

mc/

200973



200973

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

a favor de

D. Joseph Anton TALALAY - de nacionalidad norteamericana -
domiciliado en NEW HAVEN (Connecticut, E.U.) 49, Park Road,

por:

" Procedimiento para fabricar goma esponjosa del tipo de
espuma de látex ".

-----:oOo:-----

M e m o r i a D e s c r i p t i v a

Este invento se refiere a un procedimiento pa-
ra hacer espuma de dispersiones acuosas de caucho, y para
fabricar goma esponjosa del tipo de espuma de látex.



El producto que hoy se conoce comúnmente por goma espumosa se obtiene convirtiendo látex en espuma y coagulando y vulcanizando ésta en un molde para darle su forma final.

De conformidad con un método actualmente en general uso, la composición de látex se bate para hacer espuma aproximadamente a la manera de claras de huevo o crema. En el látex se introduce un coagulante químico después de batir o durante esta operación, para que el látex se coagule y convierta en goma en una fase ulterior del proceso. Este coagulante es de los de acción retardada, y sus efectos no terminan hasta después de haber introducido la espuma en el molde. Dentro de éste se efectúa la coagulación, y se vulcaniza calentando el producto en el molde, o una vez retirado del mismo, en una cámara de vulcanización.

En la patente de los Estados Unidos, de Talalay nº 2.432.353 se describe y reivindica un procedimiento más reciente para fabricar goma espumosa de látex, según el cual se elabora espuma de látex antes o después de introducir la composición en el molde, y luego la espuma se congela lo más rápidamente posible hasta solidificarla, pero a una temperatura que no ocasione coagulación irreversible. Se ha descubierto que el rápido descenso de temperatura de la espuma va acompañado de un aumento rápido de viscosidad. De este modo se evita o reduce al mínimo el derrame de espuma y el hundimiento de las paredes celulares con coalescencia de burbujas y espuma, con lo que se consigue una goma espumosa más uniforme y consistente que la preparada empleando coagulantes químicos. También se ha comprobado que la espuma congelada sin coagular poseía una estructura estereorreticular que permite la circulación de coagulantes fluidos, gaseosos o líquidos, a través de la masa sólida; de este modo es posi-



ble coagular la espuma sólida después de formada, en sus mejores condiciones de porosidad. Después de coagulado el producto congelado, se deshiela y vulcaniza introduciendo el molde en una cámara de vulcanización, del modo acostumbrado.

5 En la práctica del procedimiento de Talalay se encontró preferible hacer la espuma en su mayor parte dentro del mismo molde. Métodos para realizarlo así se describen en las patentes de los Estados Unidos de Talalay núm. 2.140.062 y Wolf núm. 2.138.081. De conformidad con esta
10 última, por ejemplo, la espuma de látex se hace incorporando un peróxido y descomponiendo luego esta substancia para poner en libertad oxígeno. Con objeto de que se desprenda oxígeno a un ritmo satisfactorio y la descomposición sea completa, conviene utilizar un catalizador para descomponer el
15 peróxido de hidrógeno. El procedimiento puede desarrollarse entonces incorporando el peróxido con su catalizador a la composición de látex, introduciendo en seguida la mezcla en el molde, y cerrando éste. De esta manera la descomposición del peróxido y el desarrollo del gas, con la formación
20 de espuma, se efectúa principalmente dentro del molde. Coordinando la cantidad de peróxido con la de látex es posible regular la densidad y porosidad de la espuma y obtener al mismo tiempo un producto en el que las paredes de las celdillas o poros apenas se handen.

25 En la fabricación de goma espumosa por el procedimiento referido del peróxido, es condición indispensable demorar toda descomposición substancial del peróxido con liberación de oxígeno, hasta después de cerrar el molde. Asimismo conviene evitar un desprendimiento demasiado rápido
30 de oxígeno y la formación de espuma resultante aún después de cerrado el molde, a fin de que la espuma quede uniforme en



5 todo el interior del molde y no se escape en cantidad ex-
cesiva por los respiraderos, atascándolos y dando ocasión
a bolsas de gas en el producto. El catalizador es neces-
ario también para asegurar la descomposición completa del
compuesto oxigenado. Demorando la descomposición del peró-
xido y reduciendo al mínimo la producción de espuma hasta des-
pués de introducir la mezcla de látex en el molde, se consiguen
llenar éste bien bajo la presión del gas desprendido. Al
mismo tiempo, los poros del producto alcanzarán su máximo
10 número y tamaño, y será mínima su retracción o contracción
durante las subsiguientes fases de fabricación. Otro moti-
vo de retardar el ritmo de descomposición es que si ésta
comienza demasiado aprisa subirá al principio con excesiva
rapidez la temperatura de la mezcla, en virtud del calor
exotérmico de descomposición del compuesto oxigenado, de
15 donde resultará acelerada la descomposición y la producción
de espuma, con riesgo de que la expansión dentro del molde
no sea uniforme. Si bien el procedimiento se puede reali-
zar sin catalizadores o con ellos, por ejemplo, con hemo-
globina, según se describe en la patente Wolf, o con cata-
20 lasa, como se expone en la patente Talalay, se ha comprobado
que el mejor modo de conseguir los objetivos antes señala-
dos es utilizar estos y otros catalizadores en ciertas con-
diciones cuidadosamente reguladas, de acuerdo con el pre-
sente invento.
25

Por consiguiente, un objeto de este invento es
proporcionar un procedimiento para hacer espuma de disper-
siones acuosas de caucho mediante descomposición de com-
puestos oxigenados inestables, empleando catalizadores para
la reacción de descomposición en condiciones apropiadas pa-
30 ra que desarrollen una actividad catalizadora inicial de-



morada o retardada.

Otro objeto del presente invento es proporcionar un método para la fabricación de goma esponjosa o porosa del tipo de espuma de látex, en el que ésta se obtiene por efecto de la expansión resultante de la descomposición de un compuesto oxigenado inestable, y el ritmo de la reacción se regula por medio de un catalizador de actividad inicial demorada.

Otro objeto más del presente invento es describir un método para hacer espuma de dispersiones acuosas de caucho y obtener de ellas goma espumosa mediante la descomposición catalítica de compuestos oxigenados inestables, tales como peróxido de hidrógeno, empleando catalizadores para la descomposición en condiciones que les permitan ejercer una acción catalizadora retardada.

De conformidad con el presente invento, se ha comprobado que la obtención de espuma de dispersiones acuosas de caucho puede efectuarse incorporando compuestos oxigenados inestables del tipo descrito en las patentes mencionadas de Wolf y Falalay, tales como peróxido de hidrógeno, peróxido sódico, perborato sódico y otros percompuestos capaces de ceder oxígeno por descomposición espontánea o catalítica a temperaturas ordinarias y empleando sustancias catalíticas dotadas de actividad diferida en condiciones como las que se explican más adelante.

Los catalizadores más satisfactorios para descomponer peróxido de hidrógeno y otros compuestos oxigenados inestables del tipo aquí referido son los que consisten en catalasa o la contienen, como soluciones de catalasa, levadura o hemoglobina. De conformidad con este invento, puede imprimirse a estos catalizadores una actividad catalítica inicial



retardada por los siguientes métodos:

1º.- Refrigerando la mezcla o dispersión de látex a que se agrega el catalizador, con preferencia a temperaturas del orden de unos 30º a 60ºF.

5 2º.- Empleando como catalizador levadura, especialmente en determinadas condiciones, tales como

a).- Preparación de la levadura dispersándola en agua a determinada temperatura, con preferencia alrededor de 80ºF.

