



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 271 749**

51 Int. Cl.:

C08G 77/16 (2006.01)

C08K 5/54 (2006.01)

C10M 107/50 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **04017439 .3**

86 Fecha de presentación : **23.07.2004**

87 Número de publicación de la solicitud: **1505101**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **09.02.2005**

54 Título: **Utilización de siloxanos modificados para la modificación superficial de poliolefinas, y para láminas de poliamidas.**

30 Prioridad: **05.08.2003 DE 103 35 761**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.04.2007

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.04.2007

73 Titular/es: **Goldschmidt GmbH**
Goldschmidtstrasse 100
45127 Essen, DE

72 Inventor/es: **Bechthold, Nina;**
Scheiba, Manfred;
Stadtmüller, Stefan y
Weimann, Markus

74 Agente: **Lehmann Novo, María Isabel**

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

DESCRIPCIÓN

Utilización de siloxanos modificados para la modificación superficial de poliolefinas, y para láminas de poliamidas.

5 El invento se refiere a la utilización de siloxanos modificados con radicales orgánicos como aditivos que, al ser incorporados en poliolefinas, conducen una mejoría permanente de las propiedades superficiales de láminas de poliolefinas, sin que mediante procesos de eflorescencia sean de esperar consecuencias negativas en etapas de trabajo realizadas seguidamente.

10 Las poliolefinas se utilizan hoy en día mundialmente para sectores industriales y privados en numerosísimos sectores de aplicaciones como revestimientos superficiales, materiales de envasado y piezas moldeadas. Junto al empleo como material de partida para artículos moldeados por inyección, la poliolefinas sirven en especial para la producción de láminas destinadas a finalidades de protección y envasado.

15 Una importante premisa para la aptitud para el uso de estos polímeros en el uso privado e industrial, consiste en que las propiedades superficiales han de satisfacer los requisitos técnicos y mecánicos de la respectiva aplicación. En particular, éstos son la capacidad de deslizamiento y el efecto de separación así como la resistencia a los rasguños superficiales y la resistencia a la abrasión.

20 Con el fin de conseguir estos efectos, ya se propusieron en el pasado una serie de aditivos destinados a su incorporación en los polímeros. Así, con el fin de mejorar las propiedades de deslizamiento de un polietileno, junto a los polímeros fluorados conocidos, se utilizaron aditivos más o menos capaces de migrar, tales como amidas de ácidos grasos o ceras poliolefinicas, o se aplicaron agentes de deslizamiento externos (Chapman, Handbook of Plastics Additives [Manual de aditivos para materiales plásticos]; Gaechter, Müller, Kuststoffadditive [Aditivos para materiales sintéticos] editorial Carl-Hanser).

Desde hace algún tiempo, encuentran utilización aditivos sobre la base de aceites de silicona, como tandas patrón poliméricas. Éstas se han descrito de muchos modos y son obtenibles p. ej. bajo la denominación MB 50 de Dow Corning. En el caso de estos componentes de silicona se trata de aceites de siliconas no funcionales de peso molecular ultra alto, con unos pesos moleculares de 40.000 a 400.000, que son elaborados en un soporte polimérico. En las concentraciones de empleo recomendadas, de hasta 2%, estos aditivos mejoran, como agentes de deslizamiento internos y externos, las propiedades del polímero en el proceso durante su elaboración. La retención del siloxano en el polímero está condicionada por el alto peso molecular. La movilidad, a saber la migración, es ciertamente inhibida, pero a fin de cuentas no se puede excluir totalmente, por lo que hay que temer un perjuicio de la adhesión sobre sustratos que contienen aditivos. Es negativo también el efecto de que, en el caso de sobrepasarse el límite de solubilidad del aditivo en el polímero, se llega a fenómenos de eflorescencia (en inglés blooming). Esto se manifiesta en la formación de revestimientos superficiales. Las consecuencias de esto pueden ser problemas al revestir (propiedades disminuidas de adhesión), estampar o barnizar.

40 En el documento de patente europea EP-B 0.868.460 se describen composiciones de revestimiento resistentes a los rasguños (en inglés top coats = revestimientos superiores), que contienen esencialmente polímeros de acrílo-silanos para hacerlas resistentes a los rasguños.

45 Se conocen revestimientos que se endurecen por radiaciones y se describen por ejemplo en la cita de "UV & EB curing formulation for printing inks, coatings & paints" [Formulación de curado por UV & EB para tintas de impresión, revestimientos y pinturas] (R. Holman, P. Oldring, Londres, 1988).

