

182567

PATENTE DE INVENCION.

RUBBER RECLAMATION

(CHEMICAL)



182567

MEMORIA DESCRIPTIVA

SOBRE:

"PROCEDIMIENTO PARA LA RECUPERACION DE CAUCHO"

SOLICITANTES: FRANK HARRIS COTTON, residente en: 43, Cedar Avenue, East Barnett, Hertfordshire, Inglaterra, y PERCY ALBERT GIBBONS, residente en: 96, Ealing Village, Hanger Lane, LONDRES, W. 5 - Inglaterra.

Este invento se refiere a un procedimiento para la recuperación de desperdicios de caucho vulcanizado. Los objetos de este invento son lograr una plastificación más rápida del caucho vulcanizado y una recuperación más

5. completa de los desperdicios de este material, por un procedimiento más rápido que los hasta ahora empleados, con menos etapas y menos maquinaria. Como objetos subsidia-

rios de este invento figuran el conservar los materiales convirtiendo las fibras textiles frecuentemente asociadas

10. con el caucho vulcanizado, en un ingrediente de composi-



182567

ción finamente dispersado.

- De acuerdo con este invento, un procedimiento para la recuperación de desperdicios de caucho vulcanizado, especialmente material compuesto que contenga caucho vulcanizado y tejidos o materiales textiles (tal como las cubiertas usadas de ruedas de vehículos) comprende el someter una masa de pedazos del material de desecho a una intensa acción mecánica en un mezclador cerrado y calentado de tal modo que la temperatura de la masa se eleve entre 180° y 300°C., (con preferencia alrededor de 220°C. dependiendo la temperatura máxima, en grado limitado, del tipo y tenacidad inicial del material de caucho) en presencia de oxígeno con objeto -y en el grado necesario- de conseguir, en combinación con la acción mecánica citada bajo la acción del calor, el ablandamiento del desecho sin resinificación apreciable del mismo y el someter luego la masa reblandecida al proceso de calandrado y análogos, corrientes al tratarse de caucho virgen.
- 15.
- 20.
- 25.

- Con preferencia, los pedazos de material de desecho se someten a una calefacción preliminar alrededor de 150 a 190°C. Puede hacerse ésto por caldeo con vapor directo, o calentando primero en agua caliente y luego en una vasija o receptáculo cerrado de vapor. Debe tenerse presente que, durante esta calefacción preliminar, el material se mantiene prácticamente fuera de contacto con el oxígeno, aunque la presencia de pequeñas cantidades de este gas, debidas a la oclusión, no es perjudicial para el procedimiento.
- 30.
- 35.

- Este invento incluye también un proceso, de acuerdo con lo antes indicado, en el que se añade al material
- 40.



- en tratamiento un agente catalítico de reblandecimiento, tal como fenilhidracina, tiofenol, aldol-naftilamina, aldol- -naftilamina, mercaptobenzotiazol, xilil-mercaptan, o naftil-mercaptan, agente catalítico, que, mientras el
45. caucho se encuentra bajo influencias mecánicas, acelera la forma deseable de ataque por el oxígeno que da lugar al re blandecimiento del caucho ayudando al mismo tiempo a supri mir la forma secundaria de oxidación que conduce a la resi nificación o deterioro del caucho.
50. Se ha propuesto ya preparar recuperados de cau cho sometiendo desperdicios prácticamente libres de fibras, en estado sólido desintegrado, a la acción de oxígeno y ca lor con objeto de -y en el grado conveniente para- asegurar la plastificación. A diferencia de esta propuesta, este in-
55. vento se caracteriza por el uso conjunto de ataque contro lado por el oxígeno y de intensa acción mecánica a tempera tura elevada, característica que, entre otras, tiene la ven taja importante de permitir la conversión directa en recu perado útil, de materiales de desecho que contengan canti dades apreciables de material fibroso.
60. De acuerdo con una característica secundaria de este invento, en las últimas fases de la operación de molienda y caldeo (o, como variante, en una fase primitiva de esta operación) puede añadirse al material reblandecido
65. un sólido en forma de polvo fino, de la naturaleza de una carga, que es absorbido por el caucho primeramente reblandecido y que, de este modo, ayuda a triturar y a reblandecer cualesquiera partículas no plastificadas de caucho vul canizado que puedan encontrarse presentes.
70. La cantidad de oxígeno empleada en el procedi-



