

CASE "S. 67"



305880

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

por "UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE VULCANIZADOS CON PROPIEDADES MECANICAS ELEVADAS", a favor de la firma italiana MONTECATINI SOCIETA GENERALE PER L'INDUSTRIA MINERARIA E CHIMICA, domiciliada en MILAN (Italia), Largo Guido Donegani 1-2.

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un procedimiento para...  
la preparación de vulcanizados con buenas propiedades mecánicas, a base de mezclas vulcanizables que contienen un copolímero saturado y amorfo de etileno y una alfa-olefina,  
5. agentes de vulcanización apropiados, un relleno mineral de refuerzo y una substancia que activa la dispersión de este último.



= 2 =

30580

El invento se refiere también a los artículos vulcanizados obtenidos de las mezclas antes citadas y provistos de características mecánicas mejoradas.

- El uso de los copolímeros saturados y amorfos
5. de etileno y una alfa-olefina, particularmente de etileno y propileno, como nuevos cauchos sintéticos caracterizados por excelente resistencia a la oxidación, al calor, al envejecimiento y a los agentes químicos, se conoce ya en la práctica.
10. A causa de su carácter saturado, estos copolímeros requieren para su vulcanización agentes vulcanizadores particularmente fuertes, tales como peróxidos orgánicos, por lo general combinados con coagentes apropiados, como azufre, compuestos quinónicos, derivados de furfural, etc.,
15. que reducen las reacciones secundarias y aumentan el grado de eslabonamiento transversal. Los elastómeros obtenidos de estos copolímeros vulcanizados presentan, en ausencia de rellenos reforzantes, características mecánicas bastante insatisfactorias; por lo tanto, en la mayoría de las aplicaciones se requiere la presencia de rellenos reforzantes, tales como los diversos tipos de negro de humo y de rellenos minerales blancos.
- 20.

Los rellenos blancos son indispensables cuando el artículo que se fabrica debe tener color claro y se



= 3 =

305000

5. exigen características eléctricas elevadas. En contraste con el negro de humo, los diversos rellenos minerales pueden dispersarse en los copolímeros de etileno y alfa-olefinas solo con dificultad, de modo que el uso de activadores apropiados de la dispersión resulta necesario.

10. En una solicitud anterior de la peticionaria se ha descrito el uso del ácido maléico, del anhídrido maléico o de derivados micromoleculares o macromoleculares del ácido maléico (dimaleimidias, productos de condensación de anhídrido maléico y diepóxidos, copolímeros de ácido maléico), combinado con un tratamiento previo termodinámico adecuado de las mezclas en una mezcladora interna a 200-250°C, en ausencia de agentes vulcanizadores. Aunque dichos compuestos han dado resultados satisfactorios, resultaba deseable  
15. todavía hallar otros compuestos particularmente aptos para dicho uso.

20. El objeto del invento que aquí se expone es establecer un procedimiento para la preparación de vulcanizados con características mecánicas mejoradas, mediante el uso como activadores de la dispersión, de los compuestos minerales blancos, para relleno, que, además de ser particularmente activos, presentan ventajas en comparación con los compuestos utilizados hasta ahora.

25. Se ha descubierto, en efecto, que se logra excelente dispersión de los rellenos minerales en los copolímeros



3000

amorfos y saturados de etileno y alfa-olefinas, obteniéndose vulcanizados con buenas características mecánicas, si se añade como activador de la dispersión un compuesto elastomérico macromolecular que contenga grupos polares en la macromolécula, de preferencia combinándolo con un tratamiento previo de las mezclas que contienen los rellenos y el activador, pero en ausencia de los agentes de vulcanización, en una mezcladora interna, a temperatura de 200-250°C.

- El uso de los compuestos elastoméricos polares como activadores de la dispersión tiene diversas ventajas.
10. La mayoría de ellos pueden hallarse en el comercio en forma de "cauchos especiales" a precios razonables y son por lo general compatibles, por lo menos dentro de los límites de su adición a las mezclas según este invento, con los:
15. copolímeros olefínicos con que covulcanizarse mediante la ayuda de agentes peroxídicos. Respecto al ácido maléico: presentan la ventaja de no ser volátiles ni tóxicos y de no correr la maquinaria ni los moldes. Los elastómeros de...: caracter polar que han resultado eficaces como activadores:
20. de la dispersión comprenden: los polímeros o copolímeros: olefínicos monoméricos que contienen grupos polares sustituyentes, como halógenos, nitrilo, piridina, éster o grupos similares; o bien son productos obtenidos por tratamiento químico de polímeros o copolímeros olefínicos, tal como



= 5 =

305000

halogenación, clorosulfonación, injerto de ácido maléico o anhídrido maléico; o bien, por último, se obtienen mediante policondensación entre polisulfuro sódico e hidrocarburos alifáticos dihalogenados (tioplásticos).

5. Entre los cauchos polares del primer tipo cabe citar: el policloropreno (nombre comercial "Neoprene"), el caucho-nitrilo (Buna N, Elaprim), los copolímeros de etileno y acetato de vinilo (Levapren, Elvax) y los terpolímeros de butadieno/estireno/metilvinilpiridina (Gentac); y
10. entre los del segundo tipo: el copolímero de etileno/propileno clorosulfonado y el caucho-butilo bromado (Hycar); y entre los del tercer tipo: los cauchos de polisulfuro (Thiokol).

- Los copolímeros saturados amorfos y elastoméricos de etileno y alfa-olefinas, en particular de etileno y
15. propileno o buteno-1, que pueden usarse para los fines de este invento son los obtenidos, según procedimientos bien conocidos en la práctica, mediante copolimerización de los monómeros, en presencia o ausencia de disolvente, con ayuda de sistemas catalíticos constituidos por el producto de la
20. reacción de un compuesto de metal de transición, soluble en los hidrocarburos, con un compuesto alquilometálico del grupo 1º, 2º, o 3º.