50 Los epoxi-acrilatos, frecuentemente utilizados sobre todo para revestimientos de papeles, son estimados a causa del rápido endurecimiento así como de la dureza y la estabilidad frente a agentes químicos, que se pueden conseguir. Para revestimientos de alta calidad se emplean también uretano-acrilatos, los cuales, junto a una mejorada flexibilidad, dan lugar en particular a un comportamiento de mojadura, así como a una resistencia a los agentes químicos y una dureza, excelentes.

55 Los polisiloxanos, que contienen grupos de ésteres de ácido acrílico (grupos de acrilato) se han acreditado como aditivos endurecibles bajo una radiación rica en energía, p. ej. para tintas de impresión y para la producción de agentes aglutinantes para barnices o para agentes de revestimiento para superficies de materiales sintéticos, papeles, maderas y metales. El endurecimiento se efectúa en particular mediante radiación por rayos UV (ultravioletas) (después de haber añadido conocidos agentes fotoiniciadores, tales como p. ej. benzofenona y sus derivados) o mediante radiación de electrones.

60 En todos los casos, la aplicación de capas externas de siloxanos sobre piezas previamente producidas de materiales sintéticos, está vinculada por el contrario con una etapa de trabajo adicional, que junto a costos acrecentados de producción aumenta también el riesgo de producción de piezas de desecho.

65 De acuerdo con la solicitud de patente europea EP-A-1.211.277, también ciertas poliolefinas modificadas con siloxanos pueden ser aditivos para poliolefinas con el fin de mejorar la resistencia a los rasguños superficiales, el efecto de separación, la resistencia a la abrasión, la estabilidad frente a las condiciones atmosféricas y la hidrofugación.

De acuerdo con esta solicitud de patente, estas sustancias encuentran utilización como agentes coadyuvantes de tratamiento en la producción de láminas de poliolefinas, en particular láminas de polietileno con el fin de reprimir el comportamiento de rotura de la fusión.

5 En la industria del envasado hay que prestar atención a que mediante la adición de aditivos se confiera al producto en un período de tiempo lo más corto que sea posible un efecto de desprendimiento (en inglés release), de manera tal que etiquetas o codificaciones pegadas por encima del producto se puedan eliminar posteriormente sin dañar a éste.

10 Existe por lo tanto en la práctica una necesidad de aditivos que, en pequeñas concentraciones, mejoren la manipulabilidad de objetos en particular impresos o estampados en serie, mejorando estos agentes aditivos en particular la resistencia a los rasguños de las superficie recientemente producidas, cuya capacidad de deslizamiento aumenten, de manera muy rápida después de haber reticulado tengan un alto efecto de desprendimiento y a causa de su reticulación permanezcan estacionariamente en la película.

15 Para la modificación de láminas se emplean también polímeros fluorados, usuales en el comercio, que asimismo influyen sobre la característica superficial. Se añaden unas proporciones de 0,05 a 0,1% en peso. Estos aditivos dan lugar a una productividad más alta y a una carga térmica menor de los polímeros, que está condicionada por este hecho. Además, la adición de estos aditivos da como resultado una hidrofugación de la superficie de los polímeros. Estos polímeros tienen sin embargo desventajas técnicas de procesos. Con el fin de conseguir una actividad total, es
20 necesaria la formación de una película entre la masa fundida polimérica y la superficie metálica, que hace necesario un acondicionamiento.

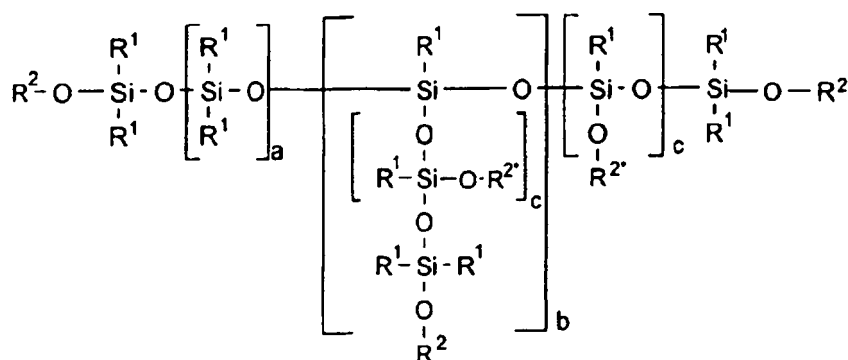
Las láminas con un efecto de desprendimiento, constituidas sobre la base de aceites de silicona o compuestos halogenados, normalmente no son sellables, es decir soldables. La aptitud para el sellado o para la soldadura es, sin
25 embargo, un criterio importante en el sector de aplicación de los envases. En el caso de la utilización concomitante del compuesto conforme al invento se ha hecho posible, por primera vez sorprendentemente, producir láminas sellables con un simultáneo efecto de desprendimiento.