182567

- miento a que este invento se refiere, se controla con objeto de -y en el grado necesario para- conseguir, en combinación con la intensa acción mecánica bajo la acción del calor, el reblandecimiento del desecho sin resinificación apreciable del mismo. El oxígeno puede aplicarse de cualquier modo deseable, y puede presentar la forma de aire o de un compuesto que produzca oxígeno en las condiciones de trabajo. Como regla general, puede decirse que la cantidad de oxígeno empleada para el fin indicado, es del orden de
75. 0,1% a 0,4% en peso, o menos, del caucho sometido a tratamiento. En la práctica, sin embargo, se admite en el interior del mezclador una proporción algo mayor de oxígeno, por ejemplo 1% en peso del caucho tratado, ya que únicamente una proporción del oxígeno admitido, establece contacto
80. íntimo con el desecho de caucho. Se comprenderá por tanto, que el contenido de oxígeno es variable en cierto grado, y que las mejores condiciones de trabajo para una carga dada, han de determinarse por ensayo previo. Si se admite mucho oxígeno o se permite una exposición al mismo demasiado prolongada, el producto se transforma en superplastificado, y puede ser de menor resistencia al alargamiento y a la tracción, en comparación con el material adecuadamente tratado y además, poseerá un olor molesto y estará más expuesto a inflamarse al descargar. Si se excluye el oxígeno del mezclador, o si su concentración se reduce indebidamente por
85. ejemplo por la introducción de vapor, bióxido de carbono o nitrógeno, por ejemplo, el material de desecho se desmenuza, pero no se plastifica adecuadamente y el "recuperado" obtenido resulta muy seco y difícil, si no imposible, de preparar en planchas y de refinar por los métodos corrientes.
- 90.
- 95.
- 100.



De todos modos, los detalles que figuran en los ejemplos siguientes serán suficientes para guiar a cualquier perito en la materia a determinar por medio de un ensayo previo, las mejores condiciones de trabajo en cualquier caso  
105. dado.

Al aplicar este invento en la práctica, las cubiertas u otras formas de desecho de caucho se inspeccionan primero y se clasifican en grados, y las piedras de tamaño relativamente grande, clavos, objetos metálicos y  
110. otros materiales extraños, se eliminan a mano o por medios mecánicos. Las cámaras se separan de los metales, bien por corte de los talones, o bien de otro modo.

Las cubiertas y otras formas de desperdicio de caucho se cortan luego en secciones convenientes para el  
115. tratamiento mecánico ulterior. Así, las cámaras se cortan por conveniencia con grandes cizallas en pedazos de 5 a 30 6 cm. de largo, de acuerdo con la capacidad y resistencia mecánica de las máquinas de molturación que más adelante se describen.

A continuación los pedazos de cubiertas u otras formas de desperdicios de caucho vulcanizado, se introducen en una vasija de vapor o autoclave con camisa de vapor, preferiblemente preparado con una o más puertas de acción rápida y sin pasadores. En el interior de dicha vasija se ca-  
125. lientan entre 150°C y 190°C., por medio de vapor vivo, el desecho de caucho que puede contener -o no- géneros tejidos de algodón, etc. Esta parte del procedimiento tiene dos objetos, a saber: primero, reducir la resistencia del caucho vulcanizado y del algodón, disminuyendo así el esfuerzo que  
130. opondrá a la máquina molturadora empleada en la fase si-



guiente; segundo, conseguir una temperatura elevada al principio de la operación siguiente, de modo que la temperatura máxima deseada pueda alcanzarse lo más rápidamente posible.

- Los pedazos de cubierta calientes u otras formas
135. de desperdicio de caucho, completos, con el tejido de algodón, si existe, se introducen directamente por medio de un saetín o mediante una correa transportadora, a un mezclador de gran tamaño, cerrado e interior del tipo Bridge-Banbury, Shaw Intermix, Baker-Perkins Universal, u otro similar adecuadamente modificado, provisto de dos rotores y empleado
140. en la industria del caucho para mezclar compuestos de caucho y moler desperdicios del mismo.

- En estas máquinas conocidas, es práctica corriente enfriar el cilindro mezclador, los rotores y otros órganos de estas máquinas, por medio de agua; pero en este procedimiento la camisa, rotores, etc., se calientan por medio de vapor a temperatura elevada, agua recalentada, difenil-óxido o de otro modo, a una temperatura de 130 a 160°C., o más elevada, reduciéndose a un mínimo el enfriado, revis-
145. tiendo o calorifugando la camisa y todos los elementos que precisen esta protección. Como variante, la cámara de mezcla puede elevarse a la temperatura necesaria por el trabajo preliminar de una masa o por caldeo directo. En el interior del mezclador, el desperdicio de caucho, caliente, se
150. somete bajo la acción del calor, al esfuerzo mecánico resultante de la molienda y mezclado; se admite una pequeña cantidad controlada de oxígeno o aire, para dar lugar al reblandecimiento deseado del caucho vulcanizado, sin que se produzca la indeseable formación de resina. Inmediatamente
155. se empieza a mover el desperdicio caliente de caucho en el
- 160.



mezclador interno calentado; la fricción entre el caucho y los órganos móviles de la máquina, y la fricción interna del caucho y del tejido, a su vez, producen el aumento rápido de la temperatura a un máximo comprendido entre 190  
165. y 250°C, dependiente del tipo de desperdicio, de la eficiencia de la máquina empleada y de las condiciones del tratamiento.

El sometimiento del caucho vulcanizado a los esfuerzos mecánicos, durante la calefacción, lo activa grandemente para el ataque por el oxígeno, y empieza rápidamente a reblandecerse. Se elimina toda humedad residual, que se hace escapar de la máquina de molturación.  
170.

