

20
265765



P.- 20.859

59-27, Edwards

Rehecha I

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud
de

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

formulada el 15 de Marzo de 1.961, con el núm. 265.765

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de POLYMER CORPORATION LIMITED, entidad canadiense,
establecida en Sarnia, Ontario, Canadá, por:

"UN PROCEDIMIENTO DE VULCANIZACION SIMULTANEA DE COPOLIMEROS
DE ETILENO Y PROPILENO CON COPOLIMEROS INSATURADOS QUE CON-
TIENEN ISOBUTILENO"

5 Este invento se refiere a mezclas covulcanizables,
nuevas y útiles, de copolímeros, esencialmente saturados, de
etileno y propileno con polímeros que contienen isobutileno,
y que contienen insaturación carbono-carbono. Asimismo se re-
fiere a métodos para la preparación de estas mezclas y su vul-
canización.

10 Se ha considerado hasta ahora imposible obtener vul-
canizados dotados de buenas propiedades físicas, mezclando los
copolímeros esencialmente saturados de etileno y propileno, con
polímeros que contienen isobutileno, que contienen insaturación

265765



etilénica en su estructura molecular. Esta dificultad ha sido atribuída a la gran desigualdad en la vulcanizabilidad de las dos clases de polímeros, no siendo los polímeros saturados vulcanizables sin modificación de su estructura molecular, y siendo más o menos rápidamente vulcanizables los polímeros no saturados que contienen isobutileno, dependiendo de su grado de insaturación.

Los más conocidos polímeros no saturados del isobutileno son los llamados butil polímeros. Estos polímeros se preparan por copolimerización de isobutileno en mayor proporción, generalmente 80,0 - 99,9 % en peso, con una proporción menor, generalmente 0,1 - 20,0 % en peso, de un hidrocarburo olefínico poliinsaturado, tal como una diolefina conjugada, que tenga de 4 a 14 átomos de carbono por molécula. Se prefiere con mayor frecuencia el 2-metil butadieno-1,3, conocido más comúnmente como isopreno. Las reacciones de copolimerización se llevan a cabo normalmente a muy bajas temperaturas, por ejemplo, -70 a -120° C, y en un disolvente inerte para los monómeros, tal como el cloruro de metilo, con ayuda de un catalizador Friedel-Crafts, como por ejemplo cloruro de aluminio. Las moléculas de polímero obtenidas contienen secuencias de unidades de poliisobutileno unidas entre sí por una o más moléculas de la diolefina copolimerizada. Para cada molécula de diolefina copolimerizada, presente en el polímero, habrá un núcleo de insaturación carbono-carbono. Se cree que en la vulcanización de estos polímeros por métodos convencionales, por ejemplo con sistemas de vulcanización con azufre, quinoide o resina, el agente de vulcanización ataca a las moléculas en el doble enlace y/o en un átomo de carbono en posición alfa respecto del doble enlace, y efectúa un enlace cruzado con otro átomo de carbono, si-



265765

milarmen te situado en otra molécula o en otra parte de la misma molécula. Las moléculas de copolímeros de etileno y propileno, siendo esencialmente saturadas, no responderán a este tipo de vulcanización o enlace cruzado.

- 5 Recientemente se ha llegado al conocimiento de que los homo- y copolímeros esencialmente saturados de alfa olefinas tales como etileno y propileno pueden ser enlazadas en cruz, mezclándolos con peróxidos o perésteres orgánicos y un activador, y calentando las mezclas hasta unos 130-200°C.
- 10 Cuando se intentó aplicar este sistema de enlace cruzado a la vulcanización de polímeros no saturados que contienen isobutileno, se encontró que estos polímeros eran degradados o que los vulcanizados resultantes poseían malas propiedades físicas. Por ejemplo, cuando se intentó vulcanizar copolímeros de baja
- 15 insaturación, de isobutileno e isopreno, conteniendo de 1 - 1,5 moles % de insaturación, con peróxidos orgánicos, el polímero fué degradado. Con copolímeros similares de más alta insaturación, es decir, 1,5 a 4 moles % de insaturación, los vulcanizados resultantes tuvieron una resistencia a la tracción
- 20 inferior a unos 56 Kg./cm². Este valor es decididamente pequeño en comparación con resistencias a la tracción superiores a 140 kg/cm², que se obtenían normalmente al aplicar a estos polímeros los sistemas de vulcanización convencionales. Se cree que la razón del mal comportamiento de los sistemas de
- 25 vulcanización con peróxidos, en los polímeros que contienen isobutileno, es el mecanismo de tracción del peróxido. Se cree que forman radicales libres, los cuales quitan hidrógeno de los eslabones de poliisobutileno en los copolímeros que contienen isobutileno, y producen rotura de cadena. El poliisobutileno es particularmente sensible a la rotura de cadena, ini.
- 30



