

EXAMEN EUROPEEN DE QUALIFICATION 2008

EPREUVE B CHIMIE

Cette épreuve contient :

- | | |
|---------------------------------|--------------------|
| * Annexe 1
Demande de brevet | 2008/B(Ch)/f/1-7 |
| * Annexe 2
Communication | 2008/B(Ch)/f/8-9 |
| * Annexe 3
Document 1 | 2008/B(Ch)/f/10 |
| * Annexe 4
Document 2 | 2008/B(Ch)/f/11-15 |

Annexe 1 (Demande de brevet)

Composition de graisse pour joints homocinétiques et méthode pour sa préparation

- 5 La présente invention porte sur une composition de graisse lubrifiante pour joints homocinétiques, en particulier ceux utilisés dans les véhicules modernes, sur une méthode de préparation de la graisse, et sur des joints homocinétiques remplis de ladite composition de graisse.
- 10 Les conditions auxquelles doivent satisfaire les lubrifiants dans les systèmes de transmission de puissance des véhicules modernes ont changé du fait de l'accroissement exponentiel de la demande de véhicules à traction avant et à quatre roues motrices (4x4) pendant les dernières années. Dans ces véhicules, des joints homocinétiques sont utilisés. Les joints homocinétiques constituent un type particulier
- 15 de couplage universel, capable de transmettre un entraînement, à vitesse de rotation constante, entre le dernier engrenage de réduction et un essieu en contact avec le sol.

Les lubrifiants sont utilisés pour réduire la friction et l'usure entre des surfaces en mouvements. Ils peuvent être huileux, graisseux ou solides, en fonction de l'usage

20 auquel ils sont destinés. Les huiles lubrifiantes sont utilisées dans les moteurs, dans les systèmes hydrauliques et les engrenages, où il est impératif que la viscosité de l'huile soit suffisamment basse pour rester fluide à toutes les températures de fonctionnement.

Les graisses sont des huiles lubrifiantes épaissies, maintenues en place de par leur

25 viscosité élevée obtenue à l'aide d'épaississants. Elles sont utilisées dans les roulements, les joints et, en général, dans les applications où il est essentiel que le lubrifiant reste sur l'objet lubrifié.

Un problème qui se pose avec les joints homocinétiques est qu'ils doivent transmettre la

30 puissance du moteur aux roues, qu'ils doivent effectuer des mouvements compliqués pendant une période de temps prolongée, et ceci sans provoquer ni bruits, ni vibrations.

Pour supporter de grands écarts de températures et pour protéger le métal ou les autres surfaces contre l'usure, des additifs anti-usure sont nécessaires afin que les pièces puissent fonctionner longtemps dans des conditions rigoureuses, sans s'user.

- 5 La composition de graisse selon la présente invention renferme une quantité majoritaire d'huile de base lubrifiante. L'huile de base lubrifiante est typiquement une huile minérale d'hydrocarbure, mais n'importe quelle autre huile de base lubrifiante synthétique ou naturelle appropriée peut être utilisée. Des exemples d'huiles de base synthétiques sont les polyalpha-oléfines, les alkylbenzènes et les huiles à base de polyolesters. Les huiles
10 naturelles sont représentées par les huiles végétales et animales (également connues sous le terme "triglycérides") mais, comme elles s'oxydent, elles sont moins préférées.

- L'épaississant utilisé dans la présente invention est conventionnel : il peut s'agir d'un épaississant à base de savon de lithium, d'un épaississant à base de savon complexe
15 ou d'un épaississant à base de diurée. Les épaississants à base de savon de lithium sont dérivés de sels de lithium d'acides hydroxycarboxyliques, comme par exemple le sel de lithium de l'acide 12-hydroxystéarique. Les épaississants à base de savon complexe sont dérivés des sels de métaux alcalins ou de métaux alcalinoterreux. Les sels de lithium ou de calcium d'un mélange d'acides hydroxycarboxyliques et
20 dicarboxyliques (tels que l'acide azélaïque) conviennent. Les épaississants à base de diurée sont dérivés des produits de la réaction entre les diisocyanates aromatiques et les amines, notamment des produits de la réaction entre le 4,4'-diisocyanate de diphénylméthane (DMI) et des alkylamines, arylamines ou cycloalkylamines telles que les octylamines, l'aniline (une arylamine) ou les cyclohexylamines.

