

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



⑩ ES	⑪ NUMERO 443 203	⑩ A 1
	⑫ FECHA DE PRESENTACION	

PATENTE DE INVENCION

③① PRIORIDADES: ③② NUMERO	③③ FECHA	③④ PAIS
529.648	4 de diciembre de 1974	NORTEAMERICA

④⑦ FECHA DE PUBLICIDAD	④⑧ CLASIFICACION INTERNACIONAL C085; B29H	④⑨ PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	--	--------------------------------------

④④ TITULO DE LA INVENCION
PROCEDIMIENTO PARA LA PRODUCCION DE UN CAUCHO REFORZADO

④⑤ SOLICITANTE (S)
UNIROYAL, INC.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
1230 Avenue of the Americas, New York, New York 10020, EE.UU. de A.

④⑥ INVENTOR (ES)

④⑦ TITULAR (ES)

④⑧ REPRESENTANTE
GOMEZ-ACEBO

Esta invención se relaciona con un procedimiento para producir un caucho reforzado por medio de fibras aramid, particularmente por medio del empleo de fibras cortas de aramid, es decir fibras discretas, discontinuas, relativamente cortas, en combinación con un sistema de adhesión para lograr un refuerzo superior del caucho. En adición, esta invención se relaciona con el empleo de un flóculo de fibras aramid en cubiertas para mejorar la resistencia a la penetración.

En ciertos artículos de caucho diseñados para soportar esfuerzos considerables en su empleo, el caucho se refuerza con materiales comparativamente inextensibles. De este modo, los tubos, correas y cubiertas de caucho se refuerzan normalmente con textiles filamentosos en forma de hilos, cordones o géneros. En tales artículos, es importante que el material textil de refuerzo se adhiera firmemente al caucho y permanezca adherido de un modo eficaz incluso después de haberse sometido el artículo a diversas deformaciones repetidas en su empleo, debido a que cualquier separación o movimiento relativo del caucho y partes textiles conduce a la abrasión entre estas partes y al fallo consecuente.

Si bien el presente sistema de adhesión ha sido utilizado para otros textiles (véase Patente USA No. 3.256.137), y el flóculo ha sido utilizado como agente de refuerzo para cubiertas (véase Patente USA No. 3.057.389) y ya se conocen las fibras aramid para su posible uso como un cordón de cubierta (véase Patente USA No. 3.393.210, la combinación, cuando el aramid está en forma de un flóculo de fibras cortas, produce un caucho con un módulo compresivo grandemente aumentado en comparación con los resultados aditivos normales que podrían esperarse.

Un objeto de esta invención consiste en producir una mezcla elastómera reforzada, es decir caucho, especialmente para utilizarse en cubiertas que tiene un módulo compresivo grandemente aumentado.

Otro objeto consistió en proporcionar un método para reforzar cualquiera de las porciones cauchutasas de una cubierta, especialmente la banda de rodadura y los pliegues rompedores.

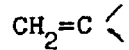
5 Otro objeto más consiste en adherir un flóculo de fibras textiles aramid cortas a caucho, al objeto de reforzar este último.

10 La figura 1 es un gráfico de los resultados de la carga de compresión de los ejemplos 1 y 2, en donde se muestra el módulo de compresión para varias fibras con y sin el sistema adhesivo. Es evidente que el flóculo de aramid más el sistema adhesivo muestra resultados sinérgicos.

15 La figura 2 es otro gráfico de los resultados de los ejemplos 1 y 2. Esta figura muestra que el resultado normal cuando se añaden varios flóculos con el sistema adhesivo es simplemente aditivo, es decir el módulo de compresión real es generalmente la suma del módulo del caucho base más los incrementos debidos al flóculo y al sistema adhesivo. Por lo tanto, existe una combinación sinérgica cuando se
20 utiliza flóculo de aramid en combinación con el sistema adhesivo.

25 El caucho utilizado en la presente invención para la fabricación de los cauchos reforzados útiles en la fabricación de cubiertas y para otras finalidades, debe ser caucho natural (Hevea) o caucho sintético de polímero de diolefina conjugada o mezclas de cualquiera de ellos, incluyendo sus regenerados. Tales cauchos sintéticos de polímeros de diolefinas conjugadas son polímeros de butadienos-1,3, por ejemplo butadieno-1,3, isopreno, 2,3-dimetilbutadieno-1,3 y
30 polímeros de mezclas de los mismos y copolímeros de mezclas

de uno o más de tales butadienos-1,3, con uno o más compuestos polimerizables distintos que sean capaces de formar copolímeros de caucho con butadienos-1,3, por ejemplo, hasta 60% en peso de dicha mezcla de uno o más compuestos monoetilénicos que contienen un grupo



en donde al menos una de las valencias desconectadas está enlazada a un grupo electronegativo, es decir un grupo que incrementa sustancialmente la disimetría eléctrica o carácter polar de la molécula. Ejemplos de compuestos que contienen un grupo $\text{CH}_2=\text{C} \langle$ y que son copolimerizables con butadienos-1,3, son las arilolefinas, tales como estireno, viniltolueno, alfa-metilestireno, cloroestireno, dicloroestireno, vinilnaftaleno; los ácidos alfa-metilencarboxílicos y sus ésteres, nitrilos y amidas, tales como ácido acrílico, acrilato de metilo, metacrilato de metilo, acrilonitrilo, metacrilonitrilo, metacrilamida; vinilpiridinas, tales como 2-vinilpiridina, 2-metil-5-vinilpiridina; metilvinilcetona. Ejemplos de dichos cauchos sintéticos de polímeros de diolefinas conjugadas son polibutadieno, poliisopreno, copolímeros de butadieno-estireno (SBR) y copolímeros de butadieno-acrilonitrilo. El caucho puede contener también ingredientes de combinación y vulcanización convencionales, tales como negro de humo, aceites de procesado o reblandecimiento del caucho los cuales se pueden añadir como tales o pueden estar presentes a partir de los cauchos extendidos con aceite, antioxidantes, azufre, óxido de zinc y aceleradores.