Planteamiento de la misión

30 Fue misión del presente invento modificar positivamente superficies de láminas, producidas a base de polímeros termoplásticos, mediante incorporación de aditivos apropiados. En particular, se deberían favorecer el comportamiento de frotamiento y las propiedades de separación, sin que al mismo tiempo se influya negativamente sobre la aptitud para el sellado o para la impresión o estampación. Por lo tanto, una premisa esencial es que se han de reprimir de una manera
35 amplísima los procesos de migración.

Sorprendentemente, el problema planteado por esta misión se resolvió mediante utilización de polisiloxanos modificados con radicales orgánicos, que tienen adicionados radicales alifáticos de cadena larga. Tales aditivos conformes
40 al invento se distinguen por una capacidad para la migración fuertemente disminuida, que en caso contrario se censura como defecto en el caso de compuestos similares, y conducen al acabado positivo, arriba señalado, de la superficie de las láminas.

Un objeto del invento es la utilización de polisiloxanos modificados con radicales orgánicos, de la fórmula general
(I)



60 en la que

los R¹ independientemente unos de otros, son radicales hidrocarbilo C₁₋₂₀ alifáticos o aromáticos,

65 R², R²⁺ independientemente unos de otros, son radicales hidrocarbilo alifáticos con ≅ C₁₈ hasta ≅ C₁₀₀ en distribución estadística, y constituyen aproximadamente de un 50 a 70% en peso de la distribución global,

a es = de 1 a 500,

b es = de 0 a 500,

c es = de 0 a 50

5 como aditivos para el mejoramiento superficial en poliolefinas, y para láminas, producidas a base de poliamidas.

El concepto “independientemente unos de otros” significa que tanto los radicales R^2 como también los radicales R^{2+} pueden ser, cada uno de por sí, iguales o diferentes.

10 En los polisiloxanos modificados con radicales orgánicos, que se prefieren conforme al invento, por lo menos un 90% de los radicales R^1 son radicales metilo.

Los radicales R^2 y R^{2+} son los radicales hidrocarbilo del alcohol que se utiliza concomitantemente en el proceso de preparación. Ellos pueden ser radicales uniformes con una definida longitud de cadena, tales como por ejemplo los
15 radicales de alcoholes grasos C_{8-22} o una mezcla con diferentes longitudes de cadena en el intervalo de aproximadamente C_{8-60} , en el que las longitudes de cadena de $\cong C_{18}$ hasta $\cong C_{100}$ constituyen en promedio de un 50 a 70% en peso de la distribución global. Se prefieren con R^2 , R^{2+} radicales hidrocarbilo alifáticos con $\cong C_{20}$ hasta C_{40} . Mezclas de estos tipos de alcoholes son productos comerciales técnicos. Las mezclas utilizadas concomitantemente conforme al invento presentan una distribución promedia de

20 aproximadamente < 4% en peso de < C_{18} ,

aproximadamente 50 a 80% en peso de $C_{18}-C_{40}$,

25 aproximadamente 16 a 46% en peso de > C_{40} .

Es habitual para un experto en la especialidad el hecho de que los compuestos de la fórmula general (I) pueden presentarse en forma de una mezcla con distribución a modo de bloques o con una distribución regulada esencialmente mediante leyes estadísticas, en la que los valores para los índices constituyen valores medios.

30 Los compuestos de la fórmula general (I), utilizados concomitantemente conforme al invento, se pueden preparar de acuerdo con procedimientos de por sí conocidos del estado de la técnica, mediante una reacción de condensación o transesterificación, tal como se describe por ejemplo en el documento de patente de los EE.UU. US 5.147.965 o en el documento EP-B 0.475.440. Sin embargo, conforme al invento, se prefieren compuestos que se preparan de acuerdo
35 con el procedimiento del acoplamiento deshidrogenante, tal como se describe en las solicitudes de patente alemanas no publicadas, que tienen los números de expedientes DE-103.12.634.1 y DE-103.12.636.8.

