

(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS
ESPAÑA



(11) Número de publicación: **2 907 241**

(51) Int. Cl.:

C08J 3/21 (2006.01)
C08J 3/12 (2006.01)
C08L 27/08 (2006.01)
C08K 3/26 (2006.01)
C08K 5/1515 (2006.01)
C08K 5/17 (2006.01)
C08L 23/06 (2006.01)
C08L 23/30 (2006.01)
C08L 83/04 (2006.01)
C08L 91/06 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **13.09.2012 PCT/US2012/055018**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **04.04.2013 WO13048747**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **13.09.2012 E 12766779 (8)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.02.2022 EP 2751174**

(54) Título: **Procedimiento de incorporación de aditivos a polímeros de cloruro de vinilideno sin el uso de una batidora**

(30) Prioridad:

26.09.2011 US 201161539292 P

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
22.04.2022

(73) Titular/es:

**SK SARAN AMERICAS LLC (100.0%)
564 Bldg SARAN, 627 Washington Street
Midland, MI 48667, US**

(72) Inventor/es:

KLING, SUSAN, M.

(74) Agente/Representante:

UNGRÍA LÓPEZ, Javier

ES 2 907 241 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento de incorporación de aditivos a polímeros de cloruro de vinilideno sin el uso de una batidora

Antecedentes de la invención

1. Campo de la invención

5 Esta invención se refiere a polímeros de cloruro de vinilideno (VDC). En un aspecto, la invención se refiere a la incorporación de aditivos sólidos al polímero mientras que, en otro aspecto, la invención se refiere a la incorporación de aditivos sólidos a polímeros de VDC sin el uso de una batidora.

2. Descripción de la técnica relacionada

10 Muchos polímeros de VDC requieren auxiliares tecnológicos y otros aditivos para una extrusión eficiente y exitosa. Los aditivos líquidos, por ejemplo, diversos plastificantes, se pueden agregar como parte de la alimentación de monómeros al procedimiento para hacer el polímero. Sin embargo, muchos aditivos sólidos, por ejemplo, lubricantes, no se pueden agregar al procedimiento para hacer el polímero y, por lo tanto, generalmente se agregan al polímero terminado después de que se haya recuperado, desaguado y secado. Dependiendo del equipo tecnológico, esta adición puede tomar una o más de varias formas, por ejemplo, adición de múltiples aditivos uno a la vez, mezcla de 15 múltiples aditivos en una premezcla o lote maestro, etc.

20 La publicación WO-A-2011/110567 se refiere a una composición basada en un copolímero de cloruro de vinilideno y a un procedimiento para preparar dicha composición. El procedimiento de preparación de la composición comprende: al menos un copolímero (A) de cloruro de vinilideno y al menos un comonómero copolimerizable con el mismo que es elegido del grupo de los acrilatos de butilo; y del 1 al 20 % en peso, en relación con el peso total de la composición, de al menos un plastificante polimérico (B) que es elegido entre poliésteres derivados de la reacción de policondensación de al menos un ácido policarboxílico alifático y al menos un alcohol alifático polihidroxilado; comprende la etapa de incorporar (B) a (A) durante la preparación de (A) por copolimerización de los monómeros constituyentes de (A).

25 La publicación WO-A-00/11054 se refiere a un procedimiento de preparación de composiciones de polímeros de barrera que comprende la adición de un aditivo en forma de látex a una dispersión acuosa de partículas de polímero de barrera, la coagulación del aditivo de látex en la superficie de las partículas de polímero para recubrir las partículas de polímero y luego el secado de las partículas de polímero recubiertas de látex.

30 Un artículo intitulado "Adición de auxiliares de extrusión a copolímeros de cloruro de vinilideno sin usar una batidora" revela un procedimiento para mezclar aditivos con sus partículas poliméricas. En el procedimiento, (A) los monómeros se polimerizan para formar partículas de polímero, (B) se detiene la polimerización, (C) se agrega el aditivo sólido y (D) se elimina el monómero residual.

