

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

10	ES	11	NUMERO	10	A1
		21	449.524		
		22	FECHA DE PRESENTACION		
			2.7.76		

PATENTE DE INVENCION

30	PRIORIDADES:	32	FECHA	33	PAIS
31	NUMERO				
	P 25 30 002.1		4.7.75		alemana

47	FECHA DE PUBLICIDAD	51	CLASIFICACION INTERNACIONAL	62	PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
			C10M		

54	TITULO DE LA INVENCION
	UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA COMPOSICION LUBRICANTE SOLIDA.

71	SOLICITANTE (S)
	DOW CORNING GmbH.

	DOMICILIO DEL SOLICITANTE
	ALEMANIA.-

72	INVENTOR (ES)
	Marcel C. Brendle.

73	TITULAR (ES)
	El mismo solicitante.

74	REPRESENTANTE
	DON BERNARDO UNGRIA GOIBURU.

La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de lubricantes sólidos, que poseen propiedades de lubricación mejoradas, modificando la superficie del lubricante sólido. Los procesos de modificación varían desde el enlace químico de grupos inorgánicos tales como cloro; la adherencia de monómeros orgánicos y polímeros tales como butil-litio y poliestireno, hasta adherencia como momento dipolar. Los procesos varían según el tipo de lubricante sólido; la forma física del elemento modificador; las funcionalidades reactivas implicadas en el lubricante sólido y en el elemento modificador, y la forma final que se desee en el lubricante sólido modificado.

Polímeros tales como polisiloxanos, monómeros tales como butil litio, tetracloruro de carbono y estireno reactivo y grupos inorgánicos tales como cloro pueden adherirse a los lubricantes sólidos, tales como disulfuro de molibdeno, para proporcionar mejores propiedades de lubricación y manipulación a los lubricantes sólidos.

Esta invención se refiere a un método o procedimiento para preparar una composición lubricante sólida modificando las características de lubricación de lubricantes sólidos.

Los lubricantes sólidos son bien conocidos para los expertos en la técnica. Existen muchas referencias a los mismos en la literatura de propaganda publicada y han sido cubiertos muy extensamente en el campo de las patentes.

Los lubricantes pueden utilizarse solos, en asociación con disolventes y vehículos portadores y como

co-lubricantes en aceites y grasa.

5
10
15
20
25
30

Generalmente los lubricantes sólidos se utilizan en forma de polvo o finamente divididos a fin de mantenerlos en una forma físicamente estable. "Finamente dividido", para fines de esta invención, se refiere a tamaños de partícula normalmente asociados con los lubricantes sólidos comerciales cuando se utilizan como lubricantes. En razón de la elevada densidad y gran incompatibilidad de la mayor parte de estos lubricantes sólidos, es difícil mantenerlos suspendidos en cualquier tipo de medio portador o lubricante.

15
20
25
30

Generalmente, las únicas soluciones a tales problemas han sido bien sea triturar los sólidos muy finamente o utilizar grandes cantidades de emulsionadores con el fin de prolongar su estabilidad

15
20
25
30

Algunos de los problemas asociados con la utilización de lubricantes sólidos (aparte de su inestabilidad de dispersión) son los típicos substratos de no adhesión a metal, formación consistente y uniforme de película lubricante, variable coeficiente de fricción, corrosión y deformación plástica variable de los metales lubricados (el efecto Rehbinder).

15
20
25
30

Un objeto de la presente invención es preparar composiciones lubricantes sólidas que sean estables en las dispersiones durante largos periodos de tiempo y que proporcionen una adhesión adecuada a los substratos metálicos.

15
20
25
30

El método de la presente invención consiste esencialmente en llevar a cabo una reacción de adherencia sobre la superficie del lubricante sólido mediante la cual se adhiere al lubricante sólido un polímero, o monómero orgánico, o

compuesto inorgánico o cualquier mezcla respectiva.

Por consiguiente, la presente invención aporta un procedimiento para preparar una composición lubricante sólida que comprende:

5 (A) mezclar un lubricante sólido finamente dividido con un polímero, o un monómero orgánico, o un compuesto inorgánico, o cualquier mezcla respectiva;

(B) Poner en contacto el lubricante sólido con el polímero, o el monómero orgánico, o el compuesto inorgánico, o cualquier mezcla respectiva durante un tiempo suficiente para permitir que el polímero o el monómero orgánico, o el compuesto inorgánico o cualquier mezcla respectiva se adhiera a la superficie del lubricante sólido y/o someter la mezcla de lubricante sólido y polímero, o monómero orgánico, o compuesto inorgánico, o mezcla respectiva a tensión mecánica; y

10
15

(C) Recuperar una composición lubricante sólida, cuya superficie sea modificada por el polímero, o el monómero orgánico, o el compuesto inorgánico, o cualquier mezcla respectiva.

20

La presente invención proporciona asimismo una composición lubricante sólida que comprende un lubricante sólido finamente dividido que posee químicamente adherido a su superficie un polímero, o un monómero orgánico, o un compuesto inorgánico, o cualquier mezcla respectiva.

25

Los materiales que pueden utilizarse para modificar la superficie del lubricante sólido pueden ser polímeros orgánicos reactivos tales como poliisobutil vinil éter, poliestireno, polisiloxanos, politolueno, polibencilo, polipiridina y polimetilmetacrilato.

30

Tales materiales pueden tambien ser monómeros
tales como butil litio, tetracloruro de carbono o esti-
reno y metilmetacrilato. Estos materiales pueden también
ser grupos inorgánicos tales como cloro o gases reactivos
similares.

5

El procedimiento puede considerarse como un
"injerto". Existen al menos dos métodos de injerto utili-
zados en esta invención.

10

La primera y probablemente la más útil modi-
ficación de superficie que aquí se lleva a cabo es el
injerto químico en el cual se hacen reaccionar compuestos
químicos que contienen el grupo funcional apropiado, gene-
ralmente en solución, con lubricantes sólidos finamente
dividido. Disulfuro de molibdeno es el lubricante sólido
preferido.

15

20

El segundo método de modificación de superficie
es un injerto químico que tiene lugar estrictamente median-
te un trabajo mecánico de los compuestos químicos y de los
lubricantes sólidos en el cual dichos lubricantes sólidos
son triturados, por ejemplo, en presencia de los compuestos
químicos. Tal trabajo mecánico conduce a la formación de
nuevos puntos reactivos en la superficie del lubricante.

25

En el caso de disulfuro de molibdeno, la fractu-
ra transversal de la estructura laminar del disulfuro de
molibdeno conduce a la formación de iones o radicales li-
bres. Dicho trabajo mecánico conduce asimismo a alguna
adherencia física del lubricante y del compuesto químico.
Esto, por supuesto, depende del tipo de lubricante sólido
y compuesto químico utilizado.

30

En la presente invención, los lubricantes sólidos

se utilizan en un estado finamente dividido y cuanto más pequeñas son las partículas, mayor es la superficie específica.

5 Según el tipo de lubricante sólido utilizado, diversos grupos funcionales se hallan localizados sobre su superficie. A pesar de los números muy reducidos de funcionalidades químicas sobre estas superficies, poseen una influencia significativa sobre las propiedades del lubricante sólido.

10 En el caso de disulfuro de molibdeno, se cubre normalmente la superficie con trióxido de molibdeno hidratado, especialmente si el disulfuro de molibdeno no ha sido trabajado recientemente.

15 En razón de la presencia del trióxido de molibdeno, el disulfuro de molibdeno posee un coeficiente de fricción mayor del normal y otras propiedades se ven del mismo modo adversamente afectadas.

Así, existe una búsqueda constante de medios para mejorar las propiedades de los lubricantes sólidos.

20 Se desea mejorar la adhesión al metal, mejorar la formación de la película lubricante, disminuir el coeficiente de fricción, disminuir la corrosión y aliviar la deformación plástica de los metales (efecto Rehbinder).

25 Dichos objetivos pueden lograrse por medio del procedimiento de la presente invención, a saber la modificación de la superficie de los lubricantes sólidos adhiriendo químicamente ya sea polímeros o monómero orgánico o compuestos inorgánicos o mezcla respectiva a los lubricantes sólidos.

30 Mediante el procedimiento de la presente inven-

ción, puede modificarse la superficie del lubricante sólido hasta un 7 por ciento en peso de los polímeros o monómeros orgánicos o compuestos inorgánicos o mezcla respectiva, con preferencia 2 a 3 por ciento en peso.

5 Los polímeros preferidos son poliisobutilvinil-éter, poliestireno, polisiloxanos tales como polidimetilsiloxano o polimetil-fenilsiloxano, politolueno, polibencilo, polipiridina y polimetilmetacrilato.

10 Estos polímeros son normalmente producidos in situ agregando los precursores monoméricos al lubricante sólido y llevando a cabo reacciones simultáneas, es decir, polimerización del monómero precursor y adherencia al lubricante sólido.

15 Para efectuar el enlace químico de monómeros orgánicos o compuestos inorgánicos, tales como compuestos organometálicos, pueden utilizarse compuestos organohalogenados, compuestos orgánicos con enlaces activamente insaturados, o halógenos tales como cloro.

20 Combinaciones de los monómeros orgánicos, combinaciones de los polímeros o combinaciones de los monómeros orgánicos y polímeros.

25 Los ejemplos específicos de lubricantes sólidos comprenden óxidos metálicos, hidróxidos, sulfuros, fosfatos, haluros, y jabones. Ejemplos más específicos incluyen grafito, disulfuros de tungsteno, hidróxido de bario, monóxido de plomo, cloruro de plomo, yoduro de plomo, bórax, yoduro cádmico, cloruro de cobalto, estearato de zinc, nitruro bórico, fluoruro cálcico, sulfuro de zinc y disulfuro de molibdeno.

30 Especialmente preferido es el disulfuro de molib-

deno.

