

10 MAY. 1953



P.- 23.804
H7928 0/12816
Cas 44 MDH/PC

283995
283995

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

d e

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de MICHELIN & CIE, sociedad en comandita por acciones francesa, establecida en Place du Terrail, Clermont-Ferrand (P. de Dome) Francia.

por:

"PROCEDIMIENTO PARA LA REGENERACION DEL CAUCHO NATURAL O SINTETICO VULCANIZADO "

El invento recae sobre un procedimiento de regeneración del caucho natural y/o sintético vulcanizado, sobre el regenerado en solución obtenido por este procedimiento, sobre las mezclas de caucho natural y/o sintético que contienen esta forma de regenerado y sobre los productos que utilizan tales mezclas de caucho, especialmente los neumáticos y las correas transportadoras o de transmisión.

El caucho regenerado, a causa de su precio de coste, reviste desde hace tiempo una gran importancia

283995



5 económica. En ciertas aplicaciones muy particulares, encuentra un lugar de elección. Pero en general, conviene menos porque en comparación con el caucho de origen se comprueba casi siempre por la introducción del regenerado una disminución de la resistencia al desgaste y un aumento de la pérdida histerética. Ciertamente, se puede esperar superar totalmente este handicap, pero la calidad del regenerado depende mucho del procedimiento que ha permitido obtenerlo. Con frecuencia, habrá que reconocer que la expresión "regenerado" aplicada a un caucho tratado después de vulcanización no es técnicamente correcta, porque parece implicar un retorno a un estado anterior a la vulcanización que no se ha alcanzado verdaderamente nunca hasta ahora, cualquiera que sea el procedimiento empleado.

15 Como es bien conocido, se puede llevar a cabo la regeneración del caucho con tres procedimientos principales: el procedimiento a la sosa, el procedimiento térmico y el procedimiento en solución, de los cuales solamente los dos últimos merecen ser considerados aquí.

20 En el procedimiento térmico, una manera corriente de proceder consiste en dividir el caucho vulcanizado hasta llevarle al estado de "polvillo". Este polvillo puede ser tratado tal cual por el calor, lo que origina una cierta plastificación de la masa de polvillo. Esta plastificación es acentuada más por el "refinado", es decir, una operación de laminado en cilindros. Es corriente añadir al polvillo una cierta cantidad de aceite para facilitar el trabajo mecánico ulterior. Es corriente igualmente añadir agentes peptizantes que permiten reducir la temperatura de regeneración.

283995



Pero como el objetivo final en el procedimiento conocido es obtener un regenerado bastante plástico para ser trabajado, pero sólido, las cantidades empleadas de aceite y de peptizante con relación al polvillo han sido siempre pequeñas. Por lo demás, se evita siempre cuidadosamente obtener un producto demasiado plastificado, por que se pegaría a los útiles de refinado y no se prestaría por este hecho a las operaciones mecánicas ulteriores que son el complemento necesario de este procedimiento de regeneración.

En los procedimientos en "solución" se añade, por el contrario, el disolvente en cantidad suficiente para disolver el caucho a medida de su regeneración. Se hace entonces posible separar por filtración las materias extrañas, tales como las fibras textiles. El disolvente es evaporado luego y queda un residuo de regenerado en forma sólida. Se tiene interés evidentemente en este caso en utilizar un disolvente volátil, siendo por este hecho su recuperación más fácil. Si queda disolvente en el regenerado, no es más que el que no ha sido arrastrado por destilación y nunca se intenta conservar el disolvente en cantidad notable.

El fracaso de los procedimientos conocidos se pone de manifiesto en las limitaciones que hasta ahora restringen el empleo del "regenerado", especialmente cuando se incorpora a mezclas de caucho fresco, lo que constituye su empleo normal. Un examen macrográfico de la mezcla muestra que el regenerado está mal dispersado y que aporta a la goma un elemento de heterogeneidad adicional comportandose más bien como una carga heterogénea, mien-

283995



tras que la desvulcanización hubiera debido conducir a una masa que se pudiera asociar estrechamente con caucho nuevo no vulcanizado. Por consiguiente el regenerado disminuye mucho las propiedades de conjunto de la mezcla.

