

OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



1 Número de publicación: **2 638 316**

51 Int. Cl.: B29K 23/00 (2006.01) B29K 509/00 (2006.01) B29K 21/00 (2006.01) B29C 44/04 (2006.01) C08J 9/12 (2006.01) C08K 3/34 (2006.01) B29L 31/00 (2006.01) C08J 9/00 (2006.01)

(12)	TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA			Т3
96 Fecha de presentació	n y número de la solicitud europea:	29.06.2012	E 12290217 (4)	
(97) Fecha y número de p	ublicación de la concesión europea:	24.05.2017	EP 2679621	

⁽⁵⁴⁾ Título: Eficacia de nucleación del talco en el comportamiento espumante y estructura celular de espumas con base en polímeros

(45)	Fecha de publicación y mención en BOPI de la
Ū	traducción de la patente:
	19.10.2017

Titular/es:
IMERYS TALC EUROPE (100.0%) 2 Place Edouard Bouillière 31100 Toulouse, FR
72 Inventor/es:
MELI, GILLES
Agente/Representante: CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

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

Eficacia de nucleación del talco en el comportamiento espumante y estructura celular de espumas con base en polímeros.

Campo de la invención

20

25

30

5 La presente invención se refiere a espumas con base en polímeros que tienen estructura celular mejorada y que usan talco como un agente de nucleación. La invención se refiere además a métodos para proporcionar tales espumas y su uso.

Antecedentes de la invención

Uno de los principales desafíos que implican materiales poliméricos radica en el desarrollo de componentes cada vez más ligeros con propiedades mejoradas para su uso en aplicaciones tales como envasado de alimentos o la industria automotriz. Una estrategia posible combina la reducción de peso por espumado de un material base con la incorporación de cargas de refuerzo y/o funcionales que actúan como nucleantes o promotores de celdas. Los agentes nucleantes de celdas se usan comúnmente en procesos poliméricos de espumado para potenciar la nucleación de celdas. Con la presencia de agentes nucleantes, la nucleación heterogénea se convierte en el modo predominante de nucleación de celdas durante los procesos de espumado polimérica.

Las espumas de polipropileno son conocidas en la técnica, pero tienen reducida rigidez y resistencia mecánica en comparación con el polipropileno convencional. El aumento de los precios del petróleo ha contribuido al aumento de los costos de producción de las resinas plásticas y los productos plásticos acabados. Dado que los costes de la resina plástica típicamente ascienden a 50 a 60% del coste total de cualquier producto plástico dado, una reducción de las cantidades de resina en los plásticos manteniendo al mismo tiempo las propiedades mecánicas y otras de los

productos plásticos tiene un beneficio económico considerable.

El documento WO 2010/065053 A1 describe el uso de composiciones de nucleación de celdas en la producción de espumas de polihidroxialcanoato. Se utilizó una amplia gama de agentes de nucleación, incluyendo una elevada proporción de talco (FlexTalc® 610D). Los polihidroxialcanoatos son polímeros biodegradables y principalmente de interés para la producción de películas biodegradables para envasado de alimentos. No se dan indicaciones de las propiedades de las espumas obtenidas, en comparación con los productos no espumados.

El documento KR 10-0837106 B1 describe un método para preparar láminas espumadas de polipropileno no reticulado que comprende las etapas de extrusión de una mezcla de 93 a 98 partes en peso de un homopolímero de polipropileno con hasta 3 partes en peso de talco, seguido de espumado por inyección de 1 a 4 partes en peso de gas butano como agente espumante. No hay ninguna indicación sobre las propiedades físicas (tales como densidad, resistencia mecánica o rigidez) del producto terminado.

El documento DE 10 2004 008201 A1 describe composiciones de espuma a base de polímeros que comprenden un polímero y una carga de partículas. Sin embargo, estas espumas tienen una reducción de peso insatisfactoria en relación con la reducción de sus propiedades físicas tras la espumado.

35 El documento KR 10-2007-0028736 A describe espumas rígidas para materiales del interior de automóviles preparadas a partir de una resina compuesta preparada mezclando en estado fundido 5 a 10 partes en peso de un talco con un tamaño medio de partícula de 10 a 13 μm y de 0,1 a 0,4 partes en peso de un antioxidante con 100 partes en peso de una mezcla de resina que comprende de 90 a 95 partes en peso de una resina de polipropileno.

Sumario de la invención

40 La presente invención se define en las reivindicaciones adjuntas.

En un aspecto, la presente invención se refiere a una composición de espuma a base de un polímero que comprende un polímero; y de 0,1% en peso hasta 20% en peso de partículas de talco, con base en el peso total de la composición. El polímero es un polímero de polipropileno y las partículas de talco son un talco microcristalino que tiene un área superficial de BET de 5 a 25 m2g-1.

- 45 En una realización de acuerdo con la invención, el polímero usado para la composición de espuma a base de polímero es un homopolímero de polipropileno. De acuerdo con una realización de la presente invención, el polímero puede ser el componente principal de la composición de espuma a base de polímero (es decir, más del 50% en peso de la composición).
- 50 De acuerdo con ciertas realizaciones de la presente invención, la composición de espuma a base de polímero puede 50 producirse mediante un proceso de extrusión-mezcla y espumado de dos etapas, o un proceso de espumado moldeado por inyección de una sola etapa, tal como el procedimiento de espumado con Mucell®. Estos procedimientos se explicarán con más detalle en la sección de Ejemplos de la presente descripción.

Un segundo aspecto de la presente invención es el uso de las composiciones de espuma a base de polímeros en la producción de productos de envasado de alimentos y/o en la producción de piezas de plástico para vehículos automotrices, así como en productos de embalaje en general, espumas de aislamiento térmico y/o acústico, tuberías, bienes de consumo y electrodomésticos.

- 5 Un tercer aspecto de la presente invención proporciona composiciones y productos que comprenden una composición de espuma a base de polímero de acuerdo con ciertas realizaciones de la presente invención. Estos productos pueden ser, por ejemplo, productos de envasado de alimentos, o partes estructurales para la industria del automóvil.
- 10 Un cuarto aspecto de la presente invención proporciona métodos para formar las composiciones de espuma a base de polímeros que implican un proceso de extrusión-mezcla y espumado de dos etapas, o un procedimiento de moldeo por extrusión y espumado de una sola etapa, tal como por ejemplo Mucell®.

La espuma polimérica nucleada de ciertas realizaciones de la invención desarrolla un buen efecto de nucleación que permite disminuir la densidad del material sin afectar negativamente a las propiedades mecánicas generales y, por lo tanto, permite que el rendimiento del material se acerque a aquella del material no espumado.

15 Breve descripción de las figuras

Las realizaciones ejemplares de la invención se ilustrarán adicionalmente haciendo referencia a las siguientes figuras:

La figura 1a muestra una imagen de microscopio electrónico de barrido (SEM) de un talco que tiene una estructura microcristalina;

20 La figura 1b muestra una imagen de microscopio electrónico de barrido (SEM) de un talco que tiene una estructura macrocristalina;

La figura 2 muestra un esquema del proceso de espumado por disolución de CO₂ tal como se utiliza en un proceso de extrusión-mezcla y espumado de dos etapas;

La figura 3 muestra un diagrama de muestras de espuma producidas usando un proceso de espumado de moldeo 25 por inyección de una sola etapa;

La figura 4 muestra esquemáticamente la orientación de las celdas y sus tamaños de celdas qVD y qWD;

La figura 5 muestra una única pinza en voladizo, tal como se utiliza para la caracterización por DMTA de las muestras;

Las figuras 6 a 21 muestran micrografías de SEM de las espumas de acuerdo con los Ejemplos 1 a 7 y los Ejemplos 30 comparativos 1 y 8 a 12 a diversas escalas;

La figura 22 muestra una ilustración de las mediciones de la dirección del flujo (FD) y de la dirección transversal (TD) de la estructura celular de las espumas producidas de acuerdo con el proceso de espumado mediante moldeo por inyección de una sola etapa;

Las figuras 23 a 40 muestran micrografías de SEM de las espumas de acuerdo con los Ejemplos 8 a 19 y los Ejemplos comparativos 13 a 16 a diversas escalas;

Las figuras 41 a 58c muestran micrografías de SEM de las espumas de acuerdo con los Ejemplos 20 a 31 y los Ejemplos comparativos 17 a 20 a diversas escalas.

Descripción detallada de la invención

45

40 La presente invención de acuerdo con las reivindicaciones adjuntas proporciona espumas poliméricas en las que la reducción considerable de la rigidez del polímero y la resistencia mecánica causada por la incorporación de una fracción alta de volumen de gas se compensa al menos parcialmente con la incorporación de talco microcristalino que actúa tanto como un agente de nucleación como una carga de refuerzo.

En general, el tamaño individual de las plaquetas, es decir, el diámetro medio medido por el método sedigráfico como se describe en la sección experimental siguiente, de una plaqueta de talco individual (unos pocos miles de láminas elementales) puede variar de aproximadamente 1 µm a más de 100 µm, dependiendo de las condiciones de formación del depósito. El tamaño individual de las plaquetas determina la laminaridad del talco. Un talco altamente laminar tendrá grandes plaquetas individuales, mientras que un talco microcristalino tendrá pequeñas plaquetas. Aunque todos los talcos pueden denominarse laminares, su tamaño de plaquetas difiere de un depósito a otro. Los pequeños cristales proporcionan un mineral compacto y denso, conocido como talco microcristalino. Los cristales

50 grandes vienen en capas como de papel, conocidas como talco macrocristalino. Los depósitos conocidos de talco microcristalino se encuentran en Montana (Yellowstone) y en Australia (Three Springs). En una estructura

microcristalina, las partículas elementales de talco están compuestas de placas pequeñas en comparación con las estructuras macrocristalinas, que están compuestas por placas más grandes. Las Figs. 1a y 1b muestran imágenes de microscopio electrónico de barrido (SEM) de talcos que tienen estructuras microcristalinas y macrocristalinas respectivamente.

