

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 895 670**

51 Int. Cl.:

B29C 44/20 (2006.01)

B29C 44/34 (2006.01)

C08J 9/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **29.12.2014** **PCT/US2014/072548**

87 Fecha y número de publicación internacional: **09.07.2015** **WO15103134**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **29.12.2014** **E 14876099 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.09.2021** **EP 3089867**

54 Título: **Método para la producción de espuma de polipropileno reticulada por irradiación**

30 Prioridad:

30.12.2013 US 201314144345

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

22.02.2022

73 Titular/es:

TORAY PLASTICS (AMERICA) , INC. (100.0%)
50 Belver Avenue
N. Kingstown, RI 02852-7500, US

72 Inventor/es:

BALDWIN, JESSE;
SIERADZKI, PAWEL y
GEIBLER, PAUL

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 895 670 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

Método para la producción de espuma de polipropileno reticulada por irradiación

Referencia a solicitudes relacionadas

- 5 Esta solicitud reivindica la prioridad de la Solicitud de Patente de EE. UU. número 14/144,345, «Method to direct compound extruded structure for the production of irradiation crosslinked polypropylene foam», presentada el 30 de diciembre de 2013.

Campo de la invención

- 10 La presente invención se refiere a la fabricación de espuma de polipropileno reticulada por irradiación. Más específicamente, la invención se refiere a métodos y procedimientos para fabricar estructuras extruidas para la producción de espuma de polipropileno reticulada por irradiación.

Antecedentes de la invención

- 15 Las espumas especiales pueden fabricarse usando un procedimiento que incluye trituración de materiales, mezclado de materiales, extrusión, irradiación y formación de espuma. Con este procedimiento se puede producir espuma de polipropileno reticulada por irradiación, que puede usarse para aplicaciones de acabados interiores de automóviles, por ejemplo.

- 20 En la figura 1 se muestran componentes auxiliares usados en un procedimiento convencional para fabricar espuma de polipropileno reticulada por irradiación. El procedimiento mostrado en la figura 1 incluye componentes para triturar materiales, preparar una mezcla, extrusión, irradiación y formación de espuma. Aunque puede efectuarse cualquier combinación de estas etapas en una única ubicación, también puede efectuarse en diferentes ubicaciones para minimizar costes. Por ejemplo, fabricar espuma en el mismo sitio de producción donde se mezclan y se extruyen los ingredientes materiales es, a menudo, más costoso que simplemente enviar estructuras extruidas para la formación de espuma posterior en otro lugar. Las estructuras extruidas son más compactas para el transporte a otro sitio donde pueda formar la espuma, por ejemplo, un fabricante de automóviles.

- 25 En la etapa 100 de la figura 1, las resinas se transportan inicialmente a un sitio de producción y se alimentan a una trituradora en que se pulverizan las resinas a forma de polvo. Las resinas se conforman como bolitas, gránulos, pequeños fragmentos, escamas, perlas, cilindros, tubos o similares, antes de pulverizarse a forma de polvo. En la etapa 102, las resinas en polvo se almacenan en silos de materias primas junto con otros ingredientes materiales. En la etapa 104, la resina en polvo y otros ingredientes materiales se mezclan entre sí usando un mezclador de tipo Henschell. Los otros ingredientes materiales pueden incluir un envase antioxidante, un agente reticulante, un agente soplador (es decir, agente formador de espuma) y similares. En la etapa 106, la preparación de materiales mezclados se extruye en estructuras usando una boquilla o una extrusora de doble tornillo paralelo que tiene una relación longitud a diámetro (L/D) baja, que minimiza el cizallamiento y el tiempo de permanencia. En la etapa 108, se usa un haz de electrones para producir estructuras reticuladas por irradiación. El procedimiento de formación de espuma de la etapa 110 incluye precalentar la estructura reticulada por irradiación, siguiendo con un baño de sal que se usa como medio conductor del calor para activar al agente soplador en la estructura reticulada por irradiación para crear espuma. En la etapa 112, la espuma se enfría, se lava y se enrolla.

- 40 En otros métodos convencionales para fabricar espuma reticulada se puede usar reticulación química en vez de radiación para producir espuma de polipropileno o polietileno reticulada por irradiación. Sin embargo, la reticulación química proporciona una espuma que no puede usarse para aplicaciones de acabados interiores de automóviles debido a que la espuma no es lisa. Típicamente se usa una superficie lisa para acabados interiores de automóviles debido a que estas aplicaciones incluyen un material bilaminar de espuma y una hoja fina laminada de TPO o PVC. Por consiguiente, la reticulación química tiene un uso limitado para estos tipos de aplicaciones debido a que no proporciona celdas de espuma uniformes. Otros métodos conocidos incluyen extrusión reactiva, donde tiene lugar una reacción química o reticulación durante el procedimiento de extrusión.

- 45 De acuerdo con esto, existe la necesidad de fabricar espumas reticuladas irradiadas con bajo coste y de una manera eficaz. En el documento WO 2011/008845 A1 se describe un método para fabricar una estructura extruida que comprende introducir resina en el alimentador de una extrusora; inyectar un agente reticulante líquido en la extrusora; introducir un agente soplador químico en la extrusora y extruir una estructura a partir de la extrusora.

Sumario de la invención

- 50 La invención se define por un método de acuerdo con la reivindicación 1 y por un producto de acuerdo con la reivindicación 15.

En la presente memoria se describen métodos y procedimientos para fabricar espuma de polipropileno reticulada por irradiación en que se eliminan las etapas de trituración y mezcla de materiales previamente a la extrusión, que se usan en métodos de fabricación convencionales. Eliminar las etapas de trituración y mezcla proporciona una ventaja sobre

los métodos convencionales debido a que disminuyen los costes de fabricación al tiempo que aún se proporcionan estructuras extruidas de alta calidad.

- 5 En algunas realizaciones, un método de fabricación de una estructura extruida incluye introducir resina en el alimentador de una extrusora, introducir un agente reticulante líquido en la extrusora en un punto aguas abajo del alimentador, introducir un agente soplador químico en la extrusora en un punto aguas abajo del punto donde se introduce el agente reticulante líquido en la extrusora, y extruir una estructura a partir de la extrusora. En algunas realizaciones, el método incluye además irradiar la estructura extruida para producir una estructura extruida reticulada. En algunas realizaciones, el método incluye además formar espuma a partir de la estructura extruida reticulada para producir una estructura de espuma.
- 10 En algunas realizaciones, la formación de espuma incluye precalentar la estructura extruida reticulada. En algunas realizaciones, la formación de espuma incluye usar un baño de sal como fuente de calor para activar al agente soplador químico en la estructura extruida reticulada. En algunas realizaciones, la formación de espuma incluye usar un calentador radiante, un horno de aire caliente o energía de microondas como fuente de calor para activar al agente soplador químico en la estructura extruida reticulada.
- 15 En algunas realizaciones, el agente soplador químico se introduce en la extrusora por una embutidora lateral aguas abajo del punto donde el agente reticulante líquido se introduce en la extrusora.
- 20 En algunas realizaciones, la resina introducida en el alimentador tiene una forma no de polvo. En algunas realizaciones, la resina se conforma como bolitas, gránulos, pequeños fragmentos, escamas, perlas, cilindros o tubos. En algunas realizaciones, la resina incluye un polímero a base de polipropileno que incluye MAH-g-polipropileno, polipropileno modificado al impacto, copolímero de polipropileno y etileno, copolímero de MAH-g-polipropileno y etileno, polipropileno de metaloceno, copolímero de polipropileno de metaloceno y etileno, copolímero de bloque de polipropileno de metaloceno y olefina con secuencia de bloques controlada, plastómero poliolefínico a base de polipropileno, elastoplastómero poliolefínico a base de polipropileno, elastómero poliolefínico a base de polipropileno, mezcla poliolefínica termoplástica a base de polipropileno y mezcla elastomérica termoplástica a base de polipropileno.
- 25 En algunas realizaciones, la estructura extruida tiene un perfil laminado y es una película, una banda o una lámina.
- 30 En algunas realizaciones, la extrusión se efectúa con una extrusora de doble tornillo de corrotación. En algunas realizaciones, la extrusora tiene una relación longitud a diámetro de tornillo de 36 : 1 a 52 : 1. En algunas realizaciones, la extrusora tiene una longitud mayor que 20 diámetros de tornillo. En algunas realizaciones, el alimentador está ubicado en un punto dentro de 4 diámetros de tornillo iniciales, el agente reticulante líquido se introduce en la extrusora en un punto dentro de 4 a 8 diámetros de tornillo y el agente soplador se introduce en la extrusora en un punto dentro de 16 a 20 diámetros de tornillo. En algunas realizaciones, cada doble tornillo tiene un diámetro de 60 mm a 100 mm.
- 35 En algunas realizaciones, se mantiene una temperatura dentro de la extrusora de al menos 10 °C por debajo de la temperatura de iniciación de la descomposición térmica del agente soplador químico.
- 40 En algunas realizaciones, el agente soplador químico tiene dominios de un tamaño de radio cada uno menor que 16 µm en la estructura extruida. En algunas realizaciones, el agente reticulante líquido es divinilbenceno. En algunas realizaciones, el agente soplador químico es azodicarbonamida. En algunas realizaciones, la espuma tiene una densidad de 20 kg/m³ a 250 kg/m³.
- 45 En algunas realizaciones, un método para fabricar una estructura extruida incluye introducir resina en una primera zona de la extrusora e introducir un agente reticulante líquido en una segunda zona de la extrusora. La segunda zona está aguas abajo de la primera zona. El método también incluye introducir un agente soplador químico en una tercera zona de la extrusora, y extruir una estructura en una cuarta zona de la extrusora. En algunas realizaciones, el método incluye además irradiar la estructura extruida para reticular la resina de la estructura extruida. En algunas realizaciones, el método incluye además formar espuma a partir de la estructura reticulada irradiada para producir una estructura de espuma. En algunas realizaciones, la tercera zona está aguas abajo de la segunda zona.
- 50 En algunas realizaciones, la extrusión se efectúa con una extrusora de doble tornillo de corrotación que tiene una longitud mayor que 20 diámetros de tornillo. La primera zona está situada dentro de los 4 diámetros de tornillo iniciales. La segunda zona está situada dentro de 4 a 8 diámetros de tornillo. La tercera zona está situada dentro de 16 a 20 diámetros de tornillo.
- 55 En algunas realizaciones, se produce una estructura extruida por un método. El método incluye introducir resina en el alimentador de una extrusora, introducir un agente reticulante líquido en la extrusora en un punto aguas abajo del alimentador, introducir un agente soplador químico en la extrusora y extruir una estructura a partir de la extrusora. El agente soplador químico tiene dominios, cada uno de un tamaño de radio menor o igual que 16 µm en la estructura extruida.

Breve descripción de los dibujos

Ahora se describirán realizaciones ejemplares de la invención con referencia a los dibujos adjuntos, en los que:

En la figura 1 se muestran componentes auxiliares usados en un procedimiento convencional para fabricar espuma de polipropileno reticulada por irradiación;

5 la figura 2 es un diagrama de flujo que muestra un procedimiento convencional para fabricar espuma de polipropileno reticulada por irradiación;

la figura 3 es un diagrama de flujo que muestra un procedimiento para fabricar espuma de polipropileno reticulada por irradiación sin las etapas de pulverización y mezcla usadas en procedimientos convencionales, de acuerdo con las realizaciones de la invención;

10 la figura 4 es un diagrama de una extrusora de corrotación usada para un procedimiento de extrusión con mezcla directa de acuerdo con realizaciones de la invención;

en la figura 5 se muestran componentes auxiliares usados en los procedimientos para producir estructuras compuestas extruidas de acuerdo con realizaciones de la invención;

15 en la figura 6 se muestran partes internas de una extrusora de corrotación de acuerdo con realizaciones de la invención;

en la figura 7 se ilustran las posiciones de las secciones y las zonas en una extrusora de acuerdo con las realizaciones de la invención;

en la figura 8 se ilustran elementos de calentamiento y enfriamiento de un segmento de tambor de extrusora de acuerdo con realizaciones de la invención;

20 en la figura 9 se muestran inyectores usados para inyectar un agente reticulante en una extrusora de acuerdo con realizaciones de la invención;

en la figura 10 se muestra un ejemplo de una bomba de diafragma para líquidos de acuerdo con realizaciones de la invención;

25 la figura 11 incluye imágenes de mezclamiento bueno y deficiente de DVB dependiendo de la ubicación de la inyección en el tambor de extrusora de acuerdo con realizaciones de la invención;

la figura 12 es una imagen en que se muestra la inyección de agente reticulante líquido en la extrusora en una posición entre 0 y 4D, no de acuerdo con realizaciones de la invención; y

la figura 13 incluye imágenes de secciones transversales de estructuras de lámina examinadas con aumento de 100×, de acuerdo con realizaciones de la invención.

30 **Descripción detallada de la invención**

En la presente memoria se describen métodos y procedimientos para fabricar espuma de polipropileno reticulada por irradiación. En algunas realizaciones, esto incluye la extrusión de todos los componentes materiales, incluido un agente reticulante líquido, para fabricar estructuras extruidas para la producción de espuma de polipropileno reticulada por irradiación. Pueden producirse estructuras extruidas en una ubicación, irradiarse en una ubicación diferente y convertirlas en espuma en otra ubicación más. Una estructura extruida, como se refiere en la presente memoria, tiene un perfil laminado y puede ser una película, una banda, una lámina o similar. El procedimiento para producir una estructura de lámina extruida también puede referirse en la presente memoria como laminación. De acuerdo con esto, en esta descripción se describe la fabricación de estructuras extruidas como un procedimiento separado de la irradiación y la formación de espuma, aunque pueden ser todos parte del mismo procedimiento en algunas realizaciones.

Los métodos convencionales para producir espuma de polipropileno reticulada por irradiación incluyen etapas separadas de pulverización, mezcla de todos los componentes materiales entre sí en una mezcladora Henschel, extruir el material mezclado usando una extrusora de contrarrotación con una relación longitud a diámetro (L/D) baja, reticular la estructura extruida usando un haz de electrones, y después formar espuma a partir de la estructura reticulada usando un medio conductor de calor para activar al agente soplador químico.

