

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 548 271**

51 Int. Cl.:

**C09K 3/22** (2006.01)

**C08F 14/26** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.06.2005** **E 13156015 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.09.2015** **EP 2597124**

54 Título: **Método de tratamiento preventivo del polvo fino de material que tiene propiedad de espolvoreo**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**15.10.2015**

73 Titular/es:

**NIPPO CORPORATION (33.3%)**  
**19-11 Kyobashi 1-chome, Chuo-ku**  
**Tokyo 104-8380, JP;**  
**MURAKASHI LIME INDUSTRY CO., LTD (33.3%) y**  
**DUPONT-MITSUI FLUOROCEMICALS**  
**COMPANY, LTD. (33.3%)**

72 Inventor/es:

**MIZUNO, YOSHITOMO;**  
**URANO, TERUO;**  
**KONABE, K. y**  
**KAWAZOE, M.**

74 Agente/Representante:

**UNGRÍA LÓPEZ, Javier**

Observaciones :

**Véase nota informativa (Remarks) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes**

**ES 2 548 271 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**

Método de tratamiento preventivo del polvo fino de material que tiene propiedad de espolvoreo

**5 Campo técnico**

La presente invención se refiere a un método de tratamiento preventivo del polvo fino de un material de espolvoreo, es decir, un material que tiene la propiedad de producir polvo, usando una composición de tratamiento preventivo del polvo fino que comprende una dispersión acuosa de un politetrafluoroetileno (denominado de aquí en adelante PTFE) que es altamente eficaz en la prevención del polvo fino y tiene un menor impacto en el medio ambiente. Más concretamente, la presente invención se refiere a un método de tratamiento preventivo de la producción de polvo fino usando una composición de tratamiento preventivo de la producción de polvo fino que comprende una dispersión acuosa de un politetrafluoroetileno que contiene un emulsionante que contiene flúor en un intervalo de concentraciones específico, y un material de tratamiento preventivo de la producción de polvo fino usando la composición de tratamiento preventivo del polvo fino que comprende una dispersión acuosa de un politetrafluoroetileno asociado con un menor impacto medioambiental.

**Antecedentes tecnológicos**

La tecnología de prevención del polvo fino derivado de un material de espolvoreo es una tecnología importante para la vida diaria y la industria desde el punto de vista de la salud, la seguridad y el medio ambiente.

La publicación de patente japonesa SHO 52-32877 divulga un método de prevención del polvo fino derivado de materiales de espolvoreo mezclando materiales de espolvoreo con PTFE y sometiendo la mezcla a cizalla por compresión a una temperatura de aproximadamente 20 a 200 °C, fibrilando así el PTFE para prevenir la formación de polvo fino del material en polvo.

El PTFE divulgado en el presente documento incluye la forma en polvo fino o en emulsión de homopolímero de tetrafluoroetileno indicada por TEFLON (marca registrada) 6 o TEFLON (marca registrada) 30, así como la forma en polvo fino de polímero modificado de tetrafluoroetileno indicada por TEFLON (marca registrada) 6C.

La solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública nº 8-20767 propone un método preventivo del polvo fino que tiene una buena estabilidad usando una emulsión acuosa que contiene un tensioactivo aniónico a base de hidrocarburo de no menos del 1,0% en peso de PTFE como estabilizador de la emulsión, y divulga que el método es eficaz para la prevención del polvo fino de cemento.

Las partículas de PTFE anteriormente mencionadas se pueden obtener mediante métodos de polimerización en emulsión como los divulgados en la patente de EE.UU. nº 2.559.752, en los que se carga tetrafluoroetileno a presión en un medio acuoso que contiene un iniciador de la polimerización hidrosoluble y un tensioactivo aniónico que tiene radicales de fluoroalquilo hidrófobos como el estabilizador de la emulsión de manera que se pueden polimerizar para formar la emulsión acuosa de PTFE.

Además, a la emulsión, se añade un estabilizador de la emulsión para mejorar la estabilidad.

Sin embargo, dado que estos agentes de tratamiento preventivos del polvo fino se usan en grandes cantidades en fertilizantes, estabilizadores de suelos, agentes de solidificación del suelo, materiales de recuperación tales como la ceniza incinerada de carbón (cenizas volantes) y similares, y la aplicación del alcance del tratamiento preventivo del polvo fino está en expansión, ha aumentado la preocupación por el impacto medioambiental.

Aunque, en la polimerización, se usa un tensioactivo (un emulsionante que contiene flúor) contenido en la dispersión acuosa de PTFE como emulsionante, es difícil de descomponer y hay preocupación por su impacto medioambiental. Además, dado que dicho agente no es biodegradable y se clasifica como contaminante del medio ambiente, podría contaminar las aguas subterráneas, los lagos, los pantanos, los ríos y similares.

Por lo tanto, los inventores se han centrado intensamente en la mejora de un método que prevenga eficazmente el polvo fino y pueda evitar el polvo fino sin provocar un impacto medioambiental. Como resultado de ello, se desarrolló la presente invención.

