



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(21) **PI 0621885-7 A2**

BRPI0621885A2

(22) Data de Depósito: 20/07/2006

(43) **Data da Publicação:** 20/12/2011
(RPI 2137)

(51) Int.Cl.:

C08K 3/34

C08L 21/00

B60C 1/00

(54) Título: PNEU, COMPOSIÇÃO ELASTOMÉRICA RETICULÁVEL, E, PRODUTO FABRICADO ELASTOMÉRICO RETICULADO

(73) Titular(es): Pirelli Tyre S.P.A.

(72) Inventor(es): Angela Lostritto, Gaetano Guerra, Luca Giannini, Maurizio Galimberti

(74) Procurador(es): Momsen, Leonardos & Cia

(86) Pedido Internacional: PCT EP2006007173 de 20/07/2006

(87) Publicação Internacional: WO 2008/009304de 24/01/2008

(57) Resumo: PNEU, COMPOSIÇÃO ELASTOMÉRICA RETICULÁVEL, E, PRODUTO FABRICADO ELASTOMÉRICO RETICULADO Pneu compreendendo pelo menos um elemento estrutural incluindo um material elastomérico reticulado obtido através da reticulação de uma composição elastomérica reticulável compreendendo: (a) 100 ppc de pelo menos um polímero elastomérico; (b) de 0,1 ppc a 15 ppc, preferivelmente de 0,3 ppc a 10 ppc, de pelo menos um composto doador de metileno; (c) de 0,4 ppc a 20 ppc, preferivelmente de 0,8 ppc a 15 ppc, de pelo menos um composto receptor de metileno; (d) de 1 ppc a 50 ppc, preferivelmente de 2 ppc a 40 ppc, mais preferivelmente de 4 ppc a 30 ppc, de pelo menos um material em camada, o referido pelo menos um material em camadas tendo uma espessura de camada individual de 0,2 nm a 30 nm, preferivelmente de 0,3 nm a 15 nm, mais preferivelmente de 0,5 nm a 2 nm; em que o referido pelo menos um material em camadas mostra, em um padrão de difração de energia de raios-X (XRPD), uma relação de intensidade de raios-X (R) definida de acordo com a fórmula seguinte: $(R) = [A_{(001)} / A_{(hko)_{max}}] \times 100$ em que: $A_{(001)}$ é a área de pico₍₀₀₁₎; $A_{(hko)_{max}}$ é a área de pico mais intenso (hko), pelo menos um de h ou k sendo diferente de 0; menor do que ou igual a 20, preferivelmente menor do que ou igual a 15, mais preferivelmente menor do que ou igual a 10, ainda mais preferivelmente menor do que ou igual a 5. Preferivelmente, o referido pelo menos um elemento estrutural é selecionado dentre enchimento de talão, inserto de costado, subcamada da banda de rodagem, base de banda de rodagem.

“PNEU, COMPOSIÇÃO ELASTOMÉRICA RETICULÁVEL, E, PRODUTO FABRICADO ELASTOMÉRICO RETICULADO”

A presente invenção se refere a um pneu e a uma composição elastomérica reticulável.

5 Mais particularmente, a presente invenção se refere a um pneu incluindo pelo menos um elemento estrutural obtido através da reticulação de uma composição elastomérica reticulável compreendendo pelo menos um polímero elastomérico, pelo menos um composto doador de metileno, pelo menos um composto receptor de metileno e pelo menos um material em
10 camada nano-dimensionado.

Além disso, a presente invenção também se refere a uma composição elastomérica reticulável compreendendo pelo menos um polímero elastomérico, pelo menos um composto doador de metileno, pelo menos um composto receptor de metileno e pelo menos um material em
15 camada nano-dimensionado, assim como a um artigo fabricado reticulado obtido através da reticulação da referida composição elastomérica reticulável.

O uso de materiais em camada nano-dimensionados junto com compostos doadores de metileno e compostos receptores de metileno em composições elastoméricas reticuláveis pode ser vantajosamente usado na
20 produção de produtos fabricados reticulados, em particular na fabricação de pneus, já é conhecido na arte.

Por exemplo, o Pedido de Patente Internacional WO 2007/042278 em nome do requerente, descreve um pneu compreendendo pelo menos um elemento estrutural incluindo um material elastomérico reticulado
25 obtido através da reticulação de uma composição elastomérica reticulável compreendendo:

-(a) 100 ppc de pelo menos um polímero elastomérico de dieno;

-(b) de 1 ppc a 50 ppc, preferivelmente de 2 ppc a 40 ppc, mais

preferivelmente de 5 ppc a 30 ppc, de pelo menos um material em camadas tendo uma espessura de camada individual de 0,01 nm a 30 nm, preferivelmente de 0,05 nm a 1 5 nm;

5 -(c) de 0,1 ppc a 15 ppc, preferivelmente de 0,3 ppc a 10 ppc, de pelo menos um composto doador de metileno;

 -(d) de 0,4 ppc a 20 ppc, preferivelmente de 0,8 ppc a 15 ppc, de pelo menos um composto receptor de metileno;

10 Preferivelmente, o referido pelo menos um elemento estrutural pode ser selecionado dentre enchimento de talão, inserto de costado, subcamada da banda de rodagem, e base de banda de rodagem. A composição elastomérica mencionada acima é referida por ter melhorado as propriedades mecânicas (ambas, estáticas e dinâmicas), o referido melhoramento sendo obtido sem ser observado efeitos indesejados em suas propriedades restantes (isto é, viscosidade, histerese, resistência a cisalhamento).

15 Entretanto, as composições elastomérica mencionadas acima podem mostrar algumas desvantagens.

20 Em particular, verificou-se que as referidas composições elastoméricas podem mostrar uma resistência a cisalhamento pobre. Além disso, verificou-se também que as referidas composições elastoméricas podem mostrar uma adesão pobre com as outras composições elastoméricas presentes no pneu e destacamentos conseqüentes do mesmo, especialmente durante o uso do pneu.

25 Verificou-se agora que é possível superar as desvantagens mencionadas acima, adicionando as composições elastoméricas reticuláveis pelo menos um material em camada nano-dimensionado mostrando, em um padrão de difração de energia de raios-X (XRPD), as características relatadas abaixo. As composições elastoméricas reticuláveis obtidas assim podem ser vantajosamente usadas na produção de artigos fabricados reticulados, em particular na fabricação de pneus, mais em particular ainda na fabricação de

elementos estruturais internos de um pneu. A adição do referido material em camada nano-dimensionado permite obter composições elastoméricas reticuláveis mostrando adesão melhorada a outras composições elastoméricas presentes no pneu, os problemas de destacamento mencionados acima sendo assim evitados. Além disso, as referidas composições elastoméricas reticuláveis mostram resistência a cisalhamento melhorada. Os referidos melhoramentos são obtidos sem ter um impacto negativo nas propriedades restantes das referidas composições elastoméricas, em particular, propriedades mecânicas (ambas, estática e dinâmica), viscosidade, histerese, dureza.

De acordo com um primeiro aspecto, a presente invenção se refere a um pneu compreendendo pelo menos um elemento estrutural incluindo um material elastomérico reticulado obtido através da reticulação de uma composição elastomérica reticulável compreendendo:

- (a) 100 ppc de pelo menos um polímero elastomérico;
 - (b) de 0,1 ppc a 15 ppc, preferivelmente de 0,3 ppc a 10 ppc, de pelo menos um composto doador de metileno;
 - (c) de 0,4 ppc a 20 ppc, preferivelmente de 0,8 ppc a 15 ppc, de pelo menos um composto receptor de metileno;
 - (d) de 1 ppc a 50 ppc, preferivelmente de 2 ppc a 40 ppc, mais preferivelmente de 4 ppc a 30 ppc, de pelo menos um material em camada, o referido pelo menos um material em camada tendo uma espessura de camada individual de 0,2 nm a 30 nm, preferivelmente de 0,3 nm a 15 nm, mais preferivelmente de 0,5 nm a 2 nm;
- em que o referido material em camada mostra, em um padrão de difração de energia de raios-X (XRPD), uma relação de intensidade de raios-X (R) definida de acordo com a formula seguinte:

$$(R) = [A_{(001)}/A_{(hk0)_{\max}}] \times 100$$

em que:

- $A_{(001)}$ é a área de pico(001);

- $A_{(hk0)_{\max}}$ é a área de pico mais intensa (hk0),

pelo menos um de h ou k sendo diferente de 0; menor do que ou igual a 20, preferivelmente menor do que ou igual a 15, mais preferivelmente menor do que ou igual a 10, ainda mais preferivelmente menor do que ou igual a 5.

Para os fins da presente descrição e das reivindicações que seguem o termo “ppc” significa as partes em peso de um dado componente da composição elastomérica reticulável por 100 partes em peso de polímero(s) de dieno.

Para os fins da presente descrição e das reivindicações que seguem, exceto quando de outra forma indicado, todos os números expressando valores, quantidades, percentagens e assim por diante, devem ser entendidos como sendo modificados em todos os exemplos pelo termo "cerca". Também, todas as faixas incluem quaisquer combinações de pontos mínimos e máximos descritos e incluem qualquer faixa intermediária dos mesmos, que podem ou não podem ser especificamente enumeradas aqui.

De acordo com uma outra forma de realização preferida, o pneu compreende:

-uma estrutura de carcaça de uma forma substancialmente toroidal, tendo bordas laterais opostas associadas com respectivas estruturas de talão à direita e à esquerda, as referidas estruturas de talão compreendendo pelo menos um núcleo de talão e pelo menos um enchimento de talão;

-uma estrutura de cinta aplicada em uma posição radialmente externa com relação à referida estrutura de carcaça;

-uma banda de rodagem radialmente superposta sobre referida estrutura de cinta;

-um par de costados aplicado lateralmente em lados opostos com relação à referida estrutura de carcaça;

-pelo menos um elemento estrutural selecionado dentre enchimento de talão, inserto de costado, subcamada da banda de rodagem, base banda de rodagem, incluindo um material elastomérico reticulado obtido pela reticulação da composição elastomérica reticulável descrita acima.

5 De acordo com outra forma de realização preferida, o referido inserto de costado se estende radialmente de uma posição correspondente a estrutura de talão para uma posição correspondente a borda lateral da banda de rodagem. O referido inserto de costado é freqüentemente usado no caso de pneus com mobilidade estendida tais como, pneus planos de corrida.

10 De acordo com outra forma de realização preferida, a referida subcamada da banda de rodagem é uma camada de material elastomérico reticulado aplicado em uma posição radialmente interna com relação a referida banda de rodagem.

De acordo com outra forma de realização preferida, a referida
15 banda de rodagem é uma construção de cobertura e base e compreende uma camada radialmente interna ou base de banda de rodagem e uma camada radialmente externa ou cobertura de banda de rodagem. Preferivelmente, a referida camada radialmente interna ou base de banda de rodagem tem uma espessura de pelo menos 10%, preferivelmente de 20% a 70%, com relação a
20 espessura total da banda de rodagem.

Preferivelmente o referido elemento estrutural tem um módulo elástico dinâmico (E'), medido a 70°C, não menor do que 5 MPa, mais preferivelmente de 8 MPa a 80 MPa.

Preferivelmente o referido elemento estrutural tem um módulo
25 de tração com 100% de alongamento (módulo 100%) não menor do que 3 MPa, preferivelmente de 4 MPa a 20 MPa.

Preferivelmente o referido pelo menos um elemento estrutural tem uma dureza IRHD, medida a 23°C, não menor do que 65, mais preferivelmente de 70 a 95.

De acordo com um outro aspecto, a presente invenção se refere a uma composição elastomérica reticulável compreendendo:

(a) 100 ppc de pelo menos um polímero elastomérico;

(b) de 0,1 ppc a 15 ppc, preferivelmente de 0,3 ppc a 10 ppc, de pelo menos um composto doador de metileno;

(c) de 0,4 ppc a 20 ppc, preferivelmente de 0,8 ppc a 15 ppc, de pelo menos um composto receptor de metileno;

(d) de 1 ppc a 50 ppc, preferivelmente de 2 ppc a 40 ppc, mais preferivelmente de 4 ppc a 30 ppc, de pelo menos um material em camada, o referido pelo menos um material em camada tendo uma espessura de camada individual de 0,2 nm a 30 nm, preferivelmente de 0,3 nm a 15 nm, mais preferivelmente de 0,5 nm a 2 nm;

em que o referido pelo menos um material em camada mostra, em um padrão de difração de energia de raios-X (XRPD), uma relação de intensidade de raios-X (R) definida de acordo com a formula seguinte:

$$(R) = [A_{(001)}/A_{(hk0)_{\max}}] \times 100$$

em que:

- $A_{(001)}$ é a área de pico(001);

- $A_{(hk0)_{\max}}$ é a área de pico mais intensa (hk0),

pelo menos um de h ou k sendo diferente de 0; menor do que ou igual a 20, preferivelmente menor do que ou igual a 15, mais preferivelmente menor do que ou igual a 10, ainda mais preferivelmente menor do que ou igual a 5.

De acordo com uma forma de realização preferida, o referido pelo menos um material em camada (d) mostra, em um padrão de difração de energia de raios-X (XRPD), um índice de deslaminção (DI) maior do que ou igual a 10%, preferivelmente maior do que ou igual a 50%, mais preferivelmente maior do que ou igual a 90%, o referido índice de deslaminção sendo definido de acordo com a formula seguinte:

$$(DI) = [1 - (I_{001}/I^0_{001})] \times 100$$

em que:

-I₍₀₀₁₎ é a intensidade de pico (001) do material em camada tratado mecanicamente;

5 -I⁰₍₀₀₁₎ é a intensidade de pico (001) do material em camada não tratado mecanicamente;

os referidos I₍₀₀₁₎ e I⁰₍₀₀₁₎ sendo definidos pela formula seguinte:

$$I_{(001)} = A_{(001)} / A_{(hk0)}$$

$$I^0_{(001)} = A^0_{(001)} / A^0_{(hk0)}$$

em que:

10 -A₍₀₀₁₎ é a área de pico (001) do material em camada tratado mecanicamente;

-A⁰₍₀₀₁₎ é a área de pico (001) do material em camada não tratado mecanicamente;

15 -A_(hk0) é a área de pico (hk0), preferivelmente de pico mais intenso (hk0), pelo menos um de h ou k sendo diferente de 0, do material em camada tratado mecanicamente;

-A⁰_(hk0) é a área de pico (hk0), preferivelmente de pico mais intenso (hk0), pelo menos um de h ou k sendo diferente de 0, do material em camada não tratado mecanicamente.

20 O padrão de difração de energia de raios-X (XRPD) foi modelado usando fatores de polarização e Lorentz usando a formula seguinte:

$$I_{cor} = I_{exp} / \{ [(1 + \cos^2 2\theta) / 2] \} \times [(\sin^2 \theta \times \cos \theta) / 2]$$
, em que I_{cor} é a intensidade corrigida de pico e I_{exp} é a intensidade experimental de pico, como relatado, por exemplo, por Harold P. Klug e Leroy E. Alexander e em: “X-ray Diffraction Procedures for Polycrystalline and Amorphous Materials”,
25 2^a Edição, (1994), Wiley-Interscience Publication, pg. 142-144.

A análise de difração de energia de raios-X (XRPD) pode ser

realizada pelos métodos conhecidos na arte: detalhes adicionais a cerca das referidas análises serão dados nos exemplos relatados daqui por diante.

O material em camada tratado mecanicamente pode ser obtido pelos métodos conhecidos na arte tal como, por exemplo, através de moagem.

