

DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

RADICACIÓN EXPEDIENTE No 03-57398

EL EXTRACTO DE LA PRESENTE SOLICITUD DE **PATENTE DE INVENCION** FUE PUBLICADO EN LA GACETA DE PROPIEDAD INDUSTRIAL No **557** DE FECHA **31 DE OCTUBRE DE 2005** EL TERMINO HABIL SEÑALADO POR LA LEY EXPIRA EL **27 DE ENERO DEL 2006**

NOTA: Dentro del plazo de los seis (6) meses siguientes a partir de la fecha de publicación en la gaceta de Propiedad Industrial, deberá solicitar y cancelar el examen de patentabilidad so pena de que la solicitud caiga en abandono, de acuerdo con lo establecido en el Artículo 44 de la Decisión 486/2000.

SE PRESENTARON OPOSICIONES POR PARTE DE TERCEROS.

SI _____

NO ☒ _____



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

⑪ Número de publicación: **2 137 673**

⑤① Int. Cl.⁶: C08K 9/04

C08K 9/06

⑫

TRADUCCION DE PATENTE EUROPEA

T3

⑧⑥ Número de solicitud europea: **96905780.1**

⑧⑥ Fecha de presentación : **22.02.1996**

⑧⑦ Número de publicación de la solicitud: **0 811 035**

⑧⑦ Fecha de publicación de la solicitud: **10.12.1997**

⑤④ Título: **Composición de material de carga modificada superficialmente.**

③⑩ Prioridad: **23.02.1995 CH 530/95**

⑦③ Titular/es: **MARTINSWERK G.m.b.H.,
für chemische und metallurgische Produktion
Kölner Strasse 110
D-50127 Bergheim, DE**

④⑤ Fecha de la publicación de la mención BOPI:
16.12.1999

⑦② Inventor/es: **Metzemacher, Heinz-Dieter y
Seeling, Rainer**

④⑤ Fecha de la publicación del folleto de patente:
16.12.1999

⑦④ Agente: **Díez de Rivera de Elzaburu, Alfonso**

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 (artº 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

ES 2 137 673 T3

DESCRIPCION

Composición de material de carga modificada superficialmente.

→ El invento concierne a una composición de material de carga modificada superficialmente, a su utilización para el acabado ignifugante de polímeros, así como a los polímeros ignifugados que se han producido a partir de ella.

Desde hace algún tiempo es conocido revestir materiales de carga ignifugantes exentos de halógenos, tales como p.ej. hidróxido de magnesio o aluminio en la superficie de estos materiales de carga, con el fin de incorporarlos óptimamente en polímeros. Esto se pudo realizar p.ej. con sales de ácidos grasos de acuerdo con el documento de patente alemana DE-PS 2659933 o p.ej. con polímeros que contienen grupos ácidos de acuerdo con el documento EP-A 292.233.

Una premisa esencial para estos revestimientos superficiales era regularmente un material de carga muy valioso con un perfil de propiedades definido con exactitud (documento DE-PS 2659933). Tales materiales de carga muy valiosos, a causa de su precio relativamente alto, se podían emplear en lo esencial solamente para aplicaciones especiales, aún cuando existe una gran necesidad de materiales de carga inhibidores de la llama exentos de halógenos, muy valiosos, también para aplicaciones clásicas, tales como p.ej. para masas destinadas a cables.

Como consecuencia de ello, se planteó la misión de modificar las composiciones de materiales de carga, de manera tal que también con materiales de carga cualitativamente de menor valor y por consiguiente más ventajosos en cuanto al precio, se puedan conseguir propiedades óptimas en el material sintético.

El problema planteado por esta misión se pudo resolver con las composiciones de materiales de carga modificadas superficialmente, según la reivindicación 1.

Como materiales de carga ignifugantes exentos de halógenos se emplean hidróxidos de aluminio y/o hidróxidos de magnesio eventualmente en mezcla con óxidos de aluminio, de magnesio, de titanio o de zirconio, o con otros materiales de carga tales como p.ej. carbonato de calcio, talco o arcillas calcinadas o sin calcinar.

Apropiados hidróxidos de aluminio son p.ej. materiales naturales que contienen $\text{Al}(\text{OH})_3$ tales como p.ej. hidrargilita o gibbsita, materiales que contienen $[\text{AlO}(\text{OH})_x]$ tales como p.ej. la boehmita, o hidróxidos de aluminio sintéticos, tal como se venden bajo la marca registrada Martifin® o Martinal® por la entidad Martinswerk GmbH en Berghheim.

Apropiados hidróxidos de magnesio son p.ej. tipos naturales de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ tales como p.ej. los tipos de brucita o de agua marina, hidroxi-carbonatos naturales de magnesio tales como p.ej. dawsonita, huntita o hidromagnesita, o hidróxidos de magnesio sintéticos tal como se venden p.ej. bajo la marca registrada Magnifin® por la entidad Magnifin GmbH en Berghheim.

Como óxidos de aluminio, de magnesio, de titanio o de zirconio se pueden utilizar los óxidos usuales en el comercio. Dependiendo del perfil exigido de propiedades en el material sintético, se emplea un hidróxido de aluminio y/o un hidróxido de magnesio a solas o en cualesquiera relaciones de mezcla con los óxidos mencionados.

