



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 367 644**

51 Int. Cl.:
B29B 15/04 (2006.01)
B29B 7/46 (2006.01)
B29B 7/72 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **05015881 .5**
96 Fecha de presentación : **13.04.2000**
97 Número de publicación de la solicitud: **1595670**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **16.11.2005**

54 Título: **Método para la producción y el tratamiento de nuevos compuestos elastómeros y de compuestos elastómeros.**

30 Prioridad: **16.04.1999 US 129791 P**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
07.11.2011

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
07.11.2011

73 Titular/es: **CABOT CORPORATION**
Two Seaport Lane, Suite 1300
Boston, Massachusetts 02210-2019, US

72 Inventor/es: **Chung, Bin;**
Green, Susan W.;
Podobnik, Ivan Z. y
Cianciolo, Joseph

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

ES 2 367 644 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

Método para la producción y el tratamiento de nuevos compuestos elastómeros y de compuestos elastómeros

Campo de la invención

5 La presente invención está dirigida a nuevos métodos para la producción y el tratamiento de compuestos elastómeros de acuerdo con la reivindicación 1, y con nuevos compuestos elastómeros producidos utilizando tales métodos de acuerdo con la reivindicación 11. Más particularmente, la invención está dirigida a métodos de flujo continuo para producir y tratar mezclas madre de agente de relleno en partículas finamente dispersos en el elastómero, por ejemplo, compuestos elastómeros del agente de relleno en partículas de negro de carbón finamente dispersados en caucho natural, y materiales de caucho y productos formados a partir de tales composiciones de la mezcla madre.

Antecedentes

15 Numerosos productos de importancia comercial se forman a partir de composiciones elastoméricas en donde se dispersa un agente de relleno en partículas en cualquiera de los diferentes elastómeros sintéticos, caucho natural o mezclas elastómeras. El negro de carbón, por ejemplo, es ampliamente utilizado como agente de refuerzo en caucho natural y en otros elastómeros. Es común producir una mezcla madre, es decir, elastómero coagulado con negro de carbón u otro agente de relleno y que contiene opcionalmente diferentes aditivos, tales como aceite para extender el caucho. La mezcla madre de negro de carbón puede ser preparada con diferentes grados de negro de carbón, es decir, negros de carbón que varían tanto en área superficial por unidad de peso como en "estructura".

20 Aunque se puede lograr una amplia gama de características de rendimiento empleando los materiales y las técnicas de fabricación actualmente disponibles, ha existido durante largo tiempo en la industria la necesidad de desarrollar composiciones elastoméricas que tengan propiedades mejoradas y para reducir los costos y la complejidad de las técnicas actuales de fabricación. En particular, se sabe por ejemplo que a nivel de dispersión macro, es decir, la uniformidad de la dispersión del negro de carbón o de otros agentes de relleno dentro del elastómero, pueden afectar significativamente las características de rendimiento. Para las composiciones elastoméricas preparadas mezclando intensivamente al negro de carbón u otro agente de relleno con caucho natural u otro elastómero (por ejemplo en un mezclador Banbury o similar), cualquier incremento en dispersión a nivel macro requiere de una mezcla más larga o más intensiva, con la consecuentes desventajas de mayores costos energéticos, tiempo de fabricación, preocupaciones similares. Para los agentes de relleno de negro de carbón de ciertas características de área superficial y estructura, no ha sido posible o comercialmente factible una dispersión más allá de un cierto grado utilizando aparatos y técnicas de mezcla conocidos. Además, tales mezclas más intensas o prolongadas degradan al caucho natural o a otros elastómeros por la reducción de su peso molecular, volviendo al compuesto elastomérico terminado indeseable para ciertas aplicaciones.

35 Además de las técnicas de mezcla en seco, se conocen la alimentación continua de látex y de una suspensión de negro de carbón a un tanque de coagulación con agitación. Tales técnicas "húmedas" se usan comúnmente con elastómero sintético, por ejemplo caucho de estireno-butadieno (SBR). El tanque de coagulación contiene un coagulante por ejemplo una solución salina o una solución ácida acuosa típicamente que tenga un pH de aproximadamente 2,5 a 4. Se mezclan el látex y la suspensión de negro de carbón y luego coagulan en el tanque de coagulación en perlas pequeñas (típicamente de unos pocos milímetros de diámetro) conocidas como glomérulo húmedo. El glomérulo y el efluente ácido (o salino) se separan, típicamente por medio de un tamiz con agitación vibratoria o similar. El glomérulo es luego descargado en un Segundo tanque con agitación donde es lavado para lograr un pH neutro o cerca de la neutralidad. Después de eso se somete el glomérulo al proceso de tamizado adicional con vibración y a etapas de secado y similares. Se han sugerido variaciones sobre este método para la coagulación de elastómeros sintéticos y naturales por ejemplo en WO-A-97/36724. En la Patente de los Estados Unidos No. 4.029.633 de Hagopian et al, que al igual que en la presente invención que es asignada a Cabot Corporation, se describe un proceso continuo para la preparación de la mezcla madre de elastómero. Se prepara una suspensión acuosa de negro de carbón y se la mezcla con látex elastomérico sintético o natural. Esta mezcla es sometida a la así llamada operación de formación de crema, utilizando opcionalmente cualquiera de los diferentes agentes formadores de crema conocidos. Después de la formación de una mezcla cremosa de negro de carbón/látex, se la somete a una etapa de coagulación. Específicamente, se introduce la mezcla cremosa de negro de carbón/látex como una corriente coherente única en el centro de una corriente de licor de coagulación. Se dice que la corriente sólida de la mezcla cremosa de negro de carbón/látex experimenta corte y atomización por parte de la corriente del licor de coagulación antes de la coagulación, siendo pasada luego a una zona de reacción adecuada para completar la coagulación. Después de tal etapa de coagulación, el resto del proceso es sustancialmente convencional, que involucra la separación del glomérulo del producto de desecho "suero" y el lavado y secado del glomérulo. Un proceso algo similar es descrito en la Patente Estadounidense No. 3.048.559 de Heller et al. Se mezcla continuamente una suspensión acuosa de negro de carbón con una corriente de látex elastomérico sintético o natural. Se mezclan las dos corrientes bajo las condiciones descritas que involucran turbulencia e impacto

hidráulico violento. Como en el caso de la patente de Hagopian et al., mencionada anteriormente, la corriente combinada de la suspensión de negro de carbón y látex elastomérico es posteriormente coagulada por medio de la adición de una solución coagulante salina o ácida.

5 Ya que se ha reconocido durante un tiempo que una buena dispersión de un agente de relleno para coagulación en el elastómero es importante para lograr una buena calidad y rendimiento consistente de producto, se han consagrado esfuerzos considerables al desarrollo de procedimientos para la evaluación de la calidad de la dispersión en el caucho. Los métodos desarrollados incluyen, por ejemplo la Carta de Dispersión de Cabot y diferentes procedimientos de análisis de imágenes. La calidad de la dispersión puede ser definida como el estado logrado de la mezcla. Una dispersión ideal de negro de carbón es el estado en el cual se rompen los aglomerados del negro de carbón (o los gránulos) en agregados (logrados por medio de una mezcla dispersiva) uniformemente separados entre sí en el elastómero (logrado por medio de mezcla distributiva), con las superficies de todos los agregados del negro de carbón completamente humectados por la matriz del caucho (usualmente denominado incorporación).

15 La dispersión a nivel macro del negro de carbón o de otro agente de relleno en caucho natural no curado u otro elastómero adecuado puede ser evaluada utilizando análisis de imágenes de muestras de la superficie de corte. Típicamente, se toman de cinco a diez imágenes ópticas seleccionadas en forma arbitraria de la superficie de corte para el análisis de las imágenes. Se remueven preferiblemente las marcas del cuchillo y similares utilizando una técnica numérica de filtración. De este modo el análisis de la imagen de la superficie de corte proporciona información relacionada con la calidad de la dispersión del negro de carbón dentro de un compuesto de caucho natural. Específicamente, el porcentaje del área no dispersada D (%) indica la calidad de la dispersión a nivel macro del negro de carbón. A medida que se degrada la calidad de la dispersión a nivel macro, se incrementa el porcentaje del área no dispersada. Por lo tanto, se puede mejorar la calidad de la dispersión reduciendo el porcentaje del área no dispersada.

25 Se puede utilizar un analizador de imágenes comercial, por ejemplo el analizador de imágenes modelo IBAS Compact de la compañía Kontron Elektronik GmbH (Múnich, Alemania) para medir la dispersión a nivel macro del negro de carbón o de otro agente de relleno. Típicamente, en los ensayos cuantitativos de dispersión a nivel macro utilizados en la industria del caucho, el tamaño crítico de corte es de 10 micrones. Los defectos con un tamaño aproximadamente mayor a 10 micrones típicamente consistente en negro de carbón u otro agente de relleno no dispersado, así como cualquier particular u otro contaminante, que puedan afectar tanto el rendimiento visual como funcional. De este modo, la medición de la dispersión a nivel macro involucra la medición de defectos sobre una superficie (generada por medio de corte con un micrótopo, extrusión o corte) con un tamaño mayor a 10 micrones, por el área total de tales defectos por unidad de área examinada, utilizando un procedimiento de análisis de imágenes. La dispersión a nivel macro D (%) se calcula de la siguiente manera:

$$\text{Área no dispersada (\%)} = \frac{1}{A_m} \sum_{i=1}^m N_i \frac{\pi D_i^2}{4}$$

35 donde A_m = Área total de la superficie de la muestra examinada

N_i = Número de defectos con tamaño D_i

D_i = Diámetro del círculo que tiene la misma área que aquella del defecto (diámetro circular equivalente)

m = número de imágenes

40 Desde hace tiempo ha existido la necesidad de diferentes industrias de compuestos elastoméricos del agente de relleno en partículas disperso en un elastómero adecuado, especialmente, por ejemplo, negro de carbón disperso en caucho natural, que tiene una dispersión mejorada a nivel macro. Como se discutió anteriormente, una dispersión mejorada a nivel macro puede proporcionar por lo tanto características estéticas y funcionales. Son especialmente deseables nuevos compuestos elastoméricos de negro de carbón en caucho natural en donde se logra una mejor dispersión a nivel macro junto con una Viscosidad Mooney controlada, mayor peso molecular del caucho natural, y mayor cantidad de caucho unido.

45

Un objetivo de la presente invención es satisfacer algunas o todas estas necesidades por largo tiempo sentidas.

Resumen de la invención

De acuerdo con un primer aspecto, un método para tratar una mezcla madre sustancialmente coagulada que tiene un agente de relleno en partículas y un elastómero incluye las etapas de alimentar la mezcla madre a un puerto de

5 alimentaci3n de un mezclador continuo que tiene m3ltiples rotores axialmente orientados en una c3mara de procesamiento alargada; procesar la mezcla madre a trav3s de la c3mara de procesamiento del mezclador continuo por medio de una operaci3n controlada de los rotores; y descargar la mezcla madre desde un orificio de descarga del mezclador continuo. En ciertas modalidades preferidas, el m3todo puede incluir tambi3n la etapa de pasar la mezcla madre desde el orificio de descarga del mezclador continuo a trav3s de un molino abierto y/o la etapa de formar una composici3n con material adicional dentro de la mezcla madre en el mezclador continuo. En ciertas modalidades preferidas, se puede seleccionar el material adicional a partir de un agente de relleno adicional, elast3mero adicional, una segunda mezcla madre, aceite y otros aditivos. En ciertas modalidades preferidas, el mezclador continuo seca la mezcla madre. En ciertas modalidades preferidas, el mezclador continuo controla la Viscosidad Mooney de la mezcla madre.

10 De acuerdo con otro aspecto, un m3todo de flujo continuo para producir un compuesto elast3mero incluye las etapas de alimentar un flujo continuo de un primer fluido que incluye l3tex elast3mero a una zona de mezcla de un reactor de coagulaci3n que definen una zona de coagulaci3n alargada que se extiende desde la zona de mezcla hasta un extremo de descarga; alimentar un flujo continuo de un segundo fluido que tienen agente de relleno en part3culas a presi3n a la zona de mezcla del reactor de coagulaci3n para formar una mezcla con el l3tex elast3mero, pasando la mezcla con un flujo continuo hasta el extremo de descarga y siendo 3l agente de relleno en part3culas efectivo para coagular al l3tex elast3mero, en donde la mezcla del primer fluido y del segundo fluido dentro de la zona de mezcla es suficientemente energ3tica para coagular en forma sustancialmente completa al l3tex elast3mero con el agente de relleno en part3culas antes del extremo de descarga; descargar un flujo sustancialmente continuo de compuesto elast3mero desde el extremo de descarga del reactor de coagulaci3n; alimentar el flujo sustancialmente continuo de compuesto elast3mero a un puerto de alimentaci3n de un mezclador continuo que tiene m3ltiples rotores paralelos orientados en forma axial en una c3mara de procesamiento alargada; procesar el compuesto elast3mero a trav3s de la c3mara de procesamiento del mezclador continuo por medio de la operaci3n controlada de los rotores; y descargar el compuesto elast3mero desde un orificio de descarga del mezclador continuo. En ciertas modalidades preferidas, el m3todo tambi3n incluye la etapa de procesar el compuesto elast3mero desde el orificio de descarga del mezclador continuo a trav3s de un molino abierto.

15 Un aparato para producir compuesto elast3mero del agente de relleno en part3culas dispersado en elast3mero, que no forma parte de la presente invenci3n, tiene un reactor de coagulaci3n que define una zona de mezcla y una zona de coagulaci3n alargada que se extiende desde la zona de mezcla hasta un extremo de descarga; un medio de alimentaci3n del l3tex para alimentar fluido de l3tex elast3mero en forma continua hacia la zona de mezcla; un medio de alimentaci3n del agente de relleno para alimentar al fluido del agente de relleno en part3culas como un chorro continuo dentro de la zona de mezcla para formar una mezcla con el fluido de l3tex elast3mero que viaja desde la zona de mezcla hasta el extremo de descarga de la zona de coagulaci3n, en donde la distancia entre la zona de mezcla y el extremo de descarga es suficiente para permitir la coagulaci3n sustancialmente completa del l3tex elast3mero antes de alcanzar el extremo de descarga; y un mezclador continuo que tiene un puerto de alimentaci3n operativamente conectado con el extremo de descarga de la zona de coagulaci3n para recibir la mezcla coagulada del l3tex elast3mero y el agente de relleno en part3culas, un orificio de descarga, una c3mara de procesamiento alargada, y una pluralidad de rotores orientados en forma axial dentro de la c3mara de procesamiento. En ciertas modalidades preferidas, el aparato tiene adem3s un medio de transporte para transportar un flujo sustancialmente continuo de compuesto elast3mero desde el extremo de descarga de la zona de coagulaci3n hasta el puerto de alimentaci3n del mezclador continuo.

20 De acuerdo con otro aspecto, un compuesto elast3mero tienen elast3mero sustancialmente coagulado en el cual el agente de relleno en part3culas ha sido dispersado por medio de la alimentaci3n de un flujo continuo de un primer fluido que tiene l3tex elast3mero hasta una zona de mezcla de un reactor de coagulaci3n que define una zona de coagulaci3n alargada que se extiende desde la zona de mezcla hasta un extremo de descarga; alimentar un flujo continuo de un segundo fluido que tiene agente de relleno en part3culas a presi3n a la zona de mezcla del reactor de coagulaci3n para formar una mezcla con el l3tex elast3mero, pasando la mezcla con un flujo continuo hasta el extremo de descarga, y siendo 3l agente de relleno en part3culas efectivo para coagular el l3tex elast3mero, en donde la mezcla del primer fluido y el segundo fluido dentro de la zona de mezcla es suficientemente energ3tica para coagular en forma sustancialmente completa al l3tex elast3mero con el agente de relleno en part3culas antes de alcanzar el extremo de descarga; descargar un flujo sustancialmente continuo de compuesto elast3mero desde el extremo de descarga del reactor de coagulaci3n; alimentar el compuesto elast3mero desde el extremo de descarga del reactor de coagulaci3n hasta un mezclador continuo que tiene m3ltiples rotores alargados en forma paralela orientados en forma axial en una c3mara de procesamiento alargada; procesar la mezcla madre a trav3s de la c3mara de procesamiento del mezclador continuo por medio de la operaci3n controlada de los rotores; y descargar la mezcla madre desde un orificio de descarga del mezclador continuo.

25 De acuerdo con otro aspecto, se procesa la mezcla madre en un mezclador continuo como se describe m3s arriba junto con la adici3n de otros materiales. Espec3ficamente, los materiales adicionales pueden ser un agente adicional de relleno; elast3meros adicionales; mezcla madre adicional, que contiene compuesto elast3mero y negro de carb3n u otro agente de relleno; cualquiera de los diferentes aditivos conocidos utilizados en compuestos elast3meros, por

ejemplo antioxidantes, agentes antiozonizadores, plastificantes, auxiliares de procesamiento (por ejemplo, polímeros líquidos, agentes y similares), resinas, retardantes de llama, aceites para extender el caucho, lubricantes, y una mezcla de cualquiera de ellos; y un sistema de vulcanización, o una mezcla de cualquiera de estos.

5 De acuerdo con otro aspecto, un método para reparar una mezcla madre de elastómero comprende la alimentación en forma simultánea de un fluido de agente de relleno en partículas y un fluido de látex elastómero a una zona de mezcla de un reactor de coagulación, seguido por el procesamiento adicional en una extrusora extractora de agua y la formación continua de compuesto, como se describe más arriba. Más preferiblemente la extrusora extractora de agua del reactor de coagulación y el mezclador continuo operan juntos en una línea de producción de flujo continuo. Una zona de coagulación del reactor de coagulación se extiende desde la zona de mezcla, preferiblemente incrementando progresivamente en el área de la sección transversal en la dirección corriente abajo desde un extremo de entrada hasta un extremo de descarga. El látex elastómero puede ser natural o sintético y el fluido del agente de relleno en partículas incluye negro de carbón u otro agente de relleno en partículas efectivo para coagular el látex. El fluido del agente de relleno en partículas es alimentado a la zona de mezcla preferiblemente como un chorro continuo a alta velocidad del fluido inyectado, mientras que el fluido de látex es alimentado a baja velocidad. La velocidad, el caudal y la concentración de partículas del fluido del agente de relleno en partículas son suficientes para provocar una mezcla de alto corte con el fluido de látex y la turbulencia del flujo de la mezcla al menos dentro de una porción corriente arriba de la zona de coagulación, para coagular en forma sustancialmente completa al látex elastómero con el agente de relleno en partículas antes de alcanzar el extremo de descarga. Se logra entonces una coagulación sustancialmente completa, de acuerdo con modalidades preferidas, sin la necesidad de emplear un agente de coagulación ácido o salino. El reactor de coagulación es discutido en forma detallada en la Patente de los Estados Unidos de propiedad común y en trámite No. 6.048.923 (Solicitud No. 08/823.411) y en la Solicitud PCT Publicada con el Número Serial PCT/US97/05276 (WO97/36724). La mezcla madre del reactor de coagulación es alimentada a través de una extrusora extractora de agua para remover la mayor parte del agua de la mezcla madre y luego dentro de un puerto de alimentación del mezclador continuo divulgado más arriba, preferiblemente en una corriente de flujo continuo desde el reactor de coagulación. El mezclador continuo seca la mezcla madre de elastómero, proporciona control sobre la Viscosidad Mooney de la mezcla madre de elastómero y, en ciertas modalidades preferidas, controla otras características y las propiedades de desempeño de la mezcla madre a través de la manipulación de los parámetros de operación del mezclador continuo, incluida la velocidad del rotor, la velocidad del flujo, el tamaño del orificio de descarga, la temperatura del orificio de descarga y la temperatura de la cámara de procesamiento. La mezcla madre puede, de acuerdo con ciertas modalidades preferidas, ser procesada opcionalmente adicionalmente después del mezclador continuo por medio de un molino abierto para controlar adicionalmente la Viscosidad Mooney de la mezcla madre. Esto es especialmente conveniente, ya que la mezcla madre elastomérica producida por el reactor de coagulación puede tener una Viscosidad Mooney que sea muy alta para uso en ciertas aplicaciones. Se ha encontrado ahora que el procesamiento adicional de la mezcla madre por parte del mezclador continuo y el molino abierto proporciona un excelente control del producto para lograr una Viscosidad Mooney y un nivel de humedad deseados.

