



Wirtschaftspatent

ISSN 0433-6461

(11) 209 209

Erteilt gemäß § 5 Absatz 1 des Änderungsgesetzes
zum Patentgesetz

Int. Cl.³ 3(51) C 10 M 5/14
C 10 M 5/20
C 10 M 5/22
C 10 M 5/24

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP C 10 M/ 2430 795

(22) 08.09.82

(44) 25.04.84

- (71) VEB PETROLCHEMISCHES KOMBINAT SCHWEDT; DD;
(72) SCHULZE, HERBERT, DIPL.-CHEM.; WILL, ERICH, DIPL.-CHEM.; LINDNER, REINHARD, DIPL.-ING.;
ROECKERT, ERICH, DIPL.-CHEM.; DD;
MENZEL, ARNOLD, DIPL.-ING.; WENZEL, WOLF; GADIEL, HEINZ; REICHARDT, HANS-ULRICH, DIPL.-CHEM.; DD;
HENTSCHEL, HELMUT, DIPL.-CHEM.; DD;
(73) siehe (72)
(74) DIPL.-ING. PETER BEIER VEB HYDRIERWERK ZEITZ DIREKTION F/E 4900 ZEITZ 2

(54) SCHMIERFETTE MIT HOHER EP-WIRKSAMKEIT UND LANGER LEBENSDAUER

(57) Die Erfindung betrifft Schmierfette mit hoher EP-Wirksamkeit und langer Lebensdauer, die bei geringem Verschleiß und langen Nachschmierfristen eine zuverlässige Lagerschmierung auch unter extremen Einsatzbedingungen ermöglichen. Es wurde gefunden, daß der Zusatz von 0,1 bis 5 Ma.-% eines Umsetzungsproduktes von Schwefelkohlenstoff mit Alkylaminen und Natronlauge sowie anschließender Fällung mit einer wässrigen Zinksalzlösung, 0,1 bis 2 Ma.-% Tris-(alkylphenyl)-phosphat und 0,1 bis 4 Ma.-% eines Fettsäureamides die Lebensdauer und die EP-Wirksamkeit bekannter Natrium/Calcium- und Aluminiumseifenfette oder gemischtverseifter Fette auf Montanwachsbasis sowie Calciumkomplexfette und polyharnstoffeingedickter Fette derart erhöht, daß damit Einsatzgebiete erschlossen werden können, die bisher Fetten vom Lithium-12-hydroxystearattyp vorbehalten waren.

Titel der Erfindung

Schmierfette mit hoher EP-Wirksamkeit und langer Lebensdauer

5

Anwendungsgebiet der Erfindung

10

Die Erfindung betrifft Schmierfette mit hoher EP-Wirksamkeit und langer Lebensdauer, die bei einem geringen Verschleiß und hohen Nachschmierfristen eine zuverlässige Lagerschmierung auch unter extremen Einsatzbedingungen ermöglichen.

15

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

20

Es ist bekannt, eine Reihe von Schmierfetteigenschaften durch Zusätze zu verbessern. Solche Zusätze können Oxidationsinhibitoren, wie Diphenylamin, Phenyl- α -naphthylamin, Phenothiazin, Bleidiamyldithiocarbamat u. a., Hochdruck-Additives, wie Dibenzyldisulfid mit chlorierten Paraffinen, geschwefelte Fettöle oder Terpene, Rostschutzadditive, Korrosionsschutz-Additive, Additive zur Erhöhung der Filmfestigkeit, wie Diisopropyl- oder Dilaurylhydrogenphosphit sein. Beim Zusatz von Additiven zu den Schmierfetten können neben den positiven auch negative Wechselwirkungen im System Additives, Öl und Eindicker auftreten.

25

Es ist auch bekannt, daß durch Erhöhung der Konzentration des Additives bis zu einer gewissen Grenze die Eigenschaf-

ten des Produktes verbessert werden können. Darüber hinausgehende Konzentrationserhöhungen bringen keine Verbesserung der gewünschten Parameter. Es nehmen vielmehr die negativen Auswirkungen auf andere Parameter, wie mechanische Stabilität, Rostverhalten u. a. zu.

Es sind auch hochwirksame Additives-Kombinationen bekannt, die spezielle Eigenschaften, wie das EP-Verhalten verbessern. So wurde z. B. in DE-OS 210 8780 eine Kombination aus geschwefelten und mit Dithiophosphat verestertem Spermöl bzw. Terpen oder geschwefeltes und phosphoriertes Spermöl mit einer schwermetallorganischen Verbindung eines längerkettigen Dialkyldithiocarbamats oder eines mit Alkyl-, Aryl- oder Aralkylgruppen veresterten Dithiophosphats vorgeschlagen, die den Verschleiß herabsetzt, die Haftfestigkeit des Grenzschmierfilmes verbessert, die Oxydationsbeständigkeit erhöht. Derartige Zusätze, insbesondere solche auf Spermölbasis sind aber auf Grund des rückläufigen Aufkommens sehr teuer und nicht immer verfügbar.