Comme additifs anti-usure, on utilise des sels métalliques des acides dialkyldithiophosphoriques et dialkyldithiocarbamiques, ou un mélange de ceux-ci. Parmi les sels métalliques particulièrement utiles, on retiendra les sels de molybdène et les sels de zinc. Les sels métalliques doivent impérativement être liposolubles. En règle
5 générale, les sels métalliques des acides mentionnés ci-dessus dont les groupes alkyles possèdent entre 8 et 18 atomes de carbone sont liposolubles. Les sels métalliques forment des complexes avec les surfaces métalliques aux hautes températures causées par le friction due au mouvement, développant ainsi une pellicule superficielle protectrice sur la surface métallique. Les sels métalliques des acides dialkyldithio-
10 phosphoriques et dialkyldithiocarbamiques utilisables sont désignés par des abréviations, comme : MoDTP, ZnDTP, MoDTC et ZnDTC. Une combinaison de deux ou plusieurs de ces additifs est de préférence utilisée.

Il est également avantageux d'adjoindre un additif anti-usure sans cendre contenant du
15 phosphore, de préférence un phosphite aromatique tel que le triphénylphosphite (TPP). On entend par composé sans cendre un composé qui ne contient pas de résidus formant des cendres tels que les métaux.

Typiquement, la graisse comprendra les composés suivants : de 5 à 30% en poids
20 d'épaississant ; de 0,5 à 10% en poids d'additifs anti-usure à composante métallique ; jusqu'à 5% en poids d'additifs anti-usure sans cendre et le reste en huile de base.

De par la combinaison des additifs et des épaississants selon l'invention, des graisses utilisables dans les joints homocinétiques sont obtenues, qui sont particulièrement
25 stables à la température, ont un faible coefficient de friction et un faible niveau de bruit.

Exemples

Préparation d'une graisse épaissie au savon de lithium

- 5 On mélange 2500 g d'une huile de base minérale à 500 g d'acide 12-hydroxystéarique. On ajoute à ce mélange une solution aqueuse d'hydroxyde de lithium (50 %, 140 g) et on chauffe jusqu'à 180°C, en agitant, pendant 30 minutes. On ajoute ensuite 1930 g supplémentaires d'huile de base minérale au mélange et on ramène la température en dessous de 100°C, en agitant, jusqu'à obtenir une graisse à base de savon de
10 lithium (I).

Préparation d'un graisse épaissie au savon de lithium complexe

- On mélange 1000 g d'une huile de base minérale à 180 g d'acide 12-hydroxystéarique
15 et 60 g d'acide azélaïque. On ajoute à ce mélange une solution aqueuse d'hydroxyde de lithium (50 %, 110 g) et on chauffe jusqu'à 180°C, en agitant, pendant 30 minutes. On ajoute ensuite 705 g supplémentaires d'huile de base minérale au mélange et on ramène la température en dessous de 100°C, en agitant, jusqu'à obtenir une graisse à base de savon de lithium complexe (II).
20

Préparation d'une graisse épaissie à la diurée

- On introduit dans un premier récipient, 880 g d'une huile de base minérale et 118 g de 4,4'-diisocyanate de diphenylméthane, puis on chauffe le mélange à 80°C. Dans un
25 second récipient, on introduit 880 g d'une huile de base minérale et 122 g d'octylamine, puis on chauffe à 80°C. Ce mélange est alors ajouté à chaud, sous agitation, au mélange du premier récipient. On laisse ensuite réagir le mélange pendant 30 minutes, sous agitation suffisante et on chauffe à 160°C sous agitation, après quoi on le laisse refroidir jusqu'à obtenir une graisse à base de diurée (III).

D'autres graisses à base de diurée peuvent être préparées en utilisant l'aniline ou la cyclohexylamine, ou un mélange de celles-ci, dans des quantités équivalentes.