40 En modalidades especialmente preferidas, la extrusora extractora de agua divulgada más arriba está conectada al reactor de coagulación por medio de una cinta transportadora o conducto para transportar la mezcla madre desde el reactor de coagulación hasta la extrusora extractora de agua, y el mezclador continuo se encuentra directamente corriente abajo de la extrusora extractora de agua, de tal manera que la mezcla madre es producida y tratada en un proceso de flujo continuo. De este modo, se crea una línea de proceso continuo para la formación y el tratamiento de mezcla madre elastomérica, que permite una significativa economía en la producción. El uso del mezclador continuo con una extrusora extractora de agua y un reactor de coagulación en una línea de proceso continuo puede facilitar el control y el cambio de los parámetros de operación de la línea de producción y tratamiento de la mezcla madre sin interrumpir la línea del proceso continuo.

Un reactor de coagulación, una extrusora extractora de agua y un mezclador continuo descritos más arriba están acoplados en una línea de producción y tratamiento de la mezcla madre. De acuerdo con ciertas modalidades preferidas, se provee de un molino abierto para enfriar la mezcla madre elastomérica y controlar adicionalmente su Viscosidad Mooney después de que pasa a través del mezclador continuo.

50 Se proveen medios para alimentar un fluido de látex elastómero a la zona de mezcla del reactor de coagulación citado anteriormente, preferiblemente a baja presión, bajo condiciones de flujo de tipo sustancialmente laminar, y se proveen medios para alimentar simultáneamente un fluido del agente de relleno en partículas a la zona de mezcla bajo una presión suficiente para crear un chorro de velocidad o energía cinética adecuadas para introducir el látex elastómero, como se describió anteriormente, y lograr la coagulación antes de que el producto que fluye corriente abajo desde la zona de mezcla alcance el extremo de descarga del reactor de coagulación. De acuerdo con ciertas modalidades preferidas descritas en forma detallada más adelante, el medio para alimentar el fluido de látex elastómero y el medio de separación para alimentar el fluido del agente de relleno en partículas pueden tener cada uno un canal de alimentación en una cámara de mezcla integrada con una pieza sustancialmente tubular que define la zona de coagulación. La zona de mezcla puede estar ubicada en la unión de tales canales dentro de la cámara de mezcla. De acuerdo con ciertas modalidades preferidas, la zona de mezcla es simplemente una extensión coaxial de

la zona de coagulación. El incremento progresivo en el área de la sección transversal del reactor de coagulación es continuo en ciertas modalidades preferidas y es discontinuo en otras modalidades preferidas. Se ubican una extrusora extractora de agua y un mezclador continuo corriente abajo del reactor de coagulación para procesar adicionalmente la mezcla madre elastomérica, proporcionando el secado y el control de la Viscosidad Mooney y otras propiedades físicas y características de rendimiento de la mezcla madre elastomérica. En ciertas modalidades preferidas, se puede acoplar un molino abierto al orificio de descarga del mezclador continuo, ya sea directamente o a través de una cinta transportadora u otro conducto, para proporcionar incluso un tratamiento adicional de la mezcla madre elastomérica. Las características opcionales y preferidas adicionales del aparato divulgado aquí para la producción en flujo continuo de la mezcla madre elastomérica son discutidas en la descripción detallada más adelante.

De acuerdo con aún otro aspecto, se suministran los compuestos elastómeros como un producto del proceso o el aparato divulgados anteriormente. De acuerdo con modalidades preferidas, se suministran nuevos compuestos elastómeros que tienen un nivel de dispersión a escala macro del agente de relleno en partículas, un peso molecular del elastómero, un nivel de carga de partículas, escogencia del agente de relleno en partículas (incluido, por ejemplo, agentes de relleno de negro de carbón de un área superficial excepcionalmente alta y estructura baja), Viscosidad Mooney controlada y/o otras propiedades físicas o características de rendimiento no logradas previamente. Adicionalmente, se puede obtener un balance adecuado entre el peso molecular y el caucho unido de la mezcla madre para una Viscosidad Mooney dada. En ese sentido, los métodos y aparatos divulgados aquí pueden lograr una excelente dispersión a nivel macro, incluso de ciertos agentes de relleno, por ejemplo negros de carbón que tienen una relación de estructura con respecto al área superficial DBP:CTAB menor a 1,2 e incluso menor a 1, en elastómeros como por ejemplo caucho natural, mientras se minimiza la degradación del peso molecular del elastómero y una Viscosidad Mooney altamente controlada. De acuerdo con incluso otros aspectos de la invención, se proporcionan productos intermedios así como productos finales que se forman a partir de los compuestos elastómeros formados producidos por los métodos o aparatos divulgados aquí, por ejemplo, neumáticos y componentes de neumáticos. Otros ejemplos de tales productos finales están enlistados más adelante.

Éstos y otros aspectos y ventajas de las diferentes modalidades de la invención serán mejor entendidos con base en la siguiente discusión detallada de ciertas modalidades preferidas.

Breve descripción de los dibujos

La siguiente discusión de ciertas modalidades preferidas harán referencia a los dibujos anexos en donde:

La Fig. 1 es una ilustración esquemática de un diagrama de flujo del aparato y el método para preparar la mezcla madre elastomérica de acuerdo con ciertas modalidades preferidas de la presente invención i;

La Fig. 2 es una vista en alzado, parcialmente esquemática, de una modalidad preferida consistente con la ilustración esquemática del diagrama de flujo de la Fig. 1;

La Fig. 3 es una vista en alzado, parcialmente esquemática, de una modalidad alternativa preferida consistente con la ilustración esquemática del diagrama de flujo de la Fig. 1;

La Fig. 4 es una vista en alzado, parcialmente en sección, del montaje de la cámara de mezcla/reactor de coagulación de la modalidad de la Fig. 3;

La Fig. 5 es una vista en alzado, parcialmente en sección, correspondiente a la vista de la Fig. 4, que ilustra una modalidad alternativa preferida;

La Fig. 6 es una vista en sección tomada a través de la línea 6 - 6 de la Fig. 5;

La Fig. 7 es una vista en sección de una cámara de mezcla adecuada para uso en una modalidad alternativa preferida;

La Fig. 8 es un diagrama esquemático de flujo de una porción de una modalidad alternativa de la línea de producción de la mezcla madre de la Fig. 1 se muestra al mezclador continuo de la Fig. 1 en sección; y

La Fig. 9 es un diagrama esquemático de flujo de una porción de una modalidad alternativa del aparato y el método de la Fig. 1.

Debe entenderse que los dibujos anexos no están necesariamente precisamente a escala. Ciertas características pueden haber sido alargadas o reducidas por conveniencia o claridad de la ilustración. Las referencias direccionales utilizadas en la siguiente discusión se basan en la orientación de los componentes ilustrados en los dibujos a menos

que se establezca otra cosa o sean claras a partir del contexto. En general, el aparato de acuerdo con diferentes modalidades de la invención puede ser empleado en diferentes arreglos. Dentro de las habilidades de aquellos capacitados en el arte, dado el beneficio de la presente descripción, está el determinar las dimensiones y orientaciones apropiadas para aparatos de la invención que empleen habilidades técnicas de rutina y que tengan en cuenta factores bien conocidos especiales para la aplicación pretendida, por ejemplo volúmenes de producción deseados, selección de material, ciclo de trabajo, y similares. Los números de referencia utilizados en un dibujo pueden ser utilizados en otros dibujos para la misma característica o elemento.

Descripción detallada de ciertas modalidades preferidas

La siguiente es una descripción detallada de ciertas modalidades preferidas de la presente invención y no se pretende que limite la presente invención a las modalidades descritas más adelante.

En virtud del método y del aparato divulgados aquí, se pueden procesar la mezcla madre elastomérica húmeda para remover la humedad, reducir su Viscosidad Mooney, y/o para formar una composición con otros materiales. Preferiblemente se produce la mezcla madre en un proceso de flujo continuo que involucra una mezcla de fluidos de látex elastómero y agente de relleno en partículas con niveles de turbulencia y condiciones de control del flujo suficientes para lograr la coagulación incluso sin el uso de agentes tradicionales de coagulación. En realidad, se reconocerá inmediatamente que es de gran beneficio comercial que se logre un glomérulo de la mezcla madre elastomérica, es decir, que se logre látex coagulado, sin necesidad ya sea de un secado de masticación intensivo del elastómero con el agente de relleno o la exposición de una composición en partículas/látex líquido a una corriente o tanque de coagulante. De este modo, en la implementación comercial de rutina se puede evitar el costo y la complejidad del empleo de soluciones de coagulación ácidas. Las técnicas anteriores que involucran una premezcla de látex y de partículas, por ejemplo en la patente de Heller et al. anteriormente mencionada y en la patente de Hagopian et al. incluso no reconocen la posibilidad de lograr coagulación sin la exposición de la mezcla de látex/en partículas a la solución coagulante habitual con sus costos concomitantes y desventajas de disposición de los residuos. La mezcla madre elastomérica producida por este proceso de flujo continuo puede tener una Viscosidad Mooney y un nivel de humedad que son muy altos para ciertas aplicaciones. El uso de una extrusora extractora de agua y un mezclador continuo, descritos en más detalle más adelante, secan la mezcla madre elastomérica y controlan su Viscosidad Mooney, mientras se optimiza el peso molecular y el caucho unido.

Las velocidades de alimentación del fluido de látex y del fluido del agente de relleno en partículas a la zona de mezcla del reactor de coagulación pueden ser medidas en forma precisa para lograr altas tasas de rendimiento, con poco látex libre y poco agente de relleno no dispersado en el glomérulo del producto en el extremo de descarga del reactor de coagulación. Sin querer estar atado a la teoría, actualmente se entiende que se establece un sistema cuasi-mono-fase en la zona de mezcla excepto por los sólidos de la coagulación que se forman allí y/o corriente abajo de la misma en la sonda de coagulación. Se cree que una velocidad de alimentación extremadamente alta del fluido del agente de relleno en partículas dentro de la zona de mezcla del reactor de coagulación y la velocidad diferencial con relación a la alimentación del fluido de látex es importante para lograr turbulencia suficiente, es decir, un corte suficientemente energético del látex por el impacto del chorro del fluido del agente de relleno en partículas par la homogenización de la mezcla y dispersión de las partículas dentro del fluido de látex y la coagulación. Energías de mezcla altas producen un producto del glomérulo de la mezcla madre con excelente dispersión, junto con un suministro controlado de producto. Se crea el coágulo y luego forma un extruido deseable.

Más adelante se discuten ciertas modalidades preferidas, de métodos y aparatos para producir los nuevos compuestos elastoméricos divulgados aquí. Aunque diferentes modalidades preferidas de la invención pueden emplear una variedad de diferentes agentes de relleno y de elastómeros, ciertas porciones de la siguiente descripción detallada de aspectos del método y del aparato de la invención describirán, por conveniencia, su uso principalmente en la producción de la mezcla madre que contiene caucho natural y negro de carbón. Dentro de las habilidades propias de aquellas personas capacitadas en el arte, dados los beneficios de esta descripción, estará el empleo del método y del aparato divulgado aquí de acuerdo con los principios de operación discutidos más adelante para producir una mezcla madre que contenga una cantidad de elastómeros, agentes de relleno alternativos o adicionales y otros materiales. En resumen, tales métodos para preparar una mezcla madre elastomérica involucran la alimentación en forma simultánea de una suspensión de negro de carbón u otro agente de relleno y de un fluido del látex de caucho natural o de otro fluido adecuado de elastómero a una zona de mezcla de un reactor de coagulación. Una zona de coagulación se extiende desde la zona de mezcla, incrementando preferiblemente progresivamente el área de la sección transversal en dirección corriente abajo desde un extremo de entrada hasta un extremo de descarga. La suspensión es alimentada a la zona de mezcla preferiblemente como un chorro continuo a alta velocidad del fluido inyectado, mientras que el fluido del látex de caucho natural es alimentado a una velocidad relativamente baja. La alta velocidad, la tasa de flujo y la concentración de partículas de la suspensión del agente de relleno son suficientes para provocar la mezcla y un alto corte del fluido de látex, turbulencia de flujo de la mezcla al menos dentro de una porción corriente arriba de la zona de coagulación, y coagula sustancialmente completamente al látex elastómero antes del extremo de descarga. La coagulación sustancialmente completa puede ser lograda por lo tanto, de acuerdo con modalidades preferidas, sin necesidad de emplear un agente de

5 coagulación salino o ácido. El método preferido de flujo continuo para la producción de compuestos elastómeros comprende la alimentación continua o simultánea del fluido de látex y la suspensión del agente de relleno a la zona de mezcla del reactor de coagulación, estableciendo un flujo continuo, semi-confinado de una mezcla del látex y la suspensión del agente de relleno en la zona de coagulación. Los glomérulos del compuesto elastómero en la forma de "gusanos" o de glóbulos son descargados a partir del extremo de descarga del reactor de coagulación como un flujo sustancialmente constante al mismo tiempo con la alimentación en curso de las corrientes en suspensión de látex y de negro de carbón dentro de la zona de mezcla del reactor de coagulación. Notablemente, el flujo tipo pistón y en condiciones de presión atmosférica o cercana a la atmosférica en el extremo de descarga del reactor de coagulación son altamente convenientes para facilitar el control y la recolección del producto del compuesto elastómero, por ejemplo para etapas de procesamiento inmediatas o posteriores. Las tasas de alimentación del fluido del látex de caucho natural y de la suspensión de negro de carbón a la zona de mezcla del reactor de coagulación pueden ser medidas en forma precisa para lograr altas tasas de rendimiento, con poco látex libre y poco negro de carbón no dispersado en el glomérulo del producto en el extremo de descarga del reactor de coagulación. Sin querer estar atado a la teoría, actualmente se entiende que se establece un sistema cuasi-mono-fase en la zona de mezcla excepto por qué los sólidos de la coagulación se forman allí y/o corriente abajo de la misma en la zona de coagulación. Se cree que la velocidad de alimentación extremadamente alta de la suspensión del negro de carbón en la zona de mezcla del reactor de coagulación y la velocidad diferencial con relación al fluido del látex de caucho natural son importantes para lograr la turbulencia necesaria, es decir, un corte suficientemente energético del látex por el impacto del chorro de fluido del agente de relleno en partículas, para la homogeneización de la mezcla y la dispersión de las partículas dentro del fluido de látex y la coagulación. Altas energías de mezcla producen al nuevo producto con una excelente dispersión a nivel macro, junto con un suministro controlado del producto. Se crea el coágulo y luego se le da forma en un extruido deseable. La mayor parte del agua en el extruido es preferiblemente removida luego por medio de una extrusora para extraer el agua (por ejemplo, aproximadamente desde un contenido de 80% de agua hasta aproximadamente un contenido de agua de 15% a 25%) y procesado adicionalmente por medio de un mezclador continuo para secar la mezcla madre elastomérica hasta un nivel deseado (por ejemplo, un contenido de agua aproximadamente por debajo del 1%) y se controla su Viscosidad Mooney. En ciertas modalidades preferidas, la mezcla madre es luego procesada por medio de un molino abierto para controlar adicionalmente la Viscosidad Mooney de la mezcla madre elastomérica.

30 El aparato preferido anteriormente mencionado y las técnicas para producir los compuestos elastómeros divulgados aquí junto son discutidos con los dibujos anexos, en donde un método de flujo continuo para producir la mezcla madre elastomérica emplea un flujo continuo semi-confinado de látex elastómero, por ejemplo, látex de caucho natural (látex de campo o concentrado) mezclado con una suspensión del agente de relleno, por ejemplo, una suspensión acuosa de negro de carbón, en un reactor de coagulación que forma una zona de coagulación alargada que se extiende, preferiblemente con un aumento progresivo del área de la sección transversal, desde un extremo de entrada hasta un extremo de descarga. El término flujo "semi-confinado" se refiere a una característica muy ventajosa. Como se utiliza aquí el término, se entiende que la ruta de flujo seguida por el fluido mezclado del látex y la suspensión del agente de relleno dentro del reactor de coagulación es cerrada o sustancialmente cerrada corriente arriba de la zona de mezcla y es abierta el extremo opuesto corriente abajo del reactor de coagulación, es decir, en el extremo de descarga del reactor de coagulación. Se mantienen vigentes las condiciones de turbulencia en la porción corriente arriba de la zona de coagulación, en una forma al menos casi constante al mismo tiempo con unas concesiones de flujo sustancialmente de tipo pistón el extremo abierto de descarga del reactor de coagulación. El extremo de descarga está "abierto" al menos en el sentido que permite la descarga del coágulo, generalmente a o cerca de la presión atmosférica y, típicamente, por simple caída por gravedad (opcionalmente en una trayectoria de flujo cerrada o protegida) en un medio de recolección adecuado, por ejemplo una tolva conectada a una extrusora extractora de agua. De este modo, el flujo semi-confinado resulta en un gradiente de turbulencia que se extiende en forma axial o longitudinal al menos dentro de una porción del reactor de coagulación. Sin querer estar atado a la teoría, actualmente se entiende que la zona de coagulación es importante al permitir una mezcla de alta turbulencia y coagulación en una porción corriente arriba del reactor de coagulación, junto con un flujo de descarga sustancialmente de tipo pistón de un producto sólido en el extremo de descarga. La inyección del negro de carbón o de otra suspensión del agente de relleno como un chorro continuo dentro de la zona de mezcla se produce en movimiento simultáneamente con la facilidad de recolección de los glomérulos de la mezcla madre elastomérica descargados bajo condiciones de flujo sustancialmente de tipo pistón y generalmente a presión ambiental en extremo de descarga del reactor de coagulación. En forma similar, las velocidades axiales de la suspensión a través de la boquilla de la suspensión dentro de la zona de mezcla y, típicamente, en el extremo corriente arriba de la zona de coagulación son sustancialmente mayores que en el extremo de descarga. La velocidad axial de la suspensión será típicamente de varios cientos de pies por segundo a medida que ingresa a la zona de mezcla, preferiblemente desde un tubo de alimentación orientado en forma axial con un orificio pequeño, de acuerdo con las modalidades preferidas discutidas más adelante. La velocidad axial del flujo resultante en el extremo de entrada de un reactor de coagulación con un área de la sección transversal que se expande en una aplicación típica, puede ser, por ejemplo, de 1,5 a 6,1 m/s (5 a 20 pies por segundo), y más usualmente de 2,1 a 4,6 m/s (7 a 15 pies por segundo). En el extremo de descarga, por el contrario una vez más, la velocidad axial del producto del glomérulo de la mezcla madre que es descargado aquí será en una aplicación típica aproximadamente de 0,3 a 3,0 m/s (1 a 10 pies por segundo), y en forma más general de 0,6 a 1,5 m/s (2 a 5 pies por segundo). De este modo, el flujo turbulento semi-confinado anteriormente mencionado logra la ventaja muy significativa de que el caucho natural u otro látex elastómero se

coagule por la mezcla con negro de carbón u otro agente de relleno incluso en ausencia del tratamiento posterior en una corriente o tanque de ácido, sal u otra solución coagulante, con un suministro controlado de producto preferiblemente cuasi-moldeado desde el reactor de coagulación para su posterior procesamiento.

