

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 810 822**

51 Int. Cl.:

C08J 3/20 (2006.01)
C09D 5/34 (2006.01)
C09D 183/06 (2006.01)
C09D 183/08 (2006.01)
B01J 19/00 (2006.01)
B01F 15/02 (2006.01)
C08L 83/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.04.2017** **PCT/IB2017/052400**
87 Fecha y número de publicación internacional: **02.11.2017** **WO17187355**
96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.04.2017** **E 17726995 (8)**
97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.05.2020** **EP 3448922**

54 Título: **Producción de productos sensibles a la humedad con cambios de presión**

30 Prioridad:

28.04.2016 BE 201605294

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
09.03.2021

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**GEBOES, PETER;
LOOS, LUC;
BELIEN, ULRIC;
LAURENT, BOB;
VAN DEN PLAS, DAVE y
DE BACKER, EVELIEN**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 810 822 T3

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

DESCRIPCIÓN

Producción de productos sensibles a la humedad con cambios de presión

Campo de la invención

La presente invención se refiere a la producción de productos sensibles a la humedad. Más particularmente, la invención se refiere a la producción de productos que se aplican localmente con cierta precisión, por ejemplo, presionándolos fuera de un cartucho o recipiente similar a un tubo a través de una boquilla, y de esta manera pueden usarse como un sellador, como adhesivo, como material de relleno o como material aislante, con la característica común de que todas estas sustancias después de la aplicación de una manera u otra reaccionan adicionalmente con el agua o la humedad, por lo general desde el aire o de la vecindad inmediata a donde las sustancias se aplicaron, para formar su estructura tridimensional reticulada final, esto también es conocido como el endurecimiento o "curación", que tiene el fin de obtener las propiedades finales para las que se emplean.

Antecedentes de la invención

Un ejemplo importante de productos que finalmente curan por reacción con el agua o la humedad, se puede encontrar en la familia del calafateo, masillas y selladores.

Los selladores o masillas, los dos términos se usan en el presente documento como sinónimos entre sí, se ofrecen con una amplia gama de propiedades, que van desde "elásticos", pasando por "seudoplásticos", hasta "plásticos", dependiendo de su respuesta a la deformación en su estado final, lo que también se conoce como su "recuperación de la forma elástica" o por el término equivalente "deformación duraderamente permisible", con lo que se significa la capacidad de un sellador de regresar, después del estiramiento, a cerca de su forma original, o a la forma deformada que luego permanece a largo plazo. La capacidad de "deformación permisible duradera", que en el sentido práctico es el movimiento máximo que una junta puede tener en la práctica, varía por lo general hasta un máximo de 7-8% para los productos de plástico, que a menudo ya no tienen recuperación de forma después de deformaciones repetidas, a aproximadamente de 10-15% de alteración permisible duradera para productos seudoplásticos o plastoelásticos, hasta al menos 20% para los productos elásticos verdaderamente puros. Para los selladores plásticos y seudoplásticos, la curación ocurre con bastante frecuencia sustancialmente por secado físico, es decir, por la evaporación de algún disolvente, incluido el agua, de la composición.

La familia de selladores y masillas elásticos, por otro lado, está poblada principalmente de productos que se curan por reacción química con el agua o la humedad. Los términos agua y humedad se usan en este documento indistintamente y como sinónimos entre sí. La invención de hecho se refiere a la reacción con agua (H_2O), y la invención no hace ninguna distinción con respecto al estado físico o la pureza del agua que estaría disponible para esa reacción.

Estos selladores elásticos se fabrican normalmente a base de silicona o de poliuretanos (PUR), pero también son comúnmente conocidos los selladores híbridos, a base de "polímeros modificados con silano" (SMP) con, por ejemplo, una columna vertebral o cadena principal de poliuretano o poliéter. Su capacidad para la "recuperación de la forma elástica" puede alcanzar más del 70% y, a menudo, incluso más del 90%, una característica por la cual son muy apreciados, tanto por profesionales como por aficionados, en la industria de la construcción de edificios y la construcción, tal como en el montaje de ventanas, en aplicaciones sanitarias, para la unión elástica en la industria del vidrio y el metal, para el sellado de automóviles, barcos, caravanas, para la aplicación de juntas de conexión y juntas de expansión, y similares.

Por lo tanto, los selladores de silicona representan en el mercado la mayor parte de estos selladores elásticos. La producción de selladores elásticos de silicona se basa en un polímero de polisiloxano reactivo, que tiene en cada átomo de silicio generalmente siempre dos radicales orgánicos que se extienden lateralmente desde la columna vertebral del polímero de óxido de silicio, generalmente un polidimetilsiloxano. El polímero es reactivo porque hay en ambos extremos de la cadena típicamente lineal $[R_2Si-O]_n$ un grupo que todavía es reactivo, típicamente una función hidroxilo. En la producción más tradicional de selladores de silicona, el primer paso químico es la reacción de los grupos terminales reactivos del polímero de polisiloxano con un agente de reticulación o reticulante específico para formar el llamado "prepolímero", que aún es capaz de curación mediante la reticulación. Este paso de la reacción también se denomina en ocasiones "cierre del extremo", es decir, la adición de un grupo terminal diferente en el polímero reactivo, y el producto obtenido también puede denominarse así un "polímero con tapa final".

Debido a que este paso conduce a la formación de un "prepolímero", es decir, un compuesto adecuado para polimerización adicional, este paso de la reacción a menudo también se denomina "prepolimerización". Este paso prepara el polímero reactivo para la posterior reacción de polimerización sin ser en sí mismo una polimerización. Por lo tanto, el término prepolimerización no es incorrecto, pero debe interpretarse y leerse con ese significado.

De manera más convencional, se usa un alquiltriacetoxisilano como agente de reticulación, por ejemplo, etiltriacetoxisilano, en el cual una de las tres funciones de acetato reacciona con el grupo hidroxilo del polímero, de este modo, con la liberación de una molécula de ácido acético, se forma un enlace Si-O-Si (siloxano) adicional. De

esta manera, el polímero de polisiloxano obtiene en ambos lados de la cadena de siloxano cada vez dos funciones acetoxi, es decir, en cada lado dos grupos terminales reactivos. Estos grupos reactivos restantes están destinados a la reacción con la humedad del ambiente, después de la aplicación de la pasta de silicona, para formar un nuevo enlace de siloxano entre dos cadenas de polímero, nuevamente con la liberación de una molécula de ácido acético.

5 Debido a que el agente de reticulación ha traído a cada extremo del polímero de dialquilsiloxano original dos grupos terminales reactivos, se puede formar una estructura final reticulada tridimensional por la reacción con el agua o la humedad del ambiente. Además de esta técnica basada en alquil-triacetoxisilano, también se conocen tecnologías de alcoxi y oxima. Además, se encuentran tecnologías de benzamida, lactato y/o enoxi, aunque en un grado mucho menor.

10 Durante la producción del sellador de silicona, generalmente se pueden incorporar aditivos adicionales tales como plastificantes, extensores, rellenos, pigmentos y/o colorantes, y promotores de adhesión, por varias razones. Para acelerar la reticulación en la aplicación final, generalmente también se agrega un catalizador.

15 Para obtener en última instancia del proceso de producción una pasta, que sea adecuada para aplicarse fácilmente como producto final, se agrega al menos un agente espesante, más típicamente sílice (SiO_2), a fin de cambiar la reología, de este modo el producto de reacción que aún es sustancialmente líquido se endurece para convertirse en una pasta, que es sustancialmente una sustancia viscoelástica. Luego, la pasta final debe llenarse en un recipiente adecuado, a menudo un cartucho de plástico del cual se puede extruir el sellador de silicona, usando algo de presión, a través de una boquilla hasta su destino final.

20 Para permitir una correcta reticulación después de la aplicación del sellador, es importante que los dos grupos terminales reactivos en el polímero de siloxano aún estén disponibles después de la aplicación del sellador de silicona desde su contenedor hasta su destino final. No pueden haber tenido la oportunidad de reaccionar anteriormente, tal como durante la producción, el transporte o el almacenamiento del sellador de silicona, es decir, antes de que el sellador se emplee en su aplicación final.

25 Por lo tanto, es muy importante evitar que la humedad o el agua, en cualquier forma, reaccionen prematuramente con los grupos reactivos de los productos sensibles a la humedad, en el caso de los selladores de silicona, los grupos terminales reactivos en el polímero de siloxano, tal como los que se han proporcionado con la reacción con el agente de reticulación. Tal reacción prematura de los grupos reactivos con la humedad o el agua conduce a una reticulación prematura de las cadenas de polímero en la mezcla, lo que puede conducir a una variedad de problemas. Por ejemplo, durante la producción, esto puede conducir a la formación de escamas en el producto final, es decir, trozos de polímero reticulado que ya no son reactivos, que perturban la aplicación y que pueden alterar significativamente la apariencia final de la pasta aplicada.

30 Pero también durante la producción, una reticulación prematura puede conducir a una mayor adhesión del producto al equipo de producción, lo que puede aumentar significativamente los costos de limpieza y la frecuencia de mantenimiento, y reducir la capacidad de producción de una instalación. También aguas abajo de la producción, es decir, durante el almacenamiento y/o transporte de la masilla envasada hasta el usuario final, puede producirse una reticulación prematura por la entrada de más humedad o agua, de modo que el producto quede inutilizable. Incluso después de la compra, es decir, con el usuario final, este fenómeno aún puede ocurrir con el riesgo de que el paquete comprado no llegue a la vida de almacenamiento deseada o prescrita.

40 Los inventores han descubierto que es muy difícil producir cartuchos para los cuales se pueda garantizar una vida útil de más de 6 meses. Los inventores han descubierto que este problema es causado porque la humedad puede encontrar, de varias maneras, un camino de entrada en los métodos conocidos para la producción de productos sensibles a la humedad.

45 El documento de patente internacional WO 01/49774 A2 describe la producción de composiciones de organosiloxano curables por la humedad, mezclando polidiorganosiloxanos, que todavía tienen grupos terminales reactivos, con agentes de reticulación de silano, que reaccionan con esos grupos terminales. Los productos fueron diseñados como una masa sellante. En el documento de patente internacional WO 01/49774 A2, se mezcló un primer conjunto de ingredientes en un pequeño mezclador de producción discontinua (Whip Mix® Corporation) que estaba equipado con una conexión de vacío. Después de 1 minuto de mezcla, se añadió relleno y se dispersó durante aproximadamente 1 minuto. Posteriormente se realizó un raspado y nuevamente 1 minuto de mezcla. La composición final solo se desaireó al final del método, a 50 mm Hg de vacío durante 1 minuto, antes de envasarse en cartuchos de polietileno Semco®.

50 Después del embalaje los cartuchos se centrifugaron para eliminar todo el aire atrapado del embalaje. Los productos se probaron después de 1 noche de envejecimiento en su embalaje en condiciones ambientales. En el documento de patente internacional WO 01/49774 A2, el mezclador de producción discontinua se abre repetidamente durante el proceso y el producto se desairea solo al final del método, justo antes de ser empaquetado en los cartuchos.

55 Después del embalaje parece que el aire (y por lo tanto, también la humedad) permanece en los cartuchos. Un inconveniente de este método es que cada ruptura del vacío puede conducir a una curación prematura de las cadenas de polímero en la mezcla. En el documento de patente internacional WO 01/49774 A2, la vida útil de las composiciones no se determina.

El documento de patente internacional WO 2011/051236 A2 describe un método para la producción de un producto curable por la humedad. Cada uno de los ejemplos divulga que el método incluye la introducción de polidimetilsiloxano con un grupo terminal OH, varios ingredientes adicionales, así como una cantidad de metiltrimetoxisilano, que es un agente de reticulación, en un recipiente de mezcla. Después de cada introducción de un ingrediente adicional, el contenido del mezclador se mezcla durante un período de tiempo. Después de mezclar durante 5 minutos la primera dosis de agente de reticulación, se aplica un vacío durante 10 minutos, para lo cual el recipiente de mezcla debe cerrarse necesariamente primero. Posteriormente, se agrega una segunda dosis de agente de reticulación y una premezcla de catalizador de titanio en más metiltrimetoxisilano. Para esta adición, primero se debe romper el vacío. Después de la adición de esta segunda dosis de agente de reticulación, la composición se mezcla una vez más y se pone al vacío. Finalmente, la composición es empaquetada. Para este propósito, el vacío debe ser nuevamente roto. Un inconveniente de este método es que la ruptura del vacío puede conducir a una curación prematura de las cadenas de polímero en la mezcla.

Los inventores han descubierto que los métodos que se divulgan en el estado de la técnica dejan que desear con respecto a la vida útil de los cartuchos en los que los productos terminan siendo empaquetados.

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

La presente invención tiene como objetivo obviar o al menos mitigar el problema descrito anteriormente y/o proporcionar mejoras en general.

Compendio de la invención

Según la invención, se proporciona un método como se define en cualquiera de las reivindicaciones adjuntas.

En una realización, la presente invención proporciona un método, para la producción de una composición curable por la humedad, que usa un recipiente de mezcla para la producción de un prepolímero mediante la reacción de un polímero reactivo con un agente de reticulación, en donde después de la introducción de al menos un reactivo líquido para la reacción u otro ingrediente líquido de la formulación, el contenido del recipiente de mezcla se agita y el recipiente de mezcla cerrado se somete a presión de vacío, en donde la presión de vacío es como máximo de 0,50 bar absoluto (bara), preferiblemente como máximo 0,40 bara, más preferiblemente como máximo 0,30 bara, aún más preferiblemente como máximo 0,20 bara, preferiblemente como máximo 0,15 bara, más preferiblemente como máximo 0,10 bara, aún más preferiblemente como máximo 0,05 bara, preferiblemente como máximo 0,03 bara, más preferiblemente como máximo 0,02 bara, y aún más preferiblemente como máximo 0,01 bara, en donde esta presión de vacío se rompe permitiendo que un gas entre en el recipiente de mezcla, y en donde el gas es aire seco.

Los inventores han descubierto que el colocar el recipiente de mezcla cerrado bajo presión de vacío es una forma rápida y conveniente de eliminar una gran proporción del aire restante del recipiente de mezcla, con la humedad contenida en el mismo, de modo que esta cantidad de humedad no pueda reaccionar con ningún producto final que pueda haber quedado en el recipiente de mezcla después de la producción del lote previo, con la que ese producto final puede curarse y puede formar copos no deseados. La agitación de los contenidos del recipiente de mezcla durante el período bajo presión reducida asegura una homogeneización de los contenidos del recipiente de mezcla, y también una reducción suave de cualquier humedad que pueda haberse disuelto en el líquido en el recipiente de mezcla, ya que la concentración de la humedad disuelta puede por lo tanto permanecer en equilibrio con la baja presión de vapor de agua en la fase gaseosa por encima del nivel del líquido sobre todo el contenido líquido. Por esta razón, el efecto de esta característica es más pronunciado cuando la presión de vacío se establece más baja dentro del equipo. Preferiblemente, el equipo puede alcanzar la presión prescrita, pero no es necesario bajar más de al menos 0,001 bara o 1 mbar absoluto, preferiblemente al menos 0,010 bara, más preferiblemente al menos 0,025 bara y aún más preferiblemente al menos 0,050 bara. Esto tiene la ventaja de que la instalación que proporciona la presión de vacío, requiere menos pasos en serie y, por lo tanto, puede llevarse a cabo de una manera más simple.