El tratamiento de los lubricantes sólidos según la invención puede emprenderse con o sin limpieza preliminar de la superficie de los lubricantes sólidos.

5 En el caso de disulfuro de molibdeno, dicha limpieza de superficie puede lograrse colocando el sólido en un vacío a elevada temperatura, por ejemplo 10^{-6} Torr y 450°C (véase R.R.M. Johnson, A.J.W. Moore J. Phys. Chem. 1964, 68 (11) pp. 3399). La limpieza puede efectuarse también lavando el sólido con una solución de hidróxido amónico.

10

Ambos métodos eliminan el trióxido de molibdeno presente sobre la superficie del disulfuro de molibdeno.

15

Tal tratamiento de limpieza es preferido pero no necesario para esta invención.

20

Los polímeros o grupos funcionales pueden adherirse a las superficies del lubricante sólido mediante reacciones de transferencia de polímeros catiónicamente o aniónicamente orgánicos. También pueden adherirse por medio de fuerza mecánica en presencia de monómeros, por ejemplo durante la trituration. Otro medio es por simple contacto del lubricante sólido con halógenos tales como cloro, ya sea en forma gaseosa a elevadas temperaturas o en forma de soluciones, por ejemplo tetracloruro de carbono. Se observa un injerto muy limitado en la simple mezcla de los lubricantes sólidos y los correspondientes polímeros.

25

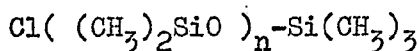
30

El injerto puede llevarse a cabo mejor poniendo en contacto el lubricante sólido, por ejemplo disulfuro

de molibdeno con soluciones de polímeros activos, por ejemplo soluciones de poliestireno. Tales soluciones polímeras activas se describen en Nature, 178, 1168 (1956) o Makromol. Chem. 35, 132 (1960).

5 Son por ejemplo poliestireno formado según un mecanismo de desarrollo aniónico que deja puntos reactivos utilizables en el extremo de las cadenas. Estas soluciones tienen una base disolvente. Se prefieren tolueno y tetrahidrofurano.

10 De la misma forma, puede hacerse reaccionar disulfuro de molibdeno con butil litio de tal manera que el radical butilo es adherido al molibdeno en tanto que el cation litio entra en un enlace con el azufre sulfídico. Los átomos de litio presentes en la superficie metálica
15 pueden separarse mediante reacción con moléculas reactivas que poseen un átomo de halógeno activo, tal como cloruro de bencilo o un polisiloxano de la fórmula



20 en la cual n significa un número entero positivo, con preferencia 5 en este caso.

La cadena siloxano es adherida a través del cloruro silicio al azufre del disulfuro de molibdeno y el litio se adhiere para formar cloruro de litio utilizando el átomo de cloro de la molécula de siloxano.

25 Los siguientes ejemplos ilustran la invención.

EJEMPLO 1

30 En un recipiente de triturador de bolas provisto de esferas de acero se colocaron 20g de disulfuro de molibdeno. A continuación se evacuó el recipiente de triturador de bolas, y excluyendo completamente el agua, se

agregaron 345ml. de una solución al 30% de isobutilvinil-
éter en cloruro de metileno. Se puso después el recipiente
de triturador de bolas en un aparato de molturación apro-
piada, y todo el material fué triturado durante 24 horas.
5 El material fluido obtenido de esta forma fué después lava-
do con cloruro de metileno para eliminar el exceso de
polímero no adherido así como cualquier monómero presente,
y finalmente fué secado al vacío.

EJEMPLO 2

10 En un matraz de tres cuellos de 4 l. provisto de
agitador , un embudo de adición y tubos para introducir
gases así como para evacuar aire, y tras una cuidadosa
evacuación del aire y después de introducir nitrógeno,
se agregaron con agitación 150g. de estireno secado y re-
15 ción destilado, 1500g. de tolueno destilado y secado, y
150g. de tetrahydrofurano destilado y secado. A continua-
ción se enfrió toda la mezcla a -80°C . Luego se inyectó
butil litio en el matraz hasta que la mezcla de reacción
acabó volviéndose roja. La cantidad de butil litio neces-
20 aria para la coloración roja correspondía al agua residual
todavía presente en la mezcla de reacción. Se agregó
después nuevo butil litio en una cantidad tal que resul-
tase el peso molecular deseado para el poliestireno sus-
ceptible de ser injertado. En el caso presente se preci-
25 saron 0,25g. de butil litio para este fin, A continuación
se caldeó el preparado durante 2 horas a una temperatura
de 50° a 40°C , tras de lo cual se produjo la polimeriza-
ción. Tras este lapso de tiempo, agitación vigorosa y
enfriamiento de la mezcla a temperatura ambiente, se agre-
30 gó 30g. de disulfuro de molibdeno y se dejó reaccionar

de 8 a 12 horas. La mezcla de reacción así obtenida fué luego decantada, y el disulfuro de molibdeno injertado que quedaba fué lavado repetidas veces con tetrahidrofurano.

5

Para determinar la cantidad de poliestireno injertado en el disulfuro de molibdeno, el producto obtenido de esta forma fué sometido a un análisis elemental. Un contenido de carbono de 2,01%, que corresponde a una cantidad de poliestireno de 2,18%, se hallaba presente en el disulfuro de molibdeno.

10

La solución obtenida por el lavado descrito anteriormente del disulfuro de molibdeno injertado con tetrahidrofurano fué sometida a una cromatografía de permeación de gel a fin de determinar el peso molecular del poliestireno formado en el curso de este proceso. Aquí se obtuvo un peso medio molecular de 38.000. Este valor en peso molecular es asimismo válido para el poliestireno injertado en el disulfuro de molibdeno.

15

EJEMPLO 3

20

Se repitió el proceso descrito en el ejemplo 2 en todos sus detalles, excepto que en lugar de la cantidad de butil litio allí indicada se utilizó una cantidad menor de butil litio, a saber un total de 0,11g.

25

La determinación del contenido en carbono del poliestireno injertado en el disulfuro de molibdeno produjo un valor de 1,99%, correspondiente a una cantidad de poliestireno de 2,15%. Se comprobó que el peso medio molecular del poliestireno producido de esta manera y después injertado en el disulfuro de molibdeno era de 84.000

30

EJEMPLOS 4-8

De acuerdo con el procedimiento generalmente descrito en el ejemplo 2, utilizando materiales de partida apropiados, polidimetilsiloxano, politolueno, butil litio, butil litio y cloruro de bencilo, así como cloro, fueron injertados en disulfuro de molibdeno.

5

EJEMPLO 9

Una solución de 2,5g. de poliestireno "vivo" (peso molecular 50.000) en 200ml. de tolueno fué agregada a 100g. de disulfuro de molibdeno con agitación vigorosa a temperatura ambiente. La mezcla fué agitada durante dos horas. La suspensión obtenida de esta forma fué evaporada al vacío para eliminar el disolvente, y el residuo así obtenido fué convertido en polvo. La suspensión puede no obstante utilizarse para revestimiento directo de objetos que hayan de ser provistos de una película lubricante sin evaporación del disolvente.

10

15

EJEMPLOS 10 y 11

Se repitió el proceso descrito en el ejemplo 9 excepto que en lugar de poliestireno, se utilizaron polibencilo (peso molecular 5000) y polipiridina (peso molecular 1000).

20

Los materiales producidos según los ejemplos anteriores son convertidos en una película lubricante cuya vida útil fué estudiada en una máquina de prueba LFW-1. Los resultados así obtenidos pueden verse en la Tabla, en la cual se facilita el número de rotaciones que la película sostuvo hasta el punto de fallo. La máquina de prueba LFW-1 es bien conocida para los expertos en la técnica. Para más detalles véase patente de EE.UU. No. 3.028.746.

25

30

El comportamiento del disulfuro de molibdeno

5 injertado con poliestireno, disulfuro de molibdeno injertado con $(\text{CH}_3)_3\text{Si}(\text{CH}_3)_2)_5\text{Cl}$, así como de disulfuro de molibdeno no tratado, es estudiado en la máquina de aguja y disco, y los resultados así obtenidos aparecen en la figura 1. La máquina de aguja y disco es bien conocida por los expertos en la técnica y no precisa mayor descripción en la presente memoria. Aquí tratamos de un producto creado mediante injerto químico.

10 Varios de los productos obtenidos según la invención son estudiados en la Machine Almen-Wieland (A.W.M.) para determinar su poder abrasivo (véase U.Dorn, R. Lindner Schmierungstechnik 1971, 2 (8) p.243). Los resultados obtenidos pueden verse en las figuras 2 y 3. En la figura 2 pueden observarse pruebas utilizando materiales químicamente injertados, y en la figura 3 se representan pruebas con materiales mecánicamente injertados. Es obvio que el poder abrasivo del disulfuro de molibdeno injertado es claramente inferior al del disulfuro de molibdeno no tratado.

20 El comportamiento friccional en la máquina Almen-Wieland de mezclas de disulfuro de molibdeno y diversos polímeros en las cantidades indicadas aparece en la figura 4. Con el símbolo 0 colocado al final de las curvas individuales se indica que en estos casos se ha producido un alargamiento del eje de prueba. Tal alargamiento puede explicarse con ayuda del efecto Rehbinder.

25 En la fig. 5 puede verse el comportamiento friccional A.W.M. del disulfuro de molibdeno mecánicamente injertado con polimetilmetacrilato; fué tratado con un ácido diluído para hidrólisis parcial de los grupos éster

30

presentes, de tal manera que el polímero de injerto fué utilizable como los grupos ácido y éster. Conviene hacer observar que este producto se adhiere bien y conduce a valores friccionales muy buenos para todos los coeficientes de trabajo.

5

Un fenómeno interesante mostrado por todos los productos de la invención es la deformación drástica de los ejes de prueba de la máquina Almen-Wieland, que se manifiesta por el hecho de que después de los experimentos los ejes de prueba son más largos.

