

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 385 494**

51 Int. Cl.:

C08K 9/04 (2006.01)

C08K 9/08 (2006.01)

C08K 9/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **06004755 .2**

96 Fecha de presentación: **18.11.1998**

97 Número de publicación de la solicitud: **1829923**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **05.09.2007**

54 Título: **Composición que contiene un aditivo de caucho microencapsulado**

30 Prioridad:
25.11.1997 DE 19754341

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
25.07.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
25.07.2012

73 Titular/es:
**Schill + Seilacher "Struktol" GmbH
Moorfleeter Strasse 28
22113 Hamburg, DE**

72 Inventor/es:
**Menting, Karl-Hans y
Stone, Christopher**

74 Agente/Representante:
Curell Aguilá, Mireia

ES 2 385 494 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Composición que contiene un aditivo de caucho microencapsulado.

5 La presente invención se refiere a una composición que contiene por lo menos un aditivo de caucho microencapsulado, a un procedimiento para su preparación, a su utilización para la preparación de caucho y mezclas de caucho y a las mezclas y productos de caucho generados con la misma.

10 Entre los ejemplos de aditivos de caucho se incluyen productos químicos de vulcanización, tales como agentes de vulcanización, aceleradores de vulcanización y retardantes así como activadores de aceleración.

15 Para la preparación de la mayoría de los compuestos de caucho, se utilizan, por ejemplo con respecto al aditivo azufre, compuestos orgánicos que contienen el azufre en forma térmicamente lábil, o el azufre elemental, con el fin de reticular las moléculas poliméricas durante una etapa de vulcanización a alta temperatura (normalmente comprendido entre aproximadamente 150 y 190°C). Durante un proceso de mezclado, durante el cual la temperatura normalmente no supera los 110°C, el azufre viene a ser mezclado con la mezcla de caucho.

20 El azufre existe en varias formas alotrópicas. Las modificaciones de azufre utilizadas más frecuentemente en la industria del caucho son cristalinas (azufre rómbico o monocínico) y funden a 124 y 129°C, respectivamente. El azufre cristalino es barato. Es completamente soluble en caucho a las temperaturas de mezclado de aproximadamente 100°C, pero presenta una solubilidad sólo limitada a temperatura ambiente. Su solubilidad a temperatura ambiente depende del tipo de caucho polimérico y en un cierto grado de los otros componentes de la mezcla presentes, pero se sitúa por lo general en el orden de magnitud de 1% en peso, relativo al polímero.

25 El azufre se adiciona a las mezclas de caucho normalmente en concentraciones comprendidas entre aproximadamente un 0,4% y un 5% en peso, de forma más preferida entre 1,0 y un 4% en peso, y frecuentemente entre un 1,5 y un 3% en peso, relativo al polímero de caucho. Un tipo de mezcla de caucho de mayor importancia en la industria de los neumáticos es el que se utiliza para el recubrimiento de neumáticos reforzados con hilos de acero. Dicha mezcla contiene por lo general de un 4 a un 5% en peso de azufre.

30 Debido a la solubilidad de azufre limitada, descrita anteriormente, cualquier azufre disuelto en la mezcla de caucho de aproximadamente 100 a 110°C en exceso de la cantidad soluble a temperatura ambiente viene a ser precipitado de la mezcla, al enfriarse la misma tras el mezclado o las etapas de procesamiento, tal como la extrusión o el calandrado. Al producirse dicho cambio, el azufre que ha quedado insoluble en el caucho es precipitado y aflora en la superficie del caucho, es decir, migra a la superficie del caucho. Allí se produce entonces una capa cristalina que destruye la pegajosidad natural y la adhesión del caucho, lo cual hace prácticamente imposible conseguir cualquier adhesión de dicho tipo de caucho a otros componentes de caucho de un artículo complejo, tal como por ejemplo un neumático.

40 En el estado de la técnica, dicho problema se soluciona utilizando otras formas alotrópicas del azufre, es decir, el azufre amorfo insoluble. Dicho tipo de azufre es completamente insoluble en el caucho a todas las temperaturas por debajo de aproximadamente 105°C y por tanto se comporta como una carga inerte. Las partículas de azufre dispersadas en la mezcla de caucho durante el mezclado se quedan donde están, al descender la temperatura de la mezcla tras el mezclado o el procesamiento, con lo cual la pegajosidad superficial/adhesión de la mezcla ya no se ve afectada adversamente.

