

AÑO

Expediente núm.

249048



REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

249048

PATENTE DE **INTRODUCCION**

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se acompaña a la solicitud de

una **PATENTE DE** **INTRODUCCION** por 10 años, en España

a favor de Mr. Denis Biron y

..... Mr. Roger Eudes, de nacionalidad

francesa domiciliado en Madrid

calle de Alcalá núm. 120

por:

“..... Procedimiento de preparación de un caucho sintético”

Nº 13877

Agente Sr. L A C R U Z

249048.

249048

MEMORIA DESCRIPTIVA

DE LA

PATENTE DE INTRODUCCION

Que se solicita para España por diez años

A favor de los Sres. Denis Biron y Roger Eudes

De nacionalidad francesa

Domiciliados en Madrid, calle de Alcalá 120

Por: " Procedimiento de preparación de un caucho sintético"

Madrid, 29 de abril de 1959



MEMORIA DESCRIPTIVA

249048

De la PATENTE DE INTRODUCCION que se solicita por diez años para España, a favor de los Sres. Denis Biron y Roger Eudes, de nacionalidad francesa, domiciliados en Madrid, Alcalá 120.

Por: " PROCEDIMIENTO DE PREPARACION DE UN CAUCHO SINTETICO "

Se ejecuta en Francia y este procedimiento se ha publicado en la Révue d'Etudies de Chémie Industriel, de.1954.

=====

1 Se ha ensayado hace mucho tiempo la fabricación de caucho sintético a partir de productos terpénicos, o también de hidrocarburos diversos, en particular petróleos.

5 Se han obtenido cauchos sintéticos por este procedimiento, pero la polimerización era muy larga para permitir una aplicación industrial.

10 Igualmente se ha procedido, a partir de una solución cauchutada en esencia de trementina y añadir a esta solución un ácido fuerte, tal como ácido sulfúrico, con un reductor. Por este último procedimiento, acelerando la polimerización por sulfonación, empleando un reductor; pero el producto obtenido re-



249048

particular de realización:

40 Se disuelven 100 gr. de caucho, reducido a hojas muy finas cortadas en pedazos muy pequeños, en 99 gr. de koroseno. La disolución tiene lugar en un mezclador en movimiento hasta la completa disolución del caucho y formación de una masa viscosa homogénea.

45 El caucho utilizado puede ser el de hoja ahumada, caucho puro, crepé, y también caucho sintético conocido como "CRS". Se puede utilizar asimismo, según el invento, como caucho de partida, caucho sintético obtenido por éste procedimiento que se patenta.

50 Cuando la disolución del caucho en koroseno esté terminada, se procede a la sulfonación, que contrariamente a lo que se hacía anteriormente, está hecha en fases sucesivas durante las cuales la masa es mantenida en agitación constante.

55 La primera fase consiste en añadir una solución compuesta de 100 gr. de agua y 100 gr. de ácido sulfúrico a 64-66 Beumés. La solución de ácido es añadida muy lentamente sobre la masa en agitación. Después esta masa es trabajada durante dos horas.

60 La solución de ácido no debe tener una concentración superior a 42° Beumés. Por bajo de ella se corre el riesgo de precipitar los asfaltos y alquitran que son perjudiciales y molestos para la polimerización

Para las fases siguientes, se echa igualmente la solución de ácido sobre la masa en agitación y esta masa debe ser traba



2

959

- 4

249048

65 jada durante dos horas después de cada añadido de solución de ácido.

La segunda fase consiste en añadir una solución compuesta de 50 gr. de agua con 100 gr. de ácido sulfúrico 64-66 Beaumé.

70 La tercera fase consiste en añadir una solución compuesta de 40 gr. con 100 gr. de ácido a 64-66 Beaumé.

La cuarta fase consiste en añadir una solución de 30 gr. de agua en 100 gr. de ácido a igual concentración.

