



PATENTE DE INTRODUCCION.

=====

# *Memoria descriptiva*

*sobre*

"Un procedimiento perfeccionado para la fabricación  
"del caucho".

=====

Solicitantes: VULTEX LIMITED, residentes en: nº 20,  
Hill Street, St. Helier, Jersey,  
Islas del Canal de la Mancha.

=====

- El presente invento tiene por objeto ciertos perfeccionamientos relacionados con la fabricación de composiciones de caucho, y constituye una modificación del conocido procedimiento de fabricación de composiciones de caucho vulcanizado que se forman sometiendo el latex en estado fluido, es decir, sin coagular a vulcanización con azufre u otro agente vulcanizante, en condiciones tales que se evite toda coagulación, o por lo menos coagulación perceptible del caucho durante la vulcanización.
5. El presente invento se caracteriza esencialmente por el hecho de vulcanizar la mezcla de latex en las condiciones prescritas, empleando una temperatura inferior a la que ordinariamente rige en los métodos de vulcanización por vía caliente.
10. En su consecuencia, con arreglo al presente
- 15.



invento, el latex se vulcaniza sin necesidad de coagular previamente el caucho, y en condiciones tales que impidan puedan tener lugar este cambio durante la vulcanización.

- Con el fin de que el procedimiento resulte razonablemente expeditivo, la mezcla de latex comprende un agente acelerador activo de vulcanización. La naturaleza de este acelerador o activador y la proporción en que se emplee dependerá de las circunstancias, tales como la composición de la mezcla vulcanizable, el estado o grado de concentración del latex y la naturaleza de cualquier sustancia o elemento de conservación que este contenga; no obstante, las condiciones de trabajo en un caso cualquiera se podrán determinar fácilmente mediante un simple ensayo previo. Se podrá emplear, por ejemplo, ventajosamente una base orgánica nitrogenada, tal como la piperidina o sus derivados en la forma del acelerador preparado, con arreglo a la patente inglesa nº 170.682. No obstante, el invento no se limita al empleo de agente acelerador alguno determinado, pues se ha visto que pueden emplearse aceleradores activos, sean o no solubles en agua.

- La mezcla vulcanizable se podrá dejar en reposo a la temperatura ordinaria, o se podrá calentar a la del baño maría o a otra cualquier temperatura conveniente más baja que el punto usual de ebullición del agua, hasta que se haya efectuado la vulcanización. También se podrá iniciar el procedimiento a una temperatura sensiblemente normal, como por ejemplo, a 15º C próximamente, y acabar de realizar la vulcanización mediante subsiguiente aplicación de calor dentro del límite antedicho.

- Hay que evitar a toda costa la presencia de coagulantes del caucho en la mezcla de latex vulcanizable y con el fin de evitar la coagulación en el curso de la vulcanización, al latex u otra sustancia se le podrá dar carácter definitivamente alcalino o definitivamente básico antes del tratamiento. Siempre será preferible



122305

- 3 -

55. trabajar con mezclas determinadamente alcalinas o determinadamente básicas, si bien con latex fresco bastará con un grado muy bajo de alcalinidad y hasta podrá no ser necesario en determinados casos en que el latex manifieste escasa tendencia a la coagulación.

60. Al decir "determinadamente alcalino" o "determinadamente básico" queremos dar a entender que habrá de ser alcalino o no ácido ante un indicador apropiado el cual, desde luego se elegirá con arreglo al reactivo que se emplee para dar la basicidad de la mezcla.

65. El latex podrá ser tornado alcalino o básico mediante adición de amoníaco o de una base análoga, a la de la suficiente proporción de un acelerador tal como la piperidina, o en su defecto el álcali podrá ser un componente del agente de vulcanización tal, por ejemplo, como un polisulfuro alcalino. El latex se podrá diluir en agua antes de la vulcanización o preparación de la mezcla.

70. Algunos latex pueden ser trabajados a plena concentración, mientras que para otros podrá ser conveniente su mayor o menor grado de dilución en agua, como medio auxiliar, por ejemplo, de impedir la coagulación durante el proceso de vulcanización, o de obtener un producto acuoso vulcanizado de la baja concentración deseada.

