



Industria y Comercio

SUPERINTEND

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 01-010223-B-00000-0000

Fecha: 2009-03-25 12:28:54

Dep. 2020 DIR.NUEVASCR

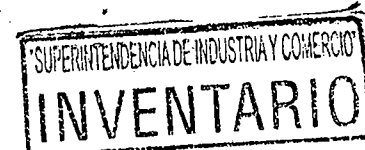
Tra. 2 PATENTES

Eve. 1 REGDEPOSITO

Act. 411 PRESENTACION

Folios: 1

Delegatura de propiedad Industrial
División de Nuevas Creaciones



SOLICITUD

PATENTE DE INVENCION

01-10223 B

21. EXPEDIENTE No.

54. TITULO PROCEDIMIENTOS PARA LA DETERMINACION
DE PROPIEDADES MECANICAS Y DUREZA DE
LAS MOZCLAS MAESTRAS.

51. CLASIFICACIÓN INTERNACIONAL

71. SOLICITANTE OMYA DEVELOPMENT AG

DOMICILIO

74. APODERADO ALICIA LLOBEDA RICAURTE.

22. BOGOTÁ, D. C.,

42

PETITORIO



01 10223

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 01-010223-B-00000-0000

Fecha: 2009-03-25 12:28:54 Dep: 2020 DIR.NUEVASCR
Tra: 2 PATENTES Eve: 1 REGDEPOSITO
Act: 411 PRESENTACION Folios: 1

FORMULARIO ÚNICO DE SOLICITUD DE PATENTE. 2000-3

01-10223-B

1 SOLICITUD DE ☒ Patente de Invención ☐ Patente de Modelo de Utilidad			
2 SOLICITANTE (71)	Nombre: OMYA SAS Sociedad organizada y existente bajo las leyes de Francia Dirección: 35 rue Ampere 69730 Genay Francia Teléfono: 3 264270 Fax: 2 126426 E-mail: jlcc@lloredacamacho.com Domicilio: Francia	IDENTIFICACION C.C. ☐ NIT ☐ C.E. ☐ Otro ☐ Número	
3 REPRESENTANTE O APODERADO (74)	Nombre: JOSE ANTONIO LLOREDA Dirección: CALLE 72 No.5-83 PISO 5 Teléfono: 3 264270 Fax: 2 126426 E-mail: jlcc@lloredacamacho.com	IDENTIFICACION C.C. ☒ NIT ☐ C.E. ☐ Otro ☐ Número 17.159.681 TP 10.784	
4 INVENTOR(ES) (72)	Nombre: Blanchard Pierre y Husson Maurice Dirección: 63 Chemin de Budron 01600 Reyrieux y 4 rue Jean Moulin 51000 Chalons en Champagne Francia Teléfono: 6 240270 Fax: 2 126426 E-mail: jlcc@lloredacamacho.com Domicilio	IDENTIFICACION C.C. ☐ NIT ☐ C.E. ☐ Otro ☐ Número	
5 TÍTULO (54) UTILIZACION DE POLIPROPILENOS ISOTACTICOS DE ELEVADA FLUIDEZ PARA LA PREPARACION DE CONCENTRADOS DE CARGAS UTILIZABLES EN LOS TERMOPLASTICOS DE TIPO OLEFINICO CONCENTRADOS DE CARGAS Y TERMOPLASTICOS OBTENIDOS DE ESTE MODO (Título 1402)			
6 Clasificación Internacional (51) C08 J 3/22			
7 Prioridad SI ☒ NO ☐ D. 486		(33) País de Origen FR	(32) Fecha 14-02-00
		(31) Número de Solicitud 0001788	
8 Para publicar a partir de la fecha de la presente solicitud a los: 6 meses ☐ 12 meses ☐ 18 meses ☐ Otro ☐			
9 Comprobante de pago No. 5.819 y 5.825 Fecha 12-02-01			

Instrucciones para el diligenciamiento del presente formulario, ver reverso de esta página.

DIVISIONAL

OMYA DEVELOPMENT AG

EXPEDIENTE No. 01-010.223B

**FORMULARIO ÚNICO DE CONVERSION, DIVISION Y FUSION DE
SOLICITUDES
2000-14**

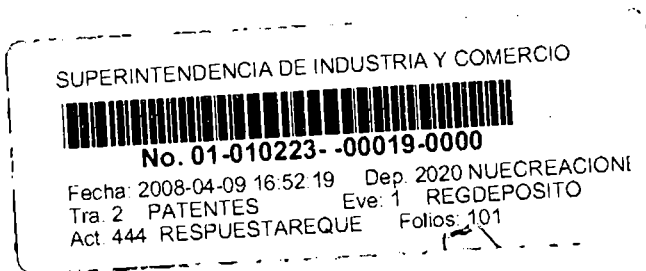
1 SOLICITUD DE RENUNCIA:		
☐ Conversión ☒ División ☐ Fusión		
☒ Patente de Invención ☐ Patente de Modelo de Utilidad ☐ Registro de diseño Industrial ☐ Esquemas de trazado para Circuitos Integrados		
2 SOLICITANTE	Nombre: OMYA DEVELOPMENT AG, sociedad organizada y existente de conformidad con las leyes de Suiza. Dirección: Baslerstrasse 42 CH-4665, Oftringen, Suiza. Teléfono: 326-42-70 Fax: 606-97-01 E-mail: jllcc@lloredacamacho.com Domicilio: Oftringen, Suiza	IDENTIFICACION C.C. ☐ NIT ☐ C.E. ☐ Otro ☐ Número _____
3 REPRESENTANTE O APODERADO	Nombre: ALICIA LLORED A RICAURTE Dirección: Calle 72 No. 5-83 Piso 5º., Bogotá-Colombia Teléfono: 326-4270 Fax: 606-97-01 E-mail: jllcc@lloredacamacho.com	IDENTIFICACION C.C. ☒ NIT ☐ C.E. ☐ Otro ☐ Número <u>39.690.713</u> TP <u>53.215</u>
4 CONVERSION	5 DIVISION	6 FUSION
Expediente No. _____ De: _____ A: _____	Expediente No. <u>01-010.223B</u> No. de divisionales: <u>Una(1)</u>	Expediente No. _____ Expediente No. _____
7 Comprobante de pago No. <u>08-24.910</u> Fecha: <u>Marzo 27 de 2008</u>		
8 Anexos: ☒ Comprobante de pago de la tasa. ☐ Poderes, si fuere el caso ☐ Certificado de existencia y representación legal de las partes, cuando sean personas jurídicas. ☐ Copia de la solicitud divisional.		
9 NOMBRE: <u>ALICIA LLORED A RICAURTE</u> FIRMA:  C.C. <u>39.690.713</u> T.P. <u>53.215</u>		

4

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 08 - 24.910
FECHA : MARZO 27 DE 2008



***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
LLG Y CIA S. A	CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	2756058	27/03/2008	9,605,000.00

***** CONCEPTO *****

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-01	SOLICITUDES	
1		TRAMITES DE SOL. DE PATENTE DE IN	501,000.00
		TOTAL :	\$ 501,000.00

SON: QUINIENTOS UN MIL PESOS

RESPONSABLE : _____

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

1948

1948

1948

1948

1948

6


Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
DIVISION DE NUEVAS CREACIONES
LIBRO DE REGISTRO DE OBJETOS ARCHIVO PROPIETARIOS
SUPERINTENDENCIA
PATENTE DE INVENCION ☒ PCT ☐ MODELO DE UTILIDAD ☐ DISEÑO INDUSTRIAL ☐
(21) N° de solicitud: 01-010.223B

(22) Fecha de solicitud: 12-02-01

/51) Clasificación Internacional: C08

(71) Solicitante(s) OMYA DEVELOPMENT AG

(72) Inventor(es): BLANCHARD, Pierre y HUSSON, Maurice.

(74) Apoderado: ALICIA LLOREDA RICAURTE

(30) Prioridad	(31) No. Prioridad	(32) Fecha	(33) País
	0001788	14-02-01	FR

(85) Fecha límite inicio fase nacional:
(87) Publicación internacional
(86) Datos relativos a la presentación de la solicitud PCT
Fecha:
Fecha de presentación de la solicitud:
N° publicación:
No. de solicitud PCT
(54) Titulo: PROCEDIMIENTOS PARA LA DETERMINACION DE PROPIEDADES MECANICAS Y DUREZA DE MEZCLAS MAESTRAS

5

**TARJETA ARCHIVO TEMATICO**

PATENTE DE INVENCION	X	PCT	MODELO DE UTILIDAD	DISEÑO INDUSTRIAL
----------------------	---	-----	--------------------	-------------------

21) N° de solicitud: 01-010.223B (22) Fecha de solicitud: 12-02-01

51) Clasificación Internacional: C08

71) Solicitante(s): OMYA DEVELOPMENT AG

72) Inventor(es): BLANCHARD, Pierre y HUSSON, Maurice.

74) Apoderado: ALICIA LLORED A RICAURTE

30) Prioridad	(31) No. Prioridad	(32) Fecha	(33) País
	0001788	14-02-01	FR

85) Fecha limite inicio fase nacional:

86) Datos relativos a la presentación de la solíc. PCT

Fecha de presentación de la solicitud:

No. de solicitud **PCT**

(87) Publicación internacional:

Fecha:

No. Publicación:

54) Titulo: PROCEDIMIENTOS PARA LA DETERMINACION DE PROPIEDADES MECANICAS Y DUREZA DE MEZCLAS MAESTRAS

57) Resumen:

Reivindicación número 1.-

Procedimiento para la determinación de las propiedades mecánicas de una mezcla-maestra o concentrado de carga (s) mineral (es), que contiene una cantidad de carga mineral superior a un 80 % en peso, preferentemente de un 80,5 % a un 95,0 % y muy preferentemente de un 82,0 % a un 93,0 %, que posee un índice de fluidez o MFI superior o igual a 5 g/10 min. (190°C – 5 kg – 2,09 mm) medido según la norma NF T 51-620, de preferencia superior o igual a 8 g/10 min. (190°C-5 kg- 2,09 mm), que contiene por lo menos un polímero de tipo polipropileno isotáctico de muy elevada fluidez que presenta un porcentaje de cristalinidad (denominado igualmente índice de isotacticidad) superior a un 20 %, preferentemente comprendido entre un 30 % y un 90 %, muy preferentemente comprendido entre un 50 % y un 85 %, medido por el método DSC, y en donde la o las carga (s) minerales tratadas o no se han elegido entre los carbonatos tales como carbonatos de calcio natural que incluyen diferentes tizas, calcitas, mármoles o entre los carbonatos sintéticos, tales como los carbonatos de calcio precipitado a diferentes fases de cristalización o aún son elegidos entre las sales mixtas de magnesio y de calcio, tales como las dolomías o asimismo entre el carbonato de magnesio, el carbonato de cinc, la cal, la magnesita, el sulfato de bario, tal como principalmente la barita, el sulfato de calcio, la sílice, los silicomagnesios, tales como el talco, la wollastonita, las arcillas y demás silicoaluminosos tales como los caolines, el mica, los óxidos o hidróxidos de metales o de alcalinotérreos tales como el hidróxido de magnesio, los óxidos de hierro, el óxido de cinc, la fibra o el polvo de vidrio, la fibra o el polvo de cerámica, los pigmentos minerales u orgánicos o las mezclas de esos compuestos, tales como las mezclas de talco y de carbonatos, así como las mezclas de óxido de titanio y de carbonatos, mezclas efectuadas antes o después del triturado de los minerales, específicamente para la determinación del módulo de elasticidad en flexión cuatro puntos según la norma DIN 53457 y el choque Charpy a 23°C según la norma DIN 53453, caracterizado en que las probetas realizadas mediante inyección se someten a aquellas pruebas de propiedades mecánicas, mediante la realización de probetas normalizadas (ISO 1873-2: 1989) mediante una prensa piloteada mediante un microprocesador con una fuerza de cierre de 900 kN, un diámetro de tornillo de 32 mm y una relación longitud/diámetro de 18,8, en donde los principales parámetros de regulación de la prensa son los siguientes:

(i) la temperatura de la matena está comprendida entre 200°C y 240°C según el polímero o copolímero de dispersión utilizado,

(ii) la temperatura del molde es de 40°C .

(iii) la temperatura del tubo evoluciona entre 180°C y 240°C según el polímero o copolímero de dispersión utilizado,

(iv) la velocidad de inyección máxima es de 200 m/s.

(v) la presión de inyección es de 100 bares (10×10^6 Pa).

(vi) la duración del ciclo es del orden de 62 segundos, comprendiendo un tiempo de refrigeración de 30 segundos, un tiempo de

inyección de 2 seconds, un tiempo de mantenimiento de 25 segundos y por último un tiempo entre dos ciclos de 5 segundos;

y alimentando la prensa sucesivamente polímeros o copolímeros solos, sirviendo como testigo y mediante mezclas de los mismos polímeros o copolímeros en los que se han introducido las mezclas maestras según cualquiera de las reivindicaciones 6 a 8, en la forma de granulados a un caudal de 155 kg/h, mediante la añadidura de los diferentes constituyentes en un mezclador continuo de doble tornillo terminado por una extrusora monotornillo a la salida de la cual está adaptado un granulador.

P

**PROCEDIMIENTOS PARA LA DETERMINACIÓN DE PROPIEDADES
MECÁNICAS Y DUREZA DE MEZCLAS MAESTRAS**

RESUMEN - OBJETO Y FINALIDAD DE LA INVENCION

C

La presente invención se refiere a procedimientos para la determinación de las propiedades mecánicas y la dureza de diversas mezclas maestras según la invención y realizadas en el ámbito industrial.

PROCEDIMIENTOS PARA LA DETERMINACION DE PROPIEDADES MECANICAS Y DUREZA DE MEZCLAS MAESTRAS

La invención concierne la utilización de polipropilenos isotácticos de muy elevada fluidez para la preparación de concentrados de cargas utilizables en los termoplásticos de tipo olefínico, tales como el polipropileno, el polietileno y por regla general: los polímeros utilizados solos o en mezcla, a base de monómeros etilénicos conteniendo entre 2 y 6 átomos de carbono polimerizados solos o en mezcla.

Estos polipropilenos isotácticos de gran fluidez son utilizados en la invención en calidad de vector favoreciendo la dispersión o nueva dispersión de materias minerales utilizadas como cargas en las poliolefinas.

La invención concierne igualmente los concentrados de cargas preparados a partir de polipropilenos isotácticos de muy elevada fluidez.

La invención trata por último de las materias termoplásticas cargadas obtenidas con añadidura de polipropilenos seleccionados según la invención, y los productos industriales fabricados a partir, o conteniendo, tales materias termoplásticas.

Es corriente utilizar copolímeros fluidos para la preparación de mezclas maestras cargadas, de alta concentración en carga (s), es decir hasta porcentajes del orden de un 90 % de carbonato de calcio o/y de talco. Esos copolímeros son generalmente copolímeros del etileno, del propileno y a veces del butileno. Son comercializados bajo el nombre de VESTOPLASTTM por la Sociedad Degussa-Hüls, o REXTACTM por la Sociedad Huntsman. Algunos de ellos utilizan incluso polipropilenos atácticos subproductos procedentes de la producción del polipropileno isotáctico, tales como principalmente el polipropileno ALPHAMIN STH-L de la Sociedad Alphamin.

Ya se conoce igualmente el producto descrito en la patente WO 95/17441, que consiste en un polipropileno amorfo.

Esos polímeros susodichos en el del arte anterior son productos de especialidad, es decir fabricados en pequeñas cantidades por procedimientos específicos y por consiguiente costosos, y de los que por otra parte la falta de dureza y las propiedades de encoladura (apreciadas en la industria de las colas fusibles o "hot-melts") son nefastas para la susodicha puesta en aplicación.

Además, estos deterioran las propiedades mecánicas finales en los objetos moldeados, o extrusionados, productos a partir de mezclas maestras que los contienen.

Por último, estos representan puntos de reblandecimiento (aproximadamente entre 130-150°C) alejados de la temperatura a la que se utilizan

(polipropileno 230°C, polietileno 190°C). Esas diferencias de temperatura provocan fenómenos indeseables, tales como por ejemplo el "plate-out" o depósito en la boquilla bien conocido por el especialista en la materia en extrusión de perfilados o películas.

El problema técnico que se plantea es doble; se trataba de seleccionar polímeros que pudiesen transportar a concentraciones muy elevadas cargas en las mezclas maestras, las cuales se esparcirían de nuevo en las diferentes matrices poliméricas utilizadas en la industria del plástico sin deteriorar las propiedades mecánicas de los productos industriales obtenidos al final tras la nueva disolución, incluso aumentándolos.

Cuando el arte anterior propone mezclas maestras preparadas con copolímeros del etileno, del propileno e incluso a veces del butileno, o aún de polipropilenos atácticos (amorfos), la invención propone la utilización de polipropilenos isotácticos, es decir cristalinos, de muy elevada fluidez, para la preparación de concentrados de cargas utilizables en los termoplásticos de tipo olefinico.

Hoy ya se sabe utilizar polímeros de porcentaje de cristalinidad superior hasta un 50 % aproximadamente, de tipo polipropileno u otro, para un contenido en cargas de la mezcla maestra que puede alcanzar un 80 %, pero la fluidez de dichos productos es muy limitada, con un índice de fluidez denominado igualmente MFI (Melt Flow Index), inferior a 200 g/10 min (190°C - 10 kg - 1,05 mm) aproximadamente según la norma NF T 51-620 modificada.

Según la norma NF T 51-620, el índice de fluidez, denominado asimismo MFI en el resto de la solicitud de patente, es la cantidad de polímero y/o copolímero, expresada en gramos por 10 minutos, que transcurre a una temperatura elegida en el intervalo limitado por temperaturas de reblandecimiento y de transformación bajo una carga dada normalizada (2,16 kg., 5 kg., 10 kg., y 21,6 kg.) a través de una boquilla de diámetro determinado (de 2,09 mm a 2,10 mm) durante un tiempo medido.

En la presente solicitud de patente, la norma NF T 51-620 modificada pone en aplicación, para un polipropileno, una boquilla de diámetro igual a 1,05 mm y una temperatura de 190°C.

Las máquinas existentes están adaptadas por otra parte a ese tipo de productos.

Ya se conoce igualmente el producto, descrito en la patente EP 0 203 017, el cual ha aportado una mejora considerable. La mejora proviene de una fluidez evidentemente más elevada, la cual es superior a un MFI de 200 g/10 min. (190°C - 10 kg - 1,05 mm), la concentración en cargas está centrada en un 80-90 % aproximadamente en la mezcla maestra, y el porcentaje de cristalinidad está

disminuido deliberadamente de un 10 % aproximadamente, es decir un producto amorfo.

Ya se conoce asimismo el producto descrito en la patente WO 95/17441, mencionado anteriormente, que presenta los inconvenientes de transportar objetos plásticos a los que les falta rigidez, debido a los problemas que produce la resina empleada, la cual es pegajosa y difícilmente manipulable.

El estado reciente de la técnica (EP 0 203 017, WO 95/17441) sugiere de este modo al especialista en la materia que, para mejorar de manera notable la fluidez, lo que es un imperativo para los productos modernos, conservando al mismo tiempo la característica, igualmente esencial, de gran concentración en carga (s) en la mezcla maestra, es conveniente reducir considerablemente la cristalinidad.

Por esta razón se ha propuesto (US 4, 455, 344) preparar granulados que contengan:

- a) de 60 a 80 partes en peso de una carga mineral de dimensión media comprendida entre 0,05 y 100 μm ,
- b) de 5 a 35 partes en peso de una poliolefina cristalina de dimensión media comprendida entre 150 y 1000 μm ,
- c) y de 5 a 35 partes en peso de un agente ligante poseyendo un punto de fusión inferior a 10°C por lo menos al de la poliolefina cristalina.

Para conseguir tales granulados, el procedimiento propuesto en este arte anterior consiste en recubrir la poliolefina cristalina y/o las partículas de la carga mineral mediante el agente ligante, el cual constituye una envoltura que asegura la adherencia de las partículas entre sí. Tal procedimiento no lleva a la producción de una mezcla pastosa coherente, es decir con la misma composición en la totalidad de la mezcla a la temperatura de realización, sino a la obtención de aglomerados incoherentes, es decir con una composición generalmente diferente de uno a otro y con dimensiones irregulares ocasionando ulteriormente una mala nueva dispersión.

Sin duda ésta es la razón por la cual en el arte anterior, se comercializan productos amorfos. Estos productos completamente amorfos se obtienen más fácilmente recurriendo a co- o terpolímeros, los cuales plantean entonces, como algunos productos anteriores de muy baja cristalinidad, problemas de compatibilidad con las poliolefinas. Esas resinas son más fluidas al estado fundido y sus granulados o aglomerados se pegan en el estado de presentación en frío y perturban así pues considerablemente su manipulación y dosificación.

Como ya veremos en la descripción que damos a continuación, la invención ha logrado por el contrario seleccionar polímeros de tipo polipropileno isotáctico, de fluidez elevada y superior o igual a un MFI de 200 g/10 min., medido según la norma modificada NF T 51-620 (190°C - 10 kg - 1,05 mm), de

preferencia superior a 500 g/ 10 min., medido según la norma modificada NF T 51-620 (190°C – 10 kg – 1,05 mm), con un porcentaje de cristalinidad superior a un 20 % aproximadamente, preferentemente comprendido entre un 30 % y un 90 % y preferentemente entre un 50 % y un 85 %, y obteniendo una mezcla-maestra con características a la vez notables y sorprendentes, es decir:

- que contenga una cantidad de cargas igual o superior a un 80 %,
- que posea una fluidez elevada, es decir de MFI superior o igual a 5 g/10 min. (190°C – 5 kg – 2,09 mm) medido según la norma NF T 51- 620, de preferencia superior o igual a 8 g/10 min. (190°C – 5 kg – 2,09 mm), y
- que posea por lo menos un polímero de tipo polipropileno isotáctico presentando un porcentaje de cristalinidad (denominado igualmente índice de isotacticidad) superior a un 20 % aproximadamente preferentemente comprendido entre un 30 % y un 90 %, y muy preferentemente comprendido entre un 50 % y un 85 %, lo que representa de este modo lo contrario del arte anterior.

Este índice de isotacticidad, para una temperatura superior a 140° C, una energía de fusión comprendida entre 40 J/g y 138 J/g, tal como la describe Kenji Kamide y Keiko Yamaguchi en “Die Makromolekulare Chemie” (1972) Tomo 162, página 222.

De hecho, este porcentaje de cristalinidad o índice de isotacticidad está determinado, en toda la presente solicitud de patente, por la puesta en aplicación de un método calorimétrico diferencial de dicho método DSC (Differential Scanning Calorimetry) mediante un aparato DSC 20 de la sociedad Mettler-Toledo que permite medir la energía de fusión de cada polímero y determinar el índice mediante comparación con el valor de 138 J/g que corresponde a un índice de un 100 %. Este método de determinación del porcentaje de cristalinidad o índice de isotacticidad será llamado método DSC en el resto de la presente solicitud de patente.

Por otra parte, esas mezclas-maestras permiten controlar la dureza de los granos, propiedad hasta ahora difícil de obtener.

Otras características y ventajas se comprenderán mejor cuando se lea la siguiente descripción.

Cabe mencionar que en el conjunto de la presente solicitud de patente, “polipropileno isotáctico” designará los polipropilenos isotácticos que poseen un pequeño porcentaje, inevitable y conocido por el especialista en la materia, de polímero o parte de polímero atáctico.

Esos polipropilenos isotácticos de elevada fluidez están por otra parte preparados por métodos clásicos de polimerización (EP 0 523 717 o EP 0 600 461).

El especialista en la materia comprenderá que esos polímeros sometidos a un deterioro en el que interviene una reacción radicalaria deben tenerse en cuenta como equivalentes técnicos.

Se caracterizan por su fluidez o MFI medido según la norma modificada NF T 51-620, la cual es superior o igual a 200 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm) y por su porcentaje de cristalinidad superior a un 30 % aproximadamente, medido por el método DSC.

Una de las características de la invención consiste asimismo en utilizar esos polipropilenos isotácticos obtenidos mediante polimerización directa. Esto representa una ventaja importante incluso decisiva, pues esta técnica permite evitar los productos de reciclado o los subproductos de polimerización que son frecuentemente la causa del deterioro de las propiedades mecánicas finales y de fluctuaciones de calidad difícilmente industrializables.

Otra ventaja decisiva de la invención radica en que permite al especialista en la materia concebir, con un elevado grado de libertad, exactamente el producto que le hace falta para la puesta en aplicación específica considerada y/o para tomar en cuenta los equipos industriales ya existentes. Esta facultad es posible, como lo veremos a continuación, gracias a la posibilidad de conservar las ventajas de la invención ajustando al mismo tiempo el grado de cristalinidad y la dureza.

La presente invención concierne así pues un procedimiento para la preparación de mezclas maestras o concentrados de cargas minerales fuertemente cargadas en materias minerales, utilizables para cargar materias termoplásticas mediante dichas cargas minerales, utilizando polímeros o mezclas de polímeros como ligante, caracterizado en que dichos polímeros o mezclas de polímeros:

- comprenden por lo menos un polipropileno isotáctico de muy elevada fluidez y,
- tienen un porcentaje de cristalinidad comúnmente denominado índice de isotacticidad, el cual es superior a un 20 % aproximadamente, preferentemente comprendido entre un 30 % y un 90 %, muy preferentemente comprendido entre un 50 % y 85 %, medido por el método DSC, tal como se ha descrito precedentemente.

Además, deseamos mencionar, para la buena comprensión de los términos utilizados, las definiciones relativas a la isotacticidad, a los polímeros atácticos y sindiotácticos.

De este modo, la isotacticidad caracterizada, en un polímero olefínico, la presencia de sustitutivos en un solo lado del esqueleto carbonado de la molécula, cuando al contrario, un polímero atáctico ve a sus sustitutivos repartidos de manera aleatoria por ambos lados.

Un polímero sindiotáctico presenta en cuanto a él secuencias alternas de sustitutivos, por ambos lados. Esas nociones son completamente familiares para el especialista en la materia, pero podremos consultar no obstante la obra de Química Orgánica de Allinger-Cava-Johnson- De Jongh-Lebel-Stevens (McGraw-Hill) 25.4, Estereoquímica de los polímeros sintéticos, figura 25.1.

Podrá consultarse asimismo en lo referente a las generalidades en este ámbito, principalmente en lo relativo a los Tg (temperatura de transición vítrea) y los Tm (punto de fusión) en el artículo del Laboratorio de los Altos Polímeros, Univ. Cath. de Louvain, Francia, abril 1990 y a las Técnicas del Ingeniero, Monografías, polipropilenos, A 3 320.

Según un modo de realización preferida, la invención se caracteriza en que el porcentaje de cristalinidad del polímero o de dichas mezclas de polímero está comprendido entre un 50 y 85 %, medido por el método DSC tal como se ha descrito anteriormente.

Según un modo de realización preferido, dicho ligante polímero o mezcla de polímeros que presenta un MFI superior o igual a 200 g/10 min., medido según la norma modificada NF T 51-620 (190°C – 10 kg – 1,05 mm), presenta un índice de fluidez superior a 500 g/10 min. medido según la norma modificada NF T 51-620 (190°C – 10 kg – 1,05 mm).

Según otro modo de realización particular, la invención se caracteriza en que dicho polímero es un polipropileno isotáctico.

Según otro modo de realización particular, la invención se caracteriza en que se utiliza una mezcla de por lo menos un polipropileno isotáctico y de al menos otro polímero olefínico cristalino o amorfo.

Según igualmente otro de realización particular, la invención se caracteriza en que se utiliza una mezcla de por lo menos un polipropileno isotáctico y al menos un polietileno.

Según otro modo de realización particular, la invención se caracteriza en que se utiliza una mezcla de un polipropileno isotáctico y de un polímero olefínico cristalino como un polietileno.

Según otro modo de realización particular, la invención se caracteriza en que se utiliza una mezcla de al menos un polipropileno isotáctico y de por lo menos un polímero o co- o terpolímero olefínico amorfo o sensiblemente amorfo. Cabe mencionar que “co-polímero” designa asimismo los polímeros obtenidos a partir de dos, tres, cuatro, monómeros o más, cuyos terpolímeros solamente son un caso particular. Mediante “sensiblemente amorfo” se designan a los polímeros o copolímeros cuyo grado de cristalinidad es muy bajo, del orden de menos de 10 o de menos de un 5 %.

