(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 788 349**

(51) Int. CI.:

C08J 3/20 (2006.01)
C09D 5/34 (2006.01)
C09D 183/06 (2006.01)
C09D 183/08 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.04.2017 PCT/IB2017/052398**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **02.11.2017 WO17187353**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.04.2017 E 17726365 (4)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **12.02.2020 EP 3448919**

(54) Título: **Producción de productos sensibles a la humedad en un recipiente de mezclado móvil**

(30) Prioridad:

28.04.2016 BE 201605300

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
21.10.2020

(73) Titular/es:

SOUDAL (100.0%)
Everdongenlaan 20
2300 Turnhout, BE

(72) Inventor/es:

GEBOES, PETER;
LOOS, LUC;
BELIËN, ULRIC;
LAURENT, BOB;
VAN DEN PLAS, DAVE y
DE BACKER, EVELIEN

(74) Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

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

Producción de productos sensibles a la humedad en un recipiente de mezclado móvil

Campo de la invención

La presente invención se refiere a la producción de productos sensibles a la humedad. Más particularmente, la invención se refiere a la producción de productos que se aplican localmente con alguna precisión, por ejemplo, presionándolos fuera de un cartucho o contenedor semejante a una salchicha a través de una tobera, y de esta manera pueden usarse como un sellador, como un adhesivo, como un material de relleno o como un material aislante, con la característica común de que todas estas sustancias después de la aplicación de una manera u otra reaccionan adicionalmente con agua o humedad, habitualmente del aire o de la proximidad inmediata de donde se aplicaron las sustancias, para formar su estructura tridimensional reticulada final, también referida como endurecimiento o "curado", con el fin de obtener las propiedades finales para las que se emplean.

Antecedentes de la invención

Un ejemplo importante de productos que finalmente se curan por reacción con agua o humedad, puede encontrarse en la familia de calafateos, masillas y selladores.

Un ejemplo importante de productos que se curan finalmente por reacción con agua o humedad, puede encontrarse en la familia de calafateos, masillas y selladores.

Se ofrecen selladores o masillas - los dos términos se usan en la presente memoria como sinónimos uno del otro - que tienen un amplio rango de propiedades, que varían de "elástico", sobre "pseudoplástico", hasta "plástico", dependiendo de su respuesta a la deformación en su estado final, que también se refiere como su "recuperación elástica de la forma" o por el término equivalente "deformación permanente permisible", por lo que se quiere decir la capacidad de un sellador de volver, después del estiramiento, a cerca de su forma original, o a la forma deformada que permanece posteriormente a largo plazo. La capacidad de "deformación permanente permisible", que, en la práctica, es el movimiento máximo que puede tener una junta, varía de este modo típicamente hasta como máximo del 7-8 % para productos plásticos, que frecuentemente ya no tienen recuperación de la forma después de una deformación repetida, hasta aproximadamente el 10-15 % de reformación permanente permisible para productos pseudoplásticos o plastoelásticos, hasta al menos el 20 % para los productos verdaderamente puramente elásticos. Con los selladores plásticos y pseudoplásticos, el curado ocurre sustancialmente bastante frecuentemente por secado físico, es decir, por la evaporación de algún disolvente, incluyendo agua, de la composición.

La familia de selladores elásticos y masillas, por otra parte, consiste principalmente por productos que se curan por reacción química con agua o humedad. Los términos agua y humedad se usan en este documento indistintamente, y como sinónimos uno del otro. La invención se refiere se hecho a la reacción con agua (H_2O), y la invención no hace ninguna distinción con respecto al estado físico o la pureza del agua que estaría disponible para esa reacción.

Estos selladores elásticos se hacen habitualmente sobre la base de silicona o sobre la base de poliuretanos (PUR), pero también selladores híbridos, sobre la base de "polímeros modificados con silano" (SMP) con, por ejemplo, un esqueleto de poliuretano o poliéter o cadena principal, se conocen comúnmente. Su capacidad de "recuperación elástica de la forma" puede alcanzar más del 70 % y frecuentemente incluso más del 90 %, una característica por la que son altamente apreciados, tanto por profesionales como por aficionados al bricolaje, en la industria de la edificación y construcción, tal como en el montaje de ventanas, en aplicaciones sanitarias, para adhesión elástica en la industria del vidrio y del metal, para el sellado en automóviles, barcos, caravanas, para la aplicación de juntas de conexión y juntas de expansión, y similares.

Los selladores de silicona representan de este modo en el mercado, de lejos, la mayor parte de estos selladores elásticos. La producción de selladores de silicona elásticos se basa en un polímero de polisiloxano reactivo, que tiene en cada átomo de silicio en la cadena habitualmente cada vez dos radicales orgánicos que se extienden lateralmente desde el esqueleto del polímero de óxido de silicio, habitualmente un polidimetil siloxano. El polímero es reactivo porque a ambos extremos de la cadena típicamente lineal $[R_2Si\text{-}O]_n$ hay un grupo que todavía es reactivo, típicamente una función hidroxilo. En la producción más tradicional de selladores de silicona, la primera etapa química es la reacción de los grupos terminales reactivos del polímero de polisiloxano con un agente de reticulación particular o reticulador para formar el denominado "prepolímero", que es entonces todavía capaz de curado por reticulación. Esta etapa de reacción también se refiere algunas veces como "protección de extremos", es decir, la adición de un grupo terminal diferente en el polímero reactivo, y el producto obtenido puede denominarse también así un "polímero con los extremos protegidos". Como esta etapa da lugar a la formación de un "prepolímero", es decir, un compuesto adecuado para una polimerización adicional, esta etapa de reacción se refiere frecuentemente como "prepolimerización". Esta etapa prepara al polímero reactivo para la reacción de polimerización posterior sin ser en sí misma una reacción de polimerización. El término prepolimerización no es así incorrecto, sino que debería interpretarse y leerse con ese significado.

Lo más convencionalmente, se usa un alquil triacetoxi silano como el agente de reticulación, p. ej., etil triacetoxi silano, del cual una de las tres funciones acetato reacciona con el grupo hidroxilo del polímero, mediante lo cual, con la

liberación de una molécula de ácido acético, se forma un enlace Si-O-Si (siloxano) adicional. De esta manera, el polímero polisiloxano obtiene en ambos lados de la cadena siloxano cada vez dos funciones acetoxi, es decir, en cada lado dos grupos terminales reactivos. Estos grupos reactivos remanentes están destinados a la reacción con la humedad del entorno, después de la aplicación de la pasta de silicona, para formar un nuevo enlace siloxano entre las dos cadenas de polímero, de nuevo, con la liberación de una molécula de ácido acético. Debido a que el agente de reticulación ha llevado a cada extremo de polímero dialquil siloxano original los dos grupos terminales reactivos, de esta manera puede formarse una estructura tridimensional reticulada final por la reacción con agua o humedad del entorno. Además de esta técnica basada en alquil triacetoxi silano, también se conocen tecnologías basadas en alcoxi y oxima. Además, se encuentran las tecnologías de benzamida, lactato, y/o enoxi, no obstante, en mucho menor grado.

Durante la producción del sellador de silicona, pueden incorporarse habitualmente aditivos adicionales, tales como plastificantes, extensores, materiales de relleno, pigmentos y/o tintes, y promotores de la adhesión, por varias razones. Para acelerar la reticulación en la aplicación final, también se añade habitualmente un catalizador.

Para obtener finalmente de la producción una pasta, que sea adecuada para aplicarse fácilmente como el producto final, se añade al menos un agente espesante, lo más típicamente sílice (SiO_2), con el fin de cambiar la reología, mediante lo cual el producto de la reacción todavía sustancialmente líquido se endurece para convertirse en una pasta, que es sustancialmente una sustancia viscoelástica. La pasta final debe usarse entonces para llenar un contenedor adecuado, frecuentemente un cartucho de plástico desde el que puede extruirse el sellador de silicona, usando algo de presión, a través de una tobera en su destino final.

Para permitir una reticulación apropiada después de la aplicación del sellador, es importante que los dos grupos terminales reactivos en el polímero de siloxano estén todavía disponibles después de la aplicación del sellador de silicona desde su contenedor a su destino final. Pueden no haber tenido la oportunidad de reaccionar, tal como durante la producción, transporte o almacenamiento del sellador de silicona, es decir, antes de que el sellador se emplee en su aplicación final.

Es, por lo tanto, bastante importante que se prevenga que la humedad o agua, en cualquier forma, reaccione prematuramente con los grupos reactivos de los productos sensibles a la humedad, en el caso de los selladores de silicona, los grupos terminales reactivos en el polímero de siloxano, tales como los que se han proporcionado por la reacción con el agente de reticulación. Dicha reacción prematura de los grupos reactivos con la humedad o agua da lugar a una reticulación prematura de las cadenas de prepolímero en la mezcla, lo que puede dar lugar a una variedad de problemas. Por ejemplo, durante la producción, esto puede dar lugar a la formación de escamas en el producto final, es decir, trozos del polímero reticulado que ya no son reactivos, que son elementos perturbadores en la aplicación y que pueden alterar significativamente la apariencia final de la pasta aplicada.

Pero, también durante la producción, una reticulación prematura puede dar lugar a una adhesión incrementada del producto al equipo de producción, lo que puede incrementar significativamente los costes de limpieza y la frecuencia del mantenimiento, y reducir la capacidad de producción de una instalación. También, aguas abajo de la producción, es decir, durante el almacenamiento y/o transporte de la masilla envasada hasta el usuario final, puede ocurrir la reticulación prematura, por la entrada de más humedad o agua, de manera que el producto se convierte en inservible. Incluso después de la compra, es decir, con el usuario final, este fenómeno todavía puede ocurrir con el riesgo de que el envase comprado no alcanzaría la vida útil deseada y/o prescrita.

La presente invención se refiere a reducir el riesgo de reticulación prematura de los productos sensibles a la humedad durante su producción, transporte y/o almacenamiento hasta su aplicación final, principalmente con el propósito de prolongar la vida útil del producto final envasado y/o para mejorar la estabilidad del producto final envasado.

La presente invención tiene como objetivo obviar o al menos mitigar el problema descrito anteriormente y/o proporcionar mejoras generalmente.

Resumen de la invención

Según la invención, se proporciona un método como se define en cualquiera de las reivindicaciones adjuntas.

En una realización, la presente invención proporciona un método para la producción de una composición curable por humedad, método que se opera en modo discontinuo y la producción del prepolímero se produce en un recipiente de mezclado, mediante lo cual después de obtener el prepolímero en el recipiente de mezclado, la tapa del recipiente de mezclado se levanta y el agitador y/o raspador se eleva desde el líquido, el recipiente de mezclado se cierra mediante dos láminas de plástico, mediante lo cual la primera lámina se proporciona tan cerca como sea posible contra el producto y contra la pared lateral vertical del recipiente de mezclado abierto, y posteriormente la segunda lámina se estira sobre el borde superior del recipiente de mezclado.

La primera lámina protege al producto en el recipiente de mezclado tan bien como sea posible del contacto con el aire que se encuentra por encima de la primera lámina, mientras la segunda lámina protege al recipiente de mezclado, y especialmente, la cantidad de aire situado en ella por encima de la primera lámina, tan bien como sea posible del aire que se encuentra por encima y alrededor del recipiente de mezclado. Los inventores han encontrado que este doble

sellado mediante las dos láminas de plástico aplicadas apropiadamente proporciona un sellado muy efectivo para proteger al prepolímero sensible al agua en el recipiente de mezclado frente al contacto con la humedad, y así frente al curado prematuro, durante la eliminación del recipiente de mezclado lleno por debajo de la tapa levantada, incluyendo habitualmente unido a la tapa el agitador y/o raspador, y durante la transferencia del recipiente de mezclado lleno a la instalación de llenado y la conexión al mismo.

En una realización de la presente invención, el agitador y/o raspador elevado se raspa, preferiblemente manualmente usando un cuchillo adecuado, y el producto raspado se deja caer en el contenido del recipiente de mezclado antes de que el recipiente de mezclado se cierre con las láminas de plástico.

Esto ofrece la ventaja de que se dejará menos producto en el agitador y/o raspador, que puede ponerse en contacto con el aire ambiental y así con la humedad en él, antes de que pueda proporcionarse un nuevo recipiente de mezclado debajo de la tapa y el recipiente de mezclado pueda cerrarse de nuevo con la tapa. Como resultado, se reduce la cantidad de producto remanente del lote de producción previo que se mezcla con los ingredientes del siguiente lote de producción. Como estos ingredientes todavía pueden contener agua, y el producto remanente es muy reactivo y empieza el curado cuando está en contacto con la humedad, el raspado del agitador y/o raspador reduce la formación de escamas no deseadas en el siguiente lote de producción.

En una realización de la presente invención, el interior de la tapa no se raspa.

Esto ofrece la ventaja de que el material, que se está recogiendo del interior de la tapa, y que, por lo tanto, ha tenido más tiempo y oportunidad de reaccionar con la humedad, tal como la humedad del aire ambiental que puede haber entrado en el recipiente de mezclado, no se mezcla en el producto acabado en el recipiente de mezclado. Esto reduce el riesgo de que aparezca un producto que ha reaccionado parcialmente en el producto acabado, dando lugar a la formación de escamas fastidiosas.

Los inventores prefieren que este material, que está siendo recogido en el interior de la tapa del recipiente de mezclado durante la producción, se retire y se disponga separadamente del producto de calidad que se produce y obtiene en el recipiente de mezclado. Posiblemente, este material puede descargarse y envasarse como un producto inferior, pero todavía utilizable, pero se desecha preferiblemente como inservible y como desecho.

En otra realización de la presente invención, el agitador y/o raspador elevado no se raspa antes de que la tapa se ponga de nuevo en un nuevo recipiente de mezclado. Se prefiere usar este material como material de reciclado para la siguiente etapa de producción, con el mismo agitador y/o raspador.

Esto ofrece la ventaja de que es necesario menos tiempo para retirar el recipiente de mezclado con la composición finalizada de debajo de la tapa, y para llevar este recipiente a la siguiente etapa de procesamiento. Esto permite un menor tiempo para que el producto acabado en el recipiente de mezclado se ponga en contacto con el aire ambiental air y con la humedad que este comprende.

En una realización de la presente invención, se proporciona una cantidad de desecante entre las dos láminas de plástico. El desecante absorbe la humedad del volumen de aire entre las dos láminas de plástico, de manera que puede entrar menos humedad en el producto en el recipiente de mezclado por debajo de la primera lámina. Esto proporciona la ventaja de que se reduce el riesgo de curado prematuro del producto en el recipiente de mezclado antes de que el producto pueda utilizarse para el llenado en la instalación de llenado.

Según los inventores, los desecantes adecuados son gel de sílice o tamices moleculares.

En una realización de la presente invención, el aire ambiental entre las dos láminas de plástico se reemplaza, al menos parcialmente, por un gas seco, preferiblemente por nitrógeno o aire secado, más preferiblemente por aire secado, al que se ha proporcionado preferiblemente un punto de condensación como máximo de -40 °C, preferiblemente como máximo -45 °C, más preferiblemente un punto de condensación como máximo de -50 °C.

Descripción detallada

La presente invención se describirá de aquí en adelante en la presente memoria en realizaciones particulares, y con la posible referencia a dibujos particulares, pero la invención no está limitada por esto, sino solo por las reivindicaciones. Cualesquiera dibujos son solo esquemáticos y no son limitantes. En los dibujos, el tamaño de algunos de los elementos puede ser exagerado y no dibujado a escala para propósitos ilustrativos. Las dimensiones y las dimensiones relativas en los dibujos no se corresponden necesariamente con las reducciones reales para llevar a la práctica la invención.

