

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 426 947**

51 Int. Cl.:

C08J 9/00 (2006.01)

C08J 9/12 (2006.01)

C08J 9/14 (2006.01)

C08L 23/06 (2006.01)

C08J 9/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.05.2008 E 08758586 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.06.2013 EP 2164893**

54 Título: **Espuma de polietileno**

30 Prioridad:

31.05.2007 EP 07010777

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

25.10.2013

73 Titular/es:

**SAUDI BASIC INDUSTRIES CORPORATION
(100.0%)
P.O. BOX 5101
11422 RIYADH, SA**

72 Inventor/es:

**DE VOS, ROELOF, FRANCISCUS, GERARDUS,
MARIA;
SENGUPTA, PRATIP;
KRIST, JOHAN, MARIA y
RUINAARD, HENDRIKUS, PIETER**

74 Agente/Representante:

PÉREZ BARQUÍN, Eliana

ES 2 426 947 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

Espuma de polietileno

5 La invención se refiere a espuma de polietileno físicamente soplada.

Las espumas de polietileno se describen en Ullmann's Encyclopedia "Foamed Plastics" por Heinz Weber y col. (2002; Wiley VCH Verlag). Estas espumas se clasifican como espumas de baja densidad y de alta densidad. Estas espumas pueden ser espumas no reticuladas o reticuladas. La mayoría de las espumas de poliolefina y la mayoría de las espumas de polietileno están hechas de polietileno de baja densidad (LDPE).

15 La espuma basada en polietileno de baja densidad puede moldearse en diferentes productos semielaborados tales como, por ejemplo, láminas, barras, perfiles y tubos. La expansión de LDPE produce una reducción sustancial de la densidad del polietileno. El LDPE aplicado como material de partida para la espuma tiene una densidad específica de, por ejemplo, aproximadamente 915-935 kg/m³ y a continuación la densidad promedio de la espuma de PE es, por ejemplo, aproximadamente 20-300 kg/m³. Además del peso que se cambia durante el procedimiento de espuma, otras propiedades que se obtienen por el PE en su estado espumado también son conjuntamente responsables de las muchas aplicaciones de la espuma obtenida.

20 La espuma de LDPE puede producirse, por ejemplo, mediante tecnología de extrusión. En este procedimiento, el gas de soplado se inyecta directamente en el fundido de PE a presión y se disuelve y mezcla homogéneamente en el polietileno fundido. Se necesita una presión mínima, que depende del gas usado y la temperatura de fusión reinante, para mantener el gas disuelto en la masa fundida de PE. Esta presión necesita mantenerse a lo largo de la extrusora con el fin de evitar que el gas expanda prematuramente la masa fundida. Al salir de la boquilla, la presión del fundido disminuye a la presión atmosférica y el gas disuelto expande inmediatamente el fundido para formar la espuma.

Las células en las espumas pueden ser abiertas o cerradas. En células cerradas, el gas está encerrado dentro de una membrana de PE. Las espumas de células cerradas tienen mejores propiedades de aislamiento térmico y mejores propiedades de amortiguamiento que las espumas de células abiertas o espumas de células parcialmente abiertas.

30 El tamaño de las células es, por una parte, un equilibrio entre la presión del gas en la célula y la resistencia del polímero aparentada por la viscosidad a esta presión del gas y, por otra parte, dependiente del número de núcleos (=partículas de agentes de nucleación) y de ahí del número de células que se han formado. El crecimiento celular cesa en el momento en el que el fundido de polietileno alcanza su temperatura de cristalización y el fundido cambia a la fase sólida. Con el fin de aumentar la viscosidad en el fundido y acortar el tiempo de crecimiento celular, la temperatura del fundido de polietileno en la extrusora y/o enfriadores del fundido especiales se reduce a justo por encima de la temperatura de cristalización del polietileno.

