



NORGE

(12) **UTLEGNINGSSKRIFT**

(19) NO

(11) **175065**

(13) B

(51) Int Cl⁵ C 08 J 9/228, C 08 L 23/02, B 29 C 67/20

Styret for det industrielle rettsvern

(21) Søknadsnr	873875	(86) Int. inng. dag og	
(22) Inng. dag	15.09.87	søknadsnummer	
(24) Løpedag	15.09.87	(85) Videreføringsdag	
(41) Alm. tilgj.	17.03.88	(30) Prioritet	16.09.86, JP, 218708/86
(44) Utlegningsdato	16.05.94		
(71) Patentsøker	Kanegafuchi Kagaku Kogyo KK, 2-4, Nakanoshima, 3-chome, Kita-ku, Osaka-shi, JP		
(72) Oppfinner	Hirofumi Maeda, Takatsuku-shi, Osaka-fu, JP		
(74) Fullmektig	J.K. Thorsens Patentbureau AS, Oslo		

(54) **Benevnelse** Fremgangsmåte for fremstilling av en skumgjenstand av polypropylenharpiks

(56) **Anførte publikasjoner** EP 123144, EP 147690

(57) **Sammendrag**

Foreliggende oppfinnelse vedrører en fremgangsmåte for fremstilling av skumplastgjenstander av polypropylenharpiks omfattende sammenpressing av pre-ekspanderte kuler av propylenharpikser under et gasstrykk, fylling av en form som kan lukkes, men ikke forsegles med de sammenpressede kulene, deretter utlufting fra formen og oppvarming og smelting av kulene med damp for å fremstille formgjenstanden med samme fasong som formen, idet det karakteristiske ved fremgangsmåten er at de pre-ekspanderte kulene av polypropylenharpiksene, med to smeltepunkt målt ved differensial-scanning-kalorimetri og en mengde maksimal smeltevarme QH, basert på et smeltepunkt ved en maksimal temperatur for de to smeltepunktene, som er fra 0,3 til 3,5 cal/g, innføres sammenpresset i formen slik at sammenpressingsgraden er fra 10 til 60%. I henhold til den foreliggende oppfinnelse, kan skumplastgjenstandene av polypropylen med en minimal dimensjonssvinn-grad (god dimensjons-nøyaktighet) og en utmerket smeltegrad og overflateutseende, fremstilles i store mengder.

Foreliggende oppfinnelse vedrører en fremgangsmåte for fremstilling av en skumgjenstand av polypropylenharpiks som omfatter at pre-ekspanderte korn av propylenharpiksen komprimeres under et gasstrykk, de ovennevnte komprimerte korn fylles i en form som kan lukkes, men ikke forsegles, hvoretter formen luftes og hvoretter kornene oppvarmes og smeltes med damp for å fremstille den ovennevnte gjenstand med samme form som formen.

Disse og andre trekk ved oppfinnelsen fremgår av patentkravene.

Skumgjenstander av polypropylen er utmerket når det gjelder resistens overfor kjemikalier og varme, dimensjonsstabilitet etter kompresjon osv. sammenlignet med skumgjenstander av polystyren. Videre er skumgjenstandene også utmerkede når det gjelder resistens overfor varme, trykkfasthet osv. selv når de sammenlignes med skumgjenstander av polyetylen, med det resultat at de har en utbredt anvendelse som støtabsorberende emballasje, beholdere som kan anvendes på nytt, kjernematerialer for støtfangere osv. For å fremstille slike skumgjenstander av polypropylen er følgende metoder kjent:

(A) Metode som omfatter behandling av pre-ekspanderte korn av polyolefin med en uorganisk gass under trykk for å impregnere kornene med den uorganiske gass, gradvis oppheving av trykket, fylling av kornene i en form som kan lukkes men ikke forsegles mens kornenes indre trykk holdes ved 1,18 atmosfærer eller større og termisk smelting med damp osv. for å fremstille en formgjenstand med samme form som formen (US patent nr. 3.953.558).

(B) Metode som omfatter fylling av pre-ekspanderte korn av polyolefin i en form som kan lukkes men ikke forsegles, termisk smelting med damp eller lignende, fjerning av skumgjenstanden fra formen og termisk herding mens volumet av skumgjenstanden er 70 til 110 % av volumet av formen, for å

fremstille en formgjenstand med samme form som formen (US patent nr. 4.631.159).

(C) Metode som omfatter sammenpressing av pre-ekspanderte korn av tverrbundet polyolefin til 80 % eller mindre av et tilsynelatende massevolum av råkornene ved hjelp av gasstrykk, fylling av de komprimerte korn i en støpeform og termisk smelting for å gi en formgjenstand med samme form som formen (Japansk patentsøknad nr. 33996/1978).

Metode (A) som er beskrevet over har imidlertid det minus at omkostningene i startfasen blir store da installasjon for pressbehandlingen med uorganisk gass er i stor målestokk, og metode (B) har også det minus at produkter med en komplisert form er utseendemessig dårlige; som innsynkinger, overflateegenskaper osv. Videre er metode (C) ikke tilstrekkelig tilfredsstillende med hensyn til overflateegenskaper og dimensjonal nøyaktighet.

