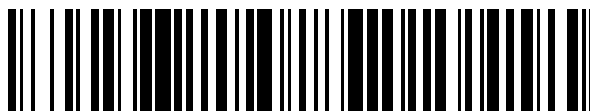


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 687 099**

51 Int. Cl.:

C08J 9/18 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **07.03.2014 PCT/JP2014/055944**

87 Fecha y número de publicación internacional: **12.09.2014 WO14136933**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **07.03.2014 E 14760548 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **11.07.2018 EP 2966119**

54 Título: **Método para la fabricación de partículas de resina de polipropileno expandido**

30 Prioridad:

08.03.2013 JP 2013046547

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

23.10.2018

73 Titular/es:

**KANEKA CORPORATION (100.0%)
2-3-18, Nakanoshima Kita-ku
Osaka, JP**

72 Inventor/es:

FUKUZAWA JUN

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

ES 2 687 099 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 para la fabricación de partículas de resina de polipropileno expandido

5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a un método para la fabricación de partículas de resina de polipropileno expandido. En particular, la presente invención se refiere a un método para la fabricación de partículas de resina de polipropileno expandido que pueden usarse adecuadamente como materia prima de un cuerpo moldeado de espuma en molde, pueden moldearse a bajas temperaturas y tienen un intervalo amplio de presión de vapor de agua calentada para el moldeado, mediante un único proceso de formación de espuma.

Antecedentes de la técnica

15 Los cuerpos moldeados de espuma en molde producidos mediante el empaquetado de partículas de resina de polipropileno expandido en un molde y el moldeado por calor de mediante vapor de agua tienen arbitrariedad de forma, propiedades de peso ligero, propiedades de aislamiento térmico y otras características como ventajas de los cuerpos moldeados de espuma en molde. En comparación con los cuerpos moldeados de espuma en molde producidos a partir de partículas de resina sintética expandida, los cuerpos moldeados de espuma en molde
20 producidos a partir de partículas de resina de polipropileno expandido tienen mejor resistencia química, resistencia al calor y recuperación de la deformación después de la compresión que cuerpos moldeados de espuma en molde producidos a partir de partículas de resina de poliestireno expandido y tienen mejor precisión dimensional, resistencia al calor y resistencia a la compresión que los cuerpos moldeados de espuma en molde producidos a partir de partículas de resina de polietileno expandido. Debido a estas características, los cuerpos moldeados de
25 espuma en molde producidos a partir de partículas de resina de polipropileno expandido se usan para materiales aislantes del calor, materiales de empaquetado absorbentes de impactos, elementos interiores de automóviles, materiales de núcleo para parachoques de automóviles y diversos propósitos.

Por otro lado, la fusión de partículas de resina de polipropileno expandido entre sí en un molde para producir un cuerpo moldeado de espuma en molde requiere calentamiento a una temperatura más alta o calentamiento a una presión de vapor de agua más alta, en comparación con partículas de resina de poliestireno expandido o partículas de resina de polietileno expandido. Dicho moldeado lamentablemente requiere moldes y máquinas de moldeado que soporten altas presiones y también requiere un costoso vapor.

35 La mayoría de las máquinas de moldeado para el moldeado de espuma en molde de partículas de resina de polipropileno expandido tienen un límite superior de presión de aproximadamente 0,4 MPa-G (G representa presión manométrica, el mismo significado se aplica en lo sucesivo en el presente documento). Las partículas de resina de polipropileno expandido sometidas a moldeado de espuma en molde se preparan a partir de resinas que tienen características adecuadas para dichas condiciones y normalmente se usan copolímeros aleatorios de propileno que
40 tienen un punto de fusión de aproximadamente 140 a 150 °C.

Sin embargo, por ejemplo, como los precios del combustible han aumentado, existe una demanda de moldeado de espuma en molde a una temperatura inferior o una disminución en la presión de vapor de agua calentada para el moldeado. Cuando se usa un molde con una forma complicada, un molde grande o un molde similar, las partículas
45 expandidas pueden no fusionarse suficientemente entre sí en algunas áreas. Si la presión de vapor de agua calentada para el moldeado se aumenta para fusionar las áreas, el cuerpo moldeado resultante se deforma o encoge fácilmente. Para abordar los problemas, existe también la demanda de un intervalo más amplio de presión de vapor de agua calentada para el moldeado (también denominado "intervalo de condiciones de moldeado por calor").

50 Con el fin de resolver los problemas, se han desarrollado resinas que tienen un punto de fusión de resina bajo y una rigidez de resina mayor que la de otras resinas al mismo punto de fusión y dichas resinas se ejemplifican mediante copolímeros aleatorios de propileno/1-buteno y terpolímeros aleatorios de propileno/etileno/1-buteno preparados mediante el uso de un catalizador de polimerización Ziegler (Documento de Patente 1, Documento de Patente 2) y
55 homopolímeros de polipropileno y copolímeros aleatorios de propileno/etileno preparados mediante el uso de un catalizador de polimerización de metaloceno.

Sin embargo, los copolímeros aleatorios de propileno que contienen un comonomero de 1-buteno preparado mediante el uso de un catalizador de polimerización Ziegler pueden tener una rigidez de resina mayor que la de
60 otras resinas al mismo punto de fusión, pero no pueden conseguir una resistencia equivalente a la de las resinas que tienen puntos de fusión altos.

Mientras tanto, los copolímeros aleatorios de propileno/etileno preparados mediante el uso de un catalizador de polimerización de metaloceno pueden tener un punto de fusión más bajo y pueden tener un punto de fusión bajo de
65 130 °C o inferior. Por ejemplo, se han desarrollado partículas de resina de polipropileno expandido compuestas de una resina de polipropileno que tiene un punto de fusión de resina de 115 a 135 °C y un módulo de flexión de Olsen

de 500 MPa o más con el fin de conseguir el moldeo de espuma en molde a temperatura de calentamiento baja (Documento de Patente 3). Algunas de las resinas utilizadas en el Documento de Patente 3 son terpolímeros aleatorios de propileno/etileno/1-buteno y la mayoría de las resinas son copolímeros aleatorios de propileno/etileno producidos mediante el uso de un catalizador de polimerización de metaloceno. En un ejemplo en el Documento de Patente 3, el punto de fusión de la resina es de 120 a 134 °C, lo que sin duda indica la consecución del moldeo de espuma en molde a temperatura de calentamiento baja. Sin embargo, todavía se requiere una mejora en términos del moldeo de espuma en molde a altas temperaturas y no se ha conseguido un intervalo amplio de presiones de vapor de agua calentada para el moldeo. Además, los polímeros preparados mediante el uso de un catalizador de polimerización de metaloceno son demasiado caros para comercializarse de forma económica y son industrialmente desfavorables.

También se han desarrollado otras partículas de resina de polipropileno expandido. Las partículas de resina de polipropileno expandido se producen mediante el uso de agua como agente de formación de espuma en combinación con aire o nitrógeno y la descarga de una resina en un área de presión baja a temperatura alta (Documento de Patente 4, Documento de Patente 5). Sin embargo, incluso un método de este tipo que usa agua como agente de formación de espuma en combinación con aire o nitrógeno tampoco consigue un intervalo amplio de vapor de agua calentada para el moldeo.

En otras palabras, no ha habido partículas de resina de polipropileno expandido que puedan moldearse a temperaturas bajas, que no pierdan moldeabilidad a altas temperaturas y que tengan un intervalo amplio de presión de vapor de agua calentada para el moldeo ni ningún método para la fabricación de dichas partículas de resina de polipropileno expandido mediante un único proceso de formación de espuma.

El documento de patente 6 se refiere a un proceso específico para la producción de perlas de resina de poliolefina expandida que comprende:

dispersar partículas de resina de poliolefina en un medio de dispersión acuoso en un recipiente cerrado; calentar la dispersión a una temperatura no inferior a la temperatura de reblandecimiento de las partículas de resina de poliolefina; y después descargar la dispersión en una zona que tiene una presión inferior a la presión interna del recipiente cerrado para provocar que el agua del medio de dispersión actúe como un agente de soplado. El proceso se caracteriza porque las partículas de resina de poliolefina están hechas de una composición de resina de poliolefina que comprende: una resina de poliolefina; una sustancia seleccionada entre polietilenglicol, alcoholes polihídricos que tienen de 3 a 6 átomos de carbono y 3 o más grupos hidroxilo, y sustancias que absorben agua que no tengan la función de formar núcleos celulares; y un agente de nucleación para la expansión.

El documento de patente 7 se refiere a proporcionar perlas pre-expandidas de resina de poliolefina específica. Después de que se carga un recipiente a presión con partículas de resina de poliolefina junto con agua, se añaden un dispersante y un adyuvante de dispersión y un agente de ajuste de pH para ajustar la mezcla a un nivel de pH predeterminado, el contenido se calienta y se descarga a presión en una atmósfera a una presión inferior al interior del recipiente a presión para obtener perlas pre-expandidas de resina de poliolefina con una cantidad reducida del dispersante que queda en la superficie.

40 Lista de citas

Literatura de patente

Documento de Patente 1: JP-A N.º H01-242638
 Documento de Patente 2: JP-A N.º H07-258455
 Documento de Patente 3: Publicación Internacional WO 2008/139822
 Documento de Patente 4: JP-A N.º 2004-67768
 Documento de Patente 5: JP-A N.º 2001-151928
 Documento de Patente 6: Publicación Internacional WO 2009/075208
 Documento de Patente 7: JP-A N.º 2009-030048

Sumario de la invención

Problema técnico

La presente invención tiene el objetivo de proporcionar partículas de resina de polipropileno expandido que puedan producir un cuerpo moldeado de espuma en molde a una presión baja de vapor de agua calentada para el moldeo, que no pierdan moldeabilidad a una presión alta de vapor de agua calentada para el moldeo, que tengan un intervalo amplio de vapor de agua calentada para el moldeo, que presenten una moldeabilidad buena incluso cuando se use un molde con una forma complicada, un molde grande o un molde similar y que produzcan un pequeño deterioro de las propiedades físicas tales como la resistencia a la compresión cuando se usan para proporcionar un cuerpo moldeado de espuma en molde.

Solución al problema

Como resultado de estudios exhaustivos para resolver los problemas, los inventores de la presente invención han descubierto que la formación de espuma de partículas de resina de polipropileno que satisfacen requisitos
 5 particulares en condiciones particulares permite la fabricación de partículas de resina de polipropileno que pueden experimentar el moldeo de espuma en molde a presión baja de vapor de agua calentada para el moldeo, que no pierden moldeabilidad a presión alta de vapor de agua calentada para el moldeo, que tienen un intervalo amplio de condiciones de moldeo por calor, que presentan una moldeabilidad buena incluso cuando se usa un molde con una forma complicada, se usa un molde grande o un molde similar, y que proporcionan un pequeño
 10 deterioro de las propiedades físicas tales como la resistencia a la compresión cuando se usa para proporcionar un cuerpo moldeado de espuma en molde de resina de polipropileno, mediante un único proceso de formación de espuma, y han completado la presente invención.

En otras palabras, la presente invención incluye los siguientes aspectos.

- 15 [1] Un método para la fabricación de partículas de resina de polipropileno expandido mediante un único proceso de formación de espuma, teniendo las partículas de resina de polipropileno expandido una relación de deformación por calor del -2 % o más y del +2 % o menos, siendo la relación de deformación por calor una relación de cambio en densidad en bruto aparente antes y después del calentamiento a una temperatura 15 °C inferior a un punto de fusión de una resina de polipropileno como una resina sustrato en la que la resina de polipropileno es un copolímero aleatorio de polipropileno que contiene 1-buteno y/o etileno como comonomero; teniendo las partículas de resina de polipropileno expandido una relación de expansión de 15 o más y de 45 o menos, incluyendo el método la dispersión de partículas de resina de polipropileno que contienen polietilenglicol y/o glicerina junto con un medio de dispersión acuoso en un recipiente resistente a la presión en el que el polietilenglicol y/o la glicerina están contenidos en una cantidad del 0,01 % en peso o más y del 2 % en peso o menos en el 100 % en peso de las partículas de resina de polipropileno; introduciendo dióxido de carbono gaseoso como agente de formación de espuma dentro del recipiente resistente a la presión; impregnando las partículas de resina de polipropileno con el agente de formación de espuma en condiciones de calentamiento y presión; y después descargando las partículas de resina de polipropileno en un área que tenga una presión menor que una presión interna del recipiente resistente a la presión y que tenga una temperatura ambiente superior a 80 °C y no superior a 110 °C, formando de este modo espuma de partículas de resina de polipropileno.
- 20 [2] El método para la fabricación de partículas de resina de polipropileno expandido de acuerdo con el aspecto [1], en el que las partículas de resina de polipropileno expandido tienen una relación de expansión de 18 o más y 25 o menos.
- 25 [3] El método para la fabricación de partículas de resina de polipropileno expandido de acuerdo con el aspecto [2], en el que el copolímero aleatorio de polipropileno tiene un punto de fusión de 125 °C o superior y de 155 °C o inferior.
- 30 [4] El método para la fabricación de partículas de resina de polipropileno expandido de acuerdo con uno cualquiera de los aspectos [1] a [3], en el que la resina de polipropileno contiene un agente de nucleación inorgánico.
- 35 [5] El método para la fabricación de partículas de polipropileno expandido de acuerdo con uno cualquiera de los aspectos [1] a [4], en el que el agente de formación de espuma se usa en una cantidad de 3 partes en peso o más y 60 partes en peso o menos en relación con 100 partes en peso de las partículas de resina de polipropileno.
- 40 [6] Partículas de resina de polipropileno expandido fabricadas mediante el método de acuerdo con uno cualquiera de los aspectos [1] a [5].
- 45 [7] Un cuerpo moldeado de espuma en molde producido mediante moldeo de espuma en molde de las partículas de resina de polipropileno expandido de acuerdo con el aspecto [6].

