

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 381 874**

51 Int. Cl.:
C08L 23/10 (2006.01)
C08J 9/16 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **04027970 .5**
96 Fecha de presentación: **25.11.2004**
97 Número de publicación de la solicitud: **1544246**
97 Fecha de publicación de la solicitud: **22.06.2005**

54 Título: **Poliolefina expandible que presenta un pico doble en DSC**

30 Prioridad:
17.12.2003 DE 10359436

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.06.2012

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.06.2012

73 Titular/es:
BASF SE
67056 Ludwigshafen , DE

72 Inventor/es:
Braun, Frank y
Maletzko, Christian

74 Agente/Representante:
Carvajal y Urquijo, Isabel

ES 2 381 874 T3

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

DESCRIPCION

Poliolefina expandible que presenta un pico doble en DSC

La invención se refiere a partículas de poliolefina expandibles que contienen agentes propulsores, que contiene

a) un 1 a un 99 % en peso de un polipropileno A, y

5 b) un 1 a un 99 % en peso de un polietileno como polímero B, que es parcial o completamente cristalino, y es incompatible con el polipropileno A,

y presenta en el diagrama Differential Scanning Calorimetry (DSC) un pico doble constituido por un pico de baja temperatura con un máximo en el intervalo de 100 a 140°C, y un pico de alta temperatura con un máximo en el intervalo de 130°C a 180°C.

10 La invención se refiere además a un procedimiento para la obtención de poliolefina expandible, al empleo de la poliolefina expandible para la obtención de espumas de poliolefina.

15 Son conocidas partículas de poliolefina expandibles, a modo de ejemplo aquellas de polipropileno. Estas contienen agente propulsor incluido en distribución fina, pero aún no expandible, y por consiguiente presentan una densidad claramente más elevada que poliolefinas expandidas. Se pueden obtener partículas de poliolefina expandibles en suspensión o mediante extrusión.

20 En el procedimiento de suspensión - véase, por ejemplo, la EP-A 540 271, la WO 01/29119 y la EP-A 1 281 729 - se calienta la poliolefina como granulado con agua, un agente auxiliar de suspensión, y el agente propulsor en un reactor cerrado hasta por encima de la temperatura de reblandecimiento del granulado. En este caso, las partículas de polímero se impregnan con el agente propulsor. A continuación se enfría la suspensión, solidificándose las partículas bajo inclusión del agente propulsor, descomprimiéndose el reactor y separándose de la suspensión las partículas que contienen el agente propulsor (expandibles).

25 En el procedimiento de extrusión descrito, por ejemplo, en la EP-A 1 132 420, la poliolefina se mezcla en una extrusora bajo fusión con un agente propulsor, que se alimenta a la extrusora. La mezcla que contiene agente propulsor se prensa y se granula bajo condiciones de presión y temperatura tales que el granulado de poliolefina no se espuma (expande). A tal efecto se emplea, a modo de ejemplo, una granulación sumergida, que se realiza a una presión de agua de más de 2 bar.

30 La EP-A 0 520 773 describe composiciones de resina de poliolefina expandibles constituidas por un polipropileno especial y polietileno, en el que se emplean un agente propulsor químico, a modo de ejemplo azocarbodiámina, y un diacrilato como reticulante. Por la WO 92/14784 son conocidas masas sellables en caliente, constituidas por un polietileno de densidad muy reducida y polímeros basados en polipropileno. Una parte de estas composiciones presenta 2 o más picos de fusión en DSC.

La DE-A 44 20 590 se refiere a espuma de partículas de poliolefina a base de mezclas de polímeros homogéneas constituidas por polímeros de etileno, o bien polímeros de propileno. Las partículas de espuma muestran 2 máximos en la curva DSC, que presentan una diferencia de al menos 17°C.

35 Las propiedades de las partículas de poliolefina, en especial sus propiedades térmicas, se pueden caracterizar mediante Differential Scanning Calorimetry (DSC). La EP-A 778 310, la EP 963 827 B1, la DE-A 100 54 929, y la solicitud de patente alemana no prepublicada nº 10352894.6 describen un pico doble en DSC en partículas de poliolefina que ya están expandidas (espumadas). La solicitud alemana precedente, no prepublicada, nº 10356017.3 describe picos dobles en DSC en partículas de poliolefina expandibles (aún no espumadas).