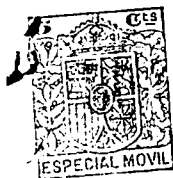
75. La vulcanización podrá ser llevada a cabo de tal modo que el componente de caucho vulcanizado se separe en su totalidad o en parte de la mezcla de reacción acuosa en un estado de fusión, (pero sin coagularse) o bien se podrá obtener una solución o una suspensión coloidal comparable del producto vulcanizado en agua, según las condiciones de trabajo, como son, por ejemplo, la composición de la mezcla o la manera de vulcanizar.

80. Hay que distinguir entre fusión y coagulación. El producto fusionado puede definirse como reversible. Al ser agitado en presencia de la solución en que haya sido producido pasa al estado de una especie de nata consistente en

85.



- una suspensión fina de pequeñas partículas discretas, mientras que en el caso de una coagulación las partículas se unen en una sola masa, o en coagulación imperfecta en un número de grumos o de terrones sueltos, acompañada, por regla general de una separación bien definida de sólido y líquido, no pudiendo el producto coagulado volverse por ningún medio sencillo, en una masa homogénea.
90. El producto vulcanizado podrá ser separado de la mezcla de reacción por cualquier método deseado, por ejemplo, mediante evaporación del líquido después de colado, si se quiere, añadiendo coagulantes al líquido, tales como por ejemplo, como sales de Epson, (vg. en un 5 a 15% de una solución acuosa al 20%) o bien un ácido tal como el sulfúrico o el acético de dilución apropiada, (vg. soluciones al 5%),
95. El material separado es un producto vulcanizado que se podrá lavar, moler, laminado en hojas o ser tratado en otra cualquier forma conveniente, a fin de obtenerle en un estado de relativa pureza y en una forma deseada cualquiera de la misma manera que se lava, lamina o extiende en hojas un coágulo cualquiera de caucho corriente.
100. El secado del crepé u hoja de caucho vulcanizado se podrá efectuar por un procedimiento cualquiera apropiado tal como el que se emplea de crepé o plancha de caucho crudo ordinario, (sin vulcanizar) o cualquier forma de caucho crudo derivado del coágulo original.
105. También se podrá añadir materias fibrosas y otros espesantes o ligantes, pigmentos, tintes u otras materias de composición en una fase o etapa cualquiera del procedimiento.
110. El producto vulcanizado en estado de fusión o coalescencia o líquido vulcanizado podrá ser empleado para la impermeabilización de telas, papel, fibras hiladas o torcidas, tales como maromas, cables, cordeles, bramantes, hilos, redes y demás artículos por el estilo, mediante
- 115.
- 120.



125. rociado, bañado, pulverizado o remojo u otras operaciones que sean más indicadas con arreglo a la naturaleza de dichos artículos, secándose luego del todo o en parte las telas o fibras así tratadas, empleándose al efecto cualquier método de evaporación conveniente.

Se podrán emplear coagulantes, pero por lo general no son necesarios.

130. El material así impermeabilizado, una vez secado del todo o en parte se podrá lavar en agua o en un ácido acuoso diluido, con el fin de mejorar el acabado o bien se podrá emplear un álcali diluido, según la naturaleza de la película de caucho o del material sobre el cual se aplique o deposite.

135. Como variante o en combinación con el antedicho lavado con agua o con soluciones ácidas o alcalinas, los artículos o géneros secos o casi secos, podrán ser pasados a través de una solución diluida de una substancia gelatinizante o bien serles aplicada ésta disolución, preferentemente acompañado de una ligera aplicación de calor. Así, por ejemplo, los referidos artículos podrán ser tratados con una solución acuosa diluida y caliente de gelatina o de agar-agar (concentrada por ejemplo de 0.25 a 1.0 por ciento), tratamiento éste que facilita considerablemente la manipulación de los géneros y efectúa o ejerce una acción protectora sobre sus superficies, contribuyendo al propio tiempo a darla mejor aspecto en su acabado.

140. Los ejemplos que se citan a continuación servirán para indicar la manera de llevar el invento a la práctica, debiendo desde luego tenerse en cuenta que estos ejemplos se citan como meramente demostrativos y de ningún modo como limitativos.

