



210637

PATENTE DE INVENCION

=====

Memoria Descriptiva

sobre:

" Procedimiento de tratamiento de un latex de caucho
" sintético para reducir su viscosidad ".

=====

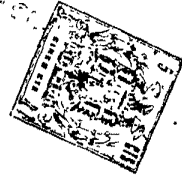
Solicitante:

THE INTERNATIONAL SYNTHETIC RUBBER COMPANY LIMITED,
entidad inglesa, residente en Hythe, Southampton,
Hampshire, Inglaterra.

=====

Este invento se refiere a latex de caucho sintético y, en especial, se relaciona con un procedimiento de tratamiento de un latex de caucho sintético, por medio del cual puede obtenerse en el latex

5. una mayor concentración de contenido de sólidos, a la



270637

vez que se conserva una viscosidad razonable. En especial, aunque no esencialmente, este invento se refiere a un método para aumentar el tamaño de las partículas de los latex de caucho sintético.

5. Los cauchos sintéticos preparados por métodos convencionales de polimerización de emulsiones, proporcionan latex que contienen partículas de polímero dispersadas, de tamaños comprendidos entre 300 y 1.000 unidades Angstrom. Además, el contenido de sólidos de estos latex es, en general, inferior al preciso para los procedimientos industriales, y los latex, por tanto, han de concentrarse hasta contenidos de sólidos adecuados para el usuario, en general un contenido mínimo de 60 % de sólidos. Por técnicas especiales de polimerización, pueden prepararse latex de un tamaño de partículas superior a 1.000 unidades Angstrom. Una de estas técnicas, implica el empleo de preparaciones de polimerización con un bajo contenido de emulsificador, y la aplicación de períodos de polimerización considerablemente prolongados.
- 10.
- 15.
- 20.

- Si se concentra un latex de caucho sintético, constituido por partículas de polímero de tamaños comprendidos entre 300 y 1.000 unidades Angstrom, su viscosidad aumenta muy rápidamente alrededor de un contenido total de sólidos del 40 %, de tal modo que la concentración mucho más allá de esta condición, no puede realizarse en equipo convencional, o sea por evaporación. Si aumenta el tamaño medio de partículas, de las partículas de polímero dispersadas, la concentración puede elevarse apreciablemen-
- 25.
 - 30.



270637

te por encima del contenido total de 40 % de sólidos antes de que la viscosidad del latex impida la ulterior concentración.

Los métodos para aumentar el tamaño de las partículas del latex de caucho sintético, son bien conocidos; los indicados a continuación son ejemplos de métodos que se han transformado en procedimientos industriales.

El procedimiento "stockpunkt" implica la adición al latex de elevadas cantidades de sal, junto con un jabón estabilizados, y luego la refrigeración del sistema entre 5° C y 10° C, en cuyo punto se presenta una gelación reversible. El suero claro se separa por filtración y, por nuevo caldeo, el latex recupera un estado fluido y se comprueba que se ha realizado algo de aglomeración permanente.

La técnica de aglomeración "Solvent" consiste en añadir al latex cantidades apreciables de un disolvente del caucho, tal como el benceno. Esto hincha las partículas, dejándolas inadecuadamente cubiertas de jabón. En esta condición, se presenta el acoplamiento y la aglomeración. La objeción principal a este procedimiento es, las elevadas relaciones hidrocarburo/agua precisas para producir partículas de tamaños adecuados para la concentración, partiendo de un latex de bajo contenido de sólidos. El disolvente ha de eliminarse por destilación y recuperarse antes de la concentración del latex.

En otro procedimiento, el de "aglomeración por congelación", el latex de caucho sintético se congela



370637

y se funde rápidamente. Se comprueba que, al fundir, el tamaño de partículas del latex aumenta, y una gran proporción de la extensión superficial de aquélla, se halla cubierta de jabón. Un inconveniente de este mé

5. todo es que puede realizarse también la aglomeración para formar partículas extraordinariamente grandes, dando por resultado la producción de coágulos.

