



[B] (11) **KUULUTUSJULKAISU**
UTLÄGGNINGSSKRIFT 56395

C (45) Patentti myönnetty 10.01.1980
Patent meddelat

(51) Kv.lk./Int.Cl.⁸ C 10 M 7/30

SUOMI—FINLAND

(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

(21) Patentihakemus — Patentansöknings	780110
(22) Hakemispäivä — Ansökningsdag	13.01.78
(23) Alkuperäisyys — Giltighetsdag	04.07.72
(41) Tullut julkiseksi — Blivit offentlig	13.01.78
(44) Nähtävölkäpänön ja kuul.julkaisun pvm. — Ansökan utlagd och utskriften publicerad	28.09.79
(32)(33)(31) Pyydetty etuoikeus — Begärd prioritet	10.09.71
USA(US) 179562	

- (71) Continental Oil Company, 1000 South Pine Street, Ponca City, Oklahoma, USA(US)
- (72) William Patrick Scott, Ponca City, Oklahoma, Warren Whitney Woods, Ponca City, Oklahoma, USA(US)
- (74) Oy Kolster Ab
- (54) Alhaisissa lämpötiloissa käytettäväksi sopiva voitelurasva - Smörjfett för användning vid låga temperaturer
- (62) Jakamalla erotettu hakemuksesta 1898/72 (patentti 53715) - Avdelad från ansökan 1898/72 (patent 53715)

Sellaisten voitelurasvojen tarve, joilla on hyvät alhaisen lämpötilan ominaisuudet, on ollut kauan tunnettu öljyn löytyminen Alaskan North Slope -seudulta on vahvistanut tätä tarvetta johtuen yhä suurenevasta koneiden ja laitteiden määrästä, joka joutuu alttiiksi arktiselle ilmastolle.

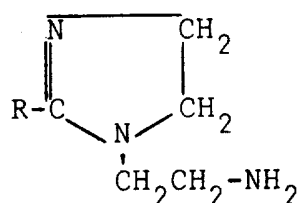
Tämä keksintö koskee voitelurasvavalmisteita, joilla on erinomaiset alhaisen lämpötilan ominaisuudet. Jotkut keksinnön mukaisista voitelurasvavalmisteista ovat pumpattavia aina -50°C:n lämpötilaan asti. Juoksevuusominaisuudet ovat niin hyvät, että niitä voidaan käyttää tavallisissa käsikäyttöisissä voitelupistooileissa.

Vaikka alhaisen lämpötilan voitelurasvavalmisteet ovat tunnettuja, niin niiden valmistus hiilivetyvoiteluaineista ei ole tun-

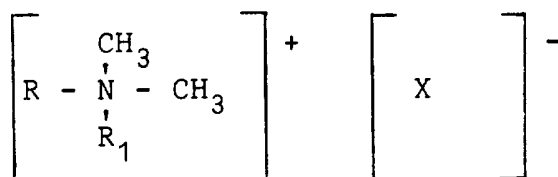
nettu. Estereitä ja muita ei-hiilivetyaineita, joilla on erinomaiset alhaisen lämpötilan ominaisuudet, käytetään yleensä tällä alalla, sillä tavanomaisilta hiilivedyiltä puuttuu tarvittava haihtumattomuuden ja viskositeettilämpötilakäyttäytymisen yhdistelmä.

Laajasti ottaen tämä keksintö koskee voitelurasvaa, jolla on erittäin hyvät pumppausominaisuudet alhaisissa lämpötiloissa, ja joka koostuu suurimmaksi osaksi synteettisestä hiilivetyvoiteluaineesta ja vähäisemmästä määrästä rasvahapposaippuaa voitelurasvanmuodostusaineena, jolloin synteettinen hiilivetyvoiteluaine sisältää vähintään 64 paino-% di-n-alkyylibentseenejä, joiden molekyylipaino on 350-460, ja joissa on 6-18 hiiliatomia sisältäviä alkyyliiryhmiä.

Keksinnön kohteena on siis alhaisissa lämpötiloissa käytettäväksi sopiva voitelurasva, jolle on tunnusomaista, että se koostuu suurimmaksi osaksi synteettisestä hiilivetyvoiteluaineesta, noin 1 - noin 25 paino-%:ista kalsium- tai litiumrasvahapposaippuaa voitelurasvanmuodostusaineena ja ruosteenestoaineesta, joka koostuu lyijynaftenaatista, rasvaimidatsoliinialkyyliidi-amiinista, joka on valmistettu kapryylihaposta ja rasvaimidatsoliinialkyyliidi-amiinista, jolla on kaava:



jossa R on heptadekenyyliseos tai heptadekadienyyliseos, ja kvaternäärisestä dialkyyliidimetyyliammoniumyhdisteestä, jolla on kaava:



jossa R ja R₁ ovat C₉-C₁₇-alkyyli-ryhmiä ja X on nitriitti tai nitraatti, jolloin synteettisellä hiilivetyvoiteluaineella on seuraava koostumus:

	Paino-%
Di-n-alkyylibentseenejä	64-85
Alkyyli-substituoituja tetrahydronaftaleeneja ja indaaneja	8-25
Indeenejä	alle 4
Difenyylialkaaneja	alle 5
ja seuraavat fysikaaliset ominaisuudet:	
Viskositeetti-indeksi	80-116
Jähmettymispiste, °C	-40 - -62
Molekyyli-paino	350-460

Voitelurasvojen muodostukseen käytetty synteettinen hiilivetyvoiteluaineen pääosa koostuu di-n-alkyylibentseenistä. Tässä käytettynä ilmaisu "n-alkyylibentseenit" viittaa bentseeneihin, jotka sisältävät oleellisesti suoraketjuisen alkyyli-ryhmän, jossa edullisesti vähintään 95 % alkyyli-substituenteista on sitoutunut bentseeni-tytimeen vastaavan alkyyli-ryhmän sekundaarisien hiili-atomin välityksellä. Vaikka edullisesti käytetään ilmaisua "n-alkyylibentseenit", muutkin ilmaisut, kuten lineaariset alkyylibentseenit tai suoraketjuiset alkyylibentseenit ovat yhtä kuvaavia.

Synteettinen hiilivetyvalmiste sisältää vähintään 60, edullisesti vähintään 75 paino-% di-n-alkyylibentseenejä. Valmisteen loppuosa on alkyyli-substituoitujen tetrahydronaftaleenien ja indaanien, indeenien, difenyylialkaanien, naftaleenien ja alkyyli-substituoitujen naftaleenien seosta.

Eräs tapa valmistaa näitä di-n-alkyylibentseenejä on alkylidoida bentseenejä sopivilla alkyyli-ryhmillä. Suositeltava menetelmä synteettisen hiilivetyvalmisteen valmistamiseksi on mono-n-alkylid-

kyylibentseenien disproportiointi käyttäen katalyyttinä HF-BF_3 :a, alumiinibromidia tai alumiinikloridia ja edullisesti viimemainitua. Koska disproportiointimenetelmällä valmistettu tuote on edullinen keksinnössä käytettäväksi, disproportiointimenetelmää selostetaan yksityiskohtaisesti.

Sopivia mono-n-alkyylibentseenejä ovat ne, jotka sisältävät noin 6-18 hiiliatomia alkyyliiryhmissään. Edullisesti mono-n-alkyylibentseenien alkyyliiryhmät sisältävät noin 10-15 hiiliatomia. Ilmaisuihin "h-alkyylibentseenit" on määritetty edellä.

Edellä olevan kuvauksen mukaisten puhtaiden mono-n-alkyylibentseenien lisäksi keksinnön valmisteissa käytetty disproportioitu tuote voidaan valmistaa käyttäen kuvattujen puhtaiden mono-n-alkyylibentseenien ja heterogeenisten hiilivetyvalmisteiden seoksia, jotka viimemainitut sisältävät huomattavia määriä kuvattujen mono-n-alkyylibentseenien seoksia.

Erityisen sopiva aine käytettäväksi disproportionoidun tuotteen valmistukseen on seos, joka sisältää huomattavan määrän edellä olevan kuvauksen mukaisia mono-n-alkyylibentseenejä ja joka on valmistettu US-patenttijulkaisun n:o 3 316 294 menetelmän mukaisesti. Tämä US-patenttijulkaisu 3 316 294 koskee menetelmää pesuainealkylaatin valmistamiseksi, ja sen menetelmä käsittää seuraavat vaiheet:

a) pääasiassa suoraketjuisia $\text{C}_8\text{-C}_{18}$ -hiilivetyjä sisältävä jae erotetaan maaöljytisleestä, joka on oleellisesti olefiinivapaa ja joka sisältää suoraketjuisia hiilivetyjä yhdessä haarautuneiden hiilivetyjen kanssa,

b) mainittu jae kloorataan siihen pisteeseen, jossa noin 10-30 mooli-% läsnäolevista suoraketjuisista hiilivedyistä on pääasiassa vain monokloorautunut,

c) aromaattinen yhdiste, esim. bentseeni alkyloidaan vaiheen b) klooraustuotteella alkylointikatalyytin läsnäollessa ja

d) olennaisesti mono-n-alkyylibentseeneistä koostuva jae talteenotetaan tislamalla reaktioseoksesta.

Kun US-patenttijulkaisu 3 316 294 koskee menetelmää, jossa voidaan käyttää $\text{C}_8\text{-C}_{18}$ -hiilivetyjä, tässä keksinnössä käytetään hiilivetyjä, jotka voivat sisältää noin 6-18 hiiliatomia. $\text{C}_8\text{-C}_{18}$ -hiilivedyt voidaan saada sen menetelmän muunnoksella, joka on esi-

tetty vaiheena a) US-patenttijulkaisussa 3 316 294. Tämän lisäksi muut keinot C_6 - C_{18} -hiilivetyjakeen saamiseksi ovat itsestään selviä tähän alaan perehtyneille. Kun halutaan käyttää alkyylilientseenejä, jonka alkyyliryhmä sisältää 10-15 hiiliatomia, niin joko voidaan valita vastaava alkuperäinen raaka-aine tai fraktioida alkyylilientseenituote.