5 Además, de acuerdo con ciertas realizaciones de la presente invención, se proporcionan propiedades mejoradas, independientemente de si se produjeron utilizando un proceso de extrusión-mezcla y espumado de dos etapas, o un proceso de espumado de moldeo por inyección de una sola etapa.

10

55

De hecho, se ha encontrado que cuando se usa un procedimiento de espumado de moldeo por inyección de una sola etapa, se obtienen propiedades físicas ventajosas tanto en la dirección de flujo (FD) del moldeo como en la dirección transversal (TD) a la dirección de moldeo.

De acuerdo con una realización de la presente invención, el polímero puede ser el componente principal de la composición de espuma a base de polímero, es decir, presente en una cantidad mayor al 50% en peso de la composición. En las realizaciones, el polímero puede estar presente en una cantidad (en peso de la composición) de 55% o más, 60% o más, 70% o más, 80% o más, 90% o más, 95% o 99% o más.

- 15 Las composiciones de espuma a base de polímeros de acuerdo con ciertas realizaciones de la presente invención son espumas de polipropileno, tales como espumas de homopolímero de polipropileno, cargadas con concentraciones variables de talco microcristalino. Por ejemplo, el talco microcristalino está presente en una cantidad de 0,1 a 20% en peso, o de hasta 10% en peso, con base en el peso total del material compuesto (no espumado), o en una cantidad de hasta 5% en peso, o en una cantidad que varía de 0,1% en peso a 5% en peso.
- 20 El talco microcristalino comprendido en las espumas poliméricas de acuerdo con ciertas realizaciones de la presente invención puede tener un d₅₀ por sedigrafía que varía de 0,5 a 10 μm. Por ejemplo, el d₅₀ del talco microcristalino puede estar comprendido entre 1,0 y 7,5 μm, tal como 1,0 a 5 μm, o entre 3,0 y 4,5 μm. El método sedigráfico se describe en la sección experimental a continuación
- Además, los talcos microcristalinos comprendidos en las espumas poliméricas de acuerdo con ciertas realizaciones de la presente invención tienen un área superficial de BET en el intervalo de 5 a 25 m²·g⁻¹, tal como por ejemplo de 8 a 25 m²·g⁻¹, o de 10 a 15 m²·g⁻¹, o de 10 a 12 m²·g⁻¹. Tal como se utiliza en la presente memoria, el área superficial de BET es el área superficial específica medida según la norma DIN ISO 9277.

Además, los talcos microcristalinos comprendidos en las espumas poliméricas según ciertas realizaciones de la presente invención pueden tener una relación de aspecto de acuerdo con la teoría de Jennings en el intervalo de 3 a 25, de 5 a 20, de 9 a 15, o de 10 a 15. La teoría de Jennings (o aproximación de Jennings) de la relación de aspecto se basa en la investigación realizada por W. Pabst, E. Gregorova, y C. Berthold, Departamento de Vidrio y Cerámica, Instituto de Tecnología Química, Praga, y el Instituto de Ciencias de la Tierra, Universidad de Tubinga, Alemania, tal como se ha descrito, por ejemplo, en Pabst W., Berthold C.: Part. Syst. Charact. 24 (2007), 458.

- En ciertas realizaciones, el talco microcristalino comprendido en la composición de espuma a base de polímero puede tener un tamaño medio de partícula d₅₀ por sedigrafía de 0,5 a 10 μm, y una relación de aspecto de acuerdo con la teoría de Jennings de 3 a 25, y un área superficial de BET De 5 a 25 m²·g⁻¹. En otras realizaciones, el talco microcristalino comprendido en la composición de espuma a base de polímero puede tener un tamaño medio de partícula d₅₀ por sedigrafía de 3 a 4,5 μm, una relación de aspecto de acuerdo con la teoría de Jennings de 9 a 15 y un área superficial de BET de 10 a 15 m²·g⁻¹.
- 40 Las composiciones de espuma a base de polímeros de acuerdo con ciertas realizaciones de la presente invención pueden tener tamaños medios de celda de 150 μm o menos, o 100 μm o menos, o 80 μm o menos, o incluso 40 μm o menos, ya sea en dirección vertical (φ_{VD}) o en dirección a lo ancho (φ_{WD}) o ambas. La relación φ_{WD}/φ_{VD} del tamaño medio de celda en dirección a lo ancho φ_{WD} con respecto al tamaño medio de celda en dirección vertical φ_{VD} puede ser de 0,7 o más, tal como por ejemplo 0,8 o más, o incluso 0,9 o más.
- 45 Las composiciones de espuma a base de polímeros de acuerdo con ciertas realizaciones de la presente invención pueden tener concentraciones de celdas (N_f) en la espuma de 1x10⁵ celdas cm⁻³ o más, tal como por ejemplo 1 x 10⁶ celdas cm⁻³ o más, o incluso 5 x 10⁶ celdas cm⁻³ o más, o en algunos casos incluso 1 x 10⁷ celdas cm⁻³ o más. La composición de espuma a base de polímero de acuerdo con ciertas realizaciones de la presente invención puede contener 10⁶ o más celdas por cm³ (N_f).
- 50 Las composiciones de espuma a base de polímeros de acuerdo con ciertas realizaciones de la presente invención pueden tener densidades relativas, cuando se comparan con los respectivos materiales de base no espumados, que varían de 0,40 a 0,95, tales como en el intervalo de 0,55 a 0,90.

En las composiciones de espuma a base de polímeros de acuerdo con ciertas realizaciones de la presente invención, el módulo elástico de almacenamiento puede estar influenciado por la espumado, cuando se compara con el módulo elástico de almacenamiento del producto no espumado, tal como por ejemplo un módulo elástico de almacenamiento se polímeros cargadas con 5% de talco microcristalino (1.052,7)

MPa· cm³/g) puede ser un 13% mayor que la espuma de base polimérica no cargada (926,8 MPa.cm³/g) para casi la misma reducción de peso (~15%). Alternativamente, por ejemplo, un módulo elástico de almacenamiento específico de espuma a base de polímero cargada con 5% de talco microcristalino (1.052,7 MPa·cm³/g) puede ser 9% menor que el polímero no cargado y no espumado (1.148,6 MPa·cm³/g) pero con un 16% de reducción de peso logrado. En ciertas realizaciones, el parámetro de variación "n", que mide el efecto relativo de la espumado sobre una propiedad física en relación con el producto no espumado correspondiente, es 1,5 o inferior, tal como, por ejemplo, 1,4 o inferior.

Ejemplos

5

Se describen por separado ensayos y resultados analíticos de espumas de polipropileno y poliestireno cargadas y no cargadas preparadas de acuerdo con un proceso de extrusión-mezcla y espumado de dos etapas y un proceso de espumado de moldeo por inyección de una sola etapa. Tal como se ha mencionado anteriormente, las espumas de polipropileno nucleadas con talco preparadas de acuerdo con cualquiera de estos procedimientos forman parte de la presente invención.

Proceso de extrusión-mezcla y espumado en dos etapas:

- 15 Compuesto: Todos los materiales se prepararon mezclando en estado fundido el polipropileno (homopolímero de polipropileno "Moplen HP501 L", proporcionado por LyondellBasell) con los diferentes talcos (talcos comparativos A hasta D y talcos A y B) usando una extrusora de doble tornillo de rotación conjunta "Collin Kneter 25X36D". Se usaron el perfil de temperatura de extrusión y las velocidades de giro de tornillo que se muestran en la Tabla 1:
- Tabla 1: Perfil de temperatura de extrusión y velocidad de giro de los tornillos utilizados en la preparación de los diversos materiales compuestos de polipropileno-talco:

Parámetros de extrusión	Valores
Tzona 1 (°C)	140
Tzona 2 (°C)	155
T _{Zona 3} (°C)	165
T _{Zona} 4 (°C)	175
T _{Zona 5} (°C)	180
T _{Zona 6} (°C)	180
T _{Zona 7} (°C)	180
T _{boquilla} (°C)	180
Velocidad de giro del tornillo (rpm)	120

Se ensayó una gama de talcos para su uso potencial como cargas/nucleantes en espumas poliméricas. Se enumeran en la Tabla 2, con sus respectivas morfologías y propiedades físicas principales. A menos que se indique lo contrario, las propiedades del tamaño de partícula a las que se hace referencia en el presente documento para los materiales inorgánicos en partículas se midieron de acuerdo con métodos conocidos por el experto en la técnica. A menos que se mencione otra cosa, las propiedades se midieron por sedimentación del material en partículas en una condición totalmente dispersada en un medio acuoso usando una máquina "Sedigraph 5100" suministrada por Micrometrics Instruments Corporation, Norcross, Georgia, EE. UU., denominada aquí como "unidad Micrometrics Sedigraph 5100". Dicha máquina proporciona mediciones y una gráfica del porcentaje acumulativo en peso de partículas que tienen un tamaño, denominado en la técnica como el 'diámetro esférico equivalente' (e.s.d.), menor que los valores de e.s.d dados. El tamaño medio de partícula d₅₀ dado en este documento es el valor determinado de esta manera del e.s.d de partícula en la que hay 50% en peso de las particulas que tienen un diámetro esférico equivalente menor que dicho valor de d₅₀.

Tabla 2: Características principales de los diferentes grados de talco:

Tipo de talco	Morfología	d ₅₀ (µm) *	BET (m ² /g)
talco comparativo A	Lamelar	4,9	4,2
talco comparativo B	Lamelar	2,0	8,0

5

talco comparativo C	Altamente lamelar	3,7	6,5
talco A	Microcristalina	3,4	11,0
talco comparativo D	Altamente lamelar	0,7	19,0
talco B	Microcristalina	1,1	21,3

Se prepararon compuestos comparativos de polipropileno con talcos A y B diluyendo una mezcla madre de polipropileno-talco con una cantidad nominal de talco del 2% en peso hasta concentraciones nominales de talco de 0,5, 1, 1,3 y 1,7% en peso. En el caso de los talcos comparativos C y D, y de los materiales compuestos con talcos A y B, se prepararon materiales compuestos de polipropileno con 1% de talco diluyendo una mezcla madre de polipropileno-talco con una cantidad nominal de talco del 5% en peso.