10

Los resultados obtenidos a partir de la A.W.M. aparecen en la figura 6 adjunta. Es evidente que, en las mismas condiciones, para cada producto injertado existe una relación lineal entre el grado de alargamiento en mm. y el valor final de la fuerza friccional en kg. La inclinación de la línea recta resultante es función de la naturaleza del polímero injertado. Estos resultados se relacionan con el efecto Rehbinder y juegan una gran parte en la disminución de los valores friccionales.

15

20

Los valores mencionados anteriormente muestran que los productos obtenidos según la invención se distinguen por una serie de modalidades de comportamiento interesante. Además, las propiedades para lubricantes secos, incluido por ejemplo el hecho de que se adhieren extremadamente bien a las superficies metálicas suaves y no se produce ninguna corrosión en los objetos de metal tratados con ellos. Los micrografos electrónicos muestran que los lubricantes secos producidos de acuerdo con la invención pueden revestirse mejor y más uniformemente como películas sobre vehículos portadores correspondientes que en el caso

25

30

de disulfuro de molibdeno puro.

EJEMPLOS 12 y 13

Se repitió el proceso descrito en el Ejemplo 1 excepto que en lugar del isobutilviniléter, se usaron como monómeros metilmetacrilato y estireno.

EJEMPLO 14

Cuando se injertó isobutilviniléter sobre disulfuro de molibdeno finamente dividido, fueron observadas suspensiones muy estables en THF del producto injertado.

10	<u>Ej.No</u>	<u>Tratamiento de disulfuro de molibdeno con</u>	<u>Anillos tratados con arena (revolución x 10⁻³)</u>	<u>Anillos no caldeados (rev. x 10⁻³)</u>
	-	Disulfuro de molibdeno no caldeado	60 a 120	0.8 a 4,5
	1	Poliisobutil vinil éter	200	
15	2 & 3	Poliestireno	80 a 100	
	4	Polisiloxano	80 a 100	
	5	Politolueno	40 a 80	
	6	Butil litio.	120 a 130	
	7	Butil litio y cloruro de bencilo	90	
20	8	Cloro	60 a 120	40 a 130
	10	Polibencilo	140 a 180	
	11	Polipiridina	75 a 140	
	12	Polimetilmetacrilato	130 a 180	
	13	Polipiridina	75 a 140	

25

30

En resumen, la Patente de Invención que se solicita deberá recaer sobre las siguientes:

REIVINDICACIONES

5 1. Un procedimiento para la preparación de una composición lubricante sólida que comprende un lubricante sólido finamente dividido que posee, químicamente adherido a su superficie, un polímero y/o un monómero y/o un compuesto inorgánico cuyo procedimiento consiste en:

10 (A) combinar el lubricante sólido finamente dividido con un polímero y/o un monómero orgánico y/o un compuesto inorgánico, opcionalmente en forma de disolución;

15 (B) mantener en contacto los ingredientes de la composición obtenida en la etapa anterior durante el tiempo suficiente para permitir que el polímero y/o el monómero orgánico y/o el compuesto inorgánico se adhiera a la superficie del lubricante sólido y/o someter la composición de lubricante y polímero y/o monómero orgánico y/o compuesto inorgánico a tensión mecánica;

20 (C) recuperar la composición lubricante sólida, cuya superficie se ha modificado por el polímero y/o monómero orgánico y/o compuesto inorgánico.

25 2. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el cual el polímero es poliisobutilvinil éter, poliestireno, un polisiloxano, politolueno, polibencilo, polipiridina o polimetilmetacrilato.

3. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el cual el monómero orgánico es un compuesto organometálico, un compuesto organohalógeno o un compuesto orgánico que posee enlaces insaturados activables.

30 4. Un procedimiento según la reivindicación 3,

en el cual el monómero orgánico es butil-litio, tetracloruro de carbono, estireno o metilmetacrilato.

5. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el cual el compuesto inorgánico es un gas reactivo.

5

6. Un procedimiento según la reivindicación 5, en el cual el gas reactivo es cloro.

7. Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el cual el lubricante sólido es un óxido metálico, hidróxido, sulfuro, fosfato, haluro o jabón.

10

8. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el cual el lubricante sólido es grafito, disulfuro de tungsteno, hidróxido de bario, monóxido de plomo, cloruro de plomo, yoduro de plomo, bórax, yoduro cádmico, cloruro de cobalto, estearato de zinc, nitrato bórico, fluoruro cálcico, sulfuro de zinc o disulfuro de molibdeno.

15

9. Un procedimiento según la reivindicación 1, que comprende

20

(A) combinar un lubricante sólido finamente dividido con una solución disolvente orgánica de polímero orgánico reactivo;

25

(B) permitir que el lubricante sólido finamente dividido permanezca en contacto con la solución disolvente de polímero orgánico reactivo durante un periodo suficiente para permitir que el lubricante sólido reaccione con el polímero orgánico reactivo y adherir el polímero orgánico al lubricante sólido;

30

(C) lavar el producto de reacción exento de impurezas usando un disolvente orgánico y eliminar el disolvente para recuperar el lubricante sólido cuya superficie

ha sido modificada.

10. Un procedimiento según la reivindicación 1,
que comprende

5 (A) combinar un lubricante sólido finamente dividido con un monómero orgánico polimerizable;

(B) permitir que el lubricante sólido permanezca en contacto con el monómero orgánico polimerizable durante un periodo de tiempo suficiente para permitir que el monómero orgánico polimerizable polimerice y el polímero resultante reaccione con el lubricante sólido y adherir el polímero al lubricante sólido; y

10 (C) recuperar el lubricante sólido cuya superficie ha sido modificada.

15 11. Un procedimiento según la reivindicación 1, que comprende

(A) combinar un lubricante sólido finamente dividido con un monómero;

(B) someter simultáneamente la combinación a tensión mecánica de tal manera que el lubricante sólido reacciona con el monómero y el monómero es químicamente adherido al lubricante sólido; y

20 (C) recuperar el lubricante sólido cuya superficie ha sido modificada.

25 12. Un procedimiento según la reivindicación 1, que comprende

(A) poner en contacto un lubricante sólido finamente dividido con un compuesto inorgánico que es un gas reactivo;

(B) permitir que el lubricante sólido y el gas permanezcan en contacto durante un periodo de tiempo suficiente para dejar que el gas reaccione con el lubricante sólido; y

30

(C) recuperar el lubricante sólido cuya superficie ha sido modificada.

13. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:

5 UN PROCEDIMIENTO PARA PREPARAR UNA COMPOSICION LUBRICANTE SOLIDA.

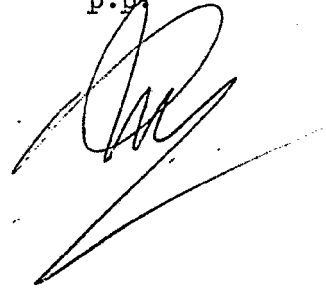
Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de diecinueve páginas mecanografiadas y dibujos que se acompañan.

10

Madrid, 2 julio 1.976

BERNARDO UNGRIA

P.D.