Andere bekannte Schmieröladditives mit EP-Eigenschaften, wie Umsetzungsprodukte von aliphatischen Alkoholen der Kettenlänge C_{15} bis C_{22} mit Schwefel- und Phosphorpentasulfid und primären und/oder sekundären Aminen, Zinkdialkyldithiophosphat, Chlorparaffine u. a. besitzen in Schmierfetten eine ungenügende Wirksamkeit bzw. zerstören die Fettstruktur.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, Schmierfette mit hoher EP-Wirksamkeit und langer Lebensdauer zu schaffen, die kostengünstig aus verfügbaren Rohstoffen herstellbar sind und ein weites Anwendungsgebiet besitzen.

Aufgabe der Erfindung

Aufgabe der Erfindung ist es Schmierfette mit hoher EP-Wirksamkeit und langer Lebensdauer zu schaffen, die die Bedingungen des Prüflaufes B nach TGL 31170 mindestens bei 120 °C erfüllen und Timken OK.-Werte von größer 55 lb erreichen. Dazu ist es erforderlich, daß die Schmierfette neben guten rheologischen Eigenschaften gute Grenzschmiereigenschaften und ein hohes Lasttragevermögen, eine gute Oxidations- und Thermostabilität sowie ein gutes Rostschutz- und Korrosionsschutzverhalten besitzen.

Merkmale der Erfindung

Es wurde gefunden, daß der Zusatz einer Kombination, die bezogen auf das Fertigprodukt, 0,1 bis 5 Mas.-%, vorzugsweise 3 bis 5 Ma.-% eines Umsetzungsproduktes von Schwefelkohlenstoff mit Alkylaminen und Natronlauge sowie anschließende Fällung mit einer wässrigen Zinksalzlösung, 0,1 bis 2 Ma.-%, vorzugsweise 0,5 bis 1 Ma.-% Tris-(alkylphenyl)-phosphit, 0,1 bis 4 Ma.-%, vorzugsweise 0,5 bis 3 Ma.-% eines Fettsäureamides, welches durch Umsetzung von Fettsäuren der Kettenlänge C₁₆ bis C₂₂ mit Aminen, vorzugsweise Diethanolamin gewonnen wird, enthält, die Lebensdauer und die EP-Wirksamkeit bekannter Natrium-, Calcium- und Aluminiumseifenfette oder gemischtverseifter Fette auf Montanwachsbasis sowie Calciumkomplexfette und polyharnstoffeingedickter Fette wesentlich erhöht, ohne andere Eigenschaften der Fette negativ zu beeinflussen.

Bei der Umsetzung von Schwefelkohlenstoff mit Alkylaminen werden Mono- oder Diamine, vorzugsweise Ethylamine eingesetzt. Die Tris-(alkylphenyl)-phosphite weisen Alkylketten im Bereich C₅ bis C₁₂, vorzugsweise jedoch Nonylgruppen auf

Die erfindungsgemäße Kombination wird vorzugsweise nach der letzten Kochstufe in die in bekannter Weise hergestellten Schmierfette eingearbeitet. Diese Schmierfette können weitere bekannte Inhibitoren enthalten.

5

Überraschend war es, daß die erfindungsgemäße Kombination für die unterschiedlichsten Schmierstofftypen, bezogen auf das Eindickersystem eine wesentliche Erweiterung des Anwendungsgebietes gestattet. So wird es mit Schmierfetten auf Natrium/Calcium/Aluminium/-Seifen bzw. Komplexseifenbasis bzw. mit polyharnstoffeingedickten Schmierflüssigkeiten möglich, Anwendungsgebiete zu erschließen, die bisher ausschließlich Eindickersystemen vom Li-12-hydroxystearat-Typ vorbehalten waren. Diese Erweiterung des Anwendungsgebietes beruht im wesentlichen auf einer bedeutenden Erhöhung der Lasttragefähigkeit und der Alterungsstabilität, wobei diese Erhöhung nicht zu Lasten anderer gebrauchswertbestimmender Eigenschaften geht, wie aus der Tabelle ersichtlich ist.

20

Die Vorteile der erfindungsgemäßen Lösung bestehen darin, daß unter Verwendung verfügbarer Rohstoffe kostengünstig qualitativ hochwertige Schmierfette mit einem breiten Anwendungsgebiet hergestellt werden können.

