



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 337 213**

51 Int. Cl.:  
**C08J 3/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **07801623 .5**

96 Fecha de presentación : **13.08.2007**

97 Número de publicación de la solicitud: **2057207**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **13.05.2009**

54 Título: **Procedimiento para la preparación de compuestos de polímeros.**

30 Prioridad: **26.08.2006 DE 10 2006 040 058**  
**23.06.2007 DE 10 2007 029 010**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**21.04.2010**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**21.04.2010**

73 Titular/es: **Bayer MaterialScience AG.**  
**51368 Leverkusen, DE**

72 Inventor/es: **Schwemler, Christoph;**  
**Ludeke, Martin;**  
**Kords, Christian y**  
**Rudolf, Reiner**

74 Agente: **Carpintero López, Mario**

ES 2 337 213 T3

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

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la preparación de compuestos de polímeros.

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la preparación suave de compuestos de polímeros y de mezclas de polímeros en una extrusora de tornillo sin fin, en el que el producto final presenta un contenido especialmente bajo de disolventes residuales y, al mismo tiempo, un contenido bajo de monómeros u oligómeros.

10 En el procesamiento de polímeros se denomina preparación de compuestos la preparación de la masa de moldeo de plástico acabada, el compuesto de moldeo, a partir de las materias primas de plástico, bajo la adición de cargas y sustancias de refuerzo, plastificantes, agentes adherentes, lubricantes, estabilizadores, etc. La preparación de compuestos se efectúa predominantemente en extrusoras y comprende las operaciones de procedimiento transporte, fusión, dispersión, mezclado, desgaseado y aplicación de presión.

15 En la actualidad se exigen para las mezclas de plásticos un contenido lo más bajo posible de componentes volátiles. De ahí que el desgaseado adquiera una mayor importancia en la preparación de compuestos a partir de materias primas de plástico. Típicamente, la proporción de componentes volátiles que se han de desgasear en las materias primas de plástico se encuentra entre aproximadamente 500 y 2.000 ppm, y el contenido residual en el compuesto de moldeo acabado es inferior a 400 ppm.

20 En los polímeros o mezclas de polímeros termosensibles también se pueden formar durante el proceso de preparación de compuestos, además de los monómeros y disolventes residuales que se han de desgasear y que ya están contenidos en las materias primas, monómeros por retrodisociación, que, por ejemplo, en el caso de las mezclas de policarbonato modificadas con caucho son 1,3-butadieno y acrilonitrilo. La cinética de retrodisociación depende fuertemente de la temperatura, es decir que a medida que sube la temperatura, la retrodisociación aumenta de forma sobreproporcional. En la preparación de compuestos el problema reside en que para un desgaseado eficaz de los componentes volátiles se requiere, además de una presión baja, una temperatura elevada, pero a una temperatura elevada se produce simultáneamente un fuerte aumento de la retrodisociación. A ello se añade la complicación de que al reducir el suministro de energía para bajar la temperatura y evitar la retrodisociación, pueden surgir problemas durante la fusión y el mezclado de los componentes del compuesto de moldeo, lo que afecta negativamente a la calidad del producto (es decir, a las propiedades mecánicas y la composición). Esto es válido especialmente en el caso de caudales elevados, es decir, en el caso de tiempos de permanencia cortos, que son necesarios para que el proceso de preparación de compuestos resulte rentable. En el caso de un caudal más elevado, sólo se puede lograr con la técnica actual un buen desgaseado de los componentes volátiles que sea rentable si al mismo tiempo se asume un incremento de los componentes retrodisociables.

