



SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. N. C.
CLASE <u>P 10</u>
SUBCLASE <u>M</u>

P A T E N T E
D E
I N V E N C I O N

384547

por "PROCEDIMIENTO PARA LA OBTENCION DE UN PRODUCTO LUBRICANTE PARA LA DEFORMACION PLASTICA DE METALES FERREOS", a favor de D. Raimundo BOADA BAQUES, residente en HOSPITALET DE LLOBREGAT (Barcelona), Gerona, 5, 1ª y D. Francisco Javier GAILLARD RAFOLS, residente en BARCELONA, Gral. Sanjurjo, 42, ambos de nacionalidad española.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

La presente invención se refiere a un proceso para la obtención de un producto lubricante para la deformación plástica de metales férreos y, más específicamente, al estirado de aceros al carbono.

5. Es conocido en este campo de la técnica, que la fosfatación de la capa superficial de las piezas de acero cuya forma se desea modificar en frío, contribuye de forma notable al éxito de la operación. Así, es muy corriente que, en el estirado de tubos, con o sin soldadura, se proceda a su previa fosfatación, e incluso que se efectuen
- 10.



384547

5. otras subsiguientes fosfataciones, entre pasadas, si estas fueran numerosas o las reducciones de tamaño excesivamente severas, Es un hecho comprobado que la capa de cristales fosfáticos así depositados sobre la superficie, junto con un lubricante adecuado, permiten efectuar reducciones notables y obtener excelentes acabados superficiales.

10. Ocorre, sin embargo, que cada fosfatación supone una secuencia de operaciones que alarga el proceso de estirado, con el encarecimiento y disminución de la producción consiguiente. Por esta razón, se han realizado intentos para la obtención de productos capaces de lubricar y fosfatar simultáneamente, y que, de ser posible, evitarán fosfataciones intermedias. La preparación de estos productos presenta, sin embargo, no pocas dificultades, estribando la principal de ellas en conciliar en una sola fase un lubricante de tipo aceitoso y una cantidad suficiente de agua para vehicular el ácido fosfórico que debe actuar como agente fosfatan-
15. te. Esta última condición, es decir, la presencia de una disolución acuosa de ácido fosfórico, así como también un pH
20. suficientemente bajo, son condiciones indispensables para que se produzca la fosfatación. Por la presente invención, se propone un proceso que permita la obtención de un producto de las características mencionadas y cuya efectividad como lubricante para determinadas operaciones de deformación
25. plástica, es muy superior a la de los lubricantes convencionales.

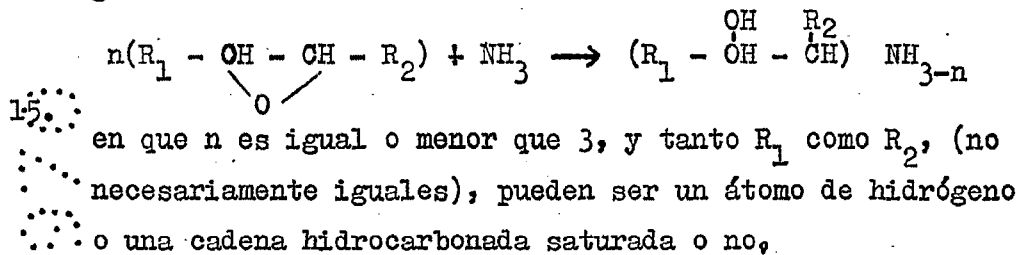
Según el proceso propuesto por la presente invención

384547



para la obtención de la parte lubricante del producto es necesario proceder a la preparación de dos compuestos diferentes que posteriormente se incorporarán al producto final junto con el fosfatante y demás componentes y en las 5. condiciones que se describirán.

Así pues se procederá, por una parte, a la preparación de la que, en adelante, llamaremos Base Lubricante nº 1, consistente en el producto de reacción de una o más alcanolaminas con tall oil rico en ácidos resínicos. Estas 10. alcanolaminas, bien conocidas en el campo de la química, son el resultado de la reacción entre uno o más moles de óxido de alquileo y un mol de amoníaco según la reacción genérica



Como ejemplos más típicos de estos compuestos pueden mencionarse las mono, di y trielanolaminas, resultantes de la reacción de uno, dos o tres moles, respectivamente, de óxido de etileno con un mol de amoníaco. 20.

