19

OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 580 208**

51 Int. Cl.:

C10M 169/06 (2006.01)

C10N 10/06 (2006.01)

C10N 10/12 (2006.01)

C10N 30/06 (2006.01)

C10N 40/04 (2006.01)

C10N 40/32 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.12.2011 E 11805229 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **25.05.2016 EP 2652100**

54 Título: **Composición de grasa**

30 Prioridad:

13.12.2010 FR 1060442

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

22.08.2016

73 Titular/es:

**TOTAL MARKETING SERVICES (100.0%)
24, Cours Michelet
92800 Puteaux, FR**

72 Inventor/es:

BARDIN, FRANCK

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 580 208 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Composición de grasa

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere a composiciones de grasa, en particular utilizables en las aplicaciones industriales u obras públicas, que necesitan una resistencia muy buena a las grandes cargas y a los choques.

Antecedentes tecnológicos de la invención

10 Hay numerosas aplicaciones en las que los lubricantes líquidos no convienen ya que "derivan" en relación al punto de engrase. Se trata en particular de cojinetes de rodamiento y de deslizamiento, engranajes abiertos, cables metálicos y accionamientos por cadena, y más generalmente aplicaciones que no comprenden un sistema de estanqueidad.

Para estas aplicaciones, se utilizan grasas lubricantes, que son sustancias sólidas o semifluidas resultantes de la dispersión de un espesante en un lubricante líquido, que integran aditivos que le confieren propiedades particulares.

15 Una amplia mayoría de grasas lubricantes se prepara con espesantes de tipo sales metálicas de ácidos grasos. Se disuelve el ácido graso en el aceite base a una temperatura relativamente elevada, y se añade a continuación el hidróxido de metal apropiado. Después de evaporar por cocción el agua que se forma durante la reacción, se enfría durante un lapso de tiempo definido, para formar la red de jabón.

20 Para la fabricación de la grasa, son convenientes por ejemplo como compuestos metálicos los hidróxidos de litio, sodio, calcio, bario, titanio o aluminio o algunos trómeros de aluminio. Los ácidos grasos de cadena larga, del orden de C14 a C28, principalmente C18, provienen generalmente de aceites vegetales (aceite de ricino por ejemplo), o animales (por ejemplo sebo). Pueden ser hidrogenados. El derivado más conocido es el ácido 12-hidroxiesteárico que procede del ácido ricinoleico.

También se pueden utilizar, en combinación con los ácidos grasos de cadena larga, ácidos de cadena corta, que comprenden normalmente entre 6 y 12 átomos de carbono, como por ejemplo el ácido azelaico y el ácido benzoico. Se forman entonces grasas denominadas complejas.

25 Los jabones metálicos forman una estructura fibrosa, salvo los jabones de aluminio, que presentan una estructura de gel esférica.

Se pueden utilizar otros espesantes inorgánicos como, por ejemplo, la bentonita y el gel de sílice. También se encuentran entre los espesantes las policarbamidas (poliureas).

30 Para las aplicaciones en las que la grasa se encuentra en un recinto no confinado (por ejemplo engranajes abiertos de cementeras...), las grasas espesadas con jabones metálicos, y en particular con jabones metálicos de aluminio simples o complejos son bastante superiores a las otras grasas.

En efecto, las grasas espesadas con poliureas no tienen una estabilidad mecánica suficiente, principalmente debido a su carácter tixotrópico, que les lleva a desestructurarse sometidas a tensiones mecánicas.

35 Los espesantes inorgánicos presentan también problemas de comportamiento mecánico y de resistencia al agua, lo que es perjudicial en los sistemas abiertos.

Los jabones metálicos presentan, por su parte, un comportamiento mecánico muy bueno. En particular, las grasas espesadas con jabones de aluminio simple o complejo presentan un comportamiento mecánico muy bueno, son muy resistentes al agua (en particular las grasas de aluminio complejo), y presentan una adhesividad a las superficies metálicas muy buena.

40 La patente FR 1048670 describe por ejemplo una grasa que comprende un jabón de aluminio, que permite la lubricación de piezas pesadas en la industria, que funcionan en condiciones rigurosas de temperatura y de cargas. La presencia de jabón de aluminio impide la separación del aceite base de la grasa, y por lo tanto la desestructuración de la grasa.

