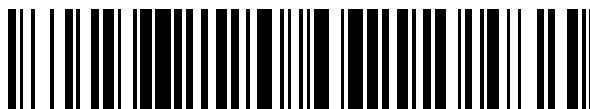


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 787 926**

51 Int. Cl.:

**C08J 3/20** (2006.01)  
**C09D 5/34** (2006.01)  
**C09D 183/06** (2006.01)  
**C09D 183/08** (2006.01)  
**B01F 7/00** (2006.01)  
**B01J 19/00** (2006.01)  
**C08L 83/04** (2006.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.04.2017** **PCT/IB2017/052401**  
87 Fecha y número de publicación internacional: **02.11.2017** **WO17187356**  
96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.04.2017** **E 17726366 (2)**  
97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.03.2020** **EP 3448920**

54 Título: **Método mejorado para producir productos sensibles a la humedad**

30 Prioridad:

**28.04.2016 BE 201605297**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**19.10.2020**

73 Titular/es:

**SODAL (100.0%)  
Everdongenlaan 20  
2300 Turnhout, BE**

72 Inventor/es:

**BRUGGEMAN, PETER;  
GEBOS, PETER;  
LOOS, LUC;  
BELIËN, ULRIC;  
LAURENT, BOB;  
VAN DEN PLAS, DAVE;  
DE BACKER, EVELIEN y  
WOUTERS, DOMINIQUE**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

ES 2 787 926 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

Método mejorado para producir productos sensibles a la humedad

## Campo de la invención

La presente invención se refiere a la producción de productos sensibles a la humedad. Más en particular, la invención se refiere a la producción de productos que se aplican localmente con una cierta precisión, por ejemplo, extrayéndolos presionando un cartucho o envase de tipo embutido por una boquilla, y de esta forma pueden usarse como material de sellado, como adhesivo, como material de relleno o como material aislante, con la característica común de que todas estas sustancias, después de su aplicación de una u otra forma, reaccionan además con el agua o la humedad, normalmente del aire o del entorno inmediato de donde se aplican las sustancias, para formar su estructura tridimensional reticulada final, también referido como endurecimiento o «curado», para obtener las propiedades finales por las que se emplean.

## Antecedentes de la invención

Un ejemplo importante de productos que curan por último por reacción con agua o humedad puede encontrarse en los calafateos, las masillas y los materiales de sellado.

Los materiales de sellado o las masillas - dos términos que se usan en la presente memoria como sinónimos - se ofrecen con una amplia variedad de propiedades, que varían desde «elásticas», o «pseudoplásticas», hasta «plásticas», dependiendo de su respuesta a la deformación en el estado final, que también se refiere como «recuperación elástica de la forma» o por el término equivalente «deformación permisible de manera duradera», por lo que se quiere decir la capacidad de un material de sellado para volver, después de estiramiento, a una forma próxima a su forma original o a la forma deformada que permanezca después en el tiempo. La capacidad para «la deformación permisible de manera duradera», que en la práctica es la fluctuación máxima que puede tener una junta, varía típicamente de ese modo hasta a lo sumo un porcentaje del 7 % al 8 % para productos plásticos, que a menudo nunca recuperan la forma después de la deformación repetida, a un porcentaje de aproximadamente el 10 % al 15 % de deformación permisible de manera durable para productos pseudoplásticos o plastoelásticos, a al menos el 20 % para los productos verdaderamente elásticos puros. Con materiales de sellado plásticos y pseudoplásticos, el curado a menudo tiene lugar sustancialmente por secado físico, es decir, por evaporación de parte del disolvente, incluido agua, de la composición.

La familia de los materiales de sellado elásticos y las masillas, por otra parte, consiste principalmente en productos que se curan por reacción química con agua o humedad. Los términos agua y humedad se usan indistintamente en esta memoria descriptiva, como si fueran sinónimos. La invención se refiere, por supuesto, a la reacción con agua ( $H_2O$ ), y en la invención no se hace distinción con respecto al estado físico o a la pureza del agua que estaría disponible para esa reacción.

Estos materiales de sellado elásticos se hacen normalmente a base de silicona o a base de poliuretanos (PUR), pero también se conocen comúnmente materiales de sellado híbridos, sobre la base de «polímeros modificados con silano» (PMS), por ejemplo, con un poliuretano o una estructura o cadena principal de poliéter. Su capacidad para «recuperación elástica de la forma» puede alcanzar más del 70 % e incluso, a menudo, más del 90 %, un rasgo por el cual son muy apreciados, tanto por los profesionales como por los aficionados, en la industria de la edificación y la construcción, como en el montaje de ventanas, en aplicaciones sanitarias, para unión elástica en la industria del vidrio y del metal, para sellado en automóviles, barcos, caravanas, para la aplicación de juntas de conexión y juntas de expansión y similares.

Los materiales de sellado de silicona representan de ese modo en el mercado con mucho la mayor parte de estos materiales de sellado elásticos. La producción de materiales de sellado elásticos de silicona se basa en un polímero de polisiloxano reactivo, que tiene en cada átomo de silicio de la cadena normalmente dos radicales orgánicos que se extienden a los lados de la estructura del polímero de óxido de silicio, normalmente un polidimetilsiloxano. El polímero es reactivo debido a que en los dos extremos de la cadena  $[R_2Si-O]_n$  típicamente lineal hay un grupo aún reactivo, típicamente una función hidroxilo. En la producción más tradicional de materiales de sellado de silicona, la primera etapa química es la reacción de los grupos terminales reactivos del polímero de polisiloxano con un agente reticulante o reticulador particular para formar el denominado «prepolímero», que después aún puede curarse por reticulación. Esta etapa de reacción a veces se refiere como «taponamiento terminal», es decir, la adición de un grupo terminal diferente en el polímero reactivo y el producto obtenido puede también denominarse, así, un «polímero con tapón terminal». Debido a que esta etapa lleva a la formación de un «prepolímero», es decir, un compuesto adecuado para polimerización adicional, esta etapa de reacción a menudo se refiere también como «prepolimerización». En esta etapa se prepara el polímero reactivo para la reacción de polimerización posterior sin que sea propiamente una reacción de polimerización. El término prepolimerización no es, así, incorrecto, pero debería interpretarse y leerse con ese significado.

Lo más convencional es usar un alquiltriacetoxisilano como agente reticulante, por ejemplo, etiltriacetoxisilano, del que una de las tres funciones acetato reacciona con el grupo hidroxilo del polímero, según lo cual con la liberación de una

molécula de ácido acético, se forma una unión adicional Si-O-Si (siloxano). De esta manera, el polímero de polisiloxano gana en cada lado de la cadena de siloxano dos funciones acetoxi, es decir, dos grupos terminales reactivos en cada lado. Estos grupos reactivos restantes reaccionan con la humedad del entorno, después de la aplicación de la pasta de silicona, para formar una nueva unión de siloxano entre dos cadenas poliméricas, de nuevo con la liberación de una molécula de ácido acético. Debido a que el agente reticulante ha llevado a cada extremo del polímero de dialquilsiloxano original dos grupos terminales reactivos de esta manera puede formarse una estructura final reticulada tridimensional por reacción con agua o humedad del ambiente. Debido a que esta técnica se basa en alquiltriacetoxisilano, se conocen también tecnologías a base de alcoxi y oxima. Además se encuentran tecnologías a base de benzamida, lactato o enoxi, aunque en mucha menor extensión.

Durante la producción del material de sellado de silicona, normalmente pueden incorporarse aditivos adicionales como plastificantes, extendedores, cargas, pigmentos o tintes y activadores de la adhesión por una serie de razones. Para acelerar la reticulación en la aplicación final también se añade normalmente un catalizador.

Para obtener por último de la producción una pasta que sea adecuada para aplicarse fácilmente como producto final, se añade al menos un agente espesante, lo más típicamente sílice ( $\text{SiO}_2$ ), para cambiar la reología, según lo cual el producto de reacción aún sustancialmente líquido endurece y se hace una pasta, que es sustancialmente una sustancia viscoelástica. Con la pasta final debe llenarse después un envase adecuado, a menudo un cartucho de plástico del que puede excluirse el material de sellado de silicona, usando cierta presión, por una boquilla sobre el destino final.

Para permitir una reticulación apropiada después de la aplicación del material de sellado es importante que los dos grupos terminales reactivos en el polímero de siloxano sigan estando disponibles después de la aplicación del material de sellado de silicona desde su envase al destino final. No deben haber tenido la oportunidad de reaccionar más, como durante la producción, el transporte o el almacenamiento del material de sellado de silicona, es decir, antes de que se emplee el material de sellado en su aplicación final.

Es, por lo tanto, importante que se evite que reaccione la humedad o el agua, en cualquier forma, prematuramente, con los grupos reactivos de los productos sensibles a la humedad, en el caso de los materiales de sellado de silicona los grupos terminales reactivos del polímero de siloxano, como los que se han proporcionado por la reacción con el agente reticulante. Dicha reacción prematura de los grupos reactivos con la humedad o el agua lleva a una reticulación prematura de las cadenas de prepolímero en la mezcla, que puede llevar a diversos problemas. Por ejemplo, durante la producción esto puede llevar a la formación de escamas en el producto final, es decir, trozos de polímero reticulado que ya no sean reactivos, que sean perjudiciales para la aplicación y que puedan afectar desfavorablemente de una forma significativa al aspecto final de la pasta aplicada.

Pero también durante la producción, la reticulación prematura puede llevar a una adhesión aumentada del producto al equipo de producción, que puede aumentar de manera significativa los costes de limpieza y la frecuencia de mantenimiento, y reducir la capacidad de producción de una instalación. También, al final de la producción, es decir, durante el almacenamiento o el transporte de la masilla envasada hasta el usuario final, puede tener lugar una reticulación prematura, por entrada de más agua o humedad, de manera que el producto se vuelva inservible. Incluso después de la adquisición, es decir, con el usuario final, este fenómeno puede seguir teniendo lugar con el riesgo de que el envase adquirido no alcance la vida útil deseada o prescrita.

Los autores han encontrado que es muy difícil producir cartuchos para los que pueda garantizarse una vida útil de más de seis meses. Los autores han encontrado que este problema tiene lugar debido a que la humedad puede llegar a formar parte por diversas vías de los métodos conocidos para la producción de productos sensibles a la humedad.

En la Patente Internacional WO 01/49774 A2 se describe la producción de composiciones de organosiloxano curables con humedad, mezclando polidiorganosiloxanos, que siguen teniendo grupos terminales reactivos, con reticuladores de silano, que reaccionan con esos grupos terminales. Los productos están diseñados como masa de sellado. En la Patente Internacional WO 01/49774 A2 se mezcló una primera serie de ingredientes en un mezclador pequeño por lotes (Whip Mix® Corporation) que estaba equipado con una conexión de vacío. Al cabo de un minuto de mezcla, se añadió carga y se dispersó durante aproximadamente un minuto. Con posterioridad, se llevó a cabo un raspado y de nuevo mezclamiento durante un minuto. Solo se desaireó la composición final a la terminación del método, con un vacío de 6.7 kPa (50 mmHg) durante un minuto, antes de envasarse en cartuchos de polietileno Semco®. Después del envasado, los cartuchos se centrifugaron para eliminar todo el aire atrapado del envase. Al cabo de una noche de envejecimiento en el envase en condiciones ambientales se analizaron los productos. En la Patente Internacional WO 01/49774 A2 se abrió repetidamente durante el procedimiento el mezclador por lotes y se desaireó el producto solo a la terminación del método, justo antes de que se envasaran los cartuchos. Después del envasado, parece haber quedado aire (por tanto también humedad) en los cartuchos. Una desventaja de este método es que cada interrupción del vacío puede llevar a un curado prematuro de las cadenas poliméricas en la mezcla. La vida útil de las composiciones no se determina en la Patente Internacional WO 01/49774 A2.

En la Patente Europea EP 0 814 129 A1 también se describe la producción de productos similares. En los ejemplos, los productos se mezclan y se hacen reaccionar a presión atmosférica, sin calentamiento o enfriamiento adicionales, y con una humedad relativa de aproximadamente el 50 %. Se evalúan los productos al cabo de 2, 4, 8 y 12 semanas

de almacenamiento, así hasta no más de tres meses.

En la Patente Belga BE 882 657 A1 también se describe la producción de productos similares. En los ejemplos el polímero reactivo y la carga se mezclan cuidadosamente. Después de descargar la mezcla homogénea, se añade el reticulador, y se mezcla todo en un sistema cerrado inaccesible a la humedad. En la Patente Belga BE 882 657 A1, se evalúa la usabilidad del producto al cabo de seis meses de almacenamiento, especialmente si se ha formado una fase oleosa separada.

En la Patente Europea EP 0 802 222 A1 se añade el polímero reactivo junto con sílice de combustión como espesante, el reticulador, el activador de la adhesión, el catalizador y, a veces, una cantidad de acetoacetato de etilo, en un mezclador «con cuba desplazable» y se mezclan a presión reducida para eliminar los componentes volátiles, principalmente los subproductos metanol o etanol. Según la Patente Europea EP 0 802 222 A1 normalmente se lleva a cabo la mezcla en circunstancias en las que se mantiene la humedad atmosférica fuera. Sin embargo, en la Patente Europea EP 0 802 222 A1 no se describen los detalles de la reunión de todos los ingredientes, incluyendo acetoacetato de acetilo y sílice de combustión, sustancias que difícilmente permanecen en un lugar. En la Patente Europea EP 0 802 222 A1 tampoco se describe nada acerca de cómo el producto puede llevarse del mezclador «con cuba desplazable» a los cartuchos Semkit®.