Et formål for den foreliggende oppfinnelse er å tilveiebringe en fremgangsmåte for fremstilling av skumgjenstander av polypropylen med god dimensjonal nøyaktighet og utmerket smeltetakt og overflateegenskaper sammen med høy produktivitet.

Andre formål og fordeler ved den foreliggende oppfinnelse vil fremgå fra den påfølgende beskrivelse.

Som et resultat av omfattende undersøkelser har man funnet at ved å kontrollere graden av toppsmeltevarmen Q_H (mengde varme bestemt ut fra toppsmeltearealet), basert på smeltepunktet ved en høytemperaturtopp for de to smeltepunkttopper til pre-ekspanderte korn av propylenharpiks som målt ved hjelp av differensial-scanning-kalorimetri (heretter omtalt som DSC-metoden), til et spesifikt område og kontrollere kompresjonsgraden av pre-ekspanderte korn til et spesifikt område, vil problemene som er beskrevet i det ovennevnte kunne overvinnes.

Det er dette som ligger til grunn for den foreliggende oppfinnelse.

Fig. 1 viser et eksempel på en kurve for pre-ekspanderte korn av propylenharpiks som er oppnådd i henhold til eks. 2 og målt ved hjelp av DSC-metoden, og som viser hvordan man bestemmer toppsmeltevarmemengden Q_H basert på smeltepunktet ved høytemperatursiden. Fig. 2 er en DSC-kurve som viser et eksempel på måling av smeltepunktet T_M for propylenharpiks som anvendes i forbindelse med fremgangsmåten for den foreliggende oppfinnelse ved hjelp av DSC-metoden. Fig. 3 er en skjematisk fremstilling som viser en utførelsesform av et apparat som anvendes for utførelse av fremgangsmåten for den foreliggende oppfinnelse.

Oppfinnelsen vedrører således en fremgangsmåte for fremstilling av en skumgjenstand av polypropylenharpiks som omfatter at pre-ekspanderte korn av propylenharpiksen komprimeres under et gasstrykk, de overnevnte komprimerte korn fylles i en form som kan lukkes, men ikke forsegles, hvoretter formen luftes og hvoretter kornene oppvarmes og smeltes med damp for å fremstille den ovennevnte gjenstand med samme form som formen som er kjennetegnet ved at det anvendes pre-ekspanderte korn av polypropylenharpiks som har to smeltepunkter når målt ved differensial-scanning-kalorimetri slik at en toppsmeltevarmemengde Q_H basert på smeltepunktet ved høytemperaturtoppen for de ovennevnte to smeltepunkter er fra 1,26 - 14,65 J/g, og at de pre-ekspanderte korn tilføres til formen ved en kompresjonsgrad på fra 10 til 60 %.

Eksempler på propylenharpikser som kan anvendes omfatter dem valgt fra gruppen bestående av en propylenhomopolymer, en etylenpropylen-tilfeldig-kopolymer, en etylenpropylen-blokk-kopolymer, en etylenpropylenbuten-tilfeldig-kopolymer, en propylenvinylklorid-kopolymer, en propylenbutenkopolymer og en propylenmaleinsyreanhydrid-kopolymer eller blandinger av disse, idet man foretrukket anvender dem som er fremstilt ved stereoregulær polymerisering.

Disse propylenharpikser er foretrukket i en ikke-tverrbundet tilstand, men de kan også være tverrbundet ved hjelp av peroksyder eller stråling, osv. Videre kan disse harpikser også anvendes i blanding med andre termoplastharpikser som kan anvendes og blandes dermed som f.eks. polyetylen med lav tetthet, rettkjedet polyetylen, polystyren, polybuten, ionomerer osv. med lav tetthet og i en slik mengde at de ikke innvirker på egenskapene til propylenharpiksene. Dersom f.eks. polyetylen med lav tetthet, rettkjedet polyetylen, polybuten, ionomerer osv. med lav tetthet anvendes i kombinasjon, foretrekkes fra 5 til 20 vektdeler, og når det gjelder anvendelse av polystyren i kombinasjon, foretrekkes fra 5 til 10 vektdeler basert på 100 vektdeler av propylenharpiksen.

For å gjøre harpiksene anvendbare for pre-ekspansjon er disse propylenharpikser på forhånd generelt smeltet og fremstilt i en ønsket form omfattende korn med sylindrisk, sylindroidal, sfærisk, kubisk, rektangulær form osv. ved anvendelse av en ekstruder, en kneter, en Banbury-blander, en valse osv. på en slik måte at den gjennomsnittlige korndiameter er fra 0,1 til 10 mm, foretrukket fra 0,7 til 5 mm.

De pre-ekspanderte korn som anvendes i henhold til fremgangsmåten for den foreliggende oppfinnelse er pre-ekspanderte korn av propylenharpiks som har to smeltepunkt som målt ved hjelp av DSC-metoden, mellom hvilke to smeltepunkt toppsmeltevarmen Q_H , basert på smeltepunktet ved høytemperatursiden, er fra 1,26 til 14,65 J/g, og foretrukket fra 2,09 til 12,56 J/g.

