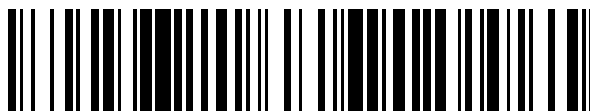


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 864 741**

51 Int. Cl.:

**B01J 20/18** (2006.01)

**B01J 20/28** (2006.01)

**B01D 53/28** (2006.01)

**B01D 53/04** (2006.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **03.12.2009 PCT/FR2009/052406**

87 Fecha y número de publicación internacional: **10.06.2010 WO10063975**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.12.2009 E 09801739 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **24.03.2021 EP 2364206**

54 Título: **Adsorbente zeolítico con aglomerante orgánico**

30 Prioridad:

**05.12.2008 FR 0858293**

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

**14.10.2021**

73 Titular/es:

**ARKEMA FRANCE (100.0%)  
420 rue d'Estienne d'Orves  
92700 Colombes, FR**

72 Inventor/es:

**BOUVIER, LUDIVINE;  
NICOLAS, SERGE;  
MEDEVIELLE, ALICE y  
ALEX, PATRICK**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

**ES 2 864 741 T3**

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

**DESCRIPCIÓN**

Adsorbente zeolítico con aglomerante orgánico

5 La presente invención se refiere a un adsorbente zeolítico aglomerado que comprende al menos una matriz polimérica muy cargada con al menos un adsorbente de tipo zeolita. La invención se refiere igualmente al procedimiento de preparación de dicho adsorbente, principalmente obtenido por extrusión, así como sus usos, principalmente como adsorbente de humedad, de olores, de compuestos orgánicos volátiles, y otros.

10 Los adsorbentes zeolíticos utilizados habitualmente en la actualidad son adsorbentes que comprenden una o varias zeolitas aglomeradas por medio de un aglomerante mineral. Estos aglomerados se presentan en varias formas, lo más a menudo en forma de bolas, extruidos, hilados, polvos y otros, con granulometrías mayores o menores, generalmente de varios micrómetros a varios milímetros.

Estos adsorbentes aglomerados se usan entonces tal como están, por ejemplo, para llenar columnas de purificación, de separación, de líquidos o de gases, o también para soportar catalizadores utilizados en reacciones químicas.

15 Sin embargo, dichos aglomerados presentan el inconveniente de generar polvos, finos, humos, y necesitan precauciones de empleo y, sobre todo, un contenedor que permita confinar dichos aglomerados para poder utilizarlos. Los documentos EP 1323468 y WO 2006/069781 divulgan un material adsorbente zeolítico con un aglomerante orgánico que comprende una matriz polimérica y una zeolita, pudiendo la zeolita ser una zeolita 3A.

20 Con el fin de poder superar los problemas relacionados con la manutención de los polvos y aglomerados zeolíticos, y poder disponer de adsorbentes zeolíticos sólidos, conformados (que no necesitan un contenedor para ser manipulados), se ha propuesto insertar polvos de zeolitas y/o aglomerados zeolíticos en una matriz polimérica. Dicha matriz polimérica se puede conformar entonces por moldeo, inyección, extrusión y otros métodos.

Dichos artículos conformados se pueden manipular más fácilmente que los polvos de zeolitas o los aglomerados de polvos zeolíticos, y también se usan más fácilmente como adsorbentes en forma de granulados, películas, barras, tabletas, varillas y otros.

25 Sin embargo, los adsorbentes zeolíticos con matriz polimérica (es decir, con un aglomerante orgánico) propuestos hasta el presente presentan numerosos inconvenientes, siendo el principal el pequeño contenido de zeolita que se puede incorporar en la matriz polimérica.

En efecto, el estado de la técnica muestra que es relativamente difícil alcanzar contenidos elevados de zeolita en una matriz polimérica mezclando polvo de zeolita en una matriz polimérica en estado fundido.

30 Además, las propiedades mecánicas de los artículos obtenidos por extrusión, extrusión-moldeo o moldeo de adsorbentes zeolíticos con matriz polimérica disminuyen considerablemente cuando el contenido másico en polvo de zeolitas aumenta en dicha matriz polimérica.

Resulta que, hasta el presente, los adsorbentes zeolíticos con aglomerante orgánico son friables, quebradizos y/o no presentan más que pequeñas capacidades de adsorción.

35 Con el fin de paliar estos inconvenientes, se han propuesto preparaciones de composiciones de polvo de zeolita y de polímero, en presencia de agentes porógenos y/o de auxiliares de procesamiento ("*processing aids*" en lengua inglesa).

40 Esta solución presenta el inconveniente de reducir la tasa de zeolita para el mismo volumen de adsorbente zeolítico con matriz orgánica. Sin embargo, estos agentes porógenos y "*processing aids*" crean la macro-/meso-porosidad en la matriz orgánica, lo que lleva a cinéticas de adsorción rápidas y, a partir de aquí, a una duración muy breve de la eficacia.

Por lo tanto, sigue habiendo una necesidad de adsorbentes zeolíticos con aglomerante orgánico de capacidad de adsorción máxima, con una cinética de adsorción lenta, y que estén dotados de buenas propiedades mecánicas. Esta necesidad es particularmente importante para materiales adsorbentes zeolíticos que se presentan en forma de sólidos (o monolitos) que se pueden obtener por extrusión, moldeo, extrusión-moldeo, inyección, moldeo por inyección y otros.

45 Dichos adsorbentes zeolíticos con aglomerante orgánico constituyen un primer objetivo de la presente invención. Sin embargo, otros objetivos aparecerán durante la siguiente exposición de la invención.

