

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 80200737.7

(51) Int. Cl.³: **C 10 M 3/00**
C 23 F 7/08, C 23 F 11/14

(22) Anmeldetag: 02.08.80

(30) Priorität: 07.08.79 US 64652

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
18.02.81 Patentblatt 81/7

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE FR LI SE

(71) Anmelder: **METALLGESELLSCHAFT AG**
Reuterweg 14 Postfach 3724
D-6000 Frankfurt/M.1(DE)

(84) Benannte Vertragsstaaten:
CH DE LI SE AT

(71) Anmelder: **Société Continentale Parker**
51, Rue Pierre
F-92111 Clichy(FR)

(84) Benannte Vertragsstaaten:
BE CH FR SE

(72) Erfinder: **Hacias, Kenneth J.**
8914 Independence Drive
Sterling Heights Michigan 48078(US)

(74) Vertreter: **Fischer, Ernst, Dr.**
Reuterweg 14
D-6000 Frankfurt am Main 1(DE)

(54) **Reaktionsschmiermittel und Verfahren zur Vorbereitung von Metallen für die Kaltverformung.**

(57) Das anmeldungsgemäße wäßrige saure Reaktions-schmiermittel enthält im wesentlichen vier Komponenten, nämlich Phosphationen, ein emulgiertes organisches Schmiermittel, einen Emulgator und einen organischen Korrosionsinhibitor. Zur Aktivierung kann es ferner Schwermetallionen enthalten.

Das Reaktionsschmiermittel wird auf reine Metalloberflächen z.B. durch Tauchen, Fluten oder Spritzen bei einer Temperatur zwischen Umgebungstemperatur und 93 °C bei einer Einwirkungszeit von z.B. ein bis zwanzig Minuten aufgebracht und vorzugsweise bei erhöhten Temperaturen aufgetrocknet.

EP 0 024 062 A1

METALLGESELLSCHAFT
Aktiengesellschaft
Reuterweg 14
6000 Frankfurt/M.1

- 1 -

23. Juli 1980
DROZ/LWÜ

Prov. Nr. 8570 M

Reaktionsschmiermittel und Verfahren zur Vorbereitung von
Metallen für die Kaltverformung

Die Erfindung betrifft ein wäßriges saures Reaktionsschmiermittel zur Behandlung von Metalloberflächen vor der Kaltverformung mit einem Gehalt an Phosphationen und emulgierbarer organischer Schmiermittelkomponente sowie ein Verfahren zur Vorbereitung von Metallen für die Kaltverformung unter Anwendung dieses Reaktionsschmiermittels.

Es ist seit langem bekannt, zur Erleichterung der spanlosen Verformung von phosphatierbaren Metallen, insbesondere Eisen und Stahl, zunächst auf die zu verformenden Werkstücke auf chemischem Wege eine Phosphatschicht aufzubringen und die Verformung dann unter zusätzlicher Verwendung eines organischen Gleitmittels für Metalle durchzuführen.

Es ist auch bekannt, zwecks Vereinfachung in einer Verfahrensstufe gleichzeitig sowohl die Phosphatschicht als auch die organische Schmiermittelkomponente auf die zu verformenden Werkstücke aufzubringen. Zu diesem Zweck werden üblicherweise Mittel angewendet, die in einer wäßrigen Phase das saure Phosphatierungsmittel und darin gelöst bzw. emulgiert oder dispergiert die organische gleitend und schmierend wirkende Komponente enthalten. Gemäß der USA-Patentschrift 3 525 651 wird eine Phosphatierungslösung auf Basis Zinkphosphat, in der eine feste Mischung von Fettsäure und wasserlöslichem oberflächenaktivem Mittel dispergiert wird, für ein Einstufen-Verfahren verwendet. Derartige Mittel weisen jedoch den Nachteil auf, daß ihre Stabilität sehr begrenzt ist, so daß die Gefahr besteht, daß sie sich entmischen und dadurch unbrauchbar werden oder zu ungleichfö-

migen Überzügen führen. Die Mittel bedürfen auch einer sorgfältigen Überwachung und Ergänzung der schichtbildenden Komponenten der Phosphatierungslösung. Das gleiche gilt für die Arbeitsweise der österreichischen Patentschrift 189 151, bei der eine wäßrige Lösung und/oder Dispersion eines aliphatischen Phosphats mit 8 bis 18 Kohlenstoffatomen, gegebenenfalls zusammen mit Metallionen und die Löslichkeit erhöhenden Aminen, in einem pH-Bereich zwischen 3,0 und 5,5 verwendet und der auf die Oberflächen aufgetragene Lösungsfilm, vorzugsweise bei erhöhter Temperatur, aufgetrocknet wird. Der gebildete Überzug ist amorph, dünn und teilweise fettig, so daß bei Druckanwendung nur ein leichter öliger Film entsteht, der als Schmiermittel zur Verfügung steht.

