

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 974 363**

51 Int. Cl.:

C09D 5/24 (2006.01)

C09D 7/61 (2008.01)

H01B 1/24 (2006.01)

H05B 3/26 (2006.01)

C09D 5/44 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.07.2020** **E 20186726 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **13.03.2024** **EP 3943558**

54 Título: **Composición de revestimiento conductora y sistema de calefacción**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
27.06.2024

73 Titular/es:

**TIC TECHNOLOGY INNOVATION COMPETENCE
GMBH (100.0%)
Rührsbrook 61
24226 Heikendorf, DE**

72 Inventor/es:

VAN HATTUM, EDGAR JOHANNES

74 Agente/Representante:

MENDIGUTÍA GÓMEZ, María Manuela

ES 2 974 363 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

Composición de revestimiento conductora y sistema de calefacción

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a una composición de revestimiento conductora (la denominada pintura calefactora) con alta eficiencia que se puede aplicar a superficies de sustrato para generar calor de manera eficiente a partir de energía eléctrica, así como un método para su producción.

10

Antecedentes de la invención

Calentar la superficie de un sustrato es necesario en diferentes aplicaciones, en donde para calentar habitaciones se utilizan a menudo aparatos eléctricos de calefacción de pared o de suelo, que tienen, por ejemplo, cables calefactores en forma de meandro o se pueden utilizar dispositivos de calefacción de pared o suelo a base de agua en los que circula agua caliente. También se conoce en general el uso de un revestimiento conductor, que normalmente contiene uno o más aditivos conductores, para su aplicación a paredes o suelos.

15

20

25

30

Por el documento DE 20 2019 105 756 U1 se conoce un sistema compuesto multicapa calentable, especialmente adecuado para la construcción con paneles de yeso, que presenta (1) una placa de material de construcción, preferiblemente una placa de yeso, por ejemplo, una placa de yeso laminado, una placa de fibra de yeso, una placa de aglomerado, panel de madera, panel de MDF, panel de OSB, panel de PVC duro, panel de poliestireno, panel de construcción, por ejemplo, panel de alicatador, panel para colocación de azulejos, panel térmico, panel térmico, vellón térmico, panel aislante interior, panel climático o vidrio acrílico; (2) un revestimiento conductor (pintura calefactora), que contiene preferiblemente al menos un aditivo de conductividad seleccionado entre aditivos de conductividad que comprenden grafito, grafeno y negro de humo, y al menos un aglutinante, en donde el aglutinante comprende un polímero eléctricamente no conductor o un aglutinante inorgánico, en donde más preferiblemente la tinta calefactora comprende al menos dos aditivos de conductividad seleccionados entre aditivos de conductividad que comprenden grafito, grafeno y negro de carbón, y la tinta calefactora está libre de fibras de carbono y nanotubos de carbono eléctricamente conductores, y además (3) comprende al menos dos elementos de contacto eléctricamente conductores.

35

Un color calefactor similar se describe en el documento DE 20 2016 106 096 U1. Esto incluye al menos dos aditivos de conductividad y al menos un aglutinante, en donde los aditivos de conductividad comprenden grafito y/o negro de humo y el aglutinante comprende un polímero eléctricamente no conductor.

40

45

Además del diamante y el fullereno, el grafito es la tercera modificación del carbono que es estable en condiciones normales y suele cristalizar en el sistema cristalino hexagonal y, más raramente, en el romboédrico. En el grafito cristalino existen capas planas paralelas, los "planos basales" o "capas de grafeno". Una capa consta de hexágonos unidos covalentemente, los átomos de carbono tienen hibridación sp^2 . El grafito tiene una conductividad térmica y eléctrica bastante buena a lo largo de las capas de grafeno. La conductividad a lo largo de las capas de grafeno es posible gracias a la deslocalización de los electrones p . El grafito, por otro lado, es un aislante ortogonal a las capas de grafeno. Sin embargo, los carbonos gráficos reales suelen tener una cristalinidad más baja con diversos grados de desorden. Estos van desde una estructura turboestrática, en donde todavía hay una alineación predominantemente plana de las capas de carbono, hasta una estructura denominada amorfa, en la que las áreas cristalinas no superan un tamaño de 10 nm.