El término "que comprende", tal y como se usa en las reivindicaciones, no debería considerarse como que está limitado a los elementos que se enumeran en el contexto con él. No excluye que pueda haber otros elementos o etapas. Debe considerarse como la presencia proporcionada de estas características, números enteros, etapas o componentes

según se requiera, pero no descarta la presencia o adición de una o más características, números enteros, etapas o componentes, o grupos de los mismos. Así, el volumen de "un artículo que comprende los medios A y B" puede no estar limitado a un objeto que está compuesto solamente por los agentes A y B. Significa que A y B son los únicos elementos de interés para el contenido en conexión con la presente invención. Según esto, los términos "comprenden" o "incorporan" también engloban los términos más restrictivos "que consiste esencialmente en" y "consiste en". Mediante el reemplazo de "comprenden" o "incluyen" por "consisten en" estos términos representan, por lo tanto, la base de realizaciones preferidas pero reducidas, que también se proporcionan como parte del contenido de este documento respecto a la presente invención.

Los productos que se producen por el método según la presente invención se caracterizan generalmente por que forman una sustancia pastosa que, después de la aplicación, habitualmente localmente y con alguna precisión, extruyéndolos a través de una boquilla de salida, permanece en su sitio. Por ejemplo, los productos que se consideran como masillas o selladores, después de la aplicación como una pasta todavía no curada, todavía durante algún tiempo, pueden habitualmente frotarse y/o extenderse, y de este modo posteriormente al curado conseguir un sellado apropiado. La pasta de producto antes del curado, se caracteriza, por lo tanto, habitualmente por una denominada "viscosidad compleja" muy alta bajo fuerzas de cizallamiento bajas. La "viscosidad compleja" se determina por oscilación, mediante lo cual pueden separarse una de otra la contribución viscosa y la elástica a la respuesta reológica. Bajo fuerzas de cizallamiento bajas, la pasta se comporta preferiblemente casi como un sólido. Es deseable, sin embargo, que la extrusión de la pasta a través de la boquilla de salida no requiera fuerzas excesivamente altas. Es, por lo tanto, deseable que la pasta, antes del curado, presente una viscosidad compleja menor bajo fuerzas de cizallamiento mayores. El producto de pasta presenta así preferiblemente un efecto de fluidificación por cizallamiento alto. Bajo fuerzas de cizallamiento altas, la pasta debería comportarse, por lo tanto, preferiblemente más como un líquido.

Pero también son importantes las propiedades después del curado y pueden variar considerablemente. De algunas masillas o selladores se espera que permanezcan plásticos después del curado, pero, por lo tanto, también tienen poca capacidad de recuperarse después de la deformación. La deformación permanente permisible de un sellador "plástico" es típicamente no mayor del 7,5 %, lo que significa que el producto solo puede aguantar una deformación como máximo del 7,5 % con el fin de volver a su estado original después de la retirada de la fuerza de deformación. Más allá de dicha deformación permanecerá una deformación permanente. Se espera que otros selladores presenten eventualmente un comportamiento plastoelástico. Estos selladores tienen una deformación permanente permisible que es mayor que la de los selladores plásticos, típicamente de aproximadamente el 12,5 %. La mayoría de las masillas o selladores es, sin embargo, más "elástica", y pueden recuperarse (casi) completamente después de deformaciones del 20 % o más. La mayor parte de los selladores de silicona tienen una recuperación elástica de más del 80 %, y frecuentemente incluso más del 90 %. Pero también en los selladores elásticos existe demanda de productos que tienen una amplia variedad de propiedades.

Cada producto en la familia de los productos producida por el método según la presente invención representa, por lo tanto, un equilibrio firme entre las propiedades de la pasta no curada, y las del producto curado finalmente después de la aplicación. Cada vez, la combinación de propiedades es un resultado de una selección cuidadosa de los ingredientes y de las cantidades incorporadas de los mismos. Cada ingrediente es importante, tal como la elección del polímero reactivo y la naturaleza del agente de reticulación, pero también el empleo o no de otros posibles ingredientes, tales como plastificantes, extensores, materiales de relleno, agente espesantes, promotores adicionales de la adhesión, y catalizadores.

En el contexto de la presente invención, con polímeros reactivos se quiere decir un polímero reactivo de óxido de silicio, con un esqueleto formado por átomos alternantes de silicio y oxígeno. En los laterales de este esqueleto lineal, en cada átomo de silicio del polímero de óxido de silicio, están presentes grupos orgánicos laterales, habitualmente grupos orgánicos saturados, preferiblemente grupos metilo de manera que el polímero reactivo es un polidimetilsiloxano. Este polímero reactivo es un resultado de una reacción de polimerización. Cada molécula de polímero se caracteriza por una longitud de cadena particular, y una mezcla de moléculas se caracteriza generalmente por una distribución de la longitud de la cadena sobre las diversas moléculas. Típicamente, la longitud promedio de la cadena de las moléculas en una mezcla es fácilmente suficiente para distinguir diferentes materiales brutos de polímero reactivo. Un peso molecular promedio (g/mol) puede reportarse además como una característica de una composición de polímero, mediante lo cual, sin embargo, se tiene que tener en mente que un margen amplio del peso molecular existe típicamente en las diferentes moléculas de polímero en la composición.

Cuando los grupos laterales orgánicos permanecen iguales, al incrementar la longitud promedio de la cadena de un polímero reactivo o mezcla de polímeros, la viscosidad dinámica del polímero o mezcla de polímeros también incrementará. Esta viscosidad se expresa en Pascal segundo (Pa.s). Es, por lo tanto, una práctica común caracterizar los productos de polímero reactivo parcialmente por su viscosidad. Los polidimetilsiloxanos reactivos usados comúnmente tiene una viscosidad a 20 °C en el rango de 20-350 Pa.s, p. ej., los que se refieren como de tipo 20 (20 Pa.s), 50 (50 Pa.s), 80 (80 Pa.s), 120 (120 Pa.s), 150 (150 Pa.s) y 350 (350 Pa.s). Los polímeros reactivos adecuados están disponibles como Polímero FD en la empresa Wacker, Xiameter OHX de Dow Corning o Xiameter, Silopreno E de Momentive Performance Materials, o Bluesil FLD de Blue Star.

Los inventores han encontrado que los polímeros reactivos que tienen una viscosidad mayor, y, por lo tanto, una longitud de cadena mayor, forman productos finales más blandos en comparación con los polímeros reactivos que tienen una viscosidad menor.

La molécula de polímero permanece reactiva gracias al grupo terminal, típicamente en ambos extremos del esqueleto, siendo habitualmente un grupo o función hidroxilo. Es con este grupo final con el que reacciona el agente de reticulación. El agente de reticulación sirve para el propósito de proporcionar, después de la reacción con el grupo terminal en el polímero reactivo, más de un grupo terminal reactivo y disponible.

En el contexto de la presente invención, el producto de la reacción del polímero reactivo con el agente de reticulación, se refiere como un polímero con los extremos protegidos. La reacción del agente de reticulación con el polímero reactivo, mediante la cual cada vez que una molécula de reticulador se une en sí misma a uno de los grupos terminales reactivos del polímero reactivo, es lo que se llama la prepolimerización. Es el curado final bajo la influencia de agua o humedad lo que es entonces la polimerización.

Es la disponibilidad de los al menos dos grupos terminales reactivos en cada extremo del polímero con los extremos protegidos, mediante lo cual los grupos terminales reactivos son capaces de reaccionar entre sí bajo la influencia de agua, o humedad (aire), lo que permite la formación última de una estructura tridimensional, que se denomina el curado o polimerización.

Pueden añadirse plastificantes para influir en el comportamiento reológico de la pasta no curada, pero también para ayudar al establecimiento de la elasticidad y la recuperación de la forma elástica del producto final curado. Una selección y dosificación apropiadas del plastificante también puede reducir la cantidad del espesante requerida para obtener un espesor deseado de la pasta. Los plastificantes adecuados son, por ejemplo, los denominados aceites de silicona, que son siloxanos no reactivos tales como polidimetilsiloxano, y que se ofrecen en varias calidades que tienen, por ejemplo, diferentes longitudes de cadena. Los siloxanos son particularmente adecuados porque ofrecen una alta compatibilidad con los demás ingredientes del producto final, en particular, con el prepolímero. Los polidimetilsiloxanos no reactivos muy comunes tienen una viscosidad a 20 °C en el rango de 100 mPa.s a 12.500 mPa.s. Dichos productos se ofrecen entre otros como Plastificante W por la empresa Momentive Performance Materials, o como Weichmacher por la empresa Wacker.

Frecuentemente, al menos una parte del plastificante puede reemplazarse por un disolvente que tiene un punto de ebullición alto. Son adecuados, p. ej., los hidrocarburos o mezclas de los mismos con un rango de ebullición alto y así una volatilidad muy baja. Dichos productos se ofrecen, por ejemplo, como Exxsol® D60, D80, D100, D120, o D140, o como Isopar® H, J, K, L, M, N, o V de la empresa ExxonMobil Chemical, o Ketrul® D100, Hydroseal® G232H, G240H, G3H, G250H, G270H, G400H, G310H, G315H, G340H de la empresa Total, o Shellsol® D60, D80, D100 de Shell, Pilot 261, 291, 321, 400, 600, 900 de la empresa Petrochem Carless, o Nyflex 8120, 8131, 800 de la empresa Nynas.

La elección del agente de reticulación tiene un efecto importante en las propiedades del producto final.

Los inventores prefieren como un agente de reticulación un compuesto, compuesto por un átomo de silicio que porta tres grupos reactivos y un grupo no reactivo. Dos de los tres grupos reactivos están destinados a reaccionar después del curado, y proporcionen la capacidad de construir la red tridimensional diana, como se describe en otro lugar en este documento. La selección del grupo no reactivo remanente permite contribuir adicionalmente a las propiedades del producto final.

En los selladores de silicona, los inventores usan entre otros alquil triacetoxi silano como un agente de reticulación. Estos agentes de reticulación denominados "que contienen ácido acético" dan lugar a productos bastante "elásticos resistentes ", también caracterizados por algo de acidez. Son adecuados para la mayoría de los usos finales sin problemas, particularmente en vidriado, aplicaciones sanitarias, adhesión elástica en la industria del vidrio y metal, o para sellados en automóviles, barcos o caravanas. Son menos adecuados con sustratos alcalinos, tales como hormigón o sustratos cementados, o para metales particulares, tales como cobre. Los inventores prefieren etil triacetoxi silano. Los equivalentes metilo, propilo y vinilo también son, sin embargo, conocidos y adecuados. La variante etilo ofrece la ventaja de que es líquida en condiciones estándar, de manera que puede procesarse e incorporarse en la composición fácilmente. También se usan ampliamente las mezclas de las variantes metilo y etilo, porque la mayor parte de las versiones de las mismas también son líquidas. Se usan frecuentemente como reticuladores "que contienen ácido acético" el metil triacetoxi silano, etil triacetoxi silano, propil triacetoxi silano, y mezclas de los mismos. Los productos adecuados son, por ejemplo, el Reticulador ES21, ES23, ES24 disponibles en la empresa Wacker, Reticulador 3034, 3187 de la empresa Momentive Performance Materials, Reticulador MTA, ETA, PTA, ETA/MTA (70/30), PTA/MTA (70/30) de la empresa Nitro Chemistry, Reticulador AC 10, 15, 30 de la empresa Evonik Hanse.

Para el sellado de materiales plásticos de cloruro de polivinilo (PVC), sustratos alcalinos, y con sustratos porosos, los inventores prefieren selladores de silicona que tengan una composición bastante neutra con respecto a ácidos y generación de ácidos, y basadas así en otros agentes de reticulación distintos de los triacetoxi silanos. Los inventores producen selladores de silicona neutros usando preferiblemente uno o más silanos basados en alcoxi, tal como alquil trialcoxi silano, preferiblemente metil trimetoxi silano o vinil trimetoxi silano, o que tengan una o más oximas como sustituyente en el silicio del agente de reticulación, aunque la benzamida o lactato también es adecuado. Entre los

agentes de reticulación basados en oxima, la metil etil cetoxima (metil etil cetona oxima en nombre completo, frecuentemente abreviada como "MEKO", CH_3-CH_2-(CH_3)C=N-OH) es un sustituyente muy conocido. Otros sustituyentes muy conocidos para el silicio de un agente de reticulación de silano son acetona oxima, MIBKO o metil isobutil cetona oxima, y MPKO o metil propil cetona oxima.

Los reticuladores basados en oxima adecuados son metil tris(MEKO) silano, vinil tris(MEKO) silano, tetraquis(MEKO) silano, metil tris(MIBKO) silano, vinil tris(MIBKO) silano, metil triacetona oxima silano, etil triacetona oxima silano, vinil triacetona oxima silano, metil tris(MPKO) silano, vinil tris(MPKO) silano, y mezclas de los mismos. Los productos adecuados son, p. ej., Reticulador MOS, VOC, TOS, MT10, MT15, VT5, VT2, VT1, LM43, LM100, LM200, LM400, OS1600, OS2600 de la empresa Nitro Chemistry, Reticulador OX10, OX20, OX30, OX32, OX33 disponible en la empresa Evonik Hanse.

Los reticuladores alquil, alquenil o fenil trialcoxi adecuados son, por ejemplo, metil trimetoxi silano, etil trimetoxi silano, propil trimetoxi silano, vinil trimetoxi silano, isobutil trimetoxi silano, fenil trimetoxi silano, metil trietoxi silano, propil trietoxi silano, isobutil trietoxi silano, vinil trietoxi silano, fenil trietoxi silano, octil trimetoxi silano, octil trietoxi silano, y mezclas de los mismos. Los productos adecuados son, por ejemplo, Silquest A-1630, Silquest A-171 disponibles en la empresa Momentive Performance Materials, Geniosil® XL-10, Reticulador ME60, ME63, Geniosil GF56 de la empresa Wacker, Reticulador MTMS (Dynasylan®) VTMO (Evonik), vinil trimetoxi silano, vinil trietoxi silano de la empresa Nitrochemie.

En la masilla también puede incorporarse un promotor de la adhesión. Los promotores de la adhesión adecuados son, por ejemplo, organo- silanos, preferiblemente amino silanos o epoxi silanos. Los promotores de la adhesión adecuados pueden encontrarse, p. ej., en las familias de productos ofrecidas como Geniosil® de la empresa Wacker, como Silquest de Momentive Performance Materials, y como Dynasylan® de Evonik.

Como promotores de la adhesión muy adecuados están, p. ej., di- terc-butoxi diacetoxi silano para los productos "que contienen ácido acético", pero para los productos neutros también son adecuados 3-aminopropil trietoxi silano, 3-aminopropil trimetoxi silano, N-(2-aminoetil)-3-aminopropil trimetoxi silano, 3-(2-amino etilamino)propil triacetoxi silano, N-(3-trimetoxi sililpropil) dietilen triamina, bis-(3-metoxi sililpropil) amina, amino etilamino propil metil dimetoxi silano, N-(2-aminoetil)-3-aminopropil dimetoxi metil silano, N-(n-butil)-3-aminopropil trimetoxi silano, N-(n- butil)-3-aminopropil trietoxi silano, 3-aminopropil metil dietoxi silano, amino-etil amino-propil trimetoxi silano, 3-glicidoxipropil-trimetoxi silano, 3-glicidoxipropil trietoxi silano, gamma-ureidopropil trimetoxi silano, 3-aminopropil (metil)silsesqui oxanos terminaos en etoxi, polidimetilsiloxanos que tienen grupos aminoalquilo, productos de la reacción de polidimetilsiloxano con N-(3-trimetoxisilil)propil) ciclohexano amina, alcoxi polisiloxanos modificados con grupos aminoalquilo, amino silanos multifuncionales, y oligosiloxanos funcionales.

