

P - 9809

Case U 955

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

202606



202606

22 MAR 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 de América, por:

"UN METODO DE PREPARAR CAUCHO"

- 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 -

Este invento se refiere a la preparación de caucho de tal suerte que se impida el desarrollo de la coloración rosa resultante de la presencia en el caucho de Di-beta-naftil-para-fenilendiamina simétrica, como anti-oxidante. La Diamina simétrica de Di-beta-naftil-para-fe-

202606



nileno es uno de los mejores y más perfectos antioxidantes que se puedan encontrar, con mucho, para el caucho vulcanizado. Presenta sin embargo, la característica inconveniente de que se vuelve rosada cuando se halla sometida a ciertas condiciones, particularmente bajo la influencia de la luz y de las condiciones determinantes de oxidación. Bajo las condiciones ordinarias de conservación no se presenta la coloración rosada. Sin embargo, esta coloración parece resultar catalizada por la luz y ciertos medios oxidantes, tales como los vapores de óxido nítrico y el ozono; y allí donde estas condiciones predominan, la coloración rosada aparece muy rápidamente con frecuencia. Se presenta, por tanto, durante las operaciones de blanqueado, tal como el realizado con cloro y agua oxigenada, especialmente el primero. Este tinte rosa altera el color o matiz deseado para el artículo y resulta sumamente inconveniente.

El problema de la coloración rosada como resultado del empleo de este antioxidante en las composiciones de caucho, así como en los artículos que contienen esta materia, resulta particularmente grave en el caso de compuestos de caucho vulcanizado de colores claros, tales como los de color crema, azul, amarillo, denominado natural, blanco, etc. La causa es que el desarrollo del color rosado por descomposición u otra alteración del antioxidante, hace que el matiz resultante difiera del que se deseaba.

El problema de la coloración rosada se plantea particularmente en el caso de artículos o materias he-

202606



De acuerdo con la presente invención se evita o reduce esencialmente la aparición progresiva de la coloración rosa en artículos de caucho vulcanizado que contienen como antioxidante Diamina simétrica del Di-beta-naftil-para-fenileno, incorporando antes de la vulcanización 2,5 Di-hidroquinona butílica terciaria en la composición de caucho empleada como materia en la fabricación.

Aunque la 2,5 di-hidroquinona butílica terciaria sea por sí misma un exiguo antioxidante del caucho, actúa grandemente de una manera no explicada todavía, para suprimir la tendencia que posee normalmente la Diamina simétrica del Di-beta-naftil-para-fenileno para provocar la coloración rosada. Esto queda ilustrado en los siguientes ejemplos. En todos estos ejemplos se emplea la misma formulación básica con la única diferencia de la adición de la Diamina simétrica de Di-beta-naftil-para-fenileno solar en el ejemplo 1º, el empleo de la 2,5 Di-hidroquinona butílica terciaria en el ejemplo 2º y el uso de la combinación de dos compuestos en los ejemplos 3º y 4º.

20

La fórmula básica era:

	<u>Partes en peso</u>
Sólidos de caucho (de latex de caucho natural)	100
Azufre	3
Acelerador.	1
25 Oxido de Titanio	5
Oxido de Zinc	3

202606



En cada uno de los ejemplos que siguen, los anteriores ingredientes de la composición, junto con el antioxidante o con el inhibidor de la coloración o con ambos, son mezclados con el latex del caucho natural coagulándose después la mezcla resultante en forma de hilo por los métodos establecidos y tratándose el hilo resultante por los medios usuales.

EJEMPLO 1º:

Se introduce en la citada formulación una parte de Diamina simétrica de Di-beta-naftil-pare-fenileno. El hilo resultante después de sometido a un ensayo de coloración rosa acelerado en el "weatherometro", pero con las muestras desviadas del arco voltaico) comenzando a colorearse después de 15 minutos y presentando un color rojo muy pronunciado después de una hora. El material no envejecido posee una resistencia a la tracción de 420 Kgs/cm² y un alargamiento de 715%. Después de envejecimiento de 400 horas en la bomba de oxígeno Bierer-Davis manifiesta una resistencia a la tracción de 250 Kgs/cm² y un alargamiento de 600%.

EJEMPLO 2º:

Con la formulación básica antes dada se incluyeron una y dos partes (en dos ensayos) de 2,5 Di-hidroquinona butílica terciaria. Los vulcanizados no envejecidos tenían una resistencia tensil de 400 Kgs/cm² y un alargamiento de 690%. Después de envejecimiento de 400 horas de la misma manera que en el Ejemplo 1º, los vulcanizados re-

202606

sultan completamente desintegrados e inutilizables.

