

417002



417002

P.- 54.854

Docket 41E-1189

Fe. 25-6-75

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

A nombre de GENERAL ELECTRIC COMPANY

Int. Cl. C 08 F

entidad norteamericana

con domicilio en 1 River Road, Schenectady, N.Y.,
Estados Unidos de América.

por: "UN METODO DE MEZCLA DE MATERIAL POLIMERO TERMO-
PLASTICO Y CARGA"

(Clase Internacional C08f)

417002



ANTECEDENTES DE LA INVENCIÓN

Típicamente, la mezcla de materiales polí-
meros termoplásticos, o el mezclado de los ingredientes
de la composición, se efectúa con aparatos muy costosos
5 y voluminosos, tales como un Banbury o aparato mezclador
interno similar de gran tamaño, o en un molino de cilin-
dros abierto. Los medios y procedimientos para ello no
son distintos a los empleados en la mezcla de elastóme-
ros o caucho generalmente. En estos procedimientos con-
10 vencionales de mezcla, grandes masas del material polí-
mero o elastómero, por ejemplo, pedazos de 135 a 225 ki-
logramos, se derriten por medio de calor y se mastican
para reducir la característica de tenacidad del material
15 hasta una consistencia plástica trabajable, después de
lo cual se añaden los demás ingredientes del compuesto,
y se trabajan a través de la masa plástica resultante,
con una acción de mezclado intensiva del tipo de amasa-
do.

20 No obstante, cuando se trabajan estas gran-
des cargas en un aparato de producción típico de este
tipo, la operación global y su control se hace tan di-
fícil de realizar, que muchas operaciones comerciales
de fabricación requieren una combinación de dos o más
25 tipos de mezcladores, tal como un Banbury que trabaja

417002



en serie con un molino de cilindros abierto, y seguidos de una nodulizadora, con lo que la mezcla es efectuada en una serie de medios y etapas separadas.

Asimismo, la complejidad de la realización de las operaciones comunes de mezcla con este aparato de flexibilidad limitada, crea requerimientos elevados de mano de obra, así como demandas más bien exigentes acerca del rendimiento del personal operario. Por ejemplo, la consistencia difícil de tratar de un material polímero típico, y a su vez su receptividad para la mezcla con los demás ingredientes, depende en gran medida de las temperaturas internas y del control de calor a través de su masa. Además, su receptividad para la mezcla puede estar influida también, en distinto grado, por el tipo y la cantidad de ingredientes añadidos, entre otros factores variables posibles. Así pues, cuando se manejan estas grandes masas de material polímero, como en la mayoría de las operaciones comerciales, las temperaturas internas a través de una masa voluminosa, y la dispersión de los ingredientes añadidos a través de la misma, sin efectos perjudiciales simultáneos, requiere un hábil equilibrio de las condiciones de tratamiento del compuesto. Un mezclado excesivo tiende a degradar las composiciones polímeras, a causa de una rotura y/o cizalladura excesiva de la estructura molecular del po-

417002



límero por acción mecánica, y/o un calentamiento excesivo del material polímero contenido en las mismas, resultante del calor adicional generado interiormente por la continuada acción de mezclado. Así pues, la operación de
5 mezcla ha de controlarse de modo que se termine el mezclado tan pronto como se haya alcanzado un grado adecuado de dispersión de componentes a través de la masa polímera.

Además, el tipo de amasado de la acción de
10 mezclado causada por un mezclador interno Banbury o un molino de cilindros no es particularmente efectiva para deshacer los pequeños aglomerados de ingredientes de carga finamente divididos que se encuentran corrientemente, debidos al almacenamiento, manejo, etc., con lo que es
15 posible que se dispersen aglomerados de partículas de carga, y se mezclen con el material polímero, en lugar de partículas sustancialmente individuales de carga.

Se han probado aparentemente por la técnica, otros sistemas o aparatos de mezclado para la mezcla
20 de materiales termoplásticos, en un esfuerzo para soslayar los inconvenientes del antedicho sistema corriente de la técnica anterior, pero no se ha encontrado que su aplicación dé un mezclado suficientemente efectivo y práctico, o una reducción de coste, para sustituir los
25 anteriores sistemas hace largo tiempo establecidos.

417002



Por ejemplo, en la Patente de los Estados Unidos nº 3.373.139, se hace referencia a los métodos de la técnica anterior de emplear "aparatos usuales de mezclado, tales como molinos de cilindros y amasadores mezcladores", y después se discute la preparación de composiciones curables de poliolefinas por un medio diferente, con lo que el objetivo primario es lograr una distribución mejorada del agente de curado para el polímero. En esta patente se describe un método de calentar un material de poliolefina, preferiblemente en forma de polvo, juntamente con todos los demás ingredientes, excepto el agente de curado, hasta un "punto de sinterización", en un mezclador-triturador que gira rápidamente, y después acabar el calentamiento de la mezcla y enfriarla, con lo que el agente de curado es introducido con un mezclado continuo. El "punto de sinterización" se describe en esta patente como "la proximidad del punto de reblandecimiento del polímero correspondiente", que parece que concuerda con la definición típica del diccionario de hacerse coherente por calentamiento sin fusión. Aparte de imponer un importante cambio operativo de pasar de calentamiento a enfriamiento en una etapa condicionada por intervalos variables de temperatura de reblandecimiento para diferentes termoplásticos, con la consiguiente responsabilidad para el personal operativo, parece que

417002



en el método de esta patente el polvo termoplástico es reblandecido o sinterizado hasta que se integra en una masa plástica coherente, no muy distinta de la producida con un aparato más corriente de mezclado de la técnica anterior, tal como un Banbury. Además, la forma en polvo preferida del material polímero exigida en la patente es la más costosa de las formas para tales materiales, lo que aumenta el coste.

Otras descripciones de la técnica anterior sobre el uso de mezcladores de paletas giratorias rápidas o de alta velocidad, tales como el tipo mostrado en la Patente de los Estados Unidos Nº 2.945.634, describen diferentes efectos sobre las partículas termoplásticas y los aditivos. Por ejemplo, en la Patente de los Estados Unidos Nº 3.484.262, así como en un artículo publicado en el Wire Journal, "Improve Your Dry Blending of Wire Insulation PVC" ("Cómo mejorar su mezclado en seco de PCV para aislamiento de alambres"), por G. L. Levy, agosto 1971, pp 39 a 43, se describe que tal aparato de mezclado de alta velocidad, o las condiciones impuestas por el mismo, denominadas "método de adhesión abrasiva" en la patente, dan un producto en el que los aditivos, tales como pigmentos o cargas, son forzados a introducirse y empotrarse físicamente en la superficie de las partículas de polímero. En la patente Nº 3.484.262,

417002



por ejemplo, se indica que "las partículas de material
polímero tienen pigmento fuertemente adherido solamente
a sus regiones superficiales, implicando, al parecer,
la adherencia, la retención de pigmento en el interior
5 de depresiones o muescas superficiales en las regiones
exteriores de la partícula....", y el autor del artícu-
lo concluye que el mezclado intensivo a alta velocidad
"hace que las partículas de carga se adhieran fuertemen-
te a la superficie" de las partículas polímeras, hechas
10 sin duda más receptivas por el efecto reblandecedor del
plastificante que era incluido.

Se propone un sistema diferente de mezcla-
do de materiales termoplásticos con cargas sólidas en
las Patentes de los EE.UU. Nos. 2.445.928 y 2.572.068,
15 en las que el material termoplástico es fundido y se
aplica una fina pulverización del líquido a la carga só-
lida mientras las partículas de carga sólidas están en
suspensión en aire por medio de una agitación intensa
con una rueda de paletas. Se hace constar que la expo-
20 sición de las partículas de carga suspendidas a contac-
tos por colisión con el plástico licuado causa la adhe-
rencia de uno con otro por impacto. No obstante, este
procedimiento requiere un sistema independiente de fu-
sión y medios de pulverización, entre otros componentes
25 de equipo también implicados, que se describen en estas

patentes.

417002



RESUMEN DE LA INVENCION

5 Esta invención comprende un método mejora-
do de mezcla de materiales polímeros termoplásticos y
cargas, incluyendo sustancialmente todo tipo de formas
en partículas de aditivos o agentes. El método de esta
invención es de aplicación muy flexible, y está esencial-
10 mente exento de condiciones precisas de funcionamiento o
de manipulación, reduciendo así las exigencias acerca
del personal operativo y la probabilidad o frecuencia de
cualquier error de operación. Es decir, si el método de
mezcla de esta invención no se ha seguido hasta el pun-
15 to de alcanzar un grado suficiente de mezcla, el proce-
dimiento puede reanudarse sencillamente sin ningún efec-
to degradante, y realizarse después hasta el punto final
designado. Por otro lado, y en la mayoría de los casos,
una mezcla excesiva o exagerada no es perjudicial para
20 el producto resultante.

 Esta amplitud en la duración del procedi-
miento es atribuible fundamentalmente a la naturaleza
única del método de la invención, en la que el procedi-
miento sólo necesita efectuarse, o reanudarse después de
25 una interrupción, hasta el punto de alcanzar un "punto

417002



5 final", que se conoce fácilmente, pero por otro lado puede ser continuado hasta apreciablemente después, como se describe más adelante, sin ningún efecto degradante más que una disminución gradual de la estructura única de los productos a medida que se aproxima a la formación física de una fase sustancialmente continua semejante a la de los productos de la técnica anterior, semejante al estado sustancialmente homogéneo obtenido por mezclado prolongado con un mezclador Banbury.

10 En breves palabras, el método de mezcla de la invención comprende mezclar partículas de material termoplástico con carga en partículas al mismo tiempo que se funden las regiones superficiales de las partículas termoplásticas, con lo que la carga se mezcla con la
15 superficie en fusión de las partículas, y la mezcla superficial resultante de masa fundida superficial y carga es eliminada de las partículas termoplásticas subyacentes por el rozamiento de la acción de mezclado. Este procedimiento de mezclado y fusión es continuado con la sucesiva fusión superficial, mezclado de masa fundida y
20 carga, y extracción de los ingredientes mezclados, que disminuye progresivamente las partículas termoplásticas y consume la carga, al menos hasta que toda la carga está sustancialmente gastada y las partículas de material
25 termoplástico quedan disminuídas sustancialmente por las

417002



acciones de fusión y extracción. A este nivel de mezclado se alcanza un producto de mezcla de sistema estructural único, que comprende masas coherentes de partículas, de tamaño distribuido al azar, de los ingredientes de
5 mezcla combinados según distribuciones físicas distintas de polifases discontinuas interdispersadas unas con otras, que comprenden fases mezcladas discretas de material polímero y carga, que incluyen su material polímero y carga en disposiciones estratificadas, y fases intersticiales de sustancialmente material polímero. Un mezclado adicional reducirá las partículas de tamaño al azar del compuesto a un intervalo sustancialmente más fino y más uniforme, y un mezclado prolongado más tiempo después da como resultado una reducción gradual de las polifases discontinuas del compuesto descrito, acercándose al mismo
10 tiempo a una fase esencialmente continua y una consistencia homogénea.

Esta invención comprende además la preparación de compuestos polímeros curables, y el curado de
20 compuestos polímeros curables preparados por el método mejorado de mezcla, y el moldeo u otra clase de transformación de productos a partir de los compuestos de este método, tanto curados como no curados, y en particular la producción de conductores eléctricamente aislados empleando los compuestos polímeros únicos de la in-

417002



vención, en los que sus características distintivas son especialmente notables.

BREVE DESCRIPCION DEL DIBUJO

5

La FIGURA 1 comprende un diagrama esquemático que ilustra la secuencia y las etapas del tratamiento de los ingredientes por medio del método de mezcla de esta invención.

10

Las FIGURAS 2 y 3 son microfotografías de una sección de los mismos ingredientes mezclados con un aumento de 800 X, ilustrando la FIGURA 2 el tipo de producto de fase homogénea continua de la técnica anterior, e ilustrando la FIGURA 3 el sistema estratificado de los

15

productos preferidos de esta invención; y

La FIGURA 4 es una vista en perspectiva de una sección de un conductor metálico aislado con un producto mezclado según el método de esta invención.

20

DESCRIPCION DE LA REALIZACION PREFERIDA

El método de mezcla de material termoplástico y carga de esta invención comprende principalmente efectuar el mezclado de partículas de material polímero

25

termoplástico con carga en partículas, y, mientras se

417002



esté haciendo este mezclado, efectuar la fusión progresiva de la porción superficial de las partículas termoplásticas, con lo que la acción de mezclado hace que la carga en partículas se adhiera y se mezcle con las porciones superficiales fundidas viscosas de las partículas termoplásticas, y hace también que la masa fundida polímera y carga mezcladas resultantes sean extraídas de la estructura subyacente de partículas polímeras.

Es suficiente sustancialmente cualquier tipo de dispositivo de mezclado que aporte un grado suficiente de agitación para mantener una extensa acción de entremezclado entre las partículas del material polímero termoplástico y la carga. No obstante, para acelerar la realización del método global de mezcla, y por razones que se harán evidentes más adelante, es altamente preferido que el mezclado sea efectuado en un mezclador de tipo de rueda de paletas de alta energía y alta velocidad, tal como el ilustrado por el aparato mezclador Henschel de la Patente de los EE.UU. Nº 2.945.634, que está adaptado a la producción de un entremezclado muy vigoroso de partículas. Este tipo de aparato de mezclado trabaja generalmente con velocidades de la rueda de paletas comprendidas en el intervalo aproximado de alrededor de 1000 a 2000 r.p.m.

El calor para efectuar la fusión de las

417002



partículas de material polímero termoplástico puede proceder de sustancialmente cualquier fuente, o combinación de fuentes. Puede ser, o bien generado interiormente por la fricción de partículas que colisionan, o suministrado desde un origen exterior, o de ambas clases, y puede incluir también un calentamiento previo apropiado de los ingredientes por cualquiera de estos medios, para acelerar la velocidad de terminación del método. La manera preferida de poner en práctica el método de esta invención comprende la generación interna de al menos parte de la energía calorífica requerida, por medio del rozamiento intensivo de las partículas de material polímero y la acción de la mezcla y colisiones de la carga a altas energías y velocidades. Puede conseguirse un calentamiento interno efectivo, sólo por rozamiento de partículas, y que es adecuado para causar la fusión requerida para la mayoría de los materiales polímeros termoplásticos, con el mezclador de tipo Henschel que tiene una acción de rueda de paletas a alta velocidad.

Sin embargo, para aumentar la velocidad de realización del método, se prefiere aumentar el calor generado interiormente por medios de calentamiento suplementarios, tales como calentadores o fuentes de calor dispuestas dentro o alrededor del recipiente de mezclado, para llevar la temperatura del material termoplás-

417002



5 tico hasta su intervalo de fusión de un modo más eficiente y más controlable. El uso de estas fuentes múltiples de calor para acelerar la velocidad del procedimiento es particularmente importante cuando se mezclan algunos de los materiales polímeros termoplásticos de superior intervalo de fusión.

10 Además de aportar las ventajas de una fuente práctica de cantidades muy efectivas de calor generado interiormente para ayudar a la fusión del material polímero termoplástico, los mezcladores del tipo de rotor de alta energía y alta velocidad, tales como el indicado anteriormente, son los más efectivos en otros aspectos del método, y particularmente para proporcionar el grado de rozamiento de partículas y de turbulencia que
15 cause rápidamente la extracción progresiva de las partículas polímeras termoplásticas.

20 El efecto de las operaciones de mezclado y fusión descritas, y el fenómeno físico que puede atribuirse a las mismas, que comprende la base de esta invención, se describe aquí más adelante con referencia a la FIGURA 1 del dibujo, que ilustra la secuencia y las etapas de los materiales y los efectos cuando se hace la mezcla según esta invención.

25 Inicialmente, las partículas de material polímero termoplástico A y la carga B en partículas se

417002



entremezclan y/o colisionan sencillamente como resultado de la acción de agitación del mezclado, que se identifica como Etapa I en la FIGURA 1 del dibujo, hasta que la temperatura de las partículas polímeras termoplásticas, sea cual fuere la causa, rozamiento y/o fuentes externas de calor, asciende hasta el nivel de fusión de la composición polímera termoplástica particular, con lo que hay un reblandecimiento y licuefacción progresivos de las regiones superficiales de las partículas polímeras termoplásticas. Esto se muestra como Etapa II, en la que el área exterior o superficial 10 de la partícula termoplástica A ha llegado a fundirse esencialmente y se ha hecho viscosa.

La carga B, que colisiona con las partículas polímeras termoplásticas A en esta etapa, es mezclada fácilmente con las mismas por adherencia de las partículas a las regiones superficiales fundidas y viscosas, blandas y receptivas, de las partículas termoplásticas, efecto que se muestra como Etapa III, en la que la superficie pegajosa 10 de las partículas polímeras A retiene por adhesión a la carga B que choca con ellas, creando un área exterior 12 de carga y masa polímera fundida mezcladas, compuesta de una capa formada por un estrato de partículas de carga que se adhieren a una película superficial de material polímero fundido. El roza-

417002



miento de los ingredientes que se entremezclan y colisionan entre sí durante el mezclado produce una extracción o exfoliación continua de secciones similares a una corteza, formadas por la mezcla de carga y masa fundida polímera, a causa de que la masa, más firme, de la mezcla combinada de carga y masa fundida polímera 14 se separa en fragmentos del material polímero inmediatamente subyacente fundido, blando o fluidizado, situado sobre la subestructura de partículas. Esta separación se muestra como Etapa IV y sig. Estos fragmentos 14 constituyen una nueva fase física C del sistema, es decir una mezcla de carga y polímero fundido, que típicamente está en forma de sustancialmente una sólo capa o estrato de partículas de carga que se adhieren a una película de masa fundida viscosa de material polímero.

