

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 698 156**

51 Int. Cl.:

B29C 47/10	(2006.01)	B29K 101/10	(2006.01)
B29B 17/00	(2006.01)		
B29C 35/02	(2006.01)		
B29C 47/88	(2006.01)		
B29C 47/00	(2006.01)		
C08J 3/24	(2006.01)		
B29K 421/00	(2006.01)		
B29K 407/00	(2006.01)		
B29K 409/00	(2006.01)		
B29K 419/00	(2006.01)		

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **16.10.2015 PCT/EP2015/074060**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **21.04.2016 WO16059234**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.10.2015 E 15784327 (7)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.08.2018 EP 3206852**

54 Título: **Proceso continuo de fabricación de un objeto mediante extrusión de granulado de caucho vulcanizado con una resina termoestable**

30 Prioridad:

17.10.2014 EP 14382402

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
31.01.2019

73 Titular/es:

**SIGNUS ECOVALOR, S.L. (100.0%)
C/ Caleruega 102 5ª Planta
28033 Madrid, ES**

72 Inventor/es:

**BERMEJO MUÑOZ, JOSÉ MARÍA;
HERNÁNDEZ RUIZ DE OLANO, RICARDO;
SÁIZ RODRÍGUEZ, LETICIA;
GARITAONANDIA BIDASOLO, FELIPE y
FERNÁNDEZ GARCÍA, RAÚL**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 698 156 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

Proceso continuo de fabricación de un objeto mediante extrusión de granulado de caucho vulcanizado con una resina termoestable

Campo de la invención

- 5 La presente invención se refiere a un proceso continuo de fabricación de un objeto sólido mediante extrusión de granulado de caucho vulcanizado con una resina termoestable en una extrusora.

Antecedentes de la invención

- 10 El granulado de caucho vulcanizado, tal como el procedente de neumáticos fuera de uso, se ha procesado durante estos últimos años utilizando diferentes técnicas para producir diferentes tipos de piezas mediante el moldeo del granulado de caucho vulcanizado con una resina termoestable.

La mayoría de las piezas se fabrican utilizando métodos discontinuos de moldeo por compresión, cuyo primer paso consiste en mezclar el granulado de caucho vulcanizado con una resina termoestable en el interior de un tanque de agitación.

- 15 Un lote de la mezcla mencionada se introduce luego en una cavidad del molde de una prensa de moldeo que suele estar precalentada. Un elemento superior cierra la cavidad del molde y se aplica una presión sobre la mezcla de modo que la mezcla se adapte a la forma de la cavidad del molde. Las condiciones de presión y temperatura preestablecidas en el interior de la cavidad del molde se mantienen hasta que la resina termoestable ha reticulado.

El tiempo de residencia de la mezcla en el interior de la cavidad del molde depende de las dimensiones de las piezas, así como el proceso de reticulación de la resina termoestable depende de la temperatura aplicada.

- 20 Una vez que la resina termoestable ha reticulado, el elemento superior de la prensa de moldeo se retira para permitir la extracción de la pieza. Otro lote de mezcla puede entonces introducirse de nuevo en el interior de la cavidad del molde para obtener otro lote de piezas. Un ejemplo de este tipo puede encontrarse en el documento de patente JP 2005 288704 A.

- 25 Sin embargo, utilizando esta tecnología, los rangos de tiempo de residencia varían generalmente entre 10 y 20 minutos. Sería deseable un proceso continuo para reducir los tiempos de fabricación lo que, a su vez, reduciría sustancialmente los costes de producción.

Un proceso continuo frecuentemente utilizado como una alternativa al moldeo por compresión tanto en la industria de plásticos como en la del caucho no vulcanizado es la extrusión.

- 30 En el primer caso, los pellets termoplásticos se introducen en el interior del cilindro a través de la tolva de la extrusora donde se funden, son transportados a lo largo del cilindro, mediante, por ejemplo, un husillo y finalmente se fuerzan a salir a través de una boquilla que confiere al perfil la forma deseada. Por lo general, el cilindro está provisto de medios de calentamiento para fundir los pellets de termoplástico. Ejemplos de este tipo pueden encontrarse en los documentos GB 2 059 964 A y GB 2 509 864 A.

- 35 En el segundo caso, el caucho no vulcanizado se introduce en el interior del cilindro a través de la tolva de la extrusora, donde se transporta mediante, por ejemplo, un husillo y se fuerza a salir por una boquilla que confiere la forma deseada al perfil. Posteriormente, se somete al perfil a un proceso de vulcanización fuera de la extrusora mediante otros medios apropiados. Esta técnica se ilustra, por ejemplo, en el documento JP 2002 361713.

Sin embargo, la extrusión es mucho más problemática cuando se intenta aplicar a granulados de caucho vulcanizados ya que, mientras que la extrusión es un proceso pensado para fluidos, sin embargo, los granulados de caucho

vulcanizados son sólidos que no funden ni se plastifican, lo que supone una problemática especial a la hora de extruir. Además, hay que tener en cuenta las condiciones de temperatura en el interior de la extrusora, ya que la pieza resultante tiene que estar suficientemente reticulada para evitar la disgregación de la misma cuando sale por la boquilla. Para conseguir esto, se requiere la presencia de un agente de reticulación adecuado que debe añadirse a la mezcla en el momento preciso ya que, debido a las condiciones de temperatura en el interior de la extrusora, la reticulación de la resina termoestable puede ocurrir en una etapa temprana del proceso de extrusión. En ese caso, se forman aglomeraciones de resina termoestable reticulada en el interior de la extrusora que no pueden volver a fundirse ya que la reticulación de la resina termoestable es un proceso irreversible. Estas aglomeraciones bloquean la entrada a la boquilla e impiden la extrusión de la resina termoestable.