Es sind auch reaktive Schmiermittel auf Phosphorsäure-Basis mit Gehalten an langkettigen Aminen bzw. Amiden bekannt, die nur einen geringeren Anteil Wasser und erhebliche Mengen organischer Gleitmittel enthalten (britische Patentschrift 891 150 und deutsche Auslegeschrift 12 10 296). Die Mittel bilden aufgrund ihres Gehalts an freier Phosphorsäure jedoch häufig nur eine ungenügende Phosphatschicht aus und sind in bezug auf die Anforderungen bei manchen Verformungsbehandlungen nicht zufriedenstellend.

Ein weiteres Problem bei der Anwendung von Reaktionsschmiermitteln der vorgenannten Art besteht in der Bildung von Rost auf der Metalloberfläche während des Trocknungsvorganges. Die Gegenwart von Wasserdampf und der vergleichsweise hohe Gehalt der Emulsion an freier Säure verursachen ein derartiges Rosten, insbesondere in Bereichen, die für die Trockenluft schwer zugänglich sind. Eine solche Situation tritt insbesondere bei gepackten Metallgegenständen, beispielsweise Drahtbunden, an den Stellen auf, an denen eine gegenseitige Berührung vorhanden ist

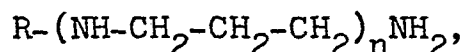
und demzufolge die Trockenluft keinen Zutritt hat. Die Gegenwart von Rost beeinträchtigt nicht nur das Aussehen der Oberfläche des fertigen Erzeugnisses, sondern erhöht zudem wesentlich den Ziehwiderstand während des Verformungsvorganges, die Abnutzung des Ziehwerkzeuges und kann zu Riefenbildung führen.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, die bekannten, insbesondere vorgenannten Nachteile zu vermeiden und ein wäßriges saures Reaktionsschmiermittel zur Verfügung zu stellen, das vielseitig anwendbar ist, wirksame Schmiermittelüberzüge auf Metalloberflächen erzeugt, über einen weiten Anwendungsbereich stabil ist und praktisch nicht zur Rostbildung während der Trocknung führt.

Aufgabe der Erfindung ist weiterhin, ein Verfahren zur Vorbereitung von Metallen für die Kaltverformung unter Anwendung dieses Reaktionsschmiermittels bereitzustellen, das einfach in der Durchführung ist.

Die Aufgabe wird gelöst, indem das eingangs genannte wäßrige saure Reaktionsschmiermittel entsprechend der Erfindung derart formuliert wird, daß es

- a) 0,2 bis 15 Gew.-% Phosphationen,
- b) als organische Schmiermittelkomponente 0,3 bis 16 Gew.-% einer organischen Carbonsäure oder eines Alkohols mit 8 bis 40 C-Atomen, deren Ester, deren Mono- oder Polyamide, deren Mono- oder Polyalkylammoniumsalze mit 1 bis 18 C-Atomen in der Alkylkette einzeln oder im Gemisch,
- c) als Emulgator 0,1 bis 10 Gew.-% eines Oxazolinwachses und/oder eines N-Alkyldiaminopropanes der Formel



wobei $n = 1$ bis 5 ist und R eine Zahl von C-Atomen aufweist, die der Talgfettsäure (Talgalkyl) entspricht,

5

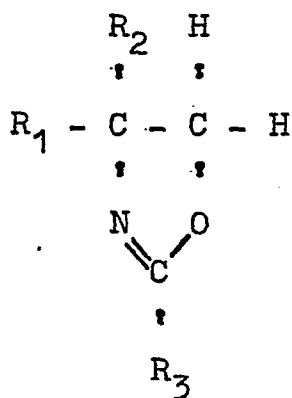
d) als Inhibitor 0,1 bis 5 Gew.-% eines aus Carbon-
säure mit 7 bis 18 C-Atomen und aliphatischem Amin
mit bis 12 C-Atomen gebildeten Ammoniumsalzes

10 enthält.

