



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ,
ПАТЕНТАМ И ТОВАРНЫМ ЗНАКАМ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21), (22) Заявка: 2002113170/04, 10.10.2000

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
10.10.2000

(30) Конвенционный приоритет:
20.10.1999 DE 19950420.2

(43) Дата публикации заявки: 10.11.2003

(45) Опубликовано: 27.12.2006 Бюл. № 36

(56) Список документов, цитированных в отчете о
поиске: EP 0778310 A2, 04.12.1996. ЛАРИОНОВ
А.И. и др. Пенополиэтилен, его свойства и
применение. Л.: ЛДНТП, 1973. - С.4-5. EP
0540271 A1, 05.05.1992. WO 96/10600 A1,
11.04.1996. EP 0934374 A1, 11.08.1999. US
4666946 A, 19.05.1987.

(85) Дата перевода заявки РСТ на национальную фазу:
20.05.2002

(86) Заявка РСТ:
EP 00/09925 (10.10.2000)

(87) Публикация РСТ:
WO 01/29119 (26.04.2001)

Адрес для переписки:
103064, Москва, ул. Казакова, 16, НИИР
Канцелярия "Патентные поверенные Квашнин,
Сапельников и партнеры", В.П.Квашнину

(72) Автор(ы):

МАЛЕЦКО Кристиан (DE),
ХАН Клаус (DE),
ДЕ ГРАВЕ Изидор (DE),
ЭРМАНН Герд (DE),
ДИТЦЕН Франц-Йозеф (DE)

(73) Патентообладатель(и):

БАСФ АКЦИЕНГЕЗЕЛЬШАФТ (DE)

(54) СПОСОБНЫЙ РАСШИРЯТЬСЯ, ИМЕЮЩИЙ ФОРМУ ГРАНУЛЯТА ОЛЕФИНОВЫЙ ПОЛИМЕР
И СПОСОБ ЕГО ПОЛУЧЕНИЯ

(57) Реферат:

Изобретение относится к способному
расширяться, имеющему форму гранулята
олефиновому полимеру, содержащему свободный
от галогена органический вспенивающий агент и
способу его получения. Гранулят олефинового
полимера получают путем его пропитывания
органическим вспенивающим агентом в
присутствии поверхностно-активного вещества в
суспензии в автоклаве при температуре по
меньшей мере 120°C, охлаждения до температуры
ниже 100°C, сброса давления, отделения и
промывки полученного пропитанного гранулята.
Причем олефиновый полимер представляет собой

гомополимер пропилена или сополимер пропилена,
содержащий до 15 мас.% сомономера, выбранного
из группы, включающей этилен, бутен-1 или их
смеси, в случае необходимости, в виде смеси с
термопластом, имеющим температуру стеклования
ниже 180°C, взятым в количестве до 50 мас.%. В
качестве органического вспенивающего агента
используют свободный от галогена органический
вспенивающий агент с точкой кипения от -5 до
150°C в количестве от 2 до 50 мас.%. Полученные
способные расширяться невспенные гранулы
имеют насыпную плотность более 400 г/л, после
одночасового хранения при комнатной температуре
в атмосфере воздуха они способны к вспениванию

RU 2 2 9 0 4 1 7 C 2

RU 2 2 9 0 4 1 7 C 2



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY,
PATENTS AND TRADEMARKS

(12) ABSTRACT OF INVENTION(21), (22) Application: **2002113170/04, 10.10.2000**(24) Effective date for property rights: **10.10.2000**(30) Priority:
20.10.1999 DE 19950420.2(43) Application published: **10.11.2003**(45) Date of publication: **27.12.2006 Bull. 36**(85) Commencement of national phase: **20.05.2002**(86) PCT application:
EP 00/09925 (10.10.2000)(87) PCT publication:
WO 01/29119 (26.04.2001)

Mail address:
**103064, Moskva, ul. Kazakova, 16, NIIR
Kantsel'jarija "Patentnye poverennye Kvashnin,
Sapel'nikov i partnery", V.P.Kvashninu**

(72) Inventor(s):

**MALETsKO Kristian (DE),
KhAN Klaus (DE),
DE GRAVE Izidor (DE),
EhRMANN Gerd (DE),
DITTsEN Frants-Jozef (DE)**

(73) Proprietor(s):

BASF AKTsiENGEZEL'ShAFT (DE)

(54) GRANULATED OLEFIN POLYMER ABLE FOR EXPANDING AND METHOD FOR ITS PREPARING

(57) Abstract:

FIELD: chemistry of polymers, chemical technology.