- Les additifs répertoriés dans le tableau ci-après ont été ajoutés, dans les pourcentages indiqués, aux graisses de base épaissies citées ci-dessus, puis mélangées et malaxées dans un mélangeur à cylindres pour ajuster la consistance du mélange de façon à obtenir les compositions de graisse de grade A. La même huile de base est utilisée dans chaque exemple.
- 5
- 10 On a ensuite mesuré le coefficient de friction moyen et la marque d'usure (en mm) au moyen du test SRV reconnu internationalement. Des coefficients de friction au-dessous de 0,05 dénotent une très bonne résistance à la friction. Des marques d'usure au-dessous de 0,5 mm sont acceptables et dénotent une bonne résistance à l'usure ; des valeurs inférieures indiquent des performances encore meilleures. On a rempli des joints
- 15 homocinétiques avec les graisses puis on les a testés quant au bruit, dans des conditions reconnues internationalement (échelle de 0 à 5,0 ; 0 = aucun bruit ; 5 = haut niveau de bruit) et quant aux vibrations (fortes/moyennes/faibles/nulles). Ce test équivaut à conduire 10000 km dans un véhicule à 4 roues motrices.

Tableau

	Exemples :						
	1	2	3	4	5	6	7
Graisse au savon de Li (I)	96	95					
Graisse au savon de Li complexe (II)			96	95			
Graisse à base de diurée (III)					96	95	96*
MoDTC	2	2	2	2	2	2	2
ZnDTP	2	2	2	2	2	2	1
TPP		1		1		1	1
Coefficient de friction	0,040	0,035	0,037	0,035	0,036	0,031	0,032
Marque d'usure (mm)	0,45	0,43	0,47	0,45	0,43	0,40	0,41
Bruit	2	2	3	2	1	0	1
Vibrations	faibles	nulles	moyennes	faibles	nulles	nulles	nulles

* graisse de diurée préparée à partir d'un mélange aniline/cyclohexylamine en quantités équivalentes

5

Une graisse disponible dans le commerce ayant un sel de lithium comme épaississant et le disulfure de molybdène (MoS₂) comme additif, a donné les résultats suivants pour le même test: coefficient de friction : 0,05 ; marque d'usure : 0,51 mm ; bruit : 5 ; vibrations : moyennes à fortes.

10

Les exemples qui précèdent montrent que l'on peut obtenir des graisses à faible friction, à faible usure et à faible niveau de bruit. Ceci est particulièrement avantageux dans les joints homocinétiques. La durée de vie des joints homocinétiques des véhicules modernes s'en trouve augmentée.

Revendications

1. Composition de graisse comprenant une huile lubrifiante de base, un épaississant et au moins un additif, caractérisée en ce que l'additif est choisi parmi les sels métalliques d'acide dialkyldithiophosphorique et les sels métalliques d'acide dialkyldithiocarbamique, ou un mélange de ceux-ci.
2. Composition de graisse selon la revendication 1, où le sel métallique d'acide dialkyldithiophosphorique et le sel métallique d'acide dialkyldithiocarbamique est un ou plusieurs des composés suivants : MoDTP, ZnDTP, MoDTC, ZnDTC.
3. Composition de graisse selon les revendications 1 ou 2, comprenant également du triphénylphosphite (TPP).
4. Composition de graisse selon les revendications 1 à 3, où l'épaississant est un épaississant à base de savon de lithium, un épaississant à base de savon de lithium complexe ou un épaississant à base de diurée.
5. Méthode de préparation d'une composition de graisse selon la revendication 4, comprenant les étapes suivantes :
 - a) faire réagir sous chauffage un acide hydroxycarboxylique ou un mélange d'acides hydroxycarboxyliques et d'acides dicarboxyliques dans une huile lubrifiante de base avec de l'hydroxyde de lithium pour produire une graisse, ou faire réagir sous chauffage un isocyanate aromatique avec une alkylamine, une arylamine ou une cycloalkylamine pour produire une graisse ; et
 - b) ajouter les additifs à la composition de graisse comprenant l'épaississant et malaxer la graisse pendant un temps suffisant pour obtenir une composition de graisse homogène.
6. Joint homocinétique rempli d'une composition de graisse selon l'une quelconque des revendications 1 à 4.

Annexe 2 (Communication)

Le document 1 divulgue des compositions de graisse qui contiennent de préférence un épaississant à base de diurée et un additif anti-usure, notamment le ZnDTP et le TPP (cf. paragraphes 2-4). L'objet des revendications 1 à 4 n'est donc pas nouveau par rapport à D1(article 52(1), 54(1) et (2) CBE).