La fase quinta consiste en añadir 24 gr. de agua con 100 de ácido

75 Las 6ª y 7ª fases consisten en añadir una solución de ácido en el agua, 16 gr. x 100 de ácido. La 7ª tiene por objeto asegurarse de la sulfonación esté completamente efectuada.

80 Se añade por fin un acelerante de polimerización, que podrá ser por ejemplo, trioximetileno de formol, o de fenol. Si el acelerante utilizado es el trioximetileno se realiza la operación preparando una solución de 110 gr. de aldehído fórmico a 30% en peso y 100 gr. de ácido sulfúrico a 64-66 Beaumé. Esta solución que contiene el triexametileno formado es derramada inmediatamente sobre la masa en agitación y a continuación trabajada durante 2 horas.

85 Es importante derramar la solución de aldehído fórmico y de ácido sulfúrico inmediatamente después de efectuada, de forma que el trioximetileno actúe prácticamente en el estado



249048

naciente .

90

La masa tranajada se deja entonces en reposo durante 24 horas.

Esta masa es ácido y se neutraliza con sosa cáustica o carbonato de sosa anhidro, después que el mezclador ha sido puesto en marcha y la masa se ha vuelto untosa y homogénea.

95

La neutralización por la sosa cáustica, se consigue, por ejemplo, añadiendo poco a poco a la masa en agitación 700 gr. de sosa cáustica en pedazos o de preferencia en escamas. La masa se calienta por reacción de la sosa con el ácido, provocando el desprendimiento de vapor de agua. La agitación se mantiene hasta la desaparición del vapor.

100

Si se utiliza carbonato de sosa para la neutralización, hay que añadir a la masa ácida en agitación, 900 gr. de carbonato de sosa en polvo. Cuando la masa está neutralizada, se lava con agua caliente.

105

El secado se efectúa en cilindros calentados por cualquier procedimiento: ejemplo; una calandria, y el caucho está terminado cuando la masa empieza a verter por uno de los cilindros, se deja después secar el caucho al abrigo del sol y de la luz durante ocho días.

110

El caucho obtenido puede ser tratado como el caucho natural, cargándolo, plastificándolo y vulcanizándolo.

El caucho obtenido por el procedimiento que acabamos de describir está en la proporción media del 80% .

Se hace constar que la invención no está limitada a los



249048

115 detalles que acaban de describirse. Por ejemplo, puede va-
rriarse la proporción de caucho con relación al keroseno en
la disolución primera, obteniéndose entonces rendimientos
variables, como por ejemplo, 6% de goma natural en peso con
relación al keroseno, dan un rendimiento de 70 a 72%; con
120 8% de goma natural, el rendimiento pasa a 75%; con 12% se
obtiene un rendimiento de casi 85%, entendiéndose por ren-
dimiento la relación de peso de caucho sintético obtenido
en peso de la disolución de caucho primera en el keroseno.

Es difícil aumentar el porcentaje de goma natural
125 en la disolución con el keroseno por encima del 12%, pues
entonces la masa se vuelve demasiado viscosa y es difícil
de mezclar.

El keroseno utilizado es, como se sabe, la parte reco-
gida en el curso de la destilación del petróleo bruto, entre
130 las temperaturas de 150 a 280° , siendo su densidad media
de 0,820.

En la descripción que precede y en la notas reivindica-
torias, cuando se habla de "caucho" se entiende aplicable
esta denominación a toda goma natural, o sintética, hoja ahu-
135 mada , caucho para crepé, o caucho ya obtenido por el proce-
dimiento objeto de esta patente, en su disolución en kerose-
no.

Cualquiera que sea el porcentaje de caucho puesto en
disolución en el keroseno está comprendido entre 6 y 12% apro-
ximadamente (peso de caucho en la mezcla con el keroseno
140

249048



- 7

se obtiene un caucho sintético con las características mecánicas análogas a las del natural, con una carga de ruptura de 128 Kg/cm, alargamiento (%) de 650 y una dureza Shore de 40.