Los autores han encontrado que los métodos que se describen en el estado de la técnica dejan que desear en aspectos relativos a la vida útil de los cartuchos en los que terminan estando envasados los productos.

La presente invención se refiere a la reducción del riesgo de reticulación prematura de los productos sensibles a la humedad durante su producción, transporte o almacenamiento hasta su aplicación final, principalmente con la finalidad de extender la vida útil del producto final envasado o mejorar la estabilidad del producto final envasado.

La presente invención tiene por objeto obviar o al menos mitigar el problema descrito anteriormente o proporcionar mejoras en general.

## Sumario 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 según el cual los grupos terminales reactivos de un polímero reactivo se hacen reaccionar con un agente reticulante para formar un prepolímero, según lo cual el método se opera en modo por lotes y la producción del prepolímero tiene lugar en un recipiente de mezcla, caracterizado por que el polímero reactivo y el agente reticulante, así como los ingredientes adicionales necesarios para la etapa de producción en el recipiente de mezcla se introducen en el recipiente de mezcla cerrado y reaccionan sin que se realice la abertura del recipiente de mezcla y la mezcla tiene lugar sin abertura del recipiente de mezcla y el producto se elimina del recipiente de mezcla sin su abertura.

La disposición de que las materias primas para la producción del producto puedan alimentarse al recipiente de mezcla, así como que el producto pueda retirarse del recipiente de mezcla, sin abertura del recipiente de mezcla, aporta la ventaja de que se reduce el riesgo de entrar en contacto con el aire ambiental, y con la humedad ahí, 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 perder la ventaja de la flexibilidad ofrecida por un procedimiento de producción por lotes en comparación con un procedimiento de producción continuo. Los procedimientos de producción continuos son adecuados para la producción de grandes cantidades de un número relativamente pequeño de productos. Con los procedimientos de producción por lotes se puede en cada caso ajustar o cambiar la formulación y los ingredientes, de manera que cada vez puede obtenerse un producto diferente. La ventaja de esta invención se tiene que ver, por lo tanto, en comparación con un método de producción por lotes en donde el recipiente de mezcla se tiene que abrir para añadir uno de los ingredientes al contenido de recipiente de mezcla o para eliminar el producto acabado del recipiente de mezcla.

La ventaja obtenida con la presente invención es particularmente importante con respecto a la cantidad de producto reactivo del recipiente de mezcla que permanece en el recipiente de mezcla después de eliminar el producto reactivo del recipiente de mezcla del recipiente de mezcla. Gracias a la presente invención, a esa cantidad de producto reactivo residual del recipiente de mezcla no se le da la oportunidad de reaccionar con la humedad del aire ambiental debido a que el recipiente de mezcla permanece cerrado entre los diferentes lotes de producción. El producto reactivo del recipiente de mezcla restante se mezcla con los ingredientes del siguiente lote, pero debido a la ausencia de ingreso de humedad significativo entre dos lotes de producción, este producto reactivo del recipiente de mezcla no tiene la oportunidad de empezar ya el curado, que puede llevar a menudo, de otro modo, 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 mezcla que tiene que abrirse cada vez para la adición de ingredientes particulares o para retirar el producto del recipiente de mezcla.

Esta invención aporta la importante ventaja de que no queda nada de producto o queda muy poco que sea poco o nada usable y que deba considerarse como residuo.

El principal problema resuelto por la presente invención es la reducción del riesgo de que la humedad pueda formar parte del método según la presente invención. Las precauciones prescritas por la presente invención excluyen todo elemento del método que afecte desfavorablemente. El problema resuelto no se refiere a evitar que un ingrediente volátil escape, como en la producción de productos a base de disolvente como pinturas, lacas, barnices, tintas o muchos adhesivos. Para contener el ingrediente más volátil usado en el presente método, es decir, el reticulador, sería suficiente mantener cerrado el recipiente de mezcla a partir de la adición del reticulador hasta que este reticulador haya podido reaccionar con el polímero reactivo. Las prescripciones de la presente invención van mucho más allá, sin embargo, por que se requiere que el recipiente de mezcla permanezca cerrado desde la adición de los ingredientes hasta la retirada del producto del recipiente.

Una ventaja adicional es que la producción también requiere menos intervención humana, como retirando el recipiente de mezcla abierto que contenga el producto acabado de por debajo de la tapa con su agitador o rascador, como en el procedimiento típico por lotes. Esta invención permite que un operador controle una pluralidad de mezcladores mientras que para el transcurso apropiado y correcto de un procedimiento típico por lotes se requiere una pluralidad de operadores para un único mezclador.

Una ventaja adicional más de esta invención es que el procedimiento puede ser altamente automatizado, reduciéndose enormemente el riesgo de errores humanos y aumentándose, así, la fiabilidad de la producción, principalmente en términos de planificación y calidad del producto.

Otra ventaja adicional es que hay menos oportunidad de desarrollo de olores en el entorno de producción, que mejora la higiene industrial de la producción. Esto es relevante, por ejemplo, para sistemas acetoxi, por lo que se libera ácido acético como subproducto por la reacción del reticulador con el polímero reactivo, es decir, después de la adición del reticulador al recipiente de mezcla. El olor de ácido acético se percibe normalmente como desagradable y el riesgo de liberación de humos de ácido acético se reduce sustancialmente por la invención actual.

#### Descripción detallada

De ahora en adelante, la presente invención se describirá en realizaciones particulares y con posible referencia a los dibujos particulares, pero la invención no se limita a los mismos, sino que solo está limitada por las reivindicaciones. Todos los dibujos descritos son solo un esquema y no son limitantes. En los dibujos, el tamaño de algunos de los elementos puede estar exagerado y no representado a escala por fines ilustrativos. Las dimensiones y las dimensiones relativas en los dibujos no corresponden necesariamente a las reducciones reales para poner en práctica la invención.

Además, los términos primero, segundo, tercero y similares en la descripción y en las reivindicaciones se usan para distinguir entre elementos similares y no necesariamente para describir un orden secuencial o cronológico. Los términos son indistintos en las circunstancias apropiadas y las realizaciones de la invención pueden operarse en otras secuencias distintas a las descritas o ilustradas en la presente memoria.

Además, los términos parte superior, parte del fondo, por encima, por debajo y similares en la descripción y en las reivindicaciones se usan por fines descriptivos y no necesariamente para describir posiciones relativas. Los términos usados así son intercambiables en las circunstancias apropiadas y las realizaciones de la invención descritas en la presente memoria pueden operarse con otras orientaciones distintas a las descritas o ilustradas en la presente memoria.

El término «que comprende», como se usa en las reivindicaciones, no debería considerarse que limite a los elementos que se enumeran en su contexto. No excluye que haya otros elementos u otras etapas. Debería considerarse como la presencia proporcionada de estos rasgos, números enteros, etapas o componentes como se requiera, pero sin excluir la presencia o la adición de otro u otros rasgos, números enteros, etapas o componentes o grupos más de los mismos. Así, el volumen de «un artículo que comprende los medios A y B» no debe limitarse a un objeto que esté solamente compuesto por los agentes A y B. Significa que tanto A como B son los únicos elementos de interés para el objeto en relación con la presente invención. De acuerdo con esto, los términos «comprende» o «integra» incluyen también los términos más restrictivos «que consiste esencialmente en» y «consiste en». Reemplazando «comprende» o «incluye» con «consiste en» estos términos, por lo tanto, representan la base de realizaciones preferidas, pero menos amplias, que también se proporcionan como parte del contenido de esta memoria descriptiva con respecto a la presente invención.

Los productos producidos por el método según la presente invención se caracterizan, en general, por que forman una sustancia pastosa que, después de su aplicación, normalmente de manera local y con cierta precisión extruyéndola por una boca de salida, se queda en el sitio. Por ejemplo, los productos considerados como masillas o materiales de sellado, después de su aplicación como pasta aún no curada, normalmente aún durante algún tiempo pueden frotarse o alisarse y conseguirse de ese modo después del curado un sellado apropiado. La pasta producto antes del curado, se caracteriza por lo tanto normalmente por una denominada «viscosidad del complejo» muy elevada con una fuerza de cizallamiento baja. La «viscosidad del complejo» se determina por oscilación, según lo cual pueden separarse la contribución viscosa y la elástica a la respuesta reológica. Con fuerzas de cizallamiento bajas, la pasta se comporta preferiblemente de manera sustancial como un sólido. Es deseable, sin embargo, que la extrusión de la pasta por la boquilla de salida no requiera fuerzas excesivamente altas. Por lo tanto, es deseable que la pasta, antes de curado,

presente una viscosidad del complejo menor con fuerzas de cizallamiento altas. El producto en pasta presenta, así, preferiblemente un efecto de comportamiento pseudoplástico alto. Con alto cizallamiento la pasta debería comportarse preferiblemente, por lo tanto, más como un líquido.

Pero también son importantes las propiedades después del curado y pueden variar considerablemente. De algunas masillas o materiales de sellado se espera que sigan siendo plásticos después del curado, pero que presenten, por lo tanto, también poca capacidad para recuperarse después de la deformación. La deformación permisible de manera durable de un material de sellado «plástico» no es normalmente mayor que el 7.5 %, que significa que el producto solo puede mantener una deformación de a lo sumo el 7.5 % para que vuelva a su situación original después de la eliminación de la fuerza de deformación. Más allá de dicha deformación seguirá teniendo una deformación permanente. Se espera que otros materiales de sellado presenten eventualmente un comportamiento plastoelástico. Estos materiales de sellado presentan una deformación permisible duradera mayor que la de los materiales de sellado plásticos, que es típicamente de aproximadamente el 12.5 %. La mayoría de las masillas y los materiales de sellado son, sin embargo, más «elásticos» y pueden recuperarse (casi) completamente de deformaciones del 20 % o más. La mayoría de los materiales de sellado de silicona presentan una recuperación elástica mayor que el 80 % y a menudo incluso mayor que el 90 %. Pero también dentro de los materiales de sellado elásticos existe demanda de productos que tengan una amplia variedad de propiedades.

Cada producto en la familia de productos producidos por el método según la presente invención representa, por lo tanto, un balance estrecho entre las propiedades de la pasta no curada y aquellas del producto curado por último 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 allí. Cada ingrediente es importante, como la selección del polímero reactivo y la naturaleza del agente reticulante, pero también el empleo o no de otros posibles ingredientes como plastificantes, extendedores, cargas, agentes espesantes, activadores de la adhesión adicionales y catalizadores.

Dentro del contexto de la presente invención, con polímeros reactivos se quiere decir un polímero reactivo de óxido de silicio que tiene una estructura formada por átomos de silicio y oxígeno que alternan. A los lados de esta estructura lineal, en cada átomo de silicio del polímero de óxido de silicio, hay grupos laterales orgánicos, normalmente grupos orgánicos saturados y preferiblemente grupos metilo de manera que el polímero reactivo es un polidimetilsiloxano. Este polímero reactivo es el 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 cadena por las diversas moléculas. Típicamente, la longitud de cadena promedio de las moléculas en una mezcla es fácilmente suficiente para distinguir diferentes materias primas poliméricas reactivas. Un peso molecular promedio (g/mol) puede además referirse como característico para una composición polimérica, según lo cual, sin embargo, se tiene que tener en cuenta que existe típicamente una gran dispersión de peso molecular en las diferentes moléculas poliméricas en la composición.

Con los mismos grupos laterales orgánicos, a medida que aumenta la longitud de cadena promedio de un polímero reactivo o de una mezcla de polímeros reactivos aumentará la viscosidad dinámica del polímero o de la mezcla de polímeros también. La viscosidad se expresa en pascal-segundo (Pa·s). Es una práctica común, por lo tanto, caracterizar los productos poliméricos reactivos parcialmente por su viscosidad. Los polidimetilsiloxanos reactivos usados comúnmente tienen una viscosidad a 20 °C en el intervalo de 20 Pa·s a 350 Pa·s, por ejemplo, los que se refieren como los tipos 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 con el nombre Polymer FD de la compañía Wacker, Xiameter OHX de Dow Corning o Xiameter, Silopren E de Momentive Performance Materials, o Bluesil FLD de Bluestar.

Los autores 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 sigue siendo reactiva gracias al grupo terminal, típicamente en los dos extremos de la estructura, siendo normalmente un grupo o una función hidroxilo. Es con este grupo terminal con el que reacciona el agente reticulante. El agente reticulante sirve para proporcionar, después de la reacción con el grupo terminal del polímero reactivo, más de un grupo terminal reactivo y disponible.

En el contexto de la presente invención, el producto de reacción del polímero reactivo con el agente reticulante se refiere como polímero con tapón terminal. La reacción del agente reticulante con el polímero reactivo, según lo cual cada vez que una molécula de reticulador se une a uno de los grupos terminales reactivos del polímero reactivo, se denomina prepolimerización. El curado último en presencia de agua o humedad es, entonces, la polimerización.

Es la disponibilidad de al menos dos grupos terminales reactivos en cada extremo del polímero con tapón terminal, según lo cual los grupos terminales reactivos pueden reaccionar entre sí en presencia de agua, o de humedad (aire), lo que permite la formación última de una estructura tridimensional, denominada el curado o la polimerización.