50

55

El grafeno consta de una sola capa de capas de átomos de carbono en forma de panal y puede producirse mediante exfoliación mecánica o química o mediante delaminación del grafito, se puede obtener, por ejemplo, mediante intercalación y oxidación con ácido sulfúrico y posterior desfuncionalización reductora. Por ejemplo, véase K. Balasubramanian *et al.* "Chemie des Graphens", Química en nuestro tiempo, 2011, 45, páginas 240 a 249; o S. Seiler *et al.* "Effect of friction on oxidative graphite intercalation and high-quality graphene formation", Nature Communications 2018, DOI: 10.1038/s41467-018-03211-1. Los electrones del grafeno tienen una movilidad excepcional como portadores de carga. El material muestra efectos Hall cuánticos inusuales y además es un semiconductor con una banda prohibida de 0, por eso los portadores de carga pueden desplazarse continuamente entre el electrón y el hueco.

60

Las pinturas calefactoras habituales fabricadas con aditivos conductores, que contienen grafito, grafeno y/o hollín en un aglutinante eléctricamente no conductor, tienen la desventaja de su rendimiento comparativamente bajo al convertir la energía eléctrica en energía térmica.

Breve descripción de la invención

65

El objetivo de la presente invención es, por tanto, un sistema de calefacción de alta eficiencia para superficies y limpieza, así como una correspondiente composición de revestimiento conductora (pintura calefactora) para superficies y, en particular, un método para su producción.

Estos objetivos se consiguen de acuerdo con la invención mediante el objeto descrito en la reivindicación de patente independiente. En las reivindicaciones subordinadas se describen realizaciones preferidas de la invención.