50 Efectos ventajosos de la invención

El método de la presente invención permite la fabricación de partículas de resina de polipropileno expandido que pueden producir un cuerpo moldeado de espuma en molde de resina de polipropileno a una presión baja de vapor de agua calentada para el moldeo, que no pierden la moldeabilidad en una presión alta de vapor de agua calentada para el moldeo, que tienen un intervalo amplio de vapor de agua calentada para el moldeo, que presentan una moldeabilidad buena incluso cuando se usa un molde con una forma complicada, un molde grande o un molde similar, y que proporcionan un pequeño deterioro en las propiedades físicas tales como la resistencia a la compresión cuando se usan para proporcionar un cuerpo moldeado de espuma en molde, mediante un único proceso de formación de espuma. Los cuerpos moldeados de espuma en molde obtenidos mediante el moldeo de
 55 espuma en molde de las partículas de resina de polipropileno expandido obtenidas mediante el método de la presente invención pueden usarse para materiales aislantes del calor, materiales de empaquetado absorbentes de impacto, elementos interiores de automóviles, materiales de núcleo para parachoques de automóviles y diversos propósitos.

Breve descripción de los dibujos

La Fig. 1 es un ejemplo de una curva de CDB obtenida cuando la temperatura de 3 mg a 6 mg de partículas de resina de polipropileno expandido fabricadas mediante el método de la presente invención se aumentó de 40 °C a 220 °C a una velocidad de aumento de la temperatura de 10 °C/min con un calorímetro diferencial de barrido. Entre dos picos de fusión en la curva de CDB, considerándose el punto que tiene una cantidad endotérmica mínima como el punto A, las líneas tangentes se dibujan con respecto a la curva de CDB. De las áreas rodeadas por las líneas tangentes y la curva de CDB, un área en el lado de temperatura alta es una cantidad de calor C_c del pico de fusión en el lado de temperatura alta y la otra área en el lado de temperatura baja es una cantidad de calor Q_1 del pico de fusión en el lado de temperatura baja.

La Fig. 2 es un ejemplo de curva de CDB del segundo aumento de temperatura de curvas de CDB obtenidas mediante una serie de historias de temperaturas de manera que la temperatura de 5 a 6 mg de una resina de copolímero aleatorio de polipropileno aumenta de 40 °C a 220 °C a una velocidad de aumento de la temperatura de 10 °C/min para fundir la resina, después la temperatura disminuye de 220 °C a 40 °C a una velocidad de disminución de temperatura de 10 °C/min para cristalizar la resina, y la temperatura se aumenta de 40 °C a 220 °C a una velocidad de aumento de la temperatura de 10 °C/min una vez más.

La Fig. 3 es una vista esquemática que muestra un ejemplo de aparato de formación de espuma perteneciente a ejemplos de la presente invención.

Descripción de las realizaciones

El método para la fabricación de partículas de resina de polipropileno expandido perteneciente a la presente invención es un método para la fabricación de partículas de resina de polipropileno expandido mediante un único proceso de expansión. Las partículas de resina de polipropileno expandido tienen una relación de deformación por calor del -2 % o más y del +2 % o menos, donde la relación de deformación por calor es una relación de cambio en la densidad en bruto aparente antes y después del calentamiento a una temperatura 15 °C inferior al punto de fusión de una resina de polipropileno como resina sustrato y las partículas de resina de polipropileno expandido tienen una relación de expansión de 15 o más y de 45 o menos. El método se caracteriza por incluir la dispersión de partículas de resina de polipropileno que contienen polietilenglicol y/o glicerina junto con un medio de dispersión acuoso en un recipiente resistente a la presión; introducir dióxido de carbono gaseoso como agente de formación de espuma dentro del recipiente resistente a la presión; impregnar las partículas de resina de polipropileno con el agente de formación de espuma en condiciones de calentamiento y presión; y después descargar las partículas de resina de polipropileno dentro de un área que tiene una presión inferior a una presión interna del recipiente resistente a la presión y que tiene una temperatura atmosférica predeterminada, formando de este modo espuma de las partículas de resina de polipropileno.

La resina de polipropileno utilizada en la presente invención es un copolímero aleatorio de polipropileno que contiene 1-buteno y/o etileno como comonómero. El copolímero aleatorio de polipropileno puede contener otros comonómeros además de 1-buteno y etileno, y un comonómero de este tipo se ejemplifica mediante α -olefinas tales como isobuteno, 1-penteno, 3-metil-1-buteno, 1-hexeno, 4-metil-1-penteno, 3,4-dimetil-1-buteno, 1-hepteno, 3-metil-1-hexeno, 1-octeno y 1-deceno. Otros ejemplos del comonómero incluyen olefinas cíclicas tales como ciclopenteno, norborneno y tetraciclo[6,2,11,8,13,6]-4-dodeceno y dienos tales como 5-metilen-2-norborneno, 5-etiliden-2-norborneno, 1,4-hexadieno, 2-metil-1,4-hexadieno y 7-metil-1,6-octadieno.

En la presente invención, el copolímero aleatorio de polipropileno es específicamente preferentemente un copolímero aleatorio de propileno/etileno/1-buteno o un copolímero aleatorio de propileno/etileno desde el punto de vista de una buena capacidad de formación de espuma.

En el copolímero aleatorio de propileno/etileno/1-buteno y el copolímero aleatorio de propileno/etileno, se prefiere que la unidad estructural que incluye propileno esté contenida en una cantidad del 90 % en peso o más y del 99,8 % en peso o menos, y la unidad estructural que incluye 1-buteno y/o etileno esté contenida en una cantidad del 0,2 % en peso o más y del 10 % en peso o menos en un 100 % en peso de la resina de polipropileno, y se prefiere más que la unidad estructural que incluye propileno esté contenida en una cantidad del 92 % en peso o más y del 99 % en peso o menos y la unidad estructural que incluye 1-buteno y/o etileno esté contenida en una cantidad del 1 % en peso o más y del 8 % en peso o menos. Si contiene más del 99,8 % en peso de la unidad estructural que incluye propileno y contiene menos del 0,2 % en peso de la unidad estructural que incluye 1-buteno y/o etileno, es probable que el copolímero requiera una mayor presión de vapor calentada para el moldeado cuando se somete al moldeado de espuma en molde. Si contiene menos del 90 % en peso de la unidad estructural que incluye propileno y contiene más del 10 % en peso de la unidad estructural que incluye 1-buteno y/o etileno, es probable que el copolímero produzca un cuerpo moldeado de espuma en molde que tenga una menor estabilidad dimensional o una menor resistencia a la compresión.

En el copolímero aleatorio de propileno/etileno/1-buteno, la cantidad de la unidad estructural que incluye 1-buteno es preferentemente del 6 % en peso o menos y más preferentemente del 3 % en peso o más y del 5 % en peso o menos. Si contiene más del 6 % en peso de la unidad estructural que incluye 1-buteno, es probable que el propio copolímero de polipropileno aleatorio tenga una rigidez menor y no satisfaga la rigidez práctica, tal como la

resistencia a la compresión.

En el copolímero aleatorio de propileno/etileno/1-buteno y el copolímero aleatorio de propileno/etileno, la cantidad de la unidad estructural que incluye etileno es preferentemente del 0,2 % en peso o más y del 4 % en peso o menos y más preferentemente del 0,2 % en peso o más y del 3,5 % en peso o menos. Si la cantidad de la unidad estructural que incluye etileno es inferior al 0,2 % en peso, es probable que la presión de vapor calentada para el moldeado durante el moldeado de la espuma en molde aumente, mientras que, si la cantidad es superior al 4 % en peso, es probable que un producto no satisfaga una rigidez práctica tal como la resistencia a la compresión.

El copolímero aleatorio de polipropileno utilizado en la presente invención tiene preferentemente un punto de fusión de 125 °C o superior y de 155 °C o inferior, más preferentemente de 130 °C o superior y de 150 °C o inferior, y aún más preferentemente de 135 °C o superior y de 148 °C o inferior. Si el punto de fusión del copolímero aleatorio de polipropileno es inferior a 125 °C, es probable que un cuerpo moldeado de espuma en molde resultante tenga una estabilidad dimensional inferior, mientras que, si el punto de fusión es superior a 155 °C, es probable que la presión de vapor calentada para el moldeado durante el moldeado de espuma en molde aumente.

El copolímero aleatorio de polipropileno de la presente invención puede contener el supresor de radiación de rayos de calor que se describe más adelante y otros aditivos, según sea necesario. El punto de fusión de dicho copolímero aleatorio de polipropileno que contiene un supresor de radiación de rayos de calor u otros aditivos se considera como el punto de fusión del copolímero aleatorio de polipropileno en la presente invención. El punto de fusión de las partículas de resina de polipropileno utilizadas en la presente invención puede determinarse con el calorímetro diferencial de barrido que se describe a continuación y puede considerarse como el punto de fusión del copolímero aleatorio de polipropileno de la presente invención.

En este caso, el punto de fusión de un copolímero aleatorio de polipropileno se determina con un calorímetro diferencial de barrido (CDB) [por ejemplo, CDB6200 fabricado por Seiko Instruments] mediante el siguiente procedimiento. En otras palabras, la temperatura de 5 a 6 mg de una resina de copolímero aleatorio de polipropileno aumenta de 40 °C a 220 °C a una velocidad de aumento de la temperatura de 10 °C/min para fundir la resina, después la temperatura disminuye de 220 °C a 40 °C a una velocidad de disminución de temperatura de 10 °C/min para cristalizar la resina y la temperatura aumenta de 40 °C a 220 °C a una velocidad de aumento de la temperatura de 10 °C/min una vez más. En la curva de CDB obtenida a partir de una serie de este tipo de historias de temperaturas, una temperatura pico de fusión en el segundo aumento de temperatura se considera el punto de fusión (T_m en la figura 2).

El copolímero aleatorio de polipropileno utilizado en la presente invención puede tener cualquier caudal de masa fundida (en lo sucesivo en el presente documento denominado "CMF"), pero el CMF es preferentemente de 0,5 g/10 min o más y de 100 g/10 min o menos, más preferentemente de 2 g/10 min o más y de 50 g/10 min o menos, e incluso más preferentemente de 3 g/10 min o más y de 20 g/10 min o menos. Es probable que un copolímero aleatorio de polipropileno que tenga un CMF dentro del intervalo produzca partículas de resina de polipropileno expandido que tengan una relación de expansión comparativamente grande. Cuando dichas partículas se someten a moldeado de espuma en molde, un cuerpo moldeado de espuma en molde resultante puede tener una superficie hermosa y una pequeña relación de contracción dimensional.

En este caso, el valor de CMF se determina con un aparato de medición de CMF descrito en el documento JIS-K7210 en condiciones de un tamaño de orificio de $2,0959 \pm 0,005$ mm ϕ , una longitud de orificio de $8,000 \pm 0,025$ mm, una carga de 2,160 g y una temperatura de $230 \pm 0,2$ °C. Cuando un copolímero aleatorio de polipropileno contiene el supresor de radiación de rayos de calor que se describe más adelante u otros aditivos, un CMF del copolímero aleatorio de polipropileno que contiene el supresor de radiación de rayos de calor u otros aditivos se considera el CMF del copolímero aleatorio de polipropileno en la presente invención.