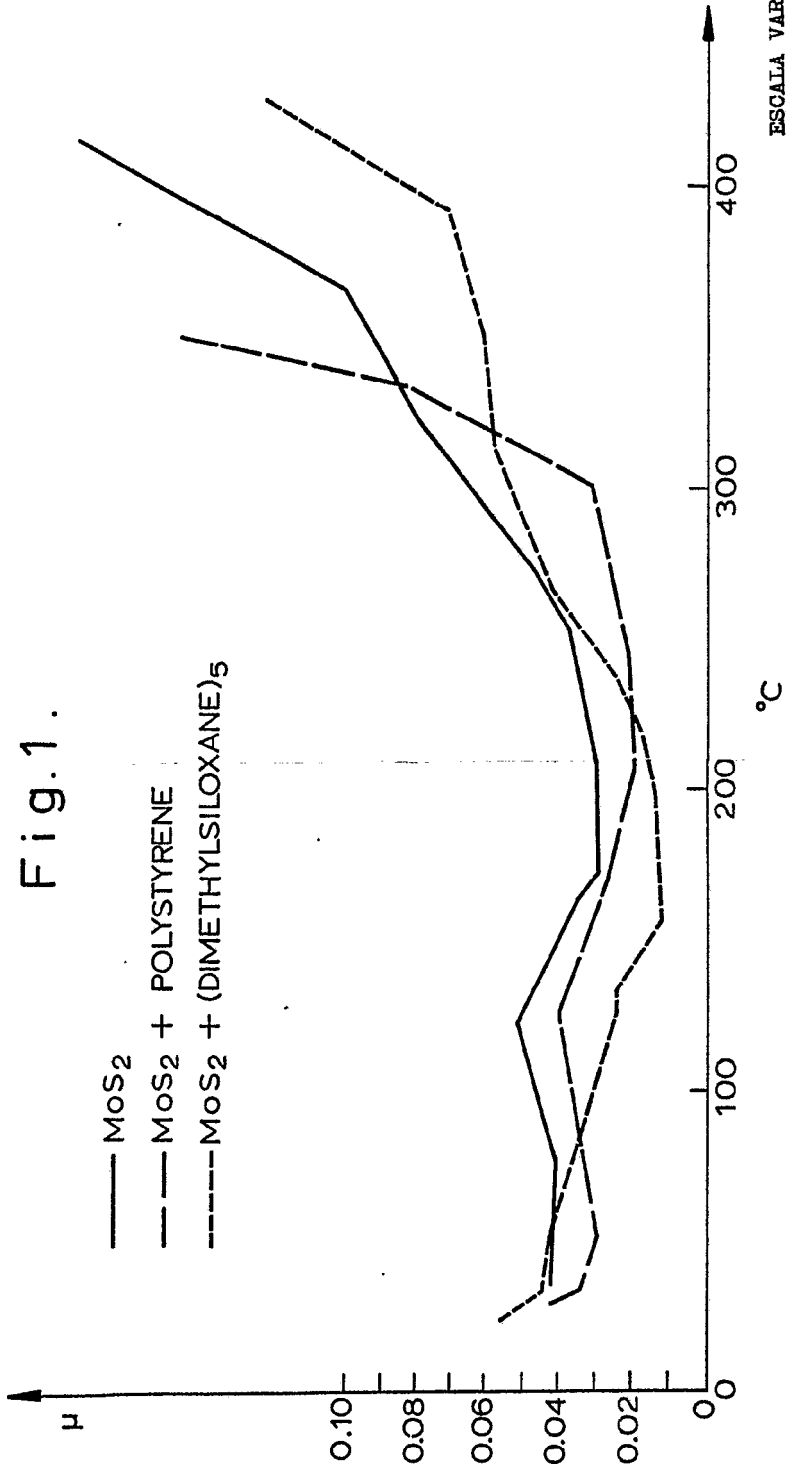


15

20

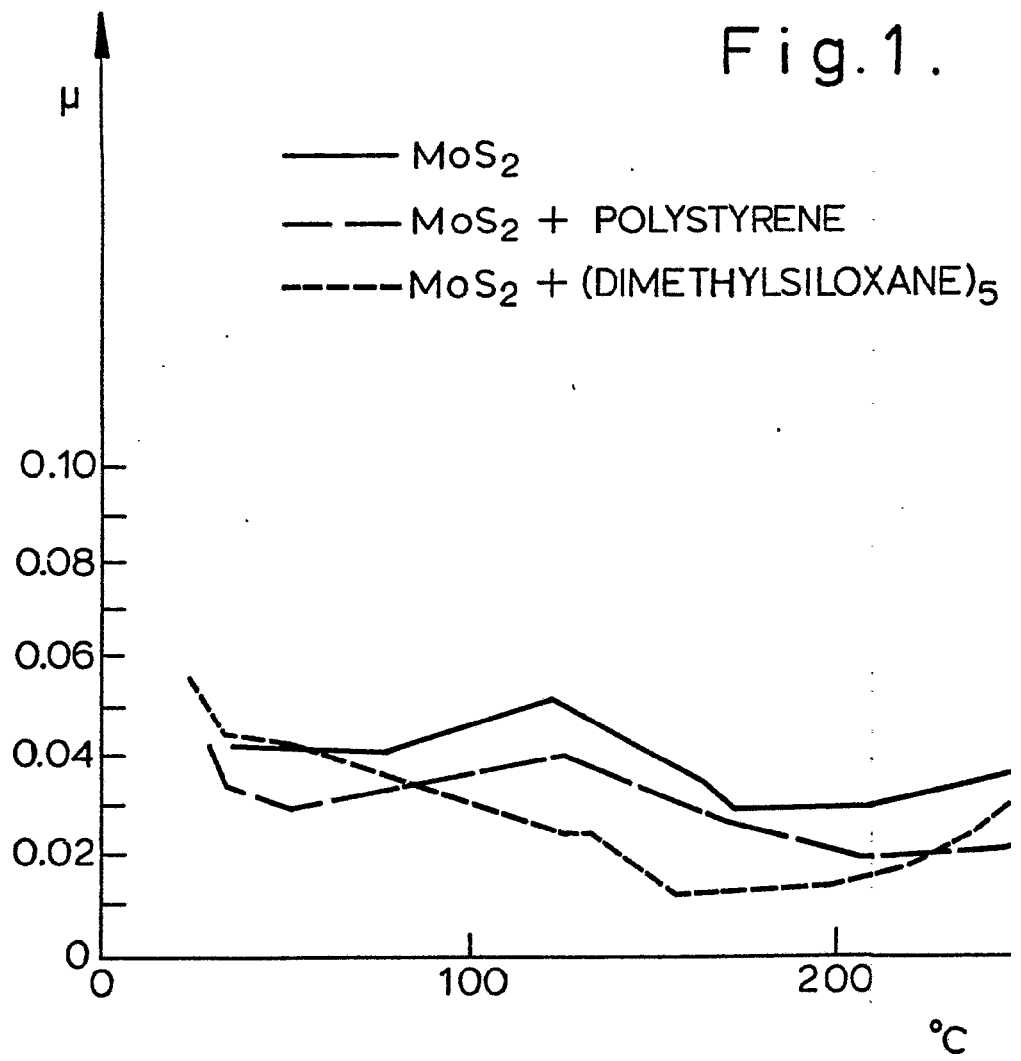
25

30



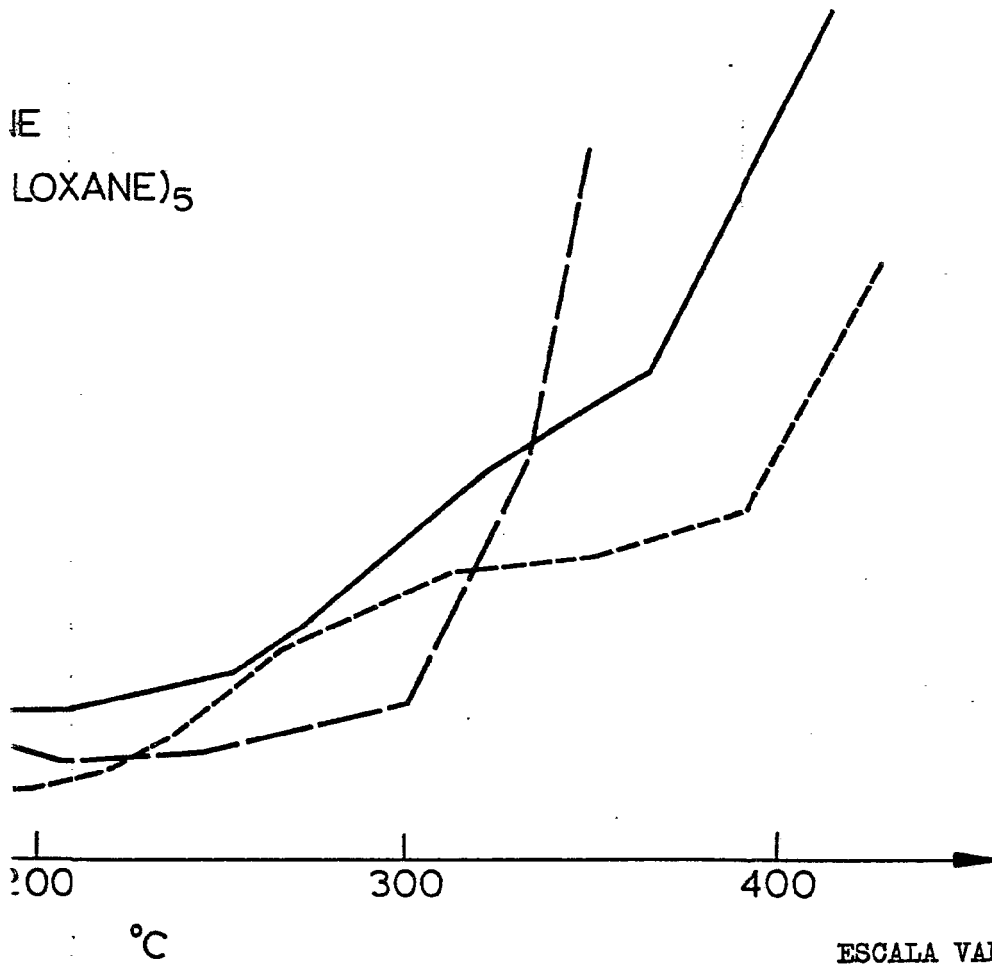
ESCALA VARIABLE
Madrid, 2 de julio de 1.976
BERNARDO URGELI
D.P.

Fig.1.



g.1.

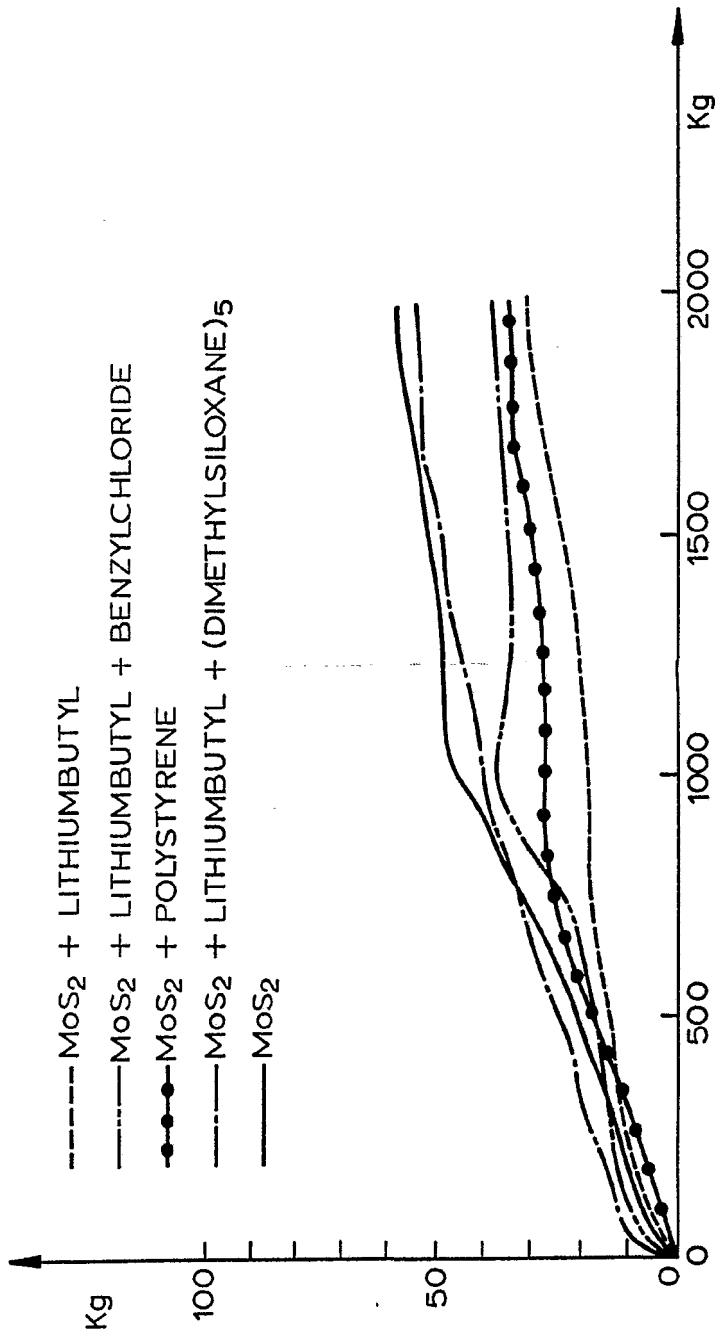
IE
LOXANE)₅



ESCALA VARIABLE
Madrid, 2 de julio de 1.976

BERNARDO UNGRIA
D.P.