La consecución de la temperatura máxima en el interior del mezclador, indica la proximidad del final de la molturación efectiva. Corrientemente, se comprueba que en esta fase, parte por lo menos del caucho se ha reblandecido notablemente y que la mayor parte, si no todo el tejido (si existe) se ha desintegrado, pero una proporción del caucho puede permanecer como pequeñas partículas en una matriz plástica.  
175.  
180.

Con muchos tipos de desperdicio de caucho vulcanizado, es conveniente, aunque no esencial, introducir en el mezclador, por ejemplo junto con los pedazos de cubierta u otros desechos de caucho, una pequeña cantidad de un agente catalítico de reblandecimiento que sirve: (a) para estimular la forma deseada de ataque por el oxígeno que conduce a la plastificación del caucho vulcanizado, y (b) para ayudar a suprimir la indeseable oxidación subsiguiente. El catalizador más conveniente hasta ahora encontrado, es la  
185.  
190. fenil-hidracina, que puede emplearse, por ejemplo, en la

182567

- 8 -



proporción de 0,05% a 1% según la naturaleza de la materia prima. Otros catalizadores son el tiofenol, la aldol- -naftilamina, aldol- -naftilamina, mercaptobenzotiazol, xilil-mercaptan y naftil- -mercaptan. Pueden emplearse juntos varios de estos catalizadores. La introducción de un gas reductor tal como el anhídrido sulfuroso, o de un gas inerte tal como el anhídrido carbónico, vapor, o los productos de descomposición del carbonato amónico, puede ser ventajosa para ayudar a suprimir la indeseable oxidación, formadora de resinas, durante las últimas fases del procedimiento de molturación y mezcla.

195.

200.

En la fase en que se obtiene en el mezclador la temperatura máxima, o cerca de ella, puede añadirse una proporción de polvo seco tal como negro de humo, hollín, caolín, carbonato ligero de magnesia, kieselguhr, sílice comercial o blanco de España. Ventajosamente el polvo puede calentarse con anticipación. Este polvo es rápidamente absorbido por el caucho primeramente reblandecido (por ejemplo, el caucho de la superficie de fricción y la capa de revestimiento de una cubierta), en el cual forma una mezcla tenaz, que inmediatamente empieza a trabajar con fricción más eficaz que la que el caucho reblandecido podía ejercer previamente contra cualesquiera partículas vulcanizadas y no plastificadas. La temperatura del mezclador, asciende de nuevo, y al cabo de poco tiempo se comprueba que la mezcla es prácticamente homogénea.

205.

210.

215.

La cantidad y naturaleza de polvo seco necesaria en esta fase, depende de la tenacidad y grado de envejecimiento o "curación" del caucho vulcanizado inicial. En general, cuanto más finas sean las partículas de la carga,

220.

182567



tanto mayor será su efecto en la producción de fricción y calor interno. Cuanto más viejo y blando es el desperdicio vulcanizado que se emplea, tanto menos polvo se precisa. Con cubiertas duras, se han empleado con éxito cantidades de hasta el 30% en peso del desperdicio primitivo. El período total de molturación y plastificación, varía con la carga y también con la edad del caucho vulcanizado en tratamiento, pero es del orden de 30 minutos.

230. De modo análogo, puede realizarse una recuperación y composición simultáneas introduciendo en la masa de desperdicio de caucho que se encuentra en la cámara del mezclador, en el momento adecuado, las cargas u otros materiales que se desee combinar con el producto recuperado. Esto es sobre todo aplicable a los casos tales como la preparación de artículos de ebonita partiendo directamente de desperdicios de caucho vulcanizado y de ebonita de desecho, 235. ambos materiales en forma de pedazos grandes.

El material se descarga del mezclador interior en estado plástico (con preferencia después de la adición de un poco de agua, 1% a 3%, inmediatamente antes de la descarga, o rociando con agua para enfriar -por el calor latente del vapor- y proteger el caucho contra la rápida oxidación y posible inflamación) y puede transformarse inmediatamente en planchas y refinarse simultáneamente en rodillos dispuestos muy juntos, tales como los del tipo corrientemente usado para refinar caucho recuperado obtenido por el procedimiento alcalino. Cuando la presencia de impurezas metálicas u otros sólidos lo hagan preciso, el material plástico puede hacerse pasar sin dificultad a través de un colador del tipo de expulsión de husillo o hidráulico. El cau- 240. 245. 250.



cho recuperado resultante, se separa con preferencia de uno de los rodillos en forma de una hoja o plancha delgada, por medio de una fuerte hoja de desprendimiento comprimida contra el rodillo. El caucho recuperado, reducido a

255. hoja delgada, puede cilindrase o arrollarse luego, una capa tras otra, sobre un tambor rotativo del cual puede a continuación cortarse en forma de grandes planchas rectangulares, que pueden espolvorearse con talco o caolín para reducir la pegajosidad superficial. Los rodillos de obtención de las planchas, pueden estar encerrados en una caja

260. a la que se hace llegar vapor o un gas inerte o reductor, a fin de suprimir la oxidación local superficial de la masa plástica caliente.

