



2907
7062

359061

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

UNA PATENTE DE INVENCION

a favor de PHILLIPS PETROLEUM COMPANY, Sociedad de nacionalidad norteamericana, residente en BARTLESVILLE, Oklahoma, U.S.A.,

por

"PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE UNA GRASA LUBRIFICANTE MEJORADA".

.....

Hasta ahora, las grasas se han hecho espesando un aceite adecuado mediante el uso de jabones y/o disolviendo polímeros en el aceite a temperaturas de, al menos 118° C. (Patentes estadounidenses 3.169.114 y 3.112.270 de Mitacek y Graham).

5

Se ha hecho ahora la muy sorprendente comprobación de que la grasa de las Patentes estadounidenses 3.169.114 y 3.112.270 y otras grasas pueden ser mejoradas en cuanto a una

339061



propiedad deseable cuando menos, sin espesar ulteriormente
10 la grasa de manera esencial, dispersando en frío en la grasa,
es decir no disolviendo en la grasa a temperaturas de cuando
menos 118° C. al menos un polímero en polvo elegido en el
grupo constituido por los polímeros de etileno y los polí-
meros de propileno, estando subdividido el polímero en pol-
15 vo de modo que el diámetro medio de sus partículas - defini-
do como el diámetro con el cual todas las partículas de po-
límero de diámetros inferiores constituyen el 50% en peso
del polímero en polvo - es inferior a 300, y preferiblemente
inferior a 150, y más mejor todavía inferior a 100 micras.

20 De acuerdo con ella, la grasa mejorada de la pre-
sente invención es una grasa que contiene en dispersión un
polímero en polvo como el anteriormente definido, en una
cantidad capaz de mejorar cuando menos una propiedad de la
grasa misma sin espesarla esencialmente.

25 Es importante el no espesar excesivamente una gra-
sa porque la misma no tiene que ser tan viscosa que impida
su distribución y/o efecto.

Generalmente, toda grasa clásica y obtenible comer-
cialmente puede ser utilizada para la presente invención. La
30 grasa empleada puede haber sido espesada de cualquier manera
conocida, como por ejemplo mediante el uso de jabones y/o
disolviendo polímeros en el aceite a temperaturas de cuando
menos 118° C.

Las grasas adecuadas comprenden esencialmente cual-
35 quier tipo de grasa flúida según la definición del "National
Lubricating Grease Institute" (NLGI) (Instituto Nacional de
la Grasa Lubrificante). Por ejemplo, puede emplearse para la
presente invención grasa del tipo NLGI comprendido entre 000

35906



40 y 6. Asimismo, pueden emplearse grasas de una penetración ASTM D 217-52T, a 60 choques, en el campo comprendido entre 85 y 475.

Las bases de aceite lubricante que pueden ser empleadas para hacer grasas según la presente invención pueden ser de naturaleza mineral, vegetal o animal, teniendo
45 las bases lubricantes preferibles cuando menos una importante cantidad de origen mineral. Tales aceites comprenden los aceites refinados de una viscosidad comprendida entre aproximadamente 35 y aproximadamente 240 SUS (Segundos Universales Saybolt) a 99° C. Pueden usarse aceite mineral blanco
50 así como otros aceites especiales. Con frecuencia, se usan aceites parafínicos que producen grasas de baja granulosisidad.

Los espesantes para los aceites pueden ser empleados en cantidades de hasta el 20% en peso del aceite. Pueden
55 usarse varios jabones normalmente empleados para espesar las grasas, que comprenden las sales metálicas de ácidos de elevado peso molecular, por ejemplo ácidos de 10 a 30 y preferiblemente de 16 a 24 átomos de carbono por molécula, sintéticos o de origen animal o vegetal. Otros ácidos carboxílicos
60 útiles para hacer jabones de sales metálicas comprenden los derivados de sebo, aceite de pescado hidrogenado, aceite de ricino, grasa de lana y colofonia. Generalmente, se usan el metal alcalino o el metal alcalinotérreo o sales de aluminio o de plomo de ácidos como el ácido láurico, palmítico, oleico, esteárico y similares. Uno de los jabones preferidos
65 es el jabón de litio del ácido 12-hidroxiesteárico. Aun cuando pueden usarse para las grasas de la presente invención jabones de naturaleza general, debe quedar entendido que la in

359061



70 vención tiene que usarse con grasas sin jabón obtenidas
esencialmente partiendo de polímeros y de aceite solamente,
con o sin pequeñas cantidades de aditivos como por ejemplo
agentes inhibidores de óxido, antioxidantes, y similares.
Así, los polímeros como el polietileno y el prolipropileno,
pueden ser empleados como espesantes, juntos, solos o en
75 combinación con otros espesantes como, por ejemplo, jabón.