265765

20

5 ciada por el ataque por peróxido. Así, la presencia de peróxidos durante la vulcanización de polímeros no saturados, que contienen isobutileno, fué considerada como perjudicial e indeseable para la completa consecución de las propiedades físicas de estos polímeros.

Uno de los objetos de la presente invención es divulgar un procedimiento para la covulcanización de copolímeros de etileno y propileno, con polímeros no saturados olefínicamente, que contienen isobutileno.

10 Otro de los objetos es vulcanizar polímeros olefínicamente no saturados, que contienen isobutileno, en presencia de peróxidos orgánicos o peresteres orgánicos, evitando la severa pérdida de propiedades físicas en los vulcanizados resultantes, que se obtiene normalmente cuando se aplican
15 tratamientos con peróxidos o peresteres orgánicos a estos polímeros no saturados que contienen isobutileno.

Este y otros objetos de la presente invención se consiguen en el procedimiento que comprende la formación de una mezcla homogénea, que contiene, entre otros, de 1-99
20 partes en peso de un polímero olefínicamente no saturado que contiene isobutileno, el cual contiene de 80 - 99,9 moles % de isobutileno, 99 - 1 partes en peso de un copolímero del tipo del caucho, de etileno y propileno, que contiene 20 - 80
25 moles % de etileno y una cristalinidad de menos del 15 % a la temperatura ambiente, un agente de vulcanización para dicho polímero que contiene isobutileno, un agente de vulcanización para dicho copolímero de etileno y propileno, seleccionado entre agentes de vulcanización consistentes en peróxidos y peresteres orgánicos, estando presente dicho agente de vulcanización para dicho polímero que contiene isobutileno, y dicho
30

265703



agente de vulcanización para dicho copolímero de etileno y propileno, cada uno en cantidades de 0,1 - 15 partes en peso por 100 partes del peso total de dicho polímero que contiene isobutileno, más el copolímero etileno-propileno, dando forma a dicha mezcla homogénea y calentándola a una temperatura de unos 130 - 200° C para vulcanizarla. Es deseable que el polímero olefínicamente no saturado, que contiene isobutileno, sea un copolímero de isobutileno con un hidrocarburo olefínico poliinsaturado, tal como una diolefina conjugada, que tenga de 4 - 14 átomos de carbono por molécula. La diolefina conjugada es isopreno preferentemente, y está presente en el polímero que contiene isobutileno en cantidad de 0,1 a 20 moles %. El copolímero etileno-propileno de tipo del caucho es uno que tiene una viscosidad intrínseca de 0,5 - 5,0 y preferiblemente 1,0 - 3,0 medida en tolueno a 30° C, y una cristalinidad a temperatura ambiente de menos del 15% y preferiblemente menos del 5%, determinada por difracción con rayos X, utilizando rayos X de una longitud de onda de 1,54 Å, obtenidos usando un blanco de cobre y un filtro de níquel, y que contiene 20 - 80 moles % de etileno y conteniendo preferiblemente 30 - 80 moles % de etileno. Se ha encontrado que los copolímeros de etileno con propileno que contienen menos de unos 20-30 moles % de etileno, son demasiado susceptibles a la degradación por los agentes de vulcanización de peróxido y perester. Debe entenderse que la operación de formación de la mezcla homogénea puede ser realizada por varios y diferentes caminos. Los dos polímeros pueden mezclarse primero y combinarse después; pueden combinarse primero y después mezclarse los compuestos; puede combinarse uno y después mezclarse con el otro que está sin combinar, y completar la combinación después, o pueden ser parcialmente combi-



265785

nados uno o los dos y después mezclados y completada la combinación. Preferiblemente deben estar presentes 20 a 80 partes de polímero que contiene isobutileno, por cada 100 partes en peso de polímero crudo total en la mezcla.