5 También debe reconocerse en este sentido que la turbulencia del flujo se reduce a lo largo del reactor de coagulación en su camino hacia el extremo de descarga. El flujo sustancial de tipo pistón de un producto sólido se logra antes del extremo de descarga, dependiendo de factores tales como el porcentaje de utilización de la capacidad, de la selección de los materiales y similares. La prensa que se hace aquí al flujo que es sustancialmente de tipo pistón en o antes del extremo de descarga del reactor de coagulación debe entenderse a la luz del hecho de que el flujo en el extremo de descarga está compuesto principalmente o completamente de glomérulo de la mezcla madre, es decir, glóbulos o "gusanos" de mezcla madre elastomérica coagulada. El glomérulo es típicamente cuasi-moldeado a la forma interior de la zona de coagulación en el punto a lo largo de la zona de coagulación en la cual el flujo se torna sustancialmente en uno de tipo pistón. La masa de "gusanos" o glóbulos en constante avance tiene convenientemente un flujo de tipo pistón en el sentido de que ellos viajan generalmente o fundamentalmente en sentido axial hacia el extremo de descarga y en cualquier momento en una sección transversal dada de la zona de coagulación cerca del extremo de descarga tienen una velocidad bastante uniforme, de tal manera que son fácilmente recolectados y controlados para su posterior procesamiento. De este modo, el aspecto de la mezcla de la fase fluida divulgado aquí puede ser llevado a cabo convenientemente en condiciones de estado estacionario o cuasi-estacionario, resultando en niveles altos de uniformidad del producto.

20 Una modalidad preferida del método y el aparato divulgados aquí es ilustrada aquí en forma esquemática en la Fig. 1. Aquellas personas capacitadas en el arte reconocerán que los diferentes aspectos de la configuración del sistema, selección de componentes y similares dependerán hasta cierto punto de las características particulares de la pretendida aplicación. De este modo, por ejemplo, factores tales como la capacidad máxima de rendimiento del sistema y la flexibilidad de selección del material influenciarán el tamaño y la disposición de los componentes del sistema. En general, tales consideraciones harán parte de los conocimientos de aquellos capacitados en el arte gracias a la presente descripción. El sistema ilustrado en la Fig. 1 se observa que incluyen medios para alimentar látex de caucho natural u otro fluido de látex elastómero a baja presión y baja velocidad en forma continua a una zona de mezcla de un reactor de coagulación. Más particularmente, se muestra un tanque a presión para látex 10, para mantener la fuente de alimentación de látex bajo presión. Alternativamente, se puede utilizar un tanque para almacenamiento de látex, equipado con una bomba peristáltica o una serie de bombas u otro medio adecuado de alimentación adaptado para contener el fluido de látex elastómero que va a ser alimentado a través de la línea de alimentación 12 hasta una zona de mezcla de un reactor de coagulación 14. El fluido de látex en el tanque 10 puede ser mantenido a la presión del aire o bajo presión de nitrógeno o similar, de tal manera que el fluido de látex sea alimentado a la zona de mezcla a una presión de línea preferiblemente menor a 68,9 kPa (10 psig), más preferiblemente aproximadamente 13,8 a 55,2 kPa (2 - 8 psig), y típicamente aproximadamente 34,5 kPa (5 psig). La presión de alimentación del látex y las líneas de flujo, conexiones, etc., del medio de alimentación del látex deben estar dispuestas para mantener el corte en el fluido de látex en movimiento tan bajo como sea razonablemente posible. Preferiblemente todas las líneas de flujo, por ejemplo, son lisas, solamente con giros de gran radio, si los hay, e interconexiones entre las líneas lisas o ensanchadas. Se selecciona la presión para que produzca la velocidad de flujo deseada en la zona de mezcla; un ejemplo de una velocidad útil de flujo es aproximadamente no mayor a 12 pies por segundo.

45 Los fluidos adecuados de látex elastómero incluyen tanto redes elastoméricas naturales como sintéticas y mezclas de látex. El látex, desde luego, debe ser adecuado para coagulación por medio del agente seleccionado de relleno en partículas y debe ser adecuado para el uso pretendido o la aplicación del producto final de caucho. Dentro de las habilidades propias de aquellos capacitados en el arte estará la selección del látex elastómero adecuado o una mezcla adecuada de redes elastoméricas para uso en los métodos y aparatos divulgados aquí, gracias a esta descripción. Los ejemplos de elastómeros incluyen, pero no se limitan a, cauchos, polímeros (por ejemplo, homopolímeros, copolímeros y/o terpolímeros) de 1,3-butadieno, estireno, isopreno, isobutileno, 2,3-dimetil-1,3-butadieno, acrilonitrilo, etileno, y propileno y similares. El elastómero puede tener una temperatura de transición vítrea (T_g) como la medida por medio de calorimetría diferencial de barrido (DSC) en el rango aproximadamente de -120°C hasta aproximadamente 0°C. Los ejemplos incl uyen, pero no se limitan a, caucho estireno-butadieno (SBR), caucho natural y sus derivados por ejemplo caucho clorado, polibutadieno, poliisopreno, poli (estireno-co-butadieno) y los derivados de extensión del aceite de cualquiera de ellos. Se pueden utilizar también mezclas de cualquiera de los anteriores. El látex puede estar en un líquido portador acuoso. Alternativamente, el líquido portador puede ser un disolvente hidrocarbonado. En cualquier caso, el fluido de látex elastómero debe ser adecuado para alimentación continua controlada a una velocidad, presión y concentración apropiadas dentro de la zona de mezcla. Los cauchos sintéticos particulares adecuados incluyen: copolímeros aproximadamente desde 10 hasta aproximadamente 70 por ciento en peso de estireno y aproximadamente desde 90 hasta aproximadamente 30 por ciento en peso de butadieno por ejemplo un copolímero de 19 partes de estireno y 81 partes de butadieno, un copolímero de 30 partes de estireno y 70 partes de butadieno, un copolímero de 43 partes de estireno y 57 partes de butadieno y un copolímero de 50 partes de estireno y 50 partes de butadieno; polímeros y copolímeros de dienos conjugados por ejemplo polibutadieno, poliisopreno, policloropreno, y similares, y copolímeros de tales dienos conjugados con un monómero que contiene un grupo etilénico co-polimerizable con los mismos por ejemplo estireno, metil estireno,

5 cloroestireno, acrilonitrilo, 2-vinil-piridina, 5-metil-2-vinilpiridina, 5-etil-2-vinilpiridina, 2-metil-5-vinilpiridina, acrilatos alquil-sustituídos, vinil cetona, metil isopropenil cetona, metil vinil éter, ácidos alfa-metilén carboxílicos y los ésteres y amidas de los mismos por ejemplo ácido acrílico y amida de ácido dialquilacrílico. También son adecuados para uso aquí copolímeros de etileno y otras alfa olefinas superiores por ejemplo propileno, buteno-1 y penteno-1. Como se observa más adelante, las composiciones de caucho de la presente invención puede contener, además del elastómero y el agente de relleno, un agente de acoplamiento, y opcionalmente, diferentes auxiliares de procesamiento, aceites para extender el caucho y antidegradantes.

10 En ese sentido, debe entenderse que los compuestos elastómeros divulgados aquí incluyen composiciones vulcanizadas (VR), vulcanizados termoplásticos (TPV), elastómeros termoplásticos (TPE) y poliolefinas termoplásticas (TPO). Los materiales TPV, TPE, y TPO se clasifican adicionalmente por su habilidad para ser extruidos y moldeados varias veces sin pérdida de las características de rendimiento.

15 Cuando el látex elastómero incluye látex de caucho natural, el látex de caucho natural puede contener látex de campo o concentrado de látex (producido, por ejemplo, por evaporación, centrifugación o un cremante). El látex de caucho natural, desde luego, debe ser adecuado para coagulación por medio del negro de carbón. Típicamente se provee el látex en un portador líquido acuoso. Alternativamente, el portador líquido puede ser un disolvente hidrocarbonado. En cualquier caso, el fluido de látex de caucho natural debe ser adecuado para alimentación continua controlada a una velocidad, presión y concentración apropiadas, dentro de la zona de mezcla. La bien conocida inestabilidad del látex de caucho natural es convenientemente acomodada, por cuanto es sometido a una presión relativamente baja y bajo corte a través del sistema hasta que es arrastrado dentro del flujo turbulento semi-confinado anteriormente mencionado después de encontrar la velocidad extraordinariamente alta y la energía cinética de la suspensión de negro de carbón en la zona de mezcla. En ciertas modalidades preferidas, por ejemplo, se alimenta el caucho natural a la zona de mezcla a una presión aproximadamente de 34,5 kPa (5 psig), con una velocidad de alimentación en el rango aproximadamente de 0,9 a 3,7 m/s (3 - 12 pies por segundo), más preferiblemente aproximadamente 1,2 a 1,8 m/s (4 - 6 pies por segundo). La selección de un látex adecuado o una mezcla de lo mismos estará dentro de las capacidades de aquellos capacitados en el arte gracias a la presente descripción y al conocimiento de los criterios de selección generalmente bien reconocidos en la industria.

20 El fluido del agente de relleno en partículas, por ejemplo, una suspensión de negro de carbón, es alimentado a la zona de mezcla en el extremo de entrada del reactor de coagulación 14 a través de la línea de alimentación 16. La suspensión puede contener cualquier agente de relleno adecuado en un fluido portador adecuado. La selección del fluido portador dependerá en gran medida de la escogencia del agente de relleno en partículas y de los parámetros del sistema. Se pueden utilizar tanto líquidos acuosos como no acuosos, siendo precedida el agua en muchas modalidades por su costo, disponibilidad e idoneidad de uso en la producción del negro de carbón y en algunas otras suspensiones del agente relleno o que pueden.

30 Cuando se utiliza como agente de relleno al negro de carbón, la selección del negro de carbón dependerá en gran medida del uso pretendido del producto de la mezcla madre elastomérica. Opcionalmente, el agente de relleno de negro de carbón puede incluir también cualquier material que pueda ser suspendido y alimentado a la zona de mezcla de acuerdo con los principios divulgados aquí. Otros agentes de relleno adecuados en partículas incluyen, por ejemplo, agentes de relleno conductores, agentes de relleno reforzadores, agentes de relleno que contienen fibras cortas (que tienen típicamente una relación de aspecto L/D menor a 40), laminillas, etc. Por lo tanto, los ejemplos de agentes de relleno en partículas que pueden emplearse en la producción de la mezcla madre elastomérica de acuerdo con los métodos y aparatos divulgados aquí, son negro de carbón, sílice evaporada, sílice precipitada, negro de carbón recubierto, negros de carbón con grupos químicos funcionales, por ejemplo aquellos que tienen grupos orgánicos enlazados, y negro de carbón tratado con silicio, ya sea solos o combinados entre sí. Los negros de carbón adecuados con grupos químicos funcionales incluyen a aquellos divulgados en la Solicitud Internacional No. PCT/US95/16194 (WO 9618688). En negro de carbón tratado con silicio, se distribuye una especie que contiene silicio por ejemplo un óxido o carburo de silicio, al menos a través de una porción del agregado de negro de carbón como parte intrínseca del negro de carbón. Los negros de carbón convencionales se presentan en la forma de agregados, donde cada agregado consiste de una sola fase, que es carbono. Esta fase puede presentarse en la forma de un carbono gráfico cristalino y/o amorfo, y usualmente es una mezcla de las dos formas. Como se señala en este documento, los agregados de negro de carbón pueden ser modificados por medio del depósito de especies que contienen silicio, por ejemplo sílice, al menos sobre una porción de la superficie de los agregados de negro de carbón. El resultado puede ser descrito como negros de carbón recubiertos con silicio. Los materiales descritos aquí como negros de carbón tratados con silicio no son agregados de negro de carbón que hayan sido recubiertos o bien modificados, sino que en realidad representan una clase diferente de agregado. En los negros de carbón tratados con silicio, los agregados contienen dos fases. Una fase es carbono, que puede estar presente como carbono gráfico cristalino y/o amorfo, mientras que la segunda fase es sílice (y posiblemente otras especies que contienen silicio). Por lo tanto, la fase con la especie que contiene silicio del negro de carbón tratado con silicio es una parte intrínseca del agregado; está distribuida al menos a través de una porción del agregado. Se apreciara que los agregados de múltiples fases son muy diferentes de los negros de carbón recubiertos con sílice mencionados anteriormente, que consisten de agregados de negro de carbón preformados de una sola fase que

tiene una especie que contiene silicio depositada sobre su superficie. Tales negros de carbón pueden ser tratados en su superficie con el propósito de colocar una función de sílice sobre la superficie del agregado de negro de carbón. En este proceso, se trata un agregado existente para depositar o recubrir con sílice (así como posiblemente otras especies que contienen silicio) al menos una porción de la superficie del agregado. Por ejemplo, se puede utilizar una solución acuosa de silicato de sodio para depositar sílice amorfa sobre la superficie de los agregados de negro de carbón en una suspensión acuosa a un pH alto, por ejemplo 6 o superior, como se discute en la Publicación de la Solicitud Japonesa No Examinada Abierta a Inspección Pública (Kokai) No. 63-63755. Más específicamente, se puede dispersar negro de carbón en agua para obtener una suspensión acuosa que consiste, por ejemplo, de aproximadamente 5% en peso de negro de carbón y 95% en peso de agua. Se calienta la suspensión aproximadamente por encima de 70°C, por ejemplo a 85 - 95°C, y se ajusta el pH por encima de 6, por ejemplo en un rango de 10 - 11, con una solución alcalina. Se elabora otra preparación de una solución de silicato de sodio, que contiene la cantidad de sílice que se desea depositar sobre el negro de carbón, y una solución ácida para llevar la solución del silicato de sodio hasta un pH neutro. Se añaden gota a las soluciones de silicato de sodio y de ácido a la suspensión, que es mantenida en su valor inicial del pH con solución ácida o alcalina según se considere conveniente. También se mantiene la temperatura de la solución. Una velocidad sugerida para la adición de la solución de silicato de sodio es calibrar la adición gota a gota hasta añadir aproximadamente 3% en peso de ácido silícico, con respecto a la cantidad total de negro de carbón, por hora. La suspensión debe ser agitada durante la adición, y después de completada durante varios minutos (por ejemplo 30) hasta unas pocas horas (esto es, 2 - 3). Por el contrario, los negros de carbón tratados con silicio pueden ser obtenidos por medio de la elaboración del negro de carbón en presencia de compuestos que contienen silicio volatilizable. Tales negros de carbón son producidos preferiblemente en un horno modular o "por etapas" de reactor para el negro de carbón que tiene una zona de combustión seguida por una zona de diámetro convergente, una zona de inyección para la materia prima con un diámetro restringido, y una zona de reacción. Una zona de apagado está localizada corriente abajo de la zona de reacción. Típicamente, se rocía un fluido de apagado, generalmente agua, dentro de la corriente de las partículas recientemente formadas de negro de carbono que fluyen desde la zona de reacción. En la producción del negro de carbón tratado con silicio, el compuesto volatilizable que contiene silicio anteriormente mencionado se introduce dentro del reactor con el negro de carbón en un punto corriente arriba de la zona de apagado. Los compuestos útiles son compuestos volatilizables a las temperaturas del reactor para el negro de carbón. Los ejemplos incluyen, pero no se limitan a, silicatos por ejemplo tetraetoxi ortosilicato (TEDS) y tetrametoxi ortosilicato, silanos por ejemplo tetracloro silano, y tricloro metilsilano; y polímeros volátiles de silicona por ejemplo octametiltetrasiloxano (OMTS). La velocidad de flujo del compuesto volatilizable determinará el porcentaje en peso del silicio en el negro de carbón tratado. El porcentaje en peso de silicio en el negro de carbón tratado está típicamente en el rango aproximadamente de 0,1 por ciento hasta 25 por ciento, preferiblemente aproximadamente 0,5 por ciento hasta aproximadamente 10 por ciento, y más preferiblemente aproximadamente 2 por ciento hasta aproximadamente 6 por ciento. El compuesto volatilizable puede ser mezclado previamente con la materia prima para la formación del negro de carbón e introducido con la materia prima dentro de la zona de reacción. Alternativamente, el compuesto volatilizable puede ser introducido a la zona de reacción en forma separada, ya sea corriente arriba o corriente abajo del punto de inyección de la materia prima.

Como se observó anteriormente, se pueden utilizar aditivos, y en este sentido los agentes de acoplamiento útiles para el acoplamiento de sílice o negro de carbón se espera que sean útiles con los negros de carbón tratados con silicio. Los negros de carbón y diferentes otros agentes de relleno adecuados en partículas se encuentran disponibles comercialmente y son conocidos por aquellos capacitados en el arte.

La selección del agente de relleno en partículas o una mezcla de agentes de relleno en partículas dependerá grandemente del uso pretendido del producto de la mezcla madre elastomérica. Como se lo utiliza aquí, un agente de relleno en partículas puede incluir cualquier material que pueda ser suspendido y alimentado a la zona de mezcla de acuerdo con los principios divulgados aquí. Los agentes adecuados de relleno en partículas incluyen, por ejemplo, agentes de relleno conductores, agentes de relleno reforzadores, agentes de relleno que contienen fibras cortas (que tienen típicamente una relación de aspecto L/D menor a 40), laminillas, etc. Además del negro de carbón y de los agentes de relleno tipo sílice mencionados anteriormente, los agentes de relleno pueden ser formados a partir de arcilla, vidrio, polímero, por ejemplo fibra de aramida, etc. Estará dentro de las habilidades de aquellos capacitados en el arte seleccionar agentes de relleno adecuados en partículas para ser utilizados en el método y aparato divulgados aquí gracias al beneficio de la presente descripción, y se espera que en cualquier agente de relleno adecuado para ser usado en composiciones elastoméricas pueda ser incorporado en los compuestos elastoméricos utilizando las enseñanzas de la presente divulgación. Desde luego, se pueden utilizar también mezclas de los diferentes agentes de relleno en partículas discutidos aquí.