Así, la presente invención se refiere en primer lugar a un material adsorbente zeolítico con aglomerante orgánico que comprende:

- a) una matriz polimérica, y
- 50 b) al menos una zeolita de tipo 3A, y en el que:

- los cristales de zeolita están repartidos de forma homogénea en dicha matriz, y
  - la cantidad de cristales de zeolita es superior a 70% con respecto al peso total de dicho material adsorbente e inferior a 99%, preferentemente inferior a 95%, preferentemente aún inferior a 90%, de forma totalmente preferida inferior o igual a 85% en peso con respecto al peso total de dicho material adsorbente, y
- 5
- la zeolita comprendida en el material adsorbente zeolítico es una zeolita natural, sintética o artificial, cuya granulometría media es inferior a 20  $\mu\text{m}$ , preferentemente inferior a 15  $\mu\text{m}$  y es superior a 0,05  $\mu\text{m}$ , preferentemente superior a 0,1  $\mu\text{m}$ , y
  - la matriz polimérica comprende un copolímero de etileno/acrilato de butilo, y
  - dicho material adsorbente zeolítico presenta un único tipo de porosidad que es una microporosidad.
- 10
- La presente invención está definida por las reivindicaciones 1 a 6 anexas.
- En el sentido de la invención, el material adsorbente zeolítico se obtiene generalmente a partir de un compuesto (mezcla y después conformado, por ejemplo, por extrusión, moldeo, extrusión-moldeo, inyección-extrusión) o cualquier otra técnica conocida por el experto en la técnica que permita la obtención de un artículo en forma sólida a partir de al menos una matriz polimérica fundida.
- 15
- La matriz polimérica comprende un copolímero de etileno/acrilato de butilo.
- La matriz polimérica puede comprender igualmente, totalmente o en parte, uno o varios polímeros homo- y/o co-polímeros, susceptibles de formar un ensamblaje supramolecular. Por ensamblaje supramolecular se entienden polímeros, homo- y/o co-polímeros, susceptibles de asociarse entre ellos por medio de enlaces de hidrógeno.
- 20
- Entre los polímeros denominados "supramoleculares" se pueden citar, como ejemplos no limitantes, los polímeros semicristalinos y principalmente los formados por ensamblaje supramolecular de los compuestos que resultan de la condensación de un ácido graso y/o de un dímero de ácido graso y/o de un trímero de ácido graso, y al menos una amina asociativa (susceptible de formar enlaces de hidrógeno) elegida entre la 1-(2-aminoetil)-imidazolidin-2-ona (UDETA), la 1-(2-[(2-aminoetil)-amino]etil)imidazolidona (UTETA), la 1-(2-[(2-aminoetilamino)etil]amino)etilimidazolidona (UTEPA) y la N-(6-aminoheptil)-N'-(6-metil-4-oxo-1,4-dihidropirimidin-2-il)urea (UPy) y sus mezclas.
- 25
- La zeolita comprendida en el material aglomerado según la presente invención es una zeolita natural, sintética o artificial, en forma cristalizada y cuya granulometría media es inferior a 20  $\mu\text{m}$ , preferentemente inferior a 15  $\mu\text{m}$  y es superior a 0,05  $\mu\text{m}$ , preferentemente superior a 0,1  $\mu\text{m}$ . La granulometría media se mide por difracción láser. En los ejemplos de la invención esta granulometría se mide por medio de un dispositivo Malvern® Instrument Mastersizer S, norma NF ISO 13320 (2000).
- 30
- Por supuesto, se puede utilizar una mezcla de dos o varias zeolitas. Esto es particularmente ventajoso cuando se desea modular la capacidad de adsorción y/o la cinética de adsorción del material según la presente invención, poseyendo cada uno de los diferentes tipos de zeolitas capacidades y cinéticas de adsorción propias.
- 35
- Según otro aspecto de la presente invención, el material adsorbente según la presente invención puede comprender además uno o varios aditivos, generalmente utilizados en las técnicas de encapsulamiento. Ejemplos no limitantes de dichos aditivos se pueden elegir entre los estabilizantes UV, pigmentos, colorantes, antioxidantes, modificadores de impacto, materiales de cambio de fase (MCF), agentes ignífugos, agentes odorantes y otros.
- 40
- Según un aspecto de la invención, el material adsorbente según la invención puede comprender uno o varios compuestos susceptibles de cambiar de color (indicador coloreado) según el grado de adsorción de la zeolita. Dichos compuestos son, por ejemplo, pigmentos, tintas, colorantes que reaccionan químicamente cambiando de color. Ejemplos de tintas reactivas se describen, por ejemplo, en la solicitud WO 2006/079713.
- 45
- De forma sorprendente, se ha descubierto que es posible preparar un material adsorbente zeolítico con matriz orgánica, en el que se incorpora al menos una zeolita que presenta las características mencionadas anteriormente.
- 50
- Más precisamente, para la preparación del material aglomerado con matriz orgánica, se realiza un encapsulamiento de las materias plásticas en estado fundido con la o las zeolitas por medio de una herramienta conocida por el experto en la técnica, como ejemplo se pueden citar los mezcladores internos (p. ej., tipo Banbury), los mezcladores de cilindro, las extrusoras de un husillo, de husillo doble, contra- o co-rotatorias, las co-amasadoras continuas (p. ej., tipo Buss). La herramienta de encapsulamiento puede ser una de las herramientas citadas anteriormente o su asociación, como por ejemplo una co-amasadora asociada con un husillo único de recuperación, un husillo doble co-rotativo asociado con una bomba de engranaje, y otras.
- La herramienta de encapsulamiento se configura de forma que se identifique una zona de fusión del polímero, una zona de mezcla y/o una zona de distensión/desgasificación para eliminar los compuestos volátiles. Estas diferentes

zonas pueden materializarse por la configuración del husillo de la herramienta, la utilización de una zona de restricción o el acoplamiento entre herramientas.

