

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

19 ES	11	NUMERO	475661	10 A1
	21			
	22	FECHA DE PRESENTACION	1.12.1978	

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

5 MAR. 1979

PATENTE DE INVENCION

60 PRIORIDADES:		
61 NUMERO	62 FECHA	63 PAIS
783.505	31 marzo 1.977	Estados Unidos.
849.287	7 noviembre 1.977	Estados Unidos.
849.288	7 noviembre 1.977	Estados Unidos.
47 FECHA DE PUBLICIDAD	61 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C08J	467.779 del 10.3.1978
64 TITULO DE LA INVENCION		
UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE PARTICULAS DE SILICATO RECUBIERTAS.		
71 SOLICITANTE (ES)		
FORD MOTOR COMPANY.		
DOMICILIO DEL SOLICITANTE		
The American Road - Dearborn, Michigan - Estados Unidos.		
72 INVENTOR (ES)		
Fred John Meyer y Seymour Newman, ambos de nacionalidad estadounidense.		
73 TITULAR (ES)		
El mismo solicitante.		
74 REPRESENTANTE		
DON BERNARDO UNGRIA GOLBURU.		

1

RESUMEN DE LA INVENCION

5

Compuestos de resina poliolefinica cargados de silicato que presentan propiedades mecánicas mejoradas si la carga de silicato y la resina poliolefinica se combina especialmente con aditivos constituidos por derivados alifáticos clorados. Los compuestos se preparan preferiblemente a partir de mezclas que contienen alrededor de 1 a 35 partes en peso de escamas o fibras de silicato, 9 partes en peso de resina propilénica y pequeñas cantidades efectivas del aditivo.

10

Diversas técnicas de transformación, como selección del tiempo de permanencia de las mezclas a las temperaturas del fundido durante la preparación, permiten desarrollar ventajosas propiedades.

15

COMPENDIO DE LA INVENCION

20

Esta invención se refiere a compuestos de resina cargados de silicato, preparados con aditivos constituidos por derivados alifáticos clorados. La inclusión de estos aditivos puede mejorar las propiedades mecánicas de los compuestos.

25

Se conocen los aditivos copulantes para ciertos compuestos de resina cargada con cargas inorgánicas. Por ejemplo, se emplean derivados de silano en diversos compuestos de resina cargada de silicato para aumentar el reforzamiento de la resina por el silicato. Además, se han utilizado algunos derivados alifáticos clorados en los sistemas resinosos para contribuir al retardo de la combustión.

30

Ahora se ha descubierto que ciertos derivados alifáticos clorados actúan mejorando la adhesión del silicato y la resina poliolefinica, especialmente cuando se utilizan

1 durante la transformación tiempos y temperaturas seleccionados del fundido.

5 En pocas palabras, esta invención se refiere a compuestos preparados por un procedimiento que consiste en combinar la carga de silicato (v.g. mica), la resina poliolefinica y una cantidad minoritaria en peso de un aditivo constituido por uno o más derivados alifáticos clorados, de manera que el compuesto resulta reforzado. Este reforzamiento se consigue preferiblemente seleccionando el tiempo de exposición de las mezclas a las temperaturas de transformación. Este reforzamiento también puede conseguirse exponiendo las mezclas a temperaturas más altas durante tiempos más cortos. Una proporción de 1 a 36 partes en peso de carga de silicato por cada 9 partes en peso de resina poliolefinica proporciona compuestos con propiedades especialmente útiles, mientras que una relación ponderal de carga a resina de 2:5 a 5:2 aproximadamente normalmente proporciona un equilibrio óptimo para los silicatos como las escamas de mica y una relación ponderal de 1:10 a 4:10 aproximadamente resulta ventajosa para los silicatos como las fibras de vidrio. El silicato preferido es la mica, especialmente las escamas de mica.

20 Las resinas poliolefinicas adecuadas para esta invención son materiales comerciales muy conocidos destinados para uso en las operaciones de moldeo (por ejemplo por inyección, compresión, etc) y otros procesos de configuración en estado fundido (por ejemplo extrusión, estampación, etc). Entre estas resinas comerciales, las preparadas a partir de monómeros constituidos por hidrocarburos olefinicos como etileno, propileno y buteno-1 pueden formar compuestos con excelentes propiedades además de presentar ventajas económicas.

1 Son especialmente adecuadas en este aspecto las resinas  
constituídas por polietileno o polipropileno o por copolí-  
meros de etileno y/o propileno, así como las mezclas de  
5 cualquiera de ellas. En el sentido utilizado aquí, por el  
término resina poliolefínica se entiende cualquiera de las  
resinas anteriormente identificadas que típicamente se for-  
man en estado fundido y que se preparan a partir de monóme-  
ros constituídos por monómeros olefínicos, especialmente mo-  
nómeros que son hidrocarburos alifáticos y de preferencia  
10 predominantemente por hidrocarburos 1-olefínicos como eti-  
leno, propileno, buteno-1 y 4-metilpenteno-1. Estas resinas  
poliolefínicas preferiblemente constituyen una proporción  
mayoritaria de las resinas del compuesto (v.g. 60 % en peso  
o más).

15 Al fundir, la resina poliolefínica moja las superfi-  
cies de la carga de silicatos de las mezclas. Mediante cier-  
to mecanismo todavía no bien definido, se cree que el moja-  
do y la unión son favorecidos cuando se incluyen en las mez-  
clas los aditivos de esta invención.