5 El presente invento tiene por objeto llevar la desvulcanización del caucho vulcanizado más lejos de lo que es el caso en los procedimientos corrientemente empleados.

10 El invento trata también de obtener caucho regenerado sin tener que pasar por un tratamiento mecánico previo a su utilización.

El invento trata igualmente de obtener caucho regenerado en forma fluida o semifluida para su incorporación bajo esta forma a mezclas de goma.

15 Otro objeto del invento es producir un plastificante a base de caucho.

20 El invento tiene todavía por objeto la fabricación de mezclas a base de caucho regenerado en las cuales el caucho regenerado está integrado perfectamente en el elastómero que compone la mezcla.

El invento persigue también una mezcla que tiene, además de un elastómero, regenerado y negro, en la cual el negro está asociado perfectamente con el regenerado y con el elastómero.

25 El invento tiene también por objeto realizar cubiertas de neumáticos que contienen una mezcla a base de elastómero, de regenerado y de negro en la cual el regenerado se integra con el elastómero y en la cual el negro está perfectamente dispersado en el elastómero y en el regenerado.

30

283995



A este efecto, el procedimiento según el in
vento para la regeneración del caucho natural o sintético
vulcanizado consiste, con vistas a la incorporación del
regenerado a mezclas de goma fresca, en dar al caucho una
5 forma dividida, en hinchar las partes divididas del cau-
cho con ayuda de un disolvente no volátil, sin tensión de
vapor notable y compatible con dichas mezclas, en añadir
un agente de desvulcanización y en calentar el conjunto
hasta la obtención de una masa que se ha hecho líquida o
10 semilíquida por la desvulcanización del caucho y su diso-
lución en el disolvente.

El invento se caracteriza además por los pun
tos siguientes tomados separadamente o en combinación:

12) - La masa líquida o semilíquida de re-
15 generado obtenida es incorporada luego tal cual a dichas
mezclas, siendo conservado el disolvente en el producto
final.

20) - La masa líquida o semilíquida de rege
nerado obtenida es utilizada luego en la composición de
20 mezclas como plastificante.

32) - La proporción del caucho regenerado
líquido o semilíquido en la mezcla es de por lo menos 10%,
pudiendo llegar hasta 50% del total de elastómero fresco.

El invento recae todavía sobre los rege
nerados en solución, especialmente en un aceite mineral com
patible y no volátil, preparados con vistas a su adición
a mezclas de caucho, natural y/o sintético. El invento
recae finalmente sobre las mezclas que contienen esta for
ma de regenerado y sobre los productos manufacturados ob-
tenidos con tales mezclas, especialmente los neumáticos y
30

283995



las correas transportadoras o de transmisión.

El invento será mejor comprendido con ayuda de las explicaciones que siguen relativas al procedimiento según el invento y que dan, a título de ejemplos no limitativos, fórmulas de regenerado en solución y variantes de la utilización del regenerado en las mezclas a base de caucho.

Para obtener el regenerado en solución conforme al presente invento, se recurre a los componentes de partida siguiente: caucho vulcanizado en una forma muy dividida, que se designará en lo que sigue de la exposición por "polvillo", un disolvente compatible con las mezclas a las cuales está destinado el regenerado, no volátil y sin tensión de vapor notable hacia 200^o, siendo este disolvente de preferencia un aceite mineral y, finalmente, un agente de desvulcanización.

Este polvillo puede proceder de vulcanizados de caucho natural o de cauchos sintéticos de uso general tal como SBR, polibutadienos, poliisoprenos, etc., pudiendo haber sido empleados estos solos o en mezcla entre sí.

Según el invento, el polvillo puede contener eventualmente varios tipos de vulcanizados sin que sea necesario separarlos o tratarlos separadamente.

El aceite es mezclado con el polvillo en gran proporción, siendo el objeto obtener al fin del proceso un regenerado en forma líquida o semilíquida. La dosis de aceite pueden ser, por consiguiente, bastante variables; prácticamente, no serán inferiores a 45% y podrán llegar a 200% en peso de polvillo. La dosis preferidas son, sin embargo, de 65% a 100% en peso de polvillo.

