

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 772 423**

51 Int. Cl.:

<b>B29B 7/48</b>	(2006.01) <b>B29C 48/29</b>	(2009.01)
<b>B29B 7/60</b>	(2006.01) <b>B29K 105/12</b>	(2006.01)
<b>B29B 7/92</b>	(2006.01) <b>B29K 311/14</b>	(2006.01)
<b>B29B 9/02</b>	(2006.01)	
<b>B29B 9/06</b>	(2006.01)	
<b>B29B 9/14</b>	(2006.01)	
<b>B29C 48/385</b>	(2009.01)	
<b>B29C 48/395</b>	(2009.01)	
<b>C08L 97/02</b>	(2006.01)	
<b>B29B 9/10</b>	(2006.01)	

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.11.2012 PCT/US2012/067100**
- 87 Fecha y número de publicación internacional: **22.08.2013 WO13122655**
- 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.11.2012 E 12868561 (7)**
- 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.11.2019 EP 2814656**

54 Título: **Método para la fabricación de una composición de polímero**

30 Prioridad:

**14.02.2012 US 201261598872 P**

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

**07.07.2020**

73 Titular/es:

**INTERNATIONAL PAPER COMPANY (100.0%)  
6400 Poplar Avenue  
Memphis, TN 38197, US**

72 Inventor/es:

**CERNOHOUS, JASON, M. y  
GRANLUND, NEIL, R.**

74 Agente/Representante:

**SÁNCHEZ SILVA, Jesús Eladio**

ES 2 772 423 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 para la fabricación de una composición de polímero

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a un método para la fabricación de compuestos poliméricos mediante el procesamiento en estado fundido de una matriz polimérica con fibra de pulpa química de madera.

10 Breve descripción de los dibujos

Las Figuras 1-5 son diagramas de una partícula usada para fabricar el compuesto polimérico

La Figura 6 es un diagrama de un mezclador.

Las Figuras 7 y 8 son diagramas de un molino de gránulos.

15 La Figura 9 es un diagrama de un extrusor de un solo husillo útil para fabricar el presente gránulo.

La Figura 10 es un diagrama de una modalidad de un aparato y un proceso para la fabricación de un compuesto polimérico que tiene un contenido de fibra de pulpa química de madera de 50 % en peso o menos.

La Figura 11 es una vista en sección transversal de la cara abierta del primer mezclador de doble husillo.

La Figura 12 es una vista lateral del restrictor para el primer mezclador de doble husillo.

20 La Figura 13 es una vista frontal del restrictor para el primer mezclador de doble husillo.

La Figura 14 es un diagrama de otra modalidad de un aparato y un proceso para la fabricación de un compuesto polimérico que tiene un contenido de fibra de pulpa química de madera de 50 % en peso o menos.

La Figura 15 es un diagrama de un sistema de granulación sumergido.

25 El documento WO 2012/112398 A1 se publicó entre la fecha de prioridad y la fecha de presentación de la presente solicitud y se refiere a una composición que comprende 65 a 90 por ciento en peso de fibras de pulpa química de madera kraft y un polímero termoplástico.

30 El documento WO 01/83598 A2 se refiere a un material moldeable que comprende un núcleo de fibras naturales de gran tamaño que forman una hebra continua de fibra natural enfundada en una vaina de material termoplástico que puede cortarse opcionalmente en gránulos.

35 El documento US 2008/0286551 A1 describe artículos que contienen un material termoplástico relleno de fibra celulósica que incluye 10 % a 99,9 % en peso de un copolímero, opcionalmente, 0,1 % a 30 % en peso de uno o más polímeros elastoméricos y 0,1 % a 70 % en peso de una o más fibras celulósicas.

40 El documento US 6.743.507 B2 describe compuestos preparados a partir de composiciones mezcladas en estado fundido que incluyen fibras de pulpa celulósica, al menos un aglutinante soluble en agua, al menos un lubricante, al menos un compatibilizador y al menos un polímero matriz

40 Descripción detallada

45 La presente invención se dirige a proporcionar un medio rentable para la producción de materiales poliméricos compuestos que comprenden fibra de pulpa de madera y polímero termoplástico. En una modalidad, la fibra de pulpa de madera es una fibra de pulpa química de madera. En una modalidad, la fibra de pulpa de madera es una fibra de pulpa química de madera kraft. En una modalidad, la fibra de pulpa de madera es una fibra de pulpa de madera blanqueada. En una modalidad, la fibra de pulpa de madera es una fibra de pulpa química de madera blanqueada. Para simplificar, se usará el término "fibra de pulpa de madera", pero debe tenerse en cuenta que la fibra de pulpa química de madera blanqueada tiene atributos que no poseen algunas de las otras fibras.

50 La presente invención proporciona un método de acuerdo con la reivindicación 1 para la fabricación de una composición, que comprende proporcionar materiales que comprenden fibras de pulpa química de madera en forma de partículas, polímero termoplástico y aceite mineral a un primer dispositivo de mezcla, en donde por cada 100 por ciento en peso del material proporcionado al primer dispositivo de mezcla, las fibras de pulpa son del 65 al 90 por ciento en peso del material y el aceite mineral es del 0,1 al 5 por ciento en peso del material, mezclar la fibra, el polímero y el aceite mineral en el dispositivo de mezcla para formar una mezcla fibra/polímero en la que las fibras se dispersan dentro del polímero, mezclar adicionalmente la mezcla fibra/polímero en un segundo dispositivo de mezcla, en donde el segundo dispositivo de mezcla usa flujo dividido para dispersar las fibras en el polímero, y después conformar la mezcla de fibra/polímero en gránulos.

60 La presente invención puede usar varias especies de árboles como la fuente de las fibras de pulpa. Pueden usarse especies de coníferas y de hoja ancha y una mezcla de estas. Estas se conocen, además, como maderas blandas y duras. Las especies de madera blanda típicas son diversas piceas (por ejemplo, picea de Sitka), abeto (abeto de Douglas), diversas cicutas (cicutas occidentales), tamarack, alerce, diversos pinos (pino del sur, pino blanco y pino caribeño), ciprés y secoya o mezclas de los mismos. Las especies típicas de madera dura son fresno, álamo temblón, álamo, tilo americano, abedul, haya, castaño, gomero, olmo, eucalipto, roble de arce, álamo blanco y sicómoro o mezclas de estos.

5 El uso de especies de madera blanda o dura puede depender en parte de la longitud de fibra deseada. Las especies de madera dura o de hoja ancha tienen una longitud de fibra de 1-2 mm. Las especies de madera blanda o coníferas tienen una longitud de fibra de 3,5 a 7 mm. El abeto de Douglas, el gran abeto, la cicuta occidental, el alerce occidental y el pino del sur tienen longitudes de fibra en el intervalo de 4 a 6 mm. La formación de pulpa, el blanqueo y el troceado pueden reducir la longitud promedio debido a la ruptura de las fibras.

10 Las fibras de pulpa de madera de celulosa difieren de las fibras de madera porque se ha eliminado la lignina y se ha eliminado parte de la hemicelulosa. Estos materiales permanecen en las fibras de madera. La cantidad de material restante en una fibra de pulpa de madera dependerá del proceso de fabricación.

15 En una pulpa mecánica, las fibras se separan por medios mecánicos, tales como trituración, y el proceso puede incluir vaporización y algún pretratamiento químico con sulfito de sodio. La lignina se ablanda para permitir la separación de las fibras. Gran parte de la lignina y la hemicelulosa, así como también la celulosa, permanece en la fibra. El rendimiento, el porcentaje de material restante después de la formación de pulpa, es alto. La fibra puede blanquearse con peróxido, pero este proceso no elimina mucho material.

20 En la producción de pulpa química, la lignina se elimina durante una reacción química entre las astillas de madera y el producto químico para la formación de pulpa. Las hemicelulosas también pueden eliminarse durante la reacción. La cantidad de material que se elimina dependerá de los productos químicos que se usen en el proceso de formación de pulpa. El proceso kraft o al sulfato elimina menos material que el proceso al sulfito o el proceso kraft con una etapa de prehidrólisis. El rendimiento es mayor en el proceso kraft que en el proceso al sulfito o kraft con prehidrólisis. Los dos últimos procesos tienen un producto con un alto porcentaje de celulosa y poca hemicelulosa o lignina.

25 El blanqueo de la pulpa química de madera elimina más lignina y hemicelulosa.

30 En la fabricación de pulpa, el material leñoso se desintegra en fibras en un proceso químico de formación de pulpa. Opcionalmente, las fibras pueden blanquearse. A continuación, las fibras se combinan con agua en un tanque de pulpa para formar una suspensión. La suspensión pasa después a una caja de entrada y después se coloca en un alambre, se deshidrata y se seca para formar una lámina de pulpa. Los aditivos pueden combinarse con las fibras en el tanque de pulpa, la caja de entrada o en ambos. Los materiales también pueden pulverizarse sobre la lámina de pulpa antes, durante o después de la deshidratación y el secado. El proceso de formación de pulpa kraft se usa típicamente en la fabricación de pulpa de madera.

35 Existe una diferencia entre la fibra de madera y la fibra de pulpa de madera. Una fibra de madera es un grupo de fibras de madera unidas por la lignina. Los lúmenes de las fibras de pulpa de madera colapsan durante el proceso de secado. Las fibras de pulpa química de madera seca son planas. Los lúmenes de cada una de las fibras de madera en el grupo de fibras de madera permanecen abiertos. Las fibras de pulpa de madera planas son más flexibles que las fibras de madera.

40 Las fibras de pulpa de madera celulósicas pueden estar en forma de pulpas de madera celulósicas comerciales. La pulpa se entrega típicamente en forma de bobina o paca. La lámina de pulpa tiene dos caras sustancialmente paralelas opuestas y la distancia entre estas caras será el grosor de la partícula. Una lámina de pulpa típica puede tener un grosor de 0,1 mm a 4 mm. En algunas modalidades, el grosor puede ser de 0,5 mm a 4 mm.

45 La lámina de pulpa de madera se conforma en partículas para facilitar la dosificación y la combinación con el polímero termoplástico.

50 La lámina de fibra, y las partículas, pueden tener un peso base de 12 g/m<sup>2</sup> (gsm) a 2000 g/m<sup>2</sup>. En una modalidad, las partículas podrían tener un peso base de 600 g/m<sup>2</sup> a 1900 g/m<sup>2</sup>. En otra modalidad, las partículas podrían tener un peso base de 70 gsm a 120 gsm. En otra modalidad, un cartón podría tener un peso base de 100 gsm a 350 gsm. En otra modalidad, una lámina de fibra para uso especializado podría tener un peso base de 350 gsm a 500 gsm.

