



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 274 868**

51 Int. Cl.:
C08J 3/22 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **01907801 .3**

86 Fecha de presentación : **14.02.2001**

87 Número de publicación de la solicitud: **1268616**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **02.01.2003**

54 Título: **Concentrado de rellenos en materiales termoplásticos.**

30 Prioridad: **14.02.2000 FR 00 01788**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.06.2007

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.06.2007

73 Titular/es: **OMYA DEVELOPMENT AG.**
Baslerstrasse 42
4665 Oftringen, CH

72 Inventor/es: **Blanchard, Pierre y**
Husson, Maurice

74 Agente: **Esteban Pérez-Serrano, María Isabel**

ES 2 274 868 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).

ES 2 274 868 T3

DESCRIPCIÓN

Concentrado de rellenos en materiales termoplásticos.

5 La invención se refiere a la utilización de polipropilenos isotácticos de gran fluidez, para la preparación de concentrados de cargas utilizables en los termoplásticos de tipo olefínico tales como el polipropileno, el polietileno y por regla general: los polímeros utilizados solos o en mezcla, con base de monómeros etilénicos que contienen 2 a 6 átomos de carbono polimerizados solos en mezcla.

10 Estos polipropilenos isotácticos de gran fluidez se utilizan en la invención, como vector que favorece la dispersión o la redispersión de materias minerales utilizadas como cargas en las poliolefinas.

15 La invención se refiere, además, a los concentrados de cargas preparados a partir de polipropilenos isotácticos de muy gran fluidez.

La invención se refiere, por último, a las materias termoplásticas cargadas obtenidas con la adición de los polipropilenos seleccionados según la invención y los productos industriales fabricados a partir, o que contienen tales materias termoplásticas.

20 Es conocido por la técnica anterior utilizar copolímeros para la preparación de mezclas maestras cargadas, con alta concentración en cargas, es decir hasta tasas del orden del 90% de carbonato de calcio y/o de talco. Estos copolímeros son generalmente copolímeros del etileno, del propileno y algunas veces del butileno. Se comercializan bajo la denominación de VESTOPLAST por la sociedad Degussa - Hüls o de REXTAC por la sociedad Huntsman. Algunos utilizan también polipropilenos atácticos, que son subproductos resultado de la obtención del polipropileno isotáctico tales como, en particular, el polipropileno ALPHAMIN STH - L de la sociedad Alhamin.

Se conoce también el producto descrito en la patente WO 95/17441, que consiste en un polipropileno amorfo.

30 Estos polímeros antes citados de la técnica anterior son productos de especialidad, es decir, fabricados en pequeñas cantidades por procedimientos específicos y por lo tanto, onerosos y por otro lado, la falta de dureza y las propiedades adhesivas (apreciadas en la industria de las colas fusibles o "hot-melts") son nefastas para la aplicación antes citada.

35 Además, deterioran las propiedades mecánicas finales en los objetos moldeados, o extruidos, producidos a partir de las mezclas maestras que los contienen.

40 Por último, tienen puntos de reblandecimiento (aproximadamente 130 - 150°C) aleados de la temperatura a la cual se utilizan (polipropileno a 230°C, polietileno a 190°C). Estas diferencias de temperatura traen consigo fenómenos indeseables tales como por ejemplo, el "plate-out" o formación de depósitos en moldes bien conocido por los expertos en extrusión de perfilados o de películas.

45 El problema técnico planteado es doble; se trataba de seleccionar polímeros que puedan conducir a concentraciones muy elevadas de cargas en las mezclas maestras, redispersables en las diferentes matrices poliméricas utilizadas en la industria del plástico y que no degraden las propiedades mecánicas de los productos industriales obtenidos al final después de la redilución e incluso aumentándolas.

Aun cuando la técnica anterior ofrece mezclas maestras preparadas con copolímeros del etileno, del propileno y algunas veces del butileno o también de los polipropilenos atácticos (amorfo), la invención ofrece la utilización de polipropilenos isotácticos, incluyendo los cristalinos, de muy gran fluidez, para la preparación de concentrados de cargas utilizables en los termoplásticos de tipo olefínico.

50 Se sabe actualmente utilizar polímeros de porcentaje de cristalinidad superior a 50%, de tipo de polipropileno o de otra clase, para un contenido en cargas de mezcla maestra que puede alcanzar un 80%, pero estos productos son muy limitados en fluidez, con un índice de fluidez, también denominado MFI (Melt Flow Index) inferior a aproximadamente 200 g/10 min (190°C - 10 kg - 1,05 mm) según la norma NF T 51 - 620 modificada.

55 Según la norma NF T 51 - 620, el índice de fluidez, también denominado MFI en el resto de la solicitud, es la cantidad de polímero y/o copolímero, expresada en gramos por 10 minutos, que se escurre a una temperatura elegida dentro del intervalo limitado por temperaturas de reblandecimiento y de transformación bajo una carga dada normalizada (2,16 kg, 5 kg, 10 kg, 21,6 kg) a través de una hilera de diámetro determinado (2,09 mm a 2,10 mm) durante un tiempo medido.

60 En la presente solicitud, se aplica la norma NF T 51 - 620 modificada para un polipropileno, una hilera de diámetro igual a 1,05 mm y una temperatura de 190°C.

65 Las máquinas existentes están, por otra parte, adaptadas a este tipo de productos.

Se conoce igualmente el producto, descrito en la patente EP 0 203 017 que ha aportado una mejora notable. La mejora procede de una fluidez netamente más elevada, que es superior a un MFI de 200 g/10 min. (190°C - 10 kg -

ES 2 274 868 T3

1,05 mm), estando la concentración en carga centrada en aproximadamente 80 - 90% en la mezcla maestra y siendo el porcentaje de cristalinidad intencionadamente reducido entorno al 10%, es decir, un producto amorfo.

5 Se conoce igualmente el producto descrito en la patente WO 95/17441 ya antes mencionada, que presenta los inconvenientes de conducir a objetos plásticos carentes de rigidez, en razón de las propiedades aportadas por la resina empleada que es adhesiva y difícilmente manipulable.

10 Es estado reciente de la técnica (EP 0 203 017, WO 95/17441) sugiere, por lo tanto, al experto en esta materia que, para mejorar fuertemente la fluidez, lo que es un imperativo para los productos modernos, conservando la característica, igualmente esencial, de alta concentración en cargas en la mezcla maestra, conviene reducir, en gran medida, la cristalinidad.

Se ha ofrecido también (US 4.455.344) preparar granulados que contienen:

- 15 a) de 60 a 80 partes en peso de una carga minera de dimensión medida comprendida entre 0,05 y 100 μm
- b) de 5 a 35 partes en peso de una poliolefina cristalina de dimensión media comprendida entre 150 y 1000 μm
- 20 c) y de 5 a 35 partes en peso de un agente ligante que tiene un punto de fusión inferior en al menos 10°C al de la poliolefina cristalina.

Para llegar a obtener tales granulados, el procedimiento ofrecido por esta técnica anterior consiste en recubrir la poliolefina cristalina y/o las partículas de la carga mineral por medio de agente ligante que constituye un envoltente que asegura la adherencia de las partículas entre sí. Tal procedimiento no conduce a la obtención de una mezcla pastosa coherente, es decir, de la misma composición en la totalidad de la mezcla a la temperatura de realización sino a la obtención de aglomerados incoherentes, es decir, de composición generalmente diferente una de la otra y de dimensiones irregulares que traen consigo posteriormente una redispersión deficiente.

30 Ésta es, por otra parte, sin duda, la razón por la cual, en la técnica anterior, son comercializados productos amorfos. Tales productos completamente amorfos se obtienen con mayor facilidad recurriendo a copolímeros o terpolímeros, que plantean entonces, como algunos productos anteriores de muy pequeña cristalinidad, problemas de compatibilidad con las poliolefinas. Estas resinas son más fluidas en estado fundido y sus granulados o aglomerados se adhieren en estado de presentación en frío y obstaculizan, por lo tanto, considerablemente su manipulación y su dosificación.

35 Como se observará en la descripción dada a continuación, la invención ha llegado, por el contrario, a seleccionar polímeros de tipo polipropileno isotáctico, de fluidez elevada y superior o igual a un MFI de 200 g/10 min., medida según la norma modificada NF T 51 - 620 (190°C - 10 kg - 1,05 mm), preferentemente superior a 500 g/10 min, medido según la norma modificada NF T 51 - 620 (190°C - 10 kg - 1,05 mm) con un porcentaje de cristalinidad superior a un 20%, preferentemente comprendiendo entre el 30% y 90%, preferentemente entre el 50% y 85% y que conduce a una mezcla maestra de características a la vez notables y sorprendentes, es decir:

- 45 - que tiene un contenido en carga superior a 80%
- que posee una fluidez elevada, es decir de índice MIF superior o igual a 5 g/10 min (190°C - 5 kg - 2,09 mm) medido según la norma NF T 51 - 620, preferentemente superior o igual a 8 g/10 min (190°C - 5 kg - 2,09 mm) y
- 50 - que contiene al menos un polímero de polipropileno isotáctico que presenta un porcentaje de cristalinidad (denominado también índice de isotacticidad) superior a un 20%, preferentemente comprendido entre 30% y 90% y muy preferentemente comprendiendo entre 50% y 85% lo que es, por lo tanto, lo inverso de lo realizado en la técnica anterior.

55 Este índice de isotacticidad representa, para una temperatura superior a 140°C, una energía de fusión comprendida entre 40 J/g y 138 J/g tal como se describe por Kenji Kamide y Keiko Yamaguchi en "Dieléctrico Makromolekulare Chemie" (1972) tomo 162, página 222.

60 En efecto, este porcentaje de cristalinidad o índice de isotacticidad se determina, en toda la presente solicitud, mediante la aplicación de un procedimiento calorimétrico diferencial denominado procedimiento DSC (Differential Scanning Calorimetry) con la ayuda de un aparato DSC 20 de la sociedad Mettler - Toledo, que permite medir la energía de fusión de cada polímero y determinar el índice por comparación con el valor de 138 J/g que corresponde a un índice del 100%. Este procedimiento de determinación del porcentaje de cristalinidad, o índice de isotacticidad, será denominado procedimiento DSC a lo largo de toda la presente solicitud.

65 Además, estas mezclas maestras permiten controlar la dureza de los granos, propiedad hasta ahora difícil de obtener.

ES 2 274 868 T3

Otras características y ventajas de la invención se comprenderán mejor con la lectura de la descripción proporcionada a continuación.

Es conveniente señalar que en toda la presente solicitud, el término "polipropileno isotáctico" designará polipropilenos isotácticos que tienen un muy pequeño porcentaje, inevitable y conocido por el experto en esta materia de polímero o parte de polímero atáctico.

Estos polipropilenos isotácticos de gran fluidez están, por otra parte, preparados por procedimientos clásicos de polimerización (EP 0 523 717 o EP 0 600 461).

El experto en esta técnica comprenderá que estos polímeros sometidos a una degradación que hace intervenir una reacción radicalar, han de considerarse como equivalentes técnicos.

