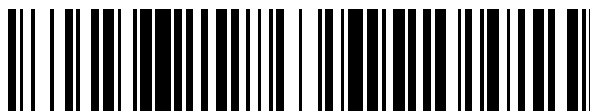


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 765 670**

51 Int. Cl.:

C10M 119/24 (2006.01)
C10M 159/12 (2006.01)
C10M 163/00 (2006.01)
C10M 169/02 (2006.01)
C10M 169/04 (2006.01)
C10M 169/06 (2006.01)
C10M 115/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **09.03.2016 PCT/DE2016/000100**
 87 Fecha y número de publicación internacional: **15.09.2016 WO16141911**
 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.03.2016 E 16717236 (0)**
 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.10.2019 EP 3268455**

54 Título: **Método para la preparación de grasas lubricantes espesadas con poliurea, a base de derivados de lignina, esas grasas lubricantes y usos de las mismas**

30 Prioridad:

09.03.2015 DE 102015103440

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
10.06.2020

73 Titular/es:

**FUCHS PETROLUB SE (100.0%)
Friesenheimer Strasse 17
68169 Mannheim, DE**

72 Inventor/es:

**LITTERS, THOMAS;
HAHN, FLORIAN;
GOERZ, TORSTEN y
ERKEL, HANS JÜRGEN**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

Observaciones:

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 765 670 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 la preparación de grasas lubricantes espesadas con poliurea, a base de derivados de lignina, esas grasas lubricantes y usos de las mismas

5

Introducción

La invención se refiere a un método para la preparación de grasas lubricantes a base de derivados de lignina espesadas mediante un espesante de poliurea, a las grasas lubricantes preparadas de este modo, y al uso de esas grasas lubricantes, entre otras cosas, en transmisiones, ejes motores de velocidad constante y cojinetes de rodillos sellados.

10

Estado de la técnica y problemas del estado de la técnica

15 Se conoce el uso de derivados de lignina para producir grasas lubricantes.

El documento US 3249537 describe lignosulfonato de sodio como espesante de grasa lubricante en presencia de ácido acético, hidróxido de sodio y/o hidróxido de litio, un ácido graso de cadena más larga, un aceite de base y un aditivo amínico. La grasa lubricante que recibe esta composición es soluble en agua o insuficientemente resistente al agua para muchas aplicaciones. En el caso de lubricación de aplicaciones encapsuladas con cubiertas elaboradas de elastómero termoplástico (TPE), por ejemplo, ejes motores de velocidad constante, esas grasas lubricantes exhiben insuficiente compatibilidad con las cubiertas. Aquí, el material encapsulante participa frecuentemente en los movimientos de las partes que se mueven una contra la otra o al menos recoge las vibraciones. Para esto, es necesaria una movilidad y en la mayoría de los casos también elasticidad del material, la cual no puede verse afectada adversamente por el contacto o por la interacción con la grasa lubricante.

20

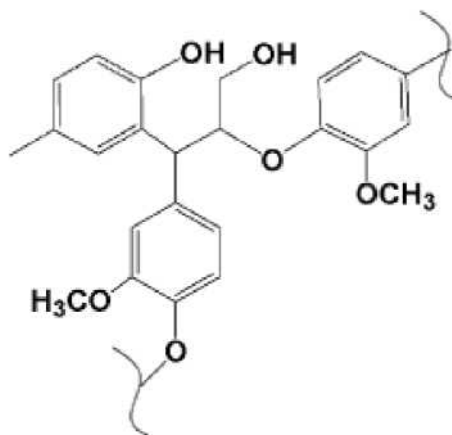
25

También se conocen los lignosulfonatos de calcio por los documentos US 2011/0190177 A1 y WO 2011/095155 A1 como un componente de grasas lubricantes. Este último se relaciona con una grasa compleja y el uso de ejes motores de velocidad constante encapsulada por cubiertas de elastómero termoplástico entre otras cosas. El primero revela el uso de distintos agentes espesantes para lignosulfonatos de calcio, también de poliureas entre otras cosas.

30

El documento WO 2014046202 A1 describe una grasa lubricante que contiene el 1-20 % en peso de derivados de lignofenol, por ejemplo, de la estructura:

35



en el aceite de base. No se mencionan espesantes de poliuretanos o de poliurea.

40 El documento US 2013/0338049A1 revela una composición de grasa lubricante que contiene derivados de lignina y distintos agentes espesantes; estos también incluyen espesantes de poliurea en una mezcla de aceites de base y aditivos. Los derivados de lignina se agregan a una grasa lubricante de poliurea ya hecha.

45

Ahora se encontró que agitando derivados de lignina en una grasa lubricante de poliurea la cual ya se había preparado puede ser problemático para determinadas aplicaciones por la siguiente razón. La conversión de isocianatos con aminas necesaria para producir un espesante de poliurea frecuentemente tiene la desventaja de reacciones de entrelazamiento subsecuentes si el isocianato no se convierte completamente y se agrega o se ha agregado en exceso con respecto a las aminas. Además, la amina sin convertir así como el isocianato pueden conducir a reacciones alérgicas, por ejemplo, irritaciones de la piel e intolerancia con materiales, por ejemplo, plásticos o elastómeros los cuales reaccionan al entrelazamiento subsecuente debido a las aminas o los isocianatos.

50

Además, los derivados de lignina tienen cantidades considerables de agua, tales como, por ejemplo, del 4 al 8 % en peso en los lignosulfonatos. Esto puede dar como resultado una insuficiente estabilidad térmica de las grasas lubricantes que contienen derivados de lignina a mayores temperaturas de aplicación debido a la evaporación del agua y de otros componentes fácilmente volátiles o fácilmente degradados. En los puntos de lubricación sellados o encapsulados esto conduce a una acumulación de sobrepresión, la cual puede conducir a un daño del sello o encapsulamiento o al escape de la grasa o a una infiltración de agua y de contaminación.

Además, se observó que agitando subsecuentemente los derivados de lignina en una grasa lubricante de poliurea ya hecha da como resultado una disminución de la eficiencia de espesamiento del espesante de poliurea o una proporción de espesante de aproximadamente del 10 % al 25 % mayor de lo necesaria para establecer una consistencia especificada previamente de la grasa lubricante de lo que se hubiere usado en grasas lubricantes comparables con consistencia comparable en las cuales se introdujo el derivado de lignina según el método de acuerdo con la invención. La mayor proporción de espesante aumenta la viscosidad de cizallamiento de una grasa lubricante, particularmente a bajas temperaturas, con la consecuente disminución de la capacidad de suministrarla en sistemas de engrasado y de lubricación central.

Las grasas de poliurea para ejes motores de velocidad constante se describen en numerosas patentes, incluyendo, entre otros, los documentos EP0435745 A1, EP0508115 A1, EP0558099 A1 y EP0661378 A1.

En las grasas actuales de poliurea y de poliuretano, los aditivos de EP/AW triboquímicamente activos usados suponen un porcentaje significativo de los costos de formulación y por lo tanto a menudo son el factor de aumento de precio para las grasas lubricantes. Muchos de estos aditivos se producen en procedimientos de síntesis complejos de etapas múltiples, y su uso está limitado por sus efectos secundarios toxicológicos en muchos casos tanto en el tipo de aplicación como en su concentración de utilización en la formulación final. En algunas aplicaciones, por ejemplo, en ejes motores de velocidad constante o en cojinetes de rodillos de carrera lenta sometidos a altos esfuerzos, tampoco se pueden evitar mediante aditivos líquidos las condiciones de lubricación insuficiente o un contacto del par de fricción por los lubricantes líquidos. En estos casos, en el uso práctico hasta la fecha, se usaron los lubricantes sólidos a base de compuestos inorgánicos (por ejemplo, nitruro de boro, carbonatos, fosfatos o fosfatos ácidos), plástico en polvo (por ejemplo, PTFE) o sulfuros metálicos (por ejemplo, MoS₂). Estos componentes a menudo también son caros y de influencia determinante de los costos totales de una formulación de lubricante.

Además, las grasas lubricantes deberían ser térmicamente inertes y los derivados de lignina en estas deberían ser homogéneos como sólidos y estar distribuidos en tamaños pequeños de partícula.

Objetivo de la invención

El objetivo de la presente invención es superar las desventajas descritas anteriormente del estado de la técnica, por ejemplo:

- minimizar la post-solidificación, por ejemplo, en presencia de humedad;
- minimizar la estabilidad térmica, es decir, por ejemplo, la acumulación de sobrepresión en aplicaciones de grasa lubricante sellada;
- incrementar la compatibilidad de sellos y de cubiertas;
- mejorar la homogeneidad de la grasa y de la distribución de partículas del derivado de lignina;
- aumentar la eficiencia de espesamiento del espesante de poliurea;
- reducir la separación del aceite,
- optimizar la capacidad de suministrar instalaciones de engrasado y la conveniencia de la baja temperatura;
- minimizar el post-curado de las grasas de poliurea durante el almacenamiento y el esfuerzo térmico;
- optimizar la compatibilidad del material (plásticos y elastómeros) de grasas de poliurea; y
- realizar una mejora de la acción de lubricación de los derivados de lignina en grasas de poliurea.

Resumen de la invención

Estos y otros objetivos se consiguen mediante el objeto de las reivindicaciones independientes. Formas de realización preferidas son objeto de las reivindicaciones dependientes o se describen a continuación.

El objeto de la invención es que el derivado de lignina en el aceite de base se somete a temperaturas mayores que 110 °C, preferiblemente mayores que 120 °C y con particular preferencia mayores que 170 °C o incluso mayores que 180 °C, particularmente durante más de 30 minutos. Esto puede realizarse al

(B.1) agregarse el derivado de lignina antes de la formación del espesante de poliurea, es decir, antes de poner en contacto el componente de amina y el componente de isocianato, de modo que los componentes de amina y los componentes de isocianato o el espesante de poliurea que se forma se calientan juntos a una temperatura de más de 120 °C durante al menos 30 minutos; o

(B.2) agregarse el derivado de lignina después de poner en contacto los componentes de amina y los

componentes de isocianato, es decir, en un momento en el que el espesante de poliurea se ha formado al menos parcialmente y posiblemente ya esencialmente por completo, pero el tratamiento de temperatura del espesante de poliurea todavía no está concluido, es decir, todavía no se ha alcanzado una temperatura de más de 120 °C durante al menos 30 minutos, de modo que el espesante de poliuretano formado al menos parcialmente y posiblemente ya esencialmente por completo y el derivado de lignina se calientan juntos como se describió anteriormente.