El documento EP 0 423 836 A2 se refiere a un método de tratamiento de control del polvo fino de un polvo espolvoreable que comprende la combinación del polvo espolvoreable, politetrafluoroetileno fibrilable y un par de dos tipos de materiales que interaccionan entre sí para crear una reacción de oxidación, y dar a los materiales combinados una cizalla por compresión a una temperatura elevada provocada por la reacción de oxidación entre el par de dos tipos de materiales para fibrilar el politetrafluoroetileno fibrilable y encerrar el polvo espolvoreable.

Referencia de patente 1: patente japonesa SHO 52-32877.  
Referencia de patente 2: solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública HEI 8-20767.

Referencia de patente 3: patente de EE.UU. n° 2.559.752.

Referencia de patente 4: EP 0 423 836 A2.

## Divulgación de la invención

5

### Problemas que debe resolver la invención

10 Los inventores procedieron a desarrollar un método de tratamiento preventivo del polvo fino con un bajo potencial de impacto medioambiental tras advertir que, si bien un agente tensioactivo (emulsionantes que contienen flúor) presente en la dispersión acuosa de PTFE como emulsionante era esencial en la polimerización para obtener la dispersión acuosa de PTFE, era difícil de descomponer y estaba asociado a problemas medioambientales.

15 Es decir, el objetivo de la presente invención es proporcionar un método de tratamiento preventivo del polvo fino usando una composición de tratamiento preventivo del polvo fino que comprenda una dispersión acuosa de PTFE que tenga un bajo potencial de impacto medioambiental, y proporcionar el material sometido al tratamiento anti-polvo del material de espolvoreo, que es un material de espolvoreo tratado mediante el método de tratamiento preventivo del polvo fino.

### Métodos para resolver los problemas

20

25 La presente invención proporciona un método de tratamiento preventivo del polvo fino para un material de espolvoreo donde el polvo fino derivado del material de espolvoreo se previene mediante la mezcla de una composición de tratamiento preventivo del polvo fino que comprende una dispersión acuosa de politetrafluoroetileno que contiene 50 ppm o menos de un emulsionante que contiene flúor con el material de espolvoreo mediante el uso de un mezclador y la posterior formación de fibrillas de politetrafluoroetileno bajo la aplicación de una fuerza de cizalla por compresión a la mezcla por encima de una temperatura de 20 °C a 200 °C, donde el politetrafluoroetileno tiene un diámetro de partícula medio de 0,1 µm a 0,5 µm, y una densidad relativa de 2,27 o inferior, y donde el emulsionante que contiene flúor es un tensioactivo aniónico.

30 Preferentemente, la dispersión acuosa de politetrafluoroetileno contiene además un tensioactivo aniónico a base de hidrocarburo como estabilizador de la emulsión.

35 Se prefiere además que la cantidad de tensioactivo aniónico a base de hidrocarburo como estabilizador de la emulsión sea del 1,0% en peso o más y del 10% en peso o menos basándose en el peso del politetrafluoroetileno.

Se prefiere aún más que el material de espolvoreo sea un material de espolvoreo en polvo.

40 La presente invención también proporciona un material sometido al tratamiento anti-polvo del material de espolvoreo obtenido mediante el método de tratamiento preventivo del polvo fino anteriormente mencionado. Preferentemente, el material de espolvoreo pertenece al campo de los materiales de construcción, al campo de los estabilizadores de suelos, al campo de los materiales de solidificación o al campo de los fertilizantes.

### Efecto de la invención

45 Mediante la presente invención, se proporciona el método de tratamiento preventivo del polvo fino para un material de espolvoreo donde se usa una composición de tratamiento preventivo del polvo fino que comprende una dispersión acuosa de PTFE con un bajo potencial de impacto medioambiental y un efecto de prevención del polvo fino es tan alto como el de un método conocido y tiene, además, un menor potencial de impacto medioambiental.

50 Mediante la presente invención, se proporciona el material sometido al tratamiento anti-polvo de un material de espolvoreo tratado mediante el excelente método de tratamiento preventivo del polvo fino de un material de espolvoreo, donde se impide la formación de polvo fino y muestra un bajo potencial impacto medioambiental.

### Mejor realización para llevar a cabo la invención

55

60 La presente invención proporciona un método de tratamiento preventivo del polvo fino para un material de espolvoreo donde el polvo fino derivado del material de espolvoreo se previene mezclando la composición de tratamiento preventiva del polvo fino que comprende la dispersión acuosa de politetrafluoroetileno que contiene 50 ppm o menos de un emulsionante que contiene flúor con el material de espolvoreo mediante el uso de un mezclador y sometiendo la mezcla a cizalla por compresión a una temperatura de 20 a 200 °C, fibrilando así el PTFE para evitar el polvo fino derivado del material de espolvoreo, y también proporciona el material sometido al tratamiento anti-polvo del material de espolvoreo.

