



38 1686

SECCION TECNICA  
CLASIFICACION  
CLAS. 08  
E

PATENTE DE INTRODUCCION  
POR DIEZ AÑOS  
EN ESPAÑA

Solicitada a favor de CENTRALA INDUSTRIALA A PRELUCRARI  
CAUCIUCULUI SI MASELOR PLASTICE, entidad rumana, con domi  
cilio social en BUGAREST (Rumania), Prelungirea Soseaua -  
Giurgiului, 33

por

" PROCEDIMIENTO DE REGENERACION DE CAUCHO VULCANIZADO "

MEMORIA DESCRIPTIVA

MEMORIA DESCRIPTIVA

La invencion tiene por objeto un procedimiento de  
regeneración de caucho vulcanizado, por desvulcanización  
del polvo de caucho en un medio acuoso, en presencia de  
plastificantes.

5

Se conocen numerosos procedimientos de regenera  
cion de caucho vulcanizado, que se distinguen por el me  
dio en el cual se desarrolla el proceso o por la manera



de actuar para realizar la destruccion de la macromolecula de caucho.

5 Se conocen pues, procesos quimicos de regeneracion del caucho, que preveen en principio el tratamiento del polvo de caucho por diversos reactivos que tienen por objeto la destruccion de la materia textil y la extraccion del azufre del caucho vulcanizado. Estos procedimientos presentan la desventaja de una corrosion avanzada del uti- llage, a causa del reactivo utilizado.

10 En otro de los procesos de regeneracion conocidos, el llamado procedimiento " neutro-acuoso " se somete el polvo del caucho finamente triturado, a un proceso de regeneracion a base de un efecto combinado de hinchazon por los plastificantes, tales como colofan o aceites y de destruccion termica en medio acuoso.

15 Debido a que los agentes de hinchamiento conocidos poseen una debil eficacia, los procedimientos mencionados implican una trituracion muy fina del polvo de caucho, asi como una larga duracion para la realizacion de un ciclo completo de regeneracion. En la mayoria de los casos con el fin de asegurar un poder hinchador suficiente, se emplea, en estos procedimientos, el acoplamiento de varios plastificantes.

25 Al mismo tiempo, el regenerado obtenido segun estos procedimientos presenta unas propiedades fisico mecanicas y unos indices de extracto de acetona y de extracto de cloroformo mediocres.

30 Se conoce tambien el hecho de que en los procesos corrientes para la regeneracion del caucho el calentamiento de la carga a la temperatura de regimen es obtenida siguiendo la variacion de presion del sistema. Sin embargo, esta manera de trabajar presenta un grado de incertidumbre acrecentado ya que la presion de un sistema

381686



varía en función de la tensión de vapor, a una temperatura dada, de cada uno de los componentes. +

5 El procedimiento, según la invención, evita las desventajas de los procedimientos conocidos, al utilizar como agente de regeneración del caucho, fracciones de derivados polialcoilados superiores del benceno, obtenidos como productos secundarios en la fabricación del isopropilbenceno, en proporción de 2 a 25% en peso, respecto al polvo de caucho, siendo tratadas previamente dichas fracciones -  
10 por termoestabilización, a una temperatura de 70° a 110°C durante 4 a 16 horas, con o sin adición de agente de espesamiento, tal como resinas cumarone - indene, betúm, colofán u otros agentes semejantes, siendo conseguido el calentamiento de la carga, para alcanzar la temperatura de régimen, siguiendo una variación lineal en el tiempo.

15 Más adelante se ilustra la aplicación de la invención en varios ejemplos, describiendo no obstante, previamente, el modo de preparación del agente de regeneración.

20 El tratamiento preliminar es efectuado en un recipiente cilindrico vertical, provisto de una capa para calentamiento al vapor y de un agitador.