SUBSTANCE: invention relates to a granulated olefin polymer able for expanding and comprising a halogen-free organic frothing agent, and to a method for its synthesis. Granulated olefin polymer is synthesized by its impregnation with an organic frothing agent in the presence of a surface-active substance in suspension in autoclave at temperature at least 120°C, cooling to temperature lower 100°C, pressure fall, separation and washing out the prepared impregnated granulate. Olefin polymer represents a homopolymer of propylene or a propylene copolymer comprising up to 15 wt.-% of co-monomer chosen

from the group comprising ethylene, butene-1 or their mixtures and if necessary as a mixture of thermoplastic with a vitrification point lower 180°C taken in the amount below 50 wt.-%. As an organic frothing agent method involves using a halogen-free organic frothing agent with a boiling point from -5°C to +150°C in the amount from 2 to 50 wt.-%. Prepared nonfrothed granules able for expanding have a value of a filled density above 400 g/l, and after storing at room temperature in air atmosphere for 1 h granules are able for frothing up to a value of filled density less 200 g/l.

EFFECT: improved preparing method, valuable properties of granules.

8 cl, 2 tbl, 12 ex

Изобретение относится к способным расширяться полимерам, более конкретно к способному расширяться, имеющему форму гранулята олефиновому полимеру, содержащему свободный от галогена органический вспенивающий агент и зародышеобразователь, и способу его получения.

5 Пенополиолефиновые гранулы в растущей степени применяются для получения формованных пенопластовых элементов, используемых в автомобилестроении, в упаковочных средствах и в области досуга. В отличие от невспененных, способных расширяться гранул, например, на основе полистирола, пенопластовые гранулы имеют очень большой объем, что при их транспортировке и при хранении вследствие большого
10 занимаемого объема является недостатком.

Такие гранулы могут изготавливаться известным методом пропитывания полистирольного гранулята с помощью летучего углеводородного вспенивающего агента в водных суспензиях, охлаждения суспензий и отделения пропитанных частиц. Вследствие
15 хорошей удерживающей способности полистирола по отношению к углеводородам они диффундируют очень медленно, так что содержащий вспенивающий агент гранулы могут храниться продолжительное время без потери вспенивающего агента.

Это, однако, едва возможно для олефиновых полимеров, так что до сих пор не имелось невспененных, способных расширяться, имеющих форму гранулята олефиновых полимеров. Известные расширенные полипропиленовые пенопластовые гранулы получают
20 в промышленных масштабах путем пропитывания полипропиленового гранулята летучим вспенивающим агентом в водных суспензиях под давлением и сброса давления, при котором пропитанные гранулы вспениваются. В качестве вспенивающего агента на практике применяют бутан, дихлордифторметан или CO_2 . В связи с тем, что эти вспенивающие агенты относительно быстро выделяются из полипропилена, полученный
25 таким образом, содержащий вспенивающий агент пропиленовый гранулят считается не способным к хранению.

В заявке EP-A 778310 описывается способ получения полиолефиновых пенопластовых частиц, при котором предварительно вспененные на первой стадии гранулы с насыпной
30 плотностью от 120 до 400 г/л получают экструзией содержащего твердый вспенивающий агент полиолефина, которые потом на второй стадии вспенивают далее с помощью водяного пара.

Ближайшим аналогом изобретения является патент EP-A 540271, описывающий способ получения способных расширяться, имеющих форму гранулята смесей из простого полифениленового эфира и полиолефина. При этом гранулят из смеси простого
35 полифениленового эфира и полиолефина пропитывают в водной суспензии в напорной емкости вспенивающим агентом на основе галогенуглеводорода, предпочтительно, трихлорфторметана, дисперсию охлаждают и способный расширяться гранулят отделяют. Недостатком известного способа является то, что он может проводиться только с галогенуглеводородами в качестве вспенивающего агента, которые, однако, сомнительны с
40 точки зрения защиты окружающей среды. Кроме того, вспенивание получаемых таким способом способных расширяться гранулятов должно проводиться в течение короткого времени после их получения, и получаемые пенопласты имеют грубоячеистую структуру.

