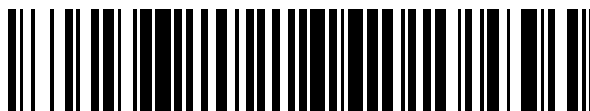


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 602 909**

51 Int. Cl.:

B29C 44/34 (2006.01)
C08J 9/00 (2006.01)
C08J 9/228 (2006.01)
B29K 105/00 (2006.01)
B29K 105/04 (2006.01)
B29K 67/00 (2006.01)
B29K 77/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **04.09.2013 PCT/EP2013/068218**
 87 Fecha y número de publicación internacional: **13.03.2014 WO14037361**
 96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.09.2013 E 13758846 (3)**
 97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **31.08.2016 EP 2892702**

54 Título: **Método y dispositivo para la preparación de microesferas termoplásticas expandidas**

30 Prioridad:

07.09.2012 EP 12183419
07.09.2012 US 201261697997 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
22.02.2017

73 Titular/es:

AKZO NOBEL CHEMICALS INTERNATIONAL B.V.
(100.0%)
Velperweg 76
6824 BM Arnhem, NL

72 Inventor/es:

SVEDBERG, LARS-OLOF y
AJDÉN, PER

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 602 909 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

Método y dispositivo para la preparación de microesferas termoplásticas expandidas

Descripción detallada de la invención

5 La presente invención se refiere a un método de producción de microesferas termoplásticas expandidas, y a un dispositivo para la expansión de tales microesferas expandibles térmicamente.

10 Las microesferas termoplásticas expandibles térmicamente se conocen en la técnica y se describen en detalle en, por ejemplo, la patente de EE.UU. N° 3.615.972 y las patentes EP-486080, EP-566367 y EP-1067151. En tales microesferas, se encapsula un agente espumante en el interior de una envolvente termoplástica. Con el calentamiento se evapora el agente espumante, aumentando la presión interna, al tiempo que se reblandece la envolvente, lo que da lugar a una expansión significativa de las microesferas, normalmente de 2 a 5 veces su diámetro.

15 Las microesferas termoplásticas se pueden utilizar sin expandir o expandidas previamente en diversas aplicaciones. Los ejemplos de aplicaciones de las microesferas expandidas previamente son las resinas con base de solventes, como el poliéster, para las esferas secas, y los sistemas de aplicación con base de agua, como la pintura, para las esferas húmedas. Sin embargo, el transporte de las microesferas expandidas previamente requiere un espacio importante, razón por la cual las microesferas se transportan a menudo hasta el usuario final en forma no expandida y se expanden in situ.

20 La patente WO 2004/056549 describe un procedimiento y un dispositivo que son útiles para la preparación in situ de microesferas termoplásticas expandidas, en donde las microesferas expandibles se cargan en un dispositivo de expansión que comprende unos medios de alimentación rotativos recubiertos por un cuerpo hueco, y uno o más raspadores. El procedimiento y el dispositivo de expansión funcionan bien pero precisan un espacio importante y requieren un equipo relativamente complicado.

25 La patente de EE.UU. 3.257.103 describe un método y un dispositivo para la expansión de perlas de poliestireno en un recipiente de elementos de tamizado permeables al vapor de agua.

30 La patente de EE.UU. 6.358.459 B1 describe un método para la producción de cuerpos moldeados que comprenden partículas de espuma. Las partículas de espuma se conforman y se sueldan entre sí utilizando energía de microondas. Las partículas de espuma se alojan en una bolsa de un material similar al papel de plata. La bolsa se conforma manualmente o se conforma mediante la utilización de un molde de conformado con cambio simultáneo de la forma de las partículas de espuma, y se vacía en un envase denso. Se utiliza energía de microondas para fundir entre sí al menos la superficie de las partículas de espuma. El método es una técnica de fabricación de envases, en particular de envases especializados para modelos, pequeñas tandas de producción, prototipos y similares. Las partículas de espuma pueden ser unas partículas expandidas previamente que contienen un agente de expansión, que se descompone bajo irradiación con la energía de microondas para que las partículas se expandan hasta su tamaño final. El agente de expansión tiene una temperatura de descomposición o de ebullición que excede la temperatura de fusión del polímero utilizado, de modo que, cuando se calienta a esta temperatura, se garantiza que no sólo el agente de expansión se descomponga, sino que el polímero también tenga una suficiente cantidad de calor y de masa fundida.

