



No. 12-152963- -00000-0000

Fecha: 2012-09-06 15:15:29 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYI Eve: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 53

Industria y Comercio

SUPERINTENDENCIA

SOLICITUD

PATENTE DE INVENCION

21. **EXPEDIENTE No.**

54. **TITULO: MÉTODO Y APARATO PARA REGENERAR CAUCHO VULCANIZADO**

51. **CLASIFICACION INTRNACIONAL C08C 19/08**

71. **SOLICITANTE: PHOENIX INNOVATION TECHNOLOGY INC**

DOMICILIO: Québec, Canadá

74. **APODERADO DILIA RODRIGUEZ D'ALEMAN**

22. **BOGOTÁ, D.C.**

Industria y Comercio SUPERINTENDENCIA	SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO  No. 12-152963- -00000-0000 Fecha: 2012-09-06 15:15:29 Dep. 2020 DIR.NUEVASCH Tra. 11 PATENTEIYII Eve: 378 FASENACIONAL Act. 411 PRESENTACION Folios: 53
--	--

DIRECCIÓN DE NUEVAS CREACIONES
SOLICITUD FASE NACIONAL – PCT

1	TIPO DE SOLICITUD	☒ Patente de invención ☒ Capítulo I	☐ Patente de Modelo de Utilidad ☐ Capítulo II
2	DATOS SOLICITUD INTERNACIONAL PCT (86)		
Solicitud Internacional No.		PCT/CA2011/000285	Fecha 15 de Marzo de 2011
Publicación Internacional No.		WO 2011/113148 A1	Fecha 22 de Septiembre de 2011
3	TÍTULO DE LA INVENCIÓN (200 caracteres o espacios máximos)		
MÉTODO Y APARATO PARA REGENERAR CAUCHO VULCANIZADO			
4	CLASIFICACIÓN INTERNACIONAL (CIP) C08C 19/08		
5	SOLICITANTE (S) ☐ Esta persona también es inventor. Para datos adicionales utilizar hoja de información complementaria		
APELLIDOS O RAZÓN SOCIAL		NOMBRE	IDENTIFICACIÓN
PHOENIX INNOVATION TECHNOLOGY INC			
6	DATOS DEL SOLICITANTE		
DIRECCIÓN: 2 Westmount Square, apt. 1204 Westmount,		No. TELÉFONO:	
CIUDAD: Québec H3Z 2S4,		CORREO ELECTRONICO:	
PAÍS DE RESIDENCIA: Canadá		LUGAR DE CONSTITUCIÓN: Canadá	
7	INVENTOR (ES)		
APELLIDOS		NOMBRES	NACIONALIDAD
1. MARTEL,		Sylvain	Canadiense
2.MURPHY,		Stephen	Canadiense
3.LEGAULT,		Patrick	Canadiense
DIRECCIÓN DE CORREO ELECTRÓNICO:			
8	DATOS INVENTOR (ES)		
PAÍS RESIDENCIA	CIUDAD	DIRECCIÓN	
1. Canadá	Québec J7E 3P6,	4 Boulevard Belisle Sainte-Thérèse,	
2. Canadá	Québec H9C 1T8,	483 Pierre-Boileau LÎle-Bizard Montréal,	
3. Canadá	Québec J0S 1T0,	8 rue 236, Saint-Louis de Gonzague,	
OTRO(S) SOLICITANTE(S) Y/O (OTRO(S)) INVENTOR(ES)			
☐ Los demás solicitantes y/o (demás) inventores se indican en una hoja a continuación.			
9	☐ REPRESENTANTE LEGAL ☒ APODERADO		
APELLIDOS		NOMBRES	IDENTIFICACIÓN
RODRIGUEZ D'ALEMAN		DILIA MARIA	C.C. 41.654.882 T.P.20824 CSJ
DIRECCIÓN	Cra. 11 No. 86 – 53 Piso 6	No. TELÉFONO	6181088
CIUDAD	Bogotá, D.C.	CORREO ELECTRÓNICO	notificaciones@clarkemodet.com.co
PAÍS	Colombia		
10	DECLARACIONES DE PRIORIDAD ☒ SI ☐ NO		
(33) PAÍS DE ORIGEN	CÓDIGO PAÍS	(31) NÚMERO	(32) FECHA AAA/MM/DD
Estados Unidos de América	US	61/313.871	2010/03/15

11	DECLARACIÓN SOBRE USO DE RECURSOS GENÉTICOS O BIOLÓGICOS		
Declaro que el objeto de la presente solicitud de patente fue obtenido a partir de recursos genéticos o biológicos de los que cualquiera de los países miembros de la Comunidad Andina es país de origen.			
☐ SI ☐ NO			
Nota: En caso afirmativo deberá anexar copia del contrato de acceso de recursos genéticos o productos derivados, o certificado o número de registro, expedido por la Autoridad competente.			
12	DECLARACIÓN SOBRE USO DE CONOCIMIENTOS TRADICIONALES		
Declaro que el objeto de la presente solicitud de patente fue obtenido a partir de conocimientos tradicionales de comunidades indígenas, afroamericanas o locales de países miembros de la Comunidad Andina.			
☐ SI ☐ NO			
Nota: En caso afirmativo deberá anexar la licencia o autorización de uso de conocimiento tradicional, o certificado, o número de registro expedido por la Autoridad competente.			
13	REDUCCIÓN DE TASAS		
Declaro que carezco de medios económicos para presentar la solicitud de patente.			
☐ SI ☐ NO			
Nota: En caso de ser persona natural y carecer de medios económicos, y por lo tanto, aplique la reducción de tasas a que se refiere la resolución vigente en tarifas, debe firmar la presente solicitud bajo la gravedad de juramento.			
Micro, pequeñas y medianas empresas ☐			
Universidades públicas o privadas ☐			
Entidades sin ánimo de lucro ☐			
Debe aportar los documentos que se indican en el numeral 17 de anexos			
14	AUTORIZACIÓN DE NOTIFICACIÓN EN LÍNEA ☐ SI ☐ NO		
Manifiesto que he leído y entendido perfectamente los términos y condiciones de uso de medios electrónicos para las notificaciones en línea a través de Internet de los actos administrativos proferidos por la Superintendencia de Industria y Comercio que deben ser notificados personalmente y, en consecuencia, autorizo el servicio de notificación a través de internet.			
15	COMPROBANTE DE PAGO O PAGO ELECTRÓNICO	Nº 12-80814 12-80780	Fecha 06/08/2012 06/08/2012
16	FIRMA DEL APODERADO :		
 DILIA MARÍA RODRÍQUEZ D'ALEMAN C.C. 41.654.882 T.P. 20824 CSJ			
17	ANEXOS		
Documentación Técnica Solicitud Internacional en castellano		Documentación Jurídica	
1. ☒ Descripción Nº de folios: 34		9. ☐ Poderes, si fuera el caso.	
2. ☒ Reivindicaciones Nº Reivindicaciones: 35		10. ☐ Documento que legalmente pruebe la cesión del inventor al solicitante o a su causante.	
3. ☒ Dibujos y/o figuras Nº folios: 6		11. ☐ Copia del contrato de acceso de recursos genéticos o productos derivados, certificado o número de registro, si fuera el caso.	
4. ☒ Resumen.		12. ☐ Copia de la licencia o autorización de Conocimientos Tradicionales, certificado o número de registro, si fuera el caso.	
5. ☐ Certificado de depósito de material biológico si fuera el caso.		13. Reducción de tasas	
6. ☐ Listado de secuencias de nucleótidos y/o aminoácidos en forma digital si fuera el caso.		Micro, pequeñas o medianas empresas	
7. ☐ Arte final 12 x 12.		☐ Copia simple de la declaración de renta del año inmediatamente anterior, o en su defecto prueba documental idónea.	
8. ☐ Anexo formato digital.		☐ Documento de constancia de cumplimiento con lo establecido en la ley 905 de 2004.	
		Universidades públicas o privadas	
		☐ Copia acto de reconocimiento institucional emitido por el Ministerio de Educación	
		Entidades sin ánimo de lucro	
		☐ Copia de registro vigente en Cámara de comercio.	
		☐ Hoja de información complementaria.	
		☐ Otros, especificar	
		14. ☒ Comprobante de pago de la tasa de presentación de la solicitud.	
		15. ☐ Comprobante de pago por reivindicación de prioridad.	
		16. ☐ Comprobante de pago de la tasa por concepto de excedente de palabras en la publicación.	
		17. ☒ Comprobante de pago por reivindicación adicional a 10.	
		P-3485	

MÉTODO Y APARATO PARA REGENERAR CAUCHO VULCANIZADO

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere al campo de reciclado, producción y uso de caucho regenerado o reprocesado, y más particularmente, pero no exclusivamente, a un nuevo método y aparato ambientalmente amistosos o "verdes" para regenerar caucho en partículas vulcanizadoa partir de desechos.

Descripción del estado de la técnica

10 Los neumáticosconstituyen una de las mayores y más problemáticas fuentes de desperdicio, debido al gran volumen de producción y a su durabilidad. Las mismas características que hacen que los neumáticos de desecho representen semejante
15 problema también hacen que sean uno de los materiales de desechos más reutilizados, dado que el caucho presenta gran resiliencia y puede ser usado nuevamente en otros productos. Los neumáticosy otros artículos de caucho también se reciclan a menudo para ser utilizados, por ejemplo, como combustibles derivados de gomas, en aplicaciones de ingeniería civil, en campos de deporte y en nuevos productos de
20 calzado.

Los neumáticosestán hechos básicamente de caucho, pero su composición química depende del origen. Por ejemplo,los neumáticos de camiones, los neumáticos de
25 automóviles y losneumáticos de vehículos todo terreno están fabricados principalmente con caucho estireno-butadieno (SBR) y caucho natural en diferentes concentraciones.

El caucho de desecho también proviene de otras fuentes tales como vibradores y sellos; canales para vidrios; radiadores;mangueras para jardín y aparatos electrodomésticos; tuberías; arandelas; correas; aislación eléctrica, y bordes de conos de parlantes. El
30 cauchotambién se usa como medio de resistencia al agua en instalaciones de juntas para cables poliméricos de alto voltaje, membranas de techo, geomembranas, artículos mecánicos de caucho, modificación a impactos de plástico, vulcanizados de termoplásticos, como aditivo de aceite para motores, revestimiento para estanques,junturas de cables eléctricos, techos de VR, y aplicaciones de cotas de
35 malla. En estos casos específicos, el caucho está hechoprincipalmente de monómeros del etileno-propileno-dieno (EPDM) (caucho de clase M).

000001

2

Por "regeneración" del caucho se entiende que el caucho vulcanizado original sobreleva una desvulcanización parcial, y además una modificación de sus distintas propiedades, tales como área superficial, diámetro de tamiz o densidad.

5

La desvulcanización es un método potencial de reciclado o recuperación de caucho de neumáticos de desecho. La desvulcanización de caucho tiene muchos años, pero ha surgido un renovado interés en el tema durante los últimos diez o quince años debido a una preocupación incrementada, pública y regulatoria, para administrar apropiadamente el desecho de neumáticos. Tal como lo indica su nombre, en el proceso de la desvulcanización, la estructura del caucho vulcanizado de desecho es modificada. El material desvulcanizado resultante puede ser revulcanizado o transformado en productos de utilidad. El caucho desvulcanizado es una forma altamente valorizada de caucho de desecho.

15

Por "vulcanización" se entiende que hay un proceso termo-químico que incorpora azufre y enlaces cruzados de azufre en una mezcla de moléculas de caucho a fin de proporcionar elasticidad y otras propiedades deseadas en productos manufacturados de caucho. En el proceso, los átomos de azufre se unen químicamente a las moléculas de carbono de las moléculas de caucho y sirven como enlaces cruzados (uniones químicas) entre las moléculas sulfídicas del caucho. El proceso de vulcanización es irreversible en condiciones atmosféricas estándar de temperatura y de presión.

20

Histórica y prácticamente, el concepto de desvulcanización del caucho consiste en la ruptura de enlaces intermoleculares de la estructura química, tales como enlaces carbono-azufre (C-S) y/o azufre-azufre (S-S), produciéndose adicionalmente el acortamiento de las cadenas. Desde el punto de vista químico, la desvulcanización es el proceso de división de los enlaces cruzados monosulfídicos, disulfídicos, y polisulfídico (enlaces carbono-azufre o azufre-azufre) de caucho vulcanizado. De manera ideal, el caucho desvulcanizado puede ser revulcanizado con o sin el uso de otros compuestos.

25

30

Los diferentes tipos de procesos de vulcanización modifican también otras propiedades de los cauchos. Estos procesos provocan la reducción de algunas propiedades con relación a las del caucho precursor. Idealmente, la desvulcanización resultaría en un producto que podría servir como sustituto del caucho virgen, tanto en términos de propiedades como de costo de fabricación.

35

000083
2

En la actualidad, existen varios mercados importantes en uso para el reciclado de elastómeros o caucho de desecho: combustible derivado de neumáticos, productos troquelados o estampados a partir de carcassas de neumáticos, alfombras y muchas aplicaciones de bajo costo que utilizan tecnologías para la adhesión del caucho en partículas. Diferentes métodos patentados revelaron una desvulcanización química parcial del caucho de desecho utilizando un tratamiento químico que involucra energía térmica, mecánica y otras formas de energía tales como tratamiento ultrasónico. Ver por ejemplo las patentes de US Nos. 4,148,763 (Bryson), 5,798,394 (Myers et al.); 6,133,413 (Mouri et al.) y 6,548,560 (Kovalak et al.), y la solicitud de patente francesa No. 2,846,661 (Schaumburg). Sin embargo, los temas vinculados con caucho regenerado derivado de algún tratamiento químico de caucho vulcanizado, no son alternativas prometedoras para soluciones que preserven el medio ambiente.

A continuación se describen procesos para reciclar caucho y las maneras principales para llevar a cabo dicho reciclado. Para un mayor detalle, se puede consultar el artículo de Bill Klingensmith, "Recycling, production and use of reprocessed rubbers", Rubber World, Marzo 1991, páginas 16 – 21.