55 Los aditivos a la pulpa o el pretratamiento también pueden cambiar el carácter de la partícula. Una pulpa tratada con antiadherentes proporcionará una partícula más fina que una pulpa que no tenga antiadherentes. Una partícula más fina puede dispersarse más fácilmente en el material con el que se combina. El grosor de la lámina de pulpa es un factor que puede determinar el grosor de la partícula.

60 En una modalidad, la partícula tiene una forma hexagonal, una de las cuales se muestra en la Figura 1. El hexágono puede ser de cualquier tipo, desde completamente equilátero hasta completamente asimétrico. Si no es equilátero, el eje mayor puede ser de 4 a 8 milímetros (mm) y el eje menor puede ser de 2 a 5 mm. Algunos de los lados del hexágono pueden ser de la misma longitud y algunos o todos los lados pueden ser de longitudes diferentes. La circunferencia o perímetro del hexágono puede ser de 12 mm a 30 mm y el área de la cara superior o inferior 24 o 26 de la partícula puede ser de 12 a 32 mm<sup>2</sup>. En una modalidad, las partículas podrían tener un grosor de 0,1 a 1,5 mm, una longitud de 4,5 a 6,5 mm, un ancho de 3 a 4 mm y un área en una cara de 15 a 20 mm<sup>2</sup>. En otra modalidad, las partículas podrían tener un grosor de 1 a 4 mm, una longitud de 5 a 8 mm, un ancho de 2,5 a 5 mm y un área en una cara de 12 a 20 mm<sup>2</sup>.

Se muestran dos ejemplos de una partícula de forma hexagonal.

En las Figuras 1-3, la partícula 10 tiene forma hexagonal y tiene dos lados opuestos 12 y 18 que son iguales en longitud y son más largos que los otros cuatro lados 14, 16, 20 y 22. Los otros cuatro lados 14, 16, 20 y 22 pueden ser de la misma longitud, como se muestra, o los cuatro lados pueden ser de longitudes diferentes. Dos de los lados, uno en cada extremo, tales como 14 y 20 o 14 y 22, pueden ser de la misma longitud, y los otros dos en cada extremo, 16 y 22 o 16 y 20, pueden ser de la misma longitud o tener diferentes longitudes. En cada una de estas variaciones, los lados 10 y 18 pueden ser de la misma longitud o de diferentes longitudes. Los bordes de las partículas pueden ser afilados o redondeados.

La distancia entre la parte superior 24 y la parte inferior 26 de la partícula 10 puede ser de 0,1 mm a 4 mm.

Las Figuras 4 y 5 ilustran una modalidad en la que cada uno de los seis lados del hexágono es de una longitud diferente. La modalidad mostrada es ilustrativa y el orden de las longitudes de los lados y el tamaño de las longitudes de los lados pueden variar.

Las partículas de la forma, tamaño y peso base descritas anteriormente pueden dosificarse en sistemas de alimentación volumétricos y por pérdida de peso que se conocen bien en la técnica.

La alineación de las fibras dentro de la partícula puede ser paralela al eje mayor del hexágono o perpendicular al eje mayor del hexágono o cualquier orientación intermedia.

Las partículas hexagonales pueden formarse en una troceadora Henion, pero podrían usarse otros medios para producir una partícula hexagonal.

Además, pueden usarse otras formas de partículas de pulpa. La facilidad de adición puede depender de la forma de la partícula.

La matriz polimérica funciona como el polímero huésped y es un componente de la composición procesable en estado fundido que incluye la materia prima de pulpa química de madera. El procesamiento en estado fundido se usa para combinar el polímero y la fibra de pulpa química de madera. En el procesamiento en estado fundido, el polímero se calienta y se funde y la fibra de pulpa química de madera se combina con el polímero. Durante este proceso, las fibras se individualizan.

El polímero es termoplástico.

Una amplia variedad de polímeros convencionalmente reconocidos en la técnica como adecuados para el procesamiento en estado fundido son útiles como la matriz polimérica. La matriz polimérica incluye sustancialmente polímeros que a veces se denominan como difíciles de procesar en estado fundido, especialmente cuando se combinan con un elemento interferente u otro polímero inmiscible. Estos incluyen tanto polímeros hidrocarbonados como no hidrocarbonados. Los ejemplos de matrices poliméricas útiles incluyen, polietileno de alta densidad (HDPE), polietileno de baja densidad (LDPE), polietileno lineal de baja densidad (LLDPE), polipropileno (PP), copolímeros de poliolefina (por ejemplo, etileno-buteno, etileno-octeno, etileno-alcohol vinílico), poliestireno, copolímeros de poliestireno (por ejemplo, poliestireno de alto impacto, copolímero de acrilonitrilo butadieno estireno), poliacrilatos, polimetacrilatos, poliésteres, cloruro de polivinilo (PVC), fluoropolímeros, polímeros de cristal líquido, poliamidas, poliéterimidas, polifenilensulfuros, polisulfonas, poliacetales, policarbonatos, óxidos de polifenileno, poliuretanos, elastómeros termoplásticos, epoxis, alquidos, melaminas, fenólicos, ureas, ésteres de vinilo o sus combinaciones. En ciertas modalidades, las matrices poliméricas más adecuadas son las poliolefinas.

Las matrices poliméricas que se derivan a partir de plásticos reciclados también son aplicables, ya que a menudo son de menor costo. Sin embargo, debido a que dichos materiales a menudo se derivan de materiales provenientes de múltiples corrientes de desechos, pueden tener reologías en estado fundido muy diferentes. Esto puede hacer que el material sea muy problemático de procesar. La adición de materia prima celulósica a una matriz polimérica reciclada debería aumentar la viscosidad en estado fundido y reducir la variabilidad general, lo que mejora de esta manera el procesamiento.

En algunas modalidades, pueden usarse los siguientes polímeros termoplásticos: biopolímeros tales como ácido poliláctico (PLA), acetato de celulosa, propionato de celulosa, butirato de celulosa; policarbonatos, tereftalato de polietileno, poliolefinas tales como polietileno, polietileno de alta densidad, polietileno de baja densidad, polietileno lineal de baja densidad, polipropileno, poliestireno, copolímeros de poliestireno tales como el copolímero de acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS), copolímeros de bloque de estireno, cloruro de polivinilo (PVC) y plásticos reciclados.

El polímero termoplástico puede seleccionarse del grupo que consiste en biopolímeros, ácido poliláctico, acetato de celulosa, propionato de celulosa, butirato de celulosa; policarbonatos, tereftalato de polietileno, poliolefinas, polietileno, polietileno de alta densidad, polietileno de baja densidad, polietileno lineal de baja densidad, polipropileno, poliestireno, copolímeros de poliestireno, copolímero de acrilonitrilo-butadieno-estireno, copolímeros de bloque de estireno, cloruro de polivinilo y plásticos reciclados.

En una modalidad, la materia prima de pulpa química de madera se procesa en estado fundido con una matriz polimérica incompatible (por ejemplo, poliolefina). En otra modalidad, la materia prima de pulpa química de madera se procesa en estado fundido con una matriz polimérica compatible (por ejemplo, polímeros celulósicos modificados). Por ejemplo, se ha encontrado que cuando la materia prima de pulpa química de madera de esta invención se procesa en estado fundido con propionato de celulosa (Tenite™ 350E), el material compuesto resultante tiene una dispersión de fibras y propiedades mecánicas excelentes.

La presente invención contempla, además, el uso de agentes compatibilizadores en la formulación compuesta. Los agentes compatibilizadores se usan típicamente para mejorar la humectación interfacial de rellenos con una matriz polimérica. La adición de agentes de acoplamiento o compatibilizadores a menudo mejora las propiedades mecánicas del material compuesto resultante. La presente invención usa agentes compatibilizadores para mejorar la humectación entre la fibra de pulpa química de madera de esta invención y la matriz polimérica como se conoce convencionalmente. Sin embargo, también hemos encontrado que la adición de un agente compatibilizador mejora la dispersión de la materia prima de pulpa química de madera de esta invención con algunos polímeros. Los agentes compatibilizadores y los agentes de acoplamiento se usan a veces indistintamente a pesar de que funcionan de manera diferente para proporcionar compatibilidad entre dos materiales.

Los agentes compatibilizadores preferidos para su uso con poliolefinas son los copolímeros de poliolefina injertada con anhídrido maleico. En una modalidad, la matriz de polímero y la materia prima celulósica se procesan en estado fundido con un copolímero de poliolefina injertada con anhídrido maleico. Los agentes compatibilizadores disponibles comercialmente de esta invención incluyen los vendidos bajo los nombres comerciales Polybond™ (Chemtura), Exxelor™ (Exxon Mobil), Fusabond™ (DuPont), Lotader™ (Arkema), Bondyram™ (Maroon), Integrate (Equistar). La matriz polimérica puede contener uno o más rellenos además de la materia prima de pulpa química de madera. La poliolefina en el copolímero de injerto será la misma que la poliolefina usada como polímero en la matriz polimérica. Por ejemplo, el polietileno injertado con anhídrido maleico se usaría con polietileno y el polipropileno injertado con anhídrido maleico se usaría con polipropileno.

En una modalidad, se incorporan cantidades de aproximadamente 5-10 %, y en otra 0,2-5 % del agente compatibilizador en formulaciones compuestas y composiciones procesables en estado fundido.

Pueden añadirse rellenos y fibras distintas a fibras de pulpa química de madera a la mezcla fibra/polímero para impartir características físicas convenientes o para reducir la cantidad de polímero necesaria para una aplicación dada. Los rellenos a menudo contienen humedad y, por lo tanto, reducen la eficacia de un compatibilizador presente en una matriz polimérica. Ejemplos no limitantes de rellenos y fibras incluyen harina de madera, fibras naturales distintas a la fibra de pulpa química de madera, fibra de vidrio, carbonato de calcio, talco, sílice, arcilla, hidróxido de magnesio y trihidróxido de aluminio.

En otro aspecto de la invención, la composición procesable en estado fundido puede contener otros aditivos. Los ejemplos de aditivos convencionales incluyen antioxidantes, estabilizadores de luz, fibras, agentes de expansión, aditivos espumantes, agentes antibloqueantes, estabilizadores térmicos, modificadores de impacto, biocidas, retardantes de llama, plastificantes, adhesivos, colorantes, auxiliares de procesamiento, lubricantes, compatibilizadores y pigmentos. Los aditivos pueden incorporarse a la composición procesable en estado fundido en forma de polvos, gránulos, aglomerados o en cualquier otra forma que puede extruirse o componerse. La cantidad y el tipo de aditivos convencionales en la composición procesable en estado fundido pueden variar en dependencia de la matriz polimérica y las propiedades físicas deseadas de la composición terminada. Los expertos en la técnica del procesamiento en estado fundido son capaces de seleccionar cantidades y tipos de aditivos apropiados para que emparejen con una matriz polimérica específica para lograr las propiedades físicas deseadas del material acabado.

