

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 688 659**

51 Int. Cl.:

C08J 9/18 (2006.01)
C08J 9/232 (2006.01)
C08J 9/12 (2006.01)
C08J 9/00 (2006.01)
C08J 9/228 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.12.2008 E 14000668 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **22.08.2018 EP 2754687**

54 Título: **Proceso para producir partículas de resina de poliolefina expandida y partículas de resina de poliolefina expandida**

30 Prioridad:

11.12.2007 JP 2007319308
11.01.2008 JP 2008003962
05.08.2008 JP 2008201859

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
06.11.2018

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

YOSHIDA, TORU;
FUKUZAWA, JUN;
IMAI, TAKAMASA;
MORI, KIYOSHI y
TSUNEISHI, HIROSHI

74 Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

ES 2 688 659 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

Proceso para producir partículas de resina de poliolefina expandida y partículas de resina de poliolefina expandida

5 **Campo técnico**

La presente invención se refiere a procesos para producir partículas de resina de poliolefina expandida y partículas de resina de poliolefina expandida producidas por tales procesos. Más específicamente, la presente invención se refiere a un proceso para producir partículas de resina de poliolefina expandida que pueden usarse adecuadamente, por ejemplo, como materias primas en productos moldeados expandidos en el molde y partículas de resina de poliolefina expandida.

Técnica anterior

15 Convencionalmente, se ha conocido un proceso para producir partículas expandidas dispersando partículas de resina de poliolefina junto con un agente espumante en un medio de dispersión acuoso, impregnando las partículas de resina con el agente espumante a una presión constante y temperatura constante después de subir la temperatura, y después liberándolas en una atmósfera de baja presión. Con respecto al agente espumante, los ejemplos divulgados de tales procesos incluyen procesos que implican el uso de agentes espumantes orgánicos volátiles tales como propano y butano (por ejemplo, Bibliografía de Patente 1) y procesos que implican el uso de gases inorgánicos tales como dióxido de carbono, nitrógeno y aire (por ejemplo, Bibliografías de Patente 2 y 3).

25 Sin embargo, los agentes espumantes orgánicos son sustancias que tienen un mayor potencial de calentamiento global que el dióxido de carbono y, como tales, no son medioambientalmente preferibles. Además, los agentes espumantes orgánicos, tales como propano y butano tienen una capacidad de plastificar la resina de poliolefina y, por lo tanto, hacen fácil conseguir una alta relación de expansión, pero debido a que su capacidad plastificante es grande, tienden a hacer difícil controlar la relación de expansión y la condición cristalina de las partículas expandidas. Además, los agentes espumantes orgánicos volátiles son sustancias inflamables y como tales, hacen necesario crear instalaciones a prueba de explosiones, incurriendo por tanto en altos costes para las instalaciones.

30 Mientras tanto, el uso de gases inorgánicos, tales como nitrógeno y aire, da como resultado la incapacidad de conseguir, incluso a alta presión, una cantidad de impregnación suficiente para un mayor nivel de expansión, debido a su capacidad muy baja de dispersarse completamente a través de la resina de poliolefina.

35 Para superar estas desventajas, se han propuesto procesos que implican el uso como un agente espumante del agua usada como un medio de dispersión como procesos para producir económicamente partículas de resina de poliolefina que pueden usarse adecuadamente para la producción de productos moldeados expandidos en el molde.

40 Se proponen como procesos que implican el uso de agua como un agente espumante un proceso para producir partículas de polímero de poliolefina cristalina expandida: dispersando partículas de polímero de poliolefina cristalina que contiene del 10 al 70 % en peso de una carga inorgánica en agua, que sirve como una solución de dispersión, en un recipiente cerrado; impregnar las partículas de polímero de poliolefina cristalina con el agua, que sirve como un medio de dispersión, a una presión no menor que la presión de vapor saturado del líquido de dispersión y una temperatura no mayor que el punto de fusión de las partículas de polímero de poliolefina cristalina, mientras se mantiene el líquido de dispersión en una zona de alta presión en condiciones de temperatura tales que progresa la cristalización de las partículas de polímero; y liberar después el líquido de dispersión en una zona de baja presión (por ejemplo, Bibliografía de Patente 4). Sin embargo, las partículas expandidas que se obtienen mediante este proceso contienen la carga inorgánica en grandes cantidades y, por lo tanto, son extremadamente pequeñas con respecto al diámetro de celda y tienden a tener una relación de celdas abiertas más alta. Como tal, no son suficientes con respecto a fusión, aspecto de la superficie y propiedades mecánicas tales como resistencia a la compresión cuando se procesan en productos moldeados expandidos en el molde.

55 Se propone adicionalmente un proceso para producir partículas de resina de poliolefina expandida: dispersando partículas de resina de poliolefina que contienen una sustancia inorgánica acuosa o un polímero hidrófilo en agua en un recipiente cerrado; calentando las partículas de resina hasta o por encima de la temperatura de reblandecimiento de las partículas de resina para convertir las partículas de resina en partículas de resina de poliolefina; y liberando después el líquido de dispersión a una zona de baja presión (por ejemplo Bibliografías de Patente 5 a 10). De acuerdo con las descripciones, el proceso hace posible obtener partículas de resina de polipropileno expandido con una alta relación de expansión a baja presión en el recipiente mientras se usa agua, dióxido de carbono, nitrógeno o similares, que son respetuosos con el medio ambiente, como un agente espumante.

60 Sin embargo, en el caso de que tales partículas de resina de poliolefina contengan una sustancia inorgánica soluble en agua como se describe en la Bibliografía de Patentes 6, un aumento en la cantidad de adición de sustancia inorgánica soluble en agua con el fin de aumentar la relación de expansión o, en particular, para hacer la relación de expansión ocho o más veces más alta, tiende a dar como resultado, por consiguiente, celdas extremadamente más pequeñas. En consecuencia, los productos moldeados expandidos en el molde preparados a partir de las partículas

5 expandidas resultantes experimentan problemas tales como una menor fusibilidad entre partículas expandidas, ocasionando de este modo la degradación en el valor comercial de los productos moldeados y el deterioro en la velocidad a la que se producen los productos moldeados. Además, puesto que la relación de expansión y el diámetro de celda cambian conjuntamente, suponen problemas o dificultades, por ejemplo, con el ajuste (control) únicamente de la relación de expansión, manteniendo constante el diámetro de celda, lo que impone limitaciones sobre la producción de partículas expandidas que tienen propiedades deseadas.

10 Las partículas de resina de polipropileno expandido producidas con el uso de dióxido de carbono, manteniendo el contenido de humedad de tales partículas de resina de polipropileno que contienen un polímero hidrófilo como se describe en la Bibliografía de Patente 7 al 8 % en peso o mayor, experimentan la desventaja de tender a contraerse inmediatamente después de la espumación debido a su alto contenido de humedad.

15 Además, aunque los procesos de la Bibliografía de Patente 5 a 7 para producir partículas de resina de poliolefina expandida que contienen un polímero hidrófilo hacen posible obtener partículas de resina de poliolefina extendida con una alta relación de expansión a baja presión en el recipiente mientras se usa agua, que es respetuosa con el medio ambiente como el agente espumante, las celdas en las partículas expandidas resultantes tienden a ser extremadamente pequeñas o no uniformes. Los productos moldeados expandidos en el molde preparados a partir de las partículas expandidas resultantes con una baja relación de expansión no presentan problemas particulares. Sin embargo, aquellos preparados con una alta relación de expansión en tales condiciones de moldeo como un ciclo de moldeo corto y un tiempo de curado corto después del moldeo, en la actual búsqueda de menores costes de producción, tienen problemas tales como arrugas en sus superficies y distorsión en sus formas debido a su gran contracción dimensional, ocasionando de este modo degradación en su valor comercial y deterioro en la velocidad a la que se producen.

25 Tales partículas de resina de poliolefina que contienen un polímero hidrófilo tienen el polímero hidrófilo añadido de modo que se usa agua como un agente espumante. Sin embargo, debido en general a que un polímero hidrófilo tiene una pobre dispersabilidad en partículas de resina de poliolefina, hay desventajas tales como la aparición de variaciones en la relación de expansión de las partículas expandidas y susceptibilidad a una peor fusión entre las partículas expandidas procesadas en los productos moldeados expandidos en el molde.

30 Mientras tanto, se divulga un proceso para producir partículas expandidas sin celdas extremadamente pequeñas por introducción de dióxido de carbono como un agente espumante en partículas de polímero que contienen un polímero de polipropilenglicol-polietilenglicol junto con una sustancia inorgánica (por ejemplo, Bibliografía de Patente 11). Debido a la baja compatibilidad del polímero de polipropilenglicol-polietilenglicol con la resina de polipropileno, el proceso tiende a provocar problemas tales como la aparición de rotura de hebras debido a una mala dispersión en la etapa de preparación de las partículas de polímero y fluctuación en la alimentación de una resina fundida en una extrusora. Por lo tanto, el polímero de polipropilenglicol-polietilenglicol solo puede añadirse en una cantidad mínima y, debido a su baja tasa de absorción de agua, no hay elección excepto recurrir a la espumación mediante dióxido de carbono. Además, debido a que el polímero de polipropilenglicol-polietilenglicol usado tiene un gran peso molecular promedio, ha sido necesario usar una resina de polipropileno que tenga un índice de fusión no menos de 10 g/10 min, para poder obtener partículas de resina de polipropileno expandido que tengan una alta relación de expansión. Además, han aparecido desventajas tales como susceptibilidad a una menor tasa de fusión entre las partículas expandidas procesadas en productos moldeados, degradación en la resistencia al calor y degradación en la resistencia.

45 Lista de citas

- 50 Bibliografía de Patente 1
Publicación de Solicitud de Patente Japonesa, Tokukosho, n.º 56-1344 B
- Bibliografía de Patente 2
Publicación de Solicitud de Patente Japonesa, Tokukohei, n.º 4-64332 B
- Bibliografía de Patente 3
Publicación de Solicitud de Patente Japonesa, Tokukohei, n.º 4-64334 B
- 55 Bibliografía de Patente 4
Publicación de Solicitud de Patente Japonesa, Tokukosho, n.º 49-2183 B
- Bibliografía de Patente 5
Publicación de Solicitud de Patente Japonesa, Tokukaihei, n.º 3-223347 A
- Bibliografía de Patente 6
Publicación Internacional n.º WO 98/25996
- 60 Bibliografía de Patente 7
Publicación de Solicitud de Patente Japonesa, Tokukaihei, n.º 10-152574 A
- Bibliografía de Patente 8
Publicación de Solicitud de Patente Japonesa, Tokukaihei, n.º 10-298338 A
- 65 Bibliografía de Patente 9
Publicación de Solicitud de Patente Japonesa, Tokukaihei, n.º 10-306179 A
- Bibliografía de Patente 10

Publicación de Solicitud de Patente Japonesa, Tokukaihei, n.º 11-106576 A
 Bibliografía de Patente 11
 Publicación de Solicitud de Patente Japonesa, Tokukaihei, n.º 5- 163381 A

5 El documento EP 1 262 513 A1 divulga un proceso para preparar partículas preexpandidas de resina de poliolefina que comprende las etapas de dispersar partículas en un medio de dispersión acuoso en un autoclave; calentar las partículas de resina a una temperatura de al menos el punto de reblandecimiento de la resina de poliolefina y presurizar las mismas; liberar dichas partículas de resina del autoclave a través de un puerto de liberación a la atmósfera de menor presión que la presión interna del autoclave, preexpandiendo de esta manera las partículas de resina. Las partículas de resina de poliolefina son partículas de resina de polipropileno que pueden comprender de 10 0,01 a 20 partes en peso de un polímero hidrófilo basado en 100 partes en peso de una resina de poliolefina.

El documento EP 0 019 021 divulga una espuma de resina de poliolefina preparada por un proceso que comprende la adición de un agente de soplado y un compuesto finamente pulverizado que tiene un punto de fusión mayor que la resina por calentamiento, amasado y expansión de una resina de poliolefina que contiene del 0,05 al 10 por ciento en peso de al menos un aminoácido definido y/o al menos un alcohol polihídrico definido.

Sumario de la invención

20 Problema técnico

Un objeto de la presente invención es proporcionar: un proceso para producir partículas de resina de poliolefina expandida cuyas celdas no han resultado ser no uniformes o extremadamente pequeñas como se observa en las partículas expandidas convencionales, que varían menos tanto en el diámetro de celda dentro de cada partícula expandida como en la relación de expansión de una partícula expandida a otra, cuyo diámetro de celda y relación de expansión puede controlarse fácil e independientemente y, que cuando se someten a moldeo por expansión en el molde, dan productos moldeados expandidos en el molde satisfactorios con respecto a la fusibilidad y las propiedades de la superficie y de alta precisión dimensional. Otro objeto de la presente invención es proporcionar partículas de resina de poliolefina expandida que se obtienen mediante dicho proceso. Estos objetos se resuelven mediante la materia objeto de las reivindicaciones independientes.

Solución al problema

Como resultado de su diligente estudio para resolver los problemas anteriores, los inventores descubrieron que las partículas de resina de poliolefina expandida cuyas celdas no resultan ser no uniformes o extremadamente pequeñas como es el caso convencional, que varían menos en el diámetro de celda dentro de cada partícula expandida, y cuyo diámetro de celda y relación de expansión se han ajustado, pueden producirse con una baja carga ambiental: impregnando, con agua, partículas de resina de poliolefina compuestas de una composición de resina de poliolefina que contiene una sustancia particular y un agente de nucleación de espuma; y expandir las partículas de resina de poliolefina.

Además, los inventores han descubierto también que el uso conjunto de dióxido de carbono como un agente espumante además del agua hace a las celdas más satisfactorias con respecto a uniformidad y facilita el aumentar la relación de expansión.

45 Esto es, la presente invención es como sigue:

(1) Un proceso para producir partículas de resina de poliolefina expandida usando como un agente espumante el agua contenida en un medio de dispersión acuoso, incluyendo el proceso las etapas de: dispersar partículas de resina de poliolefina junto con el medio de dispersión acuoso en un recipiente cerrado; calentar las partículas de resina de poliolefina hasta o por encima de una temperatura de reblandecimiento de las partículas de resina de poliolefina y presurizar las partículas de resina de poliolefina; y liberar las partículas de resina de poliolefina en una zona cuya presión sea menor que una presión interna del recipiente cerrado, estando compuestas las partículas de resina de poliolefina de una composición de resina de poliolefina que incluye: resina de poliolefina; alcohol polivalente en no menos de 0,05 partes en peso a no más de 2 partes en peso por 100 partes en peso de la resina de poliolefina, teniendo el alcohol polivalente un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo; y un agente de nucleación de espuma.

(2) El proceso como se expone en (1)), en donde la resina de poliolefina es resina de polipropileno.

(3) El proceso como se expone en (2), en donde la resina de polipropileno tiene un índice de fusión de no menor de 2 g/10 minutos a no más de 9 g/10 minutos, medido a una temperatura de 230 °C con una carga de 2,16 kg conforme a JIS K7210.

(4) El proceso como se expone en uno cualquiera de (1) a (3), en donde el alcohol polivalente que tiene un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo es uno o más tipos seleccionados entre glicerina, diglicerina, pentaeritritol, trimetilolpropano, sorbitol y D-manitol.

(5) El proceso como se expone en (4), en donde el alcohol polivalente que tiene un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo es glicerina.

(6) El proceso como se expone en (5), en donde la glicerina se añade en no menos de 0,05 partes en peso a no más de 0,5 partes en peso por 100 partes en peso de la resina de poliolefina.

(7) El proceso como se expone en uno cualquiera de (1) a (6), en donde las partículas de resina de poliolefina están compuestas de una composición de resina de poliolefina que contiene el agente de nucleación de espuma en no menos de 0,005 partes en peso a no más de 2 partes en peso por 100 partes en peso de la resina de poliolefina.

(8) El proceso como se expone en uno cualquiera de (1) a (7), implicando el proceso el uso conjunto de dióxido de carbono como un agente espumante.

(9) Partículas de resina de poliolefina expandida que se obtienen mediante un proceso como se expone en uno cualquiera de (1) a (8), conteniendo las partículas de resina de poliolefina expandida no menos del 0,05 % en peso a no más del 2 % en peso del alcohol polivalente que tiene un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo, teniendo las partículas de resina de poliolefina expandida una relación de expansión de no menos de 10 veces a no más de 45 veces y un diámetro de celda promedio de no menos de 50 μm a no más de 800 μm , teniendo las partículas de resina de poliolefina expandida una estructura cristalina que presenta dos o más puntos de fusión en una curva de DSC que se obtiene subiendo una temperatura de las partículas de resina de poliolefina expandida de 40 °C a 220 °C a una velocidad de calentamiento de 10 °C/min en calorimetría diferencial de barrido.

(10) Las partículas de resina de poliolefina expandida como se expone en (9), teniendo las partículas de resina de poliolefina expandida una relación de expansión de no menos de 10 veces a no más de 25 veces y un diámetro de celda promedio de no menos de 130 μm a no más de 500 μm .

(11) Las partículas de resina de poliolefina expandida como se expone en uno cualquiera de (9) y (10), teniendo las partículas de resina de poliolefina expandida un contenido de volátiles de no menos del 0,1 % en peso a no más del 7 % en peso y una variación de diámetro de celda de menos de 0,4, ambos determinados como se describe en el presente documento.

(12) Las partículas de resina de poliolefina expandida como se expone en uno cualquiera de (9) a (11), siendo las partículas de resina de poliolefina expandida partículas de resina de polipropileno expandido.

(13) Un producto moldeado expandido en el molde de resina de poliolefina que se obtiene llenando un molde con partículas de resina de poliolefina expandida como se expone en uno cualquiera de (9) a (12) y calentando las partículas de resina de poliolefina expandida.

Efectos ventajosos de la invención

De acuerdo con la presente invención, un proceso para producir partículas de resina de poliolefina expandida usando agua como agente espumante o, en particular, usando agua y dióxido de carbono como agentes espumantes, hace posible obtener partículas de resina de poliolefina expandida con una alta relación de expansión cuyas celdas se hacen uniformes sin hacerse extremadamente pequeñas y cuyo diámetro de celda y relación de expansión puede controlarse fácil e independientemente. Además, el uso de partículas de resina de poliolefina expandida de la presente invención hace posible obtener productos moldeados expandidos en el molde de una alta tasa de fusión, un pequeño hueco entre partículas, contracción y distorsión, de bonitas propiedades superficiales y alta precisión dimensional. En particular, los productos moldeados expandidos en el molde que se moldean después de aumentar la relación de expansión de partículas de resina de poliolefina expandida de la presente invención en una espumación de dos etapas son mejores que los convencionales moldeados usando agua como agente espumante.

Breve descripción de los dibujos

Fig. 1

La Fig. 1 es un ejemplo de una curva de DSC que se obtiene subiendo la temperatura de no menos de 1 mg a no más de 10 mg de partículas de resina de polipropileno expandido de la presente invención de 40 °C a 220 °C a una velocidad de calentamiento de 10 °C/min en calorimetría diferencial de barrido, donde A es el punto en el que se alcanza la cantidad más pequeña de absorción de calor entre los dos picos de fusión de la curva de DSC, Qh es la cantidad de calor en el punto de fusión en el lado de mayor temperatura, que es el lado derecho de las dos áreas rodeadas por la curva de DSC y las tangentes a la curva de DSC dibujadas desde el punto A, y Q1 es la cantidad de calor en el pico de fusión en el lado de menor temperatura, que es el lado izquierdo de las dos áreas.

Fig. 2

La Fig. 2 es un gráfico que muestra una relación entre la relación de expansión y el diámetro de celda promedio en las partículas de resina de polipropileno expandido obtenidas con cantidades variadas de aditivos para tener diferentes relaciones de expansión.

Descripción de las realizaciones

A continuación, además del proceso de acuerdo con la presente invención que usa un alcohol polivalente específico, se describen otros procesos que representan la técnica anterior para entender la invención.

Se describe como técnica anterior un proceso para producir partículas de resina de poliolefina expandida usando

como un agente espumante el agua contenida en un medio de dispersión acuoso, incluyendo el proceso las etapas de: dispersar partículas de resina de poliolefina junto con el medio de dispersión acuoso en un recipiente cerrado; calentar las partículas de resina de poliolefina hasta o por encima de una temperatura de reblandecimiento de las partículas de resina de poliolefina y presurizar las partículas de resina de poliolefina; y liberar las partículas de resina de poliolefina en una zona cuya presión sea menor que una presión interna del recipiente cerrado, estando compuestas las partículas de resina de poliolefina de una composición de resina de poliolefina que incluye: resina de poliolefina, polietilenglicol de no menos de 0,05 partes en peso a no más de 2 partes en peso por 100 partes en peso de la resina de poliolefina; y un agente de nucleación de espuma.

La presente invención se refiere a un proceso para producir partículas de resina de poliolefina expandida usando como un agente espumante el agua contenida en un medio de dispersión acuoso, incluyendo el proceso las etapas de: dispersar las partículas de resina de poliolefina junto con el medio de dispersión acuoso en un recipiente cerrado; calentar las partículas de resina de poliolefina hasta o por encima de una temperatura de reblandecimiento de las partículas de resina de poliolefina y presurizar las partículas de resina de poliolefina; y liberar las partículas de resina de poliolefina en una zona cuya presión sea menor que una presión interna del recipiente cerrado, estando compuestas las partículas de resina de poliolefina de una composición de resina de poliolefina que incluye: resina de poliolefina; alcohol polivalente en no menos de 0,05 partes en peso a no más de 2 partes en peso por 100 partes en peso de la resina de poliolefina, teniendo el alcohol polivalente un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo; y un agente de nucleación de espuma.

Se describe como técnica anterior un proceso para producir partículas de resina de poliolefina expandida usando como un agente espumante el agua contenida en un medio de dispersión acuoso, incluyendo el proceso las etapas de: dispersar las partículas de resina de poliolefina junto con el medio de dispersión acuoso en un recipiente cerrado; calentar las partículas de resina de poliolefina hasta o por encima de una temperatura de reblandecimiento de las partículas de resina de poliolefina y presurizar las partículas de resina de poliolefina; y liberar las partículas de resina de poliolefina en una zona cuya presión sea menor que una presión interna del recipiente cerrado, estando compuestas las partículas de resina de poliolefina de una composición de resina de poliolefina que incluye: resina de poliolefina; una sustancia absorbente de agua en no menos de 0,01 partes en peso a no más de 5 partes en peso por 100 partes en peso de la resina de poliolefina, no teniendo la sustancia absorbente agua función de formación núcleos de espumación; y un agente de nucleación de espuma.