En métodos convencionales, las bolitas de resina se pulverizan en polvo antes de la mezcla de la resina en polvo junto con otros ingredientes materiales. Una forma en polvo de resina facilita la adsorción del agente líquido reticulante líquido, tal como divinilbenceno (DVB), en la mezcla. La adsorción es un procedimiento de adhesión de un líquido a la superficie del adsorbente, que en este caso es la resina pulverizada. Usar resina no en polvo puede evitar que el agente reticulante líquido sea adsorbido por la mezcla debido a que se sedimente en el fondo de un mezclador o contenedor de almacenamiento. Hacer polvo la resina también facilita la creación de una mezcla homogénea de

componentes materiales en la preparación debido a que también se forman muchos aditivos como polvo fino. Por ejemplo, el agente soplador químico azodicarbonamida (ADCA) tiene un tamaño de 18 μm a 30 μm .

La figura 2 es un diagrama de flujo en el que se muestra un procedimiento convencional para fabricar espuma de polipropileno reticulada por irradiación. En 200, las resinas se pulverizan de bolitas a forma de polvo. En 202, las resinas en polvo y otros ingredientes materiales se incorporan en una mezcla. En 204, se usa una extrusora para producir una estructura extruida tal como una lámina. En 206, se usa un haz de electrones para producir una estructura reticulada por irradiación. En 208, la estructura reticulada por irradiación se convierte en un producto de espuma.

A diferencia de los métodos convencionales, los métodos y los procedimientos descritos permiten la fabricación de estructuras extruidas a partir de la mezcla de ingredientes materiales que incluye una resina, un agente reticulante y un agente soplador químico que se introducen todos directamente en una extrusora. Esto es ventajoso debido a que se elimina la necesidad de pulverizar las resinas, y se elimina la necesidad de un mezclador separado para mezclar la resina pulverizada con otros ingredientes materiales. Esto también es ventajoso debido a que las estructuras extruidas pueden producirse sin que se requieran esas etapas, mano de obra y capital adicionales para crear resina en polvo en una mezcla con otros materiales. Los costes de operación se reducen además ya que eliminándose la necesidad de pulverizar resina se elimina la necesidad de nitrógeno líquido criogénico para pulverizar material olefínico más blando.

La figura 3 es un diagrama de flujo que muestra un procedimiento para fabricar espuma de polipropileno reticulada por irradiación sin las etapas convencionales de pulverización y mezcla en el procedimiento mostrado en la fig. 2. En 300, se usa la mezcla directa para extrusión de láminas introduciendo todos los ingredientes materiales directamente en una extrusora para producir una estructura extruida. En 302, se usa un haz electrónico para reticular estructura extruida. En 304, con un procedimiento de formación de espuma se convierte la estructura reticulada por irradiación en espuma de polipropileno.

Pulverización y mezcla

Los suministradores normalmente proporcionan resinas en forma de bolitas. Las bolitas pueden tener un tamaño de 2 mm a 10 mm. Las bolitas de resina pueden pulverizarse como parte de un procedimiento de fabricación general o pulverizarse en una ubicación remota antes de la extrusión y laminación. En las trituradoras criogénicas se usa nitrógeno líquido para facilitar la trituración de materiales olefínicos blandos sin generación de calor ni aglutinaciones. Aunque usar nitrógeno líquido facilita la trituración, no se requiere necesariamente para proporcionar resinas en polvo. La resina también puede obtenerse como escamas o en forma de polvo, resultando directamente de un reactor de polimerización. Las escamas o el polvo del reactor pueden tener la distribución de tamaño de partícula mostrada en la tabla 1 a continuación, cuando se mide de acuerdo con ASTM D5644. En algunos casos, no se requiere pulverizar las resinas de tamaños más pequeños y están listas para usarse en la mezcla.

Tamaño de partícula, %							Total =
mallá 10	mallá 20	mallá 35	mallá 60	mallá 100	mallá 140	Recipiente	100 %
3.65	39.49	26.57	17.40	6.95	2.94	2.99	100

Tabla 1

Después de pulverizar las bolitas, las resinas generalmente tienen la distribución de tamaño de partícula mostrada en la tabla 2. Así, el tamaño de la resina puede reducirse a menor que aproximadamente 2 mm. Para materiales olefínicos, tales como polipropileno o polietileno, la densidad aparente tras la pulverización está generalmente entre 25 g/100 cm^3 y 55 g/100 cm^3 , cuando se mide por ASTM D1895.

Tamaño de partícula, %							Total =
mallá 10	mallá 20	mallá 35	mallá 60	mallá 100	mallá 140	Recipiente	100 %
0.20	12.16	38.95	36.75	9.65	2.35	-0.06	100

Tabla 2

Se puede combinar resina pulverizada con otros ingredientes y aditivos en un mezclador para mezclar todos los ingredientes materiales entre sí. El mezclador puede ser, por ejemplo, un mezclador de tipo Henschell. Los ingredientes materiales pueden incluir, por ejemplo, resinas pulverizadas o escamas de reactor, un agente reticulante líquido, un agente soplador químico, un paquete antioxidante y cualquier otro tipo de aditivos. Los ingredientes materiales se escalan gravimétricamente al mezclador en una secuencia precisa de etapas de manera que no tenga lugar aglutinación cuando se mezcle el lote de ingredientes materiales. Este lote de materiales se mezcla a una velocidad baja durante un periodo de tiempo, después a una velocidad mayor. Generalmente, el tiempo de mezcla implica un total de aproximadamente 9 a 10 minutos por lote de mezcla.

Extrusión

La extrusión es un procedimiento usado para crear estructuras que tengan un perfil de sección transversal fijo. Una extrusora se usa para crear estructuras extruidas. En los métodos y los procedimientos descritos en la presente memoria se eliminan las etapas de pulverización de las resinas y premezcla de ingredientes materiales debido a que todos los ingredientes materiales pueden alimentarse directamente a una extrusora, o cada ingrediente puede alimentarse individualmente a la extrusora por puertos separados, o sus combinaciones. La premezcla de los ingredientes de una composición de espuma puede efectuarse para facilitar su dispersión, aunque no sea necesario. Puede usarse un mezclador Henshell para dicha premezcla.

En la presente memoria se describe un procedimiento de extrusión que incluye la etapa de inyectar un agente reticulante líquido directamente en una extrusora para fabricar una estructura extruida, tal como láminas o películas de espuma. En algunas realizaciones, estos tipos de láminas compuestas se producen sin triturar materiales y mezclando una preparación de los materiales antes de la introducción de la mezcla en la extrusora. Así, se usa un procedimiento de extrusión para hacer productos laminares de espuma compuestos de polipropileno reticulados por irradiación sin pretrituración o premezcla de materiales.

La figura 4 representa un diagrama de una extrusora de corrotación usada para un procedimiento de extrusión de mezcla directa. En algunas realizaciones, se alimentan diferentes combinaciones de materias primas a diferentes puertos de la extrusora 400 de corrotación mostrada en la figura 4. Dependiendo del producto de espuma que se esté produciendo se alimentan directamente diferentes materias primas a la extrusora de corrotación para lograr una estructura extruida compuesta usada para la fabricación de una espuma de polipropileno reticulada por irradiación con un espesor, densidad e índice de reticulación objetivo específicos. Así, varios factores afectan al procedimiento de extrusión, incluido un espesor, densidad, tipo de espuma, y similares, fijados como objetivo.

Los diferentes puertos en la figura 4 incluyen un alimentador 402 para resina, un puerto para un agente 404 reticulante líquido (por ejemplo, un inyector de DVB), un puerto para un agente 408 soplador químico (por ejemplo, una embutidora lateral de ADCA), y un puerto 410 de vacío. La extrusora 400 también puede incluir una purga 406 a la atmósfera.

La extrusora 400 incluye múltiples secciones o zonas del tambor. Cada sección del tambor representa una longitud axial de, por ejemplo, 4 diámetros (4D). En particular, la extrusora 400 representa una sección de alimentación y otras diez secciones que están aguas abajo de la sección de alimentación. Aunque el número de tambores puede variar de acuerdo con diferentes realizaciones, la longitud total de la extrusora debería ser suficiente para mezclar componentes materiales para proporcionar una mezcla con propiedades dispersivas y distributivas uniformes.

En la figura 5 se muestran componentes auxiliares usados en el procedimiento general para producir estructuras extruidas compuestas. El procedimiento general incluye un nivel de mezcla y un nivel de laminación para fabricar estructuras extruidas. La extrusora 500 mostrada en la figura 5 corresponde a otra realización de extrusora 400 mostrada en la figura 4, pero la figura 5 muestra componentes auxiliares adicionales que son también parte del procedimiento de fabricación. Muchos de los componentes auxiliares adicionales mostrados en las figuras 4 y 5 están comercialmente disponibles.

El procedimiento del nivel de laminación incluye una extrusora 500 de doble tornillo de corrotación de alta entrada de energía y de alta velocidad. Los ingredientes materiales se alimentan a la extrusora 500 usando alimentadores 502 por pérdida de peso gravimétricos. Se alimenta un agente soplador químico (por ejemplo, ADCA) por una embutidora 504 lateral de la extrusora 500. La embutidora 504 lateral puede tener una unidad estándar que esté dimensionada para extrusoras particulares. El puerto 506 de vacío se aplica a la extrusora 500 para eliminar compuestos volátiles o atrapamiento de aire en la masa fundida polimérica. La eliminación de estas impurezas ayuda a evitar burbujas de aire o huecos en estructuras extruidas que se manifiestan en defectos durante la formación de espuma. Las presiones de vacío típicas pueden ser de 2.4 kPa (18 torr) a 3.3 kPa (25 torr), en vacío absoluto. La bomba de vacío puede ser bomba de tipo seco o bomba de tipo anillo líquido en la que se usa agua de proceso refrigerada para mantener un sello.

La masa fundida se filtra a través de una placa 508 perforada que contiene el filtro 510 en el extremo aguas abajo de la extrusora 500. Los filtros típicos pueden ser tan gruesos como malla 20 o tan finos como malla 250, que son tamices estándares industriales para procedimientos de extrusión de plástico. Después de la filtración de la masa fundida, se usa una bomba 512 de engranajes (es decir, una bomba de fusión) para presurizar y mantener una salida uniforme para la boquilla 514 de extrusión. En algunas realizaciones, la boquilla 514 de extrusión tiene un diseño de gancho que hace que un perfil de lámina de espesor y ancho uniformes se funda con posterioridad en una pila de rodillos refrigeradores. El agente reticulante líquido se inyecta en el extremo aguas arriba de la extrusora 500 a través de un inyector. El agente reticulante líquido se suministra al inyector a través de una bomba de líquido a alta presión que puede ser un pistón o una bomba de tipo diafragma especificada para un líquido y una viscosidad particulares.

Las estructuras extruidas, tales como láminas, se producen sin etapas de trituración y mezcla alimentando bolitas de polipropileno u otras resinas directamente a la extrusora 500. Se introduce un agente soplador químico en la extrusora

500 y se inyecta directamente un agente reticulante líquido en la extrusora 500. Con este procedimiento de extrusión se mezclan adecuadamente ingredientes materiales entre sí para lograr una mezcla homogénea que se mezcle bien con el agente soplador. El agente soplador se dispersa y se distribuye eficazmente a través de la matriz polimérica. Durante el procedimiento de extrusión, la temperatura de fusión del polímero se mantiene por debajo de la temperatura de activación o descomposición del agente soplador para evitar la formación de espuma prematura.

Los procedimientos y métodos descritos en la presente memoria pueden usar una extrusora de doble tornillo de corrotación que tenga una relación longitud a diámetro (L/D) mayor que la de las extrusoras usadas para métodos convencionales. Es decir, el equipo requerido para pulverizar y mezclar se reemplaza con segmentos o zonas adicionales en la extrusora 500 que puedan efectuar estas operaciones específicas. Por ejemplo, cuando se usan resinas pulverizadas y materiales premezclados, la relación L/D tiene un valor comúnmente entre L/D 20 : 1 y 24 : 1. A diferencia de los procedimientos convencionales, una longitud de extrusora para mezcla directa de una lámina extruida puede tener una relación L/D de 36 : 1 a 52 : 1, tal como 44 : 1. Así, se alimentan resinas en bolitas a la garganta de la extrusora 500, se rellena lateralmente la extrusora 500 con agente soplador químico y se inyecta directamente en la extrusora 500 el agente reticulante líquido.

Una manera común de cuantificar las longitudes de las extrusoras es una relación de longitud del tambor a diámetro de tornillo (L/D). Por ejemplo, si una extrusora tiene un diámetro de tornillo interno de 100 mm y una longitud de 2000 mm, la relación L/D de esta extrusora es L/D 20 : 1. La longitud axial de una extrusora además de la posición a lo largo del eje también puede representarse e indicarse en diámetros. Por ejemplo, una extrusora de diámetro 100 mm con una L/D 20 : 1 que se refiere a una posición de 400 mm desde el puerto de alimentación puede representarse teniendo 4 diámetros de tornillo de longitud o 4D (4 × 100 mm). Esta es una manera común y conveniente para referirse a ciertas posiciones a lo largo de una extrusora, puesto que en muchas extrusoras se usan múltiples tambores modulares contruidos en longitudes de 4 diámetros.

Puede usarse una extrusora de contrarrotación en métodos convencionales en que se procesa una mezcla que comprende el agente formador de espuma para minimizar el cizallamiento y calor de manera que no se ocasione formación de espuma prematura activándose de manera inadvertida el agente soplador químico. Esto corresponde a una descomposición prematura del agente formador de espuma. Por ejemplo, la temperatura de fusión de la extrusión del perfil laminado es una temperatura preferiblemente al menos 10 °C por debajo de la temperatura de iniciación de la descomposición térmica del agente soplador químico.