45 La solicitud FR 2172080 describe también grasas particularmente estables espesadas con jabones de aluminio, así como la solicitud FR 2012238, que destaca igualmente su resistencia al agua.

La solicitud EP0661378 divulga ejemplos de grasas espesadas con jabones de aluminio complejo que contienen ditiocarbamato de molibdeno (MoDTC), solo o en combinación con ditiófosfato de zinc (DTPZn). Estas composiciones no contienen grafito. Sus características EP son bajas, particularmente las de la grasa que no contiene más que MoDTC.

5 Bajo el nombre de COPAL MS 2 se comercializan grasas espesadas con jabones de aluminio complejo, y que comprenden aditivos antidesgaste, para extrema presión, así como un modificador de frotamiento, el bisulfuro de molibdeno (MoS_2), para aplicaciones en engranajes abiertos en la industria pesada tales como las cementeras, las azucareras (trituradores, arneses de control de horno, coronas de orientación) o, para la maquinaria de obras públicas. La presencia de MoS_2 garantiza una buena lubricación incluso en caso de sobrecalentamiento accidental y evita cualquier adhesión o agarrotamiento de los componentes lubricados.

No obstante, estas grasas tiene un elevado contenido de molibdeno (Mo), que sería interesante reducir por razones medioambientales, y propiedades de extrema presión que podrían ser mejoradas, principalmente para soportar los choques y los golpes, por ejemplo en los trituradores y en las maquinarias de obras públicas.

10 Las grasas pueden contener diferentes lubricantes sólidos, conocidos por sus propiedades de fricción y sus propiedades antidesgaste, tales como por ejemplo el bisulfuro de molibdeno o de tungsteno, el grafito o el politetrafluoroetileno (PTFE).

15 La solicitud FR 2723747 divulga grasas de alta temperatura para juntas homocinéticas que comprenden aceites base minerales y/o sintéticos, espesantes de poliurea y de MoS_2 como lubricante sólido, así como grafito y al menos un compuesto orgánico de molibdeno, preferentemente ditiocarbamato de molibdeno. Los lubricantes sólidos grafito, MoDTC, PTFE, permiten reducir el contenido del lubricante sólido costoso MoS_2 , sin sustituirlo, sin embargo, completamente. El contenido de molibdeno de las composiciones divulgadas es al menos del orden de 5.000 ppm.

20 Esta solicitud no se refiere al campo de las grasas para sistemas abiertos, en la industria o en obras públicas, y no describe grasas espesadas con jabones de aluminio simples o complejos. El problema es producir grasas para juntas homocinéticas de automóviles que resistan a alta temperatura, y que tengan una vida útil, un poder lubricante, y una resistencia sometida a carga permanente mejoradas. No se hace ninguna mención de la mejora de las propiedades de extrema presión.

25 El documento WO 03/000831 se refiere a una grasa a base de polialfaolefinas para una utilización en aplicaciones que necesitan una resistencia a las cargas altas. La grasa contiene un espesante a base de jabón y de aluminio. Puede también contener un lubricante sólido tal como el grafito y el ditiocarbamato de molibdeno.

30 La publicación "*Effect of graphite on friction and wear characteristics of molybdenum dithiocarbamate*", Y. Yamamoto et al., *Tribology Letters*, Vol. 17, N° 1, julio 2004, divulga el efecto potenciador del grafito de las características de antidesgaste y de fricción del MoDTC, en un aceite lubricante específico, el escualano. Esta mejora no se refiere a las propiedades de extrema presión, y sobre todo es importante en presencia de dispersante succinimida. Este estudio está limitado a un solo aceite lubricante natural y no aborda el campo de la grasas. No se divulga ninguna combinación específica de aceite base, grafito y MoDTC con otros componentes necesarios para la formulación de las grasas, en particular los espesantes. Por lo tanto, no es posible en absoluto deducir de esta publicación si el efecto potenciador del grafito sobre las características de fricción y desgaste del MoDTC, y todavía menos sobre las propiedades de extrema presión, se repetirá en una grasa que comprenda tal o cual espesante.