Las modalidades preferidas de la invención consistentes con la Fig. 1 que están especialmente bien adaptadas a la preparación del fluido del agente de relleno en partículas que comprende suspensiones acuosas de negro de carbón. De acuerdo con principios conocidos, se entenderá que los negros de carbón que tienen áreas superficiales menores por unidad de peso deben ser utilizados en mayor concentración en la suspensión de partículas para lograr la misma eficacia de coagulación que las concentraciones menores de negro de carbón que tienen mayor área superficial por unidad de peso. Un tanque de mezcla con agitación 18 recibe agua y negro de carbón, por ejemplo, opcionalmente negro de carbón peletizado, para preparar una mezcla inicial del fluido. Tal mezcla fluida pasa a

través de un orificio de descarga 20 dentro de la línea del fluido 22 equipada con medios de bombeo 24, por ejemplo una bomba de diafragma o similar. La línea 28 conduce la mezcla fluida al molino coloidal 32, o alternativamente a un molino en la tubería o similar, a través del puerto de entrada 30. Se dispersa el negro de carbón en el líquido portador acuoso para formar una dispersión fluida que es pasada a través del puerto de salida 31 y la línea del fluido 33 hasta un homogeneizador 34. El medio de bombeo 36, que contiene preferiblemente una bomba de cavidad progresiva o similar es suministrado en línea 33. El homogeneizador 34 dispersa en forma más fina al negro de carbón en el líquido portador para formar la suspensión de negro de carbón que es alimentada a la zona de mezcla del reactor de coagulación 14. Tiene un puerto de entrada 37 en comunicación fluida con la línea 33 del molino coloidal 32. El homogeneizador 34 puede ser preferiblemente, por ejemplo, un sistema Microfluidizer® que puede ser adquirido comercialmente a Microfluidics International Corporation (Newton, Massachusetts, EUA). También son adecuados homogeneizadores como por ejemplo los modelos de homogeneizadores de las Serie MS18, MS45 y MC120 que pueden ser adquiridos a la APV Homogenizer Division de APV Gaulin, Inc. (Wilmington, Massachusetts, EUA). Comercialmente se encuentran disponibles otros homogeneizadores adecuados y serán evidentes para aquellos capacitados en el arte gracias a la presente divulgación. Típicamente, el negro de carbón en agua preparado de acuerdo con el sistema descrito anteriormente tendrá aproximadamente al menos 90% de aglomerados de aproximadamente menos de 30 micrones, más preferiblemente aproximadamente al menos 90% de aglomerados de aproximadamente menos de 20 micrones de tamaño. Preferiblemente, se rompe el negro de carbón hasta un tamaño promedio de 5 - 15 micrones, por ejemplo, aproximadamente 9 micrones. Por el puerto de salida 38 pasa la suspensión de negro de carbón desde el homogeneizador hasta la zona de mezcla a través de la línea de alimentación 16. La suspensión puede alcanzar $68,9 \times 10^3$ hasta $103,4 \times 10^3$ kPa (10.000 a 15.000 psi) en la etapa de homogeneización y sale del homogeneizador aproximadamente a $4,1 \times 10^3$ kPa (600 psi) o más. Preferiblemente, se utiliza un alto contenido de negro de carbón para reducir la labor de remover el exceso de agua u otro portador. Típicamente, se prefiere aproximadamente de 10 a 30 por ciento en peso de negro de carbón. Aquellos capacitados del arte se darán cuenta, gracias a esta descripción, que el contenido de negro de carbón (en porcentaje en peso) de la suspensión y la velocidad de flujo de la suspensión hasta la zona de mezcla debe estar coordinada con la velocidad de flujo del látex de caucho natural hasta la zona de mezcla para lograr un contenido deseado de negro de carbón (en phr) en la mezcla madre. El contenido de negro de carbón si seleccionará de acuerdo con principios conocidos para lograr características del material y propiedades de desempeño adecuadas a la aplicación pretendida para el producto. Típicamente, por ejemplo, se utilizan negros de carbón de valor CTAB 10 o más en cantidad suficiente para lograr un contenido de negro de carbón en la mezcla madre de aproximadamente al menos 30 phr.

Se utiliza preferiblemente la suspensión en la producción de la mezcla madre inmediatamente después de ser preparada. Los conductos de fluido que transportan la suspensión y cualquier tanque opcional de almacenamiento y similares, deben contar con, o mantener las condiciones que preserven sustancialmente la dispersión del negro de carbón en la suspensión. Es decir, debe evitarse o reducirse una reaglomeración sustancial o sedimentación del agente de relleno en partículas en la suspensión hasta un nivel razonablemente práctico. Preferiblemente todas las líneas de flujo, por ejemplo, son lisas, con interconexiones entre las líneas también lisas. Opcionalmente, se utiliza un acumulador entre el homogeneizador y la zona de mezcla para reducir las fluctuaciones de presión o de velocidad de la suspensión en la punta de la boquilla para la suspensión en la zona de mezcla.

El fluido de látex de caucho natural u otro fluido de látex elastómero que pase a la zona de mezcla a través de la línea de alimentación 12 y la suspensión de negro de carbón alimentada a la zona de mezcla a través de la línea de alimentación 16 bajo los parámetros apropiados del proceso como se discutió anteriormente, pueden producir un nuevo compuesto elastómero, específicamente, glomérulo de mezcla madre elastomérica. Se puede proporcionar también medios para incorporación de diferentes aditivos dentro de la mezcla madre elastomérica. Un fluido de aditivo que contiene uno o más aditivos puede ser alimentado a la zona de mezcla como una corriente de alimentación separada. Se pueden mezclar también previamente uno o más aditivos, se considera adecuado, con la suspensión de negro de carbón o, más típicamente, con el fluido de látex elastómero. También se pueden mezclar aditivos dentro de la mezcla madre posteriormente, por ejemplo, por medio de técnicas de mezcla en seco. Se conocen bien numerosos aditivos por parte de aquellas personas capacitadas del arte e incluyen, por ejemplo, antioxidantes, antiozonantes, plastificantes, auxiliares de procesamiento (por ejemplo, polímeros líquidos, aceites y similares), resinas, retardantes de llama, aceites para extender el caucho, lubricantes, y una mezcla de cualquiera de ellos. El uso general y la selección de tales aditivos son bien conocidos por aquellos capacitados en el arte. Su uso en el sistema divulgado aquí será fácilmente entendido gracias a la presente divulgación.

A continuación se discute con más detalle el montaje de la zona de mezcla/zona de coagulación. El glomérulo de la mezcla madre elastomérica es pasado desde el extremo de descarga del reactor de coagulación 14 a un aparato adecuado de secado y formación del compuesto. En la modalidad preferida de la Fig. 1, se pasa primero el glomérulo de la mezcla madre a través de un medio de transporte 101 hasta una extrusora extractora de agua 40. En las modalidades preferidas de rutina consistentes con aquella ilustrada en la Fig. 1 se produce en mezcla madre de caucho natural con el agente de relleno negro de carbón, la operación de extracción de agua reducirá típicamente el contenido de agua aproximadamente desde 70 - 80 por ciento en peso, hasta aproximadamente 15 - 25 por ciento del peso. Se descarga el agua de la extrusora extractora de agua 40 a través de la corriente del efluente 43. Las

extrusoras extractoras de agua adecuadas son bien conocidas y se encuentran comercialmente disponibles, por ejemplo, con la French Oil Machinery Co. (Piqua, Ohio, EUA).

5 Se pasa la mezcla madre desde la extrusora extractora de agua 40 a través de una cinta transportadora o simplemente por calidad por gravedad u otro medio adecuado 41 hasta un mezclador continuo 100 y luego hasta un molino abierto 120. En modalidades preferidas de rutina consistentes con aquella ilustrada en la Fig. 1 para la producción de una mezcla madre de caucho natural con el agente de relleno negro de carbón, la operación de molienda y de formación del compuesto reducirán típicamente el contenido de agua aproximadamente desde 15 - 25 por ciento en peso, hasta menos del 1 por ciento en peso. En ciertas modalidades preferidas, se pueden combinar aditivos con la mezcla madre en un mezclador continuo 100. Específicamente, se pueden añadir aditivos por ejemplo antioxidantes, antiozonantes, plastificantes, auxiliares de procesamiento (por ejemplo, polímeros líquidos, aceites y similares), resinas, retardantes de llama, aceites para extender el caucho, lubricantes, y una mezcla de cualquiera de ellos, en un mezclador continuo 100. En ciertas otras modalidades preferidas, se pueden combinar elastómeros adicionales con la mezcla madre en el mezclador continuo 100 para producir mezclas de elastómero. Los ejemplos de elastómeros incluyen, pero no se limitan a, cauchos, polímeros (por ejemplo, homopolímeros, copolímeros y/o terpolímeros) de 1,3-butadieno, estireno, isopreno, isobutileno, 2,3-dimetil-1,3-butadieno, acrilonitrilo, etileno, y propileno y similares. Un mezclador continuo 100 seca la mezcla madre, mastica la mezcla madre, proporciona control de su Viscosidad Mooney y peso molecular, y minimiza la reducción de caucho unido. Los mezcladores continuos adecuados son bien conocidos y se encuentran comercialmente disponibles, incluyendo por ejemplo, el Unimix Continuous Mixer de Farrel Corporation of Ansonia, CT.

20 Como se observa en las Figs. 1 y 8, se alimenta la mezcla madre elastomérica desde el reactor de coagulación 14 hasta la extrusora extractora de agua 40 y luego dentro del puerto de alimentación 102 formado en una cámara de procesamiento alargada 104 del mezclador continuo 100. En ciertas modalidades preferidas, el puerto de alimentación 102 es una tolva que facilita una caída por gravedad de la mezcla madre elastomérica desde la extrusora extractora de agua 40. El puerto de alimentación 102 también puede ser alimentado a través de un medio transportador por ejemplo una correa transportadora, conducto, tubería, o cualquier otro medio adecuado para el transporte de la mezcla madre elastomérica. La cámara de procesamiento 104 está contenida dentro de un bastidor 105 del mezclador continuo 100. Los rotores alargados 106 se observan paralelos entre sí y están orientados en forma axial en la cámara de procesamiento 104. Los rotores 106 son impulsados por un motor 108 a través de un reductor 110 y de continentes 112. Los rotores 106 se adaptan de acuerdo con diseños conocidos para el procesamiento de material en forma axial a través de la cámara de procesamiento alargada 104. Como se observa en la Fig. 8, rotores múltiples 106 están orientados en forma axial en la cámara de procesamiento 104. Los rotores 106 preferiblemente están segmentados, con segmentos diferentes que tienen opcionalmente diferentes configuraciones de roscado o de tornillo. En una modalidad preferida, la cámara de procesamiento 104 alberga dos rotores 106 que tienen perfiles diferentes. Los rotores adecuados 106 que tienen perfiles diferentes incluyen, por ejemplo, los números de modelo de rotor 7 y 15 de Farrel Corporation of Ansonia CT. En una modalidad preferida, los rotores 106 contienen un fluido que puede ser de temperatura controlada para suministrar calor y/o refrigeración a la mezcla madre elastomérica.

40 Como se observa en la modalidad ilustrada en la Fig. 8, cada rotor 106 tiene un primer segmento 116 y un segundo segmento 118. A medida que la mezcla madre elastomérica pasa a través de la cámara de procesamiento 104, los rotores mastican el material, mezclando y secando por lo tanto la mezcla madre elastomérica. La cámara de procesamiento 104 cuenta con un puerto 109 para la adición de aditivos líquidos. Se pueden añadir materiales secos a la mezcla madre elastomérica a través del puerto de alimentación 102. La cámara de procesamiento 104 cuenta con un respiradero 111 para permitir la purga de la humedad a medida que la mezcla madre elastomérica se seca. La mezcla madre elastomérica sale de la cámara de procesamiento 104 a través de un orificio de descarga 114. Un primer dispositivo de control de temperatura 115 proporciona calentamiento y/o refrigeración al mezclador continuo 100, típicamente con agua caliente. Un segundo dispositivo de control de temperatura 117 proporciona calentamiento y/o refrigeración al orificio de descarga 114, típicamente con agua fría. Durante un proceso típico, se añade calor durante el arranque, y luego, una vez que el proceso está completamente en marcha, se descontinúa el calentamiento y se aplica la refrigeración. Durante el arranque, típicamente se aplica calor específicamente a la cámara de procesamiento 104 y el orificio de descarga 114, y durante la operación, se aplica refrigeración específicamente al puerto de alimentación 102, a la cámara de procesamiento 104 y a los rotores 106. En una aplicación típica, con un caudal nominal de 453,6 kg/hora (1000 lb/hora) de mezcla madre elastomérica, aproximadamente se pueden remover por enfriamiento de 73,3 a 146,5 kW (250.000 – 500.000 BTU/h). Como se señaló anteriormente, las modalidades preferidas de mezclador continuo 100 secan la mezcla madre así como controlan la Viscosidad Mooney y el peso molecular, mientras que no se reduce excesivamente el caucho unido. Ciertas modalidades preferidas de mezclador continuo 100 pueden reducir el contenido de agua de la mezcla madre elastomérica aproximadamente desde un 25 por ciento en peso, hasta aproximadamente menos del 1 por ciento en pesos. El control de los parámetros de operación del mezclador continuo 100 permite el control de la Viscosidad Mooney, el contenido de humedad, el peso molecular y el caucho unido desde la mezcla madre elastomérica. Tales parámetros de operación incluyen la velocidad de flujo del mezclador continuo, la velocidad de rotor, el tamaño del orificio de descarga y la temperatura, y la temperatura de la cámara de procesamiento.

En ciertas modalidades preferidas, la mezcla madre elastomérica descargada del mezclador continuo 100 es alimentada al molino abierto 120. La mezcla madre elastomérica es descargada como una longitud del extruido y puede ser cortada en pequeñas porciones antes de entrar al molino abierto 120. La mezcla madre elastomérica puede ser opcionalmente alimentada al molino abierto 120 a través de una cinta transportadora 119. La cinta transportadora 119 puede ser una correa transportadora, conducto, tubería, u otro medio adecuado para transportar la mezcla madre elastomérica desde el mezclador continuo 100 hasta el molino abierto 120. El molino abierto 120 incluye un par de rodillos 122 que controlan adicionalmente la Viscosidad Mooney de la mezcla madre elastomérica. Los rodillos 122 pueden ser opcionalmente calentados o refrigerados para permitir una mejor operación del molino abierto 120. En ciertas modalidades, el molino abierto 120 puede reducir la temperatura de la mezcla madre elastomérica aproximadamente 100°C.

Después de salir del molino abierto 120, la mezcla madre elastomérica puede ser alimentada opcionalmente por medio de una cinta transportadora 200 al sistema de enfriamiento 202, como se observa en la Fig. 9. El sistema de enfriamiento 202 pueden incluir en un rocío de agua para refrigeración 204, que es agua que está siendo alimentada desde el tanque de agua para enfriamiento 206 u otra fuente de agua. El agua proveniente del rocío de agua para refrigeración 204 puede ser rociada directamente sobre la mezcla madre elastomérica. En ciertas modalidades, se puede añadir un agente antiadherente, por ejemplo, Promol, fabricado por Hans W. Barbe, de Alemania, y que contiene silicatos y estearato de calcio, al rocío de agua o se lo puede utilizar en vez del agua del rocío. Opcionalmente, la mezcla madre elastomérica puede ser luego alimentada por medio de una cinta transportadora 208 al granulador 210. Si se ha utilizado un rocío de agua para refrigeración 204, se puede utilizar opcionalmente un cuchillo de aire 212 u otro soplador de aire a alta presión u otro medio adecuado para remover cualquier agua de refrigeración que no se evapore de la mezcla madre elastomérica. La mezcla madre elastomérica puede ser luego opcionalmente alimentada por medio de una cinta transportadora 214 a una embaladora 216, donde la mezcla madre elastomérica puede ser embalada más o menos firmemente o densamente variando el tiempo de permanencia, es decir, la presión y el tiempo en la embaladora 216, dependiendo del uso pretendido. Por ejemplo, puede ser preferible un embalaje suelto para uso en una mezcladora Banbury o similar.

Como se indicó anteriormente, el mezclador continuo que incorpora el método y el aparato de la presente invención puede ser controlado para que a su vez controle el cambio en Viscosidad Mooney, el peso molecular, el caucho unido, y el secado de la mezcla madre procesada en el mezclador continuo. El grado de cambio y el valor final de estos parámetros serán seleccionados de acuerdo con la aplicación pretendida de la mezcla madre resultante. Dentro de las habilidades de aquellos capacitados en el arte, gracias a esta descripción, estará el seleccionar diseños adecuados de rotores, y las condiciones y parámetros de operación de los mismos, para controlar la Viscosidad Mooney, el peso molecular, el caucho unido y el secado de la mezcla madre elastomérica procesada en el mezclador continuo. Típicamente, la Viscosidad Mooney de la mezcla madre producida en el reactor de coagulación es mayor que la deseada para ciertas aplicaciones de uso final. El mezclador continuo puede reducir convenientemente la Viscosidad Mooney de la mezcla madre hasta un valor menor seleccionado.

La Fig. 8 ilustra en forma esquemática un subsistema 58 para introducir aditivos secos a través del conducto 171 y el puerto de alimentación 102 dentro de mezclador continuo 100. También se ilustra en forma esquemática en la Fig. 8 el subsistema 59 para la introducción de aditivos líquidos a través del conducto 172 y el puerto de alimentación 102 dentro del mezclador continuo 100. Los conductos 171, 172, 173 pueden ser, por ejemplo, tubería es, correas transportadoras, u otros medios adecuados para transportar material desde el respectivo subsistema hasta el mezclador continuo 100. Los ejemplos de aditivos incluyen, por ejemplo, un agente de relleno (que puede ser el mismo, o diferente del agente de relleno utilizado en el reactor de coagulación; los ejemplos de agentes de relleno incluyen sílice y óxido de zinc, actuando también el óxido de zinc como un agente de curado), otros elastómeros, otra mezcla madre o una adicional, antioxidantes, antiozonantes, plastificantes, auxiliares de procesamiento (por ejemplo, ácido esteárico, que puede ser utilizado también como agente de curado, polímeros líquidos, aceites, serás, y similares), resinas, retardantes se llama, aceites para extender el caucho, lubricantes, y una mezcla de cualquiera de ellos. La adición de elastómeros puede producir mezclas elastoméricas a través del mezclador continuo 100. Los ejemplos de elastómeros incluyen, pero no se limitan a, cauchos, polímeros (por ejemplo, homopolímeros, copolímeros y/o terpolímeros) de 1,3-butadieno, estireno, isopreno, isobutileno, 2,3-dimetil-1,3-butadieno, acrilonitrilo, etileno, y propileno y similares. Se apreciará que cualquier combinación de elastómeros, aditivos y una segunda mezcla madre pueden ser añadidas en el mezclador continuo 100 a la mezcla madre elastomérica producida en el reactor de coagulación 14.