Se prefiere la variante B.2. La ventaja especial de las variantes B.1 y B.2 consiste en que cuando se trabaja con un exceso inicial de isocianato, en primer lugar, puede lograrse una conversión completa de la amina debido a la naturaleza del carácter escalonado, y después de eso también es posible la abreacción del exceso de grupos isocianato de una manera retardada en el tiempo a mayor temperatura y en presencia del derivado de lignina.

Ahora se ha descubierto que, a diferencia de las grasas convencionales que contienen derivado de lignina a base de espesantes de jabón o de poliurea, las grasas lubricantes de acuerdo con la invención exhiben características inesperadamente buenas en el uso como grasa lubricante en cojinetes de deslizamiento y cojinetes de rodillos, transmisiones y juntas universales y pueden aplicarse bien usando instalaciones de engrasado e instalaciones de lubricación central. Las grasas lubricantes de acuerdo con la invención se diferencian claramente de las grasas convencionales.

Las grasas lubricantes de acuerdo con la invención se distinguen por una resistencia térmica particular, descrita por una pérdida de evaporación según la norma DIN 58397-1 de menos del 8 % después de 48 horas a 150 °C. Las grasas lubricantes de acuerdo con la invención se distinguen además por una proporción de agua por debajo de 100 ppm con respecto a la cantidad de derivado de lignina agregado, determinado según la norma DIN 51777-1.

Debido a una deshidratación mejorada de las grasas a un nivel muy bajo de humedad residual, bajo esfuerzo tribológico con altas cargas y presiones que pueden provocar alto calor de fricción y de este modo una entrada de energía de fricción, se minimiza un daño por cavitación de las superficies del material lubricado en los pares deslizantes o rodantes. Esto promueve un bajo desgaste y alta vida de servicio de los componentes que se han lubricado con las grasas lubricantes de acuerdo con la invención.

Las grasas lubricantes de acuerdo con la invención exhiben además particularmente una distribución de partícula fina y homogénea, incluso si no se han tratado con métodos habituales de homogeneización en procedimientos de fabricación industrial tales como molinos coloidales dentados u homogeneizadores de alta presión. Si no se realiza ninguna etapa que involucre el calentamiento del derivado de lignina por encima de 120 °C, se forman partículas más grandes en promedio. Se puede determinar el tamaño de las partículas, por ejemplo, con un grindómetro según *Hegman ISO 1524*.

Las grasas lubricantes de acuerdo con la invención se distinguen por un mejor comportamiento a baja temperatura, descrito por un flujo de presión según la norma DIN 51805 a -40 °C, que es de hasta el 25 % menor que con grasas lubricantes comparables en las cuales el lignosulfonato no fue calentado en presencia del espesante de poliurea o exceso de isocianato.

Las grasas lubricantes de acuerdo con la invención se distinguen por una mejor capacidad de suministro y la capacidad de pasar a través de filtros. Ambos son criterios importantes para aplicaciones de grasas lubricantes en instalaciones de engrasado o en instalaciones de lubricación central. La capacidad de suministro puede describirse por la viscosidad de cizallamiento (resistencia al flujo) de acuerdo con la norma DIN 51810-1. Se observó que esta es aproximadamente el 10 % menor a la misma temperatura de prueba que con las grasas lubricantes comparables de consistencia comparable, en las cuales no se calentó el lignosulfonato en conjunto en presencia del espesante de poliurea o exceso de isocianato a temperaturas mayores que 110 °C.

Se observó que con el uso de los mismos derivados de lignina, el tamaño de partícula máximo es generalmente más del 30 % más pequeño como resultado de la etapa de calentamiento por encima de 110 °C, particularmente por encima de 120 °C, cuando se prueba con un grindómetro según *Hegman ISO 1524*.

Descripción detallada de la invención

El objeto de la invención es un método en el cual según la forma de realización (B), o (B.1) y (B.2), el derivado de lignina y el espesante de poliurea o sus -eductos, amina e isocianato, se someten juntos en el aceite de base a temperaturas por encima de 120 °C durante 30 minutos y más tiempo, con preferencia por encima de 170 °C o incluso por encima de 180 °C, particularmente.

Según la configuración (B.1) de la configuración (B), el espesante de poliurea se produce en presencia del derivado de lignina mediante una mezcla de isocianatos y aminas (más posiblemente alcoholes) que se convierten en conjunto en presencia del derivado de lignina y subsecuentemente se someten a calentamiento a temperaturas por encima de 120 °C durante 30 minutos y más tiempo, con particular preferencia por encima de 170 °C o incluso por encima de 180 °C, particularmente durante 30 minutos y más tiempo.

Según otra configuración B.2 de la configuración (B) de la invención, el derivado de lignina se agrega después de que en primer lugar el espesante de poliurea se produzca completa o parcialmente a partir del componente de isocianato y de amina (que también contiene posiblemente alcoholes). Esto asegura en primer lugar una conversión lo más completa posible de las aminas (y posiblemente de los alcoholes) para formar el espesante de poliurea y luego se calienta a una temperatura por encima de 120 °C durante 30 minutos y más tiempo, con particular preferencia por encima de 170 °C o incluso por encima de 180 °C, particularmente durante 30 minutos y más tiempo.

En este sentido, según la forma de realización de las configuraciones (B.1) y (B.2), el componente de isocianato se usa con un exceso estequiométrico de los grupos isocianato contra los grupos de amina reactiva (por debajo de 110°C, en particular por debajo de 120 °C, incluyendo posibles grupos hidroxilo del componente de amina reactiva (por debajo de 110 °C, en particular por debajo de 120 °C)), preferiblemente con el uso de un exceso de isocianato de hasta el 10 % molar, preferiblemente del 0,1 al 10 % molar o del 5 l 10 % molar. En particular el exceso de isocianato es de más de el 0,1 %, preferiblemente de más de el 0,5 %.

Esto debe efectuar o promover una conversión con el derivado de lignina por calentamiento subsecuente, particularmente una conversión con los grupos hidroxilo u otros grupos funcionales del derivado de lignina los cuales son reactivos con el isocianato. Los isocianatos se convierten completamente con las aminas, alcoholes, componentes reactivos de los derivados de lignina y posiblemente con algún exceso de agua por el calentamiento. Esto evita/reduce un curado subsecuente de las grasas lubricantes durante el uso después de la producción. Sorprendentemente, se encontró por el procedimiento de calentamiento del derivado de lignina en presencia del espesante de poliurea que el derivado de lignina está presente subsecuentemente en una distribución más homogénea.

Según las configuraciones (B.1), el isocianato se agrega en un exceso molar con respecto a la cantidad de material de las aminas o alcoholes usados para formar la grasa de poliurea, de modo que en primer lugar se asegura la conversión completa de las aminas y alcoholes y subsecuentemente el isocianato residual reacciona con grupos reactivos del derivado de lignina. Así deberían lograrse un efecto espesante adicional y una buena estabilidad al envejecimiento de las grasas lubricantes.

Más aún, se observó que al convertir los derivados de lignina con un exceso de grupos isocianato también se logra una mejor solubilidad del derivado de lignina en el aceite de base junto con un mejor efecto espesante. Esto mejora el efecto aditivo del derivado de lignina.

Como evidencia de que los diisocianatos son adecuados para la reacción con derivados de lignina, se calentó el MDI junto con lignosulfonato en ausencia de otros compuestos reactivos, tales como aminas o alcoholes, y se observó un espesamiento. Esto documenta que los diisocianatos son capaces de entrelazar derivados de lignina. Con esto, el producto de reacción del isocianato y derivado de lignina actúa como un espesante adicional para la grasa lubricante junto con el espesante de poliurea.

Como prueba de que los derivados de lignina no se deshidratan suficientemente a temperaturas por debajo de 110 °C, se llevó a cabo una prueba de secado en el desecador bajo vacío y sobre un agente de secado a 60 °C durante tres días.

A este respecto, se determinó para dos derivados de lignina diferentes (el lignosulfonato de calcio Norlig 11 D de la empresa Borregaard Lignotech y Desilube AEP de la empresa Desilube Technology) que estos no podían ser suficientemente deshidratados, porque aún mostraron concentraciones de agua de 60 000 ppm o 18 000 ppm, lo cual a una concentración de utilización de derivado de lignina al 10 % en una grasa lubricante habría dado un contenido de agua de 6000 ppm y 1800 ppm.

La conversión a la grasa de base se realiza en el aceite de base en un reactor calentado el cual también se puede implementar como autoclave. Posteriormente en una segunda etapa, se completa la formación de la estructura del espesante mediante enfriamiento, y posiblemente se agregan otros componentes tales como aditivos y/o aceite de base adicional para lograr la consistencia o perfil de propiedades deseados. La segunda etapa puede realizarse en el reactor de la primera etapa, pero preferiblemente la grasa de base se transfiere del reactor a uno o varios recipientes de agitación separados para enfriamiento y mezclado de posibles componentes adicionales.

Si fuese necesario, la grasa lubricante obtenida de este modo se homogeneiza, y/o filtra y/o se le quita el aire.

También se sospecha que los derivados de lignina por sí mismos se entrelazan con los grupos funcionales situados en el derivado de lignina como resultado del procedimiento de calentamiento y a este respecto se escapan los componentes volátiles tales como, por ejemplo, los grupos que contienen la funcionalidad hidroxilo o CO₂, etc. Esto podría explicar la diferencia observada experimentalmente entre la pérdida de evaporación y la eliminación de agua, porque la reducción de la pérdida de evaporación es de más de la cantidad de deshidratación que esto podría hacer que se esperara si no hubiera un exceso de isocianato.