Die vorgenannten Grenzen für die Badkomponenten ergeben sich insbesondere daraus, daß ein Unterschreiten der unteren Konzentrationangaben nicht mehr zu befriedigenden Schmier-
15 schichten führt, wohingegen ein Überschreiten der oberen Grenzen zu einer Instabilität der Emulsion führen kann.

Insbesondere das Oxazolinwachs ist für eine beträchtliche Verbesserung der thermischen Stabilität des Reaktions-
20 schmiermittels, insbesondere bei Temperaturen oberhalb $71^\circ C$, bei denen es leicht zu einem Entemulgieren - erkennbar an einer schwimmenden Ölschicht - kommen kann, verantwortlich. Ein besonders geeignetes Oxazolinwachs besitzt die Formel

25



30

Dabei sind R_1 , R_2 und R_3 gleich oder verschieden und stel-
35 len Kohlenwasserstoffreste mit 1 bis 36 C-Atomen dar, die auch Alkohol-, Carboxyl- und/oder Estergruppen aufweisen können; R_2 kann jedoch auch Wasserstoff sein. Derartig aufgebaute Oxazolinwachse sind z.B. unter der Handelsbe-

zeichnung Wax TS 254, Wax TS 254 A, Wax TS 254 AA, Wax TS 970, Alkaterge E und Alkaterge T von der Firma IMC Chemical Group, Inc., Hillisdale, Illinois (NP Division). erhältlich.

5

Das für die Metallbehandlung zu verwendende Reaktionsschmiermittel kann als konzentratähnliche Zusammensetzung, die im oberen beanspruchten Konzentrationsbereich liegt, angesetzt werden, so daß zum Ansatz und zur Ergänzung der arbeitenden Behandlungsemulsion eine einfache Verdünnung mit Wasser vorgenommen werden kann.

Der pH-Wert der Reaktionsschmiermittel ist derart einzustellen, daß einerseits ein übermäßiger Beizangriff auf die Metalloberfläche unterbleibt, andererseits jedoch eine zur Ausbildung der Phosphatschicht erforderliche ausreichende Reaktion hiermit stattfindet.

Bevorzugte Reaktionsschmiermittel sind solche, die die Komponenten a) in einer Menge von 0,2 bis 6 Gew.-%, b) in einer Menge von 0,3 bis 16 Gew.-%, c) in einer Menge von 0,1 bis 10 Gew.-% und d) in einer Menge von 0,1 bis 5 Gew.-%, insbesondere die Komponenten a) in einer Menge von 1,5 bis 6 Gew.-%, b) in einer Menge von 2 bis 6 Gew.-%, die Komponente c) in einer Menge von 0,5 bis 4 Gew.-% und d) in einer Menge von 0,5 bis 1,5 Gew.-% bzw. die Komponenten a) mit einer Menge von 1,5 bis 3 Gew.-%, b) in einer Menge von 2 bis 6 Gew.-%, c) in einer Menge von 0,5 bis 4 Gew.-% und d) in einer Menge von 0,5 bis 1,5 Gew.-% enthalten.

30

Eine besonders vorteilhafte Schmiermittelschicht wird erhalten, wenn die Schmiermittelkomponente b) bis zu 50 Gew.-% aus N-Alkyl-1,3-diaminopropandioleat besteht. Die Zahl der C-Atome des Alkylrests entspricht dabei der Zahl der C-Atome der Talgfettsäure. Talgfettsäure ist eine Mischung verschiedener definierter Fettsäuren, so daß die Länge der Alkylketten - je nach Anteil der einzelnen Fettsäuren im Talg - auch in der Schmiermittelkomponente b) unterschiedlich ist. Dieser Zusatz hat neben seiner Eigenschaft als

35

guter Filmbildner auch noch die Fähigkeit, als Grenzs-
schichtschmiermittel zu wirken. Dieses Schmiermittel be-
sitzt weiterhin eine gute Emulgierwirkung und führt -
wegen seiner Kationenaktivität - zu einer stabilen Emul-
5 sion.

Eine weitere vorteilhafte Ausgestaltung der Erfindung ist
durch ein Reaktionsschmiermittel gegeben, das zusätzlich
Schwermetallionen, vorzugsweise Eisen- oder Zinkionen, ent-
10 hält. Derartige Zusätze aktivieren das Reaktionsschmiermit-
tel, indem sie die Phosphatschichtausbildung beschleunigen.
Die Menge muß unterhalb der Grenze liegen, bei der die Emul-
sion instabil zu werden beginnt. Vorzugsweise beträgt der
Gehalt an Eisen- oder Zinkionen 0,1 bis 0,2 Gew.-%.

