



Republik
Österreich
Patentamt

(11) Nummer: **AT 403 164 B**

(12)

PATENTCHRIFT

(21) Anmeldenummer: 10/96

(51) Int.Cl.⁶ : **C10M 129/42**

(22) Anmeldetag: 4. 1.1996

(42) Beginn der Patentdauer: 15. 4.1997

(45) Ausgabetag: 25.11.1997

(56) Entgegenhaltungen:

AT 344854B

(73) Patentinhaber:

BEREUTER HEINZ DIPL.ING.
A-6971 HARD, VORARLBERG (AT).

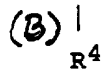
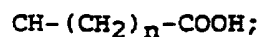
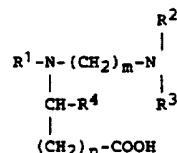
(72) Erfinder:

BEREUTER HEINZ DIPL.ING.
HARD, VORARLBERG (AT).
BEREUTER THOMAS L. MAG.
HARD, VORARLBERG (AT).
BEREUTER WOLFGANG MAG.
SALZBURG, SALZBURG (AT).
KÖHLHAUPT INGRID
HARD, VORARLBERG (AT).

(54) VERWENDUNG VON ALKALI- UND/ODER TRIETHANOLAMINSALZEN DER
ALKANOYLAMIDOCARBONSÄUREN IN DER METALLBEARBEITUNG

- (57) Mindestens 5, vorzugsweise mindestens 30, insbesondere etwa 50 Gewichtsprozent der Alkali- und/oder Triethanolaminsalze von Alkanoylamidocarbonsäuren A, worin: R¹ einen Alkanoyl- oder einen Alkylsulfonylrest mit jeweils 6 bis 20 Kohlenstoffatomen; R² das Radikal B, R³ das Radikal R² oder C, R⁴ einen Alkylrest mit 1 bis 3 Kohlenstoffatomen; m eine ganze Zahl von 2 bis 6; n eine ganze Zahl von 1 bis 2, und z eine ganze Zahl von 1 bis 6 bedeuten, werden als Antischaummittel in korrosionsinhibierenden Metallbearbeitungsmitteln verwendet.

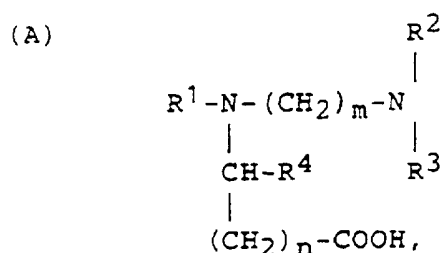
(A)



AT 403 164 B

Die Erfindung betrifft Alkali- und Triethanolaminsalze der Alkanoylamidocarbonsäuren, wie sie aus der AT 344 854 B als Metallbearbeitungsmittel bekannt geworden sind. Danach werden solche Salze bisher als korrosionsinhibierende Kühl- und Metallbearbeitungsmittel verwendet. Die meisten dort angegebenen Salze ergeben bei der Bearbeitung der Werkstücke einen guten bis sehr guten Korrosionsschutz. Sie zeigen jedoch in modernen Hochleistungs-Metallbearbeitungszentren, bedingt durch den hohen Kühlschmiermittelumlauf und den hohen Förderdruck ein unerwünscht starkes Schäumen. Der Zusatz handelsüblicher Entschäumer bringt dabei nur teilweise und vor allem jeweils nur kurzzeitig eine Verbesserung, hingegen gelegentlich unerwünschte Nebenwirkungen.

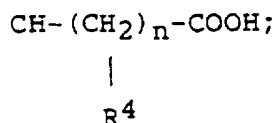
Die Erfindung hat sich daher die Aufgabe gestellt, solche Salze auszuwählen, die ein den Anforderungen moderner NC-Maschinen genügendes und dauerhaft geringes Schaumverhalten zeigen. Dies bieten in überraschender Weise Alkali- und/oder Triethanolaminsalze von Alkanoylamidocarbonsäuren der allgemeinen Formel



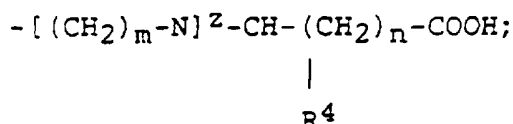
worin:

R¹ einen Alkanoyl- oder einen Alkylsulfonylrest mit jeweils 6 bis 20 Kohlenstoffatomen;

R² das Radikal



R³ das Radikal R² oder



R⁴ einen Alkylrest mit 1 bis 3 Kohlenstoffatomen;

m eine ganze Zahl von 2 bis 6;

n eine ganze Zahl von 1 bis 2, und

z eine ganze Zahl von 1 bis 6 bedeuten,

in einer Menge von mindestens 5, vorzugsweise mindestens 30, insbesondere 50 Gewichtsprozent des Konzentrates korrosionsinhibierender Metallbearbeitungsmittel in wässriger Lösung, als Antischaummittel.