Los polímeros compuestos de esta invención tienen fibras de pulpa de madera dispersadas uniformemente dentro de una matriz polimérica termoplástica. La fibra de pulpa de madera se dispersa primero en una matriz polimérica termoplástica en la que la fibra de pulpa de madera es del 65 al 90 % en peso de la composición total.

Existen problemas asociados con la dispersión uniforme de fibras de pulpa química de madera a través de una matriz polimérica. Las fibras están inicialmente en una lámina de pulpa seca. El secado colapsa las fibras de pulpa. Además, el secado provoca que las fibras de la pulpa se unan entre sí a través de enlaces de hidrógeno. Los enlaces de hidrógeno deben romperse para obtener fibras sustancialmente individuales. Algunas de las fibras permanecerán unidas. Estas se llaman nudos o puntos según el tamaño. Usualmente, quedarán algunos nudos y puntos después de romper los enlaces de hidrógeno entre las fibras.

Además, existen problemas asociados con el suministro de fibra de pulpa química de madera a niveles de 65 % en peso o más del peso total de la mezcla fibra/polímero. Cuanto menor sea la cantidad de polímero significa que es más difícil dispersar la fibra en la matriz de polímero. La mezcla fibra/polímero se vuelve más viscosa a medida que aumenta la cantidad de fibra y, por lo tanto, es más difícil mover las fibras dentro de la matriz para proporcionar dispersión. El propósito es tener muy pocos aglomerados de fibras

En una modalidad, la materia prima de pulpa de madera de esta invención se produce al trocear mecánicamente un

5 material de lámina de pulpa de madera. En una modalidad, la materia prima de pulpa de madera se trocea en una forma hexagonal que es propicia para su uso con equipos de alimentación convencionales. En otras modalidades, las formas pueden ser partículas triangulares, rectangulares o en forma de pentágono. Los compuestos de esta invención se producen mediante el procesamiento en estado fundido de una matriz polimérica con materia prima de pulpa química de madera. En una modalidad, la materia prima de pulpa química de madera se dispersa uniformemente dentro de la matriz polimérica después del procesamiento en estado fundido.

10 La presente invención se dirige a una solución para proporcionar un medio rentable de producir materiales compuestos que contengan fibras de pulpa química de madera bien dispersadas. Esto se logra mediante el uso de una materia prima de pulpa de madera que tiene una densidad aparente aumentada y es capaz de ser alimentada al equipo de procesamiento en estado fundido mediante el uso de tecnología de alimentación convencional. Los compuestos de esta invención tienen fibras de pulpa de madera bien dispersadas dentro de una matriz polimérica.

15 Las fibras de pulpa de madera de celulosa unidas por hidrógeno se dispersan a continuación en el polímero. Un método es elaborar un lote maestro que sea rico en fibra que tenga 65 a 85 % en peso de fibra de pulpa de madera de celulosa y 15 a 35 % en peso de polímero. Parte del polímero puede ser un compatibilizador si se necesita uno.

La adición inicial de la fibra de pulpa de celulosa al polímero es una operación de dos etapas.

20 En la primera etapa, las partículas de pulpa se combinan y mezclan con el polímero en una operación de mezcla. La mezcla puede ocurrir en un mezclador termocinético o un mezclador Gelimat,

25 La cantidad de fibra de pulpa química de madera de celulosa en el material es del 65 al 85 % en peso y la cantidad de polímero es del 15 al 35 % en peso. Si se usa un compatibilizador, entonces la cantidad de polímero se reducirá en la cantidad de compatibilizador. Si se usa un 5 % en peso de compatibilizador, la cantidad de polímero se reducirá en un 5 % en peso. Un polímero no polar, tal como las olefinas, usaría un compatibilizador. Los compatibilizadores típicos son copolímeros de injerto tales como polipropileno con anhídrido maleico o polietileno con anhídrido maleico. Si el polipropileno es el polímero, entonces también se usará hasta 2 % en peso de antioxidante. En una modalidad, se usaría 0,5 % en peso de antioxidante. La fibra y el polímero saldrán del mezclador termocinético como un material esponjoso.

30 En la Figura 6 se muestra un mezclador 30. El mezclador 30 tiene una tolva 32 a través de la cual se alimentan los materiales. Los materiales se transportan por un alimentador de husillo 34 dentro de la cámara de mezcla 36 en la cual las cuchillas 38 se hacen rotar rápidamente por el motor 40. Las cuchillas 38 giran a través de la mezcla y la fuerza centrífuga creada por las cuchillas 38 mueve el material hacia afuera contra la pared de la cámara de mezcla 42. El calor de la fricción funde los materiales poliméricos, el polímero y el compatibilizador, y mezcla la fibra con el polímero. Después de mezclar, el polímero se extrae de la cámara de mezcla 36 a través de la puerta 44.

35 Otro método que puede usarse en la primera etapa es un extrusor de doble husillo con la placa de troquel abierta. El extrusor de doble husillo tiene una placa de troquel abierta en el extremo de salida para que el flujo de material desde el extrusor no se vea obstaculizado. Las cantidades de fibra, polímero y compatibilizador son las mismas que las descritas anteriormente. El material saldrá del extrusor de doble husillo como un material grumoso. El mezclador de doble husillo y su funcionamiento se describen con más detalle más abajo.

40 Los problemas a resolver son proporcionar las fibras en una matriz polimérica en una forma sustancialmente individual y dosificar las fibras en el polímero en una cantidad sustancialmente uniforme, de manera que la fibra de pulpa de madera/compuesto tendrá fibras de pulpa de madera dispersadas de manera sustancialmente uniforme en todo el compuesto. La presente invención transporta las partículas troceadas de pulpa química de madera tomadas de la lámina de pulpa de madera y las dosifica en el polímero e individualiza sustancialmente las fibras de pulpa de madera a la vez que mezcla la pulpa de madera con el polímero.

45 Se añade aceite mineral a los ingredientes del compuesto. La cantidad de aceite mineral es del 0,1 al 5 % en peso del peso total de los materiales en los materiales poliméricos del compuesto. En una modalidad, la cantidad de aceite mineral puede ser del 0,1 al 2 % del peso total de los materiales en los materiales poliméricos del compuesto. En una modalidad, la cantidad de aceite mineral puede ser del 1 al 2 % del peso total de los materiales en los materiales poliméricos del compuesto. En una modalidad, la cantidad de aceite mineral puede ser del 1 al 1,5 % del peso total de los materiales en los materiales poliméricos del compuesto. En una modalidad, la cantidad de aceite mineral puede ser 1,15 % del peso total de los materiales en los materiales poliméricos del compuesto. El aceite mineral aumenta el rendimiento del compuesto mediante los extrusores que pueden usarse en la formación del polímero y se cree que ayuda a la dispersión de las fibras en el compuesto.

50 El aceite mineral es un aceite viscoso que tiene una densidad relativa de 0,8 a 0,9. Puede ser transparente, incoloro e inodoro. En una modalidad, el aceite mineral es un aceite mineral blanco estándar. En una modalidad, el aceite mineral es Drakol 600, núm. CAS 8042-47-5.

55 El aceite mineral se añade en el primer mezclador del lote maestro y puede añadirse en mezcladores posteriores. Se añade con las partículas de pulpa y el polímero termoplástico y ayuda en la mezcla de los materiales y la velocidad del proceso.

En la Figura 10, las partículas de fibra de pulpa química de madera blanqueada 24 o 24a entran en el extrusor de doble husillo 100 a través de la tolva 102. Los gránulos de polímero también entran en el extrusor de doble husillo 100 a través de la tolva 104. La tolva 104 puede estar antes o después de la tolva 102. Las partículas de fibra de pulpa de madera y los gránulos de polímero pueden entrar en el extrusor de doble husillo a través de la misma tolva.

En una modalidad, el extrusor de doble husillo tiene una cara del troquel abierta. En otra modalidad, el extrusor de doble husillo tiene una cara del troquel parcialmente abierta mediante el uso de un restrictor 105. La abertura parcial 106 puede tener cualquier forma. En una modalidad, la abertura tiene un área que es del 20 al 80 % del área de la cara del troquel abierta. En otra modalidad, tiene un área que es del 40 al 60 % del área total de la cara del troquel abierta. La cara del troquel abierta parcialmente ayuda a la dispersión de las fibras en el polímero.

Una modalidad de esta cara del troquel se muestra en la Figura 11. En esta modalidad, la transición desde el área de la cara del troquel al área de la abertura es gradual. Las caras superior e inferior 107 y 108 del restrictor 105 se extienden hacia adentro para estrechar el flujo de material hacia la abertura 106 para proporcionar una abertura que tenga menos altura que la cara de troquel abierta y las caras laterales 109 y 110 se extienden hacia afuera para proporcionar una abertura que es más ancha que la cara abierta del troquel. El restrictor resiste la presión del material que se empuja a través del extrusor y puede ser una sola pieza torneada.

Otra modalidad se muestra en la Figura 12. La abertura se divide en varias aberturas 111. Nuevamente, en una modalidad, la abertura tiene un área que es del 20 al 80 % del área de la cara del troquel abierta. En otra modalidad, tiene un área que es del 40 al 60 % del área total de la cara del troquel abierta.

La cantidad de fibra de pulpa química de madera blanqueada añadida al polímero en el extrusor de doble husillo es del 65 al 85 % en peso del peso total de fibra, polímero y aditivos.

Las modalidades de la primera etapa son las mismas tanto para el compuesto del lote maestro en el que el 65 % en peso al 85 % en peso del material es fibra como para el compuesto rebajado en el que el 10 % en peso al 50 % en peso del material es fibra.

La presente invención se dirige, además, a una solución para proporcionar un medio económico de producir materiales poliméricos compuestos que incluyen de 10 a 50 por ciento en peso de fibra de pulpa química de madera. En una modalidad, las fibras de pulpa se dispersan uniformemente dentro de la matriz polimérica.

En una modalidad, la fibra de pulpa química de madera es una fibra de pulpa química de madera blanqueada. Existen razones para usar una fibra de pulpa de madera blanqueada en lugar de una fibra de pulpa de madera sin blanquear.

Una razón es el color. Una fibra de pulpa química de madera blanqueada es sustancialmente todo celulosa y hemicelulosa. La celulosa y la hemicelulosa no tienen un color nativo, por lo que impartirán poco o ningún color a un compuesto. Por otro lado, las fibras sin blanquear, tales como las fibras naturales como fibras kenaf o fibras de madera completa, tienen hasta un 50 % de lignina y otros compuestos que pueden colorearse en su estado nativo o se colorearán cuando se calienten a temperaturas de procesamiento termoplásticas. Un material con fibras de madera sin blanquear, naturales o enteras se volvería coloreado, probablemente un color marrón oscuro.