Están caracterizados por su fluidez o índice MFI, medido según la norma modificada NF T 51 - 620, que es superior o igual a 200 g/10 min (temperatura de 190°C, carga de 10 kg, hilera de 1,05 mm) y por su porcentaje de cristalinidad superior a un 30%, medido por el procedimiento DSC.

Una de las características de la invención es, por lo tanto, igualmente utilizar estos polipropilenos isotácticos obtenidos mediante polimerización directa. Esto representa una ventaja importante e incluso decisiva, porque esta técnica permite evitar los productos de reciclado o los subproductos de polimerización que suelen ser la causa de la degradación de las propiedades mecánicas finales y de las fluctuaciones de calidad difícilmente industrializables.

Otra ventaja fundamental de la invención es permitir al experto en esta materia, diseñar con un muy alto grado de libertad, exactamente el producto que necesita para la aplicación precisa considerada y/o para tener en cuenta los equipos industriales ya existentes. Esta facultad es ofrecida, como se verá a continuación, por la posibilidad de conservar las ventajas de la invención ajustando el grado de cristalinidad y de dureza.

La presente invención se refiere, por lo tanto, a un procedimiento para la preparación de mezclas maestras o concentrados de cargas minerales muy cargados en materias minerales, utilizables para cargar materias termoplásticas con la ayuda de dichos cargas minerales, utilizando polímeros o mezcla de polímeros como ligante, caracterizado porque dicho polímeros o mezcla de polímeros:

- comprenden al menos un polipropileno isotáctico de gran fluidez y
- tienen un porcentaje de cristalinidad normalmente denominado índice de isotacticidad superior a un 20%, preferentemente comprendiendo entre el 30% y 90% y muy preferentemente comprendido entre 50% y 85%, medido por el procedimiento DSC tal como fue anteriormente descrito.

Además, se precisará, para la buena comprensión de los términos utilizados, las definiciones relativas a la isotacticidad, a los polímeros atácticos y sindiotácticos.

De este modo, la isotacticidad caracteriza, en un polímero olefínico, la presencia de sustitutos en un solo lado del esqueleto carbonado de la molécula mientras que, por el contrario, un polímero atáctico tiene sus sustitutos distribuidos de manera aleatoria en los dos lados.

Un polímero sindiotáctico presenta en cuanto, a sí mismo, secuencias alternadas de sustitutos a cada lado. Estas nociones son completamente familiares para el experto en esta técnica, pero se le podrá remitir, no obstante, a la obra de química orgánica de Allinger - Cava - Johnson - De Jongh - Lebel - Stevens (McGraw - Hill) 25.4, Esteroquímica de los polímeros, polímeros sintéticos, Figura 25,1.

Además, se podrá hacer referencia para las generalidades en este campo, en particular a lo que se refiere a las TG (temperatura de transición vítrea) y los Tm (punto de fusión) en el artículo de Laboratoire des Hauts Polymères, Univ. Cath. De Louvain, Francia, abril 1990 y a las Técnicas del Ingeniero, monografías, polipropilenos, A 3 320.

Según una forma de realización preferida, la invención se caracteriza porque el porcentaje de cristalinidad del polímero o de dichas mezclas de polímeros está comprendida entre el 50% y el 85%, medida por el procedimiento DSC, tal como fue anteriormente descrito.

Según una forma de realización preferida, dicho ligante polímero o mezcla de polímeros que presenta un MFI superior o igual a 200 g/10 min, medido según la norma modificada NF T 51 - 620 (190°C - 10 kg - 1,05 mm), presenta un índice de fluidez superior a 500 g/10 min, medido según la norma modificada NF T 51 - 620 (190°C - 10 kg - 1,05 mm).

Según otra forma de realización particular, la invención se caracteriza porque dicho polímero es un polipropileno isotáctico.

Según otra forma de realización particular, la invención se caracteriza porque se utiliza una mezcla de al menos un polipropileno isotáctico y al menos otro polímero polefínico cristalino o amorfo.

ES 2 274 868 T3

Según otra forma de realización particular, la invención se caracteriza porque utiliza una mezcla de al menos un polipropileno isotáctico y al menos un polietileno.

5 Según otra forma de realización particular, la invención se caracteriza porque utiliza una mezcla de polipropileno isotáctico y de polímero olefínico cristalino como un polietileno.

10 Según otra forma de realización particular, la invención se caracteriza porque utiliza una mezcla de al menos un polipropileno isotáctico y al menos un polímero o copolímero o terpolímero olefínico amorfo o prácticamente amorfo. Se recordará que el término "copolímero" designa también polímeros obtenidos a partir de dos, tres, cuatro monómeros o más, de los que los terpolímeros no son más que un caso particular. Por el término "prácticamente amorfo" se designará polímeros o copolímeros cuyo grado de cristalinidad es muy pequeño, del orden de menos de 10% o más del 5%.

15 Según otra forma de realización particular, la invención se caracteriza porque se utiliza una mezcla de al menos un polipropileno isotáctico y al menos un polímero o copolímero olefínico atáctico o prácticamente atáctico.

Según otra forma de realización particular y no limitativa, la parte orgánica del concentrado de cargas, es decir la mezcla de polímeros que forman el ligante y ocasionalmente los aditivos usuales, está constituida por:

- 20 - del 30% al 100% de polipropileno isotáctico de muy gran fluidez, cuyo índice MFI medido según la norma modificada NF T 51 - 620 es superior o igual a 200 g/10 min (temperatura 190°C, carga 10 kg, hilera de 1,05 mm);
- 25 - de 0% al 70% de poliolefinas amorfas y/o cristalinas elegidas entre el polipropileno, el polietileno y los polímeros o copolímeros con base de monómeros etilénicos que contienen 2 a 6 átomos de carbono solos en mezcla;
- 30 - del 0% al 5% de aditivos tales como estabilizantes térmicos, antioxidantes, anti - UV, dispersantes, lubricantes, colorantes, plastificantes, antiestáticos, ignífugos, agentes de nucleación bien conocidos en la técnica anterior, agentes pasivos de los metales tales como, por ejemplo, los agentes cupropasivos y otros.

Según una forma de realización preferida, se utilizarán polipropilenos isotácticos preparados mediante polimerización directa.

35 La invención se refiere igualmente a las mezclas maestras obtenidas por dicho procedimiento.

40 Las mezclas maestras según la invención se caracterizan por que tienen un contenido en cargas minerales superior al 80% en peso, preferentemente del 80,5% al 95,0% y muy preferentemente, de 82,0% a 93,0%, porque poseen una fluidez o índice MFI superior o igual a 8 g/100 min (190°C - 5 kg - 2,9 mm) y porque contienen al menos un polímero de tipo polipropileno isotáctico que presenta un porcentaje de cristalinidad (denominado también índice de isotacticidad) superior a un 20%, preferentemente comprendiendo entre 30% y 90% y muy preferentemente comprendido entre 50% y 85%, medido por el procedimiento DSC tal como fue anteriormente descrito.

45 Según otra forma de realización particular, la invención se caracteriza porque los cargas minerales son elegidos entre los carbonatos tales como los carbonatos de calcio natural incluyendo las diferentes cretas, calcitas, mármoles o también entre los carbonatos sintéticos, tales como los carbonatos de calcio precipitados en diferentes fases de cristalización o también se seleccionan entre las sales mixtas de magnesio y de calcio, tales como las dolomías o también entre el carbonato de magnesio, el carbonato de zinc, la cal, la magnesia, el sulfato de bario tal como, en particular, la barita, el sulfato de calcio, la sílice, los silico-magnesianos tales como el talco, la wolastonita, las arcillas y otros compuestos silico -aluminosos tales como los caolines, la mica, los óxidos o hidróxidos de metales o elementos de alcalino térreos, tales como el hidróxido de magnesio, los óxidos de hierro, el óxido de zinc, la fibra o el polvo de vidrio, la fibra o el polvo de madera, los pigmentos minerales u orgánicos o la mezcla de estos compuestos tales como la mezcla de talco o de carbonato así como las mezclas de óxido de titanio y de carbonatos, mezclas efectuadas antes o después de la molienda de los minerales.

55 Estas cargas pueden ser ocasionalmente tratadas antes de su utilización por uno o varios agentes, en particular el ácido cetílico, el ácido esteárico, el ácido behénico, las mezclas de dichos ácidos con sus sales de calcio o de zinc, los fosfatos, los fosfonatos, los sulfatos y los sulfonatos orgánicos.

60 En una forma de realización todavía más particular, estas cargas son seleccionadas entre los carbonatos previamente tratados, o no, tales como los carbonatos de calcio natural, incluyendo las diferentes cretas, calcitas, mármoles o entre los carbonatos sintéticos, tales como los carbonatos de calcio precipitado o también entre el talco, el hidróxido de magnesio, la barita, el dióxido de titanio, la wolastonita o las dolomías y sus mezclas.

65 Ejemplos de naturaleza de cargas se describen de manera detallada en, por ejemplo la patente EP 0 203 017 o también ejemplos de forma y tamaño de partículas se precisan en, por ejemplo, la solicitud de patente WO 95/17441 y son, en cualquier caso, muy bien conocidos por el experto en esta técnica.

ES 2 274 868 T3

La invención se refiere igualmente a un procedimiento para preparar concentrados de cargas según la invención, caracterizado porque se efectúa una mezcla, en una o varias veces, de la masa de cargas y del polímero o de la mezcla de polímeros según la invención y porque el concentrado puede contener más del 80% en peso de cargas, en particular del 80% al 95% y muy preferentemente del 82% al 93%.

5

La invención se refiere también a un procedimiento para preparar materias termoplásticas con la ayuda de cargas minerales caracterizado porque se procede a la mezcla de dicha o dichas materias termoplásticas con una mezcla maestra también denominada concentrado de cargas preparado según la invención.

10 Estas materias termoplásticas utilizadas con la mezcla maestra, según la invención, son seleccionadas entre los polietilenos de baja densidad, lineales o ramificados o los polietilenos de baja densidad, los polipropilenos homopolímeros o los copolímeros, los poliisobutilenos y los copolímeros obtenidos en la polimerización de dos al menos de los co-monómeros de etileno, propileno e isobutileno, las poliolefinas modificadas por injerto, tales como las poliolefinas injertadas de anhídrido maleico o mediante copolimerización tales como las poliolefinas halogenadas, los polipropilenos modificados EPDM (etileno, propileno, dieno, monómero), los polipropilenos modificados SEBS (estireno, etileno, butileno, estireno) o también de dos al menos de los polímeros y copolímeros antes citados, en mezcla o también los cauchos o elastómeros naturales o sintéticos y termoplásticos, entre estos últimos, en particular, los cauchos SBR (caucho estireno - butadieno) o EPDM o SEBS termoplásticos.

15

20 Se podrá incorporar, según este procedimiento, aditivos usuales bien conocidos en esta técnica, adaptados a las aplicaciones finales.