El procedimiento a que este invento se refiere,

265. se aclara por los ejemplos siguientes:

EJEMPLO 1. Se separaron las partes externas de un gran número de cubiertas y se cortaron en pedazos de 0,9 a 1,8 kgs. de peso cada uno. Se pesaron 50 kgs. de este desperdicio de superficies de rodadura, en dos vasijas de hierro perforado que se introdujeron en una caldera de vapor bien calorifugada. Se cerró la puerta por medio de tornillos, y

270. el desperdicio de caucho se elevó a una temperatura de 174°C introduciendo vapor recalentado a la mayor presión disponible, 5,6 kgs/cm<sup>2</sup>. Al cabo de 30 minutos se redujo rápidamente la presión del vapor en la caldera, y ésta se abrió

275. lo más rápidamente posible.

El desperdicio seco y caliente se trasladó inmediatamente a la cámara interna de un mezclador interior "Bridge-Banbury" n° 3. En producción continua, deben adoptarse las máximas precauciones para conseguir la máxima

280.



temperatura del desperdicio y las pérdidas mínimas de calor, durante el traslado de la caldera al mezclador.

285. La cámara del mezclador interior, contrariamente a la práctica común, se había elevado a una temperatura lo más alta posible, dirigiendo vapor a presión a las paredes, rotores y puerta corrediza.

290. El mezclador "Bridge-Banbury" nº 3, tiene una tolva de alimentación encima de la cámara de mezcla y conectada a ésta por un tragante cilíndrico vertical en el que resbala un "peso flotante" acoplado por un vástago vertical de pistón, a un pistón de un cilindro neumático situado encima de la tolva. La presión hacia abajo que actúa sobre el peso flotante puede ser de 4,2 a 5,6 kgs./cm<sup>2</sup>. El peso flotante asciende y desciende durante la mezcla y ejerce una acción de bomba. El peso flotante actúa como puerta de confinamiento para el contenido del mezclador.

295. Los pedazos secos y reblandecidos de desperdicio de superficie de rodadura, calientes, se redujeron rápidamente a una masa molida y expuesta a la acción de una cantidad regulada de aire introducida en la cámara de mezcla durante el proceso, por la acción de bomba del peso flotante. Debido en gran parte a la fricción proporcionada por la presión de aire a 4,2 kg./cm<sup>2</sup> sobre el peso flotante, la temperatura, durante esta etapa ascendió de 140°C a cerca de 220°C. La relación entre la temperatura registrada de la cámara de mezcla y la verdadera temperatura de la masa de desperdicio de caucho, se determinó descargando el material a una temperatura conocida y permanente de la cámara de mezcla y observando la temperatura del material caliente por medio de termómetros introducidos en incisiones pro-

300.

305.

310.



fundas practicadas en la masa blanda. Como resultado del desmenuzado y molturación a elevada temperatura, mientras se encontraba sometido a la acción de un suministro limitado de oxígeno, el desperdicio de caucho se plastificó y, al  
315. cabo de un período que no excedió de 30 minutos en ninguna de las pruebas de ensayo realizadas, el desperdicio se descargó en forma de grandes terrones plásticos de aspecto análogo a un caucho compuesto con negro de humo.

Durante los ensayos, se comprobó que el método  
320. más eficaz para impedir la indeseable oxidación que se presenta cuando el caucho recuperado y muy caliente se descarga del mezclador, es la adición de un poco de agua inmediatamente antes de la descarga; el efecto de refrigeración va acompañado por la producción simultánea de vapor.

325. La masa plástica se hizo atravesar un laminador, y luego se trasladó inmediatamente al hueco reducido de una calandra de dos rodillos del tipo normalmente empleado en la industria del caucho y en la que los rodillos se calentaban y giraban a velocidades de fricción. El desperdicio  
330. recuperado, formó inmediatamente una delgada película alrededor del rodillo más rápido y, después de cuatro pasadas se dirigió, por medio de una hoja de desprendimiento, a un tambor rotativo, transformándose en planchas de 2,5 cm. de espesor aproximadamente. El recuperado terminado se cortó  
335. a continuación longitudinalmente, se desprendió del tambor y se espolvoreó con arcilla o talco para eliminar la pegajosidad superficial. -

En aspecto, contextura y olor, resultaba difícil distinguir el producto del recuperado obtenido por métodos  
340. todos anteriormente establecidos.



EJEMPLO 2. Se realizaron varios ensayos, en los que el procedimiento general fué el mismo que se ha descrito en el Ejemplo 1. Se añadió una pequeña cantidad de un agente catalítico de reblandecimiento a la masa caliente y a la cámara de mezcla, y se comprobó que favorecía el proceso de plastificación, reduciendo el tiempo necesario en la cámara de mezcla y el trabajo en los laminadores; las "colas" o partículas no recuperadas eran más blandas, y su proporción mucho menor. La cantidad de catalizador necesaria no excedió del 1%, dando resultados muy satisfactorios la cuarta parte de esta proporción.

