

Konsistente Fette aus synthetischen Fettsäuren.

I. Eigenschaften, Zusammensetzung und Herstellung handelsüblicher, konsistenter Fette.

Konsistente Fette bestehen aus wasserhaltigen Kali-, Natron-, Kalzium-, Magnesium- oder Tonerdeseifen und Mineralölen. Es handelt sich entweder um kolloidale Lösungen bzw. Emulsionen der wasserhaltigen Seifen im Öl (z.B. bei den kalkverseiften Fetten) bzw. umgekehrt um kolloidale Lösungen bzw. Emulsionen der Öle in wässrigen Seifen (z.B. natronverseifte Fette). Als gemeinsame Eigenschaft besitzen die konsistenten Fette eine bei Zimmertemperatur salbenartige Konsistenz, die beim Erwärmen innerhalb eines großen Temperaturintervalls erhalten bleibt, sie finden Verwendung:

1. überall da, wo Schmieröl abtropfen oder abgeschleudert werden würde, z.B. Kugellager,
2. für Schmierstellen, die bei höheren Betriebstemperaturen arbeiten, z.B. Wälzlager, besonders von Elektromotoren,
3. für Schmierstellen mit hoher Druckbeanspruchung, z.B. Kurbellager u.ä.m.

Unter Berücksichtigung des Verwendungszweckes werden an konsistente Fette folgende Forderungen gestellt:

1. Die Fette müssen eine hohe Schmierfähigkeit, insbesondere Druckbeständigkeit aufweisen. Diese Eigenschaft kann mittels einer der bekannten Ölprüfmaschinen, z.B. der Almen-Wielandmaschine, geprüft werden. Leider haben sich derartige Messungen anscheinend noch wenig eingebürgert, so daß man

hierüber in der Literatur nur spärliche Angaben findet. Häufig wird die Ansicht vertreten, daß die Schmierfähigkeit eines konsistenten Fettes lediglich durch das verwendete Öl verursacht wird. Wir können uns dieser Ansicht nicht anschließen, beispielsweise beobachteten wir an einem Staufferfett, das aus einem Öl mit nur geringem Schmierwert hergestellt war, fast dieselbe Druckbeständigkeit bei der Prüfung an der Alhan-Wielandmaschine wie an einem Staufferfett gleicher Zusammensetzung, das unter Verwendung eines hochwertigen Schmieröles hergestellt worden war. Der Schmierwert eines konsistenten Fettes wird also auch ganz entscheidend durch den Seifenzusatz bedingt.

2. Die Konsistenz der Fette soll starr und formbeständig sein, d. h. die Fette dürfen nicht fließen. Dabei soll aber die innere Reibung möglichst gering sein, damit im Betrieb keine unnötigen Kraftverluste auftreten. Zur Messung der Konsistenz dient das Penetrometer nach Richardson. Leider finden sich auch über derartige Messungen in der Literatur nur spärliche Angaben. Je größer der Seifengehalt und die Viskosität des verwendeten Öles ist, um so festere Fette werden erhalten, um so höher ist aber auch die innere Reibung. Da die Zähigkeit weiterhin auch noch von Wassergehalt und dem Siedeverfahren bei der Herstellung abhängig ist, so ist das Erzielen einer bestimmten und geeigneten Konsistenz zum großen Teil Sache der Praxis.
3. Die konsistenten Fette müssen ihre salbonartige Beschaffen-

heit auch beim Erwärmen innerhalb eines großen Temperaturintervalls beibehalten. Diese wichtige Eigenschaft wird durch Bestimmung des Tropfpunktes gemessen. Es ist daher üblich, die Fette u.a. durch ihren Tropfpunkt zu kennzeichnen. Der Tropfpunkt steigt ebenfalls mit zunehmendem Seifengehalt, übersteigt aber bei kalkverseiften Fetten kaum 100° (weil Wasser in Öl-Emulsion), während sich wasserarme natronverseifte Fette mit einem Tropfpunkt bis 260° herstellen lassen.

