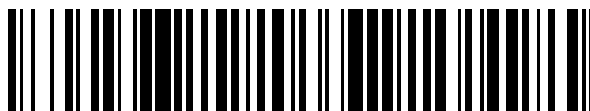


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 718 408**

51 Int. Cl.:

C08J 9/00 (2006.01)

C08J 9/16 (2006.01)

C04B 28/00 (2006.01)

C08J 9/20 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.01.2016 PCT/EP2016/050594**

87 Fecha y número de publicación internacional: **21.07.2016 WO16113321**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.01.2016 E 16700584 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.01.2019 EP 3245172**

54 Título: **Granulado de polímero aromático de vinilo expandible y espuma de polímero aromático de vinilo expandido que comprenden material compuesto de geopolímero y su uso en los mismos**

30 Prioridad:

14.01.2015 EP 15461507

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

01.07.2019

73 Titular/es:

SYNTHOS S.A. (100.0%)

ul. Chemików 1

32-600 Oswiecim , PL

72 Inventor/es:

KONDRATOWICZ, FILIP LUKASZ;

ROJEK, PIOTR;

MIKOSZEK-OPERCHALSKA, MARZENA y

UTRATA, KAMIL

74 Agente/Representante:

ROEB DÍAZ-ÁLVAREZ, María

ES 2 718 408 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

Granulado de polímero aromático de vinilo expandible y espuma de polímero aromático de vinilo expandido que comprenden material compuesto de geopolímero y su uso en los mismos.

La presente invención se refiere al uso de material compuesto de geopolímero en espuma de polímero aromático de vinilo expandido. Además, la invención se refiere a un proceso para la producción de granulado de polímero aromático de vinilo expandible y granulado de polímero aromático de vinilo expandible. Por último, la presente invención se refiere a espuma de polímero aromático de vinilo expandido y a una mezcla madre que comprende polímero aromático de vinilo y material compuesto de geopolímero.

Los polímeros aromáticos de vinilo son conocidos y se usan para la preparación de productos expandidos que se adoptan en diversas aplicaciones, de las cuales la más importante es el aislamiento térmico. Esta es la razón por la que hay una demanda cada vez mayor de polímeros aromáticos de vinilo expandidos con baja conductividad térmica, así como buenas propiedades mecánicas y autoextinguibles.

En general, se sabe que la adición de aditivos atérmanos del grupo de los absorbentes térmicos (por ejemplo, negro de carbón), los dispersantes térmicos (por ejemplo, minerales del grupo de las sílices y los óxidos de titanio) y los reflectores térmicos (por ejemplo, pigmento de aluminio y grafito) disminuye la conductividad térmica de los polímeros. Son ejemplos de dichos tipos de polímeros los obtenidos mediante polimerización en suspensión de monómeros aromáticos de vinilo (en particular de estireno) y, opcionalmente, comonómeros. Otros ejemplos para dicho tipo de polímeros son los obtenidos por extrusión de poliestireno de uso general o sus copolímeros.

Normalmente, la adición de una combinación de aditivos atérmanos que pueden absorber o dispersar la radiación térmica para prolongar la trayectoria de los rayos IR produce una reducción significativa de la conductividad térmica. Sin embargo, el efecto más ventajoso es resultado de la adición de reflectores de IR. Una combinación de dispersantes de IR y reflectores de IR puede influir en la reducción de la concentración de los absorbentes de IR típicos (tales como el negro de carbón) y conduce a una mejora del efecto autoextinguible de las espumas de poliestireno. Sin embargo, una adición de negro de carbón, especialmente en procesos de extrusión, requiere la adición de una cantidad relativamente alta de retardante de la llama bromado, para mantener las propiedades de autoextinción aceptables.

Un problema adicional es la dispersión adecuada requerida del negro de carbón en la fase polimérica. La dispersión uniforme solo puede conseguirse cuando se aplican fuerzas de cizalla adecuadas en la extrusora.

La mala estabilidad térmica de las espumas hechas de polímeros aromáticos de vinilo rellenas con aditivos atérmanos a base de carbono también es un problema. Dichas espumas, de color negro o gris, absorben una cantidad relativamente alta de energía térmica, por tanto, los tableros de aislamiento hechos de las mismas y aplicados sobre las paredes de los edificios pueden contraerse o deformarse significativamente. Por tanto, el rendimiento del aislamiento puede deteriorarse. Por último, cuando se intentó crear una estructura de celdas óptima con una distribución de tamaño de celda estrecha, con el fin de obtener materiales con una conductividad térmica significativamente reducida, se identificaron varios problemas cuando se usa negro de carbón, grafito o, especialmente, aditivos atérmanos minerales, debido a que estos aditivos también actúan como agentes de nucleación y tienen un efecto negativo sobre la formación de burbujas.

El documento US 2008/0 249 199 A1 enseña un método para la fabricación de partículas expandidas o expandibles a partir de una masa fundida de polímero. Una masa fundida de polímero reciclado se introduce en la masa fundida de polímero a través de una extrusora lateral y puede incluir aditivo. Se dice que esto es más económico que el uso de una mezcla madre. Si hay presentes agentes de protección contra las llamas que contengan bromuro u otros aditivos térmicamente inestables en el polímero reciclado, o si se añaden al polímero reciclado, la temperatura del proceso en la extrusora lateral y en todos los componentes del sistema siguientes no debe exceder los valores límite de temperatura y de tiempo de permanencia definidos por la estabilidad térmica de los aditivos.

El documento WO 2006/058733 A1 enseña granulados de polímero de estireno expandible que contienen a) aditivo atérmano seleccionado entre el grupo de materiales en polvo inorgánicos tales como ácido silícico y b) negro de carbón o grafito. Adicionalmente, los documentos EP 0 863 175, EP 0 981 574, EP 1 758 951 y EP 1 771 502 A2 enseñan el uso de grafito en espuma de poliestireno obtenida mediante un proceso de extrusión.

El documento WO 2006/058733 también enseña que las propiedades mecánicas de los polímeros termoplásticos que contienen rellenos pueden mejorarse mediante el uso de promotores de la adhesión (agentes de acoplamiento), tales como copolímeros de estireno modificados con anhídrido maleico, polímeros que contienen grupos epoxi, organosilanos o copolímeros de estireno que tengan isocianato o un grupo ácido. Similar al documento US 2008/0 249 199 A1, el documento WO 2006/058733 A1 también propone usar extrusoras laterales para introducir aditivos tales como aditivos sólidos y térmicamente sensibles. Esta disposición, sin embargo, no es deseable en situaciones en las que han de introducirse aditivos que no sean térmicamente sensibles, sino que requieran una mezcla homogénea. Esto se debe a que sería necesario procesar grandes cantidades de material si los aditivos que

requieren una mezcla homogénea se introdujeran en una porción principal del polímero. Esto no es deseable económicamente. Análogamente, la adición de agentes de acoplamiento especializados no es deseable, especialmente si es necesario usarlos en grandes cantidades.

- 5 El documento WO 2004/087798 A1 enseña polímeros aromáticos de vinilo expandibles que comprenden, en una matriz polimérica, un tipo de negro de carbón que tiene un área de superficie activa que varía de 5 a 40 m²/g. La conductividad térmica de un material con una densidad de 14 g/l es de 36,5 mW/m²*K.
- 10 El documento WO 2006/061571 A1 enseña una composición de poliestireno expandible que comprende negro de carbón como aditivo, teniendo el negro de carbón una superficie BET muy alta, según se mide de acuerdo con la norma ASTM D 6556, que varía de 550 a 1.600 m²/g. Los ejemplos informan de una espuma de poliestireno con una conductividad térmica de 36,16 mW/m²*K a una densidad de 13,3 g/l de acuerdo con la norma ASTM D 1622 y de 34,21 mW/m²*K a una densidad de 19,4 g/l, respectivamente.
- 15 El documento WO 2008/061678 A2 desvela el uso de negro de carbón que tiene una conductividad eléctrica específica, para reducir la conductividad térmica de los polímeros aromáticos de vinilo expandibles. El negro de carbón se introduce durante la polimerización en suspensión o durante la extrusión del polímero. Los ejemplos indican que la espuma de poliestireno tiene una conductividad térmica de 31,0 mW/m²*K a una densidad de 17 g/l.
- 20 La Patente japonesa JP 63183941 enseña el uso de pigmento de aluminio, dióxido de titanio y grafito, que tienen un tamaño de partícula específico y reflectividad de la radiación térmica, para reducir la conductividad térmica de las espumas de poliestireno. Los ejemplos 7 a 11 enseñan una espuma de poliestireno producida mediante un proceso de extrusión y que tiene una conductividad térmica de 25 a 30 mW/m²*K, donde se usaron mezclas madre como material de partida.
- 25 El documento WO 2005/123816 A1 enseña materiales de espuma de partículas de polímero de estireno.
- 30 El documento WO 2004/087798 A1 enseña poliestirenos expandibles que contienen negro de carbón. En un proceso de polimerización en suspensión, el negro de carbón está presente durante la polimerización en suspensión acuosa. También se desvela un proceso continuo para preparar poliestireno expandible en masa, en el que el polímero se alimenta junto con negro de carbón en una extrusora, y, posteriormente, se inyectan agente de expansión y posibles aditivos adicionales en el polímero fundido antes de la extrusión a través de una boquilla.
- 35 El documento W02010/128369 A1 enseña artículos expandidos termoaislantes que comprenden una matriz polimérica expandida, obtenida mediante expansión y sinterización de perlas/gránulos de un polímero o copolímero aromático de vinilo, en cuyo interior se dispersa homogéneamente un relleno, que comprende al menos un material atómano seleccionado entre coque, grafito y negro de carbón y, opcionalmente, un aditivo inorgánico activo dentro de las longitudes de onda que varían de 100 a 20.000 cm⁻¹.
- 40 El documento US2012/264836 A1 enseña composiciones de nanocompuestos a base de polímeros termoplásticos expandibles que comprenden: a) una matriz polimérica, b) agente de expansión englobado en la matriz polimérica; c) carga atómana que comprende placas de grafito a escala nanométrica que tienen dimensiones específicas.
- 45 El documento US 2008/0028994 A1, titulado "Composiciones de geopolímero y aplicación en la industria de yacimientos petrolíferos", enseña una composición de geopolímero formada a partir de una suspensión que comprende una fuente de aluminosilicato, un silicato metálico, un activador alcalino y un fluido de vehículo. Pueden añadirse partículas ligeras y/o materiales pesados para controlar la densidad de la composición. El sulfato de bario o la ilmenita son ejemplos de partículas pesadas.
- 50 El documento WO 2010/141 976 A1, titulado "Agregado de hormigón", desvela agregados poliméricos producidos a partir de cenizas volátiles combinadas con un activador. El agregado se usa en hormigón, mortero o base de carreteras. El documento W02009/009089 A1 desvela un proceso para tratar las cenizas volátiles para que sean altamente utilizables como aditivo para hormigón.
- 55 El documento WO 2015/065710 A1 (publicado el 7 de mayo de 2015) desvela un material deformable en forma de partículas hecho de materiales de cemento tales como cemento de aluminosilicato y que tiene una relación de aspecto superior a 1 a aproximadamente 25, puede mezclarse con agentes de sostén convencionales para proporcionar una mezcla con capacidad de reflujo mejorado cuando la mezcla se inyecta en una fractura hidráulica creada en una formación subterránea.
- 60 Como se ha mencionado, una de las soluciones para disminuir la conductividad térmica de los polímeros de vinilo expandidos es la adición de aditivos atómanos. Sin embargo, la presencia de aditivos atómanos con frecuencia conduce a un deterioro de las propiedades de autoextinción y mecánicas del polímero aromático de vinilo expandido (es decir, la espuma). En consecuencia, debe usarse una mayor concentración de retardante de la llama para conseguir un rendimiento adecuado para aprobar el ensayo de inflamabilidad de acuerdo con la norma industrial alemana DIN 4102 (B1, B2) o la norma europea EN ISO 11925-2. Adicionalmente, cuando se usan tipos de negro de
- 65

carbón que tienen una superficie activa altamente desarrollada, tal como una superficie BET superior a 40 m²/g, o formas pobres de grafito que contienen carbono grafitico en una concentración muy inferior al 99 % y que tienen un alto contenido de azufre y ceniza, las propiedades de autoextinción son insuficientes para que aprueben según la norma DIN 4102 (B1, B2) o incluso la norma EN ISO 11925-2 (que es un ensayo menos exigente).

5 Por otro lado, la presencia de pequeñas cantidades de aditivos atérmanos del tipo de los dispersantes térmicos, por ejemplo, minerales (tales como sílices, fosfatos de calcio y minerales con estructura de perovskita), no provoca un deterioro sustancial de las propiedades de autoextinción de la espuma de polímero con retardo de la llama. Más bien, estas propiedades mejoran, pero la disminución de la conductividad térmica de la espuma no es tan pronunciada como lo sería en el caso de espumas que comprenden aditivos a base de carbono, es decir, que comprenden aditivos atérmanos del tipo de los absorbentes térmicos o del tipo de los reflectores térmicos (en particular negros de carbón y/o grafitos).

15 Por último, existen determinados tipos de aditivos atérmanos a base de carbono del tipo de los absorbentes térmicos o de los reflectores térmicos (especialmente negro de carbón y grafito) que tienen propiedades que hacen que estos aditivos sean totalmente inadecuados para su uso en polímeros aromáticos de vinilo expandibles y espumas de polímeros aromáticos de vinilo expandidos.

20 Se ha descubierto ahora sorprendentemente que estos problemas con polímeros aromáticos de vinilo expandibles pueden superarse mediante la incorporación de un material compuesto de geopolímero que comprenda un aditivo atérmano.

Por tanto, se ha descubierto de acuerdo con la presente divulgación que el uso de:

- 25 a) un geopolímero;
- b) una combinación de geopolímero con aditivo atérmano; o
- c) un material compuesto de geopolímero con aditivo atérmano

30 en una espuma de polímero expandido hecha de monómero de vinilo y, opcionalmente, uno o más comonómeros (es decir, homopolímero o copolímero) disminuye la conductividad térmica de la espuma expandida (la disminución se mide de acuerdo con la norma ISO 8301), sin afectar negativamente a las propiedades de autoextinción y mecánicas de la espuma.

35 La invención reivindicada se refiere a la realización c. de la presente divulgación, es decir, al uso de material compuesto de geopolímero con aditivo atérmano, específicamente en el que el monómero de vinilo es un monómero aromático de vinilo.

40 Por tanto, la adición de geopolímero o su material compuesto preparado con diversos tipos de aditivos atérmanos hace posible mantener las propiedades de autoextinción y mecánicas de la espuma en el mismo intervalo que en un polímero expandido sin la adición de relleno o cualquier otro aditivo atérmano, mientras que, al mismo tiempo, la conductividad térmica puede disminuir significativamente. Esto es posible porque el propio geopolímero proporciona resistencia al fuego y, adicionalmente, encapsula las partículas de aditivo atérmano, especialmente de los aditivos a base de carbono o mineral, y las separa de cualquier interacción desventajosa con la llama, el polímero o el retardante de la llama. La presencia de geopolímero disminuye adicionalmente la conductividad térmica, debido a su propio efecto de dispersión de la radiación térmica.

Además, la presente divulgación permite el uso de determinados tipos de aditivos a base de líquidos que, de otro modo, no serían adecuados para su uso en polímeros aromáticos de vinilo expandibles y espumas de polímeros aromáticos de vinilo expandidos.

50 La presente invención tiene los siguientes aspectos:

- I) el uso de un material compuesto de geopolímero que comprende un aditivo atérmano en espuma de polímero aromático de vinilo expandido;
- 55 II) un proceso para la producción de granulado de polímero aromático de vinilo expandible mediante un proceso de extrusión o suspensión, que comprende la adición de un material compuesto de geopolímero que comprende un aditivo atérmano;
- III) un granulado de polímero aromático de vinilo expandible, que comprende polímero aromático de vinilo, uno o más propulsores y un material compuesto de geopolímero que comprende aditivo atérmano;
- 60 IV) una espuma de polímero aromático de vinilo expandido que comprende polímero aromático de vinilo y un material compuesto de geopolímero que comprende un aditivo atérmano; y
- V) una mezcla madre que comprende polímero aromático de vinilo y un material compuesto de geopolímero que comprende un aditivo atérmano.

65

Geopolímeros

Los geopolímeros como se usan de acuerdo con la presente divulgación son una clase de materiales de aluminosilicato inorgánico sintético formados mediante la reacción de un aluminosilicato con una solución de polisilicato en condiciones alcalinas fuertes. En estas condiciones, las unidades tetraédricas libres de SiO_4 y AlO_4^- se generan y se unen para producir precursores poliméricos al compartir todos los átomos de oxígeno entre dos unidades tetraédricas, mientras se liberan moléculas de agua. Las unidades tetraédricas se equilibran mediante cationes del grupo I (Na^+ , K^+ , Li^+ , Ca^{2+} , Ba^{2+} , NH_4^+ , H_3O^+ , que están presentes en las cavidades del armazón y equilibran la carga negativa de Al^{3+} en coordinación tetraédrica (es decir, AlO_4^-). Adicionalmente, esta clase de materiales muestra propiedades similares a las de la cerámica, incluyendo la resistencia extrema al fuego. Los geopolímeros pueden ser materiales amorfos o cristalinos. Poseen una microestructura en escala nanométrica (según se observa mediante MET) que comprende pequeños agregados de aluminosilicatos con poros dispersos dentro de una red altamente porosa. El tamaño de los agregados normalmente está entre 5 y 10 nm.

Generalmente, la síntesis de geopolímeros a partir de materiales de aluminosilicato se realiza mediante el proceso denominado de geopolymerización, que implica un fenómeno de policondensación de grupos aluminato y silicato con formación de enlaces de tipo Si-O-Al. La materia prima original utilizada por Davidovits es metacaolinita, activada por hidróxido de sodio (o potasio) y silicato de sodio (o potasio). Posteriormente, Van Devender descubrió que muchos otros materiales de Si-Al podrían convertirse en fuentes para fabricar geopolímeros, tales como cenizas volátiles, escorias de hornos, sílice pirógena, escoria de minas, puzolana, caolín, residuos de construcción y algunos minerales naturales. Después de aproximadamente varias horas de curado, estos materiales presentan excelentes características tales como peso ligero y alta resistencia, pero también son idealmente resistentes al fuego, con gases y humos no tóxicos, y resisten todos los disolventes orgánicos.

De acuerdo con la presente divulgación, el aditivo atérmano (especialmente el aditivo a base de carbono) se encapsula en la matriz geopolimérica durante el proceso para la producción de material compuesto de geopolímero. Esto limita el contacto (interfase) entre el aditivo atérmano (especialmente a base de carbono), en particular cuando se usa negro de carbón y grafito como aditivo atérmano, con un retardante de la llama bromado (especialmente un polimérico a base de caucho de poliestireno-butadieno). Es bien sabido que el negro de carbón es un fuerte eliminador de radicales. Las altas fuerzas de cizalla aplicadas, por ejemplo, en una extrusora co-rotativa de doble tornillo provocan una degradación del retardante de la llama bromado polimérico a base de caucho de estireno-butadieno, con reticulación radicalaria y eliminación de bromuro de hidrógeno. Las propiedades de autoextinción normalmente se reducen significativamente debido a este hecho. En consecuencia, la encapsulación del aditivo atérmano (especialmente un aditivo a base de carbono) en una matriz inorgánica resistente al fuego y de bajo coste es muy ventajosa. La encapsulación generalmente bloquea cualquier reacción radicalaria con un aditivo atérmano (especialmente un aditivo a base de carbono) que de otro modo reduciría la eficacia del retardante de la llama bromado. La encapsulación del aditivo atérmano (especialmente un aditivo a base de carbono) mediante la matriz geopolimérica lo hace completamente inerte a las reacciones radicalarias con un polímero bromado retardante de la llama e inactivo en el proceso radicalario que inhibe el retardo de la llama, en el que los radicales de bromo desempeñan la mayor parte. Este efecto, a su vez, permite una disminución de la cantidad necesaria de retardante de la llama bromado en la espuma de polímero aromático de vinilo expandido.