65 En la presente invención, como PTFE, se usa un homopolímero de tetrafluoroetileno (TFE), que se denomina normalmente homopolímero, y un copolímero (PTFE modificado) de tetrafluoroetileno que contiene un comonomero no superior al 1%, que se denomina normalmente polímero modificado. Como PTFE, se prefiere un homopolímero

de TFE.

Un agente de tratamiento preventivo del polvo fino que comprende una dispersión acuosa de PTFE modificado presenta un efecto de prevención del polvo fino inferior al del PTFE y, con frecuencia, puede requerir cantidades en un exceso superior al 50% del agente para mostrar el mismo efecto.

En el polímero que contiene flúor de una dispersión acuosa del polímero que contiene flúor de la presente invención, se usan partículas coloidales en las que un tamaño medio de partícula es de aproximadamente 0,1  $\mu\text{m}$  a 0,5  $\mu\text{m}$  o preferentemente de 0,1  $\mu\text{m}$  a 0,3  $\mu\text{m}$ . Las partículas coloidales que tienen un tamaño medio de partícula inferior a 0,1  $\mu\text{m}$  tienden a producir un efecto la prevención del polvo fino inferior, y aquellas de más de 0,5  $\mu\text{m}$  tienden a producir emulsiones inestables.

Además, una densidad relativa es de 2,27 o inferior, preferentemente de 2,22 o inferior, más preferentemente de 2,20 o inferior. El politetrafluoroetileno que tiene una densidad relativa superior a 2,27 produce un efecto de prevención del polvo fino inferior.

La concentración de polímero que contiene flúor de la dispersión acuosa del polímero que contiene flúor de la presente invención no se limita a una en particular, pero se prefiere una concentración lo más baja posible con el fin de aumentar el efecto de dispersión del polímero que contiene flúor en un material de espolvoreo. Por otro lado, puesto que la concentración lo más alta posible permite ahorrar en costes de transporte a la hora de transportar la dispersión acuosa del polímero que contiene flúor, se desea la concentración de normalmente el 10% en peso o superior, preferentemente del 20% en peso al 70% en peso. Las concentraciones más altas no son preferibles, ya que pueden reducir la estabilidad de la dispersión acuosa del polímero que contiene flúor. Por lo tanto, la concentración de polímero que contiene flúor de la composición de tratamiento preventivo del polvo fino, cuando se comercializa como un producto, es preferentemente del 20% en peso al 70% en peso. Cuando la composición de tratamiento se mezcla con el material de espolvoreo, se puede diluir con agua para hacer la concentración del polímero que contiene flúor del 5% en peso o inferior.

Se desea una proporción de contenido inferior para el emulsionante que contiene flúor en la dispersión acuosa del polímero que contiene flúor de la presente invención, ya que apenas se descompone, y su acumulación en el medio ambiente supone un problema. Se prefiere una proporción de contenido de 50 ppm o inferior, ya que es posible la fabricación a una proporción de contenido de emulsionante que contiene flúor estable usando un método de eliminación práctico.

El método de obtención de la dispersión acuosa de polímero que contiene flúor que contiene 50 ppm o menos del emulsionante que contiene flúor de la presente invención no se limita a uno en particular.

Por ejemplo, dicha dispersión acuosa se puede obtener mediante la eliminación del emulsionante que contiene flúor mediante el método conocido de una dispersión acuosa que contiene el emulsionante que contiene flúor (ácido perfluorooctanoico en forma de una sal de amonio y/o una sal alcalina) en aproximadamente del 0,02% al 1% en peso basado en el peso del polímero que contiene flúor producido por el método de polimerización en emulsión divulgado en la patente de EE.UU. nº 2.559.752, donde se carga tetrafluoroetileno a presión en un medio acuoso que contiene un iniciador de la polimerización hidrosoluble y un tensioactivo aniónico que tiene grupos fluoroalquilo hidrófobos como emulsionante. Como método conocido para eliminar el emulsionante que contiene flúor de una dispersión acuosa, caben citar los métodos descritos en la publicación japonesa de la solicitud PCT 2005-501956 (documento WO 2003/020836) y la publicación japonesa de la solicitud PCT 2002-532583 (documento WO 00/35971), donde se separa el emulsionante que contiene flúor y se elimina mediante el contacto con una cantidad eficaz de un material de intercambio aniónico, y en la patente de EE.UU. nº 4.369.226, donde el emulsionante que contiene flúor se elimina por ultrafiltración de la dispersión acuosa del polímero que contiene flúor. El método de eliminación del emulsionante que contiene flúor no se limita a estos métodos.

Aunque el tensioactivo (emulsionante que contiene flúor) contenido en la dispersión acuosa de PTFE como emulsionante es esencial debido a su inactividad de reacción en la polimerización, se desea su eliminación de un agente de tratamiento preventivo de polvo fino en la mayor medida posible, ya que apenas se descompone y su impacto ambiental supone un problema. Además, se desea recuperar y reutilizar el emulsionante que contiene flúor, porque es caro.