40 Existía la tarea de poner a disposición partículas de poliolefina expandibles que se distinguieran por propiedades térmicas y mecánicas ventajosas. Además se encontrará una posibilidad de controlar con seguridad la calidad de estas partículas de poliolefina.

45 Por consiguiente se encontraron las partículas de poliolefina expandibles que contienen agente propulsor mencionadas al inicio, un procedimiento para su obtención, y el empleo de la poliolefina expandible. De las reivindicaciones se pueden extraer formas preferentes de ejecución de la invención.

La poliolefina expandible contiene

a) un 1 a un 99, preferentemente un 10 a un 90, y de modo especialmente preferente un 20 a un 80 % en peso de un polipropileno A, y

b) un 1 a un 99, preferentemente un 10 a un 90, y de modo especialmente preferente un 20 a un 80 % en peso de un polímero B, que es parcial o completamente cristalino, e incompatible con el polipropileno A.

5 Como polipropileno A entran en consideración:

1) homopolipropileno,

2) copolímeros aleatorios de propileno con un 0,1 a un 15, preferentemente un 0,5 a un 12 % en peso de un comonómero. El comonómero preferente es etileno o una α -olefina con 4 a 10 átomos de carbono, o sus mezclas. Los copolímeros aleatorios especialmente preferentes son copolímeros de propileno con un 0,5 a un 6 % en peso de etileno, o con un 0,5 % a un 15 % en peso de but-1-eno, o un terpolímero de propileno, un 0,5 a un 6 % en peso de etileno y un 0,5 a un 6 % en peso de but-1-eno,

3) mezclas de los polímeros citados en 1) o 2) con un 0,1 a un 75, preferentemente un 3 a un 50 % en peso de un elastómero de poliolefina, por ejemplo de un copolímero en bloques de etileno-propileno con un 30 a un 70 % en peso de propileno,

15 4) mezclas de los polímeros citados en 1) a 3).

El punto de fusión de cristalita de polipropilenos apropiados se sitúa habitualmente en el intervalo de 110 a 170°C. A modo de ejemplo es determinable como pico máximo en el diagrama DSC. El calor de fusión de los polipropilenos es determinable igualmente por DSC, y asciende en general a 20 hasta 300 J/g. El índice de fusión (MFI, melt flow index) de polipropileno asciende generalmente a 0,1 hasta 100 g/10 min, determinado a 230°C y 2,16 kg de carga según DIN 53 735.

Polipropilenos A preferentes son homo- o copolímeros de propileno con hasta un 15 % en peso de etileno y/o but-1-eno, son especialmente preferentes copolímeros de propileno-etileno con un 1 a un 15 % en peso de etileno. Estos presentan un punto de fusión de cristalita de 120 a 160°C, y una densidad de aproximadamente 0,9 g/cm³.

25 Los polipropilenos A son conocidos, y se pueden obtener según procedimientos habituales, a modo de ejemplo según el procedimiento de alta presión (ICI), presión media (Phillips), baja presión (Ziegler), fase gaseosa, lecho fluidizado en fase gaseosa o metaloceno.

30 El polímero B es parcial o completamente cristalino, e incompatible con el polipropileno A. Parcialmente cristalino (también denominado cristalino en parte) significa que en la estructura cristalina del polímero se presentan zonas cristalinas y amorfas. La cristalinidad se puede determinar, por ejemplo, por medio de análisis estructural de rayos X (radioscópico), espectroscopía infrarroja o espectroscopía de resonancia magnética nuclear (NMR).

35 Se entiende por incompatibilidad no miscibilidad en el plano molecular. Un polímero se considera compatible con otro si en estado sólido las moléculas de ambos polímeros están distribuidas estadísticamente, es decir, si tampoco la concentración de un polímero aumenta o disminuye a lo largo de un vector arbitrario. Por el contrario, se consideran incompatibles si en estado sólido se forman dos fases que están separadas entre sí por una interfase. La interfase puede ser nítida o difusa. En el caso de una interfase difusa, ambas fases interpenetran recíprocamente en la interfase. También esta compatibilidad denominada parcial es una incompatibilidad en el sentido de la invención.

