(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 545 479**

(51) Int. CI.:

C08J 7/04 (2006.01)
C08J 3/20 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.09.2006 E 06799469 (9)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **27.05.2015 EP 1940926**

(54) Título: **Procedimiento para el recubrimiento de objetos**

(30) Prioridad:

26.09.2005 NL 1030032

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
11.09.2015

(73) Titular/es:

DSM IP ASSETS B.V. (100.0%)
HET OVERLOON 1
6411 TE HEERLEN, NL

(72) Inventor/es:

BREMER, LEONARDUS GERARDUS BERNARDUS y
HOUTVAST, FRANCISCUS VICTOIRE PAULUS

(74) Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

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 el recubrimiento de objetos.

La invención se refiere a un procedimiento para el recubrimiento de objetos, que son partículas poliméricas que comprenden poner en contacto los objetos con una composición que comprende un aditivo, un aglutinante formador de película y opcionalmente un agente distribuidor, a una temperatura de aplicación que está por debajo de la temperatura T_p de reblandecimiento de los objetos y a una temperatura a la que el aglutinante puede formar una película, y la formación y consolidación de una capa que contiene aditivo de aglutinante sobre la superficie de los objetos.

Dicho procedimiento se conoce a partir de la patente internacional WO 03/087198, en que una disolución o dispersión del aditivo y el aglutinante se ponen en contacto con las partículas poliméricas mediante pulverización de la dispersión, por ejemplo mediante una boquilla o con la ayuda de un propelente. Después de eso, se pulveriza un líquido que presenta un efecto limpiador sobre el sistema de pulverización en presencia de los gránulos de plástico.

La desventaja de este procedimiento es que una porción de la composición termina en la pared y se deposita en cualquier parte del equipo presente en el espacio en que se pulveriza la composición. Esto hace necesario limpiar repetidamente el espacio en que tiene lugar la pulverización. Esto se soporta en particular cuando se tratan de manera consecutiva lotes con diferentes aditivos. En ese caso, la limpieza debe tener lugar después de cada cambio de aditivo.

El objeto de la invención es proporcionar un procedimiento para el recubrimiento de objetos que, hasta una extensión significativa, evite el ensuciamiento del espacio en que tiene lugar el recubrimiento.

Este objetivo se consigue de acuerdo con la invención por que los objetos se mantienen en mutuo movimiento mientras se están poniendo en contacto con la composición y mientras se está formando y se consolida la capa que contiene aditivo de aglutinante y que el procedimiento se realiza en un contenedor limitado por paredes del que la temperatura es tan inferior a la temperatura de aplicación que se evita la formación de una película del aglutinante sobre las paredes.

Se ha encontrado que las paredes, manteniéndolas a una temperatura que sea menor que una temperatura a la que se evita la formación de una película del aglutinante sobre la pared, no se ensucian pero que cualquier depósito de la composición sobre las paredes no se adhiere a las paredes y es absorbido fácilmente de nuevo por las partículas que se mueven cuando se ponen en contacto con las paredes. Este efecto se consigue a cualquier velocidad cuando la temperatura de las paredes está por debajo de la temperatura mínima a la que el aglutinante puede formar una película. Sin embargo, en muchos casos este requerimiento es innecesariamente restrictivo y con frecuencia será suficiente para mantener las paredes a una temperatura que sea menor que el punto de rocío del agente distribuidor opcional durante la aplicación y consolidación. En esas condiciones, tendrá lugar un cierto grado de condensación del agente distribuidor sobre la superficie de la pared más fría de manera que se evite el secado de la composición sobre la pared. Como resultado, se puede recubrir un gran número de lotes de objetos con el mismo aditivo sin limpieza intermedia y se ha encontrado incluso que es posible hacerlo sin limpieza también cuando hay un cambio de aditivo.

Con el procedimiento de acuerdo con la invención es posible recubrir objetos de forma aleatoria y de cualquier material que sea resistente a una temperatura que sea mayor que la temperatura mínima a la que el aglutinante que se tiene que usar puede formar una película. El procedimiento es lo más adecuado para recubrir objetos sin cavidades o partes que sobresalen, tales como por ejemplo semillas, píldoras y gránulos. Dichos objetos se pueden tratar por debajo de la temperatura a la que empieza a ocurrir la degradación, descomposición y otros cambios indeseables en sus propiedades. Como temperatura de reblandecimiento T_p del polímero, se hace uso de la temperatura de transición vítrea para polímeros amorfos y del punto de fusión, determinado mediante DSC con una velocidad de calentamiento de 10 °C por minuto, para polímeros semicristalinos y cristalinos.

A continuación, se elucidará la invención sobre la base del ejemplo de recubrimiento de partículas poliméricas, en particular gránulos poliméricos. Un experto en la materia puede trasladar esto, mutatis mutandis, al recubrimiento de objetos de otros materiales.

La consolidación de la mezcla de aglutinante y aditivo se entiende en el presente documento que significa llevar la capa de la mezcla sobre las partículas en unas condiciones que ya no se adhieran entre sí y la capa ya no se quite de las paredes.