Mediante la preparación de los siloxanos modificados con radicales orgánicos por medio de la técnica preferida de una reacción de acoplamiento sin sales, la sustancia está exenta de iones de cloruro. Por lo tanto, se conjura el peligro
40 de una hidrólisis del compuesto de Si-O-C, por lo que se asegura que no esté contenido en el producto ningún aceite de silicona libre, que conduzca a migraciones.

Un objeto adicional del invento es la utilización de los compuestos de acuerdo con la fórmula general (I) como aditivos para tratamiento en la preparación de formulaciones poliméricas. A causa de la compatibilidad sorprendentemente grande de los compuestos conformes al invento con los polímeros, ellos permanecen permanentemente estables
45 en distribución homogénea.

Gracias a esta posibilidad, es posible por primera vez producir láminas por soplado y aplanadas, que presenten excelentes propiedades de deslizamiento y desprendimiento.

50 Para la producción de tales láminas se debe aplicar, de acuerdo con el estado conocido de la técnica, un procedimiento dos etapas, en el que, en una primera etapa, se producen las láminas, sobre las cuales se deben de aplicar luego, en una fase de trabajo separada, adicionales revestimientos con propiedades de desprendimiento.

55 Con ayuda de los compuestos conformes al invento, ahora, esta segunda etapa ya no es necesaria. Los compuestos se añaden al granulado polimérico en las proporciones necesarias, y se formulan tal como se describe seguidamente.

El resultante granulado polimérico con el siloxano modificado con radicales orgánicos, se puede aplicar directamente como revestimiento de separación (monopelícula, película conjuntamente extrudida, película estratificada o
60 crespón revestido, conjuntamente extrudido), con los procedimientos usuales en la industria de la extrusión de láminas y respectivamente de la coextrusión de láminas. Esta película se puede producir mediante una extrusión de láminas con soplado, una extrusión de láminas aplanadas o un revestimiento por extrusión. Procedimientos similares son conocidos a partir del estado de la técnica con compuestos halogenados, en particular compuestos fluorados.

65 Una ventaja de los polisiloxanos conformes al invento es la posibilidad de incorporar éstos, mediante etapas de tratamiento habituales para un experto en la especialidad, de una manera distribuida homogéneamente en el polímero, con lo cual se evitan deposiciones junto a la superficie de la película. La aptitud para las selladura, la aptitud para la impresión o estampación o la aptitud para la soldadura de las láminas que habían sido aprestadas con polisiloxanos

conformes al invento, no se influyen por consiguiente de una manera negativa. Asimismo se evita la deposición junto a las superficies de las máquinas para elaboración, p. ej. del extrusor, y no son necesarios costosos procedimientos para la limpieza. Una ventaja adicional de los polisiloxanos conformes al invento consiste en su ausencia de sales, que ya se hace provechosa en la producción y que evita una costosa separación de sales formadas, por ejemplo por filtración.

5 Esta ventaja se hace provechosa asimismo en el caso de emplearse estos polisiloxanos conformes al invento, puesto que no pueden aparecer reacciones de descomposición provocadas por contenidos remanentes de iones de cloruro.

Ejemplos

10 Típicas concentraciones empleadas, con las que se hacen manifiestas las ventajas de los compuestos conformes al invento, están situadas en el intervalo de 0,01 a 5% en peso, preferiblemente en el intervalo de 0,1 a 2,0% en peso, referidas a la poliolefina.

15 La preparación de las formulaciones, que contienen siloxanos modificados con radicales orgánicos, conformes al invento, se efectúa del modo habitual para un experto en la especialidad en un procedimiento de dos etapas.

En este caso, el polímero se mezcla previamente con el siloxano modificado con radicales orgánicos y con otras posibles sustancias ingredientes, tales como p. ej. pigmentos, materiales de carga y otros aditivos, tales como p. ej. antioxidantes o aditivos antiestáticos. Para la mezcla preliminar sirven equipos de mezcladura tales como p. ej. mezcladores de Henschel, mezcladores basculantes o sistemas dosificadores automáticos, que trabajan volumétrica o gravimétricamente.