Resumen de la invención

En una forma de realización, la invención es un procedimiento definido por la reivindicación 1 para mezclar partículas sólidas de aditivo con partículas sólidas de polímero de VDC, el procedimiento comprende los pasos de:

35 A. Polimerizar el monómero VDC, opcionalmente con uno o más comonómeros monoetilénicamente insaturados, en una zona de polimerización en condiciones de polimerización para formar partículas sólidas de polímero de VDC;

B. Detener la polimerización de los monómeros VDC después de la formación de las partículas sólidas de polímero de VDC; y

40 C. Poner en contacto las partículas sólidas de polímero de VDC con las partículas sólidas de aditivo (i) antes de que las partículas sólidas de polímero de VDC se desagüen, (ii) después de eliminar el monómero residual de las partículas sólidas de polímero de VDC y (iii) a una temperatura suficiente para fundir o ablandar las partículas sólidas de aditivo pero insuficiente para fundir o ablandar las partículas sólidas de polímero de VDC de tal manera que las partículas sólidas de aditivo de VDC fundidas o suavizadas se adhieren a las partículas sólidas de polímero de VDC tras la puesta en contacto,

45 donde las partículas sólidas de aditivo son sólidas en condiciones ambientales (23°C, presión atmosférica).

Las partículas sólidas de aditivo se ponen en contacto con las partículas sólidas de polímero de VDC después de la eliminación del monómero residual de las partículas sólidas de polímero de VDC.

Descripción detallada de la forma de realización preferida

Definiciones

Los rangos numéricos en esta divulgación son aproximados y, por lo tanto, pueden incluir valores fuera del rango a menos que se indique lo contrario. Los rangos numéricos incluyen todos los valores desde, y que incluyen, los valores inferiores y superiores, en incrementos de una unidad, siempre que haya una separación de al menos dos unidades entre cualquier valor inferior y cualquier valor superior. A modo de ejemplo, si una propiedad compositiva, física o de otro tipo como, por ejemplo, el peso molecular, etc., es de 100 a 1000, entonces todos los valores individuales, como 100, 101, 102, etc., y los subrangos, como 100 a 144, 155 a 170, 197 a 200, etc., se enumeran expresamente. Para los rangos que contienen valores que son menores que uno o que contienen números fraccionarios mayores que uno (por ejemplo, 1.1, 1.5, etc.), se considera que una unidad es 0.0001, 0.001, 0.01 o 0.1, según corresponda. Para los rangos que contienen números de un solo dígito menores de diez (por ejemplo, del 1 al 5), normalmente se considera que una unidad es 0.1. Estos son solo ejemplos de lo que se pretende específicamente, y todas las combinaciones posibles de valores numéricos entre el valor más bajo y el valor más alto enumerado, deben considerarse expresamente indicadas en esta divulgación. Los rangos numéricos en esta divulgación se proporcionan, entre otras cosas, para las condiciones de temperatura y presión para la polimerización del monómero VDC, opcionalmente con uno o más comonómeros monoetilénicamente insaturados.

15 El término "comprender" es sinónimo de "incluir", "contener", "tener" o "caracterizarse por", es inclusivo o abierto, y no excluye elementos, materiales o pasos adicionales no declarados. El término "que consiste esencialmente en" indica que además de los elementos, materiales o pasos especificados, pueden estar presentes pasos, elementos o materiales no declarados en cantidades que no afectan materialmente de manera inaceptable al menos una característica básica y nueva del objeto de la invención. El término "consistente en" indica que sólo están presentes 20 los elementos, materiales o pasos indicados.

"Composición", "formulación" y términos similares significan una mezcla o mezcla de dos o más componentes. En el contexto de una mezcla o combinación de materiales a partir de los cuales se fabrica el embalaje de barrera, por ejemplo, una película, la composición incluye la mezcla de la invención y cualquier otro aditivo, material de relleno y similares.

25 Por "polímero" se entiende el producto de polimerización de uno o más monómeros e incluye homopolímeros, así como interpolímeros, copolímeros, terpolímeros, tetrapolímeros y similares, así como mezclas y modificaciones de cualquiera de los anteriores, incluidas las formas de polímeros de bloque, injerto, adición o condensación.