Los inventores han descubierto que es deseable romper el vacío durante etapas específicas del método según la presente invención. Para agentes de reticulación específicos, es deseable agregar el agente de reticulación al recipiente de mezcla mientras no esté al vacío. Este es especialmente el caso de los agentes de reticulación que tienen una presión de vapor más alta y, por lo tanto, son razonablemente volátiles, por lo que una parte del agente de reticulación podría escapar a través de la conexión de vacío, si está en funcionamiento. También es deseable, al agregar espesantes específicos, tales como sílice, mantener una presión de vacío menor o nula dentro del recipiente de mezcla. Los espesantes específicos son sólidos que tienen una densidad muy baja. Estos son transportados fácilmente en una corriente de gas, tal como una corriente de gas que va a una conexión de vacío en funcionamiento. Los inventores han descubierto que, por lo tanto, el método debe incluir al menos un paso en donde se debe romper el vacío, es decir, donde la presión en el recipiente de mezcla se eleve nuevamente desde un vacío previamente instalado.

Los inventores han descubierto que el uso de aire seco, a diferencia del aire ambiente, para elevar la presión en el recipiente de mezcla desde la presión de vacío instalada durante una etapa anterior del lote de producción a la sobrepresión ligera durante la adición del agente de reticulación, en primer lugar, evita la introducción de humedad adicional en el recipiente de mezcla, contrarrestando así la curación prematura. Además, el uso de aire seco brinda la ventaja de ser más seguro en comparación con otros gases que podrían usarse para elevar la presión nuevamente en el recipiente de mezcla sin introducir simultáneamente humedad en el recipiente de mezcla, que es el problema con el método convencional de romper el vacío con aire ambiental. La exposición del personal operativo al aire seco conlleva menos riesgos de seguridad en comparación con otros gases tales como el nitrógeno o el gas natural, ya que el aire seco aún contiene suficiente oxígeno para que no exista riesgo de insuficiencia de oxígeno, y también porque el aire seco en sí mismo no representa un riesgo de incendio.

Los inventores prefieren, después de cerrar el recipiente de mezcla, disminuir la presión de vacío tan pronto como sea posible en la práctica al valor prescrito. Como tal, los inventores prefieren obtener un vacío de 0,40 bara como máximo dentro de 60 segundos después de cerrar el recipiente de mezcla, preferiblemente dentro de 45 segundos, más preferiblemente dentro de los primeros 30 segundos.

Los inventores prefieren alcanzar una presión de vacío de como máximo 0,20 bara en un período de tiempo de 120 segundos, preferiblemente en 90 segundos, y más preferiblemente en 60 segundos. Los inventores han descubierto que este método asegura de manera adecuada y factible que habrá la menor humedad posible para reaccionar con el producto final en el recipiente de mezcla que quedó del lote de producción anterior.

En una realización de la presente invención, el aire seco tiene un punto de rocío de como máximo -40° C, preferiblemente como máximo de -45° C, lo más preferible un punto de rocío de como máximo -50° C.

Después de la adición del agente de reticulación al polímero reactivo en el recipiente de mezcla, los inventores prefieren dispersar brevemente el agente de reticulación en el contenido del recipiente de mezcla. Durante la dispersión, los inventores prefieren mantener una ligera sobrepresión en el recipiente de mezcla dentro del intervalo de 0,05 a 0,30 barg, preferiblemente al menos 0,08 barg y/o como máximo 0,20 barg, más preferiblemente de aproximadamente 0,10 barg. Como tal, los inventores evitan el riesgo de que una parte del agente de reticulación se pueda evaporar y no pueda participar en la reacción. Después de esta dispersión, los inventores preferiblemente permiten un tiempo para la reacción, por lo que más preferiblemente el recipiente de mezcla se vuelve a poner bajo vacío, preferiblemente a una presión de vacío como se prescribe anteriormente en el presente documento.

Descripción detallada

La presente invención se describirá a continuación en realizaciones específicas, y con posible referencia a ciertos dibujos, pero la invención no está limitada a las mismas, sino solo por las reivindicaciones. Todos los dibujos descritos son solo esquemáticos y no limitativos. En los dibujos, el tamaño de algunos de los elementos puede exagerarse y no dibujarse a escala con fines ilustrativos. Las dimensiones y las dimensiones relativas en los dibujos no corresponden necesariamente a reducciones reales para la práctica de la invención.

Los productos producidos por el método según la presente invención se caracterizan generalmente porque forman una sustancia pastosa que, después de la aplicación, generalmente localmente, y con cierto grado de precisión al presionarlos a través de una boca de salida, permanece en su lugar. Por ejemplo, los productos que son masillas o selladores, pueden después de la aplicación como una pasta aún sin curar, usualmente todavía frotarse y/o alisarse durante algún tiempo y, por lo tanto, después de la curación representan un sellado adecuado. Por lo tanto, la pasta del producto antes de la curación se caracteriza generalmente por una denominada "viscosidad compleja" muy alta bajo fuerza de cizallamiento baja. La "viscosidad compleja" se determina por oscilación, por medio de la cual la contribución viscosa y elástica a la respuesta reológica son separables entre sí. Bajo fuerzas de cizallamiento bajas, la pasta preferiblemente se comporta sustancialmente como un sólido. Sin embargo, es deseable que la extrusión de la pasta a través de la boca de salida no requiera fuerzas excesivamente altas. Por lo tanto, es deseable que la pasta utilizada para la curación a alto cizallamiento exhiba una viscosidad compleja más baja. De este modo, el producto en pasta exhibe preferiblemente un alto efecto de adelgazamiento por cizallamiento. Bajo alto cizallamiento, la pasta, por lo tanto, preferiblemente se comporta más como un líquido.

Pero también las propiedades después de la curación son importantes y pueden variar considerablemente. Se espera de algunas masillas o selladores que sigan siendo plásticos después de la curación, pero sin embargo que también tengan poca capacidad de recuperación después de la deformación. La deformación permisible duradera de un sellador "plástico" no suele ser superior al 7,5%, lo que significa que el producto solo puede hacer frente a una distorsión de como máximo 7,5% para volver a su situación original después de la eliminación de la fuerza de distorsión. Una distorsión más alta causa deformación permanente. Se espera que otros selladores finalmente muestren un comportamiento plastoelástico. Estos selladores tienen una deformación permisible duradera más alta que la de los selladores plásticos, típicamente de aproximadamente 12,5%. Sin embargo, la mayoría de las masillas y selladores son más "elásticos" y pueden (casi) recuperarse por completo con deformaciones del 20% o más. Por ejemplo, la mayoría de los selladores de silicona tienen una recuperación elástica de más del 80% y, a menudo, incluso

más del 90%. Pero también dentro de los selladores elásticos hay demanda de productos que tengan propiedades muy diferentes.

Cada producto de la familia de productos producidos por el método según la presente invención representa por lo tanto un equilibrio estrecho entre las propiedades de la pasta no curada y las del producto finalmente curado después de la aplicación. En cada caso, la combinación de propiedades es el resultado de una cuidadosa selección de ingredientes y las cantidades incorporadas de los mismos. Cada ingrediente es importante, tal como la selección del polímero reactivo y la naturaleza del agente de reticulación, pero también el uso o no de otros ingredientes posibles, tales como plastificantes, extensores, rellenos, agentes espesantes, promotores de adhesión adicionales, y catalizadores.

Dentro del contexto de la presente invención, como polímeros reactivos se entiende un polímero reactivo de óxido de silicio, que tiene una cadena principal formada por átomos de silicio y oxígeno alternantes. Lateralmente en este esqueleto lineal, en cada átomo de silicio del polímero de óxido de silicio, hay grupos laterales orgánicos, generalmente grupos orgánicos saturados, y preferiblemente grupos metilo, de modo que el polímero reactivo es un polidimetilsiloxano. Este polímero reactivo es el resultado de una reacción de polimerización. Cada molécula de polímero se caracteriza por una longitud de cadena particular, y una mezcla de moléculas generalmente se caracteriza por una distribución de la longitud de la cadena a través de las diversas moléculas. Típicamente, la longitud promedio de la cadena de las moléculas en una mezcla ya es suficiente para distinguir diferentes materias primas de polímeros reactivos. Además, puede informarse un peso molecular promedio (g/mol) como una característica de una composición polimérica, aunque, sin embargo, debe tenerse en cuenta una amplia distribución del peso molecular de las diferentes moléculas poliméricas en la composición.

Con los mismos grupos secundarios orgánicos, cuando aumenta la longitud promedio de la cadena de un polímero reactivo o una mezcla de polímeros, la viscosidad dinámica del polímero o la mezcla de polímero también aumentarán. La viscosidad se expresa en Pascal por segundo (Pa.s). Por lo tanto, es común caracterizar parcialmente los productos de polímero reactivo por su viscosidad. Los polidimetilsiloxanos reactivos de uso común tienen una viscosidad a 20° C en el rango de 20-350 Pa.s, por ejemplo, los que se denominan como de tipo 20 (20 Pa.s), 50 (50 Pa.s), 80 (80 Pa.s), 120 (120 Pa.s), 150 (150 Pa.s) y 350 (350 Pa.s). Los polímeros reactivos adecuados están disponibles con el nombre Polymer FD de la compañía Wacker, Xiameter OHX de Dow Corning o Xiameter, Silopren E de Momentive Performance Materials o Bluesil FLD de Bluestar.

Los inventores han descubierto que los polímeros reactivos que tienen una viscosidad más alta y, por lo tanto, una longitud de cadena más alta, forman productos finales más suaves en comparación con los polímeros reactivos que tienen una viscosidad más baja.

La molécula de polímero permanece reactiva gracias al grupo terminal, típicamente en ambos extremos del esqueleto, que generalmente es un grupo o función hidroxilo. Es con este grupo final que reacciona el agente de reticulación. El agente de reticulación sirve para proporcionar, después de la reacción con el grupo final en el polímero reactivo, más de un grupo terminal reactivo y disponible.

En el contexto de la presente invención, el producto de reacción del polímero reactivo con el agente de reticulación se denomina un polímero con tapa final. La reacción del agente de reticulación con el polímero reactivo, por la que en cada caso una molécula de reticulación se une a uno de los grupos terminales reactivos del polímero reactivo, se denomina la prepolimerización. La curación final bajo la influencia del agua o la humedad es después la polimerización.

Es la provisión de los al menos dos grupos terminales reactivos en cada extremo del polímero con tapa final, por lo que los grupos terminales reactivos pueden reaccionar entre sí bajo la influencia del agua o la humedad (del aire), lo que permite la formación final de una estructura tridimensional, llamada curación o polimerización.

Se pueden agregar plastificantes para afectar el comportamiento reológico de la pasta no curada, pero también para ayudar a ajustar la elasticidad y la recuperación de la forma elástica del producto final curado. Una selección y dosificación adecuadas del plastificante pueden por lo tanto reducir la cantidad de espesante requerida para obtener un espesor de pasta deseado. Los plastificantes adecuados son, por ejemplo, los llamados aceites de silicona, que son siliconas no reactivas, tales como el polidimetilsiloxano, y que se ofrecen en diferentes calidades que tienen, por ejemplo, diferentes longitudes de cadena. Los siloxanos son particularmente adecuados porque ofrecen una alta compatibilidad con los otros ingredientes del producto final, en particular con el prepolímero. Los polidimetilsiloxanos no reactivos bastante comunes tienen una viscosidad a 20° C en el rango de 100 mPa.s a 12.500 mPa.s. Dichos productos también se ofrecen como Plasticizer W por la compañía Momentive Performance Materials, o como Weichmacher por la compañía Wacker.

A menudo, al menos una parte del plastificante puede reemplazarse con un disolvente que tenga un punto de ebullición alto. Son adecuados, por ejemplo, los hidrocarburos o mezclas de los mismos que tengan un intervalo de ebullición alto y, por tanto, muy baja volatilidad. Dichos productos se ofrecen, por ejemplo, como Exxsol® D60, D80, D100, D120 o D140, o como Isopar® H, J, K, L, M, N o V de la compañía Exxon Mobil Chemical o Ketrol® D100, Hydroseal® G232H, G240H, G3H, G250H, G270H, G400H, G310H, G315H, G340H de la compañía Total, o Shellsol® D60, D80,

D100 de la compañía Shell, Pilot 261, 291, 321, 400, 600, 900 de la compañía Petrochem Carless, o Nyflex 8120, 8131, 800 de la compañía Nynas.

La elección del agente de reticulación tiene un impacto importante en las propiedades del producto final.

5 Los inventores prefieren como agente de reticulación un compuesto que está compuesto por un átomo de silicio que tiene tres grupos reactivos en él, y un grupo no reactivo. Los tres grupos reactivos están destinados a reaccionar tras la curación y proporcionan la capacidad de construir la red tridimensional prevista. La selección del último grupo no reactivo contribuye aún más a las propiedades del producto final.

10 En selladores de silicona, los inventores usan entre otros alquiltriacetoxisilano como agente de reticulación. Estos conocidos como "agentes de reticulación que contienen ácido acético" dan como resultado productos bastante "elásticos resistentes", también caracterizados por cierta acidez. Son adecuados para la mayoría de los usos finales sin problemas, particularmente en acristalamientos, aplicaciones sanitarias, unión elástica en la industria del vidrio y el metal, o para sellados en automóviles, barcos o caravanas. Son menos adecuados con sustratos alcalinos tales como hormigón o sustratos cementados, o para metales específicos tales como el cobre. Los inventores prefieren el etiltriacetoxisilano. Sin embargo, las variantes equivalentes de metilo, propilo y vinilo también son conocidas y
15 adecuadas. La variante etilica ofrece la ventaja de que es líquida en condiciones estándar, por lo que puede procesarse fácilmente e incorporarse a la composición. También se usan ampliamente las mezclas de las variantes metilo y etilo, porque la mayoría de las versiones de las mismas son líquidas. A menudo se usan como "agentes de reticulación que contienen ácido acético" el metiltriacetoxisilano, etiltriacetoxisilano, propiltriacetoxisilano y mezclas de los mismos. Productos adecuados son, por ejemplo, Cross-linker ES21, ES23, ES24 disponibles de la compañía Wacker, Cross-linker 3034, 3187 de la compañía Momentive Performance Materials, Cross-linker MTA, ETA, PTA, ETA/MTA (70/30),
20 PTA/MTA (70/30) de la empresa Nitro Chemistry, Cross-linker AC 10, 15, 30 de la empresa Evonik Hanse.

25 Para el sellado de materiales plásticos de cloruro de polivinilo (PVC), sustratos alcalinos y sustratos porosos, los inventores prefieren selladores de silicona que tengan una composición bastante neutra con respecto a los ácidos y a la generación de ácidos, y por lo tanto estén basados en otros agentes de reticulación que los triacetoxisilanos. Los inventores producen selladores de silicona neutra preferiblemente usando uno o más silanos basados en un alcoxi, tal como alquiltrialcoxisilano, preferiblemente metiltrimetoxisilano o viniltrimetoxisilano, o con una o más oximas como sustituyentes en el silicio del agente de reticulación, aunque la benzamida o el lactato también son adecuados. Entre los agentes de reticulación basados en una oxima, la metiletilcetoxima (metil etil cetona oxima en su totalidad, a menudo abreviada como "MEKO", $\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-(CH}_3\text{)C=N-OH}$) es un sustituyente bien conocido. Otros sustituyentes
30 bien conocidos para el silicio de un agente de reticulación de silano son la acetona oxima, MIBKO o metil isobutil cetona oxima y MPKO o metil propil cetona oxima.