10 b).- Tratamiento previo de levadura dispersada en agua, por medio de aire, oxígeno o CO₂, para que la levadura absorba oxígeno o CO₂.

c).- Incorporación de un agente modificante, como la saponina.

15 3º.- Por inhibición o envenenamiento químico transitorio de la actividad catalítica, por ejemplo, mediante el uso de pequeñas porciones de formaldehído, sulfanilamida, pentaclorofenato sódico o tolueno.

20 4º.- Por adsorción del catalizador en una base o soporte.

5º.- Por adición de cuerpos alcalinos tales como hidróxido sódico o potásico a las dispersiones acuosas de caucho.

25 La siguiente descripción y los dibujos adjuntos exponen con más detalles los procedimientos antes mencionados. En los planos representan:

Las figuras 1 y 2, gráficas del efecto de la temperatura de la composición de látex sobre el ritmo de expansión o producción de espuma.

30 La figura 3, una gráfica del efecto de la temperatura a que se preparan las dispersiones de levadura so-



bre la velocidad de desarrollo de espuma.

La figura 4, una gráfica del efecto de un inhibidor químico, como el formaldehído, sobre la actividad catalítica de la catalasa en forma de levadura.

5 La figura 5, una gráfica del efecto del tratamiento con aire sobre la actividad catalítica de dispersiones de levadura.

10 La figura 6, una gráfica del efecto de la saponina como inhibidora de la actividad catalítica de dispersiones de levadura.

La figura 7, una gráfica del efecto de la adición de un álcali, como KOH, a la composición de látex sobre la actividad catalítica de la catalasa en forma de levadura.

15 La figura 8, una gráfica de los efectos inhibitorios o restrictivos de la adsorción de catalasa en un soporte como carbón de huesos, por ejemplo, comparados con los de catalasa no adsorbida y los de catalasa con formaldehído.

20 Aunque se ha comprobado que la catalasa pura, con preferencia en solución acuosa diluida, funciona satisfactoriamente como catalizador cuando interesa descomponer peróxido de hidrógeno para muchos usos, se ha descubierto también que tal descomposición (para ser completa) es demasiado rápida y no se retarda en sus fases iniciales, lo cual hace
25 ese producto menos apropiado como catalizador para la expansión de látex en forma de goma espumosa. En cambio, según el invento, se ha comprobado que la levadura, tal como la emplean cerveceros o panaderos, es un material satisfactorio para uso como catalizador al fabricar goma espumosa, pues
30 su contenido en catalasa y su estabilidad son adecuados para los fines que se persiguen. Otra ventaja de la levadura es



el hecho demostrado de que tratándola de ciertos modos posee una acción retardada como catalizador, o, dicho con otras palabras, presenta un período inicial o de inducción.

5 Para poder regular bien la actividad catalítica durante las fases iniciales de la descomposición del peróxido, como ya se ha indicado, se hizo necesario desarrollar ciertos métodos de retardar, restringir o demorar esta actividad durante las fases iniciales de la reacción. El modo de conseguirlo se describe en pormenor como sigue:

10 De conformidad con este invento, se descubrió que refrigerando la composición de látex a una temperatura del orden de 30° a 60°F, con preferencia entre 40° y 50°F, antes de incorporar el peróxido y el catalizador (levadura, por ejemplo), el período inductivo o inicial previo al desprendimiento rápido de oxígeno se prolongaba apreciablemente. 15 Además, el calor exotérmico de descomposición era absorbido por el látex frío sin alterar materialmente el ritmo definitivo de la reacción. Una manera típica de realizar este procedimiento se puede describir como sigue:

20 En una cámara refrigerada a temperatura entre 30° y 60°F se almacena látex de caucho natural o sintético, con preferencia concentrado al 60% o más de sustancia sólida. Este latex se ha compuesto previamente con cargas, pigmentos, estabilizadores, vulcanizantes y aceleradores de los corrientes en la especialidad. Luego, a una determinada cantidad 25 de látex frío extraída del depósito se incorpora por agitación una dosis medida de agua oxigenada, y después se le agrega una cantidad adecuada de catalizador, como catalasa o dispersión de levadura. Inmediatamente después de agregar el catalizador agitando, la mezcla de látex se introduce en un molde de capacidad apropiada, que se cierra a continuación. En 30



5 el molde prosigue la descomposición del peróxido de hidrógeno y el desprendimiento de oxígeno, acompañados de formación de espuma del látex, hasta llenar el molde, que presenta respiraderos por donde escapa el aire expulsado al dilatarse el látex. La evacuación selectiva de aire y no de látex puede conseguirse de acuerdo con la patente de los Estados Unidos de Talalay nº 2.265.823, empleando una empaquetadura porosa. El molde se sumerge luego en un baño refrigerante mantenido a una temperatura baja apropiada, y se

10 deja allí hasta que la espuma se solidifique y congele; entonces se extrae el molde del baño, y se introduce en la masa congelada que contiene un coagulante gaseoso o líquido. Es preferible dotar al molde de boquillas que permitan enchufarle a tubos conectados a una provisión de coagulante, como anhídrido carbónico; el coagulante se introduce a presión poco más alta que la atmosférica, y se infiltra en la

15 masa congelada, hasta coagularla antes de que se funda. Terminada la coagulación, que sólo consume unos minutos, el molde se introduce en una cámara de vulcanización, donde se efectúa ésta mientras el molde sigue cerrado; al final se abre el molde y el producto se retira y se lava y seca.

20

25 Cuando se fabrican ciertos tipos de productos, puede convenir el empleo de moldes fijos o estacionarios para efectuar la operación en una prensa. Tales moldes llevan tubos de intercambio térmico o elementos análogos en ambas secciones superior e inferior, para poder refrigerar y vulcanizar en intercambio indirecto de calor con la espuma encerrada en el molde. Esto suele hacerse mediante circulación de fluidos refrigerantes o de fluidos de vulcanización, como vapor, a lo largo de los tubos mientras el molde

30 se mantiene fijo en la prensa.



La técnica anterior corresponde al procedimiento descrito en la patente Talaly nº 2.432.353, en el que la coagulación se efectúa por medio de un coagulante fluido después de congelar la espuma. En su lugar, se puede ge-
5 lificar la espuma incorporando a la mezcla de látex un coa-
gulante de acción retardada, como fluosilicato sódico, jun-
to con el peróxido y el catalizador, del modo descrito en
términos generales en la patente Wolf nº 2.138.081.

La levadura utilizada se prefiere del tipo corrien-
10 te de cervecería o panadería, y puede estar prensada o seca.
Se prepara una dispersión apropiada desmenuzando la levadura
y poniéndola en una mezcladora con agua, por ejemplo, en can-
tidad equivalente a vez y media su peso. Después de una
media hora de mixtión, la levadura queda bien dispersa en el
15 agua; se retira entonces la dispersión de la mezcla, y se
añade nuevamente peso y medio de agua a la levadura, agitan-
do, para obtener una dispersión de ésta al 25%. Con objeto
de producir una dispersión uniforme, la mezcla puede tra-
bajarse durante una hora en un molino de bolas, si se quie-
20 re, y luego se conservará con refrigeración hasta que vaya
a usarse. Generalmente conviene diluir más esta dispersión
antes de incorporarla al látex.