5 La herramienta puede estar equipada igualmente de un sistema de filtración, preferentemente continuo, de forma que se supriman los aglomerados no dispersados. Por último, la herramienta está equipada de un sistema de granulación de varillas, con enfriamiento con aire o con agua, adaptado a la reología del compuesto por su geometría y sus características térmicas.

10 La matriz polimérica y la o las zeolitas, así como los eventuales aditivos, se pueden introducir simultánea o separadamente. En particular, la o las zeolita(s) se puede(n) introducir totalmente o en parte, bien en la tolva principal con la matriz polimérica sólida o bien en la matriz polimérica fundida por medio de una herramienta de alimentación forzosa.

Los cristales de zeolita(s) se reparten de forma homogénea en el material adsorbente, es decir sin gradiente de concentración de zeolita en el material adsorbente.

El material adsorbente así obtenido presenta una única porosidad que es la porosidad intrínseca de la zeolita, contrariamente a los materiales adsorbentes conocidos de la técnica anterior.

15 De forma totalmente sorprendente, se ha observado que los materiales adsorbentes según la invención, a pesar de sus tasa muy elevada de zeolita, conservan propiedades poliméricas y no son friables.

Además, los materiales adsorbentes según la invención presentan cinéticas de adsorción muy lentas, como se indica en los ejemplos que ilustran la invención y que se presentan a continuación.

20 En efecto, los materiales adsorbentes zeolíticos con matriz orgánica de la técnica anterior presentan cinéticas de adsorción relativamente rápidas, lo que se puede explicar por el hecho de que los adsorbentes zeolíticos de la técnica anterior comprenden microcanales y, por lo tanto, se pueden caracterizar por una "doble porosidad", es decir una "microporosidad" (debida a las zeolitas) y una "macroporosidad" (debida a los microcanales). Esto conlleva tiempos que varían desde varias horas a varios días para saturar completamente o casi completamente dichos adsorbentes de la técnica anterior.

25 Contrariamente a los adsorbentes zeolíticos de la técnica anterior, los adsorbentes zeolíticos con aglomerante orgánico de la invención presentan un único tipo de porosidad que es una microporosidad que permite una cinética de adsorción controlada, más o menos rápida, y una acción de larga duración (de varios meses hasta un año, por ejemplo).

30 Además, la cinética se puede modular ventajosamente por la incorporación en la matriz polimérica de una mezcla de dos o varias zeolitas de porosidades diferentes, pero también por la naturaleza del o de los aglomerantes orgánicos (matriz(ces) polimérica(s)). Se debe entender que la naturaleza de las zeolita(s)/matriz(ces) polimérica(s) permite controlar la naturaleza de las moléculas adsorbidas, así como la cinética de adsorción.

35 Así, el experto en la técnica, especialista en la adsorción sobre zeolitas, podrá elegir la naturaleza de la o de las zeolitas que se deben incorporar en la matriz polimérica, en función de la naturaleza de las moléculas que se deben adsorber (agua, moléculas orgánicas odorantes, contaminantes y otras).

40 Igualmente, la naturaleza de la matriz polimérica permite ajustar la cinética de adsorción. En particular, una modulación de la cristalinidad del o de los polímeros que forman la matriz polimérica (por ejemplo, poliéteres de varias cristalinidades), permite modular la cinética de adsorción. Otras posibilidades aún de modulación de la cinética de adsorción serán fácilmente comprensibles para el experto en la técnica, aportando modificaciones a la matriz polimérica y, por ejemplo, aportando secuencias amorfas (tales como EVA, EBA), secuencias hidrófilas (p. ej., poliéter-poliol, poliéster-poliol) y otras. El material adsorbente zeolítico con aglomerante orgánico de la presente invención comprende al menos una zeolita de tipo 3A y una matriz polimérica que comprende un copolímero de etileno/acrilato de butilo.

45 Además, la gran tasa de carga de los adsorbentes zeolíticos de la invención se traduce en una capacidad de adsorción volúmica elevada.

Otra ventaja relacionada también con los adsorbentes zeolíticos según la presente invención se caracteriza por el hecho de que los materiales presentan una excelente estabilidad dimensional, y esto incluso y especialmente a la capacidad de adsorción máxima.

50 Esta característica totalmente inesperada permite prever preparaciones de artículos extruidos, moldeados y otros, cuyas dimensiones se conservan de forma precisa, sin sufrir deformaciones a lo largo del tiempo, sea cual sea la cantidad de moléculas adsorbidas, en particular agua. Esto es particularmente ventajoso para los artículos extruidos, moldeados y otros que intervienen en la fabricación de materiales de construcción (perfiles, cuados y marcos de ventanas, puertas, etc.), piezas de ensamblaje (cubiertas de cajas, contenedores, etc.).

Así, las dimensiones de los materiales adsorbentes según la invención se conservan y los artículos que comprenden dichos materiales adsorbentes no experimentan deformaciones. Se pueden observar, sin embargo, modificaciones de las dimensiones y/o de las formas, pero en este caso únicamente debido a las propiedades intrínsecas de la matriz que puede ser susceptible de "hincharse" de forma natural.

5 Otro aspecto ventajoso de los adsorbentes zeolíticos de la presente invención es la posible regeneración de dichos adsorbentes. En efecto, como la adsorción es un fenómeno reversible, el adsorbente zeolítico con aglomerante orgánico de la invención puede ser sometido a desgasificación o no, antes o después de su utilización, por ejemplo después de la utilización, y ser así regenerado, por ejemplo por desorción, secado u otras técnicas conocidas por el experto en la técnica, con la condición de no degradar la matriz polimérica.

10 Las propiedades y ventajas de los adsorbentes zeolíticos con aglomerante orgánico de la invención, tales como acaban de ser descritos, permiten disponer de artículos adsorbentes extruidos, moldeados, inyectados y otros, encontrando una utilización en muchos campos de aplicación.

