. Nachstehend die prozentuale Zusammensetzung.

	U 205 I	U 205 II
Nachlaufsäure	8,1 %	3,7 %
Montanwachs	1,5 %	6,3 %
Vorlaufsäure	6,0 %	5,0 %
Natriumhydroxyd	3,0 %	2,5 %
Öl	81,4 %	82,5 %
	100	100
Trpkt:	174 °C	Erpkt. 170 °C

Gegenüber Ansatz 200 II ist zunächst eine Senkung des Tropfpunktes um ca. 10° festzustellen. In der Konsistenz gleichen beide Fette weitgehend einem natürlichen Wälz- oder Heißlagerfett. Die durch Zugabe von Vorlaufsäure beobachtete Zähelastizität wird durch den Montanwachs-zusatz wieder aufgehoben, so daß die Fette nicht zülig sondern kurzfasrig werden. Im Aufstrich zeigen die obigen Fette - ebenfalls wie natürliche Wälzlagerfette - die charakteristische Griesstruktur. Die Transparenz geht dadurch stark zurück.

Schließlich wurde im Versuch U 205 IV die gesamte Nachlaufsäure durch Montanwachs ersetzt. Verwendet man hierbei die äquivalente Menge, so erhält man ein hartes, bröckeliges Fett von ungeeigneter Konsistenz. Die Montanwachsmenge wurde daher nicht unwesentlich verringert. Der

2881

Ansatz U 205 IV hat folgende Zusammensetzung:

Montanwachs	10,0 %
Vorlaufsäure	6,1 %
Natriumhydroxyd	3,0 %
Öl	<u>80,9 %</u>
	100

Tropfpunkt 176 °C

Erhalten wurde ein sehr feste, kurzfaseriges, fast homogenes aber nicht transparentes Fett. Der hohe Tropfpunkt wird und die äußere Beschaffenheit des Fettes lassen den obigen Ansatz als sehr aussichtsreich erscheinen.

IV. Schmierfähigkeitsprüfungen an der Almenmaschine.

Wie schon bei der Entwicklung kalkverseifter Fette, verfolgten wir auch bei den natronverseiften Fetten die Schmier-eigenschaften der in Konsistenz und Tropfpunkt brauchbaren Fette. Wie die nachstehenden Messungen zeigen, haben wir auch in diesem Falle das Ziel erreicht, einen vollwertigen Austauschstoff - nicht einen vorübergehenden Ersatz - entwickelt zu haben.

	Kritischer Lager- druck in kg/cm ²	Mittelwert	Reibung bei 300 kg/cm ²
1) Wälzlagerfett 8240 Aschegehalt: 1,34 % Tropfpunkt 140°C	600 720 540	620	4,7
2) Heißlagerfett Aseol Aschegehalt: 3,3 % Tropfpunkt: 166°C	900 960 1080	980	3,9

	Kritischer Lager- druck in kg/cm ²	Mittelwert	Reibung bei 300 kg/cm ²
3) U 184	840		
Aschegehalt: 2,7 %	960	960	4,1
Tropfpunkt: 125°C	1080		
4) U 200/II	1140		
Aschegehalt: 2,7 %	1020	1060	3,9
Tropfpunkt: 180°C	1020		
5) U 205/I	1140		
Aschegehalt: 2,7 %	1260	1200	4,2
Tropfpunkt: 174°C	1200		
6) U 205/IV	840		
Aschegehalt: 2,7 %	780	880	4,8
Tropfpunkt: 176 °C	1020		

Die Tabelle gibt in der ersten Spalte den kritischen Lagerdruck in kg/cm² bei dem ein Verfressen des Lagers stattfindet. Die gemessenen Einzelwerte zeigen die übliche Streuung, in der folgenden Spalte sind die sich ergebenden Mittelwerte für den kritischen Lagerdruck eingetragen. Die letzte Spalte gibt den mittleren Reibungswert bei einer Lagerbelastung von 300 kg/cm².