Los agentes de reticulación basados en oxima adecuados son metiltris(MEKO)silano, viniltris(MEKO)silano, tetrakis(MEKO)silano, metiltris(MIBKO)silano, viniltris(MIBKO)silano, metiltriacetonaoximasilano, etiltriacetonaoximasilano, viniltriacetonaoximasilano, metiltris(MPKO)silano, viniltris(MPKO)silano y mezclas de los
35 mismos. Los productos adecuados son, por ejemplo, agentes de reticulación MOS, VOC, TOS, MT10, MT15, VT5, VT2, VT1, LM43, LM100, LM200, LM400, OS1600, OS2600 de la compañía Nitrochemie y agentes de reticulación OX10, OX20, OX30, OX32, OX33 de la empresa Evonik Hanse.

Los agentes de reticulación trialcoxi de alquilo, alqueno o fenilo adecuados son, por ejemplo, metiltrimetoxisilano, etiltrimetoxisilano, propiltrimetoxisilano, viniltrimetoxisilano, isobutiltrimetoxisilano, feniltrimetoxisilano, metil
40 trietoxisilano, propiltriethoxisilano, isobutiltriethoxisilano, viniltriethoxisilano, feniltriethoxisilano, octiltrimetoxisilano, octiltriethoxisilano y mezclas de los mismos. Productos adecuados son, por ejemplo, Silquest A-1630, Silquest A-171 disponible de la compañía Momentive Performance Materials, Geniosil® XL-10 agente de reticulación ME60, ME63, Geniosil GF56 de la compañía Wacker, agente de reticulación MTMS (Dynasylan®) VTMO (Evonik) viniltrimetoxisilano, viniltriethoxisilano de la empresa Nitrochemie.

45 En la masilla también se puede incorporar un promotor de adhesión. Promotores de adhesión adecuados son, por ejemplo, los organosilanos, preferiblemente aminosilanos o epoxisilanos. Se pueden encontrar, por ejemplo, promotores de adhesión adecuados en las familias de productos que se ofrecen como Geniosil® de la compañía Wacker, Silquest de Momentive Performance Materials y como Dynasylan® de Evonik.

Muy adecuados como promotores de adhesión son, por ejemplo, di-terc-butoxi-diacetoxisilano para los productos "que
50 contienen ácido acético", pero también son adecuados para productos neutros 3-aminopropiltriethoxisilano-, 3-aminopropiltrimetoxisilano, N-(2-aminoetil)-3-aminopropiltrimetoxisilano, 3-(2-amino-etilamino)propiltriacetoxisilano, N-(3-trimetoxi-sililpropil)dietilen-triamina, bis-(3-metoxisililpropil)-amina, amino-etilamino-propilmetildimetoxisilano, N-(2-aminoetil)-3-aminopropildimetoximetilsilano, N-(n-butyl)-3-aminopropiltrimetoxisilano, N-(n-butyl)-3-aminopropiltrimetoxisilano, 3-aminopropilmetildietoxisilano, aminoetilaminotrimetoxisilano, 3-
55 glicidoxipropiltrimetoxisilano, 3-glicidoxipropiltriethoxisilano, gamma-ureidopropiltrimetoxisilano, 3-aminopropil(metil)silsesqui-oxanos terminado en etoxi, polidimetilsiloxanos con grupos aminoalquilo, productos de reacción de polidimetilsiloxano con N-(3-trimetoxisilil)propilciclohexanoamina, alcoxipolisiloxanos modificados con grupos aminoalquilo, aminosilanos multifuncionales y oligosiloxanos funcionales.

Varios compuestos pueden servir como agente espesante. Los inventores prefieren la sílice como el espesante, también llamado ácido silícico, debido al efecto de refuerzo que la sílice puede tener sobre las propiedades del producto. El ácido silícico es un ácido débil derivado del dióxido de silicio, SiO_2 , que tiene como fórmula general $\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, en donde n puede ser diferente.

- 5 Se prefiere el ácido silícico porque se une a enlaces químicos con la cadena principal del polímero, lo que mejora significativamente las propiedades físicas y mecánicas del producto final. Los inventores han descubierto que se pueden usar varias formas de sílice como espesante, pero los inventores prefieren usar sílice ahumada o "sílice pirógena" ya que los efectos deseados son aún más pronunciados. Es especialmente la resistencia al desgarro del producto final lo que está aumentando. Esta interacción entre el agente espesante y el polímero es mucho más débil
10 o inexistente con varias alternativas posibles, y por lo tanto también es la razón principal para que los inventores seleccionen el ácido silícico.

- En muchas formulaciones, se necesita un agente espesante para formar finalmente una pasta, adecuada para ser extruida a través de una boquilla para la aplicación en la ubicación deseada. Con los selladores de silicona, los inventores usan preferiblemente ácido silícico o sílice como agente espesante. Agentes espesantes adecuados están
15 disponibles, por ejemplo, como HDK® V15, V15A, N20, H13L, H15, H18 de la compañía Wacker, como Cabosil® L-90, LM-150, M-5, TS-610, TS-622 de la compañía Cabott, como Aerosil® 130, 150, 200, R972, R974 de Evonik.

- A menos que se desee un producto final transparente, la formulación del producto final de curación por humedad también puede contener uno o más rellenos. Rellenos adecuados son, por ejemplo, la tiza o dolomita, en forma finamente dividida. Estos rellenos se pueden obtener por molienda o por precipitación. El relleno también se puede
20 recubrir con un recubrimiento adecuado. Los rellenos con un recubrimiento típicamente comprenden menos humedad al final de su producción, y también parecen tener una menor tendencia a la absorción de la humedad después de su producción, tal como durante el almacenamiento, la manipulación o el transporte. Los rellenos recubiertos pueden tener un efecto de refuerzo en el producto final y, por lo tanto, afectar positivamente las propiedades mecánicas del producto final. Rellenos adecuados se encuentran, por ejemplo, en la familia de productos de carbonatos de calcio naturales, carbonatos de calcio precipitados, carbonatos de calcio y magnesio (también conocidos como "dolomita"),
25 que son ofrecidos por una amplia gama de proveedores, tales como Omya, Imerys y Alpha Calcita.

- Para acelerar la curación final, a menudo también se agrega un catalizador. El catalizador hace que el producto sea mucho más sensible a la humedad. Por lo tanto, preferiblemente se agrega un catalizador bastante tarde en el proceso de fabricación, si es posible incluso como el último ingrediente en la formulación, posiblemente aún seguido de los pigmentos y/o fungicidas. Los catalizadores tradicionales generalmente se basaban en estaño (Sn). Los catalizadores
30 más modernos se basan en titanio (Ti), preferiblemente en forma de titanatos o bismuto (Bi), y se prefieren principalmente por razones ecológicas. Se pueden encontrar catalizadores adecuados, por ejemplo, en las siguientes familias de productos: diacetato de dibutilestaño, diacetato de dioctilestaño, dilaurato de dibutilestaño, dilaurato de dioctilestaño, dicarboxilato de dibutilestaño, dicarboxilato de dioctilestaño, dineodecanoato de dibutilo estaño, mezclas de óxido de dibutilestaño, mezclas de óxido de dioctilestaño, ortotitanato de tetraisopropilo, acetil acetonato de titanio y otros catalizadores a base de titanio y/o bismuto. También hay disponibles catalizadores adecuados basados en calcio (Ca) y/o zinc (Zn).
35

Productos adecuados son, por ejemplo, los catalizadores disponibles bajo la marca TIB KAT®, tales como los tipos 216, 217, 218, 219, 221, 223, 226, 229, 232, 233, 248 y 318, de la empresa TIB Chemicals AG.

- 40 En una realización, la presente invención proporciona un método para la producción de una composición curable por humedad en donde el producto comprende al menos un relleno, en donde el relleno se forma por molienda o por precipitación, caracterizado por que el relleno molido comprende como máximo 2000 ppm en peso de agua, y el relleno precipitado comprende como máximo 8000 ppm en peso de agua.

- Los inventores han descubierto que el uso de rellenos según la presente invención permite producir un sellador que
45 tiene una vida útil suficientemente larga después del llenado y envasado, y también que mantiene el riesgo de formación de escamas durante la producción por debajo de un nivel aceptable.

Un relleno molido es típicamente un polvo que tiene un d_{50} de más de $1,0 \mu\text{m}$, preferiblemente de al menos $1,5 \mu\text{m}$, más preferiblemente de al menos $2,0 \mu\text{m}$, incluso más preferiblemente de al menos $3,0 \mu\text{m}$, y aún más preferiblemente de al menos $5,0 \mu\text{m}$.

- 50 En una realización, la presente invención proporciona un método para la producción de una composición curable por humedad mediante el cual los grupos terminales reactivos de un polímero reactivo se hacen reaccionar con un agente de reticulación o reticulante para formar el prepolímero, caracterizado porque, en la reacción para formar el prepolímero, el agente de reticulación se agrega en un exceso estequiométrico con respecto a la cantidad de grupos terminales reactivos presentes en el polímero reactivo.

- 55 El agente de reticulación es un compuesto que tiene al menos tres grupos reactivos, que, durante el denominado paso de "prepolimerización", proporciona un grupo reactivo para la reacción con un grupo terminal reactivo del polímero

reactivo para formar el denominado prepolímero. Como resultado, se dejan al menos dos grupos reactivos para, más adelante en la aplicación de la pasta y bajo la influencia de la humedad, formar una estructura tridimensional como parte de la reacción de curado. El agente de reticulación en sí tiene necesariamente por molécula al menos dos, generalmente tres, y a veces incluso cuatro grupos reactivos capaces de reaccionar con la humedad.

5 Hemos descubierto que la cantidad de agente de reticulación, que se agrega en exceso, realiza una función útil como un posible eliminador de la humedad para cuando algo de humedad llegue prematuramente a la composición de prepolímero. El agente de reticulación libre restante está disponible para reaccionar con la humedad de entrada prematura, dejando menos humedad para reaccionar con el prepolímero y, por lo tanto, prematuramente conducir a un cierto endurecimiento de la composición. Los inventores han descubierto que el uso de un exceso estequiométrico de agente de reticulación en el paso de prepolimerización extiende significativamente la vida útil del producto final. El exceso de agente de reticulación actúa como un eliminador de la humedad durante la producción del sellador, durante el llenado y el envasado, pero también durante el almacenamiento, transporte y comercialización del sellador envasado para el usuario final, y también después, si el usuario final del sellador no usa el kit de inmediato, o solo parcialmente, y quiere usar la cantidad restante algún tiempo después.

15 El polímero reactivo tiene típicamente una estructura de cadena lineal, y cada molécula tiene dos grupos terminales reactivos. Durante la prepolimerización, cada uno de estos dos grupos terminales reacciona con una molécula de agente de reticulación. La relación estequiométrica de "agente de reticulación / polímero reactivo" es, por lo tanto, 2,0 : 1. En el método según la presente invención, se añade por lo tanto preferiblemente un exceso de agente de reticulación, lo que significa que la relación molar de "agente de reticulación / polímero reactivo" debería ser mayor que 2,0 : 1.

20 Preferiblemente, los solicitantes usan una relación molar de agente de reticulación con respecto al número presente de moléculas de polímero reactivo presentes de al menos 3,0 : 1,0, preferiblemente al menos 5,0 : 1,0 molar, más preferiblemente al menos 10 : 1 molar, incluso más preferiblemente al menos 12 : 1 molar, preferiblemente al menos 15 : 1, más preferiblemente al menos 18 : 1, aún más preferiblemente al menos 20 : 1, y aún más preferiblemente al menos 22 : 1 molar.

Los inventores también han descubierto que un exceso excesivamente alto de agente de reticulación puede afectar negativamente a las propiedades del producto final. Por lo tanto, los inventores prefieren tener una relación molar de agente de reticulación en relación con el número actual de moléculas de polímero reactivo de como máximo 60 : 1 molar, preferiblemente como máximo 55 : 1 molar, más preferiblemente como máximo 50 : 1 molar, incluso más preferiblemente como máximo 45 : 1 molar, preferiblemente como máximo 40 : 1 molar, más preferiblemente como máximo 35 : 1, incluso más preferiblemente como máximo 30 : 1, y aún más preferiblemente como máximo 25 : 1 molar.

35 Sin embargo, la cantidad en exceso más apropiada depende de la composición final del sellador y del cuidado con el que se manipule la composición durante el mezclado y llenado, incluidos los pasos adicionales tomados para evitar los problemas de humedad.

40 En una composición de sellado con relleno, los inventores, por ejemplo, prefieren usar un exceso mayor que en una composición de sellado sin relleno. En una denominada composición de sellado "rellena", los inventores aplican preferiblemente una relación molar de "agente de reticulación / polímero reactivo" que es al menos un 20% más alta que en una composición de sellante "sin relleno" correspondiente, más preferiblemente al menos 25% más alta, incluso más preferiblemente al menos 30% más alta, y aún más preferiblemente al menos 33% más alta. Como límite superior para las composiciones de sellado rellenas, los inventores prefieren usar no más de un 50% más de relación molar que en una composición de sellado "sin relleno" correspondiente, preferiblemente no más de 45% más, más preferiblemente como máximo 40% más.

45 Por lo tanto, la cantidad en exceso de agente de reticulación, o la relación molar de "agente de reticulación / polímero reactivo", que es más apropiada para usar con una composición de sellado específica, dentro de un método dado y usando una instalación de mezcla y llenado específica, es idealmente determinada caso por caso y empíricamente.

50 Para determinar la relación molar de "agente de reticulación / polímero reactivo", los solicitantes consideran por un lado el peso molecular del agente de reticulación, si se trata de una mezcla, se utiliza el peso molecular promedio basado en el número de la mezcla de agente de reticulación. Para el polímero reactivo, los solicitantes toman el peso molecular promedio que puede calcularse en función del número de unidades monoméricas recurrentes. En caso de un polidimetilsiloxano terminado en OH, la unidad recurrente es $[-O-Si(CH_3)_2]$ que tiene un peso de 74, de modo que un polímero reactivo que tiene 1000 unidades recurrentes tiene $1000 \times 74 + 18 = 74.018$ como peso molecular promedio. Las partes en peso del ingrediente utilizadas se convierten utilizando estos pesos moleculares en el número de unidades molares empleadas, con lo cual se puede calcular la relación molar de "agente de reticulación / polímero reactivo".

Preferiblemente, el relleno molido comprende como máximo 1500 ppm en peso de agua, más preferiblemente como máximo 1000 ppm, incluso más preferiblemente como máximo 800 ppm y aún más preferiblemente como máximo 600 ppm en peso de agua.

Un ejemplo adecuado de un relleno molido es el carbonato de calcio molido (GCC).

- 5 El relleno precipitado comprende preferiblemente como máximo 7500 ppm en peso de agua o humedad, más preferiblemente como máximo 7000 ppm en peso de agua, incluso más preferiblemente como máximo 6500 ppm, aún más preferiblemente como máximo 6000 ppm, preferiblemente como máximo 5500 ppm, más preferiblemente como máximo 5000 ppm en peso, preferiblemente como máximo 4000 ppm, más preferiblemente como máximo 3000 ppm, incluso más preferiblemente como máximo 2500 ppm, y aún más preferiblemente como máximo 2000 ppm en peso de agua o humedad.

Un ejemplo adecuado de un relleno precipitado es el carbonato de calcio precipitado (PCC).

- 15 Teóricamente, el relleno más adecuado para el método según la presente invención no tiene humedad residual en absoluto, y por lo tanto comprende menos de 1 ppm de agua. Sin embargo, este nivel es práctica y económicamente poco alcanzable para los productores. Los inventores han descubierto que los siguientes límites inferiores para el contenido de agua de los rellenos son factibles y, por lo tanto, representan su preferencia.