35 De forma sorprendente, la Solicitante ha constatado que grasas espesadas con jabones de aluminio, y que comprenden, como modificador de fricción, un ditiocarbamato de molibdeno combinado con grafito, presentaban propiedades de extrema presión mejoradas; las composiciones según la invención pueden presentar estas propiedades mejoradas con un contenido de molibdeno reducido.

Breve descripción de la invención:

40 La presente invención se refiere a composiciones de grasa que comprenden:

- (a) uno o varios aceites base de origen mineral, sintético o natural,
- (b) un espesante compuesto mayoritariamente por uno o varios jabones de aluminio simples o complejos,
- (c) uno o varios ditiocarbamatos de molibdeno,
- (d) grafito,

45 en la que el(los) jabón(jabones) de aluminio, simple(s) o complejo(s), forma(n) al menos 80% en peso del espesante (b) en dicha composición,

cuyo contenido de molibdeno está comprendido entre 500 y 5.000 ppm,

cuyo contenido másico de grafito está comprendido entre 0,5 y 3%.

50 Preferentemente, las composiciones según la invención comprenden, como aceites base (a), uno o varios aceites base minerales, solos o en mezcla, y opcionalmente uno o varios aceites base sintéticos.

Según un modo de realización, las composiciones según la invención comprenden al menos un jabón de aluminio complejo como espesante (b).

En las composiciones según la invención, el o los jabón (jabones) de aluminio, simple(s) o complejo(s), constituye(n) al menos 80% en peso del espesante (b) en dichas composiciones.

- 5 Según un modo de realización, las composiciones de grasa según la invención comprenden además uno o varios aditivos elegidos entre los aditivos antidesgaste y/o de extrema presión, preferentemente fosfosulfurados, preferentemente los ditiofosfatos.

Según un modo preferido, las composiciones según una de las reivindicaciones 1 a 5 comprenden además uno o varios polímeros, preferentemente elegidos entre los poliisobutenos.

- 10 En las composiciones según la invención, el contenido de molibdeno está comprendido entre 500 y 5.000 ppm, preferentemente entre 1.000 y 4.800 ppm.

En las composiciones según la invención, el contenido másico de grafito está comprendido entre 0,5 y 3%, preferentemente entre 0,7 y 2%.

- 15 La presente invención también se refiere a la utilización de una composición de grasa tal como se ha descrito anteriormente para la lubricación de sistemas abiertos, preferentemente los engranajes abiertos, los cables metálicos y accionamientos por cadena.

Preferentemente, esta utilización se hace en el campo de la industria, preferentemente en la industria cementera, azucarera o siderúrgica, o en el ámbito de las obras públicas.

- 20 La presente invención también se refiere a la utilización de una composición aditiva que comprende ditiocarbamato de molibdeno y grafito para aumentar la carga de soldadura, medida según la norma DIN 51350/4, de una grasa espesada con jabones de aluminio simples o complejos.

Finalmente, la presente invención también se refiere a un sistema abierto, preferentemente un engranaje abierto, cable metálico o accionamiento por cadena, que comprende una composición de grasa tal como se ha descrito anteriormente.

- 25 **Descripción detallada:**

Aceites base lubricantes (a)

El o los otros aceites base utilizados en las composiciones según la presente invención pueden ser aceites de origen mineral o sintéticos de los grupos I a V según las clases definidas en la clasificación API (American Petroleum Intitute).

- 30 Los aceites base minerales según la invención incluyen cualquier tipo de bases obtenidas por destilación atmosférica y a vacío del petróleo bruto, seguidas de operaciones de refinado tales como extracción con disolvente, desasfaltado, desparafinado con disolvente, hidrot ratamiento, hidrocraqueo e hidroisomerización o hidroacabado.

- 35 Los aceites base de las composiciones de grasas según la presente invención también pueden ser aceites sintéticos, tales como algunos ésteres, siliconas, glicoles, polibuteno, polialfaolefinas (PAO), alquilbenceno y alquilnaftaleno.

Los aceites base también pueden ser aceites de origen natural, por ejemplo ésteres de alcohol y de ácidos carboxílicos, pudiendo obtenerse a partir de fuentes naturales tales como el aceite de girasol, de colza, de palma, de soja, ...