5 El descubrimiento de la presente invención ha sido particularmente sorprendente ya que, como se indica más arriba, no solo no responden los copolímeros de etileno con propileno a los agentes de vulcanización utilizados con los polímeros olefínicamente insaturados, que contienen isobutileno y estos
10 últimos polímeros no responden adecuadamente a los peróxidos y peresteres orgánicos, utilizados como agentes de vulcanización con los copolímeros de etileno con propileno, sino que los copolímeros que contienen isobutileno son realmente degradados cuando se intenta vulcanizarlos con peróxidos o peresteres
15 orgánicos, en ausencia de copolímeros etileno-propileno.

Los agentes de vulcanización de peróxidos y peresteres orgánicos, que pueden utilizarse con los copolímeros, sustancialmente saturados, de etileno con propileno, son preferiblemente los peróxidos y peresteres de alcohol, arilo, alcohol-arilo o acilo. Ejemplos de estos compuestos son el peróxido de
20 benzoilo, peróxido de dibencilo, peróxido de dicumilo, peróxido de ftalilo, dipermaleato de butilo terciario, diperbenzoato de butilo terciario, dipersuccinato de butilo terciario, peróxido de amilo terciario, peróxido de bencilo (alfa-alfa diisopropil-p-metil-bencilo), etc. La cantidad de peróxido o perester utilizado
25 como agente de vulcanización debe estar, preferiblemente, entre 0,1 a 15 partes por 100 partes en peso de polímero total, para obtener los mejores resultados. Se sabe que la presencia de azufre, selenio o telurio, mejora las propiedades físicas de los copolímeros etileno-propileno curados con peróxidos o peresteres,
30



55765 20

y en tal sentido se intenta aquí emplearlos.

Los sistemas de vulcanización más comúnmente usados para formar enlaces cruzados en los polímeros no saturados, que contienen isobutileno, son los que tienen como base agentes de vulcanización de azufre, quinoide y resina. Se emplean normalmente, en cantidades comprendidas en el intervalo de 0,1 a 15 partes por 100 partes en peso de polímero. Generalmente, en los sistemas de base de azufre, es conveniente tener presentes un activador como el óxido de cinc, así como un acelerador. El acelerador puede ser un sulfuro de alcohol-tiuram, tal como el disulfuro de tetrametil-tiuram y disulfuro de tetraetil-tiuram; un sulfuro de tiazilo aromático tal como el disulfuro de benzotiazilo; o un alcohol tiocarbamato metálico tal como el dietilditiocarbamato de telurio, dimetil-ditiocarbamato de selenio y ributil-ditiocarbamato de cinc. En los sistemas de base quinoide, generalmente está presente un agente de oxidación. Los agentes quinoideos de vulcanización, incluyen paraquinona-dioxima y dibenzoil-paraquinona-dioxima, y los agentes de oxidación que se emplean con ellos incluyen oxidantes inorgánicos y orgánicos, tales como el óxido de plomo y disulfuro de benzotiazilo. Los agentes de vulcanización del tipo de resina pueden ser resinas modificadas o no modificadas, y se utilizan generalmente conjuntamente con un activador. Son ejemplos de estos agentes de vulcanización, los fenol dialcoholes policíclicos y sus sales metálicas como los derivados 4-fenil, 4-octil y 4-butil terciario de 2,6-dimetilol fenol y sus sales de cinc. Pueden estar modificados con halógeno, como bromo y cloro. Un ejemplo de estos últimos es el 2,2-metileno-bis-(4-cloro-6-metilol fenol). Los activadores generalmente empleados con agentes de vulcanización del tipo de resina contienen



255765

20

normalmente un átomo de halógeno o halógeno ácido, por ejemplo, cloruro estannoso. $2H_2O$, N-bromosuccinimida dibromo dimetil hidantoina, polímero de 2-cloro-butadieno-1,3-poli-etileno clorosulfonado, copolímeros bromados de isobutileno e isopreno, etc.

5

En la forma preferida de la invención, se incorpora negro de humo a los compuestos, además de los agentes de vulcanización. Sin embargo, pueden vulcanizarse los polímeros prescindiendo de cualquier carga, o en presencia de cargas distintas del negro de humo.

