

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 383 549**

51 Int. Cl.:
C08J 3/22

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **07811755 .3**
96 Fecha de presentación: **13.09.2007**
97 Número de publicación de la solicitud: **2061831**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **27.05.2009**

54 Título: **Procedimiento de preparación de concentrados de aditivos en granza de alta concentración para polímero**

30 Prioridad:
14.09.2006 US 844517 P

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
22.06.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
22.06.2012

73 Titular/es:
**INGENIA POLYMERS INC.
3200 SOUTHWEST FREEWAY, SUITE 1250
HOUSTON TX 77027, US**

72 Inventor/es:
**D'UVA, Salvatore;
CHARLTON, Zach y
LEFAS, John**

74 Agente/Representante:
Carpintero López, Mario

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

ES 2 383 549 T3

DESCRIPCION

Procedimiento de preparación de concentrados de aditivos en granza de alta concentración para polímero.

Antecedentes

La presente solicitud reivindica la prioridad a la Solicitud de Patente Provisional de EE.UU. No. de Serie 60/844.517, titulada "Concentrados de aditivos en granza de alta concentración para polímero", presentada el 14 de Septiembre de 2006, cuyo contenido completo se incorpora en la presente memoria por referencia.

La invención se refiere de manera general al campo de aditivos de polímeros y específicamente a concentrados de aditivos en granza de alta concentración, o agente de estabilización de polímero o mezclas, usados en diversos procedimientos de polimerización para potenciar la estabilidad del polímero.

Los aditivos de polímeros y mezclas de aditivos se usan típicamente para proteger los polímeros de la degradación termo-oxidativa, para proporcionar resistencia a largo plazo a la luz y al calor, para neutralizar catalizadores residuales y para potenciar las propiedades de rendimiento del producto acabado. Típicamente, los aditivos de polímeros se presentan en forma de polvo, gránulo, o granza. Estos aditivos pueden agregarse de manera rutinaria al polímero durante las operaciones de extrusión post-reactor. Pueden usarse numerosas técnicas para introducir los aditivos en la corriente del polímero. En los procedimientos de polimerización en solución, suspensión o fase pastosa, los aditivos y mezclas de aditivos se agregan frecuentemente a un líquido antes de introducirlos en la masa pastosa líquida de polímero post-reactor. Como alternativa, los aditivos pueden agregarse a la corriente fundida final de polímero a través de una extrusora de brazo lateral u otro dispositivo que pueda fundir el aditivo e introducirlo en la corriente del polímero. En este caso, típicamente serán sometidos a un mezclado adicional mediante una extrusora u otro dispositivo de mezclado y el bombeo de la mezcla de polímero/aditivo a través de una matriz para el granzeado del polímero final. En otros procedimientos de polimerización tal como un reactor en fase gaseosa, el polímero está presente en el reactor en forma de un "gránulo de reactor" en polvo. En este caso, los aditivos pueden agregarse al polímero en varias formas diferentes. Los aditivos pueden agregarse a la corriente en polvo de "gránulo de reactor" sólido. Este puede envasarse como un producto vendible o puede suministrarse posteriormente una extrusora u otro dispositivo de mezclado con el fin de mezclar y homogeneizar el polímero y dispersar los aditivos dentro del polímero fundido. Cuando los aditivos se agregan a la corriente en polvo de "gránulo de reactor" sólido, los aditivos pueden introducirse en esta etapa a través de sus formas puras, típicamente polvos, o a través de un concentrado o en forma de mezcla patrón. Posteriormente, esta mezcla se bombea a través de una matriz para granzeado. Como alternativa, en este tipo de procedimiento, los aditivos pueden introducirse a través de una extrusora de brazo lateral. La extrusora de brazo lateral funde los aditivos y los suministra dentro de una corriente de polímero fundido en la cual son mezclado adicionalmente dentro de los polímeros finales y granzeados. En todas estas técnicas, la adición de los aditivos en forma de polvo puede ser difícil de manipular y suministrar, y en el caso de algunos aditivos, esto plantea un riesgo potencial de salud, fuego y explosión. Si el sistema polímero requiere la adición de varios componentes, los aditivos deben o bien pre-mezclarse, o bien se requiere el uso de más de un alimentador. Cuando se usa una extrusora de brazo lateral, no es común el suministrar los aditivos en polvo directamente por numerosas razones. Además de las pérdidas anteriormente mencionadas con la manipulación y suministro de los aditivos en forma de polvo a la extrusora de brazo lateral, el comportamiento a la fusión y la viscosidad de los aditivos y de las mezclas de aditivos no son típicamente adecuados para adición directa mediante este procedimiento. Como un resultado de ello, pueden obtenerse los aditivos en polvo dentro de una mezcla patrón de claramente baja concentración. Este tipo de mezcla patrón típicamente se obtiene mediante la extrusión de una baja concentración de aditivos con una resina de vehículo polímero que es similar y compatible con el polímero principal a producir en el procedimiento de polimerización. Como un resultado de ello, esta mezcla patrón puede suministrarse fácilmente mediante una extrusora de brazo lateral.

La preparación de formas de granza no pulverulentas de mezclas de aditivos resuelve muchos de estos problemas. La Patente de EE.UU. No. 5.240.642 titulada "Procedimiento para la obtención de formas granulares de aditivos para polímeros orgánicos", describe un procedimiento para la obtención de gránulos de bajo contenido en polvo de una mezcla de aditivo que incluye un antioxidante fenol y un neutralizador ácido transformado en el estado amorfo o fundido que incluye el uso de una extrusora.

La Patente de EE.UU. No. 5.844.042 titulada "Procedimiento para la obtención de formas granulares de aditivos para polímeros orgánicos" describe formas granulares de mezclas de aditivos preparadas para forzar a pasar la mezcla a través de una matriz para formar hebras y, a continuación, cortar dichas hebras para formar granzas.

La Patente de EE.UU. No. 5.597.857 titulada "Gránulos de bajo contenido en polvo de aditivos plásticos" describe granzas de aditivos que comprenden 10-100% de estearatos cálcicos.

La Patente de EE.UU. No. 6,740.694B2 titulada "Preparación de estabilizadores de bajo contenido en polvo" describe el uso de un fundido sub-enfriado de un aditivo como un vehículo líquido para otros aditivos y así como versiones amorfas de estabilizadores.

La Patente de EE.UU. No. 6.515.052 titulada "Aditivos de polímeros granulares y su preparación" describe el uso de un disolvente en un procedimiento de compactación para mejorar el rendimiento y la calidad de una mezcla de aditivo compactada que incluye un fosfito.

- 5 La Patente de EE.UU. No. 6.800.228 titulada "Gránulos de fenol estéricamente retardados que tienen dureza equilibrada" describe el uso de un disolvente para la preparación de mezclas de aditivos compactados las cuales incluyen un fenol.

10 Las invenciones descritas anteriormente proporcionan formas con bajo contenido en polvo de mezclas de aditivos que pueden ser más convenientemente y exactamente suministradas a las operaciones de reacción post-reactor para la adición a un polímero cuando se agregan directamente a una corriente de polímero que está en la fase sólida y premezclada o suministrada simultáneamente con la corriente de polímero dentro de una extrusora u otro dispositivo de fusión en el cual el polímero se funde y los aditivos, a continuación, son mezclados dentro del polímero fundido. Cuando los aditivos requieren la adición a través de una extrusora de brazo lateral y se suministran directamente a una corriente de polímero fundido, no se usan las mezclas de aditivos descritas anteriormente. En este caso, se usan mezclas patrón o concentrados de aditivos o mezclas de aditivos en un vehículo polímero compatible. Las mezclas patrón tienen la ventaja de bajo desmenuzamiento de la granza, pueden ser transportadas por aire, suministradas y extruidas usando equipos y procedimientos convencionales mediante una extrusora de brazo lateral.

15 La preparación de mezclas patrón es bien conocida en la técnica. Las mezclas patrón simplifican la adición de al menos un componente a la mezcla de polímero. Por razones económicas, es deseable preparar mezclas patrón con altas proporciones de aditivos, y minimizar el uso del vehículo polímero compatible. Esto minimiza la cantidad de mezcla patrón requerida para lograr un efecto deseado.

