

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 485 297**

51 Int. Cl.:

C09C 1/02 (2006.01)

C09C 3/10 (2006.01)

B29B 9/12 (2006.01)

C08K 9/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.06.2010 E 10730249 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.05.2014 EP 2445973**

54 Título: **Procedimiento para fabricar un material compactado con tratamiento de superficie procesable en un equipo de conversión de plásticos de un único husillo**

30 Prioridad:

23.06.2009 EP 09163509

30.06.2009 US 269882 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

13.08.2014

73 Titular/es:

OMYA INTERNATIONAL AG (100.0%)

Baslerstrasse 42

4665 Oftringen, CH

72 Inventor/es:

AMMANN,, ERNST;

KNERR, MICHAEL;

HALDEMANN, PETER y

HERSCHE, EMIL

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 485 297 T3

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).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para fabricar un material compactado con tratamiento de superficie procesable en un equipo de conversión de plásticos de un único husillo.

5 La presente invención se refiere al campo del procesamiento de polímeros termoplásticos, particularmente la presente invención se refiere a un procedimiento para fabricar material compactado adecuado para el uso en polímeros termoplásticos sin una etapa de composición, así como al material compactado obtenido mediante este procedimiento y a su uso en polímeros termoplásticos.

10 La composición consiste en preparar formulaciones de plástico combinando y/o mezclando polímeros y aditivos en un estado fundido. Existen distintos criterios críticos para conseguir una combinación homogénea de los diferentes materiales de partida. El mezclado dispersivo y distributivo así como el calor son factores importantes. Las coamasadoras y los equipos de doble husillo (co y contrarrotatorios) así como las mezcladoras internas son los equipos de composición más comúnmente usados en la industria de los plásticos.

15 Durante décadas, la industria de procesamiento de termoplásticos usa aditivos para preparar composiciones de resina termoplástica modificadas, que en gran medida se introducen en las resinas poliméricas mediante tecnologías de composición que requieren la formación de productos intermedios, denominados mezclas madre/concentrados o compuestos.

Por ejemplo, el documento WO 95/17441 revela un método de preparación de un producto final de resina termoplástica que comprende la preparación de gránulos termoplásticos para combinarlos con la resina termoplástica.

20 En el documento WO 01/58988 se describe un método para preparar mezclas madre o concentrados de cargas minerales para conseguir materiales termoplásticos con un alto nivel de carga.

25 El documento US 6.114.454 A se refiere al uso de un copolímero de estireno-anhídrido maleico no fundido como agente de dispersión y/o para el tratamiento de una carga mineral pulverulenta no tratada básica o una carga que tiene grupos hidroxilo libres en su superficie que se añade directamente a una resina termoplástica, proporcionando a la misma buenas propiedades de fluidez. En el procedimiento descrito en ese presente documento se usan mezcladoras de baja velocidad convencionales.

30 Sin embargo, según estos documentos, no es posible obtener un producto final polimérico que tenga los compuestos de polvo primarios bien dispersados en una prensa extrusora de un único husillo convencional. En su lugar, se requiere producir un producto intermedio como una mezcla madre o concentrado, es decir, no es posible dispersar polvos primarios finos en máquinas de un único husillo convencionales sin una etapa de composición intermedia.

A este respecto, documentos adicionales tales como el documento WO 2007/066362 describen un procedimiento y dispositivo de mezclado con sólo una entrada de material, mientras que otros como los documentos EP 1 156 918, WO 2005/108045 o WO 2005/065067 se refieren a prensas extrusoras o mezcladoras de elementos.

35 Sin embargo, hay todavía una necesidad de un modo fácil y eficaz de fabricación de aditivos a partir de polvos primarios, que sean adecuados para introducirse en polímeros termoplásticos sin la necesidad de ninguna etapa intermedia.

40 Por consiguiente, el primer objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para fabricar materiales adecuados para incorporarse en polímeros termoplásticos mediante un procedimiento continuo o discontinuo, en el que el material de polvo primario que va a introducirse en el polímero termoplástico pueda dispersarse bien en una prensa extrusora de un único husillo convencional.

Este objeto se consigue mediante el procedimiento según la presente invención, concretamente un procedimiento para fabricar un material compactado caracterizado porque comprende las siguientes etapas:

a) proporcionar al menos un material de polvo primario;

b) proporcionar al menos un polímero de tratamiento de superficie fundido;

45 c) alimentar simultánea o posteriormente el al menos un material de polvo primario y el al menos un polímero de tratamiento de superficie fundido en la mezcladora de alta velocidad de una cámara de tratamiento cilíndrica;

d) mezclar el al menos un material de polvo primario y al menos un polímero de tratamiento de superficie fundido en

la mezcladora de alta velocidad,

e) transferir el material mezclado obtenido a partir de la etapa d) a una unidad de refrigeración.