EJEMPLO 3º:

Con la formulación básica se introdujeron una parte de Diamina simétrica de Di-beta-naftil-para-fenileno y dos partes de 2,5 Di-hidroquinona butílica terciaria. Las propiedades de envejecimiento del material vulcanizado fueron iguales a las del vulcanizado del Ejemplo 1º. El material fué sometido a una coloración acelerada en rosa exactamente como en el Ejemplo 1º. Dicha coloración no se inició hasta que transcurrieron 100 minutos.

El ejemplo 3º indica claramente que el empleo de dos partes de 2,5 Di-hidroquinona butílica terciaria resulta altamente eficaz para inhibir el desarrollo del color rosa cuando se utiliza una parte del antioxidante en cuestión. La inhibición del color rosado efectuada aplicando dos partes de 2,5 Di-hidroquinona butílica terciaria en conformidad con este Ejemplo resulta suficiente para eliminar dicha coloración rosa en las circunstancias ordinarias.

EJEMPLO 4º:

Se duplica o repite exactamente el ejemplo 3º, excepto que se emplearon cuatro partes de 2,5 Di-hidroquinona butílica terciaria. Cuando el material resultante se sometió, como antes, a la prueba normal de la coloración rosa, ésta no se inició hasta que han transcurrido 220 minutos.

La inhibición de esta coloración efectuada

202606

mediante el empleo de cuatro partes del inhibidor de conformidad con el ejemplo 4^o, es suficiente para eliminar la aparición del color rosa, incluso bajo las más adversas condiciones que se presentan en la práctica.

5 La cantidad de Diamina simétrica de Di-beta-naftil-para-fenileno utilizada puede variar ampliamente. Sin embargo, alcanza usualmente un valor de 0.25 hasta 2.0 de peso en relación con el del caucho. En cualquier caso, la cantidad tiene que ser suficiente para actuar
10 eficazmente como un antioxidante con relación al producto vulcanizado.

La cantidad de 2,5 Di-hidroquinona butílica terciaria puede variar ampliamente. El efecto inhibidor resulta grosso modo proporcional a la cantidad
15 utilizada. La cantidad que se emplee dependerá de la magnitud de la inhibición deseada, así como de las condiciones a las que se halla sometido el producto vulcanizado.

Hablando en general, la cantidad de 2,5 Di-hidro-quinona butílica terciaria alcanzará el valor
20 de 0,25 hasta 5% en peso en relación con el del caucho. Se ha determinado que 2% en peso del inhibidor (basado sobre el peso del caucho) confiere prácticamente protección completa contra la aparición del color rosa, bajo las condiciones corrientes.

25 El inhibidor de la coloración rosa del presente invento posee la ventaja adicional de que hace disminuir marcadamente la decoloración que se presenta en

202606



el producto vulcanizado al ser expuesto a la luz. Esta
decoloración debe ser distinguida de la antes citada
coloración rosa. Es bien conocido el hecho de que la
Diamina simétrica del Di-beta-naftil-para-fenileno se
5 vuelve gris al ser expuesta a la luz. Por ejemplo, un
vulcanizado, perteneciente al tipo regular de producción
fabricado con una parte de este antioxidante por 100 par-
tes de caucho, adquiere un color gris oscuro al ser ex-
puesto directamente durante dos horas, al arco voltaico
10 del Weatherómetro. Por el contrario, el producto del ejem-
plo 3^a, que contiene dos partes del inhibidor, solamente
se vuelve medio gris, después de haber sufrido la misma
exposición a la luz, mientras que el del ejemplo 4^a des-
pués de idéntica exposición, solo se colorea de un gris
15 muy claro.

El presente invento puede ser aplicado a
cualquier material de caucho en el que se haya usado como
antioxidante la Diamina simétrica de Di-beta-naftil-para-
fenileno, incluyendo materiales en que el caucho sea
20 caucho natural o caucho sintético, tal como neopreno o
un copolímero de naturaleza análoga del butadieno o del
estirolo.

MALA REPRODUCCION
POR DEFECTO DEL ORIGINAL

- O - N O T A - O -



2052

202606

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

5 1ª. - Un método para inhibir el desarrollo de la coloración rosada en los artículos de caucho vulcanizado que contienen Diamina simétrica de Di-beta-naftil-para-fenileno, que incluye la adición de 2,5 Di-hidroquinona butílica terciaria en la formulación del caucho, antes de su vulcanización.

10 2ª. - Un método según se reivindica en el punto 1, en el cual la di-beta-naftil-parafenilendiamina simétrica está presente en una proporción desde 0,25 a 2% del peso del caucho y la 2,5-di-butil terc. hidroquinona se incorpora en la fórmula del caucho en una proporción

15 3ª. - Un método de preparar caucho.
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede y con los fines que se han especificado.

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

Madrid,

14 JUN. 1952

F. A.
Alberto de Elizaburu
[Signature]

DG/.

- 9 -