Pueden añadirse plastificantes para influir en el comportamiento reológico de la pasta no curada, pero también para ayudar a ajustar la elasticidad y a la recuperación de la forma elástica del producto final curado. Una selección apropiada y una dosificación apropiada del plastificante también puede reducir la cantidad de espesante requerida

para obtener un espesor deseado de la pasta. Los plastificantes adecuados son, por ejemplo, los denominados aceites de silicona, que son siliconas no reactivas, como polidimetilsiloxano, y que se ofrecen en diferentes cantidades teniendo, por ejemplo, diferentes longitudes de cadena. Los siloxanos son adecuados, en particular, debido a que ofrecen una alta compatibilidad con los demás ingredientes del producto final, en particular, con el prepolímero. Los polidimetilsiloxanos no reactivos muy comunes presentan una viscosidad a 20 °C en el intervalo de 100 mPa·s a 12 500 mPa·s. Dichos productos se ofrecen, entre otros, como Plasticizer W por la compañía Momentive Performance Materials, o como Weichmacher por la compañía Wacker.

A menudo, al menos una porción del plastificante puede reemplazarse por un disolvente que tenga un punto de ebullición alto. Son adecuados, por ejemplo, los hidrocarburos o mezclas de los mismos con un intervalo de ebullición alta y, así, con 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 compañía ExxonMobil Chemical, o Ketrol® D100, Hydrosol® G232H, G240H, G3H, G250H, G270H, G400H, G310H, G315H, G340H de la compañía Total, o Shellsol® D60, D80, D100 de la compañía Shell, Pilot 261, 291, 321, 400, 600, 900 de la compañía Petrochem Carless, o Nyflex 8120, 8131, 800 de la compañía Nynas.

La elección del agente reticulante tiene un importante impacto sobre las propiedades del producto final.

Los autores prefieren como agente recirculante un compuesto que esté constituido por un átomo de silicio que soporte tres grupos reactivos y un grupo no reactivo. Dos de los tres grupos reactivos reaccionan en el curado y proporcionan la capacidad para construir la red tridimensional objetivo, como se describe en otra parte en este documento. La selección del grupo no reactivo restante permite contribuir además a las propiedades del producto final.

En los materiales de sellado de silicona los autores usan, entre otros, alquiltriacetoxisilano como agente reticulante. Estos denominados agentes reticulantes «que contienen ácido acético» dan como resultado productos más bien «duros y elásticos», también caracterizados por cierta acidez. Son adecuados para la mayoría de los usos finales sin problemas, en particular en acristalamiento, aplicaciones sanitarias, unión elástica en la industria del vidrio y el metal, o para sellos en automóviles, barcos o caravanas. Son menos adecuados con sustratos alcalinos como el hormigón o los sustratos cementosos, o para metales particulares como el cobre. Los autores prefieren etiltriacetoxisilano. Las variantes equivalentes con metilo, propilo y vinilo son conocidas, sin embargo, también y adecuadas. La variante con etilo ofrece la ventaja de que es líquida en condiciones estándar, de manera que puede procesarse fácilmente e incorporarse en la composición. También, las mezclas de las variantes con metilo y las variantes con etilo se usan extensamente, debido a que la mayoría de sus versiones son líquidas. A menudo se usan como reticuladores «que contienen ácido acético» metiltriacetoxisilano, etiltriacetoxisilano, propiltriacetoxisilano, y sus mezclas. Los productos adecuados son, por ejemplo, Cross-linker ES21, ES23, ES24 disponibles de la compañía Wacker, Cross-linker 3034, 3187 de la compañía Momentive Performance Materials, Cross-linker MTA, ETA, PTA, ETA/MTA (70/30), PTA/MTA (70/30) de la compañía Nitro Chemistry, Cross-linker AC 10, 15, 30 de la compañía Evonik Hanse.

Para el sellado de materiales plásticos de poli(cloruro de vinilo) (PVC), sustratos alcalinos y sustratos porosos, los autores prefieren los materiales de sellado de silicona que tengan una composición más bien neutra con respecto a los ácidos y a la generación de ácido y, así, basándose en otros agentes reticulantes distintos de los triacetoxisilanos. Los autores producen materiales de sellado de silicona neutros usando preferiblemente uno o más silanos a base de alcoxi, como alquiltrialcoxisilano, preferiblemente metiltrimetoxisilano o viniltrimetoxisilano, o con una o más oximas como sustituyentes en el silicio del agente reticulante, aunque también son adecuados benzamida o lactato. Entre los agentes reticulantes a base de oxima, metiletilcetoxima (desarrollado oxima de la metil etil cetona, a menudo abreviada como «MEKO»,  $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-(CH}_3\text{)C=N-OH}$ ) es un sustituyente conocido. Otros sustituyentes conocidos para el silicio de un agente reticulante de silano son oxima de acetona, MIBKO u oxima de la metil isobutil cetona y MPKO u oxima de la metil propil cetona.

Los reticulantes a base de oxima adecuados son metil-tris(MEKO)silano, vinil-tris(MEKO)silano, tetrakis(MEKO)silano, metil-tris(MIBKO)silano, vinil-tris(MIBKO)silano, metiltriacetona oximo-silano, etiltriacetona oximo-silano, viniltriacetona oximo-silano, metil-tris(MPKO)silano, vinil-tris(MPKO)silano y sus mezclas. Son productos adecuados, por ejemplo, Cross-linker MOS, VOC, TOS, MT10, MT15, VT5, VT2, VT1, LM43, LM100, LM200, LM400, OS1600, OS2600 de la compañía Nitrochemie, Cross-linker OX10, OX20, OX30, OX32, OX33 de la compañía Evonik Hanse.

Son reticuladores adecuados los reticuladores de alquil-, alqueni- o fenil-trialcoxi, por ejemplo, metiltrimetoxisilano, etiltrimetoxisilano, propiltrimetoxisilano, viniltrimetoxisilano, isobutiltrimetoxisilano, feniltrimetoxisilano, metiltri-etoxisilano, propiltri-etoxisilano, isobutiltri-etoxisilano, viniltri-etoxisilano, feniltri-etoxisilano, octiltrimetoxisilano, octiltri-etoxisilano y sus mezclas. Son productos adecuados, por ejemplo, Silquest A-1630, Silquest A-171 disponibles de la compañía Momentive Performance Materials, Geniosil® XL-10, Cross-linker ME60, ME63, Geniosil GF56 de la compañía Wacker, Cross-linker MTMS (Dynasytan®) VTMO (Evonik), viniltrimetoxisilano, viniltri-etoxisilano de la compañía Nitrochemie.

En la masilla también puede incorporarse un activador de la adhesión. Los activadores de adhesión adecuados son, por ejemplo, organosilanos, preferiblemente aminosilanos o epoxisilanos. Los activadores de la adhesión adecuados pueden encontrarse, por ejemplo, en las familias de productos que se ofrecen como Geniosil® de la compañía Wacker, como Silquest de Momentive Performance Materials, y como Dynasytan® de Evonik.

Son también muy adecuados como activadores de la adhesión, por ejemplo, di-terc-butoxidiacetoxisilano para los productos «que contienen ácido acético», pero son adecuados para productos neutros también 3-aminopropiltriethoxisilano, 3-aminopropiltrimetoxisilano, N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano, 3-(2-aminoetilamino)propiltriacetoxisilano, N-(3-trimetoxisililpropil)diétileno-triamina, bis-(3-metoxisililpropil)-amina, amino-etilaminopropil-metil-dimetoxisilano, N-(2-aminoetil)-3-aminopropil-dimetoxi-metil-silano, N-(n-butil)-3-aminopropil-trimetoxi-silano, N-(n-butil)-3-aminopropil-trimetoxi-silano, 3-aminopropil-metil-dietoxisilano, amino-etil-amino-trimetoxisilano, 3-glicidoxipropil-trimetoxi-silano, 3-glicidoxipropil-trietoxi-silano, gamma-ureidopropil-trimetoxi-silano, 3-aminopropil-(metil)silsesquioxanos-etoxi-terminales, polidimetilsiloxanos con grupos aminoalquilo, productos de reacción de polidimetilsiloxano con N-(3-trimetoxisilil)propilciclohexanoamina, alcoxipolisiloxanos modificados con grupos aminoalquilo, aminosilanos multifuncionales y oligosiloxanos funcionales.

Diversos compuestos pueden servir como espesantes. Los autores prefieren la sílice como espesante, también denominada ácido silícico, debido al efecto reforzante que la sílice puede tener sobre las propiedades del producto. El ácido silícico es un ácido débil derivado del dióxido de silicio,  $\text{SiO}_2$ , que tiene como fórmula general  $\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ , donde  $n$  puede variar.

Se prefiere ácido silícico debido a que está comprometido con las uniones químicas con la estructura del polímero, llevando a una mejora significativa de las propiedades físicas y mecánicas del producto final. Los autores han encontrado que pueden usarse varias formas de sílice como espesante, pero los autores prefieren usar sílice de combustión o «sílice pirogénica» debido a que los efectos deseados son incluso más pronunciados. Es especialmente la resistencia al desgarro del producto final lo que aumenta. Esta interacción entre el agente espesante y el polímero es mucho más débil, o no existe, con varias alternativas posibles y, por lo tanto, también es la razón principal para que los autores seleccionen el ácido silícico.

Es necesario un agente espesante en muchas formulaciones para formar por último una pasta, adecuada para que se extruya por una boquilla para la aplicación en la localización deseada. Con los materiales de sellado de silicona, los autores usan preferiblemente ácido silícico o sílice como espesante. Los espesantes adecuados están disponibles, por ejemplo, como HDK® V15, V15A, N20, H13L, H15, H18 de la compañía Wacker, como Cabosil® L-90, LM-150, M-5, TS-610, TS-622 de la compañía Cabott, como Aerosil® 130, 150, 200, R972, R974 de Evonik.

A menos que se desee un producto final transparente, la formulación del producto final curado con humedad también puede contener una o más cargas. Las cargas adecuadas son, por ejemplo, yeso o dolomita, en forma finamente dividida. Estas cargas pueden obtenerse por molienda o por precipitación. La carga también puede recubrirse con un recubrimiento adecuado. Las cargas con un recubrimiento comprenden típicamente menos humedad al final de su producción y también parecen tener menor tendencia a absorber la humedad después de su producción, como durante el almacenamiento, la manipulación o el transporte. Las cargas recubiertas pueden llevar a un efecto de refuerzo en el producto final y, así, afectar de manera positiva a las propiedades mecánicas del producto final. Las cargas adecuadas se encuentran, por ejemplo, en la familia de productos de los carbonatos de calcio naturales, carbonatos de calcio precipitados, carbonatos de calcio y magnesio (también conocido como «dolomita»), que ofrece una amplia variedad de suministradores como Omya, Imerys y Alpha Calcite.

Para acelerar el curado final a menudo también se añade un catalizador. El catalizador hace el producto mucho más sensible a la humedad. Un catalizador se añade preferiblemente, por lo tanto, muy tarde en el procedimiento de manufacturación, si es posible incluso cuando se añade el último ingrediente de la formulación, posiblemente incluso seguido por pigmento o fungicida. Los catalizadores tradicionales se basaban normalmente en estaño (Sn). Los catalizadores más modernos se basan en titanio (Ti), preferiblemente en forma de titanatos o bismuto (Bi), y se prefieren principalmente por razones ecológicas. Los catalizadores adecuados pueden encontrarse, por ejemplo, en las familias de productos siguientes: diacetato de dibutilestaño, diacetato de dioctilestaño, dilaurato de dibutilestaño, dilaurato de dioctilestaño, dicarboxilato de dibutilestaño, dicarboxilato de dioctilestaño, dineodecanoato de dibutilestaño, dineodecanoato de dioctilestaño, mezclas de óxidos de dibutilestaño, mezclas de óxidos de dioctilestaño, ortotitanato de tetraisopropilo, acetilacetato de titanio y otros catalizadores a base de titanio o de bismuto. También son adecuados los catalizadores disponibles a base de calcio (Ca) o cinc (Zn).

Son productos adecuados, por ejemplo, los catalizadores que son adecuados con el nombre comercial TIB KAT®, como los tipos 216, 217, 218, 219, 221, 223, 226, 229, 232, 233, 248 y 318, de la compañía TIB Chemicals AG.

En una realización de la presente invención, el recipiente de mezcla se cierra con un tapa y la tapa del recipiente de mezcla está provista de un sistema de agitación ajustable en altura de manera que, sin tener que abrir el recipiente de mezcla elevando la cubierta, la altura del agitador pueda ajustarse en relación con el nivel de líquido en el recipiente de mezcla.

Los autores han encontrado que el nivel de líquido del producto en el recipiente de mezcla puede cambiar considerablemente durante el transcurso de la producción por lotes. Por ejemplo, la adición de la cantidad requerida del ingrediente que es necesario para transformar el producto de reacción líquido en una pasta ocasiona un aumento sustancial de volumen y, así, un aumento sustancial del nivel del líquido en el recipiente de mezcla. Este rasgo de la presente invención aporta la ventaja de que la altura del agitador puede ajustarse cada vez, en función de lo que se desee en cada etapa durante la producción, como con respecto a los efectos de agitación, salpicaduras o su

prevención, así como en relación con la entrada de energía, que también determina típicamente el aumento de temperatura ocasionado por las fuerzas de cizallamiento durante la agitación.

En una realización de la presente invención, el recipiente de mezcla se mantiene a una presión de vacío durante la adición del polímero reactivo y el agente reticulante, preferiblemente también durante la adición del plastificante o el extendedor, si es aplicable.

Mantener el recipiente de mezcla a presión de vacío durante la adición de los ingredientes aporta la ventaja de que al producto final restante del lote previo se le da el menor tiempo posible y la menor oportunidad posible de reaccionar con la humedad que pueda entrar junto con estos ingredientes durante la introducción de estos. Este rasgo de la presente invención reduce, así, el riesgo de la formación de escamas no deseadas del producto de reacción total o parcialmente curado ya en el recipiente de mezcla, por ejemplo, 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 mezcla y el recipiente de mezcla se mantiene a presión aproximadamente atmosférica durante la adición del agente espesante y, si está presente una presión de vacío en el recipiente de mezcla, esta presión de vacío se interrumpe previamente a la adición del agente espesante.