Los agentes catalíticos de reblandecimiento que se emplearon, fueron la fenil-hidracina, el xilil-mercaptan y el mercaptobenzotiazol.

En el curso de estos ensayos se comprobó que la adición de 0.1 a 0,3% de carbonato amónico resultaba útil para suprimir la oxidación indeseable durante el verdadero proceso de masticación. La conveniencia o improcedencia de esta protección, queda indicada por la naturaleza del olor que se desprende del mezclador.

EJEMPLO 3. En este ensayo, se cargaron en la caldera de vapor 45,5 kgs. de pedazos grandes de cubiertas destalonadas; el producto recuperado final contenía todo el tejido descompuesto, en forma de un ingrediente de carga, finamente dispersado. El procedimiento fué similar al descrito en los Ejemplos 1 y 2, con las modificaciones siguientes:

Se obtuvieron mejores resultados por la adición de 0,5% de fenil-hidracina a la masa al principio del proceso, y 0,3% de carbonato amónico hacia el final, para contrarrestar la mayor tendencia a la indeseable oxidación, po-



siblemente debida a la proporción relativamente elevada de tejido presente.

375. Aunque la temperatura alcanzada fué algo inferior a la del Ejemplo 1, o sea 200°C., la masa plástica descargada proporcionó una película delgada excelente, de producto recuperado, a su primer paso a través de los laminadores.

380. Se obtuvo una producción de 90% de producto recuperado de primera calidad y la mayor parte del 10% restante servía como producto recuperado, perfectamente útil, de segunda calidad.

EJEMPLO 4. Para este ensayo se cortaron en trozos largos 54,50 kgs. de forros de cable, que se sometieron al mismo procedimiento descrito en los Ejemplos 1 y 2, con las modificaciones siguientes:

385. Dado que el desperdicio estaba en forma de tubos de sección relativamente delgada, el período de calefacción preliminar en la vasija, se redujo a 20 minutos. Es una característica del procedimiento, el que durante el tratamiento, la temperatura del desperdicio que se encuentra en el mezclador pasa por un máximo y éste junto con el amasado, indicado por los golpes del peso flotante, sirve como guía para la terminación del ensayo. Con pedazos arrancados de cables se comprobó la posibilidad de reducir a 20 minutos el tiempo de permanencia en el mezclador. Quedó evidenciado que con el logro de temperaturas iniciales más elevadas, y con un ascenso más rápido, el período de permanencia en el mezclador podía reducirse apreciablemente en todos los casos.

400. La masa plástica resultante se laminó bien al primer paso y, en el segundo, proporcionó un producto recu-



perado de aspecto análogo a cualquiera obtenido por otros procedimientos.

405. Se consiguió un rendimiento de 88% de producto recuperado de primera calidad; el resto era de una segunda calidad perfectamente útil.

Con cables gruesos, se observó que la adición de 0,2% de agente catalítico de reblandecimiento, favorecía el proceso de plastificación y daba un producto más blando que podía tratarse con mayor facilidad.

410. La temperatura de los forros de cable en la vasija era de unos 170°C y, en el mezclador, de 200°C.

EJEMPLO 5. Se cargaron en la vasija y se expusieron a vapor a 171°C. durante 20 minutos 52,25 kgs, de cámaras rojas de automóvil, sin válvulas metálicas. El procedimiento  
415. seguido a continuación fué el descrito en los Ejemplos 1 y 2; la masa plástica se descargó del mezclador al cabo de 24 minutos. La temperatura alcanzada en el mezclador fué de 210°C. aproximadamente.

420. La masa plástica resultante proporcionó una hoja delgada y con nervios en los laminadores y un rendimiento de 84% de producto recuperado de excelente aspecto después de tres pasadas; la totalidad del 16% restante sirvió como producto recuperado, útil, de segunda calidad.

425. La adición de una cantidad muy pequeña 0,1%, de agente catalítico de reblandecimiento, favorecía el proceso de plastificación, pero no era esencial.

EJEMPLO 6. Se realizaron una serie de ensayos de prueba, empleando 54,50 kgs. de cámaras de bicicleta en cada uno de ellos. La temperatura máxima alcanzada en el mezclador,  
430. varió entre 190 y 220°C.



Después del período inicial de calefacción en la vasija, se comprobó la posibilidad de completar el proceso en el mezclador en períodos de menos de 17 minutos.

En todos los casos se obtuvo fácilmente un excelente producto de recuperación nervado, sorprendentemente similar al crepé de caucho bruto masticado, en su comportamiento en el laminador. La inclusión de una pequeña proporción de agente catalítico de reblandecimiento, por ejemplo, 0,2% de fenil-hidracina, condujo a la obtención de un material muy suave. El producto vulcanizado, resultó análogo al obtenido en ausencia de agente catalítico de reblandecimiento, excepto que presentaba un coeficiente algo inferior.

Con producto recuperado, preparado por este procedimiento, partiendo de cámaras de bicicleta, resultó innecesario el refinado. Esto se aplica también a las caretas de máscaras anti-gas y desperdicios análogos de caucho. El rendimiento fué casi del 100%.