35 El uso de agentes arrastradores en las extrusoras es conocido, aunque sólo para el desgaseado de soluciones de polímeros con contenidos iniciales de disolventes superiores al 1%. Sin embargo, puesto que la solución de polímeros se dosifica en forma líquida y sin dispersión adicional de los componentes de mezcla y aditivos, no se produce una fusión simultánea de los componentes sólidos. Como ejemplo cabe mencionar en este caso el documento DE 19914143 A1. Sin embargo, en él no se plantea el problema de la retrodisociación de monómeros (o de oligómeros). Por el documento EP 0768157 A1 se conoce otro procedimiento para el secado de polímeros en polvo, en el que se eliminan, bajo fusión del polímero y, dado el caso, mediante el uso de un agente arrastrador, los componentes volátiles presentes en una cantidad mínima del 1% en peso. Esta técnica está limitada a aparatos de gran volumen y está destinada al secado de polímeros individuales con alto contenido de disolventes. No se conoce el uso de agentes arrastradores en la preparación de compuestos de polímeros con extrusoras, en particular de mezclas de policarbonato.

50 La invención se propone el objetivo de proporcionar un procedimiento para la preparación rentable de compuestos de moldeo poliméricos termosensibles con, simultáneamente, un contenido residual muy bajo de componentes volátiles y retrodisociables, en particular para la preparación de mezclas de policarbonato modificadas con caucho.

55 El objetivo se alcanza de acuerdo con la invención porque en la preparación de compuestos en la extrusora se mejora el desgaseado por incorporación de un agente arrastrador, en particular de nitrógeno. La configuración del tornillo sin fin para la incorporación del agente arrastrador se puede realizar, en especial, de manera que, pese a las zonas de mezcla para el agente arrastrador, que son necesarias adicionalmente en comparación con las configuraciones del tornillo sin fin convencionales y suponen un suministro adicional de energía, se produzca sólo un ligero aumento de la temperatura de fusión y, por lo tanto, la retrodisociación no sea superior a la de los procesos de preparación de compuestos convencionales.

60 El objeto de la invención es un procedimiento para la preparación de compuestos de al menos dos polímeros con un contenido residual total final de compuestos volátiles < 1% en peso, preferentemente como máximo del 0,1% en peso, respecto a la composición del producto final, en el que al menos un polímero se retrodisocia bajo carga térmica en monómeros u oligómeros, mediante el uso de una extrusora de tornillo sin fin en la que los componentes poliméricos se mezclan, se funden y se separan de los componentes volátiles, caracterizado porque

65 (i) la extrusora presenta al menos una zona de fusión, al menos dos, preferentemente dos a cuatro, con especial preferencia dos zonas de desgaseado y al menos una, preferentemente una a dos, con especial preferencia dos zonas de mezclado para el agente arrastrador y

## ES 2 337 213 T3

- (ii) el desgaseado se lleva a cabo mediante el uso de un agente arrastrador inerte que se alimenta en la masa fundida de polímeros y se elimina de la extrusora junto con los compuestos volátiles.

La extrusora preferentemente presenta también una zona de descarga.

5

En una forma de realización preferida, el agente arrastrador se elimina de la extrusora junto con los compuestos volátiles mediante la aplicación de una presión reducida  $P_{abs}$  inferior a 50 kPa, con especial preferencia inferior a 10 kPa.

10

Como agente arrastrador se usa preferentemente nitrógeno, gas noble o dióxido de carbono, con especial preferencia nitrógeno.

15

Por “carga térmica de al menos un polímero” se entiende la temperatura a la que los componentes poliméricos se procesan habitualmente en la masa fundida. Esta temperatura está adaptada individualmente al polímero o a la mezcla de polímeros y es conocida para el experto. En general se trata de temperaturas comprendidas en el intervalo de hasta 400°C. En el caso de una combinación de un copolímero de injerto de acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS) y policarbonato se entiende por carga térmica una temperatura de 240°C a 310°C, preferentemente de 270 a 300°C.