"Mero", "unidad de repetición" y términos similares significan la porción de un polímero derivada de una sola molécula reactiva; por ejemplo, una unidad de repetición de etileno tiene la fórmula general -CH₂CH₂-.

30 "Interpolímero" o "copolímero" se refiere a un polímero que incluye unidades de repetición derivadas de al menos dos reactivos (normalmente monómeros) e incluye copolímeros aleatorios, bloqueados, segmentados, injertos y similares, así como terpolímeros, tetrapolímeros y trímeros y oligómeros.

35 "Condiciones de polimerización" y términos similares significan las condiciones en las cuales los monómeros reaccionarán para formar un polímero que comprende unidades de repetición derivadas de los monómeros. Los monómeros pueden ser iguales o diferentes, y las condiciones incluyen temperatura; presión; agitación, tiempo de residencia; disolventes, iniciadores, tensioactivos, agentes de suspensión y catalizadores.

40 "Peso molecular" es el peso molecular promedio en peso (Mw) en Daltons. Se mide mediante cromatografía de exclusión de tamaño utilizando calibración de poliestireno. La preparación de la muestra incluye la disolución de una muestra de resina de cloruro de polivinilideno en tetrahidrofurano (THF) a 50°C. Las muestras de resina que contienen más del 94 por ciento de cloruro de vinilideno no se disuelven fácilmente a esta temperatura, y la disolución a temperatura elevada puede provocar la degradación del peso molecular del polímero. Por lo tanto, las muestras de resina que contienen más del 94 por ciento de cloruro de vinilideno se disuelven previamente como una solución al 1 por ciento (%) en THF inhibido a 63°C. Las muestras se pueden disolver hasta a 83°C durante 4 horas sin pérdida de peso molecular, aunque es deseable minimizar el tiempo de disolución y la temperatura. Los 45 polímeros se analizan luego para la determinación del peso molecular mediante cromatografía de permeación en gel (GPC) utilizando el software Polymer Laboratories en un cromatógrafo Hewlett Packard 1100 equipado con dos columnas en serie. Estas columnas contienen perlas de copolímero de estireno/divinilbenceno de 5 µm disponibles comercialmente en Polymer Laboratories bajo la designación comercial PLGel 5µ MIXED-C. El disolvente es THF de grado HPLC purgado con nitrógeno. El caudal es de 1.0 mililitro/minuto y el tamaño de inyección es de 50 microlitros. La determinación del peso molecular se deduce mediante el uso de diez estándares de poliestireno de estrecha distribución de peso molecular (disponibles comercialmente en Polymer Labs bajo la designación comercial Narrow PS set (3 000 000 a 2000 Mp)) junto con sus volúmenes de elución.

50 "Punto de fusión" y términos similares significan la propiedad de un material sólido correspondiente a la transición de un material sólido a un material líquido. Tales propiedades se pueden medir fácilmente mediante calorímetro de barrido diferencial (DSC) como la temperatura de transición vítrea (Tg) para materiales vítreos amorfos y la temperatura de fusión para materiales cristalinos o semicristalinos.

"Punto de ablandamiento" y términos similares significan la temperatura de un material en el que comienza a ablandarse significativamente y volverse pegajoso. En el contexto de esta invención, el punto de ablandamiento es la temperatura a la que un material dado comienza a adherirse a la resina de VDC.

Paso de polimerización

5 El primer paso del procedimiento de esta invención es la fabricación de partículas sólidas de polímero de VDC. Por lo general, esto se logra a través de la polimerización en suspensión por lotes, que es bien conocida en la técnica y que generalmente produce perlas densas. El tamaño y la distribución del tamaño de estas partículas no son importantes para esta invención. También podría usarse la polimerización en emulsión, pero dado que esto generalmente produce un producto en forma de látex, el polímero de VDC primero tendría que convertirse en 10 partículas sólidas antes de entrar en contacto con las partículas sólidas de aditivo.

