

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 641 274**

51 Int. Cl.:

**C10M 117/00** (2006.01)

**C10M 177/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **05.11.2007 PCT/US2007/083582**

87 Fecha y número de publicación internacional: **15.05.2008 WO08058053**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.11.2007 E 07854579 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **30.08.2017 EP 2087080**

54 Título: **Método para producir dispersiones de hidróxido de litio anhidro y composiciones de grasa**

30 Prioridad:

**08.11.2006 US 557612**

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

**08.11.2017**

73 Titular/es:

**THE LUBRIZOL CORPORATION (100.0%)  
29400 LAKELAND BOULEVARD  
WICKLIFFE, OH 44092-2298, US**

72 Inventor/es:

**HOBSON, DAVID M. y  
PSAILA, ALEX F.**

74 Agente/Representante:

**ISERN JARA, Jorge**

ES 2 641 274 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**

Método para producir dispersiones de hidróxido de litio anhidro y composiciones de grasa

## 5 Campo técnico

La tecnología divulgada se refiere a dispersiones de hidróxido de litio anhidro y/o de hidróxido de litio monohidrato, a procesos para la preparación de las dispersiones, y a composiciones de grasa preparadas a partir de las dispersiones.

10

## Antecedentes

El hidróxido de litio anhidro (LiOH) y el hidróxido de litio monohidrato (LiOH·H<sub>2</sub>O) se pueden usar para la preparación de grasa. Sin embargo, estos son normalmente insolubles en aceite. Se pueden usar dispersiones que contienen uno de ellos o ambos con un bajo contenido de sólidos (es decir, la cantidad de LiOH y/o LiOH·H<sub>2</sub>O en la dispersión), normalmente de hasta un 10 % en peso. No obstante, estas dispersiones sólidas contienen grandes cantidades de un medio portador (con frecuencia un aceite de viscosidad lubricante) lo que hace que el transporte, el almacenamiento y la dispensación de las dispersiones sean problemáticos debido al volumen del medio. Esto hace también que las dispersiones con bajo contenido de sólidos sean menos ecológicas y más caras. El problema, por tanto, es proporcionar una dispersión de LiOH y/o LiOH·H<sub>2</sub>O con alto contenido de sólidos estable que se pueda usar en la preparación de grasa.

20

La tecnología divulgada proporciona una solución a este problema.

## 25 Sumario

El alcance de la presente invención se define por las reivindicaciones. La materia objeto fuera del alcance de las reivindicaciones se proporciona solamente como información.

30 Se describe una dispersión que comprende partículas de LiOH y/o LiOH·H<sub>2</sub>O dispersadas en un medio orgánico, comprendiendo el medio orgánico al menos un aceite y al menos un tensioactivo, siendo la concentración de las partículas de LiOH y/o LiOH·H<sub>2</sub>O en la dispersión superior a un 10 % en peso, teniendo las partículas de LiOH y/o LiOH·H<sub>2</sub>O un tamaño de partícula medio en el intervalo de hasta aproximadamente 10 micrómetros en la que al menos un 99 % en peso de las partículas de LiOH y/o LiOH·H<sub>2</sub>O tienen un tamaño de partícula en el intervalo de hasta aproximadamente 20 micrómetros. La dispersión se puede denominar dispersión con alto contenido de sólidos estable.

35

Se describe una composición de grasa preparada mezclando la dispersión anterior con al menos un ácido carboxílico y/o un éster del mismo y al menos un aceite de viscosidad lubricante, y haciendo reaccionar las partículas de LiOH y/o LiOH·H<sub>2</sub>O con el ácido carboxílico y/o un éster del mismo lo suficiente como para espesar el aceite de viscosidad lubricante hasta una consistencia de grasa.

40

De acuerdo con esto, la presente invención proporciona un proceso para la preparación de una dispersión que comprende partículas de LiOH, comprendiendo el proceso: (A) formar una suspensión que comprende sólidos de LiOH·H<sub>2</sub>O y un medio orgánico, comprendiendo el medio orgánico al menos un aceite y al menos un tensioactivo; (B) moler la suspensión para formar una dispersión que comprende partículas de LiOH·H<sub>2</sub>O dispersadas en el medio orgánico; y (C) deshidratar la dispersión para convertir las partículas de LiOH·H<sub>2</sub>O en partículas de LiOH. Este proceso puede comprender adicionalmente: (D) mezclar los sólidos de LiOH·H<sub>2</sub>O con la dispersión de partículas de LiOH formadas en (C) para formar una mezcla en dispersión; (E) moler la mezcla en dispersión para formar una segunda dispersión que comprende partículas de LiOH y de LiOH·H<sub>2</sub>O; y (F) deshidratar la segunda dispersión para convertir las partículas de LiOH·H<sub>2</sub>O en la segunda dispersión en partículas de LiOH. La relación en peso de los sólidos de LiOH·H<sub>2</sub>O con respecto a las partículas de LiOH en la etapa (D) está en el intervalo de aproximadamente 9,2:1 a aproximadamente 0,2:1 y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente 1,1:1 a aproximadamente 0,65:1.

55

La tecnología divulgada se refiere además a un proceso para la preparación de una dispersión que comprende partículas de LiOH, comprendiendo el proceso: formar una suspensión que comprende sólidos de LiOH·H<sub>2</sub>O, aceite mineral y ácido y/o anhídrido poliisobutenil succínico; moler la suspensión para formar una dispersión que comprende partículas de LiOH·H<sub>2</sub>O dispersadas en el aceite mineral y el ácido y/o anhídrido poliisobutenil succínico; y deshidratar la dispersión para convertir las partículas de LiOH·H<sub>2</sub>O en partículas de LiOH, teniendo las partículas de LiOH un tamaño medio de partícula en el intervalo de hasta aproximadamente 1 micrómetro, en la que al menos aproximadamente un 70 % en peso de las partículas tiene un tamaño de partícula en el intervalo de hasta aproximadamente 2 micrómetros, y al menos un 99 % en peso de las partículas tienen un tamaño de partícula en el intervalo de hasta aproximadamente 10 micrómetros.

60

65

Se describe también un proceso para la preparación de una dispersión que comprende partículas de  $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$ , comprendiendo el proceso: formar una suspensión que comprende sólidos de  $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$  y un medio orgánico, comprendiendo el medio orgánico al menos un aceite y al menos un tensioactivo; y moler la suspensión para formar una dispersión que comprende partículas de  $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$  dispersadas en el medio orgánico.

La tecnología divulgada se refiere además a un proceso para la preparación de grasa que comprende: formar una suspensión que comprende sólidos de  $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$  y un medio orgánico, comprendiendo el medio orgánico al menos un aceite y al menos un tensioactivo; moler la suspensión para formar una dispersión que comprende partículas de  $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$  dispersadas en el medio orgánico; deshidratar la dispersión para convertir las partículas de  $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$  en partículas de  $\text{LiOH}$ ; y mezclar la dispersión anterior con al menos un ácido carboxílico y/o un éster del mismo y al menos un aceite de viscosidad lubricante, y hacer reaccionar las partículas de  $\text{LiOH}$  con el ácido carboxílico y/o un éster del mismo lo suficiente como para espesar el aceite de viscosidad lubricante hasta una consistencia de grasa.

Se describe también un proceso para la preparación de grasa, que comprende: formar una suspensión que comprende sólidos de  $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$  y un medio orgánico, comprendiendo el medio orgánico al menos un aceite y al menos un tensioactivo; moler la suspensión para formar una dispersión que comprende partículas de  $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$  dispersadas en el medio orgánico; y mezclar la dispersión con al menos un ácido carboxílico y/o un éster del mismo y al menos un aceite de viscosidad lubricante, y haciendo reaccionar las partículas de  $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$  con el ácido carboxílico y/o un éster del mismo lo suficiente como para espesar el aceite de viscosidad lubricante hasta una consistencia de grasa.

#### Descripción detallada

El término "suspensión" se puede usar en el presente documento para referirse a una mezcla de sólidos (por ejemplo, sólidos de hidróxido de litio monohidrato) y un medio orgánico (por ejemplo, un aceite o una mezcla de un aceite y uno o más tensioactivos).

El término "dispersión" se puede usar en el presente documento para referirse a un medio líquido (por ejemplo, un medio orgánico que comprende un aceite, una mezcla de aceite y uno o más tensioactivos, etc.) con partículas sólidas individuales (por ejemplo, partículas de hidróxido de litio anhidro) separadas generalmente entre sí y estando distribuidas de forma razonablemente uniforme a través del medio líquido.

El término "dispersión estable" se puede usar en el presente documento para referirse a una dispersión en la que menos de aproximadamente un 1 % en peso de los sólidos se separa de la dispersión después de 60 días y, en una realización, después de 240 días, cuando la dispersión se mantiene a 20 °C sin agitación.

El término "dispersión con alto contenido de sólidos" se puede usar en el presente documento para referirse a una dispersión con un contenido de litio de al menos aproximadamente un 1,5 % en peso y, en una realización, de al menos aproximadamente un 3 % en peso y, en una realización, de al menos aproximadamente un 5 % en peso y, en una realización, de al menos aproximadamente un 7 % en peso y, en una realización, de al menos aproximadamente un 10 % en peso hasta aproximadamente un 20 % en peso y, en una realización, de hasta aproximadamente un 18 % en peso. En una realización, la concentración de litio puede estar en el intervalo de aproximadamente un 1,5 a aproximadamente un 20 % en peso y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente un 3 % a aproximadamente un 18 % en peso. El término "dispersión con alto contenido de sólidos" se puede usar para referirse a una dispersión que contiene más de un 10 % en peso de partículas de  $\text{LiOH}$  y/o  $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$  y, en una realización, al menos aproximadamente un 12 % en peso de partículas de  $\text{LiOH}$  y/o  $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$  y, en una realización, al menos aproximadamente un 15 % en peso de partículas de  $\text{LiOH}$  y/o  $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$  y, en una realización, al menos aproximadamente un 20 % en peso de partículas de  $\text{LiOH}$  y/o  $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$  y, en una realización, al menos aproximadamente un 25 % en peso de partículas de  $\text{LiOH}$  y/o  $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$  y, en una realización, al menos aproximadamente un 30 % en peso de partículas de  $\text{LiOH}$  y/o  $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$  y, en una realización, al menos aproximadamente un 35 % en peso de partículas de  $\text{LiOH}$  y/o  $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$  y, en una realización, al menos aproximadamente un 40 % en peso de partículas de  $\text{LiOH}$  y/o  $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$ . La concentración de partículas de  $\text{LiOH}$  y/o  $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$  puede ser de hasta aproximadamente un 62 % y, en una realización, de hasta aproximadamente un 60 % en peso y, en una realización, de hasta aproximadamente un 55 % en peso y, en una realización, de hasta aproximadamente un 50 % en peso y, en una realización, de hasta aproximadamente un 45 % en peso y, en una realización, de hasta aproximadamente un 40 % en peso.

El término "hidrocarbilo" cuando se refiere a grupos unidos al resto de la molécula, se puede usar en el presente documento para referirse a grupos que tienen una naturaleza puramente hidrocarbonada o predominantemente hidrocarbonada en el contexto de la invención. Estos grupos incluyen los siguientes:

(1) Grupos puramente hidrocarbonados; esto es, grupos alifáticos, alicíclicos, aromáticos, aromáticos sustituidos con alifáticos y alicíclicos, alifáticos y alicíclicos sustituidos con aromáticos, y similares, así como los grupos cíclicos en los que el anillo se completa mediante otra porción de la molécula (es decir, dos cualesquiera de los sustituyentes indicados, pueden formar conjuntamente un grupo alicíclico). Ejemplos incluyen metilo, octilo, ciclohexilo, fenilo, etc.

(2) Grupos hidrocarbonados sustituidos; es decir, grupos que contienen sustituyentes no hidrocarbonados que no modifican la naturaleza predominantemente hidrocarbonada del grupo. Ejemplos incluyen hidroxilo, nitro, ciano, alcoxi, acilo, etc.

(3) Grupos hetero; es decir, grupos que siendo de naturaleza predominantemente hidrocarbonada, contienen átomos que no son de carbono en una cadena o anillo compuesto por lo demás por átomos de carbono. Ejemplos incluyen nitrógeno, oxígeno y azufre.

En general, no más de aproximadamente tres sustituyentes o heteroátomos y, en una realización, no más de uno, pueden estar presentes por cada 10 átomos de carbono en el grupo hidrocarbilo.

El término "inferior" se puede usar en el presente documento junto con términos tales como hidrocarbilo, alquilo, alquenilo, alcoxi, y similares, y puede describir tales grupos que contienen un total de hasta 7 átomos de carbono.

El término "soluble en aceite" se puede usar en el presente documento para referirse a un material que es soluble en aceite mineral hasta un grado de al menos aproximadamente 0,5 gramos por litro a 25 °C.

El término "insoluble" se puede usar en el presente documento para referirse a un material que es insoluble en aceite mineral a 25 °C o que es soluble en aceite mineral a 25 °C hasta un grado de hasta aproximadamente 0,5 gramos por litro.

El término "TBN" se puede usar en el presente documento para referirse al número de base total. Esta es la cantidad de ácido (perclórico o clorhídrico) necesaria para neutralizar toda o una parte de la basicidad de un material, expresada como miligramos de KOH por gramo de muestra.

El término "jabón" se puede usar en el presente documento para referirse al producto de reacción del litio con un ácido carboxílico y/o un éster del mismo.

La dispersión que se puede proporcionar de acuerdo con la tecnología divulgada puede ser una dispersión con alto contenido de sólidos que comprende partículas de hidróxido de litio anhidro (LiOH) y/o hidróxido de litio monohidrato (LiOH·H<sub>2</sub>O) dispersadas en un medio orgánico. El medio orgánico puede comprender al menos un aceite y al menos un tensioactivo. Las partículas de LiOH y/o LiOH·H<sub>2</sub>O pueden tener un tamaño de partícula medio de hasta aproximadamente 10 micrómetros y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente 20 nanómetros (nm) a aproximadamente 10 micrómetros y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente 20 nm a aproximadamente 5 micrómetros y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente 20 nm a aproximadamente 1 micrómetro y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente 20 a aproximadamente 900 nm y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente 20 a aproximadamente 600 nm y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente 20 a aproximadamente 300 nm. Al menos aproximadamente un 70 % en peso y, en una realización, al menos aproximadamente un 80 % en peso y, en una realización, al menos aproximadamente un 90 % en peso y, en una realización, al menos aproximadamente un 95 % en peso de las partículas de LiOH y/o LiOH·H<sub>2</sub>O pueden tener un tamaño de partícula de hasta aproximadamente 20 micrómetros y, en una realización, de hasta aproximadamente 10 micrómetros y, en una realización, de hasta aproximadamente 1 micrómetro. Hasta aproximadamente un 100 % en peso y, en una realización, al menos aproximadamente un 99 % en peso, y, en una realización, al menos aproximadamente un 97 % en peso y, en una realización, al menos aproximadamente un 95 % en peso de las partículas de LiOH y/o LiOH·H<sub>2</sub>O pueden tener un tamaño de partícula de hasta aproximadamente 20 micrómetros y, en una realización, de hasta aproximadamente 15 micrómetros y, en una realización, de hasta aproximadamente 10 micrómetros y, en una realización, de hasta aproximadamente 5 micrómetros y, en una realización, de hasta aproximadamente 3 micrómetros y, en una realización, de hasta aproximadamente 2 micrómetros. La dispersión puede tener un TBN en el intervalo de aproximadamente 130 a aproximadamente 1600 y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente 500 a aproximadamente 900.

El aceite que se puede usar en la dispersión puede comprender uno o más aceites de viscosidad lubricante, incluyendo aceites naturales, aceites lubricantes sintéticos, y mezclas de los mismos. El aceite se puede producir mediante procesos gas-a-líquido tal como reacciones de Fischer-Tropsch. El aceite puede comprender una o más polialfaolefinas.