15 Während des Gebrauchs des Reaktionsschmiermittels wird Eisen
als aktivierendes Kation durch den Beizangriff zur Verfügung
gestellt, so daß trotz Austrags mit den behandelten Metall-
oberflächen insoweit eine Ergänzung gegebenenfalls unter-
20 bleiben oder reduziert werden kann.

Eine weitere bevorzugte Zusammensetzung des Reaktions-
schmiermittels ist dann gegeben, wenn die Carbonsäure und/
oder der Alkohol der organischen Schmiermittelkomponente b)
25 8 bis 24 C-Atome aufweist.

Als Inhibitor werden insbesondere Salze von Alkanolamin,
vorzugsweise von Triäthanolamin, eingesetzt. Bevorzugt fin-
den Salze von Triäthanolamin mit Octansäure oder mit Stea-
30 rinsäure Anwendung. Ein Inhibitor der vorgenannten Art ist
in Form einer Lösung mit einem Gehalt von 40 Gew.-% eines
Salzes von Triäthanolamin mit Octansäure unter der Handels-
bezeichnung Synkad 303, insbesondere Synkad 303 HT von der
Firma Keil Chemical Division of Ferro Corporation, Indiana,
35 USA, erhältlich. Die Lösung besitzt eine Dichte von 1,07 g/
cm³ (bei 25 °C) und enthält etwa 30 % flüchtige Bestand-
teile.

Der korrosionsinhibierende Effekt der Amin/Carbonsäure-Salze gemäß Merkmal d) ist insofern überraschend, als andere öllösliche Korrosionsinhibitoren im Reaktionsschmiermittel der anmeldungsgemäßen Art nicht wirksam
5 sind bis zu dem Zeitpunkt, bei dem der Wassergehalt der Emulsion noch nicht verdampft ist. Das heißt, es tritt Rosten auf, solange der aufgebrauchte Schmierfilm noch Wasser enthält. Korrosionsinhibitoren, wie Amide oder Imidazolin, sind - wahrscheinlich aufgrund des niedrigen
10 pH-Wertes des Reaktionsschmiermittels - ebenfalls nicht wirksam bzw. geeignet, indem sie die Emulsion instabil machen und die Phosphatschichtausbildung inhibieren. Im Gegensatz hierzu wirken die im erfindungsgemäßen Reaktionsschmiermittel einzusetzenden Korrosionsinhibitoren
15 sogar stabilisierend.

Vorzugsweise wird der pH-Wert des Reaktionsschmiermittels auf einen Wert im Bereich von 2,4 bis 3,4, insbesondere 2,8 bis 3,1, eingestellt. Dies kann insbesondere mit Phosphorsäure geschehen.
20

Ein Konzentrat, das zur weiteren Verdünnung mit Wasser geeignet ist, kann wie folgt hergestellt werden:

25
Zunächst werden die Schmiermittelkomponente und der Emulgator unter Erhitzen zu einer geschmolzenen Masse verrührt. Daneben wird eine heiße wäßrige Lösung, die die Phosphationen - und gegebenenfalls weitere wasserlösliche Komponenten - enthält, hergestellt und anschließend mit der organischen Schmelze langsam unter heftigem Rühren vermischt. Die wäßrige Phosphatlösung wurde vorher zweckmäßigerweise auf eine Temperatur im Bereich von 71 bis 93 °C gebracht und während des Zusatzes der organischen Bestandteile auf dieser Temperatur gehalten.
35
Anschließend wird die erhaltene Emulsion gekühlt.

Es ist jedoch auch möglich, der heißen wäßrigen Phosphatlösung zunächst den Emulgator und anschließend die geschmolzene Schmiermittelkomponente - wiederum unter kräftigem Rühren - zuzusetzen. Bei beiden vorstehend
5 genannten Präparationsmethoden wird der Inhibitor zweckmäßigerweise zum Schluß zugesetzt.

Das erfindungsgemäße Reaktionsschmiermittel kann bei Temperaturen, die im Bereich von Umgebungstemperatur und
10 93 °C liegen, aufgebracht werden. Bevorzugt ist jedoch der Temperaturbereich von 49 bis 71 °C. Erhöhte Temperaturen sind insofern vorteilhaft, als die Aktivität des Reaktionsschmiermittels erhöht und die Ausbildung des Phosphatüberzuges beschleunigt wird. Die Aufbringung des
15 Reaktionsschmiermittels kann wie üblich, z.B. durch Tauchen, Spritzen oder Fluten, erfolgen. Wegen des besonders innigen Kontaktes zwischen Metalloberfläche und Reaktionsschmiermittel ist das Tauchverfahren bevorzugt. Um Homogenität des Bades zu erhalten, empfiehlt sich
20 gleichzeitiges Rühren.