10

Por cada 100 partes en peso de polímero, pueden utilizarse hasta 80, 100 o aún 150 o más partes de carga en peso. Los materiales de color no negro, encuentran uso en productos de color claro, que no necesitan el refuerzo del negro de humo. Pueden incluirse, adicionalmente, otros ingredientes potestativos tal como extendedores, plastificantes y pigmentos. La incorporación de éstos ingredientes en los compuestos, así como el negro de humo y los agentes de vulcanización, puede realizarse de cualquier manera conveniente. Normalmente esto se hará utilizando un molino o un mezclador interno tal como un mezclador Banbury, los cuales son usados universalmente para realizar tales funciones en la industria del caucho.

15

20

La temperatura a la cual se deben calentar los materiales compuestos, con el fin de efectuar la vulcanización, es bastante variable - dependiendo de la velocidad de descomposición del agente de vulcanización, tiempo de vulcanización, dimensiones del material que se está vulcanizando y del grado de enlace cruzado que se desee. Generalmente, se prefiere calentar el compuesto a una temperatura de unos 130-200° C. Dentro de este intervalo, se obtendrá la mayor parte de las veces el gra-

25

30

265765



do de enlace cruzado deseado, en el intervalo de tiempo comprendido entre unos pocos segundos a 120 minutos, aunque en algunos casos puede ser preciso un tiempo de vulcanización superior a 8 Horas o más.

5 Los productos vulcanizados pueden encontrar aplicación en muchos campos en que sean de importancia propiedades tales como buena resistencia a la tracción, resistencia al desgarre, resistencia a la oxidación y a los agentes químicos, flexibilidad a baja temperatura, etc. La aplicación es particularmente evidente en las fases de recubrimiento y aislamiento en la industria de cables y alambres y en el campo de los cierres herméticos en ventanas y similares.

10 En esta Memoria se quieren usar los términos "vulcanizar" y "curar" de manera que se puedan intercambiar, y significan el enlace cruzado de una molécula de polímero con otra, o el enlace cruzado de una parte de una molécula con otra parte de la misma molécula.

15 Los siguientes ejemplos se presentan para ilustrar la invención de manera más completa. Todas las proporciones de los ingredientes en los diversos compuestos se dan en partes en peso, tomando como base el peso de polímero.

Ejemplo 1

Efecto del sistema de curado con peróxido sobre polímero que contienen isobutileno

25 Una serie de polímeros conteniendo isobutileno, de diversos grados de insaturación, fueron combinados con peróxido de dicumilo y vulcanizados a 144,4^o C durante 20, 40, y 80 minutos. La resistencia a la tracción y el módulo a 300 % elongación, se midieron en cada vulcanizado. Los resultados

30



están resumidos en la tabla I. **265765**

TABLA I

	Polímero	100	100	100	100	
5	Negro de huno (HAF)	50	50	50	50	
	Peróxido de dicumilo	4	4	6	6	
	Azufre	1	2	1	2	
<u>Poliisobutileno - moles % de insaturación - 0</u>						
10	Resistencia a la tracción (Kg/cm ²)	20 min.	1,89	2,03	1,82	3,08
		40 min.	1,82	2,24	1,61	3,57
		80 min.	2,17	3,57	2,03	3,78
	Módulo (Kg/cm ²)	20 min.	2,10	2,17	1,75	2,24
		40 min.	2,10	2,24	1,40	2,24
		80 min.	1,96	2,24	1,61	2,03
<u>Copolímero isobutileno-isopreno - moles % insaturación - 0,7</u>						
20	Resistencia a la tracción (Kg/cm ²)	20 min.	9,94	26,95	21,0	22,4
		40 min.	19,25	46,2	21,7	37,8
		80 min.	22,4	44,45	9,1	37,8
	Módulo (Kg/cm ²)	20 min.	3,15	4,06	3,5	3,71
		40 min.	3,64	5,04	3,92	4,69
		80 min.	3,92	5,25	3,5	5,32
<u>Copolímero isobutileno-isopreno - moles % insaturación - 2,8</u>						
25	Resistencia a la tracción (Kg/cm ²)	20 min.	40,6	44,1	41,3	52,85
		40 min.	54,25	46,55	43,4	65,8
		80 min.	33,6	42	28,35	46,55
	Módulo (Kg/cm ²)	20 min.	9,8	10,85	10,85	10,85
		40 min.	11,9	15,05	11,9	15,05
		80 min.	9,1	10,5	9,1	10,5
30						

265765



Los bajos valores de resistencia a la tracción y módulo, indican que se obtienen productos muy inferiores cuando se aplica peróxido de dicumilo como agente de vulcanización a polímeros que contienen isobutileno, en presencia de azufre y en ausencia de cualquier copolímero de etileno-propileno.