Las partículas de resina de polipropileno expandido utilizadas en la presente invención pueden obtenerse mediante el procesamiento del copolímero aleatorio de polipropileno que se ha descrito anteriormente en partículas de resina de polipropileno y después la formación de espuma a partir de las partículas.

Las partículas de resina de polipropileno utilizadas en la presente invención se preparan como se indica a continuación: Por ejemplo, un copolímero aleatorio de polipropileno se funde con una extrusora, una amasadora, un mezclador Banbury, rodillos u otros aparatos, y se extruye, por ejemplo, en hebras; antes o después del enfriamiento, las hebras se procesan en una forma de partícula deseada tal como una forma de columna, una forma elíptica, una forma esférica, una forma cúbica y una forma de paralelepípedo rectangular, proporcionando partículas de resina de propileno.

En la presente invención, la resina de polipropileno como resina de sustrato contiene polietilenglicol y/o glicerina. El polietilenglicol y/o la glicerina ayudan a las partículas de resina de polipropileno a contener agua cuando las partículas de resina de polipropileno se ponen en contacto con agua o se impregnan con un agente de formación de espuma en un sistema de dispersión acuosa. Dichas partículas pueden tener una mayor capacidad de formación de espuma y producir partículas de resina de polipropileno expandido que pueden moldearse incluso a presión baja de

vapor calentado para el moldeado y tienen un intervalo amplio de condiciones de moldeado por calor.

5 El polietilenglicol y/o glicerina están contenidos en una cantidad del 0,01 % en peso o más y del 2 % en peso o menos y preferentemente del 0,1 % en peso o más y del 1 % en peso o menos en el 100 % en peso de la resina de polipropileno.

En la presente invención, se usa dióxido de carbono gaseoso como agente de formación de espuma y, por tanto, se añade preferentemente un agente de nucleación inorgánico capaz de mejorar la capacidad de formación de espuma.

10 El agente de nucleación inorgánico utilizado en la presente invención acelera la formación de núcleos de burbujas a partir de los cuales se inicia la formación de espuma para mejorar la velocidad de expansión y también contribuye a la formación de burbujas uniformes. Los ejemplos del agente de nucleación inorgánico incluyen talco, sílice y carbonato de calcio.

15 En la presente invención, el agente de nucleación inorgánico se añade preferentemente en una cantidad de manera que el contenido sea del 0,005 % en peso o más y del 0,5 % en peso o menos con respecto al 100 % en peso de las partículas de resina de polipropileno.

20 Las partículas de resina de polipropileno de la presente invención pueden contener aditivos tales como supresores de radiación de rayos de calor, antioxidantes, mejoradores de la resistencia a la luz, agentes antiestáticos, agentes colorantes, mejoradores de la resistencia a la llama y mejoradores de la conductividad eléctrica, según sea necesario, proporcionando partículas de resina de polipropileno. También pueden añadirse sustancias absorbentes de agua capaces de mejorar la capacidad de formación de espuma. En un caso de este tipo, estos aditivos se añaden normalmente, preferentemente, en una resina fundida en un proceso de producción de partículas de resina de polipropileno.

30 El supresor de radiación de rayos de calor utilizado en la presente invención puede ser cualquier sustancia que suprima la conducción de calor por radiación y se ejemplifica mediante negro de carbono, grafito, carbono activado, óxido de titanio y sulfato de bario. Estas sustancias pueden usarse individualmente o en combinación de dos o más de ellas. Entre ellas, se prefieren el negro de carbono, el grafito, el carbón activado y el óxido de titanio y se prefieren más el negro de carbón y el carbón activado, desde el punto de vista del efecto supresor de la radiación.

35 El negro de carbono utilizado en la presente invención no se limita a negros de carbono determinados y se ejemplifica mediante negros de carbono para coloración y negros de carbono electroconductores.

40 El carbón activado utilizado en la presente invención no se limita a carbones activados determinados y es preferentemente un carbono activado en polvo desde el punto de vista de la dispersabilidad de la resina. Específicamente, se usan adecuadamente carbones activados en polvo que tiene un tamaño de partícula de 0,1 μm o más y 150 μm o menos y un área superficial específica BET de 500 m^2/g o más y 2000 m^2/g o menos.

45 En la presente invención, el supresor de radiación de rayos de calor puede usarse en cualquier cantidad, pero se añade preferentemente en una cantidad de manera que el contenido sea del 0,1 % en peso o más y del 20 % en peso o menos en el 100 % en peso de las partículas de resina de polipropileno. Si el supresor de radiación de rayos de calor se añade en una cantidad inferior al 0,1 % en peso, es probable que el efecto supresor de la radiación se reduzca, mientras que, si se añade el supresor de radiación de rayos de calor en una cantidad de más del 20 % en peso, es probable que la relación de expansión sea difícil de aumentar.

50 La sustancia absorbente de agua utilizada en la presente invención es una sustancia que puede ayudar a las partículas de resina de polipropileno a contener agua cuando la sustancia se añade a las partículas de resina de polipropileno y las partículas de resina de polipropileno se ponen en contacto con agua o se impregnan con un agente de formación de espuma en un sistema de dispersión acuosa.

55 Los ejemplos de la sustancia absorbente de agua utilizada en la presente invención incluyen sustancias inorgánicas hidrosolubles tales como cloruro de sodio, cloruro de calcio, cloruro de magnesio, bórax y borato de cinc; polímeros hidrófilos tales como un polímero de bloque especial que contiene poliéter como un segmento hidrófilo (nombre comercial: PELESTAT; fabricado por Sanyo Chemical Industries, Ltd.), sales de metales alcalinos de copolímeros de ácido etileno (met)acrílico, sales de metales alcalinos de copolímeros de ácido butadieno (met)acrílico, sales de metales alcalinos de cauchos de nitrilo carboxilados, sales de metales alcalinos de copolímeros de anhídrido maleico-isobutileno y sales de metales alcalinos de ácidos poli(met)acrílicos; alcoholes polihídricos tales como etilenglicol y pentaeritritol; y triazinas tales como melamina y ácido isocianúrico.

65 En la presente invención, la cantidad de la sustancia absorbente de agua varía con la relación de expansión prevista, el agente de formación de espuma utilizado y el tipo de la sustancia absorbente de agua utilizada y no se describe de forma inequívoca. Cuando se usa una sustancia inorgánica hidrosoluble o un alcohol polihídrico, la cantidad es preferentemente del 0,01 % en peso o más y del 2 % en peso o menos en el 100 % en peso de las partículas de resina de polipropileno. Cuando se usa un polímero hidrófilo, la cantidad es preferentemente del

0,05 % en peso o más y del 5 % en peso o menos en el 100 % en peso de las partículas de resina de polipropileno.

En la presente invención, puede añadirse o puede no añadirse un agente colorante. Puede no añadirse ningún agente colorante para producir partículas con color natural. Como alternativa, por ejemplo, puede añadirse un agente colorante de color azul, rojo o negro para producir partículas con un color deseado. Los ejemplos del agente colorante incluyen pigmentos orgánicos de perileno, pigmentos orgánicos azoicos, pigmentos orgánicos de quinacridona, pigmentos orgánicos de ftalocianina, pigmentos orgánicos de indanreno, pigmentos orgánicos de dioxazina, pigmentos orgánicos de isoindolina y negro de carbono.

Las partículas de resina de polipropileno expandido de la presente invención pueden fabricarse mediante el siguiente procedimiento: Un líquido de dispersión que contiene partículas de resina de polipropileno y agua se coloca en un recipiente resistente a la presión; después, mientras el líquido se dispersa en condiciones de agitación, la temperatura aumenta más que la temperatura de reblandecimiento de las partículas de resina de polipropileno en presencia de un agente de formación de espuma y el agente de formación de espuma se infiltra en la resina de polipropileno en condiciones de presión; y a continuación, el líquido de dispersión en el recipiente resistente a la presión se descarga en un área que tiene una presión inferior a la presión interna del recipiente resistente a la presión, formando de este modo espuma con las partículas de resina de polipropileno. En la presente invención, el proceso también se denomina "proceso de formación de espuma en una sola etapa" y las partículas de resina de polipropileno obtenidas mediante el proceso también se denominan "partículas expandidas formadas en una sola etapa".

Más específicamente, se ejemplifican los siguientes métodos.

(1) Se colocan partículas de resina de polipropileno, un medio de dispersión acuoso, según sea necesario, un dispersante y otros agentes en un recipiente resistente a la presión; después, según sea necesario, el recipiente resistente a la presión se aspira; a continuación, se introduce un agente de formación de espuma a 1 MPa·G o más y 2 MPa·G o menos; y el líquido de dispersión se calienta a una temperatura superior a la temperatura de reblandecimiento de la resina de polipropileno. Mediante el calentamiento, la presión en el recipiente resistente a la presión aumenta a aproximadamente 2 MPa·G o más y 5 MPa·G o menos. Según sea necesario, se añade un agente de formación de espuma adicional aproximadamente a una temperatura de formación de espuma para ajustar la presión de formación de espuma deseada; la temperatura se ajusta adicionalmente; después, según sea necesario, la presión y la temperatura de formación de espuma se mantienen durante un periodo de tiempo predeterminado; a continuación, el líquido de dispersión se descarga en un área que tiene una presión inferior a una presión interna del recipiente resistente a la presión; y en consecuencia pueden obtenerse partículas de resina de polipropileno expandido.

(2) Se colocan partículas de resina de polipropileno, un medio de dispersión acuoso, según sea necesario, un dispersante y otros agentes en un recipiente resistente a la presión; después, según sea necesario, el recipiente resistente a la presión se aspira; se introduce un agente de formación de espuma mientras el líquido de dispersión se calienta a una temperatura superior a la temperatura de reblandecimiento de la resina de polipropileno; a continuación, el líquido de dispersión se descarga en una atmósfera que tiene una presión inferior a una presión interna del recipiente resistente a la presión; y en consecuencia también pueden obtenerse partículas de resina de polipropileno expandido.

(3) Se colocan partículas de resina de polipropileno, un medio de dispersión acuoso, según sea necesario, un dispersante y otros agentes en un recipiente resistente a la presión; después, el líquido de dispersión se calienta a aproximadamente una temperatura de formación de espuma; se introduce adicionalmente un agente espumoso; la temperatura se ajusta a una temperatura superior a la temperatura de reblandecimiento de la resina de polipropileno; el líquido de dispersión se descarga en un área que tiene una presión inferior a una presión interna del recipiente resistente a la presión y en consecuencia también pueden obtenerse partículas de resina de polipropileno expandido.

Antes de la descarga en un área de presión baja, puede inyectarse dióxido de carbono gaseoso utilizado como agente de formación de espuma u otro gas, tal como gas nitrógeno y aire a presión en el recipiente resistente a la presión para aumentar la presión interna del recipiente resistente a la presión, ajustando de este modo la velocidad de liberación de presión durante la formación de espuma. Además, también durante la descarga en un área de presión baja, puede introducirse dióxido de carbono gaseoso como agente de formación de espuma u otro gas como nitrógeno gaseoso y aire en el recipiente resistente a la presión para controlar la presión, ajustando de este modo la relación de expansión.

En este caso, el área que tiene una presión inferior a una presión interna del recipiente resistente a la presión tiene preferentemente la presión atmosférica. Este caso no requiere un aparato complicado y elimina la necesidad de un ajuste de presión especial del área de presión baja.

En la presente invención, el área de presión baja tiene una temperatura ambiente más alta que 80 °C y no superior a 110 °C y más preferentemente no inferior a 90 °C y no superior a 100 °C. Esta condición permite una reducción en la relación de deformación por calor de partículas expandidas, también permite una mejora en la capacidad de formación de espuma de partículas expandidas cuando las partículas se calientan con vapor de agua calentada y

permite adicionalmente una reducción de la presión de vapor de agua calentada durante el moldeo de espuma en molde.

5 Si se descarga un líquido de dispersión en un área que tiene una presión inferior a una presión interna del recipiente resistente a la presión para formar espuma y fabricar partículas de resina de polipropileno a una temperatura ambiente del área de presión de 80 °C o inferior, las partículas expandidas probablemente se encojan para proporcionar una relación de deformación por calor de menos del -2 % y es poco probable que proporcionen el efecto de reducir la presión de vapor de agua calentada durante el moldeo en molde. Si la temperatura de la atmósfera es superior a 110 °C, las partículas expandidas resultantes tienen parcialmente un espesor pequeño de película celular sobre la superficie y no pueden mantener la capacidad de formación de espuma durante el moldeo en molde y es probable que la presión de vapor de agua calentada para el moldeo no pueda reducirse.