Incompatible con el polipropileno A significa que el polipropileno A y el polímero B no son completamente miscibles entre sí en el plano molecular, es decir, en estado sólido se forma una interfase. Los polímeros B apropiados se pueden determinar de manera sencilla mediante ensayos previos.

40 Como polímero B incompatible se emplea polietileno. Polietilenos apropiados son, a modo de ejemplo, LD (low density), LLD (linear low density), MD (medium polyethilen). Polietilenos apropiados son, a modo de ejemplo, LD (low density), LLD (linear low density), MD (medium density) o HD (high density), HMW (high molecular weight) o UHMW (ultra high molecular weight).

45 Los polietilenos pueden ser homopolímeros o copolímeros. Tales copolímeros son, a modo de ejemplo, copolímeros aleatorios de etileno con un 0,1 a un 15, preferentemente un 1 a un 10 % en peso de un comonómero. El comonómero preferente es propileno o una α -olefina con 4 a 10 átomos de carbono, como buteno u octeno, o sus mezclas.

ES 2 381 874 T3

- 5 El punto de fusión de cristalita de polietilenos apropiados se sitúa habitualmente en el intervalo de 90 a 150°C. A modo de ejemplo es determinable como máximo de pico en el diagrama DSC. El calor de fusión de los polietilenos es determinable igualmente por DSC, y en general asciende a 20 hasta 300 J/g. El índice de fusión (MFI, melt flow index) de polipropileno asciende generalmente a 0,1 hasta 100 g/10 min, determinado a 190°C y 2,16 kg de carga según DIN 53 735.
- Los polietilenos son conocidos, y se pueden obtener según procedimientos habituales, a modo de ejemplo según el procedimiento de alta presión (ICI), presión media (Phillips), baja presión (Ziegler), fase gaseosa, lecho fluidizado en fase gaseosa o metaloceno.
- También se pueden emplear mezclas de varios polipropilenos A y/o varios polímeros B incompatibles.
- 10 Los componentes A y B, o bien la mezcla obtenible a partir de los mismos, se pueden emplear como granulado comercial, polvo, grava, u otra forma. Preferentemente se emplea un granulado. Por ejemplo es apropiado un denominado minigranulado con un diámetro medio preferente de 0,2 a 10, en especial de 0,5 a 5 mm. Este minigranulado, en la mayor parte de los casos cilíndrico o esférico, se obtiene mediante extrusión del polímero, o bien ambos polímeros A y B, y otros aditivos, inyección de la extrusora, en caso dado enfriamiento y granulación.
- 15 En el caso de minigranulado cilíndrico, la longitud asciende preferentemente a 0,2 hasta 10, en especial 0,5 a 5 mm. El granulado puede presentar también configuración en forma de plaquetas.
- La poliolefina expandible según la invención se puede obtener según el procedimiento de suspensión o - preferentemente - según el procedimiento de extrusión. Según procedimiento empleado pueden variar, en caso dado, los agentes propulsores y agentes de nucleación preferentes.
- 20 La poliolefina expandible contiene como agente propulsor, en especial si se obtiene según el procedimiento de suspensión, líquidos orgánicos o (de modo menos preferente) gases inorgánicos, o mezclas de los mismos. Como líquidos entran en consideración hidrocarburos halogenados, pero son preferentes hidrocarburos saturados, alifáticos, en especial aquellos con 3 a 8 átomos de carbono. Es especialmente preferente n-pentano.