Las proporciones empleadas de levadura, peróxido
y látex dependerán del tipo de producto que interese, de su
25 densidad, del volumen del molde y otras condiciones. En ge-
neral, la cantidad de peróxido u otro compuesto oxigenado
inestable se funda ante todo en el volumen del molde; con-
viene emplear comúnmente bastante compuesto oxigenado para
producir 5-10% más de oxígeno a la presión atmosférica que
30 el representado por el volumen del molde, lo cual origina
en éste un ligero exceso de presión. La relación entre el



catalizador y el peróxido suele ser tal que garantice la descomposición completa de éste a un ritmo adecuado de expansión de la espuma. Tratándose de levadura, una relación conveniente se aproxima a 3 c.c. de una solución de levadura al 10% para 7 c.c. de H_2O_2 a 130 vols. por cada 100 g. de composición de látex, o alrededor de 0,075 a 0,3 gr. de levadura por cada gramo de H_2O_2 .

El volumen de la espuma totalmente dilatada es generalmente por lo menos diez veces mayor que el de la composición líquida inicial de látex. En la práctica real se ha visto que hacen falta no menos de unos treinta segundos para incorporar el peróxido y la levadura a una carga de látex, introducir ésta en la cavidad del molde y cerrar el último. En este lapso ha resultado contraproducente dejar que el látex se hinche más de un 300%; el intervalo en que el látex alcanza 300% de su volumen primitivo puede considerarse expresión de un período inicial apropiado para la reacción de descomposición. El tiempo requerido para la expansión completa de la espuma puede variar; pero, en general, no conviene una dilatación demasiado rápida, pues expone a que se formen bolsas de gas, se expulsa espuma por los respiraderos del molde y se distribuya esta última sin uniformidad. Por otra parte, tampoco es conveniente un ritmo de expansión demasiado lento, pues así se alarga más de lo justo el ciclo operatorio y puede alterarse la propia estructura de la espuma. Por lo regular es preferible efectuar la expansión completa de la espuma entre un minuto y medio y seis minutos.

Los resultados obtenidos refrigerando el látex se exponen en las gráficas de las figuras 1 y 2. En la figura 1, el lapso requerido para hacer 1000 c.c. de espuma



con 100 c.c. de composición de látex aparece registrado para temperaturas iniciales de 40º, 50º y 60ºF, respectivamente. En la figura 2 se relaciona el tiempo necesario para dilatar 100 c.c. de la composición de látex hasta 1000 c.c. con la temperatura inicial de ésta. Los resultados indican claramente que por encima de unos 60ºF el ritmo de expansión es demasiado rápido para la mayoría de los fines, mientras que por debajo de unos 40ºF resulta un poco lento. Se prefieren temperaturas de unos 40º a 50ºF, aunque pueden servir las comprendidas entre unos 60ºF y el punto de congelación del látex, alrededor de 30ºF.

Aunque la actividad del catalizador puede modificarse por refrigeración, según queda descrito, particularmente en el caso de la levadura se ha comprobado que es posible lograrlo también de otros modos. Por ejemplo, como muestra la gráfica de la figura 3, se ha visto que la actividad catalítica inicial de la levadura se modifica preparando la dispersión a diferentes temperaturas. De acuerdo con esta modificación, la dispersión de levadura se preparó a distintas temperaturas y luego se enfrió a la temperatura ordinaria. Los resultados indicaron que la temperatura de dispersión de la levadura tenía una decidida influencia sobre su actividad catalítica, y que cuanto más alta es la preparación de la dispersión de levadura más lenta resulta esa actividad. Esto se verificó efectuando varios experimentos, de los cuales se obtuvieron las curvas de la figura 3. En tales experimentos se mezclaron 85 gr. de una composición de látex, a 50ºF, con 7 c.c. de H₂O₂ a 130 vols. y 2,5 c.c. de una dispersión de levadura al 10%. La mezcla se vertió en moldes experimentales, y se observó el ritmo de expansión. La dispersión de



levadura se preparó a 40°, 60°, 80°, 100°, 120° y 140°F, respectivamente. Los resultados se registrarón, como muestra la figura 3, contrastando tiempo y volumen hasta llegar a 1000 c.c., e indican claramente que la dispersión de levadura debe prepararse a más de 60°F, y con preferencia entre unos 70° y 120°F; la de 80° suele ser satisfactoria para la mayoría de los casos. Esta temperatura de dispersión proporcionó un período inicial adecuado, y el tiempo total de formación de espuma osciló dentro del margen apetecido de minuto y medio a dos minutos y medio.

También se ha observado que la actividad catalítica inicial de la levadura se puede modificar sometiendo primero la dispersión de ésta a una corriente de aire, oxígeno o CO₂. Cuando se utiliza levadura como catalizador, se encuentra que una parte del oxígeno cedido por descomposición del peróxido es absorbido por la levadura. Sometiendo previamente la dispersión de levadura a una corriente de aire, oxígeno o CO₂ se consiguen dos objetos: ante todo, la absorción del gas en la superficie de la levadura parece demorar la descomposición del peróxido o retarda la actividad catalítica de aquélla; y en segundo lugar, este tratamiento preliminar parece saturar de gas la levadura y permitir la utilización completa del peróxido para formar espuma. Al modificar la técnica de acuerdo con este método, se hizo pasar una corriente de gas por la dispersión de levadura durante períodos distintos de tiempo, y la dispersión se empleó luego como catalizador del modo ya descrito. En los datos marcados en la gráfica de la figura 5, una corriente de aire se impulsó a través de 100 c.c. de levadura dispersada al 10% durante períodos de tres y de veinte horas. Las dispersiones resultantes sirvieron de



base para apreciar el ritmo de expansión de la espuma mezclando 2,5 c.c. de ellas con 85 gr. de composición de látex y 7 c.c. de peróxido de hidrógeno a 130 vols. y observando tal expansión. Los resultados se exponen en las curvas de la figura 5; la curva nº 1 corresponde a la operación de contraste con levadura sin airear; la nº 2, al uso de levadura aireada durante tres horas, y la nº 3 al de levadura aireada durante veinte horas. Estos resultados demuestran claramente el retardo de la actividad catalítica que se obtiene por absorción de aire en la dispersión de levadura. También sirven oxígeno y CO₂ para restringir la actividad inicial de la levadura lo mismo que el aire.

Otro método para reducir la actividad inicial de la levadura como catalizador de la descomposición de peróxido de hidrógeno se dedujo del descubrimiento de que la incorporación de cantidades pequeñas de saponina a la dispersión de levadura favorecía tal reducción. Se comprobó que la saponina era útil en pequeñas proporciones, con preferencia del orden de 5 a 25% en peso respecto a la levadura seca utilizada. Conviene preparar la saponina en solución diluída, que se añade a la dispersión de levadura en las proporciones que interesen. Se cree que la acción inhibitoria puede provenir de absorción de la levadura o su catalasa por la saponina; esta teoría se apoya en que es preferible dejar en reposo la mezola por breve rato antes de usarla, pues de otro modo la saponina no es muy eficaz. Esto se expone claramente en la figura 6, donde se registra el ritmo de expansión hasta un volumen de 1000 c.c. en diferentes condiciones. Al trazar estas curvas, la solución de saponina preparada contenía 15 g. de esta substancia y 65 gr. de agua; se agregaron 3 c.c. de esta solución a 2,5



c.c. de dispersión de levadura al 10% elaborada a 80°F. Esta mezcla catalítica se añade a 85 gr. de una composición concentrada de látex que se mantiene a 50°F., además de 7 c.c. de peróxido de hidrógeno a 130 volúmenes.

5 La curva nº 1 señala el resultado obtenido sin saponina. La curva nº 2 resulta de emplear la saponina después de dejarla en reposo con la levadura durante tres minutos, antes de incorporarla a la mezcla de látex. Las curvas nº 3 y 4, prácticamente idénticas, corresponden a los resultados conseguidos dejando reposar la levadura y la saponina por espacio de cinco y de diez minutos, respectivamente, antes de usarlas.