En efecto, dichos adsorbentes/artículos presentan muy buenas propiedades de adsorción, pero también de liberación. Debido a su tasa de carga en zeolita(s) muy elevada, los adsorbentes de la invención permiten la adsorción (y/o la liberación) de cualquier tipo de compuesto, como los aglomerados zeolíticos con aglomerante mineral conocidos en la técnica anterior. Así, los compuestos que pueden ser adsorbidos y/o liberados son, como ejemplos no limitantes, los líquidos, los gases y otros, y principalmente el agua, el oxígeno, el gas carbónico, el nitrógeno, los compuestos orgánicos volátiles (COV), monómeros, moléculas odorantes, contaminantes y otros.

15 Los campos de aplicación, es decir de utilización, de los adsorbentes zeolíticos con aglomerante orgánico según la presente invención son, por consiguiente, diversos y variados. Los adsorbentes de la invención pueden ser, por ejemplo, utilizados ventajosamente como elementos adsorbentes de humedad, elementos de separación de gas, principalmente en los procedimientos de producción de oxígeno, separación de líquidos y otros.

Los adsorbentes zeolíticos con aglomerante orgánico de la presente invención están particularmente adaptados para una utilización como elementos adsorbentes de humedad (deshidratantes) que se pueden insertar en las ventanas (doble acristalamiento), cuadros eléctricos y electrónicos, embalajes (fotos, farmacia, productos liofilizados y otros) y más generalmente en cualquier tipo de pieza embutida o fijada, que reemplaza ventajosamente los saquitos deshidratantes conocidos en la técnica anterior.

20 Según la naturaleza del aglomerante orgánico de los adsorbentes de la invención, estos pueden igualmente estar completamente adaptados para los usos en los campos alimentario y agroalimentario.

30 La figura 1 representa un adsorbente zeolítico (1) con aglomerante orgánico (2) según la técnica anterior, que comprende dos tipos de porosidad: una microporosidad representada esquemáticamente por la zeolita en forma de polvo (4) comprendida en los aglomerados (3) con aglomerante mineral, y una macro- o meso-porosidad esquematizada por los microcanales (5).

La figura 2 representa un adsorbente zeolítico (1) con aglomerante orgánico (2) según la técnica anterior que comprende aglomerados (3) con aglomerante mineral de zeolita en forma de polvo (4).

35 La figura 3 representa un adsorbente zeolítico (1) con aglomerante orgánico (2) según la técnica anterior, en el que el reparto de la zeolita (4) no es homogénea en todo el adsorbente.

La figura 4 representa un adsorbente zeolítico (1) con aglomerante orgánico (2) según la invención, en el que el polvo de zeolita (4) está repartido de forma homogénea en el conjunto del adsorbente.

40 La presente invención se ilustra ahora por medio de los ejemplos siguientes que no tienen ninguna intención de limitar su alcance, estando este último definido por las reivindicaciones anexas, leídas e interpretadas a la luz de la descripción anterior.

Salvo que se indique lo contrario, los porcentajes se expresan en peso.

### Ejemplo 1

#### 45 **Material adsorbente con base de copolímero de etileno/acrilato de butilo y de zeolita 3A**

Se han estudiado dos tipos de copolímeros de etileno/acrilato de butilo (EBA):

- Lotry® 17 BA 07 (copolímero de etileno/acrilato de butilo (17%); Arkema);
- Lotry® 30 BA 07 (copolímero de etileno/acrilato de butilo (30%); Arkema).

50 La zeolita utilizada es un polvo de zeolita de tipo 3A: Siliporite® NK30 AP, comercializado por la sociedad CECA El antioxidante utilizado en los ensayos 3 y 4 es Irganox® 1010 (CIBA).

El encapsulamiento se realiza con una co-mezcladora continua de marca Buss® de tipo PR46/70. La granulación se realiza por corte en cabeza con aspersión de agua (con aire para el ensayo E).

5 Las instrucciones de temperatura (vainas y tornillos) en la mezcladora y la extrusora de recuperación se regulan entre 150°C y 185°C, en función de las composiciones, de forma que se granule el producto a aproximadamente 180°C (temperatura del fundido en la boquilla). El enfriamiento de la varilla extruida es un enfriamiento con agua o con aire.

La alimentación de los productos realizados simultáneamente con:

- una premezcla de polímero/Irganox® 1010 (dosis total de 3 kg/h) y
- el adsorbente zeolítico: Siliporite® NK 30 AP (dosis de 7 kg/h).

10 Los granulados obtenidos se introducen en una extrusora de un husillo de diámetro 45 para formar una varilla extruida de sección rectangular de dimensiones: longitud 60 mm, anchura 12 mm, espesor 7,5 mm, con una temperatura de extrusión de 230-240°C, un caudal de extrusión de 10 kg/h. Estas varillas se enfrían con agua.

Las composiciones de las mezclas estudiadas se recogen en la tabla 1 siguiente. Los porcentajes son porcentajes máxicos con respecto al peso total. Las composiciones de las mezclas en los ensayos 1, 2, 3 y 4 del ejemplo 1 no forman parte del material adsorbente zeolítico según la invención.

15 Tabla 1

	Ensayo 1	Ensayo 2	Ensayo 3	Ensayo 4
Lotryl® 17 BA 07	30%	--	29,9	--
Lotryl® 30 BA 07	--	30%	--	29,9%
Siliporite® NK30 AP	70%	70%	70%	70%
Irganox® 1010	--	--	0,1%	0,1%

## Ejemplo 2

### Material adsorbente con base de polímeros y de zeolita 3A (Siliporite® NK30 AP)

20 Según las condiciones de extrusión descritas en el ejemplo 1, sin embargo con una temperatura de extrusión de 200-250°C, se han realizado varillas extruidas con diferentes tipos de polímeros, en presencia de antioxidante, como se describe en la tabla 2 siguiente.