20 Las resinas propilénicas se benefician especialmente  
de esta invención, especialmente las que presentan viscosi-  
dades intrínsecas superiores a 1,5 y preferiblemente alrede-  
dor de 2,0 a 2,6 para facilitar la transformación, aunque  
también pueden emplearse adecuadamente otras resinas con  
25 viscosidades intrínsecas mayores. Las resinas propilénicas  
pueden estar constituídas por homopolímero de propileno o  
por un copolímero de propileno o mezclas de los mismos, con-  
teniendo normalmente estos copolímeros por lo menos alrede-  
dor de 75 moles por ciento de propileno y hasta 25 moles  
30 por ciento de otros monómeros como etileno y buteno-1. Las

1 resinas propilénicas preferidas son las formadas por homo-  
polímero o copolímero de propileno, normalmente preparados  
con catalizadores estereoespecíficos. Convenientemente, es-  
tas resinas propilénicas se encuentran en forma de escamas  
5 o polvo y atraviesan un tamiz de 20 mallas, preferiblemente  
un tamiz de 60 mallas y, aunque las resinas propilénicas  
actualmente en el mercado son prácticamente retenidas en  
un tamiz de 325 mallas, en esta invención pueden utilizarse  
tamaños incluso más pequeños. Las resinas etilénicas como  
10 el polietileno homopolimérico o los copolímeros etilénicos  
preparados con otros hidrocarburos olefínicos alifáticos  
como propileno, buteno-1 y hexeno-1 también son especialmen-  
te adecuadas.

Las cargas de silicato se encuentran en el mercado.  
15 Entre las cargas de silicato normalmente utilizadas y espe-  
cialmente adecuadas aquí se encuentran las fibras de vidrio  
sintético y la mica natural así como otros minerales natura-  
les como el talco. Estas cargas de silicato generalmente  
contienen silicio, oxígeno y uno o más metales, v.g. Mg, Al  
20 y Na. Las cargas con ciertas formas como las escamas y fi-  
bras de vidrio y las escamas de mica son ventajosas ya que  
comunican una mayor integridad estructural a los compuestos  
de resina poliolefínica y estos compuestos pueden beneficiar  
se especialmente de acuerdo con esta invención. Por ejemplo,  
25 las fibras de vidrio de gran relación de longitud a diámetro  
v.g. 30:1 o mayor, así como las escamas que presentan por  
lo menos estas relaciones de aspecto son interesantes para  
los compuestos de máxima resistencia. Otras cargas de silica-  
to son el silicato magnésico, los silicatos de calcio, wo-  
30 lastonita, atapulgita, arcillas silíceas así como otras des-

1 critas en la patente estadounidense 3.951.680, que se incor-  
pora aquí por referencia. Se prefieren las cargas de silica-  
to que no contienen ninguna forma de asbesto.

5 Es ventajoso que la carga de silicato, como la mica,  
pueda ser utilizada sin tratamiento químico superficial  
sustancial en esta invención. Una de las razones es que los  
aditivos de esta invención son típicamente de bajo precio  
y pueden eliminar o reducir la necesidad de tratamientos  
superficiales más costosos, por ejemplo con derivados de  
10 silano. Además, es conveniente que la interferencia con la  
operación del aditivo sobre la superficie del silicato y  
sobre la resina poliolefínica sea mínima.

15 Las cargas de mica pueden caracterizarse en general  
como derivadas de minerales de silicato de aluminio que pue-  
den ser separados en delgadas láminas. Se prefieren las  
cargas comerciales constituídas principalmente por las micas  
moscovita, biotita y/o flogopita (v.g. la mica Suzorite ven-  
dida por Marietta Resources International), siendo actual-  
mente las más preferidas las cargas de mica constituídas  
20 principalmente por flogopita. También pueden emplearse mez-  
clas de micas así como mezclas de micas con otras cargas  
de silicato.

25 Se emplean preferiblemente escamas de mica, especial-  
mente las constituídas principalmente por flogopita, con una  
relación de aspecto (diámetro medio a espesor) de alrededor  
de 30 como mínimo (preferiblemente alrededor de 60 como mí-  
nimo para disminuir los efectos de la rotura durante la  
transformación) y hasta 200 o más. Normalmente resultan más  
convenientes las escamas de mica que son retenidas en un ta-  
30 miz de 100 mallas y preferiblemente en un tamiz de 60 mallas

1       pero también puede emplearse una mica que atraviese un tamiz  
de 325 mallas. Las escamas de mica que sustancialmente atra-  
viesan un tamiz de 20 mallas son ventajosas debido a la rapi-  
5       dez de la operación. En general, las escamas y fibras de vi-  
drio de estas dimensiones son especialmente útiles en esta  
invención. Aunque en la industria mineral se utilizan diver-  
sos medios de preparación de escamas de mica altamente desla-  
minadas, se prefieren los que no emplean la molienda en moja-  
do. Son especialmente preferidos los procesos de deslamina-  
10       ción en seco donde el mineral que contiene en parte las di-  
versas formas de mica se excava y machaca en terrones para  
facilitar su transporte. Estos terrones se reducen después  
de tamaño mediante un molino de martillos para liberar las  
cajas (o cristales individuales de mica) de otras impurezas  
15       minerales.

En estos procedimientos en seco preferidos, los cris-  
tales se deslaminan típicamente entre unos tambores que gi-  
ran en sentidos opuestos y ejercen elevadas fuerzas de ciza-  
llamiento. El grado de deslaminación y por lo tanto la rela-  
20       ción de aspecto de las escamas de mica resultantes, depende  
de la luz establecida entre los tambores que giran en senti-  
dos opuestos. Las escamas deslaminadas se separan después  
de las restantes impurezas minerales por técnicas de vibra-  
ción y/o clasificación neumática, clasificándose todavía más  
25       la mica purificada de acuerdo con el tamaño de partícula  
mediante procesos de tamizado convencionales.

Cuando se preparan de esta manera, las superficies de  
la mica están relativamente exentas de grandes cantidades  
de especies adsorbidas (como la humedad procedente de la mo-  
30       lienda con agua) que pueden interferir con los aditivos des-

1 critos en esta invención.