Además, la adición de un geopolímero o el material compuesto de geopolímero estabiliza la uniformidad estructural de la espuma. Debido a que la estructura nanoporosa de los geopolímeros tiene una gran capacidad para la absorción de hidrocarburos, se descubrió que la sorción del agente espumante y después su desorción durante el proceso de espumación permite que se pueda obtener una estructura muy similar independientemente del contenido de geopolímero o material compuesto de geopolímero en el granulado de polímero aromático de vinilo expandible. Se descubrió sorprendentemente que una estructura celular uniforme es beneficiosa para la disminución de la conductividad térmica. También pueden prepararse espumas de color blanco con conductividad térmica reducida y alta estabilidad térmica en comparación con las espumas de poliestireno expandido convencionales de acuerdo con la presente divulgación.

Otra ventaja significativa es que el geopolímero y el material compuesto de geopolímero, cuando se aplican en la producción de granulado de polímero aromático de vinilo expandible, tienen una gran capacidad para modificar la viscosidad del polímero durante los procesos de extrusión y también en la polimerización de monómeros aromáticos de vinilo y, opcionalmente, comonómeros en procesos de suspensión. Se crean fuertes fuerzas iónicas por las cadenas de geopolímero y relajan la fuerza de cohesión que une las macromoléculas de polímero en estado fundido. Se descubrió que la presión en el proceso de extrusión puede reducirse significativamente y el flujo de polímero en la placa de la matriz también se podría mejorar considerablemente.

Cuando se preparó un polímero aromático de vinilo de acuerdo con la divulgación mediante polimerización en suspensión, se descubrió que la adición de un geopolímero o el material compuesto de geopolímero tiene una influencia muy beneficiosa sobre la estabilidad, y el contenido de la fracción de partículas principal con un tamaño de partícula de 0,5 a 1,6 mm aumenta al >90 %, preferentemente al >95 %, en particular al >98 %, mientras que las fracciones más pequeñas (<0,3 mm) y más grandes (>2,5 mm) se reducen al mínimo.

Además, en el proceso de moldeo, los bloques están mejor soldados. El proceso de espumación requiere una menor cantidad de vapor y una presión más baja, para conseguir densidades de espuma bajas (por debajo de 12 kg/m³ en la segunda etapa y por debajo de 15 kg/m³ en la primera etapa). Ventajosamente, en comparación con los artículos expandidos hechos de polímeros aromáticos de vinilo expandibles que contienen negro de carbón o grafito, por ejemplo, sin geopolímero, los tiempos de enfriamiento de los bloques en los moldes son muy cortos e idénticos a los del material de color blanco sin que contenga ningún aditivo atérmano. La espuma expandida también es más estable térmicamente.

Otro beneficio es una adhesión mucho mejor de las espumas (que contienen geopolímero o material compuesto de geopolímero) a los pegamentos que normalmente se usan para pegar las placas de espuma a las superficies cuando se aíslan casas o edificios. Se puede conseguir un efecto incluso significativamente mejor cuando se usa pasta de geopolímero como pegamento para placas de espuma que contienen geopolímero o material compuesto de geopolímero. Debido a la mayor porosidad de las espumas expandidas (provocada por la presencia del geopolímero), los pegamentos de EPS convencionales pueden penetrar mucho mejor en la superficie de la placa y, por tanto, la adhesión mejora significativamente. Cuando, de acuerdo con la divulgación, el geopolímero o el material compuesto de geopolímero están presentes en la espuma y se usa el pegamento a base de geopolímero, la adhesión es aún más pronunciada porque hay una interacción más fuerte entre la espuma y el pegamento. Además, los pegamentos a base de geopolímero tienen una mejor adhesión al material a base de hormigón, debido a que son parcialmente químicamente idénticas.

Este novedoso tipo de aditivo atérmano de acuerdo con la divulgación es adecuado para disminuir la conductividad térmica y para mejorar la durabilidad, la estabilidad térmica y las propiedades de autoextinción, y para el procesamiento más fácil del granulado de polímero aromático de vinilo expandible y de los productos de espuma expandida fabricados a partir del mismo.

Además, se espera que estas mejoras sean posibles cuando este nuevo tipo de aditivo atérmano se use en otros polímeros de vinilo expandibles tales como polietileno y polipropileno. En general, se esperan varias mejoras de procesamiento en la extrusión y el moldeo por inyección de polímeros aromáticos y no aromáticos de vinilo, cuando se usa geopolímero, su combinación con aditivo atérmano o material compuesto de geopolímero, como aditivo.

Descripción detallada

La presente divulgación se refiere a un proceso para la producción de un material compuesto de geopolímero, a partir de un componente de aluminosilicato y un componente de aditivo atérmano. En general, el proceso para la producción de un material compuesto de geopolímero de acuerdo con la divulgación comprende las siguientes etapas:

- a) la mezcla de un componente de aluminosilicato con una solución de silicato alcalino, para formar un gel,
- b) la adición de un componente de aditivo atérmano al gel, para formar un gel relleno,
- c) la mezcla del gel relleno, para formar geopolímero relleno,
- d) el curado, el secado y la molienda, para proporcionar las partículas de geopolímero relleno,
- e) la eliminación opcional de cationes de las partículas de geopolímero relleno, y el secado posterior, y
- f) la obtención del material compuesto de geopolímero.

En la primera etapa a), la mezcla del componente de aluminosilicato, en particular caolinita, metacaolín o metacaolinita deshidroxiladas, con una solución de silicato alcalino, en general silicato de sodio o potasio, forma el denominado "gel". En la segunda etapa b), se incorpora un componente de aditivo atérmano en el gel, es decir, el geopolímero de formación. La mezcla continúa en una tercera etapa c), y la geopolymerización avanza, y las cadenas de geopolímero encapsulan el aditivo atérmano. Durante la mezcla en la tercera etapa c), puede introducirse agua como aditivo de modificación de la viscosidad.

Una vez que el proceso de curado (geopolymerización) ha finalizado sustancialmente, el secado de los bloques de geopolímero relleno en una cuarta etapa d) evapora el exceso de agua. Los bloques de geopolímero se muelen preliminarmente para formar partículas de geopolímero rellenas (balasto). El balasto se seca, preferentemente en secadores cilíndricos giratorios a una temperatura más alta, para retirar el agua restante. Después se muele el balasto para obtener un tamaño de partícula adecuado.

La quinta etapa opcional e) es la elución de los cationes del geopolímero, preferentemente mediante la adición de ácido (clorhídrico) concentrado a las partículas de geopolímero relleno suspendidas en agua y su posterior secado. Los cationes pueden influir negativamente en la estabilidad térmica de los retardantes de la llama bromados, especialmente de los polímeros de estireno-butadieno bromados.

En un proceso preferido de acuerdo con la divulgación, que de hecho incluye la etapa e), esta etapa comprende preferentemente la retirada de cationes con una solución ácida y el secado posterior.

En particular, se prefiere que el proceso de acuerdo con la divulgación incluya, de hecho, la etapa e) y la etapa e) además de comprender la retirada de cationes con una solución ácida comprende adicionalmente el lavado con agua. Después le siguen la filtración y la concentración de la suspensión de material compuesto de geopolímero y finalmente, un proceso de secado.

5 En una sexta etapa f) del proceso, se obtiene el material compuesto de geopolímero. También se estableció la forma de las partículas y el tamaño de las partículas de un material compuesto de geopolímero obtenido de acuerdo con la divulgación mediante una medición por MEB (véase la Fig. 1).

10 Preferentemente, el componente de aluminosilicato comprende uno o más seleccionados entre el grupo que consiste en metacaolín, metacaolinita, cenizas volátiles, escoria de horno, sílice pirógena, escoria de minas, puzolana, caolín y residuos de construcción,

15 más preferentemente el componente de aluminosilicato comprende uno o más seleccionados entre el grupo que consiste en metacaolín o metacaolinita, cenizas volátiles y sílice pirógena,

en particular el componente de aluminosilicato es metacaolín o metacaolinita, o una mezcla de los mismos.

20 Preferentemente, el componente de aditivo atérmano comprende uno o más aditivos atérmanos seleccionados entre el grupo que consiste en

a. negro de carbón, coque de petróleo, negro de carbón grafitado, óxidos de grafito, diversos tipos de grafito (especialmente formas pobres y amorfas con un contenido de carbono en el intervalo del 50 al 90 %) y grafeno, y

25 b. óxidos de titanio, ilmenita, rutilos, chamota, cenizas volátiles, sílice pirógena, mineral de hidromagnesita/huntita, sulfato de bario y minerales que tienen estructura de perovskita,

preferentemente el componente de aditivo atérmano comprende uno o más aditivos atérmanos a base de carbono seleccionados entre el grupo de los absorbentes térmicos y los reflectores térmicos,

30 en particular, el componente de aditivo atérmano es negro de carbón, grafito o una mezcla de los mismos.

En cuanto a b. en general y en todos los aspectos de la divulgación, se prefiere que el componente de aditivo atérmano comprenda uno o más aditivos atérmanos seleccionados entre el grupo que consiste en óxidos de titanio, rutilos, chamota, cenizas volátiles, sílice pirógena, mineral de hidromagnesita/huntita y mineral con estructura de perovskita.

Se prefiere adicionalmente en el proceso de acuerdo con la divulgación que el silicato alcalino comprenda uno o los dos de entre silicato de sodio y silicato de potasio, en particular el silicato alcalino es silicato de potasio.

40 Adicionalmente, se prefiere que se añada silano al componente de aluminosilicato, antes de mezclarlo con la solución de silicato alcalino en la etapa a). Como alternativa o adicionalmente, se añade silano al material compuesto de geopolímero, después de la etapa opcional e) y preferentemente después de la etapa f).

45 Preferentemente, el silano se selecciona entre aminopropiltriethoxisilano, aminopropiltrimetoxisilano, feniltriethoxisilano y mezclas de los mismos.

Se prefiere mucho más que el silano se seleccione entre el 0,01 y el 10 % en peso, más preferentemente en el intervalo del 0,05 al 5 % en peso, mucho más preferentemente del 0,1 al 3 % en peso, basándose en el peso del material compuesto de geopolímero, y mezclas de los mismos.

50 Preferentemente, el proceso transcurre de la siguiente manera:

i) Mezcla del componente de aluminosilicato, por ejemplo, una caolinita deshidroxilada (metacaolín o metacaolinita) mezclada con silicato de calcio en un intervalo de relación en peso de 10/1 a 10/5, preferentemente de 10/1 a 10/3 en solución alcalina de polisilicato, generalmente silicato de sodio o potasio. En el proceso de mezcla, la disolución e hidrólisis del componente de aluminosilicato tiene lugar en una solución de silicato alcalino y da como resultado la formación de gel de $[M_z(AlO_2)_x(SiO_2)_y \cdot nMOH \cdot mH_2O]$. La polimerización puede describirse mediante las siguientes ecuaciones:

60 Material de Al-Si (s) + MOH (ac) + Na_2SiO_3 (s o ac) (1)
Material de Al-Si (s) + gel de $[M_z(AlO_2)_x(SiO_2)_y \cdot nMOH \cdot mH_2O]$ (2)
Material de Al-Si (s) + geopolímero de $[M_a((AlO_2)_a(SiO_2)_b)nMOH \cdot mH_2O]$ (3)

65 La formación de gel es la etapa dominante en la reacción de geopolimerización, que tiene lugar después de la disolución. La mezcla continúa durante un período de tiempo adecuado para conseguir la mejor disolución del

aluminosilicato y se realiza preferentemente en un mezclador planetario. El tiempo de mezcla debe ajustarse dependiendo de la cantidad de componentes cargados y está preferentemente en un intervalo de 5 a 30 min.

La relación de peso de la solución de silicato alcalino con respecto al metacaolín es preferentemente como máximo 1/1, más preferentemente como máximo 9/10, mucho más preferentemente aproximadamente 8/10. La mezcla se realiza a temperatura ambiente durante un mínimo de 5 min y un máximo de 60 min. En esta etapa, antes de la adición de la solución de silicato alcalino, se añade preferentemente un silano al metacaolín para mejorar adicionalmente la adhesión del geopolímero, en particular a los aditivos atérmanos a base de carbono.

La concentración de silano está preferentemente en el intervalo del 0,01 al 10 % en peso, más preferentemente en el intervalo del 0,05 al 5 % en peso, mucho más preferentemente del 0,1 al 3 % en peso. Aunque pueden usarse diversos silanos, el mejor rendimiento de adhesión se consigue cuando se usa aminopropiltrióxosilano (por ejemplo, Dynasylan AMEO de Evonik), aminopropiltrimetoxisilano (por ejemplo, Dynasylan AMMO de Evonik) y feniltrióxosilano (por ejemplo, Dynasylan 9265 de Evonik).

ii) segunda etapa es la incorporación de un aditivo atérmano preferentemente del grupo de negro de carbón, grafito, coque de petróleo, dióxido de titanio, ilmenita, rutilo, mineral de perovskita, sulfato de bario, chamota, sílice pirógena, cenizas volátiles, mineral de hidromagnesita/huntita o la mezcla de todos, o de un mínimo de dos aditivos, al geopolímero fundido en formación. La mezcla continúa y tiene lugar una geopolimerización adicional, y el aditivo atérmano es encapsulado por cadenas de geopolímero.

El aditivo atérmano (preferentemente negro de carbón, grafito, coque de petróleo, dióxido de titanio, ilmenita, rutilo, mineral de perovskita, sulfato de bario, chamota, sílice pirógena, cenizas volátiles, mineral de hidromagnesita/huntita o la mezcla de todos o dos aditivos) se añade preferentemente en una concentración del 0,01 al 80 % en peso, más preferentemente del 0,1 al 50 % en peso, mucho más preferentemente del 0,5 al 45 % en peso dependiendo del tipo de aditivo o mezcla de aditivos, basándose en el peso del material compuesto de geopolímero. Son posibles diferentes mezclas y diferentes relaciones entre los aditivos atérmanos. Después de la adición de aditivo o mezcla de al menos dos aditivos de entre los propuestos anteriormente, la pulpa tixotrópica se mezcla adicionalmente para obtener como resultado una consistencia homogénea. Después puede añadirse agua para regular la viscosidad final. El agua se añade en una relación preferida de 1/10 a 10/10 o dependiendo del tipo de aditivo y su densidad aparente, así como de sus propiedades hidrófilas.

iii) El geopolímero relleno en forma de pulpa tixotrópica se retira del mezclador y se coloca en moldes cerrados, moldes en los que después se cura, para evitar la evaporación de agua. Durante este proceso, la polimerización del geopolímero continúa. Además, el tiempo de polimerización del geopolímero es importante, por lo que el curado continúa preferentemente durante un mínimo de 6 horas y un máximo de 48 horas y mucho más preferentemente es un tiempo de curado de 24 horas. Después de este proceso, los bloques listos de geopolímero relleno contienen del 20 al 50 % en peso o más de agua, dependiendo de cuánta cantidad de agua en exceso se añadió para regular la viscosidad de la pulpa.

iv) Después de la policondensación (geopolimerización), el secado de los bloques listos del geopolímero relleno es necesario para evaporar cualquier exceso de agua. Cuando se realiza el proceso a escala de laboratorio, se usa un secador de cámara convencional. En una escala de producción, los bloques listos se almacenan en estantes en una sala cerrada donde el aire caliente que tiene una temperatura que varía de 40 a 90 °C, mucho más preferentemente de 60 a 80 °C, se bombea desde el suelo hasta la parte superior de la sala y el exceso de agua se retira lentamente durante 24 h. Normalmente, puede retirarse del 15 al 25 % en peso de agua de los bloques de geopolímero rellenos durante las 24 h de secado. El proceso puede prolongarse de acuerdo con las necesidades y el grado de los bloques o el exceso de agua, que debe retirarse antes del proceso de trituración.

v) Después del secado de los bloques, la molienda preliminar de estos bloques puede realizarse opcionalmente para formar un balasto con un tamaño de partícula de 1 mm a 50 mm. Es posible un tamaño más grande si es necesario. Sin este proceso, los bloques pueden triturarse y molerse inmediatamente para obtener un polvo fino antes de la elución de iones y el secado final por pulverización.

vi) El secado del balasto puede realizarse opcionalmente en un secador cilíndrico rotativo a una temperatura más alta, para retirar el exceso de agua restante. Este proceso de secado se realiza preferentemente a una temperatura superior a 100 °C, por lo general en el intervalo de 90 a 200 °C, preferentemente de 100 a 170 °C. En este proceso, puede retirarse adicionalmente del 5 al 20 % en peso de agua del geopolímero relleno de acuerdo con el tipo de material compuesto de geopolímero.

vii) Después del secado de los bloques de geopolímero rellenos o del secado del balasto, se requiere molienda para obtener el tamaño de partículas adecuado. El tamaño de partícula adecuado puede mediante el uso de diversos tipos de molinos, preferentemente molinos de bolas, molinos de impacto fino, molinos de rodillos de mesa o molinos de chorro; es preferible que el molino esté equipado con un clasificador de tamaño de partícula. Un tamaño de partícula preferido es una media (D50) en un intervalo de 1 a 8 µm, D90 en un intervalo de 8 a 15 µm, D99 en un intervalo de 15 a 20 µm, D100 en un intervalo de 20 a 30 µm; o las partículas pueden molerse solo preliminarmente

para obtener tamaños de partículas en un intervalo de 0,01 a 200 µm.

viii) Una etapa adicional (y opcional) es la elución de los cationes de sodio, calcio, magnesio o potasio del geopolímero relleno, preferentemente mediante la adición de ácido clorhídrico (concentrado) en una suspensión acuosa. Pueden usarse otros ácidos, tales como ácido sulfúrico, ácido fosfórico o ácido acético. Como alternativa, por ejemplo, los cationes de magnesio o amonio pueden reemplazar a los cationes de sodio. El polvo de geopolímero relleno (con un tamaño de partícula medio de 0,01 a 200 µm) y el agua de procesamiento (el agua desmineralizada es opcional, pero no necesaria) en una determinada relación se colocan en el recipiente del reactor (equipado con agitador, termopar y medidor de pH). Después, se vierte ácido clorhídrico concentrado en el reactor. El agua utilizada en el proceso de neutralización equivale a un exceso de masa de 1,5 a 5,0, en comparación con el polvo de geopolímero relleno, y el ácido clorhídrico utilizado en el proceso equivale al 10 al 30 % en peso, basado en el geopolímero relleno.

El pH inicial está en el intervalo de 11 a 13 y, después del tratamiento con ácido, el pH disminuye inmediatamente por debajo del pH 5 y después aumenta progresivamente hasta el pH 6,5. La temperatura aumenta después del tratamiento con ácido y después disminuye gradualmente. Después, el geopolímero relleno se separa de la solución acuosa mediante filtración y, preferentemente, se lava nuevamente en el reactor con agua desmineralizada (exceso de masa de 1,5 a 5,0 en comparación con el polvo de material compuesto de geopolímero) y se filtra nuevamente. El pH final del material compuesto y el filtrado de geopolímero está en el intervalo de 7 a 8. Preferentemente, se debe usar una prensa de filtro para la filtración. En una escala más pequeña, el polvo se puede filtrar del agua usando bolsas de filtración.