35 40 Un objeto de la invención es proporcionar un método de preparación de microesferas termoplásticas expandidas en equipos relativamente simples que no requieren un espacio amplio y que son fáciles de manejar, que por eso son adecuados para su uso en el lugar donde se van a utilizar las microesferas expandidas y que ahorran volúmenes de transporte importantes. Por otra parte, un objeto de la invención es proporcionar un método de preparación de microesferas termoplásticas expandidas, que aporte un mínimo de aglomeración, donde se pueda controlar fácilmente el grado de expansión de las microesferas para proporcionar las densidades deseadas de las microesferas expandidas, en particular para obtener una estrecha distribución de la densidad. También es un objeto proporcionar un método discontinuo en el que sea fácil de controlar los ciclos de tiempo y temperatura y en donde sea posible controlar la adición de aditivos a las microesferas, por ejemplo de aditivos a ser adheridos a la superficie de las mismas. Un objeto adicional de la invención es proporcionar un dispositivo de expansión para preparar microesferas termoplásticas expandidas que sea adecuado para el método mencionado anteriormente.

45 50 De acuerdo con la invención, se ha encontrado sorprendentemente que es posible conseguir los objetos mencionados anteriormente mediante el método de preparación de microesferas termoplásticas expandidas de acuerdo con la reivindicación 1.

La invención se refiere además a un dispositivo de expansión para preparar microesferas termoplásticas expandidas de acuerdo con la reivindicación 7.

55 Preferiblemente, el recipiente flexible se fabrica con un material que pueda soportar las temperaturas durante la expansión sin fundirse o romperse, preferiblemente unas temperaturas de hasta al menos 100°C, lo más preferiblemente hasta al menos 150°C y particularmente al menos 200°C. Los materiales útiles incluyen materiales

polímeros, tales como la poliamida, el poli(tereftalato de etileno) (PET) u otro tipo de materiales con propiedades similares.

Mediante la expresión "flexible" se entiende algo que puede ser doblado o flexionado sin romperse.

Mediante la expresión "recipiente flexible" se entiende una bolsa, un saco o algo equivalente.

5 La expresión "material impermeable a los gases", como se utiliza en la presente memoria, significa que la velocidad de difusión del isobutano a través del material es menos de 4 g de isobutano por minuto y m^2 , a una temperatura de 150°C y a una diferencia de presión de 0,5 bar en la presión parcial del isobutano. Preferiblemente, la velocidad de difusión en estas condiciones es menor de 3 g por minuto y m^2 , lo más preferiblemente menos de 2 g por minuto y m^2 .

10 El método y el dispositivo de expansión permiten la producción discontinua de microesferas termoplásticas expandidas, las cuales se pueden controlar fácilmente mediante el ajuste del tiempo y la temperatura durante la expansión de las mismas.

El método y el dispositivo de expansión de acuerdo con la invención se pueden utilizar para todos los tipos conocidos de microesferas termoplásticas expandibles que se determinan en la presente memoria, tales como los comercializados bajo la marca comercial Expancel®. En la bibliografía se describen microesferas expandibles útiles, por ejemplo en las patentes de EE.UU. 3.615.972, 3.945.956, 4.287.308, 5.536.756, 6.235.800, 6.235.394 y 6.509.384, 6.617.363 y 6.984.347, en las publicaciones de solicitudes de patente de EE.UU. 2004/0176486 y 2005/0079352, en las patentes EP-486080, EP-1230975, EP-1288272, EP-1598405, EP-1811007 y EP-1964903, en las patentes WO 2002/096635, WO 2004/072160, WO 2007/091960, WO 2007/091961 y WO 2007/142593, y en las patentes japonesas abiertas a la inspección pública N° 1987-286.534 y 2.005-272.633.

Típicamente, las microesferas termoplásticas expandibles adecuadas tienen una envoltente termoplástica fabricada a partir de polímeros o copolímeros que se pueden obtener mediante la polimerización de diversos monómeros etilénicamente insaturados, que pueden ser monómeros que contienen nitrilo, tales como el acrilonitrilo, el metacrilonitrilo, el alfa-cloroacrilonitrilo, el alfa-etoxiacrilonitrilo, el fumaronitrilo o el crotonitrilo; ésteres acrílicos, tales como el acrilato de metilo o el acrilato de etilo; ésteres del ácido metacrílico tales como el metacrilato de metilo, el metacrilato de isobornilo o el metacrilato de etilo; haluros de vinilo, tales como el cloruro de vinilo; haluros de vinilideno, tales como el cloruro de vinilideno; ésteres de vinilo, tales como el acetato de vinilo; estirenos, tales como el estireno, los estirenos halogenados o el alfa-metil-estireno; dienos, tales como el butadieno, el isopreno y el cloropreno; u otros tipos de monómeros, tales como la vinilpiridina. También se puede utilizar cualquier mezcla de los monómeros anteriormente mencionados.

