

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 713 038**

51 Int. Cl.:

C08J 9/06 (2006.01)

C08J 9/08 (2006.01)

C08J 9/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.10.2010 PCT/GB2010/051735**

87 Fecha y número de publicación internacional: **21.04.2011 WO11045607**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.10.2010 E 10766106 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.12.2018 EP 2488575**

54 Título: **Formulación líquida**

30 Prioridad:

16.10.2009 GB 0918092

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

17.05.2019

73 Titular/es:

**COLORMATRIX HOLDINGS, INC (100.0%)
Corporation Service Company, 2711, Centerville
Road, Suite 200
Wilmington, DE 19808, US**

72 Inventor/es:

**LEEMING, STEPHEN;
DIXON, MARK y
OVEREND, ANDREW**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 713 038 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

Formulación líquida

Esta invención se refiere a una formulación líquida, y particularmente, aunque no de forma exclusiva, se refiere a una formulación líquida para espumar un polímero termoplástico, por ejemplo polímero de policloruro de vinilo (PVC) usado en la fabricación de láminas extruidas.

Se conoce bien cómo usar formulaciones sólidas para suministrar agentes de soplado químicos a polímeros termoplásticos, incluyendo PVC. Sin embargo, las formulaciones sólidas, por ejemplo peletes o polvos, pueden ser difíciles de manipular y/o de dosificar de forma exacta al polímero termoplástico. Además, también puede ser difícil asegurar una distribución uniforme del agente de soplado a lo largo del polímero termoplástico, lo que puede conducir a estructuras celulares inconsistentes y/o más gruesas.

El documento EP0385092 describe composiciones termoplásticas manipuladas mediante ingeniería espumables. El documento US4904702 describe composiciones termoplásticas manipuladas mediante ingeniería espumables. El documento US4613629 describe un método para formar un polímero termoplástico espumado. El documento US3067151 describe una composición de plastisol que contiene un sulfonato orgánico de metal soluble en aceite sobrebásico, y un procedimiento para espumarla. El documento US2003/0162014 describe una textura de revestimiento activada por calor.

Es un objeto de la presente invención abordar el problema descrito anteriormente.

Según un primer aspecto de la invención, se proporciona una formulación líquida para espumar un polímero termoplástico, siendo dicha formulación como se describe en la reivindicación 1.

Una formulación líquida como se describe puede ser ventajosa con respecto a las formulaciones sólidas conocidas, puesto que permite una distribución más uniforme en el polímero termoplástico, formando de ese modo una estructura celular más fina y más consistente, y un acabado de la superficie muy liso de las partes procesadas en estado fundido. Además, se puede dosificar de forma exacta al polímero, y se puede manipular fácilmente. Otra ventaja puede ser que se puede formular para que tenga un efecto insignificante sobre el color del producto final (por ejemplo lámina de PVC) en comparación con el uso de mezclas madre sólidas. Adicionalmente, para asegurar que la formulación incluye menos de 0,3% en peso de agua, la formulación es estable a lo largo del tiempo, queriendo decir que tiene un período de vida prolongado, y produce resultados reproducibles consistentes cuando se usa.

El nivel de agua en la formulación se puede medir usando un higrómetro Aquatrac+™, de Brabender, usando 1 g de dispersión en un soporte 3 de muestras (también denominado como C) a 80°C hasta que se logra un estado estacionario.

Las referencias aquí a un estado de un material (por ejemplo un líquido) se refieren al estado a temperatura y presión estándar (STP).

Dicha formulación puede incluir menos de 0,2% en peso, especialmente menos de 0,13% en peso de agua. En algunos casos, la cantidad de agua puede ser 0,1% en peso o menos.

Dicha formulación comprende preferiblemente una dispersión, en la que se dispersa en dicho vehículo de forma adecuada dicho agente de soplado químico.

Los sólidos en dicha formulación líquida están adecuadamente en forma finamente dividida.

Dicha formulación líquida incluye preferiblemente al menos 30% en peso de dicho agente de soplado químico.