Ejemplo II

Efecto del sistema de curado con peróxido libre de azufre, sobre polímeros que contienen isobutileno.

Una serie de copolímeros de isobutileno-isopreno, de diversos grados de insaturación, fueron combinados con 50 partes de negro de humo HAF y 4 partes de peróxido de dicumilo por cada 100 partes de polímero, y vulcanizados a 144,4°C durante 2, 20, 40, y 80 minutos. Se sometieron a estiraje muestras de los vulcanizados, y se mantuvieron al 100% de elongación durante 5 min. al cabo de los cuales se midió el esfuerzo. Los resultados se registran en la tabla II.

Tabla II

Moles % insaturación	<u>0,8</u>	<u>1,4</u>	<u>2,2</u>	<u>2,8</u>	<u>3,0</u>
Esfuerzo (Kg/cm ²)					
2 min.	0,35	0,34	0,46	0,36	0,43
20 min.	0,1	0,4	0,63	0,64	0,64
40 min.	0,12	0,51	0,7	0,81	1,06
80 min.	0,11	0,41	0,8	0,91	1,18

Los bajos esfuerzos obtenidos, indican que se obtienen también productos muy inferiores cuando se aplica peróxido de dicumilo como agente de vulcanización, a polímeros que contienen isobutileno, en ausencia de azufre y de copolímeros etileno-propileno.



265706

Ejemplo III

Efecto de diversos sistemas de curado, exentos de peróxido,
sobre copolímeros etileno-propileno

Un copolímero etileno-propileno, conteniendo el 66% de
5 etileno y el 34% de propileno, fué combinado con diversos sis-
temas de curado, exentos de peróxidos de los que se aplican
normalmente a polímeros insaturados, que contienen isobuti-
leno. Las vulcanizaciones se realizaron a 144,4, 154,4 y 165,5°
C, durante 10, 20, 40 y 80 minutos. La resistencia a la tracción
10 % de alargamiento a la rotura y módulo a 300% de alargamiento,
se determinaron para cada vulcanizado. Los resultados se resu-
men en la Tabla III.

Tabla III

Polímero	100	100	100	100
15 Negro de humo (HAF)	50	50	50	50
Oxido de cinc	5	5	5	-
Acido esteárico	3	3	-	1
Mercaptobenzotiazol	1	-	-	-
Disulfuro de benzotiazilo	-	1	4	-
20 Disulfuro de tetrametil-tiuram	-	1	-	-
Azufre	2	2	2	-
Paraquinona-dioxima	-	-	2	-
Amberol ST-137 (Fenol dialcohol)	-	-	-	10
$\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	-	-	-	2
25 Resistencia a la tracción (Kg/cm^2)				
Curado a 144,4° C. 10 min.	38,5	43,4	21,7	39,2
20 min.	39,9	35,7	35,7	33,6
40 min.	-	37,45	28	31,85
80 min.	36,4	35	41,65	30,8

30



285705

	154,4°C	40 min.	33,25	29,75	43,05	17,15
	165,5°C	40 min.	24,5	32,2	37,1	24,5
Módulo a 300% (Kg/cm ²)						
	Curado a 144,4°C	10 min.	11,2	11,2	14	8,05
5		20 min.	12,6	11,2	12,6	8,05
		40 min.	11,9	11,2	14,7	8,05
		80 min.	12,6	11,2	14,7	7,7
	154,4°C	40 min.	9,8	9,1	12,25	7,7
	165,5°C	40 min.	10,5	11,2	13,65	-
10	Alargamiento a la rotura (%)					
	Curado a 144,4°C	10 min.	950	1285	545	900
		20 min.	-	1120	800	975
		40 min.	785	1130	575	955
		80 min.	830	1085	790	955
15	154,4°C	40min.	1105	980	935	770
	165,5°C	40 min.	940	1070	855	980

Amberol ST-137 es un nombre comercial para una mezcla resinosa de fenol dialcoholes policíclicos, los cuales se creen obtenidos directamente a partir de un mol de paraocetilfenol, 2 moles de formaldehído y un mol de hidróxido sódico, siendo el álcali cuidadosamente neutralizado después de que la condensación es completa.