Se han obtenido resultados particularmente buenos con sistemas catalíticos constituidos por el producto de



= 6 =

3 5880

5. la reacción de  $VCl_4$ ,  $VOCl_3$  o acetilacetonato de vanadio con trialquilos de aluminio o haluros alquílicos de aluminio, a temperaturas de  $-100^\circ$  a  $+100^\circ C$ . Estos copolímeros tienen preferentemente un contenido de etileno de 20 a 80% en moles, y un peso molecular comprendido, por ejemplo, entre 50.000 y 500.000. Cuando es preciso, se los puede extender con aceites parafínicos a fin de mejorar su capacidad de elaboración.
10. Los rellenos minerales usados para el refuerzo son los bien conocidos por los expertos en el campo de los cauchos naturales y sintéticos, por ejemplo sílice, silicatos (caolín, talco, arcilla, tierras activas), carbonato cálcico, alúmina, etc.
15. La cantidad empleada de relleno puede variar desde 10 hasta 400%, y preferentemente desde 50 hasta 150%, con relación al polímero.
20. Cuando en una mezcla se usan un relleno mineral ácido y un peróxido orgánico sensible al relleno ácido, es preciso añadir un agente correctivo básico, como la difenilguanidina.
25. La cantidad de caucho polar que ha de usarse para lograr el objeto de este invento depende del nivel de las características deseadas, del tipo del relleno y de la cantidad de relleno; por lo general, está comprendida entre 1 y 20% en peso del polímero, y para el nivel normal de las



características de refuerzo se prefiere por ejemplo una cantidad de 5% en peso del polímero, es decir, 5 a 10% del relleno mineral.

5. La adición del caucho polar a las mezclas se desarrolla sin dificultad en las instalaciones convencionales para la elaboración del caucho y se efectúa preferentemente mezclando al principio el copolímero, el relleno mineral y el caucho polar en una mezcladora interna, tal como una mezcladora Banbury, a temperatura de 200-250°C y en ausencia de los agentes de vulcanización.
- 10.

- Después de dicho tratamiento térmico, se enfría la mezcla en una mezcladora de rodillos y se le añaden el azufre y el peróxido orgánico (agentes de vulcanización; cantidad de peróxido, 0,1 a 10 partes en peso por 100 partes de copolímero; cantidad de azufre, menos de la mitad de la cantidad en peso de peróxido utilizada). Luego se realiza la vulcanización a temperaturas entre 110 y 220°C, y preferentemente entre 140 y 180°C.
- 15.

- El tratamiento termodinámico previo a 200-250°C tiene un efecto particularmente favorable sobre las características finales de los vulcanizados; algunos de los activadores de dispersión pertenecientes a la clase de los cauchos polares antes citados tienen efecto positivo aún en ausencia del tratamiento termodinámico previo, pero con menor mejora de las características mecánicas; en este caso, las mezclas pueden prepararse en las mezcladoras
- 20.
- 25.



convencionales. Cabe añadir a las mezclas de este invento otros coadyuvantes, como óxido de zinc y un glicol como la glicerina; esta última, según se sabe por las mezclas a base de caucho-butilo, actúa de agente humectante y protege al relleno blanco; además, reporta una ulterior mejora en el refuerzo mecánico del vulcanizado.

Se señala que, respecto a la comparación de las características mecánicas de los vulcanizados preparados en los ejemplos, que el módulo elástico a 300% y la deformación permanente después de 200% de alargamiento durante 1 hora son los dos parámetros más importantes por lo que atañe a las aplicaciones de los vulcanizados en sí; tales aplicaciones se refieren a los artículos coloreados, cubiertas para neumáticos, extrusiones para juntas de accesorios de automóviles, productos de aislamiento eléctrico, etc.

Los ejemplos que siguen se dan con el fin de ilustrar el invento y no implican limitación. En primer lugar se describe la técnica de preparación de las mezclas.

Según los casos, para demostrar la eficacia de los nuevos activadores aún sin tratamiento térmico previo, las mezclas se han preparado con la técnica "fría" o la técnica "caliente".

En la preparación "en frío" de la mezcla, todos los ingredientes se han agregado en sucesión y elaborado en una mezcladora de rodillos normal, siguiendo el orden



3 5 6 0 0

y en los tiempos que se indican a continuación:

- Tiempo: 0 minutos: copolímero
- 3 " : la mitad del relleno mineral
5. 10 " : la otra mitad del relleno + activador  
(+ocasionalmente ZnO, glicerina y un agente corrector básico)
- 15 " : agentes de vulcanización (azufre + peróxido orgánico)
10. 20 " : descarga de la mezcla.

En la preparación por la técnica "en caliente", las mezclas se elaboran en una mezcladora interna del tipo Banbury, agregando los ingredientes por este orden:

15. Tiempo: 0 minutos : copolímero
- 2 " : la mitad del relleno mineral
- 6 " : la otra mitad del relleno + activador (+
20. 11 " : ocasionalmente ZnO, glicerina y un agente corrector básico).

Después de un tiempo total de 11 minutos, se eleva la temperatura a 200°C y se elabora la mezcla en una mezcladora interna durante 15 minutos más. A continuación se