Le document 2 (cf. revendications 3 et 5 ; page 1, dernier paragraphe ; exemples) divulgue une composition de graisse qui comprend une huile de base, un épaississant et, comme additifs, un ou plusieurs sels métalliques d'acide dialkyldithiophosphorique ou d'acide dialkyldithiocarbamique, choisis parmi le MoDTC ou le ZnDTP. L'épaississant est un savon de lithium ou un savon de lithium complexe, cf. tableau de D2. La préparation de la graisse y est également divulguée ainsi que son utilisation dans les joints homocinétiques de type Rzeppa, de sorte que l'objet des revendications 1, 2, 4 à 6 n'est pas nouveau (article 52(1), 54(1) et (2) CBE). Il est à noter que D2 aussi fait référence à une graisse épaissie au savon de lithium comprenant un additif sans cendre, le TPP (cf. tableau).

Toute revendication indépendante doit spécifier la totalité des éléments techniques nécessaires pour définir l'invention (Directives, C-III, 4.5). Les revendications ne satisfont pas ici aux exigences de l'article 84 CBE puisque d'après le premier paragraphe de la page 3, les additifs doivent être liposolubles. Il manque donc aux revendications les éléments essentiels à la solution du problème qui est à la base de l'invention.

Si le demandeur souhaite maintenir sa demande, il importe de déposer de nouvelles revendications prenant en compte les objections susdites. Ces nouvelles revendications devront satisfaire aux exigences de la CBE en matière de clarté, de nouveauté, d'activité inventive et au besoin d'unité (articles 54, 56, 82 et 84 CBE). Les modifications éventuelles ne devront pas non plus étendre l'objet au-delà du contenu de la demande telle qu'elle a été déposée (article 123(2) CBE).

La lettre de réponse expliquera en quoi les nouvelles revendications diffèrent de l'état antérieur de la technique des documents 1 et 2, et en quoi cette différence est significative. Le problème technique à la base de l'invention compte tenu de l'état de la technique le plus proche et la solution apportée à ce problème doivent pouvoir se déduire facilement de la déclaration du demandeur (règle 42(1)c) CBE et Directives OEB, C-IV, 11.7).

Pour faciliter l'examen quant à la question de savoir si les nouvelles revendications étendent l'objet au-delà du contenu de la demande telle qu'elle a été déposée, le demandeur est prié d'indiquer où exactement, dans les documents de la demande, les modifications trouvent leur fondement (article 123(2) CBE).

Annexe 3 (Document 1)

Composition de graisse pour montres suisses (Revue des Horlogers)

5 Les montres sont des instruments de haute précision. Presque toutes les montres doivent être lubrifiées. Si la lubrification ne remplit pas son rôle, le mécanisme risque de s'endommager et certaines pièces métalliques devront être remplacées. La fiabilité croissante des montres modernes est surtout due à la meilleure qualité des lubrifiants qui y sont utilisés. Les besoins en lubrification varient en fonction du type de montres.

10

Les compositions lubrifiantes à base d'huile épaissies, aussi appelés graisses, sont des lubrifiants efficaces qui conviennent parfaitement aux montres-bracelets. Pour réduire l'usure au maximum, un additif anti-usure, comme le ZnDTP, est ajouté à la graisse. Il est également recommandé de combiner cet additif avec le TPP, additif anti-usure sans

15 cendre.

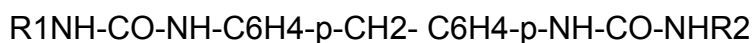
Pour obtenir un épaississant au savon de lithium, on fait réagir, à température élevée, l'acide 12-hydroxystéarique avec de l'hydroxyde de lithium, puis on malaxe pour homogénéiser la graisse.

20

Pour obtenir un épaississant à base de savon de lithium complexe, on fait réagir, à température élevée, l'hydroxyde de lithium avec un mélange d'acide 12-hydroxystéarique et d'un acide dicarboxylique tel que l'acide azélaïque ou sébacique, puis on malaxe pour homogénéiser.

25

Un épaississant à base de diurée répondant à la formule



30 (où R1 et R2 peuvent être identiques ou différentes et sont choisis parmi les groupes alkyle, aryle or cycloalkyle possédant un nombre de d'atomes de carbone de 8 à 10) est formé par réaction, à température élevée, du 4,4'-diisocyanate de diphenylméthane avec une alkylamine, une arylamine, une cycloalkylamine ou un mélange de celles-ci, puis malaxé.

35

Les épaississants à base de diurée sont préférables en raison de leur stabilité dans le temps et de leur couleur vive.