40 La tendencia entre los productores de espuma es lograr el tamaño de células más pequeño con estructura de células cerradas y así obtener mejor óptica, mejor aislamiento térmico y mayor deformación permanente por compresión. Para lograr espumas con células predominantemente cerradas, el fundido debe tener una alta viscosidad. En espumas en lámina esto se alcanza actualmente reticulando los extruidos antes de la espumación en hornos. Generalmente, el procedimiento de espumación en láminas se realiza en presencia de caros agentes de expansión químicos.

45 La espumación directa de LDPE que tiene un caudal de fundido (MFR) bajo en una extrusora es difícil debido a la introducción de calor debido a la fricción. Cuanto mayor sea el calor de fricción, más calor se disipará para llevar la temperatura del fundido en la boquilla próxima a la temperatura de cristalización. Por tanto, una composición ideal de LDPE para espumación debe tener un buen equilibrio entre la resistencia del fundido y la procesabilidad.

50 Debido a la necesidad de equilibrar la resistencia del fundido y la procesabilidad, algunas propiedades de la espuma preparada tienen que comprometerse por otras propiedades más deseables, por ejemplo, la corrugación es un fenómeno no deseable en láminas y tubos de espuma preparados por un procedimiento de extrusión directa. Las corrugaciones que pueden estar presentes en todos los productos de espuma extruidos directos se manifiestan en bandas periódicas que están orientadas transversalmente en la dirección de extrusión dentro de la espuma extruida que varían entre 1 y 5 cm de anchura dependiendo del espesor de la espuma, densidad de la espuma y dimensiones de las células. En términos generales, el número y altura de las ondas aumenta con, por ejemplo, una disminución en la densidad de la espuma, dimensiones de las células, espesor de la espuma, relación de expansión de burbujas de una espuma tubular y aumento en la anchura de una boquilla de colada. La corrugación no solo quita valor a la estética, sino que también reduce las propiedades mecánicas globales de partes hechas de la espuma. Como ejemplo, las ondas en la espuma en lámina sobre un suelo de hormigón o de madera dificultarán aplicar parquet sobre él.

Es un objetivo de la presente invención evitar la corrugación, a la vez que se mantienen las otras características deseadas de la espuma.

65 La espuma de polietileno que tiene una densidad entre 20 y 300 kg/m³ según la invención se basa en:

a. una mezcla que comprende 95,5% en peso - 99,5% en peso de polietileno de baja densidad y 0,5% en peso - 4,5% en peso de polietileno de alta densidad y en la que la composición no comprende una cera de polietileno

b. un agente de nucleación y

c. un estabilizador de células.

El % en peso es con respecto a la cantidad total de polietileno de baja densidad (LDPE) y polietileno de alta densidad (HDPE) en la mezcla que comprende HDPE y LDPE.

La espuma de polietileno según la invención obtenida con, por ejemplo, un procedimiento de espuma tubular o un procedimiento de espuma de burbuja produce un comportamiento mejorado con respecto a la corrugación debido a que la composición de polímero específica que comprende las cantidades específicas de polietileno de baja densidad y polietileno de alta densidad produce una sincronización de la expansión direccional transversal de las células y la expansión del diámetro de burbuja debido a la relación de soplado.

La espuma de polietileno según la invención obtenida con un procedimiento de boquilla de colada produce un comportamiento mejorado con respecto a la corrugación debido a que la composición de polímero específica que comprende las cantidades específicas de polietileno de baja densidad y polietileno de alta densidad produce una sincronización de la expansión direccional transversal de las células y la velocidad de arrastre de la espuma extruida.

La espuma de polietileno según la invención es espuma libre de corrugación.

La espuma de polietileno según la invención muestra una excelente calidad de la espuma de alta resistencia del fundido.

Otras ventajas de la espuma según la invención son las mejoradas características ópticas, el mejorado aislamiento térmico y las mejoradas propiedades mecánicas tales como, por ejemplo, la resistencia a la compresión. Estas ventajas se obtienen sin sacrificar la procesabilidad.

La espuma de polietileno según la invención tiene una densidad entre 20 y 300 kg/m³. La densidad depende, entre otras cosas, de la selección del agente de expansión.

Generalmente, el LDPE aplicado en la mezcla tiene un caudal de fundido (MFR) a 2,16 kg de carga y 190 °C que oscila entre 0,1 y 30 g/10 min.