Conforme al invento, la modificación de la superficie del material de carga ignifugante exento de halógenos se efectúa, según la variante a), con un derivado de ácido graso tomado entre la serie formado por los ácidos grasos polímeros, los ceto-ácidos grasos, las (alquil graso)-oxazolininas o -bisoxazolininas y eventualmente un derivado de siloxano, o según la variante b), con un ácido graso y un derivado de siloxano.

Por ácidos grasos polímeros se entienden los compuestos preparados por oligomerización, tal como p.ej. por di- o tri-merización de correspondientes ácidos grasos. Representantes apropiados son p.ej. el poli(ácido esteárico); el poli(ácido láurico) o el poli(ácido decanoico).

(Henkel Referate 28, 1992, páginas 39 y siguientes)

Por ceto-ácidos grasos se entienden los ácidos grasos que contienen grupos ceto con 10 a 30 átomos de C. El representante preferido de un ceto-ácido graso es el ácido ceto-estearico.

ES 2 137 673 T3

(Henkel Referate 28. 1992, páginas 34 y siguientes)

Por (alquil graso)-oxazolinás se entienden las oxazolinás sustituidas en posición 2 con alquilo o hidroxialquilo. El grupo alquilo tiene en este caso convenientemente de 7 a 21 átomos de C.

Las bisoxazolinás son compuestos que se han sintetizado a partir de las hidroxialquil-oxazolinás por reacción con diisocianatos.

Un representante preferido es p.ej. la undecil-2-oxazolina.

(Henkel Referate 28, 1992, páginas 43 y siguientes)

Los mencionados derivados de ácidos grasos se emplean o bien individualmente o en combinación en una cantidad de 0,01 a 10 partes, preferiblemente de 0,05 a 5 partes por 100 partes de material de carga.

De acuerdo con la variante a), se puede añadir adicionalmente un derivado de siloxano en una cantidad de 0,01 a 20 partes, preferiblemente de 0,05 a 10 partes por 100 partes de material de carga.

Apropiados derivados de siloxanos son los oligoalquil-siloxanos, los poli(dialquil-siloxanos) tales como p.ej. el poli(dimetil-siloxano) o el poli(dictil-siloxano); los poli(alquil-aril-siloxanos) tales como p.ej. el poli(fenil-metil-siloxano) o los poli(diaryl-siloxanos) tales como p.ej. el poli(difenil-siloxano).

Los mencionados siloxanos pueden estar funcionalizados con grupos capaces de reaccionar, tales como p.ej. hidroxilo, amino, vinilo, acrílico, metacrílico, carboxi o glicídico.

Conforme al invento, según la variante b), el material de carga ignífugo exento de halógenos puede ser tratado con un compuesto de ácido graso y un derivado de siloxano. Por un compuesto de ácido graso se entiende en esta variante o bien un ácido graso clásico que tiene convenientemente de 10 a 30 átomos de C. un derivado de ácido graso de éste o un ácido hidroxigraso insaturado una vez o múltiples veces que tiene convenientemente de 10 a 30 átomos de C.

Ácidos grasos clásicos apropiados son p.ej. los compuestos ácido esteárico, ácido láurico, ácido mirístico, ácido palmítico, ácido oleico o ácido linoléico.

Como derivado de ácido graso se puede emplear una sal de ácido graso o un ácido graso modificado tal como p.ej. el metacrilato de glicídico-ácido esteárico.

Preferiblemente, se emplean ácidos grasos o hidroxigrasos saturados o derivados de ácidos grasos saturados.

La aplicación de los compuestos de ácidos grasos se efectúa generalmente en forma de un compuesto uniforme o como una mezcla de diferentes compuestos de ácidos grasos.

La cantidad ventajosa está situada igualmente en el margen mencionado en el caso de la variante a) para los derivados de ácido graso.

Con el fin de conseguir el exigido perfil de propiedades, en la variante b) es obligatorio el componente de siloxano.

Como derivado de siloxano se pueden utilizar los compuestos expuestos con ocasión de la variante a) en la cantidad mencionada.

Preferiblemente, se emplean poli(dialquil-siloxanos) de alto peso molecular, que eventualmente han sido funcionalizados con los grupos funcionales mencionados.

Convenientemente, como material de soporte para los mencionados agentes de modificación superficial, que se presentan en parte en un estado de agregación líquido, se pueden utilizar ácidos silícicos pirógenos o ácidos silícicos de precipitación.

Ácidos silícicos pirógenos preferidos son los tipos Aerosil® de Degussa. Ácidos silícicos de precipitación preferidos son los tipos Sipernat® de Degussa.

ES 2 137 673 T3

Los mencionados materiales de soporte se emplean, dependiendo del agente de modificación superficial, en una cantidad de 0,1 a 10 partes por 100 partes de material de carga.

Eventualmente, se pueden añadir otros agentes adyuvantes de tratamiento, tales como p.ej. estabilizadores.