Reciclado por ultrasonido: El ultrasonido de alta energía se aplica al caucho curado durante la extrusión, en donde la alta presión, el calor y la energía mecánica que rompen los enlaces cruzados del azufre, hacen del extrudado un nuevo material similar al caucho goma, que puede ser re-curado y moldeado en nuevos productos de caucho.

Pirolisis de neumáticos: El método de pirolisis para reciclado de neumáticos usados es una técnica que utiliza un mecanismo especial para calentarlos. Los neumáticos usados en un horno cerrado, con ambiente libre de oxígeno, para fundir los neumáticos en los materiales de los cuales fueron hechos.

Reciclado por microondas: Las microondas excitan el caucho hasta llegar a un estado gaseoso que será condensado en sus partes componentes, incluyendo diesel y syngas, como así también negro de carbón y acero enchapado. No se generan emisiones en este proceso y todos los componentes pueden ser reutilizados.

Fluido supercrítico: La patente WO 2003/029298 concedida como US 7,182,762 (TZOGANAKIS), revela un proceso para modificar caucho entrecruzado que comprende meter el caucho a elongación mecánica y a fuerzas de corte en presencia de fluido CO₂ supercrítico que normalmente es gaseoso. Este proceso permite una

000004
9

desvulcanización controlable del caucho. El caucho desvulcanizado se comercializa bajo la marca registrada TYROMER®.

Desafortunadamente, las aplicaciones comerciales a gran escala de estos métodos son prohibitivas, ya sea desde un punto de vista económico o en consideración a las pobres propiedades de los productos obtenidos a partir de los procesos propuestos.

Se hicieron intentos para desvulcanizar material de neumáticos de desecho utilizando un proceso de desmenuzamiento en combinación, o no, con agentes químicos. Por ejemplo, la patente de US N° 5,883,140 (Fisher et al., 1999) revela un proceso para fabricar caucho recuperado obtenido de caucho vulcanizado sometiendo una masa del caucho a fuerzas mecánicas de impacto altamente intensivas utilizando una velocidad de las paletas del rotor entre 3000 y 4000 rpm a temperaturas menores a 250 °C. El proceso puede ser usado con la adición de pequeñas cantidades (habitualmente en el orden de 1% a 2% en peso) de distintas sustancias químicas conocidas para retrasar las tasas de curado en el caucho.

La patente de US N° 7,342,052 (Fulford et al., 2008) revela un proceso para convertir un elastómero de desecho en un elastómero regenerado, introduciendo el elastómero de desecho en un recipiente (en particular un mezclador GELIMAT®), agitando y luego calentado hasta una temperatura que esté por debajo de una temperatura en la cual el elastómero comienza a degradarse. Posteriormente se introduce aceite caliente (190 - 200 °C) en el recipiente para ser mezclado al elastómero de desecho. Luego se enfría la mezcla. Uno de los mayores inconvenientes de este proceso radica en el hecho de que el aceite tiene que ser precalentado hasta una temperatura de alrededor de 200°C antes de ser agregado al caucho.

El primer paso en el procesamiento de neumáticos generalmente consiste en desgarrar o triturar el neumático hasta obtener caucho en partículas de diferentes medidas de malla. El caucho en partículas es entonces vendido para diversas aplicaciones conforme a su tamaño de malla. También se forma caucho en partículas menores con una distribución de tamaño de malla entre aproximadamente 30 y 80 durante el proceso de triturado. Generalmente, constituye solamente un material económico de "relleno" y rara vez se utiliza en altos volúmenes. En realidad, el caucho en partículas no se adhiere muy bien cuando se utiliza como relleno con otro compuesto (tal como un polímero o

000005

similar) dado que presenta una superficie específica activa baja (m^2/g) y todavía está vulcanizado (alta densidad de enlaces cruzados).

Es sabido que los mezcladores termocinéticos pueden ser generalmente utilizados para el reciclado mecánico de caucho en partículas. Sin embargo, los mezcladores termocinéticos de la técnica no van a ser suficientemente eficientes para tratar caucho en partículas, que es un subproducto de la trituración del caucho.

En consecuencia, a la luz de lo mencionado más arriba, existe aún una necesidad para un método y aparato para regenerar caucho en partículas vulcanizado que estén mejorados, que sean más económicos y más rápidos, y que en virtud de sus pasos, diseño y componentes, sea capaz de superar alguno y preferentemente todos los problemas de la técnica antes mencionados.

Sumario de la invención

Es por lo tanto un objeto de la invención proveer un método y un aparato para convertir un elastómero o caucho vulcanizado a partir de desecho en un elastómero o caucho regenerado. Es otro objeto de la presente invención proveer un caucho regenerado que tenga propiedades similares a un caucho virgen correspondiente.

Conforme a un aspecto de la invención, se provee un método para regenerar caucho en partículas vulcanizado que comprende los pasos de:

a) introducir caucho en partículas vulcanizado y un lubricante en un primer mezclador, estando el lubricante a temperatura ambiente;

b) mezclar el caucho en partículas y el lubricante a temperatura ambiente durante un período de tiempo adecuado para formar una mezcla;

c) transferir dicha mezcla a un mezclador termocinético, comprendiendo el mezclador termocinético:

una cámara hermética estacionaria para recibir la mezcla, teniendo la cámara una superficie interior no uniforme; y

un eje de rotor que se extiende coaxialmente en la cámara, teniendo el eje de rotor unas paletas que se extienden desde el eje a la cámara y una velocidad controlada que varía hasta por lo menos, aproximadamente, 2000 rpm;

000006

d) elevar la velocidad del eje de rotor para incrementar la temperatura de la mezcla durante un primer período de tiempo hasta que se alcance una temperatura desvulcanizante;

e) reducir la temperatura de la mezcla alcanzada en el paso d) a una temperatura menor durante un segundo período de tiempo; y

f) recuperar caucho en partículas regenerado de la cámara.

Conforme a otro aspecto de la invención, se provee un caucho en partículas regenerado obtenido mediante el método definido más arriba.

Conforme a otro aspecto de la invención, se provee un mezclador termocinético para la regeneración de caucho en partículas vulcanizado. El mezclador termocinético comprende:

una cámara estacionaria para recibir el caucho en partículas a ser regenerado, teniendo la cámara una superficie interior no uniforme; y un eje de rotor que se extiende coaxialmente a la cámara estacionaria, teniendo el eje de rotor paletas que se extienden desde el eje a la cámara y una velocidad controlada que varía hasta por lo menos 2000 rpm, aproximadamente.

Conforme a otro aspecto de la invención, se provee un conjunto de dispositivos para regenerar un caucho vulcanizado. El conjunto de dispositivos comprende:

un mezclador para mezclar caucho en partículas y un lubricante a temperatura ambiente durante un período de tiempo adecuado como para formar una mezcla;

un mezclador termocinético tal como se ha definido más arriba; y

un dispositivo de transferencia para transferir la mezcla del mezclador al mezclador termocinético.

Conforme a otro aspecto de la invención, se provee un proceso para elaborar caucho vulcanizado que comprende los pasos de:

agregar una mezcla que comprenda caucho en partículas regenerado, como el obtenido mediante el método definido más arriba, y una cantidad adecuada de un agente de vulcanización, a un polímero de caucho virgen a ser vulcanizado;

y

000007

someter dicha mezcla y polímero de caucho virgen a vulcanización para obtener el caucho vulcanizado.

Una de las ventajas de la invención radica en el uso de un lubricante a temperatura ambiente para ser mezclado con el caucho en partículas vulcanizado, reduciendo de esa forma el consumo de energía.

Otra ventaja radica en el hecho de que el método no necesita productos de desvulcanización de ayuda química, lo que lo hace ambientalmente amistoso o "verde".

El método y el aparato de la invención llevan a una desvulcanización parcial, diámetro incrementado y área de superficie específica incrementada del caucho en partículas utilizando un método sencillo. Una parte de la superficie interna y superficie externa del material tratado es desvulcanizada, lo que combinado con el área incrementada de superficie específica permite la mezcla con otros compuestos, tales como polímeros o caucho virgen, y la formación por vulcanización del nuevo caucho enlazado en forma cruzada.

La invención y sus ventajas se comprenderán mejor a partir de la lectura de la siguiente descripción de materializaciones preferidas hechas con referencia a los dibujos que se acompañan.

Breve descripción de los dibujos

La Figura 1 es un diagrama de flujo que ilustra el método y el conjunto de dispositivos conforme a materializaciones preferidas de la invención.

La Figura 2 es un gráfico que ilustra la variación de la temperatura (°C) en el mezclador termocinético (también denominado de aquí en adelante "mezclador K") y de la velocidad del eje del mezclador K eje (rpm) en función del tiempo (segundos) conforme a materializaciones preferidas de la invención.

La Figura 3 es un gráfico que compara el análisis granulométrico (tamaño de malla) para caucho en partículas no tratado (vulcanizado) y regenerado obtenido mediante una materialización preferida del método de la invención.

000008

La Figura 4 ilustra un mezclador termocinético conforme a una materialización preferida de la invención.

5 La Figura 5 es una vista parcial del eje y paletas del mezclador termocinético ilustrado en la Figura 4.

10 La Figura 6 es un gráfico que muestra la variación de la densidad (en 10^{-5} mol/cm³) del entrecruzamiento (enlace-X) y del grado de regeneración (%) de caucho procesado en función del tamaño de malla.

Descripción detallada de la invención

15 Tal como se mencionó anteriormente, conforme a un primer aspecto de la invención, se puede regenerar caucho vulcanizado tratándolo el caucho como se describe a continuación. El método y el conjunto de dispositivos pueden ser ilustrados conforme al diagrama de flujo de la Figura 1.

20 El primer paso a) del método consiste en introducir caucho en partículas vulcanizado (1), preferentemente caucho en partículas limpio, prelavado y molido, y un lubricante (3) en un mezclador discontinuo (5), estando el lubricante (3) y el mezclador discontinuo (5) a temperatura ambiente. El mezclador discontinuo (5) utilizado puede ser un mezclador industrial de cualquier tipo conocido en la técnica.

25 Por "temperatura ambiente", tal como se utiliza aquí, se debe entender la temperatura en la que se tratan, almacenan o usan los distintos materiales de la presente invención, a menos que se indique lo contrario. Preferentemente, la temperatura ambiente está comprendida, aproximadamente, entre 15 y 30 °C, y más preferentemente entre 20 y 25 °C.

30 Por "caucho vulcanizado" se debe entender caucho que fue previamente vulcanizado mediante procesos bien conocidos de la técnica, tal como el caucho que es un subproducto de caucho reciclado a partir de desechos. Preferentemente, el caucho vulcanizado a partir de desechos es caucho de neumáticos (neumáticos de autos, de camiones, de vehículos todo terreno, o similares), zapatos u otro producto fabricados con caucho vulcanizado. Los cauchos están hechos

35

000009

generalmente de caucho natural o de cauchos sintéticos tales como el SBR (caucho estireno-butadieno), o caucho de EPDM (monómero del etileno-propileno-dieno (Clase M)).

5 Por "partícula" se debe entender una partícula sólida de caucho que tiene un tamaño de malla menor (tamaño de partícula mayor) que 10, preferentemente de 10 a 100. Tal como es bien conocido en la técnica, el tamaño de la partícula no es un valor uniforme, sino más bien una distribución de diferentes tamaños de mallas definida por el número de agujeros por pulgada cuadrada. Preferentemente, el caucho en partículas debe ser
10 "limpio" y no debe haber sido expuesto a elementos como UV, temperaturas extremas, etc.

Por "lubricante" se debe entender cualquier tipo de sólido o líquido lubricante, conocido en la técnica como material de transferencia térmica que reduce fricción. La presencia
15 del lubricante en el método presente fomenta la "expansión" de la partícula que resulta en mayor diámetro y área de superficie específica, como se demostrará más adelante. El líquido lubricante pueden ser un solvente orgánico o un aceite tal como aceite vegetal (de canola, de maíz, o similar) o un aceite mineral. El aceite puede adicionalmente servir en, reciclado o procesado. El lubricante sólido puede ser negro de
20 carbón, talco, grafito, parafina en forma de sólido o pasta, cualquier otro lubricante sólido en forma de polvo fino conocido en la técnica, o una mezcla de ellos.

Cuando el lubricante es aceite vegetal, elimina gases tóxicos durante el proceso de regeneración. El aceite vegetal hace que el método sea más "verde" y amistoso para los
25 seres humanos y, además, menos costoso.

El lubricante es preferentemente agregado al caucho en partículas como un porcentaje de la masa total (por ciento en peso %p). Preferentemente, uno o más lubricantes pueden estar presentes en la materia prima en un rango de aproximadamente 2 a 12 %p,
30 más preferentemente aproximadamente 5 %p (es decir, si se tratan 100 lbs. de caucho en partículas, se agregan 5 lbs. de aceite para un total de 105 lbs.).

Por los términos "alrededor de" y "aproximadamente", utilizados en la presente descripción y reivindicaciones, se debe entender que las medidas indicadas aquí tienen
35 una precisión que no puede ser inferior a la precisión del aparato utilizado para

000010

obtener estamecida. Está comúnmente aceptado que una medida de precisión de 10% es aceptable en los términos "alrededor de" y "aproximadamente".

El segundo paso b) del método consiste en mezclar el caucho en partículas(1) y lubricante(s) (3) a temperatura ambiente durante un período adecuado de tiempo para formar una mezcla.

Por "período adecuado de tiempo", se debe entender un período de tiempo que sea suficiente como para permitir que el lubricante se mezcle y/o penetre en el caucho en partículas. Este período de tiempo variará con la cantidad de caucho en partículas vulcanizado(1) a mezclar, la naturaleza del lubricante seleccionado (líquido o sólido), y el modelo de mezclador utilizado en este segundo paso. Preferentemente, el período de tiempo adecuado va desde aproximadamente 2 a 15 minutos.

El tercer paso c) del método consiste en transferir la mezcla caucho / lubricante hecha en el paso b) a un mezclador termocinético (7). Preferentemente, dicha transferencia se realiza a través de una cámara de aislación tal como una SAS (9). Más preferentemente, la cámara de aislación es una cámara hermética de aislación. Por "cámara hermética de aislación", se debe entender que la cámara de aislación del conjunto de dispositivos tiene preferentemente hermetismo para evitar que el aire y el oxígeno penetren en la cámara de aislación.