Varias sustancias pueden servir como agente espesante. Los inventores prefieren sílice como el espesante, debido al efecto reforzante que puede tener la sílice en las propiedades del producto. La sílice, también denominada ácido silícico, es un ácido débil derivado del óxido de silicio, SiO_2, con la fórmula general $SiO_2.nH_2O$ o en su forma polimérica $[SiO_x(OH)_{4-2x}]_n$, mediante lo cual *n y/o x* pueden ser diferentes.

Se prefiere el ácido silícico porque se une en enlaces químicos con el esqueleto del polímero, proporcionando una mejora significativa de las propiedades físicas y mecánicas del producto final. Los inventores han encontrado que pueden usarse varias formas de sílice como un espesante, pero los inventores prefieren usar "sílice ahumada" o "sílice pirogénica" porque los efectos deseados son incluso más pronunciados. Lo que se incrementa en particular es la resistencia al desgarro del producto final. Esta interacción entre el agente espesante y el polímero es mucho más débil o incluso no existente con varias posibles alternativas, y es, por lo tanto, la razón principal para que los inventores seleccionen el ácido silícico.

Es necesario un agente espesante en muchas formulaciones para formar finalmente una pasta, adecuada para poder ser extruída a través de una tobera para su aplicación en la localización deseada. Con los selladores de silicona, los inventores usan preferiblemente ácido silícico o sílice como el agente espesante. Los agentes espesantes adecuados están disponibles, p. ej., como HDK® V15, V15A, N20, H13L, H15, H18 de la empresa Wacker, como Cabosil® L-90, LM-150, M-5, TS-610, TS-622 de la empresa Cabott, como Aerosil® 130, 150, 200, R972, R974 de Evonik.

A no ser que se desee un producto final transparente, la formulación del producto final curado por humedad también puede contener uno o más materiales de relleno. Los materiales de relleno adecuados son, p. ej., tiza o dolomita, en forma finamente dividida. Estos materiales de relleno pueden obtenerse por molienda o por precipitación. El material de relleno también puede recubrirse con un recubrimiento adecuado. Los materiales de relleno con un recubrimiento comprenden típicamente menos humedad al final de su cadena de producción, y también parece que tienen una tendencia menor a absorber humedad después de su producción, tal como durante el almacenamiento, manejo o transporte. Los materiales de relleno recubiertos pueden proporcionar un efecto reforzante en el producto final, y pueden afectar así positivamente las propiedades mecánicas del producto final. Los materiales de relleno adecuados se encuentran, p. ej., en las familias de productos de los carbonatos de calcio naturales, carbonatos de calcio precipitados, carbonatos de calcio-magnesio (también conocidos como "dolomita"), que son ofrecidos por una amplia serie de suministradores, tales como Omya, Imerys y Alpha Calcite.

Para acelerar el curado final, también se añade frecuentemente un catalizador. El catalizador hace que el producto sea mucho más sensible a la humedad. Un catalizador se añade, por lo tanto, preferiblemente bastante tarde en el proceso de fabricación, si es posible incluso como el último ingrediente en la formulación, posiblemente seguido por un pigmento y/o fungicida. Los catalizadores tradicionales se basaban habitualmente en estaño (Sn). Los catalizadores más modernos se basan en titanio (Ti), preferiblemente en la forma de titanatos, o en bismuto (Bi), y se prefieren principalmente por razones ecológicas. Los catalizadores adecuados pueden encontrarse, p. ej., en las siguientes familias de productos: diacetato de dibutil estaño, diacetato de dioctil estaño, dilaurato de dibutil estaño, dicarboxilato de dibutil estaño, dicarboxilato de dioctil estaño, dineodecanoato de dibutil estaño, dineodecanoato de dioctil estaño, mezclas de óxido de dibutil estaño, mezclas de óxido de dioctil estaño, ortotitanato de tetraisopropilo, acetonato de acetil titanio y otros catalizadores basados en titanio y/o bismuto. También están disponibles los catalizadores adecuados basados en Calcio (Ca) y/o cinc (Zn).

Los productos adecuados son, p. ej., los catalizadores que están disponibles con el nombre comercial TIB KAT®, tales como los tipos 216, 217, 218, 219, 221, 223, 226, 229, 232, 233, 248, y 318, de la empresa de TIB Chemicals AG.

En una realización, la presente invención proporciona un método para la producción de una composición curable por humedad mediante el cual los grupos terminales reactivos de un polímero reactivo se hacen reaccionar con un agente de reticulación o reticulador para formar el prepolímero, caracterizado por que, en la reacción para formar el prepolímero, el agente de reticulación se añade en un exceso estequiométrico con respecto a la cantidad de grupos terminales reactivos presentes en el polímero reactivo.

El reticulador es un compuesto que tiene al menos tres grupos reactivos, de los cuales, durante la denominada etapa de "prepolimerización", proporciona un grupo reactivo para la reacción con un grupo terminal reactivo del polímero reactivo para formar el denominado prepolímero. Como resultado, al menos dos grupos reactivos se dejan para, posteriormente después de la aplicación de la pasta y bajo la influencia de la humedad, formar una estructura tridimensional como parte de la reacción de curado. El agente de reticulación en sí mismo, por lo tanto, tiene necesariamente, por molécula, al menos dos, habitualmente tres, y algunas veces incluso cuatro grupos reactivos capaces de reaccionar con la humedad.

Encontramos que la cantidad del agente de reticulación que se añade en exceso, realiza una función útil como un posible secuestrador de la humedad para cuando alguna humedad entrara prematuramente en la composición de prepolímero. El reticulador libre remanente está disponible para reaccionar con la humedad ingresada prematuramente, dejando menos humedad para reaccionar con el prepolímero y dar lugar así prematuramente a algún curado de la composición. Los inventores han encontrado que el uso de un exceso estequiométrico de reticulador en la etapa de prepolimerización prolonga significativamente la vida útil del producto final. El exceso del agente de reticulación actúa como un secuestrador de la humedad durante la producción del sellador, durante el llenado y envasado, pero también durante el almacenamiento, transporte y comercialización del sellador envasado hasta el usuario final, y también posteriormente, si el usuario final del sellador no usa el kit inmediatamente, o solo parcialmente, y quiere usar la cantidad remanente algún tiempo después.

El polímero reactivo tiene típicamente una estructura de cadena lineal, y cada molécula tiene dos grupos terminales reactivos. Durante la prepolimerización, cada uno de estos dos grupos terminales reacciona con una molécula del agente de reticulación. La relación estequiométrica de "reticulador/polímero reactivo" es, por lo tanto, 2,0:1. En el método según la presente invención, se añade así preferiblemente un exceso del agente de reticulación, lo que significa que la relación molar de "reticulador/polímero reactivo" debería ser mayor de 2,0:1.

Preferiblemente, los solicitantes usan una relación molar de reticulador respecto al presente número de moléculas de polímero reactivo de al menos 3,0:1,0, preferiblemente al menos 5,0:1,0 molar, más preferiblemente al menos 10:1 molar, incluso más preferiblemente al menos 12:1 molar, preferiblemente al menos 15:1, más preferiblemente al menos 18:1, incluso más preferiblemente al menos 20:1, y todavía más preferiblemente al menos 22:1 molar.

Los inventores han encontrado además que un exceso excesivamente alto de agente de reticulación puede afectar adversamente las propiedades del producto final. Por lo tanto, los inventores prefieren tener una relación molar de reticulador respecto al presente número de moléculas de polímero reactivo como máximo de 60:1 molar, preferiblemente como máximo 55:1 molar, más preferiblemente como máximo 50:1 molar, incluso más preferiblemente como máximo 45:1 molar, preferiblemente como máximo 40:1 molar, más preferiblemente como máximo 35:1, incluso más preferiblemente como máximo 30:1, y todavía más preferiblemente como máximo 25:1 molar.

La cantidad en exceso más apropiada depende, sin embargo, de la composición del sellador final y del cuidado con el que se maneje la composición durante el mezclado y llenado, incluyendo las etapas adicionales realizadas para evitar los problemas de humedad.

En una composición de sellador con material de relleno, los inventores prefieren, p. ej., usar un exceso mayor que en una composición de sellador sin material de relleno. En una composición de sellador denominada "con relleno", los inventores aplican preferiblemente, una relación molar ratio de "reticulador/polímero reactivo" que es al menos un 20 % mayor que en la composición de sellador "sin relleno" correspondiente, más preferiblemente al menos un 25 % mayor, todavía más preferiblemente al menos un 30 % mayor, y todavía incluso más preferiblemente al menos un 33

% mayor. Como un límite superior para las composiciones de sellador con relleno, los inventores prefieren usar como máximo una relación molar un 50 % mayor que en una composición de sellador "sin relleno" correspondiente, preferiblemente como máximo un 45 % mayor, más preferiblemente como máximo un 40 % mayor.

La cantidad en exceso del agente reticulación, o la relación molar de "reticulador/polímero reactivo", que es la más apropiada para el uso con una composición de sellador particular, en un método particular y usando una instalación de mezclado y llenado particular, se determina, por lo tanto, de la mejor manera caso por caso y empíricamente.

Para determinar la relación molar de "reticulador/polímero reactivo", los solicitantes usan, por una parte, el peso molecular del agente de reticulación, si es una mezcla se usa el peso molecular promedio basado en número de la mezcla de reticulador. Para el polímero reactivo, los solicitantes usan el peso molecular promedio que puede calcularse sobre la base del número de las unidades de monómero recurrentes. En el caso de un polidimetilsiloxano terminado en OH, la unidad recurrente es [-O-Si(CH_3)$_2$] que tiene un peso de 74, de manera que un polímero reactivo que tiene 1.000 unidades recurrentes tiene un peso molecular promedio de 1.000 * 74 + 18 = 74.018. Las partes ingredientes en peso usadas se convierten entonces usando estos pesos moleculares en el número de unidades molares empleadas, con lo que puede calcularse la relación molar de "reticulador/polímero reactivo".

En una realización, la presente invención proporciona un método para la producción de una composición curable por humedad mediante el cual el producto comprende al menos un material de relleno, mediante el cual el material de relleno se obtiene bien por molienda o por precipitación, caracterizado por que el material de relleno molido comprende como máximo 2.000 ppm en peso de agua, y el material de relleno precipitado comprende como máximo 8.000 ppm en peso de agua.

Los inventores han encontrado que el uso de materiales de relleno según la presente invención permite producir un sellador que tiene una vida útil suficientemente larga después del llenado y envasado, y también mantener el riesgo de formación de escamas durante la producción por debajo de un nivel aceptable.

Un material de relleno molido es típicamente un polvo que tiene un d50 de más de 1,0 µm, preferiblemente al menos 1,5 µm, más preferiblemente al menos 2,0 µm, incluso más preferiblemente al menos 3,0 µm, y todavía incluso más preferiblemente al menos 5,0 µm.

El material de relleno molido comprende preferiblemente como máximo 1.500 ppm en peso de agua, más preferiblemente como máximo 1.000 ppm, incluso más preferiblemente como máximo 800 ppm y todavía más preferiblemente como máximo 600 ppm en peso de agua.

Un ejemplo adecuado de material de relleno molido es carbonato de calcio molido (GCC).

El material de relleno precipitado comprende preferiblemente como máximo 7.500 ppm en peso de agua o humedad, más preferiblemente como máximo 7.000 ppm en peso de agua, incluso más preferiblemente como máximo 6.500 ppm, todavía más preferiblemente como máximo 6.000 ppm, preferiblemente como máximo 5.500 ppm, más preferiblemente como máximo 5.000 ppm en peso, preferiblemente como máximo 4.000 ppm, más preferiblemente como máximo 3.000 ppm, incluso más preferiblemente como máximo 2.500 ppm, y todavía más preferiblemente como máximo 2.000 ppm en peso de agua o humedad.

Un ejemplo adecuado de un material de relleno precipitado es carbonato de calcio precipitado (PCC).

En teoría, el material de relleno más adecuado para el método según la presente invención no tiene humedad residual en absoluto, y comprendería así menos de 1 ppm de agua. Este nivel, sin embargo, no es prácticamente ni económicamente alcanzable para los productores. Los inventores han encontrado que los siguientes límites inferiores para el contenido de agua de los materiales de relleno son ejecutables y, por lo tanto, representan su preferencia.

El material de relleno molido comprende preferiblemente al menos 100 ppm en peso de agua, más preferiblemente al menos 300 ppm, incluso más preferiblemente al menos 500 ppm.

Con los materiales de relleno precipitados, el límite inferior prácticamente y económicamente factible es algo mayor. Preferiblemente, el material de relleno precipitado comprende al menos 1.000 ppm de agua, más preferiblemente al menos 1.500 ppm, aún más preferiblemente al menos 2.000 ppm.

El permitir en el material de relleno una cantidad de agua, pequeña pero aceptable para el proceso, ofrece la ventaja de que el método para la producción del material de relleno puede ser más sencillo, lo que mejora la disponibilidad del material de relleno a partir de un rango amplio de fuentes y proveedores, de manera que esté disponible una elección de posibilidades más amplia en condiciones económicamente más favorables.

En una realización, el método según la presente invención comprende el transporte neumático del material de relleno al aparato de mezclado, donde el material de relleno debe mezclarse en al menos uno de los ingredientes líquidos requeridos para obtener el producto final. En la realización con el transporte neumático, el vehículo para el transporte neumático es preferiblemente un gas que tiene un punto de condensación como máximo de 0 °C, preferiblemente

como máximo de -10 °C, más preferiblemente como máximo de -20 °C, incluso más preferiblemente como máximo de -30 °C, todavía más preferiblemente como máximo de -40 °C, y preferiblemente como máximo -45 °C.

Varios gases son adecuados como el vehículo para este transporte neumático, tal como gas natural, metano, CO_2 o nitrógeno. Preferiblemente, sin embargo, los inventores usan nitrógeno o aire para el transporte neumático. Esto ofrece la ventaja de que el gas no es inflamable, de manera que el riesgo de fuego o explosión se mantiene tan bajo como es posible, tanto durante el transporte como en el suministro, el tratamiento y la eliminación del gas.

Incluso más preferiblemente, los inventores usan aire para el transporte neumático, mediante lo cual, preferiblemente, el aire ambiental se presuriza y se seca hasta el punto de condensación deseado antes de emplear el aire para el transporte neumático. El aire puede secarse, p. ej., pasando el aire sobre un adsorbente de la humedad tal como un tamiz molecular o gel de sílice.

Preferiblemente, los inventores secan el aire enfriándolo hasta una temperatura de como máximo el punto de condensación requerido, mediante lo cual la humedad en exceso en el aire se condensa y puede separarse físicamente, y mediante lo cual se obtiene un aire secado que tiene un nivel de humedad como máximo del punto de condensación deseado. La ventaja de este método de secado es que la instalación puede operarse continuamente, y que no es necesario regenerar el adsorbente de la humedad cuando este agente se ha saturado al menos parcialmente con la humedad.

Los inventores determinan el punto de condensación de un gas preferiblemente mediante un sensor polimérico, tal como el transmisor del punto de condensación testo 6740 disponible en la empresa Testo Inc., con la sede central en Alemania.

Los inventores determinan el contenido de agua de un material de relleno preferiblemente usando el método analítico según DIN 51777 basado en una titulación según el método analítico de Karl-Fischer y adaptado para muestras de polvos u otros materiales sólidos, y se expresa respecto al peso completo del material de relleno.