5 El aditivo que refuerza la adhesión entre la carga de silicato (como la mica) y la resina poliolefinica se emplea en cantidades minoritarias (v.g. 0,05-10 % en peso pero preferiblemente entre 0,5 y 5 % aproximadamente), calculado sobre el peso combinado de carga de silicato y resina poliolefinica, en cantidad suficiente para reforzar el compuesto. Frecuentemente el peso suficiente de aditivo es inferior al peso de la carga de silicato. Por ejemplo, las 10 ceras cloradas resinosas se emplean normalmente en una proporción inferior alrededor del 3 % del peso total de carga de silicato y resina poliolefinica. La resistencia límite a la flexión ASTM D-790 constituye una medida conveniente del reforzamiento del compuesto. Otros indicios del reforzamiento pueden observarse, por ejemplo, en la mayor resistencia a la tracción, mayor módulo a la flexión y mayor temperatura de deformación térmica así como reducción de la 15 contracción en el molde.

20 Los compuestos alifáticos clorados preferidos en esta invención tienen un peso molecular (promedio en número) comprendido entre 500 y 10.000 aproximadamente (preferiblemente alrededor de 800 a 5.000) y un contenido en cloro del 5 al 80 % en peso aproximadamente.

25 En el caso de los hidrocarburos saturados clorados como las parafinas cloradas son convenientes las proporciones altas en peso de cloro (v.g. alrededor de 60 a 80 %). Si en los derivados alifáticos clorados existe alguna polaridad adicional (v.g. grupos carboxilo) o cierta insaturación, son especialmente adecuadas las bajas proporciones en 30 peso de cloro (v.g. alrededor de 5 a 50 %). Pueden utilizar-

1 se pesos moleculares más bajos, v.g. 250, especialmente  
cuando la proporción de cloro en peso es alta.

5 Como ejemplos de aditivos constituidos por derivados  
alifáticos clorados podemos citar los hidrocarburos clorados  
como las parafinas cloradas resinosas (v.g. las vendidas  
con los nombres de Chlorowax (Diamond Shamrock), Kloro-chek  
(Keil Chemical, división de la Ferro Chemical) y Chlorez  
(Dover Chemical, división de ICC)). Se prefieren las ceras  
cloradas resinosas con pesos moleculares de 800 a 1200 apro-  
ximadamente, como por ejemplo la Chlorowax 70.

10 En un método preferido de preparación de los compues-  
tos de esta invención, se mezclan por volteo (preferiblemen-  
te no intensivo) la resina poliolefínica en partículas (pol-  
vo o escamas), las escamas o fibras de silicato (v.g. mica)  
15 y un aditivo pulverizado constituido por derivados alifáti-  
cos clorados, seguido de formulación por extrusión de la  
mezcla con evacuación a vacío. La mezcladora por extrusión  
está provista en su extremo de un tubo caliente que prolon-  
ga el tiempo de exposición del fundido a una temperatura  
20 elevada. Para la mezcla de resina propilénica, una carga  
de silicato constituida por ejemplo por flogopita y parafi-  
nas cloradas resinosas, se prefiere que transcurra un tiem-  
po después de la fusión (es decir, tiempo de residencia del  
fundido) de unos 5-10 minutos a unos 190-210°C antes de  
25 enfriar el fundido. También puede hacerse uso de una cale-  
facción posterior, por ejemplo por templado y secado, para  
contribuir a aumentar este tiempo de residencia. El fundido  
puede ser configurado después por moldeo pero también pueden  
emplearse otras técnicas de fabricación.

30 En otro método preferido de fabricación, el silicato

1

(v.g. mica) se mezcla primero con el aditivo constituido por uno o más derivados alifáticos clorados para formar preferiblemente un recubrimiento sobre las partículas de silicato (v.g. escamas como las escamas de mica o fibras).

5

Convenientemente el hidrocarburo alifático clorado resinoso, por ejemplo la parafina clorada, se funde (en una proporción de hasta alrededor del 15 % en peso y preferiblemente hasta alrededor del 2 % del peso del silicato) sobre el silicato, preferiblemente a temperatura elevada (v.g. 150°C)

10

pero convenientemente por debajo de la temperatura que produciría una intensa descomposición y deterioro del efecto reforzante atribuido al aditivo. Este recubrimiento en estado fundido se realiza normalmente mientras se mezclan suavemente las partículas de silicato y el aditivo para conseguir la uniformidad del recubrimiento y reducir al mínimo las roturas de partículas configuradas. Preferiblemente,

15

la carga de silicato, como la mica, se seca antes de recubrir con el aditivo en estado fundido. Ventajosamente, el recubrimiento por fusión puede realizarse en menos de una hora, normalmente en menos de 15 minutos, de acuerdo con factores como equipo mezclador, condiciones y temperatura de mezclado. El recubrimiento del silicato tiene la ventaja de proporcionar una uniformidad potencialmente mayor a las mezclas en comparación con la mezcla de los ingredientes

20

independientemente. El silicato recubierto se formula posteriormente, preferiblemente mezclándolo con la resina poliolfínica para formar una mezcla en polvo seco para su posterior transformación.