Para la modificación superficial, el material de carga ignifugante exento de halógenos es provisto de los co-agentes (agentes conjuntos) mencionados, convenientemente en un mezclador apropiado, preferiblemente en un mezclador que hace posible altas fuerzas de cizalladura. En tal caso, la adición puede efectuarse en el orden de sucesión escogido en determinados intervalos de tiempo a diferentes temperaturas y con los parámetros de proceso adaptados a los co-agentes. Asimismo es posible aportar al mezclador una mezcla previa de los co-agentes en común con los materiales de carga ignifugantes exentos de halógenos.

Ventajosamente, se puede preparar primeramente también un concentrado de aditivo, una denominada tanda madre, mezclándose solo una cantidad parcial del material de carga con los correspondientes co-agentes de acuerdo con el procedimiento mencionado en un mezclador con altas fuerzas de cizalladura. Esta denominada tanda madre se puede diluir de una manera sencilla mediante un equipo mezclador técnicamente menos costoso, p.ej. en las instalaciones del cliente, con la cantidad correspondiente del material de carga adicional, y elaborar para proporcionar el material de carga modificado superficialmente, presto para su empleo.

El material de carga ignifugante exento de halógenos, que ha sido modificado de esta manera, puede ser elaborado después de ello con el polímero descado o con los descados polímeros, de acuerdo con métodos corrientes para dar una composición polimérica.

Como equipos para formar composiciones poliméricas se recomiendan los equipos mezcladores usuales en el comercio para ello, tales como p.ej. amasadores de husillo único o doble, co-amasadores, mezcladores internos o un FCM (*farrel continuous mixer*, mezclador continuo de Farrel).

El material de carga ignifugante exento de halógenos, tratado superficialmente conforme al invento, es apropiado para el acabado ignifugante de polímeros, preferiblemente de poliolefinas termoplásticas y de elastómeros termoplásticos tales como p.ej. polietileno y sus copolímeros, polipropileno, EVA (polímeros de etileno y acetato de vinilo) y sus copolímeros, poliamidas y sus copolímeros, policetonas alifáticas o poliésteres alifáticos.

Usualmente, los hidróxidos de aluminio tratados superficialmente se emplean en polímeros que son elaborables a temperaturas hasta de aproximadamente 180°C.

Representantes apropiados de tales polímeros son especialmente olefinas termoplásticas tales como p.ej. los EVA y sus copolímeros, o polietileno y sus copolímeros, o también mezclas de cauchos vulcanizados.

Los hidróxidos de magnesio tratados superficialmente, por el contrario, se emplean por regla general en el margen de altas temperaturas, es decir en polímeros, que son elaborables a temperaturas a partir de 180 a 300°C, preferiblemente en poliolefinas termoplásticas o elastómeros termoplásticos tales como p.ej. polipropileno.

Eventualmente se pueden emplear también mezclas de los mencionados materiales de carga para el acabado ignifugante de los mencionados polímeros.

Dependiendo del exigido perfil de propiedades, a los mencionados materiales de carga se les pueden añadir uno o varios óxidos de aluminio, de magnesio, de titanio o de zirconio, para controlar p.ej. el comportamiento frente a abrasión, la dureza o el comportamiento frente a la meteorización.

El contenido de material de carga tratado superficialmente en la correspondiente matriz polimérica oscila, dependiendo del grado descado de ignifugancia, por regla general entre 5 y 90 % en peso, preferiblemente entre 20 y 70 % en peso.

Las mencionadas composiciones poliméricas que contienen materiales de carga pueden contener adicionalmente materiales reforzadores en forma fibrosa.

ES 2 137 673 T3

Entre los materiales fibrosos se cuentan por ejemplo fibras de vidrio, fibras minerales, fibras metálicas, fibras cerámicas policristalinas, inclusive las monocristalinas, los denominados "whiskers", y asimismo todas las fibras que proceden de polímeros sintéticos, tales como p.ej. fibras de aramidas, de carbono, de poliamidas, poliacrílicas, de poliésteres y de polietileno.

Caso de que se desee, las composiciones poliméricas pueden ser provistas de apropiados pigmentos y/o colorantes o de otros aditivos o materiales coadyuvantes relacionados con la respectiva aplicación.

Ejemplos

Ejemplo 1

Se mezclaron durante 12 min 1.000 kg de hidróxido de magnesio (Magnifin H5/Martinswerk GmbH, Bergheim, Alemania) en un mezclador intenso con 10 kg de un ácido graso polímero (Pripol 3505/Unichema) durante 12 min. Después de ello, se descargó el hidróxido de magnesio modificado del modo descrito.

El producto obtenido se elaboró después de ello con un homopolímero de polipropileno (Vestolen P 8400, Hüls) en un aparato de un solo husillo para formar una composición polimérica, de una manera tal que la proporción del material de carga sea de 65 % en peso y la proporción del polímero sea de 35 % en peso.

Ejemplo 2

Se mezclaron durante 32 min 1.000 kg de hidróxido de magnesio (Magnifin H5/Martinswerk GmbH, Bergheim, Alemania) en un mezclador intenso con 12 kg de ácido ceto-esteárico. Después de ello, se descargó el hidróxido de magnesio modificado del modo descrito.