5

10 Cuando se extruyen resinas termoestables mezcladas con un material granulado, como por ejemplo granulado de caucho vulcanizado, el problema se agrava debido a la fricción entre las partículas de material granulado y los componentes de la extrusora, como, por ejemplo, el cilindro y el husillo. Esto además, provoca el aumento de la temperatura de la mezcla y por tanto, fomenta que la reticulación ocurra incluso en una etapa temprana. En consecuencia, cuando la extrusora comprende además un husillo en el interior del cilindro, surgen problemas adicionales: si la reticulación tiene lugar en las inmediaciones del husillo, las pequeñas aglomeraciones se rompen mientras que las grandes aglomeraciones pueden llegar a bloquear el husillo. En la primera de las situaciones, el perfil se disgrega tan pronto como sale de la boquilla; en la segunda, el husillo puede verse incluso obligado a detenerse, lo que puede resultar en una rotura del motor del husillo o del propio husillo.

20 En la técnica anterior existen documentos tales como US 4,692,352 que describen procedimientos en los que formulaciones que pueden comprender diversos tipos de caucho son extruidas con agentes de pegajosidad y otros componentes en una extrusora mezclados previamente en un equipo de tipo Banbury para obtener la formulación de un adhesivo fluido que se aplica sobre una cinta de respaldo para así obtener la cinta adhesiva final.

25 También, el documento US2002/0101004 A1 divulga la extrusión de materiales tales como cauchos naturales, cauchos vulcanizados, cauchos sintéticos etc, con lubricantes tales como aceites o disolventes volátiles. El objetivo de utilizar tales lubricantes es el de reponer los plastificantes que se puedan perder en el proceso de extrusión, lo que origina que los productos resultantes sean piezas crudas, sin curar ni reticular, que por tanto precisan un procesamiento posterior para ser convertidas en piezas terminadas. Por el contrario, en el procedimiento descrito en la presente memoria descriptiva se obtienen piezas terminadas que no precisan de ningún tipo de procesamiento posterior para poder ser utilizadas salvo, en todo caso, el corte de la pieza a la medida requerida.

30 El documento DE19957175 A1 divulga un procedimiento mediante el cual se preparan cuerpos moldeados a partir de restos de materiales sintéticos fragmentados y aglomerante de poliuretano. En dicho procedimiento, los materiales sintéticos fragmentados, por ejemplo partículas de caucho molidas y un agente reticulante, son mezclados en la extrusora.

35 El documento EP 0 003 701 A1 divulga un procedimiento similar, en el que estos componentes son mezclados después de la extrusora y antes de la boquilla, lo que define la forma del producto.

Hasta la fecha, los inventores no conocen ningún procedimiento en el que el caucho vulcanizado tal como el procedente de neumáticos fuera de uso pueda ser reticulado satisfactoriamente con una resina termoestable justo en el momento que ha adquirido la forma definitiva, en un procedimiento continuo por extrusión, obteniendo en un único equipo piezas sustancialmente acabadas que no necesitan de ningún tipo de procesamiento posterior para su uso.

40 **Resumen de la invención**

Un objetivo de la presente invención es por tanto proporcionar un proceso para producir una pieza o perfil sólido mediante la extrusión del granulado de caucho vulcanizado con una resina termoestable en un proceso continuo de manera que se obtienen piezas sustancialmente acabadas en un único equipo, evitando así los problemas mencionados anteriormente.

45 Este objetivo ha sido conseguido gracias a que los inventores han identificado que es posible extruir satisfactoriamente un caucho vulcanizado tal como el procedente de neumáticos usados con una resina termoestable en una extrusora mediante un proceso continuo a través de las siguientes dos características principales:

1) mientras la mezcla se desplaza por la boquilla de la extrusora, añadir a la mezcla del caucho vulcanizado y la resina termoestable el agente reticulante en un punto donde la mezcla ya ha adquirido la forma deseada y en una cantidad suficiente para que comience la reticulación de la mezcla, y

5 2) a continuación, seguir desplazando la mezcla por la boquilla de la extrusora y opcionalmente por un elemento prolongador de la misma durante el tiempo suficiente para que la resina reticule lo suficiente para evitar que el objeto sólido resultante se disgregue al salir de la boquilla y opcionalmente del prolongador y permita obtener una pieza sustancialmente acabada.

10 En la presente memoria descriptiva por "pieza sustancialmente acabada" se entiende una pieza que, aunque no haya terminado completamente su proceso de reticulación a la salida de la boquilla de la extrusora o del elemento prolongador opcional, ha alcanzado un grado de reticulación suficientemente elevado como para permitirle mantener su forma física sin romperse ni desmoronarse a la citada salida de la boquilla de la extrusora o del elemento prolongador opcional, de manera que puede terminar de reticular completamente en las condiciones ambientales sin precisar de ningún tipo de procesamiento posterior adicional para su uso, y en particular sin precisar de ninguna etapa de moldeo o similar, salvo eventualmente su corte a las medidas requeridas de acuerdo con la finalidad deseada.

