

42 1172

31 ENE. 1974

P.- 56.209

CPE-3463

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION por VEINTE años

Y nombre de BP CHEMICALS INTERNATIONAL LIMITED

entidad británica

Int. Cl.²: C08D

establecida en Britannic House, Moor Lane, Londres EC2Y
9BU, Inglaterra

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA EL AISLAMIENTO DE UN CAUCHO
DE BUTADIENO/ACRILONITRILO DE UN LATEX ACUOSO"
(Clase Internacional C08d)

La presente invención se refiere a un procedimiento para la recuperación de cauchos de butadieno/acrilonitrilo de látices acuosos. Por caucho butadieno/acrilonitrilo se da a entender a través de esta Memoria Descriptiva un material con propiedades del caucho que ha sido preparado mediante la copolimerización de butadieno y acrilonitrilo ya sea solo o en mezcla con una pequeña cantidad de otros materiales copolimerizables. Los materiales copolimerizables no deben estar presentes hasta tal grado que el producto final deje de tener las propiedades del caucho. Los cauchos de butadieno/acrilonitrilo se preparan normalmente por copolimerización de los materiales monómeros en una fase acuosa bajo condiciones de polimerización en emulsión. El producto resultante está en forma de una dispersión estable fina del caucho en la fase acuosa. El caucho puede ser recuperado en forma sólida mediante la coagulación de este látex para dar un producto en masa. Sin embargo, para muchos fines es conveniente recuperar el caucho de butadieno/acrilonitrilo directamente de la fase acuosa en forma de un material en grumos finamente dividido, teniendo las partículas de los grumos suficiente estabilidad para permanecer separadas durante cualquier filtración o centrifugación necesaria para separarlas de la fase acuosa y durante el subsiguiente secado y almacenamiento.

Un objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para la recuperación de caucho de butadieno/acrilonitrilo a partir de un látex acuoso del mismo en forma de un material en grumos finamente dividido.

5

De acuerdo con la presente invención el procedimiento para el aislamiento de un caucho de butadieno/acrilonitrilo a partir de un látex acuoso comprende mezclar el látex del caucho con una dispersión acuosa de negro de humo, coagular la mezcla, tratar las partículas de caucho coaguladas con un material antiadherente dispersable en agua ya sea durante o después de la coagulación y separar el producto coagulado de la fase acuosa.

10

Cualquier caucho de butadieno/acrilonitrilo se puede tratar de acuerdo con el procedimiento de la presente invención.

15

Cualquier dispersión acuosa de negro de humo se puede emplear con tal de que tenga una viscosidad suficientemente baja que permita mezclarla con el látex de caucho de butadieno/acrilonitrilo. El producto de condensación de la sal sódica de un ácido naftalensulfónico/formaldehído es un estabilizador de dispersión particularmente apropiado para la preparación de la dispersión acuosa del negro de humo, aunque no se excluye el uso de otros agentes tensioactivos. La cantidad de negro de humo empleada se

20

25

puede variar de acuerdo con la naturaleza del caucho del butadieno/acrilonitrilo pero es esencial tener una cantidad mínima para cualquier caucho dado con el fin de obtener un producto final que tenga un tamaño de partícula útil. La proporción en peso de caucho a negro de humo puede variar en el intervalo de 20 a 400 partes de negro de humo por 100 partes de caucho. Se obtienen productos particularmente útiles utilizando de 50 a 150 partes de negro de humo por 100 partes de caucho. Niveles excesivamente altos de negro de humo conducen a productos que son de masiado viscosos para tratar en equipo de caucho convencional.

La coagulación de los látices de caucho de butadieno/acrilonitrilo es bien conocida y puede llevarse a cabo muy apropiadamente haciendo ineficaz el agente emulsificante que se utilizó en la producción del látex de caucho. Por ejemplo, si el agente emulsificante empleado es la sal de un ácido carboxílico su poder emulsificante se puede reducir con el resultado de que las partículas del látex de caucho coagulen mediante la adición al sistema de un ácido soluble en agua, cuyo ácido es más fuerte que el ácido carboxílico del cual se formó el agente emulsificante. Los agentes emulsificantes se pueden también volver ineficaces mediante la adición al sistema de sales solubles en agua, por ejemplo, cloruro de sodio,

cloruro de calcio, sulfato de zinc y sulfato de aluminio. Es a menudo ventajoso usar mezclas de coagulantes de ácidos y sales. La coagulación se puede también ayudar sometiendo al látex de caucho a una agitación violenta.

5 Las partículas de caucho de butadieno/acrilonitrilo coaguladas tienen que ser tratadas en el procedimiento de la presente invención con un material antiadherente dispersable en agua. Por material antiadherente se da a entender, a través de esta Memoria Descriptiva, un
10 sólido finamente dividido que tiene un tamaño de partícula menor de 100μ capaz de reducir la tendencia de las láminas de caucho a unirse permanentemente unas con otras y un agente emulsificante para hacer el sólido dispersable en agua. El material antiadherente se añade preferiblemente a la solución coagulante y está entonces presente cuando ocurre la coagulación. Sin embargo, se puede
15 añadir después de la coagulación con tal de que se tomen las medidas para asegurar que las partículas de caucho coaguladas no se aglomeren para formar grandes grumos de
20 caucho antes de que el material antiadherente se haya añadido. Cuando el material antiadherente no se añade antes de la coagulación, las partículas de caucho coaguladas se pueden mantener en un estado apropiado de dispersión mediante, por ejemplo, el uso de altos niveles de negro de
25 humo.