Edellä kuvatun tyyppisiä n-alkyylilientseenejä on saatavana Continental Oil Company -yhtiöltä kauppanimillä "Nalkylene" 500 ja "Nalkylene" 600. Näillä materiaaleilla on seuraavat tyyppilliset ominaisuudet:

"Nalkylene" 500

Koe	Tyyppillinen arvo	Koemenetelmä
Kiehumisalue, ($^{\circ}C$)	279-313	ASTM D-447
Bromiluku	0,05 max.	ASTM D-1158
Keskimääräinen molekyylipaino	231-241	Massaspektr.
Väri, Saybolt	+ 25	
Ominaispaino (20/20)	0,85 - 0,87	ASTM D-287
Viskositeetti (Saybolt, s)	40-45 378 $^{\circ}C$:ssa	ASTM 88-44

"Nalkylene" 600

Koe	Tyyppillinen arvo	Koemenetelmä
Kiehumisalue, ($^{\circ}C$)		ASTM D-477
5 %	304-310	
95 %	600-615	
Bromiluku	9,05 max.	P.M. n:o 21
Keskimääräinen molekyylipaino	255-264	Massaspektr.
Väri, Saybolt	25 min	P.M. n:o 20
Ominaispaino	0,85 - 0,87	ASTM D-287
Viskositeetti (Saybolt, s)	40-46 378 $^{\circ}C$:ssa	ASTM 88-44

Disproportionointireaktio suoritetaan edullisesti käyttäen katalyyttinä alumiinikloridia. Käytetyn katalyytin määrä voi vaihdella välillä noin 0,1 - noin 10 paino-% laskettuna mono-n-alkyylilientseenilähtöaineesta. Katalyytin määrä on edullisesti noin 0,5 - noin 5 paino-%.

Joissakin tapauksissa on toivottavaa käyttää protoninluovut-

tajamoottoria alumiinikloridikatalyytin yhteydessä. Sopivia promootoreita ovat kaikki ne aineet, jotka katalyyttiin lisättyinä tuottavat protonin. Suositeltavia promootoreita ovat kloorivety ja vesi. Promoottorin määrä on tavallisesti noin 4 paino-% lasketuna käytetyn katalyytin painosta. On korostettava, että kaikki tähän alaan perehtyneet voivat helposti määritellä promoottorin käyttötärpeen ja tarvittavan määrän.

Disproportionointiprosessi suoritetaan sopivasti noin 20 - noin 130°C:n lämpötilassa. Koska di-n-alkyylibentseenien maksimisaannot saadaan lämpötiloissa välillä noin 65-120°C, näitä lämpötiloja suositellaan. Edullisin lämpötila on noin 100°C. Kun käytetään tätä lämpötilaa, katalyytin määrä on noin 0,75 - noin 2 paino-%.

Reaktion jälkeen reaktioseos tislataan bentseenin, parafii- nien ja reagoimattomien mono-n-alkyylibentseenien poistamiseksi. Haluttu tuote on se disproportionoitunut aine, joka tislautuu noin 165 - noin 300°C 5 mm Hg:n paineessa. Tämän materiaalin keskimääräinen molekyylipaino on noin 350 - noin 460. Tislauta suoritettaessa alempi fraktiointilämpötila on edullisesti 185°C 5 mm Hg:n paineessa ja edullisimmin 197°C 5 mm Hg:n paineessa.

Eräissä tapauksissa haluttu jae saadaan tislaamalla disproportionoidusta tuotteesta valittu jae tai tisle, jonka määrä nousee noin 10 - noin 90 %:iin disproportionaatista.

Disproportionoidulla tuotteella on seuraavat ominaisuudet:

Viskositeetti-indeksi	80-116
Jähmettymispiste, °C	-40 - -62
Molekyylipaino	350-460

Lisäksi disproportionoidulla tuotteella on tyypillisesti seuraava kemiallinen koostumus, joka on määritetty massaspektrometrisesti.

Komponentti	Paino-%
Di-n-alkyylibentseenejä	64-85
Alkyyli-substituoituja tetrahydronaftaleeneja ja indaaneja	8-25
Indeenejä, vähemmän kuin	4
Difenyylialkaaneja, vähemmän kuin	5

Kuten hyvin tiedetään, useimmissa kaupan olevissa voitelurасvoissa käytetään rasvanmuodostusaineina modifioituja savia tai metallisaippuoita, jotka on valmistettu saippuoimalla rasvoja ja öljyjä, jotka ovat eläin-, kasvi- tai merieläinrasvoja tai -öljyjä. Edellä olevien lisäksi muita saippuoitavia aineita ovat hartsiöljyt, nafteenihapot, sulfonihapot, synteettiset rasvahapot, montaanivaha ja villarasva. Rasvanmuodostusaineen metallina voi olla alumiini, barium, kalsium, litium, natrium, magnesium, lyijy tai strontium. Keksinnön mukaisessa voitelurasvassa käytetään rasvanmuodostusaineina litium- tai kalsiumrasvahapposaippuoita.