Annexe 4 (Document 2)

La présente invention a trait à une composition de graisse lubrifiante pour véhicules, et en particulier pour automobiles. Les graisses sont des compositions lubrifiantes
5 épaissies comprenant de l'huile de base, de l'épaississant, et des additifs.

Les graisses sont utilisées dans les joints homocinétiques. Les joints homocinétiques constituent un type particulier de couplage universel capable de transmettre un entraînement, à vitesse de rotation constante, entre le dernier engrenage de réduction
10 et un essieu en contact avec le sol.

La graisse selon l'invention est utilisée dans les joints homocinétiques de type Rzeppa. Les inventeurs ont découvert qu'une composition de graisse à base d'épaississant au savon de lithium convenait particulièrement aux joints de type Rzeppa.
15

Les joints de type Rzeppa sont connus depuis longtemps. Pour les remplir, on a jusqu'ici utilisé des graisses au disulfure de molybdène (MoS₂). Le MoS₂ est un lubrifiant solide inorganique utilisé conjointement à un épaississant de graisse au savon de lithium pour protéger contre l'usure (nom commercial : MolyLi).
20

Dans les véhicules modernes, l'usure s'est accrue depuis que les véhicules modernes doivent supporter de lourdes charges à vitesses variables, pouvant entraîner une usure accélérée si les surfaces soumises à l'usure ne sont pas séparées par une pellicule lubrifiante. Des additifs anti-usure très efficaces sont utilisés dans les compositions
25 d'huiles pour moteurs et engrenages. Il s'agit typiquement de complexes organiques contenant un métal, par exemple, les sels métalliques d'acides dialkyldithio-phosphoriques et dialkyldithiocarbamiques, dont les groupes alkyles ont typiquement de 4 à 22 atomes de carbone.

30 L'invention utilise des compositions de graisse comprenant une huile lubrifiante de base, un épaississant au savon de lithium ou au savon de lithium complexe, et un additif anti-usure choisi parmi les dialkyldithiophosphates (DTP) métalliques et les dialkyldithiocarbamates (DTC) métalliques, représentés par le ZnDTP et le MoDTC.

Les graisses à base d'épaississant au lithium sont utiles à des températures pouvant aller jusqu'à 230°C. L'additif anti-usure sert à former une réelle couche protectrice efficace sur les surfaces soumises à l'usure. En combinant l'épaississant au savon de lithium avec l'additif anti-usure, on protège le joint contre une usure excessive, même à
5 des températures et charges élevées.

La présente invention résout donc le problème posé par l'usure des joints homocinétiques tels que les joints de type Rzeppa.

10 Exemples

Préparation d'une graisse épaissie au savon de lithium

On mélange 1250 g d'une huile de base minérale à 250 g d'acide 12-hydroxystéarique.
15 On ajoute à ce mélange une solution aqueuse d'hydroxyde de lithium (50 %, 70 g) et on chauffe jusqu'à 180°C, en agitant, pendant 30 minutes. On ajoute ensuite 965 g supplémentaires d'huile de base minérale au mélange et on ramène la température en dessous de 100°C, en agitant, jusqu'à obtenir une graisse à base de savon de lithium (I).

20

Préparation d'une graisse épaissie au savon de lithium complexe

On mélange 500 g d'une huile de base minérale à 90 g d'acide 12-hydroxystéarique et 30 g d'acide azélaïque. On ajoute à ce mélange une solution aqueuse d'hydroxyde de
25 lithium (50 %, 55 g) et on chauffe jusqu'à 180°C, en agitant, pendant 30 minutes. On ajoute ensuite 352 g supplémentaires d'huile de base minérale au mélange et on ramène la température en dessous de 100°C, en agitant, jusqu'à obtenir une graisse à base de savon de lithium complexe (II).

30 Les additifs répertoriés ci-dessous ont été ajoutés aux graisses de base au lithium, dans les quantités indiquées dans le tableau, puis mélangés et malaxés dans un mélangeur à cylindres pour ajuster la consistance du mélange de façon à obtenir les compositions finales de graisse de grade A.

ZnDTP : dialkyldithiophosphate de zinc (alkyle ayant de 8 à 10 atomes de carbone)

MoDTC : dialkyldithiocarbamate de molybdène (alkyle ayant de 8 à 10 atomes de carbone)

TPP : triphénylphosphite

5 MoS₂ : disulfure de molybdène (comme dans MolyLi)

On a ensuite mesuré le coefficient de friction moyen et la marque d'usure (en mm) au moyen du test SRV reconnu internationalement. Des coefficients de friction au-dessous de 0,05 dénotent une très bonne résistance à la friction, des marques d'usure au-

10 dessous de 0,5 mm sont acceptables et dénotent une bonne résistance à l'usure, les valeurs inférieures indiquant des performances encore meilleures.