A veces puede ser deseable que los monómeros para la envoltente de polímero también comprendan monómeros de reticulación multifuncionales, tales como uno o más de divinilbenceno, di(met)acrilato de etilenglicol, di(met)acrilato de dietilenglicol, di(met)acrilato de trietilenglicol, di(met)acrilato de propilenglicol, di(met)acrilato de 1,4-butanodiol, di(met)acrilato de 1,6-hexanodiol, di(met)acrilato de glicerol, di(met)acrilato de 1,3-butanodiol, di(met)acrilato de neopentilglicol, di(met)acrilato de 1,10-decanodiol, tri(met)acrilato de pentaeritritol, tetra(met)acrilato de pentaeritritol, hexa(met)acrilato de pentaeritritol, di(met)acrilato de dimetilol triciclohexano, tri(met)acrilato de trialilformal, metacrilato de alilo, tri(met)acrilato de trimetilolpropano, triacrilato de trimetilolpropano, di(met)acrilato de tributanodiol, di(met)acrilato de PEG #200, di(met)acrilato de PEG #400, di(met)acrilato de PEG #600, monoacrilato de 3-acrilolioxiglicol, isocianato de triacrilformal o trialilo, isocianurato de trialilo, etc. Si tales monómeros de reticulación están presentes, constituyen preferiblemente de 0,1 a 1% en peso, lo más preferiblemente de 0,2 a 0,5% en peso, de la cantidad total de monómeros en la envoltente de polímero. Preferiblemente, la envoltente de polímero constituye de 60 a 95% en peso, lo más preferiblemente 75 a 85% en peso, del total de la microesfera.

La temperatura de reblandecimiento de la envoltente de polímero, que normalmente corresponde a su temperatura de transición vítrea (T_g), está preferiblemente dentro del intervalo de 50 a 250°C, o de 100 a 230°C.

Normalmente, el agente espumante encapsulado en la microesfera por la envoltente de polímero es un líquido que tiene una temperatura de ebullición no superior a la temperatura de reblandecimiento de la envoltente de polímero termoplástico. El agente espumante, también referido como agente de soplado o propulsor, puede ser al menos uno de un hidrocarburo tal como el n-pentano, isopentano, neopentano, butano, isobutano, hexano, isohexano, neohexano, heptano, isoheptano, octano e isooctano, o cualquier mezcla de los mismos. Asimismo, se pueden utilizar otros tipos de hidrocarburos, tales como el éter de petróleo, e hidrocarburos clorados o fluorados, tales como el cloruro de metilo, cloruro de metileno, dicloroetano, dicloroetileno, tricloroetano, tricloroetileno, triclorofluorometano, etc. Los agentes espumantes particularmente preferidos comprenden al menos uno de isobutano, isopentano, isohexano, ciclohexano, isooctano, isododecano, y las mezclas de los mismos. El agente espumante adecuadamente constituye de 5 a 40% en peso de la microesfera.

El punto de ebullición del agente espumante a presión atmosférica puede estar dentro de un amplio intervalo, preferiblemente de -20 a 200°C, más preferiblemente de -20 a 150°C, y lo más preferiblemente de -20 a 100°C.

Las microesferas termoplásticas expandibles térmicamente se calientan para efectuar la expansión de las mismas. La temperatura a la que se inicia la expansión de las microesferas se llama T_{inicial} , mientras que la temperatura a la que se alcanza la máxima expansión se llama $T_{\text{máx}}$, ambas determinadas a una velocidad de aumento de la temperatura de 20°C por minuto. Las microesferas expandibles térmicamente utilizadas en la presente invención tienen adecuadamente una T_{inicial} de 60 a 200°C, preferiblemente de 70 a 180°C, lo más preferiblemente de 80 a 150°C. Las microesferas expandibles térmicamente utilizadas en la presente invención tienen adecuadamente una $T_{\text{máx}}$ de 50 a 300°C, preferiblemente de 100 a 250°C, lo más preferiblemente 120 a 200°C.

