

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 837 673**

51 Int. Cl.:

B29C 48/00 (2009.01)

B29C 48/04 (2009.01)

C08J 3/205 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **17.12.2014 PCT/EP2014/078185**

87 Fecha y número de publicación internacional: **02.07.2015 WO15097031**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.12.2014 E 14812560 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.10.2020 EP 3086917**

54 Título: **Composición polimérica mediante extrusión continua de suspensión de carga**

30 Prioridad:

23.12.2013 EP 13199279

24.02.2014 US 201461943586 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
01.07.2021

73 Titular/es:

OMYA INTERNATIONAL AG (50.0%)

Baslerstrasse 42

4665 Oftringen, CH y

FRAUNHOFER-GESELLSCHAFT ZUR

FÖRDERUNG DER ANGEWANDTEN

FORSCHUNG E.V. (50.0%)

72 Inventor/es:

TINKL, MICHAEL;

BRUNNER, MARTIN;

BURKHALTER, RENÉ;

FORNERA, TAZIO;

SCHIROSI, GIUSEPPE;

PFAENDNER, RUDOLF;

BARTH, JAN;

DILLMANN, BERND y

DÖRR, HARALD

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 837 673 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

Composición polimérica mediante extrusión continua de suspensión de carga

La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción continua de una composición polimérica y al uso de dicha composición polimérica.

- 5 Las cargas, y en particular las cargas minerales, se utilizan a menudo en la fabricación de productos poliméricos producidos a partir de polímeros, como polietileno (PE), polipropileno (PP), poliuretano (PU) o cloruro de polivinilo (PVC) para, por ejemplo, reducir el consumo de materiales más costosos, mejorar las propiedades de los materiales o reducir la contracción térmica.

- 10 Los costes crecientes para la producción de productos poliméricos conducen al desarrollo de métodos más económicos para el suministro de composiciones poliméricas. Por ejemplo, una composición polimérica con alto contenido de carga, es decir, una mezcla maestra de polímero (a veces también designada como concentrado de polímero), puede extruirse junto con otro material polimérico para aumentar el contenido de carga del producto polimérico obtenido.

- 15 Las cargas se seleccionan frecuentemente entre materiales naturales o sintéticos, tales como minerales que contienen carbonato de calcio en general, creta, piedra caliza, mármol, dolomita, sulfato de bario, talco, caolín, arcilla, dióxido de titanio o mica.

En un procedimiento convencional para la producción de una composición polimérica, un material polimérico y una carga se mezclan habitualmente en una etapa de mezclado independiente antes de preparar la mezcla seca resultante, por ejemplo, mediante el uso de una extrusora.

- 20 En algunos casos, la carga también se puede incorporar a la matriz de polímero mediante el uso de un alimentador lateral de una extrusora que permite la incorporación de la carga en una matriz de polímero fundido. Sin embargo, en muchos casos es esencial realizar una mezcla previa para proporcionar una mezcla homogénea de la composición resultante.

En la técnica se han descrito previamente varios métodos para la producción de composiciones poliméricas.

- 25 Por ejemplo, el documento CH 415 041 A describe un procedimiento para la fabricación de polietileno o polipropileno pigmentado que comprende mezclar la poliolefina con una dispersión de pigmento líquida que contiene el pigmento en forma finamente dispersa y luego eliminar el líquido por secado, de modo que la poliolefina se mantiene en forma de polvo.

- 30 El documento US 6.239.196 B1 se refiere a un procedimiento para la preparación de una composición que ha de ser extruida y que comprende un polímero y una carga de partículas sólidas, que comprende una etapa de mezcla de la carga de partículas sólidas con partículas o gránulos del polímero por debajo del punto de fusión de dicho polímero.

- 35 Sin embargo, los métodos descritos en la técnica anterior implican la adición de carga a un material polimérico a una temperatura que está por debajo del punto de fusión de dicho material polimérico. Por regla general, estos métodos requieren secar la mezcla resultante antes de introducir la mezcla seca correspondiente en la extrusora. Además, los métodos de la técnica anterior a menudo también requieren una etapa de mezcla independiente y costosa aguas arriba del dispositivo de mezcla o extrusora y, por lo tanto, solo se pueden llevar a cabo de manera discontinua.

- 40 Liu *et al.* (Front. Chem. Eng. China 2008, 2, 115-122) describen un procedimiento de composición utilizando una suspensión acuosa de nano-CaCO₃ revestido para preparar compuestos poliméricos cargados con el 1,5% en peso de nano-CaCO₃, comprendiendo el procedimiento mezclar suspensiones de nanopartículas previamente dispersadas con polímeros fundidos en una extrusora, y a continuación eliminar el agua de la ventilación.

Por tanto, existe la necesidad de proporcionar un procedimiento que pueda reducir o evitar los anteriores inconvenientes económicos y técnicos. Dicho procedimiento debería ser, por ejemplo, un procedimiento de producción continuo.

- 45 Por tanto, un objeto de la presente invención consiste en proporcionar un procedimiento más económico para la producción de una composición polimérica. Otro objeto puede consistir en la provisión de un procedimiento que permita la producción continua de una composición polimérica.

Otro objeto más consiste en proporcionar un procedimiento para la producción de una composición polimérica mediante el cual se puedan evitar costosos procedimientos de secado y mezcla.

- 50 Uno o más de los anteriores y otros objetos se resuelven mediante la materia objeto de la presente memoria tal como se define en las reivindicaciones independientes.

Según un aspecto de la presente invención se proporciona un procedimiento para la producción continua de una composición polimérica, comprendiendo el procedimiento las etapas consistentes en:

(a) proporcionar una carga mineral que contenga carbonato de calcio sin revestimiento con un d_{50} en el intervalo de 0,1 a 10 μm determinado por Sedigraph 5100;

(b) proporcionar un material polimérico;

5 (c) formar una composición polimérica que comprenda la carga de la etapa (a) y el material polimérico de la etapa (b) mediante el uso de una extrusora;

caracterizado por que dicho procedimiento comprende la incorporación de dicha carga en dicho material polimérico, en donde dicho material polimérico se encuentra en estado al menos parcialmente fundido durante la incorporación de la carga, en donde dicha carga se incorpora como una suspensión que tiene un contenido de sólidos en el intervalo de un 10 a un 90% en peso, basado en el peso total de dicha suspensión de carga, en donde la suspensión de carga comprende dicha carga y al menos un líquido y el al menos un líquido de la suspensión de carga se vaporiza a través de una o más ventilaciones atmosféricas o de vacío durante etapa (c), y en donde el contenido de carga de la composición polimérica está en el intervalo de un 35 a un 90% en peso, basado en el peso total de dicha composición polimérica.

10 Según otro aspecto, la presente invención se refiere a la provisión de una composición polimérica obtenible mediante el procedimiento de la invención.

Según otro aspecto más, la presente invención se refiere a un producto polimérico que comprende dicha composición polimérica.

Según otro aspecto más, la presente invención se refiere al uso de dicha composición polimérica en la fabricación de productos poliméricos, en donde dichos productos poliméricos preferiblemente se seleccionan entre uno o más envases flexibles para aplicaciones industriales y de consumo, incluyendo material en rollos, bolsas, estuches, etiquetas, envoltorios, tapas, fundas retráctiles y películas extensibles; envases rígidos para aplicaciones industriales y de consumo, incluyendo botellas, vasos y recipientes de plástico; materiales de edificación y construcción, incluyendo tuberías y conductos, revestimientos y perfiles, aislamientos, sellos y juntas, geotextiles; materiales de agricultura y horticultura, incluyendo materiales de invernadero, películas de mantillo, túneles, ensilajes, envoltorios de balas, cajas y jaulas; aplicaciones de transporte y automoción, incluyendo piezas interiores, como paneles de instrumentos y puertas, consolas, pilares y asientos; partes exteriores, como salpicaderos de parachoques, guardabarros, puertas traseras, así como aplicaciones debajo del capó, incluyendo conductos de aire, colectores de admisión de aire, radiadores y mangueras de refrigeración; aplicaciones eléctricas y electrónicas, incluyendo reproductores de CD, sistemas de DVD, ordenadores personales y televisores, ordenadores portátiles, tabletas, teléfonos inteligentes, cocinas, refrigeradores y congeladores, lavadoras, lavavajillas, herramientas y equipos de oficina; aplicaciones médicas y sanitarias, incluyendo gorros desechables, batas, máscaras, uniformes médicos y cubrezapatos, paños, envolturas y paquetes, esponjas, vendajes y toallitas, ropa de cama, batas de control de contaminación, batas de examen, batas de laboratorio, batas de aislamiento, maquinaria médica de diagnóstico y dispositivos médicos; productos para el cuidado personal, incluyendo productos de higiene absorbentes (AHP, por sus siglas en inglés), pañales para bebés, productos de higiene femenina y productos para la incontinencia de adultos, toallitas, productos para el cuidado de la piel, tiras depilatorias; productos para el hogar y muebles, incluyendo materiales compuestos de madera, láminas decorativas, revestimientos para suelos, suelos, utensilios de cocina, limpiadores, artículos para el cuidado de mascotas, césped y jardín; juguetes, artículos deportivos y de ocio, incluyendo casas de muñecas, kits de construcción, vehículos de juego, dispositivos deportivos y de acondicionamiento físico, calzado, ropa y ropa deportiva, equipos de seguridad (cascos, rodilleras), equipos deportivos y maletines.

Otro aspecto más de la presente invención se refiere al uso de una carga mineral que contiene carbonato de calcio sin revestimiento que tiene un d_{50} en el intervalo de 0,1 a 10 μm determinado por Sedigraph 5100 en forma de una suspensión con un contenido de sólidos en el intervalo de un 10 a un 90% en peso, basado en el peso total de dicha suspensión de carga, para la producción de una composición polimérica mediante la incorporación, dentro de una extrusora, de dicha suspensión en un material polimérico que se encuentra en estado al menos parcialmente fundido, en donde la suspensión de carga comprende dicha carga y al menos un líquido y el al menos un líquido de la suspensión de carga se vaporiza a través de una o más ventilaciones atmosféricas o de vacío durante la incorporación de dicha suspensión en un material polimérico, y en donde el contenido de carga de la composición polimérica está en el intervalo de un 35 a un 90% en peso, basado en el peso total de dicha composición polimérica.

50 En las reivindicaciones subordinadas correspondientes se definen realizaciones ventajosas del procedimiento de la invención.

Según una realización del procedimiento de la invención, la suspensión de carga tiene un contenido de sólidos en el intervalo de un 15 a un 88,5% en peso y más preferiblemente de un 20 a un 78% en peso, basado en el peso total de dicha suspensión de carga.

55 Según otra realización más del procedimiento de la invención, la carga proporcionada en la etapa (a) se selecciona entre el grupo que consiste en creta, piedra caliza, mármol, dolomita o mezclas de los mismos.