Según todavía otro de realización particular, la invención se caracteriza en que se utiliza por lo menos una mezcla de un polipropileno isotáctico y al menos un polímero o copolímero olefínico atáctico o sensiblemente atáctico.

Según un modo de puesta en aplicación particular y no limitativa, la parte orgánica del concentrado de cargas, es decir la mezcla de polímeros formando el ligante y eventualmente los aditivos usuales están compuestos:

- de un 30 % a un 100 % de polipropileno isotáctico de muy elevada fluidez cuyo MFI medido según la norma modificada NFT NF T 51-620 es superior o igual a 200 g/10 min. temperatura (190°C – carga 10 kg – boquilla 1,05 mm);
- de un 0 a un 70 % de polioléfinos amorfos y/o cristalinos estándares tales como el polipropileno, el polietileno y por regla general los polímeros y copolímeros a base de monómeros etilénicos conteniendo de 2 a 6 átomos de carbono solos o en mezcla;
- de un 0 a 5 % de aditivos tales como los estabilizantes térmicos, antioxidantes, anti UV, dispersantes, lubricantes, colorantes, plastificantes, antiestáticos, retardadores, agentes de nucleación bien conocidos por el especialista en la materia, agentes pasivando los metales como por ejemplo los agentes cupropasivos y otros.

Según un modo de realización preferido, se utilizarán polipropilenos isotácticos preparados mediante polimerización directa.

La invención concierne igualmente las mezclas-maestras obtenidas mediante dicho procedimiento.

Las mezclas-maestras según la invención se caracterizan en que contienen una cantidad de cargas minerales superior a un 80 % en peso, preferentemente de un 80,5 a un 95,0 % y muy preferentemente de un 82,0 % a un 93,0 %, en que poseen una fluidez o MFI superior o igual a 5g/10 min. (190°C – 5 kg – 2,09 mm) medido según la norma modificada NF T 51-620 de preferencia superior o igual a 8 g/10 min (190°C – 5 kg – 2,09 mm), y en que contienen al menos un polímero de tipo polipropileno isotáctico presentando un porcentaje de cristalinidad (denominada igualmente índice de isotacticidad) superior a un 20 % aproximadamente, preferentemente comprendido entre un 30 % y un 90 %, muy preferentemente comprendido entre un 50 % y un 85 %, medido por el método DSC tal como se ha descrito precedentemente.

Según otro modo de realización particular, la invención se caracteriza en que la o las carga (s) minerales son elegidas entre los carbonatos tales como los carbonatos de calcio naturales, entre los cuales principalmente las tizas, calcitas, mármoles o aún entre los carbonatos sintéticos tales como los carbonatos de calcio precipitados a diferentes niveles de cristalización o aún son elegidos entre las sales

mixtas de magnesio y de calcio, tales como las dolomías o entre el carbonato de magnesio, el carbonato de cinc, la cal, la magnesia, el sulfato de bario, como por ejemplo la barita, el sulfato de calcio, el sílice, los silico-magnesio tales como el talco, la wollastonita, las arcillas y demás silico-aluminosos tales como los caolines, mica, óxidos o hidróxidos de metales o de alcalinotérreos, tales como el hidróxido de magnesio, los óxidos de hierro, el óxido de cinc, la fibra o el polvo de vidrio, la fibra o el polvo de madera, los pigmentos minerales u orgánicos o las mezclas de esos compuestos, principalmente las mezclas de talco y de carbonatos o aún las mezclas de óxido de titanio y de carbonatos, mezclas efectuadas antes o después del triturado de los minerales.

Esas cargas pueden eventualmente ser tratadas antes de su puesta en aplicación por uno o varios agentes entre los cuales principalmente el ácido cetílico, el ácido esteárico, el ácido behénico, las mezclas de dichos ácidos con sus sales de calcio o de cinc, los fosfatos, los fosfonatos, los sulfatos y los sulfonatos orgánicos.

De manera todavía más particular, esas cargas son elegidas entre los carbonatos previamente tratados o no, tales como los carbonatos de calcio natural cuyas diferentes tizas, calcitas, mármoles o entre los carbonatos sintéticos, tales como los carbonatos de calcio precipitado, o aún entre el talco, el hidróxido de magnesio, la barita, el dióxido de titanio, la wollastonita o las dolomías y sus mezclas.

Son descritos ejemplos de cargas de manera detallada, por ejemplo, la patente EP 0 203 017 o aún ejemplos de forma y tamaño de partículas son especificados por ejemplo en la solicitud de patente WO 95/17441, los cuales son de todos modos muy bien conocidos por el especialista en la materia.

La invención concierne igualmente un procedimiento para preparar concentrados de cargas según la invención, caracterizado en que se efectúa una mezcla, en una o varias veces, de la masa de carga (s) y del polímero o de la mezcla de polímeros según la invención, y en que el concentrado puede contener más de un 80 % en peso de carga (s), en particular de un 80 % a un 95 % y muy preferentemente de un 82 % a un 93 %.

La invención implica asimismo un procedimiento para preparar materias termoplásticas cargadas mediante carga (s) mineral (es) caracterizado en que se procede a la mezcla de dicha o dichas materias termoplásticas con una mezcla-maestra llamada igualmente concentrado de carga (s) preparado según la invención.

Esas materias termoplásticas puestas en aplicación con la mezcla-maestra según la invención son elegidas entre los polietilenos de baja densidad, lineales o ramificados, o los polietilenos de alta densidad, los polipropilenos homo o copolímeros, los poliisobutilenos y los copolímeros obtenidos durante la

polimerización de dos al menos de los comonómeros etileno, propileno, isobutileno, las poliolefinas modificadas mediante injerto tales como las polioléfinas injertadas anhídrido maléico o mediante copolimerización como por ejemplo las poliolefinas halógenas, los polipropilenos modificados EPDM (etileno, propileno, dieno, monómero), los polipropilenos modificados SEBS (estireno, etileno, butileno, estireno) o aún de dos al menos de los polímeros y copolímeros citados anteriormente, en mezcla, o aún los cauchos o elastómeros naturales o sintéticos y termoplásticos, entre estos últimos principalmente los cauchos SBR (caucho estireno-butadieno) o EPDM o SEBS termoplásticos.

Según este procedimiento se podrán incorporar aditivos usuales bien conocidos por el especialista en la materia, adaptados a las puestas en aplicación finales.

La invención concierne por último las utilizaciones de esas mezclas-maestras, eventualmente en forma de agregados o de granulados, para fabricar artículos industriales, principalmente artículos industriales moldeados así como los objetos moldeados obtenidos.

Los modos de transformación de esas mezclas-maestras pueden ser igualmente la extrusión y principalmente la extrusión de una película, de una película microporosa, de un conducto o de un tubo o de un perfilado, la extrusión soplado, la extrusión de cintillas o de hojas, o todavía la extrusión satinada en papel o hoja metálica, o bien pueden ser el termoformado, la inyección, el calandrado, la fabricación de hilos y cables y otros modos conocidos del especialista en la materia.

El alcance y el interés de la invención se comprenderán e ilustrarán mejor mediante los ejemplos no limitativos que exponemos a continuación:

EJEMPLO 1

Este ejemplo concierne la puesta en aplicación de la selección de polímeros según la invención permitiendo la obtención de mezclas-maestras que contienen una cantidad de carga igual o superior a un 80 %, que poseen una fluidez elevada, es decir de MFI superior o igual a 5 g/10 min. (190°C - 5 kg - 2,09 mm) medido según la norma NF T 51-620 y que contienen al menos un polímero de tipo polipropileno isotáctico presentando un porcentaje de cristalinidad (denominada igualmente índice de isotacticidad) superior a un 20 % aproximadamente, preferentemente comprendido entre un 30 % y un 90 %, muy preferentemente comprendido entre un 50 % y un 85 %, medido por el método DSC tal como se ha descrito precedentemente.

Con este fin, para cada una de las pruebas del n° 1 a 15, han sido preparados 600 g de concentrados de carga en un mezclador de brazo en Z de tipo

GUITTARD TM, mediante mezcla de la resina seleccionada con la carga y los diversos otros aditivos añadidos simultáneamente, la velocidad de mezcla es de 76 r/min y la temperatura de 180°C.

Las mezclas-maestras se han realizado en 45 minutos (excepto para la prueba n° 1), se ha procedido a la medida de la fluidez, es decir a la medida del índice de fluidez (MFI) de las diversas pruebas, según la norma NF T 51-620, a saber mediante la utilización de un plastómetro ZWICK TM 4105 a una temperatura de 190°C, la masa de empuje es de 5 kg y la boquilla tendrá un diámetro de 2,09 mm.

Prueba n° 1:

Esta prueba ilustra el arte anterior y pone en aplicación un copolímero isotáctico de baja fluidez en una composición que contiene:

- un 80,5 % en peso de una tiza de Champaña tratada con ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 19,5 % en peso de polipropileno isotáctico no fluido, de MFI igual a 9,3 g/10 min. (190°C, 10 kg, 1,05 mm) y comercializado bajo la referencia 3120 MN 1 por la sociedad Appryl.

Después de 75 minutos de mezcla, se ha obtenido una composición no homogénea de agregados y de polvo. La medida de fluidez es imposible.

Prueba n° 2:

Esta prueba ilustra el arte anterior y pone en aplicación un polímero amorfo en una composición que contiene :

- un 88,0 % en peso de una tiza de Champaña cuyo diámetro medio es de 2 micrómetros;
- un 11,2 % en peso de copolímero olefínico, de MFI superior a 1150 g/10 min. (190°C, 10 kg, 1,05 mm) y comercializado bajo la referencia Vestoplast TM 408 por la sociedad Degussa-Hüls;
- un 0,8 % en peso de un dispersante de tipo fosfato de alcohol graso comercializado por la sociedad Coatex bajo la denominación de COATEX DOPP-18.

El MFI obtenido posee un valor de 21,0 g/10 min. medido en las condiciones citadas anteriormente.

Prueba n° 3:

Esta prueba ilustra el arte anterior y pone en aplicación un polímero amorfo en una composición que contiene :

- un 87,5 % en peso de una tiza de Champaña tratada con ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;

- un 12,5 % en peso de polipropileno atáctico procedente de la purificación de un polipropileno, de MFI superior a 1150 g/10 min. (190°C, 10 kg, 1,05 mm) y comercializado bajo la referencia AlphaminTM STH-L por la sociedad Alphamin.

El MFI obtenido posee un valor comprendido entre 120 g/10 min. y 400 g/10 min. medido en las condiciones citadas anteriormente, y con arreglo a los lotes de polipropileno atáctico puestos en aplicación.

Prueba n° 4:

Esta prueba ilustra el arte anterior y pone en aplicación un polímero amorfo en una composición que contiene:

- un 87,5 % en peso de una tiza de Champaña tratada con ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 12,5 % en peso de polipropileno amorfo, de MFI igual a 450 g/10 min. (190°C, 10 kg, 1,05 mm) y comercializado por la sociedad Huntsman bajo la denominación RexflexTM WL 125;

El MFI obtenido posee un valor de 10,0 g/10 min. medido en las condiciones citadas anteriormente.

Prueba n° 5:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una composición que contiene:

- un 87,5 % en peso de una tiza de Champaña tratada con ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 12,5 % en peso de polímero isotáctico de MFI igual a 970 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm) obtenido mediante el deterioro peroxídico a 300°C durante 15 minutos, de una mezcla de 24,8 % de la masa de VALTEC HH442HTM comercializado por la sociedad Montell y de 75,2 % de la masa de un polipropileno isotáctico de MFI igual a 757 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm);
- un 0,05 % en peso de un estabilizante térmico comercializado con el nombre de IrganoxTM 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El MFI obtenido tiene un valor de 23,0 g/10 min. medido en las condiciones citadas anteriormente.

Prueba n° 6:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una composición que contiene:

- un 87,5 % en peso de una tiza de Champaña tratada con ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 12,45 % en peso de polímero isotáctico de MFI igual a 1150 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm) obtenido mediante el deterioro peroxídico a 300°C durante 15 minutos, de una mezcla de un 50 % de la masa de VALTEC HH442HTM comercializado por la sociedad Montell y de un 50 % de la masa de un polipropileno isotáctico de MFI igual a 757 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm);
- un 0,05 % en peso de un estabilizante térmico comercializado con el nombre de IrganoxTM 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El MFI obtenido tiene un valor de 30,0 g/10 min. medido en las condiciones citadas anteriormente.

Prueba n° 7:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una composición que contiene:

- un 87,5 % en peso de una tiza de Champaña tratada con ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 12,45 % en peso de polipropileno isotáctico de MFI igual a 535 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm);
- un 0,05 % en peso de un estabilizante térmico comercializado con el nombre de IrganoxTM 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El MFI obtenido tiene un valor de 11,5 g/10 min. medido en las condiciones citadas anteriormente.

Prueba n° 8:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una composición que contiene:

- un 87,5 % en peso de una tiza de Champaña tratada mediante una mezcla de ácido esteárico-estearato de calcio, con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 12,45 % en peso de polipropileno isotáctico de MFI igual a 632 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm);
- un 0,05 % en peso de un estabilizante térmico comercializado con el nombre de IrganoxTM 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El MFI obtenido tiene un valor de 16,4 g/10 min. medido en las condiciones citadas anteriormente.

Prueba n° 9:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una composición que contiene:

- un 87,5 % en peso de una tiza de Champaña tratada con ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 12,45 % en peso de polipropileno isotáctico de MFI igual a 757 g/10 min.(temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm);
- un 0,05 % en peso de un estabilizante térmico comercializado con el nombre de IrganoxTM 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El MFI obtenido tiene un valor de 18,0 g/10 min medido en las condiciones citadas anteriormente.

Prueba n° 10:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una composición que contiene:

- un 87,5 % en peso de una tiza de Champaña tratada con ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 11,55 % en peso de polipropileno isotáctico de MFI igual a 757 g/10 min.(temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm);
- un 0,90 % en peso de un dispersante de tipo fosfato de alcohol graso comercializado por la sociedad Coatex con la denominación COATEX DOPP-18;
- un 0,05 % en peso de un estabilizante térmico comercializado con el nombre de IrganoxTM 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El MFI obtenido tiene un valor de 32,0 g/10 min. medido en las condiciones citadas anteriormente.

Prueba n° 11:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una composición que contiene:

- un 87,5 % en peso de una tiza de Champaña tratada con ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 11,55 % en peso de polipropileno isotáctico de MFI igual a 757 g/10 min.(temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm);
- un 0,45 % en peso de un dispersante del tipo fosfato de alcohol graso comercializado por la sociedad Coatex con la denominación COATEX DOPP-18.
- un 0,45 % en peso de estereato de cinc;
- un 0,05 % en peso de un estabilizante térmico comercializado con el nombre de IrganoxTM 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El MFI obtenido tiene un valor de 19,0 g/10 min. medido en las condiciones citadas anteriormente.

Prueba n° 12:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una composición que contiene:

- un 87,5 % en peso de una tiza de Champaña tratada con ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 10,0 % en peso de polipropileno isotáctico de MFI igual a 840 g/10 min.(temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm);
- un 2,45 % en peso de un polietileno baja densidad comercializado por la sociedad Polimeri Europa con la denominación RibleneTM MV 10;
- un 0,05 % en peso de un estabilizante térmico comercializado con el nombre de IrganoxTM 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El MFI obtenido tiene un valor de 26,2 g/10 min. medido en las condiciones citadas anteriormente.

Prueba n° 13:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una composición que contiene:

- un 87,5 % en peso de una tiza de Champaña tratada con ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 12,45 % en peso de un polipropileno isotáctico de MFI igual a 295 g/10 min.(temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm) comercializado con el nombre de Aldrich 800 por la sociedad Aldrich;
- un 0,05 % en peso de un estabilizante térmico comercializado con el nombre de IrganoxTM 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El MFI obtenido tiene un valor de 8,4 g/10 min. medido en las condiciones citadas anteriormente.

Prueba n° 14:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una composición que contiene:

- un 87,5 % en peso de una tiza de Champaña tratada con ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 12,45 % en peso de un polipropileno isotáctico de MFI igual a 1038 g/10 min.(temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm) ;
- un 0,05 % en peso de un estabilizante térmico comercializado con el nombre de IrganoxTM 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El MFI obtenido tiene un valor de 25,2 g/10 min. medido en las condiciones citadas anteriormente.

Prueba n° 15:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una composición que contiene:

- un 87,5 % en peso de una tiza de Champaña tratada con ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 12,45 % en peso de un polipropileno isotáctico de MFI igual a 200 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm);
- un 0,05 % en peso de un estabilizante térmico comercializado con el nombre de IrganoxTM1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El MFI obtenido tiene un valor de 5,0 g/10 min. medido en las condiciones citadas anteriormente.

Habiéndose efectuado todas esas pruebas y medidas de fluidez, llevamos a cabo la medida del índice de isotacticidad según el método DSC citado anteriormente.

Los diferentes resultados obtenidos se han agrupado en la siguiente tabla 1.

TABLA 1

	Prueba n°	% en peso de carga mineral en mezcla-maestra	% en peso de polipropileno isotáctico en mezcla-maestra	MFI (g/10 min.) del polipropileno isotáctico (190°C/10 kg/1,05 mm)	MFI (g/10 min.) de la mezcla-maestra (190°C/5 kg/2,09 mm)	Porcentaje de cristalinidad o índice de isotacticidad del polímero isotáctico fluido
Arte anterior	1	80,5	19,5	9,3	Medida imposible	53,2
Arte anterior	2	88,0	0	-	21,0	0
Arte anterior	3	87,5	0	-	120 - 400	0
Arte anterior	4	87,5	0	450	10,0	11,4
Invención	5	87,5	12,45	970	23,0	68,0
Invención	6	87,5	12,45	1150	30,0	74,6
Invención	7	87,5	12,45	535	11,5	68,2
Invención	8	87,5	12,45	632	16,4	43,5
Invención	9	87,5	12,45	757	18,0	65,0
Invención	10	87,5	11,55	757	32,0	65,0
Invención	11	87,5	11,55	757	19,0	65,0
Invención	12	87,5	10,0	840	26,2	61,6
Invención	13	87,5	12,45	295	8,4	68,5
Invención	14	87,5	12,45	1038	25,2	77,4
Invención	15	87,5	12,45	200	5,0	74,2

La lectura de la tabla 1 permite constatar que la selección de polipropileno isotáctico, de fluidez elevada y superior o igual a un MFI de 200 g/10 min., medida según la norma modificada NF T 51-620 (190°C- 10 kg - 1,05 mm), de preferencia superior a 500 g/10 min., medida según la norma modificada NF T 51-620 (190°C- 10 kg - 1,05 mm), con un porcentaje de cristalinidad superior a un 20 % aproximadamente, preferentemente comprendida entre un 30 % y un 90 %, muy preferentemente entre un 50 % y un 85 %, permite la obtención de mezclas-maestras que contienen una cantidad de carga igual o superior a un 80 %, que poseen una fluidez elevada, es decir de MFI superior o igual a 5 g/10 min. (190°C- 5 kg - 2,09 mm), medido según la norma NF T 51-620 y que contienen al menos un polímero de tipo polipropileno isotáctico presentando un porcentaje de cristalinidad (denominado igualmente índice de isotacticidad) superior a un 20 % aproximadamente, preferentemente comprendido entre un 30 % y un 90 %, muy preferentemente comprendido entre un 50 % y un 85 %, medido por el método DSC tal como se ha mencionado anteriormente.

EJEMPLO 2

Este ejemplo concierne la puesta en aplicación, según la invención, de diferentes cargas minerales permitiendo la obtención de mezclas-maestras que contienen una cantidad de carga superior a un 80 %, que poseen una fluidez elevada, es decir de MFI superior o igual a 5 g/10 min. (190°C- 5 kg - 2,09 mm) medido según la norma NF T 51-620 y que contienen al menos un polímero de tipo polipropileno isotáctico presentando un porcentaje de cristalinidad (denominada igualmente índice de isotacticidad) superior a un 20 % aproximadamente, preferentemente comprendido entre un 30 % y un 90 %, muy preferentemente comprendido entre un 50 % y un 85 %, medido por el método DSC tal como se ha descrito precedentemente.

Con este fin, para cada una de las pruebas del n° 16 a 24, han sido preparados 600 g de concentrados de carga en un mezclador de brazo en Z de tipo GUITTARDTM, mediante mezcla de la resina seleccionada con la carga y los diversos otros aditivos añadidos simultáneamente, la velocidad de mezcla es de 76 r/min y la temperatura de 180°C.

Las mezclas-maestras se han realizado en 45 minutos, se ha procedido a la medida de la fluidez, es decir a la medida del índice de fluidez (MFI) de las diversas pruebas, según la norma NF T 51-620, a saber mediante la utilización de un plastómetro ZWICKTM 4105 a una temperatura de 190°C, la masa de empuje es de 5 kg y la boquilla tendrá un diámetro de 2,09 mm.

Prueba n° 16:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una composición que contiene:

- un 41,5 % en peso de una tiza de Champaña tratada con ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 41,5 % en peso de un talco de granulometría en el que un 41 % de partículas tienen un diámetro inferior a 5 micrómetros;
- un 15,9 % en peso de polipropileno isotáctico de MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla 1,05 mm) ;
- 1,0 % en peso de estereato de cinc;
- 0,1 % en peso de un estabilizante térmico comercializado con el nombre de IrganoxTM 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El MFI obtenido tiene un valor de 10,6 g/10 min. medido en las condiciones citadas anteriormente.

Prueba n° 17:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una composición que contiene:

- un 64,25 % en peso de una tiza de Champaña tratada con ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 21,25 % en peso de un talco de granulometría en el que un 41 % de partículas tienen un diámetro inferior a 5 micrómetros;
- un 13,9 % en peso de polipropileno isotáctico de MFI igual a 840 g/10 min (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla 1,05 mm) ;
- un 0,50 en peso de un dispersante de tipo fosfato de alcohol graso comercializado por la sociedad Coatex con la denominación COATEX DOPP-18;
- 0,1 % en peso de un estabilizante térmico comercializado con el nombre de IrganoxTM 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El MFI obtenido tiene un valor de 20,7 g/10 min. medido en las condiciones citadas anteriormente.

Prueba n° 18:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una composición que contiene:

- un 75,0 % en peso de una tiza de Champaña tratada con ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 13,0 % en peso de un hidróxido de magnesio comercial de diámetro medio de 1,4-1,8 micrómetros;
- un 8,9 % en peso de polipropileno isotáctico de MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla 1,05 mm) y 2,0 % en peso de

un copolímero polipropileno de grado 100 comercializado por la sociedad Montell con la denominación MoplenTM EP-N 31 MA;

- un 1,0 en peso de cera comercializada por la sociedad Allied Signal con la referencia PE AC6;

- 0,1 % en peso de un estabilizante térmico comercializado con el nombre de IrganoxTM 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El MFI obtenido tiene un valor de 14,5 g/10 min. medido en las condiciones citadas anteriormente.

Prueba n° 19:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una composición que contiene:

- un 87,0 % en peso de una calcita cuyo diámetro medio es de 1,8 micrómetros;

- un 9,9 % en peso de polipropileno isotáctico de MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla 1,05 mm) y 1,5 % en peso de un copolímero polipropileno de grado 100 comercializado por la sociedad Montell con la denominación MoplenTM EP-N 31 MA;

- un 1,5 % en peso de estereato de cinc;

- un 0,1 % en peso de un estabilizante térmico comercializado con el nombre de IrganoxTM 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El MFI obtenido tiene un valor de 10,8 g/10 min. medido en las condiciones citadas anteriormente.

Prueba n° 20:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una composición que contiene:

- un 41,0 % en peso de una tiza de Champaña tratada con ácido esteárico de diámetro igual a 2 micrómetros;

- un 41,0 en peso de una dolomia con un diámetro medio igual a 3 micrómetros;

- un 17,9 % en peso de un polipropileno isotáctico de MFI igual a 238 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla 1,05 mm);

- un 0,1 % en peso de un estabilizante térmico comercializado con el nombre de IrganoxTM 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El MFI obtenido tiene un valor de 95,5 g/10 min. medido en las condiciones citadas anteriormente.

Prueba n° 21:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una composición que contiene:

- un 81,0 % en peso de un mármol cuyo diámetro mediano es igual a 5 micrómetros;
- un 5,0 % en peso de un carbonato de calcio precipitado comercializado por la sociedad Schäfer-Kalk con la denominación PrecarbTM 400;
- un 10,6 en peso de un polipropileno isotáctico de MFI igual a 757 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm) y 2,0 % en peso de un polietileno baja densidad comercializado por la sociedad Polimeri Europa con la denominación RibleneTM MV 10;
- un 0,5 % en peso de un dispersante de tipo fosfato de alcohol graso comercializado por la sociedad Coatex con la denominación COATEX DOPP-18;
- un 0,8 en peso de estereato de cinc;
- 0,1 % en peso de un estabilizante térmico comercializado con el nombre de IrganoxTM 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El MFI obtenido tiene un valor de 48,2 g/10 min. medido en las condiciones citadas anteriormente.

Prueba n° 22:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una composición que contiene:

- un 32,8 % en peso de una tiza de Champaña simplemente tratada mediante ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 60,2 % en peso de barita cuyo diámetro medio es igual a 5 micrómetros;
- un 4,6 % en peso de polipropileno isotáctico de MFI igual a 757 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla 1,05 mm) y 0,5 % en peso de un copolímero polipropileno de grado 100 comercializado por la sociedad Montell con la denominación MoplenTM EP-N 31 MA;
- un 0,9 % en peso de un dispersante de tipo fosfato de alcohol graso comercializado por la sociedad Coatex con la denominación COATEX DOPP-18;
- un 0,9 % en peso de estereato de cinc;
- un 0,1 % en peso de un estabilizante térmico comercializado con el nombre de IrganoxTM 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El MFI obtenido tiene un valor de 26,0 g/10 min. medido en las condiciones citadas anteriormente.

Prueba n° 23:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una composición que contiene:

- un 42,0 % en peso de una tiza de Champaña simplemente tratada mediante ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 43,0 en peso de dióxido de titanio (rutilo) tratado vendido con el nombre RL 90;
- un 7,3 % en peso de polipropileno isotáctico de MFI igual a 757 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla 1,05 mm) y 6,7 % en peso de un polietileno baja densidad comercializado por la sociedad Polimeri Europa con la denominación RibleneTM MV 10;
- un 0,9 % en peso de estereato de cinc;
- un 0,1 % en peso de un estabilizante térmico comercializado con el nombre de IrganoxTM 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El MFI obtenido tiene un valor de 149,0 g/10 min. medido en las condiciones citadas anteriormente.

Prueba n° 24:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una composición que contiene:

- un 19,2 % en peso de una tiza de Champaña simplemente tratada mediante ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 60,5 % en peso de barita cuyo diámetro medio es igual a 5 micrómetros;
- un 11,5 % en peso de wollastonita tratada de longitud media de fibras igual a 90 micrómetros;
- un 6,1 % en peso de un polipropileno isotáctico de MFI igual a 757 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla 1,05 mm) y 1,7 % en peso de un copolímero polipropileno de grado 100 comercializado por la sociedad Montell con la denominación MoplenTM EP-N 31 MA;
- un 0,9 % en peso de estereato de cinc;
- un 0,1 % en peso de un estabilizante térmico comercializado con el nombre de IrganoxTM 1010 por la sociedad Ciba-Geigy.

El MFI obtenido tiene un valor de 146,0 g/10 min. medido en las condiciones citadas anteriormente.

Prueba n° 25

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una composición que contiene:

- un 75,0 % en peso de una tiza de Champaña simplemente tratada mediante ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 12,0 en peso seco de una suspensión acuosa a un 62,2 % en peso seco de una tiza de Champaña no tratada no conteniendo dispersante acrílico y con un diámetro medio igual a 1 micrómetro;
- un 13,0 % en peso de polipropileno isotáctico de MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla 1,05 mm).

El MFI obtenido tiene un valor de 12,0 g/10 min. medido en las condiciones citadas anteriormente.

Los diferentes resultados obtenidos se reúnen en la siguiente tabla 2.