En una realización de la presente invención, el material de relleno se selecciona del grupo que consiste en carbonato de calcio, preferiblemente carbonato de calcio molido (GCC), dolomita, que significa una mezcla principalmente de carbonato de calcio y magnesio, y carbonato de calcio precipitado (PCC).

En una realización de la presente invención, el material de relleno es un material de relleno precipitado. Preferiblemente, el material de relleno precipitado tiene un tamaño de partícula bastante pequeño, preferiblemente un d50 como máximo de 1 µm, más preferiblemente como máximo 500 nm, incluso más preferiblemente como máximo 200 nm, todavía más preferiblemente como máximo 100 nm, y aún más preferiblemente como máximo 80 nm.

En una realización de la presente invención, el material de relleno está recubierto. Los inventores han encontrado que las versiones recubiertas de los materiales de relleno comprenden menos humedad al final de su producción, y también tienen una tendencia menor a absorber humedad después de su producción, tal como durante el almacenamiento, manejo o transporte. Los inventores también han encontrado que los materiales de relleno recubiertos pueden reforzar el producto final, es decir, que pueden afectar positivamente las propiedades mecánicas del producto final. Por ejemplo, los inventores han encontrado que los tipos recubiertos de material de relleno pueden proporcionar una "Fmáx" mayor al producto final. Con Fmáx se quiere decir la mayor resistencia a la tracción medida en un ensayo de tracción. Más allá del punto de Fmáx en la curva de tracción, la muestra cede. La Fmáx se refiere, por lo tanto, algunas veces como la "resistencia a la tracción en la rotura", aunque con selladores no es necesariamente el momento de la fractura. Los inventores han encontrado que este efecto en las propiedades mecánicas del sellador es más pronunciado con materiales de relleno precipitados, tales como PCC recubierto. Los inventores también han encontrado que este efecto beneficioso es más evidente en sistemas híbridos, que, como se ha explicado anteriormente, son sistemas basados en SMP.

Los inventores han encontrado que, mediante el uso de materiales de relleno recubiertos, la cantidad de agente espesante puede reducirse con el fin de obtener un producto con una reología comparable. Bajo circunstancias particulares, tales como con PCC recubierto, se puede obtener incluso una pasta adecuada sin el uso de un agente espesante.

En una realización, la presente invención proporciona un método para la producción de una composición curable por humedad, mediante el cual un producto se utiliza para llenar un cartucho de plástico como envase final y el cartucho, después del llenado, se cierra mediante la introducción en el extremo abierto del cartucho de un "pistón" o émbolo, caracterizado por que en el lado interno del cartucho, al menos en la localización donde el pistón está en contacto con el cartucho, se proporciona una capa de lubricante. La capa de lubricante proporciona, en primer lugar, un buen sellado entre el émbolo y el cartucho, de manera que el aire o la humedad no pueden entrar fácilmente en el producto en el interior del cartucho y mediante lo cual se prolonga la vida útil del cartucho lleno. La capa de lubricante proporciona la ventaja adicional de que el émbolo puede empujarse más fácilmente y con menos fuerza cuando se extruye el producto fuera del cartucho. Además, la capa de lubricante reduce el riesgo de que el émbolo retornara durante el uso del cartucho lleno, y consecuentemente, que el aire y/o la humedad pudieran penetrar en el cartucho y dar lugar a una reticulación prematura del producto en el interior del cartucho.

Los términos "pistón," y "émbolo" se usan en este documento indistintamente, y son sinónimos uno del otro.

Preferiblemente, esta capa de lubricante tiene un espesor de no más de 0,20 mm, más preferiblemente como máximo 0,15 mm, incluso más preferiblemente como máximo 0,10 mm, todavía más preferiblemente como máximo 0,05 mm. Opcionalmente, esta capa tiene preferiblemente un espesor de al menos 0,01 mm, preferiblemente al menos 0,02 mm, incluso más preferiblemente al menos 0,03 mm, todavía más preferiblemente al menos 0,05 mm, preferiblemente al menos 0,07 mm, y más preferiblemente al menos 0,10 mm.

Muchas sustancias o composiciones son adecuadas como el lubricante para la pared interna del cartucho.

Un requerimiento preferido es que el lubricante comprenda poca o nada de agua, preferiblemente como máximo 100 ppm en peso de agua, más preferiblemente como máximo 10 ppm en peso.

El lubricante también tiene preferiblemente una baja volatilidad, p. ej., expresada como una presión de vapor baja a temperatura ambiente (23 °C), preferiblemente que tiene una presión de vapor a temperatura ambiente como máximo de 1,0 hPa, más preferiblemente como máximo de 0,50 hPa, e incluso más preferiblemente como máximo de 0,10 hPa. Los lubricantes adecuados son, por ejemplo, aceites de silicona, pero también posiblemente hidrocarburos con un punto de ebullición alto, preferiblemente hidrocarburos saturados con un punto de ebullición alto, tales como parafinas o isoparafinas, aunque el poder lubricante de estos hidrocarburos solo es suficientemente importante a un peso molecular o número de carbonos suficientemente alto, de manera que una fluidez deseada a una temperatura dada puede obtenerse frecuentemente más fácilmente con cadenas de hidrocarburos ramificadas que con sus variantes de cadena lineal.

Frecuentemente, también es adecuado como un lubricante para el pistón o émbolo uno de los plastificantes que se selecciona de la formulación de la composición que se utiliza para llenar el cartucho. Los solicitantes prefieren el último debido a su compatibilidad con la composición en sí misma. Principalmente por razones de compatibilidad, en los selladores de silicona los inventores usan preferiblemente aceite de silicona para lubricar el pistón. En masillas híbridas y/o basadas en PUR frecuentemente el plastificante que se usa en la formulación del sellador se usa como el lubricante. El lubricante puede ser líquido a temperatura ambiente, o sólido. Los inventores prefieren usar un lubricante que sea líquido a temperatura ambiente (10 °C), de manera que pueda aplicarse a una temperatura baja, con poco calentamiento o sin uso de calentamiento.

En una realización, el lubricante es un aceite de silicona, preferiblemente un polisiloxano no reactivo, más preferiblemente un polidimetilsiloxano no reactivo. El aceite de silicona proporciona la ventaja de que el lubricante es químicamente inerte y muy estable, y también bastante compatible con el producto sensible a la humedad en el cartucho, particularmente cuando este sellador está basado en silicona, o en términos técnicamente más correctos, basado en siloxanos. En una realización, el aceite de silicona se pulveriza o nebuliza en el cartucho todavía vacío. En otra realización, el lubricante se deposita por gotas en el émbolo, en su camino hacia donde se va a insertar en el cartucho.

En una realización, el cartucho se prelubrica con una capa fina de cera como el lubricante, preferiblemente una cera de hidrocarburo, más preferiblemente una cera de hidrocarburo saturado. La cera puede ser, por ejemplo, una cera de polietileno o una cera mineral obtenida de las fracciones pesadas de la destilación del petróleo. La cera también puede ser un triglicérido. Preferiblemente, el lubricante se aplica en la forma de una dispersión o emulsión acuosa o que contiene disolvente. Este se pulveriza entonces preferiblemente en la parte posterior del cartucho. Después de la aplicación, el agua o el disolvente se evapora y la cera permanece para servir como un lubricante cuando el pistón o émbolo se inserta en el cartucho.

En una realización, la presente invención proporciona un método para la producción de una composición curable por humedad, mediante el cual los grupos terminales reactivos de un polímero reactivo se hacen reaccionar con un agente de reticulación para formar un prepolímero, mediante lo cual se introduce y se mezcla en un recipiente de mezclado al menos una parte de los ingredientes, mediante lo cual reaccionan entre sí según sea necesario en el recipiente de mezclado y mediante lo cual, al menos durante parte del método, el contenido del recipiente de mezclado se pone bajo una presión de vacío, mediante lo cual el recipiente de mezclado se proporciona con una boquilla de salida, y mediante lo cual durante el llenado, el mezclado y/o la reacción la boquilla de salida se sella mediante una lámina de plástico.

Los inventores han encontrado que una lámina de plástico como un elemento de sellado adicional puede conseguir un sellado mucho mejor para la presión de vacío en el recipiente de mezclado en comparación con alternativas tales como solo un anillo de sellado de goma y/o una válvula de cierre, mediante lo cual se reduce el riesgo de que, bajo la influencia de la presión de vacío en el recipiente de mezclado, el aire ambiental y, por lo tanto, también la humedad, puedan entrar a través de la boquilla de salida en el recipiente de mezclado y causar un curado prematuro del contenido sensible a la humedad del recipiente de mezclado.

La boquilla de salida se cierra preferiblemente además con una tapa, preferiblemente una tapa con rosca, mediante lo cual la tapa se sella preferiblemente adicionalmente mediante un anillo de sellado, preferiblemente un anillo de sellado de goma. Los inventores han encontrado que la lámina de plástico evita adecuadamente el contacto directo

prolongado entre el anillo de sellado y el contenido del recipiente de mezclado, lo que reduce el riesgo de daño químico en el anillo de sellado, así como simplifica la limpieza del anillo de sellado y de la tapa que sella la boquilla de salida.

En una realización, para retirar el producto final mezclado y que ha reaccionado del recipiente de mezclado, la lámina de plástico que cierra la boquilla de salida se retira o perfora. Preferiblemente, la perforación se realiza a través de una válvula adecuada con la que está conectada la boquilla de salida y a través de la cual el recipiente de mezclado está entonces conectado con la instalación de llenado para el llenado y envasado del contenido del recipiente de mezclado. Esta característica proporciona la ventaja de la posibilidad de que el producto en el recipiente de mezclado entre en contacto con la humedad a través de la boquilla de salida, y el periodo de tiempo durante el cual este contacto sería posible, puede reducirse sustancialmente.

En una realización, la lámina de plástico consiste en un termoplástico y la lámina de termoplástico se suelde con calor, como una membrana, en la boquilla de salida o preferiblemente en una pieza intermedia de plástico adicional que se monta en la boquilla de salida, estando preferiblemente esta pieza intermedia roscada en la boquilla de salida. Preferiblemente, la lámina está hecha de polietileno (PE). Los inventores han encontrado que una lámina soldada proporciona un mejor sellado que las posibles alternativas, tal como pegado o el uso de un sello de goma adicional. La lámina soldada es también más simple y más económica porque no son necesarios elementos adicionales con el fin de conseguir el sellado, aunque la etapa de soldadura es una etapa adicional en el proceso global.

El proporcionar la lámina de plástico en una pieza intermedia adicional proporciona la ventaja de que el ensamblaje de la pieza intermedia con la lámina de plástico aplicada puede prepararse separadamente, y puede ajustarse entonces rápidamente y fácilmente en la boquilla de salida, tal como por roscado, antes de poner la tapa - con su anillo de sellado - en su sitio. La membrana ofrece la ventaja adicional de que puede incluso reemplazar posiblemente la válvula de cierre durante el mezclado. El uso de válvulas implica el riesgo de que la válvula comprende partes mecánicas que, por sí mismas o conjuntamente con otros componentes, no sean realmente estancos.

En una realización, la presente invención proporciona un método para la producción de una composición curable por humedad, que usa un recipiente de mezclado para la producción de un prepolímero haciendo reaccionar el polímero reactivo con el agente de reticulación, mediante lo cual después de la introducción de al menos un reactivo líquido para la reacción u otro ingrediente líquido de la formulación, el contenido del recipiente de mezclado se agita y el contenido del recipiente de mezclado cerrado se pone bajo una presión de vacío, mediante lo cual la presión de vacío es como máximo 0,50 bar absoluto (bara), preferiblemente como máximo 0,40 bara, más preferiblemente como máximo 0,30 bara, incluso más preferiblemente como máximo 0,20 bara, preferiblemente como máximo 0,15 bara, más preferiblemente como máximo 0,10 bara, incluso más preferiblemente como máximo 0,05 bara, preferiblemente como máximo 0,03 bara, más preferiblemente como máximo 0,02 bara, e incluso más preferiblemente como máximo 0,01 bara.

Los inventores han encontrado que el poner el recipiente de mezclado cerrado bajo una presión de vacío es una manera rápida y conveniente de eliminar una gran parte del aire remanente del recipiente de mezclado, con la humedad contenida en él, de manera que esta cantidad de humedad no puede reaccionar con ningún producto final que puede haber quedado en el recipiente de mezclado después de la producción del lote previo, mediante lo cual ese producto final podría curarse, y podría formar escamas no deseadas. La agitación de los contenidos del recipiente de mezclado durante el periodo bajo presión reducida asegura una homogeneización de los contenidos del recipiente de mezclado, y también una reducción fácil de cualquier humedad que todavía pueda estar disuelta en el líquido en el interior del recipiente de mezclado, porque la concentración de la humedad disuelta en el líquido completo puede permanecer en equilibrio de esta manera con la presión baja de vapor de agua en la fase de gas por encima del nivel del líquido. Por esta razón, el efecto de esta característica es más pronunciado cuando la presión de vacío se ajusta a un menor nivel, en las capacidades del equipo. Preferiblemente, el equipo es capaz de conseguir fácilmente la presión prescrita, pero no es necesario disminuir más por debajo de al menos 0,001 bara o 1 mbar absoluto, preferiblemente al menos 0,010 bara, más preferiblemente al menos 0,025 bara e incluso más preferiblemente al menos 0,050 bara. Esto proporciona la ventaja de que la instalación que tiene que proporcionar la presión de vacío, puede requerir menos etapas en serie y puede diseñarse así de una manera más simple.

Los inventores prefieren, después de cerrar el recipiente de mezclado, disminuir la presión de vacío tan pronto como sea prácticamente posible hasta el valor prescrito. Por ejemplo, los inventores prefieren conseguir una presión de vacío como máximo de 0,40 bara en 60 segundos después de cerrar el recipiente de mezclado, preferiblemente en 45 segundos, más preferiblemente en los primeros 30 segundos.

Los inventores prefieren alcanzar una presión de vacío como máximo de 0,20 bara en un periodo de tiempo de 120 segundos, preferiblemente en 90 segundos, y más preferiblemente en 60 segundos. Los inventores han encontrado que este método asegura de una manera suficiente y factible que haya tan poca humedad como sea posible capaz de reaccionar con el producto final en el recipiente de mezclado que permaneció del lote de producción previo.

En una realización de la presente invención, el recipiente de mezclado se cierra mediante el ensamblaje del recipiente de mezclado y la tapa, caracterizado por que entre el recipiente de mezclado y la tapa se proporciona un anillo de sellado, y el material del anillo de sellado tiene una dureza Shore A según ASTM D2240 de al menos 30 y como máximo 80, preferiblemente al menos 50. Los inventores han encontrado que un anillo de sellado que tiene estas

características, cuando se usa cuidadosamente, puede proporcionar un buen sellado, y esto durante un periodo de tiempo largo, mediante lo cual el mismo anillo de sellado puede reusarse varias veces. Los inventores también han encontrado que el riesgo de daño es menor durante la manipulación del anillo, tanto durante el uso como durante la limpieza entre dos usos.

Preferiblemente, el material del anillo de sellado presenta una buena resistencia no solo frente a los ingredientes del sellador, sino también frente a todos los productos intermedios y frente al producto final. Los inventores han encontrado experimentalmente que los candidatos posiblemente adecuados son la goma de silicona, politetrafluoroetileno (PTFE), polipropileno (PP), polietileno (PE), plástico de monómero de etileno/propileno/dieno (EPDM).