Si no hay agente distribuidor presente en la mezcla, la consolidación se puede efectuar por ejemplo enfriando el aglutinante a por debajo de su temperatura de reblandecimiento T_b o teniendo lugar reacciones en el aglutinante, por ejemplo polimerización. Esto se puede realizar, después del tiempo necesario para efectuar la distribución uniforme de la mezcla aglutinante-aditivo sobre las partículas, disminuyendo la temperatura en el contenedor, por ejemplo insuflando gas de enfriamiento, por ejemplo aire o nitrógeno. El enfriamiento de las partículas también puede tener lugar como resultado del contacto con la pared más fría.

Si está presente un agente distribuidor en la mezcla, se puede efectuar consolidación por evaporación del agente distribuidor, que en general produce que aumente la temperatura de reblandecimiento de la mezcla aglutinante-agente distribuidor, posiblemente junto con o seguido por las medidas ya mencionadas para la consolidación del aglutinante si no hay agente distribuidor.

El aglutinante se puede dispersar o emulsionar o también disolver en el agente distribuidor. La temperatura de transición vítrea del aglutinante en la mezcla o disolución será en general menor que la del aglutinante, T_b, por sí mismo. Con la eliminación del agente distribuidor la T_b real aumentará a la T_b del propio aglutinante cuando se haya retirado el agente distribuidor completo. Se ha encontrado que la presencia de una cantidad pequeña de agente distribuidor o disolvente en el aglutinante ya es suficiente para reducir la T_b. Esto hace posible usar aún aglutinantes con una T_b que sea mayor que la T_p del material que se tiene que recubrir.

El agente distribuidor también puede servir como disolvente para el aglutinante.

El procedimiento se realiza a una temperatura a la que el aglutinante puede formar una película. Esta temperatura se puede determinar para cada aglutinante, se mezcle o no con un agente distribuidor, de acuerdo con el patrón ASTM D2354. El equipo necesario para llevar a cabo este método de ensayo está comercialmente disponible, por ejemplo la Barra MFFT de Rhopoint Instruments Ltd.

Se ha encontrado que a tal temperatura el aglutinante o la combinación de aglutinante-agente distribuidor se extiende de manera uniforme sobre las partículas que se tienen que recubrir cuando se ponen en contacto entre sí y se forma una película de aglutinante que contiene aditivo.

Una ventaja añadida del procedimiento de acuerdo con la invención es que la composición suministrada acaba completamente sobre las partículas. Esto mejora la reproductibilidad del procedimiento ya que se puede predecir más cuanto aditivo acaba sobre las partículas cuando no hay una porción no predecible del aditivo que quede detrás sobre la pared en vez de acabar sobre las partículas.

La elección específica de la temperatura durante el recubrimiento junto con el mantenimiento de las partículas en movimiento mutuo parece dar como resultado un recubrimiento muy homogéneo de estas partículas. Se asume que esta es una consecuencia del hecho de que el aglutinante, también cuando se ha evaporado una gran porción del agente distribuidor, aún fluye y permanece deformable convenientemente y que las colisiones entre los gránulos producidas por su movimiento mutuo dan como resultado una distribución uniforme del aglutinante que contiene aditivo, tanto entre las partículas como sobre la superficie de las partículas individuales.

Preferiblemente, la temperatura durante la eliminación del agente distribuidor está al menos 5 °C por debajo de T_p. Esto asegura en particular que las partículas poliméricas conserven su forma y firmeza de manera que en el contacto mutuo de las partículas, que tiene lugar como resultado de su movimiento mutuo, se ejerce suficiente fuerza sobre la composición que contiene aglutinante más suave para distribución uniforme de la última sobre la superficie exterior de las partículas poliméricas.

También se prefiere que la temperatura durante la eliminación del agente distribuidor esté al menos 5 °C por encima de la temperatura mínima de formación de película pero que sea menor que T_p. Esto asegura que, también cuando se ha retirado la mayor parte del agente distribuidor y la viscosidad del aglutinante empieza a desempeñar una función importante en la distribución de la composición sobre la superficie de las partículas poliméricas, el aglutinante sea suficientemente suave para ser distribuido de manera regular sobre la superficie de las partículas mediante las fuerzas que tienen lugar en el contacto mutuo entre dichas partículas mientras las partículas se están manteniendo en movimiento mutuo.