10 El tiempo necesario para un aumento de volumen de 300% se prolonga de alrededor de 0,7 minutos a 1,2 minutos, como se aprecia comparando las curvas núms. 1 y 3. Un reposo de más de cinco minutos no parece aumentar el período inicial.

20 También se ha descubierto que la adición de sustancias alcalinas a la composición de látex modifica el ritmo de actividad catalítica del catalizador. Esto se expone en la figura 7, donde se relaciona el volumen de espuma con el tiempo que necesita la muestra de látex para dilatarse hasta 1000 c.c. empleando levadura. Para trazar la serie de curvas marcadas en la gráfica, añadiendo álcali en proporciones variables, se emplearon 85 gr. de composición de látex concentrada que contenían 7 c.c. de peróxido de hidrógeno a 130 vols. y 2,5 c.c. de dispersión de levadura al 10% preparada a 70°F. El álcali utilizado fue KOH. La curva núm 1 es la de contraste, y las curvas núms. 2 a 6 corresponden a la adición de 0,1, 0,2, 0,3, 0,4 y 0,5 gr. de KOH a la composición de látex;



la curva n^om 7 representa la misma concentración de KOH que la curva n^om 6, pero con 3,5 c.c. de levadura en vez de 2,5 c.c. Estos datos demuestran claramente el efecto dilatorio de la adición de materias alcalinas; la KOH se puede sustituir por otros álcalis, como NaOH.

El envenenamiento transitorio del catalizador con formaldehído resultó ser un método muy eficaz de diferir o restringir la actividad catalítica inicial. En la figura 4 se expone una serie de curvas que traducen el efecto del formaldehído sobre dispersiones de levadura. El volumen de espuma obtenido empleando la muestra de látex se registra con relación al tiempo requerido para alcanzar los 1000 c.c. Para lograr estos datos se emplearon 85 gr. de composición concentrada de látex, a la que se habían incorporado 2,5 c.c. de dispersión de levadura al 10%, preparada a 60°F, y 7 c.c. de H₂O₂ a 130 vols; la temperatura del látex era de 50°F. Al compuesto se añadió la levadura previamente adicionada de las siguientes cantidades de formaldehído.

- Curva n^om. 1, levadura sin formaldehído.
- Curva n^om. 2 con 0,10 c.c. de una solución de formaldehído al 9%.
- Curva n^om. 3, con 0,15 c.c. de una solución de formaldehído al 9%.
- Curva n^om. 4, con 0,20 c.c. de una solución de formaldehído al 9%.
- Curva n^om. 5, con 0,20 c.c. de una solución de formaldehído al 17,5%.
- Curva n^om. 6, con 0,25 c.c. de una solución de formaldehído al 35%.

Como se aprecia bien por las curvas, la incor-



poración de cantidades aún muy pequeñas de formaldehído
ejerce un efecto muy restrictivo sobre la actividad cata-
lítica inicial. El empleo de cantidades excesivas de for-
maldehído retarda demasiado tal actividad o coagula la espu-
ma antes de su dilatación completa, como muestra la curva nº
5 6. En general, las concentraciones de menos de 0,05 gr.
de formaldehído por 100 gr. de composición de látex sirven
para el caso; son preferibles las comprendidas entre 0,005
y 0,04 gr. por 100 gr. de látex.

10 El solicitante ha descubierto asimismo que la
actividad catalítica de la catalasa o materiales que la
contengan, por ejemplo la levadura, cuando se emplean pa-
ra la descomposición catalítica de sustancias proxidadas
al producir espuma de látex de caucho, puede retardarse, por
15 lo menos durante la fase inicial de la reacción, sin redu-
cir la proporción del catalizador utilizado, asociando a
éste una cantidad de material inerte, mejor de amplia su-
perficie; es necesario que este material se pueda incorpo-
rar bien como componente de la mezcla de caucho. El cata-
20 lizador se puede adsorber en la superficie de carbón de hues-
sos finamente dividido o de otro carbón activado a propó-
sito. En general, el catalizador se prepara incorporando
la solución de catalasa o la dispersión de levadura o su
equivalente a una base de superficie relativamente extensa
25 como carbón vegetal o animal, gel de sílice, gelactita,
bauxita u otro material arcilloso, con preferencia de par-
tículas pequeñas, para poderlos dejar como carga en el pro-
ducto final. Contra lo supuesto, la distribución del ca-
talizador sobre una amplia superficie retarda o restringe
30 la actividad inicial en vez de aumentarla. El catalizador
se prepara incorporando la solución de catalasa a la disper-



sión de levadura a la superficie de un material inerte. En la figura 8 se exponen los resultados obtenidos con el uso de soportes inertes del tipo descrito; según la gráfica, la preparación catalítica se agrega a 85 gr. de composición concentrada de látex que contienen 7 c.c. de peróxido de hidrógeno a una temperatura de 50°F, y se ha señalado el tiempo que necesita el látex para alcanzar un volumen de 500 c.c. Las curvas núms. 1 y 2 representan los resultados obtenidos empleando 3,5 c.c. de solución de catalasa al 5% como catalizador, sin soporte; en la primera, la solución es reciente, y en la segunda se ha dejado en reposo una hora antes de usarla. Esto muestra que no hay pérdida apreciable de actividad por un reposo de cierto período de tiempo. La curva núm. 3 representa el resultado que se obtiene empleando 5 gr. de una dispersión compuesta de 10 gr. de carbón de huesos y 90 gr. de catalasa al 5%. La curva núm 4 corresponde a los resultados de emplear 15 c.c. de una solución compuesta de 16 gr. de formaldehído al 9% y 84 gr. de catalasa al 5%. Estos datos indican que el carbón de huesos es un inhibidor más eficaz como soporte que el formaldehído.

La curva núm. 5 muestra los resultados obtenidos empleando 10 c.c. de una suspensión de carbón de huesos y levadura, compuesta de 200 gr. de carbón, 100 gr. de una dispersión acuosa de levadura al 40%, 100 gr. de agua y un agente dispersante. Comparando esto con la levadura sola, sin carbón de huesos, como en la curva núm. 6, se observa un aumento apreciable del período inicial o un descenso de la actividad catalítica de la levadura por el uso del adsorbente.

En ciertos casos se ha encontrado conveniente



utilizar sustancias adsorbentes finamente divididas, como carbón activado solo, en concepto de catalizador de acción demorada. Se ha descubierto que tales materiales, por ejemplo, carbón de huesos u otro carbón vegetal o animal, funcionan como catalizadores de la descomposición del peróxido, pero originan un período inicial bastante largo y dan un lapso de descomposición relativamente dilatado. La adición de otras sustancias catalíticas al adsorbente, como se ha indicado, parece servir justamente para conseguir una actividad catalítica inicial con adecuado retardo, y a la vez un ritmo general satisfactorio de descomposición del peróxido.

Además del formaldehído que antes se menciona para la inhibición química de la actividad del catalizador, se ha comprobado que tienen análoga virtud otras sustancias químicas, como la sulfanilamida y el tolueno. Muestran actividad similar ciertos bactericidas o fungicidas, como el pentaclorofenato sódico a concentraciones de 0,25% o menos respecto a la levadura seca.