La cantidad total de agentes de soplado químicos en dicha formulación es preferiblemente al menos 60% en peso, especialmente al menos 65% en peso. Dicha cantidad total puede ser 90% en peso o menos, 80% en peso o menos, o 75% en peso o menos.

Dicha formulación líquida incluye uno o una pluralidad de agentes de soplado químicos exotérmicos. La formulación puede incluir al menos 25% en peso, preferiblemente al menos 30% en peso de agentes de soplado exotérmicos. La formulación incluye 60% en peso o menos, tal como 50% en peso o menos, de agentes de soplado exotérmicos. Dicho uno o una pluralidad de agentes de soplado químicos exotérmicos se dispersan preferiblemente en dicho vehículo.

Los agentes de soplado químicos exotérmicos se pueden seleccionar de azodicarbonamida (ADC) y oxibissulfonilhidrazida (OBSh).

Dicha formulación comprende ADC. Puede comprender al menos 5% en peso, al menos 10% en peso, al menos 15% en peso, o al menos 20% en peso de ADC. Dicha ADC está dispersa preferiblemente en dicho vehículo.

Dicha formulación comprende OBSH. Puede comprender al menos 5% en peso, al menos 10% en peso, al menos 15% en peso, o al menos 20% en peso de OBSH. Dicha OBSH está dispersa preferiblemente en dicho vehículo.

Dicha formulación puede incluir un activador, para activar el uno o una pluralidad de agentes de soplado exotérmicos. Tal activador puede comprender un óxido de metal de transición, por ejemplo óxido de cinc.

5 Dicha formulación incluye uno o una pluralidad de agentes de soplado químicos endotérmicos. La formulación puede incluir al menos 25% en peso, preferiblemente al menos 30% en peso de agentes de soplado endotérmicos. La formulación incluye 60% en peso o menos, tal como 50% en peso o menos, 40% en peso o menos, 35% en peso o menos de agentes de soplado endotérmicos. Dicho uno o dicha pluralidad de agentes de soplado endotérmicos se dispersan preferiblemente en dicho vehículo.

10 Un agente de soplado endotérmico puede ser un bicarbonato, por ejemplo bicarbonato de sodio.

Dicha formulación puede comprender al menos 10% en peso, de forma adecuada al menos 15% en peso, preferiblemente al menos 20% en peso, más preferiblemente al menos 25% en peso de un bicarbonato, por ejemplo un carbonato de metal alcalino tal como bicarbonato de sodio. Dicho bicarbonato se dispersa preferiblemente en dicho vehículo.

15 La relación de la suma del % en peso del agente o agentes de soplado exotérmicos a la suma del % en peso del agente o agentes de soplado endotérmicos, en dicha formulación, puede estar en el intervalo de 0,5 a 2, preferiblemente en el intervalo de 0,7 a 1,5, más preferiblemente en el intervalo de 0,8 a 1,3.

La suma de las cantidades de materiales sólidos dispersos en la formulación está adecuadamente en el intervalo de 50 a 85% en peso, preferiblemente 60 a 80% en peso.

20 Dicha formulación puede incluir al menos 15% en peso, preferiblemente al menos 20% en peso, más preferiblemente al menos 23% en peso de vehículo. Puede incluir menos de 40% en peso, preferiblemente menos de 35% en peso, más preferiblemente menos de 30% en peso de vehículo. El nivel total de líquido en la formulación puede estar en el intervalo de 20 a 40% en peso, preferiblemente 20 a 30% en peso.

25 Dicho vehículo comprende uno o una pluralidad de aceites. Dicho vehículo puede comprender un aceite vegetal o mineral, siendo preferido este último.

Dicha formulación incluye adecuadamente un agente tensioactivo, por ejemplo un tensioactivo. Dicha formulación puede incluir al menos 1% en peso, adecuadamente al menos 2,5% en peso, preferiblemente al menos 4% en peso de tensioactivo. La cantidad de tensioactivo puede ser menor que 10% en peso, menor que 8% en peso, o menor que 6% en peso. Un agente tensioactivo puede comprender ésteres de ácidos grasos con polietilenglicoles y con polipropilenglicoles; polietilenglicol terminado en dialquilo; e hiperdispersantes tales como Solsperse 11000.