La adición del material antiadherente en forma de una suspensión a los grumos de caucho coagulados parcialmente desecados es particularmente preferida. La desecación parcial se puede llevar a cabo por ejemplo mediante centrifugación de las partículas de caucho coaguladas hasta que el contenido de agua se reduce preferiblemente en por lo menos el 50 %.

Los materiales antiadherentes preferidos son materiales vendidos bajo las marcas comerciales "Lorco Bantac" y "Lorco Bantac Plus". Son esencialmente dispersiones que contienen un caolín de tamaño de partícula fina preparadas usando un agente emulsificante eficaz a un pH ácido. Se conocen en la industria del caucho cierto número de materiales antiadherentes y se emplean para evitar que las láminas de caucho se unan unas a otras permanentemente. Consisten de mezclas de agentes tensioactivos con cierta proporción de carga en forma de partículas. Es esencial que los materiales empleados en el procedimiento de la presente invención puedan ser diluïdos en agua. Ejemplos de dichos materiales son el Lorco Bantac, el Lorco Bantac Plus, Lorco Bantac 152 suministrados por Anchor Chemical Co., Anti dust F suministrado por Rhein Chemie, Anti tack D31 suministrado por Compounding Ingredients Ltd. Se pueden también emplear en el procedimiento de la presente invención dispersiones similares de mica, talco,

carbonato de calcio finamente dividido y polvos de sílice y poli(cloruro de vinilo).

5 La coagulación del látex de caucho de butadieno/acrilonitrilo y el tratamiento con el material antiadherente dispersable en agua, se puede llevar a cabo a la temperatura ambiente normal aunque se pueden emplear si se desea temperaturas elevadas.

10 Se pueden añadir al látex de caucho modificadores del caucho y aditivos tales como antioxidantes, aceleradores y similares si se desea tener dichos materiales presentes en los grumos de caucho de butadieno/acrilonitrilo producidos de acuerdo con el procedimiento de la presente invención. El látex de caucho de butadieno/acrilonitrilo se puede también mezclar con otros látices de polímeros tales como látices de poli(cloruro de vinilo) o copolímeros de poli(cloruro de vinilo). Es particularmente útil añadir al sistema agentes de separación, tales como las sales de calcio de ácidos grasos de cadena larga, por ejemplo, de ácido esteárico, debido a que la presencia de dichos materiales en el producto en grumos incrementa la resistencia del producto a la aglomeración. Es conveniente formar estas sales in situ a partir de un estearato alcanilo incorporado en la mezcla del látex y cloruro de calcio o sulfato de zinc en el coagulante. Es
15
20
25 también útil incluir en la solución del coagulante un

coadyuvante del coagulante de poliamina el cual ayuda a controlar el tamaño de partícula de los grumos. Ejemplos de dichos materiales son el Nalco N 107, suministrado por Nalfloc Ltd. y Polyamine H suministrado por la Unión Carbide. Estos compuestos de poliamina se usan ampliamente en el tratamiento de las aguas efluentes. Los grumos de caucho de butadieno/acrilonitrilo producidos de acuerdo con el procedimiento de la presente invención se separan fácilmente de la fase acuosa por filtración, centrifugación u otras técnicas similares, y pueden secarse por medios convencionales, siendo apropiados los secadores de lecho fluidizado y venturi. El uso de secadores de lecho fluidizado en los cuales se obtiene la fluidización tanto por medios mecánicos (por ejemplo vibración) como por una corriente de gas, se prefieren particularmente. Las pérdidas de pequeñas partículas de caucho y agente antiadherente se pueden reducir mediante esta técnica. La facilidad con la que se pueden recuperar, da a los productos de la presente invención una considerable ventaja comercial sobre productos similares que tienen que ser recuperados a partir de un látex acuoso mediante las técnicas comerciales que se han empleado hasta ahora por ejemplo mediante coagulación por sal/ácido seguida de desecado por extrusión y secado. Después de secados, los productos del procedimiento de la presente invención están en forma de un ma-

5 material en grumos finamente divididos. Esta forma en grumos ayuda a la manipulación durante el tratamiento del caucho particularmente en aquellos procedimientos que involucran pesadas y medidas automáticas. La forma en grumos reduce también los tiempos del ciclo necesario para conseguir compuestos bien mezclados en el equipo mezclador de caucho convencional.

Los siguientes ejemplos ilustran el procedimiento de la presente invención.

10 Ejemplos 1 y 2

Se preparó una dispersión estable de negro de humo de acuerdo con la siguiente fórmula usando un mezclador Silverson.