Mientras las partículas se están manteniendo así en movimiento mutuo, se pondrán en contacto con las paredes y dejarán mezcla sobre ellas. Debido a que la temperatura de las paredes es baja en relación con la temperatura de las partículas y la temperatura del espacio, que en principio son la misma, se encuentra que la mezcla no se adhiere a las paredes sino que se absorbe fácilmente por las partículas posteriores que colisionan contra la pared. Después de algún tiempo se encuentra que la mezcla ha sido distribuida de manera uniforme sobre las partículas mientras que se quita menos material de la pared. Durante este procedimiento de distribución la temperatura debe permanecer por encima de la temperatura de formación de película más baja del aglutinante durante un tiempo suficientemente prolongado para asegurar una distribución completa y uniforme de la mezcla sobre las partículas. En este procedimiento, también se evaporará ya una porción del agente distribuidor, conduciendo a una disminución de la temperatura de las partículas. Si la cantidad de calor presente en las partículas es insuficiente para mantener la temperatura de su superficie por encima de la temperatura de formación de película deseada, se puede suministrar calor extra insuflando gas caliente, por ejemplo aire o nitrógeno. Esto también mantiene la diferencia de temperatura entre la pared y las partículas, incluyendo el espacio a su alrededor, alta, que fomenta la condensación de agente distribuidor sobre la pared. Esto es favorable puesto que la presencia de una película líquida sobre la pared evita la adhesión de la mezcla a la pared.

La evaporación del agente distribuidor en muchos casos parece conducir a la consolidación deseada pero si se desea esto se puede fomentar empezando a insuflar aire frío en el contenedor a partir de un cierto momento de manera que se efectúe la consolidación por enfriamiento a por debajo de la temperatura de reblandecimiento del

aglutinante.

En todos los casos el agente distribuidor evaporado se descarga gradualmente del contenedor. Esto va acompañado por secado gradual de la mezcla y formación de una película sobre las partículas que ya no se quitan de la pared mientras continúa absorbiendo impurezas de la pared.

Se ha encontrado que, durante el procedimiento ya descrito, tiene lugar depósito de mezcla de aglutinante-aditivo sobre las paredes durante el tiempo que la temperatura de las partículas y el espacio está por encima de la temperatura de formación de película, pero que el material depositado se absorbe con posterioridad por las partículas que colisionan contra la pared, pero durante la consolidación debido a la formación de película y evaporación de agente distribuidor y después la mezcla de aglutinante se adhiere tan fuertemente a las partículas que la liberación de material a la pared disminuye a cero o virtualmente cero. Como resultado, al final del procedimiento las paredes están completamente o casi completamente libres de ensuciamiento con (fracciones) de la mezcla aplicada y el contenedor se puede volver a usar sin limpieza intermedia por recubrimiento de una cantidad posterior de partículas o por aplicación de una capa posterior sobre las mismas partículas.

Lo último es particularmente ventajoso puesto que hace posible aplicar cualquier composición de color deseada a las partículas por recubrimiento de los objetos con una serie, por ejemplo 2-5, de composiciones que contienen cada una las cantidades deseadas de un color básico. En el procedimiento de acuerdo con la invención, todas estas acaban completamente sobre las partículas sin que se pierda ningún material sobre las paredes. Las diferentes composiciones se pueden aplicar en una operación suministrando de manera simultánea las diferentes composiciones de diversas alimentaciones, pero también es posible suministrar las diferentes composiciones de manera consecutiva. Llevado a cabo de esta manera, el procedimiento acaba con la necesidad de un mezclador, como hace con la necesidad de limpiar este mezclador para cada cambio de mezcla de colores.

Si se desea una mano de acabado, en la que no esté presente aditivo, se puede aplicar adicionalmente como capa posterior. Si tiene aún hay ensuciamiento sobre la pared, éste se retirará después.

Los tiempos necesarios a la temperatura de ajuste para las fases descritas del procedimiento se pueden determinar fácilmente por ensayo y error.

Para fomentar una buena limpieza de la pared, es ventajoso que la pared completa se ponga en contacto con las partículas que se mueven. Esto se puede conseguir por ejemplo mediante una combinación adecuada de grado de carga y modo de mantenimiento de las partículas en movimiento mutuo. A un grado de carga menor, se requiere un mantenimiento en movimiento más intenso que a un grado de carga alto. En el caso de contacto incompleto a un cierto nivel por ejemplo se puede formar un borde ensuciado o pueden caer salpicaduras de la composición por encima de un nivel al que las partículas se ponen en contacto con las paredes.

Una manera muy adecuada de mantener las partículas en movimiento durante el procedimiento de recubrimiento es mediante equipamiento de agitación, manteniéndose también el equipamiento de agitación a una temperatura por debajo de la temperatura mínima a la que el aglutinante puede formar una película o por debajo del punto de rocío del agente distribuidor, como se describió anteriormente para las paredes. La temperatura de las paredes y cualquier equipamiento de agitación está preferiblemente por encima del punto de congelación del agente distribuidor.

Así, también se encuentra que el equipamiento de agitación se mantiene limpio y se puede recubrir un lote siguiente de gránulos poliméricos sin que se tenga que limpiar el equipo en medio y sin que tenga lugar contaminación inadmisible de este lote con restos de polímero, aglutinante o aditivo del lote previo.

También es posible aplicar equipamiento de agitación que se pueda cambiar fácilmente. Entonces tendrá lugar posible contaminación sólo sobre el equipamiento de agitación. Después de reemplazarlo con equipo de limpieza, el equipo está listo para uso de nuevo. El equipamiento de agitación se puede limpiar después fuera de línea mientras la instalación permanece en funcionamiento.