Задачей изобретения является предоставление способного расширяться, имеющего форму гранулята олефинового полимера, который лучше хранится и при вспенивании дает
45 пенопласт, имеющий мелкочаеистую структуру.

Поставленная задача решается способным расширяться, имеющим форму гранулята олефиновым полимером, являющимся гомополимером пропилена или сополимером пропилена, содержащим до 15 мас.% сомономеров, выбранных из группы, включающей этилен, бутен-1 или их смеси, в случае необходимости, в виде смеси с термопластом с
50 температурой стеклования ниже 180°C , взятым в количестве до 50 мас.% и содержащим органический вспенивающий агент в количестве от 1 до 40 мас.% в пересчете на олефиновый полимер, за счет того, что в качестве органического вспенивающего агента он содержит свободный от галогена органический вспенивающий агент с точкой кипения от

-5 до 150°C в количестве от 2 до 50 мас.% и дополнительно содержит зародышеобразователь в количестве от 0,001 до 10 мас.% в пересчете на олефиновый полимер.

Объектом изобретения является также способ получения способного расширяться, имеющего форму гранулята олефинового полимера путем его пропитывания органическим вспенивающим агентом в суспензии в автоклаве при температуре по меньшей мере 120°C, охлаждения до температуры ниже 100°C, сброса давления, отделения и промывки полученного пропитанного гранулята, причем олефиновый полимер является гомополимером пропилена или сополимером пропилена, содержащим до 15 мас.% сомономера, выбранного из группы, включающей этилен, бутен-1 или их смеси, в случае необходимости, в виде смеси с термопластом, имеющим температуру стеклования ниже 180°C, взятым в количестве до 50 мас.%, заключающийся в том, что пропитыванию подвергают гранулят, дополнительно содержащий зародышеобразователь в количестве от 0,001 до 10 мас.% в пересчете на олефиновый полимер, в качестве органического вспенивающего агента используют свободный от галогена органический вспенивающий агент с точкой кипения от -5 до 150°C в количестве от 2 до 50 мас.% и пропитывание проводят в присутствии поверхностно-активного вещества, при этом полученные способные расширяться невспененные гранулы имеют насыпную плотность более 400 г/л.

Способный расширяться, имеющий форму гранулята олефиновый полимер согласно изобретению (далее: способный расширяться гранулят) имеет насыпную плотность более 400 г/л и после хранения в течение одного часа при комнатной температуре на воздухе нагревом на температуру выше 100°C способен к вспениванию до насыпной плотности менее чем 200 г/л. При этом способный расширяться гранулят по меньшей мере частично расплавляется, так что может полностью иметь место процесс вспенивания. В случае предпочтительного пропиленового полимера оптимальная температура вспенивания лежит в пределах от 130 до 160°C, предпочтительно, при 150°C.

Способный расширяться гранулят представляет собой практически невспененные гранулы с насыпной плотностью более 400 г/л, предпочтительно более 500 г/л, и способен вспениваться после одночасового хранения при комнатной температуре на воздухе нагревом до температуры выше 100°C, при полипропилене предпочтительно до температуры от 130 до 160°C, в частности до 150°C, до насыпной плотности менее чем 200 г/л, предпочтительно менее чем до 150 г/л и в частности, менее чем до 100 г/л.

Предлагаемый способный расширяться гранулят при сбросе давления после пропитывания практически не вспенивается и имеет насыпную плотность от 450 до 700 г/л. При одночасовом хранении на воздухе он содержит еще достаточное количество вспенивающего агента и поэтому еще способен хорошо вспениваться. Одночасовое хранение при комнатной температуре на воздухе важно и реально на практике потому, что переработка и обращение со способным расширяться гранулятом до упаковки и после извлечения из упаковки до вспенивания длиться в общей сложности не более часа. В течение этого времени должно улетучиваться как можно меньше вспенивающего агента. В связи с тем, что способный расширяться гранулят при хранении и при транспортировке в общем упакован в закрытые емкости или газонепроницаемые пластиковые мешки, при этом может улетучиваться только незначительное количество вспенивающего агента.