20

Los compuestos conformes al invento se embeben a continuación en el polímero bajo la acción de fuerzas de cizalladura, p. ej. por medio de incorporación en un extrusor. Alternativamente, se puede concebir también la incorporación en un amasador o, mediando fusión, en un reactor.

25

Las poliolefinas, que se pueden emplear para los compuestos conformes al invento, son fundamentalmente todos los polímeros, que eventualmente contienen materiales de carga, tales como p. ej. greda, talco sílice, TiO_2 , que están constituidos sobre la base de hidrocarburos de la fórmula C_nH_{2n} con un doble enlace (etileno, propileno, buteno-1, isobuteno). A ellos pertenecen los polímeros de polietileno, polipropileno, poli(buteno-1), poli(isobutileno), poli(4-metil-penteno) así como sus copolímeros. Además de esto, se pueden emplear también poliamidas.

30

Los compuestos concomitantemente utilizados conforme al invento, se incorporan en el polímero en el estado fundido mediando agitación en el reactor o mediante extrusores.

35

Preparación de las formulaciones

Antes de la extrusión se preparó una mezcla homogénea de los aditivos con el polímero. La elección de los métodos de mezcladura era dependiente del modo de confección y del estado de agregación del aditivo.

40

Para el ensayo de compuestos que no son conformes al invento, se emplearon productos obtenibles comercialmente, tal como se describen en la Tabla 1. Los Ejemplos 7 y 8 conformes al invento se produjeron previamente en una síntesis. La receta de preparación se describe ejemplarmente a continuación con ayuda del Ejemplo 7.

45 El mezclamiento previo de los aditivos sólidos (en forma de gránulos comprimidos o polvos) se llevó a cabo manualmente. En este caso el aditivo se incorporó por agitación en el polímero a mano durante 5 minutos. Los aditivos líquidos se extendieron con 100 rpm (revoluciones por minuto) en un mezclador basculante del tipo Fabrikat Engelmann, tipo Mini 80, y después de ello se añadieron al extrusor con una balanza dosificadora.

50 Las mezclas previas (1,5 kg) se preparan en un mezclador basculante (Fabrikat Engelmann, tipo Mini 80). Para esto, la correspondiente cantidad de un aditivo (de 1 a 10 phr = partes por ciento de resina) con el polímero de soporte. Las mezclas de un granulado polimérico y aditivo en forma de polvo, de granulado y de gránulos comprimidos carecen de problemas para las disposiciones de dosificación.

Extrusión en un extrusor de doble husillo

55

Los aditivos se incorporaron homogéneamente en el polímero con un extrusor de dos husillos, que se mueven en igual sentido, modelo Micro 27 de la entidad Leistriz. El extrusor está constituido a base de nueve zonas cilíndricas individuales en total y de una zona de entrada. Los sistemas de calefacción se controlan a través de disposiciones reguladoras de la temperatura. Las desviaciones de la temperatura son muy pequeñas (como máximo de 2 a 3°C). La zona de entrada se enfría con agua corriente. La boquilla del extrusor es calentable. El extrusor está provisto de una zona de desgasificación de los cilindros (a presión atmosférica y en vacío). Esto es importante en el caso de un extrusor de dos husillos, para que el extrusor se pueda "hacer funcionar" con un caudal de producción más elevado, a fin de evitar inclusiones de aire.

60

65 La dosificación del granulado con un aditivo se efectúa con una balanza diferencial dosificadora del tipo DDW- H_2O de la entidad Brabender. Esta balanza es apropiada tanto para la dosificación gravimétrica continua como también para materiales a granel desde pulverulentos hasta fibrosos mal capaces de corrimiento. En todos los ensayos, en los

ES 2 271 749 T3

que con ayuda de la balanza dosificadora se había añadido dosificadamente el granulado con aditivo, pasó a emplearse un módulo de un solo husillo con mecanismo de agitación de artesa.

La concentración añadida de sustancia activa estaba situada en 0,01 hasta 1 phr. El número de revoluciones del extrusor se ajustó para cada formulación a 200 rpm y el caudal de paso se mantuvo en 6 kg/h mediante la adición variable a la balanza dosificadora.