TABLA 2

Prueba n°	Tipo de carga mineral	% en peso de carga mineral en mezcla-maestra	% en peso de polipropileno isotáctico en mezcla-maestra	MFI (g/10 min) de polipropileno isotáctico (190°C/10 kg/1,05 mm)	MFI (g/10 min) de la composición (190°C/5 kg/2,09 mm)	Porcentaje de cristalinidad o índice de isotacticidad del polímero isotáctico fluido	
Invención	16	tiza-talco	41,5 - 41,5	15,9	840	10,6	61,6
Invención	17	tiza-talco	64,25 - 21,25	13,9	840	20,7	61,6
Invención	18	tiza-hidróxido de magnesio	75,0 - 13,0	8,9	840	14,5	61,6
Invención	19	calcita	87,0	9,9	840	10,8	61,6
Invención	20	tiza-dolomia	41,0 - 41,0	17,9	238	95,5	35,0
Invención	21	mármol-carbonato de calcio precipitado	81,0 - 5,0	10,6	757	48,2	65,0
Invención	22	tiza-barita	32,8 - 60,2	4,6	757	26,0	65,0
Invención	23	tiza-dióxido de titanio	42,0 - 43,0	7,3	757	149,0	65,0
Invención	24	tiza-barita wollastonita	19,2 - 60,5 - 11,5	6,1	757	146,0	65,0
Invención	25	tiza	87,0	13,0	840	12,0	61,6

La lectura de la tabla 2 permite constatar que la puesta en aplicación de polipropileno isotáctico, de fluidez elevada y superior o igual a un MFI de 200 g/10 min., medida según la norma modificada NF T 51-620 (190°C- 10 kg – 1,05 mm), de preferencia superior a 500g/10 min., medida según la norma modificada NF T 51-620 (190°C- 10 kg – 1,05 mm), con un porcentaje de cristalinidad superior a un 20 % aproximadamente, preferentemente comprendida entre un 30 % y un 90 %, preferentemente entre un 50 % y un 85 %, permite la obtención de mezclas-maestras que contienen diferentes cargas minerales y con una cantidad de carga igual o superior a un 80 %, y que poseen una fluidez elevada, es decir de MFI superior o igual a 5g/10 min. (190°C- 5kg – 2,09 mm, medido según la norma NF T 51-620 y que contienen al menos un polímero de tipo polipropileno isotáctico presentando un porcentaje de cristalinidad (denominado igualmente índice de isotacticidad) superior a un 20 % aproximadamente, preferentemente comprendido entre un 30 % y un 90 %, muy preferentemente comprendido entre un 50 % y un 85 %, medido por el método DSC tal como se ha mencionado anteriormente.

Además, puede observarse que el acoplamiento del polipropileno isotáctico de gran fluidez con uno o varios polímeros permite:

- una regulación de la fluidez del concentrado de carga con objeto de realizar mezclas con cargas de diferentes clases y con características muy variadas unas respecto a otras, tales como principalmente la granulometría, y adaptar la fórmula al procedimiento,
- aumentar la compatibilidad del concentrado de carga con el medio en el que debe ser esparcido,
- obtener una fórmula menos onerosa,
- una regulación de la dureza de los concentrados.

EJEMPLO 3

Este ejemplo concierne la nueva dispersión de las mezclas-maestras en diferentes polioléfinas.

Para ello y para cada una de las pruebas del n° 25 a 52, se efectúa la extrusión de una cinta de espesor de 3 mm. a través de una boquilla plana, mediante una extrusionadora monotornillos Torey, cuyo tornillo posee un diámetro D de 25 mm, una longitud igual a 15 D cuando la boquilla tiene una longitud de 16 mm y una altura de 2,5 mm. La velocidad de rotación del tornillo es de 50 revoluciones por minuto, la tasa de compresión de 3 y la temperatura de extrusión de 170°C para polietileno y de 210°C para el polipropileno copolímero o homopolímero.

Esta extrusión es efectuada mediante la alimentación sucesiva de la extrusionadora con la poliolefina de nueva dispersión virgen sirviendo de testigo y

por las mezclas constituidas de la misma poliolefina y mezclas-maestras según la invención que debe probarse con objeto de incorporar un 20 % en peso de carga con respecto a la masa total.

El examen a la lupa binocular con un aumento de 50 de cada una de las dispersiones efectuadas ha permitido observar de 1 a 6 el aspecto visual de la dispersión con el valor 1 cuando no hay dispersión, y el valor 6 cuando existe una buena dispersión, es decir cuando no hay puntos negros correspondientes a la poliolefina deteriorada y puntos blancos correspondientes a la carga.

Los resultados son los siguientes:

Prueba n° 26:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación la mezcla-maestra según la invención de la prueba n° 5 y la resina polipropileno homopolímero comercializada por la sociedad Montell con la denominación MontellTM TM1600 K.

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Prueba n° 27:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación la mezcla-maestra según la invención de la prueba n° 6 y la resina polipropileno homopolímero comercializada por la sociedad Montell con la denominación MontellTM TM 1600 K.

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Prueba n° 28:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación la mezcla-maestra según la invención de la prueba n° 7 y la resina polipropileno homopolímero comercializada por la sociedad Montell con la denominación MontellTM TM 1600 K.

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Prueba n° 29:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación la mezcla-maestra según la invención de la prueba n° 8 y la resina polipropileno homopolímero comercializada por la sociedad Montell con la denominación MontellTM TM 1600 K.

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Prueba nº 30:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación la mezcla-maestra según la invención de la prueba nº 9 y la resina polipropileno homopolímero comercializada por la sociedad Montell con la denominación MontellTM TM 1600 K.

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Prueba nº 31:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación la mezcla-maestra según la invención de la prueba nº 10 y la resina polipropileno homopolímero comercializada por la sociedad Montell con la denominación MontellTM TM 1600 K.

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Prueba nº 32:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación la mezcla-maestra según la invención de la prueba nº 11 y la resina polipropileno homopolímero comercializada por la sociedad Montell con la denominación MontellTM TM 1600 K.

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Prueba nº 33:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación la mezcla-maestra según la invención de la prueba nº 12 y la resina polipropileno homopolímero comercializada por la sociedad Montell con la denominación MontellTM TM 1600 K.

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Prueba nº 34:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación la mezcla-maestra según la invención de la prueba nº 13 y la resina polipropileno homopolímero comercializada por la sociedad Montell con la denominación MontellTM TM 1600 K.

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Prueba nº 35:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación la mezcla-maestra según la invención de la prueba nº 14 y la resina polipropileno homopolímero

comercializada por la sociedad Montell con la denominación Montell™ TM 1600 K.

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Prueba n° 36:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación la mezcla-maestra según la invención de la prueba n° 15 y la resina polipropileno homopolímero comercializada por la sociedad Montell con la denominación Montell™ TM 1600 K.

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Prueba n° 37:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación la mezcla-maestra según la invención de la prueba n° 16 y la resina polipropileno homopolímero comercializada por la sociedad Montell con la denominación Montell™ TM 1600 K.

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Prueba n° 38:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación la mezcla-maestra según la invención de la prueba n° 17 y la resina polipropileno homopolímero comercializada por la sociedad Montell con la denominación Montell™ TM 1600 K.

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Prueba n° 39:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación la mezcla-maestra según la invención de la prueba n° 18 y la resina polipropileno homopolímero comercializada por la sociedad Montell con la denominación Montell™ TM 1600 K.

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Prueba n° 40:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación la mezcla-maestra según la invención de la prueba n° 19 y la resina polipropileno homopolímero comercializada por la sociedad Montell con la denominación Montell™ TM 1600 K.

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Prueba n° 41:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación la mezcla-maestra según la invención de la prueba n° 20 y la resina polipropileno homopolímero comercializada por la sociedad Montell con la denominación MontellTM TM 1600 K.

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Prueba n° 42:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación la mezcla-maestra según la invención de la prueba n° 21 y la resina polipropileno homopolímero comercializada por la sociedad Montell con la denominación MontellTM TM 1600 K.

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Prueba n° 43:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación la mezcla-maestra según la invención de la prueba n° 22 y la resina polipropileno homopolímero comercializada por la sociedad Montell con la denominación MontellTM TM 1600 K.

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Prueba n° 44:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación la mezcla-maestra según la invención de la prueba n° 23 y la resina polipropileno homopolímero comercializada por la sociedad Montell con la denominación MontellTM TM 1600 K.

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Prueba n° 45:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación la mezcla-maestra según la invención de la prueba n° 24 y la resina polipropileno homopolímero comercializada por la sociedad Montell con la denominación MontellTM TM 1600 K.

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Prueba n° 46:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación la resina polipropileno copolímero comercializada por la sociedad Appryl con la

denominación Appryl™ 3120 MN 1 y una composición según la invención que contiene:

- un 87,5 % en peso de una tiza de Champaña tratada con ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 9,1 % en peso de polipropileno amorfo, de MFI igual a 450 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm) comercializada por la sociedad Huntsman con la denominación Rexflex™ WL 125;
- un 3,9 % en peso de un poliproleno isotáctico de MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm).

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Prueba n° 47:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación la mezcla-maestra según la invención de la prueba n° 14 y la resina polipropileno copolímero comercializada por la sociedad Appryl con la denominación Appryl™ 3120 MN 1.

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Prueba n° 48:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación la mezcla-maestra según la invención de la prueba n° 14 y la resina polietileno alta densidad comercializada por la sociedad Plüss-Staufer con la denominación Hostalen™ GD 7225.

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Prueba n° 49:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación la mezcla-maestra según la invención de la prueba n° 12 y la resina polietileno alta densidad comercializada por la sociedad Plüss-Staufer con la denominación Hostalen™ GD 7225.

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Prueba n° 50:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación la resina polietileno de alta densidad comercializada por la sociedad Plüss-Staufer con la denominación Hostalen™ GD 7225 y la mezcla-maestra según la invención de composición:

- un 87,0 % en peso de una tiza de Champaña tratada con ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 10,0 % en peso de polipropileno isotáctico de MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm) y un 3,0 % en peso

de un copolímero polipropileno de grado 100 comercializado por la sociedad Montell con la denominación MoplenTM EP-N 31 MA.

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Prueba n° 51:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación la resina polietileno de alta densidad comercializado por la sociedad Plüss-Staufer con la denominación HostalenTM GD 7225 y la mezcla-maestra según la invención de composición:

- un 86,0 % en peso de una tiza de Champaña tratada con ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 7,5 % en peso de polipropileno isotáctico de MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm) y un 6,5 % en peso de un copolímero polipropileno de grado 100 comercializado por la sociedad Montell con la denominación MoplenTM EP-N 31 MA.

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Prueba n° 52:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación la resina polietileno de baja densidad comercializada por la sociedad BASF con la denominación LupoleneTM GD 2420 H y una composición según la invención que contiene:

- un 87 % en peso de una tiza de Champaña tratada con ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 9,1 % en peso de polipropileno amorfo de MFI igual a 450 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm) comercializado por la sociedad Huntsman con la denominación RexflexTM WL 125.
- un 3,9 % en peso de un polipropileno isotáctico de MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm).

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

Prueba n° 53:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación la mezcla-maestra según la invención de la prueba n° 14 y la resina polietileno de baja densidad comercializada por la sociedad BASF con la denominación LupoleneTM 2420H.

El valor 6 es atribuido a la dispersión.

La lectura de todos esos resultados permite constatar que la selección de polipropileno isotáctico de fluidez elevada y superior o igual a 200 g/10 min. como precedentemente medida, permite obtener una excelente nueva dispersión,

cualesquiera que fuera la resina de nueva dispersión o la carga constitutiva de la mezcla-maestra.

EJEMPLO 4

Este ejemplo concierne las propiedades mecánicas de diversas mezclas-maestras según la invención y realizadas en el ámbito industrial.

Para ello y para cada una de las pruebas n° 53 a 61, probetas realizadas mediante inyección están sometidas a pruebas de propiedades mecánicas.

Para ello, se realizan probetas normalizadas (ISO 1873-2: 1989) mediante una prensa Nestal Neomat 170/90 piloteada mediante un microprocesador con una fuerza de cierre de 900 kN, un diámetro de tornillo de 32 mm y una relación longitud/diámetro de 18,8.

Los principales parámetros de regulación de la prensa son los siguientes:

- la temperatura de la materia está comprendida entre 200°C y 240°C según el polímero o copolímero de dispersión puesto en aplicación,
- la temperatura del molde es de 40°C,
- la temperatura del tubo evoluciona entre 180°C y 240°C según el polímero o copolímero de dispersión puesto en aplicación,
- la velocidad de inyección máxima es de 200 m/s,
- la presión de inyección es de 100 bares,
- la duración del ciclo es del orden de 62 segundos comprendiendo un tiempo de refrigeración de 30 segundos, un tiempo de inyección de 2 segundos, un tiempo de mantenimiento de 25 segundos y por último un tiempo entre dos ciclos de 5 segundos.

La prensa está alimentada sucesivamente con polímeros o copolímeros solos sirviendo de testigo y mediante mezclas de los mismos polímeros o copolímeros en los que se han introducido las mezclas-maestras según la invención, y realizadas en forma de granulados a un caudal de 155 kg/h, mediante la añadidura de los diferentes constituyentes en un mezclador continuo de doble tornillo terminado por una extrusionadora monotornillo a la salida de la cual está adaptado un granulador.

Las pruebas de propiedades mecánicas efectuadas son la determinación del módulo de elasticidad en flexión cuatro puntos según la norma DIN 53457 y la determinación del choque Charpy a 23°C según la norma DIN 53453.

Prueba n° 54:

Esta prueba ilustra el arte anterior y pone en aplicación una dispersión que contiene un 60 % en peso de la resina polietileno de alta densidad comercializada por la sociedad Plüss-Staufer con la denominación HostalenTM GD 7225 y un 40 % en peso de la mezcla-maestra de la prueba n° 2 del arte anterior.

Los resultados obtenidos son 799 N/mm² para el módulo de elasticidad en flexión cuatro puntos según la norma DIN 53457 y 3,4 kJ/m² para el choque Charpy a 23°C según la norma DIN 53453.

Prueba n° 55:

Esta prueba ilustra el arte anterior y pone en aplicación una dispersión que contiene un 60 % en peso de la resina polietileno de alta densidad comercializada por la sociedad Plüss-Staufer con la denominación HostalenTM GD 7225 y un 40 % en peso de la mezcla-maestra según la invención de composición:

- un 87,0 % en peso de una tiza de Champaña tratada con ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 10,0 % en peso de polipropileno isotáctico de MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm) y un 3,0 % en peso de un copolímero polipropileno de grado 100 comercializado por la sociedad Montell con la denominación MoplenTM EP-N 31 MA.

Los resultados obtenidos son 1363 N/mm² para el módulo de elasticidad en flexión cuatro puntos según la norma DIN 53457 y 3,4 kJ/m² para el choque Charpy a 23°C según la norma DIN 53453.

Prueba n° 56:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una dispersión que contiene un 60 % en peso de la resina polietileno de alta densidad comercializada por la sociedad Plüss-Staufer con la denominación HostalenTM GD 7225 y un 40 % en peso de la mezcla-maestra según la invención de composición:

- un 87,0 % en peso de una tiza de Champaña tratada con ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 8,5 % en peso de polipropileno isotáctico de MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm) y un 4,5 % en peso de un copolímero polipropileno de grado 100 comercializado por la sociedad Montell con la denominación MoplenTM EP-N 31 MA.

Los resultados obtenidos son 1333 N/mm² para el módulo de elasticidad en flexión cuatro puntos según la norma DIN 53457 y 3,6 kJ/m² para el choque Charpy a 23°C según la norma DIN 53453.

Prueba n° 57:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una dispersión que contiene un 60 % en peso de la resina polietileno de alta densidad comercializada por la sociedad Plüss-Staufer con la denominación HostalenTM GD 7225 y un 40 % en peso de la mezcla-maestra según la invención de la composición.

- un 87,0 % en peso de una tiza de Champaña tratada con ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 7,0 % en peso de polipropileno isotáctico de MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm) y un 6,0 % en peso de un copolímero polipropileno de grado 100 comercializado por la sociedad Montell con la denominación MoplenTM EP-N 31 MA.

Los resultados obtenidos son 1309 N/mm² para el módulo de elasticidad en flexión cuatro puntos según la norma DIN 53457 y 3,4 kJ/m² para el choque Charpy a 23°C según la norma DIN 53453.

Prueba n° 58:

Esta prueba ilustra un testigo para el que las propiedades mecánicas son medidas en la resina virgen a saber la resina polipropileno homopolímero comercializado por la sociedad Montell con la denominación MontellTM TM 1600K.

Los resultados obtenidos son 914 N/mm² para el módulo de elasticidad en flexión cuatro puntos según la norma DIN 53457 y 2,6 kJ/m² para el choque Charpy a 23°C según la norma DIN 53453.

Prueba n° 59:

Esta prueba ilustra el arte anterior y pone en aplicación una dispersión que contiene un 60 % en peso de la resina polipropileno homopolímero comercializa por la sociedad Montell con la denominación MontellTM TM 1600 K y un 40 % en peso de la mezcla-maestra de la prueba n° 2 del arte anterior.

Los resultados obtenidos son 1446 N/mm² para el módulo de elasticidad en flexión cuatro puntos según la norma DIN 53457 y 3,0 kJ/m² para el choque Charpy a 23°C según la norma DIN 53453.

Prueba n° 60:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una dispersión que contiene un 60 % en peso de la resina polipropileno homopolímero comercializado por la sociedad Montell con la denominación MontellTM TM 1600K y un 40 % en peso de la mezcla-maestra según la invención de composición:

- un 87,0 % en peso de una tiza de Champaña tratada con ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 10,0 % en peso de polipropileno isotáctico de MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm) y un 3,0 % en peso de un copolímero polipropileno de grado 100 comercializado por la sociedad Montell con la denominación MoplenTM EP-N 31 MA.

Los resultados obtenidos son iguales a 1805 N/mm² para el módulo de elasticidad en flexión cuatro puntos según la norma DIN 53457 y 3,0 kJ/m² para el choque Charpy a 23°C según la norma DIN 53453.

Prueba n° 61:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una dispersión que contiene un 60 % en peso de la resina polipropileno homopolímero comercializada por la sociedad Montell con la denominación MontellTM TM 1600 K y un 40 % en peso de la mezcla-maestra según la invención de composición:

- un 87,0 % en peso de una tiza de Champaña tratada con ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 8,5 % en peso de polipropileno isotáctico de MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm) y un 4,5 % en peso de un copolímero polipropileno de grado 100 comercializado por la sociedad Montell con la denominación MoplenTM EP-N 31 MA.

Los resultados obtenidos son 1718 N/mm² para el módulo de elasticidad en flexión cuatro puntos según la norma DIN 53457 y 3,2 kJ/m² para el choque Charpy a 23°C según la norma DIN 53453.

Prueba n° 62:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una dispersión que contiene un 60 % en peso de la resina polipropileno homopolímero comercializada por la sociedad Montell con la denominación MontellTM TM 1600K y un 40 % en peso de la mezcla-maestra según la invención de composición:

- un 87,0 % en peso de una tiza de Champaña tratada con ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 7,0 % en peso de polipropileno isotáctico de MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm) y un 6,0 % en peso de un copolímero polipropileno de grado 100 comercializado por la sociedad Montell con la denominación MoplenTM EP-N 31 MA.

Los resultados obtenidos son iguales a 1754 N/mm² para el módulo de elasticidad en flexión cuatro puntos según la norma DIN 53457 y 3,1 kJ/m² para el choque Charpy a 23°C según la norma DIN 53453.

Prueba n° 63:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una dispersión que contiene un 69 % en peso de la resina polipropileno comercializada por la sociedad Borealis con la denominación BorealisTM 202 E y un 31 % en peso de una mezcla-

maestra (que corresponde a un 25 % en peso de carga mineral) según la invención de composición:

- un 80,5 % en peso de un talco de granulometría en el que un 41 % de partículas posee un diámetro medio inferior a 5 micrómetros;
- un 18,5 % en peso de polipropileno isotáctico de MFI igual a 1038 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm);
- un 1,0 % en peso de estereato de cinc.

Los resultados obtenidos son iguales a 2212 N/mm² para el módulo de elasticidad en flexión cuatro puntos según la norma DIN 53457 y 12 kJ/m² para el choque Charpy a 23°C según la norma DIN 53453.

Prueba n° 64:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una dispersión que contiene un 69,88 % en peso de la resina polipropileno comercializada por la sociedad Borealis con la denominación BorealisTM 202 E y un 30,12 % en peso de una mezcla-maestra (que corresponde a un 25 % en peso de carga mineral) según la invención de composición:

- un 41,5 % en peso de una tiza de Champaña tratada mediante el ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 41,5 % en peso de un talco de granulometría en el que un 41 % de las partículas tienen un diámetro medio inferior a 5 micrómetros;
- un 16,5 % en peso de un polipropileno isotáctico de MFI igual a 1038 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm);
- un 0,5 en peso de un dispersante del tipo fosfato de alcohol graso comercializado por la sociedad Coatex con la denominación COATEX DOPP-18.

Los resultados obtenidos son 1845 N/mm² para el módulo de elasticidad en flexión cuatro puntos según la norma DIN 53457 y 18 KJ/m² para el choque Charpy a 23°C según la norma DIN 53453.

Prueba n° 65:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una dispersión que contiene un 70,59 % en peso de la resina polipropileno comercializada por la sociedad Borealis con la denominación BorealisTM 202 E y un 29,41 % en peso de una mezcla-maestra (que corresponde a un 25 % en peso de carga mineral) según la invención de composición:

- un 63,75 % en peso de una tiza de Champaña tratada mediante ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;

- un 21,25 % en peso de un talco de granulometría en el que un 41 % de partículas poseen un diámetro medio inferior a 5 micrómetros;
- un 14,5 % en peso de polipropileno isotáctico de MFI igual a 1038 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm);
- un 0,5 % en peso de un dispersante de tipo fosfato de alcohol graso comercializado por la sociedad Coatex con la denominación COATEX DOPP-18.

Los resultados obtenidos son iguales a 1670 N/mm² para el módulo de elasticidad en flexión cuatro puntos según la norma DIN 53457 y 22 Kj/m² para el choque Charpy a 23°C según la norma DIN 53453.

Los diferentes resultados obtenidos se agrupan en la siguiente tabla 3.

TABLA 3

Prueba n°	Tipo de resina	Mezcla-maestra % carga - % polipropileno isotáctico	Módulo de elasticidad en flexión cuatro puntos (N/mm²)	Choque Charpy a 23°C (kJ/m²)
Arte anterior	PEHD	88 % tiza - 0 % PPI	799	3,4
Invención	PEHD	87 % tiza - 8,5 % PPI	1363	3,4
Invención	PEHD	87 % tiza - 8,5 % PPI	1333	3,6
Invención	PEHD	87 % tiza - 8,5 % PPI	1309	3,4
Testigo	PPH	0%	914	2,6
Arte anterior	PPH	88 % tiza - 0 % PPI	1446	3,0
Invención	PPH	87 % tiza - 10 % PPI	1805	3,0
Invención	PPH	87 % tiza - 8,5 % PPI	1718	3,2
Invención	PPH	87 % tiza - 7 % PPI	1754	3,1
Invención	PP	80,5 % talco-18,5 % PPI	2212	12,0
Invención	PP	41,5 % tiza - 41,5 % talco- 16,5 % PPI	1845	18,0
Invención	PP	63,75 % tiza - 21,25 % talco- 14,5 % PPI	1670	22,0

PEHD: Polietileno de alta densidad
PPH: Polipropileno homopolímero
PPI: Polipropileno isotáctico
PP: Polipropileno

La lectura de la tabla 3 permite constatar que la selección de polipropileno isotáctico de fluidez elevada y superior o igual a 200 g/10 min. como se ha medido anteriormente permite obtener excelentes propiedades mecánicas cualesquiera que fuera la resina de nueva dispersión o la carga constitutiva de mezcla-maestra.

Las buenas propiedades de impacto caracterizan la buena dispersión de la carga en la matriz polímero.

EJEMPLO 5

Este ejemplo concierne la determinación de la dureza de los productos según la invención.

Para ello, y para cada una de las pruebas n° 66 a 68, las mezclas-maestras según la invención enfriadas a temperatura ambiente, habiendo sido realizadas en forma de pastas a unos 190°C aproximadamente y con un caudal de 155 kg/h., mediante la añadidura de diferentes constituyentes en un mezclador continuo de doble tornillo con una capacidad nominal de 500 kg/h y terminado por una extrusionadora monotornillo, se ha procedido a la medida de la dureza Shore D mediante la ayuda de un durómetro de tipo Zwich™ y según la norma NF T 51-109, y desde el momento de la puesta bajo tensión de la muestra de concentrado de carga, denominada igualmente mezcla-maestra.

Prueba n°66:

Este ensayo ilustra el arte anterior y pone en aplicación una composición que contiene:

- un 87,0 % en peso de una tiza de Champaña tratada con ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 13,0 % en peso de polipropileno amorfo de MFI igual a 450 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm) comercializado por la sociedad Huntsman con la denominación Rexflex™ WL 125.

La dureza obtenida es de 66.

Prueba n°67:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una composición que contiene:

- un 87,0 % en peso de una tiza de Champaña tratada con ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 9,1 % en peso de polipropileno amorfo de MFI igual a 450 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm) comercializado por la sociedad Huntsman con la denominación Rexflex™ WL 125;

- un 3,9 % en peso de un polipropileno isotáctico de MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190° C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm).

La dureza obtenida es de 73.

Prueba n°68:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación una composición que contiene:

- un 87,0 % en peso de una tiza de Champaña tratada con ácido esteárico con un diámetro medio igual a 2 micrómetros;
- un 13,0 % en peso de polipropileno isotáctico de MFI igual a 840 g/10 min. (temperatura 190°C, carga 10 kg, boquilla de 1,05 mm).

La dureza obtenida es de 76.

Estos resultados muestran que los compuestos según la invención son más duros que los del arte anterior (76 y 73 son superiores a 66), y que es posible regular la dureza de la mezcla-maestra haciendo variar la composición de la parte orgánica de ésta última.

EJEMPLO 6

Este ejemplo implica la utilización de la mezcla-maestra, según la invención, en la extrusión de películas.

Para la realización de las películas de polietileno lineal de baja densidad, denominado asimismo LLDPE y para cada una de las pruebas n° 70 a 76, la resina LLDPE es extrusionada en presencia de cantidades crecientes de la mezcla-maestra de la prueba n° 14, según la invención, mediante la puesta en aplicación de un reómetro de tipo Haake Rheocord™ equipado de una extrusora doble tornillo girando a 30 revoluciones/minuto y mediante paso a través de la boquilla circular a una temperatura de 190°C y cuyo diámetro es aumentado antes del enfriamiento mediante inyección en continuo de aire con una presión de 40 bares.

La refrigeración se efectúa con el aire.

Una vez que se haya realizado la película, se mide el espesor.

La prueba n° 69 corresponde al testigo, es decir a la realización de una película con una resina LLDPE virgen que proporciona un espesor de película igual a 9 micrómetros.

Las diferentes cantidades de las mezclas-maestras de la prueba n° 14 puestas en aplicación, según la invención, corresponden a los porcentajes de masa de tiza con respecto al peso de la resina como se describe a continuación.

Prueba n° 70:

Esta prueba que ilustra la invención corresponde a un 5,3 % de tiza con respecto al peso de LLDPE y proporciona un espesor de película igual a 11 micrómetros.

Prueba n° 71:

Esta prueba que ilustra la invención corresponde a un 15,2 % de tiza con respecto al peso de LLDPE y proporciona un espesor de película igual a 15 micrómetros.

Prueba n° 72:

Esta prueba que ilustra la invención corresponde a un 28,7 % de tiza con respecto al peso de LLDPE y proporciona un espesor de película igual a 19 micrómetros.

Prueba n° 73:

Esta prueba que ilustra la invención corresponde a un 29,1 % de tiza con respecto al peso de LLDPE y proporciona un espesor de película igual a 22 micrómetros.

Prueba n° 74:

Esta prueba que ilustra la invención corresponde a un 45,6 % de tiza con respecto al peso de LLDPE y proporciona un espesor de película igual a 32 micrómetros.

Prueba n° 75:

Esta prueba que ilustra la invención corresponde a un 51,7 % de tiza con respecto al peso de LLDPE y proporciona un espesor de película igual a 31 micrómetros.

Prueba n° 76:

Esta prueba que ilustra la invención corresponde a un 53,2 % de tiza con respecto al peso de LLDPE y proporciona un espesor de película igual a 25 micrómetros.

Asimismo, a la lectura de los resultados, podemos constatar que es posible obtener una película extrusionada conteniendo la mezcla-maestra según la invención.

EJEMPLO 7

Este ejemplo concierne la utilización de mezclas-maestras, según la invención, en el calandrado.