5 Detalhes adicionais a cerca da referida moagem serão dados abaixo.

De acordo com outra forma de realização preferida, o referido pelo menos um material em camada tem uma área de superfície BET, medida de acordo com o padrão ISO 5794-1:2005, de 1 m²/g a 200 m²/g, preferivelmente de 2 m²/g a 150 m²/g, ainda mais preferivelmente de 3 m²/g
10 a 110 m²/g.

De acordo com outra forma de realização preferida, o referido pelo menos um material em camada tem um tamanho médio de partícula (D50) menor do que ou igual a 70 µm, preferivelmente menor do que ou igual a 30 µm, mais preferivelmente menor do que ou igual a 10 µm, ainda mais
15 preferivelmente menor do que ou igual a 5 µm.

O tamanho médio de partícula (D50) pode ser medido de acordo com os métodos conhecidos na arte tal como, por exemplo, através de um analisador de tamanho de partícula (por exemplo, Sedigraph 5100 da Micrometrics Instrument Corp.): detalhes adicionais a cerca das referidas
20 análises serão dados nos exemplos relatados daqui por diante.

De acordo com uma forma de realização preferida, a referida composição elastomérica reticulável pode compreender ainda pelo menos uma carga de reforço de negro de fumo (e).

De acordo com uma forma de realização preferida, a referida
25 composição elastomérica reticulável pode compreender ainda pelo menos um agente de copulação de silano (f).

De acordo com uma forma de realização preferida, a referida composição elastomérica reticulável pode compreender ainda fibras descontínuas.

De acordo com uma forma de realização preferida, a referida composição elastomérica reticulável pode compreender ainda pelo menos um sal de alquil amônio ou alquil fosfônio.

De acordo com outro aspecto, a presente invenção se refere a um artigo fabricado reticulado obtido através da reticulação da composição elastomérica reticulável relatada acima.

De acordo com uma forma de realização preferida, o referido pelo menos um polímero elastomérico (a) pode ser selecionado, por exemplo, dentre polímeros elastoméricos de dieno (a_1) que são comumente usados em composições elastoméricas reticuláveis com enxofre, que são particularmente apropriados para produzir pneus, isto é de polímeros elastoméricos ou copolímeros com uma cadeia insaturada tendo uma temperatura de transição vítrea (T_g) geralmente abaixo de 20°C , preferivelmente na faixa de 0°C a 110°C . Estes polímeros ou copolímeros podem ser de origem natural ou podem ser obtidos por polimerização da solução, polimerização da emulsão ou polimerização da fase gasosa de uma ou mais diolefinas conjugadas, opcionalmente misturadas com pelo menos um comonômero selecionado dentre monovinilarenos e/ou comonômeros polares. Preferivelmente, os polímeros ou copolímeros obtidos contém o referido pelo menos um comonômero selecionado dentre monovinilarenos e/ou comonômeros polares em uma quantidade de não mais do que 60% em peso.

As diolefinas conjugadas geralmente contém de 4 a 12, preferivelmente de 4 a 8 átomos de carbono, e podem ser selecionadas, por exemplo, dentre: 1,3-butadieno, isopreno, 2,3-dimetil-1,3-butadieno, 1,3-pentadieno, 1,3-hexadieno, 3-butil-1,3-octadieno, 2-fenil-1,3-butadieno, ou misturas dos mesmos. 1,3-butadieno ou isopreno são particularmente preferidos.

Monovinilarenos que podem ser opcionalmente usados como comonômeros geralmente contém de 8 a 20, preferivelmente de 8 a 12

átomos de carbono, e podem ser selecionados, por exemplo, dentre: estireno; 1-vinilnaftaleno; 2-vinilnaftaleno; vários derivados de alquila, cicloalquila, arila, alquilarila ou arilalquila de estireno tais como, por exemplo, α -metilestireno, 3-metilestireno, 4-propilestireno, 4-ciclo-hexilestireno, 4-dodecilestireno, 2-etil-4-benzilestireno, 4-p-tolilestireno, 4-(4-fenilbutil) estireno, ou misturas dos mesmos. Estireno é particularmente preferido.

Os comonômeros polares que podem ser opcionalmente usados podem ser selecionados, por exemplo, dentre: vinilpiridina, vinilquinolina, ésteres de ácido acrílico e alquil acrílico, nitrilas, ou misturas dos mesmos, tais como, por exemplo, acrilato de metila, acrilato de etila, metacrilato de metila, metacrilato de etila, acrilonitrila, ou misturas dos mesmos.

Preferivelmente, o referido polímero elastomérico de dieno (a_1) pode ser selecionado, por exemplo, dentre: cis-1,4-poliisopreno (natural ou sintético, preferivelmente borracha natural), 3,4-poliisopreno, polibutadieno (em particular polibutadieno com um teor elevado em 1,4-cis), copolímeros isopreno/isobuteno opcionalmente halogenados, copolímeros 1,3-butadieno/acrilonitrila, copolímeros estireno/1,3-butadieno, copolímeros estireno/isopreno/1,3-butadieno, copolímeros estireno/1,3-butadieno/acrilonitrila, ou misturas dos mesmos.

Alternativamente o referido pelo menos um polímero elastomérico (a) pode ser selecionado, por exemplo, dentre polímeros elastoméricos (a_2) de uma ou mais monoolefinas com um comonômero olefínico ou derivados do mesmo. As monoolefinas podem ser selecionadas, por exemplo, dentre: etileno e α -olefinas geralmente contendo de 3 a 12 átomos de carbono, tais como, por exemplo, propileno, 1-buteno, 1-penteno, 1-hexeno, 1-octeno, ou misturas dos mesmos. Os seguintes são preferidos: copolímeros de etileno e uma α -olefina, opcionalmente com um dieno; homopolímeros de isobuteno ou copolímeros dos mesmos com quantidades

pequenas de um dieno, que são opcionalmente pelo menos parcialmente halogenados. O dieno opcionalmente presente geralmente contém de 4 a 20 átomos de carbono e é preferivelmente selecionado dentre: 1,3-butadieno, isopreno, 1,4-hexadieno, 1,4-ciclo-hexadieno, 5-etilideno-2-norborneno, 5-metileno-2-norborneno, vinilnorborneno, ou misturas dos mesmos. Dentre estes, os seguintes são particularmente preferidos: copolímeros etileno/propileno (EPR) ou copolímeros etileno/propileno/dieno (EPDM); poliisobuteno, borrachas de butila; borrachas de halobutila, em particular borrachas de clorobutila ou bromobutila; ou misturas das mesmas.

10 Misturas dos acima referidos polímeros elastoméricos de dieno
° (a₁) com os acima referidos polímeros elastoméricos (a₂), podem também ser usadas.

De acordo com uma forma de realização preferida, a referida composição elastomérica reticulável compreende pelo menos 10% em peso, preferivelmente de 20% em peso a 100% em peso, com relação ao peso total de pelo menos um polímero elastomérico (a), de cis-1,4-poliisopreno natural ou sintético.

Os polímeros elastoméricos (a) acima referidos, podem ser opcionalmente funcionalizados através da reação com agentes de terminação apropriados ou agentes de copulação. Em particular, os polímeros elastoméricos de dieno (a₁) obtidos através da polimerização aniônica na presença de um iniciador organometálico (em particular um iniciador de organolítio) podem ser funcionalizados através da reação de grupos organometálicos residuais derivados do iniciador com agentes de terminação apropriados ou agentes de copulação tais como, por exemplo, iminas, carbodiimidas, halogenetos de alquil estanho, benzofenonas substituídas, alcoxissilanos ou ariloxissilanos (ver, por exemplo, Patente Européia EP 451.604, ou Patentes US 4.742.124, ou US 4.550.142).

Os polímeros elastoméricos (a) acima referidos, podem incluir

opcionalmente pelo menos um grupo funcional que pode ser selecionado, por exemplo, dentre: grupos carboxílicos, grupos carboxilato, grupos anidrido, grupos éster, grupos epóxi, ou misturas dos mesmos.

De acordo com uma forma de realização preferida, o referido pelo menos um composto doador de metileno (b) pode ser selecionado, por exemplo, dentre: hexametilenotetramina (HMT); hexametoximetilmelanina (HMMM); formaldeído; paraformaldeído; trioxano; 2-metil-2-nitro-1-propanal; resinas de melamina substituídas tais como resinas de oximetilmelamina N-substituída; compostos glicolurila tais como tetrametóximetil glicolurila; resinas de uréia-formaldeído tais como resinas de uréia-formaldeído butiladas; ou misturas dos mesmos. Hexametiltetramina (HMT) ou hexametoximetilmelanina (HMMM) são particularmente preferidas. O referido pelo menos um composto doador de metileno (b) pode ser usado como tal, ou como uma mistura apropriada com uma carga inerte tal como, por exemplo, sílica.

De acordo com uma forma de realização preferida, o referido pelo menos um composto receptor de metileno (c) pode ser selecionado, por exemplo, dentre: resorcinol; catecol; hidroquinona; pirogallol; floroglucinol; 1-naftol; 2-naftol; resinas fenólicas obtidas através da condensação de um fenol opcionalmente substituído com um aldeído tal como formaldeído, acetaldeído, furfural (por exemplo, resina de resorcinol-formaldeído); resorcinol modificado tal como, por exemplo, o produto Ulti-Pro 100 da Indspec Chemical Corp.; ou misturas dos mesmos.

O referido pelo menos um composto doador de metileno (b) e o referido pelo menos um composto receptor de metileno (c) podem ser também adicionados a composição elastomérica reticulável na forma pré-condensada (condensado antes de ser adicionado a referida composição elastomérica reticulável) tal como, por exemplo: resina de resorcinol-formaldeído, resinas de melanina substituída tal como, resinas de

oximetilmelanina N-substituídas; ou misturas dos mesmos. As referidas resinas pré-condensadas são capazes de se auto-reticular já que elas contêm grupos reativos diferentes.

5 De acordo com uma forma de realização preferida, o referido pelo menos um material em camada (d) pode ser obtido através da moagem de pelo menos um material em camada de prístina, isto é, o material em camada não tratado com qualquer agente de modificação tais como, por exemplo, sais de alquil amônio ou alquil fosfônio.

10 De acordo com uma outra forma de realização preferida, o referido pelo menos um material em camada (d) pode ser obtido através da moagem de pelo menos um material em camada modificado com pelo menos um sal de alquil amônio ou alquil fosfônio.

15 De acordo com uma outra forma de realização preferida, o referido pelo menos um material em camada (d) pode ser obtido através da moagem de uma mistura compreendendo:

- pelo menos um material em camada de prístina
- pelo menos um sal de alquil amônio ou alquil fosfônio.

De acordo com uma forma de realização preferida, a referida moagem é uma moagem a seco.

20 Para os fins da presente invenção e das reivindicações que seguem, a expressão “moagem a seco” significa que a moagem é realizada na ausência substancial de quaisquer componentes líquidos tais como, por exemplo, água, solventes, ou misturas dos mesmos (isto é, se presentes, os referidos componentes líquidos estão presentes em uma quantidade menor do
25 que 10% em peso com relação ao peso total do material a ser moído).

De acordo com uma forma de realização preferida, a referida moagem é realizada a uma temperatura de -100°C a +60°C, preferivelmente de 0°C a +50°C. O tempo de moagem depende do poder do moedor ou dispositivo de moagem usado e, por essa razão, pode variar dentro de limites

amplos, de qualquer forma isto deveria ser suficiente para obter um material em camada mostrando, em um padrão de difração de energia de raios-X (XRPD), as características acima relatadas. Por exemplo, a moagem é realizada por um tempo de 3 minutos a 300 horas, preferivelmente de 10 minutos a 250 horas.

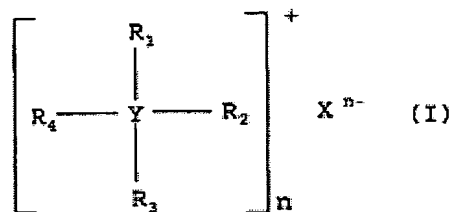
Qualquer moedor ou dispositivo convencional de moagem que seja capaz de prover energia suficiente para efetuar a fratura dos compostos a serem (co)moídos podem ser usados de acordo com a presente invenção. Preferivelmente, um moinho de esferas planetário, e um moinho de esferas centrífugo são usados. Moinho de esferas centrífugo é particularmente preferido.

De acordo com uma forma de realização preferida, o referido pelo menos um material em camadas pode ser selecionado, por exemplo, dentre: filossilicatos tal como, esmectitas, por exemplo, montmorilonita, bentonita, nontronita, beidellita, volkonscoita, hectorita, saponita, sauconita; vermiculita; halloisita; sericita; óxidos de aluminato; hidrotalcita; ou misturas dos mesmos. Montmorilonita é particularmente preferida. Este material em camadas geralmente contém cátions permutáveis tal como sódio (Na^+), cálcio (Ca^{2+}), potássio (K^+), magnésio (Mg^{2+}), (CO_3^{2-}), presentes nas superfícies das intercamadas.

Exemplos de materiais em camadas que podem ser usados de acordo com a presente invenção e estão disponíveis comercialmente são os produtos conhecidos pelo nome Dellite[®] 67G, Dellite[®] HPS, Dellite[®] 72T, Dellite[®] 43B, da Laviosa Chimica Mineraria S.p.A.; Cloisite[®] 10A, Cloisite[®] 15A, Cloisite[®] 20A, da Southern Clay; Nanofil[®] 5, Nanofil[®] 8, Nanofil[®] 9, da Süd Chemie; Bentonita[®] AG/3 da Dal Cin S.p.A.;

De acordo com uma forma de realização preferida, o referido pelo menos um sal de alquil amônio ou alquil fosfônio pode ser selecionado, por exemplo, dentre sais de fosfônio ou amônio quaternário tendo fórmula

geral (I):



em que:

-Y representa N ou P;

-R₁, R₂, R₃ e R₄, que podem ser iguais ou diferentes um de cada outro, representam um grupo C₁-C₂₀ alquila linear ou ramificada ou hidroxialquila; um grupo C₁-C₂₀ alquênica linear ou ramificada; um grupo-R₅-SH ou-R₅-NH em que R₅ representa grupo C₁-C₂₀ alquênico linear ou ramificado; um grupo arila C₆-C₁₈, um grupo C₇-C₂₀ arilalquila ou alquilarila; um grupo C₅-C₁₈ cicloalquila, o referido grupo cicloalquila possivelmente contendo heteroátomo tal como oxigênio, nitrogênio ou enxofre;

-Xⁿ⁻ representa um anion tal como o íon cloreto, o íon sulfato ou o íon fosfato,

-n representa 1, 2 ou 3.

O referido sal de alquil amônio ou alquil fosfônio é capaz de suportar reações de troca iônica com os íons que, como já descrito acima, estão presentes nas superfícies das intercadas dos materiais em camadas.

No caso de usar um material em camadas modificado com pelo menos um sal de alquil amônio ou alquil fosfônio, a sua modificação pode ser realizada através do tratamento do referido material em camadas com pelo menos um sal de alquil amônio ou alquil fosfônio antes de submetê-los ao processo de moagem descrito acima.

O tratamento do material em camadas com o pelo menos um sal de alquil amônio ou alquil fosfônio pode ser realizado de acordo com métodos conhecidos tal como, por exemplo, através de uma reação de troca iônica entre o material em camadas e o pelo menos um sal de alquil amônio

ou alquil fosfônio: maiores detalhes sobre o referido tratamento podem ser encontrados, por exemplo, nas Patentes Americanas US 4.136.103, US 5.747.560, ou US 5.952.093.

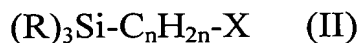
5 Como descrito acima, a referida composição elastomérica reticulável pode compreender ainda pelo menos uma carga de reforço de negro de fumo (e).