- La invención se refiere a un método para producir una composición conductora para generar calor a partir de energía eléctrica (tinta calefactora), en donde se produce una mezcla de grafito y una sal de silicato en un disolvente acuoso, la mezcla se electroliza aplicando un voltaje eléctrico para activar la superficie y formar un compuesto de intercalación y el producto de reacción de la electrólisis se separa de la solución de reacción. Preferiblemente se suministra corriente continua.
- Se prefiere el grafito en forma de escamas de grafito natural utilizadas. El tamaño de partícula (d_{50}) del grafito es preferiblemente de 1 μm a 300 μm , más preferiblemente de 20 μm a 250 μm y particularmente de 100 μm a 200 μm . La determinación del tamaño de partícula en la sal de silicato se puede realizar utilizando imágenes de microscopio electrónico de una sección transversal como una muestra.
- Como sal de silicato se puede utilizar cualquier sal de silicato soluble en agua descrita anteriormente. De acuerdo con una realización de la invención, la proporción en peso de grafito a silicato en la mezcla en el disolvente acuoso, referida al contenido de SiO_2 del silicato, es de 10:1 a 1:2, preferiblemente de 5:1 a 1:1,5 y más preferiblemente de 2:1 a 1:1. De acuerdo con otra realización de la invención, la reacción tiene lugar en presencia de un ácido tal como H_2SO_4 o HNO_3 .
- La electrólisis puede realizarse de forma potencioestática o galvanostática. En una realización de la invención, la reacción se realiza aportando una cantidad total de electricidad de al menos 200 $\text{mA}\cdot\text{h/g}$, referida al contenido en peso de grafito, preferiblemente en el intervalo de 300 a 600 $\text{mA}\cdot\text{h/g}$, referido al contenido en peso de grafito.
- De acuerdo con una realización de la presente invención, la electrólisis se lleva a cabo potencioestáticamente, es decir, a un potencial eléctrico constante, por lo que el potencial eléctrico aplicado puede variarse gradualmente durante (a) la activación de la solución y (b) la formación del compuesto de intercalación. El potencial eléctrico aplicado se encuentra preferiblemente en el intervalo de 1,0 V a 3,0 V. Se prefiere que el potencial eléctrico aplicado en la etapa (a) supere el potencial eléctrico aplicado en la etapa (b) en al menos 1,1 veces. En una realización de la invención, el potencial eléctrico aplicado en la etapa (a) es 1,8 V y 3,0 V, preferiblemente de 2,1 V a 2,5 V y en la etapa (b) de 1,0 a 2,0 V, preferiblemente de 1,6 a 2,0 V, donde el potencial eléctrico aplicado en la etapa (a) es al menos 1,1 veces el potencial eléctrico aplicado en la etapa (b), preferiblemente de 1,1 veces a 1,7 veces. En otra realización de la invención, el potencial eléctrico aplicado es de 2,1 V a 2,5 V en la etapa (a) y de 1,5 a 1,8 V en la etapa (b). La duración del suministro de corriente eléctrica en la etapa (a) es preferiblemente de aproximadamente 10 segundos hasta aproximadamente 600 segundos y para la etapa (b) de aproximadamente 3 minutos a aproximadamente 60 minutos. Preferiblemente se suministra corriente continua.
- De acuerdo con otra realización de la presente invención, la electrólisis se lleva a cabo galvanostáticamente, es decir, con una intensidad de corriente constante, aunque también en este caso la intensidad de corriente suministrada aumenta gradualmente durante (a) la activación de la solución y (b) se puede variar para formar el compuesto de intercalación. Por lo tanto, se prefiere que la intensidad de corriente suministrada en la etapa (a) sea al menos 1,1 veces la intensidad de corriente suministrada en la etapa (b), preferiblemente de 1,1 veces a 3,2 veces. En una realización de la invención, la corriente suministrada en la etapa (a) es de 300 a 500 $\text{mA}\cdot\text{h/g}$, basado en el contenido en peso de grafito a un potencial de hasta 2,5 V, y en la etapa (b) de 100 a 160 $\text{mA}\cdot\text{h/g}$, a un potencial de hasta 2,3 V basado en el contenido en peso de grafito. Preferiblemente se suministra corriente continua.
- Sin querer vincularnos a ninguna teoría en particular, se supone que cuando se suministra energía eléctrica en una solución acuosa, la superficie de las partículas de grafito se carga en una primera etapa y sobre ella se forman grupos funcionales que contienen oxígeno, similares al óxido de grafeno, por lo que se activan las partículas de grafito. Estos permiten la intercalación de SiO_2 en grafito en una segunda etapa, por lo que el Si del SiO_2 también se reduce parcialmente y se puede depositar silicio elemental entre las capas de grafeno del grafito, que conecta diferentes capas de grafeno. Además, cuando se suministra energía eléctrica, se pueden formar fases con una estructura reticular romboédrica en la superficie de las partículas de grafito, que también pueden incrustarse como grupos entre las capas de grafeno de grafito y también conectar varios cristales de grafito hexagonales entre sí. Se observó que las partículas formadas tienen un rendimiento térmico extraordinario cuando se suministra energía eléctrica en dirección ortogonal a las capas de grafeno, lo que podría explicarse por la intercalación del silicio en las capas de grafito y en parte también por grupos de estructura romboédrica entre las capas de grafeno.
- El método de acuerdo con la invención tiene como producto una composición de revestimiento conductora, que comprende una sal de silicato y partículas de grafito expandido dispersadas en la sal de silicato, en donde el grafito está presente en una estructura cristalina hexagonal y/o romboédrica con planos de red cristalina paralelos y el silicio está incrustado entre los planos de red cristalina del grafito.
- La selección de sales de silicato no está particularmente limitada. Como sal de silicato se puede utilizar cualquier sal de silicato soluble en agua. Preferiblemente se utilizan silicatos de litio, sodio y/o potasio, de manera especialmente preferida en forma de vidrio soluble. Ejemplos de sales de silicato son el vidrio soluble de litio, sodio y/o potasio. De

acuerdo con una realización de la invención, la relación en peso de grafito a silicato, basada en el contenido de SiO_2 del silicato, es 10:1 a 1:2, preferiblemente 5:1 a 1:1,5 y más preferiblemente 2:1 a 1:1.

5 Las partículas de grafito expandido de la composición producida de acuerdo con la invención se encuentran en forma de partículas laminares, es decir, en el sentido de la presente invención, partículas con una relación de aspecto pronunciada de aproximadamente 10 a aproximadamente 500, preferiblemente de aproximadamente 20 a aproximadamente 400. Se entiende que la relación de aspecto significa el cociente de la longitud y la altura de la plaqueta.