En la figura 6 se muestran partes internas de una extrusora de corrotación típica, que, en este ejemplo, tiene una relación (L/D) 36 : 1. En la figura 7 se representan detalles acerca de las posiciones y secciones o zonas y cómo definir la longitud de la extrusora 500. Un diámetro o tamaño de la extrusora puede ser, por ejemplo, de aproximadamente 27 mm a 100 mm. Un diámetro de extrusora que sea pequeño, tal como 27 mm, puede no producir suficiente salida para producción comercial. Por otra parte, un diámetro que sea demasiado grande (por ejemplo, mucho mayor que 100 mm) puede comprometer la mezcla debido a que el número de divisiones de fusión por kilogramo de material procesado se reduce a una misma RPM, debido a que se hace pasar más material por una extrusora 500. De acuerdo con esto, en algunas realizaciones, el diámetro de la extrusora es preferiblemente de aproximadamente 40 mm a 80 mm, o más preferiblemente de aproximadamente 60 mm a 100 mm, para producción comercial de estructuras extruidas.

Usar estructuras con relaciones L/D que sean demasiado bajas o demasiado altas puede producir espumas defectuosas. Por ejemplo, una relación L/D de 20 : 1 puede no permitir suficientes elementos de mezcla junto con elementos de medición para bombear el material. Esto puede dar como resultado productos laminados que incluyan materiales no fundidos y/o productos laminados de tamaño reducido debido a que los aditivos no se dispersaron uniformemente en los productos laminados. Estos productos laminados defectuosos manifestarían otros defectos durante el procedimiento de formación de espuma final. Por otra parte, por ejemplo, una relación L/D de extrusora de 60 : 1 puede ser demasiado grande. Una longitud de extrusora que sea demasiado larga puede dar como resultado demasiado tiempo de permanencia del polímero en la extrusora. Mayor tiempo de permanencia puede conducir a degradación y activación prematura del agente formador de espuma químico.

La extrusora puede tener un diseño de tornillo para fundir lo suficiente los componentes poliméricos, como se muestra en la figura 7. La extrusora logra una mezcla consistente con características dispersivas y distributivas uniformes para obtener una mezcla homogénea sin porciones no fundidas, partículas grandes y similares. Retirar estos defectos de la mezcla ayuda a eliminar los defectos que de otro modo se manifestarían durante el procedimiento de formación de espuma.

En la figura 13 se incluyen imágenes de secciones transversales de estructuras laminadas examinadas con un aumento 100×. La imagen a la izquierda es un ejemplo de «buena mezcla» durante la extrusión. El tamaño del radio de cada dominio de agente soplador en polvo es menor o igual que aproximadamente 16 μm o 32 μm de diámetro. La imagen a la derecha es un ejemplo de «mezcla deficiente» durante la extrusión. En este caso, los dominios del agente soplador químico son mucho mayores, con radios tan grandes como 46 μm. Estos dominios grandes del agente soplador ocasionan defectos cuando se espuma con posterioridad la lámina.

El procedimiento de extrusión incluye diferentes parámetros que pueden controlarse. Estos parámetros incluyen una tasa de alimentación, un porcentaje de componentes materiales de la receta, RPM del tornillo de la extrusora, temperaturas de la zona del tambor, y presión en la cabeza. La presión en la cabeza, como se refiere en la presente memoria, es la presión en la descarga de la extrusora 500. En la figura 8 se representan elementos de calentamiento y enfriamiento de un segmento del tambor de la extrusora 500 que puede usarse para controlar las temperaturas del tambor, por ejemplo.

Sin tener en cuenta cómo se alimentan los ingredientes a la extrusora, la fuerza de cizallamiento y la mezcla en la extrusora deben ser suficientes para producir una estructura extruida homogénea con un perfil laminado. El perfil laminado puede ser una película, una banda o una lámina. En algunas realizaciones, una extrusora de doble tornillo de corrotación proporciona suficiente fuerza de cizallamiento y mezcla a través del tambor de la extrusora para extruir una lámina con propiedades uniformes.

La temperatura de extrusión del perfil laminado es una temperatura preferiblemente al menos 10 °C por debajo de la temperatura de iniciación de la descomposición térmica del agente soplador químico. Si la temperatura de extrusión excede de la temperatura de descomposición térmica del agente soplador químico, entonces el agente soplador se descompone, lo que dará como resultado una formación de espuma prematura indeseable.

Resinas

Las resinas alimentadas a la extrusora 500 pueden comprender polipropileno, o una mezcla de polipropileno con otros materiales compatibles. El polietileno se usa comúnmente cuando se desean mezclas. En algunas realizaciones, estos dos materiales se mezclan entre sí para lograr propiedades físicas deseadas que con la resina base misma no se puede lograr. La composición puede tener un efecto sinérgico por mezcla de dos o más materiales entre sí. En algunas realizaciones, pueden mezclarse entre sí varios polipropilenos con múltiples materiales de tipo polietileno.

En algunas realizaciones, la estructura extruida comprende aproximadamente de 25 a 95 partes en peso de al menos un polímero a base de polipropileno con un índice de flujo de fusión (IFF) de aproximadamente 0.1 a 25 gramos por 10 minutos a 230 °C y/o al menos un polímero a base de polietileno con un índice de flujo de fusión de aproximadamente 0.1 a 25 gramos por 10 minutos a 190 °C. En algunas realizaciones, la resina incluye del 30 % al 80 % de polipropileno con un equilibrio de polietileno.

En particular, la tensión de cizallamiento es proporcional a la viscosidad a la velocidad de cizallamiento. Un índice de flujo de fusión que sea demasiado alto ocasiona una viscosidad de la resina demasiado baja, lo que da como resultado menos tensión de cizallamiento para dispersar los ingredientes durante el procedimiento de extrusión y que resulten por último defectos durante la formación de espuma. Por otra parte, un índice de fusión que sea demasiado bajo da como resultado una viscosidad que es demasiado alta, lo que ocasiona que ocurra calentamiento por cizallamiento y una presión de extrusión alta. Esto puede ocasionar la activación prematura del agente formador de espuma y una salida de extrusión deficiente. Por lo tanto, se prefiere tener el índice de flujo de fusión del polipropileno y el polietileno entre 0.5 y 8 gramos por 10 minutos, o más preferiblemente entre 0.5 y 3.5 gramos por 10 minutos.

Las resinas alimentadas a la extrusora 500 pueden estar en forma de bolitas debido a que la trituración es innecesaria. El tamaño típico de las bolitas es de aproximadamente 2 mm en dimensión promedio ((longitud + ancho)/2) a aproximadamente 10 mm, y un tamaño común de bolita es de aproximadamente 4 mm. El tamaño de las bolitas también puede representarse en bolitas por gramo y para las olefinas puede ser un valor entre 200 y 10 para el tamaño dado de 2 mm a 10 mm, respectivamente. Usar tamaños de bolita más pequeños puede aumentar el coste de la formación de las bolitas. Por otra parte, usar tamaños de bolita más grandes requiere más energía dispersiva para romper y fundir completamente y homogeneizar los materiales durante el procedimiento de extrusión.

Las resinas se alimentan a la extrusora 500 en el puerto 502 de alimentación principal o el primer segmento del tambor de la extrusora 500, dentro de una longitud de 4D, como se muestra en la figura 5. Alimentar las resinas aguas abajo además de la extrusora 500 puede ocasionar resina no fundida en las estructuras extruidas debido a que las resinas evitarán la sección de plastificación (es decir, fusión y mezcla) de los husillos de la extrusora 500. Por lo tanto, la resina no fundida dará como resultado láminas que ocasionan defectos en la espuma.

El polipropileno, como se refiere en la presente memoria, es una resina polimérica que incluye polipropileno, MAH-g-polipropileno, polipropileno modificado al impacto, copolímero de polipropileno y etileno, copolímero de MAH-g-polipropileno y etileno, polipropileno de metaloceno, copolímero de polipropileno de metaloceno y etileno, copolímero de bloque de polipropileno de metaloceno y olefina con secuencia de bloques controlada, plastómero poliolefínico a base de polipropileno, elastoplastómero poliolefínico a base de polipropileno, elastómero poliolefínico a base de polipropileno, mezcla poliolefínica termoplástica a base de polipropileno y mezcla elastomérica termoplástica a base de polipropileno. Otro ejemplo de polipropileno es un homopolipropileno isotáctico.

El polietileno, como se refiere en la presente memoria, es una resina a base de polímero que incluye LDPE, MAH-g-LDPE, LLDPE, MAH-g-LLDPE, VLDPE, VLLDPE, HDPE, MAH-g-HDPE, copolímero de polietileno y propileno, copolímero de MAH-g-polietileno y propileno, polietileno de metaloceno, polietileno de MAH-g-metaloceno, copolímero de etileno de metaloceno y propileno, copolímero de etileno de MAH-g-metaloceno y propileno, copolímero de bloque olefínico de polietileno de metaloceno (con secuencia de bloques controlada), EVOH, EVA, MAH-g-EVA, EMA, MAH-

g-EMA, EGMA, MAH-g-EGMA, EBA, MAH-g-EBA, EEA, MAH-g-EEA, EAA, y MAH-g-EAA.

Un polipropileno modificado al impacto es un homopolipropileno o copolímero de polipropileno y etileno (copolímero PP aleatorio) con caucho de copolímero de etileno y propileno. El caucho puede ser amorfo o semicristalino, pero no está en cantidades suficientes para hacer que el material tenga propiedades plastoméricas o elastoméricas. Ejemplos de polipropileno modificado al impacto comercialmente disponible incluyen TI4015F y TI4015F2, de Braskem PP Americas y Pro-fax® 8623 y Pro-fax® SB786 de LyondellBasell.

El copolímero de polipropileno y etileno es polipropileno con unidades etileno aleatorias. Ejemplos de copolímero de polipropileno y etileno comercialmente disponibles son 6232, 7250FL, y Z9421 de Total Petrochemicals USA y TR3020F de Braskem PP Americas.

Agente reticulante

Un agente reticulante se usa para reticular polipropileno y mezclas con polietileno bajo irradiación con haz de electrones debido a que las resinas de polipropileno no se reticulan por sí mismas. Por el contrario, ciertos tipos de polietileno, por ejemplo, LDPE, VLDPE, y otros copolímeros, se reticulan sin usar un agente reticulante. En algunas realizaciones, las espumas a base de polipropileno pueden incluir espumas de olefinas que contengan alguna porción de resina de PP que se reticule y pueda incluir mezclas con polietileno, EVA, o similares.

En algunas realizaciones, se inyecta un agente reticulante líquido en la extrusora 500 en la segunda sección del tambor o directamente en el puerto 502 de alimentación o después del mismo. En algunas realizaciones, el agente reticulante líquido puede introducirse a través de una abertura de purga en la extrusora 500. Los ejemplos de agente reticulante incluyen divinilbenceno (DVB) u otra composición con propiedades similares.

En algunas realizaciones, un agente reticulante líquido, tal como divinilbenceno (DVB), se inyecta en el segundo segmento del tambor de la extrusora 500, entre la posición axial de 4D a 8D. Puede usarse DVB con grados variables de pureza y de diferentes suministradores comerciales tales como Dow o Nippon. El DVB comercialmente disponible normalmente incluye un porcentaje de DVB, siendo el equilibrio principalmente etilvinilbenceno (EVB). Cuando se usa un líquido de DVB que contiene una pureza del 80 % (es decir, el 80 % en peso es divinilbenceno y el 20 % etilvinilbenceno) y haciendo espuma de polipropileno, la cantidad inyectada está normalmente entre 2 y 4 pcr (partes por cien partes de resina). Esta cantidad varía dependiendo del grado de reticulación deseado. En algunas realizaciones, el contenido de DVB es del 2 % al 3 % en peso de los ingredientes materiales.

En algunas realizaciones, se inyecta DVB usando un inyector comercialmente disponible. En la figura 9 se muestran inyectores que pueden usarse para inyectar un agente reticulante en una extrusora 500. Por ejemplo, un inyector con una válvula con carga de resortes (SLV, por sus siglas en inglés) y una camisa de enfriamiento para evitar que el DVB polimerice debido al calor, como se muestra a la izquierda de la figura 9. En particular, puede usarse un inyector en serie de SLV de Specialty Extrusion Solutions. En algunas realizaciones, pueden usarse otros tipos de válvulas para inyectar DVB en la extrusora. Por ejemplo, puede usarse una válvula manual con flujo ajustable, como se muestra en el medio de la figura 9. Otro tipo de válvulas que pueden usarse incluyen neumático, como se muestra a la derecha de la figura 9. Otros tipos de válvulas que pueden usarse incluyen un bloque o puerto que tenga un orificio especificado suficiente para bombear el DVB líquido en la extrusora a alta presión.

Puede usarse también en válvulas con carga de resortes inyección activada con presión. Las válvulas estándar funcionan por un intervalo de presiones de 0.34 MPa a 10.34 MPa (50 psig a 1500 psig) y abertura, a presiones prefijadas. Esta configuración ofrece control del procedimiento consistente. La válvula puede incluir una curva de calibración que permita el ajuste de presión de inyección preciso.

En algunas realizaciones, el agente reticulante líquido puede bombearse a la extrusora usando una bomba de diafragma. Los componentes internos y los sellos de la bomba de diafragma pueden tener resistividad a productos químicos tales como el DVB. Las bombas de diafragma están comercialmente disponibles, tal como la bomba de diafragma Lewa LDC. En la figura 10 se muestra un ejemplo de una bomba de diafragma para líquido.

Puede ocurrir dispersión insuficiente del DVB líquido si se inyecta tras la sección de plastificación del tornillo, tal como después de 16D. Esto puede dar como resultado concentraciones localizadas de DVB líquido en estructuras extruidas que se manifestarán en grados inconsistentes de reticulación durante la irradiación y en defectos durante la formación de espuma tales como burbujas o ampollas.

En la figura 11 se incluyen imágenes de mezcla buena y deficiente de DVB dependiendo del punto de inyección de un tambor de extrusora. Los dos dibujos superiores muestran DVB deficientemente mezclado. En estos ejemplos, el DVB líquido se tiñó con un tinte negro y se inyectó después de 16D sin que estuviera presente agente de soplado. La lámina compuesta resultante se examinó después bajo el microscopio con un aumento de 400× para determinar de manera cualitativa cómo de bien se había mezclado el DVB (es decir, dispersado) en el polímero de base. Está claro que inyectar después de 16D dio como resultado dominios grandes de DVB que no se dispersaron o mezclaron muy bien en los polímeros de base.