Preferentemente, el primer mezclador (5) se ubica por encima de una SAS (9) que se posiciona por encima del mezclador termocinético (7) para aprovechar la gravedad.

El mezclador termocinético de la invención, también denominado en lo sucesivo mezclador K, incluye todas las características de un mezclador termocinético conocido en la técnica, tal como el GELIMAT® descrito en la patente de US 5,883,140. En virtud del altamente intenso impacto mecánico al que se somete la masa y de las propiedades de restitución cinemática del caucho, éste exhibirá usualmente una subida bastante rápida de temperatura durante el curso del proceso, por ejemplo como resultado de histéresis o pérdidas por fricción interna que se presentan a partir de la rápida deformación y restauración elástica de la forma de la partícula después de los impactos discutidos más arriba. Preferentemente, el trabajo estalque la masa exhibe una tasa de aumento de temperatura desde aproximadamente 5 °C/seg hasta alrededor de 60

000011

°C/seg, más preferentemente desde aproximadamente 10 °C/seg hasta alrededor de 50 °C/seg.

En comparación con el GELIMAT[®], el mezclador K de la invención ha sido mejorado. En primer lugar, el mezclador K tiene una cámara hermética estacionaria para recibir la mezcla con la particularidad de que la cámara tiene una superficie interior no uniforme. El mezclador K tiene un eje de rotor rotativo y está montado co-axialmente dentro de la cámara. El eje de rotor tiene paletas que se extienden desde el eje hasta la cámara y una velocidad controlada que varía hasta por lo menos, aproximadamente, 2000 rpm (revoluciones por minuto).

El mezclador termocinético puede estar equipado con un control de velocidad eléctrica variable. El mezclador K de alta velocidad tiene un eje rotativo que tiene un aumento de rotación desde aproximadamente 400 rpm hasta alrededor de 1400 a 2000 rpm, o más si fuera necesario. En un mezclador K, la temperatura varía en función de la velocidad del eje y paletas del mezclador K. Preferentemente, el radio de la combinación eje y paletas del mezclador K es de alrededor de 8 pulgadas (20,3 cm). Descripciones adicionales de materializaciones preferidas con relación al mezclador K de la invención se realizarán más adelante.

Por "hermético", se debe entender que la cámara del mezclador K es preferentemente hermética para evitar que penetren en la cámara aire y oxígeno, lo que podría llevar a combustión espontánea del caucho en partículas a altas temperaturas. Más preferentemente, la cámara está adicionalmente conectada a una bomba de vacío (10) para proporcionar vacío a la cámara durante el tratamiento.

En el cuarto paso d) del método, la velocidad del eje de rotor se aumenta para impactar la partícula de caucho y para incrementar la temperatura de la mezcla durante un primer período de tiempo, hasta que se alcance una temperatura desvulcanizante. Preferentemente, la velocidad controlada del eje es de alrededor de 400 rpm cuando la temperatura del mezclador termocinético está a aproximadamente la temperatura ambiente y de alrededor de 1400 a 2000 rpm cuando la temperatura está a aproximadamente la temperatura de desvulcanización.

Por "temperatura desvulcanizante", se debe entender que es la temperatura de la división total o parcial de los enlaces cruzados monosulfídicos, disulfídicos y

polisulfídicos (uniones carbono-azufre o azufre-azufre) del caucho vulcanizado. Idealmente, la desvulcanización producirá un caucho regenerado que podría servir como sustituto de caucho virgen, tanto en términos de propiedades como de costo de fabricación.

5

Preferentemente, la temperatura de desvulcanización alcanzada en el paso d) va desde alrededor de 300 °C hasta alrededor de 330 °C; más preferentemente de 315°C. La temperatura de desvulcanización se alcanza en un período corto de tiempo, comprendido entre, aproximadamente, 5 y 30 segundos; preferentemente en, aproximadamente, 20 segundos como se muestra en el ejemplo ilustrado en la Figura 2. Luego la temperatura permanece constante entre, aproximadamente, 0,25 y 3 segundos antes de ser reducida.

10

En el quinto paso e) del método, la temperatura de la mezcla se reduce a una temperatura menor durante un segundo período de tiempo. Preferentemente, esta menor temperatura está entre alrededor de 150 °C y 250°C, y el segundo período de tiempo está entre alrededor de 2 y 30 segundos.

15

Preferentemente, los pasos d) y e) se realizan en un intervalo de tiempo de aproximadamente 120 segundos, más preferentemente en menos de 60 segundos. El uso de un nuevo mezclador termocinético, que en virtud de sus componentes permite una reducción del tiempo de tratamiento a mayor temperatura, evita los riesgos de craqueo del caucho y de combustión espontánea, permitiendo adicionalmente la producción masiva de caucho en partículas regenerado, con un bajo consumo de energía.

20

25

Reducir la temperatura de la mezcla en la cámara consiste en reducir la velocidad del eje del rotor, preferentemente desde 1400 – 2000 rpm hasta alrededor de 400 rpm, e inyectar un agente refrigerante en la cámara. El agente refrigerante puede ser cualquier tipo de agente refrigerante conocido que tenga las propiedades de permitir la disipación de la energía térmica. El agente refrigerante puede estar en diferentes formas, tales como en forma de corriente de chorro o de niebla.

30

Más preferentemente, el agente refrigerante o solución es agua que tiene la propiedad de vaporizarse en contacto con el caucho caliente. El vapor puede salir del mezclador K,

35

000013

llevando impurezas y derivados de azufre generados en la desvulcanización parcial del caucho.

En adición a la inyección de agua descrita anteriormente, la mezcla puede ser enfriada refrigerando la superficie interna del mezclador K. Tal como se describirá más adelante, se puede utilizar agua refrigerante por debajo de la superficie de la cámara.

La cámara del mezclador K tiene un volumen interior disponible, es decir el volumen total de la cámara menos el volumen ocupado por el eje de rotor y paletas. Preferentemente, a fin de mejorar impactos y fricciones de la mezcla con ella misma, más del, aproximadamente, 50 % del volumen interior disponible está ocupado por la mezcla, preferentemente desde alrededor del 50 % hasta alrededor del 90 %, y más preferentemente dos tercios del volumen interior, es decir, aproximadamente 67 %.

En un sexto paso f) del método, el caucho sale del mezclador K (7) como caucho regenerado (13).

Tal como se ilustra en la Figura 1, el método puede adicionalmente comprender un séptimo paso g) que consiste en enfriar adicionalmente la mezcla desde aproximadamente 150 a 250 °C hasta alrededor de 20 a 70 °C en un período de tiempo de aproximadamente 10 - 45 segundos, cuando se transfiere la mezcla de la cámara (22) del mezclador K (7) al girador de tambor (15). Es evidente que se pueden utilizar otros métodos para enfriar el caucho cuando sale del mezclador K. La ventaja de utilizar un girador de tambor es que el caucho se enfría y se expande rápidamente. El caucho puede ser dejado sobre una superficie grande para que se enfríe por sí mismo. También se puede usar un enfriador *Peltier* sólo o en combinación con otros sistemas de enfriamiento para contribuir al enfriamiento final del caucho en partículas desvulcanizado.

Conforme a otro aspecto de la invención, se provee caucho en partículas regenerado obtenido mediante el método arriba detallado.

Preferentemente, el método de la invención permite la elaboración de caucho sólido en partículas regenerado con tamaño de mallas típicamente en el rango de 10 a 40. Este caucho en partículas puede ser utilizado como material en diversas aplicaciones que involucren vulcanización.

000014

Los cauchos regenerados pueden ser caracterizados evaluando o midiendo propiedades físicas y/o químicas bien conocidas en la técnica tales como: diámetro de tamices (distribución de tamaño de malla) utilizando granulometría, densidad, contenido de extracto de acetona, contenido volátil, grado de regeneración / desvulcanización, termoestabilidad, contenido de cenizas, morfología, área superficial específica.

Entre estos métodos de caracterización que se detallarán en los ejemplos expuestos más adelante, la medida del grado de desvulcanización (densidad de entrecruzamiento de puentes de azufre), el diámetro (distribución de tamaños de malla) y el área de superficie específica se mantienen como los parámetros de mayor interés para cuantificar la calidad del caucho regenerado para su comercialización. Más aún, estas propiedades permiten una fácil diferenciación entre el caucho regenerado del caucho vulcanizado original utilizado en el paso a) del método, y también del otro caucho regenerado obtenido mediante diferentes procesos conocidos en la técnica.

Por ejemplo, el caucho regenerado puede tener una densidad de entrecruzamiento menor en comparación con la densidad de entrecruzamiento del caucho vulcanizado del paso a). Los cauchos regenerados pueden tener de 20% a 90 %, preferentemente desde alrededor de 28 % a 77%, más preferentemente un valor promedio ponderado de 61 %, menos enlaces cruzados que el caucho en partículas vulcanizado del paso a).

El diámetro del caucho en partículas vulcanizado en el paso a) y el material desvulcanizado puede ser cuantificado utilizando el tamaño de mallas de los tamices. El caucho en partículas vulcanizado con la distribución de malla inicial entre aproximadamente malla 30 y 80 y con un tamaño de malla promedio ponderado de aproximadamente 40 resultaría en un tamaño de malla de desvulcanizado entre aproximadamente 10 y 40 con tamaño de malla promedio ponderado de aproximadamente 14.

El caucho regenerado obtenido mediante el método de la invención puede tener un área de superficie específica mayor de aproximadamente $0,8 \text{ m}^2/\text{g}$, o aproximadamente de 2 a 5 veces mayor que el área de superficie específica del caucho vulcanizado del paso a).

000015

Los ejemplos de más debajo muestran que el caucho regenerado de la invención le confiere propiedades equivalentes o aún mejores a un compuesto cuando el caucho regenerado se utiliza como relleno en comparación con un caucho no tratado.

- 5 Conforme a otro aspecto de la invención, se provee un mezclador termocinético, también reconocido y denominado aquí mezclador K, como el que se muestra en las Figuras 4 y 5.

10 El mezclador termocinético (20) está adaptado particularmente para la regeneración, o la desvulcanización, de caucho vulcanizado molido (también llamado caucho en partículas vulcanizado) con un tamaño de partícula de aproximadamente malla 10 a malla 200 (2000 a 74 micrones), preferentemente de aproximadamente malla 30 a 100 (595 a 149 micrones). Tal como se muestra en la Figura 3, las partículas vulcanizadas comprenden diferentes partículas de tamaños con una distribución centrada en aproximadamente malla 40 (388 micrones).

15 El mezclador K (20) comprende una cámara hermética estacionaria (22). En la Figura 4, la cámara (22) ha sido representada en una configuración abierta para observar la superficie interior no uniforme (24) de la cámara (22).

20 El mezclador K (20) también comprende un eje de rotor (26) extendiéndose coaxialmente a la cámara (22) que tiene paletas (28) que se extienden desde el eje (26) hacia la superficie interna (24) de la cámara.

25 El eje ilustrado en la Figura 5 tiene seis paletas (281, 282), que es el número típico de paletas para un mezclador K de 40 litros de capacidad (volumen disponible de la cámara). Las paletas pueden estar ubicadas en forma de pares sobre el eje. Las dimensiones de las paletas, sus posiciones relativas y su forma pueden modificarse para mantener el material de partículas moviéndose alrededor del eje dentro de la cámara, asegurando así una distribución de temperatura uniforme sobre todo el lote de caucho tratado en el mezclador K. Como se mencionó anteriormente, la forma de las paletas puede ser modificada, por ejemplo girando longitudinalmente las paletas (tal como las paletas de una hélice de motor de botes).

35 Así como también se muestra en la Figura 4 (en forma magnificada) y en la Figura 5, las paletas (28, 281, 282) pueden estar dispuestas en relación no paralela unas de otras; con

000016

trespaletas (281) sobre un lado del eje (26) y otras trespaletas (282) sobre el lado opuesto del eje (26).

Para la regeneración del caucho, como la que se ha detallado en la presente descripción, el eje de rotor (26) y las paletas (28) del mezclador K (20) tienen una velocidad de rotación controlada que puede variar comenzando desde aproximadamente 400 rpm hasta alrededor de 1400 – 2000 rpm. Por supuesto, se puede utilizar una velocidad de rotación por fuera de este rango específicos si fuera necesario, y la invención no está limitada a este rango ilustrativo de velocidad rotativa. El radio es de aproximadamente 20,3 cm (8 pulgadas) para las rpm indicadas.

La particularidad del mezclador K de la invención radica en que la cámara (22) que rodea el eje de rotor (26) tiene una superficie interior no uniforme (24). Preferentemente, cada paleta (28) tiene también una superficie externa no uniforme (30).

Tal como se ilustra en la Figura 4, la superficie interna o pared (24) del mezclador K y/o la superficie exterior de las paletas pueden estar texturadas o repujadas. Ellas pueden ser revestidas con acero endurecido en forma de esferas soldadas que generan una superficie no lisa perlada (24, 30). Adicionalmente, la superficie puede ser maquinada para simular una superficie perlada no lisa.

Estas superficies no lisas (24, 30) aumentan el contacto superficial entre dichas superficies y el caucho en partículas vulcanizado, permitiendo mejores impactos con mejor distribución de temperatura y difusión en el caucho en partículas.

El mezclador K preferentemente comprende también un dispositivo refrigerante (32) por debajo de la superficie interna (24) de la cámara. El dispositivo refrigerante está adaptado para enfriar la temperatura de la superficie interna (24) cuando el eje (26) y las paletas (28) están rotando. Como ejemplo de un dispositivo refrigerante, se pueden usar camisas de agua (32) para refrigerar la superficie interna del mezclador a la relación correcta y dentro de los límites de tiempo requeridos sobre los procesos en forma consecutiva.

El mezclador termocinético (20) de la invención puede asimismo comprender por lo menos un dispositivo de inyección de refrigerante (34) adaptado para inyectar o rociar un agente refrigerante, como por ejemplo el agua, a la cámara a fin de enfriar el polvo de

000017

caucho mientras el mezclador K está girando. Tal como se ilustra en la Figura 4 (en forma magnificada), cada dispositivo de inyección puede ser una boquilla (34) adaptada para rociar agua en la cámara en forma de vapor o de corriente de chorro. El número de dispositivos de inyección de agua y la ubicación específica de ellos no está limitado a las cuatro boquillas tal como se ilustra en la Figura 4.