10 En la presente invención, el área de presión calentada mediante vapor de agua calentado se ejemplifica mediante una cámara de formación de espuma 9 conectada a través de un orificio 5 a una parte inferior de un recipiente resistente a la presión 3 como se muestra en la Fig. 3.

15 La temperatura en la cámara de formación de espuma 9 se mantiene soplando previamente vapor desde una entrada de vapor 8. El contenido que incluye partículas de resina de polipropileno 1 y agua 2 como medio de dispersión y que se ha calentado a una temperatura de formación de espuma y se ha mantenido a una presión adecuada para formar espuma en el recipiente resistente a la presión 3 se descarga abriendo la válvula 4 en una parte inferior del recipiente resistente a la presión 3 a través del orificio 5 en la cámara de formación de espuma 9, proporcionando de este modo partículas de polipropileno expandido 7. En ese momento, las partículas expandidas 7 están preferentemente en contacto con un área de temperatura alta a más de 80 °C y no más de 110 °C en la cámara de formación de espuma 9 durante 5 minutos o más.

20 El recipiente resistente a la presión utilizado para la fabricación de las partículas de resina de polipropileno expandido puede ser cualquier recipiente que pueda soportar una presión interna del recipiente y una temperatura en el recipiente durante la fabricación de las partículas de resina de polipropileno expandido y se ejemplifica mediante un recipiente resistente a la presión de autoclave.

25 En la presente invención, se usa dióxido de carbono gaseoso como agente de formación de espuma. El dióxido de carbono gaseoso puede usarse en combinación con otro agente de formación de espuma incluyendo un hidrocarburo alifático tal como propano, n-butano, isobutano, n-pentano, isopentano y hexano; un hidrocarburo alicíclico tal como ciclopentano y ciclobutano; aire; nitrógeno; o agua. Entre ellos, se usa agua de manera particularmente preferible en combinación. Cuando se usa agua en combinación como agente de formación de espuma, puede usarse el agua utilizada como medio de dispersión acuoso.

30 En la presente invención, la cantidad del agente de formación de espuma utilizado no se limita en particular y puede usarse una cantidad apropiada en función de una relación de expansión deseada de las partículas de resina de polipropileno expandido. La cantidad de agente de formación de espuma utilizada es preferentemente 3 partes en peso o más y 60 partes en peso o menos con respecto a 100 partes en peso de las partículas de resina de polipropileno.

35 El medio de dispersión acuoso utilizado en la presente invención es preferentemente agua, pero también puede usarse un medio de dispersión que contenga metanol, etanol o un disolvente similar como medio de dispersión acuoso.

40 En la presente invención, con el fin de mejorar la dispersabilidad de un líquido de dispersión durante la fabricación de las partículas de resina de polipropileno expandido y para evitar que las partículas de resina de polipropileno expandido se adhieran entre sí, se usa preferentemente un dispersante inorgánico. Los ejemplos de dicho dispersante inorgánico incluyen fosfato de calcio tribásico, fosfato de magnesio tribásico, carbonato de magnesio básico, carbonato de calcio, carbonato de cinc básico, óxido de aluminio, óxido de hierro, óxido de titanio, aluminosilicato, caolín y sulfato de bario.

45 En la presente invención, un adyuvante de dispersión se usa preferentemente en combinación con el fin de mejorar adicionalmente la dispersabilidad. Los ejemplos de dicho adyuvante de dispersión incluyen dodecilsulfonato de sodio, alcanosulfonato de sodio, alquilsulfonato de sodio, alquil difenil éter disulfonato de sodio y cripropileno sulfonato de sodio. Entre ellos, se prefiere una combinación de fosfato cálcico tribásico y alquilsulfonato de sodio como la combinación del dispersante inorgánico y el adyuvante de dispersión.

50 En la presente invención, las cantidades de dispersante inorgánico y adyuvante de dispersión pueden variar con los tipos de los mismos y el tipo y la cantidad de una resina de polipropileno utilizada. Normalmente, el dispersante inorgánico se usa preferentemente en una cantidad de 0,2 partes en peso o más y 3 partes en peso o menos y el adyuvante de dispersión se usa preferentemente en una cantidad de 0,001 partes en peso o más y 0,1 partes en peso o menos, con respecto a 100 partes en peso de agua.

En la presente invención, las partículas de resina de polipropileno normalmente se usan preferentemente en una cantidad de 20 partes en peso o más y 100 partes en peso o menos con respecto a 100 partes en peso de agua con el fin de mejorar la dispersabilidad en agua.

5 La relación de expansión de las partículas de resina de polipropileno expandido de la presente invención es de 15 o más y de 45 o menos, preferentemente de 15 o más y de 40 o menos y más preferentemente de 18 o más y de 25 o menos. Las partículas de resina de polipropileno expandido que tienen una relación de expansión de menos de 15 no requieren la técnica de la presente invención. Las partículas de resina de polipropileno expandido que tienen una
 10 relación de expansión de más de 45 son susceptibles de provocar el bloqueo durante la fabricación de las partículas de resina de polipropileno expandido y es probable que provoquen que un cuerpo moldeado expandido obtenido mediante moldeado de espuma en molde se encoja.

En este caso, la relación de expansión de las partículas de resina de polipropileno expandido se determina como se indica a continuación: se determinan el peso p (g) y el volumen de sumersión de etanol v (cm^3) de partículas de
 15 resina de polipropileno expandido; después se calcula la verdadera gravedad específica, $\rho_b = p/v$, de las partículas expandidas; y la relación de expansión $K = \rho_r/\rho_b$ se calcula como la relación a una densidad ρ_r de las partículas de resina de polipropileno antes de la formación de espuma.

Las partículas de resina de polipropileno expandido de la presente invención tienen una relación de deformación por calor del -2 % o más y del +2 % o menos. Es improbable que las partículas de polipropileno expandido que tienen una relación de deformación por calor de menos del -2 % o más del +2 % proporcionen el efecto de reducir la presión de vapor de agua calentada para el moldeado durante el moldeado en molde. Es probable que dichas partículas expandidas proporcionen un cuerpo moldeado en molde en el que algunas partículas expandidas estén bien fusionadas en algunos restos, pero otras partículas expandidas estén pobremente fusionadas en otros restos.
 20 Con el fin de proporcionar un cuerpo moldeado completamente fundido, se requiere una mayor presión de vapor de agua calentada para el moldeado o se generan fácilmente huecos entre las partículas sobre la superficie de un cuerpo moldeado, en algunos casos.

En este caso, la relación de deformación por calor de las partículas de resina de polipropileno expandido se determina mediante el siguiente procedimiento. Las partículas expandidas se acondicionan en una condición convencional a 23 °C durante 16 horas o más y se determina una densidad en bruto aparente de las partículas expandidas antes del calentamiento. La densidad aparente se determina de la siguiente manera: se pesan aproximadamente 200 cc de partículas expandidas y se colocan en un cilindro graduado de 250 cc (hecho de vidrio resistente al calor); el cilindro graduado se golpea unas 20 veces para eliminar la holgura entre las partículas expandidas; después el volumen se mide basándose en la escala del cilindro graduado; y el peso se divide por el volumen para proporcionar una densidad aparente (g/cc) antes del calentamiento. A continuación, las partículas expandidas en el cilindro graduado se colocan en un secador de circulación de aire caliente controlado a una temperatura 15 °C más baja que un punto de fusión de la resina, después se calientan durante 1 hora y se retiran. Para un caso en el que las partículas expandidas provocan bloqueo, las partículas expandidas en el cilindro graduado se aflojan una vez y se dejan reposar en un sitio de ensayo en un estado convencional a 23 °C durante 1 hora y se determina una densidad aparente de las partículas expandidas de la misma manera que anteriormente, proporcionando la densidad aparente de las partículas expandidas después del calentamiento.
 30
 35
 40

La relación de deformación por calor se calcula de acuerdo con la siguiente expresión.

45 Relación de deformación por calor (%) = [(densidad aparente de partículas expandidas antes del calentamiento - densidad aparente de partículas expandidas después del calentamiento)/densidad aparente de partículas expandidas antes del calentamiento] x100

50 La cantidad del dispersante inorgánico que se adhiere a la superficie de las partículas de resina de polipropileno expandido de la presente invención es preferentemente de 2.000 ppm o menos, más preferentemente de 1.300 ppm o menos, e incluso más preferentemente de 800 ppm o menos. Es probable que las partículas de resina de polipropileno expandido con la superficie a la que se adhiere el dispersante inorgánico en una cantidad de más de 2.000 ppm tengan propiedades malas de fusión durante el moldeado de la espuma en molde.
 55

Las partículas de resina de polipropileno expandido de la presente invención tienen preferentemente dos picos de fusión en la curva de CDB obtenida mediante medición de calorimetría de exploración diferencial, como se muestra en la Fig. 1. Es probable que las partículas expandidas que tienen dos picos de fusión tengan buena moldeabilidad de espuma en molde y proporcionen un cuerpo moldeado de espuma en molde de resina de polipropileno que tenga buena resistencia mecánica y buena resistencia al calor.
 60

En este caso, la curva de CDB obtenida mediante medición de calorimetría diferencial de barrido de partículas de resina de polipropileno expandido es una curva de CDB obtenida cuando la temperatura de 3 a 6 mg de partículas expandidas se aumenta de 40 °C a 220 °C a una velocidad de aumento de la temperatura de 10 °C/min con un calorímetro diferencial de barrido.
 65

Como se ha descrito anteriormente, las partículas de resina de polipropileno expandido que tienen dos picos de fusión pueden obtenerse fácilmente mediante el ajuste de la temperatura en un recipiente resistente a la presión durante la formación de espuma a un valor apropiado. En otras palabras, en el caso de la presente invención, las partículas de resina de polipropileno expandido que tienen dos picos de fusión pueden obtenerse normalmente mediante el ajuste de la temperatura de un recipiente resistente a la una temperatura igual o superior a la temperatura de reblandecimiento de una resina de polipropileno que es una resina de sustrato, preferentemente una temperatura igual o mayor que el punto de fusión de la misma, más preferentemente una temperatura igual o superior a una temperatura 5 °C mayor que el punto de fusión de la misma y a una temperatura menor que la temperatura de terminación de la fusión de la misma, preferentemente una temperatura 2 °C más baja que la temperatura de terminación de la fusión de la misma.

La temperatura de terminación de la fusión se determina como se indica a continuación: Con un calorímetro de diferencial de barrido, la temperatura de 3 a 6 mg de partículas de resina de polipropileno se aumenta de 40 °C a 220 °C a una velocidad de aumento de la temperatura de 10 °C/min, después la temperatura se reduce a 40 °C a una velocidad de disminución de la temperatura de 10 °C/min, y la temperatura se aumenta a 220 °C a una velocidad de aumento de la temperatura de 10 °C/min una vez más, proporcionando una curva de CDB. La temperatura a la que se devuelve la cola del pico de fusión en la curva de CDB a la línea basal en un lado de temperatura alta se considera como la temperatura de terminación de la fusión.

De los dos picos de fusión, el pico de fusión a un lado de temperatura alta tiene preferentemente una cantidad de calor (en lo sucesivo en el presente documento también expresada como Cc) de 5 a 40 J/g y más preferentemente de 7 a 30 J/g. Si el Cc es inferior a 5 J/g, es probable que las partículas de polipropileno expandido tengan una baja relación de células cerradas (determinándose la relación de células cerradas de acuerdo con el documento JIS K7138: 2006), mientras que, si el Cc es superior a 40 J/g, es probable que las partículas de resina de polipropileno expandido tengan propiedades malas de fusión cuando se proporciona un cuerpo moldeado de espuma en molde de resina de polipropileno.

Como se muestra en la Fig. 1, la cantidad de calor Cc del pico de fusión en el lado de temperatura alta se determina como se indica a continuación: Entre dos picos de fusión en la curva de CDB, el punto que tiene una cantidad endotérmica mínima se considera el punto A. A partir del punto A, se dibujan líneas tangentes con respecto a la curva de CDB. De las áreas rodeadas por las líneas tangentes y la curva de CDB (las áreas sombreadas en la Fig. 1), un área en el lado de temperatura alta se considera como una cantidad de calor Cc del pico de fusión en el lado de temperatura alta y la otra área en el lado de temperatura baja se considera como una cantidad de calor C1 del pico de fusión en el lado de temperatura baja.