Los aceites naturales pueden incluir aceites animales y aceites vegetales (por ejemplo, aceite de ricino, aceite de manteca de cerdo) así como aceites lubricantes minerales tales como aceites de petróleo líquidos y aceites lubricantes minerales tratados con disolvente o tratados con ácido de los tipos parafínico, nafténico o parafínico-nafténico mixto. Los aceites pueden ser aceites biodegradables, por ejemplo, aceites naturales tales como aceites vegetales que son biodegradables. Los aceites de viscosidad lubricante derivados del carbón o de esquisto bituminoso pueden ser útiles. Los aceites lubricantes sintéticos que pueden ser útiles incluyen aceites de hidrocarburos tales como olefinas polimerizadas e interpolimerizadas (por ejemplo, polibutilenos, polipropilenos, copolímeros de propileno-isobutileno); poli(1-hexenos), poli(1-octenos), poli(1-decenos), y mezclas de los mismos; alquilbencenos (por ejemplo, dodecibencenos, tetradecibencenos, dinonibencenos, di-(2-etilhexil)-bencenos); polifenilos (por ejemplo, bifenilos, terfenilos, polifenilos alquilados); difenil éteres alquilados y difenil sulfuros alquilados y los derivados, análogos y homólogos de los mismos.

Los polímeros e interpolímeros de óxido de alquileo y derivados de los mismos en los que los grupos hidroxilo terminales se han modificado mediante esterificación y eterificación, constituyen otra clase de aceites lubricantes sintéticos que se pueden usar. Estos se pueden ilustrar mediante los aceites preparados mediante la polimerización de óxido de etileno u óxido de propileno, los alquil y aril éteres de estos polímeros polioxilalquileo (es decir, metil-polisopropilenglicol éter con un peso molecular promedio en número de 1000, difenil éter de polietilenglicol con un peso molecular de 500-1000, dietil éter de polipropilenglicol con un peso molecular de 1000-1500) o ésteres de ácidos mono y policarboxílicos de los mismos, por ejemplo, los ésteres de ácido acético, ésteres de ácidos grasos C<sub>3-8</sub> mezclados, o el diéster oxoácido C<sub>13</sub> de tetraetilenglicol.

Otra clase de aceites lubricantes sintéticos que se pueden usar puede comprender los ésteres de ácidos dicarboxílicos (por ejemplo, ácido ftálico, ácido succínico, ácidos alquil succínicos, ácidos alquencil succínicos, ácido maleico, ácido azelaico, ácido subérico, ácido sebácico, ácido fumárico, ácido adípico, dímero de ácido linoléico, ácido malónico, ácidos alquil malónicos, y ácidos alquencil malónicos) con una diversidad de alcoholes (por ejemplo, alcohol butílico, alcohol hexílico, alcohol dodecílico, alcohol 2-etilhexílico, etilenglicol, monoéter de dietilenglicol, y propilenglicol). Ejemplos específicos de estos ésteres incluyen adipato de dibutilo, sebacato de di-(2-etilhexilo), fumarato de di-n-hexilo, sebacato de dioctilo, azelato de diisooctilo, azelato de diisodecilo, ftalato de dioctilo, ftalato de didecilo, sebacato de dieicosilo, diéster de 2-etilhexilo del dímero de ácido linoleico, y el éster complejo formado haciendo reaccionar un mol de ácido sebácico con dos moles de tetraetilenglicol y dos moles de ácido 2-etilhexanoico.

Ésteres que pueden ser útiles pueden incluir aceites sintéticos preparados a partir de ácidos monocarboxílicos C<sub>5</sub> a C<sub>22</sub> y polioles tales como neopentilglicol, trimetilopropano, y pentaeritritol, o éteres de poliol tales como dipentaeritritol y tripentaeritritol. Otros ejemplos de estos tipos de ésteres pueden incluir ésteres de origen biológico tales como ácidos grasos mixtos y ésteres complejos de trimetilopropano y/o neopentilglicol.

Los aceites basados en silicio, tales como los aceites de polialquil-, poliaryl-, polialcoxi- o poliarylloxi-siloxano y aceites de silicato pueden comprender otra clase útil de aceites lubricantes sintéticos (por ejemplo, silicato de tetraetilo, silicato de tetraisopropilo, silicato de tetra-(2-etilhexilo), silicato de tetra-(4-metil-2-etilhexilo), silicato de tetra-(p-terc-butil-fenilo), hexil-(4-metil-2-pentoxi)disiloxano, poli(metil)siloxanos y poli(metilfenil)siloxanos). Otros aceites lubricantes sintéticos pueden incluir ésteres líquidos de ácidos que contienen fósforo (por ejemplo, fosfato de tricresilo, fosfato de trioctilo, y el éster de dietilo del ácido decanofosfónico) y tetrahidrofuranos poliméricos.

Las polialfaolefinas (PAO) pueden derivar de monómeros que tienen de aproximadamente 4 a aproximadamente 30 átomos de carbono y, en una realización, de aproximadamente 4 a aproximadamente 20 y, en una realización, de aproximadamente 6 a aproximadamente 16 átomos de carbono. Ejemplos de PAO útiles pueden incluir los derivados de 1-hexeno, 1-octeno y 1-deceno, o una mezcla de dos o más de los mismos. Estas PAO pueden tener una viscosidad en el intervalo de aproximadamente 1,5 a aproximadamente 150 mm<sup>2</sup>/s (cSt) a 100 °C. Las PAO pueden comprender hidrocarburos hidrogenados.

Se pueden usar aceites sin refinar, refinados y re-refinados, naturales o sintéticos (así como mezclas de dos o más de cualquiera de estos) del tipo descrito anteriormente en el presente documento. Los aceites sin refinar son los obtenidos directamente de una fuente natural o sintética sin un tratamiento de purificación adicional. Por ejemplo, un aceite de esquisto bituminoso obtenido directamente de operaciones de retorta, un aceite de petróleo obtenido directamente de una destilación primaria o un aceite de éster obtenido directamente de un proceso de esterificación y usado sin tratamiento posterior, sería un aceite sin refinar. Los aceites refinados son similares a los aceites sin refinar, excepto por que el aceite es tratado adicionalmente en una o más etapas de purificación para mejorar una o más propiedades. Muchas de tales técnicas de purificación son conocidas por los expertos en la materia, tales como la extracción con disolvente, destilación secundaria, extracción con ácido o base, filtración, percolación y similares. Los aceites re-refinados se pueden obtener mediante procesos similares a los usados para obtener aceites refinados aplicados a aceites refinados que ya se han usado en servicio. Dichos aceites re-refinados se pueden conocer también como aceites recuperados o reprocesados y, frecuentemente, son sometidos a un procesamiento adicional mediante técnicas dirigidas a la eliminación de los aditivos gastados y los productos de la degradación del aceite.

Los aceites de viscosidad lubricante que se pueden usar pueden estar definidos como los especificados en las Directrices de intercambiabilidad de aceites base del Instituto americano del petróleo (API). Los cinco grupos de aceites base son los siguientes:

Categoría de aceite base	Azufre (%)		Saturados (%)	Índice de viscosidad
Grupo I	> 0,03	y/o	< 90	80-120
Grupo II	≤ 0,03	y	≥ 90	80-120
Grupo III	≤ 0,03	y	≥ 90	≥ 120
Grupo IV	Todas las polialfaolefinas (PAO)			

Categoría de aceite base	Azufre (%)		Saturados (%)	Índice de viscosidad
Grupo V	Todos los otros no incluidos en los Grupos I, II, III, o IV			

Los Grupos I, II y III son reservas de aceites base minerales. El aceite de viscosidad lubricante puede ser un aceite del Grupo I, II, III, IV o V, o una mezcla de dos o más de los mismos.

- 5 Los tensioactivos que se pueden usar pueden comprender uno o más compuestos iónicos y/o no iónicos. Los compuestos iónicos pueden ser compuestos catiónicos y/o aniónicos. Estos compuestos pueden tener un equilibrio hidrófilo-lipófilo (HLB) de hasta aproximadamente 20 y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente 1 a aproximadamente 18 y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente 1 a aproximadamente 14 y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente 1 a aproximadamente 10 y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente 1 a aproximadamente 8 y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente 2,5 a aproximadamente 6.

15 Ejemplos de tensioactivos que se pueden usar se divulgan en *McCutcheon's Emulsifiers and Detergents*, 1993, Edición norteamericana e internacional. Los ejemplos pueden incluir alcanolamidas, alquilarylsulfonatos, óxidos de amina, compuestos de poli(oxialquileo), incluyendo copolímeros de bloques que comprenden unidades repetidas de óxido de alquileo (por ejemplo, Pluronic®), y etoxilatos de alcohol carboxilados, alcoholes etoxilados, alquil fenoles etoxilados, aminas y amidas etoxiladas, ácidos grasos etoxilados, aceites y ésteres grasos etoxilados, ésteres grasos, ésteres de glicerol, ésteres de glicol, derivados de imidazolina, lecitina y derivados, lignina y derivados, monoglicéridos y derivados, sulfonatos de olefina, ésteres de fosfato y derivados, ácidos o alcoholes o alquil fenoles grasos propoxilados y etoxilados, derivados de sorbitano, ésteres de sacarosa y derivados, sulfatos o alcoholes o alcoholes etoxilados o ésteres grasos, poliisobutileno succinimida y derivados, sulfonatos de dodecil y tridecil bencenos o naftalenos o petróleo condensados, sulfosuccinatos y derivados, y ácidos tridecil y dodecil benceno sulfónicos, y mezclas de dos o más de los mismos.

- 25 El tensioactivo puede comprender un sulfonato de benceno alquilado de un metal alcalino o un metal alcalino-térreo.

El grupo alquilo puede contener de aproximadamente 8 a aproximadamente 20 átomos de carbono y, en una realización, de aproximadamente 10 a aproximadamente 15 átomos de carbono. El grupo alquilo puede ser dodecilo.

- 30 El metal alcalino puede ser litio, potasio o sodio. El metal alcalino-térreo puede ser calcio o magnesio. El tensioactivo puede comprender uno o más derivados de una poliolefina. Las poliolefinas pueden incluir poliisobutileno; polipropileno; polietileno; un copolímero derivado de isobuteno y butadieno; un copolímero derivado de isobuteno e isopreno; o mezclas de dos o más de los mismos.

- 35 La poliolefina puede ser un derivado de poliisobutileno con un peso molecular promedio en número de al menos aproximadamente 250, 300, 500, 600, 700, o 800, hasta aproximadamente 5000 o más, con frecuencia de hasta aproximadamente 3000, 2500, 1600, 1300, o 1200. La poliolefina se puede hacer reaccionar con anhídrido maleico para preparar un derivado de anhídrido succínico o ácido succínico (en lo sucesivo en el presente documento succínico se abreviará como "succan") que se puede hacer reaccionar posteriormente con grupos polares tales como un metal alcalino, alcohol, alcanol amina, o amina para formar un grupo hidrófilo más grande en el tensioactivo. El tipo de tensioactivo se divulga en la patente de Estados Unidos 4 708 753. En una realización, menos de aproximadamente un 5 % en peso del poliisobutileno usado para preparar moléculas derivadas de succan puede tener un  $\bar{M}_n$  que es inferior a aproximadamente 250. El poliisobutileno usado para preparar el derivado de succan puede tener un  $\bar{M}_n$  de al menos aproximadamente 700. El poliisobutileno usado para preparar el derivado de succan puede contener al menos un 30 % de grupos terminales vinilideno y, en una realización, al menos aproximadamente un 60 % y, en una realización, al menos aproximadamente un 75 % o, al menos aproximadamente un 85 % de grupos terminales vinilideno. El poliisobutileno usado para preparar el derivado de succan puede tener una polidispersidad,  $\bar{M}_w/\bar{M}_n$ , superior aproximadamente 5 y, en una realización, de aproximadamente 6 a aproximadamente 20.

- 50 El sustituyente de poliisobutileno del poliisobutileno que está sustituido con ácido o anhídrido succínico puede tener un peso molecular promedio en número en el intervalo de aproximadamente 700 a aproximadamente 3000 y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente 1500 a aproximadamente 3000 y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente 1800 a aproximadamente 2300 y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente 700 a aproximadamente 1300, en una realización de aproximadamente 800 a aproximadamente 1000. El ácido o anhídrido succínico sustituido con poliisobutileno puede estar caracterizado por de aproximadamente 1,0 a aproximadamente 2,5 y, en una realización, de aproximadamente 1,3 a aproximadamente 2,5 y, en una realización, de aproximadamente 1,7 a aproximadamente 2,1 y, en una realización, de aproximadamente 1,0 a aproximadamente 1,3 y, en una realización, de aproximadamente 1,0 a aproximadamente 1,2 grupos succínicos por peso equivalente de sustituyente de poliisobutileno.

El tensioactivo puede comprender un éster poliisobutenil-dihidro-2,5-furandiona con pentaeritritol. El tensioactivo puede comprender un éster poliolefina amino, un ácido alquil benceno sulfónico, un ácido poliisobutenil succínico, un anhídrido poliisobutenil succínico y/o un etoxilato de propilamina.

5 La dispersión puede comprender más de un 10 % en peso de partículas de LiOH y, en una realización, al menos aproximadamente un 12 % en peso de partículas de LiOH y, en una realización, de aproximadamente un 12 % a aproximadamente un 62 % en peso de partículas de LiOH y, en una realización, de aproximadamente un 12 % a aproximadamente un 60 % en peso de partículas de LiOH y, en una realización, de aproximadamente un 12 % a aproximadamente un 50 % en peso de partículas de LiOH y, en una realización, de aproximadamente un 12 % a aproximadamente un 45 % en peso de partículas de LiOH y, en una realización, de aproximadamente un 12 % a aproximadamente un 40 % en peso de partículas de LiOH. La dispersión puede contener litio en una concentración en el intervalo de aproximadamente un 1,5 a aproximadamente un 20 % en peso y, en una realización, de aproximadamente un 3 a aproximadamente un 18 % en peso. La dispersión puede comprender de aproximadamente un 30 a aproximadamente un 90 % en peso de aceite y, en una realización, de aproximadamente un 35 a aproximadamente un 65 % en peso de aceite. La dispersión puede comprender de aproximadamente un 1 a aproximadamente un 20 % en peso de tensioactivo y, en una realización, de aproximadamente un 3 a aproximadamente un 12 % en peso de tensioactivo y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente un 3 a aproximadamente un 6 % en peso de tensioactivo y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente un 4 a aproximadamente un 12 % en peso de tensioactivo.

20 La dispersión se puede preparar mediante un proceso que comprende (A) formar una suspensión que comprende sólidos de hidróxido de litio monohidrato (LiOH·H<sub>2</sub>O) y un medio orgánico, comprendiendo el medio orgánico al menos un aceite y al menos un tensioactivo; y (B) moler la suspensión para formar una dispersión que comprende partículas de LiOH·H<sub>2</sub>O dispersadas en el medio orgánico. El proceso comprende además (C) deshidratar las partículas de LiOH·H<sub>2</sub>O para formar partículas de hidróxido de litio anhidro (LiOH), estando las partículas de LiOH dispersadas en el medio orgánico. El proceso puede comprender adicionalmente: (D) mezclar los sólidos de LiOH·H<sub>2</sub>O con la dispersión de partículas de LiOH formadas en (C) para formar una mezcla en dispersión; y (E) moler la mezcla en dispersión para formar una segunda dispersión que comprende partículas de LiOH y LiOH·H<sub>2</sub>O. El proceso puede comprender adicionalmente (F) deshidratar las partículas de LiOH·H<sub>2</sub>O en la segunda dispersión para formar partículas de LiOH.

Los sólidos de hidróxido de litio monohidrato usados en la etapa (A) pueden tener un tamaño de partícula medio en el intervalo de aproximadamente 100 a aproximadamente 1200 micrómetros y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente 150 a aproximadamente 500 micrómetros. Los sólidos se pueden proporcionar inicialmente con mayores tamaños de partícula y se pueden moler al tamaño deseado.