Otra razón es el olor. La celulosa no tiene olor, por lo que un compuesto con fibras de pulpa de madera blanqueada tiene muy poco olor aportado por la celulosa. La lignina y otros componentes en fibras sin blanquear tienen olores característicos fuertes cuando se procesan en estado fundido, lo que imparte un fuerte olor al compuesto resultante, y limita su uso en áreas cerradas tales como el interior de un automóvil

Una modalidad para un polímero no compatible puede contener los siguientes ingredientes:

% de tipo de fibra	% en peso de fibra	% en peso del polímero	% en peso de aditivos	Tipo de aditivo		
				% en peso del compatibilizador	% en peso del antioxidante	% en peso del aceite mineral
85	85	7,2	7,8	5,7	0,6	1,5
70	70	23,6	6,4	4,7	0,5	1,2
65	65	29	6	4,4	0,5	1,1
55	55	40	5	3,7	0,4	0,9
50	50	45,4	4,6	3,4	0,4	0,9
46	46	49,8	4,2	3,1	0,3	0,8

## ES 2 772 423 T3

	45	45	50,9	4,1	3	0,3	0,8
	40	40	56,3	3,7	2,7	0,3	0,7
5	36	36	60,7	3,3	2,4	0,3	0,6
	35	35	61,8	3,2	2,35	0,25	0,6
	30	30	67,3	2,7	2	0,2	0,5
10	26	26	71,6	2,4	1,75	0,2	0,45
	25	25	72,7	2,3	1,7	0,2	0,4
	20	20	78,2	1,8	1,3	0,15	0,35
15	16	16	82,5	1,5	1,1	0,1	0,3
	15	15	83,6	1,4	1	0,1	0,3
	10	10	89,1	0,9	0,7	>0,1	>0,2
20	6	6	93,45	0,55	0,4	>0,1	0,1

En el lote maestro, el material se tratará adicionalmente en un molino de gránulos, tal como un molino de gránulos California, o un extrusor de un solo husillo, tal como un extrusor de un solo husillo Bonnot.

Una versión de laboratorio de un molino de gránulos se muestra en las Figuras 7 y 8. El molino de gránulos 50 tiene una tolva 52 dentro de la cual se transfiere el material compuesto de fibra/polímero 54 a partir del mezclador termocinético o extrusor de doble husillo u otro mezclador. El material compuesto 54 cae sobre la placa perforada 56. Las aberturas 58 en la placa perforada 56 son del tamaño del diámetro de los gránulos extrudidos 60. Un par de ruedas 62 empuja al compuesto a través de las aberturas 58 para formar los gránulos 60. Las ruedas 62 se montan sobre ejes 64. Los ejes 64 se montan sobre un rotor 66. El rotor 66 se gira por un motor (no mostrado) para girar las ruedas 62 alrededor de la placa perforada 56. Los gránulos 60 se extraen del aparato y se recolectan.

La tendencia de las fibras a altos niveles de fibra es aglomerarse. En el extrusor de un solo husillo puede usarse para dispersar la fibra de pulpa de celulosa por todo el polímero. Se descubrió que era necesario desviar el flujo de material a través del extrusor para obtener la dispersión de la fibra. Esto se realiza mediante la colocación de pasadores que se extienden desde la pared exterior del extrusor hacia la cavidad del extrusor. El material se empuja desde el aparato a través de agujeros del troquel para formar gránulos extrudidos. El material puede tender a bloquearse detrás de la placa del troquel y no pasar a través del troquel de manera eficiente. La adición de una escobilla en la parte posterior de la cara del troquel mueve el material compuesto a través de los agujeros del troquel de una manera más eficiente.

Un extrusor de un solo husillo se muestra en la Figura 9. El extrusor 80 tiene una tolva 82 en la que se coloca el material compuesto de fibra del mezclador. La tolva 82 se conecta con un barril 84 y un husillo 86 que se extiende a través del barril 84. El husillo 86 se hace rotar por un motor (no mostrado) y conduce el material en el barril hacia la placa del troquel 88. El diseño del husillo puede ejercer más o menos presión sobre el compuesto a medida que viaja a través del barril. Los pasadores 90 se colocan a lo largo del barril. Los pasadores 90 pueden moverse hacia adentro o hacia afuera para desviar el flujo de material a través del barril y ayudar a la dispersión de las fibras dentro del polímero. La placa de troquel 86 tiene varias aberturas 92 a través de las cuales pasa el material para formar hebras que se cortan en gránulos.

El primer mezclador de doble husillo se conecta directamente al segundo extrusor de un solo husillo y el material pasará directamente del primer mezclador al segundo. El mismo motor puede operar ambos. Esto se muestra en la Figura 14.

Los gránulos del lote maestro contienen 65 a 85 % en peso de fibra de pulpa química de madera y 15 a 35 % en peso de polímero.

La Figura 10 es una modalidad de un proceso y un aparato para fabricar el compuesto polimérico que tiene un 50 % o menos de fibras de pulpa química de madera.

El material del extrusor de doble husillo se transfiere a un segundo extrusor de doble husillo 120 y se añade polímero adicional a través de la tolva 122. Además, pueden añadirse otros componentes, ya sea a la garganta o a través de un dispositivo de relleno (no se muestra en la figura). El polímero es el mismo que se usó en el primer extrusor de doble husillo 100. La cantidad de polímero añadido es la cantidad requerida para proporcionar la carga de fibra de pulpa de madera deseada en el compuesto.

En una operación por lotes, el primer extrusor de doble husillo puede usarse como el segundo extrusor de doble husillo al ciclar el material compuesto a través del primer extrusor de doble husillo por segunda vez y añadir el polímero adicional

en el segundo pase a través del extrusor. En esta operación, la cara del troquel del extrusor se cambiaría de una cara de troquel abierta o parcialmente abierta a una cara del troquel que tiene aberturas de troquel para formar un extrudido.

Los aditivos adicionales también pueden añadirse en el segundo extrusor de doble husillo.

El compuesto se extrude a través de las aberturas del troquel en la placa del troquel y se corta a medida.

El extrudido del segundo extrusor de doble husillo puede formarse en gránulos mediante un granulador sumergido. Se ha pensado que un granulador sumergido no podría usarse con fibra de pulpa porque las fibras son hidrófilas. Se ha encontrado que puede usarse un granulador sumergido y el contenido de humedad de la fibra en el granulado es de 1 % o menos. En algunas modalidades no existe efecto perjudicial debido a la captación de agua.

La Figura 15 es un diagrama de un granulador sumergido. Los gránulos salen del segundo extrusor de doble husillo 120 a través de las aberturas del troquel 124 en la placa del troquel 126 hacia una cámara de corte 128 en la que el extrudido se corta en gránulos. Los gránulos se transportan por el agua desde la cámara de corte 128 a una sección de separación 130 mediante tuberías 132. Los gránulos calientes se enfrían por el agua. En una modalidad, los gránulos adquieren forma esferoide durante el proceso. En la sección de separación 130, los gránulos se separan del agua por filtración. El agua separada pasa a través de un intercambiador de calor 134 en el que se enfría el agua. El agua vuelve a la cámara de corte 128 a través de la tubería 136.

Los gránulos separados pasan a través de una sección de secador 138 en la que se elimina el resto del agua. Se muestra un secador ciclónico, pero el secador puede ser cualquier tipo de secador. Los gránulos secos pasan después a una canaleta de gránulos y a una operación de envasado en el que se colocan en bolsas los gránulos.

Existen varios fabricantes de granuladores sumergidos. Estos incluyen Gala Industries, Neoplast, Berlyn y Davis Standard.

Un granulador sumergido tiene muchas ventajas, pero puede usarse cualquier tipo de granulador.

Puede usarse una bomba de estado fundido para amortiguar la presión y los pulsos de flujo generados por el extrusor de doble husillo, lo que asegura de esta manera un suministro continuo y constante de extrudido.

La Figura 14 muestra otra modalidad del sistema de mezcla.

Puede ser necesario obtener una mayor dispersión de las fibras de pulpa de madera de celulosa en el polímero. Un dispositivo de mezcla tal como el extrusor de un solo husillo que se muestra en la Figura 9 se coloca entre los dos mezcladores de doble husillo. El extrusor de husillo único se usa para dispersar aún más las fibras.

Debe entenderse en la siguiente discusión de las diferentes modalidades del gránulo rebajado, que cualquier gránulo individual puede tener una o más de cada una de estas modalidades.

En varias de las siguientes pruebas, el polímero compuesto se moldea en forma de hueso de perro que tiene las siguientes dimensiones: 16,2 cm (6-3/8 pulgadas) de largo, 0,32 cm (1/8 pulgada) de grosor, las secciones finales son 1,9 cm (3/4 pulgadas) de ancho, la sección central es de 1,3 cm (1/2 pulgada) de ancho y la longitud de la sección central es de 6,8 cm (2,7 pulgadas) o 68 mm. Estas son las dimensiones de un hueso de perro cuando se menciona en el texto. El moldeo del hueso de perro se realiza con calor y compresión. El moldeo de un gránulo de lote maestro con su gran cantidad de fibra provoca la degradación de la fibra debido a la gran cantidad de calor y presión requeridos para moldear el material, lo que provoca que la fibra se vuelva de color marrón.

En una modalidad, se proporciona un compuesto rebajado que tiene de 10 a 50 % en peso de fibra de pulpa química de madera blanqueada. El resto es polímero y otros aditivos. En otra modalidad, se proporciona un compuesto rebajado que tiene de 20 a 40 por ciento en peso de fibras de pulpa química de madera blanqueada y el resto es polímero y otros aditivos como se indicó anteriormente.

En una modalidad, el compuesto rebajado tiene un brillo de al menos 20 según se mide mediante la Prueba de Brillo. En otra modalidad, el compuesto rebajado tiene un brillo de al menos 30 medido mediante la Prueba de Brillo.

La composición del lote maestro, que tiene un 65 % en peso o más de fibra en la composición, no tiene este brillo porque el calor y la presión requeridos para formar el material en un hueso de perro degradan la fibra y provocan un color marrón o negro.

#### Prueba de Brillo

El método consiste en que una luz a partir de una fuente individual se enfoca y se dirige a través de una abertura hacia el hueso de perro en un ángulo de 45 grados y la luz reflejada pasa a través de un filtro que tiene características espectrales estándar y después se mide mediante un fotodetector ubicado perpendicular a la superficie superior del hueso de perro. La cantidad de luz reflejada se compara con el óxido de magnesio, que tiene características espectrales conocidas que

se almacenan en la memoria del instrumento. La relación de la luz reflejada con respecto al óxido de magnesio se expresa como un porcentaje.