25 Con el fin de asegurar una buena homogeneización durante la fase de tratamiento preliminar, la fracción de polialcoilados es calentada previamente a 70° - 110°C, en agitación, dentro de un recipiente con capa y mantenido durante 2 a 3 horas a esta temperatura. Seguidamente se introduce en el recipiente el agente de espesamiento, en estado ya sea fundido o bien triturado. En el caso de agentes de espesamiento termoendurecibles, que con el tiempo podrían modificar su estructura bajo la influencia de la temperatura, tales como por ejemplo las resinas fenolicas termoendurecibles, se recomienda no guardar el agente de regeneración mas de 24 horas antes de usarlo, y que



- 4' 38 16 86

la temperatura no exceda de 70°C.

5 El tratamiento preliminar y la estabilización --  
del agente de regeneracion son realizados durante 4 a 16 --  
horas, en función de la capacidad del recipiente dentro --  
del cual son efectuadas estas operaciones, así como del --  
tipo de agente de espesamiento. Para los vulcanizados de --  
caucho muy bien triturados, de baja proporción en restos -  
textiles, o sin tales restos, así como para los vulcaniza-  
dos con fuerte proporción en elastomeros, o cuando el elas-  
10 tomero es el caucho natural, la utilización de un agente -  
de espesamiento no es necesaria y se asegura así una velo-  
cidad de hinchamiento y una destrucción avanzada, que ya -  
no tienen necesidad de la utilización de aglomerantes para  
el regenerado finalmente obtenido.

15 Para acelerar el proceso de regeneracion del --  
caucho vulcanizado y para acortar el ciclo tecnologico, -  
se puede utilizar en el proceso de regeneración un agente  
quimico de efecto peptisante, en proporción de 0,1 a 5% en  
peso de substancia activa, respecto a la cantidad de polvo  
20 sometida a la regeneración. Las formulas utilizadas en el  
tratamiento preliminar son presentadas en la tabla 1.

25 El agente de regeneración obtenido segun el pro-  
cedimiento y las formulas presentadas en la tabla -1-, es  
utilizado para la regeneración del caucho vulcanizado den-  
tro del cuadro de cualquier sistema de regeneración tal -  
como el sistema " neutro-acuoso ", " termoquimico ", etc.  
haciendo variar de manera correspondiente la proporción -  
agente de regeneracion polvo de caucho en función del --  
utillage empleado, de los parametros tecnologicos y de la  
30 naturaleza de los residuos a partir de los cuales se ha -  
fabricado el polvo de caucho.

T A B L A I

Componentes	<u>S I M B O L O D E L A F O R M U L A</u>											
	A1	A2	A3	A4	A5	A6	A7	A8	A9	A10	A11	A12
Fraccion de derivados polialcolados superiores	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
Resina cumarona-indene Tipo P-25	2	30	5	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Colofan	-	-	1	5	-	-	-	-	20	-	-	-
Resina fenolica "Roussetlot"	-	-	-	-	10	-	-	-	-	5	-	-
Betún a punto de fusión 175°C	-	-	-	-	-	5	30	10	-	-	-	-
Peptisante (Renacit VI N)	-	-	0,4	8	-	12	-	1,5	-	-	0,4	2,0

Temperatura de termoestabilizacion, °C

100	100	70	70	70	110	110	100	70	100	100	100	100°C
-----	-----	----	----	----	-----	-----	-----	----	-----	-----	-----	-------

Duracion de homogeneizacion horas

4	16	5	8	4	5	16	10	4	4	16	16	16
---	----	---	---	---	---	----	----	---	---	----	----	----

11 JUL

38 1686





A continuacion presentamos 8 ejemplos de la - -  
aplicación del procedimiento de regeneración según la in-  
vención.

5 1.- Se introduce en un autoclave esferico rotati-  
vo, 100 kilos de polvo de caucho obtenidos a partir de de-  
sechos de neumaticos medianos, que tengan una dimensión de  
granulos comprendida entre 0,5 y 7 mm. 5 kilos de agua, 2  
kilos de agente de regeneración obtenido segun la formula  
Al de la tabla 1 y 100 g. de peptisante.

10 Se cierra hermeticamente la tapadera del autocla-  
ve y se pone este en marcha, comenzando el calentamiento -  
de la mezcla de reacción.