An erster Stelle stehen die Meßergebnisse eines handelsüblichen Wälzlagerfettes mit geringem Aschegehalt. Der kritische Lagerdruck ist gering, die Reibung bei 300 kg verhältnismäßig groß. Es folgt ein weiteres handelsübliches natronverseiftes Fett, ein Heißlagerfett mit hohem Aschegehalt und hohem Tropfpunkt. Wie ersichtlich, liegen die Schmierfähigkeitswerte dieses Fettes vollständig innerhalb der für unsere Fette ermittelten Werte, wobei noch

zu bemerken ist, daß der Aschegehalt dieses handelsüblichen Fettes größer ist als bei unserem Erzeugnissen.

Von unseren synthetischen Fetten haben wir einzelne charakteristische Typen zur Messung an der Almenmaschine herangezogen. Aus den erhaltenen Meßergebnissen lassen sich folgende interessante Folgerungen ziehen. Bei gleichem Aschegehalt und allerdings nur annähernd gleicher Konsistenz besitzt ein Fett, dessen Seifenkörper nur aus Nachlaufsäure hergestellt wird (U 184), den tiefsten Tropfpunkt und eine verhältnismäßig geringe Druckbeständigkeit, die aber immer noch größer ist als bei dem zum Vergleich herangezogenen Wälzlagerfett. Das Einführen von niedrigmolekularen Vorlaufsauren (U200 II) bringt eine sehr bemerkenswerte Steigerung des Tropfpunktes, eine Erhöhung des kritischen Lagerdrucks sowie eine erhöhte Schmierfähigkeit, die sich durch den kleinen Reibungswert ausdrückt. Das Fett U 200 II, dessen prozentuale Zusammensetzung oben angeführt wurde, übertrifft das handelsübliche Heißlagerfett Marke "Aseol" sowohl in der Höhe des Tropfpunktes als auch in der Höhe des kritischen Lagerdruckes. Die Schmierfähigkeit ist gleich. Das Fett U 205 I wurde aus dem Fett 200 II durch Ersatz von ca. 10 % der Nachlaufsäure durch Montanwachs entwickelt. Der Montanwachs Zusatz bewirkt eine weitere Steigerung der Druckbeständigkeit; Tropfpunkt und Schmierfähigkeit gehen ein wenig zurück. Der vollständige Ersatz der Nachlaufsäure durch Montanwachs (U 205 IV) bringt einen deutlichen Rückgang der Druckbeständigkeit und Schmierfähigkeit. Trotzdem ist auch dieses Fett dem handelsüblichen Wälzlagerfett in

Tropfpunkt und Druckbeständigkeit noch immer erheblich überlegen.

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

Der vorstehende Bericht enthält die Ergebnisse unserer Versuche über die Herstellung natronverseifter Schmierfette auf synthetischer Seifenbasis. Zur Bildung des Seifenkörpers dienten: Nachlauf- und Vorlaufsauren aus der Paraffinoxydation und Montanwachs. Diese Stoffe wurden einzeln und in Kombination zur Herstellung natronverseifter Fette herangezogen. Als besonders geeignet fanden wir:

- 1) die Verwendung von Nachlaufsaure allein,
- 2) die Verwendung eines Gemisches von Nachlauf- und Vorlaufsaure, wobei Mischungen mit 20;40 u. 60 % Vorlaufsaure bezogen auf die Gesamtfettsauremenge, von besonderem Interesse sind.
- 3) Die Verwendung eines Gemisches von Nachlauf- und Vorlaufsaure unter Mitverwendung von Montanwachs.
- 4) Die Verwendung von Vorlaufsaure und Montanwachs ohne Nachlaufsaure.

Es konnten mit den vorstehenden Kombinationen Schmierfette hergestellt werden, die hochwertigen Markenerzeugnissen in Tropfpunkt, Druckbeständigkeit und Schmierfähigkeit z.T. überlegen sind.

Treibstoffwerk „Rheinpreußen“
Abt. Versuchsanlage