Los autores prefieren usar sílice o ácido silícico ( $\text{SiO}_2$ ) como agente espesante, debido a su excepcional efecto de ejecución. Pueden usarse varias formas de sílice como agente espesante, como «sílice precipitada», pero los autores prefieren preferiblemente usar la denominada sílice de combustión, debido a que con ello el efecto reforzante del agente espesante es incluso más pronunciado. El ácido silícico se suministra preferiblemente en forma sólida, como polvo o como «copos». Esta forma sólida de ácido silícico se caracteriza, sin embargo, por su densidad aparente muy baja. El ingrediente es muy ligero y muy poco propenso a quedar atrapado por una corriente de gas o de aire que se desplaza. Los autores han encontrado que el ácido silícico puede encontrar así fácilmente la forma de llegar al sistema de escape que asegure la presión de vacío en el recipiente de mezcla, si se mantiene la extracción operando mientras se añade ácido silícico al recipiente de mezcla. Los autores prefieren, por lo tanto, cerrar la conexión del sistema de escape con el recipiente de mezcla antes de que se inicie 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 mezcla. Durante la adición del ácido silícico, los solicitantes mantienen preferiblemente una ligera sobrepresión en el recipiente de mezcla. Esta sobrepresión se aplica preferiblemente por la línea de suministro por la que se añade el ácido silícico. Estas sobrepresión se libera preferiblemente, con posterioridad, por la instalación de medición que asegura la correcta dosificación de ácido silícico, de manera que el gas en exceso, preferiblemente aire seco, puede liberarse por el filtro que se proporciona como parte de esta instalación de medición.

En una realización de la presente invención se añade un espesante al recipiente de mezcla, preferiblemente ácido silícico, y el espesante se lleva al recipiente de mezcla de una manera neumática. Los autores han encontrado que el transporte neumático es una manera muy conveniente de transportar la luz, pero espesante sólido en una corriente de gas, y que al mismo tiempo, se puede usar el gas añadido para interrumpir la presión de vacío, que se mantiene preferiblemente durante la reacción, en el momento en que se añade el espesante. Preferiblemente, los autores usan una corriente de aire para el transporte neumático y más preferiblemente una corriente de aire seco. Más preferiblemente, este aire seco tiene un punto de rocío de a lo sumo  $-40^\circ\text{C}$ , preferiblemente a lo sumo  $-45^\circ\text{C}$ , lo más preferiblemente un punto de rocío de a lo sumo  $-50^\circ\text{C}$ .

El uso de aire produce el beneficio de reducir el riesgo y aumentar la seguridad para el personal operador, debido a que el aire en la liberación a la atmósfera no es inflamable, al contrario que cuando se usa un gas combustible como el gas natural y debido a que el aire, cuando se libera a la atmósfera no ocasiona dilución del nivel de oxígeno en la atmósfera en los alrededores del punto de liberación y, dejarlo en un envase no representa un ambiente en el que un operador desprevenido pueda enfrentarse de pronto a una deficiencia de oxígeno, que puede ser, por ejemplo, el caso con nitrógeno.

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

Los autores prefieren mantener la presión de vacío en el recipiente de mezcla mientras se bombea del recipiente de mezcla para reducir también el riesgo de contacto con la humedad durante esa parte del procedimiento de producción.

En una realización de la presente invención, los brazos del agitador en el recipiente de mezcla están provistos de rascadores que se extienden hasta una distancia de a lo sumo 5 mm de las paredes laterales del recipiente de mezcla, preferiblemente de a lo sumo 4 mm, más preferiblemente de a lo sumo 3 mm, incluso más preferiblemente de a lo sumo 2 mm.

Los autores han encontrado que este diseño del sistema de agitación, en colaboración con la capacidad para ajustar la altura del sistema de agitación, ofrece la posibilidad de limpiar rascando sustancialmente el lado interno de las paredes laterales del recipiente de mezcla mientras se está vaciando el recipiente de mezcla, de manera que queda poco producto residual o ninguno en las paredes laterales del recipiente de mezcla cuando se ha vaciado el recipiente

de mezcla.

En una realización de la presente invención, la superficie inferior del agitador presenta sustancialmente la misma forma que el fondo del recipiente de mezcla, preferiblemente con una separación de a lo sumo 5 mm, más preferiblemente de a lo sumo 4 mm, incluso más preferiblemente de a lo sumo 3 mm y lo más preferiblemente de a lo sumo 2 mm. Preferiblemente, el fondo del recipiente de mezcla es plano y la superficie inferior del agitador termina en ese mismo plano.

Esto aporta la ventaja de que también se rasca el fondo del recipiente de mezcla y, por lo tanto, queda menos producto residual después de vaciar un recipiente de mezcla completamente.

En la realización de la presente invención en la que la superficie inferior del agitador presenta sustancialmente la misma forma que el fondo del recipiente de mezcla, la superficie inferior del agitador está sobre sustancialmente la anchura total proporcionada adicionalmente con una cinta de caucho.

Esto aporta la ventaja de que el fondo del recipiente de mezcla se rasca incluso mejor y, por lo tanto, puede quedar incluso menos producto residual después de bombear un recipiente de mezcla completo.

Estos rascados proporcionados en el agitador, de cooperación estrecha entre agitador y fondo del recipiente de mezcla, y de la cinta de caucho adicional, llevan cada uno individualmente e incluso más en cooperación la ventaja de que hay poca contaminación cruzada entre los productos de los lotes de producción posteriores. Una ventaja adicional es, cuando se requiere que se abra el recipiente de mezcla y se limpie, que queden al final menos residuos de la limpieza, reduciéndose así la producción de residuos del procedimiento de producción global. Los autores han encontrado que un procedimiento por lotes usando un recipiente de mezcla que se llene al menos parcialmente antes de que se cierre la tapa, recipiente de mezcla lleno de producto acabado que también tiene que abrirse para llevarlo y conectarlo a la instalación de llenado, se caracteriza normalmente por un residuo de producción de aproximadamente el 2 %. Los autores han encontrado que el residuo de producción puede reducirse hasta menos del 0,5 % del volumen de producción total.

En una realización de la presente invención se proporciona en cada brazo del agitador al menos una pala que apunta hacia arriba y que termina en un punto formando un ángulo de a lo sumo 45°, que corresponde a, a lo sumo, una altura de un círculo completo. Preferiblemente, los dos brazos están equipados con al menos dos de dichas palas, más preferiblemente al menos cuatro, incluso más preferiblemente al menos seis, preferiblemente al menos ocho, más preferiblemente al menos doce, incluso más preferiblemente al menos catorce palas apuntando hacia arriba.

Preferiblemente, estas palas tienen un ángulo extremo de al a lo sumo 30 grados.

Los autores han encontrado que las palas que apuntan hacia arriba en los brazos del agitador contribuyen significativamente a una dispersión buena y rápida de polvos en el contenido líquido del recipiente de mezcla. Esto es especialmente ventajoso cuando se dispersa el espesante. Las palas aseguran una desaparición rápida de los denominados granos que se forman fácilmente cuando se añade el espesante al recipiente de mezcla.

En la realización de la presente invención con las palas apuntando hacia arriba en los brazos del agitador, estas palas se proporcionan preferiblemente en el 60 % externo de la longitud del brazo del agitador, preferiblemente en el 50 % externo, más preferiblemente en el 40 % externo e incluso más preferiblemente en el 30 % externo de la longitud del brazo agitador. Esto aporta la ventaja de que para la misma velocidad de rotación, la velocidad de la punta de las palas que señalan hacia arriba es mayor, que presenta un efecto beneficioso sobre la tasa a la que un polvo como espesante puede dispersarse en el contenido del recipiente de mezcla.

En una realización de la presente invención se proporciona en cada brazo del agitador en el recipiente de mezcla al menos una pala apuntando hacia arriba, formando un ángulo con el eje longitudinal del brazo del agitador que sea menor que 90 grados o un cuarto de círculo. Preferiblemente, el ángulo entre la pala y el eje longitudinal del agitador es a lo sumo 60°, más preferiblemente a lo sumo 45°, incluso más preferiblemente a lo sumo 30°.

Los autores han encontrado que las palas de los brazos del agitador aseguran un vórtice central durante la agitación, por lo que se incorpora un polvo mucho más rápido al contenido del recipiente de mezcla. Los autores han encontrado que este efecto es más fuerte cuando las palas forman un ángulo más pequeño con el eje longitudinal del agitador.

Preferiblemente, estas palas 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 autores, sin embargo, prefieren llevar estas palas no más cerca del eje del agitador que el 20 % de la longitud del brazo del agitador. Los autores han encontrado que esta es la mejor manera de desarrollar un vórtice apropiado y de ese modo durante la agitación se genera una circulación de fluido interna e intensa desde el centro del recipiente de mezcla hacia el exterior, después a lo largo de las paredes laterales, en la parte superior girando hacia el lado interno para volver de una manera más central y tomando el polvo añadido a lo largo de su flujo.

En una realización de la presente invención, se añaden simultáneamente varios ingredientes diferentes en el recipiente de mezcla, al tiempo que se está llevando a cabo ya la agitación.

- Introduciendo en paralelo en lugar de varios ingredientes sucesivamente en el recipiente de mezcla, como el polímero reactivo, el plastificante y posiblemente el extendedor y mediante agitación al mismo tiempo del líquido ya presente en el recipiente de mezcla, se ahorra mucho tiempo en el procedimiento de producción global, siempre en comparación con un procedimiento por lotes convencional en el que los ingredientes se introducen sucesivamente en un recipiente de mezcla abierto y solo pueden agitarse cuando la tapa con agitador se pone sobre el recipiente de mezcla, cerrándose así el recipiente de mezcla y solo entonces se reduce posiblemente la presión para, tanto como sea posible, permitir la eliminación de aire y humedad de la fase gaseosa así como el aire y la humedad que pueden quedar disueltos en los ingredientes líquidos introducidos.
- En una realización de la presente invención, el producto se bombea del recipiente de mezcla a un tanque intermedio antes de que se llene el envase final con el producto.
- Los autores han encontrado que el uso de un tanque intermedio permite un rápido vaciado del recipiente de mezcla de manera que está disponible para el siguiente lote de producción. El uso de múltiples tanques intermedios permite la producción con mayor flexibilidad en el mismo recipiente de mezcla o la misma máquina de mezcla de una amplia variedad de productos. Como tales, gracias a los múltiples tanques intermedios, se puede poner en marcha de una forma relativamente fácil en el mismo recipiente de mezcla entre la producción sucesiva de dos productos finales con el mismo color, pero diferentes viscosidades, o con diferentes plastificantes o una diferencia en la cantidad de plastificante, o con diferentes extendedores o una diferencia en la cantidad de extendedor, o con diferente carga o con un contenido diferente de carga. Incluso cambiar de un lote de producto acabado transparente a un lote posterior de un producto final coloreado o un producto con carga puede realizarse de una manera muy fácil sin ninguna intervención especial gracias a los tanques intermedios. El uso de tanques intermedios junto con el recipiente de mezcla cerrado aporta la ventaja de que después de un lote de producción previo se puede cambiar mucho más rápido a un lote de producción posterior, lo que incrementa significativamente los volúmenes de producción o la capacidad de producción del recipiente de mezcla.
- En la realización de la presente invención en la que se usa un tanque intermedio para recibir el producto del recipiente de mezcla, el producto se bombea preferiblemente del tanque intermedio y se mezcla un pigmento o fungicida en el producto aguas abajo del tanque intermedio, antes de que se llene con el producto el envase final.
- La mezcla de pigmento o de fungicida en el producto en su recorrido a la instalación de llenado permite la producción y el envasado final de una amplia variedad de productos finales diferentes partiendo de unos pocos productos de base que pueden, por ejemplo, diferir incluso en términos de contenido de plastificante, extendedor o carga.
- El bombeo del producto del tanque intermedio a la instalación de llenado se hace preferiblemente usando una bomba de pistón. Para la mezcla del pigmento o el fungicida se hace uso preferiblemente de un mezclador estático.
- En la realización de la presente invención en que se usa un tanque intermedio para recibir el producto del recipiente de mezcla, el producto en el tanque intermedio es preferiblemente un producto transparente y el producto se bombea del tanque intermedio y se mezcla la cantidad deseada de carga en el producto aguas abajo del tanque intermedio antes de que se llene con el producto el envase final.
- La mezcla de la carga en el producto en su recorrido a la instalación de llenado permite la producción y el envasado de una serie de productos finales diferentes partiendo de un mismo producto de base transparente. Estos productos pueden diferir después en su selección o en la cantidad de carga.
- La adición de carga al producto en su recorrido desde el tanque intermedio al envasado se combina preferiblemente con la mezcla similar de pigmento o fungicida, es decir, también en el producto en su recorrido desde el tanque intermedio al envasado.
- En una realización de la presente invención, al menos uno, y preferiblemente todos, los ingredientes líquidos del procedimiento de producción, antes de ser transferidos al recipiente de mezcla, se mantienen preferiblemente en tanques de alimentación separados en los que la atmósfera por encima del líquido consiste en aire seco. Preferiblemente, el aire seco que se suministra al tanque de alimentación tiene un punto de rocío de a lo sumo -40 °C, preferiblemente de a lo sumo -45 °C, más preferiblemente un punto de rocío de a lo sumo -50 °C.
- Este rasgo aporta la ventaja de que los ingredientes líquidos del lote de producción o del procedimiento de producción tienen menos oportunidad de absorber humedad de una manera oportunista o no intencionada antes de que se introduzca en el recipiente de mezcla. Esto significa que se requiere eliminar menos humedad del recipiente de mezcla para evitar que la humedad lleve a un curado prematuro del producto final formado y también de cualquier producto final remanente en el lote de producción previo en el recipiente de mezcla 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 que se están mezclando previamente en su recorrido al recipiente de mezcla.
- Esto aporta la ventaja de que el reticulador y el polímero reactivo se mezclan al menos parcialmente antes de que lleguen al recipiente de mezcla, según lo cual también pueden haber empezado a reaccionar ya entre sí, y según lo

cual se requiere menos tiempo extra para la mezcla adicional de estos dos agentes reaccionantes, o para la reacción adicional de estos dos agentes reaccionantes para formar el producto objetivo curable por humedad. Este rasgo aporta la ventaja de que la reacción entre los dos agentes reaccionantes tiene lugar sin dilución con otro ingrediente no reaccionante como el plastificante o el extendedor. Realizando esta reacción no diluida, la velocidad de reacción

5

preferiblemente, esta mezcla previa se lleva a cabo usando un mezclador estático o uno dinámico, más preferiblemente un mezclador dinámico que se caracteriza por un tiempo de permanencia particular. Un mezclador dinámico es un mezclador por el cual se puede suministrar energía externa a la mezcla que se está mezclando sometiéndola a fuerzas de cizallamiento. Preferiblemente, estas fuerzas de cizallamiento son también controlables y ajustables. Los autores prefieren un mezclador dinámico a un mezclador estático debido a que encontraron que la caída de presión por el propio mezclador es menor, de manera que el paso requiere menos energía. Los solicitantes hacen uso preferiblemente del mezclador Dynamic Inline Mixer tipo DLM/S-330 ofrecido por INDAG Maschinenbau GmbH (DE).