La cámara (22) del mezclador termocinético (20) de la invención es también hermética para evitar la combustión del caucho durante el proceso. Preferentemente, el mezclador (2) comprende también una bomba de vacío (10) conectada con la cámara (22) para extraer aire (es decir, oxígeno) de la cámara. En ausencia de una bomba de vacío, la entrada sería utilizada como venteo para la cámara hermética.

Además, el volumen del mezclador K (20) puede ser ajustado en conformidad con la producción asociada y los requerimientos de capacidad del proceso. Debería ser ocupado más del 50% del volumen disponible del mezclador K (20) por el material a ser tratado para permitir impactos y fricciones internas entre el caucho en partículas. Preferentemente debe ocuparse del 50 al 90 %, y más preferentemente dos tercios del volumen (aproximadamente 67%). Típicamente, el mezclador K debería ser incrementado en ancho manteniendo a la vez tanto como sea posible el diámetro del rotor y paletas de modo tal que se alcance el volumen deseado. Por ejemplo, un mezclador K de 40 Litros de aproximadamente 30,5 cm (12 pulgadas) en longitud y de aproximadamente 43,2 cm (17 pulgadas) en diámetro (dimensiones internas).

Conforme a otro aspecto de la invención, se provee un conjunto de dispositivos para regenerar un caucho vulcanizado.

Tal como se muestra en la Figura 1, el conjunto de dispositivos comprende un primer mezclador (5) para mezclar caucho en partículas y el lubricante a temperatura ambiente (paso a) del método), y también un mezclador K (20) de la invención tal como el que se ha descrito anteriormente e ilustrado en la Figura 4.

El conjunto de dispositivos también comprende un dispositivo de transferencia (9) para transferir la mezcla desde el primer mezclador al mezclador K (7 en la Figura 1, o 20 en la Figura 4), tal como la cámara SAS (compartimiento de carga y de aislación).

000018

Preferentemente, la transferencia es también hermética para evitar la posible transferencia de aire en la cámara del mezclador K (22).

Tal como se ilustra en las Figuras 4 y 5, la transferencia del dispositivo de transferencia (9) a la cámara (22) pueden realizarse utilizando un transportador de gusano o de tornillo (36) preferentemente ubicado alrededor del eje (26) a la entrada del mezclador K (2).

La invención también apunta al uso del caucho en partículas regenerado, obtenido mediante el método detallado anteriormente, para la elaboración de artículos de caucho (tales como nuevos neumáticos, pisos de caucho, zapatos de caucho, etc.) o como relleno para la elaboración de material compuesto de plástico. Por lo tanto, conforme a otro aspecto de la invención, se provee un proceso para elaborar caucho vulcanizado comprendiendo los pasos de:

agregar una mezcla que comprenda caucho en partículas regenerado obtenido mediante el método tal como se ha definido anteriormente y una cantidad adecuada de un agente de vulcanización, a un polímero de caucho virgen a ser vulcanizado; y

someter la mezcla y el polímero de caucho virgen a vulcanización para obtener el caucho vulcanizado.

Preferentemente, el proceso comprende adicionalmente el paso de agregar al polímero de caucho virgen uno o más aditivos de vulcanización bien conocidos en la técnica, tales como activadores, amidas, óxido de metal recubierto, azufres recubiertos, agentes acoplantes, agentes homogeneizantes, agentes soltadores para mandriles, limpiadores de moldes, peptizadores, plastificantes, ceras de polietileno, agentes procesantes o dispersantes (por ejemplo los provistos con la marca registrada Struktol®).

Preferentemente, en el proceso precitado, la mezcla que comprenda caucho en partículas regenerado y agente de vulcanización es agregada al polímero virgen de caucho antes de la adición del (de los) aditivo(s) de vulcanización.

El polímero virgen de caucho puede ser un compuesto basado en polímero de caucho virgen. Por "compuesto basado en polímero virgen", se entiende que el polímero virgen de caucho está ya mezclado con por lo menos un agente de vulcanización y/o aditivos. El compuesto basado es así procesado con la mezcla de caucho en partículas regenerado/ agente de vulcanización (ver, por ejemplo, la Tabla 6).

000019

Preferentemente, el agente de vulcanización está en forma de polvo o está previamente contenido en un líquido, tal como un acelerador de CBS (CBS es N-Ciclohexil-2-benzotiazol sulfonamida) que incluye azufre. El (los) agente(s) de vulcanización utilizado(s) en el proceso arriba indicado puede(n) ser cualquier agente de vulcanización conocido en la técnica de vulcanización de caucho, que preferentemente comprende azufre. Se pueden utilizar otros agentes de vulcanización de la técnica, tales como peróxidos, entrelazadores de uretanos, u óxidos metálicos.

Los agentes de vulcanización sulfurados pueden utilizarse en una concentración que va desde aproximadamente 1% hasta alrededor de 10% en peso del caucho en partículas regenerado y aproximadamente desde aproximadamente 1 a 3 phr (partes por ciento de caucho), preferentemente aproximadamente 1,5 phr, del polímero de caucho virgen. Estas concentraciones variarán con la aplicación.

En función de las aplicaciones, el volumen de caucho en partículas regenerado utilizado en el proceso de vulcanización puede ser de 3 a 99 %.

Sin embargo, para el primer tiempo, el método de la invención ha permitido hacer caucho en partículas regenerado con un tamaño de malla de aproximadamente malla 10 a 40 (ver la Figura 3). En consecuencia, el 100% de caucho en partículas regenerado puede ser utilizado en un proceso de vulcanización para la elaboración de ciertos productos de caucho.

Así, la invención también está dirigida a cualquier producto de caucho que comprenda caucho vulcanizado hecho por vulcanización del 100% de caucho en partículas regenerado obtenido mediante el método de caucho regenerado vulcanizado definido más arriba.

Cuando el caucho en partículas regenerado se mezcla con el compuesto que incluye el polímero de caucho virgen, el agente vulcanizante, tal como el azufre, migrará al caucho en partículas regenerado durante la vulcanización, llevando a un grado pobre de regeneración debido a que una cantidad insuficiente de agente vulcanizante reaccionó con el polímero virgen. Esta migración del agente vulcanizante se evita agregando otra cantidad adecuada de agente de vulcanización al caucho en partículas regenerado, antes de mezclar los cauchos regenerado y virgen.

000020

El polímero virgen de caucho que comprende la partícula regenerada puede estar sujeto a cualquier vulcanización de caucho conocida en la técnica.

5

Sección Experimental

Ejemplo 1: Preparación y caracterización de caucho en partículas regenerado

10 El primer paso en la elaboración de caucho regenerado es moler la parte de caucho a ser recuperada. Luego se pueden eliminar impurezas de metal que puedan estar presentes en el caucho de desecho, utilizando por ejemplo un imán, a fin de evitar un daño potencial al equipamiento.

15 Además, el material debe venir "libre de *fluff*" del proveedor. El "*fluff*" es la fibra de poliéstero nylon que algunas veces no fue eliminada del caucho no tratado en partículas.

20 Una vez molido, el caucho no tratado tiene una distribución de tamaños de malla típica para caucho en partículas vulcanizado de malla 30 a 80, como se informa en la Tabla 1 debajo de y sobre el gráfico de la Figura 3.

25 En la presente descripción de un ejemplo específico de la invención, la letra U simboliza el término "no tratado", SBR significa "Caucho Estireno Butadieno", mientras que el símbolo T se utiliza para caucho tratado / regenerado / desvulcanizado por el método de la invención. El U-SBR mencionado en la Tabla 1 representa un caucho no tratado en partículas vulcanizado de caucho de neumáticos de camiones utilizado como materia prima en el ejemplo.

Tabla 1:Distribución de tamaños de partículas para partículas de SBR no tratado y tratado:

Malla	U-SBR (% peso)	T-SBR (% peso)
10	0,0	50,0
14	0,0	32,5
20	0,0	10,0
30	14,1	6,3
40	42,0	1,4
50	26,4	0,0
60	10,2	0,0
70	5,4	0,0
80	1,9	0,0

En el presente ejemplo, el lubricante seleccionado es aceite vegetal mezclado con la materia prima en una cantidad de aproximadamente 5 %p (es decir, si fueran tratadas unas 100 lbs. de caucho en partículas vulcanizado, se agregarían 5 lbs. de aceite para un total de 105 lbs.). El aceite y caucho en partículas vulcanizados son mezclados uniformemente durante aproximadamente 4 minutos, utilizando un mezclador de baja velocidad Modelo SPC-3696™ de MARION MIXERS INC.

Una vez que el aceite y el caucho en partículas vulcanizado han sido mezclados, se echa una mezcla en una SAS que luego alimenta al mezclador de alta velocidad. La carga de la SAS puede variar entre 22 lbs. y 200 lbs. Por supuesto, la carga de la SAS depende de la capacidad del mezclador termocinético. Por ejemplo, el mezclador termocinético utilizado en el presente ejemplo tiene una capacidad de 40 L y está equipado con control de velocidad eléctrica de frecuencia variable.

El primer mezclador se posiciona por encima de la SAS que está ubicada por encima del mezclador K. El U-SBR cae por gravedad a través de la SAS y luego es transportado al mezclador K mediante un transportador de gusano (también llamado de tornillo). Una vez tratada, la materia (T-SBR) sale del mezclador K y pasa a un girador de tambor para finalizar el enfriado.

Tal como se ilustra en la Figura 2, el material en el mezclador K sigue un perfil de temperatura específico. La temperatura comienza a temperatura ambiente (es decir, en el presente ejemplo a una temperatura de aproximadamente 20 °C), asciende a aproximadamente 315 °C en aproximadamente 22 segundos, permanece constante durante 0,25 – 3 segundos antes de enfriarse a 200 °C. Como se indica, el tiempo que

transcurrea través de cada de estas fases de temperaturas en el mezclador K es muy bajo.

Tal como se ilustra en la Figura 2, el mezclador K permite el incremento rápido de la temperatura gracias a la variación de velocidad de sus paletas del rotor que está controlado para variar preferentemente entre 400 rpm y 1800 rpm. La velocidad del eje y de las paletas se incrementa desde 400 rpm hasta alrededor de 1800 rpm en un período de tiempo de aproximadamente 10 segundos. Luego, la velocidad permanece constante durante aproximadamente 10 segundos más. Finalmente, la velocidad se reduce a 400 rpm en aproximadamente 5 segundos, y permanece constante hasta la salida del mezclador K del regenerado en partículas.

Tal como se muestra adicionalmente en la Figura 2, la temperatura se mantiene creciente aún cuando la velocidad del eje haya sido disminuida a 400 rpm. Entonces, la temperatura permanece constante durante aproximadamente 0,25 a 3 segundos antes de decrecer a una temperatura menor de aproximadamente 200 °C. La reducción en temperatura dura aproximadamente 20 segundos en este ejemplo.

Todo el paso tiene lugar en menos de aproximadamente 60 segundos, preferentemente menos de 45 segundos, que es particularmente de interés para la producción masiva de caucho en partículas regenerado con bajo consumo de energía.

El mezclador K y su contenido se enfría dejando caer la velocidad de rotación del eje, y tambiéninyectando agua en forma de vapor adiferentes puntos en la cámara del mezclador K, por ejemplo utilizando rociadores. El agua se transforma instantáneamente en vapor que sale del mezclador K a través de la bomba de vacío, llevando el aceite, azufre y otras impurezas del material. Como prueba de la desvulcanización del caucho o la desulfurización que tiene lugar en el mezclador K, estos vapores que salen del mezclador K tienen un fuerte olor a azufre el cual puede ser eliminado con el uso de un estropajo.

El mezclador K está también equipado con una camisa refrigerante envolviendo a la cámara, por la que se hace circular agente refrigerante para refrigerar la cámara, permitiendo procesar el material con las disminuciones de temperatura requeridas. Se puede utilizar la camisa refrigerante y los rociadores en forma conjunta para enfriar la cámara.

000023

El SBR tratado sale del mezclador Ka un girador de tambor en donde es enfriado adicionalmente desde aproximadamente 140 °C a 30 °C en aproximadamente 10 - 45 segundos. Esta fase de enfriamiento final permite que el material se expanda como se requiera. Además, el girador de tambor puede ser utilizado como un tamiz para extraer el caucho en partículas más pequeñas, por ejemplo 40 malla y menos, debido a que pueden ser consideradas como impurezas.

Luego, el caucho en partículas puede ser adicionalmente enfriado hasta la temperatura ambiente (aproximadamente 20°C) antes de ser empacado.

Se presentan varias caracterizaciones para discutir sobre las propiedades mecánico-químicas de los SRB reciclados y sobre el efecto del método de regeneración de la invención. Se recibieron y probaron dos polvos de SBR: el SBR en partículas no tratado (también referido aquí como U-SBR) y caucho en partículas regenerado (como T-SBR).

La *granulometría* fue medida con un conjunto de 9 tamices con diferentes aperturas: tamaño de mallas 10, 14, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, y 90 menos (partículas más pequeñas en batea). Aproximadamente 180 g de material fue tamizado durante 10 min en una zaranda tamiz automática Ro-Tap®.

La *densidad de sólido* fue medida con un pictómetro de gas Ultrapyc™ 1200e utilizando nitrógeno puro como gas de trabajo. Las pruebas se hicieron en una cámara de 10 cm³ a temperatura ambiente (23°C).

El *extracto de acetona* fue medido conforme a ASTM-D297 (Standard Test Methods for Rubber Products-Chemical Analysis, <http://www.astm.org/Standards/D297.htm>). La acetona se eliminó utilizando un evaporador rotativo seguido de secado de los residuos a peso constante (durante la noche) en un horno de temperatura controlada a 85 °C. El extracto de acetona fue calculado con la fórmula (1):

$$a\% = \frac{R}{M} \times 100 \quad (1)$$

con a% = extracto de acetona (%), R = peso de residuo (g) y M = peso de muestra (g).