25

30

Las temperaturas comprendidas aproximadamente entre 170 y 300°C suelen ser adecuadas durante la formulación pre-

1 ferida antes descrita con la resina poliolefínica. Las tem-  
peraturas más altas dentro de este intervalo, v.g. 220°C o  
más, habitualmente requieren tiempos más cortos para el de-  
5 sarrollo óptimo de las propiedades mientras que las tempe-  
raturas más bajas requieren periodos más prolongados. Ven-  
tajosamente, los aditivos de esta invención comunican pro-  
piedades mecánicas estables, obtenidas posteriormente, a las  
temperaturas habituales del fundido durante largos periodos  
de tiempo, v.g. 30 minutos o más. Normalmente es conveniente  
10 dejar que transcurra un cierto periodo del orden de 1 a 30  
minutos a la temperatura del fundido y todavía mejor de 5 a  
15 minutos. Las operaciones subsiguientes como configura-  
ción en estado fundido pueden contribuir a este tiempo de  
residencia del fundido.

15 Después de formular, la masa fundida, preferiblemen-  
te habiendo residido durante un periodo prolongado a la tem-  
peratura del fundido, puede pasar a una zona de enfriamien-  
to y a continuación puede ser cortada (v.g. en cubos) para  
20 formar partículas adecuadas para los procesos de configura-  
ción. Alternativamente, el fundido puede pasar directamente  
a la operación de configuración. Si esta última se realiza  
por moldeo por inyección, es preferible utilizar unas pre-  
siones de 3000 a 9000 psi (211 a 633 kg/cm<sup>2</sup>), a temperatu-  
ras de unos 190-210°C en moldes mantenidos a unos 30-70°C.

25 Pueden emplearse otras operaciones de configuración  
como moldeo por extrusión, compresión o soplado o estampa-  
ción y similares. Además, pueden utilizarse operaciones de  
configuración para mantener un tiempo y una temperatura su-  
ficientes para reforzar el compuesto. Además, pueden fabri-  
30 carse también varillas, láminas, tubos y filmes que reciben

1 los beneficios de esta invención.

5 Se sobreentiende que las mezclas de esta invención pueden incluir combinaciones de cargas como mica con fibras de vidrio o talco así como cantidades minoritarias de aditivos (v.g. estabilizantes, pigmentos, lubricantes y similares) que son incluidos convencionalmente durante la transformación de los compuestos. Por ejemplo, pueden incluirse óxidos alcalino-tórricos (v.g. MgO, CaO) en una proporción de hasta alrededor del 5 % del peso del compuesto y son  
10 ventajosos para absorber los gases resultantes de la humedad atrapada o de la descomposición del aditivo, generados durante los procesos de formulación o configuración en estado fundido a alta temperatura.

15 Los siguientes ejemplos se incluyen para ilustrar esta invención y no se pretende que sean limitativos de la misma, ya que los expertos en este campo observarán que pueden introducirse muchas modificaciones de estos ejemplos dentro del espíritu de esta invención. Todas las partes son partes en peso, todas las temperaturas se dan en grados  
20 centígrados y todos los ensayos se realizan por los métodos de las normas ASTM mencionadas, salvo específica indicación en contrario.

EJEMPLO 1

25 En este ejemplo, los compuestos se configuran en muestras ASTM normalizadas a partir de formulaciones con diversas proporciones y tipos de resina poliolefinica, carga de silicato y derivado alifático clorado.

30 Los compuestos se preparan mezclando en seco (con mezclado no intensivo) la resina (en polvo), la carga de silicato y los aditivos que comprenden los derivados alifá-

1 ticos clorados. A continuación la mezcla pulverulenta se  
introduce en una máquina de moldeo por inyección de husillo  
de vaivén (Arburg 200U, 42 toneladas cortas, 2 onzas (38 Tm,  
56 g)) mantenida a 200°C durante los tiempos indicados en  
5 la Tabla II y se inyecta en el molde a una temperatura de  
30°C. La posición del tamaño del lote se encuentra en 6,3.  
La formulación de los compuestos preparados se encuentra  
en la Tabla I.

10 Las propiedades que se obtienen de una primera serie  
de compuestos están en la Tabla II. Los compuestos para los  
ensayos ASTM en esta primera serie se preparan después de  
haber purgado la máquina de moldeo mediante 10 inyecciones  
de las formulaciones individuales, separadas por intervalos  
de 1 minuto, seguido de inyecciones tomadas a los intervalos  
15 indicados en la Tabla II.