Para ello, y para cada una de las pruebas, se prepara en un mezclador de cilindros una mezcla de un 60 % en peso de polímero virgen con un 40 % en peso de la composición de la prueba n° 9 según la invención.

Los parámetros del mezclador son para cada una de las pruebas:

- temperatura de los cilindros igual a 170°C,
- espesor de paso entre los cilindros igual a 1 mm,
- velocidad de los cilindros igual a 25 r/min.

El calandrado se termina cuando la composición es visualmente homogénea.

Entonces se determina, para cada una de las pruebas, el módulo de elasticidad en flexión cuatro puntos según la norma DIN 53457 y el choque Charpy cortado, efectuado a 23°C, según la norma DIN 53453.

Prueba n° 77:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación, como polímero virgen, un polipropileno hopolímero comercializado por la sociedad Montell con la denominación Montell™ TM 1600K.

Los resultados obtenidos son 1 695 N/mm² para el módulo de elasticidad en flexión cuatro puntos según la norma DIN 53457 y 2,9 kJ/m² para el choque Charpy cortado, efectuado a 23°C, según la norma DIN 53453.

Prueba n° 78:

Esta prueba ilustra la invención y pone en aplicación, como polímero virgen, un polietileno de alta densidad comercializado por la sociedad Plüss-Staufer con la denominación Hostalen™ GC 7260.

Los resultados obtenidos son iguales a 1 285 N/mm² para el módulo de elasticidad en flexión cuatro puntos según la norma DIN 53457 y 3,4 kJ/m² para el choque Charpy cortado, efectuado a 23°C, según la norma DIN 53453.

De esta manera los resultados permiten observar que las mezclas-maestras según la invención son utilizables en las técnicas de calandrado.

REIVINDICACIONES

1/ Procedimiento para la determinación de las propiedades mecánicas de una mezcla-maestra o concentrado de carga (s) mineral (es), que contiene una cantidad de carga mineral superior a un 80 % en peso, preferentemente de un 80,5 % a un 95,0 % y muy preferentemente de un 82,0 % a un 93,0 %, que posee un índice de fluidez o MFI superior o igual a 5 g/10 min. (190°C – 5 kg – 2,09 mm) medido según la norma NF T 51-620, de preferencia superior o igual a 8 g/10 min. (190°C-5 kg- 2,09 mm), que contiene por lo menos un polímero de tipo polipropileno isotáctico de muy elevada fluidez que presenta un porcentaje de cristalinidad (denominado igualmente índice de isotacticidad) superior a un 20 %, preferentemente comprendido entre un 30 % y un 90 %, muy preferentemente comprendido entre un 50 % y un 85 %, medido por el método DSC, y en donde la o las carga (s) minerales tratadas o no se han elegido entre los carbonatos tales como carbonatos de calcio natural que incluyen diferentes tizas, calcitas, mármoles o entre los carbonatos sintéticos, tales como los carbonatos de calcio precipitado a diferentes fases de cristalización o aún son elegidos entre las sales mixtas de magnesio y de calcio, tales como las dolomias o asimismo entre el carbonato de magnesio, el carbonato de cinc, la cal, la magnesia, el sulfato de bario, tal como principalmente la barita, el sulfato de calcio, la sílice, los silicomagnesios, tales como el talco, la wollastonita, las arcillas y demás silicoaluminosos tales como los caolines, el mica, los óxidos o hidróxidos de metales o de alcalino-terrosos tales como el hidróxido de magnesio, los óxidos de hierro, el óxido de cinc, la fibra o el polvo de vidrio, la fibra o el polvo de madera, los pigmentos minerales u orgánicos o las mezclas de esos compuestos, tales como las mezclas de talco y de carbonatos, así como las mezclas de óxido de titanio y de carbonatos, mezclas efectuadas antes o después del triturado de los minerales, específicamente para la determinación del módulo de elasticidad en flexión cuatro puntos según la norma DIN 53457 y el choque Charpy a 23°C según la norma DIN 53453, caracterizado en que las probetas realizadas mediante inyección se someten a aquellas pruebas de propiedades mecánicas, mediante la realización de probetas normalizadas (ISO 1873-2: 1989) mediante una prensa piloteada mediante un microprocesador con una fuerza de cierre de 900 kN, un diámetro de tornillo de 32 mm y una relación longitud/diámetro de 18,8, en donde los principales parámetros de regulación de la prensa son los siguientes:

- (i) la temperatura de la materia está comprendida entre 200°C y 240°C según el polímero o copolímero de dispersión utilizado,
- (ii) la temperatura del molde es de 40°C,

(iii) la temperatura del tubo evoluciona entre 180°C y 240°C según el polímero o copolímero de dispersión utilizado,

(iv) la velocidad de inyección máxima es de 200 m/s,

(v) la presión de inyección es de 100 bares (10×10^6 Pa),

(vi) la duración del ciclo es del orden de 62 segundos, comprendiendo un tiempo de refrigeración de 30 segundos, un tiempo de inyección de 2 seconds, un tiempo de mantenimiento de 25 segundos y por último un tiempo entre dos ciclos de 5 segundos;

y alimentando la prensa sucesivamente polímeros o copolímeros solos sirviendo como testigo y mediante mezclas de los mismos polímeros o copolímeros en los que se han introducido las mezclas maestras según cualquiera de las reivindicaciones 6 a 8, en la forma de granulados a un caudal de 155 kg/h, mediante la añadidura de los diferentes constituyentes en un mezclador continuo de doble tornillo terminado por una extrusora monotornillo a la salida de la cual está adaptado un granulador.

2/ Procedimiento para la determinación de la dureza de una mezcla-maestra o concentrado de carga (s) mineral (es), que contiene una cantidad de carga mineral superior a un 80 % en peso, preferentemente de un 80,5 % a un 95,0 % y muy preferentemente de un 82,0 % a un 93,0 %, que posee un índice de fluidez o MFI superior o igual a 5 g/10 min. (190°C – 5 kg – 2,09 mm) medido según la norma NF T 51-620, de preferencia superior o igual a 8 g/10 min. (190°C-5 kg-2,09 mm), que contiene por lo menos un polímero de tipo polipropileno isotáctico de muy elevada fluidez que presenta un porcentaje de cristalinidad (denominado igualmente índice de isotacticidad) superior a un 20 %, preferentemente comprendido entre un 30 % y un 90 %, muy preferentemente comprendido entre un 50 % y un 85 %, medido por el método DSC, y en donde la o las carga (s) minerales tratadas o no se han elegido entre los carbonatos tales como carbonatos de calcio natural que incluyen diferentes tizas, calcitas, mármoles o entre los carbonatos sintéticos, tales como los carbonatos de calcio precipitado a diferentes fases de cristalización o aún son elegidos entre las sales mixtas de magnesio y de calcio, tales como las dolomias o asimismo entre el carbonato de magnesio, el carbonato de cinc, la cal, la magnesia, el sulfato de bario, tal como principalmente la barita, el sulfato de calcio, la sílice, los silicomagnesios, tales como el talco, la wollastonita, las arcillas y demás silicoaluminosos tales como los caolines, el mica, los óxidos o hidróxidos de metales o de alcalino-terrosos tales como el hidróxido de magnesio, los óxidos de hierro, el óxido de cinc, la fibra o el polvo de vidrio, la fibra o el polvo de madera, los pigmentos minerales u orgánicos o las mezclas de esos compuestos, tales como las mezclas de talco y de carbonatos, así como las mezclas de óxido de titanio y de carbonatos, mezclas efectuadas antes o después

del triturado de los minerales, caracterizado en que dicha mezcla maestra es enfriada a temperatura ambiente, habiendo sido realizada en forma de pastas a 190°C y con un caudal de 155 kg/h, mediante la añadidura de diferentes constituyentes en un mezclador continuo de doble tornillo con una capacidad nominal de 500 kg/h y terminado por una extrusora monotornillo, y se ha procedido a la medida de la dureza Shore D utilizando un durómetro y según la norma NF T 51-109.

OMYA SAS
BE 0086/CD
61 69

REPÚBLICA FRANCESA

INPI - INSTITUTO NACIONAL DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE INVENCION

CERTIFICADO DE UTILIDAD - CERTIFICADO DE ADICIÓN

COPIA OFICIAL

El Director General del Instituto Nacional de la Propiedad Industrial certifica que el documento anexo es la copia certificada auténtica de una solicitud de título de propiedad industrial radicada en dicho Instituto.

Dado en Paris, el 17 de enero del año 2001.

Por el Director General del Instituto Nacional de la Propiedad Industrial.

El Jefe de División. Firma ilegible de Martine Planche.

Instituto Nacional de la Propiedad Industrial
Establecimiento Público Nacional creado por la ley No.51-444 del
19 de abril de 1951.

Sede: 26 bis, rue de Saint-Petersbourg, 75800 Paris Cedex 08

Tel: (1) 53 04 53 04 - Fax: (1) 42 93 59 30

<http://www.inpi.fr>

Traducción Oficial No. 
JEAN - JACQUES H. TURPIN
Traductor e Intérprete Oficial
FRANCES - ESPAÑOL
Res. Minjusticia No. 2680/91

I.N.P.I
INSTITUTO NACIONAL DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL
26 bis, rue de Saint-Petersbourg 75800 Paris Cedex 08
Tel: (1) 53 04 53 04 - Fax: 01 42 94 86 54

PATENTE DE INVENCION - CERTIFICADO DE UTILIDAD
Código de la propiedad intelectual - Libro VI

SOLICITUD DE CONCESION 1/2
Llenar este impreso de manera legible en tinta negra

Reservado para el INPI

Fecha de remisión de los documentos : 14 de febrero del 2000
Lugar de remisión de los documentos : 69 INPI LYON
Número de registro nacional atribuido por el INPI : 0001788
Fecha de presentación de la solicitud atribuida : 14 de febrero del 2000

1. **Nombre y domicilio del solicitante o mandatario a quien toda la correspondencia debe ser enviada:**

COATEX S.A.

Éric HESSANT – 35, rue Ampère, 69730 GENAY - FRANCIA

Sus referencias para este asunto (facultativo): BR0086

Confirmación de una solicitud por fax: ____ No. atribuido al fax por el INPI

2. **Naturaleza de la solicitud (marcar una de las siguientes cuatro casillas)**

Solicitud de patente X

Solicitud de certificado de utilidad

Solicitud divisionaria

- *Solicitud de patente inicial*

No. Fecha

- *o solicitud de certificado de utilidad inicial*

No. Fecha

Traducción Oficial No.
JEAN - JACQUES H. TURPIN
Traductor e Intérprete Oficial
FRANCES - ESPAÑOL
Res. Minjusticia No. 2680/91

Transformación de una solicitud de patente europea _____

Solicitud de patente inicial - No. _____ Fecha _____

3. Título de la invención (Máximo 200 caracteres o espacios)

Utilización de polipropilenos isotácticos con una fluidez muy alta para la preparación de concentrados de cargas utilizables en los termoplásticos del tipo olefínico, concentrados de cargas y termoplásticos así obtenidos.

4. Declaración de prioridad o solicitud del beneficio de la fecha de inscripción de una solicitud anterior francesa

País u organización Fecha: (en blanco) Número: (en blanco)

Si hay otras prioridades, marcar la casilla y utilizar el impreso "continuación" _____

5. Solicitante - Si hay otros solicitantes, marcar la casilla y utilizar el impreso "continuación" _____

Nombre o denominación social	:	OMYA
Nombres	:	(en blanco)
Forma jurídica	:	Sociedad Anónima
No. de siren	:	5 6 2 0 7 2 6 7 8
Código APE-NAF	:	(en blanco)
Dirección	Calle	: 35, quai André Citroën
	Código postal y ciudad	: 75725 – PARIS Cedex 15
País	:	FRANCIA
Nacionalidad	:	Francesa
No. de teléfono (facultativo)	:	(en blanco)
No. de fax (facultativo)	:	(en blanco)
Dirección electrónica (facultativo)	:	(en blanco)

I.N.P.I - INSTITUTO NACIONAL DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL

PATENTE DE INVENCION - CERTIFICADO DE UTILIDAD

SOLICITUD DE CONCESION 2/2

Reservado para el INPI

Fecha de remisión de los documentos : 14 de febrero del 2000

Lugar de remisión de los documentos : 69 INPI LYON

Número de registro nacional atribuido por el INPI : 0001788

Sus referencias para este asunto (facultativo): BR0086**6. Apoderado**

Apellido : HESSANT

Nombre : Eric

Oficina o sociedad : COATES S.A.

No. del poder permanente y/o de la relación contractual : PG No. 03014

Dirección : 35, rue Ampère
Calle : 69730 – GENAY
Código postal y ciudad : FRANCIA

No. de teléfono (facultativo) : (en blanco)

No. de fax (facultativo) : (en blanco)

Dirección electrónica(facultativo) : (en blanco)

7. Inventores:

Los inventores son los solicitantes: SI _____

NO X

Si la respuesta es NO, suministrar una designación de inventor(es) por separado.

57

68
65

8. Informe de investigación – Únicamente para una solicitud de patente
(incluyendo división y transformación)

Establecimiento inmediato X

establecimiento diferido

Pago a plazos del impuesto

En tres pagos, únicamente para personas naturales

SI NO

9. Reducción de la tasa de impuestos

Únicamente para personas naturales

 Solicitada por primera vez para la presente invención (*adjuntar un
aviso de no-contribución al impuesto*)

 Solicitada antes de la solicitud: *adjuntar copia de la decisión de
admisión para esta invención o indicar su referencia*)

Si se solicitó el impreso "continuación", indicar el número de páginas
adjuntas

10. Firma del solicitante o de su apoderado. (Apellido y calidad de la
persona quien firma la inscripción)

Por OMYA S.A., firma ilegible de Éric HESSANT, apoderado.

Sello de la prefectura o del INPI - Firma ilegible de D. GIRAUD.

56

I.N.P.I - INSTITUTO NACIONAL DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL
Departamento de Patentes

26 bis, rue de Saint-Petersbourg 75800 Paris Cedex 08
Tel: (1) 53 04 53 04 - Fax: 01 42 94 86 54

PATENTE DE INVENCION - CERTIFICADO DE UTILIDAD

Código de la propiedad intelectual - Libro VI

DESIGNACIÓN DE LOS INVENTORES Página No.1./1.

(si el solicitante no es el inventor o el único inventor)

Llenar este impreso de manera legible en tinta negra

Sus referencias para este asunto (facultativo) : BR0086

No. de registro nacional : 0001788

Título de la invención

Utilización de polipropilenos isotácticos con una fluidez muy alta para la preparación de concentrados de cargas utilizables en los termoplásticos del tipo olefinico, concentrados de cargas y termoplásticos así obtenidos.

El (los) solicitante(s):

OMYA S.A.

35, Quai André Citroën, 75725 PARIS Cedex 15 - FRANCIA

señala(n) como inventor(es): (indicar arriba parte derecha "Página No. 1/1". Si hay más de tres inventores, utilizar un formulario idéntico y numerar cada página indicando el número total de páginas).

Apellido : BLANCHARD

Nombres : Pierre

Dirección : Calle : 63, chemin de Budron

Código postal y ciudad : 01600 - REYRIEUX (FRANCIA)

Sociedad de pertenencia (facultativo): (en blanco)

Traducción Oficial No. 
JEAN - JACQUES H. TURPIN
Traductor e Intérprete Oficial
FRANCES - ESPAÑOL
Res. Minijusticia No. 2680/91

59

70
67

Apellido : HUSSON

Nombres : Maurice

Dirección : Calle : 4, rue Jean Moulin

Código postal y ciudad : 51000 – CHALONS EN

CHAMPAGNE (FRANCIA)

Sociedad de pertenencia (*facultativo*): (en blanco)

Fecha y firma del (de los) solicitante(s) o del apoderado. (Apellido y calidad de la persona quien firma la inscripción)

Por OMYA S.A.: El 14 de febrero del 2000.

Firma ilegible del apoderado Éric HESSAND (PG No. 03014).

Traducción Oficial No.
JEAN - JACQUES H. TURPIN
Traductor e Intérprete Oficial
FRANCES - ESPAÑOL
Res. Minjusticia No. 2680/91

REIVINDICACIONES

- 1/ Procedimiento para la preparación de mezcla-maestras o concentrados de carga(s) mineral(es) altamente cargadas en materia(s) o carga(s) mineral(es), utilizables para cargar materias termoplásticas con la ayuda de dichas cargas minerales, utilizando polímeros o mezclas de polímeros como aglutinante, que se caracteriza en que dichos polímeros o mezclas de polímeros:
 - incluyen al menos un polipropileno con una muy alta fluidez, y
 - tienen un porcentaje de cristalinidad comúnmente llamado índice de isotacticidad superior a cerca del 20%, preferiblemente comprendido entre el 30% y el 90%, muy preferiblemente comprendido entre el 50% y el 85%, medido por el método DSC.
- 2/ Procedimiento para la preparación de mezcla-maestras o concentrados de carga(s) mineral(es) altamente cargadas en materia(s) o carga(s) mineral(es) según la reivindicación 1, que se caracteriza en que dichos polímeros o mezclas de polímeros muestran un índice de fluidez también llamado MFI (Melting Flow Index) superior o igual a 200g/10 min, medido según la norma modificada NF T 51-620 (190°C – 10 Kg – 1.05 mm).
- 3/ Procedimiento para la preparación de mezcla-maestras o concentrados de carga(s) mineral(es) altamente cargadas en materia(s) o carga(s) mineral(es)

61

69 72

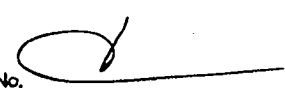
según la reivindicación 2, que se caracteriza en que dichos polímeros o mezclas de polímeros muestran un índice de fluidez superior o igual a 500 g/10 min, medido según la norma modificada NF T 51-620 (190°C – 10 Kg – 1.05 mm).

4/ Procedimiento para la preparación de mezcla-maestras o concentrados de carga(s) mineral(es) altamente cargadas en materia(s) o carga(s) mineral(es) según cualquiera de las reivindicaciones 1 o 2, que se caracteriza en que la parte orgánica del concentrado de cargas, o sea la mezcla de polímeros que forman el aglutinante y eventualmente los aditivos usuales, está compuesta:

- del 30% al 100% de polipropileno isotáctico con una fluidez muy alta cuyo MFI medido según la norma modificada NFT 51-620 es superior o igual a 200g/min. (temperatura 190°C, carga 10 Kg, hilera de 1.05 mm);

- del 0% al 70% de poliolefinas amorfas y/o cristalinas elegidas entre el polipropileno, polietileno y los polímeros o copolímeros a base de monómeros etilénicos que contienen de 2 a 6 átomos de carbono solos o en mezcla;

- del 0% al 5% de aditivos tales como los estabilizantes térmicos, los antioxidantes, los anti-UV, los dispersantes, los lubricantes, los colorantes, los plastificantes, los antiestáticos, los ignifugantes, los agentes de nucleación, los agentes que pasivan los metales tales como los agentes cupropasivos.



60

- 5/ Procedimiento para la preparación de mezcla-maestras o concentrados de carga(s) mineral(es) altamente cargadas en materia(s) o carga(s) mineral(es) según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, que se caracteriza en que dicho polímero es un polipropileno isotáctico con una fluidez muy alta.
- 6/ Procedimiento para la preparación de mezcla-maestras o concentrados de carga(s) mineral(es) altamente cargadas en materia(s) o carga(s) mineral(es) según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, que se caracteriza en que dichos polímeros o mezclas de polímeros están constituidos de al menos un polipropileno isotáctico con una fluidez muy alta y al menos otro polímero olefínico cristalino o amorfo.
- 7/ Procedimiento para la preparación de mezcla-maestras o concentrados de carga(s) mineral(es) altamente cargadas en materia(s) o carga(s) mineral(es) según la reivindicación 6, que se caracteriza en que el otro polímero olefínico cristalino o amorfo es un polietileno.
- 8/ Procedimiento para la preparación de mezcla-maestras o concentrados de carga(s) mineral(es) altamente cargadas en materia(s) o carga(s) mineral(es) según la reivindicación 6, que se caracteriza en que dichos polímeros o mezcla de polímeros están constituidos de un polipropileno isotáctico con una fluidez muy alta y un polietileno.

- 9/ Procedimiento para la preparación de mezcla-maestras o concentrados de carga(s) mineral(es) altamente cargadas en materia(s) o carga(s) mineral(es) según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, que se caracteriza en que dichos polímeros o mezclas de polímeros están constituidos de al menos un polipropileno isotáctico con una fluidez muy alta y de al menos otro copolímero o terpolímero olefínico amorfo o atáctico o ligeramente amorfo o ligeramente atáctico.
- 10/ Mezcla-maestra o concentrado de carga(s) mineral(es) altamente cargada en materia(s) o carga(s) mineral(es) que se caracteriza en que contiene un porcentaje en carga mineral superior o igual al 80% en peso, preferiblemente del 80% al 95% y muy preferiblemente del 82% al 93%, en que posee un índice de fluidez o MFI superior o igual a 5 g/10 min (190°C - 5 Kg - 2.09 mm) medido según la norma NF T 51-620, preferiblemente superior o igual a 8 g/10 min (190°C - 5 Kg - 2.09 mm), y en que contiene al menos un polímero del tipo polipropileno isotáctico con una fluidez muy alta que muestra un porcentaje de cristalinidad (también llamado índice de isotacticidad) superior en cerca del 20%, preferiblemente comprendido entre el 30% y 90%, muy preferiblemente comprendido entre el 50% y el 85%, medido por el método DSC.
- 11/ Mezcla-maestra o concentrado de carga(s) mineral(es) altamente cargada en materia(s) o carga(s) mineral(es) según la reivindicación 10 que se caracteriza en que la(s) carga(s) mineral(es) procesada(s) o no se eligen entre los

64

75
72

carbonatos tales como los carbonatos de calcio natural dentro de los cuales las diferentes tizas, calcitas, mármoles o entre los carbonatos sintéticos tales y como los carbonatos de calcio precipitados en diferentes estados de cristalización o también se eligen entre las sales mixtas de magnesio y calcio tales y como las dolomías o también entre el carbonato de magnesio, el carbonato de zinc, la cal, la magnesia, el sulfato de bario tal y como especialmente la barita, el sulfato de calcio, la sílice, los sílicomagnesianos tales y como los talcos, la wolastonita, las arcillas y demás sílico-aluminosos tales y como los kaolines, la mica, los óxidos o hidróxidos de metales o de alcalinoterrosos tales y como el hidróxido de magnesio, los óxidos de hierro, el óxido de zinc, el óxido de titanio, la fibra o el polvo de vidrio, la fibra o el polvo de madera, los pigmentos minerales u orgánicos o las mezclas de estos compuestos, especialmente las mezclas de talco con carbonato, mezcla efectuada antes o después de la trituración de los minerales.

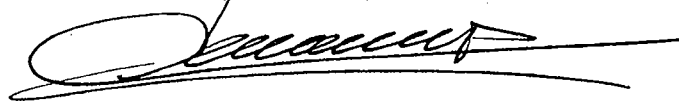
- 12/ Mezcla-maestra o concentrado de carga(s) mineral(es) altamente cargada en materia(s) o carga(s) mineral(es) según la reivindicación 11 que se caracteriza en que la o las carga(s) mineral(es) procesada(s) o no se eligen entre los carbonatos de calcio natural dentro de los cuales las diferentes tizas, calcitas, mármoles o entre los carbonatos sintéticos tales y como los carbonatos de calcio precipitado o también entre el talco, el hidróxido de magnesio, la barita, el dióxido de titanio, la wolastonita o las dolomías y sus mezclas.

63

- 13/ Procedimiento para preparar materias termoplásticas cargadas con la ayuda de carga(s) mineral(es) , que se caracteriza en que se prepara una mezcla, en una o varias veces, de dicha o dichas materias termoplásticas con una mezcla maestra según cualquiera de las reivindicaciones 10 a 12 que se caracteriza en que dicha o dichas materias termoplásticas se eligen entre los polietilenos de baja densidad, alineados o ramificados, o los polietilenos de alta densidad, los polipropilenos homo- o copolímeros, los poliisobutilenos y los copolímeros obtenidos durante la polimerización de al menos dos de los co-monómeros etileno, propileno, isobutileno, las poliolefinas modificadas por injerto tales y como las poliolefinas injertadas anhídrido maléico o por copolimerización tales y como las poliolefinas halogenadas, los polipropilenos modificados EPDM (etileno, propileno, dieno, monómero), los polipropilenos modificados SEBS (estireno, etileno, butileno, estireno) o también de al menos dos de los polímeros anteriormente citados, en mezcla, o también los cauchos o elastómeros naturales o sintéticos y termoplásticos, entre estos últimos especialmente los cauchos SBR (caucho estireno-butadieno) o EPDM o SEBS termoplásticos
14. Utilización de mezcla-maestras según cualquiera de las reivindicaciones 10 a 12, eventualmente bajo la forma de conglomerados o granulados, para fabricar artículos industriales moldeados, mediante termoconformación o inyección.

15. Utilización de mezcla-maestras según cualquiera de las reivindicaciones 10 a 12, eventualmente bajo la forma de conglomerados o granulados, para la extrusión y especialmente de una película, una funda o un tubo o un perfil, o alambres y cables, para la extrusión soplado, la extrusión de bandas estrechas o también la extrusión satinado sobre papel u hoja metálica.
- 16/ Utilización de mezcla-maestras según cualquiera de las reivindicaciones 10 a 12, eventualmente bajo la forma de conglomerados o granulados, para el satinado.
- 17/ Objetos moldeados, extrusionados o satinados obtenidos mediante la utilización de mezcla-maestras según cualquiera de las reivindicaciones 10 a 12.