El polietilenglicol es un polímero soluble en agua no iónico que tiene una estructura polimerizada de etilenglicol, y que tiene un peso molecular promedio de aproximadamente no más de 50 000. Es preferible que el polietilenglicol tenga un peso molecular promedio de no menos de 200 a no más de 9 000, o más preferentemente no menos de 200 a no más de 600. En general, los glicoles tienen una compatibilidad ligeramente inferior con la resina de poliolefina. Sin embargo, tal polietilenglicol que tiene un peso molecular promedio de no menos de 200 a no más de 9 000 se dispersa comparativamente de forma satisfactoria incluso en la etapa de amasado de una mezcla de la resina de poliolefina y el polietilenglicol en una extrusora y producción de partículas de resina de poliolefina mediante un método de corte de hebras y, por lo tanto tiende a provocar menos problemas tales como la aparición de rotura de hebras e inestabilidad en la alimentación de la resina fundida. Además, las partículas de resina de poliolefina expandidas resultantes tienden a tener celdas uniformes y variar menos en la relación de expansión. Un producto moldeado expandido en el molde obtenido por moldeo en el molde de tales partículas de resina de poliolefina expandida tiende a tener una alta tasa de fusión, una bonita superficie y una baja tasa de contracción dimensional.

La selección del polietilenglicol que tiene tal peso molecular promedio bajo de no menos de 200 a no más de 600 conduce a un aumento en la capacidad de impregnación de dióxido de carbono, que se usa adecuadamente conjuntamente con el agua y, por lo tanto, tiende a dar partículas de resina de poliolefina expandida que tienen una alta relación de expansión.

El polietilenglicol que tiene un peso molecular promedio de más de 50 000 tiene una baja dispersabilidad en resina de poliolefina, provocando de esta manera grandes variaciones en el diámetro de celda dentro de cada partícula de resina de poliolefina expandida y disminuyendo la cantidad de agua con la que está impregnada cada partícula de resina de poliolefina. Las partículas de resina de poliolefina expandidas resultantes tienden a tener una menor relación de expansión.

Debe observarse que es posible usar conjuntamente polietilenglicol que tiene un peso molecular diferente. Sin embargo, tal sustancia similar a glicol como el polímero de polipropilenglicol-polietilenglicol tiene una mala dispersabilidad en la resina de poliolefina, por lo tanto solo puede añadirse en una cantidad mínima y, además, debido a su baja tasa de absorción de agua, no es adecuado para un uso conjunto. Además, aunque el óxido de polialquileño reticulado está disponible en el mercado, supone costes muy altos porque tiene que añadirse en una gran cantidad para el contenido de humedad y es una sustancia cara.

Debe observarse que el peso molecular promedio del polietilenglicol puede medirse usando un espectrómetro de masas de cromatografía líquida tal como un LCQ Advantage fabricado por Thermo Fisher Scientific K.K.

En la presente invención, el alcohol polivalente que tiene un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y

tres o más grupos hidroxilo es tal que el contenido de humedad puede aumentarse simplemente añadiendo el alcohol polivalente en una pequeña cantidad a la resina de poliolefina y pueden obtenerse partículas expandidas que tienen una alta relación de expansión. Específicamente, los ejemplos de alcohol polivalente que tienen un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo incluyen glicerina, 1,2,4-butanotriol, diglicerina, pentaeritritol, trimetilolpropano, sorbitol, D-manitol, eritritol, hexanotriol, xilitol, D-xilosa, inositol, fructosa, galactosa, glucosa y manosa, etc. Entre ellos, es preferible que el alcohol polivalente que tiene un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo sea uno o más tipos seleccionados de entre glicerina, diglicerina, pentaeritritol, trimetilolpropano, sorbitol y D-manitol, o más preferentemente glicerina. La glicerina es una sustancia que es altamente higroscópica, se usa como un aditivo alimentario y es rigurosamente segura para el cuerpo humano, lo que hace posible usar las partículas de resina de poliolefina expandida de la presente invención como materias primas para productos moldeados expandidos en el molde que se usan en aplicaciones de contacto con alimentos. Además, la glicerina tiene un bajo impacto ambiental debido a que es fácilmente descomponible incluso cuando se eluye en el agua descargada durante la producción. La glicerina es adecuada también porque está fácilmente disponible y es barata.

En general, una sustancia hidrófila tiene una compatibilidad ligeramente inferior con la resina de poliolefina. Sin embargo, el alcohol polivalente que tiene un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo, como se usa en la presente invención, se dispersa comparativamente de forma satisfactoria incluso en la etapa de combinarlo con la resina de poliolefina, amasado de la mezcla en una extrusora y producción de las partículas de resina de poliolefina mediante un método de corte de hebras y, por lo tanto, tiende a causar menos problemas tales como aparición de rotura de la hebra e inestabilidad en la alimentación de la resina fundida. Además, las partículas de resina de poliolefina expandida resultantes tienen celdas uniformes y varían menos en la relación de expansión. Un producto moldeado expandido en el molde obtenido por moldeo por expansión en el molde de tales partículas de resina de poliolefina expandida tiene una alta tasa de fusión, una bonita superficie y una baja tasa de contracción dimensional.

La sustancia absorbente de agua que no tiene función de formación de núcleos de espumación se refiere a una sustancia que no tiene función de formación de núcleos de espumación y que tiene propiedades de absorción de agua.

La expresión "que no tiene función de formación de núcleos de espumación" se refiere a una sustancia que tiene una relación "Diámetro de Celda Promedio de (a) \geq Diámetro de Celda Promedio de (b) x 0,7" entre partículas de resina de poliolefina expandida (a) que contienen la sustancia en 0,5 partes en peso por 100 partes en peso de la resina de poliolefina y partículas de resina de poliolefina expandida (b) obtenidas expandiendo las partículas de resina de poliolefina justo en las mismas condiciones excepto que la sustancia no está contenida. En este caso, el diámetro de celda promedio es un diámetro de celda promedio L(prom) medido de acuerdo con un método que se mencionará más adelante.

La sustancia que tiene propiedades absorbentes de agua abarca, en general, sustancias que tienen propiedades absorbentes de agua, propiedades higroscópicas y solubilidad o compatibilidad con agua. Algunos ejemplos de tales sustancias incluyen un polímero soluble en agua, un polímero absorbente de agua, un polímero hidrófilo, una sustancia orgánica soluble en agua, una sustancia orgánica absorbente de agua, una sustancia orgánica hidrófila, una sustancia inorgánica soluble en agua, una sustancia inorgánica absorbente de agua y una sustancia inorgánica hidrófila, etc.

Estas sustancias no están particularmente limitadas en la tasa de absorción de agua. Sin embargo, desde el punto de vista de mejorar la relación de expansión de las partículas de resina de poliolefina expandida resultantes, es preferible que la tasa de absorción de agua no sea menor del 0,1 % o más preferentemente no menor del 0,5 %. Tal tasa de absorción de agua se mide, por ejemplo conforme a ASTM D570.

En una técnica convencional que implica la adición de una sustancia inorgánica soluble en agua o similar, ha sido posible aumentar la relación de expansión de las partículas expandidas aumentando la cantidad de adición de sustancia inorgánica soluble en agua. Sin embargo, debido a que la sustancia inorgánica soluble en agua tiene una función de formar núcleos de espumación, se observa un aumento significativo en el número de celdas junto con un aumento en la relación de expansión, con el resultado de que el diámetro de celda promedio es muy pequeño. En consecuencia, las celdas tienden a tener un pequeño espesor de la pared. Un producto moldeado expandido en el molde obtenido por moldeo por expansión en el molde de tales partículas expandidas tiene una baja tasa de fusión y un gran hueco entre partículas, contracción y distorsión.

A diferencia de esto, puesto que se usa una sustancia absorbente de agua que no tiene función de formación de núcleos de espumación, no hay una disminución significativa en el diámetro de celda promedio ni siquiera cuando la relación de expansión aumenta aumentando la cantidad de adición de la sustancia absorbente de agua. Un producto moldeado expandido en el molde obtenido por moldeo por expansión en el molde de tales partículas expandidas tiene una alta tasa de fusión, un pequeño hueco entre partículas, contracción y distorsión para tener un buen aspecto y ser excelente.

Lo anterior ha descrito la sustancia absorbente de agua que no tiene función de formación de núcleos de espumación en términos de ausencia de la función de formación de núcleos de espumación y en términos de propiedades absorbentes de agua. Los ejemplos específicos de la sustancia absorbente de agua que no tiene función de formación de núcleos de espumación incluyen sustancias tales como las indicadas a continuación.

Es decir, los ejemplos específicos incluyen: (A) compuestos cada uno de los cuales tiene una estructura de óxido de polialquileño u óxido de polietileno como un copolímero (por ejemplo, comercializado como Pelestat por Sanyo Chemical Industries, Ltd.) que contiene óxido de polialquileño como una porción de bloque, polipropilenglicol, polietilenglicol u óxido de polialquileño reticulado; (B) polímeros hidrófilos tales como poliacrilato sódico, celulosa, carboximetilcelulosa sódica y alcohol polivinílico; y (C) compuestos inorgánicos tales como zeolita, bentonita y hectorita sintética (Laponita).

Los ejemplos específicos incluyen, además, (D) tensioactivos tales como: (i) tensioactivos catiónicos tales como sal de amina alifática, sal de hidroxialquil monoetanolamina y sal de amonio cuaternario alifática; (ii) tensioactivos aniónicos tales como alquil sulfonato, alquil benceno sulfonato, alquil naftaleno sulfonato, sulfosuccinato, α -olefina sulfonato, N-acil sulfonato, alquil sulfato, alquil éter sulfato, alquil aril éter sulfato, alquil amida sulfato, alquil fosfato, alquil éter fosfato, alquil aril éter fosfato, alquil éter carboxilato, sal de N-acil aminoácido; (iii) tensioactivos no iónicos tales como alquil y alquil aril polioxietilén éter, alquil aril formaldehído condensado polioxietilén éter, polioxietilén polioxipropil alquil éter, polioxietilén éter de éster de glicerina, polioxietilén éter de éster de sorbitano, polioxietilén éter de éster de sorbitol, éster graso de polietilenglicol, éster de glicerina, éster de glicerina de ácido graso superior, éster de poliglicerina, éster de sorbitano, propilenglicol ésteres, ésteres de sacarosa, alcanol amida alifática, amida grasa de polioxietileno, polioxietilénalquilamina, y óxido de amina; y (iv) tensioactivos anfólicos tales como carboxi betaína, imidazolio betaína y aminocarboxilato.

Estas sustancias absorbentes de agua no tienen función de formación de núcleos de espumación pueden usarse en solitario o en combinación de dos o más de las mismas.

Entre ellas, es más preferible que la sustancia absorbente de agua no tenga función de formación de núcleos absorbentes sea cualquiera de un compuesto que tiene una estructura de óxido de polialquileño o glicerina. En particular, es preferible que la sustancia absorbente de agua que no tiene función de formación de núcleos de espumación sea polietilenglicol o glicerina. El polietilenglicol y la glicerina son sustancias menos tóxicas y el producto moldeado expandido en el molde resultante puede usarse en aplicaciones de contacto con alimentos.

Otro compuesto preferido que tiene una estructura de óxido de polialquileño es un copolímero que contiene óxido de polialquileño como una porción de bloque, en particular, un copolímero de bloques de poliolefina-poliéter (tal como un copolímero que contiene un bloque de poliolefina y un bloque de óxido de polialquileño). En particular, es más preferible un copolímero de bloque de poliolefina-óxido de polietileno cuya porción de bloque de poliéter tiene una estructura de óxido de polietileno. Un ejemplo específico es un copolímero comercializado como Pelestat por Sanyo Chemical Industries, Ltd.

Debido a que tal copolímero tiene un bloque de poliolefina, es satisfactorio respecto a compatibilidad con la resina de poliolefina. Además, puesto que es un sólido, puede manipularse de forma satisfactoria y no provoca defectos de alimentación durante el amasado o extrusión. En consecuencia, no ocurre una descarga no uniforme durante la extrusión y pueden producirse partículas de resina de forma uniforme mediante un método de corte de hebras. Cuando tales partículas de resina se expanden, las partículas expandidas resultantes son uniformes con respecto al diámetro de celdas y menos variables en la relación de expansión. En un producto moldeado expandido en el molde obtenido en el moldeo por expansión en el molde de tales partículas expandidas tienen un pequeño hueco entre partículas, contracción y distorsión para tener un buen aspecto, y tienden a tener una alta tasa de fusión y una estabilidad dimensional suficiente tras el calentamiento.

Además, otros ejemplos preferibles de compuesto absorbente de agua que no tienen función de formación de núcleos de espumación incluyen bentonita, hectorita sintética y zeolita sintética etc. En general, una sustancia inorgánica tiene una función de formación de núcleos de espumación. Sin embargo, aunque estas sustancias son sustancias inorgánicas, tienen una función inesperadamente baja de formación de núcleos de espumación y, por lo tanto, pueden usarse adecuadamente.

Es preferible que el polietilenglicol, el alcohol polivalente que tiene un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo, y el compuesto absorbente de agua que no tiene función de formación de núcleos, que se han descrito anteriormente, tengan un punto de fusión menor de 150 °C. Una sustancia que tiene un punto de fusión menor de 150 °C es preferible porque es altamente probable que exista no como un sólido sino como un líquido durante la espumación, por lo tanto, tiene una función incluso menor de formación de núcleos de espumación, haciendo pues fácil controlar el diámetro de celda y la relación de expansión. Una sustancia que tiene un punto de fusión de no menos de 150 °C tiende a expresar la formación de núcleos de espumación y, como resultado, puede provocar la degradación en la fusibilidad y las propiedades de la superficie tales como huecos entre partículas, contracción y distorsión cuando se procesa en un producto moldeado expandido en el molde.

Los ejemplos específicos de tal sustancia que tiene un punto de fusión menor de 150 °C incluyen polietilenglicol (que tiene un punto de fusión de -13 °C cuando tiene un peso molecular promedio de 300), glicerina (que tiene un punto de fusión de 20 °C) y el Pelestat mencionado anteriormente (que tiene un punto de fusión de 135 °C, en el caso de Pelestat 303), que es un copolímero que tiene un bloque de poliolefina y un bloque de óxido de polialquileño, etc.

El polietilenglicol, el alcohol polivalente que tiene un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo, y el compuesto absorbente de agua que no tiene función de formación de núcleos de espumación se añaden en no menos de 0,05 partes en peso a no más de 2 partes en peso, no menos de 0,05 partes en peso a no más de 2 partes en peso y no menos de 0,01 partes en peso a no más de 5 partes en peso por 100 partes en peso de la resina de poliolefina, respectivamente.

En cualquier caso, el ajuste de la cantidad de adición hace posible ajustar el contenido de humedad y el contenido de volátiles y cambiar la relación de expansión. Sin embargo, si la cantidad de adición es menor que aquella especificada anteriormente, la función del agua o el dióxido de carbono para mejorar la relación de expansión resultará menos eficaz, y la función de uniformizar el diámetro de celda también será menos eficaz. Por otro lado, si la cantidad de adición supera aquella especificada anteriormente, se producirá contracción en las partículas de resina de poliolefina expandida, o habrá una dispersión insuficiente en la resina de poliolefina.

Es más preferible que el polietilenglicol, el alcohol polivalente que tiene un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo y el compuesto absorbente de agua que no tiene función de formación de núcleos de espumación se añada en no menos de 0,05 partes en peso a no más de 1 parte en peso, incluso más preferentemente en no menos de 0,1 partes en peso a no más de 0,5 partes en peso.

Sin embargo, el peso molecular promedio más pequeño de polietilenglicol tiene, más probablemente su aumento de contenido de humedad. El polietilenglicol que tiene un peso molecular promedio más grande tiende a añadirse en una mayor cantidad para un contenido de humedad igual. Por lo tanto, el peso molecular y la cantidad de adición de polietilenglicol que se usa pueden seleccionarse de forma equilibrada con una relación de expansión deseada, un contenido de humedad deseado y las propiedades deseadas.

Además, cuando el alcohol polivalente que tiene un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo es glicerina, es preferible que la glicerina se añada en no menos de 0,05 partes en peso a no más de 0,5 partes en peso por 100 partes en peso de la resina de poliolefina.

Debe observarse aquí que el contenido de alcohol polivalente que tiene un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo en las partículas de resina de poliolefina y las partículas de resina de poliolefina expandida puede determinarse usando un aparato de HPLC (por ejemplo, cromatografía líquida de alto rendimiento: sistema de gradiente de alta presión prominente; fabricado por Shimadzu Corporation) en el que se usa un ESLD (detector de dispersión de la luz evaporada).

Debe observarse que el polietilenglicol, el alcohol polivalente que tiene un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo y el compuesto absorbente de agua que no tiene función de formación de núcleos de espumación se añaden en cantidades pesadas sin agua absorbida en los mismos.

El agente de nucleación de espuma que se usa en la presente invención se refiere a una sustancia que facilita la formación de núcleos celulares durante la espumación, incluyendo ejemplos del mismo talco, carbonato de calcio, sílice, caolín, sulfato de bario, hidróxido de calcio, hidróxido de aluminio, óxido de aluminio, óxido de titanio, zeolita, sales de metal alifáticas tales como estearato de calcio y estearato de bario, melamina y borato de metal, etc. Estos agentes de nucleación de espuma tienen preferentemente una distribución estrecha del tamaño de grano y pueden usarse solos o en combinación de dos o más de los mismos.

Entre ellos, son preferibles el talco, el borato de metal y carbonato de calcio. En particular, el talco se prefiere por que el uso de talco, que es barato y bastante adecuado para el compuesto absorbente de agua que no tiene función de formación de núcleos de espumación, mejora la dispersabilidad en la resina de poliolefina del compuesto absorbente de agua que no tiene función de formación de núcleos de espumación, y hace fácil obtener un producto moldeado expandido en el molde con un diámetro de celda uniforme.

Aunque la cantidad de adición se ajusta apropiadamente dependiendo del agente de espumación usado, la relación de expansión deseada, es preferible que el agente de nucleación de espuma se añada en no menos de 0,005 partes en peso a no más de 2 partes en peso o, más preferentemente, no menos de 0,01 partes en peso a no más de 1 parte en peso a 100 partes en peso de la resina de poliolefina. Si el agente de nucleación de espuma se añade en menos de 0,005 partes en peso, la relación de expansión no podrá aumentar o habrá una degradación en la uniformidad del diámetro de la celda. Si el agente de nucleación de espuma se añade en más de 2 partes en peso, el producto moldeado expandido en el molde será tan pequeño en el diámetro de celda promedio que será defectuoso.

Cuando el agente de nucleación de espuma es talco, es preferible que el talco se use en no menos de 0,02 partes

en peso a no más de 0,5 partes en peso por 100 partes en peso de la resina de poliolefina, usando tal cantidad de talco hace fácil conseguir el diámetro de celda promedio deseado de modo que el producto moldeado expandido en el molde sea satisfactorio.

- 5 Es preferible que la resina de poliolefina que se usa en la presente invención sea resina de poliolefina tal como una resina de polietileno o una resina de polipropileno o, más preferentemente, una resina de polipropileno.

10 Los ejemplos de resina de polietileno incluyen polietileno de alta densidad, polietileno de densidad media, polietileno de baja densidad, polietileno de baja densidad lineal y homopolímero de etileno, y un copolímero de etileno- α -olefina, etc. Los ejemplos de la α -olefina en este caso incluyen α -olefinas que tienen un número de carbonos de 3 a 15, etc., y estas pueden usarse en solitario o en combinación de dos o más de las mismas.

15 Los ejemplos de la resina de polipropileno incluyen un homopolímero de propileno, un copolímero aleatorio de propileno- α -olefina, y un copolímero de bloques de propileno- α -olefina, etc. Los ejemplos de la α -olefina en este caso incluyen α -olefinas que tienen un número de carbonos de 2 y de 4 a 15, y estas pueden usarse en solitario o en combinación de dos o más de ellas. Además, el homopolímero de propileno mencionado anteriormente, el copolímero aleatorio de propileno- α -olefina y el copolímero de bloques de propileno- α -olefina pueden usarse en combinación de dos o más de los mismos.

20 Entre otros, en particular, aquellos copolímeros aleatorios de propileno-etileno, copolímeros aleatorios de propileno-etileno-buteno-1 y copolímeros aleatorios de propileno-buteno-1 cuyo contenido de comonomero distinto de propileno varía del 1 al 5 % en peso, presentan una expansibilidad satisfactoria y, por lo tanto, pueden usarse adecuadamente. Además, los copolímeros tienen propiedades tales que se impregnan fácilmente con dióxido de carbono y por lo tanto son adecuados.

25 Aunque la resina de poliolefina que se usa en la presente invención no está particularmente limitada con respecto al índice de fusión, es preferible que la resina de poliolefina tenga un índice de fusión no menos de 0,5 g/10 minutos a no más de 30 g/10 minutos, más preferentemente no menos de 2 g/10 minutos a no más de 9 g/10 minutos o, lo más preferentemente, especialmente cuando la resina de poliolefina es una resina de polipropileno, no menos de 4 g/10 minutos a no más de 8 g/10 minutos. Si la resina de poliolefina tiene un índice de fusión de menos de 0,5 g/10 minutos, las partículas expandidas resultantes no tienen una alta relación de expansión ni son uniformes en las celdas. Por otro lado, si la resina de poliolefina tiene un índice de fusión de más de 30 g/10 minutos, habrá una mejora tal en la expansibilidad que es probable que las partículas expandidas resultantes tengan una alta relación de expansión; sin embargo, habrá rotura de las celdas de espuma, con el resultado de que las partículas expandidas
35 obtienen una alta relación de celdas abiertas y son no uniformes en las celdas.

40 Debe observarse que cuando la resina de poliolefina es una resina de polipropileno, el índice de fusión de la resina de poliolefina en la presente invención es un valor medido a una temperatura de 230 °C con una carga de 2,16 kg conforme a JIS K7210; y cuando la resina de poliolefina es una resina de polietileno, el índice de fusión de la resina de poliolefina en la presente invención es un valor medido a una temperatura de 190 °C con una carga de 2,16 kg conforme a JIS K7210.

45 Es preferible que la resina de poliolefina que se usa en la presente invención sea una resina de polipropileno, porque hace fácil obtener partículas expandidas de excelente expansibilidad y moldeabilidad y de excelente resistencia mecánica y resistencia al calor cuando se procesan en un producto moldeado expandido en el molde.

50 Es preferible que la resina de polipropileno tenga un punto de fusión de no menos de 130 °C a no más de 165 °C, o preferentemente de no menos de 135 °C a no más de 155 °C. Si la resina de polipropileno tiene un punto de fusión menor de 130 °C, tiende a ser insuficiente con respecto a la resistencia al calor y resistencia mecánica. Por otro lado, si la resina de polipropileno tiene un punto de fusión mayor de 165 °C, tiende a ser difícil asegurar la fusión entre las partículas expandidas durante el moldeo por de expansión en el molde.