Las fibras aramid utilizadas en la presente invención están disponibles en el comercio en forma de hilos bajo las marcas registradas "Fiber B", "Kevlar", "DP-01", y

"Nomex", así como otras. Aramid se define como "una fibra manufacturada en la cual la sustancia formadora de fibras es una poliamida aromática sintética, de cadena larga, en la cual por lo menos el 85% de los enlaces amida están unidos directamente a dos enlaces aromáticos". Otros detalles de la fibra se muestran en la Patente USA No. e.393.210, incorporada aquí como referencia.

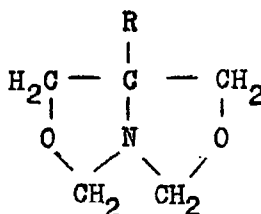
Las fibras aramid que son utilizables en la presente invención están desnudas (como más normalmente se denominan grises) cortándose a continuación en fibras cortas al objeto de formar el flóculo.

Las fibras aramid grises se utilizan en forma de un flóculo que consiste en longitudes cortas de fibras dispuestas (orientadas) al azar. Las fibras grises se separan más fácilmente en filamentos discretos individuales cuando se incorporan en la mezcla de caucho. Los filamentos pueden ser de cualquier longitud, de hasta 12,5 cm de longitud, preferiblemente de 3,17 a 76,2 mm aproximadamente, más preferiblemente de 6,35 a 25,4 mm aproximadamente, si bien el tamaño real no constituye un factor crítico para las ventajas aquí observadas.

El sistema de adhesión utilizable en esta invención se describe en la Patente USA No. 3.256.137 y comprende una mezcla de un 1-aza-3,7-dioxabicyclo[3,3,0]octano o un derivado del mismo y resorcinol u otro benceno meta-disustituído en el cual cada uno de los sustituyentes es un radical OH, NH₂ ó OCOCH₃ (por ejemplo, m-aminofenol, m-fenilendiamina, monoacetato de resorcinol o diacetato de resorcinol) o 1,5-naf-talenodiol o una resina de resorcinol-formaldehído fusible,

parcialmente reaccionada (condensado de resorcinol y formaldehído en una reacción de 1 mol de resorcinol a 0,5 - 0,8 moles aproximadamente de formaldehído). Dichas resinas de resorcinol-formaldehído fusibles, parcialmente reaccionadas, se pueden preparar de forma conocida calentando una solución acuosa concentrada del resorcinol y formaldehído, con o sin un catalizador tal como ácido oxálico. El punto de reblandecimiento de bola y anillo (ASTM: E28-58T) de dichas resinas fusibles parcialmente reaccionadas, será generalmente del orden de 60 a 120°C aproximadamente. El 1-aza-3,7-dioxabicyclo[3,3,0] octano y resorcinol, o la resina de resorcino-formaldehído parcialmente reaccionada, u otro material, reaccionan tras el calentamiento, como en la vulcanización del caucho, para formar una resina infusible.

Los 1-aza-3,7-dioxabicyclo[3,3,0]octanos que pueden utilizarse, son compuestos que tienen la fórmula general:



en la que R es hidrógeno, metilo, etilo, n-propilo, isopropilo, metilol, beta-hidroxietilo, acetoximetilo o metoximetilo.

Estos compuestos se describen en el artículo "Some New Derivatives of Amino Hydroxy Compounds" por Murray Senkus, en Jour. Amer. Chem. Soc. 67 1515-1519 (1945) y en la Patente USA No. 2.448.980 de William B. Johnston y, excep-

5 to cuando R es acetoximetilo o metoximetilo, se preparan por
reacción de 2 moles de formaldehído o paraformaldehído con
1 mol del 2-amino-1,3-propanodiol elegido. Por ejemplo, se
prepara el 1-aza-3,7-dioxabicyclo[3,3,0]octano por reacción
de 1 mol de 2-amino-1,3-propanodiol con 2 moles de parafor-
maldehído; el 1-aza-5-metil-3,7-dioxabicyclo[3,3,0]octano se
prepara por reacción de 1 mol de 2-amino-2-metil-1,3-propano-
diol con 2 moles de paraformaldehído; el 1-aza-5-metilol-3,7-
10 dioxabicyclo[3,3,0]octano, que constituye el compuesto prefe-
rido, se prepara por reacción de 1 mol de 2-amino-2-metilol-
1,3-propanodiol con 2 moles de paraformaldehído, etc.

El 1-aza-5-acetoximetil-3,7-dioxabicyclo[3,3,0]octano se pre-
para por reacción de 1-aza-5-metilol-3,7-dioxabicyclo[3,3,0]-
octano con anhídrido acético, en presencia de piridina. El
1-aza-5-metoximetil-3,7-dioxabicyclo[3,3,0]octano se prepara
15 por reacción del 1-aza-5-metilol-3,7-dioxabicyclo[3,3,0]oc-
tano con sulfato de dimetilo en una solución de hidróxido de
metal alcalino fuertemente básica.