Las dimensiones y las características particulares de diseño del reactor de coagulación 14, incluido el montaje de la zona de mezcla/zona de coagulación, adecuadas para una modalidad de acuerdo con la Fig. 1, dependerán en parte de factores tales de diseño como la capacidad deseada de rendimiento, la selección de los materiales que van a ser procesados, etc. Una modalidad preferida está ilustrada en la Fig. 2 en donde un reactor de coagulación 48 tiene una cámara de mezcla 50 unida a una zona de coagulación 52 con un sello hermético en la unión 54. La Fig. 2 ilustra en forma esquemática un primer subsistema 56 para alimentación del látex elastómero a la zona de mezcla, un subsistema 57 para alimentación de la suspensión de negro de carbón u otro fluido del agente de relleno en partículas a la zona de mezcla, y un subsistema 58 para alimentar un fluido opcional de aditivo, aire presurizado, etc.

a la zona de mezcla. Se observa que la cámara de mezcla 50 tiene tres canales de alimentación 60, 61, 62. El canal de alimentación 60 es para el fluido de látex de caucho natural y el canal de alimentación 62 es para la alimentación directa de gas y/o de fluido de aditivo. En relación con las modalidades preferidas que emplean inyección directa de aditivos, se logra una significativa ventaja en relación con aditivos hidrocarbonados o, en forma más general, aditivos no miscibles con agua. Aunque es bien conocido el empleo de intermediarios de emulsión para crear emulsiones adecuadas de aditivo para una premezcla con látex elastómero, modalidades preferidas de acuerdo con la presente descripción que emplean inyección directa de aditivos pueden eliminar no solamente en la necesidad de intermediarios de emulsión, sino también el equipamiento por ejemplo tanques, equipos de dispersión, etc. previamente utilizados en la formación de las emulsiones. Se pueden lograr por lo tanto reducciones en los costos de fabricación y en complejidad. Como se discute más adelante, el canal de alimentación 61 a través del cual se alimenta la suspensión a la zona de mezcla es preferiblemente coaxial con la zona de mezcla y la zona de coagulación del reactor de coagulación. Aunque únicamente se muestra un solo canal de alimentación para recibir el fluido de látex elastómero, se puede disponer cualquier número adecuado de canales de alimentación alrededor del canal central de alimentación a través de los cuales se alimenta la suspensión a la zona de mezcla. En consecuencia, por ejemplo, en la modalidad de la Fig. 2 se podría disponer un cuarto canal de alimentación a través del cual se alimenta aire del ambiente o aire a alta presión u otro gas a la zona de mezcla. El aire presurizado puede ser inyectado igualmente con la suspensión a través del canal de alimentación del eje central 61. Los canales auxiliares de alimentación pueden ser sellados en forma temporal o permanente cuando no están en uso.

La zona de coagulación 52 del reactor de coagulación 48 se observa que tiene una primera porción 64 que tiene una longitud axial que puede ser seleccionada dependiendo de los objetivos del diseño para la aplicación particular pretendida. Opcionalmente, la zona de coagulación puede tener un área de la sección transversal constante a todo lo largo o sustancialmente casi toda su longitud axial. Así, por ejemplo, el reactor de coagulación puede definir un solo canal de flujo tubular recto desde la zona de mezcla hasta el extremo de descarga. Preferiblemente, sin embargo, por las razones discutidas anteriormente, y como se observa en la modalidad preferida ilustrada en los dibujos, el área de la sección transversal de la zona de coagulación 52 se incrementa progresivamente desde el extremo de entrada 66 hasta el extremo de descarga 68. Más específicamente, el área de la sección transversal se incrementa en la dirección longitudinal desde el extremo de entrada hasta el extremo de descarga. En la modalidad de la Fig. 2, la zona de coagulación incrementa progresivamente su área de la sección transversal en el sentido que se incrementa continuamente después de la porción constante de la sección transversal 64. Las referencias al diámetro y al área de la sección transversal del reactor de coagulación (o, más propiamente, la zona de coagulación definida dentro del reactor de coagulación) y a otros componentes, a menos que se establezca lo contrario, hacen referencia al área de la sección transversal del pasaje de flujo abierto y al diámetro interior de tal pasaje de flujo.

El compuesto elastómero, específicamente, el látex elastómero coagulado en la forma de un glomérulo de la mezcla madre 72, se ve que se descarga del reactor de coagulación 48 a través de un desviador 70. El desviador 70 es un conducto ajustable unido al reactor de coagulación en extremo de descarga 68. Puede ser ajustado para pasar selectivamente y glomérulo de la mezcla madre elastomérica 72 a cualquiera de los diferentes sitios de recepción. Esta característica facilita en forma muy conveniente la remoción del glomérulo de la mezcla madre de la corriente del producto, por ejemplo, para análisis o al inicio del proceso de producción cuando la inestabilidad inicial del proceso puede dar como resultado en forma temporal un producto de calidad inferior. Además, el desviador le proporciona flexibilidad al diseño para dirigir el producto desde el reactor de coagulación a diferentes rutas para procesamiento posterior. De acuerdo con la modalidad preferida de la Fig. 1, se observa que el glomérulo de la mezcla madre 72 que es descargado del reactor de coagulación 48 a través del desviador 70 es recibido por la extrusora extractora de agua 40 y desde allí alimentado dentro del mezclador continuo 100 a través del puerto de alimentación 102.

Se observa que la dimensión de la sección transversal del reactor de coagulación 48 se incrementa en un ángulo δ entre el extremo de entrada 66 y el extremo de descarga 68. El ángulo δ es mayor a 0° y en modalidades preferidas es menor a 45° , más preferiblemente menor a 15° , lo más preferible de $0,5^\circ$ a 5° . Se observa que el ángulo δ es un ángulo de media, ya que se mide desde el eje longitudinal central de la zona de coagulación hasta un punto A en la circunferencia exterior de la zona de coagulación en el extremo del reactor de coagulación. En este sentido, debe entenderse que el área de la sección transversal de la porción corriente arriba del reactor de coagulación, es decir, la porción cercana al extremo de entrada 66, preferiblemente se incrementa en una forma suficientemente lenta para lograr casi el moldeo del coágulo de acuerdo con los principios discutidos más arriba. Un ángulo demasiado grande de expansión de la zona de coagulación puede dar como resultado que no se produzca la mezcla madre elastomérica en la forma de un glomérulo deseable de glóbulos o gusanos y simplemente se esparce a través del reactor de coagulación. El incremento muy lento del edificio del reactor de coagulación puede resultar, en ciertas modalidades, en un embotellamiento u obstrucción del producto de alimentación y de reacción dentro de la cámara de mezcla. En una porción corriente abajo de la zona de coagulación, en donde el látex ha sido sustancialmente coagulado y el flujo se ha vuelto esencialmente un flujo de pistón, la zona de coagulación puede extenderse ya sea con o sin incremento en el área de la sección transversal. Por lo tanto, debe entenderse que la referencia que se hace aquí a la zona de coagulación en modalidades preferidas que tengan un aumento progresivo en el área de la sección transversal tiene que ver fundamentalmente con la porción de la zona de coagulación en donde el flujo no es sustancialmente un flujo de pistón.

El área de la sección transversal de la zona de coagulación (es decir, al menos la porción corriente arriba de la misma, como se discutió hace un instante) puede ser incrementada por pasos, en vez de en la forma continua ilustrada en la modalidad de la Fig. 2. En la modalidad ilustrada en la Fig. 3, se observa que un sistema de flujo continuo para la producción de la mezcla madre elastomérica de acuerdo con el método y el aparato divulgados aquí, incluye un montaje de cámara de mezcla/zona de coagulación en donde el área de la sección transversal de la zona de coagulación se incrementa gradualmente. Preferiblemente, las secciones individuales de la zona de coagulación en dicha modalidad por etapas tienen una conexión abocinada con las secciones adyacentes. Es decir, se combinan para formar una superficie lisa y generalmente continua de la zona de coagulación, en lugar de, por ejemplo, un incremento instantáneo o fuerte en el diámetro de una sección a la siguiente. La zona de coagulación de la Fig. 3 se incrementa en tres etapas, de tal manera que existan cuatro secciones diferentes o sub-zonas 74 - 77. En forma consistente con los principios de diseño discutidos hace un instante, el área de la sección transversal de la zona de coagulación 53 se incrementa desde el extremo de entrada 66 hasta el punto A en el extremo de descarga 68 en un ángulo completo que logra el control necesario del flujo en la porción corriente arriba del reactor de coagulación. La primera sección 74 puede incluir (a) la porción de diámetro constante de la cámara de mezcla 50 inmediatamente corriente debajo de la zona de mezcla, y (b) la porción del mismo diámetro o de diámetro similar conectada a la misma en la unión 54 en el extremo de entrada 66. Esta primera sección tiene un diámetro constante de sección transversal D_1 y una dimensión o longitud axial L_1 . En esta primera sección 74 la longitud L_1 debe ser tres veces mayor que el diámetro D_1 , más preferiblemente cinco veces mayor que D_1 , y lo más preferible aproximadamente de 12 a 18 veces mayor que D_1 . Típicamente, esta sección tendrá una longitud aproximadamente quince veces la de D_1 . Cada sección posterior tiene preferiblemente una dimensión constante de sección transversal y un área de la sección transversal aproximadamente el doble de la sección inmediatamente anterior (es decir, corriente arriba). Así, por ejemplo, la sección 75 tiene una dimensión constante de sección transversal y un área de la sección transversal que es dos veces aquella de la sección 74. En forma similar, el área de la sección transversal de la sección 76 es el doble de aquella de la sección 75, y el área de la sección transversal de la sección 77 es el doble de aquella de la sección 76. En cada una de las secciones 75 - 77, la longitud es preferiblemente tres veces mayor que su diámetro, más preferiblemente aproximadamente de tres a siete veces su diámetro y generalmente aproximadamente cinco veces su diámetro. Así, por ejemplo, en la sección 76 la dimensión longitudinal L_3 es preferiblemente aproximadamente cinco veces su diámetro D_3 .

Un montaje de una cámara de mezcla y de una zona de coagulación correspondiente a la modalidad de la Fig. 3 es mostrada en la Fig. 4 parcialmente en una vista de sección. La cámara de mezcla 50 forma una sola unidad con la extensión de la zona de coagulación 53 a través de la unión 54. Define una zona de mezcla en donde múltiples canales de alimentación 60, 61, 62 forman una unión, con un canal alargado sustancialmente cilíndrico 80 sustancialmente coaxial con la porción de la zona de coagulación dentro de la extensión 53. Se reconocerá que no es esencial para la operatividad del método y del aparato divulgado aquí, definir en forma precisa los límites de la zona de mezcla y/o de la zona de coagulación. Son posibles numerosas variaciones en el diseño del área de unión de los canales de flujo, como será evidente para aquellos capacitados en el arte gracias a la presente descripción. En ese sentido, como guía general se prefiere, en modalidades del tipo ilustrado en la Fig. 4, por ejemplo, que la punta de la suspensión 67 esté generalmente corriente arriba del inicio de la porción cilíndrica 80, estando aproximadamente longitudinalmente centrada en la unión de los canales de alimentación. En tales modalidades, preferiblemente, el área mínima de la sección transversal definida por el cono imaginario de la punta de la suspensión 67 con respecto al perímetro circunferencial al comienzo de la porción cilíndrica 80 es convenientemente mayor, o al menos igual al área de la sección transversal del canal de alimentación del látex 60. Preferiblemente, tanto el canal 80 como al menos la porción corriente arriba de la zona de coagulación en donde existe turbulencia de flujo antes de completar sustancialmente la coagulación del látex elastómero, tienen una sección transversal circular.

El medio para alimentar la suspensión de negro de carbón u otro fluido del agente de relleno en partículas se observa que comprende un tubo de alimentación 82 que se extiende en forma sustancialmente coaxial con la cámara de mezcla hasta un orificio o punta de la boquilla para la suspensión 67 que se abre hacia la zona de coagulación. Esta es una característica muy conveniente de las modalidades preferidas discutidas aquí. La suspensión de negro de carbón, como se señaló anteriormente, es alimentada a la zona de mezcla a una velocidad muy alta con relación a la velocidad de alimentación del látex, y la disposición axial del tubo de alimentación de orificio angosto 82 resulta en un excelente desarrollo de turbulencia de flujo. El diámetro D_m del canal 80 (que, como se señaló anteriormente, es preferiblemente sustancialmente igual al diámetro D_1 de la porción que viene inmediatamente a continuación de la sección 74 de la zona de coagulación) es preferiblemente al menos dos veces el diámetro interior del tubo de alimentación de la suspensión 82, más preferiblemente aproximadamente de cuatro a ocho veces el diámetro del tubo de alimentación 82, típicamente aproximadamente de siete a ocho veces ese diámetro. Se observa que el tubo de alimentación 82 forma un sello hermético para el fluido con el puerto de entrada 83 en el extremo corriente arriba del canal de alimentación 61 de la cámara de mezcla 50. El diámetro del tubo axial de alimentación 82 está grandemente determinado por la velocidad del flujo volumétrico requerida y la velocidad axial de la suspensión a medida que pasa a través de la punta de la boquilla para la suspensión 67 hacia la cámara de mezcla. El volumen correcto o requerido y la velocidad pueden ser determinados fácilmente por aquellos capacitados en el arte gracias a esta descripción, y será una función, en parte, de la concentración y escogencia de los materiales. Por ejemplo, las modalidades que se ilustran y divulgan aquí, en donde el tubo de alimentación para la suspensión del negro de carbón es removible, proporcionan una flexibilidad deseable en la elaboración de

diferentes composiciones de mezcla madre en diferentes momentos. El tubo de alimentación utilizado durante un proceso de producción puede ser removido y reemplazado por un tubo con un orificio más grande o más pequeño apropiado para el siguiente proceso de producción. En vista de la presión y la velocidad a la cual sale la suspensión del tubo de alimentación, pueden ser denominados como rocío o chorro dentro de la zona de mezcla. Se entiende que esto significa al menos en ciertas modalidades, una inyección a alta velocidad de la suspensión en un área casi completamente llena con fluido. Por lo tanto, es un rocío en el sentido de su distribución inmediata a medida que pasa a través de la punta de la boquilla para la suspensión, y no necesariamente en el sentido de las gotitas de material que viajan libremente en una trayectoria simple de difusión.

Se observa que los canales adicionales de alimentación 60 y 62 forman una unión 84, 85, respectivamente, con el canal de alimentación 60 y están al corriente abajo 80 formando un ángulo β . El ángulo β puede tener en muchas modalidades un valor es de más de 0° hasta menos de 180°. Típicamente, β puede ser, por ejemplo, de 30° - 90°. Es deseable evitar una presión negativa, es decir, la cavitación del fluido de látex ya que es arrastrado por la suspensión a alta velocidad que sale por la punta de la boquilla para la suspensión 67, ya que esto puede causar desventajas una mezcla inconsistente que conduce al producto de la mezcla madre. Se puede intentar alguien u otro gas o bien alimentarlo a la zona de mezcla para ayudar a romper cualquier vacío que se forme. Además, es deseable que una línea expandida de alimentación para el látex de caucho natural que conduzca al puerto de entrada 86 del canal de alimentación 60 actúe como un depósito para el fluido de látex. En la modalidad preferida de la Fig. 4, el canal de alimentación de látex 60 se cruza con la punta de la boquilla para la suspensión adyacente a la zona de mezcla 67. Alternativamente, sin embargo, el canal de alimentación del látex puede cruzarse con el canal de mezcla corriente arriba o corriente abajo de la punta de la boquilla para la suspensión 67.

La suspensión del negro de carbón o de otro fluido del agente de relleno en partículas típicamente es suministrado al tubo de alimentación 82 a una presión aproximadamente por encima de 2,1 - 10³ kPa (300 psig), por ejemplo aproximadamente 3,4 a 34,5 kPa (500 a 5000 psig), por ejemplo aproximadamente 6,7 kPa (1000 psig). Preferiblemente, se alimenta la suspensión líquida en la zona de mezcla a través de la punta de la boquilla para la suspensión 67 a una velocidad por encima de 30,5 m/s (100 pies por segundo), preferiblemente aproximadamente 30,5 a 243,8 m/s (100 hasta aproximadamente 800 pies por segundo), más preferiblemente aproximadamente 61,0 a 152,4 m/s (200 a 500 pies por segundo), por ejemplo, aproximadamente 106,7 m/s (350 pies por segundo). Las flechas 51 en la Fig. 4 representan la dirección general del flujo del látex elastómero y de los materiales auxiliares de alimentación a través de los canales de alimentación 60 y 62 dentro del canal 80 por debajo de la punta de la boquilla para la suspensión 67. De este modo, se alimentan los fluidos de látex y de la suspensión a las zonas de mezcla a velocidades muy diferentes en la corriente de alimentación, de acuerdo con los números expuestos más arriba. Sin querer estar atado a la teoría, actualmente se entiende que la alimentación diferencial logra que las condiciones de corte del látex en la zona de mezcla conduzcan a una buena dispersión a nivel macro y a la coagulación.

Una modalidad alternativa preferida es ilustrada en las Figs. 5 y 6 en donde el tubo axial de alimentación único 82 en la modalidad de la Fig. 4 es reemplazado por múltiples tubos de alimentación que se extienden en forma axial 90 - 92. Incluso pueden emplearse una mayor cantidad de tubos de alimentación, por ejemplo, aproximadamente hasta 6 u 8 tubos de alimentación que se extienden en forma axial. Convenientemente, la flexibilidad en la producción se logrará por medio del uso de diferentes tubos de alimentación con diferente diámetro para la producción de diferentes formulaciones. También, se pueden utilizar múltiples tubos de alimentación en forma simultánea para lograr una buena turbulencia del flujo dentro de la zona de mezcla y la zona coagulación del reactor de coagulación.

Una modalidad alternativa de la cámara de mezcla es ilustrada en la Fig. 7. Se observa que la cámara de mezcla 150 define la zona de mezcla 179. Un canal axial de alimentación 161 recibe un tubo de alimentación 182 adaptado para alimentar la suspensión del negro de carbón o de otro fluido del agente de relleno en partículas a gran velocidad dentro de la cámara de mezcla 179. Puede observarse que el orificio central el tubo de alimentación 182 termina en la punta de la boquilla para la suspensión 167. Una guía de diámetro constante para la boquilla 168 está inmediatamente corriente arriba de la punta de la boquilla para la suspensión 167, que conduce a un área de mayor diámetro 169. Preferiblemente la dimensión axial de la guía 168 es aproximadamente de 2 a 6, por ejemplo aproximadamente 5, veces su diámetro. Un segundo canal de alimentación 160 forma una unión 184 con la zona de mezcla 179 en un ángulo de 90° para alimentación del fluido de látex elastómero a la zona de mezcla. El diámetro de la sección transversal del canal para el fluido de látex 160 es sustancialmente mayor que el diámetro de la sección transversal de la punta de la boquilla para la suspensión 167 y que la guía 168. Sin querer estar atado a la teoría, el alargamiento axial de la guía de la boquilla 168, acoplado con la sección de orificio de diámetro ampliado corriente arriba de la guía de la boquilla, se cree que proporciona una estabilidad conveniente que el flujo de la suspensión a través del tubo de alimentación 182 dentro de la zona de mezcla 179. Se encuentra que el orificio del tubo de alimentación 182 funciona bien con un chaflán de 20°, es decir, un área cónica 169 que se expande en dirección corriente arriba aproximadamente en un ángulo de 20°. Corriente abajo de la zona de mezcla 179 está una zona de coagulación alargada. En forma consistente con los principios discutidos anteriormente, tal zona de coagulación debe ser únicamente alargada en forma marginal. Es decir, su dimensión axial debe ser únicamente

marginalmente más larga que su diámetro. Preferiblemente, sin embargo, se utiliza una zona de coagulación progresivamente alargada.