10

Los autores prefieren llevar a cabo la mezcla previa incluso antes de la mezcla del polímero reactivo y se almacena reticulador durante algún tiempo en un tanque intermedio aguas arriba del recipiente de mezcla.

15

Este rasgo aporta la ventaja adicional de que incluso puede ahorrarse más tiempo con respecto al tiempo de reacción ya requerido en el propio recipiente de mezcla. Preferiblemente, la reacción del prepolímero ha tenido lugar sustancialmente y más preferiblemente casi totalmente antes de que el prepolímero llegue al recipiente de mezcla, de manera que en el recipiente de mezcla no debe permitirse un tiempo extra para que se complete la reacción.

20

En la realización de la presente invención, en la que el polímero reactivo y el reticulador se mezclan previamente con un polímero con tapón terminal al menos parcialmente antes de que este prepolímero se introduzca en el recipiente de mezcla, se introduce preferiblemente el polímero con tapón terminal al menos parcialmente en el recipiente de mezcla por medio del extremo inferior del recipiente. Los autores de ese modo prefieren que la reacción entre el polímero reactivo y el reticulador haya tenido lugar ya de una manera tan completa como sea prácticamente posible antes de que el prepolímero llegue al recipiente de mezcla.

25

Normalmente, los ingredientes se introducen en el recipiente de mezcla a través de una abertura en la tapa o en la pared superior del recipiente de mezcla. Este rasgo de la presente invención aporta la ventaja de que en comparación con la introducción convencional a través de una abertura en la pared superior del recipiente de mezcla, que produce un riesgo mucho menor de salpicaduras de este polímero con tapón terminal, que puede adherirse al lado superior del equipo, como la superficie interna de la tapa o la parte superior del sistema agitador. El polímero con tapón terminal que llega a unirse a estos sitios, cuando se introduce el espesante, que es ligero y salta fácilmente, puede absorber una parte del mismo, según lo cual el polímero con tapón terminal endurece rápidamente volviéndose una pasta y, por lo tanto, ya no se frena y retrocede al líquido en el recipiente de mezcla. Esto incrementaría, por lo tanto, la cantidad de residuo que queda en el recipiente de mezcla de un lote de producción al siguiente, la denominada «contaminación cruzada». Por este rasgo de la presente invención la cantidad de contaminación cruzada entre diferentes lotes de producción se reduce, así, enormemente, así como la cantidad de residuo que queda cuando se abre el recipiente de mezcla para su limpieza, y que puede desecharse, así, principalmente como desecho.

30

35

En una realización de la presente invención, se introduce un espesante en una cámara en donde se introduce ya al menos de manera parcial y preferiblemente el polímero con tapón terminal relativamente de manera completa y forzando gradualmente el prepolímero a través de una abertura o ranura alargada y estrecha, de manera que se forma una cortina de líquido.

40

Esta manera de poner en contacto gradualmente espesante y polímero con tapón terminal ya aporta la ventaja de que la cortina de prepolímero hace que haya disponible una gran superficie para absorber el espesante. Esta ventaja es particularmente pronunciada cuando se emplea ácido silícico como agente espesante, en particular en una forma que es ligera y salta fácilmente, como en forma de polvo o de copo. Debido a la gran superficie el espesante llega al líquido fácil y rápidamente con el prepolímero, de lo que debe cambiarse la reología para formar una pasta.

45

Esta unión puede realizarse bombeando el polímero con tapón terminal del recipiente de mezcla a la cámara donde se pone en contacto con el espesante, después de lo cual se reconduce la mezcla al recipiente de mezcla.

50

En la realización de la presente invención, en donde se mezclan previamente el polímero reactivo y el agente reticulante, el espesante se añade preferiblemente al compuesto intermedio mezclado previamente, preferiblemente el polímero con tapón terminal al menos parcialmente, en su recorrido al recipiente de mezcla.

Preferiblemente, previamente a la adición del espesante, se añade una cantidad de disolvente, extendedor o plastificante al prepolímero.

55

Los autores han encontrado que la adición y la incorporación de un disolvente, extendedor o plastificante es mucho más fácil antes de que se añada el espesante en comparación con después, debido a que la viscosidad del prepolímero sin espesante es mucho menor que la del mismo prepolímero conteniendo una cantidad de espesante, agitando para

obtener una mezcla apropiada más fácil y que demande menos energía. Los autores han encontrado además que se requiere menos espesante para conseguir una viscosidad particular cuando se añade plastificante o extendedor previamente al espesante en comparación con la adición del plastificante o extendedor después del espesante.

5 En la realización de la presente invención en la que se añade el espesante al polímero taponado en el extremo al menos parcialmente ya, la mezcla de la introducción del espesante pasa preferiblemente por un mezclador intermedio, preferiblemente un mezclador intermedio dinámico debido a los beneficios citados antes sobre la capacidad de ajuste y la menor caída de presión, de manera que el espesante llega a dispersarse incluso mejor en el líquido que contiene el prepolímero.

10 Este rasgo aporta la ventaja de obtener más rápidamente una buena dispersión del espesante en el líquido de manera que la presión en el recipiente de mezcla también puede reducirse antes sin aumentar el riesgo de que el espesante no dispersado pueda estar ocluido en el sistema de escape que proporciona la presión de vacío. De esa manera las etapas siguientes en el procedimiento de producción también pueden adelantarse en el tiempo, de manera que se reduzca el tiempo de permanencia global en el recipiente de mezcla y pueda conseguirse en el mismo recipiente de mezcla una producción mayor.

15 En una realización de la presente invención se produce en el recipiente de mezcla un producto intermedio sin carga, que puede ser transferido posiblemente primero a un tanque intermedio, y la carga solo se añade a este producto intermedio en su recorrido a la instalación de llenado.

20 Este rasgo aporta la ventaja de que el mismo producto en el recipiente de mezcla o en el tanque intermedio hace posible producir varios productos diferentes. La mejor opción no añadir carga, añadir poca carga o no añadir más carga al mismo producto del recipiente de mezcla, se sigue permitiendo dar diferentes colores a técnicamente el mismo producto final, o adaptar la cantidad de carga en el producto final a la naturaleza y a la cantidad del tinte o la mezcla de tintes que se desee usar en un producto final particular o, a la inversa, ajustar la cantidad de tinte a la cantidad y a la naturaleza de la carga.

25 Preferiblemente, los autores añaden la carga como lodo o suspensión de la carga en un portador. Esto es particularmente conveniente si se está añadiendo la carga al producto en su recorrido desde el recipiente de mezcla a la instalación de llenado. En esta realización es mejor elegir portadores adecuados de aceite de silicona o extendedor.

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

35 El reticulante es un compuesto que tiene al menos tres grupos reactivos, de los cuales, durante la denominada etapa de «prepolimerización», proporciona un grupo reactivo para reacción con un grupo reactivo terminal del polímero reactivo para formar el denominado prepolímero. Como resultado, al menos quedan dos grupos reactivos, más adelante de la aplicación de la pasta y bajo la influencia de la humedad, que forman una estructura tridimensional como parte de la reacción de curado. El propio agente reticulante, por lo tanto, necesariamente tiene por molécula al menos dos, normalmente tres, y a veces incluso cuatro grupos reactivos capaces de reaccionar con la humedad.

40 Se encuentra que la cantidad de agente reticulante que se añade en exceso realiza una función útil como posible eliminador de humedad cuando aparece prematuramente algo de humedad en la composición de prepolímero. El reticulador libre restante está disponible para reaccionar con la humedad ingresada prematuramente, dejando menos humedad para reaccionar con el prepolímero y conduciendo, así, prematuramente a un cierto curado de la composición. Los autores han encontrado que el uso de un exceso estequiométrico de reticulador en la etapa de prepolimerización extiende significativamente la vida útil del producto final. El exceso de agente reticulante actúa como  
45 eliminador de la humedad durante la producción del material de sellado, durante el llenado y envasado, pero también durante el almacenamiento, el transporte y la comercialización del material de sellado envasado al usuario final, y también después, si el usuario final del material de sellado no usa el estuche inmediatamente, o solo lo usa parcialmente, y quiere usar la cantidad restante más adelante.

50 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 de agente reticulante. La relación estequiométrica de «reticulador o polímero reactivo» es, por lo tanto, 2.0 : 1. En el método según la presente invención, se añade así preferiblemente un exceso de agente reticulante, que significa que la relación molar de «reticulador a polímero reactivo» debería ser mayor que 2.0 : 1.

55 Preferiblemente, los solicitantes usan una relación molar de reticulador respecto al número presente de moléculas de polímero reactivo de al menos 3.0 : 1.0, preferiblemente al menos 5.0 : 1.0 moles por litro, más preferiblemente al menos 10 : 1 moles por litro, incluso más preferiblemente al menos 12 : 1 moles por litro, preferiblemente al menos 15 : 1, más preferiblemente al menos 18 : 1, incluso más preferiblemente al menos 20 : 1, e incluso aún más

preferiblemente al menos 22 : 1 moles por litro.

Los autores han encontrado además que un exceso excesivamente alto de agente reticulante puede afectar de manera adversa a las propiedades del producto final. Por lo tanto, los autores prefieren tener una relación moles por litro de reticulador respecto al número presente de moléculas de polímero reactivo de a lo sumo 60 : 1 moles por litro, preferiblemente a lo sumo 55 : 1 moles por litro, más preferiblemente a lo sumo 50 : 1 moles por litro, incluso más preferiblemente a lo sumo 45 : 1 moles por litro, preferiblemente a lo sumo 40 : 1 moles por litro, más preferiblemente a lo sumo 35 : 1, incluso más preferiblemente a lo sumo 30 : 1, e incluso más preferiblemente a lo sumo 25 : 1 moles por litro.

La cantidad en exceso más apropiada depende, sin embargo, de la composición última del material de sellado y del cuidado con el que se manipule la composición durante la mezcla y el llenado, incluyendo las etapas adicionales tomadas para evitar los problemas de humedad.

En una composición de material de sellado con carga, los autores prefieren, por ejemplo, usar un exceso mayor que en una composición de material de sellado sin carga. En una denominada composición de material de sellado «cargada» los autores aplican preferiblemente una relación molar de «reticulante a polímero reactivo» que es al menos el 20 % mayor que en una composición de material de sellado «no cargada» correspondiente, más preferiblemente al menos el 25 % mayor, incluso más preferiblemente al menos el 30 % mayor e incluso más preferiblemente al menos el 33 % mayor. Como un límite superior para las composiciones de material de sellado cargadas, los autores prefieren usar una relación molar a lo sumo el 50 % mayor que en una composición de material de sellado «no cargada» correspondiente, preferiblemente a lo sumo el 45 % mayor, más preferiblemente a lo sumo el 40 % mayor.

La cantidad en exceso de agente reticulante o la relación molar de «reticulador a polímero reactivo», que es la más apropiada para uso con una composición de material de sellado particular, en un método particular y usando una mezcla y una instalación de llenado particulares, es mejor, por lo tanto, determinarla caso por caso y de manera empírica.

Para determinar la relación molar de «reticulador a polímero reactivo», los solicitantes usan, por otra parte, el peso molecular del agente reticulante, si esto es una mezcla se usa el peso molecular promedio numérico de la mezcla de reticulador. Para el polímero reactivo, los solicitantes usan el peso molecular promedio que puede calcularse basándose en el número de unidades de monómero recurrentes. En el caso de un polidimetilsiloxano con funciones OH terminales, la unidad recurrente es  $[-O-Si(CH_3)_2]$  que tiene un peso de 74, de manera que un polímero reactivo que tenga 1000 unidades recurrentes tenga  $1000 \cdot 74 + 18 = 74\,018$  como peso molecular promedio. Las partes de ingredientes en peso usadas se convierten después usando estos pesos moleculares en el número de unidades molares empleadas, con lo que puede calcularse la relación molar de «reticulador a polímero reactivo».