La suspensión puede comprender una concentración de sólidos de hidróxido de litio monohidrato en el intervalo de aproximadamente un 10 a aproximadamente un 70 % en peso y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente un 30 a aproximadamente un 60 % en peso y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente un 40 a aproximadamente un 55 % en peso. La suspensión puede contener de aproximadamente un 30 a aproximadamente un 90 % en peso de aceite y, en una realización, de aproximadamente un 35 a aproximadamente un 65 % en peso de aceite. La suspensión puede contener de aproximadamente un 1 a aproximadamente un 20 % en peso de tensioactivo y, en una realización, de aproximadamente un 4 a aproximadamente un 12 % en peso de tensioactivo.

La suspensión se puede convertir en la dispersión deseada mediante la molienda de la suspensión para reducir el tamaño de los sólidos de hidróxido de litio monohidrato y la dispersión de las partículas resultantes en el medio orgánico. La dispersión se deshidrata para convertir las partículas de hidróxido de litio monohidrato en partículas de hidróxido de litio anhidro.

La suspensión se puede moler usando uno o más de los siguientes: molinos de materiales, molinos de bolas, molinos de rodillos, molinos Attritor, desintegradores, microfluidizadores, molinos de chorro, molinos ultrasónicos y/u homogeneizadores. Los molinos de materiales pueden comprender uno o más de los siguientes: molinos de perlas, molinos de arena, molinos de bolas y/o molinos de microesferas. Los molinos de materiales pueden usar materiales (por ejemplo, perlas) que tienen diámetros promedio en el intervalo de aproximadamente 0,3 a aproximadamente 2,5 mm. En una realización, se pueden usar dos molinos de materiales (por ejemplo, perlas) secuenciales, uno que emplea un material (por ejemplo, perlas) con un diámetro promedio en el intervalo de aproximadamente 1,5 a aproximadamente 2,5 mm y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente 1,8 a aproximadamente 2,2 mm y, en una realización, de aproximadamente 2 mm; y el otro molino de materiales (por ejemplo, perlas) que emplea un material (por ejemplo, perlas) con un diámetro promedio en el intervalo de aproximadamente 0,3 a aproximadamente 0,8 mm y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente 0,4 a aproximadamente 0,7 mm y, en una realización, de aproximadamente 0,5 mm. La molienda se puede realizar en una única etapa de molienda usando un molino de materiales (por ejemplo, perlas) que emplea un material (por ejemplo, perlas) con un diámetro promedio en el intervalo de aproximadamente 0,8 a aproximadamente 1,2 mm y, en una realización, de aproximadamente 1,0 mm.

La dispersión formada en la anterior etapa de molienda se deshidrata después para convertir las partículas de hidróxido de litio monohidrato ( $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$ ) en partículas de hidróxido de litio anhidro ( $\text{LiOH}$ ). Las partículas de hidróxido de litio monohidrato se pueden convertir en partículas de hidróxido de litio anhidro mediante calentamiento de la dispersión a una temperatura en el intervalo de aproximadamente 80 a aproximadamente 130 °C y, en una realización en el intervalo de aproximadamente 90 a aproximadamente 110 °C. La presión puede estar en el intervalo de aproximadamente 5 kPa (50 mbar) a aproximadamente 50 kPa (500 mbar) y, en una realización, de aproximadamente 10 kPa (100 mbar) a aproximadamente 30 kPa (300 mbar). Esta etapa de calentamiento se puede llevar a cabo hasta que el contenido de agua de la dispersión es inferior a aproximadamente un 0,5 % en peso y, en una realización, inferior a aproximadamente un 0,3 % en peso y, en una realización, inferior a aproximadamente un 0,1 % en peso. La etapa de deshidratación se puede llevar a cabo usando uno o más separadores, evaporadores rotatorios, evaporadores de película descendente, evaporadores de película fina, evaporadores de lámina enjuagada, evaporadores de recorrido corto y/o unidades de destilación.

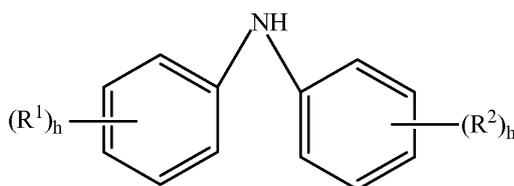
La dispersión que contiene partículas de  $\text{LiOH}$  se puede usar para formar una o más composiciones de grasa. Las composiciones de grasa se pueden preparar mezclando la dispersión con al menos un ácido carboxílico y/o un éster del mismo y al menos un aceite de viscosidad lubricante, y haciendo reaccionar las partículas de hidróxido de litio anhidro y/o las partículas de hidróxido de litio monohidrato con el ácido carboxílico y/o un éster del mismo en condiciones suficientes para espesar el aceite de viscosidad lubricante hasta una consistencia de grasa. El aceite de viscosidad lubricante puede ser cualquiera de los aceites de viscosidad lubricante comentados anteriormente para su uso en la formación de dispersiones. El aceite de viscosidad lubricante puede comprender al menos un aceite biodegradable (por ejemplo, al menos un aceite biodegradable natural tal como al menos un aceite biodegradable vegetal y/o al menos un éster de origen biológico derivado de ácidos grasos mixtos y neopentilglicol y/o trimetilolpropano), al menos una polialfaolefina, o una mezcla de dos o más de los mismos.

El ácido carboxílico y/o un éster del mismo puede comprender cualquier ácido mono- o policarboxílico y/o un éster del mismo, o una mezcla de dos o más de los mismos. El ácido policarboxílico y/o un éster del mismo puede ser un ácido dicarboxílico y/o un éster del mismo. El éster del ácido dicarboxílico puede ser un diéster. El ácido carboxílico y/o un éster del mismo puede comprender uno o más ácidos carboxílicos alicíclicos o lineales ramificados, saturados o insaturados, mono- o polihidroxi sustituidos o no sustituidos y/o ésteres de los mismos. El ácido carboxílico puede comprender uno o más cloruros de ácido. El éster de ácido carboxílico puede comprender uno o más ésteres de uno o más ácidos carboxílicos con uno o más alcoholes. Los alcoholes pueden ser alcoholes con de 1 a aproximadamente 5 átomos de carbono. Los ácidos carboxílicos pueden contener de 2 a aproximadamente 30 átomos de carbono por molécula y, en una realización de aproximadamente 4 a aproximadamente 30 átomos de carbono y, en una realización de aproximadamente 8 a aproximadamente 27 átomos de carbono y, en una realización de aproximadamente 12 a aproximadamente 24 átomos de carbono y, en una realización de aproximadamente 16 a aproximadamente 20 átomos de carbono. El ácido carboxílico y/o un éster del mismo puede comprender uno o más ácidos monocarboxílicos y/o ésteres de los mismos, uno o más ácidos dicarboxílicos y/o ésteres de los mismos, o una mezcla de dos o más de los mismos. El ácido carboxílico puede comprender un ácido alcanóico. El ácido carboxílico y/o un éster del mismo puede comprender una mezcla de uno o más ácidos dicarboxílicos y/o ésteres de los mismos y/o uno o más ácidos policarboxílicos y/o ésteres de los mismos. El ácido carboxílico y/o un éster del mismo pueden comprender una mezcla de uno o más ácidos monocarboxílicos y/o un éster de los mismos, y uno o más ácidos dicarboxílicos y/o policarboxílicos y/o ésteres de los mismos. La proporción en peso de ácido dicarboxílico y/o policarboxílico y/o un éster del mismo con respecto al ácido monocarboxílico y/o un éster del mismo puede estar en el intervalo de aproximadamente 15:85 a aproximadamente 40:60 y, en una realización, de aproximadamente 20:80 a aproximadamente 35:65 y, en una realización, de aproximadamente 25:75 a aproximadamente 35:65 y, en una realización, de aproximadamente 30:70.

El ácido carboxílico y/o un éster del mismo puede comprender uno o más ácidos hidroxiesteáricos y/o ésteres de estos ácidos. Los ácidos pueden comprender ácido 9-hidroxi-esteárico, ácido 10-hidroxi-esteárico, ácido 12-hidroxi-esteárico, o una mezcla de dos o más de los mismos. Los ésteres pueden comprender uno o más ésteres metílicos o ésteres naturales tales como 9-hidroxi-estearato de metilo, 10-hidroxi-estearato de metilo, 12-hidroxi-estearato de metilo, aceite de ricino hidrogenado, o una mezcla de dos o más de los mismos. El ácido carboxílico puede comprender ácido cáprico, ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido araquídico, ácido behénico y/o ácido lignocérico. El ácido carboxílico puede comprender uno o más de los siguientes: ácido undecilénico, ácido miristoleico, ácido palmitoleico, ácido oleico, ácido gadoleico, ácido elaídico, ácido cis-eicosenoico, ácido erúxico, ácido nervónico, ácido 2,4-hexadienoico, ácido linoleico, ácido 12-hidroxi-tetradecanoico, ácido 10-hidroxi-tetradecanoico, ácido 12-hidroxi-hexadecanoico, ácido 8-hidroxi-hexadecanoico, ácido 12-hidroxi-icosanoico, ácido 16-hidroxi-icosanoico, ácido 11,14-eicosadienoico, ácido linoléico, ácido cis-8,11,14-eicosatrienoico, ácido araquidónico, ácido cis-5,8,11,14,17-eicosapentenoico, ácido cis-4,7,10,13,16,19-docosahexenoico, ácido todo trans-retinoico, ácido ricinoleico, ácido lauroleico, ácido eleosteárico, ácido licánico, ácido citronélico, ácido nervónico, ácido abiético, ácido abscísico, o una mezcla de dos o más de los mismos. El ácido carboxílico puede comprender ácido palmitoleico, ácido oleico, ácido linoleico, ácido linoléico, ácido licánico, ácido eleosteárico, o una mezcla de dos o más de los mismos.

El ácido carboxílico puede comprender ácido iso-octanodioico, ácido octanodioico, ácido nonanodioico (ácido azelaico), ácido decanodioico (ácido sebácico), ácido undecanodioico, ácido dodecanodioico, ácido tridecanodioico,

- ácido tetradecanodioico, ácido pentadecanoico, o una mezcla de dos o más de los mismos. El ácido carboxílico puede comprender ácido nonanodioico (ácido azelaico). El ácido carboxílico puede comprender ácido decanodioico (ácido sebácico). Los grupos funcionales de ácido carboxílico reactivos pueden ser proporcionados por ésteres tales como adipato de dimetilo, nonanodioato (azelato) de dimetilo, decanodioato (sebacato) de dimetilo, adipato de dietilo, nonanodioato (azelato) de dietilo, decanodioato de dietilo (sebacato de dietilo), o mezclas de dos o más de los mismos.
- La composición de grasa se puede preparar a partir de una mezcla que comprende al menos un aceite de viscosidad lubricante, al menos un ácido carboxílico y/o un éster del mismo, y una dispersión de partículas de LiOH y/o LiOH·H<sub>2</sub>O. La mezcla puede comprender de aproximadamente un 0,3 a aproximadamente un 9 % en peso de la dispersión de partículas de LiOH y/o LiOH·H<sub>2</sub>O y, en una realización, de aproximadamente un 1,3 a aproximadamente un 3 % en peso de la dispersión. La cantidad de ácido carboxílico y/o un éster del mismo usado en esta mezcla puede estar en el intervalo de aproximadamente un 1,4 % a aproximadamente un 39 % en peso y, en una realización, de aproximadamente un 2 % a aproximadamente un 25 % en peso y, en una realización, de aproximadamente un 3 % a aproximadamente un 8 % en peso. La composición de grasa puede comprender de aproximadamente un 1,5 a aproximadamente un 40 % en peso de jabón en la composición de grasa final y, en una realización, de aproximadamente un 6 a aproximadamente un 13,5 % en peso de jabón en la composición de grasa final.
- La composición de grasa se puede preparar mezclando una dispersión de partículas de LiOH y/o LiOH·H<sub>2</sub>O, aceite de viscosidad lubricante y ácido carboxílico y/o un éster del mismo a una temperatura en el intervalo de aproximadamente 25 °C a aproximadamente 220 °C y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente 80 °C a aproximadamente 180 °C. La reacción se puede llevar a cabo hasta que la grasa alcanza la consistencia deseada.
- La penetración de acuerdo con la norma ASTM D217 puede estar en el intervalo de aproximadamente 6 a aproximadamente 475 décimas de un milímetro y, en una realización, de aproximadamente 200 a aproximadamente 320 décimas de un milímetro. El tiempo de reacción puede estar en el intervalo de aproximadamente 35 a aproximadamente 75 minutos y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente 35 a aproximadamente 55 minutos.
- La composición de grasa puede comprender adicionalmente uno o más desactivadores, antioxidantes, agentes antidesgaste, inhibidores de la corrosión, modificadores de la viscosidad, agentes de presión extrema, o una mezcla de dos o más de los mismos.
- Los desactivadores metálicos pueden comprender uno o más derivados de benzotriazol, bencimidazol, 2-alquilditiobencimidazoles, 2-alquilditiobenzotiazoles, 2-(N,N-dialquilditiocarbamoil)-benzotiazoles, 2,5-bis(alquilditio)-1,3,4-tiadiazoles, 2,5-bis(N,N-dialquilditio-carbamoil)-1,3,4-tiadiazoles, 2-alquilditio-5-mercapto-tiadiazoles o mezclas de los mismos.
- Los compuestos benzotriazol pueden incluir sustituciones hidrocarbilo en una o más de las siguientes posiciones del anillo: 1- o 2- o 4- o 5- o 6- o 7-benzotriazoles. Los grupos hidrocarbilo pueden contener de 1 a aproximadamente 30 átomos de carbono y, en una realización, de 1 a aproximadamente 15 átomos de carbono y, en una realización, de 1 a aproximadamente 7 átomos de carbono. El desactivador metálico puede comprender 5-metilbenzotriazol.
- El desactivador metálico puede estar presente en la composición de grasa en una concentración en el intervalo de hasta aproximadamente un 5 por ciento en peso y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente un 0,0002 a aproximadamente un 2 por ciento en peso y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente un 0,001 a aproximadamente un 1 por ciento en peso.
- Los antioxidantes se pueden seleccionar entre una variedad de tipos químicos que incluyen sulfuros de fenato, terpenos fosfosulfurados, ésteres sulfurados, aminas aromáticas y fenoles con impedimento estérico, o una mezcla de dos o más de los mismos.
- El antioxidante puede comprender uno o más fenoles alquilados con impedimento estérico. Los grupos alquilo pueden ser grupos alquilo lineales o ramificados que contienen de 1 a aproximadamente 24 átomos de carbono y, en una realización, de aproximadamente 4 a aproximadamente 18 átomos de carbono y, en una realización, de aproximadamente 4 a aproximadamente 12 átomos de carbono. Los grupos alquilo pueden ser de cadena lineal o bien de cadena ramificada. El fenol puede ser un fenol sustituido con butilo que contiene dos grupos t-butilo. Cuando los grupos t-butilo ocupan las posiciones 2- y 6-, el fenol puede ser un fenol con impedimento estérico. Adicionalmente, los fenoles pueden tener una sustitución adicional en forma de un hidrocarbilo, o un grupo puente entre dos de tales grupos aromáticos. Los grupos puente en la posición *para* pueden incluir -CH<sub>2</sub>- (puente de metileno) y -CH<sub>2</sub>OCH<sub>2</sub>- (puente de éter).
- Otra clase de antioxidantes que se pueden usar comprende las difenilaminas. Estos compuestos pueden estar representados por la fórmula:



en la que  $R^1$  y  $R^2$  son independientemente hidrógeno, un grupo arilalquilo o un grupo alquilo, lineal o ramificado, que contiene de 1 a aproximadamente 24 átomos de carbono, y  $h$  es independientemente 0, 1, 2 o 3, con la condición de que al menos un anillo aromático contenga un grupo arilalquilo o un grupo alquilo, lineal o ramificado.  $R^1$  y  $R^2$  pueden ser grupos alquilo que contienen de aproximadamente 4 a aproximadamente 20 átomos de carbono. La difenilamina puede ser difenilamina mono- o dinonilada.

