



(12) **Ausschließungspatent**

(11) **DD 301 452 A7**

Erteilt gemäß § 18 Absatz 2
Patentgesetz der DDR
vom 27. 10. 1983
in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) B 29 B 17/00

DEUTSCHES PATENTAMT

| | | | | | |
|------|-----------------------|------|------------|------|------------|
| (21) | DD B 29 B / 314 170 4 | (22) | 30. 03. 88 | (45) | 04. 02. 93 |
| | | | | (47) | 07. 05. 92 |

| | |
|------|--|
| (72) | Büschleb, Hans Joachim, Dipl.-Ing.; Brommund, Dieter, Dipl.-Ing.; Wolter, Jörg, DE |
| (73) | Berliner Reifenwerk GmbH, Adlergestell 708/730, O - 1186 Berlin, DE |
| (74) | Pneumant Reifenwerke Fürstenwalde AG, Tränkeweg, O - 1240 Fürstenwalde, DE |

(54) **Verfahren zur Replastizierung von Altgummi**

(55) Altgummi; Replastizierung; Wiedereinsatz; Gummierzeugnisse; Doppelschneckenextruder; Molekülstruktur
(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Replastizierung von Altgummi. Der in großen Mengen anfallende Altgummi soll mit zeitlich und energetisch geringem Aufwand so replastiziert werden, daß der Einsatz in hochwertigen Gummierzeugnissen, wie z. B. für Reifenmischungen, durch Beibehaltung der Elastomer-Molekülstruktur erfolgen kann. Gemäß Erfindung wird Altgummimehl mit einer Korngröße von 1-2mm unter Verwendung von Weichmachern, Devulkanisationsmitteln und Aktivatoren in einem speziell ausgelegten Doppelschneckenextruder im Temperaturbereich von 65-100°C einer mechano-chemischen Reaktion unterzogen.

Patentansprüche:

Verfahren zur Replastizierung von Altgummi unter Verwendung von flüssigen Weichmachern, Devulkanisationsmitteln und Aktivatoren, wobei der Altgummi in zerkleinerter Form eingesetzt wird, gekennzeichnet dadurch, daß Altgummimehl in einer Korngröße von maximal 4 mm eingesetzt wird und der Vorgang der Replastizierung mittels Gleichlauf-Doppelschneckenextruder durchgeführt wird, wobei die Doppelschnecke eine Gesamtlänge von 35 D aufweist, ab einer Schneckenlänge von 15 D ein kombinierter Misch- und Knetsatz aus Dreiecksknetscheiben mit Rechts- und Linkssteigung angeordnet ist und die Temperatur im Bereich bis 20 D auf 80–120°C im Bereich 20–35 D stufenweise auf eine Austrittstemperatur von ca. 40°C bis maximal 65°C geregelt wird.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Replastizierung von Altgummi, konkret Protoktorreifengummi und ähnliche Substanzen, nach dem der bereits vorzerkleinerte Altgummi mit Weichmachern und Chemikalien vermischt und in einem kontinuierlichen Prozeß replastiziert wird.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Bekanntes Verfahren gehen davon aus, daß der Altgummi vorzerkleinert wird, mit Weichmachern und Chemikalien versetzt und einer thermischen Behandlung bis zu 2 Std. bei ca. 160°C ausgesetzt wird. Diese thermische Behandlung erfolgt größtenteils in oxydierender Atmosphäre.

Der Nachteil dieser Verfahren besteht darin, daß bei der thermisch-oxydativen Einwirkung die Elastomer-Molekülketten weitgehend zerstört werden, wodurch die elastischen Eigenschaften des Altgummis verlorengehen und derartig aufbereiteter Altgummi nur in geringen Mengen in hochwertigen elastischen Produkten oder für minderwertige Anwendungsfälle eingesetzt werden kann. Zur Schonung des Altgummis wurden auch Entwicklungen durchgeführt, unter Inertgasatmosphäre thermisch zu replastizieren.

Diese Verfahren sind sehr kostenintensiv, die Qualitätsverbesserungen halten sich in Grenzen, weil auch hierbei hohe Temperaturen für die Replastizierung erforderlich sind.

Gemäß DD-AP 148 500 erfolgt die chemische Replastizierung von Altgummi unter Verwendung von Weichmachern und reduzierenden Chemikalien in hochtourigen Kreiselmischern. Der zerkleinerte Altgummi, der in kleinen Teilchen von höchstens 1 mm vorliegt, wird mit Hilfe chemischer Reduktionsmittel abgebaut. Dies erfolgt in einer festen Phase bei Temperaturen um 100°C, vorzugsweise bei 80°C, durch Umrühren in einem Pulvermischer, bis das Reduktionsmittel im wesentlichen vollständig reagiert hat. Dieser Vorgang dauert ca. 30 min. Ohne zusätzliche mechanische Nachbearbeitung kann der replastizierte Altgummi verwendet werden. Nachteilig hierbei ist jedoch, daß der Altgummi auf eine Teilchengröße kleiner als 1 mm vorzerkleinert werden muß, was mit einem hohen Aufwand verbunden ist und nur durch kryogene Vormahlung zu erreichen ist. Diese geringe Korngröße ist notwendig, weil die Eindringtiefe der Reduktionsmittel in die Altgummiteilchen gering ist. Ein weiterer Nachteil dieses Verfahrens ist, daß die Replastizierung diskontinuierlich erfolgt.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, mit geringem Zerkleinerungsaufwand ein Replastikat herzustellen.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Aufgabe der Erfindung ist es, die Eindringtiefe der Chemikalien mittels mechanischer Maßnahmen zu gewährleisten.