Fig. 2.



ESCALA VARIABLE.
Madrid, 2 de Julio de 1.976
BERNARDO UNGRÍA
P.P.

Fig. 2.

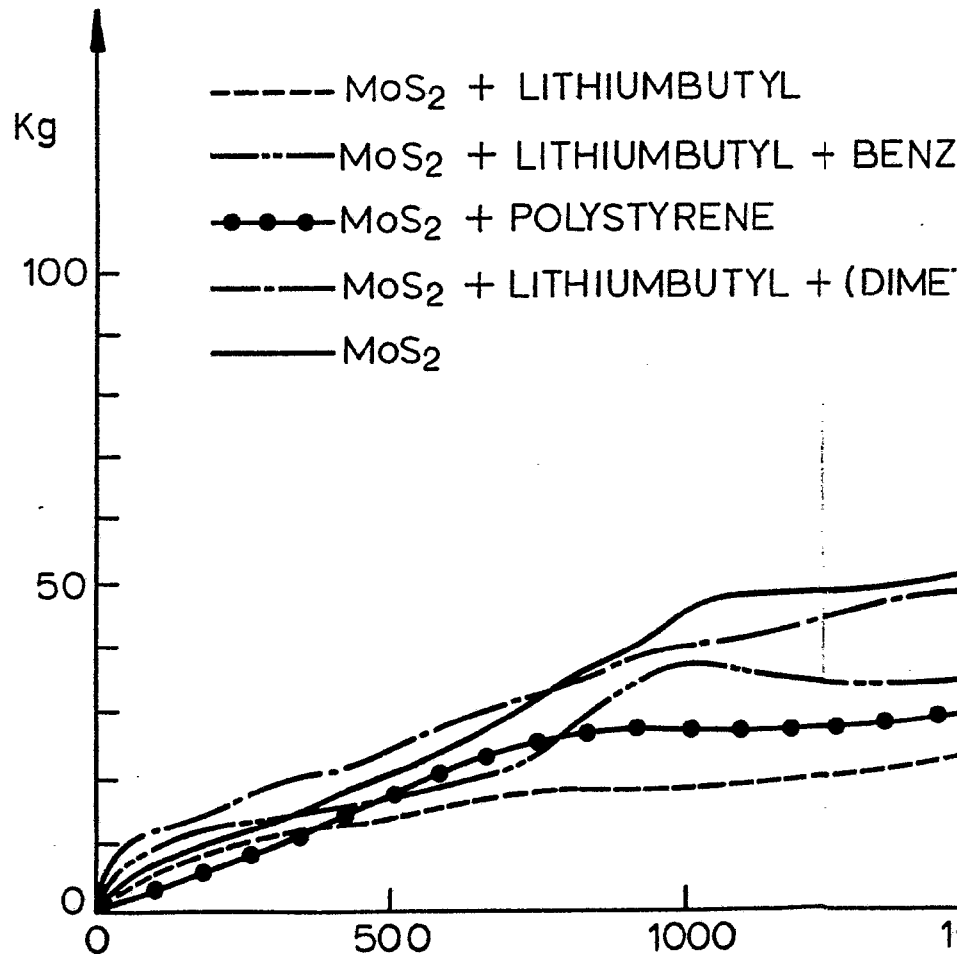
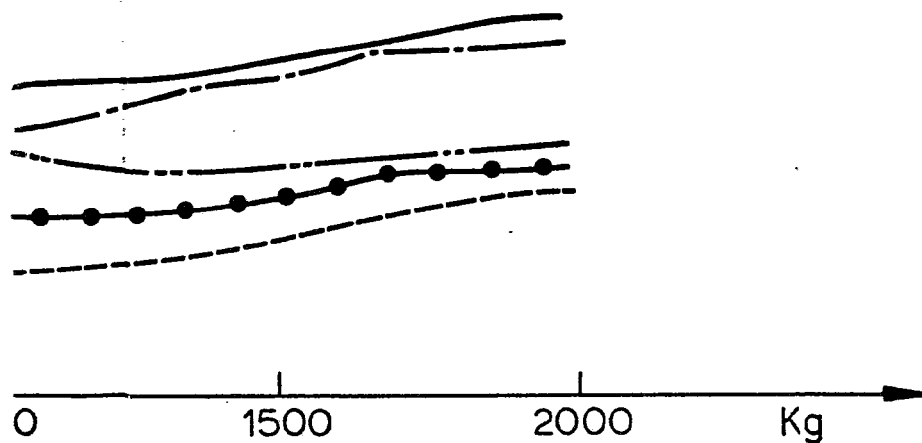


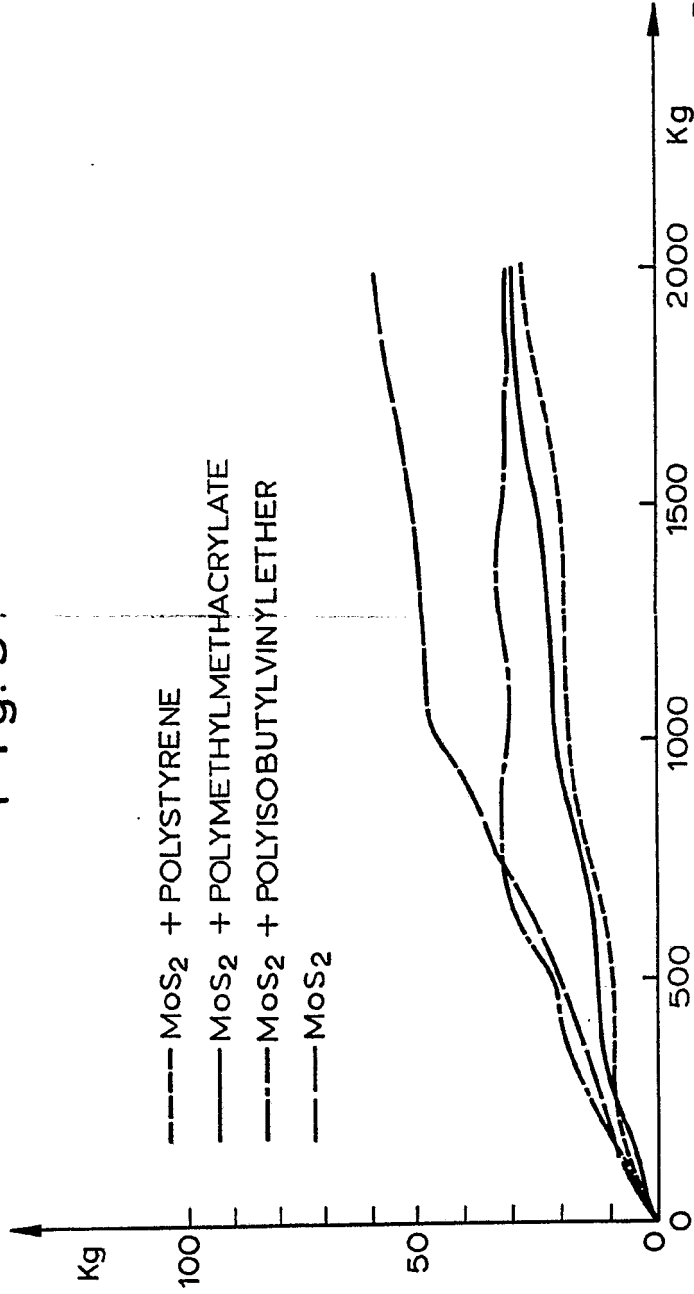
Fig. 2.