5 El instrumento es un Technidyne Brightimeter MICRO S-5. El instrumento debe calentarse durante 30 minutos antes de la prueba. La luz reflejada pasa a través de un filtro que tiene una longitud de onda efectiva de filtro de 457 nanómetros.

10 Se prueba un hueso de perro para cada condición diferente del compuesto, tal como diferentes polímeros, diferentes cantidades de polímeros, diferentes cantidades de fibra, diferentes aditivos. Existe un peso de 1 kg en la parte superior del hueso de perro. El hueso de perro se gira a través de los cuatro puntos cardinales de la brújula, para obtener cuatro valores de brillo que se promedian.

15 En una modalidad del compuesto rebajado, la dispersión promedio de fibras de pulpa química de madera blanqueada en el compuesto rebajado es igual a o mayor que 90 %. En otra modalidad del compuesto rebajado, la dispersión promedio de fibras de pulpa química de madera blanqueada en el compuesto rebajado es igual a o mayor que 95 %. En otra modalidad, la dispersión promedio de fibras de pulpa química de madera blanqueada en el compuesto rebajado es igual a o mayor que 98 %. En otra modalidad, la dispersión promedio de las fibras de pulpa química de madera blanqueada en el compuesto rebajado es igual a o superior al 99 %. La dispersión promedio significa que las fibras se distribuyen de manera sustancialmente uniforme en todo el compuesto y el porcentaje es el número de fibras que no están en grupos. Estos porcentajes se determinan mediante el uso de la prueba de dispersión.

20 Prueba de Dispersión

25 La medición de la dispersión se logra mediante el uso de ImageJ (NIH). ImageJ es un programa gratuito que puede descargarse en <http://imagej.nih.gov/ij/download.html>. Erode, Restar Fondo, Analizar Partículas y los otros comandos usados en la macro habitual más abajo son comandos estándar en ImageJ. La macro simplemente usa los comandos ImageJ estándar en un orden dado para obtener la información.

30 Las muestras son huesos de perro como se describió anteriormente. Se toman fotografías de rayos X de las muestras y las fotografías se escanean a una imagen digital. La imagen se abre con ImageJ y la imagen se analiza mediante el uso de la macro habitual.

35 La macro habitual localiza las muestras en la imagen. Después, ejecuta el comando Erode cuatro veces para eliminar los artefactos del borde de la muestra. Aplica el comando Restar Fondo con un diámetro de bola rodante de 5 píxeles, un fondo claro y el suavizado desactivado. La imagen en escala de grises se convierte en blanco y negro mediante el uso de un valor umbral proporcionado por el usuario. Un valor umbral típico es 241.

40 La imagen ahora tiene partículas negras que corresponden a fibras no dispersadas. Las partículas se cuentan mediante el uso del comando Analizar Partículas. Se cuentan todas las partículas, excepto las que tocan el borde. Esto se debe a que a menudo existen efectos de borde que se parecen a una partícula en la macro pero que en realidad no son una partícula.

45 La otra suposición es que el material de pulpa de madera troceado proporcionado al proceso se dividirá o se deslaminará una vez a lo largo de una línea central y estas partículas divididas también pueden dividirse o deslaminarse una vez a lo largo de una línea central. La macro asume que la mitad de las partículas analizadas se habrán dividido o deslaminado una vez y la otra mitad se habrá dividido o deslaminado dos veces.

La macro informa el área de las partículas no dispersadas. La macro asume que la mitad del área total se ocupa por partículas no dispersadas divididas una vez y la mitad del área total se ocupa por partículas divididas dos veces.

50 A continuación se calcula el peso total de las partículas o fibras no dispersadas. En la siguiente discusión se usa una lámina de pulpa que tiene un peso base de 750 gramos por metro cuadrado (gsm). La macro asume que el peso base de la mitad de las partículas, las partículas divididas una vez, tienen un peso base de 375 gsm y la otra mitad de las partículas analizadas, las partículas divididas dos veces, tienen un peso base de 187 gsm. El peso total de las partículas o fibras no dispersadas se determina mediante la siguiente fórmula:

55 
$$\text{Peso de partículas no dispersadas} = 0,0001 * [0,5 * (\text{área de partículas no dispersadas}) \text{cm}^2 * (375 \text{ gsm}) + 0,5 * (\text{área de partículas no dispersadas}) \text{cm}^2 * (187 \text{ gsm})]$$

60 El por ciento en peso de partículas no dispersadas se encuentra mediante la siguiente fórmula:

$$\% \text{ en peso de partículas no dispersadas} = 100 * \text{Peso de partículas no dispersadas} / \text{Peso total de fibras en la muestra}$$

65 El por ciento en peso de fibras dispersadas se encuentra al restar el por ciento en peso de partículas no dispersadas del 100 por ciento.

La macro real es:

```

//CUÁNTOS ESPECÍMENES HAY EN LA IMAGEN?
N=10;
//Ejecutar ahora la macro
run("8-bit");
5 run("Rotate 90 Degrees Right");
run("Select All");
run("Copy");
run("Internal Clipboard");
setThreshold(0,200);
10 run("Convert to Mask");
k=1;//inicializar k en 1
P=4;//número de operaciones Erode a ejecutar
while (k<=P) { //este bucle ejecuta múltiples Erodes
15 run("Erode");
k=k+1;
}
run("Analyze Particles...", "size=0-Infinity circularity=0.00-1.00 show=Nothing clear record add");
run("Internal Clipboard");
run("Subtract Background...", "rolling=5 light disable");
20 selectWindow("Clipboard");
run("Create Selection");
selectWindow("Clipboard-1");
run("Restore Selection");
//EL USUARIO DEBE ESTABLECER EL VALOR UMBRAL. 241 USUALMENTE FUNCIONA BIEN.
25 setThreshold(0, 241);
run("Convert to Mask");
run("Make Binary");
k=0;
M=N-1;//se empieza a contar desde 0, no 1
30 while (k<=M) { //este bucle ejecuta múltiples Analyze Particles roiManager("Select", k);
run("Analyze Particles...", "size=0-Infinity circularity=0.00-1.00 show=Nothing exclude summarize");
k=k+1;
}
close();
35 close();

```

La dispersión puede depender de la cantidad de carga de fibra. En una modalidad del compuesto que tiene 20 % en peso de fibra de pulpa química de madera blanqueada, se encontró que la dispersión era igual a o mayor que 99 %. En una modalidad del compuesto que tiene 30 % en peso de fibra de pulpa química de madera blanqueada, se encontró que la dispersión era igual a o mayor que 98 %. En una modalidad del compuesto que tiene 40 % en peso de fibra de pulpa química de madera blanqueada, se encontró que la dispersión era igual a o mayor que 92 %.

El nivel de olor del compuesto rebajado se comparó con los niveles de olor del polímero termoplástico que incorporaba otros materiales. Se probaron tres niveles de compuesto rebajado - polímero que incorpora 20 % en peso de fibra de pulpa química de madera blanqueada, que incorpora 30 % en peso de fibra de pulpa química de madera blanqueada e incorpora 40 % en peso de fibra de pulpa química de madera blanqueada. Estos se compararon con un control del polímero termoplástico solo, con el polímero que incorpora 30 % en peso de fibra de vidrio, con el polímero que incorpora 30 % en peso de sisal y con el polímero que incorpora 30 % en peso de harina de madera de arce.

La prueba usada fue ASTM E679, mediante el uso de un olfatómetro Ac'scent, disponible de St. Croix Sensory, 1-800-879-9231. En esta prueba, la muestra se coloca en una bolsa Tedlar de 9L a 40 °C durante 24 horas antes de la prueba. El olfatómetro usa un sistema de válvula Venturi donde el aire libre de olores a una tasa de flujo alta a través de la válvula empuja el aire de la bolsa de muestra hacia la corriente de aire. Pueden lograrse factores de dilución de 8 a 66 000. El número informado es el factor de dilución en el que se detectó olor de la muestra. Cuanto mayor es el número de dilución, más odorífero es el material. Los resultados son los siguientes:

Material	Dilución hasta la detección de olor
Control	150
30 % de fibra de vidrio	470
30 % de fibra de sisal	7200
30 % de harina de madera de arce	1500

## ES 2 772 423 T3

	30 % de harina de madera de arce	1500
	20 % de fibra de pulpa de madera blanqueada	350
5	30 % de fibra de pulpa de madera blanqueada	300
	40 % de fibra de pulpa de madera blanqueada	330

Puede verse que el nivel de dilución del polímero termoplástico con fibra de pulpa química de madera blanqueada es menor que cualquiera de los otros materiales, lo que incluye la fibra de vidrio, y es sustancialmente el mismo independientemente de la cantidad de fibra de pulpa de madera incorporada en el polímero termoplástico.

Para determinar la utilidad del compuesto rebajado se encargó un informe Moldflow® de los gránulos rebajados. Los informes Moldflow® se usan en la industria para determinar cómo hacer un ciclo del material a través de un proceso de moldeo, y para obtener una idea del comportamiento de un material durante el proceso de moldeo por inyección. El informe comparó un compuesto de polipropileno con 30 % de fibras de pulpa química de madera blanqueada con dos compuestos de polipropileno rellenos con 20 % de vidrio.

La siguiente tabla del informe proporciona un estudio del tiempo de enfriamiento para una parte resistente. Los carriles son el canal que conduce al molde, que puede operarse en caliente o en frío. Si es en frío, entonces debe expulsarse con la pieza, recortarse y reciclarlo o descartarse como desecho. Si es en caliente, el contenido permanece en estado fundido y se usa como el primer trozo de plástico inyectado para el próximo ciclo de inyección.

Tipo de compuesto	Temperatura del estado fundido °F	Carril	Tiempo de enfriamiento para alcanzar la temperatura de expulsión Segundos
polipropileno relleno con 20 % de vidrio	380	Caliente	136
	380	Frío	124
	446	Caliente	180
	446	Frío	180
polipropileno relleno con 20 % de vidrio	380	Caliente	126
	380	Frío	126
	446	Caliente	183
	446	Frío	184
polipropileno relleno con 30 % de fibra de pulpa de madera	330	Caliente	99
	380	Frío	106
	380	Caliente	105
	446	Frío	119

Puede verse que el polipropileno relleno con fibra de pulpa de madera blanqueada tenía un tiempo de enfriamiento mucho más corto que el polipropileno con relleno de vidrio. Esto se traduce en tiempos de ciclo más rápidos y más piezas producidas en un período de tiempo dado.

Esto también se muestra en otra tabla del informe que compara tiempos de ciclo "promedio" genéricos para piezas moldeadas para el material de polipropileno con 20 % de relleno de vidrio y el 30 % de material de polipropileno relleno con fibra de pulpa química de madera blanqueada.