Способный расширяться гранулят по изобретению обычно может храниться несколько дней на воздухе без улетучивания большого количества вспенивающего агента. Более продолжительного хранения на воздухе следует избегать.

Олефиновыми полимерами в смысле изобретения являются:

a) гомополипропилен,

b) атактические сополимеры пропилена с 0,1 до 15, предпочтительно, от 0,5 до 12 мас.% этилена, предпочтительно сополимер пропилена с 0,5 до 6 мас.% этилена или с 0,5 до 15 мас.% бутена-1, или тройной полимер из пропилена, от 0,5 до 6 мас.% этилена и от 0,5 до 6 мас.% бутена-1.

Пригодными являются полученные посредством катализа как катализатором Циглера, так и металлоценовыми катализаторами олефиновые полимеры.

Точка плавления кристаллов (максимум по методу термографии), приведенных выше в пунктах от а) до б) олефиновых полимеров, в общем составляет от 90 до 170°C. Их

5 теплота плавления, определенная методом термографии, составляет от 20 и до 300 Дж/г, индекс плавления MFI (230°C, 21,2 Н для пропиленового полимера и 190°C, 21,2 Н для этиленового полимера) согласно промышленному стандарту Германии DIN 53 735 между 0,1 и 100 г/10 мин.

10 Предпочтительными олефиновыми полимерами являются гомо- или сополимеры пропилена с до 15 мас.% этилена и/или бутена-1, особенно предпочтительны сополимеры пропилена и этилена с от 1 до 5 мас.% этилена. Они имеют температуру плавления от 130 до 160°C, плотность (при комнатной температуре) приблизительно 900 г/л.

Олефиновый полимер можно смешивать с другими термопластами с температурой стеклования (точка перегиба кривой, определенной по методу термографии) ниже 180°C, 15 взятыми в количестве до 50 мас.% в пересчете на олефиновый полимер. Подходящими термопластами являются, например, полиамиды в количестве от 5 до 40 мас.%, причем к смеси могут добавляться обычные способствующие смешению фаз агенты, например, блоксополимеры, такие как Exxelox P 1015 (фирмы EXXON).

20 Способный расширяться гранулят содержит зародышеобразователь в количестве, предпочтительно от 0,1 до 5 и в частности от 0,5 до 3 мас.% в пересчете на олефиновый полимер. Подходящим зародышеобразователем является, например тальк, парафины и/или воск, а также сажа, графит и пирогенная кремниевая кислота, и, кроме того, природные или синтетические цеолиты и (в случае необходимости модифицированные) бентониты. Они способствуют получению мелкоячеистого пенопласта, в некоторых случаях 25 вспенивание происходит только в их присутствии.

Способный расширяться гранулят может содержать обычные дополнительные средства, такие как антиокислители, стабилизаторы, огнезащитные средства, наполнители, пигменты и красители.

В качестве исходного продукта для получения способного расширяться гранулята 30 согласно изобретению исходят из гранулята олефинового полимера, имеющего средний диаметр частиц предпочтительно от 0,2 до 10, в частности от 0,5 до 5 мм. Этот имеющий в большинстве случаев цилиндрическую и круглую форму частиц исходный продукт для получения способного расширяться гранулята согласно изобретению (далее минигранулят) получают экструзией олефинового полимера в смеси с зародышеобразователем, в случае 35 необходимости вместе с примешиваемыми термопластами и другими добавками, выпрессовыванием из экструдера, в случае необходимости охлаждением и гранулированием.

Минигранулят диспергируют в реакторе с мешалкой в суспензионной среде. Предпочтительной суспензионной средой является вода. В этом случае должны 40 добавляться вспомогательные средства, чтобы обеспечить более равномерное распределение минигранулята в суспензионной среде. Подходящими вспомогательными суспензионными средствами являются водорастворимые, неорганические стабилизаторы, такие как фосфат трикальция, пирофосфат магния, карбонаты металла, далее поливиниловый спирт и поверхностно-активные вещества, например 45 додециларилсульфонат натрия. Они применяются обычно в количестве от 0,05 до 10 мас.%. Если суспензионная среда согласно заявке WO-A 99/10419 имеет более низкую плотность, чем суспендированный минигранулят, например, когда суспензионной средой является этанол или смесь этанола с водой в количестве до 50 мас.%, то стабилизатор можно не добавлять.