A causa de la naturaleza de su formación, en la que una capa o estrato de carga se adhiere a una superficie de material polímero fundido, los fragmentos mezclados comprenden unidades fundamentales predominantemente estructuradas esencialmente de una capa estratificada de carga retenida por adhesión por una masa similar a una película de material termoplástico. Las propiedades distintivas del compuesto proporcionadas por este método se basan primordialmente en esta estructura única en toda la masa de la fase mezclada, o aglomeración de

417002



la misma, cuando se protege como se describe más adelante en la invención.

El mezclado de las partículas de material polímero termoplástico A y la carga B, y la fusión del material polímero termoplástico, son continuados, con la
5 mezcla proporcionada resultante, hasta que sustancialmente toda la carga ha sido asimilada por mezclado con el material polímero fundido, y las partículas de material polímero han sido sustancialmente gastadas por fusión,
10 independientemente de cualquier otro mezclado con carga, si la carga ha sido consumida previamente. Así pues, el procedimiento de mezcla de este método comprende una acción continuada de mezclado y fusión, para efectuar un mezclado progresivo y una extracción de la mezcla de las
15 partículas de polímero, que se continúa hasta que la carga ha sido sustancialmente consumida por la acción de mezclado, con lo que no queda sustancialmente nada de carga libre o sin mezclar, y las partículas de material polímero han disminuído progresivamente de modo sustancial por fusión. En la etapa V y sig. de la FIGURA 1 se
20 muestra, como fase D, material polímero fundido residual pero sustancialmente no mezclado. Así pues, el efecto sobre los materiales es una acción progresiva continua una vez que se alcanza el intervalo de fusión del polímero termoplástico particular, pero no es necesario efec
25

417002



tuar la mezcla hasta que sea completa sin interrupciones una vez comenzada, y puede terminarse en sustancialmente cualquier etapa, y reanudarse posteriormente, sin ningún efecto observable, aparte de una pérdida de tiempo.

5 Sin embargo, el grado hasta el que se efectúa el procedimiento de mezclado y mezcla mecánica anterior puede adaptarse a los requerimientos para productos mezclados dados. Por ejemplo, cuando el producto mezclado puede ser sometido a una posterior acción de mezclado, tal como la que se encuentra en algunos aparatos de extrusión o tiene lugar en otros procesos, puede no ser adecuado continuar la acción de mezclado hasta el grado en que la totalidad de la cantidad de la carga es asimilada por mezclado con el material polímero, y/o en que todo el material polímero es gastado por fusión. Así
10 pues, con el fin de definir esta invención, puede decirse que el procedimiento de mezclado sólo necesita transcurrir hasta un punto en que al menos una mayoría de más del 50% de la carga total sea asimilada por mezclado con el material polímero, y también que al menos aproximadamente una mayoría de más del 50% del material polímero sea gastado por fusión.
15
20

25 El progreso de mezclado de carga con material superficial fundido de las partículas polímeras, y la extracción de la mezcla de la estructura subyacente

417002



de partículas polímeras hasta que la carga es consumida sustancialmente y las partículas disminuyen esencialmente por fusión, con la formación de nuevas fases de ingredientes de mezcla C y de material polímero fundido D, se muestra como Etapa V del dibujo. En esta etapa el producto tiene el tacto y la consistencia de arena húmeda.

Ha de observarse, además, que un dibujo en dos dimensiones no puede ilustrar de modo adecuado la estructura estratificada característica producida por el método en las fases mezcladas, que comprende una capa o estrato de partículas de carga unidas a segmentos similares a una película de polímero fundido, o los conjuntos estratificados compuestos de una pluralidad de estos segmentos mezclados aglomerados unos con otros.

A causa, al parecer, de la naturaleza generalmente viscosa y pegajosa del constituyente polímero fundido durante el procedimiento de mezclado y fusión, los fragmentos de ingredientes mezclados muestran una acusada tendencia a cohesionarse rápidamente unos con otros, y formar así aglomerados de tamaño al azar de la fase C mezclada sólo, y también a unirse con masas de material polímero fundido que comprende fase D, y producir así aglomerados polifásicos discontinuos de la fase mezclada C sólo o incluyendo fase polímera mezclada D interdispersada alrededor de la anterior, como se muestra

417002



en la Etapa VI, en lugar de retener su identidad más o menos discreta, tal como se formó primeramente y se muestra en la Etapa V. Los segmentos aglomerados comprenden típicamente terrones blandos relativamente grandes. No obstante, una continuación breve de la acción de mezclado, conjuntamente con una disminución de la temperatura del material, reduce los aglomerados al azar a un intervalo de tamaños de partícula relativamente más uniforme, producto que no es susceptible de reaglomeración mientras es mantenido a temperaturas inferiores al intervalo de fusión del polímero.

El producto mezclado obtenido realizando el mezclado y la fusión hasta el punto de asimilar la carga y disminuir sustancialmente las partículas del material polímero por fusión, tanto si se aglomera en tamaño al azar formado inicialmente, como se muestran en la Etapa VI, como si se desmenuza brevemente hasta un intervalo de tamaños relativamente más uniforme, está constituido por un sistema físico de polifase única, de masas o aglomerados coherentes en partículas de fases discontinuas interdispersadas unas con otras, que comprenden fases discretas mezcladas (C) de material polímero y carga, que incluye disposiciones estratificadas de las mismas, y algunas fases intersticiales (D) de sustancialmente material polímero.

417002



1973

Las proporciones relativas de material polímero y carga, así como el tamaño de la carga o cargas, y el grado de mezclado, determinan la extensión, si la hay, de la fase intersticial de sustancialmente material polímero que hay en toda la masa del sistema.

Por otro lado, un mezclado continuado a aproximadamente el nivel de temperatura de fusión del material polímero da como resultado el que las masas o aglomerados cohesionados en partículas del mismo, se fusionen finalmente en una gran masa o masas, que son esencialmente estables en las condiciones de mezclado mostradas en la Etapa VII. La terminación de la acción de mezclado y el enfriamiento produce una masa de unidades relativamente grandes de una consistencia quebradiza particular, con lo que el material se rompe luego fácilmente en partículas por agitación suave, siendo reducido su intervalo de tamaños en proporción con el grado de desmenuzamiento.

Sin embargo, si se continúa el mezclado con calentamiento, el material se fusiona de nuevo en una sola masa, o en una pluralidad de grandes masas, que a su vez, por enfriamiento, vuelven a una consistencia desmenuzable, que de nuevo puede ser desmenuzada fácilmente en forma de partículas. La secuencia de fusión y desmenuzamiento puede repetirse de modo sustan-

417002



cialmente indefinido sin ningún efecto discernible en el material mezclado, excepto una destrucción gradual del sistema físico polifásico inicial distintivo de masas cohesionadas en partículas de los ingredientes combinados en fases discontinuas entremezcladas entre sí, que comprenden fases C mezcladas discretas con material polímero y carga estratificados, y cualquier fase intersticial D de sustancialmente material polímero, a medida que los ingredientes del compuesto se van dispersando de modo progresivamente más uniforme unos con otros, acercándose así a un estado de una sola fase de homogeneidad sustancialmente continua. Además, repitiendo muchas veces la acción anterior, puede obtenerse un producto similar al obtenido con los mezcladores internos de la técnica anterior tales como un Banbury, pero sin necesidad de un aparato, una mano de obra y una supervisión controlada sustanciales de la operación, o de peligros de exceso de tratamiento o de sobrecalentamiento, producto que tiene la carga dispersada en una distribución generalmente uniforme en toda la masa de una matriz continua de material polímero.

La estructura estratificada única incluida en la fase de mezclado citada anteriormente comprende una disposición distinta de capas o estratos de partículas de cargas que se adhieren a secciones similares a una pelí-

417002



cula de polímero, que puede atribuirse a este método, es demostrada en las microfotografías ilustradas en las FIGURAS 2 y 3 del dibujo.

La FIGURA 2 del dibujo comprende una sección transversal tomada a través de un compuesto polímero con carga y curado, preparado de manera convencional con un mezclador Banbury, y la FIGURA 3 del dibujo comprende una sección o corte transversal tomado a través del mismo material compuesto polímero con carga y curado, preparado por el método de esta invención.

La composición de compuesto de cada ilustración era una formulación típica de producción que contenía polietileno y carga de arcilla en una proporción en peso de dos partes de polímero por una parte de arcilla, y que incluía proporciones más pequeñas de los aditivos usuales, tales como agentes de conservación y agente de curado. El producto mezclado, tanto el de proceso convencional en Banbury como el producido por el método de esta invención, fueron extruídos de manera idéntica e igual espesor sobre alambre de cobre macizo de # 14, como aislamiento para el mismo, y fueron curados por reticulación del polietileno. Se sacó el alambre del aislamiento de compuesto de cada uno, y se cortaron muestras iguales para examen y fotografía microscópicos.

417002



Como el cortado de las muestras para dejar al descubierto una sección interior tiende a distorsionar mecánicamente las superficies cortadas del material, imponiendo una orientación superficial en la dirección del corte, las superficies de las muestras que dejó al descubierto el corte fueron sometidas a una "Incineración a baja temperatura", tratamiento que compensa la alineación direccional inducida artificialmente del área superficial cortada. Este tratamiento fué efectuado usando un Incinerador de Plasma a baja temperatura modelo PL200, y la superficie cortada de cada muestra fué excitada con ondas de radiofrecuencia que convierten el oxígeno diatómico en oxígeno monoatómico, que elimina por combustión la matriz de polímero, dejando así al descubierto la distribución interior de la carga. Cada una de las muestras de idéntica composición de compuesto fué sometida a este tratamiento a 30 watios durante 1 minuto.

La microfotografía de la FIGURA 2 del material polímero con carga producido en Banbury y de modo convencional muestra un sistema continuo esencialmente homogéneo de carga (las masas salientes de color claro indicadas por 20) dispersada uniformemente a través de toda una matriz del polímero (el material de fondo de color oscuro indicado en 22), mientras que la estructura

417002



estratificada de la carga (las masas salientes de color claro en forma de capa mostradas en 24) y el polímero intermedio (el material de fondo de color oscuro mostrado en 26) producidos por el método de esta invención, son
5 claramente evidentes en la microfotografía de la FIGURA 3.

Las proporciones relativas de material polimérico y carga que pueden llegar a mezclarse por medio del método de esta invención son amplias, y por tanto el
10 método es suficientemente versátil para mezclar la mayor parte de las formulaciones. En sus aspectos más amplios, la proporción de carga puede variar de modo efectivo entre aproximadamente 5 y 200 partes en peso por 100 partes en peso de material polímero termoplástico. Se observará, no obstante, que los factores tales como los
15 tamaños y las densidades relativos, o unas densidades aparentes relativas más adecuadas con respecto a algunas cargas, así como la capacidad de absorción y las estructuras internas de ciertas cargas comunes tales como la
20 tierra de diatomeas, pueden tener una influencia importante en las proporciones relativas en peso de material polímero a carga, y por ello puede hacerse conveniente, e incluso necesario, ajustar las cantidades especificadas. Para la mayoría de las cargas usadas comúnmente, tales
25 como la arcilla, la proporción preferida comprende

417002



de aproximadamente 25 a 150 partes en peso de carga por 100 partes en peso de material polímero. Independientemente de la cantidad de carga, el mezclado y la fusión del método han de efectuarse, bien de modo continuo o
5 intermitente, sustancialmente hasta el punto de haber asimilado sustancialmente toda la carga libre por mezclado con material polímero fundido, y también de haber alcanzado la disminución de sustancialmente todas las partículas de material polímero termoplástico por fusión.

10 El componente de la carga no necesita estar presente al comienzo de la operación de mezclado, pero tiene que estar presente para alcanzar la necesaria acción de mezclado y extracción de la mezcla resultante. Así, la carga puede ser introducida en el sistema
15 de mezclado después de iniciada la agitación y al aproximarse o alcanzar el intervalo de temperatura de fusión del material polímero, y puede ser añadida gradualmente durante todo el proceso, continuamente o en varias adiciones de cualesquiera cantidades o clase, si
20 se mezcla más de un tipo de carga.

Los ingredientes que son físicamente inestables o de algún modo susceptibles de algún cambio no deseado a temperaturas del intervalo de fusión de la composición polímera particular del compuesto, que consti-
25 tuye un estado que prevalece durante la mezcla, tales

417002



como algunos agentes peroxídicos de reticulación para poliolefinas, pueden introducirse en el producto después de su mezclado y enfriamiento hasta por debajo del nivel de temperatura al que es susceptible el material que ha de añadirse, y ser después dispersado de modo efectivo a través del material mezclado, por mezclado sin efectuar ningún aumento sustancial de temperatura. La inclusión de estos ingredientes sensibles a la temperatura se efectúa en general del modo más expeditivo transfiriendo primero el producto mezclado caliente a una segunda unidad de mezclado provista de medios de enfriamiento, y completando las adiciones y el mezclado después de un enfriamiento adecuado.

Los materiales polímeros termoplásticos que pueden ser mezclados por el método de esta invención comprenden sustancialmente todos los materiales polímeros que funden o se hacen blandos y relativamente fluidiformes o viscosos por aplicación de calor, sin sufrir un cambio químico no deseado ni deterioro, y que son por tanto aptos para ser sometidos a las condiciones del procedimiento. Son ejemplos de algunos materiales polímeros adecuados, que muestran propiedades termoplásticas suficientes para la práctica de la invención, polietileno, resinas vinílicas, poliamidas, poliésteres, vinilidenos, alílicos, estireno, e incluyendo los elas-

417002



tómeros no curados tales como neopreno, estireno-buta-
dieno, y etileno-propileno. En otras palabras, el méto-
do de la invención se aplica a esencialmente los mismos
materiales polímeros, incluyendo muchos de los llamados
5 elastómeros, aptos para ser mezclados con los medios de
la técnica anterior.

Las condiciones de temperatura de fusión
para sustancialmente todos estos materiales polímeros
termoplásticos pueden obtenerse fácilmente, como se in-
10 dica en los conocidos y ampliamente utilizados manuales
y publicaciones similares, o bien de los vendedores o
fabricantes de los materiales. En cualquier caso, la tem-
peratura de fusión o de reblandecimiento puede averi-
guarse fácilmente por medios empíricos sencillos. No
15 obstante, la temperatura aplicada durante el mezclado o
en cualquier etapa del procedimiento nunca ha de ser tan
elevada que deteriore, o perjudique de cualquier modo
irreparablemente a la composición particular de políme-
ro, ni a cualquier otro constituyente.

20 El material polímero ha de estar preferi-
blemente en forma de partículas, y no de una o más ma-
sas o terrones relativamente grandes. Se prefieren las
cuentas o módulos de material polímero de un tamaño de
aproximadamente 2 a 8 milímetros de diámetro, porque
25 permiten optimizar el método de mezcla, y constituyen

417002



la forma más económica de compra de muchos polímeros. No obstante, el método de mezcla de esta invención es efectivo con partículas polímeras de un amplio intervalo de tamaños, que van desde un polvo relativamente fino, tal como partículas de un tamaño de hasta aproximadamente un tamiz de 149 micras de abertura, hasta trozos grandes de un diámetro de aproximadamente 2,5 centímetros o más. Por ejemplo, según los principios de esta invención se mezclaron de modo efectivo, en un mezclador de tipo de laboratorio, partículas termoplásticas que medían 10 x 10 x 20 mm.

Los constituyentes de la carga comprenden cualquier material pulverulento relativamente fino que mantenga su integridad dimensional a los niveles de temperatura empleados en el método de mezcla. Naturalmente, el nivel de la temperatura de trabajo viene dictado por la temperatura de fusión del material polímero particular sobre el que se actúa, y los componentes de la carga no han de reblandecerse o deteriorarse apreciablemente a la temperatura de mezclado a la que funde el componente polímero que ha de ser mezclado con los mismos. Así, una composición de carga particular podría ser un componente particularmente satisfactorio para la mezcla con algunos polímeros, tales como los de un punto de fusión relativamente bajo, y no ser tan efectivo para

417002



su uso con otros, tales como los que tienen un punto de fusión elevado. Los tamaños adecuados de partículas, por ejemplo, comprenden desde las correspondientes a un tamiz de 149 micras de abertura hasta las correspondientes a un tamiz de aproximadamente 37 micras de abertura, o menores, tales como de tamaños submicrónicos. En el caso de cargas fibrosas o alargadas y de forma irregular, los tamaños especificados han de aplicarse a la dimensión menor de la sección transversal de las partículas. Además, y a causa del mecanismo de la acción de mezcla, las cargas han de ser de un tamaño relativamente menor que las partículas polímeras, con lo que las partículas de carga pueden mezclarse por adherencia a las regiones superficiales fundidas viscosas del material polímero.

Para los fines de esta invención, las cargas comprenden en general todas las cargas comunes y los ingredientes o agentes de mezcla sólidos usados en los compuestos polímeros. Incluyen materiales de origen natural o sintético, y mineral o no mineral, y de cualquier configuración, tales como esferas, placas o fibras, que haya disponibles en forma de sólidos de partículas finas, y de suficiente resistencia térmica para mantener su estructura física sólida al menos a la temperatura de fusión del material polímero particular que

417002



ha de ser mezclado con ellas. Las cargas típicas comprenden arcillas, negro de humo, serrín con o sin aceite, diversas formas de sílice incluyendo arena común, vidrio, metales, y óxidos de metales, tales como el óxido de aluminio y el óxido de titanio, óxido de magnesio, 5 carbonato de calcio, carbonato de bario, carbonato de magnesio, sulfato de bario, trióxido de antimonio, silicato de calcio, tierra de diatomeas, tierra de batán, mica, talco, pizarra en polvo, ceniza volcánica, copos de 10 algodón, fibra de vidrio, amianto, y otros muchos, tanto si se emplean primordialmente para reducir costes, o para refuerzo, aumento de volumen, pigmentación, o cualquier otro fin.