15 En consecuencia, en un primer aspecto la invención se dirige a un proceso de fabricación de un objeto sólido mediante extrusión de un granulado de caucho vulcanizado con una resina termoestable en una extrusora que comprende una boquilla que tiene al menos un orificio practicado en una superficie lateral de la misma y opcionalmente un prolongador de la boquilla, en el que el proceso comprende las etapas de:

20 -mezclar el granulado de caucho vulcanizado y la resina termoestable para formar una mezcla y desplazar dicha mezcla hasta la boquilla;

-mientras la mezcla se desplaza por la boquilla, añadir un agente de reticulación fluido a la mezcla a través del al menos un orificio practicado en una superficie lateral de la boquilla, en un punto de la boquilla donde la mezcla ya ha adquirido la forma deseada y en una cantidad suficiente para iniciar la reticulación de la resina en el interior de la boquilla, adquiriendo su forma definitiva; y

25 -seguir desplazando la mezcla con su forma definitiva por la boquilla durante el tiempo suficiente para que el objeto resultante alcance un grado de reticulación que evite la disgregación del mismo y permita obtener una pieza sustancialmente acabada a la salida de la extrusora.

De esta manera se evitan procesos posteriores como hornos de vulcanización, postcurado, enfriamiento o moldeo.

30 A lo largo de la presente memoria descriptiva, por "objeto" o "pieza" se entiende cualquier tipo de objeto sólido obtenido a través del presente procedimiento, que puede tener cualquier forma o disposición, la cual viene definida por la forma de la boquilla. Preferiblemente, el objeto se trata de una pieza tridimensional sólida, que es lo que en el presente campo técnico se conoce como un "perfil". Como resultado del procedimiento indicado, se obtiene directamente a la salida de la boquilla de la extrusora y opcionalmente de su prolongador una pieza o perfil sustancialmente acabado, que no precisa de ningún tipo de procesamiento adicional posterior para su uso, salvo eventualmente el corte a las
35 medidas requeridas.

También, por "prolongador" se entiende un elemento opcional de la extrusora ubicado justo a continuación de la boquilla, y que, cuando se usa, tiene la función de desplazar la mezcla en el interior del mismo durante un tiempo suficiente para que el objeto reticule en un grado suficiente que evite su disgregación al salir del prolongador. En su forma más simple, este elemento prolongador es un simple tubo hueco. Preferiblemente, el prolongador está
40 debidamente pulido para ofrecer la mínima resistencia posible, y aún más preferiblemente debe estar provisto de una cierta conicidad, que mejoraría el desplazamiento del objeto a través del mismo.

Como el agente de reticulación fluido se añade a la mezcla, justo en el momento que ha adquirido la forma final, a través de al menos un orificio practicado en la superficie lateral de la boquilla, la reticulación de la resina termoestable comenzará en la boquilla y no en una fase anterior ni en una fase posterior, evitando así la obstrucción de la extrusora o la disgregación del objeto al salir de la misma.
45

También, gracias al hecho de desplazar la mezcla en la boquilla y opcionalmente en el prolongador de la boquilla durante un cierto tiempo, ello hace que la reticulación de la mezcla pueda progresar dentro de la boquilla y opcionalmente en el prolongador hasta un grado suficiente en el que el objeto resultante pueda salir de la boquilla y opcionalmente del prolongador sin que se disgregue. Es decir, la reticulación del objeto no tiene que ser necesariamente completa al salir de la boquilla y opcionalmente del prolongador, sino que basta con que haya progresado lo suficiente como para que el objeto no se disgregue al salir de la boquilla y opcionalmente del prolongador, pudiendo completar su reticulación totalmente una vez fuera de la extrusora. Esto supone una diferencia sustancial con los procedimientos de fabricación de piezas conocidos hasta la fecha, en los que la reticulación de la pieza se lleva a cabo siempre después de la etapa de extrusión, en una línea de moldeo donde la mezcla permanece inmóvil hasta que adquiere la forma definitiva y posteriormente es necesario una etapa de desmoldeo, lo que obliga a que el procedimiento sea discontinuo. A este particular, en la presente invención el experto en la técnica podrá determinar con facilidad, partiendo de los datos de temperatura requeridos dentro de la boquilla de la extrusora para que la reticulación comience satisfactoriamente, el tiempo en el que debe mantener la mezcla dentro de la boquilla y opcionalmente del prolongador para conseguir el objetivo deseado. Una vez definido el tiempo de residencia de la mezcla en la boquilla y opcionalmente en el prolongador, el experto en la técnica tiene a su disposición dos parámetros principales que podrá variar y combinar entre sí según sea conveniente: la velocidad de la mezcla (m_{lineal}/s) y las longitudes de la boquilla y opcionalmente del prolongador (m), de manera que a mayor velocidad de producción (m_{lineal}/s), mayor longitud de la boquilla y opcionalmente del prolongador (m), y viceversa. De este modo, cuando está presente, el prolongador podrá tener de manera general una longitud desde de unos pocos centímetros hasta un metro y medio o más, lo que se traduce en unos tiempos de residencia de la mezcla en el prolongador desde 0 hasta 10 minutos, y más preferiblemente entre 5 y 7 minutos. En realizaciones preferidas, el prolongador tiene una longitud aproximada de unos 50 cm, lo que supone un tiempo de residencia promedio de la mezcla en el mismo de unos 5 minutos. En este punto también hay que tener en cuenta que, si se incrementa la longitud del prolongador, normalmente aumentará también la presión en el equipo por el incremento de la fricción a lo largo del perfil. Por ello, opcionalmente podrá añadirse también a la mezcla un agente fluidificante o antiadherente, por ejemplo, de tipo Getren o similar, en caso de que sea necesario o conveniente.

En una realización, la resina termoestable es un isocianato y el agente de reticulación es agua ó glicol, más preferiblemente agua. En este último caso, el agua puede aportarse a la mezcla en forma líquida, que rápidamente se convierte en vapor de agua a causa de la temperatura de la boquilla, o bien directamente en forma de vapor de agua. De esta forma, se ayuda a la difusión del agente a través de los huecos de las partículas de caucho.