283995



Cuando se mezcla con el polvillo el aceite que contiene eventualmente el agente de desvulcanización, por ejemplo a razón de aproximadamente una parte de aceite por una parte de polvillo, el aceite pasa espontáneamente al polvillo y se produce el hinchamiento hasta volver a dar una masa seca y granulosa después de la incorporación de toda la cantidad de aceite. Cuando el polvillo está hinchado de aceite con las fuertes dosis previstas, porque se trata de caucho vulcanizado, no hay disolución de este último en el aceite. El agente de desvulcanización es introducido mezclado con el aceite, o bien después y la masa es colocada en una estufa. La reacción de desvulcanización, al deshacer los puentes, divide suficientemente la materia para permitir su disolución en el aceite. Al final de la operación, se saca de la estufa una masa fluida o semifluida que es el regenerado en solución que se propone utilizar conforme al invento. La temperatura y la duración de la operación dependerán de la cantidad y de la naturaleza del agente de desvulcanización empleado. Es de interés no elevar demasiado la temperatura con el fin de evitar "craquear" el hidrocarburo; de 180 a 230° son temperaturas consideradas como aceptables. A estas temperaturas, la duración de la operación es de aproximadamente 2 a 3 horas. Se podría trabajar bajo presión, en el autoclave, pero el riesgo de craqueo se hace mayor. Se pone de manifiesto que el empleo de un peptizante es esencial para tener una reacción más fácil; permite además utilizar una temperatura más baja. En la práctica, se tomarán dosis de peptizante comprendidas entre 0,5 y 5% del peso de polvillo, según la cantidad

283995



de aceite, la temperatura y la duración prevista para la
operación. Si la dosis de aceite es pequeña, el produc-
to es semilíquido. Se ha determinado también que el in-
dice citado de 45% de aceite en peso de polvillo represen-
5 ta un límite inferior para la consistencia del regenerado.
A la inversa, no se puede elevar demasiado la cantidad
de aceite sin tener un producto impropio para ser añadi-
do a las mezclas de goma. El límite citado de 200% en
peso de polvillo es juzgado razonable. Se considera que
10 la operación ha sido bien desarrollada cuando hay ausen-
cia de grumos. Para comprobarlo, se diluye una pequeña
cantidad de producto obtenido en el benceno y se filtra
en tamiz 100. El rechazo en el tamiz 100 será casi siem-
pre inferior a 1%, pero no debe exceder de algunas unida-
15 des por ciento. Se puede introducir igualmente el rege-
nerado en una mezcla que no contenga más que cargas blan-
cas. Su perfecta dispersión puede ser comprobada enton-
ces fácilmente al microscopio.

El disolvente preferido es un aceite mine-
20 ral procedente de la destilación del petróleo, tal como
mazut, fuel oil, aceites de vaselina o de parafina, o pro-
cedentes de la destilación del carbón, tal como alquitrán,
aceite de cumarona, aceite de antraceno, o bien, todavía,
aceites vegetales o animales que consisten en ésteres de
25 glicerina de ácidos grasos. Una mezcla de estos aceites
es recomendable, aunque no indispensable.

Por lo que respecta a los agentes de des-
vulcanización, se recurrirá a los mercaptanos de la se-
rie aromática tales como tiofenol, tiocresoles, tioxile-
30 noles, tionaftoles, disulfuros de la misma serie, sales

283995



metálicas de estos mismos mercaptanos, principalmente de cinc.

De una manera general, pueden convenir todos los peptizantes comerciales. De preferencia, el agente de desvulcanización o uno por lo menos de los agentes de desvulcanización, cuando éstos son empleados en mezcla, es un peptizante. Se ha observado igualmente que ciertos productos conocidos por la facilidad con la cual pueden ser deshidrogenados, son ayudantes favorables para la regeneración. El alcohol tetrafurfurílico ha sido utilizado con éxito con este mismo objeto. En las mismas condiciones los aceites de alquitrán de hulla, de cumarona y el alquitrán de pino parecen comportarse en mezclas con un aceite de petróleo de la misma manera a juzgar por los resultados obtenidos.