20

En una forma de realización preferida del procedimiento de acuerdo con la invención se usan como polímeros polímeros termoplásticos, con especial preferencia al menos un polímero seleccionado de un primer grupo (denominado en lo sucesivo “polímero retrodisociable”) formado por poliestireno, copolímeros o copolímeros de injerto de poliestireno, poliacrilatos, polialquileno y poliamida, y al menos un polímero seleccionado de un segundo grupo (denominado en lo sucesivo “polímero no retrodisociable”) formado por policarbonato, poliestercarbonato y poli(tereftalato de alquilo); preferentemente se usa una combinación del copolímero de injerto de acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS) y policarbonato.

25

30

En otra forma de realización del procedimiento de acuerdo con la invención se usan al menos dos polímeros seleccionados del grupo de los polímeros retrodisociables formado por poliestireno, copolímeros o copolímeros de injerto de poliestireno, poliacrilatos y polialquileno; con especial preferencia se usa una combinación del copolímero de injerto de acrilonitrilo-butadieno-estireno y poliamida.

35

En ambas formas de realización mencionadas se usan preferentemente polímeros retrodisociables seleccionados del grupo formado por copolímeros de injerto de acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS), poli(metacrilato de metilo) y polipropileno.

40

En un procedimiento preferido, la relación de mezcla entre dos componentes poliméricos es de 1 a 10 hasta 2 a 1 entre el polímero retrodisociable en monómeros y el otro polímero no retrodisociable.

45

También se prefiere un procedimiento que se caracteriza porque como extrusora se usa una extrusora de tornillo sin fin de dos o más husillos, en particular una extrusora de tornillo sin fin de dos husillos. La extrusora de tornillo sin fin es con especial preferencia una extrusora de tornillos sin fin de dos husillos con rotación de los husillos en el mismo sentido.

50

En un proceso de preparación de compuestos realizado con la técnica convencional para, por ejemplo, una mezcla de policarbonato/ABS con una proporción de policarbonato de aproximadamente el 50%, la eficacia de desgaseado que se puede lograr sin que el contenido residual de 1,3-butadieno retrodisociado supere el valor máximo deseado en cada caso es inferior al 58%. Con el procedimiento de acuerdo con la invención sorprendentemente se puede lograr, para la misma mezcla de polímeros y con el mismo caudal, una eficacia de desgaseado del 68% junto con una retrodisociación incluso aún más baja (véanse la tablas 2 y 3). Si se quisiera alcanzar una eficacia de desgaseado del 68% con la técnica convencional, el contenido residual de 1,3-butadieno retrodisociado aumentaría aproximadamente un 300%.

55

La extrusora que se usa con especial preferencia posee una relación longitud/diámetro del tornillo sin fin de 32 a 44. Los mejores resultados se han obtenido con una relación longitud/diámetro de 36.

60

Según una configuración especialmente preferida, la extrusora posee al menos una zona de fusión, una o dos zonas de desgaseado, una o dos zonas de mezclado para el agente arrastrador y una zona de descarga.

65

El mejor resultado se ha obtenido, según un procedimiento especialmente preferido, con una cantidad de agente arrastrador del 0,1% al 0,5%, respecto al caudal total de las sustancias de partida.

De acuerdo con otra configuración preferida del procedimiento, las zonas de mezclado para el agente arrastrador están realizadas de manera que estén rellenas de masa fundida.

70

También se han obtenido muy buenos resultados, según otro procedimiento preferido, añadiendo el agente arrastrador a segmentos del tornillo sin fin rellenos de masa fundida, situados directamente en la zona de mezclado o justo delante de la zona de mezclado del tornillo sin fin.

## ES 2 337 213 T3

Para el mezclado del agente arrastrador se prefieren elementos de tornillo sin fin que produzcan un desplazamiento frecuente de las corrientes de masa fundida y una amplia distribución del tiempo de permanencia. Se han obtenido muy buenos resultados con elementos mezcladores de engranajes. Para el mezclado del agente arrastrador se pueden usar además, por ejemplo, elementos mezcladores de tornillo sin fin, amasadoras, discos excéntricos, elementos de recirculación, etc.