Preferentemente, la MFR oscila entre 0,2 y 3 g/10 min.

Generalmente, la densidad del LDPE aplicado en la mezcla oscila entre 915 kg/m³ y 935 kg/m³. Preferentemente, la densidad de la mezcla de LDPE oscila entre 921 kg/m³ y 935 kg/m³

El homo o copolímero de LDPE puede obtenerse, por ejemplo, por un procedimiento tubular, por un procedimiento en autoclave o por un procedimiento basado en metaloceno.

Un copolímero de LDPE adecuado puede obtenerse con un procedimiento como se desvela en el WO 2006094723. Esta publicación de patente desvela LDPE obtenido con un procedimiento en el que la polimerización de etileno tiene lugar en un reactor tubular a una temperatura pico entre 290 °C y 350 °C, el co-monómero es un (met)acrilato difuncional o de mayor funcionalidad tal como, por ejemplo, BDDMA y en el que el co-monómero se aplica en una cantidad entre el 0,008% en moles y el 0,200% en moles con respecto a la cantidad de copolímero de etileno.

Generalmente, el HDPE aplicado en la mezcla tiene una MFR a 2,16 kg de carga y 190 °C que oscila entre 0,05 y 30 g/10 min.

Preferentemente, la MFR a 2,16 kg de carga y 190 °C de HDPE oscila entre 0,1 y 10 g/10 min.

Generalmente, la densidad del HDPE aplicado en la mezcla oscila entre 940 kg/m³ y 970 kg/m³.

El HDPE puede obtenerse tanto por un procedimiento en fase gaseosa, un procedimiento en suspensión y un procedimiento en disolución.

Según una realización preferida de la invención, la espuma se basa en una mezcla que comprende 97,0% en peso - 99,5% en peso de polietileno de baja densidad y 0,5% en peso - 3,0% en peso de polietileno de alta densidad.

Según otra realización preferida de la invención, la espuma se basa en una mezcla que comprende 97,5% en peso - 99,0% en peso de polietileno de baja densidad y 1,0% en peso - 2,5% en peso de polietileno de alta densidad.

La sincronización de la expansión direccional transversal de las células puede lograrse creando un retardo de la

5 expansión de las células. Disminuir la MFR de LDPE para aumentar la viscosidad del fundido no es deseable debido a su consecuencia negativa sobre la procesabilidad. La otra posibilidad es crear una red física en el fundido durante el procedimiento de expansión de burbujas en la salida de la boquilla. Tal red puede prepararse usando "pre-cristalización" (solidificación temprana) de un componente. Este componente debe retardar la espumación usando cristalización y al mismo tiempo debe ser compatible con el fundido de PE.

10 El uso de HDPE en LDPE crea un retardo en la expansión del gas de soplado debido a la elevada resistencia del fundido. En el caso de que se aplique la mezcla específica según la invención, el HDPE es totalmente compatible con LDPE y se dispersa y homogeneiza a escala molecular. Como el HDPE empieza a cristalizar antes que el LDPE durante el enfriamiento de la mezcla de LDPE-HDPE, la tasa de aumento de la viscosidad de la mezcla es mayor con respecto al enfriamiento de un sistema en el que solo está presente LDPE. Como HDPE se distribuye homogéneamente, los cristales de HDPE forman una red física dentro del fundido de LDPE, provocando elevada viscosidad del fundido. El retraso en la espumación producida por la cristalización de HDPE produce el ensanchamiento de la ventana de operación. Esto permite minimizar la corrugación. Por tanto, la mezcla según la invención produce un aumento de la resistencia del fundido del LDPE. La resistencia del fundido caracteriza la capacidad de una resina para mantener estables delgadas películas de fundido. Cuando se fabrican formas de peso ligero, la alta resistencia del fundido evita que estallen las paredes celulares, mejorando así la espumabilidad de una resina. La elevada resistencia del fundido también hace que se consigan menores densidades de la espuma. La resistencia del fundido de mezclas de polímero-gas puede determinarse por diferentes procedimientos como se ha desvelado, por ejemplo, en "Foam Extrusion Principles and Practices" (páginas 35-77; S.T. Lee). La viscosidad del fundido de un polímero como se mide por espectrómetros mecánicos dinámicos DMS (barrido de temperatura a frecuencia fija, barrido de frecuencia a temperatura constante) es una medida de la resistencia del fundido.