En el procedimiento de acuerdo con la invención los objetos, que son partículas poliméricas se recubren. Estas partículas pueden ser y serán como regla gránulos, ya que se usan como alimentación para extrusores y otro equipo de tratamiento de polímeros, pero si se desea también se pueden recubrir partículas más grandes o incluso objetos con el procedimiento de acuerdo con la invención. Los ejemplos de polímeros adecuados que son tratados, con frecuencia mezclados con aditivos, son polímeros termoplásticos tales como poliolefinas, poliésteres, poliamidas, policarbonato, polímero de acrilonitrilo-butadieno-estireno, poliacetales y poliestireno.

Las partículas poliméricas se ponen en contacto con una composición que comprende un aditivo, un aglutinante formador de película, que es compatible o preferiblemente miscible con el polímero en caso de tratamiento de masa fundida del polímero y un agente distribuidor. Compatible se entiende que es tal miscibilidad con el polímero que en el tratamiento de masa fundida del polímero recubierto la capa aplicada es homogénea con él, esto es, sin cambio esencialmente de una manera inaceptable de las propiedades del mismo distintas de lo deseado con la adición del aditivo.

El procedimiento es adecuado para los aditivos habituales, ejemplos de los cuales son: colorantes, lubricantes,

agentes de soplado, pigmentos, tintes, antioxidantes, estabilizantes térmicos y de ultravioleta, antiestáticos, agentes antibloqueo, agentes de liberación y retardantes de llama. El procedimiento es particularmente adecuado para recubrimiento con colorantes tales como pigmentos y tintes puesto que la distribución uniforme de éstos en el recubrimiento es muy importante para obtener objetos uniformemente coloreados cuando se tratan las partículas poliméricas. En la composición puede estar presente uno o más aditivos.

Aglutinantes formadores de película adecuados son esas sustancias de las que se puede obtener una capa fina coherente por disolución, dispersión o tratamiento de masa fundida. Son ejemplos oligómeros y polímeros.

La composición contiene un agente distribuidor. El agente distribuidor se elige así, junto con el aglutinante y el aditivo o los aditivos, que estos componentes puedan formar una dispersión estable en el mismo, si se desea con la aplicación, conocida de por sí, de un agente dispersante. Preferiblemente no se añade o se añade una cantidad mínima de agente dispersante, debido a que su presencia en el recubrimiento de las partículas poliméricas puede presentar una influencia no deseable sobre las propiedades del polímero en las partículas y en esos objetos eventualmente fabricados de éstos. Para minimizar la cantidad opcionalmente requerida de un agente dispersante es ventajoso que el aglutinante posea grupos liófilos.

Las cantidades de aglutinante y aditivo que se ponen en contacto mediante la composición con una cierta cantidad de partículas poliméricas se eligen de manera que el recubrimiento de las partículas poliméricas presente un espesor deseado y un contenido en aditivo y aglutinante deseado. En la práctica, la proporción de la suma de aditivo y aglutinante respecto al total de aditivo, aglutinante y partículas poliméricas se encuentra entre 0,001 y 5% en peso y preferiblemente entre 0,001 y 1% en peso. Se determina el límite inferior por la proporción deseada mínimamente de aditivo, mientras que el límite superior se determina por la cantidad que se puede permitir máxima de aglutinante en relación con su posible influencia adversa sobre las propiedades del polímero. La relación aglutinante:aditivo como norma se encuentra entre 1:10 y 10:1, estando limitada preferiblemente la cantidad relativa de aglutinante a lo que es necesario para realizar buena encapsulación del aditivo en la capa de recubrimiento y dispersión adecuada de los aditivos después de tratamiento del polímero. Como norma, las relaciones alrededor de 1:1 son suficientes.

Como el espesor de la capa de recubrimiento estará típicamente entre 1 y 10 µm en la proporción definida del recubrimiento respecto al polímero y a un tamaño de gránulo habitual de 0,5 a 5 mm, el tamaño de al menos 90% de las partículas de aditivo en el recubrimiento es preferiblemente menor que 10 µm y más preferiblemente menor que 5 µm. Si las partículas de aditivo no se disuelven en el agente distribuidor, el aditivo se añade preferiblemente al agente distribuidor en el tamaño deseado.

Para los objetos de otros materiales como norma sólo el espesor de la capa deseado del recubrimiento es el factor decisivo, de manera que las cantidades requeridas de aglutinante y aditivo se pueden calcular simplemente del área total que se tiene que recubrir y el espesor de la capa deseado.