Keksinnön mukaisissa voitelurasvoissa rasvanmuodostusaineen määrä on sopivasti noin 1 - noin 25 paino-%. Edullisesti rasvanmuodostusaineen määrä on noin 5 - noin 10 paino-%. Kuten rasvalalla hyvin tiedetään, rasvanmuodostusaineen määrän muuttaminen vaikuttaa rasvatuotteen konsistenssiin.

Keksinnön mukaiset voitelurasvat voivat niihin sisältyvän ruosteenestoaineyhdistelmän lisäksi sisältää erilaisia lisäaineita, kuten hapetuksen estoaineita, voitelevuusaineita, paineenkestoaaineita, sitkoaineita ym.

Ruostumista estävä litiumvoitelurasva

Ruosteenestoaineena käytetään yhdistelmää, joka sisältää lyijynaftenaattia, kvaternääristä didodekyylidimetyyliammoniumnitriittiä (tai -nitraattia) ja rasvaimidatsoliinialkyyliidiamikaprylaattia. Koska tämän ruosteenestoaineyhdistelmän ei havaittu aikaansaavan suojausta suolavesiympäristössä sitä käytettäessä tavanomaisessa maaöljyyn perustuvassa litiumsaippuavoitelurasvassa, on yllättävää, että se saa aikaan ruostesuojauksen suolavedessä litiumsaippuaa sisältävässä synteettisessä hiilivetyvoitelurasvassa.

Keksinnössä käytettäväksi sopivia litiumsaippuoita ovat kaikki edellä esitetyt litiumsaippuat, esim. 12-hydroksisteariinihapposta johdettu litiumsaippua.

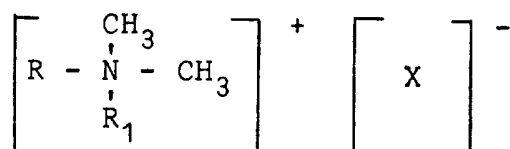
Litiumrasvahapposaippuan määrä tässä suoritusmuodossa on sama kuin edellä esitettiin.

Ruosteenestoaine yhdistelmäLyijynaftenaatti

Keksinnön mukaisessa voitelurasvassa käytetty lyijynaftenaatti voi olla mikä tahansa kaupallisesti saatava lyijynaftenaatti. Kaupallinen lyijynaftenaattilaatu, joka sisältää noin 30 paino-% lyijyä, on ollut erityisen sopiva.

Kvaternäärinen ammoniumnitriitti (tai -nitraatti)

Keksinnön mukaisessa voitelurasvassa käytettyä kvaternääristä dialkyyliidimetyyliammoniumnitriittiä tai -nitraattia voidaan esittää seuraavalla kaavalla:



jossa X on nitriitti tai nitraatti ja R ja R₁ ovat C₉-C₁₇alkyyli-ryhmiä. Edullisesti R ja R₁ ovat C₁₂-C₁₄-alkyyli-ryhmiä, ja X on nitriitti. Kun materiaali on johdettu kookosöljystä tai talista, R ja R₁ voivat tarkoittaa dikookos- tai ditali-ryhmiä.

E erityisen sopiva materiaali on kvaternäärinen didodekyyliammoniumnitriitti, jota on saatavana Armour Industrial Chemical Company -yhtiöltä kauppanimellä "Arquad 2 C Nitrite".

"Arquad 2 C Nitrite" -aineella on seuraava koostumus ja ominaisuudet:

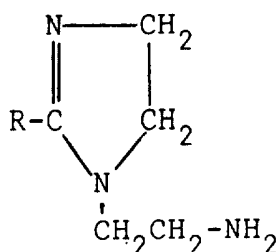
R ja/tai R₁

C ₁₂	-	47 %
C ₈	-	8 %
C ₁₀	-	9 %
C ₁₄	-	18 %
C ₁₆	-	8 %
C ₁₈	-	10 %

	Min.	Max.
Kokonaisaktiivisuus	68	72
% Arquad-kloridia		10
% Arquad-nitriittiä	58	62
% Kloridi-iona		1
pH 810-%:inen liuos)	6	8,5
Näennäinen molekyylipaino		458
% typpeä keskimäärin		4,2
Liuotinta (isopropanoli)	28	32
Ominaispaino		0,880
Leimahduspiste, °C		76
Palamispiste, °C		82

Rasvaimidatsoliinidiamiinidikaprylaatti

Tämä aine on reaktiotuote, joka saadaan 1 tai 2 moolista (mieluummin 2 moolista) kapryylihappoa ja rasvaimidatsoliinialkyyliidiämiinistä. Rasvaimidatsoliinialkyyliidiämiinia esittää seuraava rakennekaava:



jossa R on heptadekenyyliseos (öljyhaposta) tai heptadekadienyyliseos (linoleenihaposta).