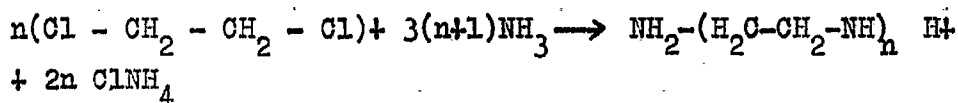
Las proporciones de alcanolamina (o alcanolaminas) y tall oil dependerán, evidentemente, de la reacción específica de que se trate así como de la riqueza de ácidos resínicos del tall oil empleado, ya que siendo este último un 25. producto de origen natural su composición suele oscilar entre límites muy amplios. Como guía general, debe tenerse



384547

- presente que el índice de acidez de la Base Lubrificante nº 1 una vez preparada debe oscilar entre 15 y 30, aproximadamente. La reacción a escala industrial, se llevará a cabo en un reactor fabricado preferentemente de acero inoxidable, dotado de calefacción y circuito para barbotear nitrógeno, así como de buena agitación. Una vez introducidas las materias primas se pone en marcha el barboteo de nitrógeno, y la calefacción, calentando progresivamente hasta unos 150°C-200°C, con agitación. La reacción se detendrá cuando el índice de acidez del producto de la reacción esté dentro de los márgenes antes citados.

- Por otra parte, se preparará la que llamaremos Base Lubrificante nº 2, consistente ésta en la reacción entre una o más alquilenaminas y ácidos grasos libres de origen vegetal. Las alquilenaminas mencionadas pueden considerarse como el producto de la reacción entre uno o más moles de 1-2 dicloruro de etileno con amoníaco según la reacción:



- Aminas típicas resultantes de esta reacción son la etilendiamina y la dietilentriamina.

- El procedimiento general para la obtención de la Base Lubrificante nº 2, consiste, pues, en la reacción de una alquilenamina según más arriba indicada, con ácidos grasos vegetales en un reactor provisto de entrada de nitrógeno, calefacción y destilación. Una vez cargadas ambas materias primas, se conecta la corriente de nitrógeno y se calienta

384547



a una temperatura que oscile entre 150°C-200°C destilando simultáneamente el agua de reacción. Evidentemente, tanto el tiempo de reacción como las condiciones exactas de reacción dependerán tanto de la reacción específica como del tipo de ácidos grasos empleados.

5. Como vehículo para las bases lubricantes, cuya obtención acabamos de describir, se empleará éster o ésteres de compuestos alifáticos, cíclicos o aromáticos conteniendo grupos carboxílicos de compuestos de fórmula general:



en el que R_1 y R_2 (no necesariamente iguales) pueden ser un átomo de hidrógeno o una cadena hidrocarbonada de cualquier tipo. Como ejemplos de productos aptos para la obtención de estos ésteres, mencionaremos los de las series Cellosolve o

15. Carbitol, de la firma Unión Carbide Chemical Company, de EE.UU. de Norteamérica. La parte ácida del éster puede ser de muy diversos tipos. Se ha comprobado que, a efectos de la invención dan resultados satisfactorios los ésteres de ácidos grasos libres de especies vegetales, así como tam-

20. bién los de ácidos de fórmula compleja procedente de diversas fracciones petrolíferas y conocidos en la técnica como ácidos nafténicos.

Para la obtención del lubricante se empleará un reactor de acero inoxidable o vitrificado, provisto de agitación y refrigeración.

25. tación y refrigeración.

El proceso se efectuará a temperatura ambiente in-

384547



- corporando al vehículo mencionado en el párrafo anterior las Bases Lubricantes nº 1 y 2, agitando y refrigerando si es necesario para que la temperatura no exceda de 40°C. Se ha observado que si en este momento se incorpora una
5. cantidad de solución de alquilenglicol más agua, el resultado es mucho más satisfactorio. También se ha comprobado que la adición de una cierta cantidad de lubricantes convencionales, tales como ácidos nafténicos, por ejemplo, así como algo de aceite mineral, contribuye igualmente a
10. la mejora del resultado final.

Una vez homogeneizados los ingredientes anteriores, puede procederse a la incorporación del ácido fosfórico, en cantidad proporcionada al efecto fosfatante que se desee obtener.

15. Del examen del proceso que acabamos de describir, así como considerando la naturaleza del producto obtenido, se deduce fácilmente que es prácticamente imposible indicar proporciones fijas para la intervención de cada una de las materias primas en el producto final. En efecto: intervi-
20. niendo en determinados momentos del proceso diversos productos de origen natural, y desconociéndose "a priori" la exacta composición y riqueza de los mismos, el técnico encargado de la conducción del proceso deberá ajustar en cada caso las condiciones del mismo y la proporción en que
25. deba entrar cada producto. Por otra parte, estas mismas proporciones deberán ser función del tipo de producto que se desee y de la severidad de las condiciones en que deba trabajar.

384547



No obstante, los ejemplos que a continuación se describirán, constituyen formas visibles de la invención, que permiten hacerse cargo al técnico perito en la materia de la forma de llevarla a cabo con provecho. No obstante, 5. de ningún modo limitan la naturaleza ni alcance de la misma.