En una realización, la presente invención proporciona un método para la producción de una composición curable por humedad según lo cual el producto comprende al menos una carga, según lo cual la carga se obtiene por molienda o por precipitación, caracterizado por que la carga molida comprende a lo sumo 2000 ppmp (partes por millón en peso) de agua y la carga precipitada comprende a lo sumo 8000 ppmp de agua.

Los autores han encontrado que el uso de cargas según la presente invención permite producir un material de sellado con 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.

Una carga molida es típicamente un polvo que tiene un  $d_{50}$  mayor que  $1.0\ \mu m$ , preferiblemente al menos  $1.5\ \mu m$ , más preferiblemente al menos  $2.0\ \mu m$ , incluso más preferiblemente al menos  $3.0\ \mu m$ , e incluso aún más preferiblemente al menos  $5.0\ \mu m$ .

La carga molida comprende preferiblemente a lo sumo 1500 ppmp de agua, más preferiblemente a lo sumo 1000 ppm, incluso más preferiblemente a lo sumo 800 ppm y aún más preferiblemente a lo sumo 600 ppmp de agua.

Un ejemplo adecuado de una carga molida es el carbonato de calcio molido (CCM).

La carga precipitada comprende preferiblemente a lo sumo 7500 ppmp de agua o humedad, más preferiblemente a lo sumo 7000 ppmp de agua, incluso más preferiblemente a lo sumo 6500 ppm, aún más preferiblemente a lo sumo 6000 ppm, preferiblemente a lo sumo 5500 ppm, más preferiblemente a lo sumo 5000 ppmp, preferiblemente a lo sumo 4000 ppm, más preferiblemente a lo sumo 3000 ppm, incluso más preferiblemente a lo sumo 2500 ppm, y aún más preferiblemente a lo sumo 2000 ppmp de agua o humedad.

Un ejemplo adecuado de carga precipitada es el carbonato de calcio precipitado (CCP).

En teoría, la carga más adecuada para el método según la presente invención no tiene nada de humedad residual y así comprende menos de 1 ppm de agua. Este nivel, sin embargo, no lo pueden conseguir de manera práctica y económica los productores. Los autores han encontrado que se puede operar con los siguientes límites inferiores para el contenido de agua de las cargas y, por lo tanto, representan su preferencia.

La carga molida comprende preferiblemente al menos 100 ppmp de agua, más preferiblemente al menos 300 ppm, incluso más preferiblemente al menos 500 ppm.

Con cargas precipitadas, el límite inferior práctica y económicamente viable es algo mayor. Preferiblemente, la carga precipitada comprende al menos 1000 ppm de agua, más preferiblemente al menos 1500 ppm, aún más preferiblemente al menos 2000 ppm.

Dejar en la carga una cantidad de agua, pequeña pero aceptable para el procedimiento, ofrece la ventaja de que el método para la producción de la carga puede ser más simple, lo que mejora la disponibilidad de la carga de una variedad de fuentes y suministradores más amplia, de manera que una elección más amplia de las posibilidades se hace posible en condiciones económicamente más favorables.

En una realización, el método según la presente invención comprende el transporte neumático de la carga al aparato de mezcla, donde la carga se tiene que mezclar con al menos uno de los ingredientes líquidos requeridos para obtener el producto final. En la realización con el transporte neumático, el portador para el transporte neumático es preferiblemente un gas que tiene un punto de rocío de a lo sumo 0 °C, preferiblemente de a lo sumo -10 °C, más preferiblemente de a lo sumo -20 °C, incluso más preferiblemente de a lo sumo -30 °C, aún más preferiblemente de a lo sumo -40 °C, y preferiblemente a lo sumo -45 °C.

Son adecuados varios gases como portador para este transporte neumático, como gas natural, metano, CO<sub>2</sub> o nitrógeno. Preferiblemente, sin embargo, los autores 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 incendio o explosión se mantiene lo más bajo posible, tanto durante el transporte como en el suministro, el tratamiento y la disposición del gas.

Incluso más preferiblemente, los autores usan aire para el transporte neumático, según lo cual, preferiblemente, se está presurizando y secando el aire ambiental al punto de rocío deseado antes de emplear el aire para el transporte neumático. El aire puede secarse, por ejemplo, haciendo pasar el aire por un adsorbente de la humedad como un tamiz molecular o gel de sílice.

Preferiblemente, los autores secan el aire dejándolo enfriar hasta una temperatura de a lo sumo el punto de rocío requerido, según lo cual el exceso de humedad en el aire se condensa y puede separarse físicamente y, de ese modo, se obtiene un aire seco con un nivel de humedad de a lo sumo el punto de rocío deseado. La ventaja de este método de secado es que la instalación puede hacerse operar de manera continua y que no hay adsorbente de humedad que se requiera regenerar cuando este agente se haya saturado al menos parcialmente con humedad.

Los autores determinan el punto de rocío de un gas preferiblemente mediante un sensor polimérico como la prueba con el transmisor Dewpoint transmitter testo 6740 disponible de la compañía Testo Inc., con sede en Alemania.

El contenido de agua de una carga lo determinan los autores preferiblemente usando el método analítico según DIN 51777, basándose en una valoración según el método analítico de Karl-Fischer y adaptado para muestras de polvo u otros materiales sólidos, y se expresa en relación con el peso total de la carga.

En una realización de la presente invención, la carga se selecciona del grupo que consiste en carbonato de calcio, preferiblemente carbonato de calcio molido (CCM), dolomita, con lo que se quiere decir una mezcla de principalmente carbonato de calcio y magnesio, y carbonato de calcio precipitado (CCP).

En una realización de la presente invención, la carga es una carga precipitada. Preferiblemente, la carga precipitada tiene un tamaño de partícula más bien pequeño, preferiblemente un d<sub>50</sub> de a lo sumo 1 µm, más preferiblemente a lo sumo 500 nm, incluso más preferiblemente a lo sumo 200 nm, aún más preferiblemente a lo sumo 100 nm, y aún más preferiblemente a lo sumo 80 nm.

En una realización de la presente invención, se recubre la carga. Los autores han encontrado que las versiones recubiertas de las cargas comprenden menos humedad al término de la producción y también presentan una menor tendencia a absorber humedad después de su producción, como durante el almacenamiento, la manipulación o el transporte. Los autores han encontrado también que las cargas recubiertas pueden reforzar el producto final, es decir, que pueden afectar de manera positiva a las propiedades mecánicas del producto final. Por ejemplo, los autores han encontrado que los tipos de carga recubiertos pueden proporcionar una «F<sub>máx.</sub>» mayor al producto final. Con F<sub>máx.</sub> se quiere decir la resistencia más alta a la tracción medida en una prueba de tracción. Por encima del punto de F<sub>máx.</sub> en la curva de tracción, están los rendimientos de la muestra. F<sub>máx.</sub> se refiere a veces también, por lo tanto, como la «resistencia a la rotura por tracción», aunque con los materiales de sellado no es necesariamente el momento de la fractura. Los autores han encontrado que este efecto sobre las propiedades mecánicas del material de sellado es más pronunciado con cargas precipitadas como CCP recubierto. Los autores también han encontrado que este efecto beneficioso es más notable en sistemas híbridos, que se explicó anteriormente como sistemas a base de PMS.

Los autores han encontrado que usando cargas recubiertas la cantidad de agente espesante puede reducirse para obtener un producto con reología comparable. En circunstancias particulares, como con CCP recubierto, se puede obtener incluso una pasta adecuada sin el uso de agente espesante.

En una realización, la presente invención proporciona un método para la producción de una composición curable por humedad, según lo cual se llena un cartucho de plástico con producto como envasado final y el cartucho después del llenado se cierra introduciendo en el extremo abierto del cartucho un «kolb» o émbolo, caracterizado por que en el lado interno del cartucho, al menos en la posición donde el kolb se tiene que poner 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 no es fácil que entre aire o humedad en el producto dentro del cartucho y según lo cual se prolonga la vida útil del cartucho lleno. La capa de lubricante aporta la ventaja adicional de que el émbolo puede empujarse más fácilmente y con menos fuerza cuando se extruye el producto del cartucho. Además, la capa de lubricante reduce el riesgo de que el émbolo retroceda durante el uso del cartucho lleno y con posterioridad que pueda penetrar aire o humedad en el cartucho y lleve a la reticulación prematura del producto en el interior del cartucho.

Los términos «kolb» y «émbolo» que están en este documento se usan de manera indistinta y se consideran sinónimos.

Preferiblemente, esta capa de lubricante tiene un espesor no mayor que 0.20 mm, más preferiblemente de a lo sumo 0.15 mm, incluso más preferiblemente de a lo sumo 0.10 mm, aún más preferiblemente de a lo sumo 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, aún 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 lubricante para la pared interna del cartucho.

Un requerimiento preferido es que el lubricante comprenda poca agua o ninguna, preferiblemente a lo sumo 100 ppm de agua, más preferiblemente a lo sumo 10 ppm.

El lubricante presenta preferiblemente también baja volatilidad, por ejemplo, expresada como presión de vapor baja a temperatura ambiente (23 °C), teniendo preferiblemente una presión de vapor a temperatura ambiente de a lo sumo 1.0 hPa, más preferiblemente de a lo sumo 0.50 hPa, e incluso más preferiblemente de a lo sumo 0.10 hPa. Los lubricantes adecuados son, por ejemplo, aceites de silicona, pero también posiblemente hidrocarburos de ebullición alta, preferiblemente hidrocarburos saturados de ebullición alta, como parafinas o isoparafinas, aunque el poder lubricante de estos hidrocarburos solo llega a ser suficientemente importante a un peso molecular suficientemente alto o un número de carbonos suficientemente alto, de manera que puede obtenerse a menudo más fácilmente la fluidez deseada a una determinada temperatura con cadenas hidrocarbonadas ramificadas que con variantes de cadena lineal.

A menudo también es adecuado como lubricante para el kolb o émbolo uno de los plastificantes que se selecciona de la formulación de la composición con que se rellena el cartucho. Lo último es preferido por los solicitantes debido a su compatibilidad con la propia composición. Principalmente por razones de compatibilidad, los autores usan preferiblemente en los materiales de sellado de silicona aceite de silicona para lubricar el kolb. En masillas híbridas o a base de PUR, a menudo el plastificante que se usa en la formulación del material de sellado se usa como lubricante. El lubricante puede ser líquido a temperatura ambiente o sólido. Los autores prefieren usar un lubricante que sea líquido a temperatura ambiente (10 °C), de manera que pueda aplicarse a temperatura baja, con poco o nada de calentamiento.

En una realización, el lubricante es aceite de silicona, preferiblemente un polisiloxano no reactivo, más preferiblemente un polidimetilsiloxano no reactivo. El aceite de silicona aporta la ventaja de que el lubricante es químicamente inerte y muy estable y también compatible con el producto sensible a la humedad en el cartucho, en particular cuando este material de sellado es a base de silicona o en términos técnicamente más correctos a base de siloxanos. En una realización, el aceite de silicona se pulveriza o se nebuliza en el cartucho aún vacío. En otra realización, se deja gotear el lubricante en el émbolo a lo largo del recorrido para insertarse en el cartucho.

En una realización, el cartucho se lubrica previamente con una capa fina de cera como lubricante, preferiblemente una cera hidrocarbonada, más preferiblemente una cera hidrocarbonada saturada. La cera puede ser, por ejemplo, una cera de polietileno o una cera mineral obtenida a partir de las fracciones pesadas de la destilación del petróleo. La cera también puede ser un triglicérido. Preferiblemente, el lubricante se aplica en forma de dispersión o emulsión que contenga agua o disolvente. Se prefiere pulverizar esto entonces preferiblemente en la parte trasera del cartucho. Después de la aplicación el agua o el disolvente se evapora y la cera se queda sirviendo como lubricante cuando se inserte el kolb o émbolo en el cartucho.

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

Los autores han encontrado que con una hoja fina de plástico como elemento de sellado adicional se puede lograr un sellado mucho mejor para la presión de vacío en el recipiente de mezcla en comparación con las alternativas como solo un anillo de sellado de caucho o una válvula de cierre, según lo cual el riesgo se reduce de manera que, bajo la influencia de la presión de vacío en el recipiente de mezcla, el aire ambiental y por lo tanto también la humedad, pueden entrar por la boca de salida en el recipiente de mezcla y ocasionar un curado prematuro del contenido sensible a la humedad del recipiente de mezcla.

La boca de salida se cierra preferiblemente además de manera adicional con una tapa, preferiblemente una tapa roscada, según lo cual se sella la tapa preferiblemente de manera adicional mediante un anillo de sellado, preferiblemente un anillo de sellado de caucho.

Los autores han encontrado que con la hoja fina de plástico se evita convenientemente el contacto directo prolongado entre el anillo de sellado y el contenido del recipiente de mezcla, lo que reduce el riesgo de daño químico al anillo de sellado, así como simplifica la limpieza del anillo de sellado y de la tapa que sella la boca de salida.

En una realización, para eliminar el producto final mezclado y reaccionado del recipiente de mezcla, se elimina o se perfora la hoja fina de plástico que cierra la boca de salida. Preferiblemente, la perforación se realiza mediante una válvula adecuada con la que se conecta la boca de salida y por la que el recipiente de mezcla se conecta después con una instalación de llenado para el llenado y el envasado del contenido del recipiente de mezcla. Este rasgo aporta la ventaja de que la posibilidad de que el producto en el recipiente de mezcla entre en contacto con la humedad a través de la boca de salida y el periodo de tiempo durante el que este contacto sería posible pueden reducirse sustancialmente.