Die Dauer der Behandlung ist von der Zusammensetzung und der Konzentration des Reaktionsschmiermittels, aber auch von dessen Temperatur und insbesondere der erwünschten
25 Schichtstärke abhängig. Die erwünschte Schichtdicke wiederum richtet sich nach dem Grad der Verformung. Vorzugsweise wird die Einwirkungszeit auf 1 bis 20 Minuten eingestellt. Der dabei gebildete Überzug weist eine Phosphatschicht mit eingelagerten und/oder darauf abgeschiedenen Schmiermittelpartikeln auf.
30

Im Anschluß werden die beschichteten Metallteile getrocknet. Hierfür sind Temperaturen im Bereich von Umgebungstemperatur bis 177 °C geeignet. Die bevorzugten Trockentemperaturen liegen jedoch zwischen 121 und 177 °C.
35

Bei der Trocknung bei erhöhter Temperatur fließen die

Schmiermittelpartikeln unter Bildung eines Films zusammen (koaleszieren). Eine derartige Filmbildung ist jedoch zum Erhalt zufriedenstellender Schichten nicht erforderlich. Auch in bzw. auf der Phosphatschicht verteilte Schmiermittelpartikeln gewähren eine zufriedenstellende Schmierung während der anschließenden Kaltverformung.

Sofern die mit dem Reaktionsschmiermittel zu überziehenden Metalloberflächen nicht bereits die erforderliche Reinheit besitzen, empfehlen sich die üblichen Reinigungsverfahren, um Verunreinigungen und Rost zu entfernen.

Die Erfindung wird anhand der nachfolgenden Beispiele beispielsweise und näher erläutert.

Beispiel 1

Als Vergleichsversuch wurde ein Konzentrat hergestellt, das

2,6 Gew.-% saures Zinkphosphat (14 Gew.-% Zn,
48 Gew.-% PO_4)

5,6 Gew.-% Phosphorsäure (75 Gew.-%)

eine Mischung von hochmolekularer Fettsäure, bestehend aus

2,9 Gew.-% Stearinsäure (C 18 = 95 Gew.-%) und

2,5 Gew.-% eines teilweise oxidierten Gemisches hochmolekularer Fettsäuren bzw. Ester bzw.

Alkohole mit der Handelsbezeichnung ALOX 600 der Alox Corporation sowie

2,0 Gew.-% N-Talgalkyl-1,3-diaminopropandioleat mit der Handelsbezeichnung Duomeen TDO der Firma

Armak Chemicals Div. der Akzona Inc., Chicago,

(jeweils bezogen auf das Gesamtkonzentrat)

als Schmiermittel,

2,0 Gew.-% N-Talgalkylpolypropylentetramin (mit der Handelsbezeichnung Jet Amine TET der Firma Jetco Chemicals, Inc., Texas) als Emulgator

Rest Wasser

5

enthielt.

Das vorerwähnte Konzentrat wurde im Vol.-Verhältnis 1:3 mit Wasser verdünnt und das erhaltene Behandlungsbad
10 auf eine Temperatur von 77 °C gebracht.

Kalt gewalzte, nicht polierte Stahlbleche, die zuvor bei einer Temperatur von 82 °C gereinigt und mit Wasser gespült worden waren, wurden in das Behandlungsbad ein-
15 getaucht und 10 Minuten darin belassen. Nach der Entfernung aus dem Bad wurden jeweils 2 Bleche aufeinandergelegt und in horizontaler Lage bei einer Temperatur von 79 °C während einer Stunde getrocknet. Nach der Trocknung zeigten die Oberflächen, die sich gegenseitig
20 berührt hatten, Rosterscheinungen, wobei der Rost eine Fläche von 10 bis 20 % einnahm.

Beispiel 2

25 Es wurde das Behandlungsbad gemäß Beispiel 1 dahingehend geändert, daß pro Liter 0,5 g Triäthanolamin-octanat als Korrosionsinhibitor zugegeben wurden. Das Triäthanolamin-octanat wurde durch Neutralisation von 0,25 g Triäthanolamin und 0,25 g Octansäure hergestellt.