Tabla 2

	Ensayo A	Ensayo B	Ensayo C	Ensayo D	Ensayo E
Lotryl® 17 BA 07	24,9%	29,9%	19,9%		
Lacqtène® 1200MN18			10%		
PPH® 11012				29,9%	29,9%
Siliporite® NK30 AP	75%	70%	70%	70%	70%
Irganox® 1010	0,1%	0,1%	0,1%	0,1%	0,1%
Enfriamiento	con agua	con agua	con agua	con agua	con aire

Lacqtène® 1200MN18: polietileno de baja densidad (Arkema)

PPH® 11012: polipropileno (Total)

Las composiciones de las mezclas en los ensayos B, C, D y E en el ejemplo 2 no forman parte del material adsorbente zeolítico según la invención.

**Ejemplo 3**

**Caracterización de los productos extruidos**

5 Se ha obtenido el contenido de cenizas por calcinación directa a 1.000°C, durante 30 minutos, como se describe en la norma NF ISO 3451-1 (1.997) para cada uno de los ejemplos precedentes. Se obtienen los resultados siguientes (tabla 3).

Tabla 3

Ensayo	Contenido de cenizas (%)
1	70
2	70
3	70
4	70
A	74
B	70
C	70
D	70
E	70

**Ejemplo 4**

**Ensayo de adsorción de humedad**

10 Los ensayos de adsorción de humedad en las varillas extruidas del ejemplo 1 (ensayos 1 a 4) se realizan en un recinto cerrado con un contenido de humedad controlado de 50% y a temperatura ambiente, con el fin de evaluar el efecto del tipo de polímero y de la utilización de antioxidante.

Los resultados de la adsorción de agua en función de los ensayos se presentan en el gráfico de la figura 5. Se señala que el máximo de adsorción de humedad no se alcanza hasta al cabo de aproximadamente 1.400 horas.

15 Además, se observa que la introducción de una cantidad mayor de monómero polar aumenta la cinética de adsorción de la varilla extruida.

**Ejemplo 5**

**Capacidad de adsorción y estabilidad dimensional**

Se sumergen las varillas extruidas en agua a temperatura ambiente.

20 La capacidad máxima de adsorción se alcanza al cabo de aproximadamente 4.000 horas y es de aproximadamente 18%.

Se constata que las dimensiones de las varillas extruidas permanecen idénticas, lo que demuestra la estabilidad dimensional de los adsorbentes de la invención durante y después de su utilización.

**Ejemplo 6**

**Ensayo de adsorción de humedad**

25 Se han realizado varillas, como se ha indicado en los ejemplos precedentes, así como granos, placas y tabletas, obtenidos de forma similar o por inyección o por compresión, según los métodos conocidos por el experto en la técnica.

Los ensayos de adsorción de humedad se realizan en un recinto cerrado con un contenido de humedad controlado de 32% según la norma NF 1279-2 (acristalamiento aislante) en gránulos extruidos (dimensiones de aproximadamente 3 mm de diámetro y 3 a 5 mm de longitud) y en las varillas extruidas obtenidas en los ejemplos precedentes.

30 Los resultados de la adsorción en los granos se presentan en la gráfica de la figura 6.

Se señala que, para los materiales preparados con enfriamiento con agua, la cinética de adsorción de los materiales con base de polipropileno es más lenta que con los materiales con base de copolímeros de EBA. Además, se observa que el enfriamiento con aire permite acelerar la cinética de adsorción y que se puede ajustar la cinética con la cantidad de polvo de zeolita.

5 Los resultados de adsorción para las varillas se presentan en la gráfica de la figura 7.

Se constata que la adsorción en los granos es más rápida que en las varillas: por lo tanto, es posible modular la cinética en función de la forma de los objetos. Se constata igualmente que cuánto más hidrófobo sea el polímero, más lenta es la cinética de adsorción.

**Ejemplo 7**

10 **Preparación de adsorbentes con diferentes tipos de zeolitas**

Se han realizado adsorbentes con base de polietileno de baja densidad/zeolita NK10 y G5XP (CECA) por extrusión en Buss, con las condiciones de operación siguientes:

- temperaturas de encapsulamiento: 160-180°C;
- velocidad del tornillo de mezcla: 240 vueltas/minuto;
- 15 - velocidad del tornillo de transporte: 13 vueltas/minuto;
- caudal de la máquina: 10 kg/h;
- aplicación de una desgasificación en el tornillo de transporte;
- enfriamiento con agua;
- tamaño y forma de los gránulos (como se indica en el ejemplo 6).

20 Los gránulos obtenidos se transforman a continuación para realizar placas por compresión (10 cm x 10 cm x 200 µm). Las composiciones de los ensayos F y G son las siguientes:

	<b>Ensayo F</b>	<b>Ensayo G</b>
Lacqtène® 1200MN 18 (Arkema)	29,9	29,9
Siliporite® NK10AP (CECA)	70	--
Siliporite® G5XP (CECA)	--	70
Irganox® 1010 (CIBA)	0,1%	0,1%

Las composiciones de las mezclas de los ensayos F y G no forman parte del material adsorbente zeolítico según la invención.

**Ejemplo 8**

25 **Ensayo de adsorción de humedad**

Se realizan ensayos de adsorción de humedad en las placas obtenidas en el ejemplo precedente (ensayos F y G), según las condiciones de operación descritas en el ejemplo 6. Los resultados se presentan en la gráfica de la figura 8.

30 Estos resultados muestran que la utilización de una zeolita de mayor capacidad de adsorción permite obtener cinéticas de adsorción más rápidas.