25. la descarga y se la pasa a una mezcladora normal provista

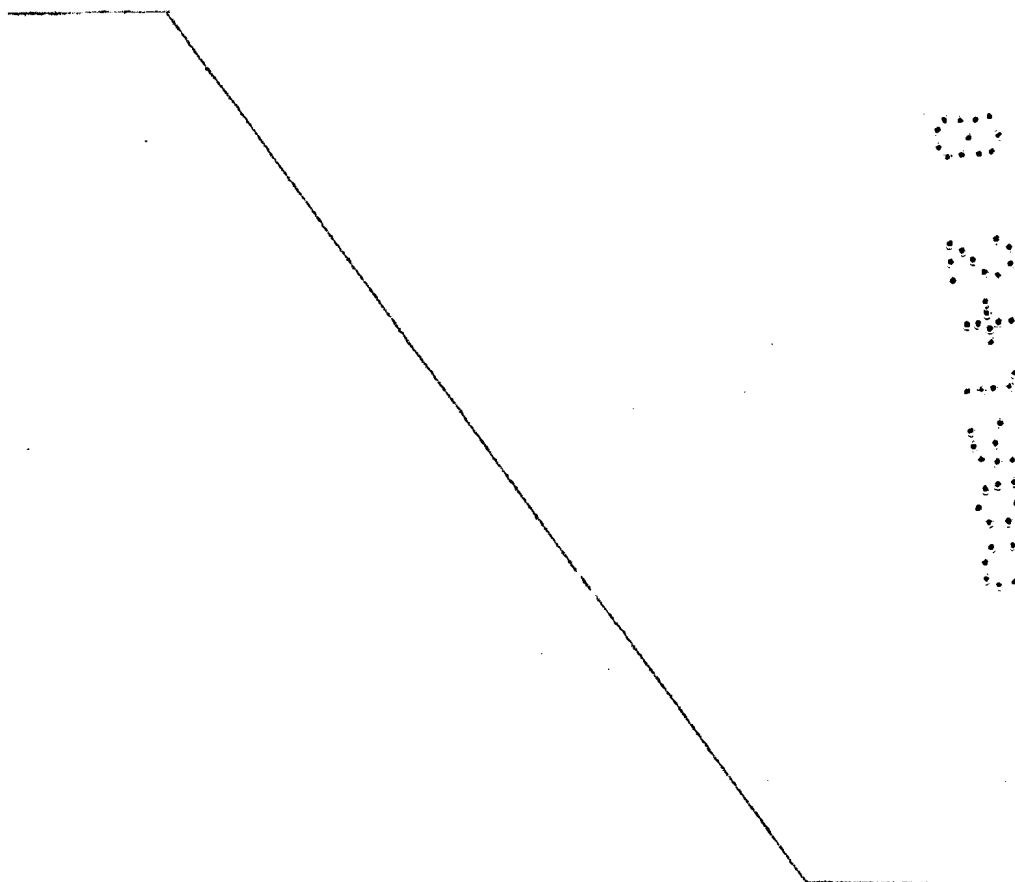


30 E 80

de rodillos refrigerados, donde se añaden, de la manera usual, los agentes vulcanizantes (azufre + peróxido orgánico).

5. EJEMPLO 1.

Este ejemplo ilustra la actividad de un copolímero comercial de etileno y acetato de vinilo (Levapren450 de la firma Bayer) en la dispersión de dos tipos de rellenos, con tratamiento termodinámico previo de las mezclas o sin él.





305880

TABLA 1

<u>Composición de la mezcla:</u>				
Copolímero de etileno y propileno con un contenido de etileno del 50% en moles y una viscosidad Mooney ML (1+4) a 100°C de 47	100		100	
Caolín calcinado (Whitetex)	100		-	
Acido silícico (Hi-Sil 233)	-		50	
Levapren 450	5		5	
ZnO	2		2	
Glicerina	-		3	
Azufre	0,4		0,4	
Peróxido de butilo terciario tetraclorado	3,4		3,4	
<u>Condiciones de vulcanización en la prensa</u>	50 min/165°C		50 min/165°C	
<u>Tratamiento térmico a 200°C en una mezcladora Banbury del tipo GK2 durante 15 minutos</u>	si	no	si	no
<u>Características mecánicas:</u>				
Resistencia a la tracción kg/cm <sup>2</sup>	70	57	135	130
Alargamiento en la rotura %	450	400	450	550
Módulo elástico a 300% kg/cm <sup>2</sup>	60	52	80	50
Deformación permanente %	9	9	8,5	10,5
Resistencia al desgarró kg/cm <sup>2</sup>	35	32	50	44
Dureza ISO	60	60	64	64



EJEMPLO 2.

Se ilustra el efecto de la adición, como activador de la dispersión, de un copolímero 1:1 de etileno y acetato de vinilo (Elvax de la firma Du Pont de Nemours), con tratamiento termodinámico previo a 200°C y sin él.