La polimerización comprende poner en contacto los monómeros de VDC, ya sea solo para un homopolímero de VDC o con uno o más comonómeros para un interpolímero de VDC, en una zona de polimerización y en condiciones de polimerización. La zona de polimerización puede ser un reactor de cualquier diseño, típicamente un recipiente cerrado, agitado y revestido de vidrio que está encamisado para calentar y enfriar. Dependiendo de la composición 15 específica y del peso molecular de la resina que se produce, las condiciones de polimerización pueden variar ampliamente. Incluso dentro de una polimerización se puede utilizar un rango de temperaturas y presiones. Las condiciones de polimerización típicamente incluyen una temperatura de 35 a 90°C y una presión atmosférica de hasta 900 kPa. La masa de reacción comprende monómeros, agua y típicamente uno o más de un iniciador y un 20 surfactante o agente de suspensión. La masa de reacción suele estar bien agitada, por ejemplo, revuelta, esencialmente libre de impurezas metálicas, y purgada y aislada del oxígeno. La polimerización puede ser por lotes, semicontinua o continua.

Los interpolímeros de VDC de esta invención comprenden típicamente una mayoría de unidades de repetición 25 derivadas del monómero VDC y una minoría de unidades de repetición derivadas de uno o más comonómeros monoetilénicamente insaturados. Las unidades de repetición derivadas de uno o más de estos comonómeros están típicamente presentes en una cantidad de no mayor de 40, más típicamente no mayor de 25 e incluso más típicamente no mayor de 16, y aún más típicamente no mayor del 10 por ciento molar del interpolímero. Las unidades de repetición derivadas de uno o más de estos comonómeros están típicamente presentes en una cantidad 30 mayor que cero, más típicamente mayor que 1, incluso más típicamente mayor que 2 y aún más típicamente mayor que 3, por ciento molar del interpolímero. El equilibrio de las unidades de repetición en el polímero de VDC son unidades de repetición derivadas del monómero de VDC.

Los comonómeros monoetilénicamente insaturados adecuados para su uso en la etapa de polimerización de la 35 presente invención incluyen cloruro de vinilo, acrilatos de alquilo, metacrilatos de alquilo, ácido acrílico, ácido metacrílico, ácido itacónico, acrilonitrilo y metacrilonitrilo. Los monómeros monoetilénicamente insaturados se seleccionan típicamente del grupo que consiste en cloruro de vinilo, acrilatos de alquilo y metacrilatos de alquilo, los acrilatos de alquilo y metacrilatos de alquilo que tienen de 1 a 8 átomos de carbono por grupo alquilo. Los acrilatos de alquilo y metacrilatos de alquilo suelen tener de 1 a 4 átomos de carbono por grupo alquilo. Los acrilatos de alquilo y metacrilatos de alquilo se seleccionan preferentemente del grupo formado por el acrilato de metilo, el acrilato de etilo, el acrilato de butilo y el metacrilato de metilo.

40 El peso molecular promedio en peso (Mw) de los polímeros de VDC utilizados en la práctica de esta invención es típicamente de 50 000 a 250 000 Dalton, más típicamente de 70 000 a 130 000 Dalton, medido por medio de cromatografía de exclusión de tamaño utilizando calibración de poliestireno.

Detención de la polimerización

45 El segundo paso del procedimiento es detener la polimerización. En un procedimiento por lotes, el progreso de la polimerización puede ser monitoreado por cualquier medio convencional, por ejemplo, liberación de calor o caída de presión, y una vez que una cantidad deseable de monómero VDC se ha convertido en el polímero de VDC, por ejemplo, mayor del 65%, preferiblemente mayor del 75% y más preferiblemente mayor del 85%, la polimerización se detiene por cualquier medio convencional, por ejemplo, descargando monómero no reaccionado, agregando eliminador de radicales libres, enfriamiento y similares. En un procedimiento continuo, la polimerización generalmente se detiene simplemente cerrando el flujo de monómeros a la zona de reacción.