EJEMPLO 7.- Para los ensayos de prueba a que este Ejemplo se refiere, se utilizó un pequeño mezclador interno. La materia prima era desperdicio molido de superficie de rodadura de cubiertas, y no se realizó calefacción preliminar. Se cargaron 2,6 kgs. del desperdicio molido y frío, en la cámara de mezcla de un pequeño mezclador interno que por experiencia había mostrado que podía admitir un máximo de 2,3 kgs. de desperdicio análogo en pedazos grandes sin moler. La temperatura inicial del mezclador, fué de 152°C. y descendió al introducir el desperdicio frío, ascendiendo luego a 190-200°C, aproximadamente, al continuar la molienda, aplicándose una presión de aire de 5,60 kgs./cm<sup>2</sup> al pe-



so flotante.

Al cabo de 10 minutos se retiró una muestra y aunque pudo laminarse y acusaba un cierto grado de recuperación, ésta no era completa en modo alguno.

465. A continuación se introdujo oxígeno puro procedente de un depósito en el que estaba sometido a una presión de 40 atmósferas, haciéndole actuar sobre la masa de desperdicio, a través de un tubo de la pared de la cámara de mezcla. Aunque la cantidad de oxígeno entrante, representaba el 1% en peso del desperdicio de caucho, solo una cantidad relativamente pequeña del gas llegó a establecer contacto real con el desperdicio, en las condiciones del experimento.

475. Casi inmediatamente, la masa molida se convirtió en una masa plástica, cambio que acusaron los movimientos del pistón del peso, y la temperatura aumentó rápidamente en 10° aproximadamente. A los 15 minutos se descargó una masa plástica que proporcionó una excelente película de material recuperado, a la primera pasada. Todo el proceso, desde el desperdicio molido y frío a los rollos terminados de producto recuperado y nervado, duró solo 20 minutos. El rendimiento ascendió casi al 100%.

480. EJEMPLO 8.- Se colocaron en una rejilla metálica y se hicieron descender a una vasija con camisa de vapor, 2 kgs. de una masa mezclada de cubiertas completas destalonadas cortadas en pedazos de 150 a 250 gramos cada uno. Se atornilló la tapa, y el desperdicio de caucho se elevó a la temperatura de 176°C. por medio de vapor a presión elevada (8,09 a 8,79 kgs./cm<sup>2</sup>) a la que los pedazos de desperdicio de cubiertas se expusieron durante 30 minutos. En la

485.

490.



primera etapa, una corriente libre de vapor a través de la vasija, eliminó el aire presente.

Al final de este período, se soltó bruscamente la presión del vapor en la vasija interior, se abrió ésta lo más rápidamente posible y el desperdicio seco y caliente se trasladó a un mezclador interno, calentado por los métodos descritos en los Ejemplos anteriores.

Las temperaturas de la cámara de mezcla ascendieron desde 142°C a cerca de 190°C. al cabo de 14 minutos.

500. En este momento, se introdujeron 100 gramos (5%) de negro de humo caliente de partículas de tamaño fino y de grandes propiedades de refuerzo, en dos partes iguales, en la masa de desperdicio de caucho. El efecto de molienda, aumentó, y la temperatura ascendió rápidamente a 200°C. aproximadamente.

505. Como de costumbre en todos estos Ejemplos, durante el proceso se admitió en la cámara de mezcla una cantidad controlada de aire. Se añadió 1,0% de fenil-hidracina, 0,75% con el desperdicio caliente, y 0,25% con el negro de humo. Empleando estas proporciones se obtuvo el mejor resultado,

510. pero sería suficientemente eficaz una cantidad mucho menor.

La experiencia ha demostrado que se obtienen los mejores resultados cuando la adición de negro de humo se realiza más gradualmente durante un período relativamente prolongado de tiempo, lográndose así una mejor dispersión y una más perfecta acción de molienda.

515.

Al descargar la masa plástica, al cabo de 30 minutos y trasladarla a la reducida separación de un laminador de dos rodillos, se obtuvo una hoja suave y delgada de producto recuperado, con un terminado mate y enteramente libre de evidencia de fibras, que se dejaba trabajar con

520.



extremada facilidad en el laminador y se cilindraba, laminaba y doblaba fácilmente. Las "colas", ésto es, las partículas no recuperadas o transformadas, se redujeron en alto grado.

525. Resultados análogos se obtuvieron empleando cargas tales como los caolines de partículas de tamaño pequeño, del tipo representado por el producto patentado que se vende con la marca comercial registrada "Stockalite", kieselguhr, y carbonato ligero de magnesia; con éste se observó un efecto de tensado o endurecido mucho mayor, que daba lugar a una mayor fricción por una molienda más enérgica y a la conservación del desecho plastificado a su máxima temperatura, durante períodos más prolongados.

EJEMPLO 9.- Se calentaron a la temperatura de 174°C. por exposición durante 30 minutos a la acción de vapor a presión elevada, como antes se ha descrito, 1 kg. de pedazos de cubierta completa destalonada, y 1,5 kgs. de desperdicio de ebonita en grandes pedazos rotos, y se trasladaron inmediatamente a la cámara caliente del mezclador interno.