25

Es ist aber auch möglich, für Anwendungsfälle, in denen einzelne spezielle Eigenschaften im Vordergrund stehen nur Teile der Gesamtkombination einzusetzen, da sie auch als Einzelsubstanzen bereits eine günstige multifunktionelle Wirkung besitzen, wobei beim Zinkdiethyldithiocarbamat der Schwerpunkt auf der EP-Wirksamkeit und beim Tris-(nonylphenyl)-phosphit auf der Verlängerung der Lebensdauer, verbunden mit einer milden EP-Wirksamkeit liegt. Die Wirkung der Kombination sowie mögliche Anwendungsfälle mit nur Teilen der Kombination werden in den Ausführungsbeispielen erläutert.

35

Beispiel 1

Ein Schmierfett auf Mineralölbasis mit einem Polyharnstoffeindicker, welches in bekannter Weise in der Konsistenzklasse 1 nach TGL 26 442 hergestellt wurde, wird nach der Kochstufe mit 0,5 Ma.-% Tris(nonylphenyl)-phosphit (Phosphit TNPP-VEB Chemiewerk Greiz-Dölau), 3 Ma.-% Zinkdiethyldithiocarbamat (Wobezit DADZ-VEB Chemiekombinat Bitterfeld) und 0,8 Ma.-% Fettsäureamid (Elromid RD-VEB DHW Rodleben) versetzt, kaltgerührt und homogenisiert. Die Kennwerte des fertigen Fettes sind in der Tabelle angeführt. Im Vergleich dazu wurde ein mit einem bekannten EP-Zusatz versehenes Fett mit getestet. Dieses Fett ist besonders für Einsatzfälle mit hoher Stoßbelastung z.B. bei Vibratoren, Futtermittelpressen, Rollgangsmotoren in Stahlwerken geeignet. Mit dem verbesserten Verschleiß- und Oxidationsverhalten können die Nachschmierzyklen wesentlich verlängert werden.

Beispiel 2

Einem natriumverseiften Getriebefett werden am Ende des Kochprozesses 3 bzw. 5 Ma.-% Wobezit DADZ zugesetzt. Das homogenisierte Fett wurde der Typ-Prüfung unterzogen. Als Vergleichsprodukt wurde das Fett ohne mit 5 % EP-Zusatz EPA 710 (VEB Hydrierwerk Zeitz) getestet. und

Kennwert	Prüf- methode	Fett ohne EP- Zusatz	mit 5 % EPA 710	mit 3 % DADZ	mit 5 % DADZ
VKA-Ver- schweißwert $F_s(N)$	TGL 38346	1500	1880	2370	2820
Freistrag- fähigkeit spez. Freßbelastung $\frac{F_6}{6} \frac{N}{mm}$	TGL 26890	636	größer 815	größer 815	größer 315
a) nach ZVPA/2,8/50/20					größer
b) nach ZVPA/2,8/50/10		741	1096	1096	1273

Das mit 3 % DADZ versehene Fett entspricht in seinem EP-Verhalten einem Leistungsniveau von TM 3 (nach der RGW-Spezifikation für Getriebeöle) und das mit 5 % DADZ einem Leistungsniveau von mindestens TM 4. Das TM 3-Fett ist geeignet zur Schmierung von langsamlaufenden, hochbelasteten schlecht abdichtbaren Industriegetrieben. Mit dem TM 4-Getriebefett können langsamlaufende schräg- und bogenverzahnte Kegelradgetriebe und langsamlaufende Hypoidgetriebe mit geringem Achsversatz verschleißarm betrieben werden.

Beispiel 3

Ein Calciumkomplexseifenfett wird nach der letzten Kochstufe mit 5 % DADZ legiert. Das Fett weist folgende Kennwerte auf.

Kennwert	Prüf- methode	Fett ohne Zusatz	Fett mit 5 % EPA 710	mit 5 % DADZ
VKA Ver- schweißwert F_s (N)	TGL 38346	2240	2990	4000
Timken-OK- last (lb)	ASTM D 2509-68	20	35	größer 55

Das mit 5 % DADZ versehene Fett ist z. B. zur Schmierung von hochbelasteten Timken-Kegelrollenlager, wie sie in Walzgerüsten zur Anwendung kommen, geeignet.

Beispiel 4

Das im Beispiel 1 verwendete Grundfett wird mit 0,5 Ma-% TNPP versehen. Während das Grundfett den Prüflauf B nach TGL 31 170 nur bei 100 °C besteht, wird der Prüflauf B mit dem Zusatz von 0,5 Ma-% Phosphit-TNPP bei 120 °C bestanden. Der VKA-Verschweißwert erhöhte sich von 1600 N

243079 5

- 7 -

auf 1850 N.