- Según una realización preferida del procedimiento de la invención, la carga proporcionada en la etapa (a) es un carbonato de calcio molido (GCC, por sus siglas en inglés), un carbonato de calcio precipitado (PCC, por sus siglas en inglés), un carbonato de calcio modificado (MCC, por sus siglas en inglés) o una mezcla de los mismos.
- 5 Según otra realización preferida del procedimiento de la invención, el carbonato de calcio precipitado (PCC) se muele antes de incorporarlo al material polimérico.
- Según una realización del procedimiento de la invención, la carga proporcionada en la etapa (a) tiene un tamaño de partícula medio en peso d_{50} en el intervalo de 0,1 a 2,5 μm determinado por Sedigraph 5100.
- 10 Según otra realización del procedimiento de la invención, la carga proporcionada en la etapa (a) tiene un tamaño de partícula de corte superior d_{98} en el intervalo de 0,25 a 50 μm , preferiblemente de 0,35 a 30 μm y más preferiblemente de 0,4 a 15 μm , determinado por Sedigraph 5100.
- Según otra realización más del procedimiento de la invención, el material polimérico proporcionado en la etapa (b) comprende una resina termoplástica, en donde la resina termoplástica comprende preferiblemente una poliolefina.
- 15 Según una forma de realización preferida del procedimiento de la invención, la poliolefina se selecciona entre el grupo de homo- y/o copolímeros de polietileno, homo- y/o copolímeros de polipropileno, homo- y/o copolímeros de polibutileno o mezclas de los mismos.
- Según otra realización preferida del procedimiento de la invención, la extrusora es una extrusora de husillo doble, en donde los husillos son preferiblemente husillos que giran en el mismo sentido o que giran en sentidos opuestos, y más preferiblemente son husillos que giran en el mismo sentido.
- 20 Según una realización de la presente invención, la composición polimérica obtenible mediante el procedimiento de la invención tiene un contenido de agua que es igual o menor que un 2% en peso, preferiblemente igual o menor que un 1% en peso y más preferiblemente igual menor que un 0,5% en peso, basado en el peso total de dicha composición polimérica.
- Según una realización de la presente invención, la composición polimérica obtenible mediante el procedimiento de la invención se utiliza en la fabricación de productos poliméricos, en donde dichos productos poliméricos comprenden preferiblemente artículos poliolefínicos, tales como fibras tejidas, fibras no tejidas, perfiles, cables, películas, o productos moldeados.
- 25 Según una realización del uso de una carga en forma de una suspensión, la suspensión tiene un contenido de sólidos en el intervalo de un 15 a un 88,5% en peso y preferiblemente de un 20 a un 78% en peso, basado en el peso total de dicho suspensión.
- 30 Según otra realización más de dicho uso, la carga se selecciona entre el grupo que consiste en creta, piedra caliza, mármol, dolomita o mezclas de los mismos.
- Según otra realización más de dicho uso, la carga consiste en un carbonato de calcio molido (GCC), un carbonato de calcio precipitado (PCC), un carbonato de calcio modificado (MCC) o una mezcla de los mismos.
- 35 Según una realización de dicho uso, el carbonato de calcio precipitado (PCC) se muele antes de incorporarlo al material polimérico.
- Según otra realización de dicho uso, la carga tiene un tamaño de partícula medio en peso d_{50} en el intervalo de 0,1 a 2,5 μm .
- Según otra realización más de dicho uso, la carga tiene un tamaño de partícula de corte superior d_{98} en el intervalo de 0,25 a 50 μm , preferiblemente de 0,35 a 30 μm y más preferiblemente de 0,4 a 15 μm .
- 40 Según otra realización de dicho uso, el material polimérico comprende una resina termoplástica, en donde la resina termoplástica comprende preferiblemente una poliolefina.
- En algunas realizaciones de dicho uso, la poliolefina se selecciona entre el grupo de homo- y/o copolímeros de polietileno, homo- y/o copolímeros de polipropileno, homo- y/o copolímeros de polibutileno, o mezclas de los mismos.
- 45 Según otra realización de dicho uso, la extrusora es una extrusora de husillo doble, en donde los husillos son preferiblemente husillos que giran en el mismo sentido o que giran en sentidos opuestos, y más preferiblemente son husillos que giran en el mismo sentido.
- Debe entenderse que, para los propósitos de la presente invención, los siguientes términos tienen los siguientes significados:
- 50 El concepto "composición polimérica" se refiere a un material compuesto que comprende al menos un aditivo (por ejemplo, al menos una carga) y al menos un material polimérico que puede usarse en la producción de un producto

- polimérico. Una composición polimérica que tiene un contenido de carga relativamente alto (por ejemplo, de un 35 a un 90% en peso, basado en el peso total de la composición polimérica), también designada como "mezcla maestra de polímero", puede añadirse a un polímero sin carga o con poca carga durante el procesamiento para lograr mayores contenidos de carga. Sin embargo, una composición polimérica que tiene un contenido de carga relativamente bajo (por ejemplo, de un 0,5 a un 45% en peso, basado en el peso total de la composición polimérica), también designado como "compuesto polimérico", también se puede utilizar directamente en la producción de un producto polimérico. Por consiguiente, el concepto "composición polimérica", tal como se usa en la presente memoria, comprende tanto mezclas maestras poliméricas como compuestos poliméricos.
- El término "carga", en el sentido de la presente invención, se refiere a sustancias que se pueden añadir a materiales, tales como polímeros, elastómeros, pinturas o adhesivos, por ejemplo para reducir el consumo de materiales más caros o para mejorar las propiedades de material o mecánicas de los productos resultantes. El experto en la materia conoce muy bien las cargas minerales típicas utilizadas en el campo respectivo.
- El término "mineral", tal como se usa en la presente memoria, abarca material abiogénico y sólido con una estructura atómica ordenada.
- El término "suspensión", en el sentido de la presente invención, se refiere a una suspensión que comprende al menos un sólido insoluble y al menos un líquido, por ejemplo agua. Opcionalmente, dicha suspensión puede comprender otros aditivos. Las suspensiones contienen normalmente grandes cantidades de sólidos y son más viscosas y generalmente de mayor densidad que el líquido a partir del cual están formadas. En la técnica se acepta que el término general "dispersión" cubre, entre otras cosas, las "suspensiones" como un tipo específico de dispersión.
- Un "material polimérico", tal como se usa en la presente memoria, comprende homopolímeros, copolímeros, tales como, por ejemplo, copolímeros de bloque, injerto, aleatorios y alternos, copolímeros heterofásicos y copolímeros heterofásicos aleatorios, así como combinaciones poliméricas, modificaciones, o mezclas de los mismos. El concepto material polimérico, tal como se usa en la presente memoria, también puede comprender materiales poliméricos reciclados. El contenido de polímeros reciclados en el material polimérico puede estar en el intervalo de un 0,01 a un 100% en peso.
- La "extrusora" según la presente invención puede ser cualquier dispositivo que sea adecuado para combinar uno o más polímeros con uno o más aditivos, por ejemplo con una carga mineral.
- "Carbonato de calcio molido" (GCC), en el sentido de la presente invención, es un carbonato de calcio obtenido de fuentes naturales, como piedra caliza, mármol, calcita o creta, y procesado mediante un tratamiento húmedo y/o seco, como molienda, cribado y/o fraccionamiento, por ejemplo, mediante un ciclón o clasificador.
- "Carbonato de calcio precipitado" (PCC), en el sentido de la presente invención, es un material sintetizado, generalmente obtenido por precipitación después de una reacción de dióxido de carbono e hidróxido de calcio (cal hidratada) en un entorno acuoso o por precipitación de una fuente de calcio y una fuente de carbonato en agua. Además, el carbonato de calcio precipitado también puede ser el producto de la introducción de sales de calcio y carbonato, cloruro de calcio y carbonato de sodio, por ejemplo, en un entorno acuoso. El PCC puede ser vaterita, calcita o aragonita. Por ejemplo, en los documentos EP 2 447 213 A1, EP 2 524 898 A1, EP 2 371 766 A1, o en solicitud de patente europea no publicada n.º 12 164 041.1, se describen PCC.
- El "carbonato de calcio modificado" (MCC), en el sentido de la presente invención, puede presentar un carbonato de calcio natural triturado o precipitado con una modificación de la estructura interna o un producto de reacción superficial del mismo, por ejemplo un carbonato de calcio sometido a reacción superficial tal como se describe en los documentos US 6,666,953, EP 2 264 109 A1 y EP 2 264 108 A1.
- El término "revestido", en el sentido de la presente invención, se refiere a cualquier revestimiento de una carga mineral, por ejemplo, con ácidos grasos, tensioactivos, siloxanos, polímeros o mezclas de los mismos, preferiblemente para hidrofobizar la superficie de dicha carga mineral. En consecuencia, el concepto "sin revestimiento" se refiere a la ausencia de dichas capas superficiales hidrófobas.
- A lo largo del presente documento, el "tamaño de partícula" del material de carga se describe mediante su distribución de tamaños de partícula. El valor d_x representa el diámetro con respecto al cual un x% en peso de las partículas tienen diámetros menores que d_x . Esto significa que el valor d_{20} es el tamaño de partícula en el que un 20% en peso de todas las partículas son más pequeñas, y el valor d_{98} es el tamaño de partícula en el que un 98% en peso de todas las partículas son más pequeñas. El valor d_{98} también se designa como "corte superior". Por tanto, el valor d_{50} es el tamaño de partícula medio en peso, es decir, un 50% en peso de todas las partículas son más grandes o más pequeñas que este tamaño de partícula. Para el propósito de la presente invención, el tamaño de partícula se especifica como tamaño medio de partícula en peso d_{50} a menos que se indique otra cosa. Para determinar el tamaño medio de partícula en peso d_{50} valor o el tamaño de partícula de corte superior d_{98} se puede utilizar un dispositivo Sedigraph 5100 o 5120 de la empresa Micromeritics, EE. UU.
- Según la presente invención, el procedimiento para la producción continua de una composición polimérica comprende las etapas consistentes en:

(a) proporcionar una carga mineral que contenga carbonato de calcio sin revestimiento con un d_{50} en el intervalo de 0,1 a 10 μm determinado por Sedigraph 5100;

(b) proporcionar un material polimérico;

5 (c) formar una composición polimérica que comprenda la carga de la etapa (a) y el material polimérico de la etapa (b) mediante el uso de una extrusora;

caracterizado por que dicho procedimiento comprende la incorporación de dicha carga en dicho material polimérico, en donde dicho material polimérico se encuentra en estado al menos parcialmente fundido durante la incorporación de la carga, en donde dicha carga se incorpora como una suspensión que tiene un contenido de sólidos en el intervalo de un 10 a un 90% en peso, basado en el peso total de dicha suspensión de carga, en donde la suspensión de carga comprende dicha carga y al menos un líquido, y el al menos un líquido de la suspensión de carga se vaporiza a través de una o más ventilaciones atmosféricas o de vacío durante la etapa (c), y en donde el contenido de carga de la composición polimérica está en el intervalo de un 35 a un 90% en peso, basado en el peso total de dicha composición polimérica.

15 Los inventores descubrieron sorprendentemente que la carga proporcionada en la etapa (a) del procedimiento de la invención se puede incorporar como una suspensión, es decir, como una mezcla de carga sólida y un líquido, normalmente agua. Para este propósito, la suspensión de carga se inyecta adecuadamente directamente en la zona de inyección de una extrusora. En la zona de inyección de la extrusora, el polímero proporcionado en la etapa (b) se encuentra en un estado al menos parcialmente fundido, lo que permite una mezcla suficiente de la suspensión de carga inyectada con el polímero fundido. Después de mezclar, se permite que cualquier líquido (por ejemplo, agua) se vaporice a través de una o más ventilaciones atmosféricas o de vacío según el procedimiento de la invención. La composición polimérica que se puede obtener mediante el procedimiento de la invención tiene excelentes propiedades de material, tales como una muy buena dispersión de la carga en la matriz polimérica, y puede estar libre o esencialmente libre de agua.