Al preparar las grasas aplicables a la presente
invención los espesantes pueden ser dispersados en el aceite
empleando calor y agitación, seguidos generalmente de una mo
lienda que mejora las propiedades de la grasa, como por ejem
80 plo su estabilidad durante el empleo. Cuando, como espesan-
tes, se emplean polímeros, el aceite es calentado a una tem-
peratura suficientemente elevada para disolver el polímero
en el aceite. Por ejemplo, cuando se usa propileno como cuan
do menos una parte del agente espesante, el aceite es calen-
85 tado con agitación a una temperatura de aproximadamente 204° C
y agitado de 30 a 40 minutos para disolver el polímero. Luego
se enfrían las grasas de la temperatura de dispersión a la
temperatura de molienda, o se puede enfriarlas a una tempe-
ratura inferior a la de molienda y volverlas a calentar an-
90 tes de la molienda o durante la misma, siendo todo esto
clásico en la especialidad.

La molienda puede ser ejecutada en molino para co-
loides accionados a gran velocidad y con un intersticio rela
tivamente estrecho, por ejemplo del orden de 3000 a 9000
95 r.p.m. y 0,026 a 0,076 mm. Todo molino clásico de grasa pue-
de ser empleado. Una discusión completa de la molienda de
grasa se encuentra en las Patentes estadounidenses 3.169.114
y 3.112.270, citadas en la presente con fines de referencia.

359061



100 Otros materiales normalmente usados en las grasas
pueden tambien ser empleados en las grasas aplicables a la
presente invención. Por ejemplo, pueden emplearse aditivos
como inhibidores de óxido, antioxidantes, rellenos, pigmen-
tos, perfumes y similares. Algunos ejemplos de tales materia-
les comprenden la propilendiamina, denil-alfa-naftilamina,
105 fenotiacina, mica, amianto, plomo en polvo, cinc en polvo,
talco, alúmina, dióxido de titanio, disulfuro de molibdeno,
bentonas, negro de humo, nitrobenzeno y similares. General-
mente, la cantidad de estos modificadores es inferior al 10%
aproximadamente del peso total de la grasa.

110 Los polímeros subdivididos empleados según la pre-
sente invención son preferiblemente homopolímeros de etileno,
homopolímeros de propileno y copolímeros no gomosos de etile-
no y propileno. También pueden emplearse mezclas de homopolí-
meros y/o de copolímeros. Los polímeros de etileno usados
115 según la presente invención son polímeros de elevada densidad,
es decir que tienen una densidad a 25° C. de cuando menos 0,94
gramos por centímetro cúbico. El polímero de propileno puede
tener una densidad a 25° C. de 0,890 a 0,920 gramos por
centímetro cúbico. La cantidad de polímero subdividido incor-
porada a la grasa estará comprendida generalmente entre apro-
ximadamente 0,1 y aproximadamente 10, y preferiblemente entre
aproximadamente 0,5 y aproximadamente 5 % en peso, referido
120 al peso total de las grasas.

Aun cuando puede usarse cualquier procedimiento que
125 proporcione resultados equivalentes, un procedimiento prefe-
rido para la determinación de la densidad de los polímeros
empleados en la presente invención está expuesto en la Paten-
te estadounidense 3.112.270, columna 2, líneas 39-64.