JTYL
JTYL + BENZYLCHLORIDE
INE
TYL + (DIMETHYLSILOXANE)₅



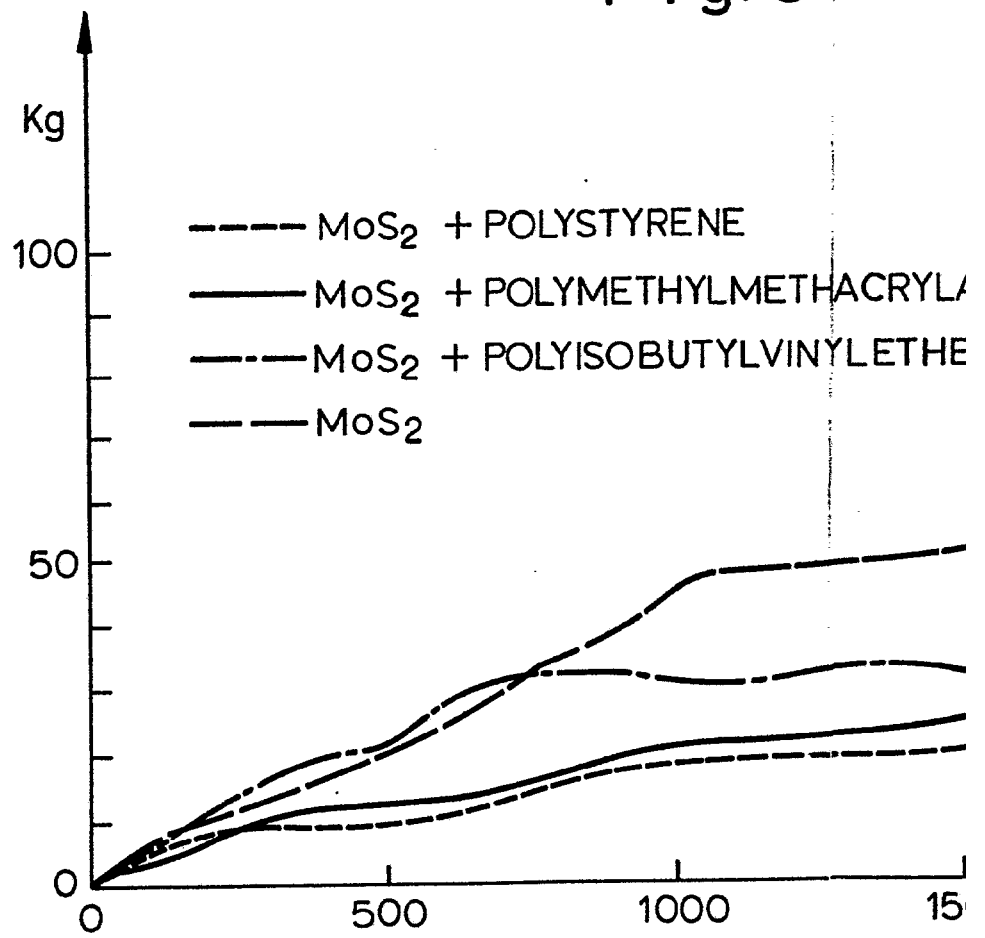
ESCALA VARIABLE
Madrid, 2 de julio de 1.976
BERNARDO UNGRIA
P.P.

Fig. 3:



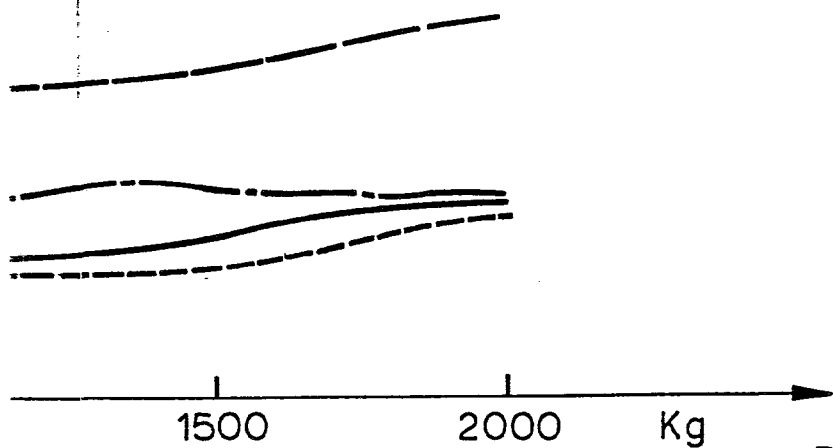
ESCALA VARIABLE
Madrid, 2 de julio de 1.976
BERNARDO UNGRIA
P.P.

Fig. 3



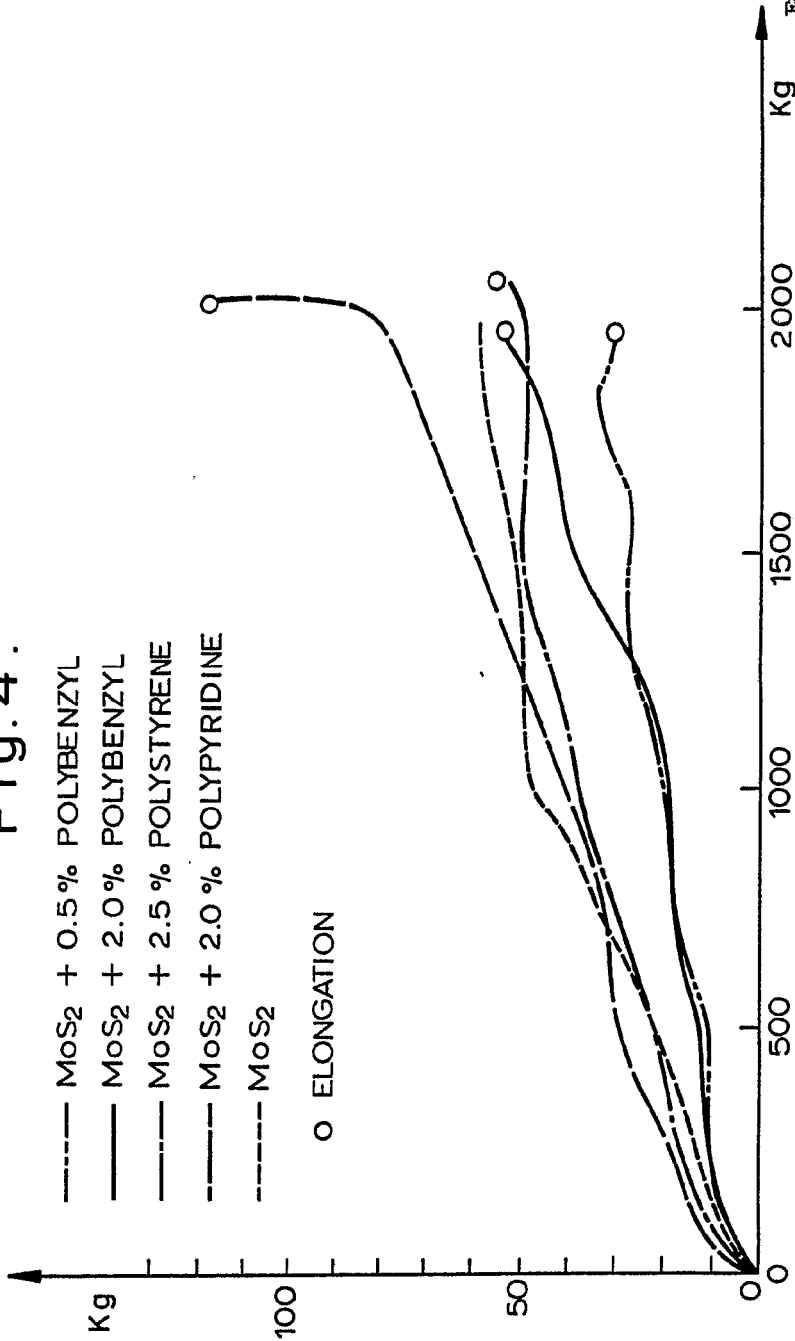
3.

ETHACRYLATE
VINYLETHER



ESCALA VARIABLE
Madrid, 2 de julio de 1.976
BERNARDO UNGRIA
P.P.

Fig. 4.