000024

El contenido volátil fue medido con un modelo de balance de humedad A&D MF - 50[®] conforme a ASTM D1278 (<http://www.astm.org/Standards/D1278.htm>). Se llevaron a cabo dos pruebas: Contenido volátil a 100°C permitiendo la determinación de humedad (agua) y de otros componentes livianos volátiles; y contenido volátil a 160°C permitiendo la determinación de contenido de aceite. El contenido volátil es obtenido a través de la fórmula (2):

$$V\% = \frac{M - R}{M} \times 100 \quad (2)$$

en donde: V% = contenido volátil (%), M = peso inicial de muestra (g), R = peso final de muestra (g).

El grado de regeneración (o grado de desvulcanización) de cualquier caucho de enlaces cruzados se determina habitualmente por la interacción entre el polímero y un solvente. La cantidad de solvente que penetrará en la estructura es función de la afinidad solvente - polímero y de la cantidad de espacio libre disponible que está relacionado con la densidad de entrecruzamiento. El mayor espacio libre permite más penetración de solvente (o hinchazón) que está directamente relacionado con la reducción en densidad de entrecruzamiento. El principio básico es determinar la densidad de entrecruzamiento antes y luego del tratamiento en conformidad con el ASTM D6814 (Standard Test Method for Determination of Percent Devulcanization of Crumb Rubber Based on Crosslink Density, disponible en <http://www.astm.org/Standards/D6814.htm>). Este protocolo fue respetado pero modificado para tratar con las condiciones impuestas por trabajar con caucho en partículas.

El grado de regeneración (RD) se define como variación de la densidad de entrecruzamiento de la muestra (tratada) con relación a la densidad de entrecruzamiento de la muestra de control (no tratada) as:

$$RD = \left(1 - \frac{v_s}{v_r}\right) \times 100 \quad (3)$$

en donde las densidades de entrecruzamiento de la muestra tratada (v_s) y de la muestra no tratada de control (v_r) se obtuvieron utilizando la conocida ecuación en la técnica de Flory - Rehner.

Debido a que el método de ASTM D6814 fue desarrollado para bloques o trozos de caucho, no puede ser fácilmente aplicado a pequeñas partículas (polvos). Para superar

000025

estos inconvenientes, se debieron hacer algunas modificaciones al procedimiento (A. Macsiniuc, A. Rochette, D. Rodrigue, "Understanding the regeneration of EPDM crumb rubber from used tires", *Progress in Rubber Plastics & Recycling Technology*, 26, 2, 51-81, 2010).

5

A) Luego de los pasos de extracción y primer secado, alrededor de 2 g de muestra se transfieren a un frasco pesado. La cantidad puede ser ajustada para llenar menos de 3/4 del volumen del frasco. A continuación, el vial se llena completamente con tolueno. Cada 24 h, el tolueno es modificado. Después de un total de 72 h, el exceso de tolueno se elimina por filtración y la muestra hinchada, que queda en el frasco, es rápidamente pesada y secada durante 24 h a 85°C en un horno. Finalmente, se pesa la muestra secada. Pesajes repetidos del frasco a determinados intervalos de tiempo permitieron la determinación de la masa de tolueno retenida (m_s) y de la masa de muestra (m_r) en equilibrio. Para determinar la densidad del polvo, se usó el picnómetro de gas.

10

15

B) para cada material, se analizaron tres réplicas. El grado de regeneración se calcula utilizando las densidades de entrecruzamiento promedio para cada Polvo de SBR. El desvío estándar se determina vía (D.A. Skoog, D.M. West, F.J. Hooler, *Chimie Analytique*, De Boeck, p.35 (2002).):

20

$$SD_{RD} = RD \times \sqrt{\left(\frac{SD_{v-muestra}}{v_{muestra}}\right)^2 + \left(\frac{SD_{v-control}}{v_{control}}\right)^2} \quad (4)$$

en donde $SD_{v-muestra}$ es el desvío estándar obtenido para la densidad de entrecruzamiento de la muestra ($v_{muestra}$) y $SD_{v-control}$ es el desvío estándar obtenido para la densidad de entrecruzamiento de la muestra de control ($v_{control}$).

25

Caucho no tratado en partículas vulcanizado, U-SBR, fue utilizado como muestra de control.

30

El análisis de termogravimetría (TGA) o Análisis Termogravimétrico Diferencial (DTGA) proporciona alguna información sobre la termo-estabilidad del caucho. Las curvas de comparación entre TGA-DTGA obtenidas a partir de las réplicas pueden también proveer información sobre la homogeneidad del material. Los resultados dan información sobre posibles modificaciones de la composición. Los datos del TGA se recopilaron en

000026

un modelo TA Instruments Q5000™ entre 50 y 650°C utilizando bateas de platino con una variación de temperatura de 5°C/min en aire a una tasa de flujo de 25 ml/min.

- 5 El *contenido de cenizas* es provisto indirectamente por el análisis TGA. El valor se obtiene mediante diferencia entre el 100% de la muestra menos el % de pérdida de masa final después de calcinación como:

$$\text{Contenido de cenizas (\%)} = 100\% - \text{pérdida total de masa (\%)} \quad (5)$$

- 10 Dado que el análisis TGA se realizó a temperatura 100°C mayor que el valor prescrito por ASTM D297 y que los análisis TGA usan muestras más pequeñas (aproximadamente 13 mg) existe la posibilidad de falta de representatividad. Para asegurar la precisión de los resultados, el contenido de cenizas se determinó también utilizando el método ASTM D297. En este caso, se usaron muestras mayores (masa inicial de 1-1.4 g) y se
- 15 hicieron calcinaciones en un horno a 550°C durante 90 min.

La *morfología de las partículas* se determina con estereomicroscopio óptico (Olympus™ SZ-PT) y en un microscopio de escaneo electrónico (JEOL JSM 840A™). Se usaron diferentes magnificaciones para polvos y muestras molidas.

20

El *área de superficie específica* se determina mediante isothermas de adsorción de nitrógeno utilizando el método BET en una unidad TriStar 3000™. Se usaron muestras de alrededor de 0,28 g.

Tabla 2: Especificación de caucho tratado(100% Neumático de camiones):

Parámetro	Unidades	Método de Prueba	Especificación		
Muestras			M1	M2	Relación (M2 / M1)
Azufre (%Agregado por peso de muestra)	(%)	NA	2%	2%	
Acelerador ¹ (CBS) (%Agregado por peso de muestra)	(%)	NA	Ninguno	0,57%	
General					
Materias primas		NA	Neumático de camiones yaceite de proceso	Igual	
Naturaleza del Producto		NA	Forma de Polvo	Igual	
Color		NA	Negro	Igual	
Empacado		NA	Según requerimientos de clientes	Igual	
Contenido Químico					
Materia Volátil	%	ASTM D1278 @100°C	Típica 0,62; < 0,8	Igual	
Hidrocarburo de Caucho	%	ASTM D1278	48 ± 8	Igual	
Extracto de Acetona	%	ASTM D1278	13,3 ± 1,3	Igual	
Características de cura ²					
ML	lbf.in	ASTM D2084	52	Igual	
MH	lbf.in	ASTM D2084	74	Igual	
TS _{2pt} aumento	minutos	ASTM D2084	1,0 ± 0,5	Igual	
TC _{90%} curado	minutos	ASTM D2084	15,5 ± 0,5	Igual	
Viscosidad Mooney	ML (1+4) @ 100 °C	ASTM D1646	60 ± 5	Igual	
Prop. Mecánicas ³					
Tamaño de malla	Malla	ASTM D5644	10 50,0%; 14 33,3%; 20 9,4%; 30 7,3%; 40 0,0%	Igual	
Gravedad Específica		ASTM D297	1,06 ± 0,01	Igual	
Dureza	Shore A	ASTM D2240	58 ± 1	61 ± 1	1,05
Módulos	psi	ASTM D412	100% 309 ± 6 200% 676 ± 21	100% 416 ± 3 200% 948 ± 14	1,35 1,40
Resistencia atracción	psi	ASTM D412	742 ± 100	1002 ± 73	1,35
Elongación a rotura	%	ASTM D412	220 ± 26	211 ± 13	0,96
Desgarro, molde C	pli	ASTM D624	131 ± 28	144 ± 23	1,10
Grado de regeneración ⁴	%	ASTM D6814 (modificado)	61 ± 16	Igual	

La Tabla 2 presenta un ejemplo de las propiedades mecánicas de un material no compuesto típico de 100% de material tratado mezclado con 2% azufre en peso (M1) y adicionalmente en forma de un curado convencional con un agregado de 0,57% de acelerador de CBS (M2). Las altas propiedades de tensión para ambos, M1 y

5

000028

especialmente M2, permitirán el desarrollo de nuevos productos utilizando 100% de material regenerado con niveles adecuados de azufre y acelerador.

En la tabla 2:

5 (1) Acelerador: CBS (N-Ciclohexil-2-benzotiazil sulfonamida) es un acelerador de acción retardada. Respetado un curado convencional (0,57% acelerador: 2% azufre)

10 (2) Las características de curado fueron obtenidas utilizando una carga de 25% de REGEN-T01 en un compuesto re-tratado. Los resultados variarán con diferentes porcentajes de carga de REGEN-T01 en el compuesto.

15 (3) Propiedades mecánicas: Se desarrolló el estándar original estándar para hojas de vulcanizadas mientras esta especificación requirió ajustes para las realidades de trabajo con caucho en partículas regenerado. Las propiedades mecánicas del material fueron obtenidas por 100% de REGEN-T01. El espesor de la parte fue de 3 mm para asegurar que la muestra de prueba estuviera libre de vacíos provocados por pequeños desplazamientos de partículas en el molde. La parte del bloque de prueba fue curada a 160° C durante 8 minutos. La presión de la parte fue 2000 psi debido a que se debió comprimir y curar la parte.

20 (4) Grado de regeneración: El ASTM D6814 se modificó para responder a los asuntos relativos al manejo del caucho en partículas vulcanizado.

25 Tamaño de partículas/distribución de diámetros: Los datos en la Tabla 1 de más arriba también informados en la Figura 3, muestran que el T-SBR tratado tiene diámetros de tamiz mayores (promedio ponderado alrededor de Malla 14) que el SBR no tratado (promedio ponderado alrededor de Malla 40).

30 Área superficial específica: Los datos en la Tabla 3 de más abajo demuestran que el SBR tratado puede tener aproximadamente 5 veces más superficie disponible por peso unitario que la del SBR no tratado. Desde una perspectiva sólida, el tratamiento aumenta substancialmente el área de contacto posible entre las partículas de SBR y la matriz en que ellas serán incluidas.

Tabla 3: Área de superficie específica de SBR regenerado:

Área superficial Específica	Caucho regenerado	Caucho crudo
m ² / g	1,92	0,39

Desvulcanización:Entérminosde desvulcanización, los resultados del ASTM D6814 modificado (llamado aquí el grado de regeneración) están mostrados en laTabla 4 de más abajo y transferidos a la Figura6. En base al análisis realizado, ambos SBR tienen significativamente diferentes densidades de entrecruzamiento, teniendo el tratado un valor menor que el SBR no tratado. En este caso, el tratamiento produjo un grado de regeneración de 61% (RD %) cuando el material tratado de malla 40 fue retirado (en este ensayo, después del tratamiento el de malla 40 estuvo en promedio, ligeramente revulcanizado). Hay una relación clara entre el tamaño de malla y el grado de regeneración ($R^2 = 0,90$). Conceptualmente, cuanto mayor es el diámetro de la partícula tratada mayor es el grado de regeneración.

Tabla 4: Resultados de las pruebas de desvulcanización

			Regeneración							Todos los tamaños de malla		Material tratado de malla 40		
Malla	Diám	Densidad del enlace-X de la muestra de	N	Densidad del enlace-v	SD	2SD	%Rege		%peso	E(x)	%peso	E(X)		
	(in)	(10^-5 mol/cm^3)				(% Prom)	(%)	(%)	(%)	(%)		(%)		
10	0,079	6,67	4	2,246	0,2238	0,448	19,9	66,3	3,36	48,0	31,8	50,0	33,2	
14	0,056	6,67	4	2,749	0,1342	0,268	9,8	58,8	2,01	32,0	18,8	33,3	19,6	
20	0,033	6,67	4	3,020	0,4424	0,885	29,3	54,7	6,63	9,0	4,9	9,4	5,1	
30	0,023	6,67	4	3,977	0,3004	0,601	15,1	40,4	4,50	7,0	2,8	7,3	2,9	
40	0,017	6,67	5	6,939	0,5512	1,102	15,9	-4,0%	8,26	4,0	-0,2%			
Total			21								100,0	wpro 58%	100,0	61%

En base a los resultados obtenidos, se observaron diferencias entre la partícula de SBR tratado y no tratado. En general, el SBR regenerado tiene mayor densidad, área superficial específica, contenido de extracto de acetona y diámetro de tamiz. Por otra parte, tiene una densidad de entrecruzamiento menor indicando desvulcanización (aproximadamente 61% menos entrecruzamientos) y diámetros mayores (el tamaño de malla estuvo centrado en 40 antes del tratamiento y en 14 después del tratamiento).

000030

El caucho en partículas regenerado o tratado, obtenido conforme al proceso de la invención, puede ser ahora utilizado como caucho virgen para diversos tipos de aplicaciones.

5 Por ejemplo, el caucho regenerado puede ser mezclado con otro compuesto debido a su habilidad para formar nuevos enlaces cruzados con área superficial incrementada (mayor superficie de enlace).

10 También se puede agregar un aditivo “verde” que adicionalmente incrementaría la compatibilidad del caucho tratado en partículas con un segundo compuesto. Tal como es conocido en la técnica, este aditivo promovería adicionalmente la capacidad de atracción del caucho regenerado con el segundo compuesto.

15 **Ejemplo 2: Proceso de vulcanización que incluye caucho en partículas regenerado:**

En la tabla 5 siguiente se detalla un ejemplo de vulcanización de caucho (virgen y regenerado). Se puede utilizar, por ejemplo, un mezclador Banbury para el proceso.