20 La preparación de altas proporciones de mezclas patrón cargadas con minerales es bien conocida en la técnica. La Patente de EE.UU. No. 6.713.545 B2 titulada "Mezcla patrón universal" describe una mezcla patrón de hasta un 85% de carga, más un modificador de la viscosidad en un vehículo SBS universal. Una dificultad en la preparación de las mezclas patrón de alta concentración de carga es la humectación, mezclado y dispersión de la carga al mismo tiempo que se mantiene una adecuadamente baja viscosidad para transformar la mezcla patrón. La adición de altas proporciones de carga puede incrementar grandemente la viscosidad de la mezcla patrón.

25 La Patente de EE.UU. No. 6.255.395 B1 de Klosiewicz titulada "Mezclas patrón conteniendo altas proporciones de resina" describe la incorporación de altas proporciones de resinas de hidrocarburos dentro de un vehículo polímero. Preferiblemente, la resina tiene un punto de reblandecimiento próximo o superior al punto de reblandecimiento del vehículo polímero y tiene una viscosidad suficiente como para permitir a una extrusora trabajar dentro de la mezcla. La preparación de las mezclas patrón se lleva cabo por encima del punto de reblandecimiento de la resina.

30 Muchos aditivos de polímeros, cuando se calientan a las temperaturas de transformación de las mezclas patrón típicas, pasan a través de un punto de fusión cristalino o de una transición de fase amorfa para formar fluidos de baja viscosidad. Dichos fluidos de baja viscosidad pueden ser difíciles de incorporar dentro de un vehículo polímero en proporciones elevadas. El aditivo pobremente incorporado puede migrar fuera de la granza de la mezcla patrón acabada. Esto puede causar la formación de polvo, pegajosidad o aglomeración de las granzas de las mezclas patrón. Además, el aditivo de baja viscosidad puede hacer disminuir substancialmente la viscosidad de la mezcla vehículo-aditivo, causando dificultades en el procedimiento de granzeado. Por estas razones, las mezclas patrón de aditivos de polímeros, con puntos de fusión próximos o por debajo de las temperaturas de transformación de las mezclas patrón típicas, se preparan con proporciones de aditivo de únicamente bajas a medias. En consecuencia, sería ventajoso preparar mezclas patrón de estos aditivos altamente cargados de aditivos más económicamente.

Sumario

45 Un concentrado de aditivo en granza para un polímero comprende: al menos un aditivo de polímero primario presente en una cantidad total de entre aproximadamente 20% en peso y aproximadamente 90% en peso del concentrado de aditivo en granza, conteniendo el aditivo de polímero primario una temperatura de fusión del aditivo de polímero primario de entre aproximadamente 100°C y aproximadamente 200°C; y al menos un polímero vehículo primario presente en una cantidad total de entre aproximadamente 10% en peso y aproximadamente 80% en peso del concentrado de aditivo en granza, conteniendo el polímero vehículo primario una temperatura de fusión del polímero vehículo primario por debajo de la temperatura de fusión del aditivo de polímero primario.

50 Un concentrado de aditivo en granza para un polímero comprende: una mezcla de dos o más aditivos de polímeros primarios presentes en una cantidad total de entre aproximadamente 20% en peso y aproximadamente 90% en peso del concentrado de aditivo en granza, conteniendo cada aditivo de polímero primario una temperatura de fusión del aditivo de polímero primario de entre aproximadamente 100°C y aproximadamente 200°C; y una mezcla de dos o más polímeros vehículos primarios presentes en una cantidad total de entre aproximadamente 10% en peso y aproximadamente 80% en peso del concentrado de aditivo en granza, conteniendo cada polímero vehículo primario una temperatura de fusión del polímero vehículo primario por debajo de la temperatura de fusión del aditivo polímero primario; en el que el concentrado de aditivo en granza se transforma a una temperatura inferior a la temperatura de

fusión del aditivo de polímero primario pero superior a, o igual a, la temperatura de fusión del polímero vehículo primario.

La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación de concentrados de aditivos en granza de alta concentración para polímero, o mezclas patrón, y a procedimientos para la obtención de mezclas patrón de aditivos de polímeros. Los aditivos primarios usados en la presente invención son aditivos cristalinos que tienen una temperatura de fusión pico (o temperatura de fusión del aditivo de polímero primario), o aditivos amorfos que tienen una temperatura de transición vítrea (o temperatura de transición vítrea del aditivo de polímero primario) dentro del intervalo de las temperaturas de transformación normales de las mezclas patrón de poliolefinas. La invención ilustra un procedimiento de preparación de mezclas patrón de alta concentración del aditivo primario o de concentrados de aditivos en granza, mediante tratamiento por debajo o cerca de sus temperaturas de fusión pico o de transición vítrea. Estas mezclas patrón son útiles durante la producción del polímero, especialmente en la fabricación de polímeros por lo cual, después de la polimerización, el polímero se suministra a una extrusora u otro dispositivo en el cual el polímero se funde con el fin de introducir aditivos a la corriente de polímero fundido. Esto es especialmente cierto en el caso en que se use una extrusora de brazo lateral para introducir los aditivos. Dichos aditivos son esenciales en la mejora de propiedades, en el mantenimiento de propiedades, y agregan funcionalidad u otras características a dichos polímeros. El uso de las técnicas de la presente invención, altas concentraciones de aditivos en un vehículo de resina de polímero, puede hacer que esté libre de polvo, y sea resistente dado que son fácilmente transportados usando el transporte por aire neumático y son fácilmente suministrados a una extrusora u otro dispositivo en el cual son fundidos y suministrados dentro de una corriente de polímero fundido. En esta etapa, la mezcla de aditivo se diluye a la proporción de uso final para la estabilización o introducción de la funcionalidad del aditivo apropiada al polímero a producir. Dichas mezclas de aditivo de alta concentración pueden ser igualmente útiles cuando se suministran directamente al polímero sólido y se mezclan físicamente con el polímero base antes de la fusión, mezclado, y granzeado final, o se suministran simultáneamente a la fusión, mezclado, y granzeado final de la resina base a producir. Las concentraciones de alto contenido en aditivo producidas permiten economías de coste significativas ya que estas mezclas son típicamente hasta cuatro veces más concentradas que las mezclas patrón de aditivo típicas que han sido usadas para este fin en el pasado.

Descripción detallada

Los aspectos particulares de la invención mostrados en la presente invención son a modo de ejemplo. Están destinados a ilustrar diversas realizaciones de la invención y no están destinadas a limitar los principios o conceptos de la invención.

Las dadas a continuación son las definiciones usuales condensadas y acortadas (en ningún modo exhaustivas) conocidas en la técnica de ciertos términos cuyas definiciones condensadas pueden ayudar a la descripción de la invención.

“Polímero base”: el polímero que ha colorearse, funcionalizarse, o de alguna forma modificarse mediante la mezcla patrón o aditivos.

“Polímero vehículo”: polímero usado típicamente como la fase continua que, cuando se combina con cargas, colorantes o aditivos, los encapsulará para formar una mezcla patrón. El polímero vehículo debería ser compatible con el polímero base a modificar.

“Mezcla patrón”: un concentrado de cargas, colorantes o aditivos adecuadamente dispersados dentro de un polímero vehículo, el cual, a continuación, se mezcla dentro del polímero base para ser coloreada o modificada, en lugar de agregar la carga, colorante o aditivo directamente.

“LLDPE”: polietileno de baja densidad lineal.

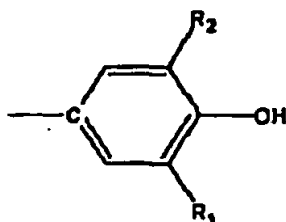
“Punto de fusión”: la temperatura de fusión pico de un polímero cristalino o semicristalino o de un aditivo del polímero medida mediante calorimetría de escaneo diferencial (DSC).