El producto obtenido se elaboró después de ello con un homopolímero de polipropileno (Vestolen P 8400, Hüls) en un aparato de un solo husillo para formar una composición polimérica, de una manera tal que la proporción del material de carga sea de 65 % en peso y la proporción del polímero sea de 35 % en peso.

Ejemplo 3

Se mezclaron durante 60 min 1.000 kg de hidróxido de magnesio (Magnifin H5/Martinswerk GmbH, Bergheim, Alemania) en un mezclador intenso con 10 kg de un ácido graso polímero (Pripol 3505, Unichema) y 5 kg de un poli(dimetil-siloxano) (Petrarch Chemicals, P.M. > 150.000) y 5 kg de un poli(dietil-siloxano) (Wacker). Después de ello, se descargó el hidróxido de magnesio modificado del modo descrito.

El producto obtenido se elaboró después de ello con un homopolímero de polipropileno (Vestolen P 8400, Hüls) en un aparato de un solo husillo para formar una composición polimérica, de una manera tal que la proporción del material de carga sea de 65 % en peso y la proporción del polímero sea de 35 % en peso.

Ejemplo 4

Se mezclaron durante 28 min 1.000 kg de hidróxido de magnesio (Magnifin H5/Martinswerk GmbH, Bergheim, Alemania) en un mezclador intenso con 20 kg de undecil-2-oxazolina. A continuación de ello, se descargó el hidróxido de magnesio modificado del modo descrito.

El producto obtenido se elaboró después de ello con un homopolímero de polipropileno (Vestolen P 8400, Hüls) en un aparato de un solo husillo para formar una composición polimérica, de una manera tal que la proporción del material de carga sea de 65 % en peso y la proporción del polímero sea de 35 % en peso.

Ejemplo 5

Se mezclaron durante 28 min 1.000 kg de hidróxido de magnesio (Magnifin H5/Martinswerk GmbH, Bergheim, Alemania) en un mezclador intenso con 10 kg de un poli(dimetil-siloxano) (CT 6000M, Wacker) y 2,5 kg de una mezcla de ácidos grasos (contenidos 70 % de C-18). Después de ello, se descargó el hidróxido de magnesio modificado del modo descrito.

ES 2 137 673 T3

El producto obtenido se elaboró después de ello con un homopolímero de polipropileno (Vestolen 8400, Hüls) en un aparato de un solo husillo para formar una composición polimérica, de una manera tal que la proporción del material de carga sea de 65 % en peso y la proporción del polímero sea de 35 % en peso.

Ejemplo 6

Se mezclaron durante 30 min 1.000 kg de una brucita natural (superficie específica según BET 6.3 m²/g; d₅₀ 2.6 µm) en un mezclador intenso con 10 kg de una mezcla de ácidos grasos (contenido 70 % de C-18) y 10 kg de un poli(dimetil-siloxano) (silanol terminado, PS 349.5, Petrarch Chemicals). Después de ello, se descargó el hidróxido de magnesio modificado del modo descrito.

El producto obtenido se elaboró después de ello con un homopolímero de polipropileno (Vestolen P 8400, Hüls) en un aparato de un solo husillo para formar una composición polimérica, de una manera tal que la proporción del material de carga sea de 65 % en peso y la proporción del polímero sea de 35 % en peso.

Ejemplo 7

Se mezclaron durante 60 min 1.000 kg de hidróxido de magnesio (Magnifin H5/Martinswerk GmbH, Bergheim, Alemania) en un mezclador intenso con 18 kg de un derivado de ácido graso (metacrilato de glicidilo-ácido esteárico) y 22 kg de un poli(dimetil-siloxano) (Petrarch Chemicals, P.M. 380.000, viscosidad 2·10⁶ cSt). Después de ello, se descargó el hidróxido de magnesio modificado del modo descrito.

El producto obtenido se elaboró después de ello con un polímero de EVA (Escorene Ultra UL 00119, Exxon) en presencia de 0,3 % de Irganox 1010 como estabilizador en un aparato de un solo husillo para formar una composición polimérica, de una manera tal que la proporción del material de carga sea de 60 % en peso y la proporción del polímero sea de 40 % en peso.

Ejemplo 8

Se mezclaron durante 12 min 1.000 kg de hidróxido de magnesio (Magnifin H5/Martinswerk GmbH, Bergheim, Alemania) en un mezclador intenso con 15 kg de una mezcla de ácidos grasos (mezcla de ácido láurico y ácido esteárico 1:1) y 25 kg de un poli(dialquil-siloxano) (PS 048, Petrarch Chemicals) y con 2 kg de un material de soporte (AEROSIL® R972, Degussa). Después de ello, se descargó el hidróxido de magnesio modificado del modo descrito.

El producto obtenido se elaboró después de ello con un polímero de EVA (Escorene Ultra UL 00119, Exxon) en presencia de 0,3 % de Irganox 1010 como estabilizador en un aparato de un solo husillo para formar una composición polimérica, de una manera tal que la proporción del material de carga sea de 60 % en peso y la proporción del polímero sea de 40 % en peso.