359061



130 Los polímeros de etileno empleados según la presente inven-
ción pueden ser copolímeros constituidos por etileno con
cuando menos otra olefina de peso molecular superior, por
ejemplo de hasta 8 átomos de carbono por molécula. Ejemplos
de comonomeros adecuados comprenden el propileno, 1-buteno,
2-buteno, 1-penteno, 1-octeno, 4-metil-1-penteno, 4-metil-
135 1-hexeno, 6-metil-1-hepteno, 4-etil-1-hexeno, y similares.
Los copolímeros preferidos comprenden el etileno con propi-
leno o 1-buteno. En general, el etileno constituye cuando
menos el 95% en peso del copolímero. Al formar un tal polí-
mero, el monómero alimentado a la zona de polimerización
140 será corrientemente equivalente al 80% en peso cuando menos
de etileno. Al disminuir el porcentaje del etileno en el co-
polímero, disminuye también la densidad del polímero, de mo-
do que la limitación de densidad puede ser usada como una
indicación de la composición del copolímero. En otras pala-
145 bras, si la densidad del copolímero que contiene etileno es
de 0,940 o más, es conveniente para la aplicación de la in-
vención. Los polímeros de propileno comprenden los copolíme-
ros definidos anteriormente para polímeros de etileno, in-
cluido el propileno que constituye cuando menos el 95% en pe-
150 so del copolímero. El índice de fusión del polímero de pro-
pileno puede variar ampliamente, por ejemplo, desde aproxima-
damente 0,1 hasta aproximadamente 25, y preferiblemente de
1 a 6, como se determina en ASTM D 1238-62T, procedimiento E.

155 Por "diámetro medio de partícula", se entiende el
diámetro de una partícula si es esencialmente esférica, en
cuyo caso la longitud, la anchura y el espesor de la partícu-
la son todas esencialmente iguales. Sin embargo, cuando la
partícula es irregular en su configuración exterior, de modo
que su longitud es superior a su anchura y su anchura es su-
160 perior a su espesor, se considera diámetro medio de las par-

359061



tículas su anchura, ya que es la dimensión intermedia, siendo esta dimensión intermedia la que constituye generalmente el medio de control durante el tamizado y que es casi siempre visible en el microscopio. El diámetro medio de partículas con el cual todas las partículas del polímero subdividido que tienen un menor diámetro medio suman hasta el 50% en peso del peso total del polímero subdividido, puede ser obtenido de toda manera clásica y bien conocida, como por ejemplo por sedimentación, análisis electrónico o técnicas visuales, como por ejemplo la técnica ASTM indicada con E20-51T y titulada "Análisis por procedimientos microscópicos de la distribución del tamaño de partículas de sustancias en partículas de un tamaño que no pasa por el tamiz". A base de estas técnicas analíticas, puede trazarse un gráfico empleando el porcentaje en peso como la ordenada y el diámetro de las partículas como abscisa, de modo que el diámetro específico de partícula con el cual el 50% en peso de la muestra está constituida por partículas de diámetros inferiores puede ser determinado fácilmente.

La incorporación de los polímeros subdivididos a la grasa tiene que ser ejecutada a temperaturas inferiores a la que permite la fusión y/o la disolución del polímero en la grasa. En otras palabras, la temperatura de dispersión deberá ser la que permite la dispersión y la retención de los polímeros en la grasa en estado sólido subdividido. Generalmente, la operación de dispersión no debería ser ejecutada a una temperatura esencialmente superior a 107° C. y preferiblemente no superior a 93° C. Pueden obtenerse buenas dispersiones trabajando esencialmente a temperatura ambiente.