5 Como se discutió más arriba, la coagulación de la mezcla madre elastomérica está sustancialmente completa en o antes del extremo del reactor de coagulación. Es decir, la coagulación se presenta dentro en la zona de coagulación del reactor de coagulación sin necesidad de añadir una corriente de solución coagulante o similar. Esto no excluye la posibilidad de que se presente alguna coagulación inicial en la zona de mezcla. La zona de mezcla puede ser considerada una porción extendida de la zona de coagulación para este propósito. Además, la referencia a una coagulación sustancialmente completa antes de que la mezcla madre elastomérica salga del reactor de coagulación no pretende excluir la posibilidad de un procesamiento posterior y de etapas de tratamiento adicionales, para cualquiera de los diferentes propósitos apropiados para el uso pretendido del producto final. En ese sentido, la coagulación sustancialmente completa en modalidades preferidas del nuevo método divulgado aquí que emplea látex de caucho natural significa que al menos aproximadamente 95 por ciento del peso del hidrocarburo del caucho del látex se coagula, más preferiblemente al menos aproximadamente 97 por ciento el peso, y lo más preferible al menos aproximadamente 99 por ciento en peso se coagula.

15 El método y el aparato divulgados y descritos aquí producen compuestos elastómeros que tienen excelentes propiedades físicas y características de rendimiento. Los nuevos compuestos elastómeros de la presente invención incluyen composiciones de la mezcla madre producidas por medio del método y el aparato divulgados anteriormente, así como compuestos intermedios y productos terminados elaborados a partir de tales composiciones de la mezcla madre. Notablemente, la mezcla madre elastomérica puede ser producida utilizando látex de caucho natural (concentrado de látex o látex de campo), junto con diferentes grados del agente relleno negro de carbón, que tiene excelentes propiedades físicas y características de rendimiento. Los negros de carbón actualmente de gran demanda en el comercio para la producción de bandas de rodamiento para neumáticos han sido utilizados exitosamente, así como los negros de carbón considerados hasta ahora inadecuados para uso comercial en aparatos y métodos de producción conocidos. Aquellos inadecuados debido a su gran área superficial y estructura baja que los vuelve imprácticos para lograr niveles aceptables de dispersión a nivel macro con niveles de carga comercial de rutina para el negro de carbón y/o para preservar el peso molecular del elastómero son altamente preferidos para las nuevas composiciones de la mezcla madre elastomérica divulgadas aquí. Tales compuestos elastómeros se ha encontrado que tienen excelente dispersión del negro de carbón en el caucho natural, Viscosidad Mooney y nivel de humedad controlados, junto con una buena preservación del peso molecular del caucho natural. Además, estos resultados convenientes resultaron ser logrados sin la necesidad de una etapa de coagulación que involucre un tanque de tratamiento o una corriente de solución ácida u otro coagulante. Por lo tanto, no solamente se pueden evitar los altos costos y complejidad de tales tratamientos con coagulante, sino también la necesidad de manejar las corrientes efluentes de tales operaciones.

35 Las técnicas de masticación en seco previamente conocidas no podían lograr una dispersión igual de tales agentes relleno sin una degradación significativa del peso molecular, ni tampoco la Viscosidad Mooney de la mezcla madre controlada hasta un cierto nivel y, por lo tanto, no podían producir las nuevas composiciones de la mezcla madre de caucho natural de acuerdo con ciertas modalidades preferidas de la presente invención. En ese sentido, se divulgan nuevos compuestos elastómeros que tienen excelente dispersión a nivel macro del negro de carbón en el caucho natural y una Viscosidad Mooney y nivel de humedad controlados, incluso de negros de carbón que tienen una relación de estructura con respecto al área superficial DBPA:CTAB menor a 1,2 e incluso menor a 1,0, con alto peso molecular del caucho natural. Las técnicas de mezcla conocidas en el pasado no lograron tal excelente dispersión a nivel macro del negro de carbón sin degradación significativa del peso molecular del caucho natural y, por lo tanto, no produjeron las nuevas composiciones de la mezcla madre y otros compuestos elastómeros de la presente invención. Las nuevas composiciones preferidas de la mezcla madre elastomérica de acuerdo con esa descripción, que tienen niveles de distribución a nivel macro del negro de carbón y niveles de Viscosidad Mooney controlados no logrados hasta ahora, pueden ser utilizados en lugar de la mezcla madre previamente conocida que tiene más joven dispersión a nivel macro. Por lo tanto, la mezcla madre divulgada aquí puede ser incorporada en compuestos curados de acuerdo con técnicas conocidas. Tales nuevos compuestos curados se encuentran en modalidades preferidas que tienen características físicas y propiedades de desempeño generalmente comparables con, y en algunos casos significativamente mejores que, aquellos compuestos curados de otra manera comparables que contienen mezcla madre de más pobre dispersión a nivel macro. La mezcla madre puede ser producida de acuerdo con la presente invención, sin embargo, con menor tiempo de mezcla, menor consumo de energía, y/o otros ahorros en costos.

55 Particularmente con respecto a ciertas modalidades preferidas, se puede producir una mezcla madre de látex de caucho natural y un agente relleno de negro de carbón que tenga excelentes características físicas y propiedades de desempeño. Se logra una excelente dispersión a nivel macro del negro de carbón, incluso utilizando negros de carbón de área superficial excepcionalmente alta y estructura baja, sin el nivel de degradación del caucho natural que sería provocado por masticación en seco durante un tiempo prolongado y con niveles suficientemente altos en para lograr el mismo nivel de dispersión del negro de carbón. Especialmente convenientes en este sentido son las nuevas composiciones de mezcla madre de caucho natural en donde se logra un alto grado dispersión, utilizando

- negros de carbón que tengan una relación de estructura con respecto al área superficial, DBPA: CTAB de menos de 1,2 e incluso menos de 1,0. Como se la utiliza aquí, la estructura del negro de carbón puede ser medida como el valor de adsorción del dibutil ftalato (DBPA), expresado como los centímetros cúbicos de DBPA por 100 gramos de negro de carbón, de acuerdo con el procedimiento expuesto en la norma ASTM D2414. El área superficial del negro de carbón puede ser medida como CTAB expresada como metros cuadrados por gramo de negro de carbón, de acuerdo con el procedimiento expuesto en la norma ASTM D3765-85. La nueva mezcla madre del caucho natural se logra, por lo tanto, teniendo hasta ahora combinaciones de características físicas inalcanzables por ejemplo distribución de peso molecular y niveles de dispersión del agente relleno, y/o incorporando agentes relleno no adecuados hasta ahora por ejemplo negro de carbón de área superficial extraordinariamente alta y estructura baja.
- La calidad de la dispersión de la mezcla madre de caucho natural producida de acuerdo con los métodos y aparatos divulgados aquí puede ser demostrada con referencia a las características bien conocidas del MW_{sol} (peso promedio) y de la dispersión a nivel macro. Específicamente, el nivel de dispersión a escala macro en la mezcla madre producida de acuerdo con modalidades preferidas es significativamente menor que aquel en la mezcla madre de MW_{sol} aproximadamente igual producido utilizando masticación en seco. En forma más notable, la calidad de la dispersión de estas modalidades preferidas no depende significativamente de la morfología del agente relleno de negro de carbón. Se reconocerá que otros factores que afectan el libre de dispersión que puede ser obtenido utilizando el método y el aparato divulgados aquí, incluyen la concentración del negro de carbón en la suspensión, el consumo de energía total en la suspensión y el consumo de energía durante la mezcla de las corrientes de fluido, etc.
- La calidad de la dispersión a nivel macro del negro de carbón en la mezcla madre del caucho natural divulgada aquí es significativamente mejor que aquella en la mezcla madre previamente conocida de un MW_{sol} aproximadamente igual (peso promedio). En algunas modalidades preferidas de los nuevos compuestos elastómeros, se logra una excelente distribución del negro de carbón con un MW_{sol} aproximadamente igual a que el del caucho natural en estado de látex de campo, (por ejemplo, aproximadamente 1.000.000) una condición previamente no lograda. La ventaja de la calidad de la dispersión es especialmente significativa en las modalidades preferidas anteriormente mencionadas utilizando negro de carbón con estructura baja y un área superficial alta, por ejemplo, DBPA menor a 110 cc/100 g, CTAB mayor que 45 a 65 m²/g, y DBPA:CTAB menor a 1,2 y preferiblemente menor a 1,0.
- Los métodos y aparatos de la presente invención proveen una mezcla madre elastomérica de valor comercialmente superior de la mezcla madre. El control de la Viscosidad Mooney y del nivel de humedad de la mezcla madre elastomérica proporciona un producto que es más adecuado para ciertas aplicaciones finales preferidas de uso. El empleo del mezclador continuo reduce o incluso elimina la necesidad de una masticación adicional en procesos corriente abajo en las instalaciones del usuario final. Al suministrar elastómeros, aditivos y mezcla madre adicionales dentro del mezclador continuo elimina etapas adicionales de procesamiento en las instalaciones del usuario donde se utiliza la mezcla madre para producir productos finales.
- Los métodos y los aparatos de la presente invención pueden ser utilizados para formar productos que incluyen, pero no se limitan a neumáticos, rodamientos para neumáticos, costados de los neumáticos, capas de alambre para neumáticos, cojines de goma para reencauchado de neumáticos, componentes de caucho de soportes de motor, guías para tanques, correas para minería, componentes de caucho de hidro-montajes, apoyos de puentes, y aislantes sísmicos.
- A continuación se presentan los resultados de los experimentos utilizando la invención divulgada aquí, en donde "FCM" representa al mezclador continuo, o Farrel Unimix Continuous Mixer, y "OM" representa al molino abierto:

Datos del ensayo # 1

- Este ensayo fue llevado a cabo para poner prueba la capacidad de secado del mezclador continuo (FCM). Este ensayo fue diseñado también para poner a prueba la capacidad de añadir e incorporar una corriente de aceite. Está muestra húmeda fue elaborada a partir de látex de caucho natural concentrado y negro de carbón tipo N351. Se alimentó la mezcla madre dentro del mezclador continuo con un nivel de humedad aproximadamente del 20 por ciento en peso.

Muestra	Carga de CB (phr)	Carga de Aceite (phr)	Velocidad (lb/h) kg/h en seco)	RPM	Orificio (%)	Temp. del Producto (F)	Humedad (%)	MV	MW	Caucho Unido
Producto inicial Bin # 1	35	-		-	-	-	-20	112,5	762K	49,77
Producto inicial Bin # 2	35	-		-	-	-	-20	110,1	740K	44,94
# 1	34	17	(465) 210,9	500	33	275	1,32	68,7	681K	31,55
# 2	35	18	(372) 168,7	500	23	300	0,70	68,6	692K	33,64
# 3	34	18	(372) 168,7	510	17	315	0,14	68,2	687K	37,28
# 4	-	17	(372) 168,7	510	17	330	0,40	66,2	672K	32,63
# 5	34	20	(419) 190,1	450	32	306	0,39	65,6	702K	34,68

Datos del ensayo # 2

- 5 Este ensayo fue llevado a cabo para poner prueba la capacidad de secado del mezclador continuo (FCM). Este ensayo fue diseñado también para poner a prueba la capacidad de añadir e incorporar una corriente de aceite. Está muestra húmeda fue elaborada a partir de látex de caucho natural de campo y negro de carbón tipo N220. Se alimentó la mezcla madre dentro del mezclador continuo con un nivel de humedad aproximadamente del 25 por ciento en peso.

Muestra	Carga de CB (phr)	Carga de Aceite (phr)	Velocidad (lb/h) kg/h en seco)	RPM	Orificio (%)	Temp. del Producto (F)	Humedad (%)	MV	MW	Caucho Unido
Producto inicial Bin # 1	54	-	-	-	-	-	-25	196,0	707K	76,63
Producto inicial Bin # 2	-	-	-	-	-	-	-25	160,9	723K	75,84
# 12	54	4	(400) 181,4	425	35	325	0,25	135,4	537K	72,79
# 13	54	3	(336) 152,4	375	38	340	0,08	135,9	510K	70,11

Datos del ensayo # 3

5 Este ensayo fue llevado a cabo para poner prueba la capacidad de secado del mezclador continuo (FCM). Se incorporó también el molino abierto (OM) dentro de este ensayo. Este ensayo fue diseñado también para poner a prueba la capacidad de añadir e incorporar corrientes de aceite, ácido esteárico (SA), y un antioxidante (Santoflex 6PPD). Esta muestra húmeda fue elaborada a partir de látex de caucho natural de campo y negro de carbón A experimental de Cabot. Se alimentó la mezcla madre dentro del mezclador continuo con un nivel de humedad aproximadamente del 22 por ciento en peso.

Muestra	Carga de CB (phr)	Carga de Aceite (phr)	Carga de SA / 6PPD (phr)	Velocidad (lb/h en seco) kg/h en seco	RPM	Orificio (%)	Temperatura Máxima del Producto (F)	Humedad (%)
producto inicial	50	-	-	-	-	-	-	-22
6A OM	49	-	-	-	-	-	-	-
7A FCM	49	-	2/1	(302) 137,0	260	42	350	0,25
7A OM	-	-	7	(217) 98,4	-	-	190	0,35

(continuación)

Muestra	Carga de CB (phr)	Carga de Aceite (phr)	Carga de SA / 6PPD (phr)	Velocidad (lb/h en seco) kg/h en seco	RPM	Orificio (%)	Temperatura Máxima del Producto (F)	Humedad (%)
8A FCM	46	5	2/1	(312) 141,5	265	41	320	0,58
8A OM	-	5	2/1	(200) 90,7	-	-	-	0,61

Muestra	MV	MW	Caucho Unido	Dispersión a Nivel Macro
producto inicial	194	690K	77,81	A-4/0,30
6A OM	171	332K	69,30	A-4/0,06
7A FCM	157	517K	74,66	A-4/0,13
7A OM	135	386K	66,84	-
8A FCM	138	496K	70,83	A-4/0,10
8A OM	118	440K	56,82	-

5 Datos del ensayo # 4

Este ensayo fue llevado a cabo para poner prueba la capacidad de secado del mezclador continuo (FCM). Se incorporó también el molino abierto (OM) dentro de este ensayo. Este ensayo fue diseñado también para poner a prueba la capacidad de añadir e incorporar corrientes de aceite, ácido esteárico (SA), sílice, y un antioxidante (Santoflex 6PPD). Esta muestra húmeda fue elaborada a partir de látex de caucho natural de campo y negro de carbón tipo N220. Se alimentó la mezcla madre dentro del mezclador continuo con un nivel de humedad aproximadamente del 25 por ciento en peso.

10

Muestra	Carga de CB (phr)	Carga de Aceite (phr)	Carga de Sílice (phr)	Carga de SA / 6PPD (phr)	Velocidad kg/h lb/h en seco	RPM	Orificio (%)	Temperatura Máxima del Producto (F)	Humedad (%)
producto inicial	53	-	-	-	-	-	-	-	-25
1A FCM	53	-	-	-	(500) 226,8	450	42	-	1,27
1A OM	-	-	-	-	(240) 108,9	-	-	200	0,23
2C FCM	53	8,5	-	-	(453) 205,5	485	35	320	0,39
2C OM	55	8,5	-	-	(380) 172,4	-	-	240	0,22
3A FCM	52	8,5	-	3,1/3,1	(487) 220,9	500	40	340	0,06
3A OM	51	8,5	-	3,1/3,1	(540) 224,9	-	-	210	0,25
5A FCM	52	8,5	8	3,1/3,1	(470) 213,2	490	41	330	0,24
5A OM	51	8,5	8	3,1/3,1	(540) 244,9	-	-	210	0,34

Muestra	MV	MW	% de Caucho Unido	Dispersión a Nivel Macro
producto inicial	154	688K	55,79	B-5/0,40
1A FCM	148	536K	69,33	A-4/0,07
1A OM	134	493K	69,44	-
2C FCM	98	557K	60,62	A-3/0,03

(continuación)

Muestra	MV	MW	% de Caucho Unido	Dispersión a Nivel Macro
2C OM	108	494K	66,91	A-3/0,09
3A FCM	90	610K	36,31	A-3/0,02
3A OM	90	636K	42,61	A-4/0,11
5A FCM	103	573K	51,70	B-4/0,33
5A OM	90	552K	48,67	A-4/0,20

Datos del ensayo # 5

- 5 Este ensayo fue llevado a cabo para poner prueba la capacidad de secado del mezclador continuo (FCM). Se incorporó también el molino abierto (OM) dentro de este ensayo. Esta muestra húmeda fue elaborada a partir de látex de caucho natural de campo y negro de carbón tipo N234. Se alimentó la mezcla madre dentro del mezclador continuo con un nivel de humedad aproximadamente del 24 por ciento en peso.

Muestra	Carga de CB (phr)	Velocidad kg/h (lb/h en seco)	RPM	Orificio (%)	Temperatura Máxima del Producto (F)	Humedad (%)
producto inicial	51	-	-	-	-	-24
FC1 FCM	52	136,1 (300)	250	44	340	0,50
FC1 OM	52	-	-	-	-	0,15

Muestra	MV	MW	% de Caucho Unido	Dispersión a Nivel Macro
producto inicial	218	645K	72,21	A-4 / 0,18
FC1 FCM	160	467K	69,36	A-3 / 0,03
FC1 OM	141	335K	63,55	A-4 / 0,12

10

Datos del ensayo # 6

- 15 Este ensayo fue llevado a cabo para poner prueba la capacidad de secado del mezclador continuo (FCM). Se incorporó también el molino abierto (OM) dentro de este ensayo. Este ensayo fue diseñado también para poner a prueba la capacidad de añadir e incorporar corrientes de aceite, ácido esteárico (SA), óxido de zinc (ZnO), sílice, y un antioxidante (Santoflex 6PPD). La posibilidad de añadir caucho butadieno fue también investigada para muestra FA4 durante este ensayo. Esta muestra húmeda fue elaborada a partir de látex de caucho natural de campo y negro

de carbón tipo N220. Se alimentó la mezcla madre dentro del mezclador continuo con un nivel de humedad aproximadamente del 20 por ciento en peso.