Dieses Fett ist besonders geeignet zur Lebensdauerschmierung von Elektromotoren aller Baugrößen mit einer Einsatzzeit von 20000 Betriebsstunden und mehr.

Prüf- methode	Produkt nach Beispiel 1	Basisfett nach Bei- spiel 1 ep-legiert	Seifenfett ohne ep-Zusätze	ep-legiert	mit erfin- dungsgem. Kombination	Handelsprodukt auf Basis hydroxystearat nicht ep.- ep-leg. legiert
Walkstabilität nach 10 ⁵ Hub $\Delta P(10^{-1} \text{ mm})$	RGW 755 32	47	-5	39	32	33 17
Oxydationsbeständigkeit bei 120 °C $\Delta P_{1/4}(10^{-1} \text{ mm})$	TGL 28080 29	41	8	50	25	45 40
max. Einsatztemperatur (°C)	TGL 26445 140	120	120	120	130	130 140
Korrosionsgrad	TGL 0	2/3	1	1	0	0
Emulsionsneigung	28081 1	1/2	2	2	1	1 1
VKA-Verschweißwert F_s (N)	TGL 38346 2990	2000	1410	2240	3760	1800 2990
Timken OK-Last (lb)	ASTM größer 2509-68 55	45	20	20	größer 55	20 55
Prüflauf B	TGL 31170 120 °C bestanden	120 °C nicht bestanden	80 °C bestanden	80 °C bestanden	120 °C bestanden	120 °C 120 °C bestanden

Erfindungsansprüche

1. Schmierfett mit hoher EP-Wirksamkeit und langer Lebensdauer auf der Basis Natrium/Calcium/Aluminium-Seifen bzw. Komplexseifenfetten oder polyharnstoffeingedickten Fetten, gekennzeichnet dadurch, daß sie, bezogen auf das Fertigprodukt, 0,1 bis 5 Ma.-%, vorzugsweise 3 bis 5 Ma.-% eines Umsetzungsproduktes von Schwefelkohlenstoff mit Alkylaminen und Natronlauge sowie anschließende Fällung mit einer wässrigen Zinksalzlösung, 0,1 bis 2 Ma.-%, vorzugsweise 0,5 bis 1 Ma.-% Tris-(alkylphenyl)-phosphit, 0,1 bis 4 Ma.-%, vorzugsweise 0,5 bis 3 Ma.-% eines Fettsäureamides, welches durch Umsetzung von Fettsäuren der Kettenlänge C_{16} bis C_{22} mit Aminen, vorzugsweise Diethanolamin gewonnen wird, enthalten.
2. Schmierfett nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß zur Umsetzung von Schwefelkohlenstoff mit Alkylaminen Mono- oder Diamine, insbesondere Ethylamin eingesetzt wird.
3. Schmierfett nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß Tris-(alkylphenyl)phosphite mit Alkylketten im Bereich C_6 bis C_{12} , vorzugsweise C_9 enthalten sind.
4. Schmierfett nach Punkt 1 bis 3, gekennzeichnet dadurch, daß weitere bekannte Inhibitoren enthalten sein können.
5. Schmierfett mit hoher EP-Wirksamkeit und guter Alterungsstabilität auf der Basis von Natrium/Calcium/Aluminium-Seifen bzw. Komplexseifen oder polyharnstoffeingedickten Fetten, gekennzeichnet dadurch, daß 0,1 bis 5 Ma.-%, vorzugsweise 3 bis 5 Ma.-% eines Um-

setzungsproduktes von Schwefelkohlenstoff mit Alkylaminen und Natronlauge sowie anschließender Fällung mit einer wässrigen Zinksalzlösung enthalten sind.

5

6. Schmierfett nach Punkt 5, gekennzeichnet dadurch, daß zur Umsetzung von Schwefelkohlenstoff mit Mono- oder Dialkylaminen, insbesondere Ethylamin eingesetzt wird.

10

7. Schmierfett mit guter Alterungsstabilität und milder EP-Wirksamkeit auf der Basis von Natrium/Calcium/Aluminium-Seifen bzw. Komplexseifen oder polyharnstoffeingedickten Fetten, gekennzeichnet dadurch, daß 0,1 bis 2 Ma.-%, vorzugsweise 0,5 bis 1 Ma.-% Tris(alkylphenyl)phosphit, vorzugsweise Tris(nonylphenyl)phosphit enthalten ist.

15

8. Schmierfett nach Punkt 5, 6 oder 7, gekennzeichnet dadurch, daß bekannte Inhibitoren enthalten sein können.

20