También están incluidos en el grupo de 15 estas cargas convencionales dadas anteriormente, para los fines de esta invención, todos los ingredientes sólidos de mezcla que satisfagan los requerimientos especificados de temperatura, incluyendo, sin limitarse a ellos, los componentes típicos y convencionales tales 20 como los agentes de vulcanización, acelerantes, materiales resistentes al envejecimiento y protectores, tales como antioxidantes y agentes estabilizantes frente al calor y a la luz.

Pueden introducirse y dispersarse compo- 25 nentes líquidos, o aquéllos que no poseen una adecuada

417002



resistencia a la temperatura, después de realizado el método de mezcla y de enfriada la mezcla.

Lo que sigue comprende ejemplos del método de mezcla de esta invención, incluyendo demostraciones de las condiciones de aplicación del método, diversos materiales que pueden ser sometidos al método, y los productos mezclados derivados de los mismos. En alguno de los ejemplos, el método de mezcla fué efectuado a escala de laboratorio, para minimizar, tanto el tiempo de tratamiento, como las cantidades de material gastado, y también para permitir una observación y un estudio más estrechos y detallados de los hechos físicos causados por el fenómeno de mezclado. En cada ensayo a escala de laboratorio los ingredientes fueron mezclados en un mezclador de alimentos de tipo cocina o laboratorio, que comprendía un mezclador Waring con una velocidad de la paleta de la rueda móvil comprendida entre aproximadamente 875 y 1750 r.p.m., o un dispositivo similar fabricado por la General Electric Co. El mezclador de alimentos familiar y común, de tipo cocina, que comprendía un recipiente de mezclado transparente del tipo de una jarra, típicamente de una capacidad de aproximadamente un litro o más, y provisto de un agitador de alta velocidad de múltiples paletas en el fondo del recipiente de mezclado, constituye un mezclador a pequeña escala que re-

417002



5 produce el comportamiento y la construcción esencial de un aparato de mezclado Henschel comercial de capacidad relativamente grande. En estos experimentos no se aplicó calor exterior, excepto cuando se indica que los ingredientes fueron calentados previamente con el fin de reducir al periodo de tiempo requerido para que el material polímero alcance su nivel de fusión.

10 Los otros ensayos de mezcla de los ejemplos fueron efectuados en un mezclador Henschel comercial del tipo descrito en la Patente de los EE.UU. Nº 2.945.634, con una capacidad de la cámara de 114 litros, y una camisa alrededor de la cámara de mezclado para calentar con vapor o enfriar con agua el contenido de la cámara de mezclado. Este mezclador tenía una velocidad
15 de la paleta de la rueda móvil de 1700 y 1400 r.p.m.. No obstante, sólo se aplicó calor exterior cuando así se indica en los ejemplos.

EJEMPLO I

20

Este ejemplo ilustra la interacción esencial del material termoplástico con la carga, mostrando los efectos de llevara cabo las operaciones de manipulación del método con sólo partículas de material de polietileno. Cien gramos de nódulos de polietileno (polie-

25

417002



tileno de baja densidad R4, de la Sinclair-Koppers Co.)
de un diámetro de aproximadamente 4 milímetros, se añadi-
dieron a un mezclador de alimentos típico de tipo de co-
cina, Modelo BL10 de la General Electric Company, que
5 estaba provisto de un termómetro de mercurio que atra-
vesaba la tapa del recipiente de mezclado, y cuyo bulbo
se introducía en la masa suelta de nódulos. Este mezcla-
dor se hizo funcionar a una elevada velocidad de aproxi-
madamente 1500 a 1750 r.p.m., y durante un período con-
10 tinuo de 14 minutos la lectura del termómetro se elevó
gradualmente hasta 90°C, en cuyo punto se observó cierta
aglutinación de los nódulos. Por mezclado adicional du-
rante 2 minutos más, la temperatura se elevó aún más has-
ta 97°C, y toda la carga de nódulos tendía a aglomerarse
15 y adherirse a las paredes del recipiente mezclador, fue-
ra del alcance de la paleta de la rueda móvil.

Durante el período de los 14 minutos si-
guientes de mezclado a alta velocidad, la temperatura
permaneció sustancialmente constante en 97°C, y no tuvo
20 lugar esencialmente ningún cambio en el tamaño o forma
de los nódulos. Los conglomerados de nódulos que colga-
ban de las paredes del recipiente del mezclador fueron
resbalando lentamente por las paredes del recipiente has-
ta estar al alcance de las paletas de la rueda móvil don-
25 de los conglomerados fueron deshechos, y los nódulos fue

417002



ron empujados contra las paredes del recipiente, donde se aglomeraban de nuevo en forma de conglomerados que colgaban de las paredes, y que a su vez resbalaban de nuevo lentamente hacia abajo, repitiendo el ciclo.

5 De la observación del fenómeno anterior se puso de manifiesto que cuando se mezclan partículas polí-
meras termoplásticas solas, la temperatura aumenta hasta que el área superficial de las partículas polímeras fun-
de, y la película superficial fundida resultante sobre
10 las partículas actúa como lubricante, contrarrestando cualquier aumento importante de temperatura generado por la acción de mezclado.

EJEMPLO II

15 Cien gramos de los mismos nódulos de polietileno de baja densidad R4 (de aproximadamente 4 milímetros de diámetro) y 50 gramos de arcilla (Arcilla White-
tex 3071) se colocaron en un mezclador de alimentos Waring de tipo de cocina. Por agitación a alta velocidad,
20 la temperatura de la mezcla aumentó, como resultado del calor generado por la acción de mezclado, hasta aproximadamente 105°C, el punto de fusión aproximado del polietileno. A esta temperatura se observó, inesperadamente,
25 que las características de la carga de mezclado cambia-

417002



ban de ser una masa inerte a una fácil movilidad, y que
había una notable disminución en el tamaño de los nód-
los. Cuando la temperatura de la carga alcanzó 135°C, se
interrumpió el mezclado y se dejó que la carga se enfria
5 se hasta aproximadamente 100°C. Después se reanudó el
mezclado y se continuó hasta que la temperatura volvió a
aproximadamente 135°C, en que se interrumpió de nuevo y
la carga se enfrió hasta aproximadamente 100°C. Este ca-
lentamiento alternativo por el rozamiento de la acción
10 vigorosa de mezclado, seguido de enfriamiento durante un
período de descanso, dió un producto en polvo de fácil
fluidez. El producto constaba de partículas que iban des-
de muy finas hasta un diámetro de aproximadamente 0,5
milímetros. Una muestra de este producto en polvo fué
15 comprimida a una temperatura de 150°C hasta formar una
lámina de 0,076 a 0,127 mm de espesor, que demostró que
había tenido lugar un grado elevado de mezcla entre el
material de polietileno y la carga.

20 EJEMPLO III

Este ejemplo ilustra la importancia de la
temperatura de mezclado en relación con el material ter-
moplástico particular empleado en el método de mezcla.
25 Con los mismos ingredientes, se repitieron las condicio-

417002



nes de mezclado del Ejemplo II, incluyendo el tiempo de
mezcla total, excepto en que nunca se permitió que la
temperatura de la carga sobrepasara los 81°C, un nivel
de temperatura sustancialmente por debajo del interva-
5 lo de fusión del polietileno. Los resultados fueron que
los nódulos de polietileno quedaron esencialmente inalte-
rados en tamaño y forma, y una muestra moldeada en forma
de lámina mostró que no había tenido lugar esencialmen-
te ningún mezclado entre el material de polietileno y
10 las partículas de carga. Así pues, la temperatura tiene
que sobrepasar el punto de reblandecimiento y alcanzar
los niveles de fusión de la composición termoplástica
dada, para conseguir el objetivo de mezcla y las venta-
jas de esta invención.

15

EJEMPLO IV

Se repitieron de nuevo las condiciones del
Ejemplo II, con los mismos ingredientes, incluyendo el
20 procedimiento de mezclado de los ingredientes hasta que
la temperatura de la carga alcanzó aproximadamente los
135°C, y enfriando después alternativamente hasta apro-
ximadamente 100°C interrumpiendo la acción de mezclado.
Este ciclo de mezclado y calentamiento, y después de can-
25 so y enfriamiento, se repitió hasta que el producto en



polvo formado por los ingredientes de la carga de mezcla se fusionó en un gran terrón blando que atascó el mezclador. Por enfriamiento, este terrón se transformó en un sólido desmenuzable, que podía ser deshecho fácilmente en fragmentos pequeños.

EJEMPLO V

Este ejemplo del método de mezcla de esta invención se efectuó en un mezclador Henschel de 114 litros de capacidad, modelo JSS-350. Los ingredientes de la carga consistían en 14,9 kg de los mismos nódulos de polietileno de aproximadamente 4 milímetros, 7,5 kg de arcilla (Whitetex 3071), 0,75 kg de negro de humo (Thermax MT-R.T. Vanderbilt), y 0,27 kg de antioxidante de politrimetildihidroquinoleína (Flectol H de Monsanto). La carga fué mezclada en el Henschel a alta velocidad de la rueda de paletas (aproximadamente 1700 r.p.m.) hasta que su temperatura alcanzó aproximadamente 116°C, después de lo cual el mezclador fué puesto a baja velocidad (aproximadamente 1400 r.p.m.) y se hizo circular agua de refrigeración a través de la camisa del recipiente de mezclado. Después se añadieron a la carga 0,49 kg de agente de curado por reticulación de peróxido de dicumilo (Di-cup R, de Hercules) y 30 cc de flúi-

417002



do de silicona, y se dispersaron en su masa. Se detuvo el mezclado y se dejó que la carga se enfriase hasta aproximadamente 82°C, y después de ello se descargó la carga del mezclador. Los ingredientes mezclados estaban en forma de un polvo que fluye libremente, que se encontró que contenía una pequeña cantidad (aproximadamente 15% a 25% en volumen) de nódulos cuyo tamaño llegaba hasta 20 x 30 x 6 milímetros. Cuando se cortaron y abrieron los nódulos, se encontró que eran de un color negro uniforme en toda su masa, lo que indicaba la dispersión del negro de humo a través de la masa mezclada de material opaco de polietileno y de la carga de arcilla blanca. El análisis de los nódulos estableció que contenían una composición en tanto por ciento de polímero-carga semejante a la producida con el mezclado convencional en Banbury con las mismas formulaciones, y que el método conseguía una verdadera mezcla de la carga con una matriz de polímero, y no simplemente un movimiento o mezclado mecánico de las partículas de polímero y carga.

Este producto mezclado o compuesto, en cada una de dos formas, fué extruído sobre alambre, haciéndose una extrusión con una muestra del material mezclado obtenido directamente del mezclador, y la otra con una muestra del material molido a 87,8°C y granulado en pequeños nódulos antes de la extrusión. Cada una de las ex

417002



trusiones se efectuó en una extrusora Royle 2, de 89 milímetros, y el compuesto se aplicó en forma de una cubierta de 1,19 milímetros de espesor sobre alambre de cobre del N° 14. Los compuestos extruidos se hicieron
5 pasar directamente desde el cabezal de la extrusora a una cámara de vulcanización de tubería por vapor, a 204°C, que contenía un ramal de agua de refrigeración, en situación de aguas abajo. El producto de alambre cubierto con el polímero y las cargas mezclados fué enrollado en un
10 carrete de recogida, y después se colocó en una estufa de aire durante 4 horas a 87,8°C. Después se comparó el aislamiento formado con cada una de estas muestras con un aislamiento de composición idéntica preparado con un Banbury de manera convencional, y conformado después de
15 manera idéntica a las demás muestras.

Muestras de cada material de alambre, el compuesto extruido directamente, el compuesto molido en caliente y extruido después, y el compuesto preparado en el Banbury, se cortaron en forma de muestras de ensayo
20 que constaban de segmentos de 162,7 cm de alambre aislado, y la sección central de 105,2 cm fué recubierta con pintura de carburo de silicio no lineal en cada extremo, para relajar la tensión en el empalme del aislamiento con pintura de plata. Cada una de estas muestras fué sometida después a una tensión eléctrica a través de un dis
25

417002



positivo accionador, que también registraba el tiempo que la muestra individual tardaba en perforarse. La tensión máxima en el conductor se mantuvo en 42.000 v/mm. (válvula r.m.s.). La resistencia al voltaje de las muestras de compuestos preparados como anteriormente, en comparación con los resultados de resistencia al voltaje del mismo ensayo efectuado con los mismos compuestos preparados de manera convencional en un mezclador Banbury, es como sigue: Los datos se dan como vida media en horas de resistencia en condiciones aceleradas del voltaje de ensayo, para 10 unidades independientes de ensayo de cada una de las muestras.

15	Compuesto convencional en Banbury	<u>Compuesto del método de esta invención</u>	
		Formado directamente	Molido previamente y nodulizado
	436 horas	658 horas	692 horas

Aunque no se propone una explicación de esta mayor resistencia a un voltaje eléctrico elevado de un material aislante mezclado siguiendo el método de esta invención, en comparación con la de la misma composición derivada de los medios de mezclado de la técnica anterior, por la identidad de la composición y demás circunstancias parecería lógico suponer que esta mayor resistencia al

417062



voltaje puede atribuirse de algún modo al sistema estructural único, que incluye la estratificación de la carga y el material polímero tal como se ha ilustrado, producida por el método de esta invención.

5

EJEMPLO VI

Cien gramos de nódulos de polietileno de aproximadamente 4 milímetros de diámetro, y 50 gramos de arcilla calcinada, se añadieron a un mezclador de alimentos Waring de dos velocidades, con un termómetro de mercurio. A alta velocidad de mezclado (aproximadamente 1700 r.p.m.) el calor generado por el rozamiento de partículas de la acción de mezclado hizo alcanzar una temperatura medida de 103°C en 9 minutos. Después se añadieron al mezclador 1,50 gramos de vinil-silano, y el mezclado se continuó durante 2 minutos más hasta una temperatura de 125°C. El mezclado se interrumpió durante un período de 2 minutos, tiempo durante el que la temperatura descendió a 109°C, y después se reanudó la mezcla a alta velocidad durante un período de 1 minuto, llegando la temperatura a 122°C, y se detuvo de nuevo el mezclado, y se enfrió la carga, en reposo, hasta 107°C. En esta etapa se introdujeron 3,0 gramos de negro de humo (Thermax), al mismo tiempo que se efectuaba el mez-

25-8-73

417002



clado a alta velocidad durante un período de 1 minuto, ascendiendo la temperatura hasta 118°C, y después se mantuvo un reposo de 3 minutos con un descenso de temperatura hasta 104°C. Después se añadieron 1,75 gramos de antioxidante (Flectol H) y 3,30 gramos de agente de curado de peróxido de di-alfa-cumilo (Di-Cup R), mezclando al mismo tiempo a alta velocidad durante 1 minuto, con un aumento de temperatura hasta 115°C. Se detuvo de nuevo el mezclado, y tres minutos de enfriamiento en reposo hicieron descender la temperatura hasta 98°C.

Durante esta continuada operación de mezclado y calentamiento intermitentes, seguidos de reposo y enfriamiento, los ingredientes de la carga comenzaron a aglomerarse o apelmazarse, hasta que llegaron a fusionarse tanto que no se observó ya ninguna acción adicional de mezclado.

La carga fusionada resultante fué enfriada después, y a continuación se puso en marcha el mezclador a una velocidad relativamente baja, que rompió rápidamente la masa fusionada y enfriada en pequeños nódulos que fluían libremente. Continuando el mezclado, la temperatura de la masa de pequeños nódulos aumentó hasta aproximadamente 100°C, después de lo cual se fusionaban de nuevo y bloqueaban el mezclado. Tras reposo y enfria-

417002



miento, la masa fusionada fué rota de nuevo poniendo en
marcha el mezclador, y la masa fué desmenuzada en peque-
ños nódulos que fluían libremente. Este ciclo de fusio-
namiento con calentamiento de mezclado, y desmenuzamen-
to de la masa fusionada enfriada, fué repetido seis ve-
ces, y se conservaron los nódulos finales pequeños des-
menuzados.

El experimento se repitió en su totalidad
dos veces con esencialmente los mismos resultados.

Los ejemplos siguientes ilustran la apli-
cación del método de mezcla de la invención a otros ma-
teriales polímeros, incluyendo los elastómeros.

EJEMPLO VII

En este experimento se empleó un mezclador
de alimentos Waring típico, que tenía un recipiente de
mezclado de un litro de capacidad, provisto de un termó-
metro de mercurio que, atravesando la tapa del recipien-
te, llegaba hacia abajo hasta el nivel de la carga con-
tenida. Las cargas principales, que comprendían 55 gra-
mos de arcilla (Catalpo) con 48 gramos de negro de humo,
se añadieron en primer lugar al mezclador, y se mezcla-
ron. En unos 5 minutos, el calor autogenerado por el mez-
clado de las cargas había hecho aumentar la temperatura

417002



de estas cargas hasta aproximadamente 115°C. En este momento se dejó caer en el mezclador en funcionamiento un trozo relativamente grande de caucho de neopreno, que medía aproximadamente 10 x 10 x 20 milímetros. Inmediatamente se formaron los ruidos característicos de los saltos de la pieza entre la rueda de paletas y las paredes del recipiente del mezclador, pero el ruido disminuyó rápidamente con la reducción progresiva de la masa de la pieza de neopreno. Después se dejó caer en los ingredientes de mezcla un segundo trozo grande de neopreno, y se observó el mismo comportamiento. Después se añadieron una tras otra seis piezas más de neopreno, pero a velocidad creciente. El experimento terminó prematuramente a causa de la rotura del equipo, pero al examinar el contenido insuficientemente mezclado se observó que todo el neopreno se había mezclado con las cargas, excepto dos piezas inalteradas y una pieza blanda, casi esférica, de aproximadamente 3 milímetros de diámetro.