5 Sin querer restringirse a ninguna teoría, el solicitante cree que es posible que el material compactado se disperse bien en el polímero termoplástico, es decir, sin que se forme ningún aglomerado, usando equipo de extrusión de un único husillo convencional debido a la combinación de dos factores, concretamente el uso de mezcladoras de alta velocidad combinadas con el uso de polímeros de tratamiento de superficie que pueden formar capas finas alrededor de las partículas singularizadas del polvo primario que cubren totalmente las superficies de las partículas dando como resultado un material compactado con tratamiento de superficie. Las partículas singularizadas y recubiertas pueden formar entonces conglomerados sueltos, pero están todavía separados por las capas superficiales poliméricas. Esta es la etapa deseada de compactación. El resultado de la compactación es un aumento de la densidad aparente, una mejora de la capacidad de flujo y la supresión del polvo tal como se describe en más detalle a continuación.

15 Bien dispersado significa que las dispersiones, que se someten a prueba visualmente sobre película prensada bajo una lupa binocular de 50 aumentos de cada una de las dispersiones preparadas, no muestran puntos negros correspondientes a los polímeros de matriz ni puntos blancos correspondientes a los polvos primarios.

Por material compactado se entiende que un material a granel consiste en un conglomerado de varias partículas individuales que forman un material con un tamaño de partícula medio que oscila entre 10 μm y 10 mm medido mediante análisis granulométrico utilizando la torre de tamices Retsch AS 200 según la norma ISO 3310.

20 En una realización preferida, un agente de tratamiento de superficie adicional, preferiblemente al menos un agente de tratamiento de superficie, se alimenta simultáneamente a o tras la alimentación del al menos un producto de polvo primario en la unidad de mezcladora de alta velocidad de la cámara de tratamiento cilíndrica. El agente de tratamiento de superficie es preferiblemente líquido o licuado, especialmente se proporciona en estado fundido.

25 La principal diferencia entre el agente de tratamiento de superficie y el polímero de tratamiento de superficie es que los agentes de tratamiento de superficie se unen químicamente al polvo primario. Preferiblemente, sirven, entre otras cosas, para alterar la tensión superficial del polvo y por tanto la hidrofobicidad del mismo. Por otro lado, tal como se menciona a continuación, también pueden usarse ceras como agente de tratamiento de superficie, que no se unen químicamente, pero sirven particularmente para mejorar la dispersión y especialmente para reducir la viscosidad de polímeros de tratamiento de superficie de alta viscosidad.

30 En contraposición a esto, se usan polímeros de tratamiento de superficie para separar las partículas individuales en el material compactado, y no se unen químicamente a la superficie de las partículas de polvo primario.

Según la presente invención, los polímeros de tratamiento de superficie tienen preferiblemente una viscosidad a 170°C superior a 500 mPa·s, mientras que la viscosidad a 170°C de los agentes de tratamiento de superficie es preferiblemente inferior a 500 mPa·s.

35 El procedimiento según la presente invención permite además el uso de concentraciones extremadamente bajas de productos de tratamiento de superficie, es decir, polímero de tratamiento de superficie y agente de tratamiento de superficie, tales como concentraciones que oscilan entre el 2% y el 10% en peso basándose en el peso del material compactado obtenido, lo que reduce los efectos negativos del polímero de base termoplástica y aumenta la compactabilidad del mismo.

40 Además puede ser ventajoso que antes de la etapa e), es decir, antes de que el material mezclado obtenido a partir de la etapa d) se transfiera a una unidad de refrigeración, se transfiera a una segunda unidad de mezclado.

Opcionalmente, en esta segunda unidad de mezclado se añade adicionalmente al menos un polímero de tratamiento de superficie fundido y se mezcla con el material mezclado de la etapa d).

Una realización adicional del procedimiento según la invención es que la temperatura del material de polvo primario es de entre 20°C y 300°C, preferiblemente de entre 60°C y 250°C.

45 A este respecto, la temperatura del agente de tratamiento de superficie opcional que puede añadirse es de entre 20°C y 300°C, preferiblemente 60°C-250°C y más preferiblemente de entre 60°C y 120°C.

Sin embargo, la temperatura máxima tiene que estar por debajo de la temperatura de descomposición de uno cualquiera de los componentes.

El polvo primario según la invención puede ser cualquier polvo derivado de procedimientos tales como reacciones químicas, trituración o molienda, con o sin tratamientos de superficie primarios, por ejemplo, con ácidos grasos tales como ácido esteárico, ácido palmítico, etc.

Puede ser de origen natural o sintético.

- 5 En una realización preferida del procedimiento según la invención, el material de polvo primario es un polvo inorgánico.