55 El término "punto de fusión" significa aquí la temperatura de pico endotérmico en una curva de DSC que se obtiene subiendo la temperatura de no menos de 1 mg a no más de 10 mg de resina de polipropileno de 40 °C a 220 °C a una velocidad de calentamiento de 10 °C/min en calorimetría diferencial de barrido, bajando la temperatura a 40 °C a una velocidad de calentamiento de 10 °C/min y subiendo después de nuevo la temperatura a 220 °C a una velocidad de calentamiento de 10 °C/min.

60 Pueden añadirse aditivos distintos del polietilenglicol, el alcohol polivalente que tiene un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo, la sustancia absorbente de agua que no tiene función de formación de núcleos de espumación y el agente de nucleación de espuma, en cantidades tales que no afecten a los efectos de la presente invención. Los ejemplos de aditivos incluyen un agente de compatibilización, un agente antiestático, un colorante, un estabilizador, un impermeabilizante y un retardante de llama, etc.

65 El polietilenglicol, el alcohol polivalente que tiene un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo, el compuesto absorbente de agua que no tiene función de formación de núcleos de

espumación y la resina de poliolefina que se han descrito anteriormente, se usan como las partículas de resina de poliolefina.

5 Las partículas de resina de poliolefina pueden obtenerse usando un método bien conocido, por ejemplo por combinación de (a) polietilenglicol, (b) el alcohol polivalente que tiene un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo o (c) el compuesto absorbente de agua que no tiene función de formación de núcleos de espumación y el agente de nucleación de espuma con la resina de poliolefina, fundiendo y amasando la mezcla en una extrusora, extruyendo a través de un troquel, enfriando y después cortando en partículas de resina de poliolefina con una cortadora. Cuando una sustancia seleccionada como el polietilenglicol, el alcohol polivalente
10 que tiene un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo, o el compuesto absorbente de agua que no tiene función de formación de núcleos de espumación es una sustancia que toma la forma de un líquido o una cera (semilíquido) a temperatura ambiente (por ejemplo, polietilenglicol que tiene un peso molecular de no más de 3.000), las partículas de resina de poliolefina pueden obtenerse ya sea usando el método mencionado anteriormente o suministrando una cantidad fija de tal sustancia en forma de un líquido a la resina de poliolefina fundida, ya sea en el área de la tolva de entrada de la extrusora o en el medio de la extrusora y amasando la mezcla. Cuando se añade en forma de un líquido, una sustancia que toma la forma de una cera a bajas temperaturas, tal como polietilenglicol que tiene un peso molecular de 1.000 a 3.000 o glicerina, solo tiene que añadirse después de haberlo calentado y fundido.

20 Como alternativa, en el caso de una sustancia que tiende a evaporarse a la temperatura de extrusión, tal como polietilenglicol que tiene un peso molecular de no más de 4.000, es deseable ajustar el cilindro y el área del troquel de la extrusora a una temperatura baja de 250 °C o menor, de modo que la sustancia se evapore menos.

25 Debe observarse que es posible preparar una mezcla madre del polietilenglicol, el alcohol polivalente que tiene un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo, o el compuesto absorbente de agua que no tiene función de formación de núcleos de espumación y el agente de nucleación de espuma con la resina de poliolefina, para combinar la mezcla madre con la resina de poliolefina de modo que finalmente se añadan en las cantidades deseadas, y amasar y fundir la mezcla en la extrusora para dar partículas de resina de poliolefina.

30 A continuación se describe un proceso de la presente invención para producir partículas de resina de poliolefina expandida.

35 Las partículas de resina de poliolefina expandida en la presente invención se producen: dispersando tales partículas de resina de poliolefina expandida producidas como se ha mencionado anteriormente junto con un medio de dispersión acuoso en un recipiente cerrado; calentando las partículas de resina de poliolefina hasta o por encima de la temperatura de reblandecimiento de las partículas de resina de poliolefina; y liberando las partículas de resina de poliolefina en una zona cuya presión sea menor que la presión interna del recipiente cerrado. Debe observarse aquí que debido a que el agua contenida en el medio de dispersión acuoso sirve como agente de espumación y se inyecta un gas inorgánico tal como dióxido de carbono, nitrógeno o aire en el recipiente cerrado en cualquier fase
40 antes de la liberación a la zona de baja presión, es posible aumentar la presión interna del recipiente cerrado para regular la tasa de liberación de presión durante la espumación, y ajustar la relación de expansión y el diámetro de celda promedio.

45 En un aspecto más preferido de la invención, es decir, cuando se añade adicionalmente dióxido de carbono como un agente de espumación, las partículas de resina de polipropileno, agua y dióxido de carbono sólido (hielo seco) pueden verterse en el recipiente cerrado o, después de que las partículas de resina de poliolefina y el agua se viertan en el recipiente cerrado, el dióxido de carbono gaseoso o líquido puede introducirse en el recipiente cerrado en cualquier etapa antes de la liberación a la zona de baja presión. Como alternativa, puede emplearse una combinación de estos métodos.

50 Tal uso conjunto de agua y dióxido de carbono como agentes de espumación hace fácil aumentar la potencia de espumación y, por lo tanto, hace posible reducir la cantidad de adición del agente de nucleación de espuma para conseguir una alta relación de expansión, dando así partículas expandidas grandes de un diámetro de celda promedio y satisfactorias con respecto a la expansibilidad secundaria. Además, se presupone que es probable que
55 el dióxido de carbono retenga simultáneamente agua en el polietilenglicol, teniendo el alcohol polivalente un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo, o el compuesto absorbente de agua que no tiene función de formación de núcleos de espumación. Esto es preferible porque es posible formar celdas de diámetro uniforme y es más fácil controlar el diámetro de celda y la relación de expansión.

60 La presente invención usa agua como agente un agente de espumación y "el uso de agua como un agente de espumación" puede determinarse midiendo el contenido de humedad mencionado más adelante. El contenido de humedad puede medirse por otro método, por ejemplo usando un sistema de medición de humedad de polímero o un sistema de medición de humedad de Karl Fischer para medir las partículas expandidas inmediatamente después de la espumación.

65 Es preferible que el dióxido de carbono se usa conjuntamente como un agente de espumación en la presente

invencción se añada en no menos de 0,5 partes en peso a no más de 30 partes en peso, o más preferentemente no menos de 2 partes en peso a no más de 20 partes en peso, a 100 partes en peso de las partículas de resina de poliolefina. Si el dióxido de carbono se añade en menos de 0,5 partes en peso, es improbable que se ejerza el efecto del uso conjunto con agua como un agente de espumación. Por otro lado, si el dióxido de carbono se añade en más de 30 partes en peso, la potencia de espumación resulta tan alta que las partículas expandidas resultantes tienden a tener una relación de celdas abiertas mayor, por ejemplo sufriendo rotura de celdas.

En la presente invencción, es esencial usar agua como un agente de espumación, y es preferible usar conjuntamente agua y dióxido de carbono como agentes de espumación. Sin embargo, también es posible usar complementariamente otros agentes de espumación físicos según sea necesario, por ejemplo usar hidrocarburos saturados que tienen un número de carbonos de 3 a 5, éter dimetílico, alcoholes como metanol y etanol, que tienen un punto de ebullición menor que la temperatura expansible y agentes de espumación inorgánicos tales como aire y nitrógeno.

Debe observarse que es el agua contenida en el medio de dispersión acuoso en el recipiente cerrado la que se usa como un agente de espumación.

Además, los otros agentes de espumación físicos pueden introducirse antes o durante el calentamiento después de dispersar las partículas de resina de poliolefina junto con el medio de dispersión acuoso en el recipiente cerrado, o pueden introducirse después del calentamiento o inmediatamente antes de la espumación. Como alternativa, los otros agentes de espumación físicos pueden introducirse durante la espumación de modo que la presión interna del recipiente cerrado no disminuya durante la espumación. Además, los otros agentes de espumación físicos pueden introducirse en varios lotes.

Desde el punto de vista de impregnar suficientemente las partículas de resina de poliolefina con los agentes de espumación para una mayor potencia de espumación, es preferible que los agentes de espumación se introduzcan antes del calentamiento. Desde el punto de vista de inhibir la variación en la relación de expansión de las partículas de resina de poliolefina expandidas resultantes, es preferible que los agentes de espumación se introduzcan también durante la espumación.

Un ejemplo más específico de un proceso para producir partículas de resina de poliolefina expandida incluye las siguientes etapas.

Después de que las partículas de resina de poliolefina, un medio de dispersión acuoso y, según sea necesario, un dispersante se alimenten en un recipiente cerrado y se cree un vacío, según sea necesario, en el recipiente cerrado, se introduce dióxido de carbono a aproximadamente no menos de 1 MPa a no más de 2 MPa (presión manométrica) y la temperatura se eleva a o por encima de la temperatura de reblandecimiento de la resina de poliolefina. El calentamiento provoca que la presión interna del recipiente cerrado aumente a aproximadamente no menos de 1,5 MPa a no más de 5 MPa (presión manométrica). Después de que el dióxido de carbono se añada adicionalmente a una temperatura cercana a la temperatura de espumación, de modo que se consiga una presión de espumación deseada y un ajuste de temperatura se realiza adicionalmente, se lleva a cabo la liberación a una zona cuya presión es menor que la presión interna del recipiente cerrado. De este modo, se obtienen partículas de resina de poliolefina expandida.

Como alternativa, después de que las partículas de resina de poliolefina, un medio de dispersión acuoso y, según sea necesario, un dispersante se alimenten a un recipiente cerrado y se cree un vacío, según sea necesario, en el recipiente cerrado, el dióxido de carbono puede introducirse mientras se eleva la temperatura hasta o por encima de la temperatura de reblandecimiento de la resina de poliolefina.

Como alternativa, las partículas de resina de poliolefina expandida se obtienen alimentando partículas de resina de poliolefina, un medio de dispersión acuoso y, según sea necesario, un dispersante en un recipiente cerrado, subiendo la temperatura hasta una temperatura cerca de la temperatura de espumación, introduciendo aire, nitrógeno, o similares, alcanzando la temperatura de espumación y llevando a cabo la liberación a una zona cuya presión sea menor que la presión interna del recipiente cerrado.

No hay limitaciones particulares sobre el recipiente cerrado en que están dispersadas las partículas de resina de poliolefina, siempre y cuando pueda soportar su presión interna y temperatura durante la producción de las partículas expandidas, y algunos ejemplos del recipiente cerrado incluyen recipientes resistentes a la presión de tipo autoclave.

Es preferible que el medio de dispersión acuoso sea agua. El medio de dispersión acuoso puede ser un medio de dispersión obtenido añadiendo metanol, etanol, etilenglicol, glicerina o similares al agua.

Es preferible usar un dispersante para evitar que las partículas de resina de polipropileno se unan muy de cerca entre sí en el medio de dispersión acuoso. Los ejemplos del dispersante incluyen dispersantes inorgánicos tales como fosfato cálcico terciario, fosfato de magnesio terciario, carbonato de magnesio básico, carbonato de calcio,

sulfato de bario, caolín, talco y arcilla.

Además, es preferible usar un agente auxiliar de dispersión junto con el dispersante. Los ejemplos del agente auxiliar de dispersión incluyen: tensioactivos aniónicos de tipo carboxilato tales como sal de N-acilaminoácido, carboxilato de alquil éter y péptido de acilo; tensioactivos aniónicos de tipo sulfonato tales como alquil sulfonato, alquil benceno sulfonato, alquil naftaleno sulfonato y sulfosuccinato; tensioactivos aniónicos de tipo éster sulfúrico tales como aceite sulfatado, sulfato de alquilo, alquil éter sulfato y alquil amida sulfato; y tensioactivos aniónicos de tipo éster fosfórico tales como alquil fosfato, polioxietileno fosfato de y alquil aril éter fosfato. También es posible usar: tensioactivos de polímero del tipo ácido policarboxílico tal como una sal de un copolímero de ácido maleico y poliacrilato; y tensioactivos de polímero polianiónico tales como polietilensulfonato y una sal de un condensado de naftaleno sulfonato formalina.

Es preferible que el agente auxiliar de dispersión sea un tensioactivo aniónico del tipo sulfonato, más preferentemente un tipo seleccionado de alquil sulfonato y alquil benceno sulfonato o una mezcla de dos o más tipos; incluso más preferentemente alquil sulfonato o especialmente preferentemente alquil sulfonato que tiene una cadena de carbono lineal C10 a C18 como un grupo hidrófobo, que puede reducir la adhesión del dispersante a las partículas de resina de poliolefina expandida.

Entre ellos, es preferible el uso conjunto, como el dispersante, de uno o más tipos seleccionados de fosfato de calcio terciario, fosfato de magnesio terciario, sulfato de bario y caolín, y el uso conjunto de alquil sulfonato como el agente auxiliar de dispersión.

Las cantidades del dispersante y el agente auxiliar de dispersión que se usan varían de acuerdo con sus tipos y el tipo y cantidad de la resina de poliolefina que se usa. Normalmente, es preferible combinar el dispersante y el agente auxiliar de dispersión en no menos de 0,2 partes en peso a no más de 3 partes en peso y no menos de 0,001 partes en peso a no más de 0,1 partes en peso, respectivamente, por 100 partes en peso del medio de dispersión acuoso. Además, es preferible usar las partículas de resina de poliolefina en no menos de 20 partes en peso a no más de 100 partes en peso por 100 partes en peso del medio de dispersión acuoso de modo que la dispersabilidad de las partículas de resina de poliolefina en el medio de dispersión acuoso es satisfactoria.

Es preferible que las partículas de resina de poliolefina expandida así obtenidas no contengan menos de 0,05 % en peso a no más del 2 % en peso del polietilenglicol o el alcohol polivalente que tiene un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo, o no menos del 0,01 % en peso a no más del 5 % en peso del compuesto absorbente de agua que no tiene función de formación de núcleos de espumación.

Es preferible que las partículas de resina de poliolefina expandida así producidas tengan un índice de fusión de no menos de 1 g/10 minutos a no más de 12 g/10 minutos, más preferentemente no menos de 3 g/10 minutos a no más de 11 g/10 minutos o, lo más preferentemente, no menos de 4 g/10 minutos a no más de 10 g/10 minutos. Si las partículas de resina de poliolefina expandida tienen un índice de fusión de menos de 1 g/10 minutos, la degradación en la expansibilidad secundaria conduce a la degradación en la moldeabilidad durante el moldeo por expansión en el molde. Por otro lado, si las partículas de resina de poliolefina expandida tienen un índice de fusión de más de 12 g/10 minutos, las partículas expandidas tienen una mayor relación de celdas abiertas, por ejemplo experimentan rotura de las celdas.

Debe observarse aquí que cuando las partículas de resina de poliolefina expandida son partículas de resina de polipropileno expandido, el índice de fusión de las partículas de resina de poliolefina expandida en la presente invención es un valor medido a una temperatura de 230 °C con una carga de 2,16 kg conforme a JIS K7210; y cuando las partículas de resina de poliolefina expandida son partículas de resina de polietileno expandido, el índice de fusión de las partículas de resina de poliolefina expandida en la presente invención es un valor medido a una temperatura de 190°C con una carga de 2,16 kg conforme a JIS K7210. En cualquier caso, el valor se mide después de desespumar las partículas de resina de poliolefina expandida por presión y convirtiéndolas en una lámina a 190 °C a 10 MPa y triturando después la lámina en trozos del tamaño adecuado.

De acuerdo con el proceso de la presente invención para producir partículas de resina de poliolefina expandida, el índice de fusión de las partículas de resina de polietileno expandido tiende a ser más pequeño que el índice de fusión de la resina base, la resina de polietileno y la diferencia es menor de aproximadamente 3 g/10 minutos. La selección de un índice de fusión de la resina de polietileno desde este punto de vista hace posible obtener las partículas de resina de polietileno expandido de la presente invención.

Por otro lado, el índice de fusión de las partículas de resina de polipropileno expandido tiende a ser mayor que el índice de fusión de la resina base, la resina de polipropileno y la diferencia es menor de aproximadamente 3 g/10 minutos. La selección de un índice de fusión de la resina de polipropileno desde este punto de vista hace posible obtener las partículas de resina de polipropileno expandido de la presente invención.

No hay limitaciones particulares respecto a la relación de expansión de las partículas de resina de poliolefina expandida y es posible producir las partículas expandidas que tienen una relación de expansión de más de 1 vez a

menos de 3 veces. Sin embargo, es preferible que la relación de expansión sea menor de 3 veces, más preferentemente no menor de 8 veces o incluso más preferentemente no menor de 10 veces. Además, es preferible que el límite superior de la relación de expansión no sea más de 50 veces, más preferentemente no más de 45 veces o incluso más preferentemente no más de 25 veces.

5 Si la relación de expansión es menor de 3 veces, el mérito de peso ligero no puede conseguirse, y el producto moldeado expandido en el molde resultante tiende a tener una insuficiente flexibilidad y propiedades tampón. Si la relación de expansión es mayor de 50 veces, el producto moldeado expandido en el molde resultante tiende a tener una precisión dimensional, resistencia mecánica y resistencia al calor insuficientes.

10 Si la relación de expansión no es menor de 3 veces, el diámetro de celda y la relación de expansión tienden a poder ajustarse satisfactoriamente por el uso conjunto del agente de nucleación de espuma con el polietilenglicol, teniendo el alcohol polivalente un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo, o el compuesto absorbente de agua que no tiene función de formación de núcleos de espumación. Por otro lado, si la relación de expansión no es mayor de 50 veces, un producto moldeado expandido en el molde producido obtenido por el moldeo por expansión en el molde tiende a tener una precisión dimensional suficiente, resistencia mecánica, resistencia al calor, sin rotura de las celdas en las partículas de resina de polipropileno expandido.

15 Para obtener las partículas de resina de poliolefina expandida que tienen una relación de expansión de no menos de 20 veces, es posible alcanzar una relación de expansión de no menos de 20 veces en la etapa de liberación de las partículas de resina de poliolefina en la zona cuya presión es menor que la presión interna del recipiente cerrado (refiriéndose esta etapa en ocasiones como "espumación de primera etapa"). Sin embargo, es preferible producir partículas de resina de poliolefina expandida con una relación de expansión de menos de 20 veces mediante la espumación de primera etapa, para presurizar las partículas de resina de poliolefina expandida con un gas inorgánico tal como aire en un recipiente cerrado para conferir presión interna y aumentar la relación de expansión a 20 veces o mayor expandiendo adicionalmente las partículas de resina de poliolefina expandida (denominada en ocasiones "espumación de segunda etapa") por calentamiento con vapor.

20 Es preferible que las partículas de resina de poliolefina expandida de la presente invención tengan un diámetro de celda promedio de no menos de 50 μm a no más de 800 μm , más preferentemente no menos de 130 μm a no más de 500 μm o, lo más preferentemente, de no menos de 210 μm a no más de 350 μm . Si el diámetro de celda promedio es menor de 50 μm , pueden ocurrir problemas tales como distorsión en la forma del producto moldeado expandido en el molde resultante y generación de arrugas sobre una superficie del producto. Si el diámetro de celda promedio es mayor de 800 μm , puede haber degradación en las propiedades de tamponación del producto moldeado expandido en el molde resultante.

25 Es preferible que las partículas de resina de poliolefina expandida de la presente invención tengan una relación de celdas abiertas de no menos de 0 % a no más del 12 %, más preferentemente no menos del 0 % a no más del 8 % o incluso más preferentemente no menos del 0 % a no más del 5 %. Si la relación de celdas abiertas es mayor del 12 %, ocurre deterioro en la expansibilidad de las partículas de resina de poliolefina expandida durante el calentamiento con vapor en el molde cuando las partículas de resina de poliolefina expandida se someten a moldeo por expansión en el molde, y el producto moldeado expandido en el molde resultante tiene grandes orificios y, por lo tanto, tiende a contraerse.

30 Es preferible que las partículas de resina de poliolefina expandida de la presente invención tengan un contenido de humedad de no menos del 0,1 % a no más del 10 %, más preferentemente no menos del 0,7 % a no más del 8 % o incluso más preferentemente no menos del 1 % a no más del 5 %. Si el contenido de humedad es menor del 0,1 %, las partículas de resina de poliolefina expandida resultantes pueden tener solo una baja relación de expansión. Si el contenido de humedad es mayor del 10 %, la presión interna de las partículas de resina de poliolefina expandida después de la espumación es tan baja que es probable que se contraigan y puedan permanecer contraídas incluso cuando se curan en un horno después de la espumación.

35 Es preferible que las partículas de resina de poliolefina expandida de la presente invención tengan dos picos de fusión en una curva de DSC que se obtiene por calorimetría diferencial de barrido como se muestra en la Fig. 1.

40 Aquellas partículas expandidas que tienen dos picos de fusión tienden a tener una moldeabilidad de expansión en el molde tan buena que dan un producto moldeado expandido en el molde satisfactorio con respecto a resistencia mecánica y resistencia al calor.

45 Debe observarse aquí que la curva de DSC que se obtiene por calorimetría diferencial de barrido de las partículas de resina de poliolefina expandida se refiere a una curva de DSC que se obtiene subiendo la temperatura de no menos de 1 mg a no más de 10 mg de partículas expandidas de 40 °C a 220 °C a la velocidad de calentamiento de 10 °C/min en la calorimetría diferencial de barrido.

50 Tales partículas de resina de poliolefina expandida que tienen dos picos de fusión se obtienen fácilmente estableciendo la temperatura en el recipiente cerrado durante la espumación a un valor apropiado. Esto es, en el

caso de la presente invención, la temperatura en el recipiente cerrado normalmente no es menor que la temperatura de reblandecimiento de la resina de poliolefina, que sirve como material base, preferentemente no menor que el punto de fusión, más preferentemente no menor que una temperatura de 5 °C más el punto de fusión a menor que la temperatura a la cual termina la fusión, incluso más preferentemente no mayor que una temperatura de 2 °C menos que la temperatura a la cual termina la fusión. En tal caso, tienden a obtenerse partículas de resina de poliolefina expandida que tienen dos picos de fusión.

Debe observarse que la expresión "temperatura a la cual termina la fusión" se refiere a una temperatura a la cual la base del pico de fusión de una curva de DSC que se obtiene subiendo la temperatura de no menos de 1 mg a no más de 10 mg de la resina de poliolefina de 40 °C a 220 °C a una velocidad de calentamiento de 10 °C/min en calorimetría de exploración diferencial, bajando la temperatura a 40 °C a una velocidad de calentamiento de 10 °C/min y después subiendo la temperatura de nuevo a 220 °C a una velocidad de calentamiento de 10 °C/min vuelve a la posición de la línea inicial en el lado de alta temperatura.