20

EJEMPLO VIII

Las condiciones del ejemplo anterior finalizado prematuramente se repitieron como sigue: Inicialmente se mezclaron 55 gramos de arcilla y 48 gramos de negro de humo en un mezclador de alimentos Waring, y en

25

417002



5,5 minutos la temperatura de la mezcla había alcanzado 110°C, sólo por el calentamiento causado por el mezclado. Después se añadieron 100 gramos de neopreno en porciones de 10 gramos, durante un período durante el cual la temperatura de la carga varió entre aproximadamente 100 y 145°C, permitiendo que cada porción introducida se redujera de tamaño antes de añadir la siguiente. A continuación se añadieron por separado a la mezcla pulverulenta 3 gramos de parafina hidrocarbonada cristalina (Sunoco Antichek), 3,7 gramos de vaselina (Petrolatum), 2,2 gramos de inhibidor de envejecimiento de fenil-beta-naftilamina (Neozone D, de DuPont), y 15,8 gramos de óxido de plomo rojo (Pb3O4), y se mezclaron durante varios minutos a aproximadamente 90°C. Después se añadieron 14,6 gramos de aceite hidrocarbonado (Circo Oil), y la carga pulverulenta resultante fué mezclada durante varios minutos a una temperatura de entre 110 y 148°C. Se extrajo la mitad de la carga para su examen, y la mitad restante fué acelerada añadiendo 6,6 gramos de acelerante de monosulfuro de tetrametiltiliuram (Monex, de DuPont) y 0,5 gramos de azufre, con varios minutos de mezclado adicional a aproximadamente 80°C.

El polvo de carga acelerado fué molido y aglutinado rápidamente. Un ensayo de determinación de la curva plasticidad Mooney-chamuscamiento pudo compararse

417002



favorablemente con la de la misma formulación preparada convencionalmente en un Banbury, y una placa curada del polvo molido tenía una resistencia a la tracción de 77 kg/cm², un alargamiento de 220%, y un módulo al 200% de 5 63 kg/cm².

EJEMPLO IX

Un bloque macizo de 100 gramos de polímero
10 de caucho de etileno-propileno (Vistalon 404, de Enjay)
fué cortado en piezas grandes, cada una de aproximada-
mente 20 x 15 x 10 milímetros. Las piezas de polímero
de EPR y 50 gramos de arcilla (Whitetex 3071) fueron co-
locadas en el recipiente de un mezclador Waring de ali-
15 mentos, y el recipiente y su contenido se calentaron pre-
viamente en una estufa de aire a 150°C durante 2,5 horas.
Después, con un mezclado de alta energía y alta veloci-
dad, la temperatura del contenido de la carga se elevó
hasta aproximadamente 200°C. Durante este período, las
20 características reológicas de la carga cambiaron de la
inercia inicial en las regiones superiores, mostrando un
movimiento activo importante sólo el material cercano al
agitador, a un estado de alta movilidad con un comporta-
miento de flujo turbulento semejante al de un líquido,
25 aunque el material era un sólido en partículas. Al mis-

417002



mo tiempo, las piezas de polímero de EPR se redujeron gradualmente de tamaño, y después parecieron desaparecer. Aproximadamente en el momento de la desaparición de las piezas de polímero de EPR, la movilidad de la carga en partículas que estaba mezclándose disminuyó hasta un punto en que toda la carga era esencialmente una sola masa estática, en la que la paleta giratoria excavaba trabajosamente un hueco.

Al terminar el mezclado, la carga, en forma de una sola masa, se descolgó hasta el fondo del mezclador, y se dejó que reposase y se enfriase hasta aproximadamente 160°C. Después se añadieron 20 cc de agua a la carga estática, y el mezclador se puso en funcionamiento. La acción de mezclado rompió o pulverizó rápidamente la masa en nódulos que fluían libremente. Después de enfriar el recipiente del mezclador, los nódulos del compuesto fueron mezclados, y se añadió una pequeña cantidad de arcilla para asegurar la continuación de la separación de los nódulos, y después se añadieron 3,3 gramos de agente de curado de peróxido de di-alfa-cumilo (Di-Cup).

EJEMPLO X

Ochenta y siete gramos de arcilla y 87

417002



gramos de caucho de estireno-butadieno en forma de tro-
zos que medían aproximadamente 18 x 13 x 13 mm. fueron
depositados en un recipiente de un mezclador Waring, y
calentados durante 2 horas en una estufa a 166°C, y en
5 una atmósfera de nitrógeno para impedir la oxidación del
caucho. Después del calentamiento, y manteniendo al mis-
mo tiempo una corriente de nitrógeno gaseoso que entra-
ba en el recipiente del mezclador, la arcilla y el cau-
cho de estireno-butadieno calientes fueron mezclados du-
10 rante 4 minutos, y la temperatura de la carga se elevó
hasta 194°C. Regulando la velocidad de mezclado, la tem-
peratura de la carga se mantuvo dentro del intervalo de
194 a 197°C durante 2,5 minutos, después de lo cual la
carga se fusionó en una masa estática. Entonces se inte-
25 rrumpió el mezclado, y se dejó que la carga reposase y
se enfriase durante 27 minutos, mantenido bajo nitrógeno
gaseoso. A continuación se añadieron 0,3 gramos de arci-
lla para mantener la separación de partículas después de
la disgregación de la masa, y se reanudó el mezclado,
20 que desmenuzó la masa en partículas con una temperatura
de aproximadamente 90°C. Se añadieron otros 0,25 gramos
de arcilla, y la carga se sacó del mezclador.

El producto mezclado constaba de partícu-
las aproximadamente esféricas de un tamaño de desde apro-
25 ximadamente 2,5 mm hasta muy finas. Cuando se abrieron

417002



las partículas mayores, revelaron que la carga de arcilla estaba dispersada a través de la partícula, dando un buen mezclado de la carga con el caucho de estireno-butadieno.

5 Lo que sigue comprende ejemplos de la amplia aplicación del método de mezcla de esta invención a una variedad de materiales polímeros y/o elastómeros, con diversos tipos y clases de materiales de carga y bajo diferentes condiciones. Estos ejemplos y datos se
10 presentan en forma tabulada, para ahorrar espacio y minimizar la repetición. En general, la Tabla I se refiere a diferentes materiales polímeros y elastómeros, la Tabla II se refiere a ejemplos de cargas, y la Tabla III muestra el método con formas y tipos de polietileno. Las
15 condiciones y los medios de aplicación del método de mezcla de esta invención en estos ejemplos, y los medios de ensayo subsiguientes y los datos de ensayo derivados de los mismos que hay en las tablas, se definen con arreglo a la siguiente explicación.

20

EXPLICACION DE LAS TABLAS

Cl, Temp. Significa primer ciclo de mezclado, en el que están presentes todos los ingredientes
25 de mezcla, excepto el agente de curado. La

25-8-73

carga es mezclada después hasta un intervalo de temperatura (en $^{\circ}\text{C}$) y mantenida en él mientras disminuye gradualmente el polímero en partículas cargado, simultáneamente a la desaparición progresiva de carga suelta, y simultáneamente a la formación de partículas mezcladas de compuesto con carga; ésto culmina en una masa fusionada de compuesto con carga fundido, que se hace desmenuzable por enfriamiento.

c2, Temp.

Significa un segundo ciclo de mezclado en el que el material enfriado desmenuzable de C1 es desintegrado en partículas que pueden agitarse, se añade agente de curado, y la mezcla en partículas es agitada y calentada hasta que las partículas forman una masa fusionada, hecho todo ello en un intervalo de temperatura en °C.

C3. Temp.

Significa tercer ciclo de mezclado, en el que el material enfriado y desmenuzable de C2 es desintegrado de nuevo en partículas agitables, agitado de nuevo y calentado hasta el funcionamiento, hecho de un intervalo de temperatura en °C. Además de los agentes de curado, cargas adicionales, y

25

417002



otros aditivos pueden dejarse para esta etapa, o para después de estos ciclos de mezclado.

- 5 WB Significa mezclador Waring Modelo 1041 ó 5011, de recipiente transparente de un litro. La tapa del recipiente está provista de termómetro de mercurio que se prolonga hacia abajo de modo que el bulbo de mercurio está inmediatamente por encima del eje de la rueda de paletas.
- 10 CS Significa arranque en frío. Tanto el recipiente como los ingredientes están inicialmente a temperatura ambiente.
- 15 MHO Significa calentamiento mecánico sólo. El calor para fundir el PE procede sólo de la acción de mezclado mecánica de la rueda de paletas del mezclador.
- 20 CBS Significa carga enfriada dejándola reposar.
- VTC Significa temperatura controlada regulando la velocidad de la rueda de paletas del mezclador por medio de un transformador variable en serie con el motor del mezclador.
- 25 AA Significa atmósfera de aire en el interior del recipiente del mezclador, u otra cámara de mezcla.



417002

- HM Significa mezclador Henschel de 132 litros, Modelo JSS-350, velocidad variable, con ca misa de agua de refrigeración.
- CBJW Significa carga enfriada por medio de cani sa de agua.
- 5 Sufijo HPP Significa "partículas prensadas en caliente". Es decir, las partículas, que no contenían agente de curado, fueron cargadas directamente en la cavidad de una prensa de moldeo por compresión, y la prensa se cerró lentamente durante un tiempo de varios minutos, y después se enfrió la prensa y se extrajo la placa de ensayo (de espesor de aproximadamente 1,9 mm) que se había forma do así con una mínima acción de cizalladura.
- 10 Sufijo PCP Significa "partículas curadas en prensa". Igual que "HPP", excepto que las partículas contienen agente de curado, y por lo tanto la placa formada con esta mínima acción de cizalladura se mantuvo caliente en la prensa de conformado hasta que estuvo curada, antes de enfriar y extraer la placa de ensayo.
- 15 Sufijo MLD Significa "molida". Es decir, las partícu-
- 20
- 25

417002



las de compuesto fueron masticadas brevemente en un molino de dos cilindros, a una temperatura que daba continuidad de flujo. El grado de masticación dado se acercaba al que hubieran sufrido las partículas de compuesto por alimentación directa en una extrusora ordinaria, y paso a través de la misma, o en un dispositivo de moldeo por inyección. El material masticado fué comprimido después en una placa curada como en el caso del Sufijo PCP anterior.

(T/E) Significa los resultados numéricos del ensayo convencional de tracción hecho con placas de ensayo de HPP, PCP y MLD, o sobre aislamiento curado desprendido del conductor metálico. Los valores de tracción son kg/cm^2 y los de alargamiento, tanto por ciento; ambos valores fueron obtenidos con muestras ensayadas a temperatura ambiente.

(T/E)_H Significa lo mismo que (T/E), excepto que la temperatura de ensayo de la muestra era de 150°C. Unas propiedades de tracción-alargamiento mensurables a esta temperatura indican que el sistema polímero con carga está reticulado o curado químicamente.

417002



- 5 Tol. Extr. Significa el tanto por ciento en peso de la muestra curada que puede extraerse por inmersión en tolueno hirviendo durante 24 horas. Este ensayo, juntamente con $(T/E)_H$, es útil para determinar la presencia de reticulación o curado químico.
- SG Significa "peso específico" de la muestra de ensayo, y es útil para mostrar la presencia de cargas en la muestra de ensayo
- 10 polímera.

En las formulaciones siguientes, arcilla 33 es una arcilla calcinada, arcilla tratada 3071 es una arcilla tratada con 1% de tetrámero de metil-silicona se gún la Patente de los EE.UU. Nº 3.148.169, y DIDP es ftalato de di-isodecilo.

20

25

417002

417002

TABLA I

5	Condiciones de mezcla: WB,			Resultados con placas		Res
	Partes	CS, LHO, AA, CBS, VTC salvo	en como se indica en variacio-	de ensayo comprimidas	en caliente directamen-	
Ingredientes	peso	nes del procedimiento		Variaciones del procedimiento	te de las partículas de	bre
			Temp °C	compuesto	lie	(T/
				(T/E)°	SG	E/
10	Policloruro de vi- 100	C1	150-170	Se añade la última mitad de acei 1692/222	1,36	196
	nilo Pliovic K90E			te plastificante a 150-170°C		
	en polvo (0,12 mm					
	de diámetro)					
	Carbonato de cal-	45	115-150	sin agente de curado, solo para		
	cio			equilibrado. Se obtiene compues-		
15	Arcilla 33	10		to en partículas de hasta 4,0 mm		
	DIDP	78		de diámetro, exentas de carga		
				suelta		
20	Módulos de poli-					
	(óxido de fenile-	C1	200-250	Banda de calentamiento, 220°C,	1,34	No
	no), Noryl 731 de			envuelta alrededor del recipien-		
	General Electric			te del mezclador. Se usó atmósfe		
	(3,5 x 2,5 x 1,8			ra de N ₂ . Se obtiene un compues-		
	mm)	145		to en partículas de forma de pla		
	Arcilla 3071 tra-	60		ca de hasta 1 mm de diámetro,		
25	toda			exento de carga suelta		



417002

417002

TABLA I

Variaciones del procedimiento	Resultados con placas de ensayo comprimidas en caliente directamente de las partículas de compuesto		Resultados con placas de ensayo formadas de partículas de compuesto, tras breve molturación en caliente		Resultados con placas de ensayo formadas a partir de los nódulos iniciales introducidos de polímero, sin carga	
	(T/E) _o	SG	(T/E) _o	SG	(T/E) _o	SG
Se añade la última mitad de acei te plastificante a 150-170°C	1692/222	1,36	1968/180	1,36		
sin agente de curado, solo para equilibrado. Se obtiene compues- to en partículas de hasta 4,0 mm de diámetro, exentas de carga suelta						
Banda de calentamiento, 220°C, envuelta alrededor del recipien- te del mezclador. Se usó atmósfe- ra de N ₂ . Se obtiene un compues- to en partículas de forma de pla- ca de hasta 1 mm de diámetro, exento de carga suelta	1,34		No solidó			1,05

417002

Condiciones de mezcla: WB,					
Partes CS, MHO, AA, CBS, VTC salvo					
en como se indica en variacio-					
5	Ingredientes	peso	nes del procedimiento		Vari
Temp °C					
10	Policloruro de vi- nilo Plivovic K90E en polvo (0,12 mm de diámetro)	100	C1	150-170	Se s te p
	Carbonato de cal- cio	45	C2	115-150	sin equi
15	Arcilla 33 DIDP	10 78			to e de d suel
20	Nódulos de poli- (óxido de fenile- no), Noryl 731 de General Electric (3,5 x 2,5 x 1,8 mm)	145	C1	200-250	Band envu te d ra d to e
25	Arcilla 3071 tra- tada	60			ca d exen

4170C2

TABLA I

Temperatura: WB, VTC salvo variación temperatura	Variaciones del procedimiento	Resultados con placas de ensayo comprimidas en caliente directamen- te de las partículas de compuesto	
		(T/E) ₀	SG
150-170	Se añade la última mitad de aceite plastificante a 150-170°C	1692/222	1,36
150	sin agente de curado, solo para equilibrado. Se obtiene compuesto en partículas de hasta 4,0 mm de diámetro, exentas de carga suelta		
20-250	Banda de calentamiento, 220°C, envuelta alrededor del recipiente del mezclador. Se usó atmósfera de N ₂ . Se obtiene un compuesto en partículas de forma de placa de hasta 1 mm de diámetro, exento de carga suelta		1,34

17002

417002

Resultados con placas de ensayo comprimidas en caliente directamen- te de las partículas de compuesto			Resultados con placas de ensayo formadas de partí- culas de compuesto, tras breve molturación en ca- liente		Resultados con pl ensayo formadas a de los núdulos in introducidos de p sin carga
$(T/E)_0$	SG		$(T/E)_0$	SG	$(T/E)_0$
<u>1</u> 1692/222	1,36		1968/180	1,36	

1,34

No solidado

1-

2e

3-

4a

417002



Resultados con placas de	Resultados con placas de
no formadas de partí-	ensayo formadas a partir
de compuesto, tras	de los núdulos iniciales
de molturación en ca-	introducidos de polímero,
te	sin carga

o	SG	(T/E) _o	SG
---	----	--------------------	----

180	1,36
-----	------

olido	1,05
-------	------

417002

TABLA I (Continuación)

5	Ingredientes	peso	Condiciones de mezcla: WB, Partes CS, MHO, AA, CBS, VTC salvo en como se indica en variacio- nes del procedimiento	Temp °C	Variaciones del procedimiento	Resultados con placas de ensayo comprimidas en caliente directamen- te de las partículas de compuesto	Re en cu br li
						(η/η) ₀	SG
10	Poliamida nylon, Zytel de DuPont, nódulos translúci- dos incoloros (4 x 4 x 1,5 mm) 100 Arcilla 3071 tra- tada 50		C1	200-230	Se obtienen partículas de com- puesto con carga en forma de placas y fibrillas, con inte- riores uniformemente negros	1,28	No
15	Plectol H 1,8 Thermex MT 5						
20	Folicarbonato Ie- xan de General Elec- tric, nódulos inco- loros, transparen- tes, de forma de va- rilla (2,5 x 3,5 mm) 100 Arcilla tratada 50 3071		C1	175-225	Obtenidas partículas de com- puesto en forma de lágrimas pe- queñas y aplastadas	1,33	No
25	Thermex MT 5						