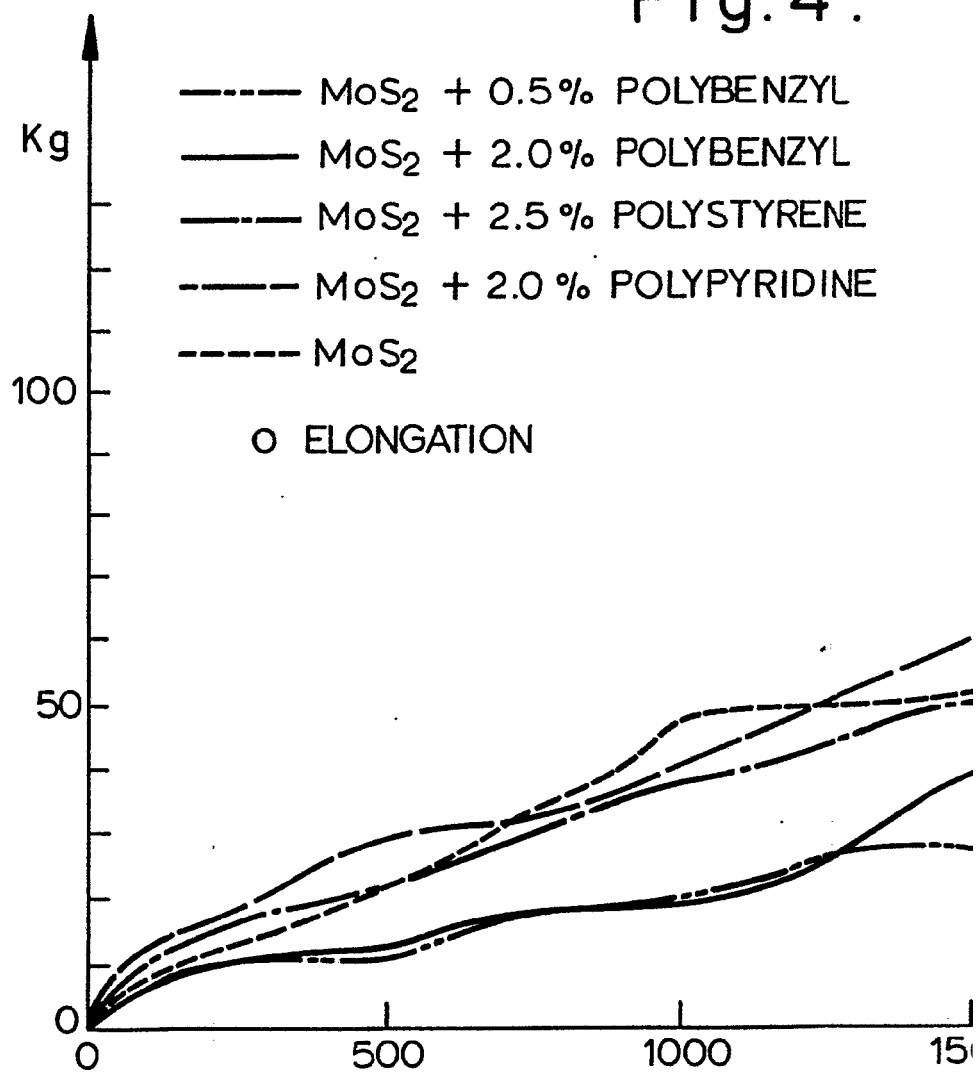


ESCALA VARIABLE
Madrid, 2 de julio de 1.976

BERNARDO UNGRIA

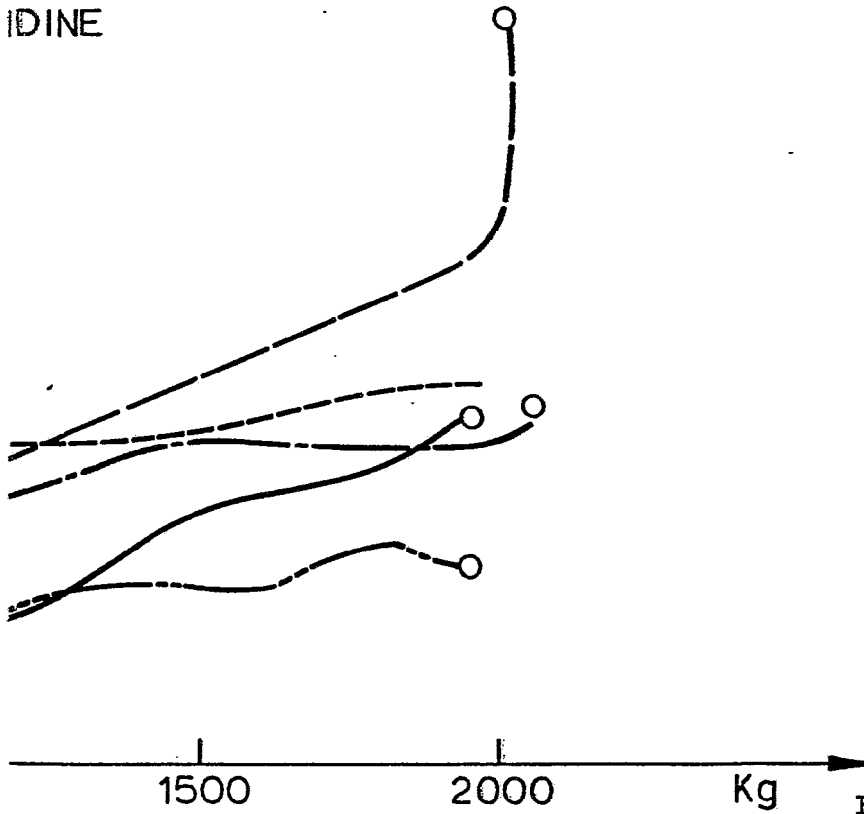
P.F.S.
[Signature]

Fig. 4.



4 .

ZYL
ZYL
RENE
IDINE

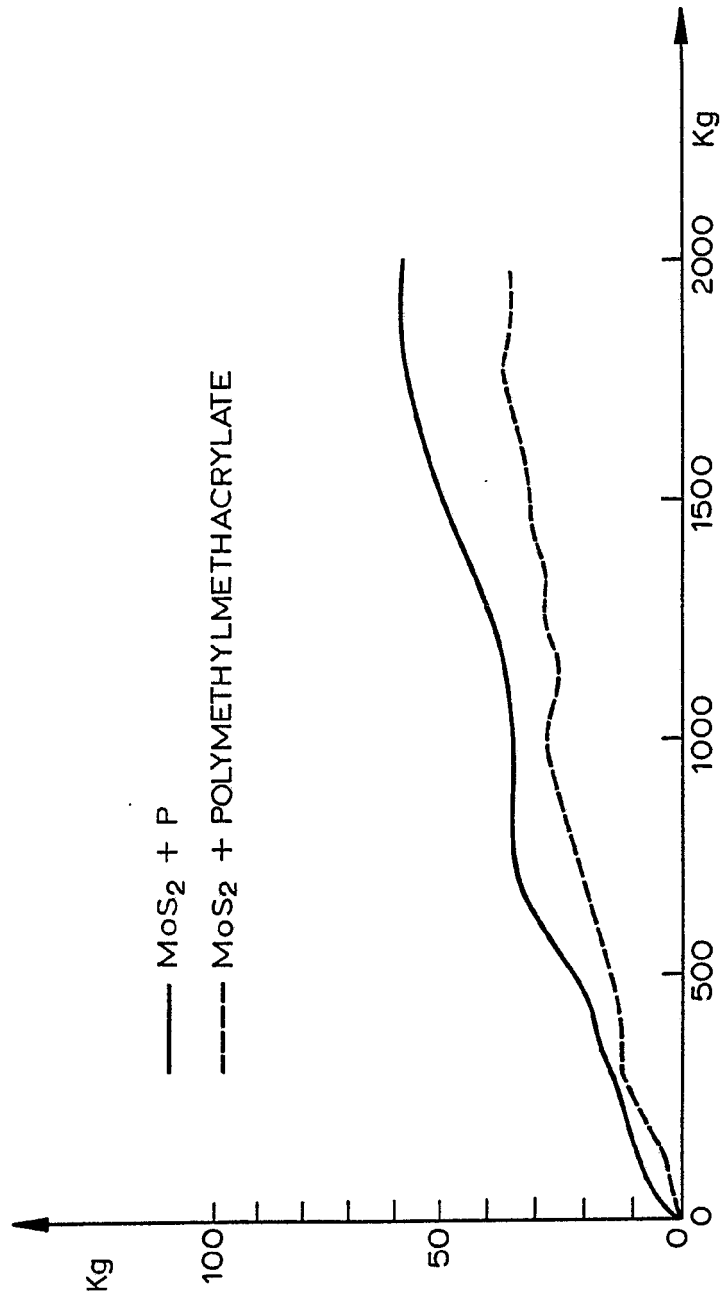


ESCALA VARIABLE
Madrid, 2 de julio de 1.976

BERNARDO UNGRIA

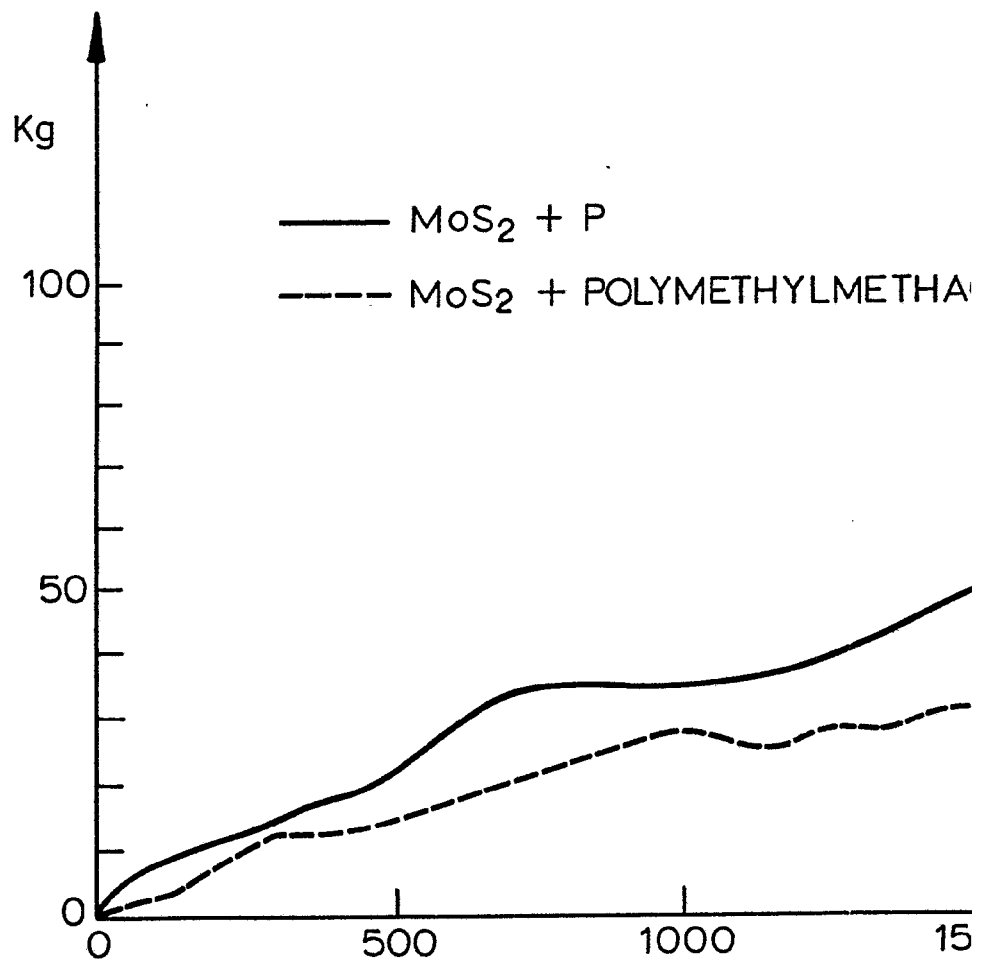
P.E.

Fig.5.



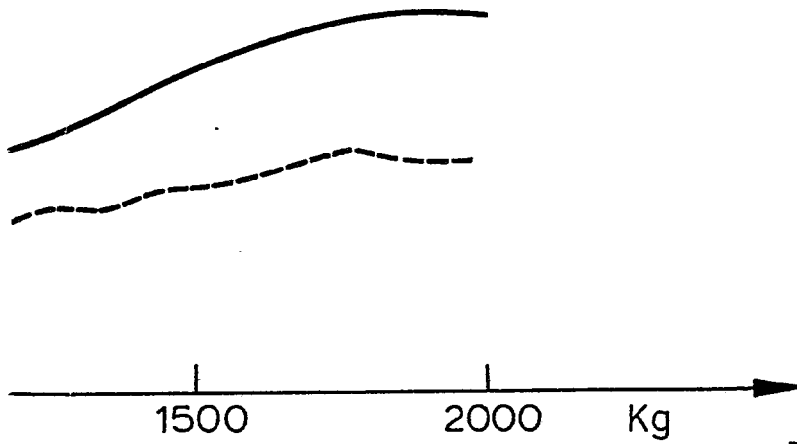
ESCALA VARIABLE
Madrid, 2 de julio de 1.976
BERNARDO UNGRIA
P.P.