20

Tabla 5 (pasos del proceso)

Pasos	Tiempos de mezcla (min)	Instrucciones de Mezcla
1	0.0	• Agregar caucho virgen a 55 rpm de mezclado
2	0.5	• Mezclar a velocidad de 77 rpm
3	1.5	• Mezclar con partícula regenerada con azufre (ej: 2% de agregado en peso) a velocidad de 55 rpm
4	2.5	• Agregar 2/3 de negro de carbón + aditivos Struktol® como ayuda al proceso en el émbolo flotador a 55 rpm - 30 segundos luego de ser presurizado por el émbolo ⁽¹⁾ .
5	4.0	• Remover y agregar el remanente del negro + óxido de zinc en el émbolo flotador a 55 rpm - 30 segundos luego de ser presurizado por el émbolo.
6	5.5	• Remover y agregar otros aditivos excepto los curativos – 55 rpm
7	6.0	• Remover a velocidad 77 rpm
8	7.0	• Lote de carga - velocidad 55 rpm

⁽¹⁾El tiempo de flotación del émbolo no cuenta como tiempo de mezcla debido a que sin presión hay poca, o no hay, mezcla. Sólo se permite la mezcla del polvo y el caucho masticado.

25

El orden de la mezcla detallada en la Tabla 5 da un mejor resultado en comparación con la adición del caucho regenerado que debería respetarse para el caucho en partículas regenerado (ver paso 3). En el paso 3, se agrega el peso de la partícula regenerada con azufre pre-mezclado como porcentaje de peso total para obtener la carga requerida. Por ejemplo, para 85 lbs. de compuesto mezclado (polímero, negro de carbón y aditivos) se deben agregar 15 lbs. de partículas regeneradas (con azufre pre-mezclado) y mezclar para obtener 15% de carga en peso (el peso total es 100 lbs.).

Cambiar el protocolo de mezcla puede producir propiedades del compuesto que varíen en forma notoria y también representa una oportunidad para mejorar resultados.

El compuesto que incluye una mezcla del nuevo caucho en partículas tratado y del azufre está listo para ser vulcanizado en una parte. Por ejemplo, se pueden realizar placas de prueba de 2 mm comprimiendo el material a 774 psi durante 30 minutos a 145 °C. Las partes elaboradas en la industria usarán presiones, duración, geometría de la parte y temperaturas variantes durante el proceso de moldeo.

Los ejemplos comparativos del proceso de vulcanización se dan en la Tabla 6 de más abajo conforme a la adición o no de caucho en partículas regenerado al polímero de caucho virgen.

Como se muestra en Tabla 6 siguiente, la adición de 15% de caucho regenerado permite reducir la cantidad de compuesto basado en polímero de caucho virgen a ser usado, y consecuentemente la cantidad de aditivos de vulcanización incluidos en el compuesto basado.

000032

Tabla 6

Componentes del compuesto	Polímero de caucho virgen sólo (%Peso)	Polímero de caucho virgen y caucho en partículas regenerado (%Peso)
Caucho en partículas regenerado (incluyendo un 2% de azufre)	0	15
Compuesto basado en Polímero de caucho virgen que comprende:		
Polímero de caucho virgen	47,3	40,2
Aceite/ plastificante	10,4	8,8
Negro de carbón	35,4	30,1
Óxido de zinc	1,4	1,2
Ácido esteárico	0,5	0,4
Antidegradantes	1,4	1,2
Adyuvantes del proceso (Struktol®)	1,9	1,6
Curativos	1,7	1,4
Sub Total	100	85
Total	100	100

La Tabla 7 que sigue presenta propiedades mecánicas de material compuesto para el material mezclado en un compuesto de neumático típico re-tratado al 15% de carga en peso. Estos resultados demuestran que el compuesto relleno con el material tratado (15% en peso) tiene mejor o similar performance mecánica dada por: dureza, módulos (100%, 200%, 300%), resistencia a tracción, elongación a rotura y desgarro. Ajustes a los niveles de azufre en la partícula regenerada y el azufre presente en el compuesto modifican significativamente las propiedades mecánicas.

Tabla 7: Especificación del compuesto

Parámetro	Unidades	Método de Prueba	Especificación		
Muestras			Compuesto de Control (CC)	C15	Relación (C15 / CC)
Carga de caucho en partículasdesvulcanizado	% p		0%	15%	
Azufre en Caucho en partículasdesvulcanizado (%Agregado por peso de muestra)	% p	NA	0%	2.0%	
Azufre en Compuesto Virgen	phr	NA	1,5	1,5	
Características de curado					
ML	lbf.in	ASTM D2084	9,62	9,20	0,96
MH	lbf.in	ASTM D2084	36,39	32,46	0,89
TS _{2pt} aumento	minutos	ASTM D2084	12,77	7,01	0,55
TC _{90%} curado	minutos	ASTM D2084	23,61	15,49	0,66
Viscosidad Mooney	ML (1+4) @ 100 °C	ASTM D1646	48,63	66,12	1,36
Tiempo de Scorch	minutos	ASTM D1646	23,17	23,83	1,03
Propiedades Mecánica ¹					
Dureza	Shore A	ASTM D2240	66	70	1,06
Módulos	psi	ASTM D412	100% 342 ± 5 200% 715 ± 13 300% 1,200 ± 31	100% 358 ± 21 200% 731 ± 20 300% 1,197 ± 27	1,05 1,02 1,00
Resistencia a tracción	psi	ASTM D412	2,583 ± 92	2,278 ± 29	0,88
Elongación a rotura	%	ASTM D412	534 ± 14	492 ± 5	0,92
Desgarro, molde C	pli	ASTM D624	242 ± 12	240 ± 25	0,99

(1)Propiedades mecánicas: El espesor de la parte fue 2 mm, lapresión de la parte fue 774 psi y el curado a 145° Cdurante30 minutos.

000034

Aunque la presente invención ha sido aquí explicada a través de sus materializaciones preferidas, se debe señalar que el alcance de las reivindicaciones no debería estar limitado por estas materializaciones preferidas expuestas en los ejemplos, sino que se le debería dar la más amplia interpretación en consistencia con la descripción en su conjunto.

5

000035

REIVINDICACIONES

1. Un método para regenerar caucho en partículas vulcanizado que comprende los pasos de:
 - a) introducir caucho en partículas vulcanizado y un lubricante en un primer mezclador, estando dicho lubricante a temperatura ambiente;
 - b) mezclar dichos caucho en partículas y lubricante a temperatura ambiente durante un período adecuado de tiempo para formar una mezcla;
 - c) transferir dicha mezcla a un mezclador termocinético, comprendiendo dicho mezclador termocinético:
 - una cámara hermética estacionaria para recibir la mezcla, teniendo dicha cámara una superficie interior no uniforme; y
 - un eje de rotor que se extiende coaxialmente a la cámara, teniendo dicho eje de rotor paletas que se extienden desde el eje a la cámara y una velocidad controlada que varía hasta por lo menos alrededor de 2000 rpm;
 - d) elevar la velocidad del eje de rotor para incrementar la temperatura de la mezcla durante un primer período de tiempo hasta que se alcance una temperatura desvulcanizante;
 - e) reducir la temperatura de la mezcla alcanzada en el paso d) a una temperatura menor durante un segundo período de tiempo; y
 - f) recuperar caucho en partículas regenerado de la cámara.
2. El método de la reivindicación 1, en donde la temperatura de desvulcanización alcanzada en el paso d) es desde alrededor de 300 °C hasta alrededor de 330 °C y el primer período de tiempo es de aproximadamente 5 a 30 segundos; y la menor temperatura alcanzada en el paso e) es de aproximadamente 150 a 250 °C y el segundo período de tiempo es de aproximadamente 2 a 30 segundos.
3. El método de la reivindicación 1 o 2, en donde más de aproximadamente un 50 % del volumen interior disponible de la cámara está ocupado por dicha mezcla.
4. El método de cualquiera de las reivindicaciones de 1 a 3, que comprende adicionalmente el paso de:

000036

g) transferir la mezcla desde la cámara hasta un girador de tambor en el cual la mezcla es enfriada adicionalmente hasta alrededor de 20 a 70°C en un período de tiempo de aproximadamente 10 - 45 segundos.

5. El método de cualquiera de las reivindicaciones de 1 a 4, en donde la velocidad controlada del eje está en el orden de 400 rpm cuando la temperatura del mezclador termocinético está aproximadamente a la temperatura ambiente, y en el orden de 1400 a 2000 rpm cuando la temperatura está aproximadamente a la temperatura de desvulcanización.
6. El método de cualquiera de las reivindicaciones de 1 a 5, en donde reducir la temperatura consiste en reducir la velocidad del eje de rotor e inyectar un agente refrigerante en la cámara.
7. El método de la reivindicación 6, en donde dicho agente refrigerante está en forma de vapor o de corriente en chorro.
8. El método de cualquiera de las reivindicaciones de 1 a 7, en donde el caucho en partículas vulcanizadas es un subproducto de caucho reciclado de desecho.
9. El método de cualquiera de las reivindicaciones de 1 a 8, en donde el lubricante es negro de carbón, talco, parafina, grafito, aceite de proceso, aceite vegetal o una mezcla de ellos.
10. El método de cualquiera de las reivindicaciones de 1 a 9, en donde los pasos d) y e) se realizan en un intervalo de tiempo comprendido entre 7 y 60 segundos.
11. Caucho en partículas regenerado obtenido mediante el método tal como se ha definido en cualquiera de las reivindicaciones de 1 a 10.
12. El caucho en partículas regenerado de la reivindicación 11, en donde dicho caucho en partículas regenerado tiene un área de superficie específica mayor de aproximadamente 0,8 m²/g.

000037

13. El caucho en partículas regenerado de la reivindicación 11, en donde dicho caucho en partículas regenerado tiene un área de superficie específica que es aproximadamente desde 2 a 5 veces mayor que el área de superficie específica del caucho en partículas vulcanizado del paso a).
14. El caucho en partículas regenerado de cualquiera de las reivindicaciones de 11 a 13, en donde dicho caucho en partículas regenerado tiene por encima de aproximadamente un 28 % menos de enlaces cruzados que los del caucho en partículas vulcanizado del paso a).
15. El caucho en partículas regenerado de cualquiera de las reivindicaciones de 11 a 14, en donde el caucho en partículas regenerado tiene un tamaño de malla de aproximadamente 10 a 40.
16. Un mezclador termocinético para la regeneración de caucho en partículas vulcanizado, comprendiendo dicho mezclador termocinético:
una cámara estacionaria para recibir el caucho en partículas a ser regenerado, teniendo dicha cámara una superficie interior no uniforme; y
un eje de rotor que se extiende coaxialmente a la cámara estacionaria, teniendo dicho eje de rotor paletas que se extienden desde el eje a la cámara y una velocidad controlada que varía hasta por lo menos 2000 rpm, aproximadamente.
17. El mezclador termocinético de la reivindicación 16, en donde cada paleta tiene una superficie exterior no uniforme.
18. El mezclador termocinético de la reivindicación 16 o 17, en donde la superficie no uniforme es una superficie texturada y/o una superficie perlada no lisa.
19. El mezclador termocinético de la reivindicación 18, en donde dicha superficie perlada no lisa está revestida con acero endurecido en forma de perlas soldadas o maquinada en igual forma que el perlado soldado.
20. El mezclador termocinético de cualquiera de las reivindicaciones de 16 a 19, en donde cada paleta está alabeada longitudinalmente.

000038

21. El mezclador termocinético de cualquiera de las reivindicaciones de 16 a 20, en donde dichas paletas están en relación no paralela una de otra.
- 5 22. El mezclador termocinético de cualquiera de las reivindicaciones de 16 a 21, en donde la cámara comprende también al menos un dispositivo de inyección de refrigerante adaptado para inyectar un agente refrigerante dentro de la cámara.
- 10 23. El mezclador termocinético de la reivindicación 22, en donde cada dispositivo de inyección es un dispositivo de boquilla para inyectar el agente refrigerante dentro de la cámara en forma de vapor o de corriente de chorro.
- 15 24. El mezclador termocinético de cualquiera de las reivindicaciones de 16 a 23, en donde la cámara comprende adicionalmente una camisa refrigerante que rodea externamente la superficie interior no uniforme, para enfriar la temperatura de dicha superficie interior cuando el eje y las paletas están rotando.
- 20 25. El mezclador termocinético de cualquiera de las reivindicaciones de 16 a 24, que comprende adicionalmente una bomba de vacío en conexión con la cámara estacionaria para extraer aire fuera de la cámara.
- 25 26. Un conjunto de dispositivos para regenerar un caucho vulcanizado, que comprende:
 - un mezclador para mezclar caucho en partículas vulcanizado y un lubricante a temperatura ambiente durante un período de tiempo adecuado para formar una mezcla;
 - un mezclador termocinético tal como se ha definido en cualquiera de las reivindicaciones 16 a 25; y
 - un dispositivo de transferencia para transferir la mezcla del mezclador al mezclador termocinético.
- 30 27. El conjunto de dispositivos de la reivindicación 26, en donde el dispositivo de transferencia es un dispositivo de transferencia hermético.
- 35 28. Un proceso para elaborar caucho vulcanizado que comprende los pasos de:
 - agregar una mezcla que comprenda caucho en partículas regenerado tal como se ha definido en cualquiera de las reivindicaciones 11 a 15 y una

cantidad adecuada de un agente de vulcanización a un polímero de caucho virgen a ser vulcanizado; y

se somete dicho compuesto basado en la mezcla y polímero de caucho virgen a vulcanización para obtener el caucho vulcanizado.

5

29. El proceso de la reivindicación 28, que comprende adicionalmente el paso de agregar uno o más aditivos de vulcanización al polímero de caucho virgen.

10

30. El proceso de la reivindicación 29, en donde dicha mezcla que comprende caucho en partículas regenerado y agente de vulcanización es agregada al polímero de caucho virgen antes de la adición de dicho uno o más aditivos de vulcanización.

15

31. El proceso de la reivindicación 28, en donde el polímero de caucho virgen es un compuesto basado en polímero de caucho virgen que comprende dicho polímero de caucho virgen y por lo menos un agente de vulcanización y/o aditivos.

20

32. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones de 28 a 31, en donde dicho agente de vulcanización está en forma de polvo o se mezcla previamente mezclado dentro de un líquido.

25

33. El proceso de cualquiera de las reivindicaciones de 28 a 32, en donde dicho agente de vulcanización comprende azufre.

