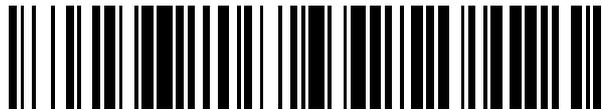


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 568 954**

51 Int. Cl.:

C08K 3/00 (2006.01)

C08J 3/215 (2006.01)

C08L 21/02 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **18.08.2005 E 05771772 (0)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.03.2016 EP 1778772**

54 Título: **Películas de látex de caucho con resistencia al desgarro mejorada**

30 Prioridad:

19.08.2004 GB 0418561

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

05.05.2016

73 Titular/es:

**LRC PRODUCTS LIMITED (100.0%)
103-105 Bath Road
Slough, Berkshire SL1 3UH, GB**

72 Inventor/es:

HILL, DAVID, MICHAEL

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 568 954 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

Películas de látex de caucho con resistencia al desgarro mejorada

La presente invención se refiere a látex de caucho, y a películas de látex de caucho que tienen una resistencia al desgarro mejorada, y a un procedimiento de fabricación de las mismas. La invención se refiere también a composiciones que contienen látex de caucho.

Las películas delgadas de caucho, preparadas sumergiendo formadores conformados en un látex compuesto y, a continuación, calentando para secar y vulcanizar el depósito de látex sobre el formador, se han usado durante muchos años en aplicaciones para las que sus propiedades de barrera han demostrado ser muy valiosas. El látex de caucho natural ha demostrado ser particularmente útil en este sentido, ya que proporciona películas que son fuertes, altamente deformables y que muestran buena recuperación tras la eliminación del esfuerzo. Dichas películas se han usado ampliamente para la fabricación de guantes para uso doméstico, industrial y quirúrgico y médico en general, y para preservativos y globos. Particularmente en aplicaciones médicas, es importante que la película sea impermeable a la sangre, al esperma y a otros fluidos corporales, y a los microorganismos, mientras que al mismo tiempo sea delgada y suficientemente flexible como para permitir sensibilidad táctil y sensorial. Las películas delgadas de látex de caucho natural cumplen admirablemente estos requisitos y en muchos casos son ideales para dichas aplicaciones.

Sin embargo, aunque estas películas delgadas son fuertes, son sometidas a desgarro y a punción por objetos cortantes; es decir, si hay presente o se forma un defecto en la película, puede actuar como un sitio de iniciación para el desgarro. Una vez iniciado, es probable que un desgarro se propague fácilmente, ya que durante el uso el caucho está normalmente sometido a esfuerzo. Por lo tanto, existe una necesidad de aumentar la resistencia al desgarro de una película de caucho de látex.

Se han realizado muchos intentos para mejorar la resistencia al desgarro de las películas de caucho. Un enfoque ha consistido en incorporar en el caucho partículas muy pequeñas de un material inmisible, más duro, menos deformable, capaces de detener o desviar un desgarro en crecimiento. Una manera conveniente y eficaz de conseguir esto es mezclando el material más duro, en forma de una dispersión acuosa, emulsión o segundo látex, con el látex de caucho, antes de sumergir el formador conformado en la misma. Después del secado y la vulcanización, la película contiene entonces una dispersión esencialmente uniforme del material fino, en partículas. Dichas partículas, normalmente de 0,1 a 50 micrómetros de diámetro, son capaces de mitigar y desviar la punta de un desgarro en crecimiento y, de esta manera, mejoran la resistencia al desgarro. Entre los materiales usados primero para este propósito estaban las resinas de polímero, por ejemplo, una resina de hidracina-formaldehído forman en el látex *in situ*, y látex de caucho sintético carboxilado, tal como látex de caucho de estireno-butadieno carboxilado (CSBR) o látex de caucho de acrilonitrilo-butadieno carboxilado (CNBR), que se añadían al látex de caucho natural. También se han usado cauchos carboxilados, poliestireno y copolímeros de acetato de vinilo, así como copolímeros de estireno-butadieno. La memoria descriptiva de patente UK N° 2.088.389 enseña el uso de poli (cloruro de vinilo) (PVC) como un aditivo para el látex de caucho natural prevulcanizado, y se han realizado también reivindicaciones similares para el PVC y sus copolímeros.