Ejemplo 1

Se preparó un éster de ácido oleico con Methyl Cellosolve, nombre comercial este último que responde a la 10. fórmula $(\text{CH}_3 \text{ O CH}_2 \text{ CH}_2 \text{ OH})$ por reacción a 140°C - 150°C , con ácido paratolnensulfónico como catalizador, hasta que se obtuvo un índice de acidez inferior a 6. Diez partes del éster obtenido se diluyeron con 9 partes de hexilenglicol y 6 de agua. Al vehículo así obtenido se le incorporaron 15. 13 partes de un condensado obtenido por reacción de dietanolamina con ácidos resínicos y 20 del producto de reacción de ácido oleico con dietilenamina (Base Lubricante nº 2), preparadas ambas bases según el procedimiento ya descrito; con objeto de mejorar las propiedades lubricantes, se añadieron también 20. 29 partes de oleina y 5 de aceite mineral (V.E.₅₀ = 1,5). Manteniendo la temperatura por debajo de 40°C , y una vez conseguida por agitación, una homogeneización perfecta, se procedió a incorporar 7 partes de ácido fosfórico concentrado.

25. El producto así obtenido se sometió a la siguiente prueba de fosfatación: Una chapa de acero, decapada con ClH , enjuagada en agua y debidamente secada, se sumergió durante 20 minutos en un recipiente conteniendo el lubricante obte-

384547



nido anteriormente, termostatado a 60°C. Habiendo tarado previamente la chapa, se pudo comprobar que, por efecto de la fosfatación había aumentado su peso en 0,000142 gr/cm².

Ejemplo 2

5. Diez partes del mismo éster de Methyl Cellosolve se diluyeron con 25 partes de hexilenglicol y 8 de agua, incorporándole entonces 13 partes de condensado obtenido por reacción de Dietanolamina, con ácido oleico, (preparado según el procedimiento descrito) y 8 partes de un condensado de ácido oleico con dietilentriamina (Base Lubrificante nº 2). Como mejorante de lubricación se añadieron 22 partes de ácido oleico. Todo el proceso se desarrolló manteniendo la temperatura por debajo de los 40°C y con agitación constante para obtener una buena homogeneización.
10. Conseguida ésta se procedió a añadir 10 partes de ácido fosfórico concentrado.
- 15.

Realizado el test de fosfatación, ya descrito en el ejemplo anterior, resultó que este producto fosfató la chapa de acero hasta 0,000190 gr/cm².



384547

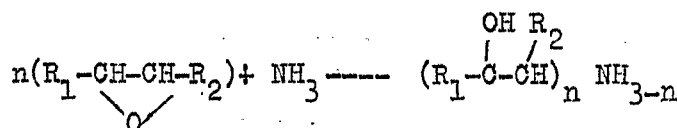
N O T A

Descrito el objeto del presente invento, se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones.

- 1.- Procedimiento para la obtención de un producto
- 5. lubricante para la deformación plástica de metales férreos, caracterizado por la preparación de una parte lubricante a base de producto de reacción de una o más alcanolaminas con ácidos resínicos, más un condensado de ácidos grasos vegetales con una alquilenamina y opcionalmente una parte de aceite
- 10. mineral y ácidos grasos sin reaccionar.

2.- Procedimiento, según la reivindicación anterior, caracterizado porque la alcanolamina mencionada es el resultado de la reacción entre uno o más moles de óxido de alquileo y un mol de amoníaco según la reacción genérica:

15.



en que n es igual o menor que 3 y tanto R₁ como R₂, no necesariamente iguales, pueden ser un átomo de hidrógeno o una cadena hidrocarbonada, saturada o no.

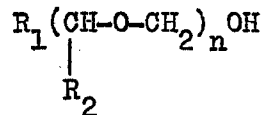
20.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores 1 y 2, caracterizado porque la parte lubricante obtenida es vinculada en un éster, o mezcla de ésteres, preparado por la reacción de un compuesto orgánico conteniendo carboxílicos con un compuesto de fórmula general

25.

= 10 =

384547



en el que R_1 y R_2 , no necesariamente iguales, pueden ser un átomo de hidrógeno o una cadena hidrocarbonada de cualquier tipo.

5.

4.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque al vehículo descrito en la reivindicación 3, se le incorpora una mezcla de agua y un alquilenglicol.

10.

5.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque al lubricante obtenido y vinculado se le incorpora un agente compuesto por ácido fosfórico concentrado.

15.

6.- Procedimiento para la obtención de un producto lubricante para la deformación plástica de metales férreos.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de diez hojas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a

15 OCT. 1970

20.

p.a.

M.^a LUISA ISERN CUYAS

P. Pr.

firmado: JOSÉ RODRÍGUEZ

mpc.