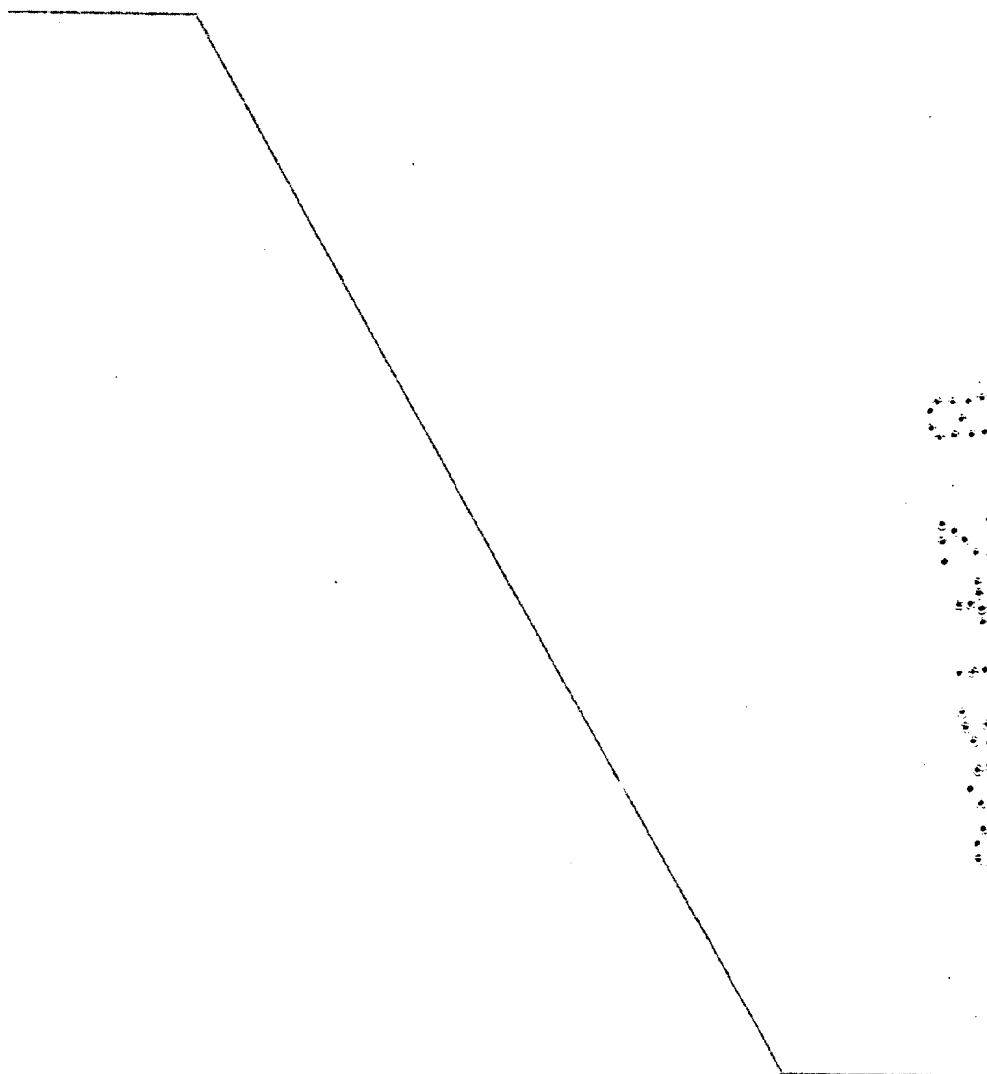




TABLA 2

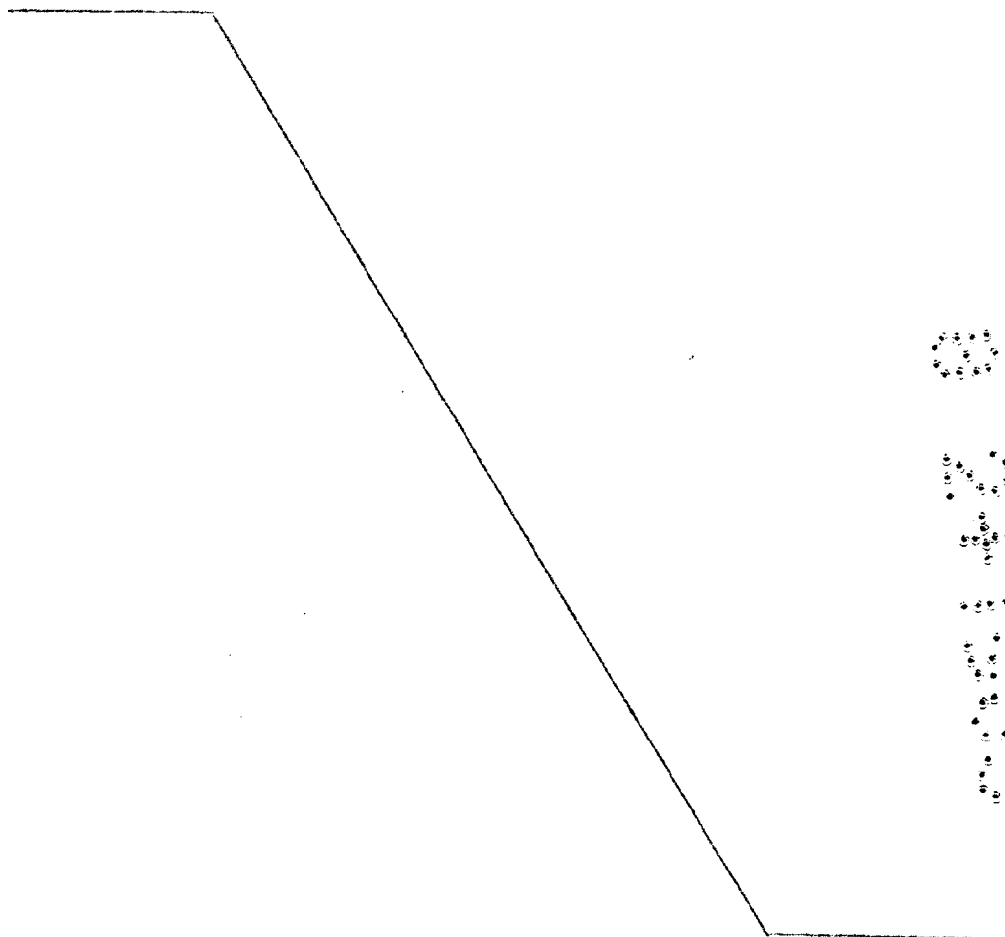
<u>Composición de la mezcla:</u>	<u>sin tratamiento térmico previo</u>		<u>con tratamiento térmico previo</u>	
	<u>sin Elvax</u>	<u>Con Elvax</u>	<u>Sin Elvax</u>	<u>Con Elvax</u>
Copolímero de etileno y propileno (el mismo que en la Tabla 1)	100	100	100	100
Caolín calcinado (White tex)	100	100	100	100
Elvax	-	10	-	10
Oxido de zinc	2	2	2	2
Azufre	0,4	0,4	0,4	0,4
Peróxido de butilo terciario tetraclorado	3,4	3,4	3,4	3,4
Condiciones de vulcanización en la prensa: 50 min/165°C				
<u>Características mecánicas:</u>				
Resistencia a la tracción kg/cm <sup>2</sup>	45	45	50	65
Alargamiento en la rotura %	600	400	450	450
Módulo elástico a 300% kg/cm <sup>2</sup>	30	40	40	55
Deformación permanente %	12,5	10	11,5	10,5
Resistencia al desgarrero kg/cm <sup>2</sup>	30	30	36	35



3 6 6 6

EJEMPLO 3.

- Se muestra el efecto mejorado de las características mecánicas que se produce cuando se emplean copolímeros de etileno y acetato de vinilo (Levapren y Elvax), sin tratamiento térmico previo, en las mezclas copoliméricas que contienen diversos rellenos minerales.
- 5.





3 2 5 8 8 0

<u>Composición de la mezcla:</u>		<u>Partes en peso</u>					
Copolímero de etileno/propileno (el mismo que en la Tabla 1)		100					
Relleno mineral		como se ha indicado					
Activador		como se ha indicado					
Oxido de zinc		2.					
Azufre		0,4					
Peróxido de butilo terciario tetraclorado		3,5					
<u>Condiciones de vulcanización:</u>		<u>50 min/165°C</u>					
<u>Relleno mineral, partes en peso</u>	<u>Activador, partes en peso.</u>	<u>Glicerina, partes en peso</u>	<u>Resistencia a la tracción en kg/cm<sup>2</sup></u>	<u>Alargamiento en la rotura %</u>	<u>Modulo a 300%, en kg/cm<sup>2</sup></u>	<u>Deformación permanente en kg/cm<sup>2</sup> %</u>	<u>Resistencia al desgarrar, en kg/cm<sup>2</sup></u>
Caolín calcinado (Whitetex) 100	-	-	40	600	30	11	28
	Levapren 5	-	55	400	52	8,5	32
	Elvax 10	-	45	400	40	10	30
Caolín soplado (arcilla Windsor C)-(duro) 100	-	-	86	720	25	23	30
	Levapren 5	-	80	645	40	14	36
	Elvax 10	-	95	680	40	20	38
Caolín soplado (Nord-Hoff) 100	-	-	42	770	21	18	25
	Levapren 5	-	36	400	33	11	28
Carbonato cálcico (SocalU1) - (fino) 100	-	-	60	630	16	12,5	18
	Elvax 10	-	68	650	25	11	24
Silicato magnésico (talco) 100	-	-	33	520	22	18	22
	Levapren 5	-	33	450	30	14	24
	Elvax 10	-	37	530	27	15	26
Acido silícico (Hi-Sil) hidrato 50	-	3	135	650	33	18	42
	Levapren 5	-	125	530	50	10,5	44
	Levapren 5	3	135	600	40	11,5	41
	Elvax 10	-	145	620	45	13	42
Acido silícico anhidro (Aerosil) 30	-	4	160	700	20	16	28
	Levapren 5	-	115	570	35	10	27
	Levapren 5	4	155	700	25	11	30
	Elvax 10	-	135	620	30	10,5	30