Todas las propuestas anteriores hacen uso de polímeros orgánicos finamente divididos. Un enfoque alternativo usa sílice en partículas finas como el componente duro de la película. Pueden usarse varios tipos de sílice, pero los más eficaces son los de tamaño de partícula primaria más pequeño, tales como las sílices de combustión. Las dispersiones acuosas de sílice de combustión hidrófila, comercializadas bajo la marca comercial "Aerosil", son conocidas por mejorar la resistencia a la tracción y la resistencia al desgarro en artículos realizados en látex de caucho naturales y sintéticos (Technical Bulletin Pigments, No. 33; Degussa AG, Postfach 110533, D-6000 Frankfurt 11, Alemania; Diciembre de 1982; véase también, H. Esser y G. Sinn (Kautschuk und Gummi, 1960, 13, WT126-132). Un material similar, conocido bajo la marca comercial Cab-O-Sil, se ha descrito también como útil en películas de látex para aumentar la resistencia al desgarro.

El documento GBA529246 divulga diversos procedimientos de fabricación de películas de látex. El documento GBA1285479 divulga composiciones de látex de caucho que contienen vidrio soluble para su uso como revestimientos sobre estructuras de cemento de hormigón y amianto. El documento GB610728 divulga procedimientos de fabricación de viruta de caucho coagulada que comprende silicatos insolubles. El documento WO02/083797 divulga el uso de nanopartículas de ZnO como activadores de vulcanización. El documento WO97/13805 divulga una composición que comprende látex de caucho y sílice en partículas. El documento US2702798 divulga una composición de látex de caucho preparada mezclando látex de caucho con una solución que contiene 0,5 partes en peso de un silicato de metal alcalino por 100 partes de caucho coagulado.

En todos los enfoques anteriores, incluyendo los que implican sílice, el agente de refuerzo se ha añadido en forma de partículas de látex de caucho. Los presentes inventores han encontrado que esto conduce a ciertas desventajas, particularmente cuando se usan las formas de sílice en partículas o coloidal comercialmente disponibles anteriores. En particular, los materiales en partículas, especialmente sílice coloidal, cuando se añaden al látex tienden a reducir la estabilidad del látex. Frecuentemente se produce aglomeración, dando lugar a partículas grandes que pueden ser visibles

a simple vista. La sílice coloidal es también generalmente cara, y sólo puede obtenerse en forma diluida (típicamente una solución al 10-15%). Esto conduce a mayores costes de transporte y de almacenamiento, y es inconveniente para el mezclado de látex ya que puede requerir un procesamiento adicional, o puede ser necesario adoptar otras medidas adecuadas con el fin de poder incorporar al látex la sílice coloidal en la forma suministrada.

5 Los presentes inventores han encontrado ahora una manera de producir películas de látex de caucho reforzadas que evita, o reduce sustancialmente, los problemas indicados anteriormente. En particular, los presentes inventores han ideado una manera de proporcionar látex de caucho estables a partir de los cuales pueden producirse películas de látex de caucho reforzadas que tienen excelente resistencia al desgarro.

10 Según la presente invención, se proporciona un procedimiento de fabricación de una película de látex de caucho, cuyo procedimiento comprende proporcionar un látex de caucho y añadir al látex una solución de un agente de refuerzo, a continuación, formar una película a partir del látex, en el que la cantidad de agente de refuerzo en el látex es de 0,1 a 10 partes por cien partes de caucho (pphr). El látex de caucho es adecuado para su uso en la producción de películas de caucho de látex reforzado y artículos de caucho, tales como preservativos, realizados a partir de dichas películas.

15 En otro aspecto, la invención incluye el uso de un silicato soluble en agua, por ejemplo, silicato de sodio, como agente de refuerzo para las películas de látex de caucho y los artículos realizados a partir de las mismas, en los que la cantidad de agente de refuerzo en el látex es de 0,1 a 10 partes por cien partes de caucho (pphr).