El proceso de elución de sodio puede realizarse a una temperatura más alta, por ejemplo, 40-90 °C, con el fin de acelerar la difusión de los cationes del material compuesto de geopolímero. El proceso de elución puede realizarse a una temperatura en un intervalo de 5 a 100 °C, preferentemente de 20 a 90 °C, en particular de 30 a 80 °C. Cuando aumenta la temperatura en 20 °C, el proceso de elución puede acortarse en el tiempo en aproximadamente un 50 %, especialmente cuando la temperatura del proceso está en un intervalo de 30 a 80 °C, en particular de 40 a 70 °C.

Se descubrió sorprendentemente que dicho tratamiento de elución del Material Compuesto de Geopolímero 1 (véase la Tabla 1 en la sección experimental) aumenta su estabilidad térmica de acuerdo con la medición por ATG (norma ASTM E1131) y la estabilidad térmica puede mejorarse adicionalmente mediante la elución de la sal formada de las cavidades del material compuesto de geopolímero mediante agua (véase la Fig. 4). La estabilidad, medida mediante la temperatura final de la descomposición, aumentó en 150 °C.

ix) El secado al final de la etapa e) se realiza normalmente en un equipo de secado de polvo o la pulpa puede secarse en un secador de lecho fluido de construcción adecuada. El secado final tiene lugar preferentemente a una temperatura más alta, superior a 100 °C (para proporcionar una evaporación rápida del agua, se prefiere de 100 a 250 °C). El polvo después del secado potencialmente se reaglomera por el aire presurizado y nuevamente se clasifica para que tenga el mismo tamaño de partícula que después de la molienda en la etapa d). Los aglomerados que no pudieron destruirse se devuelven al proceso de molienda. La forma y el tamaño de las partículas también se sometieron a ensayo mediante una medición por MEB (véase la Fig. 1).

El material compuesto de geopolímero comprende geopolímero y aditivo atérmano.

El aditivo atérmano se selecciona preferentemente entre el grupo que consiste en

- a. negro de carbón, coque de petróleo, negro de carbón grafitado, óxidos de grafito, diversos tipos de grafito (especialmente formas pobres y amorfas con un contenido de carbono en un intervalo del 50 al 90 %) y grafeno, y
- b. óxidos de titanio, sulfato de bario, ilmenita, rutilos, chamota, cenizas volátiles, sílice pirógena, mineral de hidromagnesita/huntita y minerales que tienen estructura de perovskita,

preferentemente el aditivo atérmano comprende uno o más aditivos atérmanos a base de carbono seleccionados entre el grupo de los absorbentes térmicos y de los reflectores térmicos,

en particular el componente de aditivo atérmano es negro de carbón, grafito o una mezcla de los mismos.

Preferentemente, el material compuesto de geopolímero puede obtenerse y, en particular, se obtiene de acuerdo con el proceso para la producción de material compuesto de geopolímero de la divulgación, como se ha descrito anteriormente.

El material compuesto de geopolímero se prepara preferentemente a partir de geopolímero y la cantidad de aditivo atérmano es preferentemente del 0,01 al 80 % en peso calculada sobre la masa seca de geopolímero.

Para la síntesis del material compuesto de geopolímero se usan preferentemente los siguientes aditivos atérmanos:

a) sustancias carbonáceas tales como diversos grados de negro de carbón, incluyendo negro de horno, negro de lámpara, negro de canal, negro térmico y negro de acetileno; diversos grados de coque de petróleo - incluyendo coque de aguja, coque normal y de esponja, coque de petróleo calcinado; diversos grados de grafito natural y sintético.

b) sustancias minerales, sintéticas y naturales, tal como dióxido de titanio, rutilo, ilmenita, minerales con estructuras de perovskita, caolín, mica, talco, sulfato de bario, sulfato tricálcico, fosfato tricálcico, sílice y más sustancias posibles de acuerdo con el documento WO 2006/058 733 A1, el documento EP 0 863 175, el documento EP 0 981 574, el documento EP 1 758 951, el documento EP 1 771 502 A2, el documento WO 2004/087798 A1, el documento WO 2008/061678 A2, el documento WO 2006/061571 A1 y los otros ejemplos mencionados en la presente solicitud.

El geopolímero o material compuesto de geopolímero puede modificarse mediante la reacción con agentes de acoplamiento para obtener una mejor adhesión a los polímeros expandibles aromáticos de vinilo. En este caso, pueden usarse diferentes agentes de acoplamiento, dependiendo de dónde tenga lugar la adición durante la preparación del geopolímero o el material compuesto de geopolímero. Sin embargo, esto depende del tipo de geopolímero utilizado y del tipo de aditivo atérmano dentro del material compuesto de geopolímero.

- En primer lugar, la adhesión de geopolímero o material compuesto de geopolímero al polímero puede mejorarse mediante su modificación (reacción) *in situ* con silanos o titanatos organometálicos, circonatos (tales como Ken-React producido por Kenrich Petrochemicals Inc.). El silano o el titanato, etc. pueden añadirse como porcentaje en peso por porcentaje de masa sólida de geopolímero. Puede añadirse en el intervalo del 0,01-10,0 % en peso por el 100 % en peso de masa sólida de geopolímero; en particular, del 0,1-5,0 % en peso, especialmente del 0,5-3,0 % en peso.
- En segundo lugar, la adhesión de geopolímero o material compuesto de geopolímero al polímero aromático de vinilo puede mejorarse adicionalmente mediante modificación de la superficie con silano o vinil silano del geopolímero o material compuesto de geopolímero en forma de polvo preparado. El silano o el vinil silano pueden añadirse como porcentaje en peso por el 100 % en peso de polvo. Puede añadirse en el intervalo del 0,01-10,0 % en peso por el 100 % en peso de masa sólida de geopolímero; en particular, del 0,1-5,0 % en peso, especialmente del 0,5-3,0 % en peso.

La presente divulgación se relaciona con el uso de

- a) un geopolímero,
- b) una combinación de un geopolímero con un aditivo atérmano, o
- c) el material compuesto de geopolímero que comprende aditivo atérmano para disminuir la conductividad térmica (como se mide de acuerdo con la norma ISO 8301) de las espumas hechas de polímeros de vinilo.

El primer aspecto de la presente invención (I) se refiere a la realización c. de la presente divulgación, es decir, al uso de un material compuesto de geopolímero con aditivo atérmano, específicamente en el que el monómero de vinilo es un monómero aromático de vinilo.

El geopolímero y el aditivo atérmano pueden añadirse por separado, para dar como resultado la espuma de polímero aromático de vinilo relleno. Como alternativa, se mezclan en primer lugar los geopolímeros (polvo) y el aditivo atérmano (polvo) y después se añaden como la mezcla de geopolímeros y aditivo atérmano, para dar como resultado la espuma de polímero aromático de vinilo relleno.

El aditivo atérmano puede estar comprendido dentro del geopolímero y en realidad es encapsulado preferentemente encapsulado por el geopolímero.

El segundo aspecto de la presente invención (II) se refiere a un proceso para la producción de polímero aromático de vinilo expandible en forma de granulado de partículas denominadas expandibles (microgránulos o perlas). Existen dos realizaciones de este proceso que implica la adición del material compuesto de geopolímero, en concreto (1) un proceso de extrusión (PEXT) y (2) un proceso de polimerización en suspensión (PES). En ambos tipos de procesos, la incorporación del material compuesto de geopolímero contribuye favorablemente tanto a las condiciones del proceso como a las propiedades del producto.

Un proceso de extrusión para la producción granulado de polímero aromático de vinilo expandible, preferentemente por extrusión de doble tornillo, consiste en una mezcla en dos etapas del aditivo atérmano y el retardante de la llama en dos extrusoras de doble tornillo. La mezcla tiene lugar en una extrusora lateral de doble tornillo a la que el aditivo atérmano (geopolímero, o combinación de geopolímero con aditivo atérmano o mezcla de aditivos atérmanos, o material compuesto de geopolímero) se añade a través de los dos alimentadores laterales, con el fin de desgasificar mejor la masa fundida del exceso de agua y aire. De este modo, se crea una mezcla madre de relleno "*in situ*" y, después, la masa fundida rellena (preferentemente directamente, es decir, como masa fundida) se transfiere a la extrusora de doble tornillo 32D principal.

La extrusora principal se rellena con poliestireno de uso general (el mismo que el que se dosificó en la extrusora lateral de doble tornillo), retardante de la llama bromado polimérico, retardante de la llama sinérgico (un tipo de iniciador o peróxido) y agente de nucleación (un tipo de cera de polietileno, o una con una cristalinidad del 80 % obtenida en un proceso de producción de Fischer-Tropsch). Después, la masa fundida se impregna con agente

espumante (propulsor, normalmente pentanos o una mezcla adecuada). Después, la masa fundida que contiene todos los aditivos se enfría en una extrusora de un solo tornillo. Después, la masa fundida se procesa corriente abajo en un proceso de granulación bajo el agua presurizada, para obtener granulado de polímero aromático de vinilo. El granulado por último se recubre con una mezcla de estearato de cinc (o magnesio), monoestearato de glicerina y triestearato de glicerina.

Se prepara granulado de polímero aromático de vinilo preferentemente en un proceso de extrusión que comprende las siguientes etapas:

i) alimentación de polímero aromático de vinilo o una mezcla de diferentes tipos de polímero aromático de vinilo que tengan diferentes índices de IFMF que varíen en el intervalo de 4 a 20 g/10 min, según se mide de acuerdo con la norma ISO 1133, en la extrusora de tornillo doble co-rotativa principal junto con el agente de nucleación y el sistema retardante de la llama en forma de polvo o granulado, que comprende al menos retardantes de llama y compuestos sinérgicos y, opcionalmente, estabilizadores termo-oxidantes y eliminadores de ácido brómico como estabilizadores térmicos (incluyendo resinas epoxi y resinas epoxi bromadas), así como hidrotalcit y/o minerales similares a hidromagnesita/huntita.

El polímero aromático de vinilo, preferentemente poliestireno de uso general con un peso molecular promedio en número (P_n) de aproximadamente 60 kg/mol y una relación P_m/P_n de aproximadamente 3,4, y una relación P_z/P_m de aproximadamente 2, se añade a la tolva principal de la extrusora co-rotativa lateral de doble tornillo. El polímero aromático de vinilo está en forma de gránulos y se añade preferentemente como una premezcla de polvo o gránulos retardantes de llama, compuesto sinérgicos y, opcionalmente, estabilizadores termo-oxidantes y eliminadores de ácido brómico y/o resinas epoxi bromadas como estabilizadores térmicos para retardantes de la llama; el agente nucleador también está presente preferentemente en la mezcla.

El sistema retardante de la llama típico preferido en la presente divulgación se basa en compuestos que contienen al menos el 50 % en peso de bromo. Pueden usarse diversos tipos de compuestos, por ejemplo, compuestos alifáticos, cicloalifáticos, aromáticos, oligoméricos o poliméricos. Los retardantes de la llama más preferidos son los ciclohidrocarburos bromados (por ejemplo, hexabromociclododecano). Una alternativa polimérica es un caucho de estireno-butadieno bromado. Puede conseguirse una reducción de la cantidad de retardante de la llama bromado añadiendo hidrocarburos bromados (por ejemplo, pentabromomonoclorociclohexano) o clorados (por ejemplo, n-parafinas cloradas con longitudes de cadena de entre 10 y 30 átomos de carbono).

Los compuestos típicos que pueden usarse como compuestos sinérgicos retardantes de la llama son: un diazo compuesto, un peróxido u otro iniciador de radicales (por ejemplo, peróxido de dicumilo, hidróxido de cumeno o 3,4-dimetil-3,4-difenilbutano). Los compuestos sinérgicos comunes son compuestos que crean radicales a temperaturas por encima de la temperatura del proceso, pero por debajo de la temperatura de descomposición del retardante de la llama.

Preferentemente, hay presente un sistema retardante de la llama, que por lo general es una combinación de dos tipos de compuestos, en concreto, x) un compuesto bromado alifático, cicloalifático, aromático o polimérico que contiene al menos el 50 % en peso de bromo y un segundo compuesto (denominado compuesto sinérgico, y) que puede ser bicumilo (es decir, 2,3-dimetil-2,3-difenilbutano) o 2-hidro-peroxi-2-metilpropano o peróxido de dicumilo, hidróxido de cumeno o 3,4-dimetil-3, 4-difenilbutano.

El contenido total de sistema retardante de la llama, es decir, x) más y), está normalmente en un intervalo del 0,1 al 5,0 % en peso con respecto al peso total de polímero aromático de vinilo, preferentemente entre el 0,2 y el 3 % en peso. La relación peso a peso de compuesto de bromo x) a compuesto sinérgico y) está preferentemente en un intervalo de 1:1 a 15:1, generalmente en un intervalo de 3:1 a 10:1, en particular de 2:1 a 7:1.

Los estabilizadores termo-oxidantes son opcionales y se añaden en una concentración que varía del 0,01 al 1,0 % en peso, por peso de polímero. La resina epoxi o la resina epoxi bromada, especialmente el producto F-2200 HM de la empresa ICL con la fórmula $C_{21}H_{20}Br_4O_4$ que contiene el 48 % de bromo, pueden añadirse, en una concentración del 0,01 al 5 % en peso, por peso de polímero, dependiendo del efecto de estabilización térmica necesario.

El agente nucleador se añade en una cantidad que varía del 0,01 al 1,0 % en peso, preferentemente del 0,1 al 0,5 % en peso, por peso de polímero. Como agentes nucleadores, se usan oligómeros de polietileno o sus copolímeros con óxido de propileno (contenido en la cadena del 10-50 %) con una polidispersidad relativamente baja (P_m/P_n) que varía de 1 a 2 y una alta cristalinidad (más del 60 %); más preferentemente pueden usarse oligómeros de polietileno Fischer Tropsch con una cristalinidad de aproximadamente el 80 %.

La configuración de la temperatura de procesamiento para una extrusora de 32D/40 mm es de 100 a 250 °C, preferentemente de 150 a 230 °C, más preferentemente de 170 a 200 °C. Una presión de procesamiento adecuada está en el intervalo de 30 a 100 bar (de 3 a 10 MPa), más preferentemente en el intervalo de 50 a 90 bar (de 5 a 9 MPa).

La dispersión del retardante de la llama puede mejorarse adicionalmente mediante la incorporación de adyuvantes de dispersión, en particular copolímeros de estireno y anhídrido maleico (con un contenido de anhídrido maleico en el copolímero en un intervalo del 5 al 50 %, preferentemente del 10 al 30 %, más preferentemente del 10 al 20 %), o agentes dispersantes BYK (en los mismos intervalos de concentración).

ii) Alimentación de polímero aromático de vinilo en la extrusora de doble tornillo de co-rotativa de brazo lateral junto con la forma de polvo de geopolímero o material compuesto de geopolímero. El polímero puede ser un homopolímero aromático de vinilo o preferentemente copolímero con p-terc butil estireno o alfa-metil estireno, con un índice de fusión de 4 a 30 g/10 min, como se mide de acuerdo con la norma ISO 1133. Puede usarse geopolímero puro, preferentemente como mezcla de polvo con negro de carbón puro. Preferentemente, la concentración de negro de carbón es del 0,01 al 12 % en peso del máximo y la concentración de geopolímero puede variar en el intervalo del 0,01 al 50 % en peso, preferentemente del 0,1 al 30 % en peso y más preferentemente del 0,5 al 25 % en peso, basándose en el peso total del polímero, excluyendo el agente espumante. El material compuesto de geopolímero se basa en uno de entre los aditivos atérmanos propuestos (incluyendo el negro de carbón, el grafito, el sulfato de bario, el coque de petróleo, el dióxido de titanio, la ilmenita, el rutilo, el mineral de perovskita, la chamota, la sílice pirógena, las cenizas volátiles, el mineral de hidromagnesita/huntita u otros mencionados) se añade solo usando uno o dos alimentadores laterales.

El material compuesto de geopolímero se añade normalmente en una concentración que varía del 0,01 al 50 % en peso por peso total de polímero (excluyendo el agente espumante), en particular del 0,1 al 30 % en peso, especialmente del 0,5 al 25 % en peso.

Para la formación de compuestos *in situ* de i) polvo de geopolímero o ii) polvo de geopolímero con adición de aditivo atérmano, o iii) material compuesto de geopolímero (incluyendo uno de los aditivos atérmanos propuestos (por ejemplo, negro de carbón, grafito, coque de petróleo, dióxido de titanio, sulfato de bario, ilmenita, rutilo, mineral de perovskita, chamota, cenizas volátiles o mineral de hidromagnesita/huntita)), se usa normalmente una extrusora de doble tornillo D54/25 mm, con un diseño de tornillo adecuado para proporcionar una alta fuerza de cizalla y una buena humectación de las partículas de aditivo por el polímero. Se prefieren presiones de la masa fundida normalmente de 5 a 80 bar (de 0,5 a 8 MPa), preferentemente de 7 a 50 bar (de 0,7 a 5 MPa) y más preferentemente de 10 a 40 bar (de 1 a 4 MPa), para conseguir una buena dispersión de aditivo en el material final. Para este propósito, es preferible usar un diseño co-rotativo de doble tornillo largo tal como incluso 55D o más largo, para obtener una dispersión más homogénea de relleno en el polímero. Preferentemente, y para mejorar la dispersión, deben usarse 2 y más, preferentemente 4, elementos amasadores, separados por elementos de recuperación de la masa fundida, después de la sección de alimentación para el polvo, para recubrir mejor las partículas de aditivo atérmano con el polímero. La concentración del geopolímero, o su mezcla con aditivo atérmano, o material compuesto de geopolímero, en la masa fundida transportada desde la extrusora de doble tornillo lateral, puede estar en el intervalo del 10 al 55 % en peso calculado por masa del polímero dosificado a la extrusora de doble tornillo lateral.

Después, la masa fundida de mezcla madre se bombea a la extrusora co-rotativa de doble tornillo principal de 32D/40 mm y, finalmente, ambas masas fundidas, de la extrusora lateral y de la extrusora de doble tornillo principal, se mezclan inmediatamente a 3/4 de la longitud de extrusora de la 32D extrusora. Son posibles diferentes longitudes xD dependiendo de la escala, la capacidad de producción y los diferentes diámetros de tornillo.

La configuración de la temperatura de procesamiento en la extrusora de doble tornillo de brazo lateral está preferentemente en un intervalo de 100 a 250 °C, más preferentemente de 150 a 230 °C, mucho más preferentemente de 160 a 210 °C. En el proceso de formación de compuestos, se genera una cantidad de calor por cizalla y puede aumentar la temperatura de la masa fundida en la zona de procesamiento requerida en aproximadamente 10 °C a 70 °C. Las presiones de procesamiento preferidas en la extrusora de doble tornillo de brazo lateral están preferentemente en un intervalo de 1 a 100 bar (0,1 a 10 MPa), más preferentemente de 5 a 70 bar (0,5 a 7 MPa), en particular de 10 a 50 bar (1 a 5 MPa). Para crear fuerzas de cizalla adecuadas, la velocidad de la extrusora de doble tornillo del brazo lateral debe configurarse a un nivel adecuado, preferentemente de 100 a 2000 rpm, más preferentemente de 500 a 1500, en particular de 600 a 1200 rpm.

