

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 383 962**

51 Int. Cl.:

**C08J 9/00** (2006.01)

**C08J 9/14** (2006.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **05796503 .0**

96 Fecha de presentación: **01.09.2005**

97 Número de publicación de la solicitud: **1786855**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **23.05.2007**

54 Título: **Espumas termoplásticas aislantes fabricadas con agentes de soplado a base de formiato de metilo**

30 Prioridad:  
**03.09.2004 US 934832**  
**17.12.2004 US 16312**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**27.06.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**27.06.2012**

73 Titular/es:  
**Pactiv Corporation**  
**1900 West Field Court**  
**Lake Forest, IL 60045, US**

72 Inventor/es:  
**HANDA, Yash Paul;**  
**BRACKMAN, Joseph A.;**  
**CASTNER, Glenn C. y**  
**ZAFAR, Mohammad**

74 Agente/Representante:  
**Arias Sanz, Juan**

ES 2 383 962 T3

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

**DESCRIPCIÓN**

Espumas termoplásticas aislantes fabricadas con agentes de soplado a base de formiato de metilo

**Campo de la invención**

5 La presente invención se refiere, en general, a espumas que usan combinaciones o mezclas de agentes de soplado y a procedimientos para fabricarlas. En particular, la presente invención se refiere a espumas de polímero termoplásticas que usan combinaciones de agentes de soplado a base de formiato de metilo que producen espumas estables, y a procedimientos para fabricarlas. Las espumas de polímero termoplásticas son especialmente adecuadas para aplicaciones de aislamiento, tales como paneles de aislamiento en materiales de construcción y similares.

**10 Antecedentes de la invención**

Las espumas termoplásticas fabricadas a partir de polímeros aromáticos de alqueno (p. ej., poliestireno) o polímeros de poliolefina (p. ej., polietileno) se han usado ampliamente, en particular como materiales aislantes. En general, las espumas aislantes se producen con espesores mayores de aproximadamente media pulgada (1,27 centímetros). El valor aislante de tales espumas se mide en términos de la resistencia a la conducción del calor o valor R, por una pulgada (o un centímetro) de espesor de la espuma. Normalmente, las espumas aislantes adecuadas tienen valores de R de aproximadamente 4,0 por pulgada (1,57 por centímetro) o mayores. También es deseable que estas espumas aislantes sean dimensionalmente estables.

20 Estas y otras espumas de polímero se preparan comúnmente usando un agente de soplado con resina fundida bajo presión y, después de mezclar exhaustivamente, extrudiendo la combinación a través de una boquilla adecuada hacia una atmósfera de presión inferior.

En el pasado, los agentes de soplado físicos usados ampliamente para preparar espumas eran los clorofluorocarbonos, que, debido a su elevado potencial de agotamiento del ozono (PAO), se reemplazaron posteriormente con hidroc fluorocarbonos (HCFC). No obstante, el uso de agentes de soplado de HCFC se prohibirá probablemente en un futuro próximo, de nuevo debido al alto PAO. Algunos de estos agentes de soplado pueden reemplazarse con hidrof luorocarbonos (HCFC), que tienen un PAO de cero, con el fin de minimizar el daño a la capa de ozono. Además, los HFC tienen una conductividad térmica inferior a la de la mayoría de los polímeros o agentes de soplado, por lo que residuos de HFC en una espuma de polímero pueden reducir la conductividad térmica de la espuma.

30 Actualmente, los agentes de soplado físicos usados más comúnmente para fabricar espumas de polímero termoplásticas tales como espumas de polímero aromático de alqueno (p. ej., poliestireno) o de polímero de poliolefina (p. ej., polietileno), son los hidrocarburos, hidrocarburos clorados, hidroc fluorocarbonos o sus combinaciones. Los hidrocarburos con tres o más átomos de carbono se consideran compuestos orgánicos volátiles (COV) que pueden dar lugar a la formación de esmog. Frecuentemente, los hidrocarburos halogenados son COV o tienen un PAO alto o son contaminantes peligrosos del aire (CPA) y, a veces, pueden pertenecer a más de una de estas categorías. Por lo tanto, el uso de tales agentes de soplado para preparar espumas de polímero no se prefiere por motivos medioambientales e impone muchas limitaciones en el procedimiento de fabricación, complicando así e incrementando significativamente el coste de la fabricación.

40 El formiato de metilo se clasifica como no-COV (Registro Federal, Volumen 69, Número 228, 29 de noviembre de 2004), es no-CPA y tiene un PAO de cero. La patente de EE. UU. número 6.753.357 describe el uso de formiato de metilo para producir espumas de poliuretano a base de isocianato/poliol, rígidas, estables. Cabe señalar, no obstante, que estas espumas de poliuretano son termoestables, de manera que se preparan mediante un procedimiento de reticulación y curado. Por lo tanto, la estabilidad o inestabilidad dimensional impartida al producto de espuma de poliuretano final por la naturaleza del agente de soplado, es bastante diferente a la del caso de las espumas de polímero termoplásticas procesadas en forma fundida.

45 El documento US 3 914 191 divulga una estructura de espuma de poliestireno preparada mediante un procedimiento de extrusión en estado fundido, usando una mezcla azeotrópica de ebullición mínima, constituida específicamente por 18 partes en peso de formiato de metilo y 82 partes en peso de CFC-11, como agente de soplado.

50 Por lo tanto, existe la necesidad de proporcionar agentes de soplado que empleen formiato de metilo como uno de los componentes de la combinación de agentes de soplado para producir espumas termoplásticas estables sin comprometer la calidad del producto en términos de apariencia, resistencia mecánica o a la compresión y valor de aislamiento, y que permitan un procedimiento de fabricación económicamente rentable y versátil.

**Sumario de la invención**

55 De acuerdo con la invención, los autores proporcionan un procedimiento para fabricar una estructura de espuma de polímero aromático de alqueno aislante como se define en las reivindicaciones 1, 23 y 26. Se divulga una combinación de agente de soplado para preparar espumas de polímero termoplásticas que comprende formiato de

metilo. La combinación de agente de soplado comprende además al menos un agente co-soplador. El agente co-soplador es un agente co-soplador físico (p. ej., un agente inorgánico, un hidrocarburo, un hidrocarburo halogenado, un éter, un éster, un acetal, un alcohól, un carbonato, una amina, una cetona, agua o cualquiera de sus combinaciones), un agente co-soplador o una de sus combinaciones. Las espumas de polímero se usan para aplicaciones de aislamiento, p. ej., como paneles aislantes en materiales de construcción, y tienen valores de R de aproximadamente 4,0 por pulgada (1,57 cm) o mayores. En general, los paneles de espuma aislantes tienen un espesor de al menos aproximadamente 0,5 pulgadas (1,27 cm), preferentemente de aproximadamente 0,5 pulgadas a aproximadamente 3 pulgadas (1,27 cm a 7,62 cm). Los autores divulgan una espuma de polímero termoplástica que es una espuma de polímero aromático de alqueniolo. Asimismo, los autores divulgan una espuma de polímero aromático de alqueniolo que es una espuma de poliestireno. Se divulga que la combinación de agente de soplado comprende un 99 % en mol o menos de formiato de metilo y uno o más agentes co-sopladores.

Asimismo, se divulga que una estructura de espuma de polímero termoplástico útil para aplicaciones de aislamiento se prepara mediante un procedimiento que comprende fundir un polímero termoplástico. Se disuelve una cantidad eficaz de una combinación de agente de soplado en polímero fundido para definir una mezcla. También se divulga la combinación de agente de soplado que comprende formiato de metilo y al menos un agente co-soplador. El agente co-soplador es un agente co-soplador físico (p. ej., un agente inorgánico, un hidrocarburo, un hidrocarburo halogenado, un éter, un éster, un acetal, un alcohól, un carbonato, una amina, una cetona, agua o cualquiera de sus combinaciones), un agente co-soplador químico o sus combinaciones. Las espumas de polímero se usan para aplicaciones de aislamiento, p. ej., como paneles aislantes en materiales de construcción, y tienen valores de R de aproximadamente 4,0 por pulgada (1,57 cm) o mayores. En general, los paneles de espuma aislantes tienen un espesor de al menos aproximadamente 0,5 pulgadas (1,27 cm), preferentemente de aproximadamente 0,5 pulgadas a aproximadamente 3 pulgadas (1,27 cm a 7,62 cm). Se forma un extrudido a partir de la mezcla, preferentemente usando una boquilla plana, y se expande para producir la estructura de espuma de polímero. Por ejemplo, el extrudido se transfiere inicialmente a una zona de expansión y se deja que se expanda en la zona de expansión.