Ejemplo 9

Se mezclaron durante 10 min 1.000 kg de una brucita natural molida (superficie específica según BET 6,3 m²/g; d₅₀ 2.6 µm) en un mezclador intenso con 8 kg de un ácido graso polímero (Pripol 1009, Unichema) y 8 kg de un poli- (dialquil-siloxano) (GE1046, General Electric) y 12,5 kg de un poli(dialquil-siloxano) (PS 340.5, Petrarch Chemicals) y con AEROSIL® A 380, Degussa). Después de ello, se descargó el hidróxido de magnesio modificado del modo descrito.

El producto obtenido se elaboró después de ello con un polímero de EVA (Escorene Ultra UL 00119, Exxon) en presencia de 0,3 % de Irganox 1010 como estabilizador en un aparato de un solo husillo para formar una composición polimérica, de una manera tal que la proporción del material de carga sea de 60 % en peso y la proporción del polímero sea de 40 % en peso.

Ejemplo 10

Se mezclaron durante 48 min 1.000 kg de hidróxido de aluminio (Martinal® OL 104LE/Martinswerk GmbH, Bergheim, Alemania) en un mezclador intenso con 19 kg de una mezcla de ácido láurico y un poli(dimetil-siloxano) (PS 347.5, Petrarch Chem.) y 4 kg de un material de soporte (AEROSIL® R 972, Degussa). Después de ello, se descargó el hidróxido de aluminio modificado del modo que se ha descrito.

ES 2 137 673 T3

El producto obtenido se elaboró después de ello con un polímero de EVA (Escorene Ultra UL 00119, Exxon) en presencia de 0,3 % de Irganox 1010 como estabilizador en un aparato de un solo husillo para formar una composición polimérica, de una manera tal que la proporción del material de carga sea de 60 % en peso y la proporción del polímero sea de 40 % en peso.

Ejemplo 11 (Comparación)

Se elaboraron 10 kg de hidróxido de magnesio Kisuma 5A (Kyowa Chemical) con un homopolímero de polipropileno (Vestolen P 8400, Hüls) en un aparato de un solo husillo para formar una composición polimérica, de manera tal que la proporción del material de carga sea de 65 % en peso y la proporción del polímero sea de 35 % en peso.

Ejemplo 12 (Comparación)

Se elaboraron 10 kg de hidróxido de magnesio FR 20/108 (Dead Sea Periclase Ltd) con un homopolímero de polipropileno (Vestolen P 8400, Hüls) en un aparato de un solo husillo para formar una composición polimérica, de manera tal que la proporción del material de carga sea de 65 % en peso y la proporción del polímero sea de 35 % en peso.

Ejemplo 13 (Comparación)

Se elaboraron 10 kg de hidróxido de magnesio Duhor N (Duslo) con un homopolímero de polipropileno (Vestolen P 8400, Hüls) en un aparato de un solo husillo para formar una composición polimérica, de manera tal que la proporción del material de carga sea de 65 % en peso y la proporción del polímero sea de 35 % en peso.

Ejemplo 14 (Comparación)

Se elaboraron 10 kg de hidróxido de magnesio Kisuma 5A (Kyowa Chemical) con un homopolímero de EVA (Escorene Ultra UL 00119, Exxon) en presencia de 0,3 % de Irganox 1010 como estabilizador en un aparato de un solo husillo para formar una composición polimérica, de manera tal que la proporción del material de carga sea de 60 % en peso y la proporción del polímero sea de 40 % en peso.

Ejemplo 15 (Comparación)

Se elaboraron 10 kg de hidróxido de magnesio FR 20/108 (Dead Sea Periclase Ltd) con un polímero de EVA (Escorene Ultra UL 00119, Exxon) en presencia de 0,3 % de Irganox 1010 como estabilizador en un aparato de un solo husillo para formar una composición polimérica, de manera tal que la proporción del material de carga sea de 60 % en peso y la proporción del polímero sea de 40 % en peso.

Ejemplo 16 (Comparación)

Se elaboraron 10 kg de hidróxido de magnesio Duhor N (Duslo) con un polímero de EVA (Escorene Ultra UL 00119) en presencia de 0,3 % de Irganox 1010 como estabilizador en un aparato de un solo husillo para formar una composición polimérica, de manera tal que la proporción del material de carga sea de 60 % en peso y la proporción del polímero sea de 40 % en peso.

Las composiciones preparadas en los Ejemplos precedentes se elaboraron en una máquina de moldeo por inyección del tipo BOY 30 T2 para dar probetas moldeadas por inyección y se sometieron a subsiguientes mediciones normalizadas.