Además, es preferible que la cantidad de calor en el pico endotérmico del lado de mayor temperatura entre los dos picos de fusión (denotándose tal cantidad de calor, en lo sucesivo en el presente documento, en ocasiones como "Qh") no sea menor de 5 J/g a no mayor de 30 J/g, o más preferentemente no menor de 7 J/g a no mayor de 20 J/g. Si la cantidad de calor Qh es menor de 5 J/g, las partículas de resina de poliolefina expandida tienden a tener una mayor relación de celdas abiertas. Si la cantidad de calor Qh es mayor de 30 J/g, tiende a haber una degradación en la fusibilidad con la que se obtiene un producto moldeado expandido en el molde. Véase la Fig. 1 para la cantidad de calor Qh en el lado de alta temperatura. A es el punto en el que se alcanza la cantidad más pequeña de absorción de calor entre los dos picos de fusión de la curva de DSC. Qh es la cantidad de calor en el pico de fusión en el lado de mayor temperatura, que es lado derecho de las dos áreas (sombreado en la Fig. 1) rodeado por la curva de DSC y las tangentes a la curva DSC dibujadas desde el punto A, y Q1 es la cantidad de calor en el pico de fusión del lado de menor temperatura, que es la parte izquierda de las dos áreas sombreadas.

Es preferible que las partículas de resina de poliolefina expandida que se obtienen mediante la presente invención tengan una variación del diámetro de celda de menos de 0,4, más preferentemente no más de 0,3 o incluso más preferentemente no más de 0,2. Si la variación del diámetro de celda no es menor que 0,4, el producto moldeado expandido en el molde resultante se deteriora en las propiedades de superficie y, por lo tanto, tiende a mostrar arrugas notables y huecos tal como muescas y orificios entre las partículas expandidas (entre partículas).

Tal variación en el diámetro de celda puede conseguirse usando polietilenglicol, el alcohol polivalente que tiene un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo, o el compuesto absorbente de agua que no tiene función de formación de núcleos absorbentes y el agente de nucleación de espuma o, más preferentemente, puede conseguirse fácilmente por el uso conjunto de dióxido de carbono como un agente de espumación. La razón para esto es incierta, pero se supone que hay algún efecto de interacción del dióxido de carbono con el polietilenglicol, el alcohol polivalente que tiene un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo, o el compuesto absorbente de agua que no tiene función de formación de núcleos de espumación.

Es preferible que las partículas de resina de poliolefina expandida de la presente invención tengan un contenido de volátiles no menor del 0,1 % en peso a no mayor del 0 % en peso o, más preferentemente, no menor del 1 % en peso a no mayor del 8 % en peso. Si el contenido de volátiles es menor del 0,1 % en peso, posiblemente no pueda conseguirse la relación de expansión deseada mencionada. Si el contenido de volátiles es mayor del 10 % en peso, las partículas de resina de poliolefina expandida resultantes se contraen y, por lo tanto, tienden a tener arrugas generadas en sus superficies.

Se cree que tal contenido de volátiles está compuesto principalmente por el agua contenida en las partículas de resina de poliolefina expandida o dióxido de carbono.

Por ejemplo, en términos de mejorar la relación de expansión o desde el punto de vista de la moldeabilidad de expansión en el molde, un aspecto preferido del contenido de volátiles y el diámetro de celda promedio de las partículas de resina de poliolefina expandida producidas por el proceso de la presente invención para producir partículas de resina de poliolefina expandida es el siguiente:

El contenido de volátiles y el diámetro de celda promedio de las partículas de resina de poliolefina expandida (denominadas "partículas de resina de poliolefina expandida (P)") que se obtienen por un proceso de producción de la presente invención y el contenido de volátiles y el diámetro de celda promedio de las partículas de resina de poliolefina expandida (denominadas "partículas de resina de poliolefina expandida (Q)") producidas en las mismas condiciones excepto que no está contenida la sustancia absorbente de agua que no tiene función de formación de núcleos de espumación, satisfacen las siguientes fórmulas (E1) y (E2): (E1): Contenido de Volátiles de las Partículas de Resina de Poliolefina Expandida (P) \geq Contenido de Volátiles de las Partículas de Resina de Poliolefina Expandida (Q) x 1,1; y (E2) Diámetro de Celda Promedio de las Partículas de Resina de Poliolefina Expandida (P) \geq Diámetro de Celda Promedio de las Partículas de Resina de Poliolefina Expandida (Q) x 0,7. Si el contenido de volátiles de las partículas de resina de poliolefina expandida (P) es menor que el contenido de volátiles de las partículas de resina de poliolefina expandida (Q) x 1,1, tiende a haber una degradación en la potencia de

espumación durante la espumación, con el resultado de que no puede alcanzarse la relación de expansión deseada.

Además, si el diámetro de celda promedio de las partículas de resina de poliolefina expandida (P) es menor que el diámetro celda promedio de las partículas de resina de poliolefina expandida (Q) x 0,7, la disminución en el diámetro promedio de celda promedio puede conducir a una degradación en la fusibilidad durante el moldeo por expansión en el molde. Debe observarse que el diámetro de celda promedio, en este caso, es un diámetro de celda promedio L(prom) medido de acuerdo con un método mencionado más adelante.

Ejemplos

A continuación, la presente invención se describe más específicamente con referencia a ejemplos y ejemplos comparativos; sin embargo, la presente invención no está limitada únicamente a estos ejemplos. Los ejemplos 1-12 y 23-34 son técnica antecedente para comprender la invención.

Debe observarse que las evaluaciones en los ejemplos, ejemplos comparativos y referencias se llevaron a cabo de acuerdo con los siguientes métodos.

(Relación de expansión)

Se tomó aproximadamente no menos de 3 g a no más de 10 g de las partículas expandidas y se secaron a 60 °C durante seis horas, y después se midió el peso w. Después de esto, las partículas expandidas se sumergieron en el agua contenida en un cilindro de medición y, después, se calculó la densidad relativa absoluta $p_b = w/v$ de las partículas expandidas midiendo el volumen v (cm^3) de acuerdo con la elevación de la superficie, y la relación de expansión $K = p_r/p_b$ se calculó a partir de la relación de la densidad $p_r (= 0,9 \text{ g/cm}^3)$ de la composición de materia prima y la densidad relativa absoluta p_b .

(Relación de celdas abiertas)

La relación de celdas abiertas se calculó: calculando el volumen de celdas cerradas de las partículas expandidas resultantes usando un picnómetro de comparación de aire (Tipo 1000, fabricado por Tokyoscience Co., Ltd.); calculando el porcentaje de celdas cerradas (%) dividiendo el volumen de celdas cerradas por el volumen aparente calculado por separado por inmersión; y restando el porcentaje de celdas cerradas de 100.

(Contenido de humedad)

Se usaron partículas expandidas inmediatamente después de la espumación con el uso de solo agua como el agente de espumación. Las partículas expandidas se deshidrataron usando el flujo de aire para eliminar por soplado la humedad de las superficies de las partículas. Después de esto, se midió el peso (W1) de las partículas expandidas. Además, se midió el peso (W2) de las partículas expandidas tal cual se secaron durante doce horas en un horno a 80 °C. El contenido de humedad se calculó como.

$$\text{Contenido de Humedad (\%)} = (W1-W2) / W2 \times 100.$$

En el caso del uso conjunto de un agente de espumación distinto del agua, el contenido de humedad de las partículas expandidas que se acaban de obtener por espumación separada a la misma temperatura de espumación y la misma presión de espumación que en el caso del uso de solo agua, el agente de espumación se calculó mediante la operación mencionada anteriormente.

(Contenido de volátiles)

Se usaron las partículas expandidas inmediatamente después de la espumación. Las partículas expandidas se deshidrataron usando el flujo de aire para eliminar por soplado la humedad de las superficies de las partículas. Después de esto, se midió el peso (w1) de las partículas expandidas. Además, el peso (w2) de las partículas expandidas según se secaron durante doce horas en horno a 80 °C se midió. El contenido de volátiles se calculó como:

$$\text{Contenido de Volátiles (\%)} = (w1 - w2) / w2 \times 100.$$

(Diámetro de celda promedio d)

En la presente invención, se midieron dos tipos de diámetro de celda promedio: uno era el diámetro de celda promedio d y el otro era el diámetro de celda promedio L(prom) que se mencionará posteriormente. Sin embargo, el diámetro de celda promedio d y el diámetro de celda promedio L(prom) son aproximadamente iguales entre sí. El diámetro de celda promedio d se determinó como se indica a continuación.

Cada partícula expandida se cortó sustancialmente por la mitad con suficiente cuidado para evitar la destrucción de

una membrana celular y una sección transversal de cada partícula expandida se aumentó y observó con un microscopio. Se supone que la dirección x es una dirección dada de la porción (H) de cada partícula expandida excluyendo la parte de superficie cuya longitud es el cinco por ciento del diámetro de la partícula expandida y la dirección y es una dirección ortogonal a la dirección x. Después, se midieron los diámetros de Feret de cada celda a lo largo de las direcciones x e y como dx y dy, respectivamente, y el diámetro di de una de las celdas se calculó como $d_i = (dx + dy)/(2 \times 0,785)$. Tales mediciones se realizaron en cuarenta o más celdas adyacentes consecutivamente, de tal modo que no hubo desviación radial en la porción (H), y el promedio de las mediciones se dio como: Diámetro de Celda Promedio $d = \Sigma(d_i)/n$, donde n es el número de celdas medidas.

10 (Uniformidad U de las celdas)

La uniformidad de las celdas se midió usando como índices tanto la uniformidad U de las celdas como la variación del diámetro de celda S. La uniformidad U de las celdas se determinó como se indica a continuación.

15 Se calculó la desviación típica σ de las variaciones en el diámetro de las cuarenta o más celdas según se mide en la determinación del diámetro de celda promedio d, y la uniformidad u de las celdas en una única partícula expandida se calculó como $u = \sigma/d \times 100$.

20 Tales mediciones se realizaron en tres o más partículas expandidas, y el promedio de las mediciones se obtuvo como la uniformidad U de las celdas, que se evaluó de la siguiente manera:

- muy buena: U es 30 o menor
- buena: U es mayor de 30 y 35 o menor
- mala: U es mayor de 35

25 (Diámetro de celda promedio L(prom))

30 Se cortaron veinte partículas expandidas elegidas aleatoriamente sustancialmente por la mitad, y cada una de las secciones transversales así expuestas se observó con un microscopio. Debe observarse aquí que el centro O es el punto de intersección ortogonal entre un eje X y un eje Y sustancialmente en el centro de la sección transversal, A y A' son los puntos a los cuales el eje X interseca con el borde de la sección transversal y B y B' son los puntos a los cuales el eje Y interseca con el borde de la sección transversal.

35 A continuación, se calculó el diámetro de celda L(OA): contando el número de paredes de celda que cruza el segmento OA, obteniendo un cociente dividiendo la longitud del segmento OA por el número de paredes de celda, y dividiendo adicionalmente el cociente por 0,616. Esto es, el diámetro de celda L(OA) se calculó a partir de la Ec. (1) como sigue:

40 [Expresión matemática 1]

$$L(OA) = \text{Longitud del Segmento OA} / \text{Número de Paredes de Celda} / 0,616 \dots \text{Ec. (1).}$$

45 Los diámetros de celda L(OA'), L(OB) y L(OB') se calcularon del mismo modo basándose en los segmentos OA', OB y OB' respectivamente. Debe observarse que se contó una pared de celda en la cual estaba localizado el centro O.

El diámetro de celda promedio L(prom) se obtuvo calculando el promedio L'(prom) de los cuatro diámetros de celda L(OA), L(OA'), L(OB) y L(OB'), y promediando además los promedios respectivos L'(prom) de las veinte partículas de resina de poliolefina expandida.

50 (Variación del diámetro de celda S)

En la medición del diámetro de celda promedio L(prom), la variación del diámetro de celda (S') de cada partícula expandida individual se calculó a partir de la Ec. (2) como sigue:

55 [Expresión matemática 2]

$$S' = \Sigma\{(L(i)-L'(prom) / L'(prom))\}^2 \dots \text{Ec. (2),}$$

60 donde i = OA, OA', OB, OB'.

La variación del diámetro de celda S se obtuvo promediando las variaciones de diámetro de celda respectivas S' de las veinte partículas expandidas.

65 (Contracción y arrugas en las partículas expandidas)

Buena: las partículas expandidas no tienen arrugas en sus superficies y, por lo tanto, tienen un buen aspecto

Mala: las partículas expandidas se contraen y tienen muchas arrugas en sus superficies.

(Segunda etapa de expansibilidad)

5 Las partículas expandidas obtenidas por la espumación de segunda etapa se observaron a simple vista y se evaluaron de la siguiente manera:

Buena: no hay partículas expandidas aglomeradas entre sí

Media: hay algunas partículas expandidas que se pegan unas a otras

10 Mala: se requiere una alta presión de vapor; por lo tanto, hay muchas partículas expandidas aglomeradas entre sí

(Propiedades de superficie de los productos moldeados)

15 Las propiedades de superficie de cada producto moldeado obtenido dejándolo reposar durante dos horas a 23 °C después del moldeo por expansión en el molde, curado durante seis horas a 65 °C y dejándolo en una sala durante cuatro horas a 23 °C se evaluaron mediante los siguientes criterios:

20 Muy buenas: sin arrugas, sin huecos entre partículas (sin muescas u orificios entre partículas expandidas) o sin depresiones en la superficie (sin problemas prácticos)

Buenas: algunas arrugas, algunos huecos entre partículas; pero sin depresiones en la superficie (sin problemas prácticos)

Medias: algunas arrugas, algunos huecos entre partículas y algunas depresiones en la superficie (sin problemas prácticos)

25 Malas: arrugas notables, huecos entre partículas y depresiones en la superficie; aspecto defectuoso

(Tasa de contracción dimensional de los productos moldeados)

30 Se midieron las dimensiones longitudinales de cada producto moldeado obtenido dejándolo reposar durante dos horas a 23 °C después del moldeo por expansión en el molde, curado durante seis horas a 65 °C y dejándolo en una sala durante cuatro horas a 23 °C. La tasa de diferencia de las dimensiones del producto moldeado expandido en el molde con respecto a aquellas correspondientes al molde se obtuvieron como una tasa de contracción dimensional con respecto al molde, que se evaluó mediante los siguientes criterios. Debe observarse que tal molde se usó para garantizar que las dimensiones de diseño de un producto moldeado eran de 400 mm x 300 mm x 20 mm.

35

Muy buena: la tasa de contracción dimensional con respecto al molde es del 4 % o menor

Buena: la tasa de contracción dimensional con respecto al molde es mayor del 4 % y del 7 % o menor

Media: la tasa de contracción dimensional con respecto al molde es mayor del 7 % y del 9 % o menor

40 Mala: la tasa de contracción dimensional con respecto al molde es mayor del 9 %

40

(Tasa de fusión de productos moldeados)

45 Cada producto moldeado se agrietó con un cuchillo a aproximadamente 5 mm de profundidad desde la superficie. El producto moldeado expandido en el molde se dividió a lo largo de la grieta. Se observó la superficie de la fractura. Se obtuvo la relación del número de partículas rotas al número total de partículas observadas. Las evaluaciones estaban basadas en los siguientes criterios:

Muy buena: la tasa de fusión es del 80 % o mayor

Buena: la tasa de fusión es del 65 % o mayor y menor del 80 %.

50 Promedio: la tasa de fusión es del 50 % o mayor y menor del 65 %.

Mala: la tasa de fusión es menor del 50 %.

(Ejemplo 1)

55 El polietilenglicol (que tenía un peso molecular promedio de 300; fabricado por Lion Corporation) se precombinó en 0,5 partes en peso a 100 partes en peso de resina de polipropileno A (copolímero aleatorio de propileno-etileno: contenido de etileno de 3,0 %, IF = 6 g/10 minutos, punto de fusión de 143 °C). Además, el talco (fabricado como Polvo de Talcan PK-S por Hayashi-Kasei Co., Ltd.) se combinó como un agente de nucleación de espuma en 0,05 partes en peso. La mezcla se suministró a una extrusora de tornillo único de 50 de diámetro, se fundió y amasó, se extruyó a través de un troquel cilíndrico de 1,8 mm de diámetro, se enfrió con agua y después se cortó en una cortadora para dar partículas de resina de polipropileno con forma cilíndrica (1,2 mg/partícula).

60

65 En un recipiente cerrado resistente a la presión, 100 partes en peso de las partículas de resina de polipropileno obtenidas de esta manera se alimentaron junto con 200 partes en peso de agua pura, 1,0 partes en peso de fosfato de calcio terciario y 0,05 partes en peso de dodecibencenosulfonato sódico. Después de desairear y mientras se agitaba, se pusieron 6 partes en peso de dióxido de carbono en el recipiente cerrado, que después se calentó a

148 °C. La presión interna del recipiente cerrado resistente a la presión en este punto en el tiempo era de 3 MPa (presión manométrica). Poco después de esto, la dispersión de agua (las partículas de resina y el medio de dispersión acuoso) se liberó a una zona a presión atmosférica a través de un orificio de 4 mm de diámetro por apertura de una válvula instalada en la parte inferior del recipiente cerrado, dando de esta manera partículas expandidas (partículas expandidas de primera etapa). Durante la liberación, la presión interna del recipiente se mantuvo mediante dióxido de carbono, por lo que no disminuyó.

Las partículas expandidas de primera etapa así obtenidas mostraban dos puntos de fusión de 138 °C y 157 °C en la calorimetría diferencial de barrido. Como resultado de la medición de la relación de expansión, la relación de celdas abiertas y el diámetro de celda promedio, se encontró que las partículas expandidas de primera etapa tenían una relación de expansión de 19 veces y una relación de celdas abiertas de 0,6 % para tener una excelente uniformidad de celdas y tener un diámetro de celda promedio de 340 µm. El contenido de humedad se midió por espumación de agua con la temperatura interna del recipiente cerrado ajustada a 148°C como en el caso anterior y se encontró que era del 3,3 %.

Las partículas expandidas de primera etapa así obtenidas se sometieron a una espumación de segunda etapa secándolas durante seis horas a 60 °C, ajustando la presión interna a aproximadamente 0,4 MPa (presión absoluta) por impregnación de las mismas con agua presurizada en el recipiente cerrado y llevándolas a contacto con vapor de aproximadamente 0,08 MPa (presión manométrica), dando de esta manera partículas expandidas de segunda etapa que tienen una relación de expansión de 30 veces. Las partículas expandidas de segunda etapa mostraban dos puntos de fusión en la calorimetría diferencial de barrido, tenían una relación de celdas abiertas del 1,3 % y tenía una excelente uniformidad de celdas con un diámetro de celda promedio d de 435 µm. Como resultado de la observación microscópica de las superficies de las partículas expandidas sometidas a la espumación de segunda etapa, se encontró que las partículas expandidas tenían un diámetro uniforme de celdas en las superficies, tenían superficies lisas y tenían un pequeño número de partes finas de las membranas superficiales de superficie de las mismas. A continuación, las partículas expandidas se sometidas a la espumación de segunda etapa se sometieron a moldeado por expansión en el molde después de ajustar la presión del aire interno a aproximadamente 0,19 MPa (presión absoluta) presurizándolas de nuevo con aire en el recipiente cerrado. El producto moldeado expandido en el molde obtenido de esta manera tenía una superficie de excelente lisura y sin de arrugas, de pequeña contracción dimensional, tenía menos distorsión, tenía una excelente fusión entre partículas y, por lo tanto, un buen aspecto. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

[Tabla 1]

	Ejemplos										Ejemplos Comp.															
	1	2	3	4	5	0	7	8	9	10	11	12	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	1	2
Resina de polipropileno A		100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100
Resina de polietileno de baja densidad lineal	(Partes en peso)																							100		
Polietilenglicol (peso molecular promedio: 300)	(Partes en peso)	0,5	0,2	0,1		0,05	0,5																	05		
Polietilenglicol (peso molecular promedio: 600)	(Partes en peso)						0,5																			
Polietilenglicol (peso molecular promedio: 6 000)	(Partes en peso)				1,0																					
Óxido de polialquileno reticulado	(Partes en peso)							1,0																		
Poliacrilato sódico	(Partes en peso)								0,5																	
Carboximetilcelulosa sódica	(Partes en peso)									0,3																
Zeolita	(Partes en peso)																									1,0
Polipropilenglicol (peso molecular promedio: 2 000)	(Partes en peso)																									
Talco	(Partes en peso)	005	01	005	0,1	0,05	01	01	005	0,05	0,1	01	005	0,05	0,1	01	01	005	0,05	0,1	01	01	01	01	005	0
Porcentaje del contenido de humedad	(%)	3,3	20	1,3	2,2	0,7	3,3	3,0	2,3	2,3	35	0,7	2,4	2,3	35	0,7	2,4	2,4	2,3	35	0,7	2,4	2,4	2,4	0,4	4,0
Cantidad de CO ₂	(Partes en peso)	6	G	9	6	3	0	0	6	6	6	e	12	6	6	e	12	6	6	6	6	e	12	6	6	5
Relación de expansión	(Veces)	19	15	11	12	6	12	10	11	17	18	9	5	17	18	9	5	17	18	9	5	17	18	9	5	13
Diámetro de celda promedio d	(µm)	310	270	275	280	200	235	225	320	380	300	160	160	320	380	300	160	160	320	380	300	160	160	160	150	225
Uniformidad de las celdas		Muy Buena	Muy Buena	Muy Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Media	Buena	Buena	Buena	Media	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Media	Buena	Buena	Buena	Buena	Mala
Propiedades de la superficie		Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Mala
Tasa de contracción dimensional		Muy Buenas	Muy Buenas	Muy Buenas	Buenas	Muy Buenas	Buenas	Buenas	Buenas	Medias	Medias	Medias	Medias	Buenas	Medias	Medias	Medias	Buenas	Medias	Medias	Medias	Medias	Buenas	Buenas	Malas	Malas
Tasa de fusión		Muy Buena	Muy Buena	Muy Buena	Buena	Muy Buena	Buena	Buena	Media	Media	Media	Media	Media	Buena	Media	Media	Media	Buena	Media	Media	Media	Media	Buena	Buena	Mala	Mala
		Muy Buena	Muy Buena	Muy Buena	Buena	Muy Buena	Buena	Buena	Media	Media	Media	Media	Media	Buena	Media	Media	Media	Buena	Media	Media	Media	Media	Buena	Buena	Muy Buena	Media

(Ejemplo 2)