45 Sin embargo, el azufre amorfo, insoluble adolece de una serie de inconvenientes importantes. Así, resulta muy costoso y es muy difícil dispersarlo uniformemente en la mezcla de caucho. Además, es inestable al ser almacenado como tal o en la mezcla de caucho y puede transformarse fácilmente en la forma cristalina soluble.

50 Su capacidad de almacenaje limitada es un problema que es también conocido en los otros aditivos de caucho utilizados para la vulcanización. Por ejemplo, los productos químicos de vulcanización, tales como silanos sulfurados, son muy sensibles a la humedad. Lo mismo puede decirse de los aceleradores de vulcanización, tal como benzotiazil-2-ciclohexilsulfenamida (CBS), que puede almacenarse durante algunos meses, como máximo.

55 Al intentar superar los inconvenientes citados, se utiliza el azufre amorfo, insoluble a menudo en forma de una mezcla con aceites u otros auxiliares de la dispersión, en la cual, sin embargo, el contenido en azufre insoluble puede ser tan bajo como un 60% en peso. Esto encarece aún más la utilización de azufre amorfo, insoluble.

60 La inestabilidad de azufre amorfo, insoluble aumenta a altas temperaturas y en presencia de aminos o compuestos que contienen grupos amino. Así, una temperatura por encima de 100°C induce el inicio de la transformación en azufre cristalino. Otro aumento de la temperatura acelera la transformación. Por tanto, la preparación de la mezcla de caucho y su procesamiento deben ser controlados estrictamente, con el fin de minimizar dicha transformación.

65 La mayoría de los aceleradores orgánicos utilizados en mezclas de caucho presentan grupos amino, que catalizan la transformación de azufre amorfo, insoluble en azufre cristalino, soluble. Muchos agentes protectores contra el

envejecimiento/la degradación utilizados en las mezclas de caucho presentan grupos amino o son aminas que catalizan igualmente la transformación de azufre amorfo, insoluble. Dicha transformación puede tener lugar incluso en el almacén de las materias primas en caso de almacenar el azufre amorfo, insoluble en la proximidad de productos químicos de dicho tipo.

5 Problemas similares con relación a la estabilidad y al comportamiento en los cauchos, también con relación a los coaditivos y durante el procesamiento, existen también en una multitud de otros aditivos de caucho, tales como por ejemplo los aceleradores de vulcanización y retardantes así como los activadores de aceleración.

10 El documento JP-52069454 divulga un aditivo de caucho encapsulado, que es una mezcla que consiste como mínimo en el 80% en peso de azufre insoluble y como máximo en el 20% en peso de azufre soluble.

15 Por tanto, el objetivo de la presente invención es proporcionar aditivos de caucho en forma de una composición que sea apta para ser utilizada en caucho o en mezclas de caucho. Los aditivos, en particular los productos químicos de vulcanización, deben ser fácilmente incorporables en el caucho y presentar buena compatibilidad con el material de caucho, una alta eficacia en el caucho o en la mezcla de caucho y distinguirse por buena dispersión en el material de caucho. Además, las composiciones deben distinguirse por presentar una buena estabilidad durante el almacenaje en la proximidad de sustancias básicas o en el caucho o por estabilidad durante el procesamiento del caucho a temperaturas por debajo de aproximadamente 130°C.

20 Otro objetivo de la presente invención es proporcionar un procedimiento para la preparación de dicha composición de aditivos de caucho.

25 Finalmente, el objetivo de la invención es proporcionar mezclas y productos de caucho obtenidos utilizando la composición de aditivos.

30 Dicho objetivo se alcanza por medio de una composición de aditivos de caucho que contiene por lo menos un aditivo de caucho (a), y caracterizada porque por lo menos un aditivo (a) está constituido por azufre cristalino y está envuelto con un material de recubrimiento (b) formando microcápsulas, presentado las microcápsulas un tamaño comprendido entre 1 y 75 µm.

Las formas de realización preferidas forman el objeto de las reivindicaciones dependientes.