El objeto de la invención es también el uso del procedimiento de acuerdo con la invención para la preparación de una mezcla de polímeros en la que la suma de los contenidos de todos los componentes volátiles de los componentes poliméricos (en particular de 1,3-butadieno, acrilonitrilo, estireno, 4-vinil-1-ciclohexeno, etilbenceno, clorobenceno: Determinación por cromatografía BIP) es inferior al 1% en peso, preferentemente inferior al 0,1% en peso, con especial preferencia inferior al 0,05% en peso.

La invención se explica con más detalle a continuación mediante un dibujo que representa un ejemplo de realización. La figura 1 muestra esquemáticamente un corte longitudinal a través de una extrusora de tornillo sin fin de dos husillos para el uso en el procedimiento de acuerdo con la invención.

### Ejemplos

La extrusora de tornillo sin fin de dos husillos presenta una carcasa formada por 11 piezas y en la que están dispuestos 2 husillos engranados que giran en el mismo sentido (no mostrados). Los componentes a partir de los cuales se han de preparar los compuestos se introducen en la extrusora a través del orificio de alimentación 1 configurado en la pieza 2 de la carcasa. Las piezas 9 y 11 de la carcasa contienen, respectivamente, un orificio de desgaseado 14, 16 que está conectado a un dispositivo de aspiración (no mostrado). Las piezas 7 y 10 de la carcasa están provistas, respectivamente, de una conexión 13, 15 a través de la cual se dosifica el agente arrastrador nitrógeno.

La última pieza 12 de la carcasa forma una zona de descarga por cuyo extremo sale el producto compuesto y desgaseado de la extrusora.

En la región de las piezas 4 a 6 de la carcasa se encuentra una zona de fusión con elementos amasadores del tornillo sin fin.

En la región de las piezas 7 y 10 de la carcasa están dispuestos elementos mezcladores entre los elementos transportadores del tornillo sin fin.

En la región de las piezas 9 y 11 de la carcasa, debajo de los orificios de desgaseado 14, 16, la altura del paso es en cada caso mayor que el diámetro exterior del tornillo sin fin.

Las piezas 3 y 8 de la carcasa incluyen zonas transportadoras para los gránulos (3) y la masa fundida (8), respectivamente.

El contenido residual de componentes volátiles (1,3-butadieno, acrilonitrilo, estireno, 4-vinil-1-ciclohexeno, etilbenceno, clorobenceno) se halló por cromatografía BIP. Para ello se disuelve una muestra del material en  $\gamma$ -butirolactona y se analiza por cromatografía BIP. Como detector se usó un detector de ionización de llama. La evaluación cuantitativa se lleva a cabo con la ayuda de un patrón interno. El rango de trabajo del procedimiento depende de la sustancia correspondiente y se encuentra en el intervalo de 0,1 a 500 mg/kg. El límite de detección para 1,3-butadieno era de 0,1 mg/kg, y para las demás sustancias el límite de detección ascendía a 5 mg/kg.

El número de partículas no fundidas en 50 gránulos se determinó analizando, con la ayuda de un microscopio, 50 granos del gránulo (dimensiones aproximadamente 3 mm x 3 mm x 3 mm) respecto a partículas no fundidas de las sustancias de partida y contando las partículas encontradas.

### Ejemplo 1

(Comparación)

La preparación de los compuestos de policarbonato (PC) y copolímero de injerto de acrilonitrilo-butadieno-estireno (ABS) (contenido de PC aproximadamente del 50% en peso; tipo de PC: Makrolon 2600, fabricante Bayer MaterialScience AG; tipo de ABS: ABS de emulsión con aproximadamente 1.000 ppm de monómeros residuales) con una concentración inicial de compuestos volátiles de 660 ppm se lleva a cabo primero en una extrusora de tornillo sin fin de dos husillos, modelo ZSK 120 (Coperion Werner & Pfleiderer), mediante un procedimiento habitual del estado de la técnica, es decir, sin adición de agente arrastrador.