No será ya cuestión de separar el caucho desvulcanizado así preparado en solución. En esto el regenerado según el invento se opone a los regenerados sólidos obtenidos hasta ahora, ya sea directamente por ataque químico o físico del polvillo, ya sea después de la eliminación del disolvente cuando un disolvente ha sido añadido al polvillo. En todos los casos de regenerado sólido, ha parecido necesaria trabajar mecánicamente el regenerado en esta fase para aglomerarlo en masa y hacerlo plástico. Ahora bien, un trabajo mecánico importante degrada el elastómero. Además, la operación de desvulcanización ha sido, en los procedimientos conocidos citados, casi siempre imperfecta de manera que la ganancia de plasticidad es debida sobre todo a rupturas de la molécula y no a la apertura de los puentes entre moléculas. Como

283995



prueba de que se tiene un caucho desnaturalizado, las
tortas de regenerado sólido poseen una elasticidad nota
ble, lo que es propio del caucho vulcanizado. Efecti-
vamente, bajo esta forma sólida, se dispone de un rege-
nerado fácil de almacenar y de manejar. Desde este pun
to de vista, la forma fluída del regenerado según el in
vento puede parecer que es un inconveniente, pero en rea
lidad es sobre todo inhabitual.

Pero el invento asume todo su valor cuando
se trata de añadir, de mezclar el regenerado con un cau-
cho fresco, lo que es su destino más natural. El regene
rado líquido se incorpora al caucho fresco de una manera
mucho más íntima que los regenerados clásicos. Por este
hecho, las mezclas son más homogéneas y tienen mejores
propiedades. Se podrá aumentar por consiguiente la dosis
de regenerado sin perjudicar demasiado la calidad de la
mezcla. Se podrán aumentar también las cargas propiamen
te dichas, en particular el negro. Durante la vulcaniza
ción, el regenerado, por su forma desvulcanizada, se aso
cia estrechamente al caucho fresco, se integra perfecta-
mente en el conjunto y concurre a la fijación del negro
en el seno de la masa. No se podría dissociar el hecho de
que el regenerado contiene gran proporción de aceite, por
que el aceite lleva el regenerado a la mezcla y desempeña
la misión de un agente de dispersión.

Dicho de otro modo, el aceite facilita la
incorporación del regenerado a la mezcla, lo que es una
ventaja del regenerado fluído con relacion al regenerado
sólido. Un exámen macrográfico es muy revelador de la su
perioridad de la mezcla con regenerado líquido sobre todas

283995



las mezclas con regenerado sólido. Estas últimas están afectadas por una mala dispersión del regenerado.

5 La inferioridad del regenerado sólido es debida igualmente al hecho de que este caucho está desvulcanizado, mal dispersado, y es extraño a la red de caucho fresco.

Ahora bien, la utilización más importante de las mezclas de caucho tiene lugar en las bandas de rodadura de los neumáticos y en las correas transportadoras. Se desea entonces poder incorporar negro al máximo a la mezcla por razón de su poder reforzador y antiabrasivo. Desgraciadamente, siendo el regenerado sólido mismo, por su naturaleza, una carga, debilita la estructura de la mezcla y limita en proporción el porcentaje de negro que es posible añadir. Por lo demás, importa sobre todo tener un negro perfectamente dispersado que se agarre bien a la goma. La buena dispersión del regenerado es, pues, esencial. El regenerado según el invento cumple perfectamente estas condiciones. Además, presenta una cierta actividad de naturaleza polar que favorece la unión del negro. De hecho, el invento permite aumentar los índices de negro en las mezclas. Así, es bien conocido que el índice máximo de negro que se puede introducir en una mezcla para banda de rodadura, conservando una buena dispersión de la carga, está próximo al 50% del peso del elastómero o, eventualmente de la suma de los pesos del elastómero y del aceite. Ahora bien, utilizando una cantidad de regenerado líquido comprendida entre 10 y 100% del peso del elastómero, se llega fácilmente y con una buena dispersión a introducir un peso de negro igual a 55, incluso 60% del peso total de

10
15
20
25
30

283995



elastómero y regenerado. Además, este beneficio es aumen
tado todavía con el índice de negro ya contenido en el re
generado, si este último procede de la recuperación de
vulcanizados cargados de negro. Esta facultad es particu
larmente interesante en la realización de las mezclas a
base de polibutadieno.