20 A continuación se expondrán con más detalle realizaciones preferidas del procedimiento de la invención para la producción continua de una composición polimérica.

Debe entenderse que estos detalles técnicos y realizaciones también se aplican a la composición polimérica, a productos poliméricos que comprenden la composición polimérica, al uso de dicha composición polimérica y al uso de una carga en forma de una suspensión en un procedimiento para la producción de dichas composiciones poliméricas.

Caracterización de la etapa (a):

30 Según la etapa (a) del procedimiento de la invención para la producción continua de una composición polimérica, se proporciona una carga.

Una carga en el sentido de la presente invención se puede añadir a materiales, tales como papel, polímeros, caucho, pinturas o adhesivos, por ejemplo para reducir el consumo de materiales más caros o para mejorar las propiedades materiales o mecánicas de los productos resultantes.

35 Según el procedimiento de la invención, la carga proporcionada en la etapa (a) es una carga mineral que contiene carbonato de calcio sin revestimiento, y puede seleccionarse entre el grupo que consiste en creta, piedra caliza, mármol, dolomita o mezclas de los mismos.

40 Según una realización particularmente preferida del procedimiento de la invención, la carga proporcionada en la etapa (a) es un carbonato de calcio molido (GCC), un carbonato de calcio precipitado (PCC), un carbonato de calcio modificado (MCC) o una mezcla de los mismos.

El carbonato de calcio molido (GCC), en el sentido de la presente invención, es un carbonato de calcio obtenido de fuentes naturales que puede ser procesado, por ejemplo, mediante molienda, cribado y/o fraccionamiento por vía húmeda y/o seca, por ejemplo mediante un ciclón o clasificador. Preferiblemente, la fuente de carbonato de calcio natural se selecciona entre el grupo que consiste en creta, piedra caliza, mármol, dolomita o mezclas de los mismos.

45 Se sabe que el carbonato de calcio natural o molido existe como tres tipos de polimorfos cristalinos: calcita, aragonita y vaterita. La calcita, el polimorfo cristalino más común, se considera la forma cristalina más estable de carbonato de calcio. Menos común es la aragonita, que tiene una estructura cristalina ortorrómbica de aguja discreta o agrupada. La vaterita es el polimorfo de carbonato de calcio más raro y generalmente es inestable.

50 El término GCC comprende igualmente GCC que tiene un tamaño de partícula en el intervalo nanométrico, que también se designa como GCC ultrafino o nano-GCC.

El carbonato de calcio precipitado (PCC), en el sentido de la presente invención, es un material sintetizado, generalmente obtenido por precipitación después de una reacción de dióxido de carbono e hidróxido de calcio (cal hidratada) en un entorno acuoso, o por precipitación de una fuente de calcio y una fuente de carbonato en agua.

Además, el carbonato de calcio precipitado también puede ser el producto de la introducción de sales de calcio y carbonato, cloruro de calcio y carbonato de sodio, por ejemplo, en un entorno acuoso.

La síntesis de carbonato de calcio precipitado (PCC) ocurre más comúnmente mediante una reacción de precipitación sintética que incluye una etapa consistente en poner en contacto dióxido de carbono con una solución de hidróxido de calcio, proporcionándose este último con mayor frecuencia en forma de una suspensión acuosa de óxido de calcio, también conocido como cal viva, y cuya suspensión se conoce comúnmente como lechada de cal. Dependiendo de las condiciones de reacción, este PCC puede aparecer en varias formas, incluyendo tanto polimorfos estables como inestables. De hecho, el PCC a menudo representa un material de carbonato de calcio termodinámicamente inestable. Cuando se menciona en el contexto de la presente invención, se entenderá que PCC significa productos sintéticos de carbonato de calcio obtenidos preferiblemente mediante carbonatación de una suspensión de hidróxido de calcio, comúnmente designada en la técnica como una suspensión de cal o lechada de cal cuando se deriva de partículas de óxido de calcio finamente divididas en agua. El carbonato de calcio sintético preferido es carbonato de calcio precipitado que comprende formas cristalinas mineralógicas aragoníticas, vateríticas o calcíticas, o mezclas de las mismas.

El término PCC también comprende PCC que tiene un tamaño de partícula en el intervalo nanométrico, que también se designa como PCC ultrafino o nano-PCC.

El carbonato de calcio precipitado (PCC) se puede triturar antes de incorporarlo al material polimérico mediante cualquier método conocido en la técnica. Preferiblemente, el carbonato de calcio precipitado (PCC) se puede moler antes de incorporarlo al material polimérico, por ejemplo por molienda en seco y/o en húmedo.

El carbonato de calcio modificado (MCC), en el sentido de la presente invención, puede presentar un carbonato de calcio natural molido o precipitado con una modificación de la estructura interna o un producto de reacción superficial, es decir, carbonato de calcio sometido a reacción superficial.

La carga según la presente invención tiene un tamaño de partícula medio en peso d_{50} en el intervalo de 0,1 μm a 10 μm .

Según una realización preferida del procedimiento de la invención, la carga proporcionada en la etapa (a) tiene un tamaño de partícula medio en peso d_{50} en el intervalo de 0,1 a 2,5 μm .

También se puede usar nano-PCC como carga en el procedimiento incluso con tamaños de carga relativamente grandes sin enfrentarse a los problemas que ocurren típicamente con la incorporación de grandes cantidades de dichas nanocargas y sin enfrentarse a propiedades mecánicas relativamente pobres de la composición polimérica que se puede obtener en procedimientos de la técnica anterior.

En general, si se utiliza nano-PCC como la carga proporcionada en la etapa (a), esto se refiere a PCC que tiene un tamaño de partícula medio en peso d_{50} en el intervalo de aproximadamente 0,001 a aproximadamente 0,07 μm , mientras que PCC ultrafino se refiere a PCC que tiene un tamaño de partícula medio en peso d_{50} en el intervalo de aproximadamente 0,07 a aproximadamente 1 μm . Según una realización preferida, la carga proporcionada en la etapa (a) del procedimiento es un nano-PCC, que preferiblemente tiene un tamaño de partícula medio en peso d_{50} en el intervalo de 0,001 a 0,07 μm , más preferiblemente de 0,002 a 0,06 μm y lo más preferiblemente en el intervalo de 0,005 a 0,05 μm .

La carga según la presente invención puede tener un tamaño de partícula de corte superior d_{98} en el intervalo de 0,5 μm a 200 μm .

Según una realización preferida del procedimiento de la invención, la carga proporcionada en la etapa (a) tiene un tamaño de partícula de corte superior d_{98} en el intervalo de 0,25 a 50 μm , preferiblemente de 0,35 a 30 μm y más preferiblemente de 0,4 a 15 μm .

Según el procedimiento de la invención, la carga proporcionada en la etapa (a) comprende una carga mineral que contiene carbonato de calcio sin revestimiento.

Según una realización preferida del procedimiento de la invención, la carga proporcionada en la etapa (a) comprende un carbonato de calcio molido sin revestimiento (GCC), un carbonato de calcio precipitado sin revestimiento (PCC), un carbonato de calcio modificado sin revestimiento (MCC), o mezclas de los mismos.

Según otra realización preferida más del procedimiento de la invención, la carga proporcionada en la etapa (a) es un carbonato de calcio molido (GCC), un carbonato de calcio precipitado (PCC), un carbonato de calcio modificado (MCC), o una mezcla de los mismos.

Según otra realización preferida más del procedimiento de la invención, la carga proporcionada en la etapa (a) es un carbonato de calcio molido sin revestimiento (GCC), un carbonato de calcio precipitado sin revestimiento (PCC), un carbonato de calcio modificado sin revestimiento (MCC), o una mezcla de los mismos.

La carga proporcionada en la etapa (a) de la presente invención puede comprender opcionalmente uno o más aditivos que son bien conocidos por el experto.

Caracterización de la etapa (b):

5 Según la etapa (b) del procedimiento de la invención para la producción continua de una composición polimérica, se proporciona un material polimérico.

10 Un material polimérico como se usa en esta solicitud comprende homopolímeros, copolímeros, tales como, por ejemplo, copolímeros de bloque, injerto, aleatorios y alternos, copolímeros heterofásicos y copolímeros heterofásicos aleatorios, así como combinaciones poliméricas, modificaciones, o mezclas de los mismos. El concepto material polimérico, tal como se usa en la presente memoria, también puede comprender materiales poliméricos reciclados. El contenido de polímeros reciclados en el material polimérico puede estar en el intervalo de un 0,01 a un 100% en peso.

El material polimérico proporcionado en la etapa (b) puede ser un material polimérico puro o virgen o puede comprender ya una carga seleccionada entre las realizaciones definidas anteriormente para la etapa (a) antes de la formación de la composición polimérica. No obstante, se puede utilizar cualquier otro material de carga adecuado.

15 Según una realización, el material de carga mineral presente en el material polimérico proporcionado en la etapa (b) es idéntico al material de carga mineral proporcionado en la etapa (a).

Según otra realización, la carga presente en el material polimérico proporcionado en la etapa (b) es diferente del material de carga mineral proporcionado en la etapa (a).

El material polimérico proporcionado en la etapa (b) de la presente invención puede comprender opcionalmente uno o más aditivos que son bien conocidos por el experto.

20 Dichos aditivos comprenden, pero no se limitan a, absorbentes de UV, estabilizadores de luz, estabilizadores de procesamiento, antioxidantes, estabilizadores de calor, agentes de nucleación, desactivadores de metales, modificadores de impacto, plastificantes, lubricantes, modificadores de reología, adyuvantes de procesamiento, pigmentos, colorantes, abrillantadores ópticos, antimicrobianos, agentes antiestáticos, agentes deslizantes, agentes antibloqueo, agentes de acoplamiento, dispersantes, compatibilizadores, captadores de oxígeno, captadores de ácidos, marcadores, agentes antivaho, modificadores de superficie, retardadores de llama, agentes espumantes, supresores de humo, agentes de refuerzo tales como fibras de vidrio, fibras de carbono y/o burbujas de vidrio, o mezclas de los aditivos anteriores.

30 Preferiblemente, los aditivos se seleccionan entre la clase de captadores de ácido basados en sales de ácidos carboxílicos de cadena larga, tales como estearato de calcio, estearato de magnesio, estearato de zinc y lactato de calcio, o pueden ser hidrotalcita, de la clase de estabilizadores basados en antioxidantes fenólicos, benzofuranonas, hidroxilaminas, nitronas, tiosinergistas y fosfitos/fosfonitos, de la clase de estabilizadores de luz a base de aminas impedidas (HALS), de la clase de desactivadores de metales, de la clase de agentes dispersantes, agentes de acoplamiento o compatibilizadores, o un mezcla de cualesquiera de los aditivos anteriores.

35 Los antioxidantes fenólicos adecuados son, por ejemplo: octadecil-3-(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxifenil)propanonato, pentaeritritol-tetraquis[3-(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxifenil)propanoato, tris(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxifenil)isocianurato, 1,3,5-trimetil-2,4,6-tris(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxibencil)benzeno, trietilenglicol-bis[3-(3-*terc*-butil-4-hidroxil-5-metilfenil)propanoato, N,N'-hexano-1,6-diil-bis[3-(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxifenil)propanamida.