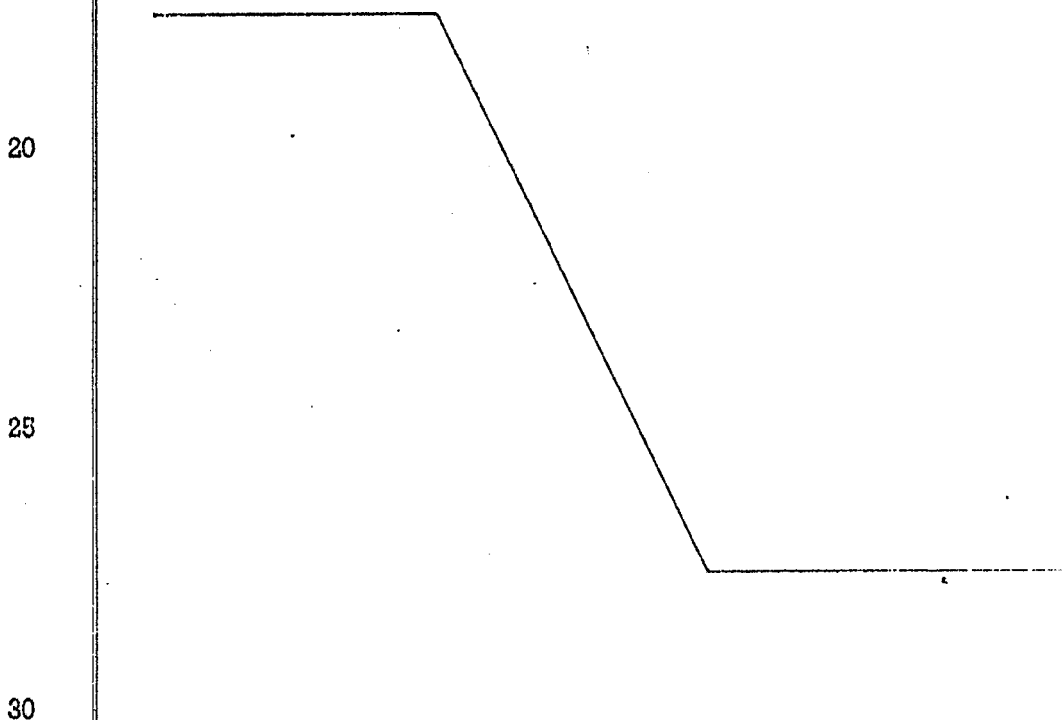


TABLA I

Formulaciones

Número de la formulación	Formulaciones en partes en peso											
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
<u>Resina propilénica</u>												
5	100,0	70,0	70,0	40,0	50,0	70,0	70,0	-	-	-	70,0	70,0
	Homopolímero (Hercules Pro Fax 6523-PM)											
	-	-	-	40,0	-	-	70,0	-	-	-	-	-
	Copolímero (Hercules Pro Fax 8523-PM)											
<u>Resina polietilénica</u>												
10	-	-	-	-	-	-	-	-	60,0	60,0	-	-
	(USI Microthene MA-778)											
<u>Carga de silicato (tamaño de partícula)</u>												
	-	30,0	30,0	40,0	50,0	-	30,0	30,0	40,0	40,0	-	30,0
	Mica Suzorite "GPA" 1 (atravesada un tamiz de 20 mallas pero queda retenida en un tamiz de 60 mallas)											
	-	-	-	-	-	30,0	-	-	-	-	-	-
	Suzorite "-325-5" (atravesada un tamiz de 325 mallas)											
15	-	-	-	-	-	30,0	-	-	-	-	-	-
	Fibra de vidrio 2											
<u>Aditivo</u>												
	1,0	-	1,0	1,0	1,0	1,0	-	1,0	-	1,0	1,0	-
	Chlorowax 70-IP 3											
	-	-	-	-	-	-	1,0	-	-	-	-	-
	Poliolefina 310-6 4											
	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Hexaclorobutadieno											
20	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1,0
	1 - Principalmente mica filopita (Mariatta International)											
	2 - Fibra de vidrio Owen Corning - K-885 de fibra cortada 1/4" (6,3 mm)											
	3 - Alrededor de 70 % en peso de cloro (Diamond Shamrock)											
	4 - Alrededor de 19 % en peso de cloro; viscosidad en xileno (50 % en peso) 4000 cp a 25°C; peso específico 1,54 y punto de ablandamiento (Vicat) 215°C; vendida por Eastman Chemical.											

TABLA I  
Formulaciones

		Formulaciones					
Número de la formulación		1	2	3	4	5	6
5	<u>Resina propilénica</u>				.....		
	Homopolímero (Hercules Pro Fax 6523-PM)	100,0	70,0	70,0	50,0	50,0	70,0
	Copolímero (Hercules Pro Fax 8523-PM)	-	-	-	.....	-	-
	<u>Resina polietilénica</u>				.....		
10	(USI Microthene MA-778)	-	-	-	.....	-	-
	<u>Carga de silicato (tamaño de partícula)</u>				.....		
	Mica Suzorite "GPA" 1 (atraviesa un tamiz de 20 mallas pero queda retenida en un tamiz de 60 mallas)	-	30,0	30,0	40,0	50,0	-
	Suzorite "-325-5" (atraviesa un tamiz de 325 mallas)	-	-	-	.....	-	30,0
15	Fibra de vidrio 2	-	-	-	-	-	-
	<u>Aditivo</u>						
	Chlorowax 70-LP 3	1,0	-	1,0	1,0	1,0	1,0
	Poliiolefina 310-6 4	-	-	-	-	-	-
20	Hexaclorobutadieno	-	-	-	-	-	-
	1 - Principalmente mica flogopita (Marietta International)						
	2 - Fibra de vidrio Owen Corning - K-885 de fibra cortada 1/4" (6,3 mm)						
	3 - Alrededor de 70 % en peso de cloro (Diamond Shamrock)						
	4 - Alrededor de 19 % en peso de cloro; viscosidad en xileno (50 % en peso) 4000 cp a 25 to (Vicat) 105°C; vendida por Eastman Chemical.						

25

30

TABLA I  
Formulaciones

Formulaciones en partes en peso

	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
1	70,0	70,0	50,0	50,0	70,0	70,0	-	-	-	70,0	70,0
2	-	-	-	-	-	70,0	-	-	-	-	-
3	-	-	-	-	-	-	-	60,0	60,0	-	-
4	30,0	30,0	40,0	50,0	-	30,0	30,0	40,0	40,0	-	30,0
5	-	-	-	-	30,0	-	-	-	-	-	-
6	-	-	-	-	-	-	-	-	-	30,0	-
7	-	1,0	1,0	1,0	1,0	-	1,0	-	1,0	1,0	-
8	-	-	-	-	-	1,0	-	-	-	-	-
9	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1,0

national)

cortada 1/4" (6,3 mm)

hamrock)

d en xileno (50 % en peso) 4000 cp a 25°C; peso específico 1,54 y punto de ablandamien-  
l.