Preferiblemente, el relleno molido comprende al menos 100 ppm en peso de agua, más preferiblemente al menos 300 ppm, incluso más preferiblemente al menos 500 ppm.

- 20 Con rellenos precipitados, el límite inferior práctico y económicamente factible es algo mayor. Preferiblemente, el relleno precipitado comprende al menos 1000 ppm de agua, más preferiblemente al menos 1500 ppm, incluso más preferiblemente al menos 2000 ppm.

Permitir en el relleno una cantidad de agua que es pequeña pero aún aceptable para el proceso, ofrece la ventaja de que el método para la producción del relleno puede ser más simple, lo que mejora la disponibilidad del relleno de una gama más amplia de fuentes y proveedores, de modo que una elección más amplia de opciones esté disponible en condiciones económicamente más favorables.

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

Varios gases son adecuados como portador para el transporte neumático, tales como el gas natural, metano, CO₂ o nitrógeno. Preferiblemente, sin embargo, los inventores usan nitrógeno o aire para el transporte neumático. Esto ofrece la ventaja de que el gas no es inflamable, de modo que el riesgo de incendio o explosión se mantiene lo más bajo posible, tanto durante el transporte como en el suministro, tratamiento y eliminación del gas.

- 35 Aún más preferiblemente, los inventores usan aire para el transporte neumático, por lo que, preferiblemente, el aire ambiente se presuriza y se seca hasta el punto de rocío deseado antes de emplear el aire para el transporte neumático. El aire puede secarse, por ejemplo, pasando el aire sobre un adsorbente de humedad, tal como un tamiz molecular o gel de sílice.

- 40 Preferiblemente, los inventores secan el aire enfriándolo a una temperatura de como máximo el punto de rocío requerido, por lo que el exceso de humedad en el aire se condensa y puede separarse físicamente, y por lo tanto se obtiene un aire seco que tiene un nivel de humedad de a lo sumo el punto de rocío deseado. La ventaja de este método de secado es que la instalación puede funcionar continuamente, y que no hay adsorbente de humedad que deba regenerarse cuando dicho agente se haya saturado al menos parcialmente de la humedad.

- 45 Los inventores determinan el punto de rocío de un gas preferiblemente por medio de un sensor polimérico, tal como el transmisor de punto de rocío Dewpoint transmitter Testo 6740 disponible de la compañía Testo Inc., con sede en Alemania.

Los inventores determinan preferiblemente el contenido de agua de un relleno utilizando el método analítico según DIN 51 777, basado en una valoración según el método analítico de Karl-Fischer y adaptado para muestras de polvos u otros materiales sólidos, y se expresa en relación con el peso total del relleno.

- 50 En una realización de la presente invención, el relleno se selecciona del grupo que consiste en carbonato de calcio, preferiblemente carbonato de calcio molido (GCC), dolomita, con lo que se entiende una mezcla de principalmente carbonato de calcio y magnesio, y carbonato de calcio precipitado (PCC).

En una realización de la presente invención, el relleno es un relleno precipitado. Preferiblemente, el relleno precipitado tiene un tamaño de partícula muy pequeño, preferiblemente un d_{50} de como máximo 1 μm , más preferiblemente como máximo 500 nm, incluso más preferiblemente como máximo 200 nm, aún más preferiblemente como máximo 100 nm, y aún más preferiblemente como máximo 80 nm.

En una realización de la presente invención, el relleno está recubierto. Los inventores han descubierto que las versiones recubiertas de los rellenos comprenden menos humedad al final de su producción, y también tienen una menor tendencia a absorber la humedad después de su producción, tal como durante el almacenamiento, la manipulación o el transporte. Los inventores también han descubierto que los rellenos recubiertos pueden fortalecer el producto final, de modo que pueden afectar positivamente las propiedades mecánicas del producto final. Por ejemplo, los inventores han descubierto que los tipos de relleno recubiertos pueden proporcionar una "Fmax" más alta al producto final. Como Fmax se entiende la resistencia a la tracción más alta medida en una prueba de tracción. Más allá del punto Fmax en la curva de tracción, la muestra rinde. Por lo tanto, Fmax a veces también se conoce como la "resistencia a la tracción en la rotura", aunque con los selladores no se produce necesariamente una fractura en ese punto. Los inventores han descubierto que este efecto sobre las propiedades mecánicas del sellador es más pronunciado con rellenos precipitados, tales como PCC recubierto. Los inventores también han descubierto que este efecto beneficioso es más notable en los sistemas híbridos, que como se explicó anteriormente son sistemas basados en SMP.

Los inventores han descubierto que mediante el uso de rellenos recubiertos, la cantidad de agente espesante puede reducirse para obtener un producto con una reología comparable. En circunstancias específicas, tales como con PCC recubierto, incluso se puede obtener una pasta adecuada sin el uso de un agente espesante.

En una realización, la presente invención proporciona un método para la producción de una composición curable por la humedad, en donde un producto se llena en un cartucho de plástico como embalaje final y el cartucho después del llenado se cierra introduciendo en el extremo abierto del cartucho un "kolb" o émbolo, caracterizado porque en el lado interno del cartucho, al menos en el lugar donde el kolb tiene que entrar en contacto con el cartucho, se proporciona una capa de lubricante. La capa de lubricante proporciona en primer lugar un buen sellado entre el émbolo y el cartucho, de modo que el aire o la humedad no pueden llegar fácilmente al producto dentro del cartucho, y por lo tanto se prolonga la vida útil del cartucho lleno. La capa de lubricante brinda la ventaja adicional de que el émbolo se puede empujar más fácilmente y con menos fuerza para extruir el producto fuera del cartucho. Además, la capa de lubricante reduce el riesgo de que el émbolo gire durante el uso del cartucho lleno, y que, en consecuencia, el aire y/o la humedad puedan entrar en el cartucho y provocar una reticulación prematura del producto dentro del cartucho.

Los términos "kolb" y "émbolo" se usan indistintamente en este documento y como sinónimos entre sí.

Preferiblemente, esta capa de lubricante tiene un espesor de no más de 0,20 mm, más preferiblemente como máximo 0,15 mm, incluso más preferiblemente como máximo 0,10 mm, aún más preferiblemente como máximo 0,05 mm. Opcionalmente, esta capa tiene preferiblemente un espesor de al menos 0,01 mm, preferiblemente al menos 0,02 mm, incluso más preferiblemente al menos 0,03 mm, aún más preferiblemente al menos 0,05 mm, preferiblemente al menos 0,07 mm, y más preferiblemente al menos 0,10 mm.

Muchas sustancias o composiciones son adecuadas como lubricantes para la pared interna del cartucho.

Un requisito preferido es que el lubricante contenga poca o nada de agua, preferiblemente como máximo 100 ppm en peso de agua, más preferiblemente como máximo 10 ppm en peso.

El lubricante también tiene preferiblemente una baja volatilidad, por ejemplo, expresada como una baja presión de vapor a temperatura ambiente (23° C), preferiblemente una presión de vapor a temperatura ambiente de como máximo 1,0 hPa, más preferiblemente de como máximo 0,50 hPa, e incluso más preferiblemente de como máximo 0,10 hPa. Los lubricantes adecuados son, por ejemplo, aceites de silicona, pero también posiblemente hidrocarburos de alto punto de ebullición, preferiblemente hidrocarburos saturados de alto punto de ebullición, tales como parafinas o isoparafinas, aunque el poder lubricante de estos hidrocarburos se vuelve solo lo suficientemente importante con un peso molecular o un número de carbono suficientemente alto, de modo que la fluidez deseada a una temperatura dada a menudo se puede lograr mejor con cadenas de hidrocarburos ramificados que con sus variantes de cadena lineal.

En muchos casos, también es adecuado como lubricante para el kolb o el émbolo uno de los plastificantes que se seleccionan en la formulación de la composición que se llena en el cartucho. Los solicitantes prefieren estos últimos debido a su compatibilidad con la composición misma. Principalmente por razones de compatibilidad, los inventores usan preferiblemente en selladores de silicona aceite de silicona para lubricar el kolb. En masillas híbridas y/o basadas en PUR, como lubricante se usa a menudo el plastificante que es parte de la formulación del sellador. El lubricante puede ser líquido a temperatura ambiente o sólido. Los inventores prefieren usar un lubricante que sea líquido a temperatura ambiente (10° C), de modo que pueda aplicarse a baja temperatura, con poco o ningún uso de calentamiento.

En una realización, el lubricante es un aceite de silicona, preferiblemente un polisiloxano no reactivo, más preferiblemente un polidimetilsiloxano no reactivo. El aceite de silicona ofrece la ventaja de que el lubricante es químicamente inerte y muy estable, y también bastante compatible con el producto sensible a la humedad en el cartucho, particularmente si es un sellador a base de silicona, o en términos técnicamente más correctos a base de siloxano. En una realización, el aceite de silicona se pulveriza o se nebuliza en el cartucho aún vacío. En otra realización, el lubricante se gotea sobre el émbolo en su camino hacia el lugar donde se va a insertar en el cartucho.

En una realización, el cartucho se ha lubricado previamente con una capa delgada de cera como lubricante, preferiblemente una cera de hidrocarburos, más preferiblemente una cera de hidrocarburos saturados. La cera puede ser, por ejemplo, una cera de polietileno o una cera mineral obtenida de las fracciones pesadas de la destilación del petróleo. La cera también puede ser un triglicérido. El lubricante se aplica preferiblemente en forma de una dispersión o emulsión acuosa o que contiene un disolvente. Esto se rocía preferiblemente en el extremo posterior del cartucho. Después de la aplicación, el agua o el disolvente se evapora y la cera se queda atrás para servir como lubricante cuando se inserta el kolb o émbolo en el cartucho.

En una realización, la presente invención proporciona un método para la producción de una composición curable por humedad en donde los grupos terminales reactivos de un polímero reactivo se hacen reaccionar con un agente de reticulación para formar un prepolímero, en donde se introducen y mezclan en un recipiente mezclador al menos una parte de los ingredientes, por lo que reaccionan entre sí según sea necesario en el recipiente de mezcla y en donde, al menos durante parte del método, el contenido del recipiente de mezcla se somete a presión de vacío, donde el recipiente de mezcla se proporciona con una boca de salida, y en donde durante el llenado, la mezcla y/o la reacción, la boca de salida se sella por medio de una lámina de plástico.

Los inventores han descubierto que una lámina de plástico como elemento de sellado adicional puede lograr un sellado mucho mejor para la presión de vacío en el recipiente de mezcla en comparación con alternativas tales como solamente un anillo de sellado de goma y/o una válvula de cierre, por lo que se reduce el riesgo de que, bajo la influencia de la presión de vacío en el recipiente de mezcla, el aire ambiente y, por lo tanto, también la humedad, puedan ingresar a través de la boca de salida al recipiente de mezcla y causar una curación prematura del contenido sensible a la humedad del recipiente de mezcla.

Además, la boca de salida se cierra adicionalmente con una tapa, preferiblemente una tapa atornillada, por lo que la tapa además se sella adicionalmente por medio de un anillo de sellado, preferiblemente un anillo de sellado de goma. Los inventores han descubierto que la lámina de plástico evita adecuadamente el contacto directo prolongado entre el anillo de sellado y el contenido del recipiente de mezcla, lo que reduce el riesgo de daño químico al anillo de sellado, así como simplifica la limpieza del anillo de sellado y de la tapa que sella la boca de salida.

En una realización, para eliminar el producto final mezclado y reaccionado del recipiente de mezcla, se retira o perfora la lámina de plástico que cierra la boca de salida. Preferiblemente, la perforación se realiza a través de una válvula adecuada con la que se conecta la boca de salida y a través de la cual se conecta el recipiente de mezcla a la instalación de llenado para llenar y envasar el contenido del recipiente de mezcla. Esta característica ofrece la ventaja de que la posibilidad de que el producto en el recipiente de mezcla entre en contacto con la humedad a través de la boca de salida, y el período de tiempo durante el cual este contacto sería posible, puede reducirse sustancialmente.

En una realización, la lámina de plástico consiste en un termoplástico y la lámina termoplástica está soldada con calor, como una membrana, sobre la boca de salida o preferiblemente sobre una pieza intermedia plástica adicional que está montada en la boca de salida, preferiblemente esta pieza intermedia se atornilla en la boca de salida. Preferiblemente, la lámina está hecha de polietileno (PE). Los inventores han descubierto que una lámina soldada proporciona un mejor sellado que las posibles alternativas, tales como el encolado o el uso de un sello de goma adicional. La lámina soldada también es más simple y más económica ya que no se necesitan elementos adicionales para lograr el sellado, a pesar de que el paso de la soldadura es un paso adicional en el proceso general. Proporcionar la lámina de plástico sobre una pieza intermedia adicional brinda la ventaja de que el ensamblaje de la pieza intermedia con la lámina de plástico se puede preparar por separado, y luego se puede colocar rápida y fácilmente en la boca de salida, tal como atornillándola, antes de que la tapa - con anillo de sellado - se coloque en su lugar. La membrana ofrece la ventaja adicional de que incluso puede reemplazar la válvula de cierre durante la mezcla. El uso de válvulas implica el riesgo de que la válvula comprenda piezas mecánicas que no sean completamente herméticas al vacío, ya sea por sí solas o en combinación con otros componentes.

En una realización de la presente invención, el recipiente de mezcla se cierra ensamblando el recipiente de mezcla y la tapa, caracterizada porque entre el recipiente de mezcla y la tapa se proporciona un anillo de sellado, y el material del anillo de sellado tiene una dureza Shore A según ASTM D2240 de al menos 30 y como máximo 80, preferiblemente al menos 50. Los inventores han descubierto que un anillo de sellado que tiene estas características, cuando se usa adecuadamente, puede proporcionar un buen sellado, y esto durante un largo período de tiempo durante el cual el mismo anillo de sellado puede reutilizarse varias veces. Los inventores también han descubierto que el riesgo de daños es menor durante la manipulación del anillo, tanto durante el uso como durante la limpieza entre dos usos.

Preferiblemente, el material del anillo de sellado exhibe una buena resistencia no solo frente a los ingredientes de la masilla, sino también frente a todos los productos intermedios y frente al producto final. Los inventores han descubierto experimentalmente que el caucho de silicona, el politetrafluoroetileno (PTFE), el polipropileno (PP), el polietileno (PE), y el plástico de monómero de etileno / propileno / dieno (EPDM) son candidatos adecuados.

- 5 Sin embargo, preferiblemente, se usa un anillo de sellado formado a partir de un compuesto que es una mezcla de polipropileno (PP) y plástico de monómero de etileno / propileno / dieno (EPDM). Los inventores han descubierto que este último compuesto proporciona una buena resistencia química contra los extensores y disolventes utilizados.

- 10 En una realización de la presente invención, la tapa del recipiente de mezcla comprende una ventana de inspección y el recipiente de mezcla comprende una boca de salida que se ha cerrado temporalmente con una tapa, el método comprende la observación visual a través de la ventana de inspección sobre si hay burbujas de aire que se eleven a través del líquido y si las burbujas de aire se originan a partir de una tapa con fugas en la boca de salida, caracterizada porque una manga elástica se cubre sobre la cubierta en la boca de salida y su conexión con la boca de salida, preferiblemente un guante de látex.