Las microesferas expandibles tienen preferiblemente un diámetro medio en volumen de 1 a 500 μm , más preferiblemente de 5 a 100 μm , lo más preferiblemente de 10 a 70 μm , según se determina por dispersión de luz láser en muestras húmedas en un aparato Malvern Mastersizer Hydro 2000 SM. Mediante el calentamiento a una temperatura por encima de la T_{inicial} , normalmente es posible expandir las microesferas de 2 a 5 veces su diámetro o más, preferiblemente de 3 a 5 veces su diámetro.

De acuerdo con la invención, el gas se extrae del recipiente flexible durante y/o después de la expansión de las microesferas, para garantizar que el agente espumante que se desprende de las microesferas no forme con el aire en el recipiente flexible una mezcla explosiva. Esto se puede hacer mediante la utilización de una presión por debajo de la atmosférica o vacío. El gas se puede extraer del recipiente flexible por medio de un conducto, preferiblemente provisto de un filtro a través del cual pasa el gas, evitando de este modo que las microesferas sean extraídas junto con el gas.

Durante la expansión se agitan dentro del recipiente flexible las microesferas, por ejemplo mediante girar el recipiente o sacudir las microesferas dentro del recipiente, o mediante una combinación de los mismos.

Las microesferas expandibles también se pueden mezclar previamente, preferiblemente antes de la expansión, con un agente dispersante que evita la aglomeración de las microesferas. Lo más preferiblemente, las microesferas expandibles se mezclan previamente con un agente dispersante tal antes de entrar en el dispositivo de expansión, pero también se pueden mezclar con el agente dispersante en el interior del dispositivo de expansión.

El agente dispersante adecuado está preferiblemente en forma de partículas finas, normalmente sólidas, que tienen un diámetro de partículas en el intervalo de 1 nm a 1 mm, preferiblemente de 10 nm a 30 μm . Los ejemplos de agentes dispersantes son sustancias inorgánicas tales como: polvo de aluminio, carbonato de magnesio, fosfatos de magnesio, hidróxido de magnesio, dolomita, carbonato de calcio, fosfatos de calcio, sulfato de calcio, talco, caolín, óxidos de silicio, óxidos de hierro, óxido de titanio, dióxido de titanio, óxidos e hidróxidos de aluminio, óxido de cinc, hidrotalcita, mica, baritina, esferas de vidrio, cenizas volantes, arena fina, fibras minerales y fibras de refuerzo en general, wollastonita, feldespatos, tierra de diatomeas, perlititas, vermiculitas, cuarzo hueco y esferas cerámicas. También se pueden utilizar compuestos orgánicos, especialmente polímeros con una temperatura de reblandecimiento suficientemente alta, y celulosa, harina de madera, negro de carbón, fibras de carbono y fibras de grafito. Preferiblemente, el agente dispersante es un óxido de silicio, tal como el dióxido de silicio (sílice). Otro agente dispersante preferido es el dióxido de titanio. El agente dispersante se puede utilizar en forma pura o puede estar tratada su superficie de diferentes maneras con el fin de aumentar el efecto de evitar la aglomeración. Una forma de tratar la superficie del agente dispersante es hacerla hidrófoba. La relación en peso del agente dispersante añadido a las microesferas depende del agente dispersante que se utilice, pero en la mayoría de los casos es adecuadamente de 1:1000 a 5:1, preferiblemente de 1:500 a 1:1, aún más preferiblemente de 1:100 a 1:3, y lo más preferiblemente de 1:25 a 1:5. Normalmente la cantidad añadida de agente dispersante puede ser de 1 a 20% en peso, preferiblemente de 2 a 10% en peso, en base al peso total de las microesferas.

La densidad de las microesferas expandidas se controla mediante la elección de la adecuada temperatura de calentamiento y/o espacio de tiempo durante el cual las microesferas están presentes en el dispositivo de expansión. Durante la expansión, la temperatura en el dispositivo de expansión está adecuadamente por encima de la T_{inicial} , preferiblemente 5 a 150°C por encima de la T_{inicial} , lo más preferiblemente 20 a 50°C por encima de la T_{inicial} . El tiempo medio de residencia de las microesferas en el dispositivo de expansión es preferiblemente de 30 s a 4 h, preferiblemente de 1 minuto a 100 minutos, lo más preferiblemente de 1 minuto a 20 minutos.

En el método y el aparato de acuerdo con la invención se pueden utilizar microesferas expandibles térmicamente tanto húmedas como secas. Sin embargo, la invención es especialmente adecuada para las microesferas expandibles térmicamente que tienen un bajo contenido de humedad. Adecuadamente, las microesferas expandibles térmicamente tienen un contenido de sólidos secos de más de 50% en peso, preferiblemente más de 80% en peso, lo más preferiblemente más de 97% en peso (el contenido de sólidos secos se calcula después de secar a 50°C, durante 90 minutos, 2-3 g de microesferas Expancel® sin expandir).