Extrusión de láminas

Para la producción de láminas sopladas, el polímero se plastifica en un extrusor y se extruye en forma de anillo en una cabeza de soplado como una manguera caliente (Plasti-Corder LabStation con extrusor de medición 19/25 con una unidad para la producción de láminas sopladas, de Brabender). La retirada de la lámina soplada se efectúa hacia arriba. A continuación, la lámina se extiende de modo aplanado y se retira a través de un par de rodillos. La lámina se puede enrollar en forma de una manguera, de una manguera con pliegues laterales, así como, después de haberla cortado en forma de una semi-manguera o lámina aplanada. Los parámetros usuales para PP (polipropileno) y PE-LD (polietileno de baja densidad) eran:

- PP a 220 hasta 240°C, PE a 135 hasta 170°C con 40 hasta 50 rpm,
- Velocidad de retirada, de 300 a 400 cm/min,
- Regulación del aire de 8 a 10 l/h.

Comprobación técnica de aplicaciones

(1) Determinación del índice de fusión MFI

La medición del flujo de masa fundida se llevó a cabo en el aparato Meltfixer® de la entidad SWO Polymertechnik. Para la preparación previa de las muestras el granulado de polímero se secó, antes de la medición, durante 2 h a 60°C. Al ensayar la formulación la masa preestablecida de una muestra (de 3 a 8 g) se introdujo en el cilindro previamente calentado a la temperatura del ensayo, se consolidó y se calentó previamente (durante 5 a 15 min). Después de esto, se cargó el matraz con el peso prescrito para el respectivo ensayo. Del cordón saliente se separaron, a intervalos de tiempo mantenidos constantes (de 5 a 240 s, dependiendo de la capacidad para fluir), unos segmentos de igual longitud en el intervalo de 10 a 20 mm. Después del enfriamiento los tramos de extrusión han sido pesados con una precisión de 0,001 g. El índice de fusión se calculó de la siguiente manera:

$$MFI = \frac{m \cdot 600}{t}$$

- m masa de los segmentos extrudidos;
t tiempo de salida en segundos (s) de los segmentos extrudidos,
600 factor para el tiempo de referencia de 10 min.

(2) Medición del frotamiento con deslizamiento (COF)

El registro del frotamiento con deslizamiento se efectúa apoyándose en las normas DIN 53.375 e ISO 8295

- Determinación del comportamiento de frotamiento -.

La medición se llevó a cabo en una lámina obtenida a partir de una manguera (dimensiones 300 x 70 mm, grosor 50 µm).

- Cilindro de deslizamiento 520 g, sección transversal 12,6 mm², acero inoxidable
- Tramo de medición 150 mm
- Velocidad 12 mm/s.

Otras mediciones para el frotamiento con deslizamiento se llevaron a cabo en láminas (dimensiones: 300 x 70 mm, grosor 50 µm).

- Cilindro de deslizamiento 520 g, sección transversal 12,6 mm, medio de deslizamiento fieltro normalizado
- Tramo de medición 200 mm
- Velocidad 12 mm/s.

ES 2 271 749 T3

El frotamiento con deslizamiento se midió directamente después de la producción en una placa recientemente moldeada por inyección y después de su conservación (durante 7 días a 20°C).

(3) Medición de las propiedades de separación (desprendimiento)

Valor de separación:

Para la determinación de los valores de separación, se utilizaron diferentes cintas adhesivas con una anchura de 25 mm de la entidad Beiersdorf, y concretamente con una cinta adhesiva revestida con un pegamento de caucho, la cual es obtenible en el comercio bajo la denominación TESA® 4154.

Para medir la antiadhesividad, esta cinta adhesiva se aplica por laminación sobre el sustrato y a continuación se almacena a 40°C bajo un peso de 70 g/cm². Después de 24 horas se mide la fuerza que se necesita con el fin de retirar la respectiva cinta adhesiva con una velocidad de 30 cm/min bajo un ángulo de peladura de 180°. Esta fuerza es designada como fuerza de separación o valor de separación. El proceso general de ensayo corresponde en lo esencial al método de ensayo FINAT n° 10.

Ejemplos de aplicación

Materiales empleados

A) Polímeros empleados

Homopolímero de polipropileno, p. ej. Stanyl® 14 E 10, Sabic (MFI = 2,5)

Polietileno, PE-LD, p. ej. Escorene® LD 100 BW, Exxon Mobil (MFI = 2).