417002

TABLA I (Continuación)

Variaciones del procedimiento	Resultados con placas de ensayo comprimidas en caliente directamente de las partículas de compuesto		Resultados con placas de ensayo formadas de partículas de compuesto, tras breve molituración en caliente		Resultados con placas de ensayo formadas a partir de los módulos iniciales introducidos de polímero, sin carga	
	(T/E)°	SG	(T/E)°	SG	(T/E)°	SG
Se obtienen partículas de compuesto con carga en forma de placas y fibrillas, con interiores uniformemente negros	1,28		No molido			1,02
Obtenidas partículas de compuesto en forma de lágrimas pequeñas y alargadas	1,33		No molido			1,17

417002

Condiciones de mezcla: WB,				
Partes CS, MHO, AA, CBS, VTC salvo				
en como se indica en variacio-				
5	Ingredientes	peso	nes del procedimiento	Var
Temp °C				
10	Poliamida nylon,		C1	200-230
	Zytel de DuPont,			
	nódulos translúci-			
	dos incoloros (4 x			
	4 x 1,5 mm)	100		
15	Arcilla 3071 tra-	50		
	tada			
	Flectol H	1,8		
	Thermax MT	5		
20	Policarbonato Le-		C1	175-225
	xan de General Elec			
	tric, nódulos inco-			
	loros, transparen-			
	tes, de forma de va-			
	rilla (2,5 x 3,5 mm)	100		
25	Arcilla tratada	50		
	3071			
2	Thermax MT	5		

TABLA I (Continuación)

: WB, salvo variacio-		Resultados con placas de ensayo comprimidas en caliente directamen te de las partículas de compuesto	
	Variaciones del procedimiento		
20		$(T/E)_0$	SG
30	Se obtienen partículas de com- puesto con carga en forma de placas y fibrillas, con inte- riores uniformemente negros		1,28
25	Obtenidas partículas de com- puesto en forma de lágrinas pe- queñas y aplastadas		1,33

417002

ación)

Resultados con placas de ensayo comprimidas en caliente directamen te de las partículas de compuesto		Resultados con placas de ensayo formadas de partí- culas de compuesto, tras breve molturación en ca- liente		Resultados con pla ensayo formadas a de los nódulos ini introducidos de po sin carga
(T/E) ₀	SG	(T/E) ₀	SG	(T/E) ₀

1,28

No molido

1,33

No molido

417002



Resultados con placas de
ensayo formadas de partí-
culas de compuesto, tras
breve molturación en ca-
liente

$(T/E)_0$

SG

Resultados con placas de
ensayo formadas a partir
de los nódulos iniciales
introducidos de polímero,
sin carga

$(T/E)_0$

SG

No molido

1,02

No molido

1,17

417002

417002

TABLA I (Continuación)

5	Condiciones de mezcla: WB,		Resultados con placas		e
	Partes	CS, LHO, AA, CBS, VTC salvo en caso se indica en variaciones del procedimiento	en caliente directamente de las partículas de compuesto	(T/E)°	
10	Poliuretano Negro	C1	150-185	1591/120	1,61
	Roylar. Módulos de forma de varilla (3 x 4 x 6 mm)	125			
	Arcilla tratada	63			
	3071				
15	Estireno-acrilonitrilo, Tyril 867, núdu-los transparentes in- coloros (2,5 x 3,0 x 3,5 mm)	C1 C2	130-145 120-135		1,28
20	Arcilla tratada	50			
	3071				
	DIDP	27			



417002

TABLA I (Continuación)

Variaciones del procedimiento	Resultados con placas de ensayo comprimidas en caliente directamente de las partículas de compuesto		Resultados con placas de ensayo formadas de partículas de compuesto, tras breve molturación en caliente		Resultados con placas de ensayo formadas a partir de los módulos iniciales introducidos de polímero, sin carga	
	(T/E) _o	SG	(T/E) _o	SG	(T/E) _o	SG
Se usó atmósfera de N ₂ . Se obtuvieron partículas de compuesto, desde muy finas hasta de 8 mm de diámetro, exentas de carga suelta.	1591/120	1,61	2256/255	1,47	2391/585	1,27
Se añadió aceite en diez adiciones, en el transcurso de 50-1300. Sin agente de curado, solo para equilibrado. Se obtuvieron partículas de estireno acrilonitrilo con carga, exentas de carga suelta.	1,28	No sólido				1,08

417002

Condiciones de mezcla: WB,				
Partes CS, MHO, AA, CBS, VTC salvo				
en como se indica en variacio-				
5	Ingredientes	peso	nes del procedimiento	Va
Temp °C				
10	Poliuretano Negro	C1	150-185	Se
	Roylar. Núdulos de			tu
	forma de varilla			to
	(3 x 4 x 6 mm)	125		mm
	Arcilla tratada	63		ga
	3071			
15	Estireno-acrilonitri	C1	130-145	Se
	lo, Tyril 867, núdu-	C2	120-135	ci
	los transparentes in-			50
	coloros (2,5 x 3,0			so
20	x 3,5 mm)	100		vi
	Arcilla tratada	50		ac
	3071			de
	DIDP	27		

25

25-8-73

417002

TABLA I (Continuación)

WB, salvo acio-		Resultados con placas de ensayo comprimidas en caliente directamen- te de las partículas de compuesto	
	Variaciones del procedimiento	(T/E) ₀	SG
	Se usó atmósfera de N ₂ . Se ob- tuvieron partículas de compues- to, desde muy finas hasta de 8 mm de diámetro, exentas de car- ga suelta.	1591/120	1,61
	Se añadió aceite en diez adi- ciones, en el transcurso de 50-130°C. Sin agente de curado, solo para equilibrado. Se obtu- vieron partículas de estireno acrilonitrilo con carga, exentas de carga suelta.		1,28

7002

417002

h)

Resultados con placas
de ensayo comprimidas
en caliente directamen-
te de las partículas
de compuesto

 $(T/E)_0$

SG

1591/120

1,61

Resultados con placas de
ensayo formadas de partí-
culas de compuesto, tras
breve molturación en ca-
liente

 $(T/E)_0$

SG

2256/255

1,47

Resultados con placas
de ensayo formadas a par-
tir de los nódulos inicia-
les introducidos de polí-
mero sin carga

 $(T/E)_0$

SG

2391/585

1,4

1,28

No molido

1,4

417002



Resultados con placas de ensayo formadas de partí- culas de compuesto, tras breve molturación en ca- liente	Resultados con placas de ensayo formadas a partir de los núdulos iniciales introducidos de polímero, sin carga
---	--

(T/E) _o	SG	(T/E) _o	SG
--------------------	----	--------------------	----

2256/255	1,47	2391/585	1,27
----------	------	----------	------

No molido	1,08
-----------	------

417002

TABLA I (Continuación)

5	Ingredientes	Partes en peso	Condiciones de mezcla: WB, CS, MHO, AA, CBS, VTC salvo como se indica en variaciones del procedimiento	Temp °C	Resultados con placas de ensayo comprimidas en caliente directamente de las partículas de compuesto		Re en cu br li
					(2/3)°	SG	
10	Poli(metacrilato de metilo) VM/100, nódulos claros transparentes (2 x 3 x 3,5 mm)	140	01	188-194	Se precalentó el recipiente y su contenido a 180°C. Se usó atmósfera de N ₂ . Se obtuvo una carga voluminosa de partículas fibrosas con carga.	1,45	No
	Arcilla tratada	55					
	3071						
20	Polipropileno Aviusun 10-1016, nódulos transparentes (cilindros de 2,5 x 3,5 mm)	100	01	155-163	Se obtuvieron partículas duras y frágiles de polipropileno con carga.	1,16	No
	Arcilla tratada	50					
	3071						

25

4

25-8-73



417002

TABLA I (Continuación)

Variaciones del procedimiento	Resultados con placas de ensayo comprimidas en caliente directamente de las partículas de compuesto		Resultados con placas de ensayo formadas de partículas de compuesto, tras breve volturación en caliente		Resultados con placas de ensayo formadas a partir de los módulos iniciales introducidos de polímeros,	
	(T/E) _o	SG	(T/E) _o	SG	(T/E) _o	SG
Se precalentó el recipiente y su contenido a 130°C. Se usó atmósfera de N ₂ . Se obtuvo una carga voluminosa de partículas fibrosas con carga.		1,45				1,16
			No molido			
Se obtuvieron partículas duras y frágiles de polipropileno con carga.		1,16				0,88
			No molido			

417002

Condiciones de mezcla: WB,				
Partes CS, MHO, AA, CBS, VTC salvo				
en como se indica en variacio-				
5	Ingredientes	peso	nes del procedimiento	Var
Temp °C				
10	Poli(metacrilato de metilo) VM/100, nódulos claros transparentes (2 x 3 x 3,5 mm)	140	C1 188-194	Se su atm car fib
15	Arcilla tratada 3071	55		
20	Polipropileno Avision 10-1016, nódulos transparentes (cilindros de 2,5 x 3,5 mm)	100	C1 155-163	Se y f con
	Arcilla tratada 3071	50		

25

4
25-8-73

TABLA I (Continuación)

Temperatura: WB, , VTC salvo en variacio- miento	Variaciones del procedimiento	Resultados con placas de ensayo comprimidas en caliente directamen- te de las partículas de compuesto	
		(T/E) ₀	SG
188-194	Se precalentó el recipiente y su contenido a 180°C. Se usó atmósfera de N ₂ . Se obtuvo una carga voluminosa de partículas fibrosas con carga.		1,45
155-163	Se obtuvieron partículas duras y frágiles de polipropileno con carga.		1,16

417002

ión)

Resultados con placas
de ensayo comprimidas
en caliente directamen-
te de las partículas
de compuesto

(T/E)₀

SG

1,45

Resultados con placas de
ensayo formadas de partí-
culas de compuesto, tras
breve molturación en ca-
liente

(T/E)₀

SG

No molido

Resultados con placa
ensayo formadas a pa
de los nódulos inici
introducidos de polí
sin carga

(T/E)₀

1

1,16

No molido

417002



Resultados con placas de
ensayo formadas de partí-
culas de compuesto, tras
breve molturación en ca-
liente

$(T/E)_0$

SG

Resultados con placas de
ensayo formadas a partir
de los nódulos iniciales
introducidos de polímeros,
sin carga

$(T/E)_0$

SG

No molido

1,16

No molido

0,88

417002

417002

TABLA I (Continuación)

Condiciones de mezcla: WB, Partes CS, LHO, AA, CBS, VTC salvo en como se indica en variacio- peso nes del procedimiento		Resultados con placas de ensayo comprimidas en caliente directamen- te de las partículas de compuesto (T/E) _o SG	
Ingredientes	Temp °C	Variaciones del procedimiento	
5			
Poliestireno Fos- tarene 20-D-9, nó- dulos transparentes claros (2,0 x 3,0 x 4,5 mm) 138 Arcilla tratada 62 3071	C1 185-203	Calentados previamente el reci- piente y su contenido a 170°C. Se obtuvieron esferas de poliez- tireno con carga, de hasta 12 mm de diámetro.	1,27
15			
Resina fenólica, General 4000, BL- -1431, partículas gris-verdes de hasta 3,5 mm, de diámetro 190 Arcilla tratada 10 3071	C1 110-115	Se usó banda de calentamiento ex- terior a 113°C para control pre- ciso de la temperatura. Se obtu- vieron partículas con carga de 3071, de hasta 8 mm de diámetro	1,47
20			
25			

417002

417002



TABLA I (Continuación)

Variaciones del procedimiento	Resultados con placas de ensayo comprimidas en caliente directamente de las partículas de compuesto		Resultados con placas de ensayo formadas de partículas de compuesto, tras breve molturación en caliente		Resultados con placas de ensayo formadas a partir de los nódulos iniciales introducidos de polímeros, sin carga	
	(T/E) _o	SG	(T/E) _o	SG	(T/E) _o	SG
Calentados previamente el recipiente y su contenido a 170°C. Se obtuvieron esferas de polietireno con carga, de hasta 12 mm de diámetro.		1,27		No molido		1,06
Se usó banda de calentamiento exterior a 113°C para control preciso de la temperatura. Se obtuvieron partículas con carga de 3071, de hasta 8 mm de diámetro		1,47		No molido		1,44

417002

Condiciones de mezcla: WB,				
Partes CS, MHO, AA, CBS, VTC salvo				
en como se indica en variacio-				
peso nes del procedimiento				
5	Ingredientes			Var
			Temp °C	
10	Poliestireno Fos-	C1	185-203	Cal
	tarene 20-D-9, nó-			pie
	dulos transparen-			Se
	tes claros (2,0 x			tir
	3,0 x 4,5 mm)	138		de
	Arcilla tratada	62		
15	3071			
	Resina fenólica,	C1	110-115	Se
	General 4000, BL-			ter
	-1431, partículas			cis
	gris-verdes de			vie
20	hasta 3,5 mm, de			307
	diámetro	190		
	Arcilla tratada	10		
	3071			

25

5
25-8-73

417002

TABLA I (Continuación)

B, lvo io-		Resultados con placas de ensayo comprimidas en caliente directamen-
	Variaciones del procedimiento	te de las partículas de compuesto
10		(T/E) ₀ SG
13	Calentados previamente el reci- piente y su contenido a 170°C. Se obtuvieron esferas de polies- tireno con carga, de hasta 12 mm de diámetro.	1,27
15	Se usó banda de calentamiento ex- terior a 113°C para control pre- ciso de la temperatura. Se obtu- vieron partículas con carga de 3071, de hasta 8 mm de diámetro	1,47

417002

417002

continuación)

Resultados con placas de ensayo comprimidas en caliente directamen- te de las partículas de compuesto		Resultados con placas de ensayo formadas de partí- culas de compuesto, tras breve molturación en ca- liente		Resultados con ensayo formadas de los nódulos : introducidos de sin carga
(T/E) _o	SG	(T/E) _o	SG	(T/E) _o
i-	1,27	No molido		
es-				
mm				
o ex-	1,47	No molido		
pre-				
btu-				
de				
tro				

417002



Resultados con placas de ensayo formadas de partí- culas de compuesto, tras breve molturación en ca- liente		Resultados con placas de ensayo formadas a partir de los núdulos iniciales introducidos de polímeros, sin carga	
(T/E) _o	SG	(T/E) _o	SG

No molido			1,06
-----------	--	--	------

No molido			1,44
-----------	--	--	------

4104

497012

TABLE I (Continuation)

Ingredientes		Condiciones de resaca. Todos Partes los experimentos WB, CS, LMO, en AA, CBS, VTC, salvo como se peso indica en variaciones del procedimiento		Variaciones del procedimiento	
		Temp °C			
5	Copolímero de etilenoacetato de vinilo (DQD 1868),	C1,	117-130		
	nódulos de 4 x 3,5 mm)	C2,	68-86		
	Flectol H	C3,	74-79		
	Arcilla tratada	C4,	75-80		
	3071	C5,	75-80		
10	Di. Cup R				
	Nódulos de etilenoacetato de vinilo (DQD 1868)	C1,	80-130		
15	Peróxido de benzoílo en polvo (disuelto en tolueno)	C2,	50-80		
20					
25					

Se añadió serrín en ocho adiciones, en el momento en que la carga estaba próxima a fusionarse en una masa estática después de la adición anterior. Se usó un chorro de aire sumergido en las partículas en agitación, para eliminar el disolvente.



47002

47072

TABLA I (Continuación)

a. Todos CS, MHO, como se s del	Variaciones del procedimiento	Resultados de ensayo con placas curadas formadas directamente de particu- las de compuesto		Resultados de ensayo con pla- cas curadas formadas de par- tículas de compuesto tras breve molturación en calien- te	
		(T/T) _o	(T/E) _H % Tol Extr. SG	(T/E) _o	(T/E) _H % Tol Extr. SG
p 80					
-130		1197/	147/ 3,8	2012/	244/
-86		322	22	220	65
-79					
-80					
-80					
-130	Se añadió serrín en ocho adiciones, en el momento en que la carga estaba próxima a fusionarse en una masa estática después de la adición anterior. Se usó un chorro de aire sumergido en las partículas en agitación, para eliminar el disolvente.	1078/	0,98	1585/	
-80		120		440	

417002

			Condiciones de mezcla. Todos	
			Partes los experimentos WB, CS, MHO,	
			en AA, CBS, VTC, salvo como se	
5	Ingredientes	peso	indica en variaciones del	
			procedimiento	
			Temp °C	
10	Copolímero de eti-		C1,	117-130
	lenoacetato de vi-		C2,	68-86
	nilo (DQD 1868),		C3,	74-79
	nódulos de 4 x		C4,	75-80
	3,5 mm)	100	C5,	75-80
	Flectol H	1,75		
15	Arcilla tratada	50		
	3071			
	Di Cup R	3,3		
20	Nódulos de etileno-		C1,	80-130
	-acetato de vinilo			Se
	(DQD 1868)	100		la
	Peróxido de benzoí		C2,	50-80
	lo en polvo (disuelto			ca
	en tolueno)	2,8		air
				sin

25

6
25-8-73

417002

TABLA I (Continuación)

Todos

, MHO,

o se

el

Variaciones del procedimiento

C

O

30

Se añadió serrín en ocho adiciones, en el momento en que la carga estaba próxima a fusionarse en una masa estática después de la adición anterior. Se usó un chorro de aire sumergido en las partículas en agitación, para eliminar el disolvente.