En una realización, la hoja fina de plástico consiste en un termoplástico y la hoja fina termoplástica se suelda por calor, como una membrana, sobre la boca de salida o preferiblemente sobre un trozo intermedio de plástico adicional que se monta sobre la boca de salida, preferiblemente enroscándose esta pieza intermedia en la boca de salida. Preferiblemente, la hoja fina se hace de polietileno (PE). Los autores han encontrado que una hoja fina soldada proporciona mejor sellado que las posibles alternativas, como el encolado o el uso de un sello de caucho adicional. La hoja fina soldada es también más simple y más económica debido a que no hay elementos adicionales necesarios para conseguir el sellado, incluso aunque la etapa de soldadura sea una etapa adicional en el procedimiento global.

Proporcionar la hoja fina de plástico en la pieza intermedia adicional aporta la ventaja de que el conjunto de la pieza intermedia con la hoja fina de plástico aplicada puede prepararse por separado y puede entonces fijarse rápida y fácilmente en la boca de salida, como por roscado, antes de que la tapa - con su anillo de sellado - se ponga en su sitio. La membrana ofrece la ventaja adicional de que incluso puede reemplazar posiblemente a la válvula de interrupción cierre durante la mezcla. El uso de válvulas implica el riesgo de que la válvula comprenda partes mecánicas que, por sí mismas o junto con otros componentes, no sean realmente herméticas.

En una realización, la presente invención proporciona un método, para la producción de una composición curable por humedad, usando el recipiente de mezcla para la producción del prepolímero por la reacción del polímero reactivo con el agente reticulante, según 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 mezcla se agita y el contenido del recipiente de mezcla cerrado se pone a presión de vacío, según lo cual la presión de vacío es a lo sumo 50 kPa (0.50 bar absoluto (bara)), preferiblemente a lo sumo 40 kPa (0.40 bara), más preferiblemente a lo sumo 30 kPa (0.30 bara), e incluso más preferiblemente a lo sumo 20 kPa (0.20 bara), preferiblemente a lo sumo 15 kPa (0.15 bara), más preferiblemente a lo sumo 10 kPa (0.10 bara), incluso más preferiblemente a lo sumo 5 kPa (0.05 bara), preferiblemente a lo sumo 3 kPa (0.03 bara), más preferiblemente a lo sumo 2 kPa (0.02 bara), e incluso más preferiblemente a lo sumo 1 kPa (0.01 bara).

Los autores han encontrado que poner el recipiente de mezcla cerrado a presión de vacío que es una manera rápida y conveniente de eliminar una porción grande del aire restante del recipiente de mezcla, con la humedad contenida en el mismo, de manera que esta cantidad de humedad no pueda reaccionar con el producto final que pueda haber quedado en el recipiente de mezcla después de la producción previa por lotes, según lo cual el producto final puede curarse y pueden formarse escamas no deseadas. La agitación del contenido del recipiente de mezcla durante el periodo que se encuentra a presión reducida asegura la homogeneización del contenido del recipiente de mezcla y también una reducción fácil de la humedad que aún pueda estar disuelta en el líquido dentro del recipiente de mezcla, debido a que la concentración de humedad disuelta puede quedar, de ese modo, sobre todo el contenido líquido restante en equilibrio con la baja presión de vapor de agua en la fase gaseosa por encima del nivel del líquido. Por esta razón, el efecto de este rasgo es más pronunciado cuando la presión de vacío se fija más baja, dentro de las capacidades del equipo. Preferiblemente, el equipo puede conseguir fácilmente la presión prescrita, pero no es necesario bajar más allá de por debajo de al menos 0.1 kPa (0.001 bara o 1 mbar absoluto), preferiblemente al menos 1 kPa (0.010 bara), más preferiblemente al menos 2.5 kPa (0.025 bara) e incluso más preferiblemente al menos 5 kPa (0.050 bara). Esto aporta la ventaja de que la instalación que tiene que proporcionar la presión de vapor puede requerir algunas etapas en serie y puede diseñarse, así, de una manera más simple.

Los autores prefieren, después del cierre del recipiente de mezcla, disminuir la presión de vacío tan pronto como sea prácticamente posible al valor prescrito. Por ejemplo, los autores prefieren conseguir una presión de vacío de a lo

sumo 40 kPa (0.40 bara) antes de 60 segundos después del cierre del recipiente de mezcla, preferiblemente antes de 45 segundos, más preferiblemente antes de los primeros 30 segundos.

Los autores prefieren alcanzar una presión de vacío de a lo sumo 20 kPa (0.20 bara) antes de un espacio de tiempo de 120 segundos, preferiblemente antes de 90 segundos, y más preferiblemente antes de 60 segundos. Los autores han encontrado que este método asegura de una manera suficiente y operable que haya tan poca humedad como sea posible y capaz de reaccionar con el producto final en el recipiente de mezcla que quede del lote previo de producción.

En una realización de la presente invención, el recipiente de mezcla se cierra por ensamblaje del recipiente de mezcla y la tapa, caracterizado por que en medio del recipiente de mezcla 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 a lo sumo 80, preferiblemente al menos 50. Los autores han encontrado que un anillo de sellado con estas características, cuando se use cuidadosamente, puede proporcionar un buen sellado y esto durante un largo periodo de tiempo, según lo cual el mismo anillo de sellado puede reutilizarse varias veces. Los autores también han encontrado que el riesgo de daño es menor durante la manipulación del anillo, tanto durante su uso como durante la limpieza entre dos usos.

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

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

En una realización de la presente invención, la tapa del recipiente de mezcla comprende una ventana de inspección y el recipiente de mezcla comprende una boca de salida que ha sido bloqueada temporalmente con una cubierta, comprendiendo el método la observación visual por la ventana de inspección de si suben burbujas de aire por el líquido y si las burbujas de aire se originan desde una cubierta para fugas en la boca de salida, caracterizada por que se arranca una funda elástica sobre la cubierta en la boca de salida y su conexión con la boca de salida, preferiblemente un guante de látex.

Los autores han encontrado que arrancar la funda elástica sobre la cubierta y sobre su conexión con la boca de salida puede llevarse a cabo de una manera bastante fácil y rápida y que este procedimiento es normalmente suficiente para detener la inclusión de aire ambiental en el recipiente de mezcla a través de la boca de salida. Esto evita un procedimiento más complejo en el que el recipiente de mezcla puede tener que reemplazarse, incluyendo la transferencia del contenido del recipiente de mezcla con su cubierta no bien sellada en la boca de salida, a un segundo recipiente de mezcla preferiblemente limpio y vacío. Este procedimiento más elaborado aumenta el riesgo de contacto con la humedad entre el residuo reactivo que puede estar presente en el recipiente de mezcla y por lo tanto la formación potencial de escamas no deseables. El procedimiento prescrito puede incorporarse como un procedimiento habitual como parte del procedimiento, pero también puede reservarse como una intervención para, en caso de que tenga lugar un problema cuando se obtenga el vacío fijado y deseado, según lo cual el valor deseado puede obtenerse de una manera más fácil sin otras medidas y más elaboradas.

En una realización de la presente invención, después de agitar a homogeneidad el líquido en el recipiente de mezcla, que contiene el polímero reactivo, y también después de desairear el recipiente de mezcla cerrado poniendo el recipiente a presión de vacío, el método comprende la adición en el recipiente de mezcla del agente reticulante para la reacción con los grupos terminales reactivos del polímero reactivo y formar de ese modo el prepolímero y posiblemente además de eso la adición de un extendedor al contenido del recipiente de mezcla, caracterizado por que el recipiente de mezcla antes y preferiblemente también durante la adición del agente reticulante se pone bajo sobrepresión, preferiblemente bajo una sobrepresión de al menos 10 kPa (0.1 barg), más preferiblemente de al menos 20 kPa (0.2 barg), incluso más preferiblemente una sobrepresión de al menos 30 kPa (0.3 barg).

Los autores han encontrado que poner el recipiente de mezcla, es decir, su contenido, bajo una sobrepresión antes, y preferiblemente también durante, la adición del agente reticulante, tiene la ventaja de que puede reducirse el riesgo de perder agente reticulante en la fase gaseosa, así como la cantidad de agente reticulante que puede perderse por la fase gaseosa. Esto significa que puede emplearse positivamente más de la cantidad añadida de agente reticulante y, por lo tanto, puede ser necesario que se añada menos exceso. Debido a que el agente reticulante es un agente reactivo, este rasgo también aporta la ventaja de que se pueden ocasionar menos problemas por el agente reticulante que termina en el sistema de escape.

En el caso de que se añada al menos uno de los ingredientes de la composición, por ejemplo, una carga, mediante transporte neumático, la sobrepresión se consigue preferiblemente por adición de al menos uno de los gases que se usan para el transporte neumático. Debería observarse que son adecuados una amplia variedad de gases en este contexto. Sin embargo, los autores prefieren usar gases no combustibles como nitrógeno o aire. Preferiblemente, los autores usan aire secado o seco para obtener esta sobrepresión, por las razones mencionadas en otra parte en este

documento.

El agente reticulante puede añadirse vertiendo una cantidad medida previamente del mismo a través de una tapadera de drenaje abierta o agujero de inspección en la tapa del recipiente de mezcla. En este caso, según la presente invención, el recipiente de mezcla se pone bajo una ligera sobrepresión que se encuentra por detrás de la presión atmosférica cuando la tapadera de drenaje o el agujero de inspección se abre para permitir la adición del agente reticulante. El recipiente de mezcla se cierra después de nuevo después de la adición del agente reticulante.

En una realización alternativa, el agente reticulante puede bombearse al recipiente de mezcla. En este caso, no se requiere abrir el recipiente de mezcla y según la presente invención el recipiente de mezcla se pone bajo una ligera sobrepresión, preferiblemente no solo antes, sino también durante la adición del agente reticulante.

Cuando se ha incorporado el agente reticulante en el resto del contenido de fluido del recipiente de mezcla y ha empezado la reacción, los autores prefieren instaurar una presión de vacío en el recipiente de mezcla cerrado durante la reacción del agente reticulante con el polímero reactivo. Esta presión de vacío es preferiblemente a lo sumo 50 kPa (0.50 bar absoluto) (bara), preferiblemente a lo sumo 40 kPa (0.40 bara), más preferiblemente a lo sumo 30 kPa (0.30 bara), incluso más preferiblemente a lo sumo 20 kPa (0.20 bara), preferiblemente a lo sumo 15 kPa (0.15 bara), más preferiblemente a lo sumo 10 kPa (0.10 bara), incluso más preferiblemente a lo sumo 5 kPa (0.05 bara), preferiblemente a lo sumo 3 kPa (0.03 bara), más preferiblemente a lo sumo 2 kPa (0.02 bara), e incluso más preferiblemente a lo sumo 1 kPa (0.01 bara). Por razones explicadas en otra parte de este documento, esta presión de vacío debería ser al menos 0.1 kPa (0.001 bara o 1 mbar absoluto), preferiblemente al menos 1 kPa (0.010 bara), más preferiblemente al menos 2.5 kPa (0.025 bara) e incluso más preferiblemente al menos 5 kPa (0.050 bara).

Los autores han encontrado que el agente reticulante es más valioso y más volátil que el polímero reactivo. Añadir el agente reticulante a un recipiente de mezcla que se pone bajo sobrepresión en vez de en un recipiente de mezcla que se pone a presión de vacío, reduce el riesgo de que el agente reticulante, o el extendedor si hay, especialmente si el último es muy volátil, termine en el sistema de vacío que proporciona el vacío temporal en el recipiente de mezcla, llegando a perderse y puede llevar a problemas en el sistema de vacío y en las tuberías que lo conducen. Otro problema que se evita es que el agente reticulante volátil, que termina en el líquido, a la presión de vacío se evaporaría de manera que el volumen de líquido puede aumentar de manera rápida y extensa y por el que el líquido puede terminar frente al interior de la tapa del recipiente de mezcla, líquido que entonces puede participar en menor extensión en la reacción para formar el prepolímero. Además, cualquier pérdida de agente reticulante de la composición representa una pérdida de vida útil para la composición. La presente invención, por lo tanto, también contribuye a conseguir o a mantener la vida útil deseada de la composición.

El método según la presente invención incluye que la presión de vacío en el recipiente de mezcla cerrado, que también se refiere a veces como «el vacío», se tiene que interrumpir mediante la admisión de gas en el recipiente de mezcla. En una realización de la presente invención, se admite aire secado en el recipiente de mezcla, teniendo preferiblemente el aire un punto de rocío de a lo sumo -40 °C, preferiblemente a lo sumo -45 °C, más preferiblemente un punto de rocío de a lo sumo -50 °C.

Los autores han encontrado que el uso de aire secado para devolver la presión en el recipiente de mezcla desde la presión de vacío durante la etapa más temprana del lote de producción a la ligera sobrepresión durante la adición del reticulante, tiene la ventaja de ser más seguro en comparación con otros gases que pudieran usarse para elevar la presión de nuevo en el recipiente de mezcla, sin introducir también humedad en el recipiente de mezcla, siendo lo último el problema con el método convencional de interrupción del vacío usando aire ambiental. La exposición de los operadores al aire secado implica menos riesgos de seguridad en comparación con otros gases como el nitrógeno o el gas natural debido a que el aire secado aún contiene suficiente oxígeno de manera que no hay riesgo de insuficiencia de oxígeno y también debido a que el aire secado en sí mismo no representa un riesgo de incendio.