359061



190

E J E M P L O I

Se incorporó a dos grasas, en una cantidad de 1 %
en peso referido al peso total de la grasa, polietileno en
polvo (Microthene 608) de un diámetro medio de partículas
inferior a 74 micras. Se obtuvo el polietileno en polvo par
195 tiendo de polietileno de una densidad de 0,96 gramos por
centímetro cúbico a 25° C. (ASTM D 1505-63T) y un índice de
fusión de 19,5 gramos/10 minutos (ASTM D 1238-62T, procedi-
miento E). La primera grasa, grasa A, fué preparada partien-
do de aceite de base Mid-Continent neutro refinado de disol-
200 vente, de aproximadamente 75 SUS a 99° C., que había sido es-
pesado con aproximadamente un 12% en peso referido al peso
total de la grasa de jabones ácidos grasos mixtos de litio
de ácidos grasos de número par de átomos de carbono, cuyo
campo de átomos de carbono por molécula oscilaba entre 14 y
205 22. La segunda grasa, o grasa B, fué preparada partiendo de
un aceite de base Mid-Continent refinado de disolvente de
aproximadamente 500 SUS a 38° C. y de un índice de viscosi-
dad de aproximadamente 89. La grasa B había sido espesada
disolviendo en el aceite 1 % en peso referido al peso total
210 de la grasa de polietileno de alta densidad (en forma de
bolas, de una densidad de aproximadamente 0,96 y de un índice
de fusión de aproximadamente 5), y con un 9% en peso, refe-
rido al peso total de la grasa de un jabón obtenido saponi-
ficando una mezcla de 3 partes de metil-12-hidroxiestearato
215 y 1 parte de aceite de ricino con hidróxido de litio.

La grasa A fué obtenida añadiendo al aceite los in-
gredientes formadores de jabón y calentando la mezcla a 204°
C. aproximadamente, con agitación seguida de enfriamiento y
de molienda a 82° C. aproximadamente. La grasa B fué formada

359061



220 añadiendo al aceite el polietileno de alta densidad y los
 ingredientes formadores de jácón y calentando la mezcla a
 204° C. aproximadamente, con agitación seguida de enfria-
 miento y molienda a 82° C. aproximadamente.

225 El polietileno en polvo fué incorporado a partes
 separadas de ambas grasas A y B, mezclando en una mezclado-
 ra Hobart a aproximadamente 24° C. y durante aproximadamen-
 te 60 minutos.

230 La grasa A y la grasa B, ambas con y sin polietili-
 leno en polvo incorporado, fueron ensayadas entonces, obte-
 niéndose los resultados siguientes :

T A B L A I

Grasa	A + 1 % en peso de polietileno en polvo		B + 1% en peso de polietileno en polvo	
	A	B	B	
235 Penetración ASTM (1) 60 golpes	273	281	272	265
Resistencia Timken (2) min.	3	72	7 (5)	80 (6)
240 Ensayos de cojinete de rueda, fugas gramos				
Ensayo ASTM (3)	-	-	0,7	0,4
Ensayo Phillips modificado (4)	-	-	15,6	15,1

(1) ASTM D 217-52T

245 (2) NLGI Spokesman, Tomo XX nº 9, p. 36 (1956), carga 4,53 Kgs.

(3) ASTM D 1263-53T, 104° C. y carga 90 gramos.

(4) ASTM D 1263-53T, 127° C. y carga 130 gramos.

(5) Media de dos ensayos.

(6) Media de dos ensayos.

250 Los resultados de la Tabla I indican que las grasas
 que llevan incorporado un polietileno en polvo como el de la
 presente invención, conservaban esencialmente la misma dureza

359061



255 como demuestran los resultados de penetración ASTM, aumentando esencialmente al propio tiempo las resistencias de las grasas.

E J E M P L O II

260 Se espesaron varias muestras de aceite neutro Mid-Continent refinado de disolvente, que tenía una viscosidad de 500 SUS a 38° C. y un índice de viscosidad de aproximadamente 80, usando cantidades variables de polietileno en bolas clásico de alta densidad, de una densidad de aproximadamente 0,96 gramos por centímetro cúbico a 20° C. (ASTM D 1505-63T) y un índice de fusión de aproximadamente 5 gramos/10 minutos (ASTM D 1238-62T, procedimiento E) y usando en cada 265 muestra la misma cantidad de un jabón obtenido saponificando una mezcla de 3 partes de metil-12-hidroxiestearato y 1 parte de aceite de ricino con una cantidad estequiométrica de hidróxido de litio.

270 En la tanda 1 el aceite fué espesado hasta la consistencia de grasa mediante la adición de un 9 por ciento del jabón referido al peso total de la grasa, mezclándose el aceite y el jabón con calentamiento hasta que la temperatura había alcanzado 204° C. después de un período de aproximadamente 1 hora 45 minutos.