- La lignina es un polímero complejo a base de unidades de fenilpropano las cuales se enlazan entre sí con un intervalo de distintos enlaces químicos. La lignina aparece en células vegetales junto con celulosa y hemicelulosa. La propia lignina es una macromolécula entrelazada. Esencialmente, pueden identificarse tres tipos de monómeros de monolignol como bloques de construcción de monómero de la lignina; estos se diferencian uno del otro por el grado de metoxilación. Estos son alcohol p-coumarílico, alcohol coniferílico y alcohol sinapílico. Estos lignoles están incorporados en la estructura de la lignina como unidades hidroxifenilo (H), guaiacilo (G), y siringilo (S). Las gimnospermas tales como, por ejemplo, pinos, contienen predominantemente unidades G y bajas porciones de unidades H.
- Todas las ligninas contienen pequeñas porciones de monolignoles incompletos o modificados. La función principal de las ligninas en las plantas es proveer estabilidad mecánica mediante el entrelazamiento de los polisacáridos en las plantas.
- En el sentido de la presente invención, los derivados de lignina son productos de degradación o productos de conversión de lignina, que hacen a la lignina accesible en aislamiento o disocian y en este grado producen productos típicos tales como esos producidos durante la producción de papel.
- Con los derivados de lignina a ser usados de acuerdo con la invención, puede hacerse una distinción adicional entre la lignina obtenida de madera blanda y aquellos de madera dura. En el sentido de la presente invención, se prefieren derivados de lignina que se obtienen de madera blanda. Estos tienen un mayor peso molecular y con los ejes motores tienden a proveer grasas lubricantes con mejor vida de servicio.
- Para la extracción o digestión química de las ligninas a partir de biomasa de lignocelulosa, se hace una distinción entre los procedimientos con azufre y sin azufre. En los procedimientos con azufre, se hace una distinción entre el método de sulfito y el método de sulfato (método kraft), con el cual se recuperan los derivados de lignina de madera dura o de madera blanda.
- En el método de sulfito, el lignosulfonato aparece como producto secundario en la producción de papel. A este respecto, la madera que se reduce a virutas se calienta durante aproximadamente 7 a 15 horas bajo presión (de 5 a 7 bar) en presencia de base de sulfito ácido de calcio y luego se retira el ácido lignosulfónico de la lignocelulosa en forma de lignosulfonato de calcio a través de un procedimiento de lavado y de precipitación. En vez de sulfito ácido de calcio, también se pueden usar bases de magnesio, de sodio o de amonio, lo cual lleva a las correspondientes sales de magnesio, de sodio y de amonio del ácido lignosulfónico. Al evaporar el licor de lavado, se obtienen los lignosulfonatos en polvo disponibles comercialmente y usados en el sentido de la presente invención.
- Entre los lignosulfonatos según el método de sulfito, se usan preferiblemente el lignosulfonato de calcio y/o de sodio o sus mezclas. Particularmente conveniente como lignosulfonato son los lignosulfonatos con un peso molecular (Pm, peso promedio) preferiblemente de más de 10 000, particularmente de más de 12 000 o incluso de más de 15 000 g/mol, preferiblemente se usa, por ejemplo, de más de 10 000 a 65 000 g/mol o 15 000 a 65 000 g/mol, el cual particularmente contiene del 2 al 12 % en peso, particularmente del 4 al 10 % en peso de azufre (calculado como azufre elemental) y/o del 5 al 15 % en peso, particularmente del 8 al 15 % en peso de calcio (calculado Ca).
- Junto con los lignosulfonatos de calcio, pueden usarse otros lignosulfonatos de metales alcalinos o alcalinotérreos o adicionalmente usarse sus mezclas.
- Los lignosulfonatos de calcio adecuados son, por ejemplo, los productos disponibles comercialmente Norlig 11 D y Borrement Ca 120 de la empresa Borregaard Ligno Tech o Starlig CP de la empresa Ligno Star. Los lignosulfonatos de sodio adecuados son Borrement NA 220 de la empresa Borregaard Ligno Tech o Starlig N95P de la empresa Ligno Star.
- Con el método de sulfato o método kraft, las virutas de madera o tallos de la planta cortados en piezas se asientan en recipientes a presión durante tres a seis horas a una presión aumentada (de 7 a 10 bar), esencialmente con hidróxido de sodio, sulfuro de sodio y sulfato de sodio. En este sentido, se disocia la lignina por ataque nucleofílico del anión sulfuro y forma un denominado licor negro (lignina soluble en álcali), el cual luego se separa de la pulpa restante usando filtros celulares. Las ligninas de kraft adecuadas son, por ejemplo, Indulin AT de la empresa MWV Specialty Chemicals o Diwatex 30 FK, Diwatex 40 o Lignosol SD-60 de la empresa Borregaard Ligno Tech (USA). El método kraft se usa actualmente en aproximadamente el 90 % de la producción de pulpa en todo el mundo. Las ligninas kraft se derivatizan frecuentemente después por sulfonación y aminación.
- El procedimiento LignoBoost es una subvariante del método kraft. En este sentido, la lignina de sulfato se precipita de un licor negro concentrado al reducir el pH o por la introducción por etapas de dióxido de carbono y la adición de ácido sulfúrico (P. Tomani & P. Axegard, ILLI 8th Formu Rome 2007).
- Con el método libre de azufre, se hace una distinción, por ejemplo, entre el método organosolv (pulpación por solvente) y el método de sosa cáustica (pulpación por sosa cáustica).

En el método organosolv, las ligninas y derivados de lignina se extraen de madera dura y de madera blanda. El método organosolv más frecuente usado comercialmente se basa en la digestión de las ligninas con una mezcla de alcohol y agua (etanol y agua) o con ácido acético mezclado con otros ácidos minerales. También se conocen métodos con digestión de fenol y digestión de monoetanolamina.

5 Las ligninas organosolv frecuentemente son sumamente puras e insolubles en agua y fácilmente solubles en solventes orgánicos y por lo tanto pueden usarse incluso mejor como lignosulfonatos o ligninas kraft en formulaciones lubricantes.

10 Las ligninas organosolv adecuadas (n.º de CAS 8068-03-9) pueden obtenerse, por ejemplo, de la empresa Sigma Aldrich.

15 Con el método de sosa cáustica, se obtienen las denominadas ligninas sosa cáustica, particularmente de plantas anuales tales como, por ejemplo, materiales residuales agrícolas como desechos de caña o paja, por digestión con hidróxido de sodio. Son solubles en medios alcalinos acuosos.

Un derivado de lignina adecuado como componente lubricante continúa siendo Desilube AEP (valor de pH 3,4, con grupos ácidos basados en azufre) de la empresa Desilube Technology, Inc.

20 En contraste a los lignosulfonatos y ligninas kraft, ninguna de las ligninas sosa cáustica ni organosolv tienen grupos sulfonato, y tienen un menor contenido de ceniza. Por lo tanto, son más adecuadas para una conversión química con componentes espesantes lubricantes tal como, por ejemplo, isocianato. Un aspecto particular en el caso de las ligninas organosolv es que estas tienen muchos grupos hidroxilo fenólicos junto con simultáneamente bajo contenido de cenizas y la ausencia de grupos sulfonato y, por lo tanto, son más fáciles de convertir con isocianatos que los otros derivados de lignina.

30 En el caso particular de derivados de lignina con un pH ácido, debido a los grupos ácidos carbónicos o sulfónicos neutralizados de modo incompleto, se supone que también en la síntesis del espesante de poliurea, las aminas y posiblemente alcoholes agregados en exceso pueden conducir a reacciones de amidación y de esterificación. Los grupos amida, sulfonamida, éster o ácido sulfónico que resultan de esto pueden conducir asimismo a un efecto espesante adicional, una mejor estabilidad al envejecimiento y una mejor compatibilidad con elastómeros sensibles a la hidrólisis, tales como, por ejemplo, materiales para cubiertas basados en poliéter ésteres termoplásticos. Además, la adición de hidróxidos de metal alcalino o alcalinotérreo adicionales tales como, por ejemplo, hidróxido de calcio, puede servir también para neutralizar los grupos ácidos de los derivados de lignina y ocuparse por lo tanto de un efecto espesante adicional y una mejor estabilidad al envejecimiento así como compatibilidad del elastómero.

35 Si el derivado de lignina es ácido, también pueden agregarse $\text{Ca}(\text{OH})_2$, NaOH o aminas a la grasa lubricante.

40 Los derivados de lignina son componentes eficaces en las grasas lubricantes y se usan actualmente para mejorar las propiedades de protección contra el desgaste y las propiedades de carga de falla por presión extrema. A este respecto, los derivados de lignina pueden representar componentes multifuncionales. Debido a su alto número de grupos polares y estructuras aromáticas, su estructura polimérica y la baja solubilidad en todos los tipos de aceites lubricantes, las ligninas y/o lignosulfonatos en polvo también son adecuados como lubricantes sólidos en grasas lubricantes y pastas lubricantes. Además, los grupos hidroxilo fenólicos contenidos en la lignina y los sulfonatos de lignina proveen un efecto el cual inhibe el envejecimiento. En el caso de lignosulfonatos, la porción de azufre en los lignosulfonatos promueve el efecto de EP/AW (por sus siglas en inglés) en las grasas lubricantes.

50 Se determina el peso molecular promedio, por ejemplo, con la cromatografía de exclusión de tamaño. Un método adecuado es el SEC-MALLS como se describió en el artículo de G. E. Fredheim, S. M. Braaten y B.E. Christensen, "Comparison of molecular weight and molecular weight distribution of softwood and hardwood lignosulfonates" publicado en el "Journal of Wood Chemistry and Technology", Vol. 23, n.º 2, páginas 197-215, 2003 y el artículo "Molecular weight determination of lignosulfonates by size exclusion chromatography and multi-angle laser scattering" de los mismos autores, publicado en el "Journal of Chromatography A", Volumen 942, edición 1-2, 4 de enero de 2002, páginas 191-199 (mobile phase: phosphate-DMSO-SDS, stationary phase: Jordi Glucose DVB como se describe bajo 2.5).

60 Los espesantes de poliurea están compuestos de enlaces urea y posiblemente enlaces de poliuretano. Estos se pueden obtener al convertir un componente de amina con un componente de isocianato. Las grasas correspondientes se denominan entonces grasas de poliurea.

El componente de amina tiene enlaces monoaminohidrocarbilo, di- o poliaminohidrocarbilo posiblemente junto con otros grupos reactivos al isocianato, particularmente monohidroxicarbilo, di- o polihidroxicarbilo o aminohidroxi-hidrocarbilo. Los grupos hidrocarbilo o hidrocarbilo preferiblemente tienen respectivamente de 6 a 20 átomos de carbono, con particular preferencia de 6 a 15 átomos de carbono. El grupo hidrocarbilo tiene preferiblemente grupos alifáticos. Representantes adecuados están mencionados, por ejemplo, en el documento EP 0508115 A1.