25 El LDPE puede mezclarse con HDPE, por ejemplo, después de la producción de LDPE durante la granulación o durante la producción de la espuma usando equipos de mezcla, con una extrusora de un solo husillo o de doble husillo.

30 Según una realización preferida de la invención, HDPE y LDPE se mezclan durante la granulación después de la producción de LDPE. Este procedimiento de mezcla produce una mezcla uniforme absoluta de HDPE en LDPE y a continuación excelentes rendimientos de espumación.

La cantidad de HDPE en LDPE puede detectarse usando DSC convencional o TREF-DSC. El pico de HDPE se observa durante el calentamiento y también enfriamiento del fundido.

35 Si la mezcla comprende más del 4,5% en peso de HDPE, el fundido resultante pierde la viscosidad de alargamiento y como consecuencia la espumabilidad. El producto de espuma obtenido es difícil de manipular, por ejemplo, en la producción de láminas de espuma no es posible poner el producto sobre un mandril cilíndrico como se requiere durante la producción de láminas debido al comportamiento "frágil" de las espumas semisólidas.

40 Si la mezcla comprende menos del 0,5% en peso de HDPE, el fundido resultante carece de resistencia del fundido y la corrugación no puede prevenirse.

45 La composición según la invención también comprende un agente de nucleación. Estos agentes pueden ser necesarios para aumentar la densidad de células y para modificar la dinámica de la formación y el crecimiento de burbujas (Gendron, Thermoplastic Foam Processing, 2005, página 209)

50 Agentes de nucleación adecuados incluyen, por ejemplo, talco, sílice y una mezcla de bicarbonato sódico y ácido cítrico. Otros agentes de nucleación adecuados incluyen una amida, una amina y/o un éster de un ácido carboxílico (C₁₀-C₃₄) alifático saturado o insaturado. Como se desvela en el documento EPA-1308475, la presencia de agentes de nucleación produce una estructura de espuma fina celular altamente regular y superficie suave.

Ejemplos de amidas adecuadas incluyen (bis)amidias de ácidos grasos y alquilendil-bis-alcanamidias, preferentemente alquilen (C₂-C₃₂)-diil-bis-alcan (C₂-C₃₂)-amidias tales como, por ejemplo, etilenbisestearamida (EBS), butilenbisestearamida, hexametenbisestearamida y/o etilenbisbehenamida.

55 Aminas adecuadas incluyen, for ejemplo, alquilen (C₂-C₁₈)-diaminas tales como, por ejemplo, etilenbiscaproamina y hexametenbiscaproamina.

60 Ésteres preferidos de un ácido carboxílico (C₁₀-C₃₄) alifático saturado o insaturado son los ésteres de un ácido carboxílico (C₁₆-C₂₄) alifático.

Generalmente, el agente de nucleación está presente en una cantidad entre el 0,1 y el 4,0% en peso con respecto a la mezcla de polietileno. Preferentemente, el agente de nucleación está presente en una cantidad entre el 0,5 y el 1,0% en peso con respecto a la mezcla de polietileno.

65 Según una realización preferida de la invención, el agente de nucleación es etilenbisestearamida o talco.

La invención también se refiere a un procedimiento para la espumación física de polietileno en presencia de un agente de expansión físico, un agente de nucleación, un estabilizador de células y/u otros aditivos en el que el polietileno es una mezcla según la presente invención.

5 Preferentemente, el procedimiento de espumación tiene lugar a temperatura inferior a 118 °C.

Agentes de expansión físicos adecuados incluyen, por ejemplo, isobutano, CO₂, pentano, butano, nitrógeno y/o un fluorohidrocarburo.