Con la velocidad más preferida y la misma configuración de elementos amasadores, se genera una velocidad de cizalla adecuada, preferentemente en un intervalo de $1/5 \text{ s}^{-1}$ a $1/100 \text{ s}^{-1}$, más preferentemente de $1/10$ a $1/80 \text{ s}^{-1}$, en particular de $1/20$ a $1/60 \text{ s}^{-1}$.

Se observó que la dispersión del aditivo atérmano en la masa fundida de polímero aromático de vinilo puede mejorarse adicionalmente mediante la adición de silanos específicos, en particular trietoxi-(fenil) silano.

iii) Después se añade el agente espumante (propulsor, normalmente una mezcla de n-pentano e isopentano), inmediatamente después de mezclar ambas masas fundidas en la extrusora co-rotativa de doble tornillo principal de 32D/40 mm. El agente espumante se selecciona preferentemente entre hidrocarburos alifáticos o cíclicos que contienen de 1 a 6 carbonos y derivados de los mismos. El agente espumante se caracteriza por un punto de ebullición inferior a la temperatura del proceso. Normalmente, se usan n-pentano, ciclopentano, i-pentano o sus mezclas.

Además, se usan habitualmente hidrocarburos alifáticos halogenados, preferentemente clorados o alcoholes que contienen de 1 a 3 carbonos. El agente o agentes espumantes también pueden añadirse después del final de la polimerización.

La concentración de agente espumante (propulsor) depende del tipo de polímero y la concentración de aditivos. Los valores típicos son del 2,0 % en peso al 9,0 % en peso, basados en la masa total de la composición (en este caso incluyendo propulsor).

Generalmente, se usa una mezcla de pentano e isopentano, con una relación de peso de 85/15, 80/20, 75/25 o 70/30 %.

Son propulsores alternativos, por ejemplo, n-propano, n-butano, isobutano, neo-pentano, ciclopentano, n-hexano o ciclohexano o un hidrocarburo halogenado tal como diclorodifluorometano o trifluoroclorometano.

iv) La masa fundida se enfría en un proceso de enfriamiento dinámico, de aproximadamente 5 a 30 °C y la masa fundida que contiene todos los aditivos mencionados anteriormente, en particular polímero aromático de vinilo, retardante de la llama, compuesto sinérgico y, opcionalmente, estabilizadores termo-oxidantes, resina epoxi bromada, eliminadores de ácido brómico y a. un geopolímero (solamente) o b. una combinación de geopolímero con aditivo atérmano (adición separada) o una mezcla de geopolímero con un aditivo atérmano o c. un material compuesto de geopolímero a base de geopolímero y aditivo atérmano (normalmente del grupo de negro de carbón, grafito, coque de petróleo, dióxido de titanio, ilmenita, rutilo, sulfato de bario, mineral de perovskita, chamota, sílice pirógena, cenizas volátiles, mineral de hidromagnesita/huntita) después se transporta en una extrusora de enfriamiento de tornillo. Durante esta etapa, la disolución adicional de pentanos continúa mejorando en el mezclador estático conectado después de la extrusora. La configuración del intervalo de temperatura en la extrusora de enfriamiento es preferentemente de 140-190 °C, preferentemente de 160-185 °C, más preferentemente de 165-180 °C. La temperatura en el mezclador estático se mantiene en consecuencia a la temperatura de fusión en la extrusora de enfriamiento.

Después, la bomba rotativa de la masa fundida empuja la composición a través de los tamices con un tamaño típicamente de 315 µm y, después, pasa a través de la válvula de desviación cerrada a la placa de boquillas con agujeros de preferentemente de 0,7 mm de diámetro. Es posible instalar un tamaño más pequeño, tal como de 0,6 mm. La presión preferida en la extrusora de enfriamiento (longitudes 30D) está en el intervalo de 50 a 100 bar (de 5 a 10 MPa), preferentemente de 60 a 90 bar (de 6 a 9 MPa).

v) Adicionalmente, la masa fundida se procesa corriente abajo en un proceso de granulación bajo el agua presurizada, para obtener un granulado redondeado (micropartículas) extruido a través de la placa de boquillas, preferentemente con una distribución de tamaño dentro del intervalo de 0,8 a 1,6 mm. En esta etapa, el polímero relleno se corta con las cuchillas giratorias en la superficie de la placa de boquillas, bajo la presión del agua para enfriar el granulado de polímero rápidamente y evitar la formación de espuma de granulado. También son posibles otros tamaños, tales como de 0,5 a 1,3 o de 0,3 a 0,8 mm. El agua se retira de las partículas en una centrifuga. Las partículas después se pretamizan para evitar cualquier aglomerado en el material final y para garantizar el 100 % de la fracción apropiada (la más preferida es de 0,8-1,6 mm) y el producto se pasa después al proceso de recubrimiento.

La velocidad de las cuchillas giratorias es normalmente de 2000 rpm a 4000 rpm, preferentemente de 2500-3500 rpm, más preferentemente de 2800-3300 rpm.

La presión del agua está preferentemente en un intervalo de 7 a 13 bar (0,7 a 1,3 MPa), preferentemente de 8 a 11 bar (de 0,8 a 1,1 MPa), más preferentemente de 9 a 10 bar (0,9 a 1,0 MPa).

La velocidad de la centrifugadora para obtener como máximo 100 ppm de humedad total de las partículas debe estar en el intervalo de 1500-3000 rpm, preferentemente de 2000-2800 rpm.

La temperatura del agua de procesamiento está en el intervalo de 40-80 °C, preferentemente de 50-70 °C, más preferentemente de 60-70 °C. La temperatura de la placa de boquillas está en el intervalo de 150 a 270 °C, preferentemente de 200-240 °C, más preferentemente de 205-235 °C.

vi) Por último, el material se recubre con una mezcla de estearato de magnesio (o cinc), monoestearato de glicerina y triestearato de glicerina. El polvo fino se dosifica al mezclador de palas mediante el sistema gravimétrico junto con

partículas de polímero aromático de vinilo expandible. Después, las partículas se recubren durante varios minutos y el material se descarga de la mezcladora al octabin, que se llena con una bolsa de barrera de pentano.

5 En general, la cantidad total de recubrimiento puede ser del 0,2 al 0,6 % en peso, preferentemente del 0,3 al 0,5 % en peso, basándose en el peso del granulado de polímero (incluyendo todos los aditivos e incluyendo el propulsor), dependiendo de las partículas en la fracción producida. En general, el 99,9 % es la fracción requerida, por ejemplo, de 0,8 a 1,6 mm.

10 En un proceso alternativo de extrusión de doble tornillo, el aditivo, es decir (i) el geopolímero o (ii) combinación de geopolímero con aditivo atérmano, o (ii) material compuesto de geopolímero, pueden añadirse a la extrusora principal en forma de una mezcla madre concentrada. La mezcla madre se prepara en el mismo lado de la extrusora co-rotativa de doble tornillo con una longitud de 54D pero por separado y, después, se incorpora a la extrusora principal de 32D de longitud junto con un retardante de la llama. En la presente alternativa, el proceso no requiere una extrusora de doble tornillo lateral para preparar la composición *in situ*.

15 El polímero aromático de vinilo expandible prepararse en un proceso de polimerización en suspensión.

20 En la primera etapa de un proceso de suspensión preferido, la copolimerización iniciada de forma radicalaria tiene lugar preferentemente en presencia de polvo de a. geopolímero o b. una combinación de geopolímero con aditivo atérmano o c. material compuesto de geopolímero, cada uno preferentemente hidrofobizado sobre la superficie por los agentes de acoplamiento, en particular, por vinil silanos. En la siguiente etapa, tiene lugar la mezcla del prepolímero como se obtiene en la primera etapa con polímero aromático de vinilo, preferentemente en una extrusora co-rotativa de doble tornillo. La granulación bajo el agua proporciona una mezcla madre en forma de granulado. Después, esta mezcla madre se disuelve preferentemente en estireno, junto con agente retardante de la llama y agente de nucleación. Después se añade agua, seguida de peróxido y tensioactivos. La polimerización continúa a una temperatura en un intervalo de 75 a 130 °C. A continuación, el polímero resultante se centrifuga para retirar el agua de las partículas de polímero (granulado), las partículas se secan y finalmente se recubren con una mezcla de estearato de magnesio (o cinc) y/o mono y/o di y/o triestearato de glicerina.

30 El proceso comprende preferentemente las siguientes etapas, como se describe con más detalle a continuación:

i) En la primera etapa, el a. geopolímero o b. una combinación de geopolímero con aditivo atérmano (preferentemente del grupo de negro de carbón, coque de petróleo, grafito, dióxido de titanio, sulfato de bario, ilmenita, rutilo, mineral de perovskita, chamota, sílice pirógena, cenizas volátiles, mineral de hidromagnesita/huntita) o c. material compuesto de geopolímero, todos preferentemente hidrofobizados sobre la superficie por los agentes de acoplamiento (en particular por vinil silano tal como viniltriethoxisilano o metacriloxipropiltrimetoxisilano) se copolimerizan de forma radicalaria con monómero aromático de vinilo con los siguientes parámetros de copolimerización: parámetro "Q" en un intervalo de 0,01 a 1 y el parámetro "e" en un intervalo de -0,1 a -0,9.

40 El monómero aromático de vinilo es en particular estireno. Los comonómeros adecuados pueden ser derivados de estireno tales como para-metil estireno y sus dímeros, vinil tolueno, butil estireno terciario o divinilbenceno.

45 El proceso se realiza preferentemente en un reactor cerrado a baja presión de nitrógeno en un intervalo de 0,1 a 2 bar (de 0,01 a 0,2 MPa). La polimerización (copolimerización) tiene lugar en estado fundido, a una conversión de monómero de vinilo y/o comonómero del 40 al 90 %, especialmente del 50 al 80 %. La masa fundida se concentra y puede contener del 10 al 50 % en peso de a. geopolímero o b. una combinación de geopolímero con aditivo atérmano (preferentemente negro de carbón) en una relación de 1/99 a 99/1, en particular de 10/90 a 90/10 y especialmente de 20/80 a 80/20 o c. material compuesto de geopolímero.

50 El prepolímero tiene preferentemente un peso molecular promedio en número de 0,50 a 50 kg/mol.

55 La temperatura de proceso está preferentemente en un intervalo de 50 a 130 °C, más preferentemente de 70 a 120 °C, mucho más preferentemente de 80 a 100 °C. La velocidad de mezcla debe ser óptima y el mejor agitador es aquel que pueda manipular líquidos altamente viscosos. La conversión del comonómero se mide con un refractómetro aproximadamente cada 5 o 10 min para ajustar el tiempo adecuado de polimerización de monómeros.

60 La concentración de a. geopolímero o b. una combinación de geopolímero con aditivo atérmano (preferentemente del grupo de negro de carbón, coque de petróleo, grafito, dióxido de titanio, sulfato de bario, ilmenita, rutilo, mineral de perovskita, chamota, sílice pirógena, cenizas volátiles, mineral de hidromagnesita/huntita) o c. material compuesto de geopolímero está preferentemente en un intervalo del 10 al 50 % en peso, más preferentemente en el intervalo del 15 al 40 % en peso, basándose en el peso total de prepolímero.

65 ii) En la siguiente etapa, el prepolímero que contiene aditivo (a, b y/o c) se transfiere a la extrusora en estado fundido, preferentemente en forma de polvo (en primer lugar, se retira del reactor, se enfría, se tritura y se muele). El prepolímero se dosifica a la extrusora y se mezcla con polímero aromático de vinilo, en una extrusora co-rotativa de doble tornillo con una longitud de 54 o 55D.

En este proceso, el polímero aromático de vinilo se alimenta a la extrusora en forma de granulado, pero también puede bombearse en estado fundido desde la planta de polimerización de masa continua. La masa fundida se dosifica después a la primera zona de la extrusora. Los gránulos de polímero aromático de vinilo de alto peso molecular se alimentan a la tolva principal, ubicada antes de la primera zona.

El prepolímero en forma de polvo se alimenta preferentemente mediante el alimentador lateral co-rotativo de doble tornillo a la extrusora unida a la segunda o la tercera zona. El prepolímero en estado fundido se alimenta a la tercera o la cuarta zona. La extrusora co-rotativa de doble tornillo normalmente tiene 12 zonas y una longitud de 54D. La concentración del aditivo aromático añadido al prepolímero se diluye, dependiendo de la cantidad añadida de polímero aromático de vinilo de alto peso molecular. Puede diluirse preferentemente a una concentración que oscila entre el 5 y el 35 % en peso. De acuerdo con la presente divulgación, es posible aumentar la concentración de aditivo atérmano en la masa fundida extruida mediante la incorporación de la porción adecuada del aditivo atérmano necesario en forma de polvo a la extrusora. El polvo puede dosificarse a la tolva principal mediante la mezcla preliminar con gránulos de polímero aromático de vinilo de alto peso molecular. El polvo del aditivo atérmano puede dosificarse mediante alimentadores laterales de doble tornillo. Después, la concentración puede aumentarse al 60 % en peso, preferentemente al 50 % en peso, más preferentemente al 40 % en peso, calculada por masa total de mezcla madre.

En la extrusora, tiene lugar una polimerización adicional, con monómero residual y/o comonómero injertado en los aditivos atérmanos parcialmente copolimerizados. Después, los aditivos atérmanos se humedecen bien mediante las cadenas de polímeros en crecimiento a una temperatura más alta y las fuerzas de cizalla proporcionan una muy buena dispersión de los aditivos atérmanos. Los parámetros iguales o similares a los utilizados en el proceso de extrusión lateral descrito anteriormente pueden usarse para obtener aditivos atérmanos con una buena reacción y dispersión en el polímero aromático de vinilo mediante el proceso de suspensión.

Después, se prepara el granulado mediante granulación bajo el agua a una presión de agua normal y una temperatura del agua de aproximadamente 40 a 7 °C.

iii) La siguiente etapa es, preferentemente, la preparación de la fase orgánica mediante disolución de la mezcla madre preparada, que contiene a. geopolímero o b. una combinación de geopolímero con aditivo atérmano (preferentemente del grupo de negro de carbón, coque de petróleo, grafito, dióxido de titanio, sulfato de bario, ilmenita, rutilo, mineral de perovskita, chamota, sílice pirógena, cenizas volátiles, mineral de hidromagnesita/huntita) o c. material compuesto de geopolímero o una mezcla de cualquiera de a. a c., dispersados, en monómero de estireno y/o sus derivados comonoméricos, junto con el retardante de la llama, el agente de nucleación y uno de los peróxidos, especialmente el peróxido de dicumilo. La disolución tiene lugar durante 10 a 60 min, preferentemente 30 min, a una temperatura que comienza desde 20 °C hasta 70 °C, y después continúa la disolución con el aumento de la temperatura hasta la temperatura de polimerización, que es preferentemente de 78 a 85 °C, especialmente 79 a 83 °C. La etapa normalmente se realiza en un reactor de 20 l con agitador de turbina de 4 palas. Todas las etapas siguientes continuaron en el mismo recipiente del reactor.

iv) La siguiente etapa es la adición de agua desmineralizada, peróxidos y tensioactivos, y la realización de la primera etapa de polimerización a baja temperatura, especialmente de 79 a 83 °C. La relación preferida del agua con respecto a la fase orgánica es 1:1. Los peróxidos son normalmente 2-etilperoxihexanoato de t-butilo (Peroxan PO de Pergan) y t-butilperoxi-(2-etilhexil)-carbonato (TBPEHC de United Initiators). Puede usarse peróxido de benzilo (BPO) en lugar de Peroxan PO. Los peróxidos se añaden inmediatamente después de que termine la dosificación del agua. La polimerización continuó durante 60-180 min, preferentemente 120 min y después la temperatura se aumenta, durante un mínimo de 15 min y un máximo de 60 min, a 88-92 °C, preferentemente a aproximadamente 90 °C. A aproximadamente 90 °C, continúa la polimerización hasta el momento del punto de identidad de partículas de la suspensión, por lo general aproximadamente 120 min, medida a partir de la temperatura de polimerización conseguida.

El siguiente sistema tensioactivo puede usarse para estabilizar la fase orgánica a un perfil de polimerización de baja temperatura de 82-90 °C:

- persulfato de potasio – añadido en el intervalo del 0,00001-1,0 % por peso total de la fase orgánica, preferentemente el 0,00005-0,5 %. Aumenta la estabilidad de la suspensión.

- Poval 205 (alcoholo polivinílico con un 86,5-89 % en moles de grado de hidrólisis y una viscosidad 4,6-5,4 mPa·s) añadido en el intervalo del 0,01 al 1,0 % por peso total de la fase orgánica. Poval 205 contribuye a la forma de las partículas.

- Poval 217 (alcoholo polivinílico con un 87-89 % en moles de grado de hidrólisis y una viscosidad de 20,5-24,5 mPa·s) añadido en una cantidad en el intervalo del 0,01 al 1,0 % por peso total de la fase orgánica.

- Poval 224 (alcoholo polivinílico con un 87-89 % en moles de grado de hidrólisis y una viscosidad 40-48 mPa·s), puede usarse en lugar de Poval 217. Poval 217 y 224 actúan como estabilizadores de la suspensión.

- Arbocel CE 2910 HE 50 LV - hidroxipropil metil celulosa, añadida en una cantidad en el intervalo del 0,01 al 1,0 % por peso total de la fase orgánica. Regula la estabilidad de la suspensión y actúa como coloide protector.

- DCloud 45 (alcoholo polivinílico con un 47,3 % en moles de grado de hidrólisis) añadido en una cantidad en el intervalo del 0,01 al 1,0 % por peso total de la fase orgánica. Regula la forma de las partículas.

Como alternativa, puede usarse el sistema de estabilización de Pickering:

- Fosfato tricálcico - 0,4 %, por ejemplo, por peso total de la fase orgánica (utilizado como agente de suspensión), un intervalo de contenido típico es del 0,01-1,0 %.

- Persulfato de potasio -0,0001 %, por ejemplo, por peso total de la fase orgánica (utilizado como estabilizador de la suspensión), un intervalo de contenido típico es del 0,00001-0,1 %.