10 La composición de revestimiento conductora producida de acuerdo con la invención puede estar presente como una suspensión acuosa, que está destinada a recubrir una superficie de sustrato. Una vez que la suspensión se haya secado, por ejemplo, después de recubrir una superficie de sustrato, SO es hidrófobo, es decir, repelente al agua. Se ha demostrado que la composición de revestimiento conductora se adhiere muy bien a superficies, especialmente a superficies porosas, por ejemplo, baldosas o similares, incluso sin adición de agentes adherentes. La composición de revestimiento conductora producida de acuerdo con la invención puede estar presente en forma seca sobre una superficie de sustrato.

20 Los sustratos adecuados son, por ejemplo, placas de materiales de construcción, como placas de yeso, por ejemplo, placas de yeso, placas de fibra de yeso, placas de virutas de madera, placas de MDF, placas de OSB, placas de PVC duro, paneles de poliestireno, paneles de construcción, por ejemplo, paneles para alicatar, paneles para colocación de azulejos, paneles térmicos, paneles térmicos, polares térmicos, paneles aislantes interiores, paneles climáticos o vidrio acrílico.

25 Sin embargo, la composición de revestimiento puede comprender además un polímero de matriz. Esto es especialmente preferible si se desea mejorar la adherencia a superficies no porosas, como por ejemplo metales.

30 Como polímeros de matriz se utilizan preferiblemente termoplásticos o resinas, que también se denominan aglutinantes. Los polímeros adecuados incluyen, entre otros: poliamidas tales como poliamida 6 o poliamida 12; polímeros acrílicos tales como poli(acrilato de butilo) (PBA) o poli(acrilato de etilo) (PEA); y resinas epoxídicas. El objetivo de los polímeros de matriz es principalmente garantizar un contacto permanente entre la superficie del sustrato y el revestimiento. También se pueden utilizar polímeros biodegradables o naturales que tengan cierto nivel de pegajosidad.

35 También se describe una composición conductora para generar calor a partir de energía eléctrica (pintura para calentar), que se puede producir de acuerdo con los métodos descritos en las realizaciones anteriores o posteriores.

Breve descripción de las figuras

40 La figura 1 muestra una primera micrografía electrónica a través de una primera sección transversal de una primera composición de revestimiento de acuerdo con la invención.

La figura 2 muestra una segunda micrografía electrónica a través de una segunda sección transversal de la primera composición de revestimiento de acuerdo con la invención.

45 La figura 3 muestra una micrografía electrónica de una tercera sección transversal de la primera composición de revestimiento de acuerdo con la invención.

La figura 4 muestra la retención de la capacidad eléctrica de la primera composición de revestimiento de acuerdo con la invención.

50

Descripción detallada la invención

55 La composición producida de acuerdo con la invención puede presentarse en forma de partículas expandidas. Las partículas pueden tener una densidad aparente entre 0,01 kg/l y 0,1 kg/l, preferiblemente entre 0,02 kg/l y 0,05 kg/l. Las partículas producidas de acuerdo con la invención pueden tener poros con tamaños de 10 μm a 100 μm .

60 Para producir las partículas expandidas, el compuesto de intercalación formado mediante el suministro de electricidad se lava con agua, las partículas lavadas del compuesto de intercalación se secan y se someten a un tratamiento térmico en donde se expande el grafito. Para la expansión se utilizan preferiblemente temperaturas de 130 °C o superiores, de manera especialmente preferida temperaturas de 150 °C a 260 °C, en particular de 150 °C a 180 °C.

65 Como polímeros de matriz se utilizan preferiblemente termoplásticos o resinas, que también se denominan aglutinantes. Los polímeros adecuados incluyen, entre otros: poliamidas tales como poliamida 6 o poliamida 12; polímeros acrílicos como el poli(acrilato de butilo) (PBA) o poli(acrilato de etilo) (PEA); y resinas epoxídicas. El objetivo de los polímeros de matriz es principalmente garantizar un contacto permanente entre la superficie del sustrato y el revestimiento. Por lo tanto, también se pueden utilizar para este fin polímeros biodegradables o naturales que

presenten un cierto grado de pegajosidad.