10 Preferentemente, el agente de expansión físico es isobutano y/o CO₂.

Según una realización preferida de la invención, la composición según la invención contiene un estabilizador de células. Estos estabilizadores de células son modificadores de la permeabilidad que retardan la difusión de, por ejemplo, hidrocarburos tales como isobuteno para crear espumas dimensionalmente estables. (Gendron, Thermoplastic foam Processing, 2005, páginas 31 y 149)

15

Estabilizadores de células preferidos incluyen, por ejemplo, monoestearato de glicerol (GMS), monopalmitato de glicerol (GMP), palmitidas y/o amidas. Amidas adecuadas son, por ejemplo, estearilestearamida, palmitida y/o estearamida. Mezclas adecuadas incluyen, por ejemplo, una mezcla que comprende GMS y GMP o una mezcla que comprende estearamida y palmitamida.

20

Más preferentemente, el estabilizador de células es monoestearato de glicerol o estearamida.

La cantidad de estabilizador de células que va a añadirse depende del tamaño de célula. Generalmente, el estabilizador de células puede añadirse en una cantidad de entre el 0,1 y el 1,5% en peso con respecto a la mezcla de polietileno. Preferentemente, el estabilizador de células se añade en una cantidad entre el 0,5 y el 1% en peso con respecto a la mezcla de polietileno.

25

La composición puede contener adicionalmente otros aditivos tales como, por ejemplo, retardantes de la llama, pigmentos, lubricantes, promotores del flujo, agentes antiestáticos, estabilizadores de procesamiento, estabilizadores a largo plazo y/o estabilizadores de UV. Preferentemente, ceras tales como cera de polietileno se excluyen como aditivo. Los aditivos pueden estar presentes en cualquier cantidad deseada para ser determinada por el experto en la materia. La composición según la presente invención no comprende una cera de polietileno.

30

La composición también puede comprender otros polímeros tales como, por ejemplo, polietileno lineal de baja densidad (LLDPE) (copolímeros C₄, C₆ y C₈), etileno-acetato de vinilo (EVA), etileno-ácido metacrílico (EMA) y/o polietileno obtenidos con un catalizador de metaloceno que tiene, por ejemplo, una densidad en el intervalo entre 880 y 930 kg/m³. Preferentemente, el polietileno lineal de baja densidad (LLDPE) y/o polietileno obtenidos con un catalizador de metaloceno se aplican en cantidades entre, por ejemplo, el 5 y el 30% en peso con respecto a la cantidad total de LDPE y HDPE.

35

40

Otra ventaja de la composición según la invención es que no es necesaria la reticulación de la espuma para lograr estructura de células microcelulares.

La espuma microcelular según la invención tiene óptica similar a la obtenida por un procedimiento reticulado que es un procedimiento de múltiples etapas. Es una ventaja del procedimiento según la presente invención que el procedimiento sea un procedimiento de una sola etapa.

45

Es otra ventaja del procedimiento según la presente invención que se obtenga una espuma celular libre de corrugación.

50

Las condiciones de espumación en el procedimiento de espumación física dependen en parte del polietileno aplicado.

Además, se mejora la estabilidad de la burbuja de la delgada película y se obtiene una mayor cantidad de células cerradas después de la espumación. El uso de las composiciones según la presente invención produce células más cerradas que tienen al menos el 70% de estructura cerrada.

55

La espuma celular fina de la invención puede usarse, por ejemplo, en la producción de película, lámina, perfiles, barras y tubos. Ejemplos son laminado de espuma para el aislamiento de suelos, como sección de espuma para proteger placas de vidrio, como tubos de aislamiento del calor espumados para tuberías de agua caliente y como película de envasado espumado.

60

El documento GB1595106 se refiere a la fabricación de película de plástico de espuma que va a usarse como pared impresa o revestimientos de techos mientras que la espuma de la presente invención se aplicará en diferentes campos de aplicación tales como en la producción de película, lámina, perfiles, barras y tubos.