Para la incorporación del negro, el modo
operativo es importante. Es esencial bajo este ángulo no
tratar el regenerado como goma, por consiguiente, no aña
dir el negro directamente al regenerado. Se obtienen los
mejores resultados añadiendo y dispersando en primer lu
gar el regenerado en la goma fresca, y luego el negro.
Se podría también añadir el negro al caucho fresco y, en
un segundo tiempo, el regenerado. Es posible también aña
dir el negro y el regenerado en varias veces a la goma y
alternativamente.

Es sintomático que el regenerado en solución
incorporado a una mezcla por este procedimiento facilite
la incorporación del negro SAF, producto deseable a causa
de su poder muy reforzador, pero que se introduce difici
mente en los elastómeros.

Finalmente, por su naturaleza, el regenera
do en solución según el invento es un plastificante. Co
mo el aceite que contiene, es un producto barato, apto pa
ra ser mezclado en gran proporción con los elastómeros
más costosos, conduciendo con frecuencia a una mezcla de
propiedades mejoradas. Pero el regenerado según el inven
to es particularmente interesante. En primer lugar, es
un plastificante de alto contenido en elastómero. Permite
por consiguiente trabajar las mezclas con mucha facilidad sin

283995



aportar otro elemento heterogéneo que el aceite que contiene. Luego, el elastómero disuelto es tan barato como su disolvente. A dosis igual de aceite en el producto final, la economía sobre el elastómero principal aumenta proporcionalmente. Ahora bien, se está limitado en el índice de aceite que puede soportar una mezcla. Así, para un índice de 12% de aceite en una mezcla, el regenerado añadido hasta ese índice máximo de aceite dará un porcentaje de por ejemplo 15% de caucho regenerado propiamente dicho, o sea 27% de economía sobre el elastómero.

En estas condiciones de empleo, el regenerado líquido o semilíquido está particularmente indicado para llevar los cauchos muy duros al grado de plastificación compatible con las instalaciones de empleo. Conviene, pues, para la fabricación de mezclas a base de caucho sintético, en particular del tipo GRS, o polibutadieno.

Encontrando el regenerado según el invento su empleo normal en las mezclas a base de caucho fresco, está previsto preparar el regenerado con vistas especialmente a esta utilización. Se elegirá ciertamente el disolvente en consecuencia. Pero sobre todo el modo operativo en la fabricación del regenerado deberá ser regulado con el fin de respetar ciertos criterios de calidad.

En las condiciones citadas, se dan a continuación cinco tipos de regenerado fluido a título de ejemplo:

- EJEMPLO 1 -

Polvillo	100
Aceite de petróleo	62
Aceite de cumarona	10
Bisulfuro de dixililo	3
	<hr/>
	175

283995



Caldeo de tres horas a 195º.

Rechazo en el tamiz 100 después de dilución en el benceno: 1,2%

5

- EJEMPLO 2 - Polvillo	100
Mazut	95
Aceite de ricino	5
Xilil mercaptano	<u>2</u>
	202

Caldeo de tres horas a 202º.

10 Rechazo en el tamiz 100 después de dilución en el benceno: 4,5%

15

- EJEMPLO 3 - Polvillo	100
Aceite de petróleo	90
Alquitrán de pino	8
Peptizante	<u>2</u>
	200

Caldeo de dos horas a 190º

Rechazo en el tamiz 100: 4,1%

20

- EJEMPLO 4 - Polvillo	100
Aceite de Petróleo	146
Xilil mercaptano	<u>4</u>
	250

Caldeo de tres horas a 215º

Rechazo en el tamiz 100: 0,55%

25

- EJEMPLO 5 - Polvillo	100
Aceite de Petróleo	44
Alcohol tetrahidrofurfu rílico	4
Bisulfuro de dixililo	<u>2</u>
	150