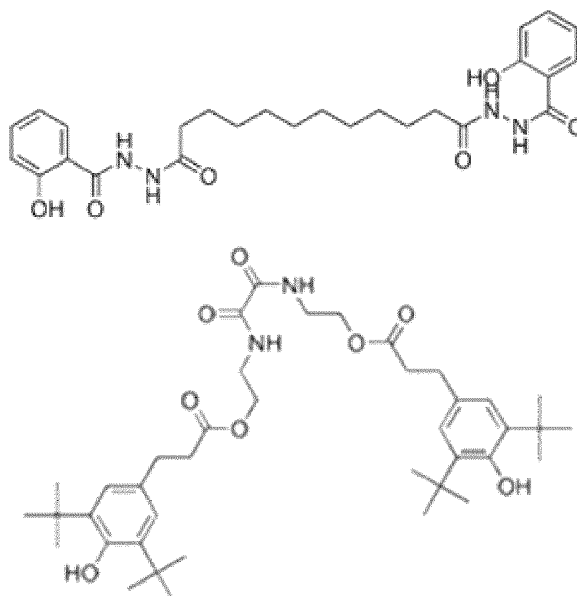
Los fosfitos/fosfonitos adecuados son, por ejemplo: tris-(2,4-di-*terc*-butilfenil)fosfito, 3,9-bis(2,4-di-*terc*-butilfenoxi)-2,4,8,10-tetraoxa-3,9-di-fosfaspiro[5.5]undeceno, tetrakis(2,4-di-*terc*-butilfenil)[1,1-bifenil]-4,4'-diilbisfosfonito.

40 Las aminas con impedimento estérico adecuadas son, por ejemplo: 1,1-bis(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)sebacato, bis(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)succinato, bis(1,2,2,6,6-pentametil-4-piperidil)sebacato, bis(1-octiloxi-2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)sebacato, bis(1,2,2,6,6-pentametil-4-piperidil)-*n*-butil-3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxibencilmalonato, el producto de condensación de 1-(2-hidroxietil)-2,2,6,6-tetrametil-4-hidroxipiperidina y ácido succínico, productos de condensación lineal o cíclica de N,N'-bis(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)hexametilendiamina y 4-*terc*-octilamino-2,6-dicloro-1,3,5-triazina, tris(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)-nitrilotriacetato, tetrakis(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)-1,2,3,4-butanotetracarboxilato, 1,1'-(1,2-etanodiil)-bis(3,3,5,5-tetrametilpiperazinona), 4-benzoil-2,2,6,6-tetrametilpiperidina, 4-esteariloxi-2,2,6,6-tetrametilpiperidina, productos de condensación lineal o cíclica de N,N'-bis(2,2,6,6-tetrametil-4-piperidil)hexametilendiamina y 4-morfolino-2,6-dicloro-1,3,5-triazina, el producto de reacción de 7,7,9,9-tetrametil-2-cicoundecil-1-oxa-3,8-diaza-4-oxospiro[4.5]deceno y epiclorhidrina.

50 Los dispersantes adecuados son, por ejemplo: poliacrilatos, tales como copolímeros con cadenas laterales largas, y copolímeros de bloques de poliacrilato; alquilamidas, tales como N,N'-1,2-etanodiilbisoctadecanoamida; ésteres de sorbitán, tales como éster de monoestearilsorbitán; titanatos y circonatos; copolímeros reactivos, tales como copolímero de polipropileno-ácido acrílico; copolímero de polipropileno-anhídrido maleico; copolímero de polietilenglicildimetacrilato; copolímero alternativo de poliestirol-anhídrido maleico-polisiloxano, tal como copolímero de

dimetilsilanodiol-óxido de etileno; copolímero de polifenilsiloxano; copolímeros anfifílicos, tales como copolímero de bloques de polietileno-óxido de polietileno; y dendrímeros, tales como dendrímeros que contienen hidroxilo.

Un desactivador de metales adecuado puede ser, por ejemplo, N,N'-bis(3,5-di-*terc*-butil-4-hidroxifenilpropionil)hidrazina. Según otra realización, el desactivador de metales se puede seleccionar entre una o más de las siguientes estructuras:



Según una realización del procedimiento de la invención, el material polimérico proporcionado en la etapa (b) comprende una resina termoplástica, en donde la resina termoplástica comprende preferiblemente una poliolefina.

10 Dichas resinas termoplásticas adecuadas para la presente invención pueden comprender sin limitarse a:

15 a) Polímeros de olefinas y diolefinas, por ejemplo, polietilenos (LDPE, LLDPE, VLDPE, ULDPE, MDPE, HDPE, UHMWPE), polipropileno, poliisobutileno, poli-4-metil-penteno-1, polibutadieno, poliisopreno, policicloocteno, también copolímeros aleatorios o de bloques, tales como copolímeros de etileno/but-1-eno, copolímeros de etileno-hexeno, copolímeros de etileno-metilpenteno, copolímeros de etileno-octeno, polipropileno-polietileno (EP), EPM, EPDM, etileno-acetato de vinilo (EVA) y copolímeros de etileno-éster acrílico.

20 b) Poliestireno, polimetilestireno, copolímeros de estireno-butadieno (SB), estireno-butadieno-estireno (SBS) y su polímero hidrogenado (SEBS), estireno-isopreno, estireno-isopreno-estireno (SIS), estireno-butadieno-acrilnitrilo (ABS), estireno-acrilnitrilo-acrilato (ASA), estireno-anhídrido maleico y polímeros injertados, por ejemplo, butadieno injertado con estireno, SBS injertado con anhídrido maleico, o polímeros injertados de metacrilato de metilo, estireno-butadieno y ABS (MABS).

c) Polímeros que contienen halógenos tales como cloruro de polivinilo, policloropreno, cloruro de polivinilideno, polietileno clorado o politetrafluoroetileno.

d) Polímeros de ésteres insaturados tales como poliacrilatos o polimetacrilatos, por ejemplo, polimetilmetacrilato, poliacrilonitrilo, poliacrilamida, polibutilacrilato.

25 e) Polímeros derivados de alcoholes insaturados tales como alcohol polivinílico, acetato de polivinilo o polivinilbutiral (PVB).

f) Poliacetales, por ejemplo, polioximetileno y sus copolímeros.

g) Óxido de polifenileno así como mezclas de poliestireno o poliamida del mismo.

h) Poliuretanos (PU), en particular poliuretanos lineales (TPU).

30 i) Poliamidas (PA), como PA-6, PA-6.6, PA-6.10, PA-4.6, PA-4.10, PA-6.12, PA-12.12, PA-11, PA-12, así como poliamidas parcialmente aromáticas (por ejemplo, poliftalamidas).

j) Poliimidas, poliamidimidas, polieterimidas, policetonas, polisulfonas, polietersulfonas y polifenilensulfuros.

k) Tereftalato de polietileno (PET), tereftalato de polibutileno (PBT), tereftalato de polipropileno, naftilato de polietileno.

l) Policarbonatos.

m) Derivados de celulosa, como nitrato de celulosa, acetato de celulosa o propionato de celulosa.

5 n) Polímeros de base biológica parcial o total derivados de fuentes de biomasa renovable, como grasas y aceites vegetales, almidón de maíz, almidón de guisante o microbiota, biopoliésteres alifáticos, como polihidroxialcanoatos (PHA), polihidroxitirato (PHB), polihidroxitirato (PHV), polihidroxihexanoato (PHH), o poliésteres como el ácido poliláctico (PLA).

10 o) Combinaciones, mezclas, aleaciones y combinaciones que comprenden al menos uno de los polímeros anteriores.

Según una realización, la poliolefina se selecciona entre el grupo de homo- y/o copolímeros de polietileno, homo- y/o copolímeros de polipropileno, homo- y/o copolímeros de polibutileno, o mezclas de los mismos.

Según otra realización del procedimiento de la invención, la poliolefina comprende un polietileno, un polipropileno, un polibutileno, o mezclas de los mismos.

15 Según otra realización preferida del procedimiento de la invención, el material polimérico proporcionado en la etapa (b) se selecciona entre el grupo que consiste en polietilenos, polipropilenos, polibutilenos, o mezclas de los mismos, en donde el material polimérico es preferiblemente un polietileno.

Según una realización particularmente preferida, el polímero proporcionado en la etapa (b) comprende un polietileno de baja densidad (LDPE) y/o un polietileno lineal de baja densidad (LLDPE).

20 Según otra realización particularmente preferida, el polímero proporcionado en la etapa (b) es un polietileno de baja densidad (LDPE) y/o un polietileno lineal de baja densidad (LLDPE).

Según otra realización particularmente preferida, el polímero proporcionado en la etapa (b) es LDPE con una densidad que oscila entre 0,910 y 0,940 g/cm³, LLDPE con una densidad que oscila entre 0,915 y 0,925 g/cm³, VLDPE con una densidad que oscila entre 0,880 y 0,915 g/cm³, o una mezcla de los mismos.

25 Caracterización de la etapa (c):

Según la etapa (c) del procedimiento de la invención se forma una composición polimérica mediante el uso de una extrusora, en donde dicha composición polimérica comprende la carga proporcionada en la etapa (a) y el material polimérico proporcionado en la etapa (b).

La extrusora según la etapa (c) de la presente invención puede ser cualquier extrusora conocida por el experto.

30 Según una realización, la extrusora es una extrusora de husillo, en donde la extrusora de husillo es preferiblemente una extrusora de un solo husillo, una extrusora de husillo doble o una extrusora de múltiples husillos.

Según una realización preferida, la extrusora es una extrusora de husillo doble, en donde los husillos son preferiblemente son preferiblemente husillos que giran en el mismo sentido o que giran en sentidos opuestos, y más preferiblemente son husillos que giran en el mismo sentido.

35 Dichas extrusoras (de husillo doble) están diseñadas generalmente como un sistema modular. Por tanto, el procedimiento de extrusión se puede dividir en una serie de etapas individuales que se reflejan en las diferentes zonas de procesamiento de la extrusora. Estas zonas pueden comprender, por ejemplo, una zona de alimentación, una zona de fusión/plastificación, una zona de alimentación de cargas, una zona de alimentación lateral en general, una zona de dispersión, una zona de homogeneización, una zona de desgasificación con, por ejemplo, una o más ventilaciones atmosféricas o de vacío, y una zona de descarga.

40 A menos que se indique otra cosa, el concepto "zona de inyección", tal como se usa en la presente memoria, se refiere a cualquier zona dentro de una extrusora en la que el material polimérico está presente en un estado al menos parcialmente fundido o en un estado completamente fundido. En particular, el concepto "zona de inyección" abarca una zona de fusión/plastificación, una zona de alimentación de cargas, una zona de alimentación lateral en general, una zona de dispersión y una zona de homogeneización.