275 En la tanda 2, el aceite fué espesado con un 9 por ciento de jabón de la misma manera que la tanda 1. A la grasa de la tanda 2 se añadió un 1 por ciento en peso, referido al peso total de la grasa, de polietileno en polvo de un diámetro medio de partículas de menos de 74 micras, obtenido partiendo del mismo polietileno del Ejemplo I. El polietileno 280 en polvo fué incorporado a la grasa resultante por agitación,

359061



a temperatura ambiente, durante aproximadamente 60 minutos.

285 En la tanda 3, el aceite fué espesado con un 9 por
ciento en peso de jabón, referido al peso total de la grasa,
y un 1 por ciento en peso del agente espesante clásico de
polietileno de alta densidad en bolas mediante la adición
simultánea del polietileno en bolas y de los ingredientes
que forman jabón, y calentando, enfriando y moliendo como
en la tanda 1. Así, en la tanda 3, el polietileno en bolas
290 añadido fué disuelto en el aceite de base caliente, contra-
riamente al polietileno en polvo de la tanda 2, dispersado
en el aceite de base frío y que conservaba su forma de par-
tículas primitiva.

295 En la tanda 4, el aceite fué espesado por la incor-
poración a elevada temperatura de un 9 por ciento de jabón y
un 2 por ciento de polietileno en bolas de gran densidad
clásico, usando el mismo procedimiento de la tanda 3.

300 En la tanda 5, el aceite fué espesado por la incor-
poración a elevada temperatura de un 9 por ciento en peso de
jabón y un 1 por ciento de polietileno en bolas clásico de
alta densidad, usando el procedimiento de la tanda 3, y des-
pués un 1 por ciento en peso de polietileno en polvo fué in-
corporado a la grasa resultante a temperatura ambiente usan-
do el mismo procedimiento de la tanda 2.

305 Así, en las tandas 4 y 5 estaba presente la misma
cantidad de polietileno en la grasa resultante. Sin embargo,
para la tanda 4, todo el polietileno fué disuelto en aceite
durante la preparación de la grasa, y para la tanda 5 la
mitad del polietileno estaba presente en la grasa resultante
310 esencialmente en el estado de partículas primitivo. Una Tabla
de los espesantes y del polietileno en polvo presente en las

359061



grasas de las tandas 1 a 5 esyá constituída por la Tansa II.

T A B L A II

	<u>Tanda nº</u>	<u>% en peso de jabón.</u>	<u>% en peso de polietileno disuelto</u>	<u>% en peso de polietileno en polvo</u>
315	1	9	-	-
	2	9	-	1
	3	9	1	-
320	4	9	2	-
	5	9	1	1

Las grasas de las tandas 1 a 5 fueron ensayadas con los resultados siguientes :

T A B L A III

	<u>Tanda nº</u>	<u>Penetración ASTM (1) 60 golpes</u>	<u>Resistencia Timken (2) min.</u>	<u>Viscosidad aparente a 61'7°C, poise, velocidad de corte 200 seg.⁻¹ (3)</u>
325				
330	1	288	1,5	238
	2	285	444	232
	3	269	336	320
	4	255	294	355
335	5	269	402	295

(1) ASTM D 217-52T

(2) NLGI Spokesman, Tomo XX, nº 9, pág. 36 (1956), carga 3,4 kgs.

(3) ASTM D 1092-62.

340 Una comparación de las tandas 2 y 3 con la tanda 1 de la Tabla III muestra que, en el caso de la grasa que contenía polietileno en polvo según la presente invención, tanda 2, la dureza de la grasa era esencialmente la misma (cayendo todas en el campo NLGI de la grasa del tipo 2), mien
345 tras que la resistencia de lubricación de la grasa de la

359061



tanda 2 era esencialmente superior a la de las grasas de las tandas 1 y 3. Análogamente, una comparación de las tandas 1, 4 y 5 muestra que la grasa según la presente invención, tanda 5, tenía esencialmente la misma dureza que las otras grasas, pero también una resistencia de lubricación esencialmente mejorada en comparación con las grasas de las tandas 1 y 4. Así, es evidente que los resultados mejorados de la presente invención son obtenidos gracias a la presencia en la grasa de este polímero en partículas, dispersado en frío. Además, la mayor viscosidad aparente de las grasas de las tandas 3 y 4 muestra que aquellas grasas no fluían tan bien como las de la presente invención, es decir las de las tandas 2 y 5. Asimismo, una comparación de las tandas 2 y 3 y de las tandas 4 y 5 muestra que las tandas 2 y 5 de la invención tenían ventajosas viscosidades aparentes. Por tanto, la inversión ofrece un nuevo medio para incorporar mayores cantidades de polímero deseable a una grasa y aprovechar su benéfica influencia sobre la lubricidad sin cambiar esencialmente el grado de dureza o viscosidad de la grasa.