10 Entonces, el polvo inorgánico puede seleccionarse del grupo que comprende carbonato de calcio triturado natural (GCC); carbonato de calcio precipitado (PCC); minerales que contienen carbonato de calcio tales como dolomía, cargas a base de carbonatos mezclados tales como calcio asociado con minerales que contienen magnesio, tales como talco, o con arcilla; mica; y mezclas de los mismos, tales como mezclas de talco-carbonato de calcio o carbonato de calcio-caolín, o mezclas de carbonato de calcio triturado natural con hidróxido de aluminio, mica o con fibras sintéticas o naturales, o coestructuras de minerales tales como carbonato de calcio-talco o coestructuras de dióxido de titanio-talco.

15 Preferiblemente, el polvo inorgánico es un carbonato de calcio triturado natural (GCC), o carbonato de calcio precipitado (PCC), o una mezcla de GCC y PCC, o una mezcla de GCC y PCC y arcilla, o una mezcla de GCC y PCC y talco, o talco, o mica.

20 En una realización preferida, el polvo inorgánico se selecciona de GCC, que preferiblemente se selecciona del grupo que comprende mármol, creta, calcita y piedra caliza; PCC, que preferiblemente se selecciona del grupo que comprende PCC aragonítico, PCC vaterítico, PCC calcítico, PCC romboédrico, PCC escalenoédrico; y mezclas de los mismos.

En otra realización, el material de polvo primario es un polvo orgánico.

Entonces, el polvo orgánico se selecciona preferiblemente del grupo que comprende harina de madera y almidón modificado.

25 El polímero de tratamiento de superficie fundido debe tener ventajosamente una viscosidad tal como entre 500 y 400000 mPa·s, más preferiblemente de entre 1000 mPa·s y 100000 mPa·s, a 170°C. Se selecciona preferiblemente del grupo que comprende copolímeros de etileno, por ejemplo, copolímeros de etileno-1-octeno, polipropilenos a base de metaloceno, homopolímero de polipropileno, preferiblemente homopolímeros de polipropileno amorfos.

El agente de tratamiento de superficie opcional se selecciona ventajosamente del grupo que comprende ácido esteárico, óxido de zinc, cera de parafina sintética, cera de metaloceno-polietileno y cera de polipropileno.

30 Debe señalarse que pueden incluirse componentes funcionales convencionales como modificadores de impacto, estabilizadores, etc. durante el procedimiento de mezclado o al material compactado con tratamiento de superficie acabado, así como en el producto final, es decir, la resina termoplástica compuesta.

Una ventaja del procedimiento según la presente invención se encuentra en el hecho de que se trata de un procedimiento de fabricación de bajo coste que da como resultado un producto final de coste inferior.

35 Esto se debe, entre otras cosas, al hecho de que el material compactado con tratamiento de superficie puede procesarse en un equipo de conversión de plásticos de un único husillo convencional sin la necesidad de componer este material con tratamiento de superficie.

40 Por tanto, dentro de las diferentes variantes y realizaciones del método según la invención, la cámara de tratamiento cilíndrica contiene preferiblemente una mezcladora de alta velocidad de un único husillo, en posición horizontal o vertical.

Especialmente útiles en la presente invención son cámaras de tratamiento cilíndricas convencionales disponibles comercialmente que contienen una mezcladora de alta velocidad de un único husillo, que tienen por ejemplo los siguientes parámetros:

45 350 mm de longitud, 90 mm de diámetro, a 1000-4000 rpm; 1200 mm de longitud, 230 mm de diámetro, a 400-3000 rpm; 150 mm de longitud, 150 mm de diámetro, a 600-1300 rpm.

Preferiblemente, la razón longitud/diámetro es de desde 1:1 hasta 6:1, más preferiblemente desde 2:1 hasta 5:1, especialmente de 3:1 a 4:1.

Por tanto, pueden eliminarse procedimientos de composición convencionales tales como los que usan dobles husillos o mezcladoras continuas Farrel, coamasadoras, mezcladoras discontinuas Banbury u otros equipos equivalentes.

5 Un segundo aspecto de la presente invención se refiere al material compactado con tratamiento de superficie obtenido mediante el procedimiento según la presente invención.

10 El material compactado con tratamiento de superficie según la invención se caracteriza preferiblemente porque es completamente redispersable en una matriz polimérica termoplástica sin ninguna etapa de composición. Por completamente redispersable se entiende que las dispersiones, que se someten a prueba visualmente sobre película prensada bajo una lupa binocular de 50 aumentos de cada una de las dispersiones realizadas, no muestran puntos negros correspondientes a los polímeros de matriz ni puntos blancos correspondientes a los polvos primarios.

15 Tales materiales compactados con tratamiento de superficie son preferiblemente no pulverulentos. Tal material compactado no pulverulento tiene preferiblemente un residuo de tamiz de más del 80% en peso, preferiblemente de más del 90% en peso en un tamiz de 45 μm según la norma ISO 3310 medido mediante un análisis granulométrico usando una torre de tamices Retsch AS 200.