Además, si el líquido se inyecta en una sección de la extrusora a presión, la bomba debe superar esta presión de fusión para evitar que el inyector se obstruya o se tapone con polímero. Si el DVB se inyecta entre 4D y 12D, se logrará una mezcla y dispersión buenas del DVB. En la imagen del fondo de la figura 11 se muestra buena mezcla de DVB, como resultado de la inyección entre 4D y 12D. No pueden observarse dominios grandes de DVB teñido en este ejemplo.

Si se añade DVB directamente en la alimentación entre 0 y 4D, puede lograrse buena dispersión, sin embargo, puede humedecerse el área de alimentación ocasionando que el polímero y otros materiales se peguen y se desprendan aglutinaciones. Además, puede tener tendencia a juntarse y acumularse en el fondo del tambor. En la figura 12 se muestra la inyección o el suministro de agente reticulante líquido en un punto entre 0 y 4D. Por lo tanto, inyectar el líquido DVB en la extrusora entre 4D y 8D permite una dispersión apropiada del líquido en el polímero sometándolo a la sección de plastificación a alto cizallamiento de los tornillos y no permitiendo que el líquido se junte en el área de alimentación.

Otros monómeros reticulantes adecuados incluyen monómeros difuncionales, trifuncionales, tetrafuncionales, pentafuncionales, y de mayor funcionalidad comercialmente disponibles. Dichos monómeros reticulantes están disponibles en formas líquida, sólida, de bolita y en polvo. Los ejemplos incluyen, entre otros, acrilatos o metacrilatos tales como diacrilato de 1,6-hexanodiol, dimetacrilato de 1,6-hexanodiol, diacrilato de etilenglicol, dimetacrilato de etilenglicol, propanotrimetacrilato de trimetilol, metanotriacrilato de tetrametilol, dimetacrilato de 1,9-nonanodiol y dimetacrilato de 1,10-decanodiol; ésteres alílicos de ácido carboxílico (como éster trialílico de ácido trimelítico, éster trialílico de ácido piromelítico y éster dialílico de ácido oxálico); ésteres alílicos de ácido cianúlico o ácido isocianúlico como cianurato de trialilo e isocianurato de trialilo; compuestos de maleimida como N-fenilmaleimida y N, N'-m-fenilenbismaleimida; compuestos que tienen al menos dos trienlaces como ácido ftálico dipropargilo y ácido maleico dipropargilo; y divinilbenceno. Estos monómeros reticulantes pueden usarse solos o en sus combinaciones.

Pueden usarse diferentes métodos para mezclar y extruir estructuras, especialmente cuando se usan agentes reticulantes distintos de DVB. Usar líquido de DVB como agente reticulante proporciona una reticulación más uniforme y controlada comparado con usar agentes reticulantes sólidos.

Agente soplador

En algunas realizaciones, un agente soplador químico (es decir, un agente formador de espuma) se alimenta a través de una embutidora 504 lateral a una extrusora 500 en un quinto segmento del tambor, entre 16D y 20D a lo largo de la longitud axial. En particular, el agente soplador químico se alimenta por encima por un alimentador por pérdida de peso gravimétrico.

La sección de plastificación de la extrusora 500 proporciona discos de amasado enérgico que crean cizallamiento dispersivo para fundir el polímero en las secciones del tambor dos y tres, y a su vez, crean una generación de calor de origen viscoso. Si los elementos de mezcla del tornillo se modifican para disminuir la generación de calor, puede ocurrir una fusión inadecuada de la resina para resinas de punto de fusión alto y viscosidad alta, además de crear condiciones de «mezcla deficiente» con respecto al agente soplador, como se muestra en la figura 13. Por lo tanto, no se prefiere añadir el agente soplador químico en la sección de alimentación (por ejemplo, primera sección del tambor).

Por otra parte, añadir el agente soplador químico demasiado lejos aguas abajo entre 24D y 32D (por ejemplo, los segmentos séptimo u octavo) no permite una mezcla distributiva apropiada del agente, dando como resultado grandes concentraciones o aglutinaciones que se manifestarán en defectos durante el procedimiento de formación de espuma. Por lo tanto, el embutido lateral del agente soplador químico se prefiere entre 16D y 26D, o más preferiblemente entre 16D y 20D para lograr «buena mezcla» y la incorporación apropiada en la masa fundida polimérica sin activación o descomposición prematura. Introducir el agente formador de espuma en estas zonas de la extrusora facilita la «buena mezcla» y la incorporación sin activación o descomposición prematura para evitar la «mezcla deficiente» mostrada en la figura 13.

Cualquier tipo de agente soplador químico puede usarse en el procedimiento de extrusión descrito en la presente memoria. Ejemplos de agentes sopladores químicos incluyen azocompuestos, compuestos de hidrazina, carbazidas, tetrazoles, nitrosocompuestos y carbonatos. Puede emplearse un agente soplador químico solo o en cualquier combinación. Otros ejemplos de agentes sopladores químicos incluyen azodicarbonamida (ADCA) exotérmica en polvo, sistema ácido-carbonato endotérmico, o sus combinaciones.

En algunas realizaciones, se usa azodicarbonamida (ADCA) como agente soplador químico. La descomposición térmica de la ADCA ocurre típicamente a temperaturas entre 190 °C y 230 °C. De acuerdo con esto, la temperatura de extrusión se mantiene a 190 °C o por debajo de 190 °C para evitar que la ADCA se descomponga térmicamente en la extrusora. El tamaño de partícula de la ADCA está normalmente entre 9 y 50 micrómetros dependiendo del grado.

La ADCA es un agente soplador preferido sobre los sistemas ácido-carbonato debido al mayor volumen de gas generado. Como resultado, se requiere menos agente soplador para la misma expansión comparado con un sistema ácido-carbonato endotérmico. En algunas realizaciones, un porcentaje de agente soplador usado está entre 1 y 30

partes por cien partes de resina (pcr) para la producción de espuma de polipropileno reticulada por irradiación. En algunas realizaciones, la cantidad de ADCA es del 3 % al 20 % en partes en peso de los ingredientes materiales.

Un límite de temperatura inferior para la extrusión es aquel del polímero con el punto de fusión más alto. Si la temperatura de extrusión cae por debajo de la temperatura de fusión del polímero con el punto de fusión más alto entonces aparecen «masas no fundidas» indeseables en el perfil laminado. En la formación de espuma, un perfil laminado extruido que se extruya por debajo de este límite de temperatura inferior presentará un espesor desigual, una estructura de celda no uniforme, bolsas de colapso de celdas y otros atributos indeseables.

Si la diferencia entre una temperatura de descomposición de un agente soplador que puede descomponerse térmicamente y un punto de fusión de un polímero con un punto de fusión más alto es grande, entonces puede usarse un catalizador para la descomposición del agente de soplado. Los catalizadores ejemplares incluyen, entre otros, óxido de cinc, óxido de magnesio, estearato de calcio, glicerina y urea.

Irradiación

En la etapa de irradiación se somete la estructura extruida a irradiación con radiación ionizante a una exposición determinada para reticular la composición, obteniéndose de ese modo una lámina reticulada.

La reticulación es un procedimiento de unión de cadenas poliméricas entre sí. La reticulación puede generarse usando diversas técnicas diferentes y puede formarse tanto de manera intermolecular, entre diferentes moléculas poliméricas, como de manera intramolecular entre porciones de una sola molécula polimérica. Dichas técnicas incluyen proporcionar monómeros reticulantes que se separen de una cadena polimérica y que proporcionen cadenas poliméricas que incorporen un monómero reticulante que contenga un grupo funcional que pueda formar una reticulación o activarse para formar una reticulación.

Se somete una estructura extruida a irradiación con radiación ionizante a una exposición determinada para reticular la composición, obteniéndose de ese modo una estructura excluida reticulada. La radiación ionizante produce una estructura extruida con un aspecto superficial excelente y celdas uniformes. Puede añadirse un monómero reticulante para promover la reticulación debido a que la radiación ionizante sola no puede producir un grado suficiente de reticulación en polipropileno(s), materiales a base de polipropileno, algunos polietilenos, y algunos materiales a base de polietileno.

Ejemplos de radiación ionizante incluyen, entre otros, rayos alfa, rayos beta, rayos gamma y haces electrónicos. Entre ellos, se usa preferiblemente un haz electrónico con energía uniforme para preparar estructuras extruidas irradiadas. El tiempo de exposición, la frecuencia de irradiación y el voltaje de aceleración en la irradiación con un haz electrónico pueden variar extensamente dependiendo del grado de reticulación y espesor deseados de la estructura extruida. Sin embargo, generalmente debe estar en el intervalo de aproximadamente 10 kGy a 500 kGy, y preferiblemente de aproximadamente 20 kGy a 300 kGy, y más preferiblemente de aproximadamente 20 kGy a 200 kGy.

Si la exposición a radiación es demasiado baja, entonces la estabilidad de la celda no se mantiene en la formación de espuma. Si la exposición es demasiado alta, la moldeabilidad de la lámina de espuma resultante puede ser escasa. La moldeabilidad, como se refiere en la presente memoria, es una propiedad deseable cuando la lámina de espuma se usa en aplicaciones de termoconformado. Los componentes poliméricos también se degradarán a partir de la escisión excesiva de cadenas poliméricas. También, puede suavizarse el perfil de la estructura extruida por liberación de calor exotérmica en la exposición a la radiación de un haz electrónico de manera que la estructura puede deformarse con una exposición excesiva.

La frecuencia de irradiación es preferiblemente no mayor que cuatro veces, más preferiblemente no mayor que dos veces, e incluso más preferiblemente solo una vez. Si la frecuencia de irradiación es mayor que aproximadamente 4 veces, entonces los componentes poliméricos pueden sufrir degradación de manera que en la formación de espuma, por ejemplo, no se crearán celdas uniformes en la composición de espuma resultante.

Cuando el espesor del perfil laminado es mayor que aproximadamente 4 mm, se prefiere la irradiación de cada superficie primaria del perfil con una radiación ionizada para hacer el grado de reticulación de la(s) superficie(s) primaria(s) y la capa interna más uniforme.

La irradiación con un haz electrónico proporciona una ventaja por que los perfiles laminados con varios espesores pueden reticularse con eficacia controlando el voltaje de aceleración de los electrones. El voltaje de aceleración está generalmente en el intervalo de aproximadamente 200 kV a 3000 kV, y preferiblemente de aproximadamente 400 kV a 1200 kV, y más preferiblemente de aproximadamente 600 kV a 1000 kV.

Si el voltaje de aceleración es menor que aproximadamente 200 kV, entonces la radiación no puede alcanzar la porción interna del perfil laminado. Como resultado, las celdas en la porción interna pueden ser gruesas y desiguales en la formación de espuma. Adicionalmente, un voltaje de aceleración que sea demasiado bajo para un perfil de espesor determinado ocasionará arqueamientos, dando como resultado «poros» o «túneles» en la lámina espumada. Por otra parte, los polímeros se pueden degradar y puede no lograrse la dosis apropiada como una función de la sección transversal, si el voltaje de aceleración es mayor que aproximadamente 1500 kV.

A pesar del tipo de radiación ionizante seleccionado, se efectúa reticulación de manera que se reticule la composición desde el 20 % al 75 % y más preferiblemente del 30 % al 60 %, cuando se mide mediante el «Toray gel fraction method» y se detalla en las secciones a continuación.

Formación de espuma

- 5 La formación de espuma puede efectuarse calentando la estructura reticulada con sal fundida, calentadores radiantes, hornos de aire caliente verticales, hornos de aire caliente horizontales, energía de microondas o cualquiera de sus combinaciones, para activar al agente formador de espuma (es decir, agente soplador químico) en la estructura extruida para expandir el polímero de la estructura. En algunas realizaciones, se puede llevar a cabo formación de espuma en un procedimiento de impregnación usando, por ejemplo, nitrógeno en un autoclave, seguido por formación libre de espuma vía sal fundida, calentadores radiantes, hornos de aire caliente verticales, hornos de aire caliente horizontales, energía de microondas o cualquiera de sus combinaciones.

- 10 En algunas realizaciones, se usa una combinación de sal fundida y calentadores radiantes para calentar un perfil laminado reticulado. En algunas realizaciones, el perfil laminado reticulado puede suavizarse con precalentamiento antes de la formación de espuma. El precalentamiento ayuda a estabilizar la expansión del material laminado en la formación de espuma.

- 15 La formación de espuma se efectúa calentando la estructura extruida reticulada a una temperatura mayor que la temperatura de descomposición del agente soplador que puede descomponerse térmicamente. Para el agente de soplador que puede descomponerse térmicamente, ADCA, la formación de espuma se efectúa en un procedimiento continuo a una temperatura de aproximadamente 200 °C a 260 °C o preferiblemente de aproximadamente 220 °C a 240 °C. Se prefiere un procedimiento de formación de espuma continuo sobre un procedimiento discontinuo para la producción de una lámina de espuma continua.

- 20 Las espumas producidas usando los métodos y los procedimientos descritos en la presente memoria pueden tener una sección o densidad general de aproximadamente 20 kg/m³ a 250 kg/m³, o preferiblemente de aproximadamente 30 kg/m³ a 125 kg/m³, cuando se mide mediante JIS K6767. La densidad de la sección puede controlarse mediante una cantidad de agente soplador y el espesor del perfil de estructura extruida. Si la densidad de la lámina es menor que aproximadamente 20 kg/m³, entonces no se forma espuma con la lámina de manera eficaz debido a una gran cantidad de agente soplador químico necesaria para alcanzar la densidad deseada. Por consiguiente, se hace cada vez más difícil controlar la expansión, controlar la densidad y el espesor de sección uniformes y evitar el colapso de celdas.