30 Dicha formulación líquida puede incluir:

- 15 a 40% en peso de vehículo;
- uno o una pluralidad de agentes de soplado químicos exotérmicos, en la que la cantidad total de tales agentes de soplado está en el intervalo de 25 a 45% en peso;

35 - uno o una pluralidad de agentes de soplado químicos endotérmicos, en la que la cantidad total de tales agentes de soplado está en el intervalo de 25 a 45% en peso;

- menos de 0,3% en peso de agua.

Dicha formulación líquida puede incluir:

- 20 a 30% en peso de aceite mineral;

40 - ADC y OBSH, en la que la cantidad total de tales agentes de soplado está en el intervalo de 30 a 40% en peso;

- un bicarbonato (por ejemplo bicarbonato sódico), en la que la cantidad total de bicarbonato en la formulación está en el intervalo de 30 a 40% en peso;

- 0,2% en peso o menos de agua.

45 Dicha formulación puede incluir otros componentes, tales como agentes espesantes, agentes estabilizantes, y/o colores.

Dicha formulación líquida es adecuada para espumar PVC. Puede ser para uso en la fabricación de láminas espumadas de PVC.

Dicha formulación líquida incluye un secante, que se disuelve o dispersa en dicho vehículo de dicha formulación líquida. Preferiblemente se dispersa en dicho vehículo líquido.

5 Dicho secante se dispone adecuadamente para unir a o reaccionar con agua en la formulación líquida, de manera que adecuadamente no esté disponible para la reacción con materiales sensibles al agua, o de otro modo no esté disponible para que afecte de forma desventajosa a la formulación líquida y/o al PVC en el que se introduce la formulación líquida. Se prefiere que el agua permanezca asociada con (por ejemplo unida a o que reaccione con) el secante a medida que se eleva la temperatura (por ejemplo hasta 350°C, para mantener la estabilidad de la formulación frente al transporte, almacenamiento a temperatura elevada, y durante el procesamiento en estado fundido). Para este fin, se prefieren materiales que tengan una energía negativa relativamente grande de hidratación o de reacción con agua (por ejemplo mayor que 30 kJ mol⁻¹, más preferiblemente mayor que 60 kJ mol⁻¹), ya que interaccionarán fuertemente con el agua en la formulación y/o poliéster.

10 Los ejemplos de secantes incluyen aluminosilicatos, gel de sílice, aluminosilicatos de sodio, silicatos de calcio, sulfato de calcio, sulfato de magnesio, cloruro de calcio, arcilla montmorillonítica, tamices moleculares, óxidos metálicos tales como de calcio o de magnesio, cloruros metálicos tales como cloruros de calcio o de magnesio, silanos metálicos tales como tetraetoxisilano o vinilsilanos, hidruros, tales como hidruro de calcio e hidruro de litio

15 Dicho secante genera adecuadamente y/o pierde menos de 5% en peso (preferiblemente menos de 3% en peso, especialmente menos de 1% en peso) de agua cuando se calienta hasta 300°C (la temperatura aproximada de procesamiento en estado fundido del poliéster). Por ejemplo, el óxido de calcio, un secante preferido, forma hidróxido de calcio al reaccionar con el agua. Mientras que el hidróxido de calcio se puede deshidratar por calentamiento, la temperatura requerida para provocar la deshidratación está por encima de la temperatura de procesamiento del PVC.

20 Dicha formulación líquida puede incluir menos de 3% en peso, adecuadamente menos de 2,5% en peso, preferiblemente menos de 2% en peso, más preferiblemente menos de 1,5% en peso de un secante. Dicha formulación líquida puede incluir al menos 0,001% en peso, adecuadamente al menos 0,01% en peso, preferiblemente al menos 0,1% en peso, más preferiblemente al menos 0,5% en peso, especialmente al menos 0,75% en peso de dicho secante.