0

002

417002

Edificio	Resultados de ensayo con placas curadas formadas directamente de partículas de compuesto			Resultados de ensayo con placas curadas formadas de láminas de compuesto tra- bajadas en caliente		
	$(T/E)_O$	$(T/E)_H$	% Tol	$(T/E)_O$	$(T/E)_H$	% Tol
	Extr.		SG	Extr.		SG
	1197/	147/	3,8	2012/	244/	
	322	22		220	65	

, en el momento en que
se en una masa estáti-
Se usó un chorro de
n agitación, para eli-

1078/	0,98	1585/
120		440

417002



Resultados de ensayo con
placas curadas formadas
directamente de partícu-
las de compuesto

Resultados de ensayo con pla-
cas curadas formadas de par-
tículas de compuesto tras
breve molturación en calien-
te

$(T/E)_O$ $(T/E)_H$ % Tol

Extr. SG

$(T/E)_O$ $(T/E)_H$ % Tol

Extr. SG

1197/ 147/ 3,8

322 22

2012/ 244/

220 65

1078/

0,98

1585/

120

440

417002

417002

TABLA I (Continuación)

Condiciones de mezcla. Todos Partes los experimentos WB, CS, LHO, en AA, CES, VTC, salvo como se peso indica en variaciones del procedimiento		Temp °C	Variaciones del procedimiento	Re pl di la
5	Ingredientes			
10	Trozos de polietileno clorado LD321 de DuPont (35 x 20 x 15 mm) Arcilla tratada 3071	01, 163-180	Calentados previamente el recipiente del mezclador y su contenido a 170°C, antes de empezar a mezclar. Se usó atmósfera de N ₂ durante el mezclado.	56 71
15	Dióxido de carbono 0,9 02,		Se añadió peróxido a las partículas de compuesto en agitación y se mezcló a 40°C sin coagulación	
20	Trozos de caucho de etileno-propileno, Vistalon 404 de Enjay (20 x 15 x 10 mm) Arcilla tratada 3071	01, 150-200	Calentados previamente a 150°C el recipiente del mezclador y su contenido antes de empezar a mezclar. Después de la coagulación se añadió agua para enfriar la carga antes de 02.	64 26
25				

417002

417002



TABLA I (Continuación)

Variaciones del procedimiento	Resultados de ensayo con placas curadas formadas directamente de partículas de compuesto		Resultados de ensayo con placas curadas formadas a partir de compuestos tras breve molturación en caliente	
	(T/E) _o	(T/E) _H % Tol	(T/E) _o	(T/E) _H % Tol
Calentados previamente el recipiente del mezclador y su contenido a 170°C, antes de empezar a mezclar. Se usó atmósfera de N ₂ durante el mezclado.	569/	1,51	553/	1,42
	715		940	
Se añadió peróxido a las partículas de compuesto en agitación y se mezcló a 40°C sin coagulación				
Calentados previamente a 150°C el recipiente del mezclador y su contenido antes de empezar a mezclar. Después de la coagulación se añadió agua para enfriar la carga antes de O ₂ .	64/	42,6	178/	31,4
	263		608	

417002

Condiciones de mezcla. Todos				
Partes los experimentos WB, CS, MHO,				
en AA, CBS, VTC, salvo como se				
5	Ingredientes	peso	indica en variaciones del	procedimiento
		Temp °C		
10	Trozos de polietileno clorado LD321 de DuPont (35 x 20 x 15 mm)	173	C1,	163-180
	Arcilla tratada 3071	63		
15	D1 Cup R	0,9	C2,	
20	Trozos de caucho de etileno-propileno, Vistalon 404 de Enjay (20 x 15 x 10 mm)	100	C1,	150-200
	Arcilla tratada 3071	50		

25-8-73

417002

TABLA I (Continuación)

Todos	
, MHO,	
o se	
el	Variaciones del procedimiento
C	
O	Calentados previamente el recipiente del mezclador y su contenido a 170°C, antes de empezar a mezclar. Se usó atmósfera de N ₂ durante el mezclado.
	Se añadió peróxido a las partículas de compuesto en agitación y se mezcló a 40°C sin coagulación
O	Calentados previamente a 150°C el recipiente del mezclador y su contenido antes de empezar a mezclar. Después de la coagulación se añadió agua para enfriar la carga antes de C2.

17002

417002

ón)

imiento	Resultados de ensayo con placas curadas formadas directamente de partícu- las de compuesto			Resultados de ensayo cor cas curadas formadas de tículas de compuesto tra breve molturación en cal te		
	(T/E) _o	(T/E) _H	% Tol	(T/E) _o	(T/E) _H	% Tol
	Extr.		SG	Extr.		SG
ente del mezclador y	569/		1,51	553/		1,42
pezar a mezclar. Se	715			940		
mezclado.						

las de compuesto en
coagulación

l recipiente del mezcla-	64/	42,6	178/	31,4
zar a mezclar. Después	263		608	
para enfriar la carga				

417002



Resultados de ensayo con	Resultados de ensayo con pla-
lacas curadas formadas	cas curadas formadas de par-
directamente de partícu-	tículas de compuesto tras
as de compuesto	breve molturación en calien-
	te

$(T/E)_O$	$(T/E)_H$	% Tol	$(T/E)_O$	$(T/E)_H$	% Tol
	Extr.	SG		Extr.	SG
59/		1,51	553/		1,42
15			940		

4/	42,6	178/	31,4
63		608	

417002

417002



TABLA I (Continuación)

Variaciones del procedimiento	Resultados de ensayo con placas curadas formadas directamente de partículas de compuesto las de compuesto	Resultados de ensayo con placas curadas formadas de partículas de compuesto tras breve molituración en caliente
	$(\frac{W}{E})_0$ $(\frac{W}{E})_H$ % Tol Extr. SG	$(\frac{W}{E})_0$ $(\frac{W}{E})_H$ % Tol Extr. SG

Se añadió agua para enfriar el lote antes de C3.

Se obtuvieron pequeñas esferas de EPR con carga. Por adición periódica cuidadosa de pequeñas cantidades de carga, las partículas de caucho pudieron mantenerse en estado de partículas de libre fluidez durante largos períodos de tiempos.

La adición de sílice ahumada se demoró hasta que toda la 3071 hubo sido absorbida por la SE33

3,5	1,28	180/	100/	3,7	1,29
		78	25		

417002

Condiciones de mezcla. Todos				
Partes los experimentos WB, CS, MHO,				
en AA, CBS, VTC, salvo como se				
Indredientes peso indica en variaciones del				
procedimiento				
Temp °C				
5	Di Cup R	3,3	C2,	50-80
10			C3,	55-60
				Se
				Se
				adi
				car
				est
15				per
	Polímero de sili-		C1,	110-120
	cona (GE SE 33)	110		La
	Arcilla tratada	50		la
20	3071			
	Sílice ahumada	11	C2,	70-80
	tratada			
	Peróxido de ben-	2,5		
	zoílo en polvo			
25				

417002

TABLA I (Continuación)

los
HO,
le

Variaciones del procedimiento

Se añadió agua para enfriar el lote antes de C3.

Se obtuvieron pequeñas esferas de EPR con carga. Por adición periódica cuidadosa de pequeñas cantidades de carga, las partículas de caucho pudieron mantenerse en estado de partículas de libre fluidez durante largos períodos de tiempos.

La adición de sílice ahumada se demoró hasta que toda la 3071 hubo sido absorbida por la SE33

7002

417002

	Resultados de ensayo con placas curadas formadas directamente de partícu- las de compuesto	Resultados de ensayo con p. cas curadas formadas de pa- tículas de compuesto tras breve molturación en calie- te
	(T/E) ₀ (T/E) _H % Tol Extr. SG	(T/E) ₀ (T/E) _H % Tol Extr. SG

antes de C3.

PR con carga. Por
señas cantidades de
ieron mantenerse en
ez durante largos

oró hasta que toda	3,5	1,28	180/	100/	3,7	1,29
3E33			78	25		

417002



altados de ensayo con	Resultados de ensayo con pla-
cas curadas formadas	cas curadas formadas de par-
ectamente de partícu-	tículas de compuesto tras
de compuesto	breve molturación en calien-
	te

$E)_O (T/E)_H \%$ Tol	$(T/E)_O (T/E)_H \%$ Tol
Extr. SG	Extr. SG

3,5	1,28	180/	100/	3,7	1,29
		78	25		

417002

417002

TABLA II

Re pl di cu	Condiciones de mezcla. Todos Partes los experimentos WB, CS, LHO, en AA, CBS, VTC, salvo como se peso indica en variaciones del procedimiento				Temp °C	(T, °C)
	Ingredientes					
5	5					
10	Módulos de polietileno (R4) (4,0 mm rígido.)	100	C1	115-124		13
	Serrín	20	C2	80-101		55
	Plectol H	1,75	C3	80-101		
	Thermax HT	5				
15	Di Cap R	3,3				
	Igual que anterior rente + 3 partes de aceite #2 ASTM		C1	115-124		122
			C2	80-101		33
			C3	80-101		
20	Polietileno (R4)	100	C1	115-130		165
	Sílice ahurada tra- taña	20	C2	86-101		322
			C3	86-101		
	Plectol H	1,75				
	Thermax HT	5				
	Di Cap R	3,3				
25						



417002

417002

TABLA II

Variaciones del procedimiento	Resultados de ensayo con placas curadas forradas directamente con partí- culas de compuesto		Resultados de ensayo con placas curadas forradas partículas de compuesto tras breve molturación en caliente	
	(T/E) _o	(T/E) _H % Tol Extr. SG	(T/E) _o	(T/E) _H % Tol Extr. SG
	1340/ 55	16,5 0,94	1548/ 370	8/10
	1222/ 33	21,5 0,99	1286/ 220	27/31
	1658/ 322	11,4 1,03	2932/ 450	202/ 232

417002

Condiciones de mezcla. Todos
Partes los experimentos WB, CS, MHO,
en AA, CBS, VTC, salvo como se
5 Ingredientes peso indica en variaciones del
procedimiento

			Temp °C
10	Nódulos de polietileno (R4) (4,0 mm diám.)	100	115-124
	Serrín	20	80-101
	Flectol H	1,75	80-101
	Thermax LT	5	
15	Di Cup R	3,3	
	Igual que anterior	01	115-124
	rente + 3 partes	02	80-101
	de aceite # 2 ASTM	03	80-101
20	Polietileno (R4)	100	115-130
	Sílice ahumada trateda	20	86-101
	Flectol H	1,75	86-101
	Thermax LT	5	
	Di Cup R	3,3	

25

25-8-73

417002

TABLA II

odos

HO,

se

el

Variaciones del procedimiento

1002

417002

pedimiento	Resultados de ensayo con placas curadas formadas directamente con partí- culas de compuesto				Resultados de ensayo co placas curadas formadas partículas de compuesto tras breve molturación caliente			
	(T/E) _o	(T/E) _H	% Tol		(T/E) _o	(T/E) _H	% Tol	
			Extr.	SG			Extr.	SG
	1340/		16,5	0,94	1548/	8/10		
	55				370			
	1222/		21,5	0,99	1286/	27/31		
	33				220			
	1658/		11,4	1,03	2932/	202/		
	322				450	232		

417002



Resultados de ensayo con
placas curadas formadas
directamente con partí-
culas de compuesto

Resultados de ensayo con
placas curadas formadas de
partículas de compuesto
tras breve molturación en
caliente

(T/E)₀ (T/E)_H % Tol

Extr. SG

(T/E)₀ (T/E)_H % Tol

Extr. SG

1340/ 16,5 0,94

55

1548/ 8/10

370

1222/ 21,5 0,99

33

1286/ 27/31

220

1658/ 11,4 1,03

322

2932/ 202/

450 232

417002

417002

TABLA II (Continuación)

Ingredientes		Condiciones de mezcla. Todos Partes los experimentos WB, CS, MHO, en AA, CBS, VTC, salvo como se peso indica en variaciones del procedimiento		Temp °C	Variaciones del procedimiento	Re pl di cu
5						
10	Poliétileno (R4)	100	C1	105-120	Se añadió carga en diez porciones. Cada adición se hizo inmediatamente antes de que la carga fuera a fusionarse en una masa estática después de la adición anterior.	22
	Sílice ahumada tra-	5	C2	86-101		43
	tada		C3	86-101		
	Di Cup R	3,3				
15	Poliétileno (R4)	100	C1	115-131	7777	15
	Hefites roja 5560	100	C2	86-101		10
	Di Cup R	3,3	C3	86-101		
20	Poliétileno (R4)	100	C1	105-115	7777	14
	Lana de vidrio	20	C2	86-101		30
	Fyrex					
	Vinil Silano (3933)	1,0				
	Di Cup R	3,3				

25

10

25-8-73

- 65 -

417002

417002

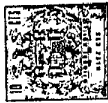


TABLA II (Continuación)

Variaciones del procedimiento	Resultados de ensayo con placas curadas formadas directamente con parti- culas de compuesto		Resultados de ensayo con placas curadas formadas de partículas de compuesto tras breve rehidratación en caliente	
	$(\bar{m}/\bar{m})_0$	$(\bar{m}/\bar{m})_H$ y Tol Extr. SG	$(\bar{m}/\bar{m})_0$	$(\bar{m}/\bar{m})_H$ y Tol Extr. SG
Se añadió carga en diez porciones. Cada adición se hizo inmediatamente antes de que la carga fuera a fusionarse en una masa estática después de la adición anterior.	2274/	34/	2142/	146/
	435	79	310	65
	1558/	50,0	1528/	5/
	10		100	002
	1486/	8,0	1006/	
	30	1,03	130	

417002

Condiciones de mezcla. Todos					
Partes los experimentos WB, CS, MHO,					
en AA, CBS, VTC, salvo como se					
Indicaciones en variaciones del					
procedimiento					
Temp °C					
10	Polietileno (R4)	100	C1	105-120	Se
	Sílice ahumada tra-	5	C2	86-101	in
	tada		C3	86-101	en
	Di Cup R	3,3			
15	Polietileno (R4)	100	C1	115-131	
	Hematites roja 5560	100	C2	86-101	
	Di Cup R	3,3	C3	86-101	
77777					
20	Polietileno (R4)	100	C1	105-115	
	Lana de vidrio	20	C2	86-101	
	Pyrex				
	Vinil Silano (3933)	1,0			
	Di Cup R	3,3			

25

10
25-8-73

417002

TABLA II (Continuación)

lodos

, MHO,

se

el

Variaciones del procedimiento

Se añadió carga en diez porciones. Cada adición se hizo inmediatamente antes de que la carga fuera a fusionarse en una masa estática después de la adición anterior.

77777

417002

5n)

miento	Resultados de ensayo con placas curadas formadas directamente con partí- culas de compuesto				Resultados de ensayo con placas curadas formadas partículas de compuesto tras breve molturación e caliente			
	(T/E) _o	(T/E) _H	% Tol		(T/E) _o	(T/E) _H	% Tol	
			Extr.	SG			Extr.	SG
Cada adición se hizo	2274/	94/	10,6	0,91	2142/	146/		
ga fuera a fusionarse	435	79			310	65		
adición anterior.								
	1558/		50,0	1,51	1523/	5/		
	10				100	602		
	1486/		8,0	1,03	1606/			
	30				130			

417002



Resultados de ensayo con
placas curadas formadas
directamente con partí-
culas de compuesto

Resultados de ensayo con
placas curadas formadas de
partículas de compuesto
tras breve molturación en
caliente

(T/E)₀ (T/E)_H % Tol

Extr. SG

(T/E)₀ (T/E)_H % Tol

Extr. SG

2274/ 94/ 10,6 0,91

435 79

2142/ 146/

310 65

1558/ 50,0 1,51

10

1528/ 5/

100 602

1486/ 8,0 1,03

80

1606/

130

417002

TABLA II (Continuación)

5	Condiciones de mezcla. Todos				Variaciones del procedimiento	Resu plan dire cul
	Partes en peso	los experimentos WB, CS, MHO, AA, CBS, VTC, salvo como se indica en variaciones del procedimiento	Temp °C	(E/1		
10	Polietileno	100	C1	105-128		1251
	Alúmina hidratada		C2	86-101		34
	Hydrel 705	50	C3	77-101		
	Thermax MT	5				
	Flectol H	1,75				
15	Di Cup R	3,3				
	Polietileno (R4)	100	C1	110-126		1256
	Fibras de algodón		C2	86-101		22
	(1x3, de 0,76 gr)	20				
	Di Cup R	3,3				
20	Nódulos de polietileno	150	C1	100-105	Se añadió carga de TiO_2 en doce adiciones. Se mantuvo la temperatura de mezclado. Los nódulos 3009-19 introducidos contienen ya peróxido	1560, 15
	Dióxido de titanio	60				

25

11

25-8-73



417002

TABLA II (Continuación)

Variaciones del procedimiento	Resultados de ensayo con placas curadas formadas directamente con partículas de compuesto		Resultados de ensayo con placas curadas formadas de partículas de compuesto tras breve molituración en coliente	
	(E/E) _o	(E/E) _H % Tol Extr. SG	(T/E) _o	(T/E) _H % Tol Extr. SG
	1251/	126/	11,0	1,14
	34	95	2372/	152/
			420	132
	1256/	12/	7,8	0,95
	22	8	1437/	60
Se añadió carga de TiO ₂ en doce adiciones. Se mantuvo la temperatura de mezclado. Los nódulos 3009-19 introducidos contienen ya peróxido	1560/	183/	6,0	1,74
	15	45	1765/	312/
			80	155
			6,4	1,55