De acordo com uma forma de realização preferida, a referida pelo menos uma carga de reforço de negro de fumo (e) pode ser selecionada, por exemplo, dentre aquelas tendo uma área de superfície não menor do que
10 $20 \text{ m}^2/\text{g}$ (determinado por absorção CTAB como descrito no padrão ISO 6810:1995).

De acordo com uma forma de realização preferida, a referida pelo menos uma carga de reforço de negro de fumo (e) está presente na composição elastomérica reticulável em uma quantidade de 0 ppc a 120 ppc,
15 preferivelmente de 20 ppc a 90 ppc.

Como descrito acima, a referida composição elastomérica reticulável pode compreender ainda pelo menos um agente de copulação de silano (f).

De acordo com uma forma de realização preferida, o referido
20 pelo menos um agente de copulação de silano (f), pode ser selecionado, por exemplo, dentre aqueles tendo pelo menos um grupo silano hidrolisável que pode ser identificado, por exemplo, pela fórmula geral seguinte (II):



em que os grupos R, que podem ser iguais ou diferentes um do outro, são selecionados dentre: grupos alquila, alcóxi ou arilóxi ou dentre átomos de
25 halogênio, com a condição que pelo menos um dos grupos R seja um grupo alcóxi ou arilóxi; n é um número inteiro de 1 a 6, extremos incluídos; X é um grupo selecionado dentre: nitroso, mercapto, amino, epóxido, vinila, cloreto, cloro,-(S)_mC_nH_{2n}-Si-(R₃)₃, ou -S-COR, em que m e n são números inteiros de

1 a 6, extremos incluídos e os grupos R são definidos como acima.

Dentre os agentes de copulação de silano que são particularmente preferidos estão tetrassulfeto de bis (3-trietoxisilil-propil), dissulfeto de bis (3-trietoxisililpropil), 3-octanoiltio-1-propiltriethoxissilano, 3-aminopropiltriethoxissilano, ou misturas dos mesmos. Os referidos agentes de copulação podem ser usados como tal ou como uma mistura apropriada com uma carga inerte (por exemplo negro de fumo) a fim de facilitar a sua incorporação dentro do(s) polímero(s) elastoméricos.

De acordo com uma forma de realização preferida, o referido pelo menos um agente de copulação de silano (f) está presente na composição elastomérica reticulável em uma quantidade de 0 ppc a 25 ppc, preferivelmente de 0,5 ppc a 10 ppc, mais preferivelmente de 1 ppc a 5 ppc.

Como descrito acima, a referida composição elastomérica reticulável pode compreender ainda fibras descontínuas (g).

De acordo com uma forma de realização preferida, as referidas fibras descontínuas (g) são fibras de aramida, em particular fibras de poli(para-fenilenotereftalamida) fibriladas curtas (também conhecidas como pasta de aramida), do tipo conhecido comercialmente como pasta Kevlar[®] da DuPont ou pasta Twaron[®] da Teijin Twaron, que são descritas na Patente Americana US 4.871.004 mencionadas acima. Preferivelmente, as fibras de aramida usadas de acordo com a presente invenção tem uma configuração com um tronco principal com um comprimento (L) de 0,2 mm a 0,5 mm, um diâmetro (D) de 0,005 mm a 0,02 mm e uma relação de aspecto L/D de 10 a 1000, e uma pluralidade de fibrilas ou pequenas ramificações que se estendem em direção ao referido tronco sobre o comprimento completo do tronco e que tem um diâmetro que é substancialmente menor do que o diâmetro do referido tronco. A área de superfície das referidas fibras é de 4 m²/g a 20 m²/g. A área de superfície das fibras de aramida de acordo com a presente invenção é de 30 a 60 vezes maior do que a das fibras tendo o mesmo diâmetro mas não

compreendendo fibrilas.

De acordo com uma forma de realização preferida, as fibras de aramida acima referidas podem ser usadas como tal ou na forma de uma pré-dispersão em uma matriz de polímero apropriado que serve como veículo, consistindo de, por exemplo, borracha natural, copolímeros de butadieno/estireno, copolímeros de etileno/acetato de vinila, ou misturas dos mesmos. Preferivelmente, uma mistura (“batelada mestre”) em que as fibras acima referidas são dispersas em borracha natural, que são conhecidas pelo nome comercial Kevlar[®] Engineered elastomer da DuPont e que é composta de 23% em peso de Kevlar[®] e 77% em peso de borracha natural, é usada.

Deveria ser salientado que embora as fibras descontínuas que são preferidas de acordo com a presente invenção são selecionadas dentre as fibras de aramidas descritas acima, as referidas fibras descontínuas podem ser selecionadas também, por exemplo, dentre: fibras com base em outras poliamidas (por exemplo Nylon), em poliésteres, em poliolefinas, em álcoois polivinílicos; fibras de vidro; ou fibras naturais tais como, por exemplo celulose ou lignina; ou misturas dos mesmos.

De acordo com uma forma de realização preferida, as referidas fibras descontínuas (g) estão presentes na composição elastomérica reticulável em uma quantidade de 0 ppc a 10 ppc, preferivelmente de 0,5 ppc a 6 ppc.

Como descrito acima, a referida composição elastomérica reticulável pode compreender ainda pelo menos um sal de alquil amônio ou alquil fosfônio (h).

De acordo com uma forma de realização preferida, o referido pelo menos um sal de alquil amônio e alquil fosfônio (h) pode ser selecionado dentre aqueles tendo a formula geral (I) descrita acima.

De acordo com uma forma de realização preferida, o referido pelo menos um sal de alquil amônio ou alquil fosfônio (h) está presente na composição elastomérica reticulável em uma quantidade de 0 ppc a 50 ppc,

preferivelmente de 0,5 ppc a 20 ppc, mais preferivelmente de 1 ppc a 10 ppc.

Exemplos de sais de alquil amônio e alquil fosfônio que podem ser usados de acordo com a presente invenção e estão comercialmente disponíveis é o produto conhecido pelo nome de Arquad[®] HC Pastilles, 5 Arquad[®] 2HT-75, Arquad[®] MC-50, Duoquad[®] T-50, da Akzo Nobel, ou Bardac[®] LF 70 da Lonza.

Pelo menos uma carga de reforço adicional pode ser adicionada vantajosamente à composição elastomérica reticulável acima descrita, em uma quantidade geralmente de 0 ppc a 120 ppc, preferivelmente 10 de 20 ppc a 90 ppc. A carga de reforço pode ser selecionada dentre as comumente usadas para os artigos fabricados reticulados, em particular para pneus, tais como, por exemplo, sílica, alumina, aluminossilicatos, carbonato de cálcio, caulim, ou misturas dos mesmos.

A sílica que pode ser usada de acordo com a presente invenção 15 pode geralmente ser uma sílica pirogênica ou, preferivelmente, uma sílica precipitada, com uma área de superfície BET (medida de acordo com o padrão ISO 5794-1:2005) de 50 m²/g a 500 m²/g, preferivelmente de 70 m²/g a 200 m²/g.

Quando a carga de reforço compreendendo sílica está presente, 20 a composição elastomérica reticulável pode vantajosamente incorporar um agente de copulação de silano adicional capaz de interagir com a sílica e de ligada ao(s) polímero(s) elastomérico durante a vulcanização. Exemplos de agente de copulação de silano já tem sido descritos acima.

A composição elastomérica reticulável acima descrita pode ser 25 vulcanizada de acordo com técnicas conhecidas, em particular com sistemas de vulcanização com base em enxofre comumente usados para polímero(s) elastomérico(s). Para este fim, na composição, depois de uma ou mais etapas de processamento termomecânico, um agente de vulcanização com base em enxofre é incorporado junto com aceleradores de vulcanização. Na etapa de

processamento final, a temperatura é geralmente mantida abaixo de 120° C, preferivelmente abaixo de 100°C, a fim de evitar qualquer fenômeno de pré-reticulação indesejado.

O agente de vulcanização mais vantajosamente usado é enxofre, ou moléculas contendo enxofre (doadoras de enxofre), com aceleradores e ativadores conhecidos pelos versados na arte.

Ativadores que são particularmente efetivos são compostos de zinco, e em particular ZnO, ZnCO, sais de zinco de ácidos graxos saturados ou insaturados contendo de 8 a 18 átomos de carbono, tais como por exemplo, estereato de zinco, octanoato de zinco, que são preferivelmente formados no situ na composição elastomérica de ZnO e ácido graxo, e também BiO, PbO, Pb₃O₄, PbO₂ ou misturas dos mesmos. Os referidos sais de zinco podem ser usados como tal, ou como uma mistura apropriada com uma carga inerte tal como, por exemplo, sílica.

Aceleradores que são comumente usados podem ser selecionados, por exemplo dentre: ditiocarbamatos, guanidina, tiuréia, tiazóis, sulfenamidas, tiurans, aminas, xantatos ou mistura dos mesmos.

A referida composição elastomérica reticulável pode compreender outros aditivos comumente usados selecionados com base na aplicação específica para a qual a composição é planejada. Por exemplo, os seguintes podem ser adicionados a referida composição elastomérica reticulável: antioxidantes, agentes anti-envelhecimento, plastificador, adesivos, agentes anti-ozônio, resinas modificadoras, ou misturas dos mesmos.

Além disso, com o objetivo de melhorar ainda a processabilidade, um plastificador geralmente selecionado dentre óleos minerais, óleos vegetais, óleos sintéticos, ou misturas dos mesmos, tais como, por exemplo, óleo aromático, óleo naftênico, ftalatos, óleo de soja, ou misturas dos mesmos, pode ser adicionado a referida composição

elastomérica reticulável. A quantidade de plastificador geralmente está na faixa de 0 ppc a 70 ppc, preferivelmente de 5 ppc a 30 ppc.

5 A composição elastomérica reticulável relatada acima pode ser preparada misturando junto o polímero(s) elastomérico e o material em camadas com a carga de reforço e os outros aditivos opcionalmente presentes, de acordo com as técnicas conhecidas na arte. Preferivelmente, o polímero(s) elastomérico, o material em camadas, e opcionalmente, os sais de alquil amônio e alquil fosfônio e/ou uma porção de agente de copulação de silano, podem ser misturados juntos antes de adicionar a carga de reforço e outros
10 aditivos opcionalmente presentes. A misturação pode ser realizada, por exemplo, usando um misturador aberto do tipo moinho aberto, ou um misturador interno do tipo com rotores tangenciais (Banbury) ou com rotores de engrenagem (Intermix), ou em misturadores contínuos do tipo Ko-Kneader (Buss) ou do tipo parafuso duplo de co-rotação ou contra-rotação.

15 A presente invenção será agora ilustrada em maiores detalhes por meio de diversas formas de realização ilustrativa, com referência a Fig. 1-4 anexa, que é uma vista em sessão transversal de uma porção de um pneu fabricado de acordo com a invenção.

20 “a” indica uma direção axial e “r” indica uma direção radial. Para simplificar, a Fig. 1 mostra somente uma porção do pneu, a porção restante não representada sendo idêntica e simetricamente arrumada com relação a direção radial “r”.

O pneu (100) compreende pelo menos uma lona de carcaça (101), as bordas laterais opostas da qual que estão associadas com estruturas de talão respectivas compreendendo pelo menos um núcleo de talão (102) e pelo menos um enchimento de talão (104). A associação entre a lona de carcaça (101) e o núcleo de talão (102) é alcançada aqui, através do
25 dobramento das bordas laterais opostas da lona de carcaça (101) ao redor do núcleo de talão (102) para se formar assim a chamada cobertura de carcaça

(101a) como mostrado na figura Fig. 1.

Alternativamente, o núcleo de talão convencional (102) pode ser substituído por pelo menos um suplemento anular formado por arames emborrachados arrumados em espirais concêntricas (não representado na Fig. 1) (veja, por exemplo, Pedidos da Patente Européia EP 928.680 ou EP 928.702). Nesse caso, a lona de carcaça (101) não é dobrada ao redor dos referidos insertos anulares, a copulação sendo provida por uma segunda lona de carcaça (não representada na Fig. 1), aplicada externamente sobre a primeira.

A lona de carcaça (101) geralmente consiste de um grande número de cordonéis de reforço arrumadas paralelamente entre si e pelo menos parcialmente cobertas com uma camada de um material elastomérico reticulado. Estes cordonéis de reforço são freqüentemente feitos de fibras têxteis, por exemplo, rayon, náilon ou tereftalato de polietileno, ou de fios de aço trançados juntos, cobertos com uma liga de metal (por exemplo, ligas de cobre/zinco, zinco/manganês, zinco/molibdênio/cobalto, e similares).

A lona de carcaça (101) é usualmente do tipo radial, isto é, ela incorpora cordonéis de reforço arrumadas em uma direção substancialmente perpendicular com relação à direção circunferencial. O núcleo de talão (102) é incluso no talão (103), definido ao longo da borda circunferencial interna do pneu (100), com a qual o pneu é engatado no aro (não representado na Fig. 1) formando parte de uma roda do veículo. O espaço definido por cada cobertura de carcaça (101a) contém um enchimento de talão (104) que pode ser fabricado de acordo com a presente invenção, no qual o núcleo de talão (102) é embutido. Uma tira à prova de desgaste (105) é colocada usualmente numa posição axialmente externa com relação à cobertura da carcaça (101a).

Uma estrutura de cinta (106) é aplicada ao longo da circunferência da lona da carcaça (101). Em uma forma de realização particular na Fig. 1, a estrutura da cinta (106) compreende duas tiras da cinta

(106a, 106b) que incorporam um grande número de cordonéis de reforço, tipicamente cordonéis de metal, que são paralelas entre si em cada tira e se cruzam com relação a tira adjacente, orientadas assim para formar um ângulo pré-determinado com relação à direção circunferencial. A tira da cinta radial externa (106b) pode opcionalmente ser aplicada pelo menos em uma camada de reforço grau zero (106c), comumente conhecida como "cinta 0°", que geralmente incorpora um grande número de cordonéis de reforço, tipicamente cordonéis têxteis, arrumados em um ângulo de poucos graus com relação à direção circunferencial, e cobertas e soldadas juntas por meio de uma composição elastomérica reticulável.

Um costado (108) é também aplicado externamente na lona da carcaça (101), este costado se estendendo em uma posição externa axialmente, do talão (103) até o final da estrutura da cinta (106).

Uma banda de rodagem (109), bordas lateral da qual são conectados os costados (108), é aplicada circunferencialmente em uma posição radialmente externa a estrutura da cinta (106). Externamente, a banda de rodagem (109) tem uma superfície de rolamento (109a) projetada para entrar em contato com o solo. Sulcos circunferenciais que são conectados através de entalhes transversos (não representados na Fig. 1) para assim definir um grande número de blocos de várias formas e tamanhos distribuídos sobre a superfície de rolamento (109a) são geralmente feitos nessa superfície (109a), que são representados com simplicidade na Fig. 1 como sendo lisos.

Uma subcamada da banda (111) que pode ser fabricada de acordo com a presente invenção, é colocada entre a estrutura da cinta (106) e a banda de rodagem (109).

Como representado na Fig. 1, a subcamada da banda (111) pode ter uma espessura uniforme.

Alternativamente, a subcamada da banda (111) pode ter uma espessura variável na direção transversal. Por exemplo, a espessura pode ser

maior perto das suas bordas externas do que na zona central.