Med hensyn til de to smeltepunkter som er beskrevet over har man ingen særlige restriksjoner dem imellom, men forskjellen mellom dem er foretrukket fra 15 til 25°C ut fra det faktum at smeltingen under fremstilling ved hjelp av varme straks inntreffer. Forskjellen mellom de to smeltepunkter varierer avhengig av molekylstrukturen til harpiksen, den termisk hysteresis av harpiksen, mengden esemiddel, ekspansjonstrykk osv., men ekspansjon ved en høytemperaturside øker forskjellen mellom de to smeltepunkter. Videre er smeltepunktet ved en

lavtemperaturside generelt i området fra 125 til 155°C og smeltepunktet ved en høytemperaturside er generelt i området fra 145 til 175°C men varierer avhengig av typen anvendte propylenharpikser.

For å fremstille de pre-ekspanderte korn av propylenharpiks med en toppsmeltevarmemengde Q_H fra 1,26 til 14,65 J/g som beskrevet over er der ingen spesielle begrensninger. Man kan f.eks. anvende en fremgangsmåte som omfatter innlemmelse av et flyktig esemiddel i propylenharpikskornene i et trykk-kar, hvorpå kornene fordeles i vann under omrøring, dispersjonen oppvarmes under trykk til en bestemt ekspansjonstemperatur og den vandige dispersjon føres deretter inn i et område med lavt trykk eller lignende. Toppsmeltevarmemengden Q_H varierer avhengig av harpiksens molekylstruktur osv., men en høy ekspansjonstemperatur resulterer generelt i en liten Q_H .

Når smeltepunktet for kornene av propylenharpiks settes til T_M °C i denne prosess, kan de pre-ekspanderte korn som anvendes ved fremgangsmåten for den foreliggende oppfinnelse lett oppnås ved å styre ekspansjonstemperaturen generelt i et område fra $(T_M - 4)$ til $(T_M + 10)$ °C.

Grunnen til at ekspansjonstemperaturen holdes i dette området som beskrevet over er fordi temperaturen passende kan velges avhengig av typen propylenharpiks, mengden esemiddel som anvendes, ekspansjonsforstørrelse av de pre-ekspanderte korn osv.

Eksempler på et flyktig esemiddel som kan innlemmes i kornene av propylenharpiks som anvendes ved fremgangsmåten for den foreliggende oppfinnelse omfatter alifatiske hydrokarboner slik som propan, butan, pentan, heksan osv.; alicykliske hydrokarboner slik som syklopentan, syklobutan osv.; halogenerte hydrokarboner slik som triklormonofluormetan, diklor-difluormetan, diklortetrafluoretan, triklortrifluoretan, metylklorid, metylenklorid, etylklorid, osv. Disse esemidler kan anvendes alene eller i kombinasjon av to eller flere. Der

er ingen begrensning i mengden som anvendes, men esemidlet kan passende anvendes avhengig av en ønsket ekspansjonsgrad for de pre-ekspanderte korn av propylenharpiks og generelt anvendes en mengde fra 5 til 50 vektdeler basert på 100 vektdeler av propylenharpiksen.

Ved fremstilling av den vandige dispersjon som beskrevet over kan man anvende dispergeringsmidler som f.eks. tertiært kalsiumfosfat, magnesiumkarbonat, sinkkarbonat, kalsiumkarbonat osv. og en liten mengde overflateaktive midler som f.eks. natriumdodecylbenzensulfonat, natrium-n-paraffinsulfonat, natrium- α -olefinsulfonat osv.

Mengden av et slikt dispergeringsmiddel eller overflateaktivt middel varierer avhengig av typen, typen pre-ekspanderte korn og mengden som anvendes derav osv., men er generelt fra 0,2 til 3 vektdeler med hensyn til dispergeringsmiddel og fra 0,001 til 0,1 vektdeler med hensyn til overflateaktivt middel basert på 100 vektdeler vann.

Videre er det foretrukket at propylenharpiksen med det flyktige esemiddel innlemmet deri generelt tilsettes i en mengde fra 20 til 100 vektdeler basert på 100 deler vann for å gjøre dispergerbarheten god i vann.

Den således fremstilte vandige dispersjon oppvarmes under trykk, føres ut gjennom en åpning med størrelse 2 til 10 mm $\emptyset$ inn i et område med lavt trykk for å pre-ekspandere propylenharpiksen til pre-ekspanderte korn hvorved de pre-ekspanderte korn av propylenharpiks som anvendes ved fremgangsmåten i henhold til oppfinnelsen oppnås.

Den vandige dispersjon som er beskrevet over oppvarmes til en ekspansjonstemperatur i en trykkbeholder under trykk som beskrevet over, men oppvarmingstemperaturen kan ikke primært bestemmes fordi den varierer avhengig av typen propylenharpiks som anvendes. Verdien av toppsmeltevarmemengden Q_H for de ønskede propylenharpiks-pre-ekspanderte korn som målt ved

hjelp av DSC-metoden basert på smeltepunktet ved høytemperatursiden velges i området fra 1,26 til 14,65 J/g. Når smeltepunktet for de anvendte pre-ekspanderte korn av propylenharpiks som målt ved hjelp av DSC-metoden imidlertid settes til $T_M^{\circ}\text{C}$, velges oppvarmingstemperaturen så godt som alltid fra et temperaturområde fra $(T_M - 4)$ til $(T_M + 10)^{\circ}\text{C}$. På den annen side velges trykket hovedsakelig på grunnlag av den bestemte ekspansjonsforstørring men er generelt fra 10 til 50 kg/cm²-G.