20 En un aspecto adicional, la invención proporciona un procedimiento de fabricación de una película de látex de caucho reforzado, cuyo procedimiento comprende proporcionar un látex de caucho; añadir a la solución de látex un agente de refuerzo; en el que la cantidad de agente de refuerzo en el látex es de 0,1 a 10 partes por cien partes de caucho (pphr); ajustar el pH; a continuación, formar una película a partir del látex.

En un aspecto preferente, la invención proporciona un procedimiento de fabricación de una película de látex de caucho reforzado, cuyo procedimiento comprende proporcionar un látex de caucho; añadir una solución de un silicato soluble en agua, en el que la cantidad de agente de refuerzo en el látex es de 0,1 a 10 partes por cien partes de caucho (pphr) a continuación, formar una película a partir del látex.

25 De manera adecuada, puede formarse una película sumergiendo un formador conformado en un látex de caucho que comprende la solución de agente de refuerzo, a continuación, secando el depósito de látex. El látex puede ser curado (vulcanizado) si se requiere, típicamente mediante calentamiento. De manera alternativa, las películas de la invención pueden ser realizadas a partir de un látex de caucho de la invención mediante moldeo, o mediante el uso de pulverización electrostática tal como se describe adicionalmente en la patente europea EP 946345 de los presentes inventores. Las técnicas de formación de películas de caucho por inmersión o moldeo son bien conocidas por las personas con conocimientos en el campo de la presente invención.

30

Los látex de caucho producidos mediante el procedimiento de la invención muestran una buena estabilidad y a diferencia de los látex anteriores, que contienen agentes de refuerzo en partículas, no muestran ninguna, o sustancialmente ninguna, reducción de la estabilidad del látex. Las películas de caucho producidas a partir de látex realizados tal como se describe en la presente memoria muestran una buena resistencia al desgarro, y esta se retiene durante el envejecimiento de la película y durante el almacenamiento.

35

Las películas de látex de caucho preferentes son aquellas que son adecuadas para la fabricación de preservativos o para la fabricación de guantes para uso doméstico, médico, quirúrgico o industrial. Los ejemplos incluyen guantes de cirujano y guantes para exámenes médicos.

40 Los presentes inventores prefieren añadir al látex una solución acuosa de un agente de refuerzo soluble en agua. Agente de refuerzo se refiere a un componente que conducirá a un aumento de la resistencia al desgarro de una película de látex de caucho en comparación con una película fabricada sin ese componente. La expresión se entiende bien en la técnica. Los presentes inventores prefieren usar una solución de un silicato de sodio soluble en agua. Esencialmente, mediante el uso de una solución, la invención supera sustancialmente los problemas asociados con el uso de agentes de refuerzo en partículas.

45

Una característica preferida es el uso de una solución de un agente de refuerzo en la que el pH de la solución es 10 o superior. Esto es particularmente aplicable a los silicatos solubles en agua. En un aspecto preferente, se emplea una solución acuosa que comprende del 20% al 60% p/p de un silicato soluble en agua. Una solución de aproximadamente el 50% p/p de un silicato soluble en agua es, por ejemplo, generalmente adecuada.

50 En un aspecto preferente, el látex se prevulcaniza antes de la adición del agente de refuerzo. Los presentes inventores han encontrado que esto conduce a una procesabilidad más fácil del látex, y proporciona también películas que tienen mayor resistencia al desgarro.

Los presentes inventores han encontrado también que puede ser ventajoso, particularmente para los silicatos solubles en agua, reducir el pH del látex después de la adición de la solución de agente de refuerzo.

5 En el procedimiento de la presente invención, en primer lugar se produce el látex de caucho; preferentemente en forma compuesta, y posteriormente se añade la solución de agente de refuerzo al látex. El agente de refuerzo (o un precursor del mismo) se encuentra en solución en la fase acuosa del látex.