Los componentes de la presente invención,
es decir el caucho sólido, el flóculo aramid, el sistema de
20 adhesión y cualquier otro ingrediente convencional para la
combinación y vulcanización, se pueden combinar por medio de
cualquier equipo convencional, tal como un molino o un mezcla-
dor Banbury, que proporcione una acción mezcladora total. El
flóculo de aramid se utiliza en una cantidad de 0,5 a 50 par-
tes aproximadamente por 100 partes de caucho, con preferencia
25 de 1 a 20 partes. La relación de los dos componentes del
sistema de adhesión no es crítica y generalmente será de 0,5
a 2 moles del 1-aza-3,7-dioxabicyclo[3,3,0]octano por mol del
resorcinol o condensado de resorcinol-formaldehído u otro com-
30

ponente resinoso. La cantidad de componentes de adhesión mezclados con el caucho no es crítica. Generalmente, en el compuesto de caucho se mezclaran de 0,5 a 8 partes y con preferencia de 1 a 4 partes de los dos componentes (en total) por 100 partes del caucho.

Los siguientes ejemplos ilustran la invención. Todas las partes y porcentajes se ofrecen en peso, a menos que se especifique lo contrario.

EJEMPLO 1

Se prepara una mezcla madre de compuesto de caucho con los siguientes ingredientes: 50 partes de caucho natural, 20 partes de cis-polibutadieno, 41,25 partes de caucho de estireno-butadieno extendido con aceite (23,5 % de estireno), 13,75 partes de aceite de destilado de petróleo, 50 partes de negro de humo, 5 partes de óxido de zinc activo, 1 parte de ácido esteárico, 0,5 partes de Betanox Special (antioxidante de Uniroyal Inc.), 1 parte de disulfuro de ciclohexilbenzotiazol, 0,2 partes de difenilguanidina y 3 partes de azufre.

La mezcla madre se utiliza entonces para preparar 6 mezclas como se muestra en la tabla I: (1) sin flóculo, (2) con flóculo aramid (Kevlar), (3) con flóculo de poliéster, (4) con flóculo de nylon, (5) con flóculo de rayón y (6) con flóculo de fibra de vidrio (RICS), añadiéndose los flóculos en cargas de igual volumen. Todos los flóculos tenían una longitud nominal de 12,7 mm, es decir fibras de 6,35 a 25,4 mm.

Las mezclas se curan durante 60 minutos a 146°C y se determinan las propiedades físicas, indicándose los resultados en la tabla I. Para los ensayos del módulo de

compresión, las muestras se curan durante 79 minutos a 146°C.

	<u>T A B L A I</u>					
	A87111B	A871	A872	A873	A874	A875
<u>Ingredientes</u>						
Mezcla madre	185,70	185,70	185,70	185,70	185,70	185,70
Aramid		4,00				
Poliéster			4,00			
Nylón				3,30		
Rayón					4,22	
Fibras de vidrio						6,60
<u>Propiedades físicas del grano de molino</u>						
Módulo-100%		73,50	54,25	17,50	19,25	49,0
200%		85,75	70,0	54,25	54,25	73,50
300%		---	105,0	94,50	94,50	---
Tracción		110,25	131,25	150,5	126,0	101,5
Alargamiento %		245	380	440	385	285
Dureza Shore A		73	67	62	63	67
<u>Grano transversal</u>						
Módulo-100%		29,75	24,50	15,75	15,75	33,25
200%		59,50	56,0	45,50	45,50	59,50
300%		---	92,75	82,25	84,0	---
Tracción		77,0	113,75	136,50	117,25	108,50
Alargamiento %		265	360	440	380	320
<u>Módulo de compresión (deformación por compresión, kg fuerza)</u>						
10 % Compresión	52,65	71,55	72,0	55,35	58,50	74,70
15 % Compresión	77,85	117,45	106,20	82,35	90,90	118,80
20 % Compresión	107,55	180,0	144,90	116,10	120,15	162,90

EJEMPLO 2

Se repite el procedimiento del ejemplo 1 utilizando la misma mezcla madre y flóculos indicados, pero incorporando además, en cada una de las mezclas, antes del curado, un ejem-

plo del sistema de adhesión aquí utilizable.

1,50 partes de monoacetato de resorcinol (RMA) y 1,75 partes de 1-aza-5-metilol-3,7-dioxabicyclo[3,3,0]octano (GDUE).

5 Las muestras se curan entonces como en el ejemplo 1 y se determinan las propiedades físicas, indicándose los resultados en la tabla II.

	<u>T A B L A II</u>					
	A871MB	A876	A877	A878	A879	A880
<u>Ingredientes</u>						
Mezcla madre	185,70	185,70	185,70	185,70	185,70	185,70
RMA	1,50	1,50	1,50	1,50	1,50	1,50
GDUE	1,75	1,75	1,75	1,75	1,75	1,75
Aramid		4,00				
Poliester			4,00			
Nylon				3,30		
Rayón					4,22	
Fibras de vidrio						6,60
<u>Propiedades físicas del grano de molino</u>						
Módulo-100%		92,75	54,25	43,75	40,25	66,50
200%		—	82,25	87,50	75,25	91,00
300%		—	141,75	124,25	119,00	—
Tracción		98,0	148,75	131,25	126,00	115,50
Alargamiento %		150	310	325	320	260
Dureza Shore A		73	69	65	66	70
<u>Grano transversal</u>						
Módulo-100%		43,75	28,00	29,75	28,00	38,50
200%		80,50	61,25	73,50	61,25	70,00
300%		—	105,00	117,25	106,75	—
Tracción		89,25	129,50	140,00	119,00	108,50
Alargamiento %		235	350	355	335	280
<u>Módulo de compresión (deformación por compresión, kg fuerza)</u>						
10 % Compresión	64,35	119,70	103,05	67,50	72,0	90,0
15 % Compresión	95,85	233,55	148,50	101,25	105,75	138,15
20 % Compresión	127,35	343,80	198,90	140,85	147,15	187,20

Una comparación de los resultados de los ejemplos 1 y 2, como se indica visualmente por las figuras 1 y 2, demuestra que el empleo de un flóculo o del sistema de adhesión solo, se traducirá en un módulo de compresión mayor y en un alargamiento inferior, es decir un caucho más rígido. Cuando se utilizan conjuntamente el flóculo y el sistema de adhesión, los resultados demuestran que para fibra de poliéster, nylon, rayón o de vidrio, los resultados son de un modo esencial solo aditivos, es decir, el incremento global es aproximadamente la suma de los dos incrementos. Sin embargo, para el flóculo aramid (Kevlar) la combinación muestra resultados sinérgicos mucho mayores que la simple suma de los dos efectos.