En la presente invención, una relación de cantidad de calor de temperatura alta (en lo sucesivo en el presente documento también denominada relación picos de CDB) es la relación de una cantidad de calor Cc del pico de fusión en el lado de temperatura alta con respecto a la cantidad total de calor de una cantidad de calor Cc del pico de fusión en el lado de temperatura alta y una cantidad de calor C1 del pico de fusión en el lado de temperatura baja (relación de cantidad de calor a temperatura alta (%) = $(Cc/(Cc + C1) \times 100)$). La relación de temperatura de la cantidad de calor es preferentemente del 10 % o más y del 40 % o menos y más preferentemente del 15 % o más y del 30 % o menos. Si la relación de la cantidad de calor a temperatura alta está dentro del intervalo, pueden obtenerse fácilmente partículas de polipropileno expandido con espuma que tengan una relación de expansión alta mediante un solo proceso de expansión mientras que las partículas de resina de polipropileno expandido resultantes no provocan bloqueo.

La relación de la cantidad de calor de temperatura alta y el calor de fusión en un lado de temperatura alta pueden ajustarse apropiadamente, por ejemplo, manteniendo el tiempo desde la terminación del aumento de temperatura hasta la formación de espuma en un proceso de formación de espuma en una sola etapa (tiempo de retención después de que la temperatura alcanza sustancialmente una temperatura de formación de espuma hasta la formación de espuma), temperatura de formación de espuma (temperatura durante la formación de espuma) y presión de formación de espuma (presión durante la formación de espuma). Generalmente, un tiempo de mantenimiento más prolongado, una temperatura más baja de formación de espuma o una presión más baja de formación de espuma es probable que conduzca a una relación de cantidad de calor a temperatura alta mayor o a un mayor calor de fusión en un lado de temperatura alta. De lo anterior, puede descubrirse fácilmente una condición que proporcione la relación deseada de cantidad de calor a temperatura alta y la cantidad de calor deseada del pico de fusión en un lado de temperatura alta repitiendo varios experimentos en los que el tiempo de retención, la temperatura de formación de espuma y la presión de formación de espuma se cambian sistemática y apropiadamente. La presión de formación de espuma puede ajustarse mediante la cantidad de un agente de formación de espuma.

En la presente invención, las partículas de polipropileno expandido que tienen una relación de deformación por calor del 2 % o más y del +2 % o menos pueden obtenerse fácilmente, por ejemplo, mediante la combinación de las siguientes condiciones de fabricación.

(1) En un proceso de formación de espuma en una sola etapa, las partículas de resina de polipropileno impregnadas con un agente de formación de espuma se expanden en un área de presión baja calentada tal como una atmósfera de vapor de agua calentada.

5 (2) El polietilenglicol y/o la glicerina están contenidos en una cantidad del 0,01 % en peso o más y del 2 % en peso o menos en el 100 % en peso de los artículos de polipropileno.

(3) Como agente de formación de espuma, se usan 3 partes en peso o más y 60 partes en peso o menos de dióxido de carbono gaseoso con respecto a 100 partes en peso de la resina de polipropileno.

10 (4) La temperatura de la atmósfera del área de presión baja calentada se establece a más de 80 °C y no a más de 110 °C.

15 Las partículas de resina de polipropileno expandido de la presente invención tienen preferentemente un tamaño promedio de burbuja de 50 µm o más y de 400 µm o menos y más preferentemente de 90 µm o más y de 300 µm o menos. Las partículas de resina de polipropileno expandido que tienen un tamaño de burbuja promedio de menos de 50 µm probablemente proporcionen un cuerpo moldeado de espuma en molde con un aspecto superficial deficiente, mientras que las partículas de resina de polipropileno expandido que tienen un tamaño de burbuja promedio de más de 400 µm pueden invitar menor resistencia.

20 Las partículas resina de polipropileno expandido de la presente invención tienen preferentemente un peso de partícula de 0,5 mg/partícula o más y de 1,8 mg/partícula o menos y más preferentemente de 0,7 mg/partícula o más y de 1,2 mg/partícula o menos. El peso de partícula de las partículas de resina de polipropileno expandido puede ajustarse fácilmente dentro del intervalo ajustando el peso de partícula de las partículas de resina de polipropileno a 0,5 mg/partícula o más y a 1,8 mg/partículas o menos.

25 Las partículas de resina de polipropileno de la presente invención pueden obtenerse, como se ha descrito anteriormente, mediante la extrusión de una resina una vez fundida en hebras y, antes o después de enfriar las hebras, mediante el procesamiento de las hebras en una forma de partícula deseada, tal como una forma de columna, una forma elíptica, una forma esférica, una forma cúbica y una forma de paralelepípedo rectangular. Las partículas de resina de polipropileno que tienen un peso de partícula inferior a 0,5 mg/partícula tendrían una gran variación en el peso de partícula y es probable que las partículas de resina de polipropileno expandido tengan una gran variación en la relación de expansión. Mientras tanto, es probable que las partículas de resina de polipropileno que tengan un peso de partícula de más de 1,8 mg/partícula proporcionen partículas expandidas que no se puedan cargar en áreas pequeñas.

35 Los cuerpos moldeados de espuma en molde obtenidos mediante moldeado de espuma en molde de las partículas de resina de polipropileno expandido de la presente invención pueden usarse para materiales de aislamiento térmico, materiales de empaquetado absorbentes de impactos, elementos interiores de automóviles, materiales de núcleo para para choques de automóviles y diversos propósitos.

40 Ejemplos

La presente invención siguiente se describirá a continuación en detalle con referencia a los ejemplos, pero la presente invención no se limita a los mismos.

45 Las siguientes sustancias se usaron en ejemplos y ejemplos comparativos.

Resina de polipropileno:

- 50 ● Resina de polipropileno A [un copolímero aleatorio de propileno/etileno contiene etileno en una cantidad del 2,9 % en peso, un índice de fusión de 7 g/10 min, un punto de fusión de 144 °C]
- Resina de polipropileno B [un copolímero aleatorio de propileno/etileno contiene etileno en una cantidad del 3,6 % en peso, un índice de fusión de 7 g/10 min, un punto de fusión de 139 °C]

Agente de nucleación celular:

- 55 ● Talco [fabricado por Hayashi-Kasei Co., Ltd., PK-S]

Otros:

- 60 ● Polietilenglicol [fabricado por Lion Corporation, PEG n.º 300]
- Melamina [fabricada por Mitsui Chemicals, Inc.]

En los ejemplos, la medición y la evaluación se realizaron mediante el siguiente procedimiento.

65

<Medición del punto de fusión de resina de polipropileno con calorímetro diferencial de barrido>

Con un calorímetro diferencial de barrido (CDB) [fabricado por Seiko Instruments, modelo CDB6200], la temperatura de 3 a 6 mg de partículas de resina de polipropileno se aumentó de 20 °C a 220 °C a una velocidad de aumento de la temperatura de 10 °C/min, después la temperatura se disminuyó de 220 °C a 20 °C a una velocidad de disminución de la temperatura de 10 °C/min y la temperatura se aumentó de 20 °C a 22 °C a una velocidad de aumento de la temperatura de 10 °C/min. En la curva de CDB obtenida, la temperatura pico de fusión en el segundo aumento de temperatura se consideró el punto de fusión (véase la Fig. 2).

10 <Medición por CDB de partículas de resina de polipropileno expandido>

Con un calorímetro diferencial de barrido (CDB) [fabricado por Seiko Instruments, modelo CDB6200], la temperatura de 3 a 6 mg de partículas de resina de polipropileno expandido se aumentó de 20 °C a 220 °C a una velocidad de aumento de la temperatura de 10 °C/min. A partir de la curva de CDB obtenida en el primer aumento de temperatura, se determinó cada temperatura pico de fusión o el calor de fusión (véase la Fig. 1).

<Relación de expansión de partículas expandidas>

Se determinaron el peso p (g) y el volumen de sumersión de etanol v (cm³) de partículas de resina de polipropileno expandido que tienen un volumen aparente de aproximadamente 50 cm³ y se calculó la relación de expansión de acuerdo con la siguiente expresión haciendo referencia a la densidad, $d = 0,9$ (g/cm³), de las partículas de resina de polipropileno antes de la formación de espuma.

$$\text{Relación de expansión} = d \times v/p$$

25 <Tamaño medio de burbuja de las partículas expandidas>

Se seleccionaron aleatoriamente diez partículas a partir de partículas expandidas y se cortaron con suficiente cuidado para no romper las películas celulares. La sección de corte de cada muestra se observó bajo un microscopio. Se trazó un segmento de línea correspondiente a una longitud de 1 mm, excepto la parte de la capa superficial. Se contó el número de burbujas a través de las cuales pasó el segmento de línea y después se determinó el tamaño de burbuja promedio de acuerdo con la norma ASTM D3576.

<Relación de deformación por calor de las partículas expandidas>

Las partículas expandidas obtenidas se acondicionan en condiciones convencionales a 23 °C durante 16 horas o más y después se determina una densidad en bruto aparente de las partículas expandidas antes del calentamiento.

La densidad aparente se determina como se indica a continuación: se pesan aproximadamente 200 cc de partículas expandidas y se colocan en un cilindro graduado de 250 cc [SCHOTT, hecho de vidrio de borosilicato DURAN]; el cilindro graduado se golpea unas 20 veces para eliminar la holgura entre las partículas expandidas; después el volumen se mide basándose en la escala sobre el cilindro graduado; y el peso se divide por el volumen para proporcionar una densidad aparente (g/cc) antes del calentamiento.

Las partículas expandidas en el cilindro graduado se colocan en un secador de circulación de aire caliente [fabricado por Nagano Science Co., Ltd., CH40-15P] controlado a una temperatura 15 °C inferior a un punto de fusión de la resina, después se calientan durante 1 hora y se sacan. Para un caso en el que las partículas expandidas provocan bloqueo, las partículas expandidas en el cilindro graduado se aflojan de una vez y se dejan reposar en un sitio de ensayo en condiciones convencionales a 23 °C durante 1 hora y se determina una densidad aparente de las partículas expandidas de la misma manera que anteriormente, proporcionando la densidad aparente de las partículas expandidas después del calentamiento.

La relación de deformación por calor se calcula de acuerdo con la siguiente expresión.

$$\text{Relación de deformación por calor (\%)} = \left[\frac{\text{densidad aparente de partículas expandidas antes del calentamiento} - \text{densidad aparente de partículas expandidas después del calentamiento}}{\text{densidad aparente de partículas expandidas antes del calentamiento}} \right] \times 100$$

<Evaluación del cuerpo moldeado>

Mediante el uso de una máquina de moldeado de espuma de polipropileno [fabricada por DAISEN Co., Ltd., KD-345] y un molde que tenía una longitud de 400 mm, un ancho de 300 mm y un espesor de 50 mm, se realizó el moldeado de espuma en el molde mientras que la presión de vapor de agua calentada para el moldeado se modificó en 0,01 MPa·G entre 0,16 MPa·G y 0,32 MPa·G. El cuerpo moldeado de espuma en molde de resina de polipropileno obtenido se dejó reposar a temperatura ambiente durante 1 hora y después se secó y envejeció en una cámara termostática a 75 °C durante 15 horas. El cuerpo moldeado se extrajo en una condición a temperatura ambiente y se

dejó reposar a temperatura ambiente durante 4 horas. Se evaluaron las siguientes propiedades de fusión entre las partículas expandidas, la naturaleza de la superficie del cuerpo moldeado de espuma en molde, la densidad del cuerpo moldeado y la resistencia a la compresión del 50 %. Una presión mínima de vapor calentado para el moldeado a la que el moldeado de espuma en molde proporcionó dicho cuerpo moldeado de espuma en molde que

5 todas las propiedades de fusión, la naturaleza superficial y la resistencia a la compresión del 50 % fueron aceptadas (evaluadas como "o") se consideró la presión mínima de vapor de agua calentada para el moldeado.

(1) Evaluación de las propiedades de fusión

10 La resina de polipropileno obtenida en el cuerpo moldeado de espuma en molde se cortó en una dirección del espesor del cuerpo moldeado de espuma en molde con una cuchilla de corte para hacer una incisión con un tamaño de aproximadamente 5 a 10 mm y el cuerpo moldeado de espuma en molde se rompió a partir de la incisión a mano. Se observó la sección rota y se determinó la proporción de partículas rotas, pero no de partículas rotas a lo largo de las interfaces. Las propiedades de fusión se evaluaron basándose en los siguientes criterios.