50 En el momento en que se detiene la polimerización, el contenido de la zona de polimerización comprende, entre otras cosas, partículas sólidas de polímero de VDC, subproductos, monómero no reaccionado y agua, todo a la temperatura de polimerización o cerca de ella.

Recuperación del polímero de VDC

55 Una vez detenido el procedimiento de polimerización, se recupera el polímero de VDC. Por lo general, el primer paso de la recuperación es eliminar el monómero no reaccionado o residual de las partículas sólidas de VDC. La eliminación se logra típicamente sometiendo la masa de reacción al vacío, ya sea en el recipiente de polimerización

o, más comúnmente, en un recipiente de eliminación de monómero residual. Una vez que los monómeros residuales han sido eliminados, la masa de reacción se desagua y se seca.

Adición de aditivos

- 5 La puesta en contacto de las partículas sólidas de aditivo con las partículas sólidas de polímero de VDC se puede practicar en cualquiera de una cantidad de diferentes etapas del procedimiento, siempre que la puesta en contacto se realice (i) después de detener la etapa de polimerización y antes de que las partículas sólidas de polímero de VDC se desagüen, (ii) después de eliminar el monómero residual de las partículas sólidas de polímero de VDC, y (iii) a una temperatura suficiente para fundir o ablandar las partículas sólidas de aditivo, pero no las partículas sólidas de polímero de VDC, de modo que las partículas de aditivo fundidas o ablandadas se adhieran a las
- 10 partículas sólidas de polímero de VDC tras la puesta en contacto. Con respecto a la temperatura, típicamente la temperatura de contacto está a la temperatura de polimerización o cerca de la misma, por ejemplo, 60 a 120, más típicamente de 70 a 110 e incluso más típicamente de 80 a 100 °C. Esta temperatura dependerá, en parte, de la naturaleza del polímero de VDC, por ejemplo, homopolímero, copolímero, morfología, tamaño, peso molecular, etc. y, en parte, de la naturaleza de las partículas sólidas de aditivo, por ejemplo, composición química, morfología, tamaño, peso molecular, etc. Al igual que las partículas sólidas de polímero de VDC, la morfología, el tamaño y la distribución de tamaño de las partículas sólidas de aditivo no son importantes para esta invención, aunque preferiblemente el tamaño de las partículas de aditivo es similar o menor que el tamaño de las partículas de resina de VDC. Por supuesto, si las partículas de un aditivo en particular tienen un punto de fusión o ablandamiento mayor que el punto de fusión de las partículas sólidas de polímero de VDC, entonces estas partículas no se adherirán fácilmente a las partículas sólidas de VDC tras contacto y, por lo tanto, no son favorables para su uso en este procedimiento. Las temperaturas a, o por encima de, las cuales las partículas sólidas de polímero de VDC se funden o ablandan no se ven favorecidas porque a tales temperaturas, las partículas de polímero de VDC tenderán a adherirse entre sí creando agregados no deseados que pueden interferir con el procesamiento posterior y/o el uso final (por ejemplo, extrusión) del polímero.
- 15 20 25 30 35 40
- En cuanto a la etapa y la ubicación de la puesta en contacto de las partículas sólidas de aditivo con las partículas sólidas de polímero de VDC, esto puede ocurrir en una zona o recipiente al que se transfieren las partículas sólidas de polímero de VDC después de que se elimina el monómero residual, pero antes de que se elimine el agua. Independientemente de la ubicación, la puesta en contacto se produce después de que se eliminan los monómeros residuales.
- En una forma de realización, las partículas sólidas de aditivo se agregan en seco mediante adición de una vez o alimentador semicontinuo a las partículas sólidas de polímero de VDC, mientras que las partículas sólidas de polímero de VDC están bajo agitación constante y completa. En una forma de realización, los aditivos se mezclan previamente antes de agregarse a las partículas de polímero de VDC. En una forma de realización, las partículas sólidas de aditivo se agregan a la vez o por partes, y las partículas sólidas de aditivo en combinación con las partículas sólidas de polímero de VDC se mantienen en una mezcla agitada constante durante un período de tiempo suficiente para garantizar una distribución completa o casi completa y uniforme o casi uniforme de las partículas de aditivo a través de las partículas de polímero de VDC. La integridad de la mezcla se puede controlar por varios medios diferentes, incluido el examen microscópico de las partículas de polímero de VDC recubiertas con aditivos o una prueba de evaluación de pegajosidad del rollo de molino.