Der er ingen bestemte restriksjoner når det gjelder trykkbeholderen som er beskrevet over og enhver beholder kan anvendes så lenge den kan motstå trykket og temperaturen som er beskrevet over. Et spesifikt eksempel på en slik trykkbeholder omfatter en trykkbeholder av autoklavtype.

I det etterfølgende vil DSC-metoden som anvendt ved fremgangsmåten for den foreliggende oppfinnelse beskrives nærmere.

Som måleanordninger kan man nevne de vanlige differensial-scanning-kalorimetre som f.eks. modell DSC-2 fra Perkin-Elmer Co., Ltd., modell TAS-100 fra Rigaku Denki K.K., osv.

Smeltepunktet $T_M^{\circ}\text{C}$ for propylenharpikskornene og toppsmeltevarmemengden Q_H for de pre-ekspanderte korn basert på smeltepunktet ved høytemperatursiden måles ved en temperaturstigningshastighet på 10°C/min. ved anvendelse av måleanordningene som er beskrevet over, idet prøvene av propylenharpikskorn er fra 1 til 10 mg.

Fig. 2 viser et eksempel hvor T_M måles med en propylenetylen-tilfeldig-kopolymer med et etyleninnhold på 3,3 vekt% som propylenharpiksen. Fig. 1 indikerer et eksempel som viser en fremgangsmåte for måling av toppsmeltevarmemengden Q_H for de pre-ekspanderte korn basert på smeltepunktet ved høytemperatursiden med hensyn til de pre-ekspanderte korn av propylenharpiks oppnådd i eks. 2 ved anvendelse av propylenharpiksen i fig. 2. En rett linje for bestemmelse av Q_H er gitt ved at man tegner en tangent fra et punkt hvor en gradient av en

kurve blir 0, mellom toppen i lavtemperatursiden og toppen i høytemperatursiden til kurven hvor toppen i høytemperatursiden slutter.

Toppsmeltevarmemengden Q_H for pre-ekspanderte korn av propylenharpiks som anvendes ved fremgangsmåten for den foreliggende oppfinnelse er i området fra 1,26 til 14,65 J/g, foretrukket fra 2,09 til 12,56 J/g. Når denne mengde er mindre enn 1,26 J/g, blir dimensjonskrymping (innsynking) hos formgjenstanden stor. Videre, når Q_H overskrider 14,65 J/g blir overflateegenskapen til formgjenstanden dårligere og den indre sammensmeltningsevnen blir samtidig dårligere slik at oppvarmingstemperaturen må økes, noe som resulterer i en lang støpesyklus.

De således oppnådde pre-ekspanderte korn fylles i en trykkbeholder og komprimeres ved hjelp av gasstrykk. Etter at de pre-ekspanderte korn er fylt i en form som kan lukkes men ikke forsegles, slippes overskudd av gass ut av formen. I dette tilfellet er kompresjonsgraden av de pre-ekspanderte korn i området fra 10 til 60 %. Skjønt man ikke har noen begrensning når det gjelder metoden for fylling av formen med pre-ekspanderte korn for støping, forenkler den følgende metode fremstilling av skumgjenstander med høy kvalitet når det gjelder utseende osv.

Metoden omfatter, idet trykket i trykkbeholderen hvor de pre-ekspanderte korn er komprimert i alt vesentlig er det samme som trykket i formen beregnet for støping (under like betingelser) at de pre-ekspanderte korn som er blitt komprimert i trykkbeholderen innføres i formen ved anvendelse av en vanlig tilførselsinnretning beregnet for støping av korn. Når formen er fylt med de pre-ekspanderte korn, opphører fyllgassen (normalt luft) å strøme inn i formen, og de tiloversblivende pre-ekspanderte korn i tilførselsinnretningen føres tilbake til trykkbeholderen (kalt "tilbakestrømning"). Således fylles formen riktig med de sammenpressede pre-ekspanderte korn, hverken for mye eller for lite. Etter fylling lukkes stemplet

i tilførselsinnretningen og overskuddsgassen i formen slippes ut. Deretter oppvarmes de pre-ekspanderte korn og smeltes med damp for å gi en formgjenstand med samme form som formen. Formgjenstanden fjernes fra formen og herdes og oppvarmes på vanlig måte for å gi skumgjenstanden av polypropylen.

Under henvisning til fig. 3 er det i det etterfølgende beskrevet en utførelsesform av fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen.

Først føres de pre-ekspanderte korn av en propylenharpiks fra et tilførselsrør (14) og inn i en trykkbeholder (12) og kompresjonsluften innføres fra et trykkrør (13) slik at trykket i trykkbeholderen (12) øker til et forhåndsbestemt nivå. Deretter fylles en form (3) bestående av et hulrom (1) og en kjerne (2) som kan lukkes men ikke forsegles ved hjelp av en tilførselsinnretning (7) med komprimerte pre-ekspanderte korn.

Formen (3) og trykkbeholderen (12) kobles deretter sammen med et trykkutjevnnende rør (15) slik at trykkene i begge holdes på samme nivå, om ikke helt nøyaktig.