El emulsionante divulgado en la patente de EE.UU. nº 2.559.752 se puede seleccionar y usar como emulsionante en el método de polimerización en emulsión usado para obtener la dispersión acuosa anteriormente mencionada de polímero que contiene flúor de la presente invención. Para el objetivo de la presente invención, se prefiere particularmente el emulsionante denominado emulsionante no telogénico. Cabe citar, por ejemplo, los ácidos alcanóicos que contienen flúor o sus sales representadas por  $\text{F}(\text{CF}_2)_n(\text{CH}_2)_m\text{COOH}$  (m es 0 o 1 y n es 6-20) que contienen aproximadamente de 6 a 20 átomos de carbono, preferentemente de aproximadamente 6 a 12 átomos de carbono, y ácidos alquilsulfónicos que contienen flúor o sus sales. Como sal, caben citar las sales de metales alcalinos, sales de amonio, sales de amina etc. En concreto, cabe citar ácido perfluoroheptanoico, ácido perfluorooctanoico y sus sales, ácidos 2-perfluorohexiletanosulfónicos y sus sales, pero los ácidos y las sales no se

limitan a estos ejemplos.

Además, la dispersión acuosa de polímero que contiene flúor de la presente invención también puede contener un estabilizador de emulsión, ya que mejora la estabilidad de la dispersión acuosa del polímero que contiene flúor.

5 Como estabilizador de emulsión, se prefiere un tensioactivo aniónico a base de hidrocarburo. Dado que este tensioactivo forma una sal insoluble o poco soluble en agua con el calcio, el aluminio y el hierro, que son los componentes esenciales del suelo, se puede evitar la contaminación de los ríos, arroyos, lagos, pantanos y aguas subterráneas causada por los tensioactivos.

10 Como dicho tensioactivo aniónico a base de hidrocarburo, caben citar sales de ácidos grasos superiores, sales de ésteres de ácido sulfúrico de alcohol superior, sales de ésteres de ácido sulfúrico de aceite graso líquido, sales de éster de ácido fosfórico de alcohol alifático, sales de ácido sulfónico de éster de ácido graso dibásico, sales de ácido sulfónico de alquilalilo, etc. Además, caben citar las sales de Na, K, Li y NH<sub>4</sub> de ácidos etilensulfónicos de polioxietilenaquilfeniléter (n del polioxietileno es de 1 a 6, el número de átomos de carbono del alquilo es de 8 a 11),  
15 ácidos alquilbencenosulfónicos (el número de átomos de carbono del alquilo es de 10 a 12) y ésteres de ácido dialquilsulfosuccínico (el número de átomos de carbono del alquilo es de 8 a 10) como ejemplos preferidos, ya que confieren una excelente estabilidad mecánica a una emulsión acuosa de PTFE.

20 La cantidad de un estabilizador de emulsión es del 1,0% en peso o superior, basada en el peso de PTFE, preferentemente en el intervalo del 1,5% al 5% en peso. Una cantidad inferior al 1,0% en peso proporciona emulsiones acuosas de PTFE insatisfactoriamente estabilizadas, y aquella superior al 10% en peso no resulta económica.

25 El método de tratamiento preventivo del polvo fino de la presente invención es el método que usa específicamente un agente de tratamiento preventivo del polvo fino que comprende la dispersión acuosa de PTFE que contiene 50 ppm o menos de emulsionante que contiene flúor en el método, donde el polvo derivado de material de espolvoreo se evita mezclando PTFE con el material de espolvoreo mediante el uso de un mezclador y sometiendo la mezcla a cizalla por compresión a una temperatura de aproximadamente 20 a 200 °C, fibrilando así el PTFE para  
30 evitar el polvo fino derivado del material de espolvoreo, describiéndose dicho método en las patentes japonesas nº 2827152 y la patente nº 2.538.783.

Además, la composición de tratamiento preventivo del polvo fino usada en la presente invención se puede usar como el PTFE de formación de fibrillas descrito en la solicitud de patente japonesa abierta a inspección pública nº 2000-185956, 2000-185959 y desde 2002-60738.

35 El politetrafluoroetileno especificado se fibrila para formar fibras superfinas como las de una telaraña cuando se ejerce una fuerza de cizalla por compresión se en las condiciones apropiadas descritas anteriormente. Se considera que el material de tratamiento preventivo del polvo fino para el material de espolvoreo de la presente invención consigue el efecto de prevención del polvo como consecuencia de que el polvo derivado del material de espolvoreo es capturado y aglomerado en las fibras finas de tipo telaraña.  
40