- 25 En la obtención vía procedimiento de extrusión se emplea como agente propulsor preferentemente compuestos orgánicos volátiles con un punto de fusión de -5 a 150, en especial 25 a 125°C a presión normal de 1013 mbar. Son convenientemente apropiados hidrocarburos (preferentemente exentos de halógeno), en especial alcanos con 4 a 10 átomos de carbono, a modo de ejemplo los isómeros de pentano, hexano, heptano y octano, de modo especialmente preferente s-pentano. Los agentes propulsores apropiados son además compuestos con mayor impedimento estérico, como alcoholes, cetonas, ésteres, éteres y carbonatos orgánicos. Cetonas preferentes son 3,3-dimetil-2-butanona (= pinacolona, o bien antiguamente pinacolina) y 4-metil-2-pentanona (= metilisobutilcetona). Como ésteres se emplea preferentemente acetato de isobutilo.
- 30
- También se pueden emplear hidrocarburos halogenados, pero esto no es especialmente preferente. De modo especialmente preferente, el agente propulsor está exento de halógeno. No obstante, no se deben disgregar fracciones reducidas de agentes propulsores halogenados en la mezcla de agentes propulsores. Se sobreentiende que también se pueden emplear mezclas de los citados agentes propulsores.
- 35
- En la obtención vía suspensión o extrusión, el agente propulsor se emplea en cantidades preferentemente de 1 a 50, en especial 3 a 30 partes en peso, referido a 100 partes en peso de poliolefina expandible.
- 40 La poliolefina expandible contiene habitualmente un agente de nucleación que provoca que se produzca una espuma finamente celular en la expansión (espumado) de las partículas expandibles. En muchos casos, sólo éste posibilita el espumado en definitiva. Como agente de nucleación son apropiados, a modo de ejemplo, talco, parafinas, hollines, polvo de grafito, ácidos silícicos, preferentemente ácidos silícicos pirógenos, además de zeolitas, citratos y bentonitas, en especial bentonitas modificadas. Naturalmente, también se pueden emplear mezclas de estos agentes de nucleación; esto puede ser especialmente ventajoso.
- 45 La cantidad de agentes de nucleación asciende habitualmente a un 0,001 a un 10, preferentemente un 0,1 a un 5, y de modo especialmente preferente un 0,5 a un 3 % en peso, referido a la poliolefina expandible, en la obtención vía suspensión. En la obtención vía extrusión se emplea generalmente 0,01 a 8, preferentemente 0,1 a 5 partes en peso, referido a 100 partes en peso, de poliolefina expandible.
- 50 La poliolefina expandible según la invención puede contener además los aditivos habituales, o se pueden añadir los aditivos en la extrusora. Tales aditivos son, por ejemplo, antioxidantes, estabilizadores, agentes ignífugos, ceras, cargas, pigmentos y colorantes. Se emplean en cantidades habituales, conocidas en sí.
- En el procedimiento de suspensión se obtiene preferentemente de manera previa una mezcla a partir del polipropileno A y el polímero B incompatible, a modo de ejemplo mediante amasado o extrusión de los componentes