“Mezcla de polímero”: la formulación final que resulta de la combinación del polímero base y una mezcla patrón, mezclas patrón, aditivo o aditivos.

“Punto de reblandecimiento”: el inicio de la temperatura de fusión medida mediante calorimetría de escaneo diferencial.

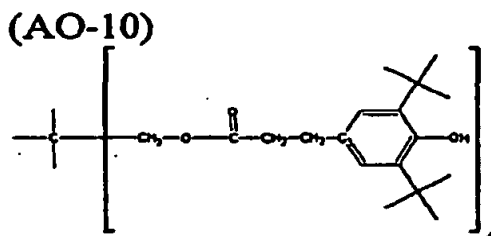
Los concentrados de aditivos en granza, o mezcla patrón, de la presente invención están compuestos de 2 o más componentes. Uno o más de estos componentes es un polímero vehículo primario o una mezcla de polímeros vehículos primarios. El otro uno o más de los componentes es un aditivo de polímero primario o mezcla de aditivos de polímeros primarios presente a una alta concentración (>20% en peso pero por debajo del 90% en peso, en base al peso total del concentrado de aditivo en granza o mezcla patrón), caracterizado por un punto de fusión o reblandecimiento entre 80-210°C (punto de fusión o punto de reblandecimiento del aditivo de polímero primario) y más preferiblemente entre 100°-200°C. La mezcla patrón se prepara a una temperatura por encima de la temperatura de fusión del vehículo polímero primario (la temperatura de fusión del vehículo polímero primario), o mezcla de vehículos

- polímeros primarios, y cerca o por debajo del punto de fusión o de reblandecimiento de al menos uno del aditivo primario altamente cargado. Opcionalmente, pueden existir uno o más aditivos de polímeros comunes adicionales presentes a una baja concentración (<20%) elegidos a partir de cualquiera de los aditivos de polímeros y o cargas conocidas para un experto en la técnica. Opcionalmente, puede ser igualmente uno o más polímeros vehículos comunes adicionales presentes a bajas concentraciones, preferiblemente por debajo del 10% en peso seleccionado a partir de cualquiera de los polímeros vehículo conocidos para un experto en la técnica. La mezcla patrón es útil durante la producción del polímero, especialmente en la fabricación de polímeros en los cuales después de la polimerización, el polímero se suministra a una extrusora u otro dispositivo en el cual el polímero se funde con el fin de introducir aditivos a la corriente de polímero fundido, especialmente mediante una extrusora de brazo lateral.
- 5
- 10 Salvo que se especifique lo contrario, las concentraciones por ciento en esta memoria descriptiva se refieren a por ciento en peso ("%" en peso). El % en peso se calcula dividiendo el peso del polímero por el peso de todos los elementos en la solución no incluyendo el disolvente. Por ejemplo, en un concentrado de aditivo en forma de grana que contiene 20 gramos de aditivo de polímero primario y 80 gramos de polímero vehículo primario disuelto en un disolvente, el % en peso del aditivo de polímero primario sería 20%.
- 15 Los polímeros vehículo preferidos de la presente invención incluyen polímeros, tales como polietileno, polipropileno, copolímeros de etileno-propileno, copolímeros de etileno-alfaolefina, poliestireno, polipropileno, polibuteno, copolímeros de etileno-acetato de vinilo, copolímeros de etileno-alcohol vinílico, copolímeros de estireno-butadieno, copolímeros, poliolefinas, o mezclas de los mismos.
- 20 El aditivo o aditivos de polímeros primarios presentes a alta concentración en la mezcla patrón de la presente invención, incluyen aquellos aditivos conocidos para los expertos en la técnica como antioxidantes, estabilizadores de la luz y neutralizadores de catalizadores. Estos aditivos incluyen fenoles retardados, fosfitos, fosfonitos, aminas retardadas, triazinas, benzofenonas, benzotriazoles, hidroxibenzoatos, y estearatos de metal que posean un punto de fusión o de reblandecimiento dentro del intervalo de 80-210°C y más específicamente dentro del intervalo de 100°-200°C.
- 25 Los fenoles retardados son conocidos como antioxidantes para plásticos y contienen uno o más grupos de la Fórmula 1 mostrada a continuación:

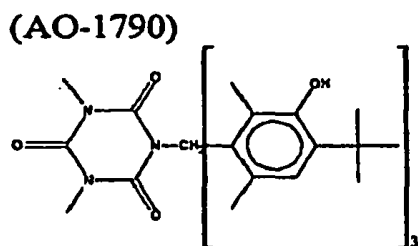


en la que R₁ y R₂ son metilo, terc-butilo, alquilos no sustituidos, o alquilos sustituidos.

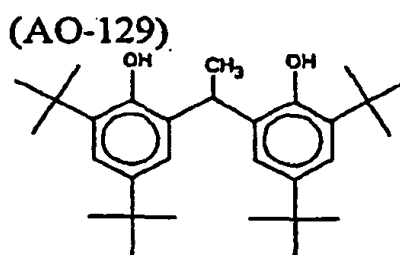
- 30 Los fenoles retardados útiles como uno o más de los aditivos altamente cargados en la presente invención deberían tener un punto de fusión o de reblandecimiento dentro del intervalo de 80°-210°C, más preferiblemente dentro del intervalo de 100°-200°C. Los fenoles retardados particularmente útiles en la presente invención incluyen, pero sin limitarse a ellos:



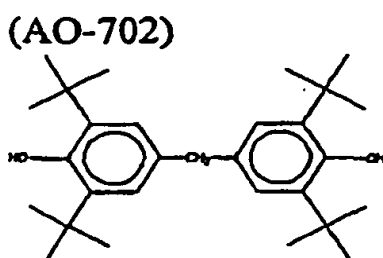
{pentaeritritol tetraquis (3-(3,5-di-t-butil-4-hidroxifenol)propionato)};



{1,3,5-tris(4-terc-butil-3-hidroxi-2,6-dimetilbencil)-1,3,5-triazina-2,4,6-(1H,3H,5H)-tiiona};

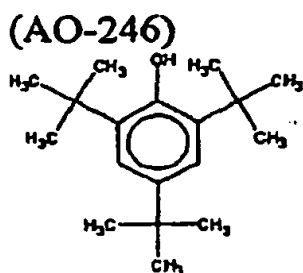


{2,2'-etilidenobis (4,6-di-terc-butilfenol)};



5

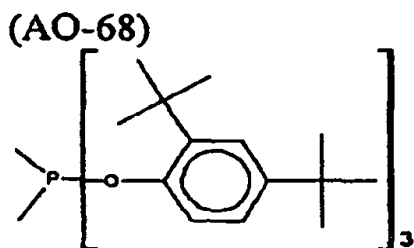
{4,4'-metilenobis(2,6-di-terciario-butilfenol)};



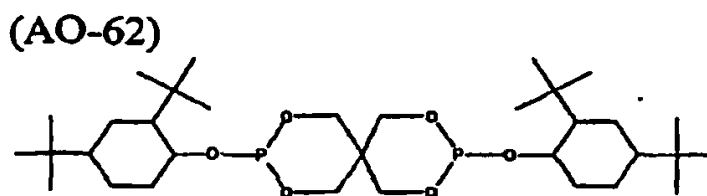
{2,4,6-tri-terc-butilfenol}.