B) Aditivos empleados

Sustancias ensayadas	
Referencia	
Compuesto 1	Amida de ácido esteárico, Crodamide SR (Avokal Handelsgesellschaft mbH)
Compuesto 2	Amida de ácido erúxico, Loxamid E (Cognis)
Compuesto 3	Cera poliolefínica, punto de goteo aproximadamente 96°C, viscosidad de masa fundida (100°C) < 1.000 mPas (Degussa)
Compuesto 4	Cera de silicona, modificada con alquilo (Tp* 6846; Degussa)
Compuesto 5	Aceite de silicona, R ¹ -radicales metilo y alquilarilo (Tp 6870; Degussa)
Compuesto 6	Tanda patrón de silicona (50 % en peso de silicona) (Dow Corning)
Compuesto 7	Compuesto conforme al invento, R ¹ - radicales metilo, R ² -mezcla de alcoholes de cadena Larga
Compuesto 8	Compuesto conforme al invento, R ¹ -radicales metilo, R ² -mezcla de alcoholes de cadena larga
Compuesto 9	Polímero fluorado, MFI = de 5 a 14 g/10 min, 265°C, 5 kg, punto de fusión: de 110 a 126°C, densidad específica de 1,9 a 1,96 g/cm ³ (de Dupont)

* TP = TEGOPREN®, nombre de marca de la entidad Goldschmidt AG

ES 2 271 749 T3

Los compuestos conformes al invento empleados son los compuestos 7 y 8. Son Ejemplos comparativos son los compuestos 2 hasta 6 y 9.

Preparación de los compuestos conformes al invento

Las reacciones con hidrógeno-siloxanos en una hidrosililación deshidrogenante mediante utilización concomitante de alcoholes de la fórmula general R^2-OH , en la que R^2 significa una mezcla de radicales hidrocarbilo alifáticos con $\cong C_{20-40}$. Las mezclas de este tipo de alcoholes son productos comerciales técnicos. Las mezclas utilizadas concomitantemente conforme al invento presentan una distribución promedia de aproximadamente $< 4\%$ en peso de $< C_{18}$, aproximadamente de 50 a 80% en peso de C_{18-40} , aproximadamente 16 a 46% en peso de $> C_{40}$.

Ejemplos de realización

Ejemplo 7

Se hicieron reaccionar 54,6 g de $Me_2HSiO(SiMe_2O)_{15}SiMe_2H$, (índice de SiH 1,82 val/kg) con 45,4 g del alcohol arriba mencionado. El alcohol se empleó con un exceso de 10% en masa. A 90°C se añadieron 0,51 g de un catalizador de borano, correspondientes a 0,5% en moles, referido al índice de SiH. La temperatura de reacción aumentó en breve tiempo a 102°C. Después de 25 min, el grado de conversión, correspondientemente al método del índice de SiH, era de 100%. Antes de la filtración a través del filtro profundo, se añadió cada vez 1 g de N-metilmorfolina.

Ejemplo 8

Conforme al invento

La reacción transcurrió de una manera análoga a la del Ejemplo 7; como partícipe en la reacción se utilizó $Me_2HSiO(SiMe_2O)_{30}SiMe_2H$ (índice de SiH 0,92 val/kg).

Resultados de los ensayos

Polipropileno (Stamylan 14 E 10, MFI 2), aditivos 0,5 phr	
	Coefficiente de rozamiento/COF
Referencia	0,40
Compuesto 1	0,18
Compuesto 2	0,18
Compuesto 3	0,32
Compuesto 4	0,36
Compuesto 5	0,34
Compuesto 6	0,30
Compuesto 7	0,18
Compuesto 8	0,17

ES 2 271 749 T3

Polipropileno (PE-LD, Escorene LD 100 BW, MFI 2), Aditivos 0,5 phr		
		Coeficiente de rozamiento/COF
5	Referencia	0,54
	Compuesto 1	0,39
10	Compuesto 2	0,22
	Compuesto 3	0,38
	Compuesto 4	0,44
15	Compuesto 5	0,36
	Compuesto 6	0,40
20	Compuesto 7	0,29
	Compuesto 8	0,31

	MFI	Valor de separación TESA® 4154 N/2,5 cm
25		
30	Referencia	2,5
	Compuesto 1	2,3
	Compuesto 2	2,5
35	Compuesto 3	2,5
	Compuesto 4	2,7
	Compuesto 5	2,3
40	Compuesto 6	2,2
	Compuesto 7	2,5
45	Compuesto 8	2,5
	Compuesto 9	1,9

Tal como se puede observar, mediante utilización concomitante del compuesto conforme al invento no se influye sobre el índice de fluidez de masa fundida (Melt-Flow-Index (MFI,) sino que se conserva inalterado el intervalo necesario para la técnica de producción.