También se describe un sustrato recubierto sobre una superficie del mismo con partículas de la composición conductora preparada de acuerdo con la invención. Las partículas pueden estar distribuidas en una matriz polimérica.

El revestimiento puede realizarse de cualquier manera, por ejemplo, mediante aplicación con pincel o espátula, mediante revestimiento por pulverización o por inmersión y luego secado del revestimiento. Se insertan al menos dos cables en el revestimiento antes de que esté completamente seco. Preferiblemente se introducen alambres de cobre, que actúan como ánodo o cátodo para conducir la energía eléctrica. El espesor del revestimiento sobre el sustrato es preferiblemente de 10 μm a 40 μm . Preferiblemente se consigue una resistencia superficial de 10 ohmios a 20 ohmios.

La composición producida de acuerdo con la invención es inherentemente conductora de electricidad y muestra excelentes propiedades para convertir la electricidad en producción de calor. Se utiliza preferiblemente en aplicaciones de bajo voltaje, pero también se puede utilizar en aplicaciones de voltaje alterno. Preferiblemente, la composición o sistema de calentamiento que comprende una composición recubierta sobre un sustrato se usa en aplicaciones de corriente continua de 24 V/48 V. Los sustratos recubiertos de esta manera se pueden utilizar de forma muy eficaz como calefacción de superficies y espacios.

Ejemplos

Ejemplo 1:

En un electrolizador que tiene una cámara de trabajo del ánodo que está dispuesta entre el drenaje de corriente del ánodo y un pistón móvil con diafragma, así como un cátodo dispuesto en el electrolito encima del matraz, 25 ml de HNO_3 al 58 % y 10 g de grafito natural con la siguiente composición granulométrica: 80 % 200-290 μm y 20 % menos de 200 μm en contra. A esto se le añadieron 10 g de solución de silicato de potasio. Se realizó un tratamiento anódico del grafito mediante el procedimiento potencioestático. En la etapa (b) (activación de la superficie), se estableció un potencial $E_b = 2,1 \text{ V}$ en el transcurso de 15 s. Posteriormente, la etapa (c) del tratamiento electroquímico para producir GEV se llevó a cabo al potencial $E_c = 1,75 \text{ V}$ durante 5 horas a $Q = 400 \text{ mA}\cdot\text{h/g}$ de grafito. La presión sobre el pistón fue de 0,2 kg/cm^2 . El producto obtenido se lavó con agua, se secó y se trató térmicamente a 200 °C. Se obtuvo un grafito expandido (grafito en dispersión) embebido en vidrio soluble de potasio con una densidad aparente de 1,7 g/l.

Ejemplo 2:

Se preparó una mezcla de grafito natural y vidrio soluble como se describe en el ejemplo 1. Sin embargo, se utilizó polvo de grafito con un tamaño medio de partículas de 200 μm . El tratamiento anódico se realizó en ácido con una concentración del 35 al 40 % en dos etapas, con Q de 300 a 420 $\text{mA}\cdot\text{h/g}$ de grafito y temperaturas de formación de espuma de 200 a 250 °C.

Ejemplo 3:

Se añadieron 2 kg de una mezcla de grafito con un 80 % de ácido sulfúrico a la cámara de trabajo de un electrolizador dispuesto entre el ánodo y el cátodo, que tiene un separador hermético hecho de tejido de polipropileno que se toman en una proporción de 1:1,6. A esto se le añadió 1 kg de solución de vidrio soluble en potasio.

La suspensión de grafito se trató anódicamente mediante el procedimiento galvanostático. La etapa (b) (activación de la superficie) se llevó a cabo bajo una corriente de 160 mA/g de grafito hasta alcanzar el potencial anódico $E_b = 2,3 \text{ V}$ (en el transcurso de aproximadamente 2 horas), luego se llevó a cabo la etapa (c) (formación de GEV) mientras se reducía la corriente a aproximadamente 80 mA/g de grafito. El voltaje en el electrolizador cambió durante el método de síntesis dentro de los límites de 3,5-4,5 V. El tiempo total del tratamiento fue de 9 horas, $Q = 450 \text{ mA}\cdot\text{h/g}$ de grafito. La presión sobre el pistón fue de 0,2 kg/cm^2 .