25 La cantidad total de secantes en dicha formulación líquida puede ser menor que 3% en peso, adecuadamente menor que 2,5% en peso, preferiblemente menor que 2% en peso, más preferiblemente menor que 1,5% en peso de secante. La cantidad total de secantes en dicha formulación líquida puede ser al menos 0,001% en peso, adecuadamente al menos 0,01% en peso, preferiblemente al menos 0,1% en peso, más preferiblemente al menos 0,5% en peso, especialmente al menos 0,75% en peso.

30 Dicho secante, preferiblemente cada secante, en dicha formulación se dispersa preferiblemente en dicha formulación líquida, y/o es sustancialmente insoluble en dicho vehículo líquido.

35 El tamaño de partículas y la distribución de tamaños de partículas descritos aquí se pueden medir mediante métodos tales como los descritos en la entrada Size Measurement of Particles de Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, Vol. 22, 4ª ed., (1997) p. 256-278, incorporada aquí como referencia. Por ejemplo, el tamaño de partículas y las distribuciones de tamaños de partículas se pueden determinar usando un Fisher Sub sieve Sizer o un Microtrac Particle-Size Analyzer fabricado por Leeds y Northrop Company, o mediante técnicas de microscopio, tal como microscopio óptico, microscopio electrónico de barrido o microscopio electrónico de transmisión.

40 El o preferiblemente cada secante en dicha formulación puede estar en forma de partículas finamente divididas, preferiblemente con un tamaño de partículas de la mediana menor que 20 µm, preferiblemente menor que 10 µm, y especialmente menor que 5 µm. [Como se usa aquí, un tamaño de partículas d₅₀ es el diámetro de la mediana, en el que 50% del volumen está formado por partículas mayores que el d₅₀ señalado, y 50% del volumen está formado por partículas menores que el valor de d₅₀ señalado. Como se usa aquí, el tamaño de partículas de la mediana es el mismo que el tamaño de partículas d₅₀].

45 Puede ser útil un intervalo de distribuciones de tamaños de partículas. La distribución de tamaños de partículas, como se usa aquí, se puede expresar como el "intervalo (S)", en el que S se calcula mediante la siguiente ecuación:

$$S = \frac{d_{90} - d_{10}}{d_{50}}$$

50 en la que d₉₀ representa un diámetro de tamaños de partículas en el que 90% del volumen está formado por partículas que tienen un diámetro más pequeño que el d₉₀ señalado; y d₁₀ representa un tamaño de partículas en el que 10% del volumen está formado de partículas que tienen un diámetro más pequeño que el d₁₀ señalado.

Se pueden usar distribuciones de tamaños de partículas de las partículas de secante en las que el intervalo es menor que 10, o menor que 5, o menor que 2, por ejemplo. Como alternativa, la distribución de tamaños de partículas (S) puede oscilar incluso de forma más amplia, tal como menor que 15, menor que 25, o menor que 50.

Preferiblemente, el o cada secante en dicha formulación puede comprender partículas que tienen tamaños y/o distribuciones como se describen.

5 Dicho secante es preferiblemente inorgánico. Preferiblemente comprende un óxido, sulfato o haluro (especialmente cloruro) de un metal, por ejemplo un metal alcalino-térreo. Preferiblemente es un compuesto de calcio o de magnesio, adecuadamente un óxido o cloruro del mismo.

Dicho secante comprende preferiblemente, más preferiblemente consiste esencialmente en, óxido de calcio.

Preferiblemente, al menos 50% en peso, al menos 70% en peso, o al menos 95% en peso del secante en dicha formulación está formado por un único secante, que es preferiblemente óxido de calcio.

10 Según un segundo aspecto de la invención, se proporciona un método para preparar una formulación líquida según dicho primer aspecto, comprendiendo el método poner en contacto un vehículo y un agente de soplado químico.