Na Fig. 1, a referida subcamada da banda (111) se estende sobre uma superfície substancialmente correspondente a superfície em desenvolvimento da referida estrutura de cinta (106). Alternativamente, a referida subcamada da banda (111) se estende somente ao longo de pelo menos uma parte em desenvolvimento da referida estrutura de cinta (106), por exemplo, partes laterais opostas da referida estrutura de cinta (106), (não representadas na Fig. 1).

Uma tira fabricada como material elastomérico (110), comumente conhecida como “mini parede-lateral”, pode opcionalmente estar presente na zona de conexão entre os costados (108) e a banda de rodagem (109), esta mini parede-lateral sendo geralmente obtida por co-extrusão com a banda de rodagem e permitindo uma melhoria na interação mecânica entre a banda de rodagem (109) e os costados (108). Alternativamente, a parte final do costado (108) cobre diretamente a borda lateral da banda de rodagem (109).

No caso de pneus sem câmara, uma camada de borracha (112), geralmente conhecida como forro que provê a impermeabilidade necessária para inflar o pneu de ar, pode também ser provida em uma posição interna com relação à lona da carcaça (101).

A Fig. 2, mostra um pneu sem câmara (100) tendo uma estrutura como descrito na Fig. 1 onde a subcamada da banda (111) que pode ser fabricada de acordo com a presente invenção, é colocada entre a estrutura da cinta (106) e a lona da carcaça (101).

A Fig. 3, mostra um pneu (100) tendo uma estrutura como descrito na Fig. 1 onde um inserto de costado (113) que pode ser fabricado de acordo com a presente invenção, que se estende radialmente de uma posição correspondente a estrutura da cinta para uma posição correspondente a uma borda lateral da banda de rodagem, é colocado em uma posição interna

axialmente com relação a lona de carcaça: por exemplo, como representado na Fig. 3, o referido inserto de costado é colocado entre a lona de carcaça (101) e o forro (112). Alternativamente, no caso em que mais lonas de carcaça estão presentes, um inserto de costado (113) é aplicado entre as duas referidas lonas de carcaça (não representado na Fig. 3). Alternativamente, um inserto de costado é colocado entre a lona de carcaça e o costado (não representado na Fig. 3). Mais do que um inserto de costado pode estar presente como descrito, por exemplo, na Patente Americana US 5.238.040, ou na Patente Européia EP 943.466.

10 A Fig. 4, mostra um pneu (100) tendo uma estrutura como descrito na Fig. 1 onde uma banda de rodagem (109) é uma construção de cobertura e base. Mais em particular, a referida banda de rodagem (109) compreende uma camada interna radialmente ou base de banda de rodagem (109c) e uma camada externa radialmente ou cobertura de banda de rodagem (109b): a base de banda de rodagem (109c) pode ser fabricada de acordo com a presente invenção.

Como representado na Fig. 4, a base de banda de rodagem (109c) tem uma espessura uniforme. Em qualquer caso, a espessura da base de banda de rodagem (109c) pode também não ser uniforme, mas, por exemplo, maior perto de suas bordas laterais e/ou na zona central da mesma.

O processo para produção do pneu de acordo com a presente invenção pode ser realizado de acordo com os métodos e usando aparelhos que são conhecidos na arte, como descrito, por exemplo, na Patente Européia EP 199.064, ou nas Patentes Americanas US4.872.822 ou US 4.768.937, o referido processo incluindo a fabricação do pneu cru, e subsequente moldagem e vulcanização do pneu cru.

Embora a presente invenção tenha sido ilustrada especificamente com relação a um pneu, outros artigos fabricados elastoméricos reticulados que podem ser produzidos de acordo com a

invenção podem ser, por exemplo, correias, cintos ou mangueiras.

A presente invenção será ainda ilustrada abaixo por meio de diversas formas de realizações ilustrativas, que serão dadas puramente com propósitos indicativos e sem qualquer limitação desta invenção.

5 EXEMPLO 1

Preparação do material em camadas

30 g de Dellite[®] HPS (montmorolinita natural pertencente a família esmectita da Laviosa Chimica Mineraria S. p. A.) foram adicionados a um moinho de esferas centrífugo de 0.250 l (modelo Sl00 da Retsch),
10 carregado com 7 esferas de aço inoxidável tendo um diâmetro de 20,0 mm. A mistura foi triturada, durante 3 horas, com uma velocidade giratória de 440 rpm, a temperatura ambiente (23°C). 29,5 g de produto sólido foram obtidos.

O pó obtido foi submetido a uma medição de tamanho médio de partícula. Com este objetivo, 6,0 g do pó obtido foram dispersos em 60 ml
15 de álcool de isopropila e foram mantidos sob agitação, a temperatura ambiente (23°C), por 3 minutos. A dispersão obtida foi carregada em um analisador de tamanho de partícula (Micrometric Sedigraph 5100). O tamanho médio de partícula (D50) foi 21,4 µm (D50 significa que 50% em peso de partículas tem um tamanho hidrodinâmico de partícula não maior do que ou
20 igual a 21,4 µm).

Além disso, a área de superfície BET do pó obtido foi medida de acordo com o padrão ISO5794-1: 2005. A área de superfície BET foi 99,0 m²/g.

O produto obtido foi submetido a análise de difração de
25 energia de raios-X (XRPD). A análise foi executada usando um difratômetro automático para pó Bruker D8, equipado com monocromador com espelho Gobel.

As condições instrumentais e de medição foram como se segue: radiação CuK α ; corrente/voltagem 40 kV/20 mA; fendas de

divergência e detector de 1,0°C, 0,6°C e 0,8°C, 0,5°C na etapa 2 Θ , (usando um tempo por etapa de 3 s; ângulo de difração (2 Θ) de 2°C a 80°C.

Com propósitos comparativos, uma amostra de Dellite[®] HPS não tratada mecanicamente foi submetida a uma análise de difração de energia de raios-X (XRPD).

Os padrões de difração de energia de raios-X obtidos foram relatados na Fig. 5 [ângulos de difração axial da abscissa (2 Θ) expressos em (°C); intensidade do eixo da ordenada expressa em unidades arbitrárias (A. U.)] em que:

A: é o padrão de difração de energia de raios-X de Dellite[®] HPS não tratado mecanicamente (comparativo) [A' representa uma vista expandida de pico (001)];

B: é o padrão de difração de energia de raios-X de Dellite[®] HPS tratado mecanicamente obtido como descrito acima [B' representa uma vista expandida de pico (001)];

Os padrões de difração de energia de raios-X (XRPD) A e B foram usados para determinar ambos, relação de intensidade (R) e índice de deslaminção (DI) como definido acima. Os dados obtidos foram os seguintes:

-relação de intensidade de raios-X (R) = 16;
-índice de deslaminção (DI) = 30%.

Além disso, os padrões de energia de raios-X (XRPD) A e B mostram também o valor de espaçamento d que foi calculado usando a formula seguinte:

$$\text{espaçamento } d = \lambda / 2 \sin \theta$$

em que λ é o comprimento da onda da radiação K α de Cu (média de K α 1 e K α 2) igual a 1.54178 Å. O valor de espaçamento d corresponde ao valor da distância entre os planos de cristal paralelos do material em camada. Em particular, o referido valor é a distância média entre as camadas contíguas do

material em camadas.

EXEMPLO 2

Preparação do material em camadas

30 g de Dellite[®] 67G (montmorolinita organo modificada
5 pertencente a família esmectita da Laviosa Chimica Mineraria S. p. A.) foram
adicionados a um moinho de esferas centrífugo de 0,250 l (modelo S100 da
Retsch), carregado com 7 esferas de aço inoxidável tendo um diâmetro de
20,0 mm. A mistura foi triturada, durante 6 horas, com uma velocidade
giratória de 440 rpm, a temperatura ambiente (23°C). 29,5 g de produto sólido
10 foram obtidos.

O pó obtido foi submetido a uma medição de tamanho médio
de partícula. Com este objetivo, 6,0 g do pó obtido foram dispersos em 60,0
ml de álcool de isopropila e foram mantidos sob agitação, a temperatura
ambiente (23°C), por 3 minutos. A dispersão obtida foi carregada em um
15 analisador de tamanho de partícula (Micrometric Sedigraph 5100). O tamanho
médio de partícula (D50) foi 0,88 µm (D50 significa que 50% em peso de
partículas tem um tamanho hidrodinâmico de partícula não maior do que ou
igual a 0,88 µm).

Além disso, a área de superfície BET do pó obtido foi medida
20 de acordo com o padrão ISO 5794-1: 2005. A área de superfície BET foi 3,9
m²/g.

O produto obtido foi submetido a análise de difração de
energia de raios-X (XRPD). A análise foi executada usando um difractômetro
automático para pó Bruker D8, equipado com monocromador com espelho
25 Gobel.

As condições instrumentais e de medição foram como se
segue: radiação CuK α ; corrente/voltagem 40 kV/20 mA; fendas de
divergência e detector de 1,0°C, 0,6°C e 0,8°C, 0,5°C na etapa 2 Θ , (usando um
tempo por etapa de 3 s; ângulo de difração (2 Θ) de 2°C a 80°C.

Com propósitos comparativos, uma amostra de Dellite® 67G não tratada mecanicamente foi submetida a uma análise de difração de energia de raios-X (XRPD).

Os padrões de difração de energia de raios-X obtidos foram relatados na Fig. 6 [ângulos de difração axial da abscissa (2θ) expressos em ($^{\circ}\text{C}$); intensidade do eixo da ordenada expressa em unidades arbitrárias (A. U.)] em que:

C: é o padrão de difração de energia de raios-X de Dellite® 67G não tratado mecanicamente (comparativo)

10 B: é o padrão de difração de energia de raios-X de Dellite® 67G obtido como descrito acima

Os padrões de difração de energia de raios-X (XRPD) C e D foram usados para determinar ambos, relação de intensidade de raios-X (R) e índice de deslaminação (DI) como definido acima. Os dados obtidos foram os seguintes:

-relação de intensidade de raios-X (R) = 2;

-índice de deslaminação (DI) = 90%.

Além disso, os padrões de energia de raios-X (XRPD) C e D mostram também o valor de espaçamento d que foi calculado usando a formula seguinte:

$$\text{espaçamento } d = \lambda / 2 \sin \theta$$

em que λ é o comprimento da onda da radiação $K\alpha$ de Cu (média de $K\alpha_1$ e $K\alpha_2$) igual a 1.54178 Å. O valor de espaçamento d corresponde ao valor da distância entre os planos de cristal paralelos do material em camada. Em particular, o referido valor é a distância média entre as camadas contíguas do material em camadas.

EXEMPLO 3-4

Preparação da composição elastomérica

As composições elastoméricas dadas na Tabela 1 foram

preparadas como se segue (as quantidades dos vários componentes são dadas em ppc).

Todos os componentes, exceto o agente de copulação de silano (X5OS®), enxofre, acelerador (DCBS) e hexametilenotetramina (HMT), foram misturados juntos em um misturador interno (modelo Pomini PL 1.6) por cerca de 5 minutos (1ª etapa). Assim que a temperatura alcançou $145\pm 5^{\circ}\text{C}$, o material elastomérico foi descarregado. O agente de copulação de silano (X5OS®), o enxofre, acelerador (DCBS), e hexametilenotetramina (HMT), foram então adicionados e a mistura foi realizada em um misturador de rolo aberto (2ª etapa).

Tabela 1

EXEMPLO	3 (*)	4
1ª ETAPA		
IR	100	100
N326	65	65
Óxido de zinco	5	5
Antioxidante	2	2
Octanoato de zinco/sílica	2,66	2,66
Dellite® 67G	5	-
Composto do Exemplo 2		5
Resorcinol	1,3	1,3
2ª ETAPA		
X5OS®	4	4
Enxofre	4,45	4,45
DCBS	1,5	1,5
HMT	0,4	0,4

(*): comparativo

IR: cis-1,4-poliisopreno (SKI3 – Niznekamskneftechim Export)

N326: negro de fumo (Degussa-Huls);

15 Óxido de zinco: Rhenogran® ZnO-80 (RheinChemie);

Antioxidante: fenil-p-fenilenodiamina (6-PPD-Akzo Nobel);

Octanoato de zinco/sílica (75/25 peso/peso): Polyplastol® 23 (Eigenmann & Veronelli);

20 Dellite® 67G: montmorolinita organo modificada pertencente a família esmectita da Laviosa Chimica Mineraria S. p. A.

X5OS®: agente de copulação de silano compreendendo 50% em peso de

tetrassulfeto de bis(3-trietoxisililpropil) (Degussa-Huls);

DCBS: (acelerador): benzotiazil-2-diciclo-hexil-sulfenamida (Vulkacit® DZ/EGC – Bayer);

HMT: hexametilenotetramina.

5 A viscosidade Mooney ML (1 + 4) a 100°C, foi medida, de acordo com o padrão ISO 289-1:1994, nas composições elastoméricas não reticuladas obtidas como descrito acima. Os resultados obtidos são apresentados na Tabela 2.

10 As referidas composições elastoméricas reticuláveis foram também submetidas a uma análise reométrica MDR usando um reômetro MDR Monsanto, os testes sendo realizados a 170°C durante 30 minutos, com uma frequência de oscilação de 1,66 HZ (100 oscilações por minuto) e uma amplitude de oscilação de $\pm 0,5^\circ\text{C}$. Os resultados obtidos são apresentados na Tabela 2.

15 As propriedades mecânicas estáticas de acordo com o padrão ISO 37: 1994 assim como dureza em graus IRHD, ambas a 23°C e a 100°C, de acordo com o padrão ISO 48:1994, foram medidas em amostras das acima referidas composições elastoméricas reticuláveis a 170°C durante 10 minutos. Os resultados obtidos são apresentados na Tabela 2.

20 As propriedades mecânicas estáticas de acordo com o padrão ISO 37:1994 foram medidas em amostras das composições elastoméricas mencionadas acima, vulcanizadas a 170°C por 10 min. Os resultados obtidos são apresentados na Tabela 2.

25 A Tabela 2 também mostra as propriedades mecânicas dinâmicas, medidas usando um dispositivo dinâmico Instron no modo tração-compressão de acordo com os métodos seguintes. Um pedaço de teste da composição elastomérica reticulada (vulcanizada a 170°C por 10 min) tendo uma forma cilíndrica (comprimento = 25 mm; diâmetro = 12 mm), pré-carregado em compressão até 10% de deformação longitudinal com relação

ao comprimento inicial, é mantido a temperatura pré-fixada (23°C ou 70°C) pela duração completa do teste, foi submetido a uma força senoidal dinâmica tendo uma amplitude de $\pm 3.5\%$ com relação ao comprimento sob a pré-carga, com uma frequência de 1000 Hz. As propriedades mecânicas dinâmicas são expressas em termos de módulo elástico dinâmico (E') e valores Tan delta (fator de perda). O valor Tan delta é calculado como a relação entre módulo viscoso (E'') e módulo elástico (E').

Além disso, as composições elastoméricas reticuláveis obtidas como descrito acima, foram submetidas a testes de adesão (descamação).