Levapren 450 = Copolímero "al azar" de etileno/acetato de vinilo de la Bayer

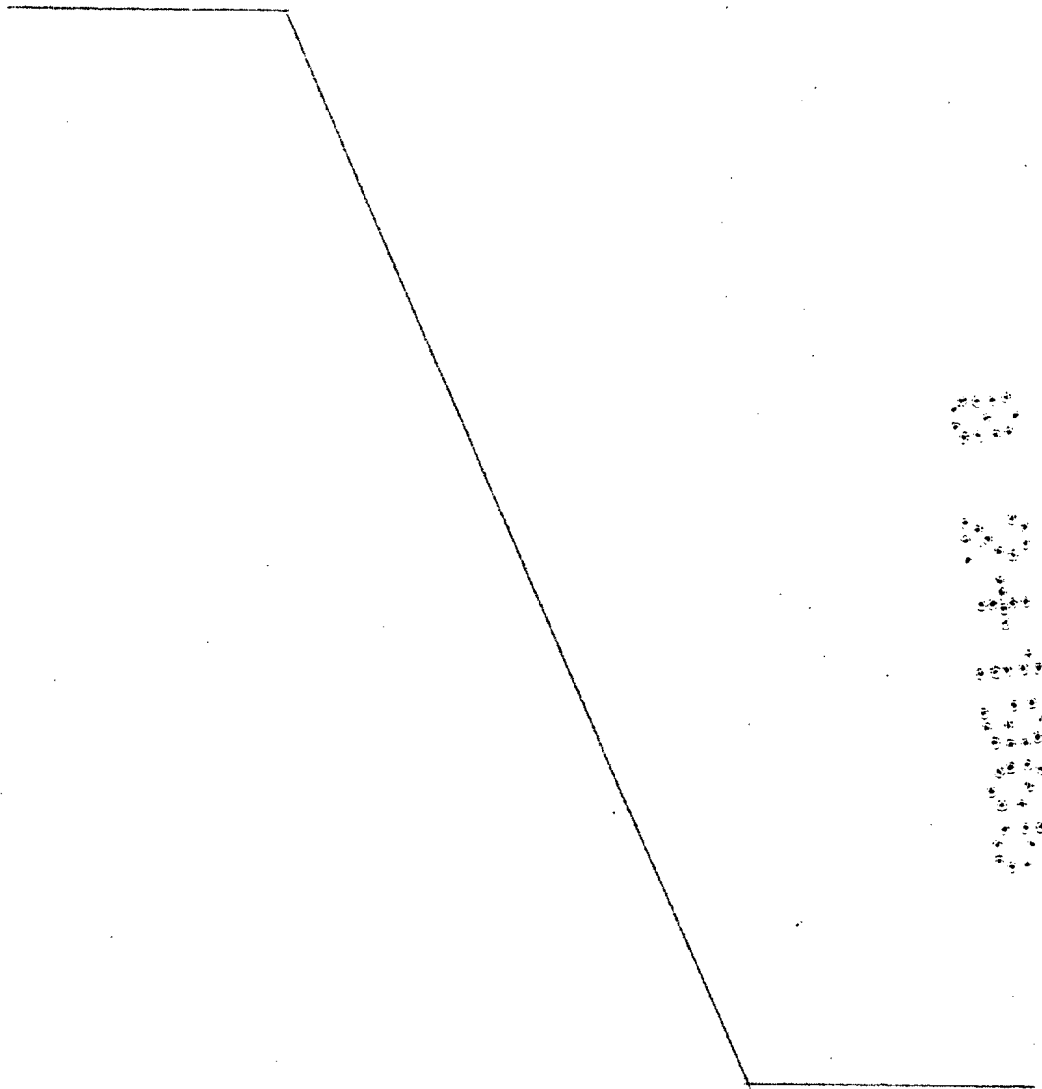
Elvax = Copolímero 1:1 de etileno/acetato de vinilo de Du Pont.



30580

EJEMPLO 4.

Se comparan los datos relativos a la mejora en las características de las mezclas que contienen caolín molido (Whitetex) como relleno y varios tipos de cauchos polares como activadores de la dispersión del relleno, con tratamiento térmico previo y sin él.



T A B L A 4

Copolímero de etileno/propileno con un contenido de etileno en moles del 50% y una viscosidad Mooney ML (1+4) a 100°C de 47	100	100	100	100	100	100
Caolín calcinado (Whitetex)	100	100	100	100	100	100
Copolímero de etileno/propileno injertado 1)			5			
Caucho-nitrilo (Elsprin S. 351) 2)						5
Tiocol A						
Gentac						
Copolímero de etileno/propileno clorosulfonado 3)						
Neopreno						
ZnO	2	2	2	2	2	2
Azufre	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4
Peróxido de butilo terciario tetraclorado	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5
Condiciones de vulcanización:						
Tratamiento térmico a 200°C en mezcladora Banbury tipo GK-2 durante 15 minutos	si	no	si	no	si	no
<u>Características mecánicas:</u>						
Resistencia a la tracción kg/cm <sup>2</sup>	50	42	76	54	66	45
Alargamiento en la rotura %	450	650	320	370	330	390
Módulo elástico a 300% kg/cm <sup>2</sup>	45	28	75	52	64	42
Deformación permanente %	11	13	6	6	6	7,5
Resistencia al desgarró kg/cm <sup>2</sup>	34		38	28	36	23
Dureza IRHD	61	59	64	64	64	64,5

- 1) 2% de ácido maléico injertado en copolímero de etileno/propileno con ayuda de 0,5% de peróxido de butilo terciario tetraclorado, por tratamiento en una mezcladora Banbury a 200°C durante 10 minutos
- 2) Copolímero de butadieno/acriló nitrilo con 37 a 38% de nitrilo acrílico
- 3) Copolímero de etileno/propileno clorosulfonado, que contiene 2% de cloro y 1% de azufre.



