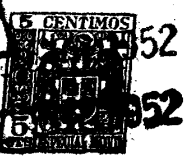


MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL



201405

001405

12 ENE. 1952

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

PATENTE DE INVENCION

en

ESPAÑA

por VEINTE años

a nombre de UNITED STATES RUBBER COMPANY, entidad norteamericana, establecida en Rockefeller Center, 1230 Sixth Avenue, Nueva York, N.Y., Estados Unidos, por:

"MEJORAS INTRODUCIDAS EN LA PREPARACION DE DISPERSIONES ACUOSAS DE CAUCHO BUTILICO".

Este invento se refiere a dispersiones acuosas de caucho butilico, particularmente a dispersiones con particulas de pequeno tamaño, y a un método de producir las.

El caucho butilico, como es sabido, se hace por la copolimerización directa de una isopolefina y una pequeña cantidad de un dieno conjugado, de modo que no puede obtenerse en su fabricación una forma de látex de este tipo

5

201405



de caucho sintético. Es deseable para muchos fines que el caucho butílico esté en forma de una dispersión acuosa, y se han sugerido métodos de preparar dispersiones acuosas de caucho butílico usando agentes dispersantes coloidales hidrofílicos, tales como jabón y caseína solubilizada. Tales dispersiones tienen un diámetro medio de partículas por encima de 3 micras, usualmente alrededor de 4 a 5 micras. Para varios fines, particularmente en procesos para impregnar el papel, es deseable tener un latex con partículas de tamaño menor, es decir, uno con un diámetro medio de partículas de hasta 2 micras.

Se ha propuesto dispersar caucho butílico en agua por medio de un jabón o de caseína solubilizada, y también mezclar caucho butílico con caolín y dispersar luego la mezcla en agua por medio de jabón como agente dispersante. Estas dispersiones tiene un valor de pH desde 9 a 11 y un diámetro medio de partículas de 4 a 5 micras, y aunque estables a las adiciones de material alcalino, son inestables a las adiciones de material ácido.

De acuerdo con el presente invento, se crean nuevas composiciones de materia que comprenden caucho butílico dispersado en un medio acuoso que contiene caolín como único agente dispersante.

De acuerdo con otra característica del invento, un método de hacer una dispersión acuosa de caucho butílico comprende mezclar caolín con caucho butílico para formar una masa coherente que contiene el caolín uniformemente dispersado en ella, añadir agua a la masa coherente mientras se con-

201405



tinúa la acción de mezcla hasta que ocurra inversión de fase con lo cual el caucho butílico resulta dispersado en el medio acuoso, siendo efectuada tal dispersión sin la adición de un agente dispersante distinto del caolín.

5

El caolín es una arcilla no coloidal y es muy diferente en sus características de las arcillas coloidales, tales como las del grupo de la montmorillonita, por ejemplo, la bentonita, que es un agente dispersante bien conocido para el caucho natural. Tal caolín y tales arcillas

10

de montmorillonita son comunmente comparadas entre sí como extremos opuestos en propiedades tales como disposición espacial, cargas eléctricas y capacidades de permutación de bases, porosidad y absorción del agua, y constitución química. Las dispersiones se hacen sin añadir jabones, materiales proteináceos o cualquier otro agente dispersante que el caolín. Es sorprendente que una dispersión

15

acuosa de caucho butílico exenta de jabón y libre de proteínas, pueda prepararse con caolín como único agente dispersante, en vista del uso común del caolín en el caucho natural, meramente como material de carga, y la creencia de que sólo arcillas coloidales, tales como la bentonita, actúan como agentes dispersantes para el caucho natural.