Aditivos

Los aditivos que se pueden utilizar en la práctica de esta invención son sólidos en condiciones ambientales (23°C, presión atmosférica), pero normalmente tienen un punto de fusión o ablandamiento inferior al de las partículas sólidas de polímero de VDC con las que deben mezclarse, en el entendimiento de que no todos los aditivos necesitan fundirse o ablandarse, siempre y cuando al menos algunos de los aditivos se derritan o ablanden lo suficiente en condiciones de contacto, de tal manera que aquellos aditivos que sí se funden o ablandan pueden actuar como un adhesivo entre las partículas de resina de VDC y aquellas partículas de aditivo que no se derriten ni se ablandan. Los aditivos son típicamente insolubles en agua y pueden poseer una amplia gama de tamaños de partículas, pero son típicamente del mismo tamaño o más pequeños que el tamaño de las partículas de polímero de VDC. El tamaño de partícula y la distribución del tamaño de partícula se pueden medir mediante cualquiera de una serie de procedimientos reconocidos, incluido el cribado, el dimensionamiento óptico y por resistencia eléctrica.

Los aditivos representativos que se pueden utilizar en la práctica de esta invención incluyen antioxidantes, estabilizadores de la luz, pigmentos, auxiliares tecnológicos, lubricantes, eliminadores de ácidos y ceras. Tales aditivos se utilizan en cantidades conocidas y de maneras conocidas. Por lo general, los aditivos se utilizan en cantidades de menos de 10, más típicamente menos de 5 e incluso más típicamente menos de 3 % en peso en base al peso de la composición.

Esta invención se sigue ilustrando por medio de los siguientes ejemplos. A menos que se indique lo contrario, todos los porcentajes, partes y proporciones son en peso.

Formas de realización específicas

Se realiza una mezcla de aditivos e interpolímero de VDC de cloruro de vinilideno metilacrilato (acrilato de metilo al 4.8 % en peso y un peso molecular promedio en peso de 116 000) mezclando los componentes de la mezcla, es decir, aditivos e interpolímero, utilizando un mezclador de alta intensidad LITTLEFORD y técnicas de mezcla convencionales. Esta mezcla se compara con una mezcla de la misma composición hecha mediante la adición de los aditivos secos al interpolímero de VDC en el eliminador de monómero residual del procedimiento de fabricación de resina de interpolímero de VDC. La mezcla de las muestras comparativas y de referencia se describe en la Tabla 1. Los aditivos secos son sólidos en condiciones ambientales (23°C y presión atmosférica) y consisten en componentes a-g. Los componentes h e i son líquidos en condiciones ambientales. Una parte de la cantidad total de cada uno de los componentes h e i se agrega al monómero VDC y la cantidad restante de cada uno de los componentes h e i se agrega al interpolímero de VDC en el momento en que se realiza el interpolímero. La cantidad de cada uno de h e i agregados al monómero e interpolímero no es crítica y puede variar según la conveniencia. Las muestras de cada mezcla se ejecutan en un molino de dos rollos BRABENDER, modelo RM-3000, a 175°C y 25 revoluciones por minuto (rpm), y se comparan para el tiempo de gasificación (es decir, el momento en que las burbujas de gas HCl se observan por primera vez a simple vista en el polímero fundido causadas por la degradación del polímero) y la pegajosidad. La escala de pegajosidad se informa en la Tabla 2 y los resultados de ejemplo se informan en la Tabla 3.