Por último, la invención se refiere a las utilizaciones de estas mezclas maestras, ocasionalmente bajo forma de agregados o de granulados, para fabricar artículos industriales, en particular artículos industriales moldeados así como los objetos moldeados obtenidos.

25

Los modos de transformación de estas mezclas maestras pueden ser igualmente la extrusión y en particular, la extrusión de una película, de una película microporosa, de una vaina o de un tubo o de un perfilado, la extrusión por soplado, la extrusión de bandas estrechas o de hojas o también la extrusión por baño sobre papel u hoja metálica o también pueden ser la termoconformación, la inyección, el calandrado, la fabricación de hilos y de cables y otros modos conocidos de la técnica anterior.

30

El alcance y el interés de la invención serán mejor entendidos e ilustrados por los ejemplos no limitativos que se describen a continuación.

35

Ejemplo 1

Este ejemplo se refiere a la puesta en práctica de la sección de los polímeros según la invención, que permite la obtención de mezclas maestras que tienen un contenido en carga superior al 80%, que poseen una fluidez elevada, es decir, de un índice MFI superior o igual a 5 g/10 min (190°C - 5 kg - 2,09 mm) medido según la norma NF T 51 - 620 y que contienen al menos un polímero de tipo polipropileno isotáctico que presenta un porcentaje de cristalinidad denominado también índice de isotacticidad superior a un 20%, preferentemente comprendido entre el 30% y el 90% y muy preferentemente comprendido entre el 50% y el 85%, medido por el procedimiento DSC tal como se describió anteriormente.

45

Con este objeto, para cada uno de los ensayos números 1 a 15 se han preparado 600 gramos de concentrados de carga en un mezclador de brazos en Z de tipo GUTTARD, mediante mezcla de la resina seleccionada con la carga y los otros diversos aditivos añadidos simultáneamente, siendo la velocidad de la mezcla de 76 rpm y la temperatura de 180°C.

50

Habiendo sido las mezclas maestras realizadas en 45 minutos (salvo para el ensayo n° 1), se ha procedido a la medida de la fluidez es decir a la medida del índice de fluidez (MFI) de los diversos ensayos, según la norma NF T 51 - 620, a saber, mediante la utilización de un plastómetro ZWICK 4105 a una temperatura de 190°C, siendo la masa de empuje de 5 kg y teniendo la hilera un diámetro de 2,09 mm.

55

Ensayo n° 1

Este ensayo ilustra la técnica anterior y utiliza un copolímero isotáctico de pequeña fluidez en una composición que contiene:

60

- 80,5% en peso de una creta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;

- 19,5% en peso de polipropileno isotáctico no fluido, de índice MFI igual a 9,3 g/10 min (190°C, 10 kg, 1,05 mm) y comercializado bajo la referencia 3120 MN 1 por la sociedad Appryl.

65

Después de 75 minutos de mezcla, se ha obtenido una composición no homogénea de agregados y de polvo, siendo imposible la medida de la fluidez.

ES 2 274 868 T3

Ensayo n° 2

Este ensayo ilustra la técnica anterior y utiliza un polímero amorfo en una composición que contiene:

- 5 - 88,0% en peso de una creta de Champagne cuyo diámetro medio de 2 micrómetros;
- 11,2% en peso de copolímero olefínico, de índice MFI superior a 1150 g/10 min (190°C, 10 kg, 1,05 mm) y comercializado bajo la referencia Vestoplast 408 por la sociedad Degussa - Hüls;
- 10 - 0,8% en peso de un dispersante del tipo fosfato de alcohol graso comercializado por la sociedad Coatex bajo la denominado Coatex DOPP - 18.

El índice MFI obtenido tiene un valor de 21,0 g/10 min. medido en las condiciones antes citadas.

15 Ensayo n° 3

Este ensayo ilustra la técnica anterior y utiliza un polímero amorfo en una composición que contiene:

- 20 - 87,5% en peso de una creta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- 12,5% en peso de polipropileno atáctico resultado de la purificación de un polipropileno isotáctico, de índice MFI igual a 1150 g/10 min (190°C, 10 kg, 1,05 mm) y comercializado bajo la referencia Alphamin STH - L por la sociedad Alphamin.

- 25 El índice MFI obtenido tiene un valor comprendido entre 120 g/10 min y 400 g/10 min, medido en las condiciones antes citadas y en función de los lotes del polipropileno atáctico utilizado.

Ensayo n° 4

30 Este ensayo ilustra la técnica anterior y utiliza un polímero amorfo en una composición que contiene:

- 87,5% en peso de una creta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- 35 - 12,5% en peso de polipropileno amorfo, de índice MFI igual a 450 g/10 min (190°C, 10 kg, 1,05 mm) y comercializado por la sociedad Huntsman bajo la denominación Rexflex WL 125;

El índice MFI obtenido tiene un valor comprendido entre 10,0 g/10 min, medido en las condiciones antes citadas.

40 Ensayo n° 5

Este ensayo ilustra la invención y utiliza una composición que contiene:

- 87,5% en peso de una creta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- 45 - 12,45% en peso de polipropileno isotáctico de índice MFI igual a 970 g/10 min (temperatura 190°C, carga 10 kg, hilera de 1,05 mm) obtenido por la degradación peroxídica a 300°C durante 15 minutos, de una mezcla de 24,8% másica de VALTEC HH442H, comercializado por la sociedad Montell y de 75,2% másico de un polipropileno isotáctico de índice MFI igual a 757 g/10 min (temperatura 190°C, carga 10 kg, hilera de 1,05 mm)
- 50 - 0,05% en peso de un estabilizante térmico comercializado bajo la denominación de Irganox 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El índice MFI obtenido tiene un valor de 23,0 g/10 min y 400 g/10 min, medido en las condiciones antes citadas.

55 Ensayo n° 6

Este ensayo ilustra la invención y utiliza una composición que contiene:

- 60 - 87,5% en peso de una creta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- 12,45% en peso de polipropileno isotáctico de índice MFI igual a 535 g/10 min (temperatura 190°C, carga 10 kg, hilera de 1,05 mm) obtenido por la degradación peroxídica a 300°C durante 15 minutos, de una mezcla de 50% másica de VALTEC HH442H, comercializado por la sociedad Montell y de 50% másico de un polipropileno isotáctico de índice MFI igual a 757 g/10 min (temperatura 190°C, carga 10 kg, hilera de 1,05 mm)
- 65 - 0,05% en peso de un estabilizante térmico comercializado bajo la denominación de Irganox 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

ES 2 274 868 T3

El índice MFI obtenido tiene un valor de 30,0 g/10 min, medido en las condiciones antes citadas.

Ensayo nº 7

5 Este ensayo ilustra la invención y utiliza una composición que contiene:

- 87,5% en peso de una creta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;

10 - 12,45% en peso de polipropileno isotáctico de índice MFI igual a 535 g/10 min (temperatura 190°C, carga 10 kg, hilera de 1,05 mm)

- 0,05% en peso de un estabilizante térmico comercializado bajo la denominación de Irganox 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

15 El índice MFI obtenido tiene un valor de 11,5 g/10 min en las condiciones antes citadas.

Ensayo nº 8

Este ensayo ilustra la invención y utiliza una composición que contiene:

20 - 87,5% en peso de una creta de Champagne tratada por una mezcla de ácido esteárico - estearato de calcio de diámetro medio igual a 2 micrómetros;

25 - 12,45% en peso de polipropileno isotáctico de índice MFI igual a 635 g/10 min (temperatura 190°C, carga 10 kg, hilera de 1,05 mm)

- 0,05% en peso de un estabilizante térmico comercializado bajo la denominación de Irganox 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

30 El índice MFI obtenido tiene un valor de 16,4 g/10 min y 400 g/10 min, medido en las condiciones antes citadas.

Ensayo nº 9

Este ensayo ilustra la invención y utiliza una composición que contiene:

35 - 87,5% en peso de una creta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;

40 - 12,45% en peso de polipropileno isotáctico de índice MFI igual a 757 g/10 min (temperatura 190°C, carga 10 kg, hilera de 1,05 mm)

- 0,05% en peso de un estabilizante térmico comercializado bajo la denominación de Irganox 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

45 El índice MFI obtenido tiene un valor de 18,0 g/10 min medido en las condiciones antes citadas.

Ensayo nº 10

Este ensayo ilustra la invención y utiliza una composición que contiene:

50 - 87,5% en peso de una creta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;

- 11,55% en peso de polipropileno isotáctico de índice MFI igual a 757 g/10 min (temperatura 190°C, carga 10 kg, hilera de 1,05 mm)

55 - 0,90% en peso de un dispersante de tipo de fosfato de alcohol graso comercializado por la sociedad Coatex bajo la denominación COATEX DOPP - 18

- 0,05% en peso de un estabilizante térmico comercializado bajo la denominación de Irganox 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

60 El índice MFI obtenido tiene un valor de 32,0 g/10 min medido en las condiciones antes citadas.

Ensayo nº 11

65 Este ensayo ilustra la invención y utiliza una composición que contiene:

- 87,5% en peso de una creta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;

ES 2 274 868 T3

- 11,55% en peso de polipropileno isotáctico de índice MFI igual a 757 g/10 min (temperatura 190°C, carga 10 kg, hilera de 1,05 mm)

5 - 0,45% en peso de un dispersante de tipo de fosfato de alcohol graso comercializado por la sociedad Coatex bajo la denominación COATEX DOPP - 18

- 0,45% en peso de estearato de zinc;

10 - 0,05% en peso de un estabilizante térmico comercializado bajo la denominación de Irganox 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El índice MFI obtenido tiene un valor de 19,0 g/10 min medido en las condiciones antes citadas.

Ensayo n° 12

15

Este ensayo ilustra la invención y utiliza una composición que contiene:

- 87,5% en peso de una creta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;

20 - 10,0% en peso de polipropileno isotáctico de índice MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, hilera de 1,05 mm)

- 2,45% en peso de un polietileno de baja densidad comercializado por la sociedad Polimeri Europa bajo la denominación Riblene MV 10;

25

- 0,05% en peso de un estabilizante térmico comercializado bajo la denominación de Irganox 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El índice MFI obtenido tiene un valor de 26,2 g/10 min. medido en las condiciones antes citadas.

30

Ensayo n° 13

Este ensayo ilustra la invención y utiliza una composición que contiene:

35 - 87,5% en peso de una creta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;

- 12,45% en peso de polipropileno isotáctico de índice MFI igual a 295 g/10 min (temperatura 190°C, carga 10 kg, hilera de 1,05 mm) comercializado bajo la denominación de Aldrich 800 por la sociedad Aldrich;

40 - 0,05% en peso de un estabilizante térmico comercializado bajo la denominación de Irganox 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El índice MFI obtenido tiene un valor de 8,4 g/10 min. medido en las condiciones antes citadas.