20

Al llevar a la práctica el presente invento, el caolín y el agua se mezcla con el caucho butílico en un mezclador interno, estando el agua en cantidad suficientemente pequeña para mantener el caucho en la fase continua. Luego se añade agua hasta que ocurra inversión de fase, con lo cual el caucho butílico resulta dispersado en el agua; pue-

25

201405



ENE 1952

den añadirse más cantidades de agua para dar una dispersión de la concentración final deseada del caucho butílico. La cantidad de caolín es con preferencia desde 60 a 100 partes en peso de caolín por 100 partes en peso de caucho butílico, pero puede ser una cantidad menor o una mayor, por ejemplo, tan baja como 40 partes en peso o tan alta como 125 partes en peso de caolín por 100 partes en peso de caucho butílico. El caolín puede añadirse en incrementos al caucho butílico en un mezclador interno, tal como un mezclador de Werner & Pfleiderer, y puede añadirse una pequeña cantidad de agua con el caolín para impedir la pérdida de caolín por "hinchazón" con subida y bajada de la tapa del mezclador, pero tal agua no debe estar en cantidad suficiente para hacer que la arcilla se vuelva escurridiza. Las sucesivas adiciones de incrementos de caolín no deben hacerse hasta que la carga sea coherente y el caolín presente esté uniformemente dispersado. La cantidad de agua así añadida es insuficiente para determinar una "ruptura" en la masa con inversión de fase. Alternativamente, el caolín puede mezclarse uniformemente en el caucho butílico seco sobre un molino para caucho o en un mezclador de Banbury, y la mezcla puede transferirse a un mezclador interno. Luego se añade agua gradualmente o por incrementos a la carga coherente de caucho butílico que está en el mezclador, hasta que ocurra inversión de fase y después de trabajar la dispersión invertida que es una pasta espesa durante un corto tiempo en el mezclador para hacerla uniforme, puede añadirse más agua para reducir la concentración de la dispersión en la medida de-

201405



seada.

5 El caucho butílico se prepara por la polimerización de una mezcla de una mayor proporción de una isocolefina y una menor proporción de dieno conjugado en presencia de un catalizador de polimerización de Friedel-Craft, por ejemplo, cloruro de aluminio o trifluoruro de boro. El dieno conjugado puede ser 0,5% a 15% en peso de la mezcla polimerizable y correspondientemente el copolímero puede contener 0,5% a 15% en peso del componente de dieno conjugado y 85% a 99,5% en peso del componente isocolefínico. Ejemplos de tales isocolefinas son el isobutileno (dimetiletileno, 2-metilbuteno-1 (etil metil etileno), 2-etil buteno-1 (dietil etileno), y ejemplos de dichos dienos conjugados son el butadieno-1,3, el isopreno (metil-2-butadieno-1,3), el 2,3-dimetil butadieno-1,3, y el piperileno (pentadieno-1,3).

15 El ejemplo siguiente ilustra el invento, siendo en peso todas las partes y porcentajes.

Ejemplo.

20 100 partes de caucho butílico (un copolímero de 98% a 99% de isobutileno y 2% a 1% de isopreno) y 10 partes de un caolin comercial (arcilla Buca, vendida por Moorey Hunger) se introdujeron en un mezclador interno del tipo de Werner and Pfleiderer equipado con una camisa de enfriamiento a través de la cual se mantuvo circulante agua de refrigeración. Una pequeña cantidad de agua se añadió también para impedir la pérdida de arcilla por hinchazón con subida y bajada de la tapa; sin embargo, dicha agua no debe añadir-

201405



se en cantidad suficiente para hacer que la arcilla sea escurridiza. La carga se mezcló hasta que fué coherente y el caolin estuvo uniformemente dispersado, después de lo cual se introdujo en la carga una segunda adición de la arcilla (con una cantidad pequeña de agua). Se hicieron a la carga adiciones ulteriores de arcilla (con pequeñas cantidades de agua) cada vez después de que la carga se había hecho coherente por la acción de mezcla hasta que se hubieron añadido 100 partes de la arcilla. Se añadió luego agua en pequeños incrementos con acción de mezcla hasta homogeneidad, hasta que el agua añadida fué de aproximadamente 20% de la masa que estaba en el mezclador con el caucho butílico todavía en la fase continua. Se añadió luego más agua hasta que tuvo lugar inversión de fase, ocurriendo esto cuando el agua fué de aproximadamente 27% de la masa que estaba en el mezclador. Después de mezclar durante unos 15 minutos para hacer uniforme la dispersión, se añadió agua para reducir la pasta espesa de la dispersión a una dispersión libremente fluyente con un contenido total de sólidos de 65%.