1

TABLA II

Número de la inyección	Temperatura de la transformación	Resistencia límite a la flexión, psi (kg/cm <sup>2</sup> ) - ASTM-D790											
		1*	2*	3*	4*	5*	10*	15*	20*	30*	60*		
1	200°C	7589 (533)	7469 (525)	7264 (511)	7159 (503)	6772 (476)	6356 (447)	-	6461 (454)	6019 (423)	5838 (410)		
2	200°C	7627 (536)	7492 (527)	7495 (526)	7576 (533)	7555 (531)	7303 (513)	7226 (508)	7215 (507)	7225 (508)	-		
3	200°C	7829 (550)	7884 (554)	8070 (567)	8013 (563)	8257 (580)	8507 (598)	9389 (660)	9486 (667)	9580 (673)	9744 (685)		
3	285°C	8971 (631)	8659 (609)	7814 (549)	6560 (461)	-	-	-	-	-	-		
4	200°C	7488 (526)	7438 (523)	7629 (536)	8246 (580)	8966 (630)	9600 (675)	-	10166 (715)	9735 (684)	9519 (669)		
5	200°C	7952 (559)	8523 (599)	9596 (675)	10275 (722)	10832 (161)	11131 (783)	-	11079 (779)	10331 (726)	10507 (739)		
6	200°C	8584 (603)	8769 (616)	9300 (654)	9749 (685)	9781 (688)	10048 (706)	10062 (707)	9978 (702)	10028 (705)	10044 (706)		
7	200°C	9429 (663)	8941 (629)	9153 (643)	8725 (613)	8937 (628)	8625 (606)	8660 (609)	-	8419 (592)	8373 (589)		
8	200°C	5116 (360)	5099 (358)	5030 (354)	5513 (388)	6012 (423)	6309 (444)	6595 (464)	6659 (468)	6495 (457)	6413 (451)		
9	200°C	3788 (266)	3634 (255)	3802 (267)	3879 (273)	3802 (267)	3821 (269)	3736 (263)	3747 (263)	3886 (273)	-		
10	200°C	6071 (427)	6171 (434)	6250 (439)	6261 (440)	6331 (445)	6193 (435)	6082 (428)	6029 (424)	6177 (434)	-		
11	200°C	10537 (741)	10506 (739)	11459 (806)	12151 (854)	13609 (957)	14984 (1053)	-	13957 (981)	16082 (1131)	18622 (1309)		
12	200°C	6279 (441)	6316 (444)	6378 (448)	6747 (474)	7128 (501)	-	6775 (476)	-	-	-		

\* Tiempo entre inyecciones sucesivas (minutos).

25

80

TABLA II

	Número de la formulación	Temperatura de la transformación	Resistencia límite a					1
			1*	2*	3*	4*	5*	
1								
5	1	200°C	7589 (533)	7469 (525)	7264 (511)	7159 (503)	6772 (476)	63 (44)
	2	200°C	7627 (536)	7492 (527)	7495 (526)	7576 (533)	7555 (531)	73 (51)
	3	200°C	7829 (550)	7884 (554)	8070 (567)	8013 (563)	8257 (580)	85 (59)
	3	285°C	8971 (631)	8659 (609)	7814 (549)	6560 (461)	-	-
10	4	200°C	7488 (526)	7438 (523)	7629 (536)	8246 (580)	8966 (630)	96 (67)
	5	200°C	7952 (559)	8523 (599)	9596 (675)	10275 (722)	10832 (161)	111 (78)
	6	200°C	8584 (603)	8769 (616)	9300 (654)	9749 (685)	9781 (688)	100 (70)
15	7	200°C	9429 (663)	8941 (629)	9153 (643)	8725 (613)	8937 (628)	86 (60)
	8	200°C	5116 (360)	5099 (358)	5030 (354)	5513 (388)	6012 (423)	63 (44)
	9	200°C	3788 (266)	3634 (255)	3802 (267)	3879 (273)	3802 (267)	38 (26)
20	10	200°C	6071 (427)	6171 (434)	6250 (439)	6261 (440)	6331 (445)	61 (43)
	11	200°C	10537 (741)	10506 (739)	11459 (806)	12151 (854)	13609 (957)	149 (10)
	12	200°C	6279 (441)	6316 (444)	6378 (448)	6747 (474)	7128 (501)	-

\* Tiempo entre inyecciones sucesivas (minutos).

25

30

TABLA II

Resistencia límite a la flexión, psi (kg/cm<sup>2</sup>) - ASTM-D790

1*	2*	3*	4*	5*	10*	15*	20*	30*	60*
7589 (533)	7469 (525)	7264 (511)	7159 (503)	6772 (476)	6356 (447)	-	6461 (454)	6019 (423)	5838 (410)
7627 (536)	7492 (527)	7495 (526)	7576 (533)	7555 (531)	7303 (513)	7226 (508)	7215 (507)	7225 (508)	-
7829 (550)	7884 (554)	8070 (567)	8013 (563)	8257 (580)	8507 (598)	9389 (660)	9486 (667)	9580 (673)	9744 (685)
8971 (631)	8659 (609)	7814 (549)	6560 (461)	-	-	-	-	-	-
7488 (526)	7438 (523)	7629 (536)	8246 (580)	8966 (630)	9600 (675)	-	10166 (715)	9735 (684)	9519 (669)
7952 (559)	8523 (599)	9596 (675)	10275 (722)	10832 (161)	11131 (783)	-	11079 (779)	10331 (726)	10507 (739)
8584 (603)	8769 (616)	9300 (654)	9749 (685)	9781 (688)	10048 (706)	10062 (707)	9978 (702)	10028 (705)	10044 (706)
9429 (663)	8941 (629)	9153 (643)	8725 (613)	8937 (628)	8625 (606)	8660 (609)	-	8419 (592)	8373 (589)
5116 (360)	5099 (358)	5030 (354)	5513 (388)	6012 (423)	6309 (444)	6595 (464)	6659 (468)	6495 (457)	6413 (451)
3788 (266)	3634 (255)	3802 (267)	3879 (273)	3802 (267)	3821 (269)	3736 (263)	3747 (263)	3886 (273)	-
6071 (427)	6171 (434)	6250 (439)	6261 (440)	6331 (445)	6193 (435)	6082 (428)	6029 (424)	6177 (434)	-
10537 (741)	10506 (739)	11459 (806)	12151 (854)	13609 (957)	14984 (1053)	-	13957 (981)	16082 (1131)	18622 (1309)
6279 (441)	6316 (444)	6378 (448)	6747 (474)	7128 (501)	-	6775 (476)	-	-	-

ras (minutos).