Den måte som en form fylles med pre-ekspanderte korn på ved anvendelse av tilførselsinnretningen (7), er stort sett den samme som den vanlig anvendte metoden for støping av korn og, som vist i figuren, når et stempel (8) er åpent, injiseres fyll-luften (10) inn i formen (3) ved hjelp av en luftdyse (9), trykket i en trykkslange (11) reduseres pga. den ovennevnte luftstrømmen beregnet for fylling, til et trykk under atmosfærenivå, og de pre-ekspanderte korn begynner å strømme inn i formen (3) båret av luftstrømmen som er injisert fra luftdysen (9). Formen (3) har en rekke små hull (4) i veggene, som er gjennomtrengelige for luft eller damp, men ikke for de pre-ekspanderte korn, idet fyll-luften føres inn i det trykkutjevnnende røret (15) gjennom ovennevnte små hull (4). Dersom lufttrykket er over nivået som er fastsatt ved hjelp av en trykkregulerende ventil (16), slippes overskudds-

luften ut gjennom en kontrollventil (17) anbrakt på det trykkutjevneende røret (15), slik at trykket i systemet holdes på et forhåndsbestemt nivå under fylling. Når formen (3) fylles med pre-ekspanderte korn, opphører fyll-luften (10) å strømme og begynner å strømme tilbake mot trykkbeholderen (12) sammen med de pre-ekspanderte korn i overskudd. Således fylles formen riktig med pre-ekspanderte korn, hverken for mye eller for lite. Når formen (3) er fylt med pre-ekspanderte korn, lukkes stemplet (8), overskuddet slippes ut (vanligvis for å bringe trykket til atmosfærenivå med utløpsventilene (5) og (6) åpnet), og damp innføres i formen (3) gjennom damprøret (18) for oppvarming av de pre-ekspanderte korn, idet de pre-ekspanderte korn begynner å skumme og smelte sammen og skumgjenstanden fjernes fra formen (3) etter avkjøling med vann fra kjølevannsrøret (ikke vist).

Kompresjonsgraden til de ovennevnte pre-ekspanderte korn bestemmes som følger.

Kompresjonsgraden er en verdi som er oppnådd ved å dividere vekten av de pre-ekspanderte korn av polypropylen som er fylt i formen som beskrevet over under atmosfæretrykk ved anvendelse av en tilførselsinnretning som anvendt for ekspandert styrol, osv., med vekten av de pre-ekspanderte korn etter at et overskudd av gass i formen er fjernet etter kompresjonsfyllingen som beskrevet over, og uttrykkes ved hjelp av følgende ligning:

Kompresjonsgrad (%) =

$$1 - \frac{\text{Vekt av pre-ekspanderte korn ved fylling under atmosfæretrykk}}{\text{Vekt av pre-ekspanderte korn ved kompresjonsfylling}} \times 100$$

Med mindre enn 10 % av kompresjonsgraden som beskrevet over blir overflateegenskapene til formgjenstanden dårligere og innsynkinger eller krymping har en tendens til å forekomme. På den annen side, når kompresjonsgraden overskrider 60 %, blir

den indre sammensmelting dårligere slik at støpesyklusen forlenges og samtidig blir trykkstyrken i støpemaskinen, formen osv. større, noe som ikke er økonomisk.

I det etterfølgende vil den foreliggende oppfinnelse beskrives mer detaljert under henvisning til eksempler, sammenlignings-eksempler og referanseeksempler.

Eksempler 1 - 13, sammenligningseksempler 1 - 8 og referanseeksempler 1 og 2.

I en trykkbeholder ble 100 vektdeler etylenpropylen-tilfeldig-kopolymer (fra Sumitomo Chemical Co., Ltd.; "Noblen", etylen-innhold 3,3 vekt%) pelleter (et korn veide omtrent 1,8 mg, smeltepunkt $T_M = 143,5^\circ\text{C}$ bestemt ved hjelp av DSC-metoden), 20 til 35 vektdeler diklordifluormetan, 1,5 vektdeler pulveraktig tertiært kalsiumfosfat og 0,006 vektdeler natrium-n-paraffin-sulfonat som dispergeringsmiddel innført sammen med 300 vektdeler vann etterfulgt av oppvarming til henholdsvis forhåndsbestemte temperaturer. Trykket i beholderen var i dette tilfellet fra 17 til 30 $\text{kg/cm}^2\text{-G}$. Mens trykket i beholderen ble holdt ved 17 til 31 $\text{kg/cm}^2\text{-G}$ mens diklordifluormetan komprimeres ble en ventil som var plassert på den nedre delen av trykkbeholderen åpnet og den vandige dispersjon ble ført ut gjennom en plateåpning med en åpningsdiameter på 4 mm under atmosfæretrykk for å oppnå pre-ekspansjon, hvorved pre-ekspanderte korn med en ekspansjonsforstørrelse på 9,5 til 50 ganger ble oppnådd.

De således oppnådde pre-ekspanderte korn hadde hver topp-smeltevarmemengden Q_H til de pre-ekspanderte korn basert på smeltepunktet i høytemperatursiden målt ved hjelp av DSC-metoden som vist i tabell 1. I eksemplene og sammenlignings-eksemplene ble det oppnådd formgjenstander ved at pre-ekspan-derte korn ble innført i en trykkbeholder, kornene ble komprimert under lufttrykk, fylt i en blokkform med en størrelse på 290 x 270 x 50 mm ved forskjellige kompresjonsgrader og oppvarmet under et damptrykk fra 6,0 til 2,0 $\text{kg/cm}^2\text{-G}$.