35 Dicho por lo menos un aditivo está constituido por azufre cristalino.

40 Los materiales de recubrimiento según la invención se distinguen por su buena compatibilidad con los componentes de las mezclas de caucho. Los materiales de recubrimiento utilizados son ceras, parafinas, polietileno (PE), copolímero de etileno y acetato de vinilo, alcoholes polivinílicos (PVA) y mezclas de los mismos, de los cuales son particularmente aptos alcoholes polivinílicos, tal como Mowiol[®] 8-88 (un producto comercial de la empresa Clariant, D-65926 Frankfurt, Alemania), un PVA a base de acetato polivinílico con un contenido residual de acetilo, y ceras de polietileno, tal como Vestowax[®] A 616 (un producto comercial de la empresa Hüls AG, Marl, Alemania).

45 Además, los siguientes materiales de recubrimiento son adecuados para la preparación de las microcápsulas según la invención: caseinato de calcio, polipectato de calcio, ácido poliacrílico y derivados, policarbonato, óxido de polietileno, éster de polimetacrilato, poliortoéster, acetato polivinílico, polivinilpirrolidona y polímeros termoplásticos.

50 Otros materiales de recubrimiento adecuados son las composiciones de poliacrilato fluidas polimerizables, que pueden contener un sistema catalizador a partir de un fotoiniciador y de un iniciador térmico, mezclas polimerizables de dihidropiridina, tetrazol y una sal iónica soluble, poliuretano, poliésteres amorfos, que opcionalmente contienen grupos amino terciarios, mezclas de composiciones poliamínicas y derivados de 2, 4, 6-triamino-1, 3, 5-triazina con aldehídos, mezclas de polietileno y alcoholes polivinílicos, resinas aminoplásticas a partir de reacciones de triaminotriazina con aldehídos y opcionalmente compuestos poliamínicos, resinas amino-aldehído, polímeros de silicona orgánicos, copolímeros de polivinilo y poliolefina, polímeros obtenidos por polimerización interfacial con grupos metileno funcionales, tensioactivos de polímeros aniónicos tales como de ácidos metacrílicos o metacrilonitrilo y ácidos sulfónicos de acrilamida y/o acrilato de sulfoalquilo y resinas de estireno.

55 Además, los termoplásticos tales como un adhesivo termofusible poliamídico, tal como Vestamelt 170 (EP= 122 °C) y Vestamelt 550 (EP= 132°C) de la empresa Hüls, resinas de poliamida tales como Reamide PAS 13 (EP= de 115 a 120°C) de la empresa Henkel, Versamid (EP= de 125 a 135°C) de la empresa Cray Valley Products, Wolfamid 111 (EP= de 120 a 130°C) de la empresa Viktor Wolf, resinas de poliéster, tales como Dynapol L859/L860 (EP= 120°C) de la empresa Dynamit Nobel son adecuados como materiales de recubrimiento.

60 Los materiales de recubrimiento tienen en común que, por lo general, funden en el intervalo de temperaturas que es importante para la vulcanización del caucho, es decir, entre aproximadamente 100 y 260°C. Preferentemente, funden por debajo de 150°C y preferentemente presentan un punto de fusión comprendido entre 120 y 140°C, en particular de aproximadamente 130°C. Dichos materiales de recubrimiento son insolubles en el caucho o las mezclas

de caucho antes de su fusión, preferentemente hasta temperaturas comprendidas entre 120 y 140°C, en particular hasta aproximadamente 130°C. Los materiales de recubrimiento no llegan a ser solubles en el caucho hasta llegar a temperaturas por encima de la temperatura de fusión, por ejemplo entre 120 y 140°C, en particular aproximadamente 130°C.

5 Debido a dicho comportamiento de fusión y solubilidad de los materiales de recubrimiento que envuelven los aditivos de caucho según la invención en forma de microcápsulas, el comportamiento de la composición de aditivos de caucho en el caucho o en las mezclas de caucho se parece al de los propios materiales de recubrimiento. Esto tiene la ventaja, relativa por ejemplo al azufre cristalino, soluble como aditivo, de que no tiene lugar un afloramiento/una precipitación de azufre a temperaturas hasta aproximadamente 130°C. La envoltura de la microcápsula formada por el material de recubrimiento actúa como barrera física a todas las temperaturas desde la temperatura ambiente hasta 130°C y de esta forma confiere estabilidad a la mezcla de caucho durante su almacenaje y durante todas las etapas de procesamiento por debajo de dicha temperatura. Con esto se mantiene, entre otros, la pegajosidad superficial/adhesión.