**Ejemplo 9**

**Ensayos de adsorción de moléculas de tipo COV**

35 Se han realizado ensayos de adsorción de tolueno (ensayo H) en una placa idéntica a la usada en el ensayo G, en un recinto cerrado con una presión parcial de tolueno controlada de 50% y a temperatura ambiente, con el fin de evaluar la adsorción de moléculas mayores de tipo COV.

Los resultados se presentan en la figura 9. Se constata que los adsorbentes zeolíticos de la invención son igualmente eficaces para adsorber moléculas de tipo COV.

**REIVINDICACIONES**

1.- Material adsorbente zeolítico con aglomerante orgánico que comprende:

- a) una matriz polimérica, y
- b) al menos una zeolita de tipo 3A,

5 y en el que:

- los cristales de zeolita están repartidos de forma homogénea en dicha matriz, y
- la cantidad de cristales de zeolita es superior a 70% con respecto al peso total de dicho material adsorbente e inferior a 99%, preferentemente inferior a 95%, preferentemente aún inferior a 90%, de forma totalmente preferida inferior o igual a 85% en peso con respecto al peso total de dicho material adsorbente, y
- 10 - la zeolita comprendida en el material adsorbente zeolítico es una zeolita natural, sintética o artificial, cuya granulometría media es inferior a 20  $\mu\text{m}$ , preferentemente inferior a 15  $\mu\text{m}$  y es superior a 0,05  $\mu\text{m}$ , preferentemente superior a 0,1  $\mu\text{m}$ , y
- la matriz polimérica comprende un copolímero de etileno/acrilato de butilo, y
- dicho material adsorbente zeolítico presenta un único tipo de porosidad que es una microporosidad.

15 2.- Material según la reivindicación 1, en el que la matriz polimérica comprende, en su totalidad o en parte, uno o varios polímeros, homo- y/o co-polímeros, susceptibles de formar un ensamblaje supramolecular.

20 3.- Material según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes que comprende además uno o varios aditivos elegidos entre los estabilizantes UV, los pigmentos, los colorantes, los antioxidantes, los modificantes de impacto, los materiales de cambio de fase (MCF), los agentes ignífugos, los agentes odorantes y los compuestos susceptibles de cambiar de color según el grado de adsorción de la zeolita.

4.- Material según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la zeolita está repartida de forma homogénea en el material adsorbente, sin gradiente de concentración de zeolita en el material adsorbente.

25 5.- Utilización de un material según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes para la adsorción y/o la liberación de líquidos, los gases y otros, y principalmente el agua, el oxígeno, el gas carbónico, el nitrógeno, compuestos orgánicos volátiles (COV), monómeros, moléculas odorantes y contaminantes.

6.- Utilización según la reivindicación precedente, en la que el material adsorbente se utiliza como elemento adsorbente de humedad en las ventanas de doble acristalamiento, cuadros eléctricos o electrónicos, embalajes de fotos, farmacia, productos liofilizados y, más generalmente, en cualquier tipo de pieza embutida o fijada.