Los diversos métodos y medios descritos anteriormente para demorar la acción del catalizador pueden emplearse separada o juntamente, según convenga. Por ejemplo, a menudo interesa refrigerar la dispersión a una temperatura de 30° a 60°F antes de hacer espuma, y también preparar el catalizador de levadura a temperaturas de 80°F o más, para obtener una actividad inicial más retardada. El uso de inhibidores químicos, sustancias alcalinas, adsorbentes, etc., según queda expuesto, puede suscitarse aisladamente o en combinación con uno o varios de los otros expedientes descritos, cuando se quiere retardar la actividad catalítica más de lo que permite hacerlo el empleo de uno solo de los



medios restrictivos referidos.

Una composición típica de látex natural empleada para obtener los datos marcados en las diversas gráficas antes citadas es la siguiente:

5	Látex natural (concentrado a 68% de materias sólidas)	100 partes.
	Emulgente	0,5 "
	Caseína	1,5 "
	Oxido de cinc	5,0 "
10	Antioxidante	2,0 "
	Azufre	2,5 "
	Acelerador	1,5 "

Los datos que anteceden se pueden aplicar a otras composiciones corrientes de látex que contengan cargas, pigmentos y otras sustancias modificantes conocidas.

Aunque el invento se ha descrito aquí con relación a látex de caucho naturales, sus principios son igualmente aplicables a la producción de espuma de otras dispersiones acuosas de caucho. El término "caucho", tal como se emplea en la memoria, comprende no sólo el caucho natural, sino también los materiales sintéticos similares que se forman o puedan dispersarse en suspensión acuosa, entre los cuales se cuentan los polímeros y copolímeros conjugados de diolefinas con monómeros copolimerizables con ellos y dotados de un doble enlace etilénico reactivo, así como los polihaloprenos y otros elastómeros. Asimismo sirven dispersiones de caucho artificial, o mezclas de diversos tipos de caucho en dispersión. Los materiales sintéticos similares al caucho que puedan convertirse en espuma del modo aquí descrito, además de las dispersiones de caucho natural, son los copolímeros de butadieno-nitrilo acrílico comúnmente co-



5 nocidos por Buna-N, GR-A y sus análogos, los copolímeros de butadieno-estirolo conocidos por GR-S o Buna-S, los polímeros policloroprenicos conocidos por neopreno, y otros elastómeros de los cuales se pueden hacer dispersiones acuosas.

10 La catalasa es por lo general el catalizador preferido para uso en este proceso, y la levadura es la fuente y la forma preferida de empleo de la catalasa. Pueden utilizarse otras fuentes de catalasa, así como otros materiales que catalicen la reacción de descomposición. En general, se prefieren soluciones acuosas de peróxido de hidrógeno como provisión de oxígeno para producir espuma, pero es posible servirse con provecho de otros percompuestos compatibles con la dispersión de caucho; entre 15 ellos se cuentan los peróxidos y persales inorgánicos, tales como peróxidos sódico y potásico, los perboratos de metales alcalinos, y sus análogos.

-----: N O T A :-----

20 Se reivindica como objeto de esta patente:

25 1.- Procedimiento para fabricar goma esponjosa del tipo de espuma de látex, a partir de dispersiones acuosas de caucho por descomposición de compuestos oxigenados inestables incorporados a dichas dispersiones para liberar oxígeno en presencia de materiales que catalicen la descomposición, caracterizado por retardar el ritmo de esta descomposición durante el período inicial de la reacción, restringiendo la actividad inicial del catalizador.

30 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la actividad inicial del catalizador se restringe



refrigerando la dispersión a una temperatura del orden aproximado de 30° a 60°F antes de la descomposición.

3.- Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el catalizador es levadura.

5

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el catalizador es levadura y la actividad de ésta se restringe preparándola en forma de dispersión acuosa a una temperatura superior a la ordinaria y enfriándola a la temperatura ambiente o menos, antes de incorporarla a la dispersión de caucho.

10

5.- Procedimiento según la reivindicación 1 en el que se utiliza como catalizador levadura y se modifica la actividad inicial de ésta dispersándola en agua y haciendo pasar por ella una corriente de un gas que contenga oxígeno libre antes de incorporar la levadura a la dispersión de caucho.

15

6.- Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el catalizador es levadura y la actividad inicial de ésta se modifica incorporando una pequeña proporción de saponina.

20

7.- Procedimiento según la reivindicación 1, en el que el catalizador es levadura y la actividad de ésta se modifica aumentando la alcalinidad de la dispersión de caucho a que se agrega la levadura hasta un pH comprendido entre 10 y 12 por adición de un hidróxido de metal alcalino.

25

8.- Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la actividad inicial del catalizador se modifica incorporando pequeñas proporciones de formaldehído en cantidades insuficientes para coagular la espuma antes de que se dilate al volumen pretendido.

30



9.- Procedimiento según la reivindicación 1 en el que el catalizador es levadura y ésta se incorpora a la dispersión en proporción de 0,075 a 0,3 gr. por cada gramo de H_2O_2 .

5

10.- Procedimiento para fabricar goma esponjosa que comprende agregar a una dispersión acuosa de caucho un compuesto oxigenado inestable capaz de ceder oxígeno libre al descomponerse, en unión de un catalizador de tal descomposición que despliegue una actividad catalítica inicial retardada, de modo que el compuesto oxigenado se descomponga produciendo espuma de la dispersión de caucho, coagular la espuma y vulcanizar producto coagulado.

10

11.- Procedimiento para fabricar goma esponjosa moldeada que comprende agregar a una suspensión acuosa de caucho un compuesto oxigenado inestable capaz de ceder oxígeno libre al descomponerse, en unión de un catalizador de tal descomposición; modificar la actividad inicial del catalizador; introducir el compuesto resultante en un molde y dejar que se descomponga el compuesto oxigenado dentro del molde, a la vez que se forma espuma y se dilata la dispersión de caucho; coagular la espuma resultante dentro del molde; vulcanizar el material coagulado, y retirar del molde el producto vulcanizado.

15

20

25

12.- Procedimiento según la reivindicación 11, en el que el compuesto oxigenado inestable es un peróxido.

13.- Procedimiento según la reivindicación 11, en el que el compuesto oxigenado inestable es peróxido de hidrógeno.

30

14.- Procedimiento según la reivindicación 11, en el que el compuesto oxigenado inestable es un peróxido de metal alcalino.



15.- Procedimiento según la reivindicación 11, en el que el catalizador comprende catalasa.

16.- Procedimiento según la reivindicación 11, en el que el catalizador es levadura.

5 17.- Procedimiento según la reivindicación 11, en que el catalizador es sangre animal completa.

10 18.- Procedimiento para fabricar productos de caucho espumoso a partir de dispersiones acuosas de caucho, en el que se libera oxígeno de un compuesto oxigenado inestable contenido en la dispersión, en presencia de un catalizador, para producir espuma, y ésta se moldea, coagula y vulcaniza, caracterizado por refrigerar la dispersión a una temperatura del orden aproximado de 30° a 60°F antes de incorporar el referido catalizador, para retardar la descomposición durante las fases iniciales de la reacción.

15 19.- Procedimiento según la reivindicación 18, en el que la dispersión de caucho comprende látex de caucho natural, el compuesto oxigenado es peróxido de hidrógeno, y el catalizador, levadura.

20 20.- Procedimiento según la reivindicación 18, en el que la dispersión acuosa comprende un caucho sintético del tipo de copolímeros de butadieno, el compuesto oxigenado es peróxido de oxígeno, y el catalizador, levadura.