- 25 Las composiciones de espuma no se limitan a una densidad de sección de 250 kg/m³. También puede producirse una composición de espuma de 350 kg/m³, 450 kg/m³, o 550 kg/m³. Sin embargo, se prefiere una composición de espuma que tenga una densidad menor que 250 kg/m³ ya que densidades mayores son de coste prohibitivo cuando se compara con otros materiales que pueden usarse para las mismas aplicaciones.

- 30 Las composiciones de espuma analizadas en la presente memoria tienen celdas cerradas. Preferiblemente, al menos el 90 % de las celdas tienen paredes celulares sin dañar, más preferiblemente al menos el 95 %, incluso más preferiblemente más del 98 %. El tamaño de celda promedio es preferiblemente de 0.05 mm a 1.0 mm, y lo más preferiblemente de 0.1 mm a 0.7 mm. Si el tamaño de celda promedio es menor que 0.05 mm, entonces la densidad de la espuma es típicamente mayor que 250 kg/m³. Si el tamaño de celda promedio es mayor que 1 mm, la espuma tendrá una superficie desigual. También hay la posibilidad de que la composición de espuma se desgarre de manera indeseable si la población de celdas en la espuma no presenta un tamaño de celda promedio preferido donde la espuma se estira o se sometan porciones a un procedimiento secundario. En algunas realizaciones, el tamaño de celda en la composición de espuma puede tener una distribución bimodal representando una población de celdas en el núcleo de la composición de espuma que son relativamente redondas y una población de celdas en la piel, cerca de las superficies de la composición de espuma, que son relativamente planas, delgadas y/o alargadas.

- 35 En alguna realización, el espesor de la composición de espuma puede ser de aproximadamente 0.2 mm a 50 mm, preferiblemente de aproximadamente 0.4 mm a aproximadamente 40 mm, más preferiblemente de 0.6 mm a 30 mm, e incluso más preferiblemente de 0.8 mm a 20 mm. Si el espesor es menor que 0.2 mm, entonces la formación de espuma no es eficiente debido a una pérdida significativa de gas de las superficies primarias. Si el espesor es mayor que aproximadamente 50 mm, es cada vez más difícil controlar la expansión y producir una estructura con densidad y espesor de sección uniformes.

- 40 En algunas realizaciones, la estructura extruida puede someterse a procedimientos secundarios, incluidos entre otros, estampado, tratamiento corona o de plasma, dar aspereza superficial, alisado superficial, perforación o microperforación, empalme, troceado, rebajado, estratificación, unión, agujereado, y similares. Un espesor deseado de una estructura extruida, tal como una lámina, puede obtenerse por troceado, rebajado, o unión para producir un espesor de 0.1 mm a aproximadamente 100 mm.

La composición de espuma también puede contener otros aditivos compatibles. Los aditivos comunes incluyen, entre otros, peróxidos orgánicos, antioxidantes, lubricantes, estabilizadores térmicos, colorantes, retardantes de llama, agentes antiestáticos, agentes nucleantes, plastificantes, agentes antimicrobianos, antifúngicos, estabilizadores de la

luz, absorbedores de luz ultravioleta, agentes antibloqueo, cargas, desodorizantes, espesantes, estabilizadores de tamaño de celda, desactivadores de metales y sus combinaciones.

Mediciones

Las propiedades de los materiales descritas en la presente memoria se miden de acuerdo con lo siguiente.

- 5 La reticulación se mide usando «Toray gel fraction method». De acuerdo con este método, el disolvente tetralina disuelve el material no reticulado y el grado de reticulación se expresa como porcentaje en peso de material reticulado.

Un aparato usado para determinar el porcentaje de reticulación polimérica incluye una malla 100, diámetro del alambre de 0.1143 mm (0.0045 pulgadas); bolsas de acero inoxidable tipo 304; alambres y ganchos numerados; un aparato de baño de aceite termostático Miyamoto; una balanza analítica; una campana de humos; un quemador de gas; un
10 horno de alta temperatura; una pistola antiestática; y tres contenedores de acero inoxidable de boca ancha de 3.5 litros con tapas. Los reactivos y materiales usados para determinar un porcentaje de reticulación incluyen disolvente de alto peso molecular de tetralina, acetona, y aceite de silicona.

En particular, se mide y se registra el peso de la bolsa de malla de alambre vacía. Para cada muestra, se pesan aproximadamente 2 a 10 gramos \pm aproximadamente 5 miligramos de muestra y se transfieren a la bolsa de malla de
15 alambre. Se registra el peso de la bolsa de malla de alambre y la muestra, típicamente en forma de cortes de espuma. Cada bolsa se engancha al correspondiente alambre y gancho numerados. Cuando la temperatura del disolvente alcanza 130 °C, la combinación de bolsa y muestra se sumerge en el disolvente. Las muestras se agitan arriba y abajo aproximadamente 5 o 6 veces para liberar las burbujas de aire y humedecer totalmente las muestras. Se aplica un agitador a las muestras y se agitan durante tres horas para que el disolvente disuelva la espuma. Las muestras se
20 enfrían después en una campana de humos.

Las muestras se lavan agitando arriba y abajo aproximadamente 7 u 8 veces en un contenedor de acetona primaria. Las muestras se lavan una segunda vez en un segundo lavado con acetona. Las muestras lavadas se lavan una vez más en un tercer contenedor de acetona fresca. Las muestras después se colocan en una campana de humos durante aproximadamente 1 a aproximadamente 5 minutos para que se evapore la acetona. Las muestras después se secan
25 en un horno de secado durante aproximadamente 1 hora a 120 °C. Las muestras se enfrían durante un mínimo de aproximadamente 15 minutos. La bolsa de malla de alambre se pesa en una balanza analítica y se registra el peso.

La reticulación se calcula después usando la fórmula $100 \times (C-A)/(B-A)$, donde A = peso de la bolsa de malla de alambre vacía; B = peso de la bolsa de alambre + muestra de espuma antes de inmersión en tetralina; y C = peso de la bolsa de alambre + muestra disuelta después de la inversión en tetralina.

30 El valor del índice de flujo de fusión (IFF) para un polímero se define y se mide de acuerdo con ASTM D1238 a 230 °C para polipropilenos y materiales a base de polipropileno y a 190 °C para polietileno y materiales a base de polietileno usando un émbolo de 2.16 kg durante 10 minutos. El tiempo del ensayo puede reducirse para resinas de flujo de fusión relativamente alto.

El IFF proporciona una medida de las características del flujo de un polímero y es una indicación del peso molecular y la procesabilidad de un material polimérico. Si los valores de IFF son demasiado altos, lo que corresponde a una
35 viscosidad baja, la extrusión de acuerdo con la presente descripción no puede llevarse a cabo satisfactoriamente. Los problemas asociados con valores de IFF que son demasiado altos incluyen bajas presiones durante la extrusión, problemas fijando el perfil de espesor de la lámina, perfil de enfriamiento desigual debido a una viscosidad del fundido baja, y/o deficiente resistencia a la fusión y/o problemas con las máquinas. Los valores de IFF que son demasiado
40 bajos incluyen altas presiones durante el procedimiento de fusión, calandrado, problemas de calidad y del perfil de la lámina y temperaturas de extrusión mayores que ocasionan un riesgo de descomposición y activación del agente formador de espuma.

El valor del IFF es una buena medida para la formación de espuma debido a que refleja la viscosidad de un material y la viscosidad tiene un efecto sobre la formación de espuma. Lograr un valor del IFF particular hace una composición
45 de espuma eficaz. Un material de IFF menor puede mejorar las propiedades físicas debido a que la longitud de la cadena molecular es mayor, lo que crea más energía necesaria para que las cadenas fluyan cuando se aplica una tensión. Además, una cadena molecular más larga (PM) tiene más componentes que pueden cristalizar para proporcionar más resistencia a través de ligaduras intermoleculares. Sin embargo, un IFF que sea demasiado bajo ocasionará que la viscosidad llegue a ser demasiado alta.

50 Los polímeros con valores de IFF mayores tienen cadenas más cortas. Por consiguiente, un volumen de un material con valores de IFF mayores tienen más extremos de cadena en relación con los polímeros que tienen un IFF menor, que pueden rotar y crear un volumen libre debido al espacio necesario para dicha rotación. Por ejemplo, teniendo lugar la rotación por encima de la Tg o temperatura de transición vítrea del polímero. Esto aumenta el volumen libre y permite un fácil flujo bajo fuerzas de tensión. Para esta descripción, el IFF debería estar dentro de los intervalos descritos para
55 proporcionar un compromiso apropiado entre estas propiedades.

La distribución de tamaño de partícula se mide de acuerdo con ASTM D5644. En particular, el material se tamiza y las cantidades que se capturan en un tamaño de malla particular (por ejemplo, malla 10, 16, 30, 50, 80 y 100, y lo que se captura en un recipiente en el fondo) se indican como porcentajes.

- 5 La energía específica se define como la energía aplicada en kilovatios al material que se procesa mediante la extrusora 500, normalizada por kilogramo. Esencialmente, la energía específica es un indicador de cuánto trabajo se está aplicando durante la extrusión y la intensidad del procedimiento de extrusión. La energía aplicada y la energía específica se calculan como sigue:

$$\text{Energía específica} = \frac{\text{kW (aplicado)}}{\text{tasa alim. (kg/h)}}$$

$$\text{kW (aplicado)} = \frac{\text{kW (pot. motor)} \times (\% \text{ torque del máx. permitido}) \times \text{RPM (RPM funcionam. real)} \times 0.97 (\text{eficacia engranaje})}{\text{RPM máx. (capacidad extrusora)}}$$

- 10 Una densidad de una estructura extruida, tal como una lámina, se define y se mide usando la densidad de sección o la densidad general, en vez de la densidad del núcleo, de acuerdo con JIS K6767.

Ejemplos

Ejemplo 1

- 15 Se mezcla directamente una lámina extruida en una extrusora de doble tornillo de corrotación de L/D 44 : 1 usando la receta de materia prima mostrada en la tabla marcada como «Ejemplo 1: receta» a continuación, que se irradiará y se formará espuma para producir una espuma con una densidad de 67 kg/m³, un espesor de 2.5 mm, y un índice de reticulación del 40 %. Se alimentan polipropileno, polietileno, mezcla maestra antioxidante, y aditivo a la sección de alimentación (es decir, el primer segmento del tambor o la ubicación 0-4D) usando alimentadores por pérdida de peso con una tasa que es proporcional al tamaño de la extrusora que se está usando. Se alimenta la ADCA en una posición entre 16D y 20D usando una embutidora lateral y se inyecta DVB en el tambor en una posición entre 4D y 8D usando un inyector de tipo SLV operando a una presión de 3447 MPa (500 psig).

- 25 Las condiciones para mezclar y extruir la lámina en el ejemplo 1 se muestran en los parámetros de extrusión siguientes en la tabla marcada como «Ejemplo 1: parámetros de extrusión». Se usa un paquete de filtros 20/40 en este ejemplo, y la masa fundida se extruye a través de un orificio de abertura de la boquilla de 2.0 mm para producir una lámina compuesta con un espesor de 1400 mm. Las temperaturas de cada zona del tambor, los adaptadores de fusión, la bomba de engranajes y la boquilla también se indican en la tabla a continuación. La presión de entrada a la bomba de engranajes se fija para mantener una presión de 3.79 MPa (550 psi). La RPM de la extrusora se fija a un valor de 78 para lograr un número suficiente de divisiones de fusión y lograr una mezcla suficientemente dispersiva y distributiva para que no tengan lugar defectos durante la formación de espuma. Con estas condiciones de operación la temperatura de fusión de la resina durante la extrusión es aproximadamente 179.444 °C (355 °F) cuando se mide después del paquete de filtros y antes de la bomba de engranajes, y la carga en el mecanismo impulsor es el 52 %. La energía específica impartida a la mezcla polimérica en este ejemplo es 0.141 kW/(kg/h).

Ejemplo 1: Receta

Mat. prima	% de mezcla
Polipropileno: copolímero aleatorio en bolitas comercialmente disponible, p / IFF de 2.0 g/10 min (230 °C, 2.16 kg), temperatura de fusión entre 145 °C y 150 °C	34.2 %
Polietileno: bolita comercialmente disponible con secuencia de bloques controlada, p/IFF de 1.0 g/10 min (190 °C, 2.16 kg) con una temperatura de fusión entre 119 °C y 123 °C	51.3 %
Mezcla maestra antioxidante: resina portadora de LDPE que contiene el 14 % de mezcla antioxidante activa en peso compuesta por antioxidantes fenólicos y de tipo fosfito comercialmente disponibles básicos para extrusión de plástico. IFF entre (9-17) g/10 min (190 °C, 2.16 kg)	4.7 %
ADCA (azodicarbonamida), agente formador de espuma químico	6.2 %

ES 2 895 670 T3

DVB (divinilbenceno), pureza del 80 % comercialmente disponible	1.9 %
Aditivo: adyuvante técnico para reducir la acumulación durante extrusión compuesta en resina portadora de LDPE, ingredientes activos del 3.5 % de mezcla maestra, p/IFF de 5.0 g/10 min (190 °C, 2.16 kg).	1.7 %
Total	100.00 %

Ejemplo 1: Parámetros de extrusión

Paquete filtro (malla)		20/40
Abertura reborde boquilla inicial		2.0
	Unidad	Fijada
Espesor lámina, objetivo	µm	1400
	Unidad	Valor nominal
Zona alimentación	°C (°F)	-
Zona #1	°C (°F)	190 (375)
Zona #2	°C (°F)	196 (385)
Zona #3	°C (°F)	190 (375)
Zona #4	°C (°F)	177 (350)
Zona #5	°C (°F)	149 (300)
Zona #6	°C (°F)	135 (275)
Zona #7	°C (°F)	129 (265)
Zona #8	°C (°F)	121 (250)
Zona #9	°C (°F)	113 (235)
Zona #10	°C (°F)	113 (235)
Adaptadores	°C (°F)	163 (325)
GP (bomba de engranajes)	°C (°F)	174 (345)
Temperatura de boquilla	°C (°F)	179 (355)
RPM extrusora	rad/s (RPM)	8 (78)
Presión entrada GP objetivo	MPa (psi)	3.79 (550)

Ejemplo 2

- 5 Una lámina extruida se mezcla directamente en una extrusora de doble tornillo de corrotación de L/D 44 : 1 usando la receta de materia prima mostrada en la tabla marcada como «Ejemplo 2: receta» a continuación que se irradiará y se formará espuma para producir una espuma con una densidad de 50 kg/m³, un espesor de 2.0 mm, y un índice de reticulación del 40 %. Se alimentaron polipropileno, polietileno, mezcla maestra antioxidante, y aditivo a la sección de alimentación (primer segmento del tambor o la posición entre 0 y 4D) usando alimentadores por pérdida de peso con una tasa proporcional al tamaño de la extrusora que se está usando. La ADCA se alimenta en una posición entre 16D y 20D usando una embutidora lateral y se inyecta DVB en el tambor en una posición entre 4D y 8D usando un inyector de tipo SLV operando a una presión de 3447 MPa (500 psig).
- 10

Las condiciones para mezclar y extruir la lámina en el ejemplo 2 se muestran en los parámetros de extrusión siguientes, tabla marcada como «Ejemplo 2: parámetros de extrusión». Se usó un paquete de filtros 20/60 en este ejemplo y la masa fundida se extruyó a través de un orificio de abertura de la boquilla de 1.2 mm para producir una lámina compuesta con un espesor de 0.850 mm. Las temperaturas de cada zona del tambor, los adaptadores de fusión, la bomba de engranajes y la boquilla también están indicados en la tabla a continuación. La presión de entrada a la bomba de engranajes se fija para que se mantenga a una presión de 3.79 MPa (550 psig).