	- Índice de fluidez de masa fundida (MFI)	según DIN 53735
	- Resistencia a la tracción	según DIN 53455
55	- Alargamiento hasta la rotura	según DIN 53455
	- Módulo E de tracción	según DIN 53457
	- Índice de oxígeno limitador (LOI)	según ASTM D-2863-77
	- Prueba de tenacidad al impacto	según DIN 53453
60	según Charpy	

ES 2 137 673 T3

Resistencia específica al traspasamiento según DIN 53482
 - Comportamiento frente a la combustión según
 el ensayo UL-94 Norma de los Underwriter Laboratories

5

TABLA

Ejemplo	MFI (230°C/ 5 kg) [g/10 min]	Resisten- cia a la tracción [N/mm ²]	Alarga- miento a la rotura [m/m]	LOI	Módulo E de tracción [N/mm ²]	Charpy (230°C) [KJ/m ²]	UL-94 (clase)	Resistencia específica al traspasamiento [Ohm-cm]
1 (PP)	5	18	1,7		2.800	sin rotura	V-O	10 ¹⁵
2 (PP)	9	18	1,8		2.500	"	"	"
3 (PP)	10	20	2,0	—	2.300	"	"	"
4 (PP)	5	20	1,5	—	2.800	"	"	"
5 (PP)	9	23	1,8	—	3.000	"	"	"
6 (PP)	8	15	2,0	—	2.100	"	"	"
7 (EVA)	3	10	4,8	60	—	—	—	"
8 (EVA)	2,5	11	4,0	75	—	—	—	"
9 (EVA)	3,5	8	3,0	50	—	—	—	"
10 (EVA)	4,0	10	5,0	40	—	—	—	"
11 (PP)	3,5	15	0,1	—	1.700	45	V-1	—
12 (PP)	no medible	17	0,01	—	2.400	8	—	—
13 (PP)	"	17	0,04	—	1.600	30	—	—
14 (EVA)	2,5	8	1,2	45	—	—	—	10 ¹³
15 (EVA)	<< 1	6	0,9	40	—	—	—	10 ¹³
16 (EVA)	2,0	6	12	38	—	—	—	10 ¹¹
Vestolen PS400 (PP)	7	23	>0,5	23	800	sin rotura	n.a.*	10 ¹⁵
Escorene Ultra UL 00119 (EVA)	10	25	>0,4	23	—	—	n.a.*	"

* no alcanzado

ES 2 137 673 T3

REIVINDICACIONES

1. Composición de material de carga modificada superficialmente para olefinas termoplásticas o elastómeros termoplásticos, que consta de un material de carga ignifugante exento de halógenos, que ha sido tratado superficialmente a) con uno o varios de los derivados de ácidos grasos tomados entre la serie de los ácidos grasos polímeros, de los ceto-ácidos grasos o de las (alquil graso)-oxazolinas o -bisoxazolinas y eventualmente con un derivado de siloxano o b) con un ácido graso y un derivado de siloxano.
2. Composición de material de carga según la reivindicación 1, **caracterizada** porque un ácido silícico pirógeno o un ácido silícico de precipitación está contenido en una cantidad de 0,1 a 10 partes por 100 partes de material de carga ignifugante exento de halógenos.
3. Composición de material de carga según la reivindicación 1 ó 2, **caracterizada** porque como material de carga ignifugante exento de halógenos están contenidos uno o varios hidróxidos de aluminio y/o uno o varios hidróxidos de magnesio, eventualmente en mezcla con uno o varios óxidos de aluminio, de magnesio, de titanio o de zirconio o con otros materiales de carga adicionales.
4. Composición de material de carga según una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado** porque los derivados de ácidos grasos están contenidos en una cantidad de 0,01 a 10 partes por 100 partes de material de carga ignifugante exento de halógenos.
5. Composición de material de carga según una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado** porque los derivados de siloxano están contenidos en una cantidad de 0,01 a 20 partes por 100 partes de material de carga ignifugante exento de halógenos.
6. Utilización de una composición de material de carga modificada superficialmente según una de las reivindicaciones 1 a 5 como material de carga ignifugante exento de halógenos en una cantidad de 5 % en peso a 90 % en peso de olefinas termoplásticas o elastómeros termoplásticos.
7. Olefinas termoplásticas o elastómeros termoplásticos que contienen una composición de material de carga modificada superficialmente según una de las reivindicaciones 1 a 5.

NOTA INFORMATIVA: Conforme a la reserva del art. 167.2 del Convenio de Patentes Europeas (CPE) y a la Disposición Transitoria del RD 2424/1986, de 10 de octubre, relativo a la aplicación del Convenio de Patente Europea, las patentes europeas que designen a España y solicitadas antes del 7-10-1992, no producirán ningún efecto en España en la medida en que confieran protección a productos químicos y farmacéuticos como tales.

Esta información no prejuzga que la patente esté o no incluida en la mencionada reserva.

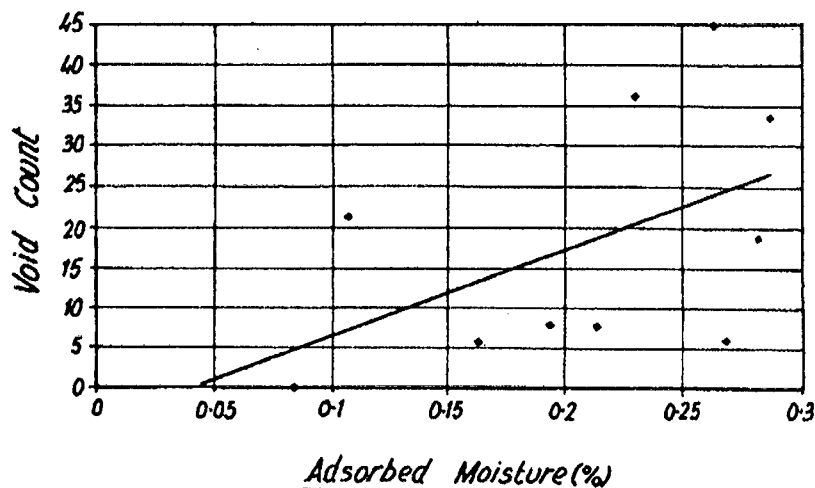
PCT

WORLD INTELLECTUAL PROPERTY ORGANIZATION
International Bureau

INTERNATIONAL APPLICATION PUBLISHED UNDER THE PATENT COOPERATION TREATY (PCT)