Debido al efecto mecánico de los contactos mutuos entre las partículas poliméricas como resultado de su movimiento mutuo la composición se extenderá sobre la superficie de las partículas. Esto da como resultado la formación de una capa de aglutinante que contiene aditivo, que puesto que esta extensión tiene lugar a una temperatura por encima de la temperatura de formación de película del aglutinante, cambia en la película que contiene aditivo deseada. Si el aditivo no se disuelve en el agente distribuidor se pueden iniciar a partir de partículas mayores, que como resultado de disolución de manera automática se reducirá en tamaño o incluso se reducirá a nivel molecular. En ese caso, el tamaño de las partículas de aglutinante en la composición se puede elegir dentro de límites más amplios que en el caso de un aditivo que no se disuelve. Se define un límite superior por el requerimiento que las partículas de aglutinante deben formar una dispersión estable en el agente distribuidor, opcionalmente con el uso de una cantidad que se pueda permitir de agente dispersante. Otro requerimiento, que como norma es menos estricto, se impone por el tamaño de las partículas poliméricas. Para conseguir una extensión eficaz del aglutinante por encima de su temperatura de reblandecimiento mínima sobre las partículas poliméricas, el tamaño de las partículas de aglutinante es preferiblemente a lo sumo 50% y más preferiblemente a lo sumo 30% del tamaño de las partículas poliméricas.

Si el aglutinante es soluble en el agente distribuidor, se pueden usar partículas de aglutinante más grandes en la composición por las razones indicadas anteriormente para el aditivo.

El aglutinante es preferiblemente inerte respecto al aditivo, de manera que el aditivo aún posea las propiedades deseadas en el recubrimiento. El aglutinante y el aditivo pueden estar presentes por separado en la composición pero también es posible que el aditivo haya sido incorporado ya en el aglutinante. Lo último es ventajoso puesto que como norma se requiere entonces menos agente dispersante para obtener una dispersión estable en la composición y llega a ser posible una reducción de la cantidad requerida de agente distribuidor.

La composición se pone en contacto con las partículas poliméricas, eliminación del agente distribuidor que da como resultado que se forme una capa de aglutinante que contiene aditivo sobre las partículas. Este contacto puede tener lugar por ejemplo vertiendo o pulverizando la composición sobre las partículas en un contenedor o humedeciendo de otro modo las partículas con la composición. Esto se puede hacer en etapas, suministrándose cada vez una porción de la composición a las partículas y, después de eliminación del agente distribuidor, por ejemplo por evaporación,

una porción siguiente etc., hasta que se haya suministrado la cantidad total de composición. Se puede haber proporcionado ya a las partículas la temperatura deseada antes de ponerse en contacto con la composición, causando el calor presente en las partículas evaporación del agente distribuidor. Además, se puede suministrar calor extra, por ejemplo por medio de aire o gas inerte caliente o por radiación de calor, para acelerar la evaporación.

Después de que se han puesto en contacto, o ya durante el contacto, con la composición y durante la eliminación del agente distribuidor, las partículas se mantienen en movimiento mutuo, estando en contacto también las partículas de nuevo y de nuevo con esa porción de la composición, siendo esta un líquido, que puede haber escurrido de las partículas. De esta manera la composición total y las cantidades de aditivo y aglutinante presentes en ella se aplican a las partículas, mientras que además se evita la adhesión de las partículas entre sí. La composición presente en las partículas puede ser pegajosa debido a la presencia de una cantidad de agente distribuidor que sea aún mayor que lo que se puede permitir y debido a la presencia del aglutinante a una temperatura por encima de su temperatura de reblandecimiento.

Una de las etapas en el procedimiento de acuerdo con la invención es la consolidación de la capa de aglutinante que contiene aditivo sobre los gránulos. Esto se entiende que significa que la pegajosidad de esta capa se reduce en tal extensión que los gránulos se adhieren entre sí a lo sumo con tal pequeña fuerza que una pequeña carga mecánica tal como sacudir o agitar causará que se separen. Dicha pequeña carga mecánica puede ser por ejemplo el vertido en o fuera de un envase o la carga de un tambor de almacenamiento o la descarga de él.

Esta consolidación puede tener lugar en el contenedor en el que ha sido aplicada la composición, pero también es posible transferir las partículas a otro espacio. El mantenimiento de movimiento de las partículas se detiene sólo cuando ha sido consolidada la capa de aglutinante. Después de eso, se pueden retirar las partículas recubiertas del espacio en el que ha tenido lugar el recubrimiento.

La mutua capacidad para adherirse de las partículas recubiertas se puede reducir de varias maneras durante el procedimiento. Una posibilidad es la evaporación de tanto agente distribuidor que la temperatura de reblandecimiento de la composición de aglutinante usada llegue a ser mayor que la temperatura de los gránulos. Otra posibilidad es reducir la temperatura de los gránulos a por debajo de la temperatura de reblandecimiento de la composición de aglutinante. Si el aglutinante es soluble en el polímero, el polímero de las partículas empezará a disolverse parcialmente en el aglutinante de manera que la temperatura de reblandecimiento del aglutinante se elevará. En otra realización se hace uso de un aglutinante reactivo del que mejora la capacidad para adherirse debido a que tiene lugar polimerización entre moléculas de aglutinante o entre moléculas de aglutinante y el polímero.

Dependiendo del método elegido para consolidar la capa, el agente distribuidor se retira antes, durante o después de dicha consolidación. Se realiza una contribución a dicha eliminación por la temperatura incrementada a la que la composición se pone en contacto y por la corriente de gas o aire opcional con que se suministra la composición o con que se mantiene opcionalmente un lecho fluido.