15 El método puede comprender seleccionar todos los componentes de la formulación de manera que la cantidad total de agua asociada con los componentes sea menor que 0,3% en peso, de forma que tras el contacto de la formulación preparada incluya menos de 0,3% en peso de agua; o el método puede comprender tratar la formulación tras la preparación para reducir el nivel de agua contenido en ella. Cuando la formulación líquida comprende un secante, el método puede incluir poner en contacto dicho vehículo con dicho secante.

20 El método puede comprender seleccionar una formulación de agente de soplado exotérmico que comprende uno o preferiblemente una pluralidad de agentes de soplado químicos exotérmicos como se describen según el primer aspecto; y dispersar la formulación del agente de soplado en dicho vehículo. La cantidad de agua en la formulación del agente de soplado seleccionada es preferiblemente menor que 0,3% en peso. La cantidad de agua en el vehículo seleccionado es preferiblemente menor que 0,25% en peso, basado en el peso total de dicho vehículo.

El método puede comprender seleccionar una formulación de agente de soplado endotérmico que puede consistir en un único agente de soplado o comprender uno o una pluralidad de agentes de soplado, como se describen según el primer aspecto, y dispersar la formulación del agente de soplado en dicho vehículo. La cantidad de agua en dicha formulación de agente de soplado endotérmico es preferiblemente menor que 0,3%.

25 El método incluye adecuadamente poner en contacto los componentes de la formulación líquida con un agente tensioactivo.

El método puede incluir poner en contacto los componentes de la formulación líquida con uno o más lubricantes y/o auxiliares del procesamiento que se usan habitualmente en el procesamiento del PVC.

30 Según un tercer aspecto de la invención, se proporciona un método para preparar un polímero termoplástico espumado, comprendiendo el método poner en contacto una formulación líquida según el primer aspecto con un polímero termoplástico o un precursor de un polímero termoplástico.

35 El método comprende preferiblemente poner en contacto la formulación líquida con el polímero durante el procesamiento en estado fundido, por ejemplo extrusión del polímero. Preferiblemente, la formulación líquida se introduce directamente en una extrusora, por ejemplo vía una garganta de alimentación de la extrusora. La invención se extiende a un método para obtener un material de espuma extruido, comprendiendo el método poner en contacto un polímero termoplástico y una formulación líquida según el primer aspecto en una extrusora en condiciones (por ejemplo, a una temperatura en el intervalo de 150-190^o) de manera que la formulación líquida produzca gas que espuma el polímero.

El material de espuma extruido puede estar hecho de PVC. Puede comprender una lámina extruida.

40 La invención se extiende al uso de una formulación líquida según el primer aspecto, para espumar un polímero termoplástico.

Cualquier característica de cualquier aspecto de cualquier invención o realización descrita aquí se puede combinar con cualquier característica de cualquier aspecto de cualquier otra invención o realización descrita aquí *mutatis mutandis*.

45 Ahora se describirán, a título de ejemplo, realizaciones específicas de la invención con referencia a la Figura 1, que es una gráfica de viscosidad frente al tiempo (días) para formulaciones especificadas.

En lo sucesivo se hacen referencia a los siguientes materiales:

50 Genitron EPE (Marca) – una formulación de agente de soplado obtenida de Lanxess, que contiene azodicarbonamida (ADC) (un agente de soplado químico exotérmico), oxibissulfonilhidrazida (OBSh) (un agente de soplado químico exotérmico) y óxido de cinc (un activador, para reducir la temperatura de soplado de la ADC). La Genitron EPE está en forma de una mezcla en polvo, y se usó tal como se recibió.

Bicarbonato de sodio - Genitron TP BCH51051. El material se usa como un agente de soplado químico endotérmico. Se usó tal como se recibió.

Tensioactivo – un dispersante polimérico con anclaje de amina, vendido con el nombre Solplus11CM50 por Noveon (UK).