Når det gjelder de fysiske egenskaper til formgjenstandene som således er oppnådd, ble graden av smelting, graden av dimensjonssvinn og overflateutseende for hver formgjenstand evaluert ved hjelp av metodene som er beskrevet under. Resultatene er vist i tabell 1. I tabell 1 er også damptrykket for oppvarmingen og støpesyklus ved støpingen beskrevet.

I referanseeksemplene ble formgjenstander oppnådd ved at de pre-ekspanderte korn ble innført i en trykkbeholder, kulene ble komprimert med luft ved $70^{\circ}\text{C} \times 9 \text{ kg/cm}^2\text{-G}$ i 120 minutter for å overføre det indre trykk til de pre-ekspanderte korn, hvorpå kornene ble tatt ut under atmosfæretrykk, fylt i formen som beskrevet over og oppvarmet med damp under omtrent 3,5 og $2,0 \text{ kg/cm}^2\text{-G}$. Fysiske egenskaper osv. er vist i tabell 1.

De indre trykk i kornene umiddelbart før kornene fylles i formen er også gitt i tabellen.

Grad av smelting:

Etter å ha laget en sprekke med dybde på omtrent 5 mm på overflaten av formgjenstanden med en kniv, brytes formgjenstanden langs sprekken og det vinkelrette bruddsnittet undersøkes og antall korn med brudd i forhold til totalt antall korn ble bestemt.

- ⊙ : Grad av smelting på 80 % eller mer
- : Grad av smelting fra 60 til mindre enn 80 %
- △ : Grad av smelting fra 50 til mindre enn 60 %
- × : Grad av smelting mindre enn 50 %

En standard grad av smelting som er tilfredsstillende for formgjenstanden er generelt mindre enn 60 %.

Grad av dimensjonskrymping:

Størrelsen av formgjenstanden måles med en målpasser og grad av krymping beregnes basert på størrelsen av gjenstandens form.

- ⊙ : Grad av krymping på mindre enn 2 %
- : Grad av krymping fra 2 til mindre enn 3 %
- △ : Grad av krymping fra 3 til mindre enn 5 %
- × : Grad av krymping på 5 % eller mer

Overflateutseende:

Formgjenstandene ble evaluert basert på følgende målinger.

- : Ujevnheter er ikke observert på overflaten og sprekker mellom kornene er nesten ikke observert.
- △ : Ujevnheter er ikke observert på overflaten, men sprekker mellom kornene er noe fremtredende.
- × : Ujevnheter er ikke observert på overflaten og sprekker mellom kornene er svært store.

Tabell 1

	Forming. Forstørrelse av pre- ekspanderte korn	Toppsmelte- varmemengde. Smelting ved høy tempe- ratur Q_H (J/g)	Kompre- sjons- grad (%)	Maks. opp- varming. Damptrykk (kg/cm ² -G)
Eks. 1	9,5	13,82	30	5,5
2	9,5	8,37	30	5,5
3	9,5	2,09	30	5,5
4	9,5	8,37	10	3,0
5	9,5	8,37	40	6,0
6	19,0	13,82	40	3,5
7	19,0	8,79	40	3,5
8	19,0	1,67	40	3,5
9	19,0	8,79	20	3,0
10	19,0	8,79	60	6,0
11	28,0	8,79	40	3,0
12	38,0	9,21	40	3,0
13	50,0	9,21	40	3,0
Sml. eks. 1	9,5	15,49	30	6,0
2	9,5	0,84	30	6,0
3	9,5	8,37	5	2,0
4	9,5	8,37	62	6,0
5	19,0	15,07	40	4,0
6	19,0	0,84	40	4,0
7	19,0	8,79	5	2,0
8	19,0	8,79	70	6,0
Ref. eks. 1	9,5	8,37	1,5 (indre trykk i partikkelen)	3,5
2	28,0	8,79	1,3(")	2,0

Tabell 1 (forts.)

	Støpe- syklus (sek.)	Forstør- relse av form- gjenstand (tid)	Dimen- sjonal kompre- sjons- grad	Grad av smelting	Over- flate- ut- seende
Eks. 1	3' 15"	9,5	○	⊙	○
2	3' 10"	10,0	○	⊙	○
3	3' 00"	10,5	⊙	⊙	○
4	2' 55"	13,8	△	⊙	○
5	3' 20"	8,9	⊙	○	○
6	3' 05"	15,8	⊙	○	○
7	2' 55"	16,0	⊙	⊙	○
8	2' 50"	16,1	○	⊙	○
9	2' 40"	21,2	○	⊙	○
10	3' 10"	11,0	⊙	○	△
11	2' 40"	23,4	⊙	⊙	○
12	2' 30"	31,0	○	⊙	○
13	2' 15"	45,0	○	⊙	○
Sml. eks. 1	3' 30"	9,2	⊙	△	×
2	3' 10"	9,4	×	○	○
3	3' 10"	12,5	×	○	○
4	4' 00"	5,0	⊙	×	○
5	3' 20"	15,9	⊙	△	△
6	3' 00"	15,8	×	○	○
7	2' 30"	24,4	×	⊙	○
8	3' 35"	8,0	⊙	×	○
Ref. eks. 1	4' 00"	13,5	⊙	⊙	○
2	3' 00"	45,0	○	⊙	○