45

Ensayo n° 14

Este ensayo ilustra la invención y utiliza una composición que contiene:

- 87,5% en peso de una creta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;

50

- 12,45% en peso de polipropileno isotáctico de índice MFI igual a 1038 g/10 min (temperatura 190°C, carga 10 kg, hilera de 1,05 mm)

55 - 0,05% en peso de un estabilizante térmico comercializado bajo la denominación de Irganox 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El índice MFI obtenido tiene un valor de 25,2 g/10 min. medido en las condiciones antes citadas.

Ensayo n° 15

60

Este ensayo ilustra la invención y utiliza una composición que contiene:

- 87,5% en peso de una creta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;

65 - 12,45% en peso de polipropileno isotáctico de índice MFI igual a 200 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, hilera de 1,05 mm)

ES 2 274 868 T3

- 0,05% en peso de un estabilizante térmico comercializado bajo la denominación de Irganox 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El índice MFI obtenido tiene un valor de 5,0 g/10 min. medido en las condiciones antes citadas.

Una vez efectuados todos estos ensayos y estas medidas de fluidez se procede a la medida del índice de isotacticidad según el procedimiento DSC antes citado.

Los diferentes resultados obtenidos se recopilan en la tabla 1 siguiente.

	Ensayo nº	% en peso de carga mineral en mezcla maestra	% en peso de polipropileno isotáctico en mezcla maestra	MFI (g / 10 min) del polipropileno isotáctico (190° C / 10 kg / 10,5 mm)	MFI (g / 10 min) en mezcla maestra (190° C / 5 kg / 2,09 mm)	Porcentaje de cristalinidad o índice de isotacticidad del polipropileno isotáctico fluido
Técnica anterior	1	80,5	19,5	9,3	Medición imposible	53,2
Técnica anterior	2	88,0	0	-	21,0	0
Técnica anterior	3	87,5	0	-	120 - 400	0
Técnica anterior	4	87,5	0	450	10,0	11,4
Invencción	5	87,5	12,45	970	23,0	68,0
Invencción	6	87,5	12,45	1150	30,0	74,6
Invencción	7	87,5	12,45	535	11,5	68,2
Invencción	8	87,5	12,45	632	16,4	43,5
Invencción	9	87,5	12,45	757	18,0	65,0
Invencción	10	87,5	11,55	757	32,0	65,0
Invencción	11	87,5	11,55	757	19,0	65,0
Invencción	12	87,5	10,0	840	26,2	61,6
Invencción	13	87,5	12,45	295	8,4	68,5
Invencción	14	87,5	12,45	1038	25,2	77,4
Invencción	15	87,5	12,45	200	5,0	74,2

La lectura de la tabla 1 permite constatar que la selección de polipropileno isotáctico, de fluidez elevada y superior o igual a un MFI de 200 g/10 min, medido según la norma modificada NF T 51 - 620 (190°C - 10 kg - 1,05 mm), preferentemente superior a 500 g/10 min, medido según la norma modificada NF T 51 - 620 (190°C - 10 kg - 1,05 mm), con un porcentaje de cristalinidad superior a un 20%, preferentemente comprendido entre 30% y 90%, muy preferentemente entre el 50% y el 85%, que permite la obtención de mezclas maestras que tienen un contenido en carga igual o superior al 80% y que poseen una fluidez elevada, es decir de MFI superior o igual a 5 g/10 min (190°C - 5 kg - 2,09 mm) medido según la norma NF T 51 - 620 y que contienen al menos un polímero de tipo polipropileno isotáctico que presenta un porcentaje de cristalinidad (denominado también índice de isotacticidad) superior a un 20%, preferentemente comprendido entre el 30% y 90% y muy preferentemente comprendido entre el 50% y el 85%, medido por el procedimiento DSC tal como se describió anteriormente.

Ejemplo 2

Este ejemplo se refiere a la utilización, según la invención, de diferentes cargas minerales que permiten la obtención de mezclas maestras que tienen un contenido en carga superior al 80%, que poseen una fluidez elevada, es decir, de un índice MFI superior o igual a 5 g/10 min. (190°C - 5 kg - 2,09 mm) medido según la norma NF T 51 - 620 y que contienen al menos un polímero de tipo polipropileno isotáctico que presenta un porcentaje de cristalinidad (denominado también índice de isotacticidad) superior a un 20%, preferentemente comprendido entre el 30% y el 90% y muy preferentemente comprendido entre el 50% y el 85%, medido por el procedimiento DSC tal como se describió anteriormente.

Con este objeto, para cada uno de los ensayos números 16 a 24, se han preparado 600 g de concentrados de carga en un mezclador de brazos en Z de tipo GUTTARD, mediante mezcla de la resina seleccionada con la carga y los otros diversos aditivos añadidos simultáneamente, siendo la velocidad de la mezcla de 76 revoluciones por minuto y la temperatura de 180°C.

Habiendo sido las mezclas maestras realizadas en 45 minutos, se ha procedido a la medida de la fluidez, es decir a la medida del índice de fluidez (MFI) de los diversos ensayos, según la norma NF T 51 - 620, a saber, mediante la utilización de un plastómetro ZWICK 4105 a una temperatura de 190°C, siendo la masa de empuje de 5 kg y teniendo la hilera un diámetro de 2,09 mm.

ES 2 274 868 T3

Ensayo nº 16

Este ensayo ilustra la invención y utiliza una composición que contiene:

- 5 - 41,5% en peso de una creta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrometros;
- 41,5% en peso de un talco de granulometría tal que un 41% de las partículas tienen un diámetro inferior a 5 micrometros;
- 10 - 15,9% en peso de un polipropileno isotáctico de MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190°C - carga 10 kg, hileras de 1,05 mm)
- 1,0% en peso de estearato de zinc;
- 15 - 0,1% en peso de un estabilizante térmico comercializado bajo la denominación de Irganox 1010 por la sociedad Ciba-Geigy

El índice MFI obtenido tiene un valor de 10,6 g/10 min. medido en las condiciones antes citadas.

20 Ensayo nº 17

Este ensayo ilustra la invención y utiliza una composición que contiene:

- 25 - 64,25% en peso de una creta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- 21,25% en peso de un talco de granulometría tal que un 41% de las partículas tienen un diámetro inferior a 5 micrómetros;
- 30 - 19,9% en peso de un polipropileno isotáctico de MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190°C - carga 10 kg, hileras de 1,05 mm)
- 0,50% en peso de un dispersante de tipo fosfato de alcohol graso comercializado por la sociedad Coatex bajo la denominación COATEX DOOP - 18;
- 35 - 0,1% en peso de un estabilizante térmico comercializado bajo la denominación de Irganox 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El índice MFI obtenido tiene un valor de 20,7 g/10 min. medido en las condiciones antes citadas.

40 Ensayo nº 18

Este ensayo ilustra la invención y utiliza una composición que contiene:

- 45 - 75,0% en peso de una creta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- 13,0% en peso de un hidróxido de magnesio comercial de diámetro 1,4 - 1,8 micrómetros;
- 8,9% en peso de un polipropileno isotáctico de MFI igual a 840 g/10 min (temperatura 190°C - carga 10 kg, hileras de 1,05 mm) y 2,0% en peso de un copolímero de polipropileno de grado 100 comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Monplen EP - N 31 MA;
- 50 - 1,0% en peso de cera comercializada por la sociedad Allied Signal bajo la referencia PE AC6
- 55 - 0,1% en peso de un estabilizante térmico comercializado bajo la denominación de Irganox 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El índice MFI obtenido tiene un valor de 14,5 g/10 min medido en las condiciones antes citadas.

60 Ensayo nº 19

Este ensayo ilustra la invención y utiliza una composición que contiene:

- 87,0% en peso de una calcita cuyo diámetro medio es de 1,8 micrómetros;
- 65 - 9,9% en peso de un polipropileno isotáctico de MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190°C - carga 10 kg, hileras de 1,05 mm) y 1,5% en peso de un copolímero de polipropileno de grado 100 comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Monplen EP - N 31 MA;

ES 2 274 868 T3

- 1,5% en peso de estearato de zinc;

- 0,1% en peso de un estabilizante térmico comercializado bajo la denominación de Irganox 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

5 El índice MFI obtenido tiene un valor de 10,8 g/10 min. medido en las condiciones antes citadas.

Ensayo nº 20

10 Este ensayo ilustra la invención y utiliza una composición que contiene:

- 41,0% en peso de una creta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;

- 41,0% en peso de una dolomía de diámetro medio igual a 3 micrómetros;

15 - 17,9% en peso de un polipropileno isotáctico de MFI igual a 238 g/10 min. (temperatura 190°C - carga 10 kg, hileras de 1,05 mm)

20 - 0,1% en peso de un estabilizante térmico comercializado bajo la denominación de Irganox 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El índice MFI obtenido tiene un valor de 95,5 g/10 min. medido en las condiciones antes citadas.

Ensayo nº 21

25 Este ensayo ilustra la invención y utiliza una composición que contiene:

- 81,0% en peso de mármol de diámetro medio igual a 5 micrómetros;

30 - 5,0% de un carbonato de calcio precipitado comercializado por la sociedad Schäfer - Kalk bajo la denominación Precarb 400;

35 - 10,6% en peso de un polipropileno isotáctico de MFI igual a 757 g/10 min. (temperatura 190°C - carga 10 kg, hileras de 1,05 mm) y 2,0% en peso de un copolímero de polipropileno de grado 100 comercializado por la sociedad Polimeri Europa bajo la denominación Riblene MV 10;

- 0,5% en peso de un dispersante de tipo fosfato de alcohol graso comercializado por la sociedad Coatex bajo la denominación COATEX DOPP - 18

40 - 0,8% en peso de estearato de zinc;

- 0,1% en peso de un estabilizante térmico comercializado bajo la denominación de Irganox 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

45 El índice MFI obtenido tiene un valor de 48,2 g/10 min. medido en las condiciones antes citadas.

Ensayo nº 22

Este ensayo ilustra la invención y utiliza una composición que contiene:

50 - 32,8% en peso de una creta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;

- 60,2% en peso de barita de diámetro igual a 5 micrómetros;

55 - 4,6% en peso de un polipropileno isotáctico de MFI igual a 757 g/10 min. (temperatura 190°C - carga 10 kg, hileras de 1,05 mm) y 0,5% en peso de un copolímero de polipropileno de grado 100 comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Monplen EP - N 31 MA;

60 - 0,9% en peso de un dispersante de tipo fosfato de alcohol graso comercializado por la sociedad Coatex bajo la denominación COATEX DOPP - 18

- 0,9% en peso de estearato de zinc;

65 - 0,1% en peso de un estabilizante térmico comercializado bajo la denominación de Irganox 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El índice MFI obtenido tiene un valor de 26,0 g/10 min. medido en las condiciones antes citadas.