EJEMPLO 3

Con el fin de determinar el efecto que tiene sobre la presente invención el acabado hilado que normalmente está presente en las fibras aramid cuando se venden, el aramid cortado y algo de nylon cortado, con un acabado similar, se tratan ambos para separar el acabado hilado. Cada grupo de fibras (de aproximadamente 12,7 mm de longitud) se tratan primero mediante lavado con éter de petróleo y luego con etanol. Las fibras se secan entonces en un horno de vacío, durante la noche a 15,6°C. Esto concuerda con el procedimiento ASTM D2257-69.

Las fibras tratadas como anteriormente, se incorporan luego en la mezcla madre del ejemplo 1 con el sistema de adhesión del ejemplo 2.

Se preparan muestras de ensayo como en los ejemplos anteriores, obteniéndose los siguientes resultados de módulo de compresión:

Módulo de compresión, kg fuerza

	<u>10 %</u>	<u>15 %</u>	<u>20%</u>
Aramid, tratado como antes	231,30	402,30	545,40
Aramid, sin tratar	119,70	233,55	343,80
Nylon, tratado como antes	71,10	106,65	147,15
5 Nylon, sin tratar	67,50	101,25	140,85

En consecuencia, puede observarse que la separación del acabado hilado mejora grandemente los resultados con el flóculo aramid, al mismo tiempo que no tiene casi ningún efecto sobre el flóculo de nylon.

10

EJEMPLO 4

15

Se repiten los procedimientos de los ejemplos anteriores utilizando una mezcla a base de caucho natural en su totalidad con negro de humo HAF en la misma. La composición de la mezcla madre es como sigue: 100 partes de caucho natural, 0,10 partes de peptizador de de tiofenato de zinc de 2-benzamida, 45 partes de negro de humo HAD, 5 partes de óxido de zinc activado, 2,50 partes de ácido esteárico, 6 partes de aceite de alquitrán de pino, 1,50 partes de N-alkil-naftetil-p-fenilendiamina, 0,50 partes de resina adherente de fenol-formaldehido, 0,150 partes de N-t-butil-2-benzotiazol-sulfenamida, 0,10 partes de retardador PVI y 2,65 partes de flores de azufre.

20

25

A la mezcla madre anterior se añade entonces los flóculos respectivos en las cantidades mostradas previamente en el ejemplo 1, se molturan las muestras y se curan, determinándose el módulo de compresión como anteriormente. Los resultados son:

Módulo de compresión

	<u>Compresión</u>	<u>10 %</u>	<u>15 %</u>	<u>20 %</u>
	Ningún flóculo	53,10	80,55	105,75
	Aramid	104,85	167,40	232,20
5	Poliéster	91,35	135,90	175,05
	Nylon	73,80	100,80	135,00
	Rayón	73,35	104,85	135,90
	Fibras de vidrio	94,05	135,90	180,90

10 A las mezclas anteriores se añaden productos químicos de sistema de adhesión como en el ejemplo 2 (con respecto al ejemplo 1). Se añaden 1,50 partes de monoacetato de resorcinol y 1,75 partes de 1-aza-5-metilol-3,7-dioxabicyclo[3,3,0]octano, y los resultados son los siguientes:

Módulo de compresión

	<u>Deformación por compresión</u>	<u>10 %</u>	<u>15 %</u>	<u>20 %</u>
15	Sistema de adhesión sin flóculo	92,70	132,75	169,65
	Sistema de adhesión más aramid	166,95	273,60	385,65
	Sistema de adhesión más poliéster	127,35	169,65	225,00
	Sistema de adhesión más nylon	93,60	127,80	174,60
	Sistema de adhesión más rayón	92,70	130,95	169,65
20	Sistema de adhesión más fibras de vidrio	104,40	144,90	192,15

La combinación sinérgica del sistema de adhesión y flóculo aramid se traduce en módulos de compresión grandemente aumentados, mientras que solamente se notan ligeros incrementos con las otras fibras cortas.

25

EJEMPLO 5

Se repiten los procedimientos de los ejemplos 1 y 2 utilizando un stock a base de caucho natural con sílice hidratada como carga primaria. Los flóculos y sistemas de adhesión (ambos con las partes utilizadas) y los resultados,

se muestran a continuación:

	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>	<u>E</u>	<u>F</u>	
<u>Flóculo</u>							
	-	4,00	-	-	4,00	-	
	-	-	4,00	-	-	4,00	
5	<u>Sistema de adhesión</u>						
	-	-	-	1,50	1,50	1,50	
	-	-	-	1,75	1,75	1,75	
<u>Módulo de compresión</u>							
<u>Deformación por compresión</u>							
10	10 %	68,40	72,0	56,70	117,0	216,0	115,20
	15 %	99,90	128,70	90,0	166,50	355,50	181,80
	20 %	138,60	191,70	126,0	216,0	468,0	251,55

Estos resultados demuestran de nuevo que existe sinergismo entre el flóculo aramid y el sistema de adhesión.