335330

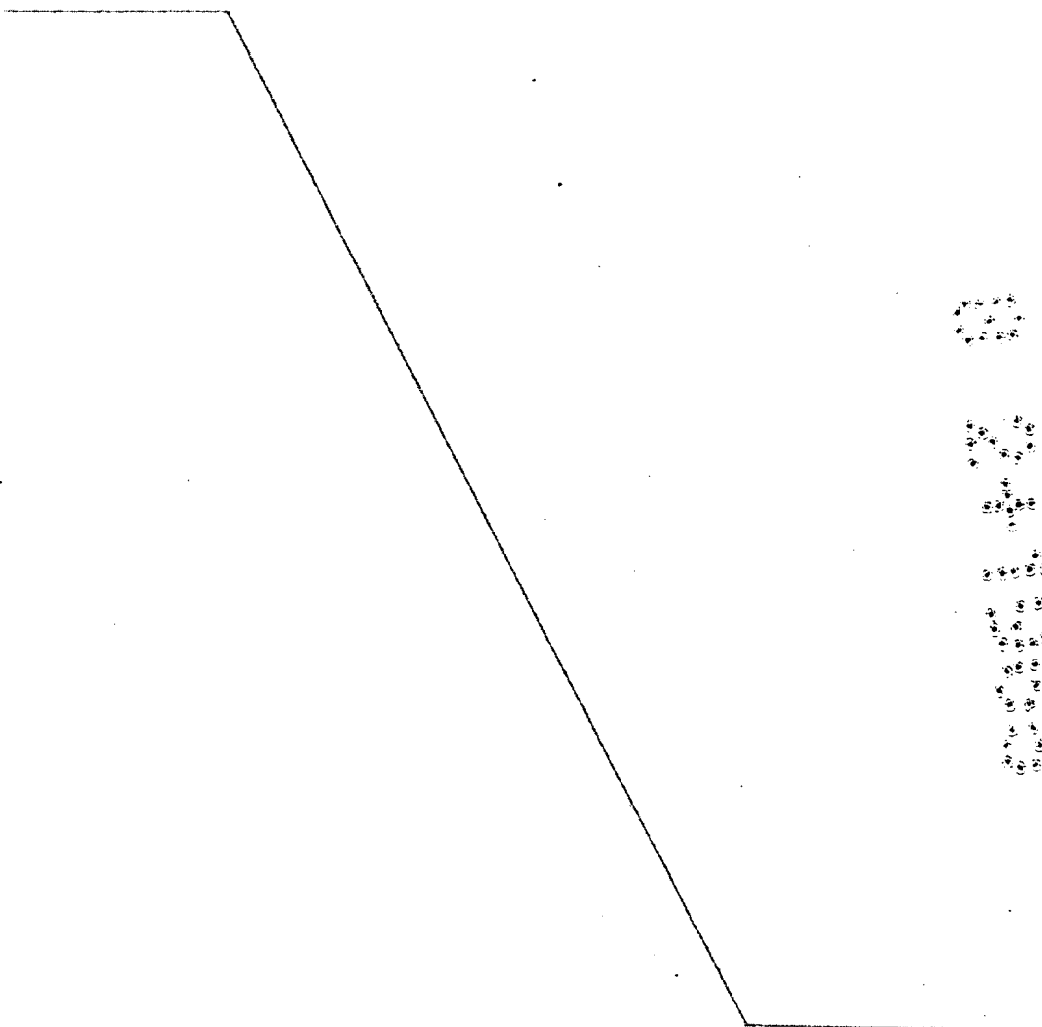
100	100	100	100	100	100	100	100
100	100	100	100	100	100	100	100
5	5	5	5	5	5	5	5
.2	.2	.2	.2	.2	.2	.2	.2
0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4
3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5
50 min/165°C							
si	no	si	no	si	no	si	no
65	28	60	50	56	48	47	51
30	680	350	380	380	410	530	480
65	12	57	46	52	42	35	39
8	26	6	8	8	10,5	10	8
3	18	30	24	31	25	24	24
1	58	64	66,5	63	64,5	64	65,5



30 5390

EJEMPLO 5.

De manera semejante a la del ejemplo 4, se comparan los vulcanizados obtenidos a base de mezclas que contienen una sódice hidratada (Hi-Sil) como relleno de refuerzo, utilizando como activadores de la dispersión diversos tipos de cauchos polares y con tratamiento térmico previo a 200-250°C o sin él.



T A B L A 5.

Copolímero de etileno/propileno con un contenido de etileno en moles de 50% y una viscosidad Mooney ML (1+4) a 100°C de 47	100	100	100	100	100	100	100	100
Acido silícico (Hi-Sil)	50	50	50	50	50	50	50	50
Copolímero de etileno/propileno injertado 1)		5						
Caucho-nitrilo (Elsprin S.351) 2)					5			
Tiocol A								5
Gentac								
Copolímero de etileno/propileno clorosulfonado 3)								
Glicerina								
ZnO	2.	2.	2.	2.	2.	2.	2.	2.
Azufre	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4
Peróxido de butilo terciario tetraclorado	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5
Condiciones de vulcanización:								
Tratamiento térmico a 200°C en una mezcladora tipo Bambury GK-2 durante 15 minutos	si	no	si	no	si	no	si	no
<u>Características mecánicas:</u>								
Resistencia a la tracción kg/cm <sup>2</sup>	136	165	117	135	131	116	138	132
Alargamiento a la rotura %	820	1000	600	620	520	630	610	860
Módulo elástico a 300% kg/cm <sup>2</sup>	32	25	47	39	65	42	49	24
Deformación permanente %	22	35	16,5	26	11	14,5	16	28
Resistencia al desgarró kg/cm <sup>2</sup>	63	80	55	38	50	36	69	52
Dureza IRHD	-	-	68,5	83	73	84,5	72	84

- 1) 2% de ácido maléico injertado en un copolímero de etileno/propileno con ayuda de 0,5% de peróxido de butilo terciario tetraclorado, en una mezcladora Bambury a 200°C y durante 10 minutos.
- 2) Copolímero de butadieno/acriló nitrilo con 37 a 38% de acriló nitrilo.
- 3) Copolímero de etileno/propileno clorosulfonado que contiene 2% de cloro y 1% de azufre.



30580

100	100	100	100	100	100	100	100
50	50	50	50	50	50	50	50
			5		5		
						5	
							5
		3	3	3	3	3	3
.2	.2	.2	.2	.2	.2	.2	.2
0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4
3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5	3,5

50 min/165°C

si	no	si	no	si	no	si	no	si	no	si	no	si	no	si	no
126	128	114	157	154	170	122	134	130	132	140	148	135	139	123	116
590	660	630	640	610	900	500	600	450	1140	630	640	450	630	480	610
52	41	43	40	53	28	60	30	80	33	51	50	59	40	62	37
16	16	20	26	16	20	10,5	24	10	16,5	14,5	10	12,5	18	10	22,5
54	42	58	41	63	70	37	28	43	36	66	55	47	37	41	49
71,5	84	71	84,5	-	-	69	79	72	81	70	68	72	82	69	80



3 580

EJEMPLO 6.