5 Aceite mineral – un destilado medio hidrotratado, vendido con el nombre Consol 340 por Chemical Solvents Inc.

Óxido de calcio – un polvo de óxido de calcio, vendido con el nombre CALOXOL (TM) por Omya UK.

Estabilizante – sílice pirolizada hidrófoba, vendida con el nombre Aerosil (TM) por Evonik.

Ejemplo 1 – Preparación de dispersión líquida

10 Se obtuvieron 500 g de dispersión en un recipiente de plástico de 1 litro mezclando inicialmente aceite mineral (125 g), tensioactivo (25 g), Genitron EPE (175 g) y Genitron TP BCH51051 (175 g). La mezcla se llevó a cabo inicialmente de forma manual para comenzar a incorporar los materiales sólidos en el líquido; y posteriormente, la mezcla se continuó usando una mezcladora de laboratorio de alta velocidad Hamilton Beach durante dos minutos a la velocidad 1, y después dos minutos a la velocidad 3.

De este modo, se preparó una dispersión que comprende lo siguiente:

Material	% en formulación
Aceite mineral	25
Tensioactivo	5
Genitron EPE	35
Bicarbonato de sodio	35

15 La formulación del Ejemplo 1 se evaluó a lo largo de un período de tiempo, y se encontró que su viscosidad aumentó, lo que podría afectar a su manipulabilidad, a la capacidad para dosificar de forma exacta la formulación en un termoplástico, y a la dispersabilidad de la formulación en el termoplástico. Este problema se abordó como se describe a continuación.

20 **Ejemplo 2 – Preparación de dispersión líquida alternativa**

Esto fue como se describió en el Ejemplo 1, excepto que se sustituyó Genitron EPE por una formulación de agente de soplado que no incluyó óxido de cinc,

Ejemplos 3 a 6 – Tratamiento y evaluación de las dispersiones

25 Muestras de 500 g de las dispersiones de los Ejemplos 1 y 2 se dividieron en partes iguales. Una parte se almacenó según se fabricó, y la otra parte se trató para eliminar la humedad al hacerla pasar por un Rotavapor (Marca) a 60°C durante dos horas. Los productos se almacenaron a temperatura ambiente en tarros sellados herméticamente. Periódicamente, los tarros se abrieron, y la viscosidad se midió usando un viscosímetro de Brookfield. En la tabla a continuación se proporciona un sumario de los ejemplos.

Ejemplo nº	Detalle
3	Formulación del Ejemplo 1, almacenada según se fabrica.
4	Formulación del Ejemplo 1, a la que se elimina la humedad.
5	Formulación del Ejemplo 2, almacenada según se fabrica.
6	Formulación del Ejemplo 2, a la que se elimina la humedad.

30 Los resultados se proporcionan en la Figura 1, a partir de la cual se puede observar que la humedad tiene un impacto importante sobre las formulaciones, provocando una elevación de la viscosidad que, en el caso de los Ejemplos 3 y 5, podría ser perjudicial para el uso de las formulaciones.

De este modo, a partir de los resultados descritos se deduce que es deseable proporcionar dispersiones líquidas que incluyan niveles bajos de agua, para minimizar de ese modo la elevación potencialmente perjudicial de la

viscosidad. Además, puede ser deseable proporcionar formulaciones que no incluyan óxido de cinc, puesto que esto parece contribuir a una elevación de la viscosidad. Esto puede ser debido a que el óxido de cinc es un reticulador y, en consecuencia, puede ser deseable omitir o minimizar de las formulaciones el nivel de óxido de cinc y de otros reticuladores potenciales.

- 5 Las formulaciones se pueden producir con niveles bajos de humedad seleccionando ingredientes sustancialmente secos (y/o secando los ingredientes antes del uso), y controlando la fabricación para minimizar la entrada de humedad. Tras la fabricación, las formulaciones se pueden envasar en recipientes resistentes a la humedad, y durante la dosificación a un termoplástico, se pueden llevar a cabo etapas para reducir la absorción de humedad por las formulaciones.
- 10 Como alternativa a (o además de) los métodos descritos anteriormente, las formulaciones pueden incluir secantes, como se describen en los Ejemplos 7 a 9 a continuación, para reducir en ellas el nivel de agua disponible y reducir subsiguientemente el nivel de agua en el polímero en el que se dosifican las formulaciones durante el procesamiento en estado fundido.