Con el fin de proporcionar una homogeneización completa, todos los compuestos se prepararon procesando el material dos veces en el interior de la extrusora de doble tornillo. Para fines de comparación, se procesó también dos veces el homopolímero de polipropileno sin talco usando el mismo perfil de temperatura. A la salida de la boquilla de extrusión circular (\emptyset = 3 mm) se enfriaron todos los materiales usando un baño de agua y se peletizaron antes de la preparación del precursor espumante sólido.

Preparación de precursores espumantes sólidos: Para preparar precursores sólidos para espumado, los diferentes materiales granulados obtenidos al final de la etapa de mezcla se moldearon por compresión en una prensa de placa caliente IQAP-LAP PL-15 colocando las pellas en un molde de acero circular de 3,5 m de espesor (\emptyset = 74 m) utilizando las condiciones mostradas en la Tabla 3.

Tabla 3: Condiciones de moldeo por compresión de precursores sólidos para espumado

5

10

15

30

Temperatura de la placa superior (ºC)	Temperatura de la placa inferior (°C)	Tiempo de fusión (min)	Presión (bar)	Tiempo bajo presión (min)	Tiempo de enfriamiento bajo presión (min)
195	195	8	40	6	10

Se proporcionaron materiales compuestos de polipropileno-talco, que comprenden los diversos talcos mostrados en la Tabla 2 en concentraciones variables. El contenido real de talco en los materiales compuestos se determinó por calcinación como el promedio de tres valores obtenidos de acuerdo con la norma UNE-EN ISO 3451-1. Se utilizó un peso de muestra de aproximadamente 5,0 g y el contenido de talco se calculó de acuerdo con la siguiente ecuación:

Contenido de talco (en % en peso) = $\underline{M}_b - \underline{M}_0 \times 100$

Mc - Mo

en la que M₀ es el peso del crisol vacío, M₀ es el peso del crisol con la muestra antes de la calcinación y M₀ es el peso del crisol con la muestra calcinada. Los diversos compuestos utilizados se muestran en la Tabla 4. Los ensayos iniciales indicaron que las composiciones de polipropileno que comprendían talco A proporcionaban resultados potencialmente prometedores, por lo que se ensayó una gama más amplia de materiales que comprendían este talco.

Tabla 4: Contenido de talco de los diversos materiales compuestos de polipropileno-talco determinados por calcinación a 600°C de acuerdo con la norma UNE-EN ISO 3451-1

Ejemplo	Material	Tipo de talco	Contenido de talco (% en peso)
comparativo 1	PP + 0,5% de talco comparativo A		$0,7 \pm 0,0$
comparativo 2	PP + 1% de talco comparativo A	talco	$1,4 \pm 0,0$
comparativo 3	PP + 1,3% de talco comparativo A comparativo A		$1,6 \pm 0,0$
comparativo 4	PP + 1,7% de talco comparativo A		1,7 ± 0,0
comparativo 5	PP + 0,5% de talco comparativo B	talco	$0,4 \pm 0,0$

comparativo 6	PP + 1% de talco comparativo B compara		$0,7 \pm 0,0$
comparativo 7	PP + 1,3% de talco comparativo B	-	$0,8 \pm 0,0$
comparativo 8	PP + 1,7% de talco comparativo B	-	$1,0 \pm 0,0$
comparativo 9	PP + 0,5% de talco comparativo C	talco comparativo C	$0,5 \pm 0,0$
comparativo 10	PP + 1% de talco comparativo C		1,1 ± 0,0
1	PP + 0,5% de talco A		$0,5 \pm 0,0$
2	2 PP + 1% de talco A		$1,0 \pm 0,0$
3	PP + 2% de talco A talc		1,6 ± 0,1
4	PP + 5% de talco A		$5,2 \pm 0,0$
5	PP + 10% de talco A		10,3 ± 0,1
comparativo 11	comparativo 11PP + 0,5% de talco comparativo D		$0,6 \pm 0,0$
comparativo 12	PP + 1% de talco comparativo D	comparativo D comparativo D	
6	6 PP + 0,5% de talco B		$0,5 \pm 0,0$
7	PP + 1% de talco B		$1,0 \pm 0,0$

La espumado se realizó por disolución de CO₂. Los discos precursores espumantes sólidos se espumaron utilizando un proceso de espumado discontinuo de gas con CO₂ como agente físico de soplado (véase el esquema mostrado en la figura 2). Las espumas se obtuvieron saturando los discos con CO₂ en un recipiente de alta presión, siendo

- 5 espumada la muestra saturada en una sola etapa aplicando una caída de presión. Se presuriza a 200 bar y 155°C (temperatura de saturación) durante 30 min, los discos saturados con CO₂ se espumaron mientras se enfriaba desde la temperatura de saturación hasta la temperatura de espumado (135°C), y mediante la descompresión desde 180 bar (presión de espumado) hasta 0 bar, es decir, aplicando una caída de presión de 180 bar. Las condiciones de espumado utilizadas para preparar las espumas se presentan en la Tabla 5:
- 10 TABLA 5 Condiciones de espumado utilizadas para preparar las espumas mediante disolución de CO₂ en una etapa:

Temperatura de saturación (°C)	Tiempo de saturación (min)*	Temperatura de espumado (°C)	Presión de espumado (bar)	Caída de presión (bar)	
155	30	135	180	180	
Tiempo a la temperatura de saturación.					

Las densidades de los diversos compuestos (espumados y no espumados) se midieron de acuerdo con la norma ISO 845, sin eliminar las capas exteriores de los especímenes espumados generados durante el proceso de espumado con CO₂. Los resultados se muestran en la Tabla 6. Las densidades relativas se refieren a la relación de la densidad entre los productos espumados y los no espumados ρ_s / ρ_r .

15

Tabla 6: Densidades absoluta y relativa de polipropilenos no espumados y espumados formados de acuerdo con el procedimiento de extrusión-mezcla y espumado en dos etapas:

Ejemplo	Contenido de talco (% en peso)	Densidad no espumado (g₊cm⁻³)	Densidad espumado (g⋅cm ⁻³)	Densidad relativa ρ _s / ρ _f
Comp. 1	$0,7 \pm 0,0$	0,905	0,621	0,69
Comp. 2	1,4 ± 0,0	0,920	0,591	0,64
Comp. 3	1,6 ± 0,0	0,916	0,574	0,63

Comp. 4	1,7 ± 0,0	0,916	0,522	0,57
Comp. 5	$0,4 \pm 0,0$	0,915	0,634	0,69
Comp. 6	$0,7 \pm 0,0$	0,920	0,675	0,73
Comp. 7	$0,8 \pm 0,0$	0,916	0,649	0,71
Comp. 8	$1,0 \pm 0,0$	0,924	0,479	0,52
Comp. 9	$0,5 \pm 0,0$	0,904	0,557	0,62
Comp. 10	1,1 ± 0,0	0,917	0,664	0,72
1	$0,5 \pm 0,0$	0,909	0,655	0,72
2	$1,0 \pm 0,0$	0,910	0,557	0,61
3	$1,6 \pm 0,0$	0,924	0,571	0,62
4	$5,2 \pm 0,0$	0,949	0,458	0,48
5	10,3 ± 0,0	0,980	0,645	0,66
Comp. 11	$0,6 \pm 0,0$	0,904	0,431	0,48
Comp. 12	$1,0 \pm 0,0$	0,915	0,560	0,61
6	$0,5 \pm 0,0$	0,914	0,571	0,63
7	1,0 ± 0,0	0,917	0,527	0,57

Proceso de espumado mediante moldeo por inyección de una sola etapa:

La producción de polipropileno espumado se llevó a cabo usando espumado mediante espumado físico de moldeo por inyección conocido como el proceso de espumado Mucell®. El homopolímero de polipropileno "Moplen EP300K", proporcionado por LyondellBasell, se espumó utilizando N₂ supercrítico (0,7 a 0,8% en peso) como agente de soplado físico, para obtener placas cuadradas de dimensiones 10 cm x 10 cm x 5 mm. El talco incorporado fue talco A (véase la Tabla 2), en concentraciones de 1, 2 y 5% en peso. La máquina de moldeo por inyección "Engel Victory 110" tiene una fuerza de cierre de 110 toneladas, un volumen plastificante máximo de 250 cm³, una presión máxima de inyección de 2.500 bar y un diámetro de tornillo de 40 mm. Las temperaturas de la unidad de inyección se muestran en la Tabla 7. La contrapresión durante la inyección es de 20 MPa, la temperatura del molde de 35°C y el tiempo de enfriamiento dentro del molde de 35 a 45 s. La velocidad de inyección fue de 0,200 m·s⁻¹ para los ejemplos 8 a 19 y 0,065 m·s⁻¹ en el caso del ejemplo 8 *.

Zona	Temperatura (°C)
1	190
2	210
3	215
4	220
5 (temperatura de inyección)	230

Tabla 7:	Temp	eraturas	de la	unidad	de ir	vección
rubiu r.	romp	onatarao	aona	annaua	uo 11	,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,,

15 Se produjeron varias espumas utilizando el procedimiento descrito anteriormente. Las dosificaciones de polímero y velocidades de inyección para cada condición de espumado se muestran en la Tabla 8:

Condición	Reducción del peso final (%)	Dosis de polímero (cm ³)	Velocidad de inyección del polímero (m/s)
Sólido	-	65,0	0,442
Espuma 1	15 a 16	48,5	0,200
Espuma 2	27	42,0	0,120
Espuma 3	34	38,0	0,095
Espuma 4	39	35,0	0,065

Tabla 8: Dosificaciones de polímero y velocidades de inyección para cada condición de espumado

Las diversas espumas producidas a partir del polipropileno que comprende 1, 2 y 5% en peso de talco A y sus equivalentes no espumados tenían las densidades mostradas en la Tabla 9. Las densidades se midieron de acuerdo con la norma ISO 845.