4. Der Aschegehalt darf eine handelsübliche Norm (siehe weiter unten) nicht überschreiten. Es ist naheliegend, die konsistenten Fette mit Füllmitteln zu versetzen. Beispielsweise enthalten die meisten sogenannten Staufferfette Zusätze von 1 - 2 % Zinkoxyd, um ihnen im Verein mit wenig Anilinfarbe das handelsübliche, von der Kundschaft gewünschte Aussehen zu verleihen. Schmiertechnisch ist ein solcher Zusatz völlig belanglos. Ferner werden auch Beschwerungsmittel wie Kalk, Gips, Talkum u.a.m. zur Ausbeutervergrößerung verwendet. Um hierin Ausschreitungen vorzubeugen, schreibt der Handel für den Aschegehalt Normen vor.

5. Ähnlich dem Aschegehalt wird auch für den Wassergehalt eine Norm vorgeschrieben. Zu hohe Wassergehalte sind schmiertechnisch unerwünscht und könnten gegebenenfalls korrodierend wirken.

Nachstehend geben wir eine Übersicht über die wichtigsten Typen konsistenter Fette, ihre handelsübliche Zusammensetzung sowie die zugehörigen Forderungen. Es muß aber

gleich an dieser Stelle betont werden, daß allgemeine und verbindliche Normen leider nicht bestehen, so daß in der Literatur erhebliche Abweichungen hinsichtlich der geforderten Bedingungen bestehen.

1. Kugellagerfett

1,5 %	Kalkhydrat 65 %ig (0,99 % CaO)
1 %	Zinkoxyd
88 %	Mineralöl <u>2 - 3 °E/20</u>
8 %	Fett (Rüböl oder Waltran)
1,5 %	Wasser
0,02 %	Farbe

Forderungen:

Tropfpunkt	= 60 - 70°
Aschegehalt unter	3 %
Wassergehalt	= 2 - 3 %

Kugellagerfette sollen vor allen Dingen eine geringe innere Reibung besitzen, also relativ weich sein. Dies wird durch Verwendung eines Öles geringer Viskosität und durch einen geringen Seifengehalt erreicht. Dafür verzichtet man auf einen hohen Tropfpunkt.

2. Maschinenfett (Staufferfett)

2 - 2,5 %	Kalkhydrat (1,3 - 1,7 % CaO)
2 %	Zinkoxyd
82 %	Mineralöl <u>4 - 5 °E/20</u>

- 12 % Fett (Talg, Knochenfett, Waltran, Lardoil, Rüböl u.a.m.)
- 2-3 % Wasser
- 0,03 % Farbe

Forderungen:

Tropfpunkt 70 - 90°
Aschegehalt unter 4 %
Wassergehalt " 4 %

Maschinenfette werden universell angewandt, sie stehen in ihren Eigenschaften zwischen den Kugellager- und Kurbellagerfetten.

3. Kurbellagerfett.

- 2,5 % Kalkhydrat (1,7 % CaO)
- 2,5 % Zinkoxyd
- 79 - 80 % Mineralöl 3 - 5 °E/50
- 14 - 15 % Fett (Knochenfett, Talg, Tran, Lardoil, einzeln oder gemischt)
- 1 % Wasser
- 0,03 % Farbe

Forderungen:

Tropfpunkt = 90-110°
Aschegehalt unter 5 %
Wassergehalt 1 - 3 %

Kurbellagerfette sollen eine höhere Druckbeständigkeit

aufweisen, und können in der Konsistenz fester sein. Erreicht wird dieses durch einen höheren Seifengehalt, sowie durch Verwendung eines höher viskosen Öles. Dadurch wird auch der geforderte höhere Tropfpunkt erreicht.

4. Druckschmierfette (Pressure lubricants).

- 2,5 - 3,5 % Kalkhydrat (1,7 - 2,3 % CaO)
- 72,5 - 81 % Mineralöl 6 - 10 °E/50
- 15 - 21 % Fett (Talg, Lardoöl, Stearin, Olein, Pferdefett)
- 1 - 2 % Wasser
- 0,- 0,03 % Farbe

Forderungen: wie bei Kurbellagerfetten.

Der wesentliche Unterschied gegenüber Kurbellagerfetten besteht in der Verwendung eines noch höher viskosen Öles. Durch Fortfall des Zinnox^kyds erhalten diese Fette transparentes Aussehen, häufig werden sie karminrot gefärbt.

5. Heißlagerfette.

- 2,7 - 4,2 % Ätznatron
- 77,3 - 65,8% Öl 3,5 - 8 °E/50
- 20 - 30 % Fett (Talg)

Forderungen:

- Tropfpunkt 120 - 250°
- Aschegehalt unter 8 %
- Wassergehalt " 1 %

6. Getriebefett.

- 0,5 - 1,6 % Natrium
- 77 - 88,4 % Mineralöl, Zylinderöl, Destillationsrückstand)
- 2,5 - 10 % Fett (Talg)

Forderungen: wie vor.