EJEMPLO I.

155. A 200 cent cúbicos de latex que contenía 30% de caucho, mezclados con una disolución de polisulfuro



de sodio que dió al ensayo alrededor de 25% de azufre precipitable en la proporción de una parte de la solución sulfurada por 12 partes del latex, se añadieron en forma de nata delgada hecha con unos 20 cent. cúbicos de agua

160. 10 gramos de un acelerador preparado con arreglo a la patente inglesa nº 170.682, consistiendo este acelerador en óxido de cinc que contenia alrededor de 6% de piperidilditio-carbamato de piperidina.

La mezcla se dejó en reposo a la temperatura ordinaria de unos 15° C, transcurridos los cuales se habrá

165. vuelto toda la mezcla una masa espesada cuyos elementos sólidos consistian en una composición de caucho vulcanizado.

#### EJEMPLO II.

A 200 cent cúbicos de latex que contenian

170. 30% de caucho y conservados con 1% de hidrato de amonio se añadió una nata preparada mezclando 15 a 20 cent cúbicos de agua con 3 gramos del mismo acelerador que se cita en el ejemplo I, 6 gramos de azufre y 3 gramos de óxido de cinc. La mezcla se dejó en reposo por espacio de tres

175. días a la temperatura ordinaria, durante cuyo periodo se espesó ligeramente la mezcla. Esta mezcla se echó luego en una vasija que fué sumergida en un bañomaria en ebullición. Al cabo de 2 1/2 a 3 horas se obtuvo una masa espesada de caucho vulcanizado.

180. EJEMPLO III.

Se preparó una mezcla con arreglo al Ejemplo II y se dejó en reposo durante 5 días a la temperatura ordinaria. Al final de este periodo la mezcla presentaba un ligero espesamiento, pero tenía perfecta movilidad y

185. no daba señales de coagulación. Después de colada para eliminar el óxido de cinc, el sobrante de azufre y el acelerador, la aplicación de los ensayos usuales al caucho obtenido del fluido colado, demostraron que este caucho se hallaba en estado vulcanizado.

190. EJEMPLO IV.



1 2 2 3 0 5

- 7 -

195. A 2.000 cent. cúbicos de latex que contenían 30% de caucho y estaban conservados con 1 por ciento de amoniaco, se añadió una nata compuesta de 40 gramos de azufre, 20 gramos de óxido de cinc, 6 gramos de bisulfuro de carbono derivado de la etilamina y 150 cent. cúbicos de agua ligeramente alcalinizada con amoniaco. Despues de agitada esta mezcla durante breve rato, para que se deshiciera la nata, la mezcla fué dejada en reposo durante cuatro días a la temperatura de la habitación, si bien
200. agitándola una o dos veces al dia. Al cabo de este tiempo no llegó a observarse espesamiento alguno apreciable de la mezcla. La mezcla de reacción mostraba tener perfecta movilidad y no dió señales de espesamiento ni de coagulación. Despues de colada para eliminar el óxido de cinc, el exceso
205. de azufre y el agente acelerador, la aplicación de las pruebas usuales al caucho procedente del líquido colado, demostraron que este caucho se hallaba en estado vulcanizado.

EJEMPLO V.

210. Una mezcla preparada con arreglo al Ejemplo IV fué calentada durante 30 minutos a 70° C, (después de una subida de unos 20 a 30 minutos), El producto de reacción fué colado. El líquido resultante no reveló ni coagulación ni espesamiento, habiéndose podido apreciar que el caucho obtenido se hallaba en buen estado de
215. vulcanización.

EJEMPLO VI.

220. Una mezcla preparada y tratada con arreglo al Ejemplo IV, solo que reemplazando los 6 gramos del bisulfuro de carbono derivado de la di-etilamina por la misma cantidad en peso de bisulfuro de carbono derivado de la piperidina, fué dejada en reposo, observándose que había espesado ligeramente, si bien no mostró señales de coagulación ni agrumación. Esta mezcla se dejó cuatro días en reposo y fué luego colada. Aplicados los ensayos
225. usuales al caucho, éste reveló estar vulcanizado. Es más,



122305

- 8 -

en este caso, se obtuvo un producto ligeramente vulcanizado en demasía.