30

Eine zweite Gruppe von Blechen wurde, wie in Beispiel 1, mit dem so erzeugten Reaktionsschmiermittel behandelt. Nach der Trocknung wurde kein Rost bzw. eine Anrostung von maximal 2 % beobachtet.

Beispiel 3

Als weiterer Vergleichsversuch wurde ein Reaktions-
schmiermittel aus dem Konzentrat des Beispiels 1 her-
5 gestellt, indem 227,1 l Konzentrat mit 1287 l Wasser
vermischt und auf 71 °C erhitzt wurden.

Ein Rohrbündel mit 250 Rohren aus Stahl mit einem
Durchmesser von 12,7 mm, einer Wandstärke von 0,48 mm
10 und einer Länge von 3658 mm wurde durch
10 Minuten lange Tauchbehandlung in 10 Gew.-%iger
Schwefelsäure gebeizt und anschließend zweimal je
1 Minute mit kaltem Wasser gespült. Die auf diese Weise
gereinigten Rohre wurden als Bündel zweimal in das
15 Reaktionsschmiermittel für jeweils 2 Minuten eingetaucht
und in einen Rohrtrockner gebracht, wo sie bei einer
Temperatur von 163 °C 2 Stunden getrocknet wurden.

Eine Überprüfung der Rohre nach Beendigung der Trock-
20 nung zeigte Rostbildung an den jeweiligen Berührungs-
stellen zwischen den Rohren.

Beispiel 4

25 Das Behandlungsbad gemäß Beispiel 3 wurde dahingehend
modifiziert, daß 37,8 l 70 %iges Triäthanolaminocta-
nat (Handelsbezeichnung Synkad 303) als Korrosionsin-
hibitor zugegeben wurden. Anschließend erfolgte die
Behandlung von Rohrbündeln wie in Beispiel 3 darge-
30 legt.

Eine Überprüfung zeigte, daß auch nach dreiwöchigem
Betrieb, wobei einige tausend Rohre behandelt worden
waren, noch kein Anzeichen von Rost ermittelt wurde.
35 Auch war keine Instabilität des eingesetzten Reak-
tionsschmiermittels zu beobachten.

Beispiel 5

Es wurde ein Konzentrat aus 43,9 g einer wäßrigen Lösung, die

- 10 Gew.-% Zn und 34,4 Gew.-% PO_4 -Ionen, enthielt
5 sowie
65,5 g Phosphorsäure (75 Gew.-%)
25 g ALOX 600 (wie in Beispiel 1 definiert)
29 g Stearinsäure (C 18 = 95 Gew.-%)
40 g N-Talgalkylpolypropylentetramin (Jet Amine TET)
10 825,6 g Wasser

hergestellt. Das Konzentrat wurde mit 75 Vol.-% Wasser verdünnt und mit 28 g Triäthanolaminooctanat versetzt.

- 15 Bei Behandlung von Metalloberflächen wurde festgestellt, daß auch dieses Reaktionsschmiermittel rostfreie Schmiermittelschichten mit zufriedenstellenden Eigenschaften entstehen läßt.
20 Bei einem weiteren Test wurde das Reaktionsschmiermittel auf 71 °C erhitzt und ohne Rühren 8 Tage bei dieser Temperatur belassen. Es zeigte sich, daß die Emulsion stabil blieb und nur eine geringfügige Hydrolyse der organischen Bestandteile stattgefunden hatte.

25

Beispiel 6

Es wurde ein Konzentrat hergestellt, das

- 2,6 Gew.-% saures Zinkphosphat (14 Gew.-% Zn,
30 48 Gew.-% PO_4)
5,6 Gew.-% Phosphorsäure (75 Gew.-%)
eine Mischung von hochmolekularer Fettsäure, bestehend aus
2,9 Gew.-% Stearinsäure (C 18 = 95 Gew.-%) und
35 2,5 Gew.-% eines teilweise oxidierten Gemisches hochmolekularer Fettsäuren bzw. Ester bzw.

Alkohole mit der Handelsbezeichnung ALOX
600 der Alox Corporation
(jeweils bezogen auf das Gesamtkonzentrat)
als Schmiermittel,

- 5 2,0 Gew.-% N-Talgalkylpolypropylentetramin (mit der
Handelsbezeichnung Jet Amine TET der
Firma Jetco Chemicals, Inc., Texas) als
Emulgator

Rest Wasser

10

enthielt.