50 Существенным для изобретения является правильный выбор вспенивающего агента. Его точка кипения должна лежать в пределах между -5 и 150°C, в частности между 25 и 125°C. Как указано выше, вспенивающий агент не содержит галогенов. Предпочтительно, вспенивающим агентом является алкан, алканол, кетон, простой или сложный эфир.

Особенно предпочтительны пентаны, гексаны и гептаны, в частности, изопентан, далее 3,3-диметил-2-бутанол и 4-метил-2-пентанон. Также могут применяться смеси вспенивателей.

5 При пропитывании вспенивающий агент применяют в количестве, предпочтительно от 5 до 30 мас.%, в пересчете на олефиновый полимер. Добавка вспенивающего агента может осуществляться при этом перед, во время или после нагревания содержимого реактора. Он может подаваться за один раз или по порциям.

10 При пропитывании температура должна лежать около температуры размягчения олефинового полимера. Она может лежать на 40°C ниже и до 25°C выше температуры плавления (точки плавления кристаллов), предпочтительно она должна лежать ниже температуры плавления. При полипропилене температура пропитывания составляет преимущественно от 120 и до 150°C.

15 В зависимости от количества и вида вспенивающего агента, а также от температуры в реакторе устанавливают давление, которое в общем выше, чем $2 \cdot 10^5$ Па и не превышает $40 \cdot 10^5$ Па.

20 Время пропитывания составляет в общем от 0,5 и до 10 часов. Перед сбросом давления и выводом из реактора суспензию охлаждают до температуры ниже 100°C, предпочтительно до температуры от 10 до 50°C, что осуществляется пропусканием по кожуху реактора охлаждающей воды. После сброса давления и выгрузки из реактора способный расширяться гранулят отделяют от суспензионной среды и промывают.

25 Способный расширяться гранулят можно подвергать предварительному вспениванию обычными методами горячим воздухом или водяным паром. При предварительном вспенивании паром в зависимости от вида вспенивающего агента, олефинового полимера и желаемой насыпной плотности может применяться давление пара от 2 до $4,5 \cdot 10^5$ Па, время предварительного вспенивания может составлять от 3 до 30 сек, температура вспенивания должна лежать выше 100°C, в частности, при полипропилене температура должна составлять от 130 до 160°C. При однократном вспенивании достигают насыпную плотность от 20 и до 200 г/л. По техническим и экономическим причинам может быть
30 целесообразным устанавливать более низкую насыпную плотность посредством многократного вспенивания.

Из полученных при этом пенопластовых гранул могут быть получены известным методом формованные пенопластовые изделия.

Указанные в нижеприведенных примерах значения даны в весовых частях.

Примеры

А. Получение минигранулята (MG)

1. Исходные вещества:

PP: полипропилен NOVOLEN 3200 MC фирмы Targor GmbH

PA: полиамид ULTRAMID B 3 фирмы БАСФ АГ

PPE: полифениленоксид NORYL 8390 фирмы General Electric Comp.

EX: способствующий смешению фаз агент EXXELOR P 1015 фирмы
Exxon Corp.

KR: способствующий смешению фаз агент KRATON G 1701 E фирмы
Shell Corp.

Воск: полиэтиленовый воск LUWAX AF 31 фирмы БАСФ АГ

BE: бентонит EXM 948 фирмы Südchemie AG

2. Примеры смесей для получения минигранулята:

MG 1: 100 частей PP

0,5 части воска

1 часть талька

MG 2: 95 частей PP

4,75 частей PA

5 0,25 частей EX

0,1 часть воска

10 1 часть талька

MG 3: 70 частей PP

15 28,5 частей PA

1,5 частей EX

0,1 часть воска

20 1 часть талька

MG 4: 70 частей PP

25 30 частей PPE

5 частей KR

30 0,1 часть воска

1 часть талька

35 MG 5: 100 частей PP

1 часть воска

40 1 часть талька

MG 6: 100 частей PP

2 части BE

45 1 часть воска

3. Экструзия

В экструдере перемешивают исходные вещества в заданных количествах, выпрессовывают и гранулируют.