Hay tres enfoques básicos de mezclado para la fabricación de películas de látex:

a) Látex no vulcanizado

10 Este se mezcla (es decir, los productos químicos que efectuarán el curado se mezclan en el látex) sin ningún calentamiento, y a continuación se añaden a la planta de inmersión y el producto es sumergido (o convertido en películas mediante otro procedimiento) y, finalmente vulcanizado (es decir curada) en planta.

b) Látex parcialmente prevulcanizado

15 El látex se mezcla y se prevulcaniza a temperatura elevada, se deja madurar y a continuación se mezcla adicionalmente si es necesario antes de ser añadido a la planta de inmersión y a continuación se sumerge y se completa la vulcanización.

c) Látex totalmente prevulcanizado

20 Este se mezcla y se prevulcaniza totalmente fuera de la planta. A continuación, se añade a la planta de inmersión y el producto se sumerge. No se produce ninguna vulcanización o sólo se produce una vulcanización limitada en la planta.

25 En el procedimiento de la invención, los presentes inventores prefieren usar látex parcialmente prevulcanizado, al cual se añade la solución de agente de refuerzo. En una realización preferida, el procedimiento, que es adecuado para preservativos por ejemplo, es tal como se indica a continuación:

1. Prevulcanización: añadir ingredientes de mezclado al látex y prevulcanizar a temperatura elevada hasta que se alcance el índice de hinchamiento apropiado.

25 2. Maduración: enfriar a temperatura ambiente y añadir agente de vulcanización adicional según sea apropiado, y permitir que el látex madure a temperatura ambiente hasta que se alcance el índice de hinchamiento apropiado.

3. Mezclado de etapa final (reserva): añadir agente de vulcanización adicional según sea apropiado y calentar a temperatura moderada hasta que se alcance el índice de hinchamiento apropiado.

4. Ajuste de reserva: añadir agente de refuerzo, por ejemplo, solución de silicato al látex totalmente compuesto, mezclar y diluir si es necesario para corregir la viscosidad de inmersión; añadir a la planta de inmersión.

30 Los presentes inventores prefieren fabricar películas de látex mediante "inmersión directa", es decir sin el uso de coagulación del látex (mediante inmersión en coagulante antes de la inmersión en látex).

En principio, el agente de refuerzo puede ser cualquier agente adecuado, aunque los presentes inventores prefieren usar un silicato soluble en agua. Preferentemente, se usa un silicato de sodio soluble en agua.

Los ejemplos de silicatos adecuados incluyen los siguientes:

Silicato	Fórmula estructural	Fórmula empírica	Descripción
Metadisilicato de sodio	$2\text{SiO}_2 \cdot \text{Na}_2\text{O}$	$\text{Na}_2 \text{Si}_2\text{O}_5$	Complejo macro- SiO_4^{4-} tetraedro
Tetrasilicato de sodio	$4\text{SiO}_2 \cdot \text{Na}_2\text{O}$	$\text{Na}_2 \cdot \text{Si}_4\text{O}_9$	Láminas de SiO_4^{4-} tetraedro unidos pseudo hexagonalmente
Metasilicato de sodio	$\text{SiO}_2 \cdot \text{Na}_2\text{O}$	$\text{Na}_2 \cdot \text{SiO}_3$	Cadenas de SiO_4^{4-} tetraedro unidas individualmente
Ortosilicato de sodio	$\text{SiO}_2 \cdot 2\text{Na}_2\text{O}$	Na_4SiO_4	SiO_4^{4-} tetraedro discreto

35 Particularmente adecuadas son una solución (aproximadamente 50% p/p) de metadisilicato de sodio (suministrada bajo el nombre comercial Hollisil 26® por Holliday Chemical España SA), y una solución de silicato de sodio al 48% suministrada

por Sigma-Aldrich Co., que tiene la fórmula empírica $\text{Na}_2\text{Si}_3\text{O}_7$.

Por lo tanto, la invención proporciona también un látex de caucho que comprende un agente de refuerzo soluble en agua, preferentemente un silicato soluble en agua, más preferentemente silicato de sodio.

5 El látex de caucho se proporciona preferentemente como un látex de caucho compuesto, tal como será evidente para las personas con conocimientos en este campo particular. Preferentemente, se añade una solución de un agente de refuerzo soluble en agua a un látex de caucho compuesto. En particular, los presentes inventores prefieren añadir una solución acuosa, preferentemente una solución acuosa diluida, de silicato de sodio a un látex de caucho compuesto. El silicato de sodio tiene la ventaja de ser un material relativamente barato y ampliamente disponible.