417002

Condiciones de mezcla. Todos				
Partes los experimentos WB, CS, MHO,				
en AA, CBS, VTC, salvo como se				
5	Ingredientes	peso	indica en variaciones del	
			procedimiento	
			Temp °C	
10	Polietileno	100	C1	105-128
	Alúmina hidratada		C2	86-101
	Hydral 705	50	C3	77-101
	Thermax MT	5		
	Flectol H	1,75		
	Di Cup R	3,3		
15	Polietileno (R4)	100	C1	110-126
	Fibras de algodón		C2	86-101
	(1x3, de 0,76 mm)	20		
	Di Cup R	3,3		
20	Módulos de polietileno	150	C1	100-105
	Dióxido de titanio	60		

Se
la
cid

25

11
25-8-73

TABLA II (Continuación)

a. Todos

CS, MHO,

omo se

s del

Variaciones del procedimiento

2C

128

101

101

126

101

-105

Se añadió carga de TiO_2 en doce adiciones. Se mantuvo la temperatura de mezclado. Los nódulos 3009-19 introducidos contienen ya peróxido

417002

ión)

Simiento	Resultados de ensayo con placas curadas formadas directamente con partí- culas de compuesto				Resultados de ensayo con placas curadas formadas partículas de compuesto tras breve molturación en caliente			
	(T/E) _o	(T/E) _H	% Tol		(T/E) _o	(T/E) _H	% Tol	
			Extr.	SG			Extr.	SG
	1251/	126/	11,0	1,14	2372/	152/		
	34	95			420	132		
	1256/	12/	7,8	0,95	1437/			
	22	8			60			
iciones. Se mantuvo	1560/	183/	6,0	1,74	1765/	310/	6,4	1,56
dulos 3009-19 introdu.	15	45			80	155		

417002



Resultados de ensayo con
placas curadas formadas
directamente con partí-
culas de compuesto

Resultados de ensayo con
placas curadas formadas de
partículas de compuesto
tras breve molturación en
caliente

(T/E) _o (T/E) _H % Tol				(T/E) _o (T/E) _H % Tol			
		Extr. SG				Extr. SG	
1251/	126/	11,0	1,14	2372/	152/		
34	95			420	132		

1256/	12/	7,8	0,95	1437/			
22	8			60			

1560/	183/	6,0	1,74	1765/	310/	6,4	1,56
15	45			80	155		



417002

TABLA III

Variaciones del procedimiento y comentarios	Resultados de ensayo con placas curadas for- madas directamente de partículas de compues- to		Resultados de ensayo con placas curadas formadas de partícu- las de compuesto tras breve moltura- ción en caliente		Resultados de ensayo con partí- culas de compuesto tras alimen- tación directa en una extrusora ordinaria, extrusión sobre alom- bre, curado con vapor, y des- pués separación del alambre					
	(T/E) _o	(T/E) _H % Tol Extr. SG	(T/E) _o	(T/E) _H % Tol Extr. SG	(T/E) _o	(T/E) _H % Tol Extr. SG				
No se añadió agente de curado, sólo para equilibrado	1071/ 10	214/ 50	11,2	1,21	1414/ 10	230/ 70	299/ 40	5,7	0,94	5,0

Se añadió agente de curado a
las partículas en agitación.
No hubo fusiónamiento en una
masa.

417002

Condiciones de mezcla: WB,				
Partes CS, MHO, CBS, VTC; salvo co-				
en mo se indica en variaciones				
5	Ingredientes	peso	del procedimiento y comenta-	Variaciones y c
rios				
Temp °C				
10				
	Nódulos de polie-	C1,	135-145	
	tileno de alta	C2,	100-125	No
	densidad 100			sól
	(Monsanto MPE 240-			
15	17555)(3,0 x 3,5 mm			
	diám.)	C3,	85-90	Se
	Flectol H 1,75			las
	Arcilla tratada 50,5			No
	3071			mas
20	Thermax MT 5			
	Di Cup R 3,3			

25

12
25-8-73

TABLA III

a: WB, salvo co- aciones comenta-	Variaciones del procedimiento y comentarios	Resultados de ensayo con placas curadas for- madas directamente de partículas de compues- to			
		(T/E) _o	(T/E) _H	% Tol	Extr. SG
.90					
.145					
.125	No se añadió agente de curado, sólo para equilibrado	1071/ 10	214/ 50	11,2	1,21
.90	Se añadió agente de curado a las partículas en agitación. No hubo fusiónamiento en una masa.				

417002

Resultados de ensayo con placas curadas for- madas directamente de partículas de compues- to	Resultados de ensayo con placas curadas formadas de partícu- las de compuesto tras breve moltura- ción en caliente	Resultados de ensayo con culas de compuesto tras al- tación directa en una exte- ordinaria, extrusión sobre bre, curado con vapor, y pués separación del alamb
--	---	---

(T/E) _o (T/E) _H % Tol Extr. SG				(T/E) _o (T/E) _H % Tol Extr. SG				(T/E) _o (T/E) _H % Tol Extr. SG			
1071/	214/	11,2	1,21	1414/	230/	15,7	1,21	2593/	299/	5,7	0,94
10	50			10	70			60	40	5,0	

417002



Resultados de ensayo	Resultados de ensayo con partí-
en placas curadas	culas de compuesto tras alimen-
armadas de partícu-	tación directa en una extrusora
as de compuesto	ordinaria, extrusión sobre alam-
ras breve moltura-	bre, curado con vapor, y des-
ción en caliente	pués separación del alambre

$(T/E)_O$	$(T/E)_H$	% Tol	$(T/E)_O$	$(T/E)_H$	% Tol
Extr. SG			Extr. SG		
14/	230/	15,7 1,21	2593/	299/	5,7 0,94
0	70		60	40	5,0

417002

417002

TABLA III (Continuación)

§	Ingredientes	Condiciones de mezcla: WB, Partes CS, KMO, CBS, VTC; salvo co- en no se indica en variaciones peso del procedimiento y comenta- rios	Temp °C	Resultados de ensayo con placas curadas for- madas directamente de partículas de compues- to		Res con for las tra ció
				(T/E) ₀ (T/E) _H y Tol	Extr. SG	
10	Nódulos de polie- tileno de baja den- sidad (R4) (4,0 mm diám.)	C1, 100	100-125	1564/ 48/ 80 15	8,7 1,18	226 245
15	Flectol H Arcilla Whitetex Thermax MT Agente de trata- miento de Sila-	C2, 1,75 50 5	85-100	Se añadió agente de curado. También agente de tratamiento de carga de silano, que puede incorporarse en esta etapa o al final de la mezcla. La adición de tetrámero de silico na y de SC 3933 muestra modifi cación, tanto física como quí- mica, de las cargas "in situ" con este procedimiento.		
20	no SC3933 Tetrámero de sili- cona Di Cup R	1,5 0,5 3,3				

25

13

25-8-73

417002

417002



TABLA III (Continuación)

Variaciones del procedimiento y comentarios	Resultados de ensayo con placas curadas for- madas directamente de partículas de compues- to	Resultados de ensayo			Resultados de ensayo con partí- culas de compuesto tras alimen- tación directa en una extrusora ordinaria, extrusión sobre alam- bre, curado con vapor, y des- pués separación del alambre		
		(T/E) _o	(T/E) _H % Tol	(T/E) _o	(T/E) _H % Tol	(T/E) _o	(T/E) _H % Tol
		Extr. SG	Extr. SG	Extr. SG	Extr. SG	Extr. SG	Extr. SG
		1564/ 48/ 8,7 1,18	2264/				
		80 15	245				

Se añadió agente de curado.
También agente de tratamiento de carga de silano, que puede incorporarse en esta etapa o al final de la mezcla. La adición de tetraétero de silico na y de SC 3933 nuestra modifi- cación, tanto física como quí- mica, de las cargas "in situ" con este procedimiento.

417002

Condiciones de mezcla: WB,					
Partes CS, MHO, CBS, VTC; salvo co-					
en mo se indica en variaciones					
5	Ingredientes	peso	del procedimiento y comenta- rios		Vari y co

25

13
25-8-73

417002

TABLA III (Continuación)

la: WB,		Resultados de ensayo
salvo co-		con placas curadas for-
viaciones		madas directamente de
r comenta-	Variaciones del procedimiento	partículas de compues-
	y comentarios	to

mp 9C		(T/E) ₀	(T/E) _H	% Tol	
				Extr.	SG
00-125		1564/	48/	8,7	1,18
		80	15		

35-100	Se añadió agente de curado.
	También agente de tratamien-
	to de carga de silano, que
	puede incorporarse en esta eta
	pa o al final de la mezcla. La
	adición de tetraétero de silico
	na y de SC 3933 muestra modifi
	cación, tanto física como quí-
	mica, de las cargas "in situ"
	con este procedimiento.

7002

417002

tinuación)

Resultados de ensayo
con placas curadas for-
madas directamente de
partículas de compues-
to

Resultados de ensayo
con placas curadas
formadas de partícu-
las de compuesto
tras breve moltura-
ción en caliente

Resultados de ensayo c
culas de compuesto tre
tación directa en una
ordinaria, extrusión s
bre, curado con vapor,
pués separación del a

(T/E) _o (T/E) _H % Tol				(T/E) _o (T/E) _H % Tol				(T/E) _o (T/E) _H % Tol			
Extr. SG				Extr. SG				Extr.			
1564/	48/	8,7	1,18	2264/							
80	15			245							

ta

La

co

fi

í-

a

417002



s de ensayo	Resultados de ensayo con partí-
s curadas	culas de compuesto tras alimen-
de partícu-	tación directa en una extrusora
mpuesto	ordinaria, extrusión sobre alam-
e moltura-	bre, curado con vapor, y des-
aliente	pués separación del alambre

$(T/E)_H$ % Tol	$(T/E)_O$	$(T/E)_H$ % Tol
Extr. SG		Extr. SG

417002

417002

TABLA III (Continuación)

Condiciones de mezcla: WB, Partes CS, MHO, CBS, VTC; salvo co- en no se indica en variaciones		Temp °C	Resultados de ensayo con placas curadas for- radas directamente de Variaciones del procedimiento y comentarios		Re co fo la tr ci
Ingredientes	peso del procedimiento y comenta- rios		(T/E) ₀ (T/E) _H % Tol Extr. SG		
10	Nódulos de polietileno de baja densidad (R4) (4,0 mm diám.) Flectol H Arcilla tratada Translink Di Cup R	C1, 100 C2, 1,75 50 4,9	100-124 88-100	1052/ 30 7,5	130 140
15					
20	Nódulos de polietileno de baja densidad (R4) (4,0 mm diám.) Flectol H Thermax LT Di Cup R	C1, 100 C2, 1,51 40 3,30	100-120 79-100	1305/ 50 11,7	243 205
25					

Se obtuvieron partículas de compuesto exentas de carga suelta.

417002

417002



TABLA III (Continuación)

Variaciones del procedimiento y comentarios	Resultados de ensayo con placas curadas for- madas directamente de partículas de compues- to	Resultados de ensayo con placas curadas formadas de particu- las de compuesto tras breve moltura- ción en caliente	Resultados de ensayo con partí- culas de compuesto tras alimen- tación directa en una extrusora ordinaria, extrusión sobre alam- bre, curado con vapor, y des- pués separación del alambre
	(T/E) _o (T/E) _H % Tol Extr. SG	(T/E) _o (T/E) _H % Tol Extr. SG	(T/E) _o (T/E) _H % Tol Extr. SG
	1052/ 30	1305/ 7,5	1305/ 140
	1305/ 50	11,7	2433/ 205
Se obtuvieron partículas de compuesto exentas de carga suelta.			

417002

Condiciones de mezcla: WB, Partes CS, MHO, CBS, VTC; salvo co- en mo se indica en variaciones del procedimiento y comenta- rios					Var y c
Temp °C					
10	Nódulos de polieti- leno de baja densi- dad (R4) (4,0 mm diám.)	100	C1, C2,	100-124 88-100	
15	Flectol H Arcilla tratada Translink	1,75 50			
	Di Cup R	4,9			
20	Nódulos de polieti- leno de baja densi- dad (R4) (4,0 mm diám.)	100	C1, C2,	100-120 79-100	Se com sue
	Flectol H	1,51			
	Thermax MT	40			
25	Di Cup R	3,30			

417002

TABLA III (Continuación)

la: WB, salvo co- iaciones comenta-	Variaciones del procedimiento y comentarios	Resultados de ensayo con placas curadas for- madas directamente de partículas de compues- to
SC		(T/E) ₀ (T/E) _H % Tol Extr. SG
124		1052/ 30 7,5
100		
120		1305/ 50 11,7
100	Se obtuvieron partículas de compuesto exentas de carga suelta.	

7002

417002

tinuación)

Resultados de ensayo con placas curadas for- madas directamente de partículas de compues- to	Resultados de ensayo con placas curadas formadas de partícu- las de compuesto tras breve moltura- ción en caliente	Resultados de ensayo con p culas de compuesto tras al tación directa en una extr ordinaria, extrusión sobre bre, curado con vapor, y d pués separación del alamb
--	---	---

(T/E) _o (T/E) _H % Tol	(T/E) _o (T/E) _H % Tol	(T/E) _o (T/E) _H % Tol
Extr. SG	Extr. SG	Extr. SG
1052/ 30	7,5	1305/ 140

1305/ 50	11,7	2433/ 205
-------------	------	--------------

417002



Resultados de ensayo con placas curadas formadas de partícu- las de compuesto tras breve moltura- ción en caliente	Resultados de ensayo con partí- culas de compuesto tras alimen- tación directa en una extrusora ordinaria, extrusión sobre alam- bre, curado con vapor, y des- pués separación del alambre
---	---

(T/E) _o	(T/E) _H	% Tol	(T/E) _o	(T/E) _H	% Tol
Extr. SG			Extr. SG		

1305/

140

2433/

205

417002

417002

TABLA III (Continuación)

	Condiciones de mezcla: WB,		Resultados de ensayo		Resu con fortu las tras ción
	Partes en peso	CS, EHO, CES, VTC; salvo co. no se indica en variaciones del procedimiento y comenta- rios	Variaciones del procedimiento y comentarios	con placas curadas for- madas directamente de partículas de compues- to	
5	Ingredientes				
10		Temp °C		(π/E) ₀ (π/E) _H % Tol Extr. SG	(π/E)
15	Nódulos de polietileno de baja densidad de alto peso molecular (DFD 6005)	C1,	130-145	Comportamiento de la carga, muy similar al que contenía nódulos de PE de baja densidad. Sólo se necesitó una temperatura superior de mezclado	1570/ 345
	(2,5 x 3,5 mm)	100			
	Flectol H	1,75			
	Arquilla tratada 3071	50,5	103-155	Sólo para equilibrado, no se añadió agente de curado	
20	Thermax RT	5			
	Di Cup R	3,3	97-100	Se añadió agente de curado a las partículas en agitación. No hubo fusiónamiento en una masa.	
25					

417002

417002



TABLA III (Continuación)

Resultados de ensayo con placas curadas for- madas directamente de partículas de compues- to	(T/E) ₀ (T/E) _H % Tol		Resultados de ensayo con placas curadas formadas de particu- las de compuesto tras breve moltura- ción en caliente	(T/E) ₀ (T/E) _H % Tol	
	Extr. SG			Extr. SG	
Variaciones del procedimiento y comentarios	1570/ 345	2,9		2332/ 410	174/ 165
Comportamiento de la carga, muy similar al que contenía nódulos de FE de baja densi- dad. Sólo se necesitó una temperatura superior de mez- clado					
Sólo para equilibrado, no se añadió agente de curado					
Se añadió agente de curado a las partículas en agita- ción. No hubo fusiónamiento en una masa.					

