

349442



P A T E N T E  
D E  
I N T R O D U C C I O N

por "PROCEDIMIENTO PARA INCORPORAR HOMOGENEAMENTE NEGRO DE HOMO A LAS GOMAS BUTILICAS", a favor de la firma italiana SOCIETA' ITALIANA REGINE, S.p.A., residente en 33, Via Grezioli, MILAN (Italia).

= . =

MEMORIA DESCRIPTIVA

Este invento se refiere a un procedimiento para rebajar la temperatura y reducir los tiempos de incorporación del negro de humo a la goma butílica.

5. La goma butílica, conocida también como goma sintética CR-I, que por sus características generales, y sobre todo por la baja permeabilidad a los gases, halla cada vez mayor aplicación para fabricar cámaras de aire y cubiertas de automóvil, se obtiene por medio de copolimerización ióni-



ca de una olefina (por lo general, isobutileno) con una o más diolefinas (por lo general, butadieno o isopreno) valiéndose de catalizadores del tipo de Friedel-Grafts, a temperaturas muy bajas (-30 a -100°C) y en presencia de un disolvente hidrocarburo.

5.

A este polímero, con el fin de darle mayor resistencia a la abrasión y al desgaste, se le añade negro de humo a razón de 10 a 120 partes (de preferencia, 30 a 60 partes) en peso por 100 partes en peso de goma.

10. Los tipos de negro de humo que se emplean varían según las características fisioomecánicas que se desea obtener; existen así tipos de negro de humo que confieren alta resistencia a la abrasión, otros que confieren mejor deslizamiento y por lo tanto facilidad de elaboración,

15. otros que mejoran las características de alargamiento, etc.

La incorporación del negro de humo a la goma butílica ha presentado siempre notables dificultades por causa del elevado nervio de dicha goma, y por lo tanto, ha obstaculizado hasta ahora la extensión del empleo de esta

20. goma.

En efecto, para introducir en la goma el negro de humo se han empleado hasta hoy día tratamientos térmicos de temperaturas elevadas, del orden de 120 a 200°C, por períodos de tiempo prolongados, variables de una a varias



horas; la vulcanización sucesiva requiere además temperaturas de 150 a 180°C por períodos de tiempo variables de 30 a 60 minutos.

5. Aún sometiendo la goma a tratamientos térmicos tan enérgicos, resulta siempre difícil obtener una dispersión homogénea del negro de humo en la goma y, además, estos largos tiempos de elaboración comprometen, a causa de oxidaciones, degradaciones, etc., las características físico-mecánicas finales.
10. Objeto del invento que aquí se expone es establecer un procedimiento para la introducción de negro de humo en la goma butílica reduciendo de manera importante los tiempos y las temperaturas de elaboración, de modo que no se comprometan las características de la goma.
15. Otro objeto de este invento es obtener una dispersión homogénea del negro de humo a lo largo de las cadenas del polímero.
20. Los objetos anteriores se logran introduciendo en la goma butílica halogenmelaminas en cantidades variables de 0,1 a 2 partes en peso por 100 partes en peso de goma.

El halógeno de las halogenmelaminas empleadas en el procedimiento de este invento puede ser, indiferentemente, flúor, cloro, bromo o yodo, y el número de átomos



de halógeno presentes en la molécula puede variar de 1 a 6.

5. Por razones de economía, se prefieren las cloromelaminas, y se ha observado que los mejores resultados se obtienen con cloromelaminas que tengan un contenido de cloro comprendido entre 46 y 64, lo que corresponde más o menos al tricloro y a la hexacloromelamina.

10. El uso de las halogenmelaminas abrevia mucho el tiempo de mixturación, reduciéndolo del orden de una hora o más a 2 - 5 minutos, y permite por otra parte actuar a temperatura inferior a la de los procedimientos conocidos.

EJEMPLO 1

15. a) Se cargan en una mezcladora 10 kg de goma butílica, 5 kg de negro de humo EPC y 0,1 kg de ácido esteárico y se calienta la mezcla a 150-160°C por una hora. Luego se enfría hasta 60°C y se añaden 0,3 kg de óxido de zinc, 0,2 kg de azufre, 0,1 kg de disulfuro de tetrametil-tien-ramo (THT) y 0,05 kg de mercaptobenzotiazol (MBT). La mezcla obtenida se vulcaniza a 150°C por una hora.
20. b) En la mezcladora antes mencionada se cargan 10 kg de goma butílica, 5 kg de negro de humo EPC, 0,1 kg de ácido esteárico y 0,11 kg de cloromelamina que tiene un contenido de cloro del 46-48% (correspondiente a una tricloromelamina), se calienta la mezcla a 140°C y se procede a



5.            mixtura por 5 minutos.

              Luego se enfría hasta 60°C y se añaden 0,3 kg de óxido de zinc, 0,2 kg de azufre, 0,1 kg de THT y 0,05 kg de MBT. La mezcla obtenida se vulcaniza a 150°C por 45 minutos.