Ejemplos 7 a 9 y Ejemplos 1 y 2 Comparativos

- 15 Se prepararon formulaciones como se describe en el Ejemplo 1, excepto que se incluyó óxido de calcio (y en algunos casos, estabilizante o agua adicional) según se detalla en la tabla a continuación.

Material	% en la formulación				
	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo 9	Ejemplo 1 Comparativo	Ejemplo 2 Comparativo
Aceite mineral	26	25	25	25	26
Tensioactivo	3	3	3	5	3
Genitron EPE	35	35	35	35	35
Bicarbonato de sodio	35	35	35	35	35
Estabilizantes	0	0	0	0	1
Óxido de calcio	1	2	1	0	0
Agua adicional	0	0	0,15	0	0

Evaluación de las formulaciones

- 20 i) El contenido efectivo de humedad de la formulación se evaluó usando un higrómetro Brabender Aquatract+™ usando 1 g de formulación en un soporte 3 de muestras a 80°C hasta que se alcanzó un estado estacionario. Los resultados fueron como sigue:

	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo 9	Ejemplo 1 Comparativo	Ejemplo 2 Comparativo
% de contenido de humedad	0,035	0,029	0,026	0,13	0,14

- 25 (ii) Una muestra de cada formulación se dejó en una incubadora a 50°C para acelerar el envejecimiento. La viscosidad se midió a temperatura ambiente (20-25°C) usando un viscosímetro de Brookfield DV-1 con husillo 4 a 20 rpm. La medida se tomó cuando la viscosidad hubo alcanzado un valor constante (todos los valores se registran en cPs).

Los resultados fueron como sigue:

	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo 9	Ejemplo 1 Comparativo	Ejemplo 2 Comparativo
Según se obtuvo	3700	5300	3500	4700	1580
1 semana a 50°C	4900	5700	4400	Fuera de escala	Fuera de escala
2 semanas a 50°C	5100	7000	4900	Fuera de escala	Fuera de escala

ES 2 713 038 T3

	Ejemplo 7	Ejemplo 8	Ejemplo 9	Ejemplo 1 Comparativo	Ejemplo 2 Comparativo
3 semanas a 50°C	4720	7200	4670	Fuera de escala	Fuera de escala
4 semanas a 50°C	4960	7180	4400	Fuera de escala	Fuera de escala
6 semanas a 50°C	5410	7410	4480	Fuera de escala	Fuera de escala

Las formulaciones de los Ejemplos 7 a 9 se pueden usar para producir productos espumados que tienen mejores propiedades de claridad (turbidez reducida) y de tracción en comparación con productos obtenidos usando las formulaciones de los ejemplos 1 y 2 comparativos.

- 5 Las formulaciones descritas aquí se pueden usar para espumar polímeros termoplásticos. Ventajosamente, las formulaciones se pueden suministrar directamente al aparato de procesamiento en estado fundido, por ejemplo vía la garganta de alimentación de una extrusora, lo cual puede provocar cambios en las propiedades físicas de los productos (por ejemplo densidad de la lámina) de forma más fácil y más económica; y puede hacer más económicamente viable la preparación de cantidades más pequeñas.
- 10 Las formulaciones pueden ser de utilidad particular en la espumación de PVC, especialmente para lámina de espuma extruida de PVC. Otras aplicaciones de PVC pueden incluir tuberías con núcleos de espuma, revestimiento de construcción, y perfiles de ventanas y muebles.