5

Tabla 9: Densidades de polipropilenos no espumados y espumados:

Ejemplo	Material	Código de la espuma	Densidad (g⋅cm ⁻³)	Densidad relativa	Reducción de peso (%)
-		Sólida	0,864	1	0
Comp. 13		Espuma 1	0,774	0,86	14,0
Comp. 14	polipropileno sin carga	Espuma 2	0,671	0,75	25,5
Comp. 15		Espuma 3	0,605	0,67	32,7
Comp. 16		Espuma 4	0,556	0,62	38,3
-		Sólido	0,905	1	0
8	polipropilopo (10/	Espuma 1	0,746	0,85	15,4
9	polipropileno + 1% en peso de talco A	Espuma 2	0,649	0,74	26,4
10		Espuma 3	0,586	0,66	33,6
11		Espuma 4	0,536	0,61	39,2
-		Sólido	0,884	1	0
12	polipropilopo + 20/	Espuma 1	0,748	0,85	15,3
13	en peso de talco A	Espuma 2	0,650	0,73	26,5
14		Espuma 3	0,584	0,66	33,9
15		Espuma 4	0,538	0,61	39,2
-		Sólido	0,881	1	0
16	polipropilopo y 5%	Espuma 1	0,760	0,84	16,1
17	en peso de talco A	Espuma 2	0,665	0,73	26,6
18		Espuma 3	0,599	0,66	33,8
19		Espuma 4	0,547	0,60	39,6

Caracterización de la espuma:

La estructura celular de las diversas espumas producidas de acuerdo con los Ejemplos y Ejemplos comparativos descritos anteriormente se estudió usando un microscopio electrónico de barrido (SEM) "JEOL JSM-5610" de muestras fraccionadas criogénicamente usando nitrógeno líquido y que se volvieron conductoras mediante deposición por pulverización catódica de una delgada capa de oro. El tamaño medio de las celdas (ϕ) y la densidad

5 de celdas (Nr) se obtuvieron directamente a partir de micrografías de baja amplificación usando el método de recuento de intersecciones [G.L.A. Sims y C. Khunniteekool, Medición del tamaño de las celdas de espumas poliméricas, Cellular Polymers, 13, 137 (1994)]. En particular, N_f se determinó de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$N_f = \left(\frac{n}{A}\right)^{\frac{3}{2}} \cdot \left(\frac{\rho_s}{\rho_f}\right),$$

en donde n es el número de celdas por área A (en cm²), y $\rho_s y \rho_f$ son respectivamente las densidades de sólido y espuma.

Se determinaron dos tamaños de celda diferentes, qvD, con VD que representa la dirección vertical, en este caso el tamaño de la celda en la dirección de liberación de la presión, y ϕ_{WD} con WD que representa la dirección a lo ancho, como se representa en la Fig. 4.

- Las diversas espumas producidas de acuerdo con los Ejemplos y Ejemplos comparativos descritos anteriormente se 15 caracterizaron adicionalmente utilizando la caracterización mediante análisis térmico mecánico dinámico (DMTA). El equipo utilizado fue el de "análisis térmico mecánico dinámico DMA Q800" suministrado por TA Instruments. El método utilizado fue una deformación de múltiples frecuencias DMA con un control de deformación del 0,02%. Las muestras analizadas tenían una geometría rectangular y estaban sostenidas por una única abrazadera en voladizo, como se muestra en la figura 5. Las muestras se ensayaron después de retirar la capa externa generada durante la
- 20 espumado y tenían un espesor de 2,8 mm, un ancho de 13,0 mm y una longitud de 35,0 mm, con una longitud de tramo de 17.5 mm.

El módulo elástico de almacenamiento E de los materiales se determinó de acuerdo con la siguiente ecuación:

$$E = \frac{K_S}{F_C} \cdot \frac{L^3}{12I} \cdot \left(1 + \frac{12}{5} \cdot \left(1 + \upsilon\right) \cdot \left(\frac{t}{L}\right)^2\right),$$

en donde K_s representa la rigidez medida, L la longitud de la muestra, v la relación de Poisson, y t el espesor de la 25 muestra. I es el momento de inercia de la muestra, representado por

$$I = \frac{w \cdot t^3}{12} ,$$

siendo w el ancho de muestra, y Fc es un factor de corrección de sujeción, definido por:

$$F_C = 0.7616 - 0.02712 \cdot \sqrt{\frac{L}{t}} + 0.1083 \cdot \ln\left(\frac{L}{t}\right).$$

El módulo elástico de almacenamiento E se analizaría entonces de acuerdo con el modelo de Gibson-Ashby, que 30 define el parámetro n de acuerdo con los módulos elásticos de almacenamiento relativo y las densidades de los materiales como sigue:

$$\frac{E_f}{E_s} = \left(\frac{\rho_f}{\rho_s}\right)^n,$$

35

10

- en la que n es una medida del deterioro de las propiedades mecánicas de una espuma en comparación con su equivalente no espumado. Como se usa aquí, "n" representa la variación de una propiedad dada de una espuma (tal como el módulo elástico o la resistencia) con relación a aquella del sólido base respectivo, con respecto a la densidad de la espuma. Convencionalmente, se acepta que típicamente "n" toma un valor que va desde 1 y 2. "n" está estrechamente relacionado con la estructura de celda, siendo su valor próximo a 1 si el material presenta una estructura de celda del tipo de celda cerrada con estructura celular con tamaños medios de celda de unos pocos micrómetros (espumas de microcelda). Si n = 1, la variación de las propiedades de la espuma con respecto a la del 40 sólido con densidad variable es lineal (por ejemplo, una reducción de la densidad del 20% resultará en una reducción del 20% de la propiedad medida). "n" tiende a aumentar con el aumento del tamaño de la celda y/o la conectividad de la celda. En general, se reconoce que las espumas de celda abierta tienen valores "n" cercanos a 2,
 - aunque un valor de n = 2 no significa necesariamente que la estructura de la celda esté completamente abierta.

Resultados:

Las estructuras de celda de las diversas espumas producidas de acuerdo con el proceso de extrusión-mezcla y espumado en dos etapas se midieron de acuerdo con el procedimiento mencionado anteriormente y se muestran en la Tabla 10:

5

Tabla 10: Estructuras celulares de espumas de polipropileno - talco producidas de acuerdo con el procedimiento de
extrusión - mezcla y espumado de dos etapas:

Ejemplo	Contenido de talco (% peso)	Densidad relativa	φ _{VD} (μm)	φ _{wD} (μm)	N _f (cells⋅cm⁻³)	Fig.
PP	0	0,56	267,6 ± 8,0	155,9 ± 7,8	2,67 x 10⁵	6
Comp. 1	$0,7 \pm 0,0$	0,69	159,3 ± 3,2	119,9 ± 3,6	2,30 x 10 ⁵	7, 8
Comp. 2	$1,4 \pm 0,0$	0,64	170,5 ± 3,4	164,0 ± 3,3	0,00 x 10 ⁵	9
Comp., 3	$1,6 \pm 0,0$	0,63	154,1 ± 3,1	131,7 ± 3,9	310 x 10 ⁵	
Comp. 4	$1,7 \pm 0,0$	0,57	153,5 ± 3,1	126,7 ± 2,7	3,40 x 10 ⁵	
Comp. 8	$1,0 \pm 0,0$	0,52	170,6 ± 3,4	152,8 ± 4,6	3,15 x 10⁵	8, 9
Comp. 9	$0,5 \pm 0,0$	0,62	200,4	178,4	1,08 x 10⁵	10, 11
Comp. 10	1,1 ± 0,0	0,72	155,6 ± 3,1	137,8 ± 2,8	1,17 x 10⁵	11
1	$0,5 \pm 0,0$	0,72	180,2	180,2	2,95 x 10 ⁴	12, 13
2	$1,0 \pm 0,0$	0,61	187,3 ± 3,7	143,9 ± 2,0	2,44 x 10⁵	13, 14
3	$1,6 \pm 0,0$	0,62	139,8	115,0	2,71 x 10 ⁵	13, 15
4	$5,2 \pm 0,0$	0,48	99,0	97,7	7,00 x 10⁵	13, 16
5	$10,3 \pm 0,0$	0,66	146,0	131,6	2,07 x 10⁵	13, 17
Comp. 11	$0,6 \pm 0,0$	0,48	180,2	116,8	6,51 x 10⁵	18
Comp. 12	1,0 ± 0,0	0,61	190,2 ± 3,8	163,1 ± 3,3	1,21 x 10 ⁵	19
6	$0,5 \pm 0,0$	0,63	184,4	126,3	1,69 x 10⁵	20
7	$1,0 \pm 0,0$	0,57	194,9 ± 3,9	143,9 ± 2,9	2,68 x 10 ⁵	21

Las estructuras de celda de las diversas espumas producidas de acuerdo con el procedimiento de extrusión-mezcla y espumado de dos etapas se muestran en las Figs. 6 a 21

Como se puede ver, la incorporación de talco dio lugar a espumas con tamaños medios de celda más bajos (reducción del tamaño de las celdas de 268 µm de las espumas de polipropileno sin carga hasta alrededor de 170 µm de las espumas de polipropileno con talco comparativo A y talco comparativo B - véanse los Ejemplos comparativos 1 a 4 y 8 mostrados en la Tabla 10) y mayores densidades de celdas (aumento desde 2,67 x 10⁵ celdas·cm⁻³ hasta 3,40 x 10⁵ celdas·cm⁻³), demostrando así el efecto heterogéneo de la nucleación de celdas promovido por las partículas de talco. Además, las espumas de polipropileno-talco mostraron una estructura celular de tipo isótropo cuando se comparan con las espumas de polipropileno sin carga (compare la Fig. 6 con las Figuras 7 y 9).