En otra realización de la invención, el granulado de caucho vulcanizado y la resina termoestable se mezclan en el exterior de la extrusora para formar una mezcla. Después, la mezcla se introduce en el cilindro a través de la boca de alimentación y a continuación se hace pasar hasta la boquilla.

En otra realización más, el granulado de caucho vulcanizado y la resina termoestable se introducen en el cilindro a través de la boca de alimentación y luego se mezcla en el interior del cilindro mediante medios de mezclado para realizar la mezcla.

En aún otra realización, la extrusora comprende un husillo en el interior del cilindro. El husillo mezcla el granulado de caucho vulcanizado y la resina termoestable para formar la mezcla y que ésta avance desde el interior del cilindro hacia la boquilla. En otras palabras, los medios de mezclado se corresponden con el husillo. Por otro lado, en los ensayos experimentales indicados a continuación se ha utilizado una extrusora monohusillo, pero los inventores consideran que la invención podría ser igualmente aplicable a extrusoras de doble husillo. Por ello, se considera que la invención engloba y es aplicable a todo tipo de extrusoras.

En una realización adicional, la mezcla se calienta en el interior de la boquilla por medios de calentamiento. El calentamiento de la mezcla favorece la reticulación de la resina termoestable cuando el agente de reticulación está presente, con lo que los tiempos de producción se reducen.

Gracias al procedimiento descrito, es posible fabricar piezas sustancialmente acabadas en un solo paso mediante extrusión a partir de caucho vulcanizado tal como el precedente de neumáticos fuera de uso con una resina termoestable en un proceso continuo, lo que acorta significativamente el tiempo de procesado de la pieza con respecto a los métodos discontinuos conocidos de la técnica anterior.

50 **Descripción de las figuras**

La figura 1 muestra un dibujo de la sección longitudinal de una extrusora monohusillo empleada en una realización de la invención.

La figura 2 muestra un dibujo de la sección longitudinal de una boquilla empleada en una realización de la invención.

Descripción detallada de la invención

- 5 Una realización de la presente invención para un proceso de fabricación de una pieza mediante extrusión de un granulado de caucho vulcanizado con una resina termoestable 2 en una extrusora 3 se describe a continuación haciendo referencia a las figuras 1 y 2.

10 La extrusora 3 representada en la figura 1 es una extrusora monohusillo que comprende un cilindro 4, un husillo 7 y una boquilla 10. El cilindro 4 tiene una boca de alimentación 5 a través de la cual se introducen un granulado de caucho vulcanizado 1 y la resina termoestable 2.

Opcionalmente, la extrusora 3 comprende una tolva 6 para permitir la introducción del granulado de caucho vulcanizado 1 y la resina termoestable 2 en el cilindro 4 a través de la boca de alimentación 5.

Una vez que el granulado de caucho vulcanizado 1 y la resina termoestable 2 se han introducido en el cilindro 4, el husillo 7 mezcla el granulado de caucho vulcanizado 1 y la resina termoestable 2 para formar una mezcla.

- 15 En otra realización, el granulado de caucho vulcanizado 1 y la resina termoestable 2 se mezclan fuera de la extrusora 3 para formar la mezcla, que a su vez se introduce en el cilindro 4 a través de la boca de alimentación 5.

El husillo 7 transporta la mezcla, bien producida en el interior del cilindro 4 de la extrusora 3 o bien en el exterior de la extrusora 3, desde el interior del cilindro 4 hacia la boquilla 10.

Opcionalmente, un plato rompedor 9 se coloca aguas arriba de la boquilla 10 y aguas abajo del cilindro 4.

- 20 A través de al menos un orificio 11 (véase figura 2) practicado en una superficie lateral de la boquilla 10, se añade un agente de reticulación a la mezcla, justo en el momento que ya ha adquirido la forma deseada, para iniciar la reticulación de la resina termoestable en el interior de la boquilla 10. A continuación, opcionalmente se hace pasar la mezcla por el prolongador 8 y se mantiene allí durante un tiempo de residencia suficiente para que la mezcla alcance un grado de reticulación suficiente que evite la disgregación de la pieza/perfil resultante cuando salga del prolongador.
- 25 Dependiendo del granulado de caucho vulcanizado y la resina termoestable utilizados, la persona experta en la materia sabe o puede obtener con facilidad el tiempo necesario de residencia de la mezcla dentro de la boquilla y opcionalmente del prolongador para que el objeto alcance un grado suficiente de reticulación que evite la disgregación de la pieza obtenida. Es importante tener en cuenta, que la mezcla mientras reticula va avanzando a través de la boquilla y opcionalmente del prolongador por lo que se obtiene a la salida la pieza final sin necesidad de un proceso posterior de desmoldeo.
- 30

Cuando el agente de reticulación se introduce en esta etapa, la reticulación de la resina termoestable 2 tiene lugar en el interior de la boquilla 10 y no en una etapa demasiado temprana o demasiado tardía.

Finalmente, la mezcla se desplaza a salir a través de la boquilla 10 para obtener un perfil extruido con la forma deseada, y a continuación, si está presente, pasa al tubo prolongador 8, que se instala aguas abajo de la boquilla 10.

- 35 Preferentemente, el agente de reticulación se introduce en la mezcla a través de al menos un conjunto de orificios distribuidos circunferencialmente alrededor del perímetro de la boquilla (10). Sin embargo, también existe la posibilidad de introducir el agente de reticulación en la mezcla a través de dos o más conjuntos de orificios distribuidos circunferencialmente alrededor del perímetro de la boquilla (véase la Figura 2), uno situado aguas arriba de la boquilla (10) y otro situado aguas abajo de la misma. En esta realización, el agente de reticulación se añade a la mezcla en

ES 2 698 156 T3

dos etapas diferentes de reticulación de la resina termoestable, a saber una etapa de reticulación inicial y una etapa de reticulación intermedia. Esto mejora el control de la reticulación de la resina termoestable.