- 15 Los inventores han descubierto que la extracción de un manguito elástico sobre la tapa y su conexión con la boca de salida se puede realizar con bastante facilidad, y que este procedimiento suele ser suficiente para detener la intrusión del aire ambiente en el recipiente de mezcla a través de la boca de salida. Esto evita un procedimiento más elaborado en el que el recipiente de mezcla pueda tener que ser reemplazado, transfiriendo el contenido del recipiente de mezcla, con su tapa de sellado inadecuada en la boca de salida, a un segundo recipiente de mezcla vacío, preferiblemente limpiado adecuadamente. Este procedimiento más elaborado aumenta el riesgo de contacto con la humedad entre los
20 residuos reactivos que puedan estar presentes en el recipiente de mezcla y, por lo tanto, la formación potencial de escamas indeseables. Esta intervención puede incorporarse como un procedimiento estándar, pero también puede reservarse para el caso de que ocurra un problema al obtener el vacío establecido y deseado, por lo que el valor deseado pueda obtenerse más fácilmente sin otras medidas más elaboradas.

- 25 En una realización de la presente invención, el método comprende, después de agitar el líquido en el recipiente de mezcla que contiene el polímero reactivo de forma homogénea, y también después de desairear el recipiente de mezcla cerrado poniendo el recipiente a presión de vacío, la adición al recipiente de mezcla del agente de reticulación para la reacción con los grupos terminales reactivos del polímero reactivo y formar así el prepolímero, y posiblemente en ese momento la adición de un extensor al contenido del recipiente de mezcla, caracterizado porque el recipiente de mezcla antes y preferiblemente también durante la adición del agente de reticulación se coloca bajo una
30 sobrepresión, preferiblemente bajo una sobrepresión de al menos 0,1 barg, más preferiblemente de al menos 0,2 barg, incluso más preferiblemente una sobrepresión de al menos 0,3 barg.

- Los inventores han descubierto que colocar el recipiente de mezcla, es decir, su contenido, bajo una sobrepresión antes, y preferiblemente también durante, la adición del agente de reticulación, ofrece la ventaja de que puede reducirse el riesgo de perder el agente de reticulación en la fase gaseosa, así como la cantidad de agente de
35 reticulación que puede perderse a través de la fase gaseosa. Esto significa que más de la cantidad añadida de agente de reticulación puede emplearse de forma útil y, por lo tanto, puede ser necesario agregar menos exceso. Debido a que el agente de reticulación es un agente reactivo, esta característica también ofrece la ventaja de que el agente de reticulación que termina en el sistema de escape pueda causar menos problemas.

- 40 En caso de que al menos uno de los ingredientes de la composición, por ejemplo, un relleno, se agregue mediante transporte neumático, la sobrepresión se logra preferiblemente mediante la adición de al menos uno de los gases que se usan para el transporte neumático. Cabe señalar que una amplia gama de gases son adecuados en este contexto. Sin embargo, los inventores prefieren usar gases no combustibles tales como nitrógeno o aire. Preferiblemente, los inventores usan aire seco o seco para obtener esta sobrepresión, por las razones mencionadas anteriormente en este documento.

- 45 El agente de reticulación puede añadirse vertiendo una cantidad previamente medida del mismo a través de un pozo de inspección o agujero de inspección abierto en la tapa del recipiente de mezcla. En este caso, según la presente invención, el recipiente de mezcla se somete a una ligera sobrepresión, que vuelve a la presión atmosférica cuando se abre el pozo o agujero de inspección para permitir la adición del agente de reticulación. El recipiente de mezcla se vuelve a cerrar después de añadir el agente de reticulación.

- 50 En una realización alternativa, el agente de reticulación puede bombearse al recipiente de mezcla. En este caso, el recipiente de mezcla no necesita abrirse, y según la presente invención, el recipiente de mezcla se somete a una ligera sobrepresión, preferiblemente no solo antes sino también durante la adición del agente de reticulación.

- 55 Cuando el agente de reticulación se ha incorporado al resto del contenido fluido del recipiente de mezcla, y la reacción ha comenzado, los inventores prefieren instalar una presión de vacío en el recipiente de mezcla cerrado durante la reacción del agente de reticulación con el polímero reactivo. Esta presión de vacío es preferiblemente como máximo 0,50 bar absoluto (bara), preferiblemente como máximo 0,40 bara, más preferiblemente como máximo 0,30 bara, incluso más preferiblemente como máximo 0,20 bara, preferiblemente como máximo 0,15 bara, más preferiblemente

como máximo 0,10 bara, incluso más preferiblemente como máximo 0,05 bara, preferiblemente como máximo 0,03 bara, más preferiblemente como máximo 0,02 bara, e incluso más preferiblemente como máximo 0,01 bara. Por razones explicadas en otra parte de este documento, esta presión de vacío debe ser de al menos 0,001 bara o 1 mbar absoluto, preferiblemente al menos 0,010 bara, más preferiblemente al menos 0,025 bara e incluso más preferiblemente al menos 0,050 bara

Los inventores han descubierto que el agente de reticulación es más valioso y más volátil que el polímero reactivo. Al agregar el agente de reticulación a un recipiente de mezcla que se somete a una sobrepresión, en lugar de a un recipiente de mezcla que se somete a presión de vacío, se reduce el riesgo de que el agente de reticulación, o extensor si está presente, especialmente si este último es bastante volátil, termine en el sistema de vacío que proporciona el vacío temporal en el recipiente de mezcla, donde se perdería y podría provocar problemas en el sistema de vacío y las tuberías que conducen a él. Otro problema que se evita es que el agente de reticulación volátil, que terminó en el líquido, bajo la presión de vacío, se evaporara de manera tal que el volumen de líquido pudiera aumentar rápida y extensivamente, y debido a esto el líquido pudiera terminar contra el interior de la tapa del recipiente de mezcla, cuyo líquido podría participar en menor medida en la reacción para formar el prepolímero. Además, cualquier pérdida de agente de reticulación de la composición representa una pérdida de la vida útil de la composición. La presente invención, por lo tanto, también contribuye a lograr y/o mantener la vida útil deseada de la composición.

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

La limitación de la velocidad de rotación durante la reacción reduce el riesgo de salpicaduras de líquido. El líquido de salpicadura puede adherirse al interior de la tapa del recipiente de mezcla, por lo que esta porción del líquido no abandona el recipiente de mezcla cuando se vacía por la boca de salida. Como resultado, este líquido se pierde para el lote en producción. Además, este líquido permanecerá con la tapa cuando la tapa se retire del recipiente de mezcla, con lo cual el líquido puede reaccionar con la humedad y comenzar la curación, lo que da lugar a la formación de escamas indeseables. La reducción de la velocidad de rotación durante la reacción reduce así el riesgo de formación de escamas. Una ventaja adicional es que al reducir la velocidad de rotación, también se ahorra energía. Una ventaja adicional es que se reduce el calentamiento de los contenidos del recipiente de mezcla, causado por la acción de las fuerzas de cizalla sobre el fluido.

En una realización de la presente invención, después de mezclar el agente de reticulación en el líquido en el recipiente de mezcla, y preferiblemente solo después de la dispersión del agente de reticulación, el recipiente de mezcla se vuelve a poner bajo presión de vacío, por lo que la presión de vacío es preferiblemente como máximo 0,5 bares absolutos (bara), más preferiblemente 0,3 bara, incluso más preferiblemente 0,2 bara.

Los inventores han descubierto que esta reducción de presión en el recipiente de mezcla, mediante la extracción de gas de la fase gaseosa en el recipiente de mezcla, elimina aún más humedad de la mezcla de reacción en el recipiente de mezcla. Esta humedad podría haber entrado a través de la boca de inspección o cualquier otra abertura en el recipiente de mezcla o en la tapa, una boca de inspección que generalmente se proporciona en la tapa del recipiente de mezcla y puede tener que abrirse para permitir la adición del agente de reticulación. Preferiblemente, el agente de reticulación se agrega como una cantidad de líquido que primero se mide con precisión, y se agrega después al contenido del recipiente de mezcla. Si para ese propósito el líquido o el contenido del recipiente de mezcla se debe poner en contacto con el aire ambiente, se prefiere trabajar rápidamente para reducir la duración de esta exposición.

En una realización, la presente invención proporciona un método para la producción de una composición curable por la humedad, método que se opera en modo discontinuo y la producción del prepolímero se produce en un recipiente de mezcla, caracterizado porque, después de obtener el prepolímero en el recipiente de mezcla, la tapa del recipiente de mezcla se levanta y el agitador y/o raspador se saca del líquido, el recipiente de mezcla se cierra por medio de dos láminas de plástico, en donde la primera lámina se vuelve a colocar lo más cerca posible del producto y contra la pared lateral vertical del recipiente de mezcla abierto, y posteriormente la segunda lámina se estira sobre el borde superior del recipiente de mezcla.

La primera lámina protege el producto en el recipiente de mezcla lo mejor posible del contacto con el aire por encima de la primera lámina, mientras que la segunda lámina protege el recipiente de mezcla, y especialmente la cantidad de aire por encima de la primera lámina, lo mejor posible del aire por encima y alrededor del recipiente de mezcla lo mejor posible. Los inventores han descubierto que este doble sellado por medio de las dos láminas de plástico aplicadas adecuadamente proporciona un sellado bastante efectivo para proteger el prepolímero sensible al agua en el recipiente de mezcla del contacto con la humedad y, por lo tanto, de la curación prematura, durante la evacuación del recipiente de mezcla desde debajo de la tapa levantada, que generalmente incluye el agitador y/o el raspador unidos a la tapa, y durante la transferencia del recipiente de mezcla lleno a la instalación de llenado y la conexión a la misma.

En una realización de la presente invención, el agitador y/o el raspador sacados se raspan, preferiblemente manualmente con un cuchillo adecuado, y el producto raspado se deja caer en el recipiente de mezcla antes de que el recipiente de mezcla se cierre con las láminas de plástico.

- 5 Esto ofrece la ventaja de que puede quedar menos producto en el agitador y/o rascador, producto que puede entrar en contacto con el aire ambiente y, por lo tanto, con la humedad, antes de que se pueda proporcionar un nuevo recipiente de mezcla debajo de la tapa y el recipiente de mezcla pueda cerrarse nuevamente con la tapa. Como resultado, se reduce la cantidad de producto restante del lote de producción anterior, y que se mezcle con los ingredientes del siguiente lote de producción. Debido a que estos ingredientes pueden contener agua, y el producto restante es muy reactivo y comienza a curarse cuando está en contacto con la humedad, el raspado del agitador y/o rascador reduce la formación de escamas no deseadas en el siguiente lote de producción.
- En una realización de la presente invención, el interior de la tapa no se raspa.
- 10 Esto ofrece la ventaja de que el material que se acumula contra el interior de la tapa y que, por lo tanto, ha tenido más tiempo y oportunidad de reaccionar con humedad, tal como la humedad del aire ambiente que de todos modos puede estar presente en el recipiente de mezcla, no está mezclado con el producto terminado en el recipiente de mezcla. Esto reduce el riesgo de que el producto parcialmente reaccionado aparezca en el producto terminado, dando lugar a la formación de copos molestos.
- 15 Los inventores prefieren que este material, que se acumula contra el interior de la tapa del recipiente de mezcla durante la producción, se retire y elimine por separado del producto de calidad que se produce y se obtiene en el recipiente de mezcla. Este material posiblemente puede desecharse y empaquetarse como un producto inferior pero aún utilizable, pero preferiblemente se desecha como inútil y desechable.
- 20 En otra realización de la presente invención, el agitador y/o el raspador extraídos no se raspan antes de que la tapa se coloque nuevamente en un nuevo recipiente de mezcla. Se prefiere usar este material como material de reciclaje para el siguiente paso de producción, con el mismo agitador y/o rascador.
- Esto ofrece la ventaja de que se necesita menos tiempo para retirar el recipiente de mezcla con la composición finalizada y llevarlo al siguiente paso de procesamiento. Esto permite menos tiempo para que el producto terminado en el recipiente de mezcla entre en contacto con el aire ambiente y con la humedad que comprende.
- 25 En una realización de la presente invención, se proporciona una cantidad de desecante entre las dos láminas de plástico. El desecante absorbe la humedad del volumen de aire entre las dos láminas de plástico, de modo que puede llegar menos humedad al producto en el recipiente de mezcla debajo de la primera lámina. Esto ofrece la ventaja de que el riesgo de curación prematura del producto en el recipiente de mezcla se reduce antes de que el producto se pueda llenar en la instalación de llenado.
- Según los inventores, los desecantes adecuados son gel de sílice o tamices moleculares.
- 30 En una realización de la presente invención, el aire ambiente entre las dos láminas de plástico se reemplaza al menos parcialmente por un gas seco, preferiblemente por nitrógeno o aire seco, más preferiblemente por aire seco, al que preferiblemente se ha dado un punto de rocío de como máximo -40° C, preferiblemente como máximo -45° C, más preferiblemente un punto de rocío de como máximo -50° C.
- 35 En una realización, la presente invención proporciona un método para la producción de una composición curable por la humedad, mediante el cual el método se opera en modo discontinuo y usa un recipiente de mezcla para la producción del prepolímero, caracterizado porque el polímero reactivo y el agente de reticulación, así como los ingredientes adicionales que se requieren para la etapa de producción en el recipiente de mezcla, se introducen en el recipiente de mezcla cerrado y reaccionan sin abrir el recipiente de mezcla, y la mezcla ocurre sin abrir el recipiente de mezcla, y también el producto se retira del recipiente de mezcla sin abrir el recipiente de mezcla.
- 40 La disposición de que las materias primas para la producción del producto se puedan alimentar al recipiente de mezcla, así como que el producto se pueda retirar del recipiente de mezcla sin abrir el recipiente de mezcla, brinda la ventaja de que el riesgo de entrar en contacto con el aire ambiente, y con la humedad que contiene, se reduce para los ingredientes sensibles a la humedad, para la mezcla de reacción, así como para el producto sensible a la humedad que se forma por la reacción del polímero reactivo y el agente de reticulación. Esta ventaja se obtiene sin renunciar a
- 45 la ventaja de flexibilidad que ofrece un proceso de producción discontinua en comparación con un proceso de producción continua. Los procesos de producción continua son adecuados para la fabricación de grandes cantidades de un número relativamente pequeño de productos. Con los procesos de producción discontinua, la formulación y los ingredientes pueden ajustarse o modificarse en cada caso, de modo que cada vez se pueda obtener un producto diferente. Por lo tanto, la ventaja de esta invención se debe considerar en comparación con un método de producción discontinua en el que el recipiente de mezcla se debe abrir para agregar uno de los ingredientes al contenido del recipiente de mezcla o para eliminar el producto terminado del recipiente de mezcla.
- 50 La ventaja obtenida con la presente invención es particularmente importante con respecto a la cantidad de producto reactivo del recipiente de mezcla que queda en el interior del recipiente de mezcla después de retirar el producto reactivo del recipiente de mezcla del recipiente de mezcla. Gracias a la presente invención, esa cantidad de producto de recipiente de mezcla reactiva residual no tiene la oportunidad de reaccionar con la humedad del medio ambiente, porque el recipiente de mezcla permanece cerrado entre lotes de producción posteriores. El producto del recipiente de mezcla reactiva restante se mezcla con los ingredientes del siguiente lote, pero debido a la ausencia de una entrada
- 55

de humedad significativa entre dos lotes de producción, este producto del recipiente de mezcla reactivo no tiene la oportunidad de comenzar a curarse, lo que de otro modo a menudo conduce a la formación de escamas. Gracias a la presente invención, el riesgo de formación de escamas se reduce considerablemente en comparación con la producción discontinua con un recipiente de mezcla que cada vez debe abrirse para la adición de ingredientes particulares y/o para retirar el producto del recipiente de mezcla.