- 5 y granulación para dar un minigranulado. Por regla general se trabaja por cargas en un depósito de impregnación, por ejemplo en un reactor de caldera de agitación. En el reactor se introduce con dosificación la mezcla de A y B, por ejemplo el minigranulado, además de agua, o bien otro medio de suspensión, así como el agente propulsor, y en caso dado un agente auxiliar de suspensión. Como agente auxiliar de suspensión son apropiados estabilizadores inorgánicos insolubles en agua, como fosfato tricálcico, pirofosfato de magnesio, carbonatos metálicos; además de alcohol polivinílico y agentes tensioactivos, como dodecilarilsulfonato sódico. Estos se emplean habitualmente en cantidades de un 0,05 a un 10 % en peso, referido al polímero. Para más detalles véase, a modo de ejemplo, la EP-A 1 095 971.
- 10 Después se cierra el reactor y se calienta el contenido del reactor a una temperatura de impregnación de al menos 100°C habitualmente. En este caso, el agente propulsor se puede añadir antes, durante, o tras el calentamiento del contenido del reactor. La temperatura de impregnación se situará en la proximidad de la temperatura de reblandecimiento de la poliolefina. En el caso de polipropileno son preferentes temperaturas de impregnación de 110 a 180, en especial 130 a 160°C.
- 15 Según cantidad y tipo de agente propulsor, así como según la altura de la temperatura, en el reactor cerrado se ajusta una presión (presión de impregnación) que asciende en general a 2 hasta 100 bar (absoluta). En caso necesario se puede regular la presión mediante una válvula de regulación de presión o aplicación a presión subsiguiente de agente propulsor. En las condiciones de impregnación (temperatura elevada y sobrepresión) se difunde agente propulsor en las partículas de granulado polímero. La temperatura de impregnación asciende en general a 0,5 hasta 10 horas. Se pueden extraer otras particularidades, a modo de ejemplo, de la EP-A 1 095 971.
- 20 Tras el impregnado se enfría la suspensión habitualmente a menos de 100°C, mediante lo cual la poliolefina solidifica de nuevo y encierra el agente propulsor. Después se descomprime. Se obtiene partículas de poliolefina expandibles que se separan finalmente de la suspensión de modo habitual. Por regla general se elimina agua adherida mediante secado.
- 25 En caso necesario se puede eliminar previa o seguidamente agente auxiliar de suspensión adherido, tratándose las partículas con un reactivo apropiado. A modo de ejemplo se puede tratar con un ácido, como ácido nítrico, ácido clorhídrico o ácido sulfúrico, para eliminar agentes auxiliares de suspensión solubles en ácido, por ejemplo carbonatos metálicos o fosfato tricálcico.
- 30 En el procedimiento de extrusión - preferente - se alimentan a la extrusora los componentes A y B, el agente propulsor, en caso dado el agente de nucleación, y en caso dado aditivos de manera conjunta (como mezcla), o por separado, en uno o en diversos puntos de la extrusora. En este caso es posible, pero no necesario, obtener previamente una mezcla a partir de A y B. A modo de ejemplo se puede mezclar en primer lugar polipropileno A, polímero B incompatible, agente de nucleación, y en caso dado aditivos, y alimentar la mezcla a la extrusora, tras lo cual se alimenta a la extrusora el agente propulsor, es decir, la extrusora mezcla el agente propulsor en una fusión de polímero.
- 35 En la extrusora se mezclan las citadas sustancias de empleo bajo fusión de la poliolefina. Como extrusora entran en consideración todas las máquinas de hélices habituales, en especial extrusoras monohusillo y de husillo doble (por ejemplo tipo ZSK de la firma Werner & Pfleiderer), co-amasadoras, máquinas Kombiplast, amasadoras-mezcladoras MPC, mezcladoras FCM, extrusoras helicoidales de amasado KEX y extrusoras de cilindros de cizallamiento, como se describen, por ejemplo, en Saechtling (ed.), Kunststoff-Taschenbuch, edición 27, editorial Hanser München 1998, cap. 3.2.1 y 3.2.4. La extrusora se acciona habitualmente a una temperatura a la que la poliolefina se presenta como fusión, a modo de ejemplo a 130 hasta 250, en especial 160 a 220°C.
- 40 Índice de revoluciones, longitud, diámetro y acondicionamiento de los husillos de extrusora, cantidades alimentadas y rendimiento de extrusora, se seleccionan de modo conocido, de tal manera que en la poliolefina extrusionada están distribuidos uniformemente el agente de nucleación, y en caso dado los aditivos.
- 45 Para impedir que la fusión que contiene agente propulsor espume ya a la salida de la extrusora, la barra de fusión se inyecta y se granula en condiciones de temperatura y presión tales que no se efectúa prácticamente un espumado (expansión). Estas condiciones pueden ser diferentes según tipo y cantidad de polímeros, de aditivos, y en especial de agente propulsor. Las condiciones óptimas se pueden determinar fácilmente mediante ensayos previos.
- 50 Un método conveniente técnicamente es la granulación sumergida en un baño de agua, que presenta una temperatura por debajo de 100°C, y está bajo una presión de al menos 2 bar (absoluta). La temperatura no puede ser demasiado baja, ya que, de lo contrario, la fusión solidifica en la placa de toberas, y no puede ser demasiado elevada, ya que, de lo contrario, la fusión se expande. Cuanto más elevado es el punto de ebullición del agente propulsor, y cuanto más reducida es la cantidad de agente propulsor, tanto más elevada puede ser la temperatura del agua, y tanto más reducida puede ser la presión del agua. En el agente propulsor especialmente preferente s-pentano, la temperatura de baño de agua óptima se sitúa a 30 hasta 60°C, y la presión de agua óptima se sitúa en 8
- 55