Fig. 5.

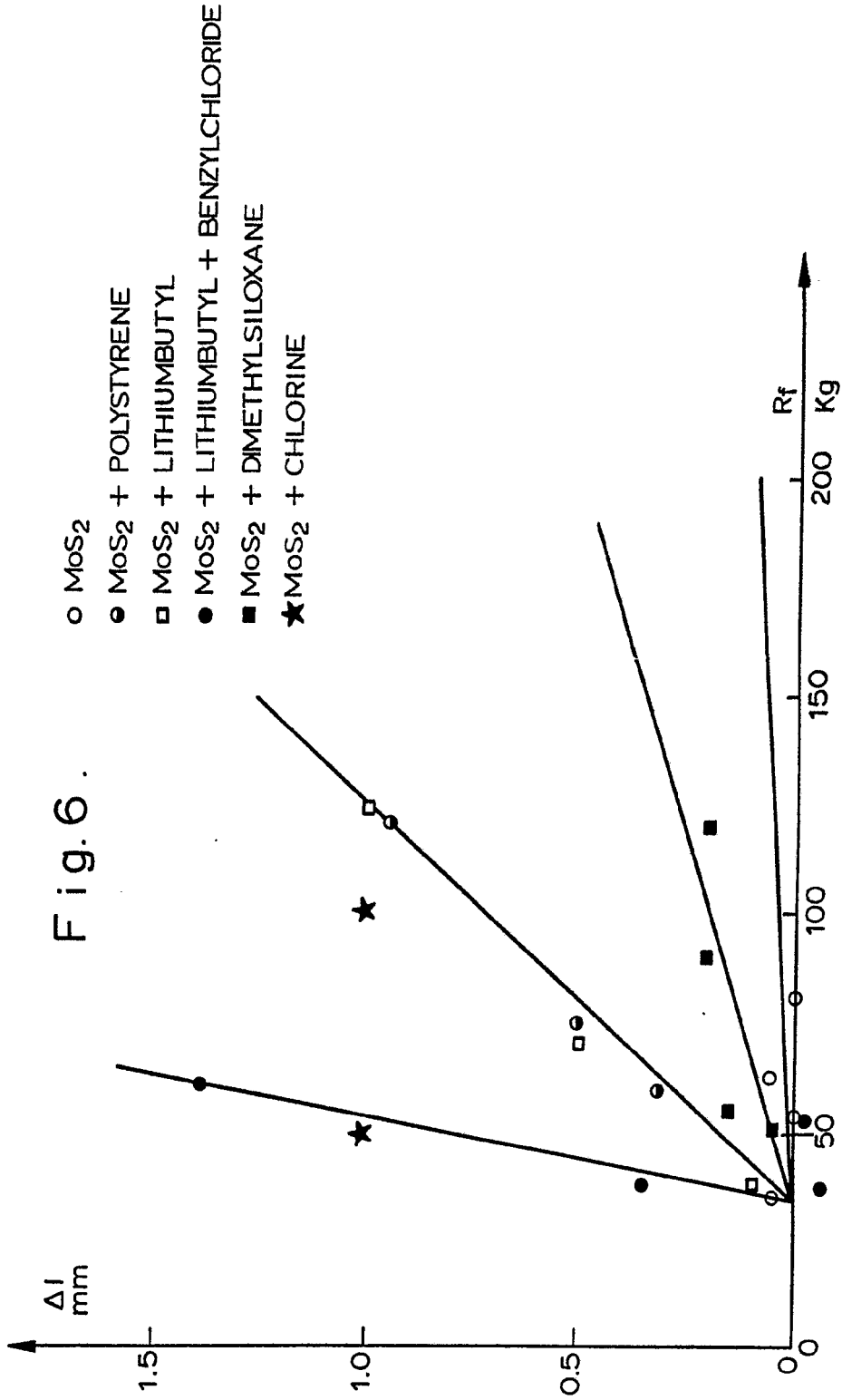


5.

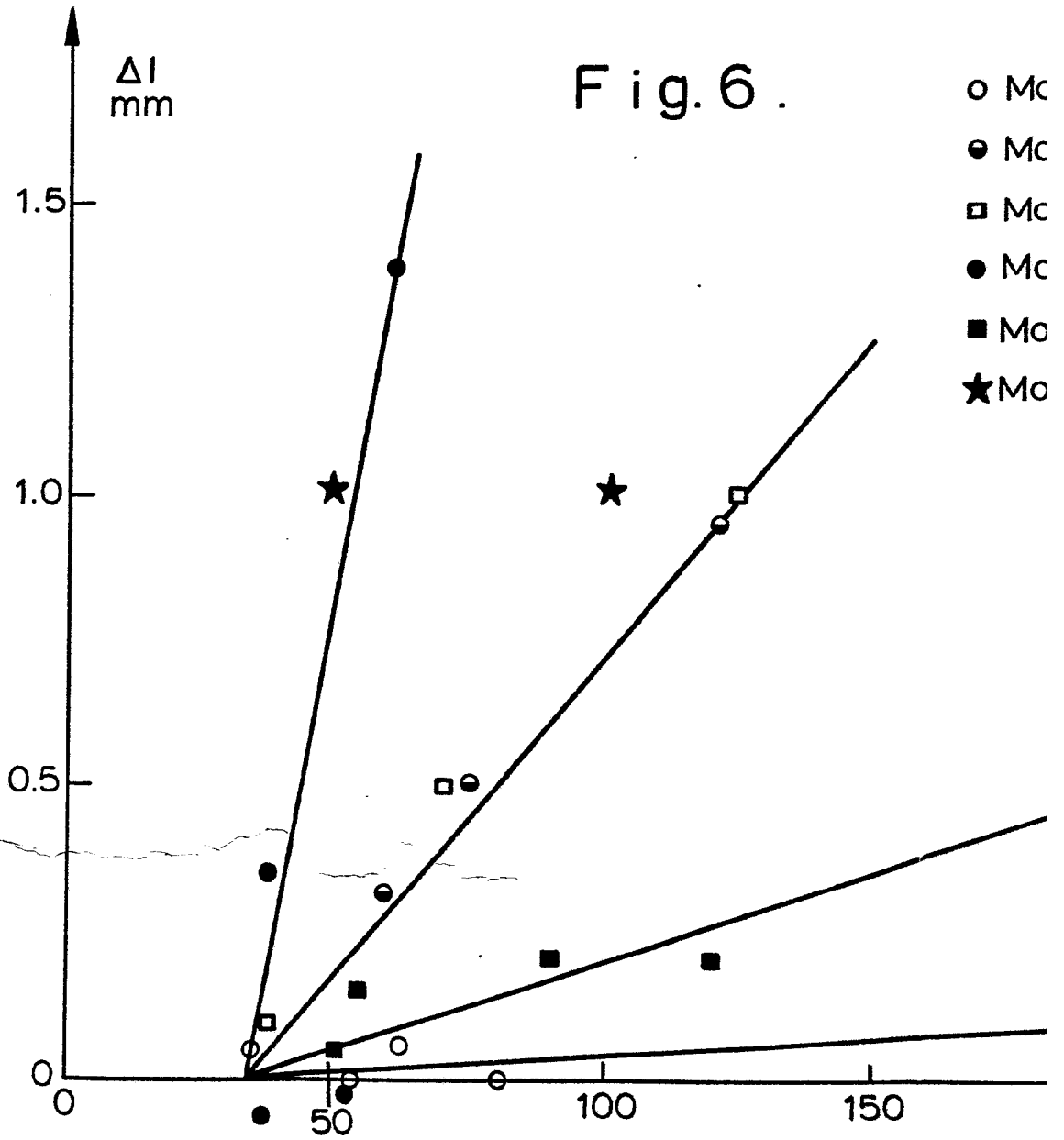
METHACRYLATE



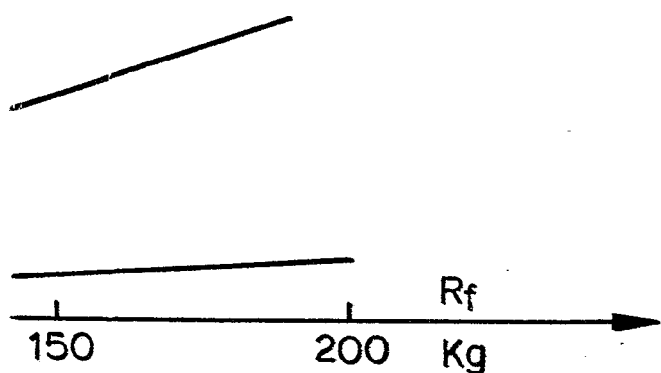
ESCALA VARIABLE
Madrid, 2 de julio de 1.976
BERNARDO UNGRIA
P.P.



ESCALA VARIABLE
 Madrid, 2 de Julio de 1.976
 BERNARDO UNGRIA
 P.P.



- MoS₂
- MoS₂ + POLYSTYRENE
- MoS₂ + LITHIUMBUTYL
- MoS₂ + LITHIUMBUTYL + BENZYLCHLORIDE
- MoS₂ + DIMETHYLSILOXANE
- ★ MoS₂ + CHLORINE



ESCALA VARIABLE
Madrid, 2 de julio de 1.976

BERNARDO UNGRIA
P.P.