El componente de isocianato tiene mono- o poliisocianatos, siendo los poliisocianatos preferiblemente hidrocarburos con dos o más grupos isocianato. Los isocianatos tienen de 5 a 20, preferiblemente de 6 a 15 átomos de carbono y preferiblemente contienen grupos aromáticos.

5 El componente de amina es ya sea bi- o multifuncional o el componente de isocianato o ambos.

Normalmente los espesantes de poliurea son el producto de reacción de diisocianatos con hidrocarbilo(mono)aminas de C6 a C20 o una mezcla con hidrocarbilo(mono)alcoholes. Los productos de reacción se obtienen, por ejemplo, con referencia a las ureas de la conversión de hidrocarbiloaminas de C6 a C20 y un diisocianato. Esto también aplica correspondientemente para alcoholes usados adicionalmente o para formas mezcladas donde se usan compuestos que tienen simultáneamente grupos amina y grupos hidroxilo. Estos últimos también se denominan grasas de poliurea-poliuretano, las cuales se incluyen en el término grasas de poliurea en el sentido de la presente invención.

15 Sin embargo, también se pueden usar los productos de reacción de monoisocianatos y más posiblemente incluyendo diisocianatos, con diaminas y posiblemente de manera adicional alcoholes.

Los espesantes de poliurea normalmente no tienen carácter polimérico, sino que son, por ejemplo, dímeros, trímeros o tetrámeros.

20 Se prefieren las diureas a base de 4,4'-difenilmetano diisocianato (MDI) o m-tolueno diisocianato (TDI) y aminas o tetraureas alifáticas, aromáticas y cíclicas a base de MDI o TDI y mono- y diaminas alifáticas, aromáticas y cíclicas.

Además de los poliisocianatos, también se pueden usar componentes del tipo R-NCO (monoisocianatos), donde R representa un resto hidrocarburo con de 5 a 20 átomos de carbono.

Los monoisocianatos se agregan preferiblemente junto con el derivado de lignina durante la producción de grasa lubricante si la formación del espesante de acuerdo con los componentes de poliurea o de poliurea/poliuretano está concluida con el fin de reaccionar con grupos funcionales del derivado de lignina para formar componentes espesantes adicionalmente. Como alternativa, es posible una adición de R-NCO y lignina y/o sulfonato de lignina también antes de la adición de los componentes de poliurea o de poliurea/poliuretano.

Opcionalmente, se pueden usar adicionalmente como co-espesantes bentonitas tales como montmorilonita (cuyos iones de sodio se intercambian posiblemente en la totalidad o en parte por iones de amonio orgánicamente modificados), aluminosilicatos, arcillas, ácido silícico hidrofóbico e hidrofílico, polímeros solubles en aceite (por ejemplo, poliolefinas, polimetilmetacrilatos, poliisobutilenos, polibutilenos o copolímeros de poliestireno). Las bentonitas, aluminosilicatos, arcillas, ácido silícico y/o polímeros solubles en aceite pueden agregarse para producir la grasa de base o después como aditivo en la segunda etapa. Pueden agregarse jabones simples, mezclados o complejos a base de sales de litio, sodio, magnesio, calcio, aluminio y titanio de ácidos carboxílicos o ácidos sulfónicos durante la producción de la grasa de base o después como aditivo. Como alternativa, estos jabones también se pueden formar *in situ* durante la producción de las grasas.

Las composiciones de acuerdo con la invención contienen posiblemente otros aditivos como mezclas. Los aditivos usuales en el sentido de la invención son antioxidantes, agentes de protección contra el desgaste, agentes anticorrosión, detergentes, colorantes, promotores de lubricación, promotores de adhesión, aditivos de viscosidad, agentes antifricción, aditivos de alta presión y desactivadores metálicos.

La práctica hasta la fecha en la producción de grasa lubricante es agregar derivados de lignina en una segunda etapa del procedimiento a bajas temperaturas después del procedimiento de reacción química actual para la formación del espesante. Sin embargo, esta etapa tiene la desventaja de que los derivados de lignina deben distribuirse homogéneamente en la grasa lubricante por procedimientos de mezclado y de cizallamiento intensivos con mayor esfuerzo mecánico para lograr su efecto óptimo. Para una producción industrial, frecuentemente no hay máquinas adecuadas para esos procedimientos de mezclado y de cizallamiento y las técnicas de la práctica en laboratorio tales como un molino de tres rodillos no se pueden escalar hasta una producción industrial.

Muchas grasas lubricantes se aplican por instalaciones de engrasado automático particularmente durante la fabricación industrial de cojinetes de deslizamiento y cojinetes de rodillos y ejes motores en grandes cantidades. A este respecto, en la práctica, problemas de dosificación ocurren una y otra vez en las instalaciones de engrasado si las partículas derivadas de lignina mal distribuidas en la grasa lubricante taponan los filtros, tuberías con diámetros pequeños o boquillas de dosificación. En el peor de los casos, esto puede conducir a paros de la producción con los correspondientes costos correspondientes. El mismo problema puede ocurrir en los sistemas de lubricación central por las pérdidas de lubricación de máquinas y vehículos que se usan, por ejemplo, en la extracción de carbón, en la industria del acero o en la agricultura. Por lo tanto, es favorable para la distribución y efecto de los derivados de lignina si estos ya están incorporados química o mecánicamente en la estructura del espesante *in situ* durante o directamente después de la fase de reacción como elemento estructural adicional. Cuanto más fina sea la distribución de las partículas del derivado de lignina en la grasa lubricante, menores números de malla del filtro

puede aplicar el usuario en las instalaciones de engrasado o de lubricación central con el fin de proteger una grasa lubricante para protección contra la entrada de materiales extraños (por ejemplo, partículas de polvo o de metal) en el punto de lubricación.

5 Cabe citar a modo de ejemplo:

- Antioxidantes primarios tales como compuestos de amina (por ejemplo, alquil aminas o 1-fenilaminonaftaleno), aminas aromáticas tales como, por ejemplo, fenilnaftilaminas o difenilaminas o hidroxiquinolinas poliméricas (por ejemplo, TMQ), compuestos fenólicos (por ejemplo, 2,6-di-ter-butil-4- metilfenol), ditiocarbamato de zinc o ditiolfosfato de zinc.
- Antioxidantes secundarios tales como fosfitos, por ejemplo, tris(2,4-di-ter- butilfenil) fosfita) o bis(2,4-di-ter-butilfenil)-pentaeritritol difosfita.
- Aditivos de alta presión tales como compuestos organoclorados, azufre o compuestos orgánicos de azufre, compuestos de fósforo, compuestos inorgánicos u orgánicos de boro, ditiolfosfato de zinc, compuestos orgánicos de bismuto.
- Sustancias activas las cuales mejoran la "oleosidad" tales como polioles de C2 a C6, ácidos grasos, ésteres de ácidos grasos o aceites animales o vegetales;
- Agentes anticorrosión tales como, por ejemplo, sulfonato de petróleo, sulfonato de dinonilnaftaleno o ésteres de sorbitán; secabato de disodio, sulfonatos de calcio neutrales o sobrebasificados, sulfonatos de magnesio, sulfonatos de sodio, sulfonatos de calcio y sulfonatos de naftaleno sódico, salicilatos de calcio, aminofosfatos, succinatos, y desactivadores metálicos tales como, por ejemplo, benzotriazol o nitrito de sodio;
- Promotores de viscosidad tales como, por ejemplo, polimetacrilato, poliisobutileno, oligo- dec-1-eno, poliestirenos;
- Aditivos de protección contra el desgaste y agentes antifricción tales como complejos de organomolibdeno (OMC), dialquilditiolfosfatos de molibdeno, dialquilditiocarbamatos de molibdeno o dialquilditiocarbamatos de molibdeno, en particular di-n-butilditiocarbamato de molibdeno y dialquilditiocarbamato de molibdeno ($\text{Mo}_{2m}\text{S}_n(\text{dialquilcarbamato})_2$ con $m = 0$ a 3 y $n = 4$ a 1), ditiocarbamato de zinc o ditiolfosfato de zinc; o un compuesto de molibdeno de tres átomos correspondiente a la fórmula



en la cual L representa ligandos seleccionados independientemente, los cuales tienen grupos orgánicos con átomos de carbono, como se revela en el documento US 6172013 B1, para hacer al compuesto soluble o dispersable en el aceite, con n variando de 1 a 4, k variando de 4 a 7, Q está seleccionado del grupo de compuestos neutros donadores de electrones que consta de aminas, alcoholes, fosfinas y éteres, y z está en el intervalo de 0 a 5 y comprende valores no estequiométricos (comparar el documento DE 102007048091).

- Agentes antifricción tales como, por ejemplo, polímeros funcionales tales como, por ejemplo, oleilamidas, compuestos orgánicos basados en poliéteres y amidas, por ejemplo, alquilpolietilenglicol tetradecilenglicol éter, PIBSI o PIBSA.

40 Aparte de eso, las composiciones de grasa lubricante de acuerdo con la invención contienen aditivos habituales para proteger contra la corrosión, oxidación y la influencia de metales los cuales actúan como compuestos quelantes, trampas de radicales, convertidores de UV, formadores de capas de reacción y similares. También se pueden añadir aditivos que mejoran la resistencia a la hidrólisis de los aceites a base de éster, tales como, por ejemplo, carbodiimidas o epóxidos.

50 Como lubricantes sólidos pueden usarse, por ejemplo, polvos de polímero tales como poliamidas, poliimidas o PTFE, cianurato de melamina, grafito, óxidos metálicos, nitruro de boro, silicatos, por ejemplo, silicato de magnesio hidratado (talco), tetraborato de sodio, tetraborato de potasio, sulfuros metálicos tales como, por ejemplo, bisulfuro de molibdeno, bisulfuro de tungsteno o sulfuros mezclados a base de tungsteno, molibdeno, bismuto, estaño y zinc, sales inorgánicas de metales alcalinos y alcalinotérreos tales como, por ejemplo, carbonato de calcio, fosfatos de sodio y de calcio. Lo mismo aplica al negro de carbono o a otros lubricantes sólidos a base de carbono, tales como, por ejemplo, nanotubos.