15 Se aumenta también la durabilidad de los propios aditivos al ser almacenados en forma de la composición según la invención en forma microencapsulada.

20 Adicionalmente, el material de recubrimiento permite una dispersión mejor y más rápida de las partículas, conduciendo de esta manera a una distribución más uniforme en la mezcla. Puesto que las partículas se comportan igual a los materiales de recubrimiento correspondientes, se evitan también las evoluciones de polvo, tal como es conocido de azufre. Además, presenta el efecto ventajoso de que el riesgo de explosiones de polvo, que constituye un gran problema del procesamiento del azufre, es sustancialmente reducido o ya no tiene lugar.

25 Las microcápsulas de las composiciones de aditivos de caucho según la invención presentan en promedio (promedio en peso) un tamaño comprendido entre 1 y 75 μm , preferentemente entre 3 y 30 μm , y en particular entre 5 y 8 μm .

30 Las microcápsulas presentan en particular la siguiente composición:

- a) de 99 a 40% en peso, más preferentemente de 80 a 50% en peso, y de forma más preferida aproximadamente de 70 a 60% en peso de aditivo y
- b) de 1 a 60% en peso, más preferentemente de 20 a 50% en peso, y de forma más preferida aproximadamente de 30 a 40% en peso del material de recubrimiento.

35 Las microcápsulas según la invención pueden prepararse de diferentes maneras. Lo esencial del procedimiento es que se obtenga un aditivo completamente envuelto en forma de microcápsulas del tipo y tamaño descritos anteriormente.

40 Preferentemente, las composiciones de aditivos de caucho según la invención se preparan haciendo fluir una mezcla que contiene por lo menos un aditivo, un material de recubrimiento fundido y, si se desea, otros auxiliares, tales como tensioactivos o dispersantes, en una torre de refrigeración sobre un dispositivo de rápida rotación, tal como un plato giratorio, obligando a la mezcla a trasladarse hacia el exterior a consecuencia de la alta fuerza centrífuga. Debido al mayor diámetro en el borde, las partículas vienen a ser separadas, y se evita la formación de aglomerados. Tras ser expulsadas del borde del dispositivo giratorio, las partículas vuelan una por una hacia el exterior, enfriándose en el proceso, con lo cual el recubrimiento queda solidificado. Un procedimiento de este tipo puede realizarse de forma continua y por tanto resulta muy eficaz.

50 Sin embargo, según la invención, además de dicho procedimiento, son aptos también otros procedimientos, en los que se transforma una mezcla que contiene por lo menos un aditivo y un material de recubrimiento en forma líquida, disuelta, suspendida o emulsionada en microcápsulas de una composición y un tamaño tal como se ha descrito anteriormente.

55 Por tanto, para la preparación de las microcápsulas según la invención, son aptos también procedimientos tales como secado por pulverización, recubrimiento en lecho fluidizado, procedimiento en emulsión o suspensión y precipitación. Por ejemplo, las microcápsulas pueden ser formadas también por enfriamiento y sedimentación de una mezcla que contiene por lo menos un aditivo y un material de recubrimiento en un disolvente apropiado.

60 Por ejemplo, el azufre como aditivo puede emulsionarse a temperaturas y presiones elevadas, por ejemplo a aproximadamente 130°C y aproximadamente 2,6 kPa (bar), en un reactor apropiado y envolverse con un material de recubrimiento fundido o finamente emulsionado con la adición de tensioactivos aniónicos, catiónicos o no iónicos. Entre los ejemplos de tensioactivos aniónicos aptos se incluyen bencenosulfonatos, en particular n-C₁₀- a n-C₁₃-alquilbencenosulfonatos en forma de sus sales sódicas, cálcicas o de tetrametilamonio. Según la invención, son aptos también, por ejemplo, productos de condensación de los ácidos naftalin- y fenolsulfónico. Dichos productos están disponibles de la empresa BASF AG como los productos comerciales marcas N de Tamol[®] y Tamol[®] PP. El

Tamol[®] NN 9104 resulta particularmente apto.