50 Минигранулят имеет следующие размеры:

поперечное сечение = 0,8 до 1 мм,

длина = 2,3 до 2,8 мм.

Примеры 1-6

В. Получение способного расширяться гранулята в реакторе с мешалкой емкостью 260 мл из полученного в А минигранулята.

1. Исходные вещества и их количества

Минигранулят	33,3 г
Вода	106,7 г
Вспенивающий агент	10,7 г
(см. таблицу 2)	
Фосфат трикальция	2,9 г
Додециларилсульфонат кальция	0,1 г

2. Пропитывание

В реактор с мешалкой с объемом в 260 мл подают исходные вещества. Реакционную смесь нагревают до 140°C и держат при этой температуре в течение трех часов. Потом автоклав охлаждают до комнатной температуры и снимают давление. Способный расширяться гранулят отделяют, промывают, сушат продувкой и хранят в закрытой емкости.

С. Вспенивание способного расширяться гранулята

Способный расширяться гранулят извлекают из емкости и хранят в течение одного часа при комнатной температуре на воздухе. Потом его вспенивают в обычном автоклаве предварительного вспенивания с помощью водяного пара (давление пара $3,5 \cdot 10^5$ Па) в течение 8 секунд при 150°C. В таблице 1 приведены минигрануляты и вспенивающие агенты, а также содержание вспенивающего агента, измеренное в способном расширяться грануляте перед и после хранения в течение одного часа на воздухе, и насыпной плотности гранул до и после вспенивания, и ячеистость полученных пенопластовых гранул.

Таблица 1						
Пример	1	2	3	4	5	6V*)
Минигранулят	MG1	MG2	MG3	MG1	MG1	MG4
Вспениватель	изопентан	DB	MP	MP	н-бутан	фреон 11
Содержание вспенивателя (мас. %)	15,5	19,2	22,8	17,9	7,2	17,6
Содержание вспенивателя после 1 ч (мас. %)	5,9	9,3	9,9	9,4	3,5	12,4
Насыпная плотность до вспенивания (г/л)	480	546	522	539	531	573
Насыпная плотность после вспенивания (г/л)	88	51	86	70	147	278
Ячеистость	мелкая	средняя	средняя	мелкая	мелкая	грубая
*) Пример 6 V является сравнительным примером, иллюстрирующим ближайший аналог изобретения.						
Вспенивающий агент:						
DB	= 3,3-диметил-2-бутанон					
MP	= 4-метил-2-пентанон					
Фреон 11	= трихлорфторметан					

Примеры 7-11

В. Получение способного расширяться гранулята в реакторе с мешалкой емкостью 55 л

1а. Исходные вещества и количества (примеры 7 до 9)

Минигранулят	11,93 кг
Вода	26,50 кг
Вспениватель	2,50 кг
Карбонат кальция	1,05 кг (Calcilit 1G; фирмы. Alpha)
Lutensol AO 3109	1,07 г (поверхностно-активное вещество (ПАВ) фирмы BASF AG)

1б. Исходные вещества и их количества (пример 10)

Минигранулят	16,19 кг
Вода	20,24 кг
Вспениватель	3,40 кг
Карбонат кальция	1,42 кг (Calcilit 1G; фирмы Alpha)
Lutensol AO 3109	1,46 г (ПАВ фирмы BASF AG)

1с. Исходные вещества и их количества (пример 11)

Минигранулят	16,24 кг
Вода	20,30 кг
Вспениватель	3,41 кг

Карбонат кальция
Lutensol AO 3109

1,06 кг (Calcilit 1G; фирмы Alpha)
1,46 г (ПАВ фирмы BASF AG)

2. Пропитывание

В реактор с мешалкой емкостью 55 л подают исходные вещества. Реакционную смесь в течение указанного в таблице времени нагревания доводят до 140°C и выдерживают при этой температуре один час. Потом реакционную смесь охлаждают до комнатной температуры и снимают давление. Способный расширяться гранулят помещают в сито, промывают в нем водой и потом хранят в закрытых бочках. Перед вспениванием способный расширяться гранулят сушат продувкой (см. таблицу 2).