Todo aquello que sea accesorio en la realización del procedimiento descrito, podrá ser objeto de modificaciones y las cuestiones de forma, dispositivos y máquinas utilizadas en la ejecución de la invención, deberán tomarse como de orden secundario, pudiéndose emplear aquellos que mejor convengan en tanto no alteren fundamentalmente las particularidades características.

La entidad solicitante, se reserva el derecho de obtención de los oportunos Certificados de Adición complementarios, por las mejoras o perfeccionamientos que en lo sucesivo pudiera aconsejar la práctica.

359061



N O T A :

29001

380 Descrita suficientemente la naturaleza y alcance
de la presente invención, así como la forma en que la mis-
ma puede ser llevada a la práctica, se reivindican a títu-
lo privativo las siguientes particularidades característi-
cas, sobre las cuales ha de recaer la concesión del privi-
legio de PATENTE DE INVENCION que se solicita.

385 1). Procedimiento para la preparación de una gra-
sa lubricante por mezcla de un aceite con un espesante y
un polímero, normalmente, sólido, de etileno o propileno,
c a r a c t e r i z a d o por el hecho de que la resisten-
cia y/o la tendencia a las fugas de las grasas es mejorada
sin al propio tiempo espesar esencialmente dicha grasa dis-
persando una pequeña cantidad de dicho polímero en dicha
grasa sin fundir o disolver dicho polímero en dicha grasa,
390 encontrándose dicho polímero en forma de polvo de un tamaño
medio de partículas inferior a 300 micras.

 2). Procedimiento según la reivindicación 1), ca-
racterizado por el hecho de que la dispersión es ejecutada
a una temperatura no superior a 107° C.

395 3). Procedimiento según la reivindicación 1) o 2),
caracterizado por el hecho de que el tamaño medio de partí-
culas es inferior a 150 micras.

400 4). Procedimiento según la reivindicación 3), ca-
racterizado por el hecho de que dicho tamaño medio de partí-
culas es inferior a 100 micras.

 5). Procedimiento según cualquiera de las reivin-

359061



dicaciones 1) a 4), caracterizado por el hecho de que dicho polímero es un homopolímero o copolímero de etileno y tiene a 25° C., una densidad de cuando menos 0,94 gramos por centímetro cúbico.

405.

6). Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1) a 4), caracterizado por el hecho de que dicho polímero es un polímero de propileno de una densidad, a 25° C, comprendida entre 0,890 y 0,920 gramos por centímetro cúbico.

410

7). Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1) a 6), caracterizado por el hecho de que la cantidad de dicho polímero dispersada en dicha grasa está comprendida entre 0,1 y un 10 por ciento en peso referido al peso total de la grasa.

415

8). Procedimiento según la reivindicación 7), caracterizado por el hecho de que la cantidad mencionada está comprendida entre un 0,5 y un 5 por ciento en peso.

420

9). Procedimiento según cualquiera de las anteriores reivindicaciones, caracterizado por el hecho de que dicho espesante es un jabón de litio.

10). Procedimiento según cualquiera de las anteriores reivindicaciones, caracterizado por el hecho de que dicha grasa contiene también, cuando menos, un polímero de etileno o propileno disuelto.

425

11). "PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACIÓN DE UNA GRASA LUBRIFICANTE MEJORADA".

==.==.==.==

Todo según queda expuesto en la presente Memoria,

359061



que consta de dieciseis hojas foliadas y mecanografiadas
por una sola cara.

2900

MADRID, 11 de Octubre de 1.968.

P. A.

Modesto Polo
P. P.