El material de espolvoreo tratado para la prevención del polvo fino de la presente invención es un material de espolvoreo inorgánico y/u orgánico, y no hay limitaciones particulares en cuanto a su material y su forma. La presente invención también se puede aplicar eficazmente a un material en polvo de formación de polvo fino como  
45 material de espolvoreo. Los ejemplos de material de espolvoreo particularmente adecuados incluyen los cementos tales como cemento Portland, cemento de alúmina, etc.; polvos minados tales como hidróxido de calcio, polvo de óxido de calcio, carbonato de calcio, dolomita, magnesita, talco, polvos de rocas silíceas, fluorita, etc.; polvos minerales de arcilla tales como caolín, bentonita, etc.; polvos de escoria formados como subproductos en los procesos de fabricación de metales tales como el acero de hierro, metales no ferrosos, etc.; polvos de ceniza incinerados tales como el carbón, escoria, etc.; polvos de yeso; metales en polvo; negro carbón; carbono activado en  
50 polvo; polvos cerámicos tales como óxidos metálicos, etc.; pigmentos; y otros. Es decir, cabe citar todo material de espolvoreo que provoque la dispersión y el flotamiento de sustancias particuladas sólidas en el aire, es decir el polvo fino derivado del material de espolvoreo.

55 El método de tratamiento preventivo del polvo fino de la presente invención se puede usar adecuadamente para el tratamiento contra el polvo fino de un material de espolvoreo con el fin de obtener el material donde se ha evitado la formación de polvo fino del campo de los materiales de construcción, campo de los estabilizadores de suelos, campo de los materiales de solidificación, campo de los fertilizantes, campo de eliminación en vertederos de sustancias tóxicas y ceniza de combustión, campo de la prevención de explosiones, campo de los productos cosméticos,  
60 campo de las cargas para diversos plásticos, y similares.

### Ejemplos

La presente invención se explica de manera más concreta citando los ejemplos y ejemplos comparativos que figuran a continuación, pero la presente invención no se limita de ningún modo a dichos ejemplos.  
65

Las mediciones de las propiedades de la presente invención se realizaron de acuerdo con los métodos descritos a continuación.

(1) Diámetro medio de partícula de las partículas de polímero que contiene flúor

5 El diámetro medio de partícula de las partículas de polímero que contiene flúor se midió usando Microtrack UPA150, Modelo n° 9340 (fabricado por Nikki So).

(2) Diámetro de partícula del polvo formador de polvo fino

10 El diámetro de partícula del polvo formador de polvo fino se midió con el medidor de distribución de los tamaños de partícula de tipo difracción/dispersión por láser fabricado por Horiba Seisakusho Co., Ltd. usando etanol como medio de dispersión.

(3) Gravedad específica convencional de los polímeros que contienen flúor

La densidad relativa se midió de acuerdo con la norma ASTM D-4894.

20 Se ajustó la concentración de la dispersión acuosa de PTFE obtenida por polimerización en emulsión en el 15% en peso usando agua pura. A continuación, se dispusieron aproximadamente 750 ml de la dispersión acuosa en un recipiente de polietileno (1.000 ml de capacidad) y se aglomeró el polímero agitando enérgicamente el recipiente con la mano. Se secó el polvo de polímero separado del agua durante dieciséis horas a 150 °C. Se introdujeron 12,0 g del polvo de resina seco en un molde cilíndrico con un diámetro de 2,85 cm y se nivelaron. Se fue aumentando gradualmente la presión hasta alcanzar la presión final de 350 kg/cm<sup>2</sup> tras 30 segundos. Se mantuvo la presión final de 350 kg/cm<sup>2</sup> durante dos minutos. Se sintetizó el artículo moldeado preliminarmente obtenido de ese modo en un horno de aire durante 30 minutos a 380 °C, se enfrió hasta 294 °C a una velocidad de 1 °C por minuto, se mantuvo a 294 °C durante 1 minuto y luego se sacó del horno de aire y se enfrió a temperatura ambiente (23 ± 1 °C), obteniéndose una muestra convencional. La proporción en peso de la muestra convencional con respecto al peso del agua del mismo volumen a temperatura ambiente (23 ± 1 °C) se hace a la densidad relativa convencional. Dicha densidad relativa convencional es un objetivo de peso molecular medio y, en general, cuanto menor es la densidad relativa convencional, mayor es el peso molecular.

(4) Concentración de emulsionante que contiene flúor en la dispersión acuosa de resina fluorada

35 Se introdujo una dispersión acuosa de resina fluorada en recipiente de polietileno en un congelador a -20 °C y se congeló. Se aglomeró el polímero con contenido de flúor y se separó del agua. Se transfirió todo el contenido del recipiente de polietileno a un extractor Soxhlet, y se realizó la extracción durante 7 horas con aproximadamente 80 ml de metanol. Se midió la solución de la muestra hasta la cantidad prescrita por cromatografía líquida, y se calculó la concentración de emulsionante con contenido de flúor de la dispersión acuosa de resina fluorada.