La RPM de la extrusora se fija a un valor de 98 para lograr una mezcla suficientemente dispersiva y distributiva para evitar defectos durante el procedimiento de formación de espuma. La resina de PP de temperatura de fusión mayor comparado con el ejemplo 1 requiere más velocidad de tornillo para lograr una mezcla y fusión apropiadas de la resina, de otro modo quedarían masas no fundidas en la lámina compuesta. En estas condiciones de operación la temperatura de fusión de la resina durante la extrusión es de aproximadamente 185 °C (365 °F) cuando se mide después del paquete de filtros y antes de la bomba de engranajes y la carga en el mecanismo impulsor es el 47 %. La energía específica impartida a la mezcla polimérica en este ejemplo es 0.150 kW/(kg/h), que es mayor que en el ejemplo 1.

Ejemplo 2: Receta

Mat. prima	% de mezcla
Polipropileno: «minihomopolímero aleatorio» en bolitas comercialmente disponible, p/IFF de 3.5 g/10 min (230 °C, 2.16 kg), temperatura de fusión entre 155 °C y 158 °C	48.7 %
Polietileno: LLDPE en bolitas comercialmente disponible, p/IFF de 6.8 g/10 min (190 °C, 2.16 kg) con una temperatura de fusión entre 120 °C y 124 °C	32.5 %
Mezcla maestra antioxidante: resina portadora de LDPE que contiene el 14 % de mezcla antioxidante activa en peso compuesta por antioxidantes fenólicos y de tipo fosfito comercialmente disponibles básicos para extrusión de plástico. IFF (9-17) g/10 min (190 °C, 2.16 kg)	4.3 %
ADCA (azodicarbonamida), agente formador de espuma químico	9.6 %
DVB (divinilbenceno), pureza del 80 % comercialmente disponible	2.5 %
Aditivo: adyuvante técnico para reducir la acumulación durante extrusión compuesta en resina portadora de LDPE, ingredientes activos 3.5 % de mezcla maestra, p/IFF de 5.0 g/10 min (190 °C, 2.16 kg).	2.4 %
Total	100.00 %

Ejemplo 2: Parámetros de extrusión

Paquete filtro (malla)		20/60
Abertura reborde boquilla inicial		1.2
	Unidad	Fijada
Espesor lámina, objetivo	µm	850
	Unidad	Valor nominal
Zona alimentación	°C (°F)	-
Zona #1	°C (°F)	185 (365)
Zona #2	°C (°F)	199 (390)
Zona #3	°C (°F)	199 (390)
Zona #4	°C (°F)	182 (360)
Zona #5	°C (°F)	149 (300)
Zona #6	°C (°F)	149 (300)

Zona #7	°C (°F)	140 (285)
Zona #8	°C (°F)	135 (275)
Zona #9	°C (°F)	127 (260)
Zona #10	°C (°F)	127 (260)
Adaptadores	°C (°F)	163 (325)
GP (bomba de engranajes)	°C (°F)	178 (350)
Temperatura de boquilla	°C (°F)	179 (355)
RPM extrusora	rad/s (RPM)	10 (98)
Presión entrada GP objetivo	MPa (psi)	3.79 (550)

Otras aplicaciones

5 Las composiciones de espuma descritas en la presente memoria pueden usarse para diversas aplicaciones adicionales. Puede usarse una composición de espuma suave y flexible como cinta o junta para sellar ventanas de doble panel, dispositivos electrónicos portátiles y electrodomésticos. Puede termoconformarse una espuma firme y rígida para aplicaciones tales como conductos de aire de automóviles.

10 En algunas realizaciones, las composiciones de espuma pueden combinarse con diferentes capas tales como, por ejemplo, una película y/o capa de hoja fina. La espuma puede laminarse en uno lado o en los dos lados con estos materiales y puede comprender múltiples capas. Las capas pueden unirse mediante enlaces químicos, medios mecánicos, cargas electromagnéticas, atracciones hidrófobas o hidrófilas, o sus combinaciones. La composición de espuma y la composición de material laminar pueden usarse para partes interiores de automóviles tales como paneles de puertas, reposabrazos, consolas centrales, asientos y similares.

15 En algunas realizaciones, las composiciones de espuma también pueden usarse en mobiliario, tabiques divisorios, cubiertas, suelos y similares. Pueden usarse adhesivos sensibles a la presión como polímeros acrílicos, poliuretanos, elastómeros termoplásticos, copolímeros de bloque, poliolefinas, siliconas, adhesivos a base de caucho, copolímeros de hexilacrilato de etilo y ácido acrílico, copolímeros de acrilato de isooctilo y ácido acrílico, mezclas de adhesivos acrílicos, adhesivos a base de caucho, y sus combinaciones. Una capa de espuma actúa como sellante y amortiguador que proporciona una superficie uniforme.

20 La descripción anterior incluye varios intervalos numéricos en el texto y en las figuras. Los intervalos numéricos soportan cualquier intervalo o valor dentro de los intervalos numéricos descritos incluso aunque no esté establecida textualmente una limitación de intervalo precisa en la memoria descriptiva debido a que las realizaciones de la invención pueden practicarse en todos los intervalos numéricos descritos.

25 El término «consiste esencialmente en» significa que la composición consiste casi exclusivamente en los componentes especificados excepto que también puedan estar presentes las sustancias componentes no especificadas adicionales que no afecten materialmente a las características básicas y novedosas de esta invención. Por ejemplo, la mezcla preparada puede incluir estabilizantes, colorantes, antioxidantes y otros aditivos como se requiera en tales cantidades que no menoscaben la realización inherente de la misma.

La descripción anterior se presenta para permitir a un experto en la técnica hacer y usar la invención y se proporciona en el contexto de una aplicación particular y sus requerimientos.

30

REIVINDICACIONES

1. Un método para fabricar una estructura extruida que comprende:
 - introducir resina en el alimentador (402, 502) de una extrusora (400, 500);
 - inyectar un agente reticulante líquido en la extrusora usando un inyector (404) en un punto aguas abajo del alimentador entre 4 y 8 diámetros de tornillo de la longitud axial de la extrusora;
 - introducir un agente soplador químico en la extrusora en un punto aguas abajo del punto donde se inyecta el agente reticulante líquido en la extrusora; y
 - extruir una estructura de la extrusora.
2. El método de la reivindicación 1, que comprende además irradiar la estructura extruida para producir una estructura excluida reticulada; que comprende además formar espuma de la estructura extruida reticulada para producir una estructura de espuma; en donde preferiblemente la espuma tiene una densidad de 20 kg/m^3 a 250 kg/m^3 , en donde preferiblemente la formación de espuma incluye precalentar la estructura extruida reticulada, en donde preferiblemente la formación de espuma incluye usar un baño de sal como fuente de calor para activar el agente soplador químico en la estructura extruida reticulada.
3. El método de la reivindicación 1, en donde la formación de espuma incluye usar al menos uno de los siguientes: un calentador radiante, un horno de aire caliente, o energía de microondas como fuente de calor para activar al agente soplador químico en la estructura extruida reticulada.
4. El método de la reivindicación 1, en donde el agente soplador químico se introduce en la extrusora a través de una embudidora (504) lateral aguas abajo de un punto donde se inyecta el agente reticulante líquido en la extrusora.
5. El método de la reivindicación 1, en donde la resina introducida en el alimentador tiene forma no de polvo, en donde preferiblemente la resina se conforma como bolitas, gránulos, pequeños fragmentos, escamas, perlas, cilindros o tubos, en donde se prefiere, además, que la resina comprenda un polímero a base de polipropileno que comprenda MAH-g-polipropileno, polipropileno modificado al impacto, copolímero de polipropileno y etileno, copolímero de MAH-g-polipropileno y etileno, polipropileno de metaloceno, copolímero de polipropileno de metaloceno y etileno, copolímero de bloque de polipropileno de metaloceno y olefina con secuencia de bloques controlada, plastómero poliolefínico a base de polipropileno, elastoplastómero poliolefínico a base de polipropileno, elastómero poliolefínico a base de polipropileno, mezcla poliolefínica termoplástica a base de polipropileno y mezcla elastomérica termoplástica a base de polipropileno.
6. El método de la reivindicación 1, en donde la estructura extruida tiene un perfil laminado y es al menos una de una película, una banda o una lámina.
7. El método de la reivindicación 1, en donde la extrusión se efectúa con una extrusora de doble tornillo de corrotación.
8. El método de la reivindicación 7, en donde la extrusora tiene una relación longitud a diámetro de tornillo de 36 : 1 a 52 : 1.
9. El método de la reivindicación 7, en donde la extrusora tiene una longitud mayor que 20 diámetros de tornillo, en donde preferiblemente el alimentador está situado dentro de 4 diámetros de tornillo iniciales y el agente soplador se introduce en la extrusora en una posición entre 16 y 20 diámetros de tornillo.
10. El método de la reivindicación 8, en donde cada tornillo doble tiene un diámetro de 60 mm a 100 mm.
11. El método de la reivindicación 1, en donde la temperatura dentro de la extrusora se mantiene a un valor al menos 10°C por debajo de la temperatura de iniciación de la descomposición térmica del agente soplador químico.
12. El método de la reivindicación 1, en donde la estructura extruida tiene dominios formados por el agente soplador químico, teniendo cada uno de dichos dominios un tamaño de radio menor que $16 \mu\text{m}$.
13. El método de la reivindicación 1, en donde el agente reticulante líquido es divinilbenceno y/o en donde el agente soplador químico es azodicarbonamida.
14. El método de la reivindicación 1, en donde la estructura extruida comprende del 30 % al 80 % de polipropileno y/o en donde la composición reticulada comprende un grado de reticulación del 20 % al 75 %.
15. Una estructura extruida obtenible por un método que comprende:
 - introducir resina en el alimentador (402, 502) de una extrusora;
 - inyectar un agente reticulante líquido en la extrusora usando un inyector (404) en un punto aguas abajo del alimentador que se encuentra situado entre 4 y 8 diámetros de tornillo de una longitud axial de la extrusora;

introducir un agente soplador químico en la extrusora en un punto aguas abajo del punto donde se inyecta el agente reticulante líquido en la extrusora; y

extruir una estructura de la extrusora, en donde la estructura extruida tiene dominios formados por el agente soplador químico, teniendo cada uno de dichos dominios un tamaño de radio menor que 16 μm .