En el material compactado con tratamiento de superficie, el contenido de material de polvo primario es ventajosamente de desde el 50 hasta el 99% en peso, preferiblemente desde el 60 hasta el 98% en peso, más preferiblemente desde el 75 hasta el 95% en peso y lo más preferiblemente desde el 80 hasta el 90% en peso, por ejemplo, el 85% en peso.

20 Por ejemplo, si el polvo primario es GCC, puede estar presente en el material compactado con tratamiento de superficie en una cantidad de desde el 75 hasta el 98% en peso, preferiblemente de desde el 86 hasta el 92% en peso. Si el polvo primario es talco, se prefiere especialmente si está presente en el material compactado con tratamiento de superficie en una cantidad de desde el 75 hasta el 90% en peso, más preferiblemente de desde el 76 hasta el 87% en peso.

25 El contenido del polímero de tratamiento de superficie en el material compactado es normalmente de desde el 1 hasta el 50% en peso, preferiblemente desde el 2 hasta el 40% en peso, más preferiblemente desde el 5 hasta el 25% en peso, especialmente desde el 8 hasta el 14% en peso, por ejemplo, desde el 10 hasta el 13% en peso.

30 Si el agente de tratamiento de superficie se usa en el material compactado según la presente invención, su contenido depende normalmente del área de superficie específica del polvo primario. Ventajosamente, está presente en una cantidad de desde el 0,01 hasta el 10% en peso, preferiblemente desde el 0,1 hasta el 7% en peso, más preferiblemente desde el 0,5 hasta el 5% en peso, por ejemplo, desde el 1 hasta el 3% en peso. Por ejemplo, si el polvo primario es GCC, el agente de tratamiento de superficie está presente normalmente en una cantidad del 0,01 al 10% en peso, preferiblemente del 0,1 al 3% en peso basándose en el peso total del material compactado.

35 Un ejemplo típico de un material compactado según la invención incluye el 90% en peso de polvo primario, el 9,5% en peso de polímero de tratamiento de superficie y el 0,5% en peso de agente de tratamiento de superficie.

El tercer objeto de la presente invención se refiere al uso de los materiales compactados obtenidos como aditivos en polímeros termoplásticos.

40 Por consiguiente, la invención permite la dispersión uniforme de los materiales compactados en polímeros termoplásticos a cualquier concentración del material compactado que oscila entre el 0,1 y el 80% en peso, preferiblemente entre el 1 y el 50% en peso y más preferiblemente entre el 5 y el 30% en peso, sin la necesidad de preparar mezclas madre intermedias también denominadas concentrados y/o compuestos para la formación de los productos finales poliméricos.

45 Un aspecto adicional de la invención es el uso del material compactado con tratamiento de superficie según la invención como aditivo en polímeros termoplásticos, así como un procedimiento de fabricación de polímeros termoplásticos mediante la adición directa de los materiales compactados con tratamiento de superficie en los polímeros termoplásticos finales.

50 Los materiales compactados con tratamiento de superficie según la presente invención pueden usarse en la fabricación o el procesamiento de cualquier polímero termoplástico convencional, especialmente en polímeros y/o copolímeros poliolefinicos, poliestirénicos, polivinílicos o poliacrílicos. Los materiales compactados con tratamiento de superficie según la presente invención pueden usarse en polímeros tales como polietileno de baja densidad (LDPE), polietileno lineal de baja densidad (LLDPE), polietileno de alta densidad (HDPE), polipropileno (PP) tales como homopolímeros de polipropileno, polipropileno al azar, polipropileno heterofásico o copolímeros de bloque

incluyendo unidades de polipropileno, poliestireno (PS), poliestireno de alto impacto (HI-PS) y poliacrilato.

5 A este respecto, el material compactado con tratamiento de superficie puede servir como aditivo en la fabricación de películas sopladas, láminas, perfiles de conductos y en procedimientos tales como la extrusión de conductos, perfiles, fibras de cables o similares, moldeo por compresión, moldeo por inyección, termoformación, moldeo por soplado, moldeo rotatorio, etc.

Finalmente, un aspecto adicional de la invención son polímeros termoplásticos que comprenden los materiales compactados según la invención.

El alcance y el interés de la invención se percibirán mejor gracias a los siguientes ejemplos que pretenden ilustrar determinadas realizaciones de la invención y no son limitativos.

10 Descripción de las figuras:

La figura 1 es una imagen microscópica del polvo inicial del ejemplo 1.

La figura 2 es una imagen microscópica del material compactado del ejemplo 1.

Ejemplos

Ejemplo 1

15 Este ejemplo se refiere a la preparación de un material compactado con tratamiento de superficie no pulverulento según la presente invención.