La baja resistencia a la tracción y valores de módulo y la ausencia de incremento del módulo con el tiempo de curado, indica que se han obtenido productos inferiores cuando se aplican sistemas de curado libres de peróxido, normalmente utilizados con polímeros insaturados conteniendo isobutileno, a copolímeros de etileno-propileno.



295765

Ejemplo IV

Efecto en la covulcanización de copolímeros de etileno-propileno con polímeros que contienen isobutileno, en presencia de peróxidos.

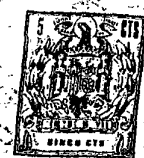
5 Ya que la combinación de peróxido y azufre no produce vulcanizados satisfactorios con polímeros que contienen isobutileno, como se demostró en el ejemplo I, y ya que los sistemas de curado libres de peróxidos no producen vulcanizados satisfactorios con copolímeros de etileno-propileno, como se demostró en el ejemplo III, las perspectivas respecto de las mezclas de los dos sistemas de curado, difícilmente podrían considerarse favorables. Sin embargo, cuando se llevó a cabo tal combinación, los vulcanizados obtenidos tuvieron propiedades sorprendentemente buenas como se indica en 10 la tabla IV. El polímero de isobutileno era un copolímero de isobutileno con isopreno conteniendo 2,8 moles % de insaturación, mientras el copolímero de etileno - propileno contenía 56 moles % de etileno y tenía una viscosidad intrínseca de 1,5, empleando tolueno como disolvente.

20

Tabla IV

	Polímero de isobutileno	50	50	50
	Copolímero de etileno-propileno	50	50	50
	Negro de humo (HAF)	50	50	50
	Oxido de cinc	5	5	5
25	Acido esteárico	1	-	-
	Disulfuro de benzotiazilo	1	4	-
	Dietyl-ditiocarbamato de telurio	2	-	-
	Azufre	1,5	2	1
	Paraquinona dioxima	-	4	-
30	Peróxido de dicumilo	4	4	4

265765



Resistencia a la tracción (Kg/cm²)

5	Curado a 144,4° C.	10 min.	91,35	67,9	33,6
		20 min.	123,2	104,3	73,5
		40 min.	154,7	149,8	116,55
		80 min.	162,05	162,75	127,75
		Módulo a 300% (Kg/cm ²)	10 min.	29,8	34,7
		20 min.	49	56	34,7
		40 min.	81,2	83,3	73,5
		80 min.	109,9	119,4	102,9

10 Alargamiento a la rotura (%)

10 min.	670	575	740
20 min.	625	535	590
40 min.	510	485	450
80 min.	410	410	365

15 Estos resultados indican que se obtienen vulcanizados con buenas propiedades físicas, cuando se mezclan polímeros que contienen isobutileno, con copolímeros de etileno-propileno, y se vulcanizan en presencia de peróxidos.

Ejemplo V

20 Efecto de la variación de las proporciones de polímero que contiene isobutileno, a copolímero de etileno-propileno.-

Se repitieron los procedimientos de mezcla y ensayo del Ejemplo IV con relaciones variables de los dos copolímeros

Tabla V

25	Polímero de isobutileno	100	80	60	40	20	-
	Copolímero de etileno-propileno	-	20	40	60	80	100
	Negro de humo (HAF)	50	50	50	50	50	50
	Oxido de cinc	5	4	3	2	1	-
30	Acido esteárico	1	0,8	0,6	0,4	0,2	-

265765



	Disulfuro de benzotiazilo	1	0.8	0.6	0.4	0.2	-
	Dietil-ditiocarbamato de telurio	2	1.6	1.2	0.8	0.4	-
	Azufre	1.5	1.2	0.9	0.6	0.3	-
	Peróxido de dicumilo	-	4	4	4	4	4
5	Resistencia a la tracción (Kg/cm ²)						
	Curado a 144,4 ^o C. 20 min.	152,6	158,2	141,4	126,4	149,8	61,
	40 min.	127,4	148,5	145,6	178,5	196,7	11,
	80 min.	129,5	153,3	162,4	158,2	189	158,
	Módulo a 300% (Kg/cm ²)						
10	20 min.	-	64,4	42,4	39,9	54,6	37,
	40 min.	-	92,4	59,5	62	88,9	89,
	80 min.	-	107,8	79,5	86,8	137,2	158,
	Alargamiento a la rotura (%)						
	20 min.	450	580	710	660	640	500
15	40 min.	280	430	550	600	520	340
	80 min.	240	400	480	470	380	300
	Resistencia al desgarre (Kg. por cm)						
	20 min.	18	25,2	44,1	53,1	32,4	10,8
	40 min.	14,4	19,8	27	35,1	22,5	11,7
20	80 min.	16,2	14,4	18,9	24,3	17,1	11,7