10. Un objeto de este invento es proporcionar un procedimiento de tratamiento de los latex de caucho sintético, para reducir su viscosidad.

15. Un objeto nuevo de este invento consiste en proporcionar un método para aumentar el tamaño de las partículas de polímero de un latex de caucho sintético. Si se desea, la concentración del contenido de sólidos en el latex, puede aumentarse luego hasta una viscosidad dada.

20. De acuerdo con este invento, un método de tratamiento de un latex de caucho sintético polimerizado en emulsión, con objeto de reducir su viscosidad, comprende el hacer circular el latex a través de una estrangulación, a una presión prácticamente no inferior a 70 kg/cm^2 , teniendo el latex citado una concentración ponderal no inferior al 15 % de partículas de polímero dispersadas.

25. De acuerdo con una forma de este invento, un método para aumentar el tamaño de las partículas de polímero dispersadas en un latex de caucho sintético polimerizado por emulsión, comprende el hacer circular latex a través de una estrangulación, a una presión absoluta no inferior a 70 kg/cm^2 , teniendo di-
- 30.

470637



cho latex una concentración ponderal no inferior al 15 % de partículas de polímero dispersadas.

Con preferencia, la estrangulación presenta la forma de un orificio de una válvula de homogeneización.

- 5.
- Cuando se concentra un latex para aumentar el contenido de sólidos, se aprecia un aumento inherente en la viscosidad. Se comprenderá, por tanto, que reduciendo la viscosidad de acuerdo con este invento,
10. el latex tratado puede concentrarse hasta un contenido de sólidos superior al del latex antes del tratamiento, sin aumentar la viscosidad por encima del valor primitivo, o de un nivel deseable. Con anterioridad, de un proceso de polimerización podía obtenerse
15. un latex inicialmente de una viscosidad inferior, con un nivel máximo aceptable y de un contenido de sólidos relativamente bajo. Este latex, de acuerdo con las prácticas conocidas, se concentraba solamente hasta que la viscosidad había alcanzado el valor máximo aceptable,
20. aunque el contenido de sólidos pudiera considerarse reducido; la ulterior concentración carecía de interés a causa del aumento indeseable de viscosidad. Este invento permite tratar un latex de esta naturaleza, para reducir su viscosidad inicial, por cuyo medio,
25. después de la concentración, el latex tiene un contenido de sólidos muy aumentado, sin que la viscosidad exceda del nivel máximo aceptable.

El procedimiento de este invento, no solo reduce la viscosidad del latex, sino que además, al tratar un latex, de un contenido inicial de partículas in-

30.



270637

ferior a 1.000 unidades Angstrom, da por resultado el aumento del tamaño medio de las partículas, proporcionando un latex más aceptable para determinados empleos corrientes.

5. Los latex a que este procedimiento es aplicable, pueden ser latex copolímeros de una diolefina, conjugada junto con una olefina arílica o acrilnitrilo, o pueden ser latex homopolímeros de una diolefina conjugada, o una olefina arílica, o policloropreno. El
10. procedimiento resulta especialmente adecuado para latex que contenga copolímero de 1,3 -butadieno y estireno, preparados por técnicas convencionales de polimerización de emulsiones. Los monómeros formadores de caucho sintético, pueden copolimerizarse para proporcionar copolímeros que contengan, como mínimo, 20 a
15. 30 % de estireno acoplado. Pueden emulsionarse en agua antes del proceso de copolimerización, o durante el mismo, utilizando agentes convencionales de emulsificación, tales como de 2 a 5 partes por 100 partes
20. de monómeros, de jabones de ácidos grasos, solubles en agua, por ejemplo jabones de oleato potásico o sódico, o de ácido rosínico, tales como rosinato potásico o sódico, o mezclas de jabones de ácido graso y de ácido rosínico. La temperatura de copoli-
25. merización, puede variar entre 0° y 70° C y pueden usarse sistemas Redox convencionales para promover la copolimerización, por ejemplo agentes oxidantes tales como peróxidos orgánicos (hidroperóxido de cumeno, hidroperóxido de di-isopropil-benceno) o persulfatos
30. de metal alcalino (persulfato potasio) mezclados con