Se evaluó el efecto de la concentración de talco en la estructura celular de las espumas de polipropileno en términos del tamaño medio de las celdas, de la densidad de celdas y de la relación de aspecto de la celda, utilizando el talco comparativo A. Como puede verse por los resultados mostrados en la Tabla 10, se obtuvieron estructuras de celda

- 20 con un aumento del contenido de talco de 0,5% en peso hasta un 1,7% en peso (desde aproximadamente 160 µm y 2,30 x 10⁵ celdas cm⁻³ hasta aproximadamente 153 µm y 3,40 x 10⁵ celdas cm⁻³), mostrando el efecto heterogéneo de nucleación de celdas promovido por las partículas de talco. Aunque 0,5% en peso de espumas de talco comparativo A (Ejemplo comparativo 1) presentaban densidades de celdas que eran aparentemente inferiores que aquellas de las espumas de polipropileno sin cargar (2,30 x 10⁵ celdas cm⁻³ comparadas con las 2,67 x 105
- 25 celdas·cm³ de las espumas de polipropileno sin carga), esta pequeña diferencia se alcanzó a su mayor densidad relativa, lo que afectó la determinación de N_f (véase la ecuación). De hecho, polipropileno + 0,5% en peso de espumas comparativas de talco A (Ejemplo comparativo 1) todavía exhibían valores de tamaño de celda

considerablemente inferiores (alrededor de 160 µm, en comparación con los 268 µm de las espumas de polipropileno sin carga), comparable con otros materiales compuestos de polipropileno-talco. Sin embargo, las principales diferencias con respecto a la estructura celular se siguen observando con la incorporación de talco al polipropileno (reducción del tamaño de celda, aumento de la densidad de celdas y mejor isotropía de celdas en comparación con la espuma de polipropileno sin carga), principalmente para una concentración de talco del 1% o superior.

Las Figs. 12 y 14 a 17, así como de manera comparativa, la Fig. 13 muestra celdas cada vez más finas (tamaños de celdas más pequeñas) y más estructuras de celda de tipo isotrópico (relaciones de aspecto más próximas a 1) con una concentración creciente de talco microcristalino hasta obtener una cantidad de talco A del 10% en peso (Ejemplo 5). La saturación del sistema en términos de eficacia de nucleación de celdas se obtiene cuando la concentración de talco alcanza el 10% en peso.

Sólo se encontraron ligeras diferencias entre las espumas comparativas de talco A y comparativas de talco B. Aunque se observó aparentemente una mayor reducción del tamaño de celda para la espuma comparativa de talco A-1.7 (1,7% en peso de talco comparativo A (Ejemplo comparativo 4), cuando se compara, por ejemplo, con la

- 15 contraparte de talco comparativo B (Ejemplo comparativo 8), debe tomarse en cuenta que la espuma St-1.7 presentaba un menor contenido de talco cuando se comparaba con el talco comparativo A -1,7 (1% en peso de talco comparativo B en el Ejemplo comparativo 8, comparado con 1,7% en peso de talco comparativo A en el Ejemplo comparativo 4). Cuando se comparator contenidos de talco más similares, se obtuvieron resultados casi idénticos en términos de tamaño de las celdas para ambos tipos de talco, aunque la incorporación del talco más fino (talco
- 20 comparativo B) condujo a espumas con una mayor densidad de celdas (3,15 x 10⁵ celdas cm⁻³, comparado con 3,00 x 10⁵ celdas cm⁻³ para el 1% de espuma comparativa de talco A, Ejemplo comparativo 2), principalmente relacionado con su menor densidad relativa (mayor expansión).

Efecto de la morfología del talco: Aunque la adición de talco A (Ejemplos 1 a 5) condujo a espumas con tamaños de celdas mayores cuando se compararon con las de talco comparativo C (Ejemplos comparativos 1 a 4, alrededor de 187 μm en comparación con 156 μm), estas espumas de acuerdo con el Ejemplo 4 mostraron densidades de celdas que eran más de 2 veces mayores que las espumas de polipropileno + talco comparativo C, que estaba relacionado no sólo con la menor densidad relativa, es decir, mayor expansión, de espumas de polipropileno + talco A, sino con la morfología microcristalina de las partículas de talco. La nucleación de celdas más alta se obtuvo con 5% en peso de talco A (talco microcristalino). Con un 10% en peso de talco A, se obtiene menor nucleación de celdas debido a una considerable agregación de partículas de talco en la matriz de polipropileno.

En particular, los nucleantes deben tener una combinación del tamaño, forma y propiedades de superficie más uniformes posibles. Dado que el talco A tiene una morfología microcristalina cuando se compara con el talco comparativo C y por lo tanto un área superficial mucho más alta y uniforme (11,0 m²/g en comparación con los 6,5 m²/g de talco comparativo C), resultado directo de las plaquetas más pequeñas del talco microcristalino cuando se compara con las plaquetas individuales mucho más grandes del talco altamente laminar, se obtiene una nucleación

- 35 compara con las plaquetas individuales mucho más grandes del talco altamente laminar, se obtiene una nucleación de celdas más alta. Sin pretender estar limitado por la teoría, se cree que esta mejor nucleación de celdas se atribuye al hecho de que el área superficial más alta y rugosa del talco microcristalino tiende a atrapar más aire creando más núcleos y burbujas más finas.
- El análisis indica que aunque la adición de 1% en peso de talco comparativo D (Ejemplo comparativo 12) y 1% en peso de talco B (Ejemplo 7) daba lugar a espumas con tamaños medios de celdas bastante similares (alrededor de 190 μm), el segundo tipo de talco (microcristalino) dio como resultado espumas con densidades de celdas considerablemente más altas (2,68 × 10⁵ celdas·cm⁻³ en el caso de polipropileno + 1% en peso de talco comparativo D véase la comparación mostrada en las Figuras 19 y 21), que estaba relacionada con la morfología del talco microcristalino de talco B.

Las espumas producidas de acuerdo con el proceso de extrusión-mezcla y espumado en dos etapas se analizaron por caracterización por DMTA como se ha descrito anteriormente. Los resultados y los valores n extrapolados se muestran en la Tabla 11:

Tabla 11: Caracterización por DMTA de las espumas de polipropileno-talco producidas de acuerdo con el
procedimiento de extrusión-mezcla y espumado de dos etapas

Ejemplo	Sólido/Espuma	E' a 30°C (MPa)	E' _{espec} . a 30°C (MPa·cm ³ ·g ⁻ 1)	n
2	Sólido	1.701,0	1.869,2	1.0
-	Espuma	1.154,0	1.862,9	.,0
3	Sólido	1.778,0	1.924,2	1,2

50

5

10

	Espuma	972,8	1.711,2	
4	Sólido	168,0	2.073,8	1.3
	Espuma	886,4	1.735,1	.,.
5	Sólido	2.117,0	2.160,2	1.4
	Espuma	1.114,0	1.686,1	,
7	Sólido	1.693,0	1.846,2	1.1
	Espuma	963,4	1.760,9	,
Comp. 10	Sólido	1.807,0	1.970,6	1.0
	Espuma	1.272,0	1.954,4	, -
Comp. 11	Sólido	1.624,0	1.829,0	1.4
- 1	Espuma	647,9	1.385,5	,
Comp. 12	Sólido	1.785,0	1.950,8	1.4
F	Espuma	789,4	1.556,8	
	•			

El parámetro n es un indicador del deterioro de las propiedades de las espumas en comparación con el equivalente no espumado y teniendo en cuenta la densidad reducida de las espumas. Un valor n inferior indica un mejor rendimiento de la espuma correspondiente. Los resultados mostrados en la Tabla 11 indican que los materiales espumados de los Ejemplos de acuerdo con la presente invención tienen rendimientos mejorados o equivalentes, en vista de los ejemplos comparativos, en los que se emplearon talcos laminares y altamente laminares. Incluso en el caso del Ejemplo 5, en el que la carga elevada de talco microcristalino conduce a la agregación de las partículas, el rendimiento de la espuma de polipropileno cargada con talco corresponde al de los materiales comparativos.

- Se midieron las estructuras celulares de las diversas espumas producidas de acuerdo con el procedimiento de espumado de Mucell® de moldeo por inyección en una sola etapa. Dado que las propiedades de las estructuras celulares variaban en las placas cuadradas, dependiendo de si las mediciones se tomaron en la dirección de flujo (FD) y la dirección transversal (TD), ambas mediciones se muestran en las Tablas 12 y 13. La Fig. 22 ilustra las zonas consideradas en la dirección transversal (TD) y la dirección de flujo (FD).
- El Ejemplo 8* representa un material que tiene componentes y proporciones idénticos a los del Ejemplo 8, pero en los que la velocidad de inyección en el procedimiento de espumado de moldeo por inyección de una sola etapa se redujo de 0,200 m.s⁻¹ hasta 0,065 m.s⁻¹.