1            En la Tabla III, se observa el efecto del aditivo por  
comparación de las propiedades de los compuestos preparados  
con y sin el aditivo de esta invención. La formulación uti-  
lizada para preparar los compuestos A y B en la Tabla III  
5            dada a continuación corresponde a la formulación 4 de la  
Tabla I, salvo que la formulación de B no incluye el aditivo  
de esta invención. En A se utiliza como aditivo Chlorowax<sup>(R)</sup>  
70-LP. Las muestras ASTM con las propiedades indicadas en  
la Tabla III se preparan como las anteriores a excepción de  
10           que el ciclo de moldeo es de 10 minutos y las 10 primeras  
muestras se desprecian para aproximarse a un estado estacio-  
nario. A continuación se recogen muestras suficientes para  
realizar los ensayos ASTM de la Tabla III.

TABLA III

Propiedades físicas

Compuesto	Unidades	A		B	
		Con aditivo	Sin aditivo	Con aditivo	Sin aditivo
R. tracción, ASTM-D638	psi (kg/cm <sup>2</sup> )	5600 (394)	4100 (288)		
Resistencia a la flexión, ASTM-D790	psi (kg/cm <sup>2</sup> )	10250 (721)	7200 (506)		
Módulo de flexión, ASTM- D790	psi (kg/cm <sup>2</sup> )	1.127.000 (79228)	850.000 (59.761)		
Impacto Izod, ASTM-D256	pies.libras (kg.m)	1,25 (0,1728)	1,30 (0,1797)		
Temperatura de deforma- ción térmica, ASTM- D648	°F (°C)	301 (149,4)	266 (130,0)		
	a 66 psi 4,6 kg/cm <sup>2</sup>				
	a 264 psi (18,6 kg/cm <sup>2</sup> )	272 (133,3)	210 (98,9)		
Contracción en el molde, ASTM-D955	in/in (cm/cm)				
	Longitud	0,002	0,010		
	anchura	0,010	0,007		
	espesor	0,020	0,023		

1

EJEMPLO 2

5

En este ejemplo, se preparan compuestos a partir de formulaciones que contienen 30 partes en peso de resina propilénica Hercules Pro-Fax 6523-PM y 70 partes en peso de escamas de mica moscovita (K-100, English Mica Co.) con y sin una parte en peso de Chlorowax 70-LP en polvo. Se sigue el procedimiento del Ejemplo 1 y se obtienen muestras ASTM a los intervalos de tiempo indicados en la Tabla II.

10

Los compuestos preparados con el aditivo de esta invención presentan una resistencia límite a la flexión ASTM-D790 superior a la de los compuestos preparados sin el aditivo.

15

EJEMPLO 3

En este ejemplo, las formulaciones 3 a 8 del Ejemplo 1 se modifican incluyendo una parte adicional en peso de los derivados alifáticos clorados individuales. Se preparan los compuestos y se ensayan por un método similar al descrito en el Ejemplo 1 y de forma análoga presentan las deseables resistencias conseguidas mediante la inclusión del aditivo de esta invención en comparación con los compuestos sin el aditivo.

20

25

EJEMPLO 4

La formulación del n° 4, Tabla I, se prepara en una mezcladora por extrusión (Transfermix de 2", 5 cm, construída por la Sterling Extruder Corp.) con una prolongación tubular caliente (50" (125 cm) de longitud y 2,25" (57,1 mm) de diámetro interno) dispuesta en un extremo de la mezcladora. Esta última opera de manera que el fundido tiene un tiempo de residencia de unos 9 minutos a 200°C durante la extrusión y paso a través del tubo caliente. Se enfría el

30

1 fundido y después se corta en gránulos. Los gránulos se in-  
troducen en un moldeador por inyección y se moldean en mues-  
tras ASTM. Estas muestras se someten a ensayo, presentando  
5 propiedades ventajosas en comparación con las muestras que  
no contienen el aditivo de esta invención y que se preparan  
de la misma manera.

EJEMPLO 5

La formulación n° 4, Tabla I, se modifica por adición  
de 5 partes en peso de fibra de vidrio comercial (Owens-Cor-  
ning, Fiberglass 885, fibra cortada de 1/4" (6,3 mm), rela-  
10 ción de aspecto 500:1 aproximadamente). Se procesa en la  
forma descrita en el Ejemplo 1. En estos compuestos moldea-  
dos en forma de muestras ASTM se observan unos valores de la  
resistencia límite (ASTM D-790) superiores a los de los com-  
15 puestos preparados de la misma forma durante periodos simila-  
res pero sin el aditivo de esta invención. A los 20 minutos,  
como se observa en la Tabla II, el compuesto de esta inven-  
ción presenta una resistencia límite a la flexión de 11.000  
(770) mientras que el compuesto sin aditivo presenta un va-  
20 lor de 8.000 (560).

EJEMPLO 6

Se combinan 2 partes en peso de una parafina clorada  
resinosa (Chlorez 700 de Dover Chemical) con 98 partes en peso  
de mica Suzorite GPA (Marietta Resources) mezclando suavemente  
25 en una mezcladora en V a la temperatura ambiente durante unos  
3 minutos. Después esta mezcla se calienta hasta unos 150°C  
agitando suavemente, con lo que la superficie de la mica que-  
da recubierta y el color latonado de la mica comienza a vol-  
verse de un tono dorado rojizo oscuro. Se toman pequeñas mues-  
30 tras de la mezcla de mica para observar si el recubrimiento

1 es completo, examinando si la superficie está todavía mojada con agua.