65

La espuma desvelada en el documento GB1595106 tiene una alta densidad de 400 kg/m³, mientras que la espuma de

polietileno según la presente invención tiene una densidad que preferentemente oscila entre 20 y 300 kg/m³

5 El documento GB1595106 desvela una película de plástico de espuma de células cerradas fabricada a partir de una mezcla de polímeros que comprende 90,5 - 99,9 % en peso de poliolefina de baja densidad y 0,1 - 9,5 % en peso de polímero cristalino. En caso de que el polímero cristalino seleccionado sea un polietileno de alta densidad, el documento GB1595106 enseña que la mezcla comprende 90,5 - 95 % en peso de poliolefina de baja densidad y 5-9, 5% en peso de polietileno de alta densidad. Este intervalo está fuera del intervalo de 0,5% en peso - 4,5% en peso según la presente invención. Si la mezcla según la presente invención comprende más del 4,5% en peso de HDPE, el fundido resultante pierde la viscosidad de alargamiento y como consecuencia la espumabilidad y el producto de espuma obtenido es difícil de manipular.

Además, la presente invención muestra que en caso de que la mezcla comprenda menos del 0,5% en peso de HDPE, el fundido resultante carece de resistencia del fundido y no puede prevenir la corrugación no deseada.

15 El documento JP 06128403 desvela la adición de un agente de expansión químico a una composición que contiene 100 partes en peso de polietileno de baja densidad con una densidad entre 890 y 925 kg/m³, 1-110 partes en peso de polietileno de alta densidad que tiene una densidad entre 945 y 961 kg/m³ y una cera de polietileno.

20 El documento JP 06128403 no da ninguna indicación para el intervalo específico entre el 0,5% en peso y el 4,5% en peso de polietileno de alta densidad.

El procedimiento según el documento JP 06128403 desvela una temperatura de espumación entre 130 °C y 160 °C, mientras que el procedimiento según la presente invención tiene lugar a una temperatura inferior a 118 °C.

25 El documento JP 06128403 enseña que el agente de expansión químico y la cera son esenciales para obtener un aislante altamente espumado. A diferencia, la espuma según la presente invención no se basa en un agente de expansión químico. Esta diferencia es esencial debido a que los agentes de expansión desempeñan una función muy importante en tanto la fabricación como el rendimiento de la espuma de polímero. Los agentes de expansión químicos y físicos son diferentes y la selección de los agentes de expansión es importante para las etapas de procesamiento y las condiciones de procedimiento.

30 Además, la espuma de la presente invención se aplicará en diferentes campos de aplicación tal como en la producción de película, lámina, perfiles, barras y tubos, mientras que el uso de la espuma según el documento JP 06128403 se restringe a cables aislantes altamente espumados con la observación de que un aislamiento de tubo y de cable es diferente.

La invención se elucidará por medio de los siguientes ejemplos no restrictivos.

Ejemplos I-IV y ejemplos comparativos A-D

40 Las fórmulas de espumación basadas en LDPE usadas se muestran en la tabla 1. Los materiales se combinaron en una extrusora de doble husillo ZSK-40. La viscosidad de cizallamiento de todos los materiales se midió en función de la temperatura usando DMS (barrido de temperatura a frecuencia fija de 1 Hz).

45 Las representaciones de los barridos de temperatura se muestran en la figura 1.

Los datos de viscosidad de cizallamiento a 110 °C y 97 °C, que se corresponden con la aparición de temperaturas de cristalización de HDPE y LDPE, se facilitan en la tabla 1.

50 Tabla 1: Las cantidades indicadas son en % en peso

	MFR de LDPE - 2	MFR de LDPE - 1	MFR de LDPE - 0,3	HDPE	EBS	SA	Viscosidad a 110 °C (Pa·s)	Viscosidad a 97 °C (Pa·s)	T a viscosidad = 10 ⁵ Pa·s (°C)	T a viscosidad = 10 ⁶ Pa·s (°C)
I		98		2			5 x 10 ⁴	4 x 10 ⁶	106	102
II		96		2	2		7 x 10 ⁴	4,5 x 10 ⁶	109	102
III		94		2	2	2	5 x 10 ⁴	4 x 10 ⁶	106	102
IV	98			2			4 x 10 ⁴	3,5x 10 ⁶	106	101