El material de recubrimiento puede introducirse en el reactor junto con el aditivo. Sin embargo, puede adicionarse también sólo poco antes de la descarga. La envoltura puede realizarse o bien en el reactor eliminando el disolvente por destilación, lo cual da lugar a la precipitación de la composición según la invención, o bien por secado por pulverización de la mezcla. Si el recubrimiento final no se realiza hasta efectuar el secado por pulverización, es posible adicionar el material de recubrimiento sólo en dicha etapa del procedimiento, tras descargar la mezcla del reactor.

Por tanto, en el procedimiento según la invención, también es posible producir envolturas de cápsula de varias capas, realizando las etapas de recubrimiento varias veces una tras otra o bien combinando varios procedimientos preferidos uno con otro.

Las composiciones de los aditivos de caucho según la invención así preparadas pueden utilizarse de forma ventajosa para la preparación de caucho o de mezclas de caucho, en particular las destinadas a la preparación de goma.

El comportamiento ventajoso del material de recubrimiento en el caucho da lugar, tal como se ha descrito anteriormente, a una dispersión mejor y más rápida del aditivo y de este modo a una distribución más uniforme en la mezcla de caucho.

Además, la barrera física del material de recubrimiento asegura que, por ejemplo por debajo de aproximadamente 130°C, se evita una precipitación de azufre cuando se utiliza azufre como el aditivo microencapsulado. Sin embargo, se evitan, además de dicho comportamiento desventajoso, también otras reacciones químicas del azufre o de otros aditivos contenidos en las microcápsulas según la invención con cualquier otro componente de la mezcla de caucho.

Esto permite evitar en particular el problema de la vulcanización inicial, iniciada a temperaturas de aproximadamente 110°C por reacción de azufre como agente de vulcanización y aceleradores de vulcanización orgánicos.

Así, otra ventaja de la presente invención radica en que la incorporación de agentes de vulcanización en microcápsulas que son estables en el caucho, es decir impermeables, hasta 130°C evita la utilización de retardantes caros, que sirven para suprimir la vulcanización inicial. En particular, de esta manera se obtiene un control más sencillo del procedimiento para la preparación de artículos de goma, tales como neumáticos, etc. El aditivo encapsulado no se libera hasta que funda el material de recubrimiento y disuelva en el caucho.

La presente invención se refiere también a cauchos, mezclas de caucho o productos de caucho preparados utilizando las composiciones de aditivos según la invención.

A continuación, la invención se ilustrará haciendo referencia a formas de realización ejemplificativas.

Ejemplo 1

Microencapsulación de 2-mercapto-benzotiazola (MBT) por el método del plato giratorio

(que no corresponde a la invención)

En primer lugar, se molió polvo de MBT disponible en el mercado en un molino por impacto hasta obtener una granulometría media de 5 µm. El polvo fino obtenido se fundió en una relación en peso de 7:3 junto con cera de polietileno de un peso molecular de 1600 g/mol (Vestowax A 616, producto comercial de la empresa Hüls AG) con un punto de fusión de aproximadamente 125°C, y la mezcla resultante se trasladó a 135°C a un plato giratorio, que pulverizó el material en una torre de refrigeración. Este método dio, además de las microcápsulas deseadas de un tamaño de aproximadamente 5 µm de diámetro, también partículas más finas de cera de polietileno, que se separaron por medio de un ciclón y se alimentaron otra vez al proceso.

Ejemplo 2

Microencapsulación de disulfuro de dibenzotiazilo (MBTS) por el método de suspensión

(que no corresponde a la invención)

Se calentó 1,0 kg de polvo de MBTS disponible en el mercado de la empresa Flexsys, Bruselas, con una granulometría media de 5,3 µm en un reactor agitado V4A equipado con un agitador de ancla a 70°C con la adición de 0,05 kg de un alquilbencenosulfonato como tensioactivo (Marlon A 365, tensioactivo aniónico de la empresa Hüls AG) y 2,0 kg de agua con agitación, y se adicionó 1,0 kg de una solución calentada a 70°C de 0,28 kg de cera de polietileno de un peso molecular de aproximadamente 1600 g/mol (Vestowax A 616, polietileno de baja presión de bajo peso molecular de la empresa Hüls AG, punto de fusión 125°C) en ciclohexano. Como alternativa a

ciclohexano, también es posible utilizar n-heptano.