45 Normalmente, las zonas de procesamiento de dicha extrusora (de husillo doble), cuya disposición general también se designa como "cilindro de husillo", pueden consistir en diferentes barriles que se pueden usar para instalar las zonas de procesamiento de forma modular. Estos barriles pueden tener un diseño específico para satisfacer demandas de procesamiento bien definidas:

- Barriles de alimentación: El barril de alimentación tiene una abertura en la parte superior para la introducción de componentes sólidos (como materiales poliméricos, polvos o aditivos) en la extrusora. La abertura de alimentación puede estar situada aguas arriba o aguas abajo del barril, o puede estar situada en el centro del barril.
- 5 ▪ Barriles cerrados y normales.
- Barriles con abertura de husillo en la parte superior: Estos barriles tienen una abertura de husillo que permite acoplar sensores de presión o temperatura. Con estos sensores se pueden controlar los parámetros de procesamiento de la masa fundida del polímero, como la presión o la temperatura, durante el procesamiento. Estas aberturas de husillo también se pueden utilizar para unir una boquilla con el fin de inyectar líquidos o suspensiones en la extrusora.
- 10 ▪ Barriles con abertura para un alimentador lateral: Estos barriles tienen normalmente una abertura en un lado que permite la instalación de un dispositivo de alimentación lateral. Además, este barril puede tener una abertura de desgasificación en la parte superior. Estas aberturas pueden usarse para desgasificar el aire, que puede haber sido introducido en el procedimiento durante la alimentación de, por ejemplo, polvo o fibras a través del alimentador lateral. Alternativa o adicionalmente, dichos alimentadores laterales y barriles de alimentación laterales también se pueden usar para una etapa de desgasificación sin usarlos para la alimentación lateral. A este respecto, el término desgasificación puede referirse a la eliminación de cualquier sustancia en estado gaseoso.
- 15 ▪ Barriles con abertura de desgasificación en la parte superior: Estos barriles se utilizan para la eliminación de aire, humedad o agua en general, hielos volátiles o cualquier otro material que se encuentre en estado gaseoso. Para el experto en la materia es obvio que pueden usarse diferentes diseños de dicha zona de desgasificación. Por tanto, esta etapa de desgasificación se puede llevar a cabo utilizando una ventilación atmosférica o una ventilación de vacío. Para la desgasificación por vacío es necesario conectar una bomba de vacío independiente a la ventilación de vacío.
- 20 ▪ Barriles de descarga: Estos barriles tienen una abertura que permite descargar el producto polimérico primario de la extrusora y llevar dicho producto primario a una etapa de procesamiento posterior. Por ejemplo, dicha etapa posterior puede comprender un procesamiento adicional mediante el uso de una línea de granulación estándar o mediante el uso de un dispositivo de granulación bajo el agua.
- 25 La configuración de husillos puede comprender diferentes elementos de husillo y se puede clasificar en diferentes tipos:
- 30 ▪ Elementos de transporte: Dichos elementos tienen la función de transportar el material polimérico sólido o al menos parcialmente fundido de una zona de procesamiento a otra y finalmente sirven para transportar el producto primario desde la zona de descarga. Según la velocidad de transporte o la presión acumulada, esos elementos tienen diferentes formas y derivas. También hay algunos elementos de transporte hacia atrás para aumentar el tiempo de permanencia en una determinada zona de procesamiento.
- 35 ▪ Elementos de mezcla: Estos elementos se utilizan para fundir el material polimérico, así como para la mezcla distributiva y dispersiva del material polimérico con cualquier otro material, como cargas o aditivos. El experto en la materia sabe que existen muchos elementos de mezcla diferentes disponibles en la actualidad. Por ejemplo, para este propósito se pueden utilizar elementos de amasado en bloque y elementos de mezcla dentados.
- 40 Una característica típica de un procedimiento de extrusión es la relación L/D. La relación L/D describe la relación entre la longitud del husillo y el diámetro del husillo. Por regla general, la relación L/D oscila entre 40 y 50 y preferiblemente entre 42 y 46. Sin embargo, en algunos casos este valor puede ser menor, por ejemplo en el intervalo de 35 a 40, mientras que en otros casos pueden ser necesarios incluso valores altos que oscilan entre 50 y 60.
- 45 Según la etapa (c) de la presente invención, la carga se incorpora al material polimérico, en donde dicho material polimérico se encuentra en un estado al menos parcialmente fundido durante la incorporación de dicha carga.
- En determinadas realizaciones del procedimiento de la invención, la carga se incorpora al material polimérico, en donde dicho material polimérico se encuentra en un estado totalmente fundido durante la incorporación de dicha carga.
- Según una realización preferida de la presente invención, dicha carga puede inyectarse directamente en la zona de inyección de la extrusora.
- 50 El procedimiento de la invención se caracteriza por que comprende la incorporación de dicha carga en dicho material polimérico, en donde el material polimérico se encuentra en un estado al menos parcialmente fundido durante la incorporación de dicha carga y en donde dicha carga se incorpora como una suspensión.
- Para los fines de la presente invención, el término suspensión se refiere a cualquier suspensión que comprenda dicha carga y al menos un líquido, en donde la carga es al menos parcialmente insoluble en dicho al menos un líquido. Las

suspensiones contienen normalmente grandes cantidades de sólidos y son más viscosas y generalmente de mayor densidad que el líquido a partir del cual están formadas.

5 Según la presente invención, el al menos un líquido de la suspensión se elimina durante el procedimiento. Dichos líquidos pueden comprender, sin limitarse a los mismos, por ejemplo disolventes próticos (por ejemplo, agua, alcoholes y similares) o disolventes apróticos (por ejemplo, éteres, cetonas, ésteres, lactonas y similares) o cualquier mezcla adecuada de los mismos.

Según una realización preferida del procedimiento de la invención, la suspensión es una suspensión acuosa, es decir, el al menos un líquido que se elimina durante el procedimiento es agua, por ejemplo agua del grifo o agua desionizada.

10 La suspensión según la presente invención puede comprender además cualquier aditivo conocido en la técnica o que pueda mejorar las características de dicha suspensión. Por ejemplo, puede presentar un agente dispersante y/o cualquier otro aditivo adecuado para reducir la viscosidad de dicha suspensión.

La suspensión de carga tiene un contenido de sólidos en el intervalo de un 10 a un 90% en peso, preferiblemente de un 15 a un 88,5% en peso y más preferiblemente de un 20 a un 78% en peso, basado en el peso total de dicha suspensión de carga.

15 Según otra realización de la presente invención, la suspensión de carga tiene un contenido de sólidos en el intervalo de un 15 a un 85% en peso, preferiblemente de un 20 a un 80% en peso y más preferiblemente de un 25 a un 75% en peso, basado en sobre el peso total de dicha suspensión de carga.

En determinadas realizaciones de la presente invención, la suspensión de carga tiene una viscosidad que permite una incorporación particularmente homogénea de dicha carga en el material polimérico.

20 Para los fines de la presente invención, el término viscosidad se refiere a la viscosidad dinámica también conocida como viscosidad de cizalladura. La viscosidad dinámica se define como la fuerza tangencial por unidad de área requerida para mover un plano horizontal con respecto al otro a una velocidad unitaria cuando se mantiene a una distancia unitaria del fluido. Según esta definición, un fluido con una viscosidad de 1 Pa·s que se coloca entre dos placas, y en donde una placa se empuja lateralmente con un esfuerzo de cizalladura de 1 Pa resultará en un movimiento de una distancia igual al espesor de la capa entre las placas en un segundo (The Rheology Handbook, Thomas G. Mezger, Editorial Vincentz 2002, página 21). La viscosidad dinámica se puede medir con un sistema de medición de cilindro coaxial, por ejemplo, con un reómetro Physica MCR 300 de Paar Physica equipado con una celda de control de temperatura de medición TEZ 150 P-C y un sistema de medición de cilindro coaxial CC 27 a una velocidad de rotación constante de 100 l/min.

30 La viscosidad Brookfield se define como la viscosidad medida por un viscosímetro Brookfield a 20°C ± 2°C a 100 rpm y se especifica en mPa·s.

Según una realización de la presente invención, la suspensión de carga inyectada en la zona de inyección de una extrusora tiene una viscosidad Brookfield medida a 20°C en el intervalo de 20 a 2000 mPa·s, más preferiblemente de 100 a 1500 mPa·s y lo más preferiblemente de 200 a 1000 mPa·s.

35 El procedimiento de la invención se caracteriza por que comprende la incorporación de dicha carga en dicho material polimérico, en donde el material polimérico se encuentra en un estado al menos parcialmente fundido durante la incorporación de dicha carga y en donde dicha carga se incorpora como una suspensión que puede inyectarse directamente en la zona de inyección de una extrusora.

40 En una realización particularmente preferida, el procedimiento de la invención comprende la incorporación de dicha carga en dicho material polimérico, en donde el material polimérico se encuentra en un estado completamente fundido durante la incorporación de la carga y en donde dicha carga se incorpora como una suspensión que se inyecta directamente en la zona de inyección de una extrusora.

45 Según otra realización particularmente preferida de la presente invención se proporciona un procedimiento para la producción continua de una composición polimérica mediante el uso de una extrusora, comprendiendo dicha composición polimérica la carga proporcionada en la etapa (a) y el material polimérico proporcionado en la etapa (b), caracterizado por que el material polimérico se encuentra en un estado totalmente fundido durante la incorporación de la carga, en donde dicha carga se incorpora como una suspensión, comprendiendo la suspensión de carga dicha carga y al menos un líquido, y en donde dicha suspensión de carga se puede inyectar directamente en la zona de inyección de la extrusora.

50 Según otra realización particularmente preferida de la presente invención se proporciona un procedimiento para la producción continua de una composición polimérica mediante el uso de una extrusora, comprendiendo dicha composición polimérica la carga proporcionada en la etapa (a), siendo dicha carga proporcionada en la etapa (a) una carga mineral que contiene carbonato de calcio, y un material polimérico proporcionado en la etapa (b), siendo dicho material polimérico proporcionado en la etapa (b) una poliolefina, caracterizado por que el material polimérico se encuentra en un estado totalmente fundido durante la incorporación de la carga, en donde dicha carga se incorpora

como una suspensión, comprendiendo la suspensión de carga dicha carga y agua, y en donde dicha suspensión de carga se puede inyectar directamente en la zona de inyección de la extrusora.

5 En determinadas realizaciones de la presente invención, la suspensión de carga se puede inyectar en una o más (por ejemplo, dos o tres) posiciones diferentes de la zona de inyección. La o las posiciones diferentes pueden estar dispuestas a lo largo del flujo de producción y/o transversalmente al mismo.

Según una realización preferida, la o las ventilaciones atmosféricas o evacuadas están situadas aguas abajo del/ de los punto(s) de inyección de la suspensión de carga.

10 Según una realización de la presente invención, la presión dentro de dicha zona de inyección de la extrusora es tan alta como para evitar que el al menos un líquido de la suspensión de carga se evapore inmediatamente después de la inyección con el fin de permitir una mezcla suficiente del polímero con dicha carga. De manera adecuada, la presión dentro de la zona de inyección de la extrusora está por encima de la presión de vapor del al menos un líquido a la temperatura de procesamiento de la extrusora, en donde las correspondientes ventilaciones atmosféricas o ventilaciones de vacío para la evaporación del al menos un líquido de la suspensión de carga pueden estar situadas preferiblemente aguas abajo de uno o más puntos de inyección de la suspensión de carga.

15 Preferiblemente, la suspensión de carga se inyecta directamente en la zona de inyección de una extrusora mediante el uso de una boquilla, en donde la presión de inyección es tan alta como para evitar la evaporación del al menos un líquido en dicha boquilla de inyección. De manera adecuada, la presión de inyección en la boquilla está por encima de la presión de vapor del al menos un líquido a la temperatura de procesamiento de la extrusora. Por ejemplo, si el al menos un líquido de la suspensión de carga es agua, la presión dentro de la zona de inyección de la extrusora y la
20 presión de inyección en la boquilla están por encima de la presión de vapor de agua a la temperatura de procesamiento de la extrusora. Para este propósito se puede usar cualquier bomba que proporcione una presión y un rendimiento suficientemente altos de la suspensión de carga. De manera adecuada se usa una bomba de membrana, una bomba de émbolo con una o más cámaras, una bomba de engranajes, una bomba de flujo radial o una bomba de manguera.