Esta invención trae la ventaja importante de que queda poco o nada de producto, que es menos útil o inútil, y que debe considerarse como de desecho.

Una ventaja adicional es que la producción también requiere menos intervención humana, tal como por ejemplo, para quitar el recipiente de mezcla abierto con el producto terminado de debajo de la tapa con su agitador y/o rascador, como en el proceso discontinuo típico. Esta invención permite que un operador controle una pluralidad de mezcladores, mientras que para un proceso uniforme de un proceso discontinuo típico, un solo mezclador requiere varios operadores.

Además una ventaja adicional de esta invención es que el proceso puede estar muy automatizado, lo que reduce en gran medida el riesgo de error humano y, por lo tanto, aumenta la fiabilidad de la producción, principalmente en términos de programación y calidad del producto.

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

Los inventores han descubierto que el nivel de líquido del producto en el recipiente de mezcla puede cambiar considerablemente durante todo el curso de la producción discontinua. Por ejemplo, la adición de la cantidad requerida del ingrediente que es necesaria para convertir el producto de reacción líquido en una pasta provoca un aumento sustancial en el volumen y, por lo tanto, un aumento sustancial del nivel del líquido en el recipiente de mezcla. Esta característica de la presente invención tiene la ventaja de que la altura del agitador se puede ajustar cada vez, en función de lo que es deseable en cada paso a lo largo del curso de la producción, tal como con respecto a los efectos de agitación, salpicaduras o la prevención de los mismos, así como en relación con la entrada de energía, que generalmente también determina el aumento de temperatura causado por las fuerzas de cizalla durante la agitación.

En una realización de la presente invención, el recipiente de mezcla se mantiene a presión de vacío durante la adición del polímero reactivo y del agente de reticulación, preferiblemente también durante la adición del plastificante y/o el extensor, si corresponde.

Mantener el recipiente de mezcla bajo presión de vacío durante la adición de los ingredientes tiene la ventaja de que cualquier producto final remanente del lote anterior tiene el menor tiempo posible y oportunidad de reaccionar con cualquier humedad que pueda entrar junto con estos ingredientes durante la introducción de estos ingredientes. Esta característica de la presente invención reduce así el riesgo de formación de escamas no deseadas de producto de reacción ya curado total o parcialmente en el recipiente de mezcla, por ejemplo, durante la preparación de la reacción o durante la formación del prepolímero.

En una realización de la presente invención, se agrega un espesante al recipiente de mezcla y el recipiente de mezcla se mantiene a aproximadamente la presión atmosférica durante la adición del agente espesante y, si hay una presión de vacío en el recipiente de mezcla, esta presión de vacío se rompe antes de la adición del agente espesante.

Los inventores prefieren usar sílice o ácido silícico (SiO_2) como agente espesante, debido a su excepcional efecto de refuerzo. Se pueden usar varias formas de sílice como agente espesante, tal como la "sílice precipitada", pero los inventores usan preferiblemente la llamada sílice pirógena, porque con ella el efecto de refuerzo del agente espesante es aún más pronunciado. El ácido silícico se suministra preferiblemente en forma sólida, como un polvo o como "copos de nieve". Sin embargo, esta forma sólida del ácido silícico se caracteriza por una densidad aparente muy baja. El ingrediente es muy ligero y bastante propenso a ser arrastrado por una corriente de gas o aire en movimiento. Los inventores han descubierto que el ácido silícico podría así llegar fácilmente al sistema de escape que asegura la presión de vacío en el recipiente de mezcla, si la extracción se mantiene en funcionamiento mientras se agrega ácido silícico al recipiente de mezcla. Por lo tanto, los inventores prefieren cerrar la conexión del sistema de escape con el recipiente de mezcla antes de comenzar la adición del ácido silícico, y también abrir esta conexión nuevamente solo después de la adición de la cantidad deseada de ácido silícico al recipiente de mezcla. Durante la adición del ácido silícico, los solicitantes mantienen preferiblemente una ligera sobrepresión en el recipiente de mezcla. Esta sobrepresión se aplica preferiblemente a través de la línea de suministro a través de la cual se agrega el ácido silícico. Esta sobrepresión se libera preferiblemente posteriormente a través de la instalación de peso que asegura la dosificación correcta de ácido silícico, de modo que el exceso de gas, preferiblemente aire seco, se pueda liberar a través del filtro que se proporciona como parte de esta instalación de peso.

En una realización de la presente invención, se agrega un espesante al recipiente de mezcla, preferiblemente ácido silícico, y el espesante se lleva al recipiente de mezcla de manera neumática. Los inventores han descubierto que el transporte neumático es una forma bastante conveniente de transportar el espesante ligero pero sólido en una

corriente de gas, y que al mismo tiempo, el gas agregado puede usarse para romper la presión de vacío, que preferiblemente se mantiene durante la reacción en el momento que se agrega el espesante. Preferiblemente, los inventores usan una corriente de aire para el transporte neumático, y más preferiblemente una corriente de aire seco. Más preferiblemente, este aire seco tiene un punto de rocío de como máximo -40° C, preferiblemente como máximo -45° C, lo más preferiblemente un punto de rocío de como máximo -50° C.

El uso de aire trae el beneficio de un riesgo reducido y una mayor seguridad para el personal operativo, porque el aire al ser liberado a la atmósfera no es inflamable, al contrario de si se usara un gas combustible tal como el gas natural, y porque el aire, al ser liberado a la atmósfera, no diluye el nivel de oxígeno en la atmósfera cerca del punto de liberación y, al permanecer en un recipiente, no representa un entorno en el que un operador desprevenido podría enfrentarse repentinamente a una deficiencia de oxígeno, lo que puede ser, por ejemplo, el caso con nitrógeno.

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

Los inventores prefieren mantener la presión de vacío en el recipiente de mezcla mientras bombean el recipiente de mezcla para reducir también el riesgo de contacto con la humedad durante esa parte del proceso de producción.

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

Los inventores han descubierto que este diseño del sistema de agitación, en colaboración con la capacidad de ajuste en altura del sistema de agitación, ofrece la posibilidad de limpiar sustancialmente el lado interno de las paredes laterales del recipiente de mezcla mientras se vacía el recipiente de mezcla, por lo que queda poco o ningún producto residual sobre las paredes laterales del recipiente de mezcla cuando el recipiente de mezcla se ha vaciado.

En una realización de la presente invención la superficie inferior del agitador tiene sustancialmente la misma forma que la parte inferior del recipiente de mezcla, preferiblemente con un espacio libre de a lo sumo 5 mm, más preferiblemente de como máximo 4 mm, aún más preferiblemente de como máximo 3 mm y lo más preferiblemente como máximo 2 mm. Preferiblemente, el fondo del recipiente de mezcla es plano, y la superficie inferior del agitador termina en ese mismo plano.

Esto trae la ventaja de que el fondo del recipiente de mezcla también se raspa bien y, por lo tanto, queda menos producto residual después de vaciar un recipiente de mezcla completo.

En la realización de la presente invención en la que la superficie inferior del agitador tiene sustancialmente la misma forma que el fondo del recipiente de mezcla, la superficie inferior del agitador está sustancialmente sobre todo el ancho adicionalmente provista de una tira de caucho.

Esto tiene la ventaja de que el fondo del recipiente de mezcla se raspa aún mejor, y por lo tanto, puede quedar aún menos producto residual después de bombear un recipiente de mezcla completado.

Estas disposiciones de los rascadores en el agitador, de una estrecha cooperación entre el agitador y el fondo del recipiente de mezcla, y de la tira de caucho adicional, brindan a cada uno individualmente y aún más en cooperación la ventaja de una pequeña contaminación cruzada entre los productos de los lotes de producción posteriores. Una ventaja adicional es, cuando el recipiente de mezcla necesita de todos modos abrirse y limpiarse, que hay menos residuos de la limpieza, reduciendo así la producción de residuos del proceso de producción general. Los inventores han descubierto que un proceso discontinuo que utiliza un recipiente de mezcla que se llena al menos parcialmente antes de cerrar la tapa, cuyo recipiente de mezcla lleno de producto terminado también debe abrirse para llevarlo y conectarlo a la instalación de llenado, generalmente se caracteriza por alrededor del 2% de residuos de producción. Los inventores han descubierto que los residuos de producción pueden reducirse a menos del 0,5% del volumen total de producción.

En una realización de la presente invención, se proporciona en cada uno de ambos brazos del agitador al menos una paleta apuntando hacia arriba que termina en un punto que forma un ángulo de 45 grados como máximo, que corresponde a un octavo como máximo de un círculo completo. Preferiblemente, ambos brazos están cada uno equipados con al menos dos de estas paletas, más preferiblemente al menos cuatro, incluso más preferiblemente al menos seis, preferiblemente al menos ocho, más preferiblemente al menos 12, incluso más preferiblemente al menos 14 paletas apuntando hacia arriba.

Preferiblemente, estas paletas tienen un ángulo de punta de como máximo 30 grados.

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

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

En una realización de la presente invención, se proporciona sobre cada uno de los brazos del agitador en el recipiente de mezcla al menos una paleta apuntando hacia arriba, formando un ángulo con el eje longitudinal del brazo del agitador que es inferior a 90 grados o un cuarto de círculo. Preferiblemente, el ángulo entre la paleta y el eje longitudinal del agitador es como máximo de 60°, más preferiblemente como máximo de 45°, incluso más preferiblemente como máximo de 30°.

Los inventores han descubierto que las paletas en los brazos del agitador aseguran un vórtice central durante la agitación, mediante el cual se incorpora un polvo mucho más rápidamente al contenido del recipiente de mezcla. Los inventores han descubierto que este efecto es más fuerte cuando la paleta forma un ángulo más pequeño con el eje longitudinal del agitador.

Preferiblemente, estas paletas se proporcionan en el interno 50% de la longitud del brazo agitador, preferiblemente en el interno 40% de la longitud del brazo agitador. Sin embargo, los inventores prefieren colocar estas paletas no más cerca del eje del agitador que el 20% de la longitud del brazo del agitador. Los inventores han descubierto que esta es la mejor manera de desarrollar un vórtice adecuado, y mediante el cual durante la agitación se genera una intensa circulación interna de fluido desde el centro del recipiente de mezcla hacia el exterior, luego hacia arriba a lo largo de las paredes laterales, en la parte superior gira hacia el lado interno para regresar hacia abajo más centralmente y llevar el polvo agregado a lo largo de su flujo.

En una realización de la presente invención, varios de los diferentes ingredientes se agregan simultáneamente en el recipiente de mezcla, mientras la agitación ya está funcionando.

Al introducir en paralelo en lugar de sucesivamente varios ingredientes en el recipiente de mezcla, tal como el polímero reactivo, el plastificante y posiblemente el extensor, y al mismo tiempo agitar el líquido ya presente en el recipiente de mezcla, se ahorra mucho tiempo en el proceso de producción general, siempre en comparación con un procedimiento discontinuo convencional en el que los ingredientes se introducen sucesivamente en un recipiente de mezcla abierto y solo se pueden agitar cuando la tapa con agitador se coloca en el recipiente de mezcla, con el recipiente de mezcla cerrado y posiblemente pudiendo solo entonces disminuir la presión para, en la medida de lo posible, permitir eliminar el aire y la humedad de la fase gaseosa, así como el aire y la humedad que puedan haber quedado disueltos en los ingredientes líquidos introducidos.

En una realización de la presente invención, el producto se bombea fuera del recipiente de mezcla a un tanque de tampón antes de que el producto se llene en su envase final.

Los inventores han descubierto que el uso de un tanque de tampón permite un vaciado rápido del recipiente de mezcla de modo que esté disponible para el siguiente lote de producción. El uso de múltiples tanques de tampón intermedios permite la producción con mayor flexibilidad en el mismo recipiente de mezcla o máquina mezcladora, de una amplia gama de productos. Como tal, gracias a los múltiples tanques de tampón, se puede cambiar fácilmente en el mismo recipiente de mezcla entre la producción sucesiva de dos productos finales que tengan el mismo color pero diferentes viscosidades, o diferentes plastificantes o una diferencia en la cantidad de plastificante, o diferentes extensores o una diferencia en la cantidad de extensor, o un relleno diferente o un contenido de relleno diferente. Incluso el cambio de un lote de producto terminado transparente a un lote posterior de un producto final coloreado o un producto con relleno puede realizarse con bastante facilidad sin muchas intervenciones especiales gracias a los tanques de tampón. El uso de tanques de tampón junto con el recipiente de mezcla cerrado trae la ventaja de que después de un lote de producción anterior, se puede cambiar mucho más rápido a un lote de producción posterior, lo que puede aumentar significativamente los volúmenes de producción o la capacidad de producción del recipiente de mezcla.

En la realización de la presente invención que usa un tanque de tampón para recibir el producto desde el recipiente de mezcla, el producto se bombea preferiblemente fuera del tanque de tampón y se mezcla un pigmento y/o un fungicida en el producto aguas abajo del tanque de tampón, antes de que el producto se llene en su embalaje final.

La mezcla de pigmento y/o fungicida en el producto en su ruta hacia la instalación de llenado permite la producción y el envasado final de una amplia gama de productos finales diferentes a partir de unos pocos productos base que, por ejemplo, pueden diferir en términos de su contenido de plastificante, extensor y/o relleno.

El bombeo del producto desde el tanque de tampón a la instalación de llenado se realiza preferiblemente usando una bomba de pistón. Para la mezcla del pigmento y/o el fungicida, se utiliza preferiblemente un mezclador estático.

En la realización de la presente invención, que usa un tanque de tampón para recibir el producto desde el recipiente de mezcla, el producto en el tanque de tampón es preferiblemente un producto transparente y el producto se bombea

fuera del tanque de tampón, y la cantidad deseada de relleno se mezcla con el producto aguas abajo del tanque de tampón, antes de que el producto se llene en su embalaje final.

La mezcla del relleno en el producto en su ruta hacia la instalación de llenado permite la producción y el envasado de varios productos finales diferentes a partir de uno y mismo producto base transparente. Estos productos pueden entonces diferir en su selección y/o cantidad de relleno.

La adición de relleno al producto en su ruta desde el tanque de tampón al empaquetado se combina preferiblemente con un mezclado similar de pigmento y/o fungicida, es decir, también en el producto en su ruta desde el tanque de tampón al empaquetado.

En una realización de la presente invención, al menos uno, y preferiblemente todos, de los ingredientes líquidos del procedimiento de producción se mantienen preferiblemente en tanques de alimentación separados en los que la atmósfera sobre el líquido consiste en aire seco antes de transferirse al recipiente de mezcla. Preferiblemente, el aire seco que se suministra al tanque de alimentación tiene un punto de rocío de como máximo -40° C, preferiblemente como máximo de -45° C, más preferiblemente un punto de rocío de como máximo -50° C.

Esta característica ofrece la ventaja de que los ingredientes líquidos del lote de producción o el procedimiento de producción tienen menos oportunidades de absorber la humedad inintencionadamente antes de ser introducidos en el recipiente de mezcla. Esto significa que es necesario eliminar menos humedad del recipiente de mezcla para evitar que la humedad conduzca a la curación prematura del producto final formado y también de cualquier producto final restante del lote de producción anterior en el recipiente de mezcla y en el agitador después de la introducción de los ingredientes para el nuevo lote de producción.