15

Aceptación "o": la relación de partículas rotas no es inferior al 60 %.

Fracaso "x": la relación de partículas rotas es inferior al 60 %.

<Evaluación de la naturaleza de la superficie>

20

Se observaron visualmente las condiciones de la superficie del cuerpo moldeado en molde de resina de polipropileno obtenido y la naturaleza de la superficie se evaluó basándose en los siguientes criterios.

25

Aceptación "o": la superficie es hermosa con algunas arrugas o huecos entre partículas.

Fracaso "x": la superficie tiene un aspecto deficiente con arrugas y marcas de hundimiento.

(3) Densidad de cuerpo moldeado de espuma en molde

30 A partir del cuerpo moldeado de espuma en molde de resina de polipropileno obtenido, se cortó una pieza de ensayo que tenía una longitud de 50 mm, un ancho de 50 mm y un espesor de 25 mm. La densidad ρ de la pieza de ensayo se calculó a partir de un peso P (g) y un volumen V (cm³) de la pieza de ensayo de acuerdo con la siguiente expresión.

35

$$\text{Densidad } \rho \text{ (g/l) del cuerpo moldeado de espuma en molde} = (P/V) \times 1000$$

(4) Resistencia a la compresión del 50 %

40 A partir del cuerpo moldeado de espuma en molde de resina de polipropileno obtenido, se cortó una pieza de ensayo que tenía una longitud de 50 mm, un ancho de 50 mm y un espesor de 25 mm. La pieza de ensayo se comprimió en un 50 % a una velocidad de 10 mm/min de acuerdo con la norma NDA-Z0504 y se midió la resistencia a la compresión (MPa).

45

La evaluación se realizó con respecto a una densidad ρ del cuerpo moldeado de espuma en molde basándose en los siguientes criterios.

Aceptación "o": la resistencia a la compresión del 50 % no es inferior a $0,0069 \times \rho + 0,0162$ MPa.

Fracaso "x": la resistencia a la compresión del 50 % es inferior a $0,0069 \times \rho + 0,0162$ MPa.

(Ejemplo 1)

50

[Fabricación de partículas de resina de polipropileno]

Con 100 partes en peso de resina de polipropileno A (un copolímero aleatorio de propileno/etileno contenía etileno en una cantidad del 2,9 % en peso, un índice de fusión de 7 g/10 min, un punto de fusión de 144 °C), se mezclaron

55 0,05 partes en peso de talco como agente de nucleación celular y 0,50 partes en peso de polietilenglicol como agente absorbente de agua. La mezcla se fundió y se amasó después a una temperatura de resina de 220 °C en una extrusora de tornillo simple de 50 mm ϕ [fabricada por Osaka Seiki Kosaku, modelo 20VSE-50-28]. La resina amasada fundida obtenida se extruyó a través de un troquel circular en hebras. Las hebras se enfriaron con agua y después se cortaron con una granuladora, proporcionando partículas de resina de polipropileno que tenían una

60 forma cilíndrica y que tenían un peso de partícula de 1,2 mg/partícula.

[Fabricación de partículas de resina de polipropileno expandido]

Un aparato que incluye una cámara de formación de espuma 9, como se muestra en la Fig. 3, conectada a través de

65 un orificio 5 a una parte inferior de un autoclave resistente a la presión (recipiente resistente a la presión 3) que tiene una capacidad de 10 l se usó para fabricar partículas de resina de polipropileno expandido.

En un autoclave resistente a la presión que tiene una capacidad de 10 l, se pusieron 100 partes en peso de las partículas de resina de polipropileno obtenidas, 170 partes en peso de agua, 1,0 parte en peso de fosfato de calcio tribásico como dispersante y 0,07 partes en peso de n-parafinsulfonato de sodio como adyuvante de dispersión. Con agitación, se añadieron 6,0 partes en peso de dióxido de carbono como agente de formación de espuma. La temperatura de los contenidos en el autoclave se aumentó a una temperatura de formación de espuma de 150 °C y después se añadió más dióxido de carbono gaseoso para ajustar la presión interna del autoclave a 3,0 MPa·G. Las condiciones se mantuvieron durante 30 minutos y después se abrió una válvula 4 en la parte inferior del autoclave. A través del orificio 5 abierto de 3,6 mmφ, los contenidos en el autoclave se descargaron a la cámara de formación de espuma 9 a presión atmosférica, proporcionando partículas expandidas de una sola etapa. En una posición justo detrás del orificio 5 en la cámara de formación de espuma 9, se proporcionó y diseñó una entrada de vapor 8 de manera que el calentamiento con vapor aumentara la temperatura atmosférica en la cámara de formación de espuma de 9 a 98 °C y las partículas expandidas entraran en contacto con el calor de vapor durante 5 minutos. Las partículas expandidas de una sola etapa obtenidas tenían una relación de expansión de 20, una relación máxima de CDB del 19 % y una relación de deformación por calor del -0,1 % a 129 °C, que se calculó restando 15 °C de 144 °C, el punto de fusión de la resina.

[Fabricación de cuerpo moldeado de espuma en molde de resina de polipropileno]

Las partículas de resina de polipropileno expandido obtenidas se lavaron con una solución acuosa de ácido clorhídrico que tenía un pH de 1, después se lavaron con agua y se secaron a 75 °C. Las partículas secas se impregnaron con aire presurizado en un recipiente resistente a la presión para la formación de espuma en dos etapas que difería del autoclave resistente a la presión anterior en el ajuste de la presión interna de la partícula a 0,2 MPa·G. Mediante el uso de una máquina de moldeado de polipropileno expandido [fabricada por DAISEN Co., Ltd., KD-345] y un molde que tenía una longitud de 400 mm, un ancho de 300 mm y un espesor de 50 mm, se realizó el moldeado de la espuma en molde mientras la presión de vapor de agua calentada se cambió en 0,01 MPa·G entre 0,16 y 0,32 MPa·G. El tiempo de calentamiento para este moldeado fue de 22 segundos (calentamiento directo/calentamiento inverso/calentamiento principal = 5 segundos/5 segundos/12 segundos). El cuerpo moldeado de espuma en molde obtenido se dejó reposar a temperatura ambiente durante 1 hora y después se secó y se envejeció en una cámara termostática a 75 °C durante 15 horas. El cuerpo moldeado se extrajo en una condición a temperatura ambiente y se dejó reposar a temperatura ambiente durante 4 horas y después se determinaron las propiedades de fusión entre las partículas, la naturaleza de la superficie y la resistencia a la del 50 %. A partir de estos resultados, la presión mínima de vapor de agua calentada para el moldeado fue de 0,21 MPa·G. En todo el intervalo desde la presión mínima de vapor de agua calentada hasta una presión elevada de vapor de agua calentada de 0,32 MPa·G, se aceptaron las propiedades de fusión, la naturaleza de la superficie y la resistencia a la compresión del 50 %. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

(Ejemplo 2)

Se obtuvieron partículas expandidas en una sola etapa y un cuerpo moldeado de espuma en molde de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto por que el aumento de temperatura (temperatura de formación de espuma) del contenido del autoclave se cambió a 149 °C en [Fabricación de partículas de resina de polipropileno expandido]. Las partículas expandidas en una sola etapa obtenidas tenían una relación de expansión de 18, una relación pico de CDB del 29 % y una relación de deformación por calor del 0,0 %. La presión mínima de vapor de agua calentada para el moldeado fue de 0,22 MPa·G y en todo el intervalo de presiones de vapor de agua calentada desde la presión mínima de vapor de agua calentada hasta una presión alta de vapor de agua calentada de 0,32 MPa·G, se aceptaron las propiedades de fusión, la naturaleza superficial y la resistencia a la compresión del 50 %. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

(Ejemplo 3)

[Fabricación de partículas de resina de polipropileno]

Se obtuvieron partículas de resina de polipropileno de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto por que con 100 partes en peso de resina de polipropileno B (un copolímero aleatorio de propileno/etileno contenía etileno en una cantidad del 3,6 % en peso, un índice de fusión de 7 g/10 min, un punto de fusión de 139 °C), se mezclaron 0,10 partes en peso de talco como agente de nucleación celular y 0,50 partes en peso de polietilenglicol como agente absorbente de agua.

[Fabricación de partículas de resina de polipropileno expandido]

Se obtuvieron partículas expandidas en una sola etapa y un cuerpo moldeado de espuma en molde de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto por que se usaron las partículas de resina de polipropileno obtenidas y la temperatura aumentada (temperatura de formación de espuma) del contenido en el autoclave se cambió a 136 °C. Las partículas expandidas obtenidas en una sola etapa tenían una relación de expansión de 20, una relación pico de CDB del 20 % y una relación de deformación por calor del -1,0 % a 124 °C, que se calculó restando 15 °C de 139 °C, el punto de fusión de la resina.

[Fabricación de cuerpo moldeado de espuma en molde de resina de polipropileno]

El moldeado de espuma en molde se realizó de la misma manera que en el Ejemplo 1 y se evaluaron la moldeabilidad y el cuerpo moldeado resultante. La presión mínima de vapor de agua calentada para el moldeado fue de 18 MPa·G y en todo el intervalo de presiones de vapor de agua calentada desde la presión mínima de vapor de agua calentada hasta una presión de vapor de agua calentada elevada de 0,32 MPa·G, se aceptaron las propiedades de fusión, la naturaleza superficial y la resistencia a la compresión del 50 %. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

10 (Ejemplo 4)

Se obtuvieron partículas expandidas en una sola etapa y un cuerpo moldeado de espuma en molde de la misma manera que en el Ejemplo 3, excepto por que el aumento de la temperatura (temperatura de formación de espuma) del contenido en el autoclave se cambió a 135 °C en [Fabricación de partículas resina de polipropileno expandido]. Las partículas expandidas obtenidas en una sola etapa tenían una relación de expansión de 19, una relación pico de CDB del 28 % y una relación de deformación por calor del 1,6 %. La presión mínima de vapor de agua calentada para el moldeado fue de 0,19 MPa·G cuando se produjo el cuerpo moldeado de espuma en molde y en todo el intervalo de presiones de vapor de agua calentada desde la presión mínima de vapor de agua calentada hasta una presión elevada de vapor de agua calentada de 0,32 MPa·G, se aceptaron las propiedades de fusión, la naturaleza de la superficie y la resistencia a la compresión del 50 %. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

(Ejemplo 5)

[Fabricación de partículas de resina de polipropileno]

Se obtuvieron partículas de resina de polipropileno y un cuerpo moldeado de espuma en molde de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto por que con 100 partes en peso de resina de polipropileno A (un copolímero aleatorio de propileno/etileno contenía etileno en una cantidad del 2,9 % en peso, un índice de fusión de 7 g/10 min, un punto de fusión de 144 °C), se mezclaron 0,05 partes en peso de talco un agente de nucleación celular y 0,20 partes en peso de glicerina como agente absorbente de agua. Las partículas expandidas obtenidas en una sola etapa tenían una relación de expansión de 19, una relación pico de CDB del 22 % y una relación de deformación por calor del -0,2 %. La presión mínima de vapor de agua calentada para el moldeado fue 0,22 MPa·G cuando se produjo el cuerpo moldeado de espuma en molde y en todo el intervalo de presiones de vapor de agua calentada desde la presión mínima de vapor de agua calentada hasta una presión elevada de vapor de agua calentada de 0,32 MPa·G, se aceptaron las propiedades de fusión, la naturaleza de la superficie y la resistencia a la compresión del 50 %. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

(Ejemplo 6)

Se obtuvieron partículas expandidas en una sola etapa y un cuerpo moldeado de espuma en molde de la misma manera que en el Ejemplo 5 excepto por que el aumento de la temperatura (temperatura de formación de espuma) del contenido en el autoclave se cambió a 149 °C en [Fabricación de partículas de resina de polipropileno expandido]. Las partículas expandidas obtenidas en una sola etapa tenían una relación de expansión de 18, una relación pico de CDB del 29 % y una relación de deformación por calor del 0 %. La presión mínima de vapor de agua calentada para el moldeado fue de 0,22 MPa·G cuando se produjo el cuerpo moldeado de espuma en molde y en todo el intervalo de presiones de vapor de agua calentada desde la presión mínima de vapor de agua calentada hasta una presión elevada de vapor de agua calentada de 0,32 MPa·G, se aceptaron las propiedades de fusión, la naturaleza de la superficie y la resistencia a la compresión del 50 %. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

50 (Ejemplo 7)