10

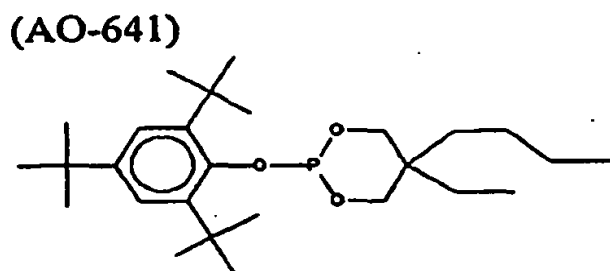
Los fosfitos y fosfonitos son igualmente conocidos como antioxidantes para plásticos. Predominantemente, son fosfitos y fosfonitos aromáticos. Los fosfitos y fosfonitos útiles como uno o más de los aditivos altamente concentrados en la presente invención tienen un punto de fusión o de reblandecimiento dentro del intervalo de 80°-210°C, más preferiblemente dentro del intervalo de 100°-200°C. Los fosfitos y fosfonitos particularmente útiles en la presente invención incluyen, pero sin limitarse a ellos:



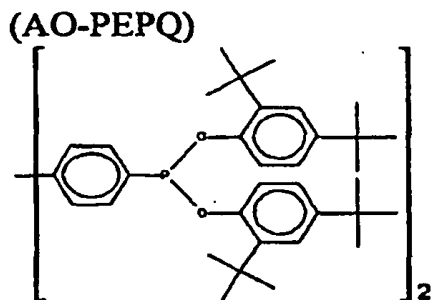
{tris-(2,4-di-t-butilfenil)fosfito};



{bis (2,4-di-t-butilfenil) pentaeritritol difosfito};

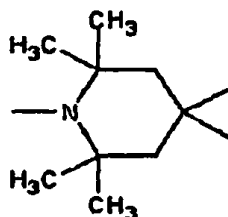


{2,4,6-tri-t-butilfenil 2-butil-2-etil-1,3-propano diol fosfito};



{tetraquis(2,4-di-terc-butilfenil)[1,1-bifenil]-4,4'-diilbisfosfonito}.

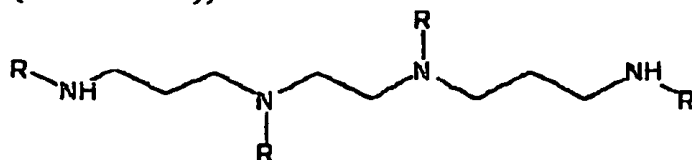
Las aminas retardadas útiles en la presente invención son principalmente conocidas como aminas retardadas estabilizadoras de la luz ("HALS"). Estas contienen uno o más de los grupos de la Fórmula 2 a continuación:



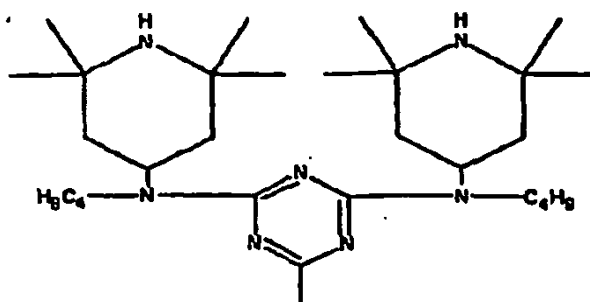
Estos compuestos pueden ser de pesos moleculares bajos o altos y pueden ser oligómeros o polímeros. Las HALS útiles como el aditivo altamente concentrado en la presente invención debería tener un punto de fusión dentro del intervalo de 80°-210°C. Más preferiblemente, las HALS útiles en la presente invención tienen un punto de fusión

dentro del intervalo de 100°-200°C. Las HALS útiles como el aditivo altamente concentrado en la presente invención incluyen, pero sin limitarse a ellas:

(HALS-119),



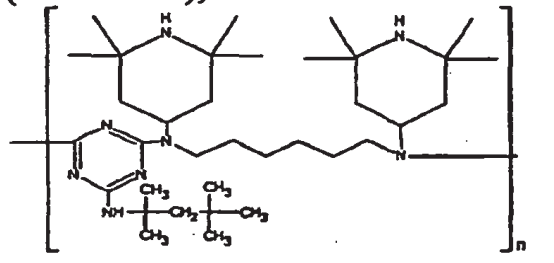
en la que R =



5

{1,3,5-triazina-2,4,6-triamina,N,N''-[1,2-etano-diil-bis-[[[4,6-bis-[butil-(1,2,2,6,6-pentametil-4-piperidinil)amino]-1,3,5-triazina-2-il]imino]-3,1-propanodiil]] bis-[N',N''-dibutil-N',N''-bis-(1,2,2,6,6-pentametil-4-piperidinil)]};

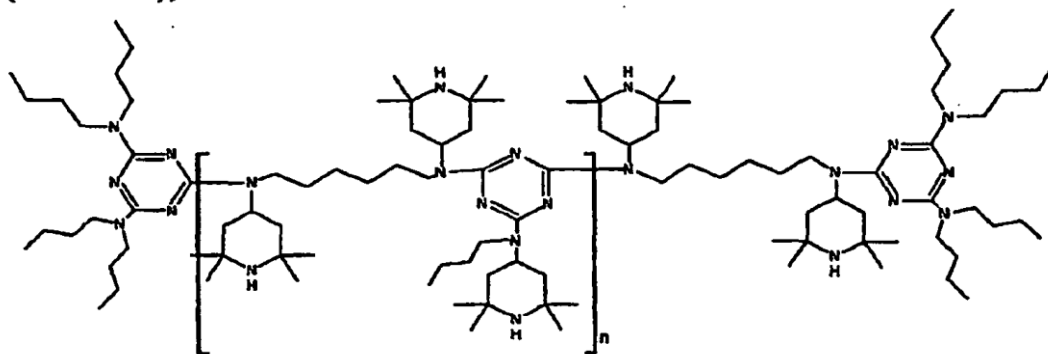
(HALS-944),



en la que n es 1 o mayor,

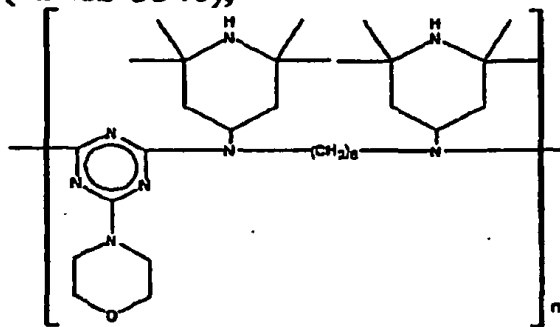
10 {Poli[[6-[(1,1,3,3-tetrametilbutil)amino]-1,3,5-triazina-2,4-diil]](2,2,6,6-tetrametil-4-piperidinil)imino]-1,6-hexanodiil-[(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidinil)imino]]};

(HALS 20),



{1,6-hexanodiamina, N,N'-bis(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidinil)-polímero con 2,4,6-tricloro-1,3,5-triazina, productos de reacción con N-butil-1-butanamina y N-butil-2,2,6,6-tetrametil-4-piperidinamina};

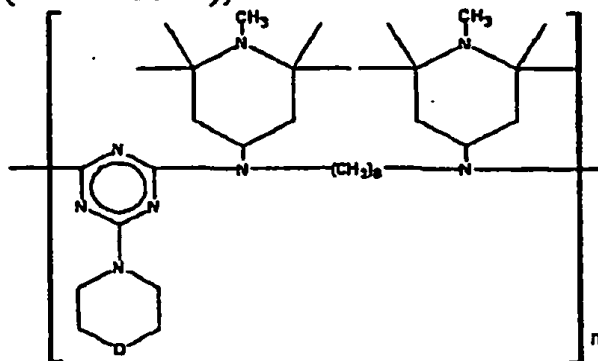
(HALS-3346),



en la que n es 1 o mayor,

{Poli [(6-morfolino-s-triazina-2,4-diil)[2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil]imino]-hexametileno [(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)-imino]]};

(HALS-3529),

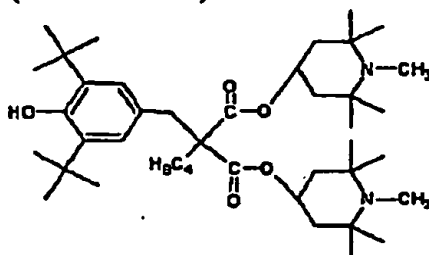


5

en la que n es 1 o mayor,

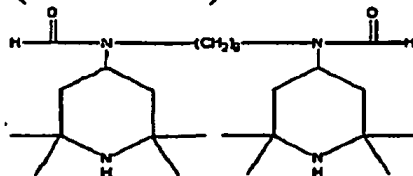
{1,6-hexadiamina, N,N'-bis(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidinil)-polímeros, con morfolino-2,4,6-tricloro-1,3,5-triazina};

(HALS-144)



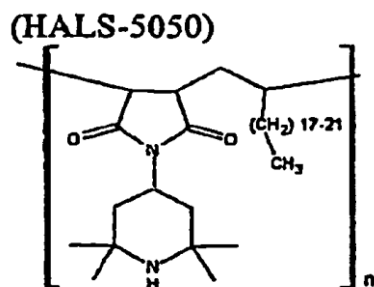
{bis(1,2,2,6,6-pentametil-4-piperidinil)-2-butil-2-(4-hidroxi-3,5-di-terc-butilbencil) propanodioato};

(HALS-4050)



10

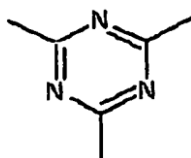
{N,N'-bisformil—N,N'-bis-(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidinil)-hexametilendiamina};



en la que n es 1 o mayor.