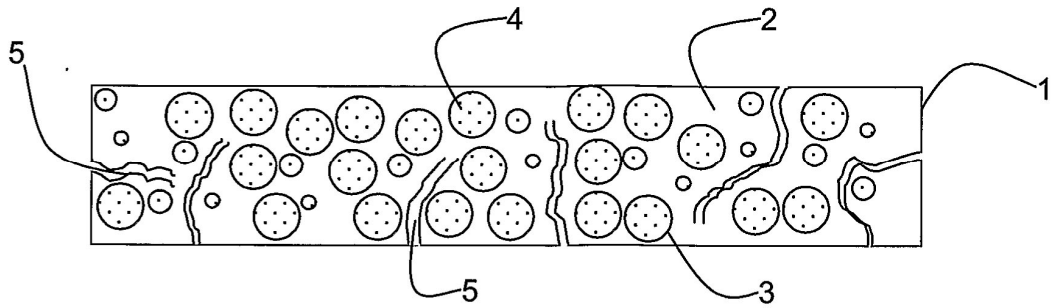


Figura 1

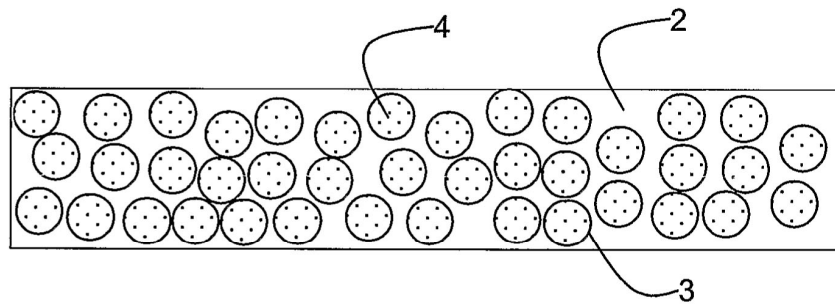


Figura 2

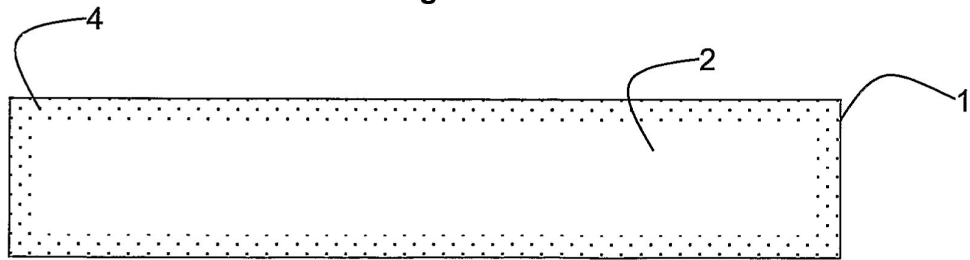


Figura 3

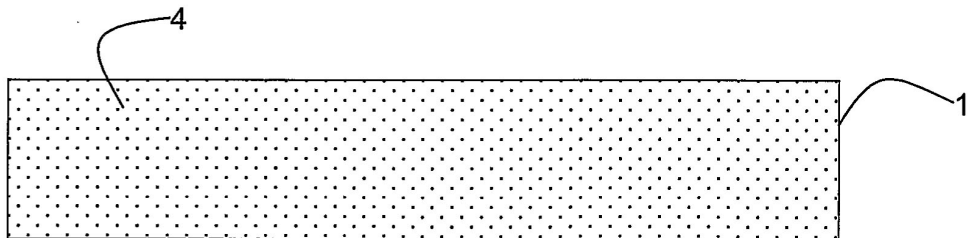


Figura 4

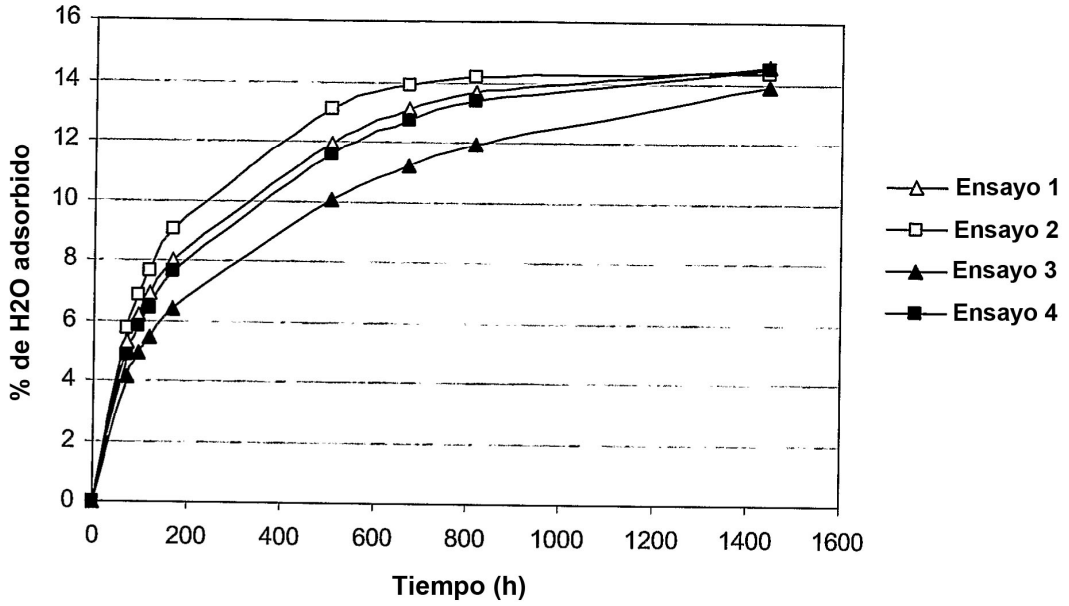