Muestra	Carga de CB (phr)	Carga de Aceite (phr)	Carga de Sílice (phr)	Carga de SA/6PPD/ZnO (phr)	Velocidad kg/h (lb/h en seco)	RPM	Orificio (%)	Temperatura Máxima del Producto (F)	Humedad (%)
producto inicial	74	-	-	-	-	-	-	-	-20
FA3 FCM	-	7,9	7,1	2,9/2,9/5,0	(400) 181,4	300	59	335	0,37
FA3OM	73	7,9	7,1	2,9/2,9/5,0	-	-	-	-	0,14
FA4 FCM	-	5,5	5,0	2,0/2,0/3,5	181,4 (400)	300	48	330	0,63
FA4OM	55	5,5	5,0	2,0/2,0/3,5	-	-	-	-	0,19

Muestra	MV	MW	% de Caucho Unido	Dispersión a Nivel Macro
producto inicial	>200	611K	70,74	A-3/0,10
FA3 FCM	154	483K	70,71	A-3/0,10
FA3 OM	133	362K	54,58	A-4/0,17
FA4 FCM	125	370K	44,08	-
FA4 OM	113	376K	43,68	C-6/1,36

5 Datos del ensayo # 7

Este ensayo fue llevado a cabo para poner prueba la capacidad de secado del mezclador continuo (FCM). Se incorporó también el molino abierto (OM) dentro de este ensayo. Este ensayo fue diseñado también para poner a prueba la capacidad de añadir e incorporar corrientes de aceite, ácido esteárico (SA), óxido de zinc (ZnO), sílice, y un antioxidante (Santoflex 6PPD). Esta muestra húmeda fue elaborada a partir de látex de caucho natural de campo y negro de carbón tipo N220. Se alimentó la mezcla madre dentro del mezclador continuo con un nivel de humedad aproximadamente del 24 por ciento en peso.

10

Muestra	Carga de CB (phr)	Carga de Aceite (phr)	Carga de Sílice (phr)	Carga de SA/6PPD/ ZnO (phr)	Velocidad kg/h (lb/h en seco)	RPM	Orificio (%)	Temperatura Máxima de los Productos (F)	Humedad (%)
producto inicial	53	-	-	-	-	-	-	-	-24
FB1 FCM	53	8,5	-	3,1/3,1	(400) 181,4	410	39	339	0,45
FB1 OM	54	8,5	-	3,1/3,1	-	-	-	-	0,31
FB2 FCM	53	8,5	7,7	3,1/3,1/5,4	(400) 181,4	330	49	342	0,44
FB2 OM	53	8,5	7,7	3,1/3,1/5,4	-	-	-	-	0,26

Muestra	MV	MW	% de Caucho Unido	Dispersión a Nivel Macro
producto inicial	189	751K	63,42	A-3 / 0,09
FB1 FCM	84	671K	41,04	A-3/0,07
FB1 OM	86	600K	43,91	A-4/0,14
FB2 FCM	78	609K	49,85	A-4/0,14
FB2 OM	80	468K	49,34	A-4/0,17

REIVINDICACIONES

1. Un método para el tratamiento de una mezcla madre sustancialmente coagulada que comprende un agente de relleno en partículas y un elastómero, el método comprendiendo la etapa de:
- 5 alimentar la mezcla madre a un puerto de alimentación (102) de un mezclador continuo (100) que tiene múltiples rotores (106) axialmente orientados en una cámara de procesamiento alargada (104);
- procesar la mezcla madre a través de la cámara de procesamiento (104) del mezclador continuo (100) por medio de una operación controlada de los rotores (106); y
- descargar la mezcla madre desde un orificio de descarga (114) del mezclador continuo (100).
- 10 2. El método de la reivindicación 1, que comprende además la etapa de pasar la mezcla madre desde el orificio de descarga (114) del mezclador continuo (100) a través de un molino abierto (120).
3. El método de la reivindicación 2, que comprende además las etapas de pasar la mezcla madre desde el molino abierto (120) a través de un sistema de enfriamiento (202) que tiene un rocío de agua (204), pasar la mezcla madre desde el sistema de enfriamiento (202) a través de una granulación (210), y pasar la mezcla madre desde la granulación (210) a través de una embaladora (216).
- 15 4. El método de la reivindicación 1, que comprende además la etapa de formar un compuesto con material adicional dentro de la mezcla madre en el mezclador continuo (100).
5. El método de la reivindicación 4, en donde se selecciona el material adicional a partir de un agente de relleno adicional, elastómero adicional, una segunda mezcla madre, aceite y otros aditivos.
6. El método de la reivindicación 1, en donde el mezclador continuo (100) seca la mezcla madre.
- 20 7. El método de la reivindicación 1, en donde el mezclador continuo (100) controla la Viscosidad Mooney de la mezcla madre.
8. El método de la reivindicación 1 en donde se produce la mezcla madre sustancialmente coagulada que contiene un agente de relleno en partículas y un elastómero por medio de un método de flujo continuo que comprende:
- 25 alimentar un flujo continuo del primer fluido que contiene látex elastómero a una zona de mezcla de un reactor de coagulación (48) definiendo una zona de coagulación alarga (52) que se extiende desde la zona de mezcla hasta un extremo de descarga (68),
- 30 alimentar un flujo continuo del segundo fluido que contiene agente de relleno en partículas a presión a la zona de mezcla del reactor de coagulación (48) para formar una mezcla con el látex elastómero, pasando la mezcla como un flujo continuo al extremo de descarga (68) y siendo efectivo el agente del relleno en partículas para coagular el látex elastómero, en donde la mezcla del primer fluido y del segundo fluido dentro de la zona de mezcla es suficientemente energética para coagular en forma sustancialmente completa el látex elastómero con él agente de relleno en partículas antes del extremo de descarga (68),
- descargar un flujo sustancialmente continuo de compuesto elastómero desde el extremo de descarga (68) del reactor de coagulación (48),
- 35 alimentar el flujo sustancialmente continuo del compuesto elastómero a un puerto de alimentación (102) de un mezclador continuo (100) que tiene múltiples rotores paralelos (106) axialmente orientados en una cámara de procesamiento alargada (104),
- procesar el compuesto elastómero a través de la cámara de procesamiento (104) del mezclador continuo (100) por medio de una operación controlada de los rotores (106); y
- 40 descargar el compuesto elastómero desde un orificio de descarga (114) del mezclador continuo (100).
9. El método de la reivindicación 8, que comprende además la etapa de procesar el compuesto elastómero desde el orificio de descarga (114) del mezclador (100) a través de un molino abierto (120).

10. El método de la reivindicación 9, que comprende además las etapas de pasar la mezcla madre desde el molino abierto (120) a través del sistema de enfriamiento (202) que tiene un rocío de agua (204), pasar la mezcla madre desde el sistema de enfriamiento (202) a través de un granulador (210), y pasar la mezcla madre desde el granulador (210) a través de un embalador (216).

5 11. Un compuesto elastómero que contiene elastómero sustancialmente coagulado en el cual se ha dispersado el compuesto de relleno en partículas por medio de:

alimentación de un flujo continuo de fluido que contiene látex elastómero a una zona de mezcla de un reactor de coagulación (48) definiendo una zona de coagulación alargada (52) que se extiende desde la zona de mezcla hasta un extremo de descarga (68);

10 alimentar un flujo continuo de un segundo fluido que contiene agente de relleno en partículas bajo presión a la zona de mezcla del reactor de coagulación (48) para formar una mezcla con el látex elastómero, pasando la mezcla como un flujo continuo hasta el extremo de descarga (68), siendo efectivo el agente de relleno en partículas para coagular el látex elastómero, en donde la mezcla del primer fluido y del segundo fluido dentro de la zona de mezcla es suficientemente energética para coagular en forma sustancialmente completa al látex elastómero con el agente de
15 relleno en partículas antes del extremo de descarga (68);

descargar un flujo sustancialmente continuo del compuesto elastómero desde el extremo de descarga (68) del reactor de coagulación (48);

20 alimentar el compuesto elastómero desde el extremo de descarga (68) del reactor de coagulación (48) hasta un mezclador continuo (100) que tiene múltiples rotores alargados paralelos (106) axialmente orientados en una cámara de procesamiento alargada (104);

procesar la mezcla madre a través de la cámara de procesamiento (104) del mezclador continuo (100) por medio de una operación controlada de los rotores (106); y

descarga la mezcla madre desde un orificio de descarga (114) del mezclador continuo (100).

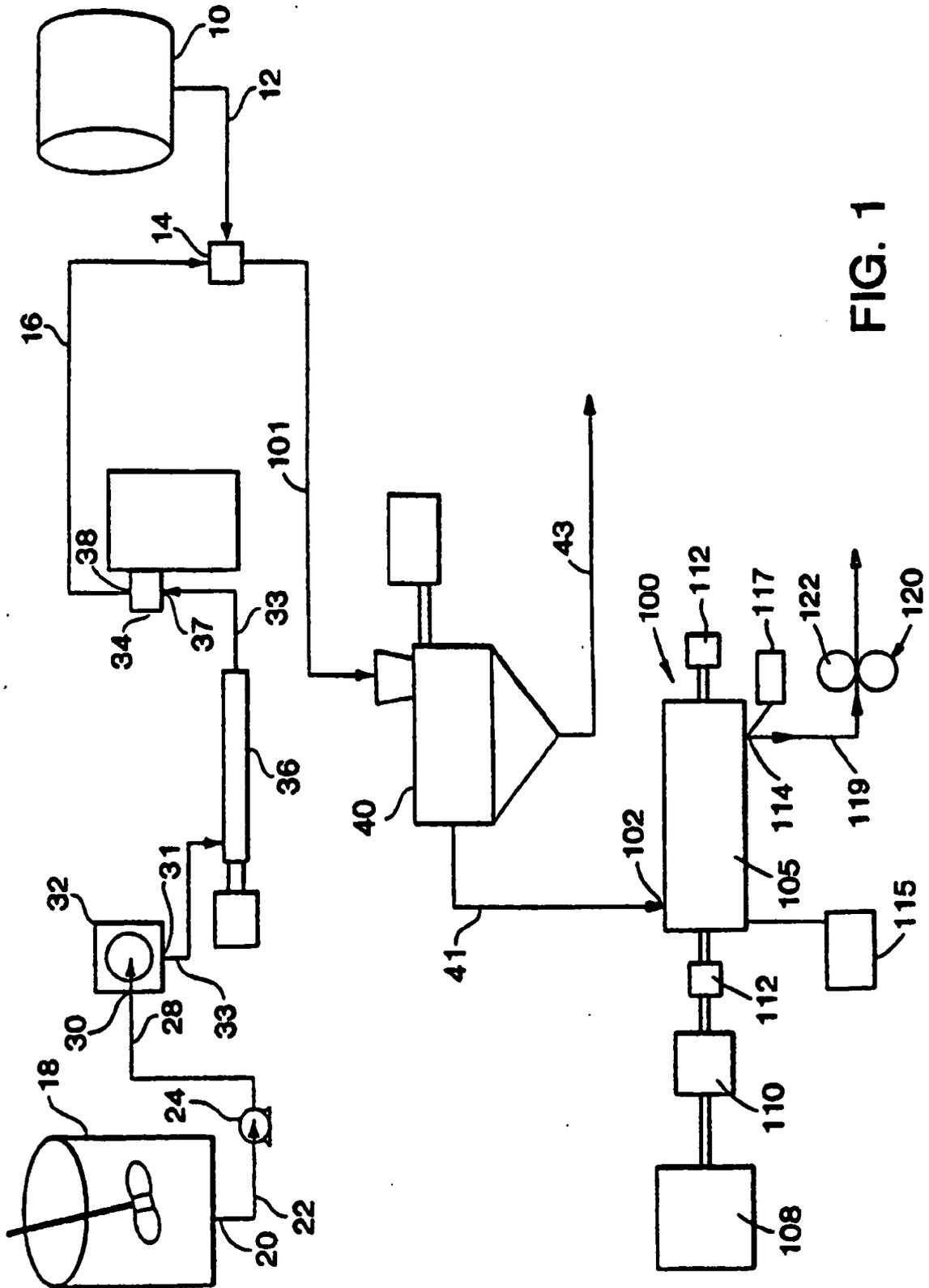


FIG. 1

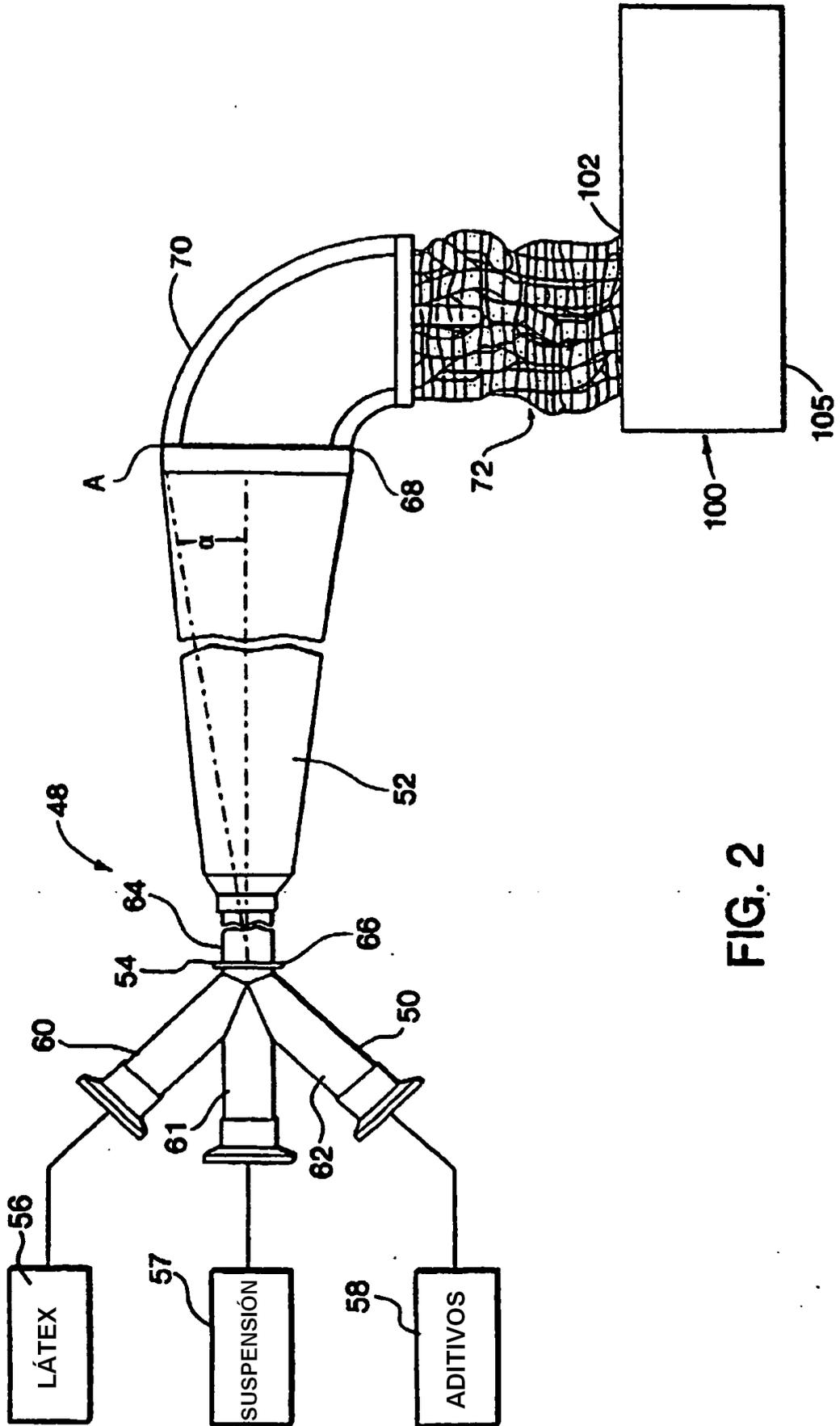


FIG. 2

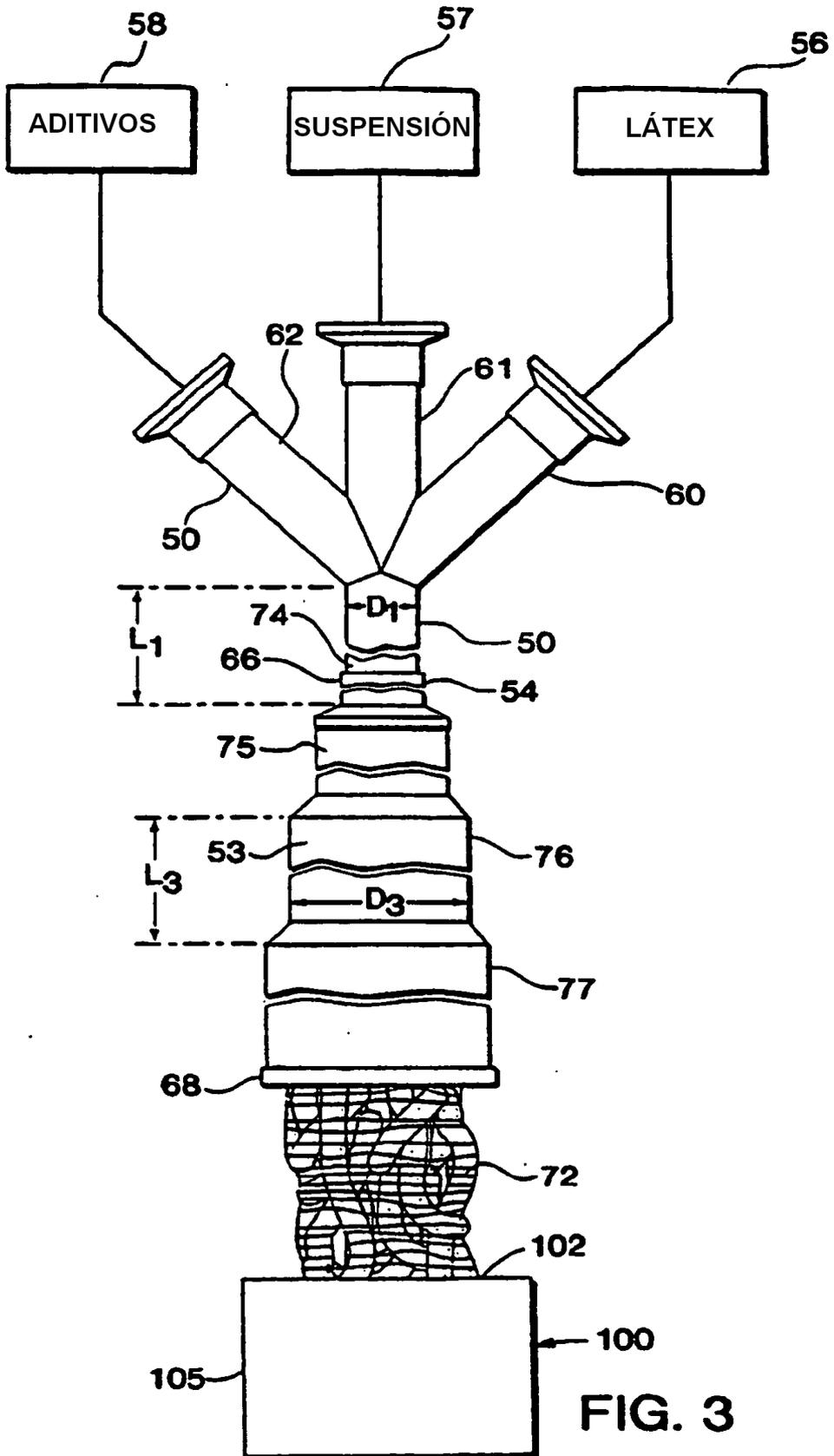
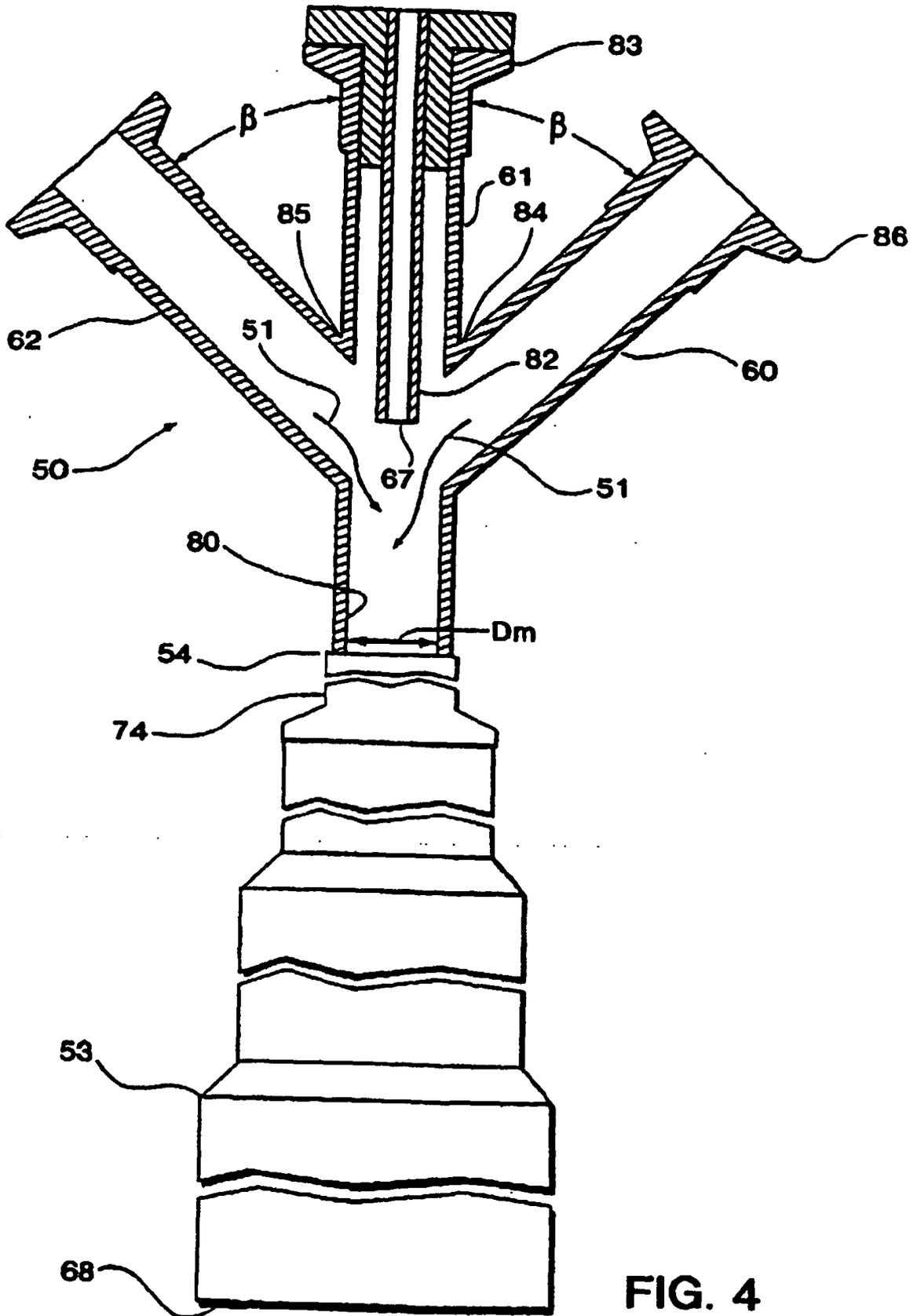