Se hicieron dispersiones similares usando 60, 70, 80, 90 y 100 partes de otro caolin comercial (arcilla Dixie vendida por R.T. Vanderbilt and Co., Inc.) por 100 partes de caucho butílico y las pastas de dispersión se diluyeron a un contenido total de sólidos del 50%.

Las anteriores dispersiones de acuerdo con el presente invento eran neutras (ph de $7 \pm 0,25$). El diámetro medio de las partículas de las dispersiones fué de 1 a 2 micras.

201405



Las dispersiones pueden prepararse para su vulcanización con ingredientes de vulcanización convencionales. Las dispersiones se hacen inestables con aglomeración de partículas visibles a simple vista al añadir material alcalino, por ejemplo, jabón, de modo que su pH debe mantenerse por debajo de 8. Las dispersiones son estables al material ácido y pueden reducirse a un pH tan bajo como 2 con ácidos libres o con sales ácidas, por ejemplo, alumbre. De hecho, ha resultado que el sulfato de aluminio en cantidades de hasta 0,15 partes por 100 partes de caucho butílico ayuda a dispersar el caucho butílico cuando se añade durante el ciclo de dispersión. Por estas propiedades, parece que las dispersiones del presente invento tienen propiedades de naturaleza catiónica.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en los Estados Unidos, el 13 de Enero de 1951, bajo el Número 205.954, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto Ley sobre Propiedad Industrial.

**MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL**

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

Los puntos de invención propia y nueva que se

201405



presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, son los siguientes:

5 1º. Mejoras introducidas en la preparación de composiciones que comprenden caucho butílico dispersado en un medio acuoso, caracterizadas por que las mismas contienen caolín como único agente dispersor.

10 2º. Mejoras según se reivindican en el punto 1º., caracterizadas por que las composiciones contienen desde 60 a 100 partes en peso de caolin por cada 100 partes en peso de caucho butílico.

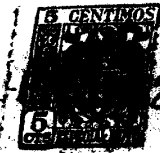
3º. Mejoras según se reivindican en los puntos 1º. ó 2º., caracterizadas por que las composiciones tienen un valor de pH que no es menor de 2 pero que es menor de 8.

15 4º. Mejoras según se reivindica en cualquiera de los puntos anteriores, según las cuales el diámetro medio de partículas de las de la dispersión no es mayor de dos micras.

20 5º. Mejoras introducidas en la preparación de composiciones según se reivindican en cualquiera de los puntos anteriores, caracterizadas por que se mezcla caolin con caucho butílico para formar una masa coherente que contiene el caolin uniformemente dispersado en ella, añadiéndose agua a la masa coherente mientras se continúa la acción de mezcla hasta que ocurra inversión de fase, con lo cual el caucho
25 butílico resulta dispersado en el medio acuoso, efectuándose dicha dispersión sin la adición de un agente dispersante distinto del caolín.

6º. Mejoras según se reivindica en el punto 5º.,

201405



5 según las cuales se mezcla caolin con caucho butílico y una pequeña cantidad de agua para formar una masa coherente con el caucho butílico en la fase continua y el agua y el caolin dispersados uniformemente en ella, añadiéndose agua a la masa coherente mientras se continua la acción de mezcla hasta que ocurra inversión de fase, con lo cual el caucho butílico queda dispersado en el medio acuoso.

7º. Mejoras introducidas en la preparación de dispersiones acuosas de caucho butílico.

10 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de nueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid 12ENE.1952

P. A.

Alberto de Elzaburu
Por Poder.