- 40 Según un modo de realización, las composiciones de grasa según la invención contienen una mezcla de aceites minerales, por ejemplo aceites minerales parafínicos y aceites minerales nafténicos, como aceites base (a).

Según otro modo de realización, contienen una mezcla de aceite(s) mineral(es), por ejemplo aceites minerales parafínicos y aceites minerales nafténicos, y aceites sintéticos, por ejemplo polialfaolefinas.

La mezcla de aceites base (a) se ajusta de forma que su viscosidad a 40°C según la norma ASTM D 445 esté comprendida entre 100 y 500 cSt, preferentemente entre 110 y 300 cSt, preferentemente entre 150 y 250 cSt.

- 45 **Espesantes (b)**

Las grasas según la presente invención se espesan con jabones de aluminio, simples o complejos, que presentan propiedades mecánicas y una adhesividad a las superficies superiores, así como una excelente resistencia al agua.

Los jabones de aluminio y de ácidos grasos se pueden preparar de forma separada, o *in situ* durante la fabricación de la grasa (en este último caso, se disuelve el o los ácidos grasos en el aceite base, y luego se añade el compuesto metálico apropiado).

5 Los jabones de aluminio simples se preparan por ejemplo a partir de hidróxido de aluminio $Al(OH)_3$ y de uno o varios ácidos grasos de cadena larga, que comprende normalmente de 10 a 28 átomos de carbono, saturados o insaturados, por ejemplo el ácido esteárico.

Los jabones de aluminio complejos se preparan por ejemplo a partir de ácido esteárico, ácido benzoico, y trímeros de aluminio que responden a la fórmula (I):

10 donde R es un radical hidrocarbonado, preferentemente alquilo, por ejemplo isopropilo.

Los jabones de aluminio complejos presentan, con respecto a los jabones simples, la ventaja de un mejor comportamiento a alta temperatura.

15 Los jabones de aluminio se emplean preferentemente con contenidos del orden de 5 a 30% en peso, preferentemente de 10 a 25% en peso, preferentemente de 10 a 20% en peso, normalmente 12% en peso en las grasas según la invención. En las composiciones según la invención, la cantidad de jabón(jabones) metálico(s) se ajusta generalmente de forma que se obtengan grasas de grado 00, de grado 0, de grado 1 ó de grado 2 según la clasificación NLGI.

20 Las grasas según la invención contienen mayoritariamente jabones de aluminio, simples o complejos, como espesantes. Se entiende con ello que estos jabones representan juntos el porcentaje mayor en las grasas según la invención, comparado con el porcentaje en peso de las otras materias espesantes.

La cantidad del o de los jabones de aluminio, simples o complejos, constituye al menos 80% en peso con respecto al peso total de materias espesantes, en las composiciones de grasa según la invención.

25 Según un modo de realización, las grasas según la invención pueden contener como espesante mayoritario jabones metálicos de ácidos grasos simples o complejos, y menores cantidades de otros espesantes, tales como otros jabones metálicos, simples o complejos, poliureas, o espesantes inorgánicos, tipo bentonita o aluminosilicatos.

Preferentemente, las grasas según la invención son ejemplos de espesantes de tipo poliureas, que son técnicamente más complicados de fabricar, en particular porque los componentes que participan en su fabricación, tales como los isocianatos y las aminas, son muy tóxicos y poco estables durante el almacenamiento.

30 Todavía más preferentemente, las grasas según la invención contienen exclusivamente jabones metálicos de aluminio simples o complejos como espesantes.

Ditiocarbamato de molibdeno y grafito:

35 Las composiciones de grasa según la invención contienen grafito y ditiocarbamato de molibdeno. Se ha constatado de forma sorprendente, y a pesar de que el grafito es conocido por su baja resistencia a una fuerte carga, que esta combinación permite obtener grasas espesadas con jabones de aluminio que tienen propiedades muy buenas de extrema presión, con una tasa reducida de molibdeno.

No es deseable suprimir los compuestos de molibdeno totalmente, ya que las grasas espesadas con jabones de aluminio que no lo contienen, o contienen poco, no presentan ninguna mejora de las propiedades de extrema presión. Por ejemplo, el grafito es conocido por presentar problemas de resistencia con carga grande, y una grasa que no contiene más que grafito, tiene propiedades de extrema presión mediocres.