25 21.- Procedimiento para fabricar productos de caucho espumoso que comprende refrigerar una dispersión acuosa de látex de caucho a una temperatura del orden aproximado de 30° a 60°F; incorporarle un compuesto oxigenado inestable capaz de ceder oxígeno libre al descomponerse, en unión de un catalizador de dicha descomposición; introducir la mezcla resultante en un molde antes de desprenderse oxígeno en cantidad apreciable y formarse espuma; cerrar

30



5 el molde y dejar que en su interior termine la descomposición, llenando así el molde de caucho espumoso; congelar la espuma dentro del molde, sometiéndola a una temperatura inferior al punto de congelación del látex durante un lapso insuficiente para efectuar la coagulación irreversible del látex; introducir un coagulante en la masa congelada para su coagulación irreversible, y vulcanizar el material coagulado para obtener un producto poroso de caucho en espuma.

10 22.- Procedimiento para fabricar productos de caucho espumoso, partiendo de dispersiones acuosas por descomposición de compuestos oxigenados inestables incorporados a dichas dispersiones para liberar oxígeno en presencia de materiales que catalizan la descomposición,
15 en el cual para producir la reacción de descomposición y formar espuma de la dispersión, se emplea como catalizador un material adsorbente finamente dividido.

23.- Procedimiento según la reivindicación 22, en el que el adsorbente es carbón vegetal o animal.

20 24.- Procedimiento según la reivindicación 22, en el que el material adsorbente es carbón vegetal o animal con una substancia adsorbida que contiene catalasa.

25 25.- Procedimiento según la reivindicación 24, en el que el material que contiene catalasa es levadura.

26.- Procedimiento para fabricar caucho esponjoso que comprende incorporar a una dispersión acuosa de caucho un compuesto oxigenado inestable capaz de liberar oxígeno al descomponerse; agregar a la citada dispersión material adsorbente finamente dividido, como catalizador de la
30 descomposición; permitir que el compuesto oxigenado se descomponga produciendo espuma de la dispersión de caucho; coa-



gular el caucho espumoso, y vulcanizar el producto coagulado.

5 27.- Procedimiento según la reivindicación 26, en el que el material adsorbente es carbón vegetal o animal.

28.- Procedimiento según la reivindicación 27, en que el carbón vegetal o animal ha adsorbido una pequeña proporción de catalasa.

10 29.- Procedimiento según la reivindicación 27, en el que el carbón vegetal o animal ha adsorbido una proporción pequeña de levadura.

15 30.- Procedimiento para fabricar caucho espumoso que comprende incorporar a una dispersión acuosa de caucho un compuesto oxigenado inestable capaz de liberar oxígeno al descomponerse, en unión de un catalizador de tal descomposición; modificar la actividad inicial del catalizador incorporando una pequeña proporción de un inhibidor químico; permitir que se descomponga el compuesto oxigenado haciendo espuma de la dispersión de caucho; coagular el caucho espumoso, y vulcanizar el producto coagulado.

20 31.- Procedimiento según la reivindicación 30 en el que el inhibidor químico es un material seleccionado de la clase constituida por formaldehído, sulfanilamida, tolueno y pentaclorofenato sódico.

25 32.- Procedimiento para fabricar caucho esponjoso que comprende incorporar a una dispersión acuosa de caucho un compuesto oxigenado inestable capaz de liberar oxígeno al descomponerse, en unión de una pequeña proporción de levadura, como catalizador de tal descomposición, preparada mediante dispersión en agua a una temperatura del orden de 70° a 120°F; permitir que se descomponga el com-

30

200973 6 DIC.



puesto oxigenado produciendo espuma de la dispersión de caucho; coagular el caucho espumoso, y vulcanizar el producto coagulado.

5 33.- Procedimiento para fabricar caucho espon-
 joso que comprende incorporar a una dispersión acuosa de
 caucho un compuesto oxigenado inestable capaz de liberar
 oxígeno al descomponerse, en unión de una pequeña propor-
 ción de levadura, como catalizador de tal descomposición,
 cuya actividad catalítica se ha modificado mediante disper-
 10 sión en agua y contacto inmediato de esta dispersión con
 una corriente de gas seleccionado de la clase constituida
 por aire, oxígeno y dióxido de carbono; permitir que el
 compuesto oxigenado se descomponga formando espuma de la
 dispersión de caucho; coagular el caucho espumoso, y vul-
 15 canizar el producto coagulado.

34.- Procedimiento para fabricar goma esponjosa del tipo de espuma de látex.

Esta memoria consta de cincosiete páginas, escritas por una sola cara.

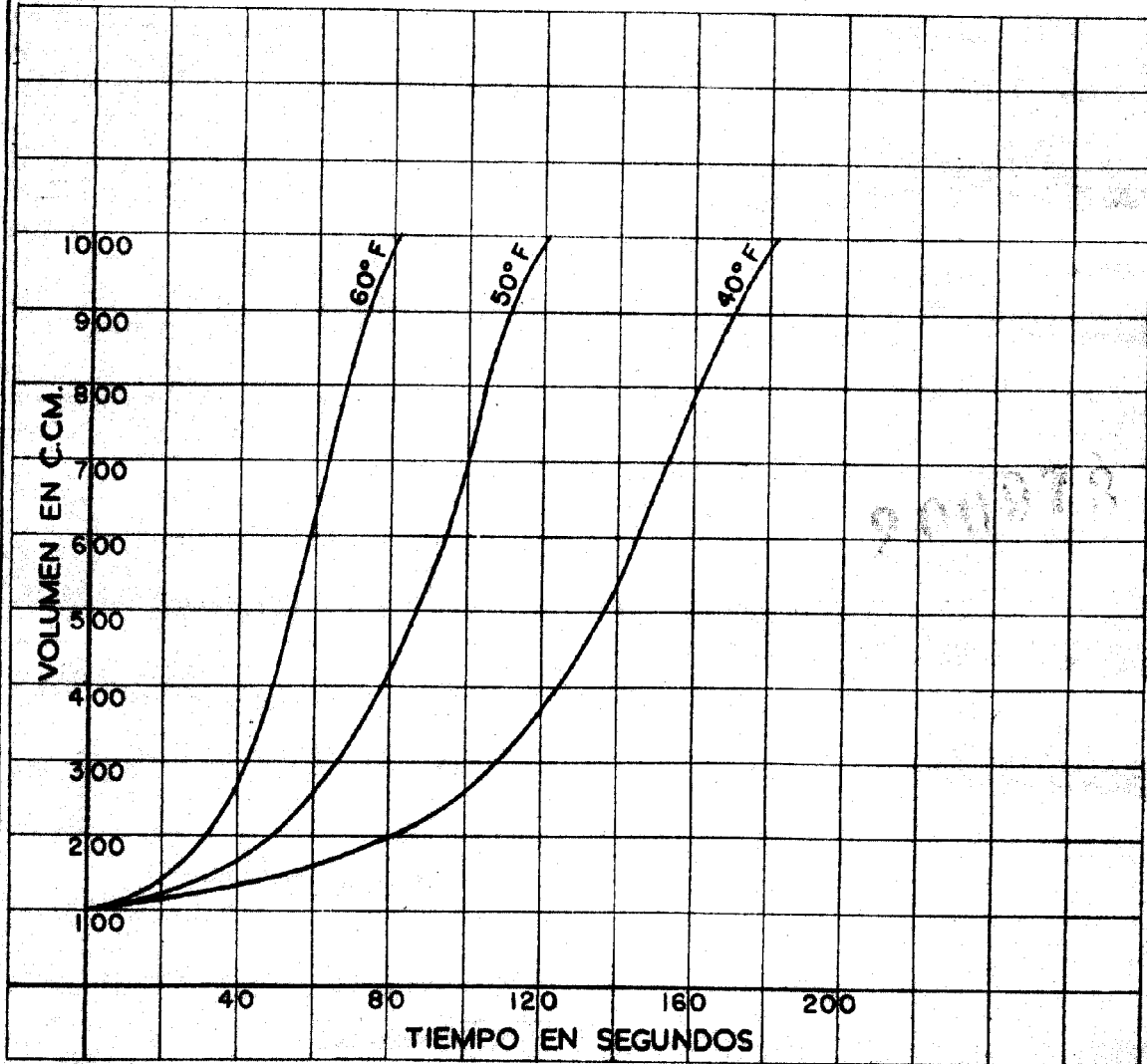
BARCELONA, 6 DIC. 1951

P.A.