Se obtuvieron partículas expandidas en una sola etapa y un cuerpo moldeado de espuma en molde de la misma manera que en el Ejemplo 5 excepto por que la presión interna del autoclave se cambió a 3,5 MPa·G cuando se añadió adicionalmente dióxido de carbono gaseoso en [Fabricación de partículas resina de polipropileno expandido]. Las partículas expandidas obtenidas en una sola etapa tenían una relación de expansión de 25, una relación pico de CDB del 17 % y una relación de deformación por calor del -1,1 %. La presión mínima de vapor de agua calentada para el moldeado fue de 0,22 MPa·G cuando se produjo el cuerpo moldeado de espuma en molde y en todo el intervalo de presiones de vapor de agua calentada desde la presión mínima de vapor de agua calentada hasta una presión elevada de vapor de agua calentada de 0,32 MPa·G, se aceptaron las propiedades de fusión, la naturaleza de la superficie y la resistencia a la compresión del 50 %. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

[Tabla 1]

			Ejemplo						
			1	2	3	4	5	6	7
Resina de polipropileno A	partes en peso		100	100	-	-	100	100	100
Resina de polipropileno B	partes en peso		-	-	100	100	-	-	-
Talco	partes en peso		0,05	0,05	0,10	0,10	0,05	0,05	0,05
Polietilenglicol	partes en peso		0,50	0,50	0,50	0,50	-	-	-
Glicerina	partes en peso		-	-	-	-	0,20	0,20	0,20
Melamina	partes en peso		-	-	-	-	-	-	-
Partículas expandidas	Agente de formación de espuma	-	CO ₂	CO ₂	CO ₂	CO ₂	CO ₂	CO ₂	CO ₂
	Temperatura de formación de espuma	°C	150	149	136	135	150	149	150
	Presión interna en autoclave	MPa·G	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,5
	Temperatura en la cámara de formación de espuma	°C	98	98	98	98	98	98	98
	Relación de expansión	-	20	18	20	19	19	18	25
	Tamaño de burbuja promedio	µm	201	170	210	195	165	156	160
	Relación pico de CDB	%	19	29	20	28	22	29	17
	Relación de deformación por calor	%	-0,1	-0,0	-1,0	1,6	-0,2	0,0	-1,1
Cuerpo moldeado de espuma en molde	Densidad del cuerpo moldeado	g/l	26,2	29,3	26,7	28,1	21,1	28,8	22,1
	Naturaleza de la superficie	-	o	o	o	o	o	o	o
	Presión mínima de vapor de agua calentada para el moldeado	MPa·G	0,21	0,22	0,18	0,19	0,22	0,22	0,22
	Resistencia a la compresión del 50 %	-	o	o	o	o	o	o	o
	Propiedades de fusión	-	o	o	o	o	o	o	o

(Ejemplo comparativo 1)

5 Se obtuvieron partículas expandidas en una sola etapa de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto por que el contenido del autoclave se descargaron a través del orificio abierto sin calentamiento por vapor en la cámara de formación de espuma 9 (la temperatura en la cámara de formación de espuma 9 fue 45 °C) en [Fabricación de partículas de resina de polipropileno expandido].

10 Las partículas expandidas en una sola etapa obtenidas tenían una relación de expansión de 15 y una relación pico de CDB del 21 %.

15 Se aplicó una presión interna de 0,28 MPa·G en las partículas expandidas de una sola etapa obtenidas mediante impregnación con aire y las partículas se calentaron con vapor a 0,02 MPa·G, proporcionando partículas expandidas que tenían una relación de expansión de 21. La relación de deformación por calor fue del -15,5 % a 129 °C, que se calculó restando 15 °C de 144 °C, el punto de fusión de la resina.

[Fabricación de cuerpo moldeado de espuma en molde de resina de polipropileno]

20 El moldeado de espuma en molde se realizó de la misma manera que en el Ejemplo 1 y se evaluaron la moldeabilidad y el cuerpo moldeado resultante. Los resultados se muestran en la Tabla 2 como Ejemplo Comparativo 1-1. Se determinó que la presión mínima de vapor de agua calentada para el moldeado era de 0,25 MPa·G a partir de las propiedades de fusión entre partículas en el cuerpo moldeado, la naturaleza de la superficie y la resistencia a la compresión del 50 %. Los resultados de la evaluación a 0,21 MPa·G, que era la presión mínima de vapor de agua calentada para el moldeado en el Ejemplo 1, se muestran como el Ejemplo Comparativo 1-2. La relación de fusión y la naturaleza de la superficie fracasaron.

30 Se revela que en el Ejemplo 1, la presión mínima de vapor de agua calentada para el moldeado fue capaz de reducirse debido a que las partículas expandidas utilizadas tenían una relación de deformación por calor de aproximadamente 0.

(Ejemplo Comparativo 2)

35 Se obtuvieron partículas expandidas de una sola etapa de la misma manera que en el Ejemplo 2 excepto por que el contenido del autoclave se descargó a través del orificio abierto sin calentamiento de vapor en la cámara de formación de espuma 9 (la temperatura en la cámara de formación de espuma 9 era de 45 °C) en [Fabricación de partículas de resina de polipropileno expandido].

Las partículas expandidas obtenidas en una sola etapa tenían una relación de expansión de 15 y una relación pico de CDB del 30 %. Se aplicó una presión interna de 0,28 MPa·G en las partículas expandidas obtenidas en una sola etapa mediante impregnación con aire y las partículas se calentaron con vapor a 0,02 MPa·G, proporcionando partículas expandidas con una relación de expansión de 18. La relación de deformación por calor fue del -9,5 % a 129 °C, que se calculó restando 15 °C de 144 °C, el punto de fusión de la resina.

[Fabricación de cuerpo moldeado de espuma en molde de resina de polipropileno]

El moldeado de espuma en molde se realizó de la misma manera que en el Ejemplo 1 y se evaluaron la moldeabilidad y el cuerpo moldeado resultante. Los resultados se muestran en la Tabla 2 como Ejemplo Comparativo 2-1. Se determinó que la presión mínima de vapor de agua calentada para el moldeado era de 0,26 MPa·G a partir de las propiedades de fusión entre las partículas en el cuerpo moldeado, la naturaleza de la superficie y la resistencia a la compresión del 50 %.

Los resultados de la evaluación a 0,22 MPa·G, que era la presión mínima de vapor de agua calentada para el moldeado en el Ejemplo 2, se muestran como el Ejemplo Comparativo 2-2. La relación de fusión, la naturaleza de la superficie y la resistencia a la compresión del 50 % fracasaron todas. Se revela que en el Ejemplo 2, la presión mínima de vapor de agua calentada para el moldeado pudo reducirse porque las partículas expandidas utilizadas tenían una relación de deformación por calor de aproximadamente 0.

(Ejemplo Comparativo 3)

Se obtuvieron partículas expandidas de una etapa de la misma manera que en el Ejemplo 3 excepto por que el contenido del autoclave se descargó a través del orificio abierto sin calentamiento de vapor en la cámara de formación de espuma 9 (la temperatura en la cámara de formación de espuma 9 era de 45 °C) en [Fabricación de partículas de resina de polipropileno expandido]. Las partículas expandidas obtenidas en una sola etapa tenían una relación de expansión de 14 y una relación pico de CDB del 21 %. Se aplicó una presión interna de 0,28 MPa·G en las partículas expandidas de una sola etapa obtenidas mediante impregnación con aire, y las partículas se calentaron mediante vapor a 0,02 MPa·G, proporcionando partículas expandidas que tienen una relación de expansión de 20. La relación de deformación por calor fue del -7,0 % a 124 °C, que se calculó restando 15 °C de 139 °C, el punto de fusión de la resina.

[Fabricación cuerpo moldeado de espuma en molde de resina de polipropileno]

El moldeado de espuma en molde se realizó de la misma manera que en el Ejemplo 1 y la moldeabilidad y el cuerpo moldeado resultante se evaluaron. Los resultados se muestran en la Tabla 2 como Ejemplo Comparativo 3-1. Se determinó que la presión mínima de vapor de agua calentada para el moldeado era 0,22 MPa·G a partir de las propiedades de fusión entre partículas en el cuerpo moldeado, la naturaleza de la superficie y la resistencia a la compresión del 50 %.

Los resultados a 0,18 MPa·G, que era la presión mínima de vapor de agua calentada para el moldeado en el Ejemplo 3, se muestran como Ejemplo Comparativo 3-2. La relación de fusión, la naturaleza de la superficie y la resistencia a la compresión del 50 % fracasaron. Se revela que en el Ejemplo 3, la presión mínima de vapor de agua calentada para el moldeado pudo reducirse debido a que las partículas expandidas utilizadas tenían una relación de deformación por calor de aproximadamente 0.

(Ejemplo Comparativo 4)

[Fabricación de partículas de resina de polipropileno]

Se obtuvieron partículas de resina de polipropileno de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto por que con 100 partes en peso de resina de polipropileno a, solo se mezclaron 0,5 partes en peso de talco [fabricado por Hayashi-Kasei Co., Ltd., PK-S] como agente de nucleación celular.

[Fabricación de partículas de resina de polipropileno expandido]

En un autoclave resistente a la presión que tenía una capacidad de 10 l, se pusieron 100 partes en peso de las partículas de resina de polipropileno obtenidas, 170 partes en peso de agua, 1,0 parte en peso de fosfato de calcio tribásico como dispersante y 0,07 partes en peso de n-parafinsulfonato de sodio como adyuvante de la dispersión. Con agitación, se añadió isobutano como agente de formación de espuma. La temperatura del contenido en el autoclave se aumentó a una temperatura de formación de espuma de 135 °C y después se añadió isobutano adicionalmente para ajustar la presión interna del autoclave a 2,4 MPa·G. Las condiciones se mantuvieron durante 30 minutos y después se abrió la válvula en la parte inferior del autoclave. A través del orificio abierto de 3,6 mmφ, el contenido del autoclave se descargó a una atmósfera sin calentamiento por vapor a presión atmosférica, proporcionando partículas expandidas en una sola etapa. Las partículas expandidas obtenidas en una sola etapa tenían una relación de expansión de 20 y una relación pico de CDB del 19 %. La relación de deformación por calor

fue del-4,5 % a 129 °C, que se calculó restando 15 °C de 144 °C, el punto de fusión de la resina.

[Fabricación cuerpo moldeado de espuma en molde de resina de polipropileno]

5 El moldeado de espuma en molde se realizó de la misma manera que en el Ejemplo 1 y se evaluaron la moldeabilidad y el cuerpo moldeado resultante. Los resultados se muestran en la Tabla 2 como Ejemplo Comparativo 4-1. Se determinó que la presión mínima de vapor de agua calentada para el moldeado era de 0,26 MPa·G a partir de las propiedades de fusión entre partículas en el cuerpo moldeado, la naturaleza superficial y la resistencia a compresión del 50 %.

10 Los resultados de la evaluación a 0,21 MPa·G, que era la presión mínima de vapor de agua calentada para el moldeado en el Ejemplo 1, se muestran como Ejemplo Comparativo 4-2. La relación de fusión y la naturaleza de la superficie fracasaron. Se revela que en el Ejemplo 1, la presión mínima de vapor de agua calentada para el moldeado pudo reducirse porque las partículas expandidas utilizadas tenían una relación de deformación por calor de aproximadamente 0.

15 (Ejemplo Comparativo 5)

[Fabricación de partículas de resina de polipropileno]

20 Se obtuvieron partículas de resina de polipropileno de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto por que con 100 partes en peso de resina de polipropileno A, se mezclaron 0,5 partes en peso de talco [fabricado por Hayashi-Kasei Co., Ltd., PK-S] como agente de nucleación celular y 0,5 partes en peso de melamina [fabricada por Mitsui Chemicals, Inc.].

25 [Fabricación de partículas de resina de polipropileno expandido]

30 Se obtuvieron partículas expandidas en una sola etapa del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto por que se usaron las partículas de resina de polipropileno obtenidas, el aumento de temperatura (temperatura de formación de espuma) del contenido en el autoclave a 152 °C y el contenido del autoclave se descargó a través del orificio abierto sin calentamiento por vapor en la cámara de formación de espuma 9 (la temperatura en la cámara de formación de espuma 9 era de 45 °C).

35 Las partículas expandidas en una sola etapa obtenidas tenían una relación de expansión de 15 y una relación pico de CDB del 22 %. Se aplicó una presión interna de 0,28 MPa·G en las partículas expandidas obtenidas en una sola etapa mediante impregnación con aire, y las partículas se calentaron con vapor a 0,02 MPa·G, proporcionando partículas expandidas con una relación de expansión de 19. La relación de deformación por calor fue del -12,0 % a 129 °C, que se calculó restando 15 °C de 144 °C, el punto de fusión de la resina.