- 5 Proben dieses Konzentrats wurden mit verschiedenen
Oxazolinwachsen in Mengen von 2 Gew.-% versetzt, im
15 Verhältnis 1 : 3 mit Wasser verdünnt. Anschließend
wurden 0,5 g/l Triäthanolaminooctanat (wie in Beispiel
2 hergestellt) zugegeben. Auf diese Weise wurden die
Reaktionsschmiermittel a) bis e) erhalten, von denen

- 20 das Reaktionsschmiermittel a) Wax TS 254,
das Reaktionsschmiermittel b) Wax TS 254 AA,
das Reaktionsschmiermittel c) Wax TS 970,
das Reaktionsschmiermittel d) Alkaterge E und
das Reaktionsschmiermittel e) Alkaterge T

25

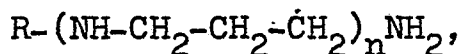
enthielt (wie weiter oben definiert).

- Zur Ermittlung der Stabilität wurden die einzelnen
Reaktionsschmiermittel auf eine Temperatur von 71 °C
30 erhitzt und ohne zu rühren bei dieser Temperatur be-
lassen. Nach Ablauf von 4 Tagen waren bei sämtlichen
Reaktionsschmiermitteln noch keine Instabilitäts-
erscheinungen zu beobachten.

Patentansprüche

1. Wäßriges saures Reaktionsschmiermittel zur Behandlung von Metalloberflächen vor der Kaltverformung
5 mit einem Gehalt an Phosphationen und emulgierbarer organischer Schmiermittelkomponente, dadurch gekennzeichnet, daß es

- 10 a) 0,2 bis 15 Gew.-% Phosphationen,
- b) als organische Schmiermittelkomponente 0,3 bis 16 Gew.-% einer organischen Carbonsäure oder eines Alkohols mit 8 bis 40 C-Atomen, deren Ester, deren Mono- oder Polyamide, deren Mono-
15 oder Polyalkylammoniumsalze mit 1 bis 18 C-Atomen in der Alkylkette, einzeln oder im Gemisch,
- c) als Emulgator 0,1 bis 10 Gew.-% eines Oxazolinwaxes und/oder eines N-Alkyldiaminopropans der
20 Formel



25 wobei $n = 1$ bis 5 ist und R eine Zahl von C-Atomen aufweist, die Talgfettsäure (Talgalkyl) entspricht.

- d) als Inhibitor 0,1 bis 5 Gew.-% eines aus Carbonsäure mit 7 bis 18 C-Atomen und aliphatischem Amin mit bis 12 C-Atomen gebildeten Ammoniumsalzes
30 enthält.

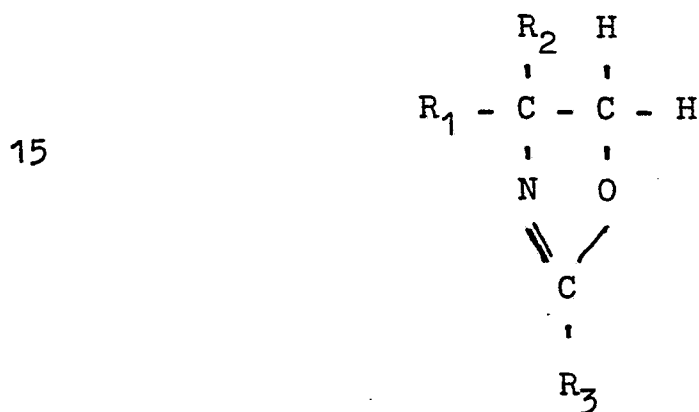
2. Reaktionsschmiermittel nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß es die Komponente a) in einer Menge von 0,2 bis 6 Gew.-%, die Komponente b) in einer

Menge von 0,3 bis 16 Gew.-%, die Komponente c) in einer Menge von 0,1 bis 10 Gew.-% und die Komponente d) in einer Menge von 0,1 bis 5 Gew.-% enthält.