A continuación, se lavó el producto obtenido con agua, se secó y se trató térmicamente a 250 °C. Se obtuvo una dispersión de grafito con una densidad aparente de 1,6 g/l.

Ejemplo 4:

El tratamiento anódico de la suspensión de grafito en ácido sulfúrico al 70 % tomado en una proporción de 1:1,6 se llevó a cabo de acuerdo con el ejemplo 3. Cuando se alcanzó el potencial de 2,1 V, se redujo la cantidad de corriente; la etapa (c) se inició en $E = 1,8 \text{ V}$. El tiempo total de tratamiento se incrementa a 10 horas, $Q = 520 \text{ mA}\cdot\text{h/g}$ de grafito.

A continuación, se lavó el producto obtenido con agua, se secó y se trató térmicamente a 200 °C. Se obtuvo un grafito en dispersión con una densidad aparente de 2,0 a 2,20 g/l.

Ejemplo 5:

El tratamiento anódico de la suspensión de grafito en ácido sulfúrico al 60 % tomado en una proporción de 1:1,5 se llevó a cabo de acuerdo con el ejemplo 3, pero la corriente de polarización inicial en la etapa de activación fue de 80 mA/g de grafito, y al alcanzar el potencial de 1,9-2,0 V, se redujo la cantidad de corriente. A continuación, se realizó el tratamiento a $E = 1,7$ V con una corriente de 40 mA/g de grafito.

5 El tiempo total de tratamiento se aumentó a 12 horas, $Q = 480-500$ mA·h/g de grafito. A continuación, se lavó el producto obtenido con agua, se secó y se trató térmicamente a 200 °C. Se obtuvo un grafito en dispersión con una densidad aparente de 2,2 g/l.

10 **Ejemplo 6:**

La capacidad eléctrica de una primera composición de revestimiento de acuerdo con la invención se determinó en varios ciclos. La disminución relativa de la capacidad eléctrica a lo largo de los ciclos se muestra en la figura 4.

15

REIVINDICACIONES

1. Método para producir una composición conductora para generar calor a partir de energía eléctrica (pintura calefactora), en donde se produce una mezcla de grafito y una sal de silicato en un disolvente acuoso, la mezcla se electroliza aplicando un voltaje eléctrico para activar la superficie y formar un compuesto de intercalación y el producto de reacción de la electrólisis se separa de la solución de reacción.
2. Método de acuerdo con la reivindicación 1, en donde la mezcla presenta una cantidad total de corriente de al menos 200 mAh/g, referida al contenido en peso de grafito, preferiblemente en el intervalo de 300 a 600 mA•h/g, basado en el contenido en peso de grafito.
3. Método de acuerdo con la reivindicación 1 o 2, en donde el potencial eléctrico aplicado de la fuente de alimentación está en el intervalo entre 1 V y 3 V.
4. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, en donde el suministro de energía se realiza por etapas de forma potencioestática, en donde el potencial eléctrico aplicado de una primera etapa excede el potencial aplicado de una segunda etapa en al menos 1,1 veces.
5. Método de acuerdo con la reivindicación 4, en donde el potencial eléctrico aplicado en una primera etapa es de 2,1 V a 2,5 V y en una segunda etapa es de 1,5 a 1,8 V.
6. Método de acuerdo con la reivindicación 5, en donde la cantidad de corriente suministrada a una primera etapa es de 300 a 500 mA•h/g, basado en el contenido en peso de grafito, a un potencial de hasta 2,5 V, y a una segunda etapa es de 100 a 160 mA•h/g V un potencial de hasta 2,3 basado en el contenido en peso de grafito.
7. Método de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde el producto de reacción separado de la solución de reacción se seca y expande adicionalmente mediante el suministro de energía térmica.
8. Método de acuerdo con la reivindicación 7, en donde para la expansión se utilizan temperaturas de 130 °C o superiores, de manera especialmente preferida temperaturas de 150 °C a 260 °C, en particular de 150 °C a 180 °C.