(51) International Patent Classification ⁶ : C08K 3/26, 9/04, 13/06, C08J 5/18		A1	(11) International Publication Number: WO 99/61521
			(43) International Publication Date: 2 December 1999 (02.12.99)
(21) International Application Number: PCT/GB99/01420		(81) Designated States: AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, ARIPO patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, UG, ZW), Eurasian patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), European patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).	
(22) International Filing Date: 21 May 1999 (21.05.99)			
(30) Priority Data: 60/086,493 22 May 1998 (22.05.98) US 60/099,239 4 September 1998 (04.09.98) US			
(71) Applicant (for all designated States except US): ECC INTERNATIONAL LTD. [GB/GB]; John Keay House, St. Austell, Cornwall PL25 4DJ (GB).			
(72) Inventors; and		Published	
(75) Inventors/Applicants (for US only): CALHOUN, Allison, Anne [US/US]; 234 Linton Forest Drive N., Sandersville, GA 31082 (US). SHURLING, Dickey, S. [US/US]; 602 Dogwood Drive, Sandersville, GA 31082 (US). SKELHORN, David, A. [GB/US]; 110 Compton Hall Drive, Alpharetta, GA 30005 (US). ANSARI, Deebea, Marjan [GB/GB]; 5 The Crescent, Truro, Cornwall TR1 3ES (GB).		With international search report. Before the expiration of the time limit for amending the claims and to be republished in the event of the receipt of amendments.	
(74) Agent: McCORMACK, Derek, James; ECC International Ltd., Intellectual Property Dept., John Keay House, St. Austell, Cornwall PL25 4DJ (GB).			

(54) Title: PARTICULATE CARBONATES AND THEIR PREPARATION AND USE IN THERMOPLASTIC FILM COMPOSITIONS



(57) Abstract

A method of producing a breathable film which comprises the steps of: (a) producing an inorganic filler by treating particles of an inorganic particulate material comprising an alkaline earth metal carbonate compound by reaction with a hydrophobising surface treatment agent comprising one or more aliphatic carboxylic acids having at least 10 chain carbon atoms to produce a hydrophobic coating on the particles under conditions such that the inorganic filler produced has a total surface moisture level comprising moisture adsorbed on the particles and trapped within the hydrophobic coating thereon of not greater than 0.1 % by weight based on the dry weight of the inorganic particulate material; (b) producing a filled thermoplastic composition by mixing the inorganic filler produced in step (a) with a heated thermoplastic polymer; and shaping the composition produced in step (b) by heat processing to form a film product.

- 1 -

**PARTICULATE CARBONATES AND THEIR PREPARATION AND USE IN
THERMOPLASTIC FILM COMPOSITIONS**

BACKGROUND OF THE INVENTION

5 **1. Field Of The Invention**

 The present invention relates to a particulate
alkaline earth metal carbonate, eg calcium carbonate,
for use with a polymer composition for producing a
polymer based end product, ie a thermoplastic film
10 product, which may have a high mineral film loading.
In particular, the present invention relates to a
carbonate, for use in preparing a film composition, and
breathable films thereof with an unusually low surface
moisture level, and the processing and use of this
15 carbonate.

2. Description Of Related Art

 Alkaline earth metal carbonates, particularly
calcium carbonates are used as a filler in end products
20 comprising compositions incorporating thermoplastic
polymers, such as film products. Such films, porous or
non-porous, are manufactured for a number of consumer
products such as garbage bags, backing materials or
outer covers on diapers, bandages, training pants,
25 sanitary napkins, surgical drapes, and surgical gowns.
The compositions from which these films are made may
include two basic components, the first being a
thermoplastic polymer, usually a predominantly linear
polyolefin polymer such as a linear low density
30 polyethylene and the second being an inorganic
particulate filler such as calcium carbonate. A third
component, namely a bonding or tackifying agent may
often be present. These components are mixed and

- 2 -

compounded together to form a compound or concentrate which is formed (usually in a subsequent process) into a film layer using any one of a variety of film-producing processes known to those of ordinary skill in the film making art including casting, or blowing, or may be laid down on a substrate such as paper or board in a process known as extrusion coating.

After the film is fabricated into its desired form, and if the film is to be a porous breathable film, the film can then be stretched, uniaxially or biaxially, by any of the well-known techniques in the art including by hydraulics, by pinch rolls moving at different rates, or by tentering.