ES 2 274 868 T3

Ensayo nº 23

Este ensayo ilustra la invención y utiliza una composición que contiene:

- 5 - 42,0% en peso de una creta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- 43,0% en peso de dióxido de titanio (rutilo) tratado vendido bajo la denominación RL 90;
- 10 - 7,3% en peso de un polipropileno isotáctico de MFI igual a 757 g/10 min (temperatura 190°C - carga 10 kg, hileras de 1,05 mm) y 6,7% en peso de un polietileno de baja densidad comercializado por la sociedad Polimeri Europa bajo la denominación Riblene MV 10
- 0,9 en peso de estearato de zinc;
- 15 - 0,1% en peso de un estabilizante térmico comercializado bajo la denominación de Irganox 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El índice MFI obtenido tiene un valor de 149,0 g/10 min medido en las condiciones antes citadas.

20 Ensayo nº 24

Este ensayo ilustra la invención y utiliza una composición que contiene:

- 25 - 19,2% en peso de una creta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- 60,5% en peso de barita de diámetro igual a 5 micrómetros;
- 11,5% en peso de wolastonita tratada de longitud media de fibras igual a 90 micrómetros;
- 30 - 6,1% en peso de un polipropileno isotáctico de MFI igual a 757 g/10 min (temperatura 190°C - carga 10 kg, hileras de 1,05 mm) y 1,7% en peso de un copolímero de polipropileno de grado 100 comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Monplen EP - N 31 MA;
- 35 - 0,9% en peso de un dispersante de tipo fosfato de alcohol graso comercializado por la sociedad Coatex bajo la denominación COATEX DOPP - 18
- 0,9% en peso de estearato de zinc;
- 40 - 0,1% en peso de un estabilizante térmico comercializado bajo la denominación de Irganox 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El índice MFI obtenido tiene un valor de 146,0 g/10 min medido en las condiciones antes citadas.

45 Ensayo nº 25

Este ensayo ilustra la invención y utiliza una composición que contiene:

- 50 - 75,0% en peso de una creta de Champagne simplemente tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- 50 - 12,0% en peso seco de una suspensión acuosa al 62,2% en peso seco de una creta de Champagne no tratada que no contiene dispersante acrílico y de diámetro medio igual a 1 micrómetro;
- 55 - 13,0% en peso de un polipropileno isotáctico de MFI igual a 840 g/10 min (temperatura 190°C - carga 10 kg, hileras de 1,05 mm).

El índice MFI obtenido tiene un valor de 12,0 g/10 min medido en las condiciones antes citadas. Los diferentes resultados obtenidos se recombinan en la tabla 2 siguiente.

60

65

ES 2 274 868 T3

	Ensayo n°	Tipo de carga mineral	% en peso de carga mineral en mezcla maestra	% en peso de polipropileno isotáctico en mezcla maestra	MFI (g / 10 min) del polipropileno isotáctico (190° C / 10 kg / 10,5 mm)	MFI (g / 10 min) en mezcla maestra (190° C / 5 kg / 2,09 mm)	Porcentaje de cristalinidad o índice de isotacticidad del polipropileno isotáctico fluido	
5	Invencción	16	Creta-talco	41,5 - 41,5	15,9	840	10,6	61,6
10	Invencción	17	Creta-talco	64,25 - 21,25	13,9	840	20,7	61,6
15	Invencción	18	Creta - hidróxido de magnesio	75,0 - 13,0	8,9	840	14,5	61,6
	Invencción	19	Calcita	87,0	9,9	840	10,8	61,6
	Invencción	20	Creta - dolomía	41,0 - 41,0	17,9	238	95,5	35,0
20	Invencción	21	Mármol - carbonato de calcio precipitado	81,0 - 5,0	10,6	757	48,2	65,0
	Invencción	22	Creta - barita	32,8 - 60,2	4,6	757	26,0	65,0
25	Invencción	23	Creta - dióxido de titanio	42,0 - 43,0	7,3	757	149,0	65,0

La lectura de la tabla 2 permite constatar que la selección de polipropileno isotáctico, de fluidez elevada y superior o igual a un MFI de 200 g/10 min, medido según la norma modificada NF T 51 - 620 (190°C - 10 kg - 1,05 mm), preferentemente superior a 500 g/10 min, medido según la norma modificada NF T 51 - 620 (190°C - 10 kg - 1,05 mm), con un porcentaje de cristalinidad superior a un 20%, preferentemente comprendido entre 30% y 90%, muy preferentemente entre el 50% y el 85%, que permite la obtención de mezclas maestras que tienen diferentes cargas minerales y con un contenido en carga igual o superior al 80% y que poseen una fluidez elevada, es decir de MFI superior o igual a 5 g/10 min (190°C - 5 kg - 2,09 mm) medido según la norma NF T 51 - 620 y que contienen al menos un polímero de tipo polipropileno isotáctico que presenta un porcentaje de cristalinidad (denominado también índice de isotacticidad) superior a un 20%, preferentemente comprendido entre el 30% y 90% y muy preferentemente comprendido entre el 50% y el 85%, medido por el procedimiento DSC tal como se describió anteriormente.

Además, puede observarse que el acoplamiento del polipropileno isotáctico de gran fluidez con uno o varios polímeros permite:

- una regulación de la fluidez del concentrado de carga con el objeto de realizar mezclas con cargas de diferentes naturalezas y con características muy distintas unas respecto a las otras, tales como, en particular, la granulometría y adaptarse la fórmula al procedimiento
- aumentar la compatibilidad del concentrado de carga con el medio en el cual debe dispersarse
- obtener una fórmula menos onerosa
- una regulación de la dureza de los concentrados.

Ejemplo 3

Este ejemplo se refiere a la redispersión de mezclas maestras en diferentes poliolefinas.

Con este objeto y para cada uno de los ensayos 26 a 53, se efectúa la extrusión de una cinta de espesor de 3 mm a través de hilera plana, por medio de una extrusora monotornillo Torey, cuyos tornillos poseen un diámetro D de 25 mm, una longitud igual a 15 D, mientras que la hilera tiene una longitud de 16 mm y una altura de 2,5 mm. La velocidad de rotación del tornillo es de 50 rpm, siendo la tasa de compresión de 3 y la temperatura de extrusión de 170°C para el polietileno y de 210°C para el polipropileno copolímero u homopolímero.

Esta extrusión se efectúa, mediante la alimentación sucesiva de la extrusora con la poliolefina de redispersión virgen que sirve de testigo y mediante las mezclas constituidas por la misma poliolefina y mezclas maestras, según la invención a ensayar de manera que se incorpore un 20% en peso de carga respecto a la masa total.

El examen con lupa binocular de aumento 50 de cada una de las dispersiones efectuadas, ha permitido registrar de 1 a 6 el aspecto visual de la dispersión con el valor 1 cuando no hay dispersión, y el valor 6 cuando hay una muy buena

ES 2 274 868 T3

dispersión es decir, cuando no existen puntos negros que corresponden a la poliolefina degradada y puntos blancos que corresponden a la carga.

Los resultados son los siguientes:

5

Ensayo n° 26

Este ensayo ilustra la invención y utiliza la mezcla maestra según la invención del ensayo n° 5 y la resina de polipropileno homopolímero, comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Montell TM 1600 K. El valor 6 es atribuido a la dispersión.

10

Ensayo n° 27

Este ensayo ilustra la invención y utiliza la mezcla maestra según la invención del ensayo n° 6 y la resina de polipropileno homopolímero, comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Montell TM 1600 K. El valor 6 es atribuido a la dispersión.

15

Ensayo n° 28

Este ensayo ilustra la invención y utiliza la mezcla maestra según la invención del ensayo n° 7 y la resina de polipropileno homopolímero, comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Montell TM 1600 K. El valor 6 es atribuido a la dispersión.

20

Ensayo n° 29

Este ensayo ilustra la invención y utiliza la mezcla maestra según la invención del ensayo n° 8 y la resina de polipropileno homopolímero, comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Montell TM 1600 K. El valor 6 es atribuido a la dispersión.

25

Ensayo n° 30

Este ensayo ilustra la invención y utiliza la mezcla maestra según la invención del ensayo n° 9 y la resina de polipropileno homopolímero, comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Montell TM 1600 K. El valor 6 es atribuido a la dispersión.

30

Ensayo n° 31

Este ensayo ilustra la invención y utiliza la mezcla maestra según la invención del ensayo n° 10 y la resina de polipropileno homopolímero, comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Montell TM 1600 K. El valor 6 es atribuido a la dispersión.

35

Ensayo n° 32

Este ensayo ilustra la invención y utiliza la mezcla maestra según la invención del ensayo n° 11 y la resina de polipropileno homopolímero, comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Montell TM 1600 K. El valor 6 es atribuido a la dispersión.

45

Ensayo n° 33

Este ensayo ilustra la invención y utiliza la mezcla maestra según la invención del ensayo n° 12 y la resina de polipropileno homopolímero, comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Montell TM 1600 K. El valor 6 es atribuido a la dispersión.

50

Ensayo n° 34

Este ensayo ilustra la invención y utiliza la mezcla maestra según la invención del ensayo n° 13 y la resina de polipropileno homopolímero, comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Montell TM 1600 K. El valor 6 es atribuido a la dispersión.

55

Ensayo n° 35

Este ensayo ilustra la invención y utiliza la mezcla maestra según la invención del ensayo n° 14 y la resina de polipropileno homopolímero, comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Montell TM 1600 K. El valor 6 es atribuido a la dispersión.

60

65

ES 2 274 868 T3

Ensayo nº 36

Este ensayo ilustra la invención y utiliza la mezcla maestra según la invención del ensayo nº 15 y la resina de polipropileno homopolímero, comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Montell TM 1600 K. El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Ensayo nº 37

Este ensayo ilustra la invención y utiliza la mezcla maestra según la invención del ensayo nº 16 y la resina de polipropileno homopolímero, comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Montell TM 1600 K. El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Ensayo nº 38

Este ensayo ilustra la invención y utiliza la mezcla maestra según la invención del ensayo nº 17 y la resina de polipropileno homopolímero, comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Montell TM 1600 K. El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Ensayo nº 39

Este ensayo ilustra la invención y utiliza la mezcla maestra según la invención del ensayo nº 18 y la resina de polipropileno homopolímero, comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Montell TM 1600 K. El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Ensayo nº 40

Este ensayo ilustra la invención y utiliza la mezcla maestra según la invención del ensayo nº 19 y la resina de polipropileno homopolímero, comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Montell TM 1600 K. El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Ensayo nº 41

Este ensayo ilustra la invención y utiliza la mezcla maestra según la invención del ensayo nº 20 y la resina de polipropileno homopolímero, comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Montell TM 1600 K. El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Ensayo nº 42

Este ensayo ilustra la invención y utiliza la mezcla maestra según la invención del ensayo nº 21 y la resina de polipropileno homopolímero, comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Montell TM 1600 K. El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Ensayo nº 43

Este ensayo ilustra la invención y utiliza la mezcla maestra según la invención del ensayo nº 22 y la resina de polipropileno homopolímero, comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Montell TM 1600 K. El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Ensayo nº 44

Este ensayo ilustra la invención y utiliza la mezcla maestra según la invención del ensayo nº 23 y la resina de polipropileno homopolímero, comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Montell TM 1600 K. El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Ensayo nº 45

Este ensayo ilustra la invención y utiliza la mezcla maestra según la invención del ensayo nº 24 y la resina de polipropileno homopolímero, comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Montell TM 1600 K. El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Ensayo nº 46

Este ensayo ilustra la invención y utiliza la resina de polipropileno copolímero, comercializada por la sociedad Appryl bajo la denominación Appryl 3120 MN 1 y una composición según la invención que contiene:

- 87% en peso de una cresta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;

ES 2 274 868 T3

- 9,1% en peso de polipropileno amorfo, de índice MFI igual a 450 g/10 min. (temperatura 190°C - carga 10 kg, hileras de 1,05 mm), comercializada por la sociedad Huntsman bajo la denominación Rexflex WL 125;

5 - 3,9% en peso de un polipropileno isotáctico de índice MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, hilera de 1,05 mm).