La espumación, espumación de segunda etapa y el moldeo por expansión en el molde se llevaron a cabo del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que se usaron aditivo, polietilenglicol (que tenía un peso molecular promedio de 300) y talco en 0,2 partes en peso y 0,1 partes en peso, respectivamente. Las partículas expandidas de primera etapa mostraban dos puntos de fusión, tenían una relación de expansión de 15 veces y una relación de celdas abiertas del 0,7 %, tenían excelente uniformidad de celdas y tenían un diámetro de celda promedio d de 270 μm . El contenido de humedad era del 2,0 %. A continuación, las partículas expandidas de segunda etapa que tenían una relación de expansión de 30 veces se obtuvieron del mismo modo que en el Ejemplo 1. Las partículas expandidas de segunda etapa mostraban dos puntos de fusión en la calorimetría diferencial de barrido, tenían una relación de celdas abiertas del 0,8 % y tenían una excelente uniformidad de celdas con un diámetro de celda promedio d de 375 μm . Como resultado de la evaluación del moldeo por expansión en el molde, se encontró que el producto moldeado expandido en el molde así obtenido tenía una superficie con excelente lisura y sin de arrugas, que tenía una pequeña contracción dimensional, que tenía menos distorsión, que tenía una excelente fusión entre partículas y que por lo tanto tenía un buen aspecto. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

(Ejemplo 3)

La espumación, la espumación de segunda etapa y el moldeo por expansión en el molde se llevaron a cabo de la misma manera que en el Ejemplo 1, excepto que se usó el aditivo, polietilenglicol (que tenía un peso molecular promedio de 300) en 0,1 partes en peso. Las partículas expandidas de primera etapa obtenidas por la espumación de primera etapa mostraban dos puntos de fusión, tenían una relación de expansión de 11 veces y una relación de celdas abiertas del 0,7 %, tenían una excelente uniformidad de celdas y tenían un diámetro de celda promedio d de 275 μm . El contenido de humedad era del 1,3 %. A continuación, las partículas expandidas de segunda etapa tenían una relación de expansión de 30 veces se obtuvieron del mismo modo que en el Ejemplo 1. Las partículas expandidas de segunda etapa mostraban dos puntos de fusión en la calorimetría diferencial de barrido, tenían una relación de celdas abiertas del 0,8 % y tenían una excelente uniformidad de celdas con un diámetro de celda promedio d de 420 μm . Como resultado de la evaluación del moldeo por expansión en el molde, se encontró que el producto moldeado expandido en el molde así obtenido tenía una superficie con excelente lisura y sin arrugas, que tenía una pequeña contracción dimensional, que tenía menos distorsión, que tenía excelente fusión entre partículas y que por lo tanto tenía un buen aspecto. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

(Ejemplo 4)

La espumación, la espumación de segunda etapa y el moldeo por expansión en molde se llevaron a cabo del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que se usaron aditivo, polietilenglicol (que tenía un peso molecular promedio de 6.000) y talco en 1,0 partes en peso y 0,1 partes en peso, respectivamente. Las partículas expandidas de primera etapa obtenidas por la espumación de primera etapa mostraban dos puntos de fusión y tenían una relación de expansión de 12 veces, una relación de celdas abiertas del 1,3 % y un diámetro de celda promedio d de 260 μm . Las celdas tenían una uniformidad ligeramente inferior con relación a las de los Ejemplos 1 a 3, pero eran sustancialmente uniformes. Además, el contenido de humedad era del 2,2 %. A continuación, las partículas expandidas de segunda etapa que tenían una relación de expansión de 30 veces se obtuvieron del mismo modo que en el Ejemplo 1. Las partículas expandidas de segunda etapa mostraban dos puntos de fusión en la calorimetría diferencial de barrido, tenían una relación de celdas abiertas del 2,0 % y tenían una uniformidad de celdas satisfactoria con un diámetro de celda promedio d de 390 μm . Como resultado de la evaluación del moldeo por expansión en el molde, se encontró que el producto moldeado expandido en el molde así obtenido tenía una superficie con excelente lisura, aunque con algunas arrugas y huecos entre partículas, que tenían una contracción dimensional comparativamente pequeña, que tenían menos distorsión y que por lo tanto tenía un buen aspecto. Como para la fusión entre partículas, había ligeramente más partículas sin fundir que en los Ejemplos 1 a 3. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

(Ejemplo 5)

La espumación, la espumación de segunda etapa y el moldeo por expansión en el molde se llevaron a cabo del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que se usaron aditivo, polietilenglicol (que tenía un peso molecular promedio de 300) y dióxido de carbono en 0,05 partes en peso y 3 partes en peso, respectivamente. Las partículas expandidas de primera etapa obtenidas por espumación de primera etapa mostraban dos puntos de fusión y tenían una relación de expansión de 6 veces, una relación de celdas abiertas del 0,7 % y un diámetro de celda promedio d de 200 μm . Las celdas tenían una uniformidad ligeramente inferior con relación a aquellas de los Ejemplos 1 a 3, pero eran sustancialmente uniformes. Además, el contenido de humedad era del 0,7 %. A continuación, las partículas expandidas de segunda etapa que tenían una relación de expansión de 30 veces se obtuvieron del mismo modo que en el Ejemplo 1. Las partículas expandidas de segunda etapa mostraban dos puntos de fusión en la calorimetría diferencial de barrido, tenían una relación de celdas abiertas del 0,8 % y tenían una uniformidad de celdas satisfactoria con un diámetro de celda promedio d de 330 μm . Como resultado de la evaluación del moldeo por expansión en el molde, se encontró que el producto moldeado expandido en el molde así obtenido tenía una superficie con excelente lisura y sin arrugas, que tenía pequeña contracción dimensional, que tenía menos

distorsión, que tenía una excelente fusión entre partículas y que por lo tanto tenía un buen aspecto. Los resultados se muestran en la Tabla 1

(Ejemplo 6)

5 Se usó el aditivo, polietilenglicol (que tenía un peso molecular promedio de 300) en 0,5 partes en peso, y se usó talco en 0,1 partes en peso. El agente de espumación, dióxido de carbono, no se usó, pero se introdujo nitrógeno gaseoso en su lugar. La temperatura se subió a 151 °C. Además, durante la liberación de la dispersión de agua (las partículas de resina y el medio de dispersión acuoso) en una zona a presión atmosférica a través de un orificio de 10 4 mm de diámetro, la presión interna del recipiente se mantuvo mediante nitrógeno gaseoso, para que no disminuyera. Como para el resto, la espumación de primera etapa, la espumación de segunda etapa y la evaluación del moldeo por expansión en el molde se llevaron a cabo del mismo modo que en el Ejemplo 1. La presión interna del recipiente cerrado durante la espumación de primera etapa era de 3,0 MPa (presión manométrica). Las partículas expandidas de primera etapa obtenidas por la espumación de primera etapa mostraban dos puntos de fusión y tenían una relación de expansión de 12 veces, una relación de celdas abiertas del 1,1 % y un diámetro de celdas promedio d de 235 µm. Las celdas tenían una uniformidad ligeramente inferior con respecto a aquellas de los Ejemplos 1 a 3, pero eran sustancialmente uniformes. El contenido de humedad era del 3,3 %. A continuación, las partículas expandidas de segunda etapa que tenían una relación de expansión de 30 veces se obtuvieron del mismo modo que en el Ejemplo 1. Las partículas expandidas de segunda etapa mostraban dos puntos de fusión en la 20 calorimetría diferencial de barrido, tenían una relación de celdas abiertas del 2,3 % y eran satisfactorias con respecto a uniformidad de celdas, con un diámetro de celda promedio d de 355 µm. Como resultado de la evaluación del moldeo por expansión en el molde, se encontró que el producto moldeado expandido en el molde así obtenido tenía una superficie con excelente lisura, aunque con algunas arrugas y huecos entre partículas, que tenía una contracción dimensional comparativamente pequeña, que tenía menos distorsión, que tenía una excelente fusión entre partículas y que por lo tanto tenía un buen aspecto. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

(Ejemplo 7)

30 La espumación de primera etapa, la espumación de segunda etapa y la evaluación del moldeo por expansión en el molde se llevaron a cabo del mismo modo que en el Ejemplo 6, excepto que se usó aditivo, polietilenglicol (que tenía un peso molecular promedio de 600) en 0,5 partes en peso. Las partículas expandidas de primera etapa obtenidas por la espumación de primera etapa mostraban dos puntos de fusión y tenían una relación de expansión de 10 veces, una relación de celdas abiertas de 1,2 % y un diámetro de celda promedio d de 225 µm. Las celdas tenían una uniformidad ligeramente inferior con respecto a las de los Ejemplos 1 a 3, pero eran sustancialmente uniformes. 35 El contenido de humedad era del 3,0 %. A continuación, las partículas expandidas de segunda etapa que tenían una relación de expansión de 30 veces se obtuvieron del mismo modo que en el Ejemplo 1. Las partículas expandidas de segunda etapa mostraban dos puntos de fusión en la calorimetría diferencial de barrido, tenían una relación de celdas abiertas del 2,5 % y tenían una uniformidad de celdas satisfactoria, con un diámetro de celda promedio d de 345 µm. Como resultado de la evaluación del moldeo por expansión en el molde, se encontró que el producto moldeado expandido en el molde así obtenido tenía una superficie con excelente lisura, aunque con algunas arrugas y huecos entre partículas, tenía una contracción dimensional comparativamente pequeña, tenía menos distorsión, excelente en fusión entre partículas y por lo tanto tenía un buen aspecto. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

(Ejemplo 8)

45 La espumación de primera etapa, la espumación de segunda etapa y el moldeo por expansión en el molde se llevaron a cabo del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que se usó óxido de polialquileño reticulado en 1,0 partes en peso en lugar del polietilenglicol. Las celdas en las partículas expandidas de primera etapa eran sustancialmente uniformes. Las partículas expandidas de primera etapa se procesaron en partículas expandidas de segunda etapa, que después se usaron para dar un producto moldeado expandido en el molde. El producto moldeado expandido en el molde tenía unas propiedades de superficie ligeramente inferiores, una tasa de contracción dimensional ligeramente mayor, una fusión entre partículas ligeramente menor en comparación con aquellos obtenidos con el uso de polietilenglicol. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

(Ejemplo 9)

55 La espumación de primera etapa, la espumación de segunda etapa y el moldeo por expansión en el molde se llevaron a cabo del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que se usó poliacrilato sódico en 0,5 partes en peso en lugar del polietilenglicol. Las celdas en las partículas expandidas de primera etapa eran ligeramente no 60 uniformes. Las partículas expandidas de primera etapa se procesaron en partículas expandidas de segunda etapa, que después se usaron para dar un producto moldeado expandido en el molde. El producto moldeado expandido en el molde tenía unas propiedades de superficie ligeramente inferiores, una tasa de contracción dimensional ligeramente mayor y una fusión entre partículas ligeramente menor en comparación con aquellos obtenidos con el uso de polietilenglicol. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

65

(Ejemplo 10)

La espumación de primera etapa, la espumación de segunda etapa y el moldeo por expansión en el molde se llevaron a cabo del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que se usó carboximetilcelulosa sódica como un aditivo en 0,3 partes en peso en lugar de polietilenglicol y se usó talco en 0,1 partes en peso. Las celdas en las partículas expandidas de primera etapa eran ligeramente no uniformes. Las partículas expandidas de primera etapa se procesaron en partículas expandidas de segunda etapa que después se usaron para dar un producto moldeado expandido en el molde. El producto moldeado expandido en el molde tenía unas propiedades de superficie ligeramente inferiores y una tasa de contracción dimensional ligeramente superior en comparación con aquellos obtenidos con el uso de polietilenglicol, pero tenía una fusión entre partículas satisfactoria. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

(Ejemplo 11)

La espumación de primera etapa, la espumación de segunda etapa y el moldeo por expansión en el molde se llevaron a cabo del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que se usó polipropilenglicol (que tenía un peso molecular promedio de 2 000) en 0,2 partes en peso en lugar del polietilenglicol y se usó talco en 0,1 partes en peso. Las celdas en las partículas expandidas de primera etapa eran ligeramente no uniformes y unas pocas partículas se aglomeraron entre sí durante la espumación de segunda etapa. Además, las partículas expandidas de segunda etapa se usaron para dar un producto moldeado expandido en el molde. El producto moldeado expandido en el molde tenía unas propiedades de superficie ligeramente inferiores, una tasa de contracción dimensional ligeramente mayor y una fusión entre partículas ligeramente menor en comparación con aquellas obtenidas con el uso de polietilenglicol. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

(Ejemplo 12)

Se precombinó polietilenglicol (que tenía un peso molecular promedio de 300; fabricado por Lion Corporation) en 0,5 partes en peso por 100 partes en peso de una resina de polietileno de baja densidad lineal (IF = 2,0 g/10 minutos, punto de fusión de 122 °C). Además, se combinó talco (fabricado como Polvo Talcan PK-S de Hayashi-Kasei Co., Ltd.) como un agente de nucleación de espuma en 0,1 partes en peso. La mezcla se suministró a una extrusora de tornillo único de 50 de diámetro, se fundió y amasó, se extruyó a través de un troquel cilíndrico de 1,8 mm de diámetro, se enfrió con agua y después se cortó con una cortadora para dar partículas de resina de polietileno de baja densidad lineal con forma cilíndrica (1,2 mg/partícula).

En un recipiente cerrado resistente a la presión, 100 partes en peso de las partículas de resina de polietileno de baja densidad lineal con forma cilíndrica así obtenidas se alimentaron junto con 200 partes en peso de agua pura, 1,0 partes en peso de fosfato de calcio terciario y 0,05 partes en peso de dodecilsulfonato sódico. Después de desairear, y mientras se agitaba, se pusieron 12 partes en peso de dióxido de carbono en el recipiente cerrado, que después se calentó a 123 °C. La presión interna del recipiente cerrado resistente a la presión en este punto en el tiempo era de 4,5 MPa (presión manométrica). Poco después, la dispersión de agua (las partículas de resina y el medio de dispersión acuoso) se liberó a una zona a presión atmosférica a través de un orificio de 3,6 mm de diámetro abriendo una válvula instalada en la parte inferior del recipiente cerrado, dando así partículas expandidas (partículas expandidas de primera etapa). Durante la liberación, la presión interna del recipiente se mantuvo mediante dióxido de carbono, para que no disminuyera.

Las partículas expandidas de primera etapa así obtenidas mostraban dos puntos de fusión de 117 °C y 128 °C en la calorimetría diferencial de barrido. Como resultado de la medición de la relación de expansión, la relación de celdas abiertas y el diámetro de celda promedio, se encontró que las partículas expandidas de primera etapa tenían una relación de expansión de 5 veces y una relación de celdas abiertas de 0,6 %, que tenían una excelente uniformidad de celdas y tenían un diámetro de celda promedio d de 160 μm . El contenido de humedad se midió por espumación con agua con una temperatura interna del recipiente cerrado ajustada a 123 °C como en el caso anterior, y se encontró que era del 2,4 %.

Las partículas expandidas de primera etapa así obtenidas se sometieron a espumación de segunda etapa secándolas durante seis horas a 60 °C, ajustando la presión interna a aproximadamente 0,4 MPa (presión absoluta) impregnándolas con aire presurizado en el recipiente cerrado y poniéndolas en contacto con vapor de aproximadamente 0,03 MPa (presión manométrica), dando así partículas expandidas de segunda etapa que tenían una relación de expansión de 20 veces. Las partículas expandidas de segunda etapa mostraban dos puntos de fusión en la calorimetría diferencial de barrido, tenían una relación de celdas abiertas del 1,3 % y tenían una uniformidad de celdas excelentes, con un diámetro de celda promedio d de 270 μm . Como resultado de la observación microscópica de las superficies de las partículas expandidas sometidas a la espumación de segunda etapa, se encontró que las partículas expandidas tenían un diámetro de celda uniforme en las superficies, que tenían superficies lisas y que tenían un pequeño número de partes finas de las membranas superficiales de las mismas. A continuación, las partículas expandidas sometidas a la espumación de segunda etapa se sometieron a moldeo por expansión en el molde. El producto moldeado expandido en el molde así obtenido tenía una superficie con excelente lisura, aunque con algunas arrugas y huecos entre partículas, tenía una contracción dimensional comparativamente

pequeña, tenía menos distorsión, tenía excelente fusión entre partículas y por lo tanto un buen aspecto. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

(Ejemplo Comparativo 1)

5 La espumación se llevó a cabo del mismo modo que en el Ejemplo 1 en las condiciones mostradas en la tabla, sin usar polietilenglicol. La relación de expansión así conseguida era tan baja como 6 veces, y el diámetro de celda promedio era también tan pequeño como 150 μm . Además, en comparación con el caso en el que se usa polietilenglicol, se requería una mayor presión de vapor en la espumación de segunda etapa para una relación de expansión de 30 veces; por lo tanto, muchas de las partículas expandidas se aglomeraron entre sí. Tales partículas expandidas de segunda etapa se sometieron a moldeo por expansión en el molde para dar un producto moldeado expandido en el molde. El producto moldeado expandido en el molde tenía malas propiedades de superficie, una alta tasa de contracción dimensional y un peor aspecto. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

15 (Ejemplo Comparativo 2)

La espumación de primera etapa, la espumación de segunda etapa y el moldeo por expansión en el molde se llevaron a cabo del mismo modo que en el Ejemplo 1, excepto que se usó la zeolita A en 1,0 partes en peso en lugar de polietilenglicol y no se usó talco. Las celdas en las partículas expandidas de primera etapa eran menos uniformes porque algunas celdas eran gruesas y otras eran pequeñas. Algunas partículas se aglomeraron entre sí durante la espumación de segunda etapa y se requirió una alta presión de vapor para una relación de expansión de 30 veces; por lo tanto, unas pocas partículas expandidas se aglomeraron entre sí. Tales partículas expandidas de segunda etapa se usaron para dar un producto moldeado expandido en el molde. El producto moldeado expandido en el molde tenía malas propiedades de superficie y una gran contracción dimensional. Los resultados se muestran en la Tabla 1.

(Ejemplo 13)

30 Se precombinó glicerina (glicerina purificada D, fabricada por Lion Corporation) en 0,1 partes en peso por 100 partes en peso de resina de polipropileno A (copolímero aleatorio de propileno-etileno: contenido de etileno de 3,0 %, IF = 6 g/10 minutos, punto de fusión de 143 °C). Además, se combinó talco (fabricado como Polvo Talcan PK-S por Hayashi-Kasei Co., Ltd.) como un agente de nucleación de espuma en 0,1 partes en peso. La mezcla se suministró a una extrusora, se fundió y se amasó, se extruyó a través de un troquel cilíndrico de 1,8 mm de diámetro, se enfrió con agua y después se cortó con una cortadora para dar partículas de resina de poliolefina de forma cilíndrica (1,2 mg/partícula).

En un recipiente cerrado resistente a la presión, 100 partes en peso de las partículas de resina de poliolefina así obtenidas se alimentaron junto con 200 partes en peso de agua pura, 1,0 parte en peso de fosfato de calcio terciario y 0,05 partes en peso de dodecilsulfonato sódico. Después de desairear y mientras se agitaba, se pusieron 6 partes en peso de dióxido de carbono en un recipiente cerrado, que después se calentó a 148 °C. La presión interna del recipiente cerrado resistente a la presión en este punto en el tiempo era de 3 MPa (presión manométrica). Poco después de esto, la dispersión de agua (las partículas de resina y el medio de dispersión acuoso) se liberó a una zona a presión atmosférica a través de un orificio de 4 mm de diámetro abriendo una válvula instalada en la parte inferior del recipiente cerrado, dando así partículas expandidas (partículas expandidas de primera etapa). Durante la liberación, la presión interna del recipiente se mantuvo mediante dióxido de carbono, para que no disminuyera.

Las partículas expandidas de primera etapa así obtenidas mostraban dos puntos de fusión de 138 °C y 157 °C en la calorimetría diferencial de barrido. Como resultado de la medición de la relación de expansión, la relación de celdas abiertas y el diámetro celular promedio, se encontró que las partículas expandidas de primera etapa tenían una relación de expansión de 15 veces y una relación de celdas abiertas de 0,9 %, que tenían una excelente uniformidad de celdas, y que tenían un diámetro de celda promedio d de 239 μm . El contenido de humedad se midió por espumación con agua, con la temperatura interna del recipiente cerrado ajustada a 148 °C como en el caso anterior y se encontró que era del 1,8 %.