- 5 3. Reaktionsschmiermittel nach Anspruch 1 oder 2,
 dadurch gekennzeichnet, daß es die Komponente a) in
 einer Menge von 1,5 bis 6 Gew.-%, die Komponente b)
 in einer Menge von 2 bis 6 Gew.-%, die Komponente c)
 in einer Menge von 0,5 bis 4 Gew.-% und die Komponente
10 d) in einer Menge von 0,5 bis 1,5 Gew.-% enthält.
4. Reaktionsschmiermittel nach Anspruch 1, 2 oder 3,
 dadurch gekennzeichnet, daß es die Komponente a) in
 einer Menge von 1,5 bis 3 Gew.-%, die Komponente b) in
15 einer Menge von 2 bis 6 Gew.-%, die Komponente c) in
 einer Menge von 0,5 bis 4 Gew.-% und die Komponente d)
 in einer Menge von 0,5 bis 1,5 Gew.-% enthält.
5. Reaktionsschmiermittel nach Anspruch 1, 2, 3 oder 4,
20 dadurch gekennzeichnet, daß die Schmiermittelkomponente
 b) bis zu 50 Gew.-% aus N-Alkyl-1,3-diaminopropan-
 dioleat besteht, wobei die Zahl der C-Atome des Alkyl-
 restes der der Talgfettsäure (Talgalkyl) entspricht.
- 25 6. Reaktionsschmiermittel nach einem oder mehreren der
 Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß es zu-
 sätzlich Schwermetallionen, vorzugsweise Eisen- und/
 oder Zinkionen, enthält.
- 30 7. Reaktionsschmiermittel nach einem oder mehreren der
 Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß die
 Carbonsäure und/oder Alkohol der organischen Schmier-
 mittelkomponente b) 8 bis 24 C-Atome aufweist.
- 35 8. Reaktionsschmiermittel nach einem oder mehreren der
 Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß es

als Inhibitor d) ein Salz von Alkanolamin, vorzugsweise Triäthanolamin, mit vorzugsweise Octan- und/oder Stearinsäure enthält.

- 5 9. Reaktionsschmiermittel nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß es einen pH-Wert von 2,4 bis 3,4, vorzugsweise von 2,8 bis 3,1, aufweist.
- 10 10. Reaktionsschmiermittel nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß das Oxazolinwachs der Komponente c) die Formel



- 20 aufweist, worin R_1 , R_2 und R_3 gleich oder verschieden sind und Kohlenwasserstoffreste mit 1 bis 36 C-Atomen darstellen, die auch Alkohol-, Carboxyl- und/oder Estergruppen aufweisen können, R_2 jedoch auch Wasserstoff sein kann.

25

11. Verfahren zur Vorbereitung von Metallen für die Kaltverformung unter Anwendung des Reaktionsschmiermittels nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß man das Reaktionsschmiermittel mit einer Temperatur zwischen Umgebungstemperatur und 93°C , vorzugsweise zwischen 49°C und 71°C , aufbringt.
- 30

12. Verfahren nach Anspruch 11, dadurch gekennzeichnet, daß man die Einwirkungszeit des Reaktionsschmiermittels auf 1 bis 20 Minuten einstellt.
- 5 13. Verfahren nach Anspruch 11 oder 12, dadurch gekennzeichnet, daß man das Reaktionsschmiermittel bei einer Temperatur im Bereich von Umgebungstemperatur bis 177 °C, vorzugsweise von 121 bis 177 °C, auf-trocknet



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

0024062

Nummer der Anmeldung

EP 80 20 0737

| EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE | | | KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.) |
|------------------------|--|-----------------------------|--|
| Kategorie | Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile | betrifft Anspruch | |
| | <u>GB - A - 1 421 386</u> (PYRENE CHEMICALS) * Ansprüche 1-11; Seite 1, Zeilen 57-67; Seite 2, Zeilen 6-100 * | 1-9, 11-13 | C 10 M 3/00 C 23 F 7/08 11/14 |
| | -- | | |
| A | <u>GB - A - 1 204 869</u> (FOSECO | | |
| A | <u>US - A - 3 932 287</u> (H. SCHNEIDER) | | |
| A,D | <u>DE - B - 1 210 296</u> (HEINTZ MANUFACTURING CO.) | | |
| | ---- | | |
| | | | RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.) |
| | | | C 10 M 3/00 C 23 F 7/08 11/14 C 23 C 22/12 22/17 B 21 C 9/02 |
| | | | KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE |
| | | | X: von besonderer Bedeutung A: technologischer Hintergrund O: nichtschriftliche Offenbarung P: Zwischenliteratur T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E: kollidierende Anmeldung D: in der Anmeldung angeführtes Dokument L: aus andern Gründen angeführtes Dokument &: Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument |
| X | Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt. | | |
| Recherchenort | | Abschlußdatum der Recherche | Prüfer |
| Den Haag | | 17-11-1980 | RO TSAERT |