Nicht nur die weitgehende Schaumfreiheit dieser Salze ist überraschend, sondern noch mehr die schaubremsende Wirkung. Zu ihnen gehören fast ausschliesslich Salze von Monoalkanoyl-ethylendiamin-tri-essig- oder -propionsäuren, Monoalkanoyl-diethylentriamin-tetra-essig- oder -propionsäuren, Monoalkanoyl-tri-ethylentetramin-penta-essig- oder -propionsäuren, bzw. Monoalkanoyl-tetraethylenpentamin-hexa-essig- oder -propionsäuren, und zwar:

1. N-caproyl-ethylendiamin-N,N',N'-triessigsäure
2. N-caproyl-ethylendiamin-N,N',N'-tripropionsäure
3. N-iso-octanoyl-ethylendiamin-N,N',N'-triessigsäure
4. N-iso-octanoyl-ethylendiamin-N,N',N'-tripropionsäure
5. N-iso-nonanoyl-ethylendiamin-N,N',N'-triessigsäure
6. N-iso-nonanoyl-ethylendiamin-N,N',N'-tripropionsäure

7. N-isononanoyl-diethylentriamin-N,N',N'',N'''-tetraessigsäure
8. N-isononanoyl-diethylentriamin-N,N',N'',N'''-tetrapropionsäure
9. N-decanoyl-ethylendiamin-N,N',N'-triessigsäure
10. N-decanoyl-ethylendddiamin-N,N',N'-tripropionsäure
11. N-undecanoyl-ethylendiamin-N,N',N'-triessigsäure
12. N-undecanoyl-ethylendiamin-N,N',N'-tripropionsäure

Salze dieser Säuren ergeben in 2%iger, wässriger Lösung derartig schaumarme Kühlschmiermittel, dass sie selbst bei höchstem Kühlschmiermittelumlauf und Förderdrücken bis 20 bar keine störende Schaumentwicklung mehr feststellen lassen.

Die obgenannten Verbindungen wurden nun nach dem Lochscheibenschlagverfahren nach DIN 53902, Teil 1, auf ihr Schaumverhalten geprüft, wobei Verbindungen der eingangs genannten AT-PS, nämlich die Triethanolaminsalze der N,N'-diisononanoyl-ethylendiamin-N,N'-diessigsäure (A), bzw. der N,N'-diisononanoyl-ethylendiamin-N,N'-dipropionsäure (B) ein sehr ungünstiges Schaumverhalten zeigten.

Tabelle 1

Triethanolaminsalz der Verbindung Nr.	Konzentration (in Gew.%)	Schaumhöhe (in mm) sofort nach dem Schlagen	Schaumhöhe (in mm) nach 10 sec	Schaumhöhe (in mm) nach 20 sec	Schaumhöhe (in mm) nach 30 sec
<u>Blindprobe</u>	destill. Wasser	10	0	0	0
A	2%	100	70	58	40
B	2%	105	72	60	41
1	2%	13	2	0	0
2	2%	15	1	0	0
3	2%	15	2	0	0
4	2%	15	1	0	0
5	2%	15	2	0	0
6	2%	15	2	0	0
7	2%	12	0	0	0
8	2%	13	0	0	0
9	2%	16	3	0	0
10	2%	16	2	0	0
11	2%	17	4	0	0
12	2%	17	4	0	0

Wie der Tabelle 1 zu entnehmen ist, ergab beispielsweise A eine Schaumhöhe unmittelbar nach dem Schlagen von 100 mm, die nach 10 sec immer noch 70 mm, nach 20 sec 58 mm betrug und erst nach 180 sec auf 7 mm zurückgegangen war. Demgegenüber zeigten die erfindungsgemässen Verbindungen ein wesentlich günstigeres Schaumverhalten.

Interessanterweise wird die Schaumwirkung anderer Salze, insbesondere solcher in der eingangs genannten AT-PS geschützten Salze, aber auch diejenige anderer, herkömmlicher, wassermischbarer Kühlschmierstoffe und Metallbearbeitungsmittel, z.B. auch von Ölemulsionen, bereits durch geringe Zusätze von nur 5 bis 40, vorzugsweise 10 bis 30 Gew.% der erfindungsgemässen Verbindungen stark reduziert. Bei Zusätzen von 50% und darüber ist die Schaumwirkung bereits nahezu ebenso gering wie bei den reinen erfindungsgemässen Substanzen.

Das Schaumverhalten von Mischungen der Triethanolaminsalze der erfindungsgemässen Säuren mit anderen Kühlschmiermitteln, wie zum Beispiel mit A oder B aus der eingangs genannten DE-C2, oder mit

AT 403 164 B

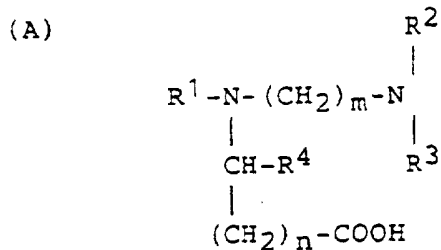
Syntelo® (der Firma Castrol), oder einer Mineralölemulsion Mobilmet® 151 (enthaltend Phosphorsäureester und Borsäurealkanolaminester) ist in folgender Tabelle 2 dargestellt.