Opcionalmente, la boquilla 10 comprende un mandril 12 para que el perfil de granulado de caucho vulcanizado con la resina termoestable 2 obtenido por la obligación de la mezcla a salir a través de la boquilla 10 sea tubular.

5 En realizaciones preferidas, la resina termoestable es un isocianato y el agente reticulante es agua o glicol, más preferiblemente agua. En el caso de que el agente reticulante sea agua, ésta puede ser introducida en la boquilla en forma líquida, en cuyo caso se convierte rápidamente en vapor debido a la elevada temperatura de la boquilla, o bien directamente en forma de vapor de agua.

10 Si se selecciona isocianato como la resina termoestable y agua como el agente de reticulación, es ventajoso que la mezcla contenga un 80-91% en peso de granulado de caucho vulcanizado y un 9-20% en peso de isocianato. También preferiblemente, la relación de isocianato/granulado de caucho vulcanizado está comprendida entre 10-25% y la relación agua/isocianato, entre 36-75%.

15 Cantidades excesivamente bajas de resina termoestable (isocianato) pueden dar lugar a disgregaciones del perfil extruido, ya que las partículas del granulado de caucho vulcanizado pueden llegar a estar sólo parcialmente recubiertas de la resina termoestable antes de su reticulación, mientras que cantidades excesivamente altas de resina termoestable pueden dar como resultado un perfil excesivamente duro para su posterior procesado.

Por otro lado, cantidades excesivamente bajas de agente reticulante (agua) requieren tiempos de residencia largos en el prolongador para asegurar que la reticulación del isocianato sea suficiente, mientras que cantidades excesivamente altas de agua introducidas en la mezcla pueden tener el efecto de enfriarla y retardar así la reticulación de la resina.

20 Para reducir los tiempos de fabricación, dentro de la boquilla 10 la mezcla se puede calentar por medios de calentamiento (no representados) al menos parcialmente en las inmediaciones de la boquilla 10. Preferentemente pero no necesariamente, la mezcla en el interior de la boquilla 10 se calienta hasta una temperatura comprendida entre 80 - 160°C, más preferiblemente entre 100°C y 150°C, y lo más preferiblemente entre 120°C y 140°C.

25 En las realizaciones preferidas, el tamaño de granulado de caucho vulcanizado está entre 0,1 y 7 mm, y más preferentemente entre 0,1 y 5 mm, y del modo más preferido entre 0,8 y 4 mm. Preferentemente el porcentaje en peso % del granulado de caucho vulcanizado en la mezcla está entre 78 y 96%, y más preferentemente entre 80-91% y del modo más preferido entre 85 y 89%. Por su lado, preferentemente el porcentaje en peso % de la resina termoestable en la mezcla está entre 4 y 25%, y más preferentemente entre 9 y 20%, y del modo más preferido entre 11 y 15%. Finalmente, el agente de reticulación se añade preferentemente a la mezcla con una relación de agente de reticulación/resina de entre 35 y 150%, y más preferentemente entre 40 y 75%, y del modo más preferido entre 40 y 50%.

EJEMPLOS

Ejemplo Comparativo

35 Una extrusora monohusillo que comprende un cilindro 4, un husillo 7 y una boquilla 10 fue utilizada de acuerdo a un proceso conocido en el estado de la técnica, para intentar obtener perfiles extruidos, en el que el granulado de caucho vulcanizado 1, la resina termoestable 2 y el agente de reticulación se introducen juntos a través de la boca de alimentación 5 del cilindro 4.

40 En un primer caso, el husillo 7 mezcló el granulado de caucho vulcanizado 1, la resina termoestable 2 y el agente de reticulación para formar una mezcla de tres componentes y los tres componentes de la mezcla se desplazan desde el interior del cilindro 4 hacia la boquilla 10. Finalmente, la mezcla de tres componentes se forzó a salir a través de la boquilla 10.

ES 2 698 156 T3

De esta manera se ensayaron dos muestras, donde el tamaño nominal de la partícula del granulado de caucho vulcanizado 1 estaba comprendido entre 0,8-2 mm, como la resina termoestable 2 se seleccionó isocianato, y como el agente de reticulación se seleccionó agua líquida.

5 La muestra A contenía un porcentaje de granulado de caucho vulcanizado 1 del 90,5% en peso y un porcentaje de isocianato del 9,5% en peso, es decir, la relación isocianato/granulado de caucho vulcanizado 1 fue de 10,5%. La cantidad de agua líquida introducida en la mezcla, expresada como una relación agua/isocianato fue del 1,1%.

La muestra B contenía un porcentaje de granulado de caucho vulcanizado 1 del 75,9% en peso y un porcentaje de isocianato del 24,1% en peso, es decir, la relación isocianato/granulado de caucho vulcanizado 1 fue del 31,7%. La cantidad de agua añadida a la mezcla, expresada como una relación agua/isocianato fue del 3,3%.

10 La composición de ambas muestras se resume en la siguiente tabla.

	Granulado de caucho vulcanizado (GVR)		Isocianato (ThR)	ThR/GVR	H ₂ O/ThR
	Tamaño nominal de la partícula [mm]	[%en peso]	[% en peso]	[% (peso/peso)]	[% (peso/peso)]
Muestra A	100% - {0,8 - 2}	90,5	9,5	10,5	1,1
Muestra B	100% - {0,8 - 2}	75,9	24,1	31,7	3,3

15 La temperatura de la mezcla con los tres componentes se midió en cinco puntos, por medio de termopares localizados como sigue a continuación: aguas arriba del cilindro 4 (T₁), en el medio del cilindro 4 (T₂), aguas abajo del cilindro 4 (T₃), en el medio de la boquilla 10 (T₄) y aguas abajo de la boquilla 10 (T₅). Los termopares localizados en la boquilla 10 se representan en la figura 2 como un primer termopar y un segundo termopar 13', 13".