JOSÉ M. BOLIBAR



Fig. I.



P.A.
JOSÉ M. BOLÍBAR
P. P.

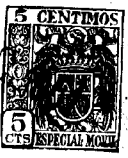
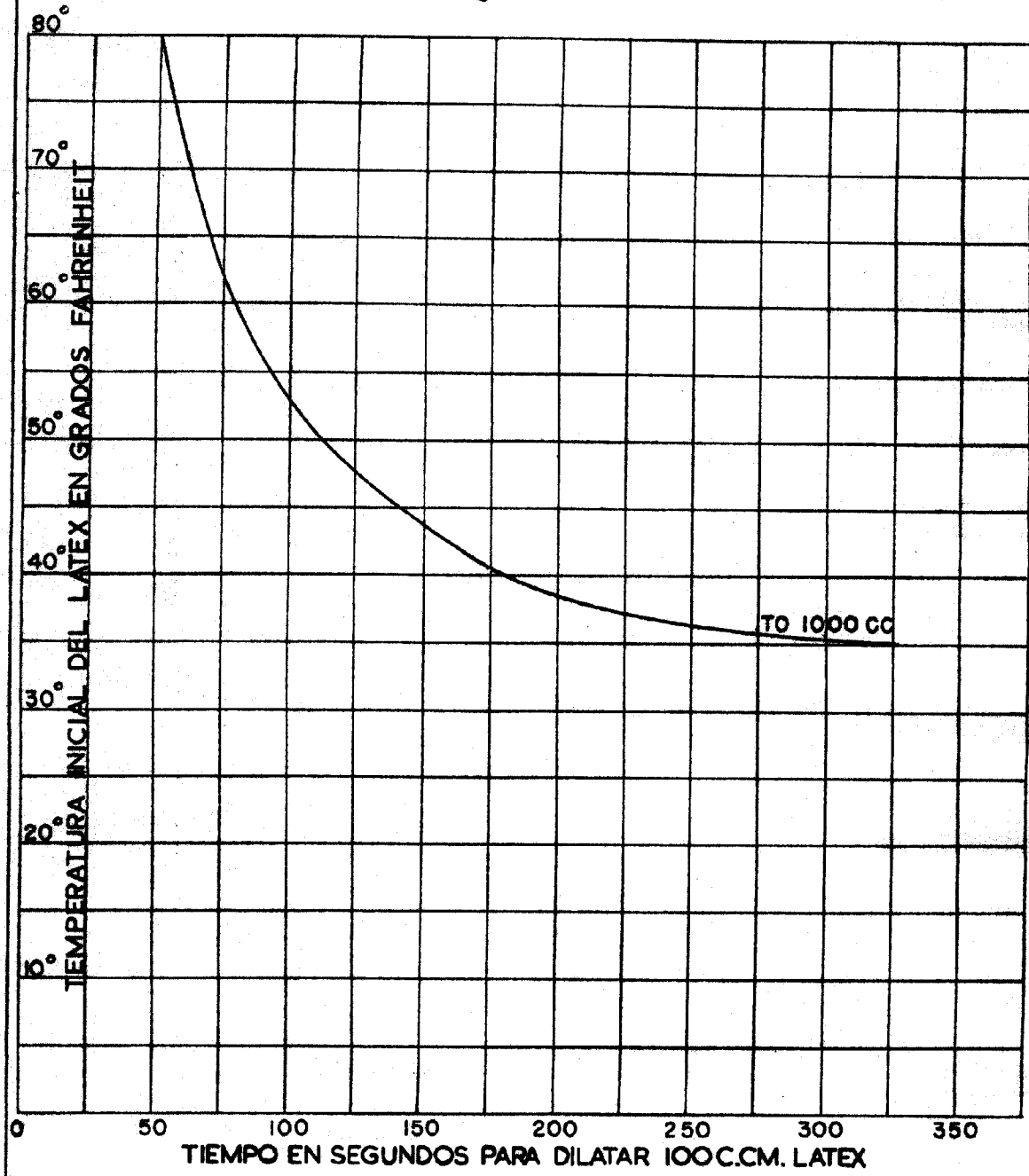


Fig 2.



J. A.
 JOSÉ M. BOLIBAR
 S.P.

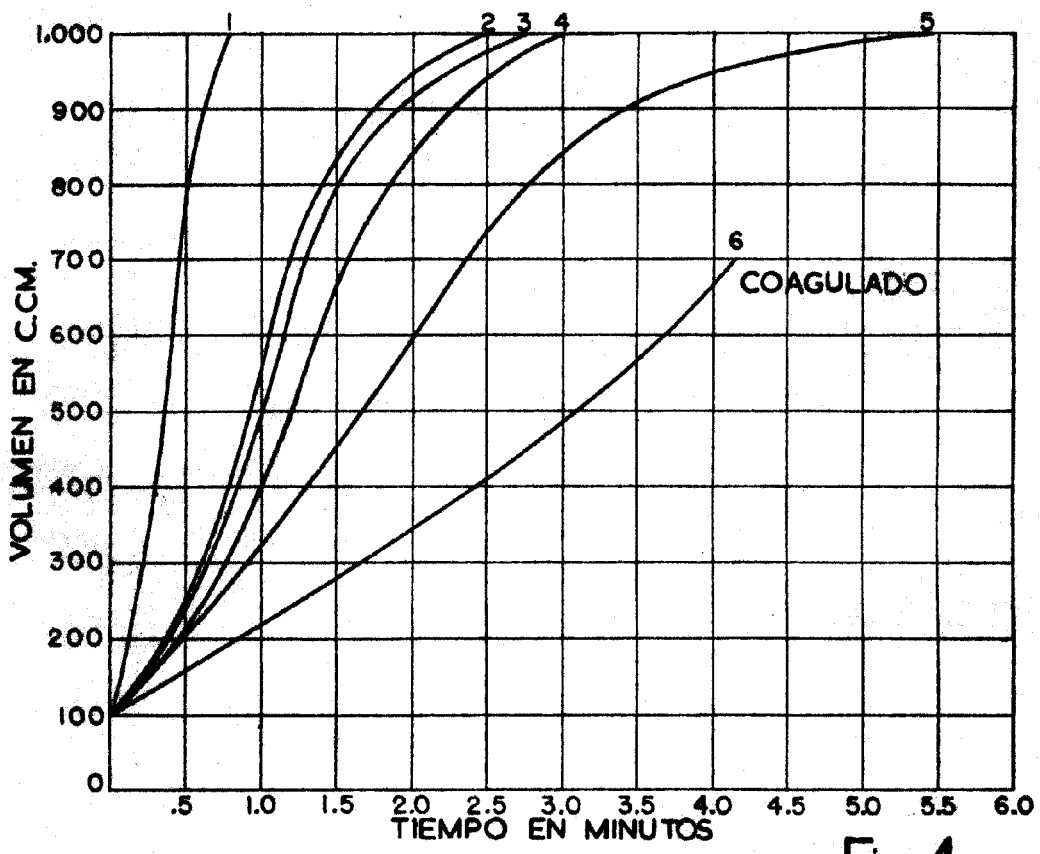


Fig.4.