Gelöst wird diese Aufgabe, indem ein Doppelschneckenextruder mit Altgummi der Teilchengröße bis maximal 4 mm beschickt wird. Dieser Altgummi ist mit bekannten flüssigen Weichmachern, Devulkanisationsmitteln und Aktivatoren vermischt. Der Doppelschneckenextruder ist dabei wie folgt gestaltet:

- die Schneckenlänge beträgt mindestens 20 D und maximal 35 D;
- im Bereich 40% bis 60% der Schneckenlänge ist ein kombinierter Misch- und Knetsatz aus Dreiecksknetscheiben mit Rechts- und Linkssteigung angeordnet.

Die Temperaturführung erfolgt dabei folgendermaßen:

- im Bereich der Einzugszone auf 80–120°C;
- im Bereich des Knetsatzes 100–120°C und
- im Bereich des Austritts stufenweise Regelung auf die Austrittstemperatur von 40–65°C.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll nachstehend an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert werden.

In einer Doppelwellenknetmaschine wird der vorzerkleinerte Altgummi mit 10%, bezogen auf die Altgummimenge, hochpolaren flüssigen Weichmachern, bestehend aus ungesättigten Karbonsäuren und Harzsäuren, 1% Mercaptobenzothiazol, 0,5% Guanidin und 2% Zinkoxyd, intensiv vorgemischt.

Dieses Gemisch gelangt in einem Gleichlauf-Doppelschneckenextruder, in dem die Replastizierung des Altgummis erfolgt. Die Schneckendurchmesser betragen 90 mm. Die Schneckenlänge beträgt mindestens 25 D, vorzugsweise 35 D.

Die Temperaturführung ist in den verschiedenen Schneckenzonen gemäß Erfindung zu regeln. In dem Bereich 0–15 D sind doppelgängige Schneckenelemente mit einer abnehmenden Steigung von 144 mm bis 100 mm angeordnet. Im Bereich 15–20 D ist ein kombinierter Misch- und Knetblock angeordnet, bestehend aus Dreiecksknetscheiben 4 mm × 20 mm linkssteigend und 4 mm × 40 mm rechtssteigend. An diese Knetblockkombination schließen sich wieder doppelgängige Schneckenelemente mit abnehmender Steigung von 144 mm bis 100 mm bis zum Austrag an.

Die Temperaturführung über die Schneckenlänge wird wie folgt eingestellt: Im Bereich 0–20 D wird der Schneckenzyylinder auf 80–120°C, vorzugsweise 100°C, geregelt. Nach dem Knetblock treten erhöhte Temperaturen auf. Im Bereich 20–35 D wird der Schneckenzyylinder stufenweise bis auf ca. 30–65°C heruntergekühlt, so daß die Austrittstemperatur des Replastikates diesem Bereich entspricht. Die Beschickung des Extruders wird mit einer stufenlos regelbaren Dosierschnecke eingestellt. Die Drehzahl der Dosierschnecke beträgt 15–30 U min⁻¹, vorzugsweise 23 U min⁻¹. Der Durchsatz beträgt 200–250 kg/h. Die optimale Drehzahl der Doppelschnecke beträgt 80–150 U min⁻¹, vorzugsweise 120 U min⁻¹.

Die Stromaufnahme der Extruderschnecken beträgt während des Betriebes bei optimaler Verarbeitung des Produktes 0,1–0,2 kA, vorzugsweise 0,15 kA.

| Ausführungsvarianten | I | II |
|---------------------------|------------|-----------|
| Extruderspezifikation: | | |
| Schneckendurchmesser (mm) | 90 | 125 |
| L/D-Verhältnis | 35 | 20 |
| Schneckenrichtung | Gleichlauf | Gegenlauf |

Kennwerte des Replastikates bei 20% Einsatz in Frischmischung (Protector)

| | | | ohne Replastikat |
|-----------------------------|------|------|------------------|
| Festigkeit (MPa) | 11,0 | 9,5 | 11,5 |
| Dehnung (%) | 480 | 390 | 460 |
| Weiterreißwiderstand (kN/m) | 17,7 | 14,2 | 16,4 |

Die in der Ausführungsvariante I erreichten Kennwerte entsprechen den äquivalenten Rohstoffeigenschaften der Frischmischung.