Este ejemplo explica la preparación, por medio de un tratamiento termodinámico previo, de dos vulcanizados a partir de dos mezclas diferentes que contienen el activador Levapren 450, un relleno blanco ácido (caolín calcinado o, respectivamente, ácido silícico) y, como agentes de vulcanización, azufre y un peróxido orgánico aromático, más precisamente un peróxido sensible a la presencia de un relleno ácido. En vista de la acidez de los rellenos respectivos y de la sensibilidad del peróxido a la acidez, se emplea también en la mezcla un agente corrector básico (difenilguanidina).

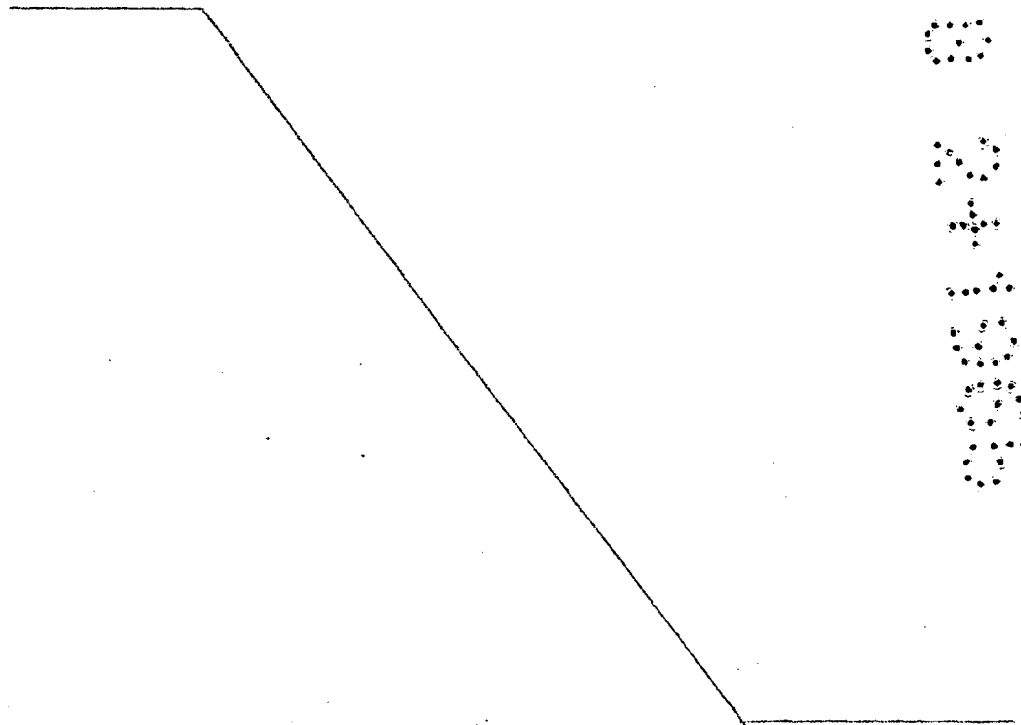




TABLA 6

Composición de la mezcla:	partes en peso partes en peso	
Copolímero de etileno/propileno con un contenido de etileno del 50% en moles y una viscosidad Mooney ML (1+4) a 100°C de 47	100	100
Caolín calcinado /Whitetex)	100	-
Acido silícico (Hi-Sil 233)	-	50
Levapren 450	5	5
ZnO	2	2
Difenilguanidina	0,5	0,5
Azufre	0,4	0,4
Alfa, alfa'-bis-(tercibutilperoxi)-diisopropilbenceno (peroximon)	2,1	2,1
Tratamiento térmico a 200°C en una mezcladora tipo Banbury GK-2 durante 15 minutos	si	si
Condiciones de vulcanización en la prensa	40° a 165°C	40° a 165°C
<u>Características mecánicas:</u>		
Resistencia a la tracción kg/cm <sup>2</sup>	65	137
Alargamiento en la rotura %	410	500
Módulo elástico a 300% kg/cm <sup>2</sup>	54	65
Deformación permanente %	8	9
Resistencia al desgarro kg/cm <sup>2</sup>	33	51
Dureza ISO	63	67



30 5380

EJEMPLO 7.

Este ejemplo demuestra la preparación sin tratamiento térmico previo de vulcanizados a partir de mezclas que contienen diversos rellenos blancos, Levapren 450 como activador de la dispersión, azufre y un peróxido sensible a la presencia de un relleno ácido. En vista de la acidez de los rellenos respectivos y de la sensibilidad del peróxido a la acidez, se usa también en la mezcla un agente corrector básico (difenilguanidina).