	Regal SRF (negro de humo)	100 partes
15	Bevaloid 35 (dinaftil-metano-sulfonato de sodio ex Richard Hodgesson and Son)	2,0 partes
	Agua destilada	148 partes

20 La dispersión de negro de humo se añadió a un látex de caucho medianamente alto en acrilonitrilo para obtener partes iguales de negro de humo y caucho. Después de mezclar, se coaguló la mezcla de látex y negro de humo añadiendo la mezcla a una solución agitada de cloruro de calcio en ácido clorhídrico diluído. Después de lavada con una solución
25 de hidróxido de sodio, el negro de humo que contenía el

caucho en grumos se centrifugó, lo cual redujo el contenido de agua a 16-25 % en peso.

5 Una muestra de los grumos así formados se secó luego en un lecho fluidizado con vibración mecánica hasta un contenido en humedad por debajo del 1 % (Ejemplo 1).

10 Una segunda muestra de los grumos centrifugados se volvió a suspender en una dispersión de Lorco Bantac Plus (que contenía 2,85 % de sólidos en peso), siendo tal la proporción que el producto en grumos comprendía el 20 % de la suspensión total. Después de agitar durante 30 minutos los grumos tratados con Bantac se centrifugaron y se secaron de la misma manera que en el primer Ejemplo, habiendo tomado la muestra un 1 % (sobre los grumos) de los sólidos de Bantac Plus (Ejemplo 2).

15 Las dos muestras se ensayaron luego en cuanto a su aglomeración manteniendo porciones bajo una presión de 0,14 kg/cm² durante distintos periodos de tiempo a la temperatura ambiente. A intervalos seleccionados las muestras se extrajeron determinando el grado de aglomeración.

20

Ejemplo	14 días	5 semanas	7 semanas	12 semanas
1 (Sin tratar)	aglomeración casi completa	aglomeración casi completa	aglomeración completa	aglomeración completa
2 (Tratado con Bantac)	Sin aglomeración	Se disgrega fácilmente	Se desmenuza fácilmente	Se desmenuza fácilmente

5

10

15

20

Una muestra del segundo producto tratado con Bantac se mezcló con los ingredientes de un compuesto de caucho convencional en un mezclador de laboratorio de 1 litro y se encontró que daba las mismas propiedades que una muestra del caucho solo que se secó por extrusión y a la cual se le añadió el negro de humo en el mezclador. Sin embargo, el tiempo de mezcla requerido para obtener una dispersión adecuada en el Ejemplo 2 fue solamente de 4 minutos mientras que el caucho mezclado con el negro de humo de una manera convencional en el mezclador requirió 8 minutos.

25

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Gran Bretaña, el 6 de Diciembre de 1972, bajo el Nº 56237/72, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

REIVINDICACIONES

5

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 que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

10

1ª.- Un procedimiento para el aislamiento de un caucho de butadieno/acrilonitrilo de un látex acuoso que comprende mezclar el látex del caucho con una dispersión acuosa de negro de humo, coagular la mezcla, tratar las partículas de caucho coaguladas con un material antiadhe-
15 rente dispersable en agua ya sea durante o después de la coagulación y separar el producto coagulado de la fase acuosa.

20

2ª.- Un procedimiento como se reivindica en la reivindicación 1ª en el cual la dispersión acuosa de negro de humo se prepara usando el producto de condensación de la sal sódica de un ácido naftalensulfónico/formaldehí-
do como estabilizador de la dispersión.

25

3ª.- Un procedimiento como se reivindica en la reivindicación 1ª o 2ª donde la cantidad de negro de humo empleada es de 50 a 150 partes en peso de negro de hu-

mó por 100 partes en peso de caucho.

5 4ª.- Un procedimiento como se reivindica en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes donde la coagulación se lleva a cabo usando una solución coagulante y el material antiadherente se añade a la solución coagulante.

10 5ª.- Un procedimiento como se reivindica en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes donde el material antiadherente contiene un sólido finamente dividido seleccionado de entre caolín, mica, talco, carbonato de calcio, sílices y poli(clo-
ruro de vinilo) y un agente emulsificante para hacer al sólido dispersable en agua.

15 6ª.- Un procedimiento como se reivindica en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes donde se añade un agente de separación al caucho antes, durante o después de la coagulación.

20 7ª.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 6ª, donde el agente de separación es una sal de calcio de un ácido graso de cadena larga.

25 8ª.- Un procedimiento como se reivindica en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes donde la coagulación se lleva a cabo usando una solución coagulante de poliamina.

5 9ª.- Un procedimiento como se reivindica en una cualquiera de las reivindicaciones precedentes donde el producto coagulando se seca en un secador de lecho fluidizado en el cual la fluidización se produce tanto por medios mecánicos como por una corriente de gas.

10 10ª.- Un procedimiento para el aislamiento de un caucho de butadieno/acrilonitrilo de un látex acuoso.

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

Esta Memoria consta de catorce hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 20 FEB 1974

P.A.