Preferiblemente, sin embargo, el anillo de sellado está hecho de un compuesto que es una mezcla de polipropileno (PP) y plástico de monómero de etileno/propileno/dieno (EPDM). Los inventores han encontrado que este último compuesto proporciona una buena resistencia química frente a los extensores y disolventes usados.

En una realización de la presente invención, la tapa del recipiente de mezclado comprende una ventana de inspección y el recipiente de mezclado comprende una boquilla de salida que se ha cerrado temporalmente con una cubierta, comprendiendo el método la observación visual a través de la ventana de inspección de si se forman burbujas de aire a través del líquido y de si las burbujas de aire se originan a partir de una cubierta que pierde en la boquilla de salida, caracterizado por que una manga elástica se estira sobre la cubierta en la boquilla de salida y su conexión con la boquilla de salida, preferiblemente un guante de látex.

Los inventores han encontrado que el posicionamiento de una manga elástica sobre la cubierta y sobre su conexión con la boquilla de salida, puede llevarse a cabo bastante fácilmente y rápidamente, y que este procedimiento es habitualmente suficiente para parar la intrusión de aire ambiental en el recipiente de mezclado a través de la boquilla de salida. Esto evita un procedimiento más complejo en el que el recipiente de mezclado puede tener que reemplazarse, incluyendo la transferencia de los contenidos del recipiente de mezclado con su cubierta sin un buen sellado en la boquilla de salida, a un segundo recipiente de mezclado vacío, preferiblemente limpio. Este procedimiento más elaborado incrementa el riesgo de contacto con la humedad entre el residuo reactivo que puede estar presente en el recipiente de mezclado, y, por lo tanto, la formación potencial de escamas no deseadas. El procedimiento prescrito puede incorporarse como un procedimiento estándar como parte del proceso, pero también puede reservarse como una intervención en el caso de que se ocurra un problema cuando se obtiene el vacío establecido y deseado, mediante lo cual el valor deseado puede obtenerse más fácilmente sin otras medidas más elaboradas.

En una realización de la presente invención, después de agitar a homogeneidad el líquido en el recipiente de mezclado, que contiene el polímero reactivo, y también después de eliminar el aire del recipiente de mezclado cerrado poniendo el recipiente bajo una presión de vacío, el método comprende la adición en el recipiente de mezclado del agente de reticulación para la reacción con los grupos terminales reactivos del polímero reactivo y formando de esta manera el prepolímero, y, posiblemente por encima de todo, la adición de un extensor al contenido del recipiente de mezclado, caracterizado por que el recipiente de mezclado antes y preferiblemente también durante la adición del agente de reticulación es pone bajo una sobrepresión, preferiblemente bajo una sobrepresión de al menos 0,1 barg, más preferiblemente de al menos 0,2 barg, incluso más preferiblemente una sobrepresión de al menos 0,3 barg.

Los inventores han encontrado que el poner el recipiente de mezclado, es decir, su contenido, bajo una sobrepresión antes, y preferiblemente también durante la adición del agente de reticulación, proporciona la ventaja de que puede reducirse el riesgo de perder agente de reticulación en la fase de gas, así como la cantidad de agente de reticulación que puede perderse a través de la fase de gas. Esto significa que puede emplearse de forma útil más de la cantidad añadida del agente de reticulación, y, por lo tanto, puede ser necesario añadir menos exceso. Como el agente de reticulación es un agente reactivo, esta característica también proporciona la ventaja de que el agente de reticulación que finaliza en el sistema de escape puede causar menos problemas.

En el caso de que se añada al menos uno de los ingredientes de la composición, p. ej., un material de relleno, mediante transporte neumático, la sobrepresión se consigue preferiblemente por la adición de al menos uno de los gases que se usan para el transporte neumático. Debe indicarse que en este contexto es adecuado un amplio rango de gases. Sin embargo, los inventores prefieren usar gases no combustibles tales como nitrógeno o aire. Preferiblemente, los inventores usan aire secado o seco para obtener esta sobrepresión, por las razones mencionadas en otro lugar de este documento.

El agente de reticulación puede añadirse vertiendo una cantidad medida previamente del mismo a través de un agujero de hombre abierto o agujero de inspección en la tapa del recipiente de mezclado. En este caso, según la presente invención, el recipiente de mezclado se pone bajo la ligera sobrepresión, que vuelve a la presión atmosférica cuando el agujero de hombre o agujero de inspección se abre, con el fin de permitir la adición del agente de reticulación. El recipiente de mezclado se cierra entonces de nuevo después de la adición del agente de reticulación.

En una realización alternativa, el agente de reticulación puede bombearse en el recipiente de mezclado. En este caso, no es necesario que el recipiente de mezclado esté abierto, y según la presente invención el recipiente de mezclado se pone bajo una ligera sobrepresión, preferiblemente no solo antes sino también durante la adición del agente de reticulación.

Cuando el agente de reticulación se ha incorporado en el resto de los contenidos de fluido del recipiente de mezclado, y la reacción ha empezado, los inventores prefieren instalar una presión de vacío en el recipiente de mezclado cerrado durante la reacción del agente de reticulación con el polímero reactivo. Esta presión de vacío es preferiblemente como máximo 0,50 bar absoluto (bara), preferiblemente como máximo 0,40 bara, más preferiblemente como máximo 0,30 bara, incluso más preferiblemente como máximo 0,20 bara, preferiblemente como máximo 0,15 bara, más preferiblemente como máximo 0,10 bara, incluso más preferiblemente como máximo 0,05 bara, preferiblemente como máximo 0,03 bara, más preferiblemente como máximo 0,02 bara, e incluso más preferiblemente como máximo 0,01 bara. Por las razones explicadas en otro lugar de este documento, esta presión de vacío debería ser al menos 0,001 bara o 1 mbar absoluto, preferiblemente al menos 0,010 bara, más preferiblemente al menos 0,025 bara e incluso más preferiblemente al menos 0,050 bara

Los inventores han encontrado que el agente de reticulación es más valioso y más volátil que el polímero reactivo. Mediante la adición del agente de reticulación a un recipiente de mezclado que se pone bajo una sobrepresión, en lugar de a un recipiente de mezclado que se pone bajo presión de vacío, se reduce el riesgo de que el agente de reticulación, o extensor si está presente, especialmente si este último es bastante volátil, finalice en el sistema de vacío que proporciona el vacío temporal en el recipiente de mezclado, se perdiera y pudiera dar lugar a problemas en el sistema de vacío y la tubería que lleva a este. Otro problema que se evita es que el agente de reticulación volátil, que terminaba en el líquido, bajo la presión de vacío, se evaporara, de manera que el volumen de líquido podría incrementarse rápidamente y extensamente, y mediante lo que este líquido podría terminar frente al interior de la tapa del recipiente de mezclado, líquido que entonces puede participar en un menor grado en la reacción para formar el prepolímero. Además, cualquier pérdida del agente de reticulación de la composición representa una pérdida de la vida útil para la composición. Esta característica de la presente invención, por lo tanto, también contribuye a conseguir y/o mantener la vida útil deseada de la composición.

El método según la presente invención incluye que la presión de vacío en el recipiente de mezclado cerrado, que también se refiere a veces como "el vacío", debe romperse admitiendo un gas en el recipiente de mezclado. En una realización de la presente invención, se admite aire secado en el recipiente de mezclado, preferiblemente aire que tiene un punto de condensación como máximo de- 40 °C, preferiblemente como máximo -45 °C, más preferiblemente un punto de condensación como máximo de -50 °C.

Los inventores han encontrado que el uso de aire secado para llevar la presión del recipiente de mezclado desde la presión de vacío durante el estadio temprano del lote de producción a la ligera sobrepresión durante la adición del reticulador, proporciona la ventaja de ser más seguro en comparación con otros gases que podrían usarse para elevar la presión de nuevo en el recipiente de mezclado, sin introducir también humedad en el recipiente de mezclado, siendo la última el problema con el método convencional de romper el vacío usando aire ambiental. La exposición del personal operador a aire secado presenta menos riesgos de seguridad en comparación con otros gases tales como nitrógeno o gas natural, porque el aire secado todavía contiene suficiente oxígeno de manera que no hay riesgo de insuficiencia de oxígeno, y también porque el aire secado en sí mismo no representa un riesgo de fuego.

Después de la adición del agente de reticulación al polímero reactivo en el recipiente de mezclado, los inventores prefieren dispersar brevemente el reticulador en los contenidos del recipiente de mezclado. Durante la dispersión, los inventores prefieren mantener una ligera sobrepresión en el recipiente de mezclado en el rango de 0,05 a 0,30 barg, preferiblemente al menos de 0,08 barg y/o como máximo 0,20 barg, más preferiblemente aproximadamente de 0,10 barg. De esta manera, los inventores evitan el riesgo de que una parte del agente de reticulación se evapore y pudiera no ser capaz de participar en la reacción. Después de esta dispersión, los inventores preferiblemente mantienen un tiempo de reacción, mediante lo cual más preferiblemente el recipiente de mezclado se pone de nuevo en vacío, preferiblemente una presión de vacío como se ha descrito anteriormente.

En una realización de la presente invención, la velocidad de rotación del agitador en el recipiente de mezclado durante la reacción del agente de reticulación con el polímero reactivo se limita como máximo a 300 rotaciones por minuto (=rpm), preferiblemente como máximo 150 rpm.

La limitación de la velocidad de rotación durante la reacción reduce el riesgo de salpicaduras de líquido. Las salpicaduras de líquido pueden adherirse al interior de la tapa del recipiente de mezclado, mediante lo cual dicha parte del líquido no deja el recipiente de mezclado cuando este se vacía a través de la boquilla de salida. Como resultado, este líquido se pierde para el lote que se está produciendo. Además, este líquido permanecerá en la tapa cuando la tapa se retira del recipiente de mezclado, después de lo cual el líquido es capaz de reaccionar con la humedad y empezar el curado, lo que da lugar a la formación de escamas no deseadas. La reducción de la velocidad de rotación durante la reacción, reduce así el riesgo de formación de escamas. Una ventaja adicional es que, mediante la disminución de la velocidad de rotación, también se ahorra energía. Una ventaja adicional es que se reduce el calentamiento de los contenidos del recipiente de mezclado, causado por la acción de las fuerzas de cizallamiento en el fluido.

En una realización de la presente invención, después de mezclar el agente de reticulación en el líquido en el recipiente de mezclado, y preferiblemente solo después de la dispersión del agente de reticulación, el recipiente de mezclado se pone de nuevo bajo una presión de vacío, mediante lo cual la presión de vacío es preferiblemente como máximo 0,5 bar absoluto (bara), más preferiblemente 0,3 bara, incluso más preferiblemente 0,2 bara.

Los inventores han encontrado que esta reducción de la presión en el recipiente de mezclado, por extracción de gas de la fase de gas en el recipiente de mezclado, elimina incluso más humedad de la mezcla de reacción en el recipiente de mezclado. Esta humedad podría haber entrado a través del agujero de hombre o cualquier otra abertura en el recipiente de mezclado o en la tapa, un agujero de hombre que se proporciona habitualmente en la tapa del recipiente de mezclado, y que puede haberse tenido que abrir para permitir la adición del reticulador. Preferiblemente, el reticulador se añade como una cantidad de líquido que en primer lugar se mide de forma exacta, y después se añade a los contenidos del recipiente de mezclado. Si, por lo tanto, el líquido debe ponerse en contacto con el aire ambiental, se trabaja preferiblemente rápidamente para reducir la duración de esta exposición.

En una realización, la presente invención proporciona un método para la producción de una composición curable por humedad, mediante el cual el método se opera en modo discontinuo y usa el recipiente de mezclado para la producción del prepolímero, caracterizado por que el polímero reactivo y el agente de reticulación, así como los ingredientes adicionales que se requieren para la etapa de producción en el recipiente de mezclado, se introducen en el recipiente de mezclado cerrado y reaccionan sin abrir el recipiente de mezclado, y el mezclado ocurre sin abrir el recipiente de mezclado, y también el producto se retira del recipiente de mezclado sin abrir el recipiente de mezclado.

La provisión de que los materiales brutos para la producción del producto pueden alimentarse en el recipiente de mezclado, así como que el producto puede retirarse del recipiente de mezclado, sin abrir el recipiente de mezclado, proporciona la ventaja de que se reduce el riesgo de ponerse en contacto con el aire ambiental, y con la humedad del mismo, para los ingredientes sensibles a la humedad, para la mezcla de reacción, así como para el producto sensible a la humedad que se forma por la reacción del polímero reactivo y el reticulador. Esta ventaja se obtiene sin desistir de la ventaja de flexibilidad ofrecida por un proceso de producción discontinuo en comparación con un proceso de producción continuo. Los procesos de producción continuos son adecuados para la producción de grandes cantidades de un número relativamente pequeño de productos. Con los procesos de producción discontinuos, la formulación y los ingredientes pueden ajustarse o cambiarse en cada caso, de manera que cada vez puede obtenerse un producto diferente. La ventaja de esta invención debe considerarse, por lo tanto, en comparación con un método de producción discontinuo, en donde el recipiente de mezclado debe abrirse bien para añadir uno de los ingredientes al contenido del recipiente de mezclado, o para retirar el producto acabado del recipiente de mezclado.

La ventaja obtenida con la presente invención es particularmente importante con respecto a la cantidad de producto reactivo en el recipiente de mezclado que permanece en el interior del recipiente de mezclado después de retirar el producto reactivo del recipiente de mezclado del recipiente de mezclado. Gracias a la presente invención, esa cantidad de producto reactivo residual en el recipiente de mezclado no tiene la oportunidad de reaccionar con la humedad en el aire ambiental, porque el recipiente de mezclado permanece cerrado entre los lotes de producción subsiguientes. El producto reactivo remanente en el recipiente de mezclado se mezcla con los ingredientes del siguiente lote, pero, debido a la ausencia de cualquier ingreso significativo de humedad entre dos lotes de producción, este producto reactivo en el recipiente de mezclado no tiene la oportunidad de empezar ya el curado, lo que daría lugar de otra manera frecuentemente a la formación de escamas. Gracias a la presente invención, el riesgo de formación de escamas se reduce así considerablemente en comparación con el lote de producción con un recipiente de mezclado que cada vez tiene que abrirse para la adición de ingredientes particulares y/o para la retirada del producto del recipiente de mezclado.

Esta invención proporciona la ventaja importante de que permanece poco o nada de producto que sea útil o no útil, y que debería considerarse como desecho.

Una ventaja adicional es que la producción también requiere menos intervención humana, tal como para la retirada del recipiente de mezclado abierto que contiene el producto acabado desde debajo de la tapa con su agitador y/o raspador, tal como en un proceso discontinuo típico. Esta invención permite a un operador controlar una pluralidad de mezcladores, mientras que para una operación apropiada y sin complicaciones de un proceso discontinuo típico un único mezclador requiere varios operadores.

Una ventaja adicional más de esta invención es que el proceso puede estar altamente automatizado, reduciendo en gran medida el riesgo del error humano, e incrementando así la fiabilidad de la producción, principalmente en términos de planificación y calidad del producto.

En una realización de la presente invención, el recipiente de mezclado se cierra con una tapa y la tapa del recipiente de mezclado se proporciona con un sistema de agitación ajustable en altura de manera que, sin tener que abrir el recipiente de mezclado levantando la cubierta, la altura del agitador puede ajustarse respecto al nivel de líquido en el recipiente de mezclado.