El dispositivo de expansión de acuerdo con la invención comprende un recipiente flexible como se definió anteriormente. Los medios de calentamiento de las microesferas expandibles térmicamente pueden ser una estufa, un horno, un armario de calentamiento o una vitrina de calefacción. También pueden ser cualquier otro tipo de medios para aumentar la temperatura de las mismas, por ejemplo un espacio calentado en el que se coloca el recipiente.

El dispositivo de expansión comprende, además, unos medios de extracción de gas del recipiente flexible. Tales medios de extracción de gas del recipiente pueden ser un conducto provisto de un filtro, que está conectado al recipiente. Dichos medios, a su vez, pueden estar conectados a una fuente de presión por debajo de la atmosférica o vacío para conseguir la extracción del gas del recipiente.

- 5 El dispositivo de expansión comprende, además, unos medios de agitación de las microesferas expandibles térmicamente durante la expansión de las mismas. Los medios de agitación pueden ser unos medios de rotación mediante, por ejemplo, la rotación del recipiente flexible. También pueden ser unos medios de agitación mediante, por ejemplo, la agitación de las microesferas expandibles en el recipiente flexible con un agitador magnético u otro tipo de agitador.
- 10 La velocidad de rotación de los medios de rotación puede ser, por ejemplo, de 1 a 100 rpm, preferiblemente de 5 a 90 rpm, lo más preferiblemente de 7 a 30 rpm.

La Figura 1 es una representación de un dispositivo de expansión de acuerdo con la presente invención.

- 15 La Figura 1 muestra una realización de un dispositivo de expansión 1 de la presente invención. Las microesferas expandibles se cargan en un recipiente flexible 2, tal como una bolsa, fabricado por ejemplo con poli(tereftalato de etileno) o poliamida. El recipiente flexible 2 que contiene las microesferas expandibles se inserta en unos medios de calentamiento 3 de las microesferas para efectuar la expansión de las mismas. Los medios de calentamiento 3 de las microesferas pueden ser un horno o cualquier equipo equivalente. Las microesferas se calientan a una temperatura que sea suficiente para alcanzar la densidad deseada. La temperatura exacta depende de la calidad de las microesferas y puede ser, por ejemplo, de 100 a 250°C o de 140 a 200°C.

- 20 El dispositivo de expansión 1 comprende, además, unos medios de extracción de gas 4 del recipiente flexible 2. Estos medios pueden ser, por ejemplo, un conducto 4 conectado al recipiente flexible y provisto de un filtro (no mostrado) que impide que las microesferas sean extraídas junto con el gas. El conducto 4, a su vez, puede estar conectado a una fuente de vacío para extraer el gas del recipiente flexible 2. Durante la expansión de las microesferas, se pueden liberar pequeñas cantidades del agente espumante (por ejemplo isobutano, isopentano y/u otros tipos de hidrocarburos), lo que puede provocar el riesgo de formación de una mezcla explosiva en el recipiente flexible 2. Mediante la extracción del gas del recipiente, este riesgo se reduce de manera significativa.

El dispositivo de expansión comprende, además, unos medios de agitación 5. Tales medios de agitación pueden ser unos medios de rotación, que hacen girar el recipiente flexible con las microesferas durante la expansión. Mediante la agitación de las microesferas durante la expansión se disminuye el riesgo de aglomeración de las microesferas.

- 30 Después de completada la expansión, se extrae la mayor parte del gas que queda en la bolsa. A continuación, se puede inyectar una pequeña cantidad de aire en el recipiente flexible para eliminar del filtro las microesferas.

La bolsa flexible 2 se retira de los medios de calentamiento y se descarga de los medios de extracción de gas 4 y de agitación 5, y se puede llevar a cualquier punto donde se tenga la intención de utilizar las microesferas expandidas.

Ejemplos

- 35 La invención se describirá adicionalmente en conexión con los siguientes ejemplos que, sin embargo, no se deben interpretar que limitan el alcance de la invención de otro modo que el definido mediante las reivindicaciones adjuntas. Si no se indica lo contrario, todas las partes y porcentajes se refieren a partes y porcentajes en peso.