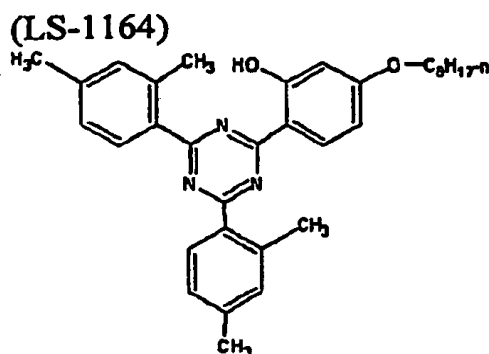
Amina retardada estéricamente oligómera.

Las triazinas útiles en la presente invención contienen uno o más grupos de la Fórmula 3 mostrada a continuación:



5

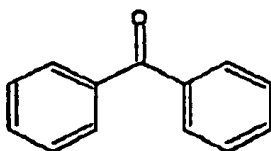
Las triazinas útiles como el aditivo altamente concentrado en la presente invención deberían tener un punto de fusión dentro del intervalo de 80°-210°C. Más preferiblemente, las triazinas útiles en la presente invención tienen un punto de fusión dentro del intervalo de 100°-200°C. Las triazinas útiles como el aditivo altamente concentrado en la presente invención incluyen, pero sin limitarse a ellas:



10

{2-(4,6-bis-(2,4-dimetilfenil)-1,3,5-triazin-2-il)-5-(octiloxi)fenol}.

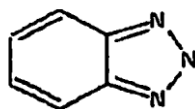
Las benzofenonas útiles en la presente invención son principalmente conocidas como absorbedoras de la luz. Contienen uno o más grupos de la Fórmula 4 tal como se muestra a continuación:



15

Las benzofenonas útiles como el aditivo altamente concentrado en la presente invención deberían tener un punto de fusión dentro del intervalo de 80°-210°C. Más preferiblemente, las benzofenonas útiles en la presente invención tienen un punto de fusión dentro del intervalo de 100°-200°C.

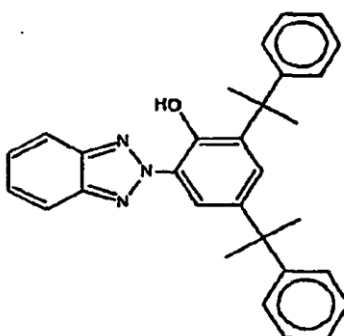
Los benzotriazoles útiles en la presente invención son principalmente conocidos como absorbedores de la luz. Contienen uno o más grupos de la Fórmula 5 mostrada a continuación:



Los benzotriazoles útiles como el aditivo altamente concentrado en la presente invención deberían tener un punto de fusión dentro del intervalo de 80°-210°C. Más preferiblemente, los benzotriazoles útiles en la presente invención tienen un punto de fusión dentro del intervalo de 100°-200°C. Los benzotriazoles útiles como el aditivo altamente concentrado en la presente invención incluyen, pero sin limitarse a ellos:

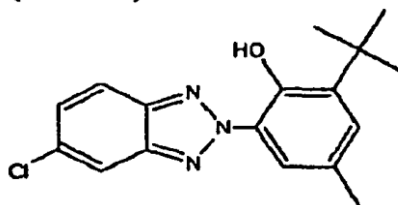
5

(LS-234)



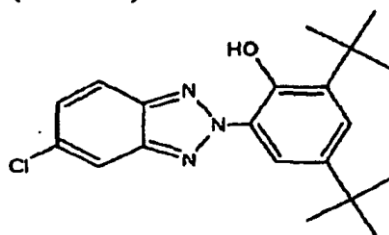
{2-(2H-benzotriazol-2-il)-4,6-bis(1-metil-1-feniletil)fenol};

(LS-326)



{2-(3'-terc-butil-2'-hidroxi-5'-metilfenil)-5-clorobenzotriazol};

(LS-327)

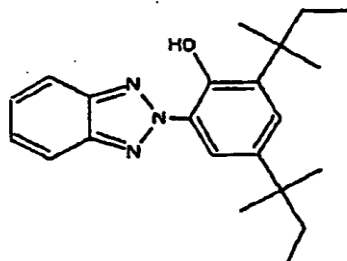


10

{2-(3',5'-di-terc-butil-2'-hidroxifenil)-5-clorobenzotriazol};

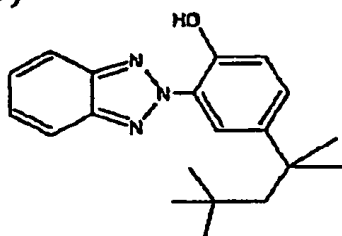
15

(LS-328)



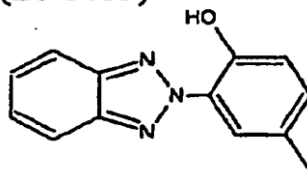
{2-(2H-benzotriazol-2-il)-4,6-di-terc-pentilfenol};

(LS-329)



5 {2-(2H-benzotriazol-2-il)-4-(1,1,3,3-tetrametilbutil)fenol};

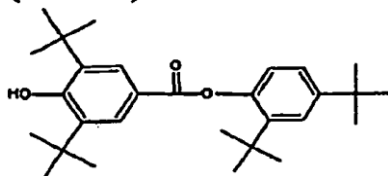
(LS-3033)



{2-(2H-benzotriazol-2-il)-4-metilfenil}.

10 Los hidroxibenzoatos útiles como el aditivo altamente concentrado en la presente invención deberían tener un punto de fusión dentro del intervalo de 80°-210°C. Más preferiblemente, los hidroxibenzoatos útiles en la presente invención tienen un punto de fusión dentro del intervalo de 100°-200°C. Los hidroxibenzoatos útiles como el aditivo altamente concentrado en la presente invención incluye, pero sin limitarse a él:

(LS-340)



{2,4-di-terc-butilfenil-3,5-di-t-butil-4-hidroxibenzoato}.

15 Los estearatos de metales útiles como el aditivo altamente concentrado en la presente invención deberían tener un punto de fusión dentro del intervalo de 80°-210°C. Más preferiblemente, los estearatos de metal en la presente invención tienen un punto de fusión dentro del intervalo de 100°-200°C. Los estearatos de metal útiles como el aditivo altamente concentrado en la presente invención incluyen, pero sin limitarse a ellos, estearato cálcico, estearato de cinc, estearato magnésico, y estearato de litio.

20 La invención comprende igualmente un procedimiento para la transformación de un concentrado de aditivo en granza en una extrusora de tornillo doble o de multi-tornillo. En una realización de este procedimiento, el concentrado de aditivo en granza se mantiene durante una primera etapa o etapas de la extrusora a una temperatura inferior a la

temperatura de fusión del polímero vehículo de manera tal que al menos un aditivo de polímero primario y un polímero vehículo primario se mantienen substancialmente sólidos. A continuación, la temperatura se incrementa hasta una etapa o etapas posterior de manera tal que se produce dicha fusión, o fusión parcial, de al menos un polímero vehículo primario.