Los inventores han encontrado que el nivel de líquido del producto en el recipiente de mezclado puede cambiar considerablemente durante el curso completo de la producción discontinua. Por ejemplo, la adición de la cantidad requerida del ingrediente que es necesario para hacer que el producto líquido de la reacción se convierta en una pasta causa un incremento sustancial del volumen, y así un incremento sustancial del nivel de líquido en el recipiente de mezclado. Esta característica de la presente invención proporciona la ventaja de que la altura del agitador puede ajustarse cada vez, en función de lo que es deseable en cada etapa a lo largo del curso de la producción, tal como con respecto a efectos de agitación, salpicaduras o la prevención de las mismas, así como respecto a la entrada de

energía, que habitualmente también determina el incremento de temperatura causado por las fuerzas de cizallamiento durante la agitación.

En una realización de la presente invención, el recipiente de mezclado se mantiene bajo una presión de vacío durante la adición del polímero reactivo y del agente de reticulación, preferiblemente también durante la adición del plastificante y/o el extensor, si es aplicable.

El mantenimiento del recipiente de mezclado bajo presión de vacío durante la adición de los ingredientes proporciona la ventaja de que a cualquier producto final remanente del lote previo se le proporciona un tiempo y oportunidad de reaccionar tan pequeño como sea posible con cualquier humedad que pueda entrar junto con estos ingredientes durante la introducción de estos ingredientes. Esta característica de la presente invención reduce así el riesgo de la formación de escamas no deseadas del producto de reacción ya completamente o parcialmente curado en el recipiente de mezclado, p. ej., durante la preparación de la reacción o durante la formación del prepolímero.

En una realización de la presente invención, se añade un espesante al recipiente de mezclado y el recipiente de mezclado se mantiene aproximadamente a presión atmosférica durante la adición del agente espesante, y, si está presente una presión de vacío en el recipiente de mezclado, esta presión de vacío se rompe antes de la adición del agente espesante.

Los inventores prefieren usar sílice (SiO_2) o ácido silícico como el agente espesante, debido a su excepcional efecto de refuerzo. Pueden usarse varias formas de sílice como agente espesante, tal como "sílice precipitada", pero los inventores usan preferiblemente la denominada sílice ahumada, porque con esta el efecto de refuerzo del agente espesante es incluso más pronunciado. El ácido silícico se suministra preferiblemente en una forma sólida, como un polvo o como "copos de nieve". Esta forma sólida de ácido silícico se caracteriza, sin embargo, por una densidad aparente muy baja. El ingrediente es muy ligero y bastante propenso a quedar atrapado por una corriente de gas o aire en movimiento. Los inventores han encontrado que el ácido silícico podría encontrar así su camino hacia el sistema de escape asegurando la presión de vacío en el recipiente de mezclado, si la extracción se mantuviera en operación mientras se añade el ácido silícico en el recipiente de mezclado. Los inventores prefieren, por lo tanto, cerrar la conexión del sistema de escape con el recipiente de mezclado antes de que empiece la adición del ácido silícico, y también abrir esta conexión de nuevo solo después de la adición de la cantidad deseada de ácido silícico al recipiente de mezclado. Durante la adición del ácido silícico, los solicitantes mantienen preferiblemente una ligera sobrepresión en el recipiente de mezclado. Esta sobrepresión se aplica preferiblemente mediante la línea de suministro a través de la cual se añade el ácido silícico. Esta sobrepresión se libera preferiblemente posteriormente mediante la instalación de pesaje que asegura la dosificación correcta de ácido silícico, de manera que el gas en exceso, preferiblemente aire seco, puede liberarse mediante el filtro que se proporciona como pate de esta instalación de pesaje.

En una realización de la presente invención, se añade un espesante al recipiente de mezclado, preferiblemente ácido silícico, y el espesante se proporciona en el recipiente de mezclado de una manera neumática. Los inventores han encontrado que el transporte neumático es una manera bastante conveniente de transportar el espesante ligero pero sólido en una corriente de gas, y que, al mismo tiempo, el gas añadido puede usarse para romper la presión de vacío, que se mantiene preferiblemente durante la reacción, en el momento en el que se añade el espesante. Preferiblemente, los inventores usan una corriente de aire para el transporte neumático, y, más preferiblemente, una corriente de aire secado. Más preferiblemente, este aire secado tiene un punto de condensación como máximo de -40 °C, preferiblemente como máximo -45 °C, lo más preferiblemente un punto de condensación como máximo de -50 °C.

El uso de aire proporciona el beneficio de un riesgo reducido y una seguridad incrementada para el personal operario, porque el aire después de ser liberado a la atmósfera no es inflamable, a diferencia de cuando se usa un gas combustible tal como gas natural, y porque el aire, cuando se está liberando a la atmósfera, no causa una dilución del nivel de oxígeno en la atmósfera en la proximidad del punto de liberación, y, después de permanecer en un contenedor, no representa un entorno en el que un operador confiado podría encontrarse súbitamente con una deficiencia de oxígeno, que puede ser el caso, p. ej., con el nitrógeno.

En una realización de la presente invención, el recipiente de mezclado se mantiene bajo una presión de vacío mientras se bombea el producto fuera del recipiente de mezclado.

Los inventores prefieren mantener la presión de vacío en el recipiente de mezclado mientras se bombea fuera del recipiente de mezclado, con el fin de reducir también el riesgo de contacto con la humedad durante esa parte del proceso de producción.

En una realización de la presente invención, los brazos del agitador en el recipiente de mezclado se proporcionan con raspadores que se extienden hasta una distancia como máximo de 5 mm lejos de las paredes laterales del recipiente de mezclado, preferiblemente como máximo de 4 mm, más preferiblemente como máximo de 3 mm, incluso más preferiblemente como máximo de 2 mm.

Los inventores han encontrado que este diseño del sistema de agitación, en colaboración con la capacidad de ajuste de la altura del sistema de agitación, ofrece la posibilidad de limpiar sustancialmente por raspado el lado interno de las paredes laterales del recipiente de mezclado mientras el recipiente de mezclado se está vaciando, de manera que

queda poco o ningún producto residual frente a las paredes laterales del recipiente de mezclado cuando el recipiente de mezclado se ha vaciado.

En una realización de la presente invención, la superficie inferior del agitador tiene sustancialmente la misma forma que la parte inferior del recipiente de mezclado, preferiblemente con un espacio libre como máximo de 5 mm, más preferiblemente como máximo de 4 mm, aún más preferiblemente como máximo de 3 mm y lo más preferiblemente como máximo de 2 mm. Preferiblemente, la parte inferior del recipiente de mezclado es plana, y la superficie inferior del agitador finaliza en ese mismo plano.

Esto proporciona la ventaja de que la parte inferior del recipiente de mezclado también se raspa bien, y, por lo tanto, queda menos producto residual después de vaciar por bombeo un recipiente de mezclado completo.

En la realización de la presente invención en la que la superficie inferior del agitador tiene sustancialmente la misma forma que la parte inferior del recipiente de mezclado, la superficie inferior del agitador está sustancialmente sobre la anchura completa proporcionada adicionalmente con una tira de goma.

Esto proporciona la ventaja de que la parte inferior del recipiente de mezclado se raspa incluso mejor, y, por lo tanto, puede quedar incluso menos producto residual después de vaciar por bombeo un recipiente de mezclado completo.

Estas provisiones de raspadores en el agitador, con una cooperación cerrada entre el agitador y la parte inferior del recipiente de mezclado, y de la tira de goma adicional, proporcionan, cada una individualmente e incluso más en cooperación, la ventaja de poca contaminación cruzada entre los productos de lotes de producción subsiguientes. Una ventaja adicional es, cuando es necesario abrir y limpiar de todas formas el recipiente de mezclado, que se produce menos desechos en la limpieza, reduciendo así la producción de desechos del proceso global de producción. Los inventores han encontrado que un proceso discontinuo usando un recipiente de mezclado que se llena al menos parcialmente antes de cerrar la tapa, recipiente de mezclado completo del producto acabado que también tiene que abrirse para llevarlo y conectarlo a la instalación de llenado, se caracteriza habitualmente por un desecho de la producción de aproximadamente el 2 %. Los inventores han encontrado que el desecho de la producción puede reducirse hasta menos del 0,5 % del volumen total de la producción.

En una realización de la presente invención se proporciona en cada uno de los dos brazos del agitador al menos una paleta apuntando hacia arriba que finaliza en un punto que forma un ángulo como máximo de 45 grados, que corresponde como máximo a un octavo de un círculo completo. Preferiblemente, ambos brazos están equipados cada uno con al menos dos de dichas paletas, más preferiblemente al menos cuatro, incluso más preferiblemente al menos seis, preferiblemente al menos ocho, más preferiblemente al menos 12, incluso más preferiblemente al menos 14 paletas apuntando hacia arriba.

Preferiblemente, estas paletas tienen un ángulo de la punta como máximo de 30 grados.

Los inventores han encontrado que las paletas apuntando hacia arriba en los brazos del agitador contribuyen significativamente a una dispersión buena y rápida de polvos en los contenidos líquidos del recipiente de mezclado. Esto es especialmente ventajoso cuando se dispersa el espesante. Las paletas aseguran una desaparición rápida de los denominados granos que se forman fácilmente cuando se añade el espesante en el recipiente de mezclado.

En la realización de la presente invención con las paletas apuntando hacia arriba en los brazos del agitador, estas paletas se proporcionan preferiblemente en el 60 % exterior de la longitud del brazo del agitador, preferiblemente en el 50 % exterior, más preferiblemente en el 40 % exterior, e incluso más preferiblemente en el 30 % exterior de la longitud del brazo del agitador. Esto proporciona la ventaja de que, para la misma velocidad de rotación, la velocidad de la punta de las paletas apuntando hacia arriba es mayor, lo que tiene un efecto beneficioso en la tasa a la que un polvo tal como el espesante puede dispersarse en los contenidos del recipiente de mezclado.

En una realización de la presente invención se proporciona en cada uno de los brazos del agitador en el recipiente de mezclado al menos una paleta apuntando hacia arriba, formando un ángulo con el eje longitudinal del brazo del agitador que es menor de 90 grados o un cuarto de círculo. Preferiblemente, el ángulo entre la paleta y el eje longitudinal del agitador es como máximo 60°, más preferiblemente como máximo 45°, incluso más preferiblemente como máximo 30°.

Los inventores han encontrado que las paletas en los brazos del agitador aseguran un vórtice central durante la agitación, mediante el que un polvo se incorpora mucho más rápido en el contenido del recipiente de mezclado. Los inventores han encontrado que este efecto es más fuerte cuando la paleta forma un ángulo más pequeño con el eje longitudinal del agitador.

Preferiblemente, estas paletas se proporcionan en el 50 % interior de la longitud del brazo del agitador, preferiblemente en el 40 % interior de la longitud del brazo del agitador. Los inventores prefieren, sin embargo, situar estas paletas a una distancia del eje del agitador no menor del 20% de la longitud del brazo del agitador. Los inventores han encontrado que esta es la mejor forma de desarrollar un vórtice apropiado, y mediante lo cual durante la agitación se genera una circulación de fluido interna intensa desde el centro del recipiente de mezclado hacia fuera, entonces hacia

arriba a lo largo de las paredes laterales, girando en la parte superior hacia el lado interno para volver hacia abajo más centralmente y tomando el polvo añadido a lo largo de su flujo.

En una realización de la presente invención, varios de los diferentes ingredientes se añaden simultáneamente en el recipiente de mezclado, mientras la agitación ya está operando.

Mediante la introducción en paralelo, en lugar de varios ingredientes sucesivamente en el recipiente de mezclado, tal como el polímero reactivo, el plastificante y posiblemente el extensor, y agitando al mismo tiempo el líquido ya presente en el recipiente de mezclado, se ahorra mucho tiempo en el proceso global de producción, siempre en comparación con un procedimiento discontinuo convencional en el que los ingredientes se introducen sucesivamente en un recipiente de mezclado abierto y solo pueden agitarse cuando la tapa con agitador se pone en el recipiente de mezclado, cerrándose así el recipiente de mezclado y disminuyendo la presión solo entonces posiblemente con el fin de, permitir, tanto como sea posible, la eliminación de aire y humedad de la fase de gas así como el aire y la humedad que pueden haber permanecido disueltos en los ingredientes líquidos introducidos.

En una realización de la presente invención, el producto se bombea fuera del recipiente de mezclado en un tanque de amortiguación antes de que el producto se utilice para llenar su envase final.

Los inventores han encontrado que el uso de un tanque de amortiguación permite un vaciado rápido del recipiente de mezclado de manera que está disponible para el siguiente lote de producción. El uso de múltiples tanques de amortiguación permite la producción con una mayor flexibilidad en el mismo recipiente de mezclado o máquina de mezclado de un amplio rango de productos. Como tal, gracias a múltiples tanques de amortiguación, se puede cambiar, de una manera relativamente fácil, en el mismo recipiente de mezclado entre la producción sucesiva de dos productos finales que tienen el mismo color, pero diferentes viscosidades, o con diferentes plastificantes o una diferencia en la cantidad de plastificante, o con diferentes extensores o una diferencia en la cantidad de extensor, o con un material de relleno diferente o con un contenido diferente de material de relleno. Cada cambio de un lote de producto acabado transparente a un lote subsiguiente de un producto final coloreado o un producto con material de relleno puede realizarse bastante fácilmente sin muchas intervenciones especiales gracias a los tanques de amortiguación. El uso de tanques de amortiguación junto con el recipiente de mezclado cerrado proporciona la ventaja de que después de un lote de producción previo, se puede cambiar mucho más rápido a un lote de producción subsiguiente, lo que puede potenciar significativamente los volúmenes de producción o capacidad de producción del recipiente de mezclado.

En la realización de la presente invención que usa un tanque de amortiguación para recibir el producto del recipiente de mezclado, el producto preferiblemente se bombea fuera del tanque de amortiguación y se mezcla un pigmento y/o un fungicida en el producto aguas abajo del tanque de amortiguación, antes de que el producto se utilice para llenar su envase final.

El mezclado del pigmento y/o fungicida en el producto en su ruta hacia la instalación de llenado permite la producción y envasado final de un amplio rango de diferentes productos finales empezando a partir de unos pocos productos básicos que, p. ej., pueden todavía diferir en términos de su contenido de plastificante, extensor y/o material de relleno.

El bombeo del producto desde el tanque de amortiguación hasta la instalación de llenado se hace preferiblemente usando una bomba de pistón. El mezclado con el pigmento y/o el fungicida se hace preferiblemente mediante el uso de u mezclador estático.

En la realización de la presente invención que usa un tanque de amortiguación para recibir el producto del recipiente de mezclado, el producto en el tanque de amortiguación es preferiblemente un producto transparente y el producto se bombea fuera del tanque de amortiguación, y se mezcla la cantidad de material de relleno deseada con el producto aguas abajo del tanque de amortiguación, antes de que el producto se utilice para llenar su envase final.

El mezclado del material de relleno en el producto en su ruta hacia la instalación de llenado permite la producción y envasado de varios productos finales diferentes empezando a partir de un mismo producto básico transparente. Estos productos pueden diferir entonces en su selección y/o cantidad de material de relleno.

La adición del material de relleno en el producto en su ruta desde el tanque de amortiguación al envasado se combina preferiblemente con el mezclado similar del pigmento y/o fungicida, es decir, también con el producto en su ruta desde el tanque de amortiguación al envasado.

En una realización de la presente invención, al menos uno, y preferiblemente todos, de los ingredientes líquidos del procedimiento de producción, antes de ser transferidos al recipiente de mezclado, se mantienen preferiblemente en tanques de alimentación separados en los que la atmósfera por encima del líquido consiste en aire secado. Preferiblemente, el aire secado que se suministra al tanque de alimentación tiene un punto de condensación como máximo de -40 °C, preferiblemente como máximo de -45 °C, más preferiblemente un punto de condensación como máximo de -50 °C.