Adicionalmente, puede añadirse una sal, tal como acetato de sodio, en una cantidad que varía del 0,01 al 3 % en peso por fase acuosa, preferentemente del 0,05 al 1,5 % en peso, mucho más preferentemente del 0,1 al 1 % en peso, o cloruro de sodio en una cantidad que varía del 0,01 al 3 % en peso por fase acuosa, preferentemente del 0,1 al 2 % en peso, más preferentemente del 0,5 al 1,5 % en peso, para reducir el contenido interno de agua en el polímero. La reducción del agua interna es importante para la formación de la estructura durante el proceso de formación de espuma. Menos agua proporciona la formación de una estructura más uniforme.

v) Adicionalmente, se añade agente espumante durante 30 a 120 min, preferentemente durante aproximadamente 60 min. Se usó una mezcla de isopentano al 20 % y n-pentano al 80 %.

vi) Después, la polimerización continúa a una temperatura alta de 105-130 °C, preferentemente de hasta 125 °C, más preferentemente aproximadamente 120 °C, durante un mínimo de 60 min y un máximo de 240 min, dependiendo de la temperatura del proceso. Antes de comenzar la polimerización, se añade una porción de tensioactivo, preferentemente puede usarse Poval 217 o Poval 224, en una concentración del 0,01 al 0,2 % en peso, preferentemente del 0,5 al 0,1 % en peso. Como alternativa, puede usarse sal de sodio del ácido naftaleno-2-sulfónico (Spolostan 4P) en una concentración del 0,01 al 0,1 % en peso con fosfato tricálcico. Opcionalmente, en lugar de persulfato de potasio, la sal de sodio del ácido p-estireno sulfónico puede usarse en una concentración similar. Pueden añadirse como alternativa otras sales de sodio inorgánicas utilizadas como agentes tensioactivos aniónicos (conocidas como emulsionantes de Pickering) como se describe en el documento WO 2008/061678.

viii) Después de la finalización de la polimerización, la suspensión se enfría a 35 °C y las partículas de vinilo aromático expandible redondeado que contienen el aditivo, en particular a. geopolímero o b. una combinación de geopolímero con aditivo atérmano (preferentemente del grupo de negro de carbón, coque de petróleo, grafito, dióxido de titanio, ilmenita, sulfato de bario, rutilo, mineral de perovskita, chamota, sílice pirógena, cenizas volátiles, mineral de hidromagnesita/huntita) o c. material compuesto de geopolímero, o la mezcla de todos, se centrifuga de la suspensión y se retira el agua. Las partículas de polímero pueden lavarse durante el proceso de centrifugación usando agentes de superficie no iónicos para evitar cualquier carga electrostática durante el secado y el transporte del granulado.

ix) Después del proceso de centrifugación, el granulado se seca con aire caliente (temperatura de 35-50 °C) en un lecho fluido en movimiento. Puede usarse un secador de lecho fluido convencional. El contenido final de humedad es preferentemente del 0,1 al 1 %, más preferentemente del 0,2 al 0,5 %, mucho más preferentemente de aproximadamente el 0,3 %, basado en el peso del polímero que incluyendo los aditivos sólidos y, en su caso, los líquidos, pero excluyendo el propulsor.

x) Por último, el material se recubre con una mezcla de estearato de magnesio (o cinc), monoestearato de glicerina y triestearato de glicerina. El polvo fino se dosifica al mezclador de palas mediante el sistema gravimétrico junto con partículas de polímero aromático de vinilo expandible. Después, las partículas se recubren durante varios minutos y el material se descarga del mezclador al octabin que se llena con una bolsa de barrera de pentano. La cantidad total de recubrimiento puede ser del 0,2 al 0,6 % en peso, preferentemente del 0,3 al 0,5 % en peso, basada en el peso del polímero dependiendo de la fracción de tamaño de partícula.

La presente divulgación se refiere además un a granulado de polímero aromático de vinilo expandible que comprende polímero aromático de vinilo, uno o más propulsores, y

- a. un geopolímero;
- b. una combinación de un geopolímero con un aditivo atérmano; o
- c. el material compuesto de geopolímero que contiene aditivo atérmano.

Preferentemente, el granulado puede obtenerse de acuerdo con el proceso de la divulgación. El tercer aspecto de la invención (III) se refiere a la realización c. de la presente divulgación, es decir, el uso de material compuesto de geopolímero con aditivo atérmano, específicamente en el que el monómero de vinilo es monómero aromático de

vinilo.

Se prefiere adicionalmente el granulado de polímero aromático de vinilo expandible y un producto de espuma expandida hecho del mismo, que comprenden un polímero aromático de vinilo preparado a partir de monómero de estireno con la incorporación opcional de uno o más comonómeros de vinilo, y

a) el 0,01-50 % en peso (en peso de polímero, incluyendo los aditivos sólidos y, en su caso, líquidos, pero excluyendo el propulsor) de geopolímero en forma de polvo, con un tamaño de partícula medio de 0,01 μm a 200 μm , medido con un aparato Malvern Mastersizer de acuerdo con la norma ISO 13320-1 y una superficie BET en el intervalo de 0,01 a 10000 m^2/g , medida con un analizador de área de superficie Gemini 2360 de Micromeritics de acuerdo con la norma ISO 9277: 2010,

b) el 0,01-50 % en peso (en peso de polímero, incluyendo los aditivos sólidos y, en su caso, líquidos, pero excluyendo el propulsor) de una combinación de geopolímero con negros de carbón o mezcla de al menos dos tipos de negros de carbón. La relación de geopolímero con respecto al negro de carbón o las mezclas de al menos dos negros de carbón está normalmente en un intervalo de 1/100 a 100/1. La relación de peso del primer negro de carbón con respecto al segundo, tercero o cuarto negro de carbón está normalmente en el intervalo de 1/100 a 100/1; con la misma relación es posible una mezcla de segundo a tercero o de tercero a cuarto negro de carbón. Se podría usar un máximo de 10 negros de carbón diferentes, en una relación respectiva en el intervalo de 1/100 a 100/1,

y/o

c) el 0,01-50 % en peso (en peso de polímero, pero excluyendo el propulsor) de material compuesto de geopolímero en forma de polvo, con un tamaño de partícula medio en el intervalo de 0,01 μm a 200 μm , medido usando un aparato Malvern Mastersizer de acuerdo con la norma ISO 13320-1 y una superficie BET en a. intervalo de 0,01 a 10 000 m^2/g , medida con un analizador de área de superficie Gemini 2360 de Micromeritics de acuerdo con la norma ISO 9277: 2010.

El granulado de polímero aromático de vinilo expandible puede expandirse para formar una espuma con una estructura uniforme independientemente de la concentración de geopolímero o material compuesto de geopolímero en la espuma. Una estructura uniforme se caracteriza por la distribución del tamaño de la celda, medida mediante un análisis estadístico de la imagen preparada mediante una medición de microscopía óptica. A partir de la sección transversal de la perla espumada, se determina la distribución del tamaño de celda. La estructura específica se crea mediante la adición de geopolímero o material compuesto de geopolímero y produce un tamaño de celda de espuma en un intervalo de 10 a 100 μm , y el contenido de celdas con un tamaño de 50 μm es superior al 30 %, de 60 μm superior al 25 %; preferentemente tienen un tamaño de celda en el intervalo de 30 a 80 μm y un contenido de celdas con un tamaño de 50 μm superior al 35 %, de 60 μm superior al 30 %; más preferentemente con un tamaño de celda en el intervalo de 40 a 70 μm y un contenido de celdas con un tamaño de 50 μm superior al 45 %, de 60 μm superior al 40 %. En todos los casos, el contenido de celdas con un tamaño de 40 μm está aproximadamente entre el 10 y el 20 % y con un tamaño de 70 μm está aproximadamente entre el 5 y el 20 %. Las estructuras típicas (con histogramas hechos para el polímero aromático de vinilo expandido) obtenidas con la adición de geopolímero puro y un material compuesto de geopolímero se presentan en la Fig. 2.

Preferentemente y de acuerdo con el tercer aspecto, la invención se refiere al granulado de polímero aromático de vinilo expandible (partículas) como obtenible de acuerdo con el segundo aspecto, en un proceso de extrusión o de suspensión.

El granulado de polímero aromático de vinilo expandible comprende polímero, uno o más propulsores y un aditivo que es el material compuesto de geopolímero preparado a partir de geopolímero y aditivo atérmano adecuado, tal como los del grupo de aditivos atérmanos a base de carbono (por ejemplo, negro de carbón o coque de petróleo), con la adición opcional de aglutinantes y minerales geopoliméricos (por ejemplo, arcillas de fuego tales como chamota, caolinita y, como minerales, los minerales de titanio, incluyendo ilmenita, rutilo y asimismo dióxido de titanio y rutilo sintético y, opcionalmente, sulfato de bario). Los aglutinantes y/o minerales y/o aditivos a base de carbono pueden usarse solos en la b. combinación de geopolímero pueden usarse por separado de acuerdo con las propiedades deseadas del material compuesto de geopolímero y el producto final (espumado).

Adicionalmente, el granulado o la espuma pueden contener: retardante de la llama bromado, preferentemente un retardante de la llama bromado polimérico respetuoso con el medio ambiente (Emerald 3000 de Chemtura, FR-122P de ICL o GREENCREST de Albemarle); un compuesto sinérgico del grupo de iniciadores o peróxidos con una temperatura de descomposición relativamente alta; un agente nucleador con alto grado de cristalinidad, preferentemente oligómeros de polietileno del grupo de ceras Polywax (Baker Hughes) o Fischer Tropsch de Evonik, por ejemplo; un agente espumante del grupo de hidrocarburos de con bajo punto de ebullición, tal como el pentano o sus mezclas adecuadas con isopentano.

El polímero aromático de vinilo utilizado en todos los aspectos de la divulgación es en particular poliestireno o un copolímero de estireno aromático de vinilo. En el copolímero, una parte del monómero de estireno está sustituida con comonómero insaturado, cuya reactividad es cercana a la reactividad del monómero de estireno, tal como el p-metil estireno y sus dímeros, vinil tolueno, t-butil estireno o divinilbenceno. Para el proceso de extrusión y el proceso de suspensión, los polímeros aromáticos de vinilo utilizados normalmente tienen un peso molecular promedio en número diferente.

En el proceso de extrusión, se prefiere usar un tipo de poliestireno de uso general (o un copolímero con un derivado de estireno insaturado) con un peso molecular promedio en número (Pn) de 40 a 100 kg/mol, preferentemente de 50 a 80 kg/mol, más preferentemente de 55 a 70 kg/mol y una polidispersidad adecuada de Pm/Pn en un intervalo de 2,0 a 5,0, preferentemente de 2,5 a 4,0, más preferentemente de 3,0 a 3,5 y Pz/Pm en el intervalo de 1,5 a 2,5.

El polímero aromático de vinilo producido en el proceso de suspensión tiene preferentemente un peso molecular promedio en número (Pn) de 50 a 120 kg/mol, preferentemente de 60 a 100 kg/mol, más preferentemente de 70 a 90 kg/mol y una polidispersidad adecuada Pm/Pz en un intervalo de 2,0 a 4,5, preferentemente de 2,5 a 4,0, más preferentemente de 3,0 a 4,0 y Pz/Pm en el intervalo de 1,5 a 2,5.

Retardante de la llama y sistema retardante de la llama

Normalmente, un retardante de la llama se usa de acuerdo con todos los aspectos de la divulgación, para preparar polímeros aromáticos de vinilo expandidos que son autoextinguibles. El retardante de la llama es generalmente una combinación de dos tipos de compuestos, en concreto, un compuesto bromado alifático, cicloalifático, aromático o polimérico que contiene al menos el 50 % en peso de bromo y un segundo compuesto (denominado compuesto sinérgico) que puede ser bicumilo (es decir, 2,3-dimetil-2,3-difenilbutano) y/o su forma polimérica, o 2-hidroperoxi-2-metilpropano.

Opcionalmente, el retardante de la llama puede estabilizarse mediante la adición de estabilizadores termo-oxidantes, especialmente componentes convencionales (por ejemplo, Irganox 1010 en mezcla sinérgica con Irgafos 126), en el que los componentes se usan en una relación 1/2, preferentemente 1/1. El eliminador de ácido brómico utilizado puede ser una resina epoxi, por ejemplo, una resina epoxi de novolaca de epíclorhidrina/cresol multifuncional sólida, por ejemplo, Epon 164 con un peso equivalente de epoxi de 200 a 240 g/eq. La resina se usa normalmente en una proporción de 2/1 con Irganox 1010 e Irgafos 126.

Otros eliminadores de ácido que pueden usarse son grados especiales de hidrotalcita tales como DHT-4A de Kisuma Chemicals y mineral de hidromagnesita/huntita, un carbonato de magnesio hidratado mezclado con carbonato de calcio y magnesio de estructura laminar (tal como UltraCarb 1250 de Minelco). Adicionalmente, la hidromagnesita/huntita puede actuar como retardante de la llama y supresor de humo sin halógenos y, por tanto, en combinación con el retardante de la llama bromado refuerza el efecto autoextinguible. También se notó una influencia beneficiosa de este mineral en la reducción de la conductividad térmica.

Material compuesto de geopolímero

El material compuesto de geopolímero utilizado de acuerdo con la divulgación se sintetiza preferentemente a partir de metacaolín (aglomerante geopolimérico a base de arcillas de fuego – meta-arcilla) y solución de polisilicato de sodio o potasio, preferentemente puede usarse una solución de sodio, y/o asimismo pueden usarse negros de carbón y/o coques de petróleo y/o grafito y/o chamota y otras arcillas de fuego cristalinas como precursores de reticulación y/o dióxido de titanio, y/o sulfato de bario y/o rutilo sintético y/o ilmenita y/o perovskita y/o sílice pirógena y/o cenizas volátiles y/o mineral de hidromagnesita/huntita.

El material compuesto de geopolímero puede, por ejemplo, contener hasta un 70 % de aditivo atérmano del grupo de aditivos a base de carbono, tales como los negros de carbón y/o coques de petróleo y/o grafito. Pueden añadirse diversos tipos de negro de carbón y coque de petróleo y grafito. Además, es posible incorporar negro de carbón grafitado junto con grafito sintético o natural, o solo. La concentración de aditivos atérmanos en el material compuesto de geopolímero depende de la viscosidad del material compuesto de geopolímero y esto se relaciona con el tamaño de partícula del aditivo atérmano y el área de superficie BET del aditivo particular.

El polvo de material compuesto de geopolímero se caracteriza preferentemente por los siguientes parámetros:

- un tamaño de partícula medio, medido mediante difracción láser, específicamente usando un aparato Malvern Mastersizer de acuerdo con la norma ISO 13320-1. El tamaño de partícula medio debe estar en el intervalo de 0,01 a 200 μm , preferentemente de 0,1 a 50 μm , más preferentemente de 0,5 a 30 μm y especialmente de 1 a 25 μm .

- una superficie BET en el intervalo de 0,01 a 10.000 m^2/g , medida mediante un analizador de área de superficie Gemini 2360 de Micromeritics, de acuerdo con la norma ISO 9277: 2010.

- un contenido de humedad en el intervalo del 0,1 al 10 % por masa total de material compuesto de geopolímero.

Caolinita y metacaolín

La caolinita utilizada de acuerdo con la presente divulgación es un mineral arcilloso compuesto de óxidos de aluminosilicato con la fórmula $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Es un mineral de silicato estratificado, con una lámina tetraédrica unida a través de átomos de oxígeno a una lámina octaédrica de octaedros de alúmina.

La deshidratación endotérmica de la caolinita comienza a los 550-600 °C, produciendo metacaolín desordenado, pero se observa una pérdida continua de hidroxilo hasta los 900 °C.

La calcinación de la arcilla de caolín a 550-900 °C, preferentemente 600-800 °C y más, más preferentemente 600-700 °C, da como resultado el metacaolín que se usa preferentemente de acuerdo con la divulgación.

El metacaolín utilizado de acuerdo con la divulgación está compuesto preferentemente por:

- óxido de aluminio en una cantidad en el intervalo del 25-50 % en peso, preferentemente el 30-45 % en peso y más preferentemente el 33-43 % en peso.

- dióxido de silicio en una cantidad en el intervalo del 35-70 % en peso, preferentemente el 50-65 % en peso y más preferentemente el 55-60 % en peso.

Dióxido de titanio

El dióxido de titanio se presenta en forma de tres fases cristalinas comunes, en concreto, rutilo, anatasa y brookita. El rutilo es la forma más estable, mientras que la anatasa y la brookita se convierten lentamente en rutilo al calentarse por encima de los 550 °C y los 570 °C. Las tres formas de dióxido de titanio tienen seis átomos de titanio coordinados en sus celdas unitarias. Las estructuras del rutilo y de la anatasa son tetragonales. El dióxido de titanio se caracteriza por sus excelentes propiedades de procesamiento, facilidad de humectación y dispersión. Además, es capaz de absorber la radiación infrarroja, por lo que se usó de esta manera en la síntesis del material compuesto de geopolímero de la divulgación, para disminuir la conductividad térmica del polímero aromático de vinilo expandido (medido de acuerdo con la norma ISO 8301).

El dióxido de titanio utilizado preferentemente en la presente divulgación tiene un contenido de TiO_2 en el intervalo del 70,0 al 99,9 % en peso, medido de acuerdo con la norma PT-5006, preferentemente del 85,0 al 99,0 % en peso, más preferentemente del 90-98 % en peso. El contenido total de Al_2O_3 y SiO_2 está en el intervalo del 0,1 al 30 % en peso, preferentemente en el intervalo del 1 al 10 % en peso, más preferentemente del 3-5 % en peso, medido de acuerdo con las normas PT-5003 y PT-5002. La densidad es preferentemente de 1 a 7 kg/dm^3 , medida de acuerdo con la norma DIN ISO 787, preferentemente de 2 a 6 kg/dm^3 , más preferentemente de 3 a 5 kg/dm^3 . El tamaño de partícula medio está en el intervalo de 0,01 a 100 μm , preferentemente en el intervalo de 0,1 a 30 μm , más preferentemente de 0,5 a 25 μm , medido mediante un aparato Malvern Mastersizer de acuerdo con la norma ISO 13320-1.

Ilmenita

La ilmenita es un mineral de óxido de titanio y hierro (FeTiO_3), débilmente magnético, considerado como el mineral más importante de titanio. La ilmenita con frecuencia contiene cantidades apreciables de magnesio y manganeso y la fórmula química completa puede expresarse como $(\text{Fe}, \text{Mg}, \text{Mn}, \text{Ti})\text{O}_3$. La ilmenita se cristaliza en el sistema trigonal. La estructura cristalina consiste en un derivado ordenado de la estructura de corindón.

La ilmenita utilizada de acuerdo con la invención tiene preferentemente un contenido de TiO_2 en el intervalo del 10 al 70 % en peso, preferentemente del 30 al 50 % en peso, más preferentemente del 40 al 45 % en peso. Se prefiere que el contenido total de Fe sea del 5 al 50 % en peso, preferentemente del 20 al 40 % en peso, más preferentemente del 33 al 38 % en peso. El contenido de SiO_2 , MnO , MgO , CaO , Al_2O_3 y V_2O_5 está en el intervalo del 0,1 al 20 % en peso, preferentemente en el intervalo del 1 al 15 % en peso, más preferentemente en el intervalo del 5 al 10 % en peso. La densidad es preferentemente de 2 a 6 kg/dm^3 , medida de acuerdo con la norma DIN ISO 787, preferentemente de 3 a 5 kg/dm^3 . El tamaño de partícula medio está en el intervalo de 0,01 a 100 μm , preferentemente en el intervalo de 0,5 a 30 μm , medido por difracción láser, usando un aparato Malvern Mastersizer de acuerdo con la norma ISO 13320-1.

Rutilo

El rutilo es un mineral compuesto principalmente por dióxido de titanio (TiO_2). El rutilo natural puede contener hasta un 10 % de hierro y cantidades significativas de niobio y tantalio. El rutilo se cristaliza en el sistema tetragonal.

El dióxido de titanio utilizado en la presente divulgación tiene preferentemente un contenido de TiO_2 en el intervalo del 70,0 al 99,9 % en peso, preferentemente del 85,0 al 99,0 % en peso, más preferentemente del 90 al 93 % en peso. El contenido de SiO_2 está en el intervalo del 0,1 al 10 % en peso, preferentemente en el intervalo del 1 al 5 %

en peso, más preferentemente del 2 al 4 % en peso. La densidad es de 1 a 7 kg/dm³, medida de acuerdo con la norma DIN ISO 787, preferentemente de 2 a 6 kg/dm³, más preferentemente de 3 a 5 kg/dm³. El tamaño de partícula medio está en el intervalo de 0,01 a 100 µm, preferentemente en el intervalo de 0,1 a 30 µm, más preferible es el intervalo de 0,5 a 25 µm, medido por difracción láser, usando un aparato Malvern Mastersizer de acuerdo con la norma ISO 13320 1.