(5) Cantidad de polvo fino en caída

45 Se dejan caer 200 g de una muestra de forma natural desde el cuello superior de un recipiente cilíndrico con un diámetro interno de 39 cm y una altura de 59 cm. Se midió la cantidad de polvo fino flotante [concentración relativa (CPM: recuento por minuto)] del recipiente a 45 cm de altura desde la parte inferior mediante un medidor digital de polvo fino de dispersión de luz. La medición de la cantidad de polvo fino flotante se lleva a cabo cinco veces durante 1 minuto de manera consecutiva después de introducir la muestra, y se resta el valor de medición (un recuento a oscuras) antes de introducir la muestra. El valor geométrico medio obtenido de esta manera se conoce como la "cantidad de polvo fino en caída". El valor medio geométrico, x, se calculó de acuerdo con la siguiente fórmula.

$$\text{Log } x = 1/5 \sum \log(x_i \cdot d)$$

50 En este caso, xi es la cantidad de polvo flotante y d es un recuento a oscuras.

(Materias primas)

55 A continuación, se muestran las materias primas usadas en los ejemplos y ejemplos comparativos de la presente invención.

(1) Dispersión acuosa de PTFE (I)

60 Propiedades de (I): diámetro medio de partícula de 0,2 μm; concentración de resina sólida del 30% en peso; contenido de emulsionante que contiene flúor de 21 ppm; densidad relativa de 2,19 y contenido de tensioactivo aniónico del 3,5% en peso basado en el peso de PTFE.

(2) Dispersión acuosa de PTFE (II)

Fabricada por Mitsui DuPont Fluorochemicals Co., Ltd., 312-J.

- 5 Propiedades de (II): contenido de emulsionante que contiene flúor de 1.040 ppm, densidad relativa de 2,19 y contenido de tensioactivo aniónico del 3,0% en peso basado en el peso de PTFE.

(3) Cal viva en polvo

- 10 (93,5% en peso de CaO y 4,2% en peso de MgO).

Cal viva en polvo que pasa completamente a través de un tamiz de malla convencional de 300  $\mu\text{m}$ , queda el 0,04 % en el tamiz de malla convencional de 150  $\mu\text{m}$ , queda el 0,17% en el tamiz de malla convencional de 90  $\mu\text{m}$  y pasa el 99,83% a través de un tamiz de malla convencional de 90  $\mu\text{m}$ .

15

(4) Cemento Portland normal (APN) (fabricado por Taiheiyo Cemento).

(5) Yeso anhidro de tipo II (diámetro medio de partícula de 9,0  $\mu\text{m}$  y diámetro máximo de partícula de 101  $\mu\text{m}$ ).

- 20 (6) polvo de escoria de alto horno (diámetro medio de partícula de 8,9  $\mu\text{m}$  y diámetro máximo de partícula de 100  $\mu\text{m}$ ).

(Ejemplo 1)

- 25 Se introdujeron 1.000 g de cal viva en polvo en un pequeño mezclador de suelo de 5 l de capacidad, y se fue introduciendo gradualmente la dispersión obtenida dispersando 1,67 g de dispersión acuosa de PTFE (I) (equivalente al 0,05% en peso de componente de resina de PTFE sólida basado en la cal viva) en 98,8 g de agua potable bajo agitación con 140 rpm de velocidad de rotación. Aproximadamente 1 minuto después de la introducción, se generó vapor debido al calor de la reacción de hidratación de la cal viva, y durante 2 minutos, se agotó todo el agua por la reacción de hidratación de la cal viva para formar cal hidratada, y después no se observó generación de vapor. Se detuvo la agitación del mezclador 5 minutos después de su inicio. En ese momento, la temperatura medida con un termómetro de mercurio era de 95 °C. La cal viva sometida al tratamiento anti-polvo era una mezcla de la cal viva y la cal hidratada, que contenía aproximadamente el 30% de cal hidratada recién formada debido a la hidratación. Se midió la cantidad de polvo fino en caída de la cal viva sometida al tratamiento anti-polvo. Los resultados se muestran en la Tabla 1.
- 30
- 35

(Ejemplo 2)

- 40 La cal viva sometida al tratamiento anti-polvo se obtuvo de la misma manera que en el Ejemplo 1, a excepción del uso de la dispersión obtenida dispersando 1,00 g de la dispersión acuosa de PTFE (I) (equivalente al 0,03% en peso del componente de resina de PTFE sólida basándose en la cal viva) en 99,3 g de agua limpia. Se midió la cantidad de polvo fino en caída de la cal viva sometida al tratamiento anti-polvo. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

(Ejemplo 3)