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Ensayo n° 47

10

Este ensayo ilustra la invención y utiliza la mezcla maestra según la invención del ensayo n° 14 y la resina de polipropileno homopolímero, comercializado por la sociedad Appryl bajo la denominación Appryl 3120 MN1. El valor 6 es atribuido a la dispersión.

15 Ensayo n° 48

Este ensayo ilustra la invención y utiliza la mezcla maestra según la invención del ensayo n° 14 y la resina de polietileno de alta densidad, comercializada por la sociedad Plüss-Staufer, bajo la denominación Hostalen GD 7225. El valor 6 es atribuido a la dispersión.

20

Ensayo n° 49

Este ensayo ilustra la invención y utiliza la mezcla maestra según la invención del ensayo n° 12 y la resina de polietileno de alta densidad, comercializada por la sociedad Plüss-Staufer, bajo la denominación Hostalen GD 7225. El valor 6 es atribuido a la dispersión.

25

Ensayo n° 50

Este ensayo ilustra la invención y utiliza la resina de polietileno de alta densidad comercializada por la sociedad Plüss-Staufer, bajo la denominación Hostalen GD 7225 y la mezcla maestra según la invención de composición:

30

- 87,0% en peso de una cresta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;

- 10,0% en peso de un polipropileno isotáctico, de índice MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190°C

35

- carga 10 kg, hileras de 1,05 mm) y 3,0% en peso de un copolímero polipropileno de grado 100 comercializada por la sociedad Montell bajo la denominación Moplen EP - N 31 MA.

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

40

Ensayo n° 51

Este ensayo ilustra la invención y utiliza la resina de polietileno de alta densidad comercializada por la sociedad Plüss-Staufer, bajo la denominación Hostalen GD 7225 y la mezcla maestra según la invención de composición:

45

- 86,0% en peso de una cresta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;

- 7,5% en peso de un polipropileno isotáctico, de índice MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190°C - carga 10 kg, hileras de 1,05 mm) y 6,5% en peso de un copolímero polipropileno de grado 100 comercializada por la sociedad Montell bajo la denominación Moplen EP - N 31 MA.

50

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Ensayo n° 52

55

Este ensayo ilustra la invención y utiliza la resina de polietileno de baja densidad comercializada por la sociedad BASF, bajo la denominación Lupolene 2420 H y la mezcla maestra según la invención de composición:

- 87% en peso de una cresta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;

60

- 9,1% en peso de polipropileno amorfo, de índice MFI igual a 450 g/10 min. (temperatura 190°C - carga 10 kg, hileras de 1,05 mm) comercializado por la sociedad Huntsman bajo la denominación Rexflex WL 125

- 3,9% en peso de un polipropileno isotáctico de índice MFI igual a 840 g/10 min (temperatura 190°C, carga 10 kg, hilera de 1,05 mm).

65

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

ES 2 274 868 T3

Ensayo n° 53

Este ensayo ilustra la invención y la utilización de la mezcla maestra, según la invención, del ensayo n° 14 y de la resina de polietileno de baja densidad, comercializada por la sociedad BASF bajo la denominación Lupolene 2420 H.

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

La lectura de todos estos resultados permite constatar que la selección de polipropileno isotáctico de fluidez elevada y superior o igual a 200 g/10 min., como fue anteriormente medida, permite obtener una excelente redispersión cualesquiera que sea la resina de redispersión o la carga constitutiva de la mezcla maestra.

Ejemplo 4

Este ejemplo se refiere a las propiedades mecánicas de diversas mezclas maestras según la invención y realizadas a escala industrial.

Con este objeto y para cada uno de los ensayos números 54 a 65, probetas realizadas mediante inyección son sometidas a ensayos de propiedades mecánicas.

Con este objeto, se realiza probetas normalizadas (ISO 1873 - 2: 1989) por medio de una prensa Nestal Neomat 170/90 controlada por un microprocesador con una fuerza de cierre de 900 kN, un diámetro de tornillo de 32 mm y una relación de longitud/diámetro de 18,8.

Los principales parámetros de ajuste de la prensa son los siguientes:

- la temperatura de la materia está comprendida entre 200°C y 240°C según el polímero o copolímero de dispersión utilizado

- la temperatura del molde es de 40°C

- la temperatura del conducto varía entre 180°C y 240°C según el polímero o copolímero de dispersión utilizado

- la velocidad de inyección máxima es de 200 m/s

- la presión de inyección es de 100 bares

- la duración del ciclo es del orden de 62 segundos que comprende, un tiempo de refrigeración de 30 segundos, un tiempo de inyección de 2 segundos, un tiempo de mantenimiento de 25 segundos y por último, un tiempo entre dos ciclos de 5 segundos.

La prensa es alimentada sucesivamente con polímeros o copolímeros solos, que sirven de testigo y por mezclas de los mismos polímeros o copolímeros en los cuales se han introducido la mezcla maestra según la invención y realizados, bajo la forma de granulados con un caudal de 155 kg/h, mediante la adición de los diferentes constituyentes en un mezclador continuo de doble tornillo terminado con una extrusora monotornillo a la salida de la cual está adaptado un granulador.

Los ensayos de propiedades mecánicas efectuados son la determinación del módulo de elasticidad en flexión de 4 puntos. según la norma DIN 53457 y la determinación de choque Charpy a 23°C según la norma DIN 53453.

Ensayo n° 54

Este ensayo ilustra la técnica anterior y utiliza una dispersión que contiene un 60% en peso de la resina de polietileno de alta densidad, comercialidad por la sociedad Plüss-Stauffer bajo la denominación Hostalen GD 7225, y un 40% en peso de la mezcla maestra del ensayo n° 2 de la técnica anterior.

Los resultados obtenidos son iguales a 799 N/mm² para el módulo de elasticidad en flexión de cuatro puntos según la norma DIN 53457, y 3,4 kJ/m² para el choque Charpy a 23°C según la norma DIN 53453.

Ensayo n° 55

Este ensayo ilustra la invención y utiliza una dispersión que contiene un 60% en peso de la resina de polietileno de alta densidad, comercialidad por la sociedad Plüss-Stauffer bajo la denominación Hostalen GD 7225, y un 40% en peso de la mezcla maestra según la invención de composición:

- 87,0% en peso de una cresta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;

ES 2 274 868 T3

- 10,0% en peso de polipropileno amorfo, de índice MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190°C - carga 10 kg, hileras de 1,05 mm) y un 3,0% en peso de un copolímero de polipropileno de grado 100, comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Moplen EP - N 31 MA.

- 5 Los resultados obtenidos son iguales a 1363 N/mm² para el módulo de elasticidad en flexión de cuatro puntos según la norma DIN 53457, y 3,4 kJ/m² para el choque Charpy a 23°C según la norma DIN 53453.

Ensayo n° 56

- 10 Este ensayo ilustra la invención y utiliza una dispersión que contiene un 60% en peso de la resina de polietileno de alta densidad comercialidad por la sociedad Plüss-Stauffer, bajo la denominación Hostalen GD 7225, y un 40% en peso de la mezcla maestra según la invención de composición:

15 - 87,0% en peso de una cresta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;

- 8,5% en peso de polipropileno amorfo, de índice MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190°C - carga 10 kg, hileras de 1,05 mm) y un 4,5% en peso de un copolímero de polipropileno de grado 100, comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Moplen EP - N 31 MA.

- 20 Los resultados obtenidos son iguales a 1333 N/mm² para el módulo de elasticidad en flexión de cuatro puntos, según la norma DIN 53457, y 3,4 kJ/m² para el choque Charpy a 23°C según la norma DIN 53453.

Ensayo n° 57

- 25 Este ensayo ilustra la invención y utiliza una dispersión que contiene un 60% en peso de la resina de polietileno de alta densidad comercialidad por la sociedad Plüss-Stauffer, bajo la denominación Hostalen GD 7225, y un 40% en peso de la mezcla maestra según la invención de composición:

30 - 87,0% en peso de una cresta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;

- 7,0% en peso de polipropileno amorfo, de índice MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190°C - carga 10 kg, hileras de 1,05 mm) y un 6,0% en peso de un copolímero de polipropileno de grado 100, comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Moplen EP - N 31 MA. Los resultados obtenidos son iguales a 1309 N/mm² para el módulo de elasticidad en flexión de cuatro puntos, según la norma DIN 53457, y 3,4 kJ/m² para el choque Charpy a 23°C según la norma DIN 53453.

Ensayo n° 58

- 40 Este ensayo ilustra un testigo para el cual las propiedades mecánicas son medidas en la resina virgen, a saber, la resina de polipropileno homopolímero comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Montell TM 1600 K. Los resultados obtenidos son iguales a 914 N/m² para el módulo de elasticidad en flexión de cuatro puntos según la norma DIN 53457, y 3,0 kJ/m² para el choque Charpy a 23°C según la norma DIN 53453.

Ensayo n° 59

- 45 Este ensayo ilustra la técnica anterior y utiliza una dispersión que contiene un 60% en peso de la resina de polipropileno homopolímero, comercializada por la sociedad Montell bajo la denominación Montell TM 1600 K, y un 40% en peso de la mezcla maestra del ensayo n° 2 de la técnica anterior. Los resultados obtenidos son iguales a 1446 N/mm² para el módulo de elasticidad en flexión de cuatro puntos, según la norma DIN 53457, y 3,0 kJ/m² para el choque Charpy a 23°C según la norma DIN 53453.

Ensayo n° 60

- 55 Este ensayo ilustra la invención y utiliza una dispersión que contiene un 60% en peso de la resina de polipropileno homopolímero, comercializada por la sociedad Montell bajo la denominación Montell TM 1600 K, y un 40% en peso de la mezcla maestra según la invención, de composición:

- 87,0% en peso de una cresta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;

60 - 10,0% en peso de polipropileno amorfo, de índice MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190°C - carga 10 kg, hileras de 1,05 mm) y un 3,0% en peso de un copolímero de polipropileno de grado 100, comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Moplen EP - N 31 MA.

- Los resultados obtenidos son iguales a 1805 N/mm² para el módulo de elasticidad en flexión de cuatro puntos, según la norma DIN 53457, y 3,0 kJ/m² para el choque Charpy a 23°C según la norma DIN 53453.