Die Herstellung der konsistenten Fette geschieht folgendermaßen: Etwa 1/3 der Ölmenge wird mit den Fetten zusammengeschmolzen, auf etwa 110° erhitzt, hierauf wird die wässrige Kalkmilchsuspension zugegeben, bis zum richtigen Wassergehalt gekocht, das vorgewärmte Restöl zugegeben und bis zum Erkalten gerührt.

II. Herstellung konsistenter Fette mittels synthetischer Fettsäuren.

Die heute im Interesse der Seifenindustrie großtechnisch durchgeführte Paraffinoxydation liefert ein Gemenge an verschiedensten Fettsäuren, die sich in wesentlichen durch ihre Kohlenstoffzahl unterscheiden. Zur Aufarbeitung wird das erhaltene Säuregemisch in drei Anteile zerlegt:

1. In Säuren mit einer Kohlenstoffzahl C₄-C₉ (Vorlaufsäure)
2. " " " " " " C₁₀-C₁₈
3. " " " " " " über C₁₈ (Nachlaufsäure)

Die Vorlauf Fettsäuren C₄-C₉ können noch weiter in eine Fraktion mit der Kohlenstoffzahl C₆-C₉ zerlegt werden. Es hat sich gezeigt, daß lediglich die Säuren C₁₀-C₁₈ zu den Zwecken der Waschmittelindustrie verwertbar sind, während

die in erheblicher Menge anfallenden Vor- und Nachlauf-
fettsäuren hierzu ungeeignet sind.

Die Fettverknüpfung legte es nahe, die bisher zur Herstel-
lung konsistenter Schmiermittel gebrauchten Naturfette durch
synthetische Produkte zu ersetzen. Wir stellten es uns zur
Aufgabe, hierzu die Vor- und Nachlaufsauren der Paraffin-
oxydation verwertbar zu machen, d.h. es sollen dadurch ge-
rade diejenigen Fettsäuren, die für die Seifenherstellung
unbrauchbar sind, auf einem anderen Gebiete wiederum als
Austauschstoffe für Naturfette verwertbar werden. Nach ei-
nigen Versuchen, die in Anlehnung an die Herstellungs-
weise und Zusammensetzung natürlicher, konsistenter Fette
durchgeführt wurden, ergab sich die Möglichkeit, mittels
Nachlaufsauren Produkte herzustellen, die den üblichen
konsistenten Fetten äußerst ähnlich waren.

Beispiel (U 81).

Ansatz:	7,15 g	CaO	2,4 %
	66,3 g	Nachlaufsaure	22,0 %
	228 g	Maschinenöl 3,5°E/50	75,6 %
	<u>301,45 g</u>		

Wassergehalt: 1,2 %, Tropfpunkt: 90°

Arbeitsweise:

Fettsäure und 1/3 des Öls wurden zusammengeschmelzen und
auf ca. 110-120° erhitzt, hierauf wurde das Kalziumoxyd
in Form einer 15 %igen Kalkmilch tropfenweise zugegeben,
nach Ablassen der Hauptwassermenge wurde das vorgewärmte
Restöl hinzugefügt und bis auf den gewünschten Wassergehalt
gekocht.

Es handelt sich, wie erkennbar, bei diesem Beispiel um ein Schmiermittel, das etwa dem oben angeführten Typ eines Kurballegenfettes gleicht, wobei nur die schmiertechnisch unwesentlichen Zusätze von Farbe und Zinkoxyd fortgelassen wurden. Der relativ hohe prozentuale Fettsäuregehalt erklärt sich durch das große Molekulargewicht der Nachlaufsaure, die eine Säurezahl $SZ = 181$ besitzt und deren mittleres Molekulargewicht demnach 309 beträgt. Das Molekulargewicht von Stearinsäure beträgt vergleichsweise 284,3.

Prüfungen an der Almenmaschine ergeben, daß das vorstehende Staufferfett dem handelsüblichen hinsichtlich seiner Druckbeständigkeit sogar wenig überlegen ist.