- 45 Se proporciona un método donde el cemento Portland normal (un polvo generador de polvo fino) se calienta usando el calor de la reacción de hidratación de la cal viva y donde se realiza el tratamiento preventivo del polvo fino.
- 50 Se introdujeron 1.000 g de cal viva en polvo en un pequeño mezclador de suelo de 5 l de capacidad, y se fue introduciendo gradualmente la dispersión obtenida dispersando 1,67 g de dispersión acuosa de PTFE (I) (equivalente al 0,05% en peso de componente de resina de PTFE sólida basado en la cal viva) en 35,0 g de agua potable bajo agitación con 140 rpm de velocidad de rotación. Aproximadamente 1 minuto después de la introducción, se generó vapor debido al calor de la reacción de hidratación de la cal viva, y durante 2 minutos, se agotó todo el agua por la reacción de hidratación de la cal viva para formar cal hidratada, y después no se observó generación de vapor. Se detuvo la agitación del mezclador 5 minutos después de su inicio. En ese momento, la temperatura medida con un termómetro de mercurio era de 95 °C. La cal viva sometida al tratamiento anti-polvo era una mezcla en forma de pelota de la cal viva y la cal hidratada, que contenía cal hidratada recién formada debido a la hidratación.
- 55
- 60 Se usó esto como patrón de mezcla madre, y se fueron introduciendo gradualmente 900 g de cemento Portland normal en el mezclador de suelo pequeño (velocidad de rotación de 140 rpm) bajo agitación. Se detuvo la agitación del mezclador aproximadamente 5 minutos después de la introducción del cemento Portland normal. La temperatura en ese momento, medida con el termómetro de mercurio era de 57 °C. Se midió la cantidad de polvo fino en caída del cemento Portland normal sometido al tratamiento anti-polvo. Los resultados se muestran en la Tabla 1.
- 65

(Ejemplos de referencia 1-3)

5 Se precalentaron 200 g del polvo generador de polvo fino mostrado en la Tabla 1 hasta 90 °C con un secador de calor eléctrico. Se mezclaron 20 g del polvo generador de polvo fino calentado y la dispersión acuosa de PTFE (I) con la proporción de sólido (% en peso) que se muestra en la Tabla 1, y se agitó durante aproximadamente 5 minutos en un mortero de alúmina de 1 l de capacidad previamente calentado hasta 90 °C con un secador de calor eléctrico, obteniéndose la mezcla. La mezcla así obtenida se usó como mezcla maestra, y se añadieron 180 g del polvo generador de polvo fino calentado restante a la mezcla anterior. Se mezcló la mezcla y se agitó durante aproximadamente 5 minutos, y se obtuvo el polvo generador de polvo fino sometido al tratamiento anti-polvo. Se midió la cantidad de polvo fino en caída del polvo generador de polvo fino obtenido. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

(Ejemplo comparativo 1)

15 Se midió la cantidad de polvo fino en caída de la cal viva en polvo. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

(Ejemplo comparativo 2)

20 Se midió la cantidad de polvo fino en caída del cemento Portland normal. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

(Ejemplo comparativo 3)

25 Se midió la cantidad de polvo fino en caída de un yeso anhidro de tipo II. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

(Ejemplo comparativo 4)

30 Se midió la cantidad de polvo fino en caída de un polvo de escoria de alto horno. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

(Ejemplo de referencia 4)

35 La cal viva sometida al tratamiento anti-polvo se obtuvo de la misma manera que en el Ejemplo 1, a excepción del uso de la dispersión obtenida dispersando 1,67 g de la dispersión acuosa de PTFE (II) (equivalente al 0,05% en peso del componente de resina de PTFE sólida basándose en la cal viva) en 98,8 g de agua limpia. Se midió la cantidad de polvo fino en caída de la cal viva sometida al tratamiento anti-polvo así obtenida. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

(Ejemplo de referencia 5)

40 La cal viva sometida al tratamiento anti-polvo se obtuvo de la misma manera que en el Ejemplo 1, a excepción del uso de la dispersión obtenida dispersando 1,00 g de la dispersión acuosa de PTFE (II) (equivalente al 0,03% en peso del componente de resina de PTFE sólida basándose en la cal viva) en 99,3 g de agua limpia. Se midió la cantidad de polvo fino en caída de la cal viva sometida al tratamiento anti-polvo así obtenida. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

(Ejemplos de referencia 6-8)

50 El polvo fino sometido al tratamiento anti-polvo se obtuvo de la misma manera que en los Ejemplos de referencia 1 a 3, a excepción del uso de la dispersión acuosa de PTFE (II). Se midió la cantidad de polvo fino en caída del polvo generador de polvo fino así obtenido. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

Tabla 1

	Polvo generador de polvo fino	Dispersión acuosa de PTFE	Cantidad de PTFE (% en peso basado en el polvo generador de polvo fino)	Cantidad de polvo fino en caída (CPM)
Ejemplo 1	Polvo de cal viva	(I)	0,05	9,2
Ejemplo 2	Polvo de cal viva	(I)	0,03	12,8
Ejemplo 3	Cemento Portland normal (que contiene cal viva en polvo)	(I)	0,05	13,0