Erityisen sopivaa ainetta on saatavana Nalco Chemical Company -yhtiöltä kauppanimellä "Nalcamine SCC 135". Tämä aine on reaktiotuote, joka saadaan 1-2 moolista kapryylihappoa ja 1 moolista "Nalcamine G 397" -tuotetta, joka on heptadekenyyli- ja heptadekadienyyli-imidatsoliinialkyyliidiämiinien seos.

Aineiden suhteelliset määrät ruostumista estävässä lisäaineyhdistelmässä ovat seuraavat (painoprosentteina koko rasvaseoksesta):

	Sopiva	Sopivampi	Suosittelava
Lyijynaftenaattia	1-3	1,5-2,5	2,0
Kvaternääristä ammoniumnitriittiä tai -nitraattia	1-4	1,25-2	1,5
Rasvaimidatsoliinialkyylidi- amiinidikaprylaattia	0,5-2	0,75-1,25	1,0

Keksinnön valaisemiseksi esitetään seuraavat esimerkit.

Ruostumiskoemenetelmä

Eräissä tapauksissa ruostumiskoemenetelmä, jota käytettiin tässä kuvattujen rasvojen arvioimiseen, oli modifiointi menetelmästä ASTM-1743-64. Koska alkuperäinen menetelmä on melko lievä, sitä muutettiin tiukemmaksi. Ensinnäkin eräissä tapauksissa menetelmää muutettiin korvaamalla alkuperäisessä menetelmässä käytetty tislattu vesi järvivedellä, merivedellä tai synteettisellä merivedellä (jonka koostumus annetaan ASTM-menetelmässä D 665-IP 135). Toiseksi menetelmän ankaruutta lisättiin seuraavilla muutoksilla koestusmenetelmässä, jossa vaikutti pitkittäiskuorma:

a) 10 sekunnin pyöritysvaiheen jälkeen laakeri upotettiin suolaveteen 10 sekunniksi (kappale 8 f, ASTM-1743-64),

b) laakeria pyöritettiin sitten toisen kerran kappaleen 8 h mukaisesti ja upotettiin jälleen suolaveteen.

Vaiheen (b) jälkeen laakerikokonaisuus asetettiin lasimaljaan, johon oli lisätty 5 ml suolavettä. Malja suljettiin ja sitä pidettiin pimeässä kammiassa 25°C:ssa tietty aika.

Kaiken kaikkiaan alkuperäinen ASTM-menetelmä määrittelee, että koelaakeri, johon on sullottu 2 g rasvaa ja jota on pyöritetty, kastetaan tislattuun veteen juuri ennen säilytystä suljetussa maljassa, jossa on 5 ml tislattua vettä. Kokeen ankaruutta on lisätty

1) upottamalla voideltu laakeri suolaveteen,

2) pyörittämällä sitä pitkittäiskuorman alaisena suolaveden levittämiseksi täydellisesti,

3) upottamalla toisen kerran suolaveteen ja

4) säilyttämällä suolavesiympäristössä.

Seuraavassa on yksityiskohtainen kuvaus sellaisen synteetti-

sen hiilivetyvoiteluaineen valmistuksesta disproportioimalla, jota käytetään tässä kuvattujen voitelurasvojen valmistukseen. Syn-teettinen hiilivetyvoiteluaine oli disproportionoidun tuotteen valmistuserä, joka valmistettiin seuraavasti:

Reaktioastia oli 11 355 litran sekoituskattilareaktori, joka oli varustettu kuumentimella, valvotulla nesteiden ja kiinteiden aineiden lisäyksellä ja kaasumaisten aineiden syötöllä. "Nalkylene 600" -seosta ja AlCl_3 :a syötettiin jatkuvasti reaktioastiaan vastaavasti nopeuksilla $68 \pm 4,5$ ja $3,6 \pm 1,8$ kg/min. Kloorivetykaasua syötettiin myös reaktoriin nopeudella 113 ± 28 dm³/min. Reaktiomas-san taso reaktorissa pidettiin sellaisena, että viipymääjaksi saatiin $1,75 \pm 0,25$ tuntia. Kun epäpuhdasta tuotetta poistettiin jatkuvasti reaktorista, partitiokromatografia-analyysillä suoritettu valvonta osoitti, että se sisälsi 5 paino-% bentseeniä 15 paino-% parafiineja, 55 paino-% reagoimattomia monoalkyylibentseenejä ja 25 paino-% dialkyylibentseenejä. Epäpuhtaan tuotteen annettiin laskeutua ja AlCl_3 -liete poistettiin. Jäljelle jäänyt epäpuhdas tuote saatettiin sitten kosketukseen kaksinkertaisen tilavuusmäärän kanssa 15 ± 10 paino-%:sta NaOH-liuosta. Tämän jälkeen epäpuhdas tuote saatettiin kosketukseen 4 ± 1 tilavuusmäärän kanssa vettä jäljellä olevan emäksen poistamiseksi. Neutraloitu epäpuhdas tuote tislattiin sitten, jolloin saatiin talteen seuraavat jakeet:

Bentseeni - $21 - 107,2^\circ\text{C}$ 750 mm Hg:ssa

Parafiinit - $107,2 - 143,3^\circ\text{C}$ 10 mm Hg:ssa

Monoalkyylibentseeni - $143,3 - 165,5^\circ\text{C}$ 12 mm Hg:ssa

Disproportionointituote - yli $165,5^\circ\text{C}$ 12 mm Hg:ssa.