15 Hasta 5°C la variación de la temperatura es in-  
diferente.

A partir de los 50°C y hasta que se haya obteni-  
do la temperatura de regimen de 170°C se imprime una ele-  
vación de la temperatura según una variación lineal en el  
curso de 1 hora.

20 Después de haber alcanzado la temperatura de re-  
gimen se mantiene la mezcla de reaccion a esta temperatura  
durante 20 minutos. Se procura no exceder una presión del  
sistema de 18 atm. A continuacion, la mezcla de reacción es  
enfriada rapidamente, mediante introducción de agua fria en  
el autoclave, hasta la caída de la temperatura por debajo  
de 80°C.

25 Se para el autoclave, se abre la tapadera y se -  
descarga el polvo desvulcanizado sobre una cinta de trans-  
porte que la lleva hacia un refinador primario.

30 Después del refinado primario, el polvo desvul-  
canizado se pasa por el sistema de refinado y de filtros  
hasta que se haya obtenido una hoja continua y despues bo-  
las de caucho regenerado.

Para verificar la calidad del caucho regenerado  
obtenido, se hace una mezcla que tenga la composición si-  
guiente: 100 p: en peso de caucho regenerado 1,2 p. en



peso de azufre 0,8 p. en peso de dimercaptobencetiazol 2,5 p. en peso de oxido de zinc, 0,5 p. en peso de estearina.

Para determinar los índices fisico-mecánicos, la mezcla obtenida según esta fórmula es vulcanizada en la prensa, a una temperatura de 150°C durante 20 minutos.

Los índices fisico-mecánicos que caracterizan el caucho regenerado obtenido son los siguientes:

	Dureza Shore	50
	Resistencia a la tracción kgf/cm <sup>2</sup>	50
10	Elongación de ruptura %	300
	Plasticidad Mooney ML (1+4) a 100°C	52
	Extracto en acetona %	8,4
	Contenido en ceniza %	6,8

2.- Se procede de la misma manera que en el ejemplo 1, con la diferencia de que se introduce en el autoclave esférico rotativo: 100 kg. de polvo de caucho obtenido a partir de desechos de neumáticos medios, teniendo una dimensión máxima de las partículas de polvo de 7 mm, 7 kg. de agua, 5 kg. de agente de regeneración obtenido según la fórmula 48, de la tabla 1 y 800 g. de peptisante. La duración de hinchazón y para alcanzar la marcha en régimen es de 2 horas, la temperatura de régimen es de 220°C la duración del mantenimiento a la temperatura de régimen es de 10 minutos, y la presión máxima dentro del autoclave a la temperatura de régimen de 21 atm.

Los índices fisico-mecánicos caracterizantes del caucho regenerado obtenido son los siguientes:

	Dureza Shore	52
	Resistencia a la tracción kgf/cm <sup>2</sup>	58
30	Elongación de ruptura %	360
	Plasticidad Mooney ML(1+4) a 100°C	48
	Extracto de acetona %	11,3
	Contenido en cenizas %	7,2



3.- Se procede de la misma manera que en el --  
 ejemplo 1, con la diferencia de que se emplea un autoclave  
 cilindrico vertical provisto de un agitador y de una capa  
 calentadora, especifico del procedimiento de regeneracion -  
 " neutro-acuoso " en el cual se introducen: 100 kg. de pol  
 vo de desechos de artículos técnicos cuyas particulas tie-  
 nen una dimensión comprendida entre 0,5 y 10 mm. 250 Kg.  
 de agua y 25 kg. de agente de regeneracion obtenido según  
 la fórmula A 12 de la tabla 1.

La duracion de hinchazón y para alcanzar la mar-  
 cha de regimen es de 6 horas, la temperatura de regimen es  
 de 210°C la duracion del mantenimiento a la temperatura de  
 regimen es de 480 minutos, la presion máxima a la tempera-  
 tura de regimen de 18 atm. Los indices fisico-mecanicos --  
 caracterizantes del caucho regenerado obtenido son los si-  
 guientes:

Dureza, Shore 2	75
Resistencia a la traccion Kgf/cm <sup>2</sup>	119
Elongacion de ruptura %	250
Plasticidad Mooney, ML(1+4) a 100°C	62
Extracto de acetona %	18,97
Contenido en cenizas %	6,3

4.- Se procede de la misma manera que en el --  
 ejemplo 3, con la diferencia de que se introducen en el --  
 autoclave: 100 kg. de polvo de desechos de neumaticos me--  
 dios cuyas dimensiones de particulas estan comprendidas en  
 tre 0,5 y 7 mm; 300 gk. de agua y 25 kg. de agente de re--  
 generacion, obtenido segun la formula A1 de la tabla 1.