5 La mica recubierta de esta forma con el aditivo se utiliza en lugar de la mica y el aditivo del Ejemplo 4 y se compara con una formulación que no contiene aditivo, utilizando las condiciones del Ejemplo 4. Se observan propiedades mejoradas en los compuestos preparados de acuerdo con esta invención.

EJEMPLO 7

10 Se utiliza 1 parte en peso de Chlorowax 70 (Diamond Shamrock) para recubrir 40 partes en peso de mica (Suzorite GPA, Marietta Resources) de dos maneras. En la muestra (A), la mica se calienta previamente a 200°C durante varios minutos antes de la adición del Chlorowax a esa temperatura. En 15 la muestra (B), el Chlorowax 70 se agrega a la temperatura ambiente antes de calentar a 200°C. Las muestras recubiertas de mica se dejan enfriar y después se combinan independientemente con 60 partes en peso de polipropileno Hercules Profax 6501 PM y se moldea por inyección a 200° con un ciclo de moldeo prolongado. Se obtienen las siguientes propiedades en los 20 ensayos ASTM:

	<u>A</u>	<u>B</u>
R. a la flexión	8500 psi (media de 5) (598 kg/cm <sup>2</sup> )	7778 psi (media de 5) (547 kg/cm <sup>2</sup> )
25	280 psi (desviación típica) (19,7 kg/cm <sup>2</sup> )	395 psi (desviación típica) (27,8 kg/cm <sup>2</sup> )
Módulo de flexión	1.013.346 psi (media de 5) (71.238 kg/cm <sup>2</sup> )	1.087.952 (media de 5) (76.483 kg/cm <sup>2</sup> )
30	61.612 psi (desviación típica) (4331 kg/cm <sup>2</sup> )	57.271 psi (desviación típica) (4.026 kg/cm <sup>2</sup> )

1

EJEMPLO 8

Se sigue el procedimiento del Ejemplo 6 empleando escamas de vidrio (relación de aspecto superior a 30) en lugar de mica. Los compuestos formados presentan propiedades interesantes.

5

EJEMPLO 9

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1 empleando fibras de vidrio "naciente" especialmente preparadas, sin ningún tratamiento superficial con agentes copulantes silánicos. Los compuestos se preparan por el procedimiento y fórmula 11 del Ejemplo 1. Los compuestos preparados con el aditivo presentan mayor resistencia mecánica que los compuestos similares preparados sin el aditivo de esta invención.

10

15

Como se ha mencionado anteriormente, una técnica de formulación preferida de acuerdo con esta invención utiliza una extruidora que proporciona prolongados periodos a las temperaturas del fundido para desarrollar las propiedades mecánicas óptimas de los compuestos. Fundamentalmente, esto puede conseguirse, si se desea, incluyendo una cámara de retención del fundido entre el pórtico de salida y el troquel (o boquilla) de una extruidora o de la porción extruidora de un sistema más complejo (es decir, inyección, moldeo por soplado, espuma, lámina, etc.). La inclusión de esta cámara de retención del fundido permite mantener las velocidades de producción deseadas. Naturalmente, las dimensiones reales de la cámara deben ser determinadas de acuerdo con la velocidad de producción relativa así como con el espacio físico disponible. Sin embargo, en ciertos casos específicos, puede usarse el equipo habitual, por ejemplo los dispositivos de moldeo por inyección de gran tamaño de la inyec-

20

25

30

1 ción, para moldear pequeñas piezas donde el fundido permanece durante tiempos superiores a los habituales para desarrollar las propiedades óptimas.

EJEMPLO 10

5 Se repite el procedimiento del Ejemplo 6 utilizando talco (Beaver White 200 - United Sierra) en lugar de mica. Sin embargo, el talco recubierto no presenta el cambio de color que la mica a no ser que el proceso de recubrimiento se realice a temperaturas superiores a la iniciación de la descomposición térmica del hidrocarburo clorado empleado como agente copulante.

10 Se observa una mayor temperatura de deformación térmica (ASTM-D648) en los compuestos que contienen 40 partes del talco recubierto antes descrito y 60 partes de homopolímero de polipropileno cuando el compuesto se prepara por las técnicas indicadas en el Ejemplo 4.

EJEMPLO 11

15 Se lava con xileno una escoria de alto horno fibrizada (Mineral Fibers - Jim Walter Corporation), una carga de fibra de silicato que contiene típicamente más del 40 % de SiO<sub>2</sub>, para eliminar los aceites antipolvo normalmente presentes y posteriormente se seca. Se preparan mezclas pulverulentas en seco de una composición de 40 partes de fibra mineral, 60 partes de resina de polipropileno (Profax 6523-PM -  
20 Hercules Inc) y 2 partes de aditivo hidrocarbonado clorado (Chlorez 700 - Dover Chemical). Cuando estas mezclas pulverulentas se moldean directamente por inyección de acuerdo con el Ejemplo 1 para aumentar el tiempo de residencia del fundido hasta 10 minutos, las piezas moldeadas resultantes presentan mayor resistencia límite a la flexión cuando se ensa-  
25  
30



1

donde la temperatura es superior a 150°C.

5

6. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita:  
UN PROCEDIMIENTO PARA LA PREPARACION DE PARTICULAS DE SILICATO RECUBIERTAS.

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de veintitres páginas mecanografiadas.

10

Madrid, 1 diciembre 1.978

BERNARDO UNGRIA

P.F.



15

20

25

30