TABELLE 2

Triethanolaminsalze der Verbindung Nr... in Mischung mit ... im Verhältnis ...	Konzentration (Gew.%)	Schaumhöhe (in mm) nach dem Schlagen:						
		sofort nach dem Schlagen	nach 10 sec	nach 20 sec	nach 30 sec	nach 60 sec	nach 120 sec	nach 180 sec
zum Vergl.:A	2%	100	70	58	40	26	12	7
zum Vergl.:B	2%	105	72	60	41	26	13	8
Nr.6:A = 30:70	2	50	40	22	15	4	0	0
Nr.6:A = 50:50	2	15	10	5	0	0	0	0
Nr.6:A = 60:40	2	15	7	0	0	0	0	0
Nr.7:B = 30:70	2	40	28	16	7	0	0	0
Nr.7:B = 50:50	2	15	10	0	0	0	0	0
Nr.7:B = 60:40	2	13	3	0	0	0	0	0
		sofort nach dem Schlagen	nach 60 sec	nach 120 sec	nach 180 sec	nach 4 min	nach 8 min	nach 15 min
C (Mobilmet®)	3	250	200	180	150	120	50	10
Nr.6:C = 17:83	3,6	170	120	100	80	30	6	0
Nr.6:C = 25:75	4	120	85	40	18	0	0	0
Nr.6:C = 33:67	4,5	100	65	22	7	0	0	0
Nr.7:C = 17:83	3,6	160	100	90	70	20	0	0
Nr.7:C = 25:75	4	110	70	40	15	0	0	0
Nr.7:C = 33:67	4,5	100	48	12	0	0	0	0

Patentansprüche

- Verwendung der Alkali- und/oder Triethanolaminsalze von Alkanoylamidocarbonsäuren der allgemeinen Formel



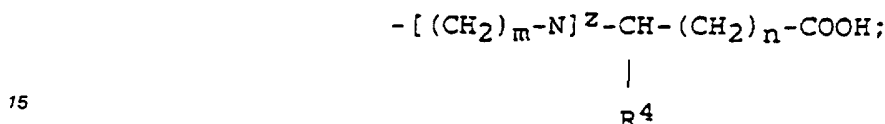
worin:

R¹ einen Alkanoyl- oder einen Alkylsulfonylrest mit jeweils 6 bis 20 Kohlenstoffatomen;

R² das Radikal



R³ das Radikal R² oder



R⁴ einen Alkylrest mit 1 bis 3 Kohlenstoffatomen;

m eine ganze Zahl von 2 bis 6;

n eine ganze Zahl von 1 bis 2, und

z eine ganze Zahl von 1 bis 6 bedeuten,

in einer Menge von mindestens 5, vorzugsweise mindestens 30, insbesondere 50 Gewichtsprozent des Konzentrates korrosionsinhibierender Metallbearbeitungsmittel in wässriger Lösung, als Antischaummittel.

2. Verwendung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass Salze von Monoalkanoyl-ethylendiamin-triessig- oder -propionsäuren, Monoalkanoyl-diethylentriamin-tetraessig- oder -propionsäuren, Monoalkanoyl-triethylentetramin-penta-essig- oder -propionsäuren, bzw. Monoalkanoyl-tetraethylen-pentamin-hexa-essig- oder -propionsäuren, insbesondere von wenigstens einer der folgenden Säuren verwendet werden:

N-caproyl-ethylendiamin-N,N',N'-triessigsäure

N-caproyl-ethylendiamin-N,N',N'-tripropionsäure

N-isooctanoyl-ethylendiamin-N,N',N'-triessigsäure

N-isooctanoyl-ethylendiamin-N,N',N'-tripropionsäure

N-isononanoyl-ethylendiamin-N,N',N'-triessigsäure

N-isononanoyl-ethylendiamin-N,N',N'-tripropionsäure

N-isononanoyl-diethylentriamin-N,N',N'',N''-tetraessigsäure

N-isononanoyl-diethylentriamin-N,N',N'',N''-tetrapropionsäure

N-decanoyl-ethylendiamin-N,N',N'-triessigsäure

N-decanoyl-ethylendiamin-N,N',N'-tripropionsäure

N-undecanoyl-ethylendiamin-N,N',N'-triessigsäure

N-undecanoyl-ethylendiamin-N,N',N'-tripropionsäure

3. Wassermischbare, mineralöhlhaltige Kühlschmierstoffe und Metallbearbeitungsmittel, **dadurch gekennzeichnet**, dass sie 5 bis 40, vorzugsweise 10 bis 30 Gewichtsprozent der Alkali- und/oder Triethanolaminsalze wenigstens einer Alkanoylamidocarbonsäure der Formel (A) nach Anspruch 1 enthalten.