Versuche zur Herstellung konsistenter Fette mittels Vorlaufsauren schlugen anfangs völlig fehl; auch bei Verwendung des aus den Vorlaufsauren C_4-C_9 herausfraktionierten Anteils C_6-C_9 . Nach Zugabe \leftarrow der Kalkmilch zum Öl-Fettsäuregemisch trat bei diesen Versuchen keine Bindung zwischen der gebildeten Kalkseife und dem Öl ein. Die Seife schied sich vielmehr in Form kleiner Knötchen ab, die sich bald zu Klumpen zusammenballten. Auch die Verwendung eines Gemisches von Vor- und Nachlaufsauren brachte zunächst keinen Erfolg. Die Mitverwendung von Vorlaufsauren wurde erst durch ein abgeändertes Siedeverfahren möglich. Wird zu einer anfänglichen Mischung von Öl und Nachlaufsaure eine überschüssige Kalkmenge hinzugefügt, so lassen sich in das stark alkalisch reagierende Reaktionsgut beträchtliche Mengen Vorlaufsaure hineinarbeiten, ohne daß die oben erwähnte Klumpenbildung eintritt. Offenbar bilden sich zu-

nächst aus der Nachlaufsaure und den überschüssigen Kalziumhydroxyd basische Salze, die sich später mit der zugegebenen Vorlaufsaure zu gemischten Salzen umsetzen bzw. es entsteht ein so inniges Gemisch der Nachlauf- und Vorlaufsauresalze, daß die bisher störende Ausscheidung von in Klumpen zusammengeballter Seife ausbleibt.

In systematischen Versuchen wurde die maximale Menge Vorlaufsaure ermittelt, die sich nach dem beschriebenen Siedeverfahren bei der Herstellung eines konsistenten Fettes neben Nachlaufsauren verwenden läßt (U 84; U 99 - U 116; U 127 - U 133).

Als Resultat ergaben sich folgende Ansätze:

U 127

Verhältnis Vor- zu Nachlaufsaure = 60 : 40.

- 7,3 % Nachlaufsaure
- 10,9 % Vorlaufsaure C₆-C₉ 18,2 %
- 3,5 % Kalziumoxyd
- 1 % Zinkoxyd
- 77,3 % Maschinenöl 3,5 °E/50
- 3,02 % Sudan G II-Farbe

Wassergehalt : 2,4 %
 Asche- = Oxydgehalt : 4,5 %
 Tropfpunkt : 91 °

Dieses Fett ist kaum von einem handelsüblichen Stauffer- oder Kurbellagerfett zu unterscheiden. In einem Parallelansatz (U 128) wurde lediglich das Zinkoxyd fortgelassen. Das erhaltene Schmierfett unterscheidet sich dadurch äußerlich von U 127 durch seine Transparenz und gleicht ebenfalls entsprechenden Handelsprodukten. Das Verhältnis

2850

von Vor- zu Nachlaufsaure konnte noch weiter zu Gunsten der Vorlaufsaure verschoben werden, wie es die beiden folgenden Ansätze zeigen.

U 129

Verhältnis Vor- zu Nachlaufsaure = 70 : 30.

5,8 %	Nachlaufsaure	
13,5 %	Vorlaufsaure C ₆ -C ₉	19,3 %
4 %	Kalziumoxyd	
76,7 %	Maschinenöl	3,5 °E/50
0,02 %	Farbe	

Wassergehalt	ca.	3 %
Oxydgehalt		4 %
Tropfpunkt		90 °

Parallel dazu (U 131) wurde ein Fett hergestellt, das anstelle der Vorlaufsaure C₆-C₉ die noch wohlfeilere Vorlaufsaure C₄-C₇ enthält.

U 131

Verhältnis Vor- zur Nachlaufsaure = 70 : 30.

5,56 %	Nachlaufsaure	
13,0 %	Vorlaufsaure C ₄ -C ₇	
4 %	Kalziumoxyd	
77,4 %	Maschinenöl	3,5 °E/50

Wassergehalt	3,7 %
Oxydgehalt	4,0 %
Tropfpunkt	90 °

Außerlich unterscheiden sich auch diese beiden Fette nicht von U 128. Da die Fette mit zunehmendem Gehalt an Vorlauf-

fettsäure in der Konsistenz zu weich ausfallen, muß der Gesamtgehalt an Seife und dadurch der Asche- oder Oxydgehalt erhöht werden. Es muß berücksichtigt werden, daß das mittlere Molekulargewicht der Fettsäure einer Mischung, wie sie in U 131 enthalten ist, nur noch ca. 155 beträgt gegenüber beispielsweise dem bereits genannten Molekulargewicht der Stearinsäure von 284,3. In notwendigen hohen Seifen- und dadurch auch hohen Aschegehalt kann schmiertechnisch kein Nachteil gesehen werden, da der Aschegehalt nicht durch wertlose oder gar schädliche Füllstoffe verursacht wird.