20 Se utilizó una granuladora/mezcladora estratificadora de anillos", concretamente, un aparato "Amixon RMG 30" con una longitud de procesamiento de 1200 mm y un diámetro de 230 mm, equipado con 3 puertos de alimentación en secuencia y 1 puerto de salida. El cilindro está equipado con una doble pared de calentamiento/enfriamiento. El tratamiento de superficie y la compactación se obtienen mediante un husillo giratorio, cilíndrico y equipado con una clavija.

Componente A (material de polvo primario):

25 Se calienta previamente hasta 110°C carbonato de calcio triturado natural (GCC) con un tamaño de partícula medio de 2,7 μm , tratado con ácido esteárico al 0,5% en peso, y se alimenta gravimétricamente en el primer puerto de alimentación a una tasa de 22,6 kg/h.

Componente B (polímero de tratamiento de superficie):

Se inyecta el componente B en estado líquido a una temperatura de 230°C a través del puerto de alimentación 2 a la tasa necesaria (kg/h) en relación con el componente A que va a tratarse en la superficie, en este ejemplo a 2,4 kg/h.

El componente B consiste en una combinación de:

30 - el 80% en peso de copolímero de etileno-1-octeno (por ejemplo, Affinity GA 1900/Dow), con una densidad (ASTM D792) de 0,87 g/cm^3

- el 20% en peso de cera de polipropileno a base de metaloceno (por ejemplo, Licocene PP-1302/Clariant), con una densidad (23°C, ISO 1183) de 0,87 g/cm^3 .

Mezclado

35 Se llevan a cabo el tratamiento de superficie y la compactación en la "granuladora/mezcladora estratificadora de anillos" a 180°C y a una velocidad de husillo de 800 rpm.

40 El producto con tratamiento de superficie abandona la mezcladora/granuladora a través del puerto de salida, se transfiere por gravedad a una segunda granuladora/mezcladora estratificadora de anillos" para la compactación y el enfriamiento, que funciona a una temperatura de 140°C y una velocidad de husillo de 400 rpm. En este ejemplo, ambas unidades tienen idéntico tamaño y dimensiones. El material resultante compactado y con tratamiento de superficie abandona la unidad a través del puerto de salida y está libre de polvo y es de flujo libre.

Aplicación:

El material compactado/con tratamiento de superficie tiene una concentración del 90,5% en peso de carbonato de calcio (GCC). La calidad del tratamiento de superficie se evalúa mediante el grado de redispersión cuando se extruye una combinación de material compactado y polímero virgen.

- 5 Precisamente, en este ejemplo, para la producción de película soplada, se usó un LLDPE (Dowlex NG 20 5056G/Dow), añadiendo el 17% en peso del material compactado y el 83% en peso de dicho LLDPE.

El equipo utilizado para lo mismo fue una prensa extrusora de un único husillo Dr. Collin convencional, del tipo E-25P, equipada con un troquel para película soplada de 60 mm de diámetro y 1,2 mm de grosor. El perfil de temperatura para la prensa extrusora era a 220°C y la velocidad de husillo de 70 rpm.

- 10 Ambos productos, la resina de LLDPE y el material compactado, se alimentaron mediante dosificación gravimétrica. La película resultante tenía un grosor de 40 µm.

Para comparación, se procesa una mezcla madre de carbonato de calcio a base de LLDPE, de tipo estándar que contiene el 70% en peso de carbonato de calcio (Omyalene 201 1A/Omya), en condiciones idénticas y la misma concentración final de carbonato de calcio en la película.

- 15 Se controlan visualmente las películas resultantes para ambos productos, el material compactado y el Omyalene 201 1A, bajo una lupa binocular de 50 aumentos y se encuentra que están libres de cualquier aglomerado no dispersado. Para una evaluación adicional, se sometieron a prueba ambas muestras de película soplada que contenían el 17% en peso del material compactado y el 22% en peso de la mezcla madre (Omyalene 201 1A), respectivamente, para la prueba de caída de dardo (norma ASTM D 1709) y la prueba de resistencia al desgarro mediante el método Elmendorf (norma ISO 63 83-2).

La película preparada con el material compactado tuvo una caída de dardo de 620 g y una resistencia al desgarro de 710 cN y 810 cN en máquina y en dirección transversal.

La película que contenía la mezcla madre tuvo un valor de caída de dardo de 630 g y una resistencia al desgarro de 670 cN y 880 cN en máquina y en dirección transversal.

- 25 Estos resultados confirman la dispersión completa y uniforme del carbonato de calcio (GCC) del material compactado cuando se procesa en una prensa extrusora de un único husillo estándar.

Se evalúan las propiedades de flujo libre del material compactado mediante la norma DIN-53492.

Los resultados son:

- polvo de carbonato de calcio natural no tratado: abertura de 10 mm: sin flujo
- 30 - material compactado como en el ejemplo 1: abertura de 10 mm: 7 s/150 g

Tamaño de partícula

Evaluación según la norma ISO 3310.