EJEMPLO VII.

230. Una mezcla preparada y tratada con arreglo al Ejemplo V, solo que sustituyendo el derivado de di-etilamina por el correspondiente derivado de piperidina del bisulfuro de carbono, tambien reveló cierto ligero espesamiento si bien sin coagulación o agrumación. Después de colada la mezcla, el examen o prueba usual evidenció que el  
235. caucho estaba completamente vulcanizado.

EJEMPLO VIII.

Se preparó una mezcla consistente en 200 cent. cúbicos de latex conservados en 1.5 por ciento de amoniaco  
240. 76 cent. cúbicos de agua, 3 gramos de azufre coloidal, 0.6 gramos de bisulfuro de carbono derivado de la piperidina y 1 gramo de óxido de cinc en forma de hidrato de cinc en disolución con un ligero exceso de amoniaco. Esta mezcla fué dejada permanecer en una habitación a baja temperatura (como de 4-10° C) por espacio de unas doce  
245. horas y después de colada fué dividida en dos partes. Una parte fué coagulada añadiéndole ácido acético diluido y la otra parte se dejó evaporar hasta la sequedad, a una temperatura de unos 25° C. Después de aplicados los  
250. ensayos y pruebas de costumbre al coágulo lavado y secado y al residuo obtenido por evaporación, se pudo comprobar que ambos productos consistían en caucho bien vulcanizado.

Obsérvese que en el anterior Ejemplo bastó con medio día próximamente para conseguir la vulcanización,  
255. si bien la temperatura a que se efectuó el caucho fué excepcionalmente baja.

Al parecer, determinadas substancias tales como el óxido de cinc obran en mayor o menor grado como  
auxiliares del acelerador activo de la mezcla, y que la  
260. intensidad de sazonomiento de ésta aumenta con el estado



122305

- 9 -

- de subdivisión del elemento promotor. Se puede sacar partido de esta acción estimulante como consecuencia de un estado de subdivisión fina para activar la vulcanización siempre y cuando que la cantidad del estimulante contenida en la mezcla de reacción con relación a la del agente vulcanizante no sea tan grande que induzca a la coagulación durante el proceso de vulcanización. Por ejemplo, si con una determinada mezcla se inicia la coagulación, habrá necesidad de reducir la cantidad del promotor, o graduar de nuevo las proporciones relativas del estimulante y del agente vulcanizador, pero de todos modos con una nueva mezcla cualquiera, la graduación de las cantidades relativas es meramente cuestión de ensayo previo. Tratándose de óxido de cinc, el aumento del efecto de aceleración antedicho es perceptible con un estado de subdivisión más fina que la del producto comercial generalmente empleado y el estado de división más fina, conviene, al parecer que sea del orden de dimensiones coloidales de partículas, tal, por ejemplo, como razonablemente es de suponer exista en una solución del hidrato de este metal en un álcali.
- 265.
- 270.
- 275.
- 280.

- En la preparación de composiciones de caucho por vulcanización directa del latex sin coagular, se evitan los peligros de incendio y los efectos tóxicos que lleva aparejados el empleo de los disolventes usuales del caucho ventajas estas que no tan solo afectan el proceso de fabricación de la composición sino tambien a las aplicaciones del producto vulcanizado. Por ejemplo en la impermeabilización de telas por impregnación, revestido el secado puede efectuarse a la lumbre, si se quiere. Otra ventaja es la de que el olor, de existir del residuo obtenido por la evaporación del latex vulcanizado no es molesto, siendo así que siempre queda un olor especial muy raro al evaporarse soluciones de caucho en los disolventes usuales empleados en la industria.
- 285.
- 290.
- 295.