15 EJEMPLO 6

Para demostrar que el sinergismo del sistema de adhesión con el flóculo aramid no se repite para cordones aramid (aunque se realiza la adhesión del cordón), se determina la resistencia al adhesivo H según ASTM D2138-72. Se preparan muestras utilizando la mezcla madre de caucho natural en su totalidad del ejemplo 4 con y sin el sistema de adhesión y cordones de nylon, rayón, poliéster y aramid. Las muestras utilizadas se curan durante 45 minutos a 146°C y se ensayan a 121°C.

25 Los resultados son los siguientes:

	<u>Ensayo del tirón (#)</u>	
	<u>Sistema sin adhesión</u>	<u>Sistema de adhesión</u>
Resultados con nylon	4,2	17,6
Resultados con rayón	3,1	15,3
30 Resultados con poliéster	4,2	5,1
Resultados con aramid	6,1	16,1

De éste modo, el porcentaje de mejora para el cordón aramid es realmente inferior que para los cordones de nylon y rayón.

EJEMPLO 7

5 Se prepara una mezcla madre de compuesto de caucho con los siguientes ingredientes: 100 partes de caucho natural, 45 partes de negro de humo, 5 partes de óxido de zinc activado, 2,5 partes de ácido esteárico, 6 partes de aceite de alquitrán de pino, 1,5 partes de N-alkuil-naftenil-p-fenilendiamina, 0,50 partes de sulfonamida de N-terc-butil-2-benciltia-
10 zol, 0,10 partes de retardador FVI y 2,65 partes de flores de azufre, expresandose todas las partes en peso.

La mezcla madre se emplea entonces para preparar las
15 diversas mezclas mostradas en las tablas III, IV y V. Se combinan tres componentes diferentes de resorcinol (1,50 partes) con tres compuestos diferentes de 1-aza-3,7-dioxabicyclo[3,3,0]
octano (1,5 partes), para producir 9 sistemas de adhesión diferentes dentro del alcance de la presente invención.

Los componentes de resorcinol son:

- 20
- 1) monacetato de resorcinol.
 - 2) resina preformada de resorcinol-formaldehido (resina 1588).
 - 3) resorcinol.

Los componentes octánicos son:

- 25
- 1) GDUE - 1-aza-5metilol-3,7-dioxabicyclo
[3,3,0]octano
 - 2) MAZ - 1-aza-5-metil-3,7-dioxabicyclo[3,3,0]
octano
 - 3) GDUE-OAC - 1-aza-5-acetoxi-3,7-dioxabicyclo
30 [3,3,0]octano

5 Cada una de las 9 composiciones se emplea para preparar tres mezclas, como se muestra en las tablas III, IV y V, (a) sin flóculo. (b) con flóculo de nylon y (c) con flóculo aramid, en donde los flóculos están compuestos de fibras de aproximadamente 12,7 mm de longitud. Se emplean cargas en peso iguales de nylon y aramid (4,0 partes en peso).

Para el ensayo de módulo de compresión, las mezclas se curan, cada una, durante 79 minutos a 144,5°C.

10 Los siguientes resultados demuestran que el empleo de un flóculo o de un sistema de adhesión solo, se traducirá en un módulo de compresión mayor y en un alargamiento inferior, es decir, en un ensayo más rígido. Cuando se emplean conjuntamente un flóculo y un sistema de adhesión, los resultados demuestran que para nylon los resultados son solo esencialmente
15 aditivos, es decir el incremento global es la suma de los dos incrementos.

20 Sin embargo, cuando se emplea un flóculo de aramid con cualquiera de los sistemas de adhesión, las combinaciones muestran claramente un resultado sinérgico mucho más grande que la simple suma de los dos efectos.

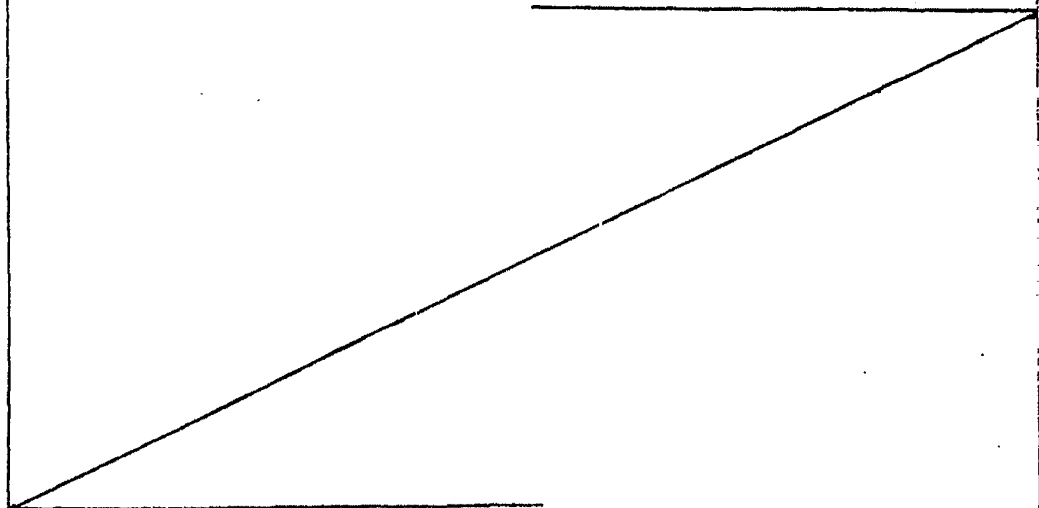


TABLA III

	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>
Mezcla madre	163,75	163,75	163,75	163,75
Monoacetato de resorcinol		1,50	1,50	1,50
GDUE		1,50		
MAZ			1,50	
GDUE-OAC				1,50