55 Las propiedades de lubricación ventajosas deseadas pueden establecerse por el uso de derivados de lignina sin tener que usar lubricantes sólidos. En muchos casos, estos pueden omitirse completamente o, sin embargo, pueden al menos minimizarse por completo. Al grado en que se usen los lubricantes sólidos, puede usarse grafito ventajosamente.

60 Los aceites lubricantes que normalmente son líquidos a temperatura ambiente son adecuados como aceites de base. El aceite de base tiene preferentemente una viscosidad cinemática de 20 a 2500 mm^2/s , en particular de 40 a 500 mm^2/s a 40 °C. Los aceites de base pueden clasificarse como aceites minerales o aceites sintéticos. Los aceites minerales a considerar son, por ejemplo, aceites minerales nafténicos y parafínicos de acuerdo con la clasificación según API Grupo I. También son adecuados los aceites minerales modificados químicamente que son bajos en aromáticos y bajos en azufre con una menor proporción de compuestos saturados y exhiben un mejor comportamiento de viscosidad/temperatura contra los aceites del Grupo I.

Los aceites sintéticos que vale la pena mencionar son poliéteres, ésteres, poliésteres, polialfaolefinas, poliéteres, perfluoropolialquil éteres (PFPAE), naftalenos alquilados, y aromáticos de alquilo y sus mezclas. El compuesto de poliéter puede tener grupos hidroxilo libres pero también puede estar completamente eterificado o los grupos extremos pueden estar esterificados y/o formados a partir de un compuesto inicial con uno o varios grupos hidroxilo y/o carboxilo (-COOH). Los polifenil éteres también son posibles, posiblemente alquilados, como componentes solos o incluso mejor como componentes en una mezcla. Los ésteres de un ácido aromático di-, tri- o tetracarboxílico también son adecuados para el uso con uno o varios alcoholes de C2 a C22 presentes en la mezcla, ésteres del ácido adípico, ácido sebácico, trimetilolpropano, neopentil glicol, pentaeritritol o dipentaeritritol con ácidos carboxílicos alifáticos ramificados o sin ramificar, saturados o insaturados de C2 a C22, ésteres del ácido dímero de C18 con C2 a C22 alcoholes y ésteres complejos, como componentes individuales o en cualquier mezcla.

Las composiciones de grasa lubricante están comprendidas preferiblemente como sigue:

del 70 al 92 % en peso, en particular del 70 al 85 % en peso del aceite de base;
 del 0 al 40 % en peso, en particular del 2 al 10 % en peso de aditivos;
 del 5 al 20 % en peso de espesante de poliurea;
 del 0,5 al 15 % en peso, en particular del 2 al 15 % en peso de derivado de lignina, preferiblemente lignosulfonato de calcio y/o de sodio o una lignina kraft o una lignina organosolv o sus mezclas;
 y de los siguientes componentes opcionales:
 del 0 al 20 % en peso de otros espesantes, en particular espesantes de jabón o espesantes de jabón complejo a base de sales de calcio, de litio o de aluminio;
 del 0 al 20 % en peso, del 0 al 5 % en peso de espesante inorgánico tal como, por ejemplo, bentonita o gel de sílice; y
 del 0 al 10 % en peso, en particular del 0,1 al 5 % en peso de lubricante sólido,
 en particular se ajusta un exceso de isocianato, particularmente del 0,1 al 10 % molar y con particular preferencia del 1 al 10 % molar, en particular del 5 al 10 % molar (exceso molar con respecto a los grupos reactivos), calculándose el exceso de grupos isocianato con respecto a los grupos reactivos amina incluyendo grupos reactivos posibles hidroxilo del componente de amina.

Según el método subyacente a la presente invención, en primer lugar se produce un precursor (grasa de base) por la combinación de al menos

- un aceite de base y un componente de amina y de isocianato y
- calentamiento por encima de 120 °C, particularmente por encima de 170 °C o incluso 180 °C para producir la grasa de base,
- enfriamiento de la grasa de base y adición de los aditivos, preferiblemente por debajo de 100 °C o incluso por debajo de 80 °C,

y adición del derivado de lignina antes o después del calentamiento, y si es después del calentamiento preferiblemente junto con los aditivos.

Para producir la grasa de base, el calentamiento preferiblemente ocurre a temperaturas por encima de 110 °C, en particular por encima de 120 °C o mejor por encima de 170 °C. La conversión a la grasa de base se realiza en un reactor calentado el cual también puede implementarse como autoclave o reactor al vacío.

Posteriormente en una segunda etapa, se completa la formación de la estructura del espesante mediante enfriamiento, y posiblemente se agregan otros componentes tales como aditivos y/o aceite de base para ajustar la consistencia deseada o el perfil de propiedades deseado. La segunda etapa puede realizarse en el reactor de la primera etapa, pero preferiblemente la grasa de base se transfiere del reactor a un recipiente de agitación separado para el enfriamiento y mezclado de componentes posiblemente adicionales.

Si fuese necesario, la grasa lubricante obtenida de este modo se homogeneiza, se filtra y/o se le quita el aire. Se asegura adicionalmente mediante una alta temperatura del procedimiento por encima de 120 °C, en particular por encima de 170 °C, que la humedad residual aún en el lignosulfonato se evapora completamente fuera del medio de reacción.

Las grasas lubricantes de acuerdo con la invención son particularmente adecuadas para el uso en o para ejes motores de velocidad constante, cojinetes de deslizamiento, cojinetes de rodillo y transmisiones. Un aspecto particular de la presente invención es lograr formulaciones de grasa lubricante optimizadas en costo para puntos de lubricación sometidos a alto esfuerzo tales como en particular juntas universales, estas formulaciones tienen buena compatibilidad con cubiertas elaboradas, por ejemplo, de poliéter ésteres termoplásticos (TPE) y cloroprenos (CR), con simultáneamente un alto grado de eficiencia, bajo desgaste y larga vida de servicio.

La compatibilidad de la cubierta corresponde a los resultados representados en el documento WO 2011/095155 A1.

5 El material de la cubierta, incluyendo materiales de encapsulamiento, los cuales están en contacto con el lubricante, es, según una configuración adicional de la invención, un poliéster, preferiblemente un elastómero de copoliéster termoplástico que comprende segmentos duros con propiedades cristalinas y un punto de fusión por encima de 100 °C y segmentos blandos que presentan una temperatura de transición vítrea por debajo de 20 °C, preferiblemente por debajo de 0 °C. Son particularmente adecuados caucho de policloropreno y poliéster termoplástico (TPE), poliéter éter termoplástico (TEEE = elastómero de éter éter termoplástico). Estos últimos están disponibles en el mercado bajo los nombres comerciales de Arnitel® de la empresa DSM, Hytrel® de la empresa DuPont y PIBI-Flex® de la empresa P-Group

10 El documento WO 85/05421 A1 describe un tal material adecuado de poliéter éter para cubiertas a base de poliéter ésteres. El documento DE 35 08 718 A menciona asimismo un cuerpo de fuelle como una parte moldeada por inyección de un elastómero de poliéster termoplástico.

15 Los segmentos duros se derivan, por ejemplo, de al menos un diol o poliol alifático y al menos un ácido di- o policarboxílico aromático; los segmentos blandos con propiedades elásticas, por ejemplo, de polímeros de éter tales como, por ejemplo, glicoles de óxido de polialquileno o ácidos dicarboxílicos no aromáticos y dioles alifáticos. Esos compuestos se denominan, por ejemplo, copoliéter ésteres.

20 Las composiciones de copoliéter éster se usan, por ejemplo, en componentes cuando el componente producido de ellas se somete a una deformación frecuente o vibraciones. Las aplicaciones muy bien conocidas en este contexto son cubiertas o fuelles de resorte de aire para proteger ejes motores y ejes de transmisión, postes de juntas y unidades de suspensión así como anillos de obturación. En esas aplicaciones, el material también frecuente o continuamente entra en contacto con lubricantes tales como grasas lubricantes.

25 El procedimiento técnico puede ser tal que la cubierta puede fabricarse por moldeo de soplado por inyección, extrusión por inyección o moldeo por soplado por extrusión, con las partes en forma de anillo elaboradas de caucho posiblemente colocadas por anticipado en el molde en los dos puntos de fijación futura.

30 La resistencia de la composición de copoliéter éster con respecto a los efectos de los aceites y grasas es una de las razones para su amplio uso junto con su fácil procesamiento en geometrías relativamente complejas.

35 Además, la omisión de otros aditivos como reductores de fricción, agentes protectores contra la carga de falla a la presión extrema y el desgaste resulta en una buena compatibilidad con materiales de cubierta de eje motor universal comercial estándar tales como caucho de cloropreno y poliéter ésteres termoplásticos.

40 Un aspecto particular adicional de la invención es la aplicación de grasas lubricantes en cojinetes de rodillo, incluso aquellos con alta capacidad de carga y altas temperaturas de operación. Los requerimientos para estas grasas se describen entre otros en las normas DIN 51825 y ISO 12924. Un método para la prueba del efecto de protección al desgaste de las grasas lubricantes en cojinetes de rodillo se describe por la norma DIN 51819-2. Los métodos de prueba para la vida de servicio de grasas lubricantes a una temperatura de aplicación seleccionada se describen, por ejemplo, de acuerdo con las normas DIN 51806, DIN 51821-2, ASTM D3527, ASTM D3336, ASTM D4290 y IP 168 y por el método de prueba ROF de SKF. Así, por ejemplo, las grasas lubricantes tienen una buena vida de servicio a 150 °C si pasan la prueba según la norma DIN 51821-2 a 150 °C con un 50 % de probabilidad de falla para el cojinete de prueba de más de 100 horas a 150 °C.

45 La invención se explica a continuación con ejemplos sin estar limitada a estos. Los detalles de los ejemplos y las propiedades de las grasas lubricantes están reproducidos en las siguientes tablas 1 a 5.