Abschließend geben wir einige Messungen an der Almen-Wicklandmaschine wieder, die die Schmierfähigkeit und Druckbeständigkeit unserer konsistenten Fette im Vergleich zu Handelsprodukten zeigen. Geprüft wurden die handelsüblichen Fette: Staufferfett 80 110, Maschinenfett FMS 100 und Hochdruckfett 80 970, ferner die mit synthetischen Fettsäuren hergestellten Laboransätze U 127, U 128, U 129 und U 131, bezüglich ihrer Zusammensetzung verweisen wir auf Seite 10 u. 11 dieses Berichtes. Die in der Anlage befindliche Tabelle enthält die Meßergebnisse. Gemessen wurden die im Prüflager auftretenden Reibungswerte bei fortschreitender Lagerbelastung mit 1; 2; 3 . . . x 60 kg Lagerbelastung. Mit jedem Fett wurden 3 Meßreihen aufgenommen und die Mittelwerte berechnet. Das Zeichen ∞ bedeutet, daß ein Fressen des Lagers eintrat, die zugehörige Belastung gibt somit die kritische Lagerbelastung an. Wenn die Reibung den Wert 30 erreicht, muß der Versuch abgebrochen werden,

da die Almen-Maschine das Messen höherer Reibungswerte nicht zuläßt. Die Streuung der einzelnen Reibungswerte einunddesselben Fettes bei gleichem Lagerdruck sowie die Streuung der kritischen Lagerdrucke ("Freßpunkte") zeigt, daß mit der Almen-Wielandmaschine nur durchschnittlich bewertbare Resultate erhalten werden können. Kleine Unterschiede zwischen einzelnen Schmiermitteln sind daher nicht mit Sicherheit feststellbar, größere Unterschiede sind aber, wie dies die in der Anlage befindliche Tabelle zeigt, sehr gut erkennbar.

Aus den Messungen ist zu entnehmen: Die beste Druckbeständigkeit zeigt das nur mittels Nachlaufschüre hergestellte Fett U 81. Die Druckbeständigkeit dieses Fettes ist annähernd der des Hochdruckfettes 80970 gleich. Mit zunehmenden Gehalt an Vorlaufschüre C₆-C₉ bei den Fetten U 127/128 und U 129 verschlechtert sich die Druckbeständigkeit, ist aber immer noch besser bzw. gleich der Druckbeständigkeit der beiden handelsüblichen Stauffer- bzw. Maschinenfette. Der Ansatz U 131 unterscheidet sich von Ansatz U 129 lediglich durch den Ersatz der Vorlaufschüre C₆-C₉ durch die Vorlaufschüre C₄-C₉. Überraschenderweise kann hierdurch ein Anstieg der Druckbeständigkeit festgestellt werden. Die Druckbeständigkeit des Ansatzes U 131 übertrifft deutlich die der beiden ersten Handelsprodukte. U 128 unterscheidet sich von U 127 lediglich durch den Fortfall des Zinkoxyds. Wie ersichtlich, wird dadurch keine Änderung des Schmierwertes verursacht.

Zusammenfassung.

Versuche zur Herstellung konsistenter Fette mittels synth. Fettsäure führten zu Schmiermitteln, die in Konsistenz, Tropfpunkt und Schmelzwert den mittels natürlicher Fette hergestellten handelsüblichen konsistenten Fetten gleichwertig sind. Zur Anwendung kommen die bei der Paraffin-oxydation als Nebenprodukt anfallenden Vor- und Nachlaufsauren, die zur Seifenherstellung nicht verwertbar sind. Die Menge der angewandten Vorlaufsaure C_4-C_9 kann bis zu 70 % der Gesamtfettsäuremenge betragen. Wird nur Nachlaufsaure allein angewandt, so werden konsistente Fette mit hoher Druckbeständigkeit erhalten, die mit handelsüblichen Hochdruckfetten vergleichbar sind.