 Tabla 12: Estructuras celulares en la dirección de flujo (FD) de espumas de polipropileno-talco producidas de acuerdo con el proceso de espumado de moldeo por inyección de una sola etapa

Ejemplo	Densidad relativa	φ _{VD} (μm)	Φ _{WD} (μm)	N _f (celdas∙cm⁻³)	Fig.
Comp. 13	0,86	107,1	154,8	1,38 x 10 ⁵	23, 24
Comp. 14	0,75	208,7	242,4	8,73 x 10 ⁴	23, 25
Comp. 15	0,67	121,3	113,1	8,43 x 10⁵	23, 26
Comp. 16	0,62	73,9	94,5	2,08 x 10 ⁶	23, 27
8	0,85	39,3	37,2	1,25 x 10 ⁷	24, 28, 29
8*	0,85	65,4	61,0	2,10 x 10 ⁶	29
9	0,74	61,2	56,7	5,28 x 10 ⁶	25, 28
10	0,66	88,5	86,0	1,63 x 10 ⁶	26, 28
11	0,61	77,2	76,4	2,52 x 10 ⁶	27, 28

12	0,85	44,9	41,3	9,06 x 10 ⁶	24, 30
13	0,73	54,6	54,1	5,68 x 10 ⁶	25, 30
14	0,66	46,9	59,0	4,68 x 10 ⁶	26, 30
15	0,61	70,8	67,5	2,49 x 10 ⁶	27, 30
16	0,84	47,5	56,1	3,94 x 10 ⁶	24, 31
17	0,73	68,6	59,8	5,55 x 10 ⁶	25, 31
18	0,66	72,4	58,8	4,83 x 10 ⁶	26, 31
19	0,60	76,5	67,6	3,32 x 10 ⁶	27, 31

Tabla 13: Estructuras celulares en la dirección transversal (TD) de espumas de polipropileno-talco producidas de acuerdo con el procedimiento de espumado de moldeo por inyección de una sola etapa

Ejemplo	Densidad relativa	φ _{∨D} (μm)	Φ _{WD} (μm)	N _f (celdas⋅cm ⁻³)	Fig.
Comp. 13	0,86	106,7	135,2	2,24 x 10 ⁵	32, 33
Comp. 14	0,75	167,0	169,2	1,63 x 10⁵	32, 34
Comp. 15	0,67	120,7	121,0	8,25 x 10⁵	32, 35
Comp. 16	0,62	65,1	92,3	2,12 x 10 ⁶	32, 36
8	0,85	33,6	35,0	1,45 x 10 ⁷	33, 37
8*	0,85	76,1	73,7	1,48 x 10 ⁶	38
9	0,74	62,7	66,7	4,92 x 10 ⁶	34, 37
10	0,66	64,5	70,3	5,23 x 10 ⁶	35, 37
11	0,61	71,2	91,3	1,35 x 10 ⁶	36, 37
12	0,85	36,7	36,4	1,33 x 10 ⁷	33, 39
13	0,73	62,3	58,6	4,82 x 10 ⁶	34, 39
14	0,66	67,8	69,2	3,53 x 10 ⁶	35, 39
15	0,61	65,7	88,1	2,59 x 10 ⁶	36, 39
16	0,84	27,1	27,5	3,06 x 10 ⁷	33, 40
17	0,73	71,1	72,8	5,90 x 10 ⁶	34, 40
18	0,66	54,8	64,1	3,97 x 10 ⁶	35, 40
19	0,60	69,4	79,9	4,02 x 10 ⁶	36, 40

5 Las estructuras celulares de las diversas espumas producidas de acuerdo con el proceso de formación de espuma de moldeo por inyección de una sola etapa se muestran en las Figs. 23 a 40.

10

Como puede verse, la incorporación de talco dio lugar a espumas con tamaños medios de celda menores. Como se muestra en los Ejemplos 8 y 8 * de las Tablas 12 y 13, así como las Figs. 29 y 38, una velocidad de inyección más baja condujo a espumas con tamaños de celda mayores y menor concentración de celdas, tanto en la dirección de flujo (FD) como en la dirección transversal (TD). Por lo tanto, la velocidad de inyección se mantuvo en 0,200 m·s⁻¹ en todos los demás Ejemplos.

En las espumas de polipropileno sin carga 1 a 3 (Ejemplos comparativos 13 a 15), los tamaños de celda φ en todas las direcciones permanecen por encima de 110 µm y el número de celdas por debajo de 10⁶ celdas cm⁻³. La

14

diferencia entre los tamaños de celda en la dirección de flujo (FD) y la dirección transversal (TD) es relativamente alta, y la relación de aspecto de celda AR = ϕ_{VD}/ϕ_{WD} <1. Por otro lado, las espumas formadas a partir de los materiales compuestos de polipropileno/talco A tienen tamaños de celdas ϕ en todas las direcciones que permanecen por debajo de 80 µm, a veces por debajo de 40 µm y el número de celdas por encima de 10⁶

- 5 celdas·cm⁻³, en algunos Casos incluso por encima de 10 celdas·cm⁻³. Además, la diferencia entre los tamaños de celda en la dirección de flujo (FD) y la dirección transversal (TD) es relativamente más baja, en comparación con las espumas no nucleadas, y las relaciones de aspecto de celda están más cerca de 1, lo que significa que las espumas son más isotrópicas. La influencia de la dirección del flujo en la formación de espuma es menor y por lo tanto se pueden obtener espumas dimensionalmente más uniformes ("simétricas").
- 10 Entre las espumas de polipropileno nucleadas, las diferencias entre las diversas concentraciones de talco no fueron significativas. Sin embargo, se puede observar que cargas de talco mayores conducen a valores de Nf mayores para las concentraciones de celdas. La adición de cantidades cada vez mayores de talco microcristalino tuvo un efecto mayor en términos de tamaño de celda, especialmente para las espumas más expandidas, particularmente en la dirección transversal (TD). Se especula que esto puede deberse a un efecto de plastificación del talco, que promueve mayores diferencias de tamaño de las celdas en la dirección del flujo.

La Fig. 33 muestra el efecto de la incorporación y concentración de talco sobre la estructura de la celda. En el caso de una reducción de peso del 15 al 16% (Ejemplos 8, 12 y 16), es claramente visible que se obtiene un alto efecto de nucleación de la celda cuando se aumenta la cantidad de talco. Aunque en algunos casos específicos las concentraciones cada vez más altas de talco dieron lugar a espumas con densidades de celdas aún mayores, las mayores diferencias se encontraron entre las espumas de polipropileno sin carga y las de talco microcristalino.

20

25

Las espumas producidas de acuerdo con el proceso de formación de espuma de moldeo por inyección de una sola etapa se analizaron mediante caracterización por DMTA como se ha descrito anteriormente. Las capas de las muestras formadas durante el espumado se mantuvieron en oposición al proceso de espumado de dos etapas. Estas mediciones se tomaron tanto en la dirección de flujo (FD) como en la dirección transversal (TD), véase la figura 22. Los resultados y los valores n extrapolados se muestran en las Tablas 14 y 15:

Tabla 14: Caracterización por DMTA en la dirección de flujo (FD) de las espumas de polipropileno-talco producidas de acuerdo con el proceso de formación de espuma de moldeo por inyección de una sola etapa:

Material	Ejemplo	E' a 30°C (MPa)	E'espec a 30°C (MPa·cm ³ ·g ⁻¹)	n
	(Sólido)	992,7	1.148,6	
	Comp. 13	717,0	926,8	
Polipropileno sin carga	Comp. 14	530,4	790,8	1,61
	Comp. 15	469,7	776,0	
	Comp. 16	450,4	810,7	
	(Sólido)	1.022,0	1.159,0	
	8	707,3	947,6	
polipropileno + 1 % en peso de talco A	9	557,4	859,0	1,77
	10	589,1	1.005,8	
	11	422,0	787,6	
	(Sólido)	1.102,0	1.247,0	
	12	736,6	984,3	
polipropileno + 2 % en peso de talco A	13	645,3	993,5	1,39
	14	488,0	835,3	1
	15	458,7	853,2	1

polipropileno + 5 % en peso de talco A	(sólido)	1.237,0	1.366,2	
	16	799,5	1.052,7	
	17	605,9	911,4	1,24
	18	526,1	977,9	
	19	446,8	817,6	

Tabla 15: Caracterización por DMTA en la dirección transversal (TD) de las espumas de polipropileno-talco producidas de acuerdo con el proceso de formación de espuma de moldeo por inyección de una sola etapa

Material	Ejemplo	E' a 30°C (MPa)	E' _{espec} a 30°C (MPa·cm ³ ·g ⁻¹)	n	
	(Sólido)	1.017,0	1.176,7		
	Comp. 13	690,4	892,4		
Polipropileno sin carga	Comp. 14	536,6	800,1	1,61	
	Comp. 15	493,5	815,4		
	Comp. 16	392,3	706,1		
	(Sólido)	1.037,0	1.176,0		
	8	617,2	826,9		
polipropileno + 1% en peso de talco A	9	557,3	858,9	1,77	
	10	429,0	732,5		
	11	346,2	646,2		
	(Sólido)	1.104,0	1.249,2		
	12	682,4	911,8		
polipropileno + 2% en peso de talco A	13	489,9	754,2	1,39	
	14	419,3	717,7		
	15	443,8	825,5		
	(Sólido)	1.202,0	1.327,5		
	16	667,5	878,9		
polipropileno + 5% en peso de talco A	17	612,9	921,9	1,24	
	18	534,0	891,1	1	
	19	440,9	806,8	1	

5

10

Los datos muestran que los valores de E'_{espec} de los compuestos sin espumar aumentaron con el aumento de las cargas de talco. En general, los valores de E'_{espec} disminuyeron con la disminución de la densidad relativa (es decir, con una reducción de peso creciente). Además, las espumas de polipropileno con talco mostraron mayores valores de E'_{espec} que las respectivas espumas de polipropileno sin carga, en particular en la dirección de flujo (FD). Se cree que este efecto está relacionado con una combinación de una estructura de celda más fina y un refuerzo mecánico de las espumas, efecto debido al talco.

Aunque no existe una tendencia global en términos de propiedades mecánicas con el aumento de la cantidad de talco, las espumas de polipropileno con 2% y 5% de talco A (Ejemplos 12 a 19) presentan un comportamiento

mecánico mejorado en la dirección transversal con espumación, tal como se evalúa por sus valores más bajos del exponente n de Gibson-Ashby. Esto implica un deterioro más lento de las propiedades mecánicas en la formación de la espuma al aumentar la cantidad de talco microcristalino en los compuestos de polipropileno espumados.