La dispersión obtenida se enfrió a 20°C con fuerte agitación, formándose las microcápsulas según la invención alrededor de los cristales del acelerador individuales. El aislamiento del producto final se realizó por secado por pulverización en un secador de lecho fluidizado habitual, del tipo ofrecido por ejemplo por la empresa Glatt AG, D-79589 Binzen. Se obtuvieron 1,24 kg de un acelerador microencapsulado, lo cual corresponde a un rendimiento de un 93%. El contenido en acelerador era de un 75,1% en peso.

Ejemplo 3

(que no corresponde a la invención)

Los aceleradores y agentes de vulcanización que no pueden prepararse por métodos de precipitación en suspensión acuosa pueden trasladarse en microcápsulas de forma ventajosa según el siguiente método.

Las partículas molidas a una granulometría media de 5 µm por medio de una molienda adecuada, por ejemplo en molinos por impacto, si se desea, en presencia de un gas inerte, tal como nitrógeno, se suspendieron en una solución saturada de cera de PE con un punto de fusión de 125°C en n-heptano, y la mezcla resultante, tras mezclarla intensamente, se sometió a un secado por pulverización, formándose las microcápsulas según la invención. Dicho método es apto para todos los aceleradores y agentes de vulcanización que, debido a su estructura química polar, no disuelven o sólo disuelven en grado mínimo en n-heptano. También es ventajoso trabajar con ciclohexano.

Ejemplo 4

Microencapsulación de azufre por el método de emulsión con alcohol polivinílico

Un reactor presurizado de 10 l de acero V4A se cargó con 3,00 kg de azufre molido disponible en el mercado, 6,55 kg de agua de grifo, 0,15 kg de un alquilbencenosulfonato (Marlon A365, tensioactivo aniónico de la empresa Hüls AG), 0,15 kg de un producto de condensación de ácido naftalinsulfónico (Tamol[®] NN 9104, tensioactivo compatible con caucho o auxiliar de dispersión de la empresa BASF AG) y 0,30 kg de alcohol polivinílico (Mowiol 8-88, producto comercial de la empresa Clariant, D-65926 Frankfurt), y la mezcla resultante se homogeneizó agitándola con el agitador de ancla incorporado. Al mismo tiempo, el reactor se calentó a una temperatura de 128°C con vapor de agua. Por la mirilla, podía observarse que el azufre había quedado fundido tras aproximadamente 30 minutos a una presión de vapor medido en el reactor de 2,6 bar. Tras otros 10 minutos de agitación y trasvase por bomba a través de un mezclador de rotor/stator (Dispax), la emulsión formada se pulverizó en un secador por pulverización a través de una línea calentada, operado en un sistema de circulación con nitrógeno calentado a 70°C. Tras aproximadamente 50 minutos, el proceso de pulverización se terminó. Debido a la evaporación del agua, la temperatura del aire de escape disminuyó a 58 - 60°C. El producto obtenido era un polvo fino amarillo-marrón. El rendimiento era de 2,37 kg, lo cual corresponde a un 66%. El contenido en azufre del producto era de un 81% en peso.

Ejemplo 5

Microencapsulación de azufre por el método de emulsión con cera de polietileno

Un reactor presurizado de 10 l de acero V4A se cargó con 3,00 kg de azufre molido disponible en el mercado, 6,55 kg de agua de grifo, 0,15 kg de un alquilbencenosulfonato (Marlon A 365, tensioactivo aniónico de la empresa Hüls AG), 0,15 kg de un producto de condensación de ácido naftalinsulfónico (Tamol[®] NN 9104, tensioactivo compatible con caucho o auxiliar de dispersión de la empresa BASF AG) y 0,30 kg de cera de polietileno de un peso molecular de aproximadamente 1600 g/mol (Vestowax A 616, polietileno de baja presión de bajo peso molecular de la empresa Hüls AG) con un punto de fusión de aproximadamente 125°C, y la mezcla resultante se homogeneizó agitándola con el agitador de ancla incorporado. Al mismo tiempo, el reactor se calentó a una temperatura de 128°C con vapor de agua. Por la mirilla, podía observarse que el azufre había quedado fundido tras aproximadamente 30 minutos a una presión de vapor medido en el reactor de 2,6 bar. Tras otros 10 minutos de agitación y trasvase por bomba a través de un mezclador de rotor/stator (Dispax), la emulsión formada se pulverizó en un secador por pulverización a través de una línea calentada, operado en un sistema de circulación con nitrógeno calentado a 70°C. Tras aproximadamente 50 minutos, el proceso de pulverización se terminó. Debido a la evaporación del agua, la temperatura del aire de escape disminuyó a 58 - 60°C. El producto obtenido era un polvo fino amarillo-marrón. El rendimiento era de 2,27 kg, lo cual corresponde a un 63%. El contenido en azufre del producto era de un 82% en peso.