Etapa del proceso	material de polipropileno relleno con 20 % de vidrio	material de polipropileno relleno con 30 % de fibra de pulpa química de madera blanqueada
Tiempo de llenado, segundos	3	3
Tiempo de empaque/retención, segundos	12	10
Tiempo de enfriamiento, segundos	39	26

## ES 2 772 423 T3

	6	6
Molde abierto/cerrado, segundos		
5	60	45
Tiempo total del ciclo, segundos		

El tiempo de ciclo "promedio" genérico para el material relleno con fibras de pulpa química de madera es el 75 % del tiempo del ciclo para el material relleno con vidrio. Esto proporciona una tasa de producción mucho más rápida.

10

Además, se observa que la composición con 10 a 50 % en peso de fibra de pulpa de madera y 25 a 85 % en peso de polímero termoplástico tiene otro atributo. Los bordes de las estructuras moldeadas están libres o sustancialmente libres de defectos táctiles. Un defecto táctil es un defecto que puede sentirse al mover una mano o un dedo a lo largo del borde de la pieza moldeada. Un defecto táctil debe distinguirse de un defecto visual. Es posible que una parte tenga un defecto del borde visual, uno que pueda verse, pero que no tenga un defecto del borde táctil, uno que pueda sentirse. El borde de una parte es la capa límite entre las dos caras de la parte. Suele ser redondeado o en ángulo con respecto a las caras de la pieza. A menudo es redondeado o en un ángulo de 90 ° con respecto a las caras de la pieza. En una modalidad, los bordes estarían libres de defectos táctiles. En otra modalidad, el borde promediaria un defecto táctil o menos por pie o menos de borde. En otra modalidad, el borde promediaria dos defectos táctiles o menos por pie o menos de borde. El término "pie o menos" significa que si la longitud total del borde es menor que un número exacto de pies, entonces la longitud total del borde se tratará como que es la siguiente longitud de pie más grande para la determinación de defectos táctiles. Por ejemplo, si la estructura tiene una longitud total del borde de 20 cm (8 pulgadas), entonces se tratará como que tiene una longitud total del borde de 30,5 cm (1 pie) para determinar la cantidad de defectos táctiles, y si la longitud total del borde es de 71 cm (2 pies 4 pulgadas), entonces se trataría como si tuviera una longitud total del borde de 91 cm (3 pies) para determinar la cantidad de defectos táctiles.

15

20

25

El gránulo del lote maestro que contiene 65 a 85 por ciento en peso de fibra también puede rebajarse a 10 a 50 por ciento en peso de fibra o 20 a 40 por ciento en peso de fibra en la operación de moldeo por inyección para formar piezas moldeadas. El gránulo se añade al moldeador por inyección y el polímero termoplástico adicional necesario para reducir la cantidad de fibra a 10 a 50 por ciento en peso de fibra o 20 a 40 % en peso de fibra se añade al moldeador por inyección. El polímero se rebaja hasta la cantidad final de fibra y la parte moldeada se forma al mismo tiempo. Esto reduce el gasto de reducir la cantidad de fibra como una operación separada.

30

35

40

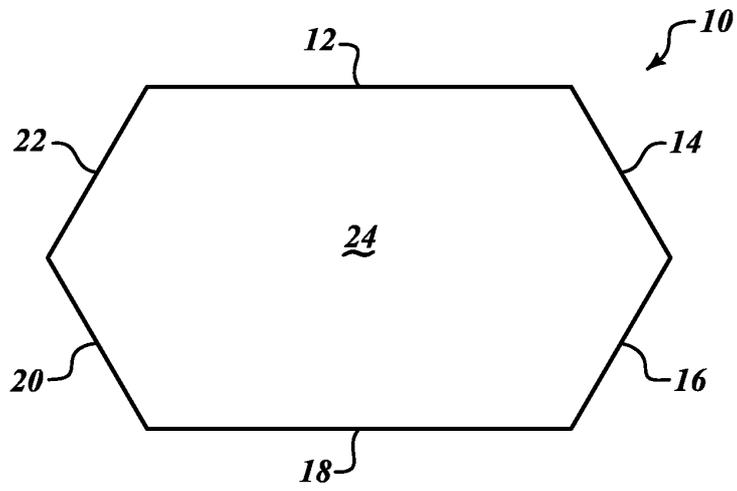
45

50

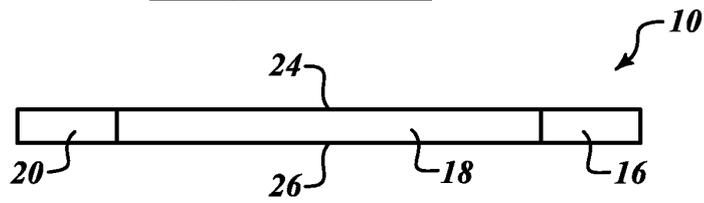
55

**REIVINDICACIONES**

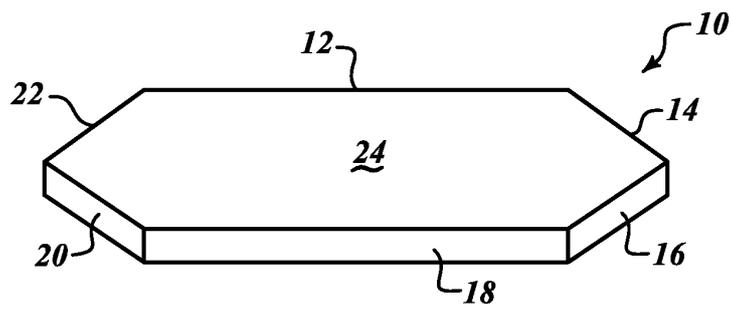
1. Un método para la fabricación de una composición, que comprende proporcionar materiales que comprenden fibras de pulpa química de madera en forma de partículas, polímero termoplástico y aceite mineral a un primer dispositivo de mezcla, en donde por cada 100 por ciento en peso del material proporcionado al primer dispositivo de mezcla, las fibras de pulpa son 65 a 90 por ciento en peso del material y el aceite mineral es 0,1 a 5 por ciento en peso del material, mezclar la fibra, el polímero y el aceite mineral en el dispositivo de mezcla para formar una mezcla fibra/polímero en la que las fibras se dispersan dentro del polímero, mezclar adicionalmente la mezcla de fibra/polímero en un segundo dispositivo de mezcla, en donde el segundo dispositivo de mezcla usa flujo dividido para dispersar las fibras en el polímero, y después formar la mezcla fibra/polímero en gránulos.
2. El método de conformidad con la reivindicación 1, en donde las fibras de pulpa de madera son fibras de pulpa química de madera blanqueada.
3. El método de conformidad con la reivindicación 1, en donde el polímero termoplástico se selecciona del grupo que consiste en biopolímeros, ácido poliláctico, acetato de celulosa, propionato de celulosa, butirato de celulosa; policarbonatos, tereftalato de polietileno, poliolefinas, polietileno, polietileno de alta densidad, polietileno de baja densidad, polietileno lineal de baja densidad, polipropileno, poliestireno, copolímeros de poliestireno, copolímero de acrilonitrilo-butadieno-estireno, copolímeros de bloque de estireno, cloruro de polivinilo y plásticos reciclados.
4. El método de conformidad con la reivindicación 1, en donde el primer dispositivo de mezcla tiene dos rotores entrelazados.
5. El método de conformidad con la reivindicación 1, en donde se añade aceite mineral a la composición en el segundo dispositivo de mezcla.
6. El método de conformidad con la reivindicación 1, en donde el segundo dispositivo de mezcla tiene dos rotores entrelazados.
7. El método de conformidad con la reivindicación 6, en donde las fibras de pulpa de madera son fibras de pulpa química de madera blanqueada.
8. El método de conformidad con la reivindicación 6, en donde el polímero termoplástico se selecciona del grupo que consiste en biopolímeros, ácido poliláctico, acetato de celulosa, propionato de celulosa, butirato de celulosa; policarbonatos, tereftalato de polietileno, poliolefinas, polietileno, polietileno de alta densidad, polietileno de baja densidad, polietileno lineal de baja densidad, polipropileno, poliestireno, copolímeros de poliestireno, copolímero de acrilonitrilo-butadieno-estireno, copolímeros de bloque de estireno, cloruro de polivinilo y plásticos reciclados.
9. El método de conformidad con la reivindicación 6, en donde se añade aceite mineral a la composición en el segundo dispositivo de mezcla.