a 12 bar (absoluta). En lugar de agua se pueden emplear también otros medios refrigerantes apropiados. Del mismo modo se puede aplicar una granulación en anillo hidráulico. En este caso, el espacio de corte está encapsulado de tal manera que el dispositivo de granulación se puede accionar bajo presión.

A continuación, la poliolefina granulada, expandible, se separa de agua por regla general, y en caso dado se seca.

5 Por consiguiente, también es objeto de la invención un procedimiento para la obtención de la poliolefina expandible según la invención, caracterizado porque el polipropileno A y el polímero B incompatible se funden en una extrusora y se mezclan con un agente propulsor, y la mezcla obtenida se granula a la salida de la extrusora mediante granulación sumergida en un baño de agua, que presenta una temperatura por debajo de 100°C, y está bajo una presión de al menos 2 bar (absoluta).

10 La poliolefina expandible presenta un pico doble en el diagrama DSC según la invención. El pico doble está constituido por un pico situado a menor temperatura (pico de baja temperatura), y un pico situado a temperatura más elevada (pico de alta temperatura). A modo de ejemplo, se obtiene el diagrama DSC mediante calentamiento de una muestra de poliolefina (cantidad, a modo de ejemplo, 1 a 8 mg) a 200 hasta 220°C con una velocidad de calefacción de 10 a 20 K/min en un calorímetro DSC. Se pueden extraer otros detalles del párrafo [0036] y la figura 1 de la EP 963 827 B1, a la que se remite expresamente.

Mediante selección de polipropileno A y polímero B incompatible se puede variar la posición de los máximos de pico, y la distancia entre ambos picos, o bien sus máximos. Mediante variación de las cantidades de polipropileno A y polímero B incompatible se pueden ajustar las superficies de pico por debajo del pico.

20 Los componentes A y B se seleccionan de tal manera que el máximo del pico de baja temperatura se sitúa en 100 a 140°C, y el máximo del pico de alta temperatura se sitúa en 130 a 180°C. Este es el caso, a modo de ejemplo, si se emplea polietileno como polímero B incompatible.

25 Las partículas expandibles según la invención se pueden espumar (expandir) de modo conocido en sí. En este caso se pueden producir partículas de poliolefina expandidas o espumas de poliolefina. Por lo tanto, también es objeto de la invención el empleo de poliolefina expandible para la obtención de poliolefina expandida o de espumas de poliolefina.

30 El espumado se efectúa generalmente mediante calentamiento de las partículas en dispositivos de espumado habituales, por ejemplo con aire caliente o vapor de agua sobrecalentado, en un denominado espumador previo de presión, como es habitual para la elaboración de poliestireno expandible (EPS). Preferentemente se espuman las partículas a una temperatura a la que se reblandecen (intervalo de reblandecimiento), por ejemplo a temperaturas de 100 a 180°C.

35 Si se espuma con vapor de agua, según tipo y cantidad de poliolefina y agente propulsor, y la densidad deseada de la espuma a obtener, la presión de vapor de agua asciende habitualmente a 2 hasta 8, preferentemente 1 a 5 bar (absoluta). En este caso, presiones más elevadas dan por resultado densidades más reducidas de la poliolefina espumada, es decir, con la presión de vapor de agua se puede ajustar la densidad deseada. El tiempo de espumado asciende habitualmente a 1 hasta 300, preferentemente 1 a 30 segundos. Tras el espumado se descomprime y se enfría. El factor de expansión asciende preferentemente a 2 hasta 50 durante el espumado.

40 Las partículas expandidas se producen, a modo de ejemplo, si se espuman las partículas expandibles sin empleo de un molde cerrado. Se pueden obtener espumas, por ejemplo, mediante espumado de las partículas de poliolefina expandibles en moldes cerrados, o espumándose en primer lugar las partículas expandibles para dar partículas expandidas, y calentándose entonces de nuevo estas mismas en un molde cerrado, expandiéndose adicionalmente, y soldándose en este caso las mismas. Las espumas pueden ser productos semiacabados, a modo de ejemplo placas, perfiles o bandas, o piezas moldeadas acabadas con geometría simple o complicada. Por consiguiente, el concepto espuma de poliolefina incluye productos semiacabados de espuma y piezas moldeadas de espuma.