Ejemplo 6

Embalaje de los aditivos microencapsulados

- 5 Las microcápsulas preparadas según cualquiera de los ejemplos anteriores se transformaron en una etapa del procedimiento posterior en perlas con un tamaño comprendido entre 0,1 y 10 mm, aplicando al polvo de microcápsulas inicialmente obtenido (2,27 kg de aditivo microencapsulado) en un reactor de lecho fluidizado por pulverización 0,227 kg de una sustancia en forma de cera con un bajo punto de fusión, tal como tetraestearato de pentaeritritol. Dichas perlas ya no contenían prácticamente polvo alguno, fluían libremente y por tanto podían pesarse automáticamente.
- 10

Debido al bajo punto de fusión de la sustancia en forma de cera que mantiene las perlas unidas, las microcápsulas vuelven a ser liberadas en su forma original cuando son incorporadas posteriormente en mezclas de caucho.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Composición de aditivos de caucho, que contiene por lo menos un aditivo de caucho (a), caracterizada porque por lo menos un aditivo (a) consiste en azufre cristalino y está envuelto con un material de recubrimiento (b) formando microcápsulas, presentando las microcápsulas un tamaño comprendido entre 1 y 75 μm .
- 10 2. Composición según la reivindicación 1, caracterizada porque el material de recubrimiento (b) es insoluble en el caucho o en las mezclas de caucho hasta temperaturas comprendidas entre 120 y 140°C, en particular hasta aproximadamente 130°C.
- 15 3. Composición según una de las reivindicaciones 1 o 2, caracterizada porque a temperaturas por encima de 120 a 140°C, en particular por encima de 130°C, el material de recubrimiento (b) es soluble en el caucho o en las mezclas de caucho o se funde.
- 20 4. Composición según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizada porque el material de recubrimiento (b) se selecciona de entre el grupo constituido por ceras, parafinas, polietileno, copolímeros de etileno y acetato de vinilo, alcoholes polivinílicos y mezclas de los mismos.
- 25 5. Composición según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizada porque las microcápsulas presentan un tamaño comprendido entre 3 y 30 μm y más preferentemente entre 5 y 8 μm .
- 30 6. Composición según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizada porque contiene:
- 35 a) de 99 a 40% en peso, más preferentemente de 80 a 50% en peso, y de forma más preferida aproximadamente de 70 a 60% en peso de aditivo y
- 40 b) de 1 a un 60% en peso, más preferentemente de 20 a 50% en peso, y más preferentemente de 30 a 40% en peso de material de recubrimiento.
- 45 7. Procedimiento para la preparación de una composición de aditivos de caucho según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque una mezcla, que contiene por lo menos un aditivo y un material de recubrimiento en forma líquida, disuelta, suspendida o emulsionada se solidifica para formar microcápsulas según una de las reivindicaciones anteriores.
8. Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque la mezcla se dosifica sobre un dispositivo giratorio y se solidifica durante su movimiento hacia fuera, formando microcápsulas.
9. Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque la mezcla forma microcápsulas en un lecho fluidizado, en una emulsión o suspensión, por secado por pulverización, por precipitación o por enfriamiento y sedimentación.
10. Utilización de la composición de aditivos de caucho según una de las reivindicaciones 1 a 6 o preparada según una de las reivindicaciones 7 a 9 para la preparación de caucho o mezclas de caucho, en particular las destinadas a la preparación de goma.
11. Caucho, mezcla de caucho o producto de caucho, que han sido producidos mediante la utilización de una composición de aditivo de caucho según una de las reivindicaciones 1 a 6 o han sido preparados según una de las reivindicaciones 7 a 9.