Tableau

	Exemples :							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Graisse au savon de Li	96	96	96	96				
Graisse au savon de Li complexe					96	96	96	96
MoS ₂	4							4
MoDTC		4			4			
ZnDTP			4			4		
TPP				4			4	
Coefficient de friction	0,050	0,048	0,047	0,049	0,047	0,046	0,048	0,051
Marque d'usure (mm)	0,51	0,50	0,49	0,53	0,50	0,48	0,52	0,51

Les exemples montrent que les graisses qui combinent, selon l'invention, un épaississant au savon de lithium ou au savon de lithium complexe et un additif anti-usure constitué d'un complexe organique à composante métallique, réduisent la friction et préviennent l'usure : ces graisses conviennent particulièrement à une utilisation dans les joints homocinétiques. Il est également envisagé de pouvoir utiliser conjointement plus d'un des complexes métalliques.

Revendications

1. Composition de graisse comprenant une huile lubrifiante de base, un épaississant et des additifs, caractérisée en ce que l'additif est un complexe organique contenant un métal.
2. Graisse selon la revendication 1 dans laquelle l'épaississant est un épaississant à base de savon de lithium ou un épaississant à base de savon de lithium complexe.
3. Composition de graisse selon la revendication 1, dans laquelle le complexe organique comprend un ou plusieurs sels métalliques d'acide dialkyldithiophosphorique ou d'acide dialkyldithiocarbamique.
4. Composition de graisse selon la revendication 3 dans laquelle les groupes alkyles du complexe organique ont entre 4 et 22 atomes de carbone.
5. Composition de graisse selon la revendication 4, dans laquelle le complexe métallique est le MoDTC ou le ZnDTP.
6. Méthode de préparation d'une composition de graisse selon les revendications 1 à 3 comprenant les étapes suivantes :
 - a) faire réagir, dans de l'huile minérale, à température élevée, un acide hydroxycarboxylique ou un mélange d'acides hydroxycarboxyliques et d'acides dicarboxyliques avec de l'hydroxyde de lithium pour faire une graisse; et

- b) ajouter les additifs à la composition de graisse comprenant l'épaississant et malaxer la graisse pendant un temps suffisant pour obtenir une composition de graisse homogène.
- 5 7. Utilisation de la composition de graisse des revendications 1 à 5 dans un joint homocinétique.

Copie de travail (à découper et coller)

Revendications

1. Composition de graisse comprenant une huile lubrifiante de base, un épaississant et au moins un additif, caractérisée en ce que l'additif est choisi parmi les sels métalliques d'acide dialkyldithiophosphorique et les sels métalliques d'acide dialkyldithiocarbamique, ou un mélange de ceux-ci.
2. Composition de graisse selon la revendication 1, où le sel métallique d'acide dialkyldithiophosphorique et le sel métallique d'acide dialkyldithiocarbamique est un ou plusieurs des composés suivants : MoDTP, ZnDTP, MoDTC, ZnDTC.
3. Composition de graisse selon les revendications 1 ou 2, comprenant également du triphénylphosphite (TPP).
4. Composition de graisse selon les revendications 1 à 3, où l'épaississant est un épaississant à base de savon de lithium, un épaississant à base de savon de lithium complexe ou un épaississant à base de diurée.
5. Méthode de préparation d'une composition de graisse selon la revendication 4, comprenant les étapes suivantes :
 - a) faire réagir sous chauffage un acide hydroxycarboxylique ou un mélange d'acides hydroxycarboxyliques et d'acides dicarboxyliques dans une huile lubrifiante de base avec de l'hydroxyde de lithium pour produire une graisse, ou faire réagir sous chauffage un isocyanate aromatique avec une alkylamine, une arylamine ou une cycloalkylamine pour produire une graisse ; et
 - b) ajouter les additifs à la composition de graisse comprenant l'épaississant et malaxer la graisse pendant un temps suffisant pour obtenir une composition de graisse homogène.
6. Joint homocinétique rempli d'une composition de graisse selon l'une quelconque des revendications 1 à 4.