- La vulcanización a baja temperatura característica del presente invento, constituye un procedimiento de fabricación económico a la par que sencillo, en razón a que se prescinde del empleo de recipientes calentados a presión o cerrados, con la consiguiente simplificación y economía de instalación, juntamente con la sencillez y comodidad en la marcha del procedimiento y el ahorro en el consumo de energía calorífica. Además, los productos vulcanizados a bajas temperaturas en presencia de un acelerador activo con arreglo al invento, son, por lo general, más tenaces y de mayor duración que los productos obtenidos por el método de vulcanización en caliente que generalmente se emplea, superioridad que es comparable desde estos puntos de vista con la que manifiestan los productos preparados con una breve vulcanización en caliente, con un acelerador sobre los que se obtienen por vulcanización de larga duración en caliente.

N O T A.

- Habiendo ya descrito ampliamente la naturaleza de nuestro invento, así como la manera de llevarlo a la práctica, debemos hacer constar que las disposiciones anteriormente descritas son susceptibles de ligeras modificaciones de detalle, sin que se altere el principio fundamental del invento, y lo que constituye su esencia y por lo que solicitamos patente de introducción por diez años en España es por: "Un procedimiento perfeccionado para la fabricación del caucho"; caracterizándose por lo siguiente:

- 1.º.- Por un procedimiento de fabricación de composiciones de caucho, en el que una mezcla vulcanizable que está formada de caucho y latex sin coagular o sin coagulación perceptible es sometida a vulcanización en condiciones que impidan toda coagulación sensible del caucho durante la vulcanización, vulcanizándose la mezcla en presencia de un acelerador de vulcanización activo y



- a una temperatura inferior a las que se emplean en los métodos de vulcanización en caliente, (por ejemplo, una temperatura que no exceda de unos 100° C), obteniéndose caucho vulcanizado y sin coagular en solución o en forma fusionada.
- 335.
- 2º.= Un procedimiento con arreglo a la reivindicación 1ª en el que la vulcanización es efectuada en todas sus partes materialmente a la temperatura atmosférica ordinaria, por ejemplo, a unos 15° C,
- 340.
- 3º.= Un procedimiento con arreglo a la reivindicación 1ª en el que la vulcanización se inicia sensiblemente a la temperatura atmosférica ordinaria, por ejemplo a 15° C y se completa a una temperatura más alta, como la del baño María por ejemplo.
- 345.
- 4º.= Un procedimiento con arreglo a una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que se añade a la mezcla vulcanizable un agente estimulante para el acelerador en forma coloidal o un estado de subdivisión comparable a esta forma y en cantidad suficiente en proporción al agente de vulcanización para aumentar la velocidad de vulcanización sin producir coagulación o coagulación sensible alguna del caucho.
- 350.
- 5º.= Un procedimiento con arreglo a la reivindicación 4ª, en el que el estimulante es óxido de cinc en un estado de subdivisión más fino que el del óxido empleado ordinariamente, como por ejemplo en forma de hidrato de cinc, disuelto en un ligero exceso de un álcali, tal como el amoníaco.
- 355.
- 6º.= Un procedimiento con arreglo a una cualquiera de las reivindicaciones precedentes en el que la mezcla de reacción es sometida a agitación, ya sea de un modo intermitente o continuo según convenga en el curso de la vulcanización.
- 360.
- 7º.= La aplicación del procedimiento para el tratamiento de telas y géneros fibrosos con el producto
- 365.



preparado con arreglo a una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, para lo cual se lava el material cauchutado seco o a medio secar, con agua o con un reactivo alcalino o ácido diluido, con el fin especificado.

370.

8ª.= Una variante o procedimiento supletorio al que se especifica en la reivindicación 7ª, que consiste en tratar el material cauchutado seco o sensiblemente seco en una solución diluida de una substancia gelatinizante, cual por ejemplo, una solución acuosa

375.

diluida de gelatina o de agar-agar preferentemente con aplicación de un calor suave, con el fin especificado.

380.

9ª.= El procedimiento perfeccionado para la fabricación de composiciones de caucho preparadas con arreglo a lo especificado en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes.

"Un procedimiento perfeccionado para la fabricación del caucho"; tal y como queda substancialmente descrito en la presente memoria.

Esta memoria consta de doce hojas escritas por una sola cara.

Madrid, 30 de Marzo de 1931.

VULTEX LIMITED.

P.P.