50 **Ejemplos de producción - Ejemplo A, B, E**

Ejemplos de acuerdo con la invención: espesante de diurea - derivado de lignina presente durante el calentamiento de la grasa de base:

55 Un tercio de la cantidad planeada de aceite de base (para A: conjuntamente el 78,51 % en peso, para B: conjuntamente el 83,81 % en peso, para E: conjuntamente el 82,9 % en peso) se colocó en un reactor equipado con calentamiento, luego se agregó diisocianato de 4,4'- difenilmetano (para A: el 6,45 % en peso, para B: el 3,22 % en peso, para E: el 3,45 % en peso) y se calentó a 60 °C con agitación. Un tercio adicional de la cantidad prevista de aceite de base se colocó en un tanque de agitación equipado con calentamiento y se agregó amina (para A: el 4,76 % en peso de n-octilamina y el 1,29 % en peso de p-toluidina, para B: el 4,96 % en peso de estearilamina y el 0,61 % en peso de ciclohexil amina, para E: el 5,3 % en peso de estearilamina y el 0,65 % en peso de ciclohexil amina) y se calentó a 60 °C con agitación. Luego la mezcla de amina y aceite de base se agregó del tanque de agitación separado al reactor y se calentó el lote a 140 °C con agitación. Después de eso, el derivado de lignina se agitó dentro del reactor (para A: el 6,99 % en peso de lignosulfonato de calcio, para B: el 5,40 % en peso de lignosulfonato de calcio, para E: el 5,70 % en peso de lignosulfonato de sodio). Se calentó el lote a 180 °C con agitación, y los componentes volátiles se evaporaron. La temperatura de 180 °C se mantuvo durante 30 minutos. A este respecto, se usó espectroscopia de IR para verificar la conversión completa del isocianato al observar la banda

de NCO entre 2250 y 2300 cm^{-1} . Después de eso se enfrió. El lote se diluyó con aditivos a 80 °C en la fase de enfriamiento. Después del ajuste del lote a la consistencia deseada por la adición de la cantidad prevista restante del aceite de base, se homogeneizó el producto final.

5 Ejemplo A1

Ejemplo de acuerdo con la invención: Espesante de diurea - derivado de lignina presente durante el calentamiento de la grasa de base, exceso de isocianato del 10 % molar

10 La mitad de la cantidad prevista del aceite de base se colocó en un reactor equipado con calentamiento (conjuntamente el 78,4 % en peso), luego se agregó diisocianato de 4,4'-difenilmetano (el 6,63 % en peso) y se calentó a 60 °C con agitación. Otra mitad de la cantidad prevista del aceite de base se colocó en un tanque de agitación separado equipado con calentamiento y se agregó amina (el 4,68 % en peso de n-octilamina y el 1,29 % en peso de p-toluidina) y se calentó a 60 °C con agitación. Luego la mezcla de amina y aceite de base se agregó del tanque de agitación separado al reactor y se calentó el lote a 110 °C con agitación. Una verificación de la mezcla de reacción por espectroscopía de IR mostró una banda pronunciada de isocianato entre 2250 y 2300 cm^{-1} (procedente del isocianato en exceso sin convertir).

20 Después se transfirió el derivado de lignina (el 7,0 % en peso de lignosulfonato de calcio) al reactor y se agitó. El lote se calentó a 180 °C con agitación, y se evaporaron los componentes volátiles. La temperatura de 180 °C se mantuvo durante 30 minutos. Por el uso de espectroscopía de IR durante la fase de calentamiento y el tiempo de reposo puede comprobarse que el exceso de isocianato se consumió exitosamente por la reacción y desapareció completamente después del final del tiempo de reposo a 180 °C. Se enfrió posteriormente. Se mezcló el lote con aditivos en la fase de enfriamiento a temperaturas por debajo de 110 °C. Finalmente, se homogeneizó el producto final.

Ejemplo A2

30 Ejemplo comparativo: espesante de diurea - derivado de lignina como aditivo agregado en la fase de enfriamiento, isocianato equimolar:

35 La mitad de la cantidad prevista del aceite de base se colocó en un reactor equipado con calentamiento (conjuntamente el 79,0 % en peso), luego se agregó diisocianato de 4,4'-difenilmetano (el 6,03 % en peso) y se calentó a 60 °C con agitación. Otra mitad de la cantidad prevista del aceite de base se colocó en un tanque de agitación separado equipado con calentamiento y se agregó amina (el 4,68 % en peso de n-octilamina y el 1,29 % en peso de p-toluidina) y se calentó a 60 °C con agitación. Luego la mezcla de amina y aceite de base se agregó del tanque de agitación separado al reactor y se calentó el lote a 110 °C con agitación. El espectro de IR mostró que la banda de isocianato entre 2250 y 2300 cm^{-1} desapareció completamente a 110 °C. El lote se calentó a 180 °C con agitación. La temperatura de 180 °C se mantuvo durante 30 minutos.

40 Después de eso se enfrió. Se agregó el derivado de lignina (el 7,0 % en peso de lignosulfonato de calcio) a 110 °C en la fase de enfriamiento. Los aditivos restantes se agregaron asimismo a temperaturas por debajo de 110 °C. Finalmente, se homogeneizó el producto final.

45 En comparación con el ejemplo A1, el ejemplo A2 es algo más suave (mayor valor de penetración) pero muestra una capacidad inferior para resistir el esfuerzo por desgaste y carga (corrida de aumento de erosión por vibración, tabla 5). La separación del aceite también es mayor.

Ejemplo de producción C

50 Ejemplo de acuerdo con la invención: espesante de tetraurea - derivado de lignina presente durante el calentamiento de la grasa de base:

55 Un tercio de la cantidad prevista del 75,65 % en peso de aceite de base se colocó en un reactor equipado con calentamiento, se agregó el 9,41 % en peso de diisocianato de 4,4'-difenilmetano y se calentó a 60 °C con agitación. Luego se agregó el 2,4 % en peso de hexametileno diamina y se mantuvo durante 10 minutos. Un tercio adicional de la cantidad prevista de aceite de base se calentó a 60 °C con agitación en un tanque de agitación separado equipado con calentamiento y luego se agregó el 1,57 % en peso de ciclohexilamina y el 2,05 % en peso de n-octilamina. Luego la mezcla de amina y aceite de base se agregó del tanque de agitación separado al reactor a 60 °C con agitación. Después de 30 minutos de tiempo de reacción, se agregó el aceite de base restante y se calentó a 140 °C con agitación. Después de agitar el 6,92 % en peso de lignosulfonato de calcio, el lote se calentó a 180 °C y se mantuvo a esta temperatura durante 30 minutos y se evaporaron los componentes volátiles. A este respecto, se usó espectroscopía de IR para verificar la conversión completa del isocianato al observar la banda de NCO entre 2250 y 2300 cm^{-1} . Los aditivos se añadieron al lote a 80 °C en la fase de enfriamiento y finalmente se homogeneizaron

Ejemplo de producción D:

Ejemplo de acuerdo con la invención: Espesante de diuretano/urea - derivado de lignina presente durante el calentamiento de la grasa de base:

5 Dos tercios de la cantidad prevista del 80,72 % en peso aceite de base se colocaron en un reactor equipado con calentamiento y se agregó el 4,77 % en peso de diisocianato de 4,4'-difenilmetano y se calentó a 60 °C con agitación. Luego se agregó el 2,56 % en peso de tetradecanol, se calentó a 65 °C con agitación y se mantuvo a esa temperatura durante 20 minutos. Posteriormente, se agregaron el 1,24 % de ciclohexilamina y el 1,61 % en peso de n-octilamina al lote. Después 30 minutos de tiempo de reacción, se calentó el lote a 140 °C y se agregó el 7,1 % en peso de lignosulfonato de calcio, se calentó a 180 °C y se mantuvo a esta temperatura durante 30 minutos y se evaporaron los componentes volátiles, y se verificó la conversión completa del isocianato por espectroscopía de IR por observación de la banda de NCO entre 2250 y 2300 cm^{-1} . Después un tiempo de reposo de 30 minutos, se enfrió el lote y se añadieron aditivos a 80 °C. Después de ajuste del lote a la consistencia deseada por la adición del aceite de base restante, se homogeneizó el producto final.

Ejemplo de producción F

20 Ejemplo de acuerdo con: Espesante de diurea - derivado de lignina calentado por separado en aceite y agregado como aditivo tras el calentamiento de la grasa de base:

Un tercio de la cantidad prevista del 82,18 % en peso de aceite de base se colocó en un reactor equipado con calentamiento, se agregó el 3,64 % en peso de diisocianato de 4,4'-difenilmetano y se calentó a 60 °C con agitación. Un tercio adicional de la cantidad prevista de aceite de base se colocó en un tanque de agitación separado equipado con calentamiento, se agregó el 5,97 % en peso de estearilamina y el 0,68 % en peso de ciclohexil amina, y se calentó a 60 °C con agitación. Luego la mezcla de amina y aceite de base se agregó del tanque de agitación separado al reactor a 60 °C con agitación. Después de eso, se calentó el lote a 180 °C con agitación. La temperatura de 180 °C se mantuvo durante 30 minutos, y se usó espectroscopia de IR para verificar la conversión completa del isocianato al observar la banda de NCO entre 2250 y 2300 cm^{-1} . Después de eso se enfrió. En otro tanque de agitación separado equipado con calentamiento, el 5,53 % en peso de lignosulfonato de calcio se calentó con agitación a 120 °C en un sexto de la cantidad prevista de aceite de base, y el agua contenida en el mismo de evaporó durante dos horas. En la fase de enfriamiento a 80 °C, la mezcla de lignosulfonato de calcio y aceite de base se agregó del tanque separado a la diurea producida en el reactor a 80 °C. Luego se agregaron aditivos. Después del ajuste del lote a la consistencia deseada por la adición del aceite de base restante, se homogeneizó el producto final.

Ejemplo de producción G

40 Ejemplo comparativo: espesante de jabón de complejo de calcio - derivado de lignina co-calentados durante la producción:

Dos tercios del 80,80 % en peso de aceite de base se mezclaron con el 10,4 % en peso de jabón de complejo de calcio y el 6,8 % en peso de lignosulfonato de calcio en un reactor. El lote se calentó a 225 °C con agitación y, a este respecto, se evaporaron los componentes volátiles. Después un tiempo de reposo de 30 minutos, se añadieron aditivos a 80 °C en la fase de enfriamiento. Después del ajuste del lote a la consistencia deseada por la adición del aceite de base restante, se homogeneizó el producto final.