Una formulación general adecuada para la producción, por ejemplo, de preservativos de látex de caucho natural es:

Función Ingrediente	Intervalo (pphr = partes por cien partes de caucho)
Látex	100
Estabilizadores	0,40-0,80
Agente de vulcanización	0,45-0,75
Ajustador de pH	0,05-0,10
Activador de vulcanización	0,45-0,75
Acelerador	0,40-0,75
Antioxidante	0,15-0,29
Agente de refuerzo	0,1-10
Agua amoniacal	Según sea necesario

10

Por ejemplo, la formulación anterior puede ser usada para preparar un látex de caucho natural compuesto que contiene un silicato soluble en agua como agente de refuerzo. Los ingredientes de retención pueden ser seleccionados según se desee y los compuestos adecuados son bien conocidos por las personas con conocimientos en el arte de la mezcla de látex.

15

La cantidad de agente de refuerzo en el látex de caucho compuesto es una cantidad de 0,1 a 10 pphr (partes por cien partes de caucho). De manera adecuada, se usa al menos 2 pphr o más. Estas cifras se aplican particularmente a los silicatos solubles en agua, donde se han conseguido resultados particularmente buenos usando cantidades comprendidas en los intervalos 2-8 pphr y 3-7,5 pphr (véase más adelante).

20

En una realización preferida, se añade una solución de silicato de sodio a un látex de caucho compuesto. A continuación, puede ajustarse el pH del látex, por ejemplo, rebajado. Para el silicato de sodio, el pH puede ser ajustado, por ejemplo, de manera que esté por debajo de pH 10. De hecho, dichas condiciones se encuentran frecuentemente durante la formación de película usando látex de caucho compuestos.

25

Los presentes inventores han encontrado que la adición de una solución acuosa de silicato de sodio a un látex de caucho compuesto en el que el pH se ha ajustado a 10 u 11 no reduce la estabilidad del látex. Pueden obtenerse películas que tienen una excelente resistencia al desgarro a partir de dichos látex, y esta fuerza se retiene durante el envejecimiento y el almacenamiento.

30

En principio, la invención puede emplearse usando cualquier látex de caucho adecuado. Los presentes inventores prefieren usar látex de caucho natural, pero pueden usarse otros látex, por ejemplo los basados en cauchos carboxilados, tales como caucho de estireno-butadieno carboxilado y caucho de acrilonitrilo-butadieno carboxilado; cauchos de nitrilo, tales como caucho de nitrilo-butadieno; y cauchos de poliisopreno sintéticos, así como muchos otros tipos de caucho. La fabricación de dichos látex de caucho es bien conocida y no se describirá adicionalmente.

35

Pueden obtenerse artículos de caucho, tales como preservativos y guantes, que tienen buena resistencia al desgarro antes y después del envejecimiento o del almacenamiento a partir de un látex de caucho preparado según la invención mediante inmersión de los formadores preparados y conformados adecuadamente en el látex y el secado y la vulcanización (si se requiere) del depósito obtenido de esta manera. Dependiendo del tipo de artículo a fabricar, el formador puede ser sumergido más de una vez en la mezcla o puede ser sumergido en un coagulante antes de la

inmersión en la mezcla, aunque un baño en coagulante no es preferente. Estas y otras variantes son bien conocidas por las personas con conocimientos en la técnica de la tecnología de inmersión en látex. El caucho es preferentemente caucho natural pero, tal como se ha indicado anteriormente, pueden usarse otros cauchos.

En una realización preferida, el procedimiento de la invención incluye una o más de las siguientes características:

- 5 1. Prevulcanización - preferentemente prevulcanización durante 14 horas a 60°C.
- 2. Maduración - preferentemente enfriar el látex y añadir más óxido de zinc (agente de vulcanización) y madurar a temperatura ambiente durante siete días.
- 3. Reserva – mezclado de etapa final - preferentemente añadir más óxido de zinc y azufre según sea apropiado y calentar a 40°C durante 18 horas.
- 10 4. Añadir solución de agente de refuerzo - preferentemente solución de silicato de sodio - y dejar reposar a continuación ajustar la viscosidad antes de la transferencia a la planta.