Tabla 1

Interpolímero de VDC y mezcla de aditivo	
Componente	Porcentaje en peso
Interpolímero de VDC	93.23
50/50 HDPE y silicona de alto peso molecular ^a	0.15
Cera de parafina ^b	0.1
Cera de polietileno oxidado ^c	0.1
Estearamida ^d	0.11
Piedra caliza molida ^e	0.11
Tiodipropionato de diestearilo ^f	0.15
Euracamida ^g	0.05
Aceite de soja epoxidado ^h	4
Sebacato de dibutilo ⁱ	2

^aLubricante; HDPE = polietileno de alta densidad.
^bLubricante.
^cLubricante
^dAgente de deslizamiento
^eAntibloqueador
^fAntioxidante/Lubricante
^gLubricante
^hPlastificante
ⁱPlastificante

Tabla 2

Escala de pegajosidad	
Valor de pegajosidad	Descripción
0	No hay polímero pegado en el rollo de límite
1	Polímero pegado en el rollo de límite en pequeños puntos
2	Capa delgada de polímero sobre la mayor parte del rollo de límite
3	Capa delgada de polímero sobre la mayor parte del rollo de límite con algunas manchas gruesas
4	Capa gruesa de polímero sobre la mayor parte del rollo límite
5	Cantidades iguales de polímero en ambos rollos

Tabla 3

Evaluación de molino de dos rollos de mezclas de interpolímero de VDC y mezclas de aditivos		
	Ejemplo comparativo	Ejemplo de referencia
Tiempo de gasificación	6:43	6:22
Tiempo (min)	Pegajosidad	Pegajosidad
3	4	2
6	4	3
9	4	3
12	4	3.5
15	4	4
18		5
21		5
24		5
27		5

5 El tiempo de gasificación es similar para ambas mezclas, y los valores de pegajosidad más bajos a 3-12 minutos indican menos pegajosidad para la mezcla de referencia que para la mezcla convencional (comparativa). Ambos resultados son buenos y son indicativos de que las mezclas hechas por medio del procedimiento de referencia son al menos tan buenas como las mezclas hechas por medio de técnicas de mezcla convencionales.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para mezclar partículas sólidas de aditivo con partículas sólidas de polímero de VDC, el procedimiento comprende los pasos de:
 - 5 A. Polimerizar el monómero VDC, opcionalmente con uno o más comonómeros monoetilénicamente insaturados, en una zona de polimerización en condiciones de polimerización para formar partículas sólidas de polímero de VDC;
 - B. Detener la polimerización de los monómeros VDC después de la formación de las partículas sólidas de polímero de VDC; y
 - 10 C. Poner en contacto las partículas sólidas de polímero de VDC con las partículas sólidas de aditivo (i) antes de que las partículas sólidas de polímero de VDC se desagüen, (ii) después de eliminar el monómero residual de las partículas sólidas de polímero de VDC, y (iii) a una temperatura suficiente para fundir o ablandar las partículas sólidas de aditivo pero insuficiente para fundir o ablandar las partículas sólidas de polímero de VDC de tal manera que las partículas sólidas de aditivo fundidas o ablandadas se adhieran a las partículas sólidas de polímero de VDC tras contacto,
- 15 donde las partículas sólidas de aditivo son sólidas en condiciones ambientales (23°C, presión atmosférica).
2. El procedimiento de la reivindicación 1 en el que la puesta en contacto del paso C es a una temperatura de 60 a 120°C.
3. El procedimiento de la reivindicación 2 en el que las partículas sólidas de aditivo son aproximadamente del mismo tamaño o más pequeñas que el tamaño de las partículas de polímero de VDC.
- 20 4. El procedimiento de la reivindicación 3 en el que las partículas sólidas de aditivo comprenden una mezcla de dos o más aditivos.
5. El procedimiento de la reivindicación 4 en el que las partículas sólidas de aditivo comprenden al menos uno de antioxidante, estabilizador de luz, pigmento, auxiliar tecnológicos, lubricant, eliminador de ácido y cera.
- 25 6. El procedimiento de la reivindicación 5 en el que las partículas sólidas de aditivo se ponen en contacto con las partículas sólidas de polímero de VDC en una cantidad superior a cero a menos del 10% en peso en base al peso combinado de las partículas sólidas de VDC y sólidas de aditivo.