



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr ———

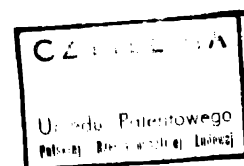
Int. Cl.³ C08J 11/00
B29C 29/00

Zgłoszono: 30.12.80 (P. 228921)

Pierwszeństwo ———

Zgłoszenie ogłoszono: 13.11.81

Opis patentowy opublikowano: 31.01.1984



Twórcy wynalazku: Maciej Andreas, Józef Danielczyk, Jerzy Kwiatkowski

Uprawniony z patentu tymczasowego: Poznańskie Zakłady Opon Samochodowych „Stomil”,
Poznań (Polska)

**Sposób wytwarzania regeneratu kauczuku butylowego
sieciowanego żywicami fenolowoformaldehydowymi
metodą kotłowo-parową**

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania regeneratu kauczuku butylowego sieciowanego żywicami fenolowoformaldehydowymi metodą kotłowo-parową.

Nie są znane metody wytwarzania regeneratu kauczuku butylowego wulkanizowanego przy pomocy żywic fenolowoformaldehydowych. Znany jest natomiast, sposób wytwarzania regeneratów kauczuków różnych typów wulkanizowanych siarką metodą kotłowo-parową. Sposób ten polega na spęcznieniu rozdrobnionego do wielkości cząstek około 1 mm miazgi gumowego w mieszalnikach ogrzewanych przeponowo, przy udziale czynników zmiękczających. Spęcznioną masę poddaje się regeneracji w atmosferze pary wodnej, w temperaturze około 200°C, w czasie około 90 minut i pod ciśnieniem około 1 MPa. Następnie rafinuje się masę pokotłową, otrzymując regenerat w postaci folii. Zastosowanie znanego sposobu do wytwarzania regeneratu kauczuku butylowego sieciowanego żywicami fenolowoformaldehydowymi nie daje pozytywnych rezultatów. Rozdrabnianie złomu butylowego do wielkości cząstek około 1 mm, szczególnie pochodzącego ze złomowanych grzejek i membran stosowanych w produkcji opon, prowadzi do zapychania się sit. Przyczyną występowania tej niedogodności jest stosunkowo niski stopień usieciowania kauczuku zawartego w tych wyrobach. Również i z tej przyczyny nie jest możliwe rozdrabnianie złomu butylowego w młynach tarczowych. Także przeprowadzanie procesu regeneracji, zgodnie ze znanym sposobem, nie przynosi pozytywnych rezultatów.

Celem wynalazku jest opracowanie sposobu wytwarzania regeneratu kauczuku butylowego sieciowanego żywicami fenolowoformaldehydowymi.

Stwierdzono, że cel ten spełnia sposób wytwarzania według wynalazku.

Sposób według wynalazku polega na tym, że poddaje się regeneracji złom gumowy w temperaturze od 250 do 300°C, w atmosferze pary wodnej, pod ciśnieniem od 2,5 do 4,0 MPa i w czasie od 30 do 150 minut. Regenerację złomu butylowego zawierającego wysokousieciowane kauczuki prowadzi się z dodatkiem od 1 do 3% wagowych oleju sosnowego. Następnie homogenizuje się masę poregeneracyjną na łamaczu do gumy i walcierce frykcyjnej. Podczas tej operacji zachodzi również dalsza regeneracja masy na drodze termomechanicznej.

Stwierdzono, że obecność dwusiarczku dwuksylilu w ilości 1% wagowego korzystnie wpływa na efektywność procesu regeneracji sposobem według wynalazku.

Nieoczekiwanie okazało się, że zastosowanie odpowiednio dobranego wyższego ciśnienia pary wodnej i wysokiej temperatury umożliwia wytwarzanie regeneratu kauczuku butylowego wulkanizowanego żywicami metodą kotłowo-parową. Regenerat, otrzymany sposobem według wynalazku, posiada dobre własności przerobowe i umożliwia otrzymanie wulkanizatów charakteryzujących się stosunkowo wysokimi parametrami fizyko-mechanicznymi.

Przykład I. Pocięty złom gumowy pochodzący z grzejek i membran butylowych wulkanizowanych żywicami umieszcza się w autoklawie obrotowym i przeprowadza się proces regeneracji w temperaturze 250°C w czasie 60 minut. Proces prowadzi się pod ciśnieniem 3,0 MPa, w obecności pary wodnej. Następnie wyładowuje się autoklaw i chłodzi regenerowaną masę, po czym przeprowadza się obróbkę mechaniczną. W tym celu masę pokotłową przepuszcza się jednokrotnie przez łamacz i homogenizuje się na walcach frykcyjnej przez okres 10 minut.

W celu określenia własności fizyko-mechanicznych otrzymanego tym sposobem regeneratu wykonuje się mieszankę gumową o następującym składzie:

— regenerat butylowy	— 100,0	części wagowych
— siarka	— 1,5	części wagowych
— przyspieszacz M	— 0,3	części wagowych
— przyspieszacz D	— 0,126	części wagowych

Wulkanizaty wykonane z powyższej mieszanki, wulkanizowane w temperaturze 160°C w czasie 20 minut, posiadają następujące własności:

— elastyczność (%)	— 8
— twardość (°Sh)	— 71
— moduł 100 (MPa)	— 2,6
— moduł 300 (MPa)	— 7,7
— wydłużenie (%)	— 480
— wytrzymałość (MPa)	— 11,6
— wydłużenie trwałe (%)	— 26

Przykład II. 100 części wagowych złomu butylowego umieszcza się w autoklawie obrotowym. Następnie dodaje się 3 części wagowych oleju sosnowego i przeprowadza proces regeneracji w czasie 50 minut, stosując pozostałe warunki procesu podane w przykładzie I.

Regenerat otrzymany zgodnie z przykładem II posiada te same własności fizyko-mechaniczne, co regenerat otrzymany i przebadany zgodnie z przykładem I. Regeneraty te różnią się jedynie własnościami reologicznymi.

Przykład III. 100 części wagowych pociętego złomu butylowego umieszcza się w autoklawie obrotowym. Następnie dodaje się 2 części wagowych oleju sosnowego i 1 część wagową dwusiarczku dwuksylilu, po czym przeprowadza się proces regeneracji, stosując warunki podane w przykładzie I i czas 40 minut. Otrzymaną masę poregeneracyjną poddaje się obróbce mechanicznej na łamaczu i walcach frykcyjnej — zgodnie z reżimem technologicznym podanym w przykładzie I.

Regenerat otrzymany zgodnie z przykładem III posiada własności fizyko-mechaniczne zbliżone do własności podanych dla regeneratu otrzymanego zgodnie z przykładem I. Różni się on od regeneratów otrzymanych zgodnie z przykładami I i II jedynie własnościami reologicznymi.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania regeneratu kauczuku butylowego sieciowanego żywicami fenolowo-formaldehydowymi metodą kotłowo-parową, **znamienny tym**, że złom gumowy poddaje się regeneracji w temperaturze od 250 do 300°C, w atmosferze pary wodnej, pod ciśnieniem od 2,5 do 4,0 MPa i w czasie od 30 do 150 minut, ewentualnie z dodatkiem od 1 do 3% wagowych oleju sosnowego, po czym przeprowadza się homogenizację i mechaniczną degradację zregenerowanej masy.

2. Sposób wytwarzania według zastrz. 1, **znamienny tym**, że proces regeneracji prowadzi się w obecności 1% wagowego dwusiarczku dwuksylilu.