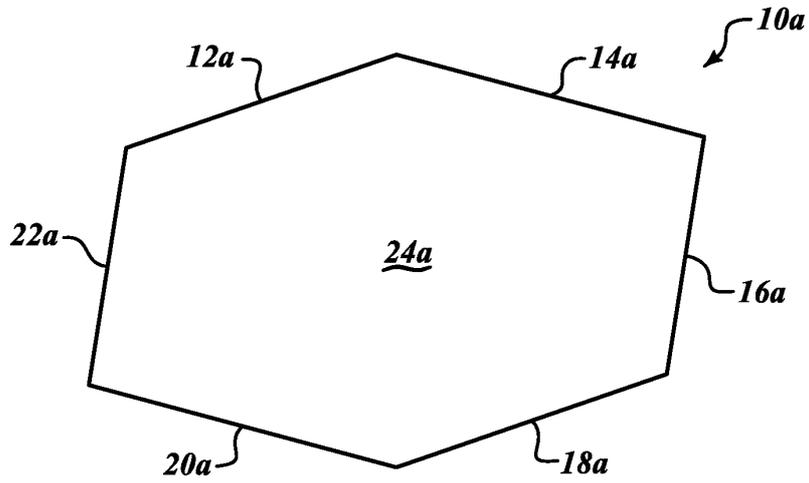
**Figura 1**



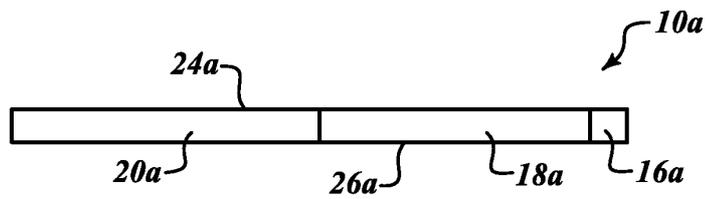
**Figura 2**



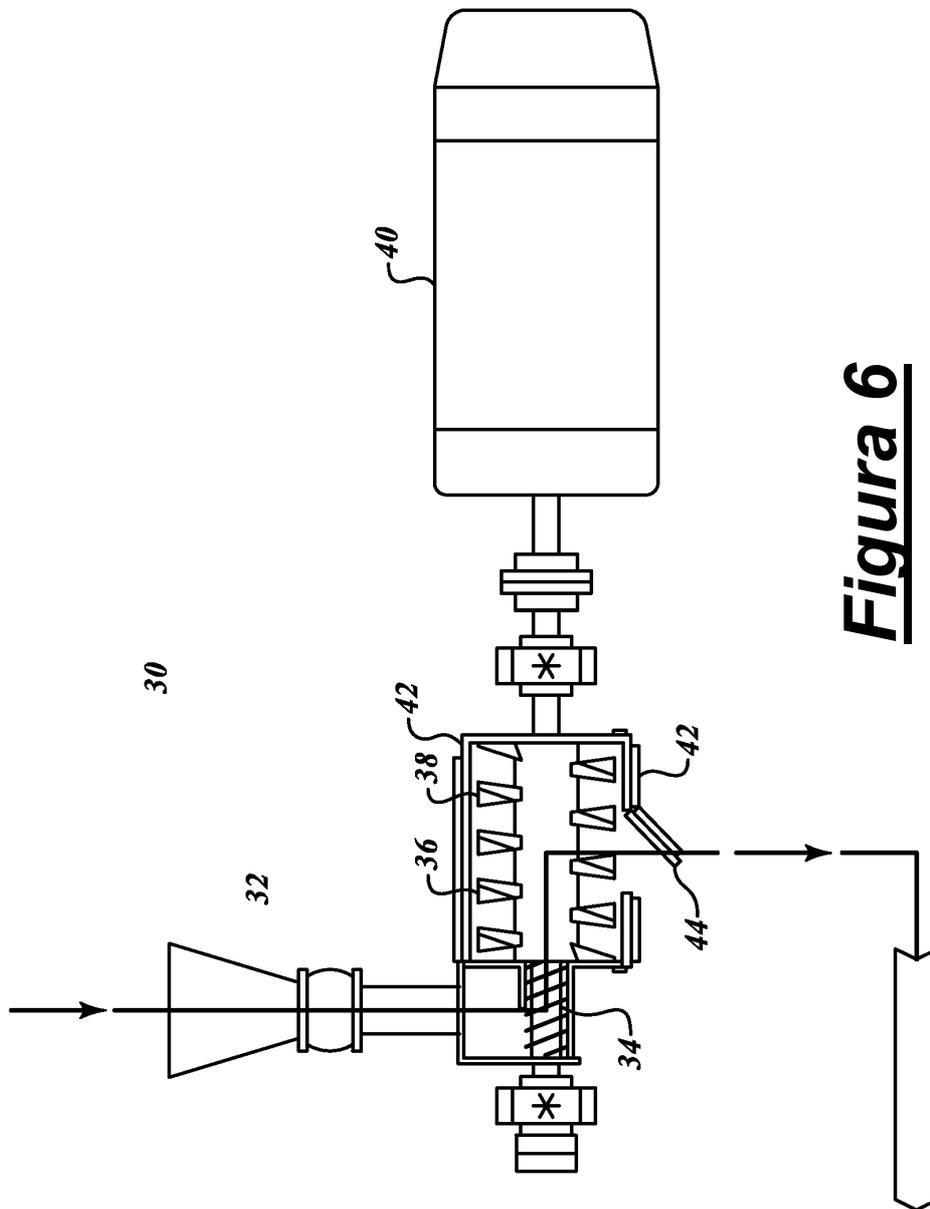
**Figura 3**



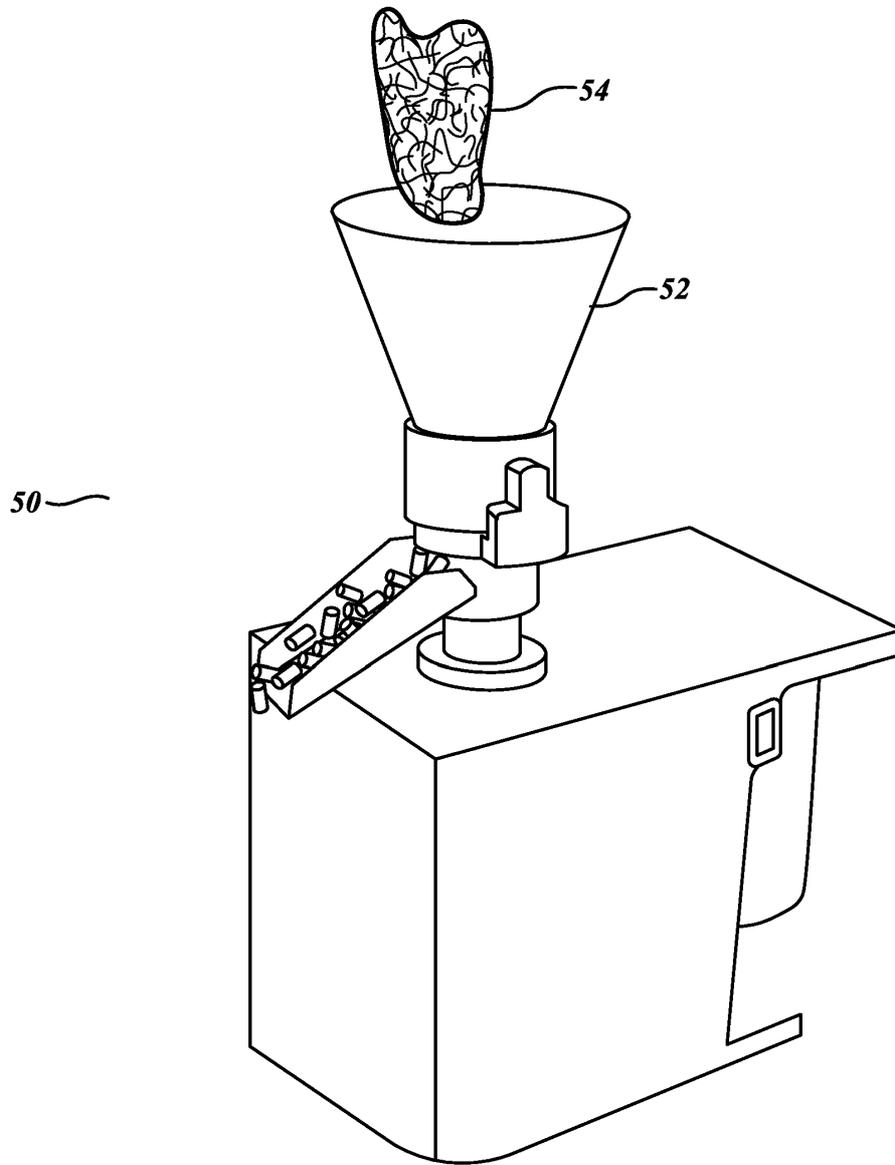
**Figura 4**



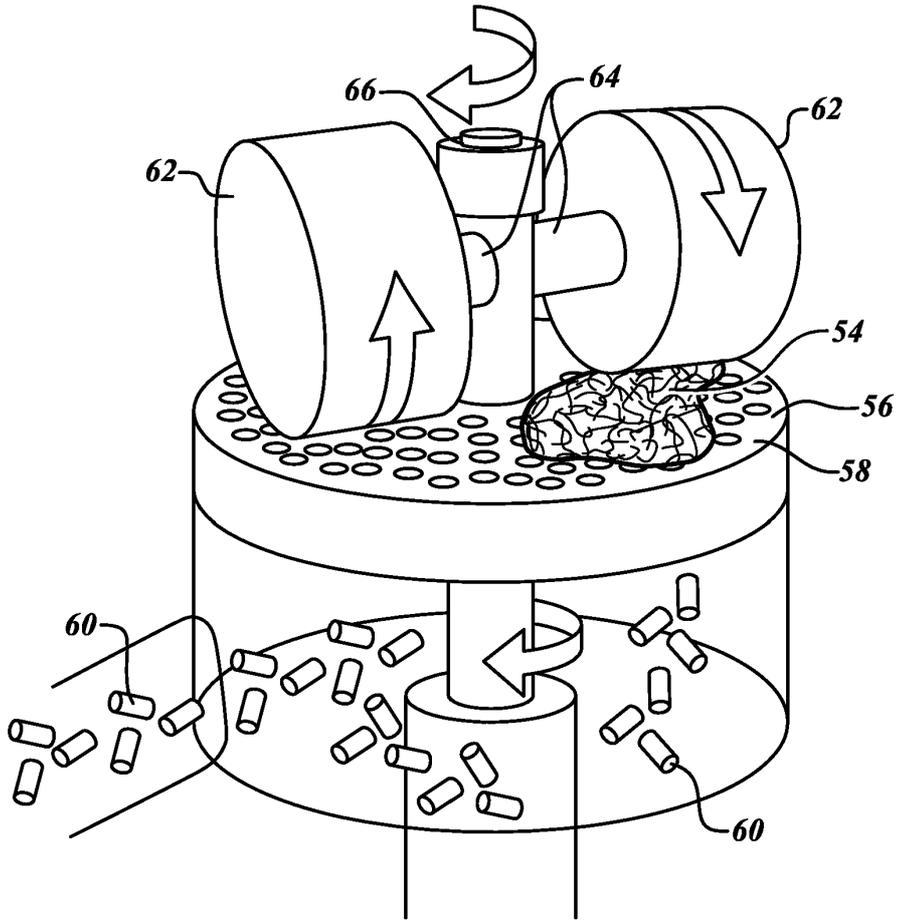
**Figura 5**



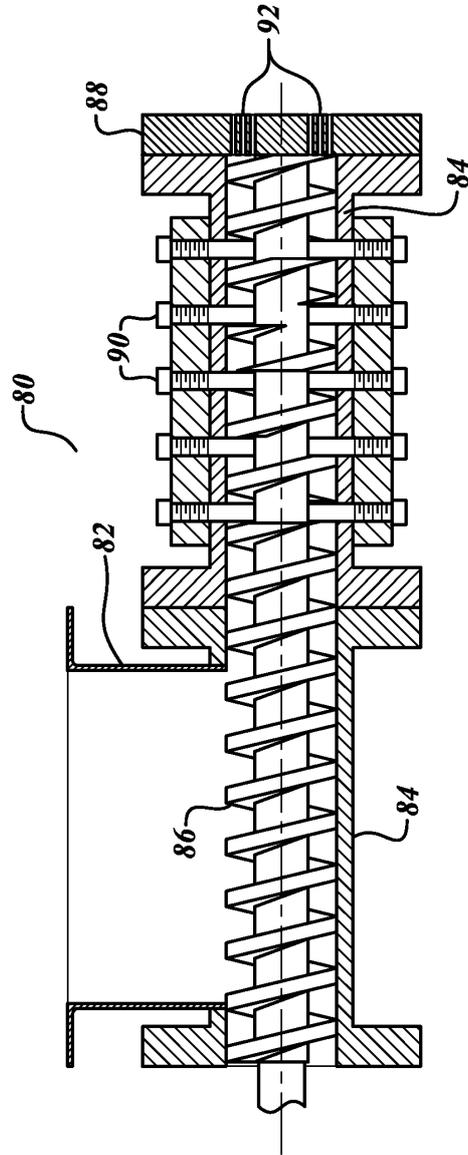
**Figure 6**



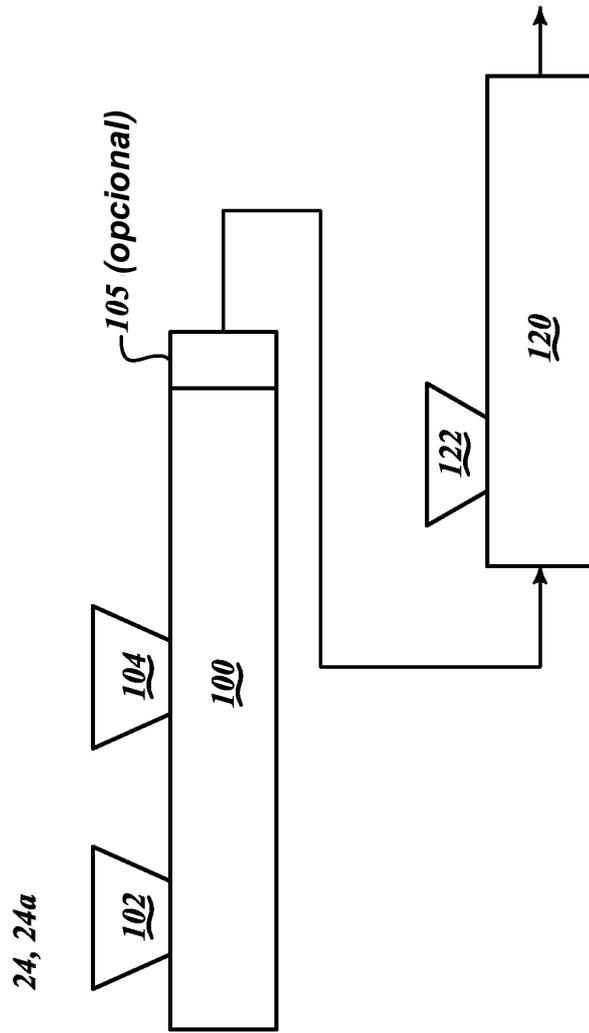