Las lecturas en estas localizaciones se recogen en la siguiente tabla.

	T ₁ [°C]	T ₂ [°C]	T ₃ [°C]	T ₄ [°C]	T ₅ [°C]
Muestra A	30	85	140	140	140
Muestra B	30	100	160	160	160

20 El resultado de ambas muestras fue un perfil que se disgregó tan pronto como salió de la boquilla 10, lo que se considera que fue causado por una reticulación temprana del isocianato en el interior del cilindro 4.

ES 2 698 156 T3

Ejemplo 1

En este ejemplo, la boquilla 10 empleada en la técnica anterior fue sustituida por otra boquilla 10 en la que se han practicado tres orificios 11 en su superficie lateral. La boquilla no estaba provista de prolongador

5 En esta ocasión, el granulado de caucho vulcanizado 1 y la resina termoestable 2 se introdujeron a través de la boca de alimentación 5 del cilindro 4, mientras que el agente de reticulación se introdujo a través de tres orificios practicados en la superficie lateral de la boquilla 10.

El husillo 7 mezclaba el granulado de caucho vulcanizado 1 y la resina termoestable 2 para formar una mezcla y ésta se desplazaba desde el interior del cilindro 4 hacia la boquilla 10.

10 El agente de reticulación se introdujo en la mezcla a través de los orificios 11 practicados en la superficie lateral de la boquilla 10. Finalmente, la mezcla se desplazaba por la boquilla 10 adquiriendo la forma final del objeto. Se ensayaron dos muestras de esta manera, donde se seleccionó el isocianato como resina termoestable 2 y como agente de reticulación se seleccionó agua líquida.

El tamaño nominal del granulado de caucho vulcanizado 1 en la muestra C fue un 50% comprendido entre 2 - 4 mm, un 25% comprendido entre 0,8 - 2 mm y un 25% comprendido entre 0,2 - 0,8 mm.

15 La muestra C contenía un porcentaje de granulado de caucho vulcanizado 1 del 74,6% en peso, y un 25,4% en peso de isocianato, es decir, la relación de isocianato/granulado de caucho vulcanizado 1 fue 34,0%. La cantidad de agua líquida añadida a la mezcla expresada como una relación agua líquida/isocianato, fue 0,04%.

El tamaño nominal del granulado de caucho vulcanizado 1 en la muestra D fue de un 50% comprendido entre 2-4 mm y de un 50% comprendido entre 0,8 - 2 mm.

20 La muestra D contenía un 83,1% en peso de granulado de caucho vulcanizado 1 y un 16,9% en peso de isocianato, es decir, la relación de isocianato/granulado de caucho vulcanizado 1 fue de 20,3%. La cantidad de agua líquida introducida en la mezcla, expresada como una relación de agua líquida/isocianato fue del 0,06%.

El tamaño nominal de la partícula del granulado de caucho vulcanizado 1 y la composición de ambas muestras se resumen en la siguiente tabla.

25

	Granulado de caucho vulcanizado (GVR)		Isocianato (ThR)	ThR/GVR	H ₂ O/ThR
	Tamaño nominal de la partícula [mm]	[%en peso]	[% en peso]	[% (peso/peso)]	[% (peso/peso)]
Muestra C	50% - {2 - 4}	74,6	25,4	34,0	0,04
	25% - {0,8 - 2}				
	25% - {0,2 - 0,8}				

ES 2 698 156 T3

Muestra D	50% - {2 - 4}	83,1	16,9	20,3	0,06
	50% - {0,8 - 2}				

La temperatura de la mezcla se midió sólo en el medio de la boquilla 10 y aguas abajo de la boquilla 10 empleando el primer y segundo termopar 13', 13". Las lecturas se resumen en la siguiente tabla.

	T ₄ [°C]	T ₅ [°C]
Muestra C	120	120
Muestra D	120	120

5

Ambas muestras dieron como resultado un perfil que se disgregaba en el momento que salía de la boquilla 10 causado por una reticulación insuficiente del isocianato en el interior de la boquilla 10. La cantidad de agua extremadamente baja que se introdujo en la mezcla causó un tiempo de reticulación excesivamente elevado, con lo que la resina no fue capaz de reticular en el interior de la boquilla 10 hasta alcanzar un grado suficiente de reticulación que evitara la disgregación de la mezcla cuando salía de la boquilla.

10

Ejemplo 2

En vista de los ensayos anteriores, se prepararon y ensayaron nueve muestras diferentes siguiendo el proceso explicado para las muestras C y D. Para estas muestras, se seleccionó isocianato como la resina termoestable 2 y como el agente de reticulación se seleccionó agua líquida. En este ejemplo, la boquilla no estuvo provista de prolongador.

15

El tamaño nominal de la partícula de granulado de caucho vulcanizado 1 y la composición de estas muestras se resumen en la siguiente tabla.