MODULO DE COMPRESION (DEFORMACION POR COMPRESION, KG FUERZA)

Sin flóculo

10%	49,95	76,50	76,50	79,65
15%	71,10	108,45	108,45	115,20
20%	95,40	139,50	144,00	152,55

Flóculo de nylon

10%	74,70	106,65	99,00	113,85
15%	116,10	163,80	157,50	180,00
20%	167,40	230,85	225,00	257,85

Flóculo de aramid

10%	76,95	201,15	216,90	225,00
15%	128,25	375,30	364,05	372,60
20%	185,85	531,00	498,15	504,90

TABLA IV

	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>
Mezcla madre	163,75	163,75	163,75	163,75
Formaldehido-resorcinol resina (resina 1588)		1,50	1,50	1,50
GDUE		1,50		
MAZ			1,50	
GDUE-OAC				1,50

MODULO DE COMPRESION (DEFORMACION POR COMPRESION, KG FUERZA)

Sin flóculo

10%	49,95	62,10	60,75	67,95
15%	71,10	90,90	94,05	96,75
20%	95,40	117,90	120,60	125,55

Flóculo de nylon

10%	74,70	87,30	86,40	95,40
15%	116,10	134,55	137,70	148,05
20%	167,40	193,95	202,50	211,95

Flóculo de aramid

10%	76,95	261,90	250,65	281,25
15%	128,25	378,00	382,50	442,35
20%	185,85	465,75	481,50	571,95

TABLA V

	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>
Mezcla madre	163,75	163,75	163,75	163,75
Resorcinol		1,50	1,50	1,50
GDUE		1,50		
MAZ			1,50	
GDUE-OAC				1,50

MODULO DE COMPRESION (DEFORMACION POR COMPRESION, KG FUERZA

Sin flóculo

10%	49,95	56,70	68,40	58,50
15%	71,10	87,75	98,10	90,00
20%	95,40	118,35	125,55	120,15

Flóculo de nylon

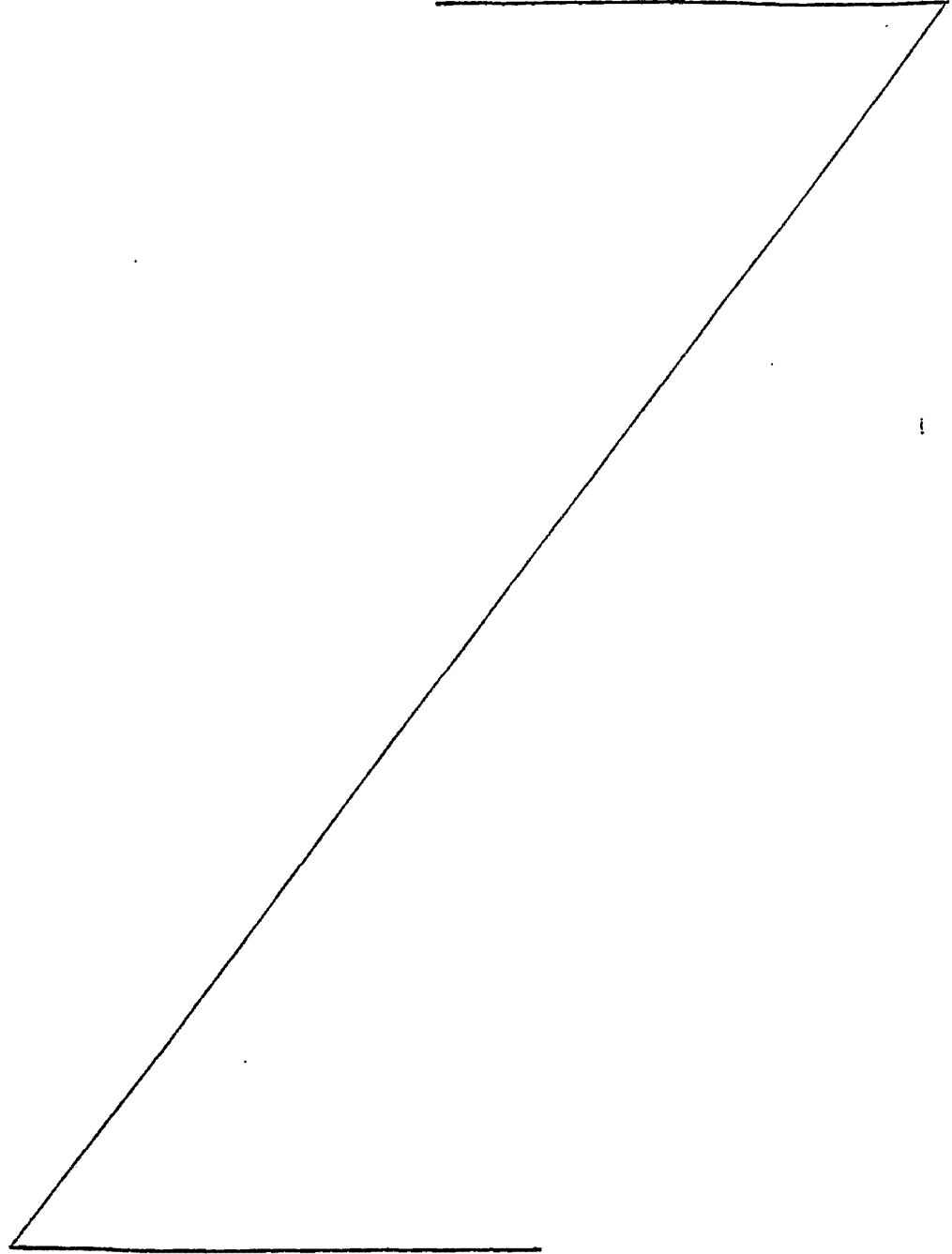
10%	74,70	84,15	94,50	97,65
15%	116,10	133,65	153,00	148,95
20%	167,40	188,55	224,55	212,40

Flóculo de aramid

10%	76,95	217,35	188,55	245,25
15%	128,25	348,75	326,25	394,65
20%	185,85	450,00	440,55	522,90

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 modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.