Perovskita

Se incluye preferentemente un mineral de fórmula general ABX₃, siendo A y B cationes y siendo X aniones, en el que el mineral tiene estructura cristalina de perovskita (a continuación "*mineral que tiene estructura perovskita*" o "*perovskita*"). Este tipo de aditivo reduce el desarrollo de la llama al crear carbón con una mayor viscosidad y, por tanto, reduce el goteo y las llamas.

La perovskita utilizada preferentemente de acuerdo con la divulgación tiene las siguientes propiedades específicas:

- una estructura cristalina con la fórmula general ABX₃ donde A y B son dos cationes de diferentes tamaños y X es un anión que se une a ambos, los átomos A son más grandes que los átomos B y sus radios iónicos cercanos a los del anión X pueden formar juntos un empaquetamiento cerrado cúbico (ortorrómbico) con el grupo espacial Pm3m. En la estructura, el catión B está coordinado 6 veces y el catión A está coordinado 12 veces con los aniones de oxígeno.

La estructura de una perovskita cúbica ideal se muestra en la Fig. 3, donde se muestran los cationes A en las esquinas del cubo y el catión B en el centro con iones de oxígeno en las posiciones orientadas hacia el centro.

Para la perovskita de óxido estequiométrico, la suma de los estados de oxidación de los cationes A y B debe ser iguales a seis.

Preferentemente, A se selecciona entre el grupo que consiste en Ca, Sr, Ba, Bi, Ce, Fe y mezclas de los mismos. Además, el átomo de A puede estar representado también por grupos orgánicos-inorgánicos híbridos, por ejemplo, (CH₃NH₃)⁺.

El átomo B está representado preferentemente por Ti, Zr, Ni, Al, Ga, In, Bi, Sc, Cr, Pb, así como por grupos amonio. El átomo X está representado preferentemente por un ión de oxígeno o haluro o mezclas de los mismos.

Entre los representantes más importantes de los minerales que tienen estructura de perovskita se encuentran el BaTiO₃ dieléctrico, el semiconductor de alta temperatura YBa₂Cu₃O_{7-x}, los materiales que presentan magnetorresistencia R_{1-x}A_xMnO₃, donde R = La³⁺, Pr³⁺ u otro ion térreo, A = Ca²⁺, Sr²⁺, Ba²⁺, Bi²⁺, Ce²⁺ y materiales multiferroicos.

Las perovskitas tienen grandes propiedades de reflectancia en la longitud de onda ancha y una constante óptica alta, incluso en la región del infrarrojo lejano. Por tanto, las perovskitas son materiales reflectantes de infrarrojos que reflejan los rayos infrarrojos incluidos en la luz solar o similares y reducen el nivel de rayos infrarrojos absorbidos.

Las perovskitas de acuerdo con la divulgación se caracterizan preferentemente por:

- un tamaño de superficie BET en el intervalo de 0,01 a 100 m²/g medida de acuerdo con las normas ASTM C1069 e ISO 9277 como se ha explicado anteriormente. El área de superficie activa BET está preferentemente en el intervalo de 0,05 a 50 m²/g y es más preferible en el intervalo de 0,1 a 15 m²/g.

- un tamaño de partícula en el intervalo de 0,01 a 100 µm medido de acuerdo con el procedimiento de referencia utilizando un aparato Malvern Mastersizer 2000. El tamaño de partícula está preferentemente en un intervalo de 0,1 a 30 µm, más preferentemente en el intervalo de 0,5 a 25 µm.

Activador de sodio (agua de vidrio) como silicato alcalino preferido

El agua de vidrio es un silicato de metal alcalino hidrosoluble con una determinada relación molar de M₂O:SiO₂ (M representa Na o K o una mezcla de Na y K), correspondiente a la fórmula química M₂O:2SiO₂*nH₂O, estando n comprendido entre 2 y 6. En la presente divulgación, M es, en una realización, preferentemente Na.

Como alternativa, M es K. Aunque el silicato de potasio es más caro que el silicato de sodio, las propiedades de los geopolímeros preparados con silicato de potasio son mucho mejores que las de los obtenidos con silicato de sodio.

En la presente divulgación, la relación molar de M₂O:SiO₂ está comprendida preferentemente entre 0,2 y 0,8. En los siguientes ejemplos, la solución de silicato de metal alcalino contiene del 20 al 30 % en peso de SiO₂, del 15 al 26 % en peso de K₂O o Na₂O y del 45 al 65 % en peso de agua. La solución puede prepararse por adelantado o puede ser resultado de la disolución de silicato alcalino sólido (en polvo) presente en la mezcla, con agua añadida.

Silicato de calcio como el componente de aluminosilicato o como parte del mismo

Se prefieren silicatos de calcio con una relación atómica de Ca/Si igual o superior a 1, tales como wollastonita $\text{Ca}(\text{SiO}_3)$, gehlenita $(2\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2)$, akermanita $(2\text{CaO} \cdot \text{MgO} \cdot 2\text{SiO}_2)$. Cuando las partículas de estas sustancias se exponen a una solución alcalina (NaOH o KOH), se produce una desorción muy rápida de CaO, de manera que la relación atómica de Ca/Si es inferior a 1 y está más cerca de 0,5. Existe una producción *in situ* de disilicato de calcio soluble $\text{Ca}(\text{H}_3\text{SiO}_4)_2$ que contribuye a la reacción geopolimérica. Los subproductos industriales y los restos de alta temperatura contienen esencialmente los silicatos básicos gehlenita, akermanita y wollastonita y, por tanto, son muy adecuados. Se encuentran en escoria de alto horno.

Con el microscopio, los ejemplos de geopolímero endurecido de cemento muestran que los granos de escoria más finos han desaparecido. Solo se ve una huella de su forma inicial, en forma de una piel probablemente compuesta de akermanita, que no reaccionó.

Este proceso es muy habitual y puede completarse en 30 minutos. Sin embargo, cuando la escoria tiene un tamaño de grano muy fino, tal como de $400 \text{ m}^2/\text{kg}$ o más (esto corresponde a un tamaño de grano medio d50 de $10 \mu\text{m}$), el endurecimiento del material compuesto de geopolímero es demasiado rápido. Ahora, en la técnica anterior, la escoria de alto horno utilizada tiene un área de superficie específica en el intervalo de 400 a $600 \text{ m}^2/\text{kg}$, es decir, una d50 inferior a $10 \mu\text{m}$, tal como en el documento WO 98/31644.

En las Patentes de Forss, el área de superficie específica de la escoria es superior a $400 \text{ m}^2/\text{kg}$, preferentemente está comprendida entre 500 y $800 \text{ m}^2/\text{kg}$. Este no es el caso en la presente divulgación donde se usan, preferentemente, de 5 a 15 partes en peso de escoria de alto horno con un área de superficie específica inferior a $380 \text{ m}^2/\text{kg}$ o una d50 entre 15 y $25 \mu\text{m}$. Esto da como resultado mezclas con una vida útil de entre 1 y 4 horas.

En general, el uso de silicato de calcio mejora las propiedades del geopolímero al disolver mejor la metacaolinita en el activador de sodio.

El negro de carbón como el aditivo o componente atérmano más preferido.

El negro de carbón como componente más preferentemente utilizado en la preparación de material compuesto de geopolímero de acuerdo con la divulgación tiene una superficie BET, medida de acuerdo con la norma ASTM 6556, en el intervalo de 5 a $1000 \text{ m}^2/\text{g}$. Se pueden caracterizar los siguientes negros de carbón dentro de este intervalo de área de superficie BET:

- Negro de horno, este es el negro de carbón más importante, en el que los hidrocarburos se queman parcialmente y se apagan inmediatamente con agua. La partícula primaria consiste en varias capas similares al grafeno, que se combinan para formar partículas ovales o esféricas. Las condiciones de procesamiento influyen en el diámetro de la partícula. Las partículas primarias se combinan para formar agregados de diferente tamaño y estructura.

- El negro de acetileno tiene una importancia especial en las aplicaciones electroquímicas y se produce por oxidación parcial de gas acetileno a alta temperatura. El negro de acetileno muestra una estructura de alta agregación y una orientación cristalina.

- Negro puro, que es negro de horno, grafitado en una segunda etapa mediante un proceso de grafitización continua en un lecho fluido. La grafitización reorganiza las capas de grafeno en una estructura grafitica y las hace altamente conductivas. La captación de humedad es muy limitada y la absorción de disolvente es pequeña.

- El negro de lámpara es un tipo de negro de carbón que se obtiene del hollín de grasa, aceite, alquitrán o resina quemados. El negro de lámpara es un pigmento suave de color marrón azulado o negro azulado que es muy estable y no se ve afectado por la luz, los ácidos y los álcalis. Este pigmento de carbono negro y amorfo se produce por la descomposición térmica de hidrocarburos 100 % naturales. Los tipos tradicionales de negro de lámpara son los más diversos, porque el negro de lámpara se produjo recogiendo hollín de lámparas de aceite. El material tiene agujas, cristales, polvo granular y escamas irregulares de 15 a 95 nm .

Se prefiere en todos los aspectos de la divulgación que:

- la superficie BET del negro de carbón sea de 5 a $200 \text{ m}^2/\text{g}$, preferentemente de 10 a $150 \text{ m}^2/\text{g}$, en particular de 15 a $100 \text{ m}^2/\text{g}$, mediada de acuerdo con la norma ISO 9477.

- el contenido de azufre del negro de carbón esté en el intervalo de 50 a 20.000 ppm, medido de acuerdo con la norma ASTM D1619, preferentemente de 3.000 a 10.000 ppm.

- el índice de yodo del negro de carbón sea de 10 a 100 mg/g , en particular de 20 a 80 mg/g , especialmente de 25 a 50 mg/g , medido de acuerdo con la norma ISO 1304.

- el número de aceite (OAN) del negro de carbón sea de 50 a 150 cc/100 g, especialmente de 60 a 110 cc/100 g, medido de acuerdo con la norma ISO 4656.

- el contenido de humedad del negro de carbón sea del 0,2 al 1,5 %.

5 - la fuerza de tinción del negro de carbón sea del 5 al 100 %, preferentemente del 10 al 50 % como máximo, medida de acuerdo con la norma ISO 5435.

Coques de petróleo

10 Dependiendo de la pureza, las condiciones del coquizador y las calcinaciones posteriores, puede producirse una diversidad diferentes tipos de coque. Los productos de coque típicos son el coque de aguja, el coque normal y el coque de esponja. El coque de aguja consiste en capas de grafeno altamente estructuradas. El coque normal consiste en capas de grafeno orientadas irregularmente. El coque de esponja es un coque con estructura altamente porosa. De acuerdo con la presente divulgación, para la preparación de un material compuesto de geopolímero se prefiere usar un coque con un contenido de azufre en el intervalo de 1 a 100.000 ppm, preferentemente de 50 a 20.000 ppm, medido de acuerdo con la norma ASTM D1619, y un contenido de ceniza del 0,1 al 1 %. Además, preferentemente, el diámetro medio del tamaño de las partículas de coque debe estar en el intervalo de 0,01 a 100 µm, más preferentemente en el intervalo de 0,1 a 30 µm, adecuadamente de 0,5 a 25 µm.

20 Para obtener propiedades favorables del material compuesto de geopolímero y el compuesto de espuma expandida, las propiedades adicionales del coque son preferentemente:

25 - un índice de yodo de 10 a 60 mg/g, en particular de 20 a 50 mg/g, especialmente de 25 a 40 mg/g, medido de acuerdo con la norma ISO 1304.

- un número de aceite (OAN) de 10 a 150 cc/100 g, especialmente de 20 a 100 cc/100 g, más preferentemente de 25 a 50 cc/100 g, de acuerdo con la norma ISO 4656.

30 - un contenido de humedad del 0,2 al 1,5 %.

- una fuerza de tinción del 1 al 100 %, preferentemente del 5 al 50 % como máximo, medida de acuerdo con la norma ISO 5435.

Chamota

La chamota utilizada preferentemente de acuerdo con la invención se compone preferentemente de:

40 - óxido de aluminio en una cantidad en el intervalo del 25 al 50 % en peso, preferentemente del 30 al 45 % en peso y más preferentemente del 33 al 43 % en peso.

- dióxido de silicio en una cantidad en el intervalo del 30 al 65 % en peso, preferentemente del 40 al 60 % en peso y más preferentemente del 50 al 55 % en peso.

45 - óxido de hierro (III) en una cantidad en el intervalo del 0,1 al 4,5 % en peso, preferentemente del 0,5 al 4,0 % en peso y más preferentemente del 1 al 3 % en peso.

- óxido de calcio y óxido de magnesio en una cantidad total en el intervalo del 0,1 al 3 % en peso.

50 Se prefiere que la absorción de agua de la chamota utilizada de acuerdo con la divulgación sea del 10 % en peso máximo, preferentemente inferior al 7 % en peso y más preferentemente inferior al 5 % en peso.

Además, la chamota utilizada de acuerdo con la divulgación tiene preferentemente un punto de fusión de aproximadamente 1780 °C. Su coeficiente de expansión térmica es más preferentemente de aproximadamente 5,2 mm/m y la conductividad térmica (medida de acuerdo con la norma ISO 8301) es de aproximadamente 0,8 W/(m·K) a 100 °C y aproximadamente 1,0 W/(m·K) a 1000 °C.

La chamota utilizada en la presente divulgación actúa como un agente precursor de reticulación.

Sílice pirógena

60 En la presente divulgación, la expresión humo de sílice térmica designa exclusivamente un tipo de sílice amorfa obtenida por condensación de los vapores de SiO₂ resultantes de la electrofusión de materiales silíceos a muy alta temperatura, generalmente a aproximadamente 2000 °C; dicho silicato alcalino se obtiene preferentemente disolviendo dicha sílice térmica en una solución concentrada de NaOH y/o KOH.

En una realización preferida de la divulgación, el humo de sílice térmica se prepara mediante electrofusión de arena de circón. El humo de sílice térmica obtenido contiene preferentemente como máximo un 10 % en peso de Al_2O_3 y como mínimo un 90 % en peso de SiO_2 . Tiene una fórmula química entre $(13\text{Si}_2\text{O}_5, \text{Al}_2\text{O}_2)$ y $(16\text{Si}_2\text{O}_5, \text{Al}_2\text{O}_2)$, que representa un óxido de aluminosilicato con Al en coordinación (IV), con sílice amorfa SiO_2 adicional. En la siguiente

- 5 parte de la presente memoria descriptiva, el óxido de aluminosilicato que tiene las características de esta sílice térmica se escribe como $(15\text{Si}_2\text{O}_5, \text{Al}_2\text{O}_2)$, sin embargo, sin excluir del alcance de la divulgación otros humos de sílice térmica con composiciones que contengan como máximo un 10 % en peso de Al_2O_3 y como mínimo un 90 % en peso de SiO_2 .
- 10 La sílice pirógena utilizada en la presente divulgación actúa como un agente precursor de reticulación y un modificador de la viscosidad.

Huntita e hidromagnesita

- 15 La huntita (carbonato de calcio y magnesio con la fórmula $\text{Mg}_3\text{Ca}(\text{CO}_3)_4$) y la hidromagnesita (carbonato de magnesio hidratado con la fórmula $\text{Mg}_5(\text{CO}_3)_4(\text{OH})_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) o su combinación en determinadas relaciones se usan de acuerdo con la divulgación como agentes retardantes de la llama que promueven el carbón. La huntita y la hidromagnesita de acuerdo con la divulgación tienen preferentemente las siguientes propiedades específicas:

- 20 - una densidad aparente de 0,24 a 0,36 kg/m^3 .
- un tamaño de partícula en el intervalo de 0,01 a 100 μm , medido de acuerdo con el procedimiento de referencia usando un aparato Malvern Mastersizer 2000. El tamaño de partícula está preferentemente en el intervalo de 0,1 a 30 μm , más preferentemente en el intervalo de 0,5 a 25 μm .

- 25 - un área de superficie activa BET preferentemente en el intervalo de 5 a 30 m^2/g y más preferentemente en el intervalo de 10 a 20 m^2/g .

- 30 - un residuo de carbón, a 1000 °C, superior al 35 % en peso, preferentemente superior al 45 % en peso y, más preferentemente, superior al 50 % en peso.

- una gravedad específica en el intervalo de 2,32 a 2,66 g/cm^3 .

- un pH en el intervalo de 9 a 12.

- 35 - una dureza de acuerdo con la escala de minerales de Mohs en el intervalo de 2 a 3.

- una absorción de aceite en el intervalo de 23 a 39 $\text{ml}/100 \text{ g}$.

- 40 El granulado de polímero aromático de vinilo expandible comprende preferentemente uno o más tipos de material compuesto de geopolímero (que contiene aditivos atérmicos encapsulados o modificados física o químicamente seleccionados entre el grupo de negro de carbón, coque de petróleo, negro de carbón grafitado, óxidos de grafito, grafito y grafeno, óxidos de titanio, sulfato de bario, ilmenita, rutilos, chamota, cenizas volátiles, sílice pirógena, mineral de hidromagnesita/huntita, mineral de perovskita).

- 45 Un proceso para la producción de espuma de polímero aromático de vinilo expandido comprende preferentemente las siguientes etapas:

- 50 i) la primera etapa es preferentemente la expansión preliminar, reconocida por la industria como la primera etapa de expansión, para obtener la densidad requerida de aproximadamente 17 kg/m^3 , antes de la segunda etapa de expansión para obtener una densidad aún menor, por ejemplo, de aproximadamente 11 o 12 kg/m^3 . Obviamente, la primera etapa de expansión solo puede usarse para obtener perlas expandidas listas para el proceso de moldeo de bloques. Se usan presiones de vapor en el intervalo de 0,02 a 0,22 kPa. El tiempo de vaporización puede variar de 30 a 100 segundos.

- 55 ii) En la siguiente etapa, las perlas expandidas se envejecen y esto es necesario después del primer proceso de expansión y también después del segundo. El envejecimiento se produce en los silos hechos de material transpirable. Por lo general, se necesita un mínimo de 6h para conseguir buenas propiedades del material final y condiciones de moldeo óptimas. Preferentemente, puede usarse un máximo de 24 h. El envejecimiento sirve para
- 60 estabilizar el contenido de agente espumante en las perlas mediante el intercambio de su parte por aire. Este proceso también iguala la presión de los gases en las celdas.

- iii) En la segunda etapa, el proceso de moldeo de bloques avanza y las perlas expandidas se sueldan juntas para formar el bloque de espuma de perlas. Dependiendo de la densidad de la espuma y del tipo de espuma, la presión de vapor varía de 0,4 a 0,9 kPa. Con este material, pueden obtenerse todas las densidades de espuma posibles
- 65 requeridas para el mercado de EPS, de 8 a 30 kg/m^3 .

iv) Después, los bloques moldeados se acondicionan durante varios días, para retirar el resto de agente espumante y el agua y para estabilizar su forma. Después de ese tiempo, los bloques pueden cortarse, en los paneles de aislamiento de espuma finales.

5 La divulgación se refiere a una espuma de polímero de vinilo expandido que comprende polímero de vinilo y

- a. un geopolímero;
- b. una combinación de un geopolímero con un aditivo atérmano; o
- c. el material compuesto de geopolímero.

10 Preferentemente, la espuma de polímero de vinilo expandido comprende polímero aromático de vinilo, y la espuma puede obtenerse más preferentemente mediante la expansión del granulado.

15 El cuarto aspecto de la invención (IV) se refiere a una espuma aromático de vinilo expandido que comprende un polímero aromático de vinilo y un material compuesto de geopolímero que comprende aditivo atérmano.