Ejemplos de producción - Ejemplo H e I

50 Ejemplos comparativos: espesante de diurea - derivado de lignina agitado como aditivo por debajo de 110 °C:

Un tercio de la cantidad prevista de aceite de base (para H: el 75,3 % en peso, para I: el 81,23 % en peso) se colocó en un reactor equipado con calentamiento, se agregó diisocianato de 4,4'-difenilmetano (para H: el 5,18 % en peso, para I: el 3,84 % en peso) y se calentó a 60 °C con agitación

55 Un tercio adicional de la cantidad prevista de aceite de base se colocó en un tanque de agitación separado equipado con calentamiento, se agregó amina (para H: el 7,96 % en peso de n-octilamina y el 0,97 % en peso de p-toluidina, para I: el 6,34 % en peso de estearilamina y el 0,72 % en peso de ciclohexil amina) y se calentó a 60 °C con agitación. Luego la mezcla de amina y aceite de base se agregó del tanque de agitación separado al reactor a 60 °C con agitación. Después de eso, el lote se calentó a 180 °C con agitación y se mantuvo a esta temperatura durante 30 minutos. A este respecto, se usó espectroscopia de IR para verificar la conversión completa del isocianato al observar la banda de NCO entre 2250 y 2300 cm^{-1} . En la fase de enfriamiento, se agregaron aditivos así como lignosulfonato de calcio (para H: el 8,59 % en peso, para I: el 5,87 % en peso) al lote por debajo de 110 °C. Después del ajuste del lote a la consistencia deseada por la adición del aceite de base restante, se homogeneizó el producto final.

Las pruebas reproducidas en las tablas, las cuales se basaron en métodos internos, se explican a continuación:

Prueba de espuma

- 5 Un cilindro de medición de 250 ml con gradaciones finas (diseño amplio) se llenó con 100 ml de la grasa de prueba y se colocó en un armario de secado a 150 °C durante tres horas. La grasa se elevó debido al agua residual (las sustancias se evaporaron) que contenía. Se registra el porcentaje de elevación de la grasa lubricante en el cilindro de medición después de tres horas leído en las etapas del 5 %.

10 Prueba de vida de servicio de eje universal

- Prueba de vida de servicio con 4 ejes motores completos (4 juntas fijas y 4 juntas deslizantes). Estas se corren en un programa especial (ángulo de viraje, rpm, ciclos de aceleración y de frenado). Después de a lo más 10 millones de movimientos de rodamiento sin parar, se lleva a cabo la primera inspección visual de las juntas, o más pronto si ya había ocurrido fallo. Si las juntas siguen en estado de rodar, se continúa el programa de prueba. Se registra el tiempo (en millones de movimientos de rodamiento sin parar) al cual los ejes motores ya siguen en estado de rodar o hasta que ocurrió un fallo. Se continuó anotando la temperatura de estado estacionario. Después de terminar la prueba de vida de servicio, se somete la grasa lubricante a una medición de penetración trabajada según la norma DIN ISO 2137. A mayor medición de penetración trabajada, más se reblandece la grasa lubricante con el esfuerzo en la junta universal.
- 15
- 20

Tabla 1 (Formulación)

Número de referencia	A		A2 (comparación)
	A	A1	
Derivado de lignina	Lignosulfonato de Ca	Lignosulfonato de Ca	Lignosulfonato de Ca
Procedimiento de producción	Ca LS co-calentados	Ca LS co-calentados	Aditivo de Ca LS, no calentado
Espesante	Diurea A	Diurea A	Diurea A
1. Derivados de lignina			
Lignosulfonato de calcio	[% en peso] 6,99	7,00	7,00
Lignosulfonato de sodio	[% en peso]		
2. Espesante			
2.1 Aminas			
p-toluidina	[% en peso] 1,29	1,29	1,29
ciclohexilamina	[% en peso]		
n-octilamina	[% en peso] 4,76	4,68	4,68
estearilamina	[% en peso]		
Hexametilén diamina	[% en peso]		
2.2 Isocianato			
4,4'-difenilmetano diisocianato	[% en peso] 6,45	6,63	6,03
2.3 Alcohol			
tetradecanol	[% en peso]		
2.4 Espesante de jabón			
Jabón de complejo de calcio	[% en peso]		
3. Aceites de Base			
Aceite mineral básico mezclado (p/ v40= 100 mm ² /s)	[% en peso] 78,51	78,4	79,0
4. Aditivos			
antioxidante 1	[% en peso] 0,5	0,5	0,5
antioxidante 2	[% en peso] 0,5	0,5	0,5
Lubricante de grafito sólido	[% en peso] 1	1	1
5. Parámetros			
Contenido de espesante sin derivado de lignina	[% en peso] 12,5	12,6	12,0
Contenido de espesante con derivado de lignina	[% en peso] 19,49	19,6	19,0
Exceso de isocianato	[%molar] 5,49	10,0	-
Penetración trabajada según la norma DIN ISO 2137	[0.1 mm] 328	312	330

(continuación)
Tabla 1 (Formulación)

Número de Referencia	B			C			D			E		
		Lignosulfonato de Ca	Lignosulfonato de Ca	Ca LS co-calentados	Tetraurea	Ca LS co-calentados	Diuretano / Urea	Ca LS co-calentados	Diuretano / Urea	Lignosulfonato de Na	Na LS co-calentado	Diurea B
Derivado de lignina												
Procedimiento de producción												
Espesante												
1. Derivados de lignina												
Lignosulfonato de calcio												
Lignosulfonato de sodio												
2. Espesante												
2.1 Aminas												
p-toluidina												
ciclohexilamina												
n-octilamina												
estearilamina												
Hexametilen diamina												
2.2 Isocianato												
4,4'-difenilmetano diisocianato												
2.3 Alcohol												
tetradecanol												
2.4 Espesante de jabón												
Jabón de complejo de calcio												
3. Aceites de Base												
Aceite mineral básico mezclado (p/ v40= 100 mm ² /s)												
4. Aditivos												
antioxidante 1												
antioxidante 2												
Lubricante de grafito sólido												
5. Parámetros												
Contenido de espesante sin derivado de lignina												
Contenido de espesante con derivado de lignina												
Exceso de isocianato												
Penetración trabajada según la norma DIN ISO 2137												

(continuación)
Tabla 1 (Formulación)

Número de Referencia	F	G (comparación)	H (comparación)	I (comparación)
Derivado de lignina	Lignosulfonato de Ca	Lignosulfonato de Ca	Lignosulfonato de Ca	Lignosulfonato de Ca
Procedimiento de producción	Lignina calentada en aceite, como aditivo, no calentado	Ca LS co-calentados	Lignina como aditivo, no calentado	Lignina como aditivo, no calentado
Espesante	Diurea B	Complejo de calcio	Diurea A	Diurea B
1. Derivados de lignina				
Lignosulfonato de calcio	5,53	6,8	8,59	5,87
Lignosulfonato de sodio				
2. Espesante				
2.1 Aminas				
p-toluidina			0,97	
ciclohexilamina	0,68			0,72
n-octilamina			7,96	
estearilamina	5,97			6,34
Hexametilen diamina				
2.2 Isocianato				
4,4'-difenilmetano diisocianato	3,64		5,18	3,84
2.3 Alcohol				
tetradecanol				
2.4 Espesante de jabón				
Jabón de complejo de calcio		10,4		
3. Aceites de Base				
Aceite mineral básico mezclado (p _{v40} = 100 mm ² /s)	82,18	80,8	75,3	81,23
4. Aditivos				
antioxidante 1	0,5	0,5	0,5	0,5
antioxidante 2	0,5	0,5	0,5	0,5
Lubricante de grafito sólido	1	1	1	1
5. Parámetros				
Contenido de espesante sin derivado de lignina	10,29	10,4	14,11	10,9
Contenido de espesante con derivado de lignina	15,82	17,2	22,7	16,77
Exceso de isocianato				
penetración trabajada de acuerdo con la norma DIN ISO 2137	308	340	329	318

Tabla 2
(Estabilidad térmica y contenido de agua)

Número de Referencia Derivado de lignina	A	B		C		D		E	
		Lignosulfonato de Ca Ca LS co-calentados Diurea A	Lignosulfonato de Ca Ca LS co-calentados Diurea B	Lignosulfonato de Ca Ca LS co-calentados Tetraurea	Lignosulfonato de Ca Ca LS co-calentados	Lignosulfonato de Ca Ca LS co-calentados	Lignosulfonato de Ca Diuretano / Urea	Lignosulfonato de Na Na LS co-calentado Diurea B	
Humedad residual									
Contenido de agua (KFT)	DIN 51777-1 [mg/kg]	150	85	30	536	95			
ppm H ₂ O/g lignina		21	16	4	75	17			
Prueba de espuma a 150 °C/3h	Véase explicación								
Estabilidad térmica									
Pérdida por evaporación 48h/150 °C	DIN 58397-1 [% en peso]	7,9	6,33	6,53	7,12	6,47			
		20	15	20	40	10			

Número de Referencia Derivado de lignina	F	G		H		I	
		Lignosulfonato de Ca Lignina calentada en aceite, aditivo, no calentado Diurea B	Lignosulfonato de Ca Ca LS co-calentados Complejo de calcio	Lignosulfonato de Ca Lignina como aditivo, no calentado Diurea A	Lignosulfonato de Ca Lignina como aditivo, no calentado Diurea B		
Humedad residual							
Contenido de agua (KFT)	DIN 51777-1 [mg/kg]	203	318	1473	4859		
ppm H ₂ O/g lignina		37	52	171	828		
Prueba de espuma a 150 °C/3h	Véase explicación						
Estabilidad térmica							
Pérdida por evaporación 48h/150 °C	DIN 58397-1 [% en peso]	11,45	4,84	12,73	14,07		
		25	15	40	40		

Tabla 3
(Datos reológicos)

Número de Referencia Derivado de lignina	A		B		C		D		E	
	Lignosulfonato Ca	Lignosulfonato de Ca	Lignosulfonato de Ca	Lignosulfonato de Ca	Lignosulfonato de Ca	Lignosulfonato de Ca	Lignosulfonato de Ca	Lignosulfonato de Ca	Lignosulfonato de Ca	Lignosulfonato de Na
Humedad residual										
Contenido de agua (KFT)	150	85	30	536	95					
ppm H ₂ O/g lignina	21	16	4	75	17					
Prueba de espuma a 150 °C/3h										
	20	15	20	40	10					
Estabilidad térmica										
Pérdida por evaporación 48h/150 °C	7.9	6.33	6.53	7.12	6.47					