145 Se hace constar nuevamente que lo descrito es sólo a título de ejemplo y que es susceptible de mejoras, siempre que no se altere el procedimiento de obtención, reivindicándose con arreglo a las siguientes,

N O T A S

150 1ª.- "Procedimiento de preparación de un caucho sintético", caracterizado esencialmente por partirse de una disolución de goma en keroseno, que está tratada primeramente por ácido sulfúrico, a la que se ha añadido un acelerante de polimerización.

155 2ª.- "Procedimiento de preparación de un caucho sintético", como se reivindica en la nota 1, caracterizado esencialmente porque el tratamiento con ácido sulfúrico está hecho por soluciones sucesivas de ácido de concentraciones crecientes.

160 3ª.- "Procedimiento de preparación de un caucho sintético" como se reivindica en las notas 1 y 2, caracterizado porque la solución primitiva de ácido sulfúrico no pasa de 42° Beaumé, añadiéndose soluciones más concentradas por lo menos dos veces antes de terminar este procedimiento de obtención.

4ª.- "Procedimiento de preparación de un caucho sintético" como se reivindica en las notas anteriores, caracterizado esencialmente porque la disolución de goma en el keroseno está ama-

165 seda durante la adición de cada solución de ácido sulfúrico,
continuando el amasado durante varias horas antes de la adición.
siguiente.

170 5a.- "Procedimiento de preparación de un caucho sintético"
como se reivindica en las notas anteriores, caracterizado
esencialmente porque se le añade a la mezcla un acelerante de
polimerización constituido por trioximetileno producido en estado
naciente a partir del aldehído fórmico y ácido sulfúrico.

175 6a.- "Procedimiento de preparación de un caucho sintético",
como se reivindica en las notas anteriores, caracterizado esencialmente
por efectuarse en la mezcla una neutralización con sosa cáustica y/o
carbonato de sosa anhidro, debiéndose continuar la agitación de la
mezcla hasta que cese la evaporación del vapor de agua, lavándose
seguidamente la masa neutralizada con agua caliente.

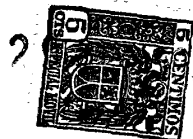
180 7a.- "Procedimiento de preparación de un caucho sintético",
como se reivindica en las notas anteriores, caracterizado esencialmente
porque la masa obtenida es secada en cilindros calentados, dejándose
secar después el caucho obtenido al abrigo del sol y de la luz,
durante ocho días.

185 8a.- "Procedimiento de preparación de un caucho sintético"

Tal y como se describe en la presente Memoria y reivindica en las anteriores notas.

Esta Memoria consta de ocho hojas foliadas y mecanografiadas por una sola cara.

Madrid, 29 de abril de 1959



LACRUZ
P.P.



249048 - 2

sultaba caro, a causa de la esencia de trementina y de la lentitud todavía importante de la polymerización.

15 Se ha ensayado también mejorar el procedimiento tratando la mezcla de goma natural preparada en caliente con aceite mineral. El tratamiento hacíase con ácido sulfúrico y un álcali. Este último procedimiento no ha dado resultados satisfactorios, como se esperaban, pues la polimerización era todavía un proceso lento.

20 El procedimiento mas reciente consiste, a partir de una disolución de goma natural en hidrocarburos cíclicos, tratando esta disolución por medio de ácido sulfúrico, después por un álcali y últimamente se acelera la polimerización por trioximetileno.

25 La polimerización se hacía más rápidamente al principio, pero quedaba pronto incompleto y el caucho sintético obtenido no podía prácticamente ser utilizado por mucho tiempo.

30 Esta invención tiene por objeto obtener un caucho sintético que se polimerice en un tiempo normal, y que sea por consecuencia susceptible de aplicación industrial, con un precio aceptable.

35 Según este procedimiento, se parte de una disolución de goma en keroseno, y se trata por dos soluciones de ácido sulfúrico, en fases sucesivas, por medio de soluciones de ácido de concentración creciente, manteniendo la mezcla durante cada aumento varias horas, por ejemplo, dos.

A continuación se describe con más detalle un ejemplo