Asimismo, se divulga que una estructura de espuma de polímero termoplástico útil para aplicaciones de aislamiento se prepara fundiendo un polímero termoplástico. Se disuelve una cantidad eficaz de una combinación de agente de soplado en el polímero aromático de alqueniolo fundido para definir una mezcla. La combinación de agente de soplado puede comprender formiato de metilo y al menos un agente co-soplador. El agente co-soplador es un agente co-soplador físico (p. ej., un agente inorgánico, un hidrocarburo, un hidrocarburo halogenado, un éter, un éster, un acetal, un alcohól, un carbonato, una amina, una cetona, agua o cualquiera de sus combinaciones), un agente co-soplador químico o sus combinaciones. Las espumas de polímero se usan para aplicaciones de aislamiento, p. ej., como paneles aislantes en materiales de construcción, y tienen valores de R de aproximadamente 4,0 por pulgada (1,57 cm) o mayores. En general, los paneles de espuma aislantes tienen un espesor de al menos aproximadamente 0,5 pulgadas (1,27 cm), preferentemente de aproximadamente 0,5 pulgadas a aproximadamente 3 pulgadas (1,27 cm a 7,62 cm). Se forma un extrudido a partir de la mezcla, preferentemente usando una boquilla plana, y se expande para producir la estructura de espuma de polímero. Por ejemplo, el extrudido se transfiere inicialmente a una zona de expansión y se deja que se expanda en la zona de expansión.

Preferentemente, la estructura de espuma de polímero obtenida mediante el procedimiento de la presente invención es una estructura sustancialmente de celda cerrada y dimensionalmente estable. En una realización preferida, la estructura de espuma de alqueniolo aromática comprende un polímero de poliestireno.

### Breve descripción de los dibujos

La FIGURA 1 es un diagrama de flujo esquemático de una secuencia global de operaciones implicada en la fabricación de una hoja de espuma con la combinación de agente de soplado de acuerdo con una realización de la presente invención.

La FIGURA 2 es un diagrama de flujo esquemático de una secuencia global de operaciones implicada en la fabricación de un panel o plancha de espuma con la combinación de agente de soplado de acuerdo con una realización de la presente invención.

### Descripción de realizaciones ilustrativas

La eficacia de un agente de soplado depende de su solubilidad en el polímero fundido y su capacidad para expandir la disolución de polímero-agente de soplado cuando dicha disolución se somete a inestabilidad termodinámica, tal como cuando la disolución sale de una boquilla unida a una extrusora (para proporcionar el extrudido). La expansión del extrudido depende de la diferencia entre la temperatura de transición vítrea del polímero termoplástico  $T_v$  y el punto de ebullición del agente de soplado  $T_e$ . En general, la solubilidad del agente de soplado en el polímero fundido depende de la diferencia entre  $T_v$  y  $T_e$  ( $T_v - T_e$ ); cuanto menor es la diferencia, mayor es la solubilidad. Dado que la volatilidad mantiene una relación inversa con la  $T_e$ , también implica que en las mismas condiciones de temperatura y presión, un agente de soplado de mayor volatilidad tendrá una solubilidad menor en comparación con un agente de soplado de volatilidad menor. Por lo tanto, sugiere que combinando un agente de menor volatilidad con un agente de mayor volatilidad, puede desarrollarse una formulación espumante con características de solubilidad y capacidad de expansión optimizadas.

Las espumas y los procedimientos de la presente invención emplean una combinación o mezcla de agente de soplado para lograr una espuma de polímero termoplástico estable. La combinación de agente de soplado usada en la presente invención incluye formiato de metilo, que no es un COV y no es un CPA y tiene un PAO de cero. Por lo tanto, eliminar los CPA y minimizar la propensión a la formación de esmog a partir del procedimiento de fabricación y la espuma que de él resulta, no sólo es respetuoso con el medio ambiente, sino que también evita muchas de las desventajas de las composiciones de agente de soplado y procedimientos empleados actualmente. Por tanto, una combinación de formiato de metilo con uno o más agentes de soplado adecuados con cualidades ambientales similares y, adicionalmente, baja conductividad térmica, puede ayudar a compensar los impactos ambientales nocivos (PAO, CPA, COV) asociados con los agentes de soplado de uso actual.

Las resinas que pueden espumarse de acuerdo con la presente invención incluyen polímeros termoplásticos procesables fundidos, tales como polímeros aromáticos de alqueniolo, poliolefinas, policarbonatos, poliacrilatos y otros. El término polímero termoplástico incluye polímeros tanto amorfos como semicristalinos. Los ejemplos de polímeros termoplásticos amorfos incluyen, pero no se limitan a, poliestireno, policarbonato, poli(metil metacrilato) y poli(óxido de fenileno). Los ejemplos de polímeros termoplásticos semicristalinos incluyen, pero no se limitan a, polietileno, polipropileno, poliestireno sindiotáctico, poli(tereftalato de etileno).

Una realización de la presente invención se refiere a polímeros aromáticos de alqueniolo. El término "polímero aromático de alqueniolo" como se usa en el presente documento incluye polímeros de moléculas de hidrocarburo aromáticas que contienen un grupo arilo unido a un grupo olefínico solamente con dobles enlaces en la estructura lineal, tales como estireno u homólogos del estireno tales como  $\alpha$ -metilestireno, o-, m- y p-metilestireno,  $\alpha$ -etilestireno, o-, m-, p-etilestireno, 2,4-dimetilestireno,  $\alpha$ -vinilxileno y vinil tolueno. Los polímeros aromáticos de alqueniolo incluyen también homopolímeros de estireno u homólogos del estireno (comúnmente denominados poliestireno), copolímeros de estireno y poliestireno endurecido con caucho (denominado comúnmente poliestireno de alto impacto, PAI). Con respecto a un copolímero de estireno, en general, el comonomero puede ser cualquier otro material etilénicamente insaturado, tal como los dienos 1,3-conjugados, p. ej., butadieno, isopreno, ácidos monocarboxílicos alfa-beta-insaturados y sus derivados, p. ej., ácido acrílico, acrilato de metilo, acrilato de etilo, acrilato de butilo, acrilato de 2-etilhexilo y los correspondientes ésteres de ácido metacrílico, acrilamida, metacrilamida, acrilonitrilo y metacrilonitrilo. Si se desea, pueden emplearse combinaciones de un polímero de estireno con otros polímeros, p.ej., combinaciones de un polímero de estireno con óxido de polifenileno. Preferentemente, los copolímeros contienen una parte predominante de estireno, por ejemplo, más de aproximadamente el 50 % en peso de estireno y, más preferentemente, más del 75 % de estireno.

La composición de la combinación de agente de soplado depende de la estructura espumada que se quiere preparar. En una realización, cuando la estructura espumada es una hoja, la combinación de agente de soplado comprende de aproximadamente el 1 % a aproximadamente el 100 % de formiato de metilo. Sin embargo, en otra realización, cuando la estructura espumada es una hoja, un panel o una plancha aislante, la combinación de agente de soplado comprende de aproximadamente el 1 % a aproximadamente el 99 % de formiato de metilo y al menos un agente co-soplador. Se contempla que puede emplearse más de un agente co-soplador en la combinación de agente de soplado. Tal(es) agente(s) co-soplador(es) puede(n) ser físico(s), químico(s) o sus combinaciones. En general, el agente co-soplador es de expansión rápida en comparación con un agente de soplador de formiato de metilo puro. El agente co-soplador puede ser un compuesto orgánico o un compuesto inorgánico. Algunos ejemplos no limitantes de agentes co-sopladores físicos incluyen, pero no se limitan a, agentes inorgánicos, agentes orgánicos (p. ej., hidrocarburos, hidrocarburos halogenados, éteres, ésteres, acetales, alcanoles, carbonatos, aminas y cetonas) o cualquiera de sus combinaciones.

Algunos agentes de soplado físicos inorgánicos adecuados incluyen, pero no se limitan a, dióxido de carbono, agua, aire, nitrógeno, argón, xenón, hexafluoruro de azufre, óxido nitroso, amoníaco, tetrafluoruro de silicio, trifluoruro de nitrógeno, trifluoruro de boro y tricloruro de boro o cualquiera de sus combinaciones. En una realización preferida actualmente, el agente inorgánico es un gas inorgánico tal como dióxido de carbono, nitrógeno, argón y aire. Un gas inorgánico preferido actualmente es el dióxido de carbono. En otra realización preferida actualmente, el agente inorgánico es agua.