Todos los componentes poliméricos y aditivos (agente de desmoldeo, termoestabilizador, antioxidantes) se dosificaron en el embudo de alimentación situado en la primera pieza de la carcasa. En la penúltima pieza de la carcasa se desgaseó la masa fundida. En la tabla siguiente se exponen los parámetros del proceso y los contenidos residuales. En todos los ejemplos, la temperatura de la masa fundida a la salida de la extrusora era de aproximadamente 300°C.

# ES 2 337 213 T3

TABLA 1

Caudal	Número de revoluciones	Presión	Contenido residual		Eficacia de desgaseado
			Suma de todos los componentes volátiles	1,3-Butadieno	
kg/h	1/min	kPa	ppm	ppm	%
1.700	250	11	343	0,4	48

Con el caudal antes indicado sólo se alcanzó una eficacia de desgaseado del 48%.

La eficacia de desgaseado se calculó según la fórmula siguiente:

$$\frac{\sum \text{contenidos residuales}_{\text{entrada}} - \sum \text{contenidos residuales}_{\text{salida}}}{\sum \text{contenidos residuales}_{\text{entrada}}} \cdot 100\%$$

## Ejemplo 2

(Comparación)

La preparación de compuestos de PC/ABS (contenido de PC aproximadamente del 50%) se llevó a cabo como en el ejemplo 1 con una concentración inicial de componentes volátiles de 660 ppm en un equipo ZSK 58Mc (Coperion Werner & Pfleiderer) mediante el procedimiento habitual.

Todos los componentes se dosificaron en el embudo de alimentación situado en la primera carcasa. En la penúltima carcasa se desgaseó la masa fundida. Se realizaron dos series de ensayos:

1ª serie de ensayos: Variación del número de revoluciones

2ª serie de ensayos: Variación de la presión de desgaseado

En la tabla siguiente se exponen los parámetros del proceso y los contenidos residuales.

TABLA 2

Caudal	Número de revoluciones	Presión	Contenido residual		Eficacia de desgaseado	Suministro de energía espec.
			Suma de todos los componentes volátiles	1,3-Butadieno		
kg/h	1/min	kPa	ppm	ppm	%	kWh/kg
<b>1ª serie de ensayos</b>						
1.000	550	5	376,2	0,2	43	0,129
1.000	720	5	315,3	0,3	53	0,139
1.000	920	5	273,15	0,7	59	0,149
1.000	1.000	5	278,8	0,8	58	0,151
1.160	1.200	5	259,1	1,1	61	0,154
<b>2ª serie de ensayos</b>						
1.000	720	10	305,2	0,2	54	0,135
1.000	720	5	298,3	0,3	55	0,134
1.000	720	0,9	307,2	0,2	54	0,138
800	540	10	350,2	0,2	47	0,129
800	540	4,5	316,2	0,2	52	0,128
800	540	0,8	293,2	0,2	56	0,127

## ES 2 337 213 T3

### Resultados

1ª serie de ensayos: A medida que aumentaba el número de revoluciones, que es lo mismo que un aumento del suministro de energía, disminuía la suma de todos los contenidos residuales de componentes volátiles, pero al mismo tiempo aumentaba el contenido de 1,3-butadieno retrodisociado a más de 1 ppm. La eficacia de desgaseado máxima a la que todavía se alcanzaba un contenido de 1,3-butadieno inferior a 1 ppm era del 59%.

2ª serie de ensayos: La eficacia de desgaseado no se pudo aumentar en comparación con la 1ª serie de ensayos mediante una disminución de la presión.

En el producto final de la 1ª y 2ª series de ensayos se encontraron además en 50 gránulos partículas poliméricas no fundidas con un tamaño de 18 a 44.