Usando as composições elastoméricas reticuláveis como descrito acima, pedaços de teste com duas camadas foram preparados para medir a força de descamação, sobrepondo duas camadas da mesma composição elastomérica não reticulada, seguido pela reticulação (a 170°C, durante 10 minutos). Em detalhes, os pedaços de teste foram preparados como se segue. Cada composição elastomérica foi calandrada a fim de se obter uma folha com uma espessura igual a $3 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$. A partir da folha assim produzida foram obtidas placas com dimensões iguais a $220 \text{ mm} (\pm 1,0 \text{ mm}) \times 220 \text{ mm} (\pm 1,0 \text{ mm}) \times 3 \text{ mm} (\pm 2,0 \text{ mm})$, marcando a direção da calandragem. Um lado de cada placa foi protegido com uma folha de polietileno, enquanto um tecido de reforço feito de poliamida emborrachada com uma espessura de $0,88 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$ foi aplicado no lado oposto, orientando os fios na direção da calandragem e rolando o compósito assim montado a fim de alcançar uma boa adesão entre o tecido e a com posição elastomérica não reticulada. Depois de esfriar, folhas foram produzidas a partir do compósito desse modo obtido, perfurando, estas folhas tendo dimensões iguais a $110 \text{ mm} (\pm 1,0 \text{ mm}) \times 25 \text{ mm} (\pm 1,0 \text{ mm}) \times 3,88 \text{ mm} (\pm 0,05 \text{ mm})$, se assegurando de que o eixo principal de cada folha foi orientado na direção dos fios do tecido.

Uma primeira folha fabricada com a composição elastomérica

reticulável obtida como descrito acima (isto é, a composição elastomérica reticulável obtida no Exemplo 3 ou no Exemplo 4) constituindo a primeira camada foi colocada em um molde, o filme de polietileno foi removido, duas tiras de Mylar® atuando como separadores laterais (espessura 0,2 mm) foram aplicadas lateralmente e uma terceira fita, de novo feita de Mylar® (espessura 0,045 mm) foi aplicada em uma extremidade da folha a fim de criar uma seção livre curta não aderente a segunda camada. Uma segunda folha feita da mesma composição elastomérica reticulável (isto é, a composição elastomérica reticulável obtida no Exemplo 3 ou no Exemplo 4) acima descritos, da qual o filme de polietileno foi previamente removido, foi depois aplicada a primeira folha assim preparada, constituindo a segunda camada (a primeira camada e a segunda camada sendo fitas da mesma composição elastomérica reticulável), obtendo assim um pedaço de teste que foi depois reticulado por aquecimento a 170°C, durante 10 minutos, em uma prensa.

Subseqüentemente, os pedaços de teste reticulados como descrito acima foram condicionados a temperatura ambiente ($23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$) por pelo menos 16 horas e foram depois submetidas ao teste de descamação usando um dinamômetro Zwick Z005, os grampos do qual foram aplicados na seção livre de cada camada. Uma velocidade de tração igual a $260 \text{ mm/min} \pm 20 \text{ mm/min}$ foi depois aplicada e os valores de força de descamação dessa forma medidos, expressos em Newtons (N), são apresentados na Tabela 2 e são cada o valor médio calculado para 4 pedaços de teste. Os mesmos testes foram realizados nos pedaços de teste reticulados como descrito acima e condicionados a 100°C durante pelo menos 16 horas: os resultados obtidos são apresentados na Tabela 2 e são cada o valor médio calculado para 4 pedaços de teste.

Finalmente, os valores de resistência a cisalhamento foram medidos de acordo com o padrão ISO 34-1:2004 e são apresentados também na Tabela 2.

Tabela 2

EXEMPLO	3 (*)	4
Viscosidade Mooney ML (1+ 4)	76,1	71,6
ANÁLISE REOMÉTRICA MDR (30 min, 170°C)		
ML (dNm)	3,44	3,50
MH (dNm)	40,70	42,79
TS1 (min)	0,412	0,375
TS2 (min)	0,499	0,456
T90 (min)	3,20	3,28
PROPRIEDADES MECÂNICAS ESTÁTICAS		
Módulo 50% (CA0. 5) (MPa)	2,75	2,71
Módulo 100% (CA1) (MPa)	4,93	4,90
Tensão de freagem (MPa)	13,65	15,69
Alongamento de freagem (%)	265,8	291,1
PROPRIEDADES MECÂNICAS DINÂMICAS		
E' (23°C) (MPa)	17,00	19,16
E' (70°C) (MPa)	14,12	15,85
$\Delta E'$ (23°C – 70°C) (MPa)	2,90	3,30
Tan delta (23°C)	0,240	0,210
Tan delta (70°C)	0,177	0,160
Dureza IRHD	85,4	84,7
Dureza IRHD	81,1	84,7
Força de destacamento (N) (23°C)	112,3	193,3
Força de destacamento (N) (100°C)	90,1	122,6
Resistência a cisalhamento (kN/m)	60,2	105,3

(*): comparativo

EXEMPLO 5 (comparativo)

Preparação da composição elastomérica

5 A composição elastomérica apresentada na Tabela 3 foi preparada como segue (as quantidades dos vários componentes são dadas em ppc).

10 Em um misturador interno (modelo Pomini PL 1.6) a borracha natural (NR), e Dellite® 67G, foram misturados juntos por cerca de 4 minutos (1ª etapa). Assim que a temperatura alcançou $110 \pm 0,05$, a mistura foi descarregada. A mistura obtida e todos os componentes restantes, exceto o acelerador (TBBS), o retardante (PVI), o formaldeído melanina

metilada/sílica (HMMM 65%), e o enxofre foram adicionados a um misturador interno (modelo Pomini PL 1.6) e misturados por cerca de 5 minutos (2ª etapa). Assim que a temperatura alcançou 145 ± 5 , o material elastomérico foi descarregado. O acelerador (TBBS), o retardante (PVI), o formaldeído melanina metilada/sílica (HMMM 65%), e o enxofre, foram então adicionados e a misturação foi realizada em um misturador de rolo aberto (3ª etapa).

EXEMPLO 6

Preparação da composição elastomérica

A composição elastomérica apresentada na Tabela 3 foi preparada como segue (as quantidades dos vários componentes são dadas em ppc).

Em um misturador interno (modelo Pomini PL 1.6) a borracha natural (NR), o composto do Exemplo 1, e sal de alquil amônio (pastilhas Arquad® HC), foram misturados juntos por cerca de 4 minutos (1ª etapa). Assim que a temperatura alcançou $110 \pm 0,05$, a mistura foi descarregada. A mistura obtida e todos os componentes restantes, exceto o acelerador (TBBS), o retardante (PVI), formaldeído melanina metilada/sílica (HMMM 65%), e o enxofre foram adicionados a um misturador interno (modelo Pomini PL 1.6) e misturados por cerca de 5 minutos (2ª etapa). Assim que a temperatura alcançou 145 ± 5 , o material elastomérico foi descarregado. O acelerador (TBBS), o retardante (PVI), o formaldeído melanina metilada/sílica (HMMM 65%), e o enxofre, foram então adicionados e a misturação foi realizada em um misturador de rolo aberto (3ª etapa).

EXEMPLO 7

Preparação da composição elastomérica

A composição elastomérica apresentada na Tabela 3 foi preparada como segue (as quantidades dos vários componentes são dadas em ppc).

Em um misturador interno (modelo Pomini PL 1.6) a borracha natural (NR), o composto do Exemplo 1, e sal de alquil amônio (pastilhas Arquad[®] HC), e o agente de copulação (TESPT), foram misturados juntos por cerca de 4 minutos (1^a etapa). Assim que a temperatura alcançou $110 \pm 0,05$, a mistura foi descarregada. A mistura obtida e todos os componentes restantes, exceto o acelerador (TBBS), o retardante (PVI), o formaldeído melanina metilada/sílica (HMMM 65%), e o enxofre foram adicionados a um misturador interno (modelo Pomini PL 1.6) e misturados por cerca de 5 minutos (2^a etapa). Assim que a temperatura alcançou 145 ± 5 , o material elastomérico foi descarregado. O acelerador (TBBS), o retardante (PVI), o formaldeído melanina metilada/sílica (HMMM 65%), e o enxofre, foram então adicionados e a misturação foi realizada em um misturador de rolo aberto (3^a etapa).

Tabela 3

EXEMPLO	5 (*)	6	7
1^a ETAPA			
NR	100	100	100
Dellite [®] 67G	7	-	-
Composto do Exemplo 1	-	3,85	3,85
Pastilhas ARQUAD HC	-	3,15	3,15
TESPT	-	-	0,4
2^a ETAPA			
N326	54	54	54
Zeosil [®] 1165 MP	20	20	20
Antioxidante	2	2	2
X50S [®]	5	5	4,2
Resorcinol	1,3	1,3	1,3
Acido esteárico	1,7	1,7	1,7
ZnO	3,5	3,5	3,5
3^a ETAPA			
TBBS	1,2	1,2	1,2
PVI	0,4	0,4	0,4
HMMM 65%	2,2	2,2	2,2
Enxofre	3	3	3

(*): comparativo;

NR; borracha natural;

Dellite[®] 67G:(montmorolinita organo modificada pertencente a família esmectita da Laviosa Chimica Mineraria S. p. A.);

Pastilhas Arquad[®] HC: di(sebo hidrogenado) – cloreto de dimetilamônio (Akzo Nobel);

TESPT: agente de copulação de silano tetrassulfeto de bis(3-trietoxisililpropil) (Si69 –Degussa-Huls);

5 N326: negro de fumo (Degussa-Huls);

ZEOSIL[®] 1165 MP: sílica (Rhodia);

Antioxidante: fenil-p-fenilenodiamina (6 –PPD-Akzo Nobel);

X50S[®]: agente de copulação de silano compreendendo 50% em peso de negro de fumo e 50% em peso de tetrassulfeto de bis(3-trietoxisililpropil) (Degussa-

10 Huls);

TBBS (acelerador): N-t-butil-benzotiazil-sulfenamida (Vulkacit[®] NZ/ECG – Lanxess);

PVI (retardante): N-ciclo-hexiltioftalimida (Santogard PVI[®] – Monsanto);

HMMM 65%: formaldeído melanina metilada/sílica (65/35 peso/peso).

15 A viscosidade Mooney ML (1 + 4) foi medida a 100°C, de acordo com o padrão ISO 289-1:1994, nas composições elastoméricas não reticuladas obtidas como descrito acima. Os resultados obtidos são apresentados na Tabela 4.

20 As referidas composições elastoméricas reticuláveis foram submetidas também a análise reométrica MDR usando um reômetro Monsanto MDR, os testes sendo realizados a 170°C, durante 3 minutos, com uma frequência de oscilação de 1,66 Hz (100 oscilações por minuto) e uma amplitude de oscilação de $\pm 0,5^\circ\text{C}$. Os resultados obtidos são mostrados na Tabela 4.

25 As propriedades mecânicas estáticas de acordo com o padrão ISO 37:1994 assim como dureza em graus IRHD, ambos a 23°C e a 100°C, de acordo com o padrão ISO 48:1994, foram medidas nas amostras das composições elastoméricas acima referidas, vulcanizadas a 170°C, durante 10 minutos. Os resultados obtidos são apresentados na Tabela 4.

A Tabela 4 também mostra as propriedades mecânicas dinâmicas, medidas usando um dispositivo dinâmico Instron no modo tração-compressão de acordo com os métodos seguintes. Um pedaço de teste da composição elastomérica reticulada (vulcanizada a 170°C, durante 10 minutos) tendo uma forma cilíndrica (comprimento = 25 mm; diâmetro = 12 mm), pré-carregado em compressão até 10% de deformação longitudinal com relação ao comprimento inicial, é mantido na temperatura pré-fixada (23°C ou 70°C) pela duração completa do teste, foi submetido a uma força senoidal dinâmica tendo uma amplitude de +3.5% com relação ao comprimento sob a pré-carga, com uma frequência de 100 Hz. As propriedades mecânicas dinâmicas são expressas em termos de módulo elástico dinâmico (E') e valores Tan delta (fator de perda). O valor Tan delta é calculado como a relação entre módulo viscoso (E'') e módulo elástico (E').

Além disso, as composições elastoméricas reticuláveis obtidas como descrito acima, foram submetidas a testes de adesão (descamação).

Usando as composições elastoméricas obtidas como descrito acima, pedaços de teste com duas camadas foram preparados para medir a força de descamação, sobrepondo duas camadas da mesma composição elastomérica não reticulada, seguido pela reticulação (a 170°C, durante 10 minutos). Em detalhes, os pedaços de teste foram preparados como se segue. Cada composição elastomérica foi calandrada a fim de se obter uma folha com uma espessura igual a $3 \text{ mm} \pm 0,2 \text{ mm}$. A partir da folha assim produzida foram obtidas placas com dimensões iguais a $220 \text{ mm} (\pm 1,0 \text{ mm}) \times 220 \text{ mm} (\pm 1,0 \text{ mm}) \times 3 \text{ mm} (\pm 2,0 \text{ mm})$, marcando a direção da calandragem. Um lado de cada placa foi protegido com uma folha de polietileno, enquanto um tecido de reforço feito de poliamida emborrachada com uma espessura de $0,88 \text{ mm} \pm 0,05 \text{ mm}$ foi aplicado no lado oposto, orientando os fios na direção da calandragem e rolando o compósito assim montado a fim de alcançar uma boa adesão entre o tecido e a com posição elastomérica não reticulada. Depois

de esfriar, folhas foram produzidas a partir do compósito desse modo obtido, perfurando, estas folhas tendo dimensões iguais a 110 mm ($\pm 1,0$ mm) x 25 mm ($\pm 1,0$ mm) x 3,88 mm ($\pm 0,05$ mm), se assegurando de que o eixo principal de cada folha foi orientado na direção dos fios do tecido.

5 Uma primeira folha fabricada com a composição elastomérica reticulável obtida como descrito acima (isto é, a composição elastomérica reticulável obtida no Exemplo 5 ou no Exemplo 6, ou no Exemplo 7) constituindo a primeira camada foi colocada em um molde, o filme de polietileno foi removido, duas tiras de Mylar® atuando como separadores
10 laterais (espessura 0,2 mm) foram aplicadas lateralmente e uma terceira fita, de novo feita de Mylar® (espessura 0,045 mm) foi aplicada em uma extremidade da folha a fim de criar uma seção livre curta não aderente a segunda camada. Uma segunda folha feita da mesma composição elastomérica reticulável (isto é, a composição elastomérica reticulável obtida
15 no Exemplo 5, ou no Exemplo 6, ou no Exemplo 7) acima descritos, da qual o filme de polietileno foi previamente removido, foi depois aplicada a primeira folha assim preparada, constituindo a segunda camada (a primeira camada e a segunda camada sendo fitas da mesma composição elastomérica reticulável), obtendo assim um pedaço de teste que foi depois reticulado por aquecimento
20 a 170°C, durante 10 minutos, em uma prensa.

Subseqüentemente, os pedaços de teste reticulados como descrito acima foram condicionados a temperatura ambiente ($23^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$) por pelo menos 16 horas e foram depois submetidas ao teste de descamação usando um dinamômetro Zwick Z005, os grampos do qual foram aplicados a
25 seção livre de cada camada. Uma velocidade de tração igual a 260 mm/min $\pm$ 20 mm/min foi depois aplicada e os valores de força de descamação dessa forma medidos, expressos em Newtons (N), são apresentados na Tabela 4 e são cada o valor médio calculado para 4 pedaços de teste. Os mesmos testes foram realizados nos pedaços de teste reticulados como descrito acima e

condicionados a 100°C durante pelo menos 16 horas: os resultados obtidos são apresentados na Tabela 4 e são cada o valor médio calculado para 4 pedaços de teste.

- 5 Finalmente, os valores de resistência a cisalhamento foram medidos de acordo com o padrão ISO 34-1:2004 e são apresentados também na Tabela 4.