Esta característica proporciona la ventaja de que los ingredientes líquidos del lote de producción o procedimiento de producción tienen menos oportunidad de absorber humedad inintencionadamente antes de ser introducidos en el recipiente de mezclado. Esto significa que es necesario retirar menos humedad del recipiente de mezclado para

prevenir que la humedad de lugar al curado prematuro del producto final formado y también de cualquier producto final que permanezca del lote de producción previo en el recipiente de mezclado y en el agitador después de la introducción de los ingredientes para el nuevo lote de producción.

En una realización de la presente invención, el polímero reactivo y el reticulador se mezclan previamente en su ruta hacia el recipiente de mezclado.

Esto proporciona la ventaja de que el reticulador y el polímero reactivo se mezclan al menos parcialmente antes de su llegada al recipiente de mezclado, mediante lo cual también pueden haber ya empezado a reaccionar entre sí, y mediante lo cual se requiere menos tiempo extra para el mezclado adicional de estos dos reactivos, y/o para la reacción adicional de estos dos reactivos para formar el producto curable por humedad diana. Esta característica proporciona la ventaja de que la reacción entre los dos reactivos ocurre sin ninguna dilución por otro ingrediente no reactivo, tal como el plastificante y/o el extensor. Mediante la realización de la reacción sin diluir, la tasa de la reacción también se incrementa en comparación con el método convencional, donde la reacción tiene lugar en presencia de una cantidad de plastificante y/o extensor.

Preferiblemente, este mezclado previo se realiza usando un mezclador estático o dinámico, más preferiblemente un mezclador dinámico que se caracteriza por un tiempo de residencia particular. Un mezclador dinámico es un mezclador mediante el cual puede suministrarse energía externa a la mezcla de mezclado sometiéndola a fuerzas de cizallamiento. Preferiblemente, estas fuerzas de cizallamiento también son controlables y ajustables. Los inventores prefieren un mezclador dinámico sobre un mezclador estático porque encontraron que la caída de presión a lo largo del mezclador en sí mismo es menor, de manera que el paso requiere menos energía. Los solicitantes usan preferiblemente el Tipo de Mezclador Dinámico En Línea DLM/S-330 ofrecido por INDAG Maschinenbau GmbH (DE).

Los inventores prefieren realizar el mezclado previo incluso antes de que la mezcla de polímero reactivo y reticulador se almacene durante algún tiempo en un tanque de amortiguación aguas arriba del recipiente de mezclado.

Esta característica proporciona la ventaja adicional de que puede ahorrarse incluso más tiempo respecto al tiempo de reacción todavía requerido en el recipiente de mezclado en sí mismo. Preferiblemente, la reacción del prepolímero ha tenido lugar sustancialmente y más preferiblemente casi completamente antes de que el prepolímero llegue al recipiente de mezclado, de manera que en el recipiente de mezclado no debe permitirse un tiempo extra para completar la reacción.

En la realización de la presente invención en la que el polímero reactivo y el reticulador se mezclan previamente hasta un polímero con los extremos protegidos al menos parcialmente antes de que este prepolímero se introduzca en el recipiente de mezclado, el polímero con los extremos protegidos al menos parcialmente se introduce preferiblemente en el recipiente de mezclado a través del extremo inferior del recipiente. Los inventores prefieren de esta manera que la reacción entre el polímero reactivo y el reticulador ya haya tenido lugar tan completamente como sea posible prácticamente antes de que el prepolímero llegue al recipiente de mezclado.

Habitualmente, los ingredientes se introducen en el recipiente de mezclado a través de una abertura en la tapa o la pared superior del recipiente de mezclado. Esta característica de la presente invención proporciona la ventaja, en comparación con la introducción convencional a través de una abertura en la pared superior del recipiente de mezclado, de que hay un riesgo mucho menor de salpicadura de este polímero con los extremos protegidos, que puede adherirse al lado superior del equipo, tal como la superficie interna de la tapa o la parte superior del sistema de agitador. El polímero con los extremos protegidos que se une a estos lugares puede, cuando se introduce el espesante, que es ligero y sube fácilmente, tomar una parte del mismo, mediante lo cual ese polímero con los extremos protegidos se endurece rápidamente en una pasta y, por lo tanto, ya no puede volver y retornar al líquido en el recipiente de mezclado. Esto podría, por lo tanto, incrementar la cantidad de residuo que permanece en el recipiente de mezclado de un lote de producción al siguiente, la denominada "contaminación cruzada". Por esta característica de la presente invención, la cantidad de contaminación cruzada entre diferentes lotes de producción se disminuye así fuertemente, así como la cantidad de residuo que permanece cuando se abre el recipiente de mezclado para su limpieza, y que puede desecharse así principalmente como desecho.

En una realización de la presente invención, se introduce un espesante en una cámara en donde el polímero con los extremos protegidos ya al menos parcialmente, y preferiblemente completamente sustancialmente se introduce gradualmente empujando el prepolímero a través de una abertura o rendija estrecha elongada, de manera que se forma una cortina de líquido.

Esta manera de juntar gradualmente el espesante y el polímero ya con los extremos protegidos proporciona la ventaja de que la cortina de prepolímero forma una gran superficie disponible para absorber el espesante. Esta ventaja es particularmente pronunciada cuando se emplea ácido silícico como un agente espesante, particularmente en una forma que es ligera y sube fácilmente, tal como en la forma de polvo o copos de nieve. Debido a la gran área superficial, el espesante encuentra fácilmente y rápidamente su camino en el líquido con el prepolímero cuya reología debe cambiarse para formar una pasta.

Esta reunión puede realizarse bombeando alrededor el polímero con los extremos protegidos desde el recipiente de mezclado en la cámara donde se pone en contacto con el espesante, después de lo cual la mezcla se dirige de nuevo al recipiente de mezclado.

En la realización de la presente invención en donde el polímero reactivo y el agente de reticulación se mezclan previamente, el espesante se añade preferiblemente al intermedio mezclado previamente, preferiblemente el polímero con los extremos protegidos al menos parcialmente, en su camino al recipiente de mezclado.

Preferiblemente, antes de la adición del espesante, se añade al prepolímero una cantidad de disolvente, extensor y/o plastificante.

Los inventores han encontrado que la adición e incorporación de un disolvente, extensor y/o plastificante es mucho más fácil antes de que se añada el espesante en comparación con posteriormente, porque la viscosidad del prepolímero sin espesante es mucho menor que la del mismo prepolímero que contiene una cantidad de agente espesante, haciendo que la agitación para obtener un mezclado apropiado sea más fácil y con menor consumo de energía. Los inventores han encontrado además que se requiere menos espesante para conseguir una viscosidad particular cuando el plastificante y/o extensor se añade antes que el espesante en comparación con la adición del plastificante y/o extensor después del espesante.

En la realización de la presente invención en la que el espesante se añade al polímero con los extremos protegidos ya al menos parcialmente, la mezcla de la introducción del espesante pasa preferiblemente sobre un mezclador intermedio, preferiblemente un mezclador intermedio dinámico debido a los beneficios citados anteriormente de capacidad de ajuste y menor caída de la presión, de manera que el espesante se dispersa incluso mejor en el líquido que contiene el prepolímero.

Esta característica proporciona la ventaja de obtener más rápidamente una buena dispersión del espesante en el líquido, de manera que la presión en el recipiente de mezclado también puede reducirse antes sin incrementar el riesgo de que el espesante no dispersado pueda ser arrastrado en el sistema de escape que proporciona la presión de vacío. De esta manera, las siguientes etapas en el procedimiento de producción también pueden adelantarse en el tiempo, de manera que se reduce el tiempo de residencia global en el recipiente de mezclado y en el mismo recipiente de mezclado se puede conseguir un mayor rendimiento.

En una realización de la presente invención, en el recipiente de mezclado se produce un producto intermedio sin material de relleno, que puede posiblemente transferirse en primer lugar a un tanque de amortiguación, y el material de relleno solo se añade a este producto intermedio en su camino a la instalación de llenado.

Esta característica proporciona la ventaja de que el mismo producto en el recipiente de mezclado y/o en el tanque de amortiguación ofrece la posibilidad de producir varios productos diferentes. Además de la elección de no añadir, añadir poco o más material de relleno al mismo producto del recipiente de mezclado, permanece la oportunidad de proporcionar diferentes colores al técnicamente mismo producto final, o adaptar la cantidad de material de relleno en el producto final a la naturaleza y cantidad del tinte o mezcla de tintes que se desea usar en un producto final particular, o, a la inversa, para que la cantidad de tinte se corresponda con la cantidad y naturaleza del material de relleno.

Preferiblemente, los inventores añaden el material de relleno como un lodo o suspensión del material de relleno en un transportador. Esto es particularmente conveniente si el material de relleno está siendo añadido al producto en su camino desde el recipiente de mezclado hacia la instalación de llenado. En esta realización, los transportadores adecuados se eligen de la mejor manera de aceite de silicona o extensor.

Ejemplos

Los siguientes ejemplos se desarrollan con más detalle para ilustrar la presente invención. Los ejemplos describen la producción y envasado de los siguientes selladores de silicona según las siguientes recetas:

Tabla 1

Ingrediente (partes en peso)	Detalle	EJ 1	EJ 2	EJ 3
Polímero reactivo	Polímero FD 80			60
	Polímero FD 120	36		
	Silopreno E80		56	
Plastificante	Silopreno W100		28,45	
	Silopreno W1000	21,9		12
Extensor	Exxsol D140	-		15
Reticulador	ES23			4
	LM43	5		
	Silopreno TP 3625		3	
Estabilizante	Silopreno TP 3626		0,25	
Agente espesante	Aerosil® 150	6		8
	HDK®H15		10,5	
Material de relleno	Microdol A1	30		
Promotor de la adhesión	Haftvermittler DBS			1
	Silquest A-1100	1		
	Silquest VX-225		1,4	
Catalizador	Diacetato de dibutil estaño			0,025
	Tib Kat 217	0,1		
	Silopreno TP 3560		0,4	

El Ejemplo 1 (EJ 1) produce un sellador con relleno basado en un reticulador de oxima. El Ejemplo 2 (EJ 2) produce en el recipiente de mezclado un sellador transparente basado en un reticulador de alcoxi. El Ejemplo 3 (EJ 3) es para un sellador transparente con un reticulador basado en acetoxi.

Los Polímeros FD 80 y FD 120 se obtuvieron de la empresa Wacker (DE). El Polímero FD 80 y Silopreno E80 tenían un peso molecular promedio de 70.318 g/mol. El Polímero FD 120 tenía un peso molecular de 81.418 g/mol. El Silopreno E80 y W100, y el Silopreno W1000 se obtuvieron de la empresa Momentive Performance Chemicals. Exxsol® D140 se obtuvo de la empresa ExxonMobil Chemical.

El reticulador ES23 era etil triacetoxi silano obtenido de la empresa Wacker, que tenía un peso molecular de 234,28 g/mol. El reticulador LM43 era una mezcla de principalmente acetona-oxima y butano-2-ona O,O',O"-(metil sililidin) trioxima, suplementado con una pequeña cantidad de metil trimetoxi silano. El reticulador se obtuvo de la empresa Nitrochemie, y tenía un peso molecular promedio de 259,9 g/mol. El reticulador Silopreno TP 3625 era vinil trimetoxi silano (VTMO) obtenido de la empresa Momentive Performance Chemicals, y tenía un peso molecular de 148,23 g/mol.

El promotor de la adhesión ("Haftvermittler") DBS era di-terc-butoxi-diacetoxi silano, que se obtuvo de la empresa Wacker. Silquest A-1100 era 3-aminopropil trietoxi silano que se obtuvo de la empresa Momentive Performance Materials. Silquest VX-225 era un oligosiloxano aminofuncional que se obtuvo de la empresa Momentive Performance Materials.

El estabilizante Silopreno TP 3626 era dihidrógeno fosfato de 2-etilhexilo, obtenido de la empresa Momentive Performance Chemicals. Este compuesto es un buen estabilizante, p. ej., un catalizador de estaño, pero también es activo como un catalizador para la reacción de protección de extremos, es decir, la reacción del reticulador con el polímero reactivo.

AEROSIL® 150 era una forma pirogénica del ácido silícico obtenido de la empresa Evonik y HDK® H15 era una forma pirogénica del ácido silícico obtenido de la empresa Wacker.

El Microdol A1 era una dolomita (carbonato de Ca/Mg) molida obtenida de la empresa OMYA AG. Este producto tenía un contenido de agua de +/- 1.000 ppm en peso, y no estaba recubierto.

El diacetato de dibutil estaño se obtuvo de la empresa Momentive Performance Materials. El TIB KAT® 217 era un catalizador basado en óxido de dioctil estaño, que se obtuvo de la empresa TIB Chemicals. El Silopreno TP 3560 también era un catalizador basado en dioctil estaño, que se obtuvo de la empresa Momentive Performance Materials.

Ejemplo 1: producción de un sellador de silicio basado en un reticulador que contiene oxima

Se aportó un recipiente de mezclado limpio rodante. En el extremo inferior del recipiente de mezclado se proporcionó una abertura de drenaje que tenía una boquilla de salida. Esta abertura se cerró mediante una cubierta con rosca, proporcionada con un anillo de sellado de goma ajustado a la abertura de drenaje. Entre el metal de la abertura de drenaje y la cubierta con su anillo de sellado de goma se proporcionó una lámina de plástico hecha de polietileno, que evitaba que el anillo de sellado entrara en contacto prolongado y directo con los contenidos del recipiente de mezclado. Esto evitó el posible daño químico al anillo de sellado, y también evitó que la cubierta son su anillo de sellado tuviera que limpiarse después de cada uso.

En la boquilla de salida de la abertura de drenaje se monta, en el caso de productos menos viscosos que en este ejemplo, preferiblemente una pieza de tubería con, en el extremo libre de la misma, una lámina de plástico extra de un termoplástico tal como polietileno, mediante lo cual la lámina se suelda por calor en el extremo libre y sella el extremo libre firmemente. En el extremo libre que se cierra de esta manera, para vaciar el recipiente de mezclado, se monta entonces la válvula de drenaje. Como válvula de drenaje se usa una válvula de bola, de manera que un operador puede perforar la lámina de plástico a través de la válvula de bola abierta.

El recipiente de mezclado limpio se llevó a una balanza de pesaje. En el recipiente de mezclado abierto se cargaron sucesivamente las cantidades prescritas de polímero reactivo, del plastificante, y si están indicadas por la receta, también del extensor, sobre la base del incremento en el peso total del recipiente de mezclado con sus contenidos. Si es necesario, también se añaden ahora los pigmentos y otros ingredientes distintos de los promotores de la adhesión, reticuladores, y catalizadores. Las cantidades de estos ingredientes adicionales, sin embargo, son mucho más pequeñas que el contenido total de líquido formado por el prepolímero con el plastificante y posiblemente el extensor. Los ingredientes distintos del prepolímero, plastificante y extensor se introducen, por lo tanto, preferiblemente en el lado opuesto de donde se localiza la abertura de drenaje del recipiente de mezclado. Esto proporciona la ventaja de que se mantiene tan bajo como es posible el riesgo de que una parte importante de uno de esos ingredientes finalice en la abertura de drenaje y de que no se mezcle bien con el resto del contenido del recipiente de mezclado.