En una realización de la invención, se suministra un aditivo de polímero primario o una mezcla de aditivo primario a una extrusora conjuntamente con una resina vehículo de polímero primario y se fuerza a pasar a través de una matriz para producir granza. Durante la extrusión, la resina del vehículo polímero primario se funde, de manera tal que la temperatura de fusión se mantiene por debajo o cerca del punto de fusión de uno o más de los aditivos primarios que está presente a una alta concentración. Las partículas no fundidas remanentes son sometidas a cizallado y o calor y son finamente dispersadas en la resina de vehículo polímero fundido.

El aditivo o aditivos de polímero primario presente a alta concentración en la mezcla patrón de la presente invención incluye los aditivos conocidos para los que están en la técnica como antioxidantes, estabilizadores de la luz, y neutralizadores de catalizadores. Estos aditivos incluyen fenoles retardados, fosfitos, fosfonitos, aminas retardadas, triazinas, benzofenonas, benzotriazoles, y estearatos de metales en los cuales la temperatura de fusión pico del aditivo está dentro del intervalo de temperaturas típicamente usadas para transformar poliolefinas, usualmente entre aproximadamente 200°C y aproximadamente 300°C. Adicionalmente, la mezcla patrón puede contener otros aditivos y/o cargas minerales.

Típicamente, cuando se prepara una mezcla patrón, por ejemplo, mediante una mezcla antioxidante en un vehículo de polietileno de baja densidad lineal, la etapa de mezcla de los componentes se lleva a cabo a una temperatura de transformación dentro del intervalo de 180°-210°C y hasta una temperatura considerablemente superior, tal como 300°C. Estas temperaturas permiten la fusión y disolución de ciertos aditivos antioxidantes dentro del polímero, hasta los límites de solubilidad del aditivo. Más allá de los límites de solubilidad el aditivo existe en forma de una fase dispersada discreta en el LLDPE. Los antioxidantes fundidos tienen típicamente una viscosidad significativamente inferior a la del LLDPE fundido. Esto puede conducir a una reducción ventajosa en el par de la extrusora y en un incremento del rendimiento a bajas concentraciones del antioxidante. Sin embargo, a concentraciones superiores, la viscosidad de la mezcla disminuye hasta proporciones muy bajas, lo cual puede causar dificultades en las operaciones de granzeado. La gran diferencia en la viscosidad del antioxidante fundido y la resina vehículo puede hacer difícil e incluso imposible mezclar y dispersar de manera eficaz los aditivos. Este pobre mezclado es evidente en las granzas de mezclas patrones, las cuales pueden mostrar la lixiviación del aditivo pobremente dispersado hacia la superficie. Esto puede conducir a la formación de polvo o pegajosidad o aglomeración de la mezcla patrón. Durante las operaciones de granzeado o de enfriamiento, la lixiviación del aditivo puede ser igualmente evidente en el agua de enfriamiento de la granza, lo cual tiene efectos no deseados en la transformación y en el medio ambiente. Se ha descubierto que mediante una reducción significativa de la temperatura de transformación de estos aditivos hasta cerca o por debajo del punto de fusión del antioxidante altamente concentrado, puede obtenerse de manera eficaz una mezcla patrón altamente concentrada. La viscosidad del concentrado no se reduce hasta proporciones perjudiciales durante la transformación por un aditivo en forma líquida. De manera sorprendente, se ha encontrado que la dispersión de la mezcla antioxidante puede mantenerse a una alta proporción. Sin desear teorizar, el mantenimiento de una alta viscosidad del sistema permite un molido y o acción de cizallado eficaz de la extrusora sobre aditivos sólidos. Al solidificar la resina vehículo, todo aditivo que está presente como una fase dispersada discreta estará presente como una partícula relativamente más pequeña, siendo encapsulada, de esta forma, dentro de la fase de resina de vehículo de polímero continua y no será fácilmente lixiviada fuera de la mezcla patrón de alta concentración producida. Además, algunos aditivos polímeros que poseen una alta viscosidad de cizallado y resistencia a la fusión cerca de su punto de fusión o de reblandecimiento, pueden transformarse de manera eficaz a temperaturas de hasta justamente por encima de su punto de fusión.

En otra realización de la invención, la facilidad de dispersión y transformación de los aditivos puede mejorarse mediante una etapa de molido en estado sólido en línea. Durante la extrusión, las primeras zonas de la extrusora se mantienen a una temperatura por debajo del punto de fusión de la resina dev vehículo polímero primario. Esto conduce a un molido y mezclado eficaz de los aditivos y polímero primarios en el estado sólido en regiones de alto cizallado dentro de la extrusora en intercaras tales como entre el tornillo de la extrusora y la pared de la matriz o en secciones de mezclado que contienen bloques de amasado u otros dispositivos de mezclado. En las zonas siguientes de la extrusora, la temperatura de los componentes se incrementa por encima del punto de fusión de la resina vehículo y cerca o por debajo del punto de fusión de al menos uno del aditivo primario de alta concentración. Una etapa de molido inicial de este tipo conduce a una fina dispersión en el producto acabado. Igualmente, esto puede eliminar la necesidad de una etapa de pre-molido y o de pre-mezclado. Así mismo, permite una fina dispersión de aditivos al tiempo que limita la temperatura corriente abajo y el tiempo que el polímero consumirá en el estado fundido.

En otra realización aún de la invención, se suministró un aditivo polímero primario o mezcla de aditivos a una extrusora u otro dispositivo de mezclado conjuntamente con una resina vehículo de polímero primario y se forzó a pasar a través de una matriz para producir granzas. Durante el mezclado, la resina vehículo de polímero primario se fundió, de manera tal que la temperatura de la mezcla se mantuvo por encima de la temperatura de fusión del polímero vehículo primario y por debajo o cerca del punto de fusión de uno o más de los aditivos primarios que estaba presente a una alta concentración. Las partículas no fundidas remanentes se sometieron a cizallado y/o calor y fueron fi-

namemente dispersadas y encapsuladas en la resina vehículo de polímero fundido. Opcionalmente pueden estar presentes uno o más de otros aditivos o cargas en la mezcla patrón. Al solidificar la resina vehículo, todo aditivo que esté presente como una fase dispersada discreta estaría presente como una partícula relativamente más pequeña, siendo encapsulada, de esta forma, dentro de la fase de resina vehículo de polímero continua y no migraría fácilmente fuera de la mezcla patrón de alta concentración producida.

En otra realización de la invención, la etapa de mezclado se lleva cabo en una extrusora de doble tornillo o de tornillo planetario, por el cual se mejora la fácil dispersión y transformación de los aditivos mediante una etapa de molido en estado sólido en línea. Durante la extrusión, las primeras zonas de la extrusora se mantienen a una temperatura por debajo del punto de fusión de la resina vehículo de polímero primario. Esto permite un molido y mezclado eficaz de los aditivos y del polímero en el estado sólido en regiones de alto cizallado dentro de la extrusora en intercaras tales como entre el tornillo de la extrusora y la pared de la matriz o en secciones de mezclado que contienen bloques de amasado u otros dispositivos de mezclado. En las zonas siguientes de la extrusora, la temperatura de los componentes se incrementa por encima del punto de fusión de la resina vehículo primario y cerca o por debajo del punto de fusión de al menos uno de los aditivos primarios de alta concentración. Una etapa de molido inicial de este tipo conduce a una fina dispersión en el producto acabado. Igualmente, esto puede eliminar la necesidad de una etapa de pre-molido y o de pre-mezclado. Así mismo, permite una fina dispersión de aditivos al tiempo que limita la temperatura corriente abajo y el tiempo que el polímero consumirá en el estado fundido.