Las partículas expandidas de primera etapa así obtenidas se sometieron a espumación de segunda etapa secándolas durante seis horas a 60 °C, ajustando la presión interna a aproximadamente 0,4 MPa (presión absoluta) por impregnación de las mismas con aire presurizado en el recipiente cerrado y poniéndolas en contacto con vapor de aproximadamente 0,08 MPa (presión manométrica), dando así partículas expandidas de segunda etapa que tenían una relación de expansión de 30 veces. Las partículas expandidas de segunda etapa mostraban dos puntos de fusión en la calorimetría diferencial de barrido, tenían una relación de celdas abiertas del 1,4 % y tenían una excelente uniformidad de celdas con un diámetro de celda promedio d de 300 μm . A continuación, las partículas expandidas sometidas a la espumación de segunda etapa se sometieron a moldeo por expansión en el molde después de ajustar la presión de aire interna a aproximadamente 0,19 MPa (presión absoluta), presurizándolas de nuevo con aire en el recipiente cerrado. El producto moldeado expandido en el molde así obtenido tenía una superficie con excelente lisura, aunque con algunas arrugas y huecos entre partículas, tenía una tasa de contracción

dimensional comparativamente baja, tenía menos distorsión, tenía excelente fusión entre partículas y por lo tanto tenía un buen aspecto. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

[Tabla 2]

	Ejemplos										
	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	
Resina de polipropileno A	Partes en peso 100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	
Resina de polietileno de baja densidad lineal	Partes en peso										100
Glicerina	Partes en peso 0,1	0,15	0,2	0,05	0,2	0,2		0,2			0,2
Diglicerina	Partes en peso						0,2				
Poli(etilenglicol) (peso molecular promedio: 300)	Partes en peso				0,1						
Metamina	Partes en peso					0,05					
Dimetil éter de polietilenglicol	Partes en peso								0,5		
Óxido de polialquileno reticulado	Partes en peso										
Poliacrilato sódico	Partes en peso										
Carboximetilcelulosa sódica	Partes en peso										

		Ejemplos										
		13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	
Zeolita		Partes en peso										
Polipropilenglicol		Partes en peso										
Talco		Partes en peso	0,1	0,05	0,02	0,05	0,05	0,02	0,05	0,02	0,1	0,1
Porcentaje de contenido de humedad		%	1,8	2,4	2,9	0,9	3,3	3,3	2,0	2,9	0,4	2,4
Cantidad de CO ₂		Partes en peso	6	6	6	3	6	6	6	0	6	12
	Relación de expansión	Veces	15	18	17	7	17	16	15	13	7	6
Partículas expandidas de primera etapa	Diámetro de celda promedio d	µm	239	250	271	210	304	260	250	190	250	170
Expansibilidad de segunda etapa	Uniformidad de las celdas		Muy buena	Muy buena	Buena	Buena	Muy buena	Buena	Buena	Buena	Buena	Buena
	Propiedades de la superficie		Buena	Buena	Buena	Buenas	Buena	Buena	Buena	Buena	Media	Buena
Producto Moldeado	Tasa de contracción dimensional:		Buenas	Buenas	Muy buenas	Buenas	Muy buenas	Buenas	Buenas	Buenas	Medias	Buenas
	Tasa de fusión	%	Buena	Muy buena	Muy buena	Buena	Muy buena	Buena	Buena	Buena	Media	Buena
			Muy buena	Muy buena	Muy buena	Muy buena	Muy buena	Muy buena	Muy buena	Muy buena	Buena	Muy buena

(Ejemplo 14)

La espumación, la espumación de segunda etapa y el moldeo por expansión en el molde se llevaron a cabo del mismo modo que en el Ejemplo 13, excepto que se usaron aditivo, glicerina, y talco en 0,15 partes en peso y 0,05 partes en peso, respectivamente. Las partículas expandidas de primera etapa mostraban dos puntos de fusión, tenían una relación de expansión de 18 veces y una relación de celdas abiertas del 1,2 %, tenían una excelente uniformidad de celdas y tenían un diámetro de celda promedio d de 250 μm . El contenido de humedad era del 2,4 %. A continuación, las partículas expandidas de segunda etapa que tenían una relación de expansión de 30 veces se obtuvieron del mismo modo que en el Ejemplo 13. Las partículas expandidas de segunda etapa mostraban dos puntos de fusión en la calorimetría diferencial de barrido, tenían una relación de celdas abiertas del 1,3 % y tenían una excelente uniformidad de celdas con un diámetro de celda promedio d de 290 μm . Como resultado del moldeo por expansión en el molde, el producto moldeado expandido en el molde así obtenido tenía una superficie con una excelente lisura, aunque con algunas grietas y huecos entre partículas, tenía una pequeña contracción dimensional, tenía menos distorsión, tenía excelente fusión entre partículas y por lo tanto un buen aspecto. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

(Ejemplo 15)

La espumación, la espumación de segunda etapa y el moldeo por expansión en el molde se llevaron a cabo del mismo modo que en el Ejemplo 13, excepto que se usaron aditivo, glicerina, y talco en 0,2 partes en peso y 0,02 partes en peso, respectivamente. Las partículas expandidas de primera etapa obtenidas en la espumación de primera etapa mostraban dos puntos de fusión, tenían una relación de expansión de 17 veces, una relación de celdas abiertas del 0,7 % y un diámetro de celda promedio d de 271 μm . Las celdas tenían una uniformidad ligeramente inferior con respecto a aquellas del Ejemplo 13, pero eran sustancialmente uniformes. El contenido de humedad era del 2,9 %. A continuación, las partículas expandidas de segunda etapa que tenían una relación de expansión de 30 veces se obtuvieron del mismo modo que en el Ejemplo 13. Las partículas expandidas de segunda etapa mostraban dos puntos de fusión en la calorimetría diferencial, tenían una relación de celdas abiertas del 1,0 % y tenían una uniformidad de celdas satisfactoria con un diámetro de celda promedio d de 330 μm . Como resultado del moldeo por expansión en el molde, el producto moldeado expandido en el molde así obtenido tenía una superficie con excelente lisura y sin arrugas, una pequeña contracción dimensional, tenía menos distorsión, tenía excelente fusión entre partículas y por lo tanto tenía buen aspecto. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

(Ejemplo 16)

La espumación, la espumación de segunda etapa y el moldeo por expansión en el molde se llevaron a cabo del mismo modo que en el Ejemplo 13, excepto que se usaron glicerina, talco y dióxido de carbono en 0,05 partes en peso, 0,05 partes en peso y 3 partes en peso, respectivamente. Las partículas expandidas de primera etapa obtenidas por la espumación de primera etapa mostraban dos puntos de fusión, teniendo una excelente relación de expansión de 7 veces, una relación de celdas abiertas del 0,7 % y un diámetro de celda promedio d de 210 μm . Las celdas tenían una uniformidad ligeramente inferior con respecto a aquellas del Ejemplo 13, pero eran sustancialmente uniformes. El contenido de humedad era del 0,9 %. A continuación, las partículas expandidas de segunda etapa que tenían una relación de expansión de 30 veces se obtuvieron del mismo modo que en el Ejemplo 13. Las partículas expandidas de segunda etapa mostraban dos puntos de fusión en la calorimetría diferencial de barrido, tenían una relación de celdas abiertas del 1,0 % y tenían una uniformidad de celdas satisfactoria con un diámetro de celda promedio d de 280 μm . Como resultado del moldeo por expansión en el molde, el producto moldeado expandido en el molde así obtenido tenía una superficie con excelente lisura, aunque con algunas arrugas y huecos entre partículas, tenía una contracción dimensional comparativamente pequeña, tenía menos distorsión, tenía una excelente fusión entre partículas y por lo tanto un buen aspecto. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

(Ejemplo 17)

La espumación, la espumación de segunda etapa y el moldeo por expansión en el molde se llevaron a cabo del mismo modo que en el Ejemplo 13, excepto que se usaron polietilenglicol (que tenía un peso molecular promedio de 300; fabricado por Lion Corporation) y talco en 0,1 partes en peso y 0,05 partes en peso, respectivamente, además del aditivo, glicerina, usado en 0,2 partes en peso. Las partículas expandidas de primera etapa obtenidas por la espumación de primera etapa mostraban dos puntos de fusión, tenían una relación de expansión de 17 veces, una relación de celdas abiertas del 1,1 %, un diámetro de celda promedio d de 304 μm . Las celdas tenían una uniformidad particularmente superior con respecto a aquellas de los Ejemplos 13 a 15. El contenido de humedad era del 3,3 %. A continuación, las partículas expandidas de segunda etapa que tenían una relación de expansión de 30 veces se obtuvieron del mismo modo que en el Ejemplo 13. Las partículas expandidas de segunda etapa mostraban dos puntos de fusión en la calorimetría diferencial de barrido, tenían una relación de celdas abiertas del 1,5 % y tenían una excelente uniformidad de celdas con un diámetro de celda promedio d de 365 μm . Como resultado del moldeo por expansión en el molde, el producto moldeado expandido en el molde así obtenido tenía una superficie con excelente lisura y sin arrugas, con pequeña contracción dimensional, tenía menos distorsión, tenía excelente fusión entre partículas y por lo tanto tenía un buen aspecto. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

(Ejemplo 18)

La espumación, la espumación de segunda etapa y el moldeo por expansión en el molde se llevaron a cabo del mismo modo que en el Ejemplo 13, excepto que se usaron melamina (melamina pulverizada, fabricada por Nissan Chemical Industries, Ltd.) y talco en 0,05 partes en peso y 0,02 partes en peso, respectivamente, además del aditivo, glicerina, usado en 0,2 partes en peso. Las partículas expandidas de primera etapa obtenidas por la espumación de primera etapa mostraban dos puntos de fusión, tenían una relación de expansión de 16 veces, una relación de celdas abiertas del 1,0 % y un diámetro de celda promedio d de 260 μm . Las celdas tenían una uniformidad ligeramente inferior con respecto a aquellas del Ejemplo 13, pero eran sustancialmente uniformes. El contenido de humedad era del 3,3 %. A continuación, las partículas expandidas de segunda etapa que tenían una relación de expansión de 30 veces se obtuvieron del mismo modo que en el Ejemplo 13. Las partículas expandidas de segunda etapa mostraban dos puntos de fusión en calorimetría diferencial de barrido, tenían una relación de celdas abiertas del 1,5 % y tenían excelente uniformidad de celdas con un diámetro de celda promedio d de 320 μm . Como resultado del moldeo por expansión en el molde, el producto moldeado expandido en el molde así obtenido tenía una superficie por excelente lisura, aunque con algunas arrugas y huecos entre partículas, tenía una contracción dimensional comparativamente pequeña, tenía menos distorsión, tenía excelente fusión entre partículas y por lo tanto un buen aspecto. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

(Ejemplo 19)

La espumación, la espumación de segunda etapa y el moldeo por expansión en el molde se llevaron a cabo del mismo modo que en el Ejemplo 13, excepto que se usó glicerina como un aditivo en 0,2 partes en peso y se usó talco en 0,05 partes en peso. Las partículas expandidas de primera etapa obtenidas por la espumación de primera etapa mostraban dos puntos de fusión, tenían una relación de expansión de 15 veces, una relación de celdas abiertas del 1,4 % y un diámetro de celda promedio d de 250 μm . Las celdas tenían una uniformidad ligeramente inferior con respecto a aquellas del Ejemplo 13, pero eran sustancialmente uniformes. El contenido de humedad era del 2,0 %. A continuación, las partículas expandidas de segunda etapa que tenían una relación de expansión de 30 veces se obtuvieron del mismo modo que en el Ejemplo 13. Las partículas expandidas de segunda etapa mostraban dos puntos de fusión en la calorimetría diferencial de barrido, tenían una relación de celdas abiertas del 1,5 % y tenían excelente uniformidad de celdas con un diámetro de celda promedio d de 305 μm . Como resultado del moldeo por expansión en el molde, el producto moldeado expandido en el molde así obtenido tenía una superficie con excelente lisura, aunque con algunas arrugas y huecos entre partículas, tenía una contracción dimensional comparativamente pequeña, tenía menos distorsión, tenía excelente fusión entre partículas y por lo tanto tenía un buen aspecto. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

(Ejemplo 20)

Se usó el aditivo, glicerina, en 0,2 partes en peso, y se usó talco en 0,02 partes en peso. No se usó el agente espumante, dióxido de carbono, sino que se introdujo nitrógeno gaseoso en su lugar. La temperatura se subió a 151 °C. Como para el resto, la espumación de primera etapa, la espumación de segunda etapa y la evaluación del moldeo por expansión en el molde se llevaron a cabo del mismo modo que en el Ejemplo 13. La presión interna del recipiente cerrado durante la espumación de primera etapa era de 3,0 MPa (presión manométrica). Las partículas expandidas de primera etapa obtenidas por la espumación de primera etapa mostraban dos puntos de fusión y tenían una relación de expansión de 13 veces, una relación de celdas abiertas del 1,5 % y un diámetro de celda promedio d de 190 μm . Las celdas tenían una uniformidad ligeramente inferior con respecto a aquellas del Ejemplo 13 pero eran sustancialmente uniformes. El contenido de humedad era del 2,9 %. A continuación, las partículas expandidas de segunda etapa que tenían una relación de expansión de 30 veces se obtuvieron del mismo modo que en el Ejemplo 13. Las partículas expandidas de segunda etapa mostraban dos puntos de fusión en la calorimetría diferencial de barrido, tenían una relación de celdas abiertas del 2,3 % y tenían una excelente uniformidad de celdas con un diámetro de celda promedio d de 250 μm . Como resultado del moldeo por expansión en el molde, el producto moldeado expandido en el molde así obtenido tenía una superficie con excelente lisura, aunque con algunas arrugas y huecos entre partículas, tenía una contracción dimensional comparativamente pequeña, tenía menos distorsión, tenía excelente fusión entre partículas, y por lo tanto tenía un buen aspecto. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

(Ejemplo 21 - comparativo)

La espumación de primera etapa, la espumación de segunda etapa y el moldeo de expansión en el molde se llevaron a cabo del mismo modo que en el Ejemplo 13, excepto que se usó dimetiléter de polietilenglicol en 0,5 partes en peso en lugar de glicerina y se usó talco en 0,1 partes en peso. Las partículas expandidas de primera etapa tenían una relación de expansión baja de 7 veces. Las celdas tenían una uniformidad ligeramente inferior con respecto a aquellas del Ejemplo 13, pero eran sustancialmente uniformes. Algunas de las partículas se aglomeraron entre sí durante la espumación de segunda etapa. Tales partículas expandidas de segunda etapa se sometieron a moldeo por expansión en el molde para dar un producto moldeado expandido en el molde. El producto moldeado expandido en el molde tenía unas propiedades de superficie ligeramente inferiores y una tasa de contracción dimensional ligeramente superior en comparación con las del Ejemplo 13, en el que se usó glicerina. El producto

moldeado expandido en el molde era satisfactorio respecto a fusión entre partículas pero había ligeramente más partículas sin fundir que en el Ejemplo 13. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

5 Las referencias a continuación describen un método para determinar si un aditivo es o no una sustancia absorbente de agua de la presente invención que no tiene función de formación de núcleos de espumación.

(Ejemplo 22)

10 Se precombinó glicerina (glicerina purificada D; fabricada por Lion Corporation) en 0,2 partes en peso por 100 partes en peso de una resina de polietileno de baja densidad lineal (IF = 2,0 g/10 minutos, punto de fusión de 122 °C). Además, se combinó talco (fabricado como Polvo Talcan PK-S por Hayashi-Kasei Co., Ltd.) como un agente de nucleación de espuma en 0,1 partes en peso. La mezcla se suministró a una extrusora de tornillo único de 50 de diámetro, se fundió y amasó, se extruyó a través de un troquel cilíndrico de 1,8 mm de diámetro, se enfrió con agua y después se cortó con una cortadora para dar partículas de resina de polietileno de baja densidad lineal con forma cilíndrica (1,2 mg/partícula).

15 En un recipiente cerrado resistente a la presión, 100 partes en peso de las partículas de resina de polietileno de baja densidad lineal con forma cilíndrica así obtenidas se alimentaron junto con 200 partes en peso de agua pura, 1,0 partes en peso de fosfato de calcio terciario y 0,05 partes en peso de dodecibencenosulfonato sódico. Después de desairear y mientras se agitaba, se pusieron 12 partes en peso de dióxido de carbono en el recipiente cerrado, que después se calentó a 123 °C. La presión interna del recipiente cerrado resistente a la presión en este punto en el tiempo era de 4,5 MPa (presión manométrica). Poco después de esto, la dispersión de agua (las partículas de resina y el medio de dispersión acuoso) se liberó a una zona a presión atmosférica a través de un orificio de 3,6 mm de diámetro abriendo una válvula instalada en la parte inferior del recipiente cerrado, dando así partículas expandidas (partículas expandidas de primera etapa). Durante la liberación, la presión interna del recipiente se mantuvo mediante dióxido de carbono, para que no disminuyera.

20 Las partículas expandidas de primera etapa así obtenidas mostraban dos puntos de fusión de 117 °C y 128 °C en la calorimetría diferencial de barrido. Como resultado de la medición de la relación de expansión, la relación de celdas abiertas, y el diámetro de celda promedio, se encontró que las partículas expandidas de primera etapa tenían una relación de expansión de 6 veces y una relación de celdas abiertas del 0,6 %, que tenía una excelente uniformidad de celdas, y que tenía un diámetro de celda promedio d de 160 μm . El contenido de humedad se midió por espumación con agua, con la temperatura interna del recipiente cerrado ajustada a 123 °C como en el caso anterior y se encontró que era del 2,4 %.

30 Las partículas expandidas de primera etapa así obtenidas se sometieron a espumación de segunda etapa secándolas durante seis horas a 60 °C, ajustando la presión interna a aproximadamente 0,4 MPa (presión absoluta) impregnándolas con aire presurizado en el recipiente cerrado y poniéndolas en contacto con vapor de aproximadamente 0,03 MPa (presión manométrica), dando así partículas expandidas de segunda etapa que tenían una relación de expansión de 20 veces. Las partículas expandidas de segunda etapa mostraban dos puntos de fusión en la calorimetría diferencial de barrido, tenían una relación de celdas abiertas del 1,3 % y tenían excelente uniformidad de celdas con un diámetro de celda promedio d de 270 μm . Como resultado de la observación microscópica de las superficies de las partículas expandidas sometidas a la espumación de segunda etapa, se encontró que las partículas expandidas tenían un diámetro uniforme de las celdas en las superficies, que tenían superficies lisas y que tenían un pequeño número de partes finas de las membranas superficiales de las mismas. A continuación, las partículas expandidas sometidas a la espumación de segunda etapa se sometieron a moldeo por expansión en el molde. El producto moldeado expandido en el molde así obtenido tenía una superficie con excelente lisura, aunque con algunas arrugas y huecos entre partículas, tenía una contracción dimensional comparativamente pequeña, tenía menos distorsión, tenía una excelente fusión entre partículas y por lo tanto un buen aspecto. Los resultados se muestran en la Tabla 2.

(Referencia 1)

35 La resina de polipropileno B (copolímero aleatorio de propileno/etileno/buteno-1; contenido de etileno del 2,6 % en peso, contenido de buteno-1 del 1,4 % en peso, índice de fusión de 7 g/10 minutos, punto de fusión de 145 °C) se suministró a una extrusora de tornillo único de 50 de diámetro, se fundió y amasó a 200 °C, se extruyó a través de un troquel cilíndrico de 1,8 mm de diámetro, se enfrió con agua y después se cortó con una cortadora para dar partículas de resina de polipropileno de forma cilíndrica (1,2 mg/partícula).

40 En un recipiente cerrado resistente a la presión, 100 partes en peso de las partículas de resina de polipropileno con forma cilíndrica así obtenidas se alimentaron junto con 300 partes en peso de agua pura, 1,0 partes en peso de fosfato de calcio terciario y 0,05 partes en peso de dodecibencenosulfonato sódico. Después de desairear y mientras se agitaba, 14 partes en peso de dióxido de carbono se pusieron en el recipiente cerrado, que después se calentó a 149 °C. La presión interna del recipiente cerrado en este punto en el tiempo era de 3 MPa (presión manométrica). Poco después de esto, la dispersión de agua que contenía partículas de resina de polipropileno y el medio de dispersión acuoso se liberó a una zona a presión atmosférica a través de un orificio de 4 mm de diámetro

abriendo una válvula instalada en la parte inferior del recipiente cerrado, dando así partículas de resina de polipropileno expandido. Durante la liberación, la presión interna del recipiente se mantuvo mediante dióxido de carbono para que no disminuyera.

5 Las partículas de resina de polipropileno expandido exentas de aditivo así obtenidas tenían un diámetro de celda promedio L(prom) de 260 µm.

(Referencia 2)

10 Se precombinó polietilenglicol (que tenía un peso molecular promedio de 300; fabricado por Lion Corporation) como un aditivo D en 0,5 partes en peso por 100 partes en peso de la resina de polipropileno B. La mezcla se suministró a una extrusora de tornillo único de 50 de diámetro, se fundió y amasó a 200 °C, se extruyó a través de un troquel cilíndrico de 1,8 mm de diámetro, se enfrió con agua y después se cortó en una cortadora para dar partículas de resina de polipropileno que contenía polietilenglicol de forma cilíndrica (1,2 mg) /partícula).

15 Después de esto, las partículas de resina de polipropileno que contenían polietilenglicol expandido se produjeron justo del mismo modo que en la Referencia 1. El diámetro de celda promedio L(prom) de las partículas expandidas así obtenidas se muestra en la Tabla 3. Una comparación con la Referencia 1 muestra que el polietilenglicol es una sustancia absorbente de agua de la presente invención que no tiene función de formación de núcleos de espumación.

20

[Tabla 3

Referencias	Códigos	Aditivos		Punto de fusión (°C)	Diámetro de celda promedio L(prom)	Sustancia absorbente de agua que no tiene función de formación de núcleos de espumación
		Tipos				
1	N/A	N/A		N/A	260	N/A
2	D	Polietilenglicol (peso molecular prom: 300)		-13	230	Sí
3	E	Copolímero de bloques que contiene un bloque de poliolefina y un bloque de óxido de polietileno (Pelestat 303)		135	200	Sí
4	F	Poliacrilato Sódico		Se descompuso antes de la fusión	300	Sí
5	G	Carboximetilcelulosa sódica		Sin punto de fusión	210	Sí
6	H	Alcohol polivinílico		150-230	200	Sí
7	I	Bentonita		1 000 o mayor	260	Sí
8	J	Hectorita sintética		(300 o mayor)	290	Sí
9	K	Zeolita sintética		(300 o mayor)	190	Sí
10	L	Borato de zinc		980	140	No

* N/A significa "no aplicable"

25 (Referencia 3)

Las partículas de resina de polipropileno expandidas se produjeron justo del mismo modo que en la Referencia 2, excepto que se usó un copolímero de bloques que tenía un bloque de poliolefina y un bloque de óxido de polietileno (Pelestat 303; fabricado por Sanyo Chemical Industries, Ltd.) como un aditivo E en lugar del aditivo D, polietilenglicol. El diámetro de celda promedio L(prom) de las partículas expandidas así obtenidas se muestra en la Tabla 3. Una comparación con la Referencia 1 muestra que el copolímero de bloques que tenía un bloque de poliolefina y un bloque de óxido de polietileno es una sustancia absorbente de agua de la presente invención que no tenía función de formación de núcleos de espumación.

35 (Referencias 4 a 9)

Las partículas de resina de polipropileno expandidas se produjeron justo del mismo modo que en la Referencia 2, excepto que se usó cada uno de los siguientes aditivos F a K en lugar del aditivo D, polietilenglicol. El porcentaje de contenido de volátiles y el diámetro de celda promedio L(prom) de las partículas expandidas así obtenidas se muestran en la Tabla 3. Se muestra que cada uno de los aditivos es una sustancia absorbente de agua de la presente invención que no tiene función de formación de núcleos de espumación.

40

Aditivos

F: poliacrilato sódico (AQUA KEEP 10SH-NF; fabricado por Sumitomo Seika Chemicals Co., Ltd.)

G: carboximetilcelulosa sódica (MAC20, fabricado por Nippon Paper Chemicals Co., Ltd.)

5 H: alcohol polivinílico (PVA205S; fabricado por Kuraray Co., Ltd.)

I: bentonita (Bengel Bright 25; fabricado por Hojun)

J: hectorita sintética (Laponite RD, fabricado por Toshin Chemicals Co., Ltd.)

K: zeolita sintética (NX-100P, fabricado por Nippon Chemical Industrial Co., Ltd.)

10 (Referencia 10)

Las partículas de resina de polipropileno expandido se produjeron justo del mismo modo que en la Referencia 3, excepto que se usó borato de zinc (borato de zinc 2335, fabricado por Tomita Pharmaceuticals Co., Ltd.) como un aditivo L en lugar del aditivo D, polietilenglicol. El diámetro de celda promedio L(prom) de las partículas expandidas se muestra en la Tabla 3. Se muestra que este aditivo no es una sustancia absorbente de agua de la presente invención que no tiene función de formación de núcleos de espumación.