Filler loading levels determine to a great extent how far the precursor film must be stretched to attain a given degree of overall porosity. Below a lower end of the loading range, the pores are less numerous and less interconnected, and therefore, the film is less permeable at a given draw ratio than when a higher filler loading is employed. Above a higher end of the loading range, either the materials will not blend uniformly or the sheet made from the composition will not stretch. The preferred loading in some applications, such as that in manufacturing the microporous film of US Patent Nos 5,008,296 and 5,011,698, is very high, eg 60% to 75% by weight of the composition, with the filler preferably being a calcium carbonate.

US Patent No 4,698,372 discloses a microporous polymeric film having good water vapour transmission rates and hydrostatic resistance to water penetration thereof. The film has a filler loading of 25-35 volume % of inorganic fillers such as calcium carbonate, among

- 40 -

CLAIMS

1. A method of producing a breathable film which comprises the steps of:
 - 5 (a) producing an inorganic filler by treating particles of an inorganic particulate material comprising an alkaline earth metal carbonate compound by reaction with a hydrophobising surface treatment agent comprising one or more aliphatic carboxylic acids
 - 10 having at least 10 chain carbon atoms to produce a hydrophobic coating on the particles under conditions such that the inorganic filler produced has a total surface moisture level comprising moisture adsorbed on the particles and trapped within the hydrophobic
 - 15 coating thereon of not greater than 0.1% by weight based on the dry weight of the inorganic particulate material;
 - (b) producing a filled thermoplastic composition by mixing the inorganic filler produced in step (a)
 - 20 with a heated thermoplastic polymer; and
 - (c) shaping the composition produced in step (b) by heat processing to form a film product.
2. A method according to claim 1 and wherein the inorganic filler produced in step (a) has a moisture
- 25 pick up susceptibility such that its total surface moisture level is less than 0.1% by weight even after exposure to an atmosphere of 80% or more relative humidity for 40 hours at a temperature of 20°C.
3. A method according to claim 1 or claim 2 and
- 30 wherein the inorganic filler produced in step (a) has a moisture pick up susceptibility such that its total surface moisture level is not greater than about 0.085% by weight based on the dry weight of the inorganic

- 41 -

particulate material even after exposure to an atmosphere of 80% or more relative humidity for 40 hours at a temperature of 20°C.

4. A method according to claim 1, claim 2 or claim 3
5 and wherein the moisture content of the inorganic particulate material is not greater than 0.1% by weight immediately prior to reaction with the surface treatment agent in step (a).
5. A method according to claim 1, claim 2, claim 3 or
10 claim 4 and wherein the hydrophobising surface treatment agent comprises one or more fatty acids selected from stearic acid, palmitic acid, behenic acid, montanic acid, capric acid, lauric acid, myristic acid, isostearic acid and cerotic acid.
- 15 6. A method according to claim 5 and wherein the surface treatment agent comprises stearic acid and the amount thereof is employed in step (a) is in the range of from 0.5% to 1.5% by dry weight based on the dry weight of the inorganic particulate material.
- 20 7. A method according to claim 6 and wherein the amount of the surface treatment agent employed in step (a) is in the range of from 0.8% to 1.3% by dry weight based on the dry weight of the inorganic particulate material.
- 25 8. A method as claimed in any one of the preceding claims and which includes prior to step (a) treating the inorganic particulate material by the steps of (i) grinding the material by a grinding process; and optionally (ii) drying the material.
- 30 9. A method as claimed in claim 8 and wherein the grinding step (i) comprises wet grinding in an aqueous suspension.

- 42 -

10. A method as claimed in claim 8 and wherein the grinding step (i) comprises dry grinding.
11. A method as claimed in any one of the preceding claims and in which the treating of the inorganic
- 5 particulate material with the surface treatment agent in step (a) is carried out by heating in an indirectly heated vessel having an atmosphere comprising the surface treatment agent.
12. A method according to any one of the preceding
- 10 claims and wherein at least 95% by weight of the inorganic particulate material is calcium carbonate.
13. A method according to any one of the preceding claims and wherein the mean particle size of the inorganic particulate material is in the range from
- 15 0.5 μ m to 10 μ m.
14. A method according to any one of the preceding claims and wherein the specific surface area of the inorganic filler is from 3g.m⁻² to 6g.m⁻² as measured by the BET nitrogen method.
- 20 15. A method according to any one of the preceding claims and wherein the top coat of the particles of the inorganic filler is not greater than 10 μ m.
16. A method according to any one of the preceding claims and wherein the thermoplastic polymer comprises
- 25 a polyolefin.
17. A method according to claim 16 and wherein the polyolefin comprises a low density polyethylene or a linear low density polyethylene.
18. A method according to any one of the preceding
- 30 claims and wherein in step (c) the composition is extruded and, following extrusion, the film product is stretched in one or two directions.

- 43 -

19. A method according to any one of the preceding claims and wherein in step (b) the amount of the filler contained in the filled thermoplastic composition is at least 40 per cent by weight.
- 5 20. A particulate inorganic material for use in the manufacture of breathable thermoplastic films which comprises the inorganic filler produced by the method according to any one of claims 1 to 15.