40 Por otra parte, las grasas que no contienen más que ditiocarbamato de molibdeno como aditivo no garantizan una protección suficiente de las piezas ya que el MoDTC necesita una cierta temperatura de activación para ser eficaz, y generalmente se utiliza en combinación con otros aditivos, principalmente fosfosulfurados. Las grasas espesadas con jabones de aluminio (complejos) que no contienen más que MoDTC como aditivo tienen características de extrema presión mediocres.

45

Ditiocarbamato de molibdeno (DTCMo) (c)

Las composiciones según la invención contienen ditiocarbamatos de molibdeno, aditivos modificadores de fricción bien conocidos por el experto en la materia.

5 Estos modificadores de frotamiento organometálicos de ditiocarbamato de molibdeno pueden ser por ejemplo dialquilditiocarbamatos de molibdeno que responden a la fórmula (II):

En la que X₁, X₂, X₃ y X₄ son cadenas alquilo, que comprenden preferentemente de 2 a 13 átomos de carbono, preferentemente de 2 a 6 átomos de carbono.

10 La cantidad de MoDTC de las composiciones según la invención se ajusta de forma que su contenido de molibdeno esté comprendido entre 500 y 5.000, preferentemente entre 1.000 y 4.800 ppm, preferentemente entre 1.500 y 4.500 ppm, preferentemente entre 2.000 y 4.000, preferentemente entre 2.500 y 3.000 ppm. Un contenido muy bajo de MoDTC lleva a propiedades de extrema presión mediocres, un contenido muy alto es perjudicial para el medio ambiente.

Este contenido se puede medir con las técnicas habituales, plasma, absorción atómica, fluorescencia de rayos X.

15 Normalmente, el contenido másico de dialquilditiocarbamato de las composiciones según la invención está comprendido entre 0,3 y 2%, preferentemente entre 0,5 y 1,7%, preferentemente entre 0,7 y 1,5%, preferentemente entre 0,8 y 1,2% normalmente igual a 1%.

20 Según un modo preferido, en las composiciones según la invención, la relación Mo/[grafito] entre el contenido de molibdeno, en ppm, y el porcentaje másico de grafito en dichas composiciones, está comprendida entre 1.000 y 4.000, preferentemente entre 1.500 y 3.500, preferentemente entre 2.000 y 3.000, preferentemente entre 2.500 y 2.900.

Esta relación Mo/[grafito] permite una optimización de las propiedades de extrema presión para una cantidad dada de MoDTC.

Grafito (d)

25 Las composiciones de grasa según la invención contienen grafito, en cualquier forma que se pueda incorporar en las grasas. Por ejemplo, el grafito empleado en las composiciones según la invención puede ser un polvo de tamaño micrométrico, con tamaños de partícula comprendidos entre 1 y 15 μm, y por ejemplo una distribución de tamaño caracterizada por un diámetro D50 comprendido entre 3 y 8 μm, preferentemente entre 5 y 7 μm.

30 El contenido másico de grafito de las composiciones según la invención está comprendido entre 0,5 y 3%, preferentemente entre 0,7 y 2%, preferentemente entre 0,8 y 1,5%, preferentemente entre 0,9 y 1,2%.

Antidesgaste y extrema presión:

35 Las grasas según la invención contienen opcionalmente aditivos antidesgaste y para extrema presión fosfosulfurados utilizados habitualmente en la formulación de grasas y lubricantes. Son, por ejemplo y de forma no limitativa, el ácido tiosulfúrico, el ácido tiosulfuroso, los ésteres de estos ácidos, sus sales, y los ditiocarbamatos, preferentemente los ditiocarbamatos, en particular los ditiocarbamatos de zinc (DTPZn).

Se preferirán en particular los ditiocarbamatos de zinc de fórmula (III):

40 donde R₁, R₂, R₃ y R₄ son, independientemente los unos de los otros, grupos alquilo lineales o ramificados que comprenden de 1 a 24, preferentemente de 3 a 14 átomos de carbono o grupos arilo eventualmente sustituidos que comprenden de 6 a 30, preferentemente de 8 a 18 átomos de carbono.