Figura 5

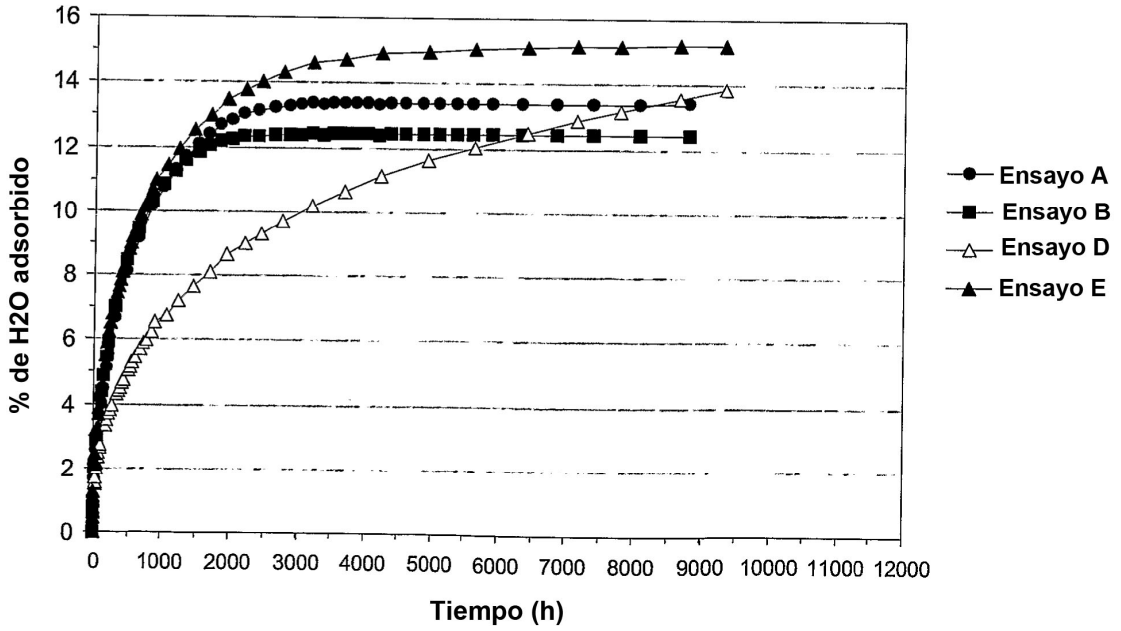


Figura 6

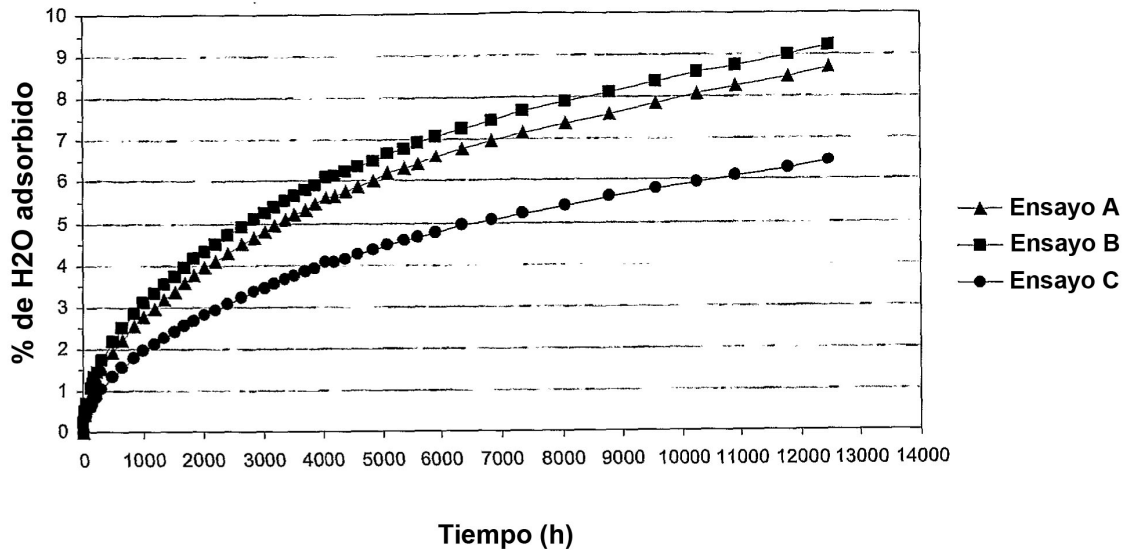


Figura 7

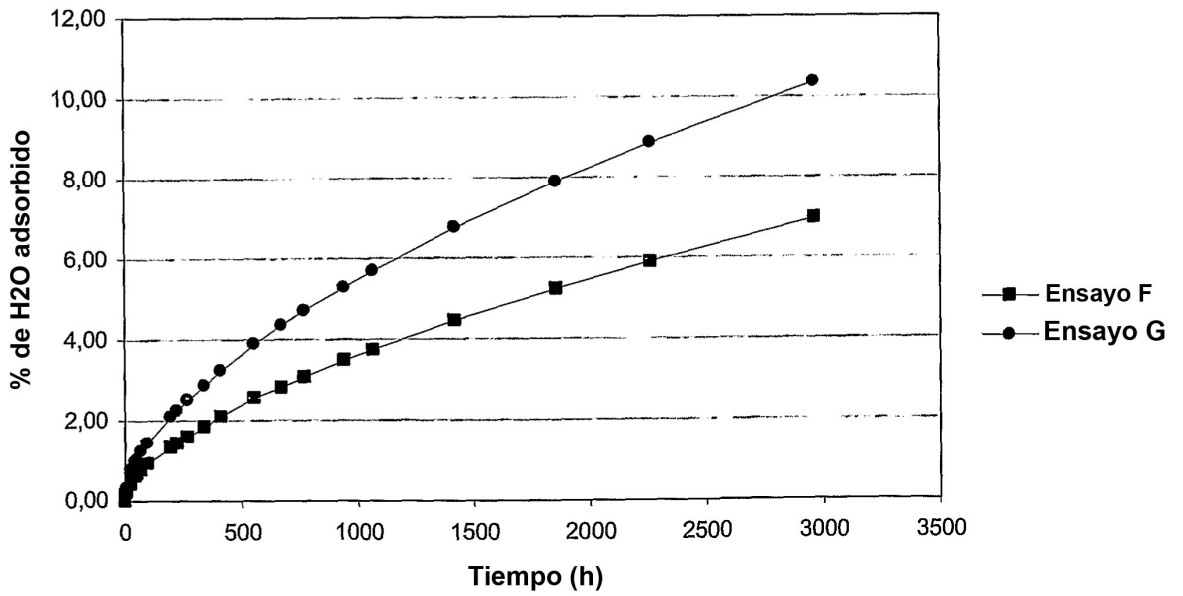


Figura 8

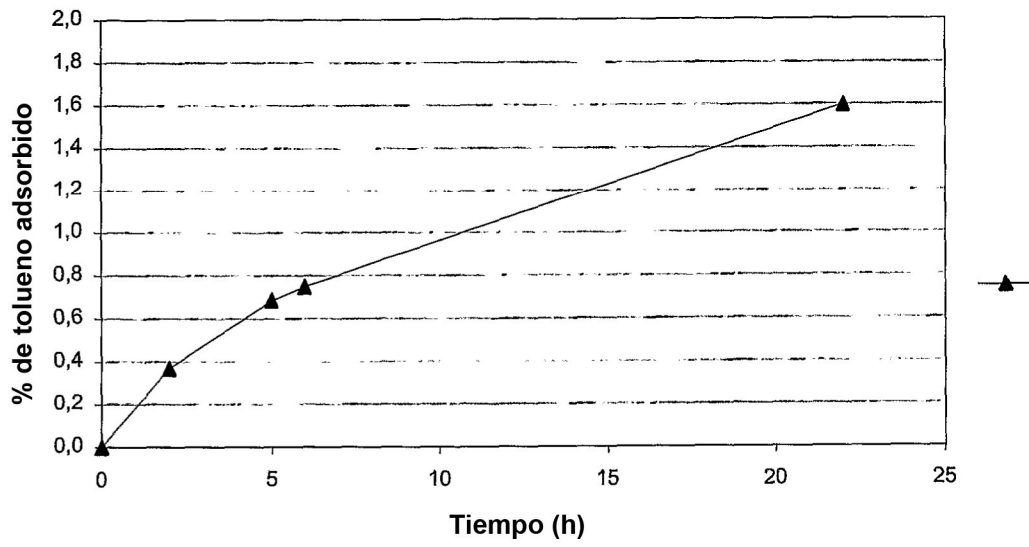


Figura 9