- agentes reductores tales como sales metálicas densas, tal como sulfato ferroso. La reacción entre los monómeros puede interrumpirse, cuando haya reaccionado del 50 al 90 % de la carga total de monómeros, por la
5. adición de un agente convencional de aceleración, tal como de 0,05 a 0,5 partes de dimetilditiocarbamato só dico, por 100 partes de monómeros cargados en el sistema de polimerización, o bien la reacción puede llevarse prácticamente hasta su terminación.
10. Los monómeros no reaccionados, pueden eliminarse y recuperarse del latex copolímero, por medios convencionales tales como caldeo a presión reducida, seguido por separación mediante vapor, en vacío.
15. El latex resultante puede contener partículas de caucho sintético de tamaño comprendido entre 300 y 1.000 unidades Angstrom y que tengan del 20 al 70 % de la superficie total de las mismas cubierta por el jabón utilizado para emulsionar los monómeros
20. primitivos. Pueden contener sólidos totales en una proporción tan reducida como el 15 %.
- Para aplicar el método de acuerdo con este invento, puede usarse el equipo convencional para homogeneizar líquidos (o sea para obtenerlos en forma
25. de mezclas o dispersiones homogéneas); este equipo consiste esencialmente en una bomba de presión elevada que impulsa al latex a tratar, a través de un orificio o válvula homogeneizadora, a una presión elevada. Un ejemplo de equipo adecuado es el homogeneizador
30. suministrado por la Manton Gaullin Mfg. Co. Inc. de Eve-



rett, Mass, U.S.A., Modelo N^o 800 KL 24X.8 Rax.

La presión a que el latex se bombea antes de pasar a través del orificio o válvula homogeneizadora, puede ser de 700 kg/cm^2 o incluso superior y, con preferencia no inferior a 70 kg/cm^2 . El aumento del tamaño de las partículas obtenidas, es mayor a presiones de bombeo más elevadas.

El pH del latex a tratar, puede ajustarse por métodos convencionales, por ejemplo adición de dióxido de carbono, silicofluoruro de sodio, glicina, etc., y el aumento de tamaño de las partículas obtenidas por el procedimiento de este invento es mayor cuando el pH se reduce. Sin embargo, si el pH se reduce demasiado, en el latex se realiza una cierta coagulación de las partículas de polímero. El pH preferido del latex a tratar, es del orden de 7 a 11, pero puede ser hasta 13.

Como anteriormente se indicó, los latex de caucho sintético con partículas de tamaño comprendido entre 300 y 1.000 unidades Angstrom, pueden concentrarse parcialmente por métodos convencionales, por ejemplo por evaporación, hasta por lo menos un contenido total de sólidos del 40 %. En este método el aumento del tamaño de las partículas de latex obtenidas, es mayor al aumentar el contenido total de sólidos del latex primitivo. El contenido total de sólidos preferido del latex de caucho sintético a tratar, es de 35 a 50 %, pero el aumento en el tamaño de las partículas puede conseguirse, con este método para concentraciones iniciales de latex tan reduci-



das como el 15 %.

- La temperatura del latex tratado, tiene un efecto en el aumento del tamaño de las partículas obtenidas por el método de este invento; el aumento obtenido es mayor a medida que se reduce la temperatura del latex inicial; la temperatura preferida es del orden de 0 a 50°, pero se realiza algún aumento en el tamaño de las partículas, a temperaturas de hasta 80° C, y aún superiores. Al tratar latex de pequeño tamaño de partículas, por ajuste adecuado de la presión de bombeo del latex, del valor del pH, del contenido total de sólidos y de la temperatura, puede obtenerse un latex de caucho sintético que contenga partículas de tamaño considerablemente superior a las del latex de partida, cuando éste se bombea a través de una estrangulación, tal como un orificio o una válvula homogeneizadora. Estos latex de tamaño de partículas elevado, pueden concentrarse por medios convencionales, por ejemplo la evaporación, para proporcionar un producto final de un contenido mínimo de 60 % de sólidos totales, sin llegar a la viscosidad excesiva.
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.