Estos diferentes compuestos se pueden emplear solos o en mezcla en las composiciones de grasa según la invención. Su % másico preferentemente está comprendido entre 0,5 y 5% en peso, preferentemente entre 0,7 y 2% en peso, o también entre 0,8 y 1,5% en peso con respecto al peso total de la composición.

- 5 Las composiciones lubricantes según la presente invención también pueden contener aditivos antidesgaste y para extrema presión fosforados, tales como por ejemplo los fosfatos de alquilo o fosfonatos de alquilo, el ácido fosfórico, el ácido fosforoso, los mono-, di- y triésteres del ácido fosforoso y del ácido fosfórico, y sus sales.

Las composiciones lubricantes según la presente invención también pueden contener aditivos antidesgaste y para extrema presión azufrados, por ejemplo los ditiocarbamatos, tiadiazoles y benzotiazoles y las olefinas sulfurizadas.

Otros aditivos

- 10 Las grasas según la invención también pueden contener cualquier tipo de aditivos adaptados a su utilización, por ejemplo antioxidantes, tales como los aminados o fenólicos, anticorrosivos que pueden ser compuestos oxigenados tales como los ésteres, por ejemplo el monooleato de sorbitano, las ceras oxidadas, pasivantes de cobre, ...

Estos diferentes compuestos generalmente están presentes en contenidos inferiores a 1%, o incluso a 0,5% en masa en las grasas.

- 15 Las grasas según la invención también pueden contener polímeros, por ejemplo poliolefinas, poliisobuteno (PIB), polietilenos, polipropileno, PAO pesadas, olefinas copoliméricas (OCP) por ejemplo dieno-estireno hidrogenado, polimetacrilatos (PMA), con contenidos generalmente comprendidos entre 1 y 35%. Estos polímeros se utilizan para mejorar la cohesión de las grasas, que resisten así mejor a la centrifugación. Estos polímeros aportan también una mejor adhesividad (principalmente los PIB) de la grasa a las superficies, y aumentan la viscosidad de la fracción aceite base, y por lo tanto el espesor de la película de aceite entre las piezas en frotamiento. La cantidad incorporada varía en función de la masa molar, de la viscosidad y del efecto deseado. Se utilizarán por ejemplo PIB de masa molar comprendida entre 15.000 y 25.000 dalton con contenidos comprendidos entre 1 y 10% en masa, para aumentar la adhesión de la grasa a las superficies metálicas.
- 20

Procedimiento de preparación de las grasas:

- 25 Las grasas según la invención se fabrican preferentemente formando el jabón metálico *in situ*.

Se disuelven varios ácidos grasos en una fracción del aceite base o de la mezcla de aceite base a temperatura ambiente. Esta fracción generalmente es del orden de 50% de la cantidad total de aceite contenida en la grasa final. Los ácidos grasos pueden ser ácidos largos, que comprenden de 14 a 28 átomos de carbono, para formar un jabón simple, eventualmente combinados con ácidos grasos cortos, que comprenden de 6 a 12 átomos de carbono, para formar jabones complejos.

30

Se añaden, a una temperatura de aproximadamente 60 a 80°C, los compuestos que contienen el aluminio, preferentemente de tipo trímero de aluminio tal como se ha descrito anteriormente.

- 35 Se deja que transcurra la reacción de los ácidos grasos con el o los compuestos que contienen el aluminio, calentando a aproximadamente 200°C. La grasa se enfría a continuación, principalmente por la fracción restante de aceite base.

A continuación se incorporan los aditivos a aproximadamente 80°C. Y a continuación se amasa durante un tiempo suficiente para obtener una composición de grasa homogénea.

Grado de las grasas:

- 40 La consistencia de una grasa mide su dureza o su fluidez en reposo. Se cifra por la profundidad de penetración de un cono de dimensiones y de masa dadas. La grasa se somete previamente a un amasado. Las condiciones de medida de la consistencia de una grasa están definidas por la norma ASTM D 217.

Según su consistencia, las grasas se reparten en 9 clases o 9 grados NLGI (*National Lubricating Grease Institute*) habitualmente utilizados en el campo de las grasas. Estos grados se indican en la tabla siguiente.