REIVINDICACIONES

1. Una formulación líquida para espumar un polímero termoplástico, comprendiendo dicha formulación:
- un vehículo líquido que comprende un o una pluralidad de aceites; y
 - un agente de soplado químico, en la que la cantidad de agentes de soplado químicos en dicha formulación es al menos 50% en peso;
 - en la que dicha formulación incluye al menos 20% en peso de agentes de soplado químicos exotérmicos y 60% en peso o menos de dichos agentes de soplado químicos exotérmicos, en la que dicha formulación incluye los agentes de soplado químicos exotérmicos azodicarbonamida (ADC) y oxibissulfonilhidrazida (OBSH);
 - en la que dicha formulación incluye al menos 20% en peso de agentes de soplado químicos endotérmicos y 60% en peso o menos de dichos agentes de soplado químicos endotérmicos, en la que dicha formulación incluye un agente de soplado endotérmico que es un bicarbonato;
 - en la que dicha formulación incluye menos de 0,3% en peso de agua;
 - en la que dicha formulación incluye un secante disuelto o disperso en dicho vehículo de dicha formulación líquida.
2. Una formulación según la reivindicación 1, en la que dicha formulación incluye menos de 0,2% en peso de agua, y preferiblemente incluye 0,1% en peso de agua o menos.
3. Una formulación según la reivindicación 1 o reivindicación 2, en la que la cantidad total de agentes de soplado químicos es al menos 65% en peso.
4. Una formulación según cualquier reivindicación anterior, que incluye al menos 20% en peso de ADC, dispersa en dicho vehículo, y/o incluye al menos 20% en peso de OBSH, dispersa en dicho vehículo.
5. Una formulación según cualquier reivindicación anterior, que incluye un activador que comprende un óxido de metal de transición.
6. Una formulación según cualquier reivindicación anterior, en la que dicha formulación incluye al menos 10% en peso de dicho bicarbonato.
7. Una formulación según cualquier reivindicación anterior, en la que la relación de la suma del % en peso de agentes de soplado exotérmicos a la suma del % en peso de agentes de soplado endotérmicos, en dicha formulación, está en el intervalo de 0,5 a 2.
8. Una formulación según cualquier reivindicación anterior, en la que la suma de las cantidades de materiales sólidos dispersos en la formulación está en el intervalo 60-80% en peso.
9. Una formulación según cualquier reivindicación anterior, en la que dicha formulación incluye:
- 15 a 40% en peso de vehículo;
 - un o una pluralidad de agentes de soplado químicos exotérmicos, en la que la cantidad total de tales agentes de soplado está en el intervalo de 25 a 45% en peso;
 - un o una pluralidad de agentes de soplado químicos endotérmicos, en la que la cantidad total de tales agentes de soplado está en el intervalo de 25 a 45% en peso;
- y/o dicha formulación incluye:
- 20 a 30% en peso de aceite mineral;
 - ADC y OBSH, en la que la cantidad total de tales agentes de soplado está en el intervalo de 30 a 40% en peso;
 - un bicarbonato, en la que la cantidad total de bicarbonato en la formulación está en el intervalo de 30 a 40% en peso;
 - 0,2% en peso o menos de agua.
10. Una formulación según cualquier reivindicación anterior, en la que dicho secante genera y/o pierde menos de 5% en peso de agua cuando se calienta hasta 300°C.

11. Una formulación según la reivindicación 10, en la que dicho secante es óxido de calcio.
12. Un método para preparar una formulación líquida según cualquier reivindicación anterior, comprendiendo el método poner en contacto un vehículo y un agente de soplado químico.
- 5 13. Un método para preparar un polímero termoplástico espumado, comprendiendo el método poner en contacto una formulación líquida según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11 con un polímero termoplástico o un precursor de un polímero termoplástico, en el que, preferiblemente, dicho polímero termoplástico comprende PVC.
- 10 14. Un método para obtener un material de espuma extruido, comprendiendo el método poner en contacto un polímero termoplástico y una formulación líquida según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11 en una extrusora en condiciones tales que la formulación líquida produzca gas que espume el polímero, en el que preferiblemente el material de espuma extruido está hecho de PVC.
15. Uso de una formulación líquida según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, para espumar un polímero termoplástico.