417002

Condiciones de mezcla: WB,				
Partes CS, MHO, CBS, VTC; salvo co-				
en mo se indica en variaciones				
5	Ingredientes	peso	del procedimiento y comenta- rios	Variaciones y comen-
Temp °C				
10	Nódulos de polietileno de baja densidad de alto peso molecular (DFD 6005)		C1, 130-145	Componen- muy nódulos dad.
15	(2,5 x 3,5 mm)	100		temperatura
	Flectol H	1,75		clado
	Arcilla tratada 3071	50,5	C2, 103-155	Sólo añadido
	Thermax MT	5		
20	Di Cup R	3,3	C3, 97-100	Se añaden a la ción en un

25

15
25-8-73

417002

TABLA III (Continuación)

a: WB, alvo co. aciones omenta	Variaciones del procedimiento y comentarios	Resultados de ensayo con placas curadas for- madas directamente de partículas de compues- to		
		(T/E) _o	(T/E) _H	% Tol
20				Extr. SG
145	Comportamiento de la carga, muy similar al que contenía nódulos de PE de baja densi- dad. Sólo se necesitó una temperatura superior de mez- clado	1570/ 345		2,9
155	Sólo para equilibrado, no se añadió agente de curado			
100	Se añadió agente de curado a las partículas en agita- ción. No hubo fusiónamiento en una masa.			

ación)

ultados de ensayo
 i placas curadas for-
 as directamente de
 partículas de compues-

Resultados de ensayo
 con placas curadas
 formadas de partícu-
 las de compuesto
 tras breve moltura-
 ción en caliente

Resultados de ensayo con part
 culas de compuesto tras alime
 tación directa en una extruso
 ordinaria, extrusión sobre al
 bre, curado con vapor, y des-
 pués separación del alambre

(E)_o (T/E)_H % Tol

Extr. SG

70/ 2,9

3

(T/E)_o (T/E)_H % Tol

Extr. SG

2332/ 174/

410 165

(T/E)_o (T/E)_H % Tol

Extr. SG

417002



altados de ensayo	Resultados de ensayo con partí-
placas curadas	culas de compuesto tras alimen-
tadas de partícu-	tación directa en una extrusora
de compuesto	ordinaria, extrusión sobre alam-
s breve moltura-	bre, curado con vapor, y des-
n en caliente	pués separación del alambre

$E)_O$	$(T/E)_H$	% Tol	$(T/E)_O$	$(T/E)_H$	% Tol
	Extr.	SG		Extr.	SG

2/ 174/

165

417002



Como se ha indicado anteriormente en la Memoria, esta invención comprende los productos mezclados, característicos y ventajosos de material polímero con carga del método descrito, y su uso, incluyendo artículos moldeados o conformados de otro modo a partir de los mismos, tanto en un estado termoplástico no curado, como curados a un estado termoestable. La invención incluye particularmente compuestos de polietileno con carga, y mezclas de copolímeros que contienen polietileno, producidas por el método para su uso como material aislante eléctrico en combinación con conductores eléctricos metálicos, tales como el alambre aislado o cableado de la FIGURA 4. La estructura estratificada única de la carga y el material polímero atribuible al método, parece ser especialmente importante en esta aplicación, aumentando la resistencia del aislamiento eléctrico mezclado a tensiones eléctricas elevadas. Así pues, aunque el método de mezcla de materiales polímeros termoplásticos con carga, y los productos característicos del mismo, son adecuados para uso en una variedad de productos moldeados y de aplicaciones, esta invención se refiere especialmente a compuestos polímeros de poliolefinas con carga y curables, e incluye, para uso como conductores metálicos eléctricamente aislantes, y los compuestos polímeros con carga, y curables, de la inven-

417002



ción, pueden someterse fácilmente a una extrusión con aparatos y procedimientos convencionales, para formar un recubrimiento aislante 32 sobre torones conductores 34 de alambre o cable.

5 Además, los productos mezclados o compuestos de la invención pueden someterse a un curado, para la conversión del material polímero inicialmente termoplástico en un material en estado esencialmente termoestable, por medio de técnicas convencionales que comprenden el uso de agentes de curado, tales como peróxidos reticulantes, o medidas tales como la irradiación, adecuadas para los constituyentes polímeros particulares. Por ejemplo, los compuestos preferidos que contienen polietileno de la invención pueden ser curados de modo efectivo añadiendo un peróxido de reticulación adecuado, tal como los indicados en la técnica anterior, y sometiendo el compuesto curable que contiene el agente de curado a un calor suficiente para activar el agente de curado de peróxido por medio de su descomposición térmica, siguiendo la técnica anterior, tal como se describe en las patentes de los EE.UU= Nos. 3.888.424 y 3.079.370.

El método de esta invención es aplicable al mezclado de una variedad de composiciones y productos polímeros para diversas aplicaciones. No obstante,

417002



la invención es especialmente útil en la mezcla de ma-
teriales de poliolefinas que comprenden polietileno,
mezclas de polietileno y otros polímeros, y copolíme-
ros de etileno y otros materiales polimerizables. Se
5 describen materiales polímeros y cargas típicos, y su
mezcla, y medios de curado, a los que se refiere esta
invención, en las patentes de los EE.UU. Nos. 2.888.419;
2.888.424; 2.924.559; 2.928.801; 2.991.268; 3.039.989;
3.061.594; 3.148.169; 3.334.080; 3.362.924; 3.494.883 y
10 3.553.348.

La presente solicitud, que corresponde
a la presentada en los Estados Unidos de América, el
19 de Julio de 1.972, bajo el número 273.156, se acoge
a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto
15 sobre Propiedad Industrial.

20

25

417002



5

REIVINDICACIONES

10

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

15

1ª.- Un método de mezcla de material polímero termoplástico y carga, que comprende las operaciones de: a) mezclar partículas de material polímero termoplástico con carga en partículas, fundiendo al mismo tiempo porciones superficiales de las partículas de material polímero, con lo que la carga es mezclada con las

20

regiones superficiales en fusión de dichas partículas polímeras, y la mezcla resultante del material polímero fundido y carga es separada de la parte restante de las partículas poliméricas por la acción de mezclado; y b)

25

continuar, tanto el mezclado de las partículas de mate-

25-8-73

- 74 -



417002

30



5 rial polímero termoplástico con la carga, como la fusión de las regiones superficiales de dichas partículas, con la mezcla resultante de las regiones superficiales en fusión y de la carga, y la extracción de la mezcla resultante de material polímero fundido y la carga de dichas partículas de material polímero, para causar una fusión y disminución progresiva de dichas partículas de material polímero, hasta que dichas partículas han sido sustancialmente fundidas y la carga ha sido sustancialmente asimilada en el material polímero, con lo que dicho material polímero y dicha carga están sustancialmente mezclados.

15 2ª.- Un método según la reivindicación 1ª, en el que la cantidad de carga mezclada con el material polímero es de aproximadamente 5 a 200 partes en peso por 100 partes en peso del material polímero.

20 3ª.- Un método según la reivindicación 1ª, en el que la cantidad de carga mezclada con el material polímero es de aproximadamente 25 a 150 partes en peso por 100 partes en peso de material polímero.

4ª.- Un método según la reivindicación 2ª, en el que la carga es polvo finamente dividido.

25 5ª.- Un método según la reivindicación 4ª, en el que las partículas de material polímero son de un tamaño sustancialmente en el intervalo de aproximadamente



417002

36



2 a aproximadamente 8 milímetros de diámetro, y las partículas de carga son de un tamaño sustancialmente en el intervalo de aproximadamente 149 micras a aproximadamente 37 micras de diámetro.

5

6ª.- Un método según la reivindicación 1ª, en el que el mezclado del material polímero termoplástico y la carga se continúa hasta que la mezcla de los mismos se fusiona en una masa blanda, que por enfriamiento se endurece a una masa desmenuzable.

10

7ª.- Un método según la reivindicación 6ª, en el que la masa desmenuzable fusionada y enfriada de material polímero y carga mezclados es rota en partículas.

15

8ª.- Un método según la reivindicación 7ª, en el que las operaciones de mezclado hasta que el material polímero y la carga se fusionan en una masa blanda, y en friamiento hasta una masa desmenuzable, y después la rotura de la masa desmenuzable fusionada y enfriada en partículas de compuesto, son repetidas hasta que el compuesto resultante de material polímero y carga es sustancialmente homogéneo.

20

9ª.- Un método según la reivindicación 1ª, en el que el compuesto de material polímero y carga es enfriado, y se añade un agente de curado por reticulación al compuesto y es dispersado en toda la masa del mismo.

25

10ª.- Un método según la reivindicación 9ª, en



417002

30



el que el agente de curado por reticulación es un peróxido.

11ª.- Un método según la reivindicación 1ª, en el que: a) las partículas de material polímero termoplástico y carga en forma de partículas se mezclan con alta energía y alta velocidad y las porciones superficiales de las partículas de material polímero se calientan a al menos aproximadamente la temperatura de fusión del material polímero para fundir dichas porciones superficiales de las partículas polímeras, con lo cual la carga se mezcla con las porciones superficiales fundidas de las partículas polímeras y la mezcla resultante del material polímero fundido y la carga se separa de la porción restante de las partículas por los efectos de las fuerzas de rozamiento de la acción de mezcla; y, b) se continúa la acción de mezcla a alta energía y alta velocidad con calentamiento y fusión de las porciones superficiales de dichas partículas de material polímero, y la mezcla resultante de las porciones superficiales fundidas y la carga, y la separación de la mezcla resultante de material polímero fundido y la carga para efectuar una fusión y disminución progresivas de dichas partículas de material polímero hasta que dichas partículas llegan a estar sustancialmente fundidas en su totalidad y la carga llega a estar sustancialmente asimilada en el material polímero,

26-4-75

- 77 -



417002



con lo cual dicho material polímero y la carga están sustancialmente amasados.

5 12ª.- Un método según la reivindicación 11ª, en el que la cantidad de carga mezclada con el material polímero es de aproximadamente 5 a 200 partes en peso por 100 partes en peso del material polímero.

10 13ª.- Un método según la reivindicación 11ª, en el que la cantidad de carga mezclada con el material polímero es de aproximadamente 25 a 150 partes en peso por 100 partes en peso del material polímero.

14ª.- Un método según la reivindicación 12ª, en el que la carga es un polvo finamente dividido.

15 15ª.- Un método según la reivindicación 14ª, en el que las partículas de material polímero son de un tamaño sustancialmente dentro del intervalo de aproximadamente 2 a aproximadamente 8 milímetros de diámetro, y las partículas de carga son de un tamaño sustancialmente dentro del intervalo de aproximadamente 149 micras a aproximadamente 37 micras de diámetro.

20 16ª.- Un método según la reivindicación 11ª, en el que el calentamiento de las regiones superficiales de las partículas de material polímero es efectuado, al menos parcialmente, por el calor generado por el rozamiento de las partículas de material polímero y carga
25 que son mezclados a alta energía y alta velocidad.



417002

30



17ª.- Un método según la reivindicación 16ª,
en el que se aplica calor de una fuente exterior a las
partículas en mezclado de material polímero y carga, pa
ra aumentar el calor generado por el rozamiento del mez
clado de partículas de material polímero y carga.

18ª.- Un método según la reivindicación 1ª,
en el que el material polímero termoplástico en forma
de partículas es una poliolefina de al menos un miembro
seleccionado del grupo que consiste en polietileno, mez
clas de polietileno y otros polímeros, y copolímeros de
etileno y otros materiales polimerizables.

19ª.- Un método según la reivindicación 18ª,
en el que la mezcla del material polímero termoplástico
de etileno en partículas y la carga es efectuada con una
acción de mezclado de alta energía y alta velocidad, con
lo que la fusión de las regiones superficiales de las par
tículas de material polímero de etileno es efectuada, al
menos parcialmente, por el calor generado por el rozamien
to de las partículas de material polímero de etileno y de
carga.

20ª.- Un método según la reivindicación 19ª, en
el que se aplica calor de una fuente exterior a las par
tículas en mezclado de material polímero de etileno y car
ga, para aumentar el calor generado por el rozamiento de
las partículas en mezclado de material polímero de etile



417002



no y carga.

21ª.- Un método según la reivindicación 20ª,
en el que la cantidad de carga mezclada con el material
polímero es de aproximadamente 5 a 200 partes en peso
5 por 100 partes en peso del material polímero.

22ª.- Un método según la reivindicación 20ª,
en el que la cantidad de carga mezclada con el material
polímero es de aproximadamente 25 a 150 partes en peso
por 100 partes en peso del material polímero.

10 23ª.- Un método según la reivindicación 21ª,
en el que la carga es un polvo finamente dividido.

24ª.- Un método según la reivindicación 23ª,
en el que las partículas de material polímero son de
un tamaño sustancialmente comprendido en el intervalo
15 de aproximadamente 2 a aproximadamente 8 milímetros de
diámetro, y las partículas de carga son de un tamaño com
prendido sustancialmente en el intervalo de aproximadamen
te 149 micras a aproximadamente 37 micras de diámetro.

20 25ª.- Un método según la reivindicación 23ª,
en el que el compuesto de material polímero termoplás-
tico y carga es enfriado, y un agente de curado por re-
ticulación es añadido y dispersado a través del compues
to.

25 26ª.- Un método según la reivindicación 25ª,
en el que el agente de curado por reticulación es un



30 ABR 1975

417002

peróxido.

27ª.- Un método de mezcla de material polí-
mero termoplástico y carga.

5 Tal y como se ha descrito en la Memoria que
antecede, representado en los dibujos que se acompañan
y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de ochenta y una hojas
escritas a máquina por una sola cara.

10

Madrid,

30 ABR. 1975

P.A.

Alberto de Elzaburu
Por Poder.

26-4-75
jui

- 81 -



417002

-4

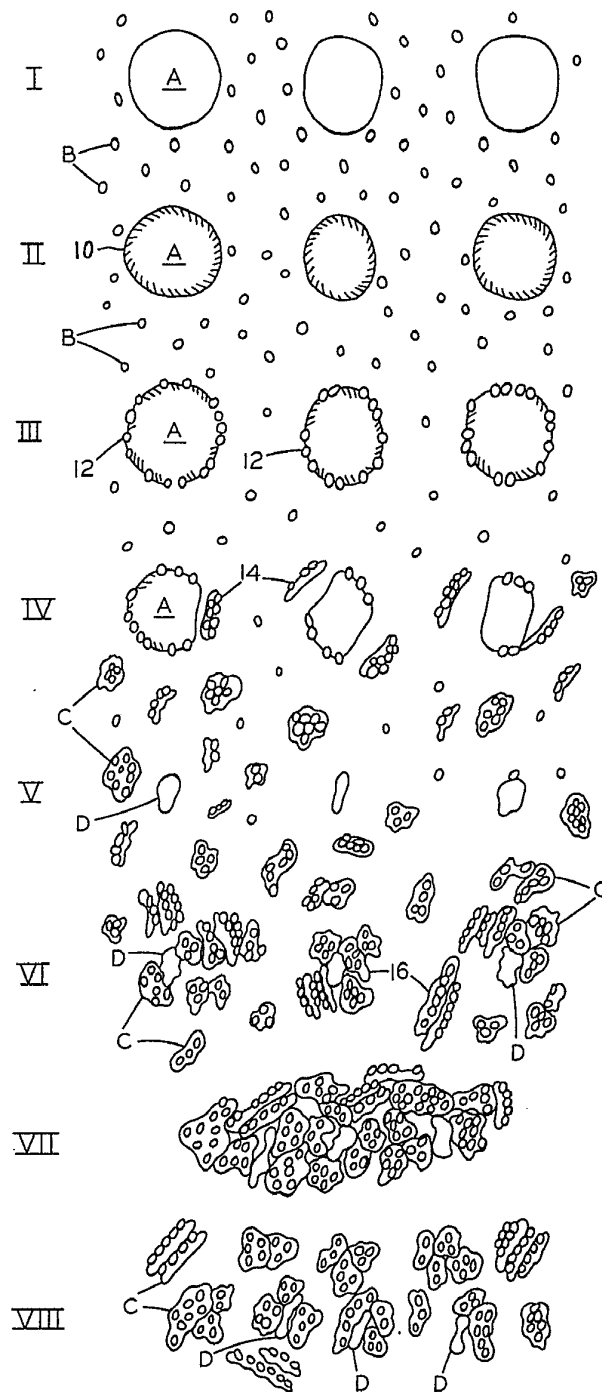


FIG. 1

Alberto de Elzabur
Per Poder

417002

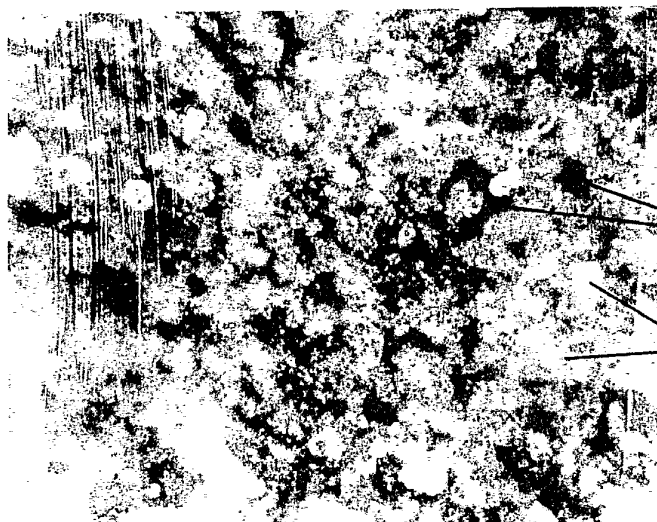


Fig. 2.



Fig. 3.

Alberto de Eizaburu
For Power



417002

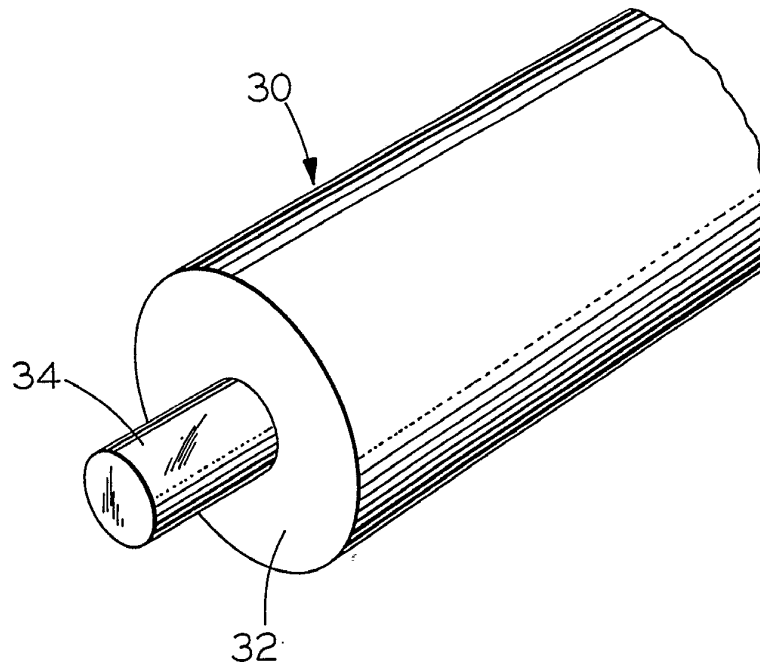


FIG. 4

Alberto Le Manoberto
For Patent