Resultado: el 92% en peso < 500 micrómetros

el 56% en peso < 250 micrómetros

- 35 el 35% en peso < 160 micrómetros

el 4% en peso < 45 micrómetros

Estos resultados confirman que el material compactado del ejemplo 1 está libre de polvo y es de flujo libre.

El efecto del procedimiento también se muestra claramente en la figura 1, que es una imagen microscópica del polvo inicial, y en la figura 2, que es una imagen microscópica del material compactado del ejemplo 1.

Ejemplo 2

Para el tratamiento de superficie y el enfriamiento se utilizaron el mismo equipo y los mismos parámetros de procesamiento que en el ejemplo 1.

Componente A (material de polvo primario):

- 5 Se alimenta gravimétricamente polvo de talco natural con un tamaño de partícula medio de 10 µm (Finntalc M30SL/Mondo Minerals) en el puerto de alimentación 1 a una tasa de 20 kg/h.

Componente B (polímero de tratamiento de superficie):

Se inyecta el componente B en estado líquido a una temperatura de 230°C en el puerto de alimentación 2 a una tasa de 5 kg/h.

El componente B consiste en una combinación de:

- 10 - el 90% en peso de PP a base de metaloceno (por ejemplo, Metocene HM 1425/Lyondel-Basell).
- el 10% en peso de estearato de zinc (por ejemplo, Zincum 5/Baerlocher).

El material resultante compactado y con tratamiento de superficie contiene el 80% en peso de talco, está libre de polvo y es de flujo libre.

Aplicación:

- 15 Se evalúa el grado de dispersabilidad mediante la extrusión de una combinación del 20% en peso del material compactado y el 80% en peso de polímero virgen. Se lleva a cabo la extrusión en una prensa extrusora de un único husillo Dr. Collin convencional, del tipo E25P, equipada con un troquel plano (2 x 20 mm de abertura) a un perfil de temperatura de 190°C y una velocidad de husillo de 80 rpm. Entonces se prensa la banda resultante sobre una prensa caliente hasta dar una lámina de 0,2 mm de grosor.
- 20 Para este ejemplo se usaron un homopolímero de polipropileno del tipo TM-6100K/Montell y un HDPE del tipo Hostalene GC-7200/Clariant como polímeros vírgenes.

Mediante examen visual de las láminas prensadas bajo una lupa binocular de 50 aumentos, no pudieron detectarse aglomerados ni partículas no dispersadas y la dispersión se considera excelente en ambos polímeros.

Se evalúan las propiedades de flujo libre de los materiales compactados mediante la norma DIN-53492.

- 25 Los resultados son:

- polvo de talco natural no tratado: abertura de 10 mm: sin flujo
- material compactado como en el ejemplo 2: abertura de 10 mm: 18 s/150 g

Ejemplo 3

- 30 Para el tratamiento de polvo se utilizó una mezcladora discontinua de alta velocidad de MTI-Mischtechnik Industrieanlagen GmbH del tipo LM 1.5/2.5/5 con un recipiente de 2,5 litros y con una herramienta de mezclado estándar de 3 piezas. Se calentó la mezcladora hasta 175°C. Se introdujeron en el recipiente 364 g de un carbonato de calcio como en el ejemplo 1. Se cerró el recipiente y se puso en marcha la mezcladora durante 2 minutos a 700 rpm. Entonces, se abrió la mezcladora y se añadieron 32 g de homopolímero de polipropileno con una densidad sólida de 0,86 g/ml y un punto de fusión (DSC) de 152°C más 4 g de óxido de zinc del tipo Bärlöcher Zincum 5 al polvo precalentado. Se cerró nuevamente la mezcladora y se puso en marcha durante 12 minutos a 700 rpm.

- 40 Para someter a prueba la dispersión del polvo tratado obtenido se utilizó una prensa extrusora de laboratorio Dr. Collin FT – E20T – IS con un husillo estándar y con un troquel de cinta estándar. Se calentaron todas las zonas de calentamiento hasta 175°C y se puso en marcha la prensa extrusora a 100 rpm. Se alimentó de manera continua el 80% en peso de HDPE del tipo Lyondell-Basell Hostalen GC 7260 y el 20% en peso del polvo obtenido en la prensa extrusora mediante un sistema de dosificación gravimétrica. Entonces, se moldearon por compresión 10 g de cinta extruida entre dos placas de acero cromado a 190°C. Se inspeccionó ópticamente la película obtenida bajo una lupa binocular de 50 aumentos y no mostró aglomerados visibles.

Ejemplo 4

Se evaluó el material compactado del ejemplo 1, que contenía el 90,5% en peso de carbonato de calcio natural y el 9,5% en peso de polímero de tratamiento de superficie, para aplicaciones de extrusión de láminas en poliestireno.