(Ejemplo 23)

20 El aditivo D (polietilenglicol que tiene un tamaño molecular promedio de 300; fabricado por Lion Corporation) se premezcló en 0,5 partes en peso por 100 partes en peso de resina de polipropileno B (copolímero aleatorio de propileno/etileno/buteno-1: contenido de etileno del 2,6 % en peso, contenido de buteno-1 del 1,4 % en peso, índice de fusión de 7 g/10 minutos, punto de fusión de 145 °C). Además, se combinó talco (fabricado como Polvo Talcan PK-S por Hayashi-Kasei Co., Ltd.) como un agente de nucleación de espuma en 0,03 partes en peso. La mezcla se
25 suministró a una extrusora de tornillo único de 50 de diámetro, se fundió y amasó con una temperatura de 200 °C en la punta del troquel, se extruyó a través de un troquel cilíndrico de 1,8 mm de diámetro, se enfrió con agua y después se cortó con una cortadora para dar partículas de resina de polipropileno de forma cilíndrica (1,2 mg/partícula).

30 En un recipiente cerrado resistente a la presión, 100 partes en peso de las partículas de resina de polipropileno con forma cilíndrica así obtenidas se alimentaron junto con 300 partes en peso de agua pura, 2,0 partes en peso de fosfato de calcio terciario y 0,05 partes en peso de dodecibencenosulfonato sódico. Después de desairear y mientras se agitaba, se pusieron 14 partes en peso de dióxido de carbono en el recipiente cerrado, que después se calentó a 149 °C. La presión interna del recipiente cerrado en este punto en el tiempo era de 2,9 MPa (presión manométrica). Además, la temperatura interna del recipiente cerrado se ajustó a 3,3 MPa (presión manométrica)
35 añadiendo dióxido de carbono gaseoso, y se mantuvo durante 10 minutos. Después de esto, la dispersión de agua (las partículas de resina y el medio de dispersión acuoso) se liberó a una zona a presión atmosférica a través de un orificio de 4 mm de diámetro abriendo una válvula instalada en la parte inferior del recipiente cerrado, dando así partículas de resina de polipropileno expandido (partículas expandidas de primera etapa). Durante la liberación, la
40 presión interna del recipiente se mantuvo mediante dióxido de carbono, para que no disminuyera durante la liberación.

Las partículas expandidas de primera etapa así obtenidas mostraban dos picos endotérmicos a aproximadamente 142 °C y aproximadamente 159 °C en la calorimetría diferencial de barrido. Como resultado de la medición de la
45 relación de expansión, la relación de celdas abiertas y el diámetro de celda promedio L(prom), se encontró que las partículas expandidas de primera etapa, como se muestra en la Tabla 4, tenían una relación de expansión de 15 veces, una relación de celdas abiertas del 0,6 %, un porcentaje de contenido de volátil del 3,0 % y un diámetro de celda promedio L(prom) de 270 µm. Las partículas expandidas de primera etapa tenían una pequeña variación del diámetro de celda S de 0,07 y, por lo tanto, tenían una excelente uniformidad en el diámetro de celda.

50 Las partículas expandidas de primera etapa así obtenidas se sometieron a espumación de segunda etapa limpiándolas con ácido, secándolas durante seis horas a 60 °C, ajustando la presión interna a aproximadamente 0,4 MPa (presión absoluta) impregnándolas con aire presurizado en el recipiente cerrado y poniéndolas en contacto con vapor de aproximadamente 0,07 MPa (presión manométrica), dando partículas expandidas de segunda etapa
55 que tenían una relación de expansión de 30 veces. Como resultado de la observación microscópica de las superficies de las partículas expandidas sometidas a la espumación en segunda etapa, se encontró que las partículas expandidas eran uniformes en el diámetro de las celdas en las superficies, que tenían superficies lisas y un pequeño número de partes finas de las membranas superficiales de las mismas. A continuación, las partículas expandidas sometidas a la espumación de segunda etapa se sometieron a moldeo por expansión en el molde
60 después de ajustar la presión de aire interna a aproximadamente 0,2 MPa (presión absoluta) presurizándolas de nuevo con aire en el recipiente cerrado. El producto moldeado expandido en el molde así obtenido tenía una superficie con excelente lisa y sin arrugas, tenía una pequeña contracción dimensional, tenía menos distorsión, excelente fusión entre partículas y por lo tanto tenía un buen aspecto. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

65

[Tabla 4]

		Ejemplos										
		23	24	25	26	27	28	29	30	31	32	33
Resina de polipropileno		B	B	B	B	B	B	B	B	C	C	C
Tipo de aditivos		D	D	F	F	G	H	J	K	D	E	I
Cantidad de aditivos	Partes en peso	0,5	0,5	0,2	0,5	0,5	0,5	1,0	1,0	0,5	1,0	1,0
Talco	Partes en peso	0,03	0,30	0,05	0,05	0,03	0,03	0,03	0,03	0,05	0,05	0,01
Cantidad inicial de CO ₂	Partes en peso	14	14	14	14	14	14	14	14	6	6	6
Relación de expansión	Veces	15	17	11	18	11	11	13	12	19	12	14
Relación de celdas abiertas	%	0,6	0,7	1,0	1,5	1,7	0,6	1,8	1,7	0,6	0,9	1,1
Porcentaje de contenido de volátiles	%	3,0	3,0	2,2	3,6	5,8	2,9	2,9	4,3	3,1	1,8	6,0
Diámetro de celda promedio L(prom)	µm	270	230	310	410	280	240	280	280	350	350	290
Variación del diámetro de celda S		0m07	0,05	0,2	0,4	0,4	0,2	0,15	0,1	0,05	0,05	0,4
Contracción y arrugas en las partículas expandidas		Buena										
Presión interna durante la espumación de segunda etapa	MPa (presión absoluta)	aprox. 0,4										
Presión de vapor durante la espumación de segunda etapa	MPa (presión manométrica)	aprox. 0,07	aprox. 0,07	aprox. 0,08	aprox. 0,07	aprox. 0,08	aprox. 0,08	aprox. 0,08	aprox. 0,08	aprox. 0,06	aprox. 0,08	aprox. 0,07
Expansibilidad de segunda etapa		Buena										
Propiedades de la superficie del producto moldeado		Muy buenas	Muy buenas	Muy buenas	Buenas	Buenas	Muy buenas	Muy buenas	Muy buenas	Muy buenas	Muy buenas	Buenas
Tasa de fusión del producto moldeado		Muy buena	Muy buena	Muy buena	Buena	Buena	Muy buena	Muy buena	Buena	Muy buena	Muy buena	Muy buena

(Ejemplo 24)

Las partículas expandidas de primera etapa se obtuvieron del mismo modo que en el Ejemplo 23, excepto que el agente de nucleación de espuma, talco, se usó en 0,3 partes en peso y las condiciones de espumación de segunda etapa fueron como se muestran en la Tabla 4. A continuación, las partículas expandidas de segunda etapa que tenían una relación de expansión de 30 veces se obtuvieron y sometieron a moldeo por expansión en el molde. Las partículas expandidas de primera etapa así obtenidas mostraban dos picos endotérmicos a aproximadamente 142 °C y aproximadamente 159 °C en la calorimetría diferencial de barrido, y la relación de expansión, la relación de celdas abiertas, el diámetro de celda promedio L(prom) y la variación del diámetro de celda S fueron como se muestra en la Tabla 4. Como resultado de la observación microscópica de las superficies de las partículas expandidas sometidas a la espumación de segunda etapa, se encontró que las partículas expandidas tenían un diámetro de las celdas uniforme en las superficies, tenían superficies lisas y tenían un pequeño número de partes finas de las membranas de la superficie de las mismas. Las partículas expandidas de segunda etapa se sometieron a moldeo por expansión en el molde para dar un producto moldeado expandido en el molde. El producto moldeado expandido en el molde así obtenido tenía una superficie con excelente lisura y sin arrugas, tenía una pequeña contracción dimensional, tenía menor distorsión, tenía una excelente fusión entre partículas y por lo tanto un buen aspecto. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

(Ejemplos 25 a 30)

Las partículas expandidas de primera etapa se obtuvieron del mismo modo que en el Ejemplo 23, excepto que se usó cada uno de los aditivos F, G, H, J y K en lugar del aditivo D, polietilenglicol en una cantidad mostrada en la Tabla 4, que se usó el agente de nucleación de espuma, talco, en una cantidad mostrada en la Tabla 4 y que las condiciones de espumación de segunda etapa fueron como se muestra en la Tabla 4. A continuación, las partículas expandidas de segunda etapa que tenían una relación de expansión de 30 veces se obtuvieron y sometieron a moldeo por expansión en el molde. Las partículas expandidas de primera etapa así obtenidas mostraban dos picos endotérmicos a aproximadamente 142 °C y aproximadamente 159 °C en la calorimetría diferencial de barrido, y la relación de expansión, la relación de celdas abiertas, el diámetro de celda promedio L(prom) y la variación del diámetro de celda S fueron como se muestran en la Tabla 4. Como resultado de la observación microscópica de las superficies de las partículas expandidas sometidas a la espumación de segunda etapa, se encontró que las partículas expandidas tenían un diámetro de las celdas uniforme en las superficies, que tenían superficie lisa y que tenían un pequeño número de partes finas de las membranas superficiales de las mismas. Las partículas expandidas de segunda etapa se sometieron a moldeo por expansión en el molde para dar un producto moldeado expandido en el molde. El producto moldeado expandido en el molde así obtenido tenía una superficie de excelente lisura y sin grietas, tenía una contracción dimensional pequeña, tenía menos distorsión, tenía excelente fusión entre partículas y por lo tanto un buen aspecto. Sin embargo, en los Ejemplos 26 y 27, los productos moldeados expandidos en el molde mostraron algunas arrugas y huecos entre partículas en sus superficies. Los productos moldeados expandidos en el molde eran satisfactorios en cuanto a fusión entre partículas, pero había ligeramente más partículas sin fundir. Asimismo, en el Ejemplo 30, el producto moldeado expandido en el molde tenía una fusión entre partículas satisfactoria pero había ligeramente más partículas sin fundir.

(Ejemplo 31)

El aditivo D (polietilenglicol que tenía un peso molecular promedio de 300; fabricado por Lion Corporation) se precombinó en 0,5 partes en peso por 100 partes en peso de resina de polipropileno C (copolímero aleatorio de propileno/etileno: contenido de etileno del 3,2 % en peso, índice de fusión de 6 g/10 minutos, punto de fusión de 142 °C). Además, se combinó talco (fabricado como Polvo Talcan PK-S por Hayashi-Kasei Co., Ltd.) como un agente de nucleación de espuma en 0,05 partes en peso. La mezcla se suministró a una extrusora de tornillo único de 50 de diámetro, se fundió y amasó con una temperatura de 200 °C en la punta del troquel, se extruyó a través de un troquel cilíndrico de 1,8 mm de diámetro, se enfrió con agua y después se cortó con una cortadora para dar partículas de resina de poliolefina de forma cilíndrica (1,2 mg/partícula).

En un recipiente cerrado resistente a la presión, se alimentaron 100 partes en peso de las partículas de resina de polipropileno así obtenidas junto con 200 partes en peso de agua pura, 2,0 partes en peso de fosfato de calcio terciario y 0,05 partes en peso de dodecibencenosulfonato sódico. Después de desairear y mientras se agitaba, se pusieron 6 partes en peso de dióxido de carbono en el recipiente cerrado, que después se calentó a 148 °C. La presión interna del recipiente cerrado en este punto en el tiempo era de 2,8 MPa (presión manométrica). Además, la temperatura interna del recipiente cerrado se ajustó a 3,0 MPa (presión manométrica) añadiendo dióxido de carbono gaseoso y se mantuvo durante diez minutos. Después de esto, la dispersión de agua, que contenía partículas de resina de polipropileno y el medio de dispersión acuoso, se liberó a una zona a presión atmosférica a través de un orificio de 4 mm de diámetro abriendo una válvula instalada en la parte inferior del recipiente cerrado, dando así partículas de resina de polipropileno expandido (partículas expandidas de primera etapa). Durante la liberación, la presión interna del recipiente se mantuvo mediante dióxido de carbono, para que no disminuyera.

Las partículas expandidas de primera etapa así obtenidas mostraban dos picos endotérmicos a aproximadamente 138 °C y aproximadamente 157 °C en la calorimetría de diferencial de barrido. Como resultado de la medición de la

relación de expansión, la relación de celdas abiertas, y el diámetro de celda promedio L(prom), se encontró que las partículas expandidas de primera etapa, como se muestra en la Tabla 4, tenían una relación de expansión de 19 veces, una relación de celdas abiertas del 0,6 %, un porcentaje de contenido de volátiles de 3,1 % y un diámetro de celda promedio L(prom) de 350 µm. Las partículas expandidas de primera etapa tenían una pequeña variación de diámetro de celda S de 0,05 y por lo tanto tenían una excelente uniformidad en el diámetro de celda.

Las partículas expandidas de primera etapa así obtenidas se sometieron a espumación de segunda etapa limpiándolas con ácido, secándolas durante seis horas a 60 °C, ajustando la presión interna a aproximadamente 0,4 MPa (presión absoluta) impregnándolas con aire presurizado en el recipiente cerrado y poniéndolas en contacto con vapor de aproximadamente 0,06 MPa (presión manométrica), dando así partículas expandidas de segunda etapa que tenían una relación de expansión de 30 veces. Como resultado de la observación microscópica de las superficies de las partículas expandidas sometidas a espumación de segunda etapa, se encontró que las partículas expandidas tenían un diámetro de las celdas uniforme en las superficies, tenían superficies lisas y tenían un pequeño número de partes finas en las membranas de las mismas. A continuación, las partículas expandidas sometidas a espumación de segunda etapa se sometieron a moldeo por expansión en el molde después de ajustar la presión de aire interna a aproximadamente 0,2 MPa (presión absoluta) presurizándolas de nuevo con aire en el recipiente cerrado. El producto moldeado expandido en el molde así obtenido tenía una superficie con excelente lisura y sin arrugas, tenía una pequeña contracción dimensional y tenía menos distorsión, tenía excelente fusión entre partículas y por lo tanto tenía un buen aspecto. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

(Ejemplos 32 y 33)

Las partículas expandidas de primera etapa se obtuvieron del mismo modo que en el Ejemplo 31, excepto que se usó cada uno de los aditivos E e I en lugar del aditivo D, polietilenglicol, en una cantidad mostrada en la Tabla 4, que el agente de nucleación de espuma, talco, se usó en una cantidad mostrada en la Tabla 4 y que las condiciones de espumación de segunda etapa fueron como se muestran en la Tabla 4. A continuación, las partículas expandidas de segunda etapa que tenían una relación de expansión de 30 veces se obtuvieron y sometieron a moldeo por expansión en el molde. Las partículas expandidas de primera etapa así obtenidas mostraban dos picos endotérmicos a aproximadamente 138 °C y aproximadamente 157 °C en la calorimetría diferencial de barrido y la relación de expansión, la relación de celdas abiertas, el diámetro de celda promedio L(prom) y la variación del diámetro de celdas S fueron como se muestra en la Tabla 4. Como resultado de la observación microscópica de las superficies de las partículas expandidas sometidas a la espumación de segunda etapa, se encontró que las partículas expandidas tenían un diámetro de las celdas uniforme en las superficies, tenían superficies lisas y tenían un pequeño número de partes finas de las membranas superficiales de las mismas. Las partículas expandidas de segunda etapa se sometieron a moldeo por expansión en el molde para dar un producto moldeado expandido en el molde. El producto moldeado expandido en el molde así obtenido tenía una superficie de excelente lisura y sin arrugas, tenía una pequeña contracción dimensional, tenía menos distorsión, tenía excelente fusión entre partículas y por lo tanto tenía un buen aspecto. Sin embargo, en el Ejemplo 33, los productos moldeados expandidos en el molde mostraron algunas arrugas y huecos entre partículas en sus superficies. Los productos moldeados expandidos en el molde eran satisfactorios en cuanto a fusión entre partículas. Los resultados se muestran en la Tabla 4.

(Ejemplo Comparativo 3)

Las partículas expandidas de primera etapa se obtuvieron del mismo modo que en el Ejemplo 23, excepto que no se usó el aditivo D y las condiciones de espumación de la segunda etapa fueron como se muestra en la Tabla 5. A continuación, las partículas expandidas de segunda etapa que tenían una relación de expansión de 30 veces se obtuvieron y sometieron a moldeo por expansión en el molde. Las partículas expandidas de primera etapa así obtenidas mostraban dos picos endotérmicos a aproximadamente 142 °C y aproximadamente 159 °C en la calorimetría diferencial de barrido, y la relación de expansión, la relación de celdas abiertas, el diámetro de celda promedio L(prom) y la variación del diámetro de celda S fueron como se muestran en la Tabla 5. En particular, las partículas expandidas de primera etapa tenían una variación de diámetro de celda S de 0,5 y, por lo tanto, tenían una escasa uniformidad en el diámetro de celda y variaban de tamaño. Se requirió una alta presión de vapor en la espumación de segunda etapa para una relación de expansión de 30 veces; por lo tanto, unas cuantas partículas expandidas se aglomeraron entre sí. Tales partículas expandidas de segunda etapa se sometieron a moldeo por expansión en el molde para dar un producto moldeado expandido en el molde. El producto moldeado expandido en el molde tenía una alta tasa de contracción dimensional, tenía arrugas y huecos entre las partículas y tenía peor aspecto. Los resultados se muestran en la Tabla 5.

[Tabla 5]

		Ejemplos Comparativos			
		3	4	5	6
Resina de polipropileno		B	B	B	C
Tipo de aditivos		N/A	H	L	N/A

		Ejemplos Comparativos			
		3	4	5	6
Cantidad de aditivos	Partes en peso	N/A	1,0	1,0	N/A
Talco	Partes en peso	0,03	N/A	N/A	0,05
Cantidad inicial de CO ₂	Partes en peso	14	14	14	6
Relación de expansión	Veces	10	5	14	7
Relación de celdas abiertas	%	0,6	1,1	2,5	0,9
Porcentaje de contenido de volátiles	%	1,2	3,8	6,3	0,9
Diámetro de celda promedio (prom)	µm	280	320	120	210
Variación del diámetro de celda S		0,5	0,6	0,05	0,35
Contracción y arrugas en las partículas expandidas		Buena	Buena	Mala	Buena
Presión interna durante la espumación de segunda etapa	MPa (presión absoluta)	aprox. 0,4	aprox. 0,6	aprox. 0,4	aprox. 0,6
Presión de vapor durante la espumación de segunda etapa	MPa (presión manométrica)	aprox. 0,09	aprox. 0,11	aprox. 0,07	aprox. 0,10
Expansibilidad de segunda etapa		Media	Mala	Buena	Mala
Propiedades de la superficie del producto moldeado		Mala	Mala	Mala	Media
Tasa de fusión del producto moldeado		Buena	Media	Mala	Buena

(Ejemplos Comparativos 4 y 5)

5 Las partículas expandidas de primera etapa se obtuvieron del mismo modo que en el Ejemplo 23, excepto que se usó cada uno de los aditivos H y L en lugar del aditivo D, polietilenglicol, en una cantidad mostrada en la Tabla 5, que se usó el agente de nucleación de espuma, talco, en una cantidad mostrada en la Tabla 5 y que las condiciones de espumación de segunda etapa fueron como se muestra en la Tabla 5. A continuación, las partículas expandidas de segunda etapa que tenían una relación de expansión de 30 veces se obtuvieron y sometieron a moldeo por expansión en el molde.

10 Las partículas expandidas de primera etapa obtenidas en el Ejemplo Comparativo 4 donde se usó el aditivo H y no se añadió talco, mostraban dos picos endotérmicos a aproximadamente 142 °C y aproximadamente 159 °C en la calorimetría diferencial de barrido, y la relación de expansión, la relación de celdas abiertas, el diámetro de celda promedio L(prom) y la variación del diámetro de celda S fueron como se muestran en la Tabla 5. En particular, las partículas expandidas de primera etapa tenían una variación del diámetro de celda S de 0,6 y, por lo tanto, tenían una mala uniformidad en el diámetro de celda y variaban de tamaño. Se requería una alta presión de vapor en la espumación de segunda etapa para una relación de expansión de 30 veces; por lo tanto, muchas de las partículas expandidas se aglomeraron entre sí. Tales partículas expandidas de segunda etapa se sometieron a moldeo por expansión en el molde para dar un producto moldeado expandido en el molde. El producto moldeado expandido en el molde tenía una alta tasa de contracción dimensional, tenía arrugas y tenía peor aspecto.

25 En el Ejemplo Comparativo 5, donde L se usó el aditivo y no se añadió talco, las partículas expandidas de primera etapa tenían una uniformidad del diámetro de celda satisfactoria, pero tenían un pequeño diámetro de celda promedio L(prom). Las partículas expandidas tenían muchas arrugas y estaban contraídas. Además, como resultado del moldeo por expansión en el molde, el producto moldeado expandido en el molde tenía arrugas y tenía peor fusibilidad. Los resultados se muestran en la Tabla 5.

(Ejemplo Comparativo 6)

30 Se obtuvieron partículas expandidas de primera etapa del mismo modo que en el Ejemplo 31, excepto que no se usó el aditivo D y las condiciones de espumación de segunda etapa fueron como se muestra en la Tabla 5. A continuación, las partículas expandidas de segunda etapa que tenían una relación de expansión de 30 veces se obtuvieron y sometieron a moldeo por expansión en el molde. Las partículas expandidas de primera etapa así obtenidas mostraban dos puntos de fusión de aproximadamente 138 °C y aproximadamente 157 °C en la calorimetría diferencial de barrido, y la relación de expansión, la relación de celdas abiertas, el diámetro de celda promedio L(prom) y la variación del diámetro de celda S fueron como se muestra en la Tabla 5. Se requería una alta presión de vapor en la espumación de segunda etapa para una relación de expansión de 30 veces; por lo tanto, muchas de las partículas expandidas se aglomeraron entre sí. Tales partículas expandidas de segunda etapa se sometieron a moldeo por expansión en el molde para dar un producto moldeado expandido en el molde. El producto moldeado expandido en el molde tenía una alta tasa de contracción dimensional, tenía depresiones en la superficie además de arrugas y huecos entre las partículas, y tenía un peor aspecto. Los resultados se muestran en la Tabla 5.