### Ejemplo 3

(Comparación con 2 zonas de desgaseado)

La preparación de compuestos de PC/ABS (contenido de PC aproximadamente del 50%; componentes como en el ejemplo 1) con una concentración inicial de compuestos volátiles de 990 ppm se llevó a cabo en una extrusora de tornillo sin fin de dos husillos, modelo ZSK 32Mc (Coperion Werner & Pfeleiderer), con desgaseado al vacío en dos puntos detrás de la zona de fusión.

Todos los componentes poliméricos y aditivos (agente de desmoldeo, termoestabilizador, antioxidantes) se dosificaron en el embudo de alimentación situado en la primera carcasa. En la tabla 3 siguiente se exponen los parámetros del proceso y los contenidos residuales.

TABLA 3

Caudal	Número de revoluciones	Presión 1	Presión 2	Contenido residual		Eficacia de desgaseado	Suministro de energía espec.	Número de partículas no fundidas en 50 gránulos
				Suma de todos los componentes volátiles	1,3-Butadieno			
kg/h	1/min	kPa	kPa	ppm	ppm	%	kWh/kg	
168,5	600	5,4	5,7	428,6	0,6	56,7	0,135	4

### Resultado

No se pudo aumentar la eficacia de desgaseado mediante dos zonas de desgaseado.

### Ejemplo 4

(Comparación con 1 zona de desgaseado y 1 alimentación de gas arrastrador)

La preparación de compuestos de PC/ABS (contenido de PC aproximadamente del 50%; componentes como en el ejemplo 1) con una concentración inicial de compuestos volátiles de 990 ppm se llevó a cabo en una extrusora de tornillo sin fin de dos husillos, modelo ZSK 32Mc (Coperion Werner & Pfeleiderer), con un desgaseado al vacío y una alimentación de gas arrastrador, realizándose la alimentación del gas arrastrador en la masa fundida de polímeros antes del desgaseado.

Todos los componentes poliméricos y aditivos (agente de desmoldeo, termoestabilizador, antioxidantes) se dosificaron en el embudo de alimentación situado en la primera carcasa. En la tabla 4 siguiente se exponen los parámetros del proceso y los contenidos residuales.

# ES 2 337 213 T3

TABLA 4

Caudal	Número de revoluciones	Nitrógeno	Presión	Contenido residual		Eficacia de desgaseado	Suministro de energía espec.	Número de partículas no fundidas en 50 gránulos
				Suma de todos los componentes volátiles	1,3-Butadieno			
kg/h	1/min	%	kPa	ppm	ppm	%	kWh/kg	
168,5	600	0,5	5.7	358,5	0,5	63,8	0,136	4
168,5	600	1	5.3	352,5	0,5	64,4	0,136	11
168,5	600	1,3	5.3	371,5	0,5	62,5	0,135	4

## Resultado

Se pudo mejorar la eficacia de desgaseado en comparación con los ejemplos 1 a 3 y obtener, al mismo tiempo, un bajo contenido residual de 1,3-butadieno. Sin embargo, todavía se encontraron 4 a 11 partículas no fundidas en 50 gránulos.

## Ejemplo 5

(De acuerdo con la invención; con 2 zonas de desgaseado y 1 alimentación de gas arrastrador)

La preparación de compuestos de PC/ABS (contenido de PC aproximadamente del 50%; componentes como en el ejemplo 1) con una concentración inicial de compuestos volátiles de 990 ppm se llevó a cabo en una extrusora de tornillo sin fin de dos husillos, modelo ZSK 32Mc (Coperion Werner & Pfleiderer), con dos desgaseados al vacío y una alimentación de gas arrastrador en la masa fundida de polímeros, realizándose la alimentación del gas arrastrador entre las dos zonas de desgaseado.

Todos los componentes poliméricos y aditivos (agente de desmoldeo, termoestabilizador, antioxidantes) se dosificaron en el embudo de alimentación situado en la primera carcasa. En la tabla 5 siguiente se exponen los parámetros del proceso y los contenidos residuales.