En una realización de la presente invención, el polímero reactivo y el agente de reticulación se mezclan con anterioridad en su ruta hacia el recipiente de mezcla.

Esto tiene la ventaja de que el agente de reticulación y el polímero reactivo se mezclan al menos parcialmente antes de llegar al recipiente de mezcla, por lo que también pueden haber comenzado a reaccionar entre sí, por lo que se requiere menos tiempo extra para la mezcla adicional de estos dos reactivos, y/o para la reacción adicional de estos dos reactivos para formar el producto objetivo curable por la humedad. Esta característica ofrece la ventaja de que la reacción entre los dos reactivos ocurre sin ninguna dilución con otro ingrediente que no reaccione, tal como el plastificante y/o el extensor. Al realizarse esta reacción sin dilución, la velocidad de reacción también aumenta en comparación con el método convencional donde la reacción tiene lugar en presencia de una cantidad de plastificante y/o extensor.

Preferiblemente, esta premezcla se realiza usando un mezclador estático o dinámico, más preferiblemente un mezclador dinámico que se caracteriza por un tiempo de residencia particular. Un mezclador dinámico es un mezclador mediante el cual se puede suministrar energía externa al mezclado de la mezcla sometiendo a fuerzas de cizalla. Preferiblemente, estas fuerzas de cizalla también son controlables y ajustables. Los inventores prefieren un mezclador dinámico sobre un mezclador estático porque descubrieron que la caída de presión a través del mezclador es menor, de modo que el paso requiere menos energía. Los solicitantes utilizan preferentemente el mezclador dinámico en línea tipo DLM/S-330 ofrecido por INDAG Maschinenbau GmbH (Alemania).

Los inventores prefieren realizar la premezcla incluso antes de que la mezcla de polímero reactivo y del agente de reticulación se almacene durante algún tiempo en un tanque de tampón aguas arriba del recipiente de mezcla.

Esta característica ofrece la ventaja adicional de que se puede ahorrar aún más tiempo del tiempo de reacción que aún se requiere en el recipiente de mezcla mismo. Preferiblemente, la reacción del prepolímero ha tenido lugar de manera sustancial y más preferiblemente casi por completo antes de que el prepolímero llegue al recipiente de mezcla, de modo que en el recipiente de mezcla no se debe proporcionar tiempo adicional para completar la reacción.

En la realización de la presente invención en la que el polímero reactivo y el agente de reticulación se premezclan en un polímero con un extremo al menos parcialmente tapado antes de que este prepolímero se introduzca en el recipiente de mezcla, el polímero con un extremo al menos parcialmente tapado se introduce preferiblemente dentro del recipiente de mezcla a través del extremo inferior del recipiente. Por lo tanto, los inventores prefieren que la reacción entre el polímero reactivo y el agente de reticulación ya haya tenido lugar de la forma más completa posible antes de que el prepolímero llegue al recipiente de mezcla.

Por lo general, los ingredientes se introducen en el recipiente de mezcla a través de una abertura en la tapa o la pared superior del recipiente de mezcla. Esta característica de la presente invención ofrece la ventaja, en comparación con la introducción convencional a través de una abertura en la pared superior del recipiente de mezcla, de que existe un riesgo mucho menor de salpicaduras de este polímero con tapa final, que puede adherirse al lado superior del equipo, tal como la superficie interna de la tapa o la parte superior del sistema agitador. El polímero con tapa final que se adhiere a estos lugares puede, cuando se introduce el espesante, que es ligero y vuela fácilmente, tomar una parte del mismo, por lo que el polímero con tapa final se endurece rápidamente en una pasta y, por lo tanto, ya no puede correr hacia abajo y volver a caer en el líquido en el recipiente de mezcla. Por lo tanto, esto aumentaría la cantidad de residuo que queda en el recipiente de mezcla de un lote de producción al siguiente, la llamada "contaminación

cruzada". Por esta característica de la presente invención, la cantidad de contaminación cruzada entre diferentes lotes de producción se reduce fuertemente, así como la cantidad de residuo que queda al abrir el recipiente de mezcla para limpieza, y que por lo tanto debe desecharse principalmente como desecho.

- 5 En una realización de la presente invención un espesante se introduce en una cámara en donde el ya, al menos parcialmente, y preferiblemente el relativamente completamente polímero con tapa final se introduce gradualmente empujando al prepolímero a través de una abertura alargada estrecha o ranura, tal que se forme una cortina líquida.

- 10 Esta forma de unir gradualmente el espesante y el polímero ya con tapa final brinda la ventaja de que la cortina de prepolímero pone a disposición una gran superficie para absorber el espesante. Esta ventaja es particularmente pronunciada cuando se emplea ácido silícico como agente espesante, particularmente en una forma que es ligera y vuela fácilmente, como en forma de polvo o copos de nieve. Debido a la gran área de superficie, el espesante se abre camino fácil y rápidamente en el líquido con el prepolímero, cuya reología debe cambiarse para formar una pasta.

Esta unión se puede realizar bombeando alrededor del polímero con tapa final desde el recipiente de mezcla a la cámara donde se pone en contacto con el espesante, después de lo cual la mezcla se dirige nuevamente al recipiente de mezcla.

- 15 En la realización de la presente invención en donde el polímero reactivo y el agente de reticulación se mezclan previamente, el espesante se agrega preferiblemente al producto intermedio premezclado, preferiblemente el polímero al menos parcialmente con tapa final, en su camino hacia el recipiente de mezcla.

Preferiblemente antes de la adición del espesante, se agrega una cantidad de disolvente, extensor y/o plastificante al prepolímero.

- 20 Los inventores han descubierto que la adición e incorporación de un disolvente, extensor y/o plastificante es mucho más fácil antes de agregar el espesante en comparación con después, ya que la viscosidad del prepolímero sin espesante es mucho menor que la del mismo prepolímero que contiene una cantidad de agente espesante, haciendo la agitación para obtener una mezcla adecuada más fácil y requiriendo menos energía. Los inventores han descubierto además que se requiere menos espesante para lograr una viscosidad particular cuando se agrega el plastificante y/o extensor antes del espesante en comparación con la adición del plastificante y/o extensor después del espesante.

En la realización de la presente invención en la que se agrega el espesante al polímero con tapa final al menos parcialmente, la mezcla de la introducción del espesante preferiblemente pasa sobre un mezclador intermedio, preferiblemente un mezclador intermedio dinámico debido a los beneficios citados antes de la capacidad de ajuste y la menor caída de presión, de modo que el espesante se dispersa aún mejor en el líquido que contiene el prepolímero.

- 30 Esta característica ofrece la ventaja de obtener más rápidamente una buena dispersión del espesante en el líquido, de modo que la presión en el recipiente de mezcla también pueda reducirse antes sin aumentar el riesgo de que el espesante no dispersado se arrastre en el sistema de escape que proporciona la presión de vacío. De esa manera, los siguientes pasos en el procedimiento de producción también pueden adelantarse a tiempo, de modo que el tiempo de residencia general en el recipiente de mezcla se reduzca y en el mismo recipiente de mezcla se pueda lograr un rendimiento más alto.

En una realización de la presente invención, en el recipiente de mezcla se produce un producto intermedio sin relleno, que posiblemente puede transferirse primero a un tanque de tampón, y el relleno solo se agrega a este producto intermedio en su camino hacia la instalación de llenado.

- 40 Esta característica ofrece la ventaja de que el mismo producto en el recipiente de mezcla y/o el tanque de tampón ofrece la posibilidad de producir varios productos diferentes. Además de la opción de agregar ninguno, poco o más relleno al mismo producto desde el recipiente de mezcla, queda la oportunidad de dar diferentes colores técnicamente al mismo producto final, o de adaptar la cantidad de relleno en el producto final a la naturaleza y cantidad del tinte o mezcla de tinte que se desea usar en un producto final en particular, o por el contrario para igualar la cantidad de tinte con la cantidad y naturaleza del relleno.

- 45 Preferiblemente, los inventores añaden el relleno como una papilla o suspensión del relleno en un vehículo. Esto es particularmente conveniente si el relleno se agrega al producto en su camino desde el recipiente de mezcla a la instalación de llenado. En esta realización, los portadores adecuados se eligen mejor entre aceite o extensor de silicona.

Ejemplos

- 50 Los siguientes ejemplos se desarrollan con más detalle para ilustrar la presente invención. Los ejemplos describen la producción y el envasado de los siguientes selladores de silicona según las siguientes recetas:

Tabla 1

Ingredientes (partes en peso)	Detalle	EJ 1	EJ 2	EJ 3
Polímero reactivo	Polímero FD 80			60
	Polímero FD 120	36		
	Silopren E 80		56	
Plastificante	Silopren W100		28,45	
	Silopren W1000	21,9		12
Extensor	Exxsol D140	-		15
Agente de reticulación	ES 23			4
	LM43	5		
	Silopren TP 3625		3	
Estabilizador	Silopren TP 3626		0,25	
Agente de espesante	Aerosil® 150	6		8
	HDK® H15		10,5	
Relleno	Microdol A1	30		
Promotor de la adhesión	Haftvermittler DBS			1
	Silquest A-1100	1		
	Silquest VX-225		1,4	
Catalizador	Dibutildiacetato de estaño			0,025
	Tib Kat 217	0,1		
	Silopren TP 3560		0,4	

El ejemplo 1 (EJ 1) produce un sellador de relleno basado en un agente de reticulación de oxima. El ejemplo 2 (Ej 2) produce en el recipiente de mezcla un sellador transparente basado en un agente de reticulación de alcoxi. El ejemplo 3 (EJ 3) es para un sellador transparente con un agente de reticulación basado en acetoxi.

Los polímeros FD 80 y FD 120 se obtuvieron de la compañía Wacker (Alemania). Los polímeros FD 80 y Silopren E80 tenían un peso molecular promedio de 70318 g/mol. El polímero FD 120 tenía un peso molecular de 81418 g/mol. Silopren E80 y W100, y Silopren W1000 se obtuvieron de la compañía Momentive Performance Chemicals. Exxsol® D 140 se obtuvo de la compañía Exxon Mobil Chemical.

El agente de reticulación ES23 fue el etiltriacetoxisilano obtenido de la compañía Wacker, que tenía un peso molecular de 234,28 g/mol. El agente de reticulación LM43 era una mezcla primariamente de acetoxi-oxima en butan-2-ona O,O',O''-(metilsililidin) trioxima, complementado con una pequeña cantidad de metiltrimetoxisilano. El agente de reticulación se obtuvo de la compañía Nitrochemie, y tenía un peso molecular promedio de 259,9 g/mol. El agente de reticulación Silopren TP 3625 era vinil trimetoxisilano (VTMO) obtenido de la compañía Momentive Performance Chemicals, y tenía un peso molecular de 148,23 g/mol.

El promotor de adhesión ("Haftvermittler") DBS fue di-terc-butoxi-diacetoxisilano, que se obtuvo de la compañía Wacker. Silquest A-1100 fue 3-aminopropil trietoxisilano que se obtuvo de la compañía Momentive Performance Materials. Silquest VX-225 fue un oligosiloxano aminofuncional que se obtuvo de la compañía Momentive Performance Materials.

El estabilizador Silopren TP 3626 fue 2-etilhexil dihidrógeno fosfato, obtenido de la compañía Momentive Performance Chemicals. Este compuesto es un buen estabilizador, o sea, un catalizador de estaño, pero que también es activo como catalizador para la reacción del extremo de tapa del polímero, es decir la reacción del agente de reticulación con el polímero reactivo.

AEROSIL® 150 fue una forma pirógena de ácido silícico obtenida de la compañía Ebonik y HDK® H15 fue una forma pirógena de ácido silícico obtenida de la compañía Wacker

El Microdol A1 fue una dolomita molida (carbonato de Ca/Mg) obtenida de la empresa OMYA AG. Este producto tenía un contenido de agua de +/- 1000 ppm en peso y no estaba recubierto.

El diacetato de dibutilestaño se obtuvo de la empresa Momentive Performance Materials. El TIB KAT® 217 fue un catalizador a base de óxido de dioctil estaño, que se obtuvo de la empresa TIB Chemicals. El Silopren TP 3560 también fue un catalizador a base de dioctil estaño, que se obtuvo de la empresa Momentive Performance Materials.

Ejemplo 1: producción de un sellador de silicona basado en un agente de reticulación que contiene oxima

Se introdujo un recipiente de mezcla limpio sobre ruedas. En el extremo inferior del recipiente de mezcla se proporcionó una abertura de drenaje que tenía una boca de salida. Esta abertura se cerró mediante una tapa atornillada, provista de un anillo de sellado de goma que se ajusta a la abertura de drenaje. Entre el metal de la abertura de drenaje y la cubierta con su anillo de sellado de goma se proporcionó una lámina de plástico hecha de polietileno, que evitó que el anillo de sellado entrara en contacto directo y prolongado con el contenido del recipiente de mezcla. Esto evitó posibles

daños químicos al anillo de sellado, y también evitó que la cubierta con su anillo de sellado tuviera que limpiarse después de cada uso.

En la boca de salida de la abertura de drenaje está montada, en el caso de productos menos viscosos que en este ejemplo, preferiblemente una pieza de tubería con en el extremo libre de la misma una lámina plástica adicional de un termoplástico como el polietileno, por lo que la lámina se fusiona por el calor en el extremo libre sellando firmemente el extremo libre. En el extremo libre que se cierra de esta manera, para vaciar el recipiente de mezcla, se monta la válvula de drenaje. Como válvula de drenaje, se utiliza una válvula de bola, de modo que un operador puede perforar la lámina de plástico a través de la válvula de bola abierta.

El recipiente de mezcla limpio se introdujo en una balanza. En el recipiente de mezcla abierto se cargaron sucesivamente las cantidades prescritas de polímero reactivo, del plastificante y, si así lo dicta la receta, también del extensor, en función del aumento del peso total del recipiente de mezcla con su contenido. Si es necesario, ahora también se agregan los pigmentos y otros ingredientes que no sean promotores de adhesión, agentes de reticulación y catalizadores. Sin embargo, las cantidades de estos ingredientes adicionales son mucho más pequeñas que el contenido líquido total formado por el prepolímero con el plastificante y posiblemente el extensor. Por lo tanto, los ingredientes distintos del prepolímero, plastificante y extensor se introducen preferiblemente en el lado opuesto de donde se encuentra la abertura de drenaje del recipiente de mezcla. Esto brinda la ventaja de que el riesgo se mantenga lo más pequeño posible para el caso de que una parte importante de uno de estos ingredientes termine en la abertura del drenaje y no se mezcle bien con el resto del contenido del recipiente de mezcla.

El recipiente de mezcla limpio con su contenido se coloca debajo de la tapa con agitador. La tapa está adaptada para encajar en el recipiente de mezcla por medio de un anillo de sellado hecho de un compuesto de silicona y que tiene una dureza de 60 Shore A y un perfil rectangular de 20x15 mm. Los inventores han descubierto que este material es suficientemente resistente químicamente a los diferentes ingredientes, así como a los del producto final, y también tiene la combinación correcta de dureza y elasticidad.

La tapa está provista además de un sistema agitador, giratorio alrededor de un eje vertical, que cuelga y sobresale de debajo de la tapa. El sistema agitador consiste principalmente en al menos un rotor, preferiblemente en dos rotores, también denominado "disolvedor", montado en el extremo inferior de un eje vertical. En el eje, se puede ubicar al menos un ala de mezcla a la altura elegida.