Tabela 4

EXEMPLO	5 (*)	6	7
Viscosidade Mooney ML (1+ 4)	89,6	79,1	79,1
ANÁLISE REOMÉTRICA MDR (30 min, 170°C)			
ML (dNm)	3,45	2,87	2,92
MH (dNm)	44,64	45,92	45,25
TS1 (min)	0,610	0,650	0,660
TS2 (min)	0,770	0,820	0,830
T90 (min)	3,64	3,64	3,68
PROPRIEDADES MECÂNICAS ESTÁTICAS			
Módulo 50% (CA0. 5) (MPa)	4,07	4,20	4,08
Módulo 100% (CA1) (MPa)	7,26	7,38	7,30
Tensão de freagem (MPa)	19,51	18,6	18,8
Alongamento de freagem (%)	287,9	283,7	281,4
PROPRIEDADES MECÂNICAS DINÂMICAS			
E' (23°C) (MPa)	24,43	24,90	22,58
E' (70°C) (MPa)	19,29	19,97	18,51
$\Delta E'$ (23°C – 70°C) (MPa)	5,14	4,93	4,07
Tan delta (23°C)	0,248	0,227	0,209
Tan delta (70°C)	0,197	0,179	0,165
Dureza IRHD (23°C)	88,7	89,2	89,1
Dureza IRHD (100°C)	86,8	87,5	86,9
Força de descamação (N) (23°C)	115,0	190,2	242,1
Força de descamação (N) (100°C)	103,4	125,5	156,0
Resistência a cisalhamento (kN/m)	70,1	113,1	125,2

(*): comparativo

REIVINDICAÇÕES

1. Pneu, caracterizado pelo fato de que compreende pelo menos um elemento estrutural incluindo um material elastomérico reticulado obtido através da reticulação de uma composição elastomérica reticulável compreendendo:

(a) 100 ppc de pelo menos um polímero elastomérico;
 (b) de 0,1 ppc a 15 ppc de pelo menos um composto doador de metileno;

(c) de 0,4 ppc a 20 ppc de pelo menos um composto receptor de metileno;

(d) de 1 ppc a 50 ppc de pelo menos um material em camada, o referido material em camada tendo uma espessura de camada individual de 0,2 nm a 30 nm;

em que o referido material em camada mostra, em um padrão de difração de energia de raios-X (XRPD), uma relação de intensidade de raios-X (R) definida de acordo com a formula seguinte:

$$(R) = [A_{(001)}/A_{(hko)_{\max}}] \times 100$$

em que:

- $A_{(001)}$ é a área de pico(001);

- $A_{(hko)_{\max}}$ é a área de pico mais intensa (hk0), pelo menos um de h ou k sendo diferente de 0; menor do que ou igual a 20.

2. Pneu de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que compreende:

-uma estrutura de carcaça de uma forma substancialmente toroidal, tendo bordas laterais opostas associadas com respectivas estruturas de talão à direita e à esquerda, as referidas estruturas de talão compreendendo pelo menos um núcleo de talão e pelo menos um enchimento de talão;

-uma estrutura da cinta aplicada em uma posição radialmente externa com relação à referida estrutura de carcaça;

-uma banda de rodagem radialmente superposta sobre a referida estrutura de cinta;

-um par de costados aplicado lateralmente em lados opostos com relação à referida estrutura de carcaça;

5 -pelo menos um elemento estrutural selecionado dentre enchimento de talão, inserto de costado, subcamada da banda de rodagem, base da banda de rodagem, obtido através da reticulação de uma composição elastomérica reticulável compreendendo:

(a) 100 ppc de pelo menos um polímero elastomérico;

10 (b) de 0,1 ppc a 15 ppc de pelo menos um composto doador de metileno;

(c) de 0,4 ppc a 20 ppc de pelo menos um composto receptor de metileno;

15 (d) de 1 ppc a 50 ppc de pelo menos um material em camada, o referido material em camada tendo uma espessura de camada individual de 0,2 nm a 30 nm;

em que o referido material em camada mostra, em um padrão de difração de energia de raios-X (XRPD), uma relação de intensidade de raios-X (R) definida de acordo com a formula seguinte:

$$(R) = [A_{(001)}/A_{(hko)_{\max}}] \times 100$$

20 em que:

- $A_{(001)}$ é a área de pico(001);

- $A_{(hko)_{\max}}$ é a área de pico mais intensa (hk0), pelo menos um de h ou k sendo diferente de 0;

menor do que ou igual a 20.

25 3. Pneu de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que a referida composição elastomérica reticulável compreende de 0,3 ppc a 10 ppc de pelo menos um composto doador de metileno (b).

4. Pneu de acordo com qualquer uma das reivindicações

precedentes, caracterizado pelo fato de que a referida composição elastomérica reticulável compreende de 0,8 ppc a 15 ppc de pelo menos um composto receptor de metileno (c).

5 5. Pneu de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que a referida composição elastomérica reticulável compreende de 2 ppc a 40 ppc de pelo menos um material em camada (d).

10 6. Pneu de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo fato de que a referida composição elastomérica reticulável compreende de 4 ppc a 30 ppc de pelo menos um material em camada (d).

7. Pneu de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que o referido pelo menos um material em camada (d) tem uma espessura de camada individual de 0,3 nm a 15 nm.

15 8. Pneu de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de que o referido pelo menos um material em camada (d) tem uma espessura de camada individual de 0,5 nm a 2 nm.

9. Pneu de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que a referida relação de intensidade de raios-X (R) é menor do que ou igual a 15.

20 10. Pneu de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de que a referida relação de intensidade de raios-X (R) é menor do que ou igual a 10.

25 11. Pneu de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de que a referida relação de intensidade de raios-X (R) é menor do que ou igual a 5.

12. Pneu de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que o referido pelo menos um material em camada mostra, em um padrão de difração de energia de raios-X (XRPD), um índice de deslaminção (DI) maior do que ou igual a 10%, o referido

índice de deslaminação sendo definido de acordo com a formula seguinte:

$$(DI) = [1 - (I_{001}/I^0_{001})] \times 100$$

em que:

-I₍₀₀₁₎ é a intensidade de pico (001) do material em camada tratado mecanicamente;

5 -I⁰₍₀₀₁₎ é a intensidade de pico (001) do material em camada não tratado mecanicamente;

os referidos I₍₀₀₁₎ e I⁰₍₀₀₁₎ sendo definidos pela formula seguinte:

$$I_{(001)} = A_{(001)} / A_{(hk0)}$$

$$I^0_{(001)} = A^0_{(001)} / A^0_{(hk0)}$$

em que:

10 -A₍₀₀₁₎ é a área de pico (001) do material em camada tratado mecanicamente;

-A⁰₍₀₀₁₎ é a área de pico (001) do material em camada não tratado mecanicamente;

-A_(hk0) é a área de pico (hk0), pelo menos um de h ou k sendo diferente de 0, do material em camada tratado mecanicamente;

15 -A⁰_(hk0) é a área de pico (hk0), pelo menos um de h ou k sendo diferente de 0, do material em camada não tratado mecanicamente.

20 13. Pneu de acordo com a reivindicação 12, caracterizado pelo fato de que o referido pelo menos um material em camada mostra, em um padrão de difração de energia de raios-X (XRPD), um índice de deslaminação (DI) maior do que ou igual a 50%.

14. Pneu de acordo com a reivindicação 13, caracterizado pelo fato de que o referido pelo menos um material em camada mostra, em um padrão de difração de energia de raios-X (XRPD), um índice de deslaminação (DI) maior do que ou igual a 90%.

25 15. Pneu de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que o referido pelo menos um material

em camada tem uma área de superfície BET, medida de acordo com o padrão ISO 5794-1:2005, de 1 m² /g a 200 m² /g.

5 16. Pneu de acordo com a reivindicação 15, caracterizado pelo fato de que o referido pelo menos um material em camada tem uma área de superfície BET, medida de acordo com o padrão ISO 5794-1:2005, de 2 m² /g a 150 m² /g.

10 17. Pneu de acordo com a reivindicação 16, caracterizado pelo fato de que o referido pelo menos um material em camada tem uma área de superfície BET, medida de acordo com o padrão ISO 5794-1:2005, de 3 m² /g a 110 m² /g.

18. Pneu de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que o referido pelo menos um material em camada tem um tamanho médio de partícula (D50) menor do que ou igual a 70 µm.

15 19. Pneu de acordo a reivindicação 18, caracterizado pelo fato de que o referido pelo menos um material em camada tem um tamanho médio de partícula (D50) menor do que ou igual a 30 µm.

20 20. Pneu de acordo a reivindicação 19, caracterizado pelo fato de que o referido pelo menos um material em camada tem um tamanho médio de partícula (D50) menor do que ou igual a 10 µm.

21. Pneu de acordo a reivindicação 20, caracterizado pelo fato de que o referido pelo menos um material em camada tem um tamanho médio de partícula (D50) menor do que ou igual a 5 µm.

25 22. Pneu de acordo a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que o referido inserto de costado se estende radialmente de uma posição correspondente a estrutura de talão a uma posição correspondente a borda lateral da banda de rodagem.

23. Pneu de acordo com qualquer aspecto de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que a referida subcamada da banda

de rodagem é uma camada da composição elastomérica reticulável aplicada em uma posição radialmente interna com relação a referida banda de rodagem.

24. Pneu de acordo com qualquer aspecto de acordo com a
5 reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que a referida banda de rodagem é uma construção de cobertura e base e compreende uma camada radialmente interna ou base de banda de rodagem e uma camada radialmente externa ou cobertura de banda de rodagem.

25. Pneu de acordo com qualquer uma das reivindicações
10 precedentes, caracterizado pelo fato de que o referido pelo menos um elemento estrutural tem um módulo elástico dinâmico (E'), medido a 70°C, não menor do que 5 MPa.

26. Pneu de acordo a reivindicação 25, caracterizado pelo fato
15 de que o referido pelo menos um elemento estrutural tem um módulo elástico dinâmico (E'), medido a 70°C, de 8 MPa a 80 MPa.

27. Pneu de acordo com qualquer uma das reivindicações
precedentes, caracterizado pelo fato de que o referido pelo menos um elemento estrutural tem um módulo de tração com 100% de alongamento (Módulo 100%) não menor do que 3 MPa.

28. Pneu de acordo a reivindicação 27, caracterizado pelo fato
20 de que o referido pelo menos um elemento estrutural tem um módulo de tração com 100% de alongamento (Módulo 100%) de 4 MPa a 20 MPa.

29. Pneu de acordo com qualquer uma das reivindicações
precedentes, caracterizado pelo fato de que o referido pelo menos um
25 elemento estrutural tem uma dureza IRHD, medida a 23°C, não menor do que 65.

30. Pneu de acordo com a reivindicação 29, caracterizado pelo
fato de que o referido pelo menos um elemento estrutural tem uma dureza IRHD, medida a 23°C, de 70 a 95.

31. Pneu de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que o referido polímero elastomérico (a) é selecionado dentre polímeros elastoméricos de dieno (a_1).

5 32. Pneu de acordo a reivindicação 31, caracterizado pelo fato de que os referidos polímeros elastoméricos de dieno (a_1) são selecionados dentre: cis-1,4-poliisopreno natural ou sintético, 3,4-poliisopreno, polibutadieno, copolímeros isopreno/isobuteno opcionalmente halogenados, copolímeros 1,3-butadieno/acrilonitrila, copolímeros estireno/1,3-butadieno, copolímeros estireno/isopreno/1,3-butadieno, copolímeros estireno/1,3-butadieno/acrilonitrila, ou misturas dos mesmos.

33. Pneu de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 30, caracterizado pelo fato de que o referido polímero elastomérico (a) é selecionado dentre polímeros elastoméricos (a_2) de uma ou mais monoolefinas com um comonômero olefínico ou derivados do mesmo.

15 34. Pneu de acordo com a reivindicação 33, caracterizado pelo fato de que os referidos polímeros elastoméricos (a_2) são selecionados dentre: copolímeros etileno/propileno (EPR) ou copolímeros etileno/propileno/dieno (EPDM); poliisobuteno; borrachas de butila; borrachas de halobutila, em particular borrachas de clorobutila ou bromobutila; ou misturas dos mesmos.

20 35. Pneu de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que a referida composição elastomérica reticulável compreende pelo menos 10% em peso com relação ao peso total de pelo menos um polímero elastomérico (a) de cis-1,4-poliisopreno natural ou sintético.

25 36. Pneu de acordo com a reivindicação 35, caracterizado pelo fato de que a referida composição elastomérica reticulável compreende de 20% em peso a 100% em peso com relação ao peso total de pelo menos um polímero elastomérico (a) de cis-1,4-poliisopreno natural ou sintético.

37. Pneu de acordo com qualquer uma das reivindicações

precedentes, caracterizado pelo fato de que o referido pelo menos um composto doador de metileno (b) é selecionado dentre: hexametilenotetramina (HMT); hexametoximetilmelanina (HMMM); formaldeído; paraformaldeído; trioxano; 2-metil-2-nitro-1-propanal; resinas de melamina substituídas tais como resinas de oximetilmelamina N-substituída; compostos glicolurila tais como tetrametóximetil glicolurila; resinas de uréia-formaldeído tal como resinas de uréia-formaldeído butiladas; ou misturas dos mesmos.

38. Pneu de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que o referido pelo menos um composto receptor de metileno (d) é selecionado dentre: resorcinol; catecol; hidroquinona; pirogallol; floroglucinol; 1-naftol; 2-naftol; resinas fenólicas obtidas através da condensação de um fenol opcionalmente substituído com um aldeído tal como formaldeído, acetaldeído, furfural; ou misturas dos mesmos.

39. Pneu de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que o referido pelo menos um material em camada (d) é obtido através da moagem de pelo menos um material em camada de pristina.

40. Pneu de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 38, caracterizado pelo fato de que o referido pelo menos um material em camada (d) é obtido através da moagem de pelo menos um material em camada modificado com pelo menos um sal de alquil amônio ou alquil fosfônio.

41. Pneu de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 38, caracterizado pelo fato de que o referido pelo menos um material em camada (d) é obtido através da moagem de uma mistura compreendendo:

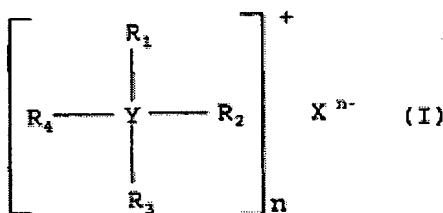
- pelo menos um material em camada de pristina;
- pelo menos um sal de alquil amônio ou alquil fosfônio.

42. Pneu de acordo com qualquer uma das reivindicações de

39 a 41, caracterizado pelo fato de que a referida moagem é uma moagem a seco.

43. Pneu de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que o referido material em camada (d) é selecionado dentre filossilicatos tal como: esmectitas, tal como, montmorillonita, bentonita, nontronita, beidelita, volkonscoita, hectorita, saponita, sauconita; vermiculita; haloisita; sericita, óxidos de aluminato, hidrotalcita; ou misturas dos mesmos.

44. Pneu de acordo com a reivindicação 40 ou 41, caracterizado pelo fato de que o referido pelo menos um sal de alquil amônio ou alquil fosfônio é selecionado dentre sais de fosfônio ou amônio quaternário tendo fórmula geral (I):



em que:

-Y representa N ou P;

-R₁, R₂, R₃ e R₄, que podem ser iguais ou diferentes um do outro, representam um grupo C₁-C₂₀ alquila linear ou ramificada ou grupo hidroxialquila; um grupo C₁-C₂₀ alquenila linear ou ramificada ou grupo hidroxialquenila; um grupo-R₅-SH ou-R₅-NH em que R₅ representa um grupo C₁-C₂₀ alquilenilo linear ou ramificado; um grupo C₆-C₁₈ arila, um grupo C₇-C₂₀ arilalquila ou grupo alquilarila; um grupo C₅-C₁₈ cicloalquila, o referido grupo cicloalquila possivelmente contendo heteroátomo tal como oxigênio, nitrogênio ou enxofre;

-Xⁿ⁻ representa um anion tal como o íon cloreto, o íon sulfato ou o íon fosfato,

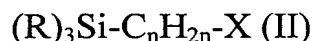
-n representa 1, 2 ou 3.