ES 2 271 749 T3

	Compuesto 7%	Polipropileno (Stamylan 14 E 10, MFI 2)	Polietileno (PE-LD, Escorene LD 100 BW, MFI 2)	Polietileno (Stamylan 14 E 10, MFI 2)	Polietileno (PE-LD, Escorene LD 100 BW, MFI 2)
5	0	1.030	717	86	92
	2	558	264	68	89
10	3	433	242	70	90
	5	-	218	-	69
	7,5	-	156	-	56
15	10	-	115	-	50

20 Unos proporciones aumentadas de los compuestos conformes al invento disminuyen los valores de separación hasta llegar al límite de la fuerza adhesiva restante que sea aceptable técnicamente, con lo que se garantiza una manipulación extremadamente variable.

25

30

35

40

45

50

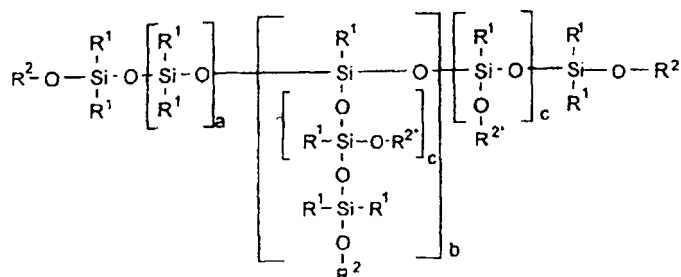
55

60

65

REIVINDICACIONES

1. Utilización de polisiloxanos modificados con radicales orgánicos de la fórmula general (I)



en la que

los R^1 independientemente unos de otros, son radicales hidrocarbilo C_{1-20} alifáticos o aromáticos,

R^2 , R^{2+} independientemente unos de otros, son radicales hidrocarbilo alifáticos con $\cong \text{C}_{18}$ hasta $\cong \text{C}_{100}$ en distribución estadística, y constituyen aproximadamente de un 50 a 70% en peso de la distribución global,

a es = de 1 a 500,

b es = de 0 a 50,

c es = de 0 a 50

como aditivos para el mejoramiento superficial en poliolefinas, y para láminas, producidas a base de poliamidas.

2. Utilización de polisiloxanos modificados con radicales orgánicos de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizada** porque por lo menos un 90% de los radicales R^1 son radicales metilo.

3. Utilización de polisiloxanos modificados con radicales orgánicos de acuerdo con las reivindicaciones 1 y 2, **caracterizada** porque $\text{R}^2, \text{R}^{2+}$ son radicales hidrocarbilo alifáticos con $\cong \text{C}_{20}$ a C_{40} .

4. Utilización de polisiloxanos modificados con radicales orgánicos de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizada** porque a es de 5 a 100 y b y c son = 0.

5. Utilización de polisiloxanos modificados con radicales orgánicos de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizada** porque a es de 10 a 50 y b y c son = 0.

6. Utilización de los compuestos de acuerdo con la fórmula general (I) como aditivos para tratamiento en la producción de láminas poliolefinas que contienen eventualmente materiales de carga, en unas concentraciones de 0,001 a 5% en peso, con el fin de mejorar las propiedades superficiales de poliolefinas, tales como por ejemplo el coeficiente de frotamiento, la resistencia a los rasguños, la aspereza, la hidrofugación, la estabilidad frente a las condiciones atmosféricas, la capacidad de deslizamiento, el efecto de separación y la estabilidad frente a la abrasión.

7. Utilización de formulaciones que contienen eventualmente materiales de carga, las cuales contienen poliolefinas con 0,3 a 5% en peso de por lo menos un compuesto de siloxano modificado con radicales orgánicos de la fórmula general (I), para la producción de láminas mediante extrusión, extrusión conjunta, extrusión de láminas aplanadas y extrusión de perfiles.

8. Utilización de láminas, producidas de acuerdo con la reivindicación 6, como láminas separables y respectivamente desprendibles para aplicaciones en el sector de los envases, las etiquetas adhesivas, las tiras adhesivas, las láminas de separación, las láminas de soporte, las etiquetas, los papeles pintados, los artículos higiénicos, las láminas protectoras, las placas de pavimentos y los parches adhesivos.

9. Utilización de polisiloxanos modificados con radicales orgánicos de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 3, para láminas producidas a base de polietileno y polipropileno.