20 La espuma (hecha de polímero aromático de vinilo expandido con adición de material compuesto de geopolímero) tiene una densidad de 8 a 30 kg/m³ y una conductividad térmica (medida de acuerdo con la norma ISO 8301) de 25 a 35 mW/K·m. Específicamente, la espuma debe tener conductividad térmica para bajas densidades en el intervalo de 31 a 34 mW/m·K a densidades de 8 a 14 kg/m³. Para densidades más altas, la conductividad térmica está preferentemente en el intervalo de 28 a 31 mW/mK, a densidades de 17 a 21 kg/m³.

25 En todos los aspectos de la divulgación, la presencia de material compuesto de geopolímero no excluye la presencia de aditivo atérmano que no esté contenido dentro del material compuesto de geopolímero.

La divulgación se refiere adicionalmente a una mezcla madre que comprende polímero de vinilo y a., b. y c.

30 El quinto aspecto de la presente invención (V) se refiere a la realización c. de la presente divulgación, es decir, al uso de material compuesto de geopolímero con aditivo atérmano, específicamente en el que el monómero de vinilo es monómero aromático de vinilo.

35 La divulgación se refiere a una mezcla madre que comprende polímero de vinilo y a. geopolímero, en la que la cantidad de geopolímero está en un intervalo del 10 al 70 % en peso, basada en el peso de la mezcla madre. Se prefiere una mezcla madre en la que la cantidad esté en un intervalo del 10 al 65 % en peso, basada en el peso de la mezcla madre, más preferentemente la cantidad está en un intervalo del 20 al 60 % en peso, más preferentemente la cantidad está en un intervalo del 25 al 55 % en peso.

40 La divulgación se refiere adicionalmente a una mezcla madre que comprende un polímero de vinilo y b. una combinación de un geopolímero con un aditivo atérmano, en la que la cantidad total de geopolímero y aditivo atérmano está en un intervalo del 10 al 70 % en peso, basada en el peso de la mezcla madre. Se prefiere una mezcla madre en la que la cantidad esté en un intervalo del 10 al 65 % en peso, basada en el peso de la mezcla madre, más preferentemente la cantidad está en un intervalo del 20 al 60 % en peso, más preferentemente la cantidad está en un intervalo del 25 al 55 % en peso.

45 La presente invención se refiere a una mezcla madre que comprende polímero aromático de vinilo y c. un material compuesto de geopolímero derivado de geopolímero y que comprende un aditivo atérmano, en la que la cantidad de material compuesto de geopolímero está en un intervalo del 10 al 70 % en peso, basada en el peso de la mezcla madre. Se prefiere una mezcla madre en la que la cantidad esté en un intervalo del 10 al 65 % en peso, basada en el peso de la mezcla madre, más preferentemente la cantidad está en un intervalo del 20 al 60 % en peso, más preferentemente la cantidad es en un intervalo del 25 al 55 % en peso.

50 Se prefiere de acuerdo con la divulgación y se reivindica una mezcla madre en la que el polímero de vinilo es un polímero aromático de vinilo, más preferentemente el polímero aromático de vinilo tiene un índice de fusión en un intervalo de 4 a 30 g/10 min, medido de acuerdo con la norma ISO 1133, mucho más preferentemente el polímero aromático de vinilo es un homopolímero o copolímero con p-terc butil estireno o alfa-metil estireno.

55 La mezcla madre puede comprender adicionalmente uno o más silanos (preferentemente seleccionados entre aminopropiltrimetoxisilano, aminopropiltrimetoxisilano y feniltrimetoxisilano). Preferentemente, la cantidad de silano está en un intervalo del 0,01 al 1 % en peso, basada en el peso respectivo de a., b. o c. en la mezcla madre.

60 Los materiales de acuerdo con la divulgación (la composición polimérica, el granulado, la espuma y la mezcla madre) pueden contener, además de

- a. un geopolímero;
- b. una combinación de un geopolímero con un aditivo atérmano; o
- c. el material compuesto de geopolímero,

aditivos adicionales, como se ha establecido anteriormente.

Se observa que, a diferencia de las propiedades de los materiales de partida, las propiedades de los aditivos contenidos en el granulado o la espuma son notoriamente difíciles de determinar. Con frecuencia se considera más adecuado caracterizar los aditivos en el granulado y la espuma con referencia a las propiedades de los aditivos como se han utilizado inicialmente.

Las ventajas de la presente invención se hacen evidentes a partir de los siguientes ejemplos. A menos que se indique lo contrario, todos los porcentajes se proporcionan en peso.

Además, siempre que se haga referencia en la divulgación a una cantidad de cualquier aditivo "en peso de polímero", esto se refiere a la cantidad del aditivo en peso de componente de polímero incluyendo los aditivos (sólidos y, en su caso, líquidos), pero excluyendo el propulsor.

Ejemplos

EJEMPLO 1

Este ejemplo muestra las ventajas de la invención para la espuma derivada de granulado de polímero a base de extrusión, con adición del 16 % en peso de material compuesto de geopolímero y su preparación, y para la espuma de material compuesto compuesta a base de suspensión con adición del 10 y el 5 % en peso de material compuesto de geopolímero, respectivamente.

1. Preparación del material compuesto de geopolímero

Los componentes: 572 kg de una mezcla que contiene metacaolinita y silicato de calcio en una relación de peso óptima (producto Baucis L160 de České lupkove závody, a.s.) y 457 kg de vidrio de agua de sodio se cargaron en un mezclador planetario que tenía un volumen de 2 m³ y se mezclaron durante 15 min, para obtener una pulpa tixotrópica. Después, el aditivo atérmano, en concreto, coque de petróleo (Raneo 9895 de Richard Anton KG que tenía un tamaño de partícula en diámetro medio de 5 µm, un área de superficie BET de 28,7 m²/g y un contenido de azufre de 10.100 ppm) se añadió en una cantidad de 250 kg y se añadieron 163 l de agua posteriormente a la pulpa y se mezclaron durante los siguientes 15 minutos. Después de eso, la pulpa homogénea y altamente viscosa se descargó del mezclador en los moldes herméticos hechos de polipropileno (cada porción era de 100 kg). Los moldes se transportaron después a la sala (sala hermética de policondensación) y se colocaron en los estantes. Después de 24 horas, los bloques listos (cada uno aproximadamente 100 kg) se retiraron de los moldes y se colocaron nuevamente en los estantes y se bombeó aire caliente a una temperatura de aproximadamente 70 °C desde el suelo hasta el techo de la sala de policondensación. En estas condiciones, el material compuesto de geopolímero se secó durante 24 h y se evaporó del material el 25 % en peso del exceso de agua.

Los bloques de material compuesto de geopolímero secos se colocaron después en un molino de trituración para obtener la forma de balasto del material. El balasto con un diámetro medio de 10 mm se secó en un secador cilíndrico rotativo durante 30 minutos a una temperatura de 140 °C. En la siguiente etapa, el balasto se molió para obtener partículas finas (polvo) con un diámetro medio de 6 µm, que contenían D90 = 10 µm, D99 = 15 µm, D100 = 20 µm.

Después, el polvo fino (cantidad de aproximadamente 1000 kg) se colocó en un tanque de 5 m³ equipado con un agitador de palas de turbina. Inmediatamente después, se cargaron 2000 l de agua de procesamiento en el recipiente y se inició la mezcla simultáneamente. Después se añadió "gota a gota" una cantidad de 250 kg de ácido clorhídrico acuoso concentrado (al 37 %) al tanque durante 30 minutos (8,3 kg/min). El pH inicial, medido antes de la adición de ácido, era de 13, después de 60 minutos de mezcla y elución, el pH final era de 7,5. El agua se filtró del polvo de material compuesto de geopolímero y se añadió una segunda porción de agua para diluir el cloruro de sodio restante y la suspensión se mezcló durante 30 minutos. Después de esto, el pH aumentó a 7,7.

La suspensión (agua y polvo) se filtró después parcialmente en una prensa de filtración y se transfirió a un proceso de secado de polvo para retirar el agua y secar el polvo. Después de la filtración, el pH del polvo era de 7,2. En el proceso de secado en polvo, el polvo fino tenía la misma distribución de tamaño de partícula que después del proceso de molienda.

Para mejorar la adhesión del coque de petróleo u otro aditivo atérmano a base de carbono al geopolímero, se añadió un 1 % en peso de silano (aminopropiltrietoxisilano o feniltrietoxisilano) a la mezcla de metacaolinita y silicato de calcio (un 1 % en peso de silano por cantidad de mezcla) antes de la adición de agua de vidrio de sodio y se mezclaron durante varios minutos. Puede usarse equipo especial para la silanización de polvos, por ejemplo, un mezclador de doble cono o una secadora de tambor de vacío. Como alternativa, la silanización puede realizarse en el reactor de suspensión, mediante el uso, por ejemplo, de tolueno como medio líquido.

Para mejorar adicionalmente la adhesión y, por tanto, la dispersión del polvo de material compuesto de geopolímero final en el polímero aromático de vinilo expandible obtenido mediante el proceso de extrusión, puede realizarse la silanización del polvo final. Puede usarse feniltrietoxisilano de silano para este propósito, en una concentración del 1 % en peso calculada por cantidad de polvo de material compuesto de geopolímero.

5 Las propiedades mecánicas, en particular la resistencia de acuerdo con la norma ISO 679 utilizada para medir las propiedades mecánicas del hormigón, se midieron para estudiar la influencia de la adición de silano al material compuesto de geopolímero sobre la cohesión de la matriz compuesta.

10 La alta capacidad del geopolímero o material compuesto de geopolímero de absorción del agente espumante (un hidrocarburo típico) se confirmó mediante la medición de acuerdo con la norma ASTM C830-00.

2. Preparación de polímero aromático de vinilo expandible a través de un proceso de extrusión

15 Una mezcla de polímero aromático de vinilo en forma de gránulos, que contenía el 1,5 % en peso de retardante de la llama bromado polimérico (Emerald 3000) y el 0,3 % en peso de bicumilo, se dosificó en la tolva principal de la extrusora co-rotativa de doble tornillo 32D/40 mm principal. La temperatura de fusión en la extrusora principal era de 180 °C.

20 El polvo de material compuesto de geopolímero en una concentración del 16 % en peso (que contenía un 25 % de Raneo 9595, que tenía un tamaño de partícula medio de 6 µm y un área de superficie BET de 20,5 m²/g) se dosificó la extrusora co-rotativa de doble tornillo (54D/25 mm) de brazo lateral a través de dos alimentadores laterales y el polímero aromático de vinilo (en forma de gránulos) se dosificó a la tolva principal de esta extrusora. La masa fundida que contenía un 40 % en peso de material compuesto de geopolímero concentrado se transportó a la
25 extrusora principal. La temperatura de fusión dentro de la extrusora era de 190 °C.

El agente espumante (mezcla de n-pentano/isopentano 80/20 %) se inyectó en la extrusora 32D/40 mm principal corriente abajo de la inyección de la masa fundida de la extrusora de doble tornillo lateral. La concentración de agente espumante era del 5,5 % en peso, calculada sobre la masa total del producto.

30 La masa fundida de polímero aromático de vinilo que contenía retardante de la llama, bicumilo, material compuesto de geopolímero y agente espumante se transportó a la extrusora de enfriamiento 30D/90 mm y se bombeó a través de un mezclador estático de 60 mm de longitud, una bomba de fusión, un cambiador de tamiz, una válvula desviadora y se extruyó a través del cabezal de boquilla con orificios de 0,75 mm de diámetro, y se granuló bajo el
35 agua mediante cuchillas rotativas. Corriente abajo, el producto redondeado, un granulado con una distribución de tamaño de partícula del 99,9 % de la fracción 0,8-1,6 mm se centrifugó para retirar el agua y finalmente se recubrió con la mezcla adecuada de estearato de magnesio con monoestearato de glicerina y triestearato. La temperatura de fusión en la extrusora de enfriamiento era de 170 °C.

40 Las perlas recubiertas se expandieron para medir las propiedades generales finales del compuesto de espuma expandida:

- conductividad térmica de acuerdo con la norma ISO 8301.
- propiedades mecánicas (resistencia a la compresión y a la flexión) de acuerdo con la norma EN 13163.
- 45 - inflamabilidad de acuerdo con los métodos de ensayo: norma EN ISO 11925-2 y norma DIN 4102 B1, B2.
- se determinó la estabilidad dimensional en condiciones específicas de temperatura y humedad de la espuma expandida de acuerdo con la norma PN-EN 1604 + AC, que normalmente se usa para materiales XPS.
- el contenido total de agua en las partículas de polímero expandible se determinó mediante el método de valoración Karl Fischer convencional de acuerdo con la norma ASTM E203.

50 El granulado expandible con una distribución de tamaño de partícula de 0,8 a 1,6 mm se trató en el recipiente pre-expansor durante 50 segundos con vapor que tenía una presión de 0,2 kPa y después se secó en un secador de lecho fluido conectado. La densidad de las perlas obtenidas era de 17 kg/m. Después, las perlas expandidas se acondicionaron en un silo durante 24 h y se introdujeron en el molde de bloque con unas dimensiones de 1000 x
55 1000 x 500 mm. Se usó vapor que tenía una presión de 0,7 kPa para soldar las perlas y para obtener bloques moldeados que tenían una densidad de 17,5 kg/m³. El tiempo de enfriamiento del molde en este caso era de 0 segundos. El bloque listo se cortó en placas y después en muestras de ensayo después de 6 días de acondicionamiento a temperatura ambiente.

3. Preparación de polímero aromático de vinilo expandible a través de un proceso de suspensión

En un recipiente reactor a 20 bar (2 MPa) de 50 l, equipado con un agitador de marco, se cargaron 20 kg de monómero de estireno. Se introdujo material compuesto de geopolímero (producido de acuerdo con el Ejemplo 1, pero silanizado con un 1 % en peso de viniltrietoxisilano) en el reactor parte por parte en porciones iguales de 4 kg
65 cada una. La composición se mezcló exhaustivamente para obtener una pasta homogénea, y se añadió un 0,5 % en peso de peróxido de benzoílo, así como también peróxido de dicumilo en la misma concentración del 0,5 % en peso.

El reactor se cerró y se estableció una presión de nitrógeno de 1 bar (1 MPa). La masa mezclada intensivamente se calentó a 100 °C y se mantuvo a esa temperatura durante 40 min. Después de eso, una bomba de fusión transfirió la masa fundida a la extrusora co-rotativa de doble tornillo 54D/25 mm con la velocidad suficiente para proporcionar una concentración del 10 % en peso de material compuesto de geopolímero en la masa fundida. Se introdujo una cantidad del 30 % en peso por masa total de mezcla madre de material compuesto de geopolímero en polvo (silanizado con el 2 % peso de viniltrietoxisilano) en la extrusora mediante el alimentador lateral antes de que se inyectara la masa fundida del extrusor. El polímero aromático de vinilo de alto peso molecular (Pn de 80 kg/mol) se dosificó en la tolva principal en la primera zona de la extrusora. De esta manera, se obtuvo el copolímero con material compuesto de geopolímero (copolimerizado con estireno e injertado con poliestireno) en forma de gránulos de mezcla madre, que contenían el 40 % en peso de material compuesto de geopolímero en la matriz del polímero. La alta fuerza de cizalla y la temperatura de procesamiento de 190 °C para todas las zonas de la extrusora proporcionaron una buena capacidad de reacción. Se produjo una mezcla madre con un tamaño medio de gránulos de 3 mm mediante un método de granulación bajo el agua.

Después se colocó una cantidad de 2,15 kg de la mezcla madre concentrada al 40 % en peso (10 % en peso de material compuesto de geopolímero) en 6,2 kg de estireno, se combinó en un reactor de 20 l equipado con un agitador de turbina de 4 palas y se mezcló lentamente, y después se cargaron en la mezcla un 0,002 % en peso de divinilbenceno, un 1 % en peso de Emerald 3000, un 0,3 % en peso de Polywax 1000 y un 0,5 % en peso de peróxido de dicumilo.

La mezcla se calentó de manera relativamente rápida a una temperatura de 70 °C y se mezcló a esta temperatura durante 30 minutos con 275 rpm. Después, la temperatura se aumentó a 90 °C y se añadieron 9 l de agua desmineralizada (temperatura de 60 °C). La fuerza de mezcla creó inmediatamente una suspensión de prepolímero y la suspensión se calentó a 82 °C. Inmediatamente, se añadió un 0,3 % en peso de Peroxan PO y un 0,5 % en peso de TBPEHC. Se inició la polimerización radicalaria y se introdujo la siguiente composición de tensioactivo:

- persulfato de potasio – 0,0001 % en peso
- Poval 205 - 0,18 % en peso de solución acuosa concentrada al 5 %
- Poval 217 (como alternativa Poval 224) - 0,09 % en peso de una solución acuosa concentrada al 5 %
- DCloud 45 - 0,1 % en peso
- Arbocel CE 2910HE50LV -0,1 % en peso (hidroxipropilmetilcelulosa suministrada por J. RETTENMAIER & SÖHNE GMBH)

Después, la polimerización continuó durante 120 min a una temperatura de 82 °C y después la temperatura se aumentó a 90 °C. La suspensión se mantuvo a la presente temperatura durante 120 min para conseguir el punto de suspensión de la identidad de partículas. Se introdujo una porción adicional de Poval 217 (en una concentración del 0,3 % en peso de una solución acuosa concentrada al 5 %) y el reactor se llenó con 0,5 l de agua desmineralizada. En esta etapa, puede añadirse cloruro de sodio en una cantidad del 0,5 % en peso por fase acuosa, para reducir el contenido de agua en el polímero. Como alternativa, el tensioactivo (dodecilbencenosulfonato de sodio, SDBS) puede usarse en una cantidad del 0,2 % en peso.

El reactor se cerró y se añadió una mezcla de n-pentano/isopentano al 80/20 % en una cantidad del 5,5 % en peso durante 60 minutos. Simultáneamente, la temperatura se aumentó a 125 °C. Después se continuó la polimerización durante 120 min y después de ese tiempo, la suspensión en suspensión se enfrió a 25 °C.

El producto se retiró del reactor y el agua se retiró en una cesta centrífuga. Después, las partículas se secaron en un secador de lecho fluido a una temperatura de 40 °C durante 30 min y se fraccionó en un 80 % de fracción de partículas 0,8-1,6 mm, un 15 % de 0,3-1,3, un 4 % de 1,0-2,5 mm y un 1 % del tamaño superior e inferior. Las fracciones se recubrieron de la misma manera que el producto que se obtuvo en el proceso de extrusión y después se expandieron para formar espuma.

EJEMPLO 2

Este ejemplo es comparable al Ejemplo 1 pero con una menor cantidad de material compuesto de geopolímero en la espuma y con un mayor contenido de aditivo atérmano a base de carbono en el material compuesto.

Se produjo un granulado expandible con las mismas condiciones y el mismo proceso que en el Ejemplo 1, excepto porque se usó el 10 % en peso de material compuesto de geopolímero que contenía el 40 % en peso de Raneo 9895 y que tenía un tamaño de partícula medio de 6 µm y una superficie BET de 10 m²/g.

EJEMPLO 3

Este ejemplo muestra la influencia de la silanización sobre la cohesividad del material compuesto de geopolímero y las propiedades mecánicas de la espuma. El ejemplo es comparable al Ejemplo 1.

Se produjeron partículas expandibles con las mismas condiciones, las mismas concentraciones de ingredientes y el mismo proceso que en el Ejemplo 1, excepto porque se añadió aminopropiltrietoxisilano en una concentración del 2 % en peso por cantidad de Baucis L160 utilizado. Adicionalmente, el polvo de material compuesto de geopolímero listo se silanizó con feniltrietoxisilano en una concentración del 1 % en peso por peso seco de polvo.