Después de la adición del agente reticulante al polímero reactivo en el recipiente de mezcla, los autores prefieren dispersar por poco tiempo el reticulante en el contenido del recipiente de mezcla. Durante la dispersión, los autores prefieren mantener una ligera sobrepresión en el recipiente de mezcla dentro del intervalo de 5 kPa (0.05 barg) a 30 kPa (0.30 barg), preferiblemente de al menos 8 kPa (0.08 barg) o a lo sumo 20 kPa (0.20 barg), más preferiblemente de aproximadamente 10 kPa (0.10 barg). De esta manera, los autores evitan el riesgo de que una parte del agente reticulante se evapore y pueda no participar en la reacción. Después de esta dispersión, los autores preferiblemente mantienen un tiempo de reacción, según el cual más preferiblemente el recipiente de mezcla se pone de nuevo a vacío, preferiblemente a una presión de vacío como se describió anteriormente.

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

La limitación de la velocidad de rotación durante la reacción reduce el riesgo de salpicaduras de líquido. El líquido salpicado puede adherirse al interior de la tapa del recipiente de mezcla, según lo cual dicha porción del líquido no saldría del recipiente de mezcla cuando se vacía a través de la boca de salida. Como resultado, este líquido se pierde para el lote que está en producción. Además, este líquido permanecería en la tapa cuando se retire la tapa del

recipiente de mezcla con lo que el líquido puede reaccionar con la humedad y empezar el curado, lo que da lugar a la formación de escamas no deseables. Reducir la velocidad de rotación durante la reacción reduce así el riesgo de formación de escamas. Una ventaja adicional es que disminuyendo la velocidad de rotación también se reduce el riesgo de formación de escamas. Una ventaja adicional es que a través de la disminución de la velocidad de rotación se ahorra también energía. Una ventaja más es que se reduce el calentamiento del contenido del recipiente de mezcla, ocasionado por la acción de las fuerzas de cizallamiento del fluido.

En una realización de la presente invención, después de la mezcla del agente reticulante en el líquido del recipiente de mezcla y preferiblemente solo después de la dispersión del agente reticulante, el recipiente de mezcla se pone de nuevo bajo una presión de vacío, según lo cual la presión de vacío es preferiblemente a lo sumo 50 kPa (0.5 bar absoluto (bara)), más preferiblemente 30 kPa (0.3 bara), incluso más preferiblemente 20 kPa (0.2 bara).

Los autores han encontrado que esta reducción de la presión en el recipiente de mezcla, por extracción de gas de la fase gaseosa en el recipiente de mezcla, elimina incluso más humedad de la mezcla de reacción en el recipiente de mezcla. Esta humedad puede haber entrado a través de la tapadera de drenaje o a través de cualquier otra abertura en el recipiente de mezcla o en la tapa, una tapadera de drenaje que se proporciona normalmente en la tapa del recipiente de mezcla y que puede haberse abierto para permitir la adición del reticulante. Preferiblemente, el reticulador se añade como una cantidad de líquido que se mide primero con precisión y se añade después al contenido del recipiente de mezcla. Si, por lo tanto, el líquido debe ponerse en contacto con el aire ambiental, se trabaja de manera rápida preferiblemente para reducir la duración de esta exposición.

### Ejemplo

El siguiente ejemplo se desarrolla con más detalle para ilustrar la presente invención. En el ejemplo se describe la producción y el envasado de un material de sellado de silicona según la siguiente receta:

Tabla 1

| Ingrediente (partes en peso) | Detalle                    | Ej.   |
|------------------------------|----------------------------|-------|
| Polímero reactivo            | Polymer FD 80              | 60    |
| Plastificante                | Silopren W1000             | 12    |
| Extendedor                   | Exxsol D140                | 15    |
| Reticulador                  | ES23                       | 4     |
| Agente espesante             | Aerosil® 150               | 8     |
| Activador de la adhesión     | Haftvermittler DBS         | 1     |
| Catalizador                  | Diacetato de dibutilestano | 0.025 |

El ejemplo es para un material de sellado transparente con un reticulador a base de acetoxi.

Se obtuvo Polymer FD 80 de la compañía Wacker (DE). Se obtuvo Polymer FD 80 de la compañía Wacker (DE). Se obtuvo Polymer FD 80 con un peso molecular promedio de 70 318 g/mol. Se obtuvo Silopren® W1000 de la compañía Momentive Performance Chemicals. Se obtuvo Exxsol® D140 de la compañía ExxonMobil Chemical.

El reticulador ES23 fue etiltriacetoxisilano obtenido de la compañía Wacker, con un peso molecular de 234.28 g/mol.

El activador de la adhesión («Haftvermittler») DBS fue di-terc-butoxi-diacetoxisilano, que se obtuvo de la compañía Wacker.

AEROSIL® 150 fue una forma pirogénica de ácido silícico obtenida de la compañía Evonik.

El diacetato de dibutilestano se obtuvo de la compañía Momentive Performance Materials.

Ejemplo: Producción de un material de sellado de silicona a base de un reticulador que contiene acetoxi

Se instauró en un recipiente de mezcla cerrado una presión de vacío de aproximadamente 20 kPa (0.2 bara). El recipiente de mezcla estaba equipado con un sistema agitador de altura ajustable, según lo cual no se proporcionaron al agitador rascadores que alcanzaran una distancia de a lo sumo 2 mm de las paredes laterales del recipiente de mezcla y se proporcionaron además superficies adicionales para ocasionar más turbulencia en el volumen del

contenido líquido del recipiente de mezcla.

En un tanque intermedio con equipamiento de medición se añadió primero a un tanque de alimentación la cantidad prescrita de polímero reactivo. También se suministraron el plastificante, el extendedor y el reticulador de los tanques alimentación. Los tanques de alimentación se mantuvieron continuamente en una atmósfera de aire que tenía un punto de rocío de -50 °C.

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

Después de la reacción del reticulador con el polímero reactivo, se interrumpió el vacío, y se instauró una ligera sobrepresión de 5 kPa (0.05 barg), después de lo cual se añadió la cantidad prescrita de espesante y se dispersó en el líquido. El espesante se introdujo de manera neumática usando como portador un flujo de aire que tenía un punto de rocío de -50 °C.

Durante la dispersión del espesante, el contenido del recipiente de mezcla se puso de nuevo bajo una presión de vacío de aproximadamente 20 kPa (0.2 bara). Después de dispersar el espesante, se añadió y se mezcló el activador de adhesión y el catalizador. Después de la terminación del procedimiento de mezcla, se vació el recipiente de mezcla bombeando el contenido a un tanque intermedio y esto mientras se mantenía la presión de vacío. Durante el vaciado se usó el agitador para rascar limpiando sustancialmente las paredes internas y el fondo del recipiente de mezcla.

Después se puso el tanque intermedio bajo presión usando una placa de presión móvil que se había proporcionado en el mismo y se bombeó el contenido del tanque intermedio a la instalación de llenado usando una bomba de pistón. En este recorrido hasta la instalación de llenado donde se llena el envase comercial con la pasta, si se desea, la carga, más en particular en forma de lodo usando algo del plastificante como portador, el pigmento, y si se desea, también un fungicida, pueden inyectarse en línea y combinarse íntimamente usando un mezclador estático.

El recipiente de mezcla permaneció cerrado durante toda la operación, es decir, se mantuvo la tapa en el recipiente de mezcla y no se abrió la tapadera de drenaje o la abertura al aire ambiental, de manera que no pudiera entrar humedad en el recipiente de mezcla.

Después de vaciar el recipiente de mezcla, empezó inmediatamente el siguiente lote de producción transfiriéndose nuevas cantidades de ingredientes al recipiente de mezcla.

Se llenaron los cartuchos de plástico con el producto que se bloquearon poniendo un *kolb* o émbolo en el extremo abierto de los cartuchos después del llenado. El cartucho de plástico estaba en el lado interno donde el émbolo se ponía en contacto con el cartucho, prelubricado proporcionando una capa de una cera hidrocarbonada pesada, preferiblemente una cera mediante la que se hiciera por hidrogenación más estable frente a la influencia del oxígeno o de la radiación ultravioleta, preferiblemente una capa con un espesor de aproximadamente 0.10 mm. Esta cera puede haberse aplicado de cualquier manera conocida para un experto. 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 portador. Dicha emulsión puede ser incluso acuosa, según lo cual el agua se evapora fácilmente y ya no estorba o incluso ya no está presente en tal extensión que pueda afectar al contenido del cartucho.

Los autores han encontrado que los productos que se produjeron y envasaron según la presente invención, cuando se trataron normalmente, podían alcanzar una vida útil que permitía garantizar sobradamente una vida útil de 12 meses.

Habiéndose descrito ahora completamente esta invención, los expertos en la técnica apreciarán que la invención puede llevarse a cabo dentro de un amplio intervalo 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 en lotes de una composición curable por humedad, según el cual los grupos terminales reactivos de un polímero reactivo se hacen reaccionar con un agente reticulante para formar un prepolímero, según el cual el método se pone en práctica en modo por lotes y la producción del prepolímero ocurre en un recipiente de mezcla, caracterizado por que el polímero reactivo y el agente reticulante, así como los ingredientes adicionales necesarios para la etapa de producción en el recipiente de mezcla, se introducen en el recipiente de mezcla cerrado y reaccionan sin abertura del recipiente de mezcla y la mezcla tiene lugar sin abertura del recipiente de mezcla, y se elimina el producto del recipiente de mezcla sin abertura del recipiente de mezcla y el recipiente de mezcla también permanece cerrado entre los diferentes lotes de producción.
2. El método según la reivindicación 1, según el cual el recipiente de mezcla se cierra con una tapa y la tapa del recipiente de mezcla se proporciona con un sistema de agitación ajustable en altura de manera que, sin tener que abrir el recipiente de mezcla levantando la tapa, la altura del agitador puede ajustarse en relación con el nivel del líquido en el recipiente de mezcla.
3. El método según las reivindicaciones 1 o 2, según el cual el contenido del recipiente de mezcla se mantiene bajo una presión de vacío durante la adición del polímero reactivo y del agente reticulante, preferiblemente también durante la adición del plastificante o el extendedor, si es aplicable.
4. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, según el cual se introduce un espesante en el recipiente de mezcla y según el cual el recipiente de mezcla se mantiene bajo una presión aproximadamente atmosférica durante la adición del espesante y, si hay una presión de vacío en el recipiente de mezcla, esta presión de vacío se interrumpe antes de la adición del espesante.
5. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, según el cual el recipiente de mezcla se mantiene bajo una presión de vacío mientras se bombea el producto del recipiente de mezcla.
6. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, según el cual varios ingredientes diferentes se introducen simultáneamente en el recipiente de mezcla y esto después de que se ha activado el agitador.
7. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, según el cual el producto se bombea del recipiente de mezcla a un tanque intermedio antes de que se llene el envase final con el producto.
8. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, según el cual el polímero reactivo y el agente reticulante se mezclan previamente en el recorrido al recipiente de mezcla y reaccionan para formar un polímero con tapón terminal al menos parcialmente.
9. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, según el cual en el recipiente de mezcla se produce un producto intermedio sin carga.
10. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, según el cual para la reacción para formar el prepolímero se añade el agente reticulante en un exceso estequiométrico respecto a la cantidad de grupos terminales reactivos presentes en el polímero reactivo.
11. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, según el cual se hace reaccionar el polímero reactivo con el agente reticulante en el recipiente de mezcla y según lo cual, después de agitar hasta homogeneidad el líquido en el recipiente de mezcla, que contiene el polímero reactivo, y también después de la desaireación del recipiente de mezcla cerrado poniendo el contenido del recipiente a una presión de vacío, el método comprende la adición al recipiente de mezcla del agente reticulante para reacción con los grupos terminales reactivos del polímero reactivo y formar de ese modo el prepolímero y posiblemente además la adición de un extendedor al contenido del recipiente de mezcla, caracterizado por que el contenido del recipiente de mezcla antes de la adición del agente reticulante, y preferiblemente también durante dicha adición, se pone a una sobrepresión, preferiblemente a una sobrepresión de al menos 10 kPa (0.1 barg).
12. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, según el cual durante la reacción del agente reticulante con el polímero reactivo se emplea una presión de vacío, preferiblemente de a lo sumo 50 kPa (0.50 bar absoluto) (bara) y opcionalmente de al menos 0.1 kPa (0.001 bara o 1 mbar absoluto).
13. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, según el cual el recipiente de mezcla cerrado se pone al menos temporalmente a una presión de vacío, según el cual esta presión de vacío se interrumpe dejando gas en el recipiente de mezcla, preferiblemente aire seco, más preferiblemente aire con un punto de rocío de a lo sumo -40 °C, preferiblemente de a lo sumo -45 °C, más preferiblemente un punto de rocío de a lo sumo -50 °C.
14. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, según el cual el agente reticulante se añade al recipiente de mezcla, caracterizado por que el agente reticulante se dispersa en el contenido del recipiente de mezcla y durante la dispersión se mantiene una ligera sobrepresión en el recipiente de mezcla en el intervalo de 5 kPa (0.05 barg) a 30 kPa (0.30 barg).

15. El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, según el cual se llena el cartucho de plástico con el producto como envasado final y se cierra el cartucho después de llenado introduciendo en el extremo abierto del cartucho un émbolo, caracterizado por que en el lado interno del cartucho, al menos en la posición donde el émbolo se pone en contacto con el cartucho, se proporciona una capa de lubricante.