535. La temperatura se elevó de 145°C. a cerca de 205°C a los 10 minutos, y a los 19 minutos se descargó una masa plástica.

Se había conseguido una perfecta dispersión de ebonita molida en toda la masa de la cubierta completa recuperada, aunque pudieron observarse pequeñas partículas, fácilmente desintegradas por molturación.

545. Al trasladarlo al laminador, el compuesto acusó una marcada tendencia a arrollarse en la separación y proporcionó una hoja basta de producto recuperado mezclado y ebonita molida dispersada.

550.



555. El material se preparó en mezclas, basándose la proporción de azufre añadida en el contenido de hidrocarburos de la cubierta completa recuperada, solamente. Las hojas se curaron a la prensa a 141°C. durante períodos distintos, de acuerdo con las características de vulcanización de la mezcla.

Se obtuvieron sin dificultad planchas de ebonita de buena calidad, que se examinaron por dos fabricantes de este producto, encontrándolas muy satisfactorias.

560. Así se logró, por el nuevo procedimiento, la recuperación y composición simultáneas de desperdicios de caucho y desechos de ebonita, en menos de 1 hora, no precisándose preparación inicial de ninguno de los dos materiales, además del corte de la cubierta completa en pedazos.

565. Se han realizado ensayos de muestras representativas de productos obtenidos por el procedimiento de este invento; los resultados figuran a continuación. En estos ensayos se emplearon las mezclas siguientes, en las que las cifras se refieren a partes en peso.

	A	B
Plancha de caucho ahumada	35,45	
Desperdicio (recuperado)	40,00	100,0
Oxido de cinc	2,50	
575. Negro de humo	17,65	
Acido esteárico	1,70	
Anti-oxidante "Nonox X"	0,60	
Azufre	1,75	5,0
Mercaptobenzotiazol	0,35	
580.	100,00	105,0



A continuación figuran los resultados obtenidos empleando muestras o tipos especiales de productos recuperados, precedidos en cada caso de la descripción y el análisis de la muestra de producto recuperado utilizado.

585. 1 - Recuperado de superficie de rodadura de cubiertas.

Densidad	1,16
Cenizas	10,2
Extracto en acetona	9,6
Extracto en cloroformo	15,8

590. Curación

	A	B	A	B
	25 minutos a 141°C	15 minutos a 141°C	Muestras envejecidas 11 días a 70°C	

Resistencia a la tensión (kgs./cm <sup>2</sup> )	173,6	42,0	168,0	42,0
--	-------	------	-------	------

Alargamiento a la rotura %	550	300	360	100
----------------------------	-----	-----	-----	-----

595. Coeficiente (a 300% alargamiento)	1400	-	2000	-
--	------	---	------	---

2 - Recuperado de cubierta completa (incluyendo el tejido como ingredientes de composición)

Densidad	1,23
----------	------

Cenizas	14,4
---------	------

600. Extracto en acetona	9,9
--------------------------	-----

" en cloroformo	21,3
-----------------	------

	A	B	A	B
<u>Curación</u>	25 minutos a 141°C	35 minutos a 141°C	Muestras envejecidas 11 días a 70°C	

Resistencia a la tensión (kgs./cm <sup>2</sup> )	140,0	29,4	126,0	53,2
--	-------	------	-------	------

605. Alargamiento a la rotura	510	150	300	50
-------------------------------	-----	-----	-----	----

Coeficiente a 300%	1040	-	1800	-
--------------------	------	---	------	---

3- Producto recuperado de forros de cables

Densidad	1,39
----------	------

Cenizas	35,3
---------	------



610. Curación	A		B		A			B		
	25 minutos a 141°C		35 o 25 minutos a 141°C		Muestras envejecidas 11 días a 70°C					
Resistencia a la tensión (kgs./cm <sup>2</sup> )	175,0	46,2	o	37,8	155,4	53,2	47,6			
Alargamiento a la rotura	500	330	o	380	330,	100	130			
615. Coeficiente a 300%	1200	640	o	460	2000					

Una indicación de las buenas propiedades de envejecimiento de los productos recuperados, preparados por el procedimiento de este invento, la suministra la conservación de propiedades tensiles después de envejecer durante 11 días a 70°C.

Los ensayos de tratamiento realizados con el producto recuperado, proporcionaron los datos siguientes:

(a) Mezclador - El producto de recuperación se trabaja fácilmente en rodillos fríos o ligeramente calientes. Se transforma en pegajoso y difícil de retirar, si los rodillos están calientes, y con una separación pequeña pasa inmediatamente al rodillo posterior. Al aumentar la separación y enfriar los rodillos, puede separarse con facilidad; ésto se facilita por la adición de una pequeña proporción de caucho crudo.

(b) Composición - El producto recuperado se mezcla muy fácilmente con caucho crudo o virgen y favorece sensiblemente la dispersión de las cargas añadidas. Se reduce el tiempo de mezcla.