La duración de hinchazón y para alcanzar la mar-  
 cha de regimen es de 4 horas, la temperatura de regimen -  
 es de 170°C la duración del mantenimiento a la temperatura  
 de regimen de 720 minutos, la presion máxima a la tempera-  
 tura de regimen de 10 atm. Los indices fisico-mecanicos --



caracterizantes del caucho regenerado obtenido son los siguientes:

	Dureza Shore	54
	Resistencia a la traccion kgf/cm <sup>2</sup>	65
5	Elongacion de ruptura %	320
	Plasticidad Mooney ML(1+4) a 100°C	50
	Extracto en acetona %	19,13
	Contenido en cenizas	6,7

5.- Se procede de la misma manera que en el ejemplo 3, con la diferencia de que se introducen en el autoclave: 100 kg. de polvo de desechos de caucho microporoso, de dimensiones de particulas comprendidas entre 0,5 y 15 mm, 250 kg. de agua y 20 kg. de agente de regeneración obtenido según la formula A1 de la tabla 1.

15 La duracion de hinchazón y para obtener la marcha de regimen es de 3 horas, la temperatura de regimen es de 160°C, la duracion del mantenimiento a la temperatura de regimen 720 minutos, la presión máxima a la temperatura de regimen de 5 atm.

20 Los indices fisico-mecanicos, caracterizantes del caucho regenerado obtenido son los siguientes:

	Dureza Shore	50
	Resistencia a la tracción kgf/cm <sup>2</sup>	62
	Elongacion de ruptura %	320
25	Plasticidad Mooney ML (1+4) a 100°C	45
	Extracto en acetona %	18,16
	Contenido en cenizas %	7,2

30 6.- Se procede de la misma manera que en el ejemplo 3, con la diferencia de que se introducen en el autoclave: 100 kg. de polvo de desechos de neumaticos medios, de dimensiones de particulas del polvo comprendidas entre 0,5 y 10 mm; 10 kg. de agua, 8 kg. de agente de regeneracion obtenido segun la formula A1 de la tabla 1 y 1500 g.



de peptisante.

La duracion de hinchazón y para alcanzar la marcha de regimen es de 2 horas, la temperatura de regimen es de 230 °C la duracion del mantenimiento a la temperatura regimen de 600 minutos, la presión máxima a la temperatura de regimen de 25 atm. Los indices fisico-mecanicos caracterizantes del caucho regenerado obtenido son los siguientes:

	Dureza Shore	48
10	Resistencia a la traccion kgf/cm <sup>2</sup>	64
	Elongacion de ruptura %	450
	Plasticidad Mooney ML (1+4) a 100°C	40
	Extracto en acetona %	14,3
15	Contenido en cenizas %	7,8

7.- Se procede de la misma manera que en el ejemplo 1, con la diferencia de que se introducen en el autoclave: 100 kg. de polvo de desechos de neumaticos medios, de dimensiones de particulas comprendidas entre 0,5 y 40mm. 6,2 kg. de agua 6 kg. de agente regenerador obtenido segun la formula A 11 de la tabla 1 y 460 g de peptisante.

La duracion de hinchazón y para alcanzar la marcha en regimen es de 2,5 horas, la temperatura de regimen es de 210°C la duracion del mantenimiento a la temperatura de regimen de 20 minutos, la presion maxima a la temperatura de regimen de 21 atm. Los indices fisico-mecanicos que caracterizan el caucho regenerado obtenido son los siguientes:

	Dureza Shore	55
30	Resistencia a la traccion kgf/cm <sup>2</sup>	50
	Elongacion de ruptura %	340
	Plasticidad Mooney ML (1+4) a 100°C	48
	Extracto en acetona%	13,3
	Contenido en cenizas %	7



8.- Se procede de la misma manera que en el ejemplo 1, con la diferencia de que se introducen en el autoclave 100 kg de polvo de desechos de neumaticos medios, de dimensiones de particulas del polvo entre 0,5 y 40 mm; 8 Kg de agua 10 kg. de agente de regeneracion obtenido segun la formula A 8 de la tabla 1 y 800 g de peptisante.