ES 2 274 868 T3

Ensayo nº 61

Este ensayo ilustra la invención y utiliza una dispersión que contiene un 60% en peso de la resina de polipropileno homopolímero, comercializada por la sociedad Montell bajo la denominación Montell TM 1600 K, y un 40% en peso de la mezcla maestra según la invención, de composición:

- 87,0% en peso de una cresta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;

- 8,5% en peso de polipropileno amorfo, de índice MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190°C - carga 10 kg, hileras de 1,05 mm) y un 4,5% en peso de un copolímero de polipropileno de grado 100, comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Moplen EP - N 31 MA.

Los resultados obtenidos son iguales a 1718 N/mm² para el módulo de elasticidad en flexión de cuatro puntos, según la norma DIN 53457, y 3,2 kJ/m² para el choque Charpy a 23°C según la norma DIN 53453.

Ensayo nº 62

Este ensayo ilustra la invención y utiliza una dispersión que contiene un 60% en peso de la resina de polipropileno homopolímero, comercializada por la sociedad Montell bajo la denominación Montell TM 1600 K, y un 40% en peso de la mezcla maestra según la invención, de composición:

- 87,0% en peso de una cresta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;

- 7,0% en peso de polipropileno amorfo, de índice MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190°C - carga 10 kg, hileras de 1,05 mm) y un 6,0% en peso de un copolímero de polipropileno de grado 100, comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Moplen EP - N 31 MA. Los resultados obtenidos son iguales a 1754 N/mm² para el módulo de elasticidad en flexión de cuatro puntos, según la norma DIN 53457, y 3,1 kJ/m² para el choque Charpy a 23°C, según la norma DIN 53453.

Ensayo nº 63

Este ensayo ilustra la invención y utiliza una dispersión que contiene un 69% en peso de la resina de polipropileno, comercializada por la sociedad Borealis bajo la denominación Borealis 202 E, y un 31% en peso de la mezcla maestra (correspondiente al 25% en peso de carga mineral) según la invención, de composición:

- 80,5% en peso de un talco de granulometría tal que un 41% de las partículas tiene un diámetro medio inferior a 5 micrómetros;

- 18,5% en peso de polipropileno isotáctico, de índice MFI igual a 1038 g/10 min. (temperatura 190°C - carga 10 kg, hileras de 1,05 mm)

- 1,0% en peso de estearato de zinc. Los resultados obtenidos son iguales a 2212 N/mm² para el módulo de elasticidad en flexión de cuatro puntos, según la norma DIN 53457, y 12 kJ/m² para el choque Charpy a 23°C, según la norma DIN 53453.

Ensayo nº 64

Este ensayo ilustra la invención y utiliza una dispersión que contiene un 69,88% en peso de la resina de polipropileno homopolímero, comercializada por la sociedad Borealis bajo la denominación Borealis 202 E, y un 30,12% en peso de la mezcla maestra (correspondiente al 25% en peso de carga mineral) según la invención, de composición:

- 41,5% en peso de una cresta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;

- 41,5% en peso de un talco de granulometría tal que el 41% de las partículas tiene un diámetro medio inferior a 5 micrómetros;

- 16,5% en peso de un polipropileno isotáctico, de índice MFI igual a 1038 g/10 min. (temperatura 190°C - carga 10 kg, hileras de 1,05 mm)

- 0,5% en peso de un dispersante del tipo fosfato de alcohol graso comercializado por la sociedad Coatex, bajo la denominación COATEX DOPP - 18. Los resultados obtenidos son iguales a 1845 N/mm² para el módulo de elasticidad en flexión de cuatro puntos, según la norma DIN 53457, y 18 kJ/m² para el choque Charpy a 23°C, según la norma DIN 53453.

Ensayo nº 65

Este ensayo ilustra la invención y utiliza una dispersión que contiene un 70,59% en peso de la resina de polipropileno homopolímero, comercializada por la sociedad Borealis bajo la denominación Borealis 202 E, y un 29,41%

ES 2 274 868 T3

en peso de la mezcla maestra (correspondiente al 25% en peso de carga mineral) según la invención, de composición:

- 63,75% en peso de una creta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;

- 21,25% en peso de un talco de granulometría tal que el 41% de las partículas tiene un diámetro medio inferior a 5 micrómetros;

- 14,5% en peso de un polipropileno isotáctico, de índice MFI igual a 1038 g/10 min (temperatura 190°C - carga 10 kg, hileras de 1,05 mm)

- 0,5% en peso de un dispersante del tipo fosfato de alcohol graso comercializado por la sociedad Coatex, bajo la denominación COATEX DOPP – 18.

Los resultados obtenidos son iguales a 1670 N/mm² para el módulo de elasticidad en flexión de cuatro puntos según la norma DIN 53457, y 22 kJ/m² para el choque Charpy a 23°C, según la norma DIN 53453. Los diferentes resultados obtenidos se recopilan en la tabla 3 siguiente.

	Ensayo nº	Tipo de resina	Mezcla maestra % carga % polipropileno isotáctico	Módulo de elasticidad en flexión de cuatro puntos (N / mm ²)	Choque Charpy a 23° C (kJ / m ²)
Técnica anterior	54	PEHD	88 % creta – 0 % PPI	799	3,4
Inventión	55	PEHD	87 % creta – 8,5 % PPI	1363	3,4
Inventión	56	PEHD	87 % creta – 8,5 % PPI	1333	3,6
Inventión	57	PEHD	87 % creta – 8,5 % PPI	1309	3,4
Testigo	58	PPH	0 %	914	2,6
Técnica anterior	59	PPH	88 % creta – 80 % PPI	1446	3,0
Inventión	60	PPH	87 % creta – 10 % PPI	1805	3,0
Inventión	61	PPH	87 % creta – 8,5 % PPI	1718	3,2
Inventión	62	PPH	87 % creta – 7 % PPI	1754	3,1
Inventión	63	PP	80,5 % talco – 18,5 % PPI	2212	12,0
Inventión	64	PP	41,5 % creta – 41,5 % talco – 16,5 % PPI	1845	18,0
Inventión	65	PP	63,75 % creta – 21,25 % talco – 14,5 % PPI	1670	22,0

PEHD: polietileno de alta densidad
 PPH: polipropileno homopolimero
 PPI: Polipropileno isotáctico
 PP: Polipropileno

La lectura de la tabla 3 permite constatar que la selección de polipropileno isotáctico de fluidez elevada y superior o igual a 200 g/10 min, como fue anteriormente medida, permite obtener excelentes propiedades mecánicas cualquiera que sea la resina de redispersión o la carga constitutiva de la mezcla maestra.

Las excelentes propiedades de impacto caracterizan la buena dispersión de la carga en la matriz polimérica.

Ejemplo 5

Este ejemplo se refiere a la determinación de la dureza de los productos según la invención.

Con este objeto, para cada uno de los ensayos nº 66 a 68, las mezclas maestras, según la invención, habiendo sido realizadas con refrigeración a la temperatura ambiente, bajo la forma de pastas a aproximadamente 190° C y con un caudal de 155 kg/h mediante la adición de los diferentes constituyentes en un mezclador continuo de doble tornillo con una capacidad nominal de 500 kg/h y terminado por una extrusora monotornillo, se ha procedido a la medida de la dureza Shore D con la ayuda de un durómetro de tipo Zwick, y según la norma NF T 51 - 109 y después de la puesta bajo contrición de la muestra de concentrado de carga todavía denominada mezcla maestra.

Ensayo nº 66

Este ensayo ilustra la técnica anterior y utiliza una composición que contiene:

- 87% en peso de una creta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;

ES 2 274 868 T3

- 13% en peso de un polipropileno amorfo, de índice MFI igual a 450 g/10 min. (temperatura 190°C - carga 10 kg, hileras de 1,05 mm) comercializado por la sociedad Huntsman, bajo la denominación Rexflex WL 125.

La dureza obtenida es de 66.

5

Ensayo n° 67

Este ensayo ilustra la invención y utiliza una composición que contiene:

10 - 87% en peso de una cresta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;

- 9,1% en peso de un polipropileno amorfo, de índice MFI igual a 450 g/10 min. (temperatura 190°C - carga 10 kg, hileras de 1,05 mm), comercializado por la sociedad Huntsman bajo la denominación Rexflex WL 125

15 - 3,9% en peso de un polipropileno isotáctico de índice MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, hilera de 1,05 mm).

La dureza obtenida es de 73.

20 Ensayo n° 68

Este ensayo ilustra la invención y utiliza una composición que contiene:

25 - 87% en peso de una cresta de Champagne tratada por ácido esteárico de diámetro medio igual a 2 micrómetros;

- 13% en peso de un polipropileno amorfo, de índice MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190°C - carga 10 kg, hileras de 1,05 mm).

La dureza obtenida es de 76.

30

Los anteriores resultados demuestran que los compuestos, según la invención, son más duros que los de la técnica anterior (76 y 73 son superiores a 66) y es posible ajustar la dureza de la mezcla maestra y hacer variar la composición de la parte orgánica de esta última.

35 Ejemplo 6

Este ejemplo se refiere a la utilización de mezclas maestras, según la invención, en la extrusión de películas.

40 Para la realización de las películas de polietileno lineal de baja densidad, todavía denominadas LLPDE y para cada uno de los ensayos n° 70 a 76, la resina LLPDE es extruida en presencia de cantidades crecientes de mezcla maestra del ensayo n° 14 según la invención, para la utilización de un reómetro de tipo Haake Rheocord equipado con una extrusora de doble tornillo que gira a 30 revoluciones por minuto y mediante el paso a través de la hilera circular a una temperatura de 190°C y cuyo diámetro es aumentado antes de la refrigeración por inyección en continuo de aire bajo una presión de 40 bares.

45

La refrigeración se efectúa con aire.

Se ha medido el espesor de la película obtenida.

50 El ensayo n° 69 corresponde al testigo, es decir, a la realización de una película con una resina LLPDE virgen, que proporciona un espesor de película igual a 9 micrómetros.

Las diferentes cantidades de mezclas maestras del ensayo n° 14 utilizadas según la invención, corresponden a los porcentajes máxicos de creta con respecto al peso de la resina como se describe a continuación.

55

Ensayo n° 70

Este ensayo que ilustra la invención corresponde al 5,3% de creta con respecto al peso de LLPDE y proporciona un espesor de película igual a 11 micrómetros.

60

Ensayo n° 71

Este ensayo que ilustra la invención corresponde al 15,2% de creta con respecto al peso de LLPDE y proporciona un espesor de película igual a 15 micrómetros.

65

ES 2 274 868 T3

Ensayo n° 72

Este ensayo que ilustra la invención corresponde al 28,7% de creta con respecto al peso de LLPDE, y proporciona un espesor de película igual a 19 micrómetros.

Ensayo n° 73

Este ensayo que ilustra la invención corresponde al 29,1% de creta con respecto al peso de LLPDE, y proporciona un espesor de película igual a 22 micrómetros.