30

283995



Caldeo de cinco horas a 207°

Rechazo en el tamiz 100: 3,2%

Con el fin de poner mejor de manifiesto la importancia del regenerado en solución, se dan a continuación varios ejemplos de mezclas en las que está incorporado el regenerado del Ejemplo 1 citado como testigo. Estos ejemplos recaen sucesivamente sobre mezclas a base de caucho natural (Tabla I), de SBR (Tabla II) y de polibutadieno (Tabla III). En cada uno de estos tres casos se ha tenido cuidado de comparar una mezcla sin aceite, una mezcla con regenerado térmico y aceite, y una mezcla con regenerado en solución, en este caso la del Ejemplo 1 citado, habiendo sido elegido un mismo contenido en negro para mejor valorar la influencia del regenerado. Además, ha parecido bien indicar en una cuarta columna en cada Tabla una mezcla de contenido en negro más elevado, hecho posible por el empleo del regenerado líquido según el invento.

T A B L A I

Mezclas comparadas a base de caucho natural

	A	B	C	D
Caucho natural	100	80	80	80
Regenerado líquido número 1	-	-	20	20
Regenerado térmico	-	12	-	-
25 Aceite de petróleo	-	8	-	-
Oxido de cinc	3	3	3	3
Acido Esteárico	2	2	2	2
Fenil betanaftilamina	1	1	1	1
Negro SAF	40	40	40	45
30 Azufre	1,4	1,3	1,6	1,2
Ciclohexil-benzotiacil-sulfenamida	0,8	0,8	0,8	0,8
	148,2	148,1	148,4	153,0

283995



Vulcanización durante 20 minutos a 145°C.

	Pasable	Muy mala	Buena	Bastante buena
Dispersión del negro				
Módulo	229	218	213	220
5 Pérdida histerética %	13,4	18,0	16,8	17,8
Fuerza de ruptura kg/mm ²	2,72	1,75	2,63	2,80
Alargamiento a la ruptura	520	405	510	537
Fuerza de rasgabilidad	10,4	6,2	12,7	12,9

10

T A B L A II

Mezclas comparadas a base de SBR

	A	B	C	D
SBR 1500	100	-	-	-
SBR a 120° Mooney sin aceite	-	62	62	62
15 Regenerado líquido número 1	-	-	38	38
Regenerado térmico	-	22	-	-
Aceite de petróleo	-	16	-	-
Oxido de cinc	3	3	3	3
Parafina	1	1	1	1
20 Antioxidante	1	1	1	1
Negro ISAF	50	47 ⁽¹⁾	47 ⁽¹⁾	52
Azufre	<u>1,4</u>	<u>1,2</u>	<u>1,3</u>	<u>1,0</u>
	156,4	153,2	153,3	158,0

Vulcanización, 60 minutos a 144°C

	Buena	Mediocre	Buena	Bastante buena
25 Dispersión del negro				
Módulo	185	192	195	202
Pérdida histerética %	22,5	23,5	20,8	24,4
Fuerza de ruptura kg/mm ²	2,40	1,30	2,03	2,17
Alargamiento a la ruptura	515	380	475	480
30 Fuerza de rasgabilidad	3,8	2,6	3,6	4,3

283995



(1) La cantidad de negro está reducida con relación a la mezcla A, para tener en cuenta en una cierta medida el negro aportado por el regenerado.

5

TABLA III

Mezclas comparadas a base de polibutadieno

	<u>A</u>	<u>B</u>	<u>C</u>	<u>D</u>
Cis 1,4-polibutadieno Phillips	50	40	40	40
10 Caucho natural	50	40	40	40
Regenerado Número 1	-	-	25	25
Regenerado térmico	-	15	-	-
Aceite de petróleo	5	10	-	-
Oxido de cinc	3	3	3	3
15 Acido esteárico	3	3	3	3
Antioxidante	1	1	1	1
Philblack O	50	50	50	55
Azufre	2	2	2	1,4
20 Acelerador N-oxidietileno benzotiazol-2-sulfenamida	<u>0,6</u>	<u>0,6</u>	<u>0,6</u>	<u>0,6</u>
	164,6	164,6	164,6	169,0
Vulcanización, 60 minutos a 144°C.				
Dispersión del negro	Buena	Mediana	Buena	Buena
Módulo	200	222	210	218
Pérdida histerética %	14	18,5	16,2	18,4
25 Fuerza de ruptura Kg/cm ² .	2,15	1,40	2,05	2,20
Alargamiento a la ruptura	490	390	480	520
Fuerza de rasgabilidad	5,5	4,2	5,0	6,8