El recipiente de mezclado limpio con su contenido se sitúa debajo de la tapa con agitador. La tapa está adaptada para ajustarse en el recipiente de mezclado mediante un anillo de sellado hecho de un compuesto de silicona y que tiene una dureza de 60 Shore A y un perfil rectangular de 20x15 mm. Los inventores han encontrado que este material es lo suficientemente químicamente resistente frente a los diferentes ingredientes, así como los del producto final, y también tiene la combinación correcta de dureza y elasticidad.

La tapa se proporciona además con un sistema agitador, que puede rotar alrededor de un eje vertical, que cuelga y sobresale desde debajo de la tapa. El sistema agitador consiste principalmente en al menos un rotor, preferiblemente dos rotores, también referido como "disolvente", montado en el extremo inferior de un eje vertical. En el eje puede localizarse al menos un ala mezcladora a una altura elegida.

La tapa con el sistema agitador se puso en el recipiente de mezclado. Si a través de la mirilla se observa visualmente que un ala no está localizada a la altura apropiada respecto al nivel de fluido en el recipiente de mezclado, la tapa se levanta de nuevo y se ajusta la localización del ala en el eje. El recipiente de mezclado se cerró entonces bajando la tapa en el recipiente de mezclado.

El sistema agitador se activó para homogeneizar los contenidos del recipiente de mezclado. Aproximadamente al mismo tiempo, se activó el sistema de vacío y se instaló una presión de vacío de aproximadamente 0,2 bara en el interior del recipiente de mezclado. A través de la ventana de inspección en la tapa, se inspeccionó visualmente que no salían burbujas de gas a través del líquido, y así que la abertura de drenaje estaba cerrada apropiadamente. Si se determinaba que la abertura de drenaje no estaba cerrada apropiadamente, el operador estira un guante de látex sobre la cubierta de la boquilla de salida, incluyendo sobre su conexión con la boquilla de salida.

Cuando los contenidos del recipiente de mezclado se hubieron mezclado bien, la instalación de vacío se paró. El vacío en el recipiente de mezclado se rompió y se instaló una sobrepresión de aproximadamente 0.3 barg permitiendo que aire comprimido que tenía un punto de condensación de -50 °C.

La cantidad correcta de reticulador se pesó previamente y se añadió lentamente a los contenidos del recipiente de mezclado mientras el agitador continuaba operando. El reticulador se añadió a través del agujero de hombre en la tapa.

Antes de la adición del reticulador, la velocidad de agitación se redujo hasta 150 rpm, y esta velocidad de rotación se mantuvo también después durante el tiempo de reacción prescrito. Después de añadir el reticulador, el agujero de hombre se cerró de nuevo y el recipiente de mezclado se llevó de nuevo a una presión de vacío de 0,2 bara, hasta el final del tiempo de reacción. Para permitir la reacción del reticulador con el polímero reactivo, la reacción se deja que proceda típicamente durante un periodo de tiempo de 10 minutos. Posteriormente, la presión de vacío se rompió de nuevo, usando aire secado que tenía un punto de condensación de -50 °C, hasta una sobrepresión de aproximadamente 0,3 barg. La agitación se mantuvo.

A través del agujero de hombre, que se abrió de nuevo, se añadió entonces la cantidad prescrita de espesante. Este espesante puede añadirse a través del agujero de hombre reabierto, p. ej., vaciando bolsas en las que se suministró el espesante. Los inventores prefieren, sin embargo, añadir el espesante neumáticamente, desde un recipiente de almacenamiento usando una bomba de membrana. En ambos casos, los inventores prefieren no establecer ningún vacío durante la adición del agente espesante. Durante la adición del agente espesante, el volumen en el recipiente de mezclado se incrementó. Mediante la agitación, el espesante se dispersó a lo largo de los contenidos del recipiente de mezclado.

Después de la dispersión del espesante, se añadió la cantidad prescrita de material de relleno, así como el promotor de la adhesión y se mezcló. Después de la adición y durante el mezclado, se estableció de nuevo una presión de vacío de 0,2 bara en el recipiente de mezclado, cerrado de nuevo, y la agitación se continuó hasta que los contenidos del recipiente de mezclado fueron homogéneos y no hubo más granos, y tampoco había preferiblemente escamas presentes en el contenido del recipiente de mezclado.

Como último ingrediente, en una siguiente etapa, se añadió el catalizador, de nuevo a través del agujero de hombre abierto y después de romper la presión de vacío con aire seco como se ha explicado anteriormente. Después, de nuevo, se instaló una presión de vacío de aproximadamente 0,2 bara y se continuó la agitación. El vacío elimina junto con trazas de humedad también aire disuelto tanto como sea posible del producto, de manera que se reduce el riesgo de que se formen burbujas de gas durante las etapas posteriores de la producción, durante el almacenamiento o durante el uso del sellador.

Después de este último periodo de mezclado, la presión de vacío se rompe permitiendo la entada de aire seco que tiene un punto de condensación de -50 °C. Se tomó una muestra para el control de calidad estándar. Después de la aprobación de las características clave, se levantó la tapa (con el agitador unido). Como el siguiente lote de producción en esta instalación de mezclado concernía a un producto de la misma calidad, solo se raspó la parte inferior del raspador con un cuchillo raspador, mediante lo cual el resultado del raspado se recogió en el recipiente de mezclado lleno. Después, el recipiente de mezclado lleno se separó desde debajo de la tapa con el agitador y se integró un nuevo recipiente de mezclado limpio, que contenía ya preferiblemente las cantidades necesarias de polímero reactivo y plastificante.

Sobre el contenido pastoso del recipiente de mezclado lleno, se dispuso entonces una primera lámina de plástico y se presionó contra el producto y con su perímetro presionado contra las paredes laterales por encima del nivel del producto. Después, se estiró una segunda lámina de plástico a través del recipiente de mezclado para cerrar la abertura superior del recipiente de mezclado. En el espacio entre las dos láminas de plástico puede proporcionarse, si se desea, tal como en clima cálido, una pequeña cantidad de desecante activo en forma sólida.

El recipiente de mezclado lleno se dirigió por debajo de la prensa de la instalación de llenado y conectado a la misma a través de la boquilla de salida del recipiente de mezclado. El producto se utilizó para llenar cartuchos de plástico que se cerraron poniendo un pistón o émbolo en el extremo abierto de los cartuchos después de llenarlos. El cartucho de plástico se lubricó previamente en el lado interno, donde el émbolo se va a poner en contacto con el cartucho, proporcionando una capa de una cera de hidrocarburo pesado, preferiblemente una cera que, por hidrogenación, se hizo más estable frente a las influencias de oxígeno y/o radiación UV, preferiblemente una capa que tiene un espesor de aproximadamente 0,10 mm. Esta cera puede haberse aplicado de cualquier manera conocida para el experto en la técnica. La cera puede pulverizarse en forma fundida como un líquido caliente, en disolución en un disolvente orgánico más volátil, o como una emulsión en un transportador. Dicha emulsión puede incluso estar basada en agua, mediante lo cual el agua se evapora fácilmente y ya no es un problema o ni está incluso presente en un grado que puede afectar el contenido del cartucho.

Ejemplo 2: producción de un sellador de silicona basado en un reticulador que contiene alcoxi

Se siguió el mismo proceso que en el Ejemplo 1, con los siguientes ajustes. Este producto debía ser transparente, y, por lo tanto, no se usó material de relleno. Esta formulación también contenía un estabilizante. El estabilizante se añadió después del mezclado del reticulador, después de lo cual, el mezclado de continuó de nuevo durante 3 minutos. El estabilizante seleccionado también es activo como un catalizador para la reacción entre el reticulador y el polímero reactivo, de manera que se añade al recipiente de mezclado preferiblemente tan pronto como sea posible después del reticulador para acortar el tiempo de la reacción. Durante cada adición en cada uno de los ejemplos, se mantiene preferiblemente una velocidad de rotación lenta para promover la incorporación del ingrediente añadido.

Ejemplo 3: producción de un sellador de silicona basado en un reticulador que contiene acetoxi

En un recipiente de mezclado cerrado, se instaló una presión de vacío de aproximadamente 0,2 bara. El recipiente de mezclado estaba equipado con un sistema agitador con altura ajustable, mediante lo cual el agitador se proporcionó con raspadores que alcanzaban una distancia como máximo de 2 mm lejos de las paredes laterales del recipiente de mezclado, y se proporcionó además con superficies adicionales para causar más turbulencia en el grueso de los contenidos líquidos del recipiente de mezclado.

En un tanque de amortiguación con equipo de pesaje, se añadió en primer lugar desde un tanque de alimentación la cantidad prescrita de polímero reactivo. También, se suministraron el plastificante, el extensor y el reticulador desde tanques de alimentación. Los tanques de alimentación se mantuvieron continuamente bajo una atmósfera de aire que tenía un punto de condensación de -50 °C.

El polímero del tanque de amortiguación y los ingredientes de los tanques de alimentación, los últimos bajo control de flujo de Coriolis para permitir una dosificación correcta, se dirigieron simultáneamente al recipiente de mezclado bajo presión de vacío, y esto mientras el agitador estaba operando.

Después de la reacción del reticulador con el polímero reactivo, el vacío se rompió y se instaló una ligera sobrepresión de 0,05 barg, después de lo cual se añadió la cantidad prescrita de espesante y se dispersó en el líquido. El espesante se introdujo neumáticamente usando como el trasportador un flujo de aire que tenía un punto de condensación de -50 °C.

Durante la dispersión del espesante, el contenido del recipiente de mezclado se puso de nuevo bajo una presión de vacío de aproximadamente 0,2 bara. Después de dispersar el espesante, se añadieron el promotor de la adhesión y el catalizador y se mezclaron. Después de la compleción del procedimiento de mezclado, el recipiente de mezclado se vació bombeando el contenido a un tanque de amortiguación, y esto mientras se mantenía la presión de vacío. Durante el vaciado, el agitador se usó para limpiar sustancialmente por raspado las paredes internas y la parte inferior del recipiente de mezclado.

Los detalles adicionales se llevaron a cabo como se describe en el ejemplo 1, excepto que el recipiente de mezclado en este ejemplo siempre permaneció cerrado, es decir, la tapa permaneció sobre el recipiente de mezclado y no se creó ningún agujero de hombre o abertura al aire ambiental.

Después de haber vaciado el recipiente de mezclado, se inició inmediatamente el siguiente lote de producción introduciendo nuevas cantidades de ingredientes en el recipiente de mezclado.

Habiendo descrito ahora completamente esta invención, los expertos en la técnica apreciarán que la invención puede realizarse en un amplio rango de parámetros dentro de lo que se reivindica, sin apartarse del alcance de la invención, como se define por las reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

1. Un método para la producción de una composición curable por humedad, mediante el cual los grupos terminales reactivos de un polímero reactivo se hacen reaccionar con un agente de reticulación para formar un prepolímero, mediante lo cual el método procede en discontinuo y la producción del prepolímero ocurre en un recipiente de mezclado, caracterizado por que, después de la formación del prepolímero en el recipiente de mezclado, la tapa del recipiente de mezclado se levanta y el agitador y/o raspador se eleva desde el líquido, el recipiente de mezclado se cierra mediante dos láminas de plástico, mediante lo cual, la primera lámina se proporciona tan cerca como sea posible contra el producto y contra la pared lateral vertical del recipiente de mezclado abierto, y posteriormente la segunda lámina se estira sobre el borde superior del recipiente de mezclado.

2. El método según la reivindicación 1 mediante el cual el agitador y/o raspador elevado se raspa, preferiblemente manualmente con un cuchillo adecuado, y el producto raspado se deja caer en el recipiente de mezclado antes de cerrar el recipiente de mezclado con las láminas de plástico.

3. El método según la reivindicación 1 o 2 mediante el cual entre las dos láminas de plástico se proporciona una cantidad de desecante.

4. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes mediante el cual el aire entre las dos láminas de plástico se reemplaza, al menos parcialmente, por un gas seco.

5. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes mediante el cual, para la reacción para formar el prepolímero, el agente de reticulación se añade en un exceso estequiométrico respecto a la cantidad de grupos terminales reactivos presentes en el polímero reactivo.

6. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes mediante el cual un polímero reactivo se hace reaccionar con un agente de reticulación en un recipiente de mezclado y mediante el cual, después de agitar a homogeneidad el líquido en el recipiente de mezclado, que contiene el polímero reactivo, y también después de la eliminación de aire del recipiente de mezclado cerrado poniendo el recipiente bajo una presión de vacío, el método comprende la adición en el recipiente de mezclado del agente de reticulación para la reacción con los grupos terminales reactivos del polímero reactivo y formando de esta manera el prepolímero y posiblemente además de esto la adición de un extensor al contenido del recipiente de mezclado, caracterizado por que el recipiente de mezclado antes y preferiblemente también durante la adición del agente de reticulación se pone a una sobrepresión, preferiblemente a una sobrepresión de al menos 0,1 barg.

7. El método según la reivindicación precedente mediante el cual al menos uno de los ingredientes de la composición, por ejemplo, un material de relleno, se introduce mediante transporte neumático, caracterizado por que la sobrepresión se alcanza por la adición de al menos uno de los gases que se utilizan para el transporte neumático.

8. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes mediante el cual el recipiente de mezclado cerrado se pone, al menos temporalmente, bajo una presión de vacío, mediante lo cual esta presión de vacío se rompe dejando que un gas entre en el recipiente de mezclado, preferiblemente aire secado, más preferiblemente air que tiene un punto de condensación como máximo de -40 °C, preferiblemente como máximo de -45 °C, más preferiblemente un punto de condensación como máximo de -50 °C.

9. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes mediante el cual el agente de reticulación se introduce en el recipiente de mezclado, caracterizado por que el agente de reticulación se dispersa en el contenido del recipiente de mezclado y durante la dispersión se mantiene una ligera sobrepresión en el recipiente de mezclado en el rango de 0,05-0,30 barg.

10. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes que usa un recipiente de mezclado para la producción del prepolímero por la reacción de un polímero reactivo con un agente de reticulación, mediante el cual después de la introducción de al menos un reactivo líquido para la reacción u otro ingrediente líquido de la formulación, el contenido del recipiente de mezclado se agita y el recipiente de mezclado cerrado se pone bajo una presión de vacío, mediante lo cual la presión de vacío es como máximo 0,50 bar absoluto (bara).

11. El método según la reivindicación precedente mediante el cual el recipiente de mezclado se cierra y se instala una presión de vacío como máximo de 0,40 en los 60 segundos posteriores al cierre del recipiente de mezclado.

12. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes mediante el cual el recipiente de mezclado se cierra con una tapa y la tapa del recipiente de mezclado se proporciona con un sistema agitador con altura ajustable de manera que, sin tener que abrir el recipiente de mezclado levantando la tapa, la altura del agitador puede ajustarse respecto al nivel de líquido en el recipiente de mezclado.

13. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes mediante el cual el recipiente de mezclado se mantiene bajo una presión de vacío durante la adición del polímero reactivo y del agente de reticulación, preferiblemente también durante la adición del plastificante y/o del extensor, si es aplicable.

14. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes mediante el cual se introduce un espesante en el recipiente de mezclado, y mediante el cual el recipiente de mezclado se mantiene bajo aproximadamente presión atmosférica durante la adición del espesante, y, si está presente una presión de vacío en el recipiente de mezclado, esta presión de vacío se rompe antes de la adición del espesante.

15. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes mediante el cual el producto se utiliza para llenar un cartucho de plástico como envase final y el cartucho, después de llenarlo, se cierra introduciendo en el extremo abierto del cartucho un émbolo, caracterizado por que en el lado interno del cartucho, al menos en la localización donde el émbolo tiene que ponerse en contacto con el cartucho, se proporciona una capa de lubricante.