Пример 12

В. Получение способного расширяться гранулята в реакторе с мешалкой емкостью 1,6 м³

1. Исходные вещества и их количества (пример 12)

Минигранулят	423,3 кг
Вода	940,7 кг
Вспениватель	88,9 кг
Карбонат кальция	37,1 кг (Calcilit 1G; фирмы Alpha)
Lutensol AO 3109	38,1 г (ПАВ фирмы BASF AG)

2. Пропитывание

В реактор с мешалкой емкостью 1,6 м³ подают исходные вещества. Реакционную смесь доводят в течение 5 часов до температуры 140°C и выдерживают при этой температуре в течение одного часа. Потом реакционную смесь охлаждают до комнатной температуры и сбрасывают давление. Способный расширяться гранулят помещают в сито, промывают в нем водой и потом хранят в закрытых бочках. Перед вспениванием способный расширяться гранулят сушат продувкой.

Примеры 7 до 12

С. Вспенивание способного расширяться гранулята

Вспенивание проводят как описано в примерах от 1 до 6 разделе С. Результаты приведены в таблице 2. В примере 8 обработку паром проводили при давлении 4·10⁵ Па в течение 8 сек.

Таблица 2						
Пример	7	8	9	10	11	12
Минигранулят	MG1	MG5	MG6	MG1	MG1	MG1
Время нагрева, ч	1	1	1	5	5	5
Вспениватель	изопентан	н-гептан	изопентан	изопентан	изопентан	изопентан
Содержание вспенивателя (мас.%)	8,7	12,0	10,8	12,5	12,1	13,6
Содержание вспенивателя после 1 ч (мас.%)	4,6	4,9	7,3	5,7	5,7	5,9
Насыпная плотность до вспенивания (г/л)	564	562	562	563	558	562
Насыпная плотность после вспенивания (г/л)	73	154*	46	67	61	78
Ячеистость	мелкая	мелкая	мелкая	мелкая	мелкая	мелкая

Формула изобретения

1. Способ получения способного расширяться, имеющего форму гранулята олефинового полимера путем его пропитывания органическим вспенивающим агентом в суспензии в автоклаве при температуре по меньшей мере 120°C, охлаждения до температуры ниже 100°C, сброса давления, отделения и промывки полученного пропитанного гранулята, причем олефиновый полимер является гомополимером пропилена или сополимером пропилена, содержащим до 15 мас.% сомономера, выбранного из группы, включающей этилен, бутен-1 или их смеси, в случае необходимости в виде смеси с термопластом, имеющим температуру стеклования ниже 180°C, взятым в количестве до 50 мас.%, отличающийся тем, что пропитыванию подвергают гранулят, дополнительно содержащий зародышеобразователь в количестве от 0,001 до 10 мас.% в пересчете на олефиновый

полимер, в качестве органического вспенивающего агента используют свободный от галогена органический вспенивающий агент с точкой кипения от - 5 до 150°C в количестве от 2 до 50 мас.% и пропитывание проводят в присутствии поверхностно-активного вещества, при этом полученные способные расширяться невспенные гранулы имеют насыпную плотность более 400 г/л.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что в качестве вспенивающего агента применяют алкан, аканол, кетон, простой эфир, сложный эфир или их смесь.

3. Способ по п.1, отличающийся тем, что в качестве вспенивающего агента применяют пентан, гексан, гептан, 3,3-диметил- 2-бутанон или 4-метил-2-пентанон.

4. Способ по п.1, отличающийся тем, что пропитыванию подвергают полиолефиновый гранулят, содержащий от 0,01 до 5 мас.% зародышеобразователя.

5. Способ по п.1, отличающийся тем, что зародышеобразователем является воск и/или тальк.

6. Способный расширяться, имеющий форму гранулята олефиновый полимер, отличающийся тем, что он получен по способу пп.1-5, причем невспененные гранулы, содержащие свободный от галогена органический вспенивающий агент в количестве от 1 до 40 мас.% в пересчете на олефиновый полимер, после одночасового хранения при комнатной температуре в открытой атмосфере способны вспениваться посредством нагрева на температуру выше 100°C до насыпной плотности менее 200 г/л.

7. Способный расширяться олефиновый полимер по п.6, отличающийся тем, что он содержит термопласт в количестве от 5 до 40 мас.%.

8. Способный расширяться олефиновый полимер по п.7, отличающийся тем, что в качестве термопласта он содержит полиамид.