Ensayo n° 74

Este ensayo que ilustra la invención corresponde al 45,6% de creta con respecto al peso de LLPDE, y proporciona un espesor de película igual a 32 micrómetros.

Ensayo n° 75

Este ensayo que ilustra la invención corresponde al 51,7% de creta con respecto al peso de LLPDE, y proporciona un espesor de película igual a 31 micrómetros.

Ensayo n° 76

Este ensayo que ilustra la invención corresponde a 53,2% de creta en relación al peso de LLPDE, y proporciona un espesor de película igual a 25 micrómetros.

Así, en la lectura de los resultados se puede constatar que es posible obtener una película obstruida que contiene la mezcla maestra según la invención.

Ejemplo 7

Este ejemplo se refiere a la utilización de mezclas - maestras según la invención, en el calandrado.

Para este ejemplo y para cada uno de los ensayos, se prepara en un mezclador de cilindros una mezcla de 60% en peso de polímero virgen con un 40% en peso de la composición del ensayo n° 9 según la invención.

Los parámetros del mezclador son, para cada uno de los ensayos:

- temperatura de los cilindros igual a 170°C
- espesor de paso entre los cilindros igual a 1 mm
- velocidad de los cilindros igual a 25 rpm.

El calandrado se termina cuando la composición es visualmente homogénea.

Se determina entonces, para cada uno de los ensayos, el módulo de elasticidad en flexión de cuatro puntos según la norma DIN 53457, y el choque Charpy entallado a 23°C según la norma DIN 53453.

Ensayo n° 77

Este ensayo ilustra la invención y pone en práctica, como un polímero virgen un polipropileno homopolímero comercializado por la sociedad Montell bajo la denominación Montell TM 1600 K.

Los resultados obtenidos son iguales a 1 695 N/mm² para el módulo de elasticidad en flexión de cuatro puntos, según la norma DIN 53457 y 2,9 kJ/m² para el choque Charpy entallado a 23°C según la norma DIN 53453.

Ensayo n° 78

Este ensayo ilustra la invención y utiliza, como un polímero virgen, un polietileno de alta densidad comercializado por la sociedad Plüss-Staufner, bajo la denominación Hostalen GCT 7260.

Los resultados obtenidos son iguales a 1 285 N/mm² para el módulo de elasticidad en flexión de cuatro puntos, según la norma DIN 53457 y 3,4 kJ/m² para el choque Charpy entallado a 23°C según la norma DIN 53453.

De este modo, la lectura de los resultados permite constatar que las mezcla maestra según la invención, son utilizables en las técnicas de calandrado.

ES 2 274 868 T3

REIVINDICACIONES

5 1. Procedimiento para la preparación de mezcla maestra o concentrados de cargas minerales fuertemente cargados en materias o cargas minerales, utilizables para cargar materias termoplásticas con la ayuda de dichas cargas minerales, utilizando polímeros o mezcla de polímeros como ligante **caracterizado** porque dichos polímeros o mezcla de polímeros:

- comprenden al menos un polipropileno isotáctico de gran fluidez;
- 10 - tienen un porcentaje de cristalinidad comúnmente denominado índice de isotacticidad superior a un 20%, preferentemente comprendiendo entre un 30% y 90% y muy preferentemente comprendido entre 50% y 85% medido por el procedimiento DSC y,
- 15 - porque el contenido en carga mineral de la mezcla maestra es superior al 80% en peso.

2. Procedimiento para la preparación de mezclas maestras o concentrados de cargas minerales muy cargados en materias o cargas minerales según la reivindicación 1, **caracterizado** porque dichos polímeros o mezclas de polímeros presentan un índice de fluidez superior o igual a 500 g/100 min, medido según la norma modificada NF T 51 - 620 (190°C - 10 gk - 1,05 mm).

3. Procedimiento para la preparación de mezclas maestras o concentrados de cargas minerales muy cargados en materias o cargas minerales según la reivindicación 1, **caracterizado** porque la parte orgánica del concentrado de cargas, es decir, la mezcla de polímeros que forman el ligante y ocasionalmente los aditivos usuales, está constituida por:

- del 30% al 100% de polipropileno isotáctico de muy gran fluidez, cuyo índice MFI medido según la norma modificada NF T 51 - 620 es superior o igual a 200 g/10 min (temperatura 190°C, carga 10 kg, hilera de 1,05 mm);
- 30 - de 0 al 70% de poliolefinas amorfas y/o cristalinas elegidas entre el polipropileno, el polietileno y los polímeros o copolímeros con base de monómeros etilénicos que contienen 2 a 6 átomos de carbono solos en mezcla;
- 35 - del 0 al 5% de aditivos tales como estabilizantes térmicos, antioxidantes, anti - UV, dispersantes, lubricantes, colorantes, plastificantes, compuestos antiestáticos, ignífugos, agentes de nucleación, agentes pasivos de los metales tales como los agentes cupropasivos.

4. Procedimiento para la preparación de mezclas maestras o concentrados de cargas minerales muy cargados en materias o cargas minerales según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado** porque dicho polímero es un polipropileno isotáctico de muy gran fluidez.

40 5. Procedimiento para la preparación de mezclas maestras o concentrados de cargas minerales muy cargados en materias o cargas minerales según las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado** porque dichos polímeros o mezclas de polímeros, están constituidos por al menos un polipropileno isotáctico de muy gran fluidez y al menos otro polímero olefínico cristalino o amorfo

45 6. Procedimiento para la preparación de mezclas maestras o concentrados de cargas minerales muy cargados en materias o cargas minerales según la reivindicación 5, **caracterizado** porque el otro polímero olefínico cristalino o amorfo en un polietileno.

50 7. Procedimiento para la preparación de mezclas maestras o concentrados de cargas minerales muy cargados en materias o cargas minerales según la reivindicación 5, **caracterizado** porque dichos polímeros o mezcla de polímeros están constituidos por un polipropileno isotáctico de una gran fluidez y por un polietileno.

55 8. Procedimiento para la preparación de mezclas maestras o concentrados de cargas minerales muy cargados en materias o cargas minerales según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2, **caracterizado** porque dichos polímeros o mezcla de polímeros, están constituidos por al menos un polipropileno isotáctico de gran fluidez, y al menos por otro copolímero o terpolímero olefínico amorfo o atáctico o en su caso, prácticamente amorfo o prácticamente atáctico.

60 9. Mezcla maestra o concentrado de cargas minerales muy cargados en materias o cargas minerales **caracterizada**, porque tiene un contenido en carga mineral superior al 80% en peso, preferentemente del 80,5% al 93,0% y muy preferentemente del 82,0% al 93,0%, porque posee un índice de fluidez o MFI superior o igual a 5 g/10 min. (190°C - 5 kg - 2,09 mm) medido según la norma NF T 51 - 620, preferentemente superior o igual a 8 g/10 min (190°C - 5 kg - 2,09 mm) y porque contiene al menos un polímero de tipo polipropileno isotáctico de gran fluidez que presenta un porcentaje de cristalinidad (llamado también índice de isotacticidad) superior a aproximadamente un 20%, preferentemente comprendido entre el 30% y 90% y muy preferentemente comprendido entre el 50% y 85%, medido por el procedimiento DSC.

ES 2 274 868 T3

10. Mezcla maestra o concentrado de cargas minerales muy cargados en materias o cargas minerales según la reivindicación 9, **caracterizada** porque las cargas minerales tratados, o no, son elegidos entre los carbonatos tales como los carbonatos de calcio natural incluyendo las diferentes cretas, calcitas, mármoles o entre los carbonatos sintéticos, tales como los carbonatos de calcio precipitado en diferentes fases de cristalización o también elegidos
5 entre las sales mixtas de magnesio y de calcio, tales como las dolomías o también entre el carbonato de magnesio, el carbonato de zinc, la cal, la magnesia, el sulfato de bario tal como, en particular, la barita, el sulfato de calcio, la sílice, los silico-magnesianos tales como el talco, la wolastonita, las arcillas y otros compuestos silico-aluminosos tales como los caolines, la mica, los óxidos o hidróxidos de metales o elementos de alcalino térreos, tales como el hidróxido de magnesio, los óxidos de hierro, el óxido de zinc, la fibra o el polvo de vidrio, la fibra o el polvo de madera, los
10 pigmentos minerales u orgánicos o la mezcla de estos compuestos tales como la mezcla de talco o de carbonato así como las mezclas de óxido de titanio y de carbonatos, mezclas efectuadas antes o después de la molienda de los minerales.

11. Mezcla maestra o concentrado de cargas minerales muy cargados en materias o cargas minerales según la
15 reivindicación 10, **caracterizada** porque las cargas minerales tratados, o no, son elegidos entre los carbonatos de calcio natural incluyendo las diferentes cretas, calcitas, mármoles o entre los carbonatos sintéticos tales como, los carbonatos de calcio precipitado o también entre el talco, el hidróxido de magnesio, la barita, el dióxido de titanio, la wolastonita o las dolomías y sus mezclas.

12. Procedimiento para preparar materias termoplásticas cargadas con la ayuda de cargas minerales, **caracterizado** porque se efectúa una mezcla, en una o varias veces, de dichas materias termoplásticas con una mezcla maestra según cualquiera de las reivindicaciones 9 a 11, **caracterizado** porque dichas materias termoplásticas son elegidas entre los polietilenos de baja densidad, lineales o ramificados o los polietilenos de alta densidad, los polipropilenos homopolímero o copolímeros, los poliisobutilenos y los copolímeros obtenidos en la polimerización de dos al menos de los
25 co-monómeros de etileno, propileno e isobutileno, las poliolefinas modificadas por injerto, tales como las poliolefinas injertadas anhídrido maleica o mediante copolimerización tales como las poliolefinas halogenadas, los polipropilenos modificados EPDM (etileno, propileno, dieno, monómero), los polipropilenos modificados SEBS (estireno, etileno, butileno, estireno) o también de dos al menos de los polímeros o copolímeros antes citados, en mezcla o también los cauchos o elastómeros naturales o sintéticos y termoplásticos, entre estos últimos, en particular, los cauchos SBR (caucho estireno - butadieno) o EPDM o SEBS termoplásticos.
30

13. Utilización de mezclas maestras según cualquiera de las reivindicaciones 9 a 11, ocasionalmente bajo forma de agregados o de granulados, para fabricar artículos industriales moldeados, mediante termoconformación o inyección.

14. Utilización de mezclas maestras según cualquiera de las reivindicaciones 9 a 11, ocasionalmente bajo la forma de agregados o de granulados, para la extrusión y en particular, por una película, vaina o tubo o un perfilado o hilos y cables, para la extrusión por soplado, la extrusión de bandas estrechas o de hojas o también la extrusión por baño sobre papel u hoja metálica.
35

15. Utilización de mezclas maestras según cualquiera de las reivindicaciones 9 a 11, ocasionalmente bajo la forma de agregados o de granulados, para el calandrado.
40

16. Objetos moldeados, extruidos o calandrados obtenidos por la utilización de mezclas maestras según cualquiera de las reivindicaciones 9 a 11.
45

50

55

60

65