Las partículas se pueden mantener en movimiento de diversas maneras. Son ejemplos el mantenimiento de un lecho fluido, con aire o un gas inerte, si se desea calentado a la temperatura elegida, siendo soplado a través de las partículas del fondo hacia arriba. Junto con el aire también se puede suministrar opcionalmente la composición usada para recubrimiento, pero esta composición también se puede suministrar por separado desde la parte de arriba o del lado. Preferiblemente, las partículas se mantienen en movimiento mediante equipamiento de agitación, que se enfría después preferiblemente a una temperatura por debajo de la temperatura mínima a la que el aglutinante puede formar una película.

Cuando se ha formado una capa consolidada del aglutinante con el aditivo en ella sobre las partículas, esta capa puede tener aún alguna tendencia a unir las partículas entre sí. Como norma, sin embargo, las partículas entonces ya no se quitan de las superficies lisas (metal, vidrio o cerámica) del equipo.

Después de que ha disminuido la pegajosidad de las partículas a un nivel aceptable, por ejemplo de acuerdo con una de las maneras ya mencionadas, el mantenimiento del movimiento se puede detener y la temperatura se puede reducir. Se ha encontrado que la detención del movimiento mutuo cuando la temperatura ha caído a la región de T_b, por ejemplo a aproximadamente 5 °C por encima de ella, sólo conduce a dicha pegajosidad mutua leve que a una carga mecánica minoritaria, por ejemplo sacudir o agitar suavemente, es suficiente para separar las partículas de nuevo. Éste es incluso el caso cuando la capa de aglutinante aún contiene a lo sumo 10, 5 ó 2% en peso del disolvente. La temperatura y el contenido en humedad que se pueden permitir dependen de la combinación de agente distribuidor y aglutinante pero simplemente se pueden determinar de manera experimental.

Como temperatura de reblandecimiento T_b del aglutinante, la temperatura de transición vítrea se usa si el aglutinante es un polímero amorfo y preferiblemente la temperatura de fusión si el aglutinante es un polímero semicristalino o cristalino. Si el aglutinante se disuelve en el agente distribuidor la temperatura al inicio debería estar por encima de la temperatura de disolución del aglutinante en el agente distribuidor. A medida que se está retirando el agente distribuidor, el aumento en la concentración producirá que aumente esta temperatura de disolución y a una cierta concentración mínima la temperatura de transición vítrea o punto de fusión del aglutinante llegará a ser decisivo.

Cuando se hace uso de una disolución del aglutinante en un agente distribuidor, la temperatura de las partículas tendrán que ser siempre por lo tanto mayores que la temperatura que es relevante en ese momento para mantener el aglutinante en un estado que permita la extensión y distribución sobre las partículas que se mueven. Al inicio del procedimiento de eliminación del agente distribuidor esta es la temperatura de disolución y al final es dicha temperatura de reblandecimiento.

Hasta que virtualmente se ha aplicado toda la composición como una capa sobre las partículas, la temperatura de la superficie de las partículas tendrá que mantenerse por encima de la temperatura mínima de formación de película.

El aglutinante se selecciona de tal manera que aún se pueda mezclar de manera homogénea con el polímero en un procedimiento de fusión después de aplicación de recubrimiento. Preferiblemente, el aglutinante por lo tanto es un polímero termoplástico y no tiene lugar o sólo tiene lugar poca reticulación durante el procedimiento de recubrimiento.

Los aglutinantes se seleccionan junto con el polímero de las partículas y satisfacen el requerimiento de que sean miscibles con este polímero. Además, el aglutinante, como ya se indicó anteriormente, debe ser capaz de formar una película mientras que no debería presentar ninguna influencia no deseable sobre el aditivo que se tiene que aplicar.

Ejemplos de aglutinantes adecuados para aplicación de un recubrimiento que contiene aditivo con el procedimiento de acuerdo con la invención sobre poliamidas, poliésteres y poliéteres son diversos tipos de polivinilpirrolidonas o polivinilcaprolactama tales como Luvitec y Luvicap (®, de BASF), polioxazolinas tales como Aquasol ® de Polymer Innovations Inc. y resinas preparadas por polimerización de monómeros con dos grupos reactivos elegidos de: alcoholes, ácidos carboxílicos, aminas o isocianatos. Al menos una parte de los monómeros aplicados debería presentar suficiente afinidad por el agente distribuidor para permitir la emulsificación o disolución del aglutinante. Son ejemplos adecuados de tales aglutinantes poliéteres tales como poli(óxido de etileno), poli(óxido de propileno) y combinaciones de éstos. También es posible añadir después de la polimerización sustancias que presenten afinidad por tanto la resina como el agente distribuidor. Son ejemplos copolímeros de bloque con un bloque de poli(óxido de etileno). Este presenta afinidad por agua, que es un agente distribuidor que se tiene que preferir. Usando isocianatos es posible que tenga lugar la polimerización sólo parcialmente por bloqueo de estos grupos. Esto presenta la ventaja de que el aglutinante es de peso molecular inferior cuando se está aplicando y así es más fácil de distribuir sobre los gránulos pero puede polimerizarse además después de recubrimiento e incluso entrar en enlaces con el polímero recubierto como resultado de lo cual mejora el mezclamiento y los gránulos ya no son pegajosos. En particular la polivinilpirrolidona con agua como agente distribuidor parece realizar muy bien en combinación con poliamida 6.