5 Se usaron poliestireno de uso general de BASF, del tipo 158K (GPPS), y poliestireno de alto impacto de BASF, del tipo 486M (HIPS). Se añadió el 56% en peso de cada poliestireno al 44% en peso de dicho material compactado.

10 Ambos componentes se dosificaron de manera continua y gravimétrica a la tolva de alimentación de la prensa extrusora de procesamiento. En el caso del GPPS, la tasa de alimentación total fue de 15,6 kg/h, y en el caso del HIPS fue de 14,7 kg/h. Se usaron una prensa extrusora de un único husillo Collin convencional, del tipo E25P, con un troquel plano de extrusión de película Collin y una pila de pulido Collin para producir una lámina de 250 mm de anchura y 1 mm de grosor. El perfil de temperatura de la prensa extrusora era de 180°C, 195°C, 230°C, 230°C y 230°C. Se mantuvo el troquel de extrusión a 230°C y los rodillos de calandrado a 100°C. La separación del troquel era de 1,2 mm y la anchura de la línea de tangencia de los rodillos de calandrado era de 1,0 mm. Se fijó la velocidad de la línea a 0,8 m/min. Se alimentó la hélice por debajo de su capacidad a una velocidad de 160 rpm. Con esta configuración pudieron fabricarse láminas sin aglomerados visibles bajo una lupa binocular de 50 aumentos.

15 Entonces, se moldearon por compresión 10 g de cada lámina extruida entre dos placas de acero cromado a 190°C. Se inspeccionó ópticamente la película obtenida bajo una lupa 15 binocular de 50 aumentos y no mostró aglomerados visibles.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para fabricar un material compactado con tratamiento de superficie, caracterizado porque comprende las siguientes etapas:
- a) proporcionar al menos un material de polvo primario;
- 5 b) proporcionar al menos un polímero de tratamiento de superficie fundido;
- c) alimentar simultánea o posteriormente el al menos un material de polvo primario y el al menos un polímero de tratamiento de superficie fundido en la unidad de mezcladora de alta velocidad de una cámara de tratamiento cilíndrica;
- 10 d) mezclar el al menos un material de polvo primario y el al menos un polímero de tratamiento de superficie fundido en la mezcladora de alta velocidad,
- e) transferir el material mezclado obtenido a partir de la etapa d) a una unidad de refrigeración.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque se alimenta al menos un agente de tratamiento de superficie simultáneamente a o tras la alimentación del al menos un producto de polvo primario en la unidad de mezcladora de alta velocidad de una cámara de tratamiento cilíndrica.
- 15 3. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque antes de la etapa e) se transfiere el material mezclado obtenido a partir de la etapa d) a una segunda unidad de mezclado.
4. Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque se añade al menos un polímero de tratamiento de superficie fundido a y se mezcla con el material mezclado de la etapa d) en la segunda unidad de mezclado.
- 20 5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque la temperatura del material de polvo primario es de entre 20°C y 300°C, preferiblemente de entre 60°C y 250°C.
6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 2 a 5, caracterizado porque la temperatura del agente de tratamiento de superficie es de entre 20°C y 300°C, preferiblemente de entre 60°C y 250°C y más preferiblemente de entre 60°C y 120°C.
- 25 7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el material de polvo primario es un polvo inorgánico.
8. Procedimiento según la reivindicación 7, caracterizado porque el polvo inorgánico se selecciona del grupo que comprende carbonato de calcio triturado natural (GCC); carbonato de calcio precipitado (PCC); minerales que contienen carbonato de calcio tales como dolomía; cargas a base de carbonato mezclado tales como calcio asociado con mineral que contiene magnesio, tal como talco, o con arcilla; mica; y mezclas de los mismos, tales como mezclas de carbonato de calcio-talco o carbonato de calcio-caolín, o mezclas de carbonato de calcio triturado natural con hidróxido de aluminio, mica o con fibras sintéticas o naturales, o coestructuras de minerales tales como carbonato de calcio-talco o coestructuras de dióxido de titanio-talco.
- 30 9. Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque el polvo inorgánico es carbonato de calcio triturado natural (GCC), o carbonato de calcio precipitado (PCC), o una mezcla de GCC y PCC, o una mezcla de GCC y PCC y arcilla, o una mezcla de GCC y PCC y talco, o talco, o mica.
- 35 10. Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque el polvo inorgánico se selecciona de GCC seleccionado del grupo que comprende mármol, creta, calcita y piedra caliza; PCC seleccionado del grupo que comprende PCC aragonítico, PCC vaterítico, PCC calcítico, PCC romboédrico, PCC escalenoédrico; y mezclas de los mismos.
- 40 11. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el material de polvo primario es un polvo orgánico.
12. Procedimiento según la reivindicación 11, caracterizado porque el polvo orgánico se selecciona del grupo que comprende harina de madera y almidón modificado.
- 45 13. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, caracterizado porque el polímero de tratamiento de superficie fundido se selecciona del grupo que comprende copolímeros de etileno, por ejemplo

copolímeros de etileno-1-octeno, polipropilenos a base de metaloceno, homopolímero de polipropileno, preferiblemente homopolímeros de polipropileno amorfos.