- También se describen aquí ensayos equivalentes que se llevaron a cabo usando espumas de poliestireno en lugar de espumas de polipropileno. Estos se presentan aquí con fines comparativos. La producción de poliestireno espumado también se llevó a cabo usando espumado mediante moldeo físico por inyección conocido como el proceso de espumado de Mucell®. El homopolímero atáctico de poliestireno "Polystyrol 165H", proporcionado por BASF, se espumó usando N₂ supercrítico (0,7 a 0,8% en peso) como agente de soplado físico, para obtener placas cuadradas de dimensiones de 10 cm x 10 cm x 5 mm. El talco incorporado fue talco A (véase la Tabla 2), en concentraciones de 1.2 v 5%
- 10 concentraciones de 1, 2 y 5% en peso. Los materiales compuestos se produjeron mediante la preparación inicial de una mezcla maestra de poliestireno-talco que comprende 10% en peso de talco A con posterior dilución de la mezcla madre para obtener las concentraciones deseadas.

Las temperaturas de la unidad de inyección durante el proceso de Mucell® de espumado mediante moldeo por inyección se muestran en la Tabla 16. La contrapresión durante la inyección es de 20 MPa, la temperatura del molde 20°C y el tiempo de enfriamiento dentro del molde de 45 a 50 s.

Zona	Temperatura (°C)
1	215
2	220
3	220
4	220
5 (temperatura de inyección)	230

Table 16.	Tamparaturaa	4	unidad	de in	voolón
	remoeraturas	oe ia	umoao	ae m	veccion
				~~	,

Se produjeron varias espumas utilizando el procedimiento descrito anteriormente. Las dosificaciones de polímero y las velocidades de inyección se presentan en la Tabla 17:

20

15

Tabla 17: Dosificaciones de polímero y velocidades de inyección

Condición	Reducción del peso final	Dosis de polímero (cm ³)	Velocidad de inyección del polímero
	(,0)	(011)	(m⋅s⁻¹)
Sólido	-	65,0	0,400
Espuma 1	15 a 16	47,0	0,240
Espuma 2	27 a 28	40,5	0,180
Espuma 3	35	36,5	0,120
Espuma 4	40	33,5	0,090

Las diversas espumas producidas a partir del poliestireno que comprende 1, 2 y 5% en peso de talco A y sus equivalentes no espumados tenían las densidades mostradas en la Tabla 18. Las densidades se midieron de acuerdo con la norma ISO 845.

Ejemplo	Material	Código	Densidad	Densidad relativa	Reducción peso
		espuma	(g⋅cm ⁻³)		(%)
-		Sólido	1,022	1	0
Comp. 17		Espuma 1	0,863	0,84	15,6
Comp. 18	poliestireno sin carga	Espuma 2	0,739	0,72	27,7
Comp. 19		Espuma 3	0,671	0,66	34,4
Comp. 20		Espuma 4	0,608	0,60	40,5
-		Sólido	1,031	1	0
Comp. 32		Espuma 1	0,870	0,85	15,7
Comp. 21	poliestireno + 1% en peso de talco A	Espuma 2	0,749	0,73	27,4
Comp. 22		Espuma 3	0,668	0,65	35,2
Comp. 23		Espuma 4	0,621	0,61	39,8
-		Sólido	1,035	1	0
Comp. 24		Espuma 1	0,875	0,86	15,4
Comp. 25	poliestireno + 2% en peso de talco A	Espuma 2	0,750	0,73	27,6
Comp. 26		Espuma 3	0,673	0,66	34,9
Comp. 27		Espuma 4	0,616	0,60	40,5
-		Sólido	1,068	1	0
Comp. 28		Espuma 1	0,903	0,88	15,5
Comp. 29	poliestireno + 5% en peso de talco A	Espuma 2	0,770	0,75	27,9
Comp. 30		Espuma 3	0,693	0,68	35,1
Comp. 31		Espuma 4	0,638	0,62	40,3

Tabla 18: Densidades de polipropilenos no espumados y espumados

Caracterización de la espuma:

La estructura de celda de las diversas espumas de poliestireno se analizó y evaluó de la misma manera que para las espumas de polipropileno anteriores. Las estructuras de celda de las diversas espumas de poliestireno producidas de acuerdo con el proceso de extrusión-mezcla y espumado en dos etapas se midieron de acuerdo con el procedimiento mencionado anteriormente y se muestran en las Tablas 19 y 20:

Tabla 19: Estructuras de celda en la dirección de flujo (FD) de las espumas de poliestireno-talco producidas de acuerdo con el proceso de espumado de moldeo por inyección de una sola etapa

Ejemplo	Densidad relativa	φ _{VD} (μm)	Φ _{WD} (μm)	N _f (celdas⋅cm ⁻³)	Fig.
Comp. 17	0,84	58,8	83,0	1,45 x 10 ⁶	41, 49
Comp. 18	0,72	52,3	52,8	4,04 x 10 ⁶	41, 51
Comp. 19	0,66	48,7	48,3	9,03 x 10 ⁶	41, 53
Comp. 20	0,60	50,9	43,3	1,47 x 10 ⁷	41, 55
Comp. 32	0,85	26,7	25,1	1,78 x 10 ⁷	43, 49

Comp. 21	0,73	28,0	27,2	3,26 x 10 ⁷	43, 51
Comp. 22	0,65	38,6	37,8	1,67 x 10 ⁷	43, 53
Comp. 23	0,61	34,4	39,6	2,71 x 10 ⁷	43, 55
Comp. 24	0,86	15,0	15,6	6,55 x 10 ⁷	45, 49
Comp. 25	0,73	25,4	24,7	3,79 x 10 ⁷	45, 51
Comp. 26	0,66	27,0	24,9	6,01 x 10 ⁷	45, 53
Comp. 27	0,60	43,4	41,3	3,03 x 10 ⁷	45, 55
Comp. 28	0,88	12,2	12,1	1,19 x 10 ⁸	47, 49
Comp. 29	0,75	19,1	18,1	9,43 x 10 ⁷	47, 51
Comp. 30	0,68	22,1	19,4	1,00 x 10 ⁸	47, 53
Comp. 31	0,62	61,4	53,3	1,77 x 10 ⁷	47, 55

Tabla 20: Estructuras de celda en la dirección transversal (TD) de espumas de poliestireno-talco producidas de acuerdo con el procedimiento de espumado de moldeo por inyección de una sola etapa

Ejemplo	Densidad relativa	φ _{VD} (μm)	Φ _{WD} (μm)	N _f (celdas⋅cm ⁻³)	Fig.
Comp. 17	0,84	89,2	84,9	6,10 x 10 ⁵	42, 50
Comp. 18	0,72	50,2	45,4	7,01 x 10 ⁶	42, 52
Comp. 19	0,66	45,8	43,0	1,03 x 10 ⁷	42, 54
Comp. 20	0,60	48,7	56,6	1,17 x 10 ⁷	42, 56
Comp. 32	0,85	30,5	30,1	1,06 x 10 ⁷	44, 50
Comp. 21	0,73	28,1	26,7	3,81 x 10 ⁷	44, 52
Comp. 22	0,65	41,8	40,6	1,31 x 10 ⁷	44, 54
Comp. 23	0,61	52,0	50,0	1,66 x 10 ⁷	44, 56
Comp. 24	0,86	16,2	17,7	5,31 x 10 ⁷	46, 50
Comp. 25	0,73	26,7	25,7	3,21 x 10 ⁷	46, 52
Comp. 26	0,66	48,8	42,2	2,46 x 10 ⁷	46, 54
Comp. 27	0,60	46,8	52,4	1,89 x 10 ⁷	46, 56
Comp. 28	0,88	12,4	12,0	1,06 x 10 ⁸	48, 50
Comp. 29	0,75	28,4	24,5	6,62 x 10 ⁷	48, 52
Comp. 30	0,68	31,9	24,0	5,65 x 10 ⁷	48, 54
Comp. 31	0,62	51,0	53,2	2,09 x 10 ⁷	48, 56

5 Las estructuras de las celdas de las diversas espumas producidas de acuerdo con el proceso de formación de espuma de moldeo por inyección de una sola etapa se muestran en las Figs. 41 a 58c.

Como puede observarse, la incorporación de talco dio lugar a espumas con tamaños medios de celda más bajos. En las espumas de poliestireno sin carga 2 a 4 (Ejemplos comparativos 18 a 20) los tamaños de celda ϕ en todas las direcciones estaban entre aproximadamente 50 µm y 60 µm y el número de celdas por debajo o alrededor de 10⁷ celdas·cm⁻³. La espuma de poliestireno sin carga 1 (Ejemplo comparativo 17) presentó tamaños de celdas

claramente mayores tanto en la dirección FD como TD, de aproximadamente 85 µm y 90 µm, con un número de celdas por debajo de 10⁶ celdas cm⁻³. Se cree que esto se debe a la menor proporción de agente de soplado y una nucleación de celdas menos eficaz. En el caso de las espumas de poliestireno sin carga, la densidad de celdas aumentó con una mayor eficiencia de espumado.

- 5 Entre las espumas de poliestireno nucleadas, las diferencias entre las diversas concentraciones de talco no fueron significativas. Sin embargo, se puede observar que cargas de talco mayores conducen a valores de Nf generalmente mayores para las concentraciones de celdas. La incorporación de talco redujo claramente el tamaño de las celdas en ambas direcciones, promoviendo la formación de espumas con densidades de celdas mucho más altas. Los tamaños de celdas detectados eran inferiores a 50 µm, en algunos casos incluso inferiores a 20 µm; la densidad de
- 10 celdas estaba por encima de 10⁷ celdas·cm³, en algunos casos incluso por encima de 10⁸ celdas·cm³. Además, la diferencia entre los tamaños de celda en la dirección de flujo (FD) y la dirección transversal (TD) es relativamente más baja, en comparación con las espumas no nucleadas, y las relaciones de aspecto de celda están más cerca de 1, lo que significa que las espumas son más isotrópicas. La influencia de la dirección del flujo en la formación de espuma es menor y por lo tanto se pueden obtener espumas más uniformes dimensionalmente ("simétricas"). Esto
- 15 también se ilustra en la figura 57.