	Granulado de caucho vulcanizado (GVR)		Isocianato (ThR)	ThR/GVR	H ₂ O/ThR
	Tamaño nominal de la partícula [mm]	[%en peso]	[% en peso]	[% (peso/peso)]	[% (peso/peso)]
Muestra E	50% - {2 - 4}	80,0	20,0	25,0	51,9

ES 2 698 156 T3

	50% - {0,8 - 2}				
Muestra F	50% - {2 - 4} 50% - {0,8 - 2}	80,0	20,0	25,0	40,0
	Granulado de caucho vulcanizado (GVR)		Isocianato (ThR)	ThR/GVR	H ₂ O/ThR
	Tamaño nominal de la partícula [mm]	[%en peso]	[% en peso]	[% (peso/peso)]	[% (peso/peso)]
Muestra G	50% - {2 - 4} 50% - {0,2 - 0,8}	80,0	20,0	25,0	40,0
Muestra H	55% - {2 - 4} 30% - {0,8 - 2} 15% - {0,2 - 0,8}	83,3	16,7	20,0	50,0
Muestra I	80% - {2 - 4} 20% - {0,8 - 2}	84,8	15,2	18,0	36,8
Muestra J	80% - {2 - 4} 20% - {0,8 - 2}	87,0	13,0	15,0	44,7
Muestra K	80% - {2 - 4} 20% - {0,8 - 2}	90,9	9,1	10,0	49,4
Muestra L	80% - {2 - 4} 20% - {0,8 - 2}	89,3	10,7	12,0	74,7
Muestra M	100% - {2 - 4}	90,9	9,1	10,0	49,4

ES 2 698 156 T3

La temperatura de la mezcla se midió en mitad del flujo y aguas abajo de la boquilla 10 utilizando el primer y segundo termopar 13', 13". Las muestras I, J y K se midieron solamente aguas abajo de la boquilla 10 con el segundo termopar 13". Las lecturas se recogen en la siguiente tabla:

	T ₄ [°C]	T ₅ [°C]
Muestra E	140	140
Muestra F	110	140
Muestra G	110	140
Muestra H	110	140
Muestra I	-	140
Muestra J	-	140
Muestra K	-	140
Muestra L	80	140
Muestra M	80	140

5

Las muestras comprendidas desde la E hasta la I y la L, dieron como resultado un perfil de granulado de caucho vulcanizado con isocianato de alta consistencia, mientras que para las muestras J, K y M, el perfil de granulado de caucho vulcanizado unido por isocianato resultó con una consistencia esponjosa.

10 Las propiedades de los perfiles obtenidos en las muestras E hasta I y la L se encuentran en línea con las de las muestras fabricadas por moldeo, si bien han sido obtenidas con mucha mayor rapidez. Esto demuestra la viabilidad del proceso para obtener piezas sólidas terminadas con características físicas satisfactorias.

Ejemplo 3

15 En vista de los ensayos anteriores, se prepararon y ensayaron una nueva muestra siguiendo el proceso explicado para las muestras C y D. Para estas muestras, se seleccionó isocianato como la resina termoestable 2 y como el agente de reticulación se seleccionó agua líquida. La boquilla fue provista de un prolongador de 50 cm de longitud y el tiempo de residencia en el prolongador fue de 5 minutos.

El tamaño nominal de la partícula de granulado de caucho vulcanizado 1 y la composición de esta muestras se resume en la siguiente tabla.

ES 2 698 156 T3

	Granulado de caucho vulcanizado (GVR)		Isocianato (ThR)	ThR/GVR	H ₂ O/ThR
	Tamaño nominal de la partícula [mm]	[%en peso]	[% en peso]	[% (peso/peso)]	[% (peso/peso)]
Muestra N	100% - {2 - 4}	89,0	11,0	12,0	150,0

Para este caso el tiempo necesario para fabricar un metro lineal de producto fue entre 3 – 5 minutos, lo que se compara muy favorablemente con los tiempos que son necesarios en los procesos de la técnica anterior.

5 La consistencia del perfil obtenido a partir de la muestra N fue buena, presentando unas propiedades similares a las que se obtienen por moldeo.

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento de fabricación en continuo de un objeto sólido mediante extrusión de un granulado de caucho vulcanizado (1) con una resina termoestable (2) en una extrusora (3) que comprende una boquilla (10) que tiene al menos un orificio (11, 11', 11'') practicado en una superficie lateral de la misma, en el que el procedimiento comprende las etapas de:
- mezclar el caucho vulcanizado granulado (1) y la resina termoestable (2) para formar una mezcla y desplazar dicha mezcla hasta la boquilla (10);
- 10 -mientras la mezcla se desplaza por la boquilla (10), añadir un agente de reticulación fluido a la mezcla a través del al menos un orificio (11, 11', 11'') practicado en una superficie lateral de la boquilla (10) en un punto de la boquilla donde la mezcla ya ha adquirido la forma deseada y en una cantidad suficiente para iniciar la reticulación de la resina en el interior de la boquilla (10), adquiriendo su forma definitiva; y
- mantener la mezcla con su forma definitiva en movimiento a través de la boquilla (10) durante un tiempo suficiente largo para permitir que el objeto resultante reticule en un grado suficiente para evitar su disgregación y que se pueda obtener una pieza sustancialmente acabada cuando salga de la extrusora (3).
- 15 2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, en el que la boquilla (10) de la extrusora está provista de un elemento prolongador (8) de la misma, y la mezcla, una vez ha pasado a través de la boquilla (10), se desplaza por el prolongador (8) durante el tiempo suficiente para que el objeto resultante alcance un grado de reticulación suficiente que evite la disgregación del mismo al salir de la extrusora (3).
- 20 3. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 ó 2 anteriores, en el que la resina termoestable (2) es isocianato y el agente de reticulación es agua.
4. Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 anteriores, en el que a la mezcla se añade además un agente fluidificante o antiadherente.
5. Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el tiempo de residencia de la mezcla de caucho vulcanizado (1), resina termoestable (2) y agente reticulante en la boquilla (10) y opcionalmente en el prolongador (8) está entre 5 y 10 minutos.
- 25 6. Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el granulado de caucho vulcanizado tiene un tamaño de partícula entre 0,1 y 7 mm.
7. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 6, en el que el granulado de caucho vulcanizado tiene un tamaño de granulado entre 0,8 y 4 mm
- 30 8. Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el que la mezcla de caucho vulcanizado (1) y la resina termoestable (2) comprende entre 78-96% en peso de granulado de caucho vulcanizado y un 4 - 25% en peso de resina termoestable, y la relación agua/resina termoestable está entre 35 y 150%.
9. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8, en el que la mezcla de caucho vulcanizado (1) y la resina termoestable (2) comprende entre 85-89% en peso de granulado de caucho vulcanizado y 11-15% en peso de resina termoestable, y la relación agua/resina termoestable está entre 40 y 50%.
- 35 10. Procedimiento de acuerdo a cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la mezcla en el interior de la boquilla (10) se calienta a una temperatura comprendida entre 80 y 160°C.

11. Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que los orificios (11, 11', 11'') practicados en la superficie lateral de la boquilla (10) y que están destinados a añadir un agente de reticulación fluido a la mezcla se encuentran repartidos en al menos un conjunto de orificios distribuidos circunferencialmente alrededor del perímetro de la boquilla (10).
- 5 12. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 11, en el que los orificios (11, 11', 11'') practicados en la superficie lateral de la boquilla (10) y que están destinados a añadir un agente de reticulación fluido a la mezcla se encuentran repartidos en dos o más conjuntos de orificios distribuidos circunferencialmente alrededor del perímetro de la boquilla (10).
- 10 13. Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el granulado de caucho vulcanizado (1) y la resina termoestable (2) se introducen por separado en el cilindro (4) de la extrusora (3) a través de una boca de alimentación (5), y se mezclan luego en el interior del cilindro (4) por medio de un husillo (7) que además hace avanzar la mezcla hasta la boquilla (10).
- 15 14. Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la extrusora (3) comprende además un plato rompedor (9) instalado aguas abajo del cilindro (4) y aguas arriba de la boquilla (10) de modo que la mezcla avanza desde el interior del cilindro (4) hacia la boquilla (10) a través del plato rompedor (9).
15. Procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el granulado de caucho vulcanizado procede de neumáticos fuera de uso.

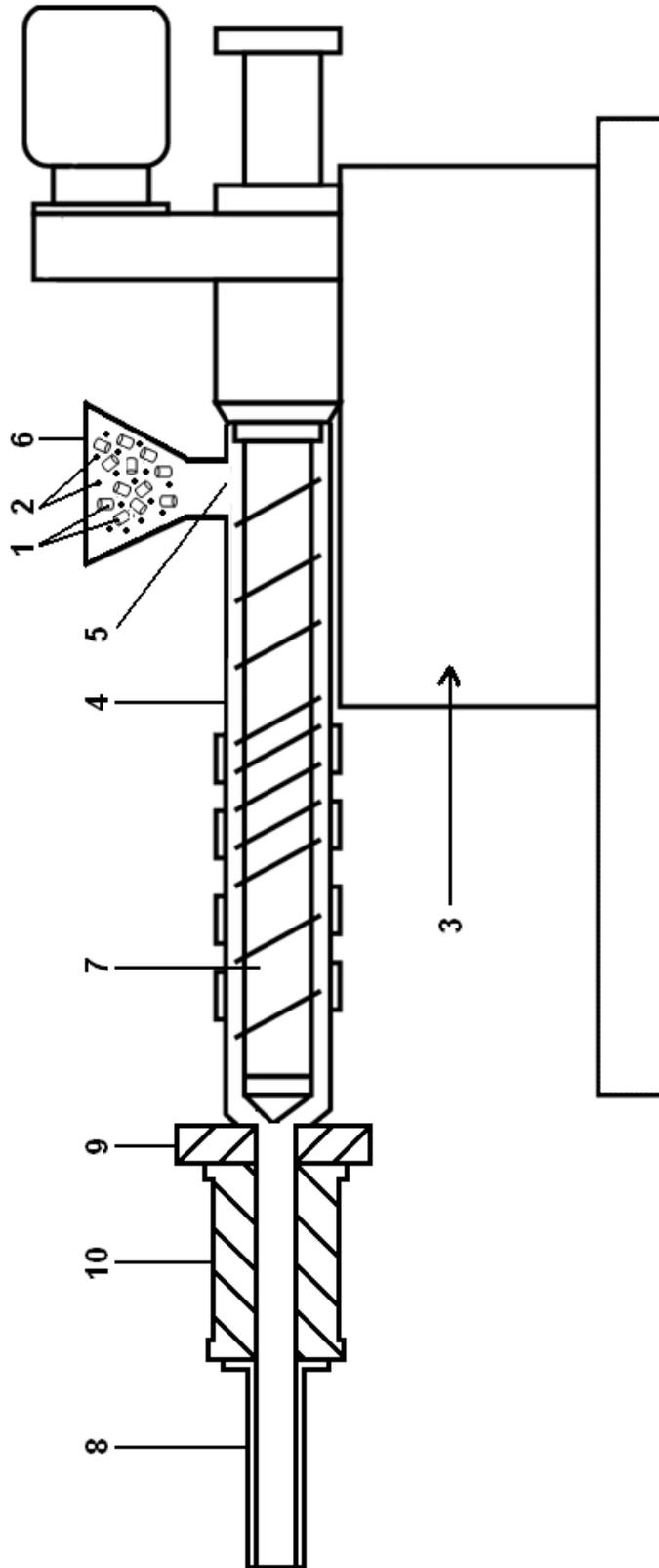


FIG.1