25 Según otra realización de la presente invención, la presión dentro de la zona de inyección de la extrusora y la presión de inyección en la boquilla están en el intervalo de 1 a 50 bar, más preferiblemente de 5 a 40 bar y lo más preferiblemente de 10 a 30 bar. Según otra realización más de la presente invención, la presión dentro de la zona de inyección es igual o menor que 200 bar, preferiblemente igual o menor que 150 bar y lo más preferiblemente igual o menor que 100 bar. De manera adecuada, la presión dentro de la zona de inyección de la extrusora está por debajo de la presión de inyección en la boquilla.

30 Según otra realización más, el procedimiento de la invención comprende la incorporación de una carga en un material polimérico, en donde el material polimérico se encuentra en un estado al menos parcialmente fundido o completamente fundido durante la incorporación de dicha carga y en donde la temperatura de dicho material polimérico que se encuentra en estado al menos parcialmente fundido o completamente fundido.

35 En general, la incorporación de una carga en un material polimérico al menos parcialmente fundido se realiza a temperaturas de 50 a 150°C por encima de la temperatura de transición vítrea si se usa un polímero amorfo. En otros casos, las temperaturas son de 10 a 50°C por encima del punto de fusión si el material polimérico es un polímero al menos parcialmente cristalino.

40 Según una realización preferida de la presente invención, el material polimérico proporcionado en la etapa (b) es un material polimérico al menos parcialmente cristalino, como polietileno, polipropileno, polibutileno o una mezcla de los mismos, en donde el material polimérico al menos parcialmente cristalino se encuentra en un estado al menos parcialmente fundido o completamente fundido durante la incorporación de dicha carga, y en donde la temperatura de dicho material polimérico que se encuentra en un estado al menos parcialmente fundido o completamente fundido está en el intervalo de 120°C a 280°C y preferiblemente en el intervalo de 150 a 250°C.

45 Según otra realización más, el procedimiento de la invención comprende la incorporación de una carga en un material polimérico, en donde el material polimérico se encuentra en estado al menos parcialmente fundido o completamente fundido durante la incorporación de dicha carga, y en donde la temperatura de dicho material polimérico que está en estado al menos parcialmente fundido o completamente fundido está en el intervalo de 20 a 250°C, preferiblemente de 30 a 200°C, más preferiblemente de 40 a 150°C y lo más preferiblemente de 50 a 130°C.

50 En determinadas realizaciones preferidas de la presente invención, la temperatura de dicho material polimérico que se encuentra en estado al menos parcialmente fundido o completamente fundido está en el intervalo de 50 a 300°C, preferiblemente de 100 a 250°C y más preferiblemente de 150 a 200°C.

El al menos un líquido de la suspensión se elimina durante la etapa (c) del procedimiento de la invención. Después de la inyección directa de la suspensión de carga en la zona de inyección de una extrusora y después de una mezcla suficiente se deja que el al menos un líquido de la suspensión de carga se vaporice.

55 El al menos un líquido de la suspensión de carga se vaporiza a través de una o más (por ejemplo, dos o tres) ventilaciones atmosféricas o de vacío. Sin embargo, un pequeño porcentaje del al menos un líquido puede permanecer

en la composición polimérica obtenible mediante el procedimiento de la invención. Adicional o alternativamente a la o las ventilaciones atmosféricas o de vacío, se puede usar un dispositivo de alimentación para vaporizar el al menos un líquido de la suspensión de carga después de la inyección en la zona de inyección de una extrusora.

5 Según la etapa (c) del procedimiento de la invención, se forma una composición polimérica mediante el uso de una extrusora, en donde dicha composición polimérica comprende la carga proporcionada en la etapa (a) y el material polimérico proporcionado en la etapa (b). Si es necesario, cualquier aditivo conocido por el experto en la materia puede estar ya presente en la carga proporcionada en la etapa (a) y/o en el material polimérico proporcionado en la etapa (b).

10 Sin embargo, en la etapa (c) pueden añadirse otros aditivos conocidos en la técnica. Dichos aditivos se pueden añadir en cualquier momento durante la etapa (c) y en cualquier parte de la extrusora. Sin limitarse a ello, dichos aditivos pueden seleccionarse, por ejemplo, entre uno o más de cualquiera de los aditivos especificados en las descripciones detalladas de las etapas (a) y (b).

El procedimiento de la invención para la producción continua de una composición polimérica tiene varias ventajas:

Según la presente invención se proporciona un procedimiento para la producción de una composición polimérica que se puede operar de manera continua.

15 El procedimiento de la invención se caracteriza por que comprende la incorporación de dicha carga en dicho material polimérico, en donde el material polimérico se encuentra en estado al menos parcialmente fundido durante la incorporación de la carga y en donde dicha carga se incorpora como una suspensión que puede inyectarse directamente en la zona de inyección de una extrusora. La suspensión de carga comprende dicha carga y al menos un líquido que puede eliminarse durante la etapa (c) del procedimiento. El al menos un líquido de la suspensión de
20 carga se vaporiza después de la inyección directa de la suspensión de carga en la zona de inyección de una extrusora y después de una mezcla suficiente. Por lo tanto, el procedimiento para la producción continua de una composición polimérica según la presente invención no requiere ninguna etapa de calentamiento adicional y costosa para eliminar el al menos un líquido de la suspensión de carga después de haber sido inyectado.

25 La carga según el procedimiento de la invención se incorpora como una suspensión que puede inyectarse directamente en la zona de inyección de una extrusora permitiendo una dosificación más precisa y uniforme de la carga. Para este propósito, por ejemplo, se puede usar una bomba de membrana de doble émbolo para la inyección de la suspensión de carga en dicha zona de inyección de la extrusora.

La composición polimérica:

30 Según la presente invención se proporciona un procedimiento para la producción continua de una composición polimérica mediante el uso de una extrusora, comprendiendo dicha composición polimérica la carga de la etapa (a) y el material polimérico de la etapa (b).

Según la etapa (c) del procedimiento de la invención, el al menos un líquido de la suspensión se elimina durante la etapa (c) del procedimiento de la invención. Sin embargo, un pequeño porcentaje del al menos un líquido puede permanecer en la composición polimérica obtenible mediante el procedimiento de la invención.

35 Según una realización, el al menos un líquido puede estar presente en la composición polimérica en una cantidad igual o menor que un 5% en peso, preferiblemente igual o menor que un 1% en peso, más preferiblemente igual o menor que un 0,5% en peso y más preferiblemente igual o que un 0,2% en peso, basado en el peso total de dicha composición polimérica.

40 Si se usa agua como el al menos un líquido, la composición polimérica obtenible mediante el procedimiento de la invención tiene un contenido total de agua que es igual o menor que un 2% en peso, preferiblemente igual o menor que un 1% en peso y más preferiblemente igual o menor que un 0,5% en peso, basado en el peso total de dicha composición polimérica.

45 Tal como se ha descrito más arriba, el al menos un líquido de la suspensión de carga puede ser agua que se elimina durante la etapa (c). Sin embargo, un pequeño porcentaje de agua puede permanecer en la composición polimérica, lo que también se designa como contenido total de agua o humedad residual total. Por lo tanto, el contenido total de agua o la humedad residual total de la composición polimérica según el procedimiento de la invención se compone de residuos del al menos un líquido de la suspensión de carga, por un lado, y del agua residual ya presente en el material polimérico proporcionado en la etapa (b), por otro lado, no habiendo sido eliminado por completo ninguno de los dos durante la etapa (c).

50 Opcionalmente, el contenido de humedad de la composición polimérica se puede reducir adicionalmente mediante cualquier método conocido en la técnica. Para ello se puede utilizar, por ejemplo, un secador de aire caliente.

El contenido total de agua o la humedad residual total de la composición polimérica según la presente invención se determina mediante el uso de un equipo AquatracPLUS (Brabender Messtechnik GmbH & Co. KG, Duisburg, Alemania).

En determinadas realizaciones de la presente invención, el al menos un líquido (por ejemplo, agua) de la suspensión de carga se elimina completamente durante la etapa (c) del procedimiento de la invención.

Según la presente invención, el contenido de carga de la composición polimérica está en el intervalo de un 35 a un 90% en peso, preferiblemente de más de un 42 a un 90% en peso, más preferiblemente de un 65 a un 90% en peso y lo más preferiblemente de un 70 a un 85% en peso, basado en el peso total de dicha composición polimérica. Las composiciones poliméricas que tienen un contenido de carga tan alto se designan en la presente memoria como "mezcla maestra polimérica" y preferiblemente se usan en consecuencia, es decir, el contenido de carga de la mezcla maestra se reduce aún más mezclándolo con material(es) polimérico(s) adicional(es) antes de procesarlo en el producto final. Sin embargo, la mezcla maestra de polímero según la presente invención también se puede usar para fabricar directamente el producto final.

Por medio del procedimiento de la invención se proporciona una composición polimérica. Dicha composición polimérica puede obtenerse como un material que tiene una forma definida, como gránulos, esferas, perlas, cuentas, granos, escamas, chips o pepitas, o una forma no definida, como por ejemplo, migajas. Alternativamente, la composición polimérica puede ser una mezcla de materiales con forma definida y no definida.

Sorprendentemente, los inventores encontraron que el uso de la composición polimérica obtenible mediante el procedimiento de la invención proporciona varias ventajas:

Por ejemplo, el procedimiento para la producción continua de una composición polimérica según la presente invención permite la provisión de un material más homogéneo.

Además, el procedimiento de la invención para la producción continua de una composición polimérica conduce a un valor de presión de filtro reducido del polímero fundido resultante durante la producción, lo que demuestra un mayor grado de dispersión en comparación con los métodos convencionales.

El uso de una composición polimérica según la presente invención en la fabricación de productos poliméricos da como resultado adicionalmente propiedades mecánicas o materiales mejoradas de dichos productos poliméricos, tales como granulados, tuberías, perfiles técnicos, paneles de pared, paneles de techo, paneles de revestimiento, aislamientos de hilos o cables, películas (por ejemplo, películas sopladas), láminas, fibras o telas no tejidas. Dichas propiedades mecánicas o materiales mejoradas de dichos productos poliméricos se refieren, por ejemplo, al contenido de cenizas, límite elástico, alargamiento elástico, esfuerzo de rotura, fuerza de rotura, alargamiento de rotura, módulo de tracción, resistencia a la propagación del desgarro, así como pesos de caída de dardo.

Según otra realización de la presente invención se proporciona un producto polimérico que comprende la composición polimérica obtenible mediante el procedimiento de la invención.

Según otra realización, la composición polimérica obtenible según el procedimiento de la invención se puede utilizar en la fabricación de productos poliméricos.

Sin embargo, la composición polimérica según la presente invención no está restringida a su uso en mezcla con otro material polimérico. En determinadas realizaciones de la presente invención, la composición polimérica (por ejemplo, en forma de granulado o similar) puede, por tanto, utilizarse directamente en la fabricación de productos poliméricos, es decir, no se utiliza ni se mezcla ningún material polimérico adicional.

Según una realización preferida, la composición polimérica de la presente invención se puede utilizar en la fabricación de productos poliméricos, en donde la composición polimérica se añade al menos a otro material polimérico, por ejemplo antes de la extrusión.

Según otra realización más, la composición polimérica obtenible mediante el procedimiento de la invención se puede utilizar en la fabricación de productos poliméricos, en donde dichos productos poliméricos comprenden preferiblemente artículos poliolefinicos, tales como fibras tejidas, fibras no tejidas, perfiles, cables, películas o productos moldeados.