Los antioxidantes pueden estar presentes en la composición de grasa en una concentración de hasta aproximadamente un 12 por ciento en peso y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente un 0,1 a aproximadamente un 6 por ciento en peso y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente un 0,25 a aproximadamente un 3 por ciento en peso.

El agente antidesgaste puede comprender uno o más tiofosfatos de metal. Estos pueden incluir dialquiltiofosfato de zinc, un éster de ácido fosfórico o una sal del mismo, un fosfito, o un éster, un éter o una amida que contiene fósforo. El agente antidesgaste puede estar presente en una concentración en el intervalo de hasta aproximadamente un 10 por ciento en peso y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente un 0,1 a aproximadamente un 5 por ciento en peso.

El inhibidor de la corrosión puede comprender uno o más de los siguientes: sulfonatos de metal tales como sulfonato de calcio o sulfonato de magnesio, sales de amina de ácidos carboxílicos tales como octanoato de octilamina, productos de condensación del ácido o anhídrido dodecenil succínico y un ácido graso tal como ácido oleico con una poliamina, por ejemplo, una polialquileno poliamina tal como trietilentetramina, o medio ésteres de ácidos alquencil succínicos en los que el grupo alquencil contiene de aproximadamente 8 a aproximadamente 24 átomos de carbono con alcoholes tales como poliglicoles.

Los inhibidores de la corrosión pueden estar presentes en la composición de grasa en una concentración en el intervalo de hasta aproximadamente un 4 por ciento en peso y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente un 0,02 a aproximadamente un 2 por ciento en peso y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente un 0,05 a aproximadamente un 1 por ciento en peso.

El modificador de la viscosidad puede comprender uno o más materiales poliméricos que incluyen cauchos de estireno-butadieno, copolímeros de etileno-propileno, poliisobutenos, polímeros de estireno-isopreno hidrogenados, polímeros de radicales isopreno hidrogenados, ésteres ácidos de polimetacrilato, ésteres ácidos de poliácrilato, polialquil estirenos, copolímeros de dieno conjugado con alquencil arilo, poliolefinas, polialquil metacrilatos, copolímeros de ésteres de anhídrido maleico-estireno y mezclas de los mismos.

Algunos polímeros se pueden describir también como modificadores de la viscosidad del dispersante (denominados con frecuencia DVM) ya que exhiben también propiedades dispersantes. Polímeros de este tipo pueden incluir poliolefinas, por ejemplo, copolímeros de etileno-propileno que han sido funcionalizados con el producto de reacción de anhídrido maleico y una amina. Otro tipo de polímero que se puede usar es un polimetacrilato funcionalizado con una amina (este tipo se puede preparar también incorporando un comonómero que contiene nitrógeno en una polimerización de metacrilato).

Los modificadores de la viscosidad pueden estar presentes en la composición de grasa en una concentración en el intervalo de hasta aproximadamente un 30 por ciento en peso y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente un 0,5 a aproximadamente un 20 por ciento en peso y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente un 1 a aproximadamente un 5 por ciento en peso.

Los agentes de presión extrema (EP) que se pueden usar pueden incluir uno o más agentes de EP de azufre o cloroazufre, agentes de EP de hidrocarburos clorados, agentes de EP de fósforo, o mezclas de dos o más de los mismos. Ejemplos de tales agentes de EP pueden incluir cera clorada, sulfuros y polisulfuros orgánicos, tales como bencildisulfuro, bis-(clorobencil) disulfuro, tetrasulfuro de dibutilo, aceite de espermaceti sulfurado, éster metílico sulfurado de ácido oleico, alquilfenol sulfurado, dipenteno sulfurado, terpeno sulfurado, y aductos de Diels-Alder sulfurados; hidrocarburos fosfosulfurados, tales como el producto de reacción de sulfuro de fósforo con trementina u oleato de metilo, ésteres de fósforo tales como los fosfitos de dihidrocarburo y trihidrocarburo, es decir, fosfito de dibutilo, fosfito de diheptilo, fosfito de dicitclohexilo, fosfito de pentilfenilo; fosfito de dipentilfenilo, fosfito de tridecilo, fosfito de diestearilo y fosfito de fenol sustituido con polipropileno; tiocarbamatos de metal, tales como dioctilditiocarbamato de zinc y diácido heptilfenol de bario, dicitclohexil fosforoditioato de zinc, las sales de cinc de una combinación de ácido fosforoditioico.

Los agentes de presión extrema pueden estar presentes en la composición de grasa en una concentración en el intervalo de hasta aproximadamente un 10 por ciento en peso y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente un 0,25 a aproximadamente un 5 por ciento en peso y, en una realización, en el intervalo de aproximadamente un 0,5 a aproximadamente un 2,5 por ciento en peso.

5 El proceso para la preparación de grasa puede permitir condiciones de reacción menos severas en comparación con los métodos conocidos reduciendo el tiempo de formación de la grasa y disminuyendo la duración en la relación de la temperatura frente al tiempo a fin de alcanzar la temperatura máxima necesaria para la formación de fibra. La reacción entre las partículas de LiOH y/o LiOH·H<sub>2</sub>O y el ácido carboxílico se puede llevar a cabo a una temperatura en el intervalo de aproximadamente 25 a aproximadamente 220 °C y, en una realización, de aproximadamente 80 a aproximadamente 180 °C. La formación de grasa de complejo de litio puede producirse más rápidamente, tal como se evidencia por la formación del punto de goteo a temperaturas de tan solo 104 °C, en aproximadamente un 80 % menos tiempo que con las grasas preparadas con LiOH·H<sub>2</sub>O sólido disuelto en agua.

15 El proceso para la preparación de grasa puede permitir un tiempo de reacción que se reduce en de aproximadamente un 15 a aproximadamente un 36 % y, en una realización, de aproximadamente un 48 a aproximadamente un 67 % en comparación con la técnica anterior en la que se usa una forma en polvo de hidróxido de litio. Los expertos en la materia apreciarán que la reducción del tiempo de reacción puede estar relacionada con el grado de hidratación del hidróxido de litio. Grados de hidratación mayores pueden ralentizar la velocidad de reacción. Así, la presencia de hidróxido de litio hidratado se puede evitar en el presente documento a fin de proporcionar una reducción del tiempo de reacción.

25 El proceso para la preparación de grasa puede dar como resultado la formación de una cantidad reducida de espuma tal como se evidencia, por ejemplo, mediante la eliminación, en una realización, de espuma a aproximadamente 118 °C, en comparación con los procesos que usan formas en polvo de hidróxido de litio y agua los cuales forman espuma durante periodos de tiempo más largos debido a una eliminación de agua en exceso.

El proceso para la preparación de grasa puede comprender un proceso discontinuo, semicontinuo o continuo.

30 Las composiciones de grasa divulgadas en el presente documento incluyen grasas de jabón de litio, preparadas con solo ácidos monocarboxílicos sustancialmente, grasas de jabón complejo, grasa de jabón de complejo de litio, grasas de jabón de calcio, grasas de jabón de bajo nivel de ruido (a veces caracterizadas por la ausencia de partículas residuales de hidróxido metálico con un diámetro por encima de aproximadamente 2 micrómetros), y grasas con alto contenido de jabón de fibras cortas.

35 Las grasas de bajo nivel de ruido se pueden usar en aplicaciones de cojinetes de bolas tales como bombas o compresores. Las grasas de jabón complejo pueden ser lisas o pueden presentar granos. Las grasas complejas pueden contener un ácido policarboxílico, por ejemplo, un ácido dicarboxílico.

#### 40 Ejemplo 1

Se preparan dispersiones moliendo suspensiones que contienen hidróxido de litio monohidrato, aceite y un tensioactivo. El equipo del proceso (el molino) comprende un recipiente horizontal con camisa provisto de un sistema de agitación y que contiene medios de molienda. Los medios de molienda están en forma de perlas. La suspensión se bombea al molino y a través de él mientras está en funcionamiento. Las colisiones de las perlas y los sólidos producen la erosión de los cristales tanto primarios como secundarios (aglomerados). El tensioactivo estabiliza las partículas evitando la reaglomeración. El producto final es una dispersión estabilizada de hidróxido de litio monohidrato fino en aceite. Se puede usar un molino de perlas vertical discontinuo en lugar del molino de perlas de flujo horizontal continuo.

50 El molino de perlas vertical tiene un recipiente de vidrio de fondo redondo de 500 ml con un tapón de plástico, y medios de molienda de vidrio (perlas con un diámetro de 2 mm o 4 mm). La agitación es proporcionada por una mezcladora de acero inoxidable (SS-10) de alto par motor o una mezcladora Heidolph con una paleta de poliuretano (velocidad de rotación de 300-500 r.p.m.). El molino tiene una capacidad para procesar 300 ml de dispersión.

55 El molino de perlas horizontal puede ser suministrado por WAB, Basle; ECM Dyno Mill MultiLab. El molino tiene una cámara de 0,6 litros que contiene tres aceleradores de óxido de itrio/zirconio (YtZ). Los aceleradores se operan a una velocidad de punta de 8 metros por segundo (m/s), y un carga de perlas de un 65 % v/v (volumen de perlas/volumen de la cámara) usando perlas de YtZ con diámetros de 0,3 mm. La cámara está encamisada y enfriada con agua. El molino se usa para procesar 2 kg de suspensión a la vez bien en un número de pasadas individuales discretas o bien en recirculación continua del lote. Se usa un tiempo de residencia de 5 a 10 minutos.

60 La velocidad de punta es una función de la circunferencia del elemento mezclador (rotor) y de las revoluciones por minuto (o segundo).

$$\text{Velocidad de punta} = \frac{2\pi r \times \text{r.p.m.}}{60}$$

en la que r es el radio del elemento mezclador (en metros) y r.p.m./60 son las revoluciones por segundo. Las unidades de la velocidad de punta se expresan en metros/segundo (m/s).

5 Una operación de una sola pasada es un modo de operación en el que el material pasa a través del molino una vez. La velocidad de bombeo a través del molino se ajusta para proporcionar el tiempo de residencia (o de molienda) deseado. Se usan los siguientes términos:

- 10 Vm - El volumen de trabajo o el volumen de dispersión en la cámara del molino (litros)  
 Vt - El volumen total de dispersión que se va a moler (litros)  
 F - Caudal de dispersión a través del molino (litros/minuto)  
 Tt - Tiempo de molienda total (minutos)

15 El tiempo de residencia es la duración del material en la cámara de molienda y se asume un flujo pistón a través del recipiente. Los experimentos con colorantes inyectados en materiales incoloros en una cámara de cristal demuestran que es una asunción válida y que hay poco mezclado lateral dentro de la cámara.

$$\text{Tiempo de residencia (Rs)} = Vm/F \text{ [unidades: tiempo]}$$

$$\text{Tiempo de molienda (una pasada)} = Vt/F \text{ [unidades: tiempo]}$$

20 Una operación discontinua es el modo de operación en el que el material que se va a procesar es bombeado en un bucle desde el recipiente de mezcla a través del molino y de vuelta al recipiente de mezcla. La velocidad de bombeo se mantiene elevada para maximizar el número de pasadas estadísticas a través del molino. Si se van a moler 10 litros de suspensión en un modo de recirculación y la suspensión se bombea a través del molino a la velocidad de 2  
 25 litros por minuto, entonces, al cabo de 5 minutos, se habrá bombeado el equivalente volumétrico de la suspensión a través del molino. Se produce una pasada estadística cada 5 minutos en estas condiciones.

$$\text{Número de pasadas estadísticas a través del molino} = \frac{Tt \cdot F}{Vt} \text{ [unidades: número]}$$

$$\text{Tiempo de residencia total (Rr)} = \frac{Vm \cdot Tt}{Vt} \text{ [unidades: tiempo]}$$

30 El tiempo de residencia total en un proceso de recirculación discontinuo se puede calcular también tal como sigue:

Tiempo de residencia total (Rr) = Número de pasadas estadísticas x Tiempo de residencia, Rs (por pasada).

35 Las dispersiones se caracterizan por el tamaño de partícula, medición llevada a cabo mediante un dispositivo Coulter LS230 y microscopía, y por su estabilidad durante el almacenamiento. El dispositivo Coulter LS230 es un analizador de tamaño de partícula comercial (suministrado por Beckman Coulter) diseñado para medir partículas de 0,04 a 2000 micrómetros de diámetro usando una técnica de difracción láser basada en las teorías de Fraunhofer y Mie de dispersión de la luz por partículas coloidales.

40 Se evalúan una serie de tensioactivos como posibles dispersantes para el hidróxido de litio monohidrato (LiOH·H<sub>2</sub>O). Estas formulaciones se preparan usando un molino de perlas vertical. Se preparan catorce muestras usando un procesamiento de siete horas en un molino de perlas vertical montado en el laboratorio, y sus composiciones químicas y detalles de fabricación se presentan en la tabla 1. Los tensioactivos identificados en la tabla 1 se etiquetan como tensioactivos A-E. Estos tensioactivos se describen a continuación. Se usa LiOH·H<sub>2</sub>O de diferentes  
 45 lotes para la muestra 1 en comparación con las muestras 3-14.

Tabla 1

Muestra	Diámetro perlas vidrio mm	Composición (% p/p)					
		Disolvente		Sólido		Tensioactivo	
		Material	(%)	Material	(%)	Nombre	(%)
1	0,2	100SN	60,1	LiOH·H <sub>2</sub> O	22,4	A	17,5
2	0,2	100SN	51,34	Carbonato de litio	33,7	A	14,95
3	0,4	aceite 600SN	45,0	LiOH·H <sub>2</sub> O	50,0	B	5,0
4	0,4	Aceite de polialfaolefina	32,36	LiOH·H <sub>2</sub> O	60,0	C	7,6
5	0,4	100SN	60,1	LiOH·H <sub>2</sub> O	22,4	A	17,5
6	0,4 seguido de 0,2	100SN	60,2	LiOH·H <sub>2</sub> O	22,5	A	17,5
7	0,4	aceite 330SN	60,1	LiOH·H <sub>2</sub> O	22,4	D	17,5
8	0,4 seguido de 0,2	aceite 330SN	60,2	LiOH·H <sub>2</sub> O	22,5	D	17,5
9	0,4	100SN	70,0	LiOH·H <sub>2</sub> O	25,0	A	5,0
10	0,2	100SN	60,1	LiOH·H <sub>2</sub> O	22,4	A	17,5
11	No	100SN	60,1	LiOH·H <sub>2</sub> O	22,4	A	17,5
12	0,4 seguido de 0,2	100SN	65,0	LiOH·H <sub>2</sub> O	25,0	A	10,0
13	0,4 seguido de 0,2	100SN	70,0	LiOH·H <sub>2</sub> O	25,0	D	5,0
14	0,4 seguido de 0,2	100SN	51,0	LiOH·H <sub>2</sub> O	26,0	E	14,0

Los tensioactivos identificados en la tabla 1 son los siguientes:

- 5 Tensioactivo A: éster poliisobutenil-dihidro-2,5-furandiona con pentaeritritol mezclado con aceite diluyente (44 % en peso de aceite dil.)  
 Tensioactivo B: un éster poliolefina amino mezclado con aceite diluyente (26 % en peso de aceite dil.)  
 Tensioactivo C: ácido alquilbenceno sulfónico mezclado con aceite diluyente (23 % en peso de aceite dil.)  
 10 Tensioactivo D: ácido poliisobutenil (Mn = 940) succínico, mezclado con aceite diluyente (25 % en peso de aceite dil.)  
 Tensioactivo E: etoxilato de propilamina suminsitrado por Huntsman con el nombre Empilan AMT7.

Los disolventes de la tabla 1 se caracterizan tal como se indica en la tabla 2.