Traducción Oficial No.
JEAN - JACQUES H. TURPIN
Traductor e Intérprete Oficial
FRANCOIS - ESPANOL
Res. Minjusticia No. 2680/91



67

R E P U B L I Q U E F R A N C A I S E

PARIS 15^e ARRONDISSEMENT 75008 PARIS

BR 0086/CO

75



INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

BREVET D'INVENTION

CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION

COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 17 JAN. 2001

Pour le Directeur général de l'Institut
national de la propriété industrielle
Le Chef du Département des brevets

M. Planche

Martine PLANCHE

INSTITUT
NATIONAL DE
LA PROPRIÉTÉ
INDUSTRIELLE

SIEGE
26 bis, rue de Saint Petersburg
75800 PARIS cedex 08
Téléphone : 01 53 04 53 04
Télécopie : 01 42 93 59 30
<http://www.inpi.fr>

66

68

76 70



26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

BREVET D'INVENTION
CERTIFICAT D'UTILITÉ



Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 1/2

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire DB 540 W / 260899

Réserve à l'INPI REMISE DES PIÈCES DATE 14 FEV 2000 LIEU 69 INPI LYON N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI 0001788 DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI 14 FEV. 2000 Vos références pour ce dossier BRO086 <i>(facultatif)</i>		1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE COATEX S.A. Eric HESSANT 35 rue Ampère 69730 GENAY (FRANCE)	
Confirmation d'un dépôt par télécopie ☐ N° attribué par l'INPI à la télécopie			
2 NATURE DE LA DEMANDE	Cochez l'une des 4 cases suivantes		
Demande de brevet	☒		
Demande de certificat d'utilité	☐		
Demande divisionnaire	☐		
<i>Demande de brevet initiale</i>	N° Date / /		
<i>ou demande de certificat d'utilité initiale</i>	N° Date / /		
Transformation d'une demande de brevet européen <i>Demande de brevet initiale</i>	☐ N° Date / /		
3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) Utilisation de polypropylènes isotactiques de très grande fluidité pour la préparation de concentrés de charges utilisables dans les thermoplastiques de type oléfinique, concentrés de charges et thermoplastiques ainsi obtenus.			
4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE	Pays ou organisation N° Date / / Pays ou organisation N° Date / / Pays ou organisation N° Date / / ☐ S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»		
5 DEMANDEUR	☐ S'il y a d'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»		
Nom ou dénomination sociale	OMYA		
Prénoms			
Forme juridique	Société Anonyme		
N° SIREN	5. 6. 2 0. 7. 2. 6. 7. 8		
Code APE-NAF			
Adresse	Rue	35 Quai André Citroën	
	Code postal et ville	75725	PARIS Cedex15
Pays	FRANCE		
Nationalité	Française		
N° de téléphone <i>(facultatif)</i>			
N° de télécopie <i>(facultatif)</i>			
Adresse électronique <i>(facultatif)</i>			

64

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

08 540 W / 260899

REMISE DES PIÈCES DATE 14 FEV 2000 LIEU 69 INPI LYON N° D'ENREGISTREMENT 0001788 NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI 14 FEV. 2000		1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE COATEX S.A. Eric HESSANT 35 rue Ampère 69730 GENAY (FRANCE)	
Vos références pour ce dossier BR0086 <i>(facultatif)</i>			
Confirmation d'un dépôt par télécopie ☐ N° attribué par l'INPI à la télécopie			
2 NATURE DE LA DEMANDE Demande de brevet ☒ Demande de certificat d'utilité ☐ Demande divisionnaire ☐ Demande de brevet initiale N° / / ou demande de certificat d'utilité initiale N° / / Transformation d'une demande de brevet européen Demande de brevet initiale N° / /		Cochez l'une des 4 cases suivantes	
3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) Utilisation de polypropylènes isotactiques de très grande fluidité pour la préparation de concentrés de charges utilisables dans les thermoplastiques de type oléfinique, concentrés de charges et thermoplastiques ainsi obtenus.			
4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE A DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE		Pays ou organisation N° Date / / Pays ou organisation N° Date / / Pays ou organisation N° Date / / ☐ S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»	
5 DEMANDEUR Nom ou dénomination sociale Prénoms Forme juridique N° SIREN Code APE-NAF Adresse Rue Code postal et ville Pays Nationalité N° de téléphone <i>(facultatif)</i> N° de télécopie <i>(facultatif)</i> Adresse électronique <i>(facultatif)</i>		☐ S'il y a d'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite» OMYA Société Anonyme 5. 6. 2 0. 7. 2. 6. 7. 8 35 Quai André Citroën 75725 PARIS Cedex 15 FRANCE Française	



BREVET D'INVENTION
CERTIFICAT D'UTILITÉ

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 2/2

REMISE DES PIÈCES		Réserve à l'INPI	
DATE		14 FEV 2000	
LIEU		69 INPI LYON	
N° D'ENREGISTREMENT		0001788	
NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI		DB 540 W / 260859	
Vos références pour ce dossier : <i>(facultatif)</i>		BR0086	
6 MANDATAIRE			
Nom		HESSANT	
Prénom		Eric	
Cabinet ou Société		COATEX S.A.	
N °de pouvoir permanent et/ou de lien contractuel		PG n° 03014	
Adresse	Rue	35 rue Ampère	
	Code postal et ville	69730	GENAY (FRANCE)
N° de téléphone <i>(facultatif)</i>			
N° de télécopie <i>(facultatif)</i>			
Adresse électronique <i>(facultatif)</i>			
7 INVENTEUR (S)			
Les inventeurs sont les demandeurs		☐ Oui ☒ Non Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée	
8 RAPPORT DE RECHERCHE		Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)	
Établissement immédiat ou établissement différé		☒ ☐	
Paiement échelonné de la redevance		Paiement en trois versements, uniquement pour les personnes physiques ☐ Oui ☐ Non	
9 RÉDUCTION DU TAUX DES REDEVANCES		Uniquement pour les personnes physiques ☐ Requête pour la première fois pour cette invention (<i>joindre un avis de non-imposition</i>) ☐ Requête antérieurement à ce dépôt (<i>joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence</i>):	
Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite», indiquez le nombre de pages jointes			
10 SIGNATURE DU DEMANDEUR Pour OMYA S.A. OU DU MANDATAIRE Eric HESSANT Le Mandataire (Nom et qualité du signataire)		VISA DE LA PRÉFECTURE OU DE L'INPI	

La loi n°78-17 du 6 janvier 1978 relative à l'informatique, aux fichiers et aux libertés s'applique aux réponses faites à ce formulaire.
Elle garantit un droit d'accès et de rectification pour les données vous concernant auprès de l'INPI.

70

77 80
cerfa
N° 11235*02



BREVET D'INVENTION
CERTIFICAT D'UTILITÉ
Code de la propriété intellectuelle - Livre VI

DÉPARTEMENT DES BREVETS
26 bis, rue de Saint Pétersbourg
75800 Paris Cedex 08
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1. / . 1.
(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire DB 113 W / 260899

Vos références pour ce dossier <i>(facultatif)</i>		BR0086	
N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL		000-1788	
TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum) Utilisation de polypropylènes isotactiques de très grande fluidité pour la préparation de concentrés de charges utilisables dans les thermoplastiques de type oléfinique, concentrés de charges et thermoplastiques ainsi obtenus.			
LE(S) DEMANDEUR(S) : OMYA S.A. 35 Quai André Citroën 75725 PARIS Cedex 15 (FRANCE)			
DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages).			
Nom		BLANCHARD	
Prénoms		Pierre	
Adresse	Rue	63 Chemin de Budron	
	Code postal et ville	01600	REYRIEUX (FRANCE)
Société d'appartenance <i>(facultatif)</i>			
Nom		HUSSON	
Prénoms		Maurice	
Adresse	Rue	4 rue Jean Moulin	
	Code postal et ville	51000	CHALONS EN CHAMPAGNE (FRANCE)
Société d'appartenance <i>(facultatif)</i>			
Nom			
Prénoms			
Adresse	Rue		
	Code postal et ville		
Société d'appartenance <i>(facultatif)</i>			
DATE ET SIGNATURE(S) DU (DES) DEMANDEUR(S) OU DU MANDATAIRE (Nom et qualité du signataire)		Pour OMYA S.A. : le 14 février 2000 Le Mandataire Eric HESSANT (PG n° 03014) 	

69

81
~~78~~
71

**UTILISATION DE POLYPROPYLENES ISOTACTIQUES DE TRES
GRANDE FLUIDITE POUR LA PREPARATION DE CONCENTRES DE
CHARGES UTILISABLES DANS LES THERMOPLASTIQUES DE TYPE
OLEFINIQUE, CONCENTRES DE CHARGES ET THERMOPLASTIQUES
AINSI OBTENUS.**

5

10

L'invention concerne l'utilisation de polypropylènes isotactiques de très grande fluidité pour la préparation de concentrés de charges utilisables dans les thermoplastiques de type oléfinique tels que le polypropylène, le polyéthylène et en règle générale : les polymères utilisés seuls ou en mélange, à base de monomères éthyléniques contenant 2 à 6 atomes de carbone polymérisés seuls ou en mélange.

15

Ces polypropylènes isotactiques de grande fluidité sont utilisés dans l'invention comme vecteur favorisant la dispersion ou la redispersion de matières minérales utilisées comme charges dans les polyoléfines.

20

L'invention concerne aussi les concentrés de charges préparés à partir de polypropylènes isotactiques de très grande fluidité.

25

L'invention concerne enfin les matières thermoplastiques chargées obtenues avec adjonction des polypropylènes sélectionnés selon l'invention, et les produits industriels fabriqués à partir, ou contenant, de telles matières thermoplastiques.

30

Il est connu d'utiliser des copolymères fluides pour la préparation de mélanges maîtres chargés, à haute concentration en charge(s), c'est-à-dire jusqu'à des taux de l'ordre de 90 % de carbonate de calcium ou/et de talc. Ces copolymères sont généralement des copolymères de l'éthylène, du propylène et quelques fois du butylène. Ils sont commercialisés sous le nom de VESTOPLAST™ par la Société Degussa-Hüls, ou de REXTAC™ par la Société Huntsman. Certains utilisent même des polypropylènes atactiques sous-produits issus de la production du polypropylène isotactique tels que notamment le polypropylène ALPHAMIN STH-L de la société Alphamin.

40

On connaît aussi le produit décrit dans le brevet WO 95/17441, qui consiste en un polypropylène amorphe.

5 Ces polymères précités de l'art antérieur sont des produits de spécialité, c'est à dire fabriqués en faibles quantités par des procédés spécifiques et donc onéreux, et dont par ailleurs le manque de dureté et les propriétés collantes (appréciées dans l'industrie des colles fusibles ou « hot-melts ») sont néfastes à l'application précitée.

10 De plus, ils détériorent les propriétés mécaniques finales dans les objets moulés, ou extrudés, produits à partir des mélanges maîtres les contenant.

Enfin, ils ont des points de ramollissement (environ 130 - 150°C) éloignés de la température à laquelle ils sont utilisés (polypropylène 230°C, polyéthylène 190°C). Ces différences de température entraînent des phénomènes indésirables tels que par
15 exemple le « plate-out » ou dépôt à la filière bien connu de l'homme du métier en extrusion de profilés ou de films.

Le problème technique posé est double ; il s'agissait de sélectionner des polymères
20 pouvant conduire à des concentrations très élevées de charges dans les mélanges maîtres, redispersables dans les différentes matrices polymériques utilisées dans l'industrie du plastique et ne dégradant pas les propriétés mécaniques des produits industriels obtenus au final après redilution, voire les augmentant.

25 Alors que l'art antérieur propose des mélanges maîtres préparés avec des copolymères de l'éthylène, du propylène et quelques fois du butylène, ou encore des polypropylènes atactiques (amorphes), l'invention propose l'utilisation de polypropylènes isotactiques, donc cristallins, de très grande fluidité, pour la préparation de concentrés de charges utilisables dans les thermoplastiques de type oléfiniques.

30 On sait aujourd'hui utiliser des polymères de pourcentage de cristallinité supérieur à environ 50 %, de type polypropylène ou autre, pour une teneur en charges du mélange maître qui peut atteindre 80 %, mais ces produits sont très limités en fluidité, avec un indice de fluidité, encore dénommé MFI inférieur à environ 200 g/10 min (190°C - 10 kg - 1,05 mm) selon la norme NF T 51-620 modifiée.

5

Selon la norme NF T 51-620, l'indice de fluidité, encore dénommé MFI dans le reste de la demande, est la quantité de polymère et/ou copolymère, exprimée en grammes pour 10 minutes, qui s'écoule à une température choisie dans l'intervalle limité par des températures de ramollissement et de transformation sous une charge donnée normalisée (2,16 kg, 5 kg, 10 kg, 21,6 kg) au travers d'une filière de diamètre déterminé (2,09 mm à 2,10 mm) pendant un temps mesuré.

10

Dans la présente demande, la norme NF T 51-620 modifiée met en œuvre, pour un polypropylène, une filière de diamètre égal à 1,05 mm et une température de 190°C.

Les machines existantes sont d'ailleurs adaptées à ce type de produits.

15

On connaît également le produit, décrit dans le brevet EP 0 203 017 qui a apporté une amélioration notable. L'amélioration provient d'une fluidité très nettement plus élevée, qui est supérieure à un MFI de 200 g/10 min (190°C - 10 kg - 1,05 mm), la concentration en charges étant centrée sur environ 80-90 % dans le mélange maître, et le pourcentage de cristallinité étant délibérément abaissé aux environs de 10 %, c'est à dire un produit amorphe.

20

On connaît également le produit décrit dans le brevet WO 95/17441, déjà mentionné ci-dessus, qui présente les inconvénients de conduire à des objets plastiques manquant de rigidité, en raison de problèmes apportés par la résine employée qui est collante et difficilement manipulable.

25

L'état récent de la technique (EP 0 203 017, WO 95/17441) suggère donc à l'homme du métier que, pour améliorer fortement la fluidité, ce qui est un impératif pour les produits modernes, tout en conservant la caractéristique, également essentielle, de forte concentration en charge(s) dans le mélange maître, il convient de réduire fortement la cristallinité.

30

On a aussi proposé (US 4,455,344) de préparer des granulés contenant :

- a) de 60 à 80 parties en poids d'une charge minérale de dimension moyenne comprise entre 0,05 et 100 µm,

- b) de 5 à 35 parties en poids d'une polyoléfine cristalline de dimension moyenne comprise entre 150 et 1000 μm ,
- c) et de 5 à 35 parties en poids d'un agent liant ayant un point de fusion inférieur d'au moins 10°C à celui de la polyoléfine cristalline.

Pour aboutir à de tels granulés, le procédé proposé par cet art antérieur consiste recouvrir la polyoléfine cristalline et/ou les particules de la charge minérale au moyen de l'agent liant qui constitue une enveloppe assurant l'adhérence des particules entre elles. Un tel procédé ne conduit pas à la production d'un mélange pâteux cohérent, c'est-à-dire de même composition dans la totalité du mélange à la température de réalisation mais à l'obtention d'agglomérats incohérents, c'est-à-dire de composition généralement différente de l'un à l'autre et de dimensions irrégulières entraînant ultérieurement une mauvaise redispersion.

C'est d'ailleurs sans doute la raison pour laquelle, dans l'art antérieur, sont commercialisés des produits amorphes. De tels produits totalement amorphes sont plus facilement obtenus en recourant à des co- ou terpolymères, qui posent alors, comme certains produits antérieurs de très faible cristallinité, des problèmes de compatibilité avec les polyoléfines. Ces résines sont plus fluides à l'état fondu et leurs granulés ou agglomérats collent à l'état de présentation à froid et gênent donc considérablement leur manipulation et leur dosage.

Comme on le verra dans la description qui va suivre, l'invention est tout au contraire parvenue à sélectionner des polymères de type polypropylène isotactique, de fluidité élevée et supérieure ou égale à un MFI de 200 g/10 min, mesuré suivant la norme modifiée NF T 51-620 (190°C - 10 kg - 1,05 mm), de préférence supérieure à 500 g/10 min, mesuré suivant la norme modifiée NF T 51-620 (190°C - 10 kg - 1,05 mm), avec un pourcentage de cristallinité supérieur à environ 20 %, préférentiellement compris entre 30 % et 90 %, préférentiellement entre 50 % et 85 %, et conduisant à un mélange-maître de caractéristiques à la fois remarquables et surprenantes, c'est à dire :

- contenant une teneur en charges égale ou supérieure à 80 %,

- possédant une fluidité élevée, c'est à dire de MFI supérieur ou égal à 5 g/10 min (190°C - 5 kg - 2,09 mm) mesuré selon la norme NF T 51-620, de préférence supérieur ou égal à 8 g/10 min (190°C - 5 kg - 2,09 mm), et

- 5
- contenant au moins un polymère de type polypropylène isotactique présentant un pourcentage de cristallinité (appelé aussi indice d'isotacticité) supérieur à environ 20 %, préférentiellement compris entre 30 % et 90 %, très préférentiellement compris entre 50 % et 85 %, ce qui est donc l'inverse de la démarche de l'art antérieur.

10

Cet indice d'isotacticité représente, pour une température supérieure à 140°C, une énergie de fusion comprise entre 40 J/g et 138 J/g, telle que décrit par Kenji Kamide et Keiko Yamaguchi dans « Die Makromolekulare Chemie » (1972) Tome 162, page 222.

15

En effet, ce pourcentage de cristallinité ou indice d'isotacticité est déterminé, dans toute la présente demande, par la mise en œuvre d'une méthode calorimétrique différentielle dite méthode DSC (Differential Scanning Calorimetry) à l'aide d'un appareil DSC 20 de la société Mettler-Toledo qui permet de mesurer l'énergie de fusion de chaque polymère et de déterminer l'indice par comparaison avec la valeur de 138 J/g qui correspond à un indice de 100 %. Cette méthode de détermination du pourcentage de cristallinité ou indice d'isotacticité sera appelée méthode DSC dans toute la suite de la présente demande.

20

- 25
- En outre, ces mélange-mâtres permettent de maîtriser la dureté des grains, propriété jusque-là difficile à obtenir.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention seront mieux compris à la lecture de la description qui va suivre.

30

Il est bon de préciser que dans toute la présente demande, «polypropylène isotactique» désignera des polypropylènes isotactiques comportant un très faible pourcentage, inévitable et connu de l'homme du métier, de polymère ou partie de polymère atactique.

Ces polypropylènes isotactiques à très grande fluidité sont par ailleurs préparés par des méthodes classiques de polymérisation (EP 0 523 717 ou EP 0 600 461).

5 L'homme du métier comprendra que ces polymères soumis à une dégradation faisant intervenir une réaction radicalaire sont à considérer comme des équivalents techniques.

10 Ils sont caractérisés par leur fluidité ou MFI (Melt Flow Index), mesuré suivant la norme modifiée NF T 51-620, qui est supérieure ou égale à 200 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) et par leur pourcentage de cristallinité supérieur à environ 30 %, mesuré par la méthode DSC.

15 L'une des caractéristiques de l'invention est donc également d'utiliser ces polypropylènes isotactiques obtenus par polymérisation directe. Ceci représente un avantage important voire décisif, car cette technique permet d'éviter les produits de recyclage ou les sous produits de polymérisation qui sont souvent la cause de la dégradation des propriétés mécaniques finales et des fluctuations de qualité difficilement industrialisables.

20 Un autre avantage décisif de l'invention est de permettre à l'homme du métier de concevoir, avec un très grand degré de liberté, exactement le produit dont il a besoin pour l'application précise considérée et/ou pour tenir compte des équipements industriels pré-existants. Cette faculté est offerte, comme on le verra ci-dessous, par la possibilité de conserver les avantages de l'invention tout en ajustant le degré de
25 cristallinité et de dureté.

30 La présente invention concerne donc un procédé pour la préparation de mélanges maîtres ou concentrés de charges minérales fortement chargés en matières minérales, utilisables pour charger des matières thermoplastiques à l'aide desdites charges minérales, mettant en oeuvre des polymères ou des mélanges de polymères comme liant, caractérisé en ce que lesdits polymères ou mélanges de polymères :

- comprennent au moins un polypropylène isotactique de très grande fluidité, et

- ont un pourcentage de cristallinité communément appelé indice d'isotacticité est supérieur à environ 20 %, préférentiellement compris entre 30 % et 90 %, très préférentiellement compris entre 50 % et 85 %, mesuré par la méthode DSC telle que précédemment décrite.

5

De plus, nous préciserons, pour la bonne compréhension des termes utilisés, les définitions relatives à l'isotacticité, aux polymères atactiques et syndiotactiques.

10

Ainsi l'isotacticité caractérise, dans un polymère oléfinique, la présence des substituants sur un seul côté du squelette carboné de la molécule alors qu'au contraire, un polymère atactique voit ses substituants répartis de manière aléatoire sur les deux côtés.

15

Un polymère syndiotactique présente quant à lui des séquences alternées de substituants, de chaque côté. Ces notions sont tout à fait familières pour l'homme du métier, mais l'on pourra se référer néanmoins à l'ouvrage Chimie organique d'Allinger-Cava-Johnson- De Jongh-Lebel-Stevens (McGraw-Hill) 25.4, Stéréochimie des polymères, Polymères synthétiques, figure 25.1.

20

On pourra aussi se référer pour les généralités sur ce domaine, notamment en ce qui concerne les Tg (température de transition vitreuse) et les Tm (point de fusion) à l'article du Laboratoire des Hauts Polymères, Univ. Cath. de Louvain, France, avril 1990, et aux Techniques de l'Ingénieur, Monographies, polypropylènes, A 3 320.

25

Selon un mode de réalisation préféré, l'invention se caractérise en ce que le pourcentage de cristallinité du polymère ou desdits mélanges de polymère est compris entre 50 et 85 %, mesuré par la méthode DSC telle que précédemment décrite.

30

Selon un mode de réalisation préféré, ledit liant polymère ou mélange de polymères qui présente un MFI supérieur ou égal à 200 g/10 min, mesuré suivant la norme modifiée NF T 51-620 (190°C - 10 kg - 1,05 mm), présente un indice de fluidité supérieur à 500 g/10 min, mesuré suivant la norme modifiée NF T 51-620 (190°C - 10 kg - 1,05 mm).

24

Selon encore un mode de réalisation particulier, l'invention se caractérise en ce que ledit polymère est un polypropylène isotactique.

5 Selon encore un mode de réalisation particulier, l'invention se caractérise en ce que l'on utilise un mélange d'au moins un polypropylène isotactique et d'au moins un autre polymère oléfinique cristallin ou amorphe.

10 Selon encore un mode de réalisation particulier, l'invention se caractérise en ce que l'on utilise un mélange d'au moins un polypropylène isotactique et d'au moins un polyéthylène.

15 Selon encore un mode de réalisation particulier, l'invention se caractérise en ce que l'on utilise un mélange d'un polypropylène isotactique et d'un polymère oléfinique cristallin comme un polyéthylène.

20 Selon encore un mode de réalisation particulier, l'invention se caractérise en ce que l'on utilise un mélange d'au moins un polypropylène isotactique et d'au moins un polymère ou co- ou terpolymère oléfinique amorphe ou sensiblement amorphe. On rappellera que « co-polymère » désigne aussi bien des polymères obtenus à partir de deux, trois, quatre, monomères ou plus, dont les terpolymères ne sont qu'un cas particulier. Par « sensiblement amorphe » on désignera des polymères ou copolymères dont le degré de cristallinité est très faible, de l'ordre de moins de 10 ou de moins de 5 %.

25 Selon encore un mode de réalisation particulier, l'invention se caractérise en ce que l'on utilise un mélange d'au moins un polypropylène isotactique et d'au moins un polymère ou copolymère oléfinique atactique ou sensiblement atactique.

30 Selon un mode de mise en œuvre particulier et non limitatif, la partie organique du concentré de charges, c'est à dire le mélange de polymères formant le liant et éventuellement les additifs usuels, est composée :

- de 30 % à 100 % de polypropylène isotactique de très grande fluidité dont le MFI

85
~~82~~
75

mesuré suivant la norme modifiée NFT 51-620 est supérieur ou égal à 200 g /10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) ;

- 5 - de 0 à 70 % de polyoléfines amorphes et/ou cristallines standards tels que le polypropylène, le polyéthylène et en règle générale les polymères et copolymères à base de monomères éthyléniques contenant 2 à 6 atomes de carbone seuls ou en mélange ;
- 10 - de 0 à 5 % d'additifs tels que des stabilisants thermiques, des antioxydants, des anti-UV, des dispersants, des lubrifiants, des colorants, des plastifiants, des antistatiques, des ignifugeants, des agents de nucléation bien connus de l'homme de l'art, des agents passivant les métaux comme par exemple les agents cupropassifs et autres.

15 Selon un mode de réalisation préféré, on utilisera des polypropylènes isotactiques préparés par polymérisation directe.

L'invention concerne également les mélange-mâtres obtenus par ledit procédé.

20 Les mélange-mâtres selon l'invention se caractérisent en ce qu'ils contiennent une teneur en charges minérales supérieure ou égale à 80 % en poids, préférentiellement de 80 % à 95 % et très préférentiellement de 82 % à 93 %, en ce qu'ils possèdent une fluidité ou MFI supérieur ou égal à 5 g/10 min (190°C - 5 kg - 2,09 mm) mesuré selon la norme NF T 51-620, de préférence supérieur ou égal à 8 g/10 min (190°C - 5 kg - 2,09 mm), et en ce qu'ils contiennent au moins un polymère de type polypropylène isotactique présentant un pourcentage de cristallinité (appelé aussi indice d'isotacticité) supérieur à environ 20 %, préférentiellement compris entre 30 % et 25 90 %, très préférentiellement compris entre 50 % et 85 %, mesuré par la méthode DSC telle que précédemment décrite.

30

Selon encore un mode de réalisation particulier, l'invention se caractérise en ce que la ou les charge(s) minérales sont choisies parmi les carbonates tels que les carbonates de calcium naturel dont notamment les différentes craies, calcites, marbres ou encore parmi les carbonates synthétiques tels que les carbonates de calcium précipité à

25

différents stades de cristallisation ou encore sont choisies parmi les sels mixtes de magnésium et de calcium tels que les dolomies ou encore parmi le carbonate de magnésium, le carbonate de zinc, la chaux, la magnésie, le sulfate de baryum tel que notamment la baryte, le sulfate de calcium, la silice, les silico-magnésiens tels que le talc, la wollastonite, les argiles et autres silico-alumineux tels que les kaolins, le mica, les oxydes ou hydroxydes de métaux ou d'alcalino-terreux tels que l'hydroxyde de magnésium, les oxydes de fer, l'oxyde de zinc, l'oxyde de titane, la fibre ou la poudre de verre, la fibre ou de poudre de bois, les pigments minéraux ou organiques ou les mélanges de ces composés, notamment les mélanges de talc et de carbonate, mélange effectué avant ou après le broyage des minéraux.

Ces charges peuvent être éventuellement traitées avant leur mise en œuvre par un ou plusieurs agents dont notamment l'acide stéarique.

De manière encore plus particulière, ces charges sont choisies parmi les carbonates préalablement traités ou non tels que les carbonates de calcium naturel dont les différentes craies, calcites, marbres ou parmi les carbonates synthétiques tels que les carbonates de calcium précipité, ou encore parmi le talc, l'hydroxyde de magnésium, la baryte, le dioxyde de titane, la wollastonite ou les dolomies et leurs mélanges.

Des exemples de nature de charges sont décrits de manière détaillée dans, par exemple, le brevet EP 0 203 017 ou encore des exemples de forme et taille de particules sont précisés dans par exemple la demande de brevet WO 95/17441 et sont de toute manière très bien connus de l'homme du métier.

L'invention concerne également un procédé pour préparer des concentrés de charges selon l'invention, caractérisé en ce que l'on effectue un mélange, en une ou plusieurs fois, de la masse de charge(s) et du polymère ou du mélange de polymères selon l'invention, et en ce que le concentré peut contenir plus de 80 % en poids de charge(s), en particulier de 80 % à 95 % et très préférentiellement de 82 % à 93 %.

L'invention concerne encore un procédé pour préparer des matières thermoplastiques chargées à l'aide de charge(s) minérale(s) caractérisé en ce que l'on procède au

86
88
76

mélange de ladite ou desdites matières thermoplastiques avec un mélange-maître encore appelé concentré de charge(s) préparé selon l'invention.

5 Ces matières thermoplastiques mises en œuvre avec le mélange-maître selon l'invention sont choisies parmi les polyéthylènes basse densité, linéaires ou ramifiés, ou les polyéthylènes haute densité, les polypropylènes homo- ou copolymères, les polyisobutylènes et les copolymères obtenus lors de la polymérisation de deux au moins des co-monomères éthylène, propylène, isobutylène, les polyoléfines modifiées par greffage telles que les polyoléfines greffées anhydride maléique ou par
10 copolymérisation comme par exemple les polyoléfines halogénées, les polypropylènes modifiés EPDM (éthylène, propylène, diène, monomère), les polypropylènes modifiés SEBS (styrène, éthylène, butylène, styrène) ou encore de deux au moins des polymères et copolymères précités, en mélange, ou encore les caoutchoucs ou élastomères naturels ou synthétiques et thermoplastiques, parmi ces derniers notamment les
15 caoutchoucs SBR (caoutchouc styrène-butadiène) ou EPDM ou SEBS thermoplastiques.

On pourra incorporer selon ce procédé des additifs usuels bien connus de l'homme du métier, adaptés aux applications finales.

20

L'invention concerne enfin les utilisations de ces mélange-maîtres, éventuellement sous forme d'agregats ou de granulés, pour fabriquer des articles industriels, notamment des articles industriels moulés ainsi que les objets moulés obtenus.

25

Les modes de transformation de ces mélange-maîtres peuvent être également l'extrusion et notamment l'extrusion d'un film, d'un film microporeux, d'une gaine ou d'un tube ou d'un profilé, l'extrusion soufflage, l'extrusion de bandelettes ou encore l'extrusion couchage sur papier ou feuille métallique, ou encore peuvent être le thermoformage, l'injection, le calandrage, la fabrication de fils et de câbles et autres
30 modes connus de l'homme du métier.

La portée et l'intérêt de l'invention seront mieux perçus et illustrés par les exemples non limitatifs qui vont suivre.

75

EXEMPLE 1

Cet exemple concerne la mise en œuvre de la sélection des polymères selon l'invention permettant l'obtention de mélange-maîtres qui contiennent une teneur en charge égale ou supérieure à 80 %, qui possèdent une fluidité élevée, c'est-à-dire de MFI supérieur ou égal à 5 g/10 min (190°C - 5 kg - 2,09 mm) mesuré selon la norme NF T 51-620 et qui contiennent au moins un polymère de type polypropylène isotactique présentant un pourcentage de cristallinité (appelé aussi indice d'isotacticité) supérieur à environ 20 %, préférentiellement compris entre 30 % et 90 %, très préférentiellement compris entre 50 % et 85 %, mesuré par la méthode DSC telle que précédemment décrite.

Dans ce but, pour chacun des essais n° 1 à 15, 600 g de concentrés de charge ont été préparés dans un mélangeur à bras en Z de type GUITTARD™, par mélange de la résine sélectionnée avec la charge et les divers autres additifs ajoutés simultanément, la vitesse de mélange étant de 76 t/min et la température de 180°C.