De esta manera, el procedimiento de la invención en general, puede incluir dejar el látex en reposo después de la adición del agente de refuerzo, y ajustar la viscosidad.

15 Los presentes inventores han encontrado que la adición del agente de refuerzo (por ejemplo, silicato de sodio en la etapa de reserva, es decir, después de la finalización de la prevulcanización) proporciona una mejor mejora de desgarramiento que su adición en la etapa de prevulcanización y es más fácil de procesar.

El pH de la solución de silicato es preferentemente pH 10 o mayor y se añade preferentemente como una solución al 50% en agua. Preferentemente, el látex se deja en reposo después de que se ha mezclado el silicato. A continuación, se mide la viscosidad y se ajusta si es necesario antes de añadir el látex a la planta de inmersión.

20 Los presentes inventores han encontrado que las películas de látex de caucho fabricadas según el procedimiento de la invención muestran ventajas en comparación con las películas fabricadas usando látex que comprenden agentes de refuerzo en partículas tradicionales. En particular, el módulo de las películas de la invención no se ve afectado por el uso de una solución de agente de refuerzo en el látex. Por el contrario, con el refuerzo en partículas, se ha encontrado que los niveles de los módulos suben con el nivel de refuerzo. Esto se ilustra adicionalmente en los Ejemplos 4 y 5 a continuación.

25 La invención se ilustra adicionalmente mediante los siguientes Ejemplos.

Ejemplo 1

El producto (película) se preparó usando la formulación generalizada básica anterior, con diferentes niveles de solución de silicato sódico oscilando desde 0-10pphr del 48% de solución de silicato de sodio (solución de silicato sódico de Sigma-Aldrich). Las propiedades de desgarramiento se ilustran en la tabla siguiente, y se muestran también gráficamente en la Figura 1.

pphr solución de silicato de sodio	Resistencia al desgarramiento (N/mm)
0	32,9
2	62,3
3	69,4
5	93,9
7,5	82,5
10	72,2

30 La resistencia al desgarramiento determinada usando piezas de desgarramiento en ángulo y sin cortes (según la norma British Standard BS903 parte A3). Todos los datos son la media de 10 mediciones. Solución de silicato de sodio = 48% p/p de silicato de sodio en agua.

35 La superior resistencia al desgarramiento observada cuando se usa silicato de sodio por encima de 2pphr puede observarse claramente.

Ejemplo 2

5 El producto (película) se preparó también como en el Ejemplo 1 usando Hollisil 26 (silicato de sodio) de Holiday Chemical España SA, que es una solución al 48% p/p - que proporciona una carga de silicato de sodio de 2,392 pphr. Esto proporcionó las siguientes propiedades físicas. Los datos de control son del producto preparado sin la adición de solución de silicato sódico al látex. Aunque la mayoría de las propiedades son comparables, la resistencia al desgarro muestra un aumento de valor superior al doble.

Producto	Resistencia a la tracción, MPa	Alargamiento a la rotura, %	Volumen de explosión dm ³	Resistencia al desgarro N/mm
Control	29	834	47	44,4
Reforzado	33	907	40	100,5

Ejemplo 3

Las películas preparadas según el Ejemplo 2 se sometieron a envejecimiento acelerado para determinar la estabilidad de la mejora en la resistencia al rasgado y los resultados fueron:

	Resistencia a la tracción, MPa			Resistencia al desgarro, N/mm		
	Inicial	2 días @ 70°C	28 días @ 70°C	Inicial	7 días @ 70°C	28 días @ 70°C
Control	29	32	27	44	42	34
Reforzada	33	34	28	101	85	61

10

Los datos demuestran que el aumento relativo en la resistencia al desgarro prácticamente no se afectado por el envejecimiento acelerado.

Ejemplo 4

15 Las películas se prepararon a partir de una formulación que contenía un metasilicato de sodio (metasilicato de sodio BDH obtenido de VWR International). Este fue suministrado como un sólido y se disolvió en agua al 25% p/p antes de ser añadido al látex siguiendo el mismo procedimiento que para el meta-disilicato de sodio (el Ejemplo 2 anterior), para dar un contenido final de metasilicato de sodio de 2,392 pphr (es decir, el mismo nivel que para el metadisilicato de sodio).