30

34. El proceso de la reivindicación 33, en donde el azufre está presente en una concentración desde alrededor de 1% hasta alrededor de 10% en peso de caucho en partículas regenerado y aproximadamente de 1 a 3 phr del polímero de caucho virgen.

35. Un artículo de caucho que comprende caucho vulcanizado elaborado de caucho en partículas regenerado como se ha reivindicado en cualquiera de las reivindicaciones 11 a 15.

000040

RESUMEN

Se describe un caucho regenerado, un método y un aparato para obtener caucho regenerado a partir de caucho en partículas vulcanizado, como por ejemplo del caucho de desecho. El aparato es un mezclador termocinético que tiene la particularidad de disponer de una cámara hermética estacionaria con superficie interior no uniforme. El método comprende los pasos de elevar la velocidad del eje de rotor para incrementar la temperatura de una mezcla formada por caucho en partículas vulcanizado y un lubricante, como por ejemplo aceite, hasta que se alcance una temperatura desvulcanizante; y reducir la temperatura de la mezcla a una temperatura menor durante un segundo período de tiempo. El método de la invención es amistoso o "verde" desde el punto de vista ambiental debido a que el método de regeneración no usa sustancias químicas, incluye un corto período de tratamiento a alta temperatura evitando los riesgos de craqueo del caucho y de combustión espontánea, y permitiendo adicionalmente la producción en masa de caucho regenerado con bajo consumo de energía.

000041

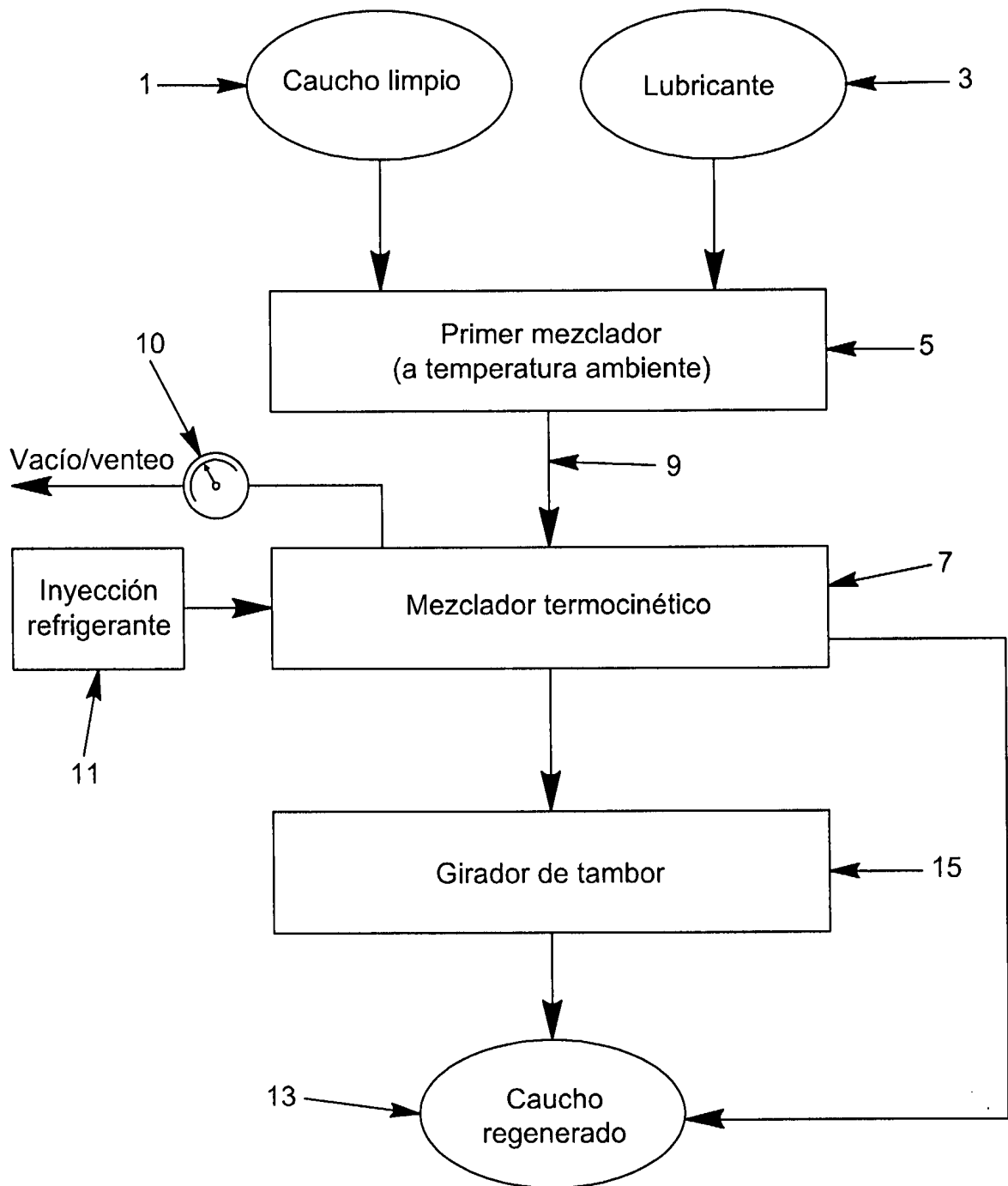


FIGURA 1

000042

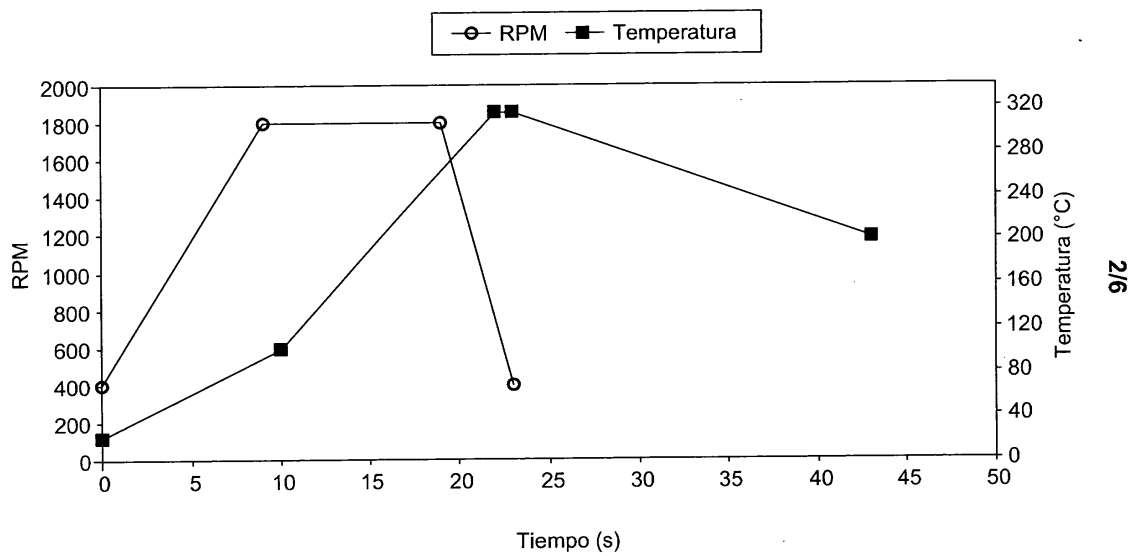


FIGURA 2

000043

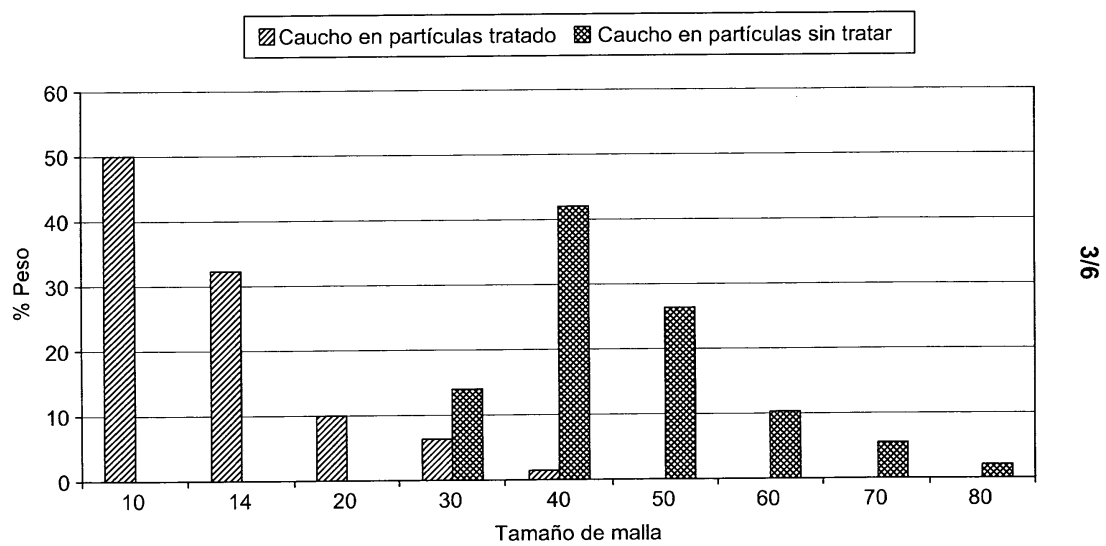
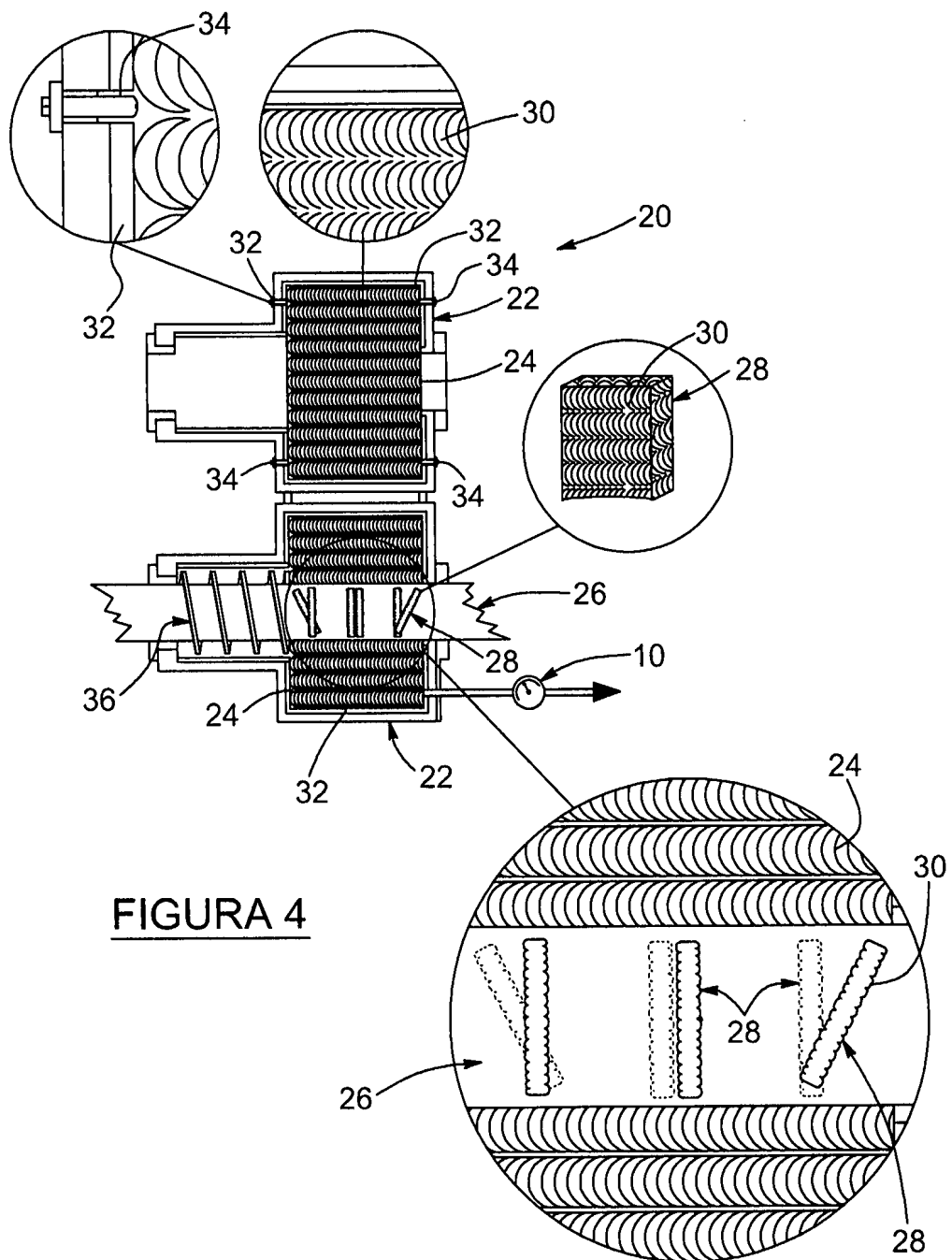