Les mélange-maîtres ayant été réalisés en 45 minutes (sauf pour l'essai n° 1), on a procédé à la mesure de la fluidité c'est-à-dire à la mesure de l'indice de fluidité (MFI) des divers essais, selon la norme NF T 51-620, à savoir par l'utilisation d'un plastomètre ZWICK™ 4105 à une température de 190°C, la masse de poussée étant de 5 kg et la filière ayant un diamètre de 2,09 mm.

Essai n° 1 :

Cet essai illustre l'art antérieur et met en œuvre un copolymère isotactique de faible fluidité dans une composition contenant :

- 80,5 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 19,5 % en poids de polypropylène isotactique non fluide, de MFI égal à 9,3 g/10 min. (190°C, 10 kg, 1,05 mm) et commercialisé sous la référence 3120 MN 1 par la société Appryl.

87
04
77

Après 75 minutes de mélange, on a obtenu une composition non homogène d'agréats et de poudre. La mesure de fluidité est impossible.

Essai n° 2 :

5 Cet essai illustre l'art antérieur et met en œuvre un polymère amorphe dans une composition contenant :

- 88,0 % en poids d'une craie de Champagne dont le diamètre moyen est de 2 micromètres ;
- 10 - 11,2 % en poids de copolymère oléfinique, de MFI supérieur à 1150 g/10 min. (190°C, 10 kg, 1,05 mm) et commercialisé sous la référence Vestoplast™ 408 par la société Degussa-Hüls ;
- 15 - 0,8 % en poids d'un dispersant du type phosphate d'alcool gras commercialisé par la société Coatex sous la dénomination COATEX DOPP-18.

Le MFI obtenu a une valeur de 21,0 g/10 min. mesuré dans les conditions précitées.

20 Essai n° 3 :

Cet essai illustre l'art antérieur et met en œuvre un polymère amorphe dans une composition contenant :

- 87,5 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 25 - 12,5 % en poids de polypropylène atactique issu de la purification d'un polypropylène isotactique, de MFI supérieur à 1150 g/10 min. (190°C, 10 kg, 1,05 mm) et commercialisé sous la référence Alphamin™ STH-L par la société
- 30 Alphamin.

Le MFI obtenu a une valeur comprise entre 120 g/10 min. et 400 g/10 min. mesuré dans les conditions précitées, et en fonction des lots du polypropylène atactique mis en œuvre.

Essai n° 4 :

Cet essai illustre l'art antérieur et met en œuvre un polymère amorphe dans une composition contenant :

- 87,5 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 12,5 % en poids de polypropylène amorphe, de MFI égal à 450 g/10 min. (190° 10 kg, 1,05 mm) commercialisé par la société Huntsman sous la dénomination Rexflex™ WL 125 ;

Le MFI obtenu a une valeur de 10,0 g/10 min. mesuré dans les conditions précitées.

Essai n° 5 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une composition contenant :

- 87,5 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 12,45 % en poids d'un polymère isotactique de MFI égal à 970 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) obtenu par la dégradation peroxydique à 300°C pendant 15 minutes, d'un mélange de 24,8 % massique de VALTEC HH442H™ commercialisé par la société Montell et de 75,2 % massique d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 757 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) ;
- 0,05 % en poids d'un stabilisant thermique commercialisé sous le nom de Irganox™ 1010 par la société Ciba-Geigy.

Le MFI obtenu a une valeur de 23,0 g/10min. mesuré dans les conditions précitées.

Essai n° 6 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une composition contenant :

- 87,5 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 12,45 % en poids d'un polymère isotactique de MFI égal à 1150 g/10 min.
(température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) obtenu par la dégradation peroxydique à 300°C pendant 15 minutes, d'un mélange de 50 % massique de VALTEC HH442H™ commercialisé par la société Montell et de 50 % massique d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 757 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) ;
- 0,05 % en poids d'un stabilisant thermique commercialisé sous le nom de Irganox™ 1010 par la société Ciba-Geigy.

Le MFI obtenu a une valeur de 30,0 g/10min. mesuré dans les conditions précitées.

Essai n° 7 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une composition contenant :

- 87,5 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 12,45 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 535 g/10 min.
(température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) ;
- 0,05 % en poids d'un stabilisant thermique commercialisé sous le nom de Irganox™ 1010 par la société Ciba-Geigy.

Le MFI obtenu a une valeur de 11,5 g/10min. mesuré dans les conditions précitées.

Essai n° 8 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une composition contenant :

- 87,5 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 12,45 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 632 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) ;
- 0,05 % en poids d'un stabilisant thermique commercialisé sous le nom de Irganox™ 1010 par la société Ciba-Geigy.

Le MFI obtenu a une valeur de 16,4 g/10 min. mesuré dans les conditions précitées.

Essai n° 9 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une composition contenant :

- 87,5 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 12,45 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 757 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) ;
- 0,05 % en poids d'un stabilisant thermique commercialisé sous le nom de Irganox™ 1010 par la société Ciba-Geigy.

Le MFI obtenu a une valeur de 18,0 g/10min. mesuré dans les conditions précitées.

Essai n° 10 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une composition contenant :

- 87,5 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 11,55 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 757 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) ;

- 0,90 % en poids d'un dispersant du type phosphate d'alcool gras commercialisé par la société Coatex sous la dénomination COATEX DOPP-18 ;

5 - 0,05 % en poids d'un stabilisant thermique commercialisé sous le nom de Irganox™ 1010 par la société Ciba-Geigy.

Le MFI obtenu a une valeur de 32,0 g/10 min. mesuré dans les conditions précitées.

Essai n° 11 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une composition contenant :

10

- 87,5 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;

15

- 11,55 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 757 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) ;

- 0,45 % en poids d'un dispersant du type phosphate d'alcool gras commercialisé par la société Coatex sous la dénomination COATEX DOPP-18 ;

20

- 0,45 % en poids de stéarate de zinc ;

- 0,05 % en poids d'un stabilisant thermique commercialisé sous le nom de Irganox™ 1010 par la société Ciba-Geigy.

25

Le MFI obtenu a une valeur de 19,0 g/10 min. mesuré dans les conditions précitées.

Essai n° 12 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une composition contenant :

30

- 87,5 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;

- 10,0 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 840 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) ;

29.

- 2,45 % en poids d'un polyéthylène basse densité commercialisé par la société Polimeri Europa sous la dénomination Riblene™ MV 10 ;
- 0,05 % en poids d'un stabilisant thermique commercialisé sous le nom de Irganox™ 1010 par la société Ciba-Geigy.

Le MFI obtenu a une valeur de 26,2 g/10 min. mesuré dans les conditions précitées.

Essai n° 13 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une composition contenant :

- 87,5 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 12,45 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 295 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) commercialisé sous le nom de Aldrich 800 par la société Aldrich ;
- 0,05 % en poids d'un stabilisant thermique commercialisé sous le nom de Irganox™ 1010 par la société Ciba-Geigy.

Le MFI obtenu a une valeur de 8,4 g/10 min. mesuré dans les conditions précitées.

Essai n° 14 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une composition contenant :

- 87,5 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 12,45 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 1038 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) ;
- 0,05 % en poids d'un stabilisant thermique commercialisé sous le nom de Irganox™ 1010 par la société Ciba-Geigy.

~~90~~
~~81~~
80

Le MFI obtenu a une valeur de 25,2 g/10 min. mesuré dans les conditions précitées.

Essai n° 15 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une composition contenant :

5

- 87,5 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 12,45 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 200 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) ;
- 0,05 % en poids d'un stabilisant thermique commercialisé sous le nom de Irganox™ 1010 par la société Ciba-Geigy.

10

15

Le MFI obtenu a une valeur de 5,0 g/10 min. mesuré dans les conditions précitées.

Tous ces essais et ces mesures de fluidité ayant été effectués, on procède à la mesure de l'indice d'isotacticité selon la méthode DSC précitée.

20

Les différents résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau 1 suivant.

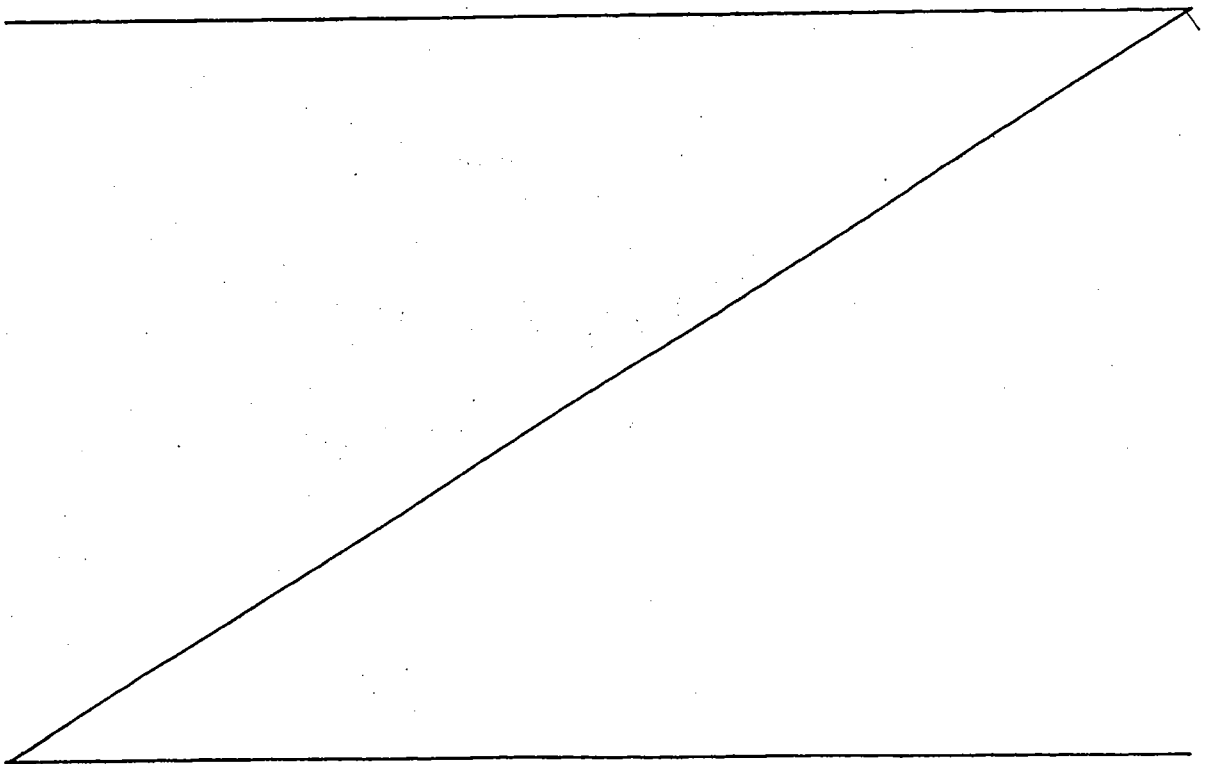


TABLEAU 1

5
10
15
20
25
30

Essai n°	% en poids de charge minérale dans mélange-maître	% en poids de polypropylène isotactique dans mélange-maître	MFI (g/10 min) du polypropylène isotactique (190°C/10 kg/1,05 mm)	MFI (g/10 min) du mélange-maître (190°C/5 kg/2,09 mm)	Pourcentage de cristallinité ou indice d'isotacticité du polymère isotactique fluide	
Art antérieur	1	80,5	19,5	9,3	Mesure impossible	53,2
Art antérieur	2	88,0	0	-	21,0	0
Art antérieur	3	87,5	0	-	120 - 400	0
Art antérieur	4	87,5	0	450	10,0	11,4
Invention	5	87,5	12,45	970	23,0	68,0
Invention	6	87,5	12,45	1150	30,0	74,6
Invention	7	87,5	12,45	535	11,5	68,2
Invention	8	87,5	12,45	632	16,4	43,5
Invention	9	87,5	12,45	757	18,0	65,0
Invention	10	87,5	11,55	757	32,0	65,0
Invention	11	87,5	11,55	757	19,0	65,0
Invention	12	87,5	10,0	840	26,2	61,6
Invention	13	87,5	12,45	295	8,4	68,5
Invention	14	87,5	12,45	1038	25,2	77,4
Invention	15	87,5	12,45	200	5,0	74,2

91
~~88~~
81

La lecture du tableau 1 permet de constater que la sélection de polypropylène isotactique, de fluidité élevée et supérieure ou égale à un MFI de 200 g/10 min, mesuré suivant la norme modifiée NF T 51-620 (190°C - 10 kg - 1,05 mm), de préférence supérieure à 500 g/10 min, mesuré suivant la norme modifiée NF T 51-620 (190°C - 10 kg - 1,05 mm), avec un pourcentage de cristallinité supérieur à environ 20 %, préférentiellement compris entre 30 % et 90 %, très préférentiellement entre 50 % et 85 %, permet l'obtention de mélange-maîtres qui contiennent une teneur en charge égale ou supérieure à 80 %, qui possèdent une fluidité élevée, c'est-à-dire de MFI supérieur ou égal à 5 g/10 min (190°C - 5 kg - 2,09 mm) mesuré selon la norme NF T 51-620 et qui contiennent au moins un polymère de type polypropylène isotactique présentant un pourcentage de cristallinité (appelé aussi indice d'isotacticité) supérieur à environ 20 %, préférentiellement compris entre 30 % et 90 %, très préférentiellement compris entre 50 % et 85 %, mesuré par la méthode DSC telle que précédemment décrite.

EXEMPLE 2

Cet exemple concerne la mise en œuvre, selon l'invention, de différentes charges minérales permettant l'obtention de mélange-maîtres qui contiennent une teneur en charge égale ou supérieure à 80 %, qui possèdent une fluidité élevée, c'est-à-dire de MFI supérieur ou égal à 5 g/10 min (190°C - 5 kg - 2,09 mm) mesuré selon la norme NF T 51-620 et qui contiennent au moins un polymère de type polypropylène isotactique présentant un pourcentage de cristallinité (appelé aussi indice d'isotacticité) supérieur à environ 20 %, préférentiellement compris entre 30 % et 90 %, très préférentiellement compris entre 50 % et 85 %, mesuré par la méthode DSC telle que précédemment décrite.

Dans ce but, pour chacun des essais n° 16 à 24, 600 g de concentrés de charge ont été préparés dans un mélangeur à bras en Z de type GUITTARD™, par mélange de la résine sélectionnée avec la charge et les divers autres additifs ajoutés simultanément, la vitesse de mélange étant de 76 t/min et la température de 180°C.

Les mélanges-maîtres ayant été réalisés en 45 minutes, on a procédé à la mesure de la fluidité c'est-à-dire à la mesure de l'indice de fluidité (MFI) des divers essais, selon la

31.

norme NF T 51-620, à savoir par l'utilisation d'un plastomètre ZWICK™ 4105 à une température de 190°C, la masse de poussée étant de 5 kg et la filière ayant un diamètre de 2,09 mm.

5 Essai n° 16 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une composition contenant :

- 41,5 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 10 - 41,5 % en poids d'un talc de granulométrie telle que 41 % des particules ont un diamètre inférieur à 5 micromètres ;
- 15,9 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 840 g/10 min.
15 (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) ;
- 1,0 % en poids de stéarate de zinc ;
- 0,1 % en poids d'un stabilisant thermique commercialisé sous le nom de Irganox™
20 1010 par la société Ciba-Geigy.

Le MFI obtenu a une valeur de 10,6 g/10 min. mesuré dans les conditions précitées.

Essai n° 17 :

25 Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une composition contenant :

- 64,25 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 30 - 21,25 % en poids d'un talc de granulométrie telle que 41 % des particules ont un diamètre inférieur à 5 micromètres ;
- 13,9 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 840 g/10 min.
(température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) ;

92
87
82

- 0,50 % en poids d'un dispersant du type phosphate d'alcool gras commercialisé par la société Coatex sous la dénomination COATEX DOPP-18 ;
- 0,1 % en poids d'un stabilisant thermique commercialisé sous le nom de Irganox™ 1010 par la société Ciba-Geigy.

Le MFI obtenu a une valeur de 20,7 g/10 min. mesuré dans les conditions précitées.

Essai n° 18 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une composition contenant :

- 75,0 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 13,0 % en poids d'un hydroxyde de magnésium commercial de diamètre moyen 1,4-1,8 micromètres ;
- 8,9 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 840 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) et 2,0 % en poids d'un copolymère polypropylène de grade 100 commercialisé par la société Montell sous la dénomination Moplen™ EP-N 31 MA ;
- 1,0 % en poids de cire commercialisée par la société Allied Signal sous la référence PE AC6 ;
- 0,1 % en poids d'un stabilisant thermique commercialisé sous le nom de Irganox™ 1010 par la société Ciba-Geigy.

Le MFI obtenu a une valeur de 14,5 g/10 min. mesuré dans les conditions précitées.

Essai n° 19 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une composition contenant :

- 87,0 % en poids d'une calcite dont le diamètre moyen est de 1,8 micromètres ;

32

- 9,9 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 840 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) et 1,5 % en poids d'un copolymère polypropylène de grade 100 commercialisé par la société Montell sous la dénomination Moplen™ EP-N 31 MA ;

5

- 1,5 % en poids de stéarate de zinc ;
- 0,1 % en poids d'un stabilisant thermique commercialisé sous le nom de Irganox™ 1010 par la société Ciba-Geigy.

10

Le MFI obtenu a une valeur de 10,8 g/10 min. mesuré dans les conditions précitées.

Essai n° 20 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une composition contenant :

15

- 41,0 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 41,0 % en poids d'une dolomie de diamètre moyen égal à 3 micromètres ;

20

- 17,9 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 238 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) ;
- 0,1 % en poids d'un stabilisant thermique commercialisé sous le nom de Irganox™ 1010 par la société Ciba-Geigy.

25

Le MFI obtenu a une valeur de 95,5 g/10 min. mesuré dans les conditions précitées.

Essai n° 21 :

30

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une composition contenant :

- 81,0 % en poids de marbre dont le diamètre moyen est égal à 5 micromètres ;
- 5,0 % en poids d'un carbonate de calcium précipité commercialisé par la société

Schäfer-Kalk sous la dénomination Precarb™ 400 ;

- 5 - 10,6 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 757 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) et 2,0 % en poids d'un polyéthylène basse densité commercialisé par la société Polimeri Europa sous la dénomination Riblene™ MV 10 ;

- 0,5 % en poids d'un dispersant du type phosphate d'alcool gras commercialisé par la société Coatex sous la dénomination COATEX DOPP-18 ;

10

- 0,8 % en poids de stéarate de zinc ;

- 0,1 % en poids d'un stabilisant thermique commercialisé sous le nom de Irganox™ 1010 par la société Ciba-Geigy.

15

Le MFI obtenu a une valeur de 48,2 g/10 min. mesuré dans les conditions précitées.

Essai n° 22 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une composition contenant :

20

- 32,8 % en poids d'une craie de Champagne simplement traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;

- 60,2 % en poids de baryte dont le diamètre moyen est égal à 5 micromètres ;

25

- 4,6 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 757 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) et 0,5 % en poids d'un copolymère polypropylène de grade 100 commercialisé par la société Montell sous la dénomination Moplen™ EP-N 31 MA ;

30

- 0,9 % en poids d'un dispersant du type phosphate d'alcool gras commercialisé par la société Coatex sous la dénomination COATEX DOPP-18 ;

- 0,9 % en poids de stéarate de zinc ;

33

- 0,1 % en poids d'un stabilisant thermique commercialisé sous le nom de Irganox™ 1010 par la société Ciba-Geigy.

5 Le MFI obtenu a une valeur de 26,0 g/10 min. mesuré dans les conditions précitées.

Essai n° 23 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une composition contenant :

- 10 - 42,0 % en poids d'une craie de Champagne simplement traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 43,0 % en poids de dioxyde de titane (rutil) traité vendu sous le nom RL 90 ;
- 15 - 7,3 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 757 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) et 6,7 % en poids d'un polyéthylène basse densité commercialisé par la société Polimeri Europa sous la dénomination Riblene™ MV 10 ;
- 20 - 0,9 % en poids de stéarate de zinc ;
- 0,1 % en poids d'un stabilisant thermique commercialisé sous le nom de Irganox™ 1010 par la société Ciba-Geigy.

25 Le MFI obtenu a une valeur de 149,0 g/10 min. mesuré dans les conditions précitées.

Essai n° 24 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une composition contenant :

30

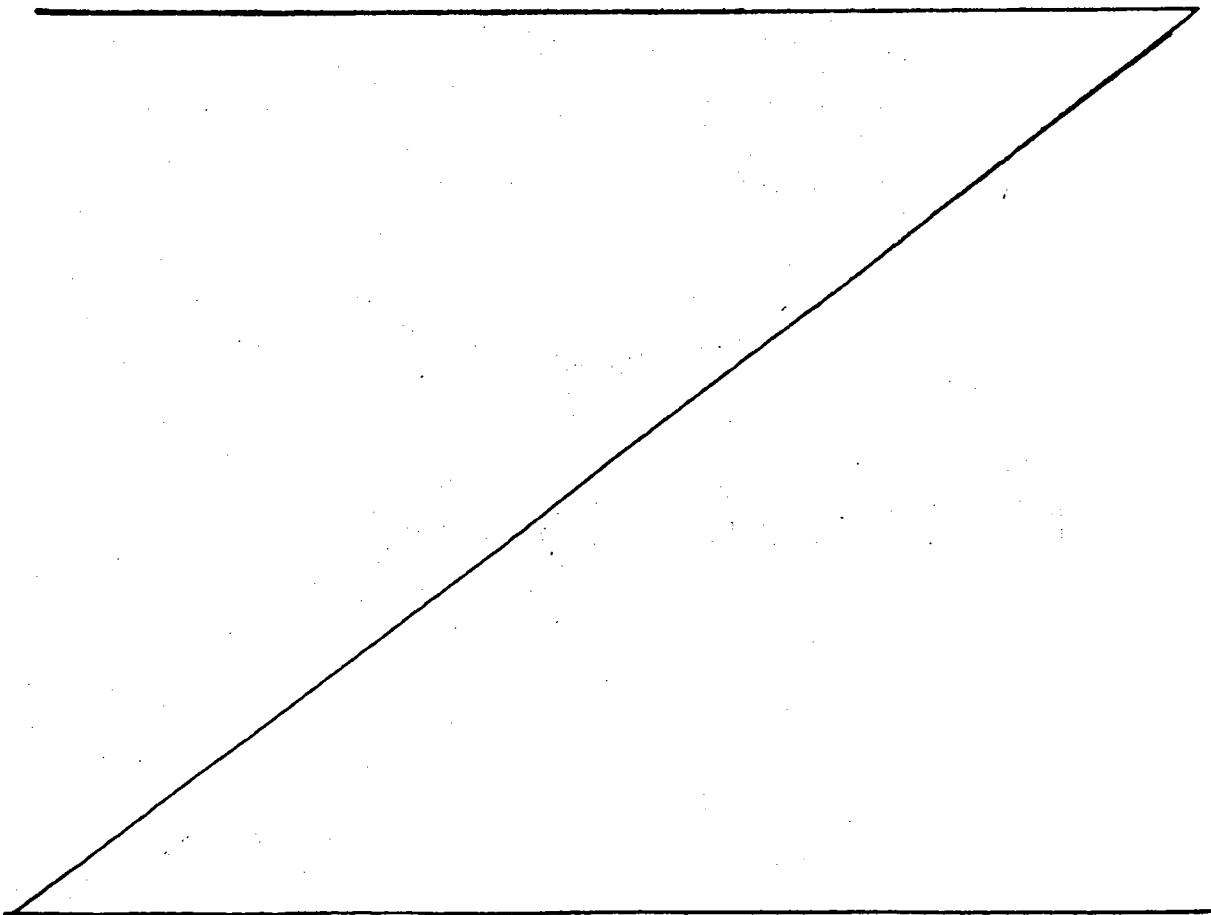
- 19,2 % en poids d'une craie de Champagne simplement traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 60,5 % en poids de baryte dont le diamètre moyen est égal à 5 micromètres ;

44
9184

- 11,5 % en poids de wollastonite traitée de longueur moyenne de fibres égale à 90 micromètres ;
- 6,1 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 757 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) et 1,7 % en poids d'un copolymère polypropylène de grade 100 commercialisé par la société Montell sous la dénomination Moplen™ EP-N 31 MA.
- 0,9 % en poids de stéarate de zinc ;
- 0,1 % en poids d'un stabilisant thermique commercialisé sous le nom de Irganox™ 1010 par la société Ciba-Geigy.

Le MFI obtenu a une valeur de 146,0 g/10 min. mesuré dans les conditions précitées.

Les différents résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau 2 suivant.



34

TABLEAU 2

5
10
15
20
25
30

Essai n°	Type de charge minérale	% en poids de charge minérale dans mélange-maître	% en poids de polypropylène isotactique dans mélange-maître	MFI (g/10 min) du polypropylène isotactique (190°C/10 kg/1,05 mm)	MFI (g/10 min) du polypropylène isotactique (190°C/5 kg/2,09 mm)	Pourcentage de cristallinité ou indice d'isotacticité du polymère isotactique fluide
Invention	16 craie-talc	41,5 - 41,5	15,9	840	10,6	61,6
Invention	17 craie-talc	64,25 - 21,25	13,9	840	20,7	61,6
Invention	18 craie-hydroxyde de magnésium	75,0 - 13,0	8,9	840	14,5	61,6
Invention	19 calcite	87,0	9,9	840	10,8	61,6
Invention	20 craie-dolomie	41,0 - 41,0	17,9	238	95,5	35,0
Invention	21 marbre-carbonate de calcium précipité	81,0 - 5,0	10,6	757	48,2	65,0
Invention	22 craie-baryte	32,8 - 60,2	4,6	757	26,0	65,0
Invention	23 craie-dioxyde de titane	42,0 - 43,0	7,3	757	149,0	65,0
Invention	24 craie-baryte wollastonite	19,2 - 60,5 - 11,5	6,1	757	146,0	65,0

La lecture du tableau 2 permet de constater la mise en œuvre de polypropylène isotactique, de fluidité élevée et supérieure ou égale à un MFI de 200 g/10 min, mesuré suivant la norme modifiée NF T 51-620 (190°C - 10 kg - 1,05 mm), de préférence supérieure à 500 g/10 min, mesuré suivant la norme modifiée NF T 51-620 (190°C - 10 kg - 1,05 mm), avec un pourcentage de cristallinité supérieur à environ 20 %, préférentiellement compris entre 30 % et 90 %, préférentiellement entre 50 % et 85 %, permet l'obtention de mélange-maîtres qui contiennent différentes charges minérales et avec une teneur en charge égale ou supérieure à 80 %, et qui possèdent une fluidité élevée, c'est-à-dire de MFI supérieur ou égal à 5 g/10 min (190°C - 5 kg - 2,09 mm) mesuré selon la norme NF T 51-620 et qui contiennent au moins un polymère de type polypropylène isotactique présentant un pourcentage de cristallinité (appelé aussi indice d'isotacticité) supérieur à environ 20 %, préférentiellement compris entre 30 % et 90 %, très préférentiellement compris entre 50 % et 85 %, mesuré par la méthode DSC telle que précédemment décrite.

De plus, il peut être remarqué que le couplage du polypropylène isotactique à grande fluidité avec un ou plusieurs polymères permet :

- un réglage de la fluidité du concentré de charge dans le but de réaliser des mélanges avec des charges de différentes natures et aux caractéristiques très différentes les unes par rapport aux autres telles que notamment la granulométrie, d'adapter la formule au procédé,
- d'augmenter la compatibilité du concentré de charge avec le milieu dans lequel il doit être dispersé,
- d'obtenir une formule moins onéreuse,
- un réglage de la dureté des concentrés.

EXEMPLE 3

Cet exemple concerne la redispersion des mélange-maîtres dans différentes polyoléfines.

Pour ce faire et pour chacun des essais n° 25 à 52, on effectue l'extrusion d'un ruban d'épaisseur de 3mm à travers une filière plate, au moyen d'une extrudeuse monovis Torey dont la vis possède un diamètre D de 25 mm, une longueur égale à 15 D alors que la filière a une longueur de 16 mm et une hauteur de 2,5 mm. La vitesse de rotation de la vis est de 50 tours par minute, le taux de compression de 3 et la température d'extrusion de 170°C pour du polyéthylène et de 210°C pour du polypropylène copolymère ou homopolymère.

Cette extrusion est effectuée par l'alimentation successive de l'extrudeuse avec la polyoléfine de redispersion vierge servant de témoin et par les mélanges constitués de la même polyoléfine et des mélange-maîtres selon l'invention à tester de manière à incorporer 20 % en poids de charge par rapport à la masse totale.