Ejemplo 1

Se preparó una mezcla de aditivo de alta concentración usando las etapas siguientes. Se mezclaron por volteo en tambor 2,718 kg de GM-1224 (Nova Chemicals) con 0,246 kg de AO-10 (Irganox 1010, Ciba Specialty Chemicals), 0,313 kg de AO-76 (Irganox 1076, Ciba Specialty Chemicals) y 1,252 kg de AO-68 (Irgafos 168, Ciba Specialty Chemicals). A continuación, esta mezcla se suministró a una extrusora de doble tornillo de co-rotación ZSK30 (Coperion). La extrusora se puso en funcionamiento con las temperaturas del barril fijadas a 150°C y una velocidad del tornillo de 300 rpm usando una configuración de tornillo de alto cizallado. La temperatura de la mezcla a la salida de la extrusora fue de 159°C, por debajo del punto de fusión del Irgafos 168, la cual es aproximadamente de 185°C. El producto extruido tenía un aspecto blanco lechoso/traslúcido lo que indicaba que el aditivo de alta concentración (Irgafos 168) estaba aún en el estado sólido a la salida de la matriz. Se formaron buenas hebras bajo condiciones de extrusión estables y se enfriaron y cortaron en granzas de aproximadamente 0,31 cm de diámetro por 0,31 cm de longitud. Se introdujeron 100 gramos de granzas dentro de una estufa de convección y se envejecieron durante 24 horas a 60°C. A continuación, las granzas se sacaron de la estufa y se dejaron enfriar a temperatura ambiente durante 24 horas. Las granzas resultantes se observaron que estaban libres de polvo con una superficie exterior lisa.

Ejemplo 2

Se preparó una mezcla de aditivo de alta concentración usando las etapas siguientes. Se mezclaron por volteo en tambor 2,265 kg de GM-1224 (Nova Chemicals) con 0,308 kg de Irganox 1010, 0,392 kg de Irganox 1076 y 1,565 kg de Irgafos 168. A continuación, esta mezcla se suministró a una extrusora de doble tornillo de co-rotación ZSK30 (Coperion). La extrusora se puso en funcionamiento con las temperaturas del barril fijadas a 150°C y una velocidad del tornillo de 300 rpm usando una configuración de tornillo de alto cizallado. La temperatura de la mezcla a la salida de la extrusora fue de 157°C. El producto extruido tenía un aspecto blanco lechoso/traslúcido, formó hebras estables buenas y se cortaron en granzas de aproximadamente 0,31 cm de diámetro por 0,31 cm de longitud. Se introdujeron 100 gramos de granzas dentro de una estufa de convección y se envejecieron durante 24 horas a 60°C. A continuación, las granzas se sacaron de la estufa y se dejaron enfriar a temperatura ambiente durante 24 horas. Las granzas resultantes se observaron que estaban libres de polvo con una superficie exterior lisa.

Ejemplo 3

Se preparó una mezcla de aditivo de alta concentración usando las etapas siguientes. Se mezclaron por volteo en tambor 1,812 kg de GM-1224 (Nova Chemicals) con 0,369 kg de Irganox 1010, 0,470 kg de Irganox 1076 y 1,878 kg de Irgafos 168. A continuación, esta mezcla se suministró a una extrusora de doble tornillo de co-rotación ZSK30 (Coperion). La extrusora se puso en funcionamiento con las temperaturas del barril fijadas a 150°C y una velocidad del tornillo de 300 rpm usando una configuración de tornillo de alto cizallado. La temperatura de la mezcla a la salida de la extrusora fue de 157°C. El producto extruido tenía un aspecto blanco lechoso/traslúcido, formó hebras estables buenas y se cortaron en granzas de aproximadamente 0,31 cm de diámetro por 0,31 cm de longitud. Se introdujeron 100 gramos de granzas dentro de una estufa de convección y se envejecieron durante 24 horas a 60°C. A continuación, las granzas se sacaron de la estufa y se dejaron enfriar a temperatura ambiente durante 24 horas. Las granzas resultantes se observaron que estaban libres de polvo con una superficie exterior lisa.

Ejemplo 4

Se preparó una mezcla de aditivo de alta concentración usando las etapas siguientes. Se mezclaron por volteo en tambor 1,359 kg de GM-1224 (Nova Chemicals) con 0,431 kg de Irganox 1010, 0,548 kg de Irganox 1076 y 2,191 kg de Irgafos 168. A continuación, esta mezcla se suministró a una extrusora de doble tornillo de co-rotación ZSK30 (Coperion). La extrusora se puso en funcionamiento con las temperaturas del barril fijadas a 150°C y una velocidad

del tornillo de 300 rpm usando una configuración de tornillo de alto cizallado. La temperatura de la mezcla a la salida de la extrusora fue de 157°C. El producto extruido tenía un aspecto blanco lechoso/traslúcido, formó hebras pobremente estables y se cortaron en granzas de aproximadamente 0,31 cm de diámetro por 0,31 cm de longitud. Las granzas parecían ser ligeramente más frágiles que las observadas en los Ejemplos 1, 2 y 3 anteriores. Se introduje-

Ejemplo 5

Se preparó una mezcla de aditivo de alta concentración usando las etapas siguientes. Se molió Dowlex 2047 (Dow Chemical) usando un molino de desgaste por rozamiento hasta aproximadamente una malla US 20. Se mezclaron por volteo en tambor 1,812 kg del Dowlex 2047 (Dow Chemical) molido con 0,369 kg de Irganox 1010, 0,470 kg de Irganox 1076 y 1,878 kg de Irgafos 168. A continuación, esta mezcla se suministró a una extrusora de doble tornillo de co-rotación ZSK30 (Coperion). La extrusora se puso en funcionamiento con las temperaturas del barril fijadas a 150°C y una velocidad del tornillo de 300 rpm usando una configuración de tornillo de alto cizallado. La temperatura de la mezcla a la salida de la extrusora fue de 158°C. El producto extruido tenía un aspecto blanco lechoso/traslúcido, formó hebras estables buenas y se cortaron en granzas de aproximadamente 0,31 cm de diámetro por 0,31 cm de longitud. Se introdujeron 100 gramos de granzas dentro de una estufa de convección y se envejecieron durante 24 horas a 60°C. A continuación, las granzas se sacaron de la estufa y se dejaron enfriar a temperatura ambiente durante 24 horas. Las granzas resultantes se observaron que estaban libres de polvo con una superficie exterior lisa.

Ejemplo 6

Se preparó una mezcla de aditivo de alta concentración usando las etapas siguientes. Se molió Sclair 2114 (Nova Chemicals) usando un molino de desgaste por rozamiento hasta aproximadamente una malla US 20. Se mezclaron por volteo en tambor 1,812 kg del Sclair 2114 molido con 0,369 kg de Irganox 1010, 0,470 kg de Irganox 1076 y 1,878 kg de Irgafos 168. A continuación, esta mezcla se suministró a una extrusora de doble tornillo de co-rotación ZSK30 (Coperion). La extrusora se puso en funcionamiento con las temperaturas del barril fijadas a 150°C y una velocidad del tornillo de 300 rpm usando una configuración de tornillo de alto cizallado. La temperatura de la mezcla a la salida de la extrusora fue de 154°C. El producto extruido tenía un aspecto blanco lechoso/traslúcido, formó hebras estables buenas y se cortaron en granzas de aproximadamente 0,31 cm de diámetro por 0,31 cm de longitud. Se introdujeron 100 gramos de granzas dentro de una estufa de convección y se envejecieron durante 24 horas a 60°C. A continuación, las granzas se sacaron de la estufa y se dejaron enfriar a temperatura ambiente durante 24 horas. Las granzas resultantes se observaron que estaban libres de polvo con una superficie exterior lisa.

Ejemplo 7

Se preparó una mezcla de aditivo de alta concentración usando las etapas siguientes. Se mezclaron por volteo en tambor 1,812 kg de GM-1224 (Nova Chemicals) con 0,369 kg de Irganox 1010, 0,470 kg de Irganox 1076 y 1,878 kg de Irgafos 168. A continuación, esta mezcla se suministró a una extrusora de doble tornillo de co-rotación ZSK30 (Coperion). La extrusora se puso en funcionamiento con las temperaturas del barril fijadas a 210°C y una velocidad del tornillo de 300 rpm usando una configuración de tornillo de alto cizallado. La temperatura de la mezcla a la salida de la extrusora fue de 214°C. El producto extruido tenía un aspecto claro y transparente. Las hebras tenían pobre resistencia fundidas pero algunas se enfriaron y cortaron en granzas de aproximadamente 0,31 cm de diámetro por 0,31 cm de longitud. Las granzas eran traslúcidas primeramente cuando se granzearon y, a continuación, se volvieron lentamente de aspecto blanco lechoso. Se introdujeron 100 gramos de granzas dentro de una estufa de convección y se envejecieron durante 24 horas a 60°C. A continuación, las granzas se sacaron de la estufa y se dejaron enfriar a temperatura ambiente durante 24 horas. Las granzas resultantes parecían tener algo de "polvo" pulverulento sobre la superficie de las granzas.