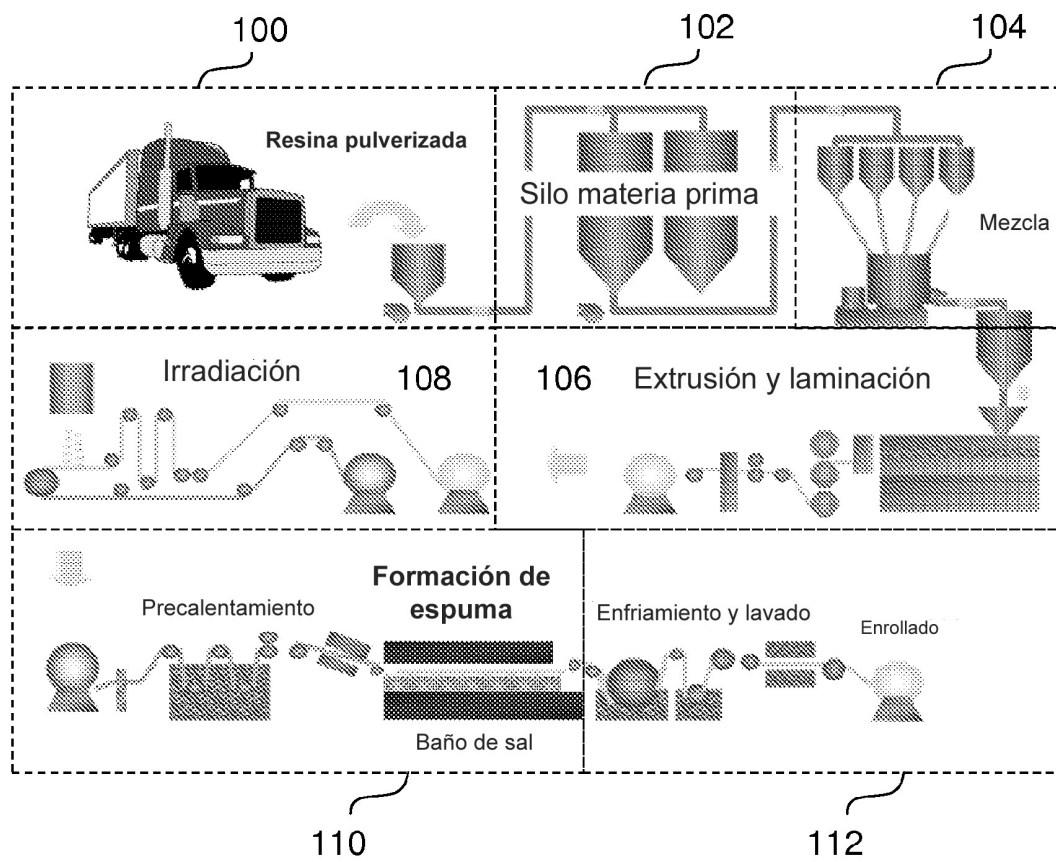


FIG. 1

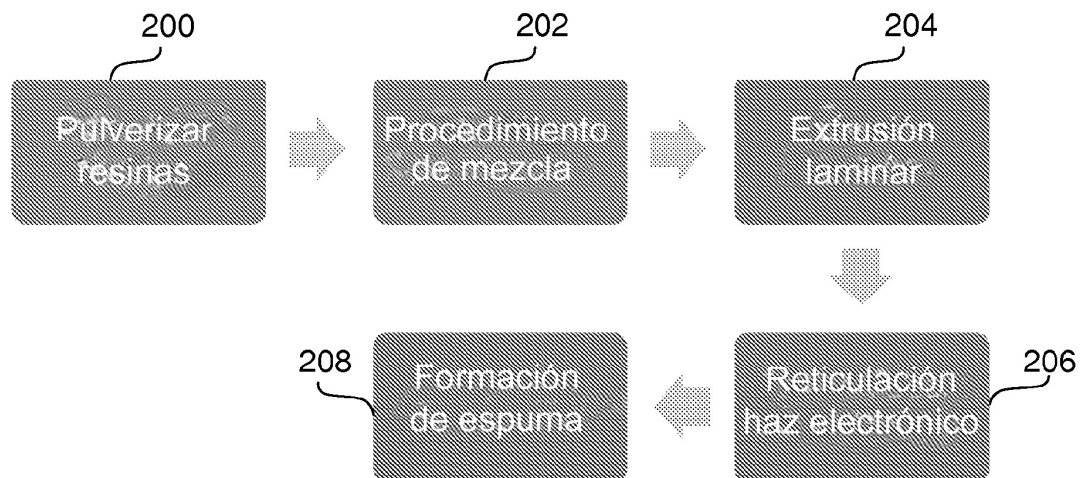


FIG. 2

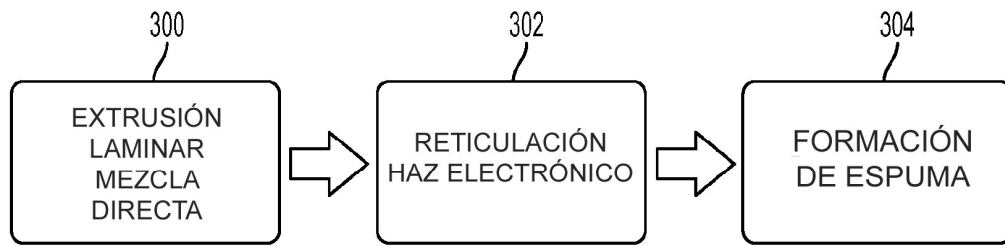


FIG. 3

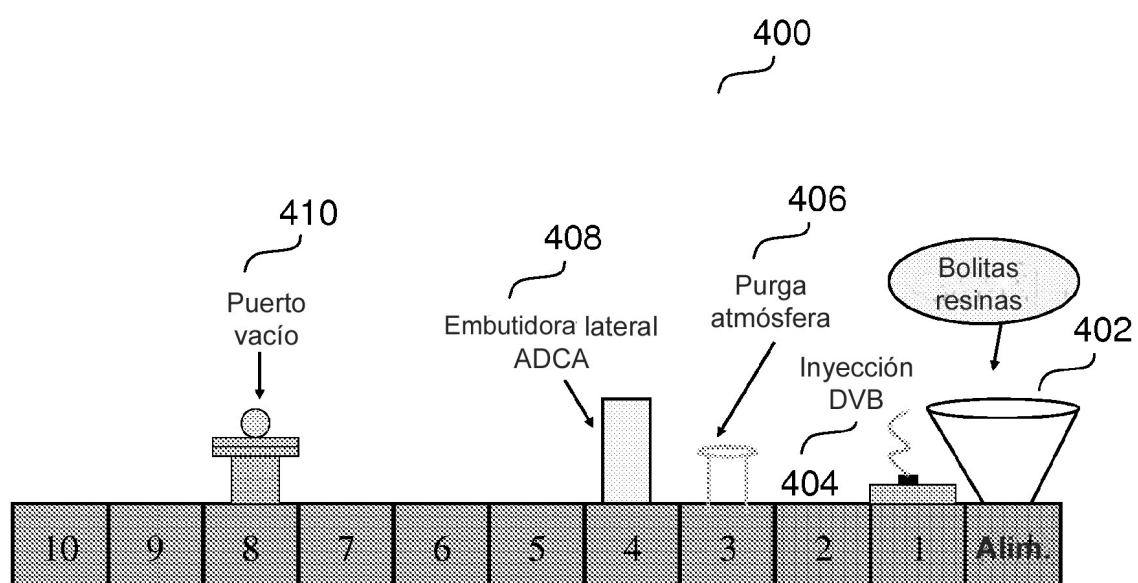


FIG. 4

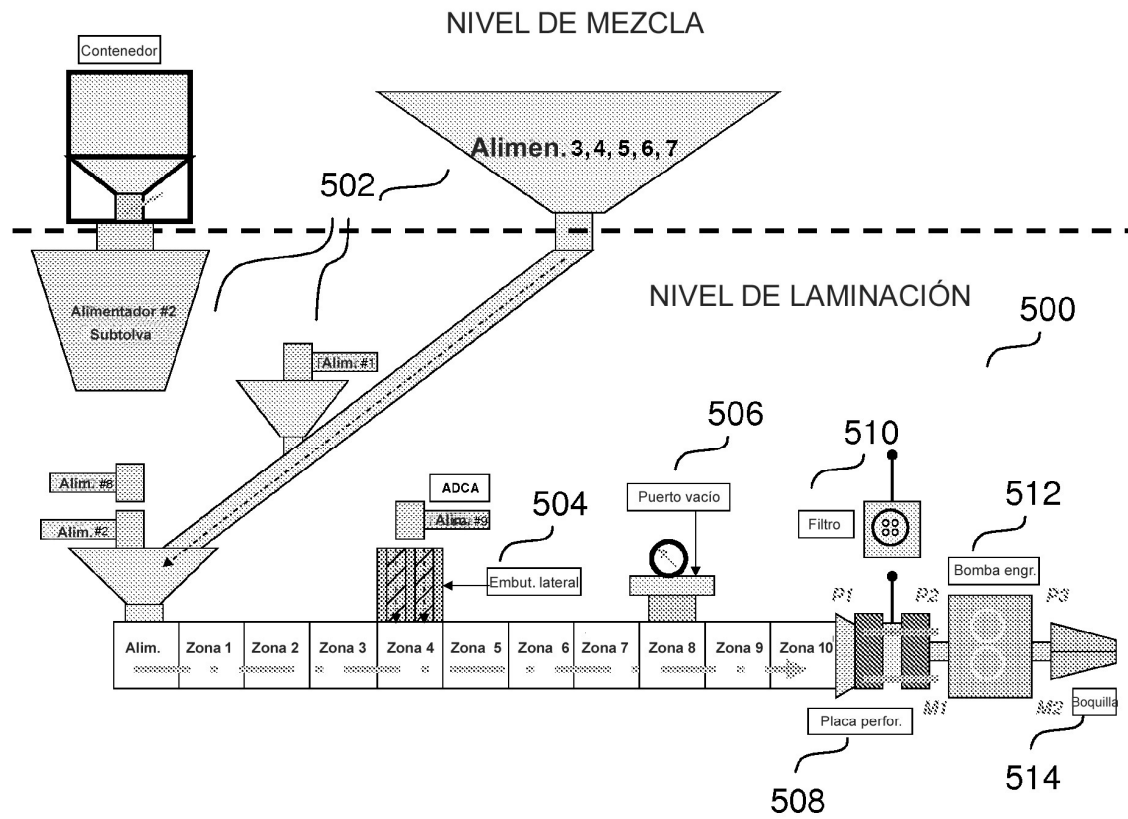


FIG. 5

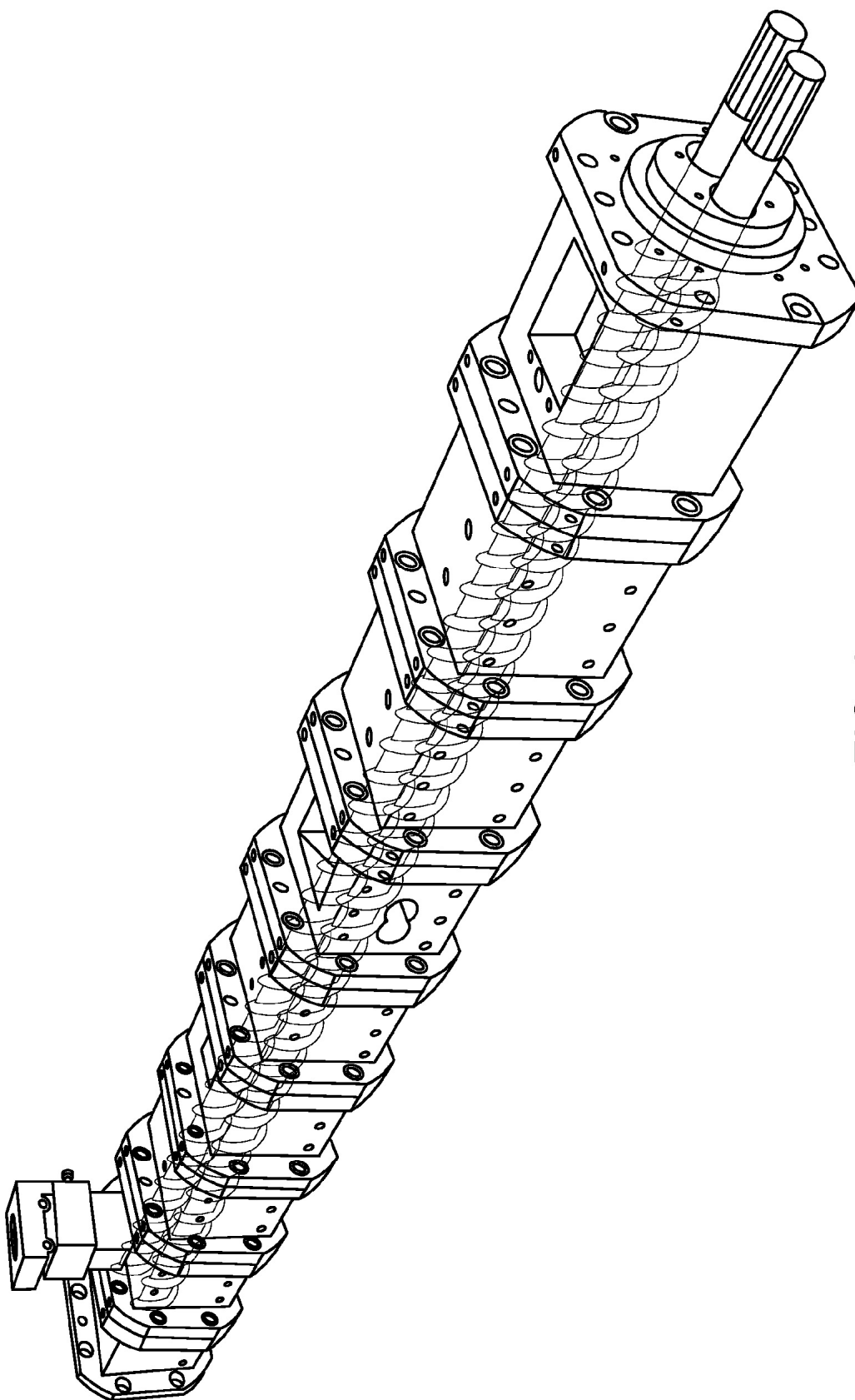


FIG. 6

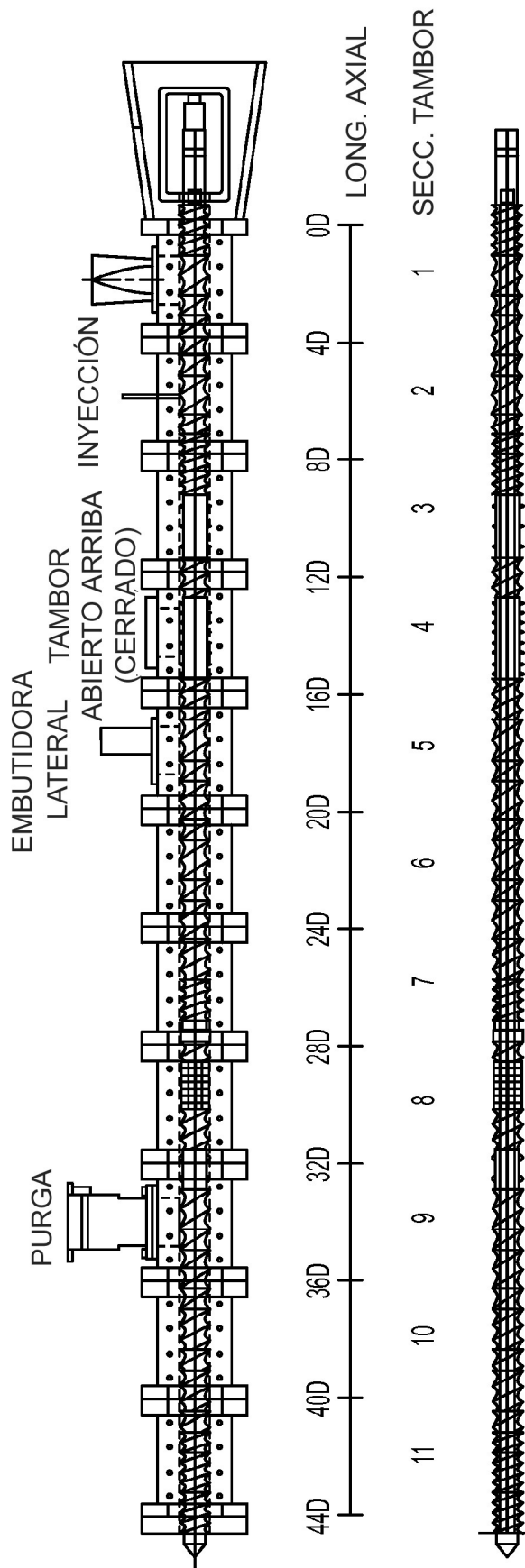
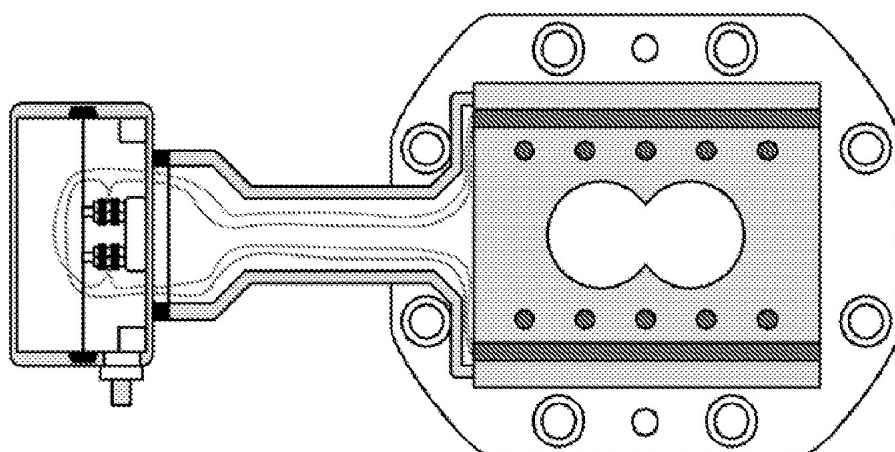


FIG. 7

Control temperatura sección tambor