ES 2 426 947 T3

A			100	0			3×10^4	3×10^6	99	97
B		50	50	0			2×10^4	3×10^6	101	99
C		25	75	0			3×10^4	3×10^6	101	99
D	95			5			2×10^4	3×10^6	113	103

Los polímeros básicos usados en los ejemplos fueron:

- 5 1. HDPE : SABIC HDPE B6246,
caudal de fundido = 0,5 g/10 min, densidad = 962 kg/m³
- 10 2. MFR de LDPE - 2 : SABIC LDPE 2102TX00,
caudal de fundido = 1,9 g/10 min, densidad = 921 kg/m³
- 15 3. MFR de LDPE - 1 : SABIC LDPE 2101TN00,
caudal de fundido = 0,85 g/10 min, densidad = 921 kg/m³
- 20 4. MFR de LDPE - 0,3 : SABIC LDPE 2100T00,
caudal de fundido = 0,30 g/10 min, densidad = 921 kg/m³
- 25 5. EBS : etilenbisteamida; perlas de Crodamide EBS (Croda Chemicals Europe)
- 30 6. SA : Esteramida (Crodamida S)

El caudal de fundido de los polímeros básicos se midió a 2,16 kg de carga a 190 °C.

25 A temperaturas superiores al punto de aparición de la cristalización de HDPE (110 °C), todas las composiciones mostraron viscosidades del fundido casi comparables. Cuando se alcanzó la temperatura de cristalización de HDPE, las viscosidades de las mezclas de LDPE/HDPE en los ejemplos I-IV fueron superiores a las de las mezclas de LDPE en los ejemplos comparativos A-D. Con disminución adicional de la temperatura de 110 °C a 105 °C, las viscosidades de las mezclas de LDPE/HDPE continuaron aumentando, mientras que la viscosidad de LDPE puro y mezclas de LDPE permanecieron invariables. A la aparición de la temperatura de cristalización de LDPE (97 °C) hubo un aumento instantáneo de la viscosidad de cizallamiento para el LDPE puro y mezclas de LDPE/LDPE. En este momento, la superficie de la espuma cristalizó y no fue posible más expansión. Las mezclas de LDPE/HDPE también obtuvieron la misma viscosidad a 95 °C, pero el aumento no fue empinado como el LDPE puro o mezclas de LDPE/LDPE. Así, la ventana de operación para LDPE puro o mezclas de LDPE/LDPE se ensanchó por la incorporación de 2% de HDPE.

35 No se encontró que el ejemplo D que contiene 5% en peso de HDPE en LDPE fuera adecuado para espumación. Una comparación de curvas de DMS mostró que el aumento de la viscosidad es más empinado que en los ejemplos I-IV. El aumento de la resistencia del fundido con 5% en peso de HDPE fue demasiado alto para obtener buenos rendimientos de espumación.

40 Estos compuestos se alimentaron a la tolva de alimentación de una extrusora de un solo husillo de 60 mm convencional con una longitud de 40D que incluía un adaptador de cilindro enfriado con aceite con una longitud de 11 D. Adicionalmente, la extrusora se equipó con una mezcladora Sulzer para la mezcla a temperatura bien definida del fundido y boquilla anular de 0,5 x 50 mm. Después de fundirse las mezclas de resina-aditivo se inyectó dióxido de carbono en la masa resinosa fundida y se mezcló con la misma. Finalmente, la mezcla se extruyó a través del orificio de la boquilla produciéndose un tubo de espuma hueco. Tras salir del orificio de la boquilla, el tubo de espuma se expandió y se estiró en y sobre la superficie de un mandril que ayuda a moldear el tubo y a enfriarlo, enfriándose la superficie del mandril y "lubricándose" por aire en su interior.

50 Como se muestra en la figura 2, las composiciones según los ejemplos I-IV tienen mejoras significativas con respecto a la corrugación en comparación con los ejemplos comparativos A-B.