15

Tabla 2

	Aceite dil. o Aceite 100N*	325SN	330SN	600SN	Polialfaolefina
Viscosidad a 40 °C (mm <sup>2</sup> /s, cSt)	20,059	61,695	66,65	111,306	30,157
Viscosidad a 100 °C (mm <sup>2</sup> /s, cSt)	4,051	8,144	8,455	11,941	5,731
Índice de viscosidad	99	99	96	96	134
Gravedad específica (ASTM D4052)	0,8584	0,8824	0,885	0,8813	0,8273

\* El aceite 100N se puede denominar en el texto aceite 100SN.

Las muestras mostradas en la tabla 1 se caracterizan mediante un Coulter LS230 y por su estabilidad durante el almacenamiento y se presentan en la tabla 3.

20

Tabla 3

Muestra	Estabilidad durante el almacenamiento, Ta								Tamaño de partícula, Coulter LS230, µm					
	1 DÍA		1 SEMANA		2 SEMANAS		4 SEMANAS		% < 5 µm	% < 1 µm	% < 0,5 µm	Media	Mayor	
	O	L	O	L	O	L	O	L						
1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	100	100	99,2	0,179	0,868
2	0	0	0	0	0	0	0	0	0	96,8	22,4	5,27	1,985	11,83

ES 2 641 274 T3

Muestra	Estabilidad durante el almacenamiento, Ta								Tamaño de partícula, Coulter LS230, $\mu\text{m}$				
	1 DÍA		1 SEMANA		2 SEMANAS		4 SEMANAS		% < 5 $\mu\text{m}$	% < 1 $\mu\text{m}$	% < 0,5 $\mu\text{m}$	Media	Mayor
	O	L	O	L	O	L	O	L					
3	0	0	0	0	0	0	1	0	78,9	7,78	0,87	3,794	92,09
4	1	0	1	0	3	0	10	0	41,6	0,18	0	6,312	22,73
5	-	-	-	-	-	-	-	-	48,2	1,18	0,08	6,163	39,78
6	0	0	1	3,5	5	7	11	7	53,8	6,17	1,24	6,555	69,61
7	-	-	-	-	-	-	-	-	33,2	2,15	0,30	9,713	99,09
8	0	0	0	0	0	0	3	0	63,3	10,7	3,19	5,514	76,42
9	0	0	4	2	-	-	6	6	80	16,4	4,72	3,519	57,77
10	0	0	0	0	-	-	-	-	82	62,9	42,4	4,352	63,41
11	74	26	76	24	-	-	83	17	0	0	0	442,7	1143
12	0	0	0	0	0	0	0	3	100	76,5	50,8	0,688	4,2
13	0	0	0	0	0	0	2	2	100	89,2	69,0	0,471	3,2
14	0	0	3	0	3	0	7	0	100	75,8	48,9	0,686	4,2

En la tabla 3, "O" se refiere a la formación de una capa de aceite transparente en la parte superior del tubo de muestra (expresado como % en altura del tubo de muestra). "L" se refiere a la formación de una capa inferior de sedimento en el tubo de muestra (expresado como % en altura del tubo de muestra).

5 La dispersión para la muestra 6 se calienta a 95 °C durante 3 horas a fin de eliminar el agua de cristalización. El análisis del tamaño de partícula (Coulter LS230) indica un tamaño medio de 6,55 micrómetros con un 1,2 % en volumen que es inferior a 0,5 micrómetros, y un 6,2 % en volumen que es inferior a 1 micrómetro antes del calentamiento. Tras calentar se mide la reducción del tamaño de partícula, con una media de 0,51 micrómetros, y un 90 % en volumen que es inferior a 0,5 micrómetros.

15 Se llevan a cabo una serie de experimentos en el molino de perlas horizontal usando una molienda en húmedo en dos etapas - una molienda gruesa con perlas más grandes seguida de una molienda fina con perlas más pequeñas. Se procesan cuatro kilogramos de la suspensión detallada en la tabla 4 usando el molino de perlas horizontal para formar dispersiones.

Tabla 4

Componentes	% p/p
LiOH·H <sub>2</sub> O	50
aceite 100N	40
Tensioactivo A	10
Total	100

20 La suspensión se procesa en primer lugar usando un 65 % v/v de perlas de vidrio de 2 mm, aceleradores de YtZ a una velocidad de punta de 8 m/s, y un tiempo de residencia total de 9,59 minutos que se consigue en tres pasadas discretas. La dispersión resultante se procesa adicionalmente usando el molino de perlas horizontal con un 65 % v/v de perlas de YtZ con un diámetro de 0,3 mm, aceleradores de YtZ a una velocidad de punta de 8 m/s, y un tiempo de residencia de 10,29 minutos.

25 Los datos para estas muestras se presentan en la tabla 5.

Tabla 5

Muestra	Pasadas	Perlas (mm)	Tiempo de residencia	Microscopio	Coulter LS230 (micrómetros)			
				Clasificación	< 0,5	< 1,0	Media	Mayor
16	1	2	2,96	H	0,71	3,26	13,7	176,9
17	2	2	5,76	H	7,25	16,6	4,39	43,7

## ES 2 641 274 T3

Muestra	Pasadas	Perlas (mm)	Tiempo de residencia	Microscopio	Coulter LS230 (micrómetros)			
				Clasificación	< 0,5	< 1,0	Media	Mayor
18	3	2	9,59	D	11,7	23,6	3,49	39,8
19	1	0,3	2,91	A	49,4	73,7	0,836	17,2
20	2	0,3	7,27	A	74,4	93,6	0,401	3,5
21	3	0,3	10,29	A	83,3	99,3	0,307	1,5

El tamaño de partícula final sugiere que este producto puede ser estable durante muchos meses.

- 5 En la tabla 5, y en cualquier otra parte de esta memoria descriptiva, se indican las clasificaciones microscópicas de A, B, C, D, E, F, G o H. Estas clasificaciones se basan en evaluaciones subjetivas que clasifican las dispersiones como dispersiones finas o gruesas. Una clasificación de "A" para una dispersión se indica para una dispersión muy fina. Una clasificación de "H" se le da a una dispersión muy gruesa. Las clasificaciones progresan gradualmente desde muy fina (A) hasta muy gruesa (H) con clasificaciones intermedias para B, C, D, E, F o G entre ellas.
- 10 El efecto del calor sobre las muestras 15, 18 y 21 se muestra en la tabla 6. Esto indica que el efecto de reducción del tamaño de partícula debido a la deshidratación es mayor cuando las partículas son gruesas (el orden de reducción de tamaño tras el calentamiento es: Muestra 15 > 18 > 21).

Tabla 6

Muestra	% sólido	Tensioactivo	% Tens.	Tamaño de partícula (micrómetros) antes del calentamiento				Tamaño de partícula (micrómetros) tras 5 horas a 95 °C			
				% < 0,5	% < 1,0	Media	Mayor	% < 0,5	% < 1,0	Media	Mayor
15	50	A	10	19,9	30,8	54,4	282,1	27	48,9	18,8	133,7
18	50	A	10	11,7	23,6	3,494	39,9	20,2	35,6	2,766	39,8
21	50	A	10	83,3	99,3	0,307	1,5	81,2	99	0,321	1,5

- 15 El calentamiento de la dispersión de hidróxido de litio monohidrato elimina el agua de cristalización. El hidróxido de litio monohidrato tiene una estructura cristalina tetragonal mientras que el hidróxido de litio anhidro tiene una estructura tetraédrica más compacta.
- 20 El tamaño de partícula de la muestra 21 no varía cuando se calienta la muestra. Sin embargo, cuando se prepara esta muestra tiene lugar un gran efecto exotérmico durante su producción.

### Ejemplo 2

- 25 Se obtienen muestras de polvos de  $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$  de Chemetall, FMC y SQM. Los polvos de  $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$  se mezclan en aceite 100N y se caracterizan usando un microscopio óptico. Los cristales de hidróxido de litio monohidrato en cada uno de estos polvos tienen forma tetragonal. Los cristales del producto de FMC tienen normalmente una longitud de 200-600 micrómetros y los cristales de SQM normalmente tienen más de 800 micrómetros. Los cristales de Chemetall están entre los dos anteriores.
- 30 Se llevan a cabo dos experimentos. En ambos experimentos se preparan cuatro kilogramos de la siguiente suspensión:

Tabla 7

Componente	% p/p
$\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$ (FMC)	50
100N	40
Tensioactivo D	10

- 35 La suspensión se hace pasar a través del molino de perlas horizontal durante un total de nueve pasadas en sucesión. En todos los casos el molino se opera a una velocidad de punta de 8 m/s y cargado con perlas (65 % v/v).

## ES 2 641 274 T3

La velocidad de bombeo para cada pasada a través del molino es tal que el tiempo de residencia de la muestra es de aproximadamente 3 minutos. En ambos experimentos, se carga el molino secuencialmente con perlas tal como sigue:

- 5 (1) perlas de vidrio de 2 mm de diámetro para las primeras 3 pasadas;
- (2) perlas de itrio / zirconio de 0,5 mm de diámetro para las pasadas 4<sup>a</sup> a 6<sup>a</sup>;
- (3) perlas de itrio / zirconio de 0,3 mm de diámetro para las pasadas 7<sup>a</sup> y posteriores.

### Experimento 1:

10 La temperatura del refrigerante se fija a 4 °C para las primeras 9 pasadas. La temperatura de la dispersión (en el molino) es constante a través del mismo con un valor de 70 °C. Una vez que la dispersión ha pasado a través del molino durante las nueve pasadas, esta se muele durante un tiempo de residencia de 30 minutos adicional usando las perlas de 0,3 mm. Se deja que la temperatura del refrigerante suba hasta 10 °C durante esta etapa. No se observa un cambio de temperatura del producto significativo. Los resultados se muestran en la tabla 8. La proporción de LiOH·H<sub>2</sub>O con respecto al LiOH se determina para estas muestras mediante análisis termogravimétrico (TGA). El análisis del tamaño de partícula se lleva a cabo usando el dispositivo Coulter LS230 y un dispositivo Malvern Zetasizer Nano ZS. El dispositivo Malvern Zetasizer Nano ZS es un instrumento de dispersión de luz suministrado por Malvern capaz de medir en el intervalo de 0,6 nanómetros (nm) a 6 micrómetros. La viscosidad y la densidad se dan en la tabla 9.

### Experimento 2:

25 La temperatura del refrigerante se fija en 15 °C. Durante la 4<sup>a</sup> pasada (primera pasada con las perlas de 0,5 mm) se observa que la temperatura aumenta gradualmente de 70 °C a 80 °C, antes de volver a caer de nuevo. Se lleva a cabo el análisis como en el experimento 1. Los datos se presentan en la tabla 9. El análisis del tamaño de partícula (Coulter LS230 y Malvern Zetasizer) de las muestras de dispersión se muestra en la tabla 8. Las mediciones de la viscosidad y la densidad se dan en la tabla 9.

30

Tabla 8

Experimento 1 (refrigerante a 4 °C)		Tamaño perlas (mm)	Análisis tamaño de partícula, Coulter LS230, (µm)					Malvern promedio* (nm)
N.º Pasada	Tiempo de residencia acumulado (min)		% < 5	% < 1	% < 0,5	Media	Partícula mayor	
1	1,74	2	20,1	0,82	0,054	20,18	282,1	
2	4,49	2	49,1	7,81	2,6	7,797	76,42	
3	9,9	2	80,8	28,6	14,9	3,22	43,67	
4	12,18	0,5	95,6	51,1	29,4	1,447	12,99	
5	15,59	0,5	99,5	77,9	54,2	0,701	8,147	
6	20,65	0,5	100	88,2	66,2	0,488	3,519	
7	23,07	0,3	100	93,6	74,4	0,399	3,519	
8	27,56	0,3	100	99	81	0,322	1,52	
9	30,07	0,3	100	99,3	83,1	0,308	1,52	212
	60	0,3	100	100	100	0,114	0,412	173
Experimento 2 (refrigerante a 15 °C)								
1	6,82	2	42,2	13,5	7,25	14,34	133,7	
2	10,74	2	83	37,9	21,9	3,024	47,94	
3	12,95	2	82,3	33,3	18,3	3,025	43,67	
4	16,43	0,5	100	88,3	67,2	0,476	3,519	
5	19,28	0,5	100	85,3	62,6	0,544	3,863	
6	23,52	0,5	100	93,8	75,4	0,394	3,519	
7	25,64	0,3	100	96,2	77,8	0,364	3,205	
8	29,37	0,3	100	99,4	83,9	0,303	1,52	
9	33,19	0,3	100	99,5	85,3	0,294	1,52	197

\* Promedio de tres mediciones

Las mediciones de viscosidad dinámica y densidad de las muestras finales para los experimentos 1 y 2 se muestran a continuación en la tabla 9.

Tabla 9

Muestra	Viscosidad a 250 s <sup>-1</sup> (10 <sup>-3</sup> Pa.s, cP)	Densidad (g/ml)
Exp. 1, pasada 9	493	1,0839
Exp. 2, pasada 9	387	1,0839

5

Ejemplo 3

Se lleva a cabo el análisis termogravimétrico (TGA) de las muestras siguientes:

- 10 (1) Polvo de LiOH anhidro.  
 (2) Polvo de LiOH·H<sub>2</sub>O.  
 (3) Dispersión de LiOH anhidro (50 % en peso de LiOH, 10 % en peso de tensioactivo D y 40 % en peso de aceite 100N).  
 15 (4) Dispersión de LiOH·H<sub>2</sub>O (50 % en peso de LiOH·H<sub>2</sub>O, 10 % en peso de tensioactivo D y 40 % en peso de aceite 100N).  
 (5) Dispersiones de LiOH·H<sub>2</sub>O preparadas con perlas de 2 mm con 1, 2 y 3 pasadas, respectivamente.  
 (6) Dispersión de LiOH·H<sub>2</sub>O preparada con 1 pasada a través de un molino usando perlas de 2 mm, 0,5 mm y 0,3 mm, respectivamente.

20 En todas las trazas de TGA aproximadamente un 20 % en peso de material se elimina por debajo de 130 °C. Esto se corresponde con un 40 % en peso de masa del LiOH·H<sub>2</sub>O sólido. El contenido de agua teórico del LiOH·H<sub>2</sub>O es del 42 % en peso y, por tanto, está de acuerdo con la teoría. El material eliminado por encima de 150 °C se debe a la vaporización del aceite base y el tensioactivo.

25 El agua de cristalización presente en el LiOH·H<sub>2</sub>O en polvo se puede eliminar por debajo de 100 °C mediante calentamiento directo. Sin embargo, cuando el polvo se convierte en una suspensión con aceite y tensioactivo, el agua es más difícil de eliminar tal como se observa por un desplazamiento del pico de TGA desde una temperatura por debajo de 100 °C hasta una temperatura de aproximadamente 110 °C. El agua de cristalización sale fácilmente del cristal sólido, sin embargo, cuando los cristales están suspendidos en aceite el agua se condensa en forma de agua libre y se requiere energía adicional para extraer el agua de la fase de aceite.  
 30

El análisis por TGA de las muestras preparadas en los experimentos 1 y 2 (ejemplo 2) indica que la temperatura del refrigerante no tiene virtualmente efecto sobre la dispersión final - las trazas de TGA son similares. El tamaño de partícula de las dispersiones finales son similares en ambos experimentos 1 y 2 (véase la tabla 8).

35

Lo anterior indica:

- (1) La deshidratación del LiOH monohidrato sólido es una etapa relativamente fácil y se produce por debajo del punto de ebullición del agua.  
 40 (2) La deshidratación del LiOH monohidrato sólido en suspensión en aceite requiere más energía que la deshidratación del sólido solo. El agua está atrapada en la fase de aceite, en la que puede participar en otras interacciones con los materiales presentes en el aceite (formando posiblemente una mezcla azeotrópica con una temperatura de ebullición mayor) haciendo más difícil su eliminación.  
 45 (3) La molienda del LiOH monohidrato a una dispersión submicrométrica (por ejemplo, a una dispersión por debajo de 0,5 micrómetros) es relativamente fácil de conseguir.