FIGURA 3

000044



000045

970000

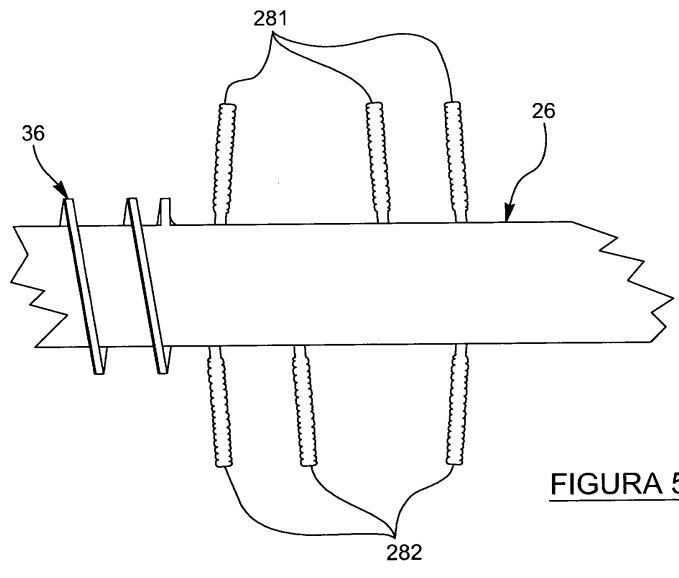


FIGURA 5

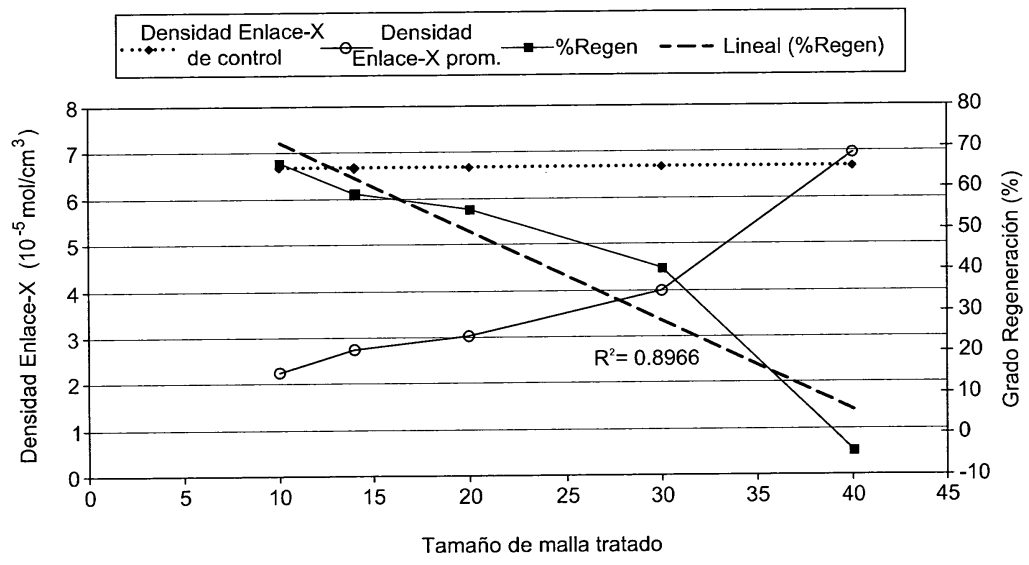


FIGURA 6

000047



(51) International Patent Classification:
C08C 19/08 (2006.01) *C08J 11/12* (2006.01)
B01F 7/02 (2006.01)

(21) International Application Number:
PCT/CA2011/000285

(22) International Filing Date:
15 March 2011 (15.03.2011)

(25) Filing Language: English

(26) Publication Language: English

(30) Priority Data:
61/313,871 15 March 2010 (15.03.2010) US

(71) Applicant (for all designated States except US): **4463251 CANADA INC.** [CA/CA]; 2 Westmount Square, apt. 1204, Westmount, Québec H3Z 2S4 (CA).

(72) Inventors; and

(75) Inventors/Applicants (for US only): **MARTEL, Sylvain** [CA/CA]; 4 Boulevard Belisle, Sainte-Thérèse, Québec J7E 3P6 (CA). **MURPHY, Stephen** [CA/CA]; 483 Pierre-Boileau, L'Île-Bizard, Montréal, Québec H9C 1T8 (CA). **LEGAULT, Patrick** [CA/CA]; 6 rue Lacombe, Salaberry-de-Valleyfield, Québec J6S 5W6 (CA).

(74) Agent: **ROBIC**; Centre CDP Capital, 1001 Square-Victoria, Bloc E - 8th Floor, Montréal, Québec H2Z 2B7 (CA).

(81) Designated States (unless otherwise indicated, for every kind of national protection available): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

(84) Designated States (unless otherwise indicated, for every kind of regional protection available): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), Eurasian (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), European (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Declarations under Rule 4.17:

[Continued on next page]

(54) Title: METHOD AND APPARATUS FOR REGENERATING VULCANIZED RUBBER

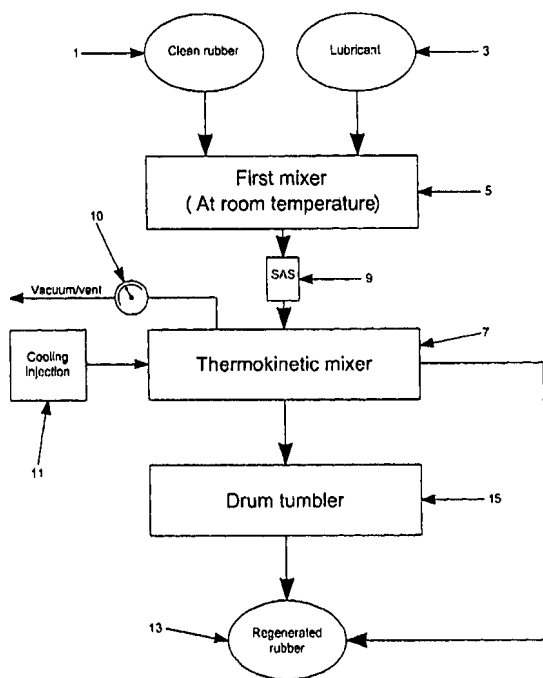


FIGURE 1

(57) Abstract: There are disclosed a regenerated rubber, a method and apparatus for obtaining regenerated rubbers from vulcanized crumb rubber, such as rubber from scrap. The apparatus is a thermokinetic mixer having the particularity to have an air tight stationary chamber with inner non-uniform surface. The method comprises the steps of raising the speed of the rotor shaft in order to increase a temperature of a mixture made of vulcanized crumb rubber and a lubricant, such as oil, until a devulcanizing temperature is reached; and reducing the temperature of the mixture to a lower temperature during a second period of time. The method of the invention is environmentally friendly or "green", since the regeneration method does not use chemicals, includes a shorter period of treatment at higher temperature avoiding the risks of rubber cracking and spontaneous combustion, and further allowing mass-production of regenerated rubber with lower energy consumption.

000048



-
- *as to applicant's entitlement to apply for and be granted a patent (Rule 4.17(ii))*
 - *of inventorship (Rule 4.17(iv))*

Published:

- *with international search report (Art. 21(3))*
- *with amended claims (Art. 19(1))*

ADVANCE E-MAIL

From the INTERNATIONAL BUREAU

PCT

NOTIFICATION OF THE RECORDING
OF A CHANGE

(PCT Rule 92bis.1 and
Administrative Instructions, Section 422)

To:

ROBIC
Centre CDP Capital
1001 Square-Victoria, Bloc E - 8th Floor
Montréal, Québec H2Z 2B7
CANADA

Date of mailing (day/month/year) 10 November 2011 (10.11.2011)
Applicant's or agent's file reference 013597-0007
International application No. PCT/CA2011/000285

IMPORTANT NOTIFICATION
International filing date (day/month/year) 15 March 2011 (15.03.2011)

1. The following indications appeared on record concerning:		
☒ the applicant	☐ the inventor	☐ the agent
☐ the common representative		
Name and Address 4463251 CANADA INC. 2 Westmount Square, apt. 1204 Westmount, Québec H3Z 2S4 Canada	State of Nationality CA	State of Residence CA
	Telephone No.	
	Facsimile No.	
	E-mail address	
2. The International Bureau hereby notifies the applicant that the following change has been recorded concerning:		
☐ the person		
☒ the name		
☐ the address		
☐ the nationality		
☐ the residence		
Name and Address PHOENIX INNOVATION TECHNOLOGY INC. 2 Westmount Square apt. 1204 Westmount, Québec H3Z 2S4 Canada	State of Nationality CA	State of Residence CA
	Telephone No.	
	Facsimile No.	
	E-mail address ☐ Notifications by e-mail authorized	
3. Further observations, if necessary:		
4. A copy of this notification has been sent to:		
☒ the receiving Office	☐ the International Preliminary Examining Authority	000050
☐ the International Searching Authority	☒ the designated Offices concerned	
☐ the Authority(ies) specified for supplementary search	☐ the elected Offices concerned	
	☐ other:	

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland	Authorized officer Birchen Mireille
Facsimile No. +41 22 338 89 95	e-mail pt04.pct@wipo.int Telephone No. +41 22 338 74 04

ADVANCE E-MAIL

From the INTERNATIONAL BUREAU

PCT

NOTIFICATION OF THE RECORDING
OF A CHANGE

(PCT Rule 92bis.1 and
Administrative Instructions, Section 422)

To:

ROBIC
Centre CDP Capital
1001 Square-Victoria, Bloc E - 8th Floor
Montréal, Québec H2Z 2B7
CANADA

Date of mailing (day/month/year) 05 September 2012 (05.09.2012)	
Applicant's or agent's file reference 013603-0005	IMPORTANT NOTIFICATION
International application No. PCT/CA2011/000285	International filing date (day/month/year) 15 March 2011 (15.03.2011)

1. The following indications appeared on record concerning:

☒ the applicant ☒ the inventor ☐ the agent ☐ the common representative

Name and Address LEGAULT, Patrick 6 rue Lacombe Salaberry-de-Valleyfield, Québec J6S 5W6 Canada	State of Nationality CA	State of Residence CA
	Telephone No.	
	Facsimile No.	
	E-mail address	

2. The International Bureau hereby notifies the applicant that the following change has been recorded concerning:

☐ the person ☐ the name ☒ the address ☐ the nationality ☐ the residence

Name and Address LEGAULT, Patrick 8 rue 236, Saint-Louis de Gonzague, Québec J0S 1T0 Canada	State of Nationality CA	State of Residence CA
	Telephone No.	
	Facsimile No.	
	E-mail address ☐ Notifications by e-mail authorized	

3. Further observations, if necessary:

4. A copy of this notification has been sent to:

☒ the receiving Office	☐ the International Preliminary Examining Authority
☐ the International Searching Authority	☒ the designated Offices concerned
☐ the Authority(ies) specified for supplementary search	☐ the elected Offices concerned
	☐ other:

000051

The International Bureau of WIPO 34, chemin des Colombettes 1211 Geneva 20, Switzerland	Authorized officer Roslik-Milliquet Ana
Facsimile No. +41 22 338 89 95	e-mail pt04.pct@wipo.int Telephone No. +41 22 338 74 04

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
NIT : 800.176.089-2
- / -

 Industria y Comercio SUPERINTENDENCIA	RECIBO DE CAJA	No. 12 - 0080814
		Bogotá D.C., Agosto 06 de 2012 - 17:30:38

RECIBIDO DE : CLARKE MODET	NI 830.008.643
----------------------------	----------------

*** Soporte del Pago ***					
TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	VR. PAGO
RECIBO DE CA	999999999	80786	06/08/2012		85.036.000.00

*** Conceptos Pagados ***				
CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	Vr.UNDITARIO	Vr.CONCEPTO
1	50005-01-01 SOLICITUDES	1 TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE INVENCIÓN	590.000.00	590.000.00
				\$590.000.00
			=====	

SON: **QUINIENTOS NOVENTA MIL PESOS MONEDA CORRIENTE**

Responsable: _____
Recibo de Caja Aplicado al Expediente No. _____

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

No. 12-152963- -00000-0000
Fecha: 2012-09-06 15:15:29 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eje: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 53

000052

P- 3485

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
NIT : 800.176.089-2
- / -



RECIBO DE CAJA

No. 12 - 0080780

Bogotá D.C., Agosto 06 de 2012 - 17:23:13

RECIBIDO DE : CLARKE MODET NI 830.008.643

*** Soporte del Pago ***

TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	VR. PAGO
CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	325062426	06/08/2012	115.386.000.00

*** Conceptos Pagados ***

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	Vr.UNDITARIO	Vr.CONCEPTO
1	50005-01-01 SOLICITUDES	3 PROC. REGISTRO DE MARCAS Y LEMAS COMERCIALES	750.000.00	750.000.00
				\$750.000.00

SON: **SETECIENTOS CINCUENTA MIL PESOS MONEDA CORRIENTE**

Responsable

Recibo de Caja Aplicado al Expediente No.

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 12-152963- -00000-0000

Fecha: 2012-09-06 15:15:29 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eje: 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 53

000053

Sede Centro: Carrera 13 No. 27 - 00 Pisos 3,4,5 y 10 Bogotá, D.C.- Colombia

Web: www.sic.gov.co e-mail: info@sic.gov.co Conmutador: (571) 5870000 Fax: (571) 5870284 Línea: 018000-910165 Call Center: (571) 6513240

, Agosto 6 de 2012 - 17:23:30

p-3485



No. 12-152963-00000-0000

Fecha: 2012-09-06 15:15:29 Dep. 2020 DIR.NUEVASCR
Tra. 11 PATENTEIYII Eve. 378 FASENACIONALI
Act. 411 PRESENTACION Folios: 53

PATENTE DE INVENCION ☐ MODELO DE I

- ☐ Indicación que se solicita una patente.
- ☐ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
- ☐ Descripción de la invención
- ☐ Dibujos de ser estos pertinentes
- ☐ Comprobante de pago de las tasas establecidas (De ser el caso formato de descuento)
- Completa ☐ Incompleta ☐

PATENTE DE INVENCION PCT ☒ MODELO DE UTILIDAD PCT ☐ Art.33 Decisión 486/00, Circular Única

- ☒ Indicación que se solicita una PCT
- ☒ Copia de la solicitud en español, tal como fue presentada inicialmente (capítulo descriptivo, reivindicatorio, resumen)
- ☒ Dibujos de ser estos pertinentes
- ☒ Comprobante de pago de las tasas establecidas (de ser el caso formato de descuento)
- Completa ☒ Incompleta ☐

DISEÑO INDUSTRIAL ☐ (Art. 119 Decisión 486/00)

- ☐ Indicación que se solicita Diseño industrial
- ☐ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
- ☐ Representación gráfica y fotográfica del Diseño industrial o muestra del material que incorpora el diseño
- ☐ Comprobante de pago de las tasas establecidas
- Completa ☐ Incompleta ☐

ESQUEMA DE TRAZADO ☐ (Art. 92 Decisión 486/00)

- ☐ Indicación que se solicita un esquema de trazado
- ☐ Datos de identificación del solicitante o de la persona que presenta la solicitud
- ☐ Representación gráfica de un esquema de trazado
- ☐ Comprobante de pago de las tasas establecidas
- Completa ☐ Incompleta ☐