5



REIVINDICACIONES

1^a.- Procedimiento para la producción de un caucho reforzado, caracterizado porque comprende las etapas de: a) incorporar en el caucho 1-aza-3,7-dioxabicyclo[3,3,0]octano ó un derivado del mismo; b) incorporar además un material elegido del grupo consistente en resorcinol, m-aminofenol, m-fenilendiamina, monoacetato de resorcinol, diacetato de resorcinol, 1,5-naftalenodiol y resinas de resorcinol-formaldehído parcialmente reaccionadas; c) empotrar en el caucho, antes de la vulcanización, fibras discretas discontinuas de textiles de aramid gris de una longitud de hasta 12,70 cm aproximadamente; y d) hacer reaccionar el compuesto de octano con el compuesto de resorcinol por calentamiento del caucho.

2^a.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el caucho se elige entre caucho natural, polímero de diolefina conjugada, caucho sintético, sus regenerados y mezclas de los anteriores.

3^a.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el compuesto de octano se elige entre:
1-aza-3,7-dioxabicyclo[3,3,0]octano,
1-aza-5-metil-3,7-dioxabicyclo[3,3,0]octano,
1-aza-5-etil-3,7-dioxabicyclo[3,3,0]octano,
1-aza-5-n-propil-3,7-dioxabicyclo[3,3,0]octano,
1-aza-5-isopropil-3,7-dioxabicyclo[3,3,0]octano,
1-aza-5-beta-hidroxietil-3,7-dioxabicyclo[3,3,0]octano,
1-aza-5-acteoximetil-3,7-dioxabicyclo[3,3,0]octano, y
1-aza-5-metoximetil-3,7-dioxabicyclo[3,3,0]octano.

4^a.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el compuesto de octano es 1-aza-5-metil-3,7-dioxabicyclo[3,3,0]octano.

5ª.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque el material es monoacetato de resorcinol.

5 6ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las fibras son de una longitud aproximada de 3,17 a 76,2 mm aproximadamente.

7ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las fibras están orientadas al azar.

10 8ª.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque las fibras de aramid gris se tratan para separar el acabado hilado.

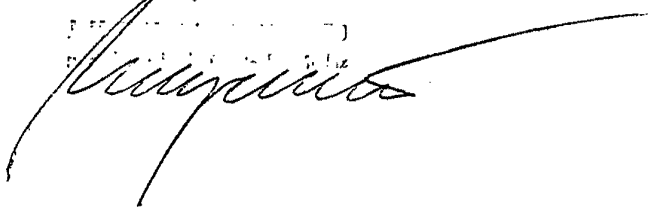
9ª.- Procedimiento para la producción de un caucho reforzado, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria, e ilustrado en los dibujos adjuntos.

15 Esta Memoria consta de 22 hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid

13 ABR 1977

UNIROYAL, INC.