FIG. 3



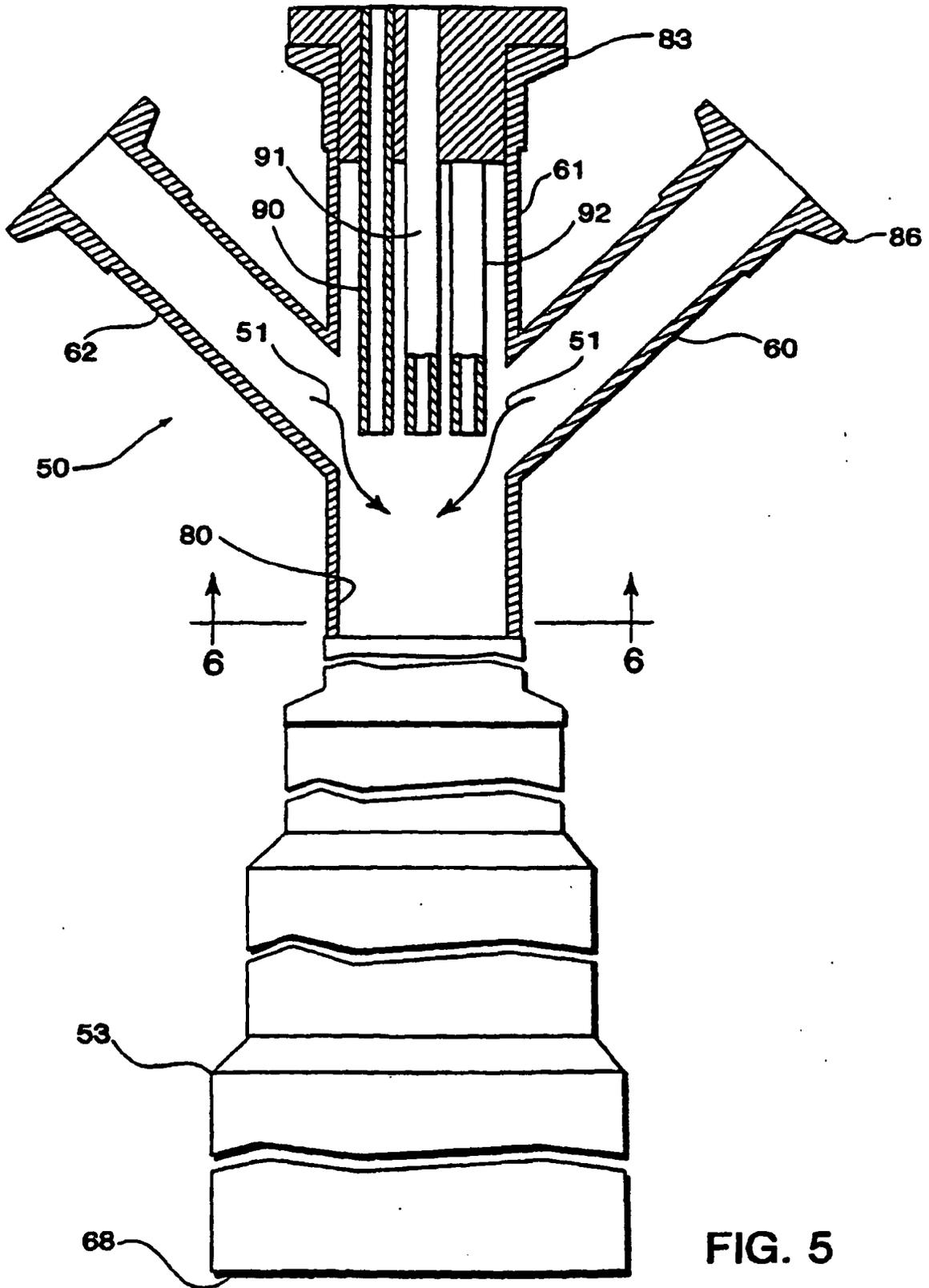


FIG. 5

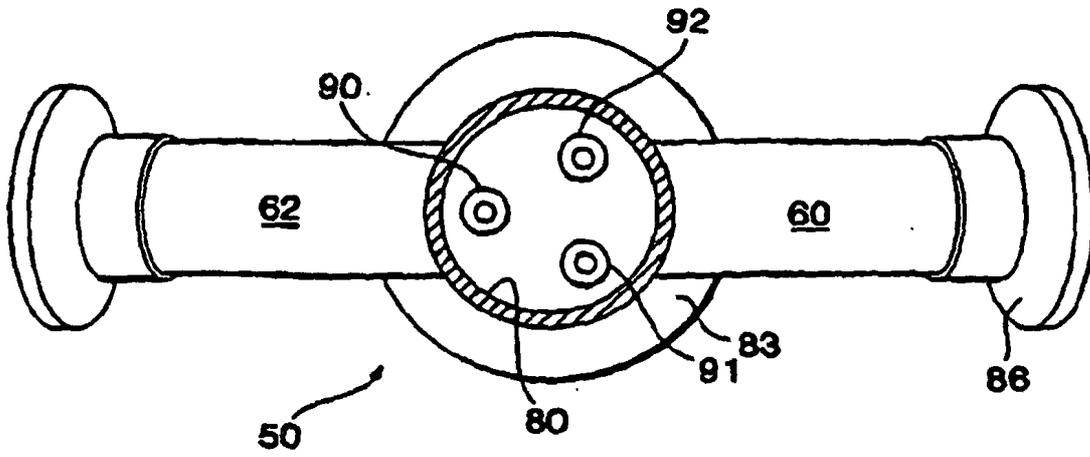


FIG. 6

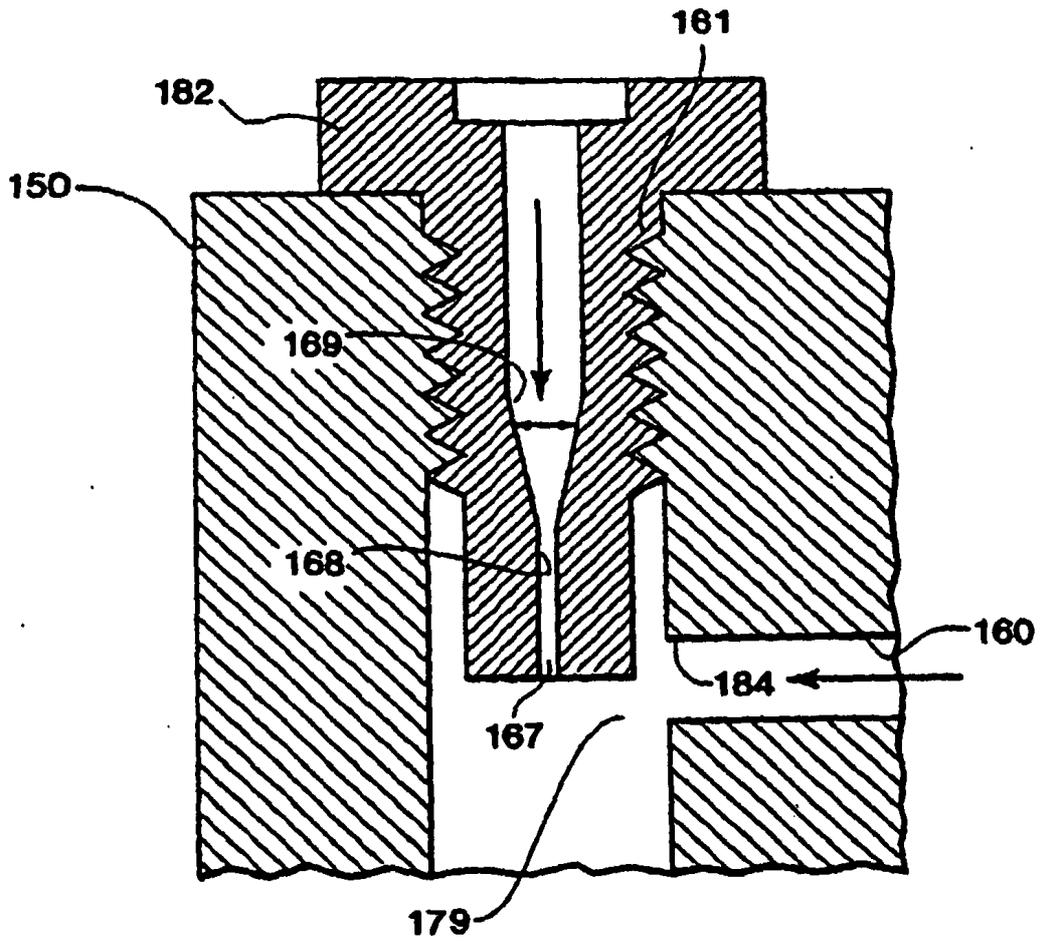


FIG. 7

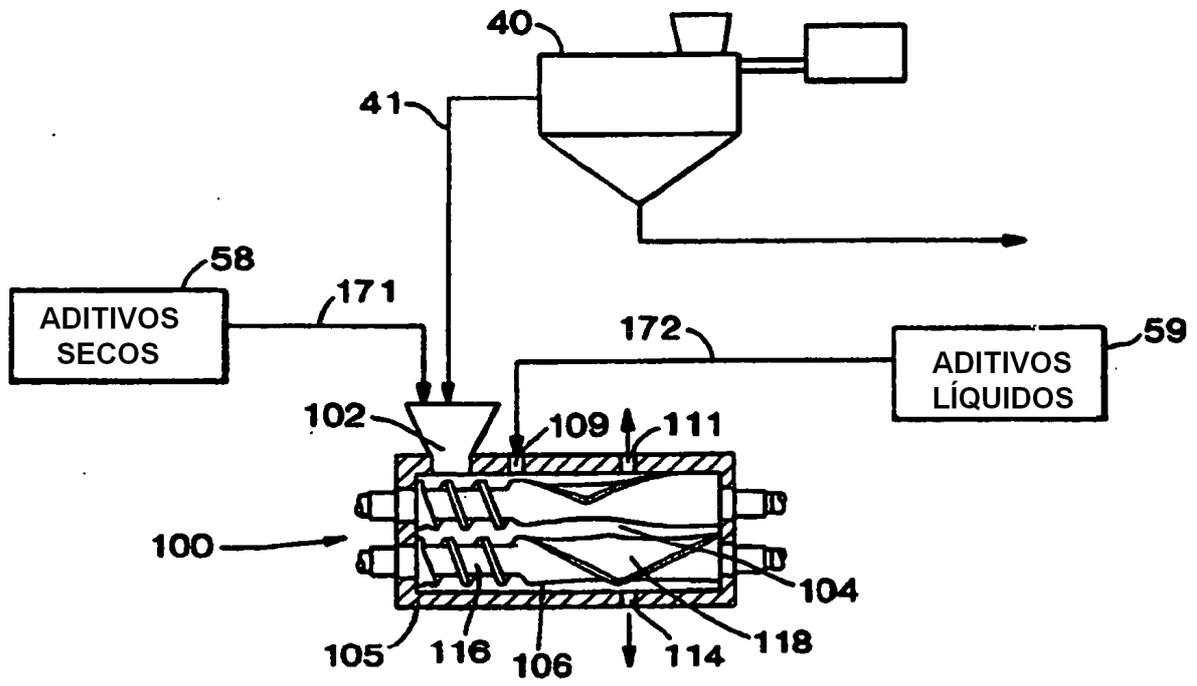


FIG. 8

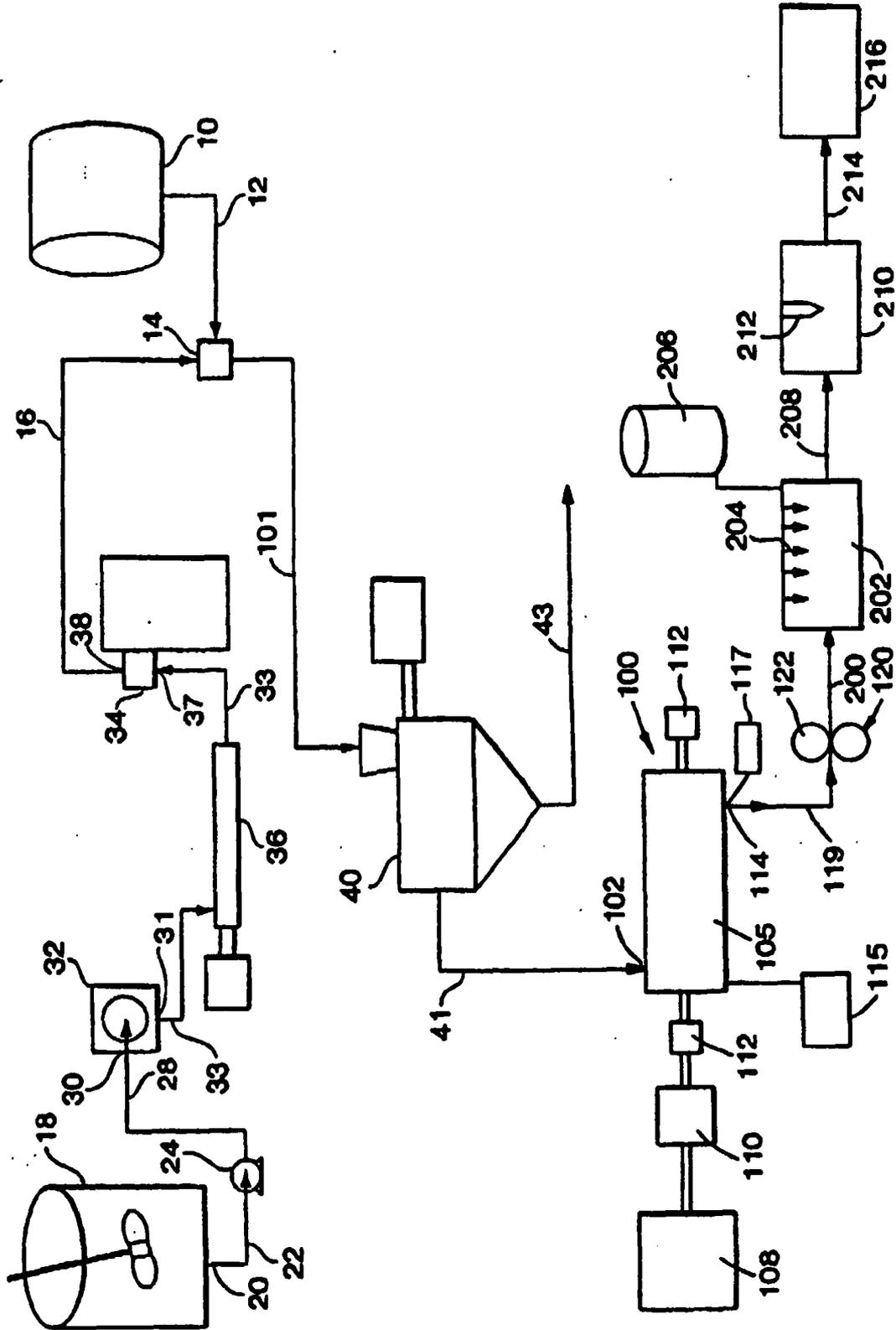


FIG. 9

REFERENCIAS CITADAS EN LA DESCRIPCIÓN

5 Este listado de referencias citado por el solicitante es únicamente para conveniencia del lector. No forma parte del documento europeo de la patente. Aunque se ha tenido gran cuidado en la recopilación, no se pueden excluir los errores o las omisiones y la OEP rechaza toda responsabilidad en este sentido.

Documentos de patente citados en la descripción

- WO 9736724 A [0004] [0015]
- US 08823411 B [0015]
- 10 • US 4029633 A [0004]
- US 9705276 W [0015]
- US 3048559 A, Heller [0004]
- US 9516194 W [0034]
- US 6048923 A [0015]
- WO 9618688 A [0034]

15