(Ejemplo 34)

45 La espumación se llevó a cabo del mismo modo que en el Ejemplo 23, excepto que el aditivo D, polietilenglicol, se añadió en 0,1 partes en peso, dando así partículas expandidas de primera etapa que tenían dos picos endotérmicos a aproximadamente 142 °C y aproximadamente 159 °C en la calorimetría diferencial de barrido. Las partículas

expandidas de primera etapa tenían una relación de expansión de 9 veces y un diámetro de celda promedio L(prom) de 250 µm. La Fig. 2 muestra una proporción entre la relación de expansión y el diámetro de celda promedio, incluyendo los resultados del Ejemplo 23. Las partículas expandidas de primera etapa obtenidas como se ha mencionado anteriormente y las partículas expandidas de primera etapa obtenidas en el Ejemplo 23 se sometieron a moldeo por expansión en el molde después de ajustar la presión de aire interna a aproximadamente 0,2 MPa (presión absoluta) presurizándolas con aire en sus recipientes cerrados resistentes a la presión respectivos. Se evaluó la tasa de fusión de cada producto moldeado expandido en el molde. Los resultados se muestran en la Tabla 6.

5 En este ejemplo, el diámetro de celda promedio varía solo ligeramente como respuesta a un cambio en la relación de expansión. Esto muestra que la relación de expansión puede controlarse sin la influencia de un cambio en el diámetro de celda promedio. Además, se muestra que un aumento en la relación de expansión no conduce a la degradación en la fusibilidad del producto moldeado expandido en el molde.

15 [Tabla 6

Aditivos		Ejemplo 34		Ejemplo Comp. 7	
		D		L	
Cantidad de aditivos	Partes en peso	0,1	0,5	0,01	0,1
Talco	Partes en peso	0,03	0,03	-	-
Relación de expansión	Veces	9	15	8	15
Diámetro de celda promedio L(prom)	µm	250	270	260	190
Tasa de fusión del producto moldeado		Muy buena	Muy buena	Muy buena	Media

(Ejemplo Comparativo 7)

20 La espumación se llevó a cabo del mismo modo que en el Ejemplo Comparativo 5, excepto que se añadió el aditivo L, borato de zinc, en 0,01 partes en peso o en 0,1 partes en peso, dando así partículas expandidas de primera etapa que tenían dos picos endotérmicos a aproximadamente 142 °C y aproximadamente 159 °C en la calorimetría diferencial de barrido. Cuando el aditivo se añadió L en 0,01 partes en peso, la relación de expansión era de 8 veces y el diámetro de celda promedio L(prom) era de 260 µm. Cuando se añadió el aditivo L en 0,1 partes en peso, la relación de expansión era de 15 veces y el diámetro de celda promedio L(prom) era de 190 µm. La Fig. 2 muestra una relación entre la relación de expansión y el diámetro de celda promedio. Las partículas expandidas de primera etapa se sometieron a moldeo por expansión en el molde después de ajustar la presión interna de aire a aproximadamente 0,2 MPa (presión absoluta) presurizándolas con aire en sus recipientes cerrados resistentes a la presión respectivos. Se evaluó la tasa de fusión de cada producto moldeado expandido en el molde. Los resultados se muestran en la Tabla 6.

30 En este ejemplo comparativo, el diámetro de celda promedio varía ampliamente como respuesta a un aumento en la relación de expansión. Esto muestra que es difícil controlar la relación de expansión sin provocar un cambio significativo en el diámetro de celda promedio. Además, se muestra que un aumento en la relación de expansión conduce a una degradación en la fusibilidad del producto moldeado expandido en el molde.

Aplicabilidad industrial

40 Las partículas de resina de poliolefina expandida así obtenidas pueden procesarse en productos moldeados expandidos en el molde de resina de poliolefina por moldeo por expansión en el molde, como se sabe de forma convencional. Por ejemplo, pueden usarse métodos tales como los siguientes: (1) un método que incluye someter las partículas de resina de poliolefina expandida a tratamiento a presión con un gas inorgánico, tal como aire o nitrógeno, impregnar las partículas preexpandidas con un gas inorgánico para conferir una presión interna predeterminada a las partículas preexpandidas, llenar un molde con las partículas preexpandidas y fusionar las partículas preexpandidas mediante calor de vapor de agua; (2) un método que incluye llenar un molde con las partículas de resina de poliolefina expandida comprimiendo las partículas de resina de poliolefina expandida con presión de gas, fusionando las partículas de resina de poliolefina expandida mediante calor de vapor de agua usando la resiliencia de las partículas preexpandidas; y (3) un método que incluye llenar un molde con las partículas de resina de poliolefina expandidas sin pretratamiento particular y fusionando las partículas de resina de poliolefina expandida mediante calor de vapor de agua. La siguiente lista desglosada proporciona información sobre antecedentes útil para entender la invención.

Punto 1

55 Un proceso para producir partículas de resina de poliolefina expandida usando como un agente espumante del agua contenida en un medio de dispersión acuoso, incluyendo el proceso las etapas de: dispersar las partículas de resina

de poliolefina junto con el medio de dispersión acuoso en un recipiente cerrado; calentar las partículas de resina de poliolefina hasta o por encima de una temperatura de reblandecimiento de las partículas de resina de poliolefina y presurizar las partículas de resina de poliolefina; y liberar las partículas de resina de poliolefina en una zona cuya presión es menor que una presión interna del recipiente cerrado, estando compuestas las partículas de resina de poliolefina de una composición de resina de poliolefina que comprende:

resina de poliolefina;
 polietilenglicol en no menos de 0,05 partes en peso a no más de 2 partes en peso por 100 partes en peso de la resina de poliolefina; y
 un agente de nucleación de espuma

Punto 2

Un proceso para producir partículas de resina de poliolefina expandida usando como un agente espumante del agua contenida en un medio de dispersión acuoso, incluyendo el proceso las etapas de: dispersar las partículas de resina de poliolefina junto con el medio de dispersión acuoso en un recipiente cerrado; calentar las partículas de resina de poliolefina hasta o por encima de una temperatura de reblandecimiento de las partículas de resina de poliolefina y presurizar las partículas de resina de poliolefina; y liberar las partículas de resina de poliolefina en una zona cuya presión es menor que una presión interna del recipiente cerrado, estando compuestas las partículas de resina de poliolefina de una composición de resina de poliolefina que comprende:

resina de poliolefina;
 alcohol polivalente en no menos de 0,05 partes en peso a no más de 2 partes en peso por 100 partes en peso de la resina de poliolefina, teniendo el alcohol polivalente un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6
 y
 tres o más grupos hidroxilo; y
 un agente de nucleación de espuma.

Punto 3

Un proceso para producir partículas de resina de poliolefina expandida usando como un agente espumante del agua contenida en un medio de dispersión acuoso, incluyendo el proceso las etapas de: dispersar partículas de resina de poliolefina junto con el medio de dispersión acuoso en un recipiente cerrado; calentar las partículas de resina de poliolefina hasta o por encima de una temperatura de reblandecimiento de las partículas de resina de poliolefina y presurizar las partículas de resina de poliolefina; y liberar las partículas de resina de poliolefina en una zona cuya presión es menor que una presión interna del recipiente cerrado, estando compuestas las partículas de resina de poliolefina de una composición de resina de poliolefina que comprende:

resina de poliolefina;
 una sustancia absorbente de agua en no menos de 0,01 partes en peso a no más de 5 partes en peso por 100 partes en peso de la resina de poliolefina, no teniendo la sustancia absorbente de agua una función de formación de núcleos de espumación; y un agente de nucleación de espuma.

Punto 4

El proceso como se expone en uno cualquiera de los puntos 1 a 3, en donde la resina de poliolefina es resina de polipropileno.

Punto 5

El proceso como se expone en el punto 4, en donde la resina de polipropileno tiene un índice de fusión de no menos de 2 g/10 minutos a no más de 9 g/10 minutos.

Punto 6

El proceso como se expone en uno cualquiera de los puntos 1, 4 y 5, en donde el polietilenglicol tiene un peso molecular promedio de no menos de 200 a no más de 9 000.

Punto 7

El proceso como se expone en uno cualquiera de los puntos 1, 4, 5 y 6, en donde el polietilenglicol tiene un peso molecular promedio de no menos de 200 a no más de 600.

Punto 8

El proceso como se expone en uno cualquiera de los puntos 2, 4 y 5, en donde el alcohol polivalente que tiene un

ES 2 688 659 T3

número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo es uno o más tipos seleccionados de entre glicerina, diglicerina, pentaeritritol, trimetilolpropano, sorbitol y D-manitol.

Punto 9

5 El proceso como se expone en uno cualquiera de los puntos 2, 4, 5 y 8, en donde el alcohol polivalente que tiene un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo es glicerina.

Punto 10

10 El proceso como se expone en el punto 9, en donde la glicerina se añade en no menos de 0,05 partes en peso a no más de 0,5 partes en peso por 100 partes en peso de la resina de poliolefina.

Punto 11

15 El proceso como se expone en uno cualquiera de los puntos 3 a 5, en donde la sustancia absorbente de agua que no tiene función de formación de núcleos de espumación es un compuesto que tiene una estructura de óxido de polialquileño.

Punto 12

20 El proceso como se expone en el punto 11, en donde el compuesto que tiene una estructura de óxido de polialquileño es un copolímero que contiene un bloque de poliolefina y un bloque de óxido de polietileno.

Punto 13

25 El proceso como se expone en uno cualquiera de los puntos 3 a 5, en donde la sustancia absorbente de agua que no tiene función de formación de núcleos de espumación es al menos un tipo seleccionado de entre bentonita, hectorita sintética y zeolita sintética.

Punto 14

30 El proceso como se expone en uno cualquiera de los puntos 3 a 5, 11 y 12, en donde la sustancia absorbente de agua que no tiene función de formación de núcleos de espumación tiene un punto de fusión menor de 150 °C

Punto 15

35 El proceso como se expone en uno cualquiera de los puntos 1 a 14, en donde las partículas de resina de poliolefina están compuestas de una composición de resina de poliolefina que contiene el agente de nucleación de espuma en no menos de 0,005 partes en peso a no más de 2 partes en peso por 100 partes en peso de la resina de poliolefina.

Punto 16

40 El proceso como se expone en uno cualquiera de los puntos 1 a 15, implicando dicho proceso el uso conjunto de dióxido de carbono como un agente espumante.

Punto 17

45 El proceso como se expone en el punto 3, en donde se obtienen partículas de resina de polipropileno expandido que tienen un contenido de volátiles de no menos del 0,1 % en peso al 7 % en peso, una relación de expansión de no menos de 8 veces a no más de 25 veces, un diámetro de celda promedio de no menos de 130 µm a no más de 500 µm, y una variación del diámetro de celda de menos de 0,4: dispersando las partículas de resina de polipropileno junto con el medio de dispersión acuoso en el recipiente cerrado; calentado las partículas de resina de polipropileno hasta o por encima de la temperatura de reblandecimiento de las partículas de resina de polipropileno; y liberando las partículas de resina de polipropileno a una zona cuya presión es menor que la presión interna del recipiente cerrado, conteniendo las partículas de resina de polipropileno: resina de polipropileno que tiene un índice de fusión de no menos de 2 g/10 minutos a no más de 9 g/10 minutos; una sustancia absorbente de agua en no menos de 0,01 partes en peso a no más de 5 partes en peso por 100 partes en peso de la resina de polipropileno, no teniendo la sustancia absorbente de agua una función de formación de núcleos de espumación; y un agente de nucleación de espuma en no menos de 0,005 partes en peso a no más de 1 parte en peso por 100 partes en peso de la resina de polipropileno.

Punto 18

60 La partículas de resina de poliolefina expandida se obtienen mediante un proceso como se expone en uno cualquiera de los puntos 1, 4 a 7, 15 y 16, conteniendo dichas partículas de resina de poliolefina expandida no

5 menos del 0,05 % en peso a no más del 2 % en peso del polietilenglicol, teniendo dichas partículas de resina de poliolefina expandida una relación de expansión de no menos de 10 veces a no más de 45 veces y un diámetro de celda promedio de no menos de 50 µm a no más de 800 µm, teniendo dichas partículas de resina de poliolefina expandida una estructura cristalina que muestra dos o más puntos de fusión en una curva de DSC que se obtiene subiendo una temperatura de las partículas de resina de poliolefina expandida de 40 °C a 220 °C a una velocidad de calentamiento de 10 °C/min en la calorimetría diferencial de barrido.

Punto 19

10 Las partículas de resina de poliolefina expandida que se obtienen mediante un proceso como se expone en uno cualquiera de los puntos 2, 4, 5, 8, 9, 10, 15 y 16, conteniendo dichas partículas de resina de poliolefina expandida de no menos del 0,05 % de peso a no más del 2 % en peso del alcohol polivalente que tiene un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo, teniendo dichas partículas de resina de poliolefina expandida una relación de expansión de no menos de 10 veces a no más de 45 veces y un diámetro de celda promedio de no menos de 50 µm a no más de 800 µm, teniendo dichas partículas de resina de poliolefina expandida una estructura cristalina que presenta dos o más puntos de fusión en una curva de DSC que se obtiene subiendo una temperatura de las partículas de resina de poliolefina expandida de 40°C a 220 °C a una velocidad de calentamiento de 10 °C/min en calorimetría diferencial de barrido.

20 Punto 20

25 Partículas de resina de poliolefina expandida que se obtienen mediante un proceso como se expone en uno cualquiera de los puntos 3, 4, 5, 11 a 16, conteniendo dichas partículas de resina de poliolefina expandida no menos del 0,01 % en peso a no más del 5 % en peso de la sustancia absorbente de agua que no tiene función de formación de núcleos de espumación, teniendo dichas partículas de resina de poliolefina expandida una relación de expansión de no menos de 8 veces a no más de 45 veces y un diámetro de celda promedio de no menos de 50 µm a no más de 800 µm, teniendo dichas partículas de resina de poliolefina expandida una estructura cristalina que presenta dos o más puntos de fusión en una curva de DSC que se obtiene subiendo una temperatura de las partículas de resina de poliolefina expandida de 40 °C a 220 °C a una velocidad de calentamiento de 10 °C/min en la calorimetría diferencial de barrido.

Punto 21

35 Las partículas de resina de poliolefina expandida como se expone en uno cualquiera de los puntos 18 a 20, teniendo dichas partículas de resina de poliolefina expandida una relación de expansión de no menos de 10 veces a no más de 25 veces y un diámetro de celda promedio de no menos de 130 µm a no más de 500 µm.

Punto 22

40 Las partículas de resina de poliolefina expandida como se expone en uno cualquiera de los puntos 18 a 21, teniendo dichas partículas de resina de poliolefina expandida un contenido de volátiles de no menos del 0,1 % en peso a no más del 7 % en peso y una variación de diámetro de celda de menos de 0,4.

Punto 23

45 Partículas de resina de polipropileno expandido que comprenden:

50 resina de polipropileno;
una sustancia absorbente de agua en no menos de 0,01 partes en peso a no más de 5 partes en peso por 100 partes en peso de la resina de polipropileno, no teniendo la sustancia absorbente de agua función de formación de núcleos de espumación; y
un agente de nucleación de espuma en no menos de 0,005 partes en peso a no más de 1 parte en peso por 100 partes en peso de la resina de polipropileno,
55 teniendo las partículas de resina de polipropileno expandido un índice de fusión de no menos de 2 g/10 minutos a no más de 12 g/10 minutos, un contenido de volátiles de no menos del 0,1 % en peso a no más del 7 % en peso, una relación de expansión de no menos de 8 veces a no más de 25 veces, un diámetro de celda promedio de no menos de 130 µm a no más de 500 µm y una variación del diámetro de celda de menos de 0,4.

Punto 24

60 Las partículas de resina de polipropileno expandido como se expone en el punto 23, teniendo dichas partículas de resina de polipropileno expandido una estructura cristalina que presenta dos o más puntos de fusión en una curva de DSC que se obtiene subiendo una temperatura de las partículas de resina de polipropileno expandido de 40 °C a 220 °C a una velocidad de calentamiento de 10 °C/min en la calorimetría diferencial de barrido.

65

Punto 25

Partículas de resina de poliolefina expandida (denominadas "partículas de resina de poliolefina expandida (P)") que se obtienen mediante un proceso como se expone en uno cualquiera de los puntos 3 a 5 y 11 a 17, en comparación con partículas de resina de poliolefina expandida (denominadas "partículas de resina de poliolefina expandida (Q)") producidas justo del mismo modo excepto que no está contenida la sustancia absorbente de agua que no tiene función de formación de núcleos de espumación, teniendo las partículas de resina de poliolefina expandida (P) un contenido de volátiles y un diámetro de celda promedio que satisface las siguientes fórmulas (E1) y (E2):

(E1): Contenido de Volátiles de las Partículas de Resina de Poliolefina Expandida (P) \geq Contenido de Volátiles de las Partículas de Resina de Poliolefina Expandida (Q) x 1,1; y

(E2) Diámetro de Celda Promedio de las Partículas de Resina de Poliolefina Expandida (P) \geq Diámetro de Celda Promedio de las Partículas de Resina de Poliolefina Expandida (Q) x 0,7,

teniendo las partículas de resina de poliolefina expandida (P) un índice de fusión de no menos de 1 g/10 minutos a no más de 12 g/10 minutos.

Punto 26

Las partículas de resina de poliolefina expandida como se expone en uno cualquiera de los puntos 18 a 22 y 25, siendo dichas partículas de resina de poliolefina expandida partículas de resina de polipropileno expandido.

Punto 27

Un producto moldeado expandido en el molde de resina de poliolefina que se obtiene llenando un molde con partículas de resina de poliolefina expandida como se expone en uno cualquiera de los puntos 18 a 26 y calentando las partículas de resina de poliolefina expandida.

REIVINDICACIONES

1. Un proceso para producir partículas de resina de poliolefina expandida usando como un agente espumante el agua contenida en un medio de dispersión acuoso, incluyendo el proceso las etapas de: dispersar las partículas de resina de poliolefina junto con el medio de dispersión acuoso en un recipiente cerrado; calentar las partículas de resina de poliolefina hasta o por encima de una temperatura de reblandecimiento de las partículas de resina de poliolefina y presurizar las partículas de resina de poliolefina; y liberar las partículas de resina de poliolefina en una zona cuya presión es menor que una presión interna del recipiente cerrado, estando compuestas las partículas de resina de poliolefina de una composición de resina de poliolefina que comprende:
- resina de poliolefina;
alcohol polivalente en no menos de 0,05 partes en peso a no más de 2 partes en peso por 100 partes en peso de la resina de poliolefina, teniendo el alcohol polivalente un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo; y
un agente de nucleación de espuma.
2. El proceso como se expone en la reivindicación 1, en donde la resina de poliolefina es resina de polipropileno.
3. El proceso como se expone en la reivindicación 2, en donde la resina de polipropileno tiene un índice de fusión de no menos de 2 g/10 minutos a no más de 9 g/10 minutos, medido a una temperatura de 230 °C con una carga de 2,16 kg conforme a JIS K7210.
4. El proceso como se expone en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde el alcohol polivalente que tiene un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo es uno o más tipos seleccionados de entre glicerina, diglicerina, pentaeritritol, trimetilopropano, sorbitol y D-manitol.
5. El proceso como se expone en la reivindicación 4, en donde el alcohol polivalente que tiene un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo es glicerina.
6. El proceso como se expone en la reivindicación 5, en donde la glicerina se añade en no menos de 0,05 partes en peso a no más de 0,5 partes en peso por 100 partes en peso de la resina de poliolefina.
7. El proceso como se expone en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde las partículas de resina de poliolefina están compuestas de una composición de resina de poliolefina que contiene el agente de nucleación de espuma en no menos de 0,005 partes en peso a no más de 2 partes en peso por 100 partes en peso de la resina de poliolefina.
8. El proceso como se expone en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, implicando dicho proceso el uso conjunto de dióxido de carbono como un agente espumante.
9. Partículas de resina de poliolefina expandida que se obtienen mediante un proceso como se expone en una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, conteniendo dichas partículas de resina de poliolefina expandida no menos del 0,05 % en peso a no más del 2 % en peso del alcohol polivalente que tiene un número de carbonos de no menos de 3 a no más de 6 y tres o más grupos hidroxilo, teniendo dichas partículas de resina de poliolefina expandida una relación de expansión de no menos de 10 veces a no más de 45 veces y un diámetro de celda promedio de no menos de 50 µm a no más de 800 µm, teniendo dichas partículas de resina de poliolefina expandida una estructura cristalina que presenta dos o más puntos de fusión en una curva de DSC que se obtiene subiendo una temperatura de las partículas de resina de poliolefina expandida de 40 °C a 220 °C a una velocidad de calentamiento de 10 °C/min en calorimetría diferencial de barrido.
10. Las partículas de resina de poliolefina expandida como se expone en la reivindicación 9, teniendo dichas partículas de resina de poliolefina expandida una relación de expansión de no menos de 10 veces a no más de 25 veces y un diámetro de celda promedio de no menos de 130 µm a no más de 500 µm.
11. Las partículas de resina de poliolefina expandida como se expone en una cualquiera de las reivindicaciones 9 y 10, teniendo dichas partículas de resina de poliolefina expandida un contenido de volátiles de no menos del 0,1 % en peso a no más del 7 % en peso y una variación del diámetro de celda de menos de 0,4, ambos determinados como se ha descrito en el presente documento.
12. Las partículas de resina de poliolefina expandida como se expone en una cualquiera de las reivindicaciones 9 a 11, siendo dichas partículas de resina de poliolefina expandida partículas de resina de polipropileno.
13. Un producto moldeado expandido en el molde de resina de poliolefina que se obtiene llenando un molde con partículas de resina de poliolefina expandida como se expone en una cualquiera de las reivindicaciones 9 a 12 y calentando las partículas de resina de poliolefina expandida.

FIG. 1

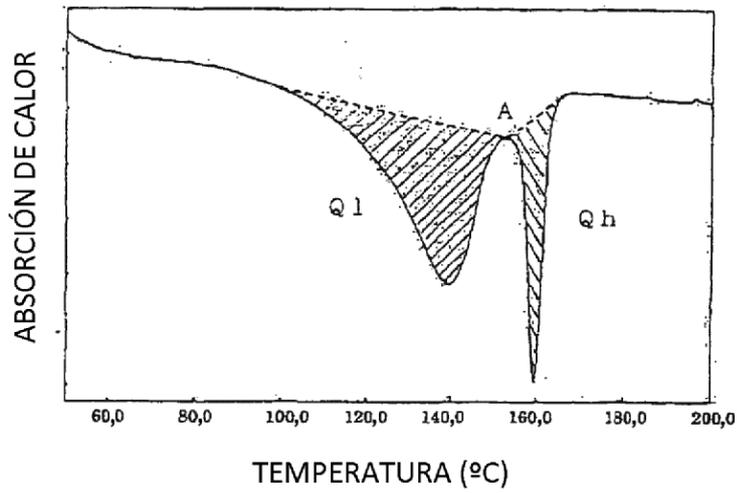


FIG. 2