(c) Expulsión - El producto de recuperación, no compuesto, se expulsa fácil y suavemente. Compuesto con proporciones de "Witbro", substituto vulcanizado del tipo de caucho al aceite, pudieron expulsarse tubos suaves de gran diámetro con menos dificultad que con los materiales corrientes para expulsión. La máquina debe mantenerse algo



caliente.

645. (d) Moldeo - Compuesto con azufre solamente o en una mezcla completamente cargada, el producto de recuperación se moldea fácilmente, mejorándose la circulación en el molde por la naturaleza del producto. Se prepararon vulcanizados y ebonitas de caucho blando, que podían compararse favorablemente con los obtenidos de mezclas análogas que contenían caucho crudo o virgen y ningún producto de recuperación.

650.

- N O T A -

655. Habiendo ya descrito ampliamente la naturaleza del invento, así como la manera de llevarlo a cabo en la práctica, se hace constar que los procedimientos anteriormente descritos son susceptibles de ligeras modificaciones de detalle, sin que por ello se altere el principio fundamental del invento. También se hace constar que dicho invento se refiere a una Patente presentada en Inglaterra con fecha 3 de Julio de 1942, bajo el número 577.829, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia de dicho invento y por lo que se solicita Patente de Invención por veinte años en España: "Procedimiento para la recuperación de caucho"; caracterizándose por lo siguiente:

660. 1º - Procedimiento para la recuperación de caucho, que incluye un método para recuperar el caucho de desperdicios de caucho vulcanizado, especialmente material compuesto que contenga caucho vulcanizado y tejido o materiales textiles (tal como las cubiertas usadas) que comprende el someter una masa de pedazos de material de desecho a una acción mecánica intensa en un mezclador cerrado y calentado,

670.



de tal modo que la temperatura de la masa se eleve a entre 180° y 300°C. en presencia de oxígeno con objeto de -y en el grado necesario para- conseguir, en combinación con dicha acción mecánica bajo la influencia del calor, reblandecer el material de desecho sin resinificación sensible del mismo, y luego el someter la masa reblandecida al calandrado y procesos análogos corrientes en la industria del caucho virgen.

675. 2° - Procedimiento para la recuperación de caucho, que incluye un método, según lo especificado en la reivindicación 1, en el que la masa durante el tratamiento se eleva a una temperatura próxima a 220°C.

685. 3° - Procedimiento para la recuperación de caucho, que incluye un método, según lo especificado en la reivindicación 1 o 2, en el que los pedazos de material a tratar se someten a la calefacción previa a una temperatura de unos 150°C, a 190°C. aproximadamente, con preferencia en una vasija de vapor.

690. 4° - Procedimiento para la recuperación de caucho, que incluye un método, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el material sometido al tratamiento se le añade un agente catalítico de reblandecimiento, tal como fenil-hidracina, aldol- -naftilamina, aldol- -naftilamina, mercaptobenzotiazol, 695. naftil- -mercaptan o xilil-mercaptan, agente que acelera, bajo la influencia del calor y del esfuerzo mecánico, la forma deseable de ataque por el oxígeno que da lugar al reblandecimiento del caucho, ayudando a suprimir la forma secundaria de oxidación que conduce a la resinificación y deterioro del caucho. 700.

182567



705. 5º - Procedimiento para la recuperación de caucho, que incluye un método, según lo especificado en la reivindicación 4, en el que el agente catalítico de reblandecimiento es la fenil-hidracina empleada en la proporción de 0,05 a 1,0% con respecto al peso del material tratado.

710. 6º - Procedimiento para la recuperación de caucho, que incluye un método, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que el material se somete a una intensa acción mecánica mientras permanece en una atmósfera de un gas no-oxidante o reductor que contiene una proporción de oxígeno con objeto de -y en el grado necesario para- conseguir el reblandecimiento del desperdicio sin resinificación apreciable del mismo.

715. 7º - Procedimiento para la recuperación de caucho, que incluye un método, según lo especificado en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que al material, mientras está sometido a tratamiento, se le añade una proporción de carga u otro ingrediente de composición, por ejemplo, caolin, kieselguhr, negro de humo, carbonato ligero de magnesia o desperdicios de ebonita.

725. 8º - Procedimiento para la recuperación de caucho, que incluye un método, según lo especificado en la reivindicación 7, en el que la carga u otro ingrediente de composición se añade poco antes o después que el material ha llegado a la temperatura máxima, a continuación de lo cual se continúa durante otro período la acción mecánica bajo la acción del calor.

730. 9º - Procedimiento para la recuperación de caucho, que incluye un método, según lo especificado en la reivindicación 1, y prácticamente tal como se ha descrito



en cualquiera de los Ejemplos anteriores.

10º - Procedimiento para la recuperación de caucho, que incluye el caucho siempre que se recupere por el procedimiento especificado en cualquiera de las reivindicaciones anteriores.

11º - Procedimiento para la recuperación de caucho, tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria, que consta de veintiseis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 23 de Febrero de 1948.

FRANK HARRIS COTTON y PERCY ALBERT GIBBONS

Por Poder de J. GOMEZ ACEBO