Los productos que comprenden la composición polimérica según la presente invención pueden fabricarse mediante cualquier procedimiento conocido por el experto.

En la técnica se conocen muchos métodos para la fabricación de productos poliméricos. Estos métodos incluyen, pero no se limitan a, técnicas de procesamiento de fusión, por ejemplo extrusión de perfiles (para tuberías, láminas y láminas huecas), extrusión de cables, extrusión de películas (para películas fundidas y películas sopladas), moldeo (por ejemplo, moldeo por inyección, rotomoldeo, moldeo por soplado y termoformado), hilatura de fibras (por ejemplo, hilatura por fusión, hilatura en húmedo, hilatura en seco y fibras estructurales), coamasado y extrusión por estirado. Los artículos finales pueden proporcionar estructuras monocapa o multicapa.

Según una realización de la presente invención, la composición polimérica obtenible mediante el procedimiento de la invención puede usarse ventajosamente para la preparación de diversos artículos conformados para aplicaciones de plásticos. Los ejemplos incluyen envases flexibles para aplicaciones industriales y de consumo, incluyendo material en rollos, bolsas, estuches, etiquetas, envoltorios, tapas, fundas retráctiles y películas extensibles; envases rígidos

para aplicaciones industriales y de consumo, incluyendo botellas, vasos y recipientes de plástico; materiales de edificación y construcción, incluyendo tuberías y conductos, revestimientos y perfiles, aislamientos, sellos y juntas, geotextiles; materiales de agricultura y horticultura, incluyendo materiales de invernadero, películas de mantillo, túneles, ensilajes, envoltorios de balas, cajas y jaulas; aplicaciones de transporte y automoción, incluyendo piezas interiores, como paneles de instrumentos y puertas, consolas, pilares y asientos; partes exteriores, como salpicaderos de parachoques, guardabarros, puertas traseras, así como aplicaciones debajo del capó, incluyendo conductos de aire, colectores de admisión de aire, radiadores y mangueras de refrigeración; aplicaciones eléctricas y electrónicas, incluyendo reproductores de CD, sistemas de DVD, ordenadores personales y televisores, ordenadores portátiles, tabletas, teléfonos inteligentes, cocinas, refrigeradores y congeladores, lavadoras, lavavajillas, herramientas y equipos de oficina; aplicaciones médicas y sanitarias, incluyendo gorros desechables, batas, máscaras, uniformes médicos y cubrezapatos, paños, envolturas y paquetes, esponjas, vendajes y toallitas, ropa de cama, batas de control de contaminación, batas de examen, batas de laboratorio, batas de aislamiento, maquinaria médica de diagnóstico y dispositivos médicos; productos para el cuidado personal, incluyendo productos de higiene absorbentes (AHP), pañales para bebés, productos de higiene femenina y productos para la incontinencia de adultos, toallitas, productos para el cuidado de la piel, tiras depilatorias; productos para el hogar y muebles, incluyendo materiales compuestos de madera, láminas decorativas, revestimientos para suelos, suelos, utensilios de cocina, limpiadores, artículos para el cuidado de mascotas, césped y jardín; juguetes, artículos deportivos y de ocio, incluyendo casas de muñecas, kits de construcción, vehículos de juego, dispositivos deportivos y de acondicionamiento físico, calzado, ropa y ropa deportiva, equipos de seguridad (cascos, rodilleras), equipos deportivos y maletines.

Ejemplos

Mediciones

- Contenido de cenizas

La prueba del contenido de cenizas se realizó quemando de 5 a 30 g de la composición polimérica correspondiente a 570°C durante 120 minutos.

- Valor de presión de filtro (FPV, por sus siglas en inglés)

La prueba de presión del filtro se realizó en una Collin Pressure Filter Test Teach-Line FT-E20T-IS disponible comercialmente. El método de prueba se realizó según la Norma Europea EN 13900-5 con cada una de las composiciones poliméricas correspondientes (16 g de carbonato de calcio efectivo por 200 g de muestra final, diluyente: LLDPE ExxonMobil LL 1001 VX) utilizando un filtro de 14 µm de tipo 30 (GKD Gebr. Kufferath AG, Düren, Alemania), en donde no se utilizó bomba de fusión, la velocidad de la extrusora se mantuvo a 100 rpm y la temperatura de fusión fue de 225 a 230°C (ajuste de temperatura: 190°C/210°C/230°C/230°C/230°C).

- Simulación de extrusión

La simulación de extrusión se desarrolló para evaluar la dispersión mineral en una composición polimérica. El equipo y las condiciones de prueba son los mismos que para la prueba del valor de presión del filtro. Se midió cada una de las composiciones poliméricas correspondientes (215 g de carbonato de calcio efectivo por 400 g de muestra final, diluyente: LLDPE ExxonMobil LL 1001 VX) usando un filtro de 25 µm de tipo 30 (GKD Gebr. Kufferath AG, Düren, Alemania). Los resultados se expresan en bares y se pueden calcular restando la presión de fusión final (determinada después de 5 minutos de purga con material polimérico puro) de la presión inicial de la composición polimérica.

- Límite elástico

La determinación del límite elástico se realizó según la norma ISO 527-3. La anchura de la muestra de película fue de 15 mm y la longitud de prueba de 5 cm.

- Alargamiento elástico

La determinación del límite elástico se realizó según la norma ISO 527-3. La anchura de la muestra de película fue de 15 mm y la longitud de prueba de 5 cm.

- Esfuerzo de rotura

La determinación del límite elástico se realizó según la norma ISO 527-3. La anchura de la muestra de película fue de 15 mm y la longitud de prueba de 5 cm.

- Fuerza de rotura

La determinación del límite elástico se realizó según la norma ISO 527-3. La anchura de la muestra de película fue de 15 mm y la longitud de prueba de 5 cm.

Barriles:

N.º	Tipo de barril
1	Alimentación
2	Sólido
3	Sólido
4	Sólido
5	Sólido
6	Barril combinado 18/18
7	Sólido
8	Barril de ventilación
9	Barril de ventilación (cerrado)
10	Barril final

Configuración de husillos:

Cantidad	Tipo
1	Elemento de transporte 12/12
5	Elemento de transporte 24/24
1	Elemento de amasado KB45/5/16 N-3FE
2	Elemento de amasado KB45/5/16 3FE
1	Elemento de amasado KB45/5/16 3FE-N
1	Elemento de transporte 24/12
2	Elemento de transporte 24/24
1	Elemento de amasado KB45/5/16
1	Elemento de amasado KB45/5/24
2	Elemento de transporte 24/24
4	Elemento de transporte 36/18 SK
1	Elemento de transporte 36/18 SK-N
1	Elemento de transporte 24/12
4	Elemento de amasado KB45/5/24
1	Elemento de amasado KB45/5/8-LH
1	Elemento de transporte 16/8 LH
1	Elemento de transporte 24/24
1	Separador/1
2	ZME 6/11
1	Separador/1
1	Elemento de transporte 24/12
1	Elemento de transporte 24/24
2	Elemento de transporte 16/16

Zonas de temperatura:

Barril	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Zona de temperatura	-	1		2	3	4		5	6	7
T [°C]	enfriado	170		160	160	170		190	200	200
Rendimiento	7 kg·h ⁻¹									
Velocidad del husillo	600 min ⁻¹									

La zona de temperatura con indicación de las temperaturas correspondientes en las zonas indica el perfil de temperatura del barril correspondiente.

- 5 A continuación, el polímero se fundió en la zona de fusión/plastificación utilizando elementos de amasado de triple hilo. Estos elementos aseguran un procedimiento de fusión suave durante la extrusión. Después de una pequeña sección de transporte, el husillo se equipó con más elementos de amasado del tipo KB 45/5/16 y KB 45/5/24. Después se acopló un alimentador lateral a la extrusora en el barril n.º 6 y el polvo de carbonato de calcio sin revestimiento (Omyalite® 90-OM) se introdujo en la extrusora. La zona de inyección se equipó con elementos amasadores para mezcla dispersiva y con elementos a izquierdas para aumentar el tiempo de permanencia en esta sección asegurando una buena mezcla del material polimérico y la carga. Detrás de un elemento de transporte corto, el husillo estaba equipado con elementos dentados para asegurar una mezcla distributiva de la carga en la matriz de polímero. Después de una zona de desgasificación, el polímero se descargó en un baño de agua antes de la granulación.

Se obtuvieron las siguientes muestras en forma de gránulos:

- 15 Tabla 1. Contenido de carga, valores de presión de filtro (FPV), contenido de cenizas y contenido de humedad de las muestras comparativas 1-3.

Muestra n.º	1	2	3
Contenido de carga [% en peso]	10	30	60
FPV [bar·g ⁻¹]	1,3	1,4	1,0
Contenido de cenizas [%]	10,0	29,7	59,1
Contenido de humedad [ppm]	n.d.	n.d.	958
Simulación de extrusión [bar]	n.d.	n.d.	>120

Para la producción de la muestra 3, la velocidad del husillo se redujo a 550 min⁻¹.

Ejemplo 2 - Producción de una composición polimérica (ejemplo comparativo):

- 20 Se introdujo LLDPE en la zona de alimentación de una extrusora (Coperion ZSK-18, Coperion GmbH, Alemania) que tenía la configuración descrita en el ejemplo 1. Se introdujo polvo de carbonato de calcio revestido (Omyalite® 95T-OM) en la extrusora mediante el uso de un alimentador lateral de la extrusora y se dejó que se mezclara con la masa fundida de polímero antes de la descarga y granulación.

Se obtuvieron las siguientes muestras en forma de gránulos:

Tabla 2. Contenido de carga, valores de presión de filtro (FPV), contenido de cenizas y contenido de humedad de las muestras comparativas 4-6.

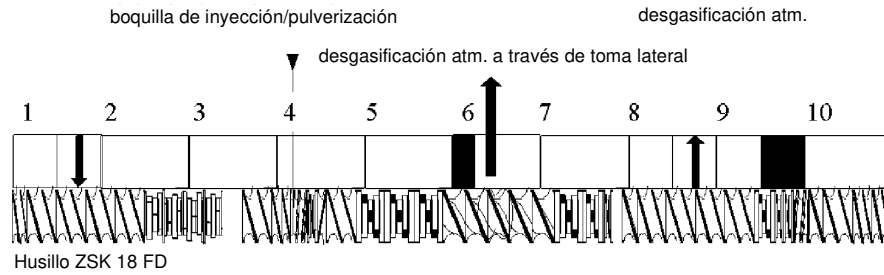
Muestra n.º	4	5	6
Contenido de carga [% en peso]	10	30	60
FPV [bar·g ⁻¹]	1,0	0,8	0,9
Contenido de cenizas [%]	9,6	29,4	58,5
Contenido de humedad [ppm]	n.d.	n.d.	855
Simulación de extrusión [bar]	n.d.	n.d.	30

- 25 Para la producción de la muestra 6, la velocidad del husillo se redujo a 550 min⁻¹.