	Polvo generador de polvo fino	Dispersión acuosa de PTFE	Cantidad de PTFE (% en peso basado en el polvo generador de polvo fino)	Cantidad de polvo fino en caída (CPM)
Ej. de ref. 1	Cemento Portland normal	(I)	0,05	19,1
Ej. de ref. 2	Yeso anhidro de tipo II	(I)	0,10	62,8
Ej. de ref. 3	Polvo de escoria de alto horno	(I)	0,06	14,6
Ej. comp. 1	Polvo de cal viva	-	-	164,0
Ej. comp. 2	Cemento Portland normal	-	-	426,7
Ej. comp. 3	Yeso anhidro de tipo II	-	-	232,1
Ej. comp. 4	Polvo de escoria de alto horno	-	-	195,1
Ej. de ref. 4	Polvo de cal viva	(II)	0,05	13,0
Ej. de ref. 5	Polvo de cal viva	(II)	0,03	14,5
Ej. de ref. 6	Cemento Portland normal	(II)	0,05	35,9
Ej. de ref. 7	Yeso anhidro de tipo II	(II)	0,10	60,6
Ej. de ref. 8	Polvo de escoria de alto horno	(II)	0,06	18,5

#### Aplicabilidad para uso industrial

- 5 Mediante la presente invención, se proporciona el método de tratamiento preventivo del polvo fino para un material de espolvoreo donde se usa una composición de tratamiento preventivo del polvo fino que comprende una dispersión acuosa de PTFE con un bajo potencial de impacto medioambiental y un efecto de prevención del polvo fino que es tan alto como el de un método conocido y tiene, además, un menor potencial de impacto medioambiental, y el material sometido al tratamiento anti-polvo de un material de espolvoreo.
- 10 Aspectos adicionales de la invención
- 15 1. Un método de tratamiento preventivo del polvo fino para un material de espolvoreo, donde el polvo fino derivado del material de espolvoreo se previene mediante la mezcla de una composición de tratamiento preventivo del polvo fino que comprende una dispersión acuosa de politetrafluoroetileno que contiene 50 ppm o menos de un emulsionante que contiene flúor con el material de espolvoreo mediante el uso de un mezclador y la posterior formación de fibrillas de politetrafluoroetileno bajo la aplicación de una fuerza de cizalla por compresión a la mezcla por encima de una temperatura de 20 °C a 200 °C.
- 20 2. El método de tratamiento preventivo del polvo fino para un material de espolvoreo de acuerdo con 1, donde la composición de tratamiento preventivo del polvo fino es una composición de tratamiento preventivo del polvo fino que comprende una dispersión acuosa de politetrafluoroetileno que tiene un diámetro medio de partícula de 0,1 µm a 0,5 µm.
3. El método de tratamiento preventivo del polvo fino para un material de espolvoreo de acuerdo con 1 o 2, donde el material de espolvoreo es un material de espolvoreo en polvo.
- 25 4. Un material sometido al tratamiento anti-polvo obtenido mediante el tratamiento de un material de espolvoreo usando el método de tratamiento preventivo del polvo fino descrito en una cualquiera de 1 a 3.

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Un método de tratamiento preventivo del polvo fino para un material de espolvoreo, donde el polvo fino derivado del material de espolvoreo se previene mediante la mezcla de una composición de tratamiento preventivo del polvo fino que comprende una dispersión acuosa de politetrafluoroetileno que contiene 50 ppm o menos de un emulsionante que contiene flúor con el material de espolvoreo mediante el uso de un mezclador y la posterior formación de fibrillas de politetrafluoroetileno bajo la aplicación de una fuerza de cizalla por compresión a la mezcla por encima de una temperatura de 20 °C a 200 °C, donde el politetrafluoroetileno tiene un diámetro medio de partícula de 0,1  $\mu\text{m}$  a 0,5  $\mu\text{m}$  y una densidad relativa de 2,27 o inferior, y donde el emulsionante que contiene flúor es un tensioactivo aniónico.
- 10
- 15 2. El método de tratamiento preventivo del polvo fino para un material de espolvoreo de acuerdo con la reivindicación 1, donde la dispersión acuosa de politetrafluoroetileno contiene además un tensioactivo aniónico a base de hidrocarburo como estabilizador de la emulsión.
- 20 3. El método de tratamiento preventivo del polvo fino para un material de espolvoreo de acuerdo con la reivindicación 2, donde la cantidad del tensioactivo aniónico a base de hidrocarburo como estabilizador de la emulsión es del 1,0% en peso o más y del 10% en peso o menos basándose en el peso del politetrafluoroetileno.
- 25 4. El método de tratamiento preventivo del polvo fino para un material de espolvoreo de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, donde el material de espolvoreo es un material de espolvoreo en polvo.
5. Un material sometido al tratamiento anti-polvo obtenido mediante el tratamiento de un material de espolvoreo usando el método de tratamiento preventivo del polvo fino descrito en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4.
6. El material sometido al tratamiento anti-polvo de acuerdo con la reivindicación 5, donde el material de espolvoreo pertenece al campo de los materiales de construcción, al campo de los estabilizadores de suelos, al campo de los materiales de solidificación o al campo de los fertilizantes.