5 14. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 2 a 13, caracterizado porque el agente de tratamiento de superficie se selecciona del grupo que comprende ácido esteárico, óxido de zinc, cera de parafina sintética, cera de metaloceno-polietileno y cera de polipropileno.

15. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, caracterizado porque el material compactado con tratamiento de superficie se procesa en un equipo de conversión de plásticos de un único husillo.

16. Material compactado con tratamiento de superficie obtenido mediante el procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15.

10 17. Material compactado con tratamiento de superficie según la reivindicación 16, caracterizado porque es completamente redispersable en matrices poliméricas termoplásticas sin una etapa de composición.

18. Material compactado con tratamiento de superficie según una cualquiera de las reivindicaciones 16 ó 17, caracterizado porque no es pulverulento.

15 19. Uso de los materiales compactados según una cualquiera de las reivindicaciones 16 a 18, como aditivo en polímeros termoplásticos.

20. Procedimiento de fabricación de polímeros termoplásticos mediante incorporación directa del material compactado según una cualquiera de las reivindicaciones 16 a 18 en los polímeros termoplásticos finales.

21. Polímeros termoplásticos que comprenden los materiales compactados según una cualquiera de las reivindicaciones 16 a 18.

20

Fig. 1

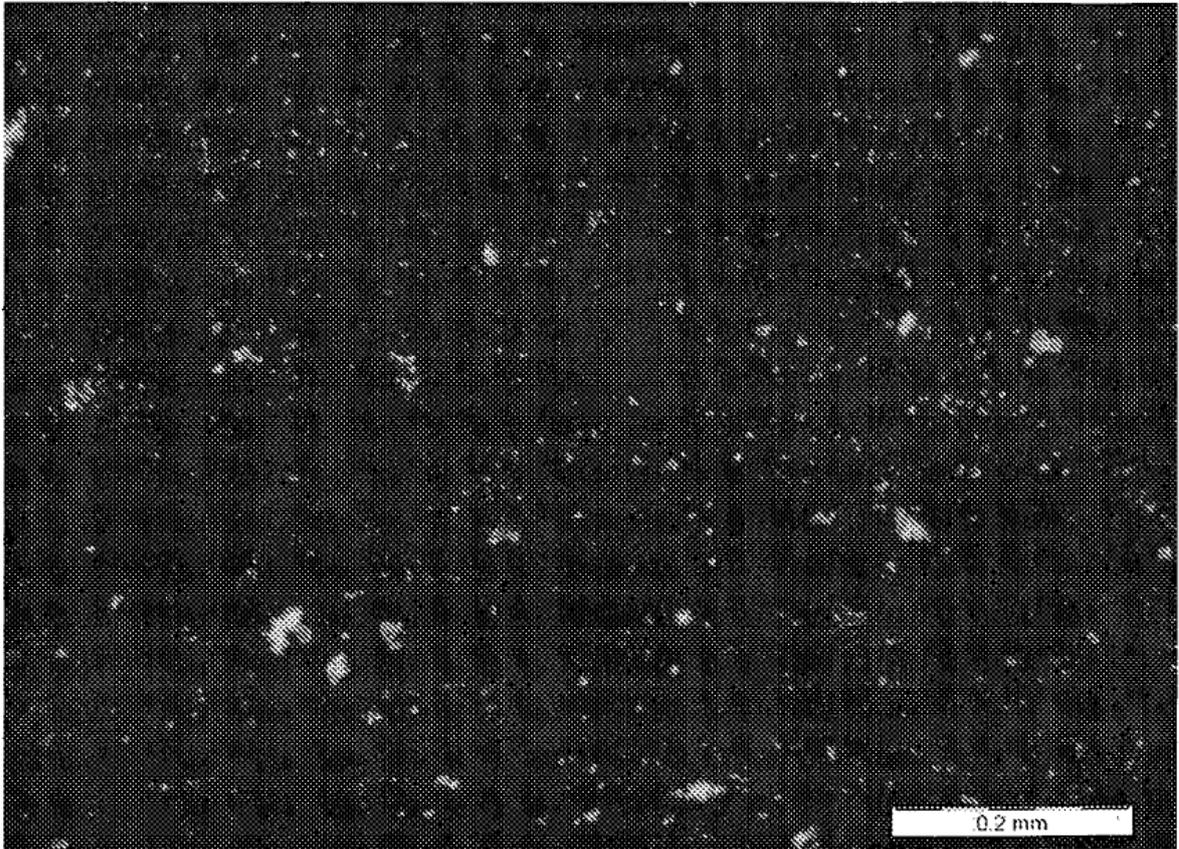


Fig. 2