(continuación)

Tabla 3

Número de Referencia Derivado de lignina	F		G		H		I	
	Lignosulfonato de Ca	Lignosulfonato de Ca	Lignosulfonato de Ca	Lignosulfonato de Ca	Lignosulfonato de Ca	Lignosulfonato de Ca	Lignosulfonato de Ca	Lignosulfonato de Ca
Humedad residual								
Contenido de agua (KFT)	203	318	1473	4859				
ppm H ₂ O/g lignina	37	52	171	828				
Prueba de espuma a 150 °C/3h								
	25	15	40	40				
Estabilidad térmica								
Pérdida por evaporación 48h/150 °C	11,45	4,84	12,73	14,07				

Tabla 4
(eje motor universal)

		Ejemplo de acuerdo con la invención	Ejemplo de Referencia
Número de Referencia		A	G
Derivado de lignina		Lignosulfonato de Ca	Lignosulfonato de Ca
Procedimiento de producción		Ca LS co-calentados	Ca LS cocalentados
Espesante		Diurea A	Jabón de complejo de Ca
Pw antes de USD	DIN ISO 2137	328	340
Número de movimientos de rodamiento sin parar		28 millones	20 millones
Consistencia después de USD			
Pu	DIN ISO 2137 [0,1 mm]	380	275
Pw	DIN ISO 2137 [0,1 mm]	388	294

5

Tabla 5
(contenido/consistencia de espesante, separación de aceite, desgaste y tracción)

Número de Referencia		A1	A2 (comparación)
Derivado de lignina		Lignosulfonato de Ca	Lignosulfonato de Ca
Procedimiento de producción		Ca LS co-calentados	Ca LS añadido como aditivo, no calentado
Espesante		Diurea A	Diurea A
Contenido de espesante sin derivado de lignina	[% en peso]	12,6	12,0
Contenido de espesante con derivado de lignina	[% en peso]	19,6	19,0
Exceso de isocianato	[% molar]	10,0	-
Penetraciones			
Penetración trabajada (x60) de acuerdo con	DIN ISO 2137 [0,1 mm]	312	330
Penetración sin trabajar de acuerdo con la norma DIN ISO 2137	DIN ISO 2137 [0,1 mm]	312	322
Penetración trabajada (x60000) de acuerdo con la norma DIN ISO 2137	DIN ISO 2137 [0,1 mm]	334	357
Diferencia de penetración trabajada (x60000)-(x60)	[0,1 mm]	22	27
Separación de aceite			
separación de aceite después de 18h a 40 °C	DIN 51817 [% en peso]	0,9	1,9
separación de aceite después de 18h a 100 °C	DIN 51817 [% en peso]	4,9	7,7
Erosión por vibración			
Corrida de aumento de erosión por vibración de SRV Peso de Carga (50 °C, 50Hz, 1 mm, método A)	ASTM D 5706 [N]	>2000	1200

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de preparación de una grasa lubricante que contiene derivado de lignina que comprende las siguientes etapas:

- 5 • juntar un componente de amina con un componente de isocianato en un primer aceite de base y convertir el mismo para formar un espesante de poliurea;
- calentar por encima de 120 °C para producir una grasa de base que contiene al menos espesante de poliurea, que comprende al menos el primer aceite de base; y
- 10 • enfriar la grasa de base;

comprendiendo el procedimiento la etapa de juntar con un derivado de lignina y la etapa de someter el derivado de lignina a una temperatura elevada de más de 110 °C en el primero y/o en un segundo aceite de base y sometiéndose el derivado de lignina y el espesante de poliurea o el componente de amina y el componente de isocianato juntos a la temperatura mayor de 120 °C en el aceite de base durante al menos 30 minutos, y utilizándose el componente de isocianato con un exceso estequiométrico de grupos isocianatos con respecto a los grupos amina reactivos incluyendo posibles grupos -OH reactivos del componente de amina de manera que una porción de los grupos isocianato del componente de isocianato reaccione con el derivado de lignina, siendo el derivado de lignina un lignosulfonato o una lignina kraft o una lignina organosolv o sus mezclas;

15 y presentando la grasa lubricante que contiene derivado de lignina:

del 55 al 92 % en peso del aceite de base;
del 5 al 20 % en peso del espesante de poliurea; y
del 0,5 al 15 % en peso del derivado de lignina;

así como posiblemente uno o varios de los siguientes componentes opcionales:

del 0 al 40 % en peso de aditivos;

del 0 al 20 % en peso de espesante de jabón o espesante de jabón complejo a base de sales de calcio, de litio o de aluminio;

del 0 al 20 % en peso de espesante inorgánico;

del 0 al 10 % en peso de lubricante sólido.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, sometiéndose el derivado de lignina en el primero y/o segundo aceites de base a una temperatura elevada de más de 120 °C, preferiblemente de más de 170 °C y con particular preferencia de más de 180 °C, en particular en cada caso durante al menos 30 minutos.

3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 o 2, realizándose el calentamiento para producir una grasa de base, que contiene al menos espesante de poliurea, a una temperatura de más de 170 °C y preferiblemente de más de 180 °C, en particular en cada caso durante al menos 30 minutos.

4. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones anteriores, siendo el segundo aceite de base químicamente igual o químicamente diferente del primer aceite de base.

5. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 4, agregándose el derivado de lignina antes de o durante la conversión del componente de amina con el componente de isocianato, preferiblemente antes del calentamiento a 120 °C, y sometiéndose a la etapa del calentamiento en al menos el primer aceite de base.

6. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones 1 a 4, agregándose el derivado de lignina después de juntar el componente de amina con el componente de isocianato, preferiblemente si está esencialmente terminada la conversión del mismo para formar un espesante de poliurea, y sometiéndose el derivado de lignina a la etapa del calentamiento en al menos el primer aceite de base, realizándose la adición del derivado de lignina preferiblemente por encima de 60 °C y en particular por encima de 80 °C antes de la etapa del calentamiento a más de 120 °C.

7. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones anteriores, presentando el componente de amina compuestos de monoaminohidrocarbilo, di- y/o poliaminohidrocarbilenos y conteniendo también dado el caso otros compuestos, que son reactivos frente a los compuestos de isocianato, tales como en particular compuestos de monohidroxicarbilo, di- o polihidroxihidrocarbilenos o aminohidroxihidrocarbilenos, presentando el/los grupo(s) hidrocarbilo o el/los grupo(s) hidrocarbilenos preferiblemente en cada caso de 6 a 20 átomos de carbono, con particular preferencia de 6 a 15 átomos de carbono.

8. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones anteriores, presentando el componente de isocianato mono- o poliisocianatos y siendo los poliisocianatos hidrocarburos con dos o más grupos isocianato, preferiblemente en cada caso con de 5 a 20, en particular de 6 a 15 carbonos y conteniendo más preferiblemente grupos aromáticos.

9. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones anteriores, ascendiendo el exceso de isocianato a del 0,1 al 10 % molar, preferiblemente del 5 al 10 % molar.

10. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones anteriores, presentando el aceite de base una viscosidad cinemática de 20 a 2500 mm²/s, en particular de 40 a 500 mm²/s a 40 °C.

5 11. Procedimiento según al menos una de las reivindicaciones anteriores, comprendiendo la grasa lubricante uno o varios aditivos seleccionados de uno o varios de los siguientes grupos:

- antioxidantes tales como compuestos de amina, compuestos fenólicos, antioxidantes de azufre, ditiocarbamato de zinc o ditioposfato de zinc;
- 10 - aditivos de alta presión tales como compuestos organoclorados, azufre, fósforo o borato de calcio, ditioposfato de zinc, compuestos de organobismuto;
- polioles de C2 a C6, ácidos grasos, ésteres de ácidos grasos o aceites animales o vegetales;
- agentes anticorrosión tales como sulfonato de petróleo, sulfonato de dinonilnaftaleno o ésteres de sorbitán;
- desactivadores metálicos tales como benzotriazol o nitrito de sodio;
- 15 - promotores de viscosidad tales como polimetacrilato, poliisobutileno, oligo-dec-1-eno y poliestirenos;
- aditivos de protección contra desgaste tales como ditiocarbamato de dialquil molibdeno o ditiocarbamato de sulfuro de dialquil molibdeno, aminas aromáticas;
- modificadores de fricción tales como polímeros funcionales como, por ejemplo, oleilamidas, compuestos orgánicos a base de poliéteres y de amida o ditiocarbamato de molibdeno; y
- 20 - lubricantes sólidos tales como, por ejemplo, polvos de polímero como poliamidas, poliimidias o PTFE, grafito, óxidos metálicos, nitruro de boro, sulfuros metálicos tales como, por ejemplo, bisulfuro de molibdeno, bisulfuro de tungsteno o sulfuros mixtos a base de tungsteno, molibdeno, bismuto, estaño y zinc, sales inorgánicas de metales alcalinos y alcanlinotérreos tales como, por ejemplo, carbonato de calcio, fosfatos de sodio y de calcio;

25 y se agregan preferiblemente a la grasa de base a temperaturas por debajo de 100 °C, en particular por debajo de 80 °C, particularmente en la fase de enfriamiento.

12. Grasa lubricante que se obtiene según un procedimiento de al menos una de las reivindicaciones anteriores.

30 13. Grasa lubricante según la reivindicación 12, que presenta:
 del 70 al 92 % en peso del aceite de base;
 del 0 al 40 % en peso, en particular del 2 al 10 % en peso, de los aditivos;
 del 5 al 20 % en peso del espesante de poliurea;
 del 0,5 al 15 % en peso de los derivados de lignina;
 así como dado el caso los siguientes componentes opcionales:
 35 del 0 al 20 % en peso de espesante de jabón o espesante de jabón complejo a base de sales de calcio, de litio o de aluminio;
 del 0 al 20 % en peso, en particular del 0 al 5 % en peso, de espesante inorgánico tal como, por ejemplo, bentonita o gel de sílice; y/o
 40 del 0 al 10 % en peso, en particular del 0,1 al 5 % en peso, de lubricante sólido.

14. Uso de la grasa lubricante según las reivindicaciones 12 o 13 para la lubricación de al menos una junta universal, en particular como parte de ejes motores homocinéticos, de una transmisión o de un cojinete de rodillos o de deslizamiento, en particular de un cojinete de rodillos sellado.