Algunos ejemplos de agentes co-sopladores físicos orgánicos que pueden usarse en la presente invención incluyen, pero no se limitan a, hidrocarburos, líquidos con grupos polares tales como éteres, ésteres, acetales, carbonatos, alcanoles, aminas y cetonas, y sus combinaciones. Los ejemplos de hidrocarburos incluyen, pero no se limitan a, metano, etano, propano, ciclopropano, normal- o iso-butano, ciclobutano, neopentano, isopentano y ciclopentano o cualquiera de sus combinaciones. Los ejemplos de hidrocarburos halogenados preferidos actualmente incluyen, pero no se limitan a, hidrofluorocarbonos tales como fluoruro de metilo, difluorometano (HFC-32), trifluorometano (HFC-23), perfluorometano, fluoruro de etilo, 1,2-difluoroetano (HFC-152), 1,1-difluoroetano (HFC-152a), 1,1,1-trifluoroetano (HFC-143a), 1,1,1,2-tetrafluoroetano (HFC-134a), pentafluoroetano (HFC-125), perfluoroetano, difluoropropano, 1,1,1-trifluoropropano, 1,1,1,3,3-pentafluoropropano (HFC-245fa), 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropano (HFC-236ea), 1,1,1,2,3,3,3-heptafluoropropano (HFC-227ea), perfluoropropano, 2,2,4,4,4-pentafluorobutano (HFC-365mfc), perfluorobutano, perfluorociclobutano y fluoruro de vinilo o cualquiera de sus combinaciones. Los líquidos con grupos polares incluyen, pero no se limitan a, éteres tales como dimetil éter, vinil metil éter, metil etil éter, dimetil fluoroéter, dietil fluoroéter y perfluorotetrahidrofurano; aminas tales como dimetilamina, trimetilamina y etilamina; cetonas tales como acetona y perfluoroacetona; éteres tales como formiato de etilo y acetato de metilo; acetales

tales como metilal; carbonatos tales como carbonato de dimetilo; alcoholes tales como etanol o cualquiera de sus combinaciones. Un agente co-soplador físico orgánico preferido actualmente en el 1,1,1,2-tetrafluoroetano (HFC-134a).

5 Si es necesario o se desea el uso de hidroclocorcarbonos y/o hidrocloclofluorocarbonos, una combinación de formiato de metilo junto con tales agentes co-sopladores puede al menos ayudar a compensar los impactos ambientales reduciendo la cantidad necesaria de dichos agentes nocivos. Los ejemplos de hidroclocorcarbonos e hidrocloclofluorocarbonos incluyen, pero no se limitan a, clorodifluorometano (HCFC-22), cloruro de metileno, cloruro de etilo, 1,1-dicloro-1-fluoroetano (HCFC-141b), 1-cloro 1,1-difluoroetano (HCFC 142b), 1,1-dicloro-2,2,2-trifluoroetano (HCFC-123) y 1-cloro-1,2,2,2-tetrafluoroetano (HCFC-124).

10 El punto de ebullición del formiato de metilo es de 32 °C. En otra realización preferida de la presente invención aplicada a polímeros aromáticos de alqueno, se mezcla el formiato de metilo con uno o más agentes co-sopladores físicos con puntos de ebullición de menos de 32 °C.

15 Los agentes co-sopladores químicos son compuestos que se someten a una reacción química, por ejemplo, una descomposición para producir un gas inorgánico tal como CO<sub>2</sub> o N<sub>2</sub> y CO. Los ejemplos no limitantes de agentes co-sopladores químicos adecuados incluyen azodicarbonamida, azodiisobutironitrilo, bencenosulfonilhidrazida, 4,4'-oxibis(benceno sulfonilhidrazida), p-tolueno sulfonil semicarbazida, azodicarboxilato de bario, N,N'-dimetil-N,N'-dinitrosotereftalamida, trihidrazino triazina y otras azo, N-nitroso, carbonato y sulfonil hidrazidas. Existen también diversas mezclas de ácido/bicarbonato que se descomponen en gases al calentarlas. Por ejemplo, pueden emplearse las mezclas de ácido cítrico y bicarbonato de sodio comercializadas con el nombre HYDROCEROL®  
20 como agentes co-sopladores químicos.

La cantidad total de la combinación de agente de soplado usada depende de condiciones tales como las condiciones del procedimiento de extrusión en el mezclado, las características termofísicas y químicas de la combinación de agente de soplado usada, la composición del extrudido y la densidad y propiedades asociadas  
25 deseadas tales como el valor de aislamiento, la proporción de peso y resistencia y la resistencia a la compresión, del artículo espumado. El extrudido se define en el presente documento como que incluye la combinación de agente de soplado, la(s) resina(s) de polímero y cualquier aditivo. Para una espuma que tiene una densidad de desde aproximadamente 1 hasta aproximadamente 15 lb/pie<sup>3</sup> (0,016 a 0,240 g/cm<sup>3</sup>), el extrudido comprende normalmente desde aproximadamente el 18 a aproximadamente el 1 % en peso de agente de soplado.

30 La combinación de agente de soplado usada en la presente invención comprende el 100 % de formiato de metilo o puede comprender el 99 % o menos de formiato de metilo. La combinación de agente de soplado comprende generalmente desde aproximadamente el 5 % en mol a aproximadamente el 75 o 80 % en mol de formiato de metilo, por ejemplo de aproximadamente el 20 % en mol hasta aproximadamente el 80 % en mol de formiato de metilo. Más normalmente, la combinación de agente de soplado comprende desde aproximadamente el 20 o 25 % en mol a aproximadamente el 60 % en mol de formiato de metilo. Más específicamente, la combinación de agente  
35 de soplado comprende preferentemente desde aproximadamente el 20 o 25 % en mol a aproximadamente el 50 % en mol de formiato de metilo.

Si se proporciona, en general, la combinación de agente de soplado comprende al menos aproximadamente el 20 o 25 % en mol de agente(s) soplador(es). Más normalmente, la combinación de agente de soplado comprende desde aproximadamente el 80 o 75 % en mol a aproximadamente el 40 % en mol de agente(s) soplador(es). Más  
40 específicamente, la combinación mezcla de agente de soplado comprende preferentemente desde aproximadamente el 80 o 75 % en mol a aproximadamente el 50 % en mol de agente(s) soplador(es).

Puede emplearse un agente de nucleación o una combinación de tales agentes en la presente invención para obtener ventajas tales como su capacidad para regular la formación y la morfología de las celdas. Un agente de nucleación, o agente de control del tamaño de celda, puede ser cualquier agente(s) de nucleación convencional o  
45 útil. La cantidad de agente de nucleación usada depende del tamaño de celda deseado, la combinación de agente de soplado seleccionada y la densidad de espuma deseada. En general, el agente de nucleación se añade en cantidades de aproximadamente el 0,02 hasta aproximadamente el 2,0 % en peso de la composición de resina polimérica.

Algunos agentes de nucleación que se contemplan incluyen materiales inorgánicos (en forma de partículas pequeñas), tales como arcilla, talco, sílice y de tierra de diatomeas. Por ejemplo, puede usarse talco de desde  
50 aproximadamente el 0,25 a aproximadamente el 2,0 % en peso de la composición polimérica. Otros ejemplos de agentes de nucleación incluyen agentes de nucleación orgánicos que se descomponen o reaccionan a la temperatura de calentamiento dentro de una extrusora para liberar gases, tales como dióxido de carbono y/o nitrógeno. Un ejemplo es una combinación de una sal de metal alcalino de un ácido policarboxílico con un carbonato o bicarbonato. Algunos ejemplos de sales de metales alcalinos de ácidos policarboxílicos incluyen, pero no se limitan a, la sal monosódica del ácido 2,3-dihidroxi-butanodioico (denominada comúnmente hidrogenotarrato de sodio), la sal monopotásica del ácido butanodioico (denominada comúnmente hidrógenosuccinato de potasio), las sales trisódica y tripotásica del ácido 2-hidroxi-1,2,3-propanotricarboxílico (denominadas comúnmente citrato sódico y potásico, respectivamente) y la sal disódica del ácido etanodioico (denominada comúnmente oxalato sódico) o de  
55

ácidos policarboxílicos tales como el ácido 2-hidroxi-1,2,3-propanotricarboxílico. Algunos ejemplos de un carbonato o un bicarbonato incluyen, pero no se limitan a, carbonato sódico, bicarbonato sódico, carbonato potásico, bicarbonato potásico y carbonato cálcico.

5 Se contempla que pueden añadirse mezclas de diferentes agentes de nucleación en la presente invención. Algunos agentes de nucleación deseables más incluyen talco, sílice cristalina y una mezcla estequiométrica de ácido cítrico y bicarbonato sódico (teniendo la mezcla estequiométrica una concentración porcentual del 1 al 100 en la que el vehículo es un polímero adecuado). Puede añadirse talco en un vehículo o en forma de polvo.

10 Si se desea, pueden usarse para preparar la espuma cargas, colorantes, estabilizadores de luz y calor, antioxidantes, aceptores de ácido, agentes de control de la estabilidad, retardantes de llama, coadyuvantes de procesamiento, coadyuvantes de extrusión y aditivos espumantes.

15 Puede usarse cualquiera de la variedad de sistemas de extrusión y procedimientos adecuados conocidos en la técnica de acuerdo con la presente invención. Un ejemplo de un sistema y un procedimiento adecuados incluye, por ejemplo, un sistema convencional de dos extrusoras en tándem teniendo cada extrusora un único husillo. De forma alternativa, puede usarse un sistema de dos extrusoras en tándem en el que la extrusora principal es de husillo doble y la extrusora secundaria es de husillo sencillo para extrudir el artículo de espuma de la presente invención. También puede emplearse una extrusora de husillo sencillo con refrigeración apropiada en la presente invención.

20 De acuerdo con un procedimiento de la presente invención, se mezclan gránulos de polímero termoplástico (p. ej., poliestireno) con un agente de nucleación, tal como talco. Estos materiales se alimentan de manera continua en una tolva de una extrusora. La mezcla alimentada se transporta hacia delante mediante un husillo dentro de una tolva de la extrusora a medida que la mezcla se mezcla, se comprime, se calienta y se convierte en la forma fundida. La conversión en la forma fundida se produce antes de alcanzar una zona de inyección donde se añade el agente de soplado. La combinación de agente de soplado de la presente invención puede inyectarse en la composición polimérica en un momento en el que el polímero está en un estado fundido (es decir, más allá de la zona de alimentación). Cada uno de los componentes de la combinación de agente de soplado puede inyectarse de forma individual, bien secuencialmente o simultáneamente y en cualquier orden, dentro de la mezcla de polímero. De forma alternativa, pueden premezclarse los componentes de la combinación de agente de soplado e inyectarse la mezcla en la composición polimérica. Si se usa un sistema de dos extrusoras en tándem, puede inyectarse la combinación de agente de soplado en la extrusora principal o en la secundaria o puede inyectarse algún componente de la combinación en la extrusora principal y los componentes restantes en la extrusora secundaria.

30 Después de inyectar la combinación de agente de soplado, la mezcla se mezcla de forma continua a presiones para garantizar una disolución homogénea de la resina y la combinación de agente de soplado. La mezcla fundida se transporta después a una zona de enfriamiento donde tiene lugar un mezclado adicional. Después del enfriamiento, la mezcla se extrude hacia una zona de retención mantenida a una temperatura y una presión que impiden o inhiben la formación de espuma en la mezcla. La zona de retención tiene (a) una boquilla de salida que tiene un orificio de entrada en una zona de menor presión tal como presión atmosférica, a la que la mezcla forma espuma, (b) medios para cerrar el orificio sin alterar la mezcla espumable dentro de la zona de retención y (c) medios de apertura para permitir la expulsión de la mezcla espumable de la zona de retención. Un ejemplo de zona de retención se describe en la patente de EE. UU. 4.323.528. Independientemente de si se usa una zona de retención, la mezcla se extrude después a través de una boquilla hacia una zona de menor presión, tal como presión atmosférica.

40 De acuerdo con una realización aplicada a polímeros aromáticos de alqueno tales como poliestireno, puede usarse un sistema 10 de dos extrusoras en tándem representado en la FIGURA 1 para extrudir un artículo de espuma (por ejemplo, una hoja) de la presente invención. Se mezclan gránulos de resina polimérica con uno o más aditivos (por ejemplo, un agente de nucleación) para formar una mezcla de alimentación que se alimenta de forma continua en una tolva 11 de una extrusora 13 principal. La mezcla de alimentación se transporta hacia delante por un husillo helicoidal dentro de una tolva de la extrusora a medida que la mezcla de alimentación se mezcla, se comprime, se calienta y se funde antes de alcanzar la zona de inyección del agente de soplado. El agente de soplado se añade en el punto 15. Por tanto, el agente de soplado de la presente invención se inyecta en la mezcla de polímero/aditivos (mezcla de alimentación) en un punto posterior a la zona de alimentación en la que se funde el polímero. Si se desea, el agente de soplado puede inyectarse en otros lugares, como en una extrusora secundaria.

50 Después de la inyección del agente de soplado, la mezcla se mezcla de manera continua en la extrusora 13 principal. En general, la presión de salida de la extrusora 13 principal de la realización ejemplar está en el intervalo de desde aproximadamente 1.500 hasta aproximadamente 4.000 psi (10,3 MPa a 27,6 MPa). En general, la temperatura de la extrusora 13 principal de la realización ejemplar está en el intervalo de desde aproximadamente 390 a aproximadamente 475 °F (199 a 246 °C). Posteriormente, la mezcla se pasa, a una presión lo suficientemente alta como para que el agente de soplado permanezca en disolución, a través de una sección 17 adaptadora hueca hacia una segunda extrusora 19 en tándem enfriada. La mezcla fundida se pasa a lo largo de la longitud de la segunda extrusora enfriada a cizallamiento bajo, donde se produce el enfriamiento y un mezclado adicional. En general, la presión de salida de la extrusora 19 secundaria de la realización ejemplo está en el intervalo de desde aproximadamente 1.000 a aproximadamente 2.500 psi (6,9 a 17,2 MPa). En general, la temperatura del extrudido de la extrusora 19 secundaria de la realización ejemplar está en el intervalo de desde aproximadamente 240 a

aproximadamente 320 °F (115 a 160 °C). En general, la temperatura de la extrusora principal debería bastar para fundir el polímero, cualquier aditivo orgánico y promover una mezcla eficaz. La temperatura y la presión de la extrusora secundaria deberían bastar para mantener una disolución homogénea de los componentes. Se entiende que las temperaturas, presiones y demás condiciones descritas pueden variar dependiendo de las propiedades del polímero termoplástico usado en el procedimiento. Las condiciones específicas que han de usarse son evidentes para un experto en la técnica.

Después, la mezcla se empuja a través de una boquilla 21 anular en forma de una burbuja alargada o tubo 23. El polímero espumable de la FIGURA 1 se expande y se estira sobre una superficie cilíndrica de un tambor 25 de refrigeración y clasificación y se hace pasar por una ranura para formar un conjunto 27 de hojas. El conjunto 27 de hojas se recoge sobre uno o más carretes 29 de bobinado. De forma alternativa, como se muestra en la figura 2, la mezcla espumable se empuja a través de una boquilla de configuración diferente, tal como una boquilla 20 plana y se deja que se expanda en forma de panel o plancha 24. El extrudido 22 expandido se mueve hacia delante mediante un juego de rodillos 26 y puede dirigirse además hacia un dispositivo de modelado antes de que salga como un panel o plancha 24.

Dependiendo de los materiales y procedimientos usados, el artículo de espuma resultante puede ser una hoja, un panel, una plancha. Si el artículo producido es una hoja, el espesor de la hoja puede ser de hasta aproximadamente 0,5 pulgadas (1,27 cm). Si el artículo producido es una plancha o un panel, el espesor es, en general, igual o mayor de aproximadamente 0,5 pulgadas (1,27 cm), preferentemente entre 0,5 pulgadas y 3 pulgadas (1,27 cm a 7,62 cm).

Para la preparación de hojas de espuma de polímero termoplástico, se prefiere el uso de una boquilla anular. Los artículos producidos por extrusión a través de una boquilla anular tienen, en general, un espesor de menos de aproximadamente 0,5 pulgadas (1,27 cm), preferentemente de aproximadamente 0,125 hasta aproximadamente 0,438 pulgadas (0,317 a 1,11 cm) de espesor. Para la preparación de paneles de espuma de polímero termoplástico, por ejemplo paneles de aislamiento, se prefiere el uso de una boquilla plana. Los artículos producidos por extrusión a través de una boquilla plana tienen, en general, un espesor de al menos aproximadamente 0,5 pulgadas (1,27 cm). Por ejemplo, y en una realización preferida, para materiales de aislamiento, el espesor es de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 3 pulgadas (1,27 cm a 7,62 cm). Tales paneles son de especial utilidad como materiales aislantes, p. ej., paneles o planchas de aislamiento. Independientemente del tipo de boquilla usada o de la espuma producida, la espuma extrudida puede someterse a expansión o reducción de la densidad adicionales mediante la aplicación de calor y/o vacío.

Las hojas y paneles o planchas de espuma pueden usarse en la forma extrudida, cortarse en otras formas, modelarse adicionalmente mediante la aplicación de calor y presión o maquinarse o formarse de otro modo en artículos modelados de tamaño y forma deseados como se conoce en la técnica.

Dependiendo de los materiales y procedimientos usados, en general, el artículo espumado resultante tiene una densidad de aproximadamente 1 a aproximadamente 15 lb/pie<sup>3</sup> (0,016 a 0,240 g/cm<sup>3</sup>). Normalmente, una hoja espumada tiene una densidad de aproximadamente 2,0 hasta aproximadamente 9,0 lb/pie<sup>3</sup> (0,032 a 0,144 g/cm<sup>3</sup>), mientras que un panel espumado usado con fines de aislamiento tiene normalmente una densidad de aproximadamente 1,5 a aproximadamente 3,5 lb/pie<sup>3</sup> (0,024 a 0,056 g/cm<sup>3</sup>). Además, y de acuerdo con una realización preferida de la invención, el artículo espumado resultante tiene una estructura sustancialmente de celda cerrada y se define en el presente documento como una espuma que tiene más de aproximadamente el 85 % de celdas cerradas y, más normalmente, más de aproximadamente el 95 % de celdas cerradas. De forma alternativa, y de acuerdo con otro aspecto de la invención, el artículo espumado resultante puede formarse con el 15 % o más de celdas abiertas, por ejemplo el 20 %, el 25 %, el 30 % o más de celdas abiertas. Además, la estructura de espuma resultante puede controlarse para que comprenda al menos aproximadamente 25, 30, 35, 40, 45 o 50 celdas por pulgada (aproximadamente 10, 12, 14, 16, 18 o 20 celdas por cm) para hojas de espuma, y al menos aproximadamente 50, 55, 65, 75, 85, 95 o 100 celdas por pulgada para paneles aislantes (aproximadamente 20, 22, 24, 25, 5, 30, 33 o 40 celdas por cm).

El término "valor R" se refiere a una unidad de resistencia térmica usada para comparar valores de aislamiento de diferentes materiales, como se conoce en la técnica. En general, cuanto mayor sea el valor de R, mejor resiste el aislamiento la transferencia de calor. Muchos factores pueden afectar al valor de R de aislamiento, incluyendo el tipo de agente de soplado usado y la edad de la espuma. Los valores de R se expresan habitualmente en términos de una unidad estándar del espesor del material. Por ejemplo, los valores de R para espumas pueden medirse por pulgada de espesor de espuma. Preferentemente, las espumas aislantes adecuadas tales como las espumas de la presente invención tienen valores de R de aproximadamente 4,0 por pulgada (1,57 por pulgada) o mayores. Por ejemplo, y en una realización preferida, las espumas aislantes de la presente invención tienen valores de R por pulgada de más de aproximadamente 5 (1,96 por cm). Los valores de R de las espumas de la invención se determinan por procedimientos convencionales, por ejemplo, usando el ASTM C518.

Las espumas de la presente invención pueden usarse para aislamiento o como materiales de construcción, en diversos recipientes y sistemas de envasado, o como embalaje protector o flexible. En términos generales, las hojas de espuma se usan en embalaje tanto flexible como rígido, mientras que las planchas de espuma se usan en embalaje protector. Los paneles de espuma que tienen un espesor mayor de aproximadamente 0,5 pulgadas (1,27

cm) se usan para aplicaciones de aislamiento, por ejemplo como materiales de construcción. Además de las hojas, planchas y paneles de espuma, la presente invención pueden adoptar la forma de otras formas tales como barras, tubos o miembros contorneados.

5 Otros usos para las espumas de la presente invención, así como procedimientos, aparatos, equipamiento, dispositivos y sistemas adecuados para su preparación se describen en las patentes y solicitudes publicadas de Estados Unidos 6.136.875, 5.149.473, 6.476.080, 6.599.946, 6.696.504, US 2004/0132844 y US 2004/0006149.

10 La estabilidad dimensional se expresa habitualmente en términos de % de cambio del calibrado, que equivale a  $100 \times (\text{calibrado posterior} - \text{calibrado inicial}) / \text{calibrado inicial}$ , con el calibrado inicial determinado en un plazo de 15 minutos tras la extrusión. La espuma resultante de la presente invención es, de forma deseable, "dimensionalmente estable" en cuanto que, preferentemente, el calibre de la espuma después de 7 días de envejecimiento no cambia más de aproximadamente el 15 %, preferentemente no más del 10 %, y más preferentemente no más del 5 % respecto al calibre de la espuma recién extrudida. Preferentemente, las espumas de la invención tienen un cambio de dimensiones de menos de aproximadamente el 4 %, más preferentemente de menos de aproximadamente 1 % en cualquier dirección.

15 **Ejemplos**

**Ejemplo A**

20 Se probaron diversos agentes de soplado con los resultados mostrados a continuación en la tabla 1. Específicamente, se prepararon diversas hojas de espuma de polímero aromático de alquenilo a partir de agentes de soplado comparativos y agentes de soplado de la invención de acuerdo con el procedimiento de extrusión descrito de forma general en el presente documento. Cabría destacar que, para los diversos ejemplos indicados en la tabla 1, cada espuma ejemplar se preparó con el mismo polímero y los mismos equipos manejados exactamente del mismo modo; siendo la única variable el agente de soplado. Todos los agentes de soplado de la invención incluían formiato de metilo; el/los agente(s) soplador(es) comparativo(s) no incluían formiato de metilo.

25 Cada una de las espumas de polímero aromático de alquenilo se preparó en una línea de extrusión en tándem empleando extrusoras de husillo sencillo de 2,5 pulgadas y de 3,5 pulgadas (6,35 y 8,89 cm) y el agente de soplado se inyectó a través de una sola entrada de la extrusora principal. La resina polimérica usada fue poliestireno de uso general de alto calor con una densidad de 1,05 g/cm<sup>3</sup> y una velocidad de flujo fundido de 1,6 g/10 min a 200 °C con una carga de 5 kg. Además de los agentes de soplado y la resina de poliestireno, se añadió talco en la cantidad de hasta el 2 % en peso de la composición espumante total incluyendo todos los agente(s) soplador(es), resina(s) polimérica(s) y aditivos. Se usó un tinte anular y el extrudido en expansión se dirigió hacia un sistema de modelado para formar hojas de espuma. Un ejemplo de equipación adecuada para preparar las hojas de espuma aromático de alquenilo se describe en la patente de EE. UU. N.º 6.136.875.

**Tabla 1**

Muestra	Agente(s) soplador(es) usado(s) (% en peso) <sup>1</sup>								Talco % en peso <sup>1</sup>	Densidad lb/pie <sup>3</sup> (g/cm <sup>3</sup> )	Celda abierta %	Tamaño de celda <sup>4</sup> µm	% Variación del calibre <sup>5</sup>	
	Etano	Propano	Isobutano	n-Butano	Isopentano	CO2	MF <sup>3</sup>	H <sub>2</sub> O					1 hora	7 días
Comp 1					5,20				1,8	5,5 (0,088)	1,8	200	0,8	11,1
Comp 2					3,96	0,77			1,0	4,7 (0,0752)	1,0	196	-7,9	12,9
Inv 1							4,30		1,9	8,1 (0,13)	2,2	187	-0,3	5,6
Inv 2						0,76	3,32		0,5	5,6 (0,09)	5,6	209	-10,6	-3,9
Inv 3						0,50	1,95	0,50	0,7	8,6 (0,138)	23,5	170	-0,3	21,7
Inv 4	0,56						3,52		0,7	5,8 (0,093)	2,2	234	-1,1	4,7
Inv 5	1,00						2,40		0,6	4,1 (0,066)	1,8	179	-0,1	7,6
Inv 6		1,22				0,55	1,97		0,5	4,4 (0,07)	3,0	210	-6,6	9,0
Inv 7		2,01				0,37	1,21		0,3	3,6 (0,0576)	1,5	224	0,1	15,1



(continuación)

Muestra	Agente(s) soplador(es) usado(s) (% en peso) <sup>1</sup>							Talco	Densidad	Celda abierta	Tamaño de celda <sup>4</sup>	% Variación del calibre <sup>5</sup>		
Inv 8		2,67				0,34	0,34		0,3	3,5 (0,056)	3,5	254	0,6	9,5
Inv 9			3,57			0,35	0,27		1,0	4,1 (0,066)	1,8	194	0,1	11,9
Inv 10			3,04			0,35	0,74		1,0	4,0 (0,064)	1,9	197	-0,3	13,2
Inv 11			2,65			0,31	1,17		1,0	3,9 (0,062)	0,9	166	0,5	13,7
Inv 12			2,03			0,37	1,82		1,0	4,9 (0,078)	2,5	183	-3,5	22,1
Inv 13					2,79	0,78	1,00		1,0	5,3 (0,085)	3,0	180	-5,5	10,7
Inv 14				2,63		0,35	1,20		1,4	4,7 (0,075)	1,7	163	-7,7	18,4

1. % en peso = (peso de un componente)/(peso total de la composición espumante incluyendo todos los agente(s) soplador(es), resina(s) polimérica(s) y aditivos)

2. Comp — ejemplo comparativo; inv — ejemplo de la invención

5 3. MF — formiato de metilo

4. El número de celdas por pulgada de la espuma extrudida variaba desde 210 hasta 420 (82 a 165 celdas por cm). El tamaño de celda (expresado como diámetro) se determinó a partir de imágenes de microscopía electrónica de barrido de la hoja extrudida que se ha envejecido al menos 24 horas y después expandido en la dirección z (a lo largo de la dirección del espesor) en un baño de aceite a 240 °F (115,5 °C) durante 2 minutos, mientras se comprime mecánicamente en las direcciones x e y; el número de celdas por pulgada en estas muestras más expandidas variaba desde 110 hasta 210.

5. % de variación del calibre = 100 x (calibre posterior - calibre inicial)/calibre inicial; el calibre inicial se determinó en un plazo de 15 minutos tras la extrusión

Todas las espumas anteriores de la tabla 1 eran dimensionalmente estables ya que después de haber envejecido durante 7 días no se observaron cambios significativos en el calibre. Cabe destacar que todas las espumas de la tabla 1, excepto en el ejemplo 2 de la invención, mostraron crecimiento posterior a la extrusión. Este cambio unidireccional es diferente de la definición usada convencionalmente de estabilidad dimensional, por la que la espuma puede menguar o expandirse con el tiempo. Las composiciones descritas en el presente documento proporcionan estructuras de espuma estables producidas mediante un procedimiento respetuoso con el medio ambiente y económicamente rentable. Además, pueden formarse una variedad de espumas con características adecuadas y deseadas de acuerdo con la presente invención. Por ejemplo, la composición de la invención 3 contiene el mayor porcentaje de celdas abiertas y, por tanto, es ventajosa, ya que las propiedades inflamables de la espuma se reducen a medida que se incrementa el porcentaje de celdas abiertas debido a una pérdida rápida del/de los componentes(s) inflamables de la combinación de agente de soplado. En otro ejemplo, las composiciones inventivas 2 a 5 incluyen componentes con un impacto menor e insignificante sobre la calidad del aire. El ejemplo comparativo 2 es una formulación típica usada ampliamente en la preparación de perlas expandidas u hojas de espuma de poliestireno. Otras variantes de esta formulación, también de amplio uso, son cuando se reemplaza el isopentano con isobutano o butano normal. Los ejemplos de la invención 6 a 14 demuestran cómo puede prepararse una hoja de espuma (y, por extensión, perlas expandidas) con características similares usando la formulación en la que se reduce notablemente el uso del agente de soplado COV hidrocarburo. Además, cabe destacar que el número total de moles del agente de soplado en todas las formulaciones de la tabla 1 es el mismo (aproximadamente 0,07 moles por 100 g de material procesado total). Por tanto, la obtención de espumas con diferentes densidades simplemente refleja la volatilidad eficaz de la combinación de agente de soplado. Resultará evidente para un experto en la técnica que pueden obtenerse espumas con densidades menores cambiando la composición de la combinación y haciéndola más rica en/en los componente(s) con mayor volatilidad, y que la densidad puede reducirse aún más mediante el uso de un mayor número de moles del agente de soplado. Cada una de las composiciones de la invención de la tabla 1 da lugar a una espuma que es estable y es fácil de fabricar y manejar.

### Ejemplo B

Se probaron diversos agentes de soplado para su uso en la formación de planchas o paneles aislantes con los resultados mostrados a continuación en la tabla 2. Específicamente, se prepararon diversos paneles de espuma de

polímero de alquileo aromático útiles para aplicaciones de aislamiento a partir de combinaciones de agente de soplado de la invención de acuerdo con el procedimiento de extrusión descrito de forma general en el presente documento. Cabría destacar que, para los diversos ejemplos indicados en la tabla 2, cada panel de espuma ejemplar se preparó con los mismos equipos manejados exactamente del mismo modo; siendo la única variable la composición de la combinación de agente de soplado y los porcentajes relativos del polímero de poliestireno. Todas las combinaciones de agente de soplado de la invención incluyen formiato de metilo en combinación con el agente co-soplador HFC-134a.

Cada una de las espumas de polímero aromático de alquileo se preparó en una línea de extrusión en tándem empleando extrusoras de husillo sencillo de 1,0" y 1,5" (2,54 cm y 3,81 cm) equipados con tres entradas en la extrusora principal para inyectar líquidos comprimidos. La velocidad de salida fue de 10 lb/h (4,54 kg/h). Las muestras de polímero usadas fueron poliestireno de uso general de alto calor con una velocidad de flujo fundido de 1,6 (PS1), poliestireno de uso general de alto calor con una velocidad de flujo fundido de 11 (PS2) y poliestireno obtenido mediante el procedimiento de paneles de aislamiento comercial del solicitante con una velocidad de flujo fundido de 11,5 (PS3). Se añadió talco en la cantidad de hasta aproximadamente un 2,5 % de la cantidad de poliestireno virgen (PS1+PS2). Se usó una boquilla plana y el extrudido en expansión se dirigió hacia un sistema de modelado para formar paneles de espuma con dimensiones nominales de 5,0" (anchura) x 0,5" (espesor) (12,7 cm (anchura) x 1,27 cm (espesor)). El dispositivo de modelado usado tendió a crear una orientación preferente de las células en la dirección normal, como se observa en la tabla 2.

La tabla 2 proporciona diversas composiciones ejemplares usadas para preparar paneles de espuma aislantes a partir de un extrudido que comprende poliestireno, talco, formiato de metilo, HFC-134a y, opcionalmente, CO<sub>2</sub>, de acuerdo con la presente invención. Además, la tabla 2 proporciona la temperatura del fundido de cada una de las composiciones espumantes antes de la extrusión. La tabla 2 proporciona también la densidad, el valor de R y el tamaño de celda del panel o la plancha correspondientes formados a partir de las diversas composiciones ejemplares.

**Tabla 2**

<i>Ejemplo de la invención</i>	1	2	3	4	5	6	7	8
PS1 (% en peso) <sup>1</sup>	99,00	66,00	66,00	66,00	66,00	66,00	66,00	50,00
PS2 (% en peso) <sup>1</sup>	0,00	32,35	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
PS3 (% en peso) <sup>1</sup>	0,00	0,00	32,35	32,35	32,68	32,68	32,68	50,00
Talco (% en peso) <sup>1</sup>	1,00	1,65	1,65	1,65	1,32	1,32	1,32	0,00
Formiato de metilo (ppc) <sup>2</sup>	2,42	2,61	3,42	4,72	4,07	4,24	3,95	3,73
HFC-134a (ppc) <sup>2</sup>	2,01	2,73	5,17	4,72	3,99	5,50	6,17	5,83
CO <sub>2</sub> (ppc) <sup>2</sup>	0,00	0,00	0,00	0,00	0,36	0,00	0,00	0,00
Temperatura del fundido (°C) <sup>3</sup>	149	141	131	121	122	121	120	121
Densidad en fresco (pcf) [g/cm <sup>3</sup> ] <sup>4,5</sup>	3,88 [0,062]	3,15 [0,050]	2,70 [0,043]	2,52 [0,040]	2,67 [0,043]	2,67 [0,043]	2,86 [0,045]	2,70 [0,043]
Valor de R en fresco (/pulgada) [cm] <sup>4,6</sup>	5,31 [2,09]	5,80 [2,28]	5,82 [2,29]	6,11 [2,40]	5,82 [2,29]	6,02 [2,37]	6,15 [2,42]	6,10 [2,40]
Valor de R a los 7 días (/pulgada) [cm] <sup>6</sup>	4,36 [1,71]	4,63 [1,82]	4,64 [1,82]	4,78 [1,88]	4,65 [1,83]	4,84 [1,90]	5,01 [1,97]	4,94 [1,94]
Tamaño de celda, DM (mm) <sup>7,8</sup>	0,222	0,181	0,221	0,246	0,223	0,212	0,192	0,236
Tamaño de celda, DT (mm) <sup>7,8</sup>	0,245	0,224	0,234	0,223	0,229	0,197	0,267	0,285
Tamaño de celda, DN (mm) <sup>7,8</sup>	0,274	0,221	0,258	0,259	0,253	0,217	0,245	0,250
1. % en peso = peso del componente / peso de (PS1 + PS2 + PS3 + talco)								
2. ppc = partes de componente de agente de soplado por cien partes de (PS1 + PS2 + PS3 + talco)								

## ES 2 383 962 T3

3. La temperatura justo antes de que la formulación espumante entre en la boquilla
4. Medias en fresco realizadas en un plazo de 15 minutos tras la extrusión
5. Determinado midiendo las dimensiones y la masa de una muestra nominal de 4" x 15" x 0,5" (10,2 cm x 38,1 cm x 1,27 cm)
6. R está en $\text{pies}^2 \cdot \text{h} \cdot \text{°F} / \text{Btu}$ ( $= 0,489 \text{ cm}^2 \cdot \text{h} \cdot \text{°C} / \text{J}$ ). Resistividad térmica determinada usando el ASTM C518
7. Tamaño de celda determinado usando el ASTM D3576
8. DM, DT y DN - direcciones de la máquina, transversal y normal, respectivamente

Todos los paneles de espuma de la tabla 2 eran dimensionalmente estables. Las dimensiones se midieron en un plazo de 15 minutos tras la extrusión y luego, después de 14 y 28 días. Los cambios en cualquier dimensión dada fueron inferiores al 1 % y el cambio global de densidad con respecto a la densidad en fresco estuvo dentro del 2 %.

- 5 De acuerdo con otro aspecto de la presente invención, y además de los beneficios del uso de formiato de metilo como un agente de soplado indicados anteriormente, tales como compensar los impactos medioambientales nocivos asociados con los agentes de soplado de uso actual, el uso de formiato de metilo proporciona una ventaja adicional. A saber, el formiato de metilo escapa de la espuma bastante rápidamente. Aproximadamente el 12 % del formiato de metilo se escapó del panel de 0,5" (1,27 cm) de espesor en un plazo de 3 horas después de la extrusión y no se detectó nada después de 30 días usando un límite de detección de 500 ppm. Dado que el formiato de metilo es el único componente inflamable de la mezcla de agente de soplado, no es necesario ningún retardante de llama en la formulación. Puede sustituirse el etano por CO<sub>2</sub>. Aunque el etano es inflamable, también escapa de la matriz de espuma rápidamente, por lo que, de nuevo, no se requiere el uso de un retardante de llama.
- 10

## REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para preparar una estructura de espuma de polímero aromático de alqueniilo aislante que comprende:
- fundir un polímero aromático de alqueniilo termoplástico;
- 5 disolver una cantidad eficaz de una combinación de agente de soplado en el polímero aromático de alqueniilo para definir una mezcla, comprendiendo la combinación de agente de soplado formiato de metilo y al menos un agente co-soplador;
- formar un extrudido a partir de la mezcla; y
- 10 expandir el extrudido para producir la estructura de espuma de polímero aromático de alqueniilo caracterizado porque el al menos un agente co-soplador se selecciona del grupo que consiste en un hidrocarburo, fluoruro de metilo, difluorometano (HFC-32), trifluorometano (HFC-23), perfluorometano, clorodifluorometano (HCFC-22), cloruro de metileno, cloruro de etilo, fluoruro de etilo, 1,2-difluoroetano (HFC-152), 1,1-difluoroetano (HFC-152a), 1,1,1-trifluoroetano (HFC-143a), 1,1,1,2-tetrafluoroetano (HFC-134a), pentafluoroetano (HFC-125), perfluoroetano, 1,1-dicloro-1-fluoroetano (HCFC-141 b), 1-cloro-1,1-difluoroetano (HCFC-142b), 1,1-dicloro-2,2,2-trifluoroetano (HCFC-123) y 1-cloro-1,2,2,2-tetrafluoroetano (HCFC-124), difluoropropano, 1,1,1-trifluoropropano, 1,1,1,3,3-pentafluoropropano (HFC-245fa), 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropano (HFC-236ea), 1,1,1,2,3,3,3-heptafluoropropano (HFC-227ea), perfluoropropano, 2,2,4,4,4-pentafluorobutano (HFC-365mfc), perfluorobutano, perfluorociclobutano, fluoruro de vinilo, un éster, un acetal, un alcohol, un carbonato, una amina, una cetona, un agente inorgánico y un agente de soplado químico y la estructura de espuma de polímero aromático de alqueniilo es una estructura de espuma de polímero aromático de alqueniilo aislante con un valor de R de 4 por pulgada (1,57 por cm) o mayor.
- 20 2. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el al menos un agente co-soplador se selecciona del grupo que consiste en etano, propano, ciclopropano, normal-butano, isobutano, ciclobutano, neopentano, isopentano, ciclopentano, un hidrofluorocarbono, dióxido de carbono y agua.
- 25 3. El procedimiento de la reivindicación 2, en el que la combinación de agente de soplado comprende formiato de metilo y 1,1,1,2-tetrafluoroetano (HFC-134a).
4. El procedimiento de la reivindicación 2, en el que la combinación de agente de soplado comprende formiato de metilo, 1,1,1,2-tetrafluoroetano (HFC-134a) y dióxido de carbono.
- 30 5. El procedimiento de la reivindicación 2, en el que la combinación de agente de soplado comprende formiato de metilo, 1,1,1,2-tetrafluoroetano (HFC-134a) y un hidrocarburo seleccionado del grupo que consiste en neopentano, isopentano y ciclopentano.
6. El procedimiento de la reivindicación 5, en el que la combinación de agente de soplado comprende formiato de metilo, 1,1,1,2-tetrafluoroetano (HFC-134a) y ciclopentano.
- 35 7. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la combinación de agente de soplado comprende del 5 al 80 por ciento en mol de formiato de metilo.
8. El procedimiento de la reivindicación 7, en el que la combinación de agente de soplado comprende del 20 al 60 por ciento en mol de formiato de metilo.
9. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el al menos un agente co-soplador se selecciona del grupo que consiste en etano, propano, ciclopropano, normal-butano, isobutano, ciclobutano, neopentano, isopentano, ciclopentano, dióxido de carbono y agua.
- 40 10. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la combinación de agente de soplado comprende formiato de metilo y etano.
11. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el polímero aromático de alqueniilo comprende poliestireno.
- 45 12. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la estructura de espuma de polímero aromático de alqueniilo aislante tiene una densidad de 1 a 15 lb/pie<sup>3</sup> (0,016 a 0,240 g/cm<sup>3</sup>).
13. El procedimiento de la reivindicación 12, en el que la estructura de espuma de polímero aromático de alqueniilo aislante tiene una densidad de 1,5 a 3,5 lb/pie<sup>3</sup> (0,024 a 0,056 g/cm<sup>3</sup>).
14. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el extrudido comprende desde el 1 al 18 por ciento en peso de la combinación de agente de soplado.
- 50 15. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la estructura de espuma de polímero aromático de alqueniilo

aislante es un panel aislante.

16. El procedimiento de la reivindicación 15, en el que la estructura de espuma aromático de alqueniolo aislante tiene un espesor de al menos 0,5 pulgadas (1,27cm).

5 17. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la estructura de espuma de polímero aromático de alqueniolo aislante comprende al menos 50 celdas por pulgada (20 celdas por cm).

18. El procedimiento de la reivindicación 1, que comprende además mezclar un agente de nucleación con el polímero aromático de alqueniolo termoplástico antes de la etapa de formación del extrudido.

19. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la estructura de espuma de polímero aromático de alqueniolo aislante es, sustancialmente, una estructura de celda cerrada.

10 20. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que la estructura de espuma de polímero aromático de alqueniolo aislante es dimensionalmente estable.

21. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el formiato de metilo y el al menos un agente co-soplador se añaden simultáneamente.

15 22. El procedimiento de la reivindicación 1, en el que el formiato de metilo y el al menos un agente co-soplador se añaden secuencialmente, en cualquier orden.

23. Un procedimiento para preparar una estructura de espuma de polímero aromático de alqueniolo aislante que comprende:

fundir un polímero aromático de alqueniolo termoplástico;

20 disolver una cantidad eficaz de una combinación de agente de soplado en el polímero aromático de alqueniolo para definir una mezcla, comprendiendo la combinación de agente de soplado del 5 al 80 por ciento en mol de formiato de metilo y al menos un agente co-soplador;

formar un extrudido a partir de la mezcla; y

25 expandir el extrudido para producir la estructura de espuma de polímero aromático de alqueniolo caracterizado porque el al menos un agente co-soplador se selecciona del grupo que consiste en hidrocarburo, fluoruro de metilo, difluorometano (HFC-32), trifluorometano (HFC-23), perfluorometano, clorodifluorometano (HCFC-22), cloruro de metileno, cloruro de etilo, fluoruro de etilo, 1,2-difluoroetano (HFC-152), 1,1-difluoroetano (HFC-152a), 1,1,1-trifluoroetano (HFC-143a), 1,1,1,2-tetrafluoroetano (HFC-134a), pentafluoroetano (HFC-125), perfluoroetano, 1,1-dicloro-1-fluoroetano (HCFC-141 b), 1-cloro-1,1-difluoroetano (HCFC-142b), 1,1-dicloro-2,2,2-trifluoroetano (HCFC-123) y 1-cloro-1,2,2,2-tetrafluoroetano (HCFC-124), difluoropropano, 1,1,1-trifluoropropano, 30 1,1,1,3,3-pentafluoropropano (HFC-245fa), 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropano (HFC-236ea), 1,1,1,2,3,3,3-heptafluoropropano (HFC-227ea), perfluoropropano, 2,2,4,4,4-pentafluorobutano (HFC-365mfc), perfluorobutano, perfluorociclobutano, fluoruro de vinilo, un éster, un acetal, un alcohol, un carbonato, una amina, una cetona, un agente inorgánico y un agente de soplado químico y la estructura de espuma de polímero aromático de alqueniolo es una estructura de espuma de polímero aromático de alqueniolo aislante con un valor de R de 4 por pulgada 35 (1,57 por cm) o mayor.

24. El procedimiento de la reivindicación 23, en el que la estructura de espuma de polímero aromático de alqueniolo aislante es dimensionalmente estable.

25. El procedimiento de la reivindicación 23, en el que la estructura de espuma de polímero aromático de alqueniolo aislante tiene un espesor de al menos 0,5 pulgadas (1,27 cm).

40 26. Un procedimiento para preparar una estructura de espuma de polímero termoplástico aislante que comprende:

fundir un polímero termoplástico;

disolver una cantidad eficaz de una combinación de agente de soplado en el polímero termoplástico para definir una mezcla, comprendiendo la combinación de agente de soplado formiato de metilo y al menos un agente co-soplador;

45 formar un extrudido a partir de la mezcla; y

50 expandir el extrudido para producir la estructura de espuma de polímero termoplástico caracterizado porque el al menos un agente co-soplador se selecciona del grupo que consiste en hidrocarburo, fluoruro de metilo, difluorometano (HFC-32), trifluorometano (HFC-23), perfluorometano, clorodifluorometano (HCFC-22), cloruro de metileno, cloruro de etilo, fluoruro de etilo, 1,2-difluoroetano (HFC-152), 1,1-difluoroetano (HFC-152a), 1,1,1-trifluoroetano (HFC-143a), 1,1,1,2-tetrafluoroetano (HFC-134a), pentafluoroetano (HFC-125), perfluoroetano, 1,1-

- 5      dicloro-1-fluoroetano (HCFC-141b), 1-cloro-1,1-difluoroetano (HCFC-142b), 1,1-dicloro-2,2,2-trifluoroetano (HCFC-123) y 1-cloro-1,2,2,2-tetrafluoroetano (HCFC-124), difluoropropano, 1,1,1-trifluoropropano, 1,1,1,3,3-pentafluoropropano (HFC-245fa), 1,1,1,2,3,3-hexafluoropropano (HFC-236ea), 1,1,1,2,3,3,3-heptafluoropropano (HFC-227ea), perfluoropropano, 2,2,4,4,4-pentafluorobutano (HFC-365mfc), perfluorobutano, perfluorociclobutano, fluoruro de vinilo, un éster, un acetal, un alcohol, un carbonato, una amina, una cetona, un agente inorgánico y un agente de soplado químico y la estructura de espuma de polímero aromático de alquenilo es una estructura de espuma de polímero aromático de alquenilo aislante con un valor de R de 4 por pulgada (1,57 por cm) o mayor.
- 10     27. El procedimiento de la reivindicación 26, en el que el polímero termoplástico es un polímero amorfo seleccionado del grupo que consiste en poliestireno, policarbonato, poli(metil metacrilato), poli(óxido de fenileno) y sus mezclas.
28. El procedimiento de la reivindicación 26, en el que el polímero termoplástico es un polímero semicristalino seleccionado del grupo que consiste en polietileno, polipropileno, poliestireno siondiotáctico, poli(tereftalato de etileno) y sus mezclas.
- 15     29. El procedimiento de la reivindicación 26, en el que la estructura de espuma de polímero termoplástico aislante tiene un espesor de al menos 0,5 pulgadas (1,27 cm).
30. El procedimiento de la reivindicación 26, en el que el al menos un agente co-soplador se selecciona del grupo que consiste en etano, propano, ciclopropano, normal-butano, isobutano, ciclobutano, neopentano, isopentano, ciclopentano, un hidrofluorocarbono, dióxido de carbono y agua.
- 20     31. El procedimiento de la reivindicación 30, en el que la combinación de agente de soplado comprende formiato de metilo y 1,1,1,2-tetrafluoroetano (HFC-134a).
32. El procedimiento de la reivindicación 30, en el que la combinación de agente de soplado comprende formiato de metilo, 1,1,1,2-tetrafluoroetano (HFC-134a) y un hidrocarburo seleccionado del grupo que consiste en neopentano, isopentano y ciclopentano.
- 25     33. El procedimiento de la reivindicación 26, en el que la combinación de agente de soplado comprende del 5 al 80 por ciento en mol de formiato de metilo.
34. El procedimiento de la reivindicación 33, en el que la combinación de agente de soplado comprende del 20 al 60 por ciento en mol de formiato de metilo.
- 30     35. El procedimiento de la reivindicación 26, en el que el al menos un agente co-soplador se selecciona del grupo que consiste en etano, propano, ciclopropano, normal-butano, isobutano, ciclobutano, neopentano, isopentano, ciclopentano, dióxido de carbono y agua.

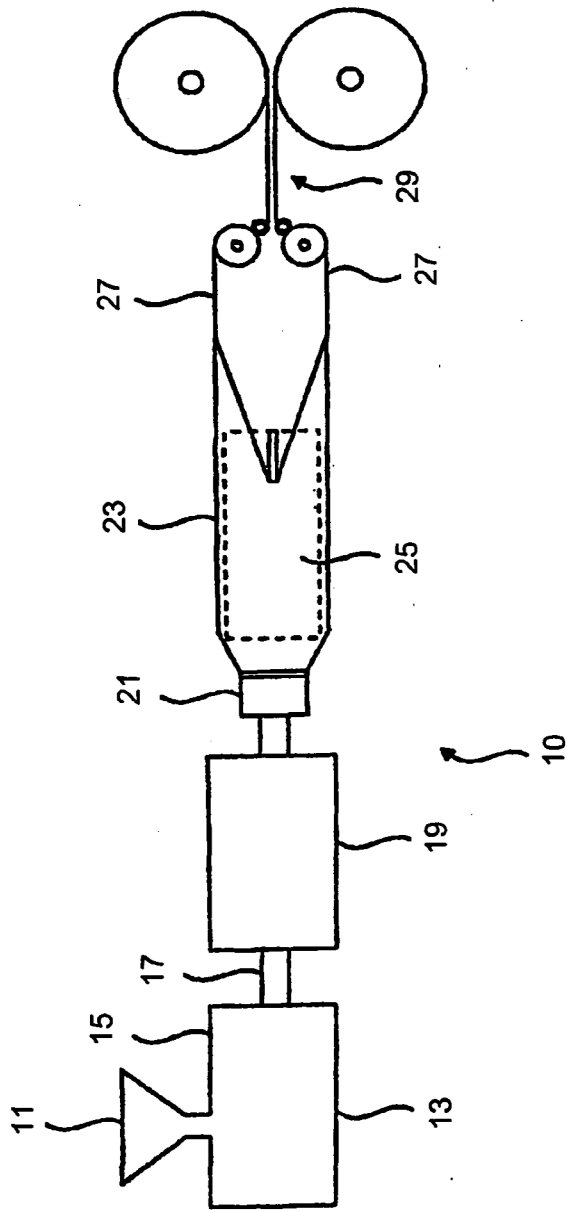


FIGURA 1

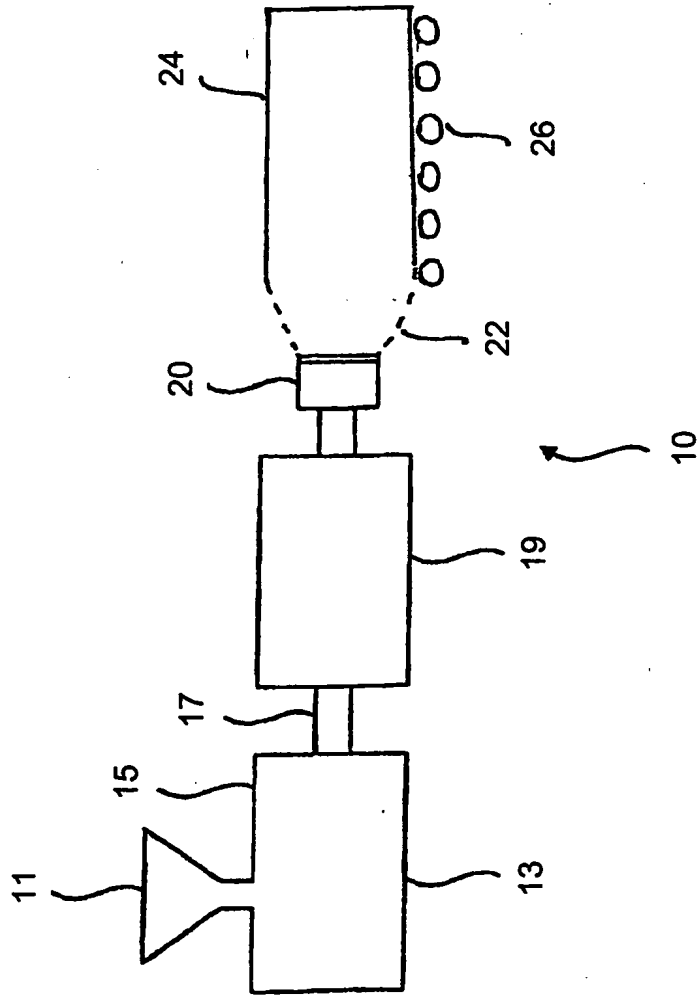


FIGURA 2