Se ha encontrado que Neoxil 0010 ® (DSM) es particularmente adecuado para el recubrimiento de gránulos de policarbonato y objetos conformados de manera diferente de los mismos. Después de tratar los gránulos recubiertos con esto, se encuentra que el polímero ha mantenido completamente su transparencia.

Los aglutinantes adecuados para aplicación de un recubrimiento que contiene aditivo usando el procedimiento de acuerdo con la invención sobre poliolefinas son emulsiones de poliolefinas modificadas, preferiblemente grupos oxidados o injertados con grupos liófilos, EVA o PVA, opcionalmente mezclados con emulsiones de poliéster, poliuretano o resinas epoxídicas, tales como por ejemplo obtenibles con la marca Neoxil ® (DSM) para obtener una mejor resistencia mecánica del recubrimiento. También son adecuadas emulsiones de LLDPE (por sus siglas en inglés) debido a que este material presenta un punto de fusión menor que la mayoría de otras poliolefinas. También son adecuados aglutinantes que se pueden preparar mediante polimerización por emulsión, tales como látex de poliestireno y polibutadieno. Estos presentan la ventaja añadida de que ya contienen un agente distribuidor, de manera que no se requiere una etapa extra para preparar una dispersión de aglutinante adecuada. La adición de un agente humectante tal como uno de los aditivos Silwet ® (Crompton) o uno de los aditivos de Byk Chemie, que forman parte del grupo Byk 331 a 348, proporciona mejor humectabilidad de los gránulos en la aplicación de polímeros hidrófobos tales como poliolefinas o polímeros de estireno.

Los polímeros de estireno tales como poliestireno, HIPS, ABS se pueden recubrir con los mismos aglutinantes que las poliolefinas, pero también con poliestireno sulfonado y copolímeros de estireno-anhídrido maleico que son solubles o dispersibles en agua, opcionalmente después de adición de una base para neutralización de grupos ácidos. A las temperaturas de tratamiento por debajo de 300 °C el alcohol polivinílico es un aglutinante adecuado. La invención se ilustrará por los ejemplos siguientes sin estar restringida a los mismos.

Ejemplo 1

Se carga un secador de tanque Piovan con 25 kg de policarbonato Xanthar PC 24R y se calienta a 140°C. Después de que se alcanzó esta temperatura se liberaron 12 kg del policarbonato caliente en un mezclador Henschel de 40 litros. Se cerró el mezclador, se puso en marcha a 89 rad/s (850 RPM) la velocidad agitación mínima y se inyectó una dispersión de recubrimiento inmediatamente después de poner en marcha el mezclador. Se insufló un pequeño flujo de nitrógeno en el mezclador. Se enfrió la superficie interna del mezclador con agua de refrigeración.

Se preparó la dispersión de recubrimiento por mezclamiento de 100 gramos de emulsión de aglutinante Neoxil 0010 (Resinas DSM), 20 gramos de colorante y 5 gramos de agua para reducir la viscosidad de la pasta. El colorante usado en este experimento es Amarillo Macrolex 6G.

Después de inyección de la dispersión de recubrimiento en 10 segundos, se continuó el mezclamiento durante 60 segundos y con posterioridad se abrió la válvula y se recogieron los gránulos recubiertos en un contenedor de metal. Después de la inyección de la dispersión de recubrimiento se pudo observar vapor saliendo del mezclador a través de los agujeros que se usan para inyección de la dispersión y para introducir el tubo con nitrógeno. Los gránulos presentaban una temperatura de aproximadamente 40°C cuando salían del mezclador.

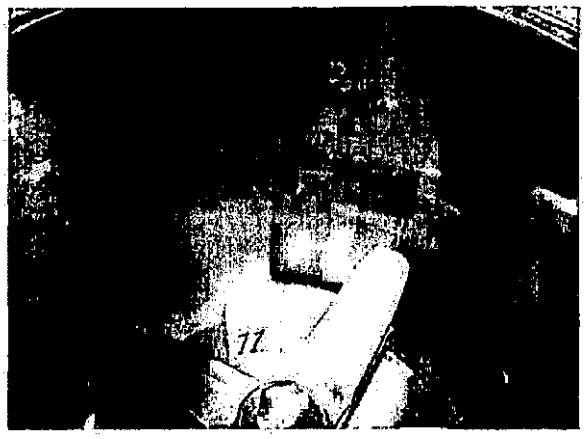
La superficie interna del mezclador pareció limpia y sólo el impulsor presentó un depósito significativo de colorante. Este depósito se puede retirar fácilmente con agua.

El interior del mezclador Henschel después de recubrimiento de los gránulos.

Se enfrió el mezclador durante el procedimiento de recubrimiento.