- 45 Las grasas según la invención son preferentemente grasas de consistencia comprendida entre 265 y 430, preferentemente entre 310 y 430, preferentemente entre 265 y 340 décimas de milímetro según ASTM D217. Preferentemente, son de grado NLGI 00, 0, 1 ó 2, es decir que su consistencia está comprendida respectivamente entre 400 y 430, o 355 y 385, o 310 y 340, o 265 y 295 décimas de milímetro según ASTM D217.

- 50 Las grasas destinadas a los engranajes abiertos se deben adherir a las superficies, pero no deben ser demasiado consistentes ya que se aplican por barboteo del engranaje en una cuba o por pulverización. Por lo tanto, los grados 0, 00 ó 1 serán preferidos, es decir las grasas de consistencia respectivamente comprendida entre 400 y 430, o 355 y 385, o 310 y 340 décimas de milímetro según ASTM D217.

Grado de NLGI	Consistencia según ASTM D 217 (décima de milímetro)
000	445-475
00	400-430
0	355-385
1	310-340
2	265-295
3	220-250
4	175-205
5	130-160
6	85-115

Grado de las grasas

Ejemplo 1

Se han preparado composiciones de grasas con un pie de grasa preparado a partir de aceite base mineral, y de un jabón de aluminio complejo obtenido por reacción de ácido benzoico, de triestearato de glicerol (estearina), y de una fuente de aluminio (trímero de aluminio que responde a la fórmula (I) anterior). El aceite base representa 82,50% en peso del pie de grasa, y el jabón de aluminio complejo 17,50% en peso.

Estas grasas son de grado 2 según la clasificación NLGI.

Este pie de grasa entra en la composición de una grasa comercial que comprende 2,5% de MoS₂, y diferentes aditivos: un aditivo antidesgaste (DTPZn), uno para extrema presión así como uno anticorrosivo, que se toma como referencia (referencia 1).

Las composiciones de grasa se han preparado con el mismo pie de grasa y la misma aditivación que la grasa de referencia comercial, pero el MoS₂ se ha sustituido total o parcialmente por otros lubricantes sólidos:

- El grafito empleado es un polvo micrométrico, de diámetro D50 = 6 μm
- El MoDTC empleado es el di-n-butilditioicarbamato de molibdeno, que contiene 28% en masa de molibdeno,
- El MoS₂ empleado es un polvo micrométrico formado por partículas de tamaño comprendido entre 0,5 y 8 μm, de D50 aproximadamente 2 μm.

Las características de extrema presión de todas estas grasas se han medido según la norma DIN 51350/4, midiendo la carga de soldadura en la prueba por 4 bolas EP (medida de la carga necesaria que hay que aplicar para soldar entre sí 4 bolas dispuestas según una configuración determinada y entre las que se ha introducido una cantidad determinada de grasa).

La tabla 1 recoge las composiciones y las características de las grasas A a E comparativamente con la referencia 1.

Las grasas D y E según la invención tienen propiedades de extrema presión (EP) significativamente mejoradas con respecto a la referencia, y un contenido de molibdeno muy inferior.

La grasa A, que no contiene molibdeno, no presenta ninguna mejora de las propiedades de extrema presión.

Las grasas B y C muestran una ligera mejora de las propiedades EP (inferior a la observada con las grasas D y E), pero su contenido de molibdeno permanece muy elevado.

Ejemplo 2:

Se han preparado composiciones de grasas con un pie de grasa preparado a partir de un aceite base mineral, y de un jabón de litio simple obtenido por reacción de ácido 12-hidroxiesteárico y de hidróxido de litio (LiOH, H₂O). El aceite base representa 90,00% en peso del pie de grasa, y el jabón de litio simple 10,00% en peso.

Estas grasas son de grado 2 según la clasificación NLGI.

ES 2 580 208 T3

Este pie de grasa entra en la composición de una grasa tomada como referencia (referencia 2) que comprende además 1% de MoS_2 , y diferentes aditivos: un aditivo antidesgaste (DTPZn), uno para extrema presión, así como uno anticorrosivo, que se toma como referencia (referencia 2).

5 Las composiciones de grasa F y G se han preparado con el mismo pie de grasa y la misma aditivación que la grasa de referencia 2, pero el MoS_2 se ha reemplazado por grafito y MoDTC (idénticos a los del ejemplo 1).