45. Pneu de acordo com qualquer uma das reivindicações

precedentes, caracterizado pelo fato de que a referida composição elastomérica reticulável compreende de 0 ppc a 120 ppc de pelo menos uma carga de reforço (e) de negro de fumo.

5 46. Pneu de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que a referida composição elastomérica reticulável compreende pelo menos um agente de copulação de silano (f).

10 47. Pneu de acordo com a reivindicação 46, caracterizado pelo fato de que o referido agente de copulação de silano (f) é selecionado dentre aqueles tendo pelo menos um grupo silano hidrolisável que pode ser identificado pela formula geral seguinte (II):



15 em que os grupos R, que podem ser iguais ou diferentes um do outro, são selecionados dentre: grupos alquila, alcóxi ou arilóxi ou de átomos de halogênio, com a condição de que pelo menos um dos grupos R seja um grupo alcóxi ou arilóxi; n é um número inteiro de 1 a 6, extremos incluídos; X é um grupo selecionado dentre: nitroso, mercapto, amino, epóxido, vinila, imida, cloro, $-(S)_mC_nH_{2n}-Si-(R)_3$, ou $-S-COR$, em que m e n são números inteiros de 1 a 6, extremos incluídos e os grupos R_5 são definidos como
20 acima.

48. Pneu de acordo com a reivindicação 46 ou 47, caracterizado pelo fato de que o referido agente de copulação de silano (f) está presente na composição elastomérica reticulável em uma quantidade de 0 ppc a 25 ppc.

25 49. Pneu de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que a referida composição elastomérica reticulável compreende fibras descontínuas (g).

50. Pneu de acordo com a reivindicação 49, caracterizado pelo fato de que as referidas fibras descontínuas (g) são fibras de aramida.

51. Pneu de acordo com a reivindicação 49 ou 50, caracterizado pelo fato de que as referidas fibras de aramida são pré-dispersas em uma matriz de polímero selecionado dentre: borracha natural, copolímeros de butadieno/estireno, copolímeros de etileno/acetato de vinila, ou misturas dos mesmos.

52. Pneu de acordo com qualquer uma das reivindicações de 49 a 51, caracterizado pelo fato de que as referidas fibras descontínuas (g) estão presentes na composição elastomérica reticulável em uma quantidade de 0 ppc a 10 ppc.

53. Pneu de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que a referida composição elastomérica reticulável compreende ainda pelo menos um sal de alquil amônio ou alquil fosfônio (h).

54. Pneu de acordo com a reivindicação 53, caracterizado pelo fato de que o referido pelo menos um sal de alquil amônio ou alquil fosfônio (h) é como definido na reivindicação 44.

55. Pneu de acordo com a reivindicação 53 ou 54, caracterizado pelo fato de que o referido pelo menos um sal de alquil amônio ou alquil fosfônio (h) está presente na composição elastomérica reticulável em uma quantidade de 0 ppc a 50 ppc.

56. Pneu de acordo com qualquer uma das reivindicações precedentes, caracterizado pelo fato de que pelo menos uma carga de reforço adicional está presente na referida composição elastomérica reticulável em uma quantidade de 0 ppc a 120 ppc.

57. Pneu de acordo com a reivindicação 56, caracterizado pelo fato de que a referida pelo menos uma carga de reforço adicional é sílica.

58. Pneu de acordo com a reivindicação 57, caracterizado pelo fato de que pelo menos um agente de copulação de silano adicional como definido na reivindicação 47 está presente na referida composição

elastomérica reticulável.

59. Composição elastomérica reticulável, caracterizada pelo fato de que compreende:

(a) 100 ppc de pelo menos um polímero elastomérico;

5 (b) de 0,1 ppc a 15 ppc de pelo menos um composto doador de metileno;

(c) de 0,4 ppc a 20 ppc de pelo menos um composto receptor de metileno;

10 (d) de 1 ppc a 50 ppc de pelo menos um material em camada, o referido pelo menos um material em camada tendo uma espessura de camada individual de 0,2 nm a 30 nm;

em que o referido material em camada mostra, em um padrão de difração de energia de raios-X (XRPD), uma relação de intensidade de raios-X (R) definida de acordo com a formula seguinte:

$$(R) = [A_{(001)}/A_{(hko)_{\max}}] \times 100$$

15 em que:

- $A_{(001)}$ é a área de pico(001);

- $A_{(hko)_{\max}}$ é a área de pico mais intensa (hk0), pelo menos um de h ou k sendo diferente de 0; menor do que ou igual a 20.

20 60. Composição elastomérica reticulável de acordo com a reivindicação 59, caracterizada pelo fato de que o referido pelo menos um polímero elastomérico (a) é como definido em qualquer uma das reivindicações de 31 a 36.

25 61. Composição elastomérica reticulável de acordo com a reivindicação 59 ou 60, caracterizada pelo fato de que o referido pelo menos um composto doador de metileno (b) é como definido na reivindicação 3 ou 37.

62. Composição elastomérica reticulável de acordo com qualquer uma das reivindicações de 59 a 61, caracterizada pelo fato de que o

referido pelo menos um composto receptor de metileno (c) é como definido na reivindicação 4 ou 38.

63. Composição elastomérica reticulável de acordo com qualquer uma das reivindicações de 59 a 62, caracterizada pelo fato de que o
5 referido pelo menos um material em camada (d) é como definido em qualquer uma das reivindicações de 5 a 21, ou 39 a 43.

64. Composição elastomérica reticulável de acordo com qualquer uma das reivindicações de 59 a 63, caracterizada pelo fato de que a
10 referida composição elastomérica reticulável compreende ainda pelo menos um sal de alquil amônio ou alquil fosfônio (e) como definido na reivindicação 44 ou 45.

65. Composição elastomérica reticulável de acordo com qualquer uma das reivindicações de 59 a 64, caracterizada pelo fato de que a
15 referida composição elastomérica reticulável compreende ainda pelo menos um agente de copulação de silano (f) como definido na reivindicação 47 ou 48.

66. Composição elastomérica reticulável de acordo com qualquer uma das reivindicações de 59 a 65, caracterizada pelo fato de que a
20 referida composição elastomérica reticulável compreende ainda fibras descontínuas (g) definidas como definidas em qualquer uma das reivindicações de 50 a 52.

67. Composição elastomérica reticulável de acordo com qualquer uma das reivindicações de 59 a 66, caracterizada pelo fato de que
25 pelo menos uma carga de reforço adicional é adicionada a composição elastomérica reticulável em uma quantidade de 0 ppc a 120 ppc, a referida carga de reforço como definida na reivindicação 57.

68. Produto fabricado elastomérico reticulado, caracterizado pelo fato de ser obtido através da reticulação da composição elastomérica reticulável como definida em qualquer uma das reivindicações de 59 a 67.