30

En todas estas Tablas, la columna A se refiere a una mezcla testigo sin regenerado; la columna B

283995



5 a un regenerado clásico con una cantidad de aceite igual a la que aportaría el regenerado líquido; la columna C a una mezcla como en la columna B, pero a base de regenerado líquido; la columna D a una mezcla en la cual la cantidad de negro ha sido aumentada gracias al regenerado líquido.

10 Se observará por la comparación de las cifras de la fuerza de ruptura y del alargamiento a la ruptura, que el regenerado líquido conduce para el caucho natural a una mezcla que tiene sensiblemente las mismas propiedades de la mezcla sin regenerado, para una ganancia de materia de aproximadamente 20%. Para el polibutadieno, las conclusiones en lo que concierne a las propiedades comparadas de la mezcla, son sensiblemente las mismas, siendo la ganancia en la materia de 40% a total.

15 Con el SBR, el Ejemplo dado expresa una pérdida en las propiedades, sin gravedad no obstante; en cuanto a la economía de SBR, alcanza el 38%.

20 Por otra parte, las tres Tablas expresan de manera manifiesta la superioridad del regenerado líquido sobre el regenerado sólido.

25 Los resultados de la comparación de las mezclas cargadas de negro a base de polibutadieno son sintomáticos de la importancia del regenerado líquido, especialmente porque permite aumentar el índice de negro. En efecto, se puede clasificar las mezclas de la Tabla III de acuerdo con sus cualidades en el orden decreciente siguiente:

- 30 - D) Mezcla con regenerado líquido, con el índice de negro aumentado;

283995



- A) Mezcla sin regenerado de ninguna clase;
- C) Mezcla con regenerado líquido e igual índice de negro que A);
- B) Mezcla del mismo índice de negro que A) con regenerado clásico.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en Francia el 9 de Enero de 1962 bajo el número P.V. 884.228, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- N O T A -

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de ésta Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

1.- Procedimiento de regeneración del caucho natural o sintético vulcanizado para su incorporación a mezclas de goma fresca, caracterizado por que consiste en dar al caucho una forma dividida, en hinchar las partes divididas del caucho con ayuda de un disolvente no volátil en cantidad notable, sin tensión de vapor y compatible con dichas mezclas, en añadir por lo menos un agente de desvulcanización y en calentar el conjunto hasta la obtención de una masa hecha líquida o semilíquida por la desvulcanización del caucho y su disolución en el disolvente.

283995



2.- Procedimiento según 1, caracterizado por que el disolvente es un aceite mineral procedente de la destilación del petróleo o de la destilación del carbón o un compuesto de los dos.

5
3.- Procedimiento según 1, caracterizado por que por lo menos uno de los agentes de desvulcanización es un peptizante, por ejemplo mercaptanos o sales metálicas de mercaptano.

10
4.- Procedimiento según 2, caracterizado por que el índice de aceite incorporado al polvillo es por lo menos de 50% y puede llegar hasta 200%, y está comprendido de preferencia entre 65 y 80% en peso del polvillo.

15
5.- Procedimiento según 3, caracterizado por que el índice de peptizante añadido al polvillo está comprendido de preferencia entre 0,5 y 5% del peso del polvillo.

20
6.- Procedimiento según 1, caracterizado por que se emplean igualmente productos que se deshidrogenan fácilmente, por ejemplo alcohol tetrafurfurílico, aceites de alquitrán de hulla, de cymarona, o alquitrán de pino.

7.- PROCEDIMIENTO PARA LA REGENERACION DEL CAUCHO NATURAL O SINTETICO VULCANIZADO.

Tal como se ha descrito en la Memoria que

25

283995



antecede, y con los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de veintiuna hojas escritas por una sola de sus caras.

Madrid, 10 MAY. 1963

P. A.

Alberto de Euzkadi
Por País
Alberto de Euzkadi

E.F.G. *ha*