Disproportionointituotteelle suoritettiin lisäfraktiointi, jolloin poistettiin 85 ± 10 paino-% huipputislettä, joka kiehui välillä $232,2 - 454,4^\circ\text{C}$ 760 mm Hg:ssa. Jäännös pantiin syrjään. Huipputisle oli haluttu disproportioitu tuote. (Saatiin n. 74 450 kg.) Disproportionoidulla tuotteella oli seuraavat fyysikaaliset ominaisuudet:

Viskositeetti, cs.

-40°C	9,196
37,7°C	29,06
98,9°C	5,02
Jähmettymispiste	-59,5°C
Leimahduspiste, COC	231°C
Palamispiste, COC	260°C

Sen kemiallinen analyysi oli seuraava (määritetty massaspektrometrisesti):

Komponentti:	Paino-%
Dialkyylibentseenejä	74,3
Alkyloituja tetrahydronaftaleeneja	19,1
Difenyylialkaaneja	2,0
Indeenejä	2,5
Sekalaisia	2,1

Esimerkki 1

Käytetyt aineet:	g
Synteettistä hiilivetyvoiteluainetta (edellä saatua)	3 200
Kalsiumhydroksidia	108
Vettä	108
12-hydroksisteariinihappoa	700

Synteettinen hiilivetyvoiteluaine ja kalsiumhydroksidi lisättiin Ross-sekoittimeen ja sekoitettiin perusteellisesti. Vesi lisättiin ja saatua seosta kuumennettiin 49°C:seen, jolloin 12-hydroksisteariinihappo lisättiin. Koko seos kuumennettiin hitaasti 123°C:seen, jolloin muodostui tasainen, sakea rasva.

Yllä kuvatun rasvan viskoosisuutta pienennettiin lisäämällä vielä synteettistä hiilivetyvoiteluainetta. Ruosteenestoaineita ja hapetuksen estoainetta lisättiin seokseen. Seosta sekoitettiin perusteellisesti ja koko voitelurasvamassaa valssattiin Charlotte-kolloidimyllyssä, jonka välyksen asetus oli 0,762 mm. Saatiin voitelurasva, jolla oli seuraava koostumus ja ominaisuudet:

	Paino-%
Synteettistä hiilivetyvoiteluainetta	86,35
Kalsium-12-hydroksistearaattia	8,61
Ca(OH) ₂	0,24
Lyijynaftenaattia	2,0
"Arquad" 2 C Nitrite	1,5
"Nalco" SCC 135	1,0
"Ortholeum" 300*	0,3
Tunkeuma, 60 iskua 345	

*hapetuksen estoaine

Saatu voitelurasva testattiin sitten ruosteenesto-ominaisuuksien suhteen käyttäen suolavettä ja modifioitua ASTM-1743 koemenetelmää. Käyttäen samaa voitelurasvaa ja standardi ASTM-1743 koemenetelmää, saatiin erinomaiset, ruostumattomat laakerit.

Esimerkki 2

Tämä esimerkki esittää litium-12-hydroksistearaattivoitelurasvan valmistusta käyttäen edellä kuvattua synteettistä hiilivetyvoiteluainetta.

Voitelurasva valmistettiin yksinkertaisesti lisäämällä ennalta muodostettua litium-12-hydroksistearaattisaippuaa (saatu Witco Chemical Company -yhtiöltä) ja synteettistä hiilivetyvoiteluainetta sekoittimeen. Sekoittimen sisältö kuumennettiin noin 204°C:seen, jolloin se kaadettiin kaukaloihin ja annettiin jäähtyä ympäristön lämpötilaan. Saatu voitelurasva valssattiin, lisäaineet lisättiin ja seosta sekoitettiin perusteellisesti noin 121°C:ssa. Voitelurasvan koostumus ja ominaisuudet olivat seuraavat:

	Paino-%
Litium-12-hydroksistearaattia	4,77
Synteettistä hiilivetyvoiteluainetta	90,57
Lyijynaftenaattia	2,00
"Nalco" SCC 135	1,00
"Arquad" 2C Nitrite	1,50
"Ortholeum" 300	0,30
Tunkeuma, 60 iskua 345	

Tämän esimerkin rasva testattiin ruosteenesto-ominaisuuksien suhteen käyttäen modifioitua ASTM-D-1743 koemenetelmää ja suolavettä. Kahden viikon kokeen jälkeen laakerit olivat ruosteettomia. Myös käytettäessä standardi ASTM D 1743 koetta ja tislattua vettä, saatiin ruosteettomat laakerit.