- A continuación figuran resultados experimentales típicos obtenidos, Las partes de ingredientes que se citan, son por 100 partes de monómeros primitivos combinados, introducidos en el equipo de polimerización. En los ejemplos siguientes el coágulo indica el porcentaje ponderal de caucho sintético sólido retenido por un tamiz de 85 mallas de la galga británica, lavado para eliminación del latex y secado, cuando el latex de caucho sintético se hace atravesar el tamiz. La deter-
- 25.
- 30.



210037

- minación de la proporción de partículas cubierta por el jabón, y del tamaño de las mismas, se realizan utilizando el llamado método de "titulación del jabón". Añadiendo pequeñas cantidades de jabón al latex, cuyas partículas no estén completamente revestidas de jabón, se realiza un brusco cambio en la tensión superficial del latex en el punto en que las partículas se cubren por completo. De estos datos, conociendo el jabón primitivamente presente por gramo de polímero, y la extensión superficial molecular efectiva del jabón de titulación utilizado, puede calcularse la extensión superficial total de las partículas y, por tanto, el diámetro medio de las mismas.
- 5.
- 10.

- El latex utilizado en los ejemplos siguientes, se preparó por copolimerización a 5° C, de 1,3-butadieno y estireno en una emulsión acuosa que contenía 150 partes de agua, 2,34 partes de ácido oleico y 0,43 partes de hidróxido potásico. La relación entre los dos monómeros cargados era de 70 partes de butadieno: 30 partes de estireno. Se utilizó un sistema activador "Redox" convencional. Cuando hubo reaccionado aproximadamente el 68% de los monómeros primitivamente cargados, se terminó la copolimerización por adición de 0,095 partes de dimetilditiocarbamato de sodio. Los monómeros no reaccionados se extrajeron y recuperaron por la combinación corriente de vaporización rápida y separación por vapor en vacío.
- 15.
- 20.
- 25.

EJEMPLO I.

- El latex, preparado como antes se describe, se concentró por evaporación en un equipo convencional,
- 30.



270637

hasta un contenido de sólidos del 46 %. La cobertura por el jabón y el tamaño de las partículas, determinados por el método de titulación del jabón, fueron de 41% y 670 unidades Angstrom, respectivamente. El pH del latex se ajustó a 8,75, y el latex se bombeaba a una presión absoluta de 315 kg/cm², a través de un dispositivo de orificio de homogeneización, a dos distintas temperaturas. Se obtuvieron los resultados siguientes

<u>Temperatura inicial del latex, °C.</u>	<u>Cobertura con jabón, %</u>	<u>Tamaño de partículas, Å</u>	<u>Coágulo, %</u>
40	75	1218	0.02
24	111	1804	0.05

10. Estos resultados muestran que el efecto de aumento en el tamaño de las partículas es mayor al reducirse la temperatura del latex.

EJEMPLO II

El mismo latex parcialmente concentrado (46 % de sólidos totales) que se utilizó en el ejemplo I, se bombeó a través del dispositivo de homogeneización, a un pH de 8 y a una presión absoluta de 315 kg/cm², obteniéndose los resultados siguientes

<u>Temperatura inicial del latex, °C.</u>	<u>Cobertura con jabón, %</u>	<u>Tamaño de partículas, Å</u>	<u>Coágulo %</u>
40	85	1382	0.03
26	134	2200	0.13



270637

Estos resultados confirman el efecto de la temperatura acusando en el Ejemplo I y la comparación de los resultados obtenidos en los ejemplos 1 y 2, muestra también la mejora en el aumento del tamaño de partículas obtenido por la reducción del pH del latex inicial.