20

25

También se observaron diferencias significativas al aumentar la cantidad de talco, con espumas que mostraron tamaños de celdas menores y mayores densidades de celdas. Hay claramente un mayor efecto de nucleación celular con el aumento de la concentración de talco. La reducción del tamaño de las celdas y el aumento de la densidad de las celdas es particularmente pronunciada con el aumento de la cantidad de talco para las reducciones de peso de la espuma de 16 y 28% (véanse las Figuras 58a a 58c), llevando a la conclusión de que la nucleación de celdas inducida por talco es más eficaz con reducciones de peso menores.

Las espumas de poliestireno producidas de acuerdo con el proceso de espumado de moldeo por inyección de una sola etapa se analizaron también mediante caracterización por DMTA como se ha descrito anteriormente. Las capas de las muestras formadas durante el espumado se conservaron en oposición al proceso de espumado de dos etapas. Estas medidas también se tomaron tanto en la dirección de flujo (FD) como en la dirección transversal (TD). Los resultados se muestran en las Tablas 21 y 22:

Material	Ejemplo	E' a 30°C (MPa)	E' _{espec} a 30°C (MPa⋅cm ³ ⋅g ⁻¹)	Reducción (%)
	(Sólido)	2.082,0	2.036,9	
	Comp. 17	1.530,0	1.773,3	12,9
Poliestireno sin carga	Comp. 18	1.311,0	1.774,3	12,9
	Comp. 19	1.079,0	1.608,9	21,0
	Comp. 20	875,0	1.438,5	29,4
	(Sólido)	2.145,0	2.080,4	-
	Comp. 32	1.629,0	1.873,4	9,9
poliestireno + 1% en peso de talco A	Comp. 21	1.284,0	1.714,8	17,6
	Comp. 22	1.065,0	1.594,2	23,4
	Comp. 23	905,7	1.459,1	29,9
	(Sólido)	2.102,0	2.030,4	-
	Comp. 24	1.719,0	1.963,7	3,3
poliestireno + 2% en peso de talco A	Comp. 25	1.310,0	1.746,9	14,0
	Comp. 26	1.105,0	1.640,8	19,2
	Comp. 27	946,8	1.537,7	24,3
poliestireno + 5% en	(Sólido)	2.316,0	2.168,3	-

Tabla 21: Caracterización por DMTA en la dirección de flujo (FD) de las espumas de poliestireno-talco producidas de acuerdo con el proceso de espumado de moldeo por inyección de una sola etapa

peso de talco A	Comp. 28	1.718,0	1.902,7	12,2
	Comp. 29	1.274,0	1.653,7	23,7
	Comp. 30	1.096,0	1.580,5	27,1
	Comp. 31	894,8	1.402,5	35,3

Tabla 22: Caracterización por DMTA en la dirección transversal (TD) de las espumas de poliestireno-talco
producidas de acuerdo con el procedimiento de espumado de moldeo por inyección de una sola etapa

Material	Ejemplo	E' a 30°C (MPa)	E'espec a 30°C (MPa·cm ³ ·g ⁻¹)	Reducción (%)
Poliestireno sin carga	(Sólido)	2.161,0	2.114,2	-
	Comp. 17	1.594,0	1.847,5	12,6
	Comp. 18	1.292,0	1.748,5	17,3
	Comp. 19	1.164,0	1.735,6	17,9
	Comp. 20	957,4	1.573,9	25,6
poliestireno + 1% en peso de talco A	(Sólido)	2.194,0	2.127,9	-
	Comp. 32	1.689,0	1.942,5	8,7
	Comp. 21	1.365,0	1.823,0	14,3
	Comp. 22	1.222,0	1.829,2	14,0
	Comp. 23	951,6	1.533,1	28,0
poliestireno + 2% en peso de talco A	(Sólido)	2.114,0	2.042,0	-
	Comp. 24	1.682,0	1.921,5	5,9
	Comp. 25	1.330,0	1.773,6	13,1
	Comp. 26	1.183,0	1.756,7	14,0
	Comp. 27	1.039,0	1.687,5	17,4
poliestireno + 5% en peso de talco A	(Sólido)	2.286,0	2.140,2	-
	Comp. 28	1.758,0	1.947,0	9,0
	Comp. 29	1.376,0	1.786,1	16,5
	Comp. 30	1.259,0	1.815,6	15,2
	Comp. 31	1.023,0	1.603,7	25,1

5 Los datos muestran que los valores de E'_{espec} de los compuestos sin espumar aumentaron con el aumento de las cargas de talco tanto en la dirección de la espumación como en la dirección transversal. En general, los valores de E'_{espec} disminuyeron con la disminución de la densidad relativa (es decir, con una reducción creciente de peso). Además, las espumas de poliestireno con talco mostraron mayores valores de E'_{espec} que las respectivas espumas de poliestireno sin carga, en particular para las reducciones de peso del 16% y el 28%. Se cree que este efecto está relacionado con su estructura de celdas mucho más fina, que fue inducida por las partículas de talco.

Las espumas de poliestireno con talco presentaron reducciones menores de los valores de módulo de almacenamiento específico con espumación cuando se compararon con las espumas de poliestireno respectivas sin carga. Una vez más, las mayores diferencias se encontraron para las reducciones de peso de la espuma del 16% y 28%, donde la nucleación de las celdas inducida por el talco fue más eficaz. En particular, el uso de 2% en peso de talco de peso de la espuma del 16% y 28%, donde la nucleación de las celdas inducida por el talco fue más eficaz. En particular, el uso de 2% en peso de talco de

15 talco como agente de nucleación en las espumas de poliestireno parece tener las mayores mejoras.

REIVINDICACIONES

1. Composición de espuma a base de polímero que comprende

un polímero que es un polímero de polipropileno; y

20

de 0,1% en peso hasta 20% en peso de partículas de talco, con base en el peso total de la composición;

5 en el que las partículas de talco son talco microcristalino que tiene un área superficial de BET de 5 a 25 m²·g⁻¹.

2. Composición de espuma a base de polímero de acuerdo con la reivindicación 1, en la que la composición de espuma a base de polímero comprende hasta 10% en peso de partículas de talco.

3. Composición de espuma a base de polímero de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en la que el polímero de polipropileno es un homopolímero de polipropileno.

10 4. Composición de espuma a base de polímero de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el polímero es el componente principal de la composición.

5. Composición de espuma a base de polímero de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que el talco microcristalino tiene un tamaño medio de partícula d_{50} por sedigrafía de 0,5 a 10 µm, y/o una relación de aspecto de acuerdo con la teoría de Jennings entre 9 y 15.

15 6. Composición de espuma a base de polímero de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que tiene un tamaño medio de celda de $\varphi = 150 \ \mu m$ o menos ya sea en la dirección vertical (φ_{VD}) o en la dirección a lo ancho (φ_{WD}) o en ambas.

7. Composición de espuma a base de polímero de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que tiene una relación $\varphi_{VD}/\varphi_{WD}$ del tamaño medio de celda en una dirección vertical φ_{VD} con respecto al tamaño medio de celda en una dirección vertical φ_{VD} con respecto al tamaño medio de celda en una dirección a lo ancho φ_{WD} de 0,7 o más.

8. Composición de espuma a base de polímero de acuerdo con cualquier reivindicación anterior que contiene $N_f = 10^5$ o más celdas por cm³.

9. Composición de espuma a base de polímero de acuerdo con cualquier reivindicación anterior producida por un proceso de extrusión-mezclado y espumado de dos etapas.

25 10. Composición de espuma a base de polímero de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, producida por un proceso de espumado de moldeo por inyección de una sola etapa.

11. Uso de las composiciones de espuma a base de polímero de cualquiera de las reivindicaciones anteriores en la producción de envases, productos para el envase de alimentos, piezas de plástico para vehículos automotores, espumas aislantes térmicas y/o de ruido, tuberías, bienes de consumo y aparatos.

30 12. Producto que comprende una composición de espuma de base polimérica de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10.

13. Método de formación de una composición de espuma de base polimérica de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, que comprende:

a) proporcionar una composición polimérica de polipropileno;

b) proporcionar un producto de talco microcristalino que tiene un área superficial de BET de 5 a 25 m²·g⁻¹;

c) introducir el producto de talco microcristalino en la composición polimérica en un proceso de extrusión-mezcla; y

d) espumado de la composición polimérica usando un gas tal como CO₂, nitrógeno o un gas noble.

14. Método de formación de una composición de espuma de base polimérica de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, que comprende:

40 a) proporcionar una composición polimérica de polipropileno;

b) proporcionar un producto de talco microcristalino que tiene un área superficial de BET de 5 a 25 m²·g⁻¹; e

c) introducir el producto de talco microcristalino en la composición polimérica y espumar la composición usando un proceso de espumado de moldeo por inyección de una sola etapa.















Fig. 5







Fig. 7



Fig. 8



Fig. 9



Fig. 10



PP + 0,5% de talco comparativo C

PP + 1% de talco comparativo C



Fig. 12



Fig. 13



Fig. 14











Fig. 17



PP + 0,5% de talco comparativo D



Fig. 19



PP + 0,5% de talco B

Fig. 20



Fig. 21





















ES 2 638 316 T3













Fig. 30











Fig. 33





ES 2 638 316 T3





















































ES 2 638 316 T3



Fig. 50a





ES 2 638 316 T3









ES 2 638 316 T3







ES 2 638 316 T3







ES 2 638 316 T3







ES 2 638 316 T3

















Fig. 57