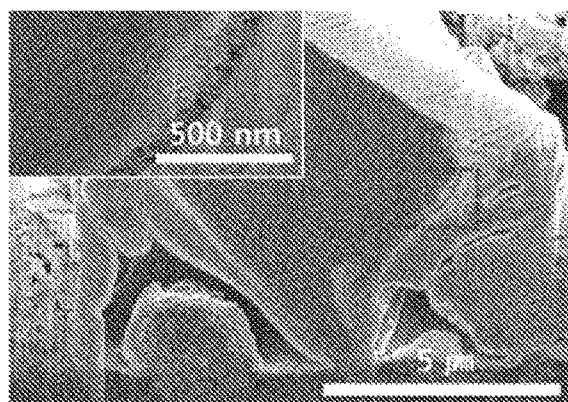


Fig. 1

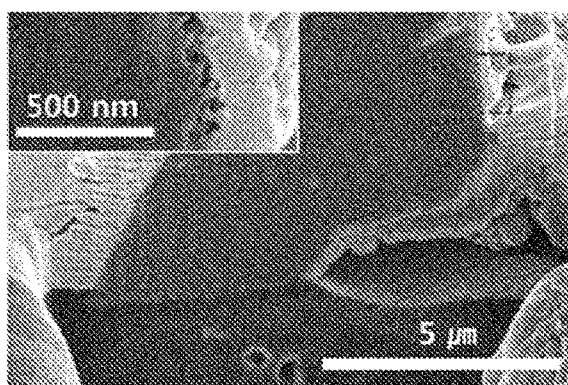


Fig. 2

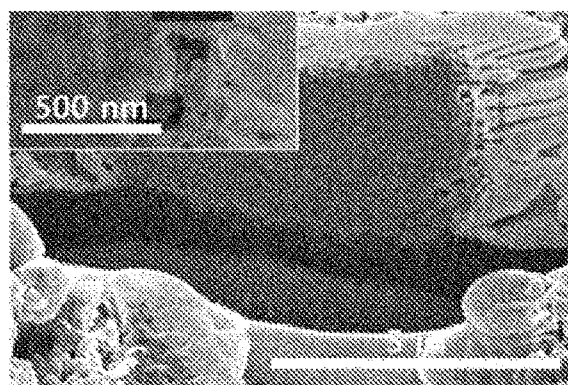


Fig. 3

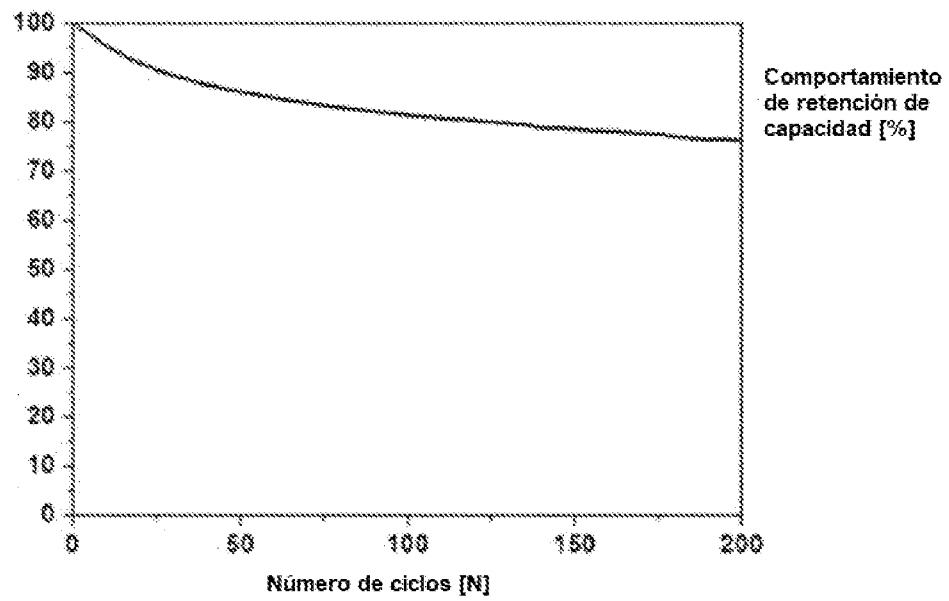


Fig. 4