Esimerkki 3

Vertailumielessä valmistettiin samanlainen rasva kuin esimerkissä 2. Ainoa ero oli, että synteettisen hiilivetyvoiteluaineen sijasta käytettiin parafiinista maaöljymineraaliöljyä, jonka viskositeetti oli noin 100 SSU 378°C:ssa.

Käyttäen tämän esimerkin rasvaa ja modifioitua ASTM D 1743 koemenetelmää, laakerit olivat 100-%:isesti ruostuneet vain viikon kuluttua.

Esimerkki 4

Tässä esimerkissä osoitetaan litiumsaippualla paksunnettujen synteettisten hiilivetyvoitelurasvojen hyvät matalan lämpötilan juoksevuusominaisuudet.

Tässä esimerkissä käytetty valumiskoelaitte koostuu pääasiassa 4,8 mm sisäläpimitan omaavan kupariputken 6,1 metrin kierukasta, joka on upotettu jäähdytyshauteeseen. 6,3 mm kupariputken 73 metrin esijäähdytyskierukka liitettiin 6,1 metrin kierukkaan, esijäähdytyskierukan ollessa myös upotettuna jäähdytyshauteeseen. Muuttuvanopeuksinen hammaspyöräpumppu (3,8 l/h) liitettiin rasvasäiliön ja esijäähdytyskierukan väliin. Painemittari kiinnitettiin esijäähdytyskierukan ja 6,1 metrin koekierukan liitoskohtaan. Hammaspyöräpumppua pakkosyötettiin saattamalla rasvasäiliö paineenalaiseksi paineilmaa käyttäen kavitaation estämiseksi. Tämä paine ei vaikuttanut rasvan virtausnopeuteen pakkokäyttöisessä paineilmahammaspyöräpumpussa. Saatiin rasvan virtausnopeus (tilavuusyksikkö/min) painehäviön funktiona (painehäviö/pituusyksikkö). Tämä virtausnopeus voidaan muuttaa näennäisviskositeetiksi.

Käyttäen kuvattua laitetta saatiin kahta konsistenssia edustavan litiumsaippualla paksunnetun voitelurasvan näennäisviskositeetit. Kaikissa voitelurasvoissa käytettiin edellä kuvattua synteettistä hiilivetyvoiteluainetta. Tulokset esitetään alla:

Taulukko I

Näennäisviskositeetti

Laikkausnopeus sek ⁻¹	Lämpötila °C	Näennäisviskositeetti, poisea	
		Litium n:o 0 rasva	Litium n:o 1 rasva
5	25	170	440
10	25	100	250
20	25	60	140
5	-18	600	1 200
10	-18	350	690
20	-18	200	410
5	-45,4	2 200	×
10	-45,4	1 400	×
20	-45,4	850	×

*Rasva ei valunut -45,4°C:ssa, joten mittauksia ei voitu suorittaa.

Esimerkki 5

Tämä esimerkki esittää keksinnön mukaisten voitelurasvojen useiden valmistuserien kaikkia ominaisuuksia. Nämä voitelurasvat valmistettiin käyttäen edellä valmistettua synteettistä hiilivetyvoiteluainetta. Paksunnosaineen tyyppi, sen määrä ja saatujen rasvojen ominaisuudet on koottu seuraavaan taulukkoon II:

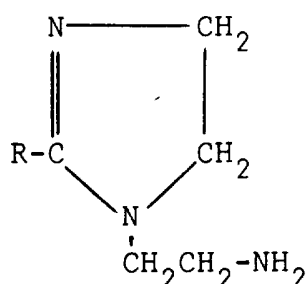
Taulukko II

Voitelurasvan ominaisuudet

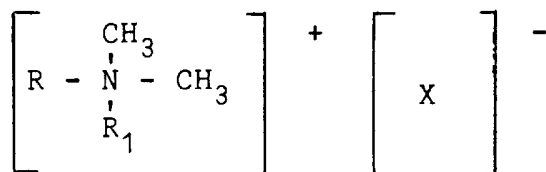
	<u>Koemenetelmä</u>	<u>Rasva A</u>	<u>Rasva B</u>	<u>Rasva C</u>	<u>Rasva D</u>
Paksunnintyyppi (saippua)		Kalsium	Litium	Litium	Litium
Paino-%		10	10	6	4,5
<u>NLGI-laatu</u>		n:o 2	n:o 2	n:o 1	n:o 0
<u>Tunkeuma</u>	ASTM D-217				
60 iskua		285	270	320	360
10 000 iskua		318	285	335	375
<u>Valssausstabi- liliteetti</u>	ASTM D-1831				
Tunkeuman muutos			9	19	25
<u>Tippumispiste, °C</u>	ASTM D-566		192	187	178
<u>Öljyn erottuminen, %</u>	ASTM D-1742		8,7	16,6	33,5
<u>Pyöränjarrun vuoto, %</u>	ASTM D-1263		0,43	4,5	7,55
<u>Vesipesuhäviö, % 25°C:ssa</u>	ASTM D-1264		2,5	3,5	3,25
<u>Hapettuminen pai- nehäviö, kg/cm²</u>					
100 tunnissa	ASTM D-942		0,21	0,28	0,32
<u>Kuparikorroosio</u>	FS-791a-5309		1A	1B	1A
<u>Neljän pullon koe, EP</u>					
kuluma, mm		0,5	0,51	0,55	0,52
hitsauma, kg		180	180	160	160
LWI		26,4	22,8	21,3	24,1