- Calentadores cartucho interno para calentamiento eléctrico
- Orificios de enfriamiento longitudinales para enfriamiento del líquido

FIG. 8

Control temperatura sección tambor

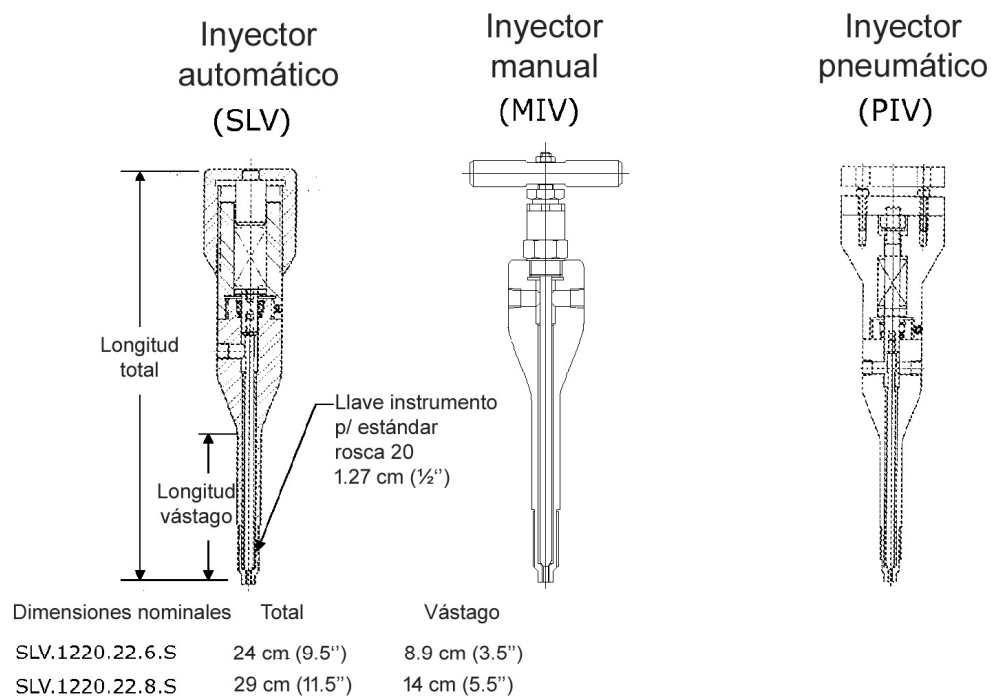


FIG. 9

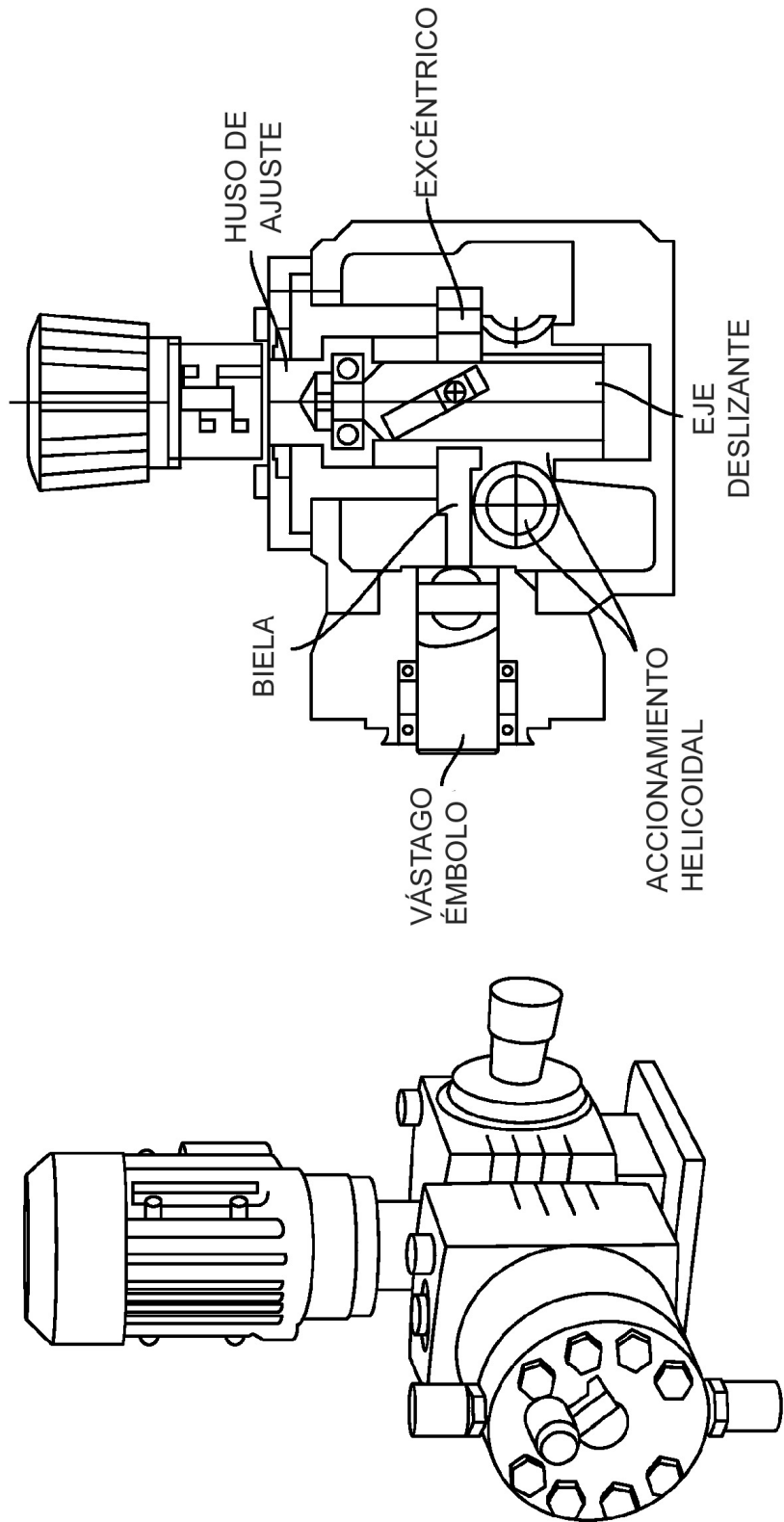


FIG. 10

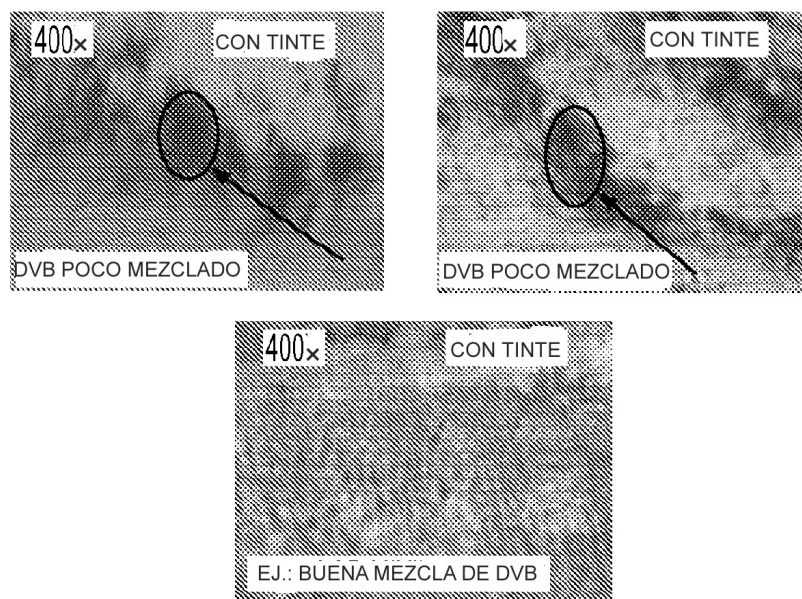


FIG. 11

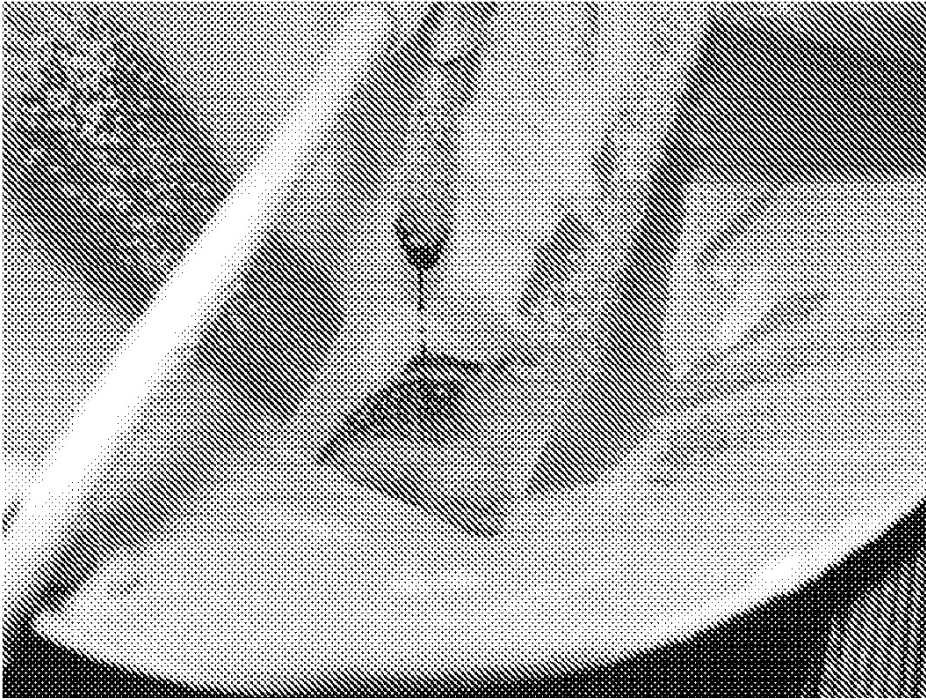


FIG. 12

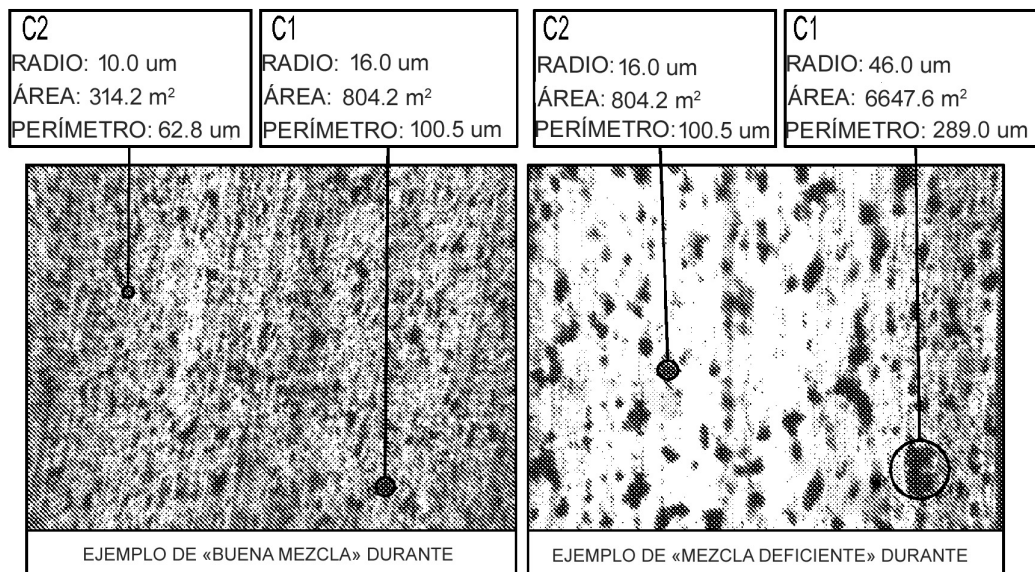


FIG. 13