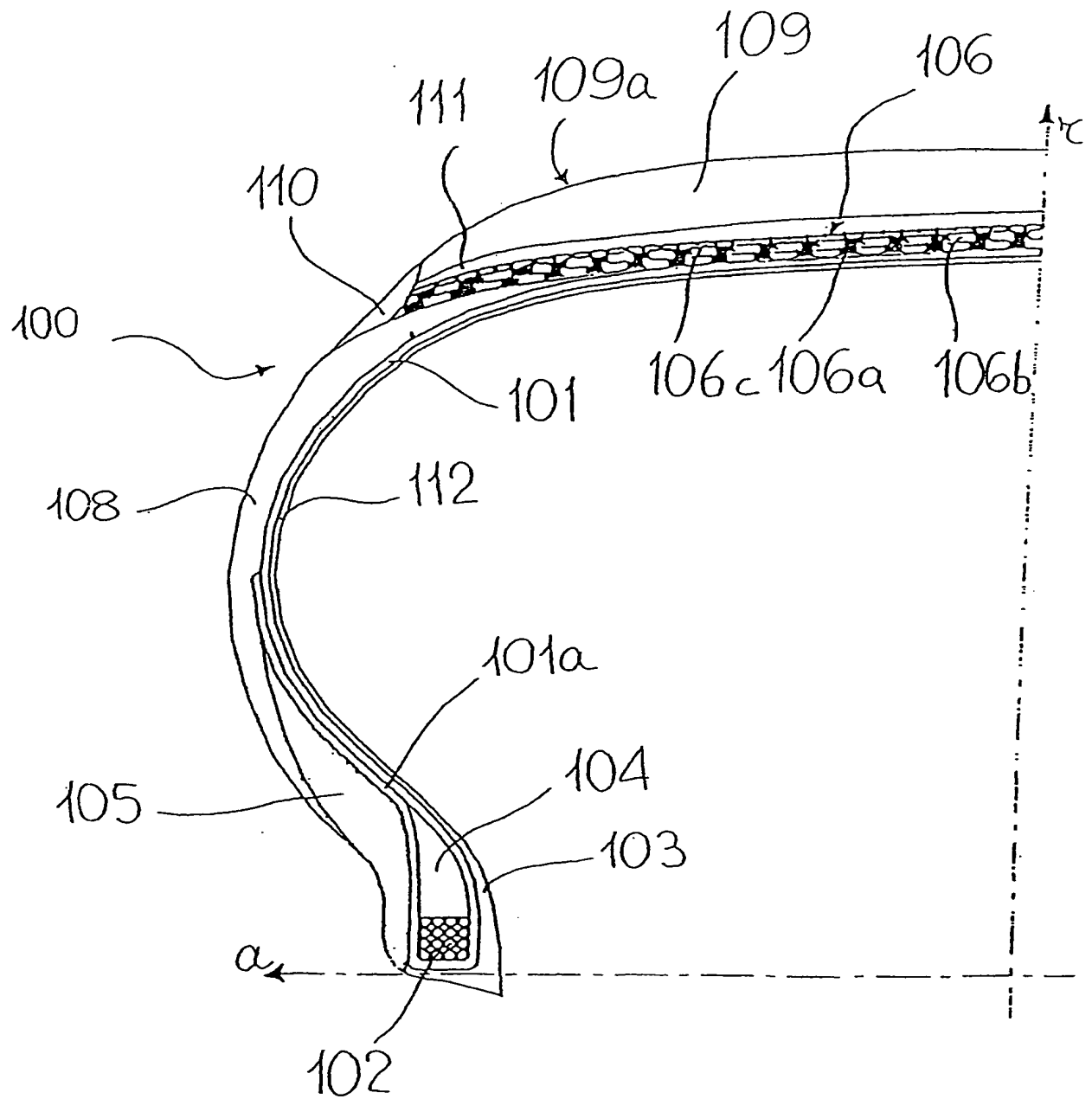


FIG. 1

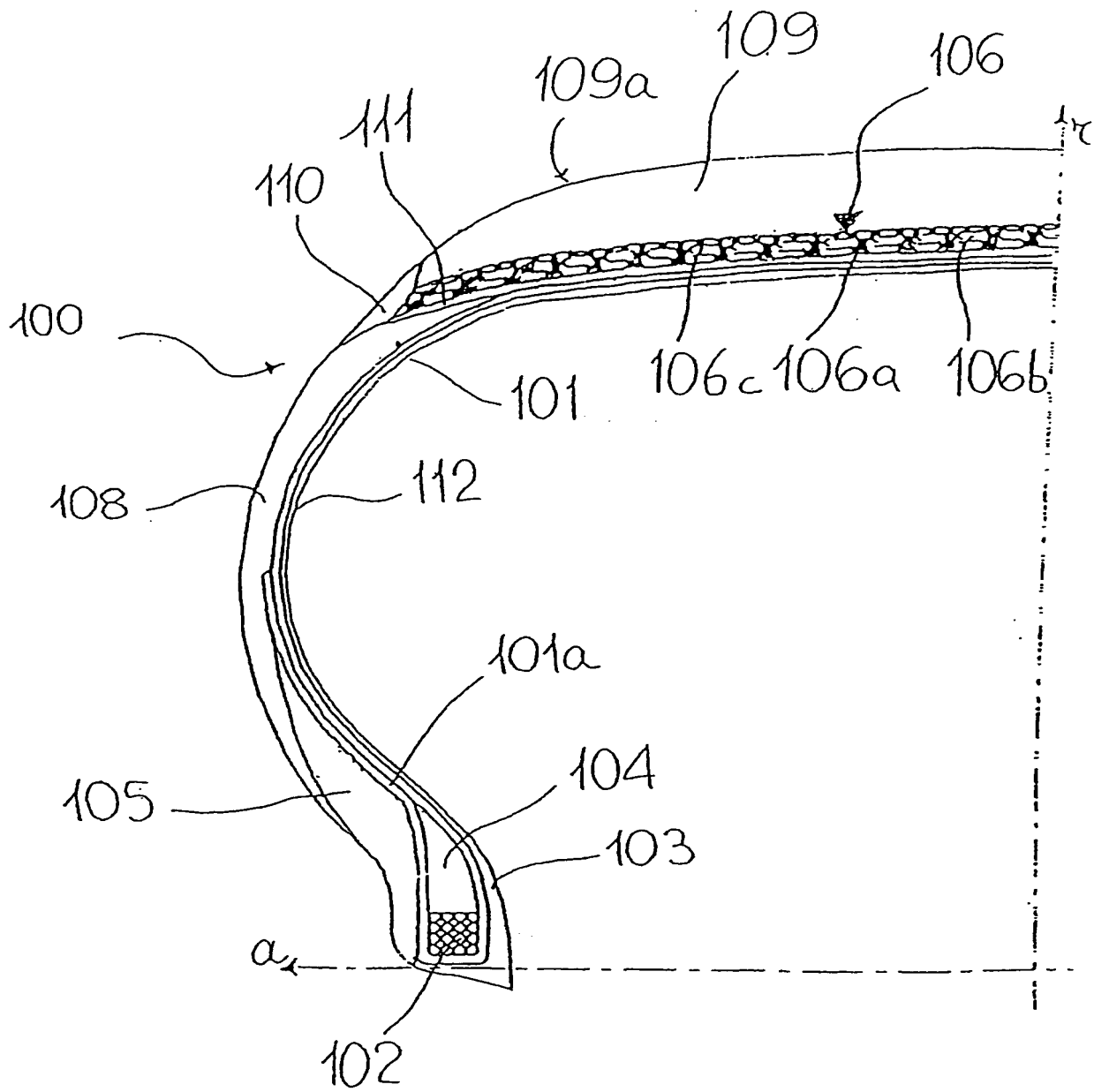


FIG. 2

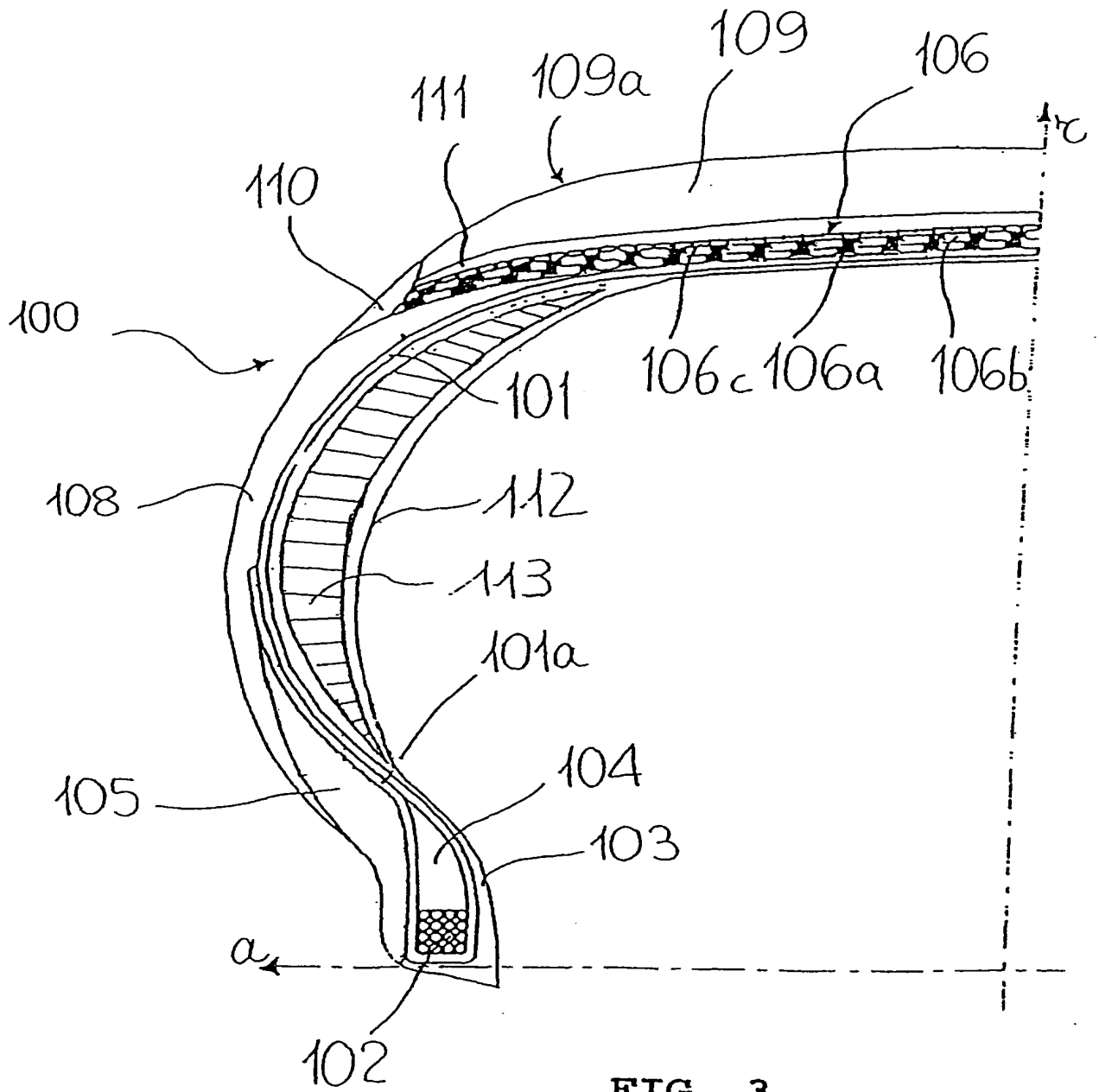


FIG. 3

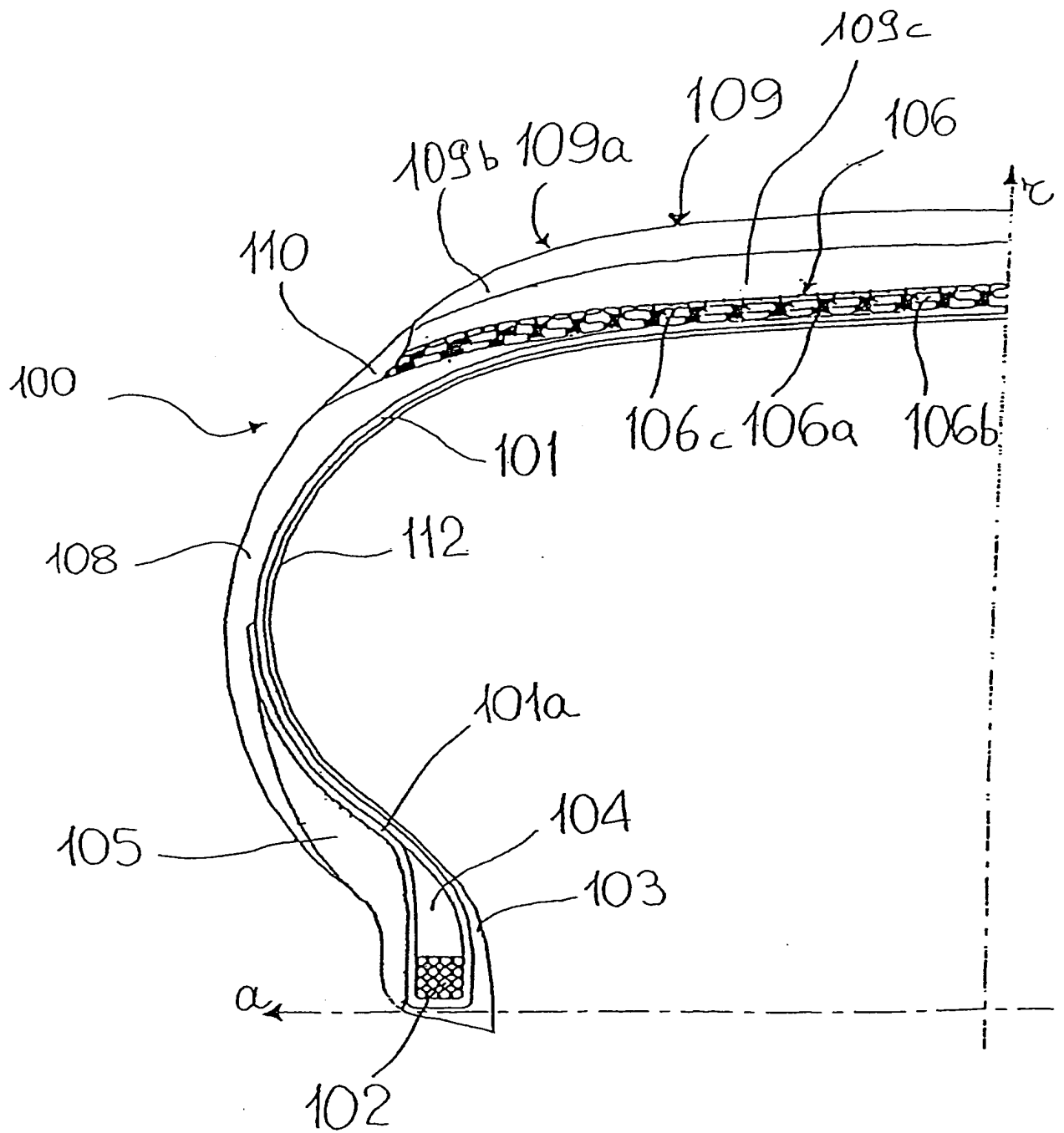


FIG. 4

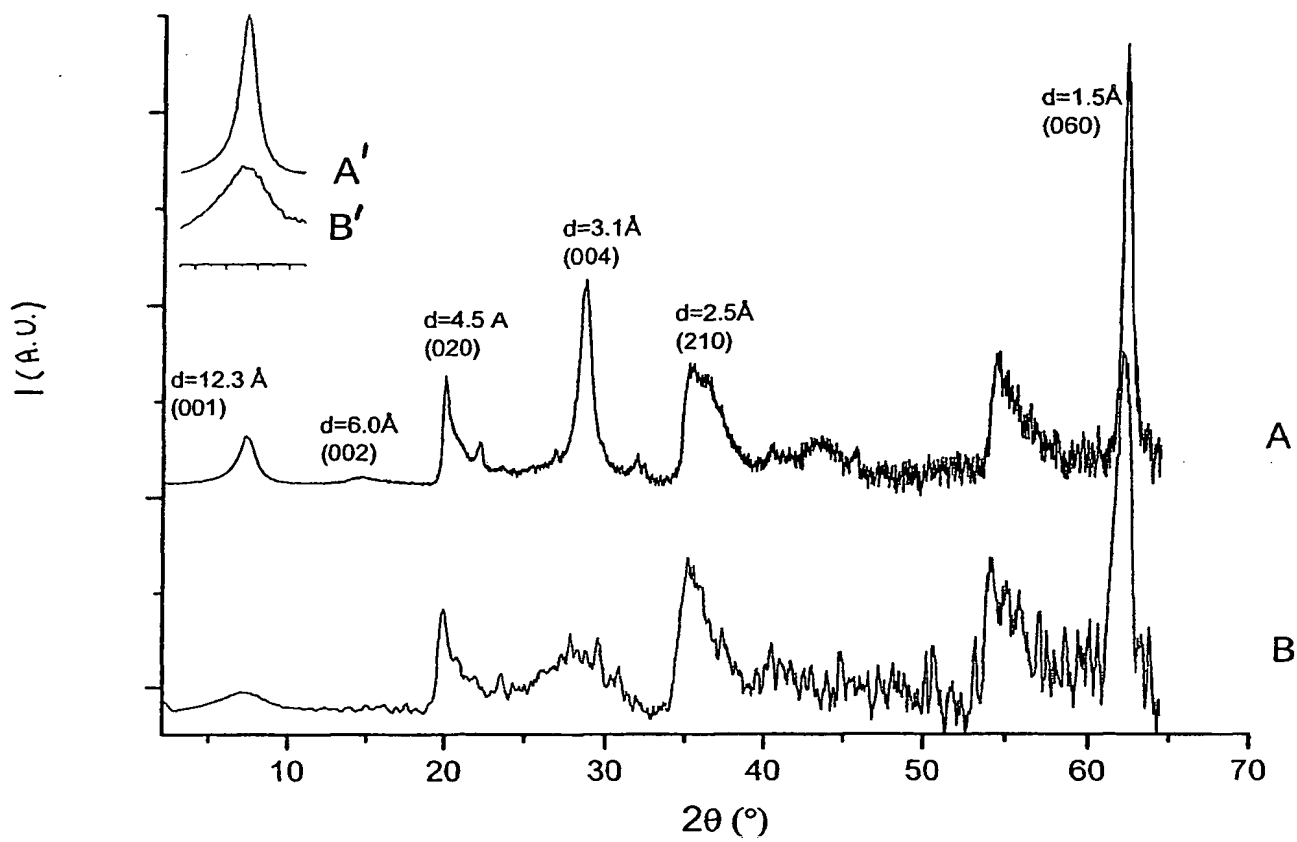


FIG. 5

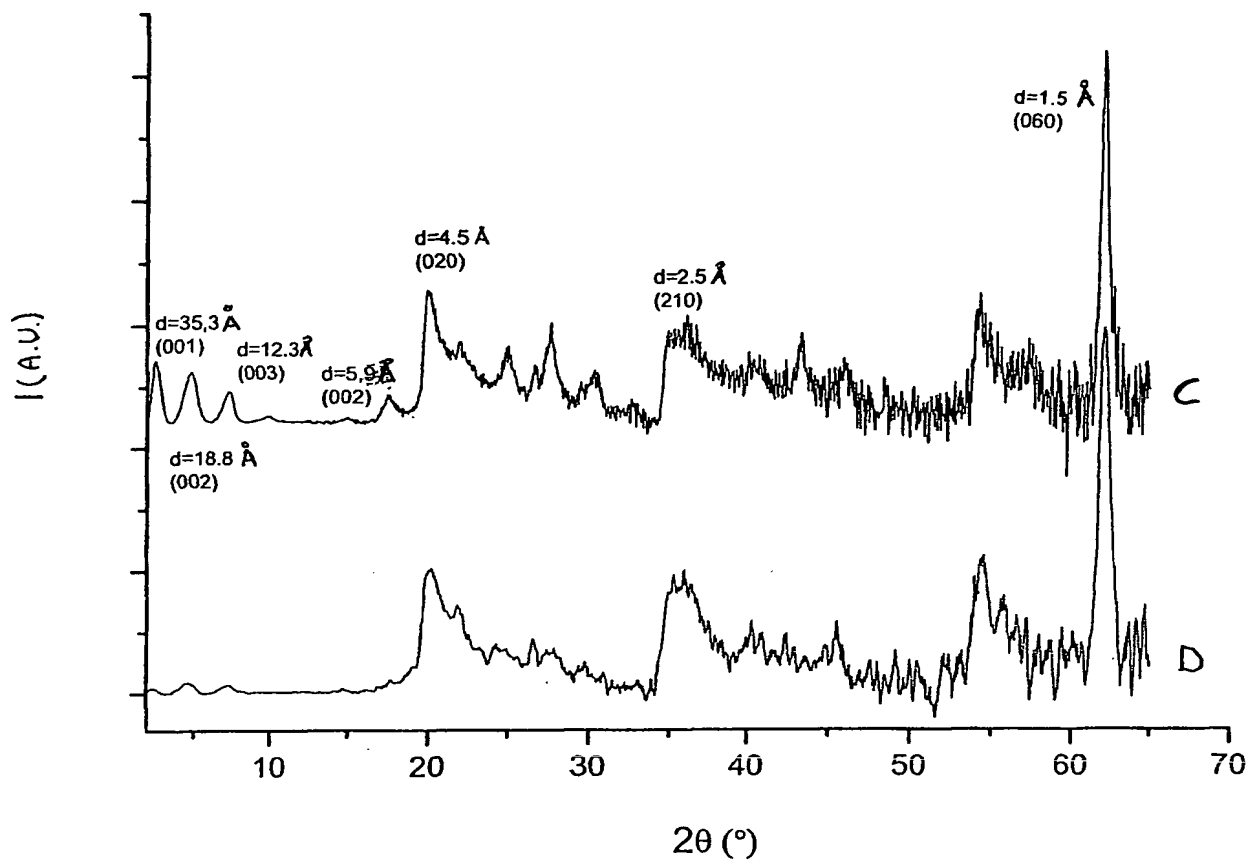


FIG. 6

RESUMO

“PNEU, COMPOSIÇÃO ELASTOMÉRICA RETICULÁVEL, E, PRODUTO FABRICADO ELASTOMÉRICO RETICULADO”

Pneu compreendendo pelo menos um elemento estrutural incluindo um material elastomérico reticulado obtido através da reticulação de uma composição elastomérica reticulável compreendendo: (a) 100 ppc de pelo menos um polímero elastomérico; (b) de 0,1 ppc a 15 ppc, preferivelmente de 0,3 ppc a 10 ppc, de pelo menos um composto doador de metileno; (c) de 0,4 ppc a 20 ppc, preferivelmente de 0,8 ppc a 15 ppc, de pelo menos um composto receptor de metileno; (d) de 1 ppc a 50 ppc, preferivelmente de 2 ppc a 40 ppc, mais preferivelmente de 4 ppc a 30 ppc, de pelo menos um material em camada, o referido pelo menos um material em camadas tendo uma espessura de camada individual de 0,2 nm a 30 nm, preferivelmente de 0,3 nm a 15 nm, mais preferivelmente de 0,5 nm a 2 nm; em que o referido pelo menos um material em camadas mostra, em um padrão de difração de energia de raios-X (XRPD), uma relação de intensidade de raios-X (R) definida de acordo com a formula seguinte: $(R) = [A_{(001)} / A_{(hk0)_{\max}}] \times 100$ em que: $A_{(001)}$ é a área de pico(001); $A_{(hk0)_{\max}}$ é a área de pico mais intenso (hk0), pelo menos um de h ou k sendo diferente de 0; menor do que ou igual a 20, preferivelmente menor do que ou igual a 15, mais preferivelmente menor do que ou igual a 10, ainda mais preferivelmente menor do que ou igual a 5. Preferivelmente, o referido pelo menos um elemento estrutural é selecionado dentre enchimento de talão, inserto de costado, subcamada da banda de rodagem, base de banda de rodagem.