EJEMPLO 4

En este ejemplo, se usó un aditivo atérmano diferente. Este ejemplo muestra que pueden obtenerse independientemente propiedades de espuma iguales o muy similares.

Se produjeron partículas expandibles con las mismas condiciones y el mismo proceso que en el Ejemplo 1, excepto porque, en lugar de coque de petróleo, se usó un 20 % en peso de negro de carbón Monarch 460 con una superficie BET de 71,8 m²/g y 5600 ppm de azufre para preparar el material compuesto de geopolímero. Además, se añadió a la composición total el polvo de material compuesto listo con un diámetro medio de 7 µm y una superficie BET de 21,3 m²/g en una concentración del 15 % en peso.

EJEMPLO 5 (no de acuerdo con la invención)

Este ejemplo compara la influencia de la adición de geopolímero puro sobre la estructura y las propiedades del material compuesto de espuma y muestra que las propiedades son muy similares a las de los ejemplos en los que se han utilizado materiales compuestos de geopolímero.

Se produjeron partículas expandibles con las mismas condiciones que en el Ejemplo 1, excepto porque se preparó geopolímero puro (sin adición de ningún relleno atérmano) y se añadieron al polímero aromático de vinilo expandible en una concentración del 10 % en peso calculada por masa total de material compuesto de espuma expandida.

EJEMPLO 6

Este ejemplo muestra que los aditivos atérmanos a base de carbono (que de otro modo deteriorarían las propiedades de autoextinción de las espumas expandidas hechas de polímeros aromáticos de vinilo expandibles) son completamente inertes cuando están bien encapsulados en la matriz de geopolímero, por tanto, es ventajosamente posible una reducción de la concentración del retardante de la llama de acuerdo con la invención.

se produjeron partículas expandibles en las mismas condiciones que en el Ejemplo 1, excepto porque el retardante de la llama Emerald 3000 se añadió en una concentración del 1 % en peso.

EJEMPLO 7

Este ejemplo se centra adicionalmente en demostrar que puede añadirse una cantidad incluso inferior de retardante de la llama cuando se incorporan estabilizadores térmicos y termo-oxidantes a la mezcla.

Se produjeron partículas expandibles con las mismas condiciones que en el Ejemplo 1, excepto porque los estabilizadores termo-oxidantes se añadieron en una concentración del 0,04 % en peso de Irgafos 126 y del 0,04 % en peso de Irganox 1010 y el 0,08 % en peso de Epon 164 como eliminador de ácido HBr y el 0,32 % en peso de F-2200 HM como estabilizador térmico para Emerald 3000 (de acuerdo con la recomendación de ICL). La concentración de retardante de la llama se redujo al 0,8 % en peso.

EJEMPLO 8

En este ejemplo, se preparó un material compuesto de geopolímero complejo y se usó en la preparación de la espuma expandida. El ejemplo se realizó en particular para demostrar la influencia del material compuesto de geopolímero a base de una mezcla de ilmenita, rutilo y negro de carbón sobre la reducción de la conductividad térmica de la espuma.

Se produjeron partículas expandibles en las mismas condiciones que en el Ejemplo 1, excepto porque se usó el 10 % en peso de Monarch 460, el 10 % en peso de rutilo sintético de Iluka con un tamaño de partícula medio de 5 µm y el 10 % en peso de ilmenita (grado convencional de Titania AS, Noruega con un tamaño de partícula medio de 5 µm) para preparar el material compuesto de geopolímero con un tamaño de partícula medio de 6 µm y el material compuesto de geopolímero se usó en una cantidad del 15 % en peso. La concentración de Emerald 3000 se redujo al 1,25 %.

EJEMPLO 9

En este ejemplo, se preparó un material compuesto de geopolímero con perovskita, un titanato de bario (BaTiO₃), con una pequeña inclusión de hidromagnesita/huntita (producto UltraCarb 1250) y chamota. También se usó una cantidad muy pequeña de retardante de la llama (un 0,7 % en peso).

Se produjeron partículas expandibles en las mismas condiciones que en el Ejemplo 1, excepto porque se usó el 30 % en peso de titanato de bario con un tamaño de partícula medio de 5 µm y el 5 % en peso de hidromagnesita/huntita con un tamaño de partícula medio de 2,6 µm y el 5 % en peso de chamota con un tamaño de partícula medio de 6 µm de České lupkové závody, a.s., para preparar el material compuesto de geopolímero con un tamaño de partícula medio de 6 µm, que se añadió en una concentración del 10 % en peso.

EJEMPLO 10

En este ejemplo, se usó el proceso de suspensión especificado en el Ejemplo 1, punto 3 para preparar la espuma expandida; se incorporó el 10 % en peso de material compuesto de geopolímero. Se usó el sistema de estabilización orgánica para suspensión.

EJEMPLO 11

En este ejemplo, la suspensión se preparó de acuerdo con el Ejemplo 10, excepto porque la concentración de material compuesto de geopolímero se redujo al 5 % en peso y el sistema de estabilización inorgánica se basó en persulfato de potasio y fosfato tricálcico.

La siguiente tabla (Tabla 1) enumera las composiciones de las siete composiciones diferentes de material compuesto de geopolímero utilizadas en los Ejemplos 1 a 11 (El Ejemplo 5 no es de acuerdo con la invención).

Las propiedades de los materiales compuestos de geopolímero resultantes se muestran a continuación en la Tabla 5.

Tabla 1. Composiciones de material compuesto de geopolímero.

N.º	1	2	3	4	5	6	7
Unidad	% en peso						
Silanos			SÍ				
Matriz de geopolímero (%)	75	60	75	80	100	70	60
Raneo 9895	25	40	25				
Monarch 460				20		10	
Rutilo sintético						10	
Ilmenita						10	
Titanato de bario							30
Hidromagnesita							5
Chamota							5

Tabla 2. Sumario de los ejemplos – espuma a partir de un proceso de extrusión.

Ejemplos	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Unidad	% en peso								
Synthos PS 585x	Sl	Sl	Sl	Sl	Sl	Sl	Sl	Sl	Sl
Aminopropiltrietoxisilano	-	-	1/polvo	-	-	-	-	-	-
Feniltrietoxisilano	-	-	2/polvo	-	-	-	-	-	-
Material compuesto de geopolímero (tipo)	16 (1)	10 (2)	16 (3)	15 (4)	10 (5)	16 (1)	16 (1)	15 (6)	10 (7)
Emerald 3000	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,0	0,8	1,25	0,7
Bicumyl	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,18	0,28	0,16
F 2200 HM	-	-	-	-	-	-	0,32	-	-
Irganox 1010	-	-	-	-	-	-	0,04	-	-
Irgafos 126	-	-	-	-	-	-	0,04	-	-
Epon 164	-	-	-	-	-	-	0,08	-	-
Polywax 2000	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3	0,3
Pentano/isopentano 80/20	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5	5,5

Tabla 3. Sumario de los ejemplos – espuma a partir de un proceso de suspensión.

Ejemplos	Ej. 10	Ej. 11
Unidades	% en peso	
Aminopropiltriethoxisilano	1/polvo	1/polvo
Feniltriethoxisilano	2/polvo	2/polvo
Material compuesto de geopolímero (tipo)	10 (1)	5 (1)
Emerald 3000	0,7	0,7
Polywax 1000	0,3	0,3
Pentano/Isopentano 80/20	5,5	5,5
Otros componentes	De acuerdo con el Ejemplo 1, punto 3	

En general, son posibles diversas mezclas y, para todas las posibilidades, se obtendrá la misma estructura o similar, así como propiedades mecánicas, de espumación y parámetros de moldeo de bloques. La diferencia estará solo en la conductividad térmica, como se muestra a continuación en la Tabla 4.

5

Tabla 4. Parámetros del material compuesto de espuma expandida a aproximadamente 17,0 kg/m³

Ejemplos	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Distribución del tamaño de la celda (µm)	30/90	40/80	30/100	40/90	30/100	30/90	50/110	40/120	50/120	40/90	40/90
Estabilidad dimensional a una temp. de 70 °C y una humedad del 50 ± 5 % (% de cambio de forma)	0,1	0,5	0,0	0,2	0,1	0,0	0,5	0,3	0,0	0,5	0,4
Conductividad térmica (mW/m·K)	30,2	30,0	30,3	29,9	33,5	30,1	30,5	30,0	32,0	30,5	31,0
Inflamabilidad (norma EN)	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
Inflamabilidad (norma DIN B1/B2)	+/+	+/+	+/+	+/+	+/+	+/+	+/+	+/+	+/+	+/+	+/+
Resistencia a la compresión a def. del 10 % (kPa)	102	89	111	98	91	100	98	101	125	76	87
Resistencia a la flexión (kPa)	193	175	199	186	172	201	195	188	221	171	184
Contenido de agua (%)	0,1	0,07	0,05	0,15	0,11	0,1	0,12	0,09	0,1	0,1	0,1

Aprobado (+ o B2 o B1); No aprobado (- o B2 o B1)

Tabla 5. Parámetros del material compuesto de geopolímero y el geopolímero.

Material compuesto de geopolímero	1	2	3	4	5	6	7
Densidad (g/cm ³)	2,58	1,48	2,60	2,23	3,22	4,2	4 0,1
Fuerza compresiva (MPa)	26	17	71	30	44	53	62
Contenido de agua (%)	2,5	1,0	2,0	4,0	1,9	2,1	3,1
Absorción del agente espumante (%)	13,1	8,0	12,2	14. 9	19,4	11,0	14,2

REIVINDICACIONES

1. Uso de un material compuesto de geopolímero derivado de geopolímero y que comprende un aditivo atérmano, para disminuir la conductividad térmica de una espuma que comprende polímero aromático de vinilo (midiéndose la disminución de acuerdo con la norma ISO 8301).
2. El uso de la reivindicación 1, en el que el aditivo atérmano comprende uno o más seleccionados entre el grupo que consiste en
 - a. negro de carbón, coque de petróleo, negro de carbón grafitado, óxidos de grafito, grafito y grafeno, y
 - b. óxidos de titanio, sulfato de bario, ilmenita, rutilos, chamota, ceniza volátil, sílice pirógena, mineral de hidromagnesita/huntita y mineral con estructura de perovskita,preferentemente en el que el aditivo atérmano es uno o más aditivos atérmanos a base de carbono seleccionados entre el grupo de los absorbentes térmicos y los reflectores térmicos, en particular en el que el aditivo atérmano es negro de carbón, grafito o una mezcla de los mismos.
3. Un proceso para la producción de granulado de polímero aromático de vinilo expandible mediante un proceso de extrusión o suspensión, comprendiendo el proceso la adición de un material compuesto de geopolímero derivado de geopolímero y que comprende un aditivo atérmano.
4. Granulado de polímero aromático de vinilo expandible que comprende polímero aromático de vinilo, uno o más propulsores y un material compuesto de geopolímero derivado de geopolímero y que comprende un aditivo atérmano.
5. El granulado de polímero aromático de vinilo de la reivindicación 4, obtenible de acuerdo con el proceso de la reivindicación 3.
6. Espuma de polímero de vinilo expandido, que comprende un polímero aromático de vinilo y un material compuesto de geopolímero derivado de geopolímero y que comprende un aditivo atérmano, teniendo la espuma
 - una densidad de 8 a 30 kg/m³, y
 - una conductividad térmica (medida de acuerdo con la norma ISO 8301) de 25 a 35 mW/K·m.
7. La espuma de polímero de vinilo expandido de la reivindicación 6, en la que la espuma es obtenible mediante expansión del granulado de acuerdo con la reivindicación 4 o la reivindicación 5.
8. Mezcla madre que comprende polímero aromático de vinilo y material compuesto de geopolímero derivado de geopolímero y que comprende un aditivo atérmano, en la que la cantidad de material compuesto de geopolímero está en un intervalo del 10 al 70 % en peso, basada en el peso de la mezcla madre.
9. La mezcla madre de acuerdo con la reivindicación 8 en la que la cantidad está en un intervalo del 10 al 65 % en peso, basada en el peso de la mezcla madre, preferentemente en la que la cantidad está en un intervalo del 20 al 60 % en peso, más preferentemente en la que la cantidad está en un intervalo del 25 al 55 % en peso.
10. La mezcla madre de acuerdo con la reivindicación 8 o la reivindicación 9 en la que el polímero aromático de vinilo tiene un índice de fusión en un intervalo de 4 a 30 g/10 min, medido de acuerdo con la norma ISO 1133, preferentemente en la que el polímero aromático de vinilo es un homopolímero o copolímero con p-terc butil estireno o alfa-metil estireno.
11. La mezcla madre de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 8 a 10, que comprende adicionalmente uno o más silanos (preferentemente seleccionados entre aminopropiltrietoxisilano, aminopropiltrimetoxisilano y feniltrietoxisilano), preferentemente en la que la cantidad de silano está en un intervalo del 0,01 al 1 % en peso, basada en el peso respectivo de a. o b. en la mezcla madre.

Fig. 1

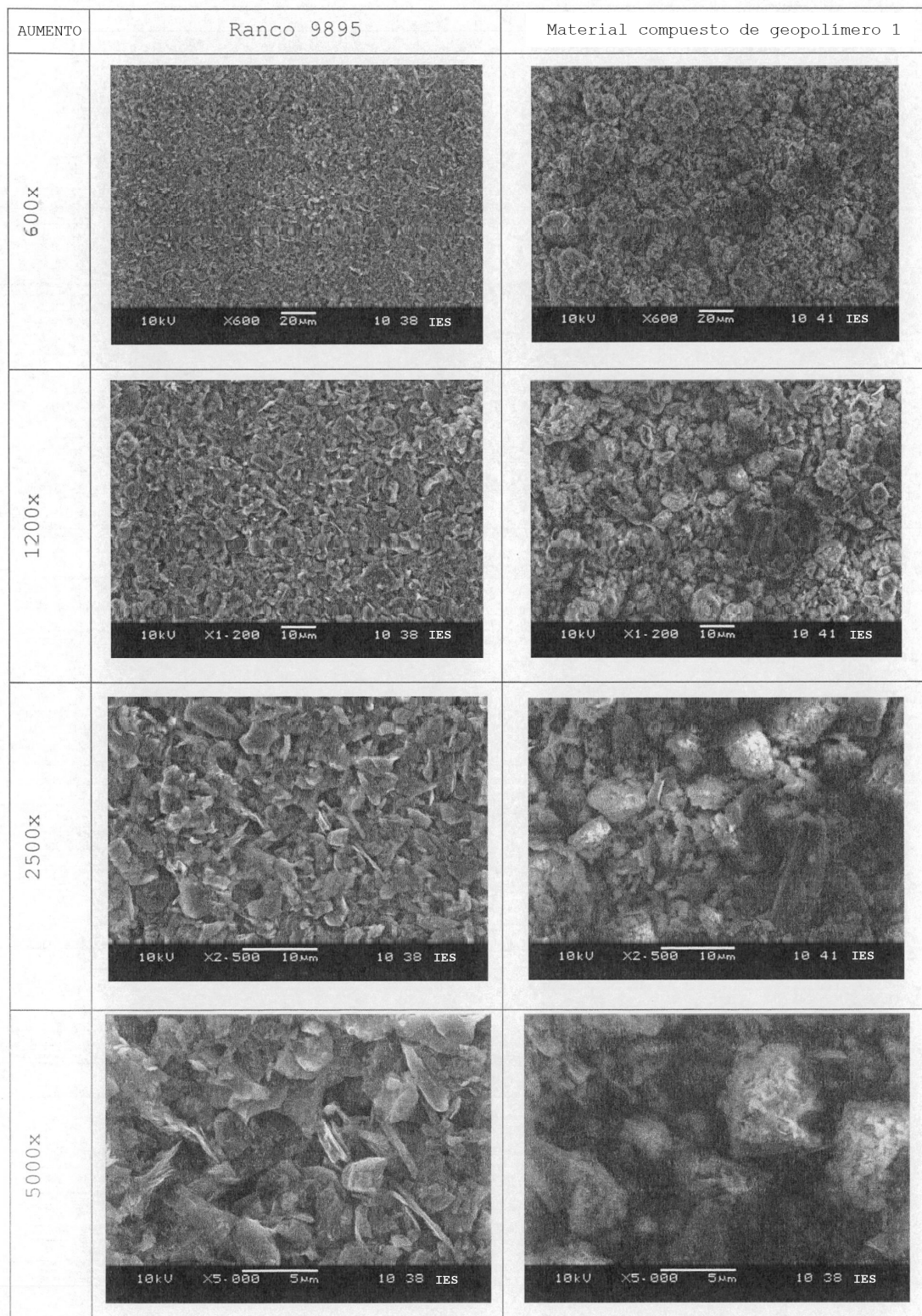


Fig. 2

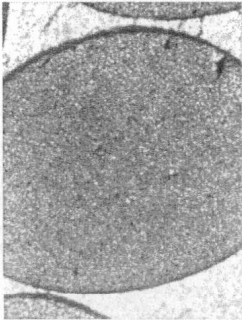
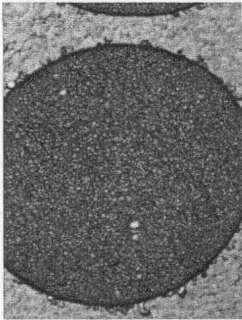
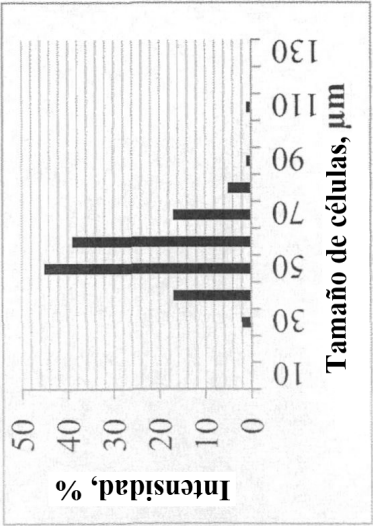
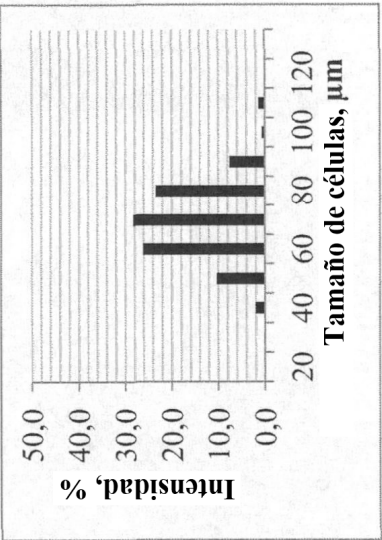
Material	Perlas expandidas hechas de un proceso de suspensión (producto InVento S) La densidad de las perlas es de 17 kg/m ³	Perlas expandidas hechas mediante un proceso de extrusión (producto InVento X) La densidad de las perlas es de 17 kg/m ³
Imagen microscópica (aumento 30x)		
Distribución de tamaño de celdas, un histograma		

Fig. 3

Estructura de la perovskita cúbica ideal (ABO_3), donde A representa un catión, B representa un catión y O representa aniones de oxígeno que forman un octahedro.

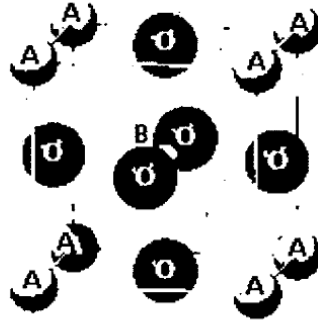


Fig. 4
ATG del material compuesto de geopolímero 1