**Figura 7**



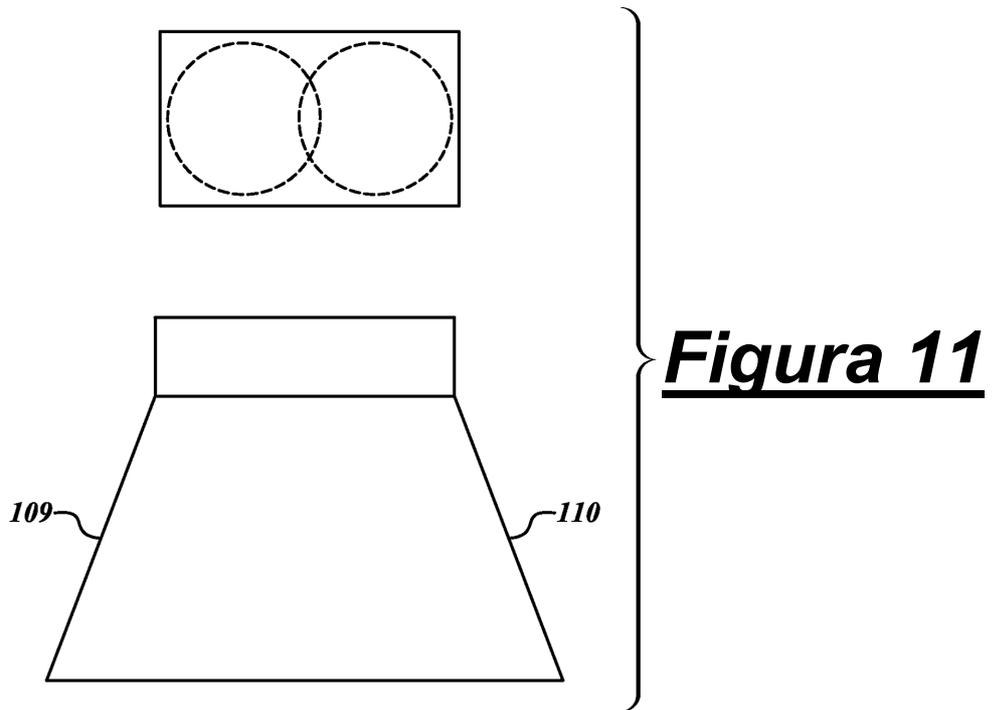
**Figura 8**



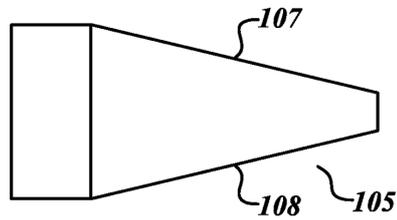
**Figura 9**



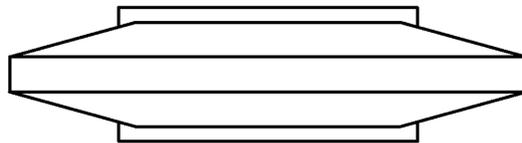
**Figura 10**



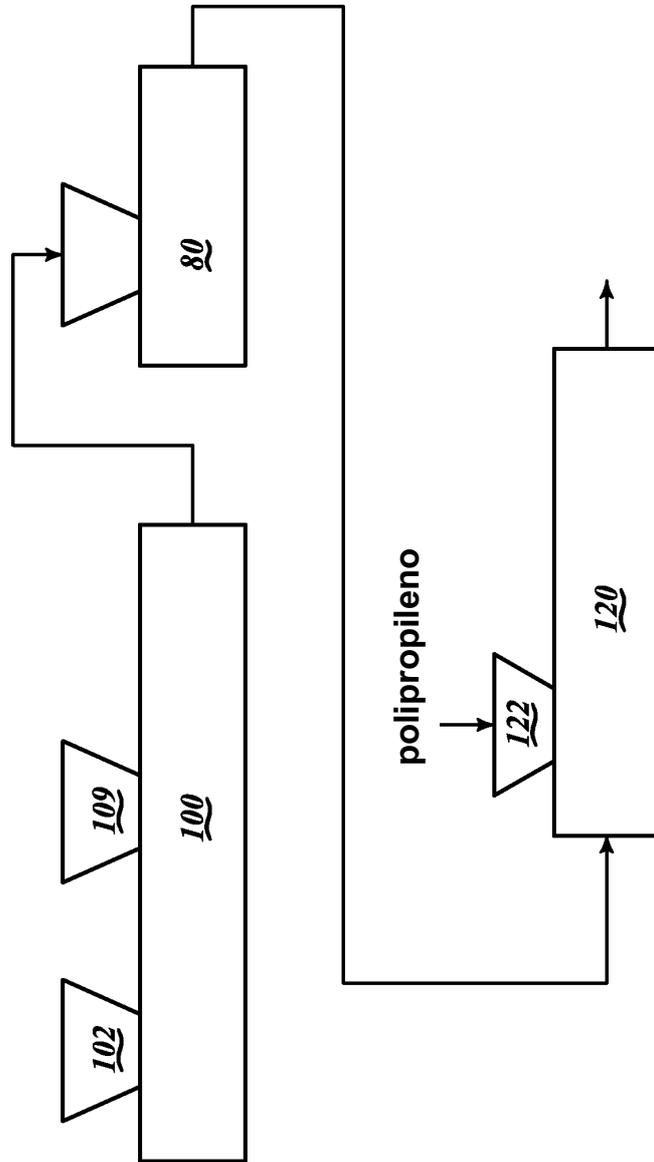
**Figura 11**



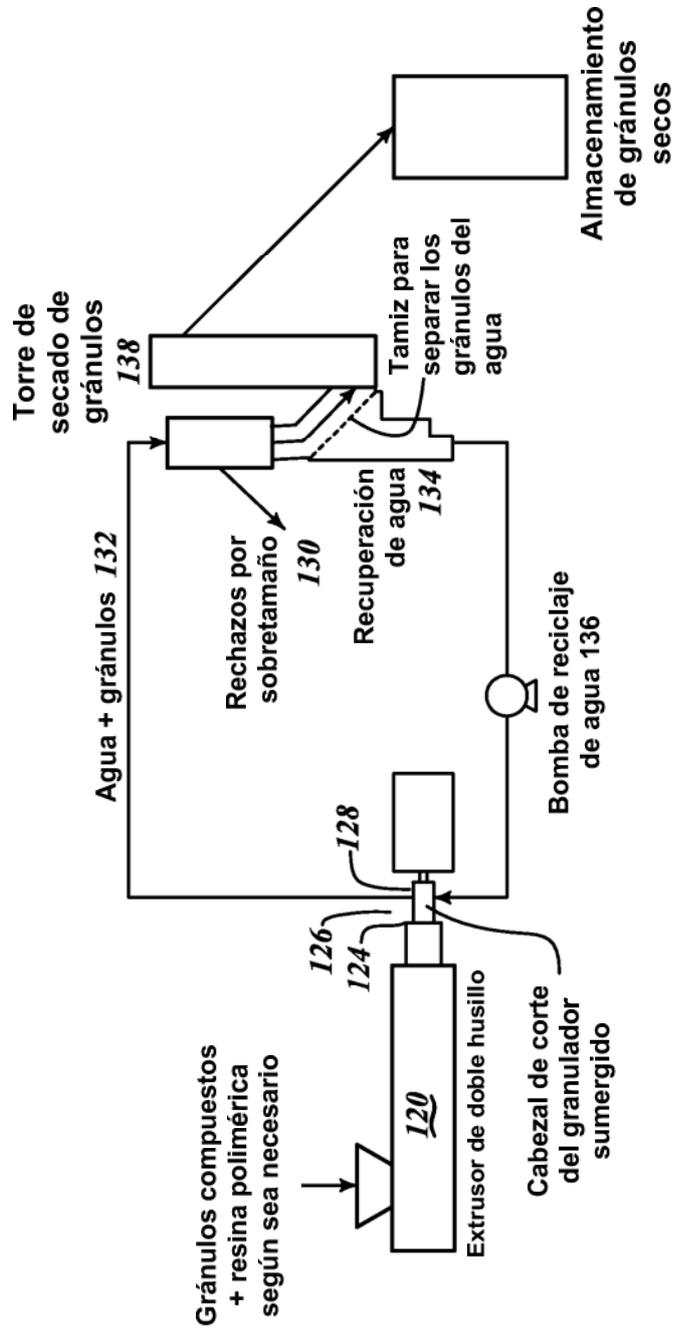
**Figura 12**



**Figura 13**



**Figura 14**



**Figura 15**