Ejemplo 4

Se preparan tres kilogramos de la suspensión mostrada en la tabla 10 mezclando los componentes en una mezcladora en diente de sierra.  
 50

Tabla 10

Componentes	% p/p
LiOH·H <sub>2</sub> O (FMC)	50
100N	40
Tensioactivo D	10

La deshidratación de la muestra mostrada en la tabla 10 se lleva a cabo mediante calentamiento sobre una placa térmica a 125 °C durante 6 horas. La deshidratación completa de los 3 kg de suspensión es confirmada por TGA  
 55

antes de la molienda. Las muestras se caracterizan antes y después de la deshidratación mediante un microscopio y un dispositivo Coulter LS230. El microscopio indica que, tras la deshidratación, los cristales romboides han cambiado a sólidos amorfos, intercalados con largas agujas cristalinas. Se observa una reducción del volumen de la muestra.

5 La suspensión deshidratada se muele en varias pasadas secuenciales con un tiempo de residencia de aproximadamente 3 minutos por pasada. La muestra se muele en 3 pasadas con perlas de 2 mm y después en 3 pasadas con perlas de 0,5 mm. Se analizan las muestras final e intermedia. Los resultados se muestran en la tabla 11.

10

Tabla 11

Muestra	N.º Pasadas	Tamaño perla (mm)	Tiempo de residencia acumulado (min)	Análisis tamaño de partícula, Coulter LS230, (micrómetros)				Microscopio
				% < 0,5	% < 1	Media	Mayor	Clasificación
1	Suspensión	N/D	0	0	0	~ 400	600	D+
2	Suspensión desecada, no molida	N/D	0	0	0	~ 200	400	D
3	Suspensión desecada, después molida, 1 pasada	2	3,27	0	0	50,37	177	D
4	Suspensión desecada, después molida, 2 pasadas	2	5,17	0	0	49,84	161	D
5	Suspensión desecada, después molida, 3 pasadas	2	8,02	0	0	48,55	161	D
6	Suspensión desecada, después molida, 4 pasadas	0,5	10,20	0	0	46,37	122	D
7	Suspensión desecada, después molida, 5 pasadas	0,5	13,47	0	0	46,29	121	D
8	Suspensión desecada, después molida, 6 pasadas	0,5	17,71	0	0	46,06	122	D

La muestra 8 tiene una viscosidad de  $191 \cdot 10^{-3}$  Pa.s (cP) a  $250 \text{ s}^{-1}$  y una densidad de 1,0266 a 15 °C.

15 Tanto la microscopía como el dispositivo Coulter indican que la suspensión del LiOH (anhidro) es más resistente a la reducción de tamaño durante el proceso de molienda en comparación con el LiOH·H<sub>2</sub>O. Las mediciones de microscopía y del dispositivo Coulter indican que el tamaño del cristal de aproximadamente 40-60 micrómetros puede ser el límite alcanzable. Se observa por microscopía algunos cristales largos a pesar de la prolongada molienda.

20 Este resultado sugiere que el LiOH anhidro es difícil de moler para dar una dispersión submicrométrica. Esto contrasta con la facilidad de molienda del LiOH·H<sub>2</sub>O y sugiere una ruta viable para preparar dispersiones submicrométricas de LiOH (con o sin el agua de cristalización presente). Al calentar el LiOH·H<sub>2</sub>O el agua de cristalización se elimina fácilmente. Un calentamiento adicional da como resultado la fusión del sólido a aproximadamente 470 °C. Este es un punto de fusión relativamente bajo. La molienda es conocida por generar temperaturas locales superiores a 1000 °C en el punto de impacto. Sin embargo, cuando el sólido es hidratado, el calor local puede ser disipado por el proceso de deshidratación. A medida que la molienda sigue adelante con el proceso de fractura cristalina, la disipación de la elevada energía térmica local mediante evaporación permite la reducción del tamaño del sólido. Si se elimina el agua de cristalización entonces el sólido se puede calentar hasta el punto de fusión y el crecimiento cristalino puede llegar a ser más significativo. El sólido puede hacerse más blando y más difícil de fracturar.

30

Ejemplo 5

Este ejemplo muestra un proceso para la preparación de dispersiones submicrométricas en las que el LiOH·H<sub>2</sub>O se muele y después se deshidrata. Se prepara una suspensión con la formulación mostrada en la tabla 12.

5

Tabla 12

Componentes	% p/p
LiOH·H <sub>2</sub> O	50
aceite 100N	40
Tensioactivo D	10

La suspensión se hace pasar a través del molino de perlas horizontal varias veces en pasadas individuales. En todos los casos el molino se opera a una velocidad de punta de 8 m/s y cargado con perlas (65 % v/v). La velocidad de bombeo para cada pasada a través del molino es tal que el tiempo de residencia de la muestra es de aproximadamente 3 minutos por pasada. La temperatura del refrigerante se fija en 4 °C. En este ejemplo, se carga el molino secuencialmente con perlas tal como sigue:

10

- perlas de vidrio de 2 mm de diámetro para las primeras 3 pasadas;
- perlas de itrio / zirconio de 0,5 mm de diámetro para las pasadas 4<sup>a</sup> a 6<sup>a</sup>; y
- perlas de itrio / zirconio de 0,3 mm de diámetro para las pasadas 7<sup>a</sup> y posteriores.

15

Se toman muestras después de cada pasada y se determina su tamaño mediante un microscopio y un dispositivo Coulter LS230. Las muestras tomadas después de 1, 3, 4 y 6 pasadas se deshidratan también. Se preparan muestras deshidratadas usando una placa térmica y se caracterizan estas mediante un dispositivo Coulter LS230 y microscopía.

20

Los datos se pueden usar para determinar la facilidad relativa para deshidratar una dispersión frente a una suspensión. El efecto de reducción del tamaño de partícula (si lo hay) tras la deshidratación se puede establecer también y se puede determinar un tiempo de residencia de molienda para un tamaño de partícula particular. Se lleva a cabo un experimento adicional para determinar la velocidad de deshidratación. Los resultados se muestran en la tabla 13. En la tabla 13 se caracteriza la dispersión de LiOH·H<sub>2</sub>O antes y después de la deshidratación.

25

Tabla 13

Muestra	N.º Pasadas	Tamaño perla (mm)	Tiempo de residencia acumulado (min)	Antes / después de la deshidratación	Análisis tamaño de partícula, Coulter LS230, (micrómetros)				Microscopio
					% < 0,5	% < 1	Media	Mayor	Clasificación
1	1	2	3,45	Antes	0,18	1,34	25,06	34 0	D+
	1	2		Después*	24,1	40,0	3,7	12 2	D
2	3	2	9,21	Antes	16	29,5	3,80	16 1	D
	3	2		Después	40,3	55,5	1,936	48	C
3	4	0,5	12,12	Antes	39,7	62,7	1,118	21	C
	4	0,5		Después	91,9	96,7	0,298	13	B
4	6	0,5	19,39	Antes	68,7	90	0,464	4	B
	6	0,5		Después	100	100	0,143	0,5	B

\*La TGA indica solo una deshidratación parcial de esta muestra. 9 % p/p de agua remanente.

30

Se deshidrata una suspensión y dos dispersiones y se compara la velocidad de deshidratación. Los resultados se muestran en la tabla 14.

Tabla 14

Muestra	Partícula mayor <u>antes</u> de la deshidratación - Microscopio (micrómetros)	Muestra	Partícula mayor <u>después</u> de la deshidratación - Microscopio (micrómetros)	Tiempo de calentamiento (min)	Agua remanente (determinación por TGA)	Densidad
Suspensión (deshidratación convenc.)	D+ ~ 400	1	D+ 400	10	Sí	
		2	D+ 400	20	Sí	
		3	D+ 400	30	Sí	
		4	D+ 400	40	No	
		5	D+ 400	50	No	N/D
Dispersión	C/D 10	6	D+ 20	20	Sí	
		7	C/D 14	35	No	
		8	C/D 13	50	No	
		9	C/D 16	65	No	
		10	C/D 13	75	No	
		11	C/D 16	90	No	1,0792
Dispersión	B 4	12	B 4	22	Sí	
		13	B 6	40	Sí	
		14	B 6	50	No	
		15	B 6	70	No	
		16	B 5	85	No	
		17	B 7	95	No	1,0790

La viscosidad a  $250\text{ s}^{-1}$  para la muestra 11 es de  $540 \cdot 10^{-3}\text{ Pa}\cdot\text{s}$  (cP) y para la muestra 17 de  $302 \cdot 10^{-3}\text{ Pa}\cdot\text{s}$  (cP). Estos resultados indican que se requieren condiciones de deshidratación similares para deshidratar una dispersión o una suspensión. Puesto que no hay reducción del tamaño de partícula durante la deshidratación, es ventajoso moler al tamaño deseado antes de la deshidratación.

#### Ejemplo 5A

El efecto del tamaño de partícula sobre la eficacia de deshidratación se demuestra que es despreciable a escala piloto comercial usando un evaporador de lámina enjuagada (suministrado por Kuhni AG). La columna del evaporador tiene un área superficial de  $0,14\text{ m}^2$  y es una columna con un diámetro de 80 mm y una longitud de 55 cm equipada con una escobilla rotatoria de acero inoxidable. Se forma una película de producto alimentado (espesor de 1 mm) hacia abajo de la longitud de la columna vertical.

El material de partida o producto alimentado es una dispersión del 50 % en peso de  $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$  (la composición se muestra en la tabla 21, experimento C, más adelante) preparada a una escala de 100 kg usando un molino ECM Pro Dyno Mill (suministrado por WAB de Suiza) cargado con perlas de 1,2 mm y operado en modo de recirculación continua. El producto alimentado se bombea desde el recipiente de reacción agitado hasta la parte superior del evaporador. La temperatura del producto alimentado en la parte superior del evaporador se ajusta a  $90\text{ }^\circ\text{C}$ . La velocidad y extensión de la evaporación es principalmente una función de:

1. El rendimiento del producto alimentado;
2. La presión de separación a vacío aplicada;
3. La aportación de calor (suministrada y modificada por la camisa de aceite de calentamiento alrededor de la columna).

El producto deshidratado se recoge en el fondo. El destilado se condensa a través de una unidad de condensación primaria y secundaria.

Este experimento explora el efecto de la temperatura del aceite (que calienta el fluido en la columna), la presión de vacío, y el caudal del material a través de la unidad. El primer experimento se lleva a cabo usando la muestra A (dispersión fina de aproximadamente 5 micrómetros de media) y a esta le sigue la dispersión gruesa (muestra C, aproximadamente 200 micrómetros de media) y después la dispersión intermedia (muestra B, aproximadamente 10 micrómetros de media). La muestra gruesa (C) tiende a formar un sedimento duro al dejarla en reposo durante unas pocas horas y se agita durante el experimento. Los tres productos, que contienen un 21,4 % de agua (principalmente como agua de cristalización en el  $\text{LiOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$ ), se comportan de un modo similar dando una deshidratación completa (por debajo de un 0,1 % en peso de contenido de agua según se determina por el método de Dean y Stark) a un caudal de 15 kg/h y a una presión de 8 kPa (80 mbar) y a una temperatura del aceite de 130 °C. El contenido de agua residual es de un 0,5 % en peso en el producto final cuando el caudal se aumenta a 20 kg/h.

Ejemplo 6

Se prepara una suspensión con la formulación mostrada en la tabla 15.

Tabla 15

Componente	% p/p
LiOH·H <sub>2</sub> O (FMC)	60
100N	34
Tensioactivo F	6

El tensioactivo F es un anhídrido poliisobutenil (Mn = 940) succínico.

La suspensión se hace pasar a través del molino de perlas horizontal durante un total de nueve pasadas individuales en sucesión. En todos los casos el molino se opera a una velocidad de punta de 8 m/s y cargado con perlas (65 % v/v). La velocidad de bombeo para cada pasada a través del molino es tal que el tiempo de residencia de la muestra es de aproximadamente 3 minutos. En cada operación de ensayo, se carga el molino secuencialmente con perlas tal como sigue:

1. perlas de vidrio de 2 mm de diámetro para las primeras 3 pasadas;
2. perlas de itrio / zirconio de 0,5 mm de diámetro para las pasadas 4<sup>a</sup> a 6<sup>a</sup>;
3. perlas de itrio / zirconio de 0,3 mm de diámetro para las pasadas 7<sup>a</sup> y posteriores.

Las condiciones de procesamiento se muestran en la tabla 16.

Tabla 16

Muestra	Tamaño perla (mm)	Pasada	Tiempo de residencia acumulado (min)
1	2	1	7,85
2	2	2	11,12
3	2	3	12,62
4	0,5	4	16,11
5	0,5	5	19,58
6	0,5	6	22,33
7	0,3	7	28,87
8	0,3	8	34,48
9	0,3	9	39,46

Los resultados se muestran en la tabla 17.

Tabla 17

Muestra	Antes de la deshidratación				Después de la deshidratación	
	Coulter LS230				Microscopio	Microscopio
	% < 0,5	% < 1	Media	Mayor	Clasificación	Clasificación
1	11,6	23,8	3,4	36		

Muestra	Antes de la deshidratación				Después de la deshidratación	
	Coulter LS230			Microscopio	Microscopio	
	% < 0,5	% < 1	Media	Mayor	Clasificación	Clasificación
2	16,9	32,1	2,6	36		
3	20.	37,5	2,13	30	D	C/D
4	50,6	74,7	0,76	8,1		
5	65,3	87,9	0,50	3,9		
6	70,6	91,4	0,44	3,5	A/B	B
7	78,3	96,9	0,36	3,2		
8	80,1	97,6	0,34	3,2		
9	100	100	0,17	0,7	A	B

### Ejemplo 7

- 5 Se prepara una dispersión deshidratada usando el molino de perlas horizontal. El molino se opera a una velocidad de punta de 8 m/s y cargado con perlas (65 % v/v). La formulación y caracterización de la dispersión se proporcionan en la tabla 18 y los datos de la dispersión deshidratada se presentan en la tabla 19.

Tabla 18

Componente	% p/p
LiOH (FMC)	60
100N	35
Tensioactivo F	5
Caracterización	
Microscopio	B

10

Tabla 19

Componente	% p/p
LiOH (FMC)	46,09
100N	48,52
Tensioactivo F	5,39
Caracterización	
Microscopio	B

15

Se añade un 30 % en peso adicional de LiOH·H<sub>2</sub>O (FMC) a la dispersión mostrada en la tabla 19 y la mezcla resultante se hace pasar a través del molino de perlas horizontal otras seis pasadas en sucesión. En todos los casos el molino se opera a una velocidad de punta de 8 m/s y cargado con perlas (65 % v/v). La velocidad de bombeo para cada pasada a través del molino es tal que el tiempo de residencia de la muestra es de aproximadamente 3 minutos.

En cada experimento, se carga el molino secuencialmente con perlas tal como sigue:

20

1. perlas de vidrio de 2 mm de diámetro para las primeras 3 pasadas; y
2. perlas de itrio / zirconio de 0,5 mm de diámetro para las pasadas 4<sup>a</sup> a 6<sup>a</sup>. Esta muestra tiene una clasificación al microscopio de B 8. La muestra se deshidrata y la formulación y caracterización final se muestran en la tabla 20.

Tabla 20

Componente	% p/p
LiOH (FMC)	54
100N	41,4
Tensioactivo F	4,6
Caracterización	
Microscopio	A/B

Los polvos de hidróxido de litio son materiales granulares gruesos (varios mm de dimensión). Por esta razón es ventajoso efectuar una molienda gruesa en húmedo usando las perlas de vidrio de 2 mm. Estas perlas pueden moler el sólido a un tamaño de partícula medio de aproximadamente 3 micrómetros. Si la proporción en tamaño sólido / perla es demasiado grande la molienda con perlas solo puede reducir el tamaño de los cristales más finos y tiene poco efecto sobre el material grueso. Un tiempo de molienda corto puede ser suficiente para romper las partículas grandes (las muestras de la primera pasada pueden ser lo suficientemente pequeñas como para ser molidas con las perlas de 0,5 y/o 0,3 mm).