              Las características mecánicas de los productos obtenidos en los casos a) y b) anteriores se exponen en la Tabla compendiadura que sigue.

EJEMPLO 2

10.            En la mezcladora del Ejemplo 1 se cargan 10 kg de goma butílica, 5 kg de negro de humo EPC, 0,1 kg de ácido esteárico y 0,1 kg de cloromelamina con un contenido de cloro del 53 al 55% (correspondiente a una tetracloromelamina) y se produce a la mixturación a 140°C por 5 minutos.

15.

              Se enfría hasta 60°C y se añaden 0,3 kg de óxido de zinc, 0,2 kg de azufre, 0,1 kg de THT y 0,05 kg de MBT.

20.

              La mezcla obtenida se vulcaniza a 150°C por 45 minutos.

              Las características mecánicas del producto obtenido se exponen en la Tabla.



EJEMPLO 3

- Las modalidades de actuación, la temperatura y los tiempos de mixturación y de vulcanización, así como la cantidad de los componentes y la naturaleza de éstos, son las mismas que en el Ejemplo 2.
- 5.

Sin embargo, en este caso se usan 0,09 kg de una cloromelamina con un contenido de cloro del 58 al 60% (correspondiente a una pentacloromelamina).

- Las características físicas del producto obtenido se exponen en la Tabla.
- 10.

EJEMPLO 4

También en este Ejemplo las modalidades de actuación y la composición y la cantidad de los materiales de partida son iguales que en el Ejemplo 2.

- Sin embargo, se usan 0,08 kg de una cloromelamina con un contenido de cloro del 62 al 64% (correspondiente a una hexacloromelamina).
- 15.

Las características del producto figuran en la Tabla.

20. EJEMPLO 5

En la mezcladora del Ejemplo 1 se cargan 10 kg



de goma butílica, 5 kg de negro de humo EPC, 0,1 kg ácido esteárico y 0,1 kg de cloromelamina con un contenido de cloro del 62 al 64% (correspondiente a una hexacloromelamina).

5. Se mixtura la mezcla por 3 minutos a una temperatura de 140°C, con lo que se obtiene una dispersión perfectamente homogénea del negro de humo en la goma butílica.  
  
Se enfría hasta 60°C y se añaden 0,3 kg de óxido de zinc, 0,2 kg de azufre, 0,1 kg de THT y 0,05 kg de MBT.
10. La mezcla obtenida se vulcaniza a 150°C por 45 minutos.
15. Las características del producto obtenido se exponen en la Tabla.



		<u>E J E M P L O</u>					
		1 a)	1 b)	2	3	4	5
	Goma butílica	100	100	100	100	100	100
	Negro de humo EPC	50	50	50	50	50	50
5.	Oxido de zinc	3	3	3	3	3	3
	Azufre	2	2	2	2	2	2
	TMT	1	1	1	1	1	1
	MBT	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
	Acido esteárico	1	1	1	1	1	1
10.	Cloromelamina al 46-48% de cloro	-	1.1	-	-	-	-
	" " " 53-55%	-	-	1	-	-	-
	" " " 58-60%	-	-	-	0.9	-	-
	" " " 62-64%	-	-	-	-	0.8	1
15.	Temperatura de mixtura- ción	160°C	140°C	140°C	140°C	140°C	140°C
	Tiempo de mixturación	60'	5'	5'	5'	5'	5'
	Temperatura de vulcani- zación	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C	150°C
20.	Tiempo de vulcanización	60'	45'	45'	45'	45'	45'
	Carga de rotura, en kg/cm <sup>2</sup>	200	230	232	234	234	235
	Alargamiento, %	800	630	640	645	660	660
	Dureza Shore	50	52	53	52	55	54
25.	Módulo al 300% en kg/cm <sup>2</sup>	32	50	52	52	53	53



N O T A

Descrito el objeto del presente invento se declaran como no divulgadas ni practicadas en España, las siguientes reivindicaciones.

5. 1.- Procedimiento para la fabricación de artículos de gomas butílicas caracterizado por el hecho de que comprende las operaciones de incorporar íntimamente negro de humo a una goma butílica y vulcanizar la mezcla obtenida, realizándose la mezcla del negro de humo con la goma butílica en presencia de una halogenmelamina.
10. 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado en que la cantidad de halogenmelamina añadida está comprendida entre 1,0 y 2 partes en peso por 100 partes de la goma butílica.
15. 3.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores caracterizado en que la halogenmelamina empleada contiene en la molécula de 1 a 6 átomos de halógeno.
20. 4.- Procedimiento según las reivindicaciones anteriores, caracterizado en que la halogenmelamina es una cloromelamina que tiene un contenido de cloro comprendido entre 46% y 64%.



5.- Procedimiento para incorporar homogeneamente negro de humo a las gomas butílicas.

Según se describe y reivindica en la presente memoria descriptiva que consta de 10 páginas foliadas y escritas a máquina por una sola de sus caras.

5.

Madrid, a 17 ENE. 1969

p. a.



Firma de ROGELIO SANZ HERRERO