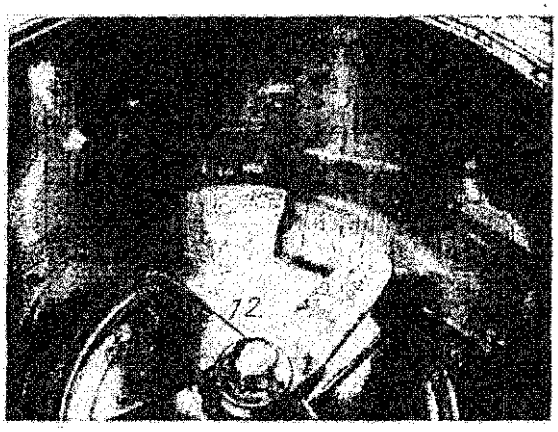
Ejemplo comparativo A.

Se ha repetido en el mismo experimento que se describió en el ejemplo 1 en un mezclador Henschel calentado (70 °C). Los gránulos se recubrieron de nuevo pero esta vez no se enfrió el mezclador interno y los gránulos recubiertos aún estaban calientes después de salir del mezclador (aproximadamente 80 °C). La superficie interna del mezclador parecía amarilla debido a depósito del colorante. También se ensució el impulsor.



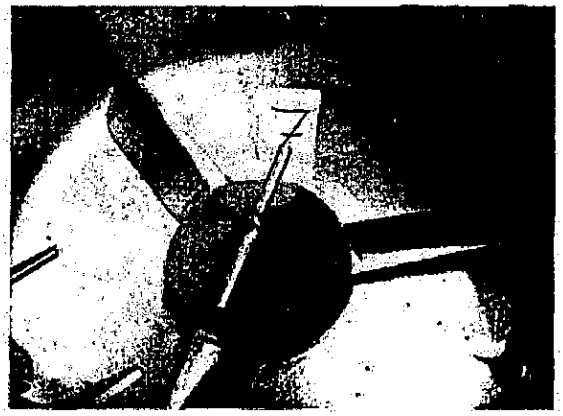
Experimento comparativo B

El procedimiento del ejemplo 1 se ha repetido pero con sólo 4 kg de policarbonato Xanthar PC 24R. La parte superior del mezclador y la tapadera se cubrieron con salpicaduras y gotas amarillas.



Ejemplo comparativo C

Se ha usado otro mezclador con una pequeña holgura entre el impulsor y el fondo del recipiente en el mismo experimento que en el ejemplo 1. Se observa un anillo amarillo en el fondo del recipiente.



5

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para el recubrimiento de objetos, que son partículas poliméricas, que comprende:

- poner en contacto los objetos con una composición que comprende un aditivo, un aglutinante formador de película y un agente distribuidor, a una temperatura por debajo de la temperatura de reblandecimiento Tp de los objetos y a una temperatura a la que el aglutinante puede formar una película,

- formar y consolidar una capa que contiene aditivo de aglutinante sobre la superficie de los objetos, manteniéndose los objetos en movimiento mutuo mientras se ponen en contacto con la composición y mientras se está formando la capa que contiene aditivo de aglutinante y se consolida al menos retirando el agente distribuidor, procedimiento que se realiza en un contenedor limitado por paredes, en el que la temperatura de las paredes es tan inferior a la temperatura de aplicación que se evita la formación de una película del aglutinante sobre las paredes y en el que la temperatura de las paredes es menor que el punto de rocío del agente distribuidor durante la aplicación y consolidación.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que las paredes presentan una temperatura que es menor que la temperatura mínima a la que el aglutinante puede formar una película.

3. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-2, en el que la consolidación tiene lugar retirando el agente distribuidor al punto en el que la temperatura de reblandecimiento del aglutinante en la composición haya aumentado a por encima de la temperatura de las partículas poliméricas.

4. Procedimiento según las reivindicaciones 1-3, en el que las partículas se mantienen en movimiento mutuo mediante equipamiento de agitación, del que se mantiene la temperatura por debajo de la temperatura mínima de formación de película del aglutinante.

5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-4, en el que la temperatura de las partículas poliméricas durante la eliminación del agente distribuidor es al menos 5 °C menor que Tp.

6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en el que la temperatura de las partículas poliméricas durante la eliminación del agente distribuidor es al menos 5 °C por encima de la temperatura mínima de formación de película del aglutinante pero menor que Tp.

7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-6, en el que la proporción de la suma de aditivo y aglutinante en relación al total de aditivo, aglutinante y partículas poliméricas se encuentra entre 0,001 y 5% en peso.

8. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-7, en el que el aglutinante es soluble en agente distribuidor.

9. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-8, en el que el aditivo se incorpora en el aglutinante y el aglutinante es insoluble en el agente distribuidor.

10. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-9, en el que los objetos se recubren con una serie de composiciones que contienen cada una un color básico como aditivo.

11. Procedimiento para la preparación de objetos poliméricos que contienen aditivo, en el que las partículas poliméricas recubiertas de acuerdo con el procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1-10, se tratan a una temperatura por encima del punto de fusión del polímero.