La tapa con sistema agitador se colocó en el recipiente de mezcla. Si se observara visualmente a través de la mirilla que un ala no estaba ubicada a la altura apropiada con relación al nivel del fluido en el recipiente de mezcla, la tapa se levanta nuevamente y se ajusta la ubicación del ala en el eje. Luego se cerró el recipiente de mezcla bajando la tapa sobre el recipiente de mezcla.

El sistema agitador se activó para homogeneizar el contenido del recipiente de mezcla. Aproximadamente al mismo tiempo, se activó el sistema de vacío y se instaló una presión de vacío de aproximadamente 0,2 bar dentro del recipiente de mezcla. A través de la ventana de inspección en la tapa, se inspeccionó visualmente que no salían burbujas de gas a través del líquido y, por lo tanto, la abertura de drenaje se había cerrado correctamente. Si se determina que la abertura de drenaje no está bien cerrada, el operador coloca un guante de látex sobre la tapa en la boca de salida, incluso sobre su conexión con la boca de salida.

Cuando los contenidos del recipiente de mezcla se hubieron mezclado bien, se detuvo la instalación de vacío. El vacío en el recipiente de mezcla se rompió y se instaló una sobrepresión de aproximadamente 0,3 barg permitiendo la entrada de aire comprimido que tenía un punto de rocío de -50° C.

La cantidad correcta de agente de reticulación se había pesado de antemano y se agregó lentamente al contenido del recipiente de mezcla mientras el agitador continuaba funcionando. Se añadió el agente de reticulación a través de la boca de acceso en la tapa.

Antes de la adición del agente de reticulación, la velocidad de agitación se redujo a 150 rpm, y esta velocidad de rotación se mantuvo también más tarde durante el tiempo de reacción prescrito. Después de añadir el agente de reticulación, se volvió a cerrar la boca de acceso y se volvió a colocar el recipiente de mezcla bajo una presión de vacío de 0,2 bara, hasta el final del tiempo de reacción. Para permitir la reacción del agente de reticulación con el polímero reactivo, la reacción se deja típicamente continuar durante un período de tiempo de 10 minutos. Posteriormente, la presión de vacío se rompió nuevamente, utilizando aire seco con un punto de rocío de -50° C, hasta una sobrepresión de aproximadamente 0,3 barg. La agitación se mantuvo.

A través de la boca de acceso, que se abrió nuevamente, se agregó la cantidad prescrita de espesante. Este espesante se puede agregar a través de la boca de acceso reabierta, por ejemplo, vaciando las bolsas en las que se suministró el espesante. Sin embargo, los inventores prefieren agregar el espesante neumáticamente, desde un recipiente de almacenamiento usando una bomba de membrana. En ambos casos, los inventores prefieren no establecer ningún vacío durante la adición del agente espesante. Durante la adición del agente espesante, aumentó el volumen en el recipiente de mezcla. Con la agitación, el espesante se dispersó por todo el contenido del recipiente de mezcla.

Después de la dispersión del espesante, se añadió y mezcló la cantidad prescrita de relleno, así como del promotor de adhesión. Después de la adición y durante el mezclado nuevamente, se estableció una presión de vacío de 0,2 bara en el recipiente de mezcla nuevamente cerrado, y la agitación continuó hasta que los contenidos del recipiente de mezcla se volvieron homogéneos y ya no quedaban gránulos, y preferiblemente tampoco había escamas presentes en el contenido del recipiente de mezcla.

Como último ingrediente, en el siguiente paso se agregó el catalizador, nuevamente a través de la boca de acceso abierta y después de romper la presión de vacío con aire seco como se explicó anteriormente. Luego nuevamente se instaló una presión de vacío de aproximadamente 0,2 bara y se continuó la agitación. El vacío elimina junto con los rastros de humedad también la mayor cantidad posible de aire disuelto del producto, de modo que el riesgo de formar burbujas de gas se reduce durante los pasos posteriores de producción, durante el almacenamiento o durante el uso del sellador.

Después de este último periodo de mezcla la presión de vacío se rompió permitiendo la entrada de aire seco que tenía un punto de rocío de -50° C. Se tomó una muestra para el control de calidad estándar. Después de la aprobación de las características clave, se levantó la tapa (con el agitador adjunto). Debido a que el siguiente lote de producción en esta instalación de mezcla era de productos de la misma calidad, solo se raspó la parte inferior del raspador con un cuchillo raspador, por lo que el resultado del raspado se recogió en el recipiente de mezcla completo. Luego, el recipiente de mezcla completo se expulsó de debajo de la tapa con agitador y se introdujo un nuevo recipiente de mezcla limpio, conteniendo preferiblemente las cantidades necesarias de polímero reactivo y plastificante.

Sobre el contenido pastoso del recipiente de mezcla completo se colocó una primera lámina de plástico que se presionó contra el producto y que tenía su perímetro presionado contra las paredes laterales por encima del nivel del producto. Luego se estiró una segunda lámina de plástico a través del recipiente de mezcla para cerrar la abertura superior del recipiente de mezcla. En el espacio entre las dos láminas de plástico se puede proporcionar, si se desea, como en climas cálidos, una pequeña cantidad de desecante activo en forma sólida.

El recipiente de mezcla completo se condujo debajo de la prensa de la instalación de llenado y se conectó a ella a través de la boca de salida del recipiente de mezcla. El producto se llenó en cartuchos de plástico que se cerraron colocando un bulbo o émbolo en el extremo abierto de los cartuchos después del llenado. El cartucho de plástico estaba en el lado interno, donde el émbolo debía entrar en contacto con el cartucho, lubricado previamente proporcionando una capa de cera de hidrocarburos pesados, preferiblemente una cera que por hidrogenación se hace más estable frente a las influencias del oxígeno. y/o la radiación UV, preferiblemente una capa que tiene un espesor de aproximadamente 0,10 mm. Esta cera pudo haberse aplicado de todas las formas conocidas por la persona experta. La cera puede pulverizarse en forma fundida como un líquido caliente, en solución en un disolvente orgánico más volátil, o como una emulsión en un vehículo. Tal emulsión puede incluso ser a base de agua, por lo que el agua se evapora fácilmente y ya no es molesta ni está presente en tal medida que pueda afectar el contenido del cartucho.

Ejemplo 2: producción de un sellador de silicona a base de un agente de reticulación que contiene alcoxi

Se siguió el mismo proceso que en el Ejemplo 1, con los siguientes ajustes. Este producto debía ser transparente y, por lo tanto, no se utilizó relleno. Esta formulación también contenía un estabilizador. El estabilizador se añadió después de la mezcla del agente de reticulación, después de lo cual nuevamente durante 3 minutos se continuó la mezcla. El estabilizador seleccionado también es activo como catalizador para la reacción entre el agente de reticulación y el polímero reactivo, por lo que se agregó al recipiente de mezcla preferiblemente lo antes posible después del agente de reticulación para acortar el tiempo de reacción. Durante cada adición en cada uno de los ejemplos preferiblemente se mantiene una velocidad de rotación lenta para promover la incorporación del ingrediente agregado.

Ejemplo 3: producción de un sellador de silicona basado en un agente de reticulación que contiene acetoxi

En un recipiente de mezcla cerrado, se instaló una presión de vacío de aproximadamente 0,2 bara. El recipiente de mezcla estaba equipado con un sistema de agitador de altura ajustable, el agitador estaba provisto de raspadores que alcanzaban una distancia de hasta 2 mm como máximo de las paredes laterales del recipiente de mezcla, y además tenía superficies adicionales para causar más turbulencia en la mayor parte del contenido líquido del recipiente de mezcla.

En un tanque de tampón con equipo de peso se agregó primero desde un tanque de alimentación la cantidad prescrita de polímero reactivo. También el plastificante, el extensor y el agente de reticulación se suministraron desde los tanques de alimentación. Los tanques de alimentación se mantuvieron continuamente bajo una atmósfera de aire con un punto de rocío de -50° C.

El polímero del tanque de tampón y los ingredientes de los tanques de alimentación, este último bajo el control de flujo de Coriolis para permitir una dosificación correcta, se dirigieron simultáneamente al recipiente de mezcla bajo presión de vacío, y esto mientras el agitador estaba funcionando.

Después de la reacción del agente de reticulación con el polímero reactivo, se rompió el vacío y se instaló una ligera sobrepresión de 0,05 barg, después de lo cual se añadió la cantidad prescrita de espesante y se dispersó en el líquido.

El espesante se introdujo neumáticamente utilizando como portador un flujo de aire que tenía un punto de rocío de -50° C.

5 Durante la dispersión del espesante, el contenido del recipiente de mezcla se sometió nuevamente a una presión de vacío de aproximadamente 0,2 bara. Después de dispersar el espesante, se añadieron el promotor de adhesión y el catalizador y se mezclaron. Después de completar el procedimiento de mezcla, el recipiente de mezcla se vació bombeando el contenido a un tanque tampón, y esto mientras se mantenía la presión de vacío. Durante el vaciado, se usó el agitador para raspar sustancialmente las paredes internas y el fondo del recipiente de mezcla.

10 Posteriormente, el tanque tampón se sometió a presión utilizando una placa de presión móvil que se ha provisto allí y el contenido del tanque tampón se bombeó hacia la instalación de llenado usando una bomba de pistón. En su camino hacia la instalación de llenado donde la pasta se llenó en su empaquetado comercial, pueden inyectarse en línea y mezclarse usando un mezclador estático si se desea, el relleno, más particularmente en forma de una papilla usando algo del plastificante como vehículo, el pigmento, y si se desea también un fungicida.

15 Se llevaron a cabo detalles adicionales como se describe en el Ejemplo 1, excepto que el recipiente de mezcla en este ejemplo siempre permaneció cerrado, es decir, la tapa permaneció en el recipiente de mezcla y no se creó ninguna boca de acceso o de apertura al aire ambiente.

Después de vaciar el recipiente de mezcla, el siguiente lote de producción se inició inmediatamente mediante la introducción de nuevas cantidades de ingredientes en el recipiente de mezcla.

20 Habiendo ahora descrito completamente esta invención, los expertos en la materia apreciarán que la invención se puede llevar a cabo dentro de una amplia gama de parámetros dentro de lo que se reivindica, sin apartarse del alcance de la invención, como se define en las reivindicaciones.

REIVINDICACIONES

1. Un método para la producción de una composición curable por la humedad, que utiliza un recipiente de mezcla para la producción de un prepolímero mediante la reacción de un polímero reactivo con un agente de reticulación, en donde después de cerrar el recipiente de mezcla y de la introducción de al menos un reactivo líquido para la reacción u otro ingrediente líquido de la formulación del producto, el contenido del recipiente de mezcla se agita y el recipiente de mezcla cerrado se somete a presión de vacío al menos temporalmente, en donde la presión de vacío es preferiblemente como máximo de 0,40 bar absoluto (bara), y opcionalmente al menos 0,001 bara o 1 mbar absoluto, en donde la presión de vacío se disminuye a una presión de vacío de al menos 0,40 bara dentro de los 60 segundos después de cerrar el recipiente de mezcla, en donde esta presión de vacío se rompe permitiendo que un gas entre dentro del recipiente de mezcla, y en donde el gas es aire seco que tiene un punto de rocío de como máximo -40° C.
2. El método según la reivindicación 1, en donde el aire seco tiene un punto de rocío de como máximo -45° C, preferiblemente un punto de rocío de como máximo -50° C.
3. El método según las reivindicaciones 1 y 2, en donde el agente de reticulación se agrega al recipiente de mezcla, caracterizado porque el agente de reticulación se dispersa en el contenido del recipiente de mezcla y durante la dispersión se mantiene una ligera sobrepresión en el recipiente de mezcla en el intervalo de 0,05-0,30 barg.
4. El método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde la velocidad de rotación del agitador en el recipiente de mezcla durante la reacción del agente de reticulación con el polímero reactivo se limita a un máximo de 300 rotaciones por minuto.
5. El método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde, después de mezclar el agente de reticulación en el líquido en el recipiente de mezcla, y preferiblemente solo después de la dispersión del agente de reticulación, el contenido del recipiente de mezcla se pone bajo presión de vacío, donde la presión de vacío es preferiblemente como máximo 0,5 bares absolutos (bara).
6. El método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el polímero reactivo se hace reaccionar con el agente de reticulación en el recipiente de mezcla y mediante el cual, después de la agitación para la homogenización del líquido en el recipiente de mezcla que contiene el polímero reactivo, y también después de la desaireación del recipiente de mezcla cerrado al poner el contenido del recipiente a presión de vacío, el método comprende la adición al recipiente de mezcla del agente de reticulación para la reacción con los grupos terminales reactivos del polímero reactivo formando así el prepolímero y posiblemente además, la adición de un extensor al contenido del recipiente de mezcla, caracterizado porque el contenido del recipiente de mezcla antes y preferiblemente también durante la adición del agente de reticulación se pone en una sobrepresión, preferiblemente una sobrepresión de al menos 0,1 barg.
7. El método según la reivindicación anterior, en el que al menos uno de los ingredientes de la composición, por ejemplo un relleno, se introduce mediante transporte neumático, caracterizado porque la sobrepresión se alcanza mediante la adición de al menos uno de los gases que se emplean para el transporte neumático.
8. El método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que usa el recipiente de mezcla para la producción del prepolímero mediante la reacción del polímero reactivo con el agente de reticulación, por lo que después de la introducción de al menos un reactivo líquido para la reacción u otro ingrediente líquido de la formulación, el contenido del recipiente de mezcla se agita y el contenido del recipiente de mezcla cerrado se somete a una presión de vacío, por lo que la presión de vacío es como máximo de 0,50 bar absoluto (bara).
9. El método según la reivindicación anterior, mediante el cual el recipiente de mezcla se cierra y se instala una presión de vacío de como máximo 0,40 bara dentro del recipiente de mezcla dentro de los 45 segundos después de cerrar el recipiente de mezcla.
10. El método según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en donde el método se opera en modo discontinuo y usa el recipiente de mezcla para la producción del prepolímero, caracterizado por que el polímero reactivo y el agente de reticulación, así como los ingredientes adicionales que se requieren para el paso de producción en el recipiente de mezcla, se introducen en el recipiente de mezcla cerrado y reaccionan sin abrir el recipiente de mezcla, y la mezcla sucede sin abrir el recipiente de mezcla, y también el producto se extrae del recipiente de mezcla sin abrir el recipiente de mezcla.
11. El método según la reivindicación anterior, en donde el contenido del recipiente de mezcla se mantiene al vacío durante la adición del polímero reactivo y el agente de reticulación, preferiblemente se mantiene también al vacío durante la adición del plastificante y/o el extendedor si es aplicable.
12. El método según una cualquiera de las reivindicaciones 10-11, en donde se introduce un espesante en el recipiente de mezcla, y en donde el recipiente de mezcla se mantiene bajo aproximadamente presión atmosférica

durante la adición del espesante, y, si el recipiente de mezcla está a presión de vacío, esta presión de vacío se rompe antes de la adición del espesante.

13 El método según una cualquiera de las reivindicaciones 10-12, en donde el recipiente de mezcla se mantiene bajo presión de vacío mientras se bombea el producto fuera del recipiente de mezcla.

- 5 14 El método según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde el producto se llena en un cartucho como empaquetamiento final y el cartucho después del llenado se cierra mediante la introducción en el extremo abierto del cartucho de un émbolo, caracterizado por que en el lado interno del cartucho, al menos sobre la localización donde el émbolo tiene que entrar en contacto con el tubo, se proporciona una capa de lubricante.