Las características de extrema presión de la referencia 2 y de las grasas F y G se han medido según la norma DIN 51350/4, midiendo la carga de soldadura en la prueba por 4 bolas EP.

La tabla 1 recoge las composiciones y las características de las grasas F y G comparativamente con la referencia 2.

10 No se ha constatado ninguna mejora de las propiedades de extrema presión entre la referencia 2 y la grasa F o la grasa G. En este entorno de espesante de jabón de litio, la combinación MoDTC + grafito no actúa de la misma forma que en un entorno de espesante de aluminio.

15 Sin pretender estar relacionado con ninguna teoría, parece que la estructura de gel esférica de los jabones de aluminio, que se distingue de la estructura fibrosa de los otros jabones metálicos de ácidos grasos (principalmente de litio), utilizados como espesantes, tiene una influencia sobre el modo de acción y las características de los aditivos.

		Referencia 1	A	B	C	D	E	Referencia 2	F	G
	Pie de grasa	89,60	89,10	88,10	89,10	89,10	90,10	91,50	91,50	91,00
	MoS ₂	2,50		2,00	1,00			1,00		
	PTFE		2,00	2,00						
% másico	MoDTC					1,50	1,00		0,50	1,00
	Grafito		1,00		2,00	1,50	1,00		0,50	0,50
	Aditivos	7,90	7,90	7,90	7,90	7,90	7,90	7,50	7,50	7,50
	Total	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	
	Contenido de Mo (ppm)	15.000	0	12.000	6.000	4.200	2.800	6.000	1.400	2.800
	4 bolas EP DIN 51350/4									
	Mejora/referencia		0%	10%	20%	70%	80%		0%	0%

REVINDICACIONES

1. Composición de grasa que comprende:
- (a) uno o varios aceites base de origen mineral, sintético o natural,
- (b) un espesante compuesto mayoritariamente por uno o varios jabones de aluminio simples o complejos,
- 5 (c) uno o varios ditiocarbamatos de molibdeno,
- (d) grafito,
- en la que el(los) jabón(jabones) de aluminio, simple(s) o complejo(s), constituye(n) al menos 80% en peso del espesante (b) en dicha composición,
 - cuyo contenido de molibdeno está comprendido entre 500 y 5.000 ppm,
 - cuyo contenido másico de grafito está comprendido entre 0,5 y 3%.
- 10
2. Composición según la reivindicación 1 que comprende como aceites base (a) uno o varios aceites base minerales, solos o en mezcla, y opcionalmente uno o varios aceites base sintéticos.
3. Composición según una de las reivindicaciones 1 ó 2 que comprende al menos un jabón de aluminio complejo como espesante (b).
- 15
4. Composición de grasa según una de las reivindicaciones 1 a 3 que comprende además uno o varios aditivos elegidos entre los aditivos antidesgaste y/o para extrema presión, preferentemente fosfosulfurados, preferentemente los ditiiofosfatos.
5. Composición de grasa según una de las reivindicaciones 1 a 4 que comprende además uno o varios polímeros, preferentemente elegidos entre los poliisobutenos.
- 20
6. Composición según una de las reivindicaciones 1 a 5 cuyo contenido de molibdeno está comprendido entre 1.000 y 4.800 ppm.
7. Composición de grasa según una de las reivindicaciones 1 a 6 en la que el contenido másico de grafito está comprendido entre 0,7 y 2%.
- 25
8. Utilización de una composición de grasa según una de las reivindicaciones 1 a 7 para la lubricación de los sistemas abiertos, preferentemente los engranajes abiertos, los cables metálicos o los accionamientos por cadena.
9. Utilización según la reivindicación 8 en el campo de la industria, preferentemente la industria cementera, azucarera, o siderúrgica, o en el campo de las obras públicas.
10. Utilización de una composición de aditivo que comprende ditiocarbamato de molibdeno y grafito para aumentar la carga de soldadura, medida según la norma DIN 51350/4, de una grasa espesada con jabones de aluminio simples o complejos.
- 30
11. Sistema abierto, preferentemente engranaje abierto, cable metálico o accionamiento por cadena, que comprende una composición de grasa según una de las reivindicaciones 1 a 7.