Las propiedades eran las siguientes:

Película	Resistencia al desgarro N/mm	Esfuerzo (MPa) a x% de deformación		
		100	300	500
Control	42	0,65	1,18	2,88
Metasilicato de sodio 2,392 pphr	89	0,61	1,07	2,22

20 Tal como puede observarse, el uso de metasilicato de sodio proporcionó una mejora significativa en la resistencia al desgarro, mientras que los datos del módulo (el esfuerzo a deformaciones especificadas) muestran que la inclusión del silicato no afecta negativamente al módulo.

Ejemplo 5

25 Los módulos de las películas preparadas según la invención se investigaron adicionalmente con relación a las películas preparadas usando agente de refuerzo en partículas tradicional.

La medición usada, el esfuerzo a x% de deformación, es una buena indicación de la comodidad experimentada por el usuario del preservativo mientras está usando el preservativo. Es decir, cuánto mayor es el esfuerzo, más apretado se siente el preservativo y para algunos usuarios esto se traduce en un aumento de la incomodidad.

De manera similar, cuánto mayor es el esfuerzo, menos fácil será desenrollar el preservativo sobre el pene. De esta

5 manera, serán preferentes los preservativos con una mayor resistencia al desgarro, pero sin el consiguiente aumento esperado en los módulos a bajo esfuerzo (o esfuerzo a x% de deformación) con relación a los preservativos que tiene módulos mayores. La tabla siguiente compara los datos de esfuerzo para las películas preparadas según la invención con las preparadas según el documento GB2321902 y demuestra que las películas actuales no muestran ningún aumento en el esfuerzo con relación a los valores de los preservativos de control que no contienen silicatos. Por el contrario, los ejemplos del documento GB2321902 muestran un aumento del esfuerzo con relación a los valores de control.

Formulación envejecida 7 días @ 70°C	Esfuerzo (MPa) a deformaciones (%) especificadas		
	100	300	500
Control	0,62	1,19	2,35
Metadisilicato de sodio 2,392 pphr	0,63	1,17	2,30
Metasilicato de sodio 2,392 pphr	0,62	1,16	2,29
GB2321902 Ej. 1	0,70	1,31	2,62
GB2321902 Ej. 2	0,69	1,30	2,60
Ej. 1 = 2pphr Cab-O-Sperse Xplat 6			
Ej. 2 = 1 pphr Cab-O-Sperse Xplat 6 + 1 pphr Lutofan LA951 Cab-O-Sperse Xplat 6 y Lutofan LA951 tal como se describe en el documento GB 2321902.			

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un procedimiento de fabricación de una película de látex de caucho reforzado, cuyo procedimiento comprende proporcionar un látex de caucho, añadir al látex una solución de un agente de refuerzo, a continuación, formar una película a partir del látex, en el que la cantidad de agente de refuerzo en el látex es de 0,1 a 10 partes por cien partes de caucho (pphr).
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que se añade al látex una solución de un silicato soluble en agua.
3. Procedimiento según la reivindicación 2, en el que el silicato es silicato de sodio.
4. Procedimiento según la reivindicación 3, en el que el silicato es metasilicato de sodio o metadisilicato de sodio.
- 10 5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el pH de la solución añadida al látex es pH 10 o superior.
6. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el látex de caucho se prevulcaniza antes de la adición de la solución de agente de refuerzo.
7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que, después de la adición de la solución de agente de refuerzo, el pH del látex se reduce por debajo de su valor inicial.
- 15 8. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la cantidad de agente de refuerzo es de 2pphr o superior.
9. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 2 a 8, en el que la solución es una solución acuosa al 40-60% p/p de un silicato soluble en agua.
- 20 10. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la película de látex de caucho se forma mediante inmersión, moldeo o pulverización electrostática.
11. El uso de un silicato soluble en agua como un agente de refuerzo para las películas de látex de caucho y artículos fabricados a partir de las mismas en el que la cantidad de agente de refuerzo en la película de látex de caucho es de 0,1 a 10 partes por cien partes de caucho (pphr).

FIGURA 1