EJEMPLO III

Otro ejemplo de la mejora en el aumento del tamaño de partículas al reducirse el pH la facilitan los datos siguientes obtenidos en un ensayo en el que un latex de caucho sintético de estireno/butadieno polimerizado en emulsión, se trató en un equipo homogeneizador a la presión absoluta de 560 kg/cm², a la temperatura ambiente y con un contenido de 42 % de sólidos, a distintos pH. La cobertura inicial con jabón y el tamaño de las partículas, fueron 44,1 % y 726 unidades Angstrom, respectivamente.

<u>pH inicial</u>	<u>cobertura con jabón</u>	<u>tamaño medio de las partículas, unidades Angstrom</u>
10,0	108.4	1.783
11.0	99.8	1.642
12.0	84.1	1.267
13.0	52.3	787

EJEMPLO IV

Otras muestras de latex preparadas como se describe anteriormente, se concentraron a un contenido de sólido del 44 %, y se hicieron pasar a través de equipo homogeneizador, a una temperatura



de 12° C y a distintas presiones. La cobertura con jabón y el tamaño de las partículas después de la concentración inicial al 44 % de contenido total de sólidos, fueron 41 % y 663 unidades Angstrom, respectivamente.

5.

<u>Presión absoluta de la bomba kg/cm²</u>	<u>pH inicial del latex</u>	<u>Tamaño de las partículas Å</u>	<u>Coágulo %</u>
140	9.5	93	0.04
210	9.5	107	0.04
350	9.5	131	0.02

Estos resultados muestran la mejora obtenida en el aumento del tamaño de las partículas, al aumentar la presión de bombeo.

EJEMPLO V

10. Otra muestra de latex concentrada al 43 % de contenido total de sólidos, se diluyó a concentraciones variables, y las muestras diluidas se hicieron atravesar el equipo de homogeneización con un pH de 8 y una presión absoluta de 315 kg/cm².

<u>Contenido total de sólidos %</u>	<u>Cobertura de jabón</u>	<u>Tamaño de partículas Å</u>	<u>Coágulo %</u>
18.5	44.4	775	Nada
25.0	70.0	1230	Nada
30.0	75.7	1320	Nada
36.0	97.0	1685	Nada
42.0	99.0	1730	Nada

Esta serie de resultados indican que el aumento en el tamaño de las partículas obtenido bom-



2788
440037

beando latex a través de equipo homogeneizador, es mayor si el contenido total de sólidos del latex primitivo es elevado.

5. Se observará, que el aumento en el tamaño de las partículas de los latex de caucho sintético, puede obtenerse mediante el procedimiento de este invento, utilizando otras combinaciones de temperatura, pH inicial, contenido inicial de sólidos, y presión de bombeo, dentro de los límites antes indicados.

10. El tratamiento a presión, de acuerdo con este invento, de un latex de caucho sintético, es susceptible de empleo para obtener una relación mejorada sólidos/ viscosidad sin aumentar necesariamente el tamaño medio de las partículas de polímero. De acuerdo con este aspecto del invento, un latex de contenido de sólidos ya elevado, puede tratarse para obtener un latex mejorado, consistiendo la mejora en el hecho de que la viscosidad del latex se reduce y, si se desea, el latex tratado puede concentrarse ulteriormente sin obtener un latex altamente viscoso, que no resulta conveniente.

A continuación se indican ejemplos de tratamiento de latex de alto contenido de sólidos.

EJEMPLO VI.

25.	Latex original	
	Cobertura por jabón	118,4 %
	Tamaño medio de las partículas	1.920 Å
	Contenido total de sólidos	64,6 %
	Viscosidad	2.000 centipoises

30. Después de hacer pasar el latex a través del



equipo homogeneizador a una presión absoluta de 560 kg/cm², con un pH de 10 y a la temperatura ambiente, se

comprobó que la cobertura por jabón era el 102,2 % que el tamaño medio de partículas era de 1.789 Å y que la

5. viscosidad del latex había disminuído a 200 centipoises. El latex tratado se concentró a continuación de modo conocido hasta un contenido total de sólidos del 71,2 %, antes de alcanzar la viscosidad primitiva de 2.000 centipoises.