Ejemplo 1

- 40 En un dispositivo como el mostrado en la Figura 1 se prepararon unas microesferas expandidas de acuerdo con el siguiente procedimiento: 1,1 kg de Expancel® M190 DUT 80 (microesferas expandibles mezcladas con 15% en peso de una sílice cuya superficie se había tratado) se cargaron en una bolsa de poliamida de 200 litros que tenía un espesor de 40 µm. La bolsa se colocó en una estufa y se conectó a un conducto provisto de un filtro, mediante la inserción del conducto en la bolsa. Durante la expansión, se hizo girar el recipiente a 13 rpm para proporcionar una agitación adecuada. Cuando se inició el calentamiento y la expansión, se extrajo el gas a través del conducto.
- 45 Después de 6 minutos a 152°C, se completó la expansión y se expulsó la mayor parte del gas que quedaba en la bolsa. A continuación, se inyectó en la bolsa una pequeña cantidad de aire para eliminar del filtro las microesferas expandidas. Finalmente, se cortó la parte de la bolsa donde se había conectado el conducto y la bolsa con las microesferas expandidas se llevó al lugar de utilización. La densidad de la mezcla obtenida fue de 15 kg/m³.

Ejemplo 2

- 50 Se siguió el Ejemplo 1, excepto que se mezclaron 180 g de Expancel® 461 DU 40 (microesferas expandibles) con 829 g de TiO₂ para obtener una mezcla homogénea. La mezcla se colocó en una bolsa como se determina en el Ejemplo 1, y se expandió a 140°C durante 3,5 minutos. La velocidad de rotación durante la expansión fue de 13 rpm. La densidad de la mezcla obtenida fue de 97 kg/m³.

Ejemplo 3

Se siguió el Ejemplo 1, excepto que se mezclaron 500 g de Expancel® 461 DU 40 (microesferas expandibles) con 1.500 g CaCO₃ para obtener una mezcla homogénea. La mezcla se colocó en una bolsa como se determina en el Ejemplo 1 y se expandió a 140°C durante 3,5 minutos. La velocidad de rotación durante la expansión fue de 13 rpm. La densidad de la mezcla obtenida fue de 113 kg/m³.

REIVINDICACIONES

- 5 1.- Un método de preparación de microesferas termoplásticas expandidas a partir de microesferas termoplásticas expandibles térmicamente que comprenden una envoltura de un material polímero que encapsula un agente espumante, comprendiendo dicho método calentar las microesferas expandibles en el interior de un recipiente flexible (2), fabricado con un material impermeable a los gases, para efectuar la expansión de dichas microesferas, y extraer el gas de dicho recipiente flexible (2), y agitar dichas microesferas expandibles térmicamente durante la expansión.
- 2.- Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde se extrae el gas de dicho recipiente flexible (2) a través de un conducto (4) provisto de un filtro.
- 10 3.- Un método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde se realiza la agitación mediante la rotación del recipiente flexible (2) durante la expansión de las microesferas.
- 4.- Un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en donde las microesferas expandibles térmicamente se mezclan previamente con un agente dispersante para evitar la aglomeración de dichas microesferas.
- 15 5.- Un método de acuerdo con la reivindicación 4, en donde dicho agente dispersante es el dióxido de silicio o el dióxido de titanio.
- 6.- Un método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 2 a 5, en donde, después de completada la expansión, se inyecta gas a través de dicho filtro para eliminar del mismo las microesferas.
- 20 7.- Un dispositivo de expansión (1) para preparar microesferas termoplásticas expandidas de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1-6, comprendiendo dicho dispositivo un recipiente flexible (2) fabricado con un material impermeable a los gases y unos medios de calentamiento (3) de las microesferas termoplásticas expandibles térmicamente en el recipiente flexible (2), para efectuar la expansión de dichas microesferas, y unos medios de extracción de gas (4) de dicho recipiente flexible (2), y unos medios de agitación (5) de dichas microesferas expandibles térmicamente.
- 25 8.- Un dispositivo de acuerdo con la reivindicación 7, donde dichos medios de agitación (5) son unos medios de rotación o unos medios de sacudida.
- 9.- Un dispositivo de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 7 u 8, en donde dichos medios de calentamiento (3) son una estufa.
- 30 10.- Un dispositivo de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 7-9, en donde dicho recipiente flexible (2) es una bolsa.
- 11.- Un dispositivo de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 7-10, en donde dicho recipiente flexible (2) se fabrica con poliamida o poli(tereftalato de etileno).
- 12.- Un dispositivo de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 7-11, en donde dichos medios de extracción de gas (4) son un conducto provisto de un filtro.

Fig. 1