La duracion de hinchazón y para alcanzar la marcha en régimen es de 3 horas, la temperatura de régimen es de 220°C la duración del mantenimiento a la temperatura de regimen de 20 minutos, la presión máxima a la temperatura de regimen de 22 atm.

Los índices fisico-mecánicos que caracterizan el caucho regenerado obtenido son los siguientes:

Dureza Shore	55
Resistencia a la traccion Kgf/cm <sup>2</sup>	62
Elongacion de ruptura %	500
Plasticidad Mooney ML (1#4) a 100°C	50
Extracto de acetona %	14,6
Contenido en cenizas %	7,6

Para la realización de estos ejemplos, una condición esencial en la fase de calentamiento de la carga para alcanzar la temperatura de regimen, (desde la temperatura de minimo 50°C y hasta el máximo de 260°C), es el de conducir el proceso de la elevación de temperatura según un sistema de variación lineal en el tiempo, o aproximandose lo mas posible a la variacion lineal.

La duración necesaria para alcanzar la temperatura de régimen, cuando comienza la fase de desvulcanización propiamente dicha, es una función de la capacidad del autoclave, del sistema de calentamiento, del tipo de polvo de caucho sometido a la desvulcanización y del peptisante utilizado y se situa entre un limite minimo de 30 minutos y un maximo de 8 horas.



La aplicacion de la invencion ofrece las siguientes ventajas:

5+

- el agente de regeneracion, según la invención es aplicable en todos los sistemas de regeneracion del caucho;

- asegura la sustitución de las parejas de agentes de regeneracion de fuerzas hinchantes diferentes, por un solo agente de regeneracion de fuerza hinchante muy grande

10

- el agente de regeneracion, según la invención puede ser empleado en la regeneracion de todos los tipos de elastomeros haciendo variar las proporciones y los parametros tecnologicos;

15

- Como consecuencia del gran poder de hinchazón del agente regenerador propuesto, se puede utilizar un polvo de caucho de granulacion mas grande e incluso sin eliminacion de las inserciones textiles;

20

- la cantidad de aglomerante utilizada es considerablemente disminuida haciendose incluso posible el trabajo sin aglomerante para el regenerado, siendo realizado este efecto por el agente de regeneracion mismo según la invencion.

NOTA REIVINDICATORIA

25

En esta Patente de Introduccion se reivindica:

30

1.- Procedimiento de regeneracion de caucho vulcanizado caracterizado porque, a fin de incrementar la velocidad de hinchazón y de desvulcanización, se utilizan como agente de regeneración, fracciones de derivados polialcoilado superiores del benceno, obtenidas como productos secundarios en la fabricacion de isopropilbenceno, siendo estas fracciones añadidas en proporcion de 2 a 25% en peso respecto al polvo de caucho ya sea como tales, - ya sea despues de un tratamiento preliminar por termoes-

*1/2/52*



5

tabilizacion a una temperatura de 70°C a 110°C, durante 4 a 16 horas, con o sin adición de un agente de espesamiento tal como resinas cumarona-indene, betún colofán, siendo -- realizado el calentamiento de la carga para alcanzar la p- temperatura de regimen durante la regeneracion siguiendo - una variacion lineal en el tiempo. Y

10

2.- " PROCEDIMIENTO DE REGENERACION DE CAUCHO -- VULCANIZADO " de conformidad en un todo en lo esencial y - fines industriales a lo descrito en la precedente memoria descriptiva. +

Esta memoria consta de TRECE hojas escritas 6 - mecanografiadas por una sola cara a doble espacio.

Madrid, 11 JUL 1970

Por autorizacion de la interesada