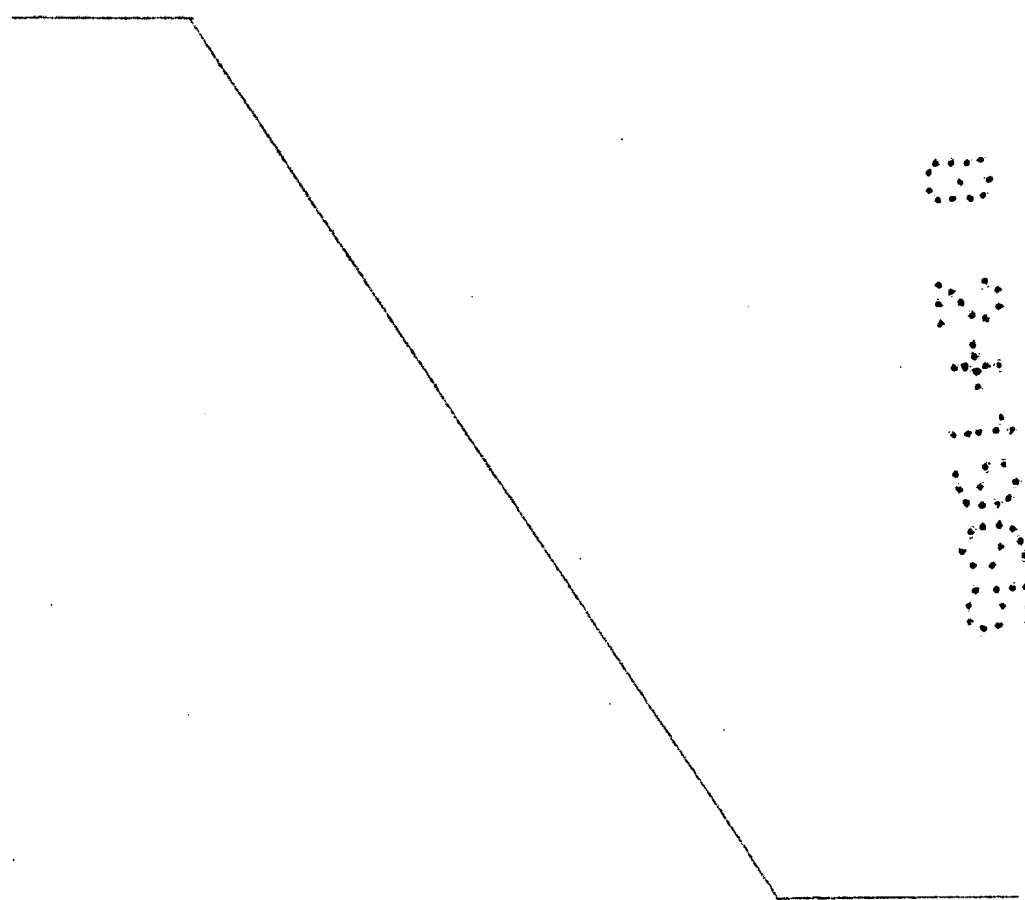




TABLA 7

		Composición de la mezcla:					
		Copolímero de etileno/propileno (55% en moles de propileno, ML (1+4) a 100°C = 50)					
							100
		Relleno blanco como se ha indicado					
							5
							2
							0,4
							2,1
							0,5
Tipo y cantidad del relleno	Resistencia a la tracción $\text{kg/cm}^2$	Alargamiento en la rotura %	Módulo a 300% en $\text{kg/cm}^2$	Deformación permanente %	Resistencia al desgarrar, en $\text{Kg/cm}^2$	Dureza ISO	Distensión elástica a 50°, %
Whitetex 100 p	45	450	40	10	24	60	54
Arcilla Windsor 100 p	85	610	31	16	36	59,5	46,5
Socal U 1 100 p	65	700	15	12,5	20	58,5	43
Talco 100 p	31	600	22	16	23	52,5	56,5
Hi-Sil 50 p	116	575	35	14	35	76	53



N O T A

Descrito el invento se declaran nuevas y de propia invención las siguientes reivindicaciones, con prioridad de la demanda de patente italiana Nº 23.690/63 del 21 de Noviembre de 1.963.

5.

1. Un procedimiento para la preparación de vulcanizados con propiedades mecánicas elevadas, a base de composiciones vulcanizables que comprenden un polímero amorfo y saturado de etileno y una alfa-olefina, un relleno mineral

10.

de refuerzo, un activador de la dispersión de dicho relleno y agentes de vulcanización, con compuestos correctores de la acidez del relleno o sin ellos, que se caracteriza por mezclarse homogéneamente el copolímero, un relleno mineral, posiblemente los agentes correctores de la acidez

15.

del relleno y un activador orgánico, tomado del grupo constituido por los compuestos elastoméricos macromoleculares que contienen grupos polares, y luego someterse eventualmente la mezcla así obtenida a un tratamiento termodinámico

20.

previo, en cuyo caso se la deja enfriar, se le añaden los agentes de vulcanización y se efectúa por último la vulcanización.

2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado por tomarse el relleno mineral del



grupo constituido por la sílice, el caolín, el talco, la arcilla, las tierras activas, el carbonato cálcico y alumina.

3. Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 y 2, que se caracteriza por ser el activador de la dispersión un caucho polar tomado del grupo constituido por los polímeros y copolímeros de monómeros olefínicos que contienen grupos polares substituyentes, por polímeros y copolímeros olefínicos a los que están injertados grupos pertenecientes a la clase constituida por el ácido maléico, el anhídrido maléico, los halógenos y los grupos clorosulfónicos y por los policondensados de polisulfuro sódico con hidrocarburos alifáticos dihalogenados.

4. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3, que se caracteriza por tomarse el activador de la dispersión en el grupo constituido por el policloropreno, el caucho-nitrilo, los copolímeros de etileno/acetato de vinilo, los terpolímeros de butadieno/estireno/metilvinilpiridina, los copolímeros de etileno/propileno clorosulfonados, el caucho butílico bromado y los policondensados de polisulfuro sódico con alcanos dihalogen-substituidos.

5. Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones precedentes, caracterizado por usarse el activador en



3 7 5 8 0

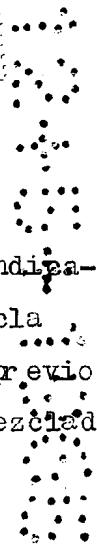
cantidades de 1 a 20% en peso del copolímero, y preferentemente de 5% en peso, aproximadamente, del copolímero, o sea alrededor de 5 a 10% del relleno mineral.

5. 6. Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones precedentes, caracterizado por el hecho de que el tratamiento termodinámico de la mezcla constituida por el copolímero, el relleno, el activador y eventualmente agentes correctores de la acidez del relleno se efectúa a temperaturas comprendidas entre 200° y 250°C, en una mezcladora de tipo Banbury.
10. 7. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 6, caracterizado por el hecho de que, después que la mezcla que ha experimentado el tratamiento termodinámico previo ha sido enfriada en una mezcladora provista de rodillos refrigerados, se añaden a dicha mezcla el azufre y un peróxido orgánico como agente de vulcanización y luego se efectúa la vulcanización.
15. 8. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7, en el que la cantidad de peróxido está comprendida entre 0,1 y 10 partes en peso por 100 partes de copolímero, y el azufre se añade en cantidades inferiores a la mitad de la cantidad en peso del peróxido usado.
- 20.
- 25.

305880



305880



5. 9. Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por el hecho de que la mezcla que ha de prepararse en frio, sin tratamiento térmico previo, se elabora añadiéndole todos los ingredientes en una mezcladora de rodillos normal.

10. 10. Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones precedentes, caracterizado por añadirse a la mezcla glicerina, como agente humectante, y eventualmente otros coadyuvantes.

15. 11. Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones precedentes, caracterizado por emplearse, en concepto de copolímeros de etileno/alfa-olefina, copolímeros saturados de etileno/propileno o etileno/buteno-1, preferentemente que contengan de 20 a 80% en moles de etileno y tengan un peso molecular comprendido entre 50,000 a 500,000.

20. 12. Un procedimiento para la preparación de vulcanizados con propiedades mecánicas elevadas.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 29 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, a 10 NOV. 1964

p. a.

JAIIME ISERN

*P. P.*

pp