El tensioactivo F funciona bien como estabilizador. Produce dispersiones con buena eficacia de molienda, buena estabilidad y baja viscosidad incluso a bajas velocidades de tratamiento.

No se observa una deshidratación significativa durante la molienda. Cuando se aplican las condiciones de deshidratación, la suspensión y las dispersiones se pueden deshidratar completamente usando condiciones idénticas. Puesto que las dispersiones deshidratadas se muelen con menos facilidad, es ventajoso moler y después deshidratar. Si el molino no se enfría eficazmente durante la molienda el calor generado en el proceso de molienda se puede usar para potenciar la desecación.

Lo anterior indica que se puede usar un proceso de molienda en dos etapas en el que se puede conseguir un máximo de aproximadamente un 46 % p/p de LiOH después de la etapa 1, y al menos aproximadamente un 54 % p/p y, en una realización, al menos aproximadamente un 60 % p/p, se puede conseguir tras la etapa 2.

La TGA se puede usar satisfactoriamente para determinar el contenido de agua remanente de dispersiones de hidróxido de litio monohidrato después de la desecación.

Lo anterior indica lo siguiente:

1. Es relativamente fácil eliminar el agua de cristalización en el  $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$ .
2. El  $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$  es un material fácil de moler en un molino de perlas, dando una dispersión por debajo de 0,5 micrómetros con facilidad. Por el contrario, el LiOH es difícil de moler por debajo de un tamaño de partícula submicrométrico.
3. La capacidad del  $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$  para ser sometido a una deshidratación endotérmica proporciona un mecanismo a los cristales fracturados para disipar la energía que reciben del impacto de las perlas. Esta energía se puede convertir en energía térmica en el LiOH (anhidro) y en energía para fundir la superficie, dando la oportunidad a los mecanismos de crecimiento del cristal a que entren en juego.
4. Un proceso que puede ser útil para obtener una dispersión por debajo de 0,5 micrómetros con un alto contenido de sólidos (54 % en masa de LiOH) y bajo contenido de tensioactivo (4,6 % en masa) supone una molienda repetida secuencial y una deshidratación de la dispersión con más adición de polvo de  $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$  entremedias.

### Ejemplo 8

Se usan tres formulaciones en este estudio y se muestran en la tabla 22. Se usan dos fuentes de  $\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$ ; FMC y SQM. La principal diferencia entre las dos fuentes de litio es el tamaño de los cristales del polvo de partida. El material de SQM es más grueso que el material de FMC.

Tabla 21

Experimento:	A	B, D	C
$\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$ de FMC	50	50	-
$\text{LiOH}\cdot\text{H}_2\text{O}$ de SQM	-	-	50
aceite 100N	45	-	-

## ES 2 641 274 T3

Experimento:	A	B, D	C
aceite 330SN	-	45	45
Tensioactivo F	5	5	5

5 Se preparan 10 kg de cada suspensión de acuerdo con las formulaciones de la tabla 22 usando una mezcladora en diente de sierra. Estas suspensiones se muelen usando el molino de perlas horizontal que se opera en pasadas individuales discretas. El molino se opera usando una velocidad de punta de 8 m/s, tres aceleradores YtZ, y una carga de perlas del 65 % v/v. La secuencia de molienda para cada experimento se muestra en la tabla 22.

Tabla 22

	N.º de pasadas	Tiempo resid. total (min)
Experimento A [FMC; 100N]		
perlas 2 mm	3	10,51
perlas 0,5 mm	3	6,25
Experimento B [FMC; 330SN]		
perlas 2 mm	3	10,52
perlas 0,5 mm	3	13,06
Experimento C [SQM; 330SN]		
perlas 2 mm	1	5,61
perlas 0,5 mm	3	10,63
Experimento D [FMC; 330SN]		
perlas 2 mm	1	2,96
perlas 0,5 mm	3	11,23

Se mencionan las siguientes etapas del procedimiento:

- 10
1. Se prepara una suspensión homogénea. Se usa agitación continua para la suspensión.
  2. Molienda con perlas de YtZ de 2 mm de diámetro: En los experimentos A y B se usan tres pasadas con un tiempo de residencia total de 10,5 minutos, mientras que en los experimentos C y D se usan pasadas individuales con tiempos de residencia de 5,6 y 3 minutos, respectivamente.
  - 15 3. Molienda con perlas de YtZ de 0,5 mm de diámetro: En todos los casos se usan tres pasadas secuenciales.

20 Se toman muestras después de la primera y la última pasada a través del molino. Al final de la molienda todas las muestras tomadas se dividen en dos y un grupo se deshidrata en una placa térmica de laboratorio a 130 °C durante 7 horas. Se confirmó la deshidratación completa por TGA. Se caracterizan todas las muestras mediante microscopía óptica y Coulter LS230 y por su estabilidad durante el almacenamiento. Además de esto, cada muestra se ensaya para determinar el punto de fluidez, el punto de inflamación, la densidad, el contenido de nitrógeno y espectroscopía IR. Los resultados se muestran en la tabla 23.

Tabla 23

Muestra	N.º pasadas	Diámetro perlas	Tiempo acumulado por tamaño de perla/min	Coulter Ls230 PSA					Microscopía (x 400)	Estabilidad durante almacenamiento 4 semanas		
				% < 0,5 µm	% < 1,0 µm	media	mayor	Clasificación		Ta 60 °C		
A1	1	2 mm	2,34	10,1	16,7	8,05	83,9	C/D	S	B	S	B
A2	2	2 mm	5,75	-	-	-	-	-	0	0	2	7
A3	3	2 mm	10,51	27,2	45,9	1,88	17,2	C	0	0	5	3
A4	1	0,5 mm	1,99	48,1	71,9	0,854	10,8	C/B	0	0	3	2
A5	2	0,5 mm	6,35	-	-	-	-	-	-	-	-	-
A6	3	0,5 mm	12,16	76,9	94,2	0,379	3,5	A	0	0	0	2
B1	1	2 mm	4,24	6,75	14,3	6,252	76,4	D	0	0	5	3
B2	2	2 mm	7,04	-	-	-	-	-	-	-	-	-
B3	3	2 mm	10,52	25,6	43,7	2,05	33	C/B	0	0	3	3
B4	1	0,5 mm	3,14	50,8	74,7	0,811	13	B	0	0	4	2
B5	2	0,5 mm	6,52	-	-	-	-	-	-	-	-	-
B6	3	0,5 mm	13,06	82,3	95,3	0,337	3,2	A	0	0	0	1
C1	1	2 mm	5,61	14,2	25,5	4,913	76,4	D	0	0	2	2
C2	1	0,5 mm	3,65	55,9	79,2	0,703	9,8	B	-	-	-	-
C3	2	0,5 mm	7,14	-	-	-	-	-	0	0	1	0
C4	3	0,5 mm	10,63	75,8	94,2	0,388	3,5	A	0	0	0	0
D1	1	2 mm	2,96	2,03	6,48	8,162	76,4	D	-	-	-	-
D2	1	0,5 mm	3,93	-	-	-	-	-	-	-	-	-
D3	2	0,5 mm	7,58	51,4	74,3	0,814	9,8	C/B	-	-	-	-
D4	3	0,5 mm	11,23	73,3	92,9	0,417	4,2	A	0	0	0	0

Una distribución de tamaños de partícula ventajosa para la dispersión de LiOH anhidro puede ser tal como sigue:

**Tamaño medio de < 1 µm**

**70 % < 2 µm**

**100 % < 10 µm**

5 En la tabla 23, se muestran el tamaño de partícula, los resultados de la microscopía y de la estabilidad durante el almacenamiento para las diversas dispersiones de LiOH·H<sub>2</sub>O. La columna de muestra indica la composición de la muestra y la molienda. La letra indica la formulación (véase la tabla 22) y el número indica el número de pasadas que ha recibido la muestra a través del molino.

10 Los resultados indican que la eficacia de molienda no parece verse afectada cuando se cambia el aceite base de 100N a 330SN. Asimismo, la eficacia de molienda no parece verse afectada cuando se cambia el sólido de hidróxido de litio monohidrato de FMC a hidróxido de litio monohidrato de SQM.

15 Ignorando los efectos secundarios debidos a los cambios del aceite base y la fuente de LiOH, los datos de estos experimentos indican que, incluso una pasada rápida a su través (tiempo de residencia de 2 minutos) lleva al tamaño medio desde varios centenares de micrómetros hasta menos de 10 micrómetros. Una molienda prolongada solo reduce el tamaño de cristal medio ligeramente (hasta aproximadamente 2 micrómetros).

Los resultados para la molienda con las perlas de 0,5 mm indican que:

20 1. El tamaño de partícula medio es < 1,0 micrómetro después un tiempo de residencia de 2 minutos, el porcentaje < 0,5 micrómetros es de aproximadamente un 50 %.  
2. Es posible preparar una dispersión muy fina de un tamaño medio por debajo de 0,5 micrómetros con un tiempo de residencia de aproximadamente 10 minutos (de las perlas de 0,5 mm).

25 Los resultados indican que la molienda ventajosa para el LiOH·H<sub>2</sub>O (50 % de sólidos) en SN100 o en SN330 y un 5 % de tensioactivo puede ser tal como sigue:

30 1. Molienda gruesa para reducir los cristales grandes hasta un tamaño de partícula medio por debajo de 10 micrómetros, un 90 % por debajo de 20 micrómetros. En un molino de perlas horizontal esto se puede conseguir en una pasada individual (tiempo de residencia de 2-3 minutos).  
2. Molienda fina para reducir el tamaño medio por debajo de 1 micrómetro: Estos se puede conseguir moliendo adicionalmente con perlas de 0,5 (o 0,7 mm) y un tiempo de residencia de 3-5 minutos. Esto puede dar una dispersión de tamaño medio < 1,0 micrómetro y un 100 % por debajo de 5 micrómetros.

35 También es posible conseguir la distribución de tamaños de partícula deseada usando perlas de 1,0 mm durante un tiempo de residencia de 2-4 minutos.

Las mediciones de viscosidad para las dispersiones anteriores se muestran en la tabla 24 siguiente:

Tabla 24

Muestra	N.º pasadas	Diámetro perlas	Tiempo acumulado por tamaño de perla /min	Reómetro 250 s <sup>-1</sup> (10 <sup>-3</sup> Pa.s, cP)	Brookfield (RVDVE 25 °C huso #4)	
					1.10 <sup>-3</sup> Pa.s (cP) a 20 r.p.m.	1.10 <sup>-3</sup> Pa.s (cP) a 50 r.p.m.
A1	1	2 mm	2,34	823,0	690	720
A2	2	2 mm	5,75	-	-	-
A3	3	2 mm	10,51	627,5	650	636
A4	1	0,5 mm	1,99	590	920	664
A5	2	0,5 mm	6,35	-	-	-
A6	3	0,5 mm	12,16	540,0	1030	832
B1	1	2 mm	4,24	2967	2660	2692

ES 2 641 274 T3

Muestra	N.º pasadas	Diámetro perlas	Tiempo acumulado por tamaño de perla /min	Reómetro 250 s <sup>-1</sup> (10 <sup>-3</sup> Pa.s, cP)	Brookfield (RVDVE 25 °C huso #4)	
					1.10 <sup>-3</sup> Pa.s (cP) a 20 r.p.m.	1.10 <sup>-3</sup> Pa.s (cP) a 50 r.p.m.
B2	2	2 mm	7,04	-	-	-
B3	3	2 mm	10,52	2159	1960	1900
B4	1	0,5 mm	3,14	1706	1610	1556
B5	2	0,5 mm	6,52	-	-	-
B6	3	0,5 mm	13,06	1696	1700	1401
C1	1	2 mm	5,61	1765	1950	1844
C4	1	0,5 mm	3,65	1706	1920	1900
C5	2	0,5 mm	7,14	-	-	-
C6	3	0,5 mm	10,63	1696	1860	1804

La viscosidad de las dispersiones de LiOH·H<sub>2</sub>O preparadas con 330SN es casi el doble que la de las dispersiones preparadas con 100N. En general, las viscosidades disminuyen con un tiempo de molienda reducido con el Brookfield mostrando un ligero aumento con las dispersiones submicrométricas (posiblemente el inicio del agotamiento del tensioactivo).

Se llevan a cabo varios ensayos sobre las muestras de dispersión de LiOH·H<sub>2</sub>O A6, B6 y C4. Estas se proporcionan en la tabla 25.

Tabla 25

Propiedad	Método	Unidades	A6	B6	C4
Análisis primarios					
Aspecto	Visual	-	acceptable	acceptable	acceptable
Gravedad específica	ASTM D 4052 (a 15 °C)	kg dm <sup>-3</sup>	1,107	1,1163	1,1222
Viscosidad dinámica	Brookfield DVE Huso N.º 4 a 25 °C	1.10 <sup>-3</sup> Pa.s (cP) a 20 r.p.m.	1030	1700	1860
		1.10 <sup>-3</sup> Pa.s (cP) a 50 r.p.m.	832	1401	1804
Microscopio (nota 3)		Clasificación	pasada A	pasada A	pasada A
		Mayor/µm	4,9	3,5	3,5
TBN (nota 1)		mg KOH/g	686,15	660,1	673,4
Análisis secundarios					
Tamaño de partícula	Coulter LS230	% < 1,0 µm	94,2	95,3	92,9
		% < 0,5 µm	76,9	82,3	73,3
		Media/µm	0,379	0,337	0,417
		Mayor/µm	3,5	3,2	4,2
Almacenamiento estático		% aceite (4 semanas)	0	0	0
		% Sedim. (4 semanas)	0	0	0
N	D5291_MOD	% p/p	0	0	0
Punto de fluidez		°C	-27	-21	-24

Nota 1: la muestra se ensaya a una dilución del 20 % y se calcula de nuevo respecto a la muestra original. El TBN esperado para un 50 % p/p de LiOH·H<sub>2</sub>O es de 669 mg KOH/g.

## ES 2 641 274 T3

Las muestras se calientan en una placa térmica de laboratorio durante 7 horas para eliminar el agua de cristalización. Se confirma la deshidratación completa por TGA. Una temperatura de aproximadamente 130 °C mantenida durante 7 horas es suficiente para deshidratar las muestras. Los resultados se muestran en la tabla 26.

Tabla 26

Muestra	N.º pasadas	Diámetro perlas	Tiempo acumulado por tamaño de perla/min	Coulter Ls230 PSA				Microscopia (x 400)	Estabilidad durante almacenamiento 4 semanas			
				% < 0,5 mm	% < 1,0 mm	media	mayor		Clasificación	Ta 60 °C		
A1	1	2 mm	2,34	13,6	24,4	4,36	76,4	D/C	S	B	S	B
A3	3	2 mm	10,51	56,4	74,8	0,933	47,9	C	1	1	3	4
A4	1	0,5 mm	1,99	86,6	94,2	0,335	4,2	B	0	0	4	2
A6	3	0,5 mm	12,16	100	100	0,168	0,66	A	0	0	4	1
B1	1	2 mm	4,24	20,5	34,0	4,094	194,2	D	0	2	2	2
B3	3	2 mm	10,52	58,3	75,8	0,915	39,8	D/C	0	0	1	4
B4	1	0,5 mm	3,14	100	100	0,142	0,45	A/B	0	0	3	3
B6	3	0,5 mm	13,06	100	100	0,168	0,60	A	0	0	3	3
C1	1	2 mm	5,61	36,9	53,5	2,66	101,1	C/D	1	0	1	1
C2	1	0,5 mm	3,65	91,0	96,0	0,3	2,0	B	0	0	1	1
C4	3	0,5 mm	10,63	100	100	0,154	0,545	A	0	0	0	1

La pérdida de agua puede dar lugar a una reducción del tamaño de partícula de hasta un 100 % < 1,0 micrómetro para cada muestra final. El tamaño de partícula medio de las muestras de la pasada final disminuye también un promedio de 0,4 micrómetros con la dispersión hidratada a aproximadamente 0,15 micrómetros para la muestra deshidratada.