L'examen à la loupe binoculaire de grossissement 50 de chacune des dispersions effectuées a permis de noter de 1 à 6 l'aspect visuel de la dispersion avec la valeur 1 lorsqu'il n'y a pas dispersion et la valeur 6 lorsqu'il y a une très bonne dispersion c'est-à-dire lorsqu'il n'y a pas de points noirs correspondant à la polyoléfine dégradée et de points blancs correspondant à la charge.

Les résultats sont les suivants :

Essai n° 25 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre le mélange-maître selon l'invention de l'essai n° 5 et la résine polypropylène homopolymère commercialisée par la société Montell sous la dénomination Montell™ TM 1600 K.

La valeur 6 est attribuée à la dispersion.

Essai n° 26 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre le mélange-maître selon l'invention de l'essai n° 6 et la résine polypropylène homopolymère commercialisée par la société Montell sous la dénomination Montell™ TM 1600 K.

La valeur 6 est attribuée à la dispersion.

Essai n° 27 :

96
93 86

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre le mélange-maître selon l'invention de l'essai n° 7 et la résine polypropylène homopolymère commercialisée par la société Montell sous la dénomination Montell™ TM 1600 K.

La valeur 6 est attribuée à la dispersion.

5

Essai n° 28 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre le mélange-maître selon l'invention de l'essai n° 8 et la résine polypropylène homopolymère commercialisée par la société Montell sous la dénomination Montell™ TM 1600 K.

10 La valeur 6 est attribuée à la dispersion.

Essai n° 29 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre le mélange-maître selon l'invention de l'essai n° 9 et la résine polypropylène homopolymère commercialisée par la société Montell sous la dénomination Montell™ TM 1600 K.

15

La valeur 6 est attribuée à la dispersion.

Essai n° 30 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre le mélange-maître selon l'invention de l'essai n° 10 et la résine polypropylène homopolymère commercialisée par la société Montell sous la dénomination Montell™ TM 1600 K.

20

La valeur 6 est attribuée à la dispersion.

Essai n° 31 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre le mélange-maître selon l'invention de l'essai n° 11 et la résine polypropylène homopolymère commercialisée par la société Montell sous la dénomination Montell™ TM 1600 K.

25

La valeur 6 est attribuée à la dispersion.

30

Essai n° 32 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre le mélange-maître selon l'invention de l'essai n° 12 et la résine polypropylène homopolymère commercialisée par la société Montell sous la dénomination Montell™ TM 1600 K.

La valeur 6 est attribuée à la dispersion.

85

Essai n° 33 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre le mélange-maître selon l'invention de l'essai n° 13 et la résine polypropylène homopolymère commercialisée par la société Montell sous la dénomination Montell™ TM 1600 K.

5 La valeur 6 est attribuée à la dispersion.

Essai n° 34 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre le mélange-maître selon l'invention de l'essai n° 14 et la résine polypropylène homopolymère commercialisée par la société Montell sous la dénomination Montell™ TM 1600 K.

10

La valeur 6 est attribuée à la dispersion.

Essai n° 35 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre le mélange-maître selon l'invention de l'essai n° 15 et la résine polypropylène homopolymère commercialisée par la société Montell sous la dénomination Montell™ TM 1600 K.

15

La valeur 6 est attribuée à la dispersion.

Essai n° 36 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre le mélange-maître selon l'invention de l'essai n° 16 et la résine polypropylène homopolymère commercialisée par la société Montell sous la dénomination Montell™ TM 1600 K.

20

La valeur 6 est attribuée à la dispersion.

Essai n° 37 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre le mélange-maître selon l'invention de l'essai n° 17 et la résine polypropylène homopolymère commercialisée par la société Montell sous la dénomination Montell™ TM 1600 K.

25

La valeur 6 est attribuée à la dispersion.

30

Essai n° 38 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre le mélange-maître selon l'invention de l'essai n° 18 et la résine polypropylène homopolymère commercialisée par la société Montell sous la dénomination Montell™ TM 1600 K.

94
87

La valeur 6 est attribuée à la dispersion.

Essai n° 39 :

5 Cet essai illustre l'invention et met en œuvre le mélange-maître selon l'invention de l'essai n° 19 et la résine polypropylène homopolymère commercialisée par la société Montell sous la dénomination Montell™ TM 1600 K.

La valeur 6 est attribuée à la dispersion.

Essai n° 40 :

10 Cet essai illustre l'invention et met en œuvre le mélange-maître selon l'invention de l'essai n° 20 et la résine polypropylène homopolymère commercialisée par la société Montell sous la dénomination Montell™ TM 1600 K.

La valeur 6 est attribuée à la dispersion.

15 Essai n° 41 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre le mélange-maître selon l'invention de l'essai n° 21 et la résine polypropylène homopolymère commercialisée par la société Montell sous la dénomination Montell™ TM 1600 K.

La valeur 6 est attribuée à la dispersion.

20

Essai n° 42 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre le mélange-maître selon l'invention de l'essai n° 22 et la résine polypropylène homopolymère commercialisée par la société Montell sous la dénomination Montell™ TM 1600 K.

25

La valeur 6 est attribuée à la dispersion.

Essai n° 43 :

30 Cet essai illustre l'invention et met en œuvre le mélange-maître selon l'invention de l'essai n° 23 et la résine polypropylène homopolymère commercialisée par la société Montell sous la dénomination Montell™ TM 1600 K.

La valeur 6 est attribuée à la dispersion.

Essai n° 44 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre le mélange-maître selon l'invention de

l'essai n° 24 et la résine polypropylène homopolymère commercialisée par la société Montell sous la dénomination Montell™ TM 1600 K.

La valeur 6 est attribuée à la dispersion.

5 Essai n° 45 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre la résine polypropylène copolymère commercialisée par la société Appryl sous la dénomination Appryl™ 3120 MN 1 une composition selon l'invention contenant :

- 10 - 87 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 9,1 % en poids de polypropylène amorphe, de MFI égal à 450 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) commercialisé par la société
- 15 Huntsman sous la dénomination Rexflex™ WL 125 ;
- 3,9 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 840 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm).

20 La valeur 6 est attribuée à la dispersion.

Essai n° 46 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre le mélange-maître selon l'invention de l'essai n° 14 et la résine polypropylène copolymère commercialisée par la société Appryl sous la dénomination Appryl™ 3120 MN 1.

La valeur 6 est attribuée à la dispersion.

Essai n° 47 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre le mélange-maître selon l'invention de l'essai n° 14 et la résine polyéthylène haute densité commercialisée par la société Plüss-Stauffer sous la dénomination Hostalen™ GD 7225.

La valeur 6 est attribuée à la dispersion.

Essai n° 48 :

98
95
88

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre le mélange-maître selon l'invention de l'essai n° 12 et la résine polyéthylène haute densité commercialisée par la société Plüss-Staufer sous la dénomination Hostalen™ GD 7225.

La valeur 6 est attribuée à la dispersion.

5

Essai n° 49 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre la résine polyéthylène haute densité commercialisée par la société Plüss-Staufer sous la dénomination Hostalen™ GD 7225 et le mélange-maître selon l'invention de composition :

10

- 87,0 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 10,0 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 840 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) et 3,0 % en poids d'un copolymère polypropylène de grade 100 commercialisé par la société Montell sous la dénomination Moplen™ EP-N 31 MA.

15

La valeur 6 est attribuée à la dispersion.

20

Essai n° 50 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre la résine polyéthylène haute densité commercialisée par la société Plüss-Staufer sous la dénomination Hostalen™ GD 7225 et le mélange-maître selon l'invention de composition :

25

- 86,0 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 7,5 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 840 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) et 6,5 % en poids d'un copolymère polypropylène de grade 100 commercialisé par la société Montell sous la dénomination Moplen™ EP-N 31 MA.

30

La valeur 6 est attribuée à la dispersion.

87

3.8.

Essai n° 51 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre la résine polyéthylène basse densité commercialisée par la société BASF sous la dénomination Lupolene™ 2420 H et une composition selon l'invention contenant :

5

+ 87 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;

10

- 9,1 % en poids de polypropylène amorphe, de MFI égal à 450 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) commercialisé par la société Huntsman sous la dénomination Rexflex™ WL 125 ;

15

- 3,9 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 840 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm).

La valeur 6 est attribuée à la dispersion.

Essai n° 52 :

20

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre le mélange-maître selon l'invention de l'essai n° 14 et la résine polyéthylène basse densité commercialisée par la société BASF sous la dénomination Lupolene™ 2420 H.

La valeur 6 est attribuée à la dispersion.

25

La lecture de tous ces résultats permet de constater que la sélection de polypropylène isotactique de fluidité élevée et supérieure ou égale à 200g/10 min. comme précédemment mesurée permet d'obtenir une excellente redispersion quelles que soient la résine de redispersion ou la charge constitutive du mélange-maître.

30

EXEMPLE 4

Cet exemple concerne les propriétés mécaniques de divers mélange-maîtres selon l'invention et réalisés à l'échelle industrielle.

Pour ce faire et pour chacun des essais n° 53 à 61, des éprouvettes réalisées par injection sont soumises à des tests de propriétés mécaniques.

5 Pour ce faire, on réalise des éprouvettes normalisées (ISO 1873-2 :1989) au moyen d'une presse Nestal Neomat 170/90 pilotée par un microprocesseur avec une force de fermeture de 900kN, un diamètre de vis de 32 mm et un rapport longueur/diamètre de 18,8.

Les principaux paramètres de réglage de la presse sont les suivants :

10

- la température de la matière est comprise entre 200°C et 240°C selon le polymère ou copolymère de dispersion mis en œuvre,

- la température du moule est de 40°C,

15

- la température de buse évolue entre 180°C et 240°C selon le polymère ou copolymère de dispersion mis en œuvre,

- la vitesse d'injection maximale est de 200 m/s,

20

- la pression d'injection est de 100 bars,

25

- la durée du cycle est de l'ordre de 62 secondes comprenant un temps de refroidissement de 30 secondes, un temps d'injection de 2 secondes, un temps de maintien de 25 secondes et enfin un temps entre deux cycles de 5 secondes.

30

La presse est alimentée successivement avec des polymères ou copolymères seuls servant de témoin et par des mélanges des mêmes polymères ou copolymères dans lesquelles ont été introduits les mélange-maîtres selon l'invention et réalisés, sous forme de granulés à un débit de 155 kg/h, par l'ajout des différents constituants dans un mélangeur continu à double vis terminé par une extrudeuse monovis à la sortie de laquelle est adapté un granulateur.

Les tests de propriétés mécaniques effectués sont la détermination du module

d'élasticité en flexion quatre points selon la norme DIN 53457 et la détermination du choc Charpy à 23°C selon la norme DIN 53453.

Essai n° 53 :

- 5 Cet essai illustre l'art antérieur et met en œuvre une dispersion contenant 60 % en poids de la résine polyéthylène haute densité commercialisée par la société Plüss-Stauffer sous la dénomination Hostalen™ GD 7225 et 40 % en poids du mélange maître de l'essai n° 2 de l'art antérieur.
- 10 Les résultats obtenus sont égaux à 799 N/mm² pour le module d'élasticité en flexion quatre points selon la norme DIN 53457 et 3,4 kJ/m² pour le choc Charpy à 23°C selon la norme DIN 53453.

Essai n° 54 :

- 15 Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une dispersion contenant 60 % en poids de la résine polyéthylène haute densité commercialisée par la société Plüss-Stauffer sous la dénomination Hostalen GD 7225 et 40 % en poids du mélange-maître selon l'invention de composition :
- 20 - 87,0 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 10,0 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 840 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) et 3,0 % en poids d'un
- 25 copolymère polypropylène de grade 100 commercialisé par la société Montell sous la dénomination Moplen™ EP-N 31 MA.

- Les résultats obtenus sont égaux à 1363 N/mm² pour le module d'élasticité en flexion quatre points selon la norme DIN 53457 et 3,4 kJ/m² pour le choc Charpy à 23°C
- 30 selon la norme DIN 53453.

Essai n° 55 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une dispersion contenant 60 % en poids de la résine polyéthylène haute densité commercialisée par la société Plüss-Stauffer

sous la dénomination Hostalen™ GD 7225 et 40 % en poids du mélange-maître selon l'invention de composition :

- 87,0 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 8,5 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 840 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) et 4,5 % en poids d'un copolymère polypropylène de grade 100 commercialisé par la société Montell sous la dénomination Moplen™ EP-N 31 MA.

Les résultats obtenus sont égaux à 1333 N/mm² pour le module d'élasticité en flexion quatre points selon la norme DIN 53457 et 3,6 kJ/m² pour le choc Charpy à 23°C selon la norme DIN 53453.

Essai n° 56 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une dispersion contenant 60 % en poids de la résine polyéthylène haute densité commercialisée par la société Plüss-Stauffer sous la dénomination Hostalen™ GD 7225 et 40 % en poids du mélange-maître selon l'invention de composition :

- 87,0 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 7,0 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 840 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) et 6,0 % en poids d'un copolymère polypropylène de grade 100 commercialisé par la société Montell sous la dénomination Moplen™ EP-N 31 MA.

Les résultats obtenus sont égaux à 1309 N/mm² pour le module d'élasticité en flexion quatre points selon la norme DIN 53457 et 3,4 kJ/m² pour le choc Charpy à 23°C selon la norme DIN 53453.

Essai n° 57 :

40

Cet essai illustre un témoin pour lequel les propriétés mécaniques sont mesurées sur la résine vierge à savoir la résine polypropylène homopolymère commercialisée par la société Montell sous la dénomination Montell™ TM 1600 K.

- 5 Les résultats obtenus sont égaux à 914 N/mm^2 pour le module d'élasticité en flexion quatre points selon la norme DIN 53457 et $2,6 \text{ kJ/m}^2$ pour le choc Charpy à 23°C selon la norme DIN 53453.

Essai n° 58 :

- 10 Cet essai illustre l'art antérieur et met en œuvre une dispersion contenant 60 % en poids de la résine polypropylène homopolymère commercialisée par la société Montell sous la dénomination Montell™ TM 1600 K et 40 % en poids du mélange-maître de l'essai n° 2 de l'art antérieur.

- 15 Les résultats obtenus sont égaux à 1446 N/mm^2 pour le module d'élasticité en flexion quatre points selon la norme DIN 53457 et $3,0 \text{ kJ/m}^2$ pour le choc Charpy à 23°C selon la norme DIN 53453

Essai n° 59 :

- 20 Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une dispersion contenant 60 % en poids de la résine polypropylène homopolymère commercialisée par la société Montell sous la dénomination Montell™ TM 1600 K et 40 % en poids du mélange-maître selon l'invention de composition :

- 25 - 87,0 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 10,0 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 840 g/10 min. (température 190°C , charge 10 kg, filière de 1,05 mm) et 3,0 % en poids d'un
- 30 copolymère polypropylène de grade 100 commercialisé par la société Montell sous la dénomination Moplen™ EP-N 31 MA.

Les résultats obtenus sont égaux à 1805 N/mm^2 pour le module d'élasticité en flexion quatre points selon la norme DIN 53457 et $3,0 \text{ kJ/m}^2$ pour le choc Charpy à 23°C

101
98
91

selon la norme DIN 53453.

Essai n° 60 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une dispersion contenant 60 % en poids de la résine polypropylène homopolymère commercialisée par la société Montell sous la dénomination Montell™ TM 1600 K et 40 % en poids du mélange-maître selon l'invention de composition :

- 87,0 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 8,5 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 840 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) et 4,5 % en poids d'un copolymère polypropylène de grade 100 commercialisé par la société Montell sous la dénomination Moplen™ EP-N 31 MA.

Les résultats obtenus sont égaux à 1718 N/mm² pour le module d'élasticité en flexion quatre points selon la norme DIN 53457 et 3,2 kJ/m² pour le choc Charpy à 23°C selon la norme DIN 53453.

Essai n° 61 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une dispersion contenant 60 % en poids de la résine polypropylène homopolymère commercialisée par la société Montell sous la dénomination Montell™ TM 1600 K et 40 % en poids du mélange-maître selon l'invention de composition :

- 87,0 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 7,0 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 840 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) et 6,0 % en poids d'un copolymère polypropylène de grade 100 commercialisé par la société Montell sous la dénomination Moplen™ EP-N 31 MA.

Les résultats obtenus sont égaux à 1754 N/mm^2 pour le module d'élasticité en flexion quatre points selon la norme DIN 53457 et $3,1 \text{ kJ/m}^2$ pour le choc Charpy à 23°C selon la norme DIN 53453.

5 Essai n° 62 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une dispersion contenant 69 % en poids de la résine polypropylène commercialisée par la société Borealis sous la dénomination Borealis™ 202 E et 31 % en poids du mélange-maître (correspondant à 25 % en poids de charge minérale) selon l'invention de composition :

10

- 80,5 % en poids d'un talc de granulométrie telle que 41 % des particules ont un diamètre moyen inférieur à 5 micromètres ;
- 18,5 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 1038 g/10 min. (température 190°C , charge 10 kg, filière de 1,05 mm) ;
- 1,0 % en poids de stéarate de zinc.

15

Les résultats obtenus sont égaux à 2212 N/mm^2 pour le module d'élasticité en flexion quatre points selon la norme DIN 53457 et 12 kJ/m^2 pour le choc Charpy à 23°C selon la norme DIN 53453.

20

Essai n° 63 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une dispersion contenant 69,88 % en poids de la résine polypropylène commercialisée par la société Borealis sous la dénomination Borealis™ 202 E et 30,12 % en poids du mélange-maître (correspondant à 25 % en poids de charge minérale traitée) selon l'invention de composition :

25

- 41,5 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 41,5 % en poids d'un talc de granulométrie telle que 41 % des particules ont un diamètre moyen inférieur à 5 micromètres ;

30

102
99
92

- 16,5 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 1038 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) ;
- 0,5 % en poids d'un dispersant du type phosphate d'alcool gras commercialisé par la société Coatex sous la dénomination COATEX DOPP-18.

Les résultats obtenus sont égaux à 1845 N/mm² pour le module d'élasticité en flexion quatre points selon la norme DIN 53457 et 18 kJ/m² pour le choc Charpy à 23°C selon la norme DIN 53453.

Essai n° 64 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une dispersion contenant 70,59 % en poids de la résine polypropylène commercialisée par la société Borealis sous la dénomination Borealis™ 202 E et 29,41 % en poids du mélange-maître (correspondant à 25 % en poids de charge minérale traitée) selon l'invention de composition :

- 63,75 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 21,25 % en poids d'un talc de granulométrie telle que 41 % des particules ont un diamètre moyen inférieur à 5 micromètres ;
- 14,5 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 1038 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) ;
- 0,5 % en poids d'un dispersant du type phosphate d'alcool gras commercialisé par la société Coatex sous la dénomination COATEX DOPP-18.

Les résultats obtenus sont égaux à 1670 N/mm² pour le module d'élasticité en flexion quatre points selon la norme DIN 53457 et 22 kJ/m² pour le choc Charpy à 23°C selon la norme DIN 53453.

Les différents résultats obtenus sont rassemblés dans le tableau 3 suivant.

42

TABLEAU 3

5
10
15
20
25
30

Art	Essai n°	Type de résine	Mélange-maître % charge - % polypropylène isotactique	Module d'élasticité en flexion quatre points (N/mm ²)	Choc Charpy à 23°C (kJ/m ²)
Art antérieur	53	PEHD	88 % craie - 0 % PPI	799	3,4
Invention	54	PEHD	87 % craie - 8,5 % PPI	1363	3,4
Invention	55	PEHD	87 % craie - 8,5 % PPI	1333	3,6
Invention	56	PEHD	87 % craie - 8,5 % PPI	1309	3,4
Témoin	57	PPH	0%	914	2,6
Art antérieur	58	PPH	88 % craie - 0 % PPI	1446	3,0
Invention	59	PPH	87 % craie - 10 % PPI	1805	3,0
Invention	60	PPH	87 % craie - 8,5 % PPI	1718	3,2
Invention	61	PPH	87 % craie - 7 % PPI	1754	3,1
Invention	62	PP	80,5 % talc - 18,5 % PPI	2212	12,0
Invention	63	PP	41,5 % craie - 41,5 % talc - 16,5 % PPI	1845	18,0
Invention	64	PP	63,75 % craie - 21,25 % talc - 14,5 % PPI	1670	22,0

PEHD : Polyéthylène haute densité
PPH : Polypropylène homopolymère
PPI : Polypropylène isotactique
PP : Polypropylène

La lecture du tableau 3 permet de constater que la sélection de polypropylène isotactique de fluidité élevée et supérieure ou égale à 200 g/10 min. comme précédemment mesurée permet d'obtenir d'excellentes propriétés mécaniques quelles que soient la résine de redispersion ou la charge constitutive du mélange-maître.

Les bonnes propriétés d'impact caractérisent la bonne dispersion de la charge dans la matrice polymère.

EXEMPLE 5

Cet exemple concerne la détermination de la dureté des produits selon l'invention.

Dans ce but, pour chacun des essais n° 65 à 67, les mélanges-maîtres selon l'invention refroidis à température ambiante ayant été réalisés, sous forme de pâtes à environ 190°C et à un débit de 155 kg/h, par l'ajout des différents constituants dans un mélangeur continu à double vis d'une capacité nominale de 500 kg/h et terminé par une extrudeuse monovis, on a procédé à la mesure de la dureté Shore D en à l'aide d'un duromètre de type Zwick™ et selon la norme NF T 51-109, et dès la mise sous contrainte de l'échantillon de concentré de charge encore appelé mélange-maître.

Essai n° 65:

Cet essai illustre l'art antérieur et met en œuvre une composition contenant :

- 87 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 13 % en poids de polypropylène amorphe, de MFI égal à 450 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) commercialisé par la société Huntsman sous la dénomination Rexflex™ WL 125.

La dureté obtenue est de 66.

Essai n° 66 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une composition contenant :

43

- 87 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 9,1 % en poids de polypropylène amorphe, de MFI égal à 450 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) commercialisé par la société Huntsman sous la dénomination Rexflex™ WL 125 ;
- 3,9 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 840 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm).

La dureté obtenue est de 73.

Essai n° 67 :

Cet essai illustre l'invention et met en œuvre une composition contenant :

- 87 % en poids d'une craie de Champagne traitée par de l'acide stéarique de diamètre moyen égal à 2 micromètres ;
- 13 % en poids d'un polypropylène isotactique de MFI égal à 840 g/10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm).

La dureté obtenue est de 76.

Les précédents résultats montrent que les composés selon l'invention sont plus durs que ceux de l'art antérieur (76 et 73 sont supérieurs à 66) et qu'il est possible de régler la dureté du mélange-maître en faisant varier la composition de la partie organique de celui-ci.

EXEMPLE 6

Cet exemple concerne l'utilisation de mélange-maîtres, selon l'invention, dans l'extrusion de films.

Pour la réalisation des films de polyéthylène linéaire basse densité, encore noté LLDPE et pour chacun des essais n° 69 à 75, la résine LLDPE est extrudée en présence de quantités croissantes du mélange-maître de l'essai n° 14 selon l'invention,

~~104~~
~~101~~ 94

par la mise en œuvre d'un rhéomètre de type Haake Rheocord™ équipé d'une extrudeuse double vis tournant à 30 tours/minute et par passage au travers de la filière circulaire à une température de 190°C et dont le diamètre est augmenté avant refroidissement par injection en continu d'air sous une pression de 40 bars.

5 Le refroidissement est effectué à l'air.

Le film réalisé, on en mesure l'épaisseur.

L'essai n° 68 correspond au témoin, c'est-à-dire à la réalisation d'un film avec une résine LLDPE vierge qui donne une épaisseur de film égale à 9 micromètres.

10

Les différentes quantités de mélange-maître de l'essai n° 14 selon l'invention, mises en œuvre correspondent aux pourcentages massiques de craie par rapport au poids de la résine comme décrit ci-après.

15

Essai n° 69 :

Cet essai qui illustre l'invention correspond à 5,3 % de craie par rapport au poids de LLDPE et donne une épaisseur de film égale à 11 micromètres.

20

Essai n° 70 :

Cet essai qui illustre l'invention correspond à 15,2 % de craie par rapport au poids de LLDPE et donne une épaisseur de film égale à 15 micromètres.

25

Essai n° 71 :

Cet essai qui illustre l'invention correspond à 28,7 % de craie par rapport au poids de LLDPE et donne une épaisseur de film égale à 19 micromètres.

30

Essai n° 72 :

Cet essai qui illustre l'invention correspond à 29,1 % de craie par rapport au poids de LLDPE et donne une épaisseur de film égale à 22 micromètres.

Essai n° 73 :

Cet essai qui illustre l'invention correspond à 45,6 % de craie par rapport au poids de LLDPE et donne une épaisseur de film égale à 32 micromètres.

44

Essai n° 74 :

Cet essai qui illustre l'invention correspond à 51,7 % de craie par rapport au poids de LLDPE et donne une épaisseur de film égale à 31 micromètres.

5 Essai n° 75 :

Cet essai qui illustre l'invention correspond à 53,2 % de craie par rapport au poids de LLDPE et donne une épaisseur de film égale à 25 micromètres.

10 Ainsi, à la lecture des résultats on peut voir qu'il est possible d'obtenir un film extrudé contenant le mélange-maître selon l'invention.

~~105~~
~~102~~
95

REVENDEICATIONS

- 1/ Procédé pour la préparation de mélange-maîtres ou concentrés de charge(s) minérale(s) fortement chargés en matière(s) ou charge(s) minérale(s), utilisables pour charger des matières thermoplastiques à l'aide desdites charges minérales, mettant en oeuvre des polymères ou des mélanges de polymères comme liant, caractérisé en ce que lesdits polymères ou mélanges de polymères :
- comprennent au moins un polypropylène isotactique de très grande fluidité, et
 - ont un pourcentage de cristallinité communément appelé indice d'isotacticité supérieur à environ 20 %, préférentiellement compris entre 30 % et 90 %, très préférentiellement compris entre 50 % et 85 %, mesuré par la méthode DSC.
- 2/ Procédé pour la préparation de mélange-maîtres ou concentrés de charge(s) minérale(s) fortement chargés en matière(s) ou charge(s) minérale(s) selon la revendication 1, caractérisé en ce que lesdits polymères ou mélanges de polymères présentent un indice de fluidité encore appelé MFI (Melting Flow Index) supérieur ou égal à 200 g/10 min, mesuré suivant la norme modifiée NF T 51-620 (190°C - 10 kg - 1,05 mm).
- 3/ Procédé pour la préparation de mélange-maîtres ou concentrés de charge(s) minérale(s) fortement chargés en matière(s) ou charge(s) minérale(s) selon la revendication 2, caractérisé en ce que lesdits polymères ou mélanges de polymères présentent un indice de fluidité supérieur ou égal à 500 g/10 min, mesuré suivant la norme modifiée NF T 51-620 (190°C - 10 kg - 1,05 mm).
- 4/ Procédé pour la préparation de mélange-maîtres ou concentrés de charge(s) minérale(s) fortement chargés en matière(s) ou charge(s) minérale(s) selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce que la partie organique du concentré de charges, c'est à dire le mélange de polymères formant le liant et éventuellement les additifs usuels, est composée :
- de 30 % à 100 % de polypropylène isotactique de très grande fluidité dont le

MFI mesuré suivant la norme modifiée NFT 51-620 est supérieur ou égal à 200 g /10 min. (température 190°C, charge 10 kg, filière de 1,05 mm) ;

- 5 - de 0 à 70 % de polyoléfinés amorphes et/ou cristallins choisis parmi le polypropylène, le polyéthylène et les polymères ou copolymères à base de monomères éthyléniques contenant 2 à 6 atomes de carbone seuls ou en mélange ;
- 10 - de 0 à 5 % d'additifs tels que des stabilisants thermiques, des antioxydants, des anti-UV, des dispersants, des lubrifiants, des colorants, des plastifiants, des antistatiques, des ignifugeants, des agents de nucléation, des agents passivant les métaux tels que les agents cupropassifs.
- 15 5/ Procédé pour la préparation de mélange-maîtres ou concentrés de charge(s) minérale(s) fortement chargés en matière(s) ou charge(s) minérale(s) selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 caractérisé en ce que ledit polymère est un polypropylène isotactique de très grande fluidité.
- 20 6/ Procédé pour la préparation de mélange-maîtres ou concentrés de charge(s) minérale(s) fortement chargés en matière(s) ou charge(s) minérale(s) selon l'une quelconque des revendications 1 à 4 caractérisé en ce que lesdits polymères ou mélange de polymères sont constitués d'au moins un polypropylène isotactique de très grande fluidité et d'au moins un autre polymère oléfinique cristallin ou amorphe.
- 25 7/ Procédé pour la préparation de mélange-maîtres ou concentrés de charge(s) minérale(s) fortement chargés en matière(s) ou charge(s) minérale(s) selon la revendication 6 caractérisé en ce que l'autre polymère oléfinique cristallin ou amorphe est un polyéthylène.
- 30 8/ Procédé pour la préparation de mélange-maîtres ou concentrés de charge(s) minérale(s) fortement chargés en matière(s) ou charge(s) minérale(s) selon la revendication 6 caractérisé en ce que lesdits polymères ou mélange de polymères sont constitués d'un polypropylène isotactique de très grande fluidité et d'un poly-

105
103
96

éthylène.