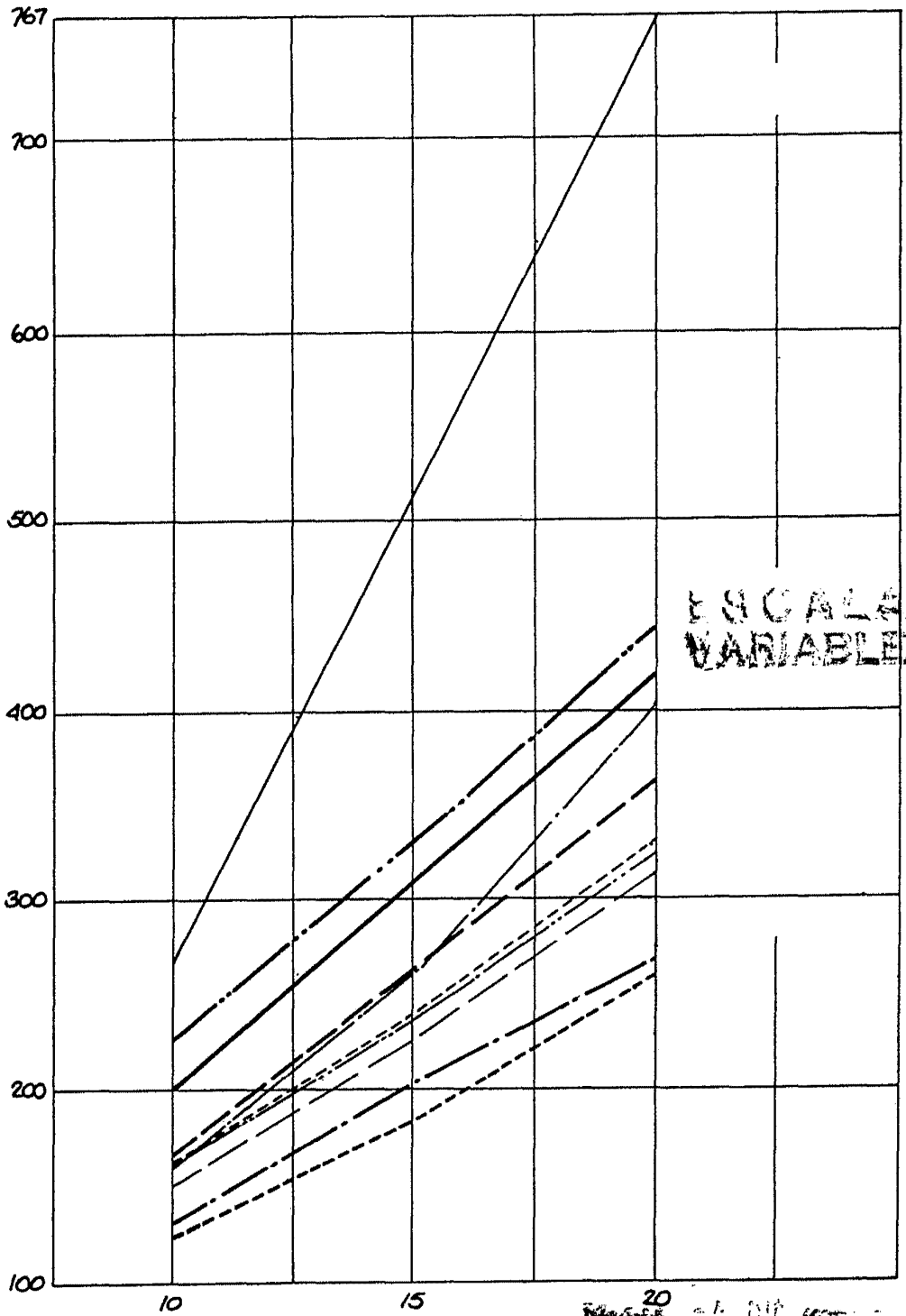
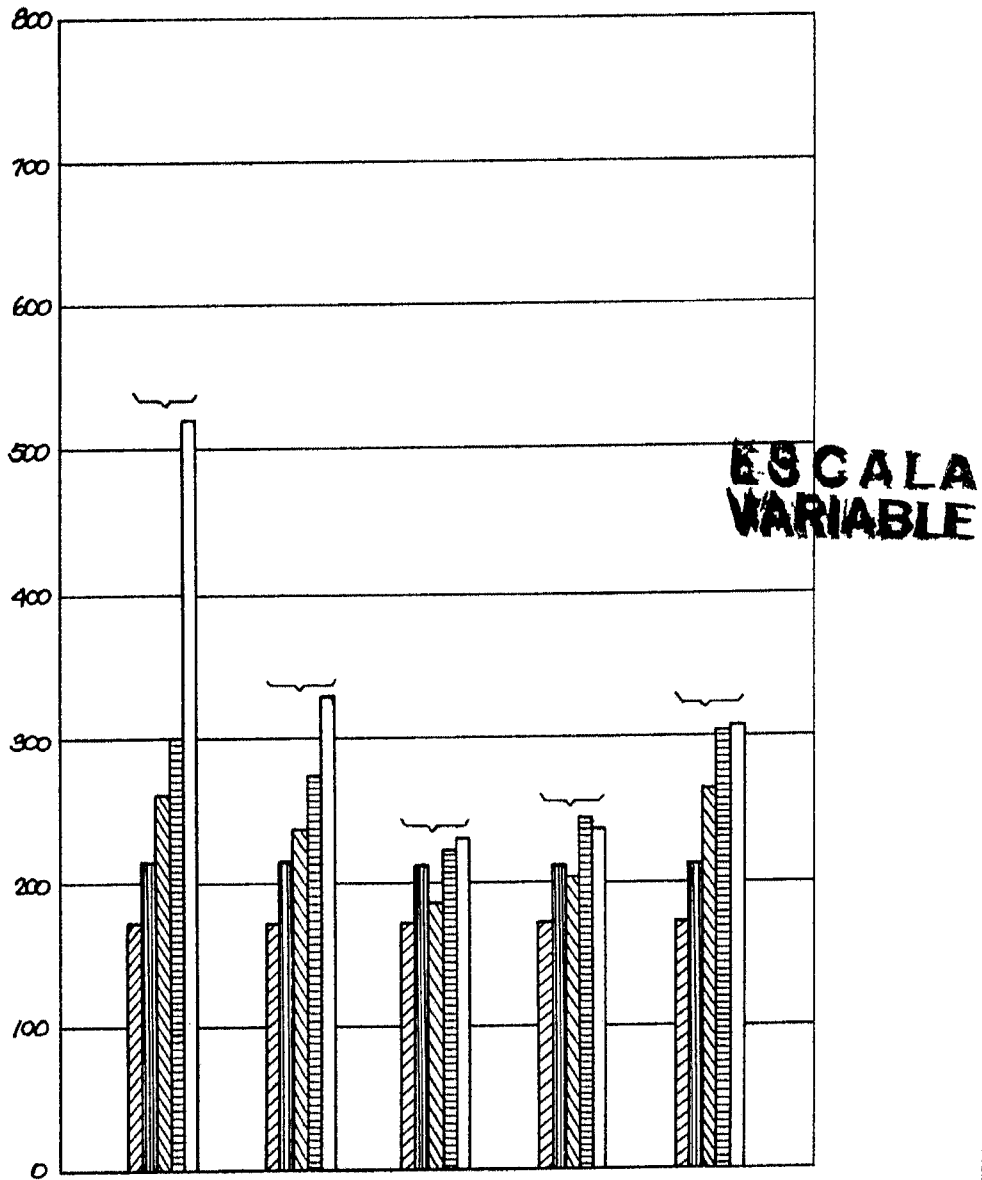


Fig. 1.

UNION PACIFIC
SOMER ASESOR Y INGENIERO
C. E. Somer A. Somer
[Handwritten Signature]



15%



Madrid, 11 de Julio de 1959

UNION ASTA Y REFINA
S.A. (Sociedad Anónima)

Fig. 2.