TABLA 5

Caudal	Número de revoluciones	Nitrógeno	Presión 1	Presión 2	Contenido residual		Eficacia de desgaseado	Suministro de energía espec.	Número de partículas no fundidas en 50 gránulos
					Suma de todos los componentes volátiles	1,3-Butadieno			
kg/h	1/min	%	kPa	kPa	ppm	ppm	%	kWh/kg	
168,5	600	0,5	5,3	5,4	291,5	0,5	70,5	0,133	8
168,5	600	1	5,0	5,1	307	0,5	69	0,136	4
168,5	600	1,3	5,2	5,3	310	0,5	68,7	0,135	8

## ES 2 337 213 T3

### Resultado

Se pudo mejorar la eficacia de desgaseado en comparación con los ejemplos 1 a 4 y obtener, al mismo tiempo, un bajo contenido residual de 1,3-butadieno. Sólo se encontraron 4 a 8 partículas no fundidas en 50 gránulos.

### Ejemplo 6

(De acuerdo con la invención; con 2 zonas de desgaseado y 2 alimentaciones de gas arrastrador)

La preparación de compuestos de PC/ABS (contenido de PC aproximadamente del 50%; componentes como en el ejemplo 1) con una concentración inicial de compuestos volátiles de 671 ppm se llevó a cabo en una extrusora de tornillo sin fin de dos husillos modificada, modelo ZSK 32Mc (Coperion Werner & Pfleiderer), con la alimentación de gas arrastrador de acuerdo con la invención (véase la fig. 1).

Todos los componentes poliméricos y aditivos (agente de desmoldeo, termoestabilizador, antioxidantes) se dosificaron en el embudo de alimentación situado en la primera carcasa. En dos puntos se dosificó, respectivamente, el 0,5% de nitrógeno en la masa fundida, respecto a 168,5 kg/h de las sustancias de partida. En la tabla 6 siguiente se exponen los parámetros del proceso y los contenidos residuales.

Con el procedimiento de acuerdo con la invención según el ejemplo 6 se preparó un compuesto de moldeo con un muy bajo contenido residual de compuestos volátiles y buenas propiedades mecánicas y reológicas. La eficacia de desgaseado era del 68,2%, siendo al mismo tiempo muy bajo el contenido de 1,3-butadieno (0,6 ppm).

Con un caudal de 168,5 kg/h (que equivale, a mayor escala, a un caudal que se usa actualmente en los procedimientos convencionales en una extrusora de tornillo sin fin de husillo doble con la misma densidad de par) es encontró únicamente una sola partícula no fundida en 50 gránulos.

TABLA 6

Caudal	Número de revoluciones	Nitrógeno 1	Nitrógeno 2	Presión 1	Presión 2	Contenido residual		Eficacia de desgaseado	Suministro de energía espec.	Número de partículas no fundidas en 50 gránulos
						Suma de todos los componentes volátiles	1,3-Butadieno			
kg/h	1/min	%	%	kPa	kPa	ppm	ppm	%	kWh/kg	
168,5	600	0,5	0,5	5,5	5,0	213,6	0,6	68,2	0,138	1