10. EJEMPLO VII

Una nueva muestra de latex de las propiedades siguiente:

	Cobertura con jabón	103 %
	Tamaño medio de partículas	1.703 Å
15.	Contenido total de sólidos	63,3 %
	Viscosidad	280 centipoises.

Se hizo pasar a través de equipo homogeneizador, a 560 kg/cm² de presión absoluta, con un pH de 8,28 y a la temperatura ambiente. El latex tratado

20. se comprobó que tenía las propiedades siguientes:

	Cobertura	103 %
	Tamaño medio de partículas	1.703 Å
	Contenido total de sólidos	63,3 %
	Viscosidad	125 centipoises.

25. N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la manera de realizarlo en la práctica debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificacio-



270637

nes de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento se refiere a dos Solicitudes de Patente presentadas en Inglaterra con fechas 20 de septiembre y 16 de diciembre de 1.960, números respectivos 32.331 y 43.469 acciéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento, y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en

10. España: "PROCEDIMIENTO DE TRATAMIENTO DE UN LATEX DE CAUCHO SINTETICO, PARA REDUCIR SU VISCOSIDAD "; caracterizándose por lo siguiente.

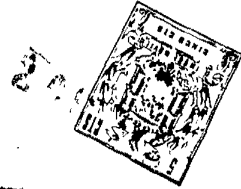
15. 1ª.- Procedimiento de tratamiento de un latex de caucho sintético, para reducir su viscosidad, caracterizado por comprender el hacer circular el latex a través de una estrangulación, a una presión absoluta prácticamente no inferior a 70 kg/cm^2 , teniendo dicho latex una concentración ponderal de partículas de polímero dispersadas, no inferior al 15 %.

20. 2ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado por permitir el aumento de tamaño de las partículas de polímero dispersadas en un latex de caucho sintético polimerizado por emulsión, y por comprender el hacer circular el latex a través de una estrangulación, a una

25. presión absoluta prácticamente no inferior a 70 kg/cm^2 y teniendo dicho latex una concentración ponderal de partículas de polímero dispersadas, no inferior al 15 %.

30. 3ª.- Procedimiento, según lo especificado

270637



en la reivindicación 1ª o 2ª, caracterizado porque la estrangulación tiene la forma de un orificio de una válvula de homogeneización.

5. 4ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª o 1ª y 3ª, caracterizado porque las partículas del polímero tienen un tamaño medio inicial superior a 1.000 unidades Å.

10. 5ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 2ª o 2ª y 3ª, caracterizado porque las partículas de polímero tienen un tamaño medio/inferior a 1.000 unidades Å.

15. 6ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 5ª, caracterizado porque el latex tiene una concentración de partículas de polímero dispersadas, del orden de 35 a 50% en peso.

20. 7ª.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque el latex se hace circular a través de la estrangulación, a una presión absoluta comprendida entre 70 y 700 kg/cm².

25. 8ª.- Procedimiento, según reivindicación 8ª, caracterizado porque el pH del latex a tratar es del orden de 7 a 13.

9ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 8ª, caracterizado porque el pH del latex a tratar es del orden de 7 a 11,5.

30. 10ª.- Procedimiento, según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracteriza-



do porque el latex se hace pasar a través de la estrangulación, a una temperatura del orden de 0 a 80°C.

5. 11ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 10ª, caracterizado porque el latex atraviesa la estrangulación a una temperatura del orden de 0 a 50°C.

10. 12ª.- Procedimiento, caracterizado por permitir el tratamiento de un latex copolímero de una diolefina conjugada junto con una olefina arílica o acrilonitrilo, o un latex homopolímero de una diolefina conjugada o una olefina arílica, o policloropreno, de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores.

15. 13ª.- " Procedimiento de tratamiento de un latex de caucho sintético, para reducir su viscosidad"; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria.

20. Esta memoria consta de dieciocho hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

THE INTERNATIONAL SYNTHETIC
RUBBER COMPANY LIMITED.

J. GOMEZ ACEBO Y C^{IA}
P. D.