Ejemplo 8

Se preparó una mezcla de aditivo de alta concentración usando las etapas siguientes. Se mezclaron por volteo en tambor 1,812 kg de GM-1224 (Nova Chemicals) con 0,369 kg de Irganox 1010, 0,470 kg de Irganox 1076 y 1,878 kg de Irgafos 168. A continuación, esta mezcla se suministró a una extrusora de doble tornillo de co-rotación ZSK30 (Coperion). La extrusora se puso en funcionamiento con las temperaturas del barril fijadas a 50°C para las 3 primeras zonas y de 150°C para las últimas 3 zonas y a una velocidad del tornillo de 300 rpm usando una configuración de tornillo de alto cizallado. La temperatura de la mezcla a la salida de la extrusora fue de 151°C. El producto extruido tenía un aspecto blanco lechoso/traslúcido, formó hebras pobremente estables y se cortaron en granzas de aproximadamente 0,31 cm de diámetro por 0,31 cm de longitud. Se introdujeron 100 gramos de granzas dentro de una estufa de convección y se envejecieron durante 24 horas a 60°C. A continuación, las granzas se sacaron de la estufa y se dejaron enfriar a temperatura ambiente durante 24 horas. Las granzas resultantes se observaron que estaban libres de polvo con una superficie exterior lisa.

Ejemplo 9

Se preparó una mezcla de aditivo de alta concentración usando las etapas siguientes. Se mezclaron por volteo en tambor 1,993 kg de GM-1224 (Nova Chemicals) con 1,993 kg de estearato cálcico HPLG (Chemtura). A continuación, esta mezcla se suministró a una extrusora de doble tornillo de co-rotación ZSK30 (Coperion). La extrusora se puso en funcionamiento con las temperaturas del barril fijadas a 210°C y a una velocidad del tornillo de 300 rpm usando una configuración de tornillo de alto cizallado. La temperatura de la mezcla a la salida de la extrusora fue de 203°C. El producto extruido tenía pobre resistencia fundido y no fue posible estirar una hebra a través de un baño de agua para granzearlo. A continuación, las temperaturas del barril se bajaron a valores fijados a 145°C. El producto extruido resultante tenía una temperatura de 127°C. El resto de las condiciones del procedimiento se mantuvieron iguales. La hebra del producto extruido era sólida y lisa. Esta se estiró a través de un baño de agua para enfriarla y granzearla.

Ejemplo 10

Se preparó una mezcla de aditivo de alta concentración usando las etapas siguientes. Se mezclaron por volteo en tambor 1,993 kg de GM-1224 (Nova Chemicals) con 1,993 kg de Tinuvin 326 (Ciba Specialty Chemicals). A continuación, esta mezcla se suministró a una extrusora de doble tornillo de co-rotación ZSK30 (Coperion). La extrusora se puso en funcionamiento con las temperaturas del barril fijadas a 210°C y a una velocidad del tornillo de 300 rpm usando una configuración de tornillo de alto cizallado. La temperatura de la mezcla a la salida de la extrusora fue de 202°C. El producto extruido tenía muy pobre resistencia fundido y era de un color muy amarillento. A continuación, las temperaturas del barril se bajaron a valores fijados a 155°C. El producto extruido resultante tenía una temperatura de 130°C. El resto de las condiciones del procedimiento se mantuvieron iguales. La hebra del producto extruido era sólida y lisa. Esta se estiró a través de un baño de agua para enfriarla y granzearla. Tenía un aspecto menos amarillento.

Ejemplo 11

Se preparó una mezcla de aditivo de alta concentración usando las etapas siguientes. Se mezclaron por volteo en tambor 1,993 kg de LF-0718 (Nova Chemicals) con 1,993 kg de HALS-944 (Chimassorb 944, Ciba Specialty Chemicals). A continuación, esta mezcla se suministró a una extrusora de doble tornillo de co-rotación ZSK30 (Coperion). La extrusora se puso en funcionamiento con las temperaturas del barril fijadas a 210°C y a una velocidad del tornillo de 300 rpm usando una configuración de tornillo de alto cizallado. La temperatura de la mezcla a la salida de la extrusora fue de 202°C. El producto extruido tenía muy pobre resistencia fundido y estaba hinchado e incapaz de ser granzeado. A continuación, las temperaturas del barril se bajaron a valores fijados a 125°C. El producto extruido resultante tenía una temperatura de 144°C. El resto de las condiciones del procedimiento se mantuvieron iguales. La hebra del producto extruido era sólida y lisa. Esta se estiró a través de un baño de agua para enfriarla y granzearla.

REIVINDICACIONES

- 5 **1.** Un procedimiento de preparación de una mezcla patrón, que comprende al menos un aditivo de polímero primario presente en una cantidad total de entre más del 20% en peso pero por debajo del 90% en peso de la mezcla patrón, y el aditivo del polímero que tiene una temperatura de fusión del aditivo del polímero de entre 80°C y 210°C, y al menos un polímero vehículo primario, teniendo el polímero vehículo una temperatura de fusión del polímero vehículo por debajo de las temperaturas de fusión del aditivo del polímero,

caracterizado porque la mezcla patrón se prepara a una temperatura por encima de la temperatura de fusión del polímero vehículo primario pero por debajo del punto de fusión del al menos un aditivo del polímero.
- 10 **2.** El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la temperatura de fusión está entre 100°C y 200°C.
- 3.** El procedimiento de la reivindicación 1 ó 2, en el que la mezcla patrón comprende uno o más polímeros vehículo adicionales.
- 4.** El procedimiento de la reivindicación 1, 2 ó 3, en el que la mezcla patrón comprende uno o más aditivos de polímero adicionales.
- 15 **5.** El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la mezcla patrón se transforma en una extrusora de doble tornillo o de tornillo planetario.
- 6.** El procedimiento de la reivindicación 1, que comprende además:

la adición de al menos un aditivo de polímero primario y al menos un polímero vehículo primario a una extrusora de doble tornillo o de tornillo planetario;

20 el mantenimiento, en una primera etapa o etapas de la extrusora, de una temperatura inferior a la temperatura de fusión del polímero vehículo primario del polímero vehículo, de manera tal que al menos un aditivo de polímero primario y un polímero vehículo primario se mantienen substancialmente en forma sólida; y

el incremento de la temperatura de transformación en una etapa o etapas posteriores, de manera tal que se produce la fusión de al menos un polímero vehículo.
- 25 **7.** El procedimiento de la reivindicación 4, que comprende además la adición de menos de aproximadamente el 20% de uno o más aditivos de polímero o de cargas de polímero adicionales.
- 8.** El procedimiento de la reivindicación 7, en el que los aditivos de polímeros son antioxidantes, estabilizadores de la luz, o neutralizadores de catalizadores.
- 30 **9.** El procedimiento de la reivindicación 1 u 8, en el que el al menos un aditivo de polímero está seleccionado entre el grupo que consiste en fenoles retardados, fosfitos, fosfonitos, aminas retardadas, triazinas, benzofenonas, hidroxibenzoatos, o un estearato de metal.
- 10.** El procedimiento de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, que comprende la adición de menos del 10% de uno o más aditivos de polímero adicionales.
- 35 **11.** El procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que el al menos un polímero vehículo es polietileno, polipropileno, copolímeros de etileno-propileno, copolímeros de etileno-alfaolefina, poliestireno, polipropileno, polibuteno, copolímeros de etileno-acetato de vinilo, copolímeros de etileno-alcohol vinílico, copolímeros de estireno-butadieno, copolímeros, poliolefinas, o mezclas de los mismos.