El ensayo de resistencia al desgarre se realizó practicando un corte de 1,25 mm de profundidad en el centro y a lo largo del borde de una tira de 62,5 mm de longitud, 5,0 mm de anchura y 0,75 mm de espesor, y estirando la tira en un ensayador Instron a 50 cm. por minuto, utilizando marcas de referencia espaciadas a 50 mm.

Estos resultados indican que pueden obtenerse vulcanizados con buenas propiedades físicas, con mezclas en todas proporciones, de copolímeros de isobutileno-isopreno con copolímeros de etileno-propileno y vulcanizándolos en presencia de peróxidos.

265765



Esta Solicitud, que corresponde a la presentada en Canadá el 29 de Abril de 1.960, bajo el número 797.792, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

N O T A

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

15 1º.- Un procedimiento que comprende formar una mezcla homogénea que comprende, entre otros 1 a 99 partes en peso de un polímero que contiene isobutileno, olefinicamente insaturado, que contiene 80-99,9 moles % de isobutileno, 99 a 1 partes en peso de un copolímero cauchoide de etileno y propileno que contiene 20 a 80 moles % de etileno y una cristalinidad de menos de 15% a la temperatura ambiente y con una viscosidad intrínseca de 0,5 a 5 medida en tolueno a 30º C, un agente de vulcanización para dicho polímero que contiene 20 isobutileno, un agente de vulcanización para dicho copolímero de etileno y propileno, elegido de agentes vulcanizadores de peróxidos orgánicos y peresteres, estando presente cada uno de dichos agentes de vulcanización para dicho polímero que contiene isobutileno y para dicho copolímero de etileno 25 y propileno, en cantidad de 0,1 a 15 partes en peso por 100 partes del peso total de dicho polímero que contiene isobutileno más el copolímero de etileno-propileno, dar forma a dicha mezcla homogénea y calentarla a una temperatura de 30 unos 130 a 200º C para vulcanizarla.

265765



2º.- El procedimiento del punto 1º, en el cual el agente vulcanizador para el copolímero de etileno y propileno se elige del grupo consistente en peróxidos y peresteres de alcohol-arilo, alcohol-arilo y acilo.

5 3º.- El procedimiento del punto 1º, en el cual el agente vulcanizador para el copolímero de etileno y propileno es peróxido de dicumilo.

10 4º.- El procedimiento del punto 1º, en el cual el agente de vulcanización para el polímero que contiene isobutileno se elige del grupo consistente en agentes de vulcanización a base de azufre, quinoide y resinas.

5º.- El procedimiento del punto 4º, en el cual el agente vulcanizador quinoide es dioxima de paraquinona.

15 6º.- El procedimiento del punto 4º, en el cual el agente vulcanizador de resina es un dialcohol fenólico multicíclico o una sal del mismo.

20 7º.- El procedimiento de los puntos 1º a 6º, en el cual el polímero que contiene isobutileno es un copolímero de isobutileno y un hidrocarburo diolefínico conjugado con 4 a 14 átomos de carbono por molécula y está presente en cantidad de 20 a 80 partes en peso, por 100 partes en peso de polímero total en la mezcla y en el cual el copolímero de etileno y propileno contiene 30 a 80 moles % de etileno, tiene una cristalinidad de menos de 5% a temperatura ambiente y tiene una viscosidad intrínseca de 1 a 3 medida en tolueno a 30º C.

25 8º.- El procedimiento del punto 7º, en el cual el hidrocarburo diolefínico conjugado es isopreno.

30 9º.- Un procedimiento de vulcanización simultánea de copolímeros de etileno y propileno con copolímeros insaturados que contienen isobutileno.

265765



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

Esta Memoria consta de dieciocho hojas y la presente
escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 20 de

P.A.