40 [Fabricación de cuerpo moldeado de espuma en molde de resina de polipropileno]

45 El moldeado de espuma en molde se realizó de la misma manera que en el Ejemplo 1 y se evaluaron la moldeabilidad y el cuerpo moldeado resultante. Los resultados se muestran en la Tabla 2 como Ejemplo Comparativo 5-1. Se determinó que la presión mínima de vapor de agua calentada para el moldeado era de 0,26 MPa·G a partir de las propiedades de fusión entre las partículas en el cuerpo moldeado, la naturaleza de la superficie y la resistencia a la compresión del 50 %.

50 Los resultados de la evaluación a 0,21 MPa·G, que era la presión mínima de vapor de agua calentada para el moldeado en el Ejemplo 1, se muestran como Ejemplo Comparativo 5-2. La relación de fusión y la naturaleza de la superficie fracasaron. Se revela que en el Ejemplo 1, la presión mínima de vapor de agua calentada para el moldeado pudo reducirse debido a que se usaron las partículas expandidas obtenidas utilizando dióxido de carbono gaseoso como agente de formación de espuma y a que tenían una relación de deformación por calor de aproximadamente 0.

55 (Ejemplo Comparativo 6)

[Fabricación de partículas de resina de polipropileno]

60 Se obtuvieron partículas de resina de polipropileno de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto por que con 100 partes en peso de resina de polipropileno A, se mezclaron 0,5 partes en peso de talco [fabricado por Hayashi-Kasei Co., Ltd., PK-S] como agente de nucleación celular y 0,5 partes en peso de melamina [fabricada por Mitsui Chemicals, Inc.].

[Fabricación de partículas de resina de polipropileno expandido]

5 En un autoclave resistente a la presión que tenía una capacidad de 10 l, se pusieron 100 partes en peso de las partículas de resina de polipropileno obtenidas, 170 partes en peso de agua, 1,0 parte en peso de fosfato de calcio tribásico como dispersante y 0,07 partes en peso de n-parafinsulfonato de sodio como adyuvante de dispersión. Con agitación, el contenido del autoclave se calentó a 154 °C. La presión interna del autoclave se aumentó después mediante aire comprimido a una presión interna del recipiente de 2,8 MPa·G. El autoclave se mantuvo a la temperatura interna del recipiente durante 30 minutos y después se abrió la válvula 4 en la parte inferior del autoclave. A través del orificio abierto de 3,6 mmφ, el contenido del autoclave se descargó en la cámara de formación de espuma 9 a presión atmosférica, proporcionando partículas expandidas en una sola etapa. En una posición justo detrás del orificio 5 en la cámara de formación de espuma 9, se proporcionó una entrada de vapor 8 diseñada para que el calentamiento por vapor aumentara la temperatura atmosférica en la cámara de formación de espuma 9 a 98 °C y que las partículas expandidas entraran en contacto durante 5 minutos. El Ejemplo Comparativo 6 se refiere a la técnica que usa agua como agente de formación de espuma descrito en el documento JP-A N.º 2004-67768.

10 Las partículas expandidas obtenidas en una sola etapa tuvieron una relación de expansión de 20, una relación pico de CDB del 21 % y una relación de deformación por calor del -6,7 % a 129 °C, que se calculó restando 15 °C de 144 °C, el punto de fusión de la resina

20 [Fabricación de cuerpo moldeado de espuma en molde de resina de polipropileno]

El moldeado de espuma en molde se realizó de la misma manera que en el Ejemplo 1 y se evaluaron la moldeabilidad y el cuerpo moldeado resultante. Los resultados se muestran en la Tabla 2 como Ejemplo Comparativo 6-1. Se determinó que la presión mínima de vapor de agua calentada para el moldeado era de 0,26 MPa·G a partir de las propiedades de fusión entre las partículas en el cuerpo moldeado, la naturaleza de la superficie y la resistencia a la compresión del 50 %.

30 Los resultados de la evaluación a 0,21 MPa·G, que era la presión mínima de vapor de agua calentada para el moldeado en el Ejemplo 1, se muestran como Ejemplo Comparativo 6-2. La relación de fusión y la naturaleza de la superficie fracasaron.

35 Se revela que en el Ejemplo 1, la presión mínima de vapor de agua calentada para el moldeado pudo reducirse debido a que se usaron las partículas expandidas obtenidas utilizando dióxido de carbono gaseoso como agente de formación de espuma y a que tenían una relación de deformación por calor de aproximadamente 0.

[Tabla 2]

		Ejemplo												
		1-1	1-2	2-1	2-2	3-1	3-2	4-1	4-2	5-1	5-2	6-1	6-2	
Resina de polipropileno A	partes en peso	100		100		-		100		100		100		100
	partes en peso	-		-		100		-		-		-		-
	partes en peso	0,05		0,05		0,10		0,50		0,05		0,05		0,05
	partes en peso	0,50		0,50		0,50		-		-		-		-
	partes en peso	-		-		-		-		0,05		0,05		0,05
Melamina	-	CO ₂		CO ₂		CO ₂		Butano		CO ₂		Agua (aire)		
	Agente de formación de espuma													
Partículas expandidas	Temperatura de formación de espuma	150		149		136		135		152		154		154
	Presión interna en autoclave	3,0		3,0		3,0		2,4		3,0		2,8		2,8
	Temperatura en la cámara de formación de espuma	-		-		-		-		-		98		98
	Relación de expansión	21		18		20		20		19		20		20
	Tamaño de burbuja promedio	220		199		195		260		190		195		195
	Relación pico de CDB	21		30		21		19		22		21		21
	Relación de deformación por calor	-15,5		-9,5		-7,0		-4,5		-12,0		-6,7		-6,7
	Densidad del cuerpo moldeado	24,6	24,5	29,8	29,9	26,3	26,2	26,3	26,4	28,0	28,5	26,2	26,3	26,3
	Naturaleza de la superficie	o	x	o	x	o	x	o	x	o	x	o	x	o
	Presión mínima de vapor de agua calentada para el moldeado	0,25	0,21	0,26	0,22	0,22	0,18	0,26	0,21	0,26	0,21	0,26	0,21	0,21
Resistencia a la compresión del 50 %	o	o	o	x	o	x	o	o	o	o	o	o	o	
Propiedades de fusión	o	x	o	x	o	x	o	x	o	x	o	x	o	

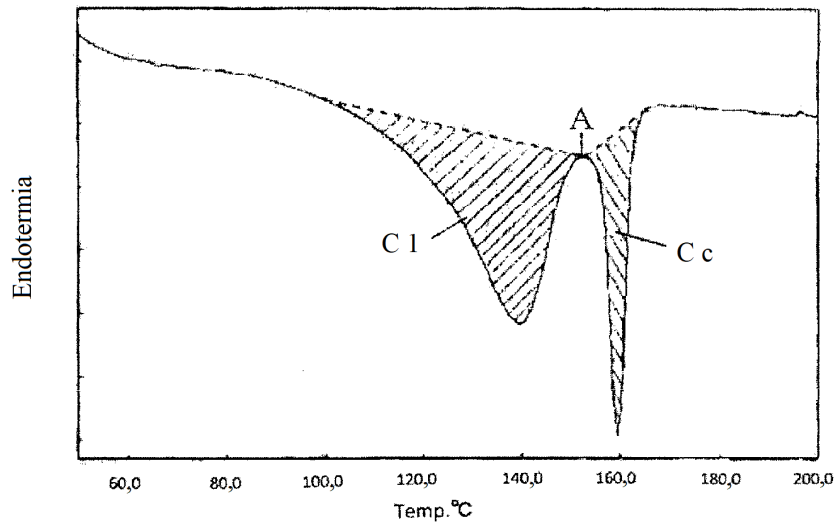
Lista de signos de referencia

- 1 Partículas de resina de polipropileno
- 2 Medio de dispersión acuoso
- 5 3 Recipiente resistente a la presión (autoclave)
- 4 Válvula
- 5 Orificio
- 6 Termógrafo
- 7 Partícula expandida
- 10 8 Entrada de vapor
- 9 Cámara de formación de espuma

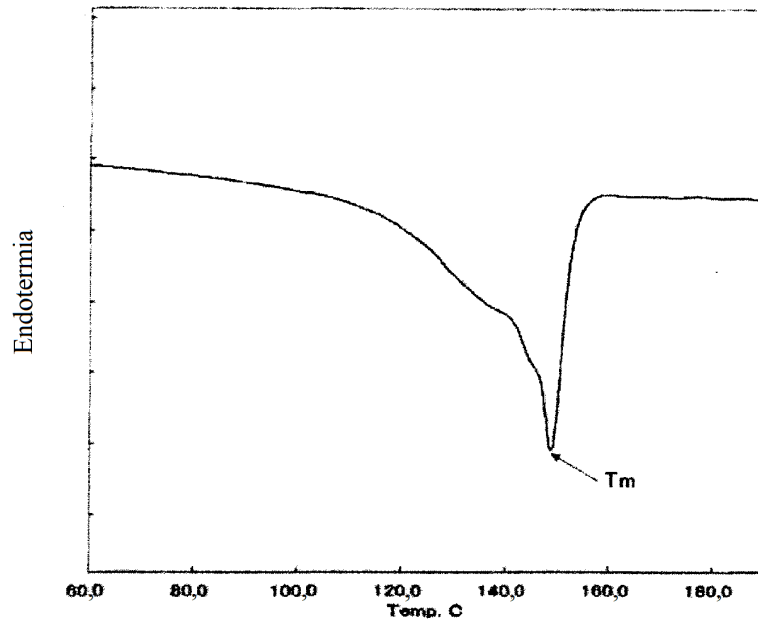
REIVINDICACIONES

1. Un método para la fabricación de partículas de resina de polipropileno expandido mediante un único proceso de formación de espuma, teniendo las partículas de resina de polipropileno expandido una relación de deformación por calor del -2 % o más y del +2 % o menos, siendo la relación de deformación por calor una relación de cambio en la densidad en bruto aparente antes y después del calentamiento a una temperatura 15 °C inferior al punto de fusión de una resina de polipropileno como resina de sustrato, en donde la resina de polipropileno es un copolímero aleatorio de polipropileno que contiene 1-buteno y/o etileno como comonomero, teniendo las partículas de resina de polipropileno expandido una relación de expansión de 15 o más y de 45 o menos, comprendiendo el método:
- dispersar partículas de resina de polipropileno que contienen polietilenglicol y/o glicerina junto con un medio de dispersión acuoso en un recipiente resistente a la presión, en donde el polietilenglicol y/o la glicerina están contenidos en una cantidad del 0,01 % en peso o más y del 2 % en peso o menos en el 100 % en peso de las partículas de resina de polipropileno;
- introducir dióxido de carbono gaseoso como agente de formación de espuma en el recipiente resistente a la presión; impregnar las partículas de resina de polipropileno con el agente de formación de espuma en condiciones de calentamiento y presión; y después descargar las partículas de resina de polipropileno en un área que tiene una presión inferior a una presión interna del recipiente resistente a la presión y que tiene una temperatura ambiente superior a 80 °C y no superior a 110 °C, formando de este modo partículas de resina de polipropileno expandido.
2. El método para la fabricación de partículas de resina de polipropileno expandido de acuerdo con la reivindicación 1, en el que las partículas de resina de polipropileno expandido tienen una relación de expansión de 18 o más y de 25 o menos.
3. El método para la fabricación de partículas de resina de polipropileno expandido de acuerdo con la reivindicación 2, en el que el copolímero aleatorio de polipropileno tiene un punto de fusión de 125 °C o superior y de 155 °C o inferior.
4. El método para la fabricación de partículas de resina de polipropileno expandido de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la resina de polipropileno contiene un agente de nucleación inorgánico.
5. El método para la fabricación de partículas de resina de polipropileno expandido de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el agente de formación de espuma se usa en una cantidad de 3 partes en peso o más y de 60 partes en peso o menos con respecto a 100 partes en peso de las partículas de resina de polipropileno.
6. Partículas de resina de polipropileno expandido de una sola etapa fabricadas mediante el método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5.
7. Un cuerpo moldeado de espuma en molde producido mediante moldeado de espuma en molde de las partículas de resina de polipropileno expandido de una sola etapa de acuerdo con la reivindicación 6.

[Fig. 1]



[Fig. 2]



[Fig. 3]