Ejemplo 3 - Producción de una composición polimérica (de la invención):

Se introdujo LLDPE en la zona de alimentación de una extrusora (Coperion ZSK-18, Coperion GmbH, Alemania) que tenía la siguiente configuración:

ES 2 837 673 T3



Barriles:

N.º	Tipo de barril
1	Alimentación
2	Sólido
3	Sólido
4	Sólido con ventilación
5	Sólido
6	Barril combinado 18/18
7	Sólido
8	Barril de ventilación
9	Barril de ventilación (cerrado)
10	Barril final

Configuración de husillos:

Cantidad	Tipo
1	Elemento de transporte 12/12
4	Elemento de transporte 24/24
1	Elemento de amasado KB45/5/16 N-3FE
2	Elemento de amasado KB45/5/16 3FE
1	Elemento de amasado KB45/5/16 3FE-N
1	Elemento de amasado 90/5/16
1	Elemento de transporte 24/24
2	Elemento de transporte 16/16
1	Separador/1
1	ZME 6/11
1	Separador/1
1	Elemento de amasado KB45/5/8
1	Elemento de transporte 16/8 LH
1	Elemento de transporte 24/24
2	Elemento de amasado KB45/5/24
4	Elemento de transporte 36/18 SK
1	Elemento de transporte 36/18 SK-N
1	Elemento de amasado KB45/5/24
1	Elemento de amasado KB45/5/16
1	Elemento de amasado KB45/5/8
1	Elemento de transporte 24/12
1	Elemento de transporte 24/24

1	Elemento de amasado KB45/5/16
1	Elemento de amasado KB45/5/8
1	Separador/1
1	ZME 6/11
1	Separador/1
1	Elemento de transporte 24/12
1	Elemento de transporte 24/24
1	Elemento de transporte 16/16

Zonas de temperatura:

Barril	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Zona de temperatura		1	2	3	4	5	6	7		
T [°C]	enfriado	170	160	160	170	190	200	200		
Rendimiento	6 kg·h ⁻¹									
Velocidad de husillo	600 min ⁻¹									

Se colocó una boquilla de inyección aguas abajo de la zona de alimentación y fusión/plastificación de la extrusora. Se colocó un elemento de husillo con una deriva inferior directamente aguas arriba de la boquilla de inyección para aumentar la presión en el punto de inyección y reducir el flujo de agua aguas arriba hacia la zona de alimentación de polímero. A continuación se introdujo carbonato de calcio sin revestimiento en la extrusora mediante inyección de una suspensión acuosa (Omyalite® 90-OM 74%) utilizando dicha boquilla de inyección. La dosificación y la inyección de la suspensión de carga se realizaron utilizando una escala de dosificación diferencial (FD-DKM-3, Brabender, Alemania) en combinación con una bomba de membrana de un solo émbolo (bomba dosificadora, LEWA, Alemania) a una presión de 20 a 25 bar. El contenido de sólidos de la suspensión fue del 74% en peso basado en el peso total de la suspensión. Se permitió que el agua de la suspensión se vaporizara a través de una ventilación de desgasificación de la zona de alimentación de polímero, a través de una ventilación de desgasificación de un alimentador lateral y a través de una zona de desgasificación en el extremo aguas abajo de la extrusora después de la inyección de la suspensión. Se dejó que la suspensión de carga se mezclara suficientemente con el polímero fundido antes de la descarga y la granulación.

Se obtuvieron las siguientes muestras en forma de gránulos:

Tabla 3. Contenido de carga, valores de presión de filtro (FPV), contenido de cenizas y contenido de humedad de las muestras 7-9.

Muestra n.º	7 (para comparación)	8 (para comparación)	9
Contenido de carga [% en peso]	10	30	60
FPV [bar·g ⁻¹]	1,2	0,9	1,1
Contenido de cenizas [%]	7,2	30,7	58,5
Contenido de humedad [ppm]	n.d.	n.d.	964
Simulación de extrusión [bar]	n.d.	n.d.	80

Los valores de presión de filtro (FPV) según el ejemplo 3 se reducen con respecto al ejemplo 1, que usa el mismo tipo de carga y contenido de carga.

Ejemplo 4 - Fabricación de placas prensadas:

Se produjeron placas prensadas a partir de las muestras anteriores a 180°C bajo enfriamiento activo mediante el uso de una prensa de 10 t (Dr. Collin GmbH, Alemania). El tiempo de prensado fue de 3 min y el espesor de 2 y 4 mm, respectivamente. En general, las muestras 7-9 parecen menos estructuradas y más homogéneas en comparación con las muestras 1-6.

Ejemplo 5 - Fabricación de muestras de película soplada:

Se produjo una película soplada que tenía un contenido de carga de un 15% en peso usando un 74% en peso de LLDPE Dowlex™ NG 5056G y un 26% en peso de una composición polimérica de LLDPE según los ejemplos anteriores. Las películas se produjeron en una línea de extrusión de películas sopladas Dr. Collin (matriz circular de 60 mm, espacio de matriz de 1,2 mm, diámetro de husillo de 30 mm, relación L/D = 30, husillo con elemento de

mezcla). Las películas se procesaron con una BUR (relación de soplado) de 2,2 y la línea de congelación se mantuvo a 16 cm de altura (distancia desde la matriz).

La extrusora tenía la siguiente configuración:

Tabla 4. Configuración de extrusora.

Zona	1	2	3	4	5
T [°C]	175	195	215	215	215

- 5 Se prepararon las siguientes muestras:

Tabla 5. Contenido de carga de las muestras de película soplada B1-B3.

Muestra de película soplada	B1	B2	B3
Muestra de composición polimérica	3	6	9
Contenido de carga de composición polimérica [% en peso]	60	60	60
Contenido de carga final de película soplada [% en peso]	15	15	15

La velocidad de la extrusora se mantuvo constantemente a 60 rpm y el gramaje promedio de la película se estableció en 35 g/m² mediante el ajuste apropiado de la velocidad de la línea. Además, el flujo de aire de refrigeración se ajustó en consecuencia para mantener la línea de congelación en la misma posición.

- 10 Ejemplo 6-Material y propiedades mecánicas de muestras de película soplada:

Tabla 6. Propiedades materiales y mecánicas de las muestras de película soplada B1 - B3; ^aMD = dirección de la máquina, CD = dirección transversal.

Muestra de película soplada	Dirección ^a	B1	B2	B3
Límite elástico [N·mm ⁻²]	MD	11,9	11,6	12,0
	CD	12,2	11,8	12,3
Alargamiento elástico [%]	MD	12,5	11,1	11,1
	CD	9,2	8,2	9,4
Esfuerzo de rotura [N·mm ⁻²]	MD	44,0	48,4	50,6
	CD	41,8	43,5	45,5
Fuerza de rotura [N]	MD	22,3	23,2	25,5
	CD	20,8	21,0	22,3
Alargamiento de rotura [%]	MD	551	567	581
	CD	613	631	633
Módulo de tracción [N·mm ⁻²]	MD	331	338	351
	CD	368	367	375
Resistencia a la propagación del desgarro [cN]	MD	673	633	640
	CD	868	798	875
	Σ	1541	1431	1515
Peso de caída de dardo [g]	-	682	741	750

A diferencia de las cargas en polvo (entradas B1 y B2), las composiciones poliméricas de la invención producidas mediante el uso de una suspensión de carga (entrada B3) mostraron una mejor dispersión mineral, confirmada por el análisis visual de las películas y por el menor aumento de presión durante la prueba de simulación de extrusión. Además se encontraron propiedades mecánicas mejoradas de la película, tales como, por ejemplo, peso de caída de dardo, esfuerzo, fuerza y alargamiento de rotura. Estos resultados indican un mayor grado de dispersión mineral a pesar de la ausencia de un revestimiento de carga.

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para la producción continua de una composición polimérica, comprendiendo el procedimiento las etapas de:
 - (a) proporcionar una carga mineral que contiene carbonato de calcio sin revestimiento con un d_{50} en el intervalo de desde 0,1 hasta 10 μm determinado por Sedigraph 5100;
 - (b) proporcionar un material polimérico;
 - (c) formar una composición polimérica que comprende la carga de la etapa (a) y el material polimérico de la etapa (b) mediante el uso de una extrusora;caracterizado por que dicho procedimiento comprende la incorporación de dicha carga en dicho material polimérico, en donde dicho material polimérico durante la incorporación de la carga está en estado al menos parcialmente fundido,
en donde dicha carga se incorpora como una suspensión que tiene un contenido de sólidos en el intervalo de desde el 10 hasta el 90% en peso, basado en el peso total de dicha suspensión de carga,
en donde la suspensión de carga comprende dicha carga y al menos un líquido y el al menos un líquido de la suspensión de carga se vaporiza a través de una o más ventilaciones atmosféricas o de vacío durante la etapa (c), y
en donde el contenido de carga de la composición polimérica está en el intervalo de desde el 35 hasta el 90% en peso, basado en el peso total de dicha composición polimérica.
2. El procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que la suspensión de carga tiene un contenido de sólidos en el intervalo de desde el 15 hasta el 88,5% en peso, basado en el peso total de dicha suspensión de carga.
3. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 2, caracterizado por que la carga proporcionada en la etapa (a) se selecciona del grupo que consiste en creta, piedra caliza, mármol, dolomita o mezclas de los mismos.
4. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que la carga proporcionada en la etapa (a) es un carbonato de calcio molido (GCC), un carbonato de calcio precipitado (PCC), un carbonato de calcio modificado (MCC), o una mezcla de los mismos.
5. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por que la carga proporcionada en la etapa (a) tiene un tamaño de partícula medio en peso d_{50} en el intervalo de desde 0,1 hasta 2,5 μm determinado por Sedigraph 5100, y/o tamaño de partícula de corte superior d_{98} en el intervalo de desde 0,25 hasta 50 μm determinado por Sedigraph 5100.
6. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por que el material polimérico proporcionado en la etapa (b) comprende una resina termoplástica.
7. El procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por que la extrusora es una extrusora de husillo doble.
8. Una composición polimérica obtenible mediante un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7.
9. La composición polimérica según la reivindicación 8, caracterizada por que la composición polimérica obtenida tiene un contenido de agua igual al o de menos del 2% en peso, basado en el peso total de dicha composición polimérica.
10. Un producto polimérico que comprende la composición polimérica según cualquiera de las reivindicaciones 8 o 9.
11. Uso de una composición polimérica según cualquiera de las reivindicaciones 8 o 9 en la fabricación de productos poliméricos.
12. El uso de una carga mineral que contiene carbonato de calcio sin revestimiento que tiene un d_{50} en el intervalo de desde 0,1 hasta 10 μm determinado mediante Sedigraph 5100 en forma de una suspensión que tiene un contenido de sólidos en el intervalo de desde el 10 hasta el 90% en peso, basado en el peso total de dicha suspensión de carga, para la producción de una composición polimérica mediante la incorporación, dentro de una extrusora, estando dicha suspensión en un material polimérico en estado al menos parcialmente fundido,
en donde la suspensión de carga comprende dicha carga y al menos un líquido y el al menos un líquido de la suspensión de carga se vaporiza a través de una o más ventilaciones atmosféricas o de vacío durante la incorporación de dicha suspensión en un material polimérico, y

en donde el contenido de carga de la composición polimérica está en el intervalo de desde el 35 hasta el 90% en peso, basado en el peso total de dicha composición polimérica.

13. El uso según la reivindicación 12, caracterizado por que la carga se selecciona del grupo que consiste en creta, piedra caliza, mármol, dolomita o mezclas de los mismos.
- 5 14. El uso según cualquiera de las reivindicaciones 12 o 13, caracterizado por que la carga es un carbonato de calcio molido (GCC), un carbonato de calcio precipitado (PCC), un carbonato de calcio modificado (MCC), o una mezcla de los mismos.