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para la preparación de compuestos de al menos dos polímeros con un contenido residual total de compuestos volátiles < 1% en peso, en el que al menos un polímero se retrodisocia bajo carga térmica en monómeros u oligómeros, mediante el uso de una extrusora de tornillo sin fin en la que los componentes poliméricos se mezclan, se funden y se separan de los componentes volátiles, **caracterizado** porque
- 10 (i) la extrusora presenta al menos una zona de fusión, al menos dos zonas de desgaseado y al menos una zona de mezclado para el agente arrastrador y
- (ii) el desgaseado se lleva a cabo mediante el uso de un agente arrastrador inerte que se alimenta en la masa fundida de polímeros y se elimina de la extrusora junto con los compuestos volátiles.
- 15 2. Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado** porque el agente arrastrador se elimina de la extrusora junto con los compuestos volátiles mediante la aplicación de una presión reducida  $p_{abs}$  inferior a 50 kPa.
3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 ó 2, **caracterizado** porque como polímeros se usan al menos un polímero seleccionado de un primer grupo (“polímeros retrodisociables”) formado por poliestireno, copolímeros o copolímeros de injerto de poliestireno, poliacrilatos, polialquileno y poliamida, y al menos un polímero seleccionado de un segundo grupo (“polímeros no retrodisociables”) formado por policarbonato, poliester carbonato y poli (tereftalato de alquileo).
- 20 4. Procedimiento según la reivindicación 3, **caracterizado** porque como polímeros se usa una combinación de copolímero de injerto de acrilonitrilo-butadieno-estireno y policarbonato.
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 ó 2, **caracterizado** porque como polímeros se usan al menos dos polímeros seleccionados del grupo de los polímeros retrodisociables formado por poliestireno, copolímeros o copolímeros de injerto de poliestireno, poliacrilatos, polialquileno y poliamida.
- 30 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado** porque la relación de mezcla entre dos componentes poliméricos es de 1 a 10 hasta 2 a 1 entre el polímero retrodisociable en monómeros y el otro polímero no retrodisociable.
- 35 7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado** porque la adición del agente arrastrador y la eliminación de los componentes volátiles se lleva a cabo en varias etapas, en especial en dos o tres etapas, con especial preferencia en dos etapas.
8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado** porque como extrusora se usa una extrusora de tornillo sin fin de dos o varios husillos.
- 40 9. Procedimiento según la reivindicación 8, **caracterizado** porque la extrusora de tornillo sin fin es una extrusora de tornillo sin fin de dos husillos con rotación de los husillos en el mismo sentido.
- 45 10. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado** porque la extrusora que se ha de usar presenta una relación entre la longitud y el diámetro del tornillo sin fin de 32 a 44.
11. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizado** porque se usa una extrusora que presenta al menos una zona de fusión, dos zonas de desgaseado, una o dos zonas de mezclado para el agente arrastrador y una zona de descarga.
- 50 12. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizado** porque se usa una extrusora que presenta al menos una zona de fusión, dos zonas de desgaseado, dos zonas de mezclado para el agente arrastrador y una zona de descarga.
- 55 13. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 11, **caracterizado** porque la cantidad del agente arrastrador asciende a entre el 0,1 y el 0,5%, respecto al caudal total de las sustancias de partida.
- 60 14. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 13, **caracterizado** porque la adición del agente arrastrador se lleva a cabo en segmentos del tornillo sin fin rellenos de masa fundida, situados en la zona de mezcla o inmediatamente por delante de la zona de mezcla del tornillo sin fin.
- 65 15. Uso del procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 14 para la fabricación de una mezcla de polímeros en la que la suma de los contenidos de todos los componentes volátiles de los componentes poliméricos es inferior al 1% en peso.

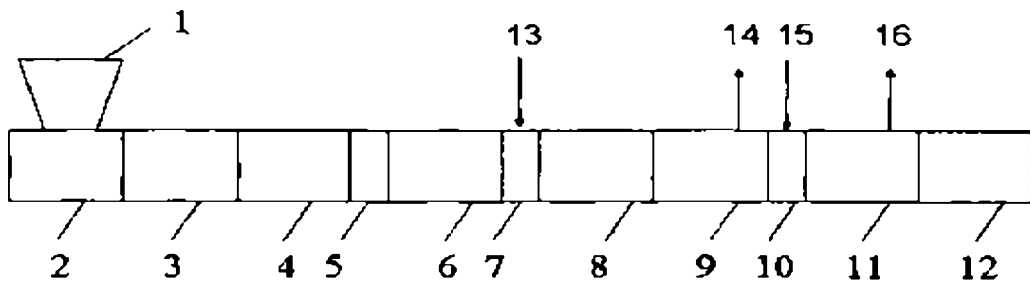


Fig. 1