Som det klart fremgår fra resultatene i tabell 1 kan skumgjenstanden av polypropylen med en minimal dimensjonal grad av krymping (god dimensjonal nøyaktighet) og med utmerket grad av smelting og overflateutseende fremstilles med høy produktivitet når toppsmeltevarmemengden Q_H basert på smeltepunktet i høytemperatursiden som målt ved hjelp av DSC-metoden er i området fra 1,26 til 14,65 J/g og kompresjonsgraden av de pre-ekspanderte korn tilført til formen for oppskumming er fra 10 til 60 %. I henhold til fremgangsmåten for den foreliggende oppfinnelse er formen fylt med de pre-ekspanderte korn som i vanlig anvendte metoder og deretter utføres såkalt "tilbakeblåsing" idet dette muliggjør rett fylling av formen, hverken for mye eller for lite, selv om fasongen på formen er svært komplisert. Det støpte produkt er helt tilfredsstillende også med hensyn til det endelige utseende i nærheten av tilførselsinnretningen så vel som smelteligheten derav. Videre, sammenlignet med vanlige prosesser hvor de pre-ekspanderte korn behandles under trykk for å overføre det indre trykk til kornene hvorpå kornene oppskummes i formen, kan fremgangsmåten i henhold til den foreliggende oppfinnelse spare initial investering med hensyn til installasjoner, og en formgjenstand med en kvalitet som er sammenlignbar med den hos formgjenstander fremstilt ved vanlig anvendte metoder kan oppnås.

Patentkrav

1. Fremgangsmåte for fremstilling av en skumgjenstand av polypropylenharpiks som omfatter at pre-ekspanderte korn av propylenharpiksen komprimeres under et gasstrykk, de ovennevnte komprimerte korn fylles i en form som kan lukkes, men ikke forsegles, hvorefter formen luftes og hvorefter kornene oppvarmes og smeltes med damp for å fremstille den ovennevnte gjenstand med samme form som formen,
k a r a k t e r i s e r t v e d at det anvendes pre-ekspanderte korn av polypropylenharpiks som har to smeltepunkter når målt ved differensial-scanning-kalorimetri slik at en toppsmeltevarmemengde Q_H basert på smeltepunktet ved høy-

temperaturtoppen for de ovennevnte to smeltepunkter er fra 1,26 - 14,65 J/g, og at de pre-ekspanderte korn tilføres til formen ved en kompresjonsgrad på fra 10 til 60 %.

2. Fremgangsmåte som angitt i krav 1, karakterisert ved at trykket i trykkbeholderen for innføring av de pre-ekspanderte korn holdes likt trykket i formen idet formen fylles med de komprimerte pre-ekspanderte korn av polypropylenharpiks.

3. Fremgangsmåte som angitt i krav 1, karakterisert ved at ovennevnte toppsmeltevarmemengde Q_H som anvendes er fra 2,09 - 12,56 J/g.

4. Fremgangsmåte som angitt i krav 1 eller 3, karakterisert ved at temperaturdifferansen mellom de ovennevnte to smeltepunkter som anvendes er fra 15 til 25°C.

5. Fremgangsmåte som angitt i krav 1, karakterisert ved at ovennevnte propylenharpiks som anvendes er valgt fra gruppen bestående av en propylenhomopolymer, en etylenpropylen-tilfeldig-kopolymer, en etylenpropylen-blokk-kopolymer, en etylenpropylbuten-tilfeldig-kopolymer, en propylenvinylklorid-kopolymer, en propylenbuten-kopolymer og en propylenmaleinsyreanhydrid-kopolymer eller blandinger av disse.

6. Fremgangsmåte som angitt i krav 5, karakterisert ved at ovennevnte propylenharpiks som anvendes ikke er tverrbundet.

7. Fremgangsmåte som angitt i krav 1 eller 5, karakterisert ved at ovennevnte propylenharpiks anvendes i blanding med andre termoplastharpikser som kan anvendes og blandes dermed.

8. Fremgangsmåte som angitt i krav 7,
k a r a k t e r i s e r t v e d at ovennevnte termoplast-
harpiks som anvendes er valgt fra gruppen bestående av poly-
etylen med lav tetthet, rettkjedet polyetylen med lav tetthet,
polystyren, polybuten og en ionomer.