Patenttivaatimukset:

1. Alhaisissa lämpötiloissa käytettäväksi sopiva voitelurасva, tunnettu siitä, että se koostuu suurimmaksi osaksi synteettisestä hiilivetyvoiteluaineesta, noin 1 - noin 25 paino-%: sta kalsium- tai litiumrasvahapposaippuaa voitelurasvanmuodostusaineena ja ruosteenestoaineesta, joka koostuu lyijynaftenaatista, rasvaimidatsoliini-alkyyliidi-amiinidikaprylaatista, joka on valmistettu kapryylihaposta ja rasvaimidatsoliini-alkyyliidi-amiinista, jolla on kaava:



jossa R on heptadekenyyliseos tai heptadekadienyyliseos, ja kvaternäärisestä dialkyyliidimetyyliammoniumyhdisteestä, jolla on kaava:



jossa R ja R₁ ovat C₉-C₁₇-alkyyli-ryhmiä ja X on nitriitti tai nitraatti, jolloin synteettisellä hiilivetyvoiteluaineella on seuraava koostumus:

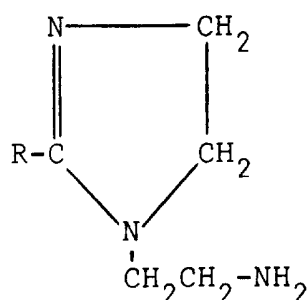
	Paino-%
Di-n-alkyylibentseenejä	64-85
Alkyyli-substituoituja tetrahydronaftaleeneja ja indaaneja	8-25
Indeenejä	alle 4
Difenyylialkaaneja	alle 5
ja seuraavat fysikaaliset ominaisuudet:	

Viskositeetti-indeksi	80-116
Jähmettymispiste, °C	-40 - -62
Molekyyllipaino	350-460

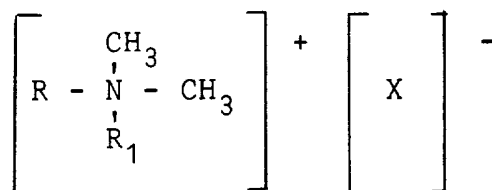
2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen voitelurasva, t u n n e t t u siitä, että lyijynaftenaattia on läsnä 1-3 paino-%, kvaternäärinen dialkyylidimetyyliammoniumyhdiste on kvaternäärinen didodekyylidimetyyliammoniumnitriitti, ja sitä on läsnä 1-4 paino-%, ja rasvaimidatsoliinialkyyliidiamiinidikaprylaattia on läsnä 0,5-2 paino-%.

Patentkrav:

1. Smörjfettkomposition för användning vid låga temperaturer, k ä n n e t e c k n a d därav, att den till större delen omfattar ett syntetiskt kolväte-smörjmedel, från c. 1 till c. 25 vikt-% av en kalcium- eller litium-fettsyratvål såsom fettbildande medel och ett rostskyddsämne bestående av blynaftenat, ett fettimidazolin-alkyl-diamin-dikaprylat framställt från kaprylsyra och en fettimidazolinalkyldiamin med formeln:



vari R är blandad heptadecanyl eller blandad heptadecadienyl, och en kvaternär dialkyldimetylammoniumförening med formeln



vari R och R₁ är C₉-C₁₇-alkylgrupper och X är nitrit eller nitrat, varvid det syntetiska kolväte-smörjmedlet har följande sammansättning:

	Vikt-%
Di-n-alkylbensener	64 till 85
Alkyl-substituerade tetrahydronaftalener och indaner	8 till 25
Indener	under 4
Difenylalkaner	under 5

och följande fysikaliska egenskaper:

Viskositetsindex	80 till 116
lägsta flytttemperatur, C°	-40 till -62
Molekylvikt	350 till 460

2. Smörjfettkomposition enligt patentkravet 1, k ä n n e -
t e c k n a d därav, att blynaftenatet är närvarande 1-3
vikt-%, kvaternära dialkyldimetylammoniumföreningen är kvaternär
didodecyldimetylammoniumnitrit och är närvarande 1-4 vikt-% och
fettimidazolin-alkyl-diamin-dikaprylatet är närvarande 0,5 - 2
vikt-%.

Viitejulkaisuja-Anförda publikationer

—