45 Las partículas de poliolefina se pueden dotar de un agente separadores antes y/o después del espumado. Agentes separadores apropiados son, por ejemplo, talco, compuestos metálicos, como fosfato tricálcico, carbonato de calcio, ácidos silícicos, en especial ácidos silícicos pirógenos, como Aerosil® de la firma Degussa, sales de ácidos carboxílicos de cadena larga (10 a 22 átomos de carbono), a modo de ejemplo sales de ácido esteárico, como estearato de calcio, ésteres de ácidos carboxílicos de cadena larga, por ejemplo ésteres de glicerina, como los estearatos de glicerina y aceites de silicona. El agente separador se obtiene mediante mezclado, pulverizado, aplicación en tambor, u otros procedimientos habituales. Habitualmente se emplea en cantidades de 0,01 a 20, preferentemente 0,1 a 10, de modo especialmente preferente 0,5 a 6 partes en peso, referido a 100 partes en peso de poliolefina.

También tras el espumado, la poliolefina presenta un pico doble en DSC. Por consiguiente, debido a la expansión no se pierde el pico doble.

Se descubrió que las poliolefinas expandibles y expandidas, cuyo diagrama DSC muestra un pico doble descrito anteriormente, presentan propiedades térmicas y mecánicas especialmente ventajosas.

- 5 Por lo tanto, se puede emplear la DSC para controles de calidad de poliolefinas expandibles según la invención, y las poliolefinas expandidas obtenibles a partir de las mismas.

Ejemplo

- 10 Se mezclaron en una extrusora de doble husillo y se fundieron un 75 % en peso de polietileno (Lupolen 5621 D, homo-polietileno de la firma Basell) y un 25 % en peso de polipropileno (Moplen HP456H, homo-polipropileno de la firma Basell). La barra de fusión se enfrió con un baño de agua, y la barra solidificada se desmenuzó para dar partículas cilíndricas.

En un depósito de presión se calentaron a 151°C (temperatura final) 10 kg de estas partículas junto con 1 kg de n-pentano, 16,7 kg de agua y 350 g de fosfato tricálcico en el intervalo de 2 horas. Tras alcanzar la temperatura final se enfrió el contenido de la caldera a 25°C.

- 15 Las partículas que contienen agente propulsor se separaron de la fase acuosa y se secaron. Se pudieron expandir al triple de su volumen original mediante aplicación por vaporización con 4 bar de vapor de agua en un molde cerrado.

El termograma DSC presenta un pico doble antes y después de la expansión. Pico de baja temperatura máximo: 137°C, pico de alta temperatura máximo: 174°C.

REIVINDICACIONES

- 1.- Partículas de poliolefina expandible, que contiene agentes propulsores, que contiene
- a) un 1 a un 99 % en peso de un polipropileno A, y
- 5 b) un 1 a un 99 % en peso de un polietileno como polímero B, que es parcial o completamente cristalino, y es incompatible con el polipropileno A,
- y presenta en el diagrama Differential Scanning Calorimetry (DSC) un pico doble constituido por un pico de baja temperatura con un máximo en el intervalo de 100 a 140°C, y un pico de alta temperatura con un máximo en el intervalo de 130°C a 180°C.
- 10 2.- Partículas de poliolefina expandibles, que contienen agente propulsor, según la reivindicación 1, caracterizadas porque en la obtención vía procedimiento de extrusión se emplea como agente propulsor un compuesto orgánico volátil con un punto de ebullición a 1013 mbar de -5 a 125°C.
- 3.- Partículas de poliolefina expandibles, que contienen agente propulsor, según la reivindicación 1 o 2, caracterizadas porque en la obtención vía suspensión o extrusión se emplean 3 a 30 partes en peso de agente propulsor, referido a 100 partes en peso de partículas de poliolefina expandibles.
- 15 4.- Partículas de poliolefina expandibles, que contienen agente propulsor, según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizadas porque contienen
- a) un 20 a un 80 % en peso de un polipropileno A, y
- b) un 20 a un 80 % en peso de un polímero B.
- 20 5.- Procedimiento para la obtención de partículas de poliolefina expandibles según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado porque el polipropileno A y el polímero B incompatible se funden en una extrusora, y se mezclan con un agente propulsor, y la fusión obtenida se granula a la salida de la extrusora por medio de granulación sumergida en un baño de agua, que presenta una temperatura por debajo de 100°C, y está bajo una presión de al menos 2 bar (absoluta).
- 25 6.- Empleo de las partículas de poliolefina expandibles según las reivindicaciones 1 a 4 para la obtención de espumas de poliolefina.