175065

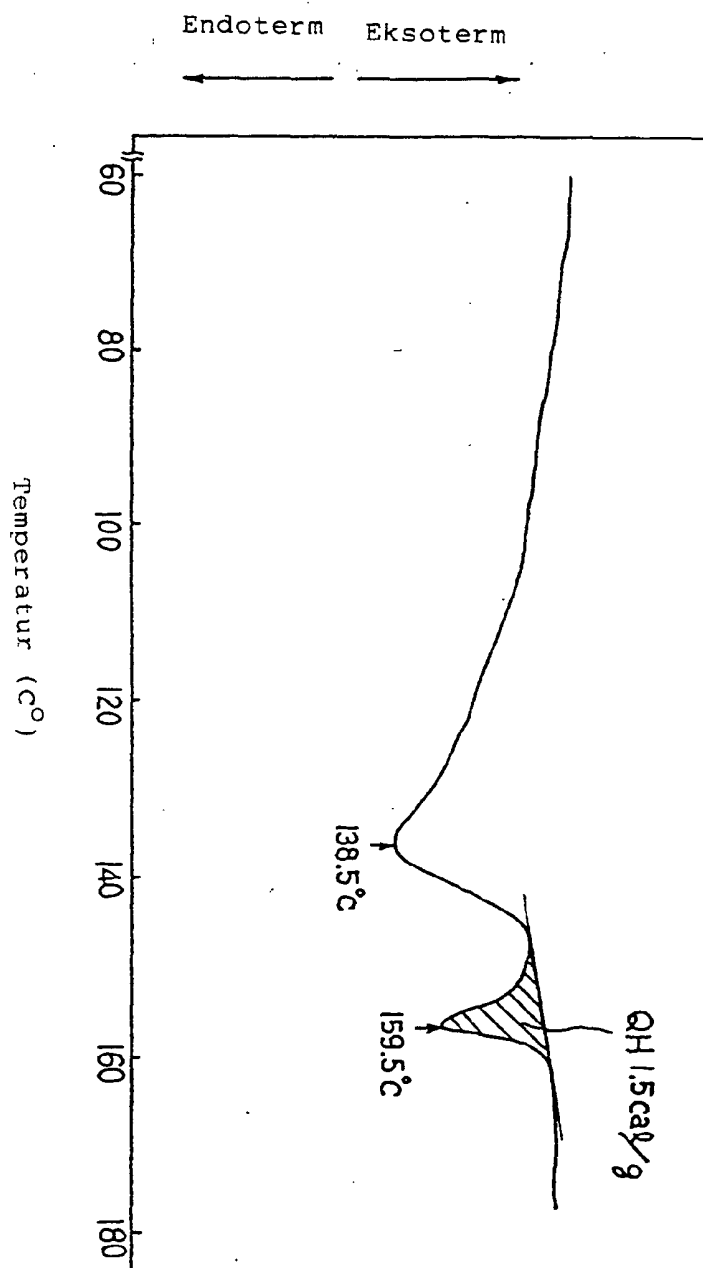


FIG. 1

175065.

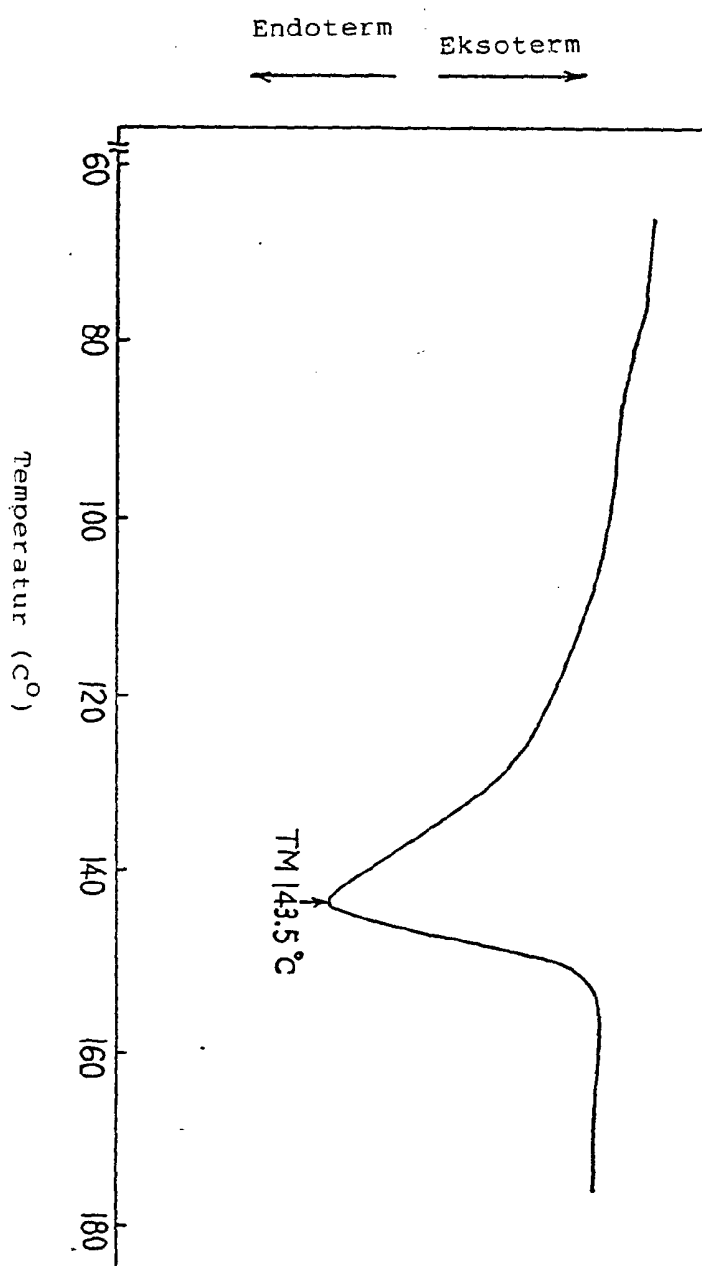


FIG. 2

FIG. 3