5

Tabla 27

Muestra	N.º pasadas	Diámetro perlas	Tiempo acumulado por tamaño de perla /min	Reómetro 250 s-1	Brookfield (RVDVE 25 °C huso #4)	
					20 r.p.m.	50 r.p.m.
A1	1	2 mm	2,34	479,3	460	480
A3	3	2 mm	10,51	346,5	330	344
A4	1	0,5 mm	1,99	313,9	330	340
A6	3	0,5 mm	12,16	269,4	310	316
B1	1	2 mm	4,24	1217	1010	1044
B3	3	2 mm	10,52	1250	1110	1120
B4	1	0,5 mm	3,14	798,5	850	856
B6	3	0,5 mm	13,06	912	1010	964
C1	1	2 mm	5,61	1093	1060	1088
C2	1	0,5 mm	3,65	1158	1120	1108
C4	3	0,5 mm	10,63	1001	1000	976

10

La viscosidad disminuye significativamente tras la deshidratación presumiblemente debido a la reducción del volumen de la fase interna. Después de la deshidratación todas las dispersiones exhiben un comportamiento pseudoplástico característico. La fuente del LiOH·H<sub>2</sub>O tiene un efecto pequeño sobre la viscosidad de la dispersión deshidratada. Sin embargo, la selección del aceite base tiene un efecto mayor.

Se llevan a cabo varios ensayos sobre las muestras deshidratadas A6, B6 y C4. Estos se dan en la tabla 28.

15

Tabla 28

Propiedad	Método	Unidades	A6	B6	C4
Análisis primarios					
Aspecto	Visual	-	aceptable	aceptable	aceptable
Gravedad específica	ASTM D 4052 (a 15 °C)	kg dm <sup>-3</sup>	1,0272	1,0357	1,0412
Viscosidad dinámica	Brookfield DVE Huso N.º 4 a 25 °C	1.10 <sup>-3</sup> Pa.s s (cP) a 20 r.p.m.	310	1010	1000
		1.10 <sup>-3</sup> Pa.s s (cP) a 50 r.p.m.	316	964	976
Microscopio (nota 3)		Clasificación	pasada A	pasada A	pasada A
		Mayor/µm	4,1	2,3	2,5
TBN (nota 1)		mg KOH/g	863,9	857,8	853,0
Análisis secundarios					
Tamaño de partícula	Coulter LS230	% < 1,0 µm	100	100	100
		% < 0,5 µm	100	100	100
		Media/µm	0,168	0,168	0,154
		Mayor/µm	0,66	0,60	0,55

Análisis secundarios					
Almacenamiento estático		% aceite (4 semanas)	0	0	0
		% Sedim. (4 semanas)	0	0	0
N	D5291_MOD	% p/p	0	0	0
Punto de fluidez		°C	-21	-18	-18
PMCC		°C	n/d	242,2	n/d
Nota 1: El TBN resulta de cuando se opera usando una dilución del 20 % de la dispersión. El TBN esperado es de 853 mg KOH/g.					

5 Los resultados anteriores sugieren que la dispersión de LiOH·H<sub>2</sub>O se puede conseguir con una calidad satisfactoria usando un proceso de una pasada individual. Esto supone una molienda secuencial de la dispersión de LiOH·H<sub>2</sub>O primero a través de un molino cargado con perlas 2 mm y después a través de un segundo molino en serie cargado con perlas de 0,5 mm. Una disposición alternativa puede ser pasar la suspensión a través de un molino único cargado con perlas de 1,0 mm.

10 Ejemplo 9

La siguiente distribución de tamaños de partícula puede ser ventajosa para la preparación de grasa y para la estabilidad de la dispersión:

**Tamaño medio de < 1 µm**

**70 % < 2 µm**

**100 % < 10 µm**

15 Una suspensión de un 50 % (p/p) de LiOH·H<sub>2</sub>O (materia prima más gruesa - SQM) en aceite 100N (45 % p/p) y un 5 % p/p de tensioactivo F se hace pasar en primer lugar a través del molino de perlas horizontal cargado con perlas de YtZ de 2 mm, y en segundo lugar a través del molino cargado con perlas de 0,5 mm. Las condiciones se muestran en la tabla 29. La velocidad de bombeo varía a lo largo de la primera etapa teniendo en cuenta el grosor de los cristales. Se usan las siguientes etapas del proceso:

20 Etapa A: Molienda durante 3 min con perlas de 2 mm seguida de;  
 Etapa B: Molienda durante 2,85 min con perlas de 0,5 mm seguida de;  
 Etapa C: Deshidratación de la dispersión.

25 Tabla 29

Etapa	Ø Perla	Pasada #	Ajuste del bombeo	Presión	Temp. molino	Temp. refrigerante	Amp. Molino	Caudal	Tiempo de residencia
	(mm)			(1.10 <sup>-1</sup> MPa, bar)	(°C)	(°C)	(Amp)	(cm <sup>3</sup> min <sup>-1</sup> )	(min)
A	2	1	32-35	0,3	40-78	4-14	3,5-4,5	100-105	3,14-2,99
B	0,5	1	35	0,2	40-65	4-10	3,5	110	2,85
								Tiempo resid. total 5,84-5,99 min	

Los análisis del tamaño de partícula de las dispersiones intermedia y final antes y después de la deshidratación se muestran en la tabla 30 a continuación:

30

Tabla 30

Etapa	% < 0,5 µm	% < 1,0 µm	Media/µm	modo	mayor/µm	pico(s)
A	11,6	19,6	8,921	multi-	176,9	10,0, 30,0, 60,0
B	46,1	69,1	0,988	bi-	13	0,6, 6,0
C	85,2	92,7	0,389	multi-	13	0,2, 2,0, 6,0

El ensayo de estabilidad durante el almacenamiento a temperatura ambiente indica que las muestras molidas gruesas (antes y después de la deshidratación) tienen una estabilidad prometedora que no muestran aceite libre o sedimentación después de 2 semanas.

Ejemplo 10

Las muestras A y B son dispersiones que contienen un 50 % en peso de LiOH·H<sub>2</sub>O con un tamaño de partícula medio de 8,92 y 0,99 micrómetros, respectivamente. Ambas dispersiones se deshidratan para dar las dispersiones C y D. Las dispersiones C y D contienen un 36 % en peso de partículas de LiOH con un tamaño de partícula medio de 5,5 y 0,4 micrómetros, respectivamente. La tendencia de las dispersiones a formar sedimento es una función del tamaño de partícula tal como se ilustra en la tabla 31 siguiente: Las dispersiones A y B muestran el inicio de la formación de sedimento al cabo de aproximadamente 2 meses. Después de aproximadamente 4 meses las dispersiones de menor tamaño no muestran ningún signo de formación de sedimento.

Tabla 31

Ensayos de estabilidad durante el almacenamiento					
LiOH·H <sub>2</sub> O			LiOH		
	A	B		C	D
Días	% L	% L	Días	% L	% L
20	0	0	22	0	0
44	0	0	39	0	0
58	0	0	53	0	0
82	2	1	82	4	0
106	2	0	106	4	0
123	8	0	120	10	0

En la tabla 31, "L" se refiere a la formación de una capa inferior de sedimento en el tubo de muestra (expresado como % en altura del tubo de muestra).

Los ejemplos 11-16 divulgan composiciones de grasa. Los ejemplos 11 y 14, que emplean el uso de soluciones de LiOH·H<sub>2</sub>O basadas en agua, se proporcionan con fines comparativos.

Ejemplo 11 (Ejemplo comparativo)

A un cuenco de mezcla para Hobart de acero inoxidable se añaden 810 g de aceite 800 sus y 96,6 g de Cenwax A (ácido 12-hidroxiesteárico). La mezcla se calienta a 82 °C seguido de la adición de 14,02 g de LiOH·H<sub>2</sub>O disuelto en 56 g de agua. La mezcla se calienta a una temperatura en el intervalo de 198 °C a 202 °C a lo largo de 62 minutos y después se deja enfriar hasta 193 °C. Después de enfriar adicionalmente y moler 3 veces en un molino de tres cilindros, la grasa resultante contiene un 10,85 % en peso de jabón, y tiene un P0 = 208, P60 = 209, y un punto de goteo de 207 °C.

Ejemplo 12

A un cuenco de mezcla para Hobart de acero inoxidable se añaden 810 g de aceite 800 sus y 96,6 g de Cenwax A. La mezcla se calienta a 82 °C seguido de la adición de 23,2 g de una dispersión al 36 % de LiOH anhidro con un TBN de 846 y un tamaño de partícula medio de 6,66 micrómetros tal como se mide con el dispositivo Coulter LS-230. La mezcla se calienta a una temperatura de 198 °C a 202 °C a lo largo de 55 minutos y después se deja enfriar hasta 193 °C. Después de enfriar adicionalmente y moler 3 veces en un molino de tres cilindros, la grasa resultante contiene un 10,7 % en peso de jabón, y tiene un P0 = 211, P60 = 220, y un punto de goteo de 205 °C.

Ejemplo 13

5 A un cuenco de mezcla para Hobart de acero inoxidable se añaden 810 g de aceite 800 sus y 96,6 g de Cenwax A. La mezcla se calienta a 82 °C seguido de la adición de 29,75 g de una dispersión al 50 % de LiOH·H<sub>2</sub>O con un TBN de 646 y un tamaño de partícula medio de 0,34 micrómetros tal como se mide con el dispositivo Coulter LS-230. La mezcla se calienta a una temperatura de 198 °C a 202 °C a lo largo de 55 minutos y después se deja enfriar hasta 193 °C. Después de enfriar adicionalmente y moler 3 veces en un molino de tres cilindros, la grasa resultante contiene un 10,7 % en peso de jabón, y tiene un P0 = 204, P60 = 210, y un punto de goteo de 207 °C.

10 Ejemplo 14 (Ejemplo comparativo)

15 A un cuenco de mezcla para Hobart de acero inoxidable se añaden 810 g de aceite 800 sus, 96,6 g de Cenwax A y 30,9 g de ácido azelaico. La mezcla se calienta a 82 °C seguido de la adición de 27,65 g de LiOH·H<sub>2</sub>O sólido disuelto en 112,2 g de agua. La mezcla se calienta a 148 °C a lo largo de 75 minutos, se mantiene a 148 °C durante 30 minutos y después se calienta a 199 °C a lo largo de 25 minutos. La mezcla se deja enfriar a 193 °C. Después de enfriar adicionalmente y moler 3 veces en un molino de tres cilindros, la grasa resultante contiene un 14,0 % en peso de jabón, y tiene un P0 = 222, P60 = 232, y un punto de goteo de 241 °C.

20 Ejemplo 15

25 A un cuenco de mezcla para Hobart de acero inoxidable se añaden 810 g de aceite 800 sus, 96,6 g de Cenwax A y 30,9 g de ácido azelaico. La mezcla se calienta a 82 °C seguido de la adición de 58,11 g de una dispersión al 50 % de LiOH·H<sub>2</sub>O con un TBN de 646 y un tamaño de partícula medio de 0,34 micrómetros tal como se mide con el dispositivo Coulter LS-230. La mezcla se calienta a 148 °C a lo largo de 40 minutos, y después a 199 °C a lo largo de 30 minutos. La mezcla se deja enfriar a 193 °C. Después de enfriar adicionalmente y moler 3 veces en un molino de tres cilindros, la grasa resultante contiene un 13,6 % en peso de jabón, y tiene un P0 = 200, P60 = 209, y un punto de goteo de 292 °C.

30 Ejemplo 16

35 A un cuenco de mezcla para Hobart de acero inoxidable se añaden 810 g de aceite 800 sus, 96,6 g de Cenwax A y 30,9 g de ácido azelaico. La mezcla se calienta a 82 °C seguido de la adición de 45,5 g de una dispersión al 36 % de LiOH anhidro con un TBN de 846 y un tamaño de partícula medio de 6,66 micrómetros tal como se mide con el dispositivo Coulter LS-230. La mezcla se calienta a 148 °C a lo largo de 40 minutos, y después a 199 °C a lo largo de 30 minutos. La mezcla se deja enfriar a 193 °C. Después de enfriar adicionalmente y moler 3 veces en un molino de tres cilindros, la grasa resultante contiene un 13,6 % en peso de jabón, y tiene un P0 = 206, P60 = 213, y un punto de goteo de 260 °C.

**REIVINDICACIONES**

1. Un proceso para la preparación de una dispersión que comprende partículas de LiOH, comprendiendo el proceso:
- 5 (A) formar una suspensión que comprende sólidos de LiOH·H<sub>2</sub>O y un medio orgánico, comprendiendo el medio orgánico al menos un aceite y al menos un tensioactivo;  
 (B) moler la suspensión para formar una dispersión que comprende partículas de LiOH·H<sub>2</sub>O dispersadas en el medio orgánico, y  
 10 (C) deshidratar la dispersión para convertir las partículas de LiOH·H<sub>2</sub>O en partículas de LiOH.
2. El proceso de la reivindicación 1, comprendiendo el proceso adicionalmente:
- 15 (D) mezclar los sólidos de LiOH·H<sub>2</sub>O con la dispersión de partículas de LiOH formadas en (C) para formar una mezcla en dispersión; en la que la relación en peso de los sólidos de LiOH·H<sub>2</sub>O con respecto a las partículas de LiOH está en el intervalo de 9,2:1 a 0,2:1;  
 (E) moler la mezcla en dispersión para formar una segunda dispersión que comprende partículas de LiOH y LiOH·H<sub>2</sub>O; y  
 20 (F) deshidratar la segunda dispersión para convertir las partículas de LiOH·H<sub>2</sub>O en la segunda dispersión en partículas de LiOH.
3. El proceso de la reivindicación 2, en el que la relación en peso de sólidos de LiOH·H<sub>2</sub>O con respecto a las partículas de LiOH está en el intervalo de 1,1:1 a 0,65:1.
- 25 4. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en el que el tensioactivo tiene un equilibrio hidrófilo-lipófilo en el intervalo de hasta 20.
5. El proceso de la reivindicación 4, en el que el tensioactivo tiene un equilibrio hidrófilo-lipófilo en el intervalo de 2,5 a 6.
- 30 6. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones 1-3, en el que el tensioactivo comprende un ácido poliisobutenil succínico, o un anhídrido poliisobutenil succínico.
7. Un proceso para la preparación de grasa que comprende:
- 35 formar una suspensión que comprende sólidos de LiOH·H<sub>2</sub>O y un medio orgánico, comprendiendo el medio orgánico al menos un aceite y al menos un tensioactivo;  
 moler la suspensión para formar una dispersión que comprende partículas de LiOH·H<sub>2</sub>O dispersadas en el medio orgánico;  
 40 deshidratar la dispersión para convertir las partículas de LiOH·H<sub>2</sub>O en partículas de LiOH; y  
 mezclar la dispersión con al menos un ácido carboxílico y/o un éster del mismo y al menos un aceite de viscosidad lubricante, y hacer reaccionar las partículas de LiOH con el ácido carboxílico y/o un éster del mismo lo suficiente como para espesar el aceite de viscosidad lubricante hasta una composición de grasa.
- 45 8. El proceso de la reivindicación 7, en el que el tensioactivo tiene un equilibrio hidrófilo-lipófilo en el intervalo de hasta 20.
9. El proceso de la reivindicación 8, en el que el tensioactivo tiene un equilibrio hidrófilo-lipófilo en el intervalo de 2,5 a 6.
- 50 10. El proceso de la reivindicación 7, en el que el tensioactivo comprende un ácido poliisobutenil succínico, o un anhídrido poliisobutenil succínico.