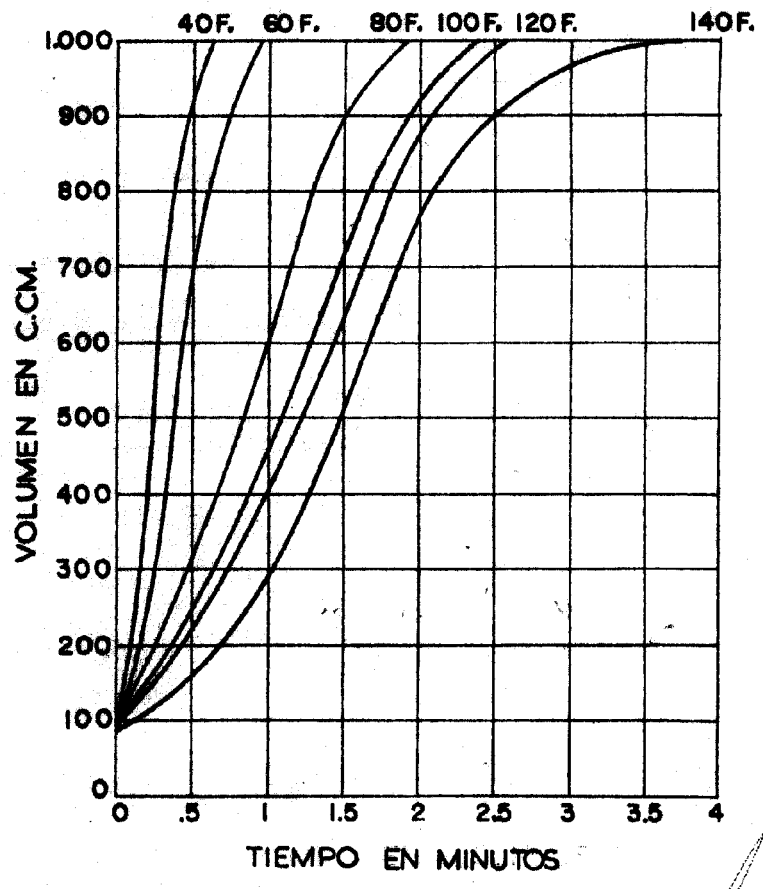


Fig.3

P.A.
JOSÉ MA. BOLÍBAR
P.P.



Fig.5.

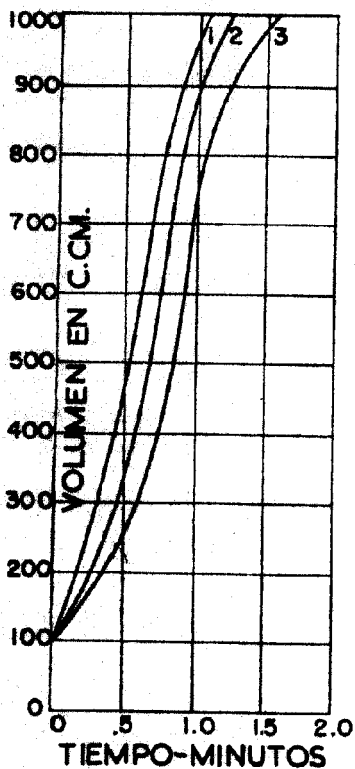


Fig.7.

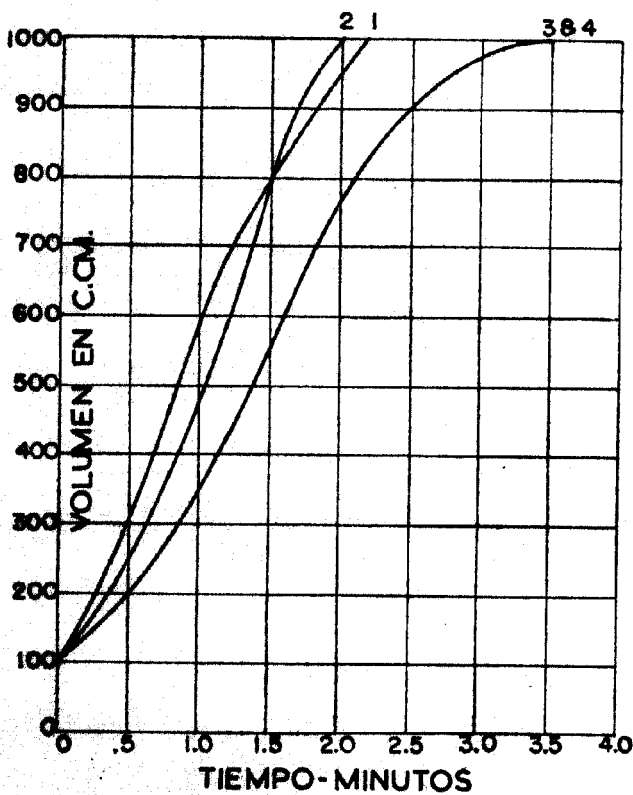
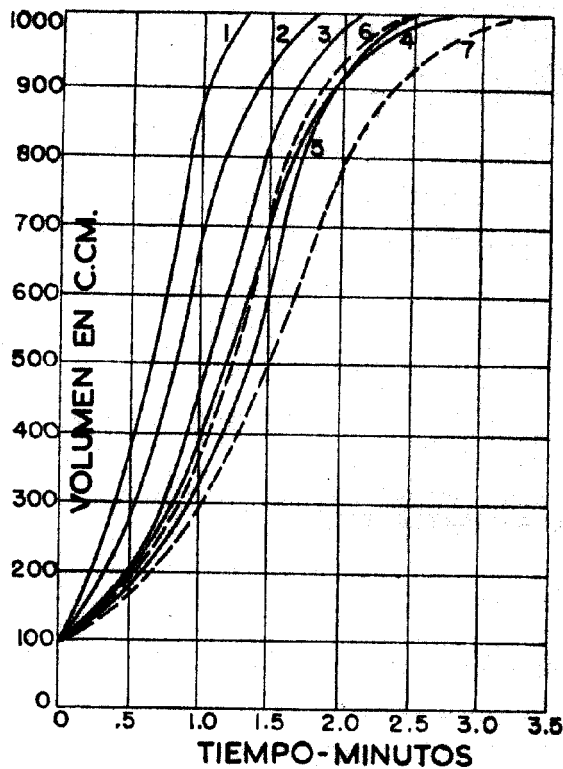


Fig.8

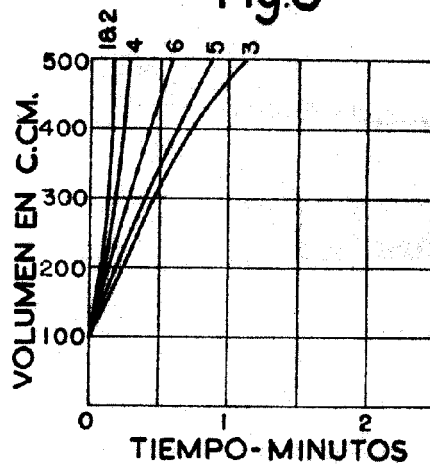


Fig.6.

J.A.
JOSÉ M. BOLIBAR
P.R.