- 5 9/ Procédé pour la préparation de mélange-maîtres ou concentrés de charge(s) minérale(s) fortement chargés en matière(s) ou charge(s) minérale(s) selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 caractérisé en ce que lesdits polymères ou mélange de polymères sont constitués d'au moins un polypropylène isotactique de très grande fluidité et d'au moins un autre copolymère ou terpolymère oléfinique amorphe ou atactique ou sensiblement amorphe ou sensiblement atactique.
- 10 10/ Mélange-maître ou concentré de charge(s) minérale(s) fortement chargés en matière(s) ou charge(s) minérale(s) caractérisé en ce qu'il contient une teneur en charge minérale supérieure ou égale à 80 % en poids, préférentiellement de 80 % à 95 % et très préférentiellement de 82 % à 93 %, en ce qu'il possède un indice de fluidité ou MFI supérieur ou égal à 5 g/10 min (190°C - 5 kg - 2,09 mm) mesuré selon la norme NF T 51-620, de préférence supérieur ou égal à 8 g/10 min (190°C - 5 kg - 2,09 mm), et en ce qu'il contient au moins un polymère de type polypropylène isotactique de très grande fluidité présentant un pourcentage de cristallinité (appelé aussi indice d'isotacticité) supérieur à environ 20 %, 15
20 préférentiellement compris entre 30 % et 90 %, très préférentiellement compris entre 50 % et 85 %, mesuré par la méthode DSC.
- 25 11/ Mélange-maître ou concentré de charge(s) minérale(s) fortement chargés en matière(s) ou charge(s) minérale(s) selon la revendication 10 caractérisé en ce que la ou les charge(s) minérales traitées ou non sont choisies parmi les carbonates tels que les carbonates de calcium naturel dont les différentes craies, calcites, marbres ou parmi les carbonates synthétiques tels que les carbonates de calcium précipité à différents stades de cristallisation ou encore sont choisies parmi les sels mixtes de magnésium et de calcium tels que les dolomies ou encore parmi le carbonate de 30
magnésium, le carbonate de zinc, la chaux, la magnésie, le sulfate de baryum tel que notamment la baryte, le sulfate de calcium, la silice, les silico-magnésiens tels que le talc, la wollastonite, les argiles et autres silico-alumineux tels que les kaolins, le mica, les oxydes ou hydroxydes de métaux ou d'alcalino-terreux tels que l'hydroxyde de magnésium, les oxydes de fer, l'oxyde de zinc, l'oxyde de

46.

titane, la fibre ou la poudre de verre, la fibre ou de poudre de bois, les pigments minéraux ou organiques ou les mélanges de ces composés, notamment les mélanges de talc et de carbonate, mélange effectué avant ou après le broyage des minéraux.

5

12/ Mélange-maître ou concentré de charge(s) minérale(s) fortement chargés en matière(s) ou charge(s) minérale(s) selon la revendication 11 caractérisé en ce qu'il la ou les charge(s) minérales traitées ou non sont choisies parmi les carbonates de calcium naturel dont les différentes craies, calcites, marbres ou parmi les carbonates synthétiques tels que les carbonates de calcium précipité, ou encore parmi le talc, l'hydroxyde de magnésium, la baryte, le dioxyde de titane, la wollastonite ou les dolomies et leurs mélanges.

10

13/ Procédé pour préparer des matières thermoplastiques chargées à l'aide de charge(s) minérale(s), caractérisé en ce que l'on effectue un mélange, en une ou plusieurs fois, de ladite ou desdites matières thermoplastiques avec un mélange-maître selon l'une quelconque des revendications 10 à 12 caractérisé en ce que ladite ou lesdites matières thermoplastiques sont choisies parmi les polyéthylènes basse densité, linéaires ou ramifiés, ou les polyéthylènes haute densité, les polypropylènes homo- ou copolymères, les polyisobutylènes et les copolymères obtenus lors de la polymérisation de deux au moins des co-monomères éthylène, propylène, isobutylène, les polyoléfines modifiées par greffage telles que les polyoléfines greffées anhydride maléique ou par copolymérisation telles que les polyoléfines halogénées, les polypropylènes modifiés EPDM (éthylène, propylène, diène, monomère), les polypropylènes modifiés SEBS (styrène, éthylène, butylène, styrène) ou encore de deux au moins des polymères et copolymères précités, en mélange, ou encore les caoutchoucs ou élastomères naturels ou synthétiques et thermoplastiques, parmi ces derniers notamment les caoutchoucs SBR (caoutchouc styrène-butadiène) ou EPDM ou SEBS thermoplastiques.

15

20

25

30

14/ Utilisation de mélange-maîtres selon l'une quelconque des revendications 10 à 12, éventuellement sous forme d'agrégats ou de granulés, pour fabriquer des articles industriels moulés, par thermoformage ou injection.

- 97
~~107~~
104
- 5 15/ Utilisation de mélange-mâtres selon l'une quelconque des revendications 10 à 12, éventuellement sous forme d'agréats ou de granulés, pour l'extrusion et notamment d'un film, d'une gaine ou d'un tube ou d'un profilé, ou des fils et des câbles, pour l'extrusion soufflage, l'extrusion de bandelettes ou encore l'extrusion couchage sur papier ou feuille métallique.
- 16/ Utilisation de mélange-mâtres selon l'une quelconque des revendications 10 à 12, éventuellement sous forme d'agréats ou de granulés, pour le calandrage.
- 10 17/ Objets moulés, extrudés ou calandrés obtenus par la mise en oeuvre de mélange-mâtres selon l'une quelconque des revendications 10 à 12.
- 96

98

OMY SAS
01. DIO. 23.
105 108

TRADUCCIÓN OFICIAL No.096/01 DE UN DOCUMENTO ESCRITO EN FRANCÉS, EL CUAL PARA SU IDENTIFICACIÓN SE SELLA CON EL SELLO DEL TRADUCTOR. ESTA ES UNA TRADUCCIÓN OFICIAL EFECTUADA EL DIA 26 DE ABRIL DEL AÑO 2001 POR JEAN-JACQUES TURPIN, C.E.: 193849 DE BOGOTÁ, TRADUCTOR OFICIAL SEGÚN RESOLUCIÓN No. 2680/91 DEL 19 DE DICIEMBRE DE 1991, EXPEDIDA POR EL MINISTERIO DE JUSTICIA DE COLOMBIA.

Autenticaciones que se hallan a continuación de un documento de traspaso conferido en inglés y en español por Pierre BLANCHARD y Maurice HUSSON, domiciliados respectivamente en 63, Chemin de Budron, 01600 Reyrieux Francia y 4, rue Jean Moulin, 51000 Châlons en Champagne, Francia, quienes declaran ser los únicos y verdaderos inventores de "Utilización de polipropilenos isotácticos con fluidez muy grande para la preparación de concentrados con cargas utilizables en los termoplásticos de tipo olefínico, concentrados de cargas y termoplásticos así obtenidos". Declaran asimismo ceder y transferir sin reserva ni limitación a la sociedad OMYA S.A.S., sociedad organizada y existente de acuerdo con las leyes de Francia, domiciliada en 35, quai André Citroën, 75725 Paris Cedex, Francia, todos los derechos inherentes a dicha invención, y que la sociedad queda facultada para solicitar en su nombre la patente correspondiente en la República de Colombia. Firma ilegible de Pierre BLANCHARD y Maurice HUSSON.

Legalización de la firma de los Señores Pierre BLANCHARD y Maurice HUSSON por parte del Señor Daniel MOLLARD, Notario asociado en Neuville sur Saône (Rhône).

Dado en Neuville sur Saône, el 20 de febrero del 20001.

Sello: Daniel MOLLARD, Notario asociado en Neuville sur Saône – República Francesa.

Traducción Oficial No.
JEAN - JACQUES H. TURPIN
Traductor e Intérprete Oficial
FRANCOIS - ESPANOL
Res. Minjusticia No. 2680/91

096/01

97

APOSTILLA
(Convención de La Haya del 5 de octubre de 1961)

COLOMBIA

1. - País: República de Francia

El presente acta público

2. - Ha sido firmado por el Doctor Daniel MOLLARD

3. - Actuando en calidad de Notario

4. - Con sello de su Notaría con sede en NEUVILLE SUR SAONE (RHONE)

MINISTERIO DE RELACIONES
EXTERIORES
130861
Jean J Turpin
Cuya firma aparece en el
documento de semperna
las funciones indicadas

CERTIFICADO

5. - En Lyon 6. - El 1 de marzo del 2001

7. Por el Procurador General ante el Tribunal Superior

8. Bajo el número 416

9. Sello: Tribunal Superior de Lyon – Fiscalía General.

10. Firma ilegible.

NO SE ASUME
RESPONSABILIDAD DEL TEXTO
2001 MAY -2 P 12: 39
JEFE DE LEGALIZACIONES
SANTAFE DE BOGOTA D.C.

Es traducción fiel y completa de la cual se deja copia en los archivos de esta oficina
para confrontación y a la cual me remito.

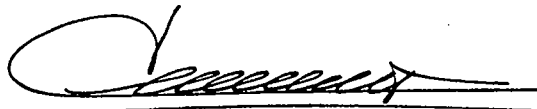
Traducción oficial No. 096/01.

Traductor: Jean-Jacques Turpin.

Santafé de Bogotá, D.C., 26 de abril del año 2001.

Traducción Oficial No.
JEAN • JACQUES H. TURPIN
Traductor e Intérprete Oficial
FRANCO • ESPANOL
Res. Minjusticia No. 2680/91

096/01



ASSIGNMENT

The undersigned,
Pierre Blanchard and
Maurice Husson

domiciled in

63 Chemin de Budron, 01600 Reyrieux
France

4 rue Jean Moulin, 51000 Chalons en
Champagne, France

hereby state under oath to be the sole and true inventor
of

Utilisation de polypropylenes isotactiques
de tres grande fluidite pour la preparation
de concentres de charges utilisables dans
les thermoplastiques de type olefinique,
concentres de charges et thermoplastiques
ainsi obtenus

state as well that we assign, without reservations
or limitation, in favor of

OMYA S.A.S.

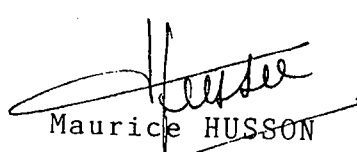
a corporation organized and existing under the laws of
France

domiciled in

35 quai André Citroën, 75725 Paris,
Cedex 15, France

all rights inherent to said invention, and that the above
mentioned corporation hereby is enabled to apply, in its
name, for the corresponding patent in the Republic of
Colombia.


Pierre BLANCHARD


Maurice HUSSON

TRASPASO

abajo firmado

Pierre Blanchard y
Maurice Husson

domiciliado en

63 Chemin de Budron, 01600 Reyrieux
Francia

4 rue Jean Moulin, 51000 Chalons en
Champagne, Francia

declaramos bajo juramento ser único s y verda-
dero s inventor es de

UTILIZACION DE POLIPOPILENOS ISOTACTICOS DE
ELEVADA FLUIDEZ PARA LA PREPARACION DE
CONCENTRADOS DE CARGAS UTILIZABLES EN LOS
TERMOPLASTICOS DE TIPO OLEFINICO CONCENTRADOS
DE CARGAS Y TERMOPLASTICOS OBTENIDOS DE ESTE
MODO.

Declar amos asimismo que ced emos y
transf erimos sin reserva ni limitación, a favor de la

sociedad

OMYA S.A.S.

organizada y existente de conformidad con las leyes de
Francia

domiciliada en

35 quai André Citroën, 75725 Paris,
Cedex 15, Francia

todos los derechos inherentes a dicha invención y que la
citada sociedad queda facultada para solicitar en su nombre

la patente correspondiente en la República de Colombia

NOUS SOUSSIGNÉS, Daniel Roussier
Notaires associés à NEUVILLE-SUR-SAONE (France)
Certifions sincère et véritable les signatures
apposées ci-dessus.
A NEUVILLE-S/SAONE, le 20 Pierre



CERTIFICADO NOTARIAL

(INDIVIDUO)

NOTARIAL CERTIFICATE

(INDIVIDUAL)

A los días del mes de
de 19 , compareci personalmente ante mi,
Notario Público,

a quien doy fé de conocer y me consta que
la persona descrita y firmante
del documento que precede, declarando ante mí que otor-
ga el mismo para los fines y propósitos que en él se
expresan.

NOTARY PUBLIC (Notario Público)

On this day of
19 personally appeared before me, a Notary Public,

to me known and known to me to be the person
described in and who executed the foregoing document,
and duly acknowledged to me that
executed the same for the uses and purposes
therein expressed.

CERTIFICADO NOTARIAL

(INDIVIDUO)

NOTARIAL CERTIFICATE

(INDIVIDUAL)

A los días del mes de
de 19 , compareci personalmente ante mí,
Notario Público,

a quien doy fé de conocer y me consta que
la persona descrita y firmante
del documento que precede, declarando ante mí que otor-
ga el mismo para los fines y propósitos que en él se
expresan.

NOTARY PUBLIC (Notario Público)

On this day of
19 personally appeared before me, a Notary Public,

to me known, and known to me to be the person
described in and who executed the foregoing document,
and duly acknowledged to me that
executed the same for the uses and purposes
therein expressed.

101

Traducción Oficial No.
JEAN - JACQUES H. TURPIN
Traductor e Intérprete Oficial
FRANÇES - ESPAÑOL
Res. Minjusticia No. 2680/91

096/01

108

APOSTILLE
(Convention de La Haye du 5 octobre 1961)

COLOMBIE

1. - République française
Le présent acte public
2. - a été signé par Daniel MOLLARD
3. - agissant en qualité de Notaire
4. - est revêtu du sceau de son étude sise à NEUVILLE
SUR SAONE (RHONE)

Attesté

5. - à LYON
6. - le 1^{er} mars 2001
7. - Par le Procureur général près la cour d'appel
8. - sous le n° 416
9. - Sceau
10. - Signature



100

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 01-010223- -00020-0000

LEY 2008-04-28 19 DE 18 LEO 2020 NUL CREACION

LEY 1 PATENTES LEO 1 REGDLOPOSITO

LEY 329 CIOTINFORMACION Folios 2

Señor

SUPERINTENDENTE DE INDUSTRIA Y COMERCIO

DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

E. S. D.

Re: P1.-OMYA DEVELOPMENT AG.-Solicitud de Patente de Invención
para "PROCEDIMIENTOS PARA LA PRODUCCION DE
MATERIAS TERMOPLÁSTICAS QUE COMPRENDEN UNA
MEZCLA MAESTRA O CONCENTRADO DE CARGA O CARGAS
MINERALES".-Clase C08.-Expediente número 01-010.223A.-

1. Me refiero al memorial de 9 de Abril de 2008, por medio del cual se dió respuesta al Concepto Técnico número **2325** emitido por ese Despacho el pasado 29 de Noviembre de 2007 y se dividió la solicitud original en **A** y **B**.

2. Con el fin de dar alcance al memorial mencionado, me permito anexar recibo número 08 - 33,993 expedido por la Superintendencia de Industria y Comercio, que acredita el pago de la prioridad reivindicada que causa el fraccionamiento de la presente solicitud, como se mencionó en el punto 4 numeral 2 literal (f).

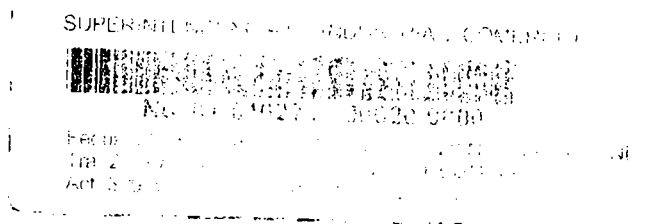
3. Ruego a usted tomar atenta nota de lo anterior y proceder de conformidad.

Señor Superintendente,

ALICIA LLOREDA RICAURTE

T. P. 53.215

103



SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 08 - 33,993
FECHA : ABRIL 28 DE 2008

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PGO	Vr. PAGO
LLOREDA Y CIA S. A	CONSIGNACION	BANCO DE BOGOTA	062754387	574694	28/04/2008	10,090,000.00

***** CONCEPTO *****

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-01	SOLICITUDES	
		82 INVOCACION DE UNA PRIORIDAD EN NU	140,000.00
		TOTAL :	\$ 140,000.00

SON: CIENTO CUARENTA MIL PESOS

RESPONSABLE : _____

RECIBO DE CAJA APLICADO AL EXPEDIENTE No. _____

**SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
DIVISIÓN DE NUEVAS CREACIONES**

2020

Bogotá, D.C., 13 de marzo de 2009

Abogada

ALICIA LLOREDA RICAURTE

Apoderado

ASUNTO	Radicación	01-10223 B
	Trámite	002
	Evento	001
	Actuación	430
	Oficio	
	Folios	005 3734

Patente de Invención ☒ Patente de Modelo de Utilidad ☐

Vía Nacional ☒

Vía PCT (fase nacional) ☐ Cap. I ☐ Cap. II ☐

Como resultado del examen de fondo, realizado con fundamento en el artículo 45 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, se le comunica:

1. Documentos estudiados

- | | | |
|------|-----------------------------|---|
| 1.1. | <u>Descripción:</u> | Folios: 9 a 49 |
| 1.2. | <u>Reivindicaciones:</u> | Folios 50 a 52 |
| 1.3. | <u>Prioridad:</u> | 14 de febrero de 2000, Francia No. 0001788 |
| 1.4. | <u>Solicitud Principal:</u> | Expediente No. 01-10223
14 de febrero de 2000, Francia No. 0001788 |

2. Objeto de la invención

- El Título de la invención es: **“PROCEDIMIENTOS PARA LA DETERMINACION DE PROPIEDADES MECANICAS Y DUREZA DE MEZCLAS MAESTRAS”** (Folio 1).

En la **Reivindicación Independiente 1** se plantea un procedimiento para la determinación de las propiedades mecánicas de una mezcla-maestra o concentrado de carga (s) mineral (es), que contiene una cantidad de carga mineral superior a un 80 % en peso, preferentemente de un 80,5 % a un 95,0 % y muy preferentemente de un 82,0 % a un 93,0 %, que posee un índice de fluidez o MFI superior o igual a 5 g/10 min. (190°C — 5 kg — 2,09 mm) medido según la norma

NF T 51-620, de preferencia superior o igual a 8 g/10 min. (190°C-5 kg-2,09 mm), que contiene por lo menos un polímero de tipo polipropileno isotáctico de muy elevada fluidez que presenta un porcentaje de cristalinidad (denominado igualmente índice de isotacticidad) superior a un 20 %, preferentemente comprendido entre un 30 % y un 90 %, muy preferentemente comprendido entre un 50 % y un 85 %, medido por el método DSC, y en donde la o las carga (s) minerales tratadas o no se han elegido entre los carbonatos tales como carbonatos de calcio natural que incluyen diferentes tizas, calcitas, mármoles o entre los carbonatos sintéticos, tales como los carbonatos de calcio precipitado a diferentes fases de cristalización o aún son elegidos entre las sales mixtas de magnesio y de calcio, tales como las dolomias o asimismo entre el carbonato de magnesio, el carbonato de cinc, la cal, la magnesita, el sulfato de bario, tal como principalmente la barita, el sulfato de calcio, la sílice, los silicomagnesios, tales como el talco, la wollastonita, las arcillas y demás silicoaluminosos tales como los caolines, el mica, los óxidos o hidróxidos de metales o de alcalino-terrosos tales como el hidróxido de magnesio, los óxidos de hierro, el óxido de cinc, la fibra o el polvo de vidrio, la fibra o el polvo de madera, los pigmentos minerales u orgánicos o las mezclas de esos compuestos, tales como las mezclas de talco y de carbonatos, así como las mezclas de óxido de titanio y de carbonatos, mezclas efectuadas antes o después del triturado de los minerales, específicamente para la determinación del módulo de elasticidad en flexión cuatro puntos según la norma DIN 53457 y el choque Charpy a 23°C según la norma DIN 53453, **caracterizado en que** las probetas realizadas mediante inyección se someten a aquellas pruebas de propiedades mecánicas, mediante la realización de probetas normalizadas (ISO 1873-2:1989) mediante una prensa piloteada mediante un microprocesador con una fuerza de cierre de 900 kN, un diámetro de tornillo de 32 mm y una relación longitud/diámetro de 18,8, en donde los principales parámetros de regulación de la prensa son los siguientes:

- (i) La temperatura de la materia está comprendida entre 200°C y 240°C según el polímero o copolímero de dispersión utilizado,
- (ii) La temperatura del molde es de 40°C
- (iii) la temperatura del tubo evoluciona entre 180°C y 240°C según el polímero o copolímero de dispersión utilizado,
- (iv) La velocidad de inyección máxima es de 200 m/s,
- (v) La presión de inyección es de 100 bares (10 x 10⁶ Pa),
- (vi) La duración del ciclo es del orden de 62 segundos, comprendiendo un
- (vii) El tiempo de refrigeración de 30 segundos, un tiempo de inyección de 2 segundos, un tiempo de mantenimiento de 25 segundos y por último un tiempo entre dos ciclos de 5 segundos;

y alimentando la prensa sucesivamente con polímeros o copolímeros solos sirviendo como testigo y mediante mezclas de los mismos polímeros o copolímeros en los que se han introducido las mezclas maestras según cualquiera de las reivindicaciones 6 a 8, en la forma de granulados a un caudal de 155 kg/h, mediante la añadidura de los diferentes constituyentes en un mezclador continuo de doble tornillo terminado por una extrusora monotornillo a la salida de la cual está adaptado un granulador.

En la **Reivindicación Independiente 2** se plantea un procedimiento para la determinación de la dureza de una mezcla- maestra o concentrado de carga (s) mineral (es), que contiene una cantidad de carga mineral superior a un 80 % en peso, preferentemente de un 80,5 % a un 95,0 % y muy preferentemente de un 82,0 % a un 93,0 %, que posee un índice de fluidez o MFI superior o igual a 5 g/10 min. (190°C — 5 kg — 2,09 mm) medido según la norma NF T 51-620, de preferencia superior o igual a 8 g/10 min. (190°C-5 kg- 2,09 mm), que contiene por lo menos un polímero de tipo polipropileno isotáctico de muy elevada fluidez que presenta un porcentaje de cristalinidad (denominado igualmente índice de isotacticidad) superior a un 20 %, preferentemente comprendido entre un 30 % y un 90 %, muy preferentemente comprendido entre un 50 % y un 85 %, medido por el método DSC, y en donde la o las carga (s) minerales tratadas o no se han elegido entre los carbonatos tales como carbonatos de calcio natural que incluyen diferentes tizas, calcitas, mármoles o entre los carbonatos sintéticos, tales como los carbonatos de calcio precipitado a diferentes fases de cristalización o aún son elegidos entre las sales mixtas de magnesio y de calcio, tales como las dolomias o asimismo entre el carbonato de magnesio, el carbonato de cinc, la cal, la magnesia, el sulfato de bario, tal como principalmente la barita, el sulfato de calcio, la sílice, los silicomagnesios, tales como el talco, la wollastonita, las arcillas y demás silicoaluminosos tales como los caolines, el mica, los óxidos o hidróxidos de metales o de alcalinoterosos tales como el hidróxido de magnesio, los óxidos de hierro, el óxido de cinc, la fibra o el polvo de vidrio, la fibra o el polvo de madera, los pigmentos minerales u orgánicos o las mezclas de esos compuestos, tales como las mezclas de talco y de carbonatos, así como las mezclas de óxido de titanio y de carbonatos, mezclas efectuadas antes o después del triturado de los minerales, **caracterizado en que** dicha mezcla maestra es enfriada a temperatura ambiente, habiendo sido realizada en forma de pastas a 190°C y con un caudal de 155 kg/h, mediante la añadidura de diferentes constituyentes en un mezclador continuo de doble tornillo con una capacidad nominal de 500 kg/h y terminado por una extrusora monotornillo, y se ha procedido a la medida de la dureza Shore D utilizando un durómetro y según la norma NF T 51-109.

- Según la descripción de la solicitud divisional, el problema técnico planteado es doble; se trataba de seleccionar polímeros que pudiesen transportar a concentraciones muy elevadas cargas en las mezclas maestras, las cuales se esparcirían de nuevo en las diferentes matrices poliméricas utilizadas en la industria del plástico sin deteriorar las propiedades mecánicas de los productos industriales obtenidos al final tras la nueva disolución incluso aumentándolos.

Para solucionar este problema técnico la solicitud en estudio proporciona unos métodos para la determinación de las propiedades mecánicas y de dureza de las mezclas maestras.

- El objeto de la invención definido se catalogó como **C08J 3/22**, según la Clasificación Internacional de Patentes (IPC).

3. De la solicitud de Patente

3.1. Procedimiento (artículo 14 D 486)

- Según el capítulo reivindicatorio, se plantean procedimientos para la determinación de propiedades mecánicas y la determinación de la dureza de las mezclas maestras definidas en la solicitud presentada en esta Oficina y cuyo expediente tiene el No. 01-10223.

Tal como se mencionó en el Concepto Técnico No. 2325 del expediente 01-10223, las reivindicaciones contienen materia que **no corresponde a los procedimientos industriales a los cuales se pueda otorgar el privilegio de patente** porque hacen referencia a pruebas de laboratorio para la determinación de propiedades mecánicas y de dureza de un material y **no son procedimientos industriales para la fabricación de productos**.

En el artículo 14 de la Decisión 486 se establece claramente la naturaleza de la materia que es sujeto de protección mediante las patentes: *“Los Países Miembros otorgarán patentes para las invenciones, sean de producto o de **procedimiento** [...]”* (Negrita Personal)

Aunque la misma normativa no establece la forma como se deben definir las reivindicaciones de procedimiento, el Tribunal de Justicia de la Comunidad Andina tradicionalmente sí se ha pronunciado sobre el tema de los procedimientos que son patentables. Para ilustrarlo, en el proceso 36-IP-98, fijó unas pautas acerca de lo que es un procedimiento **en el contexto de las patentes**. En el punto 4.1 de la sentencia dictada en dicho proceso, se establece que:

“[...] Una invención de procedimiento, en general, es una solución consistente en una secuencia de etapas conducentes a la fabricación de un producto [...]”

Dado lo anterior, las reivindicaciones de procedimiento siempre deben plantearse como una secuencia de etapas (pasos) que conduzcan a la **fabricación** de un producto.

Teniendo en cuenta esto, las reivindicaciones de la solicitud en estudio **no corresponden a procedimientos de fabricación** sino a procedimientos para determinar propiedades mecánicas y de dureza, que no llevan a la obtención de un producto sino a la **medición** de las magnitudes de las propiedades de las mezclas maestras y por lo tanto, **no son los procedimientos** a los que se hace referencia en el artículo 14 de la Decisión 486. Por ello, las reivindicaciones 1 y 2 no podrían ser aceptadas como materia que pueda ser patentable.

En cumplimiento del artículo 45 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, se le indica que debe dar respuesta dentro del término de **60 días** contados a partir de la fecha de notificación de la presente comunicación. En caso de no dar respuesta al presente requerimiento, **o si a pesar de la respuesta subsistieran los impedimentos para la concesión, se denegará la patente**.

Notifíquese el presente oficio conforme a lo dispuesto en el numeral 5.2, literal e), del capítulo quinto del título primero de la Circular Única N° 10 de 2001.


ALIX CARMENZA CÉSPEDES DE VERGEL
Jefe de División de Nuevas Creaciones

El anterior requerimiento fue notificado por fijación en lista, de fecha 26 MAR. 2009

CONCEPTO TÉCNICO No. 929	EXAMINADOR TÉCNICO Código No. 202042
------------------------------------	--