Ejemplo V y ejemplo comparativo E

55 La mezcla de LDPE/HDPE (SABIC HDPE B6246 y SABIC LDPE 2102TX00) según el ejemplo V en la tabla 2 se espumó en barras usando isobutano como agente de expansión. La espumación se realizó usando una extrusora de espuma de un solo husillo convencional equipada con una boquilla para barras de 25 mm, para lograr una densidad de 30 kg/m³. El retraso se calculó como tiempo necesario para el 100% de expansión (T100), si se conoce la velocidad de extrusión de la

ES 2 426 947 T3

espuma.

5 La espuma de LDPE (basada en SABIC HDPE B6246) según el ejemplo comparativo E alcanzó el 100% de expansión en 0,008 segundos, mientras que la espuma basada en la mezcla según el ejemplo V alcanzó el 100% de expansión en 0,02 segundos. Esto significa que el retardo se produjo por la elevada resistencia del fundido en mezclas de LDPE/HDPE con respecto a formulaciones de espuma basadas en LDPE.

Tabla 2: Cantidades en % en peso

	MFR de LDPE = 2, densidad = 921 kg/m ³	MFR de HDPE = 0,5, densidad = 962 kg/m ³	Estearamida	T100 segundos
E	98	0	2	0,008
V	97,5	0,5	2	0,02

REIVINDICACIONES

1. Espuma de polietileno físicamente soplada que tiene una densidad entre 20 y 300 kg/m³ basada en:
- 5 a. una mezcla que comprende 95,5% en peso - 99,5% en peso de polietileno de baja densidad y 0,5% en peso - 4,5% en peso de polietileno de alta densidad en la que el % en peso es con respecto a la cantidad total de polietileno de baja densidad y polietileno de alta densidad en la mezcla y en la que la composición no comprende una cera de polietileno,
- 10 b. un agente de nucleación, y
- c. un estabilizador de células.
2. Espuma de polietileno según la reivindicación 1, caracterizada porque la mezcla comprende 97,0% en peso - 99,5% en peso de polietileno de baja densidad y 0,5% en peso - 3,0% en peso de polietileno de alta densidad.
- 15 3. Espuma de polietileno según una cualquiera de las reivindicaciones 1-2, caracterizada porque la densidad del polietileno de baja densidad oscila entre 921 kg/m³ y 935 kg/m³
- 20 4. Un procedimiento para la espumación física de polietileno a una temperatura inferior a 118 °C en presencia de un agente de expansión físico y un agente de nucleación para obtener una espuma de polietileno físicamente soplada que tiene una densidad entre 20 y 300 kg/m³, caracterizado porque el polietileno es una mezcla que comprende 95,5% en peso - 99,5% en peso de polietileno de baja densidad y 0,5% en peso - 4,5% en peso de polietileno de alta densidad, en el que el % en peso es con respecto a la cantidad total de polietileno de baja densidad y polietileno de alta densidad en la mezcla, en el que durante el procedimiento está presente un estabilizador de células y en el que la composición no
- 25 comprende una cera de polietileno.
5. Un procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque el agente de expansión es isobutano, CO₂, pentano, butano, nitrógeno y/o un fluorohidrocarburo.
- 30 6. Un procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque el agente de expansión es isobutano o CO₂.
7. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 4-6, caracterizado porque el agente de nucleación es talco, sílice, una mezcla de bicarbonato sódico y ácido cítrico, una amida, una amina y/o un éster de un ácido carboxílico (C₁₀-C₃₄) alifático saturado o insaturado.
- 35 8. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 4-7, caracterizado porque el estabilizador de células es monoestearato de glicerol, monopalmitato de glicerol, palmitamida y/o una amida.
9. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 4-8, caracterizado porque la mezcla se obtiene combinando HDPE y LDPE durante la granulación después de la producción de LDPE.
- 40 10. Uso de la espuma de polietileno según cualquiera de las reivindicaciones 1-3 y uso de la espuma